論 文

International Comparison of the Viscosity of the
ASTM Standard Oil Samples

by

Yasumitsu KURANO, Kiyoshi YOSHIDA, Kimio KURASE, and Michio KAWATA

(National Research Laboratory of Metrology, Tokyo 173)

The kinematic viscosity measurements of the ASTM (American Society for Testing and Materials) standard oil samples have been carried out as the ASTM cooperative kinematic viscosity testing program under the supervision of the ASTM since 1959. Our laboratory has taken part in this testing program every year since 1969.

This paper describes the results of kinematic viscosity measurements obtained on the standard oil samples with normal flow U-tube master viscometers at our Laboratory and the results of comparison among the data obtained with each capillary-type master viscometer at foreign national laboratories and our laboratory over the period from 1969 to 1978.

It is concluded that the difference between the viscosity measurements obtained at our laboratory and the foreign national laboratories is within $\pm 0.2\%$ in the range of viscosity less than $2.4 \times 10^3 \text{ mm}^2/\text{s(cSt)}$ and $+0.00 \sim +0.42\%$ in the range less than $8.1 \times 10^4 \text{ mm}^2/\text{s(cSt)}$ over the temperature range from 20 to 40°C .

ASTM 粘度標準液の粘度の国際比較

倉野 恭充・吉田 清・倉瀬 公男・川田 裕郎*

(原稿受理：1979年1月17日)

1. はじめに

粘度の国際比較が米国の ASTM^{*1} で計画され、1959年以来 ASTM Cooperative Viscosity Testing Program として毎年実施されている。この比較測定を試料としては、ASTM粘度標準液^{*2}

* 計量研究所 東京都板橋区加賀1-10-4

*¹ American Society for Testing and Materials の略、米国材料試験協会。

*² 米国では、古くから API (American Petroleum Institute) の粘度標準液が一般に供給されていたが、1959年1月から ASTM 粘度標準液がこれに代わった。一方、NBS(National Bureau of Standards) でも NBS 標準液が1938年から供給されていたが、1967年にこれを廃止し、ASTM 粘度標準液に統合した。ASTM 粘度標準液の種類は統合前7種類であったが、現在9種類となっている。

(以下、標準液とする) が用いられ、それらの標準液が各国の主な試験研究所に送られて粘度の比較実験が行われている。わが国の計量研究所にも参加の要請があり、1969年以来参加してきた。

本報告では、1969～1978年度の10年間にわたって筆者らが行ってきた計量研究所の測定、および ASTM で取りまとめられた参加研究所の測定結果の資料¹⁾を基に、粘度の国際比較の概要、参加研究所間の測定結果の比較について述べる。

2. 粘度の国際比較の概要

2・1 参加研究所と使用粘度計

Table I に1969～1978年度までの参加研究所、およびそれぞれの参加研究所における使用粘度計の種類を示す。

Table 1 に*印で示したように、国立の計量標準研究所として

Table I Participating laboratories in the annual ASTM cooperative viscosity testing program and the viscometers used at each laboratory.

Lab. Code No.	Laboratory	Type of viscometer	○ : Participation — : Nonparticipation										
			Year										
			'69	'70	'71	'72	'73	'74	'75	'76	'77	'78	
1	Gulf Research and Development Company (USA)	Cannon-Ubbelohde, } Cannon-Fenske Routine }	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	
2	Exxon Research and Engineering Company (USA)	Ubbelohde	○	○	○	○	○	○	○	—	—	○	
3	Atlantic Richfield Company (USA)	Cannon Master, } Cannon-Ubbelohde }	○	○	○	—	—	—	—	—	—	—	
4	Rohm and Haas Company (USA)	Cannon Master	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	
5	Standard Oil Company of California (USA)	Zeitfuchs Transparent, } Zeitfuchs Cross-Arm }	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	
6	United States Testing Company (USA)	Cannon-Ubbelohde, } Ubbelohde }	○	○	○	○	○	○	○	○	○	—	
* 7	National Bureau of Standards (USA)	Cannon Master	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	
8	Koninklijke/Shell-Laboratorium, Amsterdam (Holland)	Cannon-Fenske Routine, } Ostwald-Gruneisen }	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	
9	Texaco Research Center (USA)	Cannon-Fenske Routine, } Cannon-Ubbelohde }	○	○	○	○	—	—	—	—	—	—	
* 10	National Research Council (Canada)	Cannon Master	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	
11	Sun Oil Company (USA)	—	○	○	○	○	—	○	○	○	—	○	
12	Amoco Oil Company (USA)	Fitzsimons	—	○	○	○	○	○	○	○	○	○	
13	Department of National Defence (Canada)	Cannon-Fenske Routine	○	○	○	○	—	○	○	○	○	○	
14	Continental Oil Company (USA)	Zeitfuchs Long-Capillary	—	○	—	—	—	—	○	—	—	—	
15	Mobil Research and Development Corp. (USA)	Cannon-Fenske Routine	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	
16	British Petroleum Research Centre (England)	IP Suspended Level	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	
* 17	National Physical Laboratory (England)	U-Tube Type BS/V/MV, } Suspended Level BS/IP/SL/MV }	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	
* 18	National Research Laboratory of Metrology (Japan)	Normal flow U-Tube Master	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	
19	AF Aero Propulsion Laboratory (USA)	Cannon-Fenske Routine	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	
20	Materials Research Laboratories (Australia)	Ubbelohde Master	○	○	○	—	○	○	○	○	○	○	
* 21	Physikalisch-Technische Bundesanstalt (Germany)	Ubbelohde	—	—	○	○	○	○	○	○	○	○	
22	Institute for Physical Chemistry TNO (Holland)	Special Ostwald	—	—	○	○	○	○	○	○	○	○	
* 23	Office National Des Mesures (Hungary)	Ubbelohde Master	—	—	—	○	○	○	○	○	○	○	
* 24	National Measurement Laboratory (Australia)	NML Double-Bulbed U-Tube	—	—	○	○	—	○	○	○	○	—	
* 25	Swiss Federal Laboratory for Testing Materials and Research (Switzerland)	Standard Ubbelohde	—	—	○	○	○	○	—	○	○	○	
* 26	Institute for Metrology (Romania)	Cannon Master	—	—	—	—	○	○	—	○	—	—	
* 27	Czechoslovak Institute of Metrology (Czechoslovakia)	Ubbelohde	—	—	—	—	○	—	—	○	○	—	
28	Sohio Research (USA)	Zeitfuchs	—	—	—	—	—	○	—	○	○	○	
29	U.S. Army Metrology and Calibration Center (USA)	Cannon Master	—	—	—	—	—	—	—	—	○	○	
CIC	Cannon Instrument Company (USA)	Cannon Master, } Cannon-Ubbelohde Master, } Cannon-Ubbelohde }	19	21	24	23	22	25	23	25	24	23	

* : National standard laboratory

はわが国の計量研究所のほか、NBS(National Bureau of Standards, 米国), NRC (National Research Council, カナダ), NPL (National Physical Laboratory, 英国), PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt, 西ドイツ), ONM (Office National Des Mesures, ハンガリー), NML(National Measurement Laboratory, オーストラリア), SFLTMR (Swiss Federal Laboratory for Testing Materials and Research, スイス), IM (Institute for Metrology, ルーマニア), CIM (Czechoslovak Institute of Metrology, チェコスロバキア) の10研究所で、他は公立および石油関係等の民間研究所である。

ASTM Cooperative Viscosity Testing Program の目的は、当初は米国内における民間の研究所の粘度測定が、標準液の試験および供給業務を担当している米国の CIC (Cannon Instrument Company) とどの程度一致しているかを調べることにあったようであるが、次第に各国の研究所への参加の呼び掛けとなり、Table I に示すように年をおって国際色豊かなプログラムへと発展してきている。

1979年度の参加研究所は米国、カナダ、英国、オランダ、スイス、ハンガリー、西ドイツ、オーストラリアおよび日本の9カ国、23研究所 (CIC を含む) であった。

2・2 測定試料

測定試料は、現在米国内で一般に供給されている標準液 S-3 から S-30000 の9種類で、動粘度範囲は約 $1 \sim 81,000 \text{ mm}^2/\text{s}$ (約 $1 \sim 81,000 \text{ cSt}$)、測定温度範囲は $-53.89 \sim 100^\circ\text{C}$ ($-65 \sim 212^\circ\text{F}$) である。CIC は、参加研究所に対してこれらの標準液のうち2～3種類を測定温度を指定して割り当てる。また、この国際比較の幹事役である CIC は、全参加研究所に割り当てた標準液と同一ロットの標準液の動粘度を指定した全温度で測定し、動粘度の相互比較の際の基準値としている。したがって、参加各研究所は全種類の標準液の動粘度測定に参加しなくても、CIC から送られてくる資料¹⁾ (毎年、ASTM に提出するため、CIC でまとめられた参加各研究所の測定結果およびその比較等の報告書の写し) を基に、CIC の動粘度測定値からの偏差によって参加研究所間の比較を行うことができる。

Table II に標準液の種類および指定測定温度における概略の動粘度値を示す。これらの標準液は、S-3からS-600のものは鉱油であり、S-2000からS-30000のものはポリブテン (ノルマルブテンとイソブテンの共重合体) である。

2・3 動粘度の測定方法

動粘度の測定については、CIC から次のような方法によることが指示されている。すなわち、割り当てられた1種類の標準液について1指定測定温度で2本の細管粘度計を用い、それぞれの粘度計で標準液の流下時間を3回ずつ繰り返し測定し、更に日を改めて同様な測定を反復することが取り決められている。動粘度は、得られた6つの流下時間の平均値にそれぞれの粘度計の粘度計定数を乗じて算出する。以上の方法に従って各標準液ごとに CIC から送られてくるデータシートに測定結果を記入するほか、粘度計の型式、番号、平均有効液柱高さ、動粘度計算式、測時、測温法等も併せて記入して報告する。CIC では2本の粘度計により得られた動粘度の平均を取って参加研究所の動粘度測定値としている。

測定に使用する細管粘度計は、できればマスター粘度計を用いることが CIC から要請されている。マスター粘度計は、 20°C の蒸留水の粘度を基準にして粘度計定数が高精度に決定されている粘度計で、通常使用されている細管粘度計に比べて細管部を長くし ($40 \sim 50 \text{ cm}$)、種々の誤差を小さくして粘度の精密な測定に有利な構造に設計されている。しかし、粘度計の型式および粘度計定数の決定法については特に指定されていないので、Table I に示すように種々の型式のガラス製細管粘度計が使用されている。

なお、測定温度については、1969年度までは1948年国際実用温度目盛 (IPTS-48) によることが、1970年度以降は改訂された IPTS-68²⁾ によることが要請された。

3. 計量研究所の測定および測定結果

3・1 動粘度測定

動粘度の測定には、正流形細管式比較標準粘度計³⁾ (Normal flow U-tube master viscometer, 以下、標準粘度計とする) を用いた。Fig. 1 に標準粘度計の構造を示したが、U字管の一方は測時球と細管からなり、他方の管の下部は試料だめ容器となっている。測時球の体積は $3 \sim 21 \text{ cm}^3$ 程度、細管は内径が $0.4 \sim 9 \text{ mm}$ 程度で、長さが 45 cm 、試料だめ容器の内径は $30 \sim 60 \text{ mm}$ 程度の寸法を持っている。

測定原理は、一定体積の試料を粘度計内に採取し、液柱差を与えて測時球上下の m_1 , m_2 の二標線間を試料が細管を通過して自然流下するのに要する時間を測定して動粘度を求める。すなわち、試料の動粘度 η は、実測した流下時間 t_0 に対して試料の熱膨張に

Table II Approximate kinematic viscosity of the ASTM viscosity standard oil samples.

Viscosity standard designation	Approximate kinematic viscosity (mm^2/s {cSt})								
	-53.89°C (-65°F)	-40°C (-40°F)	20°C (68°F)	25°C (77°F)	37.78°C (100°F)	40°C (104°F)	50°C (122°F)	98.89°C (210°F)	100°C (212°F)
S-3	300	80	4.6	4.0	3.0	2.9	—	1.2	1.2
S-6	—	—	11	8.9	6.0	5.7	—	1.8	1.8
S-20	—	—	44	34	20	18	—	4.0	3.9
S-60	—	—	170	120	60	54	—	7.4	7.2
S-200	—	—	640	450	200	180	—	17	17
S-600	—	—	2400	1600	600	520	280	33	32
S-2000	—	—	8700	5600	2000	1700	—	78	75
S-8000	—	—	37000	23000	8000	6700	—	—	—
S-30000	—	—	—	81000	27000	23000	11000	—	—

Fig. 1 Normal flow U-tube master viscometer.

関する補正 $\varepsilon_1(-0.11\sim+0\%)$, 空気に関する補正 $\varepsilon_2(\pm 0.01\%$ 以内) および指定測定温度と実際の測定温度との差による動粘度変化分に関する補正 $\varepsilon_3(\pm 0.06\%$ 以内) を考慮したものに、標準粘度計の粘度計定数 C を乗じた次式により計算する⁴⁾.

$$\nu = Cl_0(1 + \varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3)$$

計量研究所では、約 $0.5\sim 200,000\text{mm}^2/\text{s}\{\text{cSt}\}$ の広範囲の液体粘度の精密比較測定が可能な標準粘度計群 (1組10本からなる標準粘度計群が2組) を所有しており、それらの粘度計定数は 20°C , 大気圧下の蒸留水の動粘度 $1.0038\text{mm}^2/\text{s}\{\text{cSt}\}$ を基準とした Stepping-up 法⁵⁾により決定されている。標準粘度計による粘度の測定精度については既に検討が加えられており、その値は絶対測定との比較において $\pm 0.1\%$ 以内であることが確かめられている³⁾.

Table III Instrumental constants of the normal flow U-tube master viscometers.

Viscometer No.	Instrumental constant	
	C_{68} ($\text{mm}^2/\text{s}^2\{\text{cSt/s}\}$)	C_{74} ($\text{mm}^2/\text{s}^2\{\text{cSt/s}\}$)
2-1	0.0040154	0.0040169
2-31	0.0065965	0.0065946
3-1	0.021850	0.021866
3-31	0.037404	0.037381
4-1	0.19683	0.19707
4-31	0.25100	0.25095
5-1	2.1347	2.1349
5-31	0.96277	0.9642
6-1	6.7657	6.7642
6-31	4.1192	4.1207
7-1	15.552	15.553
7-31	15.320	15.333
9-1	79.100	79.097
9-31	91.350	91.438

Note: C_{68} and C_{74} were calibrated in 1968 and 1974, respectively.

Table III は、測定に使用した標準粘度計の粘度計定数を示したものであるが、 C_{68} および C_{74} はそれぞれ1968年と1974年に決定した粘度計定数であり⁴⁾, 両者の間にはほとんど差はない。筆者らは1973年度までは C_{68} を、1974年度以降は C_{74} を用いて粘度を求めた。

標準粘度計用精密恒温水槽は、光電式水銀温度調節器による比例制御方式によって、測定温度 $20\sim 50^\circ\text{C}$ の範囲において $\pm 0.001\sim \pm 0.003^\circ\text{C}$ 以内の温度分布で、長時間にわたり恒温に保持できるものを用いた。恒温水槽の温度測定には、計量研究所温度標準研究室で校正された精度 $\pm 0.001^\circ\text{C}$ の白金抵抗温度計 (4導線型) を用いた。また、流下時間は $\pm 1\times 10^{-6}$ の周波数精度を有する電子式カウンターにより、 $\pm 1\times 10^{-4}$ の精度で測定した。Table IV は1969~1978年度において割り当てられた標準液について、計量研究所で測定した6つの流下時間の測定値の変動係数を、使用した標準粘度計ごとに示したものであるが、これを見るとその値は $\pm 0.01\sim \pm 0.07\%$ の範囲内にあり、高精度の測定が行われたことがわかる。なお、標準粘度計の流下時間は記載を省略したが、その値は約 $400\sim 2,800\text{ s}$ の範囲内であった。

Table IV Variation in the flow times of the master viscometers used in the measurements at the NRLM during the period from 1969 to 1978.

Viscometer No.	Variation in the flow times (%)
2-1	0.021~0.046
2-31	0.015~0.040
3-1	0.012~0.044
3-31	0.013~0.022
4-1	0.012~0.053
4-31	0.022~0.072
5-1	0.008~0.042
5-31	0.016~0.032
6-1	0.008~0.044
6-31	0.009~0.035
7-1	0.015~0.053
7-31	0.007~0.049
9-1	0.032~0.033
9-31	0.015~0.021

Fig. 2 Comparison of the results of viscosity measurements performed at the CIC and the NRLM. The minus sign indicates that the value of the NRLM is lower than that of the CIC. The CIC (Cannon Instrument Company) is the secretary in this testing program.

Table V Comparison of the viscosities obtained with falling sphere-type absolute viscometer and capillary master viscometers for oil samples S-8000 at 20°C.

Viscometer		Viscosity (mPa·s{cP})	Note
Capillary master viscometer	Normal flow U-tube type No. 7-1	35412	$\Delta = \frac{35401 - 35437}{35437} \times 100 = -0.10(\%)$
	Normal flow U-tube type No. 7-31	35390	
	mean	35401	
Falling sphere-type absolute viscometer	1.9814 mm steel ball	35331	Diameter of glass cylinder: $D=43.50$ (mm) Distance of fall: $l=99.96$ (mm) Density of the S8000/78101 at 20°C: $\rho=0.88773(\text{g}/\text{cm}^3)$
	1.9816 mm steel ball	35421	
	2.3786 mm steel ball	35447	
	2.3786 mm steel ball	35448	
	mean	35437	

3・2 計量研究所と CIC の動粘度測定値の比較

Fig. 2は、1969～1978年度の計量研究所の測定結果と、CICの測定結果を比較して縦軸にCICの測定値からの偏差をとり、横軸に標準液の動粘度をとって測定年度別にプロットして示した。Fig. 2から、計量研究所とCICの動粘度測定値の間には、測定動粘度範囲において $-0.46 \sim +0.09\%$ の偏差のあることがわかる。更に詳細に見ると、S-3からS-600の低粘度領域では計量研究所の17の測定値すべてが、CICからの偏差で $\pm 0.20\%$ 未満に入っており、非常に良く一致している。S-2000からS-30000の高粘度領域では、21の測定値の72%がCICからの偏差で $\pm 0.20\%$ 未満に入っており、比較的良い一致を示している。一方、それぞれの標準液について計量研究所とCICとの偏差を見ると、S-8000を除けば測定年度によらずいずれも一定の差を示している。これは両者において、再現性の良い動粘度測定が行われていることを示すものと言える。

S-8000の1975～1977年度の20°Cにおける動粘度測定値はCICより低めで、その偏差は $-0.35 \sim -0.46\%$ と大きくなっている。この原因を調べる一つの方法として、1978年度の計量研究所における測定では、標準粘度計でS-8000の粘度を測定すると同時に落球粘度計を用いて粘度の絶対測定を行い、両者の測定値を比較してみた。落球粘度計による粘度の絶対測定の方法については、筆者らが粘度標準の確立に関する研究において検討した方法によった³⁾。

Table Vに落球粘度計および標準粘度計による粘度の測定結果を示したが、両者の差は0.10%以内であった。この結果は、高粘度用の標準粘度計によって得たS-8000の20°Cの動粘度測定値には0.10%以上の系統誤差が入っていないことを示すものと考えられる。

4. 参加研究所の動粘度測定値間の比較

4・1 1978年度参加22研究所とCICの測定結果の比較

Fig. 3は、1978年度の測定に参加した22研究所の測定結果とCICの測定結果を比較したものであるが、CICからの偏差で $\pm 0.20\%$ 未満の測定値は参加研究所の全測定値の76%であった。また、CICからの偏差を $\pm 0.30\%$ 未満で整理すると、全測定値の82%がこの範囲内に入っていることがわかった。この数値は測定年

Fig. 3 Comparison of the results of the viscosity measurements performed at 22 laboratories (9 countries) with those at CIC in 1978.

度により多少の増減はあるが、ほぼ類似しており大きな変化はない。しかし、研究所によってはかなり大きな偏差を示しているところがあった。大きな偏差を示した研究所のほとんどはFig. 3からわかるように、低粘度標準液の低温度および高温度における測定を受け持った研究所か、高粘度標準液の測定を受け持った研究所である。このことは、低温度および高温度、高粘度における動粘度測定が室温および低粘度における測定に比べて、例えば低、高温槽の高精度恒温維持、高粘度用粘度計の粘度計定数の高精度決定等の困難が存在することが原因していると考えられる。

計量研究所の測定結果はCICの値より低めであるが、全部の測定値が $\pm 0.20\%$ 未満の偏差に入っており良く一致している。しかし、高粘度領域で他の国立計量標準研究所との差がやや大きい。

4・2 NBS, NPL, PTB と CIC の測定結果との比較

Fig. 4は、NBS, NPL, PTB等の著名な国立計量標準研究所の測定結果と、CICの測定結果を1969～1974年度および1975～1978年度のグループに分けて比較整理したものであるが、高粘度領域を除けば比較的良い一致と言える。各研究所の測定値のうちCICからの偏差が $\pm 0.20\%$ 未満の割合を見ると、計量研究所の84% (3・2参照) に対し、NBS, NPL, PTBがそれぞれ72, 94, 94%を占めている。これは各研究所の動粘度測定技術の優秀性を示すものと考えられる。

Fig. 4 Comparison of the results of the viscosity measurements performed at the NBS (U.S.A.), the NPL (England), and the PTB (West Germany) with those at the CIC.

Fig. 5 Comparison of the results of the viscosity measurements performed at the NBS, the NPL, and the PTB with those at the NRLM.

なお、最近4年間の測定結果を見ると、NBS, NPL, PTBとも高粘度領域における測定値がCICより高めで、その偏差は+0.10~+0.78%と、Fig. 2に示した計量研究所とは逆の傾向を示している。

4.3 NBS, NPL, PTB と計量研究所の測定結果の比較

3.2で述べたように計量研究所では、Fig. 2に示した標準液についてそれぞれの動粘度を測定したが、これと同一ロットの標準液の動粘度を測定した研究所の中からNBS, NPL, PTBおよびCICを選び、これらの測定結果と計量研究所の測定結果との比較を試みた。Fig. 5はその結果を示したもので、縦軸に計量研究所の測定値からの偏差を、横軸に標準液の動粘度をとって研究

所別にプロットしてある。

Fig. 5から計量研究所との偏差は、-0.15~+0.42%の範囲内にあることがわかる。S-3からS-600の低粘度領域では、17の測定値の94%が計量研究所からの偏差で±0.20%未満に入っており、非常に良く一致している。S-2000からS-30000の高粘度領域では13の測定値のうち、計量研究所からの偏差で±0.20%未満に入っている割合は31%、±0.30%未満に入っている割合は62%で、低粘度領域に比べて偏差がやや大きくなってきており、その値は+0.00~+0.42%の範囲内であった。

4.4 ASTM 高粘度標準液の粘度の安定性

粘度標準液に要求される重要な性質の一つとして、粘度の経時変化が小さいことが挙げられる。現在用いられている標準液の組成の物理的および化学的性質は不変のものではなく、長期間保存したときには変質等による粘度の経時変化が、わずかではあるが認められている。

容量500mlのガラスびんに試料を入れ密栓し、熱および光を避けた室温下で1年間保存したとき、S-3からS-600の低粘度標準液では0.10%以内の粘度増加が、S-2000からS-30000の高粘度標準液では0.10~0.20%程度の粘度増加が認められている¹⁾。また、S-2000からS-30000の高粘度標準液と同じ組成を持つ試料で、日本工業規格JISZ 8809⁶⁾に規定されたJS20H, JS60HおよびJS200Hの高粘度標準液についても同様な条件下で保存した場合は同程度の安定性を示すが、一度開栓して使用したのちびん中に残った試料は、残量によってその粘度変化の程度が異なり、残量が少ないとき比較的大きい粘度増加(大きい例として、残量が100mlのとき1年間の増加は2%程度)のあることが、筆者らの測定により認められている^{7),8)}。このように高粘度標準液は比較的経時変化は大きい、短期間での粘度測定では3・2, 4・1, 4・2, 4・3で述べてきたような研究所間の偏差が±0.30%以上になる原因とは考えがたい。

最近のCICからの私信⁹⁾には、S-2000からS-30000の高粘度標準液の測定において、粘度計内に試料を採取してから長時間経過後粘度測定を行うと大きな粘度増加があることが指摘されている。すなわち、37.78°Cにおいてキャノンマスターおよびキャノンウベローデマスター粘度計により、S-2000からS-30000の動粘度を繰り返し測定した際、測定のつど徐々に動粘度が増加す

Table VI Variation of the kinematic viscosity of oil samples S-2000, S-8000, and S-30000 with time elapsed in the respective viscometers.⁹⁾

Time elapsed after the sample put in the viscometer (hours)	Kinematic viscosity at 37.78°C (mm²/s {cSt})					
	S-2000		S-8000		S-30000	
	CM	CUM	CM	CUM	CM	CUM
2	1886.5	1887.6	7782.7	7783.3	26925	26916
22	1887.0 (+0.03)	1889.0 (+0.07)	7803.6 (+0.27)	7802.5 (+0.25)	27014 (+0.33)	27031 (+0.43)
30.2	1890.1 (+0.19)	1890.9 (+0.17)	7811.7 (+0.37)	7813.3 (+0.39)	27052 (+0.47)	27066 (+0.56)
44.8	1890.1 (+0.19)	1891.8 (+0.22)	7821.3 (+0.50)	7824.2 (+0.53)	27070 (+0.54)	27081 (+0.61)
143	1894.5 (+0.42)	1892.7 (+0.27)	7835.0 (+0.67)	7819.2 (+0.46)	27115 (+0.71)	27181 (+0.98)

Note: CM: Cannon Master Viscometer, CUM: Cannon-Ubbelohde Master Viscometer

The figures in parentheses indicate the increment of kinematic viscosity from the value determined at 2 hours after sample put in the viscometer in percent.

る傾向が観測されたという。Table VI はその測定結果であるが、粘度計内に標準液を採取してからの経過時間によって動粘度測定値は増加している。したがって、高粘度標準液を受け持った研究所が粘度計内に標準液を採取後、どれ位の時間で動粘度測定を終了したかによって、研究所間の測定値に違いが生じる可能性がある。

計量研究所では6～8時間で測定を終了しているが、NPL では測定の前日に標準液を粘度計内に採取していることが報告されており、Fig. 3 および Fig. 4 に示したように、S-30000の25°CにおけるNPLの測定値は、CICからの偏差が+0.78%と大きい値をとっている原因と考えられる。計量研究所の動粘度測定値が高粘度領域において、他の研究所より低めの傾向であることの原因と併せて今後検討を要する課題である。

5. お わ り に

1969～1978年度の10年間にわたって計量研究所が参加してきたASTM 粘度標準液の粘度の国際比較についてその概要、筆者らによって行われた計量研究所での測定およびその結果、並びに参加研究所間の比較を述べたが、これを要約すると次のようになる。

(1) 1978年度までの10年間にわたる計量研究所の測定結果は、この国際比較の幹事役であるCICの測定結果と比較すると、S-3からS-600の低粘度領域では全測定値が $\pm 0.20\%$ 未満の偏差に入っており、非常に良く一致している。S-2000からS-30000の高粘度領域では全測定値の72%が $\pm 0.20\%$ 未満の偏差に入っていることがわかった。特に1975～1977年度の測定において -0.30% 以上の偏差を示したS-8000の標準液については、1978年度の測定の際、落球粘度計により粘度の絶対測定を行い、標準粘度計の測定値との比較を行ってみた。その結果、両者の値の差は 0.10% で一致し、 -0.30% 以上の偏差を生じるような系統誤差は、筆者らが行った粘度測定では考えられないことを確かめた。

(2) 1978年度における9カ国22研究所の測定結果は、CICとの比較において、全測定値の76%が $\pm 0.20\%$ 未満の偏差に入っていることがわかった。また、計量研究所とCICの比較では、高粘度標準液を含めた全測定値が、 $\pm 0.20\%$ 未満の偏差に入っていることがわかった。

(3) NBS, NPL, PTB等の著名な国立計量標準研究所の測定結果は、CICとの比較において、 $\pm 0.20\%$ 未満の偏差に入ってい

る割合をみると、NBS, NPL および PTB がそれぞれ72%, 94%および94%を占めていることがわかった。しかし、高粘度領域では各研究所ともCICの測定値より高めで、その偏差は $+0.10\sim +0.78\%$ と、計量研究所の結果とは逆の傾向を示していることがわかった。

(4) 計量研究所と同じ種類の標準液の動粘度を測定したNBS, NPL, PTBの測定結果は、計量研究所との比較において、低粘度領域では全測定値の94%が $\pm 0.20\%$ 未満の偏差に入っており、非常に良く一致している。しかし、高粘度領域では計量研究所の測定値より高めで、その偏差は $+0.00\sim +0.42\%$ であることがわかった。

(5) 国立の研究所ばかりでなく、粘度測定を必要としている公立および民間の研究所が数多く参加していることから、国際間の粘度測定の現状を知ることができたが、これらの研究所でも高粘度領域での偏差が大きくなっており、これは4・4で述べた高粘度標準液の粘度の安定性とも関連して今後の検討課題の一つと考えられる。

(昭和53年10月24日第26回レオロジー討論会にて講演)

参 考 文 献

- 1) Report of the Annual ASTM Cooperative Viscosity Testing Program (1969～1978).
- 2) 計量研究所邦訳, “解説1968年国際実用温度目盛”, p. 1 (1971) コロナ社.
- 3) Kawata, M., K. Kurase, and K. Yoshida, *Bulletin of the NRLM*, No. 20, 16 (1970).
- 4) 倉野恭充, 吉田清, 倉瀬公男, 計量研究所報告, **25**, No. 2, 29 (1976).
- 5) 吉田清, 川田裕郎, 倉瀬公男, 計量研究所報告, **15**, No. 1, 24 (1966).
- 6) JISZ 8809—1978, 粘度計校正用標準液.
- 7) 吉田清, 倉瀬公男, 倉野恭充, 小野山益弘, 材料, **22**, No. 236, 114 (1973).
- 8) 倉野恭充, 倉瀬公男, 計量研究所報告, **27**, No. 2, 37 (1978).
- 9) CIC Dr. Manning からの川田宛の私信 (1978).