

令和 6 年 6 月 14 日現在

機関番号：82626

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2019～2023

課題番号：19K04206

研究課題名（和文）粘度の基準点高精度化を目指した粘度絶対測定の研究

研究課題名（英文）Study on absolute measurement of viscosity aimed at realization of higher accurate metrological base for viscosity

研究代表者

藤田 佳孝 (Fujita, Yoshitaka)

国立研究開発法人産業技術総合研究所・計量標準総合センター・主任研究員

研究者番号：60357910

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,300,000円

研究成果の概要（和文）：従来精度を上回る落球法に基づいた粘度絶対測定法の確立を目的として、試料槽管壁の境界条件の影響が落下速度に与える系統効果の補正を施して試料液体粘度を与える落球終端速度を実験的に精密決定するための実験機構を新たに開発した。試料容器の円筒内径を恒温槽外から遠隔で可変させることにより、高精度測定に必須となる精密制御された測定温度場を乱すことなく試料槽内壁直径を段階的に変化させた状態で一連の球体落下速度測定を実行できる機構を完成させ、現在は既存の落球実験システムへの組み込みを進めている。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究により完成した実験機構を落球実験システムに組み込むことにより、10-4レベルの測定不確かさとなる世界最高精度での絶対測定が可能となった。これは、より広範囲な粘度スケールの測定不確かさの飛躍的向上を可能にする新たな基準点設定の提案や、現在抱えている曖昧さの問題を解決する粘度ISO国際基準値改訂への道を拓くものとして、国際的課題の解決に我が国が貢献する学術的意義をもたらす。将来に改訂される基準値は、粘度に関わる広範な産業分野における計測の信頼性向上に寄与するものとして、その社会的意義が期待される。

研究成果の概要（英文）：For the purpose of establishing absolute measurements method of viscosity based on falling ball method with exceeding previous accuracy, we newly developed the experimental mechanism for high precision determination of terminal velocity in falling ball experiments that gives sample liquid viscosity by applying correction of the systematic effects of boundary conditions formed by inner wall of sample container on the fall velocity of falling ball. The developed mechanism is capable of a series of precise fall velocity measurements without any disturbance to precisely controlled sample temperature field that is essential for high accuracy viscosity measurements by remotely varying inner diameter of cylindrical wall in the sample container, and its construction is now completed. Toward the measurement, embedding this mechanism into existing falling ball experimental system is underway.

研究分野：粘度標準

キーワード：粘度 絶対測定 落球法 粘度標準 水の粘度 ISO

1. 研究開始当初の背景

ISO 技術報告の勧告値である 20 °C、標準大気圧力下における蒸留水の粘度絶対値[1]は粘度測定における大元の基準であり、この基準との比較校正により粘度が値付けられた標準液を通じてあらゆる粘度測定のスケールが校正されてきた。この国際標準値は Swindells らによって 60 年以上前に求められた報告値に基づくもので、その後の絶対測定報告値との比較では不確かさを超えた食い違いがあるため相対不確かさは 0.17 % と拡張されている。この曖昧さのため、国際的な合意により、現在の粘度標準では水の粘度の不確かさは考慮されず、いわば定数として扱われた水の粘度との細管法による精密比較によって粘度スケールが決定されており、不確かさを有した計量学的に正しい基準値を定めるために、現代的な計測技術による新たな水の粘度絶対値の再測定が国際的に求められている。一方で、水の粘度は、6 桁以上ある広範な粘度実用域の最低粘度域に位置するため、水の粘度を基準に連鎖して校正される細管粘度計群に基づく粘度スケールの特性上、高粘度域ほど不確かさの累積が大きくなる問題を抱えていた。

2. 研究の目的

本研究では、新たな粘度基準点の設定を目指した高精度粘度絶対測定の研究に取り組む。このため、これまでに構築を進めてきた画像計測と光波干渉計測技術を組み合わせて従来測定精度を 1 桁以上向上させた球体落下の速度測定実験システム (図 1) に対して、新たに、落球試料槽内壁の境界条件の影響が落下速度に与える系統効果の補正を施して試料液体粘度を与える落下速度終端速度を精密決定するための実験手法を組み込むことにより、落球法による高精度粘度絶対測定法を確立させる。この装置により、中高粘度域における 10^{-4} の相対測定不確かさレベルの粘度絶対値を決定する。この決定基準点との細管法による精密比較測定を行うことで、悪くとも現行の ISO 国際基準値の不確かさ 0.17 % を下回る測定精度での水の粘度絶対値を決定する。



図 1 落球実験システム

3. 研究の方法

(1) 試料容器円筒内径可変機構の構築

考案した最小構成での動作実証済みの試料容器円筒内径可変機構 (以下、内径可変機構、図 2) について、実際の測定において必要となる複数の異径ガイドリングとそれらのワイヤー駆動のための設計・製作を行い、同機構の構築を完成させる。併せて、同機構の問題点であったステンレスシートのガイドリングへの巻き取り動作の不安定箇所を同定してこれを改良する設計・製作も行い、実際に試料油中で同機構の動作確認するための試料容器を模したアクリル試験槽の整備を行う。

(2) 内径可変機構の落球実験システム組込みのための機構構築と動作検証 →完成

内径可変機構が持つ複数の異径ガイドリング昇降動作のためのワイヤー駆動を恒温槽外部から遠隔駆動するための伝達機構の設計・製作を行い、(1) で構築した内径可変機構の落球実験システムへの組込みを完成させる。この機構の動作を検証するために、別途製作したアクリル試験槽内の測定試料油に浸漬させた動作試験を実施し、その可変の基本動作を確認するとともに、検証過程で生じた課題はさらに改良を行う。→改良点発生 see 2021

(3) 管壁補正式決定による絶対測定法の確立と粘度絶対値決定

完成させた円筒内径可変機構を既存の落球実験システムに組込み、落球落下速度測定を実施して新たな管壁補正式を決定して粘度絶対値を与える落球終端速度を決定する。球直径や密度について固体密度計測手法等による測定を実施し、落球終端速度の結果と組み合わせて中高粘度域での粘度絶対値を決定する。

(4) 細管法による水の粘度絶対値決定

決定した中高粘度域の絶対値を基準値との細管法による精密比較を行うことで、0.1 % 以下の目標精度での水の粘度絶対値を決定する。このために、測定に用いる恒温槽の整備により槽内温度揺らぎの安定化や分布の均一化を図るとともに、標準細管粘度計群を用いたステップダウンによる水の粘度決定における不確かさ累積の低減について検討を行う。

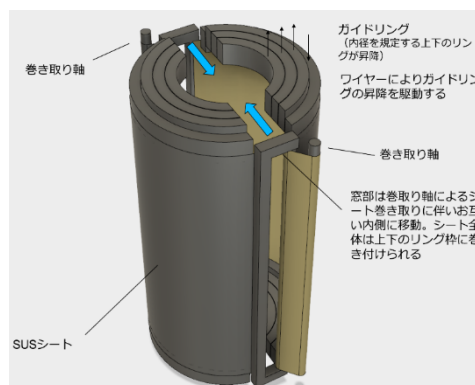


図 2 管壁補正式決定のための円筒内径

4. 研究成果

(1) 試料容器円筒内径可変機構の構築

機構自体の基本動作については最小構成により実証済であったが、実際の測定において多段階に内径を変更可変させるために、さらに必要となる複数の異径ガイドリングとそれらのワイヤー駆動のための追加の設計・製作を行い、全部で左右2組について各組上下それぞれ4つの計16個の異径のガイドリングを擁する可変機構を完成させた(図3中央から下部)。この製作過程では、これまでに同機構の問題点であったステンレスシートのガイドリングへの巻き取り動作の不安定箇所を同定してこれを改良する設計・製作も行い、実際に試料油中で同機構の動作確認するための試料容器を模した簡易亚克力槽の整備も併せて行った。

(2) 内径可変機構の落球実験システム組込みのための機構構築と動作検証

内径可変機構が持つ複数の異径ガイドリング昇降動作のためのワイヤー駆動を恒温槽外部から遠隔駆動するための伝達機構の設計においては、組込む恒温槽内の試料槽には既に球体の自動落下・回収のための機構が多くを占有するため、この機構動作を損なわずにコンパクトな伝達機構を製作することに困難を極めた。幾つかの駆動方法の検討結果の末、ネジ駆動軸を温槽外まで引出す方式で設計・製作を行い、併せて、円筒形を形成するためにステンレスシートのガイドリングへの巻き付けを温槽外から行うためのシート巻き取りの駆動軸の製作を行った(図3上部)。この槽外からの伝達機構を有する円筒内径可変機構を(1)で製作した亚克力試料槽内の測定試料油に浸漬させて動作試験を実施し、機構の動作を確認・検証を行い、次の改良課題を生んだが、一連の異径リングの昇降動作やシートへの巻き付けの基本的動作が確認できた。

実証試験により確認された各改良課題は次の3点であった。

(課題1) シート片端を保持する観測軸両端に配した窓枠をシート巻き取りに応じてリングに巻き付くよう軸内側方向にスライド駆動させる機構部について、上下二組に配したスライドの同期動作の僅かなズレに起因するスライド動作の引っ掛かりを解消する必要があった。このため、このスライド機構を大幅に見直し、片方を除外して片持ち構造とし、スライドブッシュ内径やシャフト間隔を拡大させてスライド動作を安定化させることとした。

(課題2)、可変機構窓枠部の空洞箇所に窓板を設置し、この空洞の境界定義への影響を完全排除する。窓板と試料液体の屈折率差が与える落球観測画像から求まる変位計測への影響を極力排除するため、平行度10秒以内で屈折率が試料液体のそれに近い合成石英製平行平面基板および基板のあおり機構を製作し窓枠内に設置した。

(課題3) シートのガイドリングへの確実な巻き付けを直接観察により行う。このため、試料容器円筒部の透明亚克力円筒へ変更し、現行の球体落下回収機能を備えたアルミ試料容器上下蓋部との接続を整合させるよう設計・製作と組立を行った。

以上の各課題をクリアした改良済の内径可変機構を再構築し(図3)、気中において一連のリング昇降およびシート巻き取りの円滑な動作を確認した。試料容器への組込みを終え、開発課題の中核目標であった内径可変機構を完成させた。

(3) 管壁補正式決定による絶対測定法の確立と粘度絶対値決定

(2)の内径可変機構の完成に多大の時間を要し落下速度測定には至らなかった。現在、測定に向けて完成させた内径可変機構一式の落球実験システムへの組込みを進めている。

粘度決定に要する落球の密度・直径を求めるために、圧力浮遊法による精密密度差測定のための落球専用セルを製作して試験測定を実施したが、微小球の安定浮遊制御に課題があり測定には至っていない(図5)。



図3 改良を経て完成した内径可変機構



図4 温槽外から遠隔駆動のための伝達機構を組込んだ内径可変機構の動作検証。同機構を試料油に浸漬させて動作確認を行った。

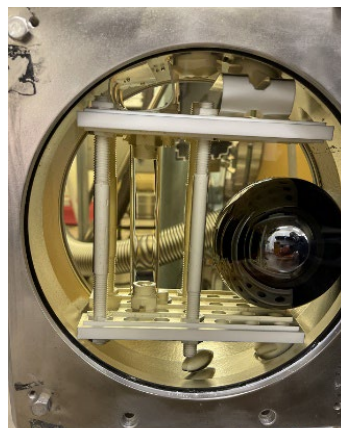


図5 落球専用セル(中央左側)を格納した圧力浮遊装置

(4) 細管法による水の粘度絶対値決定

水の粘度絶対値決定には至らなかった。決定粘度絶対値を基準に標準細管粘度計群を用いたステップダウンの方法による水の絶対値精密決定に用いる精密恒温槽を整備し、断熱方法に工夫を施した恒温槽の温調性能の確認を行った。恒温槽の温度安定性と槽内温度分布の評価を実施中で、現在までに温度安定性として揺らぎの振幅として 0.5 mK 以内、槽内温度分布として深さ方向に約 0.3 mK の温度偏差を確認している。更なる温度安定化と分布均一化により、 $0.1 \text{ mK} \sim 0.2 \text{ mK}$ 程度の安定性と温度分布偏差を目指して温度制御の改善と槽内攪拌効率を上げる試みを予定している。これらの取組みによって、温度測定不確かさを現行の 3 mK から 1 mK 程度に改善できる見込みは経験上予想されることから、この推定を基に、温度測定不確かさが改善された場合の不確かさ低減の効果、および、ステップダウンにおけるステップ間隔のスキップによる不確かさ累積の低減効果を見積もった (図 6)。その結果、中高粘度域で決定される基準となる粘度絶対値の測定不確かさが 0.04% ($k=1$) 程度以下であれば、決定される水の粘度の測定不確かさは 0.1% 以下 ($k=2$) での達成が可能であり、基準の中高年度絶対値の不確かさが悪くとも 0.1% ($k=2$) 程度以下であれば、現行の粘度標準における細管法による決定であっても ISO 国際基準値の不確かさ 0.17% を十分下回ることが確認できた。

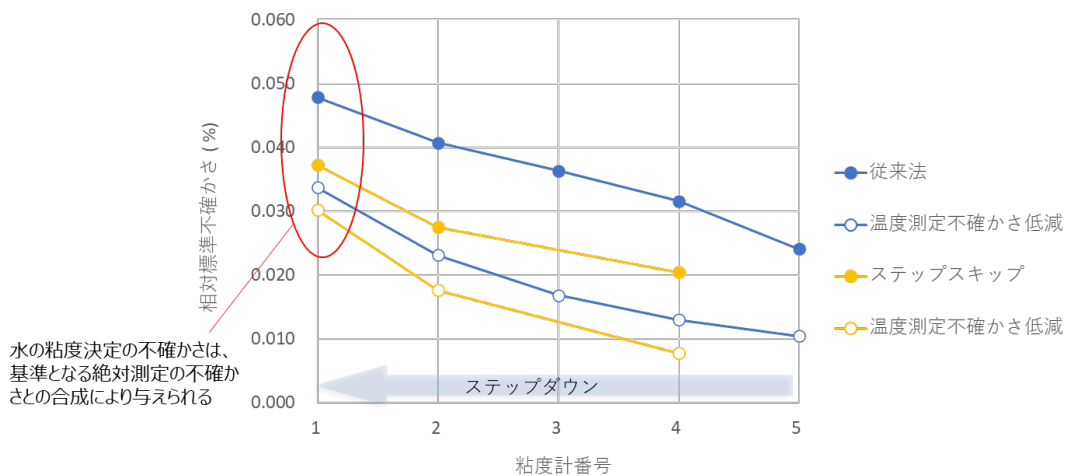


図 6 ステップダウン法における測定不確かさの累積の見積

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計2件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 2件）

1. 発表者名 藤田 佳孝
2. 発表標題 Country report from NMIJ - Absolute measurement of viscosity by falling ball method at NMIJ
3. 学会等名 CCM-WGDV（国際度量衡委員会質量関連量諮問委員会密度粘度作業部会）（国際学会）
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 藤田 佳孝
2. 発表標題 Country report from NMIJ - Present status on absolute measurement of viscosity by falling ball method at NMIJ
3. 学会等名 CCM-WGDV（国際度量衡委員会質量関連量諮問委員会密度粘度作業部会）（国際学会）
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

より高精度な粘度決定を目指した標準細管粘度計群のための恒温槽整備、藤田佳孝、2023年度 計量標準総合センター成果発表会ポスターセッション 2日目 (https://unit.aist.go.jp/nmiij/public/events/seika/2023/poster_0202.html)
--

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	村本 智也 (Muramoto Tomoya) (60828284)	国立研究開発法人産業技術総合研究所・計量標準総合センター・研究員 (82626)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------