細管法による金属液体の粘度測定法に関する基礎的検討*

竹内 栄** 森田善一郎*** 飯田 孝道****

Sakae Takeuchi, Zen-ichiro Morita and Takamichi Iida: Fundamental Study on the Viscosity Measurement of Liquid Metals by the Capillary Method (Studies on the Viscosity of Liquid Metals (I)). In order to understand the viscous phenomena of liquid metals exactly, a precise technique for viscosity measurement should be established. The capillary method which is based on Hagen-Poiseuille's equation and is expected to be most theoretically established, was investigated from both experimental and theoretical standpoints. An improved viscosimeter with a device to detect the behavior of meniscus of the liquid specimen electrically from the change of capacitance of a condenser was contrived to enable us to measure the viscosities of liquid metals at elevated temperatures.

Viscosities of some substances were measured by use of this apparatus, and these results indicated that the viscosities of liquid metals and alloys could be precisely measured within the relative error of $\pm 0.5\%$ in the temperature range from their melting points to about 1200°C .

(Received September 26, 1970)

I. 緒 言

粘性は金属の製錬に際して、熔融金属およびスラグ間の反応速度を推定するうえに、あるいは鑄造に際しては、湯流れを知るうえに欠くべからざる重要因子である。したがって、古くから金属液体の粘度の測定が行われてきた。一方、粘性は液体の動的な性質を表わす一つのパラメーターであり、液体の構造を敏感に反映するものであるから、液体の構造を追求するにも重要な物理量として粘性に関する理論的な研究も行われてきた。

しかし、これを実験的な立場からみると、粘度の測定はいうまでもなく金属の融点以上の高温で行なわなければならないため、金属液体試料の化学的活性度が大きくなって、酸化やその他の汚染をうける可能性が増す。これを避けるために種々の便宜的な測定法が採用されてきた。その結果、粘度を定義するうえに必要な条件、たとえば層流条件などがどの程度まで満たされていたかという点にも問題があり、測定値は測定者あるいは測定法によっていちじるしく異なっており、非常に“ばらつき”を示している。つぎの例、Fig.1 は熔融鉄に関する最近の測定結果をまとめたものであるが⁽¹⁾、これらの値から熔融鉄の粘度はどのような大きさを持ち、その温度による変化はどのようなかを確認をもっていうことはできない。他の金属についてはこれほどいちじるしくないが、たとえば、Fig.2 は比較的低融点で化学的にも取扱しやすい熔融錫の粘度に関する代

表的な測定結果⁽²⁾を示したものである。それらの値はかなり異なっている。さらに、合金液体については Fig.3⁽³⁾に示したように、測定者によって粘度の濃度変化による傾向さえ違っている。したがって、まず各種の粘度測定法を検討し、測定法自体が確実な理論的裏付けがあるかどうかを検討して、金属液体に対する粘度測定法の確立をはかることが必要である。

これまで金属液体の粘度測定に用いられてきた方法は、細管法、回転法、振動法である。このうち細管法はハーゲ

Fig.1 Viscosity of iron, as determined by a number of workers

** 東北大学金属材料研究所 (The Research Institute for Iron, Steel and Other Metals, Tohoku University, Sendai)

*** 大阪大学工学部冶金学教室 (Department of Metallurgy, Faculty of Engineering, Osaka University, Suita)

**** 東北大学大学院、現在：大阪大学工学部附属溶接工学研究施設 (Graduate School, Tohoku University, Sendai. Present address: The Research Institute for Welding, Faculty of Engineering, Osaka University, Suita)

* 金属液体の粘性に関する研究 (第1報)

- (1) 森田, 荻野, 射場, 前花, 足立: 学振19委9101 (反応288), (1970.5); 鉄と鋼, 56 (1970), 1613; 荻野, 森田, 前花, 横谷, 足立: 学振19委9102 (反応289), (1970.5); 鉄と鋼, 56 (1970), 1633.
- (2) M.F.Culpin: Proc.Phys.Soc., B70 (1957), 1069.
- (3) M.Plüss: Z. anorg. allg. Chem., 93 (1915), 34; F. Sauerwald und K. Topler: Z. anorg. allg. Chem., 157 (1926), 117.

Fig. 2 Viscosity of tin, as determined by a number of workers

ン・ポアズユの式 (以下 H-P の式と略す) を基礎とした理論的にもっとも確立された方法であるが、以下明らかにされるように、金属液体の粘度測定立場からすれば多くの問題があり比較的低温での測定に使用に限られ、高温では一般に振動法または回転法によって測定が行なわれてきた。

Fig. 3 Viscosities for Sn-Bi system compared with representative data

著者らは細管法による金属液体の粘度測定上の問題点を多面的に検討し、高温までのできるだけ広い温度範囲にわたる測定を可能にした。ここにおいては、細管法による金属液体の粘度測定に対して精度向上の面から基礎的検討を加え、その結果にもとづいて、粘度計を設計、試作し $\pm 0.5\%$ 程度の精度を確立するための研究を行なった。

II. 金属液体に対する粘度測定法の検討

どの測定法を用いるにしても層流状態で測定することがもっとも大切な条件であるが、実在の液体では乱流や渦が生じやすく、特に金属液体は一般に動粘度が小さいため、慣性力と粘性力の比を表わすレイノルズ数が大きくなり、乱流になりやすいので十分注意する必要がある。

1. 細管法 (Fig. 4(a))

H-P の式を利用した理論的にもっとも確立された方法であり、装置が簡単でしかも正確な測定がえやすいために

Hg, Sn, Pb, Bi などの低融点の粘度測定に古くから利用されてきたが、高温に適用するには微量の酸化皮膜、気泡、不純物が測定値にいちじるしく影響する。また、内径の均一な耐火物の細管の製作が困難であることなどが欠点とされている。

(a) Capillary viscometer

(b) Rotating cylinder viscometer

(c) Oscillating cylinder viscometer

Fig. 4 Schematic diagram of various viscometers

2. 回転法 (共軸二重円筒回転法) (Fig. 4(b))

外筒と内筒の中心軸が同軸上にあるように設置し、その円筒間に試料を入れ、一方の円筒を一定の角速度で回転させたとき、それらの円筒が受ける粘性によるトルクを測定して粘度を求める。この場合の二、三の注意すべきことは、回転速度に変動がないように調整すること、内筒と外筒の中心軸が正しく一致するように調整すること、軸受などの摩擦抵抗を小さくすることである。しかし、これらの条件を満足させることは実際上なかなか困難である。そのため約数 cP 程度より大きい粘度を有する液体でなければ正確な測定値がえにくく、したがって、金属液体の粘度測定には不適當であろう。

3. 振動法 (容器中に液体を封入して回転振動させる方法) (Fig. 4(c))

容器中に液体を満たし、その容器をトーションワイヤでつるして回転振動させると、容器中の液体の粘性抵抗のために振動は減衰する。その対数減衰率を測定することにより粘度を求める。

金属液体の粘度測定にもっとも多く用いられている方法で 1800°C 付近まで測定されている。容器は比較的簡単な形状なので作製しやすく、また、容器中に封入できるので化学的に活性な金属液体の粘度測定には適している。Andrade はアルカリ金属の粘度測定のために球形の振動粘度計を考案し、注目すべき結果をえている⁽⁴⁾。振動法の欠点としては、測定値である対数減衰率から粘度を算出するとき非常に面倒な計算を行なわなければならないことであ

(4) E.N.da C.Andrade and Y.S.Chiong: Proc. Phys. Soc., **48** (1936), 247.

る。そのため多くは実験式あるいは近似式を用いているが、その正確さが明らかでない。また、融点において境界条件が満たされないことなどであるが、最近、円筒形の容器を用いる方法について詳しく研究され、明らかにされつつある⁽¹⁾⁽⁵⁾。

以上、金属液体の粘度測定の立場から検討した結果、本研究においては H-P の式を基礎とし、理論的にもっとも確立されている細管法によって測定を行なうことにした。追って明らかにされるように、細管法の欠点とされていた問題点が解決されたからである。

III. 細管法の測定原理および粘度の比較測定

細管粘度計は内径の均一な細管中に層流状態で試料を流し、一定体積の試料が流れるまでに要する時間を測定して試料の粘度を求めるもので、H-P の式を補正したつぎの式によって求められる。

$$\eta = \frac{\pi r^4 P t}{8(l+nr)V} - \frac{m \rho V}{8\pi(l+nr)t} \quad (1)$$

ここで、 η ：試料の粘度

ρ ：試料の密度

π ：円周率

P ：平均有効液柱圧力

t ：体積 V の試料が流出するに要する時間

r ：細管の半径

l ：細管の長さ

V ：時間 t に流れる試料の体積(測時球の体積)

m, n ：定数

式(1)において右辺の第1項は H-P の式から直接導かれるもので、第2項は運動エネルギーの補正項である。 nr は管端補正といわれている。

試料を細管を通して自然流下させる方法をとる。平均有効液柱差を h (体積 V の試料の平均流量 V/t と細管中の流量とが等しくなったときの液面の高さの差)、重力の加速度を g とすれば、平均有効液柱圧力 P は、

$$P = \rho g h \quad (2)$$

となり式(1)はつぎのように表わされる。

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} = \frac{\pi r^4 g h t}{8(l+nr)V} - \frac{m V}{8\pi(l+nr)t} \quad (3)$$

ここで粘度計の構造および寸法が決まれば、式(3)において

$$\frac{\pi r^4 g h}{8(l+nr)V} = C_1, \quad \frac{m V}{8\pi(l+nr)} = C_2$$

は一定値となり、式(3)はつぎのようになる。

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} = C_1 t - \frac{C_2}{t} \quad (4)$$

したがって、あらかじめ粘度のわかっている液体を用いて

(5) R. Roscoe : Proc. Phys. Soc., **72** (1958), 576 ; R. Roscoe and W. Bainbridge : Proc. Phys. Soc., **72** (1959), 585 ; H. R. Thresh : Trans. Met. Soc. AIME, **233** (1965), 79.

粘度計定数 C_1 および粘度計係数 C_2 を求めておけば任意の試料の粘度は、一定体積の試料が流出するに要する時間を測定することによって求めることができる。

IV. 細管法による金属液体の粘度測定の問題点とそれらに対する処置

金属液体の粘度測定の場合も、もちろん測定原理は水、炭化水素油などの場合と同じで、まず、つぎの条件が満たされていなければならない。

1. 細管中の流れは層流である

この条件を満たすためには、つぎの事柄を考えねばならない。

(1) 細管の半径

層流条件を満足するためには、つぎの式によって求められるレイノルズ数 R_r が約 1000 より小さくなければならない。

$$R_r = \frac{\bar{v} \rho r}{\eta} = \frac{V}{\pi r \nu t} < 1000 \quad (5)$$

ここで、 $\bar{v}$ ：細管内の平均流速

ν ：動粘度($=\eta/\rho$)

運動エネルギーの補正を無視し、 $l \gg nr$ として、 $l+nr=l$ とすれば(3)式より

$$\nu = \frac{\pi r^4 g h t}{8 l V} \quad (6)$$

(5), (6) 式より

$$r^3 < \frac{8 l \nu^2}{h} \quad (7)$$

となる。そこで測定する最低の動粘度(約 0.08 cSt)に対してこの式を満足するように細管の半径を決定した。一般に金属液体の動粘度は小さいので(7)式から細管の半径は小さくなければならない。しかし、細管作製のための技術的困難さや、試料の流出時間が細管の半径の約 4 乗に反比例するために細管が細ければ流出時間が非常に長くなること、その他、いくつか実際の測定において困難をとまらう。その点からすれば、細管は太い方が望ましい。以上のことから細管の半径は約 0.015~0.02 cm を選んだ。

(2) 細管の必要な長さ

(i) 助走区間より長いこと

H-P の式は放物線速度分布であるが、細管の入口においては一様な速度分布がえられ、入口から離れるにしたがってしだいに放物線分布に移り変わっていく。そこで管の中央における速度が放物線と中央における速度と 1% だけ差があるところをとって入口からそこまでの距離を助走区間というが、H-P の式は助走区間の下流においてのみ成立するから助走区間より長くなければならない。ブシネの計算によると助走区間 x は

$$x = 0.26 r R_r \quad (8)$$

であり、ニクラッセの実験とよく一致する。ゆえに、細管

の長さは $l \gg 0.26 r R_r$ でなければならない。

(ii) 管端の補正

液体が細管に流入したりあるいは流出するとき、流れは収縮したり膨張したりする。そのため見かけ上細管が長くなった結果を生じ、実際の細管の長さ l にその量を加える必要がある。これが管端の補正 ($n r$) といわれ、 n は多くの研究から 0~1.5 の範囲とみられている。 l を長くすればこの影響は小さくなる。

(iii) 運動エネルギーの補正

H-P の式は助走区間の下流においてのみ成立することはすでに述べたが、この式は助走区間内においては実際とあわない。そのため (3) 式において右辺の第 2 項が第 1 項に比べて (この比を運動エネルギーの補正率 ϵ_m という) 十分小さくなるように粘度計を設計すればよい。すなわち、

$$\epsilon_m (\%) = \frac{m r^4 g h}{0.64 l^2 \nu^2} \quad (9)$$

であるから細管を長く、半径を小さくすればよい。しかしすでに述べたように金属液体の動粘度は小さいので運動エネルギーの補正率は大きくなり、この補正 (粘度計係数 C_2) は重要である。

以上のことからすれば細管を長くすればよいが、金属液体の粘度測定は一般に高温炉中で行なうため、炉の温度分布の均一性の面などから長さは制限される。そこで、細管の長さは約 7~8 cm を選んだ。

2. 流れは定常流である

液体試料自身の圧力差により自然流下させる方式の場合、試料の流下にともなつて液柱差が変化し、そのため流量が変化するため定常流にならない。そこで、つぎの式で与えられる⁽⁶⁾ $\epsilon_{dht} (\%)$ の値が測定精度に比較して十分小さくなるように設計すれば、液柱高さの変化にともなつて生ずる非定常流の影響を無視することができる。

$$\epsilon_{dht} (\%) = \frac{r^2 \Delta h_t}{6 \nu h} \times 100 \quad (10)$$

ここで Δh_t は単位時間あたりの液柱高さの変化である。

3. 細管の内壁に接する液体は内壁に粘着してすべらない

管壁ですべりがある場合は流量 Q が増加し、それはつぎの式で与えられる⁽⁷⁾。

$$Q = \frac{\pi r^4 P}{8 \eta l} \left(1 + \frac{4 \eta}{r f_u} \right) \quad (11)$$

ここで、 f_u は外部摩擦係数

すなわち、すべりのない場合の流量の $(1 + 4 \eta / r f_u)$ 倍となる。金属液体のように細管の内壁を完全にぬらさないと考えられる液体の場合には、すべりの影響が認められると報告している例もある⁽⁸⁾ が、あまり研究されていないようで

ある (ぬれない代表的な例とされている水銀とガラスの場合でも、空気や水分を徹底的にとり除くと、水銀がガラスをぬらすようになり細管中に水銀が上るようになると報告している例もある⁽⁹⁾)。すべりがある場合には、あたかも細管の半径が増加したと同様になるから比較測定ではあまり問題にならない。

4. 液体は非圧縮性で細管を流れる間に粘度、密度の変化がない

液体の圧縮率は非常に小さいので、液体の粘度測定においては、特に圧力変化の大きい場合以外は一般にその影響は無視できる。

5. 細管は断面が円形で、管全長にわたって内径が一定でしかも直線である

細管法による金属液体の粘度測定には、硬質ガラスもしくは透明石英ガラスを用いるが、現在の技術をもってしてもこの条件を完全に満足することはできない。これらの条件を満たした細管においては H-P の式より

$$Q = \frac{\pi r^4 P}{8 l \eta} \quad (12)$$

である。

(1) 円弧状に曲がっている場合

$$Q = \frac{\pi r^4 P}{8 l \eta} \left(1 + \frac{1}{48} \frac{r^2}{R_l^2} + \dots \right) \quad (13)$$

ここで、 R_l は円弧の半径

で与えられる⁽¹⁰⁾。実際の粘度計においては $1 \gg r^2 / 48 R_l^2$ であるから相当曲がっている細管でもその影響は無視できる。

(2) 断面が長円形の場合 (長軸および短軸の半径をそれぞれ a, b とする)

$$Q = \frac{\pi a^3 b^3 P}{4 (a^2 + b^2) l \eta} \quad (14)$$

で与えられる⁽¹⁰⁾ から、 $a^3 b^3 / 2 (a^2 + b^2)$ の 4 乗根を見かけ上の細管の半径とすれば H-P の式と同一形である。

(3) 細管の内径が一様でない場合

細管の長さ l を n 等分し、区別された微小長さの部分の半径を $r_1, r_2, r_3, \dots$ とすれば

$$Q = \frac{\pi P}{8 l \eta} \frac{1}{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{1}{r_i^4}} \quad (15)$$

で与えられる⁽¹¹⁾。ゆえに $1/r^4 = 1/n \cdot \sum 1/r_i^4$ の関係を用いて求めた r の値を用いれば H-P の式と同じ形になる。

6. 液体はニュートン流体である

ニュートン液体ではつぎの式がなりたつ。

$$\eta = \frac{\tau}{D_s} \quad (16)$$

すなわち、ずり応力 (τ) とずり速度 (D_s) は直線関係を示す。

(9) Dean : J. Appl. Phys., 15 (1944), 446.

(10) 伊藤 : 日本機械学会論文集, 17 (60) (1951), 130.

(11) 川田 : 粘度 (計量管理技術双書), コロナ社, (1958), 22.

(6) 伊藤 : 日本機械学会論文集, 18 (66) (1952), 101.

(7) Barr : A Monograph of Viscometry, (1931), 43.

(8) Schnell : J. Appl. Phys., 27 (1956), 1149.

非ニュートン液体では上式で表わすことができず、 D_s の大きさによって粘度の値が異なってくるので、非ニュートン液体についての $\eta(=\tau/D_s)$ は見かけの粘度である。一般に金属液体はニュートン液体として取扱っている。

7. 炉内での液体メニスカスの標線通過観察について

細管法による測定においては、高温炉中で液体メニスカスの標線通過を直接観察しにくい場合がある。そのような欠点を除き、標線通過を電氣的に観察する方法を見出した。すなわち、本法は粘度計測時球の上部と下部の2個所の標線部分にコンデンサー回路をもうけ、金属液体メニスカスの標線通過をコンデンサーの電気容量変化から知り、一定体積の試料の流出時間を測定して粘度を求める。コンデンサー回路としては、金属液体のように電気伝導度の高い測定には、Fig.5に示したように標線部A、A'の外周に金属リングをもうけ、他の部分B、B'にも同様にリングをもうけ、この両リングと内部液体との間に直列のコンデンサー回路を形成させるものである。

Fig.5 Apparatus for determination of viscosity by the condenser method

なお、粘度測定中に細管内に微小な気泡が存在する場合には、コンデンサー電気容量変化検出装置を用いると電流計が安定せず、細管内の異常流動を感知することができた。その他、本法によれば粘度計の材質は不透明でもよいので高温用耐火物製細管の製作が可能であれば、1200°C以上でも細管法による粘度測定が可能であろう。

8. その他、主として高温で測定する場合の問題点として

- (1) 粘度計の熱膨張について
 - (2) 金属液体試料の酸化皮膜および気泡などによる影響
 - (3) 炉内の温度を均一に、かつ一定に保持すること
- などがあるが、紙数の関係上追って報告する。

以上の諸条件を考慮し、精度 $\pm 0.5\%$ を目標として、硬質ガラス製および透明石英ガラス製オストワルド型粘度計を設計、試作した。おもな各部分の寸法をTable 1に示した。

Table 1 Essential dimensions of U-type viscometer

r	0.015~0.02 cm
l	7~8 cm
h	10 cm
V	4 cm ³

V. 試作した細管粘度計確認のための実験

前述の諸条件を考慮して試作した粘度計の適用性を検討するために、水銀、*n*-ヘプタン、蒸りゅう水などの粘度を測定した。水銀は金属液体のなかで、もっとも動粘度が小さい方であろうと予想される。つまり、もっとも層流状態がえにくいわけであるから、水銀に適用できれば他の金属液体にも適用できるものと考えられる。

なお、粘度決定のための密度の値としては既知の値を引用した。これらの物質の密度はいずれも古くから精密に測定されているものである。

1. 粘度測定装置

Fig.6は実験装置の概略図を示したもので、排気系、ガス清浄系、恒温槽、粘度計などよりなっている。恒温槽としては直接法とコンデンサー法を比較するため、外部から直接観察のできるガラス製を用いた。粘度計内の試料面が恒温槽内の液面から常に3cm以上深く没するようにした。温度調節用媒剤としては水を用いた。攪拌、加熱、温度調節はすべて自動的におこない、温度調節幅および温度分布はともに0.1 degに制御した。

Fig.6 Viscosity apparatus

粘度計の構造はFig.4(a)に示したもので、普通、オストワルド型粘度計といわれている。U字管の一方が細管とその上部にある測時球とからなり、もう一方の管の下部に試料だめがある。試料の熱膨張による有効液柱差(h)の変化を無視するために、試料だめの径を大きくした。

コンデンサー法による測定の場合は、標線部ならびに粘

度計の下部に 0.5 mm ϕ の銅線を巻いてコンデンサー回路を構成した。

2. 試 料

粘度計確認のための標準液、つまり粘度計定数、係数決定のための標準液としては粘度検定済の水銀 (99.9999%) ならびに n-ヘプタンを用いた。その他、蒸りゅう水とベンゼンを用いた。水銀の粘度測定試料としては、市販のもの (99.9999%) を用いた。この型の粘度計は常に一定体積の試料を粘度計に入れなければならないが、各試料とも 10 cc とした。

3. 操 作

(1) 粘度計の準備

予想される試料の粘度に応じた粘度計を選び、適当な蒸発性の溶剤で洗浄したのち、濃硫酸と重クロム酸カリ飽和水溶液の同量混合液、または王水を粘度計内に満たし 1~2 日間放置した。さらに、その液を細管中に流通させてよく洗い、きれいな流水で十分洗浄したのち乾燥した。粘度計内にゴミが入らないように注意して、150°C の恒温乾燥器中で 1~2 日間にわたって乾燥させた。

(2) 試料の入れ方

粘度計試料だめの上部から静かに入れた。特に、水銀の場合には気泡が入らないように注意して、試料だめの上部から管壁をつたって細い糸状にして流し込んだ。

(3) 粘度計の取付けおよび加熱

試料を入れた粘度計を恒温槽内に垂直に取付けたのち、ただちに 10^{-4} mmHg 程度に排気してから 100°C までゆっくり加熱し、ときどき振動を与えて気泡を除いた。

粘度計は垂直に正しく取付けて流下時間を測定しなければならないが、多少傾いて取付けられた場合には有効液柱差が異なってくるので誤差の原因となる。しかし、2 度傾くことによってその誤差は 0.06% であり、注意して取付ければ問題にならない。

(4) 測 定

測定に用いた補助器具として、流下時間測定にはあらかじめ較正された 0.1 秒目盛を有するストップウォッチを使用し、温度測定には 0.1 度の目盛を有する温度計を用いた。

試料が測定温度に達したら、その温度で 15 分間くらい保持したのち測定を開始した。P₂O₅ 中を通した高純度アルゴンガスを試料だめの部分へ流し、加圧によって、気泡が入らないようにゆっくり細管を通して測時球の上部標線より 5~10 mm 上まで試料面を上げたのち、自然流下させた。試料面が測時球の上下標線間を通過するに要する時間を、直接観察法ならびに前述のコンデンサー法 (電気容量変化を電流変化に変えて電流計のふれから読みとる) により測定した。同様な測定を 3 回くり返した。

4. 実験結果および考察

(1) 実験結果および粘度計定数、係数の決定

Fig. 7 に標準値の測定結果を ν/t と $1/t^2$ との関係において示した。同図には参考値として蒸りゅう水、ベンゼンの値も併示してある。同図より明らかなように ν/t と $1/t^2$ との間には直線関係が成立し、(4) 式の関係を満足している。一方、水銀のレイノルズ数を (5) 式から計算で求めるとはば 300~600 となる。これらのことから、層流条件をはじめとして、細管法による粘度測定の基礎的条件が満たされていることは明らかである。

Viscosity standard liquid

V.S.L.	Temp. (°C)	K.V (cSt)
N-heptane	25	0.5733
Mercury	20	0.1150

$$\nu = 0.00125_5 t - \frac{0.774_7}{t}$$

Fig. 7 Relationship of ν/t vs $1/t^2$ for various substances

(4) 式または Fig. 7 より粘度計定数 (C_1), 係数 (C_2) を求めると (一例として), つぎの実験式をえた。

硬質ガラス製粘度計 (No. 1)

$$\nu = 0.00125_5 t - 0.774_7/t$$

透明石英ガラス製粘度計 (No. 2)

$$\nu = 0.00122_6 t - 2.98_9/t$$

(2) 水銀の粘度

本粘度計 (No. 1) による水銀の測定結果を Table 2 に示した。本表中の密度値は、現在もっとも正確であると考えられている値を引用したもの⁽¹²⁾である。Fig. 8 は水銀の粘度を温度に対して示したもので、本結果は Smithsonian⁽¹³⁾や Henning⁽¹⁴⁾らの結果とよく一致している。

なお、粘度の対数 ($\log \eta$) を絶対温度の逆数 ($1/T$) に対して示すと Fig. 9 のようになり、指数関数型の傾向がある

(12) K. E. Bett, P. F. Hayes and D. M. Newitt: Phil. Trans., **A** (1954), 231; A. H. Cook and N. W. B. Stone: Phil. Trans., **A** (1957), 250; 義輪: 密度および濃度 (計量管理協会編, コロナ社, (1962) に収録されている。

(13) Smithsonian: Physical Tables, (1933), 209.

(14) 芝: 物理常数表, (1949)。

ように判断されるが、温度範囲を広くとった結果を次報で報告する。

(3) 粘度測定精度

本法による粘度測定精度を検討してみよう。

細管法の基本式である H-P の式について、金属液体の粘度測定立場から検討し、1% の精度で基本条件および

Table 2 Viscosity of mercury

Temp. (°C)	Efflux time (sec)	K. Viscosity (cSt)	Density (g/cm ³)	Viscosity (cP)
0.5	104.0	0.123 ₁	13.61	1.67 ₅
11.0	100.6	0.118 ₆	13.57	1.60 ₉
20.0	97.9	0.115 ₀	13.55	1.55 ₈
30.0	95.0	0.111 ₁	13.52	1.50 ₂
40.0	92.6	0.107 ₈	13.50	1.45 ₅
50.0	90.4	0.104 ₉	13.47	1.41 ₃
60.0	88.8	0.102 ₇	13.45	1.38 ₁
70.0	87.2	0.100 ₆	13.42	1.35 ₀
80.0	85.2	0.097 ₈	13.40	1.31 ₁
90.0	83.6	0.095 ₇	13.38	1.28 ₀

Fig.8 Temperature dependence of viscosity for mercury

Fig.9 Relation between $\log \eta$ and $1/T$

Table 3 Comparison of the condenser- and direct observation method

Method	Substance	Temp. (°C)	Efflux time (sec)			
			1	2	3	Mean
Condenser	N-Heptane	20.0	458.0	458.0	457.8	458.0
Direct obs.	N-Heptane	20.0	457.4	458.0	457.8	457.7
Condenser	Mercury	20.0	98.0	97.9	97.9	97.9
Direct obs.	Mercury	20.0	97.9	97.9	97.9	97.9

境界条件を満足するように粘度計を設計し、測定した結果、(4)式の関係を満たしていることがわかった。

流下時間測定結果の一例を Table 3 に示した。すなわち、直接法、コンデンサー法ともに再現性はよく、また、両者の差はほとんど認められない。

これらのことから、細管法による粘度測定精度は $\pm 0.5\%$ 程度である。

(4) 粘度標準液について

一般に粘度測定には比較法が用いられ、その第 1 次標準液として 20°C における蒸りゅう水の粘度 (1.002 cP) が用いられている。もちろん、絶対測定が望ましいが、それはたとえば、細管法でいえば内径の一樣な細管を作り、その内径を精密に測定する必要があり実際には非常に困難だからである。

純水以外の粘度標準液としては、比較的安定な液体である炭化水素油、n-ヘプタンが 2 次標準液として採用されている。

金属液体に対する粘度標準液としては、上述の標準液が最適かどうか疑問である。金属液体の粘度測定においては、管壁におけるすべり、表面張力の影響および一般の液体に比べて動粘度が非常に小さいなどの理由によるものである。そこで、本研究においては 20°C (0.1150 cSt, 1.558 cP) および 90°C (0.0957 cSt, 1.280 cP) における水銀の動粘度を金属液体の粘度測定のための標準液として採用した。

VI. 結 言

金属液体の粘性の現象を再検討するために、まず、それらの粘度を正しく精密に測定することを目的として、粘度測定法について検討した。その結果、理論的にもっとも確立されている細管法を採用し、金属液体の粘度測定立場から、H-P の式に対する仮定について検討した。また、高温測定に際して問題となる金属液体メニスカスの標線通過を観察するために、コンデンサー電気容量検出装置を案出した。それらにもとづいて粘度計を設計、試作し二、三の物質について測定した結果、 $\pm 0.5\%$ 程度の精度で測定できることが明らかになった。

終りに本研究に際し、粘度測定法に関し種々ご助言いただいた工業技術院計量研究所第 3 部長、川田裕郎博士、ならびにコンデンサー電気容量検出装置作製にご協力いただいた東北大学工学部応用物理学教室助教授、金山道雄博士に対して感謝の意を表します。