JCSS
Japan Calibration
Service System

JCSS
不確かさ見積もりに関するガイド

登録に係る区分:粘度
計量器等の区分:粘度計

(第 4 版)

(JCG206S21－04)

改正:2026 年 4 月 1 日

独立行政法人製品評価技術基盤機構
適合性評価推進センター 認定センター

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

目次

1. 粘度計校正の不確かさ評価における一般的な要因について....4
2. 細管粘度計(ウベローデ型)の校正における不確かさ評価事例....4
2.１ 校正方法の概要....4
２．２ 不確かさ評価方法....5
２．３ 常用参照標準の不確かさ....6
２．４ 温度測定による不確かさ....6
２．５ 流出時間測定による不確かさ....7
２．６ 粘度計の傾きによる不確かさ....7
２．７ 重力加速度による不確かさ....7
２．８ 細管粘度計の校正結果....7
３．回転粘度計の校正における不確かさ評価事例....8
３．１ 不確かさ要因....8
３．２ 不確かさ評価の対象範囲....8
３．３ 校正方法の概要....9
３．４ 内外筒の幾何形状の寸法精度による不確かさ....9
３．５ 試料採取による不確かさ....10
３．６ 内外筒取り付けの再現性による不確かさ....10
３．７ トルク測定の直線性に関する不確かさ....10
３．８ 温度設定による不確かさ....11
３．９ 回転数による不確かさ....11
３．１０ 粘度計校正の不確かさ....11
３．１１ 粘度測定の不確かさ....11
4. 振動粘度計の校正における不確かさ評価事例....12
４．１ 不確かさ要因....12
４．２ 不確かさ評価方法....12
４．２．１ 常用参照標準の不確かさ....12
４．２．２ 温度測定に関する不確かさ....13
４．２．３ 粘度計に関する不確かさ....13
４．２．４ 粘度計の操作に起因する不確かさ....13
４．２．５ 校正結果....13
４．３ 音叉型振動粘度計の不確かさ評価事例....13
４．３．１ 常用参照標準の不確かさ....14
４．３．２ 温度測定に関する不確かさ....14
４．３．３ 粘度計に関する不確かさ....14
４．３．４ 粘度計の操作に起因する不確かさ....15
４．３．５ 音叉振動型振動粘度計の校正結果....15
４．４ 回転振動型振動粘度計の不確かさ評価事例....16

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

４．４．１ 常用参照標準の不確かさ.....16
４．４．２ 温度測定に関する不確かさ.....16
４．４．３ 粘度計に関する不確かさ.....16
４．４．４ 回転振動型振動粘度計の校正結果.....17

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

1. 粘度計校正の不確かさ評価における一般的な要因について

本分冊は、粘度標準液を常用参照標準として用いた細管粘度計、回転粘度計、振動粘度計の校正に関する不確かさ評価事例をまとめたものである。細管粘度計についてはウベローデ型、回転粘度計については共軸二重円筒型、振動粘度計については音叉振動型及び回転振動型の振動粘度計について記述した。これら粘度計の校正における不確かさ評価について想定し得る一般的な不確かさ要因を列挙すると次のとおりである。

1) 常用参照標準の不確かさ

粘度計校正の常用参照標準は粘度計校正用標準液(以下、粘度標準液)であり、水の粘度の国際基準値を基準にして連鎖して粘度計定数が校正された細管粘度計群及び特定標準器等へのトレーサビリティが確保されている時間の計測器からなる細管式粘度校正装置によって校正されたものである。

2) 粘度測定系の不確かさ

2−1) 粘度計を構成する機器に関する測定不確かさ

・繰り返し性

・非直線性の効果

・測定時の操作性に起因する不確かさ

・粘度計の幾何構造の再現性・安定性に起因する不確かさ

・温度測定に起因する不確かさ

一般に、動粘度、粘度は温度係数が大きいため、試料液体の温度測定の不確かさが校正結果の不確かさに及ぼす寄与は大きくなる場合が多いので、その見積もりには注意を要する。

2−2) その他環境条件に起因する不確かさ

・装置の傾き、振動、設置場所などの設置条件

・校正室内大気圧、空気密度、湿度など

粘度計校正時と動粘度・粘度測定時で条件が異なる場合には、それら条件の違いが校正に与える影響を評価し、必要であれば補正並びに不確かさの評価を行う。

2. 細管粘度計(ウベローデ型)の校正における不確かさ評価事例

常用参照標準に粘度標準液を用いたウベローデ型細管粘度計の粘度計定数の校正における不確かさの評価事例を示す。

2. 1 校正方法の概要

動粘度の校正値がνの粘度標準液を用いた細管粘度計の校正において、粘度計定数Kは次式より求められる。なお次式は粘度計の粘度標準液、流出時間などの実験条件に関して運動エネルギーの補正が無視できるような場合についての事例である。

$$K = c_g \cdot \frac{\nu}{t_{\mathrm{ob}} \cdot (1+\varepsilon)} \qquad (1.1)$$

ここで、t_{ob}は実測した流出時間、εは測定される流出時間に影響を及ぼす補正をまとめて表したもので、試料液体の測定温度と指定基準温度や恒温槽の設定温度とのずれに起因した試料液体の動粘度温度係数に関する補正が挙げられる(分冊1を参照)。 また実施条件によっては、粘度計校正時と動粘度測定時で違いが生じ、それが定数校正後の動粘度測定における流出時間測定に有意に影響を及ぼすことが予想される場合には、あらかじめ定数校正時の不確かさにカウントする。そのような事例として、粘度

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

計設置の傾き角の再現性を挙げる。その他、ウベローデ型以外の例えば U 字型やキャノン-フェンスケ粘度計の場合には、試料採取時の温度と測定時の温度差に起因する試料熱膨張の補正(分冊1を参照)を考慮する必要がある。また、粘度計定数の校正を実施した場所と、その後の粘度計の使用場所が異なる場合には、緯度の違いに伴う重力加速度の違いの影響による補正c_gが必要になる。この補正についても、目標不確かさによっては補正を行わずに、あらかじめ定数校正時に不確かさとして評価する。

２．２ 不確かさ評価方法

(1.1)式より粘度計定数 K の相対標準不確かさは、u を各量の標準不確かさとすると次式で与えられる。

$$\left(\frac{u(K)}{K}\right)^2 \cong \left(\frac{u(\nu)}{\nu}\right)^2 + \left(\frac{u(t_{\mathrm{ob}})}{t_{\mathrm{ob}}}\right)^2 + \left(\frac{u(c_g)}{c_g}\right)^2 + u(\varepsilon)^2 \qquad (2.1)$$

すなわち、定数校正における不確かさの要因は、

- 常用参照標準(粘度標準液)の動粘度校正の相対標準不確かさ$u_{\mathrm{r}\nu}$
- 流出時間測定の相対標準不確かさ$u_{\mathrm{r}t_{\mathrm{ob}}}$
- 重力加速度による不確かさ $u_{\mathrm{r}g}$
- 各種補正の標準不確かさ$u(\varepsilon_n)$

が主な要因となる。

ここで補正の不確かさ$u(\varepsilon_n)$として、以下の要因を挙げることができる。

- 温度測定による不確かさ $u(\varepsilon_\delta)$

  温度測定の不確かさに伴う粘度標準液の動粘度の不確かさへの寄与で、校正実施時の温度における粘度の相対温度係数$\delta\nu$、温度測定の標準不確かさu_θ より次式から求まる(分冊1の2．2．7を参照)。

$$u(\varepsilon_\delta) = \delta\nu \cdot u_\theta \qquad (2.2)$$

- 粘度計の傾きによる不確かさ $u(\varepsilon_i)$

  校正実施時と粘度測定時の粘度計傾き角の差が φ であったとき、この傾き角による流出時間への相対寄与ε_i は次式により表される。

$$\varepsilon_{\mathrm{i}} = 1 - \cos\varphi \qquad (2.3)$$

  したがって傾き角の再現性の標準不確かさをu_ϕ とすると、傾きによる不確かさ $u(\varepsilon_i)$は次式で表される。

$$u(\varepsilon_{\mathrm{i}}) = (\sin\varphi) \times u_\phi \qquad (2.4)$$

以上から、相対合成標準不確かさは、$\sqrt{{u_{\mathrm{r}\nu}}^2 + {u_{\mathrm{r}t_{\mathrm{ob}}}}^2 + {u_{\mathrm{r}g}}^2 + u(\varepsilon_\delta)^2 + u(\varepsilon_{\mathrm{i}})^2}$ であり、これに包含係数 $k=2$ を掛けることで拡張不確かさが求められる。

次節以降において、粘度計定数がおよそ 0.1 mm²/s² のウベローデ型細管粘度計について、JIS K 2283(原油及び石油製品－動粘度試験方法)に規定された試験方法に基づいて、粘度標準液 JS50 による粘

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

度計定数の校正を 30 ℃で行う場合の事例について記述する。

２．３ 常用参照標準の不確かさ

粘度標準液の校正証明書に記載されている校正結果のうち、30 ℃の動粘度は拡張不確かさ(k = 2)において、31.396 ± 0.022 mm²/s であった。この不確かさの値をU_{r_ν}とすると、粘度標準液の校正値の相対合成標準不確かさ$u_{r\nu}$は$u_{r\nu} = \frac{U_{r\nu}}{2\nu}$ より求められる。

よって$u_{r\nu} = \frac{0.022\ \mathrm{mm^2/s}}{2 \times 31.396\ \mathrm{mm^2/s}} \times 100 = 0.035\ \%$

２．４ 温度測定による不確かさ

温度計の標準不確かさ、温度計読み取りの不確かさ、及び恒温槽の温度分布と安定性の標準不確かさ等から得られる合成標準不確かさを温度測定の標準不確かさu_θ として、(2.2)式により評価する。
ここで、温度係数$\delta\nu$は、JIS Z8809 (2011)などに記載の粘度補間式より求める。
補間式を用いた粘度標準液 JS50 の 30 ℃近傍の動粘度-温度の計算結果を次表に示す。

温度 (℃)	29.9	30.0	30.1
動粘度 (mm²/s)	31.53	31.40	31.26

これによって動粘度の温度係数$\delta\nu$は、

$$\delta\nu = \frac{31.26\ \mathrm{mm^2/s} - 31.53\ \mathrm{mm^2/s}}{(30.1\ ^\circ\mathrm{C} - 29.9\ ^\circ\mathrm{C}) \times 31.40\ \mathrm{mm^2/s}} = 0.043\ ^\circ\mathrm{C}^{-1}$$

温度測定の標準不確かさu_θ は温度計の校正の不確かさ、温度計の読み取りの不確かさ、恒温槽の温度分布と安定性の不確かさから求める。

① 温度計の校正の不確かさ

温度測定に用いた温度計の JCSS 校正証明書に記載された拡張不確かさ(k=2) 0.03 ℃から温度計の標準不確かさは 0.03 ℃ / 2 = 0.015 ℃ となる。

② 温度計の読み取りの不確かさ

事例として、JIS B 7410(1997)に規定する温度計 VIS18 を恒温槽の温度測定に使用する場合を考える。この温度計の目量が 0.05 ℃ から、読み取りの確率分布を矩形とみなして標準不確かさは 0.025 ℃ / $\sqrt{3}$ = 0.014 ℃となる。

③ 恒温槽の温度分布と安定性の不確かさ

JIS K 2283 において±0.01 ℃が要求されているが、事例としてこの値を温度分布と安定性を考慮した変動の最大幅として、温度は一様分布するとみなすと、標準不確かさは、0.01 ℃/ $\sqrt{3}$ = 0.006 ℃ となる。

(2.2)式及び①から③の結果より、温度測定による相対標準不確かさ $u(\varepsilon_\delta)$は、

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

$$u(\varepsilon_\delta) = 100 \times 0.043\ ^\circ\mathrm{C}^{-1} \times \sqrt{(0.015\ ^\circ\mathrm{C})^2 + (0.014\ ^\circ\mathrm{C})^2 + (0.006\ ^\circ\mathrm{C})^2} = 0.092\ \%$$

２．５ 流出時間測定による不確かさ

流出時間測定の標準不確かさu_{r_t}は測時計の不確かさ、メニスカスの粘度計標線位置読み取りによる測時カウントの不確かさから求める。

① 測時計の不確かさ

事例として器差 ± 0.07 %以内として JIS K 2283 で要求されているこの値を最大幅として矩形分布とみなすと、標準不確かさは 0.07 % /$\sqrt{3}$ = 0.040 %である。

② メニスカスの粘度計標線通過読み取りによる測時カウントの不確かさ

測定中、試料のメニスカスが粘度計の上部・下部の標線位置を通過するとき、測時操作者はメニスカスの標線到達を知覚して測時計のボタンを押しカウントする。この測時計操作者の測時カウント応答の不確かさを、繰返し測定の結果から 0.1 s とする

① と②の結果及び流出時間 314.0 s から、

$$u_{\mathrm{rt_{ob}}} = \sqrt{(0.040\ \%)^2 + (100 \times 0.1\ \mathrm{s}/314.0\ \mathrm{s})^2} = 0.051\ \%$$

２．６ 粘度計の傾きによる不確かさ

錘を糸で吊るし、糸と粘度計の毛細管が同一垂直線上にくるように粘度計を温槽に設置する。このとき粘度計の傾き角の再現性に関する一様分布の変動幅が 1° であったとすると、この傾き角の標準不確かさu_ϕ を次のように見積もる。

$$u_\phi = 1/(2 \times \sqrt{3}) = 0.29\ ^\circ = 0.005\ \mathrm{rad}$$

よって(2.4)式により、相対標準不確かさ$u(\varepsilon_i)$は、

$$u(\varepsilon_i) = 100 \times sin(1^\circ) \times 0.005 = 0.009\ \%$$

２．７ 重力加速度による不確かさ

重力加速度による相対標準不確かさu_{rg}は、日本における重力加速度の緯度の違いによる変動幅およそ 1.1 cm/s^2 から、次式により推定する。

$$u_{\mathrm{r}g} = 100 \times \frac{1.1}{2\sqrt{3}} \times \frac{1}{980} = 0.032\ \%$$

２．８ 細管粘度計の校正結果

以上をまとめたものが次表である。相対合成標準不確かさは 0.12 %、相対拡張不確かさ(*k*=2)は 0.24 %となる。

不確かさ要因	測定値または校正値	標準不確かさ	不確かさの相対寄与
粘度標準液の不確かさ:$u_{\mathrm{r}\nu}$	31.396 mm^2/s	0.011 mm^2/s	0.035 %

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

温度測定による不確かさ:$u(\varepsilon_\delta)$		30.00 ℃	0.021 ℃	0.092 %
	温度計の不確かさ		0.015 ℃	
	温度計読み取りの不確かさ		0.014 ℃	
	恒温槽温度分布と安定性の不確かさ		0.006 ℃	
流出時間測定による不確かさ:$u_{\mathrm{rt_{ob}}}$		314.0 s		0.051%
	測時計の不確かさ		0.040 %	
	測時カウントの不確かさ		0.1 s	
粘度計の傾きによる不確かさ:$u(\varepsilon_i)$			0.29 °	0.009 %
重力加速度に関する不確かさ:$u_{\mathrm{r}g}$			1.1 cm/s^2	0.032 %
相対合成標準不確かさ				0.12 %
相対拡張不確かさ(*k*=2)				0.24 %

３．回転粘度計の校正における不確かさ評価事例

常用参照標準に粘度標準液を用いた共軸二重円筒型の回転粘度計の校正における不確かさの評価事例を示す。

３．１　不確かさ要因

共軸二重円筒型回転粘度計の校正における不確かさ評価において、想定され得る要因として以下の点が挙げられる。

1) 常用参照標準の不確かさ
　　粘度校正の不確かさ
2) 回転粘度計を構成する機器・要素によるもの
　　内外筒の幾何形状の寸法精度による不確かさ
　　試料採取による不確かさ
　　内外筒取り付けの再現性による不確かさ
　　トルク測定の直線性に関する不確かさ
　　温度設定による不確かさ
　　回転数の不確かさ
3) 環境条件によるもの
　　設置(装置の傾き等)
　　環境(空調等)

３．２ 不確かさ評価の対象範囲

回転粘度計は測定器側の部材を変更して多様な測定対象に対応できるようになっている。そこで、本事例における回転粘度計の不確かさ評価に関する校正対象範囲と校正実施条件を次の通りとした。

1) 共軸二重円筒型の回転粘度計を対象とした。
2) 最も一般的と考えられる、一つの校正されたトルク測定系で幾つかの内筒・外筒を変更して測定を行うことに使用条件を定める。不確かさが無視できる範囲内で、測定環境について校正時と同じ環

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

境が実現できるものとする。

3) 測定される試料はニュートン性(粘度がずり速度に依らず一意に定まるもの)であるとする。

4) レイノルズ数が高くなると端面部分に2次流れが発生する。測定値がこの影響を受けないレイノルズ数の範囲の測定に限定する。内筒回転型では内外筒間にテイラー渦が発生するため、外筒回転型に比べて測定値は更に大きく影響を受ける。

5) 高い粘度の測定では、ずり速度の 2 乗に比例する発熱が無視できなくなるが、この影響が現れない範囲に限定する。

6) 測定対象試料は測定温度付近での粘度の温度係数が既知であるとする。

3．3 校正方法の概要

本粘度計においては、トルクに比例する電流 (i)、パルス速度によって決まる回転数 (n) が測定量である。これらと使用した内外筒の幾何寸法によって定まる係数から粘度 (η) を求める。幾何寸法は、内外筒の半径 r_i、r_o、及び、内筒の両端面が受ける応力トルクも測定トルクに含めたときの実効的な内筒長さ h_e である。このとき、ずり速度(D) は、

$$D = \frac{\pi r_\mathrm{o} r_\mathrm{i}}{15\left(r_\mathrm{o}^2 - r_\mathrm{i}^2\right)} n = f_D\, n \qquad (3.1)$$

ここで、$f_D = \frac{\pi r_\mathrm{o} r_\mathrm{i}}{15\left(r_\mathrm{o}^2 - r_\mathrm{i}^2\right)} n$ は幾何学的に定まる係数である。

一方、トルク (τ) はずり応力(σ)と $\tau = 2\pi h_\mathrm{e} r_\mathrm{o} r_\mathrm{i} \sigma$の関係にあり、電流 i の測定量に比例する係数を装置定数 C とし、$\tau = C\,i$ とすると、$\tau = 2\pi h_\mathrm{e} r_\mathrm{o} r_\mathrm{i} \sigma = C\ i$より、ずり応力は、

$$\sigma = \frac{C}{2\pi h_\mathrm{e} r_\mathrm{o} r_\mathrm{i}} i = f_S i \qquad (3.2)$$

ここで、f_Sは電流ーずり応力変換係数である。

よって、$\frac{i}{n}$ を測定量とする粘度の計算方法は次のようにまとめられる。

$$\eta = \frac{\sigma}{D} = \frac{f_S}{f_D} \cdot \frac{i}{n} \qquad (3.3)$$

この i 、n の不確かさは、回転数、トルク測定の不確かさとして別途評価する。幾何寸法の不確かさは、$\frac{f_S}{f_D}$ を評価することで得られる。

3．4 内外筒の幾何形状の寸法精度による不確かさ

端面効果がレイノルズ数に依存せず、内筒長に対して一定の比率であるとする条件が設定されているとき、r_o、r_i、h_eの寸法精度に起因した標準不確かさ$u(r_\mathrm{o})$、$u(r_\mathrm{i})$、及び$u(h_\mathrm{e})$の粘度測定への不確かさの相対寄与を(3.3)式を用いて導出することにより、内外筒の幾何形状の寸法精度による不確かさを次式の分散より求める。

$$\left\{\frac{\partial \eta}{\partial r_0} \cdot \frac{u(r_0)}{\eta}\right\}^2 + \left\{\frac{\partial \eta}{\partial r_\mathrm{i}} \cdot \frac{u(r_\mathrm{i})}{\eta}\right\}^2 + \left\{\frac{\partial \eta}{\partial h_\mathrm{e}} \cdot \frac{u(h_\mathrm{e})}{\eta}\right\}^2 \qquad (3.4)$$

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

ここで、

$$\frac{\partial \eta}{\partial r_0} \cdot \frac{u(r_0)}{\eta} = \frac{2{r_i}^2 u(r_0)}{({r_0}^2 - {r_i}^2) r_0} \quad (3.5)$$

$$\frac{\partial \eta}{\partial r_i} \cdot \frac{u(r_i)}{\eta} = -\frac{2{r_0}^2 u(r_i)}{({r_0}^2 - {r_i}^2) r_i} \quad (3.6)$$

$$\frac{\partial \eta}{\partial h_e} \cdot \frac{u(h_e)}{\eta} = -\frac{u(h_e)}{h_e} \quad (3.7)$$

r_o、r_i 、h_eの測定値がそれぞれ、10.18 mm、9.38 mm、30.96 mm、r_o、r_iの標準不確かさをともに0.005 mm、h_eの標準不確かさを0.025 mm と見積もった。これらによる上式の算出結果から、幾何寸法精度による相対標準不確かさは次のように見積もられる。

$$\sqrt{(0.55\ \%)^2 + (0.71\ \%)^2 + (0.08\ \%)^2} = 0.90\ \%$$

３．５　試料採取による不確かさ

実測により求めた試料採取量と粘度測定値との関係から、試料採取量が粘度測定に与える不確かさを見積もった。結果は、0.34 % / g となった。このとき、試料採取量の標準不確かさを 0.2 g とすると、試料採取による相対標準不確かさは、0.07 %と見積もることができる。

３．６ 内外筒取り付けの再現性による不確かさ

試料温度の影響を十分に補正して、外筒の脱着を伴う繰り返し測定を行うと、トルク測定の不確かさを含んだ粘度測定値の実験標準偏差が得られる。これから、別途見積もることの出来るトルク測定の不確かさを差し引いて、内外筒取り付けによる不確かさを見積もった。測定結果から、0.03 %の測定の標準偏差が得られた、次項で得られるトルク測定の標準不確かさが 0.02 %であるので、外筒取り付けの再現性による粘度測定への相対寄与は、約 0.02 %と推定された。

３．７ トルク測定の直線性に関する不確かさ

トルク観測値τ_Mに対する比例係数δ、及び絶対値部分$u_{\tau S}$によりトルクの真値τ_0は次式によって表現される。

$$\tau_0 = \tau_M(1 \pm \delta) \pm u_{\tau S} \quad (3.9)$$

ここで、トルク測定感度とゼロ点の安定性が$u_{\tau S}$に属する。なお本装置の測定では、ゼロ点が不要な手法であり、絶対値部分$u_{\tau S}$はトルク測定感度のみとなる。

低粘度液体の粘度の連続測定の標準偏差から、トルク測定感度であるトルク測定の標準偏差が得られる。また、試料液体がニュートン性であるとの仮定からトルク測定のオフセットが求められる。オフセットの原因は不明であるので両者を加算してトルク測定の絶対値部分の不確かさ$u_{\tau S}$とする。実測の結果、オフセットの値は約1.5×10^{-8} Nm、トルク測定で得られた標準偏差は平均で5.4×10^{-9} Nm が得られており、これらから、$u_{\tau S}$ = 2.04×10^{-8} Nm となる。

幾何学的要因及び温度の影響を排除して充分なトルクが発生する状態で繰り返し測定を行い、85.15 mPa s の平均値に対して、0.0189 mPa s の標準偏差を得た。これにより、トルク測定の直線性に関する不確かさδ = 0.02 %と見積もることができる。

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

３．８ 温度設定による不確かさ

試料温度設定の不確かさu_θ に伴う粘度測定の不確かさへの寄与は、試料液体の粘度の相対温度係数$\delta\nu$を用いて$\delta\nu \times u_\theta$ により与えられる。

粘度標準液 JS1000 を一例として取り上げると、20 ℃ における粘度の相対温度係数は 7.6 % / ℃であり、温度測定の標準不確かさ(*k*=1)を 0.1 ℃と見積もれば、粘度測定への相対寄与は 0.76 %と見積もることができる。

３．９ 回転数による不確かさ

回転数 n の不確かさは充分に小さいとする。

３．１０ 粘度計校正の不確かさ

回転粘度計の校正は、$F = i / \eta\ n$ を測定し、装置定数 $C = 2\pi h_e r_i r_o f_D / F$ を求める。これは、通常の測定と同等であるので、常用参照標準である粘度標準液の標準不確かさに加えて、上述の3．4から3．8までの不確かさが、粘度計校正の不確かさの要因となる。 以上をまとめると次表のとおりとなり、粘度計校正の相対合成標準不確かさは、1.2 %、相対拡張不確かさ(*k*=2)は 2.4 %となった。

不確かさ要因	不確かさの相対寄与
常用参照標準の不確かさ	0.055 %
幾何形状の寸法精度による不確かさ	0.90 %
試料採取による不確かさ	0.07 %
内外筒取り付けの再現性による不確かさ	0.02 %
トルク測定の直線性に関する不確かさ	0.02 %
温度設定による不確かさ	0.76 %
相対合成標準不確かさ	1.2 %
相対拡張不確かさ(k=2)	2.4 %

(*) 粘度標準液 JS1000 の相対拡張不確かさ 0.11 %より、0.11/2 = 0.055 (%)として常用参照標準の相対標準不確かさ求めた。

３．１１ 粘度測定の不確かさ

トルク測定から求まる粘度値ηとその不確かさを(3.5)式に対応させて、測定した粘度値η_{meas} の比例部分を U、オフセット部分を $u_{\eta S}$ としてηは次式のように表現する。

$$\eta = \eta_{meas}(1 \pm U) \pm u_{\eta S}$$

これにより、測定の不確かさは、$\eta_{meas}\ U + u_{\eta S}$ となる。 $u_{\eta S}$ については、３．７で得られたトルク測定の感度 $u_{\tau S}$ = 2.04 ×10^{-8} Nm から、拡張不確かさ(*k*=2)として、(3.4)式より、$u_{\eta S} = 2\,u_{\tau S} f_S / (C f_D\, n)$と求められる。JS1000 のような中粘度域の測定においては、極端に低いずり速度でない限り、$u_{\eta S}$は不確かさ U に比べて無視できる。

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

3．10で求められた校正の不確かさのうち、常用参照標準の不確かさを除く3．4から3．8までの不確かさが測定の不確かさとなる。それらの相対合成標準不確かさ 1.2 % 及び校正の相対合成標準不確かさ 1.2 %を合成した 1.7 %が粘度測定の標準不確かさであり、相対拡張不確かさ(k=2)は 3.4 %となる。

4. 振動粘度計の校正における不確かさ評価事例

常用参照標準に粘度標準液を用いた振動粘度計の校正における不確かさの評価事例を示す。振動粘度計については振動の機構が異なる数種類の粘度計が市販されているが、ここでは音叉振動型および回転振動型の2つの粘度計についての事例を示す。振動粘度計は原理的に粘度×密度の値に比例したニュートン流体の粘性抵抗を検出するので、試料液体の粘度を求めるためには、測定実施時の温度における試料液体の密度値が必要となる。

４．１ 不確かさ要因

振動粘度計の不確かさの評価において、想定され得る要因として以下の点が挙げられる。

1） 常用参照標準である粘度標準液の不確かさ
- 粘度校正値の不確かさ
- 密度校正値の不確かさ
- 粘度補間式の適用に伴う不確かさ

2） 温度測定に関する不確かさ
- 温度計の校正における不確かさ
- 温度測定の不確かさ

3） 粘度計に関する不確かさ
- 直線性に関する不確かさ
- 繰り返し測定に関する不確かさ
- デジタル表示の丸めに対する不確かさ

4） 粘度計の操作に起因する不確かさ
- 校正方法
- 操作技術など

４．２ 不確かさ評価方法

振動粘度計が出力する粘度・密度の積の値に対して粘度標準液により校正する場合の不確かさ評価の例を示す。

４．２．１ 常用参照標準の不確かさ

粘度標準液の動粘度、粘度、および密度の校正値をν、η、ρとし、それぞれの標準不確かさをu_ν、u_η、u_ρとすると、常用参照標準の粘度･密度積$\eta \cdot \rho\,(=\nu\rho^2)$の相対標準不確かさ$u_{r\eta\rho}$は次式から求まる。

$$u_{r\eta\rho} = \sqrt{(\frac{u_\nu}{\nu})^2 + (\frac{2u_\rho}{\rho})^2} \qquad (4.1)$$

粘度標準液の校正証明書に記載されている粘度、密度の校正実施温度と異なる温度にて振動粘度計を校正する場合には、適切な粘度、密度の補間式を用いてその温度における粘度、密度値を校正

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

値とする場合が考えられる。この場合には補間式による不確かさu_{ri}も上述の不確かさに加わり、常用参照標準の不確かさ$u'_{r\eta\rho}$は次式で評価される。

$$u'_{\mathrm{r}\eta\rho}{}^2 = u_{\mathrm{r}\eta\rho}{}^2 + u_{\mathrm{r_i}}{}^2 \qquad (4.2)$$

粘度標準液の粘度、密度補間式については、JIS Z8809:2011 に記載されている式などを用いる。

４．２．２ 温度測定に関する不確かさ

温度測定に関する不確かさ$u_{\mathrm{r}\delta}$は、温度測定の標準不確かさu_θ、及び粘度標準液の粘度・密度積の相対温度係数$\delta(\eta\rho)$より次式により求まる。

$$u_{\mathrm{r}\delta} = \delta(\eta\rho)\cdot u_\theta \qquad (4.3)$$

ここで、温度測定の標準不確かさu_θは、温度計の不確かさ、温度計の読み取りに起因する表示値の丸めの不確かさ、繰り返し測定によって得られた温度の平均値の標準不確かさ、試料液体の温度分布と安定性などから推定する。

４．２．３ 粘度計に関する不確かさ

粘度計に関する不確かさu_{r_v}を次式により評価する。

$$u_{\mathrm{rv}}{}^2 = u_{\mathrm{rr}}{}^2 + u_{\mathrm{r_l}}{}^2 + u_{\mathrm{rd}}{}^2 \qquad (4.4)$$

ここで、$u_{\mathrm{r_r}}$は繰り返し性、$u_{\mathrm{r_l}}$は非直線性、u_{rd}はデジタル表示の丸めによる相対標準不確かさである。

繰り返し性の不確かさu_{rr}は、実測した実験標準偏差などから推定し、非直線性による不確かさ$u_{\mathrm{r_l}}$は、性能仕様などから推定する。デジタル表示の丸めによる不確かさu_{rd}は、デジタル表示の最小分解能を目量 d とすると、次式により求める。

$$u_{\mathrm{rd}} = \frac{d}{2\sqrt{3}\times\eta\rho} \qquad (4.5)$$

４．２．４ 粘度計の操作に起因する不確かさ

音叉型振動粘度計の校正時に適用される不確かさで、振動子を浸けた標準液の液面高さが粘度測定に与える影響による不確かさである。液面高さの再現性が粘度測定に与える相対寄与を、振動子を試料液体に浸ける操作を繰り返して得られる測定値の再現性として、H %以内であるとすると、この液面調整による相対標準不確かさ$u_{r_{\mathrm{h}}}$は次式で与えられる。

$$u_{\mathrm{rh}} = \frac{H}{100\sqrt{3}} \qquad (4.6)$$

４．２．５ 校正結果

以上の４．２．１から４．２．４より、相対合成標準不確かさは、$\sqrt{u_{\mathrm{r}\eta\rho}{}^2 + u_{\mathrm{r}\delta}{}^2 + u_{\mathrm{rv}}{}^2}$または$\sqrt{u_{\mathrm{r}\eta\rho}{}^2 + u_{\mathrm{r}\delta}{}^2 + u_{\mathrm{rv}}{}^2 + u_{\mathrm{rh}}{}^2}$であり、これに包含係数 k=2 を掛けることで拡張不確かさが求められる。

４．３ 音叉型振動粘度計の不確かさ評価事例

粘度計校正用標準液 JS 1000 を常用参照標準として用いた場合、及び、水を標準器として用いた場

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

合を例として、それぞれ 20 ℃における音叉型振動粘度計の校正についての事例を示す。

４．３．１ 常用参照標準の不確かさ

JS1000 の校正証明書に記載されている指定基準温度 20 ℃における動粘度及び粘度の校正結果は、それぞれ 1011.1 ± 1.0 mm^2/s、888.46 ± 0.98 mPa s であった。同温度の密度は、証明書の校正実施条件に記載されている結果 0.87879 ± 0.00044 g/cm^{3}を校正値に用いることとした。不確かさはいずれも拡張不確かさなので、(4. 1) 式より粘度・密度積の常用参照標準の相対合成標準不確かさ $u_{r\eta\rho}$は、

$$u_{r\eta\rho} = 100 \times \sqrt{\left(\frac{1.0/2}{1011.0}\right)^2 + \left(2 \times \frac{0.00044/2}{0.87879}\right)^2} = 0.07\ \%$$

校正用試料液体に水を用いる場合には、粘度の国際基準値(ISO/TR 3666(1998)−Viscosity of water)を校正に用いる。20 ° C、標準大気圧力下において、水の動粘度の絶対値は 1.0034 mm^2/s である。不確かさについては、細管式粘度校正装置を最上位とする標準体系においては、国際的合意に基づいて考慮しないこととする(第 1 分冊 : 粘度計校正用標準液の3. 3を参照)。また、同温度の密度は、試料として用いた純水の密度標準液の校正証明書に記載されている校正結果が 0.99821 ± 0.00003 g/cm^{3}であったので、20 ° C における水の粘度・密度積の値は、1.0034 ×(0.99821)^2 = 0.99981 $(\mathrm{mPa}\cdot s)\cdot(\mathrm{g/cm^3})$ となり、その相対標準不確かさは、密度の拡張不確かさを用いて次式より見積もることができる。

$$u_{r\eta\rho} = \sqrt{\left(\frac{2\cdot u_\rho}{\rho}\right)^2} = 100 \times \sqrt{\left(2 \times \frac{0.00003/2}{0.99821}\right)^2} = 0.003\ \%$$

４．３．２ 温度測定に関する不確かさ

各温度の校正値から決定された粘度、密度補間式を用いて算出された JS1000 の 20 ℃近傍における粘度・密度積 − 温度の計算結果から、粘度・密度積の相対温度係数$\delta(\eta\rho)$は、7.6 % / ℃であった。温度測定の標準不確かさu_θは 0.05 ℃であったので、(4. 3) 式より JS1000 の温度測定に関する相対標準不確かさ$u_{r\delta}$ は、次のように見積もられる。

$$u_{r\delta} = 7.6 \times 0.05 = 0.38\ \%$$

同様にして、水の場合には、粘度・密度積の相対温度係数$\delta(\eta\rho)$は、2.4 % / ℃であったことから、温度測定に関する不確かさ $u_{r\theta}$は、次のように見積もられる。

$$u_{r\delta} = 2.4 \times 0.05 = 0.12\ \%$$

４．３．３ 粘度計に関する不確かさ

測定の繰り返し性による相対標準不確かさu_{r_r}は、繰り返し測定の平均値の相対標準不確かさより、0.10 %であった。

非直線性による不確かさu_{r_l}は、性能仕様である測定値の 1.5 %を用いて次式より見積もった。

$$u_{r_l} = 1.5/\sqrt{3} = 0.87 \quad \%$$

デジタル表示の丸めによる不確かさu_{r_d}は、JS1000 の場合、デジタル表示の該当する測定レンジの最

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

小表示から目量は 1 $(\mathrm{mPa}\cdot s)\cdot(\mathrm{g/cm^3})$であることから、(4.5)式より次のように見積もられる。

$$u_{\mathrm{rd}} = 100/(2\sqrt{3}\times 888.46\times 0.87879) = 0.04 \quad \%$$

また水の場合は、最小表示が 0.01 $(\mathrm{mPa}\cdot s)\cdot(\mathrm{g/cm^3})$であるので、

$$u_{\mathrm{rd}} = 100\times 0.01/(2\sqrt{3}\times 1.0034\times 0.99821^2) = 0.29\,\%$$

以上から JS1000 の粘度計に関する不確かさu_{rv}は、

$$u_{\mathrm{rv}} = \sqrt{0.10^2 + 0.87^2 + 0.04^2} = 0.88\ \%$$

同様にして水の粘度計に関する不確かさu_{r_v}は、

$$u_{\mathrm{rv}} = \sqrt{0.10^2 + 0.87^2 + 0.29^2} = 0.92\ \%$$

４．３．４ 粘度計の操作に起因する不確かさ

JS1000 の液面調整による不確かさu_{r_h}は、振動子を試料液体に浸ける操作を繰り返して得られる測定値の再現性から $H = 0.5\,\%$から、(4.6)式より次のように見積もられる。

$$u_{\mathrm{rh}} = 0.5/\sqrt{3} = 0.29\ \%$$

４．３．５ 音叉振動型振動粘度計の校正結果

以上をまとめると JS1000 については次表のとおりで、相対合成標準不確かさは 1.0 %、拡張不確かさ(k=2)は 2.0 %となる。

不確かさ要因		測定値または校正値	標準不確かさ	不確かさの相対寄与
常用参照標準の不確かさ:$u_{\mathrm{r}\eta\rho}$				0.07%
	粘度標準液の動粘度の不確かさ:u_v	1011.1 $\mathrm{mm^2/s}$	1.0 $\mathrm{mm^2/s}$	
	粘度標準液の密度の不確かさ:u_ρ	0.87879 $\mathrm{g/cm^2}$	0.00044 $\mathrm{g/cm^2}$	
温度測定に関する不確かさ:$u_{\mathrm{r}\delta}$			0.05 ° C	0.38 %
粘度計に関する不確かさ:u_{rv}				0.87 %
	繰り返し性による不確かさ: u_{rr}		0.10 %	
	非直線性による不確かさ: u_{rl}		0.87 %	
	デジタル表示の丸めによる不確かさ: $u_{\mathrm{r_d}}$		0.04 %	
液面調整による不確かさ: u_{rh}				0.29 %
相対合成標準不確かさ				1.0 %
相対拡張不確かさ(k=2)				2.0 %

水についてまとめた結果が次表のとおりで、相対合成標準不確かさは 0.97 %、拡張不確かさ(k=2)は 1.9 %となる。

不確かさ要因	測定値または校正値	標準不確かさ	不確かさの相対寄与
常用参照標準の不確かさ:$u_{\mathrm{r}\eta\rho}$			0.003%

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

	粘度標準液の密度の不確かさ:u_ρ	0.99821 g/cm^2	0.00003 g/cm^2	
温度測定に関する不確かさ:$u_{r\delta}$			0.05 ° C	0.12 %
粘度計に関する不確かさ:u_{rv}				0.92 %
	繰り返し性による不確かさ: u_{rr}		0.10 %	
	非直線性による不確かさ: u_{rl}		0.87 %	
	デジタル表示の丸めによる不確かさ: u_{rd}		0.29 %	
液面調整による不確かさ: u_{rh}				0.29 %
相対合成標準不確かさ				1.0 %
相対拡張不確かさ(*k*=2)				2.0 %

４．４ 回転振動型振動粘度計の不確かさ評価事例

粘度標準液 JS 200 を常用参照標準として用いた粘度計の校正を 20 ℃にて行う事例を示す。

４．４．１ 常用参照標準の不確かさ

粘度標準液 JS200 の校正証明書に記載されている指定基準温度 20 ℃における動粘度及び粘度の校正結果は、それぞれ、200.98 ± 0.14 mm^2/s、173.57 ± 0.15 mPa s であった。同温度の密度は、証明書の校正実施条件に記載されている結果 0.86361 ± 0.000 43 g/cm^{3}を校正値に用いることとした。不確かさはいずれも拡張不確かさで、(4.1) 式より粘度・密度積の常用参照標準の合成標準不確かさ$u_{r\eta\rho}$は、

$$u_{r\eta\rho} = 100 \times \sqrt{\left(\frac{0.14/2}{200.98}\right)^2 + \left(2 \times \frac{0.00043/2}{0.86361}\right)^2} = 0.06 \quad \%$$

４．４．２ 温度測定に関する不確かさ

温度測定に用いた温度計の校正証明書に記載されている拡張不確かさは 50 mK (k=2) であった。使用する温度計のデジタル表示の最小分解能 0.01 ℃より、温度計読み取りの丸めによる標準不確かさは、$0.01/(2\sqrt{3})$ = 0.003 ℃となる。また、繰り返し測定によって得られた温度の平均値の標準不確かさは、0.005 ℃であった。以上から、温度測定の標準不確かさu_θは、

$$u_\theta = \sqrt{(0.05/2)^2 + 0.003^2 + 0.005^2} = 0.026 \ ^\circ\mathrm{C}$$

となる。

各温度の校正値から決定された粘度、密度補間式用いて算出された JS200 の 20 ℃近傍における粘度・密度積 − 温度の計算結果から、粘度・密度積の相対温度係数$\delta(\eta\rho)$は、6.3 % / ℃であった。以上の結果から、(4.3) 式より温度測定に関する相対標準不確かさ$u_{r\delta}$は、次のように見積もられる。

$$u_{r\delta} = 6.3 \times 0.026 = 0.16 \ \%$$

４．４．３ 粘度計に関する不確かさ

測定の繰り返し性による標準不確かさu_{r_r}は、繰り返し測定で得られた粘度・密度積の平均値の標準不確かさ 0.08 (mPa · *s*) · (g/cm^3)であったので、相対標準不確かさは、

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

$$u_{\mathrm{rr}} = 100 \times 0.08/(173.57 \times 0.86361) = 0.05\ \%$$

非直線性による不確かさu_{rl}は、性能仕様である測定値の 1 %を用いて次式より見積もった。

$$u_{\mathrm{rl}} = 1.0/\sqrt{3} = 0.58\ \%$$

デジタル表示の丸めによる不確かさu_{rd}は、デジタル表示の該当する測定レンジの最小表示から目量は 0.1 mPa · sであることから、(4. 5) 式より次のように見積もられる。

$$u_{\mathrm{rd}} = 100 \times 0.1/(2\sqrt{3} \times 173.57 \times 0.86361) = 0.02\ \ \%$$

以上から粘度計に関する不確かさu_{rv}は、

$$u_{\mathrm{rv}} = \sqrt{0.05^2 + 0.58^2 + 0.02^2} = 0.58\ \%$$

４．４．４ 回転振動型振動粘度計の校正結果

以上をまとめると次表のとおりとなる。合成標準不確かさは 0.6 %、拡張不確かさ(*k*=2)は 1.2 %となる。

不確かさ要因		測定値または校正値	標準不確かさ	不確かさの相対寄与
常用参照標準の不確かさ:$u_{\mathrm{r}\eta\rho}$				0.06 %
	粘度標準液の動粘度の不確かさ:u_{ν}	200.98 $\mathrm{mm^2/s}$	0.14 $\mathrm{mm^2/s}$	
	粘度標準液の密度の不確かさ:u_{ρ}	0.86361 $\mathrm{g/cm^2}$	0.00043 $\mathrm{g/cm^2}$	
温度測定に関する不確かさ:$u_{\mathrm{r}\delta}$				0.16 %
	温度計の不確かさ		0.025 ℃	
	温度計読み取りの丸めによる不確かさ		0.003 ℃	
	デジタル表示の丸めによる不確かさ		0.005 ℃	
粘度計に関する不確かさ:u_{rv}				0.58 %
	繰り返し性による不確かさ: u_{rr}		0.05 %	
	非直線性による不確かさ: u_{rl}		0.58 %	
	デジタル表示の丸めによる不確かさ: u_{rd}		0.02 %	
相対合成標準不確かさ				0.6 %
相対拡張不確かさ(*k*=2)				1.2 %

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。

今回の改正のポイントについて

〇組織改編に伴う名称の変更等

なお、本文中、主な改正箇所には下線を引いてあります。

以上

このファイルを複写したファイルや、このファイルから印刷した紙媒体は非管理文書です。