

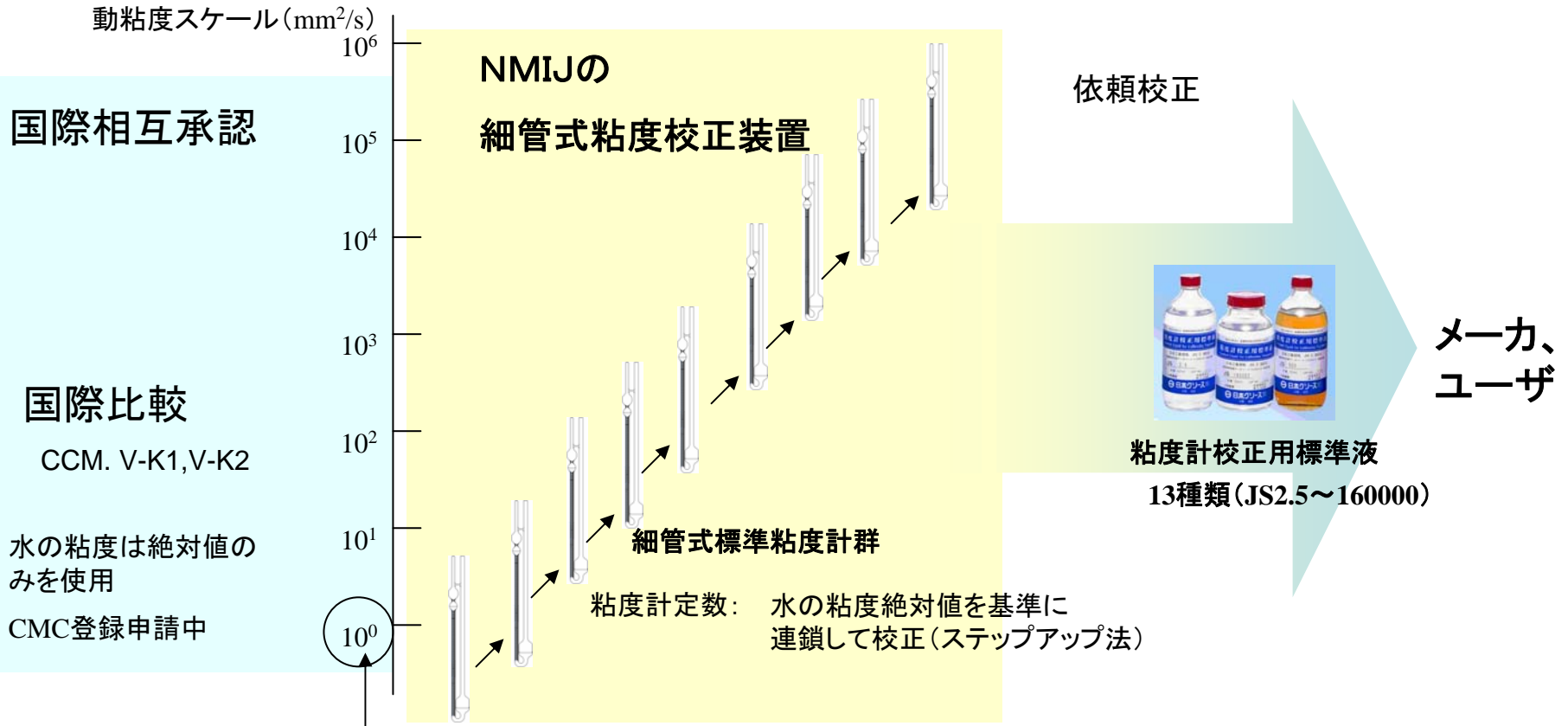
粘性率の標準とトレーサビリティ体系

産業技術総合研究所 計測標準研究部門

藤田 佳孝

- NMIJの粘性率標準の維持・供給体系
 - 細管式粘度校正装置
 - 国際同等性
- JCSS粘度とトレーサビリティ体系
 - 粘度の適用指針体系
- 粘性率標準のニーズと課題

現在の粘度標準の供給・維持体系



粘度スケールの基準

水の粘度の絶対値 1.0034 mm^2/s 相対拡張不確かさ 0.17%

ISO勧告値(国際標準値) 蒸留水の粘度(20°C, 標準大気圧)

ISO/TR 3666:1998(E) “Viscosity of water”

水の粘度の絶対測定結果に基づく(旧NBS Swindellsら('52)、Berstadら('88) 他)

細管粘度計の測定原理

$$\nu = K_n \cdot t_{ob} \cdot (1 - c_f - c_b + c_e + c_s + c_\delta)$$

c : 定数校正時又は試料充填時—動粘度測定時の条件の違いによる補正

c_f : 試料熱膨張による補正

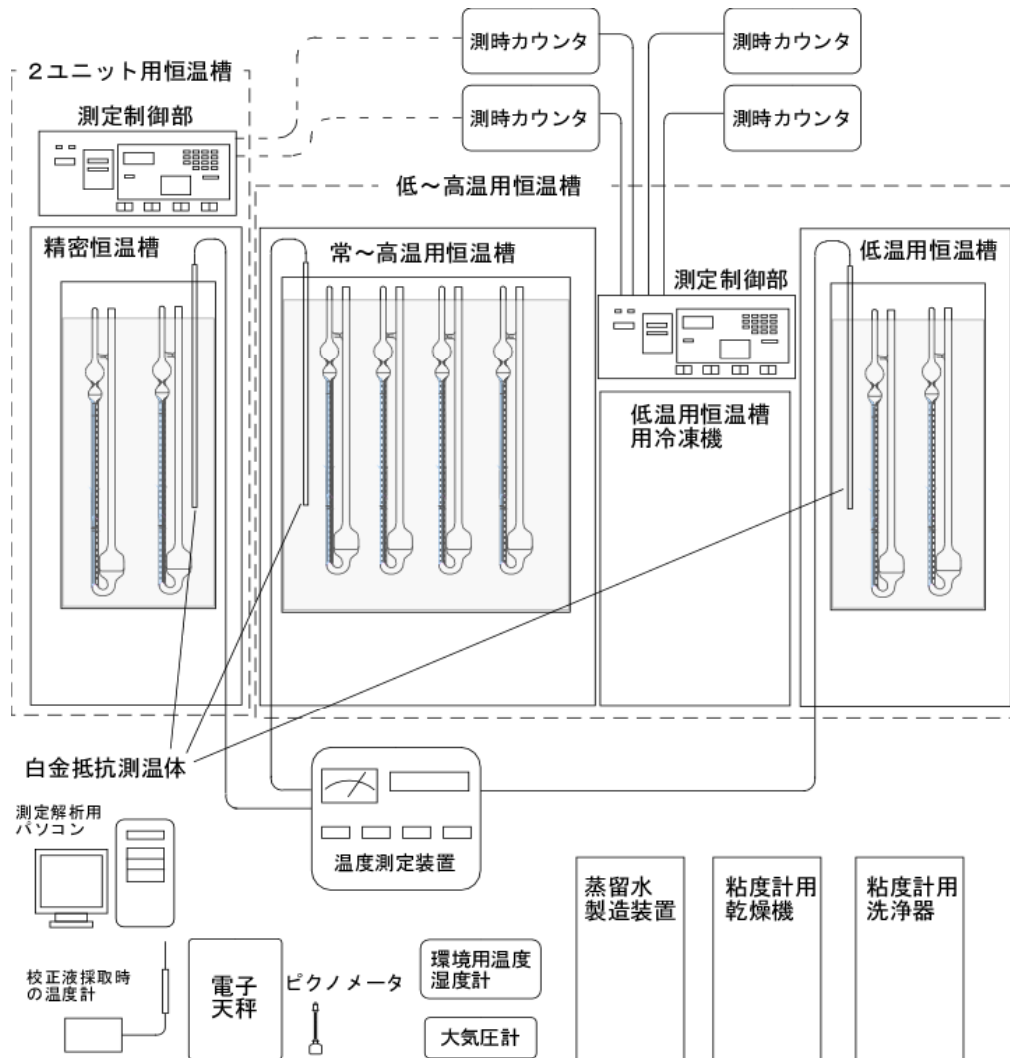
c_b : 粘度計管内の空気浮力補正

c_e : 粘度計ガラスの熱膨張による補正

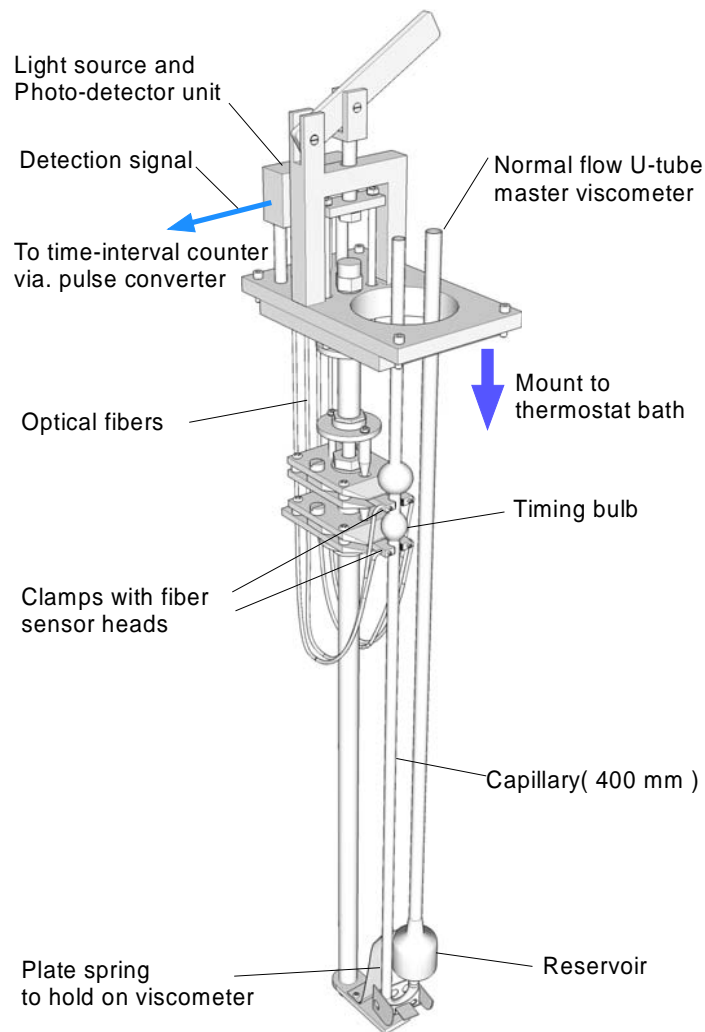
c_s : 試料の表面張力による補正

c_δ : 指定基準温度と測定温度の違いによる補正

細管式粘度校正装置(1)



細管式粘度校正装置(2)



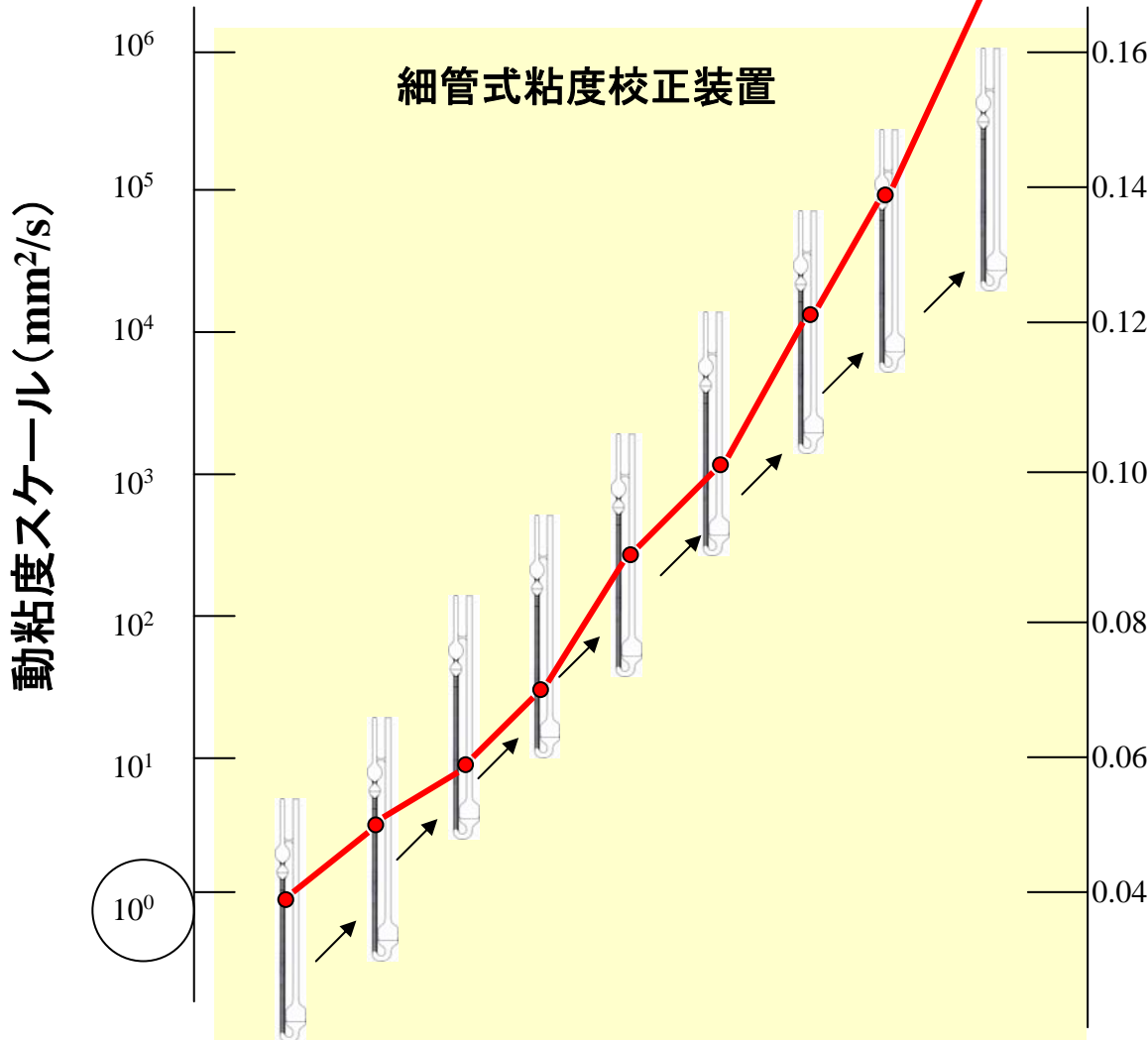
細管式粘度校正装置(3)

- 不確かさ見積もりの例

| Influence quantity | Symbol | Value | Standard uncertainty | standard uncertainty in viscosity /10 ⁻⁶ |
|--|---------------------------|---|---|---|
| Volume of the timing bulb | V | 7.08 cm ³ | 0.01 cm ³ | 0.2 |
| Filling volume of the liquid sample | V_f | 15.16 cm ³ | 0.03 cm ³ | 0.3 |
| Amount of rise of meniscus in reservoir in V measurement | Δh | 0.972 cm | 0.01 cm | 1.4 |
| Mean effective head | h | 41.097 cm | 0.01 cm | 0.4 |
| Sample density at filling temperature θ_f | ρ_f | 0.78461 g cm ⁻³ | 0.00021 g cm ⁻³ | 14 |
| Sample density at the calibration temperature θ_c | ρ_{cwater} | 0.9982067 g cm ⁻³ | 0.0000004 g cm ⁻³ | 0.00 |
| Air density at the calibration temperature θ_c | ρ_{cair} | 0.00120 g cm ⁻³ | 0.0000012 g cm ⁻³ | 1.2 |
| Sample density at the measurement temperature θ_m | ρ_m | 0.78681 g cm ⁻³ | 0.00020 g cm ⁻³ | 13 |
| Air density at the temperature θ_m | ρ_{mair} | 0.00120 g cm ⁻³ | 0.0000012 g cm ⁻³ | 1.5 |
| Linear thermal expansion coefficient of viscometer | α | $3.2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ | $0.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ | 0.2 |
| Filling temperature | θ_f | 23.1 °C | 0.1 °C | 0.05 |
| Measurement temperature | θ_m | 20.001 °C | 0.003 °C | 60 |
| Mean effective head difference due to surface tension | $\delta h_m - \delta h_c$ | 0.061 cm | 0.004 cm | 103 |
| Temperature coefficient of kinematic viscosity | δv | 0.020 K ⁻¹ | 0.00002 K ⁻¹ | 0.02 |
| Observed efflux time | t_{ob} | 4608.010 sec | 0.047 sec | 10 |
| Viscometer constant for the No.1-11 | K_1 | 0.0005435 mm ² s ⁻² | 0.000000051 mm ² s ⁻² | 93 |
| Result determined by viscometer No.1-11 | | | | |
| Kinematic viscosity | | 2.5078 mm ² s ⁻¹ | | |
| Combined relative standard uncertainty | | 0.0153 % | | |
| Correction factors in eq. (9) | | | | |
| Surface tension | c_s | 0.00149 | | 103 |
| Thermal expansion of liquid sample | c_f | -0.00014 | | 19 |
| Buoyancy in viscometer column | c_b | 0.00032 | | 2.0 |
| Thermal expansion of viscometer glass | c_e | 0.00000 | | 0.01 |
| Temperature difference between θ_m and θ_s | c_δ | 0.00002 | | 60 |
| Combined relative standard uncertainty according to eq.(9) | | 0.0153 % | | |
| Result determined by viscometer No. 1-21 (Uncertainty budget is abbreviated) | | | | |
| Kinematic viscosity | | 2.5074 mm ² s ⁻¹ | | |
| Combined relative standard uncertainty | | 0.0147 % | | |
| Result determined by combining the results of two viscometers | | | | |
| Kinematic viscosity | | 2.5076 mm ² s ⁻¹ | | |
| Relative standard uncertainty | | 0.015 % | | |
| Relative expanded uncertainty with coverage factor $k=2$ | | 0.030 % | | |

細管式粘度校正装置(3)

- ステップアップ法による不確かさの蓄積



粘度計校正用標準液
13種類 (JS2.5~160000)

粘性率標準の国際同等性

- 国際相互承認 (MRA)

- ASNITE認定、ピアレビュー 品質システム(ISO/IEC17025)
- 国際比較 (CIPM基幹比較)

NMIJのCMC登録申請中  国際度量衡局(BIPM)データベース

- CIPM基幹比較

- CCM-VK1(2002) NMIJは20, 30, 40 °Cで参加
- VK2(進行中) -40°C, 20°C, 100°C
- 主な参加国: フランス(LNE)、米国(Cannon/NIST)、ポーランド(GUM)、イタリア(IMGC-CNR)、日本(NMIJ)、オランダ(NMi-VSL)、ドイツ(PTB)、スロバキア(SMU)、トルコ(UME)、ロシア(VNIIM)

国際比較CCM-V.K1の結果(1)

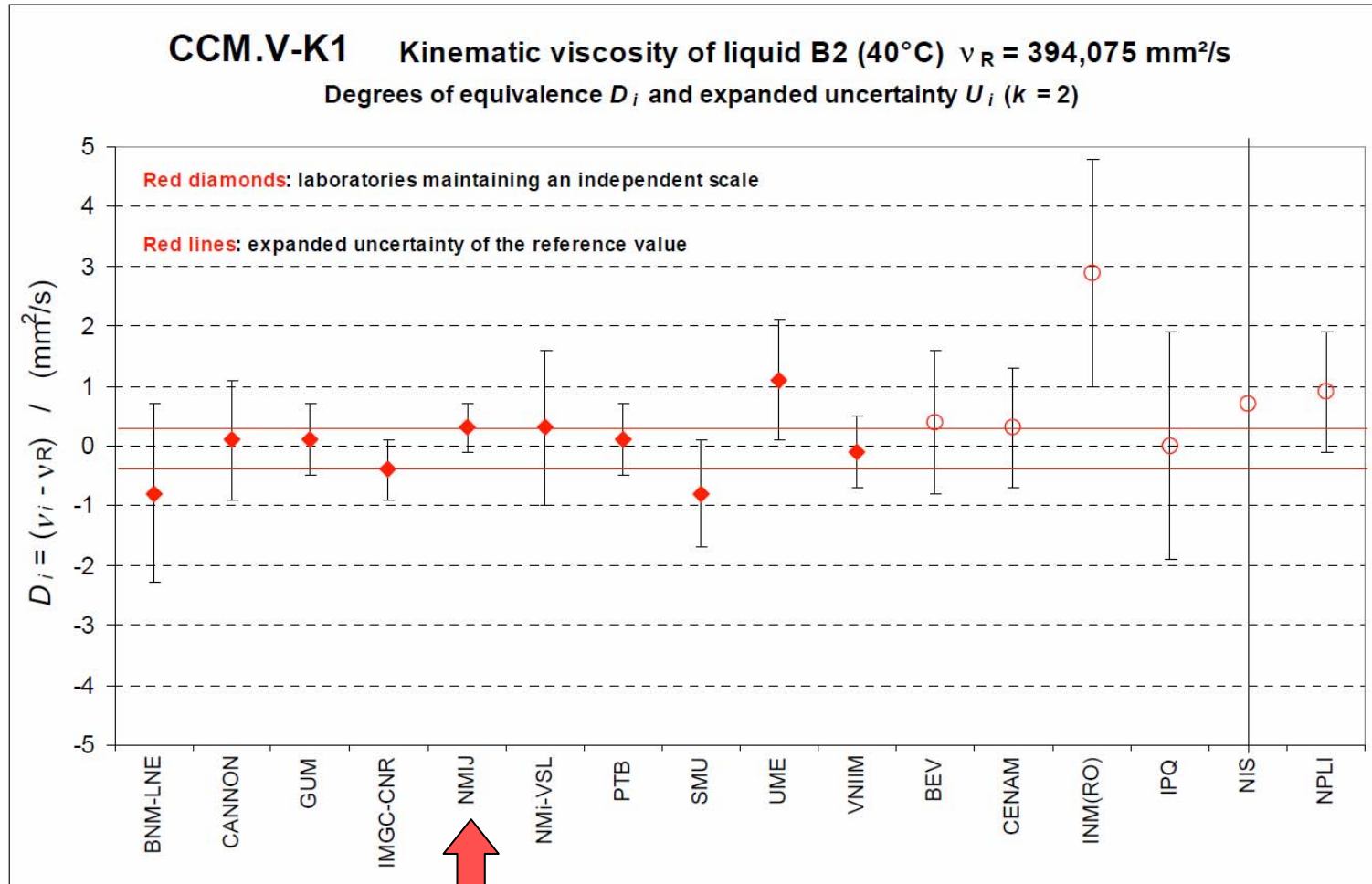


Figure 3: Liquid B2 at 40°C

国際比較CCM-V.K1の結果(2)

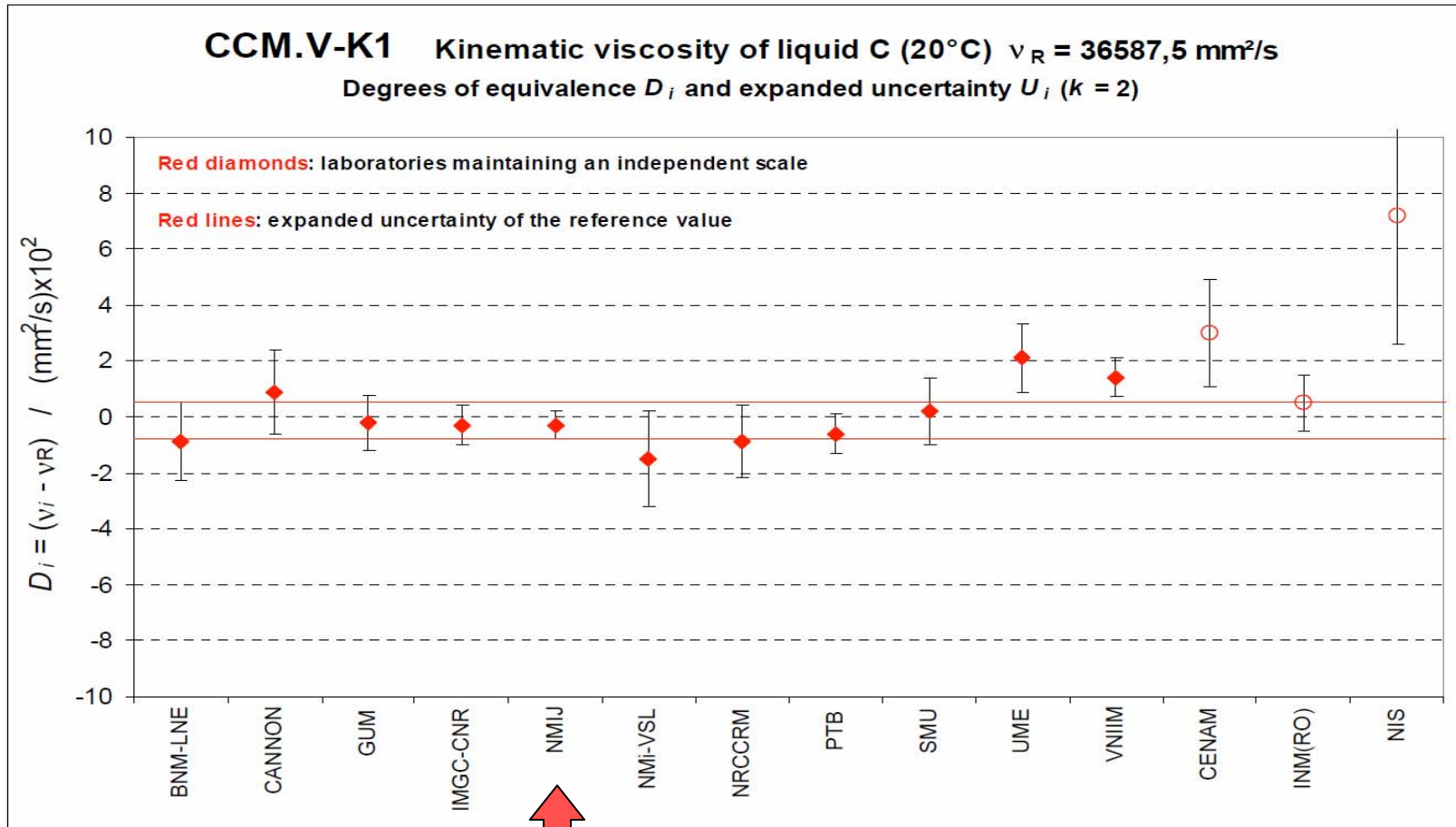


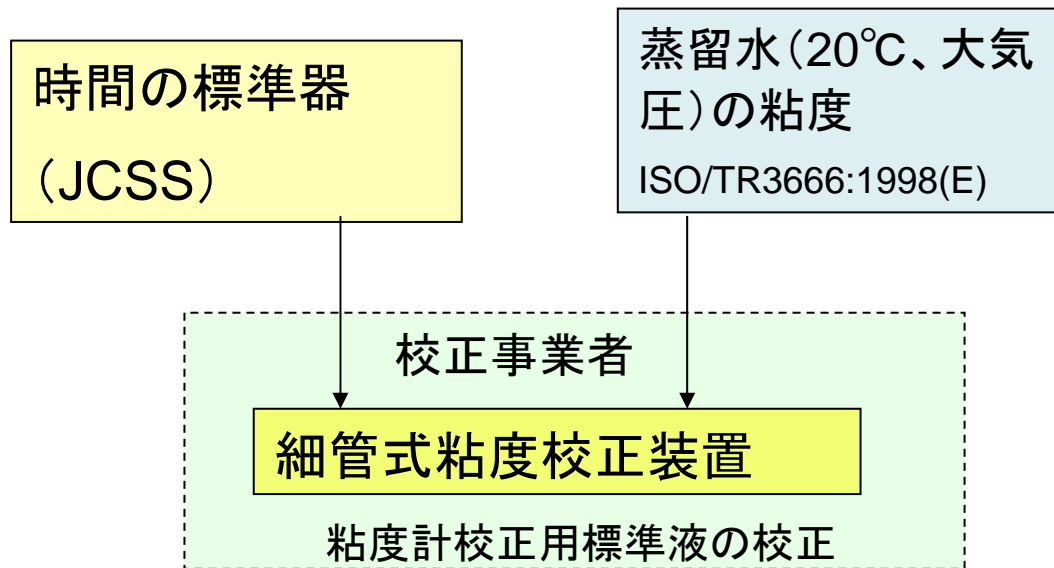
Figure 5: Liquid C at 20°C

計量法 (JCSS) における組立量の標準

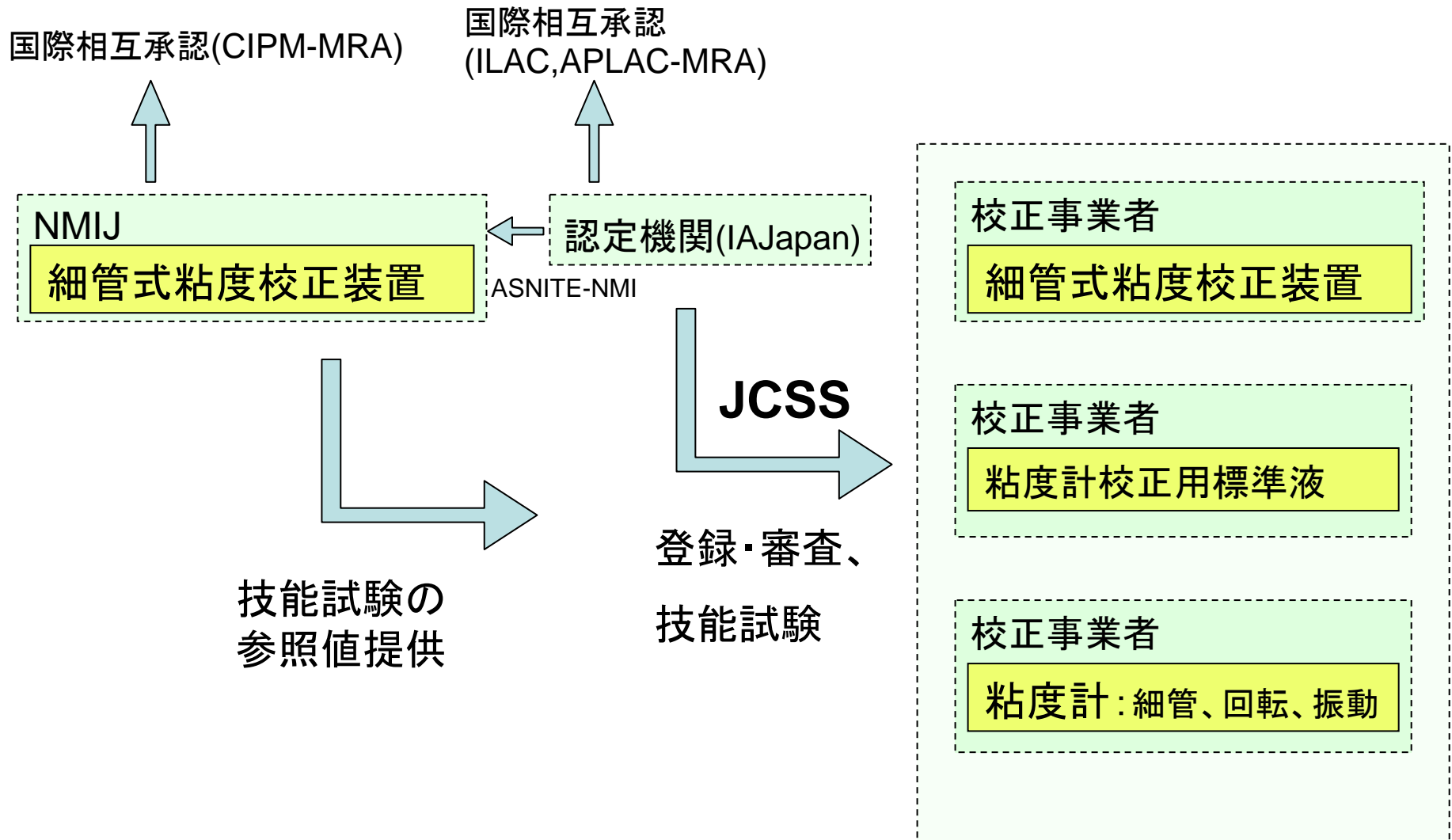
- 従来: 事業者 — 特定二次標準器による校正

平成17年 JCSS制度の運用体系の拡大

組立量のJCSS化



粘度のトレーサビリティ体系図



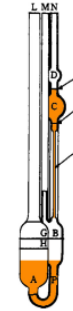
粘度計の分類と特徴

粘度計

特徴

細管粘度計

- 動粘度が得られる
- 比較的高精度
- 粘度計定数が比較的安定



回転粘度計

- 粘度一ずり速度が得られる
- 非ニュートン流体の流動曲線
- 粘弾性測定



振動粘度計

- 粘度・密度積が得られる
- 比較的簡便な測定
- リアルタイム測定
- 低粘度域の測定



JCSS 粘度 適用指針の体系

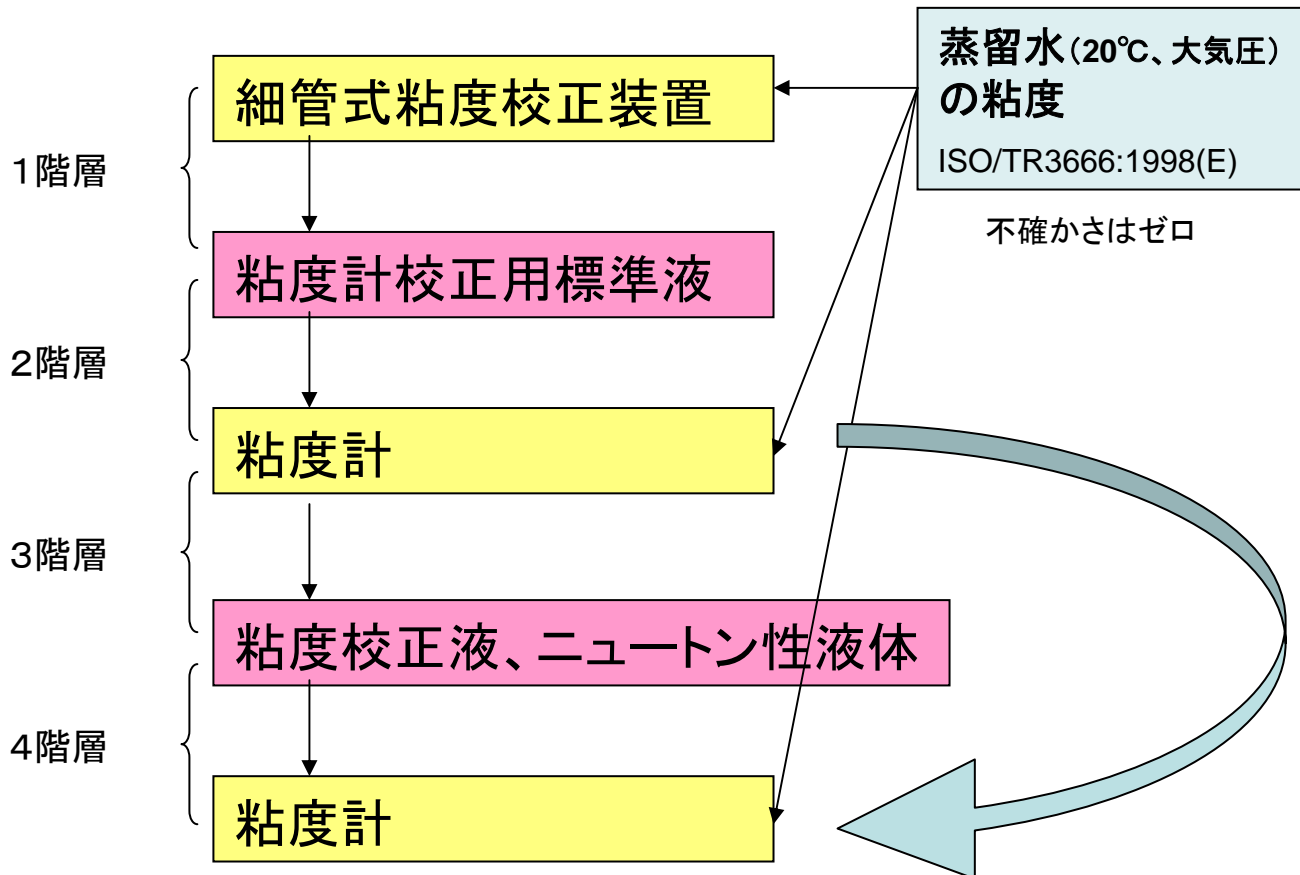
- 適用指針における4つの階層(4. 1. 1の表1)

校正事業者

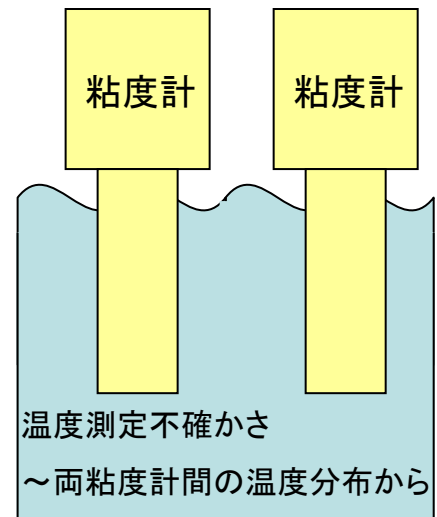
標準器と校正対象

例外1: 水も標準器

例外2: 粘度計の直接比較校正



- 同一温槽 (Same temperature bath)
- 同一試料 (Same sample)



標準器と校正対象機器

| 使用する標準器 | 校正対象機器 |
|-------------------------------------|-------------------|
| (常用参照標準) 細管式粘度校正装置 | 粘度計校正用標準液 |
| (常用参照標準又は実用標準) 粘度計校正用標準液 | 細管粘度計、回転粘度計、振動粘度計 |
| (常用参照標準又は実用標準) 細管粘度計、回転粘度計、振動粘度計 | 粘度校正液 ニュートン性液体 |
| (実用標準) 粘度校正液 | 細管粘度計、回転粘度計、振動粘度計 |

標準器の校正の期間

| 標準器 | 期間 |
|---------------|--------|
| • 細管式粘度校正装置 | 最長 5 年 |
| • 粘度計校正用標準液 | 最長 2 年 |
| • 細管粘度計 | 5 年 |
| • 回転粘度計、振動粘度計 | 1 年（*） |
| • 粘度校正液 | 最長 2 年 |

（*）経年変化の十分なデータによっては最長 5 年

粘度計校正の不確かさ評価

一般的な要因

- 常用参照標準(粘度計校正用標準液)の不確かさ
- 粘度測定系の不確かさ

繰り返し性

非直線性

測定時の操作性

粘度計の幾何構造の再現性、安定性

校正時と測定時の実施条件の違い

温度測定

粘性率標準へのニーズと課題

現在のNMIJ粘度標準供給

粘度計校正用標準液(常温、 -40°C 、 100°C)

ニーズ

分野: 石油試験、機械、化学、食品、バイオ、
新材料開発(イオン流体、潤滑油、微小流体など)

課題

- 温度域の拡張 高・低温
- 高圧粘度
- 非ニュートン流体
- 粘弾性流体