

論 文

融体の粘度および化学反応等に伴う信号偏差
同時迅速測定用振動片粘度計の試作森田善一郎*・飯田 孝道*・川本 正幸*²・毛利 晃*³

A Study on an Oscillating-plate Viscometer for Instantaneous and Simultaneous Measurements of the Viscosity of Melts and the Noise with their Chemical Reactions

Zen-ichirō MORITA, Takamichi IIDA, Masayuki KAWAMOTO and Akira MŌRI

Synopsis:

In order to understand various phenomena in the metallurgical processes, a new oscillating-plate viscometer using a non-contact electro-optical system connected with a signal separator has been made on an experimental basis.

The apparatus allows us not only to give instantaneous and continuous indications of the product of density and viscosity ($\rho\mu$) of a liquid being in a state of unsteady flow with fair accuracy, but also to make simultaneous measurements of $\rho\mu$ and noise during chemical reaction.

It is expected that the data obtained experimentally on the changes in viscosity and noise with slag/metal reactions may provide us any useful information about a degree of chemical reactions and dynamical behaviour of the reaction products.

1. 緒 言

冶金プロセスでは金属およびスラグなどの融体を取り扱うことが多いが、取り扱う過程においてそれらの状態は時々刻々と変化し、融体は複雑な挙動を示す。したがって冶金プロセスにおける諸操作を合理的に行うには、融体の状態変化を迅速かつ正確に把握してその挙動を知り、更にはそれを制御することが重要である。しかしながら従来の測定方法では、瞬時に複雑な変化を示す高温融体の挙動を逐次追跡することは原理上・技術上困難である。一方、実際操業で対象とするような多相・多元系から成る融体の不可逆現象を理論的に解明することは、現在のところ不可能であり、またそのような現象の理論的な解明に関する今後の予測も立て難い。

以上のような背景のもとに本研究では、まず実験的な面から、高温融体の粘度ならびに状態変化を、瞬間的・連続的に知る方法について検討を加え、新しい計測装置を試作した。

2. 溶融体製錬・加工の分野における新計測装置開発の必要性和新装置開発の着眼点

金属の融体製錬過程あるいは凝固過程においては、融

体の温度や組成は変化し、また一般に融体は不規則に流動しており、特に製錬反応の場合にはガスの発生やフォームリング (foaming) などに起因する融体の複雑な流動も稀ではないと考えられる。このような高温融体の種々の変化を瞬時に測定することは、金属製錬の分野における従来の反応速度論的測定方法すなわち試料を採取し化学分析により所定成分の濃度変化を求める方法では不十分であり、また熱力学的測定方法も有効とは言えず、新しい測定方法の開発が望まれる。

著者らは、上述のような融体の変化を、融体の物性値の変化と融体の状態変化 (たとえば介在物などの浮上・分離) とに分けて考え、それらを同時に測定する方法について検討した。製錬反応などに伴って変化する物性値としては、密度、表面張力、電気伝導度、粘度などが考えられるが、それらの中で著者らは非平衡状態すなわち流動状態にある流体に対して定義された物理量であり、かつ温度、組成 (濃度)、構造などの変化を敏感に反映する粘度に着目した。

さて融体の粘度を測定する方法はいくつかあるが、物性値としての粘度を瞬間的かつ連続的に求め、同時に製錬反応などに伴う融体の不規則な流動、換言すれば不規則な外力に関する情報を得ることを目的とした測定装置

昭和 58 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 58 年 11 月 11 日受付 (Received Nov. 11, 1983)

* 大阪大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, Osaka University, 2-1 Yamadaoka Suita 565)

*² 大阪大学大学院 (Graduate School, Osaka University)

*³ 大阪大学工学部 (現: (株)福井村田製作所) (Faculty of Engineering, Osaka University, Now Fukui Murata Manufacturing Co., Ltd.)

としては、次に述べるような特徴を有する振動片粘度計が最適と考えられる。そこで、同粘度計について種々の検討を加え、振動片粘度計から得られる振動の信号から物性値としての粘度を表す共振周波数の信号と化学反応などに伴う不規則な外力（以下、外乱と呼ぶ。また、外乱を表す信号を信号偏差と呼ぶ。）を表す信号とを分離する装置を考案した。

3. 振動片粘度計の測定原理と特徴¹⁾

3.1 測定原理

液体中に薄い平板を入れて正弦的に振動させると、その薄い平板（以下、これを振動片とよぶ）は液体の粘性抵抗を受ける。いま、振動片を一定の駆動力の下で振動させておくと、振動片の振動の振幅は液体の粘度に応じて変化するので、その振動の振幅を測定することによって、液体の粘度を求めることができる。振動片粘度計は、このような原理に基づいた粘度測定装置であり、振動片を共振周波数で振動させた場合、液体の密度と粘度の積 ($\rho\mu$) が次式で与えられる。

$$\rho\mu = K \left(\frac{E_a}{E} - 1 \right)^2 \dots\dots\dots (1)$$

ここで

$$K = \frac{R_M^2}{\pi f_a A^2}$$

ρ : 試料液体の密度, μ : 試料液体の粘度, E_a : 空気中での振動の振幅, E : 試料液体中での振動の振幅, R_M : 粘度計固有の機械的インピーダンスの抵抗分, f_a : 空気中の共振周波数, A : 振動片の両面の面積。

なお、(1)式における $\{(E_a/E) - 1\}^2$ を A なる記号で表し、これを減衰因子 (damping factor) と呼ぶ。

振動系の構造、材質および寸法が決まれば、(1)式の K は一定値すなわち装置定数となる。そこで粘度および密度が既知の試料 (粘度標準液) を用いて、あらかじめ K の値を決定しておけば、空気中での振幅 E_a と試料液体中での振幅 E を測定することによって、試料液体の $\rho\mu$ の値を知ることができるので、密度が与えられていると試料液体の粘度を求めることができる。ただし (1) 式が成り立つのは、(i) 試料がニュートン流体であること、(ii) 振動片の振動によって乱流を生じないこと、(iii) 振動片の表面と液体との間にすべりが無いこと、(iv) 振動片の大きさが、振動によって生じる波の波長に比べて十分大きく、振動片の端の影響が無視でき、更に波が平面波とみなせること、(v) 試料の容器が大きく、壁による反射波の影響が無視できること、(vi) 空気中の共振周波数と試料液体中の共振周波数が同一とみなせる

こと、などの条件が満たされている場合である。

3.2 振動片粘度計の特徴

振動片粘度計には、次のような特徴がある。

- (1) 装置定数をあらかじめ決定しておけば、試料液体中で振動片を振動させるだけで粘度と密度の積を求めることができる。すなわち、測定操作が簡単である。
- (2) 測定に要する時間が極めて短く、瞬時に測定値を求めることができる。
- (3) 連続的に粘度 (粘度変化) を求めることができ、また遠隔測定や自動記録もできる。
- (4) 振動片の形状が単純なので、その作製が容易であり、試料の種類などに応じて材料を選択することができる。
- (5) $5 \times 10^{-3} \sim 10^2 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ 程度の広い粘度範囲の測定ができる。
- (6) 流動している液体の場合でも、粘度測定を行うことができる。
- (7) 試料液体中に直接温度計 (熱電対) などを挿入できる。
- (8) 粘度の絶対値を精度よく測定するのには不向きである。

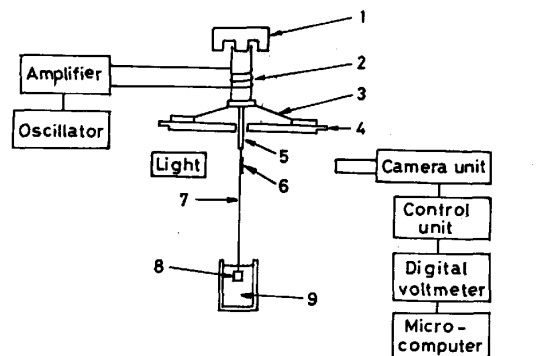
4. 試作した振動片粘度測定装置

著者らの試作した振動片粘度計からなる粘度測定装置の概略を、Fig. 1 に示す。粘度測定装置は、振動駆動装置、振動片、振幅測定装置、マイクロコンピュータから構成されている。

4.1 振動駆動装置

振動駆動装置は、正弦波発振器、増幅器からなる電氣的駆動部分と、磁石、駆動コイル、ダンパー (damper) からなる機械的駆動部分に大別できる。

本振動片粘度計は、振動片に一定の駆動力を与えて振



1 Magnet, 2 Moving coil, 3 Damper, 4 Water jacket
5 Connecting rod, 6 Target, 7 Stem, 8 Oscillating-plate
9 Liquid sample
Fig. 1. Schematic diagram of an oscillating-plate viscometer.

動させる方式のものであり、その振動機構は次のとおりである。すなわち正弦波発振器で発振された正弦波が増幅器で増幅され、ダンパーで支えられている駆動コイルに送られる。その際、駆動コイルは正弦的に振動し、その運動が接続棒を通して、そのまま振動片に伝達されるようになっている。

4.2 振動片

振動片の形状は、平板状の正方形で、一片の長さ 25~30 mm、厚さ 0.3~0.8 mm である。振動片の材質としては、試料液体の種類や測定温度に応じて、ステンレス、白金、アルミナ、シリコンカーバイド、ジルコニアを採用している。

4.3 振幅測定装置 (変位計)

振動片粘度計の測定精度は、振動駆動装置の安定性と振幅測定装置の精度によつて決定される。一般に、振動片粘度計の精度は $\pm 3\sim 5\%$ 程度であり、細管粘度計などの他の粘度計と比べて精度が劣るとされているが¹⁾、その主な原因は振幅測定装置にあると考えられる。高温融体用の振動片粘度計に使用する振幅測定装置に必要な条件あるいは望ましい条件として次のことが考えられる。

(1) 振動片粘度計は、液体中で振動する振動片の振幅が液体の粘性抵抗の大きさに応じて減衰することを利用して粘度測定を行うものであるから、液体の粘性抵抗以外の抵抗による振幅の減衰を極力除去する必要がある。したがって高精度な値を求めるには、振動子に接触させずに、すなわち非接触法によつて振幅測定を行う。

(2) 測定感度を高めるために装置定数 K の値を小さくする。そのための一方法として、機械的インピーダンスの抵抗分の値 R_M を小さくすることが考えられるが、 R_M を小さくした場合は振動子の軽量化を計る必要がある。

(3) 連続的に粘度変化を測定するために、振動の振幅値を電気信号で表す。

(4) 十分な周波数応答性を有し、リアルタイムで測定する。

(5) 周囲の温度変化による影響を受けにくいものであること。または、温度が変化しない位置からの遠隔測定が可能であること。

(6) 分解能が良いこと。振動片粘度計の場合は、粘度の時間変化の測定を目的として使用することが多いので、分解能は重要である。

前述のような振幅測定装置に必要な諸条件を考慮して、種々の変位計の中から、非接触法で検出した振動の

振幅値を電気的信号で表すことが可能であり、また数 μm の分解能を有する、渦流式振幅測定装置、差動トランス式振幅測定装置および光学式振幅測定装置の特徴について比較検討した²⁾。その結果、これらの振幅測定装置はどれも室温近傍の温度における粘度測定に対しては使用可能であるが、高温融体を測定の対象とした場合は、遠隔測定の可能な光学式振幅測定装置が最も優れていると考えられるので、本研究においては振動片の振幅測定に光学式振幅測定装置を採用した。なお本研究で採用した光学式振幅測定装置は、ライトサーボ (light servo) 機構を有するものであり、光量の変化が無視できるので、振動の振幅測定に対する化学反応等に伴うフューム (fume) などの影響を考慮する必要がない。

さて、多種多様の粘度計があるが、それぞれの粘度計に適した粘度測定範囲があり、振動片粘度計の場合は数 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ 程度以下の低粘度液体の測定は極めて困難であるといわれている。しかし、光学式振幅測定装置を用いることによつて振幅測定の精度・感度が著しく向上したので、かなり低粘度の液体の場合でも粘度測定が可能と考えられる。そこで、この問題すなわち本粘度測定装置による粘度測定の下限について検討してみよう。本研究ではイメージディセクタ (image dissector) 方式の光学式振幅測定装置を使用しており、分解能が $1\sim 5\ \mu\text{m}$ であるから、本振幅測定装置の測定の限界は、減衰因子 A を対数で表すと、 $\log A = -5$ となる (E_a が約 $1.5\ \text{mm}$)。また、著者らは現在、装置定数 K の値が $K_1 = 10^6$, $K_2 = 10^4$ になるような 2 種類の駆動装置を使用しており、それぞれを対数で表すと、 $\log K_1 = 6$, $\log K_2 = 4$ となる。したがって、(1) 式の関係から明らかのように、 $\rho\mu$ 値の測定の下限は、装置定数 K_1 , K_2 の場合において、それぞれ $10\ \text{kg}^2\text{m}^{-4}\text{s}^{-1}$, $0.1\ \text{kg}^2\text{m}^{-4}\text{s}^{-1}$ 程度であることがわかる。しかしながら、振動振幅を測定する電圧計の精度、振動駆動部分の安定性などを考えると、粘度の絶対値を問題にする際には、装置定数 K_1 , K_2 の振動片粘度計の場合で、 $\rho\mu$ 値の測定の下限は実験的な検討などから、それぞれ $50\ \text{kg}^2\text{m}^{-4}\text{s}^{-1}$, $0.5\ \text{kg}^2\text{m}^{-4}\text{s}^{-1}$ 、程度と考えられる。

4.4 マイクロコンピュータ

振動片粘度計によつて、液体の粘度を瞬間的かつ連続的に測定することができるが、そのような特徴を生かすためには、振幅測定装置から得られる振幅の値を直ちに粘度に変換し自動記録しなければならない。本粘度測定装置では、マイクロコンピュータを用いて、瞬時に粘度を表示し自動記録している。

5. 試作した振動片粘度計による 2・3 の融体の粘度測定

5.1 装置定数の決定

機械的インピーダンスの抵抗分 R_M , 振動片のすべりの影響などを理論的に評価することは困難なので, 振動片粘度計の装置定数を実験的に決定しなければならない. 本研究においては, 粘度標準液 (JS 2.5, JS 10, JS 20, JS 50, JS 100) およびグリセリン水溶液を用いて装置定数を決定し次のような実験式を得た.

$$\rho\mu = 10^{3.74} \left(\frac{E_a}{E} - 1 \right)^{1.80} \dots\dots\dots (2)$$

(1)式によると, 密度×粘度 ($\rho\mu$) と減衰因子 (A) との間には比例関係が成り立たなくてはならないが, 実際の測定装置・測定においては, 先に述べた(1)式の成立条件が十分に満たされておらず, $\rho\mu$ と A との間には一般に比例関係が成立しない. 粘度値を精度よく求めるためには, (1)式と(2)式すなわち理論式と実験式との相違を詳細に検討する必要があると考えられるが, 粘度変化の測定を目的とする場合は実験式を用いてもさして問題はないものと考えられる†.

5.2 低粘度融体の粘度迅速測定

本研究で試作した振動片粘度測定装置を用いて, H_2O (蒸留水) および Na_2CO_3 -50 mol% Li_2CO_3 の粘度測定を行った.

(1) H_2O (蒸留水) の粘度測定

H_2O の粘度測定結果を, JIS Z8803 の値とともに Fig. 2 に示す. JIS に採用されている値と本測定値との相違は, 最大で約 10% である. このような結果は, 高粘度液体の場合と比べて精度においては劣るが, 粘度の温度変化は妥当なものである.

(2) Na_2CO_3 -50 mol% Li_2CO_3 の粘度測定

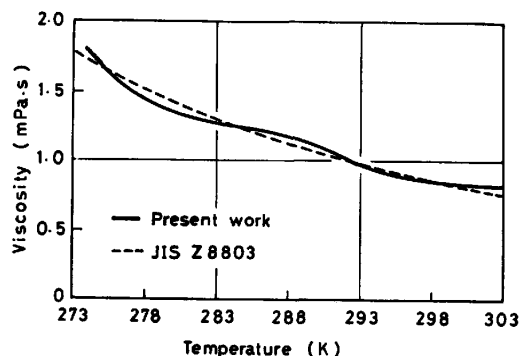


Fig. 2. Viscosity of distilled water as a function of temperature.

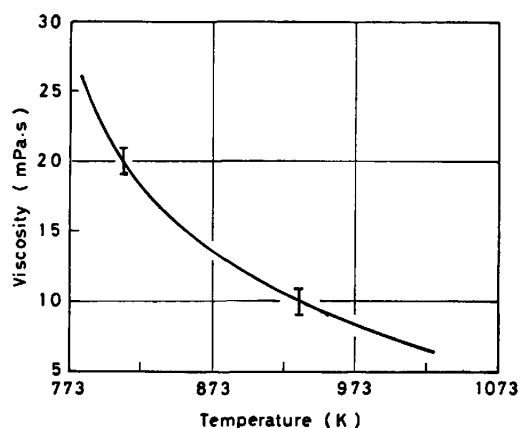


Fig. 3. Viscosity of molten Na_2CO_3 -50 mol% Li_2CO_3 as a function of temperature.

試料には市販の無水炭酸ナトリウム, 無水炭酸リチウム (いずれも特級) を用いた. 試料をアルミナ製のるつぼ中で溶解し, 温度を連続的に変化させつつ冷却過程において粘度測定を行った. 測定温度範囲は 783~1023K であり, 測定に要した時間は約 3.6×10^8 s であった. Fig. 3 にその測定結果を示す. なお試料の密度については, 成分 (Na_2CO_3 , Li_2CO_3)⁹間に加成性が成り立つものと仮定して計算によつて求めた. 加熱にはエスイット線抵抗炉を使用し, 温度を ± 2 K 以内に制御した. また試料液体中にアルメル・クロメル熱電対を直接挿入し, 振動の振幅と同時に, 試料の温度測定を行った.

このように蒸留水あるいは最近製鋼過程などで使用されているような低粘度液体の場合でも, 振幅測定の精度及び装置定数を小さくして測定の感度を高めることによつて, 振動片粘度計による粘度測定が可能となる.

5.3 測定精度

振動片粘度計の精度は振幅測定の精度と振動駆動部分の安定性 (精度) によつて決定されるが, 精度を正確さと精密さをあわせたものと定義すれば, この定義にしたがつて振動片粘度計の精度を厳密に評価することは困難である. 振動片粘度計は, 既に述べたように粘度標準液を用いて実験的に粘度算出式を決定する, いわゆる粘度の比較測定法に基づくものであり, また液体の粘度変化の迅速測定を主な目的とするものである. したがって測定値のばらつきによつて精度を表すのが妥当であり, また便利である. そこで本研究では, 精度を測定値のばらつきによつて表すことにする.

振動片粘度計は, 高粘度液体 (約 10^2 Pa·s まで) の粘度測定に適しており, 高粘度液体の測定ではかなりの精度が得られる. 本振動片粘度計の精度は, 粘度範囲が 10^{-3} ~ 5×10^{-2} Pa·s, 5×10^{-2} ~ 10^2 Pa·s において, それ

† この件に関しては, 別に報告する予定である.

それ ±3~5%, ±1~3% 程度と考えられる。

6. 共振周波数信号, 信号偏差同時測定用信号分離器の試作

6.1 振動片の振動におよぼす外乱の影響

振動片粘度計の著しい特徴は、粘度を瞬時的かつ連続的に測定できることである。この特徴を生かすことによつて、粘度変化の測定を通して反応の進行状況などに関する情報が得られる。しかし、金属製錬反応などの高温の化学反応は複雑多岐であり、反応によつてガスの発生、フォーミング、反応熱に起因する融体の流動も稀ではなく、また反応促進のために融体の攪拌を行うことも多く、融体は複雑に流動している。このような条件下で粘度を測定する場合、複雑に流動している融体からの不規則な力が振動片に加わるために(2)式の成立条件が満たされなくなる。しかし、物性値としての粘度測定におよぼす試料融体の流動の影響は少ないものと考えられる。このことは、振動片の直下から気泡が連続的に生成するような条件下でバブリングを行つても、粘度が見かけ上約 10% 高くなる程度であることから明らかである。

しかし、ここで高精度な粘度測定の立場から、外乱について検討を行つてみる。この場合、これらの外乱による誤差の要因は、次の 2 つに大別できる。(i)外乱によつて共振周波数の振動の振幅が変化する。(ii)外乱によつて振動片の振動波形が乱れる。換言すれば、共振周波数以外の振動が加わる。ここでは、(i)の影響は小さいものと仮定して、(ii)の問題について検討してみる。振動片粘度計による粘度測定の際に、化学反応などに伴う融体の複雑な流動や振動があれば、これらの外乱があらゆる方向から振動片に作用する。本粘度計に使用している光学式変位計は、縦振動の変位だけを測定する装置なので、横方向の変位は検出されない。しかし、いま Fig. 4 に示したように振動片面に垂直な力 \vec{F} が働いているものとすれば、振動片は \vec{F} の方向には変位せず、接続棒の取り付け位置を中心とした回転の変位を生じる。この回転の角度を θ とすると、測定軸に取り付けられているターゲットの縦方向の変位 ΔS は次式で与えられる。

$$\Delta S = l(1 - \cos \theta - \sin \theta \tan \theta) + x \tan \theta \quad \dots \dots (3)$$

ここで、 x : 接続棒と光学式振幅測定装置が望む測定点 a との間の距離、 l : 接続棒の取り付け位置からターゲット上端までの距離。

上式から明らかなように、不規則な力が任意の方向から振動片に加わつても、振動片は縦方向にも必ず変位することがわかる。したがつて、試料融体中に外乱があれ

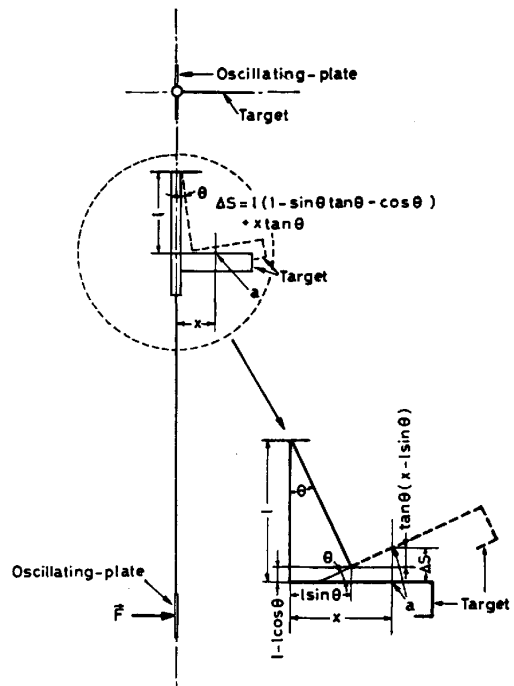


Fig. 4. Vertical displacement of target due to horizontal displacement of the oscillating-plate.

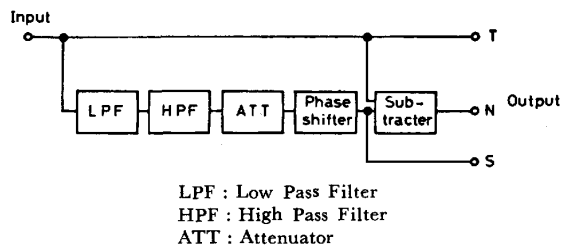


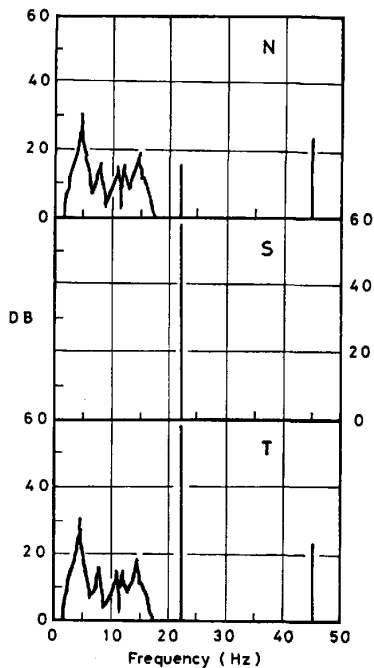
Fig. 5. Block diagram of a signal separator.

ば、光学式振幅測定装置が測定する振動片の変位は、融体の粘性抵抗に基づく変位と外乱による変位との合成値となる。

6.2 信号分離器の原理および構成

本振動片粘度計の原理、方式から明らかなように、物性値としての粘度に関する情報は粘度計固有の共振周波数の振動を表す信号によつて与えられる。一方、外乱は共振周波数以外の周波数の振動を多数有しているものと考えられる。そこで、振幅測定装置から得られる振動片の振動振幅を表す信号を、共振周波数の振動を表す信号と外乱を表す信号偏差とに分離する方法を考案した。

Fig. 5 に試作した信号分離器の構成を示す。光学式振幅測定装置からの入力信号は、ローパスフィルタ (LPF) ハイパスフィルタ (HPF) を通過して、共振周波数だけの信号となる。この信号をアッテネータ (ATT)、フェーズシフタ (phase shifter) により入力信号の共振周波数信号の振幅、位相とそろえて減算することによつて、共振周波数以外の信号を取り出すことができる。すなわ



T : direct signals from non-contact electro-optical system
 S : signals after passing through band pass filter
 N : noise after passing through subtracter

Fig. 6. Frequency spectra of the signals of the plate oscillations in pure glycerine with gas bubbling.

ち、光学式変位計からの直接の信号はT端子に、液体の $\rho\mu$ 値を表す共振周波数の信号はS端子に、外乱を表す共振周波数以外の信号偏差はN端子に現れる。

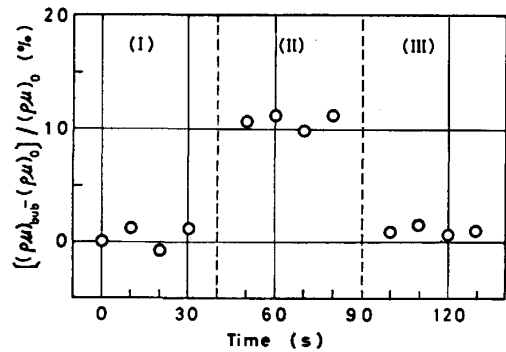
6.3 試作した信号分離器の性能の検討

本信号分離器の性能を検討するために、振動片に外乱を与えて信号処理状況を観測した。

(1) バブリングされている液体による検討

純グリセリン中に振動片を浸漬させ、振動片の直下から窒素ガスを約 10³ cc/min の流量で送り込むことよつてバブリングを行い、振動片に不規則な振動を与えて信号処理状況をスペクトル解析した。Fig. 6 にT端子、S端子、N端子からの信号の解析結果を示す。T図にはバブリングによる信号、共振周波数の振動の信号およびその高調波信号が観測されている^{†2}。S図には振動片の共振周波数の振動の信号だけが観測されており、信号偏差は除去されていることがわかる。また、N図には信号偏差が観測されている (T図の共振周波数の振動の信号だけが、約 40 DB 減衰されている)。

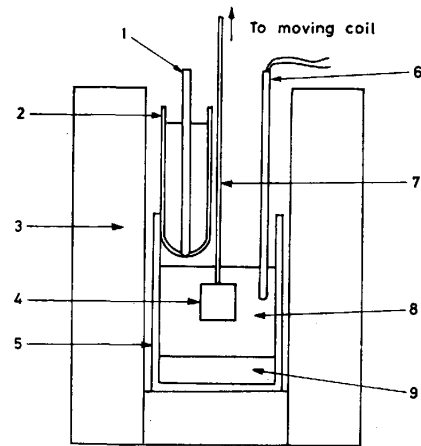
Fig. 7 に本信号分離器を使用したときの粘度測定結果を示す。同図から明らかなように、バブリングを行うとその測定値は見かけ上 10% 程度高い値を示すが、本



(I) : without gas bubbling
 (II) : with gas bubbling
 (III) : with gas bubbling (after passing through the signal separator)

$(\rho\mu)_{bub}$: with gas bubbling
 $(\rho\mu)_0$: without gas bubbling
 (Pure glycerine was used as a sample)

Fig. 7. Separation of noise by the signal separator.



1 Stopper 2 Crucible (Sample shoot)
 3 Furnace 4 Oscillating-plate
 5 Crucible 6 Thermocouple
 7 Stem 8 Sample (Flux, Slag)
 9 Sample (Metal, Alloy)

Fig. 8. Apparatus for measuring the plate-oscillations in molten flux with chemical reaction.

分離器の使用によつて、バブリングをしていないときの値、すなわち物性値としての $\rho\mu$ 値が得られることがわかる。

(2) 高温における化学反応による検討

(熔融 Na₂CO₃-50 mol%Li₂CO₃ フラックスによる Sn-P 合金の脱りん反応)

高温における化学反応への適用例として、脱りん反応に伴うフラックスの粘度変化を本振動片粘度計によつて測定した。Fig. 8 に実験装置を示す。本実験では試料の組成、重量として、Sn-4.2 wt%P, 0.3 kg; Na₂CO₃-50 mol%Li₂CO₃, 0.9 kg を用いた。また、反応容器には直径 110 mm のアルミナ製のつぼを用いた。

^{†2} なお高調波信号の挙動は粘度に依存するので、信号偏差の中にその影響が現れてくることが考えられる。ここで、高周波信号の粘度依存性について定量的に評価することは困難であるが、振幅測定装置の精度などから考えると、その影響を無視し得るものと思われる。

上部のるつぼで合金試料を、下部のるつぼでフラックスを溶解し、それらが同一の温度になるように制御した。所定の温度に達した後、上部のるつぼのストッパを引き抜くことによつて、合金試料をフラックス中へ添加し、反応を開始させた。合金添加と同時にフラックスの中央部（振動片の上端がフラックスの表面下 10 mm の位置）に浸漬されている振動片の振動振幅を約 3×10^3 s 間にわたつて測定し、自動記録させた。すなわち、脱りん反応時のフラックス中における振動片の振動振幅を瞬時的・連続的に測定して、S 端子に現れる交流電圧の実効値から $\rho\mu$ 値を算出し、N 端子に現れる電圧の実効値も同時に記録した。更に、振動片に働く不規則な力に関する情報を得るために、T 端子にスペクトル解析器を接続し適時記録した。

Fig. 9 に測定結果を示す。同図から明らかなように、フラックス中への合金添加と同時に $\rho\mu$ 値は増大して時間に対して複雑な変化を示し、約 10^3 s 経過後その値は急激に減少し、以後ほぼ一定値を示す。また、N 端子から得られる電圧も $\rho\mu$ 値に類似した時間変化を示している。N 端子からの情報は、脱りん反応に伴つて不規則な力が振動片に働いて振動片を複雑に振動させていることを示すものと考えられる。この場合、振動片に付加されている不規則な力の原因としては、脱りん反応によるガスの発生、フォーミングなどが考えられる。また、 $\rho\mu$ 曲線と信号偏差曲線 (Noise 曲線) は類似した時間変化を示すが、曲線が最大値に達する時間が異なっているな

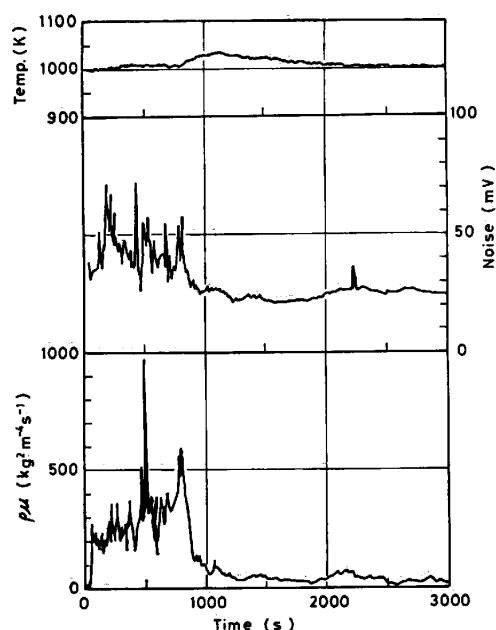


Fig. 9. Changes of viscosity and noise during dephosphorization reaction. (Na_2CO_3 -50 mol% Li_2CO_3 , 0.9kg/Sn-4.2wt%P, 0.3kg)

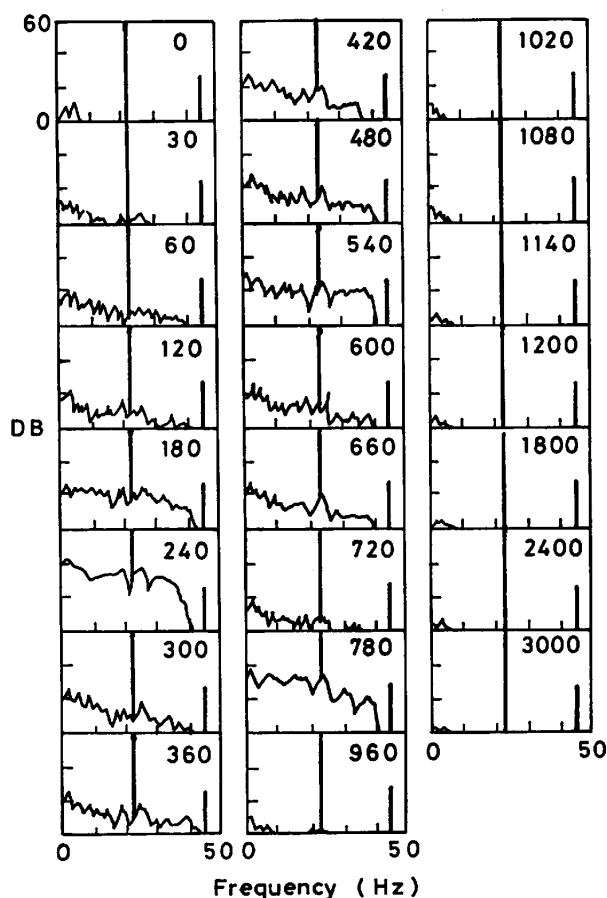


Fig. 10. Frequency spectra of the signals of the plate-oscillations during dephosphorization reaction. (Na_2CO_3 -50 mol% Li_2CO_3 , 0.9kg/Sn-4.2wt%P, 0.3kg) Numerics indicate time in second.

ど、両曲線の形に多少の相違が見られる。この両曲線における最大値の時間的ずれは反応生成物の挙動、たとえば反応生成物の移動速度などの動的な情報を表すものと考えられる。

Fig. 10 に、T 端子に接続されているスペクトル解析器から得られた結果を示す。なお図中の数字は、合金添加後の経過時間を表す。本実験では共振周波数は 22.5 Hz であるので、22.5 Hz の共振周波数以外のものは信号偏差を表すが、それらは時間の経過とともに複雑に変化するのがわかる。これらの信号偏差のスペクトルはグリセリンを窒素ガスでバブリングしたときのものとかかなり異なっている。このような結果は、脱りん反応による外乱の原因が単なるバブリングのようなものではないことを示しているものと考えられる。

7. 結 言

光学式振幅測定装置を用いた振動片粘度計に振動信号分離器を接続した粘度・信号偏差同時迅速測定装置を試

作した。

本測定装置を用いることによつて、不規則に流動している融体中においても、粘度を瞬間的・連続的に精度良く測定することが可能である。また、化学反応などに伴う融体の粘度変化および外乱の同時迅速測定が可能であり、それらの測定を通して反応の進行状況、反応生成物の動的挙動などに関する情報が得られるものと考えられる。

おわりに本研究は研究費の一部を文部省科学研究補助

金（試験研究 2）によつて行われたことを記して感謝の意を表します。

文 献

- 1) 川田裕郎: 改訂 粘度, 計量管理技術双書(1) (1980), p. 139 [コロナ社]
- 2) 杉本 博, 上田達夫: センサ技術, 1 (1981), p. 55
- 3) 熔融塩物性表 (熔融塩委員会編) (1963), p. 229, p. 236 [化学同人]

コ ラ ム

他産業における計装技術者集団

日本鉄鋼協会共同研究会計測部会は、会員各社の計測・制御に関する技術力向上のための研究会であり、

鉄鋼プロセスの近代化のため長年貢献してきた歴史をもっているが、他産業においても以下のような活動を行つている。(出典: 計装 1983 年 2 月)

	(石油学会) 計装分科会	(紙パルプ技術協会) 自動化委員会	計装研究会	(プロセス計装制御 技術協会) IPC	日本計装工学会
設 立	昭和 48 年	昭和 43 年	昭和 31 年	昭和 51 年	昭和 55 年
主な目的・特色	レベル向上 規格統一	レベル向上	レベル向上 地域活動	標準化	社会的地位向上
構成メンバー	ユーザ エンジニアリング会社 メーカー	ユーザ	各種ユーザ メーカー 学者	エンジニアリング会社	計装工事会社

(新日本製鉄(株)電気計装技術部 福田武幸)