



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：

粘度計校正用標準液及び粘度計校正液

（第2版）

平成19年7月13日

独立行政法人製品評価技術基盤機構

認定センター

この指針に関する全ての著作権は、独立行政法人製品評価技術基盤機構に属します。この指針の全部又は一部転用は、電子的・機械的（転写）な方法を含め独立行政法人製品評価技術基盤機構認定センターの許可なしに利用することは出来ません。

発行所 独立行政法人 製品評価技術基盤機構
認定センター
住所 〒151-0066 東京都渋谷区西原2丁目49-10
TEL 03-3481-1921(代)
FAX 03-3481-1937
E-mail jcass@nite.go.jp
Home page <http://www.iajapan.nite.go.jp/iajapan/>

目 次

1. はじめに	
2. 細管式粘度校正装置による粘度標準液の動粘度校正における不確かさ評価事例	4
2.1 動粘度校正のモデル式	4
2.2 動粘度校正の不確かさ評価方法	6
2.2.1 粘度計定数の相対標準不確かさ	6
2.2.2 流出時間の相対標準不確かさ	6
2.2.3 試料の熱膨張に関する補正の標準不確かさ	6
2.2.4 粘度計管内の空気の密度に関する補正の標準不確かさ	7
2.2.5 粘度計の熱膨張に関する補正の標準不確かさ	8
2.2.6 試料の表面張力に関する補正の標準不確かさ	9
2.2.7 試料液体の動粘度の温度係数に係わる標準不確かさ	9
2.2.8 粘度標準液の校正結果	9
3 標準細管粘度計(U字管型)の校正における不確かさ評価事例	10
3.1 粘度計定数校正の不確かさ評価方法	10
3.2 粘度計定数校正の不確かさ評価事例	10
3.2.1 定数校正用試料の動粘度の相対標準不確かさ	10
3.2.2 流出時間の相対標準不確かさ	10
3.2.3 試料の熱膨張に関する補正の標準不確かさ	11
3.2.4 試料液体の動粘度の温度係数に係わる標準不確かさ	11
3.2.5 粘度計定数の校正結果	11

1. はじめに

このガイドは、粘度の校正結果の不確かさ評価について、JCSS 制度の粘度におけるいくつかの校正方法を対象としてその事例をまとめたものである。計量器等の区分に従い次のように二つに大別して分冊し、関連する幾つかの校正対象機器について校正の不確かさ評価の見積もり事例をまとめたものである。

- ・ 第1分冊(JCG206S11)：粘度計校正用標準液
(U字管型細管粘度計による粘度計校正用標準液の校正)
- ・ 第2分冊(JCG206S21)：粘度計
(ウベローデ型細管粘度計、回転粘度計、振動粘度計の校正)

本分冊においては、JCSS における粘度の校正方法の中でも、細管式粘度校正装置による粘度計校正用標準液（以下、「粘度標準液」という）の校正、及びそのために事前に必要となる細管式標準粘度計の粘度計定数校正に関して、校正方法と不確かさ評価の見積もりの事例について述べる。

なお、JCSS の粘度校正方法においては、水の粘度の国際基準値を基準に連鎖して校正されたU字管型標準細管粘度計群、及び試料液体の流出時間を測定するための特定標準器等へのトレーサビリティが確保された時間の計測器をまとめた計量器を細管式粘度校正装置と呼び、粘度標準液を校正する場合の常用参照標準となる。

細管粘度計には数多くのタイプがあるが、本ガイドではU字管型標準細管粘度計とウベローデ型の細管粘度計を例として取り上げ、それぞれ第1分冊と第2分冊において記述した。

第2分冊については粘度標準液を常用参照標準として用いた各粘度計の校正に関する不確かさ事例をまとめたものである。

なお、本ガイドは JCSS 制度における粘度標準液、粘度計の校正方法の全てを網羅したものではなく、また不確かさの見積もり方法についても各事例の方法に限られるものではない。

2. 細管式粘度校正装置による粘度標準液の動粘度校正における不確かさ評価事例

U字管型の標準細管粘度計を用いて粘度標準液の動粘度を校正する場合について、校正方法並びに不確かさの評価例を述べる。粘度標準液は「JIS Z8809:2000 粘度計校正用標準液」の記載内容に準拠した試料液体を想定する。

2.1 動粘度校正のモデル式

粘度計定数 K_n が校正された細管式標準粘度計を用いた粘度標準液の動粘度校正について、動粘度 ν は次の実験式から求められる。なお次式は運動エネルギーの補正が無視できる場合についての事例である。

$$\nu = K_n \cdot t_{ob} \cdot (1 - \varepsilon_f - \varepsilon_\rho + \varepsilon_e + \varepsilon_\sigma + \varepsilon_\delta) \quad (1.1)$$

ここで、 t_{ob} は実測した流出時間、 ε_f 、 ε_ρ 、 ε_e 、 ε_σ 、及び ε_δ の各補正項は、試料液体の動粘度測定時と粘度計への試料液体採取時や粘度計定数の校正時のあいだで各種の実施条件が異なることに起因する液中高さ変化に伴う t_{ob} への影響を考慮した補正であり、それぞれ、

$$\varepsilon_f = \frac{V_f}{\pi R_r^2 h} \left\{ \frac{\rho_f - \rho_m}{\rho_m} + 3\alpha(\Theta_f - \Theta_m) \right\} \quad : \text{試料液体の熱膨張に関する補正}$$

$$\varepsilon_\rho = \left(\frac{\rho_{\text{mair}}}{\rho_m} - \frac{\rho_{\text{c air}}}{\rho_c} \right) \quad : \text{粘度計管内の空気密度に関する補正}$$

$$\varepsilon_e = \alpha(\Theta_m - \Theta_c) \quad : \text{粘度計の熱膨張に関する補正}$$

$$\varepsilon_\sigma = \frac{\delta h_m - \delta h_c}{h} \quad : \text{試料液体の表面張力に関する補正}$$

である。また、校正結果を報告するための指定された基準温度を指定基準温度と呼ぶが、補正項 ε_δ は校正実施温度と指定基準温度が異なる場合に、試料液体の動粘度の温度係数を用いて指定基準温度での動粘度を求める補正で、次式で与えられる。

$$\varepsilon_\delta = \delta\nu(\Theta_m - \Theta_s)$$

また、

R_r	: 粘度計の下部試料ため容器の半径
V_f	: 粘度計の試料採取体積
h	: 粘度計の平均有効液中高さ
Θ_f	: 粘度計への試料液体採取時温度
Θ_m	: 動粘度測定時の温度
Θ_c	: 粘度計定数校正時の温度
Θ_s	: 動粘度測定または粘度計定数校正の指定基準温度
ρ_f	: 粘度計への試料液体採取時温度における密度
ρ_m	: 試料液体の動粘度測定時温度における密度
ρ_c	: 粘度計定数校正時温度における定数校正用試料液体の密度
$\rho_{\text{c air}}$: 粘度計定数校正時における温度 Θ_c での粘度計管内の空気密度
ρ_{mair}	: 動粘度測定時における温度 Θ_m での粘度計管内の空気密度
α	: 粘度計の線膨張係数
δh_m	: 動粘度測定時における試料液体の表面張力による見掛け上の液中高さの変化量
δh_c	: 粘度計定数校正時における校正に用いた試料液体の表面張力による見掛け上の

δv 液中高さの変化量
 : 試料液体の温度 Θ_s における動粘度の温度係数

2. 2 動粘度校正の不確かさ評価方法

(1. 1) 式における各種の補正をまとめて ε_n で表すと動粘度は次式で表現できる。

$$v_n = K_n \cdot t_{ob} \cdot (1 - \varepsilon_n) \quad (2.1)$$

このとき、動粘度校正における試料液体の動粘度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き次式で与えられる。

$$\left(\frac{u(v_n)}{v_n} \right)^2 \cong \left(\frac{u(K_n)}{K_n} \right)^2 + \left(\frac{u(t_{ob})}{t_{ob}} \right)^2 + u(\varepsilon_n)^2 \quad (2.2)$$

すなわち、求める動粘度の相対標準不確かさの要因は、粘度計定数の相対標準不確かさ、流下時間測定相対標準不確かさ、各種の補正の標準不確かさであり、それぞれ u_{rK} 、 u_{rtv} 、 $u(\varepsilon_f)$ 、 $u(\varepsilon_\rho)$ 、 $u(\varepsilon_e)$ 、 $u(\varepsilon_\sigma)$ 、及び $u(\varepsilon_\delta)$ （各補正の標準不確かさの添字は (1. 1) 式の各補正の添字に対応）とすると、粘度標準液の動粘度の校正における相対合成標準不確かさ u_{rv} は次式により与えられる。

$$u_{rv} \cong \sqrt{u_{rK}^2 + u_{rtv}^2 + u(\varepsilon_f)^2 + u(\varepsilon_\rho)^2 + u(\varepsilon_e)^2 + u(\varepsilon_\sigma)^2 + u(\varepsilon_\delta)^2} \quad (2.3)$$

上述の (1. 1) 式に基づく不確かさの算出方法として、例えば、(1. 1) 式の各入力量についての標準不確かさの見積もり値に基づき数学的手法によって (1. 1) 式の出力量の変化から感度係数並びに動粘度測定の不確かさの寄与を直接求める方法、あるいは、(2. 2) 式に従って次節で述べるように解析的な表現によって各項ごとに不確かさを見積もる方法がある。なお、(1. 1) 式の各入力量については独立であり相関は無いものとした。

具体的な見積もりについて、校正済みの標準細管粘度計を用いて、粘度標準液 JS50（温度 20 °C におけるおよその動粘度が 50 mm²/s）の動粘度校正を指定基準温度 20 °C として行う場合を例にとり次節にて示す。

2. 2. 1 粘度計定数の相対標準不確かさ

3 節で示したステップアップ法によりあらかじめ粘度計定数が約 0.02 mm²/s²、その相対標準不確かさが 0.023 % と決定された標準細管粘度計を用いて JS50 の動粘度校正を行ったので、粘度計定数の相対標準不確かさ u_{rK} は 0.023 % である。

2. 2. 2 流出時間の相対標準不確かさ

複数回（3 回以上）繰り返し実測した流出時間 t_{ob} の実験標準偏差から求める。その結果例として 0.000 43 % であった。

2. 2. 3 試料の熱膨張に関する補正の標準不確かさ

試料の熱膨張に関する補正の標準不確かさ $u(\varepsilon_f)$ は、式 (1.1) の ε_f における各測定量を ε_{fi} とした場合の標準不確かさ $u(\varepsilon_{fi})$ を用いて次式の分散から求まる。

$$u(\varepsilon_f)^2 = \sum_i (\partial \varepsilon_f / \partial \varepsilon_{fi})^2 \cdot u(\varepsilon_{fi})^2 \quad (2.4)$$

ε_f における各測定量、その結果及び標準不確かさの見積もり方法については次の通り。

測定量	測定値	(相対)標準不確かさ	不確かさ見積りについて
・測時球体積 V	2.93 cm ³	0.01 cm ³	: 粘度計に採取した試料の質量測定の不確かさ及び水の密度の国際推奨値の不確かさから推定した。
・試料採取体積 V_f	10.80 cm ³	0.03 cm ³	: 粘度計に採取した試料の質量の不確かさ及び水の密度の国際推奨値の不確かさから推定した。
・平均有効液中高さ h	41.4 cm	0.01 cm	: カセットメータの読みとり値の再現性より測定不確かさを推定した。
・円筒部メニスカス上昇量 Δh	0.428 cm	0.01 cm	: カセットメータの読みとり値の再現性より測定不確かさを推定した。
・試料採取温度 Θ_f	24.4 °C	0.1 °C	: 測温に用いた温度センサーについて、校正された標準白金抵抗温度計と恒温槽を用いた比較校正により推定した。
・動粘度測定時温度 Θ_m	20.000 °C	3 mK	: 使用した標準白金抵抗温度計の校正不確かさ、測温ブリッジの抵抗比測定の不確かさ、温槽内液体温度の均一性の安定性などから推定する。
・粘度計の線膨張係数 α	$3.2 \times 10^{-6} / K$	$0.5 \times 10^{-6} / K$: 硬質ガラスの文献値より推定した。
・JS50 の密度(試料採取時) ρ_f	0.84519 g/cm ³	0.025%	: ピクノメータ測定 of 相対標準不確かさ
・JS50 の密度(動粘度測定時) ρ_m	0.84793 g/cm ³	0.025%	: ピクノメータ測定 of 相対標準不確かさ

ここで、 ε_f における円筒部半径 R_r は、粘度計内の測時球の上下に記された標線間について試料液面を移動させたときの下部試料溜容器の円筒部メニスカス上昇量 Δh 及び測時球体積 V を用いて $R_r^2 = V / (\pi \cdot \Delta h)$ から求める。このとき、

$$\varepsilon_f = (V_f \cdot \Delta h / V \cdot h) \{ (\rho_f / \rho_m) - 1 + 3\alpha(\Theta_f - \Theta_m) \} \quad (2.5)$$

(2.5) 式について (2.4) 式に従い $u(\varepsilon_f)$ を導出し各量を入力し算出した結果、試料の熱膨張に関する補正の標準不確かさ $u(\varepsilon_f)$ は、0.0015% であった。

2. 2. 4 粘度計管内の空気の密度に関する補正の標準不確かさ

粘度計管内の空気の密度に関する補正の標準不確かさ $u(\varepsilon_\rho)$ は、(2.3)式と同様に、(1.1)式の ε_ρ から導出される次式の分散から求まる。

$$u(\varepsilon_\rho)^2 = \left(u(\rho_{\text{mair}})^2 + (\rho_{\text{mair}} \cdot u(\rho_m) / \rho_m)^2 \right) / \rho_m^2 + \left(u(\rho_{\text{cair}})^2 + (\rho_{\text{cair}} \cdot u(\rho_c) / \rho_c)^2 \right) / \rho_c^2 \quad (2.6)$$

ε_ρ における各測定量、その結果及び標準不確かさの見積もり方法については次の通り。

測定量	測定値	(相対)標準不確かさ	不確かさ見積について
・空気密度 ρ_{mair} (動粘度測定時)	0.001 19 g/cm ³	0.000 01g/cm ³	: 環境用温湿度計による空気湿度測定の不確かさ、大気圧計による空気圧力測定の不確かさ、動粘度測定時温度 θ_m の不確かさ、周囲空気の均一性、CIPM 推奨式の不確かさ等から推定する。
・空気密度 ρ_{cair} (定数校正時)	0.001 19 g/cm ³	0.000 01 g/cm ³	: 同上 : 同上
・JS50 の密度 ρ_f (試料採取時)	0.845 19 g/cm ³	0.025 %	: ピクノメータ測定 of 相対標準不確かさ
・JS50 の密度 ρ_m (動粘度測定時)	0.847 93 g/cm ³	0.025 %	: ピクノメータ測定 of 相対標準不確かさ

以上の各量を (2.6) 式に入力して求めた $u(\varepsilon_\rho)$ は、0.0017 % であった。

2. 2. 5 粘度計の熱膨張に関する補正の標準不確かさ

粘度計の熱膨張に関する補正の標準不確かさ $u(\varepsilon_c)$ は、(1.1)式の ε_c から導出される次式の分散より求まる。

$$u(\varepsilon_c)^2 = ((\theta_m - \theta_c) \cdot u(\alpha))^2 + \alpha^2 (u(\theta_m)^2 + u(\theta_c)^2) \quad (2.7)$$

ε_c における各測定量、その結果及び標準不確かさの見積もり方法については次の通り。

測定量	測定値	標準不確かさ	不確かさ見積について
-----	-----	--------	------------

・粘度計の線膨張係数 α	$3.2 \times 10^{-6} / \text{K}$	$0.5 \times 10^{-6} / \text{K}$: 前述のとおり
・動粘度測定時温度 Θ_m	20.000 °C	3 mK	: 前述のとおり
・定数校正時温度 Θ_c	19.992 °C	3 mK	: 前述のとおり

以上の各量を (2.7) 式に入力して求めた $u(\varepsilon_c)$ は、 $1.4 \times 10^{-6} \%$ であった。

2. 2. 6 試料の表面張力に関する補正の標準不確かさ

試料の表面張力に関する補正の標準不確かさ $u(\varepsilon_\sigma)$ は、(1.1) 式の ε_σ から導出される次式の分散で表される。

$$u(\varepsilon_\sigma)^2 = (u(\delta h_m - \delta h_c)/h)^2 + ((\delta h_m - \delta h_c) \cdot u(h)/h^2)^2 \quad (2.8)$$

粘度計定数校正時に使用した試料液体表面張力と定数決定された粘度計を用いた動粘度測定を行うときの試料液体の表面張力の差が大きい場合には本補正を適用する。3節の水の粘度を基準としたステップアップ法による粘度計定数校正において、蒸留水により定数決定された粘度計を用いて粘度標準液の動粘度測定を行う場合がこれに当たる。この場合には (2.8) 式の $\delta h_m - \delta h_c$ は、細管の長さのみが異なる一対の標準粘度計を用いて実験的に求めることができる。

粘度標準液により定数が決定済みの粘度計を使用して粘度標準液の動粘度測定を行う場合には、両試料液体の表面張力は同程度であるため、通常、本補正は無視できる。

2. 2. 7 試料液体の動粘度の温度係数に係わる標準不確かさ

補正 ε_δ に関連した試料液体動粘度の温度係数に係わる標準不確かさ $u(\varepsilon_\delta)$ は、(1.1) 式の ε_δ から導出される次式の分散により求まる。

$$u(\varepsilon_\delta)^2 = (\partial \varepsilon_\delta / \partial \Theta_m)^2 \cdot u(\Theta_m)^2 = \delta v^2 \cdot u(\Theta_m)^2 \quad (2.9)$$

動粘度測定時温度の標準不確かさ $u(\Theta_m)$ が 3 mK、JS50 の指定基準温度 20 °C での動粘度の温度係数は 5.1 %/K であることから、 $u(\varepsilon_\delta)$ は、 $0.003 \text{ K} \times 5.1 \text{ \%}/\text{K} = 0.015 \%$ となる。

2. 2. 8 粘度標準液の校正結果

以上の 2. 2. 1 ~ 2. 2. 7 の結果から粘度標準液の動粘度校正についての相対合成標準不確かさ u_{rv} は (2.3) 式から次の通りになる。

$$\sqrt{(0.023\%)^2 + (0.00043\%)^2 + (0.0015\%)^2 + (0.0017\%)^2 + (0.0000014\%)^2 + (0.015\%)^2} = 0.028 \%$$

通常の動粘度校正時には測定温槽内に 2 本を 1 組とした細管粘度計をセットして測定を行う。この場合には両者の結果の平均値を動粘度の校正結果とする。それぞれの不確かさを u_{rv1} 、 u_{rv2} とすると、校

正值の相対標準不確かさは $\sqrt{(u_{rv1})^2 + u_{rv1}^2}/2}$ として算出される。この結果に対して、校正結果として包含係数($k=2$)を乗じた拡張不確かさが報告される。

3. 標準細管粘度計（U字管型）の校正における不確かさ評価事例

3. 1 粘度計定数校正の不確かさ評価方法

水の粘度の国際基準値は 20 °C、標準大気圧力下において、動粘度の絶対値が $1.0034 \text{ mm}^2/\text{s}$ である(ISO/TR 3666(1998)-Viscosity of water)。この値を基準に1段目として、対応する粘度計の粘度計定数校正とそれを用いたより高粘度の粘度標準液の動粘度校正を多段階に高粘度側へと連鎖させて粘度計群の校正を行う方法をステップアップ法と呼ぶ。この方法により定数決定する中で、 n 段目に定数決定された粘度計の粘度計定数 K_n は、(2.1)式における動粘度 ν_n を前段のステップにおける粘度計により決定された動粘度値であるので ν_{n-1} と表記し直すことで、次式により表される。

$$K_n = \nu_{n-1} / [t_{\text{nob}} \cdot (1 - \varepsilon_f + \varepsilon_\delta)] \quad (3.1)$$

ここで、粘度計定数校正時に実測される流出時間に施される補正は、試料液体の熱膨張に関する補正、及び測定温度の指定基準温度からのずれによる試料液体動粘度の温度係数に関する補正である。

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

$$(u(K_n)/K_n)^2 \cong (u(\nu_{n-1})/\nu_{n-1})^2 + (u(t_{\text{nob}})/t_{\text{nob}})^2 + u(\varepsilon_f)^2 + u(\varepsilon_\delta)^2 \quad (3.2)$$

すなわち、定数校正における不確かさの要因は、定数校正用試料の動粘度の相対標準不確かさ u_{rv} 、流下時間測定の相対標準不確かさ u_{rvt} 、各種補正の標準不確かさ $u(\varepsilon_f)$ 、 $u(\varepsilon_\delta)$ が主な要因であり、粘度計定数校正における相対合成標準不確かさ u_{rK} は次式により与えられる。

$$u_{rK} = \sqrt{u_{rv}^2 + u_{rvt}^2 + u(\varepsilon_f)^2 + u(\varepsilon_\delta)^2} \quad (3.3)$$

ここで、1段目のステップにおける校正で、校正用試料液体が水(蒸留水)の場合、水の動粘度の国際基準値の不確かさ u_{rv} は、国際的合意に基づいて考慮しない(ゼロにする)。

3. 2 粘度計定数校正の不確かさ評価事例

前段の粘度計を用いて校正済みの動粘度 $10.097 \text{ mm}^2/\text{s}$ 、相対標準不確かさが 0.021% である粘度標準液 JS10 を用いた、指定基準温度 20 °C における粘度計の粘度計定数校正を具体的な事例として取り上げる。

3. 2. 1 定数校正用試料の動粘度の相対標準不確かさ

2節で示した方法により前段のステップにおける粘度計を用いて定数校正用試料の動粘度の相対標準不確かさ u_{rv} があらかじめ決定されており、 0.021% であった。

3. 2. 2 流出時間の相対標準不確かさ

複数回(3回以上)繰り返し実測した流出時間 t_{ob} の実験標準偏差の結果から u_{rv} を求める。その結果例として0.00093%であった。

3. 2. 3 試料の熱膨張に関する補正の標準不確かさ

2. 2. 3節で示したとおり同様に求める。その結果として0.0016%であった。

3. 2. 4 試料液体の動粘度の温度係数に係わる標準不確かさ

2. 2. 7節で示したとおり同様に求める。温度測定 of 標準不確かさ $u(\Theta_m)$ が3 mK、粘度標準液 JS10 の指定基準温度 20 °C での動粘度の温度係数が 3.3 %/K であることから $u(\varepsilon_\delta)$ は、

$$0.003 \times 3.3 = 0.0099 \%$$

3. 2. 5 粘度計定数の校正結果

以上の3. 2. 1 ~ 3. 2. 4の結果から粘度計定数校正についての相対合成標準不確かさ u_{rK} は(3.3)式により次の通りになる。

$$\sqrt{(0.021\%)^2 + (0.00093\%)^2 + (0.0016\%)^2 + (0.0099\%)^2} = 0.023 \%$$