粘度計校正用標準液の ASTM 動粘度-温度表示式への適用

倉野 恭充*・小林 比呂志*・吉田 清*

Application of Standard Liquids for Calibrating Viscometers
to the ASTM Kinematic Viscosity-Temperature Relation

Yasumitsu KURANO*, Hiroshi KOBAYASHI* and Kiyoshi YOSHIDA*

1. はし が き

各種粘度計の校正のために、JIS Z 8809-1986 に規定されている粘度計校正用標準液 13 種類があり、国内のさまざまな工業分野などで使用されている。これら標準液の動粘度および粘度の決定値は、JIS Z 8809 の規定にしたがい、計量研究所において 20, 30, 40°C の各温度（高粘度の 1 種類のみ 20, 25°C）で測定され一般に供給されている。

最近、筆者らにより流下時間自動測定方式を採用した細管式比較標準粘度計（マスター粘度計）が整備され、-40~100°C の広温度域における液体の動粘度の精密測定技術が確立された。また、これを基礎にして動粘度の国際比較に参加し、当所の粘度標準の国際的な整合性が確認された^{1), 2)}。そこで標準液 10 種類を対象に、温度領域を広げた動粘度と温度の関係を調べてユーザの実用上の便に資することを目的に、15~100°C の範囲内の 15 点に及ぶ各温度で動粘度を精密測定した。その結果を ASTM 規格などに採用されている動粘度-温度表示式（以下 ASTM 動粘度-温度表示式と呼ぶ）へ適用し、同式の有効性を検証するとともに、標準液の任意の温度における動粘度を推定するための基礎データを得た。

2. 実験の概要

2.1 ASTM 動粘度-温度表示式

液体の動粘度は温度によって大きく変化する。特に炭化水素油を主成分とする石油製品類について、動粘度と温度の関係を表わす実験式として広く利用されているのが、Wright (1969) によって提案され³⁾、ASTM

Table 1 Values of Z expressed as a function of kinematic viscosity (ν) and the range of application

Range of kinematic viscosity (mm^2/s)	Value of Z (mm^2/s)
$2.00 \sim 2 \times 10^7$	$Z = \nu + 0.7$
$1.65 \sim 2 \times 10^7$	$Z = \nu + 0.7 + C$
$0.90 \sim 2 \times 10^7$	$Z = \nu + 0.7 + C - D$
$0.30 \sim 2 \times 10^7$	$Z = \nu + 0.7 + C - D + E$
$0.24 \sim 2 \times 10^7$	$Z = \nu + 0.7 + C - D + E - F + G$
$0.21 \sim 2 \times 10^7$	$Z = \nu + 0.7 + C - D + E - F + G - H$

where, $C = \exp(-1.14883 - 2.65868\nu)$

$D = \exp(-0.0038138 - 12.5645\nu)$

$E = \exp(5.46491 - 37.6289\nu)$

$F = \exp(13.0458 - 74.6851\nu)$

$G = \exp(37.4619 - 192.643\nu)$

$H = \exp(80.4945 - 400.468\nu)$

D 341-77 または JIS K 2283-1983 などに採用されているつぎの ASTM 動粘度-温度表示式である。本式の関係を用いれば、異なる 2 点以上の温度における動粘度測定値から、任意の温度における動粘度を求めることができる。とされている。

$$\log \log Z = A - B \log T \quad (1)$$

ここに、 A , B は液体の種類によって決まる定数、 T は絶対温度、 Z は mm^2/s で表わした“動粘度 ν + 補正值”で、 ν の範囲によって Table 1 に示す値を使い分ける。この補正值については、MacCoull (1927), Walther (1931) が実測値をもとに ν の範囲によらずそれぞれ 0.7, 0.8 なる一定値を提案した。その後、ASTM の粘度委員会は ASTM の規格に ν の範囲によって 0.6~0.75 の値を規定 (1937) し、さらに、1977 年に温度および動粘度範囲を拡張した ν の関数形で示される Table 1 の Wright の結果³⁾を採用し、現在に至っている。

2.2 試料および動粘度測定

標準液のうち、その組成が高度に精製された石油系の炭化水素油である JS 2.5~JS 2000 (20°C で約 2.5~2,000 mm^2/s の動粘度範囲) の 10 種類を対象に、最

* 計量研究所 茨城県新治郡桜村梅園 1-1-4

* National Research Laboratory of Metrology, Niihari-gun, Ibaraki

(Received February 4, 1987)

(Revised March 26, 1987)

Key Words: viscosity standard liquids, calibration of viscometer, viscosity-temperature relation

Fig. 1 Schematic diagram of the automatic time of flow detecting system

近ユーザに供給されている特定の Lot のものを測定試料とした。

15 点の各温度 (15, 18, 20, 22, 25, 28, 30, 32, 35, 38, 40, 50, 60, 75, 100°C) における動粘度の測定には, 標準液の動粘度および粘度の決定に用いている精度管理された低～中粘度範囲用の 2 組 12 本のマスター粘度計を用いた。

試料の動粘度 ν は, マスター粘度計測時球内の一定体積量が試料の液柱差によって細管を通して自然流下する時間を自動測定して求めた。 ν は繰返し測定を行って得た平均流下時間 t_0 に対し, 試料および粘度計の熱膨張による補正 ϵ_1 と空気の密度による補正 ϵ_2 を考慮したものに, マスター粘度計固有の粘度計定数 K を乗じた次式により求めた。ここで K については, 大気圧, 20.00°C の蒸留水の動粘度 1.0038 mm²/s を基準とした Stepping-up 法^{1),4)}により決定されている。

$$\nu = K t_0 (1 + \epsilon_1 + \epsilon_2) \quad (2)$$

Fig. 1 に流下時間自動計測部を示す。

測時球上下の位置に発光ダイオードからの赤外線をオプティカルファイバによって透過し, 試料の液面通過時における透過光量変化をフォトダイオードで検出する。検出信号は増幅・制御回路をへて, パルス信号として測時カウンタを作動させ, 流下時間を 1 ms 桁まで計数させる。なお, 各温度における流下時間の測定は, 2 回 (JIS Z 8809 に規定されている 20, 30, 40°C では 3 回) 繰返した。

動粘度の測定値は, 組の異なるほぼ粘度計定数が等しい 2 本のマスター粘度計でそれぞれ得られた同一試料の動粘度の平均値を採用した。

マスター粘度計を同時に 2 本セットできる恒温槽は, 75°C までは水を, 100°C ではポリエチレングリコール (分子量 200) 35 % 水溶液を槽液に用いた。その温度制御は, サーミスタによる比例制御方式によ

り, 測定温度範囲に対し, $\pm 1 \sim 3$ mK 程度の温度変動で維持できる。温度設定と温度測定の基準には, 当所温度標準研究室で校正された精度 ± 1 mK の白金抵抗温度計を, 温度制御の監視には, 分解能 0.1 mK の水晶温度計を用いた。これらにより, 動粘度測定に十分な測温および恒温精度 (動粘度測定に及ぼす影響は標準液の種類, 測定温度により異なるが, $\pm 0.002 \sim 0.009\%$ の範囲内) が維持できた。

2.3 測定結果

各標準液について, 15 点の温度下での動粘度を流下時間自動計測部を付置したマスター粘度計で測定した結果, 各粘度計の繰返し測定した流下時間の平均流下時間に対する最大偏差は, $\pm 0.01\%$ 以内であった。また, 動粘度の測定値については, 2 本の粘度計でそれぞれ得られた動粘度の間の偏差は, $\pm 0.03\%$ 以内であった。

このようにして求めた動粘度の測定値 ν_m と, 数点の ν_m をもとに (1) 式から最小 2 乗法 (直線回帰分析) によって求めた動粘度の計算値 ν_c との差 $\Delta\nu$ (%) を次式から計算し, 両者の値がどの程度に一致するかを調べた。

$$\Delta\nu = 100(\nu_m - \nu_c)/\nu_c \quad (3)$$

Table 2 は, JIS に規定されている 20, 30, 40°C の 3 点の ν_m を (1) 式へ適用した場合の各測定温度における $\Delta\nu$ の結果例を示す。20～40°C の内挿温度域では, すべての標準液について $\Delta\nu$ は $-0.07 \sim 0.14\%$ の

Table 2 Differences ($\Delta\nu$) between measured value of the kinematic viscosity (ν_m) and calculated ones (ν_c) obtained by the method of least squares employing the measured values at 20, 30 and 40°C. The differences are obtained from Eq. (3)

Code (°C)	JS2.5 Lot 14	JS5 Lot 13	JS20 Lot 14	JS100 Lot 22	JS500 Lot 23	JS1000 Lot 19	JS2000 Lot 23
15	0.03	0.10	0.07	-0.28	-0.42	-0.32	-0.28
18	0.02	0.04	0.04	-0.10	-0.19	-0.15	-0.14
20	± 0	0.02	0.02	-0.04	-0.07	-0.05	-0.06
22	± 0	-0.00	0.01	0.03	0.01	0.02	± 0
25	± 0	-0.02	-0.01	0.07	0.10	0.09	0.05
28	-0.02	-0.03	-0.03	0.08	0.14	0.12	0.07
30	-0.01	-0.03	-0.03	0.08	0.13	0.09	0.11
32	-0.02	-0.03	-0.03	0.07	0.12	0.13	0.09
35	0.02	-0.02	-0.02	0.03	0.09	0.08	0.05
38	-0.03	-0.00	± 0	-0.01	0.03	0.01	-0.00
40	± 0	0.01	0.01	-0.04	-0.06	-0.04	-0.05
50	-0.01	0.11	0.14	-0.18	-0.39	-0.40	-0.39
60	-0.04	0.18	0.30	-0.31	-0.75	-0.78	-0.80
75	0.02	0.24	0.60	-0.35	-1.15	-1.23	-1.27
100	0.28	0.28	0.96	-0.15	-1.22	-1.41	-1.40

Fig. 2 Plots of $\Delta\nu$ vs temperatures at 20, 30 and 40°C for several lots of Standard Liquids for Calibrating Viscometers. ○ present lot; ● others. These marks are plotted in the order of a new lot number at each temperature

範囲内にあることがわかった。また、特に JS 2.5~JS 20 の比較的低粘度の 4 種類については、 $-0.03 \sim 0.04$ % のきわめて小さい範囲内にあることがわかった。一方、外挿温度域では、最大 -1.41 % と大きな値を示すもの (JS 1000, 100°C) があった。しかしながら、上述の 3 点の温度により高い 60°C または 75°C の一温度を加えて計算した場合、あてはめがより高められ、最大 -0.37 % (75°C を加えた場合の JS 50, 100°C) と小さな値を示すことがわかった。

測定の対象とした JS 2.5~JS 2000 の 10 種類の標準液は、昭和 35 年からおよそ毎年 1 Lot の割合で、一般のユーザに供給されている。最近の標準液から過去約 10 年間近くに遡り、各 Lot の標準液を対象に、20, 30, 40°C における動粘度決定値から $\Delta\nu$ を計算し、Fig. 2 に結果例を示す。いずれの標準液も製造 Lot によらずほぼ一定の傾向を示し、 ± 0.15 % 以内

の値にあることがわかった。このことは、標準液責任調整者側 (昭和シェル石油 (株)) の標準液の品質管理が今後も継続して確保できるものであれば、 $\Delta\nu$ の値の大きい標準液に対しては表示式を改良することにより、より良いあてはめが可能であることを示唆しているともいえる。

3. あとがき

以上の実験結果を通じて、粘度計校正用標準液に対して ASTM 動粘度-温度表示式に適用した場合、その有効性を確認することができた。その結果は、標準液の任意の温度における動粘度の推定や粘度計の精度管理などに役立てることができる。実用面では、たとえば供給される標準液 JS 2.5~JS 2000 に対し、20~40°C の範囲内の任意の温度における動粘度計算値は、測定値と ± 0.15 % 以内で一致することの推定が可能と考えられ、これにより今後も供給が続けられる現行の標準液に対する付加価値を高めることができた。一方、外挿した温度域での動粘度計算値は、測定値との間に必ずしも十分な一致を見ないが、高温域の測定を追加することにより推定精度を上げるか、または、精度条件のさほど厳しくない粘度計 (たとえば回転粘度計) には適用も可能であろう。

参考文献

- 1) 倉野, はか: 低, 高温領域における ASTM 粘度標準液の粘度の国際比較, 第 6 回日本熱物性シンポジウム論文集, 29/32 (1985)
- 2) 計量研ニュース, 34-10, 1/3 (1986)
- 3) W. A. Wright: An Improved Viscosity-Temperature Chart for Hydrocarbons, Journal of Materials, 4-1, 19/27 (1969)
- 4) M. Kawata, et al.: Realization of a Viscosity Standard, Bulletin of the NRLM, 20, 16/35 (1970)