

複写可

簡易圧力評価の範囲拡張と
潤滑油の高圧粘度測定



指導教員 中村 裕一 准教授

平成20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

ナノプロセッシング研究室

田中 祐介

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 サファイアアンビルセル高圧装置	14
3. 2	加圧装置	21
3. 3	落球法による粘度測定	23
3. 4	圧力決定法および圧力較正図	27
3. 5	高圧粘度未知油の圧力決定法	33
3. 6	試料油および高圧粘度の WLF 式回帰	35
第 4 章	実験結果及び考察	
4. 1	2GPa までの圧力較正図の構築	38
4. 1. 1	空加圧ねじ回転角と粘度勾配	
4. 1. 2	各液体の圧力較正図の再現性	
4. 1. 3	全試料油の圧力較正図	
4. 2	簡易高圧粘度評価および回帰式	40
4. 2. 1	DOS および PAO4	
4. 2. 2	エタノール	
4. 2. 3	Daphne7373 および 7474	
第 5 章	結論	67
	謝辞	68
	参考文献	69

- 付録 1 粘度算出プログラム
- 付録 2 WLF 式による圧力算出プログラム
- 付録 3 圧力室の様子
- 付録 4 実験詳細データ例
- 付録 5 PAO4 の Roelands 式
- 付録 6 WLF 式のデータの回帰

第 1 章 緒論

歯車，転がり軸受，エンジン動弁系およびトラクションドライブなどの弾性流体潤滑（EHL）状態では，ナノメートルオーダーの極めて薄い油膜で潤滑され，最近では潤滑油の分子設計にナノテクが利用されている．EHL 状態の潤滑油分子設計にはその高圧力下の粘度，密度などが基礎物性データとなり，特に粘度-圧力特性が最も重要である．

潤滑油のレオロジー特性に対する圧力増加はほぼ温度低下と同じ効果があり，したがって油（液体）は圧力上昇とともに粘度が増大し，いずれ固化（ガラス化）する．EHL，トラクション下の潤滑油の力学状態は粘性域，粘弾性域，弾塑性域など非ニュートン固化域へと遷移すると考えられ，各領域の境界線は圧力×粘度-圧力係数によって決まり[2][3]，したがって固化域においても，ニュートン粘度は重要となる．

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，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，高くとも 1GPa 程度で，高圧粘度測定技術は特殊で困難な技術と考えられている．

中村らはこれまで，数 GPa が容易に発生できるダイヤモンドアンビルセル高圧装置（Diamond- Anvil pressure Cell，DAC）という小型装置を用いて潤滑油の粘度[4][5]，粘弾性特性[6]および弾性係数（密度）[7]などの高圧力下の物性測定を行ってきた．

しかしながら DAC では通常圧力測定にルビー蛍光法を用いているため，この方法の習得および測定には時間がかかり，また高精度の分光システムも必要である．物質の相転移で圧力を決める圧力定点も利用されているが，較正物質が少なく任意の圧力を設定できない．従って，簡単な方法で圧力が定まれば DAC による簡便な高圧粘度測定が可能となるため，DAC の普及が期待される．また金属製高圧粘度計に比べ，油一滴で測定できるマイクロ計測の利点を持つ．

そこで最近の研究では，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 程度でほぼ一本の圧力較正図となり，通常のルビー蛍光法より簡単に圧力を決定できることを示した[8]．

本研究では，すでに確立されている 0.8GPa までの潤滑油の簡便な高圧粘度

測定法を 2GPa まで拡張するため、Bridgman によって 3GPa まで高圧粘度が報告されているアルコール類[9]を、エステル油、合成炭化水素およびエタノールとともに高圧粘度標準液と考え、室温で 2GPa まで空加圧ねじ回転角と対数粘度勾配の関係、圧力較正図の再現性を検討し構築する。そしてそれらを用いて 1GPa ~ 2GPa のエステル油、エタノール、静水圧媒体油 (Daphne 7373, 7474) などの高圧粘度を評価する。

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 [10]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。

図中の二つの分子層は距離 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、一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 は二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。

一つの分子がポテンシャルエネルギーの壁をのり越えて行くとき、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、一分子の移動の前後におけるエネルギー差は、 F に移動量をかけて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。

$$\kappa = \frac{kT}{h} \frac{F''}{F} \exp\left(-\frac{\varepsilon_0}{kT}\right) \quad (2-4)$$

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。

$$\begin{aligned} \kappa_f &= \frac{kT}{h} \frac{F''}{F} \exp\left\{-\left(\varepsilon_0 - \frac{1}{2}f\lambda_2\lambda_3\lambda\right)/kT\right\} \\ &= k \exp\left(\frac{1}{2}f\lambda_2\lambda_3\lambda/kT\right) \end{aligned} \quad (2-5)$$

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。

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

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 $kf\lambda$ ，後方へは $kb\lambda$ 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 $(kf - kb)\lambda$ 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．

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

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) を展開する時に第一項以外の項を全て省略することができる．式 (2-1) は以下の様に変換することができる．

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

この式に，式 (2-4) で得られる κ を代入すると，次式が得られる．

$$\eta = \frac{\lambda h}{\lambda_2 \lambda_3 \lambda^2} \frac{F}{F''} \exp\left(\frac{\varepsilon_0}{kT}\right) \tag{2-9}$$

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．

$$\eta = \frac{h}{\lambda_2 \lambda_3 \lambda} \frac{F}{F''} \exp\left(\frac{\varepsilon_0}{kT}\right) \tag{2-10}$$

λ_0 は近似的に液体状態における一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

$$\eta = \frac{hN_0}{V} \frac{Z}{Z''} \exp\left\{ -\frac{\epsilon_0}{k_B T} \right\} \quad (2-11)$$

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

$$K = \frac{Z''}{Z} \exp\left\{ -\frac{\epsilon_0}{k_B T} \right\} \quad (2-12)$$

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，

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

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。

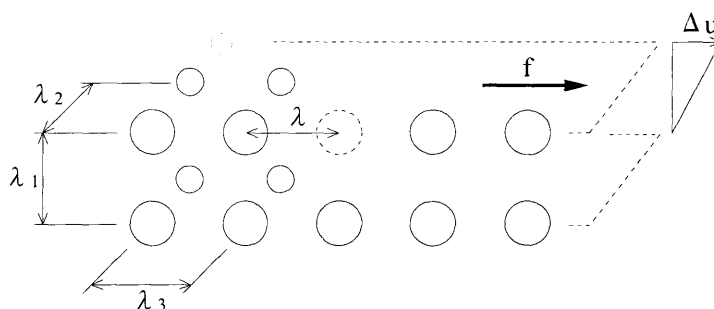


図 2-1 液体中の分子モデル

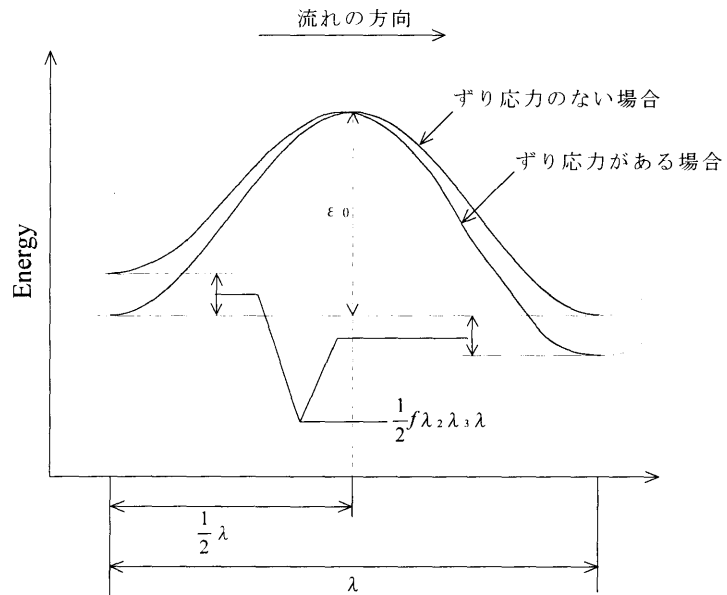


図 2-2 ずり応力がある場合と無い場合との粘性流動に対するポテンシャルエネルギー

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).

$$\eta(T, P) = \eta(T, 0) \exp(\alpha(T) \cdot P) \quad (2-18)$$

T は温度, $\eta(T, P)$ 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 - 圧力係数をあらわす.

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.

従来, 粘度 - 圧力係数 α を推算する式がいくつか提案されているが, 以下に示す Wu and Klaus の式は 2 点の温度における動粘度から求めることができるので使い易い.

$$\alpha = (0.1657 + 0.2332 \log \nu) \cdot m \times 10^{-8} \quad (2-20)$$

また, Walther の式を以下に示す.

$$\log \log (\nu + k) = -m \log T + b \quad (2-21)$$

ν は油の動粘度, T は絶対温度, m , b 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 0.7 であるが, 一般には $\nu \geq 1.5$ 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 °C 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, 高压粘度と環分析値を関係づけた

式を提案している。

$$\begin{aligned} \log (\eta / \eta_0) &= (P / 5.566 \times 10^7)^y \times \{(0.002CA + 0.003CN + 0.055) \log \eta_0 + 0.228\} \\ \log (y - 0.890) &= 0.00855 (CA + 1.5CN) - 1.930 \end{aligned} \quad (2-22)$$

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 (2-22) 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。

$$\eta = \eta_0 \exp \left[(\ln \eta_0 + 9.67) \left\{ \left(\frac{T+135}{T_0+135} \right)^{-S_0} \left(1 + 5.1 \times 10^{-9} p \right)^Z - 1 \right\} \right] \quad (2-23)$$

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 [11], 付録 5 参照)

また、Bridgman は、液体の圧力の指数と粘度の関係は、低粘度時には圧力軸に対して上に凸、高粘度時には下に凸となり、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 [12].

$$\eta = \eta_0 \exp (aP^3 + bP^2 + cP) \quad (2-24)$$

上式の 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。

$$\eta = \eta_0 \exp (\alpha P - \beta \Delta T) \quad (2-25)$$

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 (2-26) に安富らの式を示す [13][14].

$$\log \eta(T, P) = \log \eta_g - \frac{C_1 \cdot (T - T_g(P)) \cdot F(P)}{C_2 + (T - T_g(P)) \cdot F(P)} \quad (2-26)$$

ここで, C_1, C_2 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. $T_g(P), F(P)$ 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.

$$T_g(P) = T_g(0) + A_1 \ln(1 + A_2 P) \quad (2-27)$$

$$F(P) = 1 - B_1 \ln(1 + B_2 P) \quad (2-28)$$

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 (2-26) 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 $h = h_s$ になる温度を基準温度 $T_s(P)$ とした式 (2-29) を用いる.

$$\log \eta(T, P) = \log \eta_s - \frac{C_1 \cdot (T - T_s(P)) \cdot F(P)}{C_2 + (T - T_s(P)) \cdot F(P)} \quad (2-29)$$

また, 試料液体 SN50, KTF1, DOS, DOP において, 関係式に使われている係数 $A_1, A_2, B_1, B_2, C_1, C_2$ を表 2-1 に示す.

KTF1 に関して, WLF 式と Bair データの比較を図 2-3 に, DOS, DOP の WLF 式と ASME データの比較を図 2-4, 2-5 に示す [15][16].

表 2-1 文献値による各試料液体の係数

Liquid	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

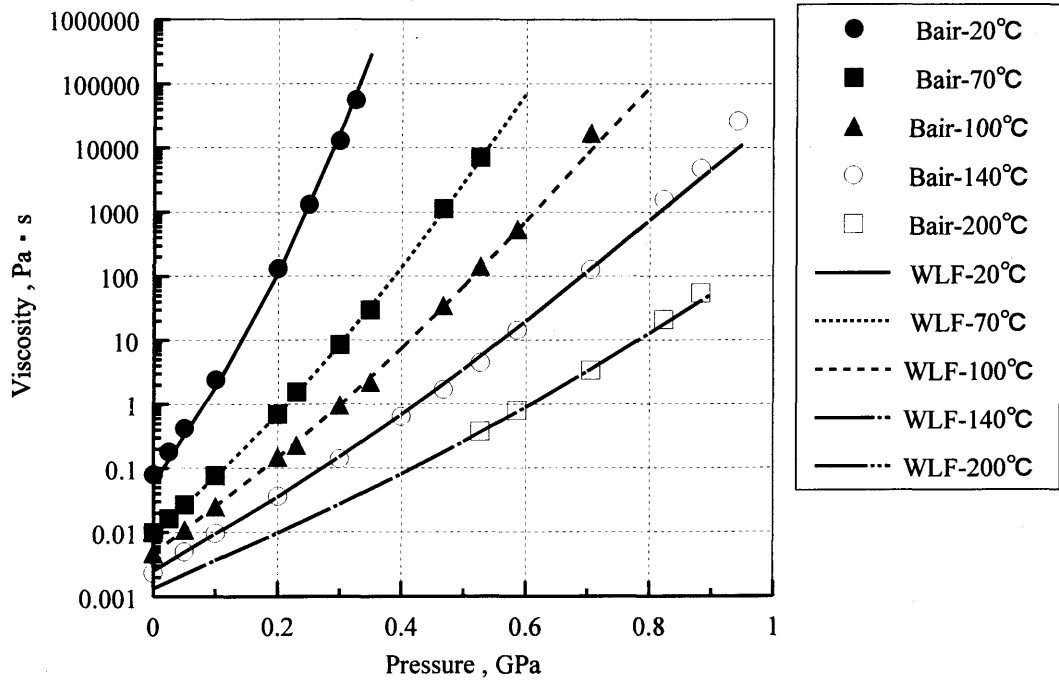


図 2-3 WLF-Bair 関係 (KTF1)

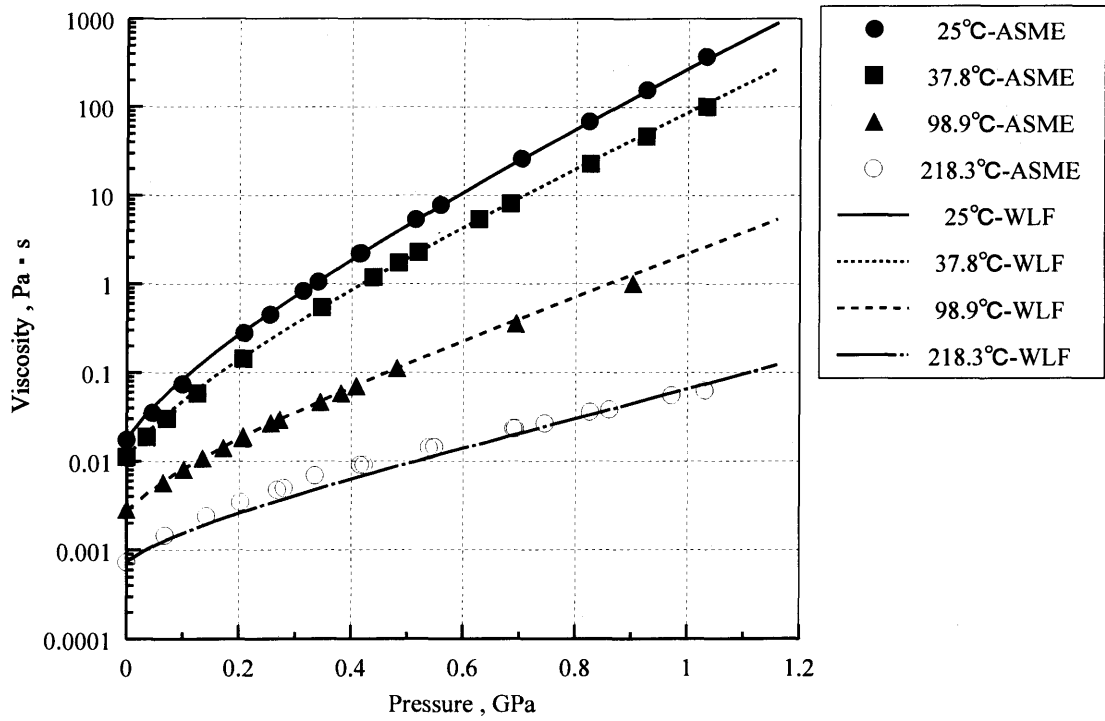


図 2-4 WLF-ASME 関係 (DOS)

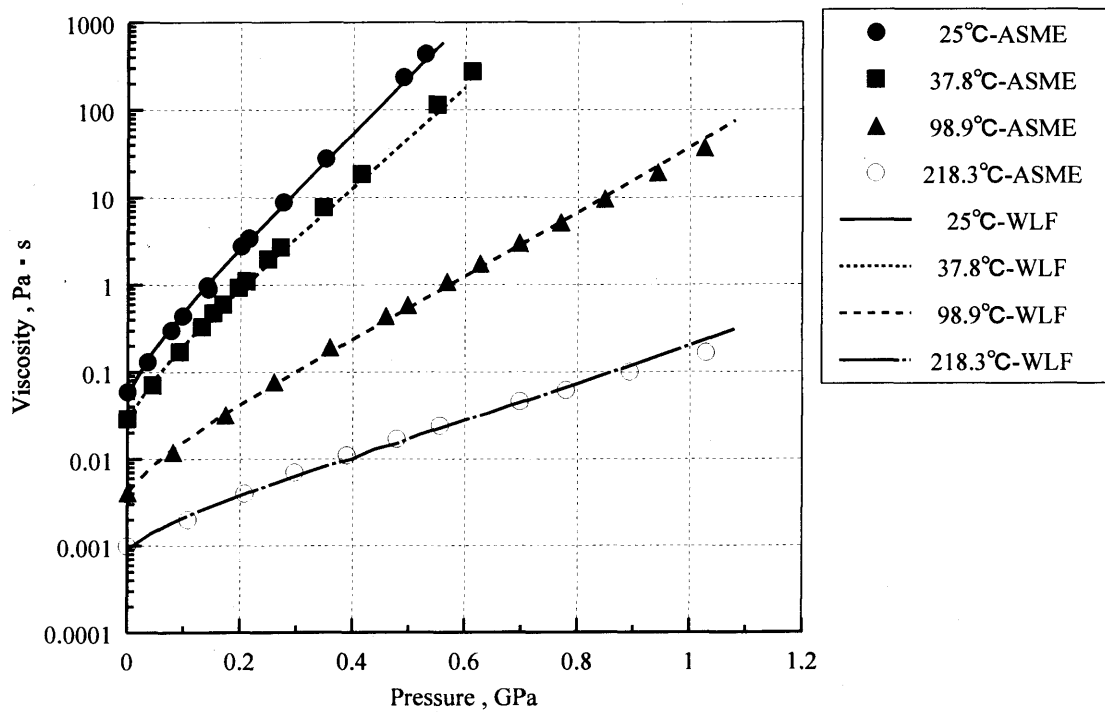


図 2-5 WLF-ASME 関係 (DOP)

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) およびサファイアアンビルセル (sapphire-anvil-cell 以下 SAC) 高圧装置 (清水製作所, □ 50) を用いた. 図 3-1 に DAC (No.2) 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. 同様に SAC (No.1) の模式図と表面, 裏面の写真をそれぞれ図 3-4, 3-5, 3-6 に示す. この装置は加圧ねじによる加圧タイプのもので, 圧縮前の加圧ねじ回転角度を 0 度とし, そこからの角度の増分を加圧ねじ回転角とする. 円盤状加圧ねじ (M38X1) を回転させてピストンを前進させ, 先端のダイヤモンドがガスケットとともに油を圧縮し高圧を発生させる. 小さい圧力室のため, 試料油が一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[17]. 本研究では, 低圧での圧力制御のため, 皿ばねを一つ挿入した. 圧力室内には, 試料油と粘度測定用の落下球 (銅球) を封入する.

以下に銅球選びの手順を示す.

1. 銅球をストックしておくためのスライドガラスを用意し, 球を置いておく場所には球を見失わないようにペンで裏から数箇所丸印をつけておく.
2. スライドガラスにつけられた印の中から, 今回拾った球を置いておく場所をあらかじめ選んでおく.
3. 銅球の入ったシャーレを軽く動かし, 球を散乱させる.
4. 顕微鏡でシャーレの中を覗き, デジタルマイクロメーターを用いて 50 ~ 60 μ m 程度で真球度の高そうな球を捜す.
5. アルコールで洗浄した針を近づけ, 球が針にはりついたら顕微鏡の台の上にあるシャーレをスライドガラスに置き換えて球を移動させる.
6. 2 ~ 5 を繰り返す, 実験で使うことのできる球が複数個ある状態にし

ておく。保管の際にはケースに入れ、ほこりや風の影響を受けないようにしておく。

7. 実験の際には、ストックしてある球の中からサイズと真球度のよいものを選んで使用する。ストックの中に条件から外れる球が見つかった場合は処分する。

金属ガスケットは厚さ 0.5mm 程度のリン青銅板を用いた（3. 5 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同士が接触していないことを横穴から確認して上蓋をはずす。なお、保管時はダイヤモンド面が上になるように上蓋を DAC 本体に取り付けて置いておく。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むとききれいに掃除しにくいいため、その場合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 4 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 3-7 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。これらガスケットに貼り付ける（図 3-8 参照）。貼り付ける際は、手の油などがガスケットに付着するのを防ぐため、ピンセットを使用し、ガスケットに手が触れないよう注意する。

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の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 3-9, 3-10 参照）。中心にきたら、いったんガスケットを挟み込み、中心を再確認して加圧ねじを強く締め付ける。ずれていれば再調整する。そして、ガスケットにダイヤモンドの圧痕をつけ、密封性を向上させる（圧力室の厚さが元の 90 % 程度になるまでレーザーフォーカス変位計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 3-11 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る。再び加圧し、ダイヤモンドコレット面とガスケットが軽くあたっている状態での圧力室の油無しの時の厚さを、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（アルコールなど粘度が低い場合はプラスチックドライバー）で一滴落とす。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 3-12 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ておく。ダイヤモンドとガスケットが当たらないよう横から慎重に確認しながら上蓋を完全に締める。加圧ねじを圧力が加わらないように軽くしめて密封する。アルコール類は揮発性が高く、常圧では圧力室内に気泡が発生してしまうため、アルコール類で実験を行う際には気泡が発生しないように加圧ねじを強めに締める。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圧力室厚さを測定し、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、一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。

なお、実験中に球がガスケットやダイヤモンドにはりついて動かなくなる場合がある。それを避けるために、加圧の際には球が圧力室直径方向真ん中付近、高圧では厚さ方向でも真ん中付近にある状態になるよう気をつける。はりついてしまった場合には、DAC を球が上にある状態にセットし、プラスチックハンマーで叩いて衝撃を与える。またはしばらく時間を置くことで解決する場合もあるが、動く見込みのない場合は DAC の減圧を行う。減圧角は実験条件にもよるが、本研究では 9 度ずつ減圧して球の様子を確かめた。

ちなみに、加圧の際にガスケットが圧縮されているため、減圧を行うと圧力室内の液体が漏れてしまって圧力低下の要因となる。はっきりとした差が見られない場合でも実験結果の信頼性は落ちてしまうので、減圧量が大きくなるような場合はセッティングからやり直す方がよい。

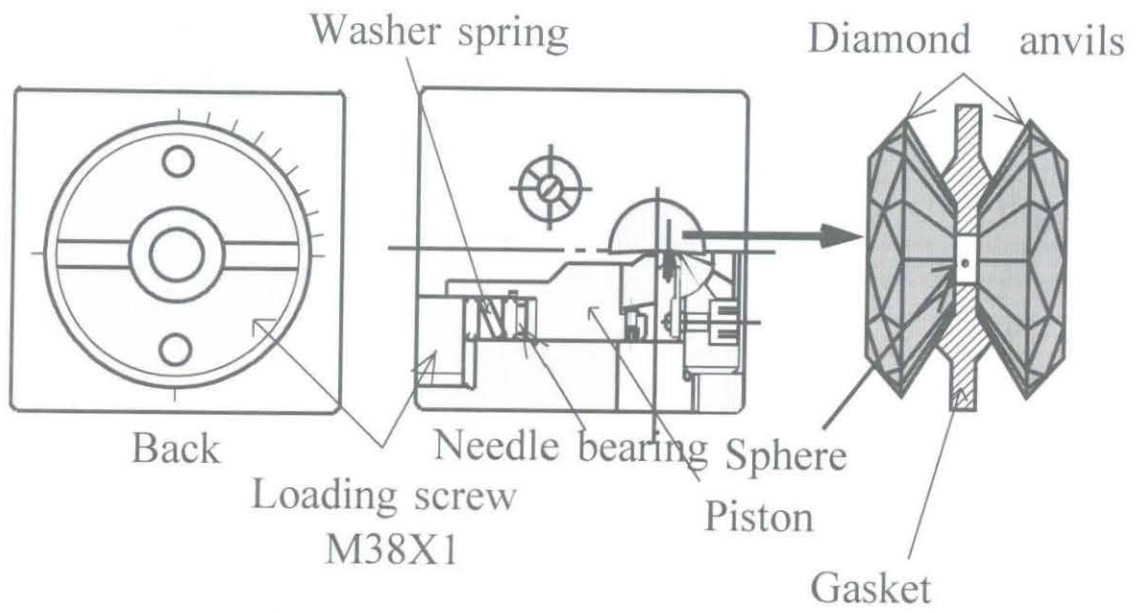


図 3-1 DAC の模式図 (No.2)

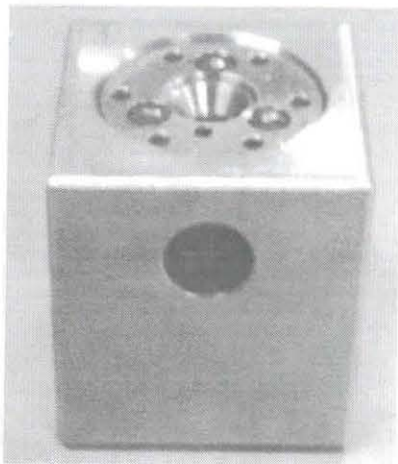


図 3-2 DAC の表面

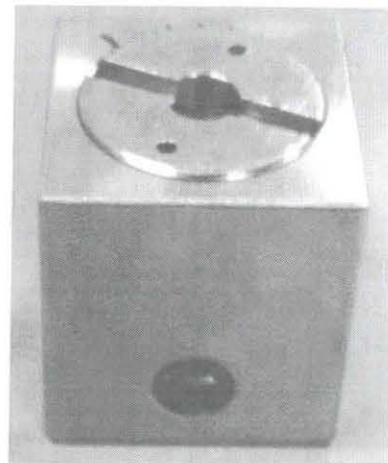


図 3-3 DAC の裏面

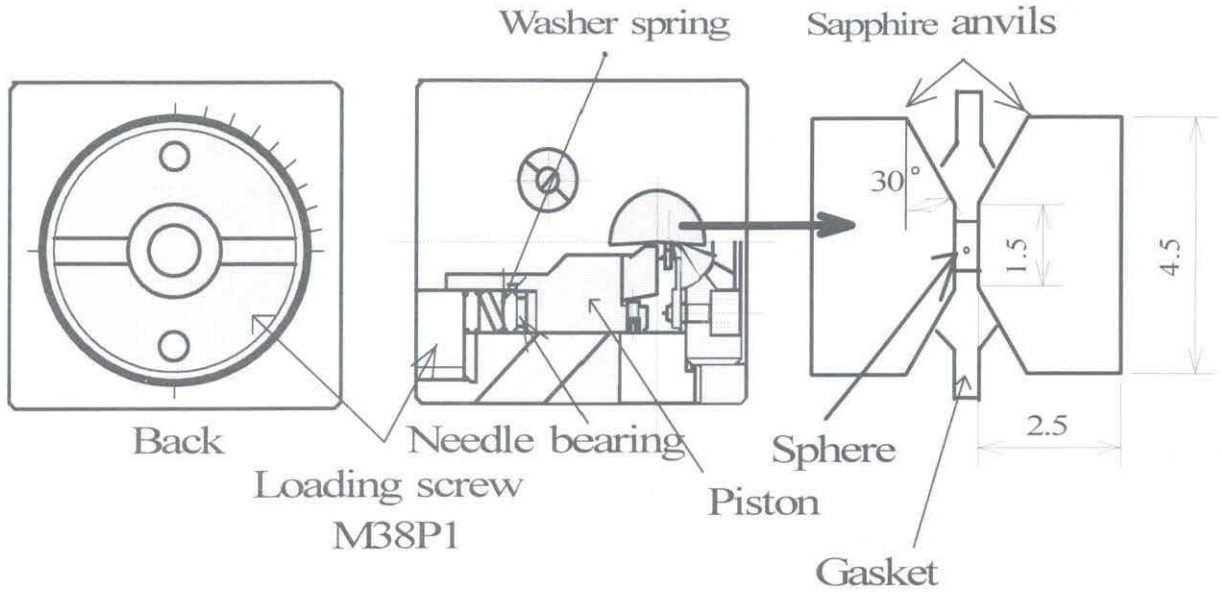


図 3-4 SAC の模式図 (No.1)

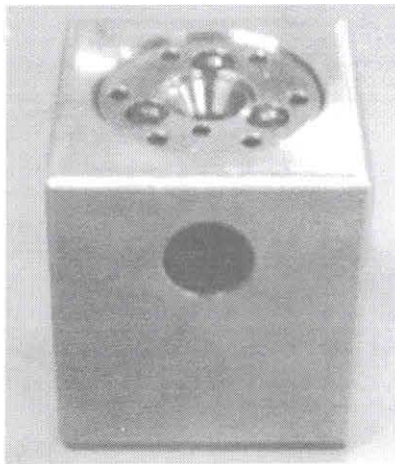


図 3-5 SAC の表面

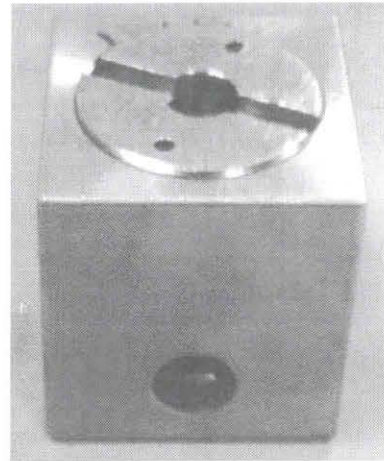
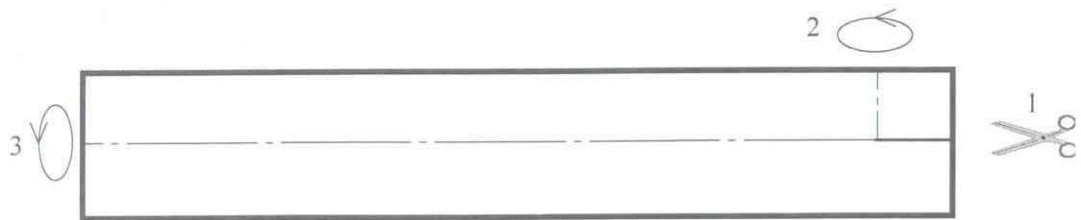


図 3-6 SAC の裏面



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 3-7 ガスケット位置調整用セロハンテープ

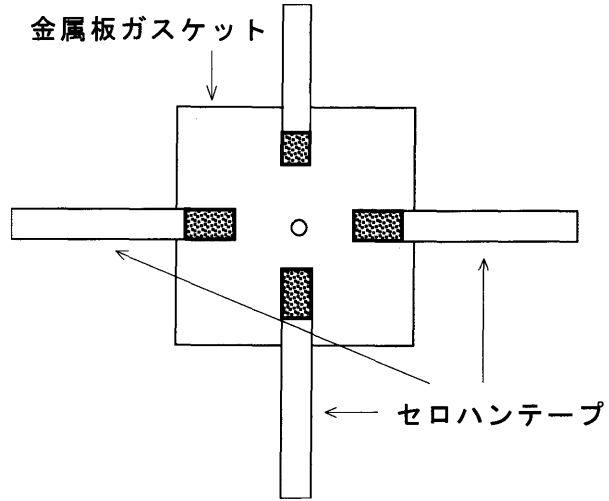


図 3-8 位置調整セロハンテープの取り付け

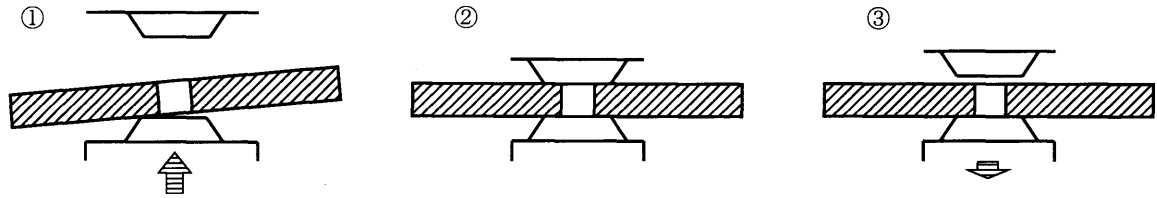
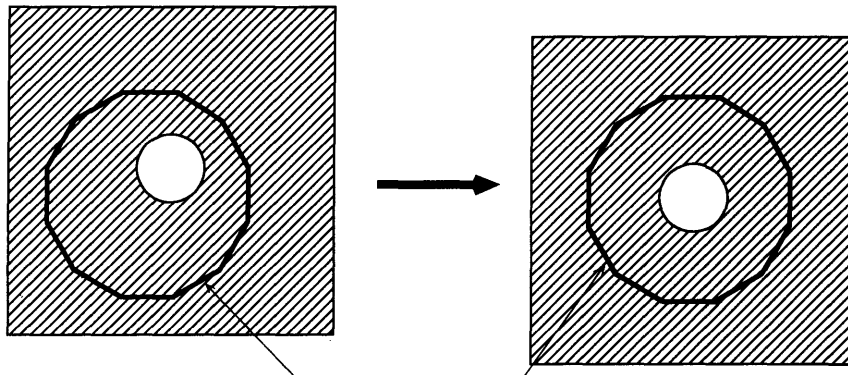
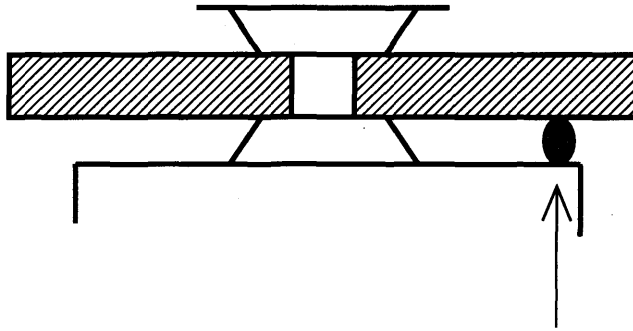


図 3-9 ガスケットの取り付け方



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 3-10 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していく。

図 3-11 接着剤の付け方

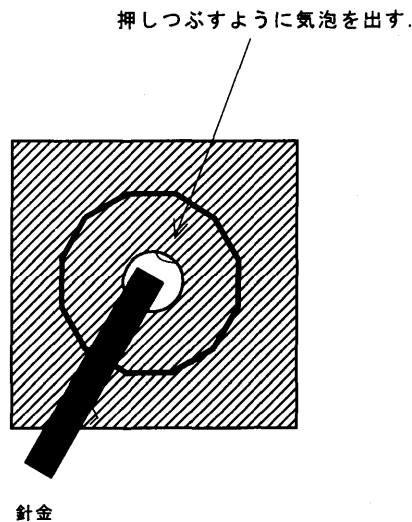


図 3-12 気泡の流入防止法

3. 2 DAC 加圧装置

DAC の加圧装置（協和製作所，WG - KY01 - 4 型）を図 3-13 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が小さく，発生圧力のコントロールも容易である。以下に測定手順を示す。

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。

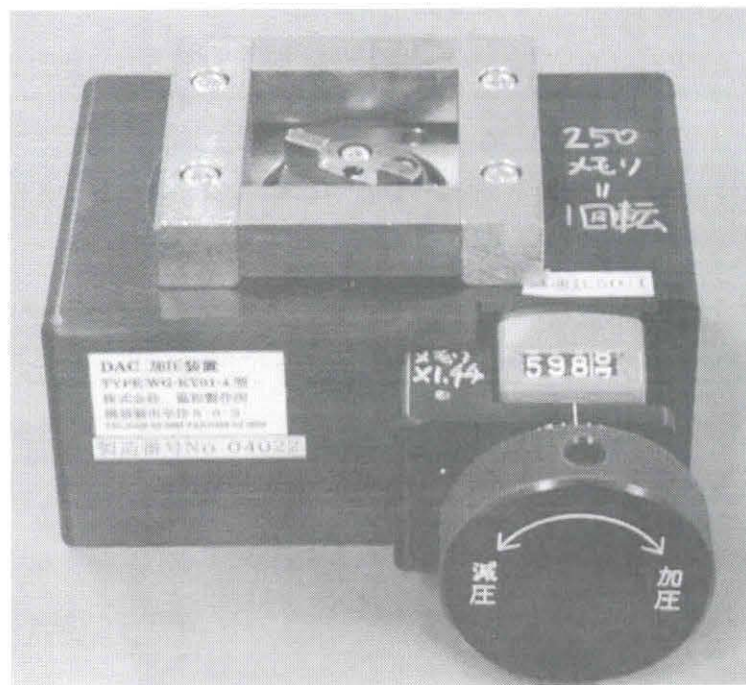


図 3-13 DAC 加圧装置

3. 3 球落下法による粘度測定

本研究では、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。

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

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 [18]。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 [19]。

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

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、球は両壁面の影響を受けて減速するため、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 [20]。

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

ここで h_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。装置は接眼スケールつきペローズ接写装置、タイマーつきビデオカメラ (OLYMPUS VX-301) で構成されている。ペローズの DAC 側は X ステージ上に取り付けてある。録画には HDD ビデオレコーダー (Panasonic DMR-E90H) を、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) SPH-50N) を使用した。DAC を固定する回転ステージは Y-Z ステージにとりつけてある。Y-Z ステージおよび光学系はすべて H 型鋼材上に固定した。

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て次の加圧を行う。

粘度測定の手順を以下に示す。

1. 加圧後、デジタル顕微鏡 (Nikon OPTIPHOT-2) でガスケット穴直径を測定する。常圧、最高圧を測定する際にはガスケットの写真を撮っておく。
2. 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。
3. 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。
4. ビデオカメラ、HDD 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、回転ステージの位置を調節する。
5. 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、ペローズの下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、球のピントと両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。
6. タイマーを作動させ、モニターにうつされた時間表示が動いているのを確認する。
 7. HDD 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。
 8. 7 を繰り返し、録画を停止してから録画ファイル名を入力する。
 9. 録画したビデオを再生し、ひと目盛りの落下時間を測定する。粘度算出には、落下時間がもっともはやい値を用いる。
 10. パソコンの Mathcad 7 による粘度算出プログラム（付録 1 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 2 参照）により圧力を求める。

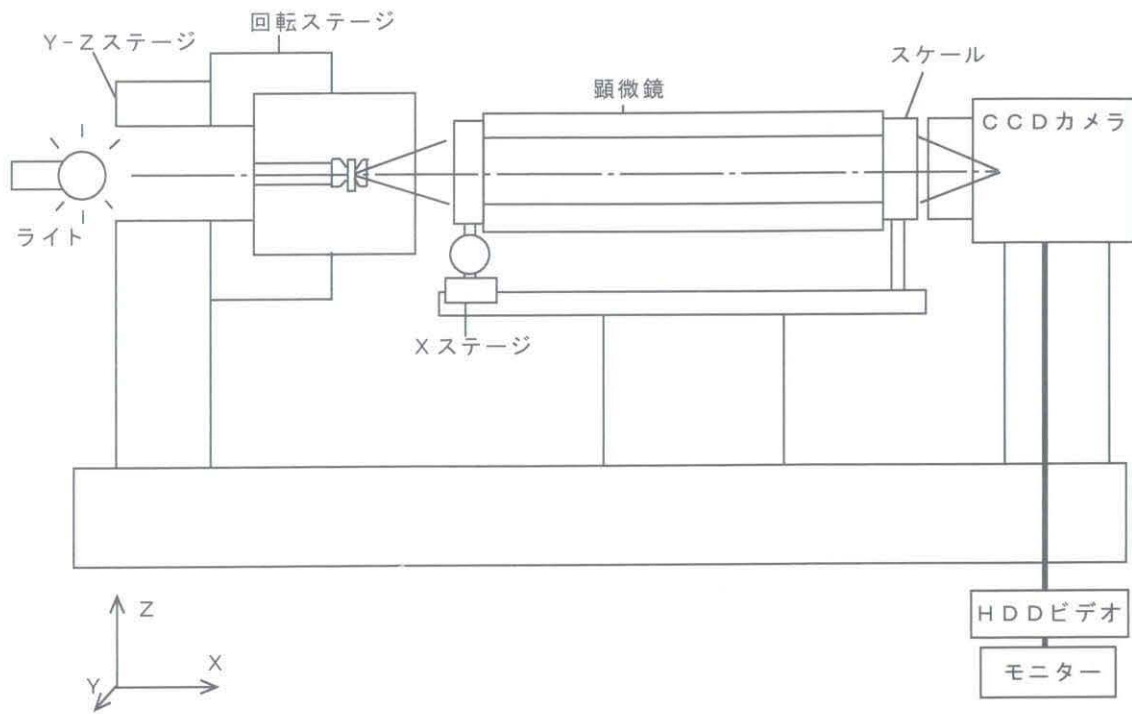


図 3-14 粘度測定装置の光学系模式図

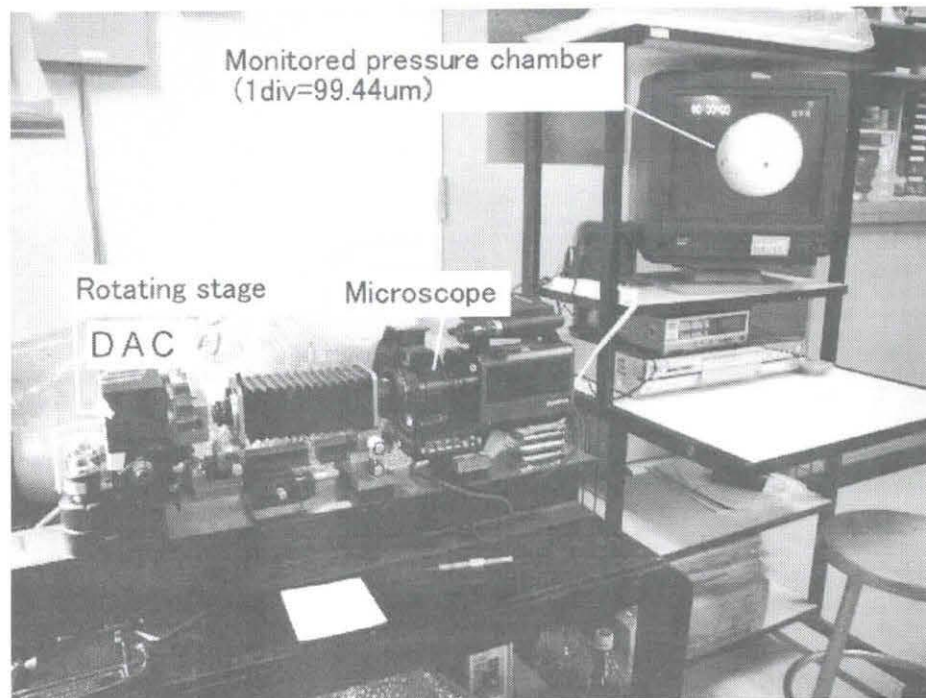


図 3-15 粘度測定装置の全体写真

3. 4 圧力決定法および圧力較正図

中村らの DAC の加圧ねじ回転角による圧力決定法を以下に示す[21].

0.3GPa までの低圧実験として測定粘度値を式 2-28 に代入して逆算した三つの独立した実験の圧力と加圧ねじ回転角(見かけ) θ との関係図(以降「圧力変化図」と記述)を図 3-16 に示す. 圧力が発生し始める角度は個々の実験で異なり, 再現性はないが上昇後の曲線の形状に類似性が見られる. 角度の差異はダイヤモンドと金属板(ガスケット)の間の密封が完成する角度が個々の実験で異なるためと考えられる. そこで各曲線を圧力 0 (横軸)まで外挿してそこまでを空加圧ねじ回転角 θ_{dp} , そこからを有効加圧ねじ回転角 $\theta_{eff} (= \theta - \theta_{dp})$ と定義し, 有効加圧ねじ回転角を横軸に書き直したものが図 3-17 である. 三曲線はほぼ一致し, θ_{eff} から圧力を決定することができるといえる.

1GPa までの加圧を目指し, ガスケット材料を銅から高強度のりん青銅に変更, 圧力室を若干薄くした実験結果を図 3-18 に示す. 図 3-17 が頭打ちの曲線となったのに比べ直線性が見られ, 油種による差異はほとんどない. これは DAC 装置の圧力発生に関係する油の圧縮率(あるいは相対高圧密度)が Dowson らの式で近似されるように油種にほとんど依存しないことによると考えられる. これを室温の圧力較正図とする. ばらつきは標準偏差で $\pm 15\text{MPa}$ 程度と考えられる. なおこの較正図は装置係数と考えられ, DAC の構造, 圧力室寸法, アンビル形状(図 3-1)など同一実験条件下で使用することができる.

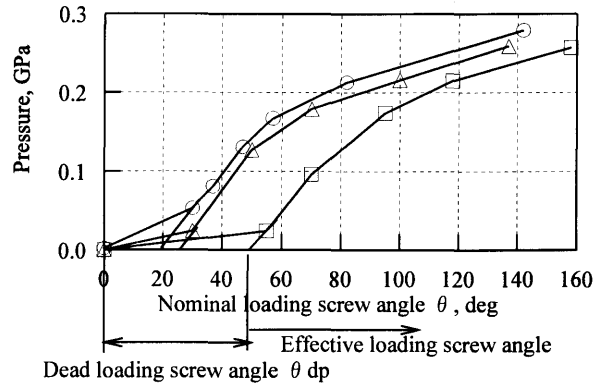


図 3-16 SN50 の三回の測定粘度値で調整された加圧ねじ回転角-圧力関係と、有効加圧ねじ回転角 $\theta_{\text{eff}} (= \theta - \theta_{\text{dp}})$ 決定法

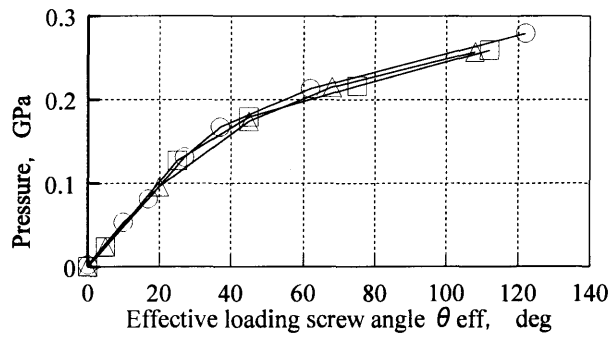


図 3-17 SN50 のデータ三つの有効加圧ねじ回転角 θ_{eff} -圧力関係

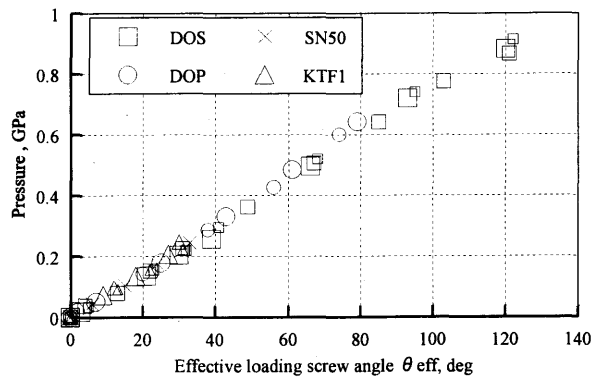


図 3-18 粘度測定値によって調整された有効加圧ねじ回転角-圧力関係 (圧力較正図). 各油での再現性が確認された (記号サイズが違うのは, 独立した実験).

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 高压密度式から求められた 高压相対密度（常圧密度を基準）を図 3-19 に示す[22]。トラクション係数が比較的高く 1GPa 以下の 低压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）の四種類の油である。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 3-20，3-21，3-22，3-23，3-24 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 高压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 コ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 3-14 のような関係図となり 1 本の校正図から圧力が決定できると期待される。

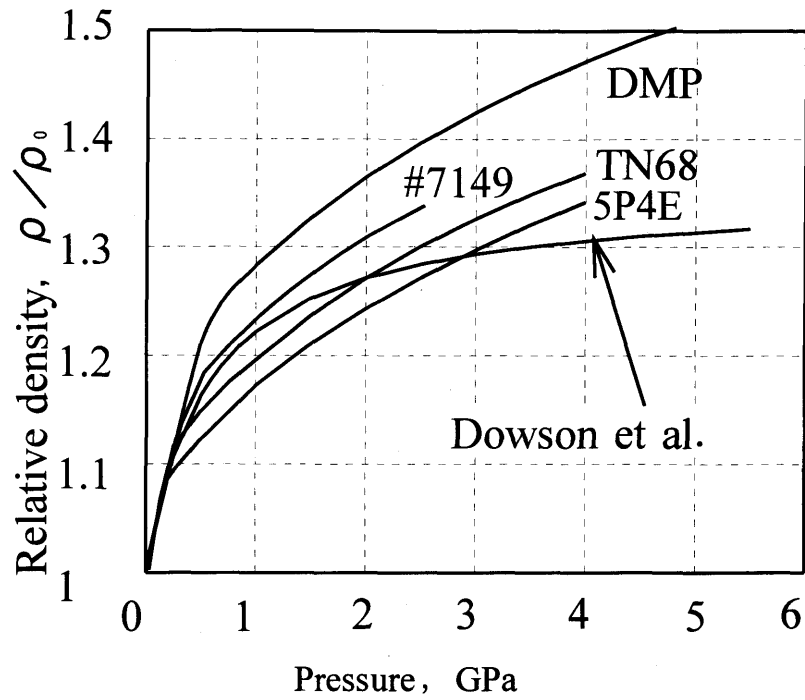


図 3-19 種々の油の圧力-相対密度関係

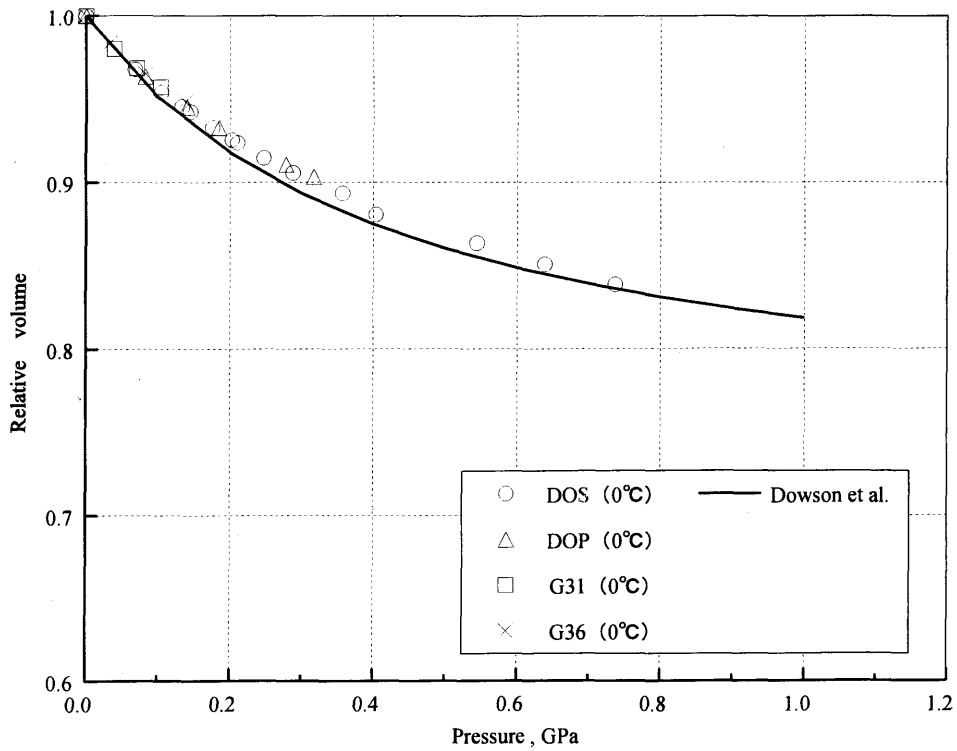


図 3-20 四つの油 (ASME の値) と Dowson らの値との比較 (0 °C)

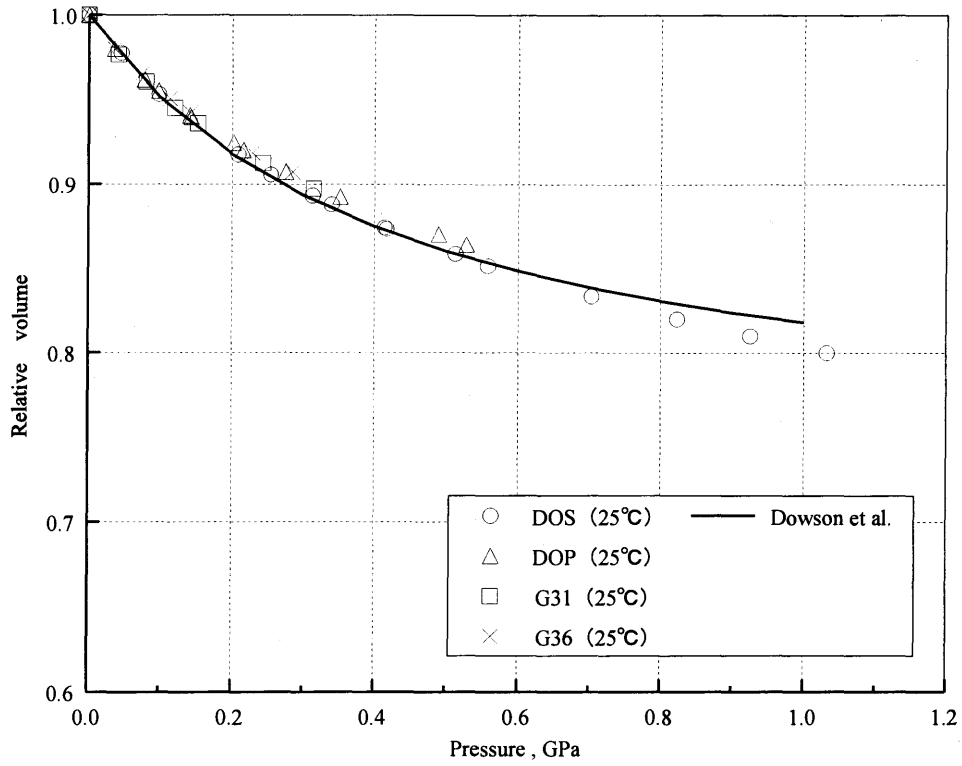


図 3-21 四つの油 (ASME の値) と Dowson らの値との比較 (25 °C)

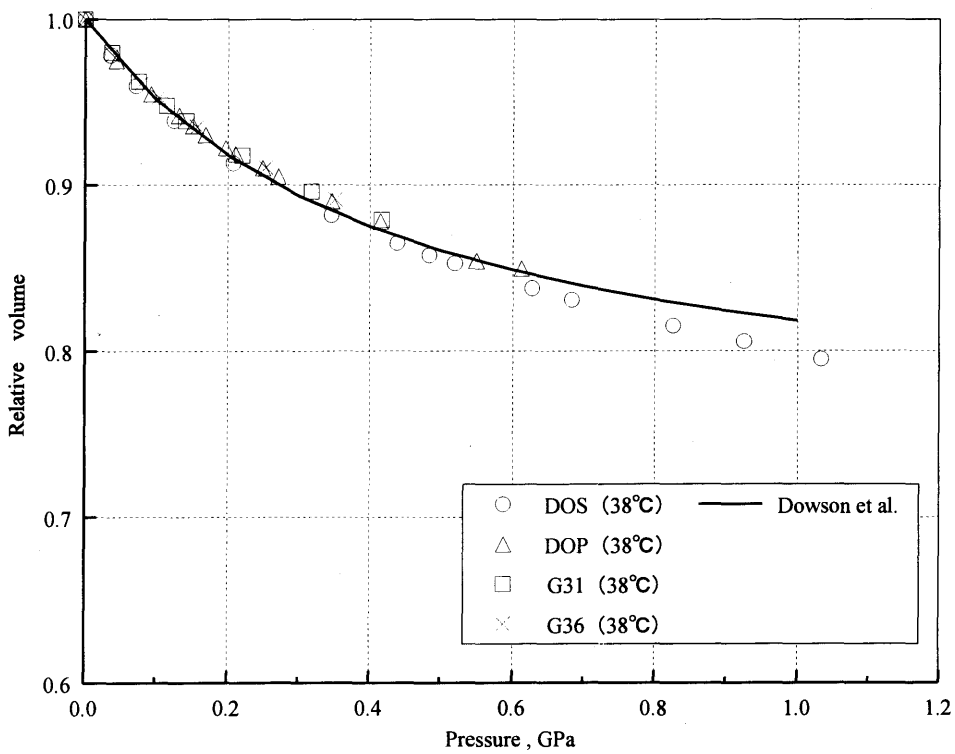


図 3-22 四つの油 (ASME の値) と Dowson らの値との比較 (38 °C)

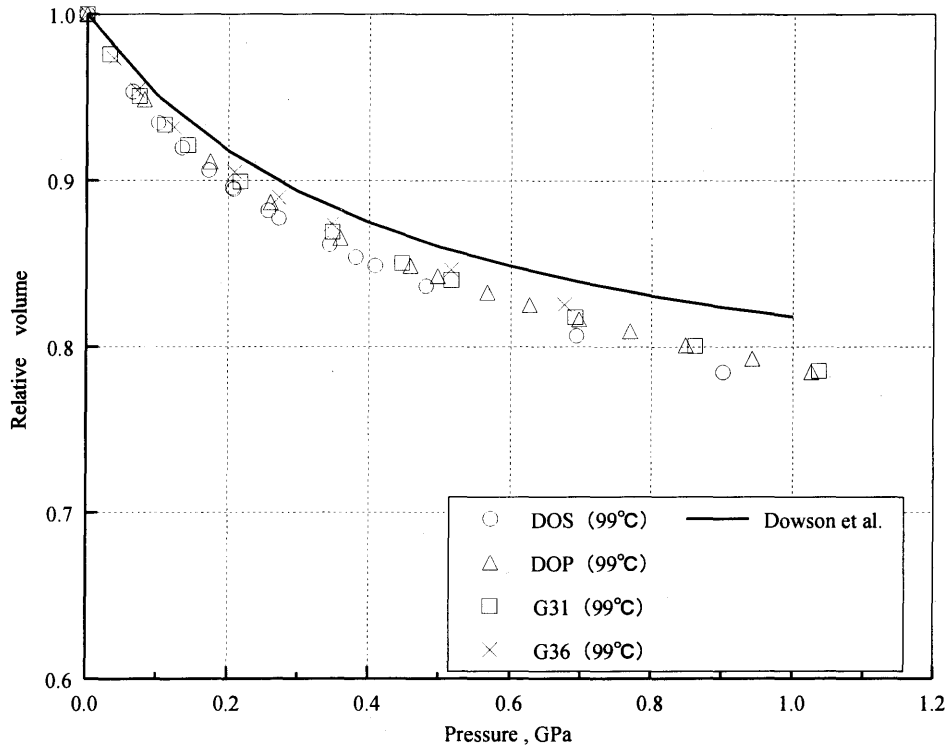


図 3-23 四つの油 (ASME の値) と Dowson らの値との比較 (99 °C)

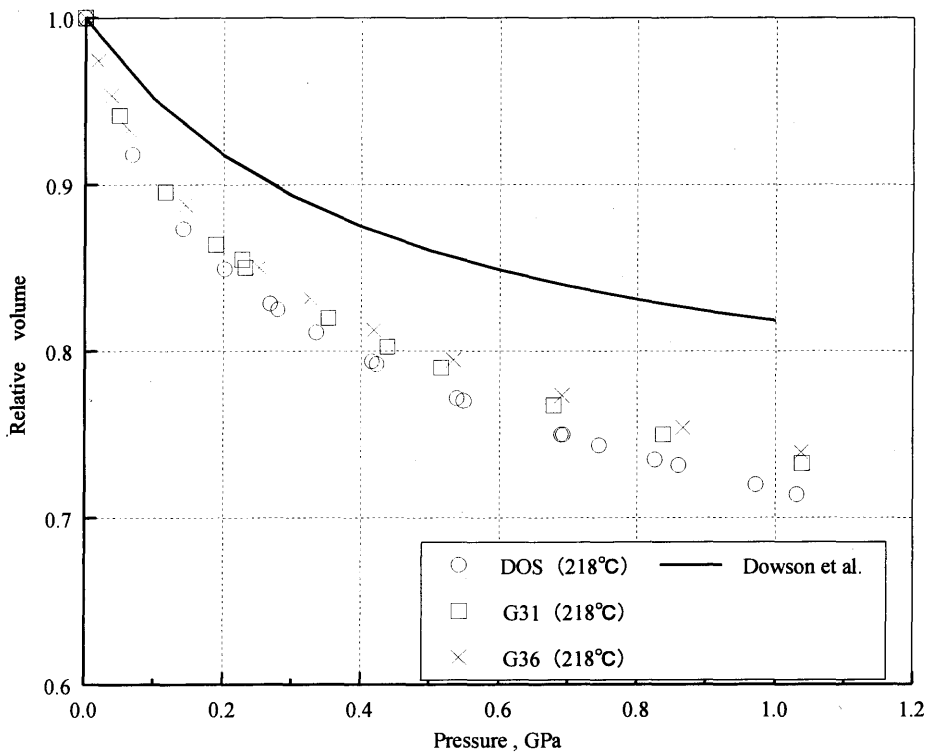


図 3-24 四つの油 (ASME の値) と Dowson らの値との比較 (218 °C)

3. 5 高压粘度未知油の圧力決定法

高压粘度未知油で 3. 4 で構築した圧力較正図から圧力を決定するには、図 3-16 のように圧力変化図にて空加圧ねじ回転角 θ_{dp} を決定する必要がある。決定手順をその構築過程とともに以下に示す。まず圧力未知のまま粘度測定をおこない、対数粘度と加圧ねじ回転角の関係図(対数粘度変化図)を作成し、常圧粘度に外挿して空加圧ねじ回転角 $\theta_{d\eta}$ を求める。 θ_{dp} と $\theta_{d\eta}$ の関係を見るため、圧力較正標準油の実験からの圧力変化図、対数粘度変化図の一例をそれぞれ図 3-25, 3-26 に示す。両者間に若干の差異が見られ、回転角の差 $\Delta\theta_d (= \theta_{dp} - \theta_{d\eta})$ は DOS で約 5° ($=50-45$)、KTF1 で約 -2° ($=50-52$) と油種依存となっている。対数粘度変化図では勾配 $\beta (= \log \Delta\eta / \Delta\theta)$ も示してあるが、これが油種で異なることが $\Delta\theta_d$ の油種依存の原因と考えられる。そこで 4 つの試料油で β と空加圧ねじ回転角の間の差 $\Delta\theta_d$ との関係図を作成し図 3-30 に示す。各点はそれぞれの油での数回の実験の平均値である。 $\Delta\theta_d$ は β に対しほぼ直線的に低下しており相関があるといえ、この線図を用いて未知油での対数粘度変化図の勾配 β から圧力較正に必要な $\theta_{dp} (= \theta_{d\eta} + \Delta\theta_d)$ 、 $\theta_{eff} (= \theta - \theta_{dp})$ を算出する。得られた θ_{eff} と室温の図 3-18 の圧力較正図より室温圧力を決定する。

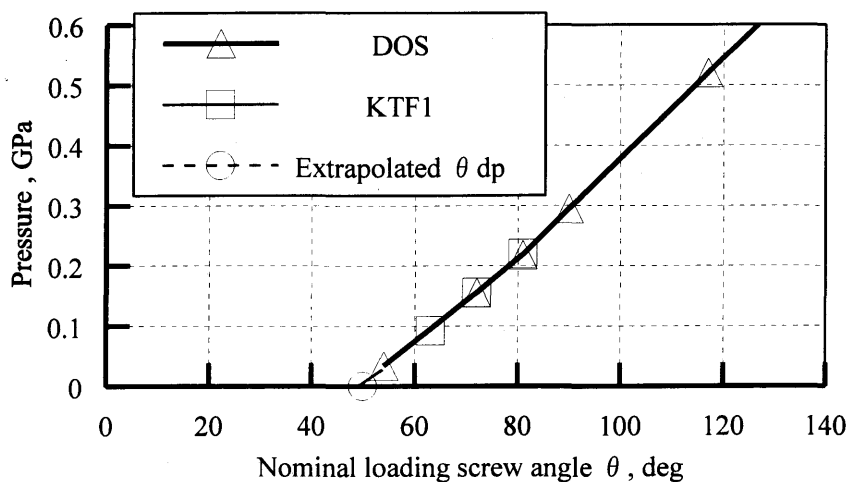


図 3-25 圧力から決定した空加圧ねじ回転角 θ_{dp}

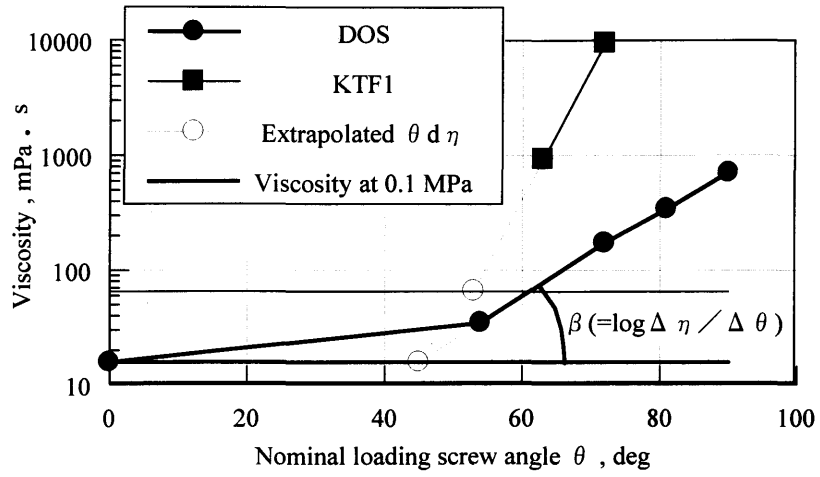


図 3-26 対数粘度から決定した空加圧ねじ回転角 $\theta d \eta$

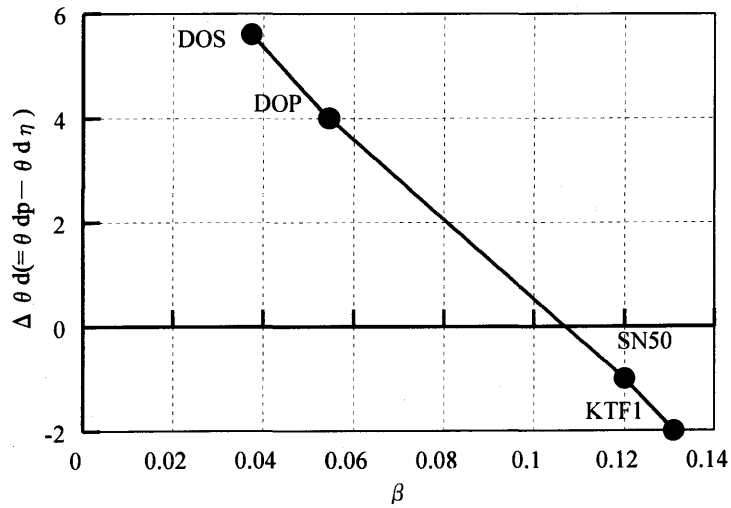


図 3-27 $\theta dp - \theta d \eta$ 間の空加圧ねじ回転角の差 $\Delta \theta d$ と
対数粘度勾配勾配 β の依存

3. 6 試料油および高圧粘度の WLF 式回帰

本研究では、本実験では、試料液体として直鎖状の分子構造を持つエステル油であるジオクチルセバケート (DOS), 合成鎖状油のポリアルファオレフィン (PAO4), イソプロピルアルコール (iPA, 別名 2 プロパノール), n アミルアルコール (nAA, 別名 1 ペンタノール), n プロピルアルコール (nPA, 別名 1 プロパノール), エタノール, 静水圧性に優れた Daphne7373, およびそれを改良した Daphne7474 を用いた. 試料油の物性を表 3-1 に, 文献値による各試料油の係数を表 3-2 に PAO4 についてはローランズ式の係数を表 3-3 に, iPA, nAA, nPA, EOH, DOS, PAO4 における文献値と WLF 値の比較をそれぞれ図 3-28, 3-29, 3-30, 3-31, 3-32 に示す. また, アルコール類については分子構造を図 3-34, 3-35, 3-36, 3-37 に示す. 以下に用いる実験番号は表 3-4, 3-5 に基づくものである.

また試料液体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, $\phi 0.7$, $t 0.5$ または PCu, $\phi 1.0$, $t 1.0$) を使用した. 実験温度は通常 23 ~ 25 °C. DAC はダイヤモンドのコレット面の大きさが $\phi 1.1$ の No.2 を, SAC は No.1 を用いた.

高圧粘度実測値からの圧力決定法は, 粘度測定から求めた粘度と測定温度 (24 °C) から WLF 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.

表 3-1 試料液体の物性

Sample liquid	Density, g/cm ³	Viscosity, mPa · s	Refractive index at atmospheric pressure
Diocetylsebacate(DOS)	0.912(25°C)	17.6(25°C)	1.448
poly- α -olefin(PAO4)	0.814(25°C)	24(25°C)	1.425
i-Propyl alcohol(iPA)	0.7887(25°C)	2.14(25°C)	1.380
n-Amyl alcohol(nAA)	0.804(24°C)	3.654(25°C)	1.410
n-Propyl alcohol(nPA)	0.805(24°C)	2.008(25°C)	1.384
ethanol(EOH)	0.800(24°C)	1.000(25°C)	1.383
Daphne7373(7373)	0.800(24°C)	26.784(25°C)	1.475
Daphne7474(7474)	0.803(24°C)	5.279(25°C)	1.464

表 3-2 文献値による各試料油の係数

Liquid	Ts(0)	A1	A2	B1	B2	C1	C2
DOS	-89.7	111.5	0.558	0.217	20.3	11.17	31.69
iPA	-165	134.36	0.899	0.092	101.743	11	26
nAA	-165	96.08	1.367	0.071	6.956	13.27	74.68
nPA	-165	118.18	0.729	0.043	164.509	12.48	54.22
EOH	-243.89571	327.2	0.05248	0.17855	6.335	75.091	12.749

表 3-3 文献値による各試料油の係数

	So	z	η_0
PA04	1.047	0.57	0.019

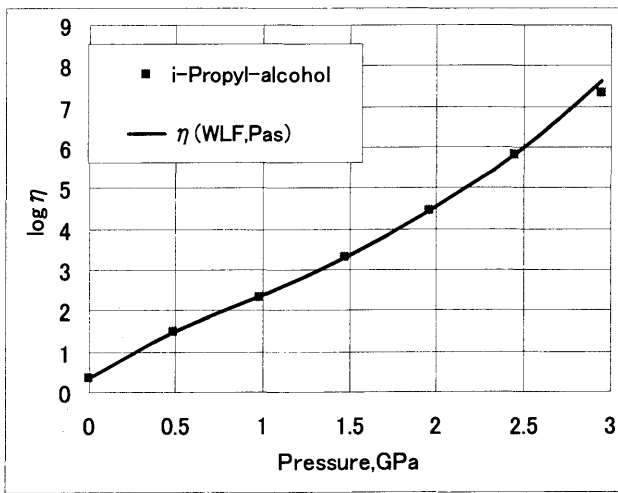


図 3-28 iPA における Bridgman 値と WLF 値の比較

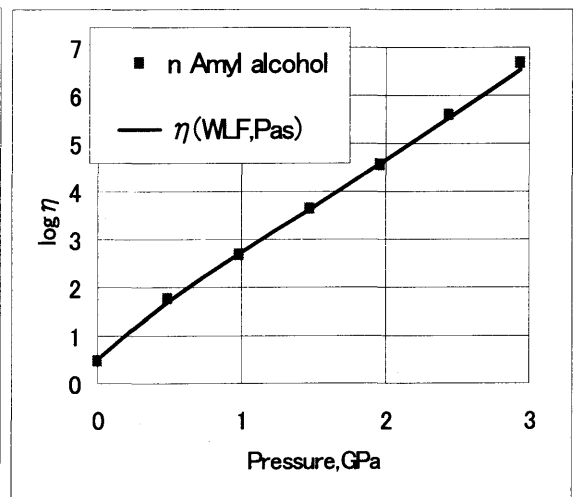


図 3-29 nAA における Bridgman 値と WLF 値の比較

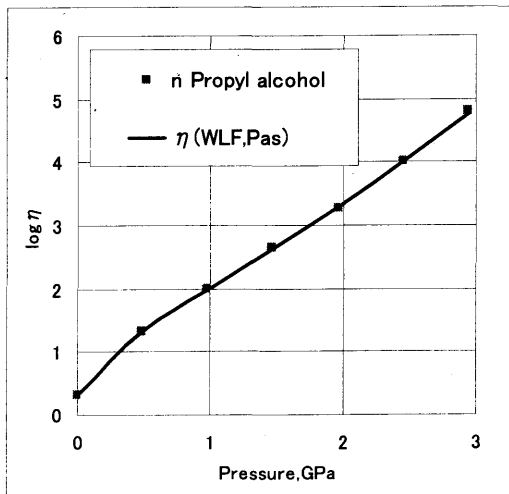


図 3-30 nPA における Bridgman 値と WLF 値の比較

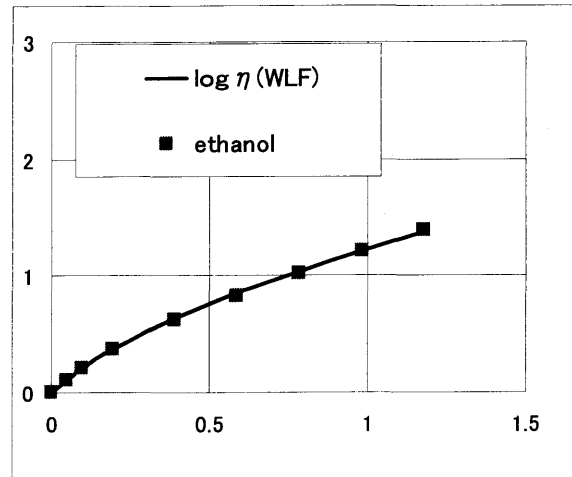


図 3-31 EOH における Bridgman 値と WLF 値の比較

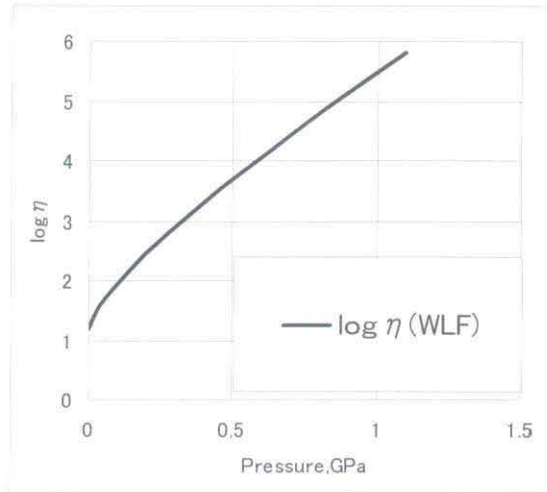


図 3-32 DOS の文献値

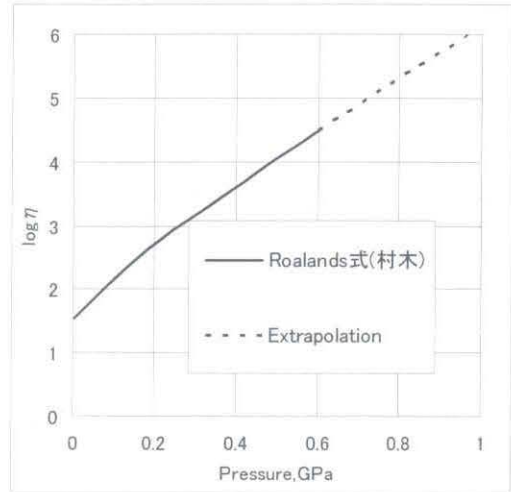


図 3-33 PAO4 の文献値

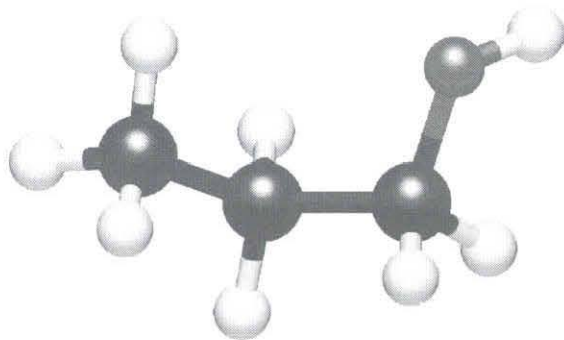


図 3-34 iPA の構造

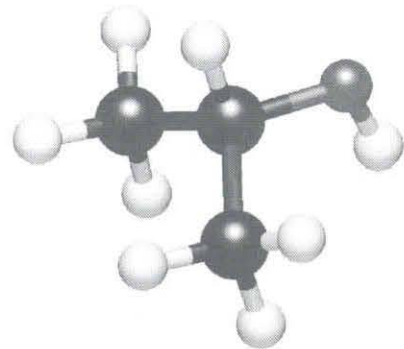


図 3-35 nPA の構造

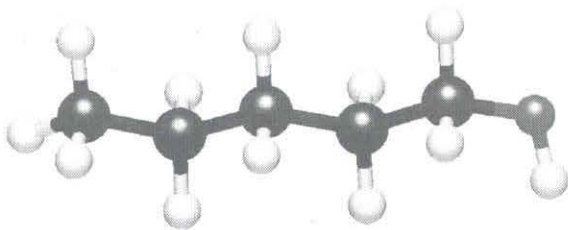


図 3-36 nAA の構造

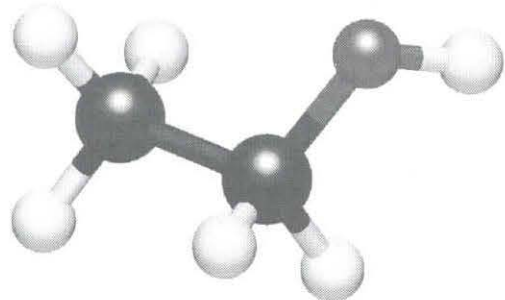


図 3-37 EOH の構造

(<http://tenko.cc.osaka-kyoiku.ac.jp/tennoji/oka/2003/ko2-52.htm> 参照)

表 3-4 実験条件

Exp. notation	DAC number Diamond size, mm	Gasket size	Sphere	
			Material	Diameter, μm
DOS(5)	DAC No2 ϕ 1.1	ϕ 0.7 t 0.5	Copper	61
DOS(6)	DAC No2 ϕ 1.1	ϕ 0.7 t 0.5	Copper	61
DOS(7)	DAC No2 ϕ 1.1	ϕ 0.7 t 0.5	Copper	62
DOS(8)	DAC No2 ϕ 1.1	ϕ 0.7 t 0.5	Copper	57
iPA(1)	DAC No2 ϕ 1.1	ϕ 0.7 t 0.5	Copper	56
iPA(2)	DAC No2 ϕ 1.1	ϕ 0.7 t 0.5	Copper	58
iPA(3)	DAC No2 ϕ 1.1	ϕ 0.7 t 0.5	Copper	62
iPA(4)	DAC No2 ϕ 1.1	ϕ 0.7 t 0.5	Copper	62
iPA(5)	DAC No2 ϕ 1.1	ϕ 0.7 t 0.5	Copper	62
nAA(1)	DAC No2 ϕ 1.1	ϕ 0.7 t 0.5	Copper	55
nAA(2)	DAC No2 ϕ 1.1	ϕ 0.7 t 0.5	Copper	60
nAA(3)	DAC No2 ϕ 1.1	ϕ 0.7 t 0.5	Copper	62
nPA(1)	DAC No2 ϕ 1.1	ϕ 0.7 t 0.5	Copper	59
nPA(2)	DAC No2 ϕ 1.1	ϕ 0.7 t 0.5	Copper	66
nPA(3)	DAC No2 ϕ 1.1	ϕ 0.7 t 0.5	Copper	68
nPA(4)	DAC No2 ϕ 1.1	ϕ 0.7 t 0.5	Copper	53
nPA(5)	DAC No2 ϕ 1.1	ϕ 0.7 t 0.5	Copper	62
nPA(6)	DAC No2 ϕ 1.1	ϕ 0.7 t 0.5	Copper	62

表 3-5 実験条件

PAO4(1)	DAC No2 φ 1.1	φ 0.7 t 0.5	Copper	54
PAO4(2)	DAC No2 φ 1.1	φ 0.7 t 0.5	Copper	65
PAO4(3)	DAC No2 φ 1.1	φ 0.7 t 0.5	Copper	58
PAO4(4)	DAC No2 φ 1.1	φ 0.7 t 0.5	Copper	53
PAO4(5)	DAC No2 φ 1.1	φ 0.7 t 0.5	Copper	60
PAO4(6)	DAC No2 φ 1.1	φ 0.7 t 0.5	Copper	50
EOH(1)	DAC No2 φ 1.1	φ 0.7 t 0.5	Copper	54
EOH(2)	DAC No2 φ 1.1	φ 0.7 t 0.5	Copper	49
7373(1)	DAC No2 φ 1.1	φ 0.7 t 0.5	Copper	61
7474(1)	DAC No2 φ 1.1	φ 0.7 t 0.5	Copper	59
iPA(1)	SAC No1 φ 1.5	φ 1.0 t 1.0	Copper	62
nPA(1)	SAC No1 φ 1.5	φ 1.0 t 1.0	Copper	89
nPA(2)	SAC No1 φ 1.5	φ 1.0 t 1.0	Copper	85
nPA(3)	SAC No1 φ 1.5	φ 1.0 t 1.0	Copper	85
EOH(1)	SAC No1 φ 1.5	φ 1.0 t 1.0	Copper	61
EOH(2)	SAC No1 φ 1.5	φ 1.0 t 1.0	Aluminium	62
DOS(1)	SAC No1 φ 1.5	φ 1.0 t 1.0	Copper	51
7373(1)	SAC No1 φ 1.5	φ 1.0 t 1.0	Copper	53
7474(1)	SAC No1 φ 1.5	φ 1.0 t 1.0	Copper	54

第 4 章 実験結果および考察

4. 1 2GPa までの圧力較正図の構築

4. 1. 1 空加圧ねじ回転角と粘度勾配

DOS, iPA, nPA, EOH を用いた実験では DAC および SAC で, PAO4, nAA を用

いた実験では DAC のみでの, それぞれ見かけの加圧ねじ回転角-圧力関係, 見かけの加圧ねじ回転角-粘度関係を図 4-1 ~ 4-20 に示す.

空加圧ねじ回転角を粘度および圧力からものを表 4-1 ~ 4-3 に示す. どの液体においても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った. 圧力変化図から求めた空加圧ねじ回転角の方が大きくなる傾向が見られた.

本研究の簡易圧力評価法では, 空加圧ねじ回転角を決定する必要がある. 実験により圧力と粘度の関係が明らかになっている既知液体については圧力変化図から空加圧角ねじ回転角を求めることができるが, 粘度と圧力関係がわからない未知液体については対数粘度の変化から空加圧ねじ回転角を求める必要がある.

しかし, 表 4-1 のように, 圧力から外挿した空加圧角 θ_{dp} と対数粘度から外挿した空加圧角 $\theta_{d\eta}$ の間には差があるため, その差 $\theta_{dp} - \theta_{d\eta}$ を補正することができれば圧力評価の精度を高めることができる.

本研究室のこれまでの実験により, 各油の補正角 $\theta_{dp} - \theta_{d\eta}$ と対数粘度の勾配 $\log \Delta \eta / \Delta \theta$ との間に相関関係のある可能性が報告されている. この相関関係が確認できれば, データの蓄積によって未知油の補正角を推測することができるようになる.

図 4-21, 4-22 に DAC, SAC の対数粘度勾配と補正角の関係を示す. DAC, SAC それぞれの実験で同種の油があるが, ガasketの厚さの違いにより勾配が異なる結果となった. まだ精度において課題は残るが, 圧力から外挿した空加圧角 θ_{dp} と対数粘度から外挿した空加圧角 $\theta_{d\eta}$ との差に一定の傾向があることを示唆している. まだ厳密な補正角が得られるものではないが, 空加圧

角の決定においての精度向上には有効だと思われる。ただしこの結果を元に角度の補正を行う際には、圧力室体積などの実験条件を同じにする必要がある。

4. 1. 2 各液体の圧力較正図の再現性

各試料油液体について、有効加圧ねじ回転角と逆算した圧力の関係（圧力較正図）を図 4-23 ~ 4-31 に示す。同液体で複数回行った実験で、ほぼ同一の傾向を示し一本の圧力較正図を構築できたと言える。iPA の実験で圧力較正図を 2GPa 程度まで求めた結果、除荷過程を含む四つの実験でほぼ再現性が見られた。iPA (3) の実験では 1.5GPa あたりから圧力が低下しているが、これはガスケットの変形が進み、ダイヤモンド面と圧力室の間に隙間ができそこから圧力がもれたと考えられる。一方 iPA (4) の圧力が若干高めになっているのは、表 4-1 にあるように実験時期が他の三つと異なり、種々の実験条件が異なるためと考えられる。

DOS (7) と nPA (3) SAC では他の実験と明らかに異なる傾向となったが、これは誤って異なった条件のもと実験を行った可能性が高い。また EOH (1) もグラフの勾配が他と違うが、2 点目を無視すれば EOH (2) との再現性が見られる結果となった。

全体的に従来のデータに比べばらつきが大きかったが、これが本装置ではアルコール類の低圧、低粘度のデータ測定が不可能なことによると考えられる。

4. 1. 3 全試料油の圧力較正図

DAC, SAC において、それぞれの試料液体から 1 本ずつ代表の実験を選んで表示したものが図 4-32, 4-33 である。代表の実験を選ぶ基準は、圧力の不自然な上下がなく高圧まで測定できたことである。

図 4-32 を見ると、nPA の圧力が 0.1GPa 程度高いが、四本とも同様の勾配を示している。最高圧の値には差があるが、それはこれらの実験で、最高圧 (2GPa) が近づいてくるとガスケットが変形に耐えられなくなって圧力がもれ

てしまったり，液体が固化してしまったりする場合があるためである．また図 4-33 では，DOS(13)岩崎の実験を除きほぼ同じ傾向を示し，圧力較正図は油種に依存しないことが確認できたと言える．DOS(13)岩崎が 0.6GPa 付近から勾配が異なるのは，実験で使用したガスケットの条件が他と異なるからと考えられる．

4. 2 簡易高圧粘度評価

4. 2. 1 DOS および PAO4

空加圧ねじ回転角から有効加圧ねじ回転角を求め，図 4-32 の圧力較正図から DOS，PAO4 の圧力を推定した．圧力較正図から推定した DOS，PAO4 の圧力と粘度の関係をそれぞれ図 4-34，4-35 に示す．DOS，PAO4 とともに文献値の外装線と異なり下に凸の特性であることがわかった．

4. 2. 2 エタノール

DOS，PAO4 と同様に図 4-32 の圧力較正図から推定した圧力と粘度の関係を図 4-36 に示す．ほぼ文献値と一致しているが，文献値の外挿線よりも若干高い値となった．

4. 2. 3 Daphne7373 および 7474

Daphne7373 について DAC，SAC においての見かけの加圧ねじ回転角-対数粘度関係を図 4-37、4-38 に示す．それぞれ DOS と勾配がほぼ同じになった．対数粘度から求めた空加圧ねじ回転角 $d \eta$ と対数粘度勾配を定め，さらに図 4-21，4-22 から補正角を求め，空加圧ねじ回転角を決定した．決定した空加圧ねじ回転角と圧力較正図により推定した圧力と粘度の関係を図 4-39 に示す．図中の WLF 式の線はデータ点の多いことから，SAC のほうで求めた．DAC と SAC では近い値となり再現性が見られた．また DOS と比べるとやや粘度が高く，平行になった．

Daphne7474 についても同様に DAC, SAC において見かけの加圧ねじ回転角-対数粘度関係を図 4-40, 4-41 に示す. また 7373 と同様に推定した圧力と粘度関係を図 4-42 に示す. 図中の WLF 式の線はデータ範囲が広い DAC のほうで求めた. DAC と SAC の間には再現性が見られた. また DOS に比べ勾配が 3 分の 2 ほど小さい結果となった. これは静水圧圧力が高いことに寄与すると考えられる. また 7373, 7474 について, 圧力と粘度圧力係数 α の関係図を図 4-43 に, データの詳細を表 4-5 に示す. 圧力上昇とともに α は減少していることがわかる. DOS と比較すると 7373 は DOS とほぼ同じ傾向となり, 7474 はやや低い値となっている.

球が落下する際に壁からうける影響を表す壁係数の変化をまとめたものが図 4-44 である. 同液体での実験数が多く, 圧力も 2GPa 付近まで上昇していることから nPA の結果を示す. 加圧によって圧力室が小さくなるほど, 壁係数が, 0.8 から徐々に減少している. 最高圧付近で圧力漏れが発生しない限りは, 実験の最初から最後まで同じ傾向で壁係数が変化しているのがわかる.

また, 圧力-ガスケット厚さ(圧力室の厚さ)の関係を図 4-45 に, 圧力-ガスケット穴直径(圧力室の直径)の関係を図 4-46 に示す. これらを見ると, 圧力 1.2GPa 付近からグラフの勾配が変わっていることがわかる. これは上で述べた, 圧力室の急激な変形によって 1.2GPa 付近から圧力上昇の勾配がゆるくなるという考えを裏付けるものである.

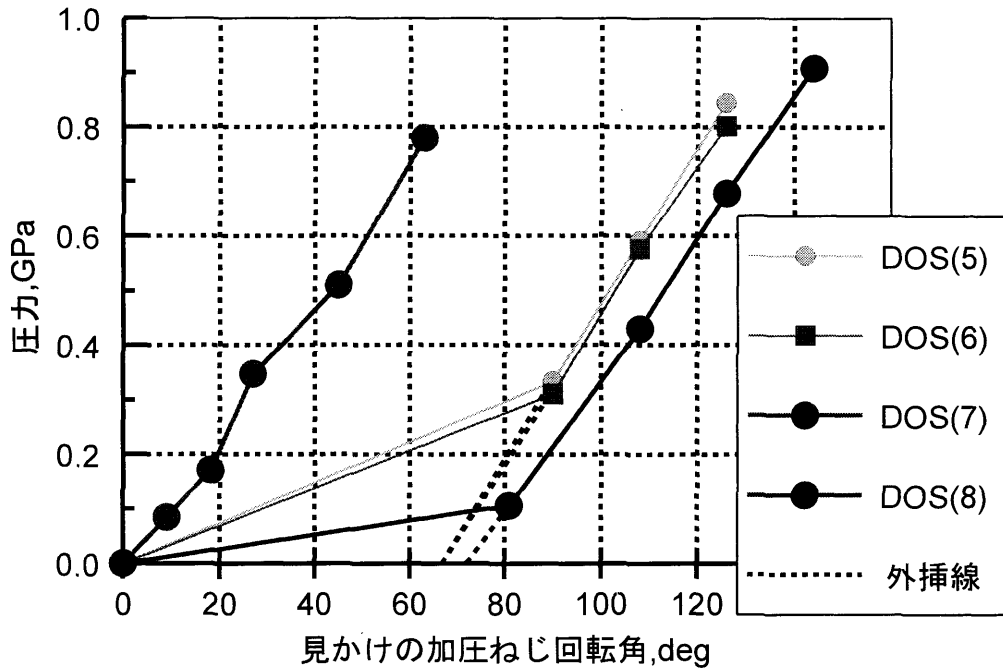


図 4-1 DOS の見かけの加圧ねじ回転角-圧力関係

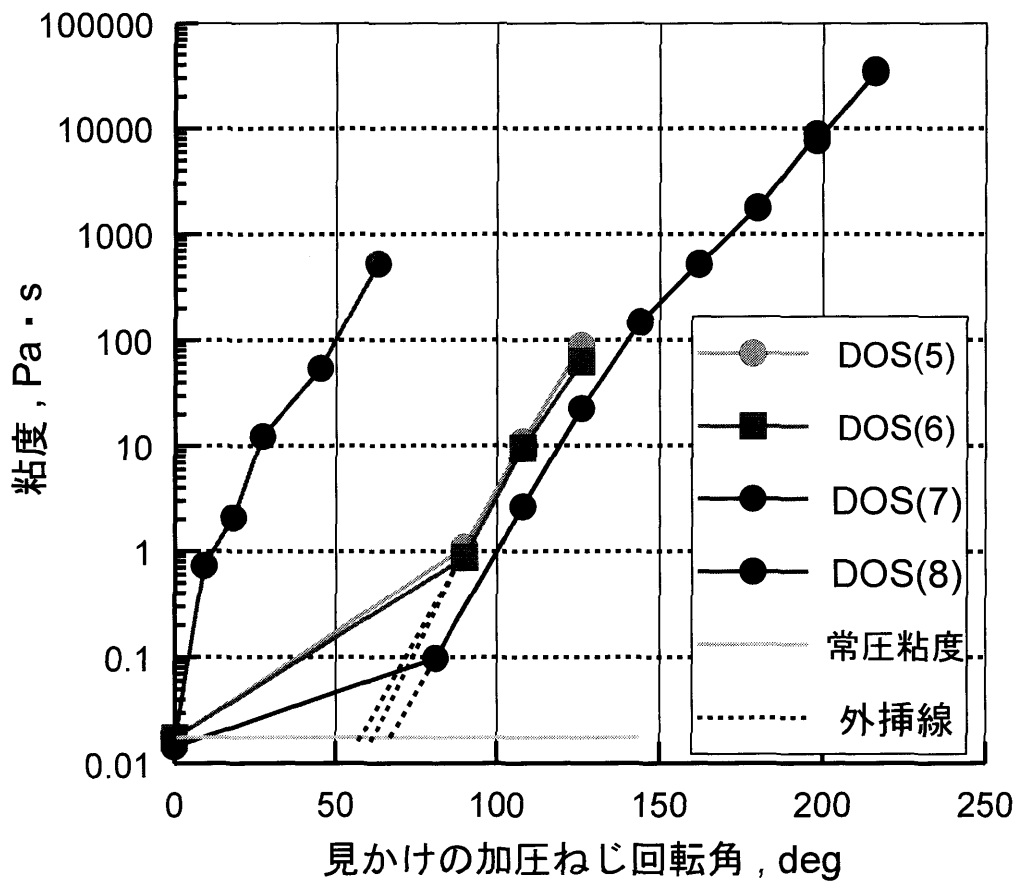


図 4-2 DOS の見かけの加圧ねじ回転角-粘度関係

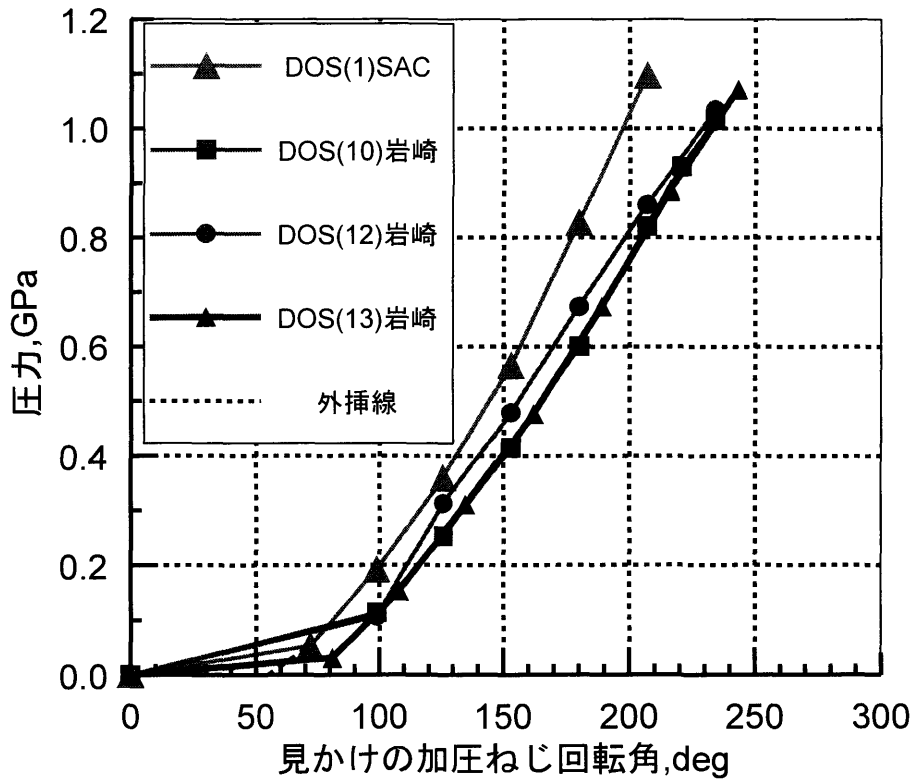


図 4-3 DOS の見かけの加圧ねじ回転角-圧力関係 (SAC)

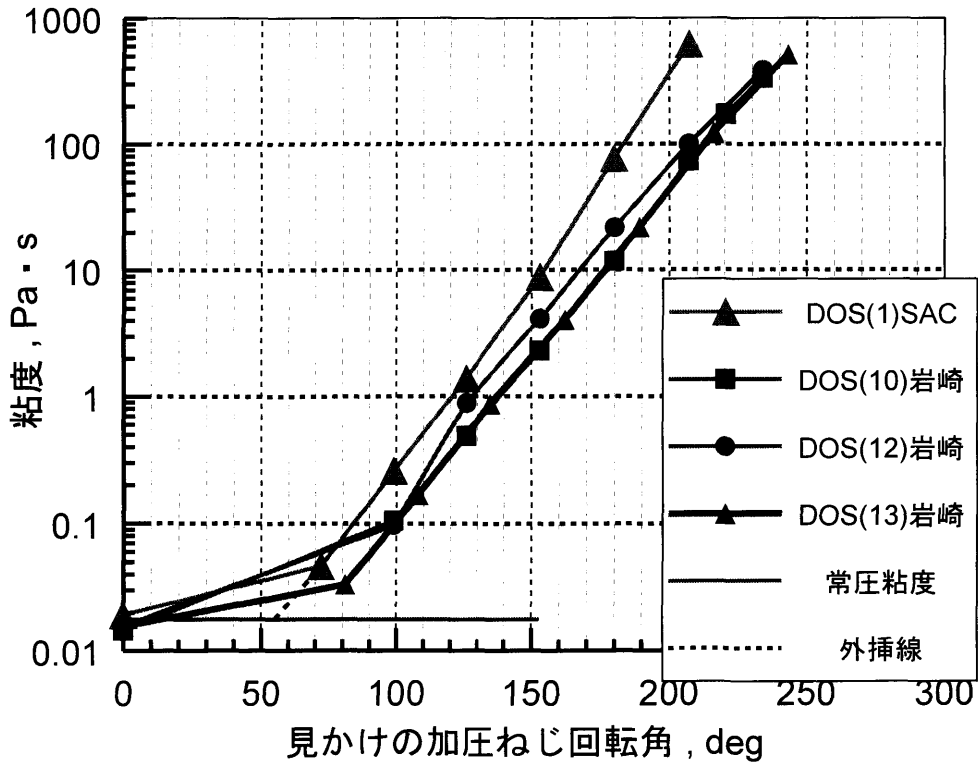


図 4-4 DOS の見かけの加圧ねじ回転角-粘度関係 (SAC)

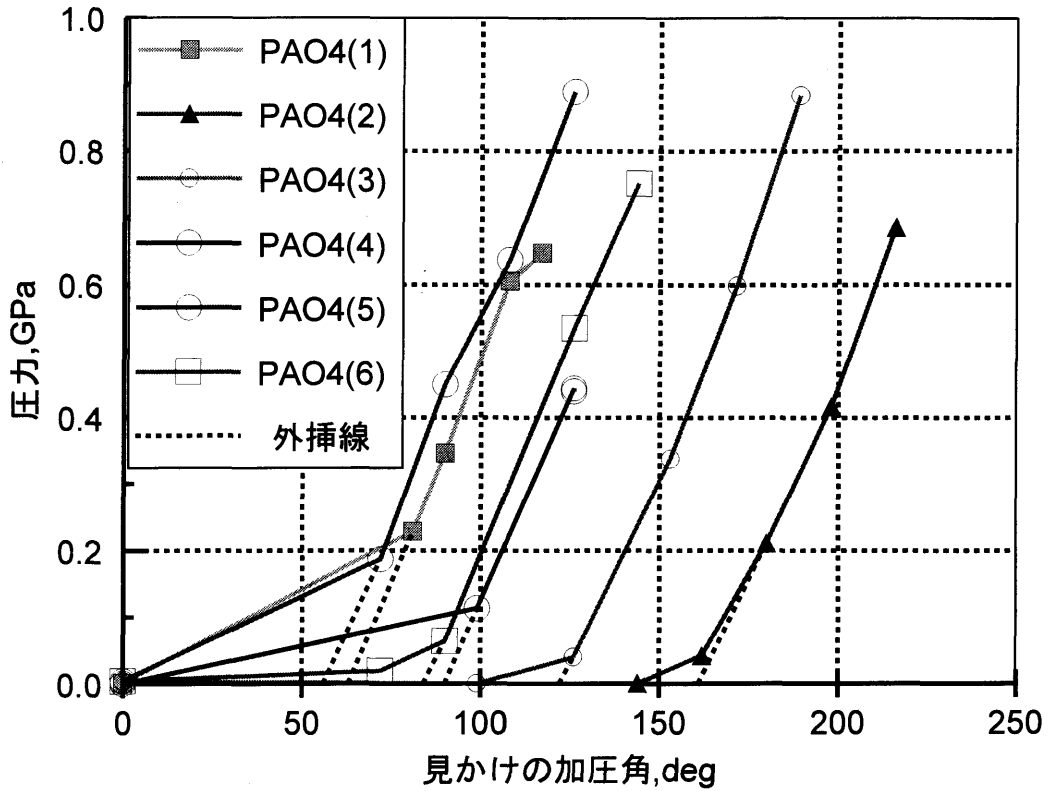


図 4-5 PAO4 の見かけの加圧ねじ回転角-圧力関係

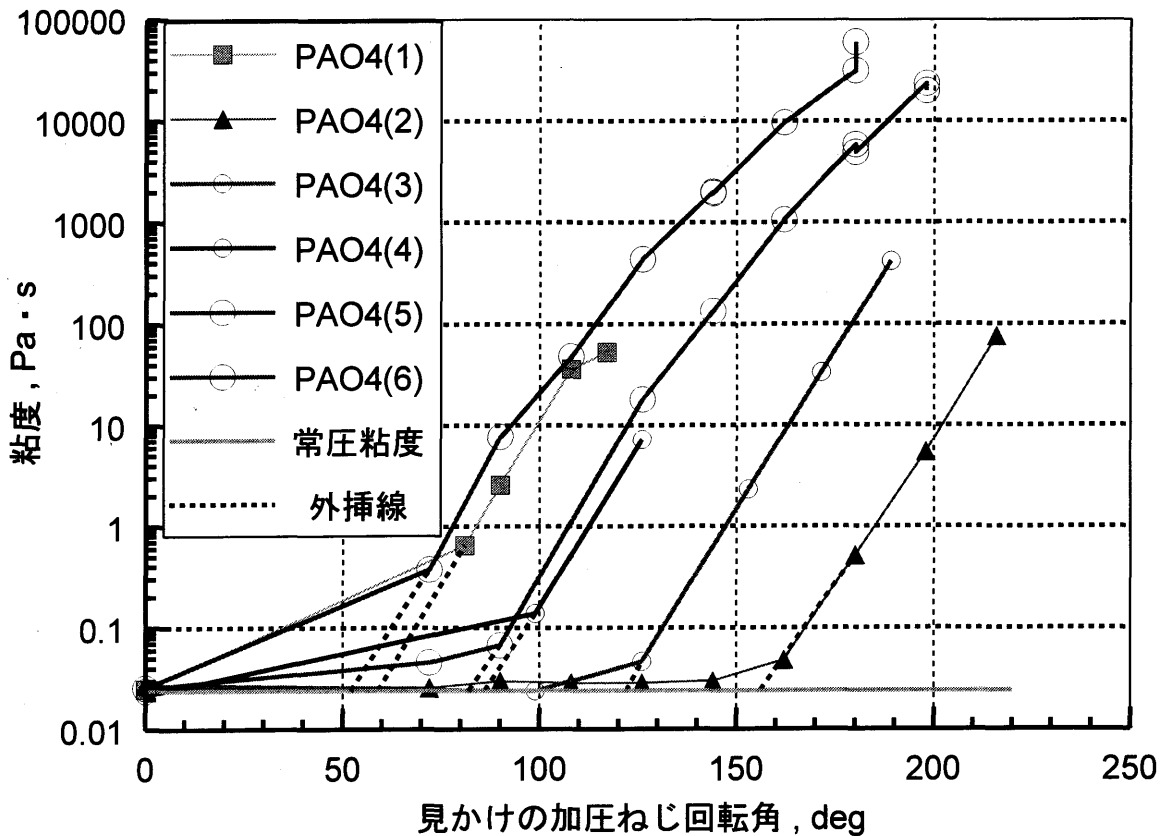


図 4-6 PAO4 の見かけの加圧ねじ回転角-粘度関係

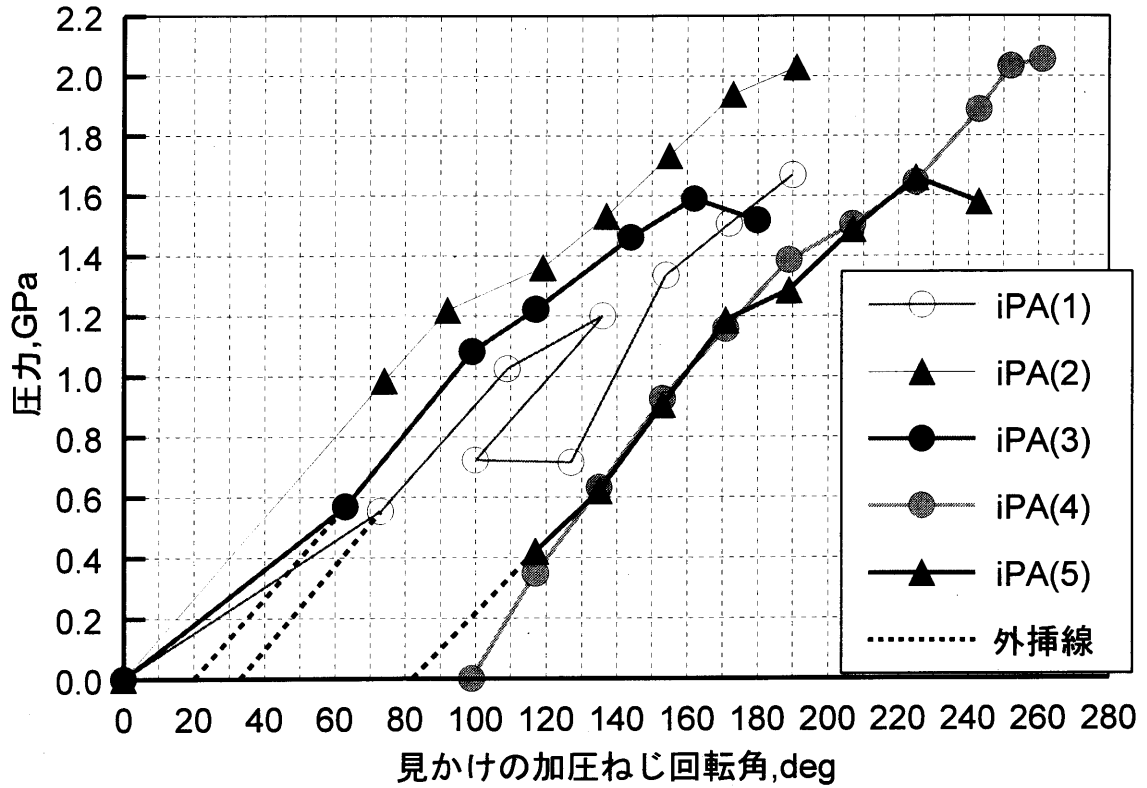


図 4-7 iPA の見かけの加圧ねじ回転角-圧力関係

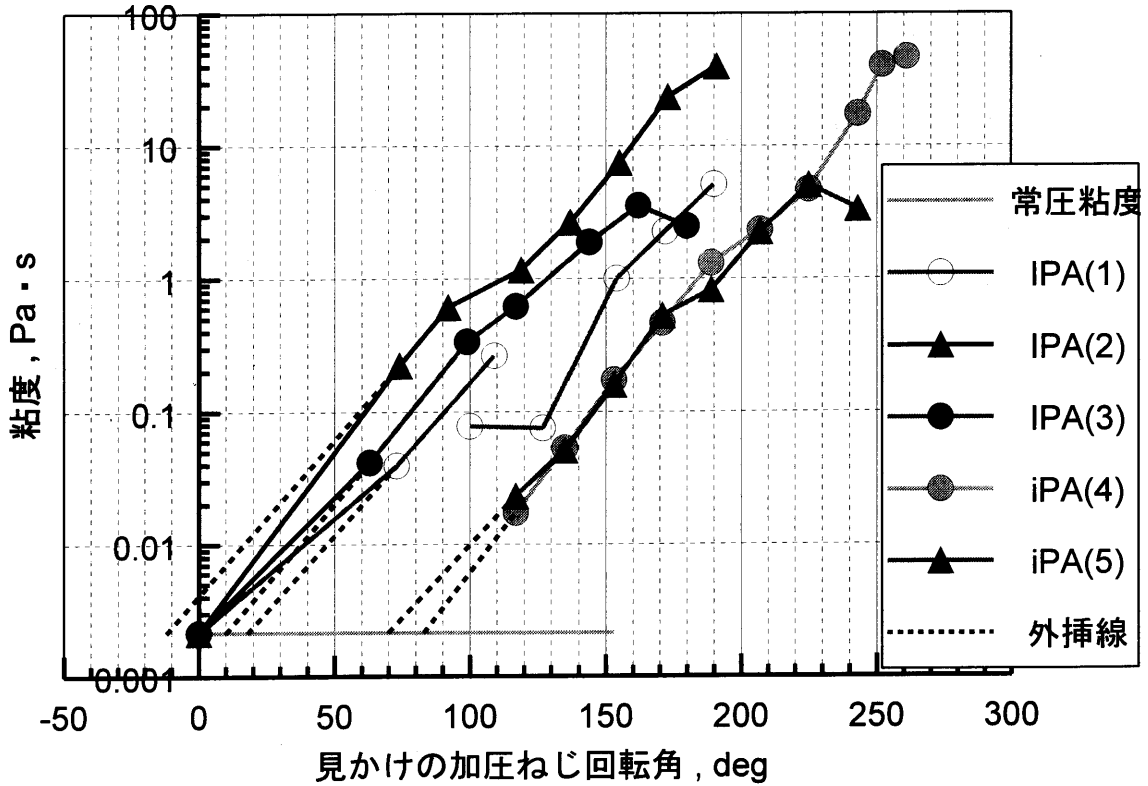


図 4-8 iPA の見かけの加圧ねじ回転角-粘度関係

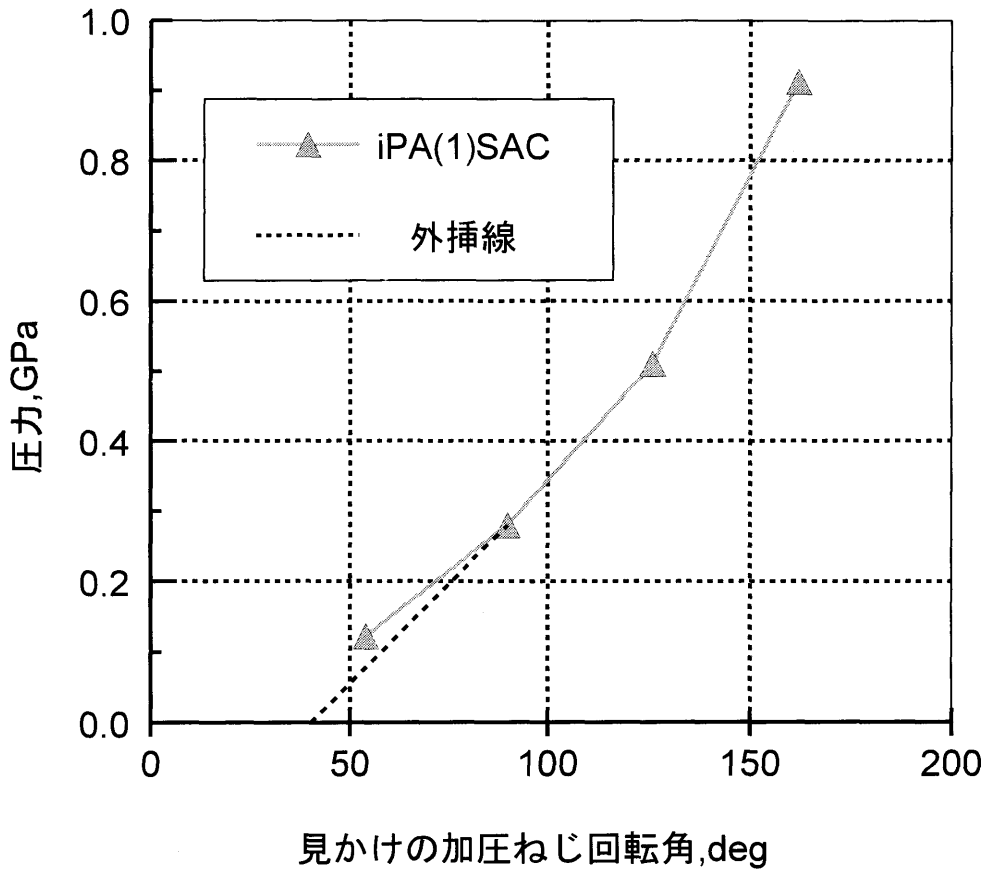


図 4-9 iPA の見かけの加圧ねじ回転角-圧力関係 (SAC)

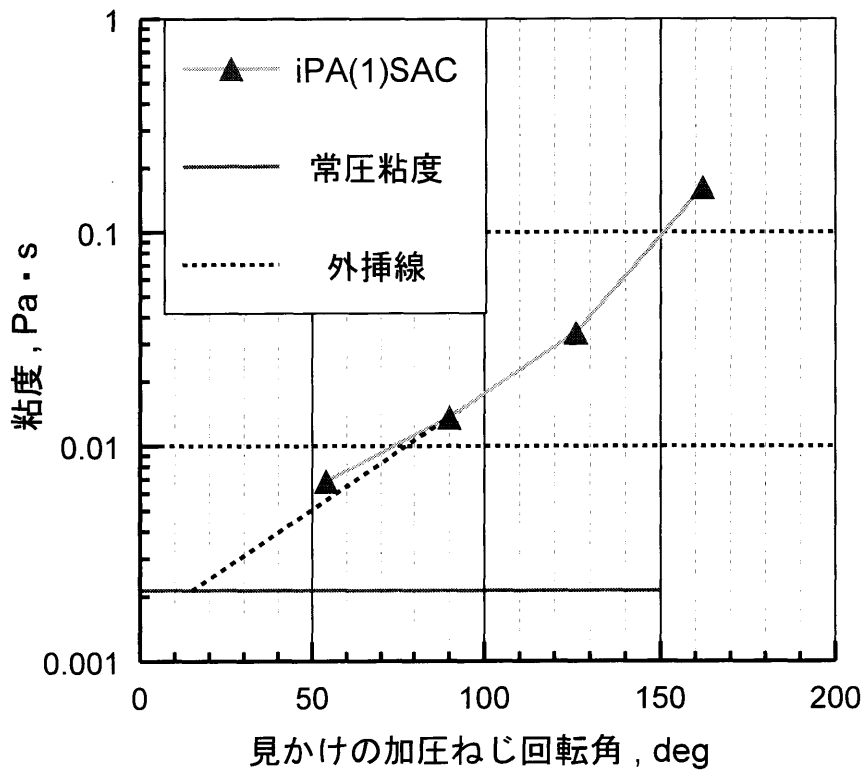


図 4-10 iPA の見かけの加圧ねじ回転角-粘度関係 (SAC)

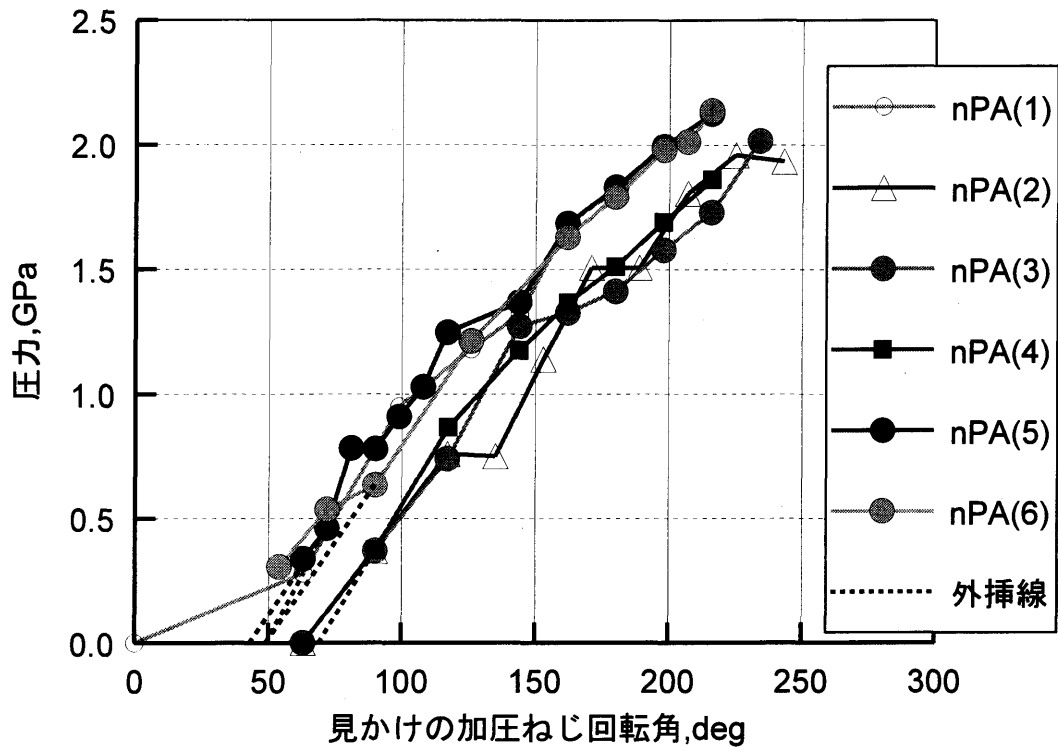


図 4-11 nPA の見かけの加圧ねじ回転角-圧力関係

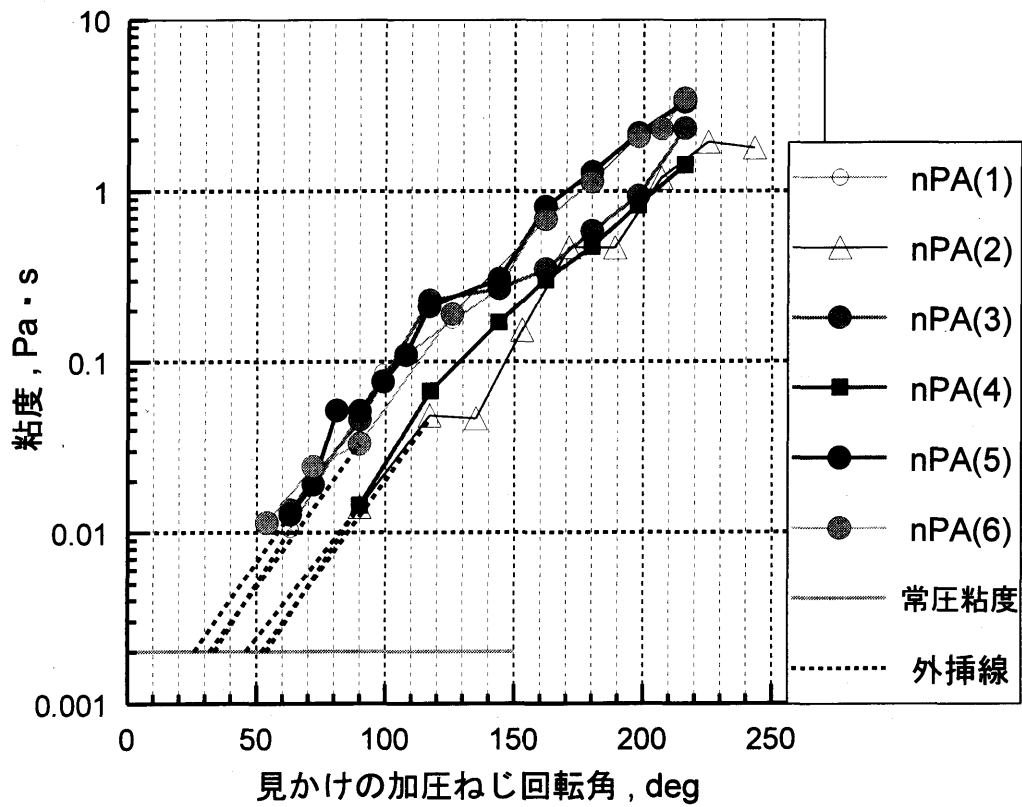


図 4-12 nPA の見かけの加圧ねじ回転角-粘度関係

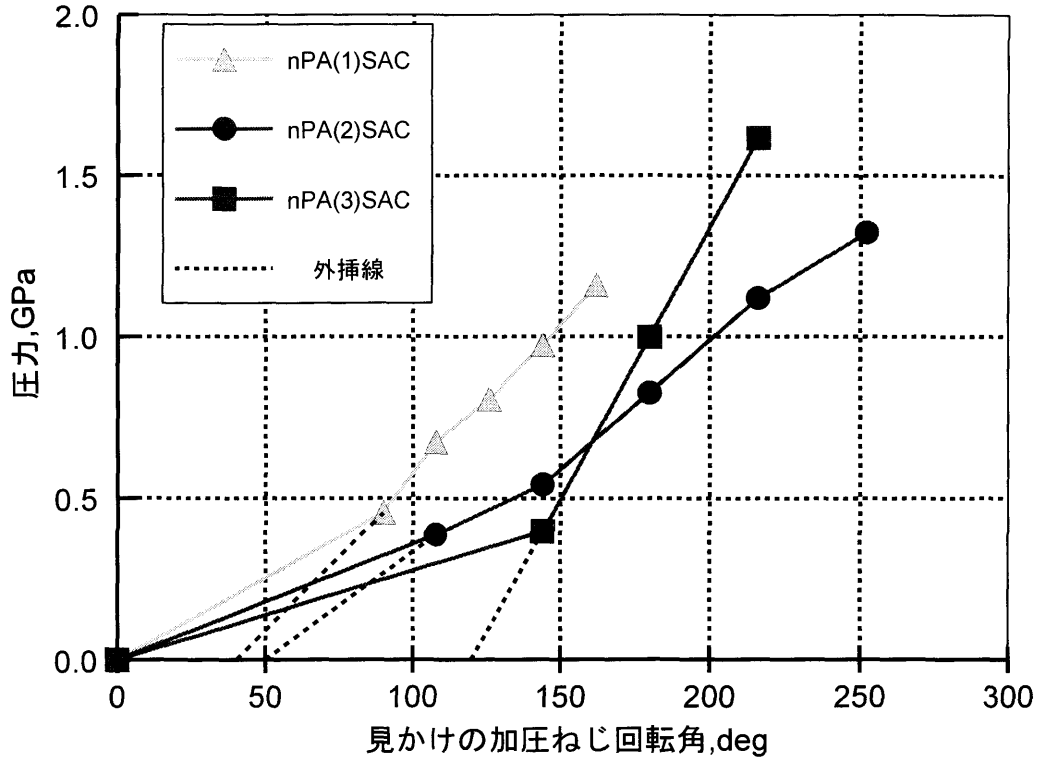


図 4-13 nPA の見かけの加圧ねじ回転角-圧力関係 (SAC)

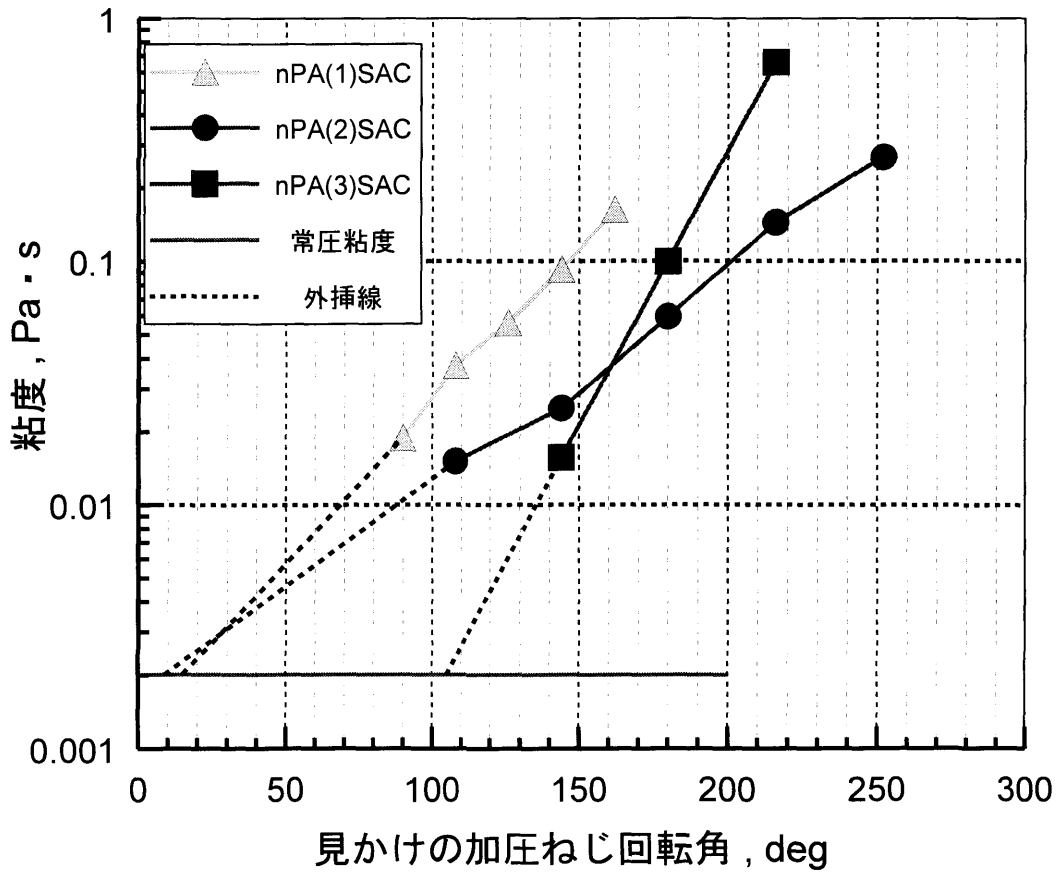


図 4-14 nPA の見かけの加圧ねじ回転角-粘度関係 (SAC)

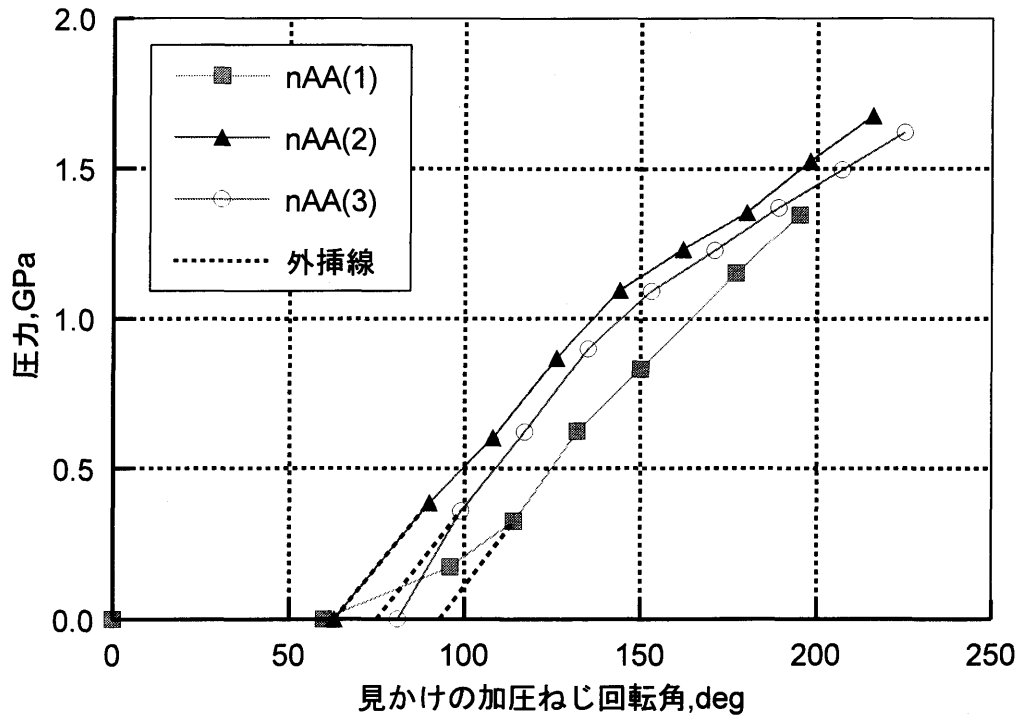


図 4-15 nAA の見かけの加圧ねじ回転角-圧力関係

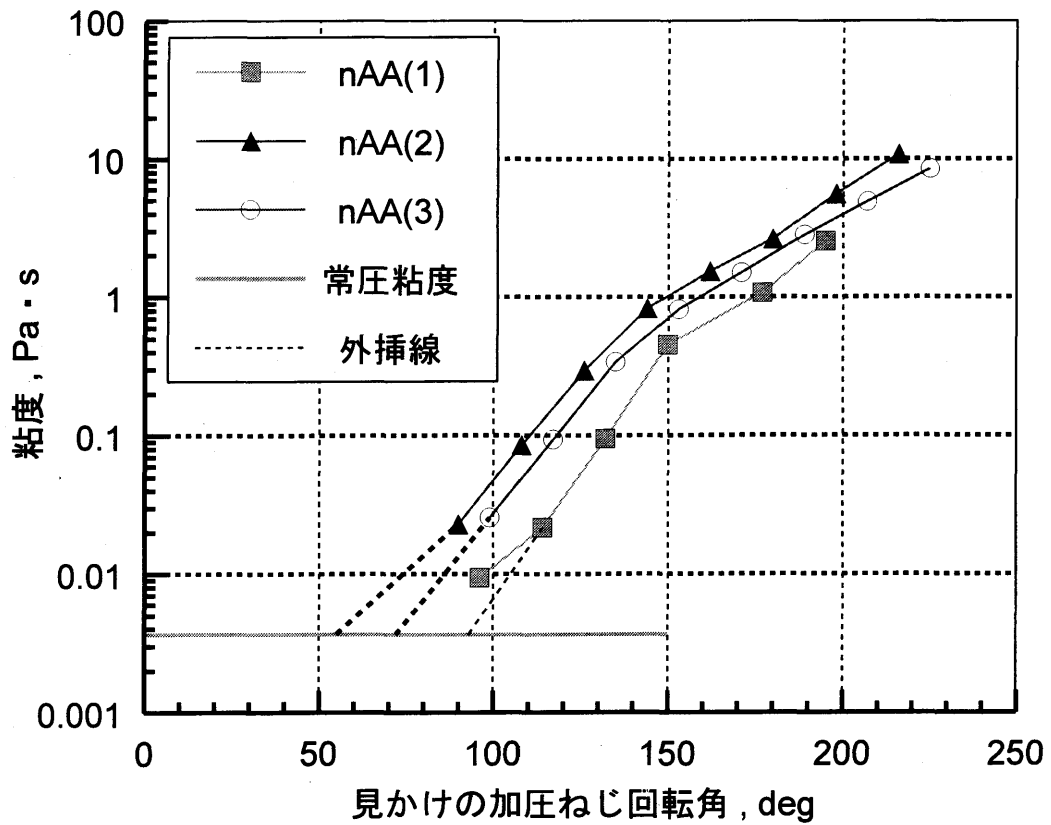


図 4-16 nAA の見かけの加圧ねじ回転角-粘度関係

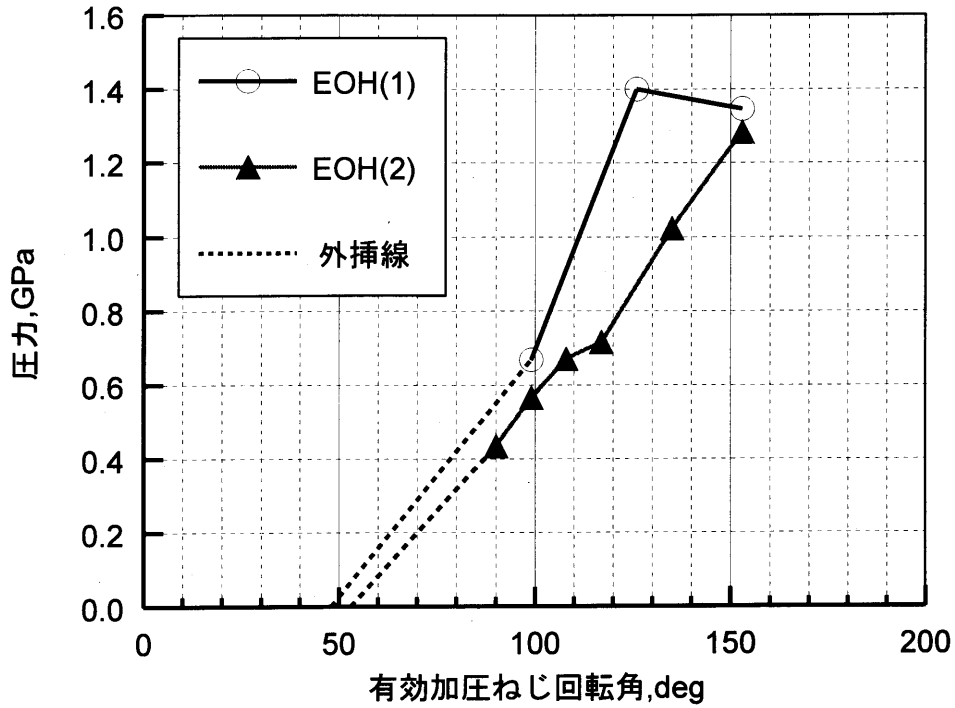


図 4-17 EOH の見かけの加圧ねじ回転角-圧力関係

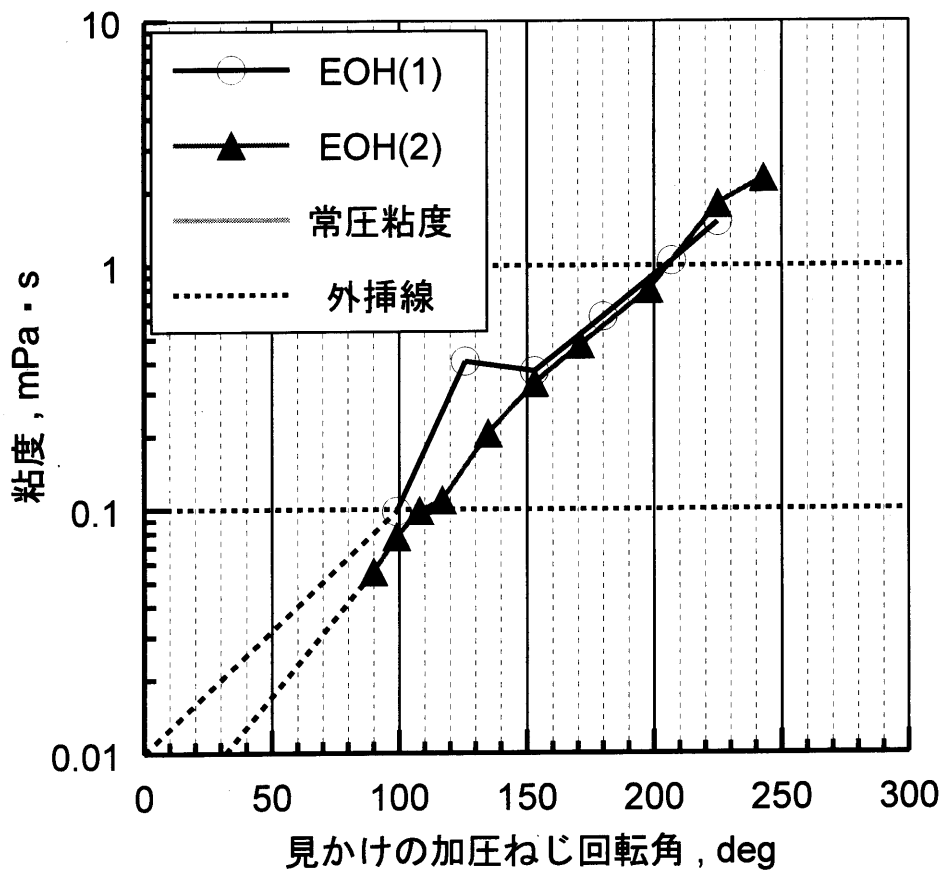


図 4-18 EOH の見かけの加圧ねじ回転角-粘度関係

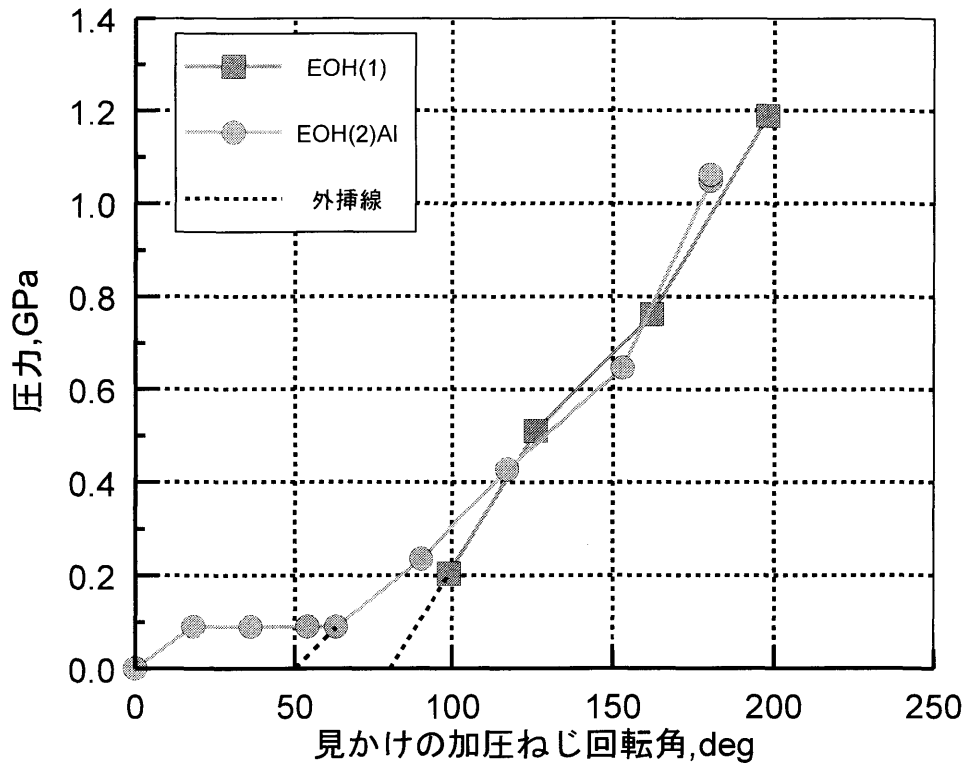


図 4-19 EOH の見かけの加圧ねじ回転角-圧力関係 (SAC)

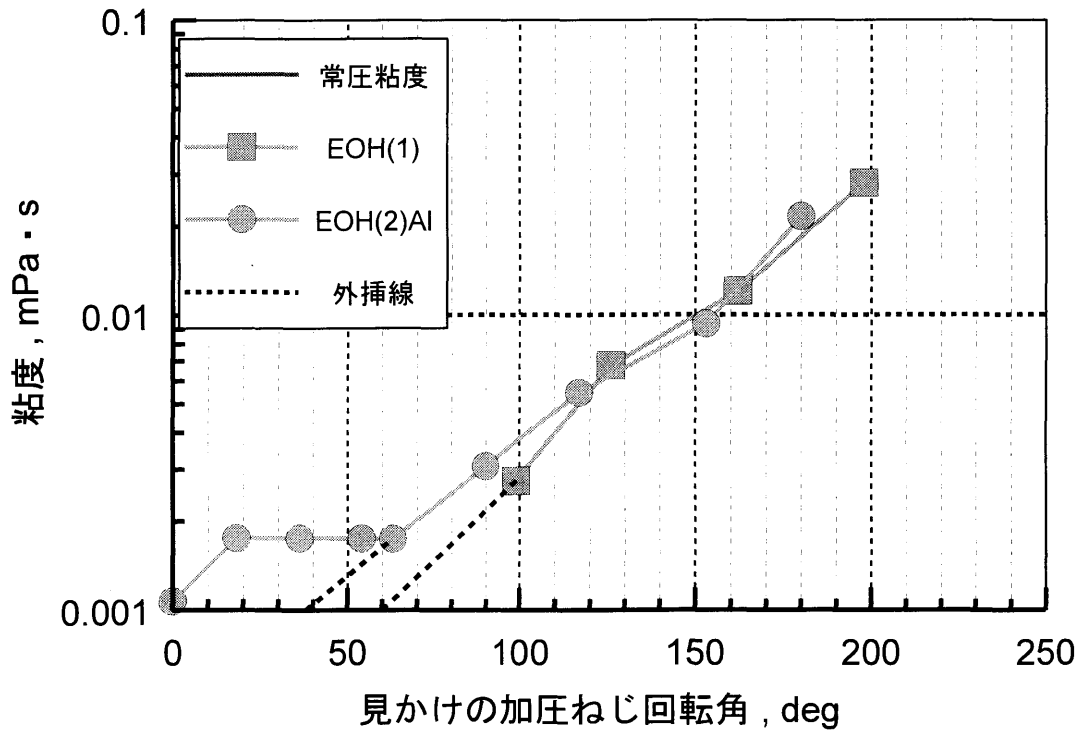


図 4-20 EOH の見かけの加圧ねじ回転角-粘度関係 (SAC)

表 4-1 それぞれの実験における空加圧ねじ回転角

実験番号	実験最終日	対数粘度勾配	空加圧回転角 θd , deg		差 $\Delta \theta$ deg $\theta dp - \theta d \eta$
			対数粘度からの 外挿値 $\theta d \eta$	圧力からの 外挿値 θdp	
DOS (5)	2006/9/21	0.053	57	67	10
DOS (6)	2006/10/16	0.056	61	67	6
DOS (7)	2007/12/7	0.053	0	4	4
DOS (8)	2007/12/17	0.053	67	72	5
抜粋データ		0.053			5.0
PA04 (1)	2006/11/21	0.065	59	63	4
PA04 (2)	2006/12/6	0.056	156	161	5
PA04 (3)	2007/7/10	0.065	122	122	0
PA04 (4)	2007/8/4	0.065	86	90	4
PA04 (5)	2008/1/23	0.059	52	56	4
PA04 (6)	2008/2/21	0.067	82	84	2
抜粋データ		0.065			4.0
iPA (1)	2006/12/21	0.023	18	33	15
iPA (2)	2007/1/17	0.024	-12	0	12
iPA (3)	2007/1/25	0.024	10	20	10
iPA (4)	2007/11/8	0.027	83	89	6
iPA (5)	2007/11/16	0.022	70	82	12
抜粋データ		0.024			10.0
nAA (1)	2007/3/28	0.036	93	93	0
nAA (2)	2007/10/2	0.027	55	63	8
nAA (3)	2007/10/23	0.031	72	75	3
抜粋データ		0.031			3.0

表 4-2 それぞれの実験における空加圧ねじ回転角

実験番号	実験最終日	対数粘度勾配	空加圧回転角 θd , deg		差 $\Delta \theta$ deg $\theta dp - \theta d \eta$
			対数粘度からの 外挿値 $\theta d \eta$	圧力からの 外挿値 θdp	
nPA (1)	2007/4/6	0.026	34	39	5
nPA (2)	2007/4/23	0.021	46	62	16
nPA (3)	2007/5/22	0.023	52	62	10
nPA (4)	2007/6/15	0.022	52	63	11
nPA (5)	2008/4/14	0.021	26	43	17
nPA (6)	2008/6/9	0.021	32	49	17
抜粋データ		0.021			17
EOH (1)	2008/7/22	0.01	0	48	48
EOH (2)	2008/9/2	0.011	53	99	46
抜粋データ		0.011			46

表 4-3 それぞれの実験における空加圧ねじ回転角 (SAC)

実験番号	実験最終日	対数粘度勾配	対数粘度からの 外挿値 $\theta_{d\eta}$	圧力からの 外挿値 θ_{dp}	$\theta_{dp} - \theta_{d\eta}$
nPA (1)	2008/5/19	0.013	-5	10	25
nPA (2)	2008/5/29	0.011	9	50	41
nPA (3)	2008/6/3	0.022	105	120	15
抜粋データ		0.013			25
iPA (1)	2008/6/23	0.016	15	40	25
抜粋データ		0.016			25
EOH (1)	2008/7/7	0.01	60	80	20
EOH (2)	2008/9/30	0.009	38	50	12
抜粋データ		0.01			20
DOS (1)	2008/12/3	0.025	55	65	10
抜粋データ		0.025			10

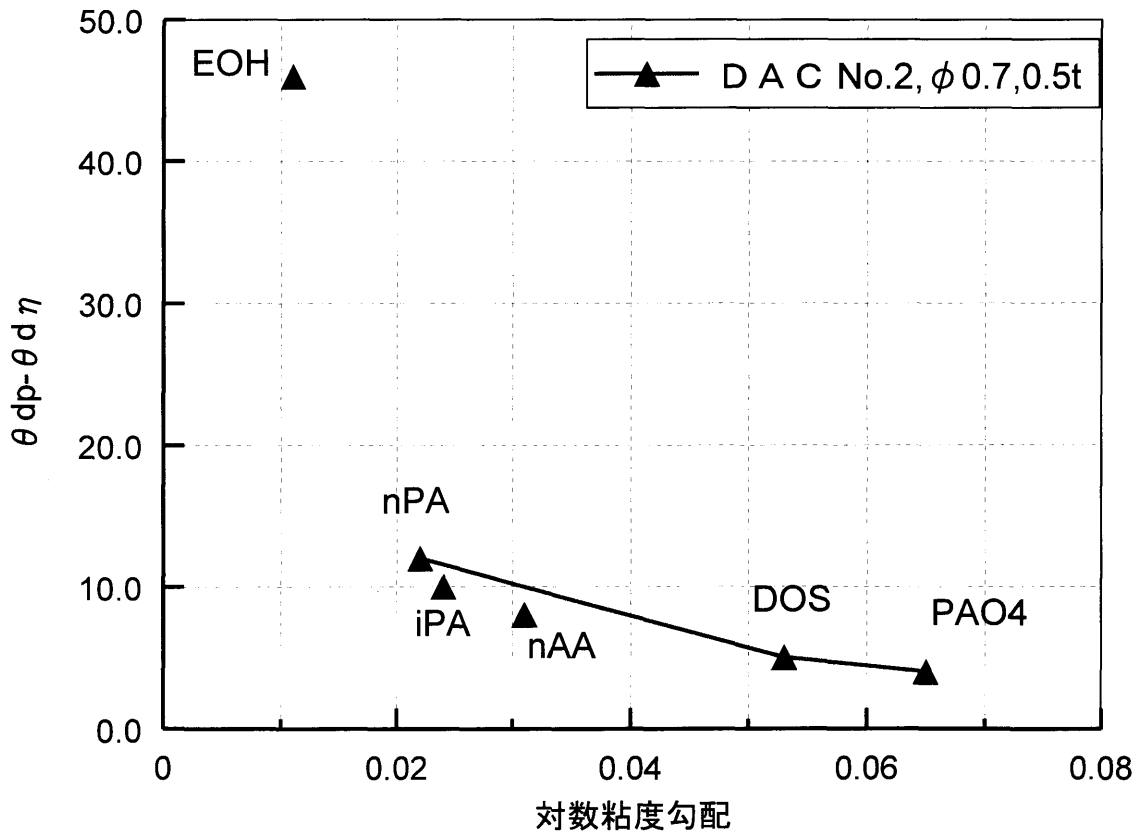


図 4-21 対数粘度勾配と補正角の関係

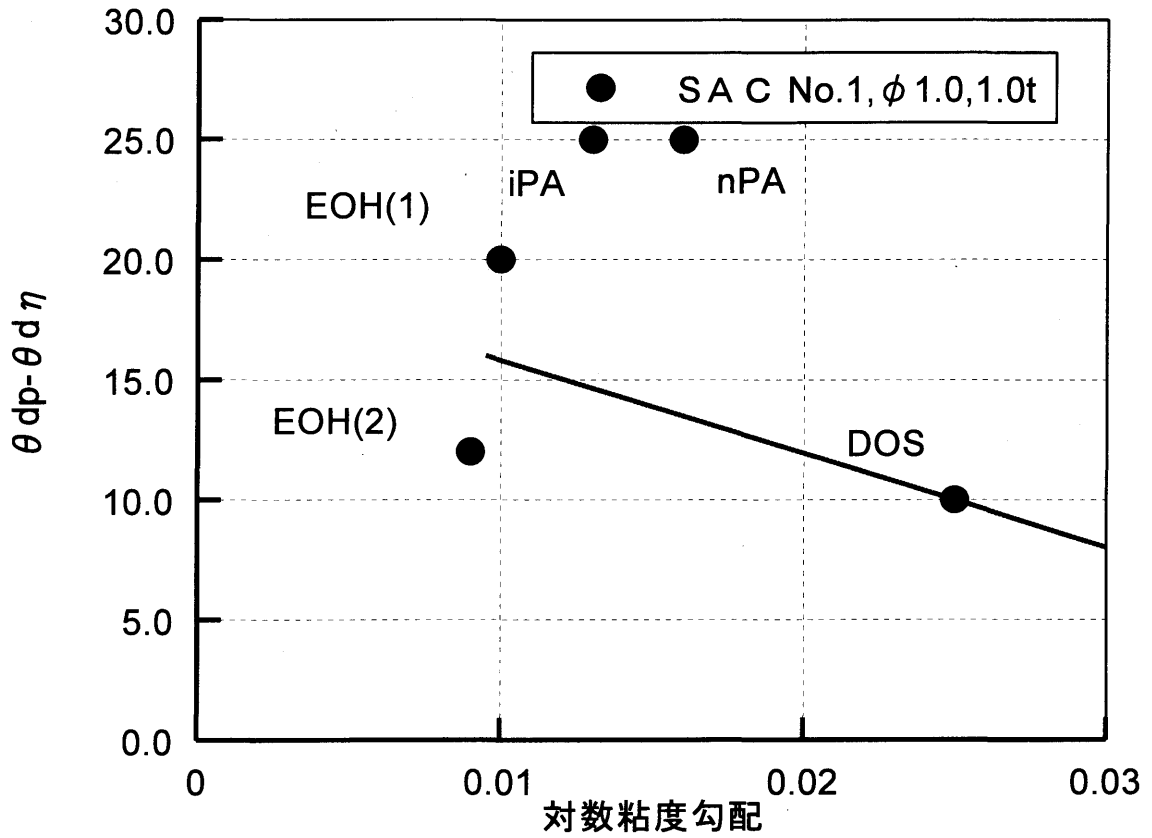


図 4-22 対数粘度勾配と補正角の関係

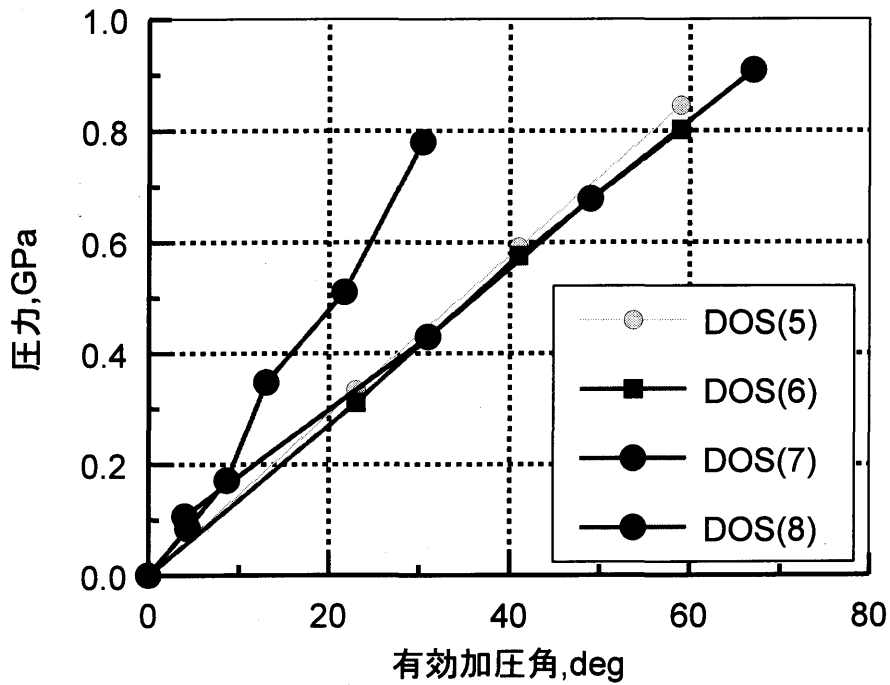


図 4-23 DOS の有効加圧ねじ回転角-圧力関係

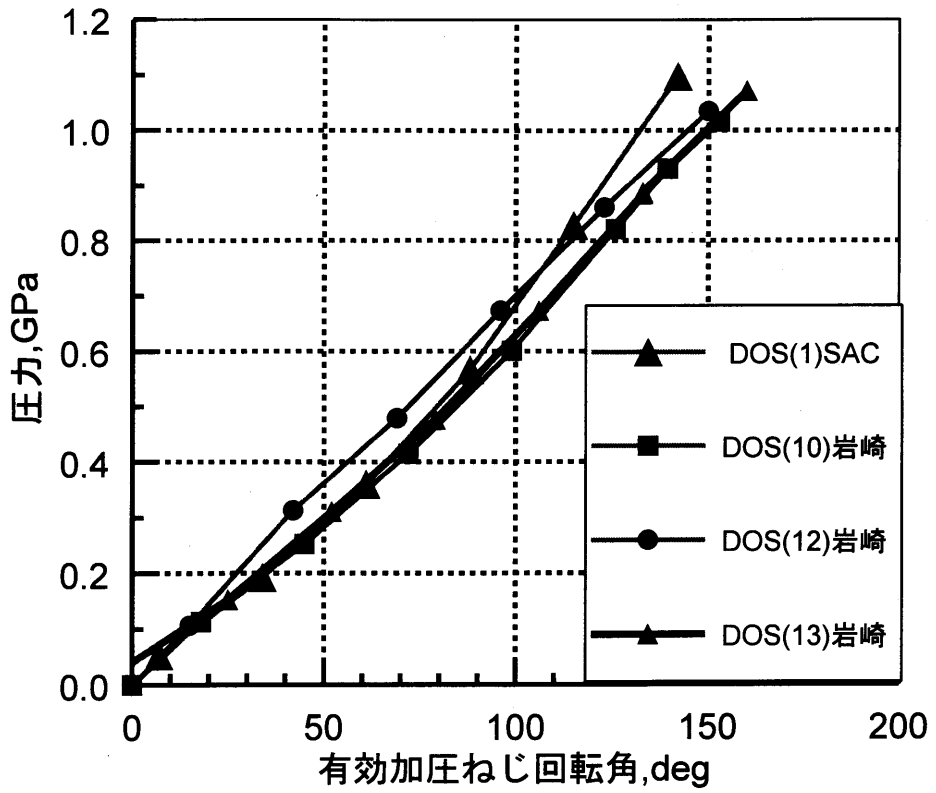


図 4-24 DOS の有効加圧ねじ回転角-圧力関係 (SAC)

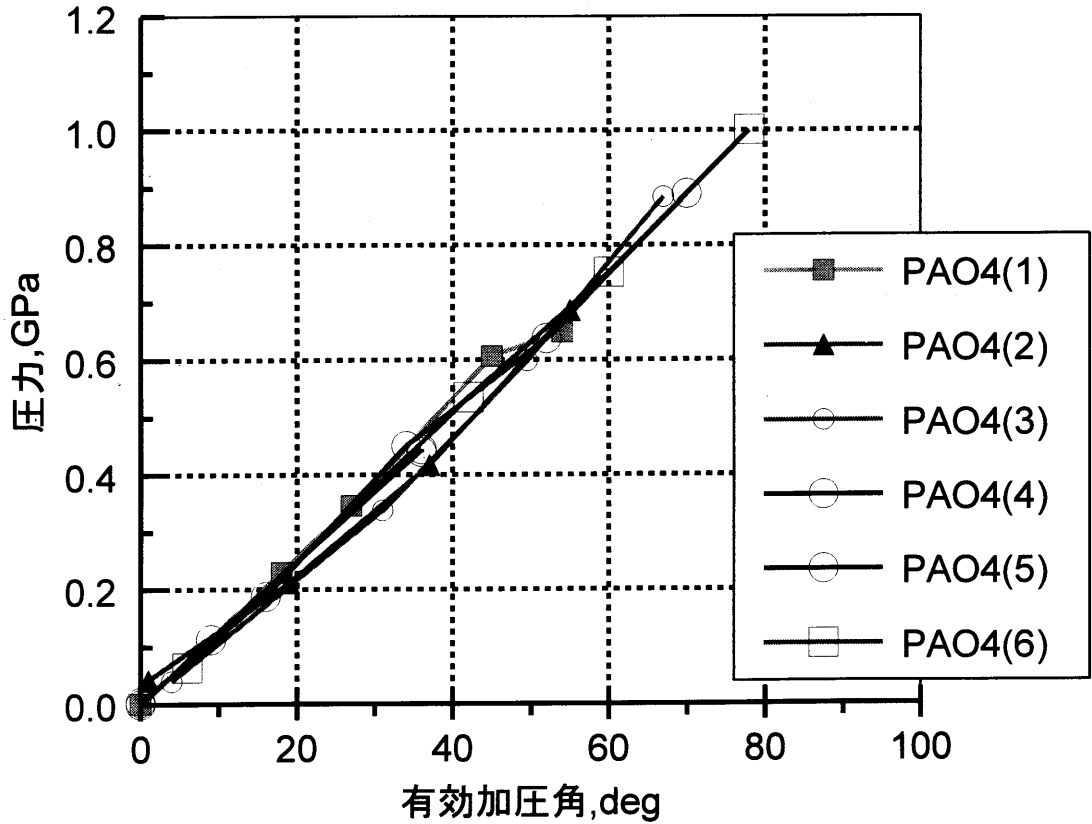


図 4-25 PAO4 の有効加圧ねじ回転角-圧力関係

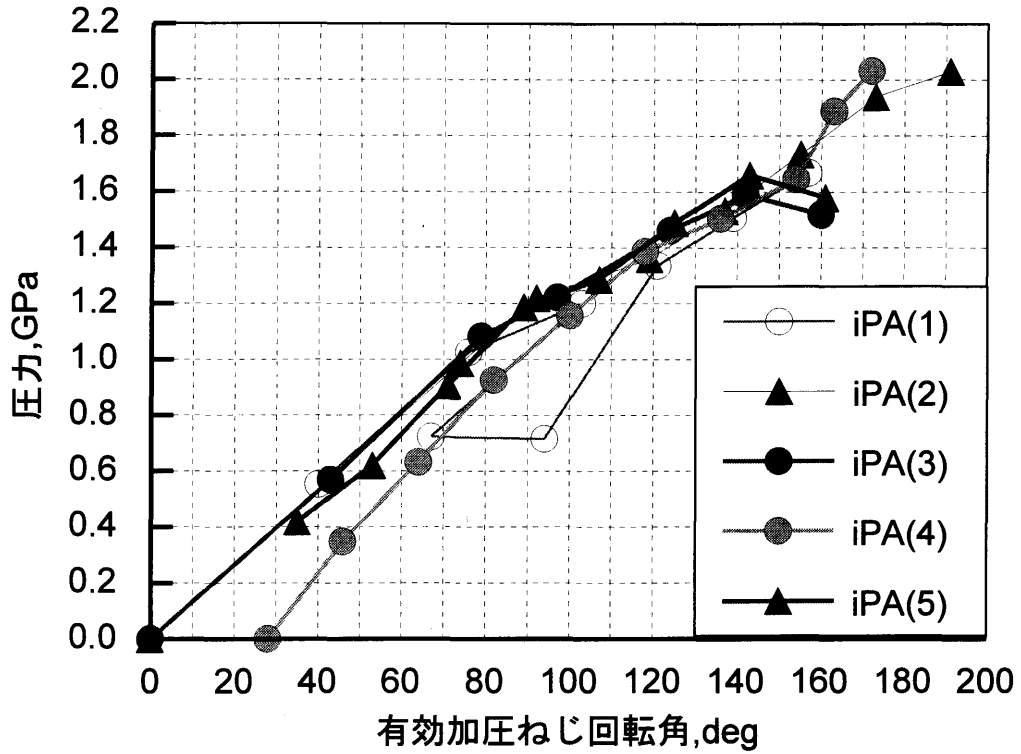


図 4-26 iPA の有効加圧ねじ回転角-圧力関係

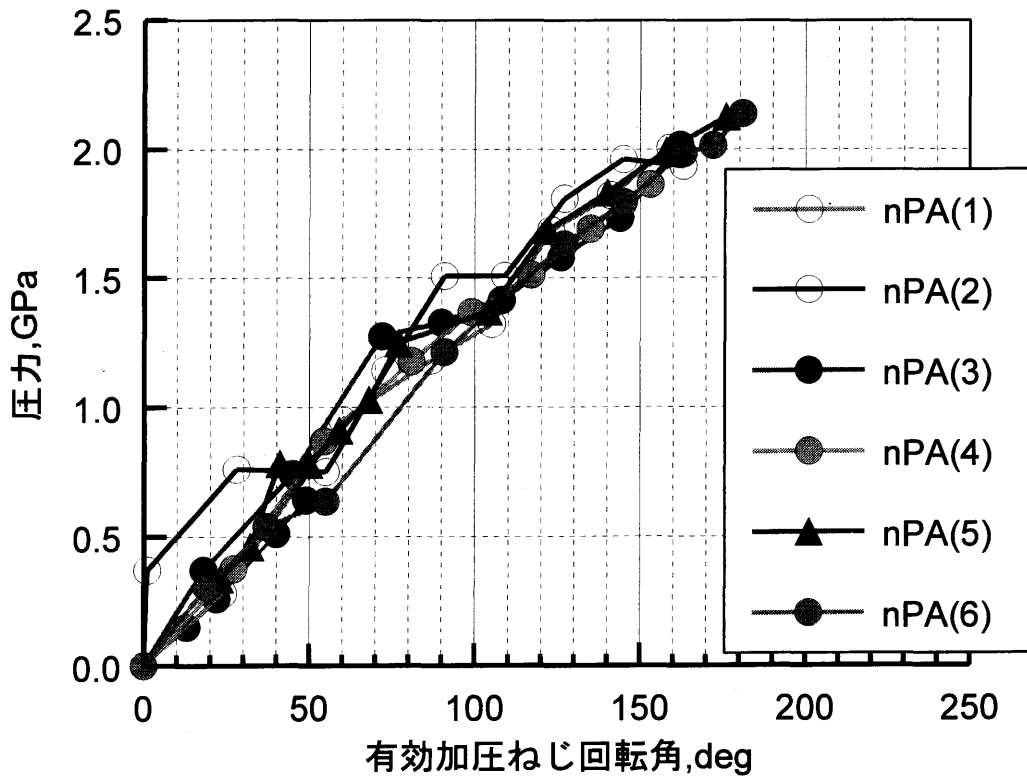


図 4-27 nPA の有効加圧ねじ回転角-圧力関係

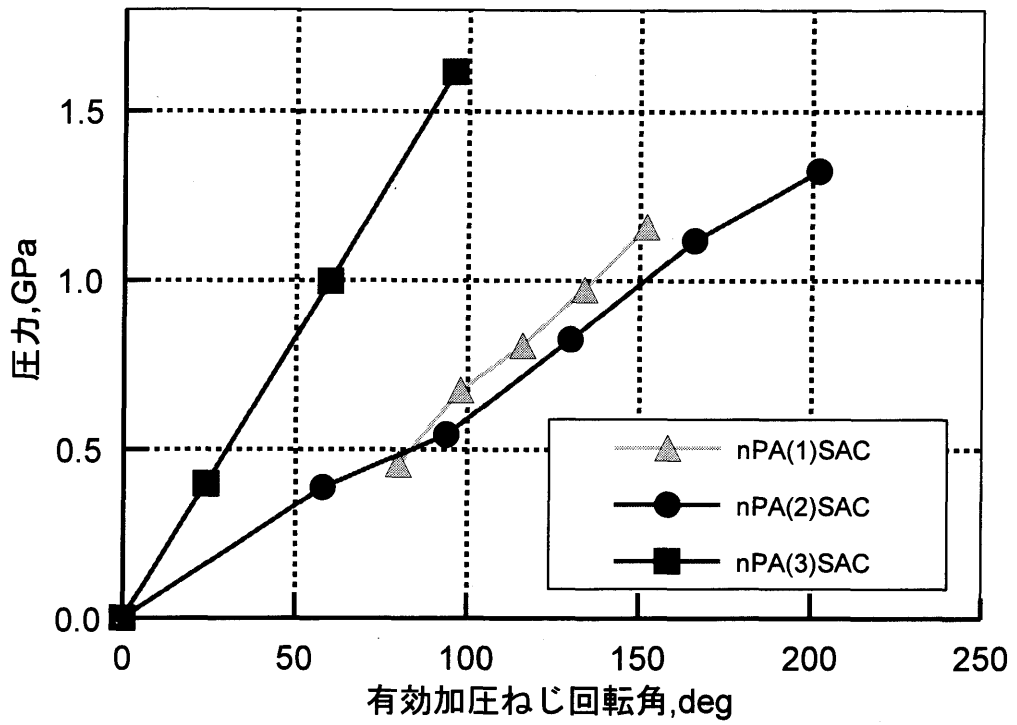


図 4-28 nPA の有効加圧ねじ回転角-圧力関係 (SAC)

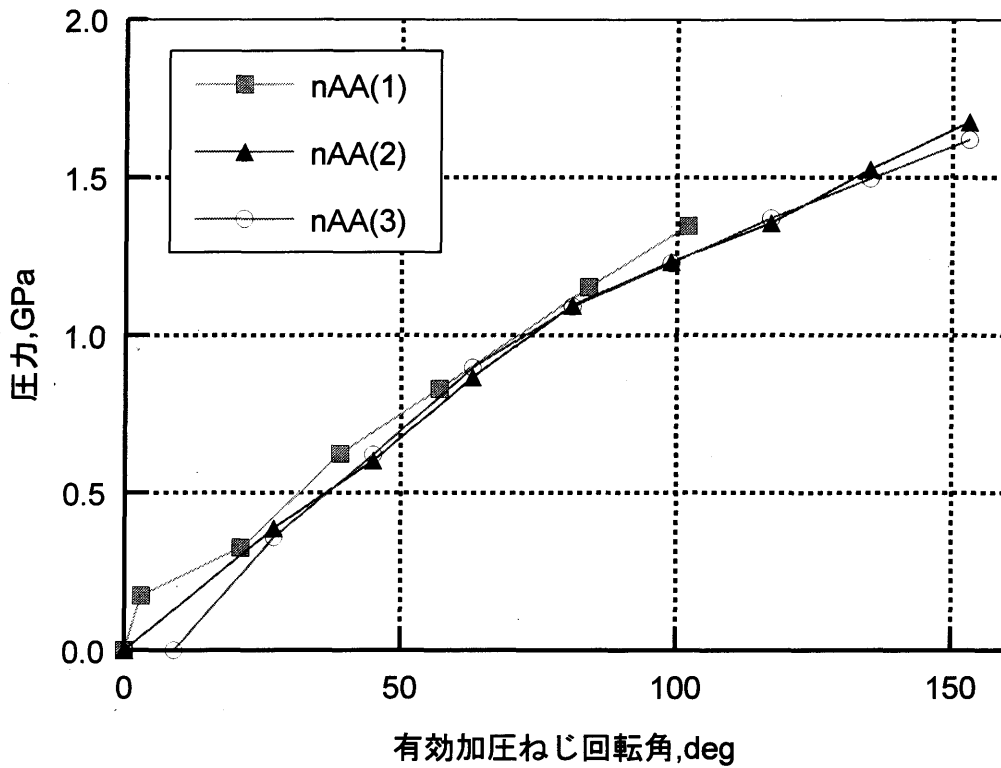


図 4-29 nAA の有効加圧ねじ回転角-圧力関係

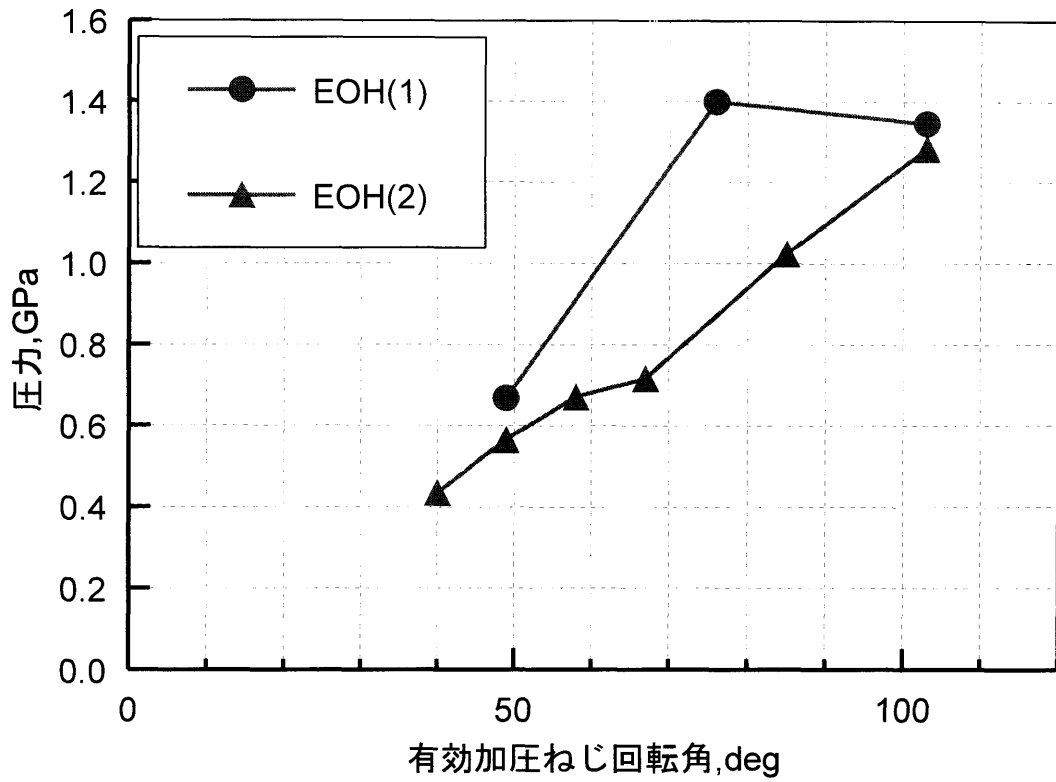


図 4-30 EOH の有効加圧ねじ回転角-圧力関係

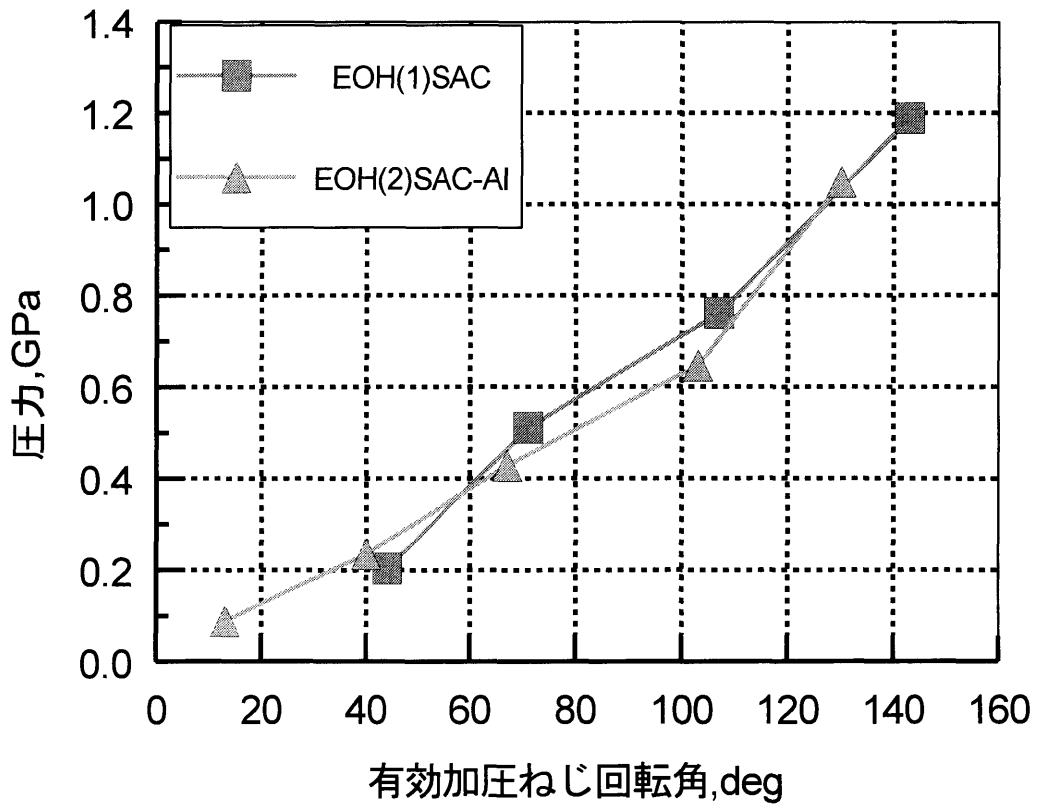


図 4-31 EOH の有効加圧ねじ回転角-圧力関係 (SAC)

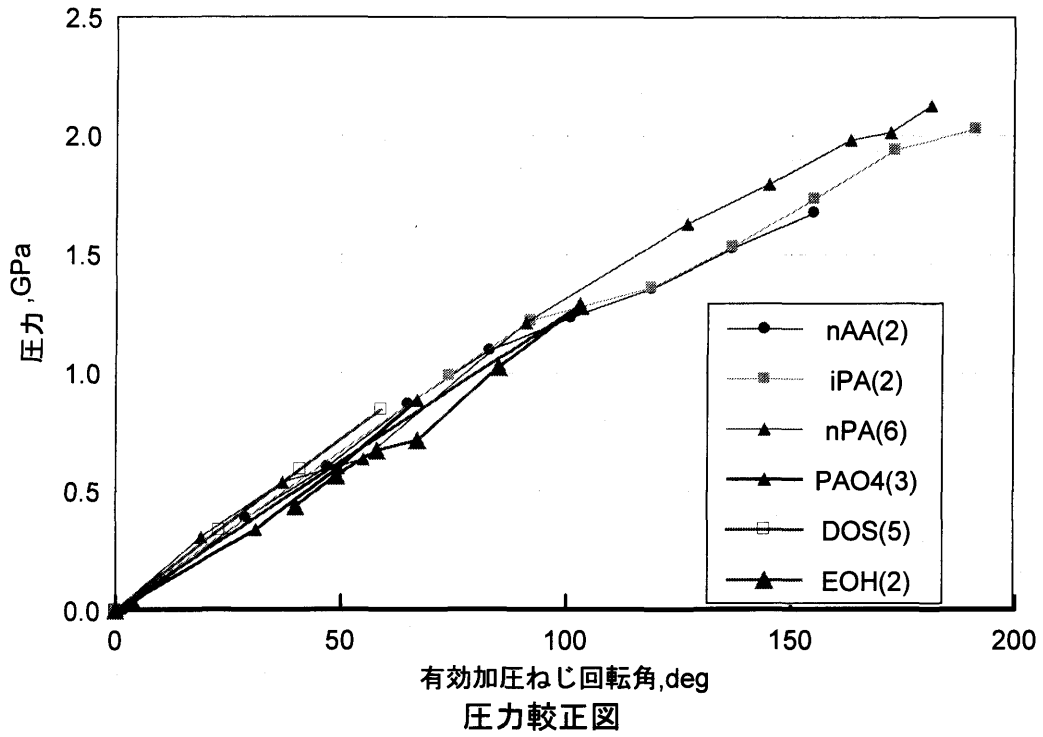


図 4-32 全試料油の圧力較正図（抜粋）（DAC）

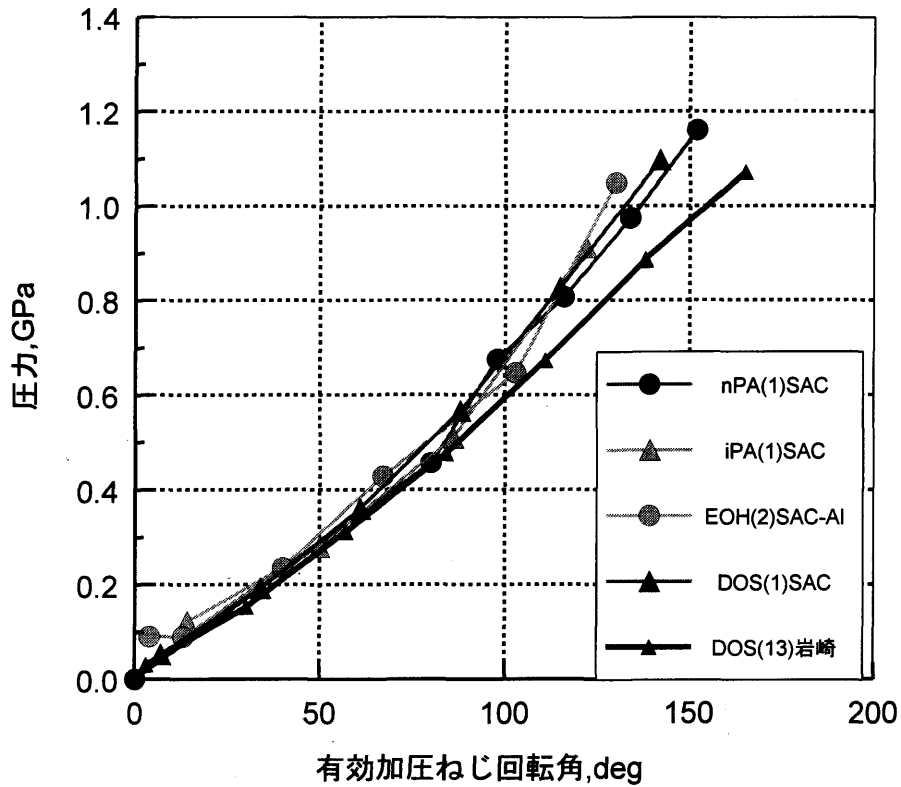


図 4-33 全試料油の圧力較正図（抜粋）（SAC）

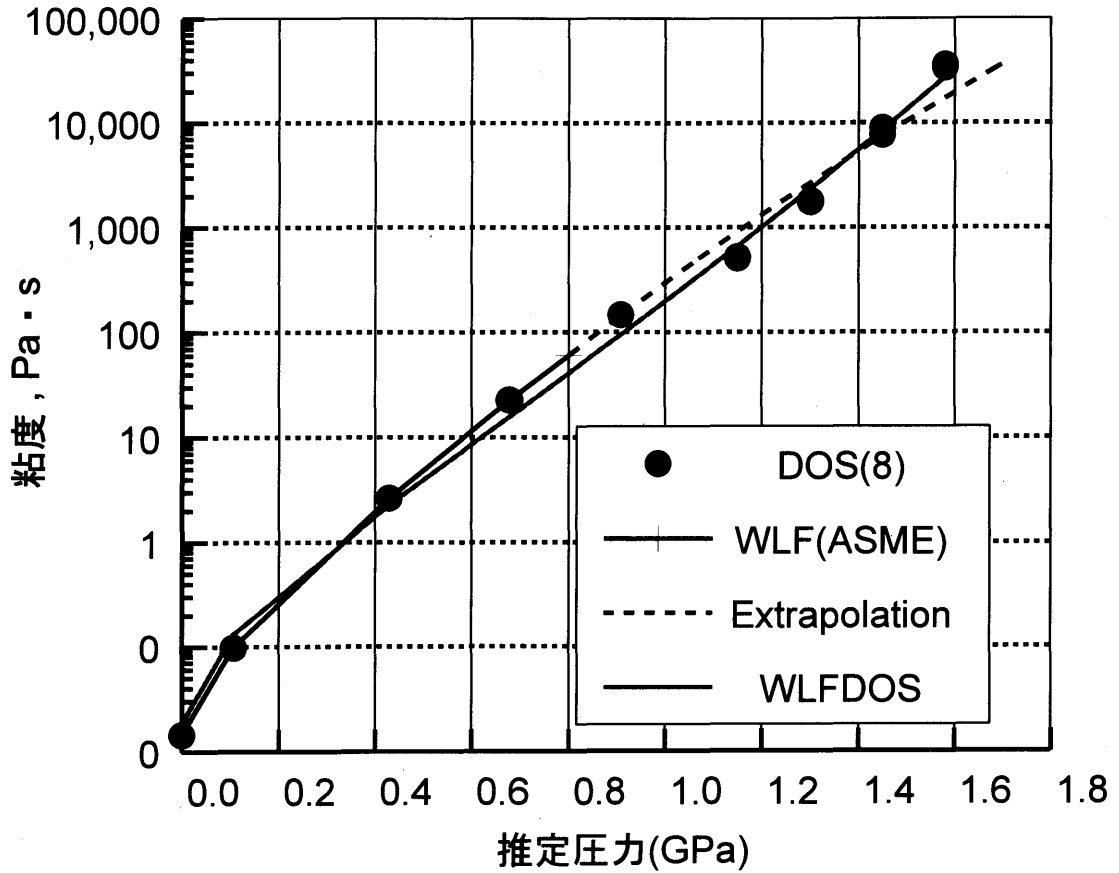


図 4-34 DOS の圧力-粘度関係

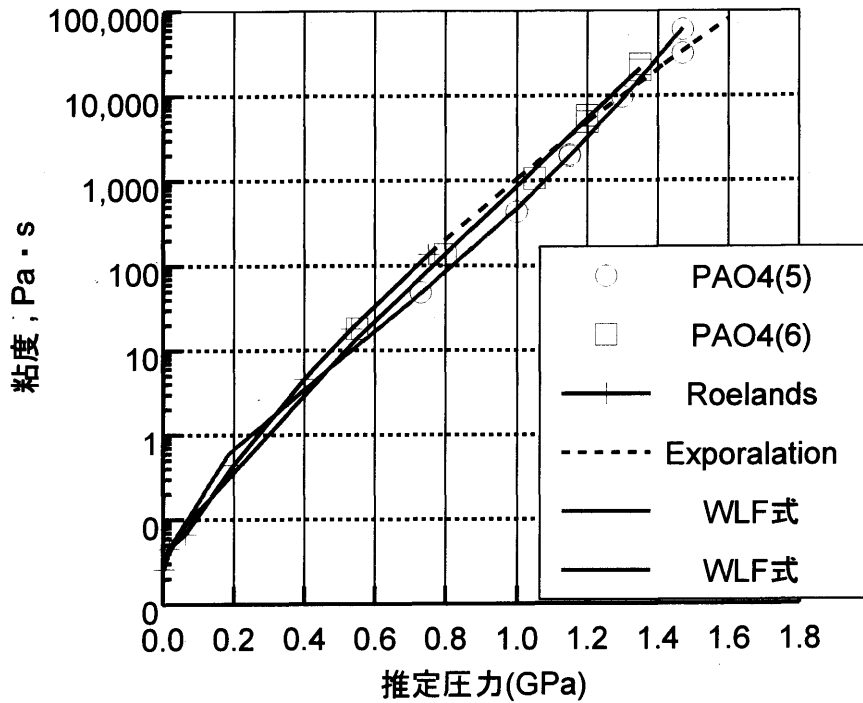


図 4-35 PAO4 の圧力粘度関係

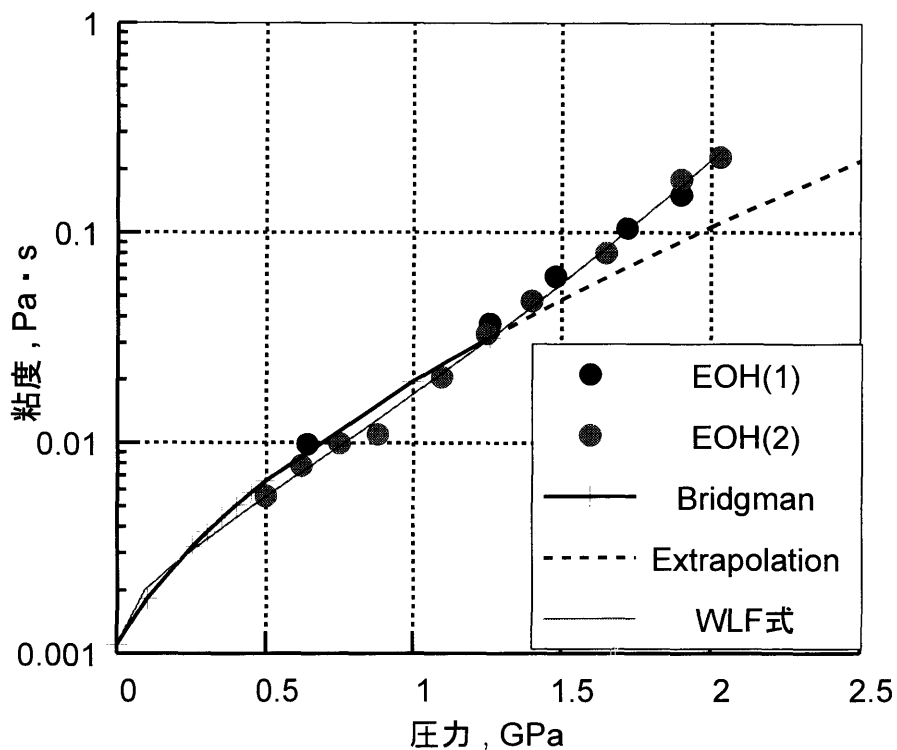


図 4-36 EOH の圧力-粘度関係

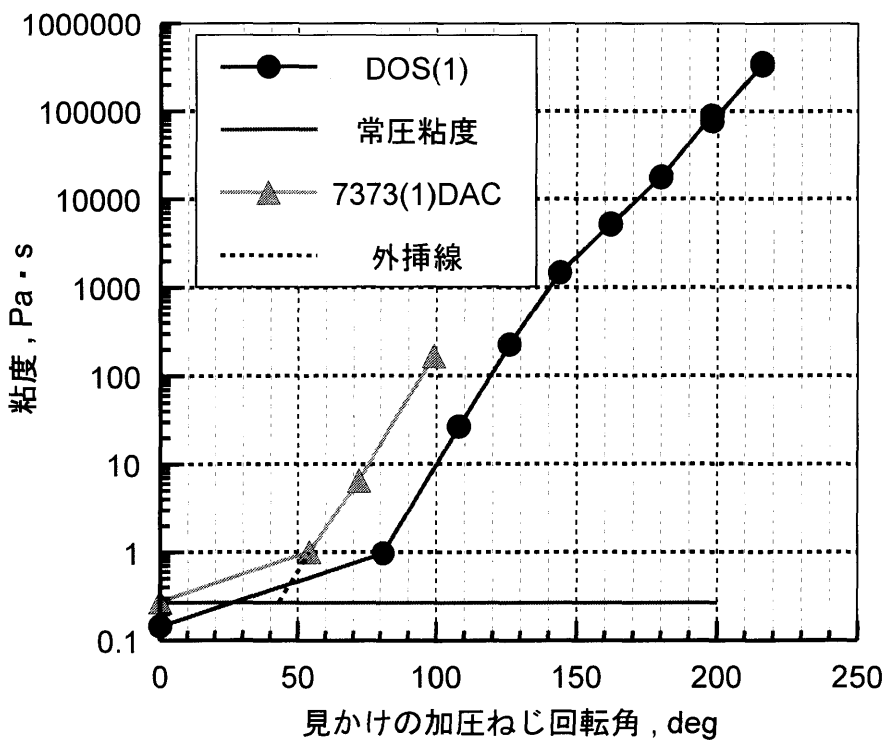


図 4-37 Daphne7373 の見かけの加圧ねじ回転角-粘度関係 (DAC)

($d\eta = 43^\circ$, 補正角 11.2° 対数粘度勾配 0.048)

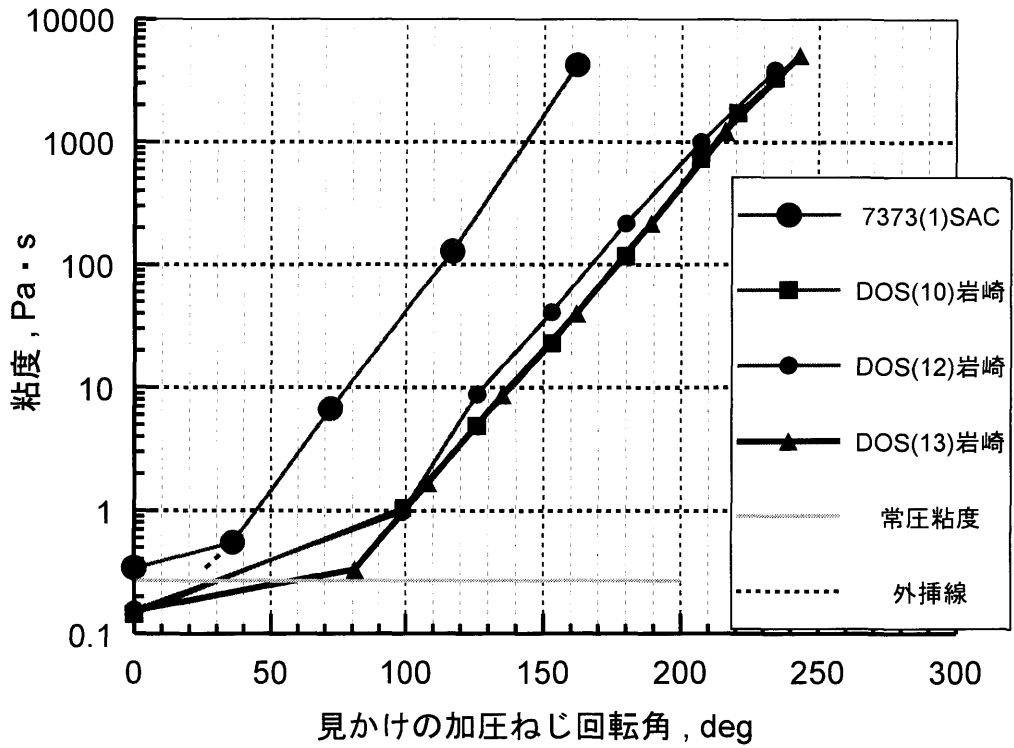


図 4-38 Daphne7373 の見かけの加圧ねじ回転角-粘度関係 (SAC)

($d \eta = 26^\circ$, 補正角 8.4° 対数粘度勾配 0.029)

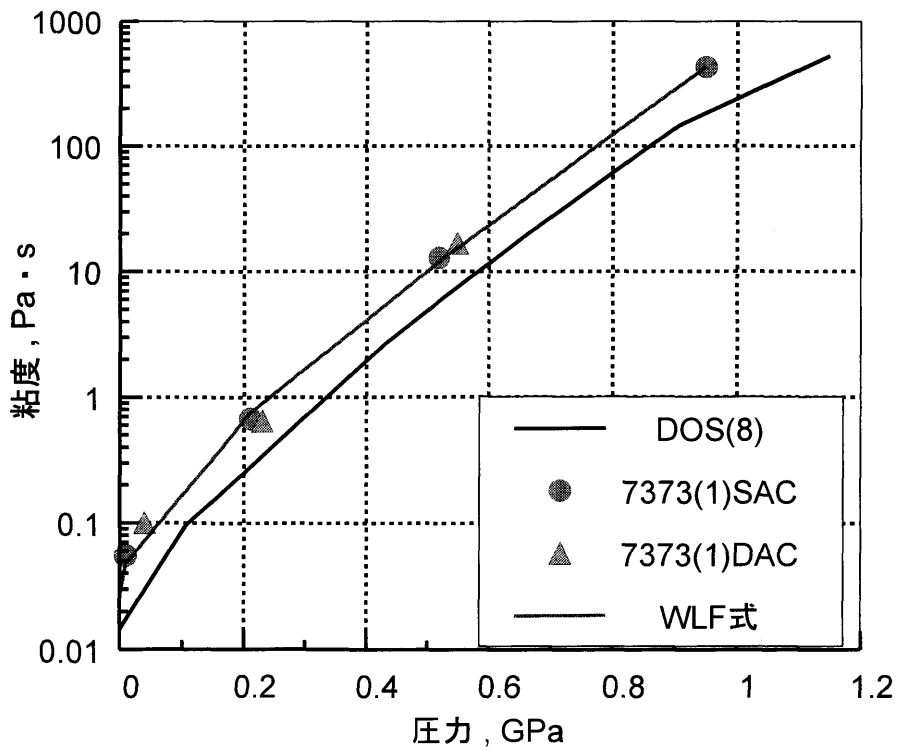


図 4-39 Daphne7373 と DOS の圧力-粘度関係

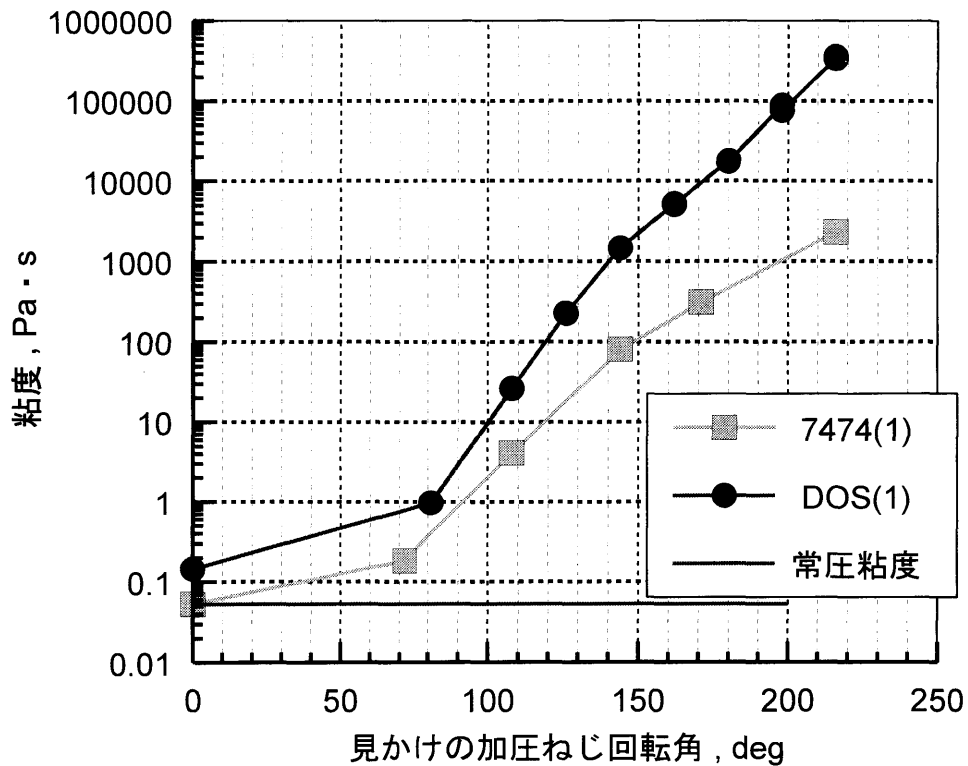


図 4-40 Daphne7474 の見かけの加圧ねじ回転角-粘度関係 (DAC)

($d \eta = 60^\circ$, 補正角 9.6° 対数粘度勾配 0.038)

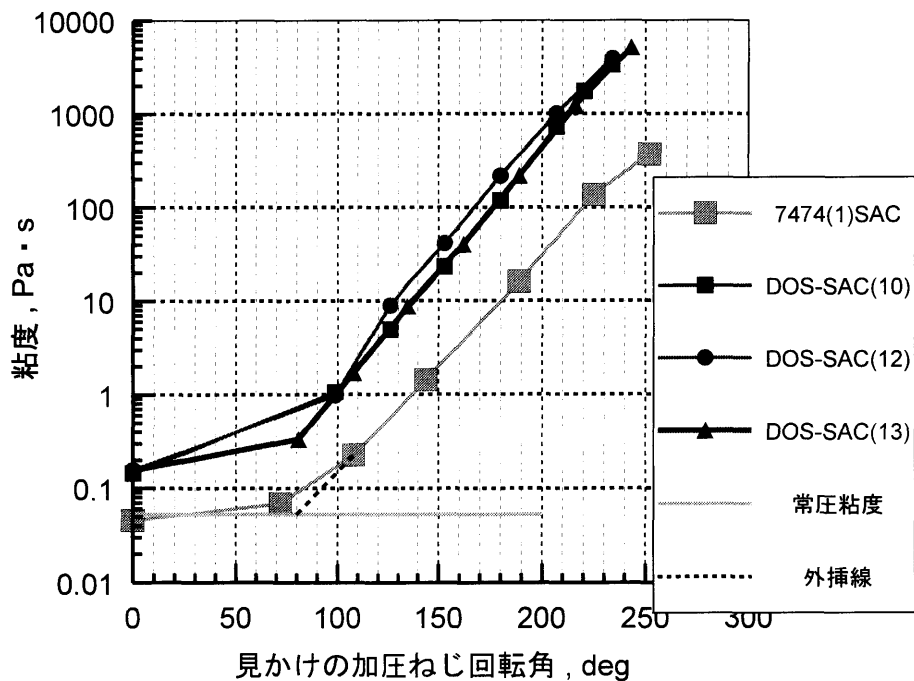


図 4-41 Daphne7474 の見かけの加圧ねじ回転角-粘度関係 (SAC)

($d \eta = 80^\circ$, 補正角 10.8° 対数粘度勾配 0.023)

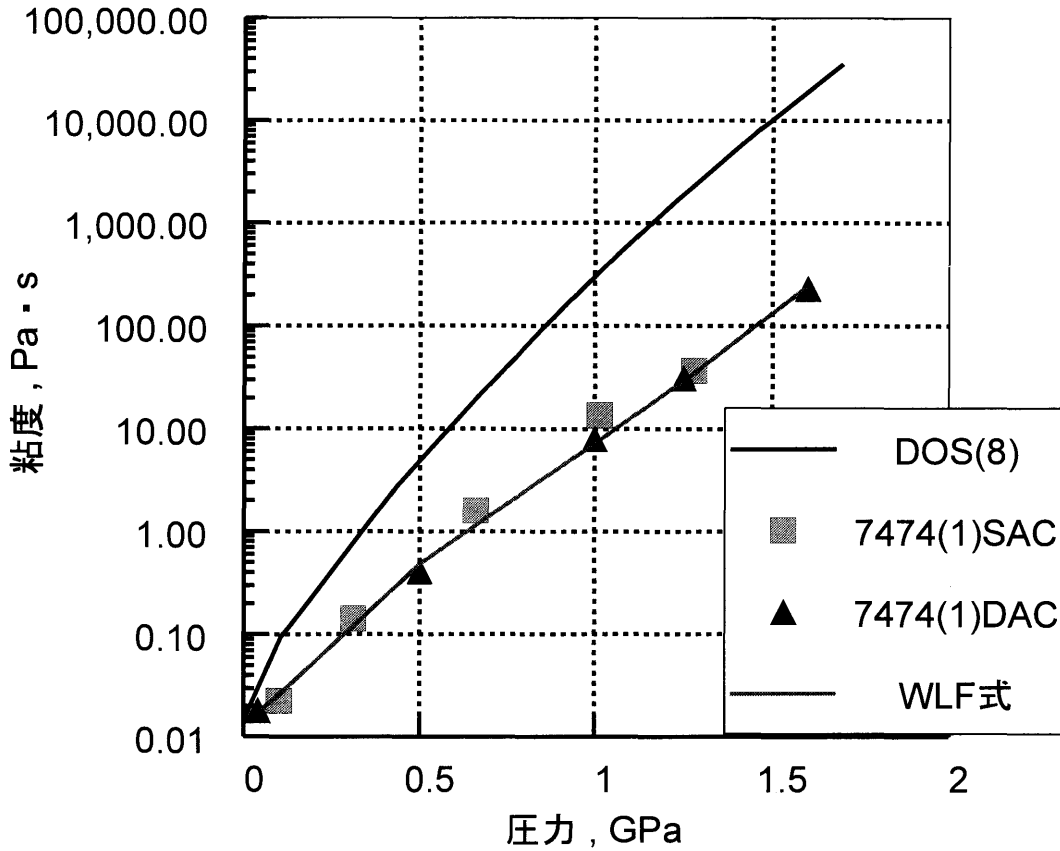


図 4-42 Daphne7474 の圧力-粘度関係

表 4-4 各液体の WLF 定数

	Ts (0)	A1	A2	B1	B2	C1	G2
DOS	-89.7	113.44	0.788	0.113	95.025	11.17	31.69
PA04	-80.522683	346.37	0.19418	0.09821	247.013	11.05	33.08
EOH	-243.896	329.78	0.24337	0.03115	147.919	12.75	75.09
7373	-61.585769	49.59	2.2468	0.08252	264	10.94	23.68
7474	-105.26766	326.31	0.16617	0.11312	175.939	11.22	27.12

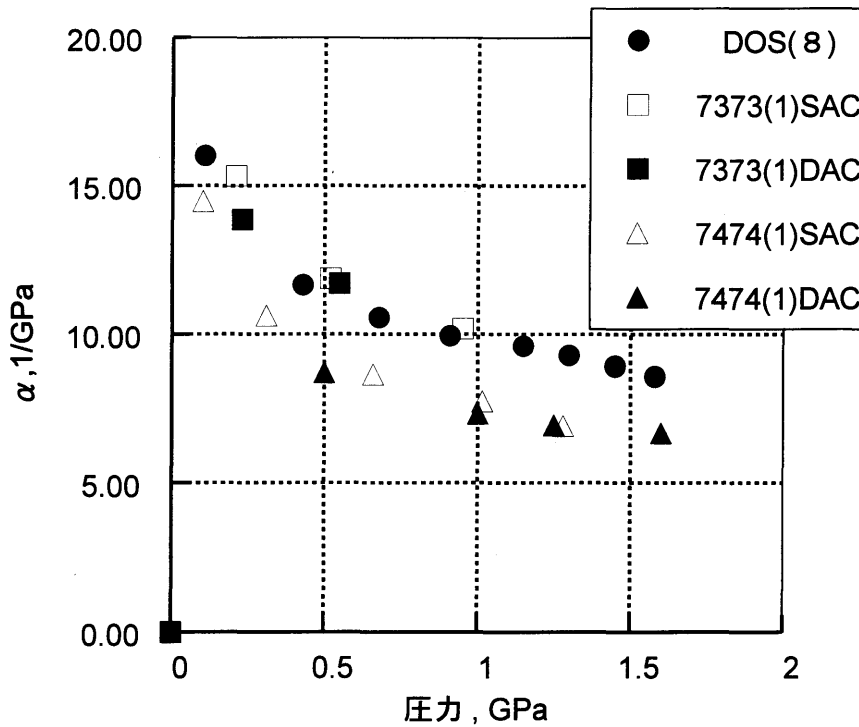


図 4-43 7373 および 7474 の圧力と粘度圧力係数 α の関係

表 4-5 圧力と圧力-粘度係数 α

DOS(8)	推定圧力 (GPa)	0.000	0.107	0.430	0.678	0.908	1.150	1.150
	圧力-粘度係数 (1/GPa)		16.019	11.653	10.559	9.94	9.592	9.599
7373(1) SAC	推定圧力 (GPa)	1.300	1.300	1.450	1.450	1.580	1.580	
	圧力-粘度係数 (1/GPa)	9.281	9.286	8.901	8.934	8.575	8.557	
7373(1) DAC	推定圧力PP (GPa)	0.000	0.010	0.210	0.520	0.950		
	圧力-粘度係数 (1/GPa)		71.682	15.3371	11.86572	10.18109		
7474(1) SAC	推定圧力PP (GPa)	0.000	0.100	0.310	0.660	1.015	1.280	
	圧力-粘度係数 (1/GPa)		14.476	10.628	8.651	7.737	6.913	
7474(1) DAC	推定圧力PP (GPa)	0.000	0.040	0.500	1.000	1.250	1.600	
	圧力-粘度係数 (1/GPa)		30.855	8.712	7.323	6.944	6.677	

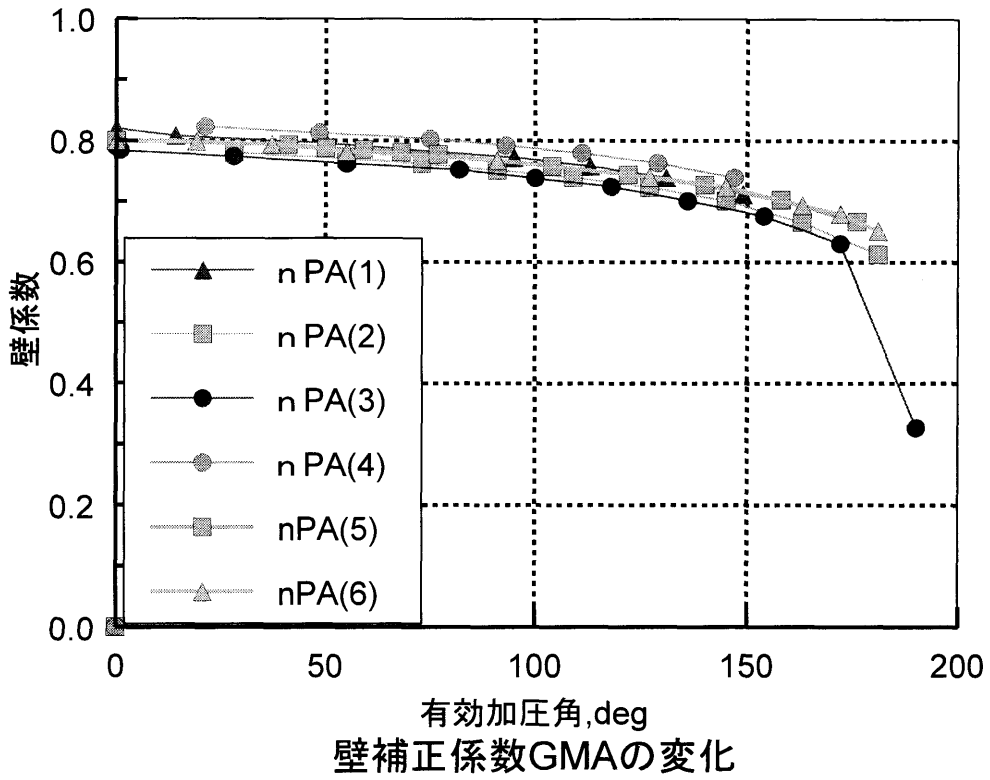


図 4-44 有効加圧ねじ回転角-壁係数関係

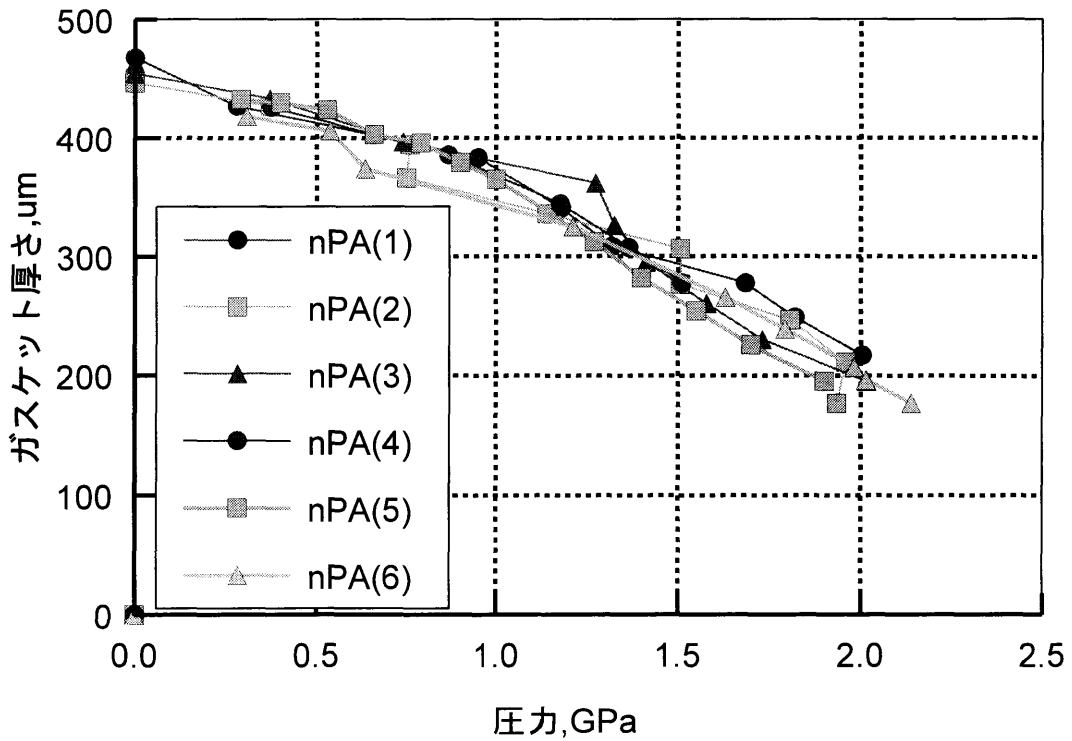


図 4-45 圧力-ガスケット厚さ関係

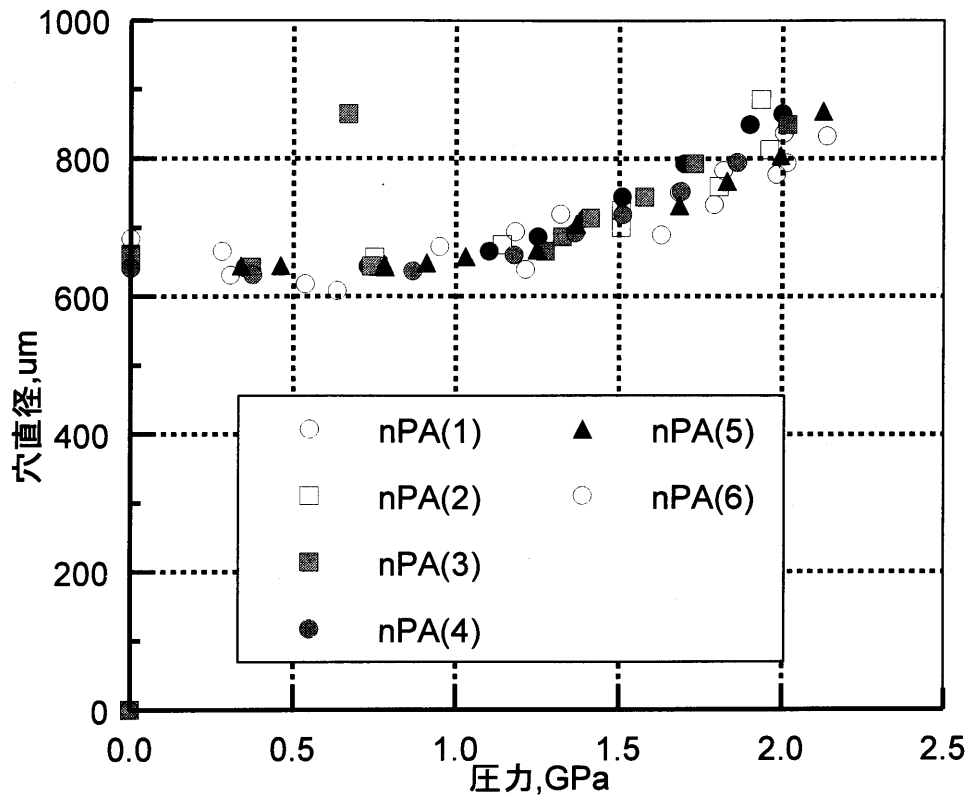


図 4-46 圧力-ガスケット穴直径関係

第 5 章 結論

すでに確立されている 0.8GPa までの潤滑油の簡便な高圧粘度測定法を 2GPa まで拡張するため、Bridgman による高圧粘度データのあるアルコール類などを用いて圧力較正図を作成し、それらを用いてエステル油、エタノール、静水圧媒体油の高圧粘度を評価した。結果を以下にまとめる。

- (1) 空加圧ねじ回転角の再現実験において、従来のデータに比べばらつきが大きかった。これは本装置ではアルコール類の低圧、低粘度のデータ測定が不可能なことによると考えられる。
- (2) エステル油の DOS、イソプロピルアルコールなど 6 種類の既知液体で求めた 2GPa までの圧力較正図は液体間でほぼ一致し、再現性も確認することができた。
- (3) 上記の圧力較正図を用いてエステル油、エタノールの既知データのない 1GPa ~ 2GPa までの高圧粘度を評価した結果、高圧粘度の片対数グラフにおいて 1GPa までの既知データの外挿線とことなり下に凸の特性であることがわかった。静水圧媒体油の高圧粘度特性はグラフの勾配が DOS に比べ 3 分の 2 ほどと小さく、これは静水圧圧力が高いことに寄与すると考えられる。

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准教授，松井正仁准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，岩崎辰哉氏，森田和茂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.Okamoto : Numerical Analysis of Lubrication in a Journal Bearing by a Thermelastohydrodynamic Lubrication (TEHL) Model, *Int. J. Engine Res.*, 6 (2005) 95.
- (2) C. R. Evans & K. L. Johnson : Regimes of Traction in Elastohydrodynamic Lubrication, *Proc. Instn. Mech. Eng.*, 200, C5 (1986) 313.
- (3) 大野信義・服部信祐・桑野則行・平野富士夫 : 高圧下の限界せん断とトラクション特性(第1報), *潤滑*, 33, 12 (1988) 922.
- (4) Y. Nakamura, M. Tsunoda, T. Matsui & I. Fujishiro : Evaluation of High Viscosity of Solidified Lubricants at High Pressure by Rayleigh Light Scattering and Photon Correlation Technique, *JSME Int. J.*, C, 44, 1 (2001) 237.
- (5) 中村裕一・三田和之・松保英紀 : 2GPa, 200℃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.
- (6) Y. Nakamura, I. Fujishiro & Y. Masui : High-Pressure Viscoelastic Measurement of Lubricants by Stress Relaxation, *JSME Int. J.*, III, 33, 2 (1990) 206.
- (7) Y.Nakamura, I. Fujishiro, K. Nishibe & H. Kawakami : Measurement of Physical Properties of Lubricants under High Pressure by Brillouin Scattering in a Diamond Anvil Cell, *ASME J. Trib.* 117 (1995) 519.
- (8) 中村裕一・伊藤貴司・松井正仁 : ダイヤモンドアンビルセル高圧装置の簡易圧力評価法確立と潤滑油の高圧粘度測定, *トライボロジスト* 投稿中.
- (9) P.W.Bridgman, VISCOSITIES TO 30,000 kg/cm², *Proc. Am. Acad. Arts. Sci.*,77 (1949) p.124.
- (10) P.W.Bridgman, The Effect of Pressure on the Viscosity of Forty-Three Pure Liquids, *Proc.Am.Acad.Arts.Sci.*, Vol.61 (1926), p.57-99.
- (11) アイリング : 絶対反応速度論 (下), 吉岡書店, (1964), p.496.
- (12) 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.
- (13) 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.
- (14) S.Yasutomi,他 2 名, *Trans.ASME,J.Trib.*,106 (1984) 291.
- (15) 安富 清治郎 : 潤滑油のレオロジー, *潤滑*, 32, 6, (1987), p.394.
- (16) Scott Bair・Jacek Jarzynski・Ward O. Winer : The temperature, pressure and time dependence

- of lubricant viscosity ,Tribology International 34 (2001) 461-468.
- (17) 中村 裕一・三田 和之・松保 英紀：2GPa,200℃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.
- (18) 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.
- (19) 松弘 智：昭和59年度修士論文（三重大学工学部）（1985）.
- (20) 藤城ら：機械学会論文集，53-494，（1987），p.2121.
- (21) 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.
- (22) 奈良 俊樹：平成17年度修士論文（三重大学工学部）（2005）.
- (23) 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）.
- (24) 伊藤 貴司：平成18年度修士論文（三重大学工学部）（2006）.
- (25) 池田 崇：平成19年度修士論文（三重大学工学部）（2007）.
- (26) 村木 正芳：後年度指数鉱油の粘度-圧力-温度特性とEHLトラクション（2007）.
- (27) 村田 恵三・有本 太郎・吉野 治一・青山 昌二・岡田 太平：室温高圧固化媒体の開発<Daphne 7474>，高圧力の科学と技術 Vol.17 特別号（2007），p.11
- (28) Keizo Murata・Keiichi Yokogawa・Harukazu YOSHINO・Stefan Klotz・Pascal Munsch・Akinori Irizawa・Mototsugu Nishiyama・Kenzo Iizuka・Takao Nanba。Tahei Okada・Yoshitaka Shiraga・Shoji Aoyama：Pressure transmitting medium Daphne 7474 solidifying at 3.7GPa at room temperature，REVIEW OF SCIENTIFIC INSTRUMENTS 79，085101（2008），p.79-85

付録1 粘度算出プログラム (yn.n 粘度計算 (nPA) 常圧 .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) = PA04 (2)				
PMA := 0	圧力 (MPa)	$n_0 := 1.43$	常圧屈折率 1.45	トラクション油 1.5
$A := \frac{53.16}{2}$	球半径 (μm)			
$L1 := \frac{331.28}{2}$	圧力室厚さ/2 (μm) 屈折率1の時	$REF1 := \frac{(n_0)^2 - 1}{(n_0)^2 + 2} + \frac{0.00059PMA}{1 + 0.0017HPMA} \frac{(n_0)^2 - 1}{(n_0)^2 + 2}$		
$R := \frac{665.36}{2}$	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 = 1.43	高圧屈折率
V0 := 2.008	常圧粘度 (mPas)	L = 236.865		圧力室厚さ/2 (μm)
ROLO = 0.8053	常温試料油密度 (g/cm ³) KTF1のみ 0.96	AL := $\frac{A}{L}$	AL = 0.112	
ROS := 8.471534	球密度 (g/cm ³)			
ROLO := ROLO $\frac{1}{1 + 6.61210^{-4} \cdot (T - 297)}$				
ROL := ROLO $\left(1 + \frac{0.00059 \cdot PMA}{1 + 0.0017HPMA}\right)$			高圧試料油密度	
ROLO = 0.805			ROL = 0.805	(g/cm ³)
SEC := 0.03	(s) 落下時間			
DIV := 99.44	(μm)	$V := \frac{DIV}{SEC}$	V = 3.31510 ³	($\mu\text{m/s}$)
GAL1 := $(1 - 1.695AL + 2.719AL^2 - 4.359AL^3 + 2.195AL^4 + 0.140AL^5)$				
GAL2 := $\exp(-2.719AL^2)$				
GAL := GAL1 * GAL2				
AAL := $1.197 - 1.344AL + 0.313AL^2$				
LGAL := 1 - AL - GAL				
GMA := LGAL $\left[1 - \exp\left(-AAL \cdot \left(\frac{R}{L} - 1\right)\right)\right] + GAL$			GMA = 0.837	
VISa := $\frac{(ROS - ROD) \cdot 9.81 \cdot 2 \cdot A^2}{9 \cdot V}$				
VISa = 3.562	見かけの粘度			
VIS := GMA * VISa				
VIS = 2.981	(mPas)			
ALPHA := $\frac{\ln \frac{VIS}{V0}}{PMA \cdot 10^{-3}}$		ALPHA =		1/GPa

付録2 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)

$\eta_{REF}:=10^7$ Pa·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:=0.721 (GPa)

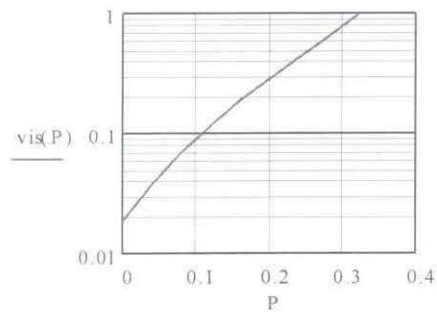
$\eta(pp)=32.305$ (Pa·s)

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

ALPHA=10.362
1/GPa

P	$\eta(P)$
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

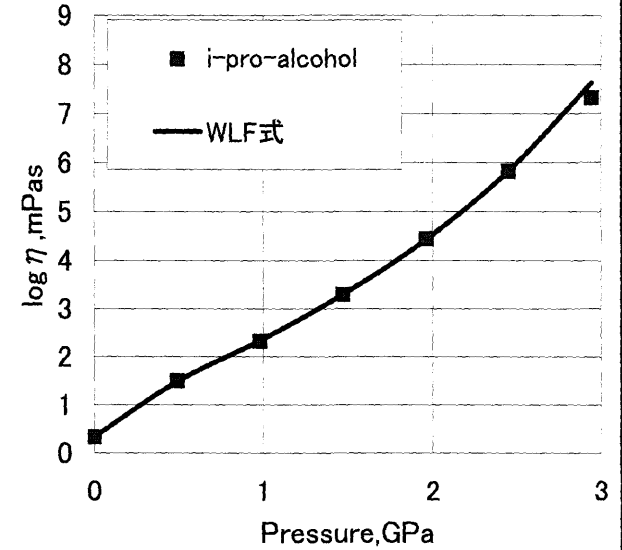
粘度 (Pa·s)



iPA BridgmanWLF圧力逆算プログラム

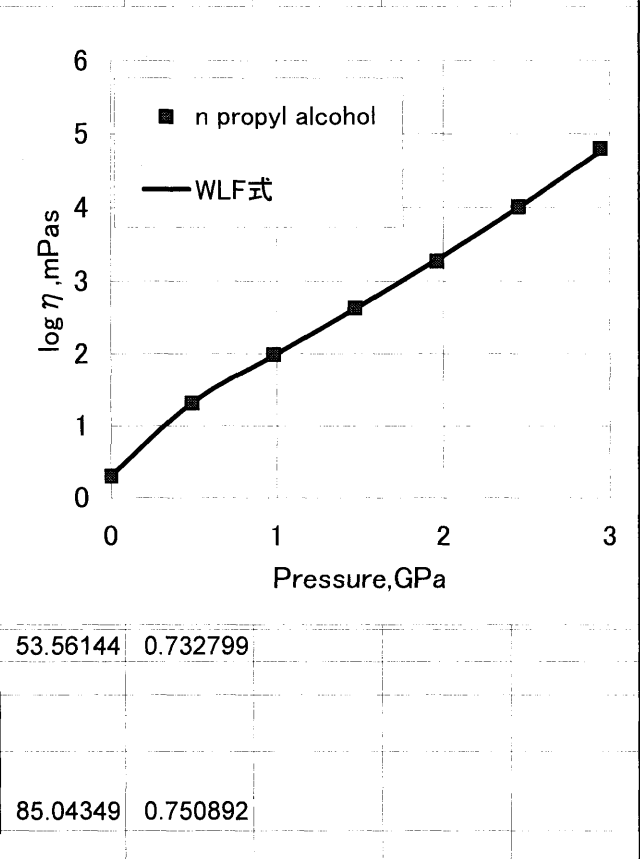
三重大学大学院 工学研究科

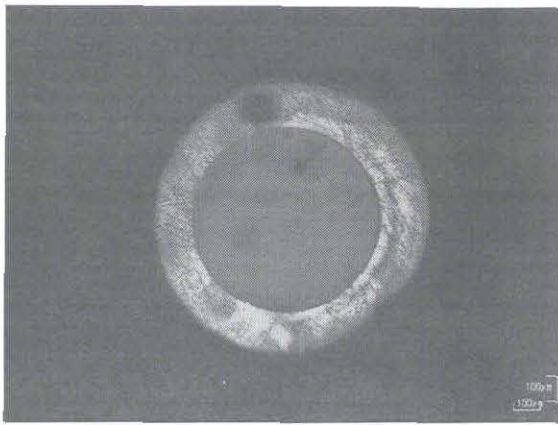
	Mug/Pas	Tgo/C	A1/C	A2/1/GPa	B1	B2/1/GPa	C1	C2/C		
			114.52	0.292	0.117	31.630	11.47	14.69		
DOS	10 ⁷	-89.7	111.50	0.558	0.217	25.300	11.17	31.69		
SN50	10 ⁷	-54.7	76.77	3.348	0.282	17.47	10.96	26.59		
i-pro-alcohol	10 ⁷	-165	134.36	0.899	0.092	101.743	11.00	26.00		
i-pro-alcohol			156.5249	2.29036956	0.781255	10.9634581		5.25752299		
η (exp)/ η (WLF)			in Pa.s	log η (exp)	log η (WLF)			η (WLF, Pas)		
error	T, C	p/GPa	η (exp)	mPas	mPas	square error	重み			
	24	0								
	24	0.4905								
0.99948238	24	0	0.002138	0.3300077	0.330233	5.0561E-08		0.00213911		
1.0282261	24	0.4905	0.031478	1.49800768	1.485919	0.00014613	1	0.03061393		
0.95580154	24	0.981	0.208933	2.32000771	2.33964	0.00038543	1	0.21859488		
0.99070678	24	1.4715	1.949879	3.2900077	3.294063	1.6442E-05	1	1.96816981		
1.044171	24	1.962	27.92593	4.4460077	4.427236	0.00035237		26.744598		
0.98413306	24	2.4525	660.7052	5.8200077	5.826954	4.8249E-05		671.357553		
0.49286348	24	2.943	20701.78	7.3160077	7.623281			42003.0724	15.17356	0.472271
						0.00094868				
		逆算圧力 入力(Gpa)						比較する粘 度(mPas)		
	24	0.981	0.208933	2.32000771	2.33964	0.00038543	1	218.595	104.0297	0.573278



nPA BridgmanWLF圧力逆算プログラム

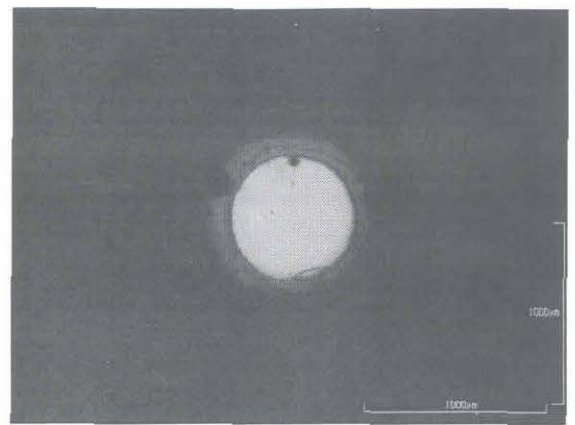
	Mug/Pas	Tgo/C	A1/C	A2/1/GPa	B1	B2/1/GPa	C1	C2/C			
i-pro-alcohol	0	-165	114.52	0.292	0.117	31.630	11.47	14.69			
DOS	10 ⁷	-89.7	134.36	0.899	0.092	101.743	11.00	26.00			
SN50	10 ⁷	-54.7	111.50	0.558	0.217	25.300	11.17	31.69			
n-propyl alco	10 ⁷	-165	76.77	3.348	0.282	17.47	10.96	26.59			
			118.18	0.729	0.043	164.509	12.48	54.22			
n-propyl alcohol(1プロパノール)			156.5249	2.29036956	0.781255	10.9634581		5.25752299			
η (exp)/ η (WLF)			in Pa.s	log η (exp)	log η (WLF)	η (WLF, Pas)					
error	T, C	p/GPa	η (exp)	mPas	mPas	square error	重み				
0.99836906	24	0	0.002008	0.30276371	0.303473	5.0252E-07		0.00201128			
0.98672854	24	0.4905	0.020738	1.31676373	1.322566	3.3667E-05	1	0.02101677			
1.02646794	24	0.981	0.096998	1.98676372	1.975418	0.00012872	1	0.09449707			
1.02104884	24	1.4715	0.42733	2.63076371	2.621717	8.1839E-05	1	0.41852094			
0.95051534	24	1.962	1.856794	3.26876371	3.290805	0.0004858		1.95346024			
1.02731995	24	2.4525	10.25094	4.01076371	3.999058	0.00013702		9.97833287			
1.10281846	24	2.943	63.49854	4.80276371	4.76026			57.5784118	53.56144	0.732799	
						0.00086755					
逆算圧力 入力(Gpa)									比較する粘 度(mPas)		
24	1.934		0.208933	2.32000771	3.251691	0.8680344	1	1785.22	85.04349	0.750892	





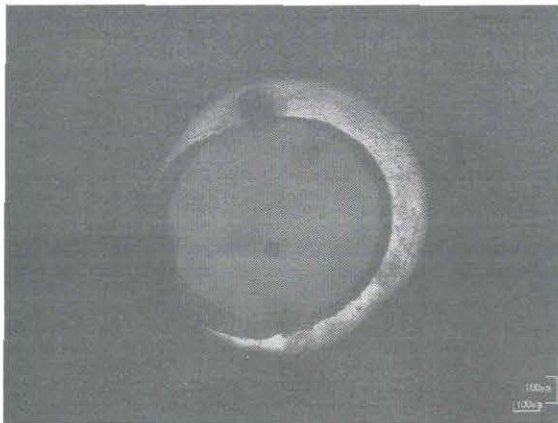
DOS (8) ダイヤモンド常圧表.JPG

2007. 12. 17 11:54:00



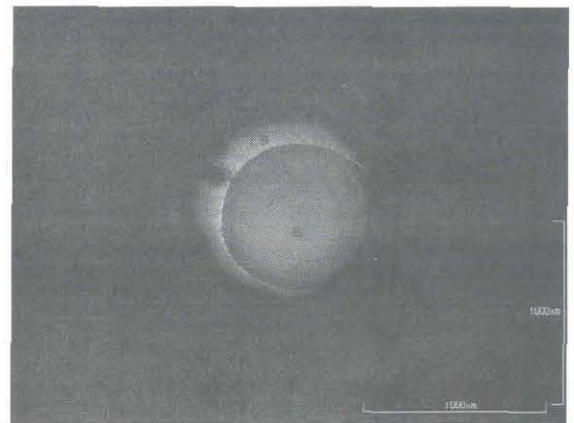
DOS (8) ダイヤモンド常圧裏.JPG

2007. 12. 17 11:55:00



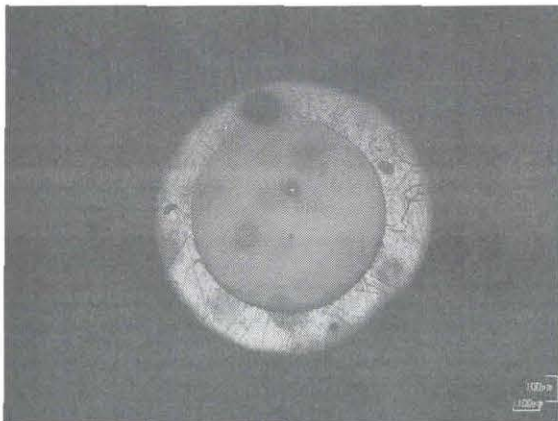
DOS (8) ダイヤモンド最高圧表.JPG

2008. 01. 22 14:36:00



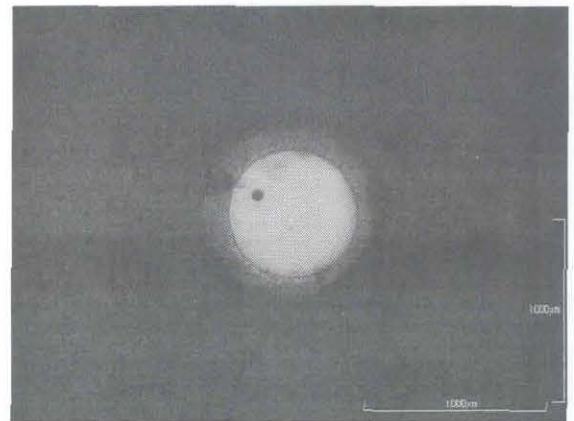
DOS (8) ダイヤモンド最高圧裏.JPG

2008. 01. 22 14:37:00



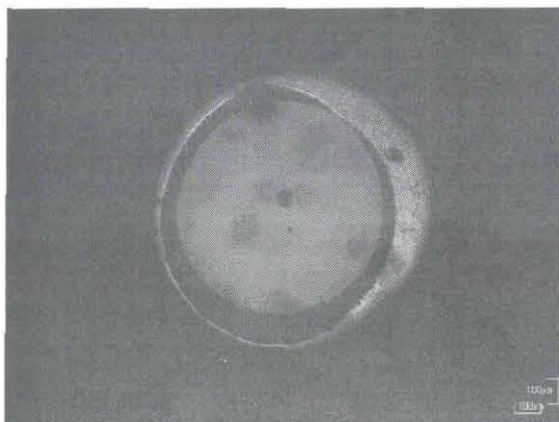
PA04 (5) ダイヤモンド常圧表.JPG

2008. 01. 25 13:27:00



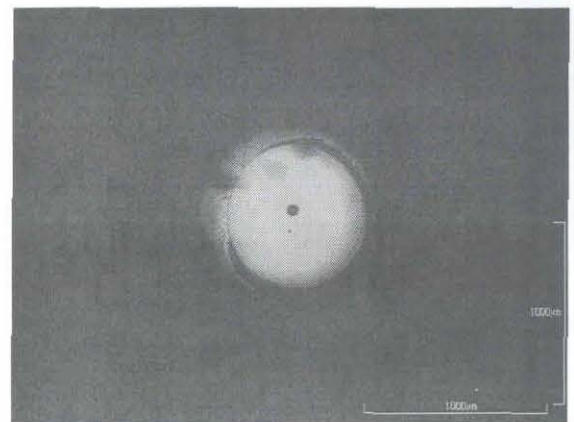
PA04 (5) ダイヤモンド常圧裏.JPG

2008. 01. 25 13:28:00



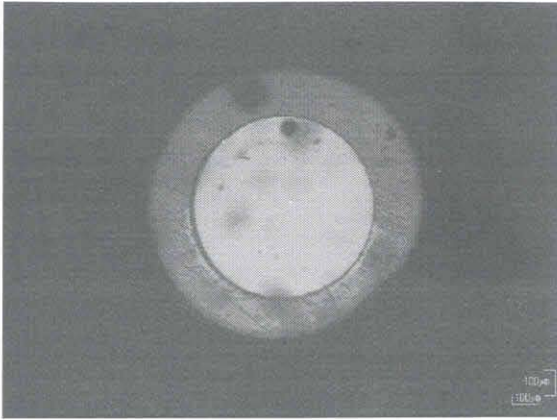
PA04 (5) ダイヤモンド最高圧表.JPG

2008. 02. 14 14:47:00



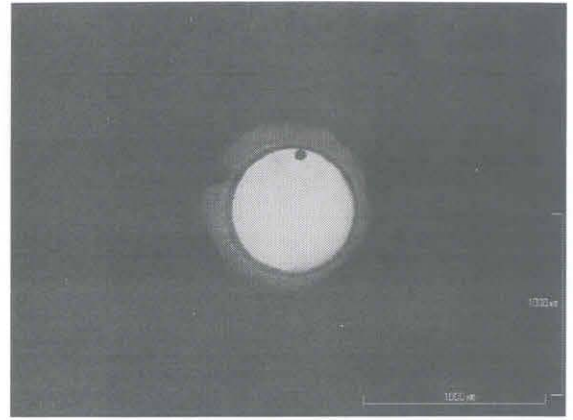
PA04 (5) ダイヤモンド最高圧裏.JPG

2008. 02. 14 14:48:00



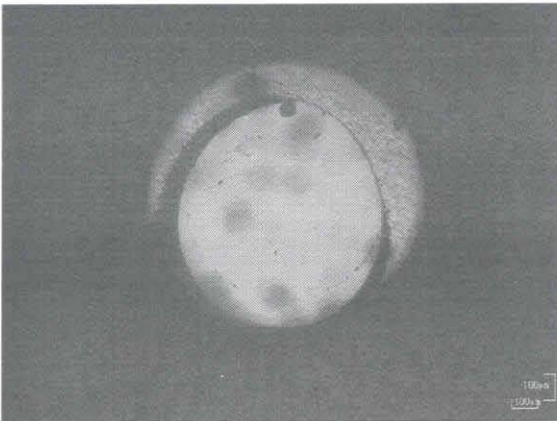
iPA(5) ダイヤモンド常圧表.JPG

2007.11.19 11:21:00



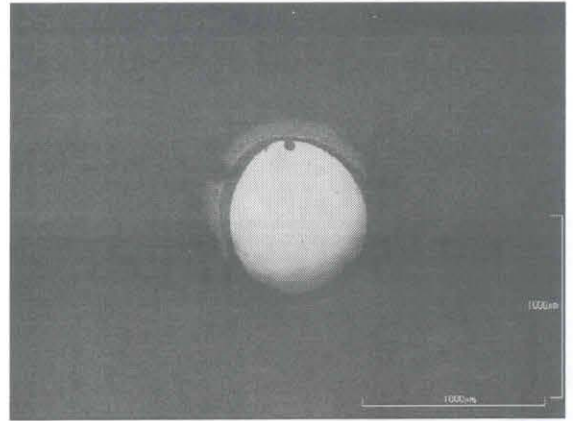
iPA(5) ダイヤモンド常圧裏.JPG

2007.11.19 11:22:00



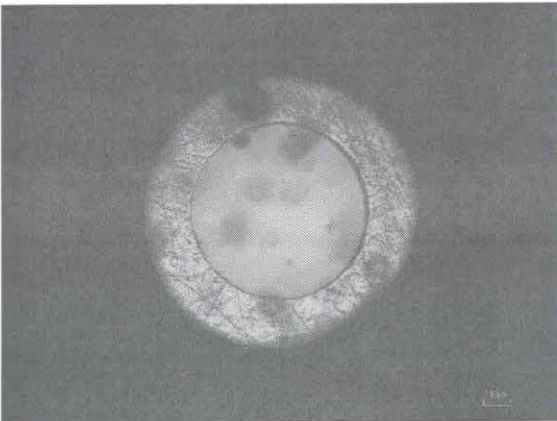
iPA(5) ダイヤモンド最高圧表.JPG

2007.11.27 02:46:00



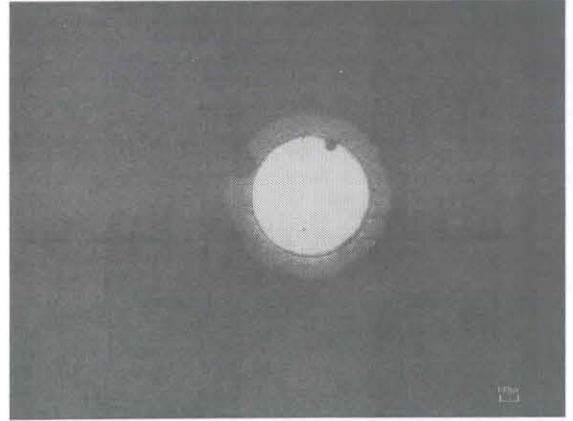
iPA(5) ダイヤモンド最高圧裏.JPG

2007.11.27 02:46:00



nPA(5) ダイヤモンド常圧表.JPG

2008.04.14 14:47:49



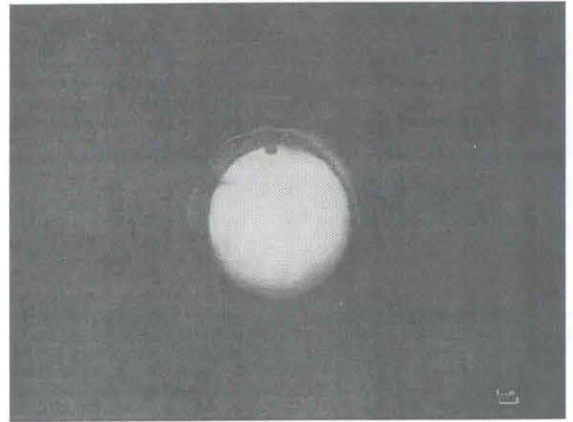
nPA(5) ダイヤモンド常圧裏.JPG

2008.04.14 14:49:01



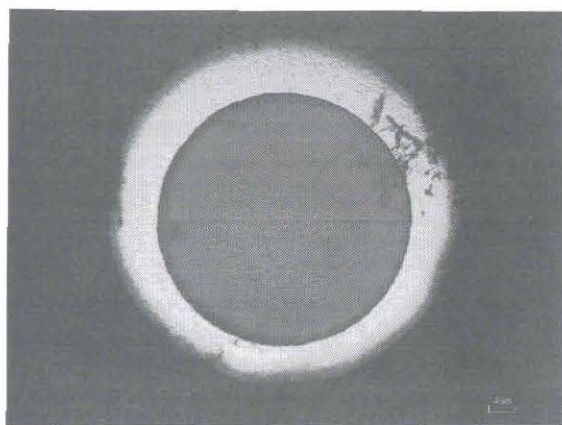
nPA(5) ダイヤモンド最高圧表.JPG

2008.05.01 15:55:46



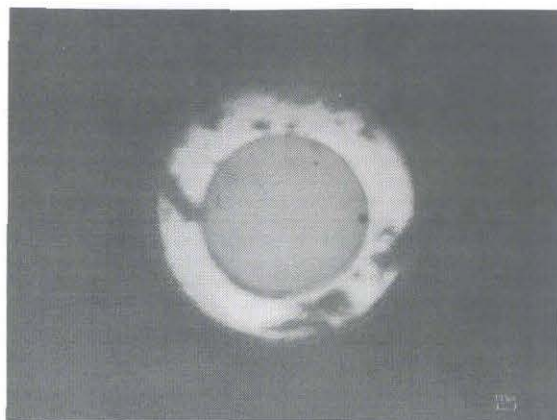
nPA(5) ダイヤモンド最高圧裏.JPG

2008.05.01 15:56:42



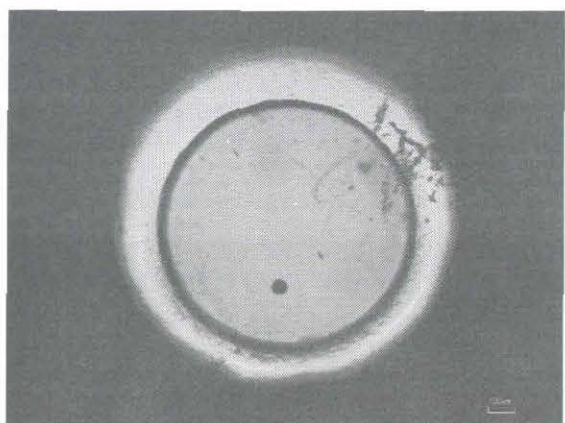
DOS (1) サファイア常圧表. JPG

2008. 12. 03 14:16:46



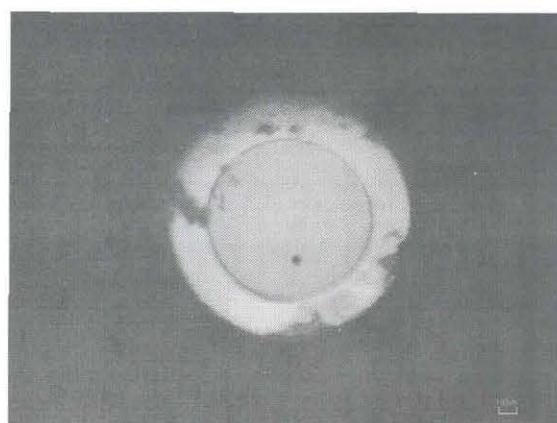
DOS (1) サファイア常圧裏. JPG

2008. 12. 03 14:18:18



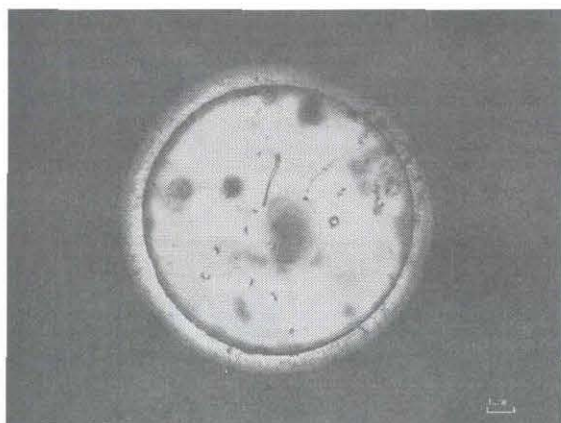
DOS (1) サファイア最高圧表. JPG

2008. 12. 08 18:37:32



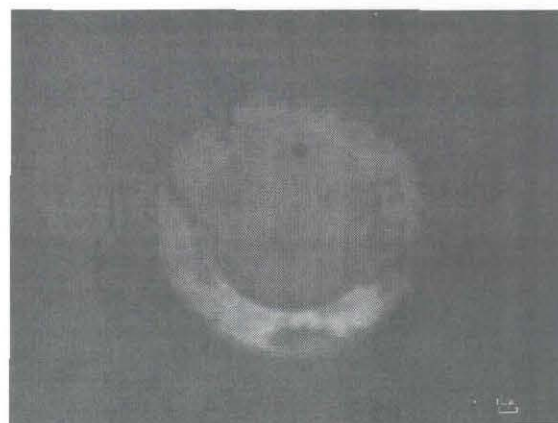
DOS (1) サファイア最高圧裏. JPG

2008. 12. 08 18:39:02



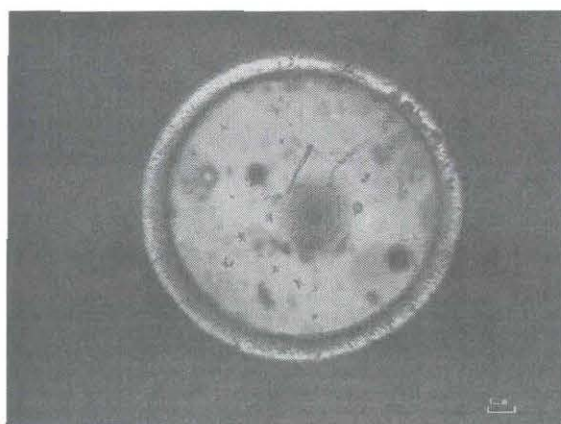
nPA (1) サファイア常圧表. JPG

2008. 05. 21 11:25:00



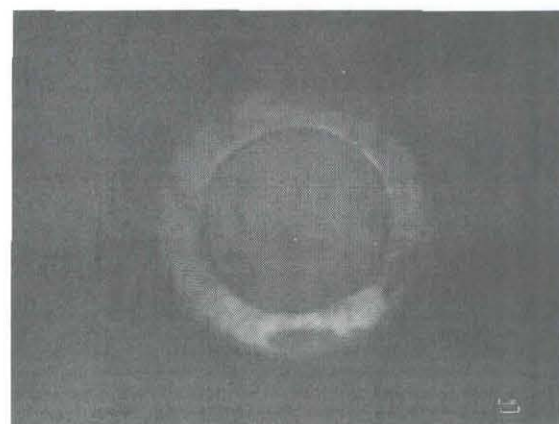
nPA (1) サファイア常圧裏. JPG

2008. 05. 21 11:25:47



nPA (1) サファイア最高圧表. JPG

2008. 05. 27 14:14:17

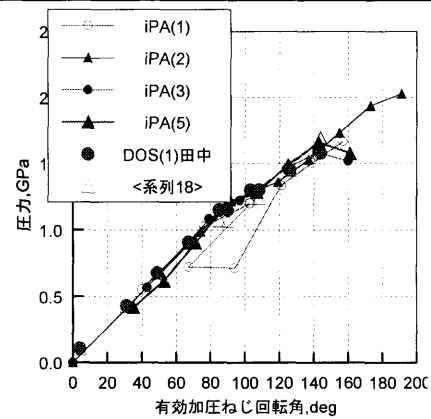
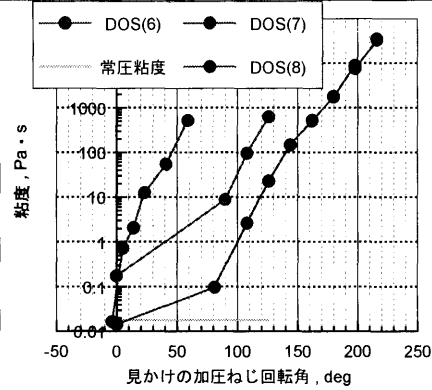
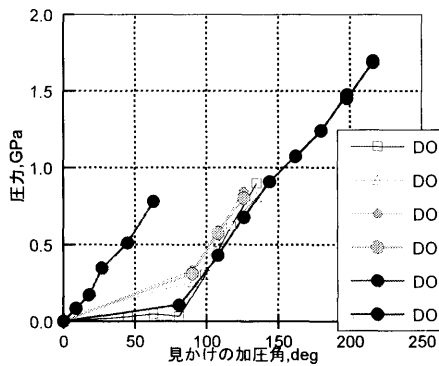
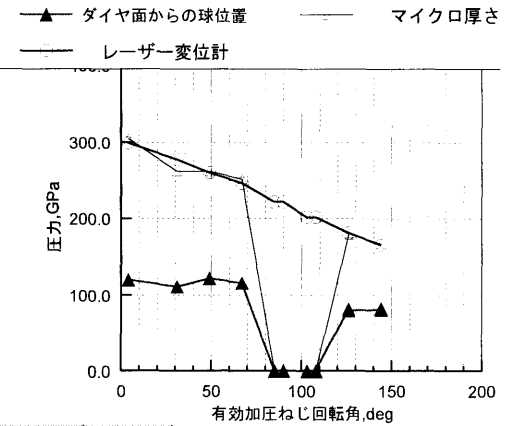


nPA (1) サファイア最高圧裏. JPG

2008. 05. 27 14:13:26

付録4 実験詳細データ例 DOS

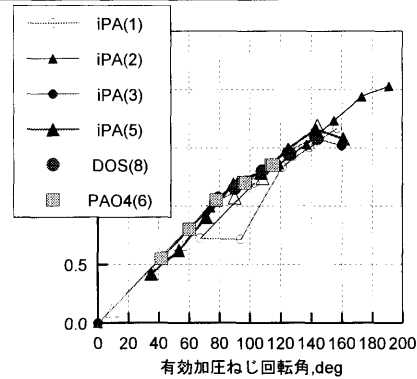
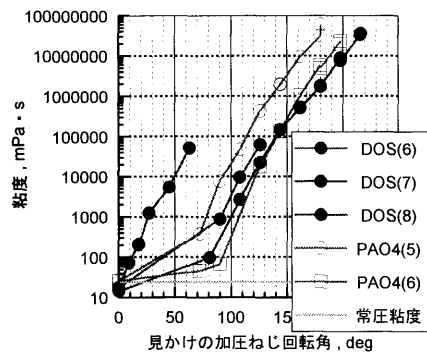
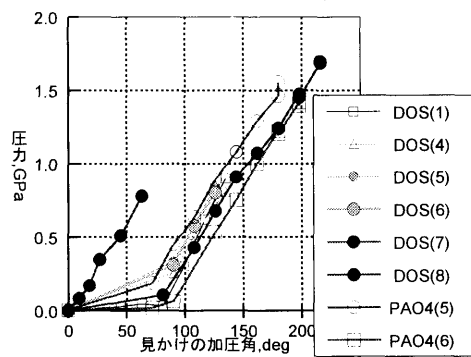
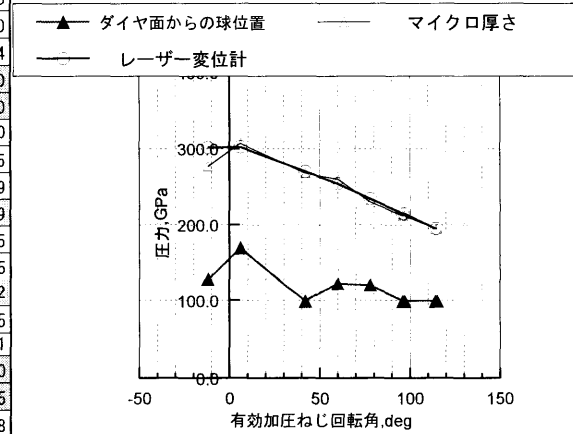
空加圧回転角		77	53.47	PCu	Φ0.7	0.5t	DOS(2)		球直径=		57.44	←	56.76	58.11
DOS(8)	屈折率逆算	常圧	1回目	2回目	3回目	4回目	5回目	5回目2	6回目	6回目2	7回目	7回目2	8回目	8回目2
日付		12/17	12/17	12/17	12/17	12/17	12/19	12/19	12/19	12/21	12/27	1/11	1/15	1/18
測定温度 (°C)		24	24	24	24	24	24		24	24	24	24	24	24
メモリ増加分		0	56.25	75.00	87.50	100.00	112.50	112.50	125.00	125.00	137.50	137.50	150.00	150.00
見かけの加圧角 (°)	0	0	81	108	126	144	162	162	180	180	198	198	216	216
有効加圧角 (°)			4	31	49	67	85	90	103	108	126	126	144	144
等価円筒直径 (μm)		683.81	674.70	667.31	666.40	675.76	694.04	694.04	726.07	726.07	755.25	755.25		
1目盛 (μm)		99.44	99.44	99.44	99.44	99.44	178.29	236.15	432.08	470.61	202.43	215.25		
落下時間 (s)		0.12	0.82	22.7	196.95	1290.79	8400.00	10800.00	70380.00	75000.00	166440.00	151200		
常圧粘度文献値 (Pa·s)		0.0176	0.0176	0.0176	0.0176	0.0176	0.0176	0.0176	0.0176	0.0176	0.0176	0.0176		
粘度 _{yn. nVIS} (mPa·s)		14.354	96.926	2632	22540	146400	524500	508400	1789000	1750000	8875000	7576000		
粘度 _{yn. nVIS} (Pa·s)		0.014354	0.096926	2.632	22.54	146.4	524.5	508.4	1789	1750	8875	7576		
ダイヤモンドごみピント (μm)		5452.00	5560.00	5028.00	5008	4970					0	0		
ダイヤモンドごみピント (μm)		5750.00	5865.00	5290.00	5270	5222					179	181		
球ピント位置 (μm)		5562	5680	5139	5130	5086					82	80		
ダイヤモンドから球ピント位置 (μm)		110	120	111	122	116	0	0	0	0	82	80		
ダイヤモンド間半距離 (N=1)		149	152.5	131	131	126	0	0	0	0	89.5	90.5		
ダイヤモンド間距離 (N=1)		298	305	262	262	252	0	0	0	0	179	181		
レーザーN=1 厚さ (μm)		314.80	299.12	277.28	259.84	246.28	221.52	221.52	201.76	201.76	180.96	180.96		
高圧屈折率REF	1.421	1.448	1.479	1.546	1.579	1.603	1.616	1.616	1.628	1.628	1.641	1.641		
実際の厚さ (μm)	463.2	455.83	442.40	428.67	410.29	394.79	357.98	357.98	328.47	328.47	296.96	296.96		
推定圧力 (GPa)		0.000	0.107	0.430	0.678	0.908	1.150	1.150	1.300	1.300	1.450	1.450		
WFL逆算圧力PP (GPa)		0.000	0.107	0.430	0.678	0.908	1.074	1.070	1.242	1.239	1.475	1.452	1.686	1.697
圧力-粘度係数 (1/GPa)			16.019	11.652	10.560	9.941	9.592	9.599	9.281	9.286	8.900	8.934	8.575	8.557



実験詳細データ例 PA04

空加圧回転角 84 52.00 PCu ϕ 0.7 0.5t PA04(6) 球直径= 49.77 ← 49.77 49.77

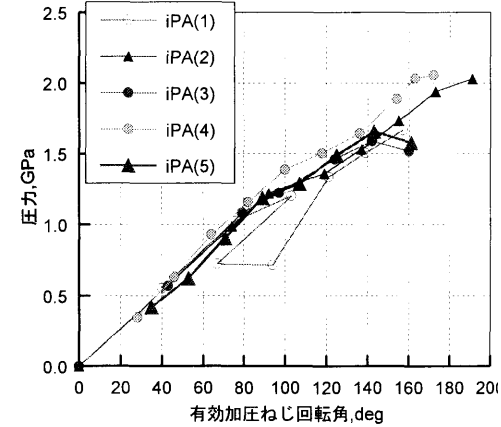
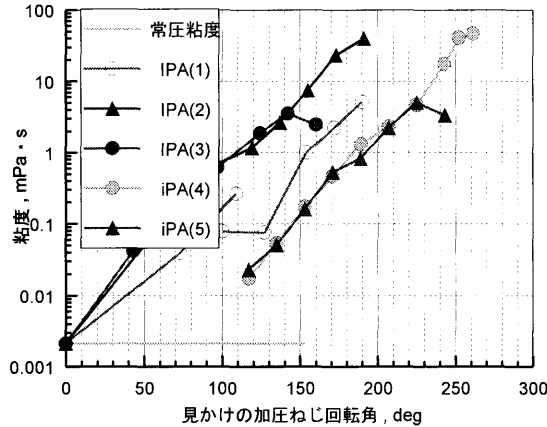
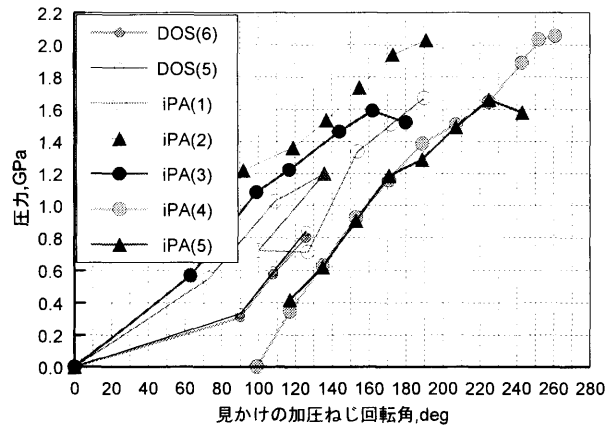
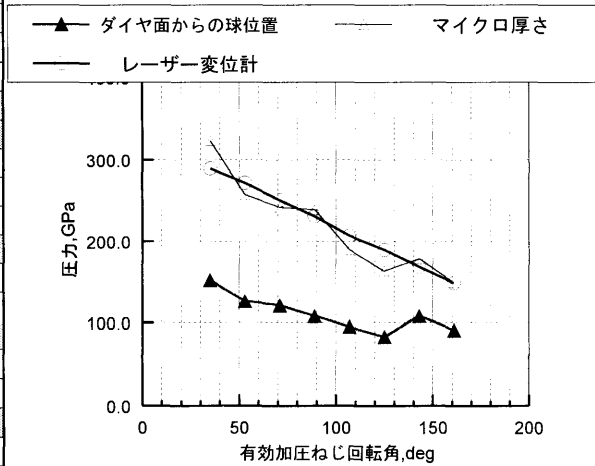
PA04(6)	屈折率逆算 常圧		1回目	2回目	3回目	4回目	5回目	6回目	6回目2	7回目	7回目2
日付			2/21	2/28	2/28	2/29	3/4	3/4	3/6	3/7	3/10
測定温度 (°C)			24	24	24	24	24	24	24	24	24
メモリ増加分			0	50.00	62.50	87.50	100.00	112.50	125.00	137.50	137.50
見かけの加圧角 (°)	0		0	72	90	126	144	162	180	198	198
有効加圧角 (°)			0	-12	6	42	60	78	96	97	114
等価円筒直径 (μ m)			691.56	685.89	684.54	669.50	666.15	676.78	694.81	694.81	722.13
1目盛 (μ m)			99.44	99.44	99.44	99.44	99.44	99.44	110.26	138.34	32.07
落下時間(s)			0.22	0.52	0.77	210.92	1584.08	12671.85	78000.00	82200.00	92100.00
常圧粘度文献値 (mPa·s)			24	24	24	24	24	24	24	24	24
粘度yn. nVIS (Pa·s)			25.768	45.421	67.199	17980	133800	1059000	5816000	4886000	23350000
粘度yn. nVIS (mPa·s)			0.025768	0.045421	0.067199	17.98	133.8	1059	5816	4886	23350
ダイヤ1ごみピント (μ m)			5050.00	4646.00	4602.00	4631	4892	4909	0	0	0
ダイヤ2ごみピント (μ m)			5376.00	4923.00	4909.00	4899	5152	5139	212	212	195
球ピント位置 (μ m)			5210	4775	4772	4730	5015	5030	99	99	99
ダイヤ1から球ピント位置 (μ m)			160	129	170	99	123	121	99	99	99
ダイヤ間半分距離 (N=1)			163	138.5	153.5	134	130	115	106	106	97.5
ダイヤ間距離 (N=1)			326	277	307	268	260	230	212	212	195
レーザーN=1 厚さ (μ m)			316.00	301.52	302.08	270.00	254.00	234.24	214.48	214.48	195.12
高圧屈折率REF	1.437		1.431	1.440	1.447	1.514	1.529	1.542	1.550	1.549	1.556
実際の厚さ (μ m)	473.2		452.20	434.19	437.11	408.78	388.37	361.20	332.44	332.23	303.61
推定圧力 (GPa)						0.550	0.800	1.050	1.200	1.200	1.350
ローランズ逆算圧力PP (GPa)			0.004	0.019	0.064	0.535	0.752	1.001	1.224	1.200	1.418
圧力-粘度係数 (1/GPa)			17.770	33.575	16.088	12.374	11.471	10.686	10.129	10.183	9.723



実験詳細データ例 iPA

空加圧回転角 82 0.00 PCu $\Phi 0.7$ 0.5t iPA(5) 球直径= 62.28 ← 62.95 61.6

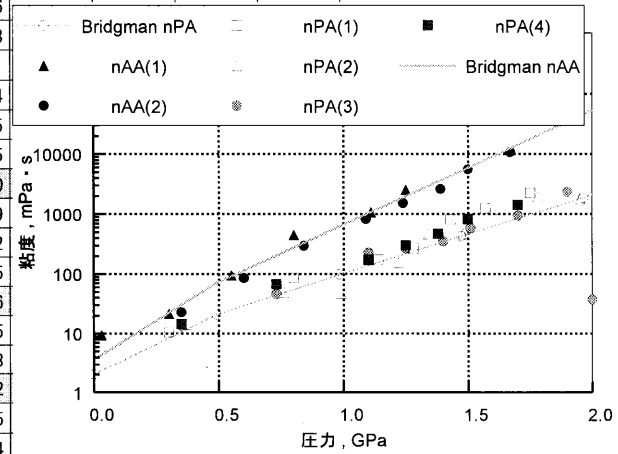
iPA(5)	屈折率逆算 常圧	1回目	2回目	3回目	4回目	5回目	6回目	7回目	8回目	9回目	
日付		11/16	11/16	11/19	11/19	11/20	11/20	11/26	11/26	11/26	
測定温度 (°C)		24	24	24	24	24	24	24	24	24	
メモリ増加分		0	68.75	81.25	93.75	106.25	118.75	131.25	143.75	156.25	168.75
見かけの加圧角 (°)	0	0	99	117	135	153	171	189	207	225	243
有効加圧角 (°)				35	53	71	89	107	125	143	161
等価円筒直径 (μm)				676.54	673.32	677.29	693.33	713.58	736.18	782.97	809.83
1目盛 (μm)		99.44	99.44	99.44	99.44	99.44	99.44	99.44	99.44	99.44	99.44
落下時間 (s)		-	-	0.17	0.38	1.21	4.06	6.44	17.79	41.11	28.09
常圧粘度文献値 (Pa·s)		0.00214	0.00214	0.00214	0.00214	0.00214	0.00214	0.00214	0.00214	0.00214	0.00214
粘度yn.nVIS (mPa·s)				23.124	51.02	160.024	529.889	824.962	2242	5062	3337
粘度yn.nVIS (Pa·s)				0.023124	0.05102	0.160024	0.529889	0.824962	2.242	5.062	3.337
ダイヤモンド1ごみポイント (μm)				5818.00	5882	4929	5081	4935	4957	5012	4761
ダイヤモンド2ごみポイント (μm)				6141.00	6139	5171	5320	5125	5121	5191	4911
球ポイント位置 (μm)				5971	6008	5050	5189	5030	5040	5120	4852
ダイヤモンド1から球ポイント位置 (μm)		0	0	153	126	121	108	95	83	108	91
ダイヤモンド間半距離 (N=1)		0	0	161.5	128.5	121	119.5	95	82	89.5	75
ダイヤモンド間距離 (N=1)		0	0	323	257	242	239	190	164	179	150
レーザーN=1 厚さ (μm)				289.52	271.44	250.32	230.88	206.96	189.84	169.44	149.36
高圧屈折率REF	1.596			1.459	1.482	1.506	1.523	1.528	1.538	1.544	1.541
実際の厚さ (μm)	482.0	0.00	0.00	422.41	402.27	376.98	351.63	316.23	291.97	261.62	230.16
Br idgman逆算圧力PP (GPa)				0.420	0.620	0.906	1.187	1.286	1.489	1.660	1.579
圧力-粘度係数 (1/GPa)			1引数不正	5.672	5.112	4.764	4.642	4.630	4.671	4.680	4.656



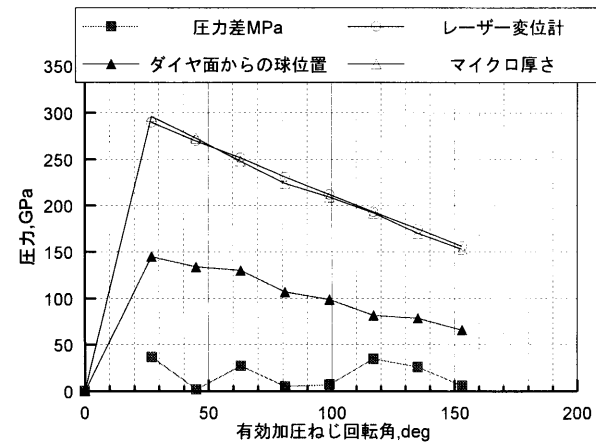
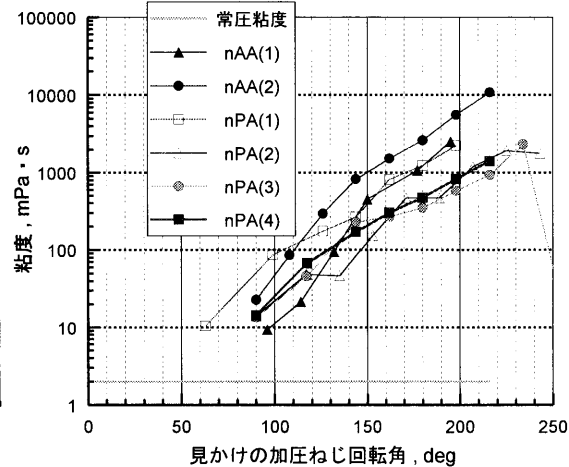
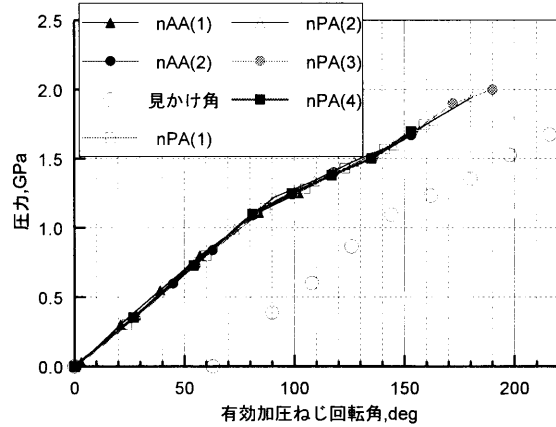
実験詳細データ例 nAA

空加圧回転角 対数粘度か =64-1 43.75 PCu Φ0.7 0.5t nAA(2) 球直径= 60.20 ← 60.88 59.51
 nプロピルアルコール 屈折率逆算 常圧 1回目 2回目 3回目 4回目 5回目 6回目 7回目 8回目 9回目

日付		9/13	9/13	9/13	9/25	9/28	10/1	10/1	10/1	10/1	10/2		
測定温度 (°C)		24	24	24	24	24	24	24	24	24	24		
メモリ増加分		0	0.00	62.50	75.00	87.50	100.00	112.50	125.00	137.50	150.00		
見かけの加圧角 (°)	0	0	63	90	108	126	144	162	180	198	216		
有効加圧角 (°)		0	0	27	45	63	81	99	117	135	153		
等価円筒直径 (μm)				634.21	627.56	634.00	647.06	667.99	692.22	722.28	761.31		
1目盛 (μm)		99.44	99.44	99.44	99.44	99.44	99.44	99.44	99.44	99.44	99.44		
落下時間 (s)		-	-	0.19	0.72	2.53	7.13	13.37	23.34	50.51	100.45		
常圧粘度文献値 (mPa・s)	3.645 (24°C)	3.645	3.645	3.645	3.645	3.645	3.645	3.645	3.645	3.645	3.645		
粘度 _{yn.nVIS} (mPa・s)		-	-	22.814	85.214	293.651	823.249	1524	2620	5560	10770		
ダイヤ1ごみピント (μm)				4682.00	5238	4080	4028	4041	5160	5142	4989		
ダイヤ2ごみピント (μm)				4978.00	5511	4328	4252	4250	5352	5312	5142		
球ピント位置 (μm)				4827	5372	4210	4135	4140	5242	5221	5055		
ダイヤ1から球ピント位置 (μm)		0	0	145	134	130	107	99	82	79	66		
ダイヤ間半距離 (N=1)		0	0	148	136.5	124	112	104.5	96	85	76.5		
ダイヤ間距離 (N=1)		0	0	296	273	248	224	209	192	170	153		
レーザーN=1 厚さ (μm)				289.60	270.00	251.76	231.04	211.92	193.12	174.80	155.92		
高圧屈折率REF	1.398			1.470	1.494	1.509	1.519	1.524	1.527	1.531	1.535		
実際の厚さ (μm)	269.2	0.00	0.00	425.71	403.38	379.91	350.95	322.97	294.89	267.62	239.34		
推定圧力PP (GPa)		0.000	0.000	0.350	0.600	0.840	1.090	1.240	1.390	1.500	1.670		
Bridgman逆算圧力PP (GPa)		0.000	0.000	0.386	0.602	0.867	1.095	1.233	1.356	1.526	1.676		
推定逆算圧力差 (MPa)		0.000		36.4	2.0	27.0	5.0	7.0	34.5	25.8	6.0		
圧力-粘度係数 (1/GPa)				!引数不正	5.240	5.253	5.225	4.972	4.868	4.732	4.887	4.785	



備考



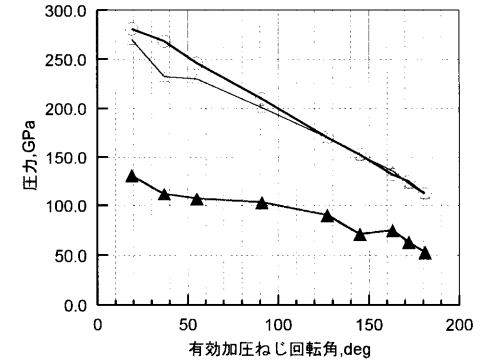
実験詳細データ nPA

空加圧回転角 対数粘度: 35 24.31 PCu Φ0.7 0.5t DOSダイヤモンド 球直径= 62.25 ← 62.68 61.82
 nPA(6) 屈折率逆: 常圧 1回目 1回目 2回目 3回目 4回目 5回目 6回目 7回目 8回目 9回目

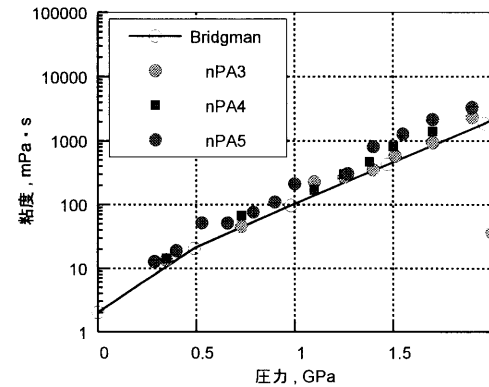
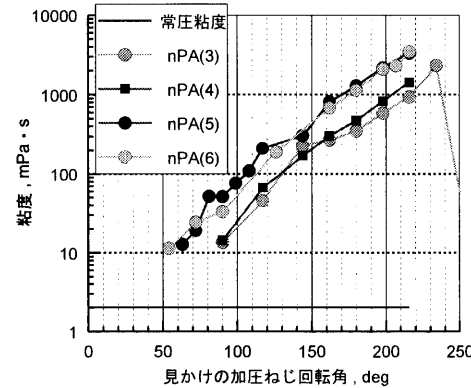
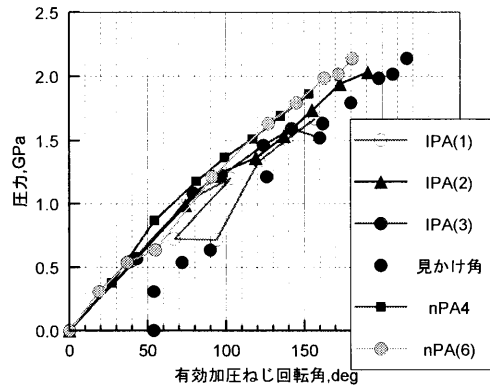
日付	6/10	6/10	6/12	6/12	6/16	6/16	6/18	6/18	6/19	6/20	6/20	
測定温度 (°C)	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	
メモリ増加分	0	37.5	37.50	50.00	62.50	87.50	112.50	125.00	137.50	143.75	150.00	
見かけの加圧角 (°)	0	0	54	54	72	90	126	162	180	198	216	
有効加圧角 (°)		0	19	37	55	91	127	145	163	172	181	
等価円筒直径 (μm)			630.75	618.04	607.99	638.56	689.28	732.92	776.40	793.26	832.10	
1目盛 (μm)	99.44		99.44	99.44	99.44	99.44	99.44	99.44	99.44	99.44	99.44	
落下時間(s)		球不動	0.09	0.21	0.29	1.71	6.38	10.87	20.81	23.53	36.80	
常圧粘度文献値 (mPa・s)	2.008 (24)	2.008	2.008	2.008	2.008	2.008	2.008	2.008	2.008	2.008	2.008	
粘度 _{yn} nVIS (mPa・s)			11.422	24.322	33.038	190.032	682.559	1136	2083	2309	3460	
			0.011422	0.024322	0.033038	0.190032	0.682559	1.136	2.083	2.309	3.46	
ダイヤ1ごみピント (μm)		nPA(6)	5129.00	4308.00	4155	4168	4918	4950	5012	5070	5050	
ダイヤ2ごみピント (μm)			5399.00	4540.00	4385	4369	5088	5102	5148	5193	5162	
球ピント位置 (μm)			5260	4420	4262	4271	5008	5021	5087	5133	5103	
ダイヤ1から球ピント位置 (μm)	0		131	112	107	103	90	71	75	63	53	
ダイヤ間半分距離 (N=1)	0		135	116	115	100.5	85	76	68	61.5	56	
ダイヤ間距離 (N=1)	0		270	232	230	201	170	152	136	123	112	
レーザーN=1 厚さ (μm)	295.78		280.60	268.16	245.76	209.60	170.00	152.64	132.08	125.04	112.68	
高圧屈折率REF	1.548		1.490	1.514	1.521	1.550	1.561	1.565	1.568	1.569	1.57	
実際の厚さ (μm)	458.0	0.00	418.09	405.99	373.80	324.88	265.37	238.88	207.10	196.19	176.91	
推定圧力PP (GPa)												
Bridgman逆算圧力PP (GPa)			0.000	0.306	0.537	0.635	1.212	1.630	1.792	1.982	2.014	2.138
推定逆算圧力差 (MPa)		0.000	0.000	305.5	536.7	635.11	1212	1630	1792	1981.9	2013.8	2137.6
圧力-粘度係数 (1/GPa)			5.690	4.647	4.410	3.754	3.576	3.537	3.504	3.500	3.486	
壁補正係数	0.795		0.799	0.794	0.782	0.767	0.740	0.724	0.694	0.680	0.652	

備考 1回目球がくっついたので減圧後、球を入れなおした。

▲ ダイヤ面からの球位置 ——— マイクロ厚さ
 ——— レーザー変位計



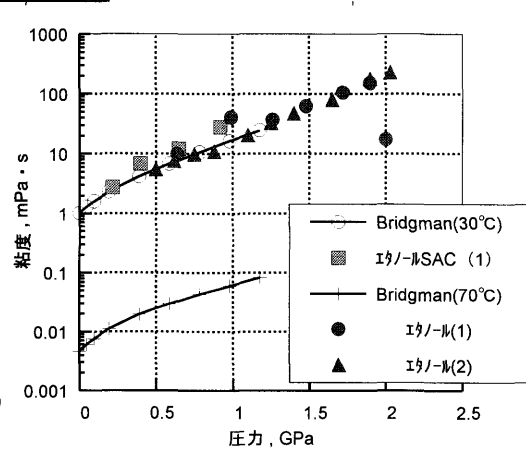
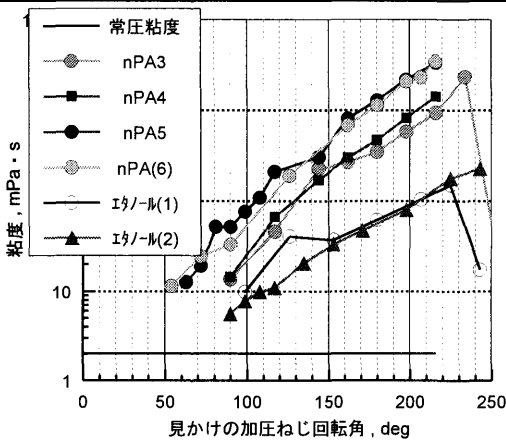
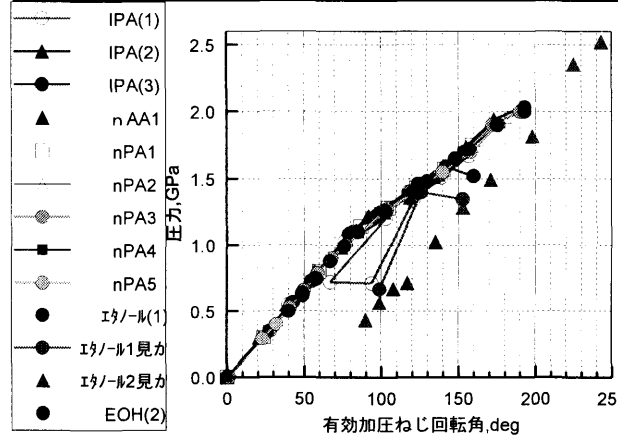
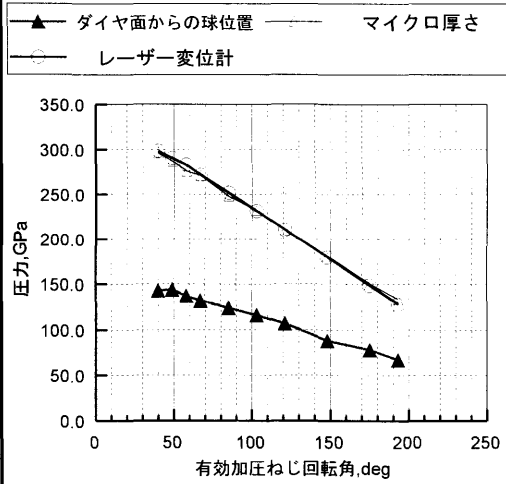
三重大学大学院 工学研究科



実験詳細データ例 EOH

空加圧回転角 対数粘度: 50 34.72 PCu Φ1.0 1.0t DOSダイヤモンド 球直径= 49.34 ← 49.77 48.91
 エタノール(2) 屈折率逆: 常圧 1回目 2回目 3回目 4回目 5回目 6回目 7回目 8回目 9回目 10回目

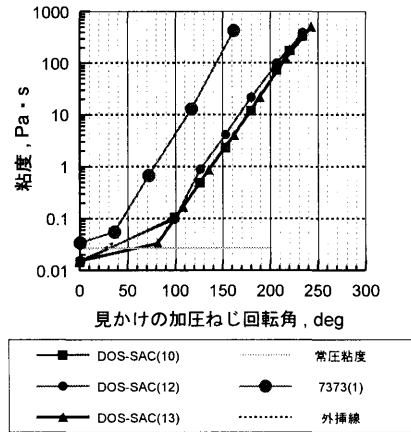
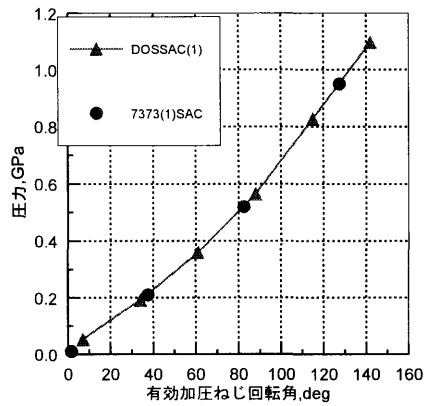
日付	9/3	9/3	9/8	9/8	9/8	9/10	9/10	9/11	9/11	9/12	9/12
測定温度 (°C)	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24
メモリ増加分		62.50	68.75	75.00	81.25	93.75	106.25	118.75	137.50	156.25	168.75
見かけの加圧角 (°)	0	90	99	108	117	135	153	171	198	225	243
有効加圧角 (°)		40	49	58	67	85	103	121	148	175	193
等価円筒直径 (μm)		637.08	638.05	634.35	634.36	639.69	652.24	674.02	718.40	775.45	831.94
1目盛 (μm)	96.725	96.725	96.725	96.725	96.725	96.725	96.725	96.725	99.44	99.44	99.44
落下時間 (s)		0.05	0.07	0.09	0.10	0.19	0.31	0.45	0.78	1.83	2.45
常圧粘度文献値 (mPa·s)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
粘度yn. nVIS (mPa·s)		5.554	7.738	9.899	10.934	20.524	33.07	47.352	79.817	179.226	228.645
粘度yn. nVIS (Pa·s)		0.005554	0.007738	0.009899	0.010934	0.020524	0.03307	0.047352	0.079817	0.179226	0.228645
ダイヤ1ごみピント (μm)		5239.00	4608.00	4498	4672	4612	4664	4878	5015	4994	4828
ダイヤ2ごみピント (μm)	EOH(2)	5535.00	4895.00	4774	4943	4860	4896	5088	5195	5144	4961
球ピント位置 (μm)		5382	4752	4635	4804	4736	4780	4985	5103	5072	4895
ダイヤ1から球ピント位置 (μm)	0	143	144	137	132	124	116	107	88	78	67
ダイヤ間半分距離 (N=1)		148	143.5	138	135.5	124	116	105	90	75	66.5
ダイヤ間距離 (N=1)		296	287	276	271	248	232	210	180	150	133
レーザーN=1 厚さ (μm)	332.80	298.16	290.08	282.88	271.76	251.76	231.12	210.24	178.72	148.32	127.44
高圧屈折率REF	1.370	1.448	1.458	1.465	1.467	1.481	1.489	1.494	1.5	1.507	1.509
実際の厚さ (μm)	456.0	431.74		414.42	398.67	372.86	344.14	314.10	268.08	223.52	192.31
推定圧力PP (GPa)		0.500	0.620	0.750	0.880	1.100	1.250	1.400	1.650	1.900	2.030
Bridgman逆算圧力PP (GPa)		0.435	0.566	0.672	0.716	1.024	1.284	1.493	1.815	2.353	2.523
推定逆算圧力差 (MPa)	0.000										
圧力-粘度係数 (1/GPa)		3.429	3.300	3.057	2.718	2.747	2.799	2.755	2.654	2.731	2.676



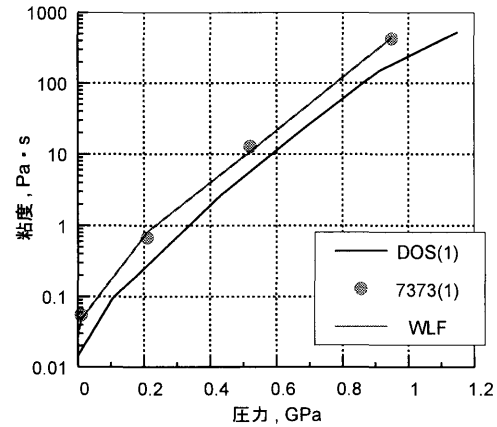
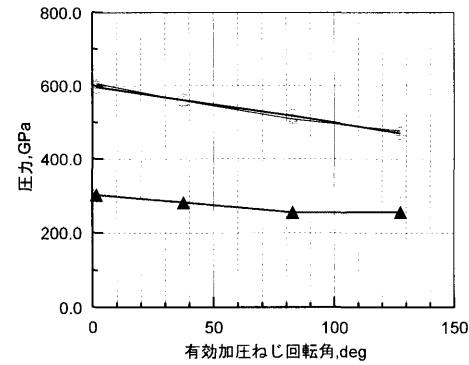
実験詳細データ例 7373

空加圧回転角		34.4 補正角			8.4			0.00 PCu			Φ1.0 1.0t		銅球直径: 53.21 ← 52.35 54.07			アルミ球: 62.255 ← 65.27 59.24	
7373(1)SAC		屈折率逆: 常圧		1回目	2回目	常圧	1回目	2回目	3回目	4回目							
日付		10/17	10/17	10/17	10/22	10/22	10/22	10/23	10/23								
測定温度 (°C)		24	24	24	24	24	24	24	24								
メモリ増加分						25.00	50.00	81.25	112.50								
見かけの加圧角 (°)		0	36	72	0	36	72	117	162								
有効加圧角 (°)						1.6	37.6	82.6	127.6								
等価円筒直径 (μm)		938.82	943.16		919.77	917.43	899.71	897.36	905.06								
1目盛 (μm)		96.725	96.725	96.725	96.725	96.725	96.725	96.725	96.725								
落下時間 (s)		0.25	0.29	球付着	0.31	0.5	6.18	119.25	3992.70								
常圧粘度文献値 (mPa·s)		26.784	26.784	26.784	26.784	26.784	26.784	26.784	26.784								
粘度 _{yn} , nVIS (mPa·s)		30.147	34.969		34.121	54.851	670.883	12810	425000								
					0.034121	0.054851	0.670883	12.81	425								
ダイヤ1ごみピント (μm)		5625	5748		5075.00	5332.00	5568.00	5430	5335								
ダイヤ2ごみピント (μm)		6248.00	6362.00		5682.00	5938.00	6128.00	5939	5812								
球ピント位置 (μm)		5929.00	6055.00		5370	5632	5848	5683	5589								
ダイヤ1から球ピント位置 (μm)		304	307	0	295	300	280	253	254								
ダイヤ間半距離 (N=1)		311.5	307	0	303.5	303	280	254.5	238.5								
ダイヤ間距離 (N=1)		623	614	0	607	606	560	509	477								
レーザーN=1 厚さ (μm)		620.48	617.60		601.58	596.16	560.08	517.36	470.00								
高圧屈折率REF		1.502				1.473	1.510	1.544	1.569								
実際の厚さ (μm)		603.8			0.00	878.14	845.72	798.80	737.43								
推定圧力PP (GPa)					0.000	0.010	0.210	0.520	0.950								
Bridgman逆算圧力PP (GPa)																	
推定逆算圧力差 (MPa)																	
圧力-粘度係数 (1/GPa)						71.682	15.337	11.866	10.181								

備考 2回加圧したところで球がくっついたため球を入れなおして再実験した。



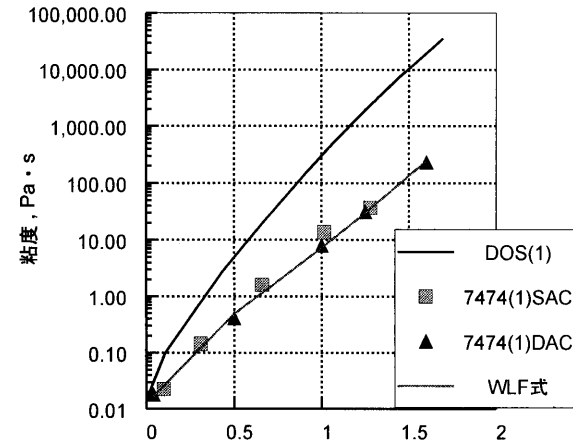
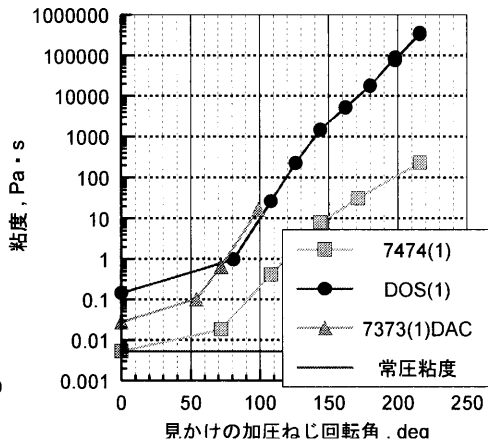
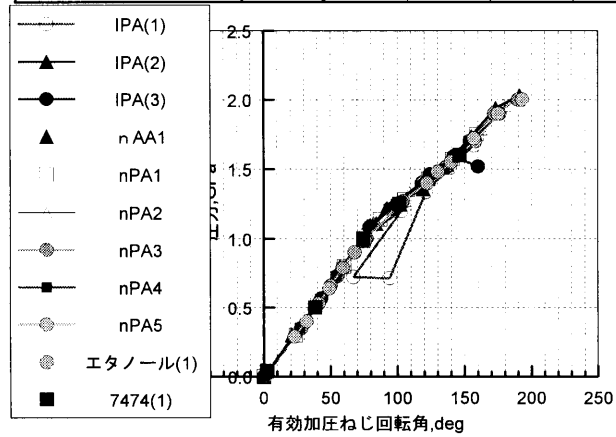
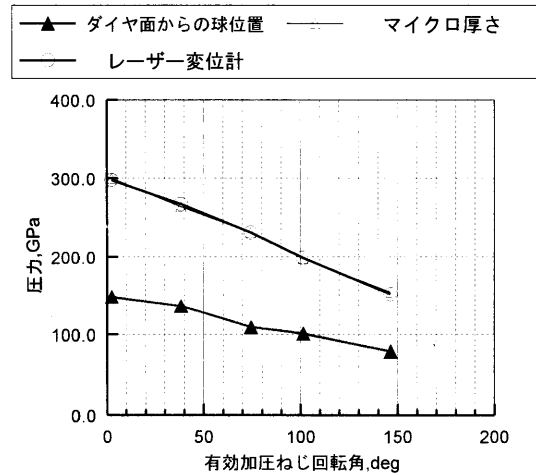
▲ ダイヤ面からの球位置 ——— マイクロ厚さ
 ○ レーザー変位計



実験詳細データ 7474

空加圧回転角 69.6 補正9.6 0.00 PCu Φ0.7 0.5t DOSダイヤモンド 銅球直径= 58.76 ← 59.4 58.11

7474(1)	屈折率逆:常圧	1回目	2回目	3回目	4回目	5回目
日付	11/14	11/18	11/20	11/20	11/20	11/26
測定温度 (°C)	24	24	24	24	24	24
メモリ増加分		50.00	75.00	100.00	118.75	150.00
見かけの加圧角 (°)	0	72	108	144	171	216
有効加圧角 (°)		2.4	38.4	74.4	101.4	146.4
等価円筒直径 (μm)		671.17	667.17	679.50	718.21	803.35
1目盛 (μm)	96.725	96.725	96.725	96.725	96.725	96.725
落下時間 (s)	-	0.15	3.48	69.22	274.74	2146.40
常圧粘度文献値 (mPa·s)	5.279	5.279	5.279	5.279	5.279	5.279
粘度yn.nVIS (mPa·s)	5.279	18.137	411.41	7996	31070	230300
粘度yn.nVIS (Pa·s)	0.005279	0.018137	0.41141	7.996	31.07	230.3
ダイヤモンド1ごみピント (μm)		5200.00	5252.00	5366	5485	4926
ダイヤモンド2ごみピント (μm)		5500.00	5516.00	5597	5683	5081
球ピント位置 (μm)		5349	5389	5475	5586	5005
ダイヤモンド1から球ピント位置 (μm)	0	149	137	109	101	79
ダイヤモンド間半距離 (N=1)	0	150	132	115.5	99	77.5
ダイヤモンド間距離 (N=1)	0	300	264	231	198	155
レーザーN=1 厚さ (μm)	312.16	297.84	267.28	231.04	198.96	152.48
高圧屈折率REF	1.464	1.476	1.547	1.583	1.594	1.608
実際の厚さ (μm)	457.0	0.00	439.61	413.48	365.74	317.14
推定圧力PP (GPa)		0.040	0.500	1.000	1.250	1.600
Bridgman逆算圧力PP (GPa)						
推定逆算圧力差 (MPa)						
圧力-粘度係数 (1/GPa)		30.855	8.712	7.323	6.944	6.677



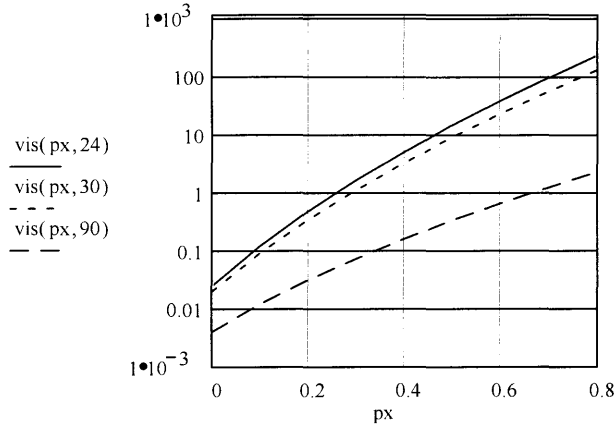
s0 := 1.047 vis0R := 0.019 z := 0.57 T0 := 30
 T := 30

px := 0, 0.1.. 0.8

$$\text{alphasp}(px, T) := (\ln(\text{vis0R}) + 9.67) \cdot \left[\frac{T + 135}{T0 + 135} \right]^{-s0} \cdot (1 + 5.1 \cdot px)^z - 1$$

Pas

vis(px, T) := vis0R · exp(alphasp(px, T))



px	vis(px, 24)	vis(px, 30)	vis(px, 90)
0	0.024	0.019	3.904 · 10 ⁻³
0.1	0.115	0.086	0.012
0.2	0.443	0.317	0.03
0.3	1.491	1.017	0.069
0.4	4.529	2.96	0.15
0.5	12.73	7.999	0.308
0.6	33.622	20.361	0.605
0.7	84.368	49.335	1.146
0.8	202.75	114.67	2.108

vis (圧力 (GPa), 温度 (°C))

vis(0.05, 24) = 0.054

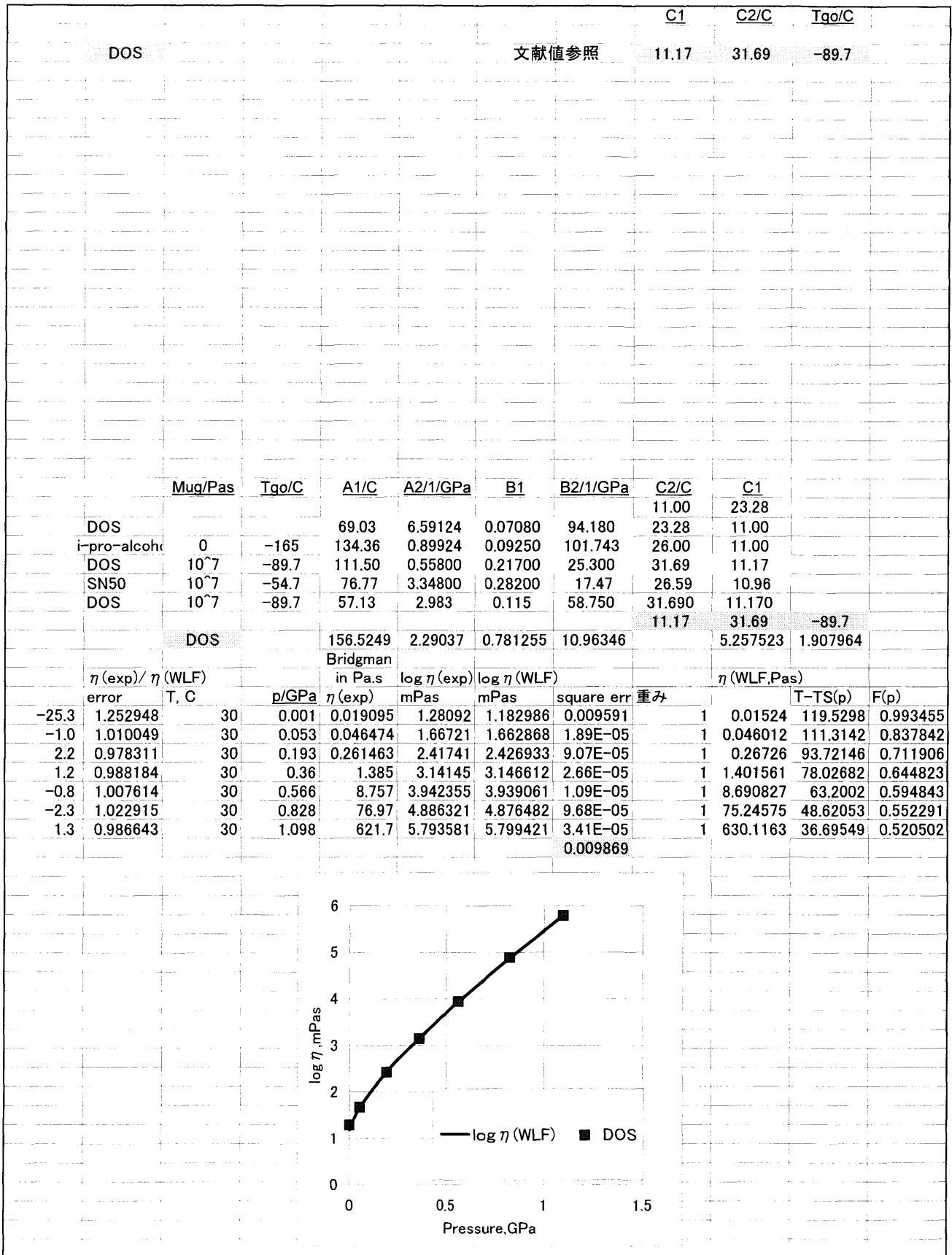
vis(0.05, 24) = 0.054

vis(0.05, 24) = 0.054

$$\text{alpha25} := \ln \left(\frac{\text{vis}(0.8, 25)}{\text{vis}(0, 25)} \right) \cdot \frac{1}{0.8} \quad \text{alpha25} = 11.238$$

$$\text{Pep} := \frac{25}{\text{alpha25}}$$

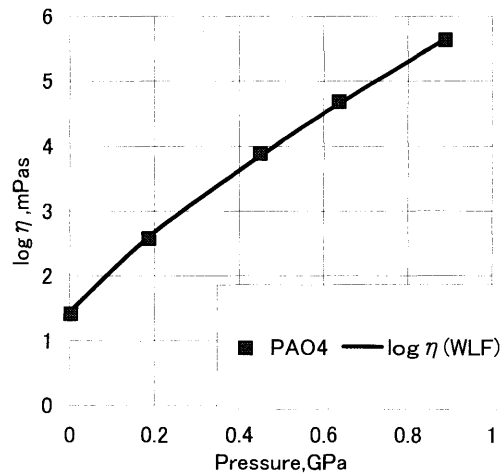
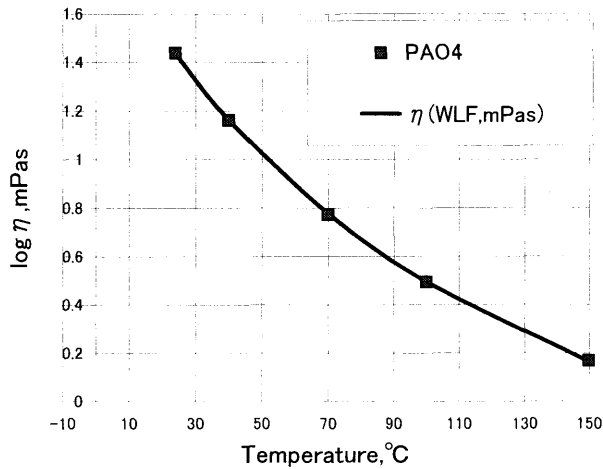
Pep = 2.225



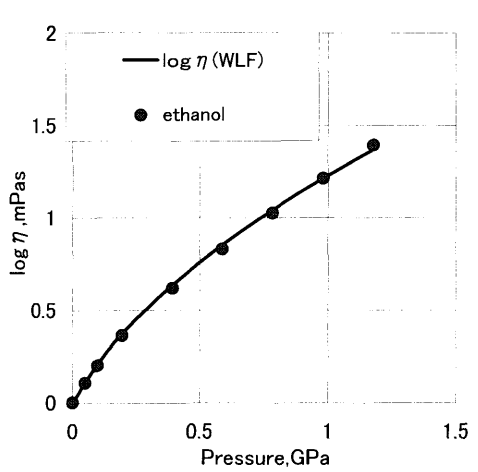
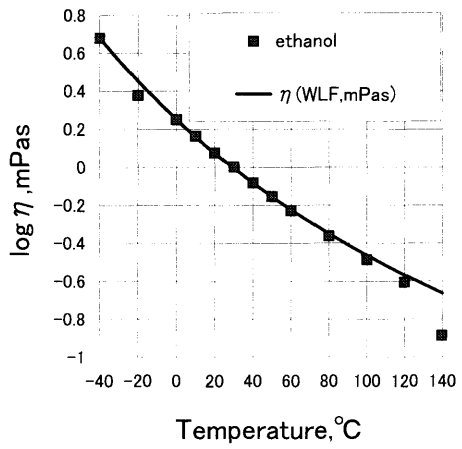
WLF式のデータの回帰 PAO4(既存値)

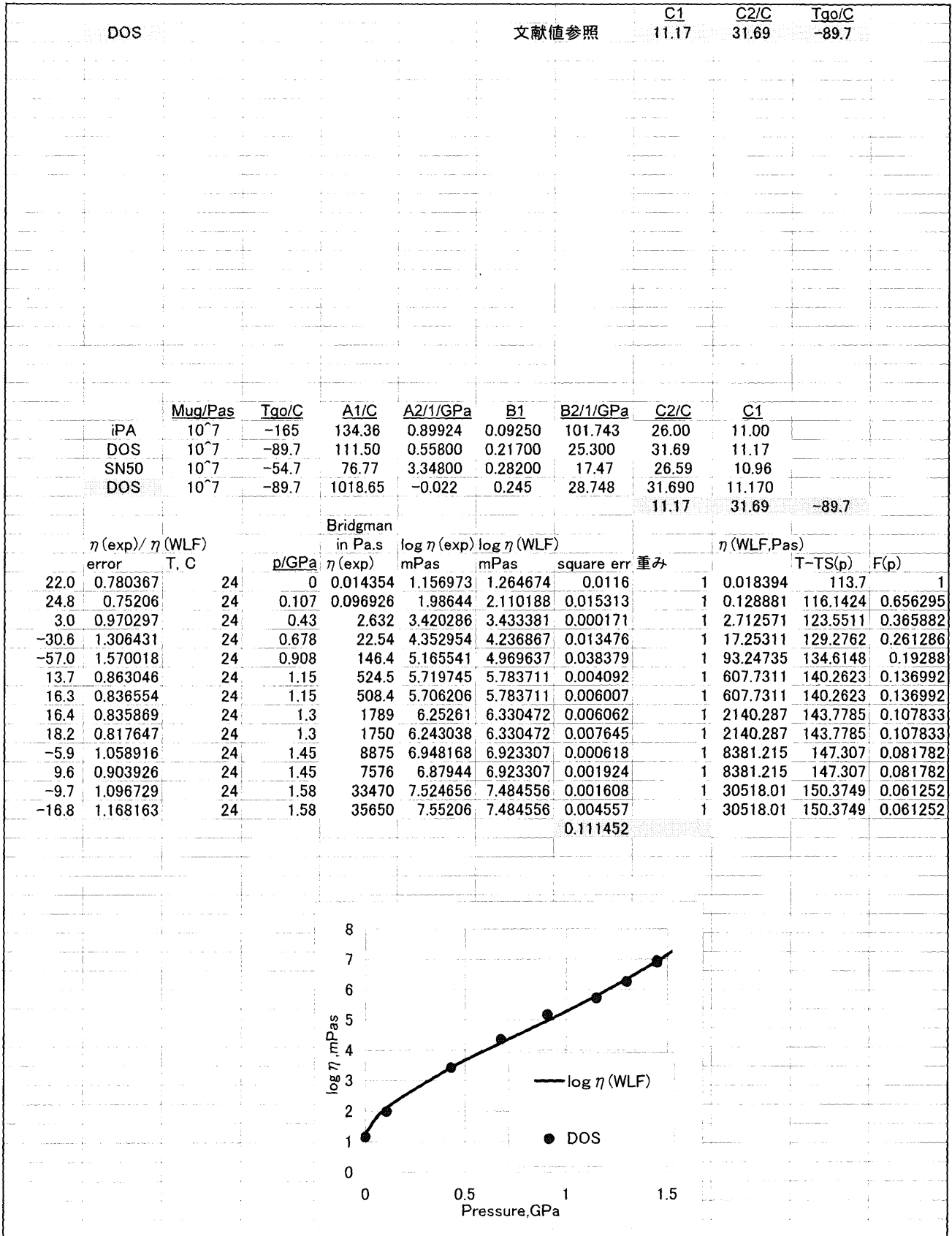
Mug/Pas		A1/C	A2/1/GPa	B1	B2/1/GPa	C1	C2/C	Tqo/C
PAO4	10 ⁷	156.5249	2.29037	0.781255	10.96346	11.33	35.99	-87.7608
PAO4		156.5249	2.29037	0.781255	10.96346		5.257523	1.907964
$\eta(\text{exp})/\eta(\text{WLF})$		Bridgman						
error	T, C	p/GPa	$\eta(\text{exp})$	$\log \eta(\text{exp})$	$\log \eta(\text{WLF})$	square err	重み	$\eta(\text{WLF}, \text{mPas})$
			in Pa.s	mPas	mPas			T-TS(0) F(p)
-1.2	1.011978	24	0	0.027391	1.437608	1.432437	2.67E-05	1 0.027067 111.7608 1
0.5	0.994901	40	0	0.014475	1.160619	1.162839	4.93E-06	1 0.014549 127.7608 1
1.3	0.987476	70	0	0.005914	0.771881	0.777355	3E-05	1 0.005989 157.7608 1
0.5	0.994628	100	0	0.003111	0.4929	0.495239	5.47E-06	1 0.003128 187.7608 1
-1.1	1.011265	150	0	0.00147	0.167317	0.162452	2.37E-05	1 0.001454 237.7608 1
							9.08E-05	
100.0	0	24	0			1.432437	2.051875	1 27.07 111.7608 1

Mug/Pas	Tqo/C	A1/C	A2/1/GPa	B1	B2/1/GPa	C2/C	C1
PAO4		69.03	6.59124	0.07080	94.180	11.00	23.28
i-pro-alcoh	0	-165	0.89924	0.09250	101.743	26.00	11.00
DOS	10 ⁷	-89.7	0.55800	0.21700	25.300	31.69	11.17
SN50	10 ⁷	-54.7	76.77	3.34800	0.28200	17.47	26.59
PAO4	10 ⁷	-87.7608	110.61	0.52207	0.26415	13.533	35.993
						11.33	35.99
PAO4		156.5249	2.29037	0.781255	10.96346		5.257523
		Bridgman					
$\eta(\text{exp})/\eta(\text{WLF})$		in Pa.s		$\log \eta(\text{exp})$		$\log \eta(\text{WLF})$	
error	T, C	p/GPa	$\eta(\text{exp})$	mPas	mPas	square err	重み
11.6	0.88411	24	0.004	0.025862	1.412662	1.466156	0.002862
7.8	0.922494	24	0.187	0.373023	2.571736	2.606772	0.001228
-6.7	1.066511	24	0.45	7.649	3.883605	3.855639	0.000782
-5.7	1.057486	24	0.637	47.78	4.679246	4.654972	0.000589
5.5	0.944599	24	0.89	430.8	5.634276	5.659028	0.000613
							0.006073



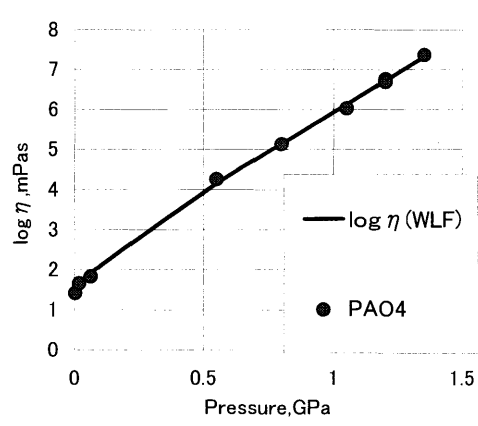
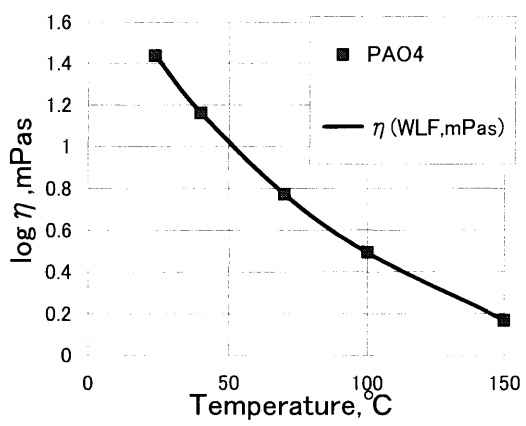
Mug/Pas			A1/C	A2/1/GPa	B1	B2/1/GPa	C1	C2/C	Tgo/C
ethanol	10 ⁻⁷		134.36	0.899	0.092	101.743	12.75	75.09	-243.943
ethanol			156.5249	2.29037	0.781255	10.96346		5.257523	1.907964
Bridgman									
$\eta(\text{exp})/\eta(\text{WLF})$			in Pa.s			$\eta(\text{WLF,mPas})$			
error	T, C	p/GPa	$\eta(\text{exp})$	$\log \eta(\text{exp})$	$\log \eta(\text{WLF})$	square err	重み	T-TS(0)	F(p)
0.4	0.995802	-40	0	0.00479	0.680336	0.682163	3.34E-06	0.00481	203.9427
16.1	0.839199	-20	0	0.00238	0.376577	0.452712		1	0.002836
0.4	0.9963	0	0	0.00178	0.25042	0.25203	2.59E-06	0.001787	243.9427
-0.8	1.008127	10	0	0.00146	0.164353	0.160838	1.24E-05	1	0.001448
-0.1	1.001202	20	0	0.00119	0.075547	0.075025	2.72E-07	1	0.001189
-1.4	1.013609	30	0	0.001	0	-0.00587	3.45E-05	1	0.000987
0.3	0.997042	40	0	0.000825	-0.08355	-0.08226	1.66E-06	0.000827	283.9427
-0.1	1.000522	50	0	0.000701	-0.15428	-0.15451	5.13E-08	0.000701	293.9427
1.3	0.98749	60	0	0.000591	-0.22841	-0.22295	2.99E-05	0.000598	303.9427
2.7	0.972787	80	0	0.000435	-0.36151	-0.34953		0.000447	323.9427
5.1	0.948955	100	0	0.000326	-0.48678	-0.46403		0.000344	343.9427
8.3	0.917376	120	0	0.000248	-0.60555	-0.5681		0.00027	363.9427
40.2	0.598464	140	0	0.00013	-0.88606	-0.66309		0.000217	383.9427
						8.46E-05			
100.0	0	24		#NUM!	0.042101	#NUM!	1	1.102	267.9427
Mug/Pas			Tgo/C	A1/C	A2/1/GPa	B1	B2/1/GPa	C2/C	C1
ethanol				69.03	6.59124	0.07080	94.180	11.00	23.28
i-pro-alcohol	0		-165	134.36	0.89924	0.09250	101.743	26.00	11.00
DOS	10 ⁻⁷		-89.7	111.50	0.55800	0.21700	25.300	31.69	11.17
SN50	10 ⁻⁷		-54.7	76.77	3.34800	0.28200	17.47	26.59	10.96
ethanol	10 ⁻⁷		-243.943	327.20	0.05248	0.17855	6.335	75.087	12.748
						12.75	75.09	-243.943	
Bridgman									
$\eta(\text{exp})/\eta(\text{WLF})$			in Pa.s			$\eta(\text{WLF,Pas})$			
error	T, C	p/GPa	$\eta(\text{exp})$	$\log \eta(\text{exp})$	$\log \eta(\text{WLF})$	square err	重み	T-TS(p)	F(p)
-1.7	1.01665	30	0	0.001003	0.001301	-0.00587	5.14E-05	1	0.000987
0.1	0.998528	30	0.049	0.001283	0.108294	0.108934		1	0.001285
1.3	0.986586	30	0.098	0.00159	0.201288	0.207153		1	0.001611
2.0	0.97982	30	0.1962	0.002314	0.364307	0.373161	7.84E-05	1	0.002361
4.2	0.958304	30	0.3924	0.004152	0.618299	0.636796	0.000342	1	0.004333
4.9	0.95053	30	0.5886	0.006766	0.8303	0.852334	0.000485	1	0.007118
3.7	0.963	30	0.7848	0.010576	1.024301	1.040675	0.000268	1	0.010982
-0.2	1.002297	30	0.981	0.016304	1.212302	1.211306	9.93E-07	1	0.016267
-5.2	1.051711	30	1.1772	0.024621	1.3913	1.369404	0.000479	1	0.02341
						0.001706			





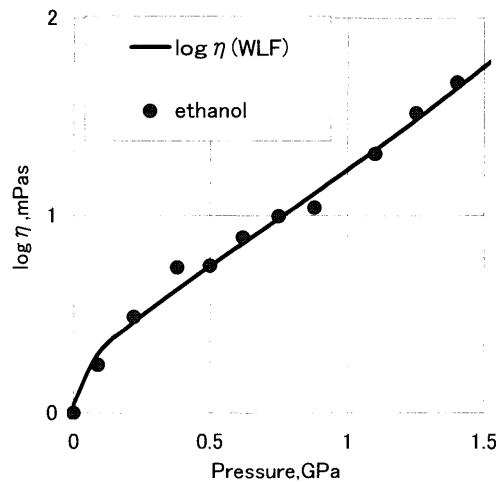
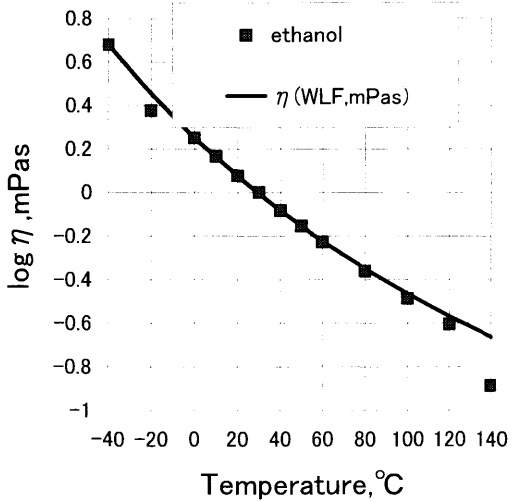
WLF式のデータの回帰 PAO4(実験値)

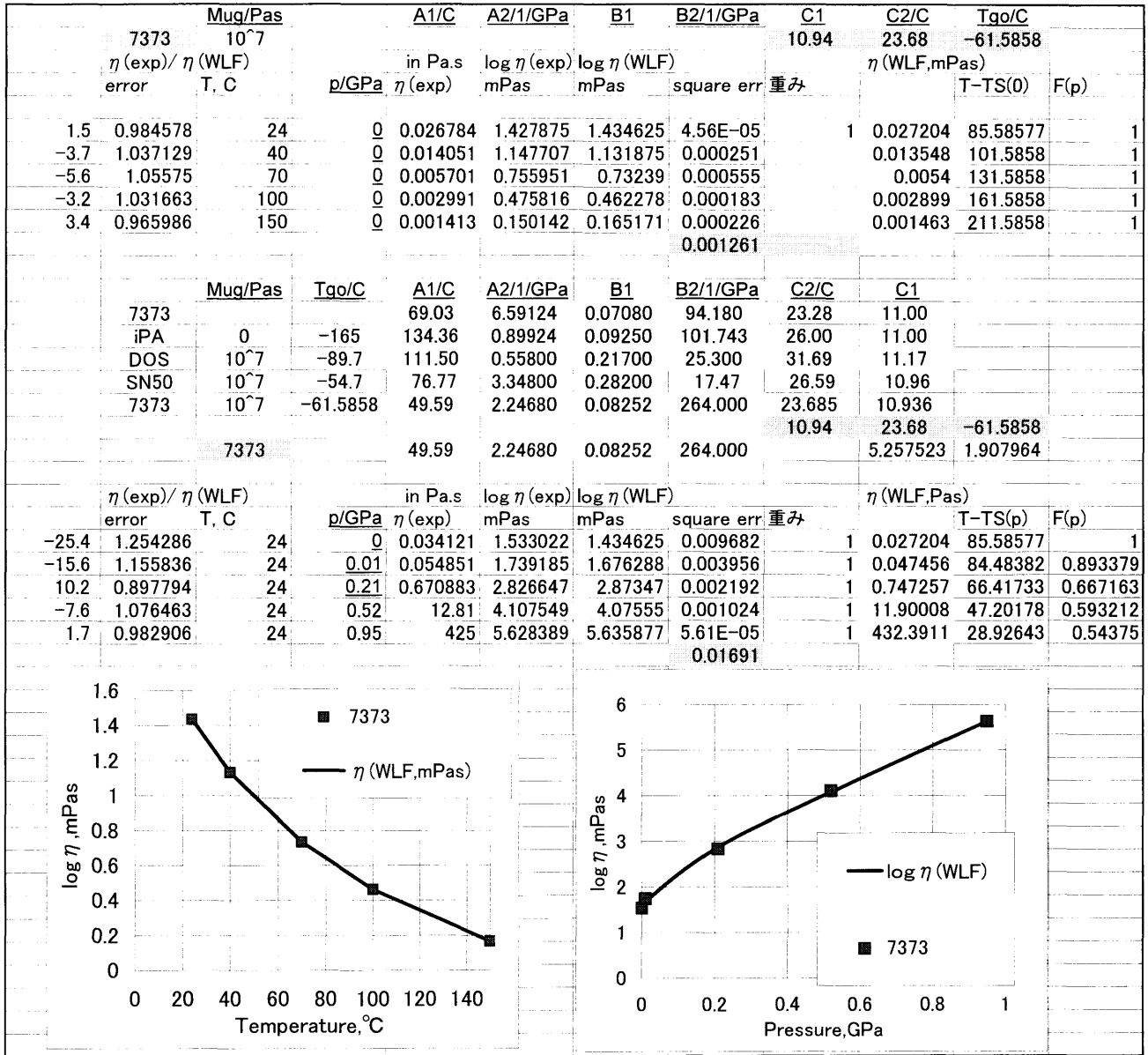
Mug/Pas			A1/C	A2/1/GPa	B1	B2/1/GPa	C1	C2/C	Tqo/C		
PAO4	10 ⁷		134.36	0.899	0.092	101.743	11.22	32.49	-80.8204		
			156.5249	2.29037	0.781255	10.96346		5.257523	1.907964		
Bridgman											
$\eta(\text{exp})/\eta(\text{WLF})$		in Pa.s		log $\eta(\text{exp})$		log $\eta(\text{WLF})$		$\eta(\text{WLF}, \text{mPas})$			
error	T, C	p/GPa	$\eta(\text{exp})$	mPas	mPas	square err	重み	T-TS(0)	F(p)		
0.0	0.999769	24	0	0.027391	1.437608	1.437708	1.01E-08	1	0.027397	104.8204	1
0.0	0.999689	40	0	0.014475	1.160619	1.160754	1.82E-08	1	0.014479	120.8204	1
0.0	1.000241	70	0	0.005914	0.771881	0.771777	1.1E-08	1	0.005913	150.8204	1
-0.2	1.001584	100	0	0.003111	0.4929	0.492213	4.72E-07	1	0.003106	180.8204	1
0.1	0.998801	150	0	0.00147	0.167317	0.167838	2.72E-07	1	0.001472	230.8204	1
							7.83E-07				
100.0	0	24	0	#NUM!		1.437708	#NUM!	1	27.4	104.8204	1
Bridgman											
Mug/Pas			Tqo/C	A1/C	A2/1/GPa	B1	B2/1/GPa	C2/C	C1		
PAO4	iPA	0	-165	134.36	0.89924	0.09250	101.743	26.00	11.00		
DOS	10 ⁷	-89.7	111.50	0.55800	0.21700	25.300	31.69	11.17			
SN50	10 ⁷	-54.7	76.77	3.34800	0.28200	17.47	26.59	10.96			
PAO4	10 ⁷	-80.8204	4452.65	0.01152	0.21323	20.701	32.487	11.216			
							11.22	32.49	-80.8204		
Bridgman											
$\eta(\text{exp})/\eta(\text{WLF})$		in Pa.s		log $\eta(\text{exp})$		log $\eta(\text{WLF})$		$\eta(\text{WLF}, \text{Pas})$			
error	T, C	p/GPa	$\eta(\text{exp})$	mPas	mPas	square err	重み	T-TS(p)	F(p)		
14.0	0.860102	24	0.004	0.025768	1.411081	1.476531	0.004284	1	0.029959	104.6152	0.983037
-11.8	1.117885	24	0.019	0.045421	1.657257	1.608859	0.002342	1	0.040631	103.8456	0.929276
21.4	0.786465	24	0.064	0.067199	1.827363	1.931684	0.010883	1	0.085444	101.5378	0.820111
-30.1	1.301361	24	0.55	17.98	4.25479	4.140392	0.013087	1	13.8163	76.68938	0.463414
2.1	0.978829	24	0.8	133.8	5.126456	5.135749	8.64E-05	1	136.694	63.96108	0.388969
21.4	0.786095	24	1.05	1059	6.024896	6.129421	0.010925	1	1347.166	51.26906	0.333896
-9.2	1.091802	24	1.2	5816	6.764624	6.726481	0.001455	1	5326.975	43.67118	0.3066
8.3	0.917219	24	1.2	4886	6.688953	6.726481	0.001408	1	5326.975	43.67118	0.3066
-11.3	1.113073	24	1.35	23350	7.368287	7.321763	0.002164		20977.96	36.08623	0.282404
							0.046635				



WLF式のデータの回帰 EOH(実験値)

Mug/Pas		A1/C	A2/1/GPa	B1	B2/1/GPa	C1	C2/C	Tgo/C
ethanol 10 ⁷		134.36	0.899	0.092	101.743	12.75	75.09	-243.896
$\eta(\text{exp})/\eta(\text{WLF})$		Bridgman		$\log \eta(\text{exp})$		$\log \eta(\text{WLF})$		$\eta(\text{WLF}, \text{mPas})$
error	T, C	p/GPa	$\eta(\text{exp})$	mPas	mPas	square err	重み	T-TS(0) F(p)
0.5	0.995306	-40	0	0.00479	0.680336	0.682379	4.18E-06	0.004813 203.8957 1
16.1	0.838958	-20	0	0.00238	0.376577	0.452837		1 0.002837 223.8957 1
0.4	0.996189	0	0	0.00178	0.25042	0.252078	2.75E-06	0.001787 243.8957 1
-0.8	1.008092	10	0	0.00146	0.164353	0.160853	1.23E-05	1 0.001448 253.8957 1
-0.1	1.001238	20	0	0.00119	0.075547	0.075009	2.89E-07	1 0.001189 263.8957 1
-1.4	1.013711	30	0	0.001	0	-0.00591	3.5E-05	1 0.000986 273.8957 1
0.3	0.997203	40	0	0.000825	-0.08355	-0.08233	1.48E-06	0.000827 283.8957 1
-0.1	1.00074	50	0	0.000701	-0.15428	-0.1546	1.03E-07	0.0007 293.8957 1
1.2	0.987757	60	0	0.000591	-0.22841	-0.22306	2.86E-05	0.000598 303.8957 1
2.7	0.973141	80	0	0.000435	-0.36151	-0.34969		0.000447 323.8957 1
5.1	0.949378	100	0	0.000326	-0.48678	-0.46422		0.000343 343.8957 1
8.2	0.917851	120	0	0.000248	-0.60555	-0.56832		0.00027 363.8957 1
40.1	0.598812	140	0	0.00013	-0.88606	-0.66335		0.000217 383.8957 1
100.0	0	24	0	#NUM!	0.042074	#NUM!	8.46E-05	1 1.102 267.8957 1
Mug/Pas	Tgo/C	A1/C	A2/1/GPa	B1	B2/1/GPa	C2/C	C1	
ethanol		69.03	6.59124	0.07080	94.180	23.28	11.00	
i-pro-alc	0	-165	134.36	0.89924	0.09250	101.743	26.00	11.00
DOS	10 ⁷	-89.7	111.50	0.55800	0.21700	25.300	31.69	11.17
SN50	10 ⁷	-54.7	76.77	3.34800	0.28200	17.47	26.59	10.96
ethanol	10 ⁷	-243.896	329.78	0.24331	0.03117	147.919	75.091	12.749
						12.75	75.09	-243.896
ethanol		156.5249	2.29037	0.781255	10.96346		5.257523	1.907964
$\eta(\text{exp})/\eta(\text{WLF})$		Bridgman		$\log \eta(\text{exp})$		$\log \eta(\text{WLF})$		$\eta(\text{WLF}, \text{Pas})$
error	T, C	p/GPa	$\eta(\text{exp})$	mPas	mPas	square err	重み	T-TS(p) F(p)
9.2	0.907667	24	0	0.001	0	0.042074	0.00177	1 0.001102 267.8957 1
12.1	0.878816	24	0.09	0.001744	0.241546	0.297649	0.003147	1 0.001984 260.7523 0.917057
-6.1	1.06127	24	0.22	0.003059	0.485579	0.459753	0.000667	1 0.002882 250.6998 0.890512
-29.2	1.292022	24	0.38	0.005451	0.736476	0.625206	0.012381	1 0.004219 238.734 0.873871
-0.5	1.004639	24	0.5	0.005554	0.744606	0.742596	4.04E-06	1 0.005528 230.0361 0.865448
-7.2	1.072067	24	0.62	0.007738	0.888629	0.858407	0.000913	1 0.007218 221.5618 0.858824
-2.7	1.027047	24	0.75	0.009899	0.995591	0.984001	0.000134	1 0.009638 212.6206 0.85295
15.3	0.846932	24	0.88	0.010934	1.038779	1.110931	0.005206	1 0.01291 203.9154 0.848009
4.2	0.957831	24	1.1	0.020524	1.312262	1.330973	0.00035	1 0.021428 189.6876 0.841101
-8.0	1.080098	24	1.25	0.03307	1.519434	1.485971	0.00112	1 0.030618 180.3273 0.83714
-7.0	1.070348	24	1.4	0.047352	1.675338	1.645813	0.000872	1 0.04424 171.2253 0.833625
5.1	0.949332	24	1.65	0.079817	1.902095	1.924677	0.00051	1 0.084077 156.5923 0.828527
-7.6	1.076116	24	1.9	0.179226	2.253401	2.221542	0.001015	1 0.166549 142.581 0.824147
5.6	0.94446	24	2.03	0.228645	2.359162	2.383978	0.000616	1 0.242091 135.5239 0.822091





7474			Mug/Pas	A1/C	A2/1/GPa	B1	B2/1/GPa	C1	C2/C	Tgo/C		
			10 ⁷					11.22	27.12	-105.268		
η(exp)/η(WLF)			in Pa.s		log η(exp)		log η(WLF)		η(WLF,mPas)			
error	T, C	p/GPa	η(exp)	mPas	mPas	square err	重み			T-TS(0)	F(p)	
0.0	1.000014	24	0	0.005279	0.722552	0.722546	3.52E-11	1	0.005279	129.2677	1	
0.1	0.999336	40	0	0.00348	0.541579	0.541868	8.33E-08		0.003482	145.2677	1	
0.0	1.000069	70	0	0.001906	0.280123	0.280093	8.9E-10		0.001906	175.2677	1	
0.0	1.000229	100	0	0.001219	0.086004	0.085904	9.86E-09		0.001219	205.2677	1	
0.1	0.999434	150	0	0.000714	-0.1463	-0.14606	6.04E-08		0.000714	255.2677	1	
							1.54E-07					
7474			Mug/Pas	Tgo/C	A1/C	A2/1/GPa	B1	B2/1/GPa	C2/C	C1		
			0	-165	69.03	6.59124	0.07080	94.180	23.28	11.00		
iPA			10 ⁷	-89.7	134.36	0.89924	0.09250	101.743	26.00	11.00		
DOS			10 ⁷	-54.7	111.50	0.55800	0.21700	25.300	31.69	11.17		
SN50			10 ⁷	-105.268	76.77	3.34800	0.28200	17.47	26.59	10.96		
7474			10 ⁷		326.31	0.16617	0.11312	175.939	27.125	11.224		
							11.22	27.12	-105.268			
7474			Bridgman		A1/C	A2/1/GPa	B1	B2/1/GPa	C2/C	C1		
			in Pa.s		69.03	6.59124	0.07080	94.180	23.28	11.00		
η(exp)/η(WLF)			in Pa.s		log η(exp)		log η(WLF)		η(WLF,Pas)			
error	T, C	p/GPa	η(exp)	mPas	mPas	square err	重み			T-TS(p)	F(p)	
-7.8	1.078204	24	0.04	0.018137	1.258565	1.225864	0.001069	1	0.016821	127.106	0.76424	
14.5	0.85545	24	0.5	0.41141	2.614275	2.68208	0.004598	1	0.480928	103.2243	0.492277	
-11.1	1.110787	24	1	7.996	3.902873	3.857242	0.002082	1	7.1985	79.10681	0.414504	
-5.6	1.056229	24	1.25	31.07	4.492341	4.468583	0.000564	1	29.41596	67.68515	0.38939	
5.6	0.944005	24	1.6	230.3	5.362294	5.38732	0.000626	1	243.9605	52.33806	0.361577	
							0.00894					

