最小読み取りと測定環境を改善した 100 g 質量比較器

植 木 正 明*・孫 建 新*・上 田 和 永*

A 100 g Mass Comparator with an Improved Readability and Measuring Environment

Masaaki UEKI*, Jian-Xin SUN* and Kazunaga UEDA*

In order to achieve higher accuracy of the mass standard in the mass range equal to or less than 100 g, it is necessary for a mass comparator in the range to have a relative sensitivity of the order of 1×10^{-9} . For this purpose, a 111 g capacity fully-automatic mass comparator has been renovated so that its readability is improved from 1 to 0.1 μg . The mass comparator is also installed in an air-tight chamber originally developed by the NMIJ, so that it can be kept in stable environment, especially in the air of constant density. With these renovations, standard deviation of the mass comparisons is reduced and uncertainty of the air buoyancy corrections is lessened. This paper reports the features of the improved 100 g mass comparator, the empirical method to evaluate its performance and the obtained results. As a result, the standard deviations of the mass difference measurements have been greatly improved to 0.22 μg in the average with the chamber closed, compared with 0.97 μg with the one open. The linearity of the comparator has been also verified by the mass difference measurements of weights at the six masses of 10, 20, 30, 50, 70 and 100 g, and it confirms that the non-linearity errors of the comparator are within 0.28 μg , showing good measuring performance.

Key Words: mass comparator, air-tight chamber, weight calibration, readability, air-buoyancy correction

1. はじめに

(独)産業技術総合研究所計量標準総合センター(NMIJ/AIST)では、質量の国家計量標準である日本国キログラム原器(No. 6)を管理して、この質量を基に 1 mg から 5000 kg までの組分銅の質量を校正し、この範囲の質量標準を設定・維持している。これらの標準を、計量法校正事業者登録制度(JCSS)における分銅校正事業者をはじめとする各種の質量計測のユーザに供給することにより、日本国内における質量計測の信頼性確保に寄与している^{1)~4)}。

ここで、5 g から 10 kg の範囲の標準分銅の質量校正には、3 台の質量比較器を用いている。すなわち、5 g から 100 g の範囲で用いる最小読み取りが 1 μg の 100 g 比較器、200 g から 1 kg の範囲のための最小読み取りが 1 μg の 1 kg 比較器、2 kg から 10 kg の範囲の最小読み取りが 10 μg の 10 kg 比較器である。これらの質量比較器について、1 kg 比較器および 10 kg 比較器の最大測定質量における相対感度が 1×10^{-9} であるが、100 g 比較器の相対感度は 1×10^{-8} となっている。この 100 g 比較器の性能が、質量標準を 100 g 以下の

範囲により高精度に展開する際の技術的隘路となっていた。以上の問題は、世界各国の計量標準機関にとって共通の問題であり、2009 年ごろから 100 g 分銅の質量比較時に標準偏差 0.8 μg を達成できる 100 g 質量比較器が市販されるようになる、この改良品へ更新する計量標準機関が増えている。NMIJ/AIST では独自にこの問題を解決するため、100 g 比較器の最小読み取りを 1 μg から 0.1 μg に向上させると共に、測定環境の高安定化が期待できる気密容器内に質量比較器を収納した。これら包括的な改良によって、表示のドリフト、空気浮力の変動などによる影響を低減させて、相対感度 1×10^{-9} オーダーにおける高精度な質量比較の実現を図った。

本論文では、改良した 100 g 質量比較器の機器構成、性能評価のための実験方法とその結果について報告する。性能評価の実験としては、改良した 100 g 比較器によって気密容器の開放時と密閉時とで公称質量 100 g のステンレス鋼製分銅の質量比較を行ない、環境安定化の効果について確認した。さらに、2 個の 100 g 分銅を参照し 10 g から 50 g の組分銅の分量校正を行ない、100 g 質量比較器の直線性を検証した。

2. 100 g 質量比較器

改良の対象とした市販の 100 g 質量比較器(Mettler Toledo 社製 AT106H 型)は、4 個の分銅の自動交換機構を備え、接続されたパーソナルコンピュータの制御プログラム

* (独)産業技術総合研究所計量標準研究部門
つくば市梅園 1-1-1 中央第 3

* National Metrology Institute of Japan, AIST, 1-1-1
Umezono, Tsukuba
(Received September 20, 2011)
(Revised January 27, 2012)

により、指定の組合せと繰り返し回数で4分銅間の質量比較を全自動で実現する。製造者の仕様では、質量測定の繰返し性が $1.5\text{ }\mu\text{g}$ となっている。測定原理は電磁力補償式で、測定物に作用する重力を電磁石で発生する磁力で釣り合わせ、このとき電磁石に流れる電流をデジタル信号に変換し、非直線性誤差や温度誤差を補正した後、質量測定結果として表示する。製造者から特製の電子回路基板の供給を受け、これを用いて最小読み取りを既製品の $1\text{ }\mu\text{g}$ から $0.1\text{ }\mu\text{g}$ に向上させる改造を行なった。さらに、単なる最小読み取りの改良のみでは測定精度の向上は望めないで、ステンレス鋼製の気密容器内に 100 g 質量比較器を収納して測定環境の高安定化を図った。

Fig. 1 に、最小読み取りを $0.1\text{ }\mu\text{g}$ に改良しこれを気密容器内に設置した質量比較器のブロック図と写真を示す。本装置は 100 g までの分銅の質量比較を全自動で行なうため、 100 g 質量比較器、気密容器、環境計測機器およびパーソナルコンピュータ(PC)から構成される。この装置を、温度が 24°C 付近で1日の変動が $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$ 以内、相対湿度が40%から60%の範囲で $\pm 4\%$ 以内に制御される恒温・恒湿の実験室に設置した。気密容器には、専用の温度および圧力の安定化機構を備えていない。しかし、本装置は間欠的に最大 40 VA ほどの電力を消費する全自動質量比較器を適当な容積で漏れない容器に収納するので、室内よりさらに安定な測定環境が容器内に実現し、分銅質量の比較結果のばらつきの改善が期待できる。この測定環境の高安定化に加え、容器内圧を 20 kPa から 105 kPa の範囲で調圧し、約 0.2 kg/m^3 から 1.2 kg/m^3 の範囲で任意の空気密度(ρ_a)環境を設定できる。ここで、ある空気密度下で測定した比較器表示値から計算する分銅間の見かけの質量差は、空気密度の関数となり、質量差を切片、体積差を傾きとする1次式で表わされる。容器内に設定した異なる空気密度における複数の質量比較の結果をもとに、最小二乗法により回帰直線の切片と傾きを求め、被校正分銅の質量と体積を同時に評価できる³⁾。以上の機器構成で、本装置は 5 g から 100 g の範囲の分銅校正を高度に実現する。

気密容器はSUS304相当のステンレス鋼で製作され、内径約 720 mm 、高さ約 740 mm の円筒形で、上部および下部に二分割する。上部容器と下部容器はOリングによって圧力シールする。下部容器には、25芯および36芯の比較器制御信号ケーブルと20芯の白金抵抗温度計ケーブルのためにハーメチック・フィードスルーを備えている。さらに、容器内部の圧力調整に関係する圧力計口、吸気口、排気口がある。NW40規格の排気口は、ベローバルブ、フレキ・チューブを経てオイルフリー・スクロール真空ポンプに接続する。ポンプは、排気能力が 500 L/min であり、室温変動および振動発生の影響を考慮して壁を隔てた隣室に設置している。上部容器には、湿度センサを接続し、二つの光学窓により内部の比較器を視認できる。また、上部容器はカウンターウェイトに懸垂され、質量約 30 kg の容器の開閉を容易に実現できる。幅 590 mm 、奥行き 400 mm 、厚さ 20 mm のアルミ合金製の平板を容器底部に固定し、比較器をこの平板上に配置した。

容器内部の環境条件と空気密度を評価するために、白金抵抗温度計、湿度計および圧力計を容器に接続している。温度計は、4線式、 $100\text{ }\Omega$ 、規定電流 1 mA の白金抵抗式である。空気温度の変化に対する応答性を考慮して、外径 0.8 mm 、長さ 2 mm の微小な素子を選定し、 0.01°C の感度の温度測定を実現している。5chスキャナー内蔵の表示部を用い、比較器ひょう量室内部1箇所と容器内4箇所の計5箇所に白金抵抗素子を配置し、容器内の温度分布を監視している。湿度計には、真空から 10 MPa の圧力範囲で測定が可能な湿度変換器を選択した。これは、高分子膜の容量変化によって湿度を測定する。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。真空ポンプに直結し、ゼロ点変化を定期的に監視している。これらの計測器の信頼性は、トレーサビリティが確保された校正を受けている参照用白金抵抗式温度計、鏡面冷却式露点計および参照用大気圧計との比較校正によって担保している。この結果、 24°C 近傍の空気温度測定、 $20\sim 60\%$ の範囲の相対湿度測定および $20\sim 110\text{ kPa}$ の範囲の絶対圧測定の合成標準不確かさを、おのおの

Fig. 1 A block diagram and a photo of the improved 100 g mass comparator

0.05°C, 3%および10 Paと評価した。また, 3種の計測機器の測定結果はPCに集約し, 国際度量衡委員会(CIPM)の近似式⁵⁾によって容器内空気の密度を計算する。この環境測定と空気密度の計算を10分ごとに24時間連続で行ない, すべての結果をPCのハードディスクに記録し保存している。

3. 改良した質量比較器の性能評価

3.1 異なる環境下における100 g分銅の質量比較

2個の分銅の質量比較では, 分銅を比較器のひょう量皿に交互に置き, 比較器の表示値を記録する。ここで, 分銅間の質量差 dM は, M を分銅の質量, dI_{B-A} を質量比較器の表示差, ρ_a を空気密度, V を分銅の体積, 添え字BとAでおのおの分銅BとAを表わし, 2分銅に作用する重力加速度に有意差がないとき, ひょう量時の釣り合いからつぎの式より計算できる。

$$dM = M_B - M_A = dI_{B-A} + \rho_a (V_B - V_A) \quad (1)$$

比較手順については, 分銅AとBを約140秒の一定周期で交互にひょう量し, $A_1B_1A_2 \cdot B_2A_3B_3 \cdot A_4B_4A_5$ の9回の測定を一組の手順とした。これはABA法と呼ばれる測定法で⁵⁾, 前後に行なった分銅Aの二つの結果の平均値から分銅Bに対する質量差を計算することで, 線形性を伴う比較器の表示値のドリフトの影響を補償できる。比較器の表示差 dI_{B-A} とその標準偏差 s をつぎのとおり計算した。

$$d_1 = \frac{(IB_1 - IA_1) + (IB_1 - IA_2)}{2},$$

$$d_2 = \frac{(IB_2 - IA_3) + (IB_3 - IA_3)}{2},$$

$$d_3 = \frac{(IB_4 - IA_4) + (IB_4 - IA_5)}{2} \quad (2)$$

$$dI_{B-A} = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 d_i \quad (3)$$

$$s = \left\{ \frac{1}{(3-1)} \sum_{i=1}^3 (d_i - dI_{B-A})^2 \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (4)$$

ここで, IB と IA はおのおの分銅BとAのひょう量時の質量比較器の表示値である。

気密容器内に設置した100 g質量比較器の性能検証のために, 12日間にわたり行なった実験結果をFig. 2に示す。ここで, 下図に公称質量100 gのステンレス鋼製分銅AとBの質量差 dM の測定結果の平均値からの偏差 ΔdM を, 上図に質量差測定のための比較器ひょう量室内の空気温度および圧力を10分ごとにプロットした結果を示す。実験の最初の環境条件として, Fig. 1の写真のように気密容器を開放した時間を「Open 1」として下図に示した。つぎの環境条件として, この後10日目までは, 気密容器を閉じ「Close」と示した間に, 容器内の内圧を22, 46, 69および94 kPaと4段階に設定した。実験の最後の環境条件となる残りの約3日間は, 気密容器を再び開放し「Open 2」とした。質量差の計算では, 別途評価した分銅AとBの体積差 0.29 mm^3 を引用し, (1)式で空気浮力の補正を行なったあとの分銅AとBの質量差 dM を一つの結果とした。各環境における一連の測定として, 測定時間約12時間で分銅AとBの合計189回のひょう量を行なって, 合計21の結果を得た。Fig. 2の下図では, 質量差の測定結果の傾向と再現性を見るため, 12日間の全126結果の平均値を計算し, dM の平均値からの偏差を ΔdM として質量差測定の結果を示した。また, 各結果のエラーバーは(4)式で計算した標準偏差 s である。なお, 本実験では, デジタル計器である質量比較器, 温度計および圧力計のデータ取得で, 積分時間をそれぞれ10秒, 0.1秒および0.5秒, サンプルング数をそれぞれ1, 10および10と設定した。

Fig. 2から明らかなように, 「Open 1」と「Open 2」で示した気密容器の開放時と, 「Close」と示した密閉時の質量差測定の標準偏差の傾向は異なる。開放時の21結果の標準偏差の平均は, 「Open 1」が $0.92 \mu\text{g}$, 「Open 2」が $0.99 \mu\text{g}$ であった。一方, 密閉時「Close」の84結果の標準偏差の平均

Fig. 2 Measurement results of the mass comparison under different ambient conditions

は $0.22 \mu\text{g}$ であり、開放時に比べ標準偏差が約五分の一に改善された。容器開放時の比較器ひょう量室内の空気温度は、「Open 1」と「Open 2」共に、 23.7°C 付近で標準偏差 0.04°C 程度の高い安定性を示す。一方、開放時の圧力は大気圧に依存し、Fig. 2 の右上に変化のあった部分を拡大して示すとおり、「Open 2」の分銅測定の際の12時間で約 0.5 kPa の圧力降下があった例もある。容器を密閉し大気圧から 22 kPa まで減圧すると、常時通電している質量比較器の予熱の拡散条件が変わって、ひょう量室内に約 0.4°C の温度上昇が見られる。しかし、この温度変化も、調圧後の約3時間の慣らし時間で平衡状態に達し、その後の安定度は標準偏差 0.04°C に回復した。この温度安定後に分銅の測定を始めると、主に比較器の分銅交換部の発する熱が原因と思われる第二の温度変化が見られ、交換器動作終了までに約 0.3°C の温度上昇が起きた。内圧 22 kPa の状態は約48時間保持したが、この際の圧力の安定度は、圧力調整を行なった5時間とこの直後の慣らしの3時間を除き、温度上昇があった分銅測定の12時間を含む約40時間で標準偏差 0.03 kPa 程度であった。以上の内圧 22 kPa における容器内環境の推移は、同様な時間経緯で環境慣らしと分銅測定を行なった内圧 46 kPa , 69 kPa および 94 kPa の場合にも、類似な傾向の現象として再現した。

質量差測定のばらつきについて検討を進めるため、分銅 A をひょう量した際の質量比較器の表示値の変化を環境ごとにまとめて Fig. 3 に示す。各環境において一連の測定で21結果を得るために、測定間の約16分の休止時間を含め、合計約12時間を費やしている。図では表示変化の傾向を比較するため、各表示についてその最低値をゼロとしてこれからの偏差を計算し ΔIA として示している。また、変化量の大きい内圧 22 kPa における結果については、尺度を2倍した図の右側の第2の縦軸によって示している。Fig. 3 から明らかなように、表示変化は容器の開放時（「Open 1 および 2」）と密閉時（内圧 22 , 46 , 69 および 94 kPa ）とで異なる傾向を示した。すなわち、開放時には表示値が不規則に変化しこれにはより短周期の変動成分も伴っている。一方、密閉時

には最初の結果が最小値となって、時間経過と共に滑らかに増加した。密閉時の表示変化の傾向は分銅 B の結果にも同様で、たとえば、内圧 22 kPa のときには最終的に約 $180 \mu\text{g}$ の比較的大きなドリフトとなるが、ここには線形性が示される。このため、分銅 A と B の質量差の評価においては、ABA 法により表示のドリフトの影響が補償され、質量差の計算結果のばらつきが減少した。内圧 22 kPa 時のほかの圧力に比べ大きな表示変化が見られた傾向は、比較器の電子回路部の熱拡散の減少が原因と推定される。減圧により容器内の雰囲気分子が分子流領域に近づくと、気体分子による熱エネルギーの交換が減り、発熱部の温度はより上昇し、表示値が一方方向に変化する。また、開放時の表示変化の不規則性は、大気圧の突発的な変動や空気の流れの乱れなど、密閉時と異なる環境条件の交互作用が原因で生じた現象と思われる。

以上のとおり、改良した 100 g 比較器を用い、気密容器を密閉した内圧 22 kPa から 94 kPa の環境下で、ABA 法により 100 g 分銅の質量比較を $0.22 \mu\text{g}$ の標準偏差で実現し、製造者仕様の $1.5 \mu\text{g}$ に比べて約七分の一にまで低減できた。

3.2 質量比較器の直線性

改良した 100 g 質量比較器は、 11 g の電氣的ひょう量範囲と内蔵された釣り合い分銅の 10 g ごとの段階的な切り替えで、測定範囲 $0 \sim 111 \text{ g}$ を実現する方式である。このため、釣り合い分銅の切り替えごとに測定範囲が断続的となるので、 10 , 20 , 30 , 50 , 70 および 100 g の6種の質量においてつぎの実験を行ない、質量比較器の直線性を検証した。この実験は、校正済みの 10 , 20 , 50 および 100 g の公称値の分銅を各4個、合計16個を用い、これらの分銅を組み合わせ上記の 10 g から 100 g の範囲で6種類の既知の質量を各4組実現する。質量比較器の4分銅自動交換器に4組の分銅を置き、4組の分銅間で2組ずつ比較を行なう際の6通りすべての組み合わせについて質量比較を行ない、既知の質量差と測定値の質量差との残差を計算した。なお、実験の6種の質量における既知の質量差の範囲は $\pm 0.1 \text{ mg}$ 以内であった。また、実験前に質量比較器の付属機能により内蔵分銅を用いたスパンの調整を行ない、これ以降は電源スイッチを切るこ

Fig. 3 Variations of indications of the mass comparator for the measurements of the weight A

Fig. 4 Residuals of the comparison results

となく連続に通電し質量比較を行なった。Fig. 4 に、10 g から 100 g の範囲において各質量 6 回、計 36 の比較結果の残差を示す。ここでは、100 g までの質量ごとに異なるような特徴的な傾向は見られず、最大 0.28 μg 、絶対値の平均 0.10 μg の残差が不規則に示された。以上の残差は 3.1 節で述べた質量差測定標準偏差とほぼ同等の大きさで、改良した質量比較器の非直線性の誤差は分銅の等量比較において有意でないといえる。

4. ま と め

100 g 以下の質量標準をより高度に設定するため、100 g 質量比較器の改良を行なった。ここでは、比較器の最小読み取りを既製品の 1 μg から 0.1 μg に改良すると共に、ステンレス鋼製の気密容器内に比較器を収納して測定環境の高安定化を図った。これらの改良の効果を確認するため、容器の開放時と密閉時とで公称 100 g 分銅の質量比較を ABA 法によって実施した。この結果、質量差測定の標準偏差は、開放時には平均 0.97 μg であったが、密閉時には 0.22 μg と改善した。また、質量比較器の直線性を検証した結果、10, 20, 30, 50, 70 および 100 g の 6 種の評価質量において非直線性の誤差は 0.28 μg 以下であり、本質量比較器がサブマイクログラム領域の測定能力を有していることを確認した。

今後は、改良によって相対感度 1×10^{-9} オーダーの高精度質量比較を実現する 100 g 質量比較器を活用し、この領域の質量標準のさらなる信頼性向上を目指したい。

参 考 文 献

- 1) M. Ueki and K. Ueda: Uncertainty evaluation on the fully-automated sub-multiple calibration in the milligram range, Proc. SICE Annual Conference 2007, 24/28 (2007)
- 2) M. Ueki, S. Mizushima, J. Sun and K. Ueda: Establishment of a mass scale in the range from 1 g to 1 kg by the sub-multiple calibration method, Proc. APMF 2009, 71/80 (2009)
- 3) M. Ueki, S. Mizushima, J. Sun and K. Ueda: Improvement of mass standard up to 20 kg by multiple calibration method, Proc. SICE Annual Conference 2004, 24/28 (2007)
- 4) 孫, 植木, 上田: NMIJ における大質量分銅の校正能力の向上, 第 24 回センシングフォーラム資料, 158/161 (2007)
- 5) JIS B7609「分銅」, 日本規格協会 (2008)

[著 者 紹 介]

植 木 正 明 (正会員)

1978 年東京都立航空工業高等専門学校機械工学科卒業, 同年工業技術院計量研究所に入所。現在, 独立行政法人産業技術総合研究所計測標準部門力学計測科質量力標準研究室主任研究員。質量標準の開発・高度化に関する研究と標準供給業務に従事。

孫 建 新 (正会員)

1994 年大阪府立大学大学院工学研究科機械工学専攻博士課程修了。博士(工学)。同年大和製衡株式会社入社。質量の高速度・高精度測定に関する研究開発業務に従事。2000 年工業技術院計量研究所に入所。現在, 独立行政法人産業技術総合研究所計測標準部門力学計測科質量力標準研究室主任研究員。質量標準の開発・高度化に関する研究と標準供給業務に従事。

上 田 和 永 (正会員)

1984 年京都大学大学院工学研究科航空工学専攻修士課程修了。工業技術院計量研究所にて加速度センサ・力センサ・ひずみゲージの動的応答特性の評価に関する研究に従事。2001 年より独立行政法人産業技術総合研究所にて質量・力・トルク・重力加速度の標準の開発・高度化に関する研究と標準供給業務に従事。