

潤滑油の粘度測定における 新しい測定法、音叉型振動式粘度計の適用

(株)エー・アンド・デイ 販売促進部
金山 勝喜

1. はじめに

粘度の測定法には古くから細管式粘度計などいくつかの測定手法があるが最近、粘度測定の標準機器として細管式粘度計とともにJCSS(Japan Calibration Service System)の校正対象機器として認められ登録された粘度計の一つに音叉型振動式粘度計がある¹⁾²⁾。本稿ではこの音叉型振動式粘度計SVシリーズを用いて潤滑油の粘度測定を行い、それと細管式粘度計で得られた結果との相関関係を比較検討した。またこの音叉型振動式粘度計は潤滑油の添加剤として用いられる非イオン系界面活性剤の曇点を精度よく安定して測定することが可能で、本報ではこれらの評価結果を中心に音叉型振動式粘度計の特長とともに報告する。

潤滑油の主な機能は、しゅう動部などの摩擦面に油膜を形成し、摩擦・摩耗の軽減や焼付きの防止、摩擦により生じた熱の冷却、また発生したスラッジなどの分散作用や汚れの除去作用、不純物や水の浸入を防ぐ密封作用、そして油膜で酸素や水を遮断する防錆作用など数多くの働きがある。したがって、潤滑油には基油成分と各種の機能を付与する目的で、酸化防止剤、油性剤、摩耗防止剤、極圧添加剤、さび止め剤、腐食防止剤、清浄分散剤、あわ消し剤などの各種添加剤がその用途に合致するよう混合されている。

一般的に潤滑油はその固有の粘度に対応する潤滑条件下で用いられることから、まず「粘度が適切であるか」が多くの場合は問題であり、適切な粘度であればほとんどその役割を果たすことができ、最も重要な物理性状といえる。通常、潤滑油に用いられる鉱油系基油は、温度の低下にともない粘度が高くなりその結果、潤滑面における摩擦力が上昇することとなり、逆に温度の上昇とともに粘度は低下し、油膜が減少するため摩耗の増大などの問題がある。これら潤滑油基油の持つ粘度－温度特性を示す数値としては粘度指数がある。高級潤滑油には、合成潤滑油や水素化分解などによる改質潤滑油のような高い粘度指数を有する基油が用いられる場合と、一般の高度精製基油に粘度指数向上を目的に粘度指数向上剤(高分子ポリマー)を配合したものが使用されている。このうち、粘度指数向上剤を配合した潤滑油は機械・装置の運転とともに、配合されている添加剤が機械的な応力を受けてせん断され、その結果粘度が低下し潤滑性への影響につながるため、使用中の粘度変化を把握することが重要である。

これら潤滑油の粘度(または動粘度)の把握には、一般的に JIS K2283 3.3 動粘度試験器(1)に規定されるガラス毛细管式粘度計を用いて測定されている。この毛细管式粘度計は優れた測定法であるが、測定に際し試料温度の正確性とその維持など測定までに時間がかかることや、粘度管の洗浄が煩雑であることなど測定にかかる所用時間が長いこと、さらに試料油温度を連続的に変化させた場合などの粘度測定は不可能である。

そこで、簡便な測定操作と洗浄などのメンテナンス性に優れるとともに、従来法では測定不可能であった試料油の温度変化と粘度の連続的な関係を、リアルタイムに測定することができる新しい粘度測定法として「音叉型振動式粘度計」を開発したので紹介する。また、本装置の適用例として各種潤滑油製品の粘度、潤滑油に用いられる非イオン系界面活性剤の曇点(くもり点)についての測定例を紹介する。

* 株式会社エー・アンド・デイ (〒170-0013 東京都豊島区東池袋 3-23-14)

A&D Company, Limited (3-23-14, Higashi-Ikebukuro, Toshima-ku, Tokyo, 170-0013, JAPAN)

2. 音叉型振動式粘度計の測定理論

本稿で紹介する粘度計 SV シリーズは試料中に置かれた振動子を正弦振動させることにより測定する、音叉型振動式粘度計 *Sine-wave Vibro Viscometer* で、写真1のように粘度計測部と表示部およびパソコンへのデータ通信ソフトウェアで構成されている。粘度検出部は図1に示すように、先端に感応板(振動子)を取りつけた一对の板ばねを電磁駆動部により一定の振動数および振幅でそれぞれ逆位相に共振振動させ、感応板と試料との間に生じる粘性抵抗の相違を加振力である駆動電流の変化として検出し、その駆動電流と粘性抵抗との比例関係を利用して試料の粘度を連続的に求めるものである。また中央部にある温度センサにより、粘度と温度との同時測定ができる特長がある。

自由振動系では抵抗によるエネルギーの損失のためにその振動振幅が減衰するが、外部より加振力を与え続ければ一定の振幅をもった強制振動を継続することができる。一般に加振力 $F = F_0 \sin \omega t$ の作用下にある一自由度の粘性減衰強制振動系では(1)式のような運動方程式で表すことができる。

$$F = m \frac{d^2x}{dt^2} + c \frac{dx}{dt} + Kx \quad (1)$$

ここで右辺の第1項は振動の慣性力、第2項は粘性減衰力、第3項はばねの復元力、共振振動系のために慣性力と復元力とは互いに等しく打ち消し合い、強制振動を与える限り(2)式に示すように粘性抵抗に応じた振幅値で振動する。

$$x = \frac{F}{c \omega_n} \quad (2)$$

(F は加振力、 x は振幅値、 ω_n は検出系の固有振動数、 c は粘性減衰係数)

したがって、検出系の固有振動数と等しい振動数で感応板を振動させ、さらに一定の振幅値で共振振動させた場合、加振力と粘性減衰係数とは比例関係にある。このように音叉型振動式粘度計 SV シリーズの検出系振動特性は一自由度の粘性減衰振動系として高い再現性があり、上述のように粘性減衰係数の相違を感応板の駆動電流の差として表すことができる。

3. 音叉型振動式粘度計の特長と仕様

粘度計の測定方式として従来より毛細管式や回転式、回転振動式などがあるが、新しい測定法である音叉型振動式粘度計 SV シリーズにはこれらの従来法に加えて以下のような特長がある。

- ①試料の粘度や温度変化にリアルタイムに応答し、温度と粘度との相関関係が測定できる。その理由は、振動系に慣性力が作用しないことと、試料に接する感応板の表面積が小さくしたがって熱容量が小さいからである。さらに、試料容器の周囲に、温度制御用の循環水ジャケットを用いて試料の温度を一定に維持したり、温度を連続的に変化させたりすることができる。
- ②粘度の測定範囲は沸騰水の粘度である $0.3\text{mPa}\cdot\text{s}$ 付近の低粘度領域から高粘度領域の $100\text{Pa}\cdot\text{s}$ まで広く、測定範囲においてセンサである感応板を交換することなく連続的に測定することができる。
- ③測定値の再現性は1%で、非常に安定した粘度測定と高い再現性を有する。
- ④付属のパソコン通信ソフトを用いることにより、測定中の粘度と温度との変化過程をリアルタイムに確認することができる。そして、その測定結果をデータファイルとして収録することができる。また、長時間にわたる測定においても、測定データをパソコンに収録して残すことができるので、後になっても測定中の経過時間や温度に対する粘度の解析が容易に行える。



写真1. 音叉形振動式粘度計

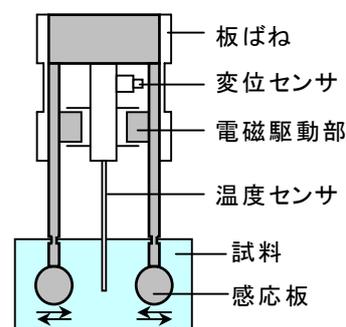


図1. 粘度検出部の機構

- ⑤感応板の振動振幅は 0.4mm 以下と微小で、また振動数も 30Hz と低い振動数であることから、試料の組織を変形または破壊することなく測定することができる。また、一对の感応板が互いに逆位相に振動することから、攪拌中や流動状態の試料を測定することを可能にし、潤滑油などの製造ラインにおける連続測定を可能にした。
- ⑥粘度測定の手操作は非常に簡便で、測定者に特別な熟練を必要としないで精度良くかつ短時間に粘度測定することができる。また測定部がシンプルな構造で設計されていることから、洗浄などのメンテナンスや日常管理が容易にできる。このことは研究開発部門のみならず生産ラインや品質管理などの現場において短時間に、低コストに、なおかつ製品の妥当性が確認でき測定結果の管理を行うことができる。

ここまで述べたように、音叉型振動式粘度計 SV シリーズには従来の粘度計にはない多くの有用な特長があり、その概略的な仕様を表 1 に示した。

表 1. 音叉型粘度計 SV シリーズの概略仕様

	SV-10	SV-100
測定方式	SV 型 (音叉型振動方式)、固有振動数 30Hz	
粘度測定範囲	0.3mPa・s～10Pa・s	1Pa・s～100Pa・s
粘度測定再現性	1%	
試料量	35ml～45ml (10ml 容器オプション)	
温度測定範囲	0～160℃ (分解能 0.1℃)	
通信機能	RS-232C 標準装備	
外形寸法	332W×314D×536H (mm)、約 5kg (計測部)	

4. 潤滑油の粘度測定

音叉型振動式粘度計 SV-10 を用いて、代表的な潤滑油の粘度を測定した。測定例を示すとともに、粘度と温度との連続的な相関関係についても実験的に検証したので以下に述べる。

4.1 測定試料

測定した試料は、市場で販売されている潤滑油で、以下の 4 種類とした。

- ①高級ガソリンエンジン油 (SJ級)
- ②一般ディーゼルエンジン油 (SD級)
- ③高級 ATF 油 (トルクコンバータ油)
- ④一般油圧作動油

4.2 測定方法

粘度測定において、写真 2 に示すように粘度計は RS-232C を介してパーソナルコンピュータ (PC) に接続され、付属のデータ通信ソフト *WinCT-Viscosity* を用いて PC の画面上に測定中の経過をリアルタイムに表示、観察しながら測定を行った。

粘度測定の手順は、

- (1) ビーカーに試料を約 150ml と攪拌用回転子を入れ、写真 3 のようにホットスターラの上セットする。
- (2) 粘度計のセンサユニット部 (ヘッド) を移動させ、感応板 (振動子) を所定の位置に固定する。
- (3) 室温にて粘度測定を開始し、測定系の異常の有無を調べるため、約 3 分間粘度を測定する。
- (4) スターラを回転させ、試料液面が目視で振動を認めない程度に試料を穏やかに攪拌し、その後ヒーターを入れ、試料油温を約 110℃になるまで加温しながら粘度を測定する。
- (5) 試料の温度が約 110℃になったらヒーターを切り、その後室温下に自然放置して約 30℃になるまで自然冷却をしながら粘度測定を続ける。

4 種類の潤滑油でそれぞれ (1)～(5) の操作を緩やかに攪拌しながら試料温度を室温 25℃→110℃→約 30℃と連続的に変化させ、加温→冷却といった温度履歴を試料に与えながら粘度測定を行った。この時、攪拌を行わないと加温時の熱エネルギーが試料底面の一方向から限局的に加わり、試料中に温

度勾配が発生するため、試料油温度の均一化のため試料は緩やかに攪拌する必要がある。測定中の試料粘度および温度は PC に RS-232C を介し、データサンプリング間隔を 1 回/5 秒として取り込み保存した。また、4 種類の潤滑油すべての粘度測定が終了するまで試料油の攪拌条件は同一とした(スターラ回転数相対ダイヤル位置を変えないで測定)。

ホットスターラを利用しない別の方法として、写真 4 に示すような温度制御用の循環水ジャケットを用いて、これを市販されている循環式の恒温水槽に接続させることで、試料温度を任意に制御することができる。この方法は、試料容器の上面を除いてほぼ全方向から試料に熱エネルギーが加わるために、試料を攪拌する必要がない場合が多く、また試料量も 10ml 程度の少量で済ますことができる。



写真 2. 粘度測定全景

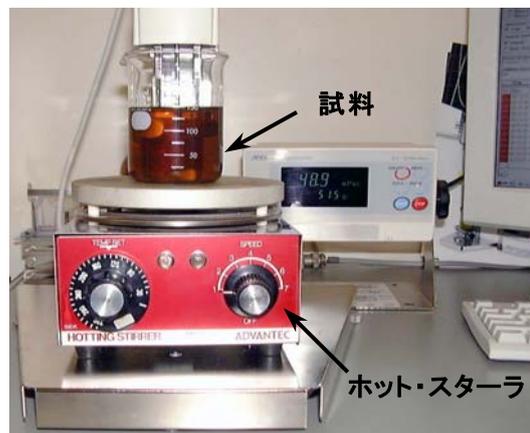


写真 3. 粘度測定部



写真 4. 試料の温度制御用の循環水ジャケット

4.3 測定結果および考案

4 種類の潤滑油について、加温および冷却過程において 40℃と 100℃の時点における粘度値(粘度計表示値)を表 2 に示した。表 2 に示すように、それぞれの潤滑油において 40℃および 100℃の時点での粘度値は、加温過程と冷却過程ではほぼ差がなかった。また 40℃と 100℃の粘度測定結果は、4 種類の潤滑油でそれぞれ異なり、種類の異なる潤滑油間の個体差を定量的に識別できることが示された。

表 2. 試料潤滑油の粘度測定値(粘度計表示値)

SV-10粘度測定値(mPa・s)	40℃			100℃		
	加温時	冷却時	平均値	加温時	冷却時	平均値
高級ガソリンエンジン油	49.5	48.8	49.2	8.11	8.17	8.14
ディーゼルエンジン油(一般品)	85.1	83.2	84.2	9.32	9.37	9.35
高級ATF油(トルクコンバータ油)	21.3	21.3	21.3	5.11	5.34	5.23
油圧作動油(一般品)	39.2	38.5	38.9	5.56	5.80	5.68

音叉型振動式粘度計の表示粘度はその測定理論上、試料の粘度と密度の積の関数として表示され、本稿で用いた装置では実用上の簡便さを考慮して密度を 1.00 として設計されている。よって、試料の密度が異なる場合は密度の補正が必要で、表示粘度を試料の密度で除算することで補正される。動粘度を求めるには、物理学的定義に基づいて密度補正された粘度値を密度で除することで求めることができる。

表3には、JIS K2283 により測定した動粘度および粘度指数と、音叉型振動式粘度計 SV-10 で測定された結果を用いて動粘度に換算した結果、およびこれらより計算した粘度指数を示した。この結果、音叉型振動式粘度計 SV-10 から得られた動粘度の計算値は、JIS 法で測定された結果に比べて約 10%程度高値であった。また粘度指数についても同様な結果であった。

表3 試料油の動粘度および粘度指数

	動粘度(JIS K2283)			振動式粘度計の計算動粘度		
	40℃	100℃	粘度指数	40℃	100℃	粘度指数
高級エンジン油	62.55	10.55	157	68.66	12.54	183
ディーゼルエンジン油(一般品)	96.63	11.05	99	109.47	13.30	114
高級ATF油	28.17	7.035	226	30.45	8.252	270
油圧作動油(一般品)	45.80	6.881	106	53.10	8.514	126

音叉型振動式粘度計と JIS 法とではそれぞれの測定理論や方法が異なるために、両者の結果は完全には一致しなかったが、その原因の一つには測定時における潤滑油に対するシェアレイトの差異などが挙げられる。

しかし、図 2 に示したように、両測定法間で得られた結果の相関関係は相関係数で $r=0.9995$ と非常に良好であり、両者の定量的な相関関係を把握することにより、従来法で行っていた粘性の管理を本粘度計に置き換えることが十分可能であることが示唆された。さらに音叉型振動式粘度計 SV-10 は瞬時にその温度に対応する粘度が簡便に測定できることなどを考慮すると、潤滑油製造時の粘度管理に用いることにより迅速な対応ができる可能性が大きくその有用性は高いと考えられる。

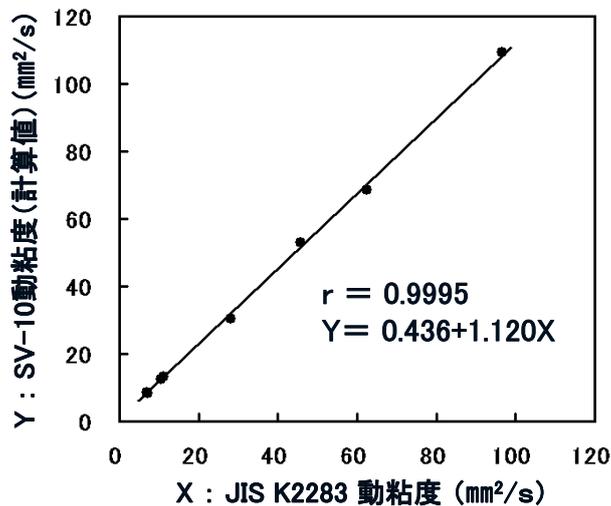


図 2.音叉型振動式粘度計 SV-10 と JIS K2283 法との動粘度の相関関係

次に、粘度計に付属されているパソコン通信ソフト *WinCT-Viscosity* を用いて、それぞれの潤滑油の連続的な温度変化に対する粘度の挙動を図 3a、図 3b から図 6a、図 6b に示した。

図 3a、図 3b は高級ガソリンエンジン油を緩やかに攪拌しながら、25℃の室温から 110℃まで加温し、その後再び室温付近の 30℃まで自然冷却させた時の粘度－温度関係を示した。左側の図 3a は横軸に経過時間、縦軸左に粘度、縦軸右に温度を示した。図より明らかなように、温度変化の過程は凸状を示し、加温→冷却過程を示しており、粘度の変化は逆に凹状を示している。右側の図 3b は温度を横軸、粘度を縦軸にとり、粘度－温度相関関係を示した図で、粘度と温度とは連続的にかつ非線形的に逆相関していることが分かる。また加温過程での測定結果と冷却過程の結果がほぼ同一の挙動を示すことが分かった。このことから、高級ガソリンエンジン油の場合、どのような温度負荷条件であっても同じ温度に対する試料の粘度が同値を示すことが確認できた。

同様に、図 4a、図 4b にディーゼルエンジン油（一般品）、図 5a、図 5b に高級トルクコンバータ油（ATF 油）、図 6a、図 6b に油圧作動油（一般品）の粘度－温度測定結果および相関関係を示した。いずれの結果も前述の高級ガソリンエンジン油の結果と同様であり、添加剤種や、基油組成の影響はなく、純粋に粘性を示す物性値として利用できることが分かった。

本稿において初めて潤滑油の粘度と温度との連続的な相関関係を明らかにする目的から、ホットスターを用いて攪拌、加温しながら粘度測定を行ったが、その結果、加温および冷却過程のどちらの方向から温度を変化させても、同一温度に対する潤滑油の粘度は等しく、また音叉型振動式粘度計の測定再現性が非常に良好であることが示された。このことから、潤滑油の粘度を評価する代表的な温度として、40℃と 100℃の 2 ポイントにおいて粘度を測定する場合、写真 4 で示したような温度制御用の循環水ジャケットを用いることで、より少ない試料量と短い測定時間で粘度を測定することが可能であることが分かった。

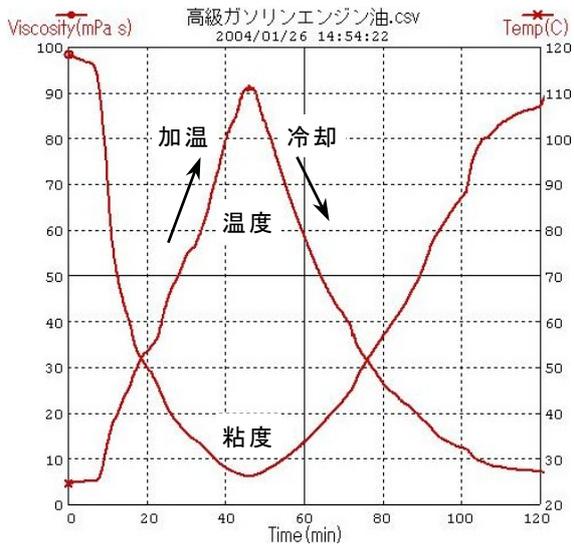


図 3a.高級ガソリンエンジン油の温度変化に対する粘度の変化(経時変化)

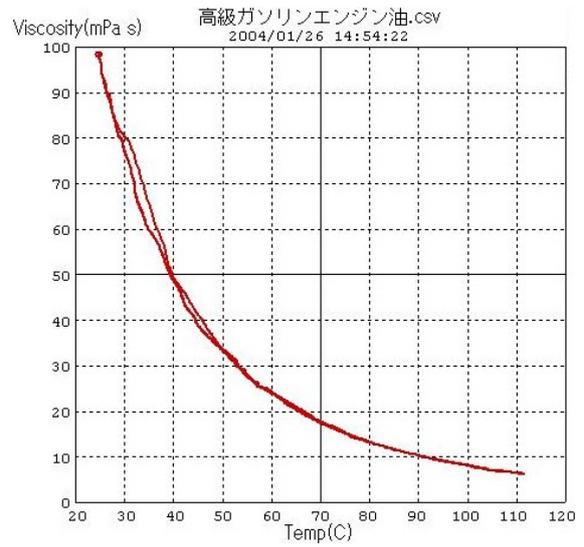


図 3b.高級ガソリンエンジン油の温度と粘度との相関関係

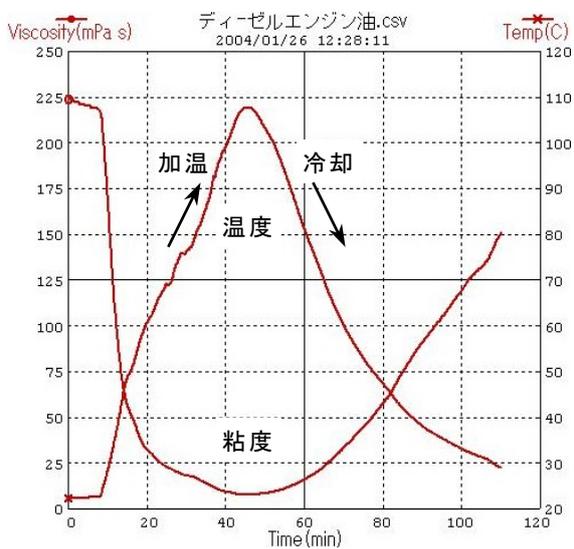


図 4a.ディーゼルエンジン油(一般品)の温度変化に対する粘度の変化(経時変化)

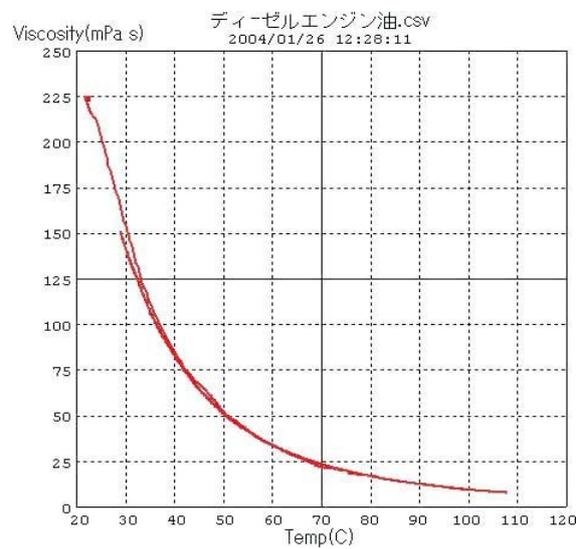


図 4b.ディーゼルエンジン油(一般品)の温度と粘度との相関関係

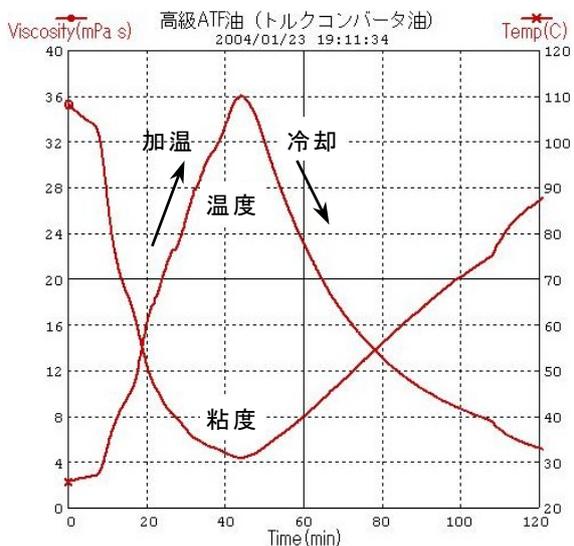


図 5a.高級トルクコンバータ油の温度変化に対する粘度の変化(経時変化)

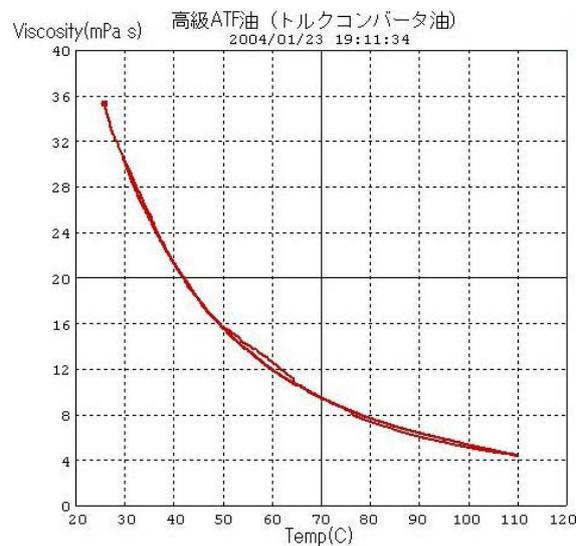


図 5b.高級トルクコンバータ油の温度と粘度との相関関係

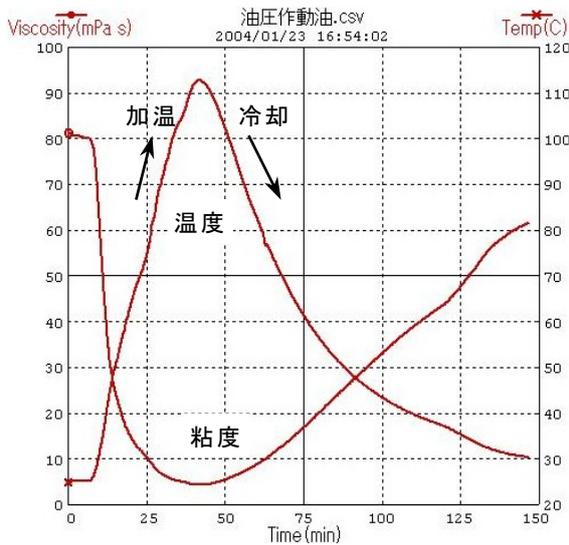


図 6a.油圧作動油（一般品）の温度変化に
対する粘度の変化（経時変化）

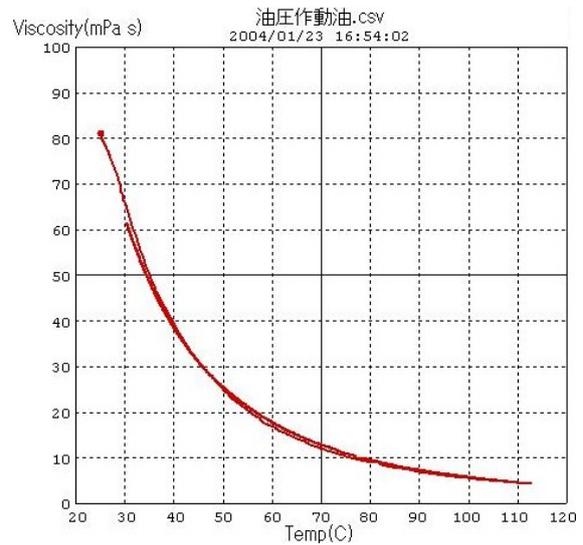


図 6b.油圧作動油（一般品）の温度と粘度
との相関関係

5. 界面活性剤の曇点測定

潤滑油は前述のように、その性能を維持したり高めたりするためにベースオイルに数種類の添加剤を加えて製品化している。例えば潤滑油に発生したスラッジを界面現象を利用して分散、洗浄させる清浄分散剤があるが、この添加剤には界面活性剤が用いられる。このほかにも、酸化防止剤、粘度指数向上剤など多くの添加剤には界面活性剤が使用されている。その意味で潤滑油と界面活性剤との関わりは強い。

界面活性剤は一分子中に水との親和性の大きい親水基と、それに相反する疎水基の 2 種類の官能基をも持っているが、非イオン界面活性剤の水との溶解は、エチレンオキサイド鎖のエーテル酸素への水分子の水和により起こる。この水素結合による水和力は温度上昇とともに弱くなり、ある固有の温度以上になると溶解性が急激に低下して析出を始めその結果、白濁してくる。この白濁をする固有の温度を曇点という。曇点は界面活性剤の活性を評価、管理する重要な測定項目であるが、現状の測定方法は JIS 規格などで定める目視による方法や、または規格に準拠して光学的に自動測定する計測器を用いた方法がある。この方法は目視という測定者の官能的な誤差や再現性などに問題を残す。曇点の発生機序から考えると、曇点より高い温度において、水溶液から界面活性剤が析出し、その結果粘度が急激に変化することが推測される。そこで音叉型振動式粘度計を用いて、界面活性剤の温度を変化させながら粘度変化を測定し、粘度が急激に変化する温度と、JIS 法で求めた曇点の温度との比較を行ってみたいのでその一例を示してみたい。

図 7 は音叉型振動式粘度計 SV-10 を用いて、非イオン界面活性剤 NS208.5 (日本油脂 (株) 製) の 1% 水溶液を試料にして、試料の温度を 25°C の室温から約 45°C まで加温しながら粘度を連続的に測定した結果である。試料の加温方法は前述の潤滑油の場合と同じホットスターを用いた。図より明らかにように試料の温度上昇過程において、35.4°C において試料粘度の急激な低下が認められた。そこで、同一試料を用い JIS 法による曇点の測定を実施したところ、本試料液の曇点は 35.9°C との結果が得られた。これより、本粘度計 SV-10 を用いて得られた粘度の変曲点温度と JIS 法で測定された曇点の結果がほぼ一致していることが確認できた。さらに同一試料について粘度計 SV-10 を用い、繰り返し測定を実施したところ、粘度変曲点におけるその温度の値はいずれも $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$ の範囲内で、非常に良好な再現性を示すことを確認した。これらの結果から、音叉型振動式粘度計 SV-10 は潤滑油の添加剤の一つである界面活性剤の曇点を精度よく簡便に測定することが可能であり、また従来法とほぼ一致した結果が得られ、非常に有用な測定方法であることが示された。

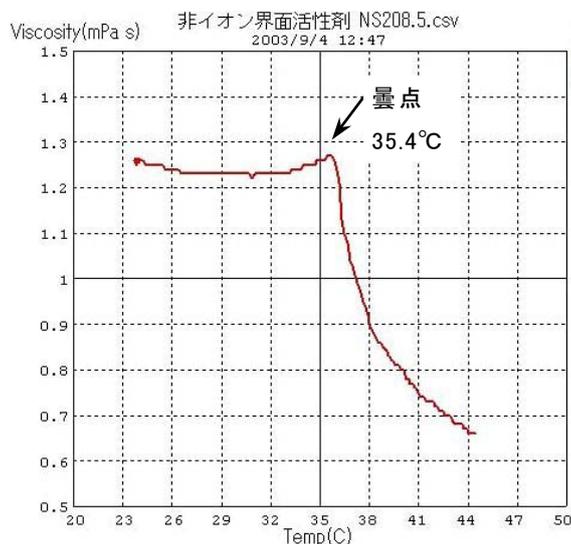


図 7.非イオン界面活性剤 NS208.5 の 1%水溶液
の温度と粘度との相関関係（曇点の測定）

6. まとめ

各種産業の高度化、精密化が進む中で、潤滑油を含めて材料や製品の粘度管理をより簡便な方法で、正確に行いたいとの要求は今後ますます増加するものと考えられる。特に、精度良く、短時間で低コストに、なおかつ測定結果の妥当性が評価できることの重要性は高く、メンテナンス、品質管理をはじめ研究開発、製造などの幅広い部門において、日常の計測業務としてその必要性がますます高まっている。新しい測定技術を採用した音叉型振動式粘度計は、従来の粘度計では測定することが難しかった低粘度領域や、粘度と温度との連続的な相関関係、そして低粘度から高粘度領域までの広い領域を連続的にかつ精度良く測定することを可能にした。さらに非常に簡便な測定操作とメンテナンス性に優れた設計により、短時間にかつ低コストに日常の粘度計測を行うことができる。

本稿では、潤滑油の粘度測定や界面活性剤の曇点測定について、この音叉型振動式粘度計を用いてその測定例と有用性について述べてきたが、この他に塗料や高分子ポリマーをはじめとしたさまざまな産業分野で研究、開発、管理に応用できる手法と考えられる。また、音叉型振動式粘度計は従来にない新しい粘度測定方法であるが、JIS法の動粘度測定法とはその測定理論や方法が異なるために両者の結果には差異が生じることは避けられないが、両者の相関関係を定量的に把握してデータを蓄積することにより、JIS動粘度測定法で測定していた粘性の管理をこの振動式粘度計で置き換えることができるものと考えられる。

<参考文献>

- 1) 独立行政法人製品評価技術基盤機構: JCSS 不確かさ見積りに関するガイド(区分: 粘度/粘度計) JCG206S21. 第1版(平成18年4月24日)
- 2) 独立行政法人製品評価技術基盤機構: JCSS 技術的要求事項適用指針(区分: 粘度) JCT20601-01. 第1版(平成18年4月24日)
- 3) 金山勝喜: 潤滑油の粘度測定における新しい振動式粘度計の適用. 防錆管理. Vol.48, No.11: 12-18(2004)
- 4) 田中文之, 石渡章介, 森川正彦: 音叉型振動式物性試験器による曇点の計測方法. 第68回日本分析化学会 有機微量分析懇談会誌(2001年5月)
- 5) 石渡章介, 出雲直人: 新しい粘度計「SV-10」の技術と適用. JETI Vol.51, No.7: 36-40(2003)
- 6) 石渡章介, 林充朗, 大島秀明, 鈴木脩: 音叉型振動による粘度測定法. 日本レオロジー学会誌 Vol.19, No.2: 83-88(1991)