

D A C 高温高压粘度測定装置の 簡易圧力評価

平成 18 年度

三重大学大学院工学研究科
博士前期課程 物理工学専攻

伊 藤 貴 司

DAC 高温高压粘度測定装置の 簡易圧力評価

指導教官	中村 裕一	助教授
	松井 正仁	助教授
	村井 健一	技術専門員

平成 18 年度

三重大学大学院工学研究科物理工学専攻

ナノプロセッシング研究室

伊藤 貴司



目次

第 1 章 緒論	1
第 2 章 潤滑油の粘度理論および表示式	
2. 1 絶対反応速度論による粘度	3
2. 2 粘度－圧力関係式	9
第 3 章 実験方法及び実験方法	
3. 1 ダイヤモンドアンビルセル高圧装置	14
3. 2 DAC 加圧装置	20
3. 3 落球法による粘度測定	22
3. 4 高圧粘度実測値からの圧力決定法	26
3. 5 温度制御装置及び DAC 昇温方法	27
3. 6 実験条件及び実験番号	31
3. 7 室温における圧力－加圧ねじ回転角関係と較正曲線	33
3. 8 高圧粘度未知油の圧力決定法	35
第 4 章 実験結果及び考察	
4. 1 既知油の空加圧ねじ回転角決定	40
4. 2 DOS の有効加圧ねじ回転角からの室温圧力較正曲線	40
4. 3 パラフィン系油, 室温からの高温時圧力増加量較正曲線	41
4. 4 ナフテン系油, 室温からの高温時圧力増加量較正曲線	41
4. 5 未知油の空加圧ねじ回転角決定	41
4. 6 未知油の高温高圧粘度評価	42
第 5 章 結論	72
謝辞	73
参考文献	74

付録

付録 1	温度制御装置の操作法	76
付録 2	粘度算出プログラム	77
付録 3	WLF 式による圧力算出プログラム (DOS, KTF1)	78
付録 4	実験詳細データ例	80
付録 5	最高圧での圧力室の様子	85
付録 6	回帰線プログラムデータ	89
付録 7	PAO4 の Roelands 式	91

第 1 章 緒論

潤滑油はころがり軸受，歯車，エンジンバルブのカムおよび車載用トラクション無段変速機では油が固化する数 GPa の高面圧下で運転され，弾性流体潤滑（EHL）状態となる．高圧下での潤滑油力学挙動は，密度（体積弾性係数）測定より粘性域，粘弾性域，弾塑性域など非ニュートン潤滑領域に区分され，トラクション特性が評価されている．実際の接触部は，非常に短い時間（1 ミリ以下，周波数では 1kHz 以上）のみ高圧となり，接触部通過後はすぐに常圧に戻るという動的・過渡的な状況下にある．高圧下での潤滑油の粘度，密度および弾性率などの物性データは，要素材料の疲労寿命，トラクション力評価において非常に重要でありデータの構築が要望されている．

通常の高圧粘度測定装置は，金属製の圧力容器を用いており発生圧力は BRIDGMAN，ABBOT らの極めて特殊な装置では 3 GPa で測定しているが，多くの装置で油漏れなどにより安定した発生圧力は数百 MPa 程度で高くとも 1GPa のようである．当研究室では，これまでダイヤモンドアンビルセル（DAC）という超小型で特殊な高圧装置を用い，落球法[1,2]，固化油の粘弾性応力緩和法[3]，ブリルアン散乱法[4]，光散乱光子相関法[5]により高圧粘度，密度（弾性係数）さらに体積粘性率などを評価してきた．圧力測定は，ルビー蛍光法[1]を用いて行ってきた．しかしながら DAC では比較的低下の 200MPa まではルビー蛍光法による圧力測定精度が悪く，他の簡単な方法で圧力が精度良く定まれば，低下でも金属容器高圧粘度計より容易に高圧粘度が測定できる．しかも小型アンビル型で油一滴で測定できるマイクロ計測の利点を持つ．

最近の研究では，DAC の加圧ねじ回転角と圧力の関係が，高圧粘度既知のいくつかの油種で 0.8GPa まで再現性 20MPa 程度でほぼ 1 本の圧力校正曲線となり，通常ルビー蛍光法より簡単に圧力を決定できることが示された．

本研究では，高温でのこの方法の有用性を検討するため，粘度変化の小さい直鎖状パラフィン系エステル油であるジオクチルセバケート（DOS），ジオクチルフタレート（DOP）そして，粘度変化の大きい環状のトラクション油（合成ナフテン）であるサントトラック 50（SN50）と車載無段変速機油（KTF1）を用い，200℃までの高圧粘度を測定し，有効加圧ねじ回転角と圧力の関係を考察する．

また、高圧粘度未知油として、省エネエンジン油基油であるポリアルファオレフィン（PAO4）、新しい潤滑油として期待される液晶分子に類似の円盤状分子構造であるトリアジン化合物（FFT-71）を測定し、文献値と比較検討する。

第2章 潤滑油の粘度理論および表示式

2.1 絶対反応速度論による粘度

絶対反応速度論の自由体積理論[6]によると、液体内には空孔が存在し、その空孔を埋めるようにして分子が移動することにより液体の流動が発生する。そして、分子が移動する際の抵抗により粘性が発生するとしている。そこで、図2-1のような液体中の分子モデルを考える。

図中の2つの分子層は距離 λ だけ離れており、その一方が応力の作用で他方を追い越してすべるものとする。また、 1cm^2 当たりのせん断力を f とし、せん断速度を Δu とする。このとき定義より粘度は次式で表される。

$$\eta \equiv \frac{f\lambda}{\Delta u} \quad (2-1)$$

ここで、他方に対する一方の層の運動は、1分子がある平衡状態位置から同じ層内の平衡状態位置に移動することを意味すると仮定すると、この運動が起こるには、適当な空孔を発生させる必要があり、このため他の分子を押しやるための仕事をしなければならないので、エネルギーの消費が起こる。すなわち、この運動が起こるということは、系がポテンシャルエネルギー障壁を乗り越えることと同等であると考えられ、この抵抗が粘度に寄与することになる。図2-1の λ は2つの平衡状態位置間の距離で、同じ方向の隣接分子間の距離を λ_2 とし、近似的に λ に等しいとする。また、同じ方向と垂直な方向に隣接する分子間の距離を λ_3 とする。これらの条件のもとに分子の流れに対するポテンシャルエネルギーの様子を図2-2に示す。

1つの分子がポテンシャルエネルギーの壁を乗り越えて行くとき、その分子にかかる応力は次に示す式で計算される。

$$F = f\lambda_2\lambda_3 \quad (2-2)$$

(ポテンシャルを乗り越える応力 = 単位面積当たりにかかる力 × 有効面積)

そして、1分子の移動の前後におけるエネルギー差は、Fに移動量をかけることにより求められ、次に示す式のようになる。

$$E = F\lambda = f\lambda_2\lambda_3\lambda \quad (2-3)$$

図 2-2 の中の ϵ_0 は 0 K における活性化エネルギー（ポテンシャルエネルギーの壁の高さ）といわれている。これを用いて、ある分子が 1 秒間に壁を乗り越える回数を表すと次式のようになる。

$$k = \frac{\kappa T}{h} \frac{F''}{F} \exp\left(-\frac{\epsilon_0}{\kappa T}\right) \quad (2-4)$$

κ : 透過係数, 今回は $\kappa = 1$ とする

F'' : 活性化状態に於ける分子の単位体積当たりの分配関数

F : 始めの状態に於ける分子の単位体積当たりの分配関数

次に液体の流動を起こす力が働く時（せん断）のことを考える。この時、エネルギーの壁前後で高さ $(f\lambda_2\lambda_3\lambda)/2$ がだけ変化するため、力を受けた方向（前方）へ分子が移動する回数は次式で示される。

$$\begin{aligned} kf &= \frac{\kappa T}{h} \frac{F''}{F} \exp\left\{-\left(\epsilon_0 - \frac{1}{2}f\lambda_2\lambda_3\lambda\right)/\kappa T\right\} \\ &= k \exp\left(\frac{1}{2}f\lambda_2\lambda_3\lambda/\kappa T\right) \end{aligned} \quad (2-5)$$

また、それと同時に後方へ分子が移動する回数も次式の様に示される。

$$kb = k \exp\left(-\frac{1}{2}f\lambda_2\lambda_3\lambda/\kappa T\right) \quad (2-6)$$

以上の式により，前方または後方への分子がある平衡状態位置から他の平衡状態位置へと移動する回数が求まった．これに距離 λ をかけると分子が毎秒移動する距離，即ち運動速度となり，前方へは $k_f\lambda$ ，後方へは $k_b\lambda$ となる．結果として応力 f が作用した結果，前方へ移動する正味の速度は $(k_f - k_b)\lambda$ となり，これは定義によって Δu であるので式(2-5) および 式(2-6) により以下のように導かれる．

$$\begin{aligned} \Delta u &= \lambda k \left\{ \exp\left(\frac{1}{2} f \lambda_2 \lambda_3 \lambda / kT\right) - \exp\left(-\frac{1}{2} f \lambda_2 \lambda_3 \lambda / kT\right) \right\} \\ &= 2 \lambda k \sinh \frac{f \lambda_2 \lambda_3 \lambda}{2kT} \end{aligned} \quad (2-7)$$

ここで， f は通常の液体に於いては 1 dyne/cm^3 程度であり， λ_2 ， λ_3 ，および λ もほぼ分子の大きさの 10^{-8} cm 程度であるので， $2kT \gg f \lambda_2 \lambda_3 \lambda$ となる．このことから，式(2-7)を展開する時に第1項以外の項を全て省略することができる．すると，式(2-1)は以下の様に変換することができる．

$$\eta = \frac{\lambda kT}{\lambda_2 \lambda_3 \lambda^2 k} \quad (2-8)$$

この式に，式(2-4)で得られる k を代入すると，次式が得られる．

$$\eta = \frac{\lambda h}{\lambda_2 \lambda_3 \lambda^2} \frac{F}{F''} \exp\left(\frac{\epsilon_0}{kT}\right) \quad (2-9)$$

この式において厳密ではないが $\lambda = \lambda_1$ と近似すれば，以下の式となる．

$$(2-10) \quad \eta = \frac{\lambda h}{\lambda_2 \lambda_3 \lambda_1} \frac{F}{F''} \exp\left(\frac{\epsilon_0}{kT}\right)$$

$\lambda_2 \lambda_3 \lambda_1$ は近似的に液体状態における1分子の占める容積であり，これを V/N_0 としてもよい．ただし V はモル容積， N_0 はアボガドロ定数である．式(2-10)

に代入すると

$$\eta = \frac{hN_0}{V} \frac{Z}{Z''} \exp\left(\frac{\varepsilon_0}{k_B T}\right) \quad (2-11)$$

となる。ここで、はじめの状態と活性化状態の平衡定数を K とすると

$$K = \frac{Z''}{Z} \exp\left(-\frac{\varepsilon_0}{k_B T}\right) \quad (2-12)$$

であり、また、熱力学の関係式より

$$K = \exp\left(-\frac{\Delta F}{RT}\right) \quad (2-13)$$

なので、この式 (2-12) と式 (2-13) を用いて式 (2-11) を以下の式のように書くことができる。ただし、 ΔF は 1mol 当たりの活性化自由エネルギーである。

$$\eta = \frac{hN_0}{V} \exp\left(\frac{\Delta F}{RT}\right) \quad (2-14)$$

さらに、 ΔF は熱力学的に以下のように表される。

$$\Delta F = \Delta U - T\Delta S + P\Delta V \quad (2-15)$$

ここで、 ΔU は活性化エネルギー、 P は圧力、 ΔV は活性化体積、 ΔS は活性化エントロピーである。これを式 (2-14) に代入して、

$$\eta = \frac{hN_0}{V} \exp\left(\frac{\Delta U}{RT}\right) \exp\left(-\frac{\Delta S}{R}\right) \exp\left(\frac{P\Delta V}{RT}\right) \quad (2-16)$$

と表すことができる。

以上から、温度が上昇すると式 (2-4) により、分子が 1 秒間に壁を乗り越える回数が増大し、それにより液体の流動が活発となり、これらの現象により粘度が減少することが分かる。また、式 (2-10) からこの温度増加に伴

い、粘度が減少していくことが分かる。

また、 V を液体の分子容、 V_s を膨張していない固体の分子容とすると、その差 $V-V_s$ は液体中の空孔の数となり、それは液体の流動性に比例する。粘度は流動性の逆数で表されるため次のようになる。

$$\eta = \frac{C}{V-V_s} \quad (2-17)$$

ここで、 C は定数を表す。上式より、空孔の数が増えれば増えるほど動ける分子の数が多くなり、流体の流動性が増加し、粘度が下がることが分かる。また、流体が高圧力状態におかれた場合、流体の分子容が縮むことになるので流動性が減少し、粘度が増加することになる。

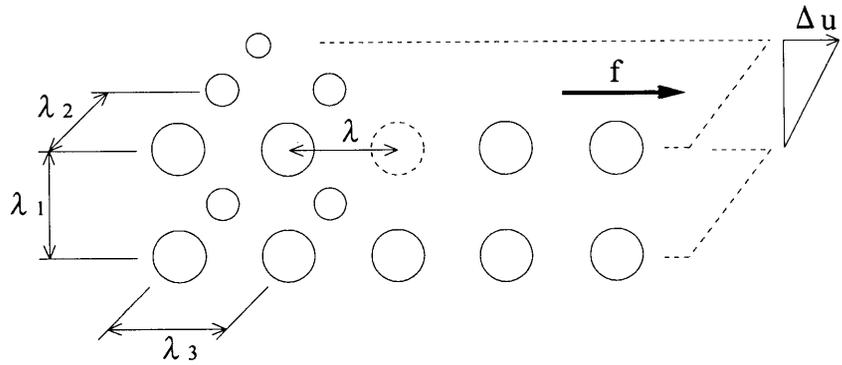


図 2-1 液体中の分子モデル

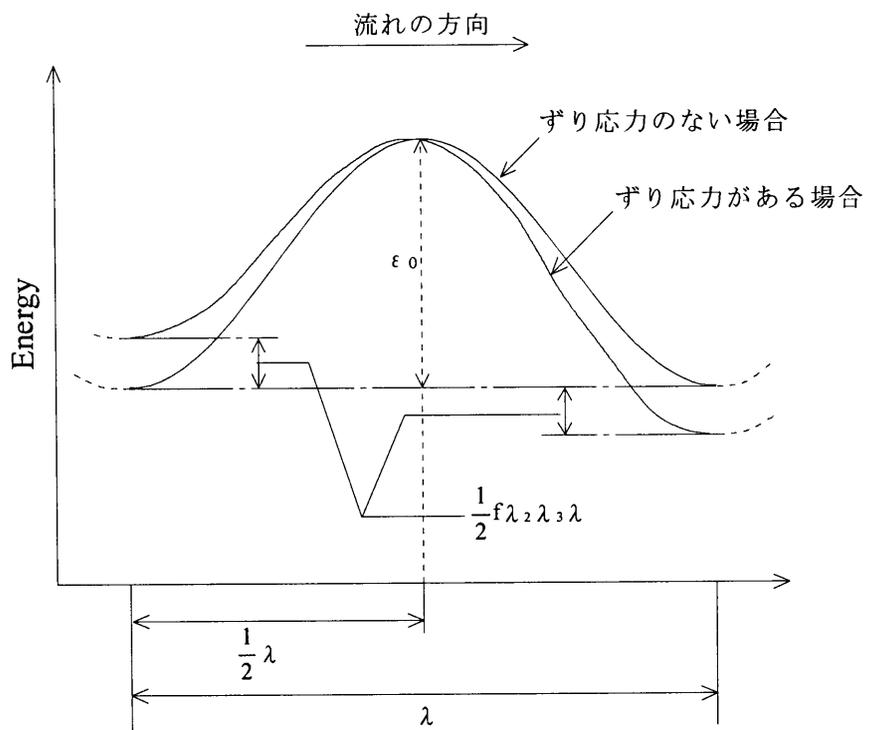


図 2-2 ずり応力がある場合と無い場合との粘性流動に対するポテンシャルエネルギー

2. 2 粘度－圧力関係式

弾性流体潤滑（EHL）理論では，潤滑油粘度の圧力による増加は圧力の指数関数として次式で近似されている（Barus の式）．

$$\eta = \eta_0 \exp(\alpha P) \quad (2-18)$$

ここで， η_0 は常圧における潤滑油の粘度， η は圧力 P における潤滑油の粘度， α は粘度－圧力係数である．

So と Klaus は鉱油やポリマーおよびレジンを含む油，純炭化水素を対象とした油の α を，動粘度と密度および Walther の式における m の関数で表している．

$$\alpha = 1.216 + 4.143 (\log \nu)^{3.0627} + 2.848 \times 10^4 m^{5.1903} \times (\log \nu)^{1.5967} - 3.999 (\log \nu)^{3.0975} \cdot \rho^{0.1162} \quad (2-19)$$

ここで， ν は動粘度であり ρ は密度である．

また Walther の式を以下に示す．

$$\log \log(\nu + k) = -m \log T + e \quad (2-20)$$

ここで， ν は油の動粘度， T は絶対温度である．また m ， e は油により決定する定数である． k は定数で ASTM（アメリカ材料試験協会規格）では $\nu \geq 1.5$ cSt のとき 0.6， $\nu < 0.7$ cSt のとき 0.75 とする．式（2-19）によると計算値は 0.07 GPa 以下の圧力範囲で，実測値と 15% 以内の精度で一致すると述べている．Roelands らはポリマーを含まない鉱油の 25～90℃ の温度範囲，0.1 GPa 以下の圧力範囲の実測粘度をもとにして，高圧粘度と環分析値を関係づけた式を提案している．

$$\begin{aligned} \log(\eta / \eta_0) &= (P / 5.566 \times 10^7)^y \times \{(0.002CA + 0.003CN + 0.055) \log \eta_0 + 0.228\} \\ \log(y - 0.890) &= 0.00855(CA + 1.5CN) - 1.930 \end{aligned} \quad (2-21)$$

ここで，CA，CNはそれぞれ全炭素数に対する芳香族とナフテン環を構成する炭素数の比を百分率で表したものである．式(2-18)と式(2-21)の違いは油の組成により決まるyにより表されている．

粘度は圧力の増加に伴い指数関数的に増加するが，高圧になるにつれて粘度増加は次第に鈍化し，また温度の上昇によっても粘度変化は小さくなる．このことを補正するためにRoelandsは，次式も提案している．

$$\alpha P = (\ln \eta_0 + 9.67) \times \left\{ \left\{ \frac{T+135}{T_0+135} \right\}^{S_0} \times (1 + 5.1 \times 10^{-9} P)^Z - 1 \right\} \quad (2-22)$$

ここで， T_0 は基準温度， S_0 ， Z は油に固有のパラメータである．(PAO4では $S_0=1.047$ ， $Z=0.570$ ， $T_0=30^\circ\text{C}$ ， $\eta_0=19\text{mPa}\cdot\text{s}$ である[7]，付録7参照)

また，Bridgmanは液体の圧力の指数と粘度の関係は圧力軸に対して，低粘度時には上に凸，高粘度時には下に凹となり，その変曲点は複雑な分子構造をもつ液体では低圧力時に，単純な分子構造では1.2 GPa以上の高圧であらわれると述べている．計量研では次式に示す最も簡単にその傾向をあらわす式も提案している[8]．

$$\eta = \eta_0 \exp(aP^3 + bP^2 + cP) \quad (2-23)$$

ここで， a ， b および c は液体固有の定数である．

高圧力下における潤滑油の粘度－温度関係式としてCrookは式(2-18)から油膜厚さを求める熱的解析に次式を用いる．

$$\eta = \eta_0 \exp(\alpha P - \beta \Delta T) \quad (2-24)$$

ここで β は粘度－温度係数， ΔT は基準温度からの上昇温度である．この式において村木らは粘度－温度係数 β を圧力の一次関数と仮定し，トラクション係数の解析に用いている．

自由体積理論から潤滑油粘度 $\eta(T, P)$ をガラス転移温度と自由体積の熱膨張の圧力依存の項で与えられる安富らの式がある．式(2-25)に安富

らの式を示す[9][10].

$$\log \eta(T,P) = \log \eta_g - \frac{C_1 \cdot (T - T_g(P)) \cdot F(P)}{C_2 + (T - T_g(P)) \cdot F(P)} \quad (2-25)$$

ここで、C1, C2はWLF定数で、 η_g はガラス転移温度における粘度 ($\eta_g = 10^{12} \text{Pa} \cdot \text{s}$) である。Tg(P), F(P)はそれぞれ圧力の関数で表されるガラス転移温度と熱膨張係数で以下のように表される。

$$T_g(P) = T_g(0) + A_1 \ln(1 + A_2 P) \quad (2-26)$$

$$F(P) = 1 - B_1 \ln(1 + B_2 P) \quad (2-27)$$

この式では物理的意味の明確なガラス転移点、熱膨張係数などをパラメータとしている。しかし式(2-25)を用いるにはガラス転移温度の測定が必要なため、 $T_g(P)$ の代わりに $10^7 \text{Pa} \cdot \text{s}$ を基準粘度として $\eta = \eta_s$ になる温度を基準温度 $T_s(P)$ とした式(2-28)を用いる。

$$\log \eta(T,P) = \log \eta_s - \frac{C_1 \cdot (T - T_s(P)) \cdot F(P)}{C_2 + (T - T_s(P)) \cdot F(P)} \quad (2-28)$$

また、関係式に使われているSN50, KTF1, DOS, DOP(3.6参照)の係数 $A_1, A_2, B_1, B_2, C_1, C_2$ を表2-1に示す。

DOS, DOPに関してWLF式とASMEデータの比較とKTF1に関してWLF式とBairのデータ比較を図2-3, 2-4, 2-5に示す[11][12].

表 2-1 文献値による各試料油の係数

Lubricant	Ts(0)	A ₁	A ₂	B ₁	B ₂	C ₁	C ₂
SN50	-54.7	76.77	3.348	0.282	17.47	10.96	26.59
KTF1	-68.6	160.5	1.816	0.3024	12.64	10.94	28.97
DOS	-89.7	111.5	0.558	0.217	20.3	11.17	31.69
DOP	-55.7	246.4	0.32	0.212	25.43	11.03	27.21

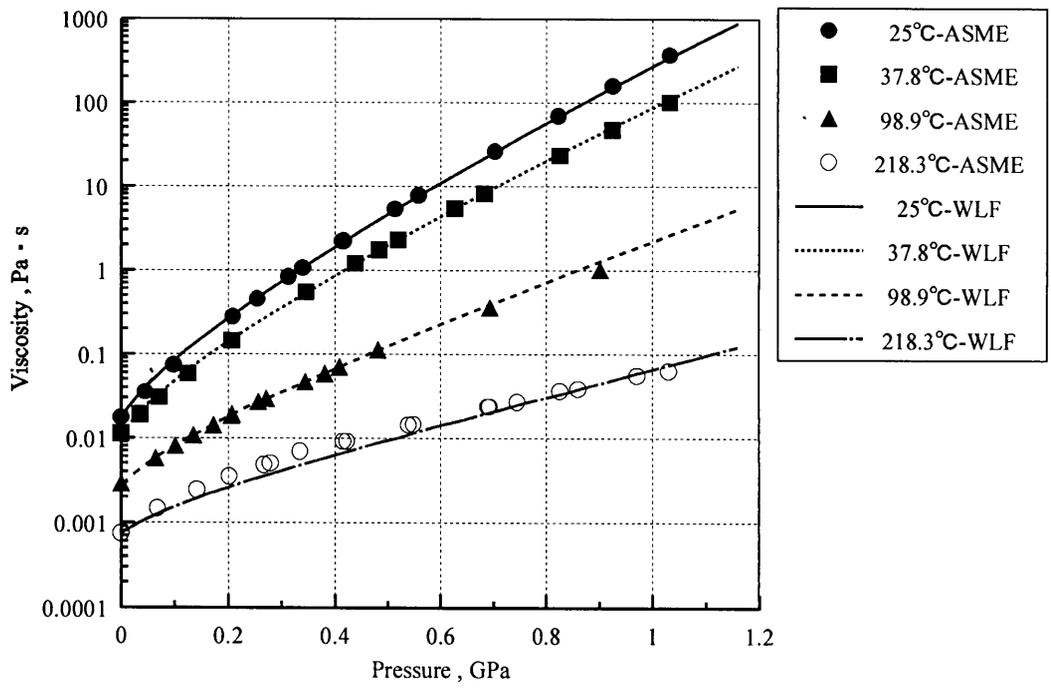


図 2-3 WLF-ASME 関係 (DOS)

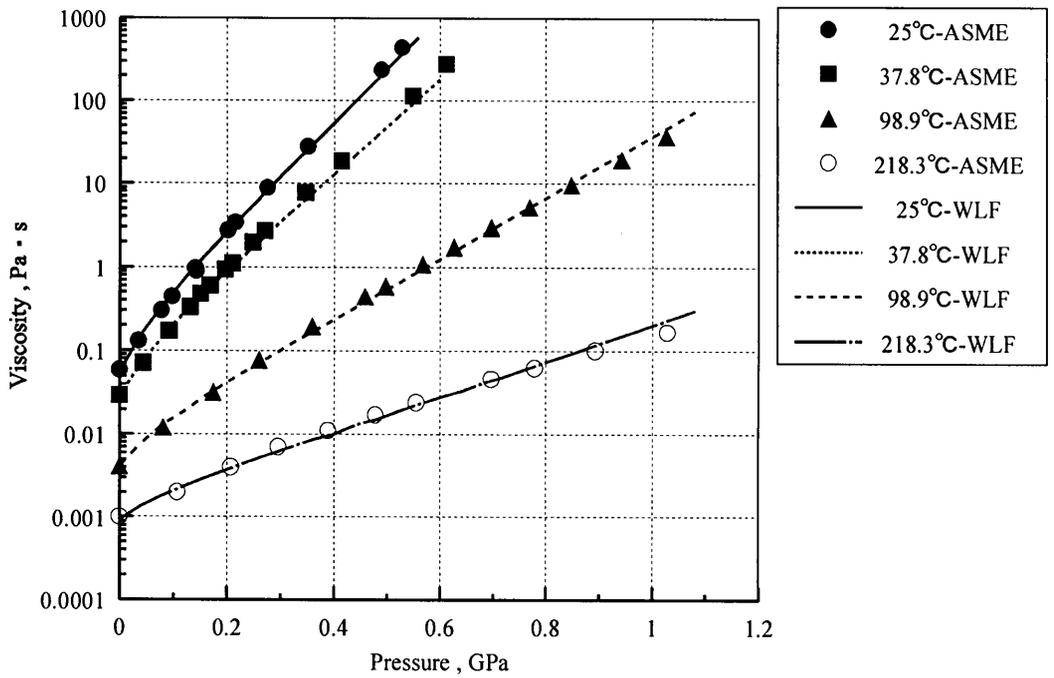


図 2-4 WLF-ASME 関係 (DOP)

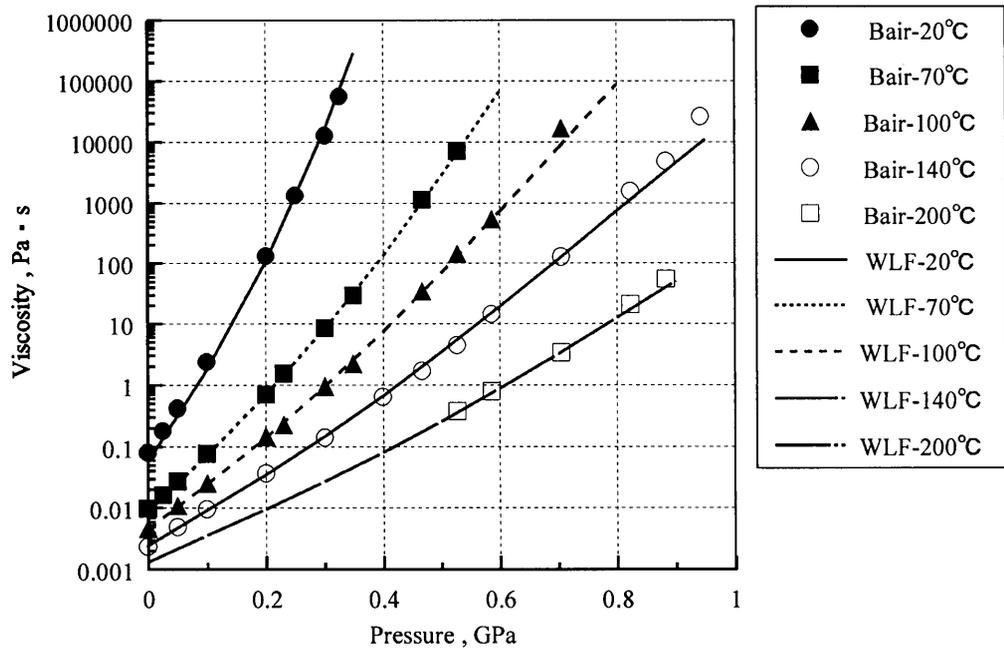


図 2-5 WLF-Bair 関係 (KTF1)

第 3 章 実験装置及び実験方法

3. 1 ダイヤモンドアンビルセル高圧装置 (DAC)

試料油の圧力発生装置として、ステンレス製のダイヤモンドアンビルセル (Diamond-anvil-cell 以下 DAC) 高圧装置 (清水製作所, □ 50) を用いた。図 3-1 に DAC (No.3) の模式図を示す。また, DAC の表面と裏面の写真をそれぞれ図 3-2, 3-3 に示す。この装置は, ねじによる加圧タイプのもので対向したダイヤモンドアンビルのキュレット面で, 穴のあいた金属ガスケットを圧縮して塑性変形させることにより, 圧力室内に高圧力を発生させるものである。小さい圧力室のため, 試料油が 1 滴ほどの少量でよいこと, ダイヤモンドが光学的に透明で, 赤外線, 可視光, X 線などにより種々の計測ができることなどの特徴を持つ [13]。本研究では, 低圧での圧力制御のため, 皿ばねを 1 つ挿入した。圧力室内には, 試料油と粘度測定用の落下球 (ニッケル合金球及び銅球) を封入する。金属ガスケットは厚さ 0.9mm 程度のリン青銅板を用いた。(3. 6 参照) 回転ねじ角度の測定は, DAC 専用の角度目盛り付き加圧装置 (3. 2 参照) により行う。これは, 最小目盛り 0.144° で高精度に回転角を読める。

以下に DAC のセット手順と注意事項を示す。DAC をセットする前に作業場のゴミをブローで取り除き, 手をよく洗う。

1. セットの前に DAC の平行度のチェックを行う。
2. DAC の下部締め付けねじ (以下, 加圧ねじ) を減圧側に回しピストンを下げる。摩擦でピストンが下がっていないときもあるので, 横穴からもピストンを指で押し下げる。上下のダイヤモンドどうしが接触してないことを横穴から確認して上蓋をはずす。なお, 保管時に上蓋はダイヤモンド面が上になるように DAC 本体に取り付け, 置いておく。上下のダイヤモンドコレット面を一度綿棒で乾拭きし, その後, エタノール (アセトン厳禁) を綿棒に含ませる。エタノールを多く含んだ場合ではきれいに掃除しにくいいため, その時はティッシュで少し拭き

- 取りその後で掃除する。綿棒は3,4回使用したら交換するようにする。この時、顕微鏡で見ながら十分きれいになるまで行う。この作業を2,3回行った後、仕上げにもう一度拭き取る。側面や台座の周りも以前の実験での接着剤やゴミを爪楊枝、綿棒などを使って十分掃除しておく。
3. 選んだガスケットをアルコールの入った容器に入れ、超音波洗浄機で洗浄する。位置調整用のセロハンテープを3つ作る。長さは、DACの側面の穴から出て後に調整しやすいものが好ましい。(作り方は後の図3-4を参照)この時、セロハンテープはできるだけ粘着力の強いものを使う。これら3つをガスケットに貼り付ける。(図3-5参照)貼り付ける時、ガスケットに手が触れないように(手の油などがガスケットに付着するのを防ぐため)注意して、ピンセットを使用し、貼り付けを丁寧に行う。
 4. ガスケットが上のダイヤモンド面に当たらないように横穴から注意して見ながら、上蓋ねじをゆるみのないようきつく締める。(上蓋ねじは以下同様)DACの下の加圧ねじを上蓋ダイヤモンドに軽く接するまで加圧側にゆっくり回し、顕微鏡で確認しながら、ガスケットの穴の中心がダイヤモンドの中心に正確にくるように、セロハンテープを使って移動させる。(図3-6, 3-7参照)中心にきたら、いったんガスケットを挟み込み、中心を再確認して(ずれたら、再調整)加圧ねじを強く締め付ける。そして、ガスケットにダイヤモンドの圧痕をつけ、シール性を向上させる。(圧力室の外径が元の80%程度になるまで顕微鏡で確認しながら慎重に行う)セロハンテープを外し、その後、DACの側面の穴から測定顕微鏡で確認しながら、ダイヤモンドアンビルの台座とガスケットの4隅に瞬間接着剤をつける(図3-8参照)。接着剤がしっかりついたのを確認した後、硬化剤を使いしっかりと接着させる。
 5. 試料油を圧力室の中に封入する前に加圧ねじをゆるめ、再加圧で軽くあて圧力室の厚さをレーザーフォーカス変位計を用いて測定しておく。
 6. 加圧ねじを緩めてピストンを指で押し下げ、完全にガスケットとダイヤモンドコレット面が離れたことを十分確認してから上蓋を外す。ガスケットの表面の穴の横に試料油を太針で1滴落とす。それを細針で誘導しながら穴の中に流し込む。時間とともに気泡は浮いて出ていくが、

それでも抜けない場合は先端の平らな針金で気泡を押しつぶすようにして、気泡を押し出す。(図 3-9 参照)この時、穴にゴミなどが入らないように注意する。

7. あらかじめ選んでおいた金属球(銅球)を針でとり、ガスケット表面上の試料油で十分なじませた後、穴の中に挿入する。球が穴またはダイヤモンドのコレット面に、付着せずに落下するのを顕微鏡で確認する。上蓋のダイヤモンド面にも試料油をたらししておく。なじませるため上蓋を完全に締めて(ダイヤモンドとガスケットが当たらないように横から慎重に確認しながら)加圧ねじを圧力が加わらないように軽くしめ、密封する。最後に圧力室内に気泡などの問題が生じてないかを顕微鏡で確認し DAC のセットが完了する。屈折率 $n=1$ とおいた場合の常圧の厚さを測定し、それから常圧屈折率を決定する。保管するときは球が圧力室の中心付近にくるようにし倒立させて保管する。

DAC のセットの際に何度も細針や太針を使用するが、1回使うごとにアルコールで洗浄する。DAC, 針, 加圧装置などは机から不意に落とさないように机の真ん中付近に置くようにする。

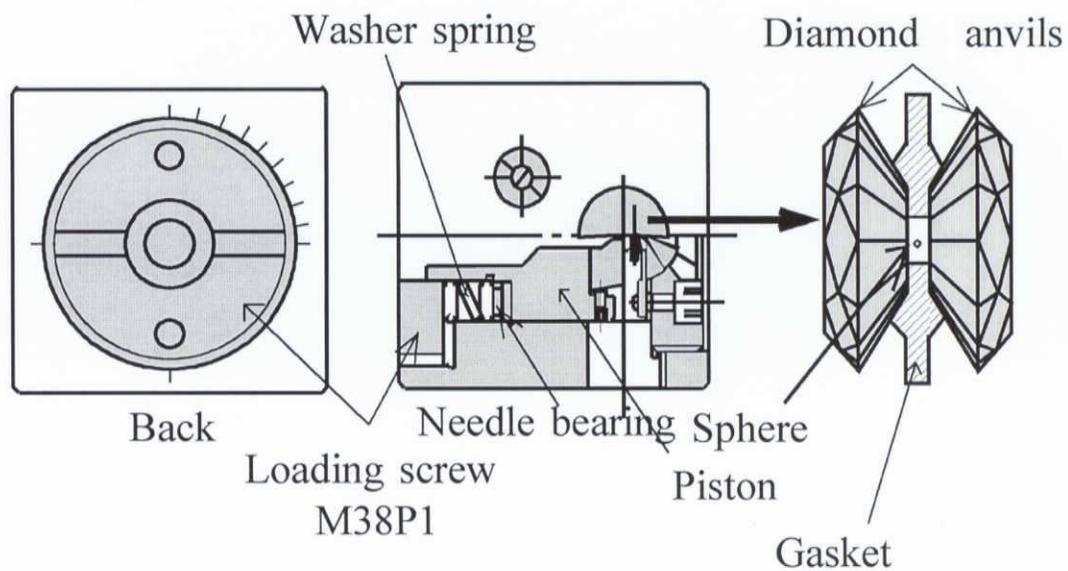


図 3-1 DAC の模式図 (No.3)



図 3-2 DAC (No.3) の表面

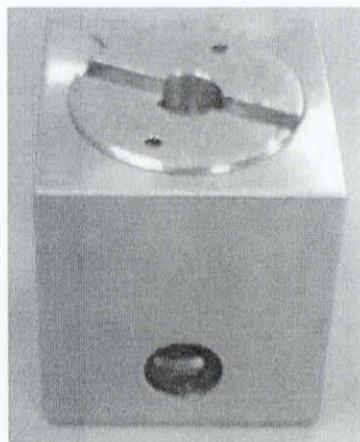
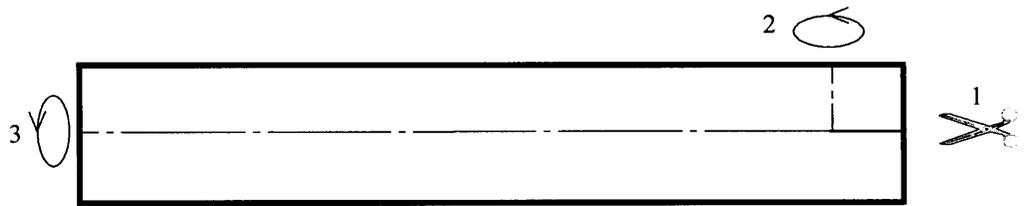


図 3-3 DAC (No.3) の裏面



- 1.セロハンテープに切り込みを入れる
- 2.切り込みを入れた側の半分を折り曲げる
- 3.縦に半分に折る

図 3-4 ガスケット位置調整用セロハンテープ

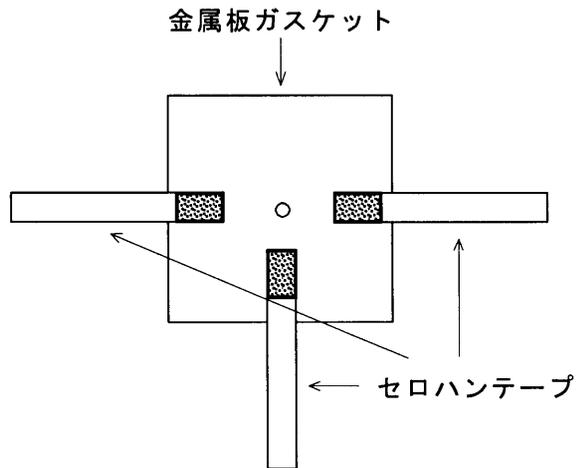


図 3-5 位置調整セロハンテープの取り付け

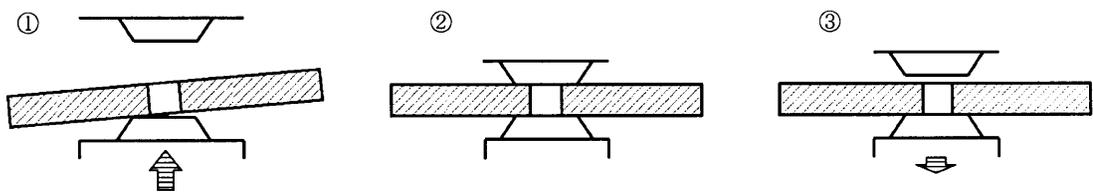
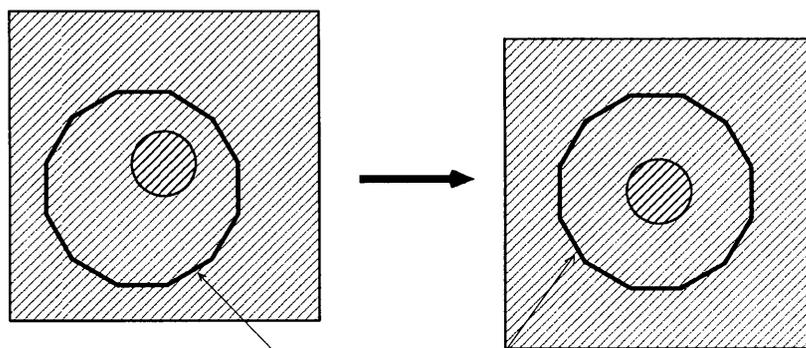
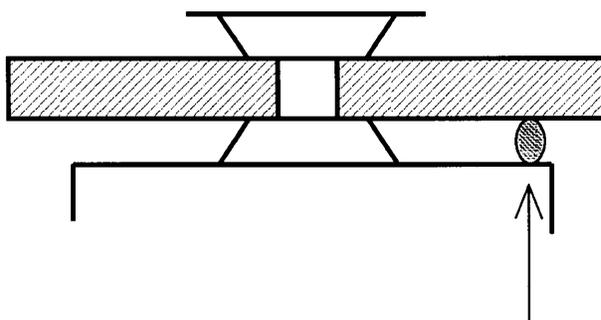


図 3-6 ガスケットの取り付け方



ダイヤモンドアンビル（顕微鏡ではこの範囲まで見える）

図 3-7 ガスケット穴の位置調整



DACの側面の穴から光学顕微鏡で見ながら接着剤をたらしていく。

図 3-8 接着剤の付け方

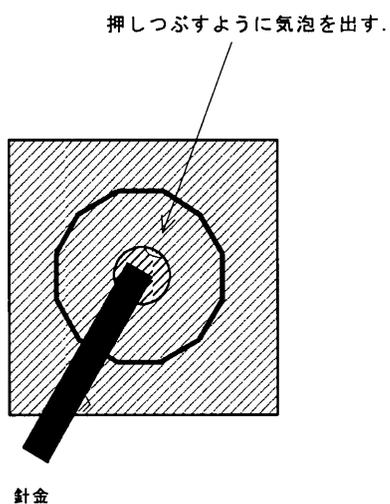


図 3-9 気泡の流入防止法

3. 2 DAC 加圧装置

DAC の加圧装置（協和製作所，WG - KY01 - 4 型）を図 3-10 に示す．DAC をギア・ボックスにはめ込み，つまみを回して加圧を行う．カウンタの目盛りが細かくついており，最小 0.144° まで読みとることが可能であり，精度良く加圧ねじ回転角が測定できる．50:1 に減速され加圧の際のつまみの回転力も軽く，発生圧力のコントロールも容易である．以下に簡単に測定手順を述べる．

1. ギア・ボックスの中に DAC をはめ込む．この時，あらかじめ溝の位置を確認しておき，ゆっくり DAC を近づけ，つまみを回しながら，はめ込む．
2. きっちりハマったことを確認したら，そのときのカウンタに表示されている目盛りを読みとる．
3. つまみを回して加圧を行う．この時，あまり早く回したり，無理な加圧は行わないように注意する．あらかじめ加圧する前に回したい角度を決めておき，目盛りに置き換え計算しておく．
4. 決めた目盛りまで加圧し終了したら，DAC をボックスからゆっくりとはずす．

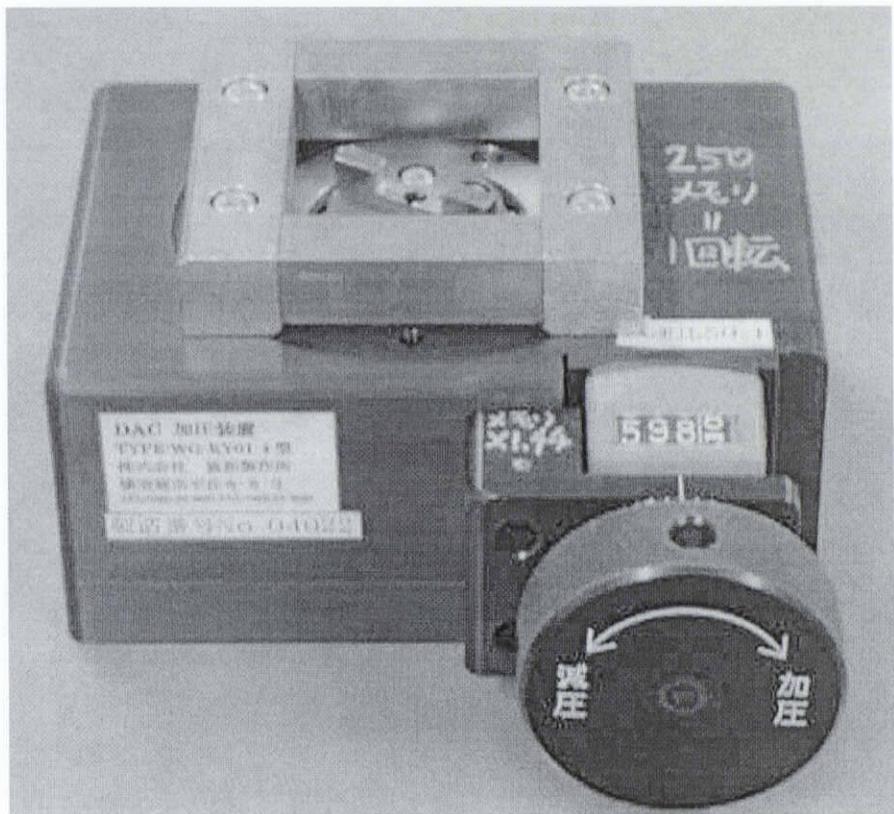


图 3-10 DAC 加壓装置

3. 3 球落下法による粘度測定

本研究室では，圧力室内に入れた落下球が一定距離を落下するのに要する時間から試料油の粘度を求める球落下法を用いた．試料油が非圧縮性 Newton 流体で無限に広がっているとき，落下球が受ける抵抗 f_1 は次式により表される．

$$f_1 = 6\pi\eta_a a v \quad (3-1)$$

ここで η_a は見かけの粘度， a および v は球の半径及び落下速度である．この関係を Stokes の粘性抵抗法則という．また，球が重力により下に引っ張られる力 f_2 は，浮力を考慮し次式で表される．

$$f_2 = \frac{4}{3}\pi a^3 \rho_s g - \frac{4}{3}\pi a^3 \rho_l g \quad (3-2)$$

ここで ρ_s , ρ_l は球，試料油の密度， g は重力加速度である．球が一定速度で落下しているならば $f_1 = f_2$ となり， η_a は以下のようなになる．

$$\eta_a = \frac{2ga^2(\rho_s - \rho_l)}{9v} \quad (3-3)$$

(3-3) 式が成り立つのは，レイノルズ数が 1 に比べて非常に小さい場合である [14]．また，高圧下においては，液体の密度は常圧下のそれより上昇するので， ρ_l の値は圧力により補正した次式を使用した [15]．

$$\rho_l = \rho_0 \times \left(1 + \frac{0.00059 \times P}{1 + 0.00171 \times P} \right) \quad (3-4)$$

ここで ρ_0 は常圧下での試料油密度， P は高圧圧力 (MPa) を表す．しかし，本実験のように有限の大きさの圧力セル内では両壁面の影響を受け，球速度は減速するため壁効果の補正が必要になる．そこで Munro らの壁補正係数 γ を用いる．壁補正係数 γ を用いた粘度 η は次式で与えられる [16]．

$$\eta = \gamma \times \eta_a \quad (0 < \gamma < 1) \quad (3-5)$$

ここで η_a は見かけの粘度である。壁補正係数 γ は、ガスケット厚さやガスケット穴直径，落下球直径の関数であり本実験では 0.8 程度であった。

粘度測定装置の光学系の模式図および全体写真を図 3-11 および図 3-12 に示す。装置は対物レンズ（Nikon M Plan 5 0.1-210/0 SLWD），接眼レンズ（Nikon CFWN 10 ×/20 目盛り付き），鏡筒（TS-I）およびビデオカメラ（SONY CCD-TR705 NTSC）で構成されている。ビデオカメラは球の落下速度の測定を精度良く撮影するため，レンズ系は 2 個のスライド式レンズホルダー（シグマ光機 Σ -41-1）を用い，ロッドスタンド（シグマ光機 Σ -32-40）を介して，工学ベンチ用キャリア（シグマ光機 Σ -07-1）に固定した。ビデオカメラは，スペーサーと薄い銅板を介して一部加工した工学ベンチ用キャリアに取り付け，それぞれを工学ベンチ（シグマ光機 Σ -06-1）上に取り付けた。工学ベンチをねじで挟み込み，支持する 2 つの自作のパーツを，一方はスペンサーを介して自作のステージに，もう一方を粗動 Z ステージ（シグマ光機 Σ -300）に取り付ける。粗動 Z ステージは自作のステージに固定する。そして，自作ステージを XY 軸精密ステージ（シグマ光機 Σ -218S-2）上に固定した。録画には DVD レコーダ（Panasonic DMR-EH50）を使用した。照明にはライトガイド（中央精機(株) LGN-500W）およびライトガイド照明装置（中央精機(株) SPN-100H）を使用した。DAC のホルダーである回転ステージは 3 つの偏心した円筒の組み合わせで構成されており，回転中心を任意に設定することが可能となっている。回転ステージおよび光学系はすべて H 型鋼上に固定した。

粘度測定の全体の流れは，試料油を圧力室内に封入後は加圧せず常圧状態で圧力室寸法，粘度を測定し，その後加圧を行う。加圧するたびに粘度測定装置に取り付け，実際の球落下の速さを目安にし加圧を行う。昇温実験で複数の温度において粘度測定を行う場合は，例えば 40 °C，70 °C，100 °C のデータを得たいときは，40 °C → 70 °C → 100 °C → 70 °C → 40 °C の手順で行う。測定終了後，DAC が完全に室温まで冷めるまで 1 日放置し再び圧力，圧力室寸法を測定する。

粘度測定の手順を以下に示す。

- (1) 圧力測定後，デジタル顕微鏡（Nikon OPTIPHOT-2）でガスケット穴直径を測定し，レーザフォーカス変位計で圧力室厚さ 5 箇所を測定する．
- (2) セットした DAC を，回転ステージ上に固定用の金具で固定する．
- (3) ビデオカメラ，キャラクタージェネレーター（Victor 製 CG-V60），DVD ビデオレコーダー，モニター用のテレビ，照明の電源を入れ，圧力室内の様子を映し出す．そして回転ステージを回転させたときにも圧力室がビデオカメラの撮影範囲から大きくはみ出さないよう，圧力室の中心と回転ステージの回転軸とがなるべく一致し，かつ光軸に来るように粗動 Z ステージ，偏心させた円筒を調節する．
- (4) 前述したように，球が落下する時には壁の影響を受けるため，落下球はコレット面間の中央に位置しなければならない．そのため，ビデオカメラ下部に取り付けられているマイクロメーターで，コレット面のふた側，加圧ねじ側，および球にピントを合わせ，それぞれの時のマイクロメーターの値を読み取り，球のピントとコレット面のピントの距離が等しくなるよう，球を移動させたい方向に装置全体を傾ける．
- (5) キャラクタージェネレーターでタイトルを入力し，それをモニターに表示させて DVD ビデオレコーダーで 10 秒ほど録画して停止する．
- (6) タイトル画面から 1/100sec カウンター表示に変え，カウンターを作動させる．
- (7) DVD ビデオレコーダーの録画を開始し，回転ステージを回転させて球を持ち上げる．その際，球を圧力室の中心付近で落下するように調整する．球が下まで落下したら回転ステージを回転させて，再び球を落下させる．これを低粘度時では 6 回程度，高粘度時では 3 回程度繰り返す．しかし，1 目盛りの落下に数時間要する場合は，1 目盛りの落下時間でも構わない．
- (8) (5) ～ (7) を繰り返す．
- (10) パソコンの Mathcad 7 プロフェッショナルによる粘度算出プログラム（付録 2 参照）で粘度を求め，同ソフトの WLF 式による圧力算出プログラム（付録 3 参照）により圧力を求める．

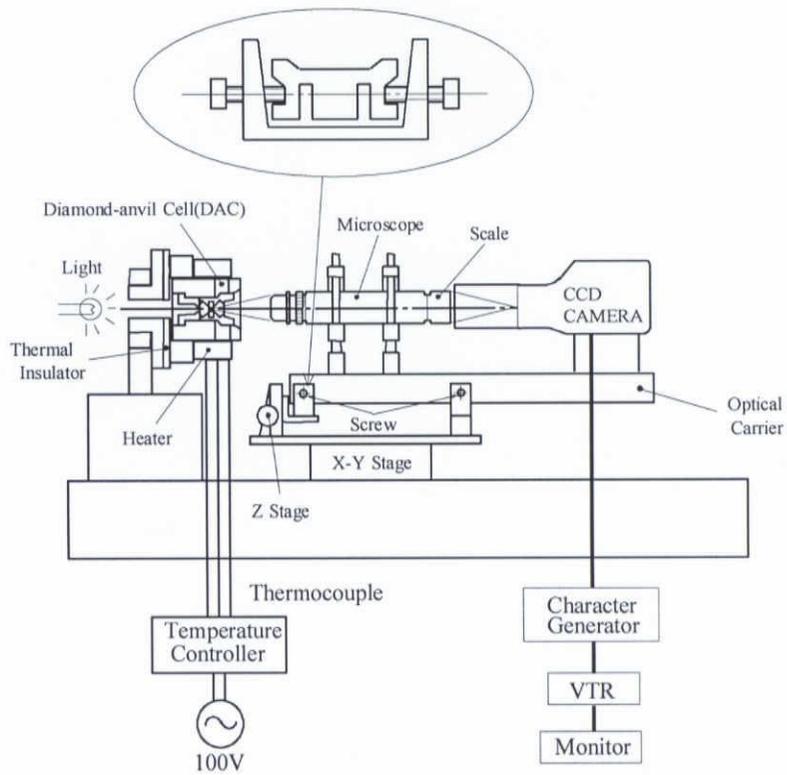


図 3-11 粘度測定装置の光学系模式図

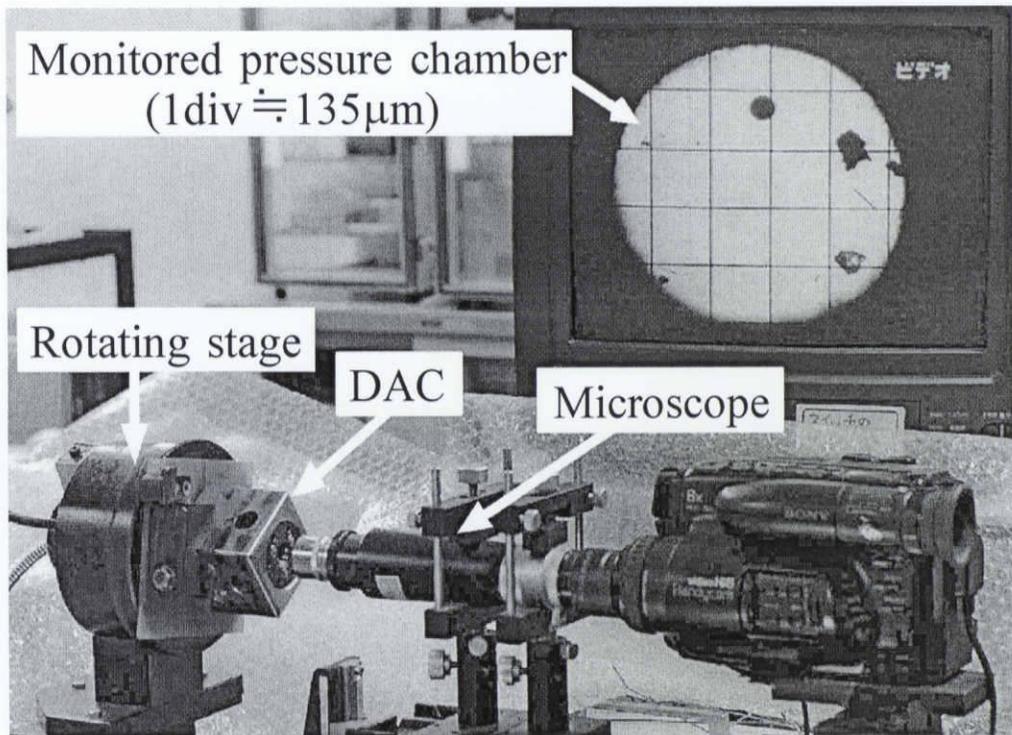


図 3-12 粘度測定装置の全体写真

3. 4 高压粘度実測値からの圧力決定法

粘度測定から求めた粘度と測定温度から式(2-28)を用いて圧力 P を決定する。具体的には、 P の初期値を少しずつ変え測定粘度に収束した値を P とする。

3. 5 温度制御装置及び DAC 昇温方法

DAC 内の圧力室の温度感知方法は、図 3-14 のような横からダイヤモンドを挟み込むよに固定できる形にカットした銅製の薄板に、熱電対の先端部をろう付けし、この銅板を DAC 内のダイヤモンドを横から挟み込み、ガスケット上部の表面に固定し、圧力室近辺のガスケット部の温度を感知する。図 3-15 に熱電対セット時の DAC 内部の様子を示す。

DAC の昇温には、図 3-13 のような長時間の高温維持に非常に有効である温度制御装置（CHINO, SU12-1221N3W）を用いた。これは、熱電対が感知した温度に従い、出力電圧を PID 制御することで、温度を一定に保つことのできる装置である。また、無人での定値制御にプログラム温度制御も可能としている。この装置を用いることで DAC の温度制御を自動化でき、高温を維持しながら長時間の粘度測定も容易にできる。表 3-2 に出力電圧の設定値を参考に示す。DAC の昇温の様子を図 3-16 に示す。まず DAC 上蓋部に断熱用に作製したステンレス製のカバー（図 3-17, 3-18 参照）を取り付ける。そして、DAC 昇温用のバンド状のフレキシブルヒーター（大科電器株式会社, EHU 型 20 × 1500mm, 出力 150W）を断線していないかテスターで確認してから巻き付ける。さらに上から断熱用としてアルミホイルを巻き付けることにより昇温を行う。フレキシブルヒーターを DAC に巻き付ける際は、図 3-16 に示すように DAC の表面および回転ステージ上の DAC 固定金具の上からも巻き付け、ヒーターが外れないよう針金を巻いて固定し、さらにその上からアルミホイルを巻き付け、針金で固定する。

温度制御装置の使用の具体的手順を以下に示す。

1. 熱電対を温度制御装置背面の所定の端子に接続する。
2. バンドヒーターのコンセントを本体に接続し、CONTROL POWER のスイッチを入れて温度表示させる。
3. 表示された温度が、室温である 24 °C 付近を正しく表示しているかを確認する。問題がなければ、本体正面部の操作盤で各種設定を行い（設定方法は付録 1 を参照）、LOAD POWER のスイッチを入れて昇温を開始する。
4. 表示された温度が上昇することを確認し終わったら、あとは自動運転を

行うので放置しておいても良いが、事故を防ぐためや温度表示の確認のために、時間をおいて様子を見に行くことが好ましい。

5. 目標温度 (SV) に到達後も、内部の試料油が目標温度に達していない可能性があるため、30分程保温して待つ。
6. 粘度測定後、再び昇温を続けるなら設定を変更する。
7. 4～6を繰り返す。
8. 降温はドライヤーを用い、4～6を繰り返す。
9. 全ての粘度測定終了後、LOAD POWERのスイッチを切り、DACを室温付近にまで冷ました後、CONTROL POWERのスイッチも切る。

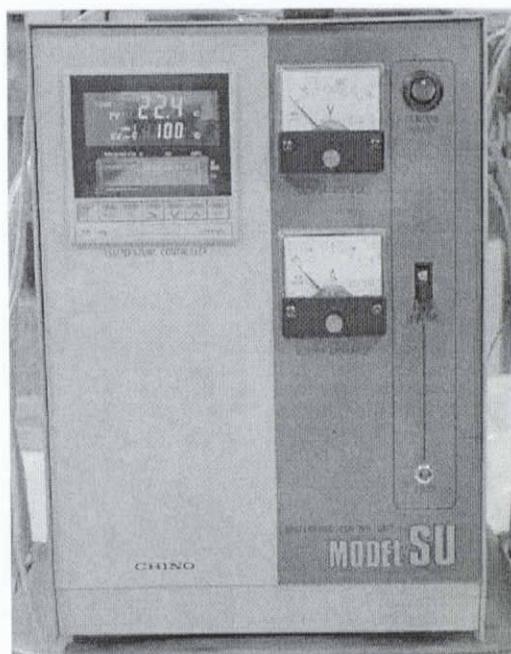


図 3-13 温度制御装置

表 3-1 出力電圧の設定値

	40°C		50°C		70°C		80°C	
	cooling(L)	heating(H)	cooling(L)	heating(H)	cooling(L)	heating(H)	cooling(L)	heating(H)
Output voltage (V)	21	27	21	33	34	44	38	56

	100°C		150°C		200°C	
	cooling(L)	heating(H)	cooling(L)	heating(H)	cooling(L)	heating(H)
Output voltage (V)	47	65	67	87	80	95

(注) 表に示した値は、全ての実験の平均値とした。

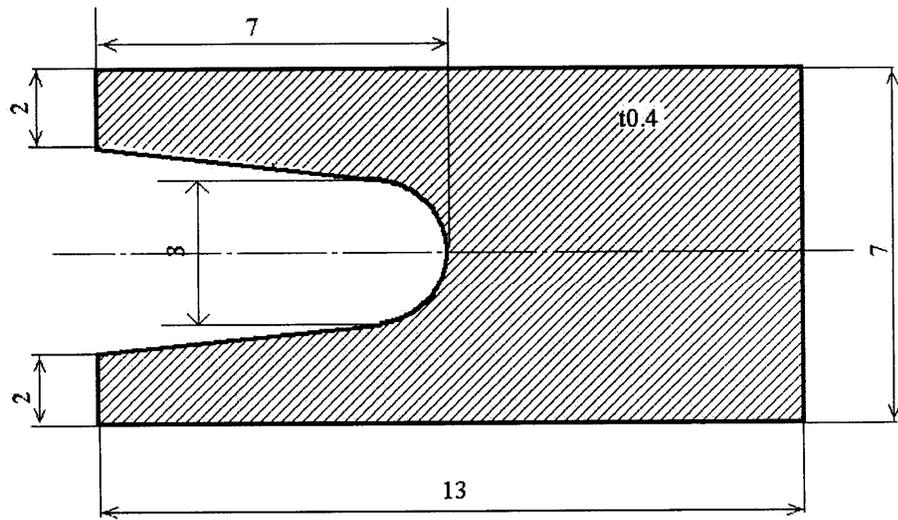


図 3-14 熱電対固定に使用する銅製の薄板

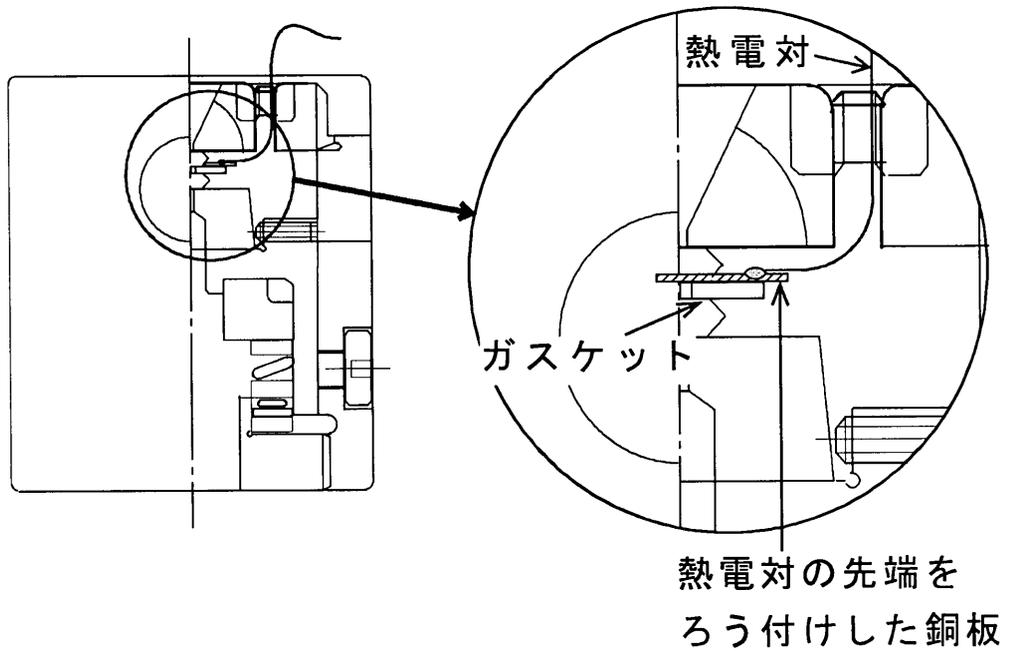


図 3-15 熱電対固定方法

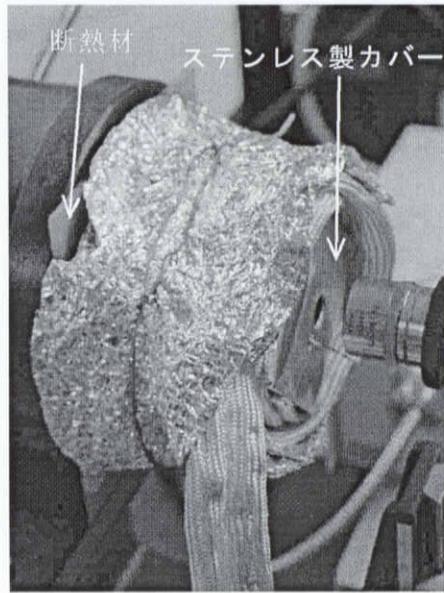


図 3-16 断熱用アルミホイルを巻き付けた DAC

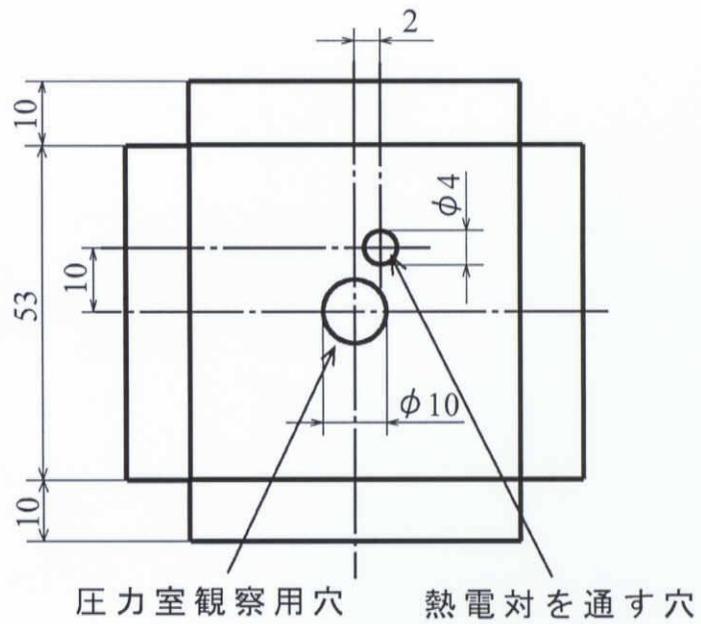


図 3-17 断熱用の DAC 上部にかぶせるステンレス製のカバー（展開図）

3. 6 実験条件及び実験番号

本研究では，測定試料として，パラフィン系油のジオクチルセバケート (DOS)，ジオクチルフタレート (DOP)，ポリアルファオレフィン (PAO4) とナフテン系油のサントトラック 50 (SN50)，ハーフトロイダル油 (KTF1) とトリアジン化合物 (FFT-71) を用いた [17]。SN50 は代表的なトラクション油として知られており，KTF1 は実用化されたハーフトロイダル CVT で使用されている油である。* の PAO4, FFT-71 は高圧粘度未知油として実験をおこない，その他の油は高圧粘度標準液として用いた。

表 3-2 に試料油の物性を示す。なお実験 1~5 は予備実験で省略されている [18][19]。以下に用いる実験番号は表 3-3 に基づくものである。

また試料油を封入する圧力室を形成する金属板ガスケットとして，リン青銅 (PCu, $\phi 0.9$, $t 0.8$) を使用し，実験温度は通常 23 ~ 25 °C である。DAC はダイヤモンド径の大きさが $\phi 1.2$ の No.3 を用いた。

表 3-2 試料油の物性 (*印は高圧粘度未知として実験)

Properties of sample oils				
Sample oil	Density, g/cm ³	Viscosity, mPa · s	Viscosity -pressure coefficient $\alpha, 1/G Pa$	Refractive index at atmospheric pressure
Santotrac50 (SN50)	0.886(40°C)	65.6(24°C)	29.4(40°C)	1.496
KTF1 (tCVT oil)	0.96(15°C)	46(24°C)	39(24°C)	1.503
Diocetylsebacate(DOS)	0.912(25°C)	17.6(25°C)	9.63(25°C)	1.448
Diocetylphthalate(DOP)	0.986(20°C)	58.6(25°C)	16(25°C)	1.487
Polyalphaolefins(PAO4)*	0.82(15°C)	14.8(40°C)	11.2(24°C)	1.452
Triazine compound(FFT-71)*	1.0608(15°C)	13660(24°C)	25.15(20°C)	1.504

表 3-3 実験条件

Exp. notation	Oil sample	Sphere, Nickel or Copper alloy		High temperature
		Diameter, μm		
		Nickel	Copper	
DOS(100c1)	DOS	80.5		○
DOS(100c2)	DOS	81.5		○
DOS(100c3)	DOS	84		○
PAO4(1)	PAO4	85.4		×
PAO4(100c2)	PAO4	80		○
PAO4(100c3)	PAO4	78		○
DOS(4)	DOS	79.4		×
DOP(1)	DOP		80.4	×
DOS(5)	DOS		84	×
FFT-71(1)	FFT-71		78	×
KTF1(200c1)	CVT oil		83.4	○
KTF1(200c2)	CVT oil		85	○
DOP(150c2)	DOP		85.4	○
DOP(150c3)	DOP		81.4	○
SN50(150c1)	Santotrac50		87.4	○
KTF1(150c3)	CVT oil		82.4	○
DOS(150c6)	DOS		84	○
FFT-71(150c2)	FFT-71		85	○
FFT-71(150c3)	FFT-71		87	○

3. 7 室温における圧力－加圧ねじ回転角関係と較正曲線

図 3-18 に SN50 でガスケット穴寸法などを同じにして粘度測定から逆算された 3 つの実験 SN50(6)～(8)の圧力と（見かけの）加圧ねじ回転角を示す（圧力変化図）。ここで，加圧ねじ回転角は加圧を開始した点を 0 deg とする。DAC は対向したダイヤモンドで，穴のあいた金属板ガスケットを圧縮し塑性変形させるため，その塑性変形に加圧力が使われ，圧力上昇の始まる角度は個々の実験で異なるが，上昇後の曲線の形状に類似性が見られる。そこで，各曲線を横軸に外挿しそこまでを空加圧ねじ回転角，そこからを有効加圧ねじ回転角と定義されている。SN50(6)～(8)の空加圧ねじ回転角は表 3-4 に示す。有効加圧ねじ回転角を横軸に取り直し，圧力との関係を示したものが図 3-19 である。以下この方法で空加圧ねじ回転角を決め，有効加圧ねじ回転角を導出する。SN50(6)～(8)の 3 つの実験ともに図 3-19 に示すような再現性約 20MPa 程度でほぼ一本の圧力較正曲線となる。

表 3-4 SN50(6)～(8)の空加圧ねじ回転角

Exp.notation	Dead loading screw angle deg.
SN50(6)	20
SN50(7)	50
SN50(8)	25

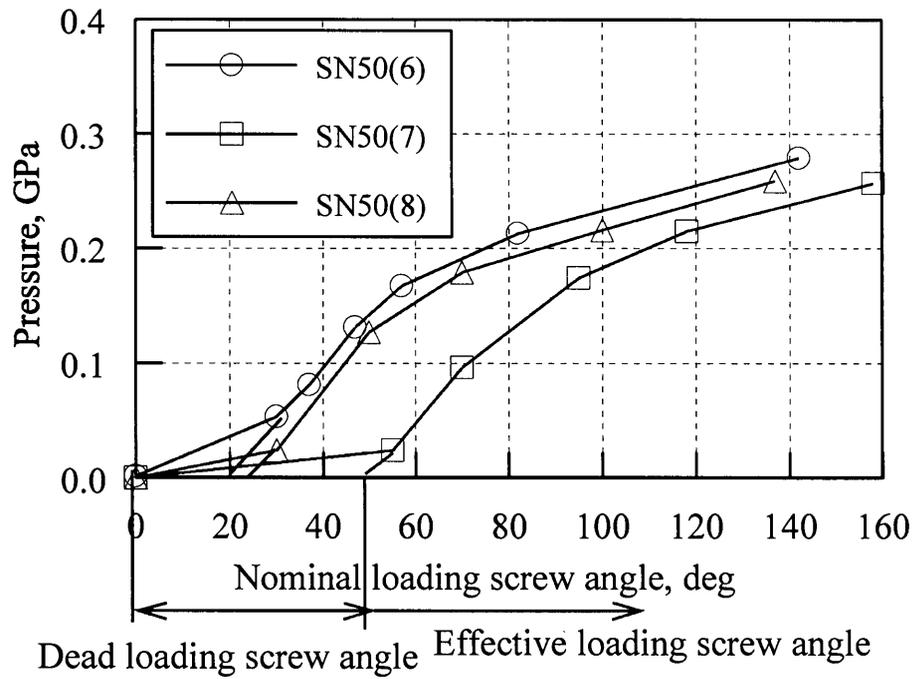


図 3-18 有効加圧ねじ回転角決定法 (ガスケット材料 ; Cu,φ0.9,t1)

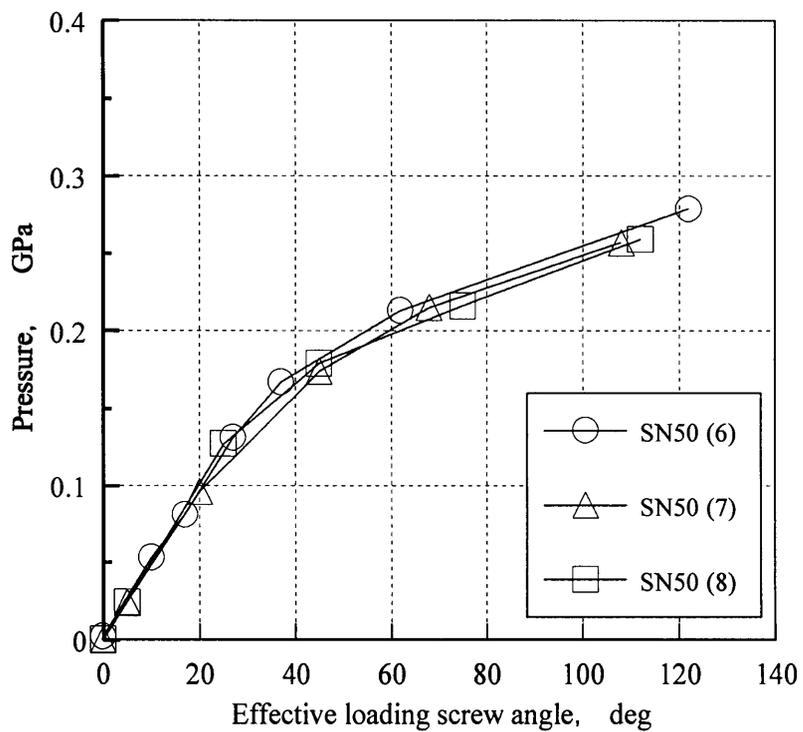


図 3-19 SN50 (6)～(8)の有効加圧ねじ回転角－圧力関係

(ガスケット材料 ; Cu,φ0.9,t1)

3. 8 高圧粘度未知油の圧力決定法

高圧粘度未知の油での圧力決定は、圧力未知のまま加圧と粘度測定を行いデータを図 3-20 のように対数粘度と加圧ねじ回転角のグラフ（対数粘度変化図）にプロットし常圧粘度まで外挿して空加圧ねじ回転角を決め、その後、同じ穴寸法条件の標準油の圧力較正曲線図より圧力を決定する。無段変速機用のトラクション油 KTF1 の実験結果を表 3-5、図 3-21 に示す。圧力を SN50(10), SN50(11) より求めたが Bair らの値と一致している。

油種が異なっても加圧ねじ回転角で圧力が決定できると考えられている理由を以下に述べる。これまで報告されている固化油高圧密度式から求められた高圧相対密度（常圧密度を基準）を図 3-22 に示す[20]。トラクション係数の比較的高い 1GPa 以下の低圧で固化するシクロヘキサン環あるいはベンゼン環を持つ分子構造の # 7149（トラクション試作油）、DMP（トラクション油／サントトラックの基油）、5P4E（ポリフェニルエーテル）、TN68（タール水添油）の 4 種類の油である。固化圧力の差異により、その圧力以上では差異が見られるが、固化圧力（0.2 ～ 0.5 GPa）まで全ての油は同一線上にのり Dowson らの式ともほぼ一致している。また、高温下で DOS, DOP, G31（パラフィン系鉱油, ASME データ）、G36（ナフテン系鉱油, ASME データ）と Dowson らの式と比較したグラフを図 3-23, 3-24, 3-25, 3-26 に示す。こちらは温度が高くなるにつれ、Downson の式とずれている。このことから、室温では、圧力上昇に関与する潤滑油の高圧下の圧縮率はほとんど影響を受けず、ガスケット（材質, 寸法）DAC キュレット径などの実験条件が同じなら、有効加圧ねじ回転角－圧力の関係は、100℃程度で 1GPa 程度まで油種によりほとんど変わらず、図 3-19 のような関係図となり 1 本の較正曲線から圧力が決定できると期待される。

表 3-5 KTF1(9), (12) の空加圧ねじ回転角

Exp. notation	Dead loading screw angle deg.
KTF1(9)	15
KTF1(12)	33

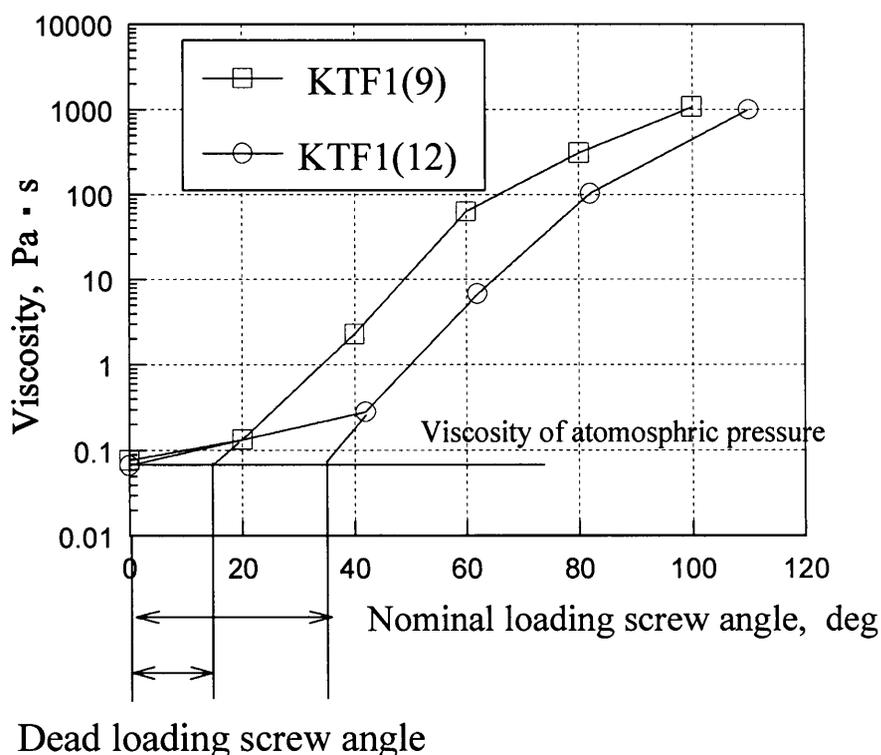


図 3-20 有効加圧ねじ回転角の決定の方法

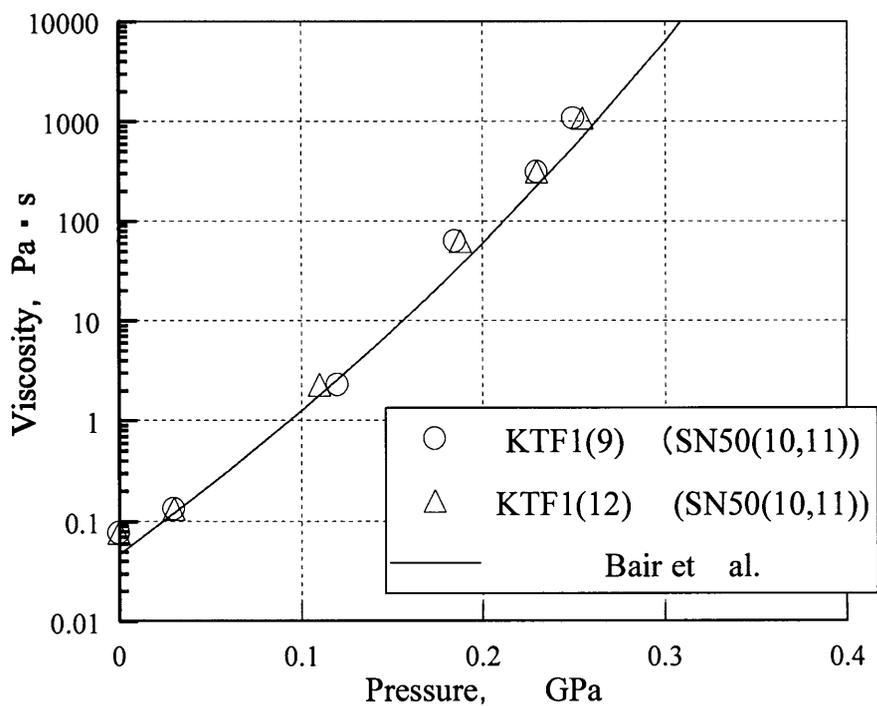


図 3-21 SN50 のマスターカーブから求めた KTF1 の文献値との比較

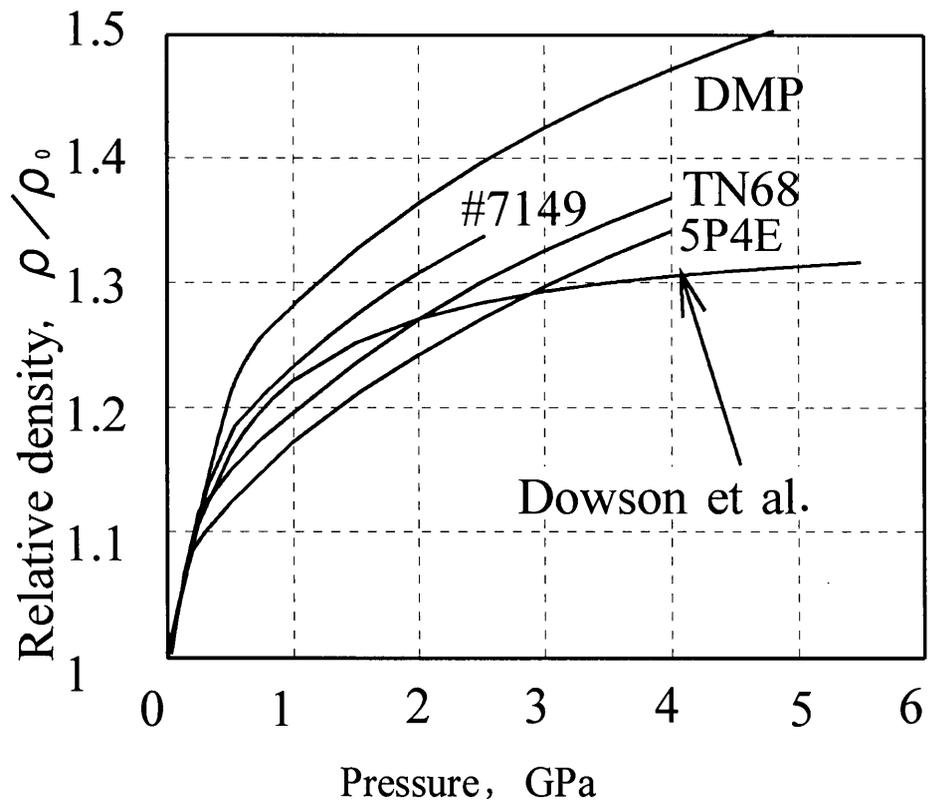


図 3-22 種々の油の圧力-相対密度関係

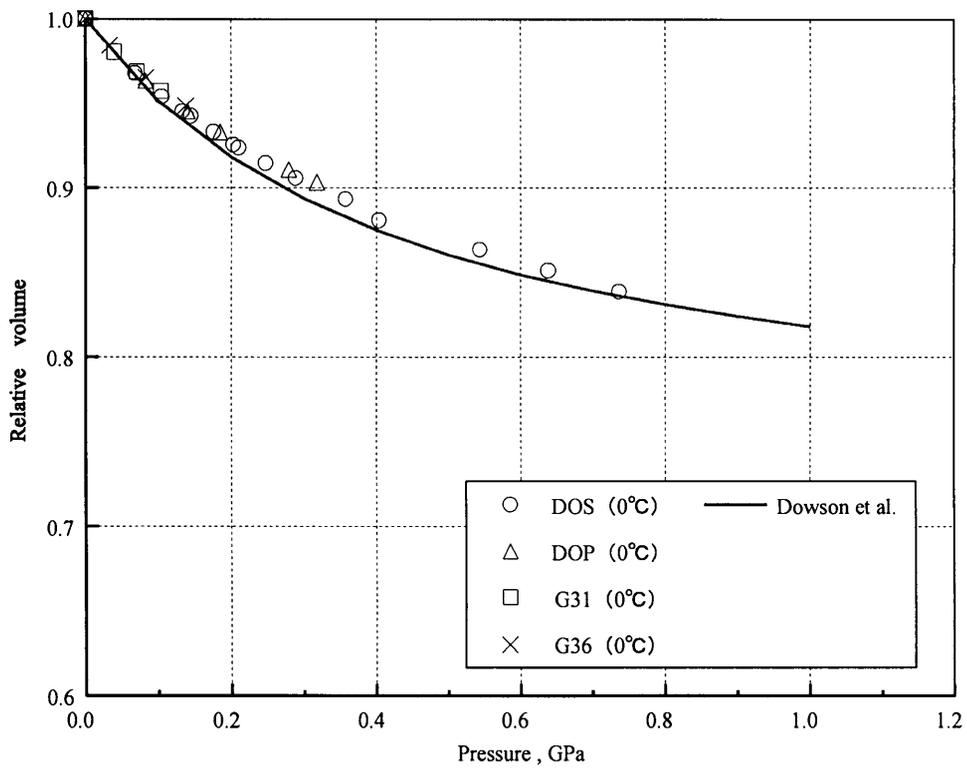


図 3-23 4つの油 (ASME の値) と Dowson らの値との比較 (0 °C)

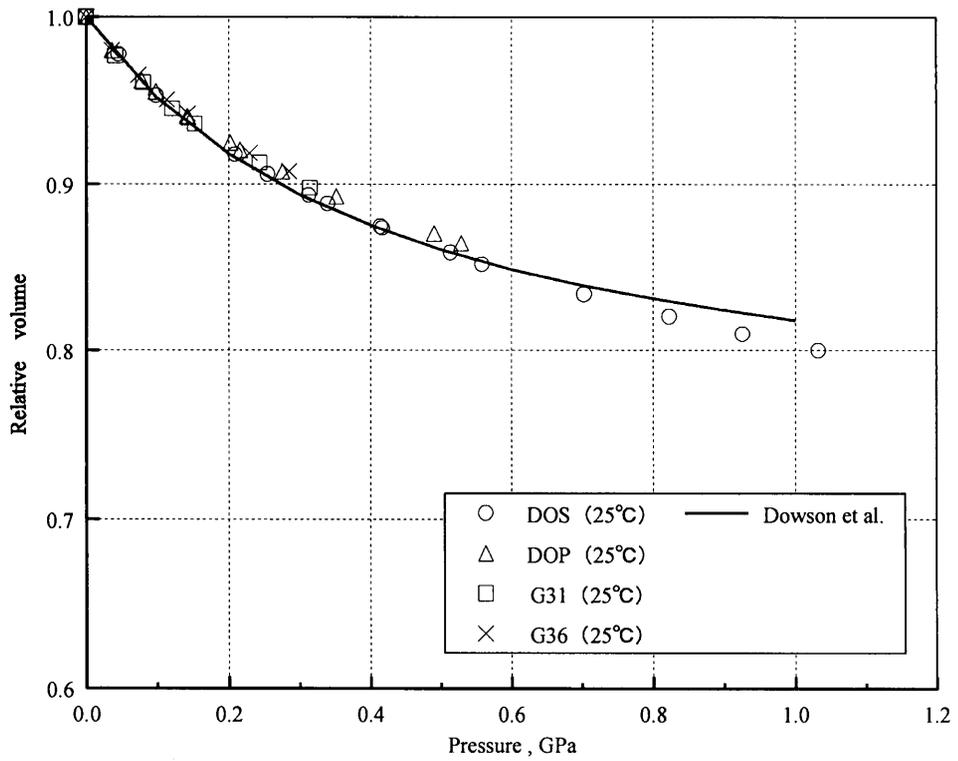


図 3-24 4つの油 (ASME の値) と Dowson らの値との比較 (25 °C)

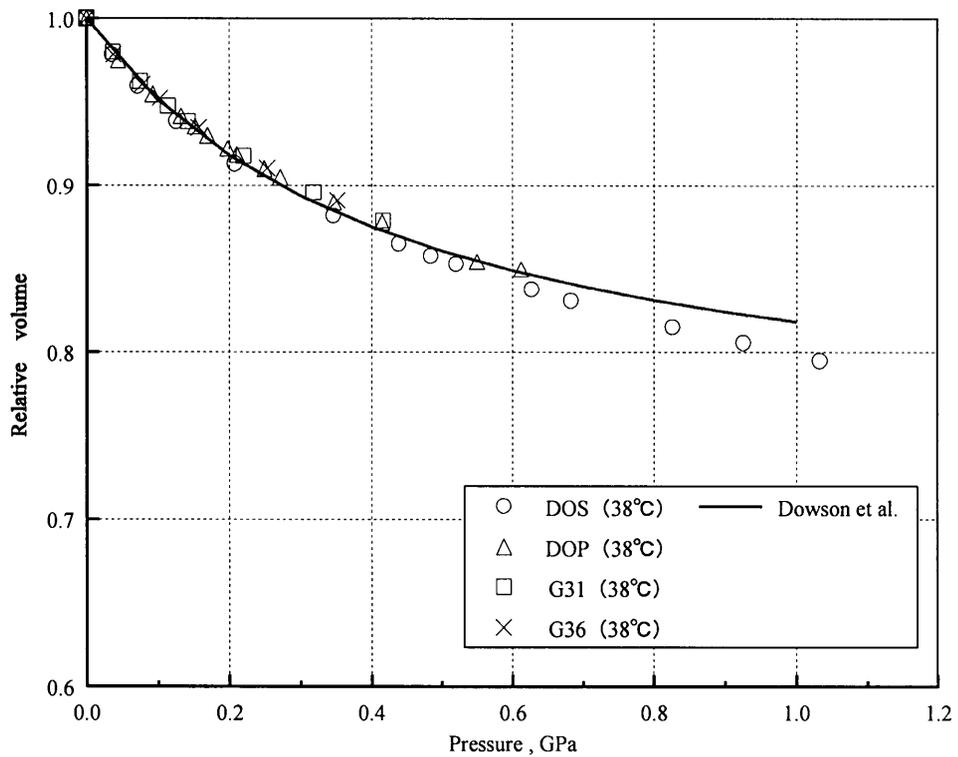


図 3-25 4つの油 (ASME の値) と Dowson らの値との比較 (38 °C)

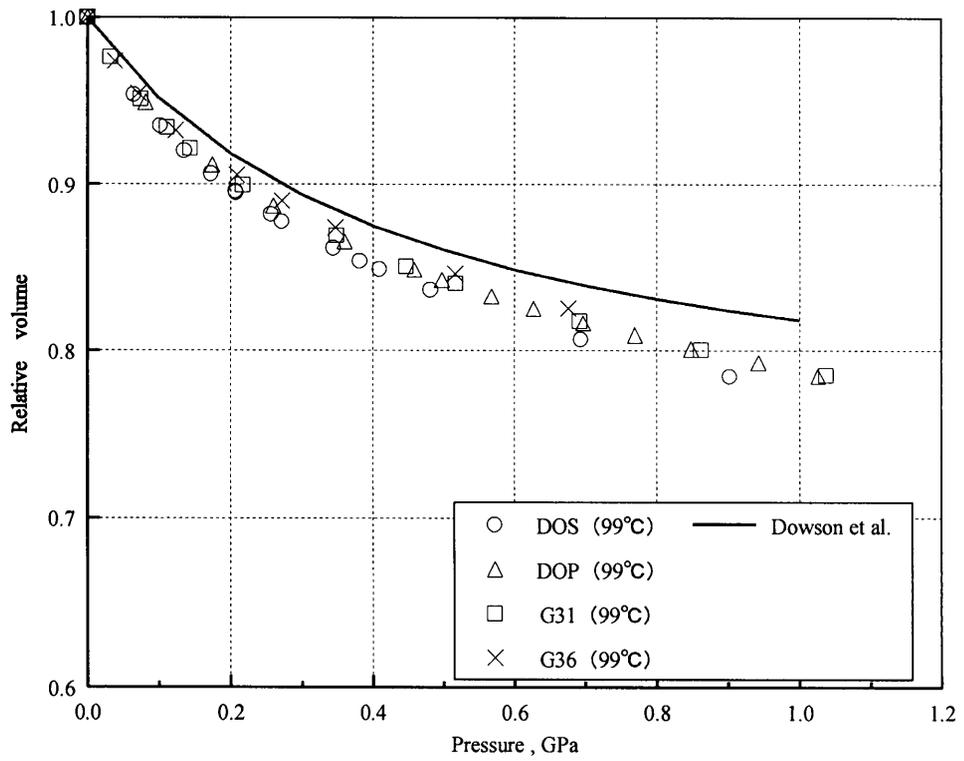


図 3-26 4つの油 (ASME の値) と Dowson らの値との比較 (99 °C)

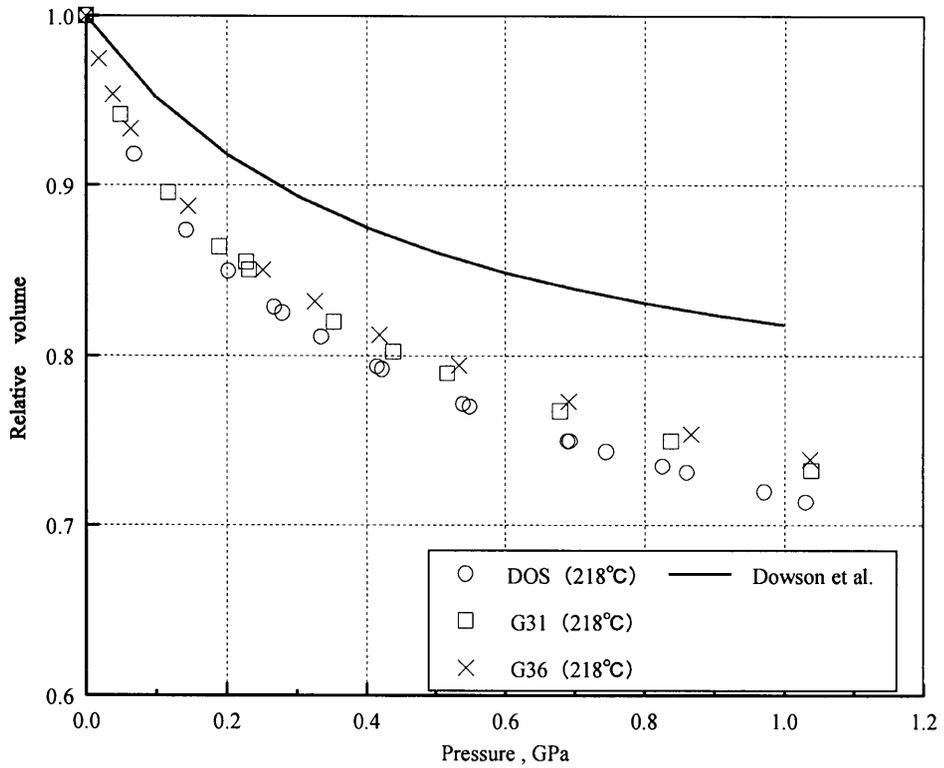


図 3-27 4つの油 (ASME の値) と Dowson らの値との比較 (218 °C)

4. 1 既知油の空加圧ねじ回転角決定

既知油の実験の圧力-見かけの加圧ねじ回転角関係（圧力変化図）、粘度-見かけの加圧ねじ回転角関係（対数粘度変化図）をそれぞれ図 4-1, 4-2, 4-3, 4-4 に示す。

また、空加圧ねじ回転角を常圧粘度を文献値、実験値それぞれ基準とし、粘度及び、圧力から求めたものを表 4-1 に示す。

求め方によって、空加圧ねじ回転角の大きさに若干の差異が見られる。パラフィン系の油は圧力より求めた空加圧ねじ回転角の方が粘度より求めた方より大きく、ナフテン系の油はその反対になっている。また、常圧粘度の基準を文献値、実験値にした場合、パラフィン系（DOS、DOP）、ナフテン系（KTF1、SN50）で違う。パラフィン系は文献値基準の方が大きい、ナフテン系は実験値の方が大きい。

対数粘度変化図から求めた勾配（ここからは、対数粘度勾配という） $\Delta \log \eta / \Delta \theta$ と圧力より求めた空加圧ねじ回転角 θ_{dp} と文献値基準、実験値基準それぞれで求めた空加圧ねじ回転角 θ_{dn} の間の差を空角補正角度 $\Delta \theta_d = \theta_{dp} - \theta_{dn}$ とする（表 4-2）。そして、 $\Delta \log \eta / \Delta \theta - \Delta \theta_d$ 関係を図 4-5 に示す。但し、プロット点はそれぞれの油での平均値である。これは、未知油での空加圧ねじ回転角を補正するために用いるものであり、その補正方法は、4. 5 と 4. 6 で詳細に述べる。

図 4-5 で、文献値より実験値基準は上にシフトしており、それぞれ右肩下がりの 1 本の直線で表す事が出来る。

4. 2 DOS の有効加圧ねじ回転角からの室温圧力補正曲線

24℃下（室温）、DOS の圧力-有効加圧ねじ回転角関係を図 4-6 に、昇温過程ありのみの実験を図 4-7 に示す。それぞれほぼ再現性が見られるが、昇温過程ありのみの方がより再現性が高く、一本の較正曲線を描くことが出来る。

4. 3 パラフィン系油，室温からの高温時圧力増加量較正曲線

室温でのパラフィン系油 (DOS, DOP) の圧力-有効加圧ねじ回転角関係を図 4-8 に，昇温過程ありのみのものを図 4-9 に示す。(点線の部分は DOP を外挿した線である) DOS, DOP で若干の曲線の違いが見られたが，同油種での実験では再現性がみられた。また，昇温過程のみの方がより再現性が高い。

圧力と圧力上昇量関係を図 4-10, 4-11 に示す。図 4-10 は 200 °C のデータありで，図 4-11 は 200 °C のデータを除いたものである。200 °C を除いた方が文献値 (三田，山之口の計算 [21][22]) と一致しているのが見うけられ，150 °C 以下で実験した方が良いと思われる。

4. 4 ナフテン系油，室温からの高温時圧力増加量較正曲線

室温下，ナフテン系油 (SN50, KTF1) の圧力-有効加圧ねじ回転角関係を図 4-12 に示す。SN50, KTF1 で再現性が見られ，また DOS とも再現性がある。

圧力-圧力上昇量関係を図 4-13, 4-14 に示す。図 4-13 は 200 °C ありで，図 4-14 は 200 °C を除き，回帰線を描いたものである。約 20MPa のバラつきがあるが，200 °C がないほうがデータ点とほぼ一致している。

図 4-14 の下に回帰線の式を記述し，その係数表を表 4-3 に載せた。(付録 6 参照)

4. 5 未知油の空加圧ねじ回転角決定

未知油の粘度-見かけの加圧ねじ回転角関係 (対数粘度変化図) をそれぞれ図 4-15, 4-16 に，未知油 (PAO4, FFT-71) の空加圧ねじ回転角を文献値又は，実験値を基準として求めた値，対数粘度勾配，そして空角補正角度を表 4-4 に示す。

空加圧ねじ回転角が，PAO4 では実験値基準の方が文献値基準より大きく，FFT-71 はその逆である。

未知油では， θ_{dn} しか求まらないので，空角補正角度は，空角補正角度-対数粘度勾配グラフを用いて求める。(図 4-17)

まず実験値より対数粘度勾配を求め、その値をグラフの横軸から伸ばして交差したところをその実験（油）での空角補正角度とする。例えば、PAO4について見てみると、対数粘度勾配が 0.034 であるので、文献値基準補正が +5.9deg、実験値基準補正が +4.4deg となる。

表 4-5 に FFT-71 常圧粘度のそれぞれの実験における実験データと大野のデータを示した。実験値の方が、文献値より小さい傾向が見られた。

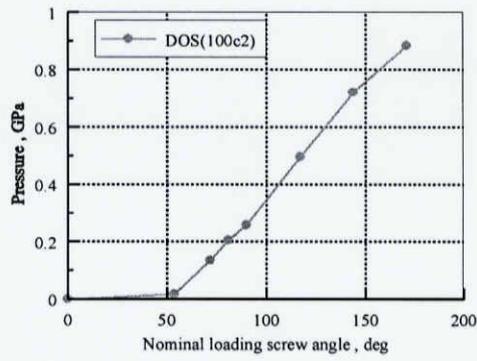
4. 6 未知油の高温高压粘度評価

パラフィン系の PAO4 の高温高压粘度評価には、まず前節での補正した空加圧ねじ回転角から有効加圧ねじ回転角を算出し、DOS の室温圧力較正曲線の図 4-7 より室温圧力（いくつかのデータの平均値）を決定する。高温時の圧力はそれに圧力増加量較正曲線図（図 4-11、パラフィン系用）からの上昇量（いくつかのデータの平均値）を加える。FFT-71 の場合、室温時圧力の求め方は同様であるが、高温時はナフテン系用の圧力増加量較正曲線図（図 4-14、上昇量は回帰線より得られる、プログラムは付録 6）を用いる。

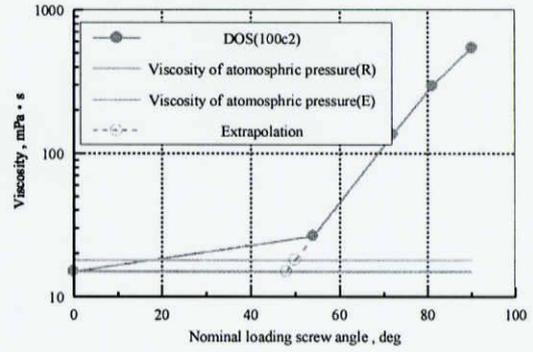
表 4-6, 4-7, 4-8, 4-9 と図 4-18, 4-19, 4-20, 4-21 には得られた PAO4 の圧力-粘度データを比較のため、空加圧ねじ回転角を補正していないものと補正したものの組み合わせでそれぞれ η_0 文献値基準 ($\theta d\eta (R)$)、 η_0 実験値基準 ($\theta d\eta (E)$)、 η_0 文献値基準+文献値補正 ($\theta d\eta (R)+\Delta\theta d (R)$)、 η_0 実験値基準+実験値補正 ($\theta d\eta (E)+\Delta\theta d (E)$) で示す。また FFT-71 も同様に、表 4-10, 4-11, 4-12, 4-13 と図 4-22, 4-23, 4-24, 4-25 に示す。PAO4 では補正した方（実験値基準+実験値補正）が文献高压粘度データに近くなることが見受けられ、この補正方法の妥当性が示された。

（参考に別の近似的な補正方法を以下に示す。まず $\Delta\theta d = 0$ としてデータ処理する。PAO4 を例にすると、図 4-26 のように傾き $415/52 \approx 8\text{MPa/deg}$ なので、図 4-17(空加圧補正角度-対数粘度勾配グラフ)を用い、空角補正角度が文献値の場合 5.9deg なので、 $8\text{MPa/deg} \times 5.9\text{deg} \approx 47\text{MPa}$ となる。そしてすべての圧力データを 47MPa 分引くことで粘度-圧力データを得る。)

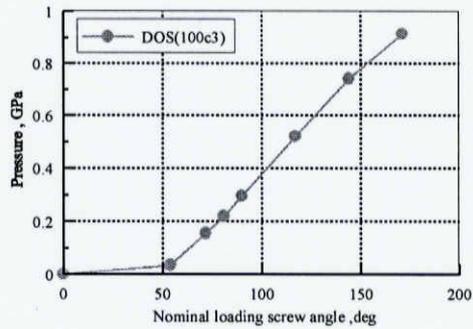
PAO4 及び FFT-71 の圧力-圧力-粘度係数 α 関係を図 4-27, 4-28, 4-29, 4-30 に示す。室温では、圧力とともに α は低下し、高温ではほぼ一定になっている。



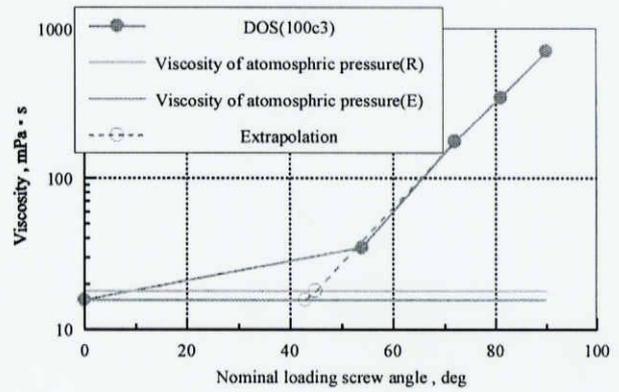
(a)



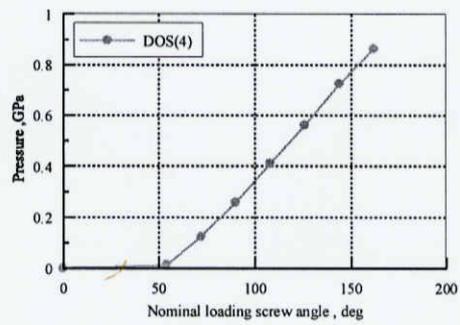
(b)



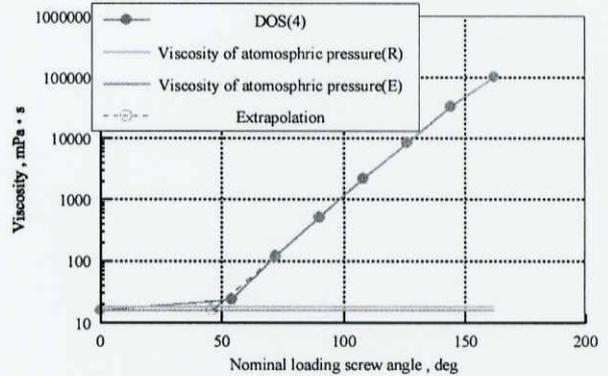
(c)



(d)



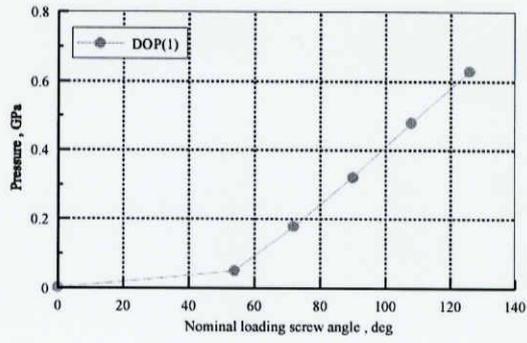
(e)



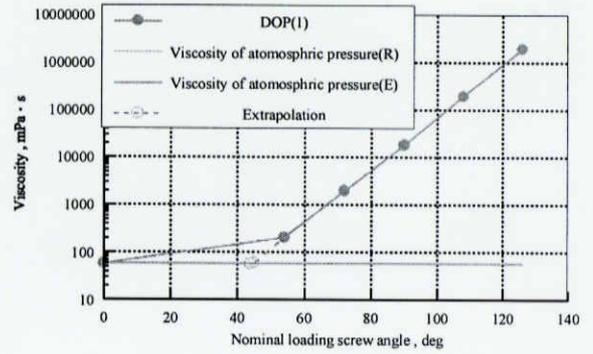
(f)

図 4-1 圧力-見かけの加圧ねじ回転角関係と
粘度-見かけの加圧ねじ回転角関係

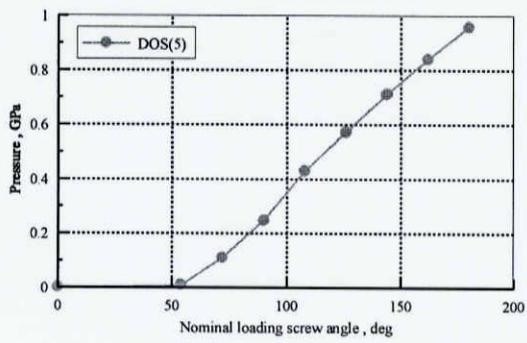
図中で記述されている文字記号 R は文献値，E は実験値である。



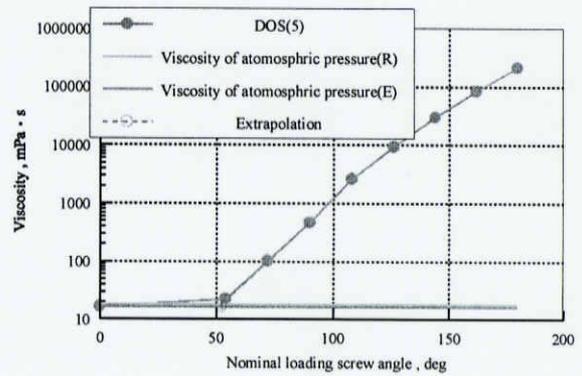
(g)



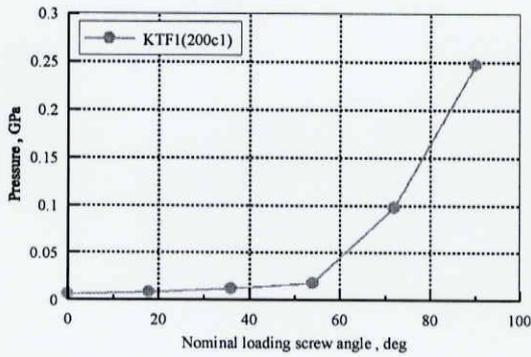
(h)



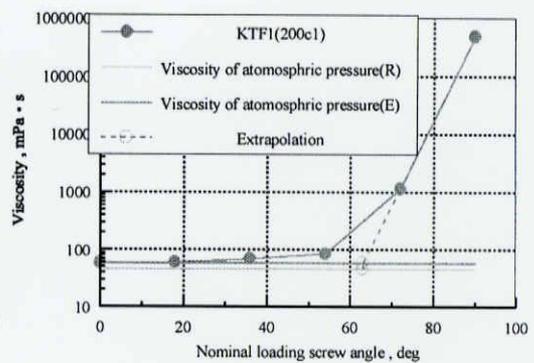
(i)



(j)

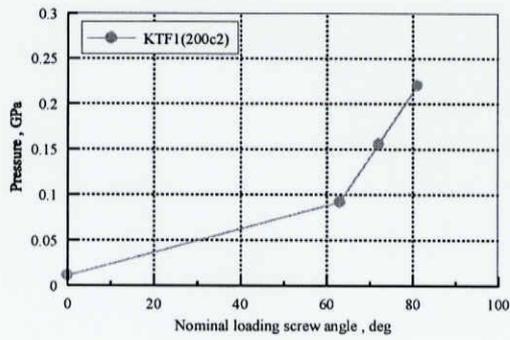


(k)

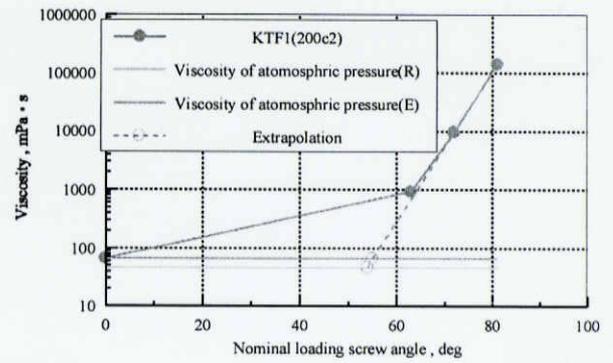


(l)

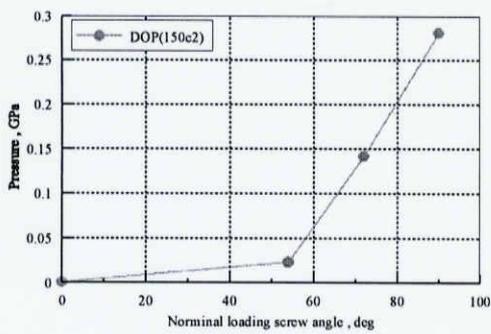
図 4-2 圧力-見かけの加圧ねじ回転角関係と
粘度-見かけの加圧ねじ回転角関係



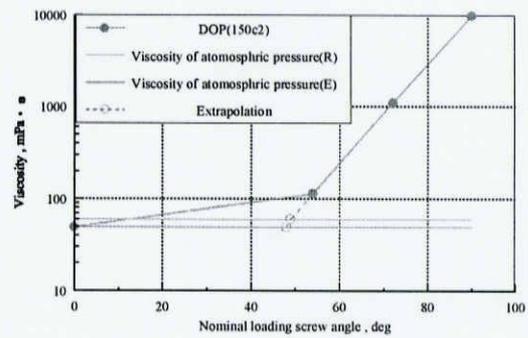
(m)



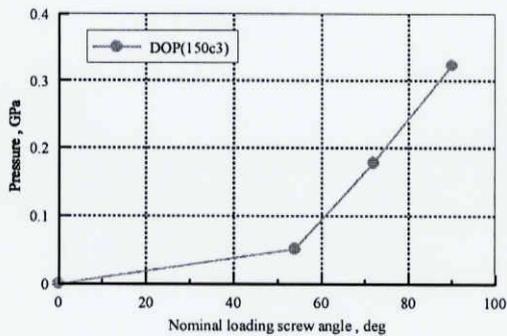
(n)



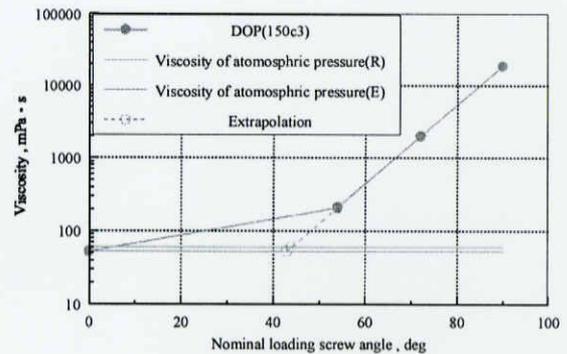
(o)



(p)

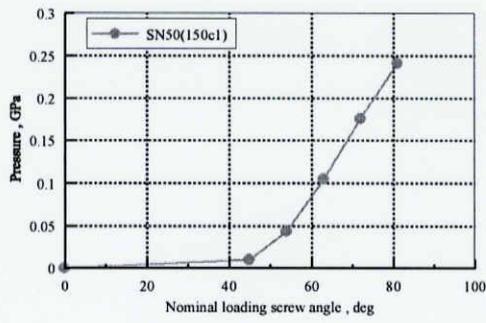


(q)

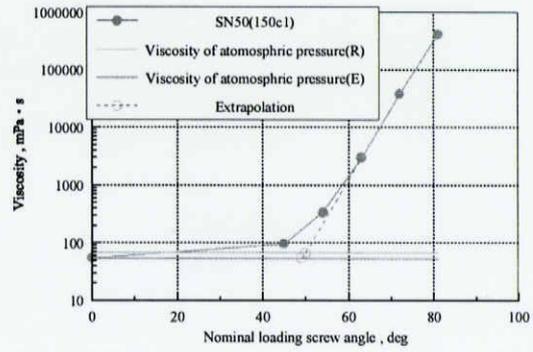


(r)

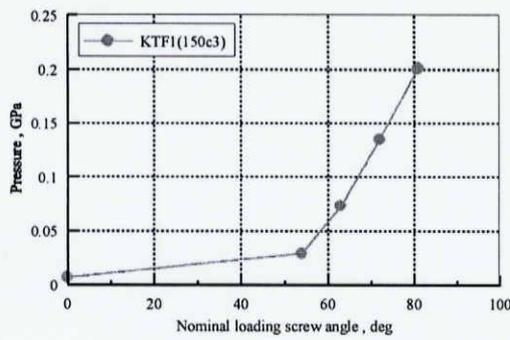
図 4-3 圧力-見かけの加圧ねじ回転角関係と
粘度-見かけの加圧ねじ回転角関係



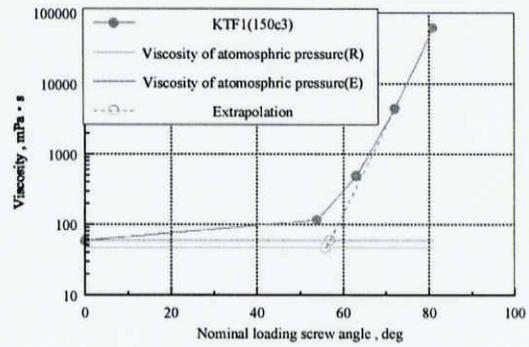
(s)



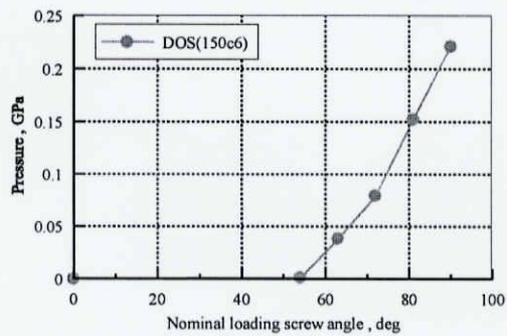
(t)



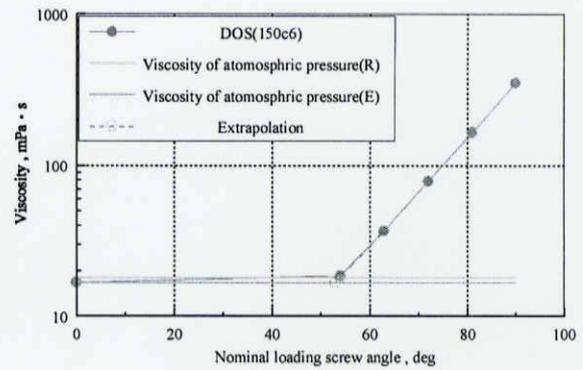
(u)



(v)



(w)



(x)

図 4-4 圧力-見かけの加圧ねじ回転角関係と
粘度-見かけの加圧ねじ回転角関係

表 4-1 それぞれの実験における空加圧ねじ回転角

Exp. notation	Dead loading screw angle θ_d , deg		
	Extrapolated to η_0 , $\theta_{d\eta}$		Extrapolated to zero pressure θ_{dp}
	Reference value $\theta_{d\eta}(R)$	Experimental value $\theta_{d\eta}(E)$	
DOS(100c2)	50	48	51
DOS(100c3)	45	43	49
DOS(4)	48	46	57
DOP(1)	45	44	48
DOS(5)	52	52	54
KTF1(200c1)	63	63	60
KTF1(200c2)	54	55	50
DOP(150c2)	49	48	52
DOP(150c3)	44	43	47
SN50(150c1)	50	49	48
KTF1(150c3)	56	57	54

表 4-2 それぞれの実験における対数粘度勾配及び空角補正角度

Exp. notation	Logarithm viscosity gradient $\Delta \log \eta / \Delta \theta$		Adding amount of dead angle deg $\Delta \theta_d = \theta_{dp} - \theta_{d\eta}$	
	Formula	Numeric value	Reference value $\Delta \theta_d(R)$	Experimental value $\Delta \theta_d(E)$
DOS(100c2)	=2/49	0.041	1	3
DOS(100c3)	=2/57	0.035	4	6
DOS(4)	=2/59	0.034	9	11
DOS(5)	=2/49	0.041	2	2
DOS(150c6)	=2/55	0.036	5	6
Average		0.037	4.2	5.6
DOP(1)	=2/36	0.056	3	4
DOP(150c2)	=2/37	0.054	3	4
DOP(150c3)	=2/37	0.054	3	4
Average		0.055	3	4
SN 50	=3/25	0.120	-2	-1
KTF1(200c1)	=3/21	0.143	-3	-3
KTF1(200c2)	=3/24	0.125	-4	-5
KTF1(200c3)	=3/24	0.125	-2	-3
Average		0.131	-3	-3.7

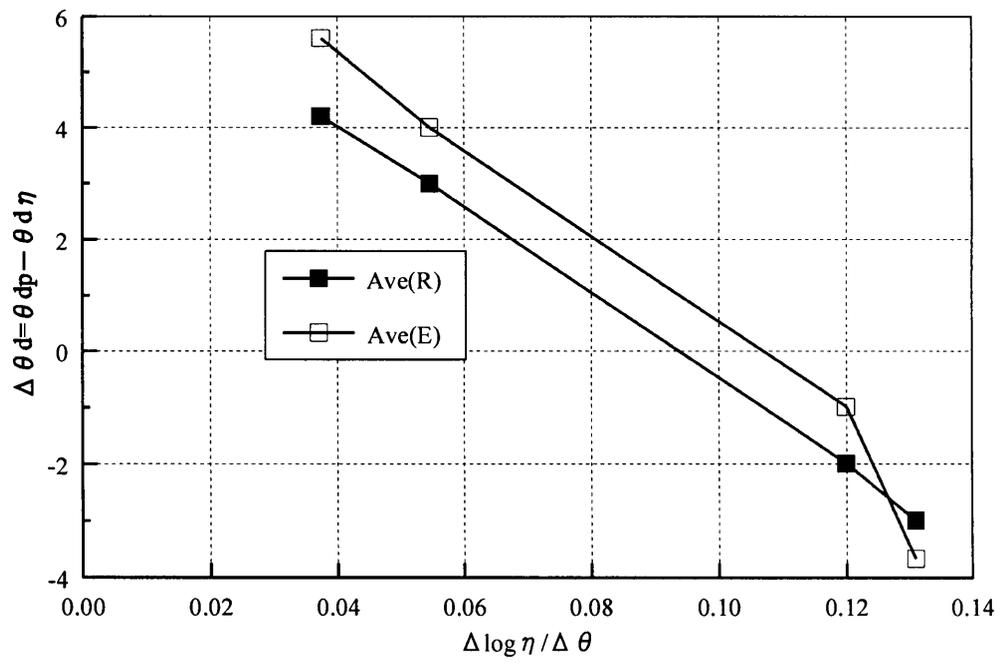


图 4-5 空角補正角度-对数粘度勾配關係

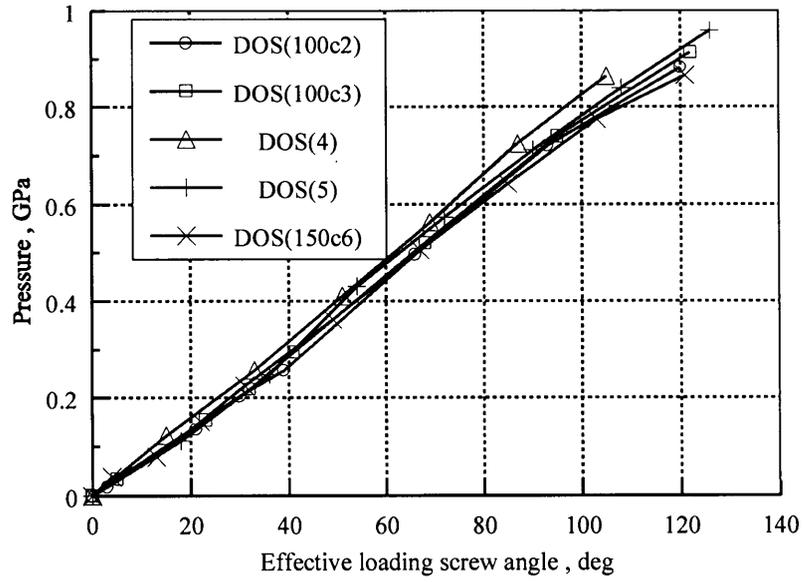


図 4-6 DOS の圧力-有効加圧ねじ回転角関係(較正曲線)

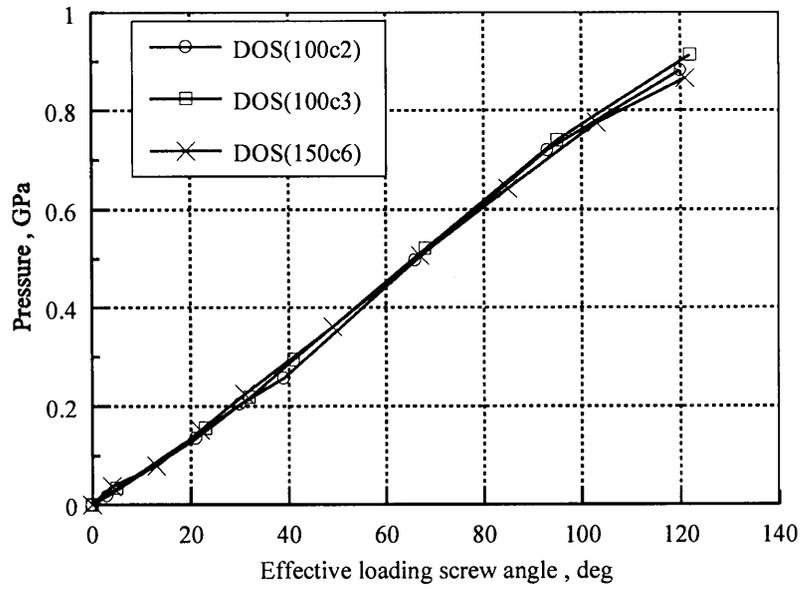


図 4-7 DOS の圧力-有効加圧ねじ回転角関係(較正曲線)
(昇温過程ありのみ)

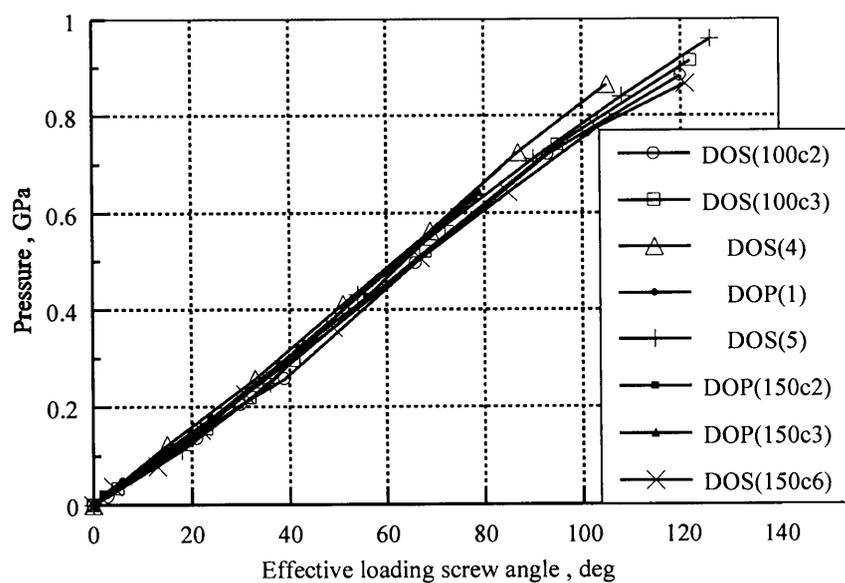


図 4-8 パラフィン系油の圧力-有効加圧ねじ回転角関係(校正曲線)

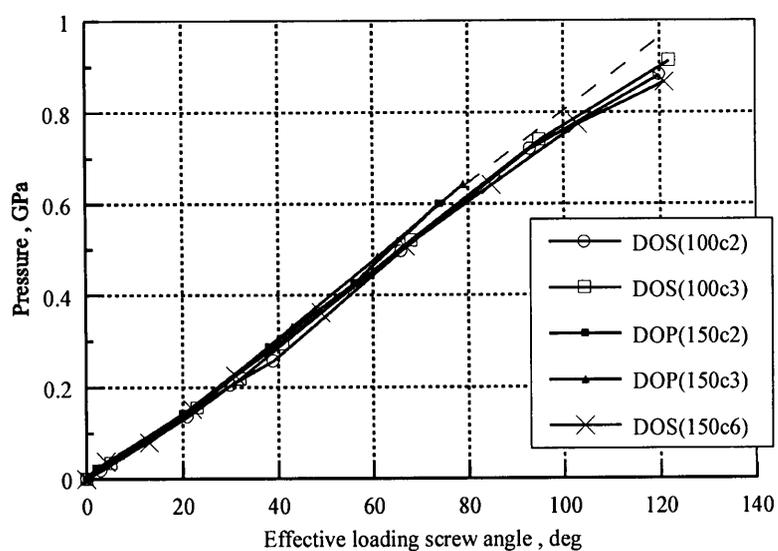


図 4-9 パラフィン系油の圧力-有効加圧ねじ回転角関係(校正曲線)
(昇温過程ありのみ)

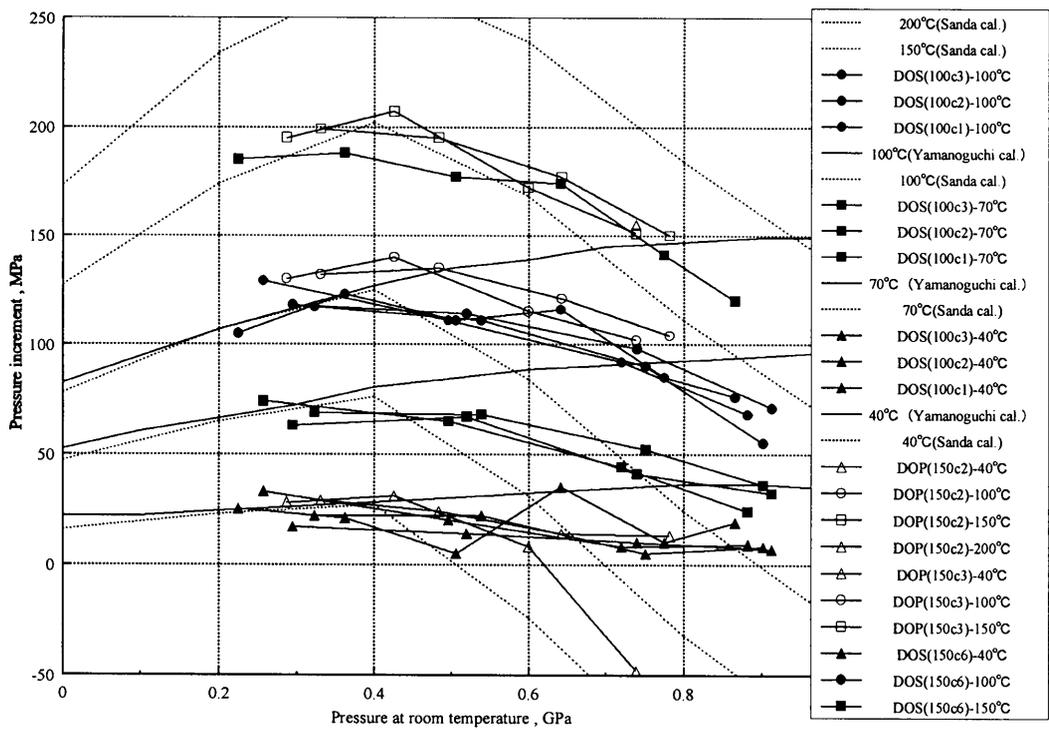


図 4-10 山之口，三田の計算データとの圧力上昇量比較

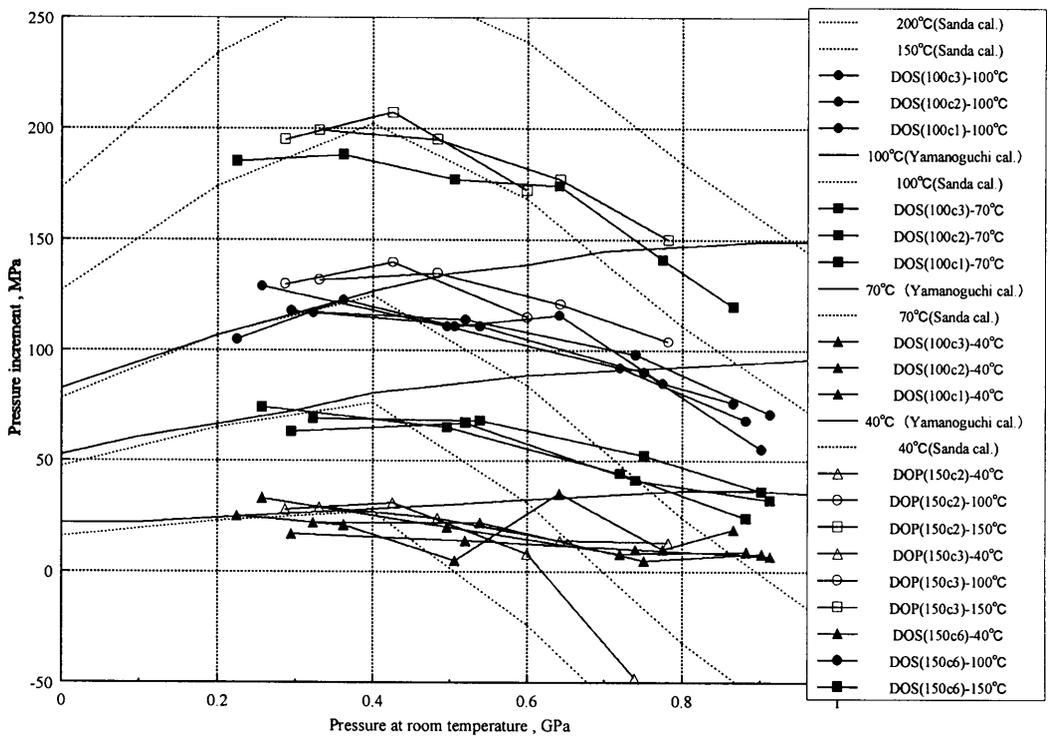


図 4-11 山之口，三田の計算データとの圧力上昇比較
(200 °C 昇温後データ除く)

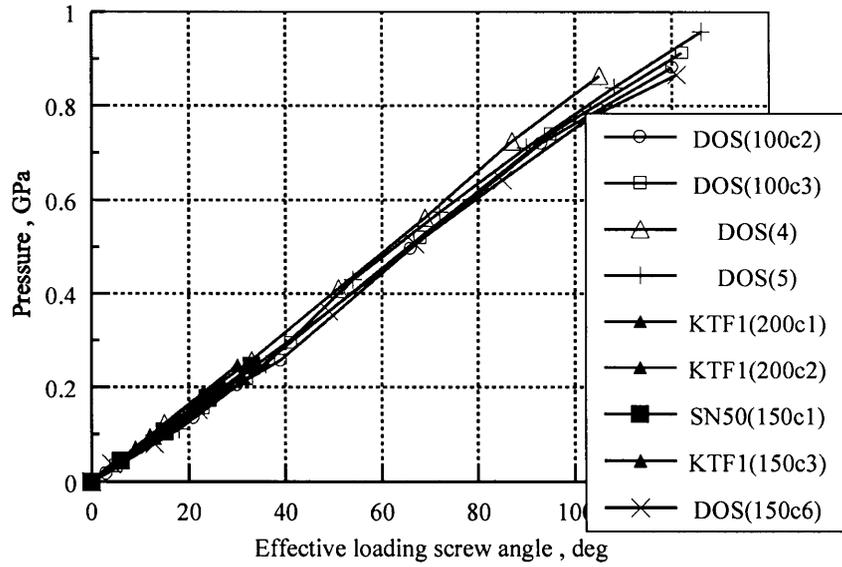


図 4-12 ナフテン系油の圧力-有効加圧ねじ回転角関係(較正曲線)

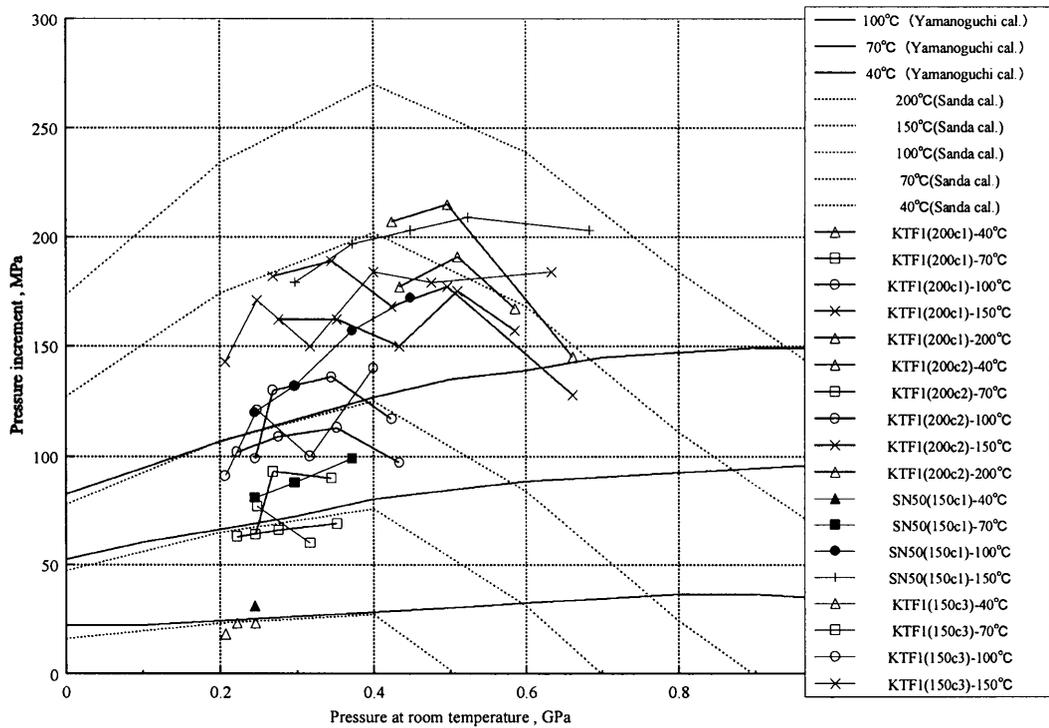


図 4-13 山之口, 三田の計算データとの圧力上昇量比較
(200 °C 以下)

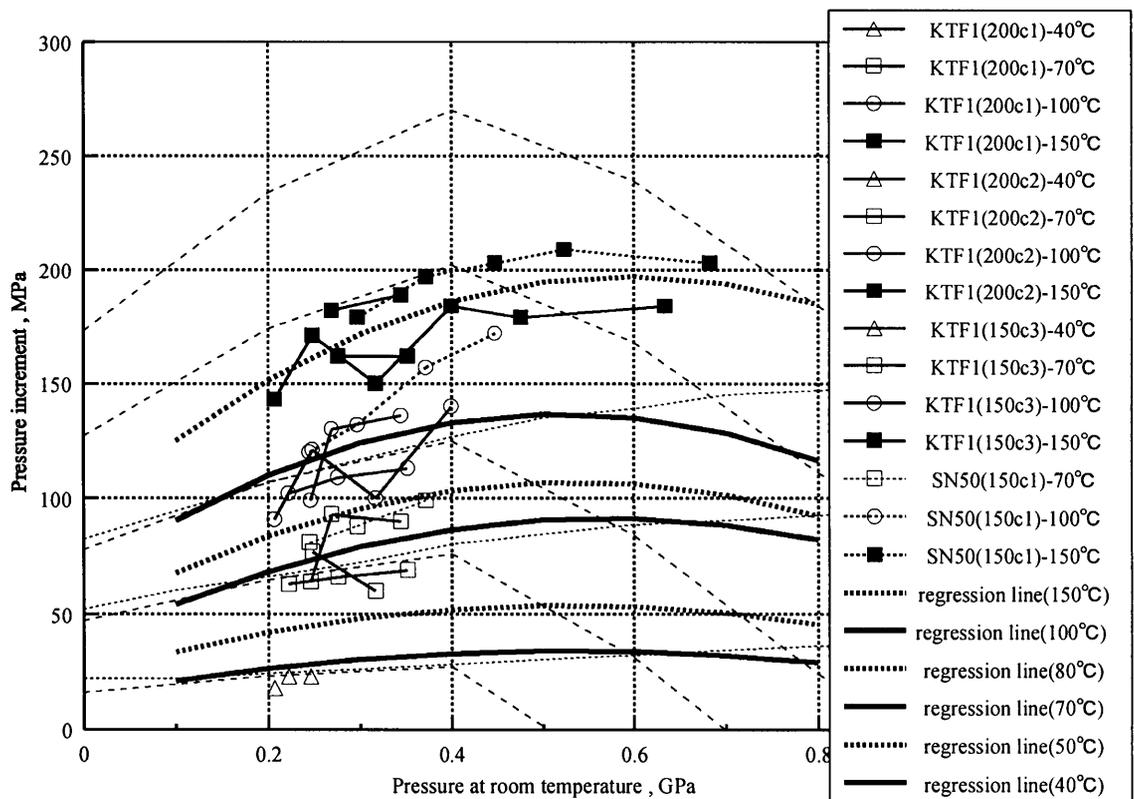


図 4-14 山之口，三田の計算データとの圧力上昇量比較
(回帰線含む，150℃以下)

回帰式

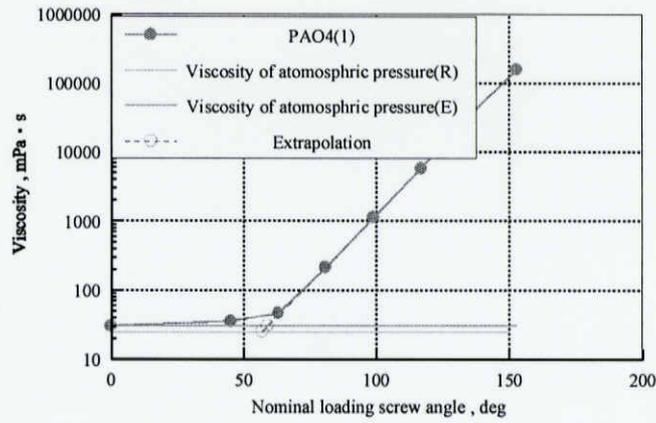
$$\Delta P(P,T) = C2(T)P^2 + C1(T)P + C0(T)$$

$$C2(T) = C22T^2 + C21T + C20, \quad C1(T) = C12T^2 + C11T + C10, \quad C0(T) = C02T^2 + C01T + C00$$

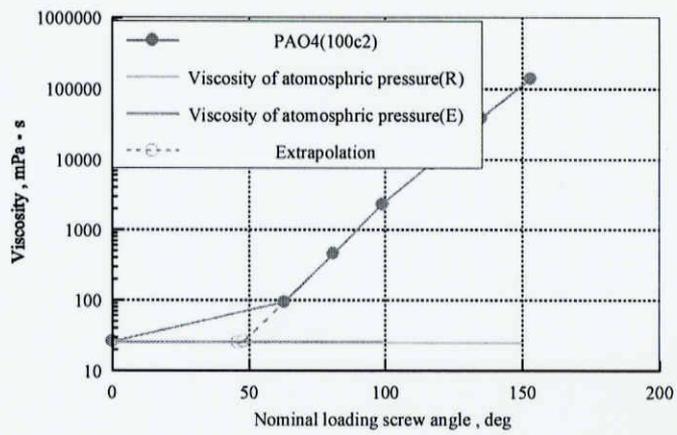
表 4-3 回帰式の係数表

	C0	C2	C1
150(c)-24(c)	93.24535795	-0.00029369	0.349441053
100(c)-24(c)	66.08571566	-0.00026024	0.270954957
70(c)-24(c)	36.53384834	-0.00017030	0.193425191

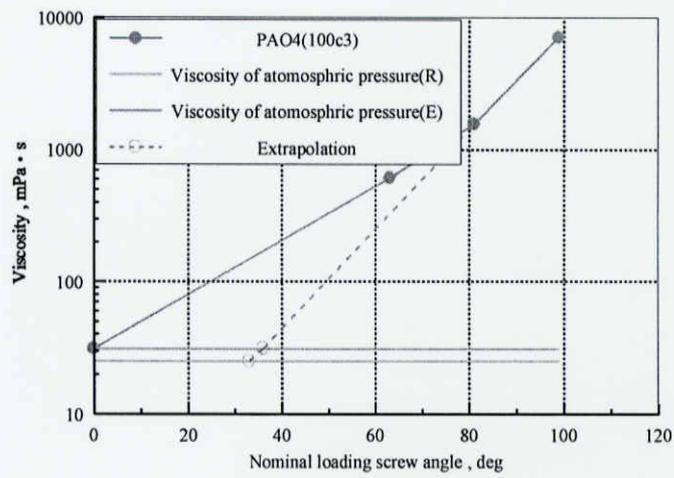
C00	C01	C02	C10	C11	C12	C20	C21	C22
-24.995118289	1.046014783	-0.00168485	-0.12582185	0.005684626	-0.00001681	1.29495E-04	-0.00000578	1.96295E-08



(a)

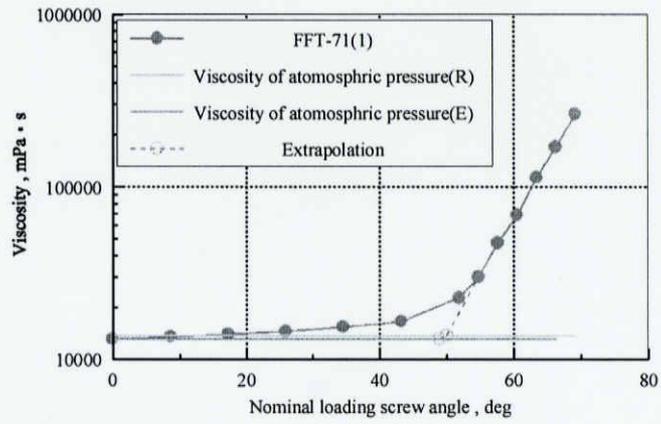


(b)

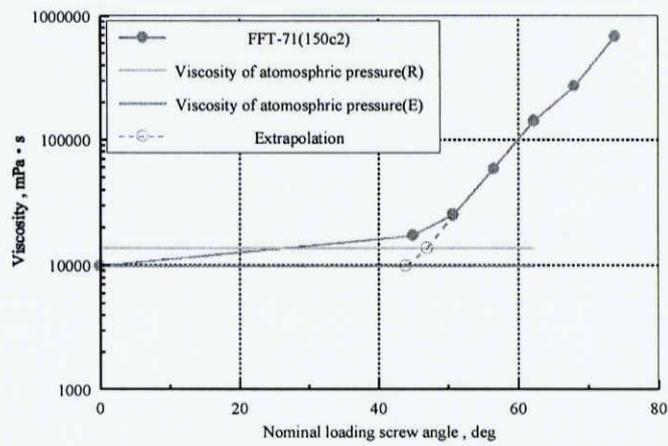


(c)

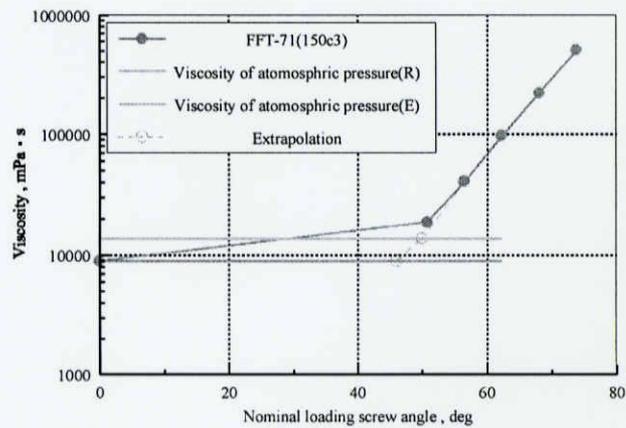
図 4-15 粘度-見かけの加圧ねじ回転角関係



(d)



(e)



(f)

図 4-16 粘度-見かけの加圧ねじ回転角関係

表 4-4 それぞれの実験における空加圧ねじ回転角，

対数粘度勾配，空角補正角度

Exp. notation	Dead loading screw angle θ_d , deg		Logarithm viscosity gradient		Adding amount of dead angle from Fig.4-17, deg	
	Extrapolated to η_0 , $\theta_d\eta$		$\Delta \log \eta / \Delta \theta$		$\Delta \theta_d = \theta_{dp} - \theta_d\eta$	
	Reference value $\theta_d\eta(R)$	Experimental value $\theta_d\eta(E)$	Formula	Numeric value	Reference value $\Delta \theta_d(R)$	Experimental value $\Delta \theta_d(E)$
PAO4(1)	57	59	=3/100	0.030		
PAO4(100c2)	46	48	=3/84	0.036		
PAO4(100c3)	33	36	=3/80	0.038		
			Average	0.034	5.9	4.4
FFT-71(1)	50	49	=2/30	0.067		
FFT-71(150c2)	47	44	=2/33	0.061		
FFT-71(150c3)	50	47	=2/31	0.065		
			Average	0.064	3.3	2.3

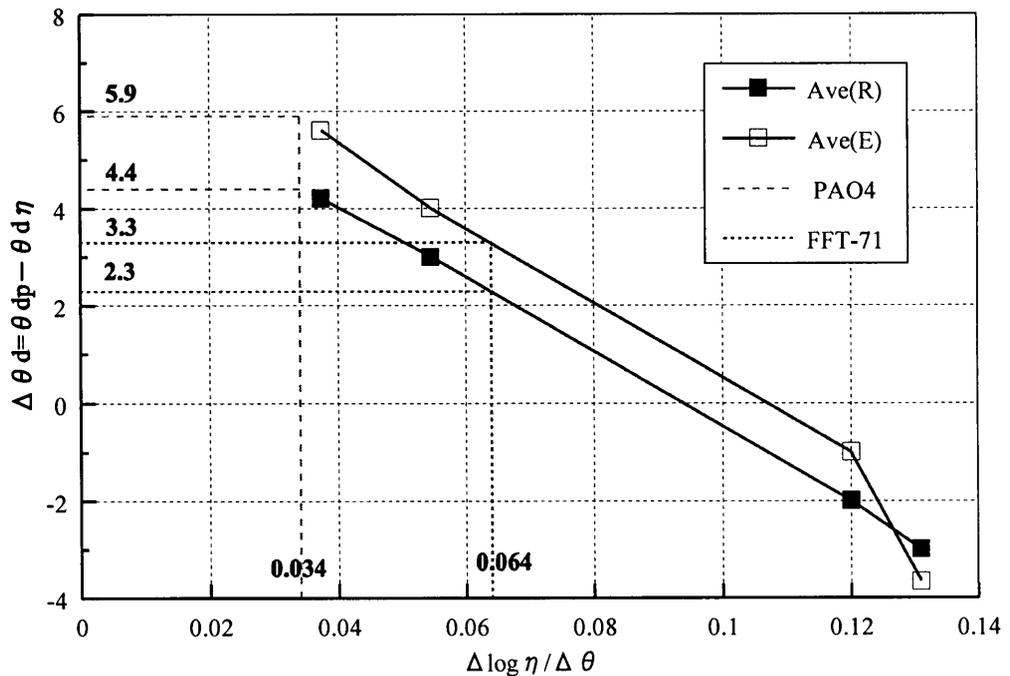


図 4-17 空角補正角度-対数粘度勾配関係

表 4-5 FFT-71 常圧粘度，それぞれの温度における実験データと大野データ

Experimental value (mPa · s)				Ohno data (mPa · s)	
	FFT-71(1)	FFT-71(2)	FFT-71(3)		
24°C(cooling)	13090	9874	11690	20°C	20430
24°C(heating)			11190	24°C*	13660
50°C(cooling)			1333	50°C	1593
50°C(heating)			1177	80°C	274.6
80°C			241.736	150°C*	24

* Extrapolation by Walter eq.

表 4-6 圧力-粘度データ (PAO4, η_0 文献値基準)

	θ_{dp}	$\theta_{d\eta}$	$\Delta\theta_d$	Viscosity of atmospheric pressure (Pa · s)			
PAO4(l)	57	57	0	24°C	0.025		
PAO4(100c2)	46	46	0	40°C	0.0143		
PAO4(100c3)	33	33	0	70°C	0.00592		
				100°C	0.003115		
PAO4(l)							
24°C							
Nominal loading screw angle, deg	63	81	99	117	135	153	
Effective angle, deg	6	24	42	60	78	96	
Pressure, GPa	0.044	0.163	0.296	0.452	0.593	0.741	
Viscosity, Pa · s	0.046358	0.211695	1.126	5.759	33.47	158.2	
α , 1/GPa	14.03	13.11	12.86	12.03	12.14	11.81	
PAO4(100c2)							
24°C							
Nominal loading screw angle, deg	63	81	99	117	135	153	171
Effective angle, deg	17	35	53	71	89	107	125
Pressure, GPa	0.119	0.244	0.383	0.538	0.686	0.814	0.919
Viscosity, Pa · s	0.09367	0.455375	2.314	8.82	38.54	139.1	325.2
α , 1/GPa	11.10	11.89	11.82	10.90	10.70	10.59	10.31
40°C							
Pressure increment, GPa			0.027	0.014	0.011	0.007	
Pressure, GPa			0.41	0.552	0.697	0.821	
Viscosity, Pa · s			0.917106	2.882	9.868	30.17	
α , 1/GPa			10.15	9.61	9.38	9.32	
70°C							
Pressure increment, GPa			0.044	0.052	0.036	0.025	
Pressure, GPa			0.454	0.604	0.733	0.846	
Viscosity, Pa · s			0.294646	0.824994	2.417	5.654	
α , 1/GPa			8.61	8.17	8.20	8.11	
100°C							
Pressure increment, GPa			0.054	0.046	0.05	0.046	
Pressure, GPa			0.508	0.65	0.783	0.892	
Viscosity, Pa · s			0.13649	0.330631	0.797759	1.67	
α , 1/GPa			7.44	7.18	7.08	7.05	
PAO4(100c3)							
24°C							
Nominal loading screw angle, deg	63	81	99	117	135		
Effective angle, deg	30	48	66	84	102		
Pressure, GPa	0.2	0.341	0.497	0.648	0.779		
Viscosity, Pa · s	0.611259	1.563	6.861	26.54	87.46		
α , 1/GPa	15.98	12.13	11.30	10.75	10.48		
40°C							
Pressure increment, GPa			0.02	0.014	0.007		
Pressure, GPa			0.517	0.662	0.786		
Viscosity, Pa · s			2.778	8.967	25.79		
α , 1/GPa			10.19	9.73	9.54		
70°C							
Pressure increment, GPa			0.041	0.038	0.031		
Pressure, GPa			0.558	0.7	0.817		
Viscosity, Pa · s			0.80077	2.092	4.749		
α , 1/GPa			8.79	8.38	8.19		
100°C							
Pressure increment, GPa			0.055	0.046	0.05		
Pressure, GPa			0.613	0.746	0.867		
Viscosity, Pa · s			0.302732	0.686647	1.443		
α , 1/GPa			7.47	7.23	7.08		

表 4-7 圧力-粘度データ (PAO4, η_p 実験値基準)

	θ_{dp}	$\theta_{d\eta}$	$\Delta\theta_d$	Viscosity of atmospheric pressure (Pa · s)			
PAO4(1)	59	59	0	24°C	0.025		
PAO4(100c2)	48	48	0	40°C	0.0143		
PAO4(100c3)	36	36	0	70°C	0.00592		
				100°C	0.003115		
PAO4(1)							
24°C							
Nominal loading screw angle, deg	63	81	99	117	135	153	
Effective angle, deg	4	22	40	58	76	94	
Pressure, GPa	0.028	0.147	0.28	0.436	0.577	0.725	
Viscosity, Pa · s	0.046358	0.211695	1.126	5.759	33.47	158.2	
α , 1/GPa	22.05	14.53	13.60	12.48	12.48	12.07	
PAO4(100c2)							
24°C							
Nominal loading screw angle, deg	63	81	99	117	135	153	171
Effective angle, deg	15	33	51	69	87	105	123
Pressure, GPa	0.103	0.228	0.367	0.522	0.67	0.798	0.919
Viscosity, Pa · s	0.09367	0.455375	2.314	8.82	38.54	139.1	325.2
α , 1/GPa	12.82	12.73	12.34	11.24	10.96	10.81	10.31
40°C							
Pressure increment, GPa			0.027	0.014	0.011	0.007	
Pressure, GPa			0.394	0.536	0.681	0.805	
Viscosity, Pa · s			0.917106	2.882	9.868	30.17	
α , 1/GPa			10.56	9.90	9.60	9.51	
70°C							
Pressure increment, GPa			0.044	0.052	0.036	0.025	
Pressure, GPa			0.438	0.588	0.717	0.83	
Viscosity, Pa · s			0.294646	0.824994	2.417	5.654	
α , 1/GPa			8.92	8.40	8.38	8.27	
100°C							
Pressure increment, GPa			0.054	0.046	0.05	0.046	
Pressure, GPa			0.492	0.634	0.767	0.876	
Viscosity, Pa · s			0.13649	0.330631	0.797759	1.67	
α , 1/GPa			7.68	7.36	7.23	7.17	
PAO4(100c3)							
24°C							
Nominal loading screw angle, deg	63	81	99	117	135		
Effective angle, deg	27	45	63	81	99		
Pressure, GPa	0.176	0.317	0.473	0.624	0.755		
Viscosity, Pa · s	0.611259	1.563	6.861	26.54	87.46		
α , 1/GPa	18.16	13.05	11.87	11.17	10.81		
40°C							
Pressure increment, GPa			0.02	0.014	0.007		
Pressure, GPa			0.493	0.638	0.762		
Viscosity, Pa · s			2.778	8.967	25.79		
α , 1/GPa			10.69	10.10	9.84		
70°C							
Pressure increment, GPa			0.041	0.038	0.031		
Pressure, GPa			0.534	0.676	0.793		
Viscosity, Pa · s			0.80077	2.092	4.749		
α , 1/GPa			9.19	8.68	8.43		
100°C							
Pressure increment, GPa			0.044	0.035	0.039		
Pressure, GPa			0.578	0.711	0.832		
Viscosity, Pa · s			0.302732	0.686647	1.443		
α , 1/GPa			7.92	7.59	7.38		

表 4-8 圧力-粘度データ (PAO4, η_0 文献値基準+補正)

	θ_{dp}	$\theta_{d\eta}$	$\Delta\theta_d$	Viscosity of atmospheric pressure(Pa · s)			
PAO4(1)	62.9	57	5.9	24°C	0.025		
PAO4(100c2)	51.9	46	5.9	40°C	0.0143		
PAO4(100c3)	38.9	33	5.9	70°C	0.00592		
				100°C	0.003115		
PAO4(1)							
24°C							
Nominal loading screw angle , deg	63	81	99	117	135	153	
Effective angle , deg	0.1	18.1	36.1	54.1	72.1	90.1	
Pressure , GPa	0.009	0.128	0.261	0.417	0.558	0.706	
Viscosity , Pa · s	0.046358	0.211695	1.126	5.759	33.47	158.2	
α , 1/GPa	68.61	16.69	14.59	13.04	12.90	12.40	
PAO4(100c2)							
24°C							
Nominal loading screw angle , deg	63	81	99	117	135	153	171
Effective angle , deg	11.1	29.1	47.1	65.1	83.1	101.1	119.1
Pressure , GPa	0.084	0.209	0.348	0.503	0.651	0.779	0.919
Viscosity , Pa · s	0.09367	0.455375	2.314	8.82	38.54	139.1	325.2
α , 1/GPa	15.73	13.89	13.01	11.66	11.28	11.07	10.31
40°C							
Pressure increment , GPa			0.027	0.014	0.011	0.007	
Pressure , GPa			0.375	0.517	0.662	0.786	
Viscosity , Pa · s			0.917106	2.882	9.868	30.17	
α , 1/GPa			11.10	10.26	9.87	9.74	
70°C							
Pressure increment , GPa			0.044	0.052	0.036	0.025	
Pressure , GPa			0.419	0.569	0.698	0.811	
Viscosity , Pa · s			0.294646	0.824994	2.417	5.654	
α , 1/GPa			9.33	8.68	8.61	8.46	
100°C							
Pressure increment , GPa			0.073	0.065	0.069	0.065	
Pressure , GPa			0.492	0.634	0.767	0.876	
Viscosity , Pa · s			0.13649	0.330631	0.797759	1.67	
α , 1/GPa			7.68	7.36	7.23	7.17	
PAO4(100c3)							
24°C							
Nominal loading screw angle , deg	63	81	99	117	135		
Effective angle , deg	24.1	42.1	60.1	78.1	96.1		
Pressure , GPa	0.165	0.306	0.462	0.613	0.744		
Viscosity , Pa · s	0.611259	1.563	6.861	26.54	87.46		
α , 1/GPa	19.37	13.51	12.15	11.37	10.97		
40°C							
Pressure increment , GPa			0.02	0.014	0.007		
Pressure , GPa			0.482	0.627	0.751		
Viscosity , Pa · s			2.778	8.967	25.79		
α , 1/GPa			10.93	10.27	9.98		
70°C							
Pressure increment , GPa			0.041	0.038	0.031		
Pressure , GPa			0.523	0.665	0.782		
Viscosity , Pa · s			0.80077	2.092	4.749		
α , 1/GPa			9.38	8.82	8.55		
100°C							
Pressure increment , GPa			0.055	0.046	0.05		
Pressure , GPa			0.578	0.711	0.832		
Viscosity , Pa · s			0.302732	0.686647	1.443		
α , 1/GPa			7.92	7.59	7.38		

表 4-9 圧力-粘度データ (PAO4, η_0 実験値基準+補正)

	θ_{dp}	$\theta_{d\eta}$	$\Delta\theta_d$	Viscosity of atmospheric pressure(Pa · s)			
PAO4(1)	53.4	49	4.4	24°C	0.025		
PAO4(100c2)	48.4	44	4.4	40°C	0.0143		
PAO4(100c3)	51.4	47	4.4	70°C	0.00592		
				100°C	0.003115		
PAO4(1)							
24°C							
Nominal loading screw angle, deg	81	99	117	135	153		
Effective angle, deg	27.6	45.6	63.6	81.6	99.6		
Pressure, GPa	0.1	0.233	0.389	0.53	0.678		
Viscosity, Pa · s	0.211695	1.126	5.759	33.47	158.2		
α , 1/GPa	21.36	16.34	13.98	13.58	12.91		
PAO4(100c2)							
24°C							
Nominal loading screw angle, deg	63	81	99	117	135	153	171
Effective angle, deg	11.1	29.1	47.1	65.1	83.1	101.1	119.1
Pressure, GPa	0.056	0.181	0.32	0.475	0.623	0.751	0.919
Viscosity, Pa · s	0.09367	0.455375	2.314	8.82	38.54	139.1	325.2
α , 1/GPa	23.59	16.03	14.15	12.35	11.78	11.48	10.31
40°C							
Pressure increment, GPa			0.027	0.014	0.011	0.007	
Pressure, GPa			0.347	0.489	0.634	0.758	
Viscosity, Pa · s			0.917106	2.882	9.868	30.17	
α , 1/GPa			11.99	10.85	10.31	10.10	
70°C							
Pressure increment, GPa			0.044	0.052	0.036	0.025	
Pressure, GPa			0.391	0.541	0.67	0.783	
Viscosity, Pa · s			0.294646	0.824994	2.417	5.654	
α , 1/GPa			9.99	9.13	8.97	8.76	
100°C							
Pressure increment, GPa			0.054	0.046	0.05	0.046	
Pressure, GPa			0.445	0.587	0.72	0.829	
Viscosity, Pa · s			0.13649	0.330631	0.797759	1.67	
α , 1/GPa			8.49	7.95	7.70	7.58	
PAO4(100c3)							
24°C							
Nominal loading screw angle, deg	63	81	99	117	135		
Effective angle, deg	11.6	34	94.6	117	35		
Pressure, GPa	0.129	0.27	0.426	0.577	0.708		
Viscosity, Pa · s	0.611259	1.563	6.861	26.54	87.46		
α , 1/GPa	24.78	15.32	13.18	12.08	11.53		
40°C							
Pressure increment, GPa			0.02	0.014	0.007		
Pressure, GPa			0.446	0.591	0.715		
Viscosity, Pa · s			2.778	8.967	25.79		
α , 1/GPa			11.81	10.90	10.49		
70°C							
Pressure increment, GPa			0.041	0.038	0.031		
Pressure, GPa			0.487	0.629	0.746		
Viscosity, Pa · s			0.80077	2.092	4.749		
α , 1/GPa			10.08	9.33	8.96		
100°C							
Pressure increment, GPa			0.055	0.046	0.05		
Pressure, GPa			0.542	0.675	0.796		
Viscosity, Pa · s			0.302732	0.686647	1.443		
α , 1/GPa			8.44	7.99	7.71		

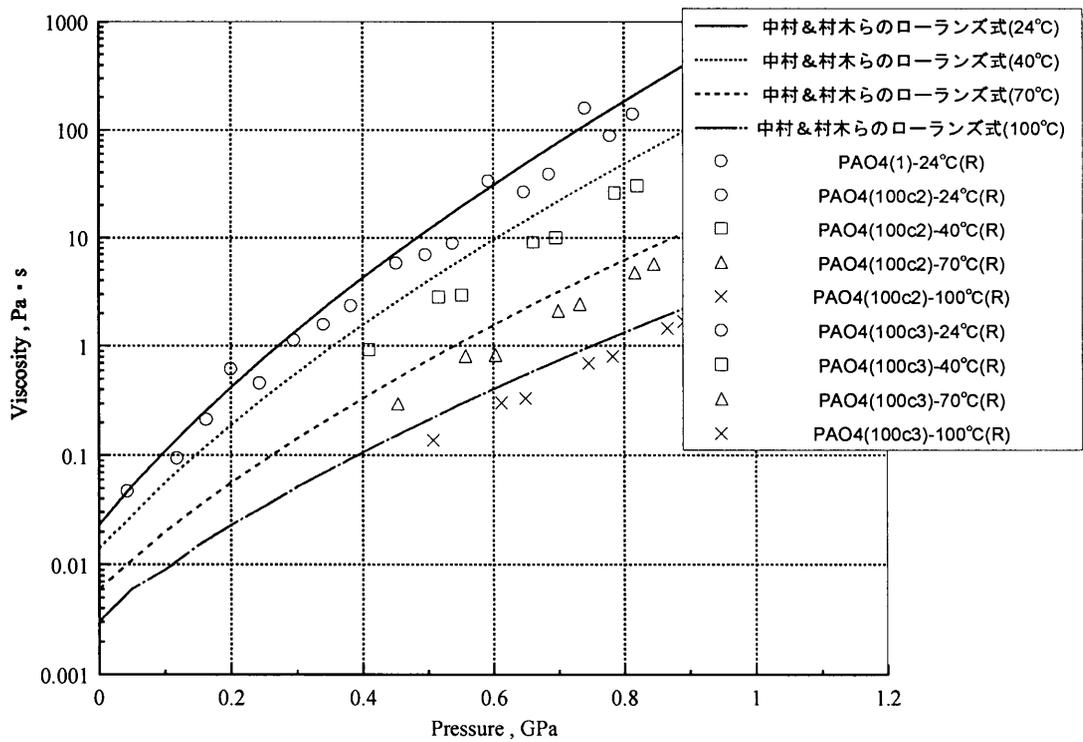


図 4-18 較正曲線から求めた PAO4 の文献値との比較 (η 文献値基準)

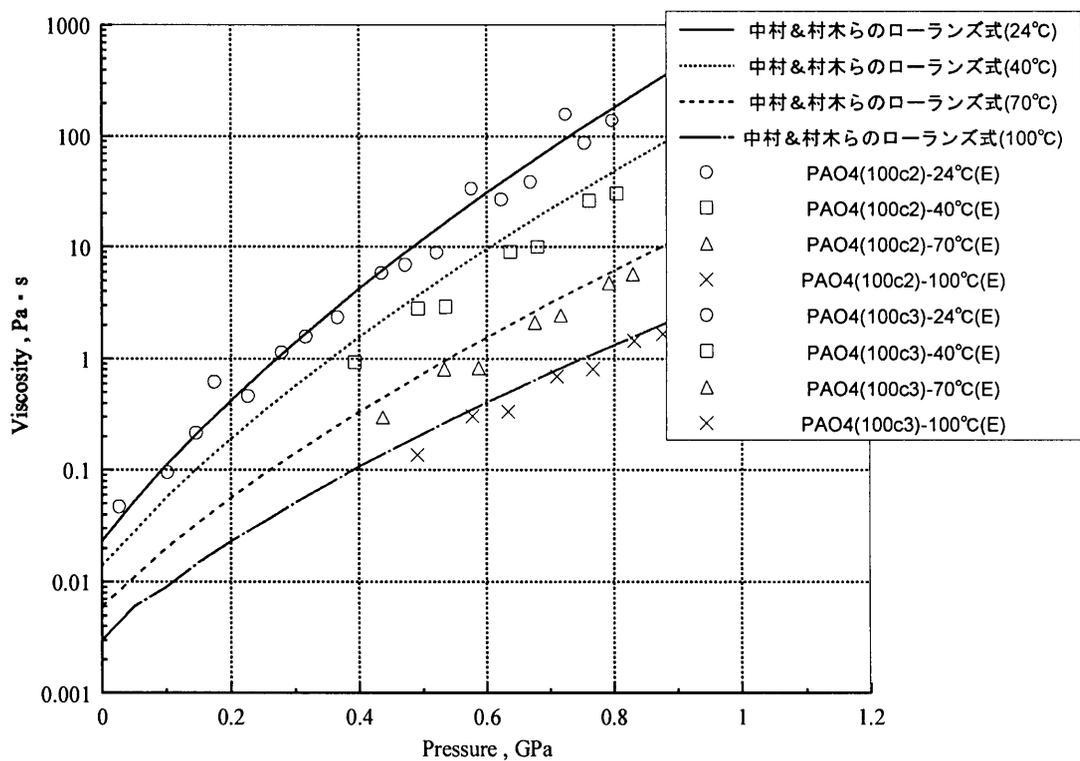


図 4-19 較正曲線から求めた PAO4 の文献値との比較 (η 実験値基準)

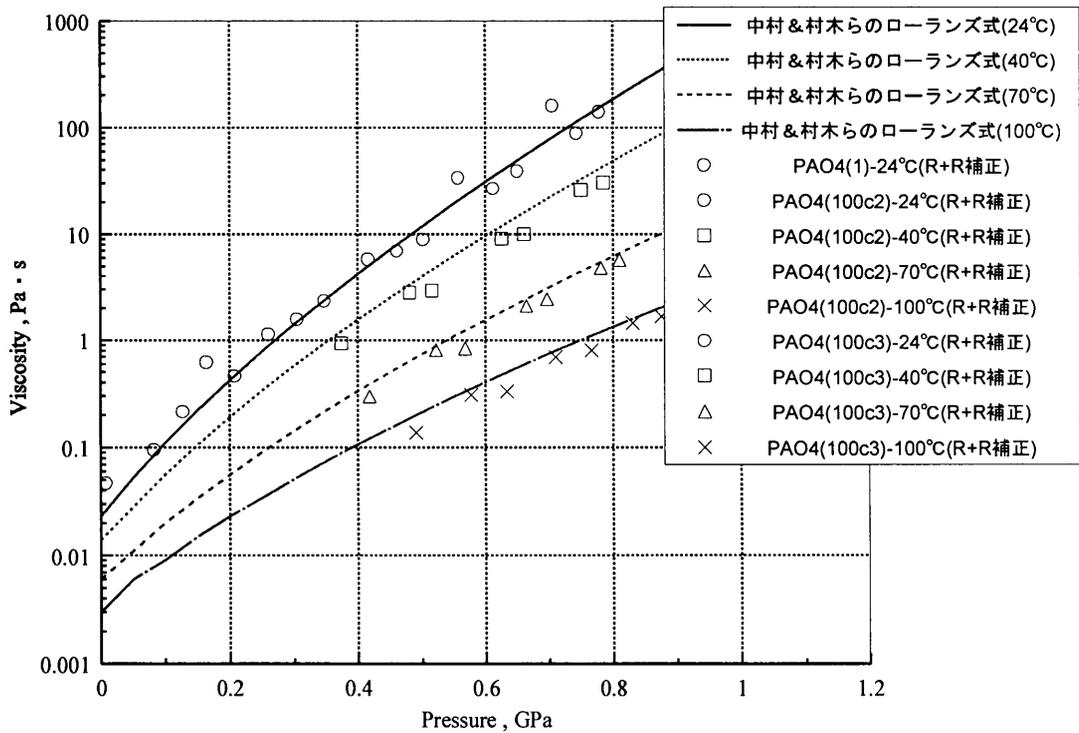


図 4-20 較正曲線から求めた PAO4 の文献値との比較 (η 文献値基準+補正)

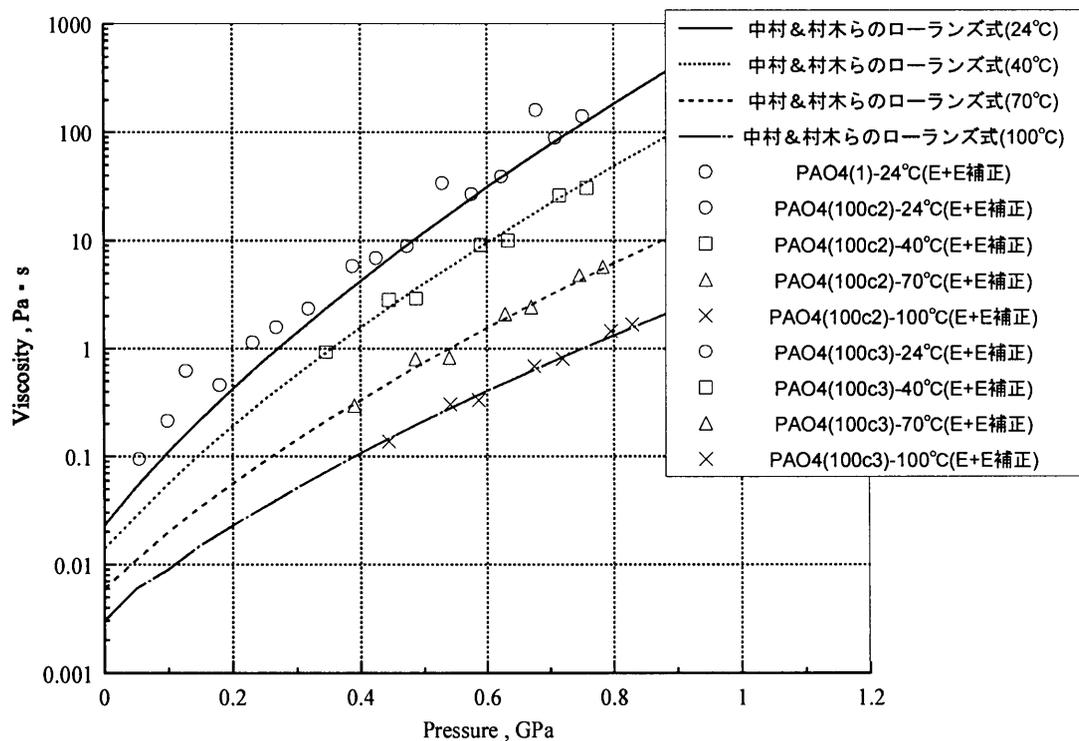


図 4-21 較正曲線から求めた PAO4 の文献値との比較 (η 実験値基準+補正)

表 4-10 圧力-粘度データ (FFT-71, η_0 文献値基準)

	θ_{dp}	$\theta_{d\eta}$	$\Delta\theta_d$	Viscosity of atmospheric pressure (Pa · s)					
FFT-71(1)	50	50	0	24°C	13.66				
FFT-71(150c2)	47	47	0	50°C	1.593				
FFT-71(150c3)	50	50	0	80°C	0.2746				
				150°C	0.024				
FFT-71(1)									
24°C									
Nominal loading screw angle, deg	51.84	54.72	57.6	60.48	63.36	66.24	69.12		
Effective angle, deg	1.84	4.72	7.6	10.48	13.36	16.24	19.12		
Pressure, GPa	0.011	0.032	0.054	0.079	0.093	0.118	0.136		
Viscosity, Pa · s	22.7	29.97	47.4	68.95	113.6	170.4	264.8		
α , 1/GPa	46.17	24.55	23.04	20.49	22.78	21.39	21.80		
FFT-71(150c2)									
24°C									
Nominal loading screw angle, deg	50.76	56.52	62.28	68.04	73.8	79.56	91.08	108.36	125.64
Effective angle, deg	3.76	9.52	15.28	21.04	26.8	32.56	44.08	61.36	78.64
Pressure, GPa	0.023	0.062	0.1	0.138	0.185	0.223	0.331	0.462	0.6
Viscosity, Pa · s	25.15	58.66	141.3	270.4	683.1				
α , 1/GPa	26.54	23.50	23.36	21.63	21.15				
50°C									
Pressure increment, GPa					0.041	0.044	0.05	0.053	
Pressure, GPa					0.226	0.267	0.381	0.515	
Viscosity, Pa · s					71.46	111.7	364.4	3159	
α , 1/GPa					16.83	15.92	14.26	14.74	
80°C									
Pressure increment, GPa					0.081	0.087	0.098	0.106	0.106
Pressure, GPa					0.266	0.31	0.429	0.568	0.706
Viscosity, Pa · s					10.02	14.75	39.42	175.5	595.7
α , 1/GPa					13.52	12.85	11.58	11.37	10.88
150°C									
Pressure increment, GPa					0.148	0.157	0.177	0.192	0.197
Pressure, GPa					0.333	0.38	0.508	0.654	0.797
Viscosity, Pa · s					0.714361	0.962468	1.787	4.574	10.09
α , 1/GPa					10.19	9.71	8.48	8.03	7.58
FFT-71(150c3)									
24°C									
Nominal loading screw angle, deg	50.76	56.52	62.28	68.04	73.8	79.56	91.08	108.36	125.64
Effective angle, deg	0.76	6.52	12.28	18.04	23.8	29.56	41.08	58.36	75.64
Pressure, GPa	0.008	0.046	0.082	0.117	0.165	0.208	0.3	0.438	0.577
Viscosity, Pa · s	18.79	40.47	97.26	220.6	503.9				
α , 1/GPa	39.86	23.61	23.94	23.78	21.87				
50°C									
Pressure increment, GPa					0.039	0.043	0.048	0.053	
Pressure, GPa					0.204	0.251	0.348	0.491	
Viscosity, Pa · s					51.99	108.2	306	1873	
α , 1/GPa					17.09	16.81	15.11	14.40	
80°C									
Pressure increment, GPa					0.079	0.085	0.096	0.105	0.107
Pressure, GPa					0.244	0.293	0.396	0.543	0.684
Viscosity, Pa · s					7.792	13.31	30.47	129.3	516.4
α , 1/GPa					13.71	13.25	11.89	11.33	11.02
150°C									
Pressure increment, GPa					0.143	0.153	0.172	0.19	0.197
Pressure, GPa					0.308	0.361	0.472	0.628	0.774
Viscosity, Pa · s					0.625458	0.891261	1.531	3.742	8.663
α , 1/GPa					10.59	10.01	8.80	8.04	7.61

表 4-11 圧力-粘度データ (FFT-71, η_0 実験値基準)

	θ_{dp}	$\theta_{d\eta}$	$\Delta\theta_d$	Viscosity of atmospheric pressure (Pa · s)						
FFT-71(1)	49	49	0	24°C	13.66					
FFT-71(150c2)	44	44	0	50°C	1.593					
FFT-71(150c3)	47	47	0	80°C	0.2746					
				150°C	0.024					
FFT-71(1)										
24°C										
Nominal loading screw angle, deg	51.84	54.72	57.6	60.48	63.36	66.24	69.12			
Effective angle, deg	2.84	5.72	8.6	11.48	14.36	17.24	20.12			
Pressure, GPa	0.019	0.040	0.062	0.087	0.101	0.126	0.144			
Viscosity, Pa · s	22.7	29.97	47.4	68.95	113.6	170.4	264.8			
α , 1/GPa	26.73	19.64	20.07	18.61	20.97	20.03	20.59			
FFT-71(150c2)										
24°C										
Nominal loading screw angle, deg	50.76	56.52	62.28	68.04	73.8	79.56	91.08	108.36	125.64	
Effective angle, deg	6.76	12.52	18.28	24.04	29.8	35.56	47.08	64.36	81.64	
Pressure, GPa	0.047	0.086	0.124	0.162	0.209	0.247	0.355	0.486	0.624	
Viscosity, Pa · s	25.15	58.66	141.3	270.4	683.1					
α , 1/GPa	12.99	16.95	18.84	18.43	18.72					
50°C										
Pressure increment, GPa					0.041	0.044	0.050	0.053		
Pressure, GPa					0.250	0.291	0.405	0.539		
Viscosity, Pa · s					71.46	111.7	364.4	3159		
α , 1/GPa					15.21	14.61	13.41	14.09		
80°C										
Pressure increment, GPa					0.081	0.087	0.098	0.106	0.106	
Pressure, GPa					0.290	0.334	0.453	0.592	0.730	
Viscosity, Pa · s					10.02	14.75	39.42	175.5	595.7	
α , 1/GPa					12.40	11.93	10.96	10.91	10.52	
150°C										
Pressure increment, GPa					0.148	0.157	0.177	0.192	0.197	
Pressure, GPa					0.357	0.404	0.532	0.678	0.821	
Viscosity, Pa · s					0.714361	0.962468	1.787	4.574	10.09	
α , 1/GPa					9.51	9.14	8.10	7.74	7.36	
FFT-71(150c3)										
24°C										
Nominal loading screw angle, deg	50.76	56.52	62.28	68.04	73.8	79.56	91.08	108.36	125.64	
Effective angle, deg	3.76	9.52	15.28	21.04	26.8	32.56	44.08	61.36	78.64	
Pressure, GPa	0.032	0.070	0.106	0.141	0.189	0.232	0.324	0.462	0.601	
Viscosity, Pa · s	18.79	40.47	97.26	220.6	503.9					
α , 1/GPa	9.96	15.52	18.52	19.73	19.09					
50°C										
Pressure increment, GPa					0.039	0.043	0.048	0.053		
Pressure, GPa					0.228	0.275	0.372	0.515		
Viscosity, Pa · s					51.99	108.2	306	1873		
α , 1/GPa					15.29	15.34	14.13	13.73		
80°C										
Pressure increment, GPa					0.079	0.085	0.096	0.105	0.107	
Pressure, GPa					0.268	0.317	0.42	0.567	0.708	
Viscosity, Pa · s					7.792	13.31	30.47	129.3	516.4	
α , 1/GPa					12.48	12.24	11.21	10.85	10.65	
150°C										
Pressure increment, GPa					0.143	0.153	0.172	0.19	0.197	
Pressure, GPa					0.332	0.385	0.496	0.652	0.798	
Viscosity, Pa · s					0.625458	0.891261	1.531	3.742	8.663	
α , 1/GPa					9.82	9.39	8.38	7.74	7.38	

表 4-12 圧力-粘度データ (FFT-71, η_0 文献値基準+補正)

	θ_{dp}	$\theta_{d\eta}$	$\Delta\theta_d$	Viscosity of atmospheric pressure (Pa · s)			
FFT-71(1)	53.3	50	3.3	24°C	13.66		
FFT-71(150c2)	50.3	47	3.3	50°C	1.593		
FFT-71(150c3)	53.3	50	3.3	80°C	0.2746		
				150°C	0.024		
FFT-71(1)							
24°C							
Nominal loading screw angle, deg	54.72	57.6	60.48	63.36	66.24	69.12	
Effective angle, deg	1.42	4.3	7.18	10.06	12.94	15.82	
Pressure, GPa	0.006	0.028	0.053	0.067	0.092	0.110	
Viscosity, Pa · s	29.97	47.4	68.95	113.6	170.4	264.8	
α , 1/GPa	130.95	44.43	30.55	31.62	27.43	26.95	
FFT-71(150c2)							
24°C							
Nominal loading screw angle, deg	56.52	62.28	68.04	73.8	79.56	91.08	108.36
Effective angle, deg	6.22	11.98	17.74	23.5	29.26	40.78	58.06
Pressure, GPa	0.036	0.074	0.112	0.159	0.197	0.305	0.436
Viscosity, Pa · s	58.66	141.3	270.4	683.1			
α , 1/GPa	40.48	31.57	26.66	24.60			
50°C							
Pressure increment, GPa				0.041	0.044	0.05	0.053
Pressure, GPa				0.200	0.241	0.355	0.489
Viscosity, Pa · s				71.46	111.7	364.4	3159
α , 1/GPa				19.02	17.64	15.30	15.53
80°C							
Pressure increment, GPa				0.081	0.087	0.098	0.106
Pressure, GPa				0.240	0.284	0.403	0.542
Viscosity, Pa · s				10.02	14.75	39.42	175.5
α , 1/GPa				14.99	14.03	12.32	11.92
150°C							
Pressure increment, GPa				0.148	0.157	0.177	0.192
Pressure, GPa				0.307	0.354	0.482	0.628
Viscosity, Pa · s				0.714361	0.962468	1.787	4.574
α , 1/GPa				11.05	10.43	8.94	8.36
FFT-71(150c3)							
24°C							
Nominal loading screw angle, deg	56.52	62.28	68.04	73.8	79.56	91.08	108.36
Effective angle, deg	3.22	8.98	14.74	20.5	26.26	37.78	55.06
Pressure, GPa	0.020	0.056	0.091	0.139	0.182	0.274	0.412
Viscosity, Pa · s	40.47	97.26	220.6	503.9			
α , 1/GPa	54.30	35.05	30.57	25.96			
50°C							
Pressure increment, GPa				0.039	0.043	0.048	0.053
Pressure, GPa				0.178	0.225	0.322	0.465
Viscosity, Pa · s				51.99	108.2	306	1873
α , 1/GPa				19.58	18.75	16.33	15.20
80°C							
Pressure increment, GPa				0.079	0.085	0.096	0.105
Pressure, GPa				0.218	0.267	0.37	0.517
Viscosity, Pa · s				7.792	13.31	30.47	129.3
α , 1/GPa				15.35	14.54	12.73	11.90
150°C							
Pressure increment, GPa				0.143	0.153	0.172	0.19
Pressure, GPa				0.282	0.335	0.446	0.602
Viscosity, Pa · s				0.625458	0.891261	1.531	3.742
α , 1/GPa				11.56	10.79	9.32	8.39

表 4-13 圧力-粘度データ (FFT-71, η_0 実験値基準+補正)

	θdp	$\theta d\eta$	$\Delta\theta d$	Viscosity of atmospheric pressure(Pa · s)					
FFT-71(1)	51.3	49	2.3	24°C	13.66				
FFT-71(150c2)	46.3	44	2.3	50°C	1.593				
FFT-71(150c3)	49.3	47	2.3	80°C	0.2746				
				150°C	0.024				
FFT-71(1)									
24°C									
Nominal loading screw angle , deg	51.84	54.72	57.6	60.48	63.36	66.24	69.12		
Effective angle , deg	0.54	3.42	6.3	9.18	12.06	14.94	17.82		
Pressure , GPa	0.001	0.022	0.044	0.069	0.083	0.108	0.126		
Viscosity , Pa · s	22.7	29.97	47.4	68.95	113.6	170.4	264.8		
α , 1/GPa	507.89	35.71	28.28	23.46	25.52	23.37	23.53		
FFT-71(150c2)									
24°C									
Nominal loading screw angle , deg	50.76	56.52	62.28	68.04	73.8	79.56	91.08	108.36	125.64
Effective angle , deg	4.46	10.22	15.98	21.74	27.5	33.26	44.78	62.06	79.34
Pressure , GPa	0.029	0.068	0.106	0.144	0.191	0.229	0.337	0.468	0.606
Viscosity , Pa · s	25.15	58.66	141.3	270.4	683.1				
α , 1/GPa	21.05	21.43	22.04	20.73	20.48				
50°C									
Pressure increment , GPa					0.041	0.044	0.05	0.053	
Pressure , GPa					0.232	0.273	0.387	0.521	
Viscosity , Pa · s					71.46	111.7	364.4	3159	
α , 1/GPa					16.39	15.57	14.04	14.57	
80°C									
Pressure increment , GPa					0.081	0.087	0.098	0.106	0.106
Pressure , GPa					0.272	0.316	0.435	0.574	0.712
Viscosity , Pa · s					10.02	14.75	39.42	175.5	595.7
α , 1/GPa					13.22	12.61	11.42	11.25	10.79
150°C									
Pressure increment , GPa					0.148	0.157	0.177	0.192	0.197
Pressure , GPa					0.339	0.386	0.514	0.660	0.803
Viscosity , Pa · s					0.714361	0.962468	1.787	4.574	10.09
α , 1/GPa					10.01	9.56	8.39	7.95	7.52
FFT-71(150c3)									
24°C									
Nominal loading screw angle , deg	50.76	56.52	62.28	68.04	73.8	79.56	91.08	108.36	125.64
Effective angle , deg	1.46	9.52	59.98	68.04	73.8	79.56	91.08	108.36	125.64
Pressure , GPa	0.014	0.052	0.088	0.123	0.171	0.214	0.306	0.444	0.583
Viscosity , Pa · s	18.79	40.47	97.26	220.6	503.9				
α , 1/GPa	22.78	20.89	22.31	22.62	21.10				
50°C									
Pressure increment , GPa					0.039	0.043	0.048	0.053	
Pressure , GPa					0.210	0.257	0.354	0.497	
Viscosity , Pa · s					51.99	108.2	306	1873	
α , 1/GPa					16.60	16.41	14.85	14.22	
80°C									
Pressure increment , GPa					0.079	0.085	0.096	0.105	0.107
Pressure , GPa					0.25	0.299	0.402	0.549	0.69
Viscosity , Pa · s					7.792	13.31	30.47	129.3	516.4
α , 1/GPa					13.38	12.98	11.71	11.21	10.93
150°C									
Pressure increment , GPa					0.143	0.153	0.172	0.19	0.197
Pressure , GPa					0.314	0.367	0.478	0.634	0.78
Viscosity , Pa · s					0.625458	0.891261	1.531	3.742	8.663
α , 1/GPa					10.38	9.85	8.69	7.96	7.55

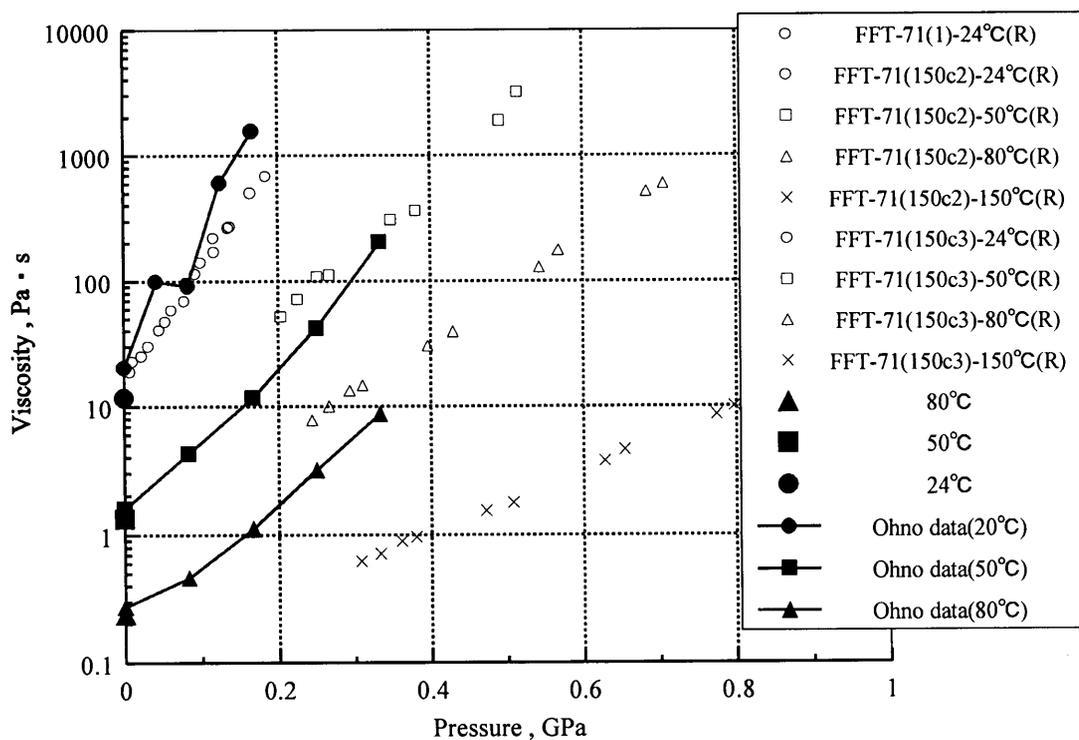


図 4-22 較正曲線から求めた FFT-71 の文献値との比較 (η 文献値基準)

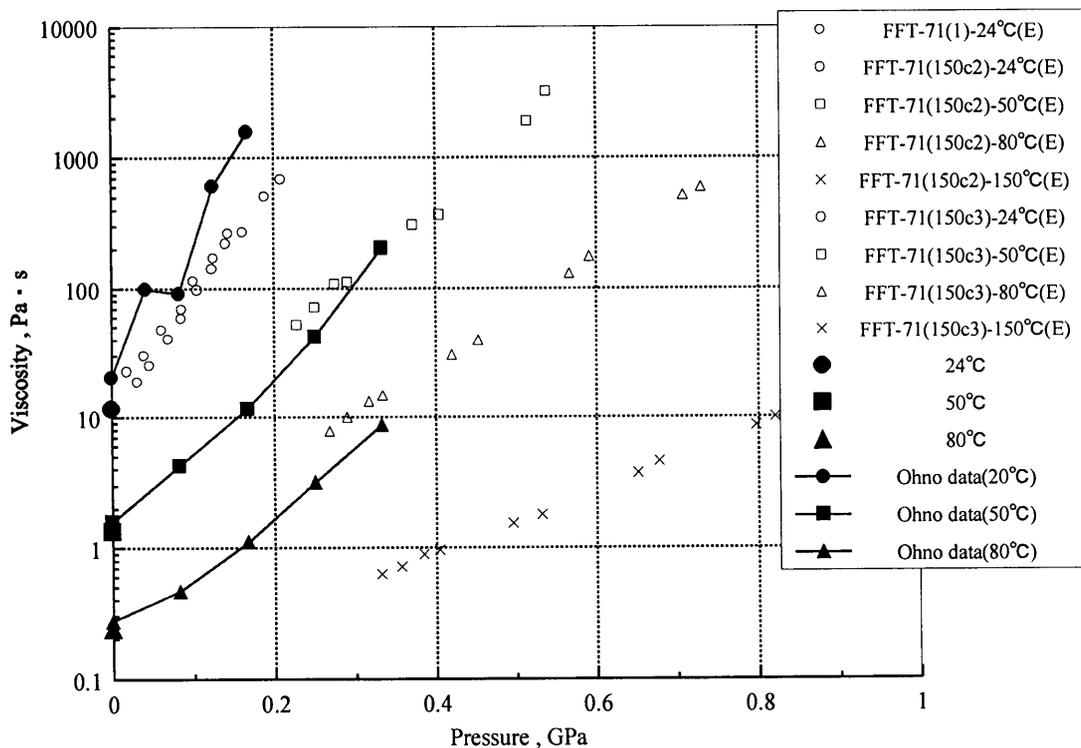


図 4-23 較正曲線から求めた FFT-71 の文献値との比較 (η 実験値基準)

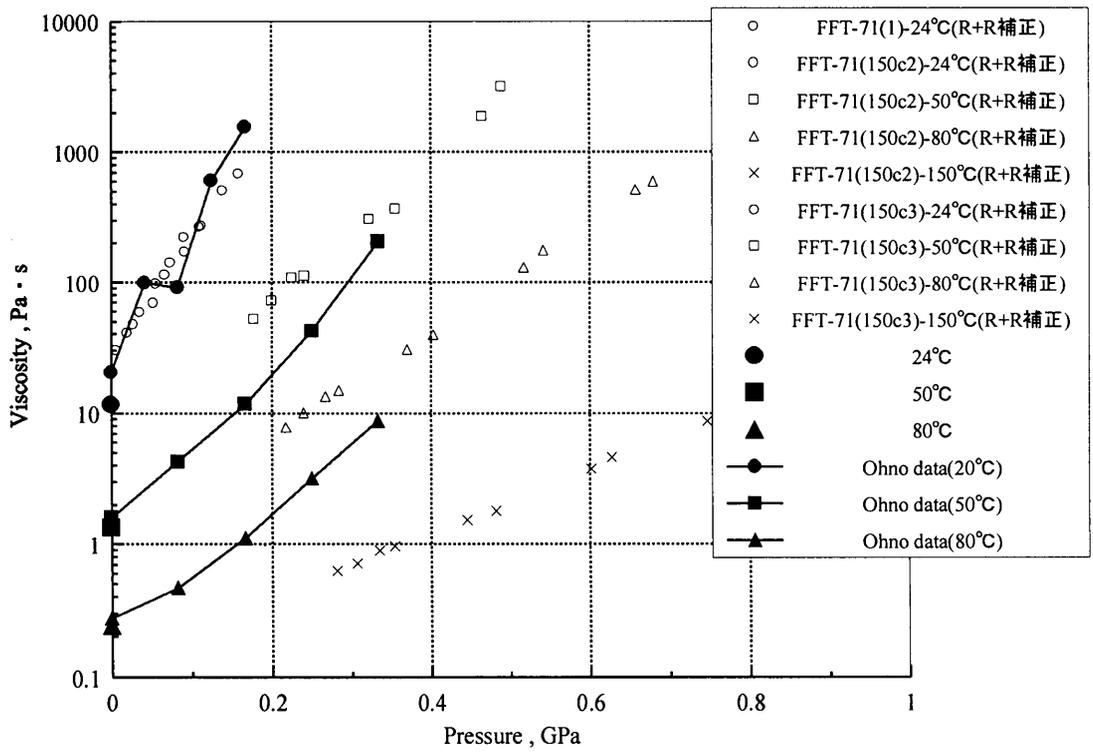


図 4-24 較正曲線から求めた FFT-71 の文献値との比較 (η 文献値基準+補正)

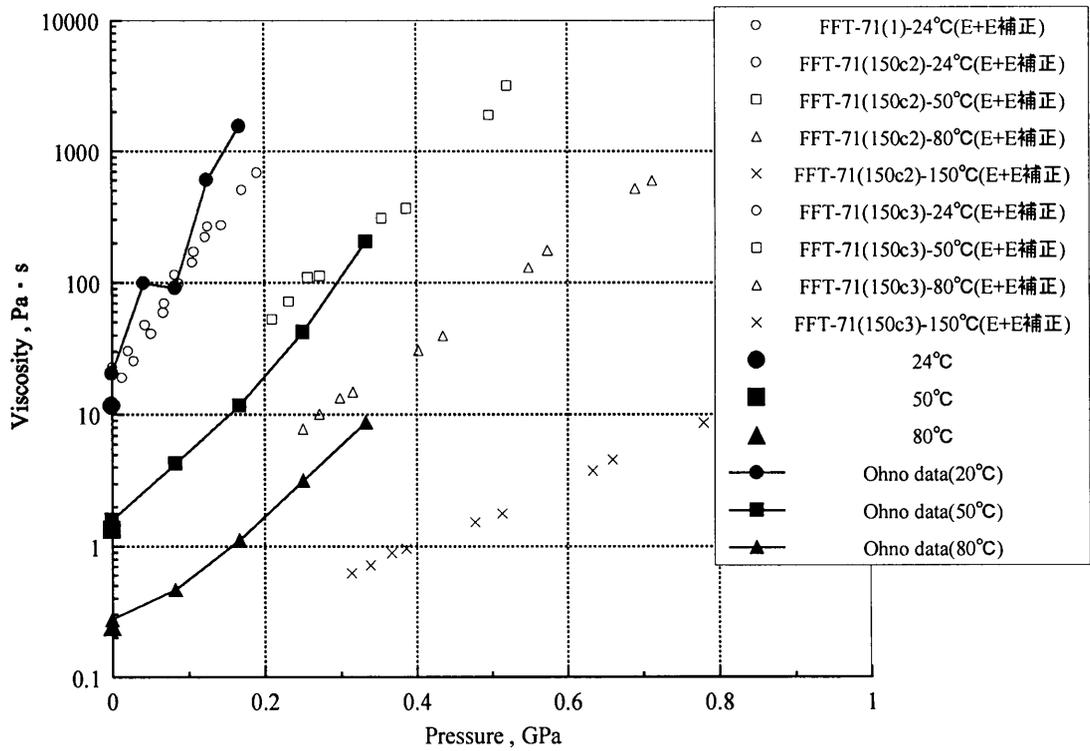
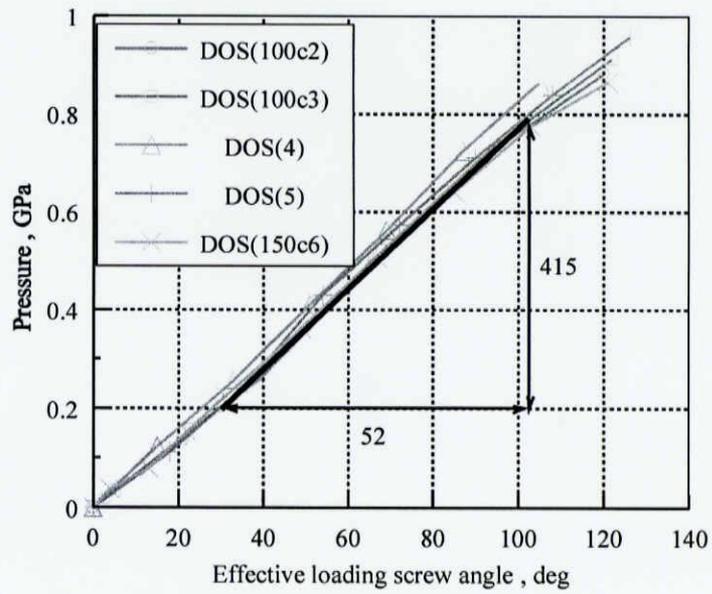


図 4-25 較正曲線から求めた FFT-71 の文献値との比較 (η 実験値基準+補正)



傾き ; $415/52 \approx 8\text{MPa/deg}$

図 4-26 圧力-有効加圧ねじ回転角の勾配

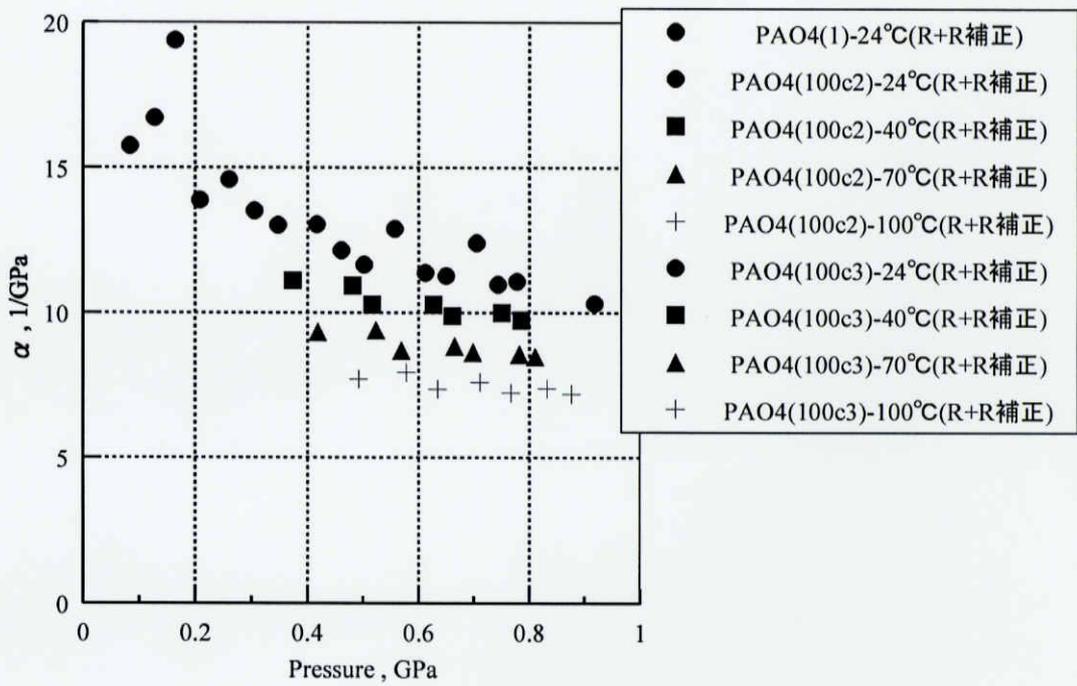


図 4-27 PAO4 の α - 圧力関係 (η_0 文献値基準+補正)

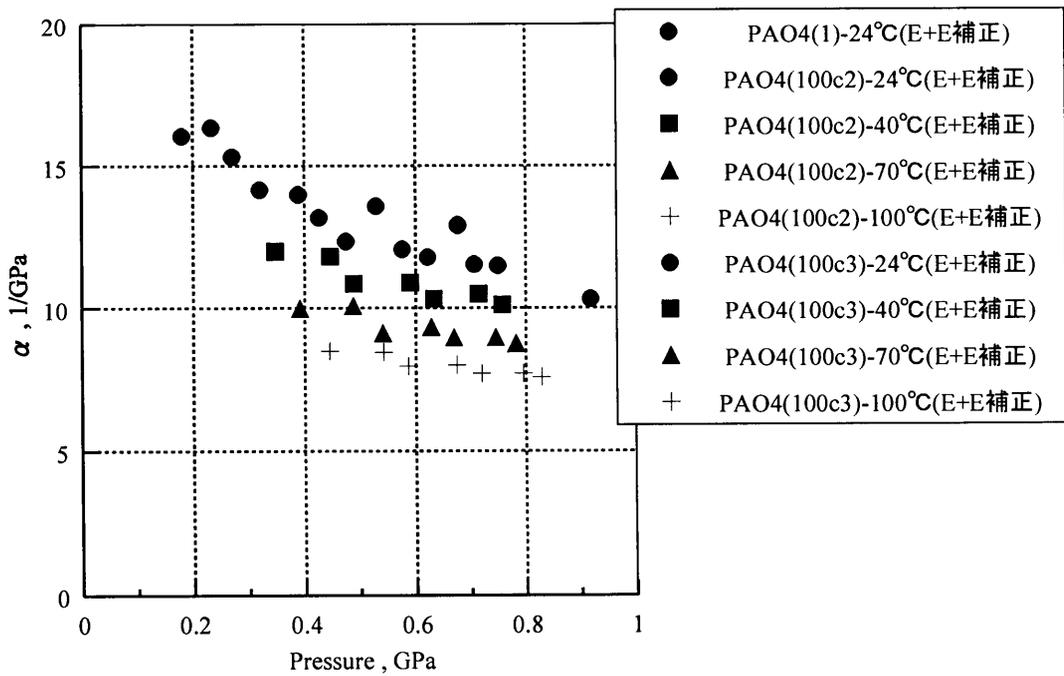


図 4-28 PAO4 の α - 圧力関係 (η_p 実験値基準 + 補正)

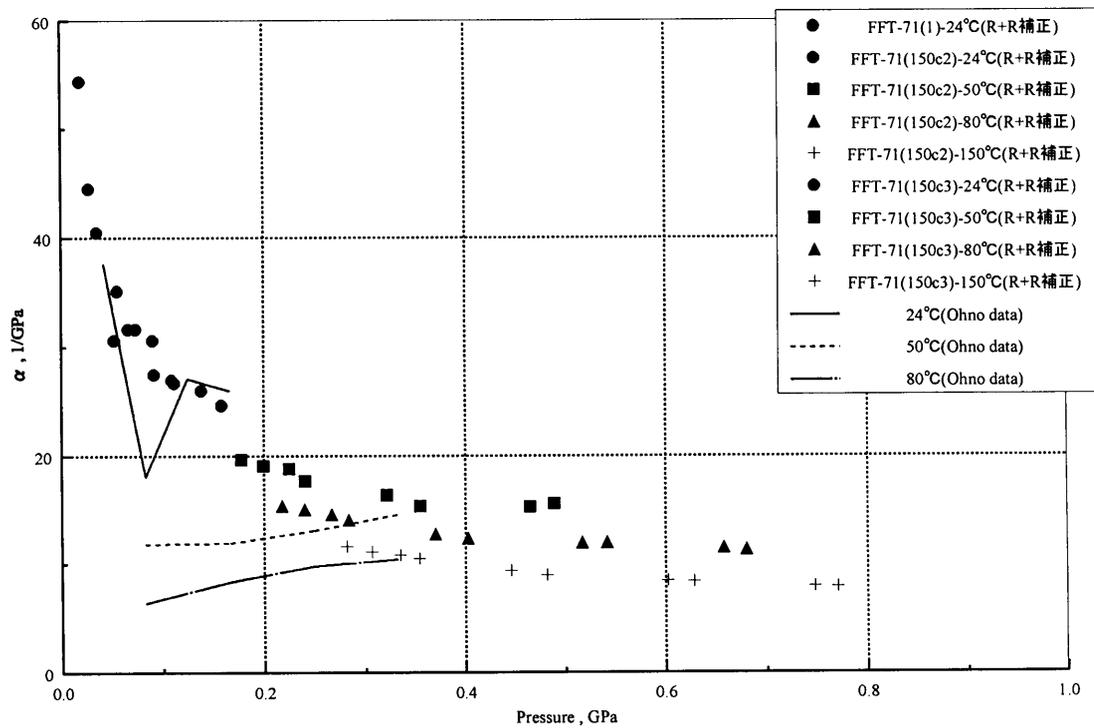


図 4-29 FFT-71 の α - 圧力関係 (η_p 文献値基準 + 補正)

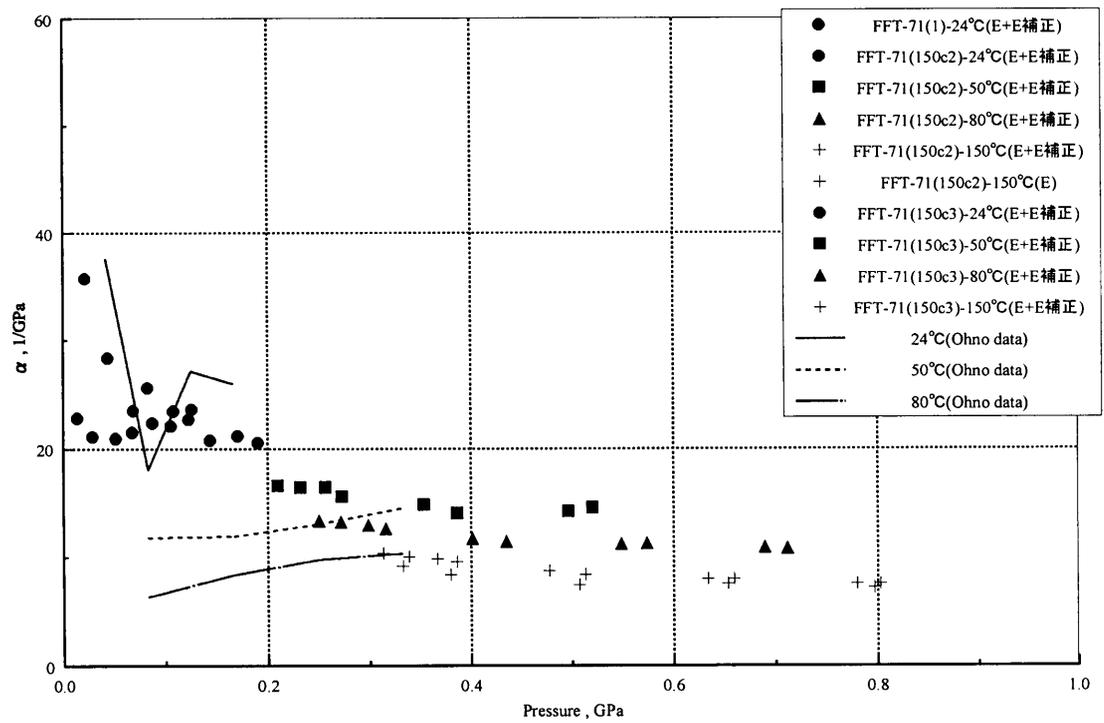


図 4-30 FFT-71 の α^{-1} -圧力関係 (η_0 文献値基準+補正)

第 5 章 結論

簡便な潤滑油の高圧粘度測定のために当研究室で確立したダイヤモンドアンビルセル高圧装置（DAC）の新しい圧力評価法の高温への適用を目指し、既知油（高圧高温粘度データを有する油）、未知油の実験を行い、下記の結果を得た。

（１）DAC の加圧ねじ回転角からの新しい圧力評価法では、空加圧ねじ回転角を決定する必要がある。いくつかの既知油で圧力変化図より求めた値と対数粘度変化図から求めた値で若干の差があり、その差は油種により異なることを見出した。未知油では対数粘度変化図のみから空加圧ねじ回転角を決定するが、高精度の回転角の決定のため、圧力変化図の回転角に補正する線図を作成、提案した。

（２）室温圧力は DOS の室温圧力較正曲線を用いるが、高温では室温より最大 0.2GPa 程度上昇し、その程度は室温圧力に依存した。油種依存性も調べるためいくつかの油で 200℃まで上昇量を測定した結果、パラフィン系エステル油、ナフテン系トラクション油間で傾向が異なり、2種に分類して室温からの高温時圧力増加量較正曲線を作成した。較正曲線は若干ばらつきはあるが、150℃までは各温度でほぼ 1本の曲線となる傾向を示した。200℃で昇温後の室温圧力の低下が著しく、再現性もなかった。

（３）（２）の圧力増加量較正曲線を用いて文献値を有する油を未知油として高圧粘度を測定した結果、（１）の線図を用いないと文献値と系統的な若干のずれを生じたが、線図を用いて空加圧ねじ回転角を補正すると文献値と一致し、簡便で新しい圧力評価法が 1GPa、150℃まで適用可能であることが実証された。

謝辞

最後に，本研究を遂行するにあたり始終懇切丁寧なご指導を賜った中村裕一助教授，松井正仁助教授に深く感謝いたします．そして，数多くの御協力をいただいたナノプロセッシング研究室・村井健一技術専門員に心からお礼申し上げます．さらに，実験に際し数多くのご協力をいただいた秋本慎太郎氏，城山玲唯菜氏，中澤敦氏ならびにナノプロセッシング研究室諸氏に心からお礼申し上げます．

参考文献

- (1) Y. Nakamura, I. Fujishiro & H. Tsubo : Evaluation of Viscosity for Synthetic reaction Oils by DAC and Traction Characteristics, Macro/Micro/Meso Mechanical Properties of Materials, Proc. IMMM'97 (1998) 505.
- (2) Y. Nakamura, I. Fujishiro & S. Nomura : Evaluation of Viscosity and Phas Transition on Mineral Oils up to 1.9 GPa and 150 °C by DAC, Proc. of Joint AIRAPT-16&HPCJ-38 Int. Conf. Kyoto, 7 (1998) 1204.
- (3) 藤城郁哉・中村裕一・梶井克修：応力緩和による潤滑油の高圧力粘弾性測定法,日本機械学会論文集（C編）, 55, 510（1989）424.
- (4) 中村裕一・西部潔・濱坂修・藤城郁哉・黒崎靖：潤滑油の高圧力レーザー光散乱測定と力学特性評価(第3報),日本機械学会論文集（C編）, 64, 623（1998）2647.
- (5) 中村裕一・角田正幸・松井達哉・藤城郁哉：潤滑油の高圧力レーザー光散乱測定と力学特性評価（第4報）,日本機械学会論文集（C編）, 65, 635（1999）2886.
- (6) アイリング：絶対反応速度論（下）,吉岡書店,（1964）, p.496.
- (7) 中村 健太、村木 正芳：低粘性 EHL 油膜の熱的分析、トライボロジー会議予稿集、(2004-5)、181-182
- (8) 通商産業省工業技術院編, 特別研究報告集, 日本産業技術振興協会, (1983), p.177.
- (9) S.Yasutomi,他 2 名, Trans.ASME,J.Trib,106(1984) 291.
- (10) 安富 清治郎：潤滑油のレオロジー, 潤滑, 32, 6, (1987), p.394.
- (11) Scott Bair・Jacek Jarzynski・Ward O. Winer : The temperature, pressure and time dependence of lubricant viscosity ,Tribology International 34 (2001) 461-468.
- (12) 中村裕一・三田 和之・松保 英紀：2GPa,200 °Cまでのトラクション油の高圧粘度測定, トライボロジスト, 50, 4 (2005), 354-359
- (13) 中村 裕一：高圧粘度とトラクション特性, トライボロジスト, 46, 5, (2001), p.369.
- (14) 松弘 智：昭和 59 年度修士論文（三重大学工学部）（1985）.

- (15) 藤城ら：機械学会論文集， 53-494， (1987)， p.2121.
- (16) R.G.Munro・S.Block・G.J.Piermarini，“Wall Effects in a Diamond-Anvil Pressure-Cell Falling-Sphere Viscometer，” J.Appl. Phys.， Vol.50， No.5， (1979)， p.3180.
- (17) 濱口 正法、大野 信義、河田 憲ら：円盤状化合物の高圧物性の自由体積による検討、トライボロジー会議予稿集、(2005)、175-176
- (18) 奈良 俊樹：平成 15 年度卒業論文 (三重大学工学部) (2003)。
- (19) 秋本 慎太郎：平成 16 年度修士論文 (三重大学工学部) (2004)。
- (20) 中村・黒崎・大野：潤滑油の高圧レーザー光散乱測定と力学特性評価 (第 5 報)， 日本機械学会論文集 (C 編)， 68,673 (2002)。
- (21) 山之口 秀則：平成 3 年度修士論文 (三重大学工学部) (1993)。
- (22) 坪 弘恭：平成 7 年度修士論文 (三重大学工学部) (1997)。

付録 1 温度制御装置の操作法

DAC 昇温において，温度制御が自動化できる温度制御装置（CHINO, SU12-1221N3W）を用いた．今回，使用に関しての設定事項は，目標温度 SV と出力電圧 OUTPUT LIMIT である．他の項目について変更する必要はない．設定方法を以下に示す．

- (1) CONTROL POWER のスイッチを入れる．
- (2) 操作盤の MODE ボタンを 1 回押し，設定モードに切り替える．MODE ボタンを押す毎に，設定モード⇄動作表示モードのように切り替わる．
- (3) SELECT ボタンを 1 回押しして SV の設定項目を表示させ，> ボタンで SV の変更したい桁へカーソルを動かし，∧，∨ ボタンで数値を変え，最後に ENT を押す．
- (4) 次に SELECT ボタンを 4 回押しして OUTPUT LIMIT の設定項目を表示させ最小値 L と最大値 H を (3) 同様に変更する．表示される単位は % だが，実際は出力電圧の単位 V とみなしてよく，設定範囲は 0 % ～ 105 % である．ここでは，H のみを最大の 105% に設定し，ENT を押す．
- (5) MODE ボタンを 2 回押しして動作表示モードに変え，LOAD POWER のスイッチを入れて昇温を開始する．
- (6) 目標温度に近づいたら，もう一度 MODE ボタンと SELECT ボタンで OUTPUT LIMIT の設定項目を表示させ，L と H を設定し直す．これは，目標温度達成後の圧力室内の温度変動を抑えるためである．設定値は目標温度により異なり，その都度様子を見ながら温度変動がなるべく小さくなるよう調整する．目安として，L が約 50 % ～ 60 % に対し，H が約 70 % ～ 100 % である．
- (7) 昇温が終了したら LOAD POWER の電源を切り，実験終了後に CONTROL POWER の電源を切る．

付録2 粘度算出プログラム (yn.n 粘度計算 (FFT-71(150c3)) 0.mcd)

球落下法 黄緑色：各実験で変更 ピンク：各セッティングで変更 黄色：油で変更
 実験番号 (油名など) =FFT-71(150c3)

PMA:=0 圧力 (MPa) $n_0 := 1.504$ 常圧屈折率1.45
 トラクション油1.5

$A := \frac{87}{2}$ 球半径 (μm)
 $REF1 := \frac{(n_0)^2 - 1}{(n_0)^2 + 2} + \frac{0.00059PMA}{1 + 0.00171PMA} \frac{(n_0)^2 - 1}{(n_0)^2 + 2}$

$L1 := \frac{461.7}{2}$ 圧力室厚さ/2 (μm)
 屈折率1の時

$R := \frac{821.830}{2}$ ガスケット穴半径 (μm)
 $REF := \frac{\sqrt{2 \cdot REF1 + 1}}{\sqrt{1 - REF1}}$

$T := 273 + 24$ 温度 (K)
 $L := REFL1$ REF = 1.504 高圧屈折率

$V0 := 13660$ 常圧粘度 (mPas)
 $ROLO := 1.0548$ 常温試料油密度 (g/cm3)
 KTF1のみ0.96

$L = 347.198$ 圧力室厚さ/2 (μm)

$AL := \frac{A}{L}$ AL = 0.125

ROS:=8.92 球密度 (g/cm3)

$ROLO := ROLO \cdot \frac{1}{1 + 6.61210^{-4} \cdot (T - 297)}$

$ROL := ROLO \left(1 + 0.00059 \frac{PMA}{1 + 0.00171PMA} \right)$ 高圧試料油密度

ROL=1.055 (g/cm3)

SEC:=46.35 (s) 落下時間

DIV:=135 (μm) $V := \frac{DIV}{SEC}$ V = 2.913 ($\mu\text{m/s}$)

$GAL1 := (1 - 1.695AL + 2.719AL^2 - 4.359AL^3 + 2.195AL^4 + 0.140AL^5)$

$GAL2 := \exp(-2.719AL^2)$

$GAL := GAL1 \cdot GAL2$

$AAL := 1.197 - 1.344AL + 0.313AL^2$

$LGAL := 1 - AL - GAL$

$GMA := LGAL \left[1 - \exp \left[-AAL \left(\frac{R}{L} - 1 \right) \right] \right] + GAL$ GMA = 0.803

$VISa := \frac{(ROS - ROD) \cdot 9.81 \cdot 2 \cdot A^2}{9 \cdot V}$

$VISa = 1.114 \cdot 10^4$ 見かけの粘度

$VIS := GMA \cdot VISa$

$VIS = 8.94 \cdot 10^3$ (mPas)

$ALPHA := \frac{\ln \left(\frac{VIS}{V0} \right)}{PMA \cdot 10^{-3}}$ ALPHA = 1/GPa

付録3 WLF式による圧力算出プログラム

(WLF-DOS-室温.mcd)

T0 := -89.7 A1 := 111.5 A2 := 0.558
 B1 := 0.217 B2 := 20.32 C1 := 11.17 C2 := 31.69

P := 0, 0.04, 0.32 圧力 (GPa)

T := 24 温度 (°C)

$\eta_{REF} := 10^7 \text{ Pa}\cdot\text{s}$

$TR(P) := T0 + A1 \cdot \ln(1 + A2 \cdot P)$

$FR(P) := 1 - B1 \cdot \ln(1 + B2 \cdot P)$

$$\log \eta(P) := \log(\eta_{REF}) - \frac{C1 \cdot (T - TR(P)) \cdot FR(P)}{C2 + (T - TR(P)) \cdot FR(P)}$$

$\text{vis}(P) := 10^{\log \eta(P)}$

pp := 0.608

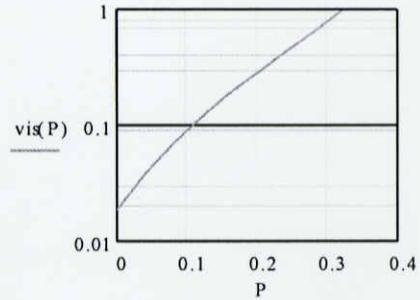
vis(pp) = 12.542

$$ALPHA := \frac{\ln\left(\frac{\text{vis}(pp)}{\text{vis}(0)}\right)}{pp}$$

ALPHA = 10.732
1/GPa

P	vis(P)
0	0.018
0.04	0.038
0.08	0.069
0.12	0.115
0.16	0.183
0.2	0.283
0.24	0.43
0.28	0.642
0.32	0.948

粘度 (Pa·s)



(WLF-KTF1-室温.mcd)

T0 := -68.6 A1 := 160.5 A2 := 1.816
 B1 := 0.3024 B2 := 12.64 C1 := 10.94 C2 := 28.97

P := 0, 0.05, 0.4 压力 (GPa)

T := 24 温度 (°C)

$\eta_{REF} := 10^7 \text{ Pa}\cdot\text{s}$

$TP(P) := T0 + A1 \cdot \ln(1 + A2 \cdot P)$

$FP(P) := 1 - B1 \cdot \ln(1 + B2 \cdot P)$

$\log \eta(P) := \log(\eta_{REF}) - \frac{C1 \cdot (T - TP(P)) \cdot FP(P)}{C2 + (T - TP(P)) \cdot FP(P)}$

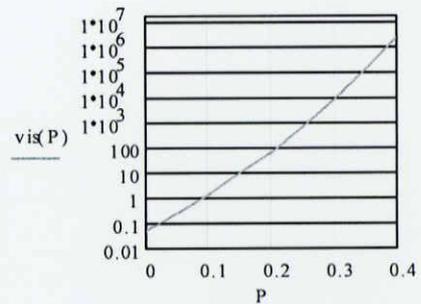
$\eta(P) := 10^{\log \eta(P)}$
 pp := 0.3097
 $\eta(pp) = 1.031 \cdot 10^4$

$ALPHA := \frac{\ln\left(\frac{\eta(P)}{\eta(0)}\right)}{P \cdot M \cdot 10^{-3}}$

ALPHA =
 1/GPa

P	$\eta(P)$	$aa(P)$
0	0.046	0
0.05	0.23	32.023
0.1	1.248	32.907
0.15	7.836	34.187
0.2	58.992	35.734
0.25	544.645	37.478
0.3	$6.258 \cdot 10^3$	39.37
0.35	$9.007 \cdot 10^4$	41.365
0.4	$1.617 \cdot 10^6$	43.413

$aa(P) := \ln\left(\frac{\eta(P)}{\eta(0)}\right) \cdot \frac{1}{P}$ 粘度 (Pa·s)



付録4 実験詳細データ例

PAO4 (100c3)

PAO4(100c3)	空加圧ねじ回転角: 33°		ガスケット: PCu, φ0.9, t0.8			球: Cu, φ78.0		油: PAO4			屈折率逆算値: 1.43							
日付	1/19	1/19	1/19	1/23	1/26	1/26	1/26	1/26	1/26	1/26	1/26	1/31	1/31	1/31	1/31	1/31	1/31	
測定温度 (°C)	24	24	24	24	24	40	70	100	70	40	24	24	40	70	100	70	40	24
見かけの加圧角 (°)	0	63	81	99						99	117							117
有効加圧角 (°)	0	30	48	66						66	84							84
角度の増分 (°)	0	63	18	18						18	18							18
目盛りの増分	0	43.75	12.5	12.5						12.5	12.5							12.5
等価円筒直径 (μm)	843.922	825.562	821.904	829.752						829.492	825.59							833.776
1目盛 (μm)	135	135	135	135						135	135							135
落下時間 (s)	0.2	4	10.31	47.33	19.04	5.48	2	5.3	18.42	45.55	177.48	65.06	14.31	4.56	13.92	59.8	177.2	
常圧粘度 (mPa·s)	25	25	25	25	14.3	5.92	3.115	5.92	14.3	25	25	14.3	5.92	3.115	5.92	14.3	25	
粘度 (mPa·s)	31065	611259	1563	7131	2872	827897	302732	80077	2778	6861	26530	9738	2150	686647	2092	8967	26540	
N=1 厚さ (μm)	487.4	454	435.3	419						417.9	400.6							402.5
屈折率	1.43	1.474	1.494	1.511	1.513	1.516	1.52	1.516	1.512	1.51	1.523	1.524	1.526	1.529	1.526	1.523	1.522	
実際の厚さ (μm)	696.4	669.2	650.2	633.1	633.8	633.52	635	633.2	631.8	631	610.3	610.6	614.5	615.5	614.3	613.3	612.9	
校正曲線からの逆算圧力 (GPa)	0	0.32	0.341	0.503	0.524	0.567	0.613	0.558	0.517	0.497	0.662	0.676	0.708	0.746	0.7	0.662	0.648	
圧力-粘度係数 (1/GPa)	15.98	12.13	11.24	10.32	8.71	7.47	6.79	10.19	11.30	10.52	9.65	8.33	7.23	6.38	5.73	10.75		

日付	1/31	2/6	2/6	2/6	2/6	2/6	2/6	2/7
測定温度 (°C)	24	40	70	100	70	40	24	24
見かけの加圧角 (°)	135						135	151
有効加圧角 (°)	102						102	120
角度の増分 (°)	18						18	18
目盛りの増分	12.5						12.5	12.5
等価円筒直径 (μm)	834.496						837.412	841.914
1目盛 (μm)	135						135	135
落下時間 (s)	746.29	188.18	34.03	9.65	31.82	173.17	588.09	1774.27
常圧粘度 (mPa·s)	25	14.3	5.92	3.115	5.92	14.3	25	25
粘度 (mPa·s)	110900	28000	5079	1443	4749	25790	87460	261900
N=1 厚さ (μm)	383						383.4	363.6
屈折率	1.531	1.532	1.534	1.535	1.533	1.531	1.531	1.537
実際の厚さ (μm)	586.6	586.9	588.1	588.7	587.7	587	586.9	559
校正曲線からの逆算圧力 (GPa)	0.793	0.807	0.838	0.867	0.817	0.786	0.779	0.907
圧力-粘度係数 (1/GPa)	10.59	9.39	8.06	7.08	8.19	9.54	10.48	10.21

KTF1 (150c3)

KTF1 (150c3)	空加圧ねじ回転角: 54°					ガスケット: PCu, Φ0.9, t0.8					球: Cu, Φ82.4		油: KTF1		屈折率逆算値: 1.505				
日付	9/1	9/1	9/1	9/1	9/1	9/12	9/12	9/12	9/12	9/12	9/12	9/12	9/14	9/14	9/14	9/14			
測定温度 (°C)	24	24	24	24	24	40	100	150	100	40	24	70	100	150	100	70			
見かけの加圧角 (°)	0	54	63	72	81						81	90							
有効加圧角 (°)	0	0	9	18	27						27	36							
角度の増分 (°)	0	54	9	9	9						9	9							
目盛りの増分	0	37.5	6.25	6.25	6.25						6.25	6.25							
等価円筒直径 (μm)	832.001	830.777	826.643	823.394	820.088						816.858	816.527							
1目盛 (μm)	135	135	135	135	135						135	135							
落下時間 (s)	0.33	0.65	2.76	25.02	352.84	113.51	5.18	1.18	4.96	109.77	493.49	118.11	22.03	3.3	19.42	94.74			
常圧粘度 (mPa・s)	46	46	46	46	46	23	4.6	2.2	4.6	23	46	8.9	4.6	2.2	4.6	8.9			
粘度 (mPa・s)	58,733	115,387	488,205	1,4407	61,790	19890	910,425	208,051	871,787	19220	81080	20650	3859	579,965	8402	18580			
N=1 厚さ (μm)	467.5	461.8	455.1	444.7	438.5	436.5	435.0	435.0	435.0	435.0	435.0	427.4	427.4	427.4	427.4	427.4			
屈折率	1.504	1.512	1.525	1.541	1.555	1.56	1.573	1.581	1.573	1.56	1.557	1.578	1.584	1.59	1.583	1.577			
実際の厚さ (μm)	703.1	698.2	694.0	685.3	678.8	680.9	684.3	687.7	684.3	678.6	677.3	674.4	677.0	679.6	676.6	674.0			
粘度からの逆算圧力 (GPa)	0.007	0.029	0.073	0.135	0.201	0.226	0.298	0.35	0.296	0.225	0.207	0.333	0.369	0.419	0.363	0.325			
圧力-粘度係数 (1/GPa)	14.81	31.71	13.55	7.378	5.584	29.92	17.74	13.00	17.72	29.90	36.11	23.27	18.24	13.30	18.20	23.17			

日付	9/20	9/20	9/20	9/20	9/20	9/22	9/22	9/22	9/28	9/29
測定温度 (°C)	70	100	150	100	70	100	150	100	150	150
見かけの加圧角 (°)	99					108			117	135
有効加圧角 (°)	45					54			63	81
角度の増分 (°)	9					9			9	9
目盛りの増分	6.25					6.25			6.25	6.25
等価円筒直径 (μm)	816.583					818.304			818.971	823.365
1目盛 (μm)	135					135			135	135
落下時間 (s)	437.44	61.27	6.91	58.2	404.9	1012.51	44.17	804.8	147.49	2477.47
常圧粘度 (mPa・s)	8.9	4.6	2.2	4.6	8.9	4.6	2.2	4.6	2.2	2.2
粘度 (mPa・s)	76270	10700	1211	10170	70600	176100	7710	140000	25670	428500
N=1 厚さ (μm)	421.2	421.2	421.2	421.2	421.2	410.5	410.5	410.5	402.6	193.2
屈折率	1.585	1.59	1.596	1.59	1.585	1.604	1.608	1.603	1.615	1.627
実際の厚さ (μm)	667.6	669.7	672.2	669.7	667.6	658.4	660.1	658.0	650.2	314.3
粘度からの逆算圧力 (GPa)	0.38	0.417	0.467	0.414	0.377	0.54	0.584	0.53	0.655	0.818
圧力-粘度係数 (1/GPa)	23.83	18.59	13.51	18.60	23.82	19.54	13.98	19.48	14.30	14.89

DOS (150c6)

DOS(150c6)	空加圧ねじ回転角: 59°		ガスケット: PCu, Φ0.9, t0.8			球: Cu, Φ84.0		油: DOS	屈折率逆算値: 1.436				
日付	10/12	10/12	10/12	10/12	10/12	10/12	10/16	10/16	10/16	10/16	10/16	10/16	10/17
測定温度 (°C)	24	24	24	24	24	24	40	100	150	100		40	24
見かけの加圧角 (°)	0	54	63	72	81	90							90
有効加圧角 (°)	0	0	4	13	22	31							31
角度の増分 (°)	0	54	9	9	9	9							9
目盛りの増分	0	37.5	6.25	6.25	6.25	6.25							6.25
等価円筒直径 (μm)	824.139	822.722	817.400	810.333	806.189	804.443							804.107
1目盛 (μm)	135	135	135	135	135	135							135
落下時間 (s)	0.09	0.1	0.2	0.43	0.91	1.94	1.13	0.23	0.11	0.23	1.12	2.03	
常圧粘度 (mPa・s)	18	18	18	18	18	18	11	2.7	1.4	2.7	11	18	
粘度 (mPa・s)	16.725	18.531	36.881	78.932	166.168	352.656	205.563	41.974	20.129	41.974	203.69	368.881	
N=1 厚さ (μm)	501.2	491.2	480.6	472.2	462.8	453.5	435.0	452.9	452.9	452.9	452.9	452.9	452.9
屈折率	1.448	1.448	1.459	1.469	1.485	1.498	1.503	1.514	1.524	1.514	1.503	1.498	
実際の厚さ (μm)	725.7	711.3	701.2	693.7	687.3	679.3	653.8	685.7	690.2	685.7	680.7	678.4	
粘度からの逆算圧力 (GPa)	0	0	0.038	0.079	0.152	0.221	0.251	0.33	0.41	0.33	0.25	0.225	
圧力-粘度係数 (1/GPa)			18.88	18.71	14.62	13.46	11.66	8.31	6.50	8.31	11.67	13.42	

日付	10/17	10/17	10/17	10/17	10/17	10/17	10/18	10/18	10/17	10/17	10/17	10/17	10/17	10/23
測定温度 (°C)	24	40	100	150	100	40	24	24	40	100	150	100	40	24
見かけの加圧角 (°)	108						108	126						126
有効加圧角 (°)	49						49	67						67
角度の増分 (°)	18						18	18						18
目盛りの増分	12.5						12.5	12.5						12.5
等価円筒直径 (μm)	801.636						801.275	799.887						802.771
1目盛 (μm)	135						135	135						135
落下時間 (s)	7.8	3.75	0.6	0.22	0.57	3.63	7.82	31.63	12.84	1.33	0.42	1.31	10.41	28.96
常圧粘度 (mPa・s)	18	11	2.7	1.4	2.7	11	18	18	11	2.7	1.4	2.7	11	18
粘度 (mPa・s)	1406	676.706	108.599	39.95	103.179	654.596	1409	5655	2298	238.992	75.733	235.402	1863	5176
N=1 厚さ (μm)	435.8	435.8	433.6	433.6	433.6	433.6	433.6	417.1	417.1	414.8	414.8	414.8	414.8	414.8
屈折率	1.518	1.521	1.531	1.537	1.531	1.521	1.518	1.534	1.536	1.543	1.548	1.543	1.534	1.533
実際の厚さ (μm)	661.5	662.9	663.8	666.4	663.8	659.5	658.2	639.8	640.7	640.0	642.1	640.0	636.3	635.9
粘度からの逆算圧力 (GPa)	0.362	0.387	0.485	0.55	0.476	0.383	0.362	0.516	0.538	0.617	0.683	0.615	0.511	0.506
圧力-粘度係数 (1/GPa)	12.04	10.64	7.62	6.09	7.65	10.67	12.04	11.14	9.93	7.27	5.84	7.27	10.04	11.19

日付	10/23	10/24	10/24	10/24	10/24	10/24	10/25	10/25	10/25	10/25	10/25	10/25	10/25	10/30
測定温度 (°C)	24	40	100	150	100	40	24	24	40	100	150	100	40	24
見かけの加圧角 (°)	144						144	162						162
有効加圧角 (°)	85						85	103						103
角度の増分 (°)	18						18	18						18
目盛りの増分	12.5						12.5	12.5						12.5
等価円筒直径 (μm)	802.552						804.498	808.153						802.771
1目盛 (μm)	135						135	135						135
落下時間 (s)	105.22	37.5	3.01	0.8	2.96	38.15	94.43	351.35	104.2	5.4	1.29	5.16	86.76	286.29
常圧粘度 (mPa・s)	18	11	2.7	1.4	2.7	11	18	18	11	2.7	1.4	2.7	11	18
粘度 (mPa・s)	18660	6659	536.846	143.209	527.939	6773	16750	61820	18360	956.782	229.43	914.298	15300	50410
N=1 厚さ (μm)	397.3	397.3	396.1	396.1	396.1	396.1	396.1	377.4	377.4	377.8	377.8	377.8	377.8	377.8
屈折率	1.546	1.547	1.553	1.556	1.552	1.547	1.545	1.555	1.556	1.559	1.562	1.558	1.554	1.554
実際の厚さ (μm)	614.2	614.6	615.1	616.3	614.7	612.8	612.0	586.9	587.2	589.0	590.1	588.6	587.1	587.1
粘度からの逆算圧力 (GPa)	0.655	0.675	0.758	0.816	0.755	0.677	0.642	0.801	0.809	0.86	0.916	0.852	0.785	0.775
圧力-粘度係数 (1/GPa)	10.60	9.49	6.98	5.67	6.99	9.49	10.65	10.16	9.17	6.83	5.57	6.84	9.22	10.24

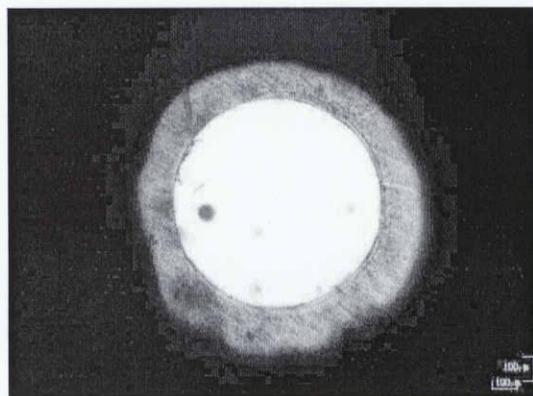
日付	10/30	10/31	10/31	10/31	10/31	10/31	11/1	11/1	11/6
測定温度 (°C)	24	40	100	150	100	40	24	150	24
見かけの加圧角 (°)	180						180		180
有効加圧角 (°)	121						121		121
角度の増分 (°)	18						18		18
目盛りの増分	12.5						12.5		12.5
等価円筒直径 (μm)	816.536						820.705		822.421
1目盛 (μm)	135						135		135
落下時間 (s)	757.66	214.71	8.62	1.8	7.59	183.18	598.58	1.77	588.7
常圧粘度 (mPa・s)	18	11	2.7	1.4	2.7	11	18	1.4	18
粘度 (mPa・s)	132400	37580	1516	317.747	1335	32050	104600	312.481	102900
N=1 厚さ (μm)	360.0	360.0	357.6	357.6	357.6	357.6	357.6	357.2	357.2
屈折率	1.561	1.561	1.563	1.565	1.562	1.56	1.559	1.565	1.559
実際の厚さ (μm)	562.0	562.0	558.9	559.6	558.6	557.9	557.5	559.0	556.9
粘度からの逆算圧力 (GPa)	0.896	0.907	0.942	0.986	0.919	0.885	0.866	0.982	0.864
圧力-粘度係数 (1/GPa)	9.94	8.97	6.72	5.50	6.75	9.01	10.01	5.51	10.01

FFT-71 (150c3)

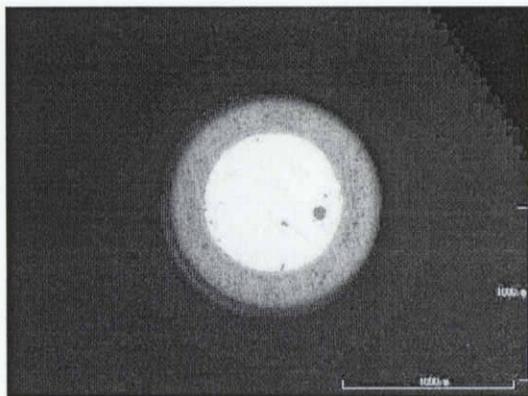
FFT-71 (150c3)	空加ねじ回転角: 50°		ガスケット: PCu, Φ0.9, t0.8		球: Cu, Φ87.0		油: FFT-71		屈折率逆算値: 1.504					
日付	12/5	12/5	12/5	12/6	12/6	12/6	12/9	12/9	12/9	12/9	12/11	12/11	12/11	12/11
測定温度 (°C)	24	24	24	24	24	24	80	150	80	50	80	150	80	50
見かけの加圧角 (°)	0	50.76	56.52	62.28	68.04	73.8				73.8				79.56
有効加圧角 (°)	0	0.76	6.52	12.28	18.04	23.8								29.56
角度の増分 (°)	0	50.76	5.76	5.76	5.76	5.76				5.76				5.76
目盛りの増分	0	35.25	4	4	4	4				4				4
等価円筒直径 (μm)	821.830	820.887	815.443	813.998	809.997	807.829				808.164				806.054
1目盛 (μm)	135	135	135	135	135	135				135				135
落下時間 (s)	46.35	97.6	211.2	509	1158.65	2656.13	42.67	3.27	40.94	273.67	74.54	4.68	70.14	571.07
常圧粘度 (mPa·s)	13660	13660	13660	13660	13660	13660	276	24	276	1596	276	24	276	1596
粘度 (mPa·s)	8944	18790	40470	97260	220600	503900	8121	625.458	7792	51990	14140	891.261	13310	108200
N=1 厚さ (μm)	461.7	455.5	448.2	444.0	438.0	432.6	432.4	432.4	432.4	432.4	427.3	427.3	427.3	427.3
屈折率	1.504	1.507	1.519	1.53	1.539	1.55	1.566	1.577	1.566	1.558	1.574	1.599	1.574	1.567
実際の厚さ (μm)	694.4	686.4	680.8	679.3	674.1	670.5	677.1	681.9	677.1	673.7	672.6	683.3	672.6	669.6
校正曲線からの逆算圧力 (GPa)	0	0.008	0.046	0.082	0.147	0.165	0.244	0.308	0.244	0.204	0.293	0.361	0.293	0.251
圧力-粘度係数 (1/GPa)		39.86	23.61	23.94	23.78	21.67	13.86	10.59	13.69	17.08	13.43	10.01	13.23	16.80

日付	12/12	12/12	12/12	12/12	12/13	12/13	12/13	12/13	12/13	12/15	12/15
測定温度 (°C)	80	150	80	50	80	150	80	50	150	80	80
見かけの加圧角 (°)				91.08				108.36		125.64	
有効加圧角 (°)				41.08				58.36		75.64	
角度の増分 (°)				11.52				17.28		17.28	
目盛りの増分				8				12		12	
等価円筒直径 (μm)				806.054				805.607		809.664	
1目盛 (μm)				135				48		135	
落下時間 (s)	171.27	8.07	161.46	1624.52	805.32	19.87	690.69	3564.05	46.31	2776.77	
常圧粘度 (mPa·s)	276	24	276	1596	276	24	276	1596	24	276	
粘度 (mPa·s)	32330	1531	30470	306000	150800	3742	129300	1873000	8663	516400	
N=1 厚さ (μm)	416.7	416.7	416.7	416.7	400.3	400.3	400.3	400.3	384.3	384.3	
屈折率	1.59	1.599	1.59	1.583	1.607	1.615	1.607	1.601	1.627	1.62	
実際の厚さ (μm)	662.6	666.3	662.6	659.6	643.3	646.5	643.3	640.9	625.3	622.6	
校正曲線からの逆算圧力 (GPa)	0.396	0.472	0.396	0.348	0.543	0.628	0.543	0.491	0.774	0.684	
圧力-粘度係数 (1/GPa)	12.03	8.80	11.88	15.10	11.61	8.04	11.33	14.39	7.61	11.01	

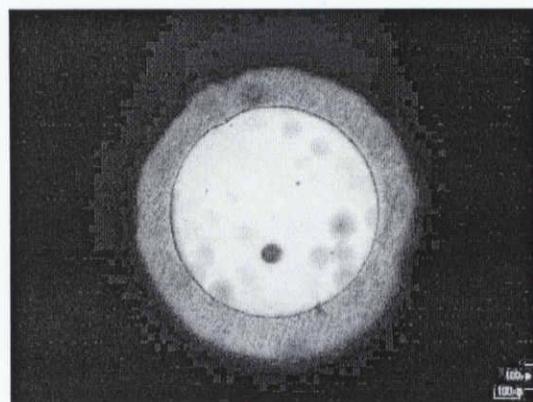
付録5 最高圧での圧力室の様子



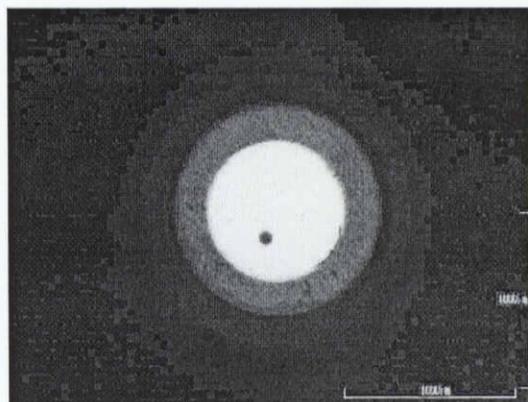
DOS (4) 24°C 0.864GPa 表.JPG 2006.02.23 15:23:00



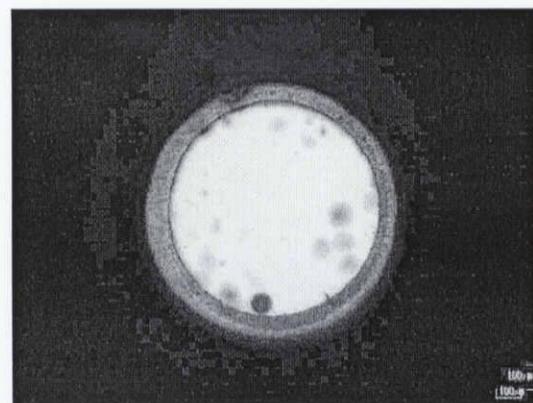
DOS (4) 24°C 0.864GPa 裏.JPG 2006.02.23 15:27:00



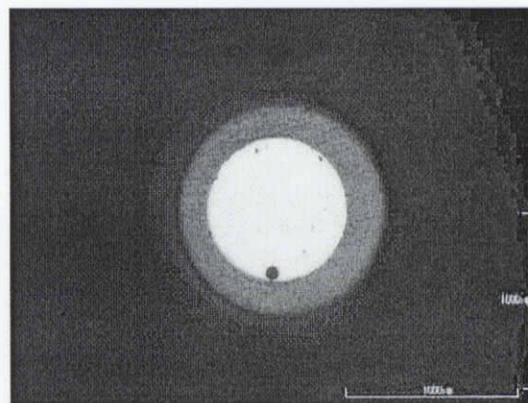
DOP (1) 24°C 0.629GPa 表.JPG 2006.03.09 15:14:00



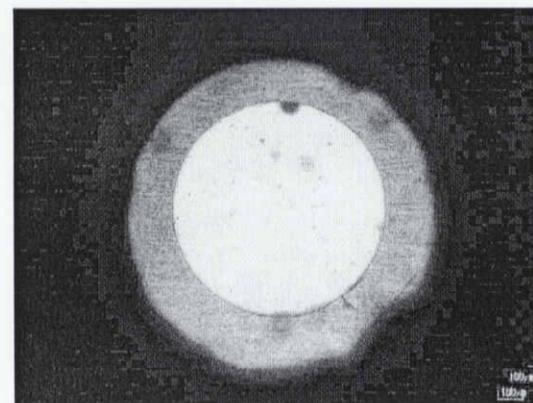
DOP (1) 24°C 0.629GPa 裏.JPG 2006.03.09 15:16:00



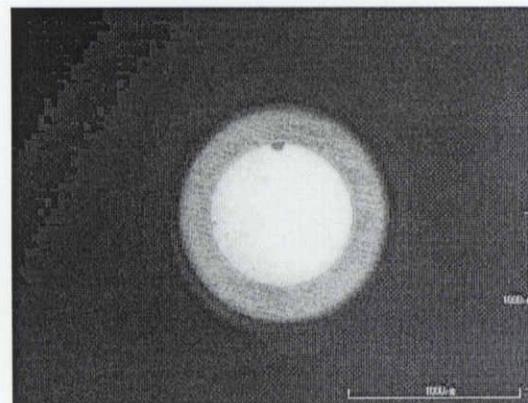
DOS (5) 24°C 0.958GPa 表.JPG 2006.03.24 12:34:00



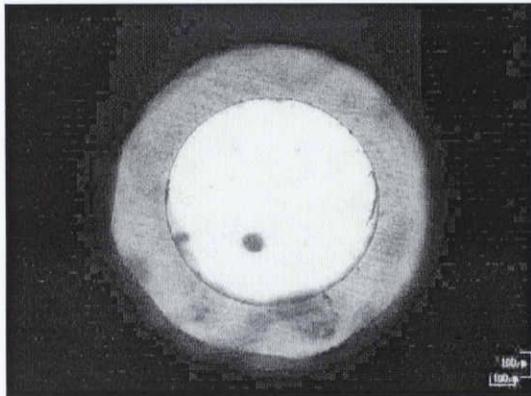
DOS (5) 24°C 0.958GPa 裏.JPG 2006.03.24 12:38:00



FFT-71 (1) 24°C 0.136GPa 表.JPG 2006.04.07 12:45:00



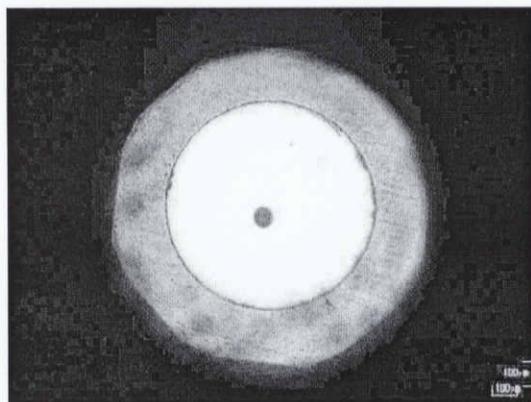
FFT-71 (1) 24°C 0.136GPa 裏.JPG 2006.04.07 12:48:00



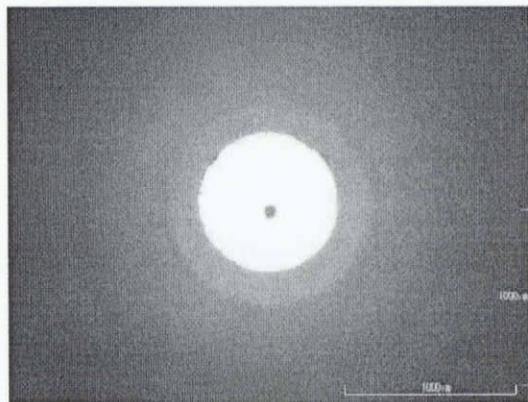
KTF1(200c1) 200°C 0.807GPa 表後.JPG 2006.05.19 15:16:00



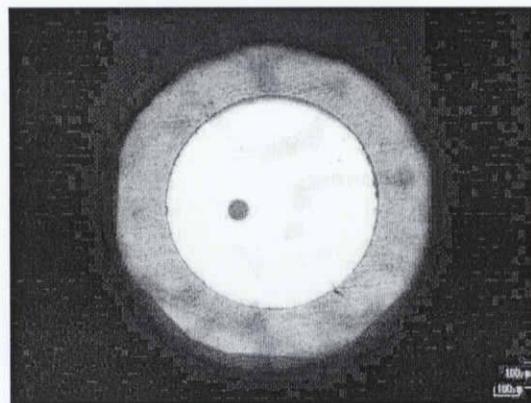
KTF1(200c1) 200°C 0.807GPa 裏後.JPG 2006.05.12 12:05:00



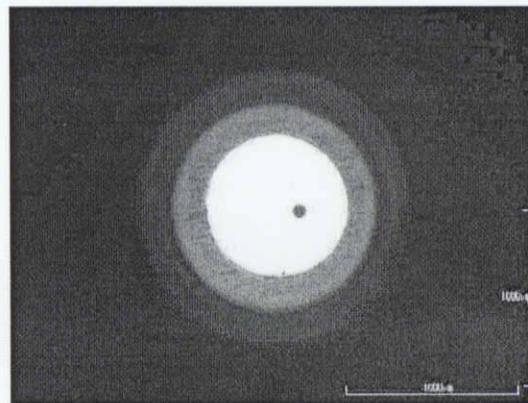
KTF1(200c2) 200°C 0.753GPa 表後.JPG 2006.06.13 15:45:00



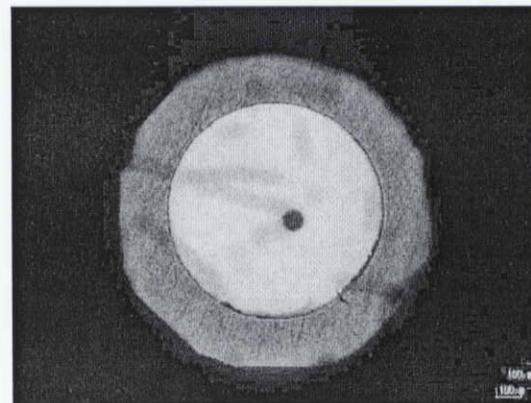
KTF1(200c2) 200°C 0.753GPa 裏後.JPG 2006.06.13 15:50:00



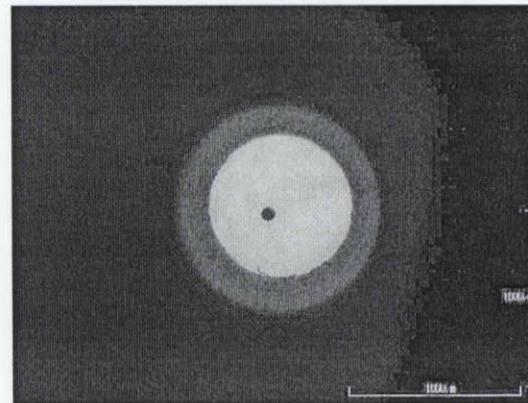
DOP(150c2) 200°C 0.894GPa 表後.JPG 2006.07.04 18:25:00



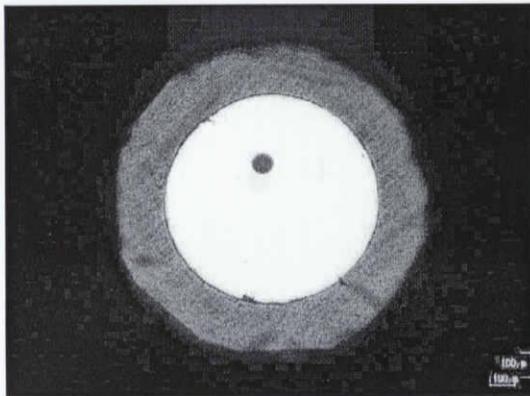
DOP(150c2) 200°C 0.894GPa 裏後.JPG 2006.07.04 18:28:00



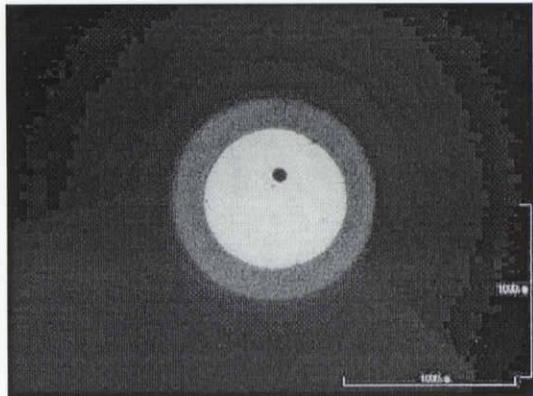
DOP(150c3) 150°C 0.932GPa 表後.JPG 2006.07.26 19:00:00



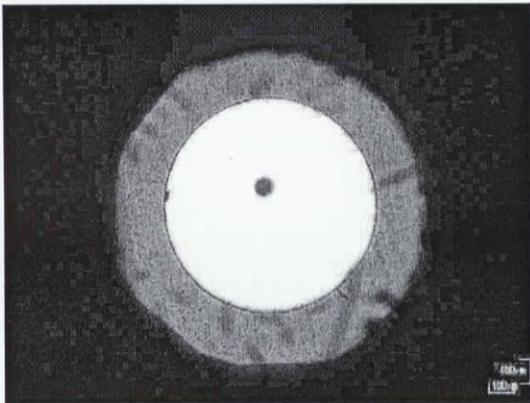
DOP(150c3) 150°C 0.932GPa 裏後.JPG 2006.07.26 19:04:00



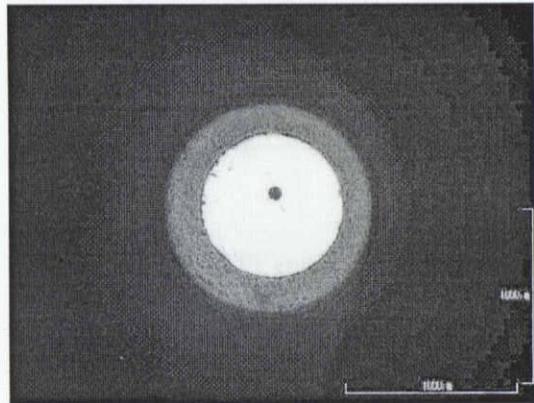
SN50 (150c1) 150°C 0.886GPa 表後.JPG 2006.08.21 15:32:00



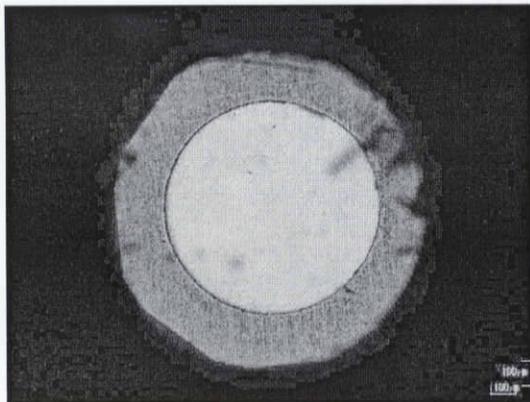
SN50 (150c1) 150°C 0.886GPa 裏後.JPG 2006.08.21 15:36:00



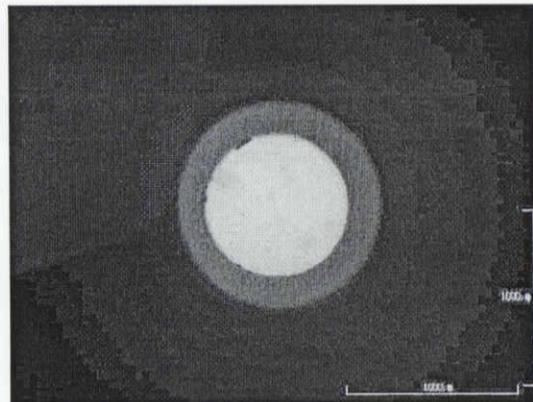
KTF1 (150c3) 150°C 0.818GPa 表後.JPG 2006.09.29 15:04:00



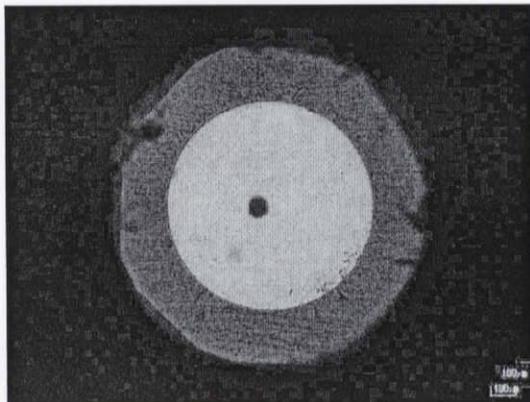
KTF1 (150c3) 150°C 0.818GPa 裏後.JPG 2006.09.29 15:08:00



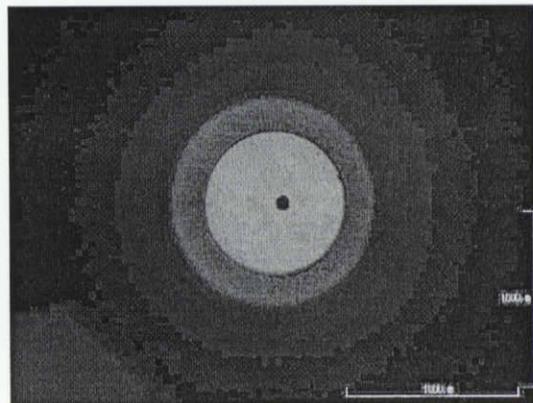
DOS (150c6) 24°C 0.864GPa 表後.JPG 2006.11.01 13:41:00



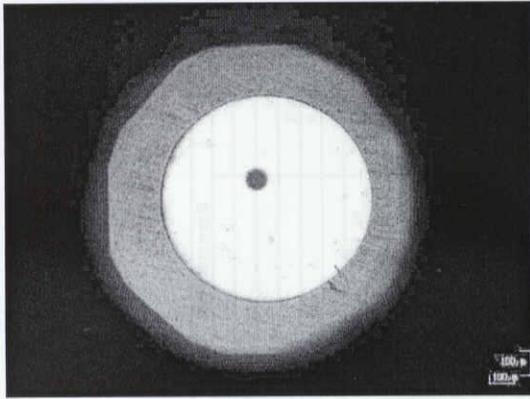
DOS (150c6) 24°C 0.864GPa 裏後.JPG 2006.11.01 13:44:00



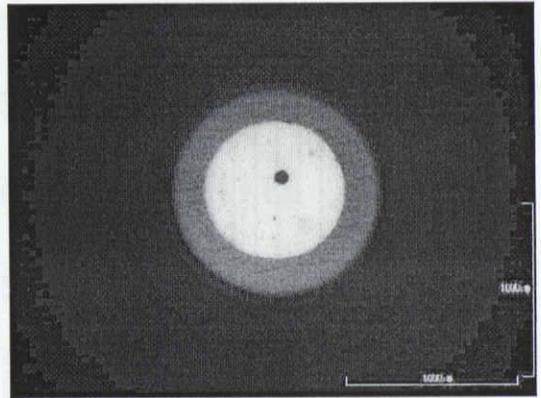
FFT-71 (150c2) 150°C 0.797GPa 表後.JPG 2006.11.29 13:52:00



FFT-71 (150c2) 150°C 0.797GPa 裏後.JPG 2006.11.29 13:54:00



FFT-71 (150c3) 150°C 0.774GPa 表 後.JPG 2006.12.15 16:15:00



FFT-71 (150c3) 150°C 0.774GPa 裏 後.JPG 2006.12.15 16:19:00

付録6 回帰線プログラム

回帰分析出力結果			
標本数	22		
独立変数個数	2		
自由度	19		
相関係数の2乗	0.53		
自由度調整済相関係数	0.48		
Y評価値の標準誤差	12.01		
	$\alpha 0$	$\alpha 1$	$\alpha 2$
回帰係数	93.2	-0.000294	0.35
回帰係数の誤差	1.52913E-04		
標準回帰係数	-2.26		
標準回帰係数の誤差	1.18		
偏相関係数	-0.40		
F値	3.7		

150(c)-24(c)						
C0	C2	C1	P(MPa)	P(GPa)	ΔP (MPa)	
93.25	-0.000294	0.349	100	0.1	125	
93.25	-0.000294	0.349	200	0.2	151	
93.25	-0.000294	0.349	300	0.3	172	
93.25	-0.000294	0.349	400	0.4	186	
93.25	-0.000294	0.349	500	0.5	195	
93.25	-0.000294	0.349	600	0.6	197	
93.25	-0.000294	0.349	700	0.7	194	
93.25	-0.000294	0.349	800	0.8	185	

40(c)-24(c)						
C0	C2	C1	P(MPa)	P(GPa)	ΔP (MPa)	
14.1497203	-0.000070	0.07466609	100	0.1	21	
14.1497203	-0.000070	0.07466609	200	0.2	26	
14.1497203	-0.000070	0.07466609	300	0.3	30	
14.1497203	-0.000070	0.07466609	400	0.4	33	
14.1497203	-0.000070	0.07466609	500	0.5	34	
14.1497203	-0.000070	0.07466609	600	0.6	34	
14.1497203	-0.000070	0.07466609	700	0.7	32	
14.1497203	-0.000070	0.07466609	800	0.8	29	

回帰分析出力結果			
標本数	19		
独立変数個数	2		
自由度	16		
相関係数の2乗	0.33		
自由度調整済相関係数	0.25		
Y評価値の標準誤差	17.11		
	$\alpha 0$	$\alpha 1$	$\alpha 2$
回帰係数	66.09	-0.000260	0.27
回帰係数の誤差	1.15946E-04		
標準回帰係数	-1.62		
標準回帰係数の誤差	0.72		
偏相関係数	-0.49		
F値	5.04		

100(c)-24(c)						
C0	C2	C1	P(MPa)	P(GPa)	ΔP (MPa)	
66.09	-0.000260	0.271	100	0.1	91	
66.09	-0.000260	0.271	200	0.2	110	
66.09	-0.000260	0.271	300	0.3	124	
66.09	-0.000260	0.271	400	0.4	133	
66.09	-0.000260	0.271	500	0.5	137	
66.09	-0.000260	0.271	600	0.6	135	
66.09	-0.000260	0.271	700	0.7	128	
66.09	-0.000260	0.271	800	0.8	116	

40(c)-24(c)						
C0	C2	C1	P(MPa)	P(GPa)	ΔP (MPa)	
23.0935073	-0.000110	0.11638272	100	0.1	34	
23.0935073	-0.000110	0.11638272	200	0.2	42	
23.0935073	-0.000110	0.11638272	300	0.3	48	
23.0935073	-0.000110	0.11638272	400	0.4	52	
23.0935073	-0.000110	0.11638272	500	0.5	54	
23.0935073	-0.000110	0.11638272	600	0.6	53	
23.0935073	-0.000110	0.11638272	700	0.7	50	
23.0935073	-0.000110	0.11638272	800	0.8	46	
23.0935073	-0.000110	0.11638272	210	0.21	43	

回帰分析出力結果			
標本数	18		
独立変数個数	2		
自由度	15		
相関係数の2乗	0.19		
自由度調整済相関係数	0.08		
Y評価値の標準誤差	10.10		
	$\alpha 0$	$\alpha 1$	$\alpha 2$
回帰係数	36.53	-0.000170	0.19
回帰係数の誤差	2.58771E-04		
標準回帰係数	-0.34		
標準回帰係数の誤差	0.52		
偏相関係数	-0.17		
F値	0.43		

70(c)-24(c)						
C0	C2	C1	P(MPa)	P(GPa)	ΔP (MPa)	
36.53	-0.000170	0.193	100	0.1	54	
36.53	-0.000170	0.193	200	0.2	68	
36.53	-0.000170	0.193	300	0.3	79	
36.53	-0.000170	0.193	400	0.4	87	
36.53	-0.000170	0.193	500	0.5	91	
36.53	-0.000170	0.193	600	0.6	91	
36.53	-0.000170	0.193	700	0.7	88	
36.53	-0.000170	0.193	800	0.8	82	

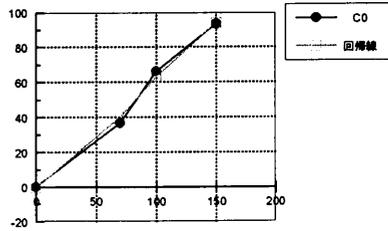
80(c)-24(c)						
C0	C2	C1	P(MPa)	P(GPa)	ΔP (MPa)	
47.9030536	-0.000207	0.22135982	100	0.1	68	
47.9030536	-0.000207	0.22135982	200	0.2	84	
47.9030536	-0.000207	0.22135982	300	0.3	96	
47.9030536	-0.000207	0.22135982	400	0.4	103	
47.9030536	-0.000207	0.22135982	500	0.5	107	
47.9030536	-0.000207	0.22135982	600	0.6	106	
47.9030536	-0.000207	0.22135982	700	0.7	101	
47.9030536	-0.000207	0.22135982	800	0.8	92	
47.9030536	-0.000207	0.22135982	210	0.21	48	

150(c)-24(c)						
C0	C2	C1	P(MPa)	P(GPa)	ΔP (MPa)	
93.245358	-0.000294	0.34944105	210	0.21	93	

210 の部分に値を入れることで、それぞれの温度での圧力上昇量が求まる。

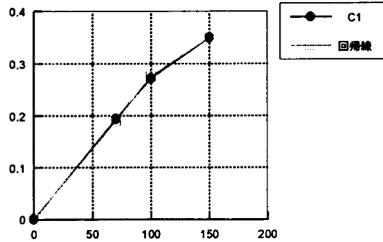
標本数	4		
独立変数個数	2		
自由度	1		
相関係数の2乗	0.99496648036		
自由度調整済相関係数	0.98489944109		
Y評値値の標準誤差	4.9184309763		
	$\alpha 0$	$\alpha 1$	$\alpha 2$
回帰係数	-24.995118	1.04601478273	-0.0016848454
回帰係数の誤差	0.23587957754	0.00131493078	
標準回帰係数	1.38222856034	-0.399382981	
標準回帰係数の誤差	0.3116968271	0.3116968271	
偏相関係数	0.97550454019	-0.788331790	
F値	19.6650457827	1.64177767415	

C00	C01	C02	T	C0(T)
-24.995118289	1.04601478273	-0.0016848454	150	93.9980768836
-24.995118289	1.04601478273	-0.0016848454	100	62.7579056566
-24.995118289	1.04601478273	-0.0016848454	70	39.9701738818
-24.995118289	1.04601478273	-0.0016848454	24	-0.8612344726
-24.995118289	1.04601478273	-0.0016848454	40	14.149720328
-24.995118289	1.04601478273	-0.0016848454	50	23.0935072658
-24.995118289	1.04601478273	-0.0016848454	80	47.9030535599



標本数	4		
独立変数個数	2		
自由度	1		
相関係数の2乗	0.99958464909		
自由度調整済相関係数	0.99875394727		
Y評値値の標準誤差	0.00528953317		
	$\alpha 0$	$\alpha 1$	$\alpha 2$
回帰係数	-0.12582185	0.00568462594	-0.0000168107
回帰係数の誤差	0.00025367701	1.4141441E-06	
標準回帰係数	2.00643394817	-1.0643781117	
標準回帰係数の誤差	0.08953731778	0.08953731778	
偏相関係数	0.99900578484	-0.9964804367	
F値	502.159373735	141.31351832	

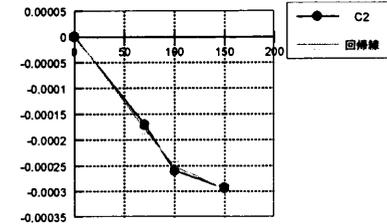
C10	C11	C12	T	C1(T)
-0.12582185	0.00568462594	-0.0000168107	150	0.34863154091
-0.12582185	0.00568462594	-0.0000168107	100	0.2745338551
-0.12582185	0.00568462594	-0.0000168107	70	0.18972959025
-0.12582185	0.00568462594	-0.0000168107	24	0.00092621577
-0.12582185	0.00568462594	-0.0000168107	40	0.07466608539
-0.12582185	0.00568462594	-0.0000168107	50	0.11638272479
-0.12582185	0.00568462594	-0.0000168107	80	0.22135981631



T	T^2	C0	C1	C2
150	22500	93.2453579545	0.34944105349	-0.0002937
100	10000	66.0857156587	0.27095495738	-0.0002602
70	4900	36.5338483361	0.19342519116	-0.0001703
24	576	0	0	0

標本数	4		
独立変数個数	2		
自由度	1		
相関係数の2乗	0.9971529678		
自由度調整済相関係数	0.9914589034		
Y評値値の標準誤差	0.00001215034		
	$\alpha 0$	$\alpha 1$	$\alpha 2$
回帰係数	0.00012949491	-0.0000057781	1.9629511E-08
回帰係数の誤差	5.8270941E-07	3.2483632E-09	
標準回帰係数	-2.3244716714	1.41656848454	
標準回帰係数の誤差	0.23441893443	0.23441893443	
偏相関係数	-0.9949532766	0.98658253542	
F値	98.3248115827	36.516530567	

C20	C21	C22	T	C2(T)
0.00012949491	-0.0000057781	1.9629511E-08	150	-0.0002955532
0.00012949491	-0.0000057781	1.9629511E-08	100	-0.0002520181
0.00012949491	-0.0000057781	1.9629511E-08	70	-0.0001787861
0.00012949491	-0.0000057781	1.9629511E-08	24	2.1275663E-06
0.00012949491	-0.0000057781	1.9629511E-08	40	-0.0000702211
0.00012949491	-0.0000057781	1.9629511E-08	50	-0.0001103354
0.00012949491	-0.0000057781	1.9629511E-08	80	-0.0002071227



付録7 PAO4 の RoeLands 式

$$\eta_0 := 0.019$$

$$S_0 := 1.047$$

$$Z := 0.570$$

$$T_0 := 30$$

$$P := 0, 0.01, 0.1$$

$$T := 40$$

$$Y(P) := (\ln(\eta_0) + 9.67) \cdot \left[\left(\frac{T + 135}{T_0 + 135} \right)^{-S_0} \cdot (1 + 5.1 \cdot 10^{-9} P)^Z - 1 \right]$$

$$\eta(P) := \eta_0 \cdot e^{Y(P)}$$

P	$\eta(P)$
0	215.003
0.01	53.528
0.02	15.893
0.03	5.521
0.04	2.206
0.05	0.998
0.06	0.504
0.07	0.281
0.08	0.171
0.09	0.112
0.1	0.078

