置換法による粒体中の水分の誘電的測定*

—円環格子電極法—

新井 智 一・一条 文 二 郎

静岡大学工学部 浜松市城北 3—5—1

(昭和 41 年 9 月 5 日受付)

Dielectric Measurement of Moisture Content in Granular Materials by Substitution Method (Using Concentric Circle Type Grid Electrodes)

Tomokazu ARAI and Bunjiro ICHIO

(Faculty of Engineering, Shizuoka University, Hamamatsu)

(Received September 5, 1966)

The dielectric method for accurate and rapid measurement of moisture content in granular materials is described in this paper. The different points from conventional usual method are as follows :

1) Substitution method, especially for small capacitance circuit, has no effect of the parallel resistance of specimens using large sized electrodes.

2) The highest sensitivity of the measuring circuit is about $17 \mu\text{A}/10^{-3} \text{ pF}$ on a microammeter with a full scale range of $100 \mu\text{A}$. The circuit is not influenced by the parallel resistance value of specimens by several tens $\text{k}\Omega$ and over.

A construction and a capacitance measuring method of the concentric circle type grid electrodes are investigated. The penetrated height of the electrical field in the electrode is defined experimentally. The dielectric property of wheat and sugar are measured by various electrodes.

The most important problem for dielectric measurement determining moisture content in grain is the dispersion of measuring values of capacitance. The dispersion is discussed on insertion of specimens and the size of electrodes. The results of experiments came out as expected.

Finally, moisture content in wheat, granulated sugar and sugar (first-class, second-class) measured by this method are described.

1. ま え が き

穀類その他の粒状物質中の含有水分（以下水分）を測定することは品質管理、熱管理などの点からきわめて重要な事柄である。しかるに水分測定法としては従来より標準的な方法として加熱乾燥法が行なわれているが、これすら種々の副反応があるばかりか最も困ることは長時間を要することである。このため迅速に水分を測定することがいろいろと試みられている。たとえば粒を粉碎して赤外線を使って乾燥することも行なわれているし、また電氣的に測定するには数 $g \sim$ 数

100 g 程度の重量をサンプリングし、それらを電極間にそう入して電気抵抗の変化から水分測定を行なう装置なども各種市販されている。これらにも未解決の問題が多い。とくに後者に属する抵抗水分計はサンプリングする量が少ないので測定値にバラツキが多く、抵抗式であるため粒を粉碎して圧縮しなければならない。温度や電解質の影響が大きいなどの欠点がある。これらの点をなくし、比較的精度よく水分測定を行なうための一つの方法として“抽出法を利用した微量水分の誘電的測定”についてはすでに発表¹⁾している。この方法は食塩などのような電解質であるために直接電氣的測定を行なえない試料を対象とする場合、および試

* 電気四学会連合大学で発表 (昭 39. 4~40. 11)

料表面の吸着水の測定にはよいが、米や麦のように内部まで水分を含んでいる試料に対しては、完全に抽出できないので正確さを欠くことになる。

今回は粒体中の水分を精密に測定することを目的にして、直接電極間に試料を充てんして、静電容量（以下容量）の変化から水分測定を行なうことを試みた。ただし従来行なわれている容量式と特に異なる点は、測定値にバラツキが多いのはサンプリング量が少ないため水分分布のバラツキと粒度の影響とが同時に影響すると判断して、サンプリング量を多くすれば、平均化がよく行なわれ、バラツキが少なくなるとの予想のもとにサンプリング量を問題にした点と、またサンプリング量が多ければ電極は大形になり、容量および容量変化は大きくなるが、それにともない試料の抵抗分は相当小さくなることが考えられるから、この影響が容量測定にはいらぬような微小容量測定回路を開発して使った点である。なお電極としては円環格子電極を使った場合である。

2. 微小容量測定回路

2.1 測定回路の原理

試料の抵抗分の影響を受けないような微小容量回路については、各種の方式について研究し、その成果はすでに発表²⁾している。さらに連続測定が可能な高安定、高感度リアクタンス計³⁾とその改良⁴⁾を続けており、今回はその簡易形回路を使用した。Fig. 1 に基本回路を示す。図において OSC は周波数の安定化された高周波発振器、 $l_0-l-L_1-C_1$ は直列共振回路であり、 l_0, l_0' は数巻の微小コイルで発振器コイル L と電磁結合されており、 l も微小コイルでその二次側は位相検波回路に接続されている。 R_1, r_1 はそれぞれ l_0-l, L_1 の等価直列抵抗であり、 C_e は l_0, l と L_1 を接続する高周波ケーブルの大地容量を含んだ容量で、これの可変により電圧 e_x を変化することができる。いま直列共振回路 $l_0-l-L_1-C_1$ の C_1 を調整して電流 I_0 を最大にすれば、そのときの二次電圧 e_x は

$$e_x = \frac{\omega M e}{R_1 + r_1 \{1 - \omega^2 (l_0 + l) C_e\}^2} \quad \dots\dots (1)$$

となり、 e_0' と 90° の位相差をもつことになる。ただし e は高周波発振器より l_0 に誘起される電圧とする。したがって位相検波回路の出力電流 I_g はゼロとなる。このとき C_1 の両端に試料 C_x, R_x を接続すれば（ただし $C_1 > C_x$ ）直列共振回路の同調がくずれて e_x と e_0' との位相差が 90° でなくなるため出力電流 I_g が現われる。しかし C_1 を再調整すれば再び先の状態にすることができるので、 I_g がゼロとなる C_1 の読み C_{11} と試料を接続する前の C_1 の読み C_{10} の差を求めれば等価並列容量 C_x を測定することができる。すなわち

$$C_x = C_{10} - C_{11} \quad \dots\dots (2)$$

なおこの回路の特徴である等価並列抵抗 R_x の影響は、 $1/\omega C_x R_x$ が非常に大きくならないかぎり、 e_x の大きさが変化するだけで e_x と e_0 との位相差に変化を及ぼさないから、この影響は現われない。

2.2 回路の特性

試作回路として周波数 $f = 2 \text{ Mc}$, $l_0 + l = 16.5 \mu\text{H}$, $L = 230 \mu\text{H}$, $C_e = 15 \sim 430 \text{ pF}$ のものを組み立てた。位相検波回路の真空管は双三極管 12AX7 で、指示計として $100 \mu\text{A}$ のマイクロ電流計を使ったときの微小容量変化 δC_1 と電流計の振れ I_g との関係を Fig. 2 に

Fig. 2 Relation between δC_1 and I_g

Fig. 1 Measuring circuit

Fig. 3 Relation between R_x and ΔC_x for high-frequency resistors

示す。 C_e によって感度は異なり、最大感度は $17 \mu A / 0.001 \text{ pF}$ が得られた。 つぎに R_x の影響を調べるために小形の高周波抵抗体を試料として、これの分布容量を測定した結果が Fig. 3 である。 横軸に抵抗体の抵抗値を、縦軸に測定した分布容量 ΔC_x を示した。 ΔC_x に多少の $\pm$ があるが、抵抗体の抵抗値は炭素被膜のカッティング処理によって抵抗値をそろえるため、同一抵抗値のものでもカッティングが異なり、そのため分布容量にも相当ちがいがあるので、それが原因しているものと思われる。 したがって Fig. 3 の結果から、この試作の微小容量測定回路は等価並列抵抗が数 $10 \text{ k}\Omega$ までならば、その影響を受けないといえる。 ただし測定回路の感度 η は Fig. 4 に示すように R_x が低くなると悪くなる。 なおこの回路は置換法に使用しているので特に安定性に考慮を払わなかったが、問題にならぬ程度である。

Fig. 4 Relation between sensitivity η and R_x

3. 円環格子電極

3.1 構造

円環格子電極の構造は Fig. 5 に示すように、電極は半径 R_1 の高圧側と、半径 $R_2 \sim R_3$ の低圧側とで構

成されている。標準によく使われる平行円板電極は試料をはさまねばならないが、円環格子電極は試料の片面にだけ接触させればよいのと、同心円環状であるので試料がたとえば木材のように木目があっても、測定値に方向性がでないこと、試料の厚さ（あるいは高さ）が或る程度以上あればあとは厚さの影響を受けないことなどの

特性があるので、小形 Fig. 5 Measuring electrodes の構造のものは従来水分測定用に使われている。 しかし大形にし、しかも粒体に使用した例はないので、Table 1 に示すような電極群 I ~ V の各種の組み合わせを作り実験した。 なおまた参考のために電極群の容積（面積 $S \times$ 高さ h ）も同時に示した。

electrodes	$R_2[\text{cm}]$	$R_1[\text{cm}]$				$S \times h[\text{cc}]$
I	1.5	0.6	0.9	1.2		75
II	2.5	0.5	1.0	1.5	2.0	285
III	5.0	1.0	2.0	3.0	4.0	1370
IV	7.5	1.5	3.0	4.5	6.0	8100
V	10.0	2.0	4.0	6.0	8.0	

Table 1

3.2 電極の静電容量

小形同心円環電極の静電容量の近似式については相川氏の報告⁵⁾がある。 それによれば電極容量 C は次式で表わされる。

$$\frac{C}{R_2} = 0.815 \frac{1+k+\sqrt{1-k^2}}{2} \log_{10} \frac{1+k}{1-k} \text{ [pF/cm]} \quad \dots\dots (3)$$

ただし $k = R_1/R_2$ であり、 R_3 については、実際上 $R_3 \geq 2R_2$ にすれば $R_3 = \infty$ の場合とほとんどかわりないことがわかっている。

相川氏の実験した電極は $R_2 = 4 \text{ cm}$ 以下なので、大形化した場合に適用できるかを調べた。 $R_2 = 1.5 \sim 10 \text{ cm}$ の実測値と理論値との比較を Fig. 6 に示す。 図の点線が実測値、実線が理論値である。 k が小さいほうが比較的良くあうが、大きくなると実測値と理論値のちがいが大きくなっている。 これは k が大きくなれば、電極間隔がせまくなり、極板の厚みの影響がきくようになるためと思われる。 ((3) 式の誘導にあたっ

Fig. 6 Relation between R_2 and C

ては極板の厚みは考慮していない。)しかしながら C と R_2 の比例関係は満足されているので、大形電極についても小形電極の理論がほぼ拡張して適用できることを示している。

3.3 電界の浸透高さ

円環格子電極の最もすぐれた特徴は、試料をある高さ h 以上に入れば特別に量を一定にしないでよいことである。この高さは k によって決まるものではなく、非常に複雑であり、解析も困難であるので実験的に求めてみた。Fig. 7 は結果の一例で、 $k=0.4$ の電極群

Fig. 7 Relation between h and ΔC

I に誘電率 ϵ の既知な数種の液体を少しずつ入れて h を変化させ、そのときの容量変化 ΔC を測定したものである。図から明らかなように、同一電極群においては、 ΔC が一定になる浸透高さ h_1 は ϵ の小さいほど小さく、また ϵ がある程度以上になれば h_1 は一定値に近づく傾向がある。また電極群についてみると、I, II, III の順序に ΔC は増加し、 h_1 も大きくなる。かような特性は $k=0.2, 0.6, 0.8$ の場合も得られている。これらの特性から粒体の測定にあたってサンプリング量を多くとり、平均的水分を求めようとするならば、電極群の数字の大きいもので、 k の値の大きいほど適当といえる。また粒体の充てん高さ $h(\geq h_1)$ は水分測定範囲によって変化するから、あらかじめ実験

的に求めておく必要がある。

4. 粒体の特性

4.1 粒体の誘電特性

粒体としては小麦、砂糖（グラニュー糖、上白、三温）を対象にしたが、おもに小麦（マントバ3号）について実験した。誘電特性の測定は、差動コンデンサ法⁶⁾で行ない、測定周波数は試作装置の電源周波数と同じ 2 Mc を採用した。粒体の水分変化は5種類の湿度の異なる恒湿槽を用意し、その中に粒体を長期間放置して平衡水分になるようにして与え、水分量は加熱乾燥法によって求めた。

粒体の水分-誘電特性をあらかじめ求めておくことは、水分と容量とのだいたいの関係を知り、容量測定に及ぼす抵抗分の影響を検討するうえなどから必要なことである。Fig. 8 は小麦の水分-誘電特性を電極群

Fig. 8 Dielectric characteristics

III で $k=0.4$ の場合の例を示したものである。小麦の等価並列容量 C_x は水分と比例関係があるが、等価並列抵抗 R_x は k が大きいほど、抵抗値は小さくなり、たとえば $k=0.6$ で 100 kΩ~200 kΩ 程度にもなるから普通の容量測定回路ではこの影響が多少はいるようになる。なおこの測定では小麦の充てん量および充てん率が一定になるよう配慮した。また小麦の水分および k を一定にし、電極群を変えた場合の誘電特性を Fig. 9 に示す。なお参考に電極容量を点線で示してある。Fig. 10 は砂糖のうちの上白および三温の水分-誘電特性を電極群 III, $k=0.4$ で測定した結果である。上白は精製されているものであるから、不純物の多い三温に比べて抵抗値が高いが、容量-水分特性は三温に比べて悪い。なお三温の抵抗-水分特性は水分の増加にともなって急激に低下し、水分が4%くらいで抵抗は 35 kΩ 程度になるから従来の微小容量測定回路では抵抗値が低いいためほとんど容量測定ができないといえる。

4.2 バラツキの測定

粒体中の水分を精密に測定するにあたって、最も重要な事柄に測定値のバラツキが多いことである。それは粒体を直接電極間に充てんして、その容量を測定す

Fig. 9 Dielectric characteristics of wheat for various types of electrode

Fig. 10 Dielectric characteristics of sugar

るため測定対象が粒体-水-空気の三成分系となるからである。バラツキの原因としてはつぎのようなものが考えられる。(1) 水分分布の不均等,(2) 粒体自体の誘電特性の変動,(3) 粒子の形状, 大きさの相異,(4) 充てん率,(5) 温度,(6) ダイアルのバックラッシュ,(7) 粒体と電極との接触状態。

これらのうち(1),(2),(3)などについては電極が大形化されるほど平均化される度合は大きくなると考えられる。Fig. 11 は(3)の参考のため, 室温中に放置してあった小麦 100 個(約 2.7 g)の重量分布を調べた結果であり, 幅広い重量分散があることがわかる。(5)については抵抗値ほど容量値の温度による影響が大きいので, 現在のところ高温中での測定は考えていないので問題にならなかった。(6)は市販のパーニヤダイアルを使用したのでつねに一方のみの回転を行なうよう注意した。(7)については

Fig. 11 Weight distribution of wheat

(1),(2),(3)の場合と同じように思われる。最後にバラツキの最も大きな原因となっていると考えられるのは(4)の充てん率である。充てん率 p というのは, 粒体を体積 V の容器に充てんしたときの物質のしめる体積を v とすれば $p=v/V$ である。あるいは, 粒体の真の比重 D と充てんされたときの見掛けの比重 d との比, すなわち $p=d/D$ であり, その値は1より小さい。それゆえいろいろな原因で p が変動すれば粒体の見掛けの容量が変化するから測定値にバラツキがでることになる。したがって p を一定にするため, 従来粒体を電極に充てん後圧力を加えて粒体部分を圧縮するとか, あるいは, 粒体を一定重量, 漏斗にとり, その後漏斗の口を開けて粒体を電極中に自然落下させるなどの方法がとられている。

バラツキの原因は以上のものであり, 容量の測定にあたっては, 特に充てん率が一定になるよう考慮しなければならない。そのため粒体の電極への充てん方法として, あらかじめ実験により適当な圧力を求めておき充てん後, 小麦を圧縮してから測定容量のバラツキを求めてみたが, 漏斗からの自然落下による場合とあまりちがいがなかったので, 手数のかからない後者の方法によって実験した。このときの小麦の充てん率 p がいくらになっているかつぎのようにして求めた。小麦のしめる体積 v は電極に充てんした重量 W と小麦の真の比重 D との比 W/D から求められる。そこで D の測定は比重びんによることにしたが, 小麦は水分を含んでいるから液体にベンゼンを使った。かようにして求めた D の値は Table 2 に示すように水分によって

moisture [%]	4.13	8.68	10.56	12.23	13.32
specific gravity D	1.370	1.356	1.354	1.336	1.330

Table 2

見掛けの比重が変わるため多少変化する。つぎに粒体の体積 V は電極の面積 S と小麦を充てんした高さ h の積から求められる。これから各電極群について求めた

electrodes	I	II	III	IV
filling ratio p	0.536	0.562	0.601	0.572

Table 3

充てん率を Table 3 に示す。電極群によって少し相異がみとめられたが、これは電極容器のちがいに由るものと思われる。

水分一定な小麦を前記の方法によって充てんし、各電極群についてその容量を置換測定した。そして容量値のバラツキを求めたのが Fig. 12 である。縦軸は置

Fig. 12 Dispersion of measuring values

換用コンデンサのダイヤル目盛、横軸は測定回数である。図から明らかなように電極群とバラツキの関係は顕著である。すなわち従来、使われている電極は I の大きさ程度のものであるから、大形化することによってバラツキが著しく減少することがわかる。これらの結果を数量化するために、つぎのような処理をした。いま測定回数 n のダイヤル目盛の読みを $x_1, x_2, \dots, x_n$ とした場合、平均値を $\bar{x} = (1/n) \sum_{i=1}^n x_i$ とすれば、標準偏差 σ は

$$\sigma = \sqrt{\left(\frac{1}{n}\right) \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad \dots\dots (4)$$

となる。つぎに偏差容量 $\Delta C_x'$ はダイヤル 1 目盛の容量を a とすれば $\Delta C_x' = \sigma a$ 、容量誤差 [%] は $\Delta C_x'$ と粒体の容量 $\Delta C_x = (x_0 - \bar{x}) a$ との比 $(\Delta C_x' / \Delta C_x) \times 100$ から求められる。ただし x_0 は粒体の充てん前のコンデンサ・ダイヤル目盛である。以上のような σ 、 $\Delta C_x'$ 、 $\Delta C_x' / \Delta C_x$ などと各電極群との関係を Table 4 にまとめた。ただしそれらの数値は電極群の上の行のものである。これらの数値から明かなように、電極群は I、II、III、IV の順序に偏差容量および容量誤差は減少している。そして誤差が 1% 以下であるためには III か IV の電極群でなければならない。これは小麦の電極への充てんが自然落下だけによるため充てん率の変化が小形の電極群ほど大きく、そのため誤差が多いものと考えられること、および IV の電極群はあまりにも多量のサンプリング量を必要とするため研究室で

electrodes	σ	$\Delta C_x'$ [pF]	ΔC_x [pF]	$\Delta C_x' / \Delta C_x$ [%]
I	1.514	0.0265	0.866	3.06
	0.923	0.0162	0.803	2.01
II	1.002	0.0241	1.176	2.05
	1.134	0.0273	1.415	1.93
III	0.377	0.0290	2.895	1.00
	0.158	0.0122	2.891	0.42
IV	0.265	0.0204	3.457	0.59

Table 4

の実験が困難であることのため、充てん後の処理を試みた。すなわち充てん後電極に 1 分ほど振動を与えて、空げき部分が少なくなるようにしてからバラツキの測定を行なった。振動源としてはマッサージ用のバイブレータ（松下電器製 SV-1 型）を使った。その結果を Table 4 の電極群の下の方に示してある。上の行の数値と比較すればよくわかるように、たとえば III の電極群でも振動を与えることにより、IV の電極群で振動を与えない場合よりもさらによい結果が得られることがわかった。これらの結果から、あとに述べる水分測定例では電極群としては III を使い、粒体の充てん後は約 1 分間程度振動を与えてから、容量測定を行なうことにした。

いままでは $k=0.4$ の場合についてのバラツキの実験結果であったが、電極群は III であっても k の変化によって σ 、 $\Delta C_x'$ 、 $\Delta C_x' / \Delta C_x$ がどのように変化するかを調べたのが Fig. 13 である。これから明かなことは、

(a)

(b)

Fig. 13 Dispersion of measuring values

精度をあげるため、すなわち σ あるいは $\Delta C_x'$ を小さくするには k が小さいほうがよい。また $\Delta C_x' / \Delta C_x$ を小さくするには k が大きいほうがよいといえる。したがって測定にあたって精度をあげたい場合と誤差を小

さくしたい場合とにより適当な k を選ぶ必要がある。

以上小麦についての実験結果をまとめた。砂糖についても実験したが、粒度は小さいにもかかわらず特に小麦との著しい相異は認められなかった。なおまた形状のバラツキに及ぼす影響を調べるため球形のガラスビーズ (12~200 μ m) についても実験したが特記するような結果は得られなかった。

5. 水分測定例

小麦 (マントバ 3 号), グラニュー糖, 上白および三温などを 4・1 に述べた方法によって水分変化を与えて実験した結果を Fig. 14~17 に示す。測定用コンデン

Fig. 14 Relation between Moisture and dial degree

Fig. 15 Relation between Moisture and dial degree

Fig. 16 Relation between Moisture and dial degree

Fig. 17 Relation between Moisture and dial degree

サのダイヤル目盛は、いずれの場合も粒体を電極に充てんする前に 80 に設定した。したがって図には水分変化にともなう容量変化が示されている。Fig. 14 では直線性が満足されており、水分 1% 当たりの容量変化は $k=0.18$ を基準にすると、 $k=0.4$ および 0.6 ではほぼ k の値に比例して大きくなっている。また、たとえば $k=0.6$ の場合の偏差容量および容量誤差をさきの Fig. 13 (b) から求めると $\Delta C_x' = 0.029$ pF, $\Delta C_x' / \Delta C_x = 0.39\%$ であるから、 $\Delta C_x'$ を水分に換算すれば約 0.1% の水分偏差があることになる。

グラニュー糖の誘電特性については記さなかったが、この砂糖は、水分の吸着が少ないからその抵抗分は非常に高く問題にならないが、そのかわり容量変化が少ないので、測定回路が高感度でなければ測定がむずかしい例である。この場合は容量変化と水分とに直線関係がないが、これは水分が少なくなると物質と水分との吸着状態が変化するためであろうと思われる。

Fig. 16, Fig. 17 の誘電特性は、すでに述べたとおりであり、上白の場合は問題ないが、三温については、ここでとりあげた測定対象のうちでは最も抵抗値の低いものであり、水分が数%程度でも抵抗値が数 10 k Ω のオーダーになるから、一般の容量測定回路では、抵抗分の影響が著しいものである。したがって抵抗値の減少は見掛けの容量増加となり水分の増加にともなって容量は急激に増加する傾向をみせるはずであるが、2. で述べた特殊な微小容量測定回路を使っているので、差動コンデンサ法で求めたと同じように容量変化と水分とが比例した結果が得られた。

6. あとがき

この研究によって、粒体を直接円環格子電極が含まれる容器に充てんし、振動を与えてからその容量を測定することによって水分が求められる。そのさいの測定精度は水分に換算して約 0.1% である。ただし電極としては従来使用されていたものに比べて大形化し、サンプリング量でいえば数 kg 程度を必要とする。

終わりに実験に協力された飯尾元秀君，卒業生の中村幸夫，竹本国夫の両君，試料の提供をうけた日清製粉（株）名古屋工場，フジ製糖（株）に謝意を表する次第である．なおこの研究は昭和 40 年度文部省試験研究費による補助を受けた．

文 献

- 1) 新井・一条：抽出法を利用した微量水分の誘電的測定，計測と制御，**3-3**，195/208（昭 39）
- 2) 一条・新井・野中：直読式電気水分計の研究（第 1 報），電学誌，**76-809**，99/107（昭 31）
- 一条・新井：自動補償型電気水分計，電学誌，**77-823**，460/463（昭 32）
- 一条・新井：微小リアクタンスの測定とその応用，電学誌，**78-835**，451/458（昭 33）
- 3) 一条・新井：高安定，高感度リアクタンス計の研究，電学誌，**81-875**，1293/1301（昭 36）
- 4) B. Ichijo, T. Arai & A. Kakimoto: Study on highly stabilized sensitive R-C meter and its application, IMEKO III, 25-JA-175 (1964)
- 5) 相川：同心円環電極の静電容量，電学誌，**79-849**，751/756（昭 34）
- 6) 電気学会：電気学会技術報告，第 3 号（昭 30）