圧力標準の開発と信頼性確保

Development of Pressure Standard for Ensuring Reliability

小畠 時彦

Tokihiko KOBATA

At the National Metrology Institute of Japan (NMIJ/AIST), national pressure standards are developed and maintained. In this article, the pressure standards, calibration services and activities for ensuring the reliability of the standards are described. A traceability system of the calibration services and the mutual recognition of national measurement standards are also outlined.

[pressure standard, pressure balance, calibration, traceability, interlaboratory comparison, international mutual recognition]

1. はじめに

計量標準は、科学技術の発展、経済活動、環境保全、安全確保、健康増進等の社会的活動を技術的に支える社会基盤である。1903年の中央度量衡器検定所開設から始まった我が国の近代計量標準の歴史は、2003年で100周年を迎えた [1]。現在、上記検定所の流れを汲む産業技術総合研究所の計量標準総合センター（National Metrology Institute of Japan: NMIJ）では、7つの基本単位とそれらを組み立てて実現される組立単位の計量標準を最先端の技術を用いて設定し、それら標準の維持・管理、さらに産業界をはじめとする社会への供給をおこなっている。

我が国の圧力標準に関しては、現在、5 kPa から 7 MPa の気体ゲージ圧力・気体絶対圧力、及び 1 MPa から 500 MPa までの液体圧力の標準を当所で維持・管理・供給している。本稿では、これらの圧力標準の概要とその信頼性確保のために行っている活動について述べる。また、最近、計量標準の世界において重要なキーワードとなっているトレーサビリティと国際相互承認について概説する。

2. 圧力標準器と比較校正

圧力は単位面積あたりに働く法線方向の力で定義

される測定量である。また、圧力は質量、長さ、時間等の基本量の測定から得られる組立量である。国際単位系（International System of Units: SI）による圧力の単位としては主に Pa 又は N/m^2 が用いられている。圧力を正確に発生する標準器として様々な装置が提案されてきているが、主な装置として液柱形圧力計と重錘形圧力天びんを挙げることができる [2, 3]。液柱形圧力計は、測定圧力と釣り合う液柱の液体密度 ρ とその高さ H から、圧力値 P を原理式 $P = \rho \cdot g \cdot H$ により求める装置である。ここで、 g は局所重力加速度である。我が国の圧力標準の根幹となっている光波干渉式標準圧力計は、液柱形圧力標準器である。以下では、もう一方の形式であり、圧力校正の現場で広く用いられている重錘形圧力天びんについて述べる。

2.1 重錘形圧力天びん

重錘形圧力天びん（Pressure Balance）は、圧力の定義をそのまま実現した装置であり、圧力標準器として用いられていることが多い。重錘形圧力天びんの構成要素として重要なのは、ピストン・シリンダと重錘である。精密に質量を決定された重錘による力をピストンに作用させ、その負荷されたピストンを平衡位置に浮上させるのに必要な圧力が与えられるとき、圧力 $P = W/A$ を発生する。ここで、 W は力、

A はピストン・シリンダにより決定される有効断面積である。発生圧力の安定度は、機器の精度、圧力範囲により異なるが、良いものでは相対的に 10^{-6} のオーダー以下である。

より正確には、重錘形圧力天びんによる圧力基準面における発生圧力 P は次式で表される。

$$P = (W/A) + (\rho_f - \rho_a) \cdot g \cdot h \quad (1)$$

ここで $(\rho_f - \rho_a) \cdot g \cdot h$ はヘッド差補正であり、 ρ_f は圧力媒体の密度、 ρ_a は空気密度、 g は局所重力加速度、 h はピストンの下端面と圧力基準面の鉛直距離である。 W は重錘による重力と圧力媒体の表面張力によりピストンに働く力を含んだ力であり、次式で表される。

$$W = M \cdot g \cdot (1 - \rho_a / \rho_m) + \gamma \cdot C \quad (2)$$

ここで M はピストン質量を含んだ重錘の質量、 ρ_m はピストンと重錘の密度、 γ は圧力媒体の表面張力、 C はピストンの円周長である。重錘質量による力は標準分銅と高精度天びんを用いた場合、相対不確かさ 10^{-6} のオーダー以下で決定することができる。

重錘形圧力天びんの発生圧力を正確に決定するためには、式 (1) における有効断面積 A の決定が特に重要である。一般的に、 A は圧力と温度の関数であり、その評価方法はピストン・シリンダの構造によって異なる。代表的なピストン・シリンダの構造としては、単純型、内包型、隙間制御型の3つが挙げられる [3]。Fig. 1 は (a) 単純型、(b) 隙間制御型のピストン・シリンダの概略図である。単純型のピストン・シリンダの有効断面積は圧力に対する線形性を仮定して次式で表される。

$$A(P, t) = A(0, t_r) \cdot (1 + \lambda \cdot P) \cdot \{1 + \alpha_s \cdot (t - t_r)\} \quad (3)$$

ここで $A(P, t)$ は圧力 P 、温度 $t^\circ\text{C}$ でのピストン・シリンダの有効断面積 $A(0, t_r)$ は圧力 0 Pa、参照温度 $t_r^\circ\text{C}$ での有効断面積、 λ は有効断面積の圧力変形係数、 α_s はピストンとシリンダの線膨張係数 α_p と α_c の和である。有効断面積 $A(0, t_r)$ は上位標準器との比較校正、またはピストン・シリンダの直径・真円度・円筒度等の形状測定から精密に決定される。隙間制御型では、ピストンとシリンダの隙間を制御するための圧力 P_j がシリンダ外周面に与えられる。

この型式のピストン・シリンダの有効断面積を表す式が多く提案されてきているが、Heydemann と Welch [4] により提案された式を一例として以下に示す。

$$A_e(P, P_j, t) = A_p(0, 0, t_r) \cdot (1 + b_p \cdot P) \cdot \{1 + \alpha_s \cdot (t - t_r)\} \cdot \{1 + d \cdot (P_z - P_j)\} \quad (4)$$

ここで $A_e(P, P_j, t)$ は圧力 P 、隙間制御圧力 P_j 、温度 $t^\circ\text{C}$ でのピストン・シリンダの有効断面積、 $A_p(0, 0, t_r)$ は形状測定から決定される圧力 0 Pa、参照温度 $t_r^\circ\text{C}$ でのピストン断面積、 b_p は弾性理論から求められるピストンの圧力変形係数である。 d は制御圧力係数で式 $d = D + E \cdot W + F \cdot W^2$ によって表される。ここで W は式 (2) で求められる力であり、 D, E, F は事前の測定から決定される定数である。 P_z は隙間が零になるときの制御圧力で、式 $P_z = P_{z0} + S \cdot W + Q \cdot W^2$ によって表される。ここで P_{z0}, S, Q は事前の測定から決定される定数である。式 (4) によるピストン・シリンダ有効断面積の具体的な評価方法に関しては報告 [5] を参照されたい。

Fig. 1. Schematic drawings of two different type piston-cylinder assemblies.

2.2 比較校正

校正とは、「計器又は測定システムによって指示される量の値、若しくは、実量器又は標準物質によって表される値と、標準によって実現される対応する値との間の関係を、特定の条件下で確定する一連の作業」と「国際計量基本用語集」(VIM) [6] で定義されている。

重錘形圧力天びんの校正と特性評価のためには、2台の重錘形圧力天びんの比較校正（クロスフロート）法が広く用いられている。比較校正により、有効断面積が既知の標準器を用いて、被校正器の未知の有効断面積を校正することができる。

Fig. 2. Schematic drawing of cross float measurement.

比較校正の概略図を Fig. 2 に示す。通常の比較校正では、2 台の天びんの発生圧力が等しくなり平衡状態が得られるまで、いずれかの圧力天びんに微小な分銅が負荷され調整される。2 台の圧力天びんの発生圧力が等しいか否かを判断するために、いくつかの方法が提案されてきているが、ここでは代表的な 3 つの方法について紹介する。すべての方法において、圧力天びんと使用される比較校正システムの性能が十分に良ければ、相対的に 10^{-6} のオーダーで平衡状態の決定が可能である。

第一の方法は、ピストンの降下速度を観測する方法である。降下速度はピストン位置の時間変化から得られる。この方法では、Fig. 2 に示すように 2 台の圧力天びんの配管が接続されたときに測定される各天びんのピストン降下速度が、それらの配管が切り離されたときに測定される各圧力天びん固有の自然降下速度と比較される。もし、降下速度が異なる場合には、いずれかの圧力天びんの微小分銅が調整され、降下速度が一致するまで測定が繰り返される。この方法は、伝統的に広く用いられている方法であるが、測定結果がシステムの構成、校正作業者の技術力・熟練度により変化することもあるので注意が必要である。

Fig. 3. Accurate determination of equilibrium state between two pressure balances using a pressure transducer, CVV: Air-operated constant volume valve, VV: Variable volume.

第二の方法は、2 台の圧力天びんの発生圧力差を感度の良い差圧計で観測する方法である。この方法においては、差圧計により圧力差が零と測定されるまで微小分銅が調整される。

第三の方法は、高精度圧力計を比較器とした置換比較法である。概略図を Fig. 3 に示す。この方法では、2 台の圧力天びんの発生圧力を定容積バルブの切り替えにより交互に高精度圧力計で測定する。2 台の圧力天びんの発生圧力が別々に測定されるので、発生圧力の安定度を個別に評価できる。また、両圧力天びんの発生圧力が、ある程度非平衡であっても平衡状態の決定ができるというメリットがある [7]。

3. 圧力標準の信頼性評価と維持・管理

3.1 測定の不確かさ評価

測定した量の信頼性を表すために、精度、誤差等の表現が用いられてきたが、使用する人、状況による定義の相違等、実際の運用においては混乱があった。これらの問題を解決するために、1993 年に世界の計量に関する 7 国際機関により、「計測における不確かさの表現に関するガイド」(GUM) [8] が作成された。GUM では測定の信頼性をあらわすために“不確かさ”という指標を採用している。この不確かさという指標を用いた場合、その値が小さいほど、測定の信頼性が高いということになる。現在、世界中の国立計量標準研究機関において各測定量の信頼性は不確かさで表されている。NMIJ/AIST においても、GUM の方法に基づく不確かさ評価を行うことにより、開発・維持・管理・供給している測定量・校正量の信頼性を評価している。現在、国内各方面に、この指標の普及が進められている。

3.2 維持・管理

NMIJ/AIST の圧力校正業務において、校正の結果に重大な影響を持つ設備は校正プログラムに沿って校正され、運用されている。校正を要する機器は、圧力標準器である重錘形圧力天びんのピストン・シリンダ・重錘・温度計・真空計、また、校正用高精度圧力計(デジタル圧力計)、温湿度計等々である。これら校正用機器は、質量、長さ、温度等の国家標準に対してトレーサブルになるように管理されている。また、校正室の重力加速度値も国家標準にトレーサブルな機器により測定されている。圧力作業標準器は定められた校正周期内で校正を実施している。

複数の標準器の群管理により再現性・経時変化のデータを蓄積し、各標準器の発生圧力の長期・短期安定性を評価している。

4. 圧力標準校正サービス

4.1 圧力標準供給の概要

現在、NMIJ/AISTで行っている圧力標準の校正サービスは、ISO/IEC 17025 [9] の要求事項に基づく品質システムにより運用されている。その適合審査、及び外国標準研究機関からの審査員による技術的レビューは既に終了し、国内認定機関である独立行政法人製品評価技術基盤機構より ASNITE 国家計量標準研究所認定サブプログラム (ASNITE-NMI) の認定を受けている [10, 11]。

NMIJ/AIST 圧力校正サービスの概要を Table 1 に示す。2 種類の校正対象機器（重錘形圧力天びん、高精度圧力計）と 3 種類の圧力校正方法（気体ゲージ圧力、気体絶対圧力、液体圧力）の組み合わせ毎、全部で 6 種類の校正サービスを実施している。圧力校正サービスに使用する圧力媒体としては、気体圧力校正においては純窒素 (N_2)、液体圧力校正においてはセバケート (Di-2-Ethyl Hexyl Sebacate) を用いている。校正対象機器毎の校正の方法、校正手順、不確かさの見積り方法等は全て内部校正マニュアルとして文書化されている。採用している圧力校正方法は、世界的に公知の国際規格 [12, 13]、及び国内規格 [14, 15] 等に準拠し、その妥当性は既に確認済みである。また、それらの校正方法から得られた校正結果に問題がないことは後述する国際比較の結果報告においても確認されている。Table 1 の表中の①、③、⑤における重錘形圧力天びんの取扱い、及び発生圧力の算出にあたっては、JIS 規格「重錘形圧力天びん—第 3 部：使用方法及び使用条件」(JIS B 7610-3)、EA 規格「Calibration of Pressure Balance」(EAL-G26) に記載されている方法に概ね準じている。①の方法に関しては、差圧計を介した比較校正法を用いている。これは、JIS 規格「重錘形圧力天びん—第 2 部：試験方法」(JIS B 7610-2)の有効断面積の決定における比較試験に準じている。③、⑤の高精度圧力計を比較器とする置換比較法に関しては、報告 [7] に記載された方法に準じている。②、④、⑥に関しては、日本計量機器工業連合会規格「デジタル圧力計性能試験方法」(JMIF-012) [15] に準じた、標準器の発生圧力による直接校正を行っている。

Table 1. Outline of pressure calibration services at NMIJ/AIST.

	Calibration item	Kind	Range	Medium
①	Pressure balance	Gas	5 kPa ～ 7000 kPa	Nitrogen
②	Pressure measuring device	gauge pressure		
③	Pressure balance	Gas		
④	Pressure measuring device	absolute pressure		
⑤	Pressure balance	Hydraulic pressure	1 MPa ～ 500 MPa	Sebacate
⑥	Pressure measuring device			

4.2 校正結果の報告

当所が実施した校正の結果は、証明書番号により識別された校正証明書によって報告されている。校正証明書には、依頼者の名称及び住所、校正実施場所、校正器物の名称・製造者名・型式・製造番号、発行日、校正方法、不確かさを含む校正結果、校正実施条件等の項目が記載される。

4.3 校正・測定能力

校正サービスを通して、ユーザに提供できる最良の不確かさは校正・測定能力 (Calibration and Measurement Capabilities: CMC) で示される。前述した認定サブプログラムにより認定されている NMIJ/AIST 校正サービスの最新の CMC は製品評価技術基盤機構のホームページ [16] の ASNITE-NMI の項に記載されている。

4.4 計量標準整備計画

本稿で述べてきたように、NMIJ/AIST では、現在、5 kPa から 500 MPa までの圧力範囲においては、圧力標準を確立し社会に供給している。しかしながら、社会から要望されている全ての圧力校正サービスの実現には応えられていないのが現状である。NMIJ/AIST では、社会からの計量標準の需要に応えるために計量標準整備計画を作成し、その計画に基づいて計量標準の供給体制（品質システム）の整備を進めている。それら整備においては、適切な標準供給手順の確立、標準供給の透明性確保、技術の継承、国際相互承認の確立に重点が置かれている。

圧力標準整備の今後の課題として、高度化・多様

化する社会ニーズへの対応が検討されている。具体的には、校正サービスにおける圧力上下限範囲の拡大、圧力校正の種類の増加、圧力標準の信頼性の更なる向上である。

5. 国際整合性の確保

国家計量標準が物理的な定義によって確立されたとしても、その国際的な整合性を確認するためには、各国の保有する国家計量標準との同等性を確認する必要がある。このためには、各国の保有する国家計量標準を一カ所に集めて比較する方法、または、安定した標準器を各国に巡回して比較する方法が用いられ、これらを国際比較と呼んでいる。国際比較により、保有している国家標準の値の国際標準からの偏差の大きさを評価することができる。また、各国における国家標準の値の不確かさ推定が適当であるかどうかを評価することができる。国際比較は国家標準の国際的な同等性を確保するために多くの計量標準において実施されており、それらの結果は、国際度量衡局 (Bureau International des Poids et Mesures: BIPM) によって発行され、基幹比較データベース (Key Comparison Database: KCDB) に登録されている (<http://kcdb.bipm.fr/>)。

NMIJ/AIST では、圧力標準の国際的な整合性を確認するために、国際度量衡委員会 (Comite International des Poids et Mesures: CIPM) の質量関連量諮問委員会 (Consultative Committee for Mass and Related Quantities: CCM), 及び、アジア太平洋計量計画 (Asia Pacific Metrology Programme: APMP)

Table 2. Interlaboratory comparison in which NMIJ/AIST participated.

Identifier	Kind	Pressure range	Year
CCM. P-K11	Hydraulic gauge	20 MPa - 100 MPa	1981-1989
CCM. P-K10	Gas absolute	10 kPa - 140 kPa	1983-1995
CCM. P-K8	Hydraulic gauge	100 MPa - 500 MPa	1996-1999
CCM. P-K1.c	Gas gauge	0.08 MPa - 7 MPa	1998-1999
CCM. P-K7	Hydraulic gauge	10 MPa - 100 MPa	2003-
APMP. M. P-K1.c	Gas gauge	0.4 MPa - 4 MPa	1998-2001
APMP. M. P-K6	Gas gauge	20 kPa - 105 kPa	1998-2001
APMP. M-P-K7. TRI	Hydraulic gauge	40 MPa - 200 MPa	2001
APMP. M. P-K7	Hydraulic gauge	10 MPa - 100 MPa	2002-

の質量関連量技術委員会 (Technical Committee for Mass and related quantities: TCM) が実施する基幹比較や他国間との国際比較に参加を進めている。これまでに参加した国際比較を実施中のものを含め、Table 2 に示す。これら国際比較の結果から、我が国の圧力標準が国際標準に良く整合していることが確認されてきている。今後予定される種々の国際比較にも継続的に参加し、我が国の圧力標準の国際整合性を定期的に確認していく予定である。

6. トレーサビリティと国際相互承認

6.1 トレーサビリティ

トレーサビリティは最近の食料品業界からの話題においてよく聞かれる言葉であるが、計量標準の世界においても、近年非常に重要なものとなっている。例えば、ISO/IEC 9000 シリーズにおいては測定のトレーサビリティに対する要求があり、また後述するように国際商取引においては計測機器の校正証明書がトレーサビリティが必要とされている。“トレーサビリティ”とは「不確かさがすべて標記された、切れ目のない比較の連鎖を通じて、通常は国家標準である決められた標準に関連づけられ得る測定結果または標準の値の性質」と定義されている [6]。

国内のトレーサビリティ制度は、現在施行されている計量法において校正事業者認定制度 (Japan Calibration Service System: JCSS) として 1993 年から実現されている。Fig. 4 にその体系の概念図を示す。校正事業者は国家計量標準にトレーサブルな標準を持つとともに、共通の要求事項、適用指針により品質システムを構築し、認定機関により認定を受けることを求められている [9, 17]。NMIJ/AIST では、これら認定審査にも技術的側面から協力を行っている。

Fig. 4. Concept of traceability of calibration service.

現在、国内ユーザへの圧力標準供給は JCSS 制度により認定された圧力校正事業者を通して行われている。それら認定事業者と認定内容の一覧は前述した製品評価技術基盤機構のホームページ [16] の JCSS の項に記載されている。

6.2 国際相互承認

国際相互承認は、グローバル化されてきている国際通商において経済的な要請から必要とされている。例えば、ある製品の二国間の輸出入において、両国で別々にその製品に検査・試験を行うのでは無く、どちらかの国の発行する校正証明書がもう一つの国でも通用すれば、重複して行われていた試験を省略することができる。その場合、低価格、短納期等の経済的メリットがあり、より活発な通商、交易に資することとなる。

各国国立計量標準研究機関 (National Metrology Institute: NMI) の計量標準の同等性を認め、発行する校正証明書を相互に承認するための計量標準の国際相互承認協定 CIPM MRA が 1999 年 10 月に約 40 の国家計量標準機関により締結された [18, 19]。現在も参加国数は増加中である。CIPM MRA 確立のためには、参加国 NMI の国家計量標準の同等性を NMI 間の国際比較等により確認し、また NMI が発行する校正証明書を相互に承認する必要がある。現在、世界規模での計量標準のトレーサビリティ体系を構築するために、世界中でこれらの作業が精力的に推し進められている。

7. おわりに

本稿で述べたように、現在、NMIJ/AIST では、我が国の圧力標準高度化のための研究開発、標準の維持・管理、社会への供給、国際整合性の確認、標準供給体制の整備を中心とする多くの活動を行っている。さらに、社会が求めている圧力標準、先進的な産業技術を支える圧力標準を継続的に実現できるよう今後の技術開発を進めていく予定である。

謝 辞

技術シリーズ「圧力スケール」研究グループ 世話人代表の近藤建一氏から、本原稿執筆の機会を頂き

ました。ここに謝意を表します。また、解説執筆に際し、有意義なコメントを頂いた当所の大岩彰氏と平田正紘氏に謝意を表します。

参考文献

- [1] 計量標準 100 周年記念誌, (産業技術総合研究所 計測標準総合センター, 2003).
- [2] 大岩彰: 精密工学会誌, **66**, 1697 (2000).
- [3] (社)計量管理協会編: 圧力の計測, p.75 (コロナ社, 1987).
- [4] P.L.M. Heydemann, B.E. Welch: *Experimental Thermodynamics*, Vol. II, Part 3, p.147-202 (International Union of Pure and Applied Chemistry, 1975).
- [5] T. Kobata, J.W. Schmidt, D.A. Olson: Trans. of the Society of Instrument and Control Engineers, **39**, 349 (2003).
- [6] VIM: International vocabulary of basic and general terms in metrology, (1993).
- [7] T. Kobata, D.A. Olson: in *Proc. of SICE 2003*, Fukui, WAI-1-4 (2003).
- [8] GUM: Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (1995).
- [9] ISO/IEC 17025: General requirements for the competence of testing and calibration laboratories, (1999).
- [10] ISO/IEC GUIDE 58: Calibration and testing laboratory accreditation systems - General requirements for operation and recognition, (1993).
- [11] 製品評価技術基盤機構 適合性評価センター 認定センター: 国家計量標準研究所(NMI)認定の一般要求事項 (第 4 版), (2003).
- [12] OIML R 110, Pressure Balances, (1990) .
- [13] EAL-G26, Calibration of Pressure Balance.
- [14] JIS B 7610-1, -2, -3, 重錘形圧力天びん, (2000).
- [15] (社)日本計量機器工業連合会規格 JMIF-012, デジタル圧力計性能試験方法, (2001).
- [16] 製品評価技術基盤機構 ホームページ <http://www.nite.go.jp/>
- [17] 製品評価技術基盤機構 適合性評価センター 認定センター: 計量法校正事業者認定制度技術的要求事項適用指針 事業区分:圧力(第 3 版), (2002).
- [18] 小野晃: 計測と制御, **40**, 477 (2001).
- [19] CIPM MRA: Mutual recognition of national measurement standards and of calibration and measurement certificates issued by national metrology institutes, (1999).

[2004 年 1 月 29 日受理]