階段型および0-A-0型の加圧方法による液体用デジタル圧力計の校正 —圧力履歴が校正結果に及ぼす影響—

梶川 宏明*・小 島 時彦*

Calibrations of Hydraulic Pressure Transducers with Stepwise and 0-A-0-type Procedures
—Effects of Pressurization History on the Calibration Results—

Hiroaki KAJIKAWA* and Tokihiko KOBATA*

This study focuses on the effects of the calibration protocol on the results for hydraulic pressure transducers. Using a fully-automated calibration system that uses a pressure balance as the standard device, quartz Bourdon-type hydraulic pressure transducers were calibrated at pressures from 10 MPa to 100 MPa. Two kinds of calibration procedures, stepwise and 0-A-0-type procedures, were applied to pressure increasing and decreasing cycles. For the stepwise procedure, the interval between the calibration cycles exerts a strong influence on the results in the pressure increasing process. The preliminary pressurization immediately before the cycle can reduce the effects of the interval. However, in turn, the waiting time between the preliminary pressurization and the main calibration cycle considerably affects the results. Results with the 0-A-0-type procedure differ from those with the stepwise procedure. In particular, hysteresis becomes much smaller because the effect of previously applied pressure is reduced by the pressure release to zero pressure. From the results, possible measures for obtaining reproducible calibration results are presented.

Key Words: pressure standard, pressure transducer, calibration, protocol, hysteresis

1. はじめに

圧力計の校正においては、信頼性の高い標準器として一般に液柱形圧力計や重錘形圧力天びんが用いられてきた。しかし、近年では、デジタル圧力計の高度化に伴い、高性能なデジタル圧力計が校正の標準器として用いられる機会も増えてきた。デジタル圧力計を用いる利点としては、重錘形圧力天びんに比べて管理が容易であること、校正の自動化が可能であることなどが挙げられる。標準器として管理するためには、温度特性、姿勢特性、経時変化、履歴特性などを圧力計の原理や種類に応じて評価する必要がある。管理用のデジタル圧力計の特性試験方法および校正方法については、JIS B 7547¹⁾に規定されている。

一般的に、圧力計の感圧部は完全な弾性体ではないため、応答の時間遅れや残留ひずみが生じる。そのため、測定時の環境条件が全く同じであっても、それまでの加圧方法（圧力履歴）によって圧力計の出力が影響を受ける。圧力計の校正においても、昇圧過程と降圧過程で出力が異なるため、それぞれの過程で校正値を算出する場合が多い。また、細かい加圧

方法の違いが校正結果へ影響を与える可能性もある。現状では、圧力計の種類や必要な不確かさに応じて、各校正事業者が独自に校正手順（事前加圧の有無、測定点数、待ち時間など）を定めている。JCSS (Japan Calibration Service System)の圧力に関する適用指針²⁾においては、サンプリングの方法と、ゼロ点の扱いについて校正証明書に記載することを推奨している。校正時の加圧方法や環境条件についての情報が不十分であると、上位の校正機関で校正された圧力計を自らの標準器として使用するとき、同じ測定条件や加圧方法を再現できない。場合によっては、校正結果に無視できない影響を与えてしまう。そのため、校正手順が校正結果に与える影響について定量的な評価が必要となる。

デジタル圧力計は、各国の標準機関が維持する圧力標準の整合性を確認する国際比較や国内校正事業者の技能試験において、仲介器として使用されてきた実績もある。たとえば、アジア太平洋計量計画 (Asia Pacific Metrology Programme, APMP)で行なわれた液体圧力の国際比較 (APMP.M.P-K7)³⁾や気体差圧の国際比較 (APMP.M.P-K5)⁴⁾では、複数のデジタル圧力計が搭載された仲介器が使用された。国際比較や技能試験においては、統一した測定手順を詳細に定める必要がある。適切な測定手順を定めるためには、使用する圧力計の圧力履歴特性を事前に評価することが重要となる。

校正結果に及ぼす加圧方法の影響を他の影響量から分けて

* (独) 産業技術総合研究所計測標準研究部門 つくば市梅園 1-1-1

* National Metrology Institute of Japan (NMIJ), AIST, 1-1-1 Umezono, Tsukuba

(Received February 20, 2012)

評価するためには、一つの加圧方法において再現性の良い測定結果を得ることが重要である。本研究では、安定した環境で決められた手順どおりに測定ができるように、重錘形圧力天びんによるデジタル圧力計の自動校正システムを開発した。そして、液体圧力で標準器として使用されることの多い水晶振動式圧力計について、校正中の圧力履歴が校正結果に及ぼす影響を定量的に調べた。

通常、圧力計の校正は、最小校正圧力から最大校正圧力まで段階的に昇圧、降圧する階段型の加圧方法で行なわれる。昇圧-降圧の往復測定を3往復以上行ない、その平均値から校正結果を算出する。昇圧過程および降圧過程の校正結果から、圧力計の重要な特性の一つである圧力履歴特性を評価することができる。校正された圧力計を実際に使用する際は、必ずしも校正時と同じ順番に加圧が行なわれるわけではない。圧力履歴特性の情報から、さまざまな加圧手順に対する出力の変化を評価し、現場での圧力計測の管理に役立てることができる。

校正機関では、再現性の良いデータを得るために、往復測定中の加圧手順や圧力安定時間などを細かく管理していることが多い。しかし、圧力計の出力は、その圧力履歴特性により、往復測定を行なう前の加圧状態からも影響を受ける。測定前の状態が違えば、往復測定を繰り返したときのデータのばらつきが大きくなり、校正による不確かさの増大につながる。本研究では、往復測定前後の圧力解放状態に注目し、圧力解放状態の時間や往復測定前の事前加圧が校正結果に与える影響を定量的に評価した。

さらに、階段型の加圧方法に加えて、加圧の順番、時間などの校正条件に対して影響を受けにくく、再現性の良い校正結果が得られる方法として、0-A-0型の加圧方法にも注目した。これは、校正圧力でのデータ取得後に毎回、圧力解放状態に戻す方法である。圧力解放状態に戻すことで、圧力計感圧部の変形が圧力印加前の状態に戻され、出力が圧力履歴に影響を受けにくくなると期待される。0-A-0型の加圧方法においても、往復測定間の圧力解放状態の時間などの条件を変えた測定を行ない、校正結果への影響を評価した。

本論文では、2章で、開発した自動校正システムの概要を述べる。3章では、階段型の往復測定における校正値の算出方法を説明し、圧力解放状態の時間や往復測定前の事前加圧が階段型校正の結果に与える影響を示す。4章では、0-A-0型の加圧方法について、階段型と同じ条件変化による校正結果への影響を評価する。5章では、3章と4章の結果より、再現性の良い校正結果を得るためのポイントについて議論する。最後に、6章で全体をまとめ、今回とりあげた階段型、0-A-0型の加圧方法のメリット・デメリットについても述べる。

2. 自動校正システム

デジタル圧力計の自動校正システムの概念図をFig. 1(a)に示す。標準器となる重錘形圧力天びん、圧力発生・調整器、校正を受けるデジタル圧力計、および圧力解放口が配管接続

Fig. 1 (a) Schematic diagram of fully automated calibration system for pressure transducers. SV: shut-off valve, PC: laptop computer for controlling devices. (b) Structure of automatic weight handler and pressure balance

されている。重錘形圧力天びんには1 MPa/kgのピストン・シリンダを組込み、最大100 kgの重錘を用いて、100 MPaまでの圧力範囲で校正を行なった。必要に応じて、複数台のデジタル圧力計を同時に校正することが可能である。本研究では、水晶振動式の高精度デジタル圧力計⁵⁾を被校正器とした。圧力解放口は、デジタル圧力計の接続口と同じ高さに配置した。また、圧力配管は、充分に加圧を受けたものを使用し、管路をできるだけ短くした。重錘形圧力天びん、重錘加除装置、圧力発生・調整器の制御はすべて計測・制御用パソコンより行なう。プログラム上で校正点、待ち時間、測定回数などの設定を自由に変更することができる。

標準器となる重錘形圧力天びんとそれを囲む重錘加除装置の外観をFig. 1(b)に示す。重錘加除装置の2本のアームを両側から重錘と重錘の間に入れ、アームを上下に移動させることによってアーム位置より上にある重錘の上げ下げを行なう。発生する圧力に応じてアームの位置を変え、ピストンに載せる重錘を選択する。重錘を離す際には、重錘が下の重錘の上に載せられてからアームが開くように安全装置を付けた。

圧力調整においては、圧力発生・調整器を用いて、圧力を校正圧力点までオーバーシュートしないように変化させ、ピストンを適切な使用位置に浮上させる。圧力安定のための待ち時間中には、ピストンの回転は毎分6~15回転に保持され、ピストン浮上位置は校正で使用する位置に対して±0.5 mmの範囲で維持される。データ取得は10秒ごとに18回行ない、

Fig. 2 Stepwise calibration cycle. One cycle consists of 22 measurements at 11 calibration pressures between 0 MPa to 100 MPa in steps of 10 MPa. Data are obtained after pressure stabilization for 5 min (filled circles)

その平均値を一回の結果として用いた。データ取得に要する時間は、約3分間である。データ取得時には安定な圧力を得るために圧力調整機能を停止させる。ピストンの自然降下速度は100 MPaで分速0.4 mm以下であり、ピストン浮上位置は、データ取得中は常に安定して動作する範囲内にあった。

この自動校正システムの開発により、操作の再現性が向上した。また、測定中に人の出入りがないため、短時間の環境変化も抑えられ、測定環境が安定した。それらの結果、デジタル圧力計の校正結果の再現性は大幅に向上した。自動校正システムは夜間にも運転することができるため、作業者が日中行なう通常の校正と比較して、校正期間を短縮することも可能である。

3. 階段型の往復測定

3.1 校正・解析方法

階段型の加圧方法における往復測定の手順をFig. 2に示す。本研究における圧力点は、0 MPaから100 MPaまで10 MPaずつ11点とした。まず圧力解放状態(0 MPa)での出力(ゼロ点)を測定し、100 MPaまで10 MPaずつ昇圧する。その後、同じく10 MPaずつ階段状に降圧し、最後に0 MPaでの出力を測定する。各圧力点では、目標の圧力に到達後5分間の待ち時間をおき、その後データ取得を行なった。1往復で合計22圧力点の測定を行なう。つぎの測定圧力点への圧力調整の時間も合わせると、1往復の測定に約4時間かかった。

校正結果の算出は、以下のように行なった。まず、各圧力点で圧力計の出力(I_p)と、圧力天びんにより発生された標準となる圧力(p_s)との差を DI_p として求めた。

$$DI_p = I_p - p_s \quad (1)$$

10 MPaから100 MPaまでの圧力点における校正結果の算出には、各圧力点での差(DI_p)から0 MPaでの差(DI_0)を引いた値を使用した。このデータ処理を本論文では「ゼロ点オフセット処理」と呼ぶ。最終的な校正結果は、(2)式のように、発生圧力に対する相対値 RD_p で表わした。

$$RD_p = (DI_p - DI_0)/p_s \quad (2)$$

Fig. 3 (a) DI_p during pressure increasing process (open circles) and decreasing process (filled circles) in a stepwise calibration cycle. (b) Change of DI_0 with time after a stepwise calibration cycle

ここで、ゼロ点オフセット処理の際、昇圧過程のデータに対しては昇圧前の DI_0 を減算し、降圧過程のデータに対しては降圧後の DI_0 を減算した。

3.2 往復測定間の圧力解放状態の影響

2章で説明した自動校正システムを用いて階段型での昇圧-降圧往復測定を行なったときの、往復測定中およびその後の出力の変化をFig. 3に示す。圧力計を12時間以上加圧していない状態から往復測定を行なった。往復測定中の DI_p をFig. 3(a)に示す。履歴効果により、昇圧過程と降圧過程の DI_p には大きな差が見られる。また、降圧後の0 MPaでの出力 DI_0 は、昇圧前よりも小さくなった。その後の DI_0 の時間変化を調べるため、往復測定終了後に長時間圧力解放状態を維持して、 DI_0 の時間変化を観測した。往復測定終了時からの経過時間に対する DI_0 の変化をFig. 3(b)に示す。往復測定直後は、往復測定中の加圧の影響で DI_0 は往復測定前に比べて約1 kPa小さい値を示した。その後、指数関数的に往復測定前の値に近づいていく。約4時間の往復測定を行なった後で0 MPaでの出力が往復測定前の値に戻ったのは、約1日経過してからであった。また、続けて往復測定を行なう場合、つぎの往復測定の初めの DI_0 は、前の往復測定終了からの時刻に依存することになる。特に、往復測定直後では DI_0 の変化が大きいため、その影響も大きくなる。往復測定中の加圧手順を詳細に定めても、つぎの往復測定を始める時間が変わると、 DI_0 の値が変わり、つぎの往復測定の校正結果にも影響を与えてしまうことがわかる。

Fig. 4 Calibration results RD_p for four stepwise calibration cycles. Four cycles are repeated continuously without any intermittent intervals

つぎに、実際に昇圧-降圧往復測定を4往復連続で行なった場合の、ゼロ点オフセット処理を行なった後の校正結果 RD_p を **Fig. 4** に示す。1往復目は、12時間以上加圧していない状態から往復測定を行ない、2往復目以降は前の往復測定終了後すぐにつぎの往復測定を開始した。昇圧過程において、1往復目の結果と2往復目以降の結果に大きな差が見られる。10 MPaでは相対的に約35 ppm (1 ppm = 1×10^{-6}) もの差となった。往復測定中の加圧手順は全く同じであるため、この差は、往復測定前の加圧状態の違いが原因と考えられる。特に、オフセット処理に用いる DI_0 の違いが、低圧で校正結果に大きな差をもたらしたと考えられる。2往復目以降では非常に再現性の良い校正結果が得られており、2, 3, 4往復目の RD_p の標準偏差はすべての圧力点で3 ppm以下であった。また、2往復目以降の結果には、測定が進むにつれて校正結果が変化していくようすは見られなかった。このことから、往復測定を連続で行なった場合は、圧力計の校正結果は一つ前の往復測定中の加圧だけに影響され、さらに以前の加圧には影響されないと考えられる。

往復測定間の圧力解放状態の時間がつぎの往復測定の校正結果に与える影響を定量的に評価した結果を **Fig. 5** に示す。Fig. 5(a) に示すように、圧力解放状態の時間 T_1 をさまざまに変化させて、その後の校正結果への影響を調べた。昇圧過程 10, 30, 50 MPa での校正結果 RD_p と T_1 との関係を Fig. 5(b) に示す。低圧の 10 MPa で影響が最も大きく、 T_1 が0分と約1000分の場合で約40 ppmの差が生じた。圧力が高くなると RD_p の T_1 依存性は小さくなる。 T_1 による影響は、30 MPa では最大で約20 ppm、50 MPa では最大で約10 ppmとなった。Fig. 3の DI_0 の時間変化からもわかるように、 T_1 が小さいときに RD_p の T_1 依存性は大きくなる。そのため、往復測定を短い時間間隔で繰り返す場合は、圧力解放状態の時間にばらつきが生じないように注意する必要がある。

Fig. 5 (a) Repetition of stepwise calibration cycles with interval at atmospheric pressure T_1 . (b) T_1 dependence of calibration results RD_p at 10, 30, and 50 MPa in pressure increasing process

ある。逆に、Fig. 5(b) からわかるように、 T_1 が300分以上になると、校正結果は T_1 に依存せずほぼ一定値となる。必要な不確かさや効率に応じて、往復測定間の圧力解放状態の時間やそのばらつきの許容範囲を適切に定める必要がある。

3.3 往復測定前の事前加圧の影響

本校正としての往復測定を行なう前に、圧力計に対して何度か加圧(事前加圧)を行なうことがある。これは、器物や圧力配管系の「慣らし」と共に、それまでの圧力履歴の影響が弱められることを期待して行なわれる。本研究では、事前加圧が校正結果に与える影響について、特に圧力解放状態の時間依存性に注目して調べた。事前加圧の方法はさまざまであるが、典型的には、校正の最大圧力をかけて一定時間維持し、その後圧力解放状態に戻す(ゲージ圧力の場合は大気圧に解放する)方法がとられている。たとえば EURAMET/cg17/v.01⁶⁾ には、校正例の中で“Before calibration the instrument was twice brought to its maximum pressure and kept at this pressure for one minute”という記載がある。本研究では、上述の文献を参考に、**Fig. 6(a)** に示す加圧手順で事前加圧および往復測定を行なった。事前加圧は、各往復測定の前行なった。 T_1 を前の往復測定終了後からつぎの往復測定の事前加圧までの時間、 T_2 を事前加圧終了後から往復測定までの時間とする。事前加圧の詳しい手順を **Fig. 6(b)** に示す。100 MPa まで加圧し約100秒間維持した後に0 MPa まで減圧す

Fig. 6 (a) Stepwise calibration cycles with preliminary pressurization. (b) Procedure of preliminary pressurization in an enlarged scale

Fig. 7 Calibration results RD_p for stepwise calibration cycle with preliminary pressurization (open circles), as compared to those without preliminary pressurization (filled circles)

るという作業を、2回繰り返す。本校正システムを用いた場合、圧力調整のための時間などを合わせると、Fig. 6(b)の事前加圧に要する時間は約12分であった。

事前加圧を行なったときの往復測定の結果を、行なわなかった場合の結果と比較してFig. 7に示す。白丸は、事前加圧を行なった場合の結果で、圧力解放状態の時間 T_1 と T_2 をどちらも0分とした。黒丸は、事前加圧を行わず T_1 を0分とした場合の結果である。同じ $T_1 = 0$ という条件でも、昇圧過程の校正結果は事前加圧の有無によって大きく影響を受けている。昇圧過程10 MPaでは、事前加圧を行なった場合の校正結果が、行なわなかった場合に比べて約35 ppm大きい値となった。これに対し、降圧過程の結果は2つの場合でほぼ同じである。これにより、事前加圧は降圧過程の結果にまでは影響していないと考えられる。

Fig. 8 Stepwise calibration results RD_p at 10 MPa in the pressure increasing process under different T_1 and T_2 conditions. (a) T_1 dependence of RD_p and (b) T_2 dependence of RD_p with preliminary pressurization

事前加圧を行なった場合の校正結果は、圧力解放状態の時間 T_1 と T_2 の両方に影響を受ける。片方の時間を固定することにより、 T_1 と T_2 の影響を別々に評価した。まず、 $T_2 = 0$ の場合（事前加圧後すぐに本測定を始める場合）に校正結果の T_1 依存性を調べた。昇圧過程10 MPaの校正結果の T_1 依存性をFig. 8(a)に白丸で示す。また、比較として、Fig. 5(b)で示した事前加圧を行なわなかった場合の結果を、再度黒丸で示す。事前加圧を行なった場合、校正結果の T_1 による影響は全体で20 ppmであり、事前加圧を行なわなかった場合に比べて約半分になっている。よって、事前加圧という決まった手順の加圧を毎回行なうことにより、圧力解放状態の時間の校正結果への影響が抑えられたと考えることができる。

つぎに、 T_1 を一定にして T_2 を変化させたときの校正結果の変化を調べた。昇圧過程10 MPaの校正結果の T_2 依存性をFig. 8(b)に示す。 T_1 が0分の場合の結果を黒丸で、 T_1 が330 (±5) 分の場合の結果を白丸で示す。どちらの場合でも、 T_2 が0分のときと60分以上のときで結果に50 ppm程度の差がある。特に T_2 が10分以内の場合は、 T_2 が1分違うだけで校正結果に2 ppm以上の差が生じている。事前加

圧そのものが短時間で大きな圧力変動を与える操作であるため、圧力計の出力は事前加圧の直後に大きく変化し、その後の往復測定の結果に大きな影響を与えていると考えられる。逆に、 T_2 が 30 分以上になると、 T_2 による RD_p への影響は小さくなる。よって、事前加圧を行なう場合は、事前加圧後の時間管理を適切に行なう必要がある。事前加圧から本測定までの時間が短い場合には本測定を開始する時間のばらつきを小さくする必要があるが、事前加圧後に 10 分程度待ってから本測定を行なう場合には、開始時間が多少ばらついても校正結果への影響は小さくなる。

4. 0-A-0 型の往復測定

4.1 校正・解析方法

0-A-0 型の加圧方法における往復測定の手順を Fig. 9 に示す。0-A-0 型の加圧方法では、各校正圧力でのデータ取得後に毎回、圧力解放状態に戻す。特別に記載する場合を除いて、加圧状態でも圧力解放状態でも、目標の圧力に到達後、約 3 分の待ち時間をおいてデータ取得を行なった。

校正値の算出は、階段型と同様に行なった。まず、各校正圧力点においては、(1) 式に従い、圧力計の出力と圧力天びんにより発生された標準となる圧力との差を DI_p として求めた。その後、(2) 式に従ってゼロ点オフセット処理を行ない、最終的な校正結果を発生圧力に対する相対値 RD_p で表わした。0-A-0 型の加圧方法の場合、通常は、校正圧力点の前後の圧力解放状態での値を平均してゼロ点オフセット処理に用いることが多い。この方法は、圧力解放状態での出力が周囲の環境などに影響を受け変化する場合に特に有効となる。しかし、今回の圧力範囲および被校正器の場合は、 DI_0 の値が直前の加圧状態から受ける影響が周囲環境などによる影響に比べて非常に大きい。また、校正圧力点の前後の DI_0 を平均して用いる場合、同じ校正圧力のデータに対して、昇圧過程と降圧過程で違った圧力履歴の DI_0 を用いることになってしまう。たとえば、校正圧力 50 MPa のデータに対するオフセット処理には、昇圧過程の場合は 40 MPa 加圧後と 50 MPa 加圧後の DI_0 を使用するのに対し、降圧過程の場合は 60 MPa 加圧後と 50 MPa 加圧後の DI_0 を使用することになる。このような圧力履歴の違いが校正結果に与える影響を避けるため、本研究においては、校正圧力に加圧した後の圧力解放状

Fig. 9 0-A-0-type calibration cycle. Data are obtained after pressure stabilization for 3 min (filled circles)

態で取得した DI_0 を、その校正圧力でのゼロ点オフセット処理に用いることにした。

4.2 0-A-0 型の昇圧-降圧往復測定

0-A-0 型の加圧方法で昇圧-降圧往復測定を行なったときの出力の変化を Fig. 10 に示す。圧力計を 12 時間以上加圧していない状態から往復測定を行なった。図中の黒丸と白丸は、校正圧力での出力 DI_p を表わす。Fig. 3(a) に示した階段型の往復測定中の DI_p と比較すると、昇圧過程と降圧過程の DI_p の値にほとんど差が見られない。0-A-0 型の加圧方法では、校正圧力点でのデータ取得後に、毎回、圧力解放状態に戻すことにより、校正圧力点での出力は以前の校正圧力の影響を受けにくくなっているといえる。図中の黒三角と白三角は、ゼロ点オフセット処理に使用する DI_0 (校正圧力に加圧した後の圧力解放状態の DI_0) を校正圧力に対してプロットしたものである。 DI_0 の値は、直前の加圧状態と同じであるにもかかわらず、昇圧と降圧で若干差が見られた。しかし、往復測定の最後 (降圧過程 10 MPa 測定後) の DI_0 の値は、図中に◆で示す往復測定前の値とほぼ同じ値となった。

0-A-0 型の加圧方法での昇圧-降圧往復測定の結果 RD_p を Fig. 11(a) に黒丸で示す。12 時間以上加圧を行なわない状態から 4 往復連続で往復測定を行ない、2 往復目以降の 3 往復分の結果を平均した。比較として、階段型の校正方法による校正結果を Fig. 11(b) に黒丸で示す。3 往復の標準偏差はどちらの加圧方法においても 3 ppm 以下であった。0-A-0 型では圧力解放状態から校正圧力まで圧力を大きく変化させるため、圧力計の出力の時間変化は階段型の場合と比べて大きい。自動校正システムにより毎回同じ時間間隔でデータ取得を行なうことができたため、再現性の良い結果が得られた。

0-A-0 型での校正結果の最も大きな特徴は、降圧過程の結果が昇圧過程の結果に近くなり、両過程での出力の差 (ヒス

Fig. 10 DI_p and DI_0 during pressure increasing and decreasing processes in a 0-A-0-type calibration cycle. ○: DI_p in pressure increasing process, ●: DI_p in pressure decreasing process, △: DI_0 in pressure increasing process, ▲: DI_0 in pressure decreasing process, ◆: DI_0 just before starting the measurement

Fig. 11 Calibration results RD_p with different maximum calibration pressure $p_{\max}$. (a) RD_p for 0-A-0-type calibration cycles and (b) RD_p for stepwise calibration cycles

テリシス差)が非常に小さく抑えられていることである。階段型の場合、10 MPa では昇圧過程と降圧過程で約 80 ppm ものヒステリシス差が見られるのに対し、0-A-0 型の場合、校正値のヒステリシス差は 10 ppm 以下であった。0-A-0 型の校正値は、階段型の昇圧過程の結果と同じにはならない。低圧においては、階段型の昇圧過程の値に近いが、高圧になるほど値が離れていき、最大圧力 100 MPa では階段型の場合よりも約 12 ppm 大きい値となった。

4.3 最大校正圧力の影響

昇圧-降圧の往復測定を校正の最大圧力 ($p_{\max}$) を変えて行なった場合の校正結果への影響を調べた。最大校正圧力を 100, 70, 50 MPa にしたときの 0-A-0 型および階段型の昇圧-降圧往復測定の結果を、それぞれ Fig. 11(a) と Fig. 11(b) に示す。階段型の加圧方法の場合は、ヒステリシス差が大きく、最大校正圧力を変えると降圧過程の結果に大きな差がでる。降圧過程 10 MPa の校正値は、最大圧力 100 MPa の結果と比較して、最大圧力 70 MPa の場合で約 20 ppm, 50 MPa

Fig. 12 T_1 dependence of calibration results RD_p at 10, 30, and 50 MPa in pressure increasing process of 0-A-0-type calibration cycle

の場合で約 35 ppm 減少した。一方、0-A-0 型の加圧方法では、最大圧力の 100 MPa まで加圧した場合においてもヒステリシス差は 10 ppm 以下である。最大圧力を低くした往復測定では、昇圧過程と降圧過程での差がさらに小さくなった。これらの結果から、0-A-0 型の加圧方法は、最大圧力による影響をほとんど受けない校正方法であるといえる。

4.4 往復測定間の圧力解放状態および事前加圧の影響

0-A-0 型の加圧方法においても、階段型の加圧方法と同様に、往復測定間の圧力解放状態の時間がつぎの往復測定の校正結果に与える影響を定量的に評価した。まず、圧力解放状態の時間 T_1 を変化した場合の校正結果への影響を評価した。昇圧過程の 10, 30, 50 MPa の校正結果 RD_p の T_1 依存性を **Fig. 12** に示す。0-A-0 型の加圧方法においても、昇圧過程の低圧の結果は T_1 の影響を受けるが、 T_1 依存性は階段型の場合と比較すると半分程度に小さくなる。最も影響が大きい昇圧過程 10 MPa でも、 T_1 が 0 分と約 1000 分の場合で 20 ppm 程度の差であった。

また、3.3 節で階段型の昇圧-降圧往復測定に対して行なった事前加圧を、0-A-0 型の往復測定に対しても行なったところ、 T_1 の影響はさらに小さく抑えられた。事前加圧を行なった場合の校正結果 RD_p の T_1 依存性を、事前加圧を行なわなかった場合と比較して **Fig. 13(a)** に示す。昇圧過程 10 MPa の場合、 T_1 を 0 分から約 1000 分まで変えても、校正結果は ± 5 ppm の範囲内に収まっており、往復測定前の加圧条件を同じにした 3 往復測定でのデータのばらつきと同程度の値となった。また、階段型の場合と同様に、 T_1 を一定にして T_2 を変化したときの校正結果の変化も調べた。 T_1 が 0 分の場合の昇圧過程 10 MPa の校正結果 RD_p の T_2 依存性を、**Fig. 13(b)** に示す。校正結果は同じく ± 5 ppm の範囲内に収まっており、 T_2 依存性は見られない。これらの結果から、0-A-0 型の往復測定において事前加圧を行なうと、その前後の圧力解放状態の時間にはほとんど影響を受けない校正結果

Fig. 13 0-A-0-type calibration results RD_p at 10 MPa in the pressure increasing process under different T_1 and T_2 conditions. (a) T_1 dependence of RD_p and (b) T_2 dependence of RD_p with preliminary pressurization

が得られることがわかった。

5. 再現性の良い校正結果を得る方法

3章および4章の結果から、階段型および0-A-0型の昇圧-降圧往復測定において再現性の良い結果を得るための方法についてまとめる。

まず、往復測定前の状態（圧力履歴）を適切に管理することが重要である。加圧の有無だけでなく、圧力解放状態の時間を管理することが重要となる。加圧後の圧力解放状態での出力 DI_0 は、加圧終了直後から経時変化していく。この DI_0 の変化は、主として昇圧過程の結果に影響を与え、低圧ほど大きく影響する。往復測定を繰り返す際に、つぎの往復測定までの時間が異なれば、昇圧過程の結果のばらつきの原因となる。Fig. 5(b) に示したように、圧力解放状態の時間が短い場合には校正結果への影響が大きくなるので特に注意が必要である。逆に、圧力解放状態の時間が長くなると、校正結果への影響は次第に小さくなる。たとえば階段型の場合は、一番影響が大きい 10 MPa においても、圧力解放状態の時間が 4 時間以上であれば、校正結果は ± 7 ppm 以内に収まった。個々の器物の特性や校正の効率性、必要な不確かさに応じて、圧力解放状態の時間を適切な範囲に定める必要がある。

往復測定を連続して繰り返す場合は、Fig. 4 に示したように、2 往復目以降のデータを使用することで非常に再現性の

良い校正結果が得られる。ただし、常に 1 往復分を余分に行なうことになるので、効率的でない。そのため、初めに往復測定の一部を行なうことで、1 往復測定を行なったときと同じ効果が得られないかを調べた⁷⁾。それによると、最初の往復測定のうち、昇圧過程での加圧は 2 往復目以降の結果には影響を与えないことがわかった。1 往復目の昇圧過程を省くことで、校正のための時間を約 2 時間節約することができる。多少の時間の節約は可能であるが、1 往復測定に約 4 時間かかるため、3 往復分のデータを得るためには連続で 12 時間以上かかってしまう。よって、往復測定を連続で行なうのは、実際には自動測定でのみ可能な方法であるといえる。

0-A-0 型の加圧方法では、往復測定間の圧力解放状態の時間による影響は、階段型と比較して半分程度に抑えられた。ただし、0-A-0 型の加圧方法は圧力の変化が急激であるため、個々の圧力点において加圧後または圧力解放後にデータ取得を行なうまでの時間が重要となる。

一定の手順で事前加圧を行なうことにより、上述した圧力解放状態の時間の影響を低減することができる。Fig. 6 に示した事前加圧を行なった場合、階段型の加圧方法における T_1 の影響は、事前加圧を行なわない場合と比べて半分近くに抑えられた。しかし、事前加圧それ自体が圧力計に急激な圧力変化を与えるため、事前加圧終了後から本測定開始までの時間 (T_2) が校正結果に大きく影響する。よって、 T_2 の時間管理が重要となる。また、事前加圧の手順自体も校正結果に影響を与える可能性があるため、最大圧力までの加圧方法や最大圧力での維持時間などについても定め、事前加圧の操作を再現性良く行なう必要がある。

また、階段型の加圧方法においては、最大校正圧力が降圧過程の結果に大きな影響を与えるため、定量的な評価が必要である。評価には、重錘形圧力天びんなど、圧力履歴の影響を受けにくい標準器を利用する。0-A-0 型の加圧方法では、圧力計のフルスケールまで加圧した場合であっても、ヒステリシス差が非常に小さく抑えられており、最大校正圧力による影響も小さい。よって、加圧の順番に影響を受けにくい校正方法といえる。0-A-0 型の加圧方法については、昇圧-降圧往復測定だけでなく、さまざまな加圧順序に対してもその影響を受けにくいことがわかってきており、その利用について検討を進めている⁸⁾。

6. ま と め

重錘形圧力天びんを標準器として用いた、デジタル圧力計の自動校正システムを開発し、水晶振動式の液体用デジタル圧力計について、圧力履歴が校正結果に及ぼす影響を定量的に評価した。階段型および0-A-0型の加圧方法に注目し、昇圧-降圧往復測定を行なった。それぞれの加圧方法において、往復測定間の圧力解放状態の時間、事前加圧、最大校正圧力が校正結果に与える影響について定量的に評価した。

液体圧力の圧力計校正で一般的に用いられている階段型の加圧方法では、往復測定間の圧力解放状態の時間が昇圧過程

の校正結果に大きな影響を与えることを示した。また、事前加圧を明確に定められた手順で行ない、本測定までの時間を適切に管理すれば、圧力解放状態の時間の影響を小さく抑えられることがわかった。校正結果には大きなヒステリシス差が見られ、降圧過程での校正結果が最大校正圧力に大きく影響を受ける。ヒステリシス差は、実際に産業現場で使用する圧力計の精度管理をするために重要な情報である。しかし、圧力計を標準器として使用する場合には、校正圧力範囲によって標準器の示す値が変わることにもなりかねないため、注意が必要である。

0-A-0型の加圧方法では、校正圧力でのデータ取得後に毎回圧力解放状態に戻すことで、往復測定中の圧力履歴の影響が非常に小さく抑えられることがわかった。昇圧過程であるか降圧過程であるかといった加圧の順序や最大校正圧力にほとんど影響を受けず、再現性の良い校正結果が得られるため、圧力標準の供給にデジタル圧力計を利用する際の有効な方法の一つになると考えている。

どちらの加圧方法においても、手順および時間の管理を適切に行なえば再現性の良い校正結果を得ることができる。しかし、用いる方法によって校正結果が異なることに注意する必要がある。標準は校正を何度も繰り返すことにより現場の計測器に伝えられる。圧力の標準を伝える過程で校正による不確かさの増加を抑えるためには、校正を受けた高精度圧力計を新たな校正で標準器として用いる際に、異なる加圧方法を混在させないことが重要である。そのために、どのような加圧方法や環境条件で校正を行なったかを明示することも重要となる。

デジタル圧力計は、その可搬性や高い拡張性、取扱いや自動化の簡易さといった特徴により、圧力計校正の効率化に欠かせない存在であり、今後もその利用は進んでいくと考えられる。加圧による影響や経時変化特性は個々の圧力計により異なる。加圧方法による校正結果への影響を圧力計ごとに定量的に評価し、校正の効率性や必要な不確かさに応じて、校正手順を時間経過まで含めて適切に管理することが望ましい。

参考文献

- 1) デジタル圧力計の特性試験方法及び校正方法, JIS B 7547, 一般財団法人日本規格協会 (2008)
- 2) JCSS 技術的要求事項適用指針 (重錘形圧力天びん, 液柱形圧力計, デジタル圧力計, 機械式圧力計), JCT20501-07, 独立行政法人製品評価技術基盤機構認定センター (2011)
- 3) T. Kobata, et al.: Final Report on Key Comparison APMP: M.P-K7 in hydraulic gauge pressure from 10 MPa to 100 MPa, Metrologia, Technical Supplement, 07006 (2005)
- 4) T. Kobata, et al.: Final Report on Key Comparison APMP: M.P-K5 in differential pressure from 1 Pa to 5000 Pa, Metrologia, Technical Supplement, 07001 (2007)
- 5) Paroscientific, Inc.: User's Manual For Digiquartz Broad-band Intelligent Instruments (2006)
- 6) Guidelines on the Calibration of Electromechanical Manometers, EURAMET/cg-17/v.01, European Association of National Metrology Institutes (2007)

- 7) H. Kajikawa and T. Kobata: Effects of pressurization procedures on calibration results for precise pressure transducers, Meas. Sci. Technol., **21**, 065104 (2010)
- 8) 梶川, 小島: 液体圧力計の校正結果に及ぼす加圧方法の影響 (3) —0-A-0 型の加圧方法での再現性—, 第 28 回センシングフォーラム資料, 5/9 (2011)

[著者紹介]

梶川 宏明 (正会員)

2006 年京都大学大学院理学研究科物理学・宇宙物理学専攻博士後期課程単位認定退学。同年独立行政法人産業技術総合研究所入所。同所計測標準研究部門力学計測科圧力真空標準研究室研究員として現在に至る。圧力標準, 圧力計測の研究に従事。博士 (理学)。2009 年センシングフォーラム研究技術奨励賞。2010 年計測自動制御学会論文賞連沼賞。

小島 時彦 (正会員)

1995 年筑波大学大学院工学研究科物理工学専攻修士。博士 (工学)。同年通商産業省工業技術院計量研究所入所。99 年同所主任研究官。2000 年独立行政法人産業技術総合研究所計測標準研究部門力学計測科圧力真空標準研究室主任研究員。2011 年同研究室長となり、現在に至る。圧力標準, 圧力計測の研究に従事。2000~2001 年米国立標準技術研究所 (NIST) 客員研究員。2003 年 SICE Annual Conference International Award。2010 年計測自動制御学会論文賞連沼賞。