

## 産業界における液体粘度の測定ニーズと次世代粘度標準

山本泰之\*

(平成21年3月6日受理)

## A survey of industrial demands for viscosity measurement and development of viscosity standard

Yasuyuki YAMAMOTO

## 1. 緒言

液体の粘度は、石油化学工業、印刷業、塗料・インキ工業、フィルム製造業、食品・医薬品工業などの幅広い産業分野において、研究開発や品質管理のために重要な物性値である。一例を挙げると、自動車用エンジンオイルをはじめとする潤滑油製品は、JIS<sup>1), 2)</sup>やASTM<sup>3)-6)</sup>などの規格に基づく品質管理や、潤滑性能向上のための各種添加剤の研究開発<sup>7), 8)</sup>のために、高精度な粘度測定が必要とされている。また、法律・法令によって粘度の測定が必要とされている場合も多く、例えば、食品の増粘安定剤のカラギナンは、食品衛生法の施行に関する公示「食品、添加物等の規格基準」で粘度測定が定められており<sup>9), 10)</sup>、医薬品のメチルセルロースは、薬事法の公定書「日本薬局方」で粘度測定が定められている<sup>11), 12)</sup>。

産業分野だけでなく、私たちの日常生活にも粘度は深く関連している。例えば、ビールの「こく」は、粘度が関係しているといわれているし<sup>13)</sup>、餅やゼリーの咀嚼性、誤嚥性などにも粘性が関係している<sup>14)</sup>。また、ボールペンのインクが、書いているときはサラッと流れ出て、書かれた後は流れ落ちないのは、インクの粘性の研究結果が反映されているのである<sup>15)</sup>。加えて、サラサラ、ドロドロという形容詞で、血液の粘度を気にされたことがある方も多いのではないかと。

このように粘度は、産業や日常生活の上で、大変役に立つ重要な物性値であることから、古くから様々な方法で測定されてきた。19世紀の終わりごろには、スタンダードオイル社が油田や石油製品の管理のために、カップ式粘度計の一種のセイボルト粘度計を組織的かつ大規模に使用し始めている<sup>16)</sup>。オストワルド粘度計は、現在で

も高精度な粘度測定に用いられている細管式粘度計の基となった粘度計であるが、1885年に、硝酸の製造法で有名なF. W. Ostwaldによって考案された<sup>17)</sup>。このように粘度計は古くから開発が進められており、細管式のほかにも、回転式、落体式、振動式などの様々なタイプの粘度計が提案され実用に供されている<sup>18)</sup>。現在では日本国内だけでもおよそ40社の粘度計メーカーがあり、最近では電子制御による自動化が進んで測定はいつそう簡便化している。また、測定の相対拡張不確かさは、細管式粘度計では0.1%以下程度に達するものもあり、各種の粘度計が、品質管理や研究開発のために広く利用されている。

どの原理の粘度計も、共通して、繰り返し性はよいが絶対値の測定が困難、という特徴を持っている。そのため一般的に粘度の測定は、別の参照液体との相対測定によって行われている。ひとつの工場や、研究室の中だけで、粘度を比較するのであれば、独自の参照液体を用意すればよいが、別の工場の結果や、他の研究者の結果と比較したり、粘度を基にして商取引をしたりする場合には、信頼のおける共通の参照液体が必要になる。こうした必要性から、我が国では粘度測定のための参照液体として、粘度計校正用標準液が用いられている。

独立行政法人産業技術総合研究所では、国内の粘度計測の高精度化に貢献するため、通商産業省工業技術院中央計量検定所当時の昭和35年から粘度計校正用標準液の供給を開始した<sup>19), 112), 116)</sup>。その後、段階的に種類を増やし、現在は13種類の異なる粘度の標準液を供給している。産総研は、標準液の抜き取り試験サンプルの粘度を高精度に測定し、校正証明書を発行する。それを基に作成された成績保証書が標準液に添付されて供給される。ユーザーは、この標準液を購入し、相対測定の際の参照液体として用いることで、国内外で相互に信頼の置ける粘度測定ができるようになっている。13種類も、異なる粘度

\* 計測標準研究部門 物性統計科 流体標準研究室

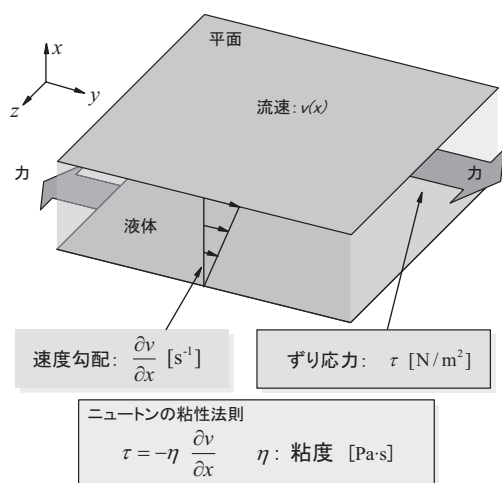


図1 粘度の定義

の標準液があるのは、粘度計は測定可能な粘度範囲が限定されているものが多く、各粘度域で専用の標準液を用意する必要があるためである。

我が国の粘度標準液が供給を開始してから、2010年で50周年にあたる。その間に社会情勢は変化し、科学技術も大きく進歩して、粘度計測と標準に係る状況も変わりつつある。そこで本報告では、最近の粘度の測定シーンを分析して、粘度測定や標準に対する新しいニーズを抽出し、これからの粘度標準のあり方を考察する。

本稿は、2章、3章で粘度の定義と、基本的な粘度計の原理を解説し、4章で各種のニーズを詳述する。5章では粘度標準の現状を述べ、6章で次世代粘度標準について考察する。6章では、6.1節でニュートン粘度標準の充実の必要性について考察したあと、6.2節で、特に非ニュートン粘度標準の開発必要性を詳しく検討する。7章は結言である。

## 2. 粘度の定義

図1のように、平行に置かれた2枚の平板の間に流体を満たし、一方の板だけを速度 $v$  [m/s]で面に沿った方向に横にずらして等速運動させると、板は流体の粘性による抵抗を受けて、運動の逆方向に力 $F$ を受ける。このとき平板間の流れは層流で、板を動かし始めてから十分に時間が経過した後の状態であると仮定する。平板が、単位面積 $S$ あたりに受ける力の大きさを、ずり応力 $\tau = F/S$ （あるいはせん断応力）といい、多くの流体では、平板に垂直な方向の速度勾配（velocity gradient）に比例する。この関係は、ニュートンの粘性法則といい、

$$\tau = -\eta \frac{\partial v}{\partial x} \quad (1)$$

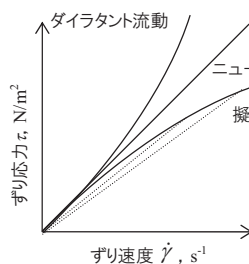


図2 流動曲線

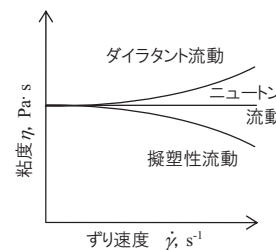


図3 粘度とずり速度の関係

と表される<sup>20)</sup>。このときの比例定数 $\eta$ が、粘度であり、単位はPa·sである。液体の場合、実用的な大きさとしてPa·sの千分の一のmPa·sがよく使われる。粘度は他に粘性率、粘性係数、絶対粘度ともよばれ、英語ではdynamic viscosityが一般的であるが、viscosity coefficient, absolute viscosityとも呼ばれる。

速度勾配は、平板の移動量 $X$ とせん断ひずみ $\gamma$ の間で、

$$\frac{\partial v}{\partial x} = \frac{\partial}{\partial x} \left( \frac{\partial X}{\partial t} \right) = \frac{\partial}{\partial t} \left( \frac{\partial X}{\partial x} \right) = \frac{\partial \gamma}{\partial t} = \dot{\gamma} \quad (2)$$

の関係があることから、ずり速度、あるいはせん断速度（shear rate）と同じものである。単位は $s^{-1}$ である。

ニュートンの粘性法則は多くの流体で成り立つが、中にはずり速度とずり応力が比例関係にならない液体もある。ニュートンの粘性法則が成り立つ流体をニュートン流体、成り立たない流体を非ニュートン流体という。図2のように、縦軸にずり応力、横軸にずり速度をとったグラフを流動曲線と呼ぶ。流動曲線は、ニュートン流体では原点を通る直線になり、非ニュートン流体では、曲線か、原点を通らない直線になる。ニュートン流体の場合は流動曲線の傾きが粘度になるが、非ニュートン流体の場合は、流動曲線上の各点と、原点を結ぶ直線（図中では点線）の傾きが粘度を表すものとなる。このような非ニュートン流体の粘度を非ニュートン粘度、あるいは見掛け粘度と呼ぶ。図3のように粘度、あるいは見掛け粘度を縦軸に、ずり速度を横軸にとると、ニュートン流体は水平な直線となる。一方、非ニュートン流体は、曲線になる。つまり、非ニュートン流体の場合、ずり速度によって見掛け粘度が変化する。

これまで述べてきたニュートン流体、非ニュートン流体の性質は、時間に依存せず一定である。しかし流体の中には、ひずみを加え続けると、時間とともに流動性が変化する物質がある。ひずみを加え続けると、粘度が低下する性質をチキソトロピー、粘度が上昇する性質をダイラタンシーと呼ぶ。これらの性質は、劣化によって粘性が時間的に変化するのとは違い、ひずみを加えること

で、液体内部の分子スケールの微視的状态の変化が、我々に感じられるくらい長い時間でゆっくりと起こることで生じる。ひずみを加えるのを止めれば、ゆっくりともとの状態へ戻る。チキソトロピーやダイラタンシーを示す流体の流動曲線は、図2のように、それぞれの液体に固有なひとつの線として描くことができず、ひずみを加えてから何分後に測ったか、などの実験の手順に依存する。液体のチキソトロピーやダイラタンシーを議論する際は、測定手順を全く同一にして比較する必要がある。

ひずみを掛けたとき、固体ならば、変形量に比例する弾性力が発生する。一方、液体は、弾性はほとんど発生せず、変形の数値に比例する粘性力だけが発生する。ここまで述べたニュートン、非ニュートン、チキソトロピー、ダイラタンシーなどの性質はみな、基本的には液体の弾性を考慮に入れていない。しかし、液体の中には、固体のような弾性が、無視できないくらい存在するものがある。そのような液体は、粘性も同時に持っているもので、粘性と弾性が組み合わさった性質となる。これを粘弾性、あるいはレオロジーとよぶ。

流体の流れ場の運動をあらわすナビエーストークス方程式では、粘度 $\eta$ を流体の密度 $\rho$ で割った、

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \quad (3)$$

という係数が現れる。これを動粘度 $\nu$ (ニュー)といい、単位は $\text{m}^2/\text{s}$ である。動粘度は、他に動粘性率、動粘性係数ともよばれ、英語のkinematic viscosityにあたる。液体の場合、実用的な大きさとして $\text{m}^2/\text{s}$ の百万分の一の $\text{mm}^2/\text{s}$ がよく使われる。

粘度や動粘度は、SI単位系以外の単位を用いて表されることもある。CGS単位系では粘度を、 $\text{g}/\text{cm}\cdot\text{s}$ 、 $\text{dyne}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$ あるいはpoise(P)と表す。かつて粘度はpoiseの百分の1のcP(centipoise)を使うことが多く、今でも古い規格などに残っている。SI単位との換算は、

$$1 \text{ mPa}\cdot\text{s} = 1 \text{ cP} \quad (4)$$

である。20°Cの水の粘度は、およそ1 mPa·s(1 cP)である。

動粘度は、 $\text{m}^2/\text{s}$ のほかに、stokes (St)でも表せる。液体の場合、実用的な大きさとしてはcSt (centistokes)が使われる。cStと $\text{mm}^2/\text{s}$ の間には、

$$1 \text{ mm}^2/\text{s} = 1 \text{ cSt} \quad (5)$$

の関係がある。20°Cの水の動粘度は、約1  $\text{mm}^2/\text{s}$  (1 cSt)である。我が国では、SI単位系が推奨され、置換えが進んでいる。

気体や液体の粘度の、温度、圧力依存性を予想したり、粘度の実測値が無い場合に、他の物性値から粘度を推定したりするために、さまざまな粘度推算法が提案されて

いる<sup>21)</sup>。気体粘度の推算法は、分子運動論に基礎を置いたものが多い。一方で、液体の場合は、気体の分子運動論のような統一的な理論はまだ無いが、液体中で分子同士が配置を交換する際のポテンシャルがアレニウスの式に従うとして導いたAndradeの粘度推算法<sup>21)</sup>などが有名である。また、石油製品の温度・粘度関係の推算法として有名なASTMの式<sup>22)</sup>のように、実用的に便利に用いられているものもある。しかし、現在のところ、液体の粘度の推算法は、改良の余地が多く、幅広い液体の種類に適用できる簡便な手法はない。

粘度のデータベースは、純物質では役に立つ。しかし、粘度の混合則は、必ずしも有用ではなく、多成分液体の粘度を精度良く推算することは困難である。そのため、一般の産業界で使われているような、複雑な混合液体では、純物質のデータベースだけでは、あまり役に立たない。

以上のことから、液体の粘度は、推算法やデータベースを使うよりも、実際に測定することが重視されている。粘度の測定が簡便で、測定器が安価であり、実用的には十分な精度が得られることなども、実測に重きが置かれる要因となっている。このことから、粘度は、熱伝導率や拡散係数などの他の熱物性値と比べると、際立って測定頻度の高い物性値である。国内だけでも数万台以上の粘度計が、今も稼働していると思われる。ただ、前述したように多くの粘度計が、繰り返し性はよいが、絶対値の測定が困難という特徴を持っており、参照液体との相対測定が必要となる。そのため、粘度計は、他の測定器より標準物質を必要とする機会が際立って多い。このような点が、粘度測定の特長な事情である。次章では、一般的な粘度測定法を概観し、その特徴を検討して粘度標準の必要性を考察する。

### 3. 一般的な粘度測定法

粘度の測定法は大まかに、細管式、回転式、落体式、振動式(超音波式を含む)の4つに分けられる<sup>18), 118)</sup>。粘度の測定では、前章の定義から考えられるように、流速の空間勾配を形成し、その際に生じるずり応力を測定するか、ずり応力を明確に予想できる状況を作って、流速や流量を測定することが必要になる。それぞれの粘度計の原理は、速度勾配の形成方法やずり応力の明確化に関して様々な工夫がなされていて、その方法によって得意とする粘度範囲や測定の簡便性などに特徴が現れる。この章では一般的な粘度測定法の4つのタイプの原理と特徴を概説する。

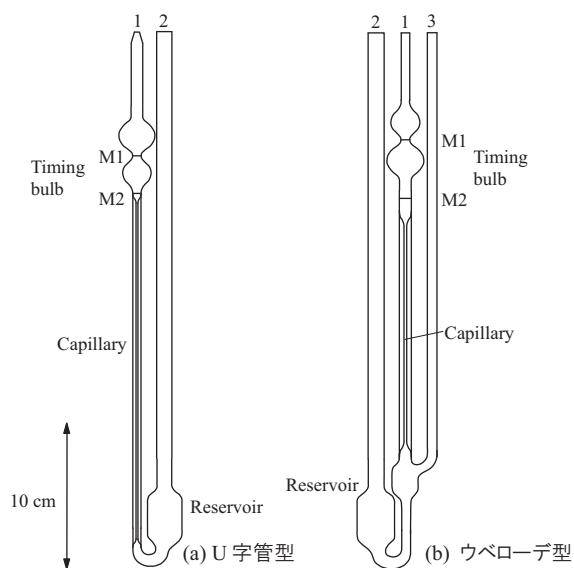


図4 細管式粘度計

### 3.1 細管式粘度計

細管式粘度計は、細い管の中を流体が流れるとき、動粘度の大きさによって、流量が変わることを利用した測定法である。細い管の中の流れは、レイノルズ数が小さいときは完全な層流になり、中心軸で最大速度、管壁で速度ゼロの放物型速度分布となる。その速度分布と、管の両端の圧力差との関係は、ハーゲン・ポアズイユの法則で記述できる<sup>18), 23)</sup>。この法則に基づいて粘度を測定するのが、細管式粘度計である。

細管式粘度計は、ガラスで作られたものが一般的である。図4(a)のようにU字型のガラス管の片側が、細管になっていて、その上下に試料溜めを取り付けた構造となっている。U字管に一定体積の試料液体を入れ、管1から吸引して、液面を標線M1より上に引き上げる。そのとき管2側の液面は、Reservoirの中の下の方にある。吸引をやめ、大気開放すると、管1側の液面は降下し始めるので、液面が標線M1を通過してから、標線M2を通過するまでの時間（流下時間）を測定する。管1と管2の液面の高さの差が、液体が流れる細管部分の圧力差であるから、流下時間をハーゲン・ポアズイユの法則を用いて理論化できる。結論だけ述べると、流下時間 $t$ は、動粘度 $\nu$ に比例することが分かっている<sup>18), 23)</sup>。

$$\nu = C_1 t \quad (6)$$

比例係数 $C_1$ は、細管の径や長さに関する定数で、粘度計定数と呼ばれている。細管の長さは、出入り口の形状などの影響を補正しなければならないので、実測することは困難である。そこで、前もって、粘度が正確に分か

っている粘度標準液や、水などで、流下時間を測定し、粘度計定数を求めればよい。こうすれば、細管の径や長さを測定しなくてすむ。

(6)式では、流下時間と動粘度が比例するが、細管の入り口付近で、圧力の一部が流体の運動エネルギーに変換される効果が、無視できないような条件では、

$$\nu = C_1 t + \frac{C_2}{t} \quad (7)$$

となる<sup>18), 23)</sup>。(7)式を用いる場合には、 $C_1$ 、 $C_2$ を決定するために、2種類の粘度の異なる標準液が必要になる。

図4(b)のウベローデ型粘度計では、吸引中は管3を閉じておき、測定前に開放することで、空気を入れて、細管の出口より下の液体を落とす。この状態で管1を開放して流下時間を測定する。この粘度計では、試料液体は細管出口で切れることになるので、試料が熱膨張しても標線を通過するときの体積は一定になる。そのため測定温度を変えても、試料の熱膨張の影響が少なく、幾分、他の細管式粘度計より高精度である。

細管内の流れは、明確に理論化できる。また、流れを生み出す力に、重力を利用しているから、ずり応力は非常に安定している。しかも、測定するのは流下時間であるので、高精度化が容易である。そのため市販の測定装置でも相対拡張不確かさ0.3%程度での測定も可能で、他の原理の粘度計より高精度である。このような特徴を持つため、細管式粘度計は古くから各種の液体の粘度測定に用いられ、今でも主力の粘度計として広く使われている。各国の標準研も、粘度標準には細管式粘度計を用いている。また水の粘度の国際標準値の基礎となった絶対値の測定にも、細管式粘度計が用いられた<sup>24)</sup>。

細管式粘度計は、細管内の速度勾配が一定ではないから、非ニュートン性液体の測定には適さない。しかし、圧力を色々に変えて流下時間を測定すると、未知の非ニュートン流体の流動曲線を得ることも可能である<sup>18)</sup>。

細管式粘度計は、管内が層流であることを仮定しているため、レイノルズ数は小さくしなければならない。つまり、流速と動粘度の比は小さいほうがよい。しかし、測定に時間がかかりすぎるのも使いにくいので、ある程度の流速である必要もある。このようなことから、細管の内径ごとに、都合のよい流速の範囲や、動粘度の範囲は限定されている。従って、広範囲な動粘度を測定する場合には、細管の内径が異なる粘度計を多数用意して、使い分けなければならない。それぞれの粘度計の粘度計定数を校正するには、複数の粘度計校正用標準液を用意しなければならない。このように、原理的に多数の粘度標準液を必要とする点が、細管式粘度計の特徴の一つである。

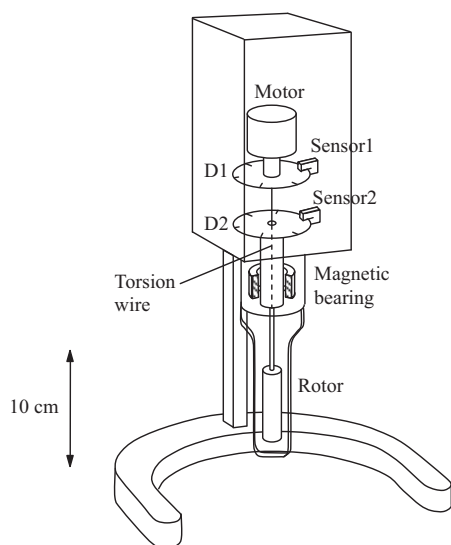
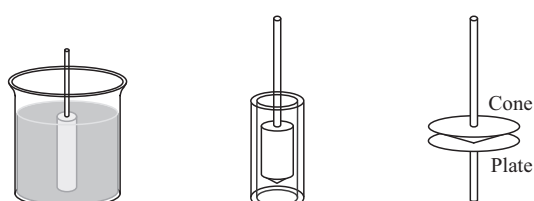


図5 トーションワイヤ式単一円筒回転式粘度計<sup>25)</sup>



(a)単一円筒(B型) (b)共軸二重円筒 (c)コーン・プレート

図6 各種のローターのタイプ

### 3.2 回転式粘度計

回転式粘度計は、図5, 6のように、試料液体中で円筒、円盤、球などを回転させ、粘性抵抗によるトルクを測定するか、トルクを一定にして回転速度を測定することで、試料の粘度を求める測定法である。図6(a)のように試料に円筒を浸けて回転させ、トルクを測定する方式を、単一円筒回転式粘度計とよぶ。図5は、単一円筒型の一つで、トルクをトーションワイヤのネジレ角から検出する方式である<sup>25)</sup>。ネジレ角は、D1, D2の回転位相差から算出する。このタイプは、測定や洗浄等が容易であるため、一般に広く普及しており、代表的なメーカーの名前をとってブルックフィールド粘度計やB型粘度計と呼ばれている。低粘度から高粘度まで幅広い範囲で、容易に測定が行え、不透明な液体でも測定できる。

単一円筒回転式粘度計の円筒周りの流速は、円筒から離れるにつれてなだらかに減衰しているため、ずり速度は一定でなく、非ニュートン粘度の測定には不向きである。一方、図6(b)のように円筒の外側にもうひとつ円筒を設け、2つの円筒の狭い間隙に液体を満たす形状にする

と、液体中のずり速度が明確になるので、非ニュートン粘度の測定ができる。これを共軸二重円筒型という。また、図6(c)のように平板と円錐を組み合わせて、隙間に液体を入れて、どちらか一方を回転させてトルクを測定する方式でも、非ニュートン粘度が測定できる。これはコーン・プレート型と呼ばれている。このように、ローター形状を工夫することで、非ニュートン粘度の測定が可能になることは、回転式粘度計の大きな特徴のひとつである。

回転式粘度計は、モータで円筒などを回転させるため、細管式のように重力で流すのと比べると、力の大きさの安定性に一定の限界がある。また、トルクは、時間や質量と比べると、高精度に測定することが難しい。また、無限に長い円筒や、無限に広い円盤を使うわけにはいかないから、端部の効果が発生し、その影響は細管法と比べれば大きい。このような理由から、一般的に回転式粘度計の相対拡張不確かさは、細管式粘度計よりやや大きく、3%程度である。

回転式粘度計では、トルクの測定レンジがあまり広くないため、測定する粘度にあわせて、円筒の直径や、コーン・プレートの直径、角度などを調節して、トルクをちょうどよい大きさにする必要がある。実際には、粘度計メーカーから直径や角度が異なる複数の組み合わせが用意されていて、その中から最適なものを選択する。ギャップの間隔や、ローターの各部のサイズをいちいち計測するのは面倒なので、ほとんどの場合、標準液を用いて、装置定数としてまとめて決定する方法が採られる。ローターの組み合わせを変えてセッティングしなおすたびに、標準液によるキャリブレーションが必要になる。したがって回転式の場合にも、複数の粘度標準液が必要となる。

### 3.3 落体式粘度計

落体法は、試料液体中に球や、円筒などの物体を落下させて、その落下時間から粘度を求める方法である。物体は、重力と粘性力がつりあった状態で等速落下する。そのときの速度と粘度の関係を、流体力学で理論化して、落下速度から粘度を算出する。例えば球の場合は、粘性力はストークスの粘性抵抗の法則で理論化される<sup>18), 23)</sup>。このような測定理論が成り立つのは、レイノルズ数が小さいときに限られるため、落体は小さく、落下速度は遅く、動粘度は高いほうが望ましい。従って落体法は、比較的高粘度の測定に適している。一般的には、細管法や回転法では測定できないような高粘度域に適した測定法として紹介されている。鉛直落下させる方法のほか、傾いた円筒の管壁を球が回転しながら落下する落体粘度計もあり、転落球式、ヘプラー式粘度計と呼ばれている。取

り扱いが容易なため高粘度用の測定法としてよく使われている。

落体法は重力を使うので、落体にかかる力の変化はほとんどない。また、測定される量は、落体が落下する時間なので、落体の位置を精密に測定する機構さえ作れば、かなり高精度に測定ができる。また、細管法や回転法で問題となる端部の影響も無い。しかし、落体の形状の僅かな乱れで、落下運動に影響を受けるので、常識的には、高精度な測定法にはなりえない。多くの場合、高温・高粘度などの特殊条件下の測定に用いられている。

小さな落体の形状や重さを、高精度に測定することは困難であるため、実際には粘度標準液で校正する方法が採られる。一つの落体で測定できる粘度範囲は限られているので、粘度が異なる液体を測定するには、色々な落体が必要で、その一つ一つを校正する必要がある。

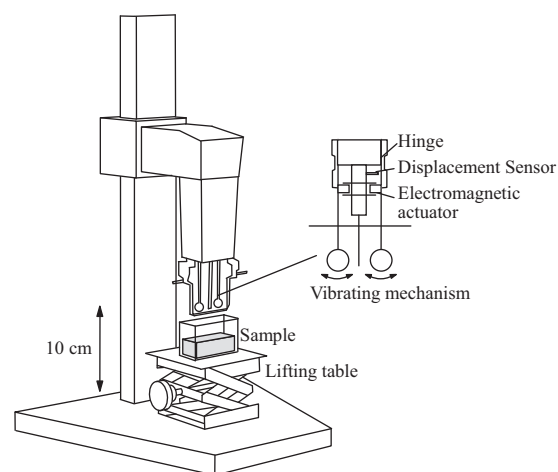


図7 音叉型振動片式粘度計<sup>26)</sup>

### 3.4 振動式粘度計

振動式粘度計は試料液体の中で物体を振動させ、振動の振幅、位相などが粘性抵抗によって変化することを利用して粘度を求める方法である。回転式粘度計の円筒やコーン・プレート回転振動させる、レオメータと呼ばれるものもこの一種であるが、ここでは回転振動以外の振動タイプを取り上げる。

図7は、音叉の先端についた円盤を、面に平行に振動させて、液体中での振幅の変化から粘度を求めるものである<sup>26)</sup>。このほかにも、磁歪合金で作られたロッドに音波を与えて、振幅の時間減衰から粘度を求めるものや<sup>18)</sup>、表面弾性波(SAW)の減衰を利用するもの<sup>27)</sup>、金属の細線を振動させるものなどがある<sup>23)</sup>。金属の細線を振動させるタイプは、バイブレーションワイヤーと呼ばれ、高圧、高温、などの特殊条件の粘度測定法としてよく知られている。このような振動式粘度計は、近年の電子部品の改良によって小型化、低価格化が可能になり、簡便な測定装置が販売されている。応答時間が短いことからリアルタイム、インプロセスの粘度センサとしても注目されている。測定可能な粘度範囲はかなり広く、1つの振動片で広い範囲をカバーできるものが多い。

振動片の形状や、重さなどを高精度に実測することは困難である。また、振動片の端部の影響などは、理論化しがたく、形状や重さから計算することはできない。そのため、振動式粘度計でも、粘度標準液を用いて装置定数を校正する方法が現実的である。振動式粘度計は幅広い粘度範囲をカバーできるが、粘度が変われば、装置定数がドリフトすることもあるので、粘度の異なる複数の粘度標準液で校正すると、より高精度な測定が実現できる。

振動式粘度計は、振動体周りの流体のずり速度が一定でないため、非ニュートン流体の測定には適さない。また超音波式の場合は、実質的にずり速度が相当大きくなる。そのため回転式粘度計等では気づかないような、ハイシェアー速度領域での試料の非ニュートン性、粘弾性の影響が顕著になることがある。そのため、他の粘度計で得たデータと、振動式粘度計の結果を比べる場合は、注意が必要な場合がある。

振動式粘度計は、振幅や位相を測定すればよいので、最近の電子技術を使えば、容易に高精度化できる。しかし、振動片の端部の効果などは理論化しがたく、速度勾配とせん断力の明確化は、十分とは言えない。従って、相対拡張不確かさは、おおむね1%程度のものである。ただ、何よりも小型、迅速、簡便であることは大きな利点であり、今後よりいっそう普及が進むと考えられる。

### 3.5 粘度計測における標準液の必要性

これまで見てきたどの原理の粘度計も、参照液体との相対測定が必要で、しかも一度に測定できる粘度範囲が狭いという特徴を持っている。これは、粘度計では、力や時間などの比較的測定しやすい量を測定するため、繰り返し性は良好であるが、流れ場の境界条件を理想的に実現することが困難であるためである。このことから、世界中の粘度測定は、20℃の水の動粘度という、ただ一点の絶対測定の結果を基準にして、すべて相対測定で実施されている。このように粘度計は、その原理的な特性から、標準液が無ければ正確な測定を実施することができない。従って粘度計測では、標準液の必要性和重要性が非常に高い。

#### 4. 産業界における粘度測定へのニーズ

粘度は、液体の基本的な性質であり、高精度な測定も容易に行えることから、幅広い産業分野において頻繁に測定され、品質管理などに用いられている。本章では、各産業分野における粘度測定役割を概説した上で、最近の産業界の変化に対応した粘度測定の新しいニーズについて考察する。

##### 4.1 石油化学産業

石油化学産業は、年間取引量が20兆円にも達する基幹産業であり<sup>28)</sup>、粘度測定にとっても、最も重要な測定対象のひとつである。粘度は石油製品の分子量と関係があり、おおむね分子量が大きいほど粘度が高くなる<sup>29)</sup>。ガソリンや軽油などの石油製品は、沸点の違いを利用して蒸留されており、沸点は分子量に依存するため、粘度とも強い相関を持つ。そのため石油製品の種類を簡易的に識別するのに粘度は大変有用である。特に重油や軽油では、等級分けを、粘度の測定値を基準にして決定している。また、潤滑油は、粘度が第一に重要な物性値であり、性能のグレード分けを粘度で行っている。このように石油と粘度は深い関係があることから、石油化学製品の粘度の測定に関する規格も多数あり、それに対応するための

表1 軽油の品質規格JIS K 2204<sup>32)</sup>

項目	種類				
	特1号	1号	2号	3号	特3号
動粘度(30℃), mm <sup>2</sup> /s	>2.7		>2.5	>2.0	>1.7
流動点, °C	<5	<-2.5	<-7.5	<-20	<-30
引火点, °C	>50			>45	
蒸留性状90%留出温度, °C	<360		<350	<330	
目詰まり点, °C	—	<-1	<-5	<-12	<-19
10%残油の残留炭素分, wt%	<0.1				
セタン指数	>50		>45		
硫黄分, wt%	<0.0010				
密度(15℃), g/cm <sup>3</sup>	<0.86				

表2 重油の品質規格JIS K 2205<sup>37)</sup>

項目	種類					
	1種(A重油)		2種(B重油)	3種(C重油)		
	1号	2号		1号	2号	3号
動粘度(50℃), mm <sup>2</sup> /s	<20		<50	<250	<400	400~1000
流動点, °C	<5		<10	—		
引火点, °C	>60			>70		
残留炭素分, wt%	<4		<8	—		
水分, vol%	<0.3		<0.4	<0.5	<0.6	<2.0
硫黄分, wt%	<0.5	<2.0	<3.0	<3.5	—	
灰分, wt%	<0.05			<0.1	—	

粘度測定設備が各石油化学会社の品質管理部門や研究部門に設けられている。おそらく、最も粘度計を使用する頻度が高い産業であると思われる。

##### 4.1.1 軽油、重油の粘度測定

原油は、蒸留によって沸点の低いものから順にLPG、ガソリン、ナフサ、灯油、軽油、重油、アスファルトに分離される<sup>29)</sup>。このうち、沸点が比較的高い軽油、重油、アスファルトは、粘度がこの順に顕著に増大する。そのため、粘度による種類分けが効果的で、法律や規格では軽油や重油の種類を、粘度の測定値で細かく分類している。

軽油は、「揮発油等の品質の確保等に関する法律」と、その施行規則第23条8号によって、性質が決められており、粘度に関しては「動粘度が1.7 mm<sup>2</sup>/s以上であること」という基準が設けられている<sup>30), 31)</sup>。同時に、JIS規格のK 2204では、表1のように、30℃における動粘度の測定値などを基準にして、軽油の等級を特1号から特3号の5種類に分類している<sup>32)</sup>。

軽油は、低温下では凍結の危険性があり、パラフィン分の析出による燃料フィルターの閉塞の恐れも生じる。そのため、各地のスタンドでは、冬季には粘度の低い2号、寒冷地では特に3号か特3号、逆に夏季には粘度が高い特1号か1号が供給されている<sup>29)</sup>。このように軽油では、粘度を基準にして運用を変える必要があるため、粘度測定が必須となっている。

JISには、JIS K 2283に原油及び石油製品の粘度測定に関する詳細な規定がある<sup>33)</sup>。ここではガラス細管式粘度計で動粘度を測定する方法が規定されている。粘度計の校正はJIS Z 8809の粘度計校正用標準液などを使用することになっており<sup>33), 34)</sup>、粘度標準が重要な役割を担っている。

近年、環境意識の高まりから、生物由来の油脂を改質して燃料として使えるようにした、バイオディーゼル燃料(Bio Diesel Fuel: BDF)が注目を集めている<sup>29)</sup>。BDFは、熱によってスラッジを発生させやすく、廃油などの原料を用いることによる精製の不安定性などの課題があり、品質管理のために、粘度測定がますます重要になると予想される。我が国のBDFに対応した新しい規格では、粘度測定に関して特段の変更は為されなかった<sup>35)</sup>。ヨーロッパのBDFの統一規格EN14214では、40℃における動粘度の測定が必要とされている<sup>36)</sup>。

重油は、石油の蒸留残油で、一部に軽油を混ぜたものである。かなり重粘質で、原産地などによって粘度が大きく異なる。そのため重油の種類を分類し、品質管理の指標として用いるには、粘度が最も簡便で効果的である。表2のJIS規格 K 2205では、重油の種類を、動粘度の測定

値などを基に3種類に分類している<sup>37)</sup>。1種はA重油ともいい、硫黄分の違いにより1号と2号の2種に分けられる。2種はB重油とも呼ばれるが、ほとんど生産されていない。3種はC重油ともいい、動粘度により1号、2号、3号の3種に分類されている。このように重油は、粘度によって種類分けする規格があることから、粘度測定が極めて重要な役割を果たしている。

表2から分かるように、A重油とC重油は、かなり性質が異なっている。A重油は、成分のほとんどが軽油で、粘度は安定している。一方、C重油はほとんどが蒸留の残渣油であり、同じC重油の中でも1号から3号の種類によって粘度に大きな違いがある。また、原油の生産地や、不純物、水分によっても、粘度が変化することから、使用している重油の粘度を、その都度測定することが必要となっている。例えば、大型船舶では、動力のディーゼルエンジンの燃料としてC重油を用いることが多いが、シリンダ内に重油を最適な状態で噴霧し、完全燃焼させるため、使用中の重油の粘度を把握することが必要である<sup>29)</sup>。また火力発電所では、燃料となるC重油を圧送する際の粘度を下げるため、重油タンクを蒸気で50℃程度に加熱している。このとき蒸気ボイラーで燃料を使うことで発電所全体のエネルギー効率が低下する。従って、使用している重油の粘度を測定し、加熱を最低限にとどめることで、エネルギーロスを抑えることが重要である<sup>38)</sup>。このことから、火力発電所では、相当な頻度で重油の粘度測定が行われているようである。

以上のように、重油の粘度は、重要な役割を果たしていることから、重油の粘度測定は、軽油と同様にJIS K 2283に詳細に定められている<sup>33)</sup>。粘度計の校正には、同じように粘度計校正用標準液が必要とされている。

#### 4.1.2 潤滑油の粘度測定

ベアリングやギヤなどの機械部品が運動するとき、固体と固体の境界には数～数十 $\mu\text{m}$ の潤滑油の液体膜が形成されていて、潤滑油の粘性と圧力によって力が伝達されている<sup>7)</sup>。固体と固体は触れ合っておらず、摩擦、磨耗が防がれている。この状態を流体潤滑といい、ほとんどの機械要素は流体潤滑の状態で作動されるように設計されている。設計の際に第一に重要な潤滑油の物性は、粘度である。そのため、潤滑油の粘度は、潤滑油業界における実質的にかなり強い強制力を持つ規格によって、測定が義務付けられていて、粘度による製品のグレード分けが行われている。

潤滑油は、用途によって、自動車用エンジンオイル、船舶用エンジンオイル、ミッションオイル、タービン油、

表3 エンジンオイルのSAE粘度分類<sup>40)</sup>

粘度 グレード	低温性能		高温性能	
	CCS粘度 規定温度での 最大粘度, mPa·s	ポンピング粘度 60,000 mPa·s に達する温度	動粘度 100℃, mm <sup>2</sup> /s	HTHS粘度 150℃, mPa·s
0W	6,200 (-35℃)	-40℃	> 3.8	
5W	6,600 (-30℃)	-35℃	> 3.8	
10W	7,000 (-25℃)	-30℃	> 4.1	
15W	7,000 (-20℃)	-25℃	> 5.6	
20W	9,500 (-15℃)	-20℃	> 5.6	
25W	13,000 (-10℃)	-15℃	> 9.3	
20			5.6～9.3	> 2.6
30			9.3～12.5	> 2.9
40			12.5～16.3	> 2.9
40			12.5～16.3	> 3.7
50			16.3～21.9	> 3.7
60			21.9～26.1	> 3.7

ギヤ油、冷凍機油などに分けられる。潤滑油は、機械の性能に大きく影響し、例えば自動車用エンジンオイルの場合、潤滑油に関連するエネルギーロスは全体の7.5%以上になる<sup>7)</sup>。自動車の燃費は、0.1%の単位で積み上げて改善されていることを考えると、大きな数字である。そのため、世界中のエンジンオイルメーカーで、潤滑油の性能向上が進められている。

ガソリン自動車用のエンジンオイルには、API (American Petroleum Institute: 米国石油協会) のサービス分類<sup>39)</sup>と、SAE (Society of Automotive Engineers: 米国自動車技術者協会) の粘度グレードという規格があり<sup>40)</sup>、これに準拠するのが、デファクトスタンダードになっている。SAEの粘度グレードは、表3のように、低温と高温の粘度によって、エンジンオイルを12種に種類分けするものである。0W～25WのようにW (Winter) がついたグレードは、寒冷地における低温下での始動時の流動性に主眼をおいた規格で、数字が小さいほど低粘度になり、より低温下での使用に適する。また20～60のようにWがつかないグレードは、運転時の高温条件での流動性を考慮した規格で、数字が小さいほど低粘度になる。従来は、これらの規格の一つだけをみたすオイルがあり、シングルグレードオイルと呼ばれていたが、現在では両方の規格を満たすマルチグレードオイルが主流となっている。その粘度グレードは、0W-30などと表示される。マルチグレードオイルは低温時には高粘度になりすぎず、高温時には低粘度になり過ぎないという、相反する粘性を両立する



ものである。この性能を実現するため、マルチグレードの潤滑油には、基油となる鉱油に、高分子ポリマー系の添加剤が加えられている。添加剤には、ほかにも酸化防止剤や清浄分散剤、消泡剤などが加えられており、エンジンオイル開発のメインターゲットとなっている<sup>41)</sup>。

高分子ポリマー系の添加剤を加えることによって、エンジンオイルは、非ニュートン性を示すようになる。特に $10^4 \text{ s}^{-1} \sim 10^6 \text{ s}^{-1}$ 程度のハイシエアー領域では顕著になる。エンジン内部では、すべり軸受けで $10^4 \text{ s}^{-1} \sim 10^6 \text{ s}^{-1}$ 、ピストンとシリンダ間で $0 \text{ s}^{-1} \sim 10^5 \text{ s}^{-1}$ 、カムとタペット間で $10^5 \text{ s}^{-1} \sim 10^7 \text{ s}^{-1}$ の高いずり速度が発生するから<sup>7)</sup>、実際のエンジン運転時には非ニュートン粘度の状態が潤滑されていることになる。そのため、SAEの粘度グレードには、非ニュートン粘度の測定が必要とされている。

低温時の非ニュートン粘度は、CCS粘度 (Cold Cranking Simulator) と呼ばれ、 $10^4 \sim 10^5 \text{ s}^{-1}$ のずり速度で、 $-40 \text{ }^\circ\text{C} \sim -5 \text{ }^\circ\text{C}$ の温度で測定する<sup>3)</sup>。CCS粘度は、図8のように始動時(低温時)のクランキング回転数と関係があり、CCS粘度が低いほど回転数が早く、始動性がよい<sup>7)</sup>。CCS粘度の測定器は、回転式粘度計の一種でCold Cranking Simulatorと呼ばれており、ASTM (米国材料試験協会: American Society for Testing and Materials) のD 5293に規格がまとめられている<sup>3)</sup>。

高温時の非ニュートン粘度は、HTHS粘度 (High Temperature High Shear) と呼ばれ、ずり速度 $10^6 \text{ s}^{-1}$ 、温度 $150 \text{ }^\circ\text{C}$ で粘度を測定するものである<sup>5)</sup>。HTHS粘度は、図9のように高回転、高出力運転時の磨耗量や焼付きに関係しており、HTHS粘度が低くなると、ピストンリングの磨耗面積が増大するという<sup>7)</sup>。HTHS粘度の測定法は、TBS粘度計 (Tapered Bearing Simulator) や、加圧型細管式粘度計などが使われている。HTHS粘度の測定の規格は、ASTM D 4683である。

最近のエンジンの高出力化により、HTHS粘度は重要性が増しており、特にメルセデス・ベンツ社では、HTHS粘度に関して独自の基準を設けていて、自社のエンジンに用いるエンジンオイルはHTHS粘度が $3.5 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 以上であることを要求している<sup>42)</sup>。このようにエンジンオイルの粘度は、非ニュートン性の考慮が重要である。エンジンオイルの非ニュートン性は第6章でも取り上げる。

低温におけるポンピング粘度は、通常のB型回転式粘度計やMRV (Mini Rotary Viscometer) で測定され<sup>4)</sup>、 $100 \text{ }^\circ\text{C}$ での動粘度は、通常の細管式粘度計で測定される<sup>6)</sup>。

このようにエンジンオイルの粘度は、規格によって測定方法が厳密に決められている。しかしながら、オイルのサービス分類から粘度グレード、粘度の測定法にいた

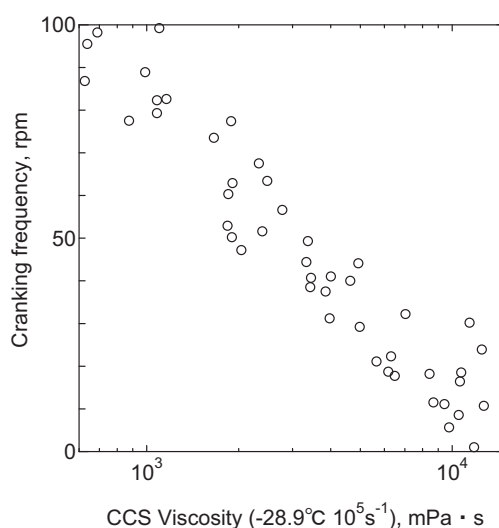


図8 CCS粘度とクランキング回数の関係<sup>7)</sup>

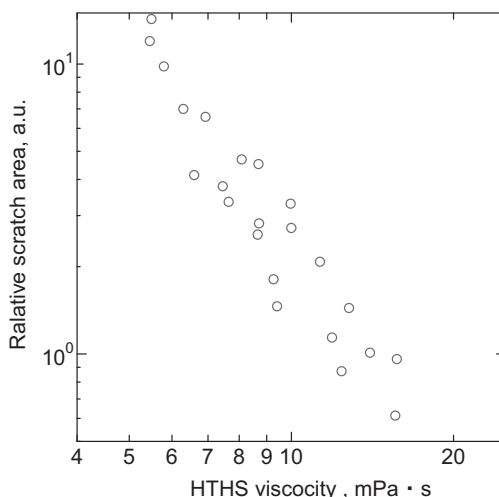


図9 HTHS粘度と相対リング磨耗面積の関係<sup>7)</sup>

るまで、すべて米国の規格である。JIS規格にもK 2215「内燃機関用潤滑油」やK 2010「自動車エンジン油粘度分類」などがあるが<sup>1), 2)</sup>、現状では、米国の規格がデファクトスタンダードとなっている。粘度の測定法に関しては、エンジンオイルの規格策定の段階で深く関与していた米国のCannon Instruments社の製品を使うことが前提として作られた規格もあり (ASTM D5293)<sup>3)</sup>、測定器も米国企業によって大部分が占められているようである。そのため標準液も、エンジンオイルの業界ではCannon製を用いることが多い。規格ばかりでなく、エンジンオイルの性能を試験する評価機関も、ほとんどが米国の機関であり、我が国で開発されたエンジンオイルでも、数千万円もの巨額の代金を払って米国の機関に評価を依頼している状況であるという。これは、規格が策定される当時の

自動車業界では、米国のビックスリー（フォード、クライスラー、GM）の影響が強く、エンジンオイルのメーカーも、欧米系企業が多かったことなどが関連していると思われる。しかし、最近では日本や欧州などで、それぞれ規格策定の動きがあり、昨今の北米自動車産業の状況を見ると、今後事情が変化することも考えられる<sup>43)</sup>。

ディーゼルエンジンオイルや2サイクルエンジンオイル、ギヤ油、ATF (Automatic Transmission Fluid)、冷凍機油などの潤滑油でも、粘度は最も重要な物性値であり、各種の規格によって定められている<sup>7)</sup>。中でもディーゼルエンジンオイルと2サイクルエンジンオイルの規格は、策定に当たって我が国が重要な役割を果たした<sup>43)</sup>。そのため、2サイクルエンジンオイルの動粘度の測定方法は、我が国の規格であるJIS K 2283が使われている。このような日本発の潤滑油の試験規格が、今後広がってゆく可能性はある。

#### 4.1.3 その他の石油関連製品の粘度測定

ガソリン、灯油、ジェット燃料、ナフサなどの、沸点が比較的低い石油製品に関しては、研究開発のために測定されることが多いと考えられる。この場合、低粘度であることや、主目的が研究開発であることを考慮すると、高精度な細管式粘度計が用いられると考えられる。

石油枯渇の問題や、近年の原油価格高騰の影響により、従来では採掘困難なほど超重質なヘビーオイル、オイルサンド、オイルシェールなどに注目が集まっている。これらの超重質油はカナダ、ベネズエラを中心に世界各地に分布しており、現存の石油資源と同等かそれ以上の埋蔵量があるとされていて、将来的には確実に利用が拡大すると考えられる<sup>44)</sup>。しかし、超重質油は、粘度が3,000 mPa・s程度から半固体状態にもなり、製油所での取り扱いや、パイプラインやタンカーでの輸送が困難である。そのため、超重質油を低粘度化する必要がある。近年、各種の改質方法が開発されている<sup>45)</sup>。効率的な改質を行うには、超重質油の粘度と、改質前後の粘度を測定して工程管理することが必要になると考えられる。

石油関連製品の測定では、多くの場合、細管式粘度計が用いられている。細管式粘度計は精度が高く、自動化が進んでいるが、恒温槽を含めたシステムはそれなりに大きく、測定作業も簡便とはいえない。そのため、関係者の間では、「振動式密度計のように簡便で高精度な粘度計」の登場を待ちわびる声も多く聞かれる。従って、粘度標準の充実とともに、現状の粘度測定が抱える課題を解決することも、国内の粘度測定に関するシステム全般をより高度化、洗練させるためには重要であるといえる。

## 4.2 医薬品・食品産業における粘度測定

### 4.2.1 医薬品の粘度測定

医薬品にとって粘度は、薬効を直接的に決めるような物性値ではないが、品質管理のために有用な測定値のひとつである。そのため、薬事法が規定する医薬品の規格である日本薬局方<sup>12)</sup>では、一般試験法のひとつとして、粘度の測定方法が詳細に定められている。薬局方では、2種類の粘度測定法が指定されている。第一法は、ウベローゲ型細管式粘度計である。医薬品の粘度に合わせて、適当な細管の内径を選択し、温度を薬局方の医薬品各条に規定する温度に $\pm 0.1$  °Cで合わせて測定する。 $\pm 0.1$  °Cで合わせると、おおむね1 %以内程度の精度で粘度を測定できることになる。粘度計定数は、流下時間と動粘度が比例するとして、(6)式を用いて1種類の粘度計校正用標準液で決定することとされている。第二法は、回転式粘度計が指定されており、共軸二重円筒型と、ブルックフィールド型、コーン・プレート型の3種類が示されている。コーン・プレート型を使用した場合は、非ニュートン流体の流動曲線を得ることもできる。これらの回転式粘度計を校正する際にも、水か粘度計校正用標準液を使用することが指定されている。

日本薬局方は、さまざまな医薬品の性状を細かく規定している。記載されている医薬品の中には、粘度測定が必要とされているものもある<sup>12), 46)</sup>。例えば、セラセフェート、結晶セルロース、デキストラン、パラフィン、ヒプロメロース、プルラン、ポピドン、ポリソルベート、メチルセルロースは粘度の測定が必須となっている。医薬品によっては、細管式か回転式か、どちらを使用するかまで指定されている。

薬局方には粘度測定の記載が無いものの、粘度測定が頻繁に行われている医薬品もある。例えば、グリセリンやゼラチンのように、液の性能として、粘度が重要な物質は、粘度測定が行われている。また、ゼラチンは、JIS K 6503に規格があり、これには粘度測定の項目がある<sup>47)</sup>。

医薬品に入らない化粧品や医薬部外品でも、粘度測定は重要で、化粧品及び医薬部外品の原料規格に関する公定書である医薬部外品原料規格2006では、一般試験法の中に粘度測定法が加えられている<sup>48)</sup>。内容はほとんど薬局方と同等である。

薬局方では、粘度の測定値を、品質を保証するための1つの指標として用いているが、間接的に別の用途に使う場合もある。例えば結晶セルロースでは、平均重合度を求めるために粘度を利用する<sup>12)</sup>。またでんぷん液化力測定法では、でんぷんにアミラーゼが作用して低分子化する能力を、でんぷん溶液の粘度低下から測定している<sup>12)</sup>。

### 4.2.2 食品の粘度測定

食品の粘度は、口に入れ咀嚼した際の感触に大きな影響を与える。そのため、増粘安定剤などを添加して食品の食感を調整することが日常的に行われている。また、食品工業の生産プロセスでは、食品原料のパイプ輸送工程の設計段階などで、粘度が必要になる。したがって食品産業では、テクスチャーなどの感覚的指標とともに、粘度やレオロジーなどの物理的性質を測定して、食品の評価や、プラントの最適化に役立っている。

食品は、多くがコロイドであり、固体粒子が分散したサスペンションや、液体の分散媒中にコロイドが分布したゾルやゲルなどのさまざまな状態がある<sup>49)</sup>。このような複雑な微視的構造・状態によって、食品は独特な粘性を示す。図10に代表的な食品の粘度を示す<sup>50)</sup>。食品の粘度は幅広い範囲に分布しており、水は1 mPa・s、しょうゆは約6 mPa・s、50%しよ糖水溶液は15 mPa・s、オリーブオイルは約100 mPa・s、卵黄は約1,000 mPa・sくらいである。これらの食品は、ニュートン性液体であるが、食品ではニュートン流体はむしろ少数派で、多くの食品は非ニュートン流体である。例えば、オレンジジュース、カレー、中濃ソース、ピーナッツバター、ヨーグルトなどは、非ニュートン性を示す。また、時間変化する非ニュートン性を示すものも多く、例えばトマトケチャップやマヨネーズは、攪拌し続けると粘度が下がるチキソトロピー性を示し、でんぷんに水を加えた液体は、強い外力をかけると急激に高粘度化するダイラタンシー性を示す<sup>49)</sup>。

食品多糖類は、食品の粘度を調整して、食感をコントロールするための添加剤である。食品多糖類は、寒天や海藻セルロース、ペクチンなどの粘調な液体で、食品には増粘安定剤、ゲル化剤、増粘多糖類（2種類以上の場合）などと表示されている<sup>51)</sup>。法律上は、食品衛生法の指定添加物と既存添加物にリストされ、管理されている<sup>9)</sup>。食品添加物の性状は、食品衛生法の施行に関する公示である「食品、添加物等の規格基準（食品添加物公定書）」に、細かく規定されている<sup>10)</sup>。食品添加物公定書では、粘度測定の方法も定めており、「B. 一般試験法」の「28. 粘度測定法」にまとめられている。2つのタイプの粘度計が指定されていて、第一法はウペローデ型細管式粘度計、第二法はブルックフィールド型粘度計である。食品添加物には、粘度の測定が義務付けられているものがある。例えば、精製カラギナンは、純度試験のひとつに粘度測定が必要で、第二法のB型回転式粘度計を用いて、一分間に30回転させ、12秒後に粘度の値を読み取る、と指定されている。カラギナンはデザートゼリーや、プリン、ソーセージ、歯磨き粉などに使われる<sup>51)</sup>。

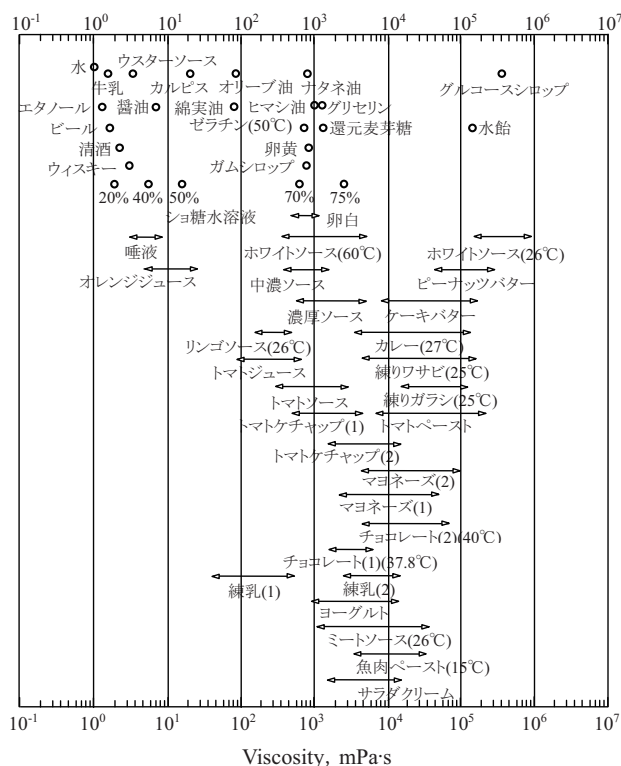


図10 代表的な食品の粘度。点はニュートン流体、矢印は非ニュートン流体で1～50 s<sup>-1</sup>の粘度の範囲を示す<sup>50)</sup>。

食品添加物公定書以外の規格で、粘度の測定が必要な食品も多い。例えばプルランは、ドレッシングのトロミ付けや、水羊羹などに用いられる増粘剤であるが、食品の公定書には粘度測定の記載が無いものの、日本薬局方で医薬品としてつかうプルランには粘度測定が必要とされている<sup>12)</sup>。ゼラチンは、JIS規格のK 6503では粘度測定が必要である<sup>47)</sup>。また、ソース類は、日本農林規格(JAS規格)では、ウスターソース、中濃ソース、濃厚ソースに分類するのに、粘度が必要である<sup>52)</sup>。マヨネーズのような半固体状ドレッシングは、JAS規格には、粘度が30,000 mPa・s以上のもの、という定めがある<sup>53)</sup>。規格等に粘度測定が定められていなくても、粘度調整などのために用いられる食品添加物は、製品の性能として、メーカーが独自に測定して粘度の値を示しているものも多い。

近年、粘度が重要視されるようになった食品のひとつに、高齢者用食品がある。高齢者は歯が欠落、磨耗することで咀嚼能力が低下することがある。また老齢化が原因の身体障害によって咀嚼、嚥下が困難になる場合もある。このような咀嚼・嚥下困難者では、食品に適度なとろみがあるほうが、誤嚥を起こしにくい。そのため病院や老人介護施設では、各種の増粘剤を加えて食べやすくした食品が使われている<sup>14)</sup>。厚生労働省は、平成6年に、

このような食品を「高齢者用食品」として定め、表示方法や、試験方法を規定した<sup>54)</sup>。高齢者食品の試験方法には、粘度と、堅さが含まれている。粘度は、B型粘度計を用いて20℃で測定するもので、咀嚼・嚥下困難者用食品では、粘度が1,500 mPa・s以上である必要があると定められている<sup>55)</sup>。堅さは、テクスチャロメータと呼ばれる一種のレオメータで測定する。このように、高齢者用食品という新しいジャンルの食品では、粘度やレオロジーが重要な役割を果たしている。

### 4.3 塗布産業における粘度測定

#### 4.3.1 ロールコータ、スピコートなどを用いる塗布

液体を固体に塗布する技術は、生産工程の一部に液体を用いて高付加価値製品を製造する産業のほとんどで重要な技術であり、その市場規模は全世界で150兆円規模に達するという<sup>56)</sup>。例えば、液晶ディスプレイのための高機能光学フィルムの製造プロセス、半導体工業におけるレジスト液のスピコーティング、表面処理鋼板のコーティング、印刷、自動車塗装などはすべて塗布技術を用いている。

塗布技術で重要な現象としては、表面張力、界面張力、吸着、界面電気現象、蒸発、溶解などとともに、粘性（レオロジーを含む）が挙げられる。粘性は塗布の際の流動挙動に関係している。流動挙動の解析にしばしば用いられるパラメータとしてキャピラリー数（ $Ca$ : Capillary number）

$$Ca = \frac{\nu V}{\sigma} \quad (8)$$

がある<sup>56)</sup>。ここで $\nu$ は液体の動粘度、 $V$ は代表速度、 $\sigma$ は表面張力であり、粘度が重要な役割を持つことが分かる。また、精密塗布の場合には、特に膜厚の制御が重要であるが、これには粘度が深く関係している。例えばポジティブギャップ正回転ロールコータの場合、塗布膜厚 $d$ と粘度の間には

$$d \propto \frac{\nu V}{W} R \quad (9)$$

の関係がある<sup>56)</sup>。 $W$ は印加加重、 $R$ は平均ロール半径である。従って、膜厚を精密に制御するには生産工程中の粘度の管理が重要である。

非ニュートン性も重要で、デボラー数を用いて塗布の成否と非ニュートン性との関連を評価することが行われている。モデルのひとつでは、デボラー数は

$$De = \frac{\dot{\gamma}_{\max}}{\dot{\gamma}_0} \quad (10)$$

と表される<sup>56)</sup>。ここでは $\dot{\gamma}_{\max}$ は流動の最大ずり速度、 $\dot{\gamma}_0$

は液体が非ニュートン挙動を起こし始めるずり速度である。 $De$ 数が1より大きい流動場では非ニュートン性の影響が無視できない。

半導体産業では、スピコート法を用いて、レジスト液をウェハー上に均一に塗布することが求められる。膜厚の不均一は歩留まりの低下に繋がる。スピコートにおける膜厚 $h$ は、蒸発が無く液膜が十分に薄くなった段階では、動粘度 $\nu$ 、回転角速度 $\omega$ 、時間 $t$ 、初期膜厚 $h_0$ との間に、

$$h = h_0 \sqrt{1 + \frac{4\omega^2 h_0^2 t}{3\nu}} \quad (11)$$

の関係があり、粘度が重要な役割を果たす<sup>56)</sup>。またスピコートではディスクの円周近傍でずり速度がかなり大きくなるため、非ニュートン性の影響が無視できない。そこで $De$ 数で塗布できるかどうかの判断がおこなわれる。 $De$ 数が1より小さいほど、非ニュートン性の影響が少なく、良好な塗布ができ、 $De$ 数が1よりずっと大きい溶液では、均一に塗布することは困難となる。

以上のように、塗布工業では工程のコントロールのために粘度の管理が重要である。塗布の生産工程中には粘度を調整するための特別な工程が設置されることもあり、成分の混合比や温度を調整して、粘度の管理を行っている。近年では、オンライン粘度計を用いて、インプロセスで粘度測定を行い、工程管理を行うこともある。このように塗布産業では、粘度測定が重要な役割を果たしている。

#### 4.3.2 インクジェット技術と粘度

インクジェットは、数十 $\mu\text{m}$ 程度の小さなノズルから、インクを滴状に吐出して塗布する技術であり、パーソナルユースのプリンターへの普及が進んでいる。近年では、半導体産業におけるフォトリソグラフィなどに替わり、より省コスト、低環境負荷なパターンニング技術として期待されている。またバイオチップの作製や、液晶用カラーフィルターの塗布などにも応用が進んでおり、産業上の様々な液体をインクジェットで塗布する技術が開発されつつある。

インクジェット技術にとってインクの粘度は、インクの飛翔性能や吐出体積に大きく影響する重要な物性値である。例えば連続噴射型のインクジェットでは、粘度 $\eta$ と、粒径 $d$ との間に、

$$d \approx (12\sigma\kappa)^{1/3} a \left[ 2 \left\{ 1 + \left( \frac{9\eta^2}{2\sigma\rho a} \right)^{1/2} \right\} \right]^{1/6} \quad (12)$$

の関係がある<sup>57)</sup>。ここで $a$ はジェット半径、 $\sigma$ は表面張力、 $\rho$ はインクの密度である。また、インクジェットでは、吐

出時のノズル近傍でのシェアー速度が、 $10^5 \text{ s}^{-1}$ 程度のハイシェアー状態になることがあり、インクの非ニュートン性が影響する。従って、インクジェットにおける粘性の影響をより詳細に検討するには、超ハイシェアー用の非ニュートン粘度測定装置が必要であると考えられる。

### 4.3.3 印刷業における塗料・インクの粘度測定

粘度は、塗料・インクの性能を左右する重要な物性値であり、製造、輸送工程の最適化、印刷機での挙動のコントロール、塗布後の固定化過程の解析などに必要である。そのため、塗料・インクの粘度測定に関する多数の規格があり、品質管理や商取引のために、粘度測定が日常的に行われている。

塗料・インキは、色を決めるための色料と、色料を分散させて流動性を与えるためのオイルであるビヒクルと、性能を向上させるための補助添加剤からなっている<sup>58)</sup>。色料は、材料の性質の違いから染料と顔料に分けられる。水、油、アルコールなどに溶解性を持つものを染料といい、それらに不溶な微粒子状のものを顔料と呼んでいる。一般的な印刷用インキの色料は、顔料である。染料インキは、かつてインクジェットプリンターなどに用いられていたが、近年では顔料インキが主流になりつつある。顔料は固体の微粒子であるため、ビヒクルと呼ばれる植物油、鉱物油、溶剤、樹脂などからなるオイルを用いて、分散させる必要がある。そのため顔料インキを製造する際には、粉末状の顔料にビヒクルを少量混ぜ、かなり高粘度の状態でもロールミルやボールミルで粉末を粉碎しつつ混合させる「練肉」と呼ばれる工程が必要になる。この練肉では、顔料の粉末は、圧力と、ずり応力によって砕かれるので、顔料とビヒクルの混合液体の粘度が大きな役割を果たす。練肉後には、低粘度のワニスや、補助剤などを加えて、最終的な製品へ調整する。この工程でも粘度測定による品質管理が必要である。

印刷機では、印刷の方式によって、適したインキの粘度が異なっている。表4に各種印刷インキの粘度を示す<sup>58)</sup>。このような粘度の違いを、ビヒクルや増粘添加剤の配合を工夫することで実現しなければならない。そのため印刷インキの開発では、粘度の調整が非常に重要である。また塗料・インキは、印刷機上では流動性を保持し、塗布後は急速に固化するという、相反する性能を求められる。従って、印刷用インキには、浸透性と乾燥性という性能も必要とされている。これらの性能と、粘性を両立させる必要があるため、開発は困難を伴う。

塗料・インキの粘度は、顔料や各種の添加剤が分散することによって、多くの場合、非ニュートン性を示す<sup>59)</sup>。

表4 各種の印刷方式別のインキの粘度<sup>58)</sup>

インキの種類	粘度, mPa·s
フレキシインキ	100 ~ 200
グラビアインキ	50 ~ 200
新聞インキ	400 ~ 5,000
輪転インキ	1,000 ~ 10,000
活版インキ	10,000 ~ 50,000
平版インキ	30,000 ~ 300,000

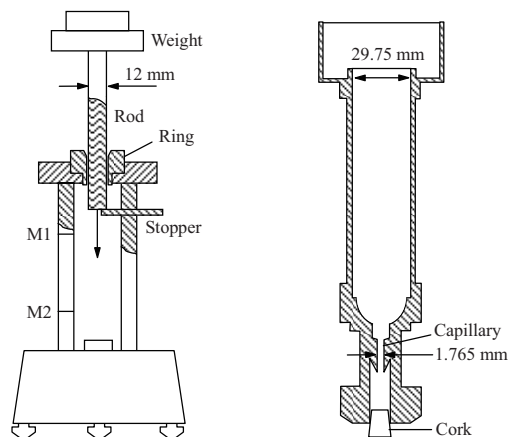


図11 L型粘度計<sup>60)</sup> 図12 カップ式(セイボルト)粘度計<sup>18)</sup>

この非ニュートン性が、流動時は粘度が低く、塗布後は高粘度化するという、塗料・インキにとって理想的な性能に直結することもある。従って、非ニュートン性は、塗料・インキにとって本質的なものである。塗料・インキの非ニュートン性は、6章でより詳しく述べる。

以上のように、塗料・インキの粘度は、様々な場面で重要な役割を果たすことから、粘度測定が不可欠である。塗料・インキの粘度測定では、さまざまタイプの粘度計が使われている。

図11に示す、ラレー粘度計(L型粘度計)は、インキを全面に塗ったロッドを、リングに通し、ロッドの落下する速度で粘度を測定するものである<sup>58)</sup>、<sup>59)</sup>。平板インキのJIS規格K 5701-1では、L型粘度計を用いた粘度測定を規定している<sup>60)</sup>。測定温度は25℃で、校正には粘度計校正用標準液を用いることを指定している。L型粘度計の他に、回転式粘度計も用いられ、B型、コーン・プレート型、スターマー粘度計、などが使われている。塗料のJIS規格であるJIS K 5600-2-2<sup>61)</sup>やK 5600-2-3<sup>62)</sup>は、塗料の粘度測定を細かく規定していて、上記の回転式粘度計についても記述されている。

塗料・インキの粘度測定では、カップ式や、泡式などの粘度計も頻繁に用いられる<sup>59)</sup>。これらの粘度計もJIS K 5600-2-2に規定されている<sup>61)</sup>。図12にカップ式粘度計の

一種を示す。カップ式の粘度計は、細管式とほぼ同等の原理で、カップの底の細管から試料が流れ落ちる時間を計測する。しかし、構造上、細管が短くなるため運動エネルギーの影響による誤差が大きいことや、流下時間をストップウォッチで測ることなどの影響で、測定信頼性は高くない。カップ式粘度計の流下時間と動粘度は比例関係にならないため、換算が必要であるが、セイボルト秒やレッドウッド秒のように流下時間をそのまま粘度の尺度として用いることも、いまだに行われている。

本来は、カップ式粘度計は、塗料・インキのような非ニュートン性液体の測定には適さない。このようなカップ式の粘度計が使われるのは、測定器が安価で、測定作業が大変手軽であることと、簡便な非ニュートン粘度の測定器がない中、カップ式で測定された見かけの値だけをよりどころにして、工程を管理する経験が、蓄積されてきたためであろう。そのため、今後もカップ式粘度計は使われ続けるであろうが、それでも徐々にレオメータ等の精密な粘性評価技術に置き換わってゆくと考えられる。このような状況を考慮すると、計測器開発のニーズという点では、カップ式粘度計を置き換えるような小型・簡便・安価・高精度で、非ニュートン流体の測定が可能な粘度計が必要とされていると考えられる。

#### 4.4 プラスチックの粘度測定

プラスチックは、高分子化合物からなる合成樹脂で、日常生活や工業分野で幅広く用いられている。合成樹脂の微視的構造は、有機分子が多数重合してポリマーとなったものが、高密度に絡み合っただけで網目状になったものである。この網目構造を加熱すると、次第にほどけ、流動性が生じる。そのまま温度を上げ続けると、重合を起こして逆に硬化する場合と、重合を起こさずに流動性がさらに増してゆく場合がある。前者は熱硬化性樹脂、後者を熱可塑性樹脂と呼ばれている<sup>63)</sup>。

プラスチックの成形加工では、合成樹脂の持つ性質を利用して、高温にして流動性を上げ、型に流し込んで成形する方法が一般的に行われている<sup>64)</sup>。例えば、射出成形加工法では、ペレット状にした樹脂を、ヒーターが巻かれた射出シリンダにいれ、スクリューで強くかき混ぜて、摩擦熱と、ヒーターによる加熱で溶かし、そのまま高い圧力で金型に射出し、成形する。この加工法は、主に熱可塑性樹脂に用いられており、その場合には、射出後に金型を冷却することで固化させる。熱硬化性樹脂の場合は、金型を更に加熱することで固化させる。射出成形法以外にも、押出成形法、移送成形法、圧縮成形法などでも、融液状態の樹脂を型に流して成形する。一方、

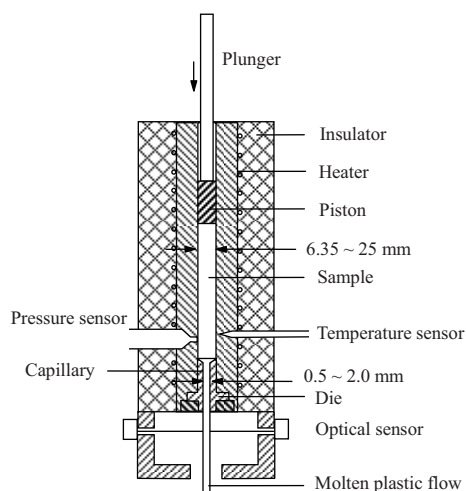


図13 キャピラリーレオメータ<sup>66)</sup>

反応射出成形法は、モノマーなどの、低分子量で粘度が低い液体を型に注入し、硬化剤を同時に流し込んで急速に反応させ、固化させるという方法である。ポリウレタンを自動車用ダッシュボードに成形する用途などに使われている。

このような、プラスチックの成形加工では、液状になった樹脂の粘度が、最も基本的で重要な物性となる。プラスチックを高温にして溶かす必要がある成形方法では、高温での粘度が必要になる。また、プラスチックは、ポリマーが絡み合った複雑な微視的構造を持ち、特異な粘性を示すため、強い非ニュートン性を示す<sup>65)</sup>。そのため、プラスチックの粘度測定では、80℃程度～250℃程度の高温での粘度と、 $0 \sim 10^4 \text{ s}^{-2}$ 程度のざり速度範囲での非ニュートン粘度やざり速度とざり応力との関係（流動曲線）などが必要になる。プラスチックの非ニュートン性に関しては、6章で詳しく述べる。

プラスチックは、粘弾性を持つものも多く、レオロジー性質の測定値が、成形工程の設計やコンロトルなど重要な役割を果たしている。

以上のように、プラスチックでは、熔融状態やモノマー溶液の粘度が重要である。そのためJIS規格は、プラスチックの粘度測定方法を細かく規定している。

熔融状態のプラスチックの粘度測定は、JIS K 7199に、キャピラリーレオメータを用いた方法がまとめられている<sup>66)</sup>。図13にその図面を示す。キャピラリーレオメータ(プラストメータ)は、シリンダに試料液体を入れ、ピストンで出口の穴(キャピラリーダイ)から押し出して、一定圧力での流量か、一定流量での圧力を測定して、粘度を算出する。基本的には細管式粘度計の一種である。ず

り速度は、キャピラリー中で一定にならないが、ニュートン流体と仮定して管壁でのずり速度を求め、その後、補正式で非ニュートン流体の場合の管壁でのずり速度を求める方法がJIS K 7199に解説されている。このような方法で、 $0 \sim 10^6 \text{ s}^{-1}$ の幅広いずり速度での非ニュートン粘度の測定が可能で、射出、押出などの成形加工法の状況を模擬するのに便利である。代表的な測定温度は、ポリ塩化ビニリデンでは $150 \sim 170 \text{ }^\circ\text{C}$ 、ポリエチレンテレフタレートでは $275 \sim 300 \text{ }^\circ\text{C}$ である。測定の精度はあまり高くなく、 $5\% \sim 10\%$ 程度である。

熔融状態の粘性評価方法としては、メルトフローレートが使われることがある。メルトフローレートの測定方法は、JIS K 7210にあり、原理はほぼキャピラリーレオメータと同様である<sup>67)</sup>。シリンダの孔から単位時間に押し出されてくるプラスチックの重さか、体積を測定して、一定の係数を掛けることで算出する。つまりメルトフローレートは、キャピラリーから押し出される流量に比例するものであり、粘度とも一定の相関がある。印刷業におけるカップ式粘度計の流下時間に相当するような簡易的な測定値である。ポリカーボネートや、ポリメタクリル酸メチルなどの各種のプラスチックのJIS規格では、メルトフローレートの測定が必要とされている (JIS K 6719, JIS K 6717)<sup>68), 69)</sup>。

各種のプラスチックのJIS規格では、粘度数と呼ばれる指標の測定が必要とされる場合がある。粘度数 $I$ は、還元粘度とも呼ばれ、ポリマーを溶媒に溶かした溶液の粘度 $\eta$ 、溶媒の粘度 $\eta_0$ の比を測定して、

$$I = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} \frac{1}{c_p} \quad (13)$$

で計算される<sup>70)</sup>。ここで $c_p$ 溶液の濃度である。幾つかの濃度で粘度数を測定し、濃度ゼロへ補外すると極限粘度 $^*\eta$ が得られる。極限粘度 $^*\eta$ は、平均分子量 $M$ と、

$$^*\eta = KM^a \quad (14)$$

の関係がある。ここで $K$ や $a$ は各ポリマーに固有の定数である。このように粘度数から、極限粘度を経て、平均分子量が計算できることから、粘度数自体が平均分子量を大まかに推定するための指標になる。ポリマー溶液の粘度数の測定方法は、JIS K 7367に規格があり、基本的には細管式粘度計を用いて測定する。測定温度は主に $25 \text{ }^\circ\text{C}$ であるが、 $\pm 0.05 \text{ }^\circ\text{C}$ に設定することとされており、かなりの高精度測定を要求している。

粘度の時間変化を測定する必要がある規格もある。熱硬化型ウレタンエラストマーのJIS K 7301では<sup>71)</sup>、プレポリマーと硬化剤を反応させて硬化させる際の粘度の時間変化を測定することが義務付けられている。硬化過程

で粘度が、 $50,000 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ に到達するまでの時間をポットライフと呼んでいる。ポットライフを算出するための粘度測定は、B型粘度計で、 $80 \text{ }^\circ\text{C}$ で行うこととされている。

以上のように、プラスチックの成形加工には、高温で熔融状態の粘度や、プレポリマーの粘度が必要で、各種のJIS規格で粘度測定が定められている。プラスチックの粘度は、成形加工理論を用いた解析や、CAE (Computer Aided Engineering) による流動のシミュレーションなどに使われ、精密で付加価値の高いプラスチック製品を製造するのに必要不可欠なものとなっている<sup>64)</sup>。

#### 4.5 流量計測における粘度測定

流量計は、産業の様々な場面で使われ、普遍的に重要な計測器である。多種多様な原理の流量計が開発されており、それぞれに流量範囲、粘度範囲、密度範囲、流体の種類、精度などに特徴があり、用途によって使い分けられている。多くの流量計は、流れのレイノルズ数に影響を受ける。レイノルズ数は、動粘度に反比例するので、流量計を使用する際には、液体の粘度を把握することが必要となる<sup>72)</sup>。

絞り流量計は、オリフィスなどの、絞り構造を流れが通過するときに、前後の圧力差の平方根が、流量と比例関係にあることを利用した流量計で、産業界では使用実績が非常に多い。基本的な原理式には、粘度は含まれないが、比例定数 (流量係数) がレイノルズ数の関数になるので、動粘度の影響を受ける。絞り機構の形状ごとに、流量係数とレイノルズ数の関係が理論化されていて、絞り流量計の規格であるJIS Z 8762 1～4では、この関係が、表にまとめられている<sup>73)</sup>。通常は、レイノルズ数が10倍変わると、流量係数が3ケタ目ぐらいで変わるといった具合であるから、粘度の影響はそれほど大きくない。しかし、器差の校正をする際や、レイノルズ数が小さい領域で、精度が必要とされる場合は、粘度による流量係数の補正が必要になる。従って、プラント等の設計段階では、レイノルズ数が絞り流量計の測定可能範囲にあるかを確認するために、使用する液体の粘度測定が必要になる。

タービン (羽根車式) 流量計は、水道メーターや、石油流量計などの、高精度が必要な用途に使われる<sup>74)</sup>。タービン流量計は、流量が多く、動粘度が小さい場合は、粘度の影響は少ない。しかし高粘度の液体で、流量が小さくなると、粘度の影響が大きくなる。図14に、ある流量計で動粘度が異なる液体を測定した結果を示す<sup>72)</sup>。動粘度が増加すると、メーター係数の変化が大きくなる。このような特徴があることから、なるべく低粘度、大流量の条件で使うようにされている。このようなことから、タ

ービン流量計でも、導入段階では動粘度の値が必要になる。

容積流量計は、高精度な流量測定が可能で、ガソリンメータやガスメータなどに用いられる。一定体積の空間に流体を量り取り、続いて流し出すことを、次々と繰り返すことができる機構が作られていて、量った回数から体積流量が計算できる。粘性の影響は、原理的に受けにくいですが、粘度が低いと、漏れ流出 (Slippage) を生じ、誤差要因となる。図15に、2種類の容積式流量計の器差と、粘度の関係を示す<sup>72)</sup>。粘度の違いによる器差はそれほど大きくないが、容積式流量計は高精度が要求されるため、無視できない。例えば、ガソリンなどの揮発油を容積式流量計で測定する場合には、国税庁の通達で、 $\pm 0.2\%$ 以内の器差に留めることとされている<sup>75)</sup>。特に器差の校正試験では、粘度の考慮が必要で、実使用する液体と同一の粘度を持つ液体で校正することとされている。また粘度が異なる液体で校正しなければならない場合は、使用する液体の粘度を挟む、2種類の粘度の異なる液体で校正することと規定している<sup>75)</sup>。JIS B 7552では、容積流量計の器差の校正方法を定めていて、粘度の異なる2液試験による器差の校正方法を示している<sup>76)</sup>。このように容積式流量計でも、粘度の考慮が不可欠である。

層流流量計は、流体が円管内を層流で流れるときに、圧力勾配と流量が比例するというハーゲン・ポアズイユの法則を利用したものである<sup>18)</sup>。細管式粘度計と同じ原理を、逆に使ったものであるから、当然、粘度の影響を受け、圧力勾配の測定値が同じでも粘度が変われば、流量が変わる。粘度は、液体の組成や温度によって大きく変化するので、流量を正しく測定するには必ず粘度補正が必要になる。水などは $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ の温度変化で $3\%$ 程度粘度が変化するので、粘度の変化を $1\%$ 以下にするには $\pm 0.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 程度で温度を保つ必要がある。温度を一定にするのが困難な場合や、粘度の変化が大きい場合は、オンラインの粘度計を入れて、その測定値で補正する方法もある。液体が非ニュートン流体である場合は、圧力と流量の関係が大きく変化するので、非ニュートン性の流動曲線を求めて、流量の理論式を作り直す必要がある。以上のように、層流式流量計では、粘度の影響を必ず受けるため、流量計の中でも粘度の重要性が高い。

フロート式流量計 (面積式流量計) は、鉛直に置かれたテーパ管にフロートが入っていて、流体を下から上向きに流すときに、流量に応じてフロートが一定の位置でつりあうことを利用した流量計である。簡便でローコストであるため、簡易的な流量指示器に使われている。原理的に粘性の影響を受けやすく、特にレイノルズ数が小さい場合は粘度の補正が必須になる。粘度補正の方法

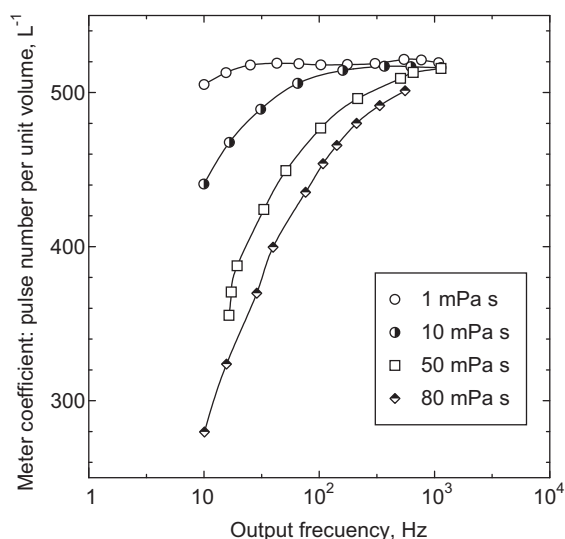


図14 タービン流量計のメーター係数 (単位流量あたりの出力パルス数) の、流体粘度による変化<sup>72)</sup>

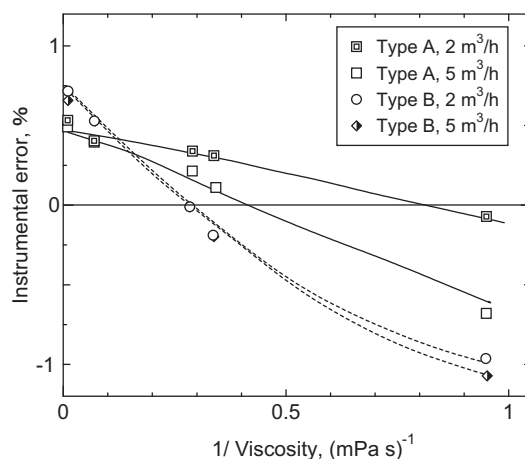


図15 容積式流量計の器差と粘度の関係<sup>72)</sup>

は、フロート形状や口径などによって異なる。従って、フロート式流量計の規格であるJIS B 7551では、粘度の補正は、一般に実測で行うこととされている<sup>77)</sup>。

その他にも、様々な原理を用いた流量計がある。渦式、超音波式、電磁式の流量計は、粘度の影響をあまり受けないが、熱式は、流量がレイノルズ数の関数になる場合は、粘度の影響がある<sup>72)</sup>。コリオリ流量計は、高粘度の場合は、U字管の運動が粘度の影響を受ける。

以上のように流量計は、粘度の影響を受けることが多いため、使用する液体の粘度測定が必要となる。但し、流量計の粘度補正はレイノルズ数を介して行われることが多く、その場合は、レイノルズ数が2桁で求めればよいことが多いから、粘度測定の精度としても2桁、つまり $1\%$ 程度で測定されていればよい。そのため、流量計



測では、簡易的な粘度計でも十分である。むしろ、液体の種類が変化する場合には、その都度粘度を測定する必要があるため、リアルタイムで粘度を測定できるような機能が要求される。つまり、流量計測では、リアルタイムに粘度のモニタリングができる粘度センサのような測定器が適している。近年、オンライン粘度計やプロセス粘度計と呼ばれるインライン粘度計が開発され、使用されるようになってきている。このような新しい粘度計の出現によって、流量計測における粘度補正が、これまでより効果的に行えるようになることで、今後、粘度測定的重要性がより高まると考えられる。流量計は、様々なユーザーが色々な場面で使用しているため、粘度の測定ニーズとしては大きいといえる。

#### 4.6 血液の粘度測定

血液は、有形成分の赤血球、白血球、血小板と、液体成分である血漿と、血漿に溶け込んだフィブリノーゲン、グロブリン、アルブミンなどの各種成分からなる<sup>78)</sup>。血液の粘度は、血漿中のタンパク質の濃度、赤血球の凝集状態、赤血球の変形能、赤血球濃度（ヘマトクリット）などに影響を受け、粘度の上昇は、心臓血管系疾患などの危険因子となる。そのため、血液の粘度や粘弾性、あるいはそれらと各種疾患との関係に関して、古くから多数の研究が発表されている<sup>79)-81)</sup>。

図16に血液の粘度とずり速度の典型的な関係を示す<sup>78)</sup>。血液は、静止状態か低ずり速度状態では、赤血球同士が、フィブリノーゲンやグロブリンで架橋され、コインが重なったような凝集状態になる。そのため応力がある値にならないと流動しない現象、つまり降伏値が存在する。流動した後、凝集状態の赤血球が流れの抵抗となるため、低ずり速度では粘度は非常に高い。しかし、ずり速度を上げてゆくと、凝集構造が崩れて粘度が急激に低下する。さらに高ずり速度域になると、赤血球が変形し、流線方向に配向するため、更に粘度が低下する。このように、血液の粘度は、著しい非ニュートン性を示す。

血液粘度の病的変化の原因のひとつは、血漿中のタンパク質濃度の上昇である<sup>81)</sup>。タンパク質の中でも、フィブリノーゲンや、グロブリンが増加すると、血漿の粘度が上昇するが、同時に赤血球の凝集も増進するので、血漿の粘度上昇以上に血液の粘度が増加する。風邪などの感染症では、血液中のフィブリノーゲンが増加し、赤血球の凝集を促進することで、血液が高粘度化する。喫煙によってもフィブリノーゲンの濃度が上昇し、血液の粘度が上がる。フィブリノーゲンの増加では、低ずり速度での粘度が上昇するので、毛細血管での血流量が特に低

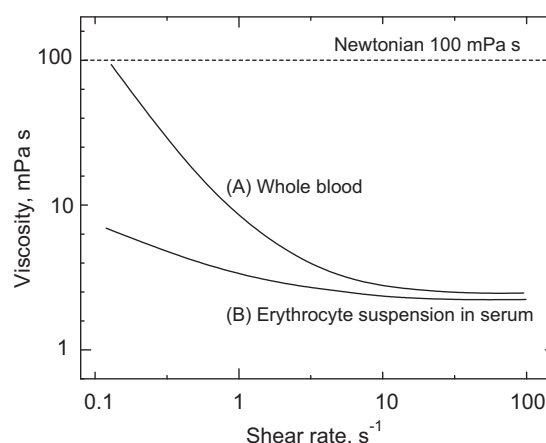


図16 (A) 全血の粘度と、(B) 血清中赤血球懸濁液の粘度<sup>78)</sup>

下する。そのため人体は、血流量を確保しようと、血圧を上昇させる。このようなことから、フィブリノーゲンの増加に伴う血液粘度の上昇は、心筋梗塞、脳虚血、脳梗塞などの心臓血管系疾患の危険因子である<sup>81)</sup>。

赤血球が粘度変化の原因となる場合も多く、赤血球の凝集性と赤血球数濃度（ヘマトクリット）、および変形能が粘度に影響する。赤血球の凝集は、先述したフィブリノーゲンの増加などの様々な要因で促進され、血液粘度の上昇に繋がる。ヘマトクリットは、血液の粘度に影響を与える主な要因で、ヘマトクリットが上昇すると粘度も高くなる。発汗や下痢・嘔吐などで脱水症状になると、ヘマトクリットが高くなり、血液粘度が上がる。一方、貧血症はヘマトクリットが低いことが原因の場合があり、その時は血液の粘度は低下している。赤血球の変形能は、特に高ずり速度領域の粘度に影響する。赤血球は、高ずり応力下では、膜だけが戦車のキャタピラのようにしなやかに回転している。膜の変形能が低下して、この回転が阻害されると、赤血球全体が回転するようになり、流体力学的体積が増すことで、血液の粘度を上昇させる。また、毛細血管では、赤血球がさまざまな形に変形して通過するため、変形能が低下すると、流動性が低下し、血流量が下がってしまう。

血液や体液の粘度と病気との関係は、臨床レオロジーという医学分野で研究されている<sup>78)</sup>。血液の粘度は、他の疾患の危険因子として間接的に関係するケースが多いが、粘度自体が異常に変化する病気もある。中でも、体液の粘度が異常に高くなる特異な病気として **Hyperviscosity syndrome** が知られている<sup>81)</sup>。この病気は、赤血球濃度の増加や、血漿粘度の増加などによって、血液の粘度が上昇することで引き起こされる。血液粘度の上昇により、静脈の怒張、浮腫、頭痛、目眩、粘膜出血、汗や涙など

の体液の粘度上昇などの症状が現れ、時に意識を消失し致命的となる。また、血栓傾向を強め、心筋梗塞や脳虚血、脳梗塞、高血圧症などの危険因子となる。治療は、血栓溶解剤で、フィブリノーゲンを分解したり、血漿中の病的な巨大タンパク質を取り除いたりすることで、血液粘度を下げることで行われている<sup>81)</sup>。

MC-FANとして知られている血液流動性測定装置は、微細加工技術で作製したマイクロサイズの障害物の間に赤血球を通過させ、変形能を画像的に測定するものである。報道で大きく取り上げられ、血液の粘性への一般の人の関心を高めることに貢献した。今後、血液の粘性に関する研究が進展し、各種の疾患との因果関係が明確になることで、病気の診断や予防などに、粘度がより重要な役割を果たすようになると考えられる。

#### 4.7 その他の液体の粘度測定

本稿では取り上げられなかったが、粘度測定が重要な役割を果たしている産業は、他にも多数ある。例えば、熔融ガラスの粘度は、粘度がある一定の値になる温度で、軟化点や、熔融点などの重要な指標を決定しているため、不可欠な測定値である<sup>82)</sup>。セラミックスラリーの粘度は、コンデンサなどのセラミックを用いた電子部品や、各種のセラミック製品の成形加工に必要で、粘度測定に関するJIS規格もある (JIS R 1652)<sup>83)</sup>。各種の接着剤も、製造段階や塗布工程で粘度が重要で、これもJIS規格がある (JIS K 6862)<sup>84)</sup>。熔融ハンダの粘性は、溶かしたあとのハンダが垂れないようにするのに必要である。電機絶縁用のオイルやワニスにも粘度が必要である (JIS C 2103)<sup>85)</sup>。熔融金属、スラグの粘度は、鉄鋼業などで必要である。熔融スラグ、ガラスに関しては、標準物質に関するラウンドロビンテストも行われ、我が国では大阪大学と住友金属工業が参加した<sup>82)</sup>。コンクリートの粘度も必要であるが、非ニュートン流体であり、測定は難しい部類に入る。ゴムの粘度も、ムーニー粘度計を用いた測定法がJIS化されている (JIS K 6300)<sup>86)</sup>。

このように粘度は、産業界の様々な場面で測定されており、液体の基本的な物性として、普遍的に重要な物性値である。粘度測定が各種の規格で定められていることも多く、産業にとって必要不可欠な測定法である。規格に無くても、研究開発や、品質管理のために自主的に測定されることも多く、それらも含めて考えると粘度測定の一歩は膨大である。これらの粘度測定では、3章でも述べたように、常に参照液体としての粘度標準液を必要とする。従って、産総研が粘度計校正用標準液を産業界に供給することの意義は大きい。

## 5. 粘度標準供給の現状

### 5.1 我が国の粘度標準

産業技術総合研究所の計測標準総合センター (National Metrology Institute of Japan: NMIJ) は、粘度計メーカーや、粘度計のユーザーが、粘度計を自主的に校正するための標準液として、13種類の異なる粘度の粘度計校正用標準液を供給している。粘度の範囲は2.0 mPa·s ~ 140,000 mPa·s、動粘度では2.5 mm<sup>2</sup>/s ~ 160,000 mm<sup>2</sup>/sである。20 °C, 30 °C, 40 °C (JS160000は20 °Cと25 °C) での測定値を提供している。同じ温度で、密度も測定し、粘度と動粘度の値の両方を提供する。表5に各種の粘度計校正用標準液の粘度と動粘度の値を示す<sup>87)</sup>。13種類もあるのは、3章でも述べたように、現在の粘度計の測定可能範囲が非常に限定されているため、測定する試料の粘度にあわせて適した標準液を選択する必要があるからである。JS2.5からJS2000までの10種類は、主に原油から精製された石油系炭化水素油で、JS14000からJS160000までの3種類は、合成系の炭化水素系油である。粘度校正用標準液の詳細はJIS Z 8809に規定されている<sup>87)</sup>。

### 5.2 粘度測定的一次標準

粘度測定的一次標準は、20.00 °C, 標準大気圧 (0.101325 MPa·s) における蒸留水の粘度と動粘度の絶対測定値を用いている。この測定値は1952年、米国標準局 (National Bureau of Standards: NBS, 現在の米国標準技術研究所: NIST) のSwindellsらによって発表された値に基づいている。Swindellsらの研究の後に試みられた幾つかの再測定の結果を総合的に判断し、また1990年国際温度目盛 (ITS-90) を採用することによる温度差補正を行って、最終的に1998年に国際標準化機構 (International Organization for Standardization: ISO) にて国際標準値として定められた。その値は、粘度で1.0016 mPa·s, 動粘度で1.0034 mm<sup>2</sup>/sであり、相対拡張不確かさは0.17% ( $k=2$ ) である。この水の粘度及び動粘度の国際標準値と決定の経緯はISO/TR3666にまとめられている<sup>88)</sup>。

### 5.3 NMIJにおける粘度標準の供給とトレーサビリティ

NMIJにおける粘度計校正用標準液の校正は、複数の細管式粘度計を用いて20 °Cにおける蒸留水の動粘度の国際標準値との比較測定によって行う<sup>19), 117)</sup>。細管式粘度計は1組9本で2組ある。9本の細管の内径は、測定粘度範囲が低いほど細く、高粘度になるにつれ次第に太くなる。それぞれの測定粘度域は一本ごとに異なっており、互いに測定域が少しずつ重複しながら、水の動粘度領域から、粘

表5 我が国の粘度計校正用標準液<sup>87)</sup>

種類	動粘度(基準・概略値) mm <sup>2</sup> /s			粘度(概略値) mPa·s		
	20 °C	30 °C	40 °C	20 °C	30 °C	40 °C
JS 2.5	2.5	2.1	1.8	2	1.6	1.4
JS 5	5.0	3.9	3.2	4.1	3.2	2.5
JS 10	10	7.4	5.7	8.4	6.1	4.6
JS 20	20	14	10	17	11	8.2
JS 50	50	32	21	43	27	18
JS 100	100	59	38	86	51	32
JS 200	200	110	66	170	95	56
JS 500	500	260	150	440	230	130
JS 1 000	1 000	500	270	890	430	230
JS 2 000	2 000	940	480	1 800	820	420
JS 14 000	14 000	5 500	2 400	12 000	4 800	2 100
JS 52 000	52 000	20 000	8 500	46 000	18 000	7 500
JS 160 000	160 000	(100 000)(25 °C)	—	140 000	(90 000)(25 °C)	—

度標準液の最大動粘度の約160,000 mm<sup>2</sup>/sまでをカバーしている。ほぼ同一のものを2組用意してあり、2本同時に測定することで測定値の健全性がクロスチェックされる。

細管式粘度計の粘度計定数の決定は、次のような手順による。まず細管の内径が一番細い細管式粘度計を用いて、蒸留水の流下時間を測定し、蒸留水の動粘度の国際標準値を基に粘度計定数を決定する。次に、この粘度計を用いて、水よりも動粘度が大きい標準液を測定し、その動粘度を決定する。この標準液を、水を測定した粘度計よりもやや粘度範囲が高い2番目の粘度計に入れ、流下時間を測定する。そしてその流下時間と、1番目の粘度計で測定した動粘度を使って、2番目の粘度計の粘度計定数を決定する。次に、2番目の粘度計で、動粘度が更に大きい標準液を測定し、… というように蒸留水の動粘度の国際標準値を基準として、低粘度側から順に、高粘度側まで、段階的に粘度計定数を決定してゆく。これをステップアップ法 (stepping-up method) と呼ぶ。通常の校正業務では、毎回水から測定しなおすのではなく、ステップアップ法で得られた粘度計定数を使って動粘度を算出している。このようにして間接的にはあるが、水と、すべての粘度計校正用標準液との相対測定が実現されている。ステップアップ法では測定の不確かさが、高粘度になるほど蓄積されて大きくなる。しかし実際の粘度測定現場では、高粘度であるほど、精度は要求されないもので、実用的に問題はないと考えている。

我が国では粘度標準のトレーサビリティ体系を、図17のように構成している。但し、図17は、2009年以降に予定されている、計量法校正事業者登録制度 (JCSS) に基づく体系である<sup>116), 119)</sup>。現在は、日本グリース株式会社によって調製された粘度計校正用標準液の同一生産ロットの中から選ばれた抜き取り試験試料が、産総研へ送ら

れてきて、依頼試験として校正し、校正証明書を発行する。その校正証明書を基に作成された成績保証書が、同一生産ロットの粘度計校正用標準液に添付され、供給される。一般ユーザーは、粘度計校正用標準液を代理店から購入し、成績保証書の粘度及び動粘度の値を用いて各自の粘度計を自主的に校正することになる。このような体系によって、蒸留水の粘度及び動粘度を一次標準とする粘度標準のトレーサビリティが実現されている。

### 5.4 国際比較

2002年、国際度量衡委員会 (Comité International des Poids et Mesures: CIPM) の質量関連量諮問委員会 (Consultative Committee for Mass and Related Quantities: CCM) で、各国の粘度標準の同等性を確認するための基

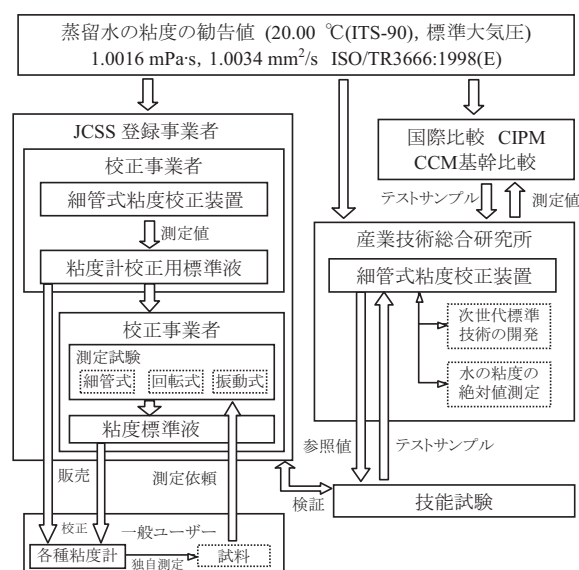


図17 我が国の粘度標準のトレーサビリティ

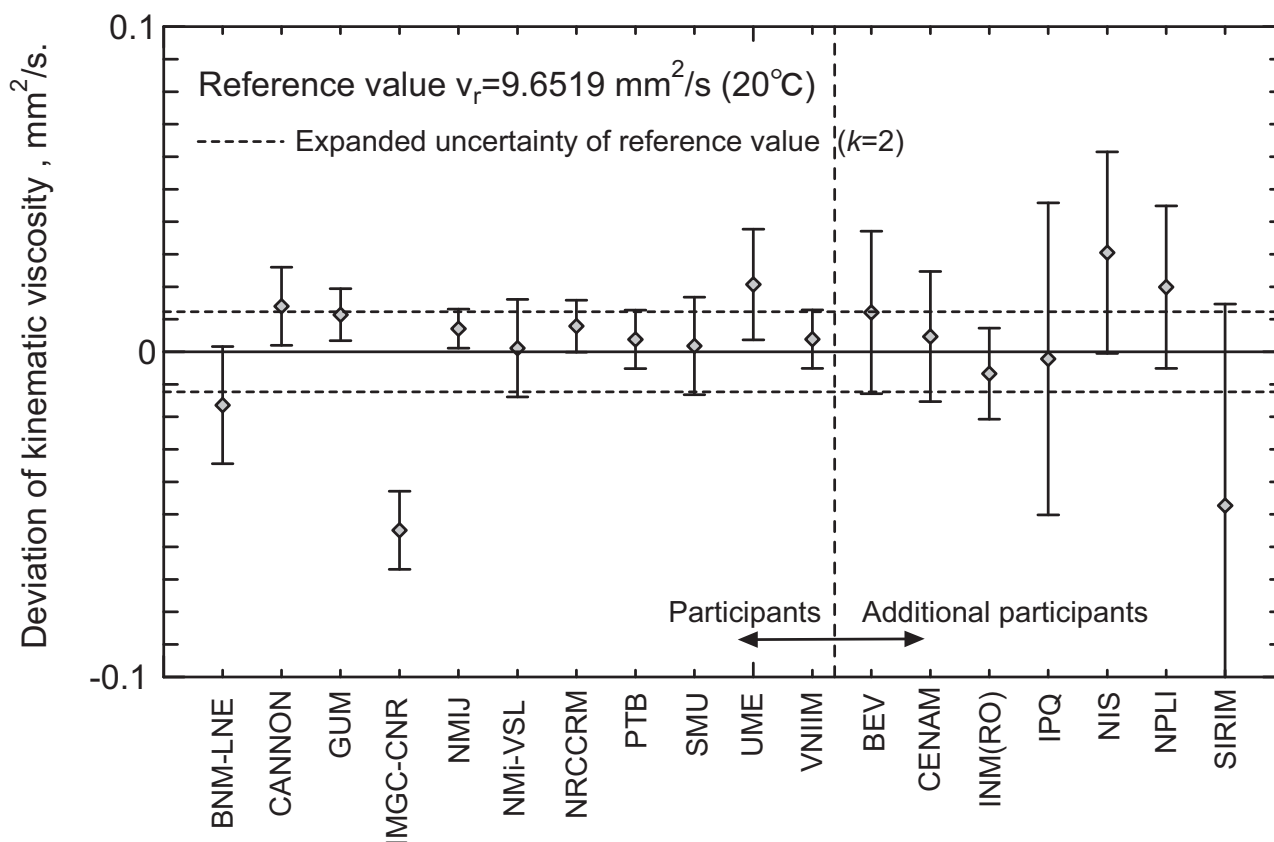


図18 粘度標準の国際比較CCM-VK1. 20℃におけるポリ $\alpha$ オレフィン系テスト試料の動粘度測定結果<sup>89)</sup>

幹比較CCM-VK1が行われた<sup>89)~91)</sup>。ドイツのPTBが幹事となって、世界の11の標準研究所と企業（フランス：BNM-LNE, アメリカ：Cannon Instrument Company, ポーランド：GUM, イタリア：CNR-IMGC, 日本：NMIJ/AIST, オランダ：NMI VSL, 中国：NRCCRM, ドイツ：PTB, スロバキア：SMU, トルコ：UME, ロシア：VNIIM）が参加した。また、独立した粘度標準はないが粘度の測定能力を有する機関として7ヶ国（オーストリア：BEV, メキシコ：CENAM, ルーマニア：INM, ポルトガル：IPQ, エジプト：NIS, インド：NPL India, マレーシア：SIRIM Berhad）も参加した。このCCM-VK1の目的は、低粘度のニュートン性液体を測定する際の、運動エネルギーと表面張力の補正方法の妥当性を確認することと、高粘度のニュートン性液体を測定する際の、ステップアップ法の妥当性を確認することと、高温（100℃）でのニュートン性液体の測定能力を確認することなどである。

比較にはPTBによって調整された3種類のニュートン性液体（2種類は $\alpha$ オレフィン系, 1種類はポリイソブチ

レン）を用い, 20℃での10 mm<sup>2</sup>/s付近, 1,300 mm<sup>2</sup>/s付近, 40,000 mm<sup>2</sup>/s付近と, 40℃での400 mm<sup>2</sup>/s付近, 100℃での40 mm<sup>2</sup>/s付近の, 5点の動粘度測定が実施された。各国の粘度測定はすべて, 細管式粘度計の一種を用いて行われた。ここでは一例として, 図18に20℃, 10 mm<sup>2</sup>/s付近の測定結果を示す。赤線は主要11ヶ国の測定値の算術平均を中心とする拡張不確かさの範囲を表す。この測定での平均値の相対不確かさは0.128%であった。我が国の測定値は, 不確かさと, 平均値からの偏差がともに小さく, 優れた測定能力を示す結果といえる。以上の内容をまとめたCCM-VK1の最終報告書<sup>89)</sup>は, 国際度量衡局（Bureau International des Poids et Mesures: BIPM）のホームページで公開されている<sup>91)</sup>。

### 5.5 各国の粘度標準の状況

主要な先進国は, 各国内の標準研究所を中心とした粘度標準の供給体制を有していて, その校正・測定能力はCIPMにCMC（Calibration and Measurement Capabilities）として登録されている<sup>92)</sup>。表6にその一覧を示す。現在,

粘度標準のCMCには14ヶ国が登録されている。粘度標準の供給方法は、細管式粘度計の粘度計定数の値付けを行う方法と (Capillary viscometers), 校正した標準液自体を供給する方法と (Reference liquids), 標準液に値付けを行う方法の3タイプがある (Viscosity measurement)。NMIJは、依頼試験で標準液に値付けをして粘度標準を供給する方法を採っているため、Viscosity measurementのみを登録している。ほとんどの標準研が、細管式粘度計を用いて粘度測定を行っているため、直接的に測定される物性値は動粘度 (Kinematic viscosity) である。粘度 (Dynamic viscosity) の測定能力を登録している研究所は、校正の際に、動粘度と同時に密度も測定する。CMC登録された校正・測定能力を比較すると、PTBが抜きん出て高く、特に高粘度側が充実している。我が国の校正・測定能力の特徴は、不確かさが際立って小さく、高精度であることである。またCMC登録の中では、我が国が最も測定可能温度域が広い。ただし、CMC登録がなされ、依頼試験を開発しているものの、高温、低温域の標準液を供給するまでには至っていない。各国のCMCはBIPMのホームページで公開されている<sup>92)</sup>。

このCMC登録は、世界の粘度標準のすべてを網羅しているわけではない。たとえば、CMC登録を行っている国でも、登録内容とは異なる独自の粘度標準を開発している研究所もある。PTB (ドイツ) は、熔融ガラスの粘度測定用の標準液 (ガラス) を525℃から1,400℃の温度範囲で供給している<sup>93)</sup>、これはCMC登録されていない。またアメリカは、粘度標準の供給を民間企業 (Cannon instrument) に一任しており、CMC登録は行われていない。Cannon社の標準液のラインアップは、他の国のどの標準研究所と比較しても、はるかに充実しており、見過ごすことはできない<sup>94)</sup>。CMC登録している国以外にも、エジプト、マレーシア、インドの標準研究所は同様の粘度測定能力を備えていて、国際比較にも参加している<sup>89)</sup>。

世界で供給されている粘度標準は、ほとんどがニュートン流体を対象としているが、最近になって一部で非ニュートン流体の標準供給が始まっている。アメリカでは2002年にNISTが、ポリマーの非ニュートン性とレオロジー性質 (粘弾性性質) の標準液として、SRM2490とSRM2491<sup>95), 96)</sup> の供給を開始している。またCannon社の標準液には、シエアー速度が規定された非ニュートン標準液<sup>97)</sup> も存在している。さらにドイツでは非ニュートン性液体の標準液としてNNRF1とNNRF2<sup>98)</sup> の供給が開始されるなど、世界的に新しい動きが起きている。非ニュートン粘度の標準に関しては、6章で詳しく検討する。

表6 各国の粘度標準のCMC登録<sup>92)</sup>

Country	Instrument & Method	viscosity	Range	Units	Temp. °C	Expanded $u, \%$
Austria	Capillary visco.	Kinematic	0.001~0.05	mm <sup>2</sup> /s <sup>2</sup>	20	0.4~0.55
	Ref. Liquid	Kinematic	0.35~50000	mm <sup>2</sup> /s	20	0.35~0.5
Brazil	Capillary visco.	Kinematic	0.0009~105	mm <sup>2</sup> /s <sup>2</sup>	20~25	0.23~0.67
	Measurement	Kinematic	0.3~100000	mm <sup>2</sup> /s	20~25	0.23~0.67
France	Capillary visco.	Kinematic	0.001~100	mm <sup>2</sup> /s <sup>2</sup>	20	0.15~0.7
	Ref. Liquid	Kinematic	0.9~138000	mm <sup>2</sup> /s	20~100	0.15~0.65
	Measurement	Kinematic	0.9~138000	mm <sup>2</sup> /s	20~100	0.15~0.65
	Ref. Liquid	Dynamic	0.8~123300	mPa s	20~100	0.15~0.65
	Measurement	Dynamic	0.8~123300	mPa s	20~70	0.1~0.65
Germany	Capillary visco.	Kinematic	0.001~100	mm <sup>2</sup> /s <sup>2</sup>	20	0.1~0.39
	Ref. Liquid	Kinematic	1~780000	mm <sup>2</sup> /s	20~100	0.2~1
	Measurement	Kinematic	1~770000	mm <sup>2</sup> /s	20~100	*1~*2
	Ref. Liquid	Dynamic	1~700000	mPa s	20~100	0.2~1
	Measurement	Dynamic	1~702000	mPa s	20~100	*1~*2
Italy	Capillary visco.	Kinematic	0.001~100	mm <sup>2</sup> /s <sup>2</sup>	20	0.12~0.44
	Ref. Liquid	Kinematic	1.1~10000	mm <sup>2</sup> /s	15~40	0.15~0.4
	Measurement	Kinematic	0.3~770000	mm <sup>2</sup> /s	20~80	0.2~1
	Ref. Liquid	Dynamic	0.8~9000	mPa s	15~40	0.15~0.4
	Measurement	Dynamic	0.2~655000	mPa s	20~80	2
Japan	Measurement	Kinematic	0.5~500000	mm <sup>2</sup> /s	-40~100	0.04~0.17
	Measurement	Dynamic	0.4~450000	mPa s	-40~100	0.07~0.18
Mexico	Capillary visco.	Kinematic	0.003~30	mm <sup>2</sup> /s <sup>2</sup>	20	0.22~0.36
	Ref. Liquid	Kinematic	0.9~770000	mm <sup>2</sup> /s	20~100	0.24~1
Poland	Capillary visco.	Kinematic	0.001~100	mm <sup>2</sup> /s <sup>2</sup>	20	0.1~0.4
	Ref. Liquid	Kinematic	1~150000	mm <sup>2</sup> /s	20~80	0.2~0.7
	Measurement	Kinematic	1~150000	mm <sup>2</sup> /s	20~80	0.15~0.7
Portugal	Capillary visco.	Kinematic	0.001~30	mm <sup>2</sup> /s <sup>2</sup>	20	2
	Ref. Liquid	Kinematic	1.2~17000	mm <sup>2</sup> /s	20	0.45~0.6
	Ref. Liquid	Dynamic	0.89~15000	mPa s	20	0.45~1
Romania	Capillary visco.	Kinematic	0.03~100	mm <sup>2</sup> /s <sup>2</sup>	20	0.2~0.5
	Ref. Liquid	Kinematic	1.5~70000	mm <sup>2</sup> /s	20~40	0.3~0.6
Russia	Capillary visco.	Kinematic	0.001~100	mm <sup>2</sup> /s <sup>2</sup>	20	0.1~0.3
	Ref. Liquid	Kinematic	1.2~100000	mm <sup>2</sup> /s	20	0.2~0.5
	Ref. Liquid	Dynamic	0.9~90000	mm <sup>2</sup> /s	20	0.2~0.5
Slovakia	Capillary visco.	Kinematic	0.001~100	mm <sup>2</sup> /s <sup>2</sup>	20	0.1~0.45
	Ref. Liquid	Kinematic	1.1~70000	mm <sup>2</sup> /s	20	0.2~0.5
	Measurement	Kinematic	1~400000	mm <sup>2</sup> /s	20~40	*3~*4
	Ref. Liquid	Dynamic	0.5~70000	mPa s	20	0.2~0.5
	Measurement	Dynamic	1~400000	mPa s	20~40	*3~*4
Netherland	Ref. Liquid	Kinematic	0.6~80000	mm <sup>2</sup> /s	20~60	0.3~0.5
	Measurement	Kinematic	0.6~80000	mm <sup>2</sup> /s	20~60	0.3~0.5
	Ref. Liquid	Dynamic	0.4~72000	mPa s	20~60	0.3~0.5
	Measurement	Dynamic	0.4~72000	mPa s	20~60	0.3~0.5
Turkey	Capillary visco.	Kinematic	0.001~100	mm <sup>2</sup> /s <sup>2</sup>	20	0.1~0.42
	Ref. Liquid	Kinematic	0.9~100000	mm <sup>2</sup> /s	20~100	0.2~0.9
	Ref. Liquid	Dynamic	0.7~91000	mPa s	20~100	0.2~0.9

\*1  $100(0.00052 + (0.0049 + 0.000143(T - T_0))^2 Uv^2)^{1/2}$ ,  $T_0 = 20^\circ\text{C}$  and  $Uv$  viscosity temperature coefficient in 1/K  
 \*2  $100(0.0022 + (0.0049 + 0.000143(T - T_0))^2 Uv^2)^{1/2}$ ,  $T_0 = 20^\circ\text{C}$  and  $Uv$  viscosity temperature coefficient in 1/K  
 \*3  $100(0.00122 + (0.012Uv)^2)^{1/2}$ ,  $Uv$  viscosity temperature coefficient in 1/K  
 \*4  $100(0.00352 + (0.012Uv)^2)^{1/2}$ ,  $Uv$  viscosity temperature coefficient in 1/K

## 6. 次世代粘度標準に関する検討

これまでの章で述べたように、粘度測定は多種多様な産業分野で実施されており、法律やJISなどの工業規格とも密接な関係を持っている。また、3章にあるように、一般的な粘度計は、繰り返し性は高いが、絶対値の測定が困難であることから、相対測定の参照試料として、頻繁に校正用標準液を必要とする。そのため、信頼の置ける粘度標準の整備が不可欠であり、我が国では、5章で概説したような粘度計校正用標準液を供給し、国際比較によって国際同等性の確認と測定能力の信頼性確保に努めてきた。本章では、以上のような粘度測定に関する現状を考慮して、今後、どのような粘度標準の開発がありえるか、その必要性を考察する。考察に先立って、我が国の粘度標準と、各国（Cannon：アメリカ，PTB：ドイツ）の粘度標準の、粘度と温度のバリエーションをまとめて比較

したものを図19に示す<sup>87), 99), 100)</sup>。各国に事情があるとはいえども、我が国の粘度標準は、粘度範囲、温度範囲ともに狭く、改善の余地が多いと思われる。以下にそれぞれの項目について、検討する。

### 6.1 ニュートン標準の充実の必要性

#### 6.1.1 温度範囲の拡大，温度点の追加

粘度計は、温度が変わると装置定数が変化する。例えば細管式粘度計の場合、温度を変えると熱膨張で細管の長さや径が変化し、粘度計定数が変わる<sup>18)</sup>。この変化を理論的に補正する方法もあるが、測定する温度で、標準液の粘度が分かっているならば、その温度で粘度計定数の校正を行える。したがって標準液は、さまざまな温度での測定値が必要とされる。我が国の粘度計校正用標準液は、20℃、30℃、40℃で測定値を提供している。しかし図19を見ると、温度のバリエーションがCannonやPTBと

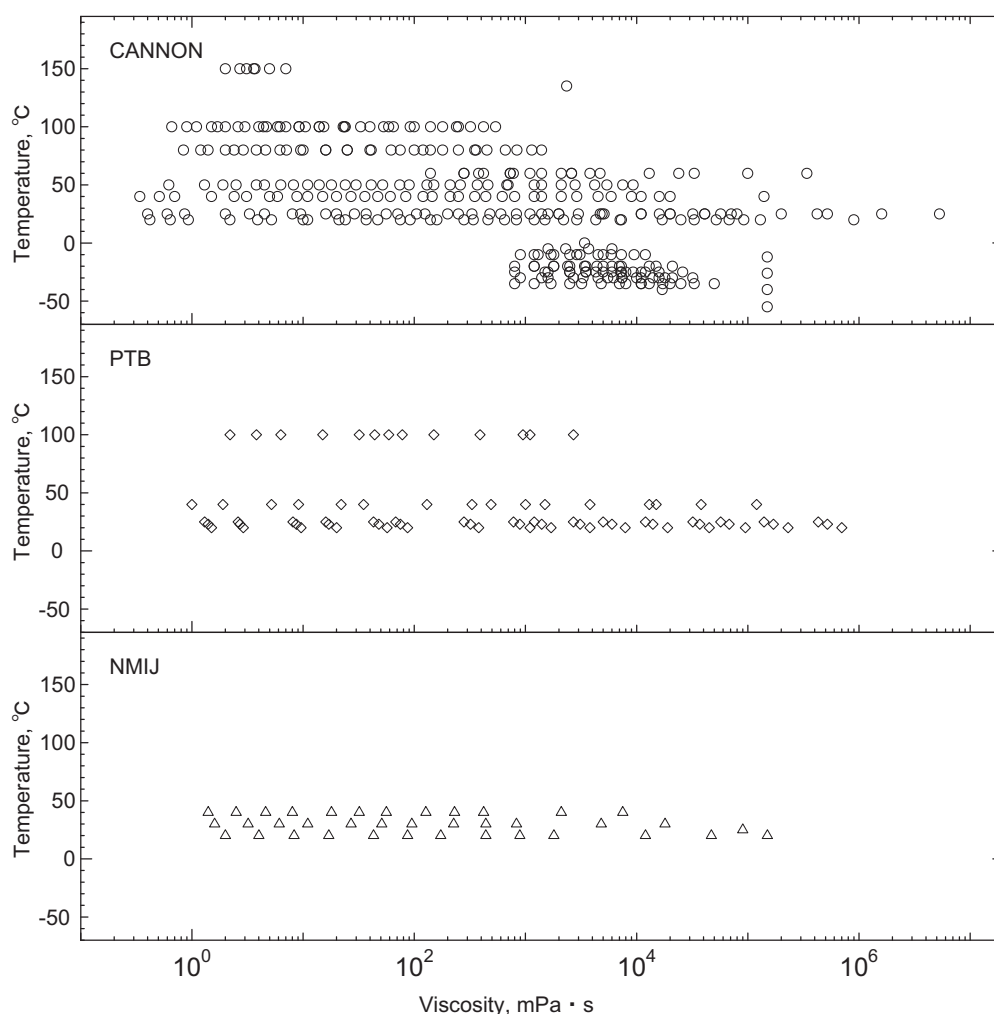


図19 Cannon(米)，PTB(独)，NMIJ(日)の粘度標準液の温度，粘度バリエーション<sup>87), 99), 100)</sup>

比べて少ないことが分かる。本節では、我が国の粘度標準の温度点を増やす必要性について検討する。

高温側は、主に石油製品の規格に対応するために、温度点を充実させる必要があると考えられる。例えば、JIS K 2283に定められた重油の動粘度測定は、50℃、75℃で行う必要がある<sup>33)</sup>。また、石油関連製品の粘度指数を算出するには、動粘度を40℃と100℃で測定する必要がある<sup>33)</sup>。潤滑油の規格でも、多くの場合、40℃と100℃での動粘度の測定が必要である<sup>1)</sup>。それに加えて、自動車用エンジンオイルなどでは、150℃、高せん断条件での測定が求められる<sup>40)</sup>。自動車用のエンジンオイル以外でも米海軍と民間の航空機用の潤滑油の規格(MIL-L-23699C)では、40℃、100℃の測定が必要で、米空軍の規格(MIL-L-78100)では260℃での粘度測定が必要とされている<sup>7)</sup>。潤滑油以外にも、高温での粘度測定が必要な場合がある。例えば、アスファルトは、主に針入度で粘性を評価するが、ストレートアスファルトのうち種類が40～120のものに関しては、120℃、150℃、180℃での動粘度が必要とされている<sup>101)</sup>。

一方、低温でも、粘度測定を必要とする規格がある。例えば、自動車用エンジンオイルでは、ポンピング粘度の決定に、-15℃～-40℃の温度での測定が必要で、CCS粘度にも-5℃～-35℃での測定が必要である<sup>40)</sup>。またギヤ油は、最低で-40℃での測定が必要な場合がある<sup>102)</sup>。

常温付近では、25℃で、多くの測定ニーズがある。これは、各種の化学薬品等の評価を、標準状態(25℃、100 kPa、あるいは101.325 kPa)ですることが多く、粘度測定もその温度で行われることが多いためと考えられる。例えば、日本薬局方では、粘度測定が必要とされている薬品のほとんどで、25℃での測定を指定している<sup>12)</sup>。但し、流動パラフィン<sup>37.8℃</sup>、ヒプロメロース類、メチルセルロースでは20℃、プルランでは30℃である。25℃の粘度計校正用標準液の粘度、動粘度は、20℃、30℃、40℃の測定値から、補完法によって求めることもできるが、煩雑であり、不確かさも増す。一般のユーザーにとっては、粘度計校正用標準液に、25℃での測定値が加えられれば、利便性が向上する。

以上のように、実際の粘度測定の現場では、さまざまな温度で粘度測定を行っている。JISなどの規格では、粘度計のキャリブレーションに、我が国の粘度計校正用標準液の使用を指定しているものも多い。従って少なくとも、各種の規格に対応した温度の粘度測定値を提供することは必須であると考えられる。また、研究開発の目的には、あらゆる温度で測定される可能性があるから、標準液の温度バリエーションは多いほどよい。よって、粘

度標準の温度バリエーションを、現状より増やすことは必要性が高いと考えられる。

NMIJでは、粘度標準の温度範囲の拡大を目的として、-40℃～100℃の範囲の粘度標準液校正の体制を整え、依頼試験の受付を開始している。しかし、今のところ、高温、および低温での依頼は無く、粘度標準液がユーザーに供給されるまでには至っていない。現実的な解決策を模索して、ユーザーが様々な温度でキャリブレーションできるような体制を整えることが、今後の課題である。

### 6.1.2 粘度範囲の拡大

図19を見ると、我が国の粘度範囲は、低粘度側も高粘度側も、他国と比べて狭い。特に高粘度側の最高粘度は、NMIJが140,000 mPa・sであるのに対し、PTBは700,000 mPa・sで、Canonでは5,300,000 mPa・sにも達している。本節では、我が国の粘度標準の粘度範囲を広げる必要性を検討する。

高粘度側の粘度標準は、重油や、タール、グリースなどの重質な炭化水素油や、水飴や小麦澱粉などの粘濁な食品、導電性ペーストなどの新規電子材料、合成樹脂、各種のポリマー/有機溶媒溶液などの粘度を測定するのに必要である。Canon社は「High-viscosity standards」を、特にアスファルトとポリマーの粘度測定のために供給した、としている<sup>99)</sup>。近年では、回転式粘度計の普及とともに、より高粘度の粘度測定ニーズが増しているようであり、日本グリースの粘度計校正用標準液の出荷比率も、高粘度側に徐々にシフトしているという<sup>103)</sup>。今後もこの傾向が続き、より高粘性の粘度測定と、そのための高粘度標準液の需要が増大すると考えられる。我が国の粘度標準でも、高粘度方向への拡大を検討する必要があると考えられる。

一方、低粘度側の粘度標準は、アセトンやベンゼンなどの溶媒や、ガソリン、ジェット燃料油などの比較的低分子量の炭化水素油や、エアコンなどの冷媒、各種の液化ガスなどの粘度測定に必要である。しかし、粘度が低いことから、発生するずり応力が非常に小さくなり、測定は容易ではない。おもに測定は細管式粘度計で行われるが、細管の径が小さくなるため、径のばらつきや歪みなどに影響を受けやすい。従って、標準液でのキャリブレーションの重要性がより高くなる。現在、我が国で低粘度側のキャリブレーションに用いることができる最も低粘度な液体は蒸留水である。しかしバイオエタノールのような低分子量の燃料油や、フロン<sup>1)</sup>の代替冷媒などの新規材料は、水と同等かそれ以下の粘度である。また、潤滑油の粘度は、省エネルギー化の流れの中、低粘度化

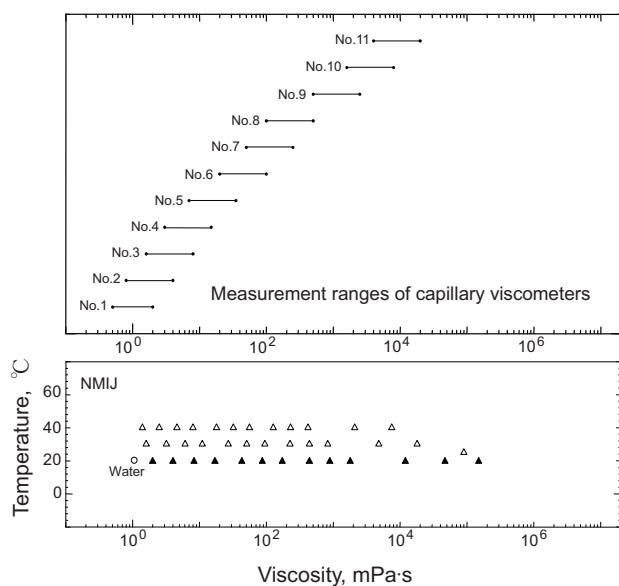


図20 各粘度域用の細管式粘度計の測定範囲と、我が国の粘度標準液のラインアップとの対比

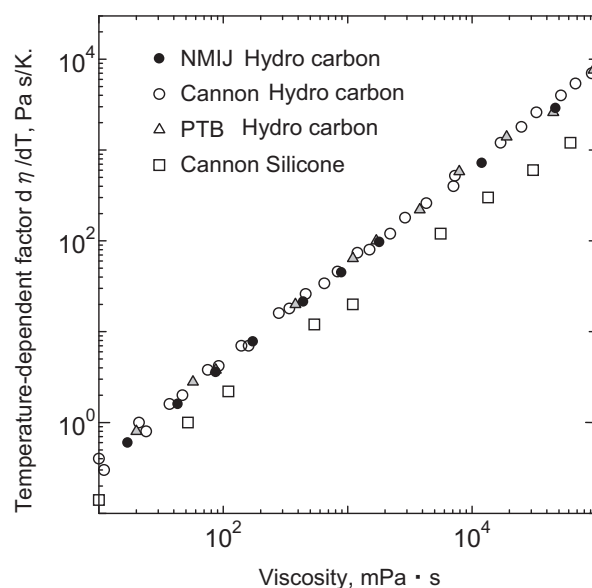


図21 各国の炭化水素系粘度標準液の温度依存性(20℃)と、シリコンオイル粘度標準液の温度依存性の比較(20℃)

が進んでいる。このような低粘度な材料の開発が進むと、水よりも低粘度な粘度標準の需要が増すと考えられる。従って、我が国の粘度標準にも水より低粘度の標準液のラインアップを加える必要性が、将来的には生じると考えられる。

1994年に、粘度計校正用標準液の使用実態を調べるため、国内268社(有効回答は153社)に対してアンケート調査が行われた<sup>104)</sup>。その調査でも、30%の企業が粘度範囲を拡大すべきと回答している。石油工業では、より低粘度側の需要が多く、化学工業では、より高粘度側の需要が多いとの結果であった。すでに15年以上前のアンケート結果であるが、粘度範囲の拡大に関しては、状況に大きな変化は無いと考えられる。このことから、粘度範囲の拡大を検討すべきであるといえる。

### 6.1.3 粘度の種類追加

我が国の粘度標準は、対数軸上でほぼ等間隔になるように設定されている。図20は一般的な細管式粘度計の測定範囲<sup>105)</sup>と、粘度標準液の粘度点を比較したものである。図20からは、一般的な細管式粘度計の粘度測定範囲の中に、おおむね少なくとも1種類の粘度標準液が入ることが分かる。ただし、2,000 mPa·s (20℃) から14,000 mPa·s (20℃) までの間には、若干の粘度の開きがある。この領域を除けば、粘度の種類は、細管式粘度計を1種類の標準液で校正する場合には十分であると考えられる。しかし、石油化学産業では、100 mPa·s以下の比較的

な領域で、相対拡張不確かさ0.3%以下の高精度測定が要求されるため、必ず粘度の異なる2点での校正が必要になる<sup>33)</sup>。低粘度領域では、細管式粘度計の測定可能範囲が狭くなり、機種によっては、我が国の粘度標準液のラインアップでは、2点校正が出来ない場合がある。また、より高精度なキャリブレーションを必要とする場合には、3点の粘度標準液があるとよい。従って、高精度測定の一線に対応するには、粘度のバリエーションを増やすことが必要である。また、5,000 mPa·s付近での標準液の整備は、重要性が高い。

粘度の種類とともに、容器の大きさのバリエーションを増やすことも考えられる。日本では500 mLのみであるが、Cannon社は120 mL, 500 mL, 1 L, 4 L, 20 Lでの販売を行っている<sup>99)</sup>。最近では、微量試料の測定が可能な粘度計も増えてきており、500 mLでは多すぎる場合がある。1994年のアンケート調査でも、小さい容量の種類を増やすべきとの回答が多かった<sup>104)</sup>。特に、研究機関や大学からは小容量の標準液が求められた。また、近年のISO9000の普及に対応して、各企業の品質管理部などで様々な粘度の粘度標準液を一度に保有しなければならないケースが生じており、そのような場合には、なるべく容量が小さいほうが便利である。一方で、B型回転式粘度計の校正には500 mL程度必要であるから、このサイズを無くすことはできない。以上のようなことを考慮すると、粘度標準液の容量に500 mL, 200 mL, 100 mL, 50 mLなどのバリエーションをつけて、場合によっては数種類の



液をセット販売するなどして、利用しやすくすることも、検討に値すると思われる。

#### 6.1.4 温度係数が小さい標準液

2章でも述べたように粘度は、温度の影響を大きく受ける。粘度計校正用標準液も、温度によって粘度が変化するので、粘度計をキャリブレーションする際の温度コントロールが不正確だと、キャリブレーション自体の不確かさが増大する。しかし、粘度標準液の粘度の温度依存性が小さければ、温度に係る要求精度は緩和される。従って、粘度標準液は、温度依存性が小さいほうが望ましい。図21に各国の粘度標準液の20℃付近における粘度の温度係数を示す。炭化水素油系の標準液の場合は、どれもそれほど大差ない。一方、Cannonのシリコンオイルを用いた粘度標準液<sup>99)</sup>は、温度係数が炭化水素油系と比べ40%以下と低い。このようなシリコンオイルを用いた低温度係数の標準液は、回転式粘度計のキャリブレーションのために広く用いられている。回転式粘度計は構造上、精密な温度制御が難しく、より温度係数が小さい標準液が必要とされているからである。我が国では、シリコン系の粘度標準液はトレーサビリティ体制に入っておらず、民間で独自に値付けした液や、Cannon社やブルックフィールド社のシリコン系標準液を輸入したものが流通している。回転式粘度計のキャリブレーションのために強いニーズがあることを考えると、我が国でも、シリコン系の粘度標準液のトレーサビリティ体制を構築することが必要ではないかと考えられる。しかし、シリコンオイルはガラスを犯す作用があるため、これまでのガラス製の細管式粘度計を用いた標準液の校正設備では、校正できない。金属細管等を用いた新しいシステムが必要となる。

ガラス製の細管式粘度計でも、標準液の温度依存性は少ないほうがよいのは変わらない。シリコン系以外の材料を用いた、低温度依存性の粘度標準液が開発されれば、温度制御の負担を低減し、より高精度な測定が可能となる。このような、粘度の温度依存性の小さい新たな粘度標準液を開発するのも、粘度標準の大きな課題のひとつといえる。

#### 6.1.5 専用標準液

これまで議論してきた標準液は、一般的な液体の粘度測定に使用できる、汎用性の高いものであるが、特定の対象に特化した、専用標準液も使われている。例えば、Cannon社は、自動車用エンジンオイルの低温での粘性測定のために、MRV粘度計専用標準液を供給している<sup>99)</sup>。

また、低温かつハイシェアー条件でのエンジンオイルの粘度測定のために、CCS専用標準液を提供している。高温、高せん断条件用には、HTHS粘度計専用標準液を用意している。

エンジンオイルの粘性評価の条件は、非常に特殊なものであり、専用の粘度計が必要なものが多く、その粘度計専用の標準液が用意されているのである。これらのCannon社の専用標準液は、ASTMのエンジンオイルの規格の策定段階から、完全に合致するように企画されている。従って、ASTM規格でもCannon社の粘度計や、専用標準液を使用することが前提となっているものもある<sup>3)</sup>。このような、特殊な規格に対応した粘度標準液は、専門性が強く、付加価値の高いものである。我が国でも、このような特殊な粘度測定条件に合わせた粘度標準の開発を視野に入れる必要もあると考えられる。

特殊な測定条件の規格に合わせた専用標準液とは違って、特定の粘度計の事情に合わせて独自に提供されている粘度標準液もある。先に取り上げた、回転式粘度計用のシリコンオイルの粘度標準液が、その一例である。回転式粘度計は、細管式と比べると温度制御が難しいというハンディがあり、それを低温度係数の標準液を用いることで克服しようとするものである。ブルックフィールド社では、自社の回転式粘度計のキャリブレーションのために、独自のシリコンオイル系の粘度標準液を販売しており、それが輸入されて他の会社の回転粘度計のキャリブレーションにも使われている<sup>106)</sup>。シリコン系の粘度標準液は、他にCannon社<sup>99)</sup>や東機産業<sup>107)</sup>などからも、販売されている。

測定試料によっては特定の標準液を必要としていることもある。日本薬局方で、でんぷん液化力を測定する際には、50%シロ糖標準液の粘度を基準として用いている<sup>12)</sup>。また結晶セルロースの粘度測定では、銅エチレンジアミン溶液の粘度を基準に用いる<sup>108)</sup>。日本薬局方の薬品のほかにも、食品や、血液などの測定では、現状の炭化水素系の標準液よりも、衛生上の問題などをクリアした水溶性の標準液のほうが、望ましい場合もあると考えられる。このような測定対象の事情によって、特別な粘度の基準を用いている場合には、専用標準液を提供すると便利であると思われる。

#### 6.1.6 水の粘度の絶対値の測定と、粘度標準の高精度化

5章で述べたように、現在の粘度標準の1次標準は、水の粘度の絶対測定値である。この値はすでに57年前のものであるが、いまだに使われている。相対拡張不確かさは0.17% ( $k=2$ )であり、現在の感覚からするとかなり

大きい。しかも、当時は不確かさの概念が無く、0.17 %はSwindellsの繰り返し性の報告と、その後の再測定の結果などを総合的に判断して決定されたものである<sup>88)</sup>。しかも、各国が、粘度標準の基準として水の測定値を用いる場合の不確かさの評価には、今後、高精度な測定値が得られるまでは、0.17 %の水の粘度の不確かさを、0 %として取り扱う、と国際的に同意されている。このような状況は改善する必要がある、水の粘度を、現代的な技術を用いて、高精度に再測定することが求められている。

NMIJでは、水の粘度の絶対値を測定するため、新たに高精度な落球式粘度計を開発中である。この落球式粘度計は、高精度に磨かれた直径2 mm程度のシリコン球体を、高精度に温度制御された1,000 mPa·s程度の炭化水素系オイルの中に落下させ、その落下速度を、連動して動くビデオカメラの移動速度から求め、粘度を算出するものである。シリコン球体の直径は、レーザー干渉計で精密測定し、質量も精密電子天秤を用いて実測する。このように、落球法の理論に必要なパラメータをすべて実測することで、粘度の絶対測定が実現される。ここで用いる炭化水素系オイルは、JS1000の粘度計校正用標準液である。JS1000に粘度の絶対値を精密に値付けし、これを用いて中粘度域用の細管粘度計の粘度計定数を値付けし、その後、カスケード状に低粘度の細管式粘度計に粘度計定数を値付けしてゆく。このようにして値付けされた細管式粘度計を用いて、最後に水の粘度を測定する。最終的に水の動粘度を、相対拡張不確かさ0.01 %で測定することを目指している。

水の粘度の再評価のための落球式粘度計は、水の粘度の測定後は、中粘度域の超精密絶対測定法として用いることができる。また、得られた中粘度域の粘度の絶対値を基準にして、細管式粘度計の粘度計定数を決定することにより、粘度計定数の不確かさを低減できる。現在は、水を基準にしているため、高粘度域では粘度計定数の決定の際の不確かさが累積している。これを中粘度域からスタートして低粘度側と高粘度側の両方へ進む体系に変えることで、すべての粘度範囲で不確かさを低減することができるわけである。

1994年のアンケートでは、粘度標準液の高精度化の要求は多くなかった<sup>104)</sup>。しかし、近年では潤滑油等の開発の際に、0.1 %程度の高精度測定が行われることも珍しくなく、特に研究開発の目的には、より高精度であるほど望ましい。また、国際比較における我が国の粘度標準の優位性を保つためにも、高精度化は必要である。従って、NMIJにおける粘度測定の高精度化を進めることには、大きな価値があると考えられる。

## 6.2 非ニュートン粘度標準の開発の必要性

6.1節ではニュートン性液体の粘度標準の開発について検討してきた。しかし、ユーザーが取り扱っている液体の約8割は非ニュートン流体といわれている。実際に、第4章で取り上げた潤滑油、医薬品、食品、塗料の大多数は非ニュートン流体である。従って、ニュートン流体のための粘度標準だけでは、実際の産業界のニーズに応えるには不十分である。そこで本節では、各産業分野での非ニュートン粘度の重要性を概説し、非ニュートン粘度標準の開発の必要性について検討する。

### 6.2.1 塗料・インキの非ニュートン粘度

塗料・インキの溶剤は、ニュートン液体である。しかし、溶剤に顔料を分散させることで、出来上がった塗料・インキの粘度は、多くの場合、非ニュートン性を示す<sup>59)</sup>。そのため非ニュートン性は、塗料・インキにとって本質的に重要な性質である。非ニュートン性は、塗料・インキでは好ましい性質となることもあり、意図的に非ニュートン性を付与するように設計される場合もある<sup>58)</sup>。また、性能を向上させるための各種の添加剤によっても、非ニュートン性がより強くなることもある。このように塗料・インキの粘性を考える場合、非ニュートン性の考慮は、必要不可欠な要素である。

塗料・インキの非ニュートン性の典型的な流動曲線は、図22に示すような、塑性流動である。このような塑性流動を示す液体をビンガム流体と呼ぶ。ニュートン流体では、僅かな応力に反応して直ちに比例的に変形が生じるのに対し、塑性流動では、ある程度の力が加わるまでは、変形が起こらない。つまり降伏値が存在する。表7に、代表的な印刷インキの降伏値を示す<sup>58)</sup>。この表の順に、インキの粘性も増してゆく。降伏値が上がると、たれ難いインキになるため、平版印刷では好ましい性質となる。ビンガム流体を測定して得られる粘度は、ニュートン流体の場合のような流動曲線の傾きではなく、流動曲線上の点と原点を結ぶ直線の傾き、つまり見掛け粘度（非ニュートン粘度）を測定していることになる。ビンガム流体の見掛け粘度は、図23のように速度勾配が増加するにつれて、急激に低下するような挙動を示す。

ずり応力とずり速度が直線の関係にならず、図22の擬塑性流動のように、上に凸の緩やかな曲線状になる塗料・インキもある。ずり速度と粘度の関係は、低ずり速度では、ニュートン性液体のように流動し始め、ズリ速度が大きくなると、徐々に見掛け粘度が低下し始める。

ビンガム流体や擬塑性流体は、流動曲線が一義的に決まり、測定前のかき混ぜや、ずり応力を変化させる順序

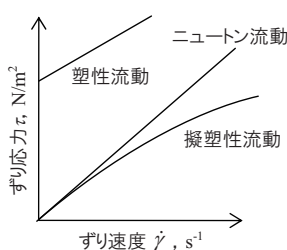


図22 流動曲線

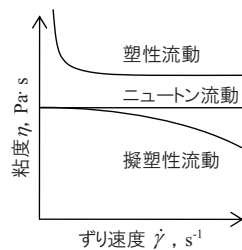


図23 粘度とずり速度の関係

表7 各種インキの降伏値<sup>58)</sup>

インキの種類	降伏値, N/m <sup>2</sup>
グラビアインキ	2
新聞インキ	20
輪転インキ	200
平版インキ	1000

などには影響を受けない。しかし、塗料・インキの中には、液体の流動現象の履歴によって、測定値が変化するものがある<sup>58)</sup>。特に、塗料・インキでは、流動させていると粘度が低下するチキソトロピーを示すものが多い。チキソトロピーを示す液体では、応力を加えてゆく速さや、応力を増やしながら測定するのか、減らしながら測定するのかによっても流動曲線が変化する。このようなチキソトロピーは、静止状態の時には顔料が液体内で寄り集まって網目状の構造を作っていたものが、揺り動かされることで容易に壊れることで発生する。塗料・インキにチキソトロピーを与えると、塗布するときは流動性がよく、塗布された後はたれや流れを防止することができるので、望ましい性質にもなりえる。そのため、意図的にチキソトロピーを付与するための補助剤を加えることもある。

近年、非ニュートン性そのものが商品の性能となっているインキとして、ボールペン用ゲルインキがある。JIS S 6061では、ゲルインキを「筆記によってボールが回転することで粘度が低くなり、筆記しない静止状態ではそれより粘度が高くなるインキ」としている<sup>109)</sup>。つまり、ずり速度が高いときは低粘度で、ずり速度が低いときは高粘度であるわけであり、完全に非ニュートン性のことを述べている。このような非ニュートン性質を、ゲルを原料に用いることでインキに与え、書き心地はよいが、垂れないボールペンを実現しているのである。

以上のように、塗料・インキの非ニュートン性は、本質的に重要な性質であることから、JISなどの工業規格でも、様々な方法の非ニュートン粘度測定法を規定している。平版インキの試験法の規格であるJIS K 5701-1では、L型粘度計を用いた非ニュートン粘度測定の方法と、非ニュートン性のモデル式の適用方法が詳しく述べられて

いる<sup>60)</sup>。塗料の粘度測定の規格であるJIS K 5600-2-3では、コーン・プレート法を用いた非ニュートン粘度の測定法が示されている<sup>63)</sup>。この規格では、塗料の非ニュートン性を5,000 s<sup>-1</sup>～20,000 s<sup>-1</sup>という比較的ハイシェアー条件で測定することを想定している。顔料の試験法の規格であるJIS K 5101-6-2では、B型粘度計を用いて、Thixotropy Index (TI値)を求める方法を示している<sup>110)</sup>。これは、回転比が1:10の2つの回転数で、見掛け粘度を求め、その比をとったものである。ゲルインキの規格であるJIS S 6061では、非ニュートン粘度を、温度23℃で、ずり速度は3～50 s<sup>-1</sup>の範囲から2点、比が10倍になるように選択して測定することと規定している<sup>109)</sup>。その上で、2点の粘度の比が、2.0以上であるインキをゲルインキとしている。また、ずり速度383 s<sup>-1</sup>での粘度測定も指定している。

以上のように、JIS規格では、各種の塗料・インキの非ニュートン粘度の測定方法を示している。しかし粘度計の校正はニュートン粘度の粘度計校正用標準液を用いることになっていて、現状では、非ニュートン性の測定能力のキャリブレーションはできない。塗料・インキ製造業は、特に非ニュートン性粘度標準液の必要性が高い産業といえる。

### 6.2.2 食品の非ニュートン粘度

食品は、非常に複雑な分子スケールの微細構造を持つことが多い。例えば、ゲル状食品は、直鎖状の高分子が絡み合ったり、分子間で架橋したりすることで、3次元の網目状態を作り、その網目の間に、溶媒分子がトラップされた構造になっている<sup>49)</sup>。この網目構造が、濃度や、温度、添加物などによってほぐれると、液状化してゾルとなる。ゲル状食品としては、ゼラチン、寒天、ペクチンゼリー、かまぼこなどが挙げられ、ゾル状の食品としては、生クリーム、卵液、牛乳、でんぷん糊などがある。ゼラチンは加熱によってゾル化し、卵液は加熱によって

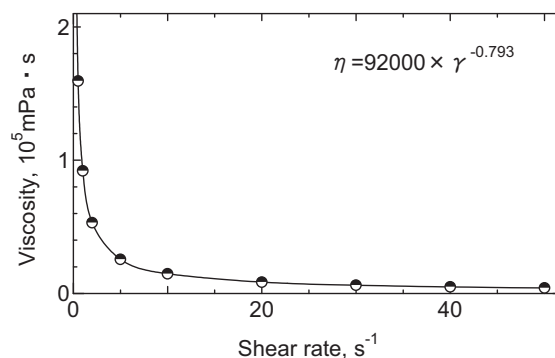


図24 マヨネーズの非ニュートン粘度<sup>49)</sup>

ゲル化する。ゾルやゲル以外にも、食品は、エマルションやサスペンション、泡、などの様々な微視的構造を持つことがある。

このように、食品は複雑な微細構造を持つため、ずり応力の大きさに応じて微視的状态に変化が生じるため、多くの場合、非ニュートン性を示す。図10のように、馴染みの深いほとんどの液状食品は、非ニュートン流体である。代表的な例として、マヨネーズの非ニュートン粘度を図24に示す<sup>49)</sup>。ニュートン流体では、このグラフは水平になるので、マヨネーズは非常に強い非ニュートン性を示すことがわかる。

食品は、図22のような擬塑性流動を示すものが多く、ずり速度と、ずり応力の関係を、

$$\sigma = \mu \dot{\gamma}^n \quad (15)$$

のべき法則 (Power law) 整理することができる。ここで、 $\mu$ は定数、 $n$ は流動性指数で、擬塑性流動の場合  $0 < n < 1$  である。主な食品の粘度と流動性指数を表8に示す<sup>50)</sup>。擬塑性流動の他にも、食品は、ダイラタント流動や塑性流動、チキソトロピーやレオペクシーなどの、様々な非ニュートン性を示す。

このような非ニュートン性は、食品の食感と強い関係がある。非ニュートン性の食品が口腔内に入ったとき、咀嚼によって粘さが知覚されるずり速度と、ずり応力には、ほとんど個人差がなくほぼ一定の関係になる<sup>49)</sup>。図25に、各種食品の粘さが知覚される範囲を示す。図中のハッチングで示された範囲で粘性を感じる。ヨーグルトとはちみつは、低ずり速度では同じ見掛け粘度であるが、口腔で知覚される粘さは大きく異なっていて、はちみつが10,000 mPa・s程度であるのに対して、ヨーグルトは1,000 mPa・s程度まで低下して感じられることになる。このように、静止に近い状態での粘性と、口に入ったときの粘さは大きく異なっている。このことは、食品の見た目と、食感の関係を左右することになり、食品そのものの印象に、非ニュートン性が大きく関与していることが分かる。

以上のように、食品の非ニュートン性は、重要な物性であることから、食品工業では、回転式粘度計やレオメータを用いて、非ニュートン粘度の測定を行っている。食品添加物公定書の一般試験法では、それほど厳密に非ニュートン粘度の測定方法を示しているわけではないが、各添加物の条規では、B型回転式粘度計を用いた場合の、回転数と、読み取りの開始時間を指定しているものがある<sup>10)</sup>。これはチキソトロピーなどの時間依存性のある非ニュートン性を測定する際に、手順を一定に決めて、時間的な履歴の再現性を上げるためであると考えられる。B型粘度計であるため、測定される値は、非ニュートン粘

表8 食品の粘度 (20°C) と流動性指数<sup>50)</sup>

食品名	粘度, mPa・s	流動性指数(n)
オレンジジュース	$2.9 \times 10^3$	0.560
中濃ソース	$1.1 \times 10^3$	0.654
濃厚ソース	$4.0 \times 10^3$	0.549
だて巻きペースト(15°C)	$3.8 \times 10^4$	0.311
トマトソース	$7.7 \times 10^3$	0.152
トマトジュース	$8.6 \times 10^2$	0.268
トマトピューレ	$1.6 \times 10^4$	0.184
トマトペースト	$1.8 \times 10^5$	0.127
トマトケチャップ	$3.9 \times 10^3$	0.446
マヨネーズ	$3.7 \times 10^4$	0.281
チョコレート(40°C)	$6.0 \times 10^4$	0.354
りんごジュース	$5.0 \times 10^2$	0.650
野菜ジュース	$8.3 \times 10^2$	0.372
練乳	$4.1 \times 10^4$	0.913

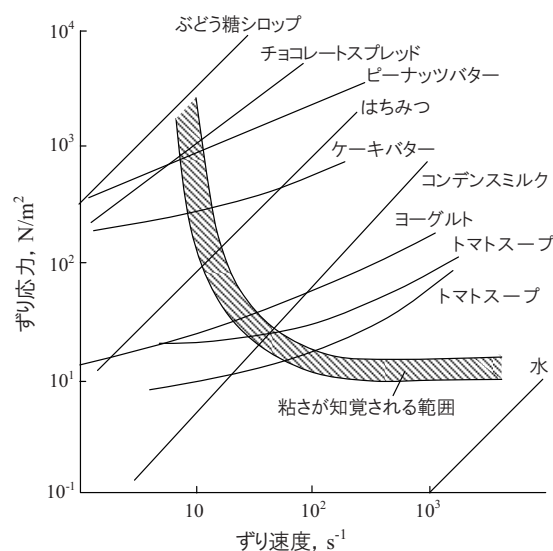


図25 液状食品の流動曲線と、知覚されるずり応力とずり速度の範囲。図中では、ニュートン流体は45°の直線となる。それ以外はすべて非ニュートン性<sup>49)</sup>

度の正確な測定値ではなく、非ニュートン性とおおまかに関連する数値となる。高齢者用食品の規格でも、同様な、B型粘度計を用いた測定法が示されている<sup>54), 55)</sup>。

B型粘度計は本来、非ニュートン性の測定には適さない。しかし、現在、広く普及していることから、B型粘度計を用いた場合でも、非ニュートン性に関する大まかな数値が得られると便利である。そのような使い方をする場合、非ニュートン性の標準液があると、得られた測定値と、非ニュートン性を関連づけるのに役立つ。また、コーンプレート法や共軸二重円筒法などの、非ニュートン粘度の測定が可能な粘度計を用いる場合には、非ニュートン

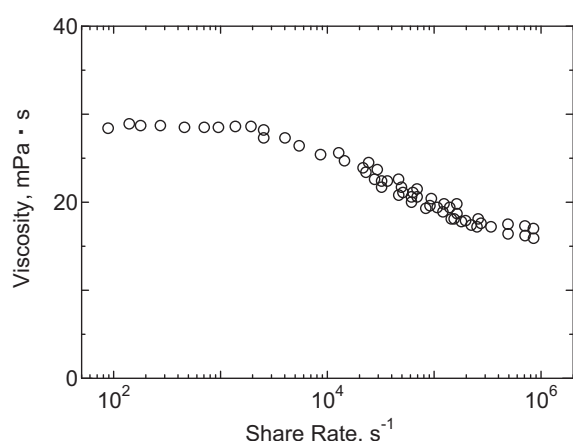


図26 自動車用エンジンオイルの非ニュートン粘度<sup>11)</sup>

粘度標準で、その測定能力を校正できれば、高精度化が期待できる。

### 6.2.3 潤滑油の非ニュートン粘度

潤滑油のベースオイルとなる鉱物油は、ニュートン流体である。かつては、主にベースオイルだけで構成されたシングルグレードオイルもあった。しかし、低温下では高粘度になりすぎず、高温下では逆に低粘度になりすぎないようにしたいという、潤滑油に求められる性能を実現するには、ベースオイルだけでは限界があった。そこで各種の高分子添加剤を加えることで、低温と高温の両方の性能を向上させたマルチグレードオイルが開発された。マルチグレードオイルに加えられた添加剤は高分子のポリマーであり、低温下では糸塊状になって体積が小さくなって潤滑油の粘度を下げ、高温下では伸び広がって体積が大きくなり、粘度を上げる働きをする<sup>7)</sup>。このような高分子ポリマーは、強いせん断が加わると、流線方向に引き伸ばされ、結果的に潤滑油の粘度が更に低下する。従って、マルチグレードの潤滑油は、非ニュートン性を示す。

図26に自動車用エンジンオイルの見掛け粘度を示す<sup>11)</sup>。第4章でも述べたように、マルチグレードオイルの非ニュートン性は、特に $10^4 \text{ s}^{-1}$ 以上のハイシェアー領域か、低温下で発生する。エンジン内の軸受けや、ギヤ、カム、タペットなどでは、潤滑油はハイシェアーかつ高温の条件にさらされる。高温であるため、もともと低粘度化している上に、ハイシェアー領域での非ニュートン性による粘度低下が加わると、潤滑膜が薄くなり、焼付けや磨耗などの事故が発生する可能性がある<sup>7)</sup>。そのため、6.1節で述べたように、ガソリンエンジンオイルのASTM規格では、 $150 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $10^6 \text{ s}^{-1}$ での粘度測定を規定し、高温高せ

ん断条件 (HTHS) でのエンジンオイルの性能を保証するよう求めている<sup>5)</sup>。また低温下の、クランキングやポンピングの際には、低温かつハイシェアー条件での粘度が関係する。ASTM規格では、このためにCCS粘度とよばれる非ニュートン粘度の規格を設けている<sup>3)</sup>。CCS粘度の測定条件は $10^4 \text{ s}^{-1}$ 、温度は $-40 \text{ }^\circ\text{C} \sim -5 \text{ }^\circ\text{C}$ である。

エンジンオイルの非ニュートン性の測定条件は、非常に特殊なものであるため、それぞれの規格に対応した専用の粘度計が使われている。高温・高せん断条件での粘度計は、HTHS粘度計で、低温・高せん断条件の粘度計は、CCS粘度計である。これらの粘度計専用の非ニュートン粘度の標準液が、Cannon社から販売されている<sup>99)</sup>。ほぼ独占状態で、我が国の潤滑油メーカーもCannon社の標準液を購入している。

規格上は、 $150 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $10^6 \text{ s}^{-1}$ や $-40 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $10^4 \text{ s}^{-1}$ などの限られた実験条件しか求められていないため、Cannon社の非ニュートン粘度の標準液も、規格に対応した限定された条件だけで測定値を供給している。しかし、潤滑油メーカーや自動車メーカーの開発現場では、規格に準拠した測定のほかに、さまざまな速度や温度で、非ニュートン粘度を測定している。そのため、さまざまな速度や温度での測定値が示された標準液があると、測定の信頼性をより確かなものにできる。従って、潤滑油の開発には、 $10^3 \text{ s}^{-1}$ から $10^6 \text{ s}^{-1}$ 程度のハイシェアー領域のざり速度で、 $-40 \text{ }^\circ\text{C} \sim 150 \text{ }^\circ\text{C}$ 程度までの広い温度範囲の、非ニュートン粘度標準が必要と考えられる。

測定法に関しても問題があり、CCSやHTHSなどの測定法は、測定可能なざり速度が一点だけであったり、測定温度点が少なかったりする。また粘度計の原理的にも、回転方式で $10^6 \text{ s}^{-1}$ 程度の超ハイシェアー状態を実現するのは、かなり無理がある。そのためエンジンオイルメーカーの開発部門からは、広いシェアー速度領域 ( $0 \sim 10^6 \text{ s}^{-1}$ ) をカバーし、広い温度範囲 ( $-40 \text{ }^\circ\text{C} \sim 150 \text{ }^\circ\text{C}$ ) での測定が可能な新しい測定法に対し、強い期待感が表明されている。

### 6.2.4 プラスチックの非ニュートン粘度

プラスチックは、ポリマーが絡み合ったマイクロ構造を持っており、常温で固体状のものでも、加熱するとほどけて粘り気のある液体状になる。熔融状態では、分子は熱運動しつつも、周囲の網目構造に捕らわれて動きが制限されたような状態にある。このときに強いせん断力が加わると、分子同士の結びつきが切れたり、流線の向きに分子が揃ったりして、独特な挙動を示す。このように、ざり応力に応じて微視的構造の変化が生じるため、ほとんどのプラスチックは非ニュートン性を示す<sup>64)</sup>。

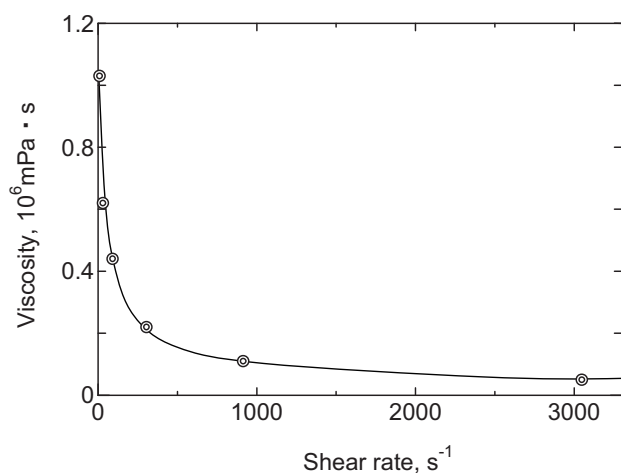


図27 熔融ポリプロピレンの非ニュートン粘度 (220 °C)<sup>63)</sup>

図27に、典型的な熱可塑性樹脂であるポリプロピレンのずり速度と粘度の関係を示す<sup>63)</sup>。ニュートン流体の場合は、このグラフが水平になる。熔融状態のポリプロピレンは、強い非ニュートン性を示すことが分かる。

熔融状態のプラスチックの非ニュートン性は、多くの場合、擬塑性流動である。プラスチックの擬塑性流動も、食品の場合と同じ(15)式のべき法則で表すことができる。つまり、ずり速度が大きくなると、非ニュートン粘度が大幅に低下する。この粘度の低下はシアースィニング (shear thinning) と呼ばれている。但し食品とは違って、熔融プラスチックの粘度は、 $10^5 \sim 10^{10}$  mPa·sにもなり、温度も200°C程度で、粘度測定にはかなり過酷な条件である。

近年、射出成形などの加工過程を計算機シミュレーションするCAE (コンピュータ支援工学) が盛んになっている<sup>64)</sup>。CAEの際には、構成方程式として、ずり速度に対するずり応力、つまり非ニュートン性のモデル式が必要になる。最も単純な解析方法でも、(15)式のべき法則による非ニュートン性の粘度モデルを用いている。また、粘弾性も考慮した複雑なモデルがいくつも提案され、活用されている。CAEにどの粘性モデルを用いるかで、シミュレーションの精度や妥当性が左右される。従って成形加工のCAEでは、液状のプラスチックの非ニュートン粘度が重要な役割を果たしている<sup>64)</sup>。

高温で熔融状態のプラスチックの非ニュートン粘度を測定する方法としては、4章でも述べたように、キャピラリーレオメータが使われている<sup>66)</sup>。ずり速度は $0 \sim 10^6$  s<sup>-1</sup>であり、かなり広範囲に測定できる。しかし高温、高压で、高粘度なプラスチックを測定するため、ガラス製細管式粘度計と比べると、細管部分が太く、短くなりがちで、理想的な条件からは大きく離れてしまう。そのためキャ

ピラリー粘度計は、前述したように、あまり測定精度は高くない。

JIS K 7117-1, K7117-2では液状のプラスチックの粘度の非ニュートン性を、回転式粘度計を用いて測定する方法を示している<sup>113), 114)</sup>。JIS K 7117-1はB型粘度計を用いて、擬似的に非ニュートン粘度に関係した値を測定する方法である。一方JIS K 7117-2は共軸二重円筒法やコーン・プレート法を用いて、正当に非ニュートン粘度を測定する方法である。JIS K 7117-2では、ずり速度範囲で $10^{-2} \sim 10^3$  s<sup>-1</sup>程度までをカバーできている。測定温度は、23 °Cを推奨しているので、熔融状態ではなく、ポリマーを溶媒に溶かした溶液か、原料のモノマーなどを想定しているものと考えられる。

以上のように、プラスチックは、非ニュートン性が重要であり、各種の規格でも非ニュートン粘度の測定方法を規定している。しかし、規格で決められた測定法を、キャリブレーションするための非ニュートン粘度標準液は存在しない。JIS K 7117-2では校正にはJIS Z 8809の粘度計校正用標準液をもちいることを推奨しているが、これはニュートン流体である。少なくとも、このように規格で決められた非ニュートン粘度の測定法には、測定条件に対応した非ニュートン粘度標準を開発し、供給する必要がある。JIS K 7117-2の測定条件に適合させるために必要な、非ニュートン粘度標準液の条件は、 $1 \sim 250$  s<sup>-1</sup>、温度23 °Cである<sup>114)</sup>。一方でキャピラリーレオメータの条件は、高温、高粘度、高ずり速度で、かなり厳しい<sup>66)</sup>。しかし、前述したように、プラスチックの成形加工では、回転式粘度計による低ずり速度の測定よりも、キャピラリーレオメータで得られる、高温、高ずり速度での測定の方が重要である。このような条件に適用できる非ニュートン性の粘度標準は存在していないが、測定法として高精度化が強く望まれており、非ニュートン粘度標準の開発の必要性は大きいといえよう。この場合、求められる条件は100 °C～300 °C程度で、ずり速度は $0 \sim 10^6$  s<sup>-1</sup>、粘度は $\sim 10^{10}$  mPa·sである。

#### 6.2.5 各国の非ニュートン流体の粘度標準

近年、各国の標準研究所から、非ニュートン流体の粘度標準が供給され始めている。PTBは、2007年に、「Non-Newtonian reference liquids NNR1, NNR2」の供給を開始した<sup>98)</sup>。NNR1は低粘度の炭化水素油にポリスチレンとポリイソプレンのコポリマーを6 vol %添加したもので、カッソン流動に似た非ニュートン性を示す。ずり速度とずり応力が流動曲線の近似式で示されており、粘度の実際の測定値は示されていない。図28にその流動曲線を示

す。ずり速度の範囲は0～600 s<sup>-1</sup>、測定温度は20℃である。流動曲線の相対拡張不確かさは、ずり応力の式で4.5%以下、ずり速度の式で9.2%以下である。また揮発性があるため、取り扱い、30℃以下で保存し、ふたを開けたらすぐ閉めること、測定を20分以内に終わらせることなどの注意が必要で、測定値の保証期間は6ヶ月である。NNRF2は、アクリルアミドと塩化ジアルキルジメチルアンモニウムのコポリマーを、水に8%添加した水溶液である。こちらは擬塑性流動である。ずり速度の範囲は0～600 s<sup>-1</sup>、測定温度は20℃である。この標準液も、流動曲線の近似式が示されているだけである。その相対拡張不確かさはずり応力の式で5.2%、ずり速度の式で15%である。測定の時間制限は15分以内と決められている。ドイツの工業規格であるDIN (Deutsches Institut für Normung) では、DIN53019で、標準液を用いた回転粘度計のキャリブレーション方法を示している<sup>115)</sup>。

NISTは、非ニュートン性とレオロジーの標準液として、2001年と2002年にSRM2490とSRM2491の供給を開始している<sup>95), 96)</sup>。SRM2490は2, 6, 10, 14テトラメチルペンタデカンに質量分率で0.114のポリイソブチレンを溶かしたものである。またSRM2491は308,000 g/molのポリジメチルシロキサン(PDMS)である。それぞれ0℃, 25℃, 50℃の非ニュートン性の測定値を提供している。図29と図30にNISTの非ニュートン標準液の非ニュートン粘度とずり速度の関係を示す。SRM2490のずり速度は0.001～100 s<sup>-1</sup>、SRM2491は0.001～6.31 s<sup>-1</sup>で、相対拡張不確かさは、おおむね数%程度である。各ずり速度での粘度の値が示されている。SRM2490とSRM2491は、レオロジーの標準物質でもあり、貯蔵弾性率や損失弾性率も示されている。測定にはRheometric Scientific社(現: TA Instruments社)と、Anton Paar社のレオメータが使われた。

アメリカでは、NISTの他に、Cannon社が粘度標準液を供給していて、前述したように、高温高せん断速度下の非ニュートン粘度標準液や、低温高せん断速度下の非ニュートン粘度標準であるCCS粘度標準液などを、既に販売している<sup>99)</sup>。

### 6.2.6 我が国における非ニュートン粘度標準の開発の必要性

以上に述べたように、非ニュートン粘度は、様々な産業分野の粘度測定で、避けて通れない重要な性質である。それらの産業での非ニュートン粘度測定を高精度化することの意義は大きい。

我が国で整備すべき非ニュートン粘度標準のずり速度の範囲は、まずは塗料・インキや、食品産業に対応して、

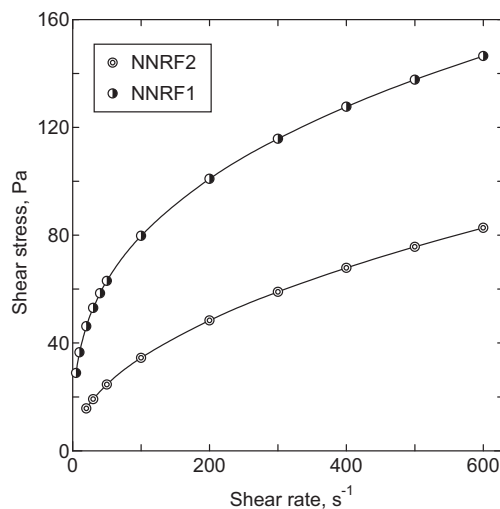


図28 PTBの非ニュートン標準液SRM 2491<sup>98)</sup>

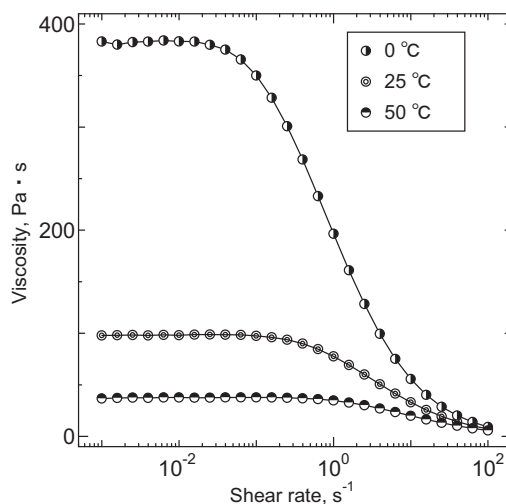


図29 NISTの非ニュートン標準液SRM 2490<sup>95)</sup>

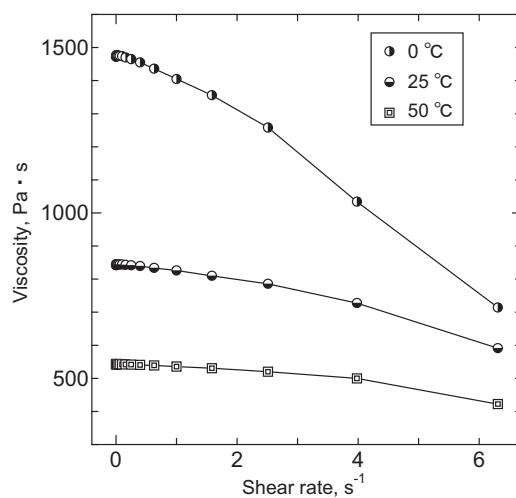


図30 NISTの非ニュートン標準液SRM 2491<sup>96)</sup>

0 ~ 300 s<sup>-1</sup>が最も重要である。このずり速度範囲は、通常のコーン・プレート型や、共軸二重円筒型の回転式粘度計のずり速度の範囲である。温度範囲は、より幅広いほうが望ましいが、当面は25 °C付近で、次に加熱、冷却状態の食品を想定して0 °C~100 °Cであると便利であろう。潤滑油の非ニュートン粘度測定ニーズに対応するには、ハイシェアの粘度標準が必要で、温度範囲は-40 °C~150 °Cとかなり広くする必要がある。また、そのための粘度計の開発も必要になる。

ここには取り上げなかったが、一般に粘度測定が難しいとされている液体、例えば土砂、モルタル、コンクリ、下水泥、などは多くの場合、非ニュートン性を示す。もし非ニュートン性を考慮しないで粘度測定すると、再現性が得られなかったり、測定する粘度計によって値が異なったりする。粘度測定が難しいとされている原因のひとつには、このような非ニュートン性の考慮が十分でないことが関係していると思われる。

一般に非ニュートン性の測定精度は数 %程度である。非ニュートン粘度の標準液が供給されれば、さまざまな産業で、非ニュートン粘度の高精度測定が可能になり、付加価値の高い塗料・インキ、食品などの開発が可能になる。また非ニュートン粘度を考慮せずに測定するという間違いも減ると思われる。アメリカやドイツでは、既に非ニュートン粘度標準の供給が始まっている。我が国での非ニュートン粘度標準の開発は喫緊の課題といえよう。

### 6.3 測定法開発の必要性

本稿の最後に、短くではあるが、新しい粘度測定法の開発の必要性について述べる。そもそも、粘度標準液が、これほどまでに多数必要になるのは、現在の粘度計の原理に、少なからぬ問題があるためである。粘度標準の開発は、確かに粘度測定に係る状況を改善することができるが、それだけでは、本質的な問題を解決することはできない。測定法の改良と、それに歩調を合わせた標準の開発が必要と思われる。そこで本節では、今後の粘度標準の開発の、一つの方向性を探るという視点から、粘度測定法開発の必要性について検討する。

#### 6.3.1 小型・簡便かつ高精度な粘度計の開発

第3章でも述べたように、粘度計にはさまざまな原理があるが、どれも幾つかの問題点を抱えている。細管式は0.3 %程度の高精度測定が可能であるが、測定可能範囲が狭いという欠点がある。そのため多数の標準液のラインアップが必要となり、細管の交換などの手間も煩雑になる。また、液面の自動測定機構や、恒温槽まで含める

と数百万~1千万円前後になり、かなり高額である。回転粘度計は、数十万円程度のものであり、手ごろであるが、精度は1 %程度であるので細管式の置き換えにはならない。振動式粘度計は、簡便で安価であるが、精度は1 %程度で、これも細管式の置き換えにはならない。このように、いまのところ決定版といえるような、簡便性と高精度を両立した粘度計はない。従って、粘度計測の分野では、標準ばかりでなく、新しい測定法の開発が長年に渡って待ち望まれている。計測法を開発することは、産総研の標準業務から離れてしまうため、取り組み難いが、国内の粘度計測の状況を改善するような研究開発に取り組むことは、一般的には歓迎されるのではないかと考える。

#### 6.3.2 粘度センサの開発

近年、オンライン粘度計、あるいはプロセス粘度計と呼ばれる、リアルタイムに生産工程中の液体の粘度を測定できる粘度計が使われるようになってきている。これらの粘度計は、石油化学プラントで、石油製品を混合する際に、粘度のモニタリングに用いられったり、印刷業でインキの粘度を一定に調整するために用いられったり、食品産業で製品の品質管理に用いられったりしている。このように、リアルタイムの粘度モニタリングには、大きなニーズがあり、今後、更に発展すると考えられる。現状では、プロセス粘度計は、装置が大きく、精度も細管法などには及ばない。もし、より小型で安価、高精度な粘度センサが開発されれば、流体を用いる様々な産業で大変役に立つと考えられる。粘度センサには、それに適合した粘度標準液が必要になる。例えば、センサの洗浄液を兼ねた標準液などがあると役に立つと考えられる。

#### 6.3.3 特殊条件の粘度計

潤滑油の粘度測定ニーズの節(4.1.2節)や、プラスチックの粘度測定ニーズの節(4.4節)で触れたが、150 °C~200 °Cの高温かつ、10<sup>6</sup> s<sup>-1</sup>程度のハイシェア領域での、高精度な非ニュートン粘度の測定法が開発が望まれている。現状では、HTHS粘度計や、キャピラリーレオメータなどで測定されているが、温度範囲やずり速度範囲が限られたり、不確かさが大きいなどの問題がある。ハイシェア領域の高精度な非ニュートン粘度は、潤滑油にとってはエンジン内の実使用環境での性能向上のために必要であり、プラスチックでは、成分の僅かな違いが射出成形時の流動性にどのような影響が発生するか、高感度に検出するために必要である。どちらも、製品開発における非常に重要な問題であり、製品の性能に与える影



響が大きい。従って、 $0 \sim 10^6 \text{ s}^{-1}$ 程度の広いずり速度範囲で、なお且つ $200 \text{ }^\circ\text{C}$ 程度の高温での非ニュートン粘度の測定が可能な装置が開発されれば、潤滑油やプラスチック成形品の品質向上に役に立つと考えられる。その際には、高温ハイシェアー用の標準液があると、新しい測定装置の開発と普及を後押しすることができる。

特殊条件の粘度測定として、気液界面近傍の液体粘度の測定も重要なテーマである。気液界面の粘度は、塗料やフィルムコーティングなどの、塗布技術を用いる産業で特に必要となっている。近年、幾つかの表面粘度の測定法が開発されつつある。このような新しい測定法の開発に合わせて、表面粘度の標準を開発すれば、その発展を支援することができ、より付加価値の高い粘度標準を提供できるようになると考えられる。

## 7. 結言

本稿では、最近の粘度測定のニーズを調査し、新しい粘度標準の必要性を考察した。粘度は、法律や、工業規格などで、測定が義務付けられていることが多く、行政上も、産業上も、非常に重要な物性値である。このような状況を考慮し、現状の粘度標準を検討すると、おおむねニュートン流体の粘度測定に関しては、行政ニーズ、産業ニーズに対応することができているものの、以下のような課題があることが抽出された。

### 1) 温度点の拡大

JIS規格などに対応するために、 $-40 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $-35 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $-25 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $-20 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $-15 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $-10 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $-5 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $0 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $25 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $50 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $75 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $100 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $120 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $150 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $180 \text{ }^\circ\text{C}$ での粘度計校正用標準液の測定値の提供が必要である。

### 2) 粘度範囲と種類の拡大

$500,000 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 、 $1,000,000 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 、 $5,000 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ の粘度標準液を開発し、高粘度域への拡大することが必要である。また、石油化学産業での高精度測定のニーズに対応するため、 $100 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 以下の粘度の粘度点の追加が必要である。さらに、ユーザーの利便性を考慮して、 $500 \text{ mL}$ 、 $200 \text{ mL}$ 、 $100 \text{ mL}$ 、 $50 \text{ mL}$ の容器の種類の追加が必要である。

### 3) 温度係数の小さい標準液の供給

シリコンオイル系標準液のトレーサビリティ体系の確立が必要である。そのために金属製粘度計の開発も必要となる。また、細管式粘度計でも温度係数の小さな標準液を適用できるようにするため、シリコンオイル以外の温度係数の小さい標準液の開発が必要である。

### 4) 専用標準液

食品産業用のしょ糖水溶液粘度標準液や、結晶セルロースのための、銅エチレンジアミン溶液粘度標準液が供給されると粘度標準の利便性が向上する。

### 5) 水の粘度の絶対値の測定

水の粘度、動粘度の絶対値の再測定が必要である。

### 6) 非ニュートン粘度標準の開発

ずり速度 $0 \sim 300 \text{ s}^{-1}$ 、温度 $0 \sim 100 \text{ }^\circ\text{C}$ の非ニュートン粘度標準液の開発・供給が必要である。また、ずり速度 $10^4 \sim 10^6 \text{ s}^{-1}$ 、温度 $100 \sim 200 \text{ }^\circ\text{C}$ の高温高せん断速度の非ニュートン粘度標準の開発・供給は挑戦的な課題である。

### 7) 測定法開発

簡便かつ高精度な測定を可能にする新しい測定原理の提案。粘性センサの開発、ハイシェアー領域の測定法の開発が必要である。

法律やJIS規格などで粘度測定が定められているものの、現状の粘度計校正用標準液では、その測定条件に対応できない場合が数多くある。ここに挙げた課題の多くは、そのような産業上、行政上の要請に応えるために必要なものである。すべてに一度に取り組むことはできないが、今後、徐々に充実を図ってゆく必要があると考える。

## 8. 謝辞

本稿をまとめるにあたり、ニーズ調査として、さまざまな企業の皆様に貴重な情報を提供していただきました。ここでは御名前を挙げることは差し控えますが、深く感謝の意を表させていただきます。また本稿の草稿をチェックし、ご意見をいただきました、産業技術総合研究所計測標準研究部門物性統計科馬場哲也科長、流体標準研究室の藤井賢一室長、藤田佳孝主任研究員、倉野恭充主任研究員に感謝いたします。

## 参考文献

- 1) 日本工業規格：JIS K2215 内燃機関用潤滑油，(1993)。
- 2) 日本工業規格：JIS K 2010 自動車エンジン油粘度分類，(1993)。
- 3) ASTM D 5293: Standard Test method for apparent viscosity of engine oils between  $-5$  and  $-35 \text{ }^\circ\text{C}$  using the cold-cranking simulator, (2004)。
- 4) ASTM D 4684: Standard test method for determination of yield stress and apparent viscosity of engine oils at low temperature, (2002)。

- 5) ASTM D 4683: Standard test method for measuring viscosity at high shear rate and high temperature by tapered bearing simulator, (2004).
- 6) ASTM D 445: Standard test method for kinematic viscosity of transparent and opaque liquids (and calculation of dynamic viscosity), (2006).
- 7) 小西誠一, 上田亨: 潤滑油の基礎と応用 (コロナ社, 1992).
- 8) 岡部平八郎, 大勝靖一: 石油製品添加剤の開発 (シーエムシー出版, 2004).
- 9) 法律第233号: 食品衛生法, (1947).
- 10) 厚生省告示第370号: 食品、添加物等の規格基準, (1959).
- 11) 法律第145号: 薬事法, (1960).
- 12) 厚生労働省告示第285号: 日本薬局方, (2006).
- 13) 梶浦英明, 横向慶子, 大野寿彦: エタノールの味, 日本味と匂学会誌, Vol. 6, No. 2, pp. 139-144, 1999.
- 14) 高橋智子, 大越ひろ: 粘稠な液状食品の飲み込み特性と力学特性の関係, 日本家政学会誌, Vol. 50, No. 4, pp. 333-339, 1999.
- 15) 井上繁康: ゲルインキボールペンの開発, 熱測定, Vol. 29, No. 5, 2002.
- 16) 小川胖: 流量計測の歴史11 19世紀末から20世紀初頭へ, 計測技術, Vol. 9, (2004).
- 17) R. Zott: Friedrich Wilhelm Ostwald (1853-1932); Now 150 years young, *Angew. Chem. Int. Ed.*, Vol. 42, pp. 3990-3995, 2003.
- 18) 川田裕郎: 改訂粘度 (コロナ社, 1958).
- 19) M. Kawata, K. Kurase, K. Yoshida: Realization of a viscosity standard, *Bulletin of the NRLM*, Vol. 20, 1970.
- 20) E.R. Cohen, T. Cvitaš, J.G. Frey, B. Holmström, K. Kuchitsu, R. Marquardt, I. Mills, F. Pavese, M. Quack, J. Stohner, H.L. Strauss, M. Takami, A.J. Thor: IUPAC Quantities, Units and symbols in physical chemistry -the IUPAC Green Book - 3rd edition, (RSC Publishing, 2007).
- 21) B. E. Poling, J. M. Prausnitz, J. P. O'Connell: The properties of gases and liquids fifth edition (McGrawHill, 2000).
- 22) ASTM D 341: Standard test method for viscosity-Temperature charts for liquid petroleum products, (2003).
- 23) W. A. Wakeham, A. Nagashima, J. V. Sengers: IUPAC chemical data series, Measurement of the transport properties of fluids (Blackwell Scientific Publication, 1991).
- 24) 倉野恭充: 粘度の標準, 設計工学, Vol. 35, No. 11 pp. 425-432 (2000).
- 25) 東機産業株式会社, TVB-10粘度計のカタログより作図.
- 26) 株式会社エー・アンド・デイ, 音叉型振動式粘度計SV-10のカタログの写真を左右反転して作図.
- 27) D. S. Viswanath, T. K. Ghosh, D. H. L. Prasad, N. V. K. Dutt, K. Y. Rani: Viscosity of liquid; theory, estimation, experiment, and data (Springer, 2007).
- 28) 石油連盟: 原油・石油製品輸入金額 統計資料, (2008).
- 29) 新日本石油, 新日本石油 石油便覧, 最新版は<http://www.eneos.co.jp/binran/index.html>. にて公開.
- 30) 法律第88号: 揮発油等の品質の確保等に関する法律, (1976).
- 31) 通商産業省令第24号: 揮発油等の品質の確保等に関する法律施行規則, (1977).
- 32) 日本工業規格: JIS K 2204 軽油, (2007).
- 33) 日本工業規格: JIS K 2283 原油及び石油製品一動粘度試験方法及び粘度指数算出方法, (2000).
- 34) 日本工業規格: JIS Z 8809 粘度計校正用標準液, (2000).
- 35) 経済産業省令第3号: 揮発油等の品質の確保等に関する法律施行規則の改正について, (2007).
- 36) EN 14214: Automotive fuels - fatty acid methyl esters (FAME) for diesel engines - requirements and test methods, (2003).
- 37) 日本工業規格: JIS K 2205 重油, (1991).
- 38) 財団法人省エネルギーセンター: 平成14年度省エネルギー優秀事例全国大会 省エネルギー実施事例 燃料タンクの効率的な温度管理運用について, (2002).
- 39) API: API Service classifications, (2004).
- 40) SAE: J300 Engine oil viscosity classification, (2009).
- 41) シーエムシー: 高機能潤滑剤の開発, (シーエムシー出版, 2001).
- 42) Mercedes benz: Oil spec MB229.1, 229.3., (2002).
- 43) 浜口 仁: 自動車用エンジンオイル規格の動向, 月刊トライボロジー, No.242 (2007).
- 44) 関口嘉一: 重質油と超重質油・ビチューメンの資源量と埋蔵量, 日本エネルギー学会誌, Vol.85, No.4, pp. 258-264 (2006).
- 45) 福山秀次: 超重質油・非在来型原油のアップグレード技術, 日本エネルギー学会誌, Vol.85, No.4, pp. 277-285 (2006).
- 46) 菊川清見, 長坂達夫: 日本薬局方要説, (廣川書店, 2004).

- 47) 日本工業規格：JIS K 6503 にかわ及びゼラチン，(2001).
- 48) 医薬部外品原料規格2006，(薬事日報社，2006).
- 49) 川端晶子：食品物性学，(建白社，1989).
- 50) 川崎 種一：New food industry, Vol. 23(1), No. 84, (1981).
- 51) 国崎直道，佐野征男：食品多糖類 乳化・増粘・ゲル化の知識，(幸書房，2001).
- 52) 農林水産省告示第1365号：ウスターソース類の日本農業規格，(2008).
- 53) 農林水産省告示第1503号：ドレッシングの日本農業規格，(2008).
- 54) 平成6年厚生省通知第15号：高齢者用食品の表示許可の取り扱いについて，(1994).
- 55) 昭和48年厚生省通知第781号：特別用途食品の表示許可について，(1973).
- 56) 加工技術研究会編：コンバーティングテクノロジー便覧，(加工技術研究会，2006).
- 57) 甘利武司：インクジェットプリンター，(シーエムシー，2005).
- 58) 相原次郎，一見敏男，根本雄平：印刷インキ技術，(シーエムシー，1982).
- 59) T. C. Patton (翻訳)：塗料の流動と顔料分散，(共立出版，1971).
- 60) 日本工業規格：JIS K 5701-1 平版インキ第1部：試験方法，(2000).
- 61) 日本工業規格：JIS K 5600-2-2 塗料一般試験方法—第2部：塗料の性状・安定性—第2節：粘度，(1999).
- 62) 日本工業規格：JIS K 5600-2-3 塗料一般試験方法—第2部：塗料の性状・安定性—第3節：粘度 (コーン・プレート粘度計法)，(1999).
- 63) 高分子学会編，プラスチック加工の基礎，(工業調査会，1982).
- 64) 実用プラスチック成形加工辞典編集委員会編：実用プラスチック成形加工事典，(産業調査会，1997).
- 65) 実用プラスチック事典編集委員会編：実用プラスチック事典，(産業調査会，1993).
- 66) 日本工業規格：JIS K 7199 プラスチック—キャピラリーレオメータ及びスリットダイレオメータによるプラスチックの流れ特性試験方法，(1999).
- 67) 日本工業規格：JIS K 7210 プラスチック—熱可塑性プラスチックのメルトマスフローレイト (MFR) 及びメルトポリウムフローレイトI (MVR) の試験方法，(1999).
- 68) 日本工業規格：JIS K 6719-2 プラスチック—ポリカーボネート (PC) 成形用材料及び押出用材料—第2部：試験片の調製及び諸性質の測定方法，(1999).
- 69) 日本工業規格：JIS K 6717-2 プラスチック—ポリメタクリル酸メチル (PMMA) 成形用及び押出用材料—第2部：試験片の作り方及び諸性質の求め方，(2006).
- 70) 日本工業規格：JIS K 7367-1 プラスチック—毛細管形粘度計を用いたポリマー希釈溶液の粘度の求め方—第1部：通則，(2002).
- 71) 日本工業規格：JIS K 7301 熱硬化性ウレタンエラストマー用トリレンジイソシアネート型プレポリマー試験方法，(1995).
- 72) 川田裕郎，小宮勤一，山崎弘郎：流量計測ハンドブック，(日刊工業新聞社，1979).
- 73) 日本工業規格：JIS Z 8762-1~4 円形管路の絞り機構による流量測定方法—第1部~第4部，(2007).
- 74) 嶋田隆司，土井原良次，武田 一英，寺尾 吉哉，高本正樹：タービン流量計による石油大流量校正設備と国内校正機関との比較実験，産総研計量標準報告，Vol. 4, No. 1, (2005).
- 75) 財務省，国税庁通達第3223号：揮発油その他の石油類の数量測定に流量計を使用する場合の取扱いについて，(2002).
- 76) 日本工業規格：JIS B 7552 液体用流量計—器差試験方法，(1993).
- 77) 日本工業規格：JIS B 7551 フロート形面積流量計，(1999).
- 78) 貝原眞，坂西明郎：バイオレオロジー，(米田出版，1999).
- 79) H. Chmiel, E. Walitza: On the rheology of blood and synovial fluids, (Research studies press, 1980).
- 80) L. Dintenfass: Rheology of blood in diagnostic and preventive medicine, (1976).
- 81) 菅原基晃，前田信治：血液のレオロジーと血流，(コロナ社，2003).
- 82) 飯田孝道，喜多善史，上田満，森克巳，中島邦彦：溶融スラグ・ガラスの粘性，(アグネ技術センター，2003).
- 83) 日本工業規格：JIS R 1652 セラミックスラリーの回転粘度計による粘度測定方法，(2003).
- 84) 日本工業規格：JIS K 6862 ホットメルト接着剤の溶融粘度試験方法，(1984).
- 85) 日本工業規格：JIS C 2103 電気絶縁用ワニス試験方法，(2006).
- 86) 日本工業規格：JIS K 6300 未加硫ゴム—物理特性—第1部：ムーニー粘度計による粘度及びスコーチタイ

- ムの求め方, (2001).
- 87) 日本工業規格 : JIS Z 8809 : 粘度計校正用標準液, (2000).
- 88) ISO/TR3666-1998(E) : Viscosity of water (1998).
- 89) G. Klingenberg, H. Bauer: CCM.V-K1 intercomparison final report (2002).
- 90) G. Klingenberg, H. Bauer: CCM.V-K1 intercomparison in capillary viscometry, *Metrologia*, Vol. 41, p. 07001 (2004).
- 91) CCM.V-K1 が検索できるページ : <http://kcdb.bipm.org/AppendixD/>
- 92) 各国の測定能力 (CMC) : <http://kcdb.bipm.org/appendixC/default.asp>.
- 93) PTB WG 3.32: Physikalisch-Technische Bundesanstalt Braunschweig und Berlin: Reference materials for viscosity measurements on glass melts, (2007).
- 94) CANNON の標準 : <http://www.Cannoninstrument.com/StandardsMain.htm..>
- 95) R. L. Watters, Jr.: National institute of standards & technology certificate of analysis standard reference material® 2490. Non-newtonian polymer solution for rheological measurements, (2006).
- 96) R. L. Watters, Jr.: National institute of standards & technology certificate of analysis standard reference material® 2491. Non-newtonian polymer melt for rheology, (2002).
- 97) CANNON の HTHS 粘度標準液 : <http://www.Cannoninstrument.com/HighTemp.htm>. (2007年11月現在).
- 98) PTB WG 3.32: Physikalisch-Technische Bundesanstalt Braunschweig und Berlin. Non-newtonian reference liquids of viscosity(2007).
- 99) Cannon Instrument Company: Viscosity & flash point standards, (Cannon Inst., 2008).
- 100) PTB WG 3.32 Properties of liquids: Newtonian reference liquids for viscosity, (2007).
- 101) 日本工業規格 : JIS K 2207 石油アスファルト, (2006).
- 102) 日本工業規格 : JIS K 2219 ギヤ油, (2006).
- 103) 橋爪幹夫 (日本グリース株式会社), ニーズ調査インタビュー, (2008).
- 104) 倉野恭充 : 粘度計校正用標準液に関する実態調査について, 日本レオロジー学会誌, 22-4, pp. 221-228, (1994).
- 105) 日本工業規格 : JIS Z 8803 液体の粘度-測定方法, (1991).
- 106) ブルックフィールド社 : <http://www.brookfieldengineering.com/>.
- 107) 東機産業 : [http://www.tokisangyo.co.jp/02\\_attach/at\\_06.html](http://www.tokisangyo.co.jp/02_attach/at_06.html)
- 108) 日本工業規格 : JIS P 8215 セルロース希薄溶液-極限粘度数測定方法-銅エチレンジアミン法, (1998).
- 109) 日本工業規格 : JIS S 6061 ゲルインキボールペン及びレフィル, (2005).
- 110) 日本工業規格 : JIS K 5101-6-2 顔料試験方法-第6部 : 流動性-第2節 : 回転粘度計法, (2004).
- 111) 日本トライボロジー学会 : トライボロジーハンドブック, (養賢堂, 2001).
- 112) 藤田佳孝 : 粘度の標準とトレーサビリティ, 計測標準と計量管理, Vol. 58, No. 1, pp. 20-25, (2007).
- 113) 日本工業規格 : JIS K 7117-1 プラスチック-液状, 乳濁状又は分散状の樹脂-ブルックフィールド形回転粘度計による見掛け粘度の測定方法, (1999).
- 114) 日本工業規格 : JIS K 7117-2 プラスチック-液状, 乳濁状又は分散状の樹脂-回転粘度計による定せん断速度での粘度の測定方法, (1999).
- 115) DIN: DIN 53019-3(Draft) Viscometry - Measurement of viscosities and flow curves by means of rotational viscometers - Part 3: Errors of measurement and corrections, (2008).
- 116) 倉野恭充 : 粘度計測技術とトレーサビリティ, Vol. 13, No. 2, pp. 113-120, (1999).
- 117) 山本泰之 : 粘度標準の仕事, 熱物性学会誌, Vol. 21, No. 2, pp. 99-100, (2007).
- 118) 吉田清 : 流体の粘度計測 (流体の物性計測特集), Vol. 33, No. 4, pp. 27-33, (1984).
- 119) 藤田佳孝, 山本泰之, 倉野恭充, 藤井賢一 : 粘度の標準とトレーサビリティ JCSS制度による粘度標準の新しい供給体制, 産総研 TODAY, Vol. 8, No. 10, p. 32, (2008).