

光学的手法を用いた真空域の圧力計測に関する調査研究

武井良憲*

(2019年4月4日受理)

A survey on vacuum pressure measurements using optical methods.

Yoshinori TAKEI

Abstract

Pressure in vacuum region is widely used in the manufacturing industry, basic physics and other fields. Pressure measurement technologies continue to support their developments. In this survey, in order to improve pressure standards in the vacuum region, the current standard equipment and optical pressure measurement methods were investigated. The current pressure standards and their calibration uncertainties in the National Metrology Institute of Japan (NMIJ) are reported first. Next, the principle of an optical pressure measurement method is described, whose core is refractive index measurement methods. Finally, the achievable uncertainty by the optical pressure measurement is examined. NMIJ will start developing the measurement device, expecting to make a pressure standard in the future.

1. 緒言

宇宙空間の圧力や海底の圧力など、自然界には様々な大きさの圧力が存在する。その中で、気体の分子密度が低い圧力が真空と呼ばれる。JIS Z 8126 1「真空技術－用語－」において、「通常の大気圧より低い圧力の気体で満たされた空間の状態」が真空と定義されている¹⁾。真空はその圧力範囲に応じて低真空 ($10^5 \text{ Pa} \sim 10^2 \text{ Pa}$)・中真空 ($10^2 \text{ Pa} \sim 10^{-1} \text{ Pa}$)・高真空 ($10^{-1} \text{ Pa} \sim 10^{-5} \text{ Pa}$)・超高真空 (10^{-5} Pa 以下) の4つに分類される¹⁾。科学技術の進歩により、それらの圧力場は人工的に発生させられ、また、積極的に利用されている。例えば、放射光施設では高強度のX線を発生し利用するために超高真空が利用されている。また、化学蒸着では、チャンバ内で原料ガスを用いて中・低真空程度の圧力に設定し、維持し、薄膜を成長させる。それらの性能を発揮させ、かつ品質を保つためには正確な圧力計測技術が必要である。

産業技術総合研究所 計量標準総合センター (NMIJ) の業務の一つは、国家計量標準の整備・維持・供給を通じて、正確な計測に貢献することである。圧力計・真空計のトレーサビリティ体系を図1 (a) に示す。「Pa」はSI基本単位ではなく組立量である。そのトレーサビリティへの市場需要が大きいため各国の計量研究所で「Pa」の標準が整備されている。絶対値の国際整合性は国際基幹比較や地域比較など様々なレベルでの計量研究所間の比較によって確認されている。NMIJでは極高真空 10^{-9} Pa から超高圧力 10^9 Pa の圧力の絶対値の国家標準を供給している^{2),3)}。その圧力標準の中で根幹となる一次標準は、図1 (b) に示すように光波干渉式標準圧力計 (水銀マノメータ) である。しかしながら、水銀マノメータで使用されている水銀は環境や人体に有害な物質であり、いずれは利用が規制される。将来の一次標準とするために、光学的手法を用いた圧力計測が各国の計量研究所で取り組まれている。光学的圧力計測手法には、圧力の絶対値を計測可能という利点に加えて、一台で広い圧力範囲を小さな不確かさで計測可能という利点もある。

*工学計測標準研究部門圧力真空標準研究グループ

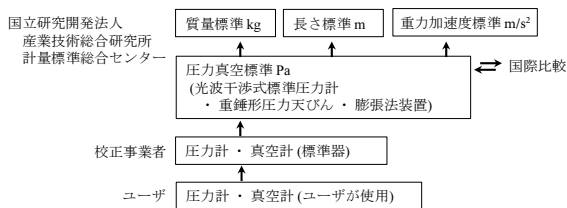


図1 (a) 圧力計・真空計のトレーサビリティ体系

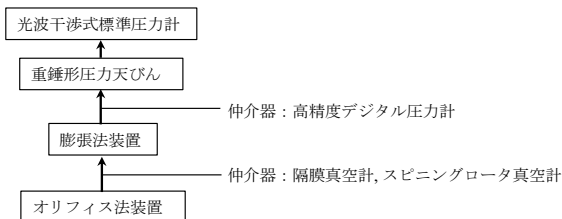


図1 (b) NMIJにおける圧力標準器のトレーサビリティ体系

本調査研究では1 Pa～100 kPaの圧力範囲を対象に、標準装置・計測装置・光学的手法を用いた新規計測装置の調査を行った。第2章では、計量標準の意義と、日本の圧力標準である水銀マンノメータ、重錘形圧力天びん、膨張法装置に関して記す。第3章では、圧力値を計測するための光学的手法の意義、原理、他国の国家計量標準機関における動向に関して記す。第4章で、光学的手法を用いた真空域の圧力計測における不確かさの見積もりの検討に関して記す。第5章で結論および第6章でNMIJにおける今後の開発方針を記す。

2. 圧力真空標準

2.1 圧力の計測方法

圧力は単位面積あたりの力である。それを計測する手法は、JIS Z 8126-3¹⁾において、次の3つに分類される。

(a) 機械的現象に基づく計測器

例：隔膜真空計、液柱差圧力計（水銀マンノメータ）

(b) 気体の輸送現象に基づく計測器

例：熱伝導真空計、スピニングロータ真空計

(c) 分子密度に比例する値に基づく計測器

例：電離真空計、本研究開発対象の光学的圧力計測器

圧力の単位 Pa の一次標準には、他の物理量から圧力 p の絶対値計測が可能であることが求められる。上記の多くの計測器で測れるのは圧力の相対値であり、それらの計測器で絶対値を計測するためには校正が必要である。一方で、上記の例の中の水銀マンノメータと光学的圧力計測器では、圧力の絶対値計測が可能である。2.2～2.4

節では圧力の標準器について原理などを説明する。2.5節でNMIJのトレーサビリティとしてそれらをまとめる。

2.2 水銀マンノメータ

水銀マンノメータの概略を図2に示す。その原理はトリチェリの実験と同じく、重力加速度 g ・水銀の密度 ρ ・液柱差 h を用いて、式(1)で表される。

$$p = \rho gh + p_0 \quad (1)$$

なお、計測対象の圧力を p 、もう一端の圧力を p_0 とおいた。

NMIJでは、それらの物理量を各国家標準にトレーサブルに計測することで、圧力の一次標準を実現している。水銀マンノメータを用いて重錘型圧力天秤の有効断面積を校正した際の不確かさは約10 ppmであり、その値の整合性は国際比較によって確認されている²⁾。NMIJでは実用的に、水銀マンノメータで校正した重錘型圧力天びんを用いて、100 kPaの圧力値を12.5 ppm ($k=1$)の相対標準不確かさで校正している²⁾。

2.3 重錘形圧力天びん

圧力の国家標準として重錘形圧力天びんがよく利用される⁴⁾。重錘形圧力天びんは、図3に示すように、主にピストン、シリンダと重錘から構成されている。式(2)に示す基本原理のように、有効断面積 A のピストンの上に質量 M の重錘を載せ、 Mg/A の圧力 p を発生させる。

$$p = \frac{Mg}{A} + p_0 \quad (2)$$

なお、計測対象の圧力を p 、重錘を載せる空間の圧力を p_0 とおいた。

ピストンを回転させることで調芯作用を働かせて、ピストンの回転軸がシリンダの軸から偏らないようにしている。ピストンが徐々に沈むことで、重錘形圧力天びんの動作中は一定の圧力が維持される。重錘形圧力天びんで発生される圧力値は式(2)より重錘の質量に比例し

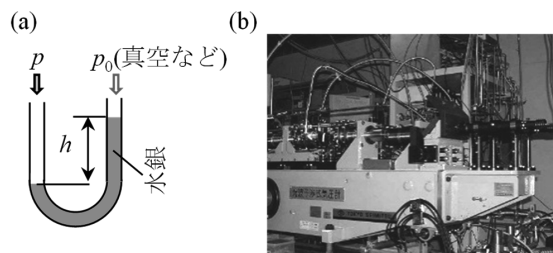


図2 水銀マンノメータ (a) 概略 (b) 外観

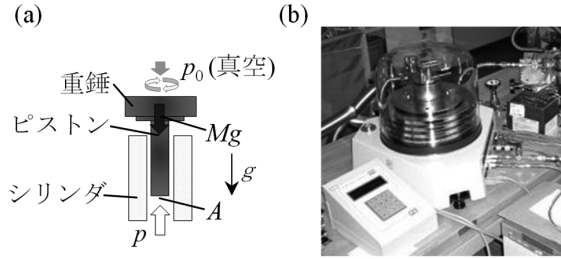


図3 重錘形圧力天びん (a) 概略 (b) 外観

有効断面積に反比例することから、直径2 mm程度のピストンと1 tの重錘を用いることで1 GPaの圧力も発生できる⁵⁾。一方で、発生圧力の下限は、断面積を大きくしてもピストンそのものに質量があることから、5 kPa程度である。

重錘形圧力天びんを一次標準として確立するためには、ピストン・シリンダの有効断面積Aを圧力以外の物理量から計測する必要がある。有効断面積Aを幾何学量から現状と同等の不確かさで計測する取り組みがPTB（ドイツ）やNIST（アメリカ）で行われている^{6)~8)}。その達成のためには、真直度や真円度が優れた直径50 mmのピストン外径やシリンダ内径を100 nmの標準不確かさで計測する必要があり、容易ではない。NMIJでは、水銀マノメータによって計測された圧力値や重錘の質量から数ppmの相対拡張不確かさで算出した値をピストン・シリンダの有効断面積としている。

2.4 膨張法装置

膨張法装置に関しては、本調査対象の光学的圧力計測手法と校正圧力範囲が広く重なるため、詳細に調査した。

2.4.1 概要、原理

重錘形圧力天びんの下限よりも小さな圧力値を発生させるために、真空域の圧力の標準として膨張法装置が利用される^{9),10)}。膨張法装置では、ボイルの法則に基づいて、低真空の圧力場を発生させている。概略と原理をそれぞれ図4と式(3)に示す。

$$p_2 = p_1 \times \frac{V_1}{V_1 + V_2} \quad (3)$$

ここで、 V_1 と V_2 は、バルブを介して接続された複数の真空チャンバそれぞれの容積である。容積 V_1 の真空チャンバ(C_1 と称する)に圧力値 p_1 となるまで気体を充填し、 C_2 を十分に排気した状態で、真空チャンバ間のバルブを開ける。この際、気体が流入膨張し、初期の圧力値 p_1 に対して膨張前後の容積比 $(V_1 + V_2) / V_1$ の逆数倍の圧

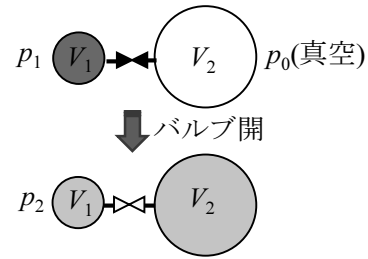


図4 膨張法の概略

力値 p_2 が発生する。 C_2 を再度真空引きして、膨張後の圧力値 p_2 を次の初期圧力値とし上記の膨張手順を繰り返したり、容積比の大きな複数の真空チャンバを利用したりすることで、より低い圧力値も発生可能である。

膨張法装置では、室温環境下で窒素ガスを用いて、スピニングロータ真空計や隔膜真空計を校正している。1 mPaから10 Paの範囲に対しては、スピニングロータ真空計を0.19%の相対標準不確かさで、10 Paから150 Paの範囲に対しては隔膜真空計を0.09%の相対標準不確かさで校正する能力がある²⁾。この圧力範囲において実在気体の影響は不確かさの範囲内であるため、ここでは気体を利用気体として取り扱う。

2.4.2 NMIJの膨張法の装置構成

NMIJでは膨張法装置を用いて 1×10^{-4} Pa~150 Paの圧力範囲を校正している。NMIJで管理している膨張法装置の外観と構成をそれぞれ図5と図6に示す。内容積がそれぞれ約0.2 L, 6 L, 11 L, 160 Lの4個の真空チャンバ(C_a, C_b, C_c, C_d)から構成されている。材質はステンレス鋼であり内面は電解研磨処理されている。到達圧力は 10^{-7} Paの桁である。各真空チャンバは配管とオールメタルのニューマチックバルブを介して接続されている。 C_b, C_c にはターボ分子ポンプ(TMP)(排気速度:400 L/s)とロータリーポンプ(RP)が接続されている。 C_d は、直列に配置したTMPとRPで排気する。 C_b, C_c, C_d には図6に示すように高精度デジタル圧力計(PG)、隔膜真空計(DG)、スピニングロータ真空計(SRG)およびイオンゲージ(IG)が取り付けられている。各チャンバの表面には温度計(白金測温抵抗体)が取り付けられている。最小容積の真空チャンバ C_a の気体を $C_a + C_c$ に膨張(予備膨張)させることで約1/50倍の低圧が発生可能である。また、 C_a の気体を $C_a + C_c + C_d$ に膨張(本膨張)させることで約1/900倍の低圧が発生可能である。その際のバルブ開閉はパソコンから自動制御される。



図5 膨張法装置の外観

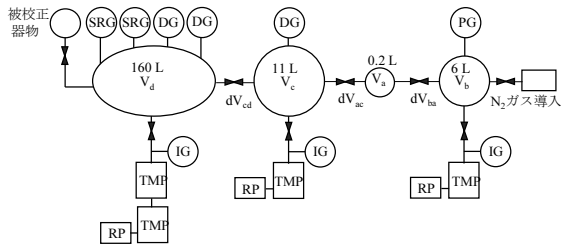


図6 膨張法装置の構成

2.4.3 校正手順

校正は次の手順で行う。まず、全ての真空チャンバ内を十分に排気する。その際の到達圧力は 10^{-7} Pa の桁である。そして、窒素を C_b と C_a に導入し初期圧力 p_1 を設定する。その後、予備膨張と本膨張の組み合わせにより目的の圧力場を C_d に発生させる。その圧力値を使って、 C_d に取り付けられた被校正器物 (DG や SRG など) の指示値を校正する。

2.4.4 重要なパラメータ

2.4.4.1 初期圧力

膨張前の初期圧力値 p_1 は、 C_b に取り付けられた PG によって測定される。その圧力計は、定期的に重錘形圧力天びんを用いて SI 単位系にトレーサブルに校正されており、0.05 % より小さな相対標準不確かさで計測可能である。なお、真空計を C_a に直接取り付けないのは、真空計自身の発熱によって C_a 内の気体に温度むらが生じるのを防ぐためである。

2.4.4.2 容積比の測定

予備膨張させる際の容積比 R_{50} と本膨張させる際の容積比 R_{900} は、バルブの容積 dV_{ac} と dV_{cd} を考慮して、それぞれ式 (4) と式 (5) で表される。

$$R_{50} = \frac{V_a + V_c + dV_{ac}}{V_a} \tag{4}$$

$$R_{900} = \frac{V_a + V_c + dV_{ac} + V_d + dV_{cd}}{V_a} \tag{5}$$

校正された圧力計を用いて、式 (6) ~ 式 (11) のように、バルブの開閉に伴って変化する圧力の比を測定する。

$$X_1 = \frac{V_b}{V_a + V_b} \tag{6}$$

$$Y_1 = \frac{V_a + dV_{ba} + V_b}{V_a + V_b} \tag{7}$$

$$X_2 = \frac{V_c}{V_a + dV_{ba} + V_b + V_c} \tag{8}$$

$$Y_2 = \frac{V_a + dV_{ba} + V_b + V_c + dV_{ac}}{V_a + dV_{ba} + V_b + V_c} \tag{9}$$

$$X_3 = \frac{V_d}{V_a + dV_{ba} + V_b + V_c + dV_{ac} + V_d} \tag{10}$$

$$Y_3 = \frac{V_a + dV_{ba} + V_b + V_c + dV_{ac} + V_d + dV_{cd}}{V_a + dV_{ba} + V_b + V_c + dV_{ac} + V_d} \tag{11}$$

その計測値を用いて、0.07 % 未満の相対標準不確かさで、式 (12) や式 (13) のように予備膨張の容積比を算出することが可能である。

$$R_{50} = 1 + \left(\frac{Y_2}{1 - X_2} - 1 \right) \times \left(\frac{Y_1}{1 - X_1} \right) \tag{12}$$

$$R_{900} = 1 + \left(\frac{Y_3}{1 - X_3} \times \frac{Y_2}{1 - X_2} - 1 \right) \times \left(\frac{Y_1}{1 - X_1} \right) \tag{13}$$

2.4.5 主な不確かさの要因の影響とその対策

2.4.5.1 温度変動

シャルルの法則から圧力は温度と比例関係にあるため、温度の経時変化 (短時間周期の変動と長時間周期のドリフト) と空間的な不均一 (温度むら) は、本方法による発生圧力値の不確かさの要因である。発生圧力に対する温度の経時変化と空間的な不均一の影響を軽減するために、校正室の温度環境を特殊空調により 23 ± 1 °C (296.15 ± 1 K) に保ち、また、真空チャンバを断熱材で覆うことにより短時間の温度変動を抑制するとともにチャンバ間の温度不均一を軽減している。 C_a 、 C_b 、 C_c 、 C_d の表面には校正された白金測温抵抗体に取り付けられている。それらの計測結果からチャンバ間の温度差は 0.7 °C 以下である。

2.4.5.2 ガス放出

チャンバ内面からのガス放出の影響は低圧になるにつれて相対的に大きくなる。NMIJ の膨張法装置用真空チャンバの内面はガス放出を抑えるために電解複合研磨されており、 1×10^{-10} Pa m/s 程度のガス放出速度と予想される¹¹⁾。容器 $C_c + C_d$ が容積 0.17 m^3 の球の真空チャ

ンパと仮定すると、内表面積は約 0.02 m^2 である。気体の膨張後に温度安定化のために待機する時間を 1000 秒とした場合、およそ $1 \times 10^{-6} \text{ Pa}$ 分の圧力上昇に相当するガスが放出される。これが低い圧力における不確かさの要因の一つである。

2.5 NMIJにおける圧力のトレーサビリティ

圧力計・真空計のトレーサビリティ体系を図1(a)に示した。また、NMIJにおける圧力標準器のトレーサビリティ体系を図1(b)に示した。JCSSにおける圧力の特定標準器は光波干渉式標準圧力計（水銀マンメータ）である¹²⁾。質量標準、長さ標準、重力加速度標準にトレーサブルな圧力標準を整備している。

NMIJにおける各圧力域の校正能力を図7に示す。横軸が圧力値、縦軸が相対拡張不確かさの、両対数グラフである。そのうち、本調査対象の $1 \text{ Pa} \sim 100 \text{ kPa}$ の範囲の圧力値は、水銀マンメータ（光波干渉式標準圧力計）、重錘形圧力天びん、膨張法装置によって計測・発生されている。それらの標準器を用いることで、 100 kPa を約 12.5 ppm (1.25 Pa)、 1 Pa を約 0.19% (1.9 mPa) の相対標準不確かさ（標準不確かさ）で校正可能である。

3. 光学的手法による圧力の絶対値計測

3.1 原理

真空域の圧力計測を進歩させる手法の一つとして、光学的圧力計測手法を紹介する。式(14)に示す理想気体の状態方程式より、分子密度（単位体積あたりの分子数）を式(15)のようにおくと、気体定数 R は式(16)で表されるため、ボルツマン定数 k_B を用いて圧力 p は式(17)のように表される。なお、温度の絶対値（熱力学温度）を T 、気体定数を R 、物質量を n_{mol} とした。

$$pV = n_{\text{mol}}RT \quad (14)$$

$$\rho = \frac{n_{\text{mol}}N_A}{V} \quad (15)$$

$$R = N_A k_B \quad (16)$$

$$p = \rho k_B T \quad (17)$$

また、分子密度 ρ は、ローレンツ-ローレンスの屈折率 n と分極率 α の関係式より、式(18)で表せる。

$$\frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} = \frac{4\pi\rho\alpha}{3} \quad (18)$$

式(17)と式(18)を連立することで、圧力 p は式(19)のように表される。

$$p = \frac{k_B T}{2\pi\alpha_{\text{He}}} (n_{\text{He}} - 1) \quad (19)$$

ここで、ヘリウムの分極率 α_{He} は、 0.2 ppm の相対標準不確かさで求められている¹³⁾。そのため、圧力の絶対値 p は真空との屈折率差 $(n - 1)$ と温度の絶対値 T から計測可能である。

本手法の利点の一つが、圧力の絶対値を他の物理量から計測可能なことである。世界の主要なNMIの圧力の一次標準は水銀マンメータであるが、それは人体や環境に有害な水銀を利用している。2017年に水銀の利用に関する包括的な規制である「水銀に関する水俣条約」が発効した¹⁴⁾。日本国内では、計量目的である水銀マンメータの利用は例外として認められている。しかし、社会情勢の変化によって将来的には例外から外れるかもしれない。本手法で圧力の絶対値を水銀マンメータと同等の不確かさで計測可能になれば、水銀マンメータに代替できる。

本手法の別の利点は、屈折率 $(n - 1)$ を光の周波数に基づいて計測しているため、広い圧力範囲を一台で非接触に計測可能なことである。その特性から、封じ切ったチャンパ内の非接触圧力計測や、動的な圧力的高速計測などの将来的な応用が考えられる。

3.2 課題とその解決策

当手法における重要課題の一つが真空との屈折率差 $(n_{\text{He}} - 1)$ の計測精度である。ヘリウムの場合、 $(n_{\text{He}} - 1)$ は 100 kPa の際に約 3.2×10^{-5} である。現在の国家標準と同等の 100 kPa を 12.5 ppm の相対標準不確かさで計測するためには、 $(n_{\text{He}} - 1)$ を 12.5 ppm より小さな相対標準不確かさで計測する必要がある。そのため、屈折率 n_{He} を小数点第10位まで高精度に計測する必要がある。

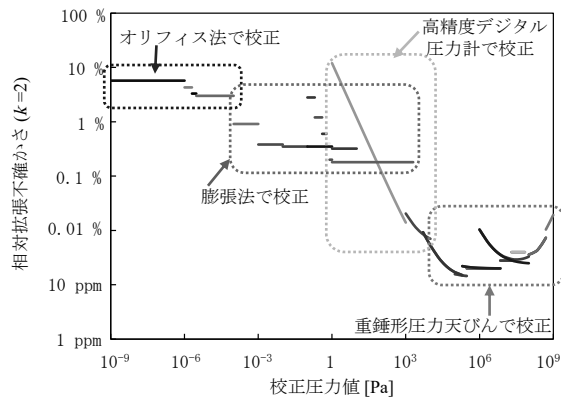


図7 NMIJの圧力標準の校正能力²⁾

ある。屈折率計測手法の中で、その精度を達成する実験系として、光路長可変のマイケルソン干渉計、光路長固定のファブリ・ペロ干渉計、光路長可変のファブリ・ペロ干渉計を調査した。

3.3 光路長可変のマイケルソン干渉計¹⁵⁾

当手法の概略を図8に示す。図中のミラーを移動させる前後の、真空光路側の干渉縞の変化量 ($\Delta N_{\text{samp}} + \phi_{\text{samp}}$) と媒質光路側の干渉縞の変化量 ($\Delta N_{\text{vac}} + \phi_{\text{vac}}$) の比から屈折率 n を、式 (20) に示すように計測している。

$$n = \frac{\Delta N_{\text{samp}} + \phi_{\text{samp}}}{\Delta N_{\text{vac}} + \phi_{\text{vac}}} \quad (20)$$

大気の屈折率が 4×10^{-9} の標準不確かさで計測されている¹⁶⁾。

3.4 光路長固定のファブリ・ペロ干渉計

3.4.1 光路長固定のファブリ・ペロ干渉計の概要

当手法はファブリ・ペロ共振器を用いた光周波数計測に基づいている¹⁶⁾。当手法の概要を図9に示す。ファブリ・ペロ共振器の光路が真空の際の共振周波数 ν_0 は、光速 c と共振器長 L および整数 m を用いて式 (21) で表される。

$$\nu_0 = \frac{mc}{2L} \quad (21)$$

一方で、光路にガスを充てんさせた際の共振周波数 ν_p は、屈折率 n を用いて式 (22) で表される。

$$\nu_p = \frac{mc}{2nL} \quad (22)$$

共振周波数 ν_0 と共振周波数 ν_p の比から、式 (23) に示すように、気体屈折率を計測できる。

$$n = \frac{\nu_0}{\nu_p} \quad (23)$$

この方法により乾燥気体（窒素やアルゴン）の屈折率が

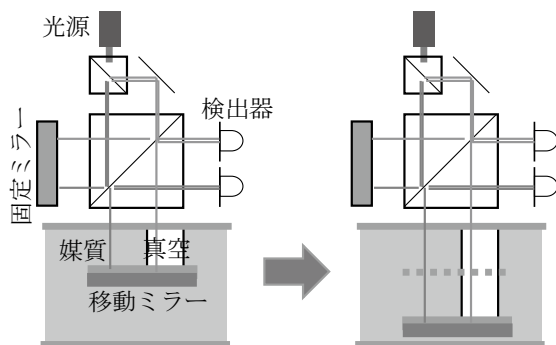


図8 光路長可変のマイケルソン干渉計

3×10^{-9} の不確かさで計測されている¹⁷⁾。

3.4.2 光路長固定のファブリ・ペロ干渉計の圧力計測への応用例

光路長固定のファブリ・ペロ干渉計の圧力計測への応用が、NIST（アメリカ）、LNE（フランス）や ITRI（台湾）など世界の主要な国家計量標準機関において研究開発されている。ここでは NIST の研究開発成果を紹介する。

NIST では、図10に示すように、一つの低熱膨張材料（ULE）のスペーサ中に2つの共振光路を設けている。一つの光路は常に真空状態にしておき、もう一つの光路は真空状態から徐々にヘリウムを充填していく。真空光路を通るレーザーの周波数を逐次参照するため外乱の影響を受けにくいというメリットがある。また、周波数が校正された基準レーザーが不要というメリットがある。

各共振光路の共振周波数差と既存の電離真空計で計測された 1 mPa ~ 6 mPa の範囲の圧力値の比較結果から、当手法で 0.1 mPa の高い分解能が得られている¹⁷⁾。また、光学的手法による計測値と水銀マンメータの計測値の差の水銀マンメータの計測値に対する商は 100 kPa 付近の圧力値に対して 35 ppm 程度を達成している¹⁷⁾。また、その計測値のばらつきは 5 ppm 程度である¹⁷⁾。なお、NIST の水銀マンメータの分解能は 3.6 mPa であり、100 kPa 付近の圧力に対する相対標準不確かさは 2.6 ppm ($k=1$) である。これらの結果から、「感度や汎用性の点

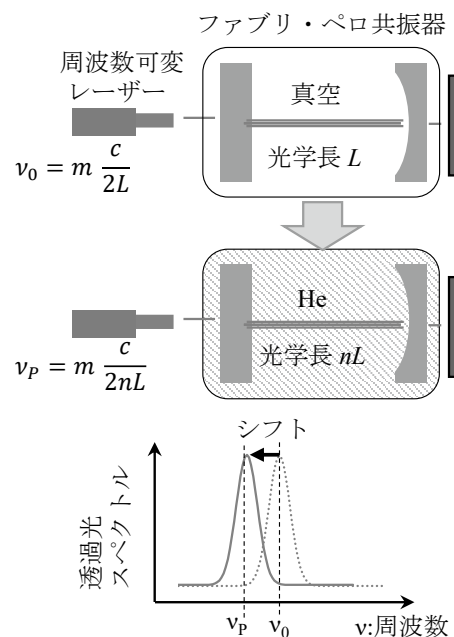


図9 光路長固定のファブリ・ペロ干渉計

で、従来の圧力計測装置を凌駕する可能性が十分にあり。」と文献中で結論付けられている¹⁷⁾。

3.5 光路長可変のファブリ・ペロ干渉計

光路長固定のファブリ・ペロ干渉計は、共振器の幾何学長 L が真空時と気体充填時で等しいと仮定している。しかしながら、共振器内と雰囲気との圧力が異なるため、多層膜ミラーの変形や接着材の厚さ変化が生じてしまう。それを解決するために、NISTにおいて、圧力一定の条件下で幾何学長が可変な装置が考案・開発された¹⁸⁾。装置概要を図11に示す。

共振器の片側のミラーの組を移動させて共振器の幾何学長を変化させる。その際の計測光路の幾何学長の絶対値は、真空状態に保たれている複数の参照光路からアップ誤差¹⁹⁾の影響なく計測されることが考えられている¹⁸⁾。また、圧力一定の条件で光路長を変化させるため、計測光路両端のミラーの歪み量は一定であり計測結果に影響しないと考えられている¹⁸⁾。

4. 光学的手法の不確かさ評価

4.1 概要

第3章で説明した3種類の方法に対して、計測の分解能、外乱影響、駆動部の影響、保有技術の項目を表1のように比較した。計測の分解能に関して、実効的な光路長が長いほど計測が高感度化するもので、ファブリ・ペロ干渉計がより良い。外乱が計測結果に与える影響を軽減するためには、参照光路が設けられている光学系の方が

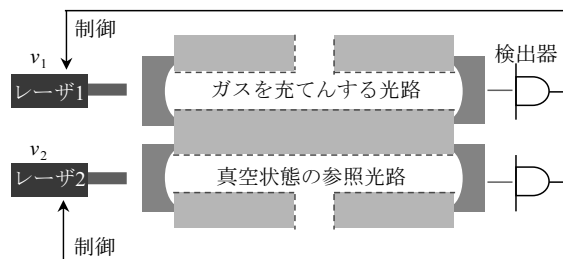


図10 NISTで開発された圧力計測のための光共振器

望ましい。駆動部を設けると実験系全体が煩雑化するため、将来的な検討が必要であるが、まずは単純な実験系が望ましい。この結果、一般的な光路長固定のファブリ・ペロ干渉計を用いた手法を詳細な調査対象とした。

4.2 実験系

検討した実験系の概要を図12に示す。主に、気体屈折率の光学的な計測系、気体圧力を安定させる実験系、真空チャンバ内の気体の温度を安定させ計測する実験系から構築されている。真空チャンバ内には低熱膨張係数材料クリアセラム ($(0.0 \pm 0.1) \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$) の共振器が設置されている。図12の実験系では、共振器の内外に静水圧が作用するため、その変形量の見積もりが図10に示した共振器に比べて単純であり、その大きさは共振器材料の圧縮率の関数で表せる。光源には波長約633 nm (約473 THz) の外部共振型半導体レーザを用いる。周波数の絶対値は、ヨウ素安定化He-Neレーザと周波数可変レーザのビート周波数から計測される。まず、真空チャンバを十分に真空引きした状態で、光共振器の共振線に周波数可変レーザの周波数をロックしてビート周波数を計測する。その後、徐々に気体（ヘリウム等）を充填していき、重錘形圧力天びんの利用などによって圧力を安定させる。その状態で再度ビート周波数を計測する。ガス充填時のレーザの周波数と真空時の周波数の比から式(23)のように屈折率を計測する。さらに、別途

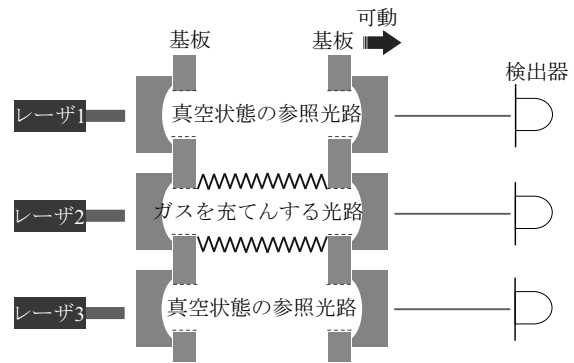


図11 NISTで開発中の光路長可変のファブリ・ペロ干渉計の概略

表1 屈折率を計測するための光学的手法の比較

	光源	計測の分解能	外乱影響	駆動部影響	保有技術
① 光路長可変のマイケルソン干渉計	単一波長	△	○	△	△
② 光路長固定のファブリ・ペロ干渉計	単一波長	○	○	○	○
③ 光路長可変のファブリ・ペロ干渉計	単一波長	○	○	△	△

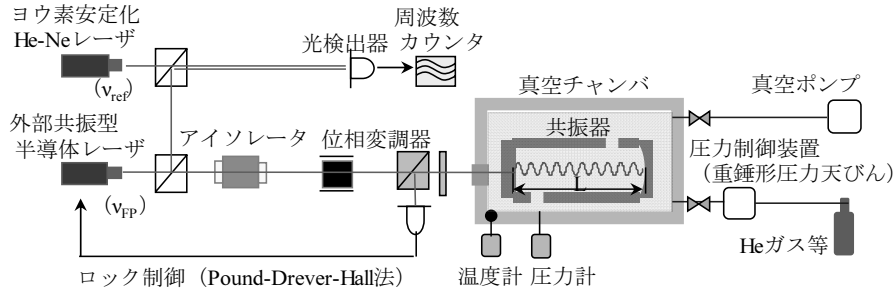


図 12 検討した実験系の概要

計測される温度の絶対値から、式 (19) のように圧力値を光学的に計測する。

4.3 不確かさの要因と大きさの検討

4.3.1 概要

不確かさの要因の検討を行った。式 (17) や式 (19) では簡単のため理想気体の状態方程式を示した。しかし、実際には分子間力や分子自身の体積を考慮する必要がある。実気体の状態方程式は、第二ビリアル係数 $B(T)$ と第三ビリアル係数 $C(T)$ までを考慮して、式 (24) で表される。

$$p = \rho k_B T \left(1 + B(T) \frac{n_{mol}}{V} + C(T) \left(\frac{n_{mol}}{V} \right)^2 + \dots \right) \quad (24)$$

式 (24) と式 (18) より、光学的手法を用いた圧力計測の原理式は式 (25) で表される。

$$p = (n-1) \frac{k_B T}{2\pi\alpha_{He}} \left(1 + B(T) \frac{n_{mol}}{V} + C(T) \left(\frac{n_{mol}}{V} \right)^2 + \dots \right) \quad (25)$$

式 (23) 内の屈折率 n は、前述の光路長固定のファブリペロ共振器を用いてレーザーの周波数から計測する。 $(n-1)$ 計測の際の式を、不確かさ要因を含めて検討した。まず、真空雰囲気の際の共振条件を式 (26) に示す。

$$2n_0 L + 4\Delta L_\phi = m \frac{c}{v_0} \quad (26)$$

真空の屈折率は 1 であるが、実験上の圧力は 10^{-4} Pa 程度であり残留ガスの主成分は水蒸気である。その屈折率を n_0 とおいた。また、ミラー反射時の位相変化相当分の光路長を ΔL_ϕ とおいた。次に、ヘリウム充填時の共振条件を式 (27) に示す。

$$2sn_{He}(L + \kappa_L \Delta L_\phi + \alpha_{heat} \Delta TL) + 2(1-s)n_{H2O} (L + \kappa_L \Delta L_\phi + \alpha_{heat} \Delta TL) + 4\Delta L_\phi = m \frac{c}{v_p} \quad (27)$$

ここで、ヘリウムの純度を s とおいた。1 ppm 程度水蒸気 (屈折率 n_{H2O}) が混じっていると想定した。共振器を

設置したチャンバー内の圧力が高くなると物体は圧縮する。クリアセラムの長さ圧縮率を κ_L とおいた。さらに、クリアセラムの熱膨張係数を α_{heat} とおき、初期状態からの温度変化 ΔT による幾何学長変化の影響も留意した。式 (26) と式 (27) から、 $(n-1)$ は式 (28) のように表される。

$$(n_{He} - 1) = \frac{1}{s(1 + \kappa_L \Delta p + \alpha_{heat} \Delta T)} \left\{ \left(n_0 + \frac{\Delta L_\phi}{L} \right) \frac{v_0}{v_p} - (1-s)n_{H2O}(1 + \kappa_L \Delta p + \alpha_{heat} \Delta T) - \frac{\Delta L_\phi}{L} \right\} - 1 \quad (28)$$

式 (25) と式 (28) より、式 (29) に示すように、圧力は、温度 T 、圧縮率 κ_L 、ガス純度 s 、共振周波数比 v_0/v_p 、ヘリウムの分極率 α_{He} 、ビリアル係数 $B(T) \cdot C(T)$ などの関数とみなすことができる。

$$p = f \left(T, \kappa_L, s, \frac{v_0}{v_p}, \alpha_{He}, B(T), C(T), \frac{\Delta L_\phi}{L}, \alpha_{heat} \Delta T, n_0, n_{H2O} \right) \quad (29)$$

それぞれの変数の不確かさに関して下記のように見積もった。なお、現在の国家標準は 100 kPa に対しては 12.5 ppm, 1 kPa に対しては 70 ppm, 10 Pa に対しては 0.09 % の相対標準不確かさで校正している。その不確かさを達成可能かどうかを目安とした。

4.3.2 圧縮率 κ_L の不確かさ見積もり

共振器長 L を 100 mm とした場合、100 kPa の圧力差が生じた際のヘリウムガスの屈折率による片道光路長の変化は約 3.2 μm である。100 kPa の圧力を現在の国家標準と同等の 12.5 ppm の相対標準不確かさで計測するためには、その長さを 40 pm より小さな標準不確かさで計測する必要がある。共振器の長さ L がもし一定であれば周波数計測からその不確かさを達成可能であるが、実際には、雰囲気圧力が高くなると共振器材料の圧縮に伴って短くなる。長さ圧縮率 κ_L はヤング率 E とポアソン比 ν_p から式 (30) で表される。

$$\kappa_L = \frac{1 - 2\nu_{po}}{E} \quad (30)$$

共振器材料がクリアセラムの場合、ヤング率 E は 9.0×10^{10} Pa、ポアソン比 ν_{po} は 2.5×10^{-1} であるため²⁰⁾、長さ圧縮率 κ_L は、約 $5.6 \times 10^{-12}/\text{Pa}$ である。共振器長 L を 100 mm とすると 100 kPa の圧力を加えるとおよそ 56 nm 圧縮される。この長さを 40 pm より小さな標準不確かさで計測するためには、 κ_L を 0.07 % より小さな標準不確かさで計測する必要がある。一般的な引張り試験、振動試験や超音波法では、材料の圧縮率 κ_L 、ヤング率 E やポアソン比 ν_{po} をこのような不確かさで計測することは困難である。この課題に対して、次の3つの解決案を検討した。まず、ヘリウムだけでなく他のガスに対しても分極率や各ビリアル係数を圧力の絶対値を利用せずに計測できた場合、それぞれのガスを用いて行った実験結果を連立して共振器の変形量を補正する方法。次に、変形量の影響が十分に小さくなるように、共振器の構造を工夫する方法。最後に、専用の計測装置を開発して共振器の材料の圧縮率を予めその精度で計測しておく方法。いずれの案も現状では見通しが立っていないが、今後の研究開発によって達成できることを期待して、ここでは圧縮率 κ_L の相対標準不確かさを 0.05 % とした。この圧縮率 κ_L の影響は圧力に比例するため、圧縮率 κ_L の標準不確かさを 0.05 % とすると、いずれの大きさの圧力に対しても相対標準不確かさ 9 ppm に相当する。

4.3.3 ガス純度 s の不確かさ見積もり

光学的手法を用いた圧力計測は、気体の屈折率から圧力を算出しているため、ガスの純度が重要である。例えば、ヘリウムに対して $(n-1)$ の値で比較すると、水蒸気は 7 倍大きく、水素は 4 倍大きい。そのため、1 ppm の体積濃度で水蒸気が含まれたヘリウムガスを、100 % の純度のヘリウムとして扱った場合、光学的圧力計測値は 6 ppm 大きくなる。同様に、1 ppm の体積濃度で水素ガスを、100 % の純度のヘリウムとして扱った場合、光学的圧力計測値は 3 ppm 大きくなる。ガスの純度に影響を与える要因として、高圧ガスボンベ内の不純物、チャンバ内壁や共振器や温度センサや校正対象の隔膜真空計からの放出ガスを検討した。

市販されている高純度ヘリウムガスの不純物の体積濃度は 0.5 ppm 以下である²¹⁾。その不純物の主成分は水蒸気であるが、他に窒素や酸素も含まれる²¹⁾。予めボンベ内の不純物ガスの種類と濃度を計測すれば、光学的圧力計測結果を補正できる。

一方で、真空チャンバ内面からのアウトガスなどのため、真空チャンバ内のガス純度の不確かさは高純度ガス

ボンベ内のガス純度の不確かさとは異なる。本装置では、放出ガス低減のために、内面が電解研磨された真空チャンバと、コンフラットフランジやメタル O リングのシール材を利用する。その場合のガス放出速度は 1×10^{-10} Pa m/s 程度であると予想される¹¹⁾。また、その放出ガスは主に水素であると予想される¹¹⁾。光学的圧力計測は、真空引き後に、温度安定時間を含めて、1 Pa を計測する際には 10 分間、100 kPa を計測する際には 1 時間程度かかる見込みである。チャンバ内寸が一辺 150 mm とした場合、表面積は 1.4×10^{-1} m² であり体積は 3.4×10^{-4} m³ であるため、1 秒間あたり 4×10^{-9} Pa の分圧のガスが放出される。10 分間では 2.4×10^{-6} Pa、1 時間では 1.4×10^{-5} Pa となるため、ガス放出の影響を考慮せずに光学的に圧力を計測する場合には、1 Pa の計測値は 7.2 ppm 大きくなり、100 kPa の計測値は 0.4 ppb 大きくなる。上述のガス放出量に加えて、実際には、校正対象である隔膜真空計の受感部や共振器や温度センサ表面からのガス放出も考慮する必要がある。放出されるガスが光学的な圧力計測に及ぼす影響を補正するための方法として、質量分析計で放出されるガスの種類と分圧を計測して補正する方法や、ガス放出の量が時間に対して線形であるとみなして補正する方法が考えられる。

本調査では、いずれの圧力に対しても一様に、高純度ヘリウムガスに含まれる不純ガスの体積濃度は 1 ppm の標準不確かさと想定した。また、その不純ガスは、圧力の不確かさ計算において簡単のために全て水蒸気であると仮定した。その想定では、純度 s の標準不確かさを 1 ppm は、いずれの大きさの圧力に対しても相対標準不確かさ 6 ppm に相当する。

4.3.4 共振周波数比 ν_0/ν_p の不確かさ見積もり

共振周波数 ν_0 や ν_p は約 473 THz である。その周波数は、共振器にロックしたレーザとヨウ素安定化ヘリウムネオンレーザのビート周波数から計測する。レーザの共振器へのロック制御や環境の安定化に努めても、その不確かさは、ヨウ素安定化ヘリウムネオンレーザの周波数の不確かさよりは小さくならない。ヨウ素安定化ヘリウムネオンレーザの絶対値に関しては、たとえ標準不確かさが 5 kHz 程度であっても、共振周波数 ν_0 と ν_p のどちらを計測する際にも同じヨウ素安定化ヘリウムネオンレーザを利用するため、 ν_0 と ν_p の比を計測する際にその影響は無視できるほど小さい。過去にヨウ素安定化 He-Ne レーザを光コムで校正した際の実績から、ヨウ素安定化ヘリウムネオンレーザのばらつきを本調査では 100 Hz と見積もった。2 回のビート周波数計測を行うため、共振周波数比 ν_0/ν_p の不確かさはヨウ素安定化ヘリウムネオン

レーザのばらつきの $\sqrt{2}$ 倍の140 Hzと見積もった。この標準不確かさの大きさは圧力によらず一定であるため、10 Paを計測する際には0.009%，1 kPaを計測する際には0.9 ppm、100 kPaを計測する際には9 ppbの相対標準不確かさとして影響する。

4.3.5 ガスの温度の絶対値 T の不確かさ見積もり

圧力 p は温度 T と真空との屈折率差 $(n-1)$ の積に比例する。本手法において、100 kPaの圧力を12.5 ppmの相対標準不確かさで計測するためには、約300 Kの温度を3.7 mKより小さな標準不確かさで計測する必要がある。光学的圧力計測における温度とは熱力学温度のことである。303 K付近では熱力学温度と国際温度目盛 (ITS-90) との差の不確かさは0.4 mKである²²⁾。ここでは、温度計測の際の不確かさの主要因として、センサの校正不確かさ、計測対象であるガス温度の空間的な分布の影響、を検討した。

まず、センサの校正不確かさについて検討した内容を記す。JCSS校正を利用して、ITS-90に従って、優れた温度指示器と標準白金測温抵抗体 (SPRT) の組み合わせを、ガリウムの融点温度 (29.76 °C) に対しては1 mKの標準不確かさで、水の三重点温度 (0.01 °C) に対しては0.5 mKの標準不確かさで校正可能である。光学的圧力計測においてガス温度を計測する際には、空間的な制約から、長さ600 mmのロングシステム型のSPRTではなく、カプセル型のSPRTを用いる。時定数が小さい分、計測のばらつきが大きくなると懸念している。ここでは、ガリウムの融点温度に対するセンサの校正不確かさを1.5 mKと見込んだ。

次に、計測対象であるガス温度の時間的、空間的な分布の影響について検討した内容を記す。チャンバ内の温度は、ガリウムの融点温度とほぼ等しくなるように調整する。しかし、温調に努めても、必ず空間的な温度分布が存在する。光学的圧力計測手法において計測したい温度は、光共振器内の光路のガス温度である。その温度とセンサが計測する位置の温度差の不確かさを1 mKと見込んだ。

本調査では温度計測の標準不確かさを、上述の不確かさを合成して、1.8 mK ($k=1$) と見積もった。真空中の気体の温度を測る場合と大気圧の気体の温度を測る場合で手法や難易度は異なるが、いずれの圧力に対しても、上記の標準不確かさで温度を計測できると想定した。その場合、式 (25) から圧力は温度に比例するため、1.8 mKの温度計測の標準不確かさは、いずれの圧力を計測する際にも6 ppmの相対標準不確かさに相当する。

4.3.6 分極率 α_{He} の不確かさ見積もり

ヘリウムの分極率 α_{He} の値や不確かさは量子力学を用いて求められた文献値を利用する。文献を参考に¹³⁾、 α_{He} の値を約 $2.1 \times 10^{-31} \text{ m}^3$ と算出し、その相対標準不確かさを0.2 ppmと見積もった。

4.3.7 ビリアル係数 $B(T)$ と $C(T)$ の不確かさ見積もり

ビリアル係数 $B(T_0)$ の値とその標準不確かさは、文献²³⁾から、それぞれ $1.2 \times 10^{-5} \text{ m}^3 \text{ mol}^{-1}$ 、 $8.2 \times 10^{-8} \text{ m}^3 \text{ mol}^{-1}$ とした。同様に、ビリアル係数 $C(T_0)$ の値とその標準不確かさは、それぞれ $1.1 \times 10^{-10} \text{ m}^6 \text{ mol}^{-2}$ 、 $1.2 \times 10^{-11} \text{ m}^6 \text{ mol}^{-2}$ とした²³⁾。

4.3.8 その他の変数 $\Delta L_\phi/L$, $\alpha_{\text{heat}} \Delta T$, n_0 , $n_{\text{H}_2\text{O}}$ の不確かさ見積もり

多層膜へのレーザ光の浸透深さと共振器長の比 $\Delta L_\phi/L$ に関して、 ΔL を数値計算で50 nmより小さな不確かさで計測可能と想定し、その影響を無視した。共振器の熱膨張 $\alpha_{\text{heat}} \Delta T$ に関して、低熱膨張材料を用い温度変動を1 mK程度に安定化すれば、無視できる。真空の屈折率は理論的に1であるが、実際には微量な気体分子が存在するため1よりもわずかに大きい。その影響は、 10^{-5} Pa にまで真空引きした場合には、1 Paなどの低圧を本手法で計測する場合にも十分に小さい。不純物 (水蒸気と想定) の屈折率 $n_{\text{H}_2\text{O}}$ に関して、純度0.5 vol ppmのガスを利用した場合、不純物の割合は小さく屈折率 $n_{\text{H}_2\text{O}}$ の不確かさの大きさは無視できる。

4.4 光学的手法による圧力計測の不確かさ

本光学的手法を用いて達成可能な不確かさを、式 (25) と式 (28) および上述の各変数の不確かさから、算出した。100 kPa、1 kPa、10 Paの圧力値を計測する際のバジェットシートをそれぞれ表2、表3と表4に示す。各表において、不確かさ要因を列に、その値や不確かさを記した。また、それぞれの変数の不確かさを圧力の不確かさに換算した値、およびその各不確かさの合成不確かさに対する寄与率も示した。寄与率は、合成不確かさの二乗に対する各要因の不確かさの二乗の割合のこととした。図13には、光学的圧力計測で見込まれる1 Pa～100 kPaの圧力範囲に対する相対拡張不確かさを示した。

表2や表3において、100 kPaや1 kPa付近の圧力を本手法で計測する際の不確かさの主要因が、共振器材料の圧縮率 κ_L の不確かさ (相対的に0.05%と見込んだ) およびヘリウムガス純度 s の不確かさ (相対的に1 ppmと見込んだ) であることを示している。なお、式 (25) から、第二ビリアル係数の影響は分子密度の二乗に比例し、第三ビリアル係数の影響は分子密度の三乗に比例す

表2 本手法で 100 kPa を計測する際のバジェットシート

不確かさの要因	記号	値	不確かさ	不確かさ (圧力換算)	合成不確か への寄与率
圧縮率	κ_L	$5.6 \times 10^{-12} / \text{Pa}$	$2.8 \times 10^{-15} / \text{Pa}$	$9.0 \times 10^{-1} \text{ Pa}$	45 %
ヘリウムガス純度	s	1.0	1.0×10^{-6}	$7.1 \times 10^{-1} \text{ Pa}$	28 %
周波数計測	$\frac{v_0}{v_p}$	1.0	3.0×10^{-13}	$9.8 \times 10^{-4} \text{ Pa}$	< 1 %
温度	T	303 K	$1.8 \times 10^{-3} \text{ K}$	$6.1 \times 10^{-1} \text{ Pa}$	21 %
分極率	α	$2.1 \times 10^{-31} \text{ m}^3$	$4.1 \times 10^{-38} \text{ m}^3$	$2.1 \times 10^{-2} \text{ Pa}$	< 1 %
第2 ビリアル係数	$B(T_0)$	$1.2 \times 10^{-5} \text{ m}^3 \text{ mol}^{-1}$	$8.2 \times 10^{-8} \text{ m}^3 \text{ mol}^{-1}$	$3.4 \times 10^{-1} \text{ Pa}$	6.2 %
第3 ビリアル係数	$C(T_0)$	$1.1 \times 10^{-10} \text{ m}^6 \text{ mol}^{-2}$	$1.2 \times 10^{-11} \text{ m}^6 \text{ mol}^{-2}$	$1.9 \times 10^{-3} \text{ Pa}$	< 1 %
計測圧力値		$1.0 \times 10^5 \text{ Pa}$			
合成標準不確かさ ($k=1$) (合成相対標準不確かさ)				1.3 Pa (13 ppm)	
合成拡張不確かさ ($k=2$) (合成相対拡張不確かさ)				2.6 Pa (26 ppm)	

表3 本手法で 1 kPa を計測する際のバジェットシート

不確かさの要因	記号	値	不確かさ	不確かさ (圧力換算)	合成不確か への寄与率
圧縮率	κ_L	$5.6 \times 10^{-12} / \text{Pa}$	$2.8 \times 10^{-15} / \text{Pa}$	$9.0 \times 10^{-3} \text{ Pa}$	48 %
ヘリウムガス純度	s	1.0	1.0×10^{-6}	$7.1 \times 10^{-3} \text{ Pa}$	29 %
周波数計測	$\frac{v_0}{v_p}$	1.0	3.0×10^{-13}	$9.8 \times 10^{-4} \text{ Pa}$	< 1 %
温度	T	303 K	$1.8 \times 10^{-3} \text{ K}$	$6.1 \times 10^{-3} \text{ Pa}$	22 %
分極率	α	$2.1 \times 10^{-31} \text{ m}^3$	$4.1 \times 10^{-38} \text{ m}^3$	$2.1 \times 10^{-4} \text{ Pa}$	< 1 %
第2 ビリアル係数	$B(T_0)$	$1.2 \times 10^{-5} \text{ m}^3 \text{ mol}^{-1}$	$8.2 \times 10^{-8} \text{ m}^3 \text{ mol}^{-1}$	$3.4 \times 10^{-5} \text{ Pa}$	< 1 %
第3 ビリアル係数	$C(T_0)$	$1.1 \times 10^{-10} \text{ m}^6 \text{ mol}^{-2}$	$1.2 \times 10^{-11} \text{ m}^6 \text{ mol}^{-2}$	$1.9 \times 10^{-9} \text{ Pa}$	< 1 %
計測圧力値		$1.0 \times 10^3 \text{ Pa}$			
合成標準不確かさ ($k=1$) (合成相対標準不確かさ)				13 mPa (13 ppm)	
合成拡張不確かさ ($k=2$) (合成相対拡張不確かさ)				26 mPa (26 ppm)	

表4 本手法で 10 Pa を計測する際のバジェットシート

不確かさの要因	記号	値	不確かさ	不確かさ (圧力換算)	合成不確か への寄与率
圧縮率	κ_L	$5.6 \times 10^{-12} / \text{Pa}$	$2.8 \times 10^{-15} / \text{Pa}$	$9.0 \times 10^{-5} \text{ Pa}$	< 1 %
ヘリウムガス純度	s	1.0	1.0×10^{-6}	$7.1 \times 10^{-5} \text{ Pa}$	< 1 %
周波数計測	$\frac{v_0}{v_p}$	1.0	3.0×10^{-13}	$9.8 \times 10^{-4} \text{ Pa}$	98 %
温度	T	303 K	$1.8 \times 10^{-3} \text{ K}$	$6.1 \times 10^{-5} \text{ Pa}$	< 1 %
分極率	α	$2.1 \times 10^{-31} \text{ m}^3$	$4.1 \times 10^{-38} \text{ m}^3$	$2.1 \times 10^{-6} \text{ Pa}$	< 1 %
第2 ビリアル係数	$B(T_0)$	$1.2 \times 10^{-5} \text{ m}^3 \text{ mol}^{-1}$	$8.2 \times 10^{-8} \text{ m}^3 \text{ mol}^{-1}$	$3.4 \times 10^{-9} \text{ Pa}$	< 1 %
第3 ビリアル係数	$C(T_0)$	$1.1 \times 10^{-10} \text{ m}^6 \text{ mol}^{-2}$	$1.2 \times 10^{-11} \text{ m}^6 \text{ mol}^{-2}$	$1.9 \times 10^{-15} \text{ Pa}$	< 1 %
計測圧力値		$1.0 \times 10 \text{ Pa}$			
合成標準不確かさ ($k=1$) (合成相対標準不確かさ)				0.96 mPa (96 ppm)	
合成拡張不確かさ ($k=2$) (合成相対拡張不確かさ)				1.82 mPa (182 ppm)	

ため、10 kPaなどを計測する際にはその不確かさの大きさは主要課題ではない。表4において、10 Pa付近の圧力を本手法で計測する際の不確かさの主要因が、周波数比 v_0/v_p の不確かさ（各光周波数計測のばらつきを140 Hzと見込んだ）であることを示している。図13から、100 Pa～100 kPaの圧力範囲を計測する際には、圧力に比例する変数 κ_L や s の影響が支配的であり、一方で、1 Pa～100 Paの圧力範囲を計測する際には、圧力に依存しない v_0/v_p の影響が支配的であることがわかる。

1 Pa～100 kPaの圧力範囲において、本手法による相対拡張不確かさは、現行の国家標準の相対拡張不確かさと比べて同等かそれより小さい。バジェットシート中の各変数の不確かさを見積もりのように達成できたなら、本手法によって圧力真空の国家標準の高度化が見込まれる。

5. 総括

本研究では、真空域の圧力標準を向上させるために、現在の標準器および光学的圧力計測手法を調査した。第2章では、NMIJにおける標準器を調査した。第3章では、光学的圧力計測手法を調査した。第4章では、光学的手法を用いた際に見込まれる圧力計測の不確かさを調査した。光学的手法を用いた真空域の圧力計測装置は、1台で広い範囲の圧力値を、10 Paに対して0.01%、1 kPaに対して13 ppm、100 kPaに対して13 ppmの相対標準不確かさで、連続的にかつ非接触に計測可能であることがわかった。

6. NMIJにおける研究開発の予定

本研究の目標は、光学的手法を用いた圧力計測装置を

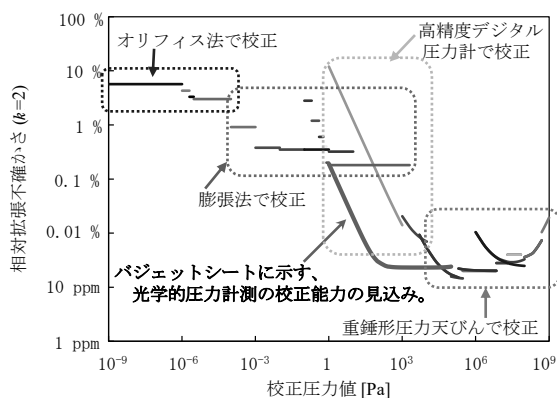


図13 NMIJにおける各圧力値の校正能力および本手法に見込まれる校正能力

「Pa」の一次標準器として確立することである。そのため、バジェットシート中に記した各変数の不確かさを達成する必要がある。図14に示すように、研究開発を複数の段階で行うことを検討している。

初期段階では、共振周波数計測、短時間の温度安定化、圧力安定化などの、本実験系の基盤となる要素技術を開発する。そして、本手法で計測された圧力値と国家標準にトレーサブルな圧力値を比較する。得られる実験結果を基に、その後の課題をより詳細に検討する。

中盤段階では、一台で1 Pa～100 kPaの広い圧力範囲を計測可能な「直線補間器」を開発する。屈折率がヘリウムよりも比較的大きい窒素などの高純度ガスを利用する。本計測における不確かさ要因のうち、圧縮率やガス純度の影響は圧力値に比例する。そのため、100 kPaなど任意の点で本計測値を現行の国家標準にトレーサブルに本装置による計測値を校正することで圧縮率やガス純度の影響を補正可能である。その場合、一次標準器ではなくなるが、図13に示したように本手法はその圧力域で他よりも優位な特性を有していることから、1 Pa～100 kPaの圧力範囲で小さな不確かさを達成できる点で有益である。

その後の段階で、それまでの成果を基に前述の課題を解決し圧力の絶対値計測に取り組む。

なお、ヘリウムだけでなくネオンやアルゴンに関しても実験的に相対標準不確かさ約2 ppmで分極率が計測されている²⁴⁾。その精度は、本手法における分極率の不確かさに対する要求を満たしているためネオンやアルゴンの本実験での利用も将来的に検討する。

謝辞

本調査研究を行うにあたり、小島時彦 工学計測標準研究部門副部門長（現 計量標準総合センター 計量標

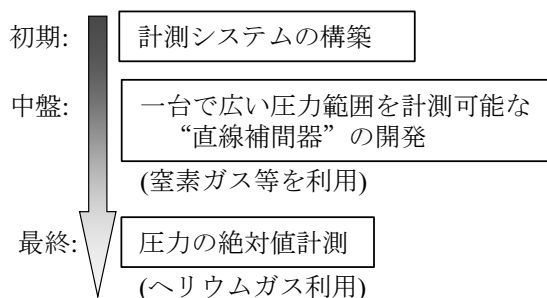


図14 NMIJにおける研究開発計画

準普及センター長)ならびに新井健太 圧力真空標準研究グループ長, 吉田 肇 主任研究員, 尾藤洋一 長さ標準研究グループ長 (現 計量標準総合センター 研究戦略部研究企画室長), 寺田聡一 主任研究員には多くのご指導を頂きました。また, 研究室の皆様にも議論の時間をとって頂き, 多くの助言, ご指導を頂きました。深くお礼申し上げます。

参考文献

- 1) JIS Z 8126-1:1999. 真空技術－用語－第1部：一般用語。(ISO 3529-1:1981)
- 2) BIPM, The BIPM key comparison database (<http://kcdb.bipm.org/>).
- 3) 小島桃子 and 小島時彦, “低圧力・低真空標準の校正体系とトレーサビリティ”, J. Vac. Soc. Jpn., 59巻12号, (2016).
- 4) C Ehrlich, “A Review of Gas-operated Piston Gauges”, *Metrologia*, 30 (1993/94) 585.
- 5) 梶川宏明, “信頼性の高い圧力測定のために一圧力の国家標準から現場の圧力測定まで”, 精密工学会誌, 83巻7号, (2017).
- 6) Thorsten Zandt, Wladimir Sabuga, Christof Gaiser and Bernd Fellmuth, “Measurement of pressures up to 7MPa applying pressure balances for dielectric-constant gas thermometry”, *Metrologia* 52, S305-S313, (2015).
- 7) Pei Liu, Otto Jusko and Rainer Tutsch, “Hybrid data fusion strategy for the low-uncertainty 3D calibration of cylinder standards”, *Meas. Sci. Technol.* 28, 065013 (10pp), (2017).
- 8) Felix Sharipov, Yuanchao Yang, Jacob E Ricker and Jay H Hendricks, Primary pressure standard based on pistoncylinder assemblies. Calculation of effective cross sectional area based on rarefied gas dynamics”, *Metrologia* 53, 1177-1184, (2016).
- 9) 平田正紘, 真空計測の標準と校正, 48巻 (2005) 12号 p. 599-603
- 10) H. Yoshida, E. Komatsu, K. Arai, M. Kojima, H. Akimichi, T. Kobata, “Calibration of capacitance diaphragm gauges with 1333 Pa full scale by direct comparison to resonant silicon gauge and static expansion system” *ACTA IMEKO*, Volume 3, Number 2, 48 – 53, June 2014.
- 11) “新版 真空ハンドブック”, オーム社出版局, p.57, (2002).
- 12) A Ooiwa, M Ueki and R Kaneda, “New Mercury Interferometric Baromanometer as the Primary Pressure Standard of Japan”, *Metrologia*, 30 (1994) 565.
- 13) Mariusz Puchalski et al., “Theoretical determination of the polarizability dispersion and the refractive index of helium”, *Phys. Rev. A* 93, 032515, (2016).
- 14) MINAMATA CONVENTION ON MERCURY (<http://mercuryconvention.org/>).
- 15) K. Fujii, E. R. Williams, R. L. Steiner, and D. B. Newell, “A New Refractometer by Combining a Variable Length Vacuum Cell and a Double-Pass Michelson Interferometer”, *IEEE Trans. Instrum. Meas.* 46, 191-195 (1997).
- 16) Patrick Egan and Jack A. Stone, “Absolute refractometry of dry gas to ± 3 parts in 10^9 ”, NCSL International Workshop and Symposium, *APPLIED OPTICS*, Vol. 50, No. 19, (2011).
- 17) Jay H. Hendricks et al., “MEASURING PRESSURE AND VACUUM WITH LIGHT: A NEW PHOTONIC, QUANTUM-BASED, PRESSURE STANDARD”, *XXI IMEKO*, (2015).
- 18) Jack Stone, P. Egan, J. Hendricks, G. Strouse, D. Olson, J. Ricker, G. Scace, “Picometer metrology for precise measurement of refractive index, pressure, and temperature”, NCSL International Workshop and Symposium, (2013).
- 19) Bryan, J. B., “The Abbe principle revisited: an updated interpretation”, *Precision Engineering*, 1, 3, 129-132, (1979).
- 20) 後藤直雪, “極低膨張透明ガラスセラミックス”, *NEW GLASS*, Vol.19 No.1, p74-77, (2004).
- 21) <http://www.gas-tatsuoka.co.jp/high-purity-gas/>
- 22) J. Fischer, M. de Podesta, K. D. Hill, M. Moldover, L. Pitre, R. Rusby, P. Steur, O. Tamura, R. White and L. Wolber, “Present Estimates of the Differences Between Thermodynamic Temperatures and the ITS-90”, *Int J Thermophys*, 32: 12-25, (2011).
- 23) C. Gaiser, B. Fellmuth, and T. Zandt, “Dielectric-Constant Gas Thermometry and the Relation to the Virial Coefficients”, *Int J Thermophys*, (2014) 35: 395-404.
- 24) Christof Gaiser and Bernd Fellmuth, “Polarizability of Helium, Neon, and Argon: New Perspectives for Gas Metrology”, *PHYSICAL REVIEW LETTERS* 120, 123203, (2018).