

計測標準フォーラム第14回講演会、新時代を迎える計量基本単位―新SIと将来技術―、2016/9/29、東京ビッグサイト

キログラムの定義改定がもたらす新しい質量計測技術

産業技術総合研究所

計量標準総合センター(NMIJ)

工学計測標準研究部門

藤井 賢一

- ▶ キログラムの定義改定に至った経緯
- ▶ 新しい定義がもたらすもの
- ▶ 微小質量・力計測技術への応用

現在の定義：国際キログラム原器 International Prototype of the Kilogram (IPK)

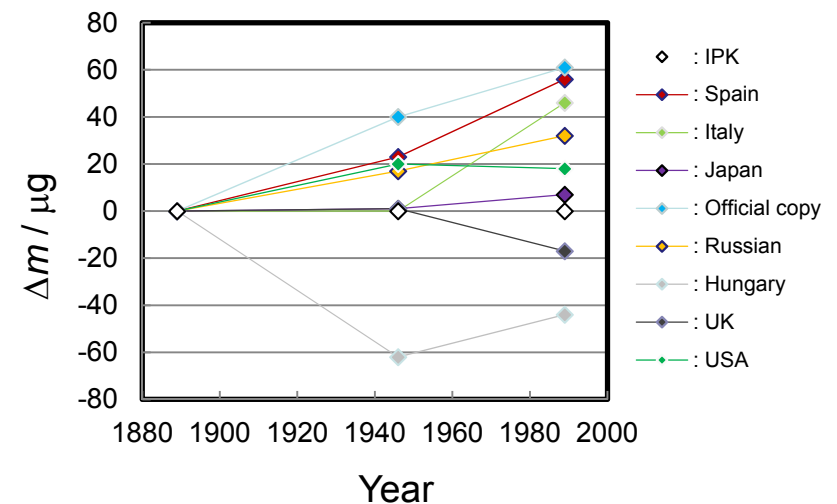
- 1790年代: ラボアジェによる純水1リットルの質量測定
確定キログラム原器(白金100%)
- 1889: 第1回国際度量衡総会 (CGPM)
質量の単位: IPK(白金90%、イリジウム10%)
- 1988: 第3回定期校正 (IPKの表面洗浄)
60 μgの質量減少、相対変化: 6×10^{-8}
IPKの質量の長期安定性: 5×10^{-8}



国立公文書館に保管されている確定キログラム原器



BIPMが保管するIPK



過去100年間に渡るIPKと各国原器との質量比較

キログラムの定義改定案

➤ 再定義例(1)

キログラムは基底状態にある静止した自由な $5.018 \dots \times 10^{25}$ 個の炭素原子 ^{12}C の質量に等しい

$$\text{アボガドロ定数 } N_A = 6.022 \dots \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$$

➤ 再定義例(2)

アインシュタインの関係式

$$E = mc^2 = h\nu$$

$$\nu = mc^2/h$$

キログラムは周波数が $[(299\ 792\ 458)^2/6.626 \dots] \times 10^{34}$ ヘルツの光子のエネルギーと等価な物体の質量である

$$\text{光速度 } c = 299\ 792\ 458 \text{ m/s (定義)}$$

$$\text{プランク定数 } h = 6.626 \dots \times 10^{-34} \text{ J s}$$

アボガドロ定数とプランク定数との関係

基礎物理定数の関係式 $m_e = 2hR_\infty/(\alpha^2 c)$



$$N_A = \frac{M_e}{m_e} = \frac{cM_e \alpha^2}{2R_\infty h}$$



$$cM_e \alpha^2 / (2R_\infty): u_{c,r} = 4.5 \times 10^{-10}$$

X線結晶密度法によるアボガドロ定数の測定原理



JST理科ねっとわーく「単位換算機能と映像で学ぶモルの世界」より
<http://rikanet2.jst.go.jp/contents/cp0020d/start.html>

アボガドロ定数の測定方法

X線結晶密度法

格子定数: a

密度: ρ

モル質量: M (^{28}Si , ^{29}Si , ^{30}Si の割合)

同位体: 陽子の数(原子番号)は同じでも

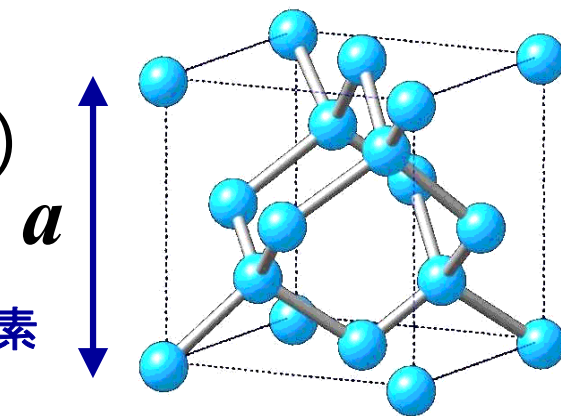
陽子と中性子の和(質量数)が異なる元素

単位格子の密度: $(8M/N_A)/a^3 = \rho$

$$N_A = 8M/(\rho a^3)$$

$$= 6.022 \cdots \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$$

従来はモル質量の測定精度がボトルネック



立方晶の単位格子
Unit cell of a cubic crystal

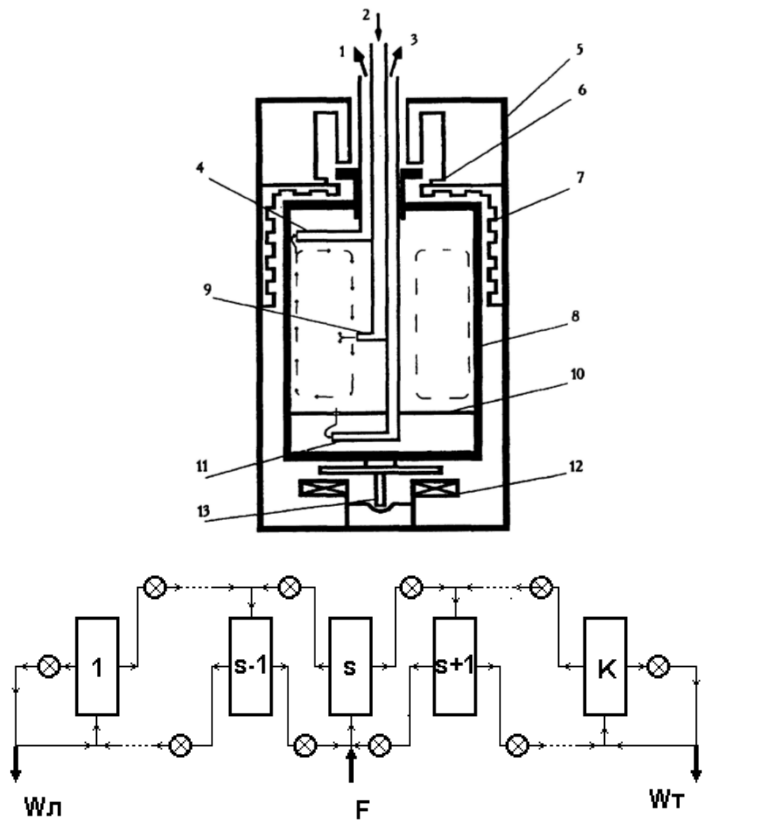
アボガドロ国際プロジェクト

- 共同研究期間：2004-2017
- シリコン同位体濃縮

	自然界の Si	同位体濃縮 Si
^{28}Si	92 %	99.994 %
^{29}Si	5 %	0.005 %
^{30}Si	3 %	0.001 %
$\Delta M/M$	1×10^{-7}	1×10^{-8}

- BIPM (国際度量衡局), INRIM (伊), IRMM (EU), NIST (米), NMIA (豪), NMIJ (日), NPL (英), and PTB (独)
- 目標: $\Delta N_A/N_A = 2 \times 10^{-8}$

ロシアの研究機関によるシリコン同位体濃縮



Denominations:

Wл - outlet of light fraction of cascade

WT - outlet of heavy fraction of cascade

F - feed flow (inlet point "S")

⊗ - devices for regulation and control of the flow system

1 / K - "accumulator" of light / heavy impurities of cascade

stage number "S"

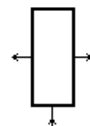
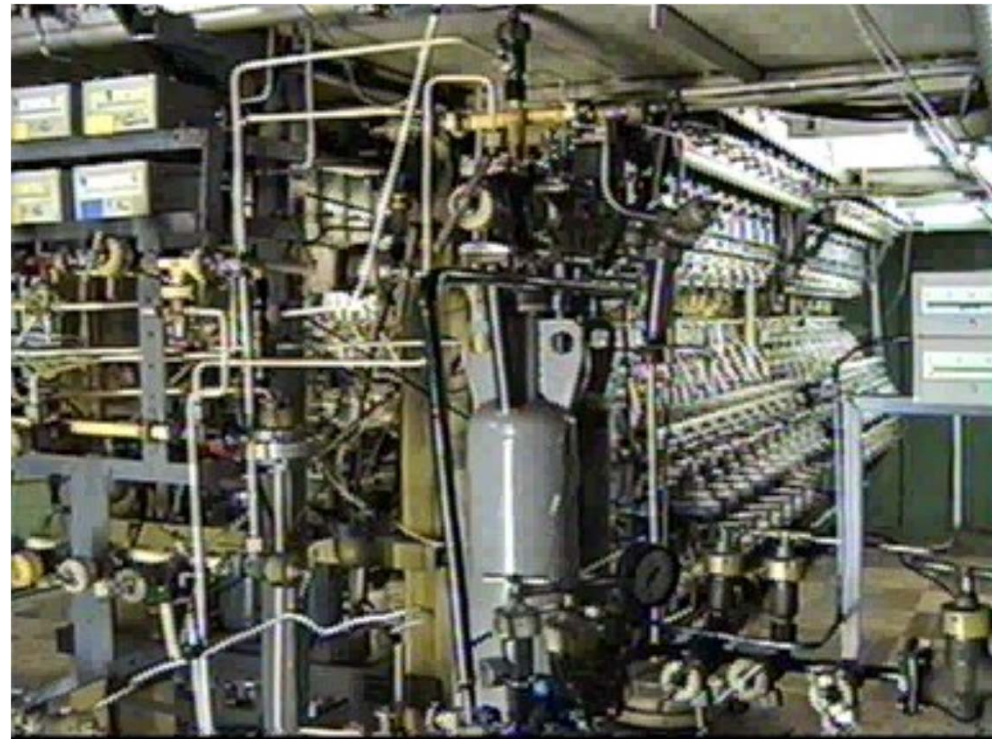


Fig.2 Cascad of Gas Centrifuges



カスケード型の遠心分離システム

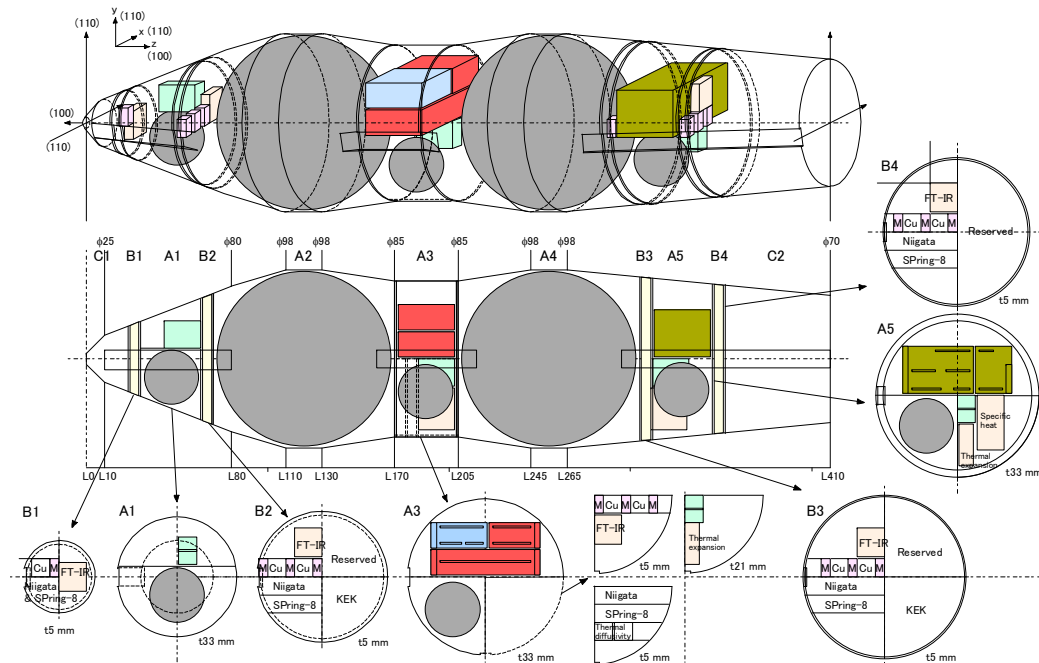
$^{28}\text{SiF}_4$ ガス: 28 kg

5 kgの²⁸Si同位体濃縮結晶



ドイツIKZで引き上げられた²⁸Si同位体濃縮結晶Avo28 (FZ法、2007年5月)

Cutting plan of silicon-28 ingot

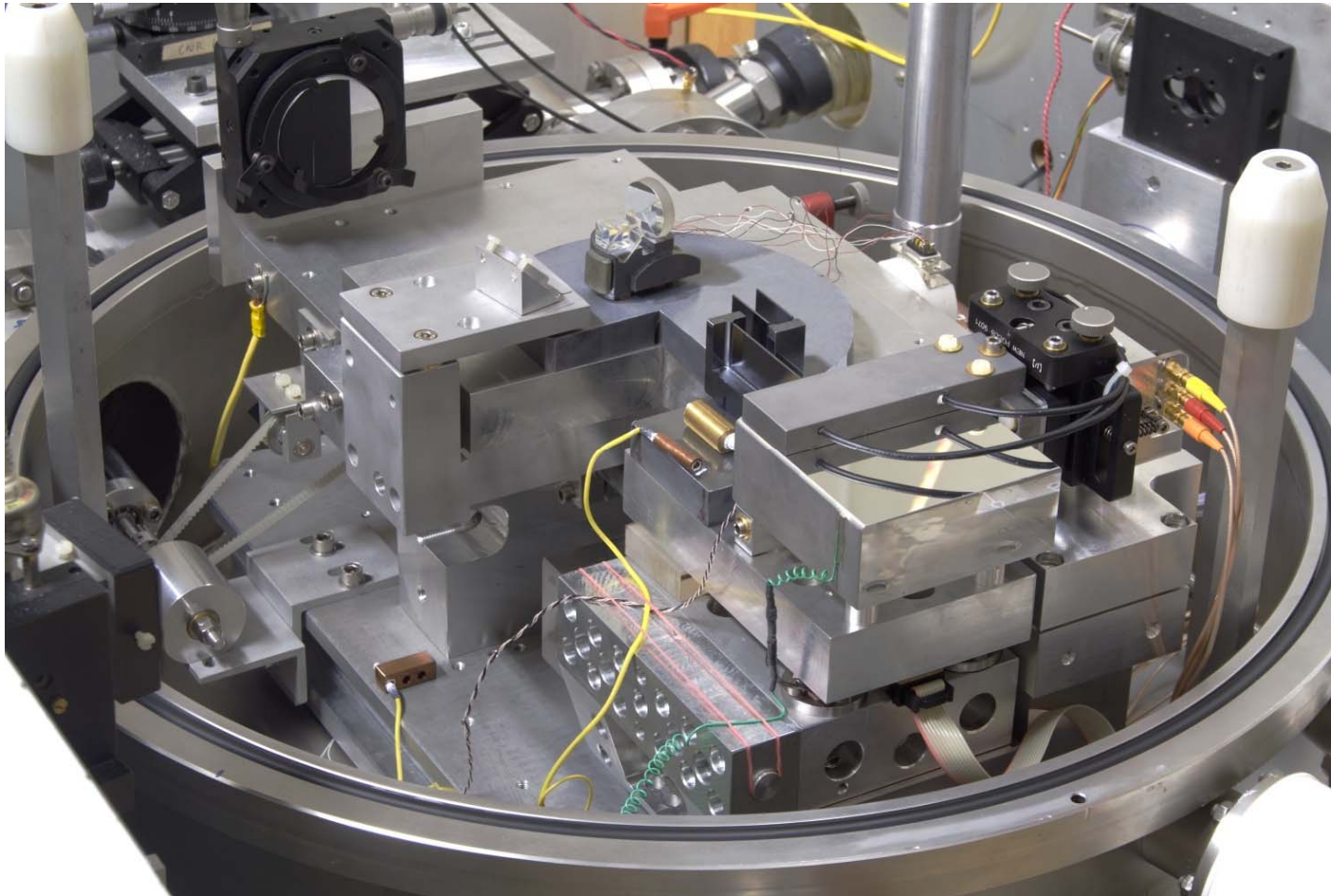


濃縮度: 99.99 %

炭素濃度 $< 1.0 \times 10^{15} / \text{cm}^3$

酸素濃度 $< 3.7 \times 10^{14} / \text{cm}^3$

INRIM(伊)のX線干渉計による ^{28}Si 格子定数の測定



格子定数の測定の不確かさ: 1.8×10^{-9}



CSIRO(豪)によるシリコン球 研磨技術の開発

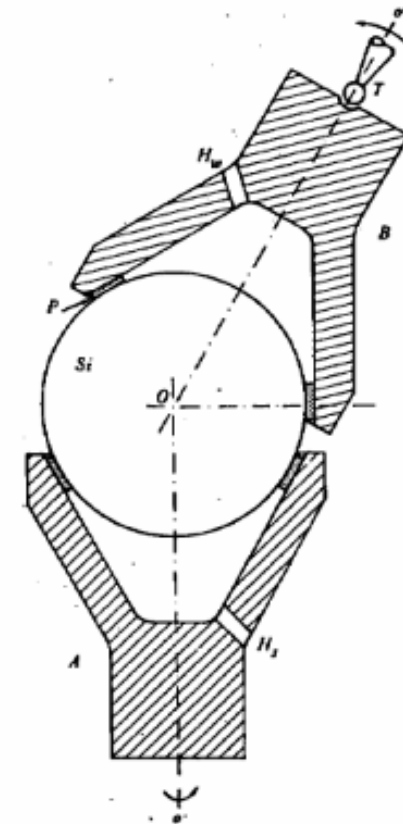
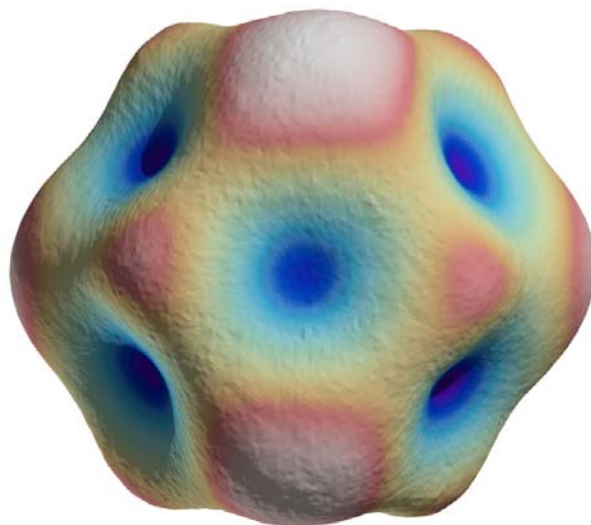


Fig. 1. Arrangement of cones A and B during final polishing. Cone A rotates around the fixed axis $O-o''$; cone B, while rotating around the axis $O-o''$, is driven by the extremity T of an oscillating arm (not shown in the figure). The suspension of titanium dioxide and water is added through the hole H_w ; slurry flows out of cone A through the hole H_s . P indicates the pitch ring, and Si is the silicon sphere.

from Applied Optics, Vol. 26, No. 4, pp. 600-601, 1987

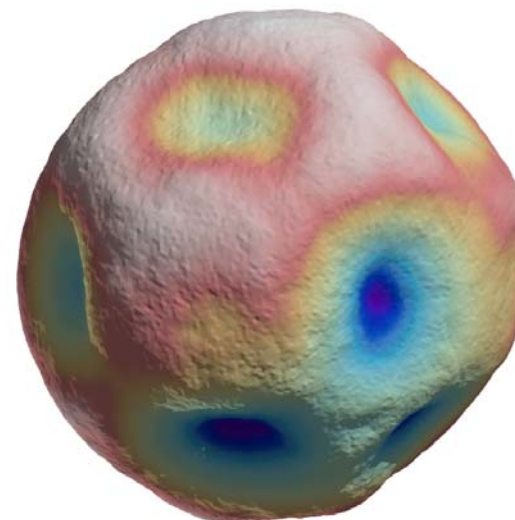
1 kgの ^{28}Si 濃縮シリコン球体の真球度

Avo28-S5



AVO28-S5c, (p-v)_{diameter} = 69 nm

Avo28-S8

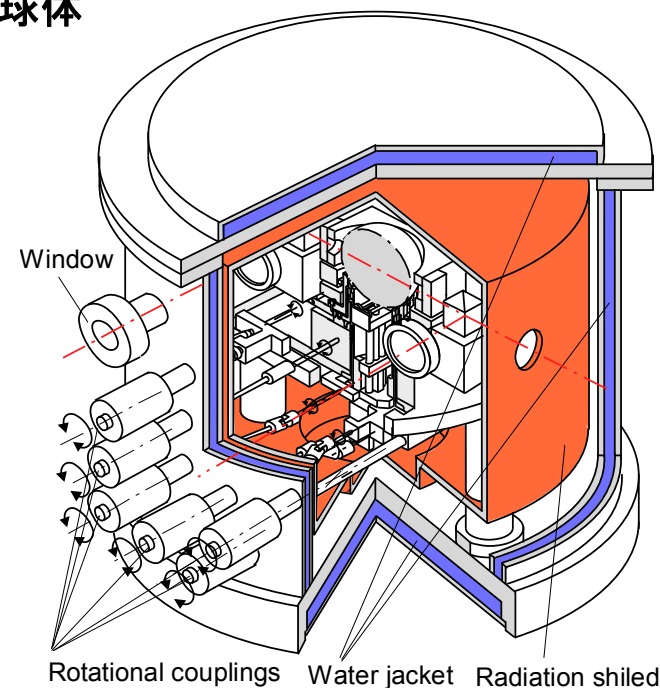
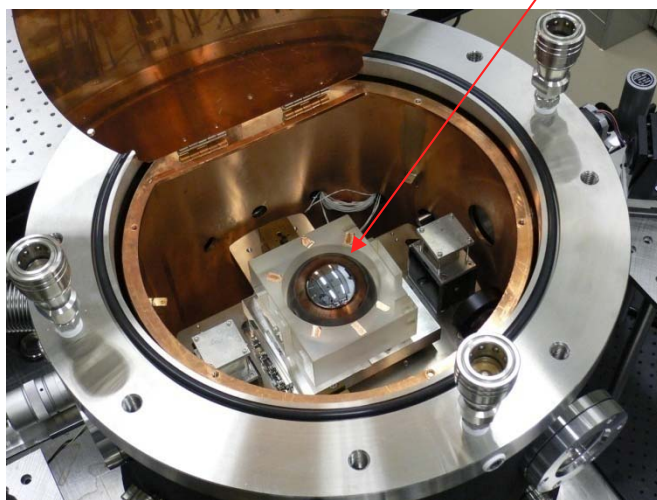


AVO28-S8c, (p-v)_{diameter} = 38 nm

質量1 kg、直径94 mm、凹凸の標準偏差: 5 nm

NMIJ(産総研)のレーザ干渉計によるシリコン球体の直径測定

単結晶シリコン球体



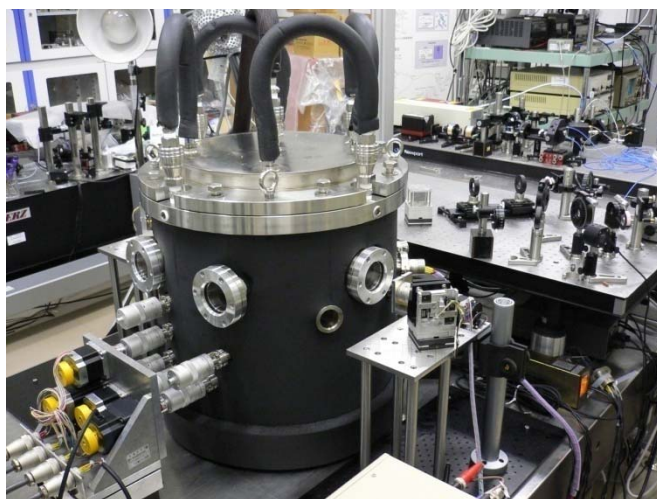
温度の均一性と安定性 < 1 mK

約1000方位からの直径測定

直径測定の不確かさ: 0.5 nm

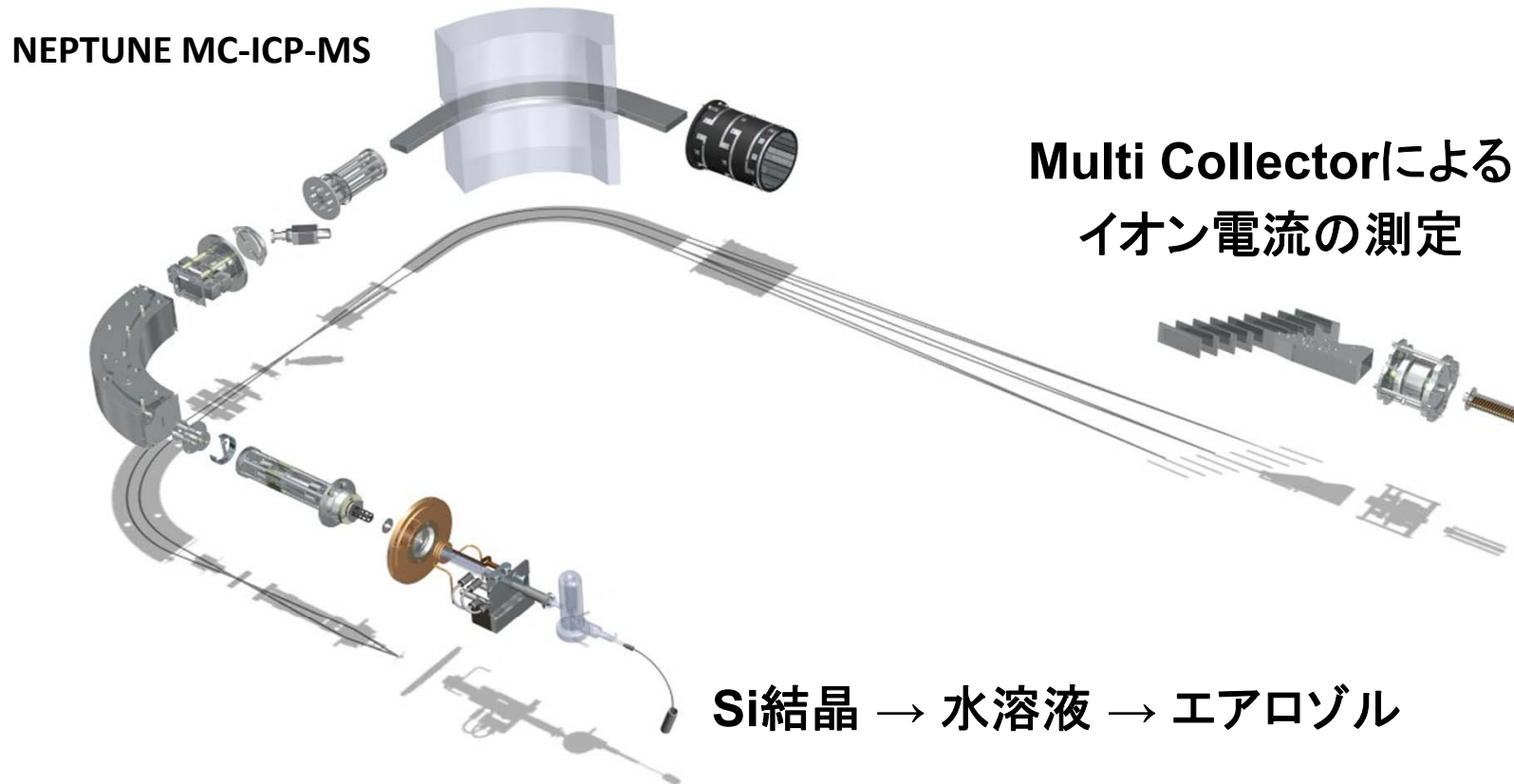
表面酸化膜の評価: SE, XRR, XPS, XRF

体積の測定の不確かさ: 2.0×10^{-8}



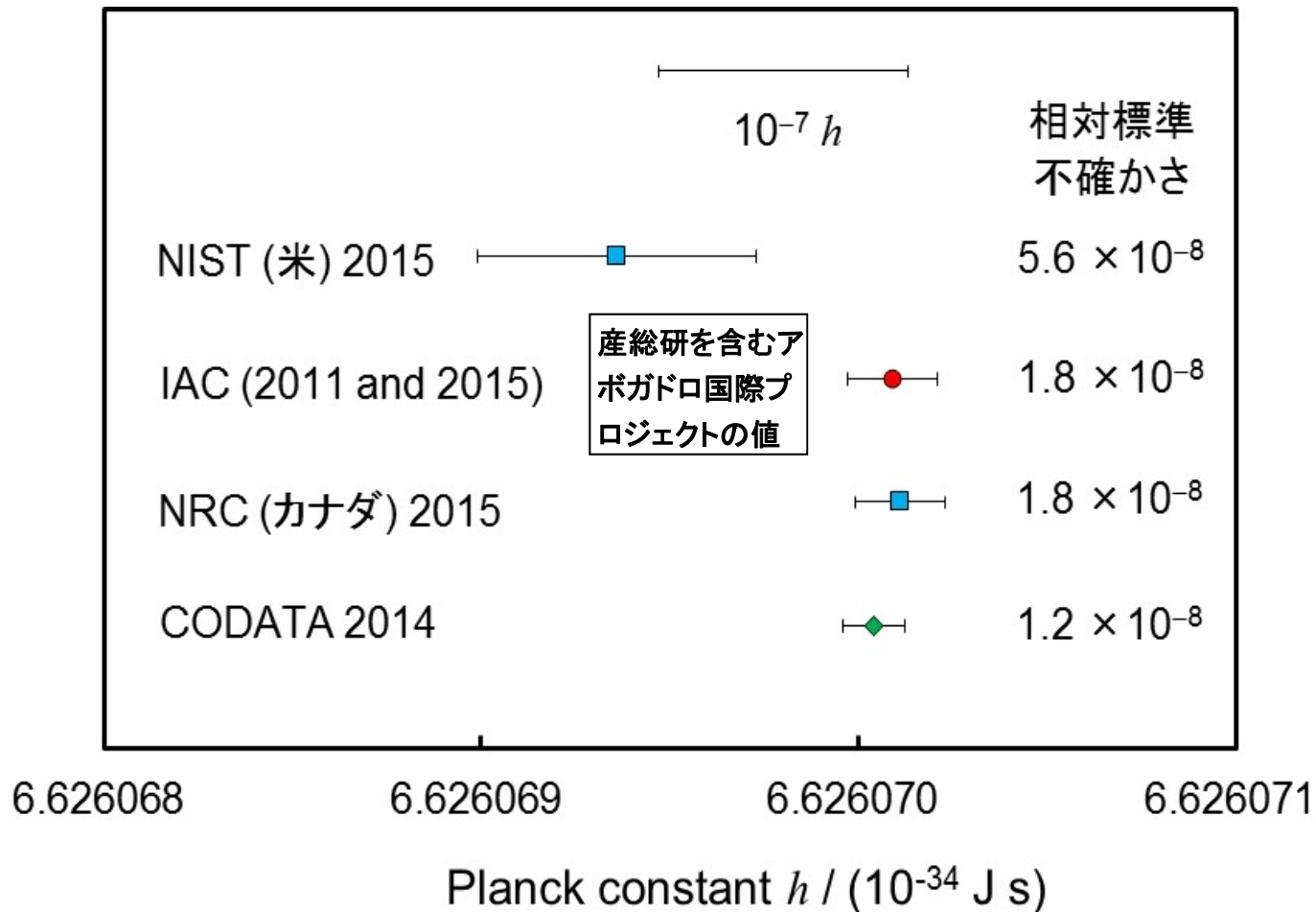
同位体希釈分析法による ^{28}Si のモル質量の測定

Inductively Coupled Plasma (ICP): 誘導結合プラズマ



モル質量の測定の不確かさ: 5.6×10^{-9}

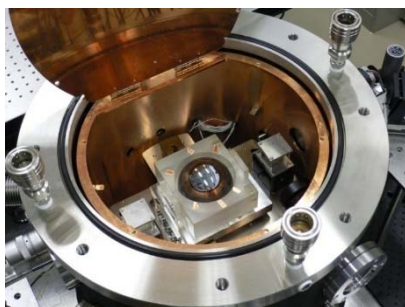
プランク定数の測定結果の比較(2015年)



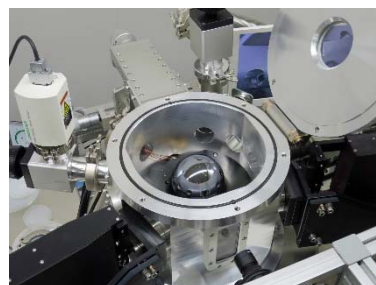
$\Pr\{\chi^2(\nu) > \chi^2_{\text{obs}}\} = 12 \% > 5 \% \rightarrow \text{consistent !}$

NMIJにおけるキログラムの実現方法

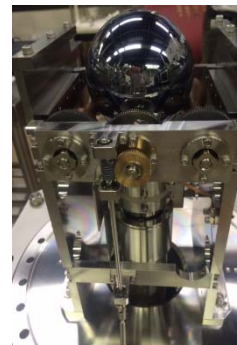
シリコン球の直径及び体積の測定



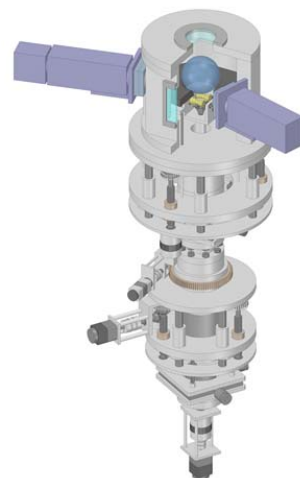
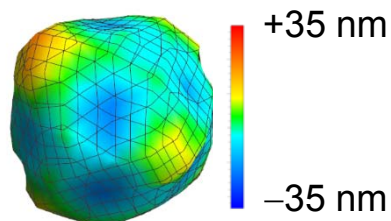
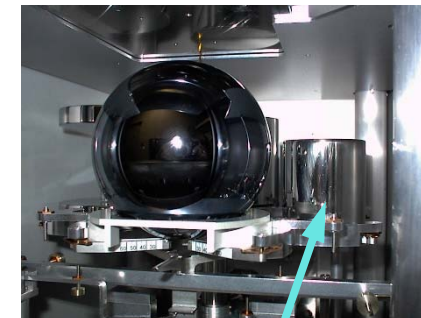
空気中と真空中におけるエリプソメトリー



X線光電子分光分析(XPS)



空気中と真空中における質量比較

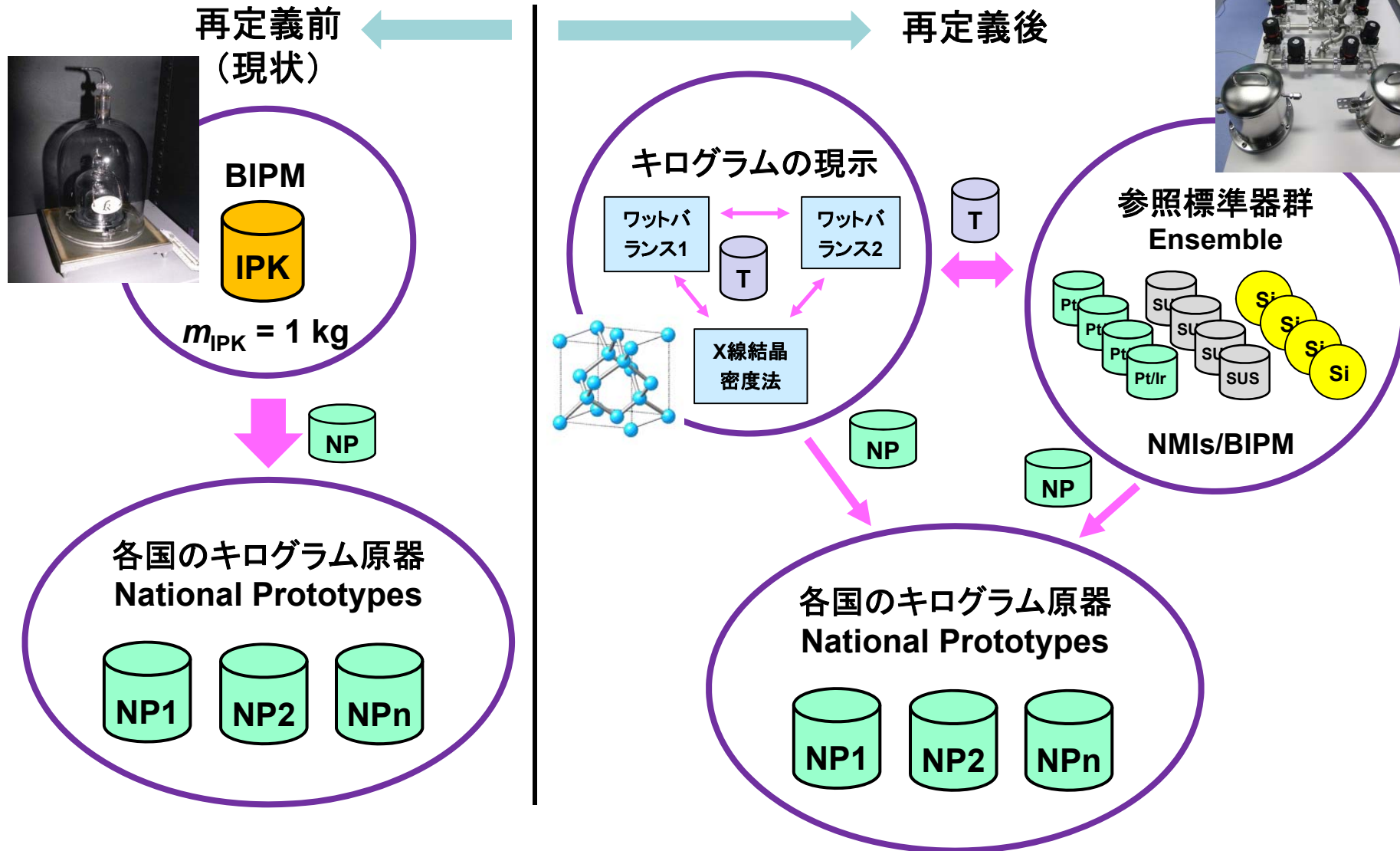


キログラム実現の標準不確かさ: 24 μg

国際キログラム原器 (IPK) の質量の長期安定性: 50 μg

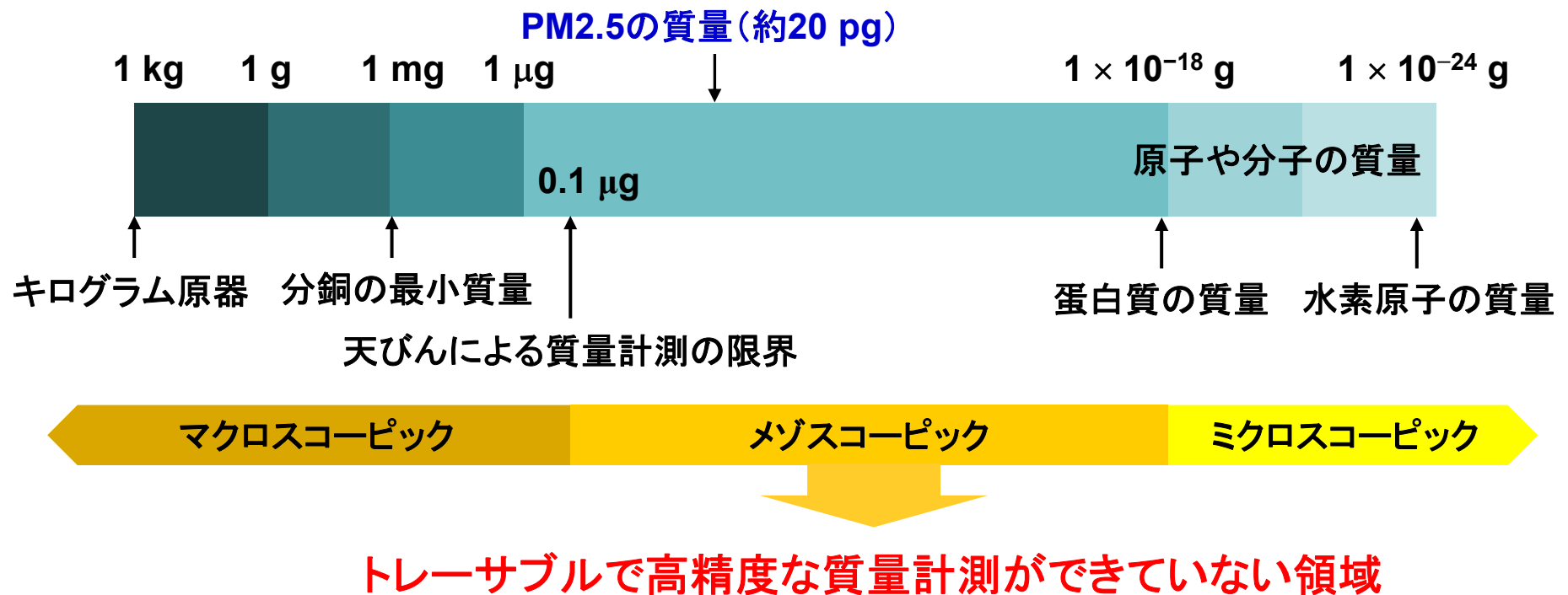
IPKの質量の長期安定性よりも良い精度でキログラムを実現できているのは今のところ**カナダ**、**ドイツ**、**日本**、**米国**の4カ国のみ

世界の質量標準体系



キログラムの定義改定がもたらすもの

- メートルが光速度 c で定義され、光周波数さえ測れば誰もが長さの単位を実現できるようになったように、プランク定数 h やアボガドロ定数 N_A を基準として誰もがキログラムを実現することができるようになる。
- 新しい質量の定義 ⇒ **微小質量計測技術** へ応用



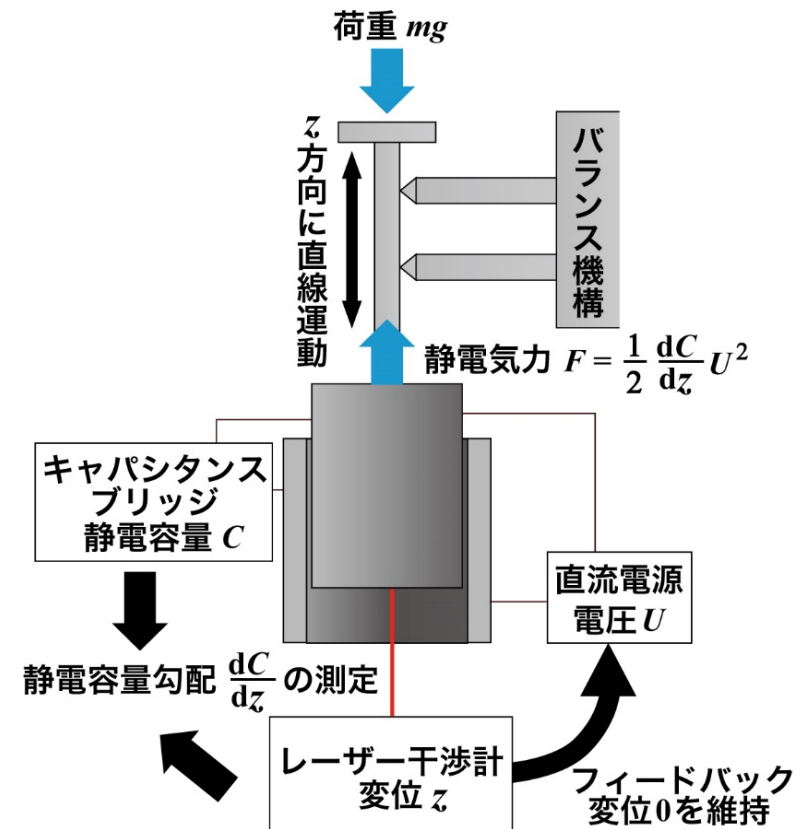
電圧天びんによる微小質量計測技術の開発(1 ng~1 mg)

測定原理

- 静電容量勾配の測定
電極が直線運動をするキャパシタの、運動方向における静電容量変化率 dC/dz を測定
- 質量(荷重)の測定
荷重と静電気力が釣り合うように電圧 U を制御。そのときの静電気力 F と荷重 mg を釣り合わせる。

$$mg = F = \frac{1}{2} \frac{dC}{dz} U^2$$

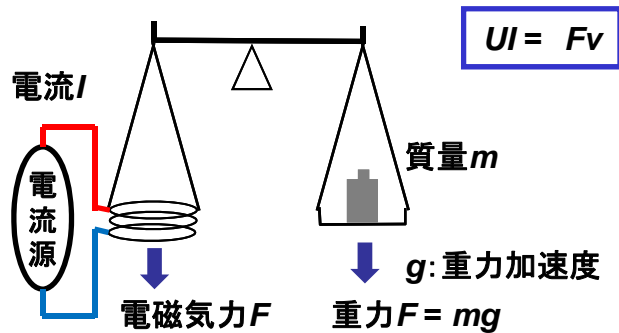
- 電圧の調整によって任意の質量を実現
- 電氣的測定、長さ、時間という不確かさの小さい量の測定から微小質量を直接的に実現
- 分銅に頼らない新しい微小質量標準



電圧天びん概要

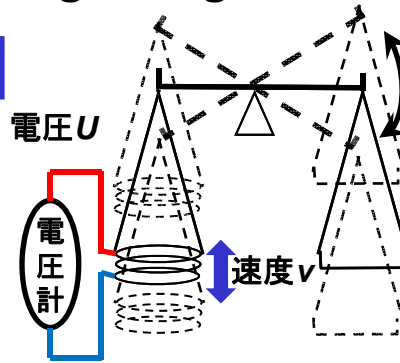
分銅による校正が不要な天びんの開発

ワットバランスの概念 (100 g ~ 1 kg)



力発生モード

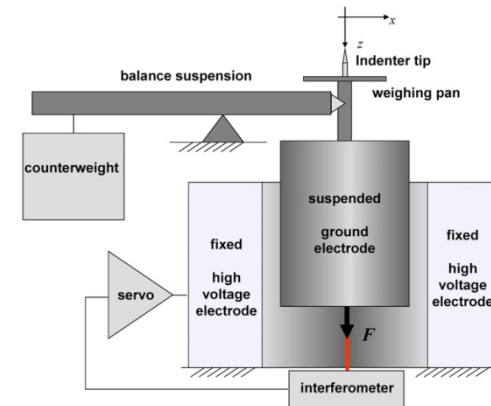
既知の電流を磁界中のコイルに流し、校正対象の質量と釣り合う電磁気力を発生 (電流と重力 F の測定)



速度発生モード

コイルに既知の速度を与え、磁界中のコイルに発生する電圧を測定 (電圧 U と速度 v の測定)

電圧天びんの概念 (1 mg ~ 1 g)



静電容量の変位依存性と電圧の測定からSITレーザブルな力を実現

- ・プランク定数を基準とする電気標準によってSITレーザブルな力と質量を実現
- ・微小質量をナノグラムレベルの精度で測定
- ・分銅による校正が不要

開発する装置の例



新定義に対応したデスクトップ型の電子天びん



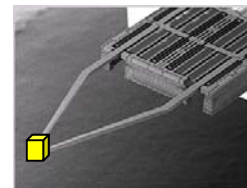
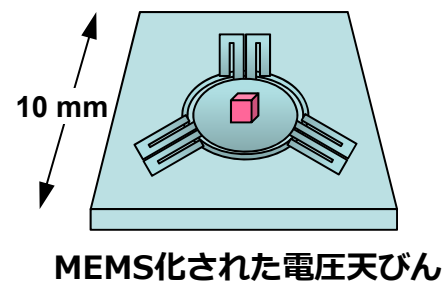
産総研で開発中の電圧天びん

1 mgをナノグラムレベルの精度で測定

顕微鏡下での微小質量計測

- 各種計測機器への応用
 - 天びん単体ではなく、顕微鏡や各種計測機器へのオプションとして開発
 - サブミリグラム、サブマイクログラムの試料を採取し、それを各種分析機器に注入できるナノピンセットも並行して開発
 - 微小質量計測技術と微小試料ハンドリング技術の融合
- ミクロ天びんに代わるボルトバランスの開発
 - MEMS化などの超小型化技術を導入してボルトバランスを開発
 - 小型の密閉容器中で微小サンプルの質量を計測

顕微鏡下での質量計測を実現



写真提供：アオイ電子（株）

ナノピンセットによるハンドリング
微小質量計測技術と微小試料
ハンドリング技術の融合

キログラムの将来

- 1889年に国際キログラム原器 (IPK) が質量の単位として定義されて以来、ようやくアボガドロ定数やプランク定数の測定精度のほうがIPKの質量安定性よりもよくなってきた。**実現すれば130年ぶりの大改定**
- キログラム、アンペア、ケルビン、モルの定義を改定するかどうか**2018年**に開催されるメートル条約の総会で審議される。
- 物理量の基準が、人間の五感で感じられる大きさから、マイクロな量へとシフトする。**物理量のパラダイムシフト**
- 基礎物理定数にもとづくSIの新しい定義は**計測技術の更なる発展**をもたらすだろう。