

重錘形圧力天びんを用いた微差圧標準に関する調査研究

小島 桃子*

(平成16年3月5日受理)

A survey on low differential pressure standard using pressure balances

Momoko KOJIMA

Abstract

Low differential pressure standard in the range from 1 Pa to 1 kPa has been required in the industrial world recently. In this survey, the principle of a calibration system using “twin pressure balances”, which can be used as a primary standard, is described and the uncertainty of the generated pressure using the system is estimated. Next, calibration and measurement capabilities of other national metrology institutes and the result of an interlaboratory comparison are investigated. Finally, the calibration system using “twin pressure balances” is advanced to generate low absolute pressure. The principle of the system and uncertainty estimation of the generated pressure are described.

1. はじめに

産業や医療の技術の発展に伴い、微小な圧力差（微差圧）を正確に測定する技術はますます重要なものになってきた。それと同時に、計測の技術的基盤となる微差圧標準の重要性も高まっている。そこで、本報告では、微差圧標準の確立に向けて、一次標準器になり得る技術についての調査研究を行った。

以下では、まず微差圧標準に関する背景を説明する。次に、第2章では、2台の重錘形圧力天びんを用いた微差圧発生法が一次標準器として有望な装置の一つであると考え、その原理や技術的課題、不確かさについて詳しく調べる。つづいて第3章において、諸外国における微差圧標準の現状について述べる。第4章では、微差圧の次の課題である低圧力標準の開発について、装置や不確かさについての考察を行う。さいごの第5章はまとめである。

1.1 微差圧の定義

「差圧」は2つの圧力の差である。これはまた、任意の圧力を基準にとって表した圧力と言い換えることができる。中でも特に1 Pa 以上1000Pa 以下の圧力範囲の差圧を、ここでは「微差圧」と呼ぶことにする。

差圧のほかにも、圧力の計測表示には基準の取り方によって「ゲージ圧力」、「絶対圧力」という2種類の呼び方が存在

する。ゲージ圧力は大気圧を基準にとった圧力、絶対圧力は絶対真空を基準にとって表した圧力である。中でも絶対圧力における1-1000Paの圧力範囲は「低圧力」あるいは「低真空」ともよばれる。図1にこれら3種類の計測表示の違いを示す。

1.2 微差圧標準の必要性と現状

微差圧測定が利用されている例としては、まず、産業界のさまざまな場所で使われているクリーンルームを挙げることができる。クリーンルームは精密機器や半導体の製造、食品加工、製薬、バイオテクノロジーなど広い分野で使用されているが、微粒子や細菌を排除するために特別に高い空気清浄度が要求されるものが多い。このような高い空気清浄度を長

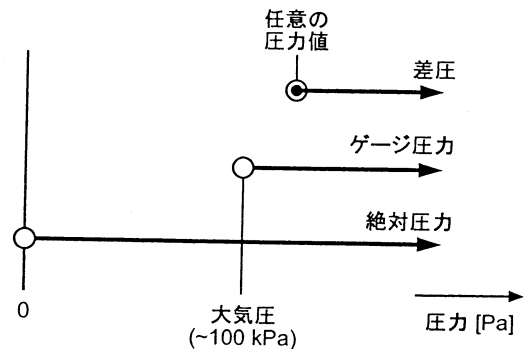


図1 圧力の計測表示の種類。「差圧」は任意の圧力を基準に、「ゲージ圧力」は大気圧を、「絶対圧力」は絶対真空を基準にとって表した圧力である。

*計測標準研究部門 力学計測科

期間安定して維持するためには、差圧を常に一定に維持する差圧制御と、そのための精度のよい差圧の測定が必要不可欠である。

より身近な例としては、年々数が増加している高層ビルや地下鉄などの一般空調管理、環境保全のための管理施設がある。これらの施設では、個々の施設におけるエネルギー対策として、空調管理で維持する差圧をより小さくしたり、使用するエアフィルタの圧力損失を精密に監視し適切なメンテナンスを行うことが求められている。

差圧計は医療の現場においても、呼吸機能の検査装置などで使用されている。低流量の新生児の呼吸量を測定するためや、機能検査における患者の肉体的な負担を軽減するためにも、微小な差圧の正確な測定が重要である。

微差圧測定の重要性の増大に伴い、さまざまな圧力センサの研究開発が進められてきた。現在では半導体圧力センサの開発などによって、0.1Pa以下の高分解能を主張する差圧計も市販されている。高性能の差圧計の開発や校正のためにも、微差圧標準に対する需要の増大が見込まれている。

次に、微差圧標準に対する実際の需要を調査した結果を図2に示す。これは2002年に産業技術総合研究所、計量標準総合センター(National Metrology Institute of Japan: NMIJ)で行った各物理標準へのニーズ調査のアンケート集計¹⁾から、圧力標準に関する箇所を抜き出したものである。アンケートの主な回答者は製造業や試験所・校正機関、大学に所属する各物理標準ユーザーや研究者である。対象分野は電気機器、精密機械をはじめとして、化学、食品、医薬品など多岐に渡っている。この調査結果から、微差圧標準(表中の低圧力標準のゲージ圧)が、現在、重錘形圧力天びん(重錘型圧力標準器)によって供給されている圧力範囲5kPa~500MPaに匹敵するほど必要性が高く、同時に早急な整備が求められている

ることがわかる。

図3にわが国で現在、標準が確立されている圧力範囲を示す。5kPa以上の圧力範囲は当所で維持・管理している重錘形圧力天びん群によって、100Pa以下の真空は膨張法の装置によって国家標準の供給が行われている。それに対して、要望の多い微差圧・低圧力の圧力範囲の標準が、現状では未整備であることがわかる。

2. 微差圧の発生方法

2.1 微差圧の一次標準

圧力は、単位面積あたりに加わる力として定義される物理量である。圧力計測の一次標準器は、最高の計測性能をもち、かつ定義に基づいて、他の圧力標準へ値を参照することなし

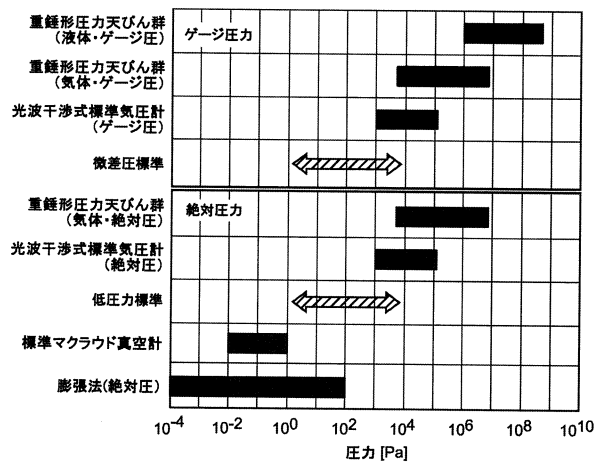


図3 日本の圧力標準の現状。斜線の矢印で示した微差圧、低圧力の標準が未整備であることがわかる。

項目	範囲	現在の供給形態
重錘型圧力標準器	気体:ゲージ圧・絶対圧 5 kPa ~ 7 MPa	jCSS
光波干渉式標準圧力計	気体:ゲージ圧・絶対圧 1 kPa ~ 120 kPa	jCSS
高精度圧力計	気体:ゲージ圧・絶対圧 5 kPa ~ 7 MPa	jCSS
重錘型圧力標準器	液体 1MPa ~ 500MPa	jCSS
高精度圧力計	液体 1MPa ~ 500MPa	jCSS
超高压力標準	500 MPa ~ 1 GPa 1 GPa ~ 2.7 GPa	未整備
▶ 低圧力標準/低圧力計	ゲージ圧・絶対圧 1 Pa ~ 1 kPa	未整備

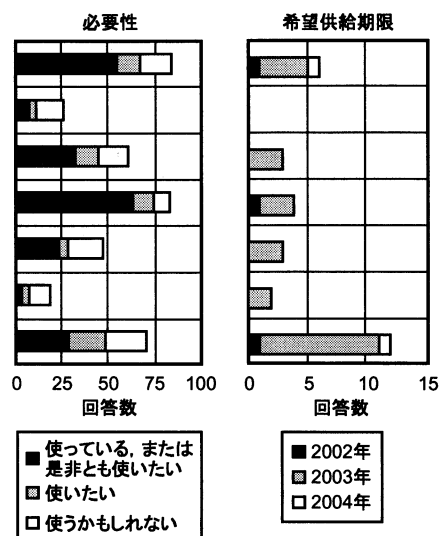


図2 2002年に行われた圧力標準の必要性・供給希望時期に関するアンケート結果¹⁾から、微差圧標準(低圧力標準のゲージ圧)の早急な整備が求められている。

表1 微差圧, 低圧力の発生方法や測定方法

	圧力発生	圧力測定	一次標準器	微差圧	低圧力	特長, 問題点など
重錘形圧力天びん	○	△	○	×	×	実績がある 形状測定で一次標準
2台の重錘形圧力天びん	○	△	○	○	△	参照圧力の安定化 大面積ピストンで高分解能化
液柱形圧力計	×	○	○	○	○	微小な液柱差の測定 蒸気圧 温度分布の影響大
膨張法	○	×	○	×	○	相対不確かさ0.2%以下は困難
FPG ¹⁷⁾ やFRS ¹⁸⁾ などの デジタル・ピストンゲージ	×	○	×	○	△	発熱, ガスの流れ 有効断面積の決定
遠心式微差圧発生器	○	×	×	○	×	発熱, ガスの流れ 温度やガス純度の影響大
圧力計 (CDG, RSG)	×	○	×	○	○	コンパクト, 扱いが容易 熱遷移効果 電気回路の信頼性

に圧力の絶対量を決定できる計測器である。したがって、微差圧の一次標準器についても、圧力の一次標準器と同様に、圧力の定義に基づく基本的な計測量から値を求めることのできる装置でなければならない。

これまでに、微差圧の発生や測定のためにさまざまな装置が開発されてきた。その中の主要な方法について、特性などを表1にまとめる。表から、定義に従って微差圧の一次標準器となり得るのは、2台の重錘形圧力天びんを用いる方法と液柱形圧力計であることがわかる。

液柱形圧力計は、測りたい圧力と釣り合った液柱の密度と高さを測定することで、圧力値を求める装置である。17世紀半ばのトリチェリの実験以来、長い間にわたって研究開発が続けられてきた。液柱の密度と高さから圧力の絶対測定が可能のため、現在も多くの国で大気圧付近の国家標準として用いられている圧力計である。

この液柱形圧力計を微差圧測定に対応させるために、古くからさまざまな装置が工夫されている²⁾。作動流体として密度の小さい油を用いたり、微小な液柱差を正確に検出するために、超音波が液面で反射して戻ってくるまでの時間を測定する方法³⁾や、レーザー干渉計を利用する方法⁴⁾などが開発されている。

液柱形圧力計に対して、本報告ではここから後、重錘形圧力天びんを用いる圧力発生方法について詳しく述べていくことにする。

2.2 重錘形圧力天びん

2.2.1 重錘形圧力天びんの基本原理と特徴

重錘形圧力天びん (Pressure Balance) は、単位面積に加わる力という圧力の定義をそのまま実現する圧力発生器である。装置は一般的に、対になったピストンとシリンダ、ピストンの上に乗せられた重錘 (分銅) から構成される⁵⁾。ピストンとシリンダの表面は非常に精密に加工されており、平均的なも

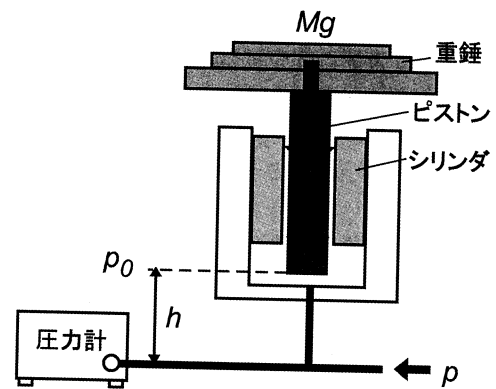


図4 重錘形圧力天びんの圧力測定原理図。ピストンとシリンダ、重錘から構成される。p: 発生圧力, Mg: 重錘 (質量 m_w) とピストン (質量 m_p) に加わる力, A: ピストン・シリンダの有効断面積, h: ヘッド差, p_0 : 参照圧。重錘の周囲の圧力 (大気圧など)。

ので数 μm , 高精度のものでは $1\ \mu\text{m}$ 以下の狭い隙間で嵌合している。ピストンおよび重錘に加わる力 F と、ピストンの有効断面積 A にかかる圧力 p とをつりあわせる ($p = F/A$) ことにより、一定の圧力を発生する装置である。

重錘形圧力天びんの圧力測定原理を図4に示す。圧力を安定して発生させるために、ピストンを回転しながら浮上させ、シリンダの中央に維持する。ここでは圧力媒体は乾燥窒素などの気体とする。

ある基準面 (図4中では圧力計での測定位置) における重錘形圧力天びんの発生圧力は、次式のように、圧力天びん自体の発生する圧力とヘッド差の補正項、および参照圧力の和で表される。

$$p = \frac{\left\{ m_p \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_p} \right) + m_w \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_w} \right) \right\} g}{A_0 \{ 1 + \beta (T - T_0) \} (1 + \lambda p)} + (\rho_g - \rho_a) gh + p_0 \quad (1)$$

ここで、右辺第1項は重錘形圧力天びんそれ自体が発生する圧力を表す。分子の m_p, m_w はそれぞれピストンと重錘の質量、 g は重力加速度、 $\rho_a, \rho_p, \rho_w, \rho_g$ はそれぞれ空気、ピストン、重錘、圧力媒体の密度である。分母の A_0 は標準状態におけるピストン・シリンダの有効断面積、 T はピストン・シリンダの温度、 T_0 は参照温度、 β, λ はそれぞれピストン・シリンダの熱膨張係数、圧力変形係数である。

また、右辺第2項の h はヘッド差とよばれ、圧力を測定する基準面とピストンの底面との高さの差を表す。したがって、この項はヘッド差分の圧力媒体による圧力となる。

第3項の p_0 は基準面における参照圧である。 p_0 が大気圧の場合は p はゲージ圧力となり、真空の場合は $p_0 \approx 0$ となり p は絶対圧力とよばれる。この状態は、圧力天びん本体をベルジャーと呼ばれる真空容器で囲い、その中を真空に引くことで実現する。

重錘形圧力天びんは、有効断面積の異なる数種類のピストン・シリンダを用いることで、広範囲の圧力に対応することができる。また、装置の安定度は、主に重錘の質量やピストン・シリンダの有効断面積の適切な管理によって、相対的に 10^{-6} 程度で維持することも可能である。

以前は、特に大気圧付近の一次標準器としては液柱形圧力計が主に用いられていた。しかしながら、最近では重錘形圧力天びんも、工作技術の向上により性能のよいピストン・シリンダが作られるようになったこと、ピストン・シリンダの形状測定が高い精度で行えるようになってきたことなどから、一次標準器としての信頼性が高く評価されている。その結果、現在ではわが国だけでなく欧米やアジアの各国においても、数 kPa から 1 GPa 超の広い圧力範囲をカバーする圧力標準器として圧力天びんが用いられるまでになっている。実際、大気圧付近ではピストン・シリンダの形状測定と併せることで、相対不確かさ ($k=2$) を 5×10^{-6} 程度まで減少させることが可能であると報告されている⁹⁾。

このように重錘形圧力天びんは信頼性の高い装置であるが、ピストンの自重があるため、発生できる圧力の範囲には原理的な下限が生ずる。最小の発生圧力は、よく工夫されたピストン・シリンダを用いても、一般に 5 kPa 程度である。

2.2.2 発生圧力の不確かさ評価

重錘形圧力天びんによる発生圧力の不確かさの要因には、重錘形圧力天びんそれ自体の発生する圧力にかかわる項目と使用環境条件にかかわる項目がある^{5),7)}。以下にまとめる。

まずは式(1)に含まれる主な不確かさの要因として、

- ピストン・シリンダの有効断面積
 - 標準状態での有効断面積 $u(A_0)$
 - ピストン・シリンダの温度 $u(T)$
 - ピストン・シリンダの熱膨張係数 $u(\beta)$
 - ピストン・シリンダに加わる圧力 $u(p)$
 - ピストン・シリンダの圧力変形係数 $u(\lambda)$

- 浮上している部分（ピストンと重錘）の質量
 - ピストンの質量 $u(m_p)$
 - ピストンの密度 $u(\rho_p)$
 - 重錘の質量 $u(m_w)$
 - 重錘の密度 $u(\rho_w)$
 - 周囲の空気の密度（浮力補正） $u(\rho_a)$

- 重力加速度 $u(g)$

- ヘッド差

- ヘッド差測定 $u(h)$
- 圧力媒体の密度 $u(\rho_g)$
- 空気の密度 $u(\rho_a)$

- 参照圧力 $u(p_0)$

- ベルジャー内の真空度（絶対圧力のとき）
- 大気圧（ゲージ圧力のとき）

などが挙げられる。そのほか、式(1)には直接含まれていない不確かさの要因として、

- 静電気
- 磁化
- ピストンの傾き
- ピストンの回転に伴う応力

などが考えられる。

2.3 2台の重錘形圧力天びんによる微差圧発生法

2.3.1 微差圧発生原理と特徴

重錘形圧力天びんは、圧力の国家標準の供給に用いられるほどの信頼性と実績をもっている。しかしながら、2.2.1節で述べたとおり、圧力天びん単体ではピストンの自重があるため、単体で発生できる最小の圧力は一般に 5 kPa 程度である。そこで、5 kPa 以下の微差圧を発生させるために、圧力天びんを2台組み合わせ、ピストンの自重を互いにキャンセルする方法が考えられてきた^{8),9)}。2台の圧力天びんには同じ特性のものを用いるため、しばしば“Twin” Pressure-Balance 法と呼ばれることもある。このような圧力天びんを利用した微差圧発生方法は、現在のところ最も有効な方法の一つであると考えられている。

微差圧発生原理は次の通りである。まず、2台の重錘形圧力天びんの発生圧力（ライン圧）を、校正器物となる差圧計を介して釣り合わせておく（この状態を、「差圧計を介した擬似的クロスフロート状態」というが、本稿では単に「クロスフロート状態」と呼ぶことにする）。次に、片一方の重錘形圧力天びんに微小質量分銅（質量 Δm 、密度 ρ_m ）を追加して差圧 Δp を発生し、これを測定する¹⁰⁾。この微差圧測定では、直前のクロスフロート状態におけるもう一方の圧力天びんの発生圧力が「参照圧」となる。

図5の原理図と図6の校正サイクルの例を用いて、この方法による微差圧発生手順の詳細を示す。

準備：バルブ V1, V3~V5を開き、V2は閉じて、両方の重錘形圧力天びん PG1, PG2で参照圧となるライン圧 p_{L1} ,

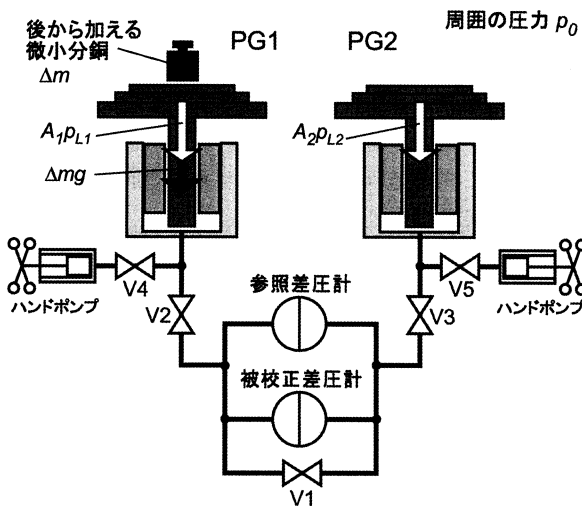


図5 2台の重錘形圧力天びんを用いた微差圧発生法の原理図。差圧計を介して2台の圧力天びんの発生圧力を釣り合わせておき、片一方に微小分銅 Δm を追加して差圧を発生させる。

p_{L2} を発生させる。

このとき、左右の圧力天びんの発生圧力がほぼ同じになる (p_{L1} , p_{L2}) ように、すなわち V1 を閉じ、V2 を開いても差圧がゼロになるように、調整用の分銅を用いて重錘の質量をあらかじめ調整する。この手順によって、双方の圧力天びんのライン圧が相殺できるようになる。ここではまだ微小分銅 Δm は載せない。

Step0: バルブ V4, V5 を閉じる。V2 は閉、V1, V3 は開いている。この状態では、差圧計の左右のポートはライン圧 p_{L2} のもとで導通している。ここで、導通時の差圧計の指示値を確認する。

Step1: V1 を閉じて、V2 を開け、2台の圧力天びんをクロスフロート状態にする。このときの差圧計 (校正器) の指示値 $dp^{(1)}$ を、参照圧に対する「差圧ゼロ」の値として記録する。この値は、準備段階で相殺し切れなかったライン圧の差である。

$$dp^{(1)} = p_{L1}^{(1)} - p_{L2}^{(1)} \approx 0 \quad (2)$$

Step2: Step1 の状態から一方の重錘形圧力天びん PG1 に質量 Δm の微小分銅を追加して、微小な圧力差を発生させる (図5の黒い矢印に相当)。このときの差圧計の指示値 $dp^{(2)}$ は、

$$dp^{(2)} = p_{L1}^{(2)} + \frac{\Delta m \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_m}\right) g}{A_1 \{1 + \beta(T_1 - T_0)\} (1 + \lambda p_1)} - p_{L2}^{(2)} \quad (3)$$

になる。

Step3: 再び微小分銅 Δm を取り除き、Step1 と同じ「差圧ゼロ」の状態にする。差圧計の指示値 $dp^{(3)}$ は、

$$dp^{(3)} = p_{L1}^{(3)} - p_{L2}^{(3)} \quad (4)$$

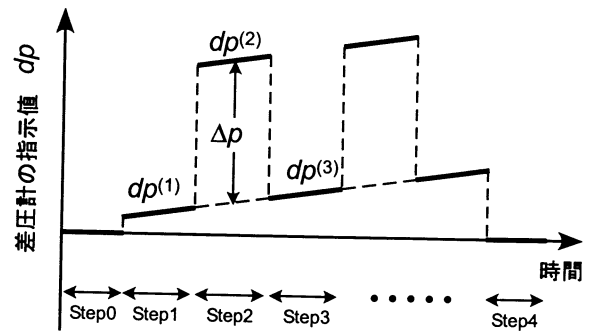


図6 微差圧の校正サイクルの一例

である。

Step4: Step1~Step3 を数回繰り返した後、最後に再び V2 を閉じて、V1 を開け、導通時の差圧計の指示値に変化がないことを確認する。

測定中の参照圧および差圧は、各ピストンの温度や周囲の圧力、ヘッド差などの環境の変化によって刻々と変化する。もし、この変化量が時間的に一定であるならば、Step1 と Step3 において測定した (参照圧からの) 差圧ゼロの値を用いて、Step2 における差圧ゼロ ($p_{L1}^{(2)} - p_{L2}^{(2)}$) を推定することができる。

$$p_{L1}^{(2)} - p_{L2}^{(2)} = \frac{dp^{(1)} + dp^{(3)}}{2} \quad (5)$$

結局、差圧 Δp は式(3)と(5)から、

$$\Delta p = dp^{(2)} - \frac{dp^{(1)} + dp^{(3)}}{2} = \frac{\Delta m \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_m}\right) g}{A_1 \{1 + \beta(T_1 - T_0)\} (1 + \lambda p_1)} \quad (6)$$

を計算すればよい。

この方法の利点は、

- 直接的に微差圧を発生する方法である。
- 信頼性の高い重錘形圧力天びんを用いることで、再現性よく差圧を発生できる。
- ピストンの自重はキャンセルされ、発生できる微差圧の下限が後から加える微小分銅の質量 Δm のみによる。
- 同じ特性を持つ重錘形圧力天びんを2台用いることで、相対的なピストン高さ位置の変化、ピストン温度の変化による有効断面積の変化の影響を軽減することができる。などが挙げられる。

このように有望な微差圧発生方法ではあるが、この方法では原理的に低圧力 (絶対真空を基準とする微差圧) の発生はできない。これは、微差圧の基準となる圧力が、クロスフロート状態におけるライン圧になるためである。

2.3.2 高精度化のための工夫

測定の不確かさに特に大きな影響を及ぼすのは、参照圧、微小分銅の質量、ピストン・シリンダの有効断面積、周囲の環境などである。そこで、不確かさを小さくするための対策として次の5つを挙げることができる。

1) 有効断面積の大きなピストン・シリンダの使用 ピストン・シリンダの有効断面積に比例して、差圧を発生させる微小分銅の質量は大きくなる。微小分銅の質量は、大きな方が相対的な不確かさを小さくすることができる。

ピストンの有効断面積を形状測定によって決定する際にも、径の大きい方が相対的な不確かさは小さい。

また、2台の圧力天びんのクロスフロート状態を安定して維持するためには、理想的には、2台のピストンの降下速度や熱膨張係数などの特性が同じであることが求められる。そのためには、2台のピストン・シリンダは同じ有効断面積のものを使用する方がよい。

2) 参照圧の擾乱の減少 2台の圧力天びんをゲージ圧力モードで使用する場合には、大気圧の擾乱の影響を強く受ける。そのため、ライン圧を高くすることで大気圧の擾乱が相対的に小さくなり、ピストンの回転を安定させることができる。

3) 絶対圧力モードでの動作 それぞれの圧力天びんのベルジャー内を真空にすることで、大気圧の擾乱による参照圧力の変動を防ぐことができる。加えて、微小分銅に対する空気浮力変動の悪影響をなくすこともできる。

このとき、2台の圧力天びんの周囲の真空度の差が変化しないように気をつけなくてはならない。そのためには、真空度が同じになるように各ベルジャー同士を接続し、かつ、それぞれのベルジャー内の真空度を正確にモニタする必要がある。

る。

しかしながら、微小分銅を載せ降ろしするたび(2.3.1節の手順 Step1~Step3)にベルジャー内を大気開放するのでは、ピストン温度やベルジャー内の真空度を不安定にしてしまう可能性が高い。これを防ぐためには、ベルジャー内の真空度を保ったまま、内部の環境に影響を与えない微小分銅の加除機構を作らなくてはならない。

4) ピストン浮上位置の精密測定 測定中に各ピストンの相対的な高さ位置が変化すると、それによって新たなヘッド差補正が必要になる。そのため、2台の圧力天びんに特性の似たピストン・シリンダを使用することで、相対的な高さ位置の変化をできるだけ小さくする。また、各ピストンの浮上位置も正確に測定しなくてはならない。

5) 高精度差圧計の使用 参照差圧計は、2.2.1節の微差圧発生手順 Step0 および Step4 において、参照差圧計の左右のポートが導通のときに出力を確認し、安定性を評価している。これは、圧力天びんの周囲の環境変化などの差圧計への影響をモニタするためである。そのため、参照差圧計としては分解能が小さく、かつ安定したものを使用する必要がある。

2.3.3 不確かさ評価

2台の重錘形圧力天びんを用いた微差圧発生法における発生圧力の不確かさについて考えてみる。

不確かさの推定は、装置に対して前述のような高精度化の工夫を行うと仮定して行った。推定の際には、参照圧は真空とし(両方の圧力天びんを絶対圧力モードで使用)、ライン圧は100kPa、2台とも有効断面積が約20cm²のピストン・シリンダを使用、微小分銅の加除はベルジャー内の環境に影響を与えない、などの条件を加えた。

表2 2台の重錘形圧力天びんを用いた微差圧発生法の不確かさ評価の一例

不確かさの要因	不確かさ		
	δx	δp	$\delta p/p$
ピストン・シリンダの有効断面積 ・ピストン・シリンダの温度 T_1 ・有効断面積の初期値 A_1 ・熱膨張係数 β_1 ・ピストン・シリンダに加わる圧力 p_1 ・圧力変形係数 λ_1			$6.5 \times 10^{-6} p$
微小分銅の質量 Δm	0.2 mg	1 mPa	
重力加速度 g			$0.2 \times 10^{-6} p$
圧力変動 ・ピストンの回転による ($p_{L1} - p_{L2}$) の変動 ・2つのベルジャー内の真空度の差の変化 ・微小分銅の加除による擾乱		< 7 mPa	
ヘッド差補正 ・ヘッド差測定 h ・圧力媒体、空気の密度 ρ_g, ρ_a ・重力加速度 g	0.1 mm	1.2 mPa	
参照差圧計の分解能 (ライン圧の安定性)		< 0.1 mPa	
合成標準不確かさ ($k=1$)		7 mPa	$+ 6.5 \times 10^{-6} p$ (p : Pa)

発生圧力に起因する不確かさとしては、まずは式(6)で示した通り、微小分銅 Δm によって生じる差圧について考える必要がある。この中には、(i)ピストン・シリンダの有効断面積、(ii)微小分銅の質量、(iii)重力加速度の不確かさなどが含まれる。次に、式(6)に含まれない不確かさの要因として、(iv)ピストンの回転によるそれぞれのライン圧の周期変動、(v)ヘッド差の変化、(vi)測定中の環境温度などの変化によるライン圧の変動などの影響を挙げることができる。これらを考慮して、表2に発生圧力に関わる不確かさ評価の一例を示す。実際に差圧計の校正を行う際には、ここで挙げた標準器の不確かさ加えて、校正器物となる差圧計の不確かさを考慮に入れなくてはならない。

参考までに、同様の構成で2台の圧力天びんを用いた微差圧発生法を開発しているニュージーランドの Measurement Standards Laboratory of New Zealand (MSL) は、10Pa-10kPaにおける合成標準不確かさ ($k=1$) を、 $2\text{ mPa} + 9 \times 10^{-6}p$ ($p: \text{Pa}$) と報告している¹¹⁾。

2.3.4 方法の妥当性確認

2台の重錘形圧力天びんを用いた微差圧発生法は、SI トレーサブルな方法であることが2.2.1節で述べた基本原理からもわかる。しかしながら、十分な信頼性を確保するためには、ほかの装置との比較を行うことが重要である。

1) 重錘形圧力天びん単体で発生させた圧力との比較 重錘形圧力天びん単体の発生圧力の下限は5kPaである。したがって、2台の重錘形圧力天びんを用いて5kPaの差圧を発生させることで、当所で既に確立している圧力標準との値の連続性を確保することが可能である。

2) 他の微差圧発生方法との比較 2台の重錘形圧力天びんを用いる方法以外の方法との値の整合性を確認する。異なる方法で得られた値と比較することによって、発生方法に起因する系統的な差を評価することができる。特に、多くの国家計量標準研究所で開発されている液柱形圧力計との比較が重要である。

3) 他国の装置との比較 他国の国家計量標準研究所において構築された同種の装置との同等性を確認する必要がある。同じ方法で発生した圧力値を比較することで、標準値からの偏差だけでなく、不確かさの推定についても適当かどうかを評価することができる。

現在、海外の国家計量標準研究所のなかでも、特にこの方法の高度化を進めているのがニュージーランドのMSLである。したがって、例えばMSLを交えた国際比較を行うことなどが考えられる。

3. 諸外国における微差圧標準の現状

3.1 各国の校正測定能力 (CMC)

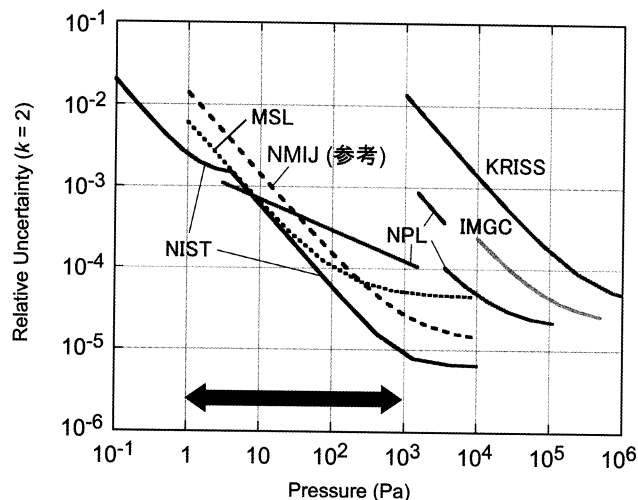


図7 各国の差圧の校正測定能力。NMIJ (2.3.3節で見積もった参考値)とMSL (NZ)は2台の重錘形圧力天びんを用いた微差圧発生法、NIST (米)、NPL (英)、IMGC (伊)、KRISS (韓)は液柱形圧力計を用いている。

諸外国の主要な国家計量標準研究所の校正測定能力 (Calibration and Measurement Capabilities: CMC) を図7にまとめた。それぞれの差圧発生方法は、ニュージーランドのMSLが2台の重錘形圧力天びんを用いた微差圧発生法、アメリカのNational Institute of Standards and Technology (NIST)、イタリアのIstituto di Metrologia "G. Colonnetti" (IMGC)、イギリスのNational Physical Laboratory (NPL)、韓国のKorea Research Institute of Standards and Science (KRISS)が液柱形圧力計である。

点線でプロットしたNMIJの値は、2.3.3節で見積もった不確かさの参考値である。一方、同様の微差圧発生法を採用しているMSLの不確かさの値(細かい点線)は $6\text{ mPa} + 45 \times 10^{-6}p$ ($p: \text{Pa}$) である。1-250PaではMSLよりもNMIJの不確かさは大きく、250Pa以上ではNMIJの方が小さいものの、その推定値はほぼ同じ水準にあることがわかる。

3.2 国際比較 (CCM.P-K5)

1998年7月から1999年5月にかけて、各国の計量標準研究所が保有する微差圧標準の整合性を確認するため、国際度量衡委員会 質量関連量諮問委員会によって、基幹比較 CCM.P-K5が行われた¹²⁾。参加したのは、幹事所であるNISTをはじめとして、IMGC、NPL、MSLの4機関である。

測定した圧力範囲は1-1000Paの微差圧で、基準となる圧力(ライン圧)は100kPaと設定された。一次標準器はMSLが2台の重錘形圧力天びんを用いた微差圧発生法、NISTが超音波干渉式水銀マンオメータ、IMGCおよびNPLがレーザー干渉式油マンオメータであった。これらの各機関の間を、仲介標準器となる1組の差圧計を巡回させて比較する方法が取られた。

仲介標準器には、隔膜式圧力計 (Capacitance Diaphragm Gauge: CDG) と振動式圧力計 (Resonant Silicon Gauge:

RSG) 2種類の差圧計が選ばれた。これらの差圧計が各2台ずつ、合計4台が1組として用いられた。

ここで、使用した2種類の差圧計について簡単に触れておく。過去に行われた圧力計の性能比較¹³⁾によれば、各種の圧力計の中でもアナログ式の隔膜式圧力計¹⁴⁾は、比較したもののの中ではフルスケールが最も小さいこともあり、最も高い分解能を示した。最小分解能は、最終的にランダム・ノイズによって制限されるが、隔膜式圧力計は分解能がフルスケールの 10^{-6} 、振動式圧力計ではフルスケールの $4-10 \times 10^{-6}$ であった。それに対して、振動式圧力計¹⁵⁾は長期的な安定性に非常に優れており、隔膜式圧力計に比べて値の変化は1年間で少なくとも1桁以上小さかった。そのため、この2種類の圧力計を組み合

わせることで、それぞれの性能を補うことが可能になる。

この国際比較においては、隔膜式圧力計はフルスケールが133Paのものが2台、振動式圧力計は1kPaと10kPaのものが1台ずつ採用された。

比較の結果を図8、9に示す。各国の保有する1-1000Paの微差圧標準は、それぞれが主張する不確かさの範囲で同等であることが確認された。このことは同時に、液柱形圧力計と2台の重錘形圧力天びんを用いた微差圧発生法が、整合性のとれた方法であることを示している。また、各国の主張する不確かさの値も妥当であることが示された。

4. 低圧力標準への拡張

産業界では半導体プロセスや薄膜形成、食品加工における真空乾燥など、広い分野で低圧力（低真空）の高精度の制御が必要とされている。計測の分野においても、蒸気圧目盛による温度標準では、0.5Kの温度に対して20Paの³Heの蒸気圧の正確な測定が必要である¹⁶⁾、といった具合に低圧力の正確な測定が求められている。しかしながら、前述した「2台の重錘形圧力天びんを用いた微差圧発生法」では、基準圧力が絶対真空の低圧力（低真空）を発生することができない。そこで、ここでは2台の重錘形圧力天びんを用いた微差圧発生法を利用した低圧力測定の方法について考察する。

4.1 2台の重錘形圧力天びんを用いた低圧力校正

1970年に英国NPLのDadsonらによって、2台の重錘形圧力天びんを用いた低圧力の精密測定方法が開発された。その後、Grohmannらが圧力天びん1台のみで校正が可能となるシステムを開発している¹⁶⁾。しかしながら、後者の方法では、校正の精度が参照圧力を測定する圧力計の精度に大きく依存するため、ここでは2台の圧力天びんを用いる方法について考える。

図10に低圧力計の校正装置を示す。2台の圧力天びんPG1、PG2が参照差圧計を介して接続されており、一方の圧力天びんPG1に被校正圧力計が接続されている。この装置と図5の微差圧発生装置との主な違いは、被校正器を圧力天びんのベルジャーに取り付けることと、ベルジャーにガスを導入して校正圧力を発生させることの2点である。

この方法では、一般的な圧力天びんにおける圧力の役割が逆転しており、PG1のベルジャー内の圧力 p_{cal} が校正圧力となり、一方、PG1のシリンダ内の圧力が参照圧力 p_{ref} となる。圧力天びんPG2は、参照圧力を安定して保ち続ける役割をもっている。

図11を用いて、詳しい校正手順を記す。PG1およびPG2のベルジャー内の真空度は、校正圧力に対して十分に低く排気されているものとして、手順を開始する。

Step0: PG1とPG2の発生圧力をほぼ釣り合わせておき、このときの差圧(≈ 0 Pa)を参照差圧計で確認する。

Step1: PG1に質量 Δm の微小分銅を載せて、参照差圧計に対

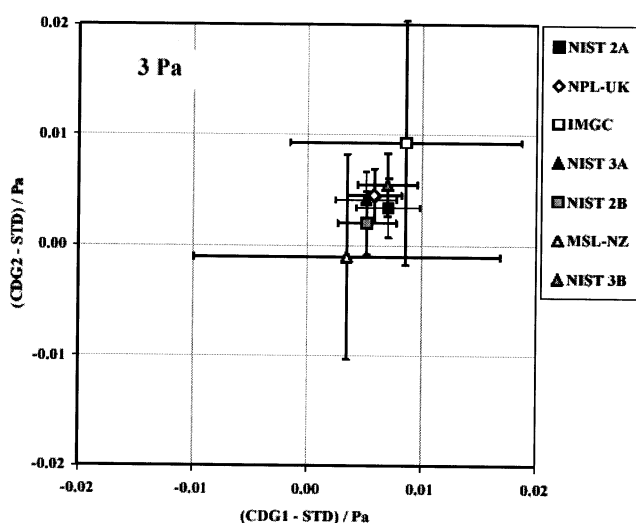


図8 国際比較の結果(a)¹²⁾。2つの差圧計 CDG1, CDG2の測定値と標準器との差を示した Youden 図。3 Pa のときの各国の値がプロットされている。エラーバーは合成標準不確かさ($k=1$)に相当する。

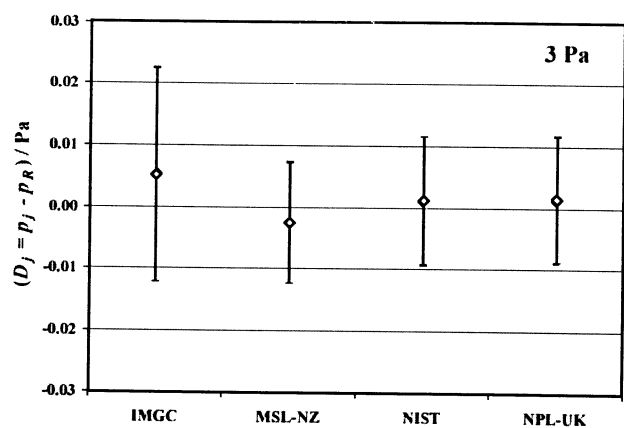


図9 国際比較の結果(b)¹²⁾。3 Pa における基幹比較の参照値からの補正済み測定値の偏差。各機関の所有する標準器の同等性を示す。エラーバーは拡張不確かさ($k=2$)に相当する。

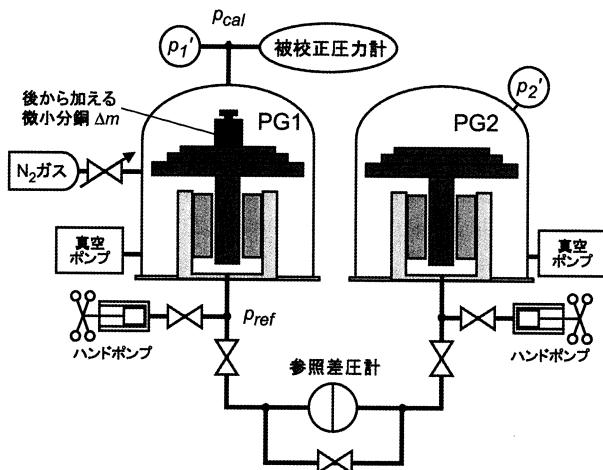


図10 2台の重錘形圧力天びんを用いた低圧力計の校正装置。

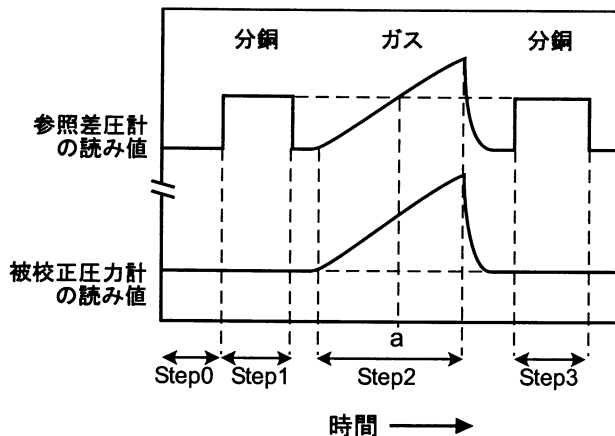


図11 低圧力の校正サイクルの例

して差圧 $\Delta mg/A_1$ (A_1 はPG1の有効断面積) を発生させる。これが差圧の参照値になる。

Step2: 微小分銅を取り除き、代わりにPG1のベルジャー内にガスを徐々に導入していく。(a)点で、参照圧力計の指示値が、Step1において確認した差圧の参照値に到達している。ある程度までガスを入れたところで止め、ベルジャー内を排気する。

Step3: ベルジャー内の真空度がStep0と同じになるまで排気できたことを確認して、再び微小分銅を載せ、差圧の参照値を確認する。

この手順を用いて、微小分銅によって正確に作られた差圧と、ベルジャー内の圧力を対応させることで校正を行うことができる。

不確かさ評価 参照値となる差圧に影響を与える要因と、参照値の決定について、ベースとなる真空度についての不確かさの要因があると考えられる。それぞれについて不確かさの大きさを見積もる。

- 微小分銅で発生させた差圧 (2.3.3節の見積もりより) : $7 \text{ mPa} + 6.5 \times 10^{-6} p$ (p : Pa)
- 参照差圧計の精度 : 0.1mPa
- 参照差圧計の安定性 : 10mPa
- ベルジャー内の圧力の安定性 : 1 mPa

結局、合成標準不確かさ ($k=1$) は、 $13 \text{ mPa} + 6.5 \times 10^{-6} p$ (p : Pa) と推定することができる。

差圧の参照値に関する要因が、もっとも大きな影響を持つことがわかる。したがって、この方法を高精度化する際には、参照差圧計の安定性の評価と、2台の重錘形圧力天びんによって発生する差圧の不確かさを小さくすることが重要である。

5. ま と め

産業界から要望の多い1 Pa以上1000Pa以下の微差圧標準を確立するための方法について調査研究を行った。微差圧の発生方法にはいくつかあるが、本報告では、2台の重錘形圧力天びんを用いた微差圧発生法が一次標準器として有望な方法の一つであると考え、装置の構成や特徴について調べた。また、この方法を高精度化する際に必要となる工夫について検討し、不確かさを推定した。国家標準として確立するのに必要な信頼性を確保するため、方法の妥当性の確認についても述べた。

次に、諸外国の微差圧標準の現状を把握するため、各国の校正測定能力および、これまでに行われた国際比較について調べた。その結果、2.3.3節において推定した不確かさの大きさは、国際的な水準と同程度であることが示された。また、これまでに行われた国際比較において、2台の圧力天びんを用いた微差圧発生方法と、微差圧のもう一つの一次標準器である液柱形圧力計は、整合性が取れていることが確認できた。

さらに、今後の課題でもある低圧力標準の開発に向けて、2台の圧力天びんを用いた微差圧発生装置を拡張する方法についても考察を行った。こちらも、今後の開発によっては有望な方法であると考えられる。

本報告を通して、2台の重錘形圧力天びんを用いた微差圧発生法が、微差圧の標準整備にとって実用的な方法である可能性が示された。装置の高度化とともに妥当性の確認を行うことで、より不確かさが小さく安定性の高い一次標準器として、産業界の要請に応えることができると期待される。

謝 辞

本調査研究を行うにあたり、小島時彦主任研究員には多くのご協力をいただきました。どうもありがとうございました。また、多くの有益な助言、ご指導をいただきました平田正紘 圧力真空標準研究室室長、ならびに圧力真空標準研究室の皆さまに深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 「平成14年度 物理標準ニーズ調査報告書」。(独)産業技術総合研究所 計量標準総合センター, 2003.

- 2) K. F. Poulter and P. J. Nash. An interferometric oil micromanometer. *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, Vol. 12, pp. 931-936, 1979.
- 3) P. L. M. Heydemann, C. R. Tilford, and R. W. Hyland. Ultrasonic manometers for low and medium vacua under development at the national bureau of standards. *Journal of Vacuum Science & Technology*, Vol. 14, No. 1, pp. 597-605, 1977.
- 4) 植木正明, 大岩彰. 「ヘテロダイン干渉法による油マンメータの液位差の精密測定」. 精密工学会誌, Vol. 58, No. 1, pp. 120-126, 1992.
- 5) S. Lewis and G. N. Peggs. *The Pressure Balance: A Practical Guide to its use*. National Physical Laboratory, 1979.
- 6) J. W. Schmidt, Yuequin Cen, R. G. Driver, W. J. Browsers, J. C. Houck, S. A. Tison, and C. D. Ehrlich. A primary pressure standard at 100 kPa. *Metrologia*, Vol. 36, pp. 525-529, 1999.
- 7) P. R. Stuart, Measurement uncertainties of u-tube manometers and pressure balances. *Metrologia*, Vol. 30, pp. 727-735, 1993/94.
- 8) J. Gascoigne. Precise pressure measurement in the range 0.1-500 torr. *Vacuum*, Vol. 21, pp. 21-26, 1970.
- 9) C. M. Sutton. The accurate generation of small gauge pressures using twin pressure balances. *Metrologia*, Vol. 23, pp. 187-195, 1986/87.
- 10) F. Pavese and G. Molinar. Chapter 7. primary standards for pressure measurements. In *Modern Gas-Based Temperature and Pressure Measurements*. Plenum Press, 1992.
- 11) C. M. Sutton, M. P. Fitzgerald, and D. G. Jack. Conventional pressure balances as reference standards for pressures in the range 10 Pa to 10 kPa. *Metrologia*, Vol. 36, pp. 517-520, 1999.
- 12) A. P. Müller, G. Cignolo, M. P. Fitzgerald, and M. P. Perkin. Final report on key comparison CCM.P-K5 of differential pressure standards from 1 Pa to 1000 Pa. *Metrologia*, Vol. 39, No. Technical Supplement, p. 07002, 2002.
- 13) A. P. Müller. Measurement performance of high-accuracy low-pressure transducers. *Metrologia*, Vol. 36, pp. 617-621, 1999.
- 14) J. J. Sullivan. Development of variable capacitance pressure transducers for vacuum applications. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, Vol. 3, No. 3, pp. 1721-1730, 1985.
- 15) K. Harada, K. Ikeda, H. Kuwayama, and H. Maruyama. Various applications of resonant pressure sensor chip based on 3-d micromachining. *Sensors and Actuators*, Vol. 73, pp. 261-266, 1999.
- 16) K. Grohmann and H. K. Lee. Extension of the application range of a piston pressure gauge to low pressures. *Journal of Physics E*, Vol. 20, pp. 1169-1172, 1987.
- 17) A. Ooiwa. Novel nonrotational piston gauge with weight balance mechanism for the measurement of small differential pressures. *Metrologia*, Vol. 30, No. 6, pp. 607-610, 1993/1994.
- 18) C. G. Rendle. A large area piston gauge for differential and gauge pressure from zero to 3.2 kPa. *Metrologia*, Vol. 30, pp. 611-613, 1993/94.