分銅の体積と質量の比較校正装置*

植木正明** 水島茂喜*** 孫 建新** 大岩 彰**

A Comparator for Determination of the Volume and the Mass of Weights

Masaaki UEKI, Shigeki MIZUSHIMA, Jain-Xin SUN and Akira OOIWA

In order to improve the reliability of weight calibration, a fully automatic mass comparator has been installed in an airtight chamber. In the chamber, the density of the inner air is controlled within $\pm 0.0001 \text{ kg/m}^3$ in the density range from 0.7 to 1.2 kg/m^3 , and mass comparison can be done with the fixed environmental conditions. Utilizing this setting, the mass and the volume of a test weight are simultaneously measured. Moreover, a decrease of the uncertainty of the air buoyancy correction and the standard deviation of the mass comparison will be expected. An airtight chamber was made of stainless steel, divided into upper and lower cases, and has a cylindrical shape with an inner diameter of about 700 mm and height of about 740 mm. A mass comparator having a capacity of 1002 g and a readability of 0.001 mg was used for carrying out automatic mass comparison between four weights. This paper describes the features and results of performance evaluations of the comparator.

Key words: mass comparison, volume measurement, weight calibration, air density, air buoyancy

1. はじめに

質量計測のトレーサビリティ確保は、産業界の国際化、品質保証に必須な要件であり、質量標準は力、圧力、トルクなど、他の力学量計測の信頼性確保にも大きな影響を与えている。質量標準は質量が校正された分銅によって供給され、このトレーサビリティは最終的にキログラム原器に接続する階層化された分銅校正機関の認定制度により実現されている。質量計測の利用者は、校正機関から供給された校正済みの分銅を標準とし、これを直接参照して試験物の質量を比較したり、あるいは質量計の性能確認の基準とすることによって、必要な技術水準で信頼性が確保できる。

分銅の質量は、重力質量を検出する質量比較器を用い、質量未知の試験分銅と質量既知の参照分銅とを比較し、この測定結果から評価される。この質量比較は通常空気中で行われるので、比較時の空気浮力の影響を考慮しなければならない。空気浮力の補正量は分銅間の体積差と空気密度により計算されるが、分銅の体積を評価することは容易ではない。分銅は校正の履歴を長期間維持することが求められる貴重な物品で、体積の評価法は質量の普遍性を損なうような汚染や摩耗が生じないことが重要である。従来、高精度の分銅体積の測定には、水中ひょう量法（アルキメデス法）が用いられ、水の密度を参照し体積の絶対値が評価されている¹⁾。この手法では、水の密度の不確かさ、天びんから水中に懸垂されるひょう量皿の釣り線の影響の補正、水の温度分布、対流によるひょう量値のばらつき、などを誤差要因とし数 ppm から数十 ppm オーダの相対不確かさで体積評価が実現される。しかし、分銅を水中に浸すため、分銅表面の汚染や水分の吸・脱着による質量変化が問題になり、質量の安定性も損なう可能性がある。水中ひょう量法では分銅の扱いに細心の配慮が求められ、水浸前後の質量測定など、最終

的に質量の安定性を確認するための一連の作業を含めると年オーダーの期間を費やす場合がある。これらの問題を回避するために、音響式体積計により分銅体積を、質量変化の恐れがない大気中で、簡便かつ短時間に測定する試みがある。しかし、音響式体積計は体積の比較測定器として水中ひょう量法で体積が評価された基準体積が必要で、体積比較の相対不確かさは数百 ppm 程度^{2,3)}と評価されている。

以上のとおり、高度な質量比較に不可欠な分銅の体積評価には、作業性を犠牲に高度の信頼性を実現する水中ひょう量法、あるいは簡便性と作業効率とを追求する音響式体積計法を適用して目的を果たしてきた。一方、本稿で報告する装置は、気密容器内に全自動質量比較器を設置し、分銅の体積と質量を同時に評価する分銅比較校正装置である。音響式体積計法と同じく大気中での体積比較法で、水中ひょう量法と同程度の相対不確かさを実現することが期待される。また、質量についても同時に評価することが可能であり、独立した2つの測定法によって体積と質量を別個に評価する従来の手順に比べ、不確かさ及び作業効率の改善を両立させる手法といえる。さらに、本手法は従来困難であった複雑な形状のおもりや特殊な表面処理が施された試験物の評価ができる。これにより、圧力の標準器である重錘形圧力天びんのセラミック製ピストンの体積と質量の同時評価が可能となり、圧力標準への貢献も期待できる。

2. 分銅の体積と質量の同時校正

本稿において分銅の質量は、ひょう量皿が1つの質量比較器を用い、この皿に質量及び体積が既知の参照分銅と試験分銅を交互に付加し比較する、いわゆる置換ひょう量法によって評価される。質量比較器の指示を I 、質量を M 、体積を V 、空気の密度を ρ_a とし、添え字 r 及び t で参照分銅と試験分銅を表すと、ひょう量時のつり合いから、2分銅の質量差 dM は

$$dM = M_t - M_r = (I_t - I_r) + (V_t - V_r)\rho_a \quad (1)$$

で与えられる。ここで、任意の空気密度の雰囲気中で評価された

* 原稿受付 平成12年8月28日

** 正会員 計量研究所 (つくば市梅園1-1-4)

*** 計量研究所

質量差 dM' は空気密度の関数となり、質量差 dM を切片、体積差 $dV = (V_i - V_r)$ を傾きとする 1 次式(2)で表される。

$$dM' = I_i - I_r = f(\rho_a) = dM - dV \rho_a \quad (2)$$

上式により、複数の雰囲気空気密度により置換ひょう量法が実現できれば、未知数 dM 及び dV を計算することが可能で、これはすでに水中ひょう量法としても実現されている技術である。しかし、水中ひょう量法は、前述のとおり、水の密度の不確かさなどから数 ppm オーダの相対不確かさの実現が限界である。この不確かさは、分銅の体積評価には十分であるが、質量の評価としては不十分で、水浸による質量変化も問題になる。一方、本稿では、気密容器内に 1 kg の質量を 0.001 mg の最小読取りで比較する高感度質量比較器を設置し、容器内に実現された 0.7 から 1.2 kg/m³ までの任意の空気密度の雰囲気下で、分銅間の質量差を置換ひょう量法で比較する。この複数の質量比較結果 dM' をもとに、 dM 及び dV を回帰直線の切片及び傾きとして最小二乗法により求め、分銅の体積及び質量を同時に評価できる。相対的に 1×10^{-9} の超高感度の質量比較によって、0.5 kg/m³ 程度の比較的小さな空気密度変化による微小な浮力変化を検出することが可能になった。後述するとおり、本稿では空気密度変化は、23℃ 付近の一定温度下で容器内圧力を 70 から 120 kPa 程度に調圧して実現する。この雰囲気は粘性流領域として、熱拡散及び空気の組成の問題について大気圧環境と同等の特性を示すと仮定できる。このため、分子流領域となるような高真空雰囲気下における、電磁力平衡機構を備える質量比較器の電磁石及び回路部の発熱による温度分布、ガスの吸・脱着による分銅の質量変化、などの問題について無視できる。

なお、比較する分銅間の体膨張係数の差が有意な場合には、分銅体膨張の温度補正が必要である。しかし、本稿では比較する分銅をオーステナイト系ステンレス鋼製と限定し、分銅間の温度差も有意でないため、この補正は省略される。

3. 校正装置

3.1 校正装置の概要

全自動の質量比較器を気密容器内に設置し、分銅の体積と質量を同時校正する分銅校正装置を図 1 に示す。装置は、温度が 22 から 24℃ の範囲で 1 日の変動が $\pm 0.2^\circ\text{C}$ 、湿度が 40 から 70% の範囲で $\pm 4\%$ 、に制御される恒温・恒湿の実験室に設置された。気密容器はステンレス鋼 SUS304 で製作された。容器は内径約 700 mm、高さ約 740 mm の円筒形で、上部及び下部に二分割する。上部ケースと下部ケースは O リングによって圧力シールされる。上部ケースには 2 つの光学窓があり、内部の質量比較器を視認できる。また、上部ケースはカウンタウェイトに懸垂され、質量約 30 kg のケースの開閉が容易にできる。下部ケースは、質量比較器制御信号ケーブル及び白金抵抗温度計ケーブルのためのハーメチック・フィードスルー、ガス導入口、真空ポンプ用ポート、圧力計接続ポートを備えている。NW40 規格の真空ポンプ用ポートはペローズバルブ、フレキ・チューブを経てスクロール型真空ポンプに接続される。ポンプの排気能力は 500 L/min である。ポンプの発熱による室温変動また振動の影響を考慮して、ポンプは壁を隔てた隣室に設置されている。幅 590 mm、奥行き 400 mm のベースプレートが容器底板に固定され、質量比較器はこの上に配置される。

容器内部の環境と空気密度を評価するために、絶対圧力、

空気温度及び相対湿度の測定が行われた。圧力計は、高精度シリコン共振センサを内蔵したデジタル圧力計である。使用前に、真空ポンプに直結し、ゼロ点の校正を行った。この結果、大気圧測定の合成標準不確かさが ± 30 Pa と評価された。温度測定には、4 線式、100 Ω 、規定電流 1 mA の白金抵抗式温度計が用いられた。空気温度の変化に対する応答性を考慮し、外径 $\phi 0.8$ 、長さ 2 mm の微小な素子が用いられた。抵抗体はガラスで封入されている。スキャナ内蔵のデジタルマルチメータにより、容器内部 5 か箇所の空気温度を測定している。計量研究所温度標準研究室で校正された参照用白金抵抗式温度計との比較校正によって、23℃ 近傍の温度測定の合成標準不確かさが $\pm 0.1^\circ\text{C}$ と評価された。湿度計には、真空から 10 MPa の圧力範囲での測定が可能な湿度変換器が選択された。これは、高分子膜の容量変化によって湿度を測定する。鏡面冷却露点計との比較校正によって、温度 23℃ 近傍における 30 から 70% の相対湿度測定の合成標準不確かさが $\pm 3\%$ と評価された。以上の機器の測定結果は GPIB インタフェースを経由してパーソナルコンピュータに集約され、国際度量衡委員会(CIPM)による国際式を簡素化した次式によって空気密度が計算される。

$$\rho_a = \frac{0.34848 P - 0.009024 H \times \exp(0.61 T)}{273.16 + T} \quad (3)$$

ここで、 T は温度($^\circ\text{C}$)、 P は大気圧(hPa)、 H は相対湿度(%)である。環境測定及び空気密度計算は 10 分ごと 24 時間連続で行われ、すべての結果がコンピュータのハードディスクに記録される。以上の装置によって容器内の空気密度計算の合成標準不

Bv: Bellows-sealed valve, Cu: Control unit, Ft: Feed through, Ht: Humidity transmitter, Ma: Manometer, Mc: Mass comparator, Or: O-ring, Pc: Personal computer, Pr: Pt. resistance, Vp: View port

Fig. 1 Mass comparator installed in the air-tight chamber

Fig. 2 Temperature and pressure in the chamber, and measurement results of mass difference over 30 days

確かさが $\pm 0.0003 \text{ kg/m}^3$ と見積もられた。

質量比較器には、ザルトリウス社の CC1000S-L が用いられた。これは、ひょう量が 1002 g、読取り限度が 0.001 mg で、4 分銅の自動交換器を備え、測定の実現性 0.002 mg とカタログで示している。質量比較器の制御及び電源ユニットは容器外部に配置され、測定結果はコンピュータに転送され、記録される。質量比較器は、制御ユニットで設定された測定パラメータに従って、4 分銅間の 6 通りの比較を全自動で実施する。被試験分銅の質量は、この比較結果を最小二乗法で解いて評価される⁹⁾。

以上のとおり、本装置の主要部である質量比較器及び環境監視部は全自動で動作されるので、装置の操作者の実働時間は短い。例えば、任意の空気密度における測定を 1 日当たり 1 回で、24 回計 24 日費やしたとしても、質量比較器の起動とデータの確認が約 5 分で計 120 分、分銅の交換と測定結果のまとめに約 1 時間、以上合計 3 時間の作業時間で 3 分銅の測定が実現される。

3.2 校正装置の性能評価実験

気密容器内の環境と、ここに設置された質量比較器の分銅比較性能の検証結果を図 2 に示す。実験は 30 日にわたり行われ、図にはこの時の質量差測定結果の変化とその標準偏差、空気密度を決定するために重要な気密容器内部の空気温度及び圧

力を示す。最初の 7 日間は気密容器が開放され、公称値 1 kg の分銅の質量比較が行われた。ここで用いた分銅は同一ロットのステンレス鋼で製作されたものである。この体積差は、拡張不確かさが $\pm 0.007 \text{ cm}^3$ である³⁾ 水中ひょう量法により、有意差なし 0.000 cm^3 と評価されている。この体積差から、図 2 の測定では空気浮力の補正が省略される。開放時の、空気温度は約 $\pm 0.15^\circ\text{C}$ の幅で変動し、分銅の質量差測定の標準偏差は、平均 0.0034 mg であった。この後 26 日目までは、気密容器は閉じられ、この環境下で分銅比較が継続された。容器内の温度は密閉によって約 0.4°C 上昇するが、変動の幅は約 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ に減少した。気密容器内の圧力は、70, 80, 90 及び 100 kPa に段階的に変更され、分銅の比較が行われた。容器を密閉後、大気圧から 70 kPa への圧力調整は真空ポンプによって行われるが、ポンプは 70 kPa までの減圧後停止され、ベローズバルブが閉じられる。この圧力では、容器に漏れがなければ、容器内部での放出ガスの影響は無視され、容器内圧の変動は温度変化が主な原因となる。このため、本装置では特に一定圧力に調圧する機構は備えていないが、温度変動 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ の条件下で、70 から 100 kPa の各圧力において $\pm 20 \text{ Pa}$ 以下の圧力変動幅が実現された。次の 80 kPa への調整は、ステンレス粒焼結フィルタ経由で大気が導入され 10 kPa の加圧が行われる。以降同様に、

Table 1 Specific features of four 1-kg weights

Marking Item	N2	S1B	V2	FB
Shape	Right circular cylinder	Right circular cylinder with a knob	OIML type	OIML type with an adjusting cavity
Diameter mm	54.2	55.9	47.9	48.0
Height mm	54.2	58.2	80.8	81.4
Geometric surface area cm ²	138.6	155.2	154.3	155.5
Magnetic susceptibility	0.006	0.004	0.112	0.004

Fig.3 Photograph of four 1-kg weights

90 kPa を経て 100 kPa までの実験が行われた。湿度の安定度については、開放時に $\pm 4\%$ 、密閉時には $\pm 0.2\%$ であった。以上の環境条件により、分銅比較時の空気密度も安定し、変動を示す空気密度の標準偏差の平均は、密閉時には 0.0001 kg/m^3 であった。また、質量差測定の結果の平均は、密閉時には 0.0007 mg と改善された。残り 4 日間は気密容器が再び開放され同様な測定が行われたが、質量測定結果の標準偏差は平均 0.0035 mg に戻った。

以上の実験の結果、密閉された気密容器内にはより安定な環境が実現し、質量比較器による質量差測定の標準偏差が改善された。また、質量比較器には 70 から 100 kPa の範囲で段階的に調圧された環境変化の影響がないことも確認された。

4. 体積と質量の同時校正と考察

本装置により、分銅の体積と質量の同時校正の能力について検証するため、種々の手法により体積がすでに評価された分銅の再校正を行った。実験に用いた 4 個の 1 kg 分銅の仕様を表 1 に、写真を図 3 に示す。ここで、N2 は表面積を小さくするため直径と高さが等しく製作された直円筒分銅と呼ばれるもので、これを質量及び体積が既知の参照分銅とし、他の 3 分銅を試験分銅とした。V2 及び FB は、分銅に関する国際的な規格である OIML R111 に規定された形状で製作されている。また、FB は同規格の F₁ クラス相当の分銅で、質量調整孔（空洞）を備えているが、他の 3 分銅は調整孔のない一体型の分銅である。空気密度を変えて測定された質量差 dM' の結果を図 4 に示す。空気密度は 0.7615 kg/m^3 (65 kPa), 0.88784 kg/m^3 (75 kPa), 0.9957 kg/m^3 (85 kPa), 1.1129 kg/m^3 (95 kPa), 1.2014 kg/m^3 (102.5 kPa), 及び 1.2309 kg/m^3 (105 kPa) の 6 点で、各密度で 4 回、合計 24 回の質量差が測定された。図 4 では視認性を考慮し、試験分銅の体積 V_t をステンレス鋼製の 1 kg 分銅の公称体積である 125 cm^3 と仮定して空気浮力の補正が行われ、 V_t は $V_t = 125 - dV$ の関係から再計算される。図 4 には、24 個の結果から最小二乗法により計算された回帰直線と相関係数が示されている。相関係数はいずれも約 1 となり、強い相関を示している。回帰直線からの偏差は図 5 に示すとおり $\pm 0.003 \text{ mg}$ 以内で、その標準偏差は 0.001 mg であった。分銅体積の評価結果を表 2 にまとめて示す。1 行目は水中ひょう量法による結果で、分銅 N2, S1B 及び V2 の体積が $\pm 0.007 \text{ cm}^3$ の拡張不確かさ（包含係数 $k=2$ ）で評価されている³⁾。FB は調整孔を有するため、水中ひょう量法は適用できない。2 行目は本装置で評価された体積で、N2 を参照した比較結果が示されている。包含係数 $k=2$ とする本稿手法の拡張不確かさは、N2 の水中ひょう量法による体積評価の拡張不確かさ $\pm 0.007 \text{ cm}^3$ 、空気密度評価 $\pm 0.0003 \text{ kg/m}^3$ 及び回帰直線による推定の合成標準不確かさ $\pm 0.0014 \text{ cm}^3$ を合成し³⁾、 $\pm 0.008 \text{ cm}^3$ と見積もられた。本装置による S1B 及び V2 の体積は、水中ひょう量法の結果と不確かさの範囲内で一致している。3 行目は音響式体積計により評価された結果である。音響式体積計は大気中で分銅の体積を比較する測定器で、1 kg の分銅体積の拡張不確かさは $\pm 0.03 \text{ cm}^3$ である²⁾。音響式体積用の参照分銅 V2 の体積を参照し³⁾、他の分銅の体積が評価された。ここで、分銅 N2 及び S1B の結果については、形状の違いの補正が行われている。音響式体積計は参照分銅と被試験分銅の表面積や形状が異なると、測定槽内の空気が断熱変化するという前提条件が崩

Fig. 4 Relationship between the air density and the mass difference for three different 1-kg weights

Fig. 5 The deviation of the data from regression line

Table2 Experimental results of the volume determination cm^3

Method	Reference	$U_{(k=2)}$	Marking			
			N2	S1B	V2	FB
Hydrostatic weighing	Water density	± 0.007	125.038	127.339	125.591	—
CC1000S-L	Weight N2 [125.038]	± 0.008	Reference	127.343	125.592	126.906
Acoustic volumeter	Weight V2 [125.591]	± 0.03	125.02	127.33	Reference	128.34
Geometric volume	Caliper	± 1	125.0	127.6	126.1	128.1 "external form"

れて測定誤差が生じる。このため、OIML 型の分銅である V2 を参照とする N2 及び S1B の測定では、表面積差の補正や形状の補正が必要である。この補正量を、N2 については -0.31 cm^3 、S1B については -0.07 cm^3 とし、補正後の結果を表に示している。水中ひょう量法と本稿の手法によってこの補正量が確認された。調整孔を有する分銅 FB については、本装置の結果と音響式体積計の結果の間に有意な差がある。分銅の体積は空気浮力の影響を評価するために必要な情報であり、調整孔は気密化されていなければ分銅の体積に含まれない。分銅 FB の場合、本装置の結果は分銅材料のステンレス鋼の部分のみの体積を示している。一方、音響式体積計は調整孔の空間を含んだ体積を測定している。表の 4 行目は分銅の寸法を計測し、幾何学的に体積を計算した結果で⁹⁾、寸法測定に用いたノギス及びラジアスゲージの測定誤差を 0.1 mm とし、拡張不確かさが $\pm 1 \text{ cm}^3$ と見積もられている。本装置とこの幾何学的に計算された結果から調整孔が気密化されていないことが明らかで、調整孔が含まれない本装置の体積値によって正しく空気浮力の影響を補正できる。

本稿で示した分銅の体積と質量の同時評価法による質量決定の不確かさと、従来の水中ひょう量法による体積評価後、別途質量を測定する手法の不確かさとを比較する。拡張不確かさ（包含係数 $k=2$ ）が $\pm 0.007 \text{ cm}^3$ の水中ひょう量によって体積が測定され質量が既知の分銅 N2 を参照し、S1B を校正するとき、本稿では空気密度 0.7615 から 1.2309 kg/m^3 における質量差測定結果 dM' から最小二乗法で 1 次の回帰直線を推定し、その切片から質量差 dM を決定する。この合成標準不確かさは、図 5 に示した結果から実験分散を計算⁹⁾し 0.0011 mg と見積もられる。一方、従来の手法では分銅 S1B についてもその体積を水中ひょう量によって $\pm 0.007 \text{ cm}^3$ の拡張不確かさで測定し、質量の安定を確認後、式(1)から dM を評価する。この合成標準不確かさは、質量差測定 ($I_1 - I_2$) の標準偏差から評価された $u_{(u-n)} = 0.001 \text{ mg}$ 、空気密度の不確かさである $u_{(a)} = 0.0003 \text{ kg/m}^3$ 、拡張不確かさを包含係数で除して求めた分銅体積の不確かさ $u_{(v)} = u_{(v)} = 0.0035 \text{ cm}^3$ 、の合成により 0.0060 mg と見積もられる。両者の方式の違いから明らかなように、本稿の手法では試験分銅 S1B 体積の不確かさの影響なしに直接質量が評価され、同等の性能の質量比較器を用いても質量評価の不確かさが改善される。

5. おわりに

分銅校正の信頼性を向上するため、気密容器に全自動質量比較器を設置し、分銅の体積と質量を同時に校正する装置を開発した。試作された気密容器内の環境は密閉後に安定度が向上し、環境の変動幅は圧力が $\pm 20 \text{ Pa}$ 、温度が $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 、相対湿度が $\pm 0.2\%$ であった。この結果、内部の空気密度も安定し、空気密度の標準偏差の平均は 0.0001 kg/m^3 であった。この環境において、全自動質量比較器による質量差測定の標準偏差は、密閉前の 0.0035 mg から 0.0007 mg に改善された。

気密容器内では、内部圧力の調整により任意の空気密度が設定できる。これを利用し、試験分銅の体積と質量を同時に評価した。 $0.7615 \sim 1.2309 \text{ kg/m}^3$ （容器内圧 $65 \sim 105 \text{ kPa}$ ）の範囲の空気密度において、仕様の異なる 3 個の 1 kg 分銅の同時評価が行われた。この結果、体積比較の合成標準不確かさは 0.0014 cm^3 で、拡張不確かさが $\pm 0.007 \text{ cm}^3$ の体積を参照して比較を行うとき、本装置による体積比較測定の拡張不確かさは $\pm 0.008 \text{ cm}^3$ と見積もられる。また、比較結果は水中ひょう量法による結果と不確かさの範囲内で一致し、体積評価の信頼性が確認された。

本装置を用い分銅の体積と質量を同時に評価することによって、試験分銅体積の不確かさの影響が排除されて空気浮力の補正が行われる。このため、質量差決定時の合成標準不確かさは従来の方式の $\pm 0.0060 \text{ mg}$ から $\pm 0.0011 \text{ mg}$ に改善された。

以上、分銅の体積と質量を同時に評価し、分銅校正の信頼性と作業効率を改善する比較校正装置について報告した。開発した装置の測定上限は 1 kg までであるが、これを 20 kg までに拡張するため、2 号器及び 3 号器の製作を進めている。

参考文献

- 1) OIML R111: Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₂, M₃.
- 2) T. Kobata et al.: Characterization of an Acoustic Volumeter for Measuring the Volume of Weights, Proc. 15th IMEKO World Congress, Vol.III (1999) 205.
- 3) M. Ueki et al.: Application of an Acoustic Volumeter to Standard Weights, Proc. 15th IMEKO World Congress, Vol.III (1999) 213.
- 4) M. Ueki et al.: Weight Calibration by Mass Comparators with Automatic Weight Exchanging Mechanism, Proc. 16th IMEKO TC3/APMP98 (1998) 220.
- 5) 飯塚幸三: 計測における不確かさの表現ガイド, 日本規格協会, (1996) 160.