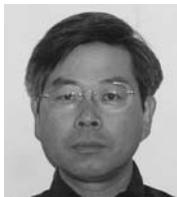


## 設備紹介

## ISO4406規格に対応した自動微粒子計数器

中央技術研究所試験分析センター

さいとう つねお  
齊藤 恒夫

中央技術研究所試験分析センター

おおた ゆうじ  
太田 祐司

## 1. はじめに

潤滑油は、使用時間が長引くにつれて、摩耗粉や外部のごみなどを取り込んで次第に汚れてくる。この汚れ具合(汚染度)は、潤滑油の使用管理基準のひとつの指標となる。そこで、さまざまな方法で汚染度が測定される。日本国内ではJIS(Japan Industrial Standard:日本工業規格)に規定された各種の試験方法のうち、使用する器具と操作が簡便なJIS B 9931(試料をろ過し、フィルターに捕捉した微粒子の質量を求める方法)が、ごく一般的に使用されている。しかし、全汚染物質の量は把握できるものの、情報量が少ないため、自動計数器を用いて、使用潤滑油に含まれる微粒子の粒径分布を測定する方法も広く普及している。自動計数器を用いる測定法については、国内および米国では、NASA(アメリカ航空宇宙局)の規格であるNAS(National Aerospace Standard) 1638が広く用いられ、汚染度は「NAS等級」で表されてきた。この方法は本来、含有微粒子の管理が重要な作動油(油圧ポンプを通じて力を伝達させるため、含有微粒子は油の流れを阻害したり、周辺を磨耗させたりする要因となる)の試験法であるが、他の使用潤滑油の管理にも広く用いられるようになった。しかし、NAS 1638は、試験のトレーサビリティ(作業内容を記録した履歴を残し、国際標準まで追跡ができること)の確保が難しい、という問題が明らかになった。

一方、欧州ではISO(International Organization for Standardization:国際標準化機構)が定めたISO 4406規格の汚染度コード(以下ISOコード)が使用されてきた。この規格は、1999年に改正され、試験のトレーサビリティが高められた。日本でも近年、欧州と取引をしているユーザーを中心に、ISOコードでの測定に対する要望が増大するようになった。今後は、国内でもトレーサビリティ確保や試験法を国際標準に統一する流れなどの理由から、NAS等級に代わって、ISOコードが潤滑油汚染度の標準になるものと推測される。

こうした中、当試験分析センターでは、従来のNAS等級用専用機に代えて、NAS等級にもISOコードにも対応可能な自動微粒子計数器を導入した。ここでは、自動微粒子計数器を用いた汚染度測定について、試験法の概要

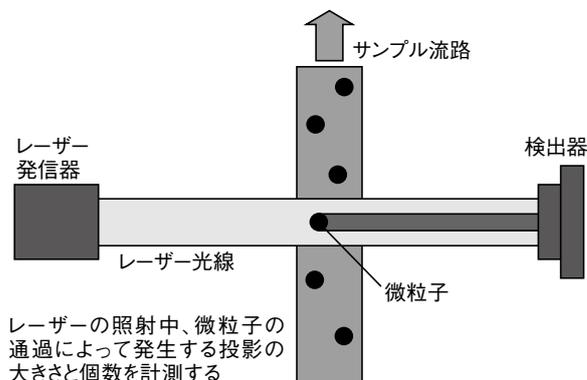
とNAS等級の問題点、導入した計数器の概要、同一試料についてのNAS等級とISOコードとの比較などについて記載する。

また、ISOコードは、潤滑油ばかりでなく燃料油の品質確認にも使用されるようになってきた。ジェット燃料のISOコードによる汚染度規格についても、触れることにする。

## 2. 自動計数器を用いた試験法の概要

## 2.1 試験の原理

NAS等級、ISOコードを自動計数器で求めるには、いずれも流れる試料油にレーザー光線を照射し、微粒子の通過時に発生する影の大きさと個数を計測する光遮へい式微粒子計数器を使用する。計数の原理を図1に示す。この自動計数器により、微粒子の粒径分布を求め、得られた粒径分布から、汚染度等級(ISOでは汚染度コード)を求める。この時の粒径の区分や等級の分け方が、NAS 1638とISO 4406とで異なっている。なお、測定法はそれぞれ、NAS 1638、ISO 11500で規定されている。また、ISOコードは、顕微鏡を用いて粒径分布を測定する(ISO 4407)ことで求めることもできるという特徴がある。

図1 光遮へい式微粒子計数器の原理図<sup>1)</sup>

## 2.2 NAS等級とISOコードの比較

両者の比較を表1に示す。ISOコードに関わる規格(ISO 4406)は1999年に大幅に改正されているので、表1には、改正前後の比較も記載した。

NAS 1638とISO 4406の最も大きな違いは、粒径区分、等級分類および判定方法である。粒径区分は、NAS 1638が5区分で細かいが、各粒径区分ごとの粒子数をもとにした等級の分類は、ISO 4406のほうが30分類と細かく分かれている。判定方法は、NAS 1638では粒径区分ごとに等級を表示し、汚染度の最も高い等級を試料全体の汚染度等級とするのに対し、ISO 4406では、粒径区分ごとの積算粒子数に対して規定されたコードをすべて表示する。したがって、同一試料を測定しても結果の表示は全く異なるものとなる。

なお、改正後のISO 4406では小粒径の管理のニーズを反映して、小粒径の区分が増えている。

### 2.3 ISO 4406の改正理由とNAS1638の問題点

ISO 4406が1999年に改正された理由の一つは、機器の校正法が変更されたためである（以下、改正前後を区別するため、改正前をISO 4406:1987と記す）。表1に示したように、自動計数器を用いた試験法には、機器の校正法が規格として定められており、NAS 1638とISO 4406:1987の校正法はISO 4402であったが、改正後のISO 4406ではISO 11171となった。ISO 4402とISO 11171の比較を表2に示す。

表1 NAS等級とISOコード(改正前後)の比較

	NAS等級	ISOコード	
		改正前	改正後
表示規格*1	NAS1638:1992	ISO4406:1987	ISO4406:1999
機器の校正法	ISO4402:1991	ISO4402:1991	ISO11171:1999
粒径区分	5区分 5 $\mu$ m以上15 $\mu$ m未満 15 $\mu$ m以上25 $\mu$ m未満 25 $\mu$ m以上50 $\mu$ m未満 50 $\mu$ m以上100 $\mu$ m未満 100 $\mu$ m以上	2区分 5 $\mu$ m以上 15 $\mu$ m以上	2または3区分*2 4 $\mu$ m(c)以上*3 6 $\mu$ m(c)以上*3 14 $\mu$ m(c)以上*3
単位体積	100mL	1mL	
等級分類	14分類 00級(汚染度低)、 0級~12級(汚染度高)	30分類 0(汚染度低)~28、28超(汚染度高)	
判定方法	粒径区分ごとに等級を表示し、汚染度の最も高い等級を試料の汚染度等級とする。	粒径区分ごとの積算粒子数に対して規定されたコードで表示する。	
表示例	7	2区分:14/11 ( $\geq 5\mu$ m/ $\geq 15\mu$ m)	2区分:-/14/11 3区分:18/14/11 ( $\geq 4\mu$ m(c)/ $\geq 6\mu$ m(c) / $\geq 14\mu$ m(c))

注) \*1 規格番号の後の「:」以降の数字は、当該試験法の制定または改訂年を示す。

\*2 2区分の場合、最小粒径区分を省略。どちらを選ぶかは、依頼者の要望による。

\*3 (c)は、ISO 11171で校正した微粒子計数器を用いたことを示す。

表2 自動計数器校正法の比較

規格	ISO4402:1991	ISO 11171:1999
校正用粒子	ACFTD *1	MTD *2
トレーサビリティ	なし	あり(NIST)
粒径	長軸径	円相当径
粒径表示	$\mu$ m	$\mu$ m(c)
校正時の試験項目数および項目名	1 粒径校正のみ	6 粒径校正、計数精度、同時通過損失、 粒径分解能、流量限界、流速変化による精度

\*1 ACFTD: Air Cleaner Fine Test Dust、砂漠の砂から製造した微粒子。

\*2 MTD: Medium Test Dust、米国の国家標準に準拠した標準粒子。

校正法改正の最大の理由は、ISO 4402で使用している校正用粒子について、数々の問題が明らかになったことによる。NAS 1638では、校正法をISO 4402としているため、この校正用粒子の問題が、そのままNAS 1638の問題点となっている。

ISO 4402では、ACFTD (Air Cleaner Fine Test Dust、米国アリゾナ州の砂漠の砂から製造した微粒子)を溶剤に分散させた液が、材質や形状が潤滑油中に含まれる汚染物質に似ているとの理由で校正用に使用されてきたが、以下の問題が明らかになった。

- ① 粒径に関するトレーサビリティがない。
- ② 粒径の大きさに関わる定義が非現実的。
- ③ 粒度分布に想定以上のばらつきがあった。
- ④ 製造会社が製造を中止し、在庫販売のみとなっている。

そこで、ISO 11171では、校正用粒子をNIST (National Institute of Standards and Technology: 米国標準技術局)が認定した国家標準に準拠した標準粒子MTD (Medium Test Dust)に変更して粒径のトレーサビリティを高めた。

また、粒子の大きさを表すのに、長軸径 (粒子の最大の長さ)に代わり、円相当径 (粒子の影と同じ投影面積の円の直径)を採用した。粒径についての定義の変更を図2に示す。微粒子計数器では、粒子の影の面積の大小を検出器の電圧の変化として検出することから、円相当径のほうが、計数器の測定原理に則っていることなどの理由による。この粒径の定義変更は、計数結果に大きく関わるため、MTDで校正した微粒子計数器を用いた計数結果では、粒径を「 $\mu\text{m}(\text{c})$ 」と表すことになっている。(c)は、「NIST Certificated (NISTに準拠していると証明された)」の略であり、ISO 11171で校正された場合に使用され、ISO 4402で校正された計数結果には使用されない。

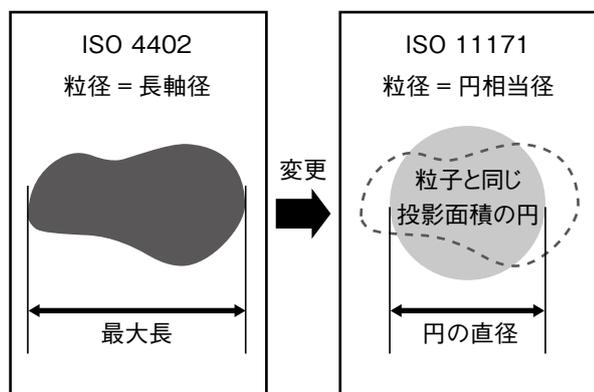


図2 粒径の定義の変更

さらに、ISO 11171では、校正時のテストとして、ISO 4402で実施していた粒径校正に加え、計数精度や粒径分解能などの項目も盛り込まれた。

## 2.4 NAS 1638とISO 4406の粒径比較

2.3項で記載したように、粒径の表示法が変わったことにより、同じ試料を測定しても、粒径表示および粒径分布が異なることになる。同じ粒子に対する長軸径と円相当径の比較を図3に示す。図3は、JIS B 9932 (ISO 11171に対応)の附属書G表G.2を図にしたものである。なお、この粒径比較は目安であり、機器によって少しずつ異なることがある。

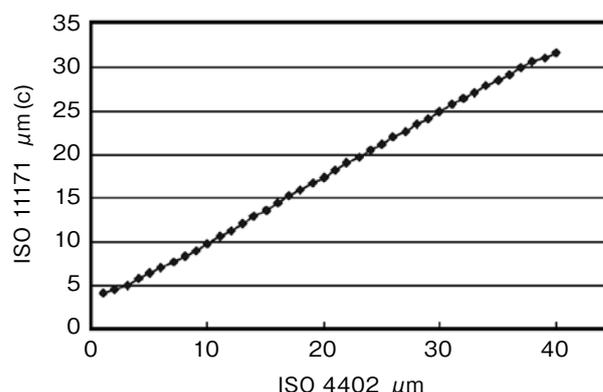


図3 ISO 4402とISO 11171の粒径比較

一方、潤滑油の管理には、過去データとの比較も重要である。そこで、ISO 4406:1999ではISO 4406:1987と汚染度コードが同じになるように、それぞれの粒径分布の区切りを定めている。これにより、両者とも試験結果は、改正前とほぼ同じ結果となるが、全く一致するとは限らない。その理由は、区切りに近似値を用いているためであり、例えばISO 4402で5.0  $\mu\text{m}$ の粒径は、ISO 11171では6.4  $\mu\text{m}(\text{c})$ が目安であるが、実際には、6.0  $\mu\text{m}(\text{c})$ で区切っているからである。具体的な区切りは、表1に記載した。

## 2.5 JISの動向

ISO規格とJIS規格との対応を表3に示す。JISについては、ISOへの整合化が進められており、微粒子計測に関わるJISは2000年前後に制定または見直された。しかし、その直後にISOが改正されたため、試験器の校正法であるISO 11171 (JIS B 9932:2003)を除いては、最新のISOに対応していない。それ故、間もなく改正されるものと考えられる。

ISO 4406に対応するはずのJIS B 9933においては、粒径区分は3区分となっているものの、具体的な分け方は、4  $\mu\text{m}$ 以上、6  $\mu\text{m}$ 以上、14  $\mu\text{m}$ 以上となっており、その単位には、ISO 11171で校正した微粒子計数器を用いたことを示す(c)が付けられていない。

表 3 微粒子計測に関わるJIS規格とISO規格の比較

試験法 No. *1	名称	概要	対応 ISO *1	最新 ISO
JIS B 9932 : 2003	油圧-液体自動粒子計数器の校正方法	JIS B 9933および9934のための試験器の校正方法	ISO 11171 : 1999	ISO 11171 : 1999
JIS B 9933 : 2000	油圧-作動油-固体微粒子に関する汚染度のコード表示	3段階の粒径範囲に分類し、各区分の粒子数をコードで評価する	ISO/DIS*2 4406:1998	ISO 4406 : 1999
JIS B 9934 : 2000	油圧-光遮へい原理を用いた自動計数法による微粒子測定方法	JIS B 9933で評価するための測定方法	ISO 11500 : 1997	ISO 11500 : 2008

\* 1 規格番号の後の「:」以降の数字は、当該試験法の制定または改訂年を示す。

\* 2 DISは、Draft International Standardの略

### 3. 更新した微粒子計数器の概要

NAS等級用専用機に代えて導入した微粒子計数器の外観を図4に、仕様を表4に示す。本計数器は、ISO 4402に基づくNAS 1638およびISO 4406 : 1987にも、ISO 11171に基づくISO 4406 : 1999にも対応可能となっている。



図 4 自動微粒子計数器の外観

表 4 微粒子計数器の仕様

機種	HIAC System 8011 バッチ式微粒子計測器
製造元	HIAC Royco 社 (米国)
システム構成	センサー、サンプラー、カウンター
校正	ISO11171 (MTD) ISO 4402 (ACFTD)
適応規格	NAS1638 (00 - 12 等級) ISO4406 (0 - 28 超等級)
センサー光源	レーザーダイオード
センサー測定方式	光遮へい方式
最大粒子数濃度	10,000 個 /mL
チャンネル数	8 (任意粒径設定可)
測定粒径	2 ~ 400 μm 4 ~ 400 μm(c)
試料流量	10 ~ 100mL/min (標準 : 60mL。5mL 刻みで設定可)
測定試料量	10 ~ 120mL
測定温度	0 ~ 65℃
測定可能な試料粘度	1 ~ 175mm <sup>2</sup> /s

### 4. 試験結果の比較

2種類の作動油(使用油)について、NAS1638およびISO4406で汚染度を評価した結果を表5に示す。同一試料でも、結果の表示が全く異なるため、直接比較することはできない。それ故、経時変化を追ったり、他の試料と比較したりする場合には、同じ試験法で測定することが重要である。

表 5 NAS1638 および ISO4406 による使用作動油の試験結果の比較

粒子径	NAS1638				粒子径	ISO4406			
	作動油 A		作動油 B			作動油 A		作動油 B	
	個 /100mL	等級	個 /100mL	等級		個 /1mL	コード	個 /1mL	コード
5 ~ 15 μm	5030	5	9170	6	≥ 4 μm(c)	608	16	1389	18
15 ~ 25 μm	760	5	1230	5	≥ 6 μm(c)	85	14	141	14
25 ~ 50 μm	345	6	550	7	≥ 14 μm(c)	12	11	17	11
50 ~ 100 μm	35	5	60	6					
≥ 100 μm	0	00	10	6					
結果表示	6		7		結果表示	16/14/11		18/14/11	

## 5. 燃料油中の微粒子計測

以上、潤滑油を中心に述べてきたが、燃料油についても、品質確保のため、含有する微粒子数を ISO コードで表示する動きが加速している。

ジェット燃料は、英国国防省規格 DEF STAN (UK Defence Standard) 91-91 が世界標準となっているが、08 年の改正 (DEF STAN 91-91 (Issue 6)) において、Jet A-1 の生産時の品質規格に、「微粒子計数器による微粒子数」が追加された。これを受けて、Jet A-1 の石連規格でも微粒子計測が追加され、09 年 7 月以降、測定が必須となった<sup>2)</sup>。この規格では、ISO4406 の  $4\mu\text{m}$  (c) 以上、 $6\mu\text{m}$  (c) 以上、 $14\mu\text{m}$  (c) 以上に加え、 $21\mu\text{m}$  (c) 以上、 $25\mu\text{m}$  (c) 以上、 $30\mu\text{m}$  (c) 以上の微粒子について、ISO コードで報告することが義務づけられた。試験法は IP (Institute of Petroleum Standards: イギリス石油協会規格) 564 または IP565 が指定されている。

今回導入した計数器は、IP564、IP565 に規定する試験器とは異なる点もあるが、ISO コードに基づく同様の測定が可能である。

## 6. おわりに

本稿では、潤滑油管理の一環として汚染度測定に用いる自動微粒子計数器について、試験方法の改正動向も含めて紹介した。科学技術の発展や社会のニーズにより、石油製品の分野においても、日々、新しい性能をもった製品が生まれている。これに伴い、製品の性能評価や管理に用いる試験方法も改正、改良が繰り返されている。当試験分析センターでは、今後も石油製品の試験方法の改定に対応し、お客様に安心・満足していただける品質確保のため、試験技術の向上に努力していく所存である。

### — 引用文献 —

- 1) 川商エレクトロニクス(株) 営業用資料 2007.2.5
- 2) 石油連盟航空問題検討委員会品質管理部会「共同利用貯油施設向け統一規格:ISSUE 23 (2008 年 10 月) Jet A-1」