

# 1 kg質量標準の校正 (2004)

水島 茂喜\*

(平成16年12月8日受理)

## The calibration of 1 kg mass standards (2004)

Shigeki MIZUSHIMA

### 1. はじめに

質量の単位「キログラム」は、国際単位系 (SI) における7個の基本単位うちの一つであり、国際度量衡局が保管している国際キログラム原器の質量として定義されている。国際キログラム原器は、白金90%、イリジウム10%の合金製で、直径と高さとともに約39 mmの円柱形をしている。この国際キログラム原器と同材料で作られた同形状のものが、1889年の第1回度量衡総会において日本にも配布された。これが日本国キログラム原器No. 6と呼ばれる分銅である。

日本国キログラム原器No. 6の質量は、約40年に一度、国際度量衡局において国際キログラム原器の質量値に基づいて値付けされる。日本における質量標準は、こうして値付けされた日本国キログラム原器に基づいて設定されることになっており、日本国キログラム副原器の校正は10-15年周期で、ステンレス鋼製標準分銅の校正は5-7.5年周期で行われてきた<sup>1), 2)</sup>。このような質量標準の設定のための校正の過程と結果は、多くの所内報告として残されている<sup>3), 4)</sup>。現在、計測標準研究部門力学計測科では、こうした日本における質量標準の設定の役割を引き継いでいる。

本技術報告では、2004年3月から4月の間に実施した、日本国キログラム副原器No. 30、同実験原器No. E59、ステンレス鋼製標準分銅S1\_1, S1\_2, S2\_1, S2\_2の校正の方法と校正結果を報告する。

### 2. 質量の測定原理

分銅の質量は、ほぼ質量が等しく、既知の質量値をもつ参照分銅との秤量比較によって測定される。質量差が小さいことで、天秤の感度の非線形性を要因とする計測

不確かさは減少する。測定される質量差を $\Delta m$ とすると、試験分銅の質量 $m_T$ は、次式で与えられる。

$$m_T = m_R + \Delta m, \quad (1)$$

ここで、 $m_R$ は参照分銅の質量である。

質量差 $\Delta m$ は、秤量比較の結果に、空気浮力補正、重心高さ補正が加えられ、次式で与えられる。

$$\Delta m = \Delta I/S + \rho_a \cdot (V_T - V_R) + m_R \cdot \gamma \Delta h_G/g, \quad (2)$$

ここで、 $\Delta I$ は天秤の表示差、 $S$ は天秤の感度、 $\rho_a$ は空気密度、 $V_T$ は試験分銅の体積、 $V_R$ は参照分銅の体積、 $\gamma$ は垂直重力勾配の大きさ、 $\Delta h_G$ は重心高さの差、 $g$ は重力加速度である。天秤の表示差 $\Delta I$ を得るための秤量比較は、参照分銅と試験分銅を同一の秤量皿に交互に載せて行う、置換秤量法によって行われる。これにより、天秤の零点のドリフトによる影響が取り除かれる。重力加速度の時間変化の影響は、その大部分が秤量セル内のおもりとの釣り合わせによって相殺され、残りも置換秤量法によって取り除かれる。

測定された試験分銅の質量の不確かさ $u(m_T)$ は、式 (1) から、次式で与えられる。

$$u^2(m_T) = u^2(m_R) + u^2(\Delta m), \quad (3)$$

ここで、 $u(m_R)$ は参照分銅の質量の不確かさ、 $u(\Delta m)$ は測定された質量差の不確かさである。さらに、測定された質量差の不確かさは、天秤の感度 $S$ がほぼ1に等しいとき、式 (2) から、次式によって評価できる。

$$u^2(\Delta m) = u_A^2 + u^2(\Delta I) + (\Delta I)^2 u^2(S) + (\Delta V)^2 u^2(\rho_a) + \rho_a^2 u^2(\Delta V) + (m_R \Delta h_G/g)^2 u^2(\gamma) \quad (4)$$

\* 計測標準研究部門 力学計測科

ここで、 $u_A$ は繰り返し観測から評価される不確かさ、 $u(\Delta I)$ は天秤の表示における非線形性および自動分銅交換器の位置による偏りを要因とする不確かさ、 $u(S)$ は天秤の感度の測定の不確かさ、 $u(\rho_a)$ は空気密度の不確かさ、 $\Delta V$ と $u(\Delta V)$ はそれぞれ分銅の体積差とその不確かさ、 $u(\gamma)$ は天秤内の垂直重力勾配の大きさの不確かさである。重心高さの差の不確かさ $u(\Delta h_G)$ と重力加速度の不確かさ $u(g)$ による質量差測定の不確かさへの寄与は、十分に小さいので省略した。

### 3. 日本国キログラム原器No. 6の質量値の補正

第3回各国キログラム原器の定期校正（1988-1992）において、国際度量衡局のGirardは、キログラム原器の洗浄を行った。そして、多くのキログラム原器について、前回の洗浄からの年数が長いほど、洗浄による質量減少が大きいことを見出した<sup>9)</sup>。こうした洗浄による質量減少の大きさは、洗浄直後の急速な汚染（+10  $\mu\text{g}$ ）と、それに続く緩やかな汚染（+1  $\mu\text{g}/\text{year}$ ）に起因するものと結論付けられた。このような結果を受けて、質量の定義をより明確にするために、質量単位「キログラム」は洗浄直後の国際キログラム原器の質量値として定義されることになった。

この第3回各国キログラム原器の定期校正には、日本国キログラム原器No. 6も加わっている。発行された校正証明書には、国際度量衡局が受け取った状態での日本国キログラム原器No. 6の質量値（1 kg + 0.208 mg）と洗浄直後の質量値（1 kg + 0.176 mg）の2つが記されている<sup>10)</sup>。このことは、国際度量衡局における洗浄で、32  $\mu\text{g}$ の質量減少が確認されたことを示している。さらに、日本国キログラム原器No. 6を参照分銅として用いる校正には、校正証明書に記された洗浄直後の質量値（1 kg + 0.176 mg）に、洗浄後の汚染による質量増加の補正を加えることが必要であることを示唆している。第3回各国キログラム原器の定期校正の結果を考慮すると、この質量増加の補正量 $\delta m$ の計算には次式を用いるのが適当であると考えられる。

$$\delta m = a + b \cdot t \quad (5)$$

ここで、 $a$ は洗浄直後の急速な質量増加（+10  $\mu\text{g}$ ）、 $b$ は質量増加の速度（+1  $\mu\text{g}/\text{year}$ ）、 $t$ は校正証明書に記された日付（1991年10月22日）からの年数である。

この補正に対する不確かさ $u(\delta m)$ は次式で評価することができる。

$$u^2(\delta m) = [u(a) + u(b) \cdot t]^2 \quad (6)$$

ここで、 $u(a)$ を半幅10  $\mu\text{g}$ の矩形分布から計算される不確かさ5.8  $\mu\text{g}$  ( $k=1$ )、 $u(b)$ を半幅1  $\mu\text{g}/\text{year}$ の矩形分布から計算される不確かさ0.58  $\mu\text{g}/\text{year}$  ( $k=1$ )とし、さらに $a$ と $b \cdot t$ は共に汚染による質量増加の程度を表す量なので、これら2項には完全な相関があると仮定した。

## 4. 装置と分銅

### 4.1 装置

1 kg分銅の質量の校正には、真空容器内に設置されたマスコンパレータ（真空天秤）が用いられた。真空天秤を用いることによって、真空から大気圧までの一定圧力条件下での自動秤量が可能である。図1に真空天秤の概略図を示す。秤量セルにはAT1006電子天秤の電磁力補償機構と板ばねが組み込まれている。最大秤量と分解能はそれぞれ1201.5 g、0.1  $\mu\text{g}$ である。電気的秤量範囲は1.5 gで、感度は1 gの線状分銅によって確認される。自動分銅交換器は4個の分銅を保持することができ、秤量皿への分銅の加除は自動で実行できる。直径22 mmから90 mm、高さ100 mm以下の円柱形の分銅を秤量することができる。2個の電動モーターによる自動分銅交換器の垂直運動と回転運動は、磁性流体フィードスルーを介して真空容器内に導入される。真空容器は質量約380 kgの石定盤に固定されており、真空容器内の温度は100  $\Omega$ 白金抵抗温度計2個を用いて測定される。

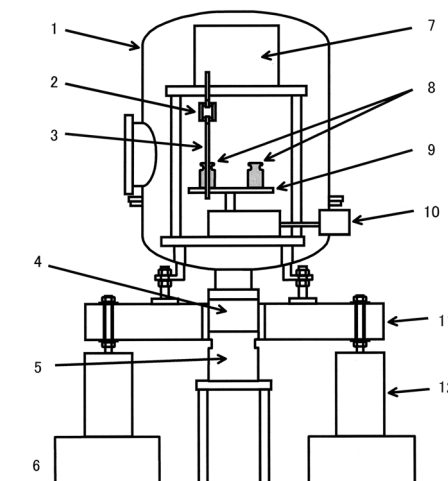


図1 真空天秤の概略図

1 真空容器、2 ジンバル、3 皿づる、4 除振ペロー、5 ターボ分子ポンプ、6 床、7 秤量セル、8 分銅、9 自動分銅交換器、10 磁性流体フィードスルー、11 石定盤、12 基礎

#### 4.2 分銅

今回の校正では白金イリジウム製分銅3個(日本国キログラム原器No. 6, 同副原器No. 30, 同実験原器No. E59), ステンレス鋼製標準分銅4個(S1\_1, S1\_2, S2\_1, S2\_2), 空気密度測定用シンカー (sinker) 1組 (中空形Hと糸巻形I) の合わせて9個の分銅が用いられた。図2に白金イリジウム製分銅とステンレス鋼製標準分銅の形状を示す。白金イリジウム製分銅は直径, 高さともに約39 mmの円柱形をしている。日本国キログラム原器No. 6は1889年に, 同副原器No. 30は1894年に交付を受け, 同実験原器No. E59は1963年に作られたものである<sup>2)</sup>。

ステンレス鋼製標準分銅は直径, 高さともに約54.5 mmの円柱形をしている。真空溶解法で造られた25Cr, 20Niの非磁性ステンレス鋼製で, 密度が最大になるように鍛造してある。このステンレス鋼製標準分銅は純ニッケル製の分銅に代えて導入された分銅である<sup>8)</sup>。

図3に, 空気密度の精密計測に用いられるシンカーの形状を示す。ステンレス鋼製標準分銅と同一の材料で造られている<sup>11)</sup>。空気密度を精密に測定するために, 体積差は大きく造られている ( $\Delta V=215.9 \text{ cm}^3$ )。一方, 水分子等の吸着の影響を減らすために, 表面仕上げは同一で, 表面積差は小さく造られている ( $\Delta S=2.0 \text{ cm}^2$ )。

表1は校正に用いた, これら9個の分銅の体積, 熱膨張係数, 幾何学的表面積, 重心高さをまとめたものである。

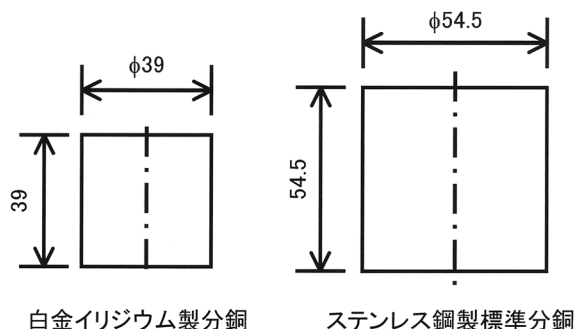


図2 白金イリジウム製分銅とステンレス鋼製標準分銅の形状 (寸法単位mm)

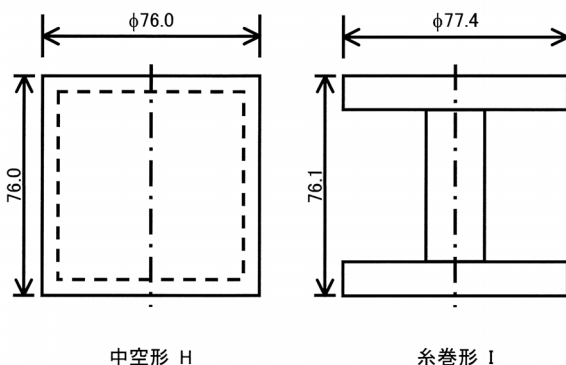


図3 シンカー (sinker) の形状 (寸法単位mm)

表1 分銅の特性値

分銅	20°Cにおける体積V (cm <sup>3</sup> )	熱膨張係数 (K <sup>-1</sup> )	幾何学的表面積 S (cm <sup>2</sup> )	重心高さh <sub>G</sub> (mm)
No.6	46.4417	$2.5869 \times 10^{-5} + 5.65 \times 10^{-9} \cdot t$	71.7	19.50
No.30	46.4363	$2.5869 \times 10^{-5} + 5.65 \times 10^{-9} \cdot t$	71.7	19.50
E59	46.4095	$2.5869 \times 10^{-5} + 5.65 \times 10^{-9} \cdot t$	71.7	19.50
H	343.4092	$4.58 \times 10^{-5}$	270.1	38.00
I	127.4661	$4.54 \times 10^{-5}$	268.1	38.05
S1_1	126.8942	$4.52 \times 10^{-5}$	138.4	27.25
S1_2	126.9007	$4.52 \times 10^{-5}$	138.4	27.25
S2_1	126.8905	$4.52 \times 10^{-5}$	138.4	27.25
S2_2	126.8912	$4.52 \times 10^{-5}$	138.4	27.25

tはセルシウス温度。白金イリジウム原器の熱膨張係数は, 第3回各国キログラム原器の定期校正で用いられた値である。

分銅H, I, S2\_2の体積と熱膨張係数は2000年に物性計測研究室で校正された値である。

## 5. 校正方法

### 5.1 校正の手順

校正の目的は、1991年に国際度量衡局において値付けされた日本国キログラム原器No. 6の質量値を基にして、同副原器No. 30, 同実験原器No. E59, ステンレス鋼製標準分銅S1\_1, S1\_2, S2\_1, S2\_2の質量値を再測定することである。校正は下記の3段階からなる。

1. 白金イリジウム製日本国キログラム原器No. 6, 同副原器No. 30, 同実験原器No. E59間の質量比較。
2. 白金イリジウム製実験原器No. E59とステンレス鋼製標準分銅S2\_2の質量比較。
3. ステンレス鋼製標準分銅S1\_1, S1\_2, S2\_1, S2\_2間の質量比較。

質量比較1と3は、分銅間の体積差がわずかであるため、浮力補正が容易で、短期間の測定（通常3-4日）で済むことが多い。それに対して、質量比較2は分銅間の体積差が大きいので、シンカー法を用いた高精度な空気密度計測を必要とする。浮力補正の正しさを確認するために、空气中、窒素ガス中、真空条件下での秤量を繰り返して行うので、測定は長期に渡ることが多い（通常15-30日）。

### 5.2 秤量

秤量には、真空天秤が用いられる。天秤の操作とデータ収集はソフトウェア「ATMassPC ver. 1.5b」を使って行われた。参照分銅Rと試験分銅Tの間の1つの秤量比較は、11回の連続する秤量 $R_0, T_0, R_1, T_1, R_2, T_2, R_3, T_3, R_4, R_5, R_5$ からなる。ここで $R_5$ は、参照分銅に感度分銅を加えて秤量したときの天秤の表示である。秤量結果の精度を向上させるために、最初の2回の秤量結果 $R_0, T_0$ は秤量比較の平均値の算出に使用されない。それに引き続いて実行される7回の秤量から、秤量比較における表示差 $\Delta I$ は、次式で与えられる。

$$\Delta I = (T_1 + T_2 + T_3)/3 - (R_1 + 2R_2 + 2R_3 + R_4)/6 \quad (7)$$

さらに、最後の3回の秤量 $R_4, R_5, R_5$ から、天秤の感度 $S$ は次式で計算される。

$$S = [R_5 - (R_4 + R_5)] / (m_s - \rho_a \cdot V_s) \quad (8)$$

ここで、 $m_s$ と $V_s$ はそれぞれ感度分銅の質量と体積、 $\rho_a$

は空気密度である。秤量の制動時間、安定時間、積分時間は通常、それぞれ10 s, 40 s, 10 sに設定される。これらの条件で1回の秤量比較に要する時間は約29分である。計算された秤量結果は0.000 01 mgの桁まで記録される。

4個の分銅から2個の分銅を選択するすべての可能な組み合わせ、つまり、合わせて6通りの秤量比較が1つの秤量組を形成する。この秤量組を1回実行するのに要する時間は約3時間である。4個の分銅間の秤量差は、最小自乗法によって計算される。通常、1日あたり連続して5回の秤量組が15時間かけて実行される。秤量結果の平均値と標準偏差は、数日かけて行われる少なくとも10回の安定した秤量組の結果から計算される。

### 5.3 空気浮力補正

#### 5.3.1 CIPM式

質量比較する分銅が同一の材料で作られていて体積差が小さい場合、天秤内の圧力、温度、相対湿度、二酸化炭素濃度を計測することで、浮力補正に必要な空気密度を算出することができる。空気密度 $\rho_a$ を計算するためのCIPM式は次式で与えられる<sup>12),13)</sup>。

$$\rho_a = (pM_a/ZRT) [1 - x_v(1 - M_v/M_a)] \quad (9)$$

ここで、 $p$ は圧力、 $M_a$ は乾燥空気のマッセル質量、 $Z$ は圧縮係数、 $R$ はモル気体定数、 $T$ は絶対温度、 $x_v$ は水蒸気のマッセル分率、 $M_v$ は水のマッセル質量である。計算式自体の不確かさは $1 \times 10^{-4}$  ( $k=1$ )である。例えば、圧力計測の不確かさが4 Pa ( $k=1$ )、温度計測の不確かさが0.012 K ( $k=1$ )、相対湿度計測の不確かさが0.012 ( $k=1$ )、二酸化炭素濃度計測の不確かさが $1.2 \times 10^{-4}$  ( $k=1$ )のとき、密度 $1.2 \text{ mg} \cdot \text{cm}^{-3}$ の空気密度の計測不確かさは $2.0 \times 10^{-4} \text{ mg} \cdot \text{cm}^{-3}$  ( $k=1$ )と評価される。

#### 5.3.2 シンカー法

質量比較する分銅が異なる材料で作られていて体積差が大きい場合、シンカー (sinker) 法を用いて浮力補正に必要な空気密度を決定する<sup>11)</sup>。図4にシンカー法による空気密度測定の原理を示す。真空中および空气中で、一組のシンカー (中空形と糸巻形) を秤量比較することで、空気密度 $\rho_a$ は次式から得ることができる。

$$\rho_a = (\Delta I_v / S_v - \Delta I_a / S_a) / \Delta V \quad (10)$$

ここで、 $\Delta I_v$ と $S_v$ はそれぞれ真空中での天秤の表示差

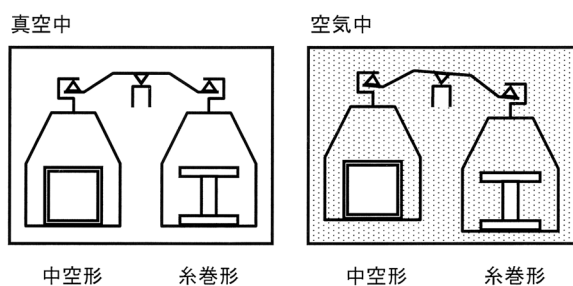


図4 シンカー法による空気密度の測定原理

と感度,  $\Delta I_a$ と $S_a$ はそれぞれ空気中での天秤の表示差と感度,  $\Delta V$  はシンカー間の体積差である.

空気密度計測の不確かさは, 次式によって評価できる.

$$u^2(\rho_a) = [u_{A_v}^2 + u_{A_a}^2 + u^2(\Delta I_v) + u^2(\Delta I_a) + (\Delta I_v)^2 u^2(S_v) + (\Delta I_a)^2 u^2(S_a) + u^2(\Delta m_{ads}) + \rho_a^2 u^2(\Delta V)] / (\Delta V)^2 \quad (11)$$

ここで,  $u_{A_v}$ と $u_{A_a}$ はそれぞれ真空中と空気中での繰り返し観測から評価できる不確かさ,  $u(\Delta I_v)$ と $u(\Delta I_a)$ はそれぞれ真空中と空気中での天秤の表示の非線形性による不確かさ,  $u(S_v)$ と $u(S_a)$ はそれぞれ真空中と空気中での1 g感度分銅を用いた感度測定の不確かさ,  $u(\Delta m_{ads})$ はガス吸着によるシンカー間の質量差の不確かさ,  $u(\Delta V)$ はシンカー間の体積差の不確かさである. 式は感度 $S_v$ と $S_a$ がほぼ1に等しいことを利用して簡単にしてある. 密度 $1.2 \text{ mg}\cdot\text{cm}^{-3}$ の空気密度をシンカー法によって計測したとき, 計測不確かさは $2.0 \times 10^{-5} \text{ mg}\cdot\text{cm}^{-3}$  ( $k=1$ )と評価でき<sup>14)</sup>, これはCIPM式を用いたときのおよそ1/10である.

#### 5.4 重心高さ補正

万有引力の大きさは質点間の距離の2乗に反比例する. したがって, 地球からの引力を利用する高精度な秤量比較では, 地球の中心からの距離の差 (分銅の重心高さの差) による引力の差を補正しなくてはならない. これは重心高さ補正と呼ばれ, 式(2)で記したように $m_R \cdot \gamma \cdot \Delta h_C / g$ で表される.

地表からの高さによる重力加速度の減少の割合は, 垂直重力勾配と呼ばれ, 地表ではおよそ $\gamma=3.08 \times 10^{-6} \text{ s}^{-2}$ , 地下ではおよそ $\gamma=2 \times 10^{-6} \text{ s}^{-2}$ の大きさをもつことが知られており, 地表と地下の間で重力勾配は大きく変化する. さらに, 天秤の基盤としてしばしば用いられる質量数百kgの石定盤は, 天秤内の重力勾配値を変化さ

せる. そのため, 本校正に用いた真空天秤内の垂直重力勾配値は, 重心高さが46 mm異なる分銅を用いて実測することにした. 2000年に得た値は $\gamma = 2.89 \times 10^{-6} \text{ s}^{-2}$ である<sup>15)</sup>.

また, 天秤室の重力加速度値は1980年に地質調査所がラコステ重力計を用いて測定した値 $g = 9.799 492 \text{ m}\cdot\text{s}^{-2}$  (床面上での値) を利用する. この値は1998年以降, 産総研が絶対重力計FG5を用いて, 近隣の建物内で測定した値と必要な精度で整合している. これに天秤の高さ (1.2 m) による重力加速度の減少を補正すると, 天秤内の重力加速度値は $g = 9.799 489 \text{ m}\cdot\text{s}^{-2}$ となる.

## 6. 校正結果

### 6.1 日本国キログラム原器No.6, 同副原器No.30, 同実験原器No. E59の比較

日本国キログラム原器No. 6, 同副原器No. 30, 同実験原器No. E59の間の質量差測定は, 2004年3月13日に開始し, 3月16日まで行った. 秤量はすべて空気中で行った. 圧力, 温度, 相対湿度の平均値は, それぞれ101.7 kPa, 18.7 °C, 54.1%であった. 体積差が $0.03 \text{ cm}^3$ と小さいため,  $0.5 \text{ }\mu\text{g}$ 以下の小さなばらつきで測定することができた. 表2に日本国キログラム副原器No. 30の質量校正の不確かさ評価表を示す. 日本国キログラム原器No. 6の洗浄後の質量増加の補正の不確かさ $u(\delta m)$ とは別に, 白金イリジウム製分銅間の質量差の安定性 $u_{Pl}$ を副原器No. 30と実験原器No. E59の質量差の履歴から見積もり, 不確かさの評価に加えた. 変化率を $0.5 \text{ }\mu\text{g}/\text{year}$ と見積もり, これに年数12.4を掛け合わせて, 白金イリジウム製分銅間の質量差の安定性を $6.2 \text{ }\mu\text{g}$ と評価した.

### 6.2 日本国キログラム実験原器No. E59とステンレス鋼製標準分銅S2\_2の比較

日本国キログラム実験原器No. E59とステンレス鋼製標準分銅S2\_2の間の質量差 (S2\_2 - No. E59) の測定は, 2004年3月16日に開始し, 4月15日まで行った. 空気中での測定において, 圧力, 温度, 相対湿度の平均値は, それぞれ100.0 kPa, 19.0 °C, 45.6%であった. 測定開始後, 約2週間の測定で, 真空中で測定された質量差が空気中での質量差よりも $15 \text{ }\mu\text{g}$ 程度大きくなる異常なデータが観測された (S2\_2の方がNo. E59よりも幾何学的表面積が $66.7 \text{ cm}^2$ だけ大きいので, 表面からの水蒸気の脱離によって, 真空中で測定される質量差は, 空気中で測定される質量差よりも小さくなるはず

表2 キログラム副原器No. 30の質量校正の不確かさ評価表

(a) 参照分銅(No. 6)の質量値の不確かさ				
不確かさの要因		標準不確かさ $u(x_i)$	係数 $c_i$	$ c_i  \cdot u(x_i)$
$u_{(1991)}$	1991年実施の参照分銅(No. 6)の校正	0.0023 mg	1	0.0023 mg
$u(\delta m)$	No. 6洗浄後の質量増加の補正	0.0129 mg	1	0.0129 mg
$u_{Pt}$	白金イリジウム製分銅間の質量差の安定性	0.0062 mg	1	0.0062 mg
標準不確かさ $u(m_R)$				0.0145 mg
(b) 質量差測定の不確かさ				
不確かさの要因		標準不確かさ $u(x_i)$	係数 $c_i$	$ c_i  \cdot u(x_i)$
$u_A$	繰り返し測定	0.0001 mg	1	0.0001 mg
$u(\Delta l)$	天秤の表示差	0.0002 mg	1	0.0002 mg
	感度の非線形性	0.0002 mg		
	自動分銅交換器の位置による偏り	0.0001 mg		
$u(S)$	天秤の感度の測定	$2.0 \times 10^{-6}$	0.02 mg	$4.0 \times 10^{-8}$ mg
$u(\rho_a)$	空気密度(CIPM式)	$2.0 \times 10^{-4} \text{ mg} \cdot \text{cm}^{-3}$	$-5.4 \times 10^{-3} \text{ cm}^3$	$1.1 \times 10^{-6}$ mg
$u(\Delta V)$	体積差	$2.8 \times 10^{-4} \text{ cm}^3$	$1.2 \text{ mg} \cdot \text{cm}^{-3}$	0.0003 mg
標準不確かさ $u(\Delta m)$				0.0004 mg
合成標準不確かさ $[u^2(m_R) + u^2(\Delta m)]^{1/2} = 0.0145 \text{ mg}$				

である)。3月29日に、空気密度測定用シンカーHとIをエタノールを用いて清掃したが、この異常は解決されなかった。

4月2日に、ステンレス鋼製標準分銅S2\_2をエタノールを用いて清掃した。これによって、真空中で測定したS2\_2の質量は約15  $\mu\text{g}$ 減少し、真空中での測定値と空気中での測定値の矛盾はほぼ解消された。こうしたことから、清掃前にはステンレス鋼製標準分銅S2\_2表面の汚染が空気中での表面への水蒸気吸着量を減らす方向へ作用した(汚染表面が疎水性を示した)と考えられるが、その詳細については今後の研究課題として残されている。図5に清掃後の質量比較のデータを示す。測定は、空気中、真空中、窒素ガス中、そして再び空気中の順で実行された。結果には、シンカー法を用いた空気浮力補正および重心高さ補正が加えられている。空気中、窒素ガス中での測定結果のばらつきの主要な要因は、天秤内の温度変化による空気対流によるものである。空気中での20個の測定結果の平均値-5.113 mgが質量差(S2\_2 - No. E59)として採用された。

表3にステンレス鋼製標準分銅S2\_2の質量校正の不確かさ評価表を示す。参照分銅(No.E59)の不確かさは0.0145 mg ( $k=1$ )、質量差測定の不確かさは0.0029 mg ( $k=1$ )で、合成不確かさは0.0148 mg ( $k=1$ )とな

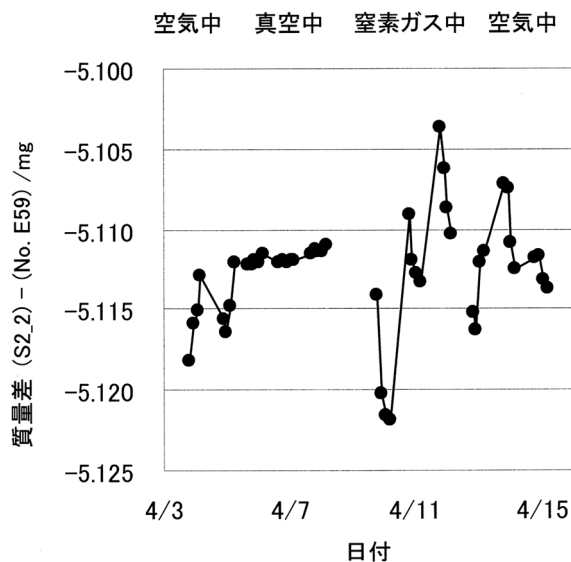


図5 キログラム実験原器No.E59とステンレス鋼製分銅S2\_2の質量比較

った。こうして評価された不確かさの大きさの妥当性を判断する一つの方法として、国際比較での整合性が挙げられる。1995年から1997年に実施されたステンレス鋼製1 kg標準のCIPM基幹比較(CCM.M-K1)<sup>16)</sup>では、

表3 ステンレス鋼製標準分銅S2\_2の質量校正の不確かさ評価表

(a) 参照分銅(No. E59)の質量値の標準不確かさ  $u(m_R) = 0.0145$  mg

(b) 質量差測定の不確かさ

不確かさの要因		標準不確かさ $u(x_i)$	係数 $c_i$	$ c_i  \cdot u(x_i)$
$u_A$	繰り返し測定	0.0006 mg	1	0.0006 mg
$u(\Delta I)$	天秤の表示差	0.0023 mg	1	0.0023 mg
	感度の非線形性	0.0023 mg		
	自動分銅交換器の位置による偏り	0.0001 mg		
$u(S)$	天秤の感度の測定	$2.0 \times 10^{-6}$	-103 mg	0.0002 mg
$u(\rho_a)$	空気密度 (シンカー法)	$2.0 \times 10^{-5} \text{ mg} \cdot \text{cm}^{-3}$	$80.5 \text{ cm}^3$	0.0016 mg
$u(\Delta V)$	体積差	$2.6 \times 10^{-4} \text{ cm}^3$	$1.2 \text{ mg} \cdot \text{cm}^{-3}$	0.0003 mg
$u(\gamma)$	重力勾配	$1.7 \times 10^{-7} \text{ s}^{-2}$	$7.9 \times 10^2 \text{ mg} \cdot \text{s}^{-2}$	0.0001 mg
標準不確かさ $u(\Delta m)$				0.0029 mg

合成標準不確かさ  $[u^2(m_R) + u^2(\Delta m)]^{1/2} = 0.0148$  mg

表4 ステンレス鋼製標準分銅S1\_1の質量校正の不確かさ評価表

(a) 参照分銅(S2\_2)の質量値の標準不確かさ  $u(m_R) = 0.0148$  mg

(b) 質量差測定の不確かさ

不確かさの要因		標準不確かさ $u(x_i)$	係数 $c_i$	$ c_i  \cdot u(x_i)$
$u_A$	繰り返し測定	0.0001 mg	1	0.0001 mg
$u(\Delta I)$	天秤の表示差	0.0002 mg	1	0.0002 mg
	感度の非線形性	0.0002 mg		
	自動分銅交換器の位置による偏り	0.0001 mg		
$u(S)$	天秤の感度の測定	$2.0 \times 10^{-6}$	0.6 mg	$1.2 \times 10^{-6}$ mg
$u(\rho_a)$	空気密度(CIPM式)	$2.0 \times 10^{-4} \text{ mg} \cdot \text{cm}^{-3}$	$7.6 \times 10^{-4} \text{ cm}^3$	$1.5 \times 10^{-7}$ mg
$u(\Delta V)$	体積差	$4.1 \times 10^{-4} \text{ cm}^3$	$1.2 \text{ mg} \cdot \text{cm}^{-3}$	0.0005 mg
標準不確かさ $u(\Delta m)$				0.0005 mg

合成標準不確かさ  $[u^2(m_R) + u^2(\Delta m)]^{1/2} = 0.0148$  mg

表5 校正結果 (トレーサビリティ表)

分銅名	質量値	標準不確かさ(mg)	有効自由度	校正日	使用した天秤	校正機関
国際キログラム原器 K	1 kg + 0.000 mg	0.0000	-----	-----	-----	-----
日本国キログラム原器 No.6	1 kg + 0.176 mg	0.0023	12	1991/10/22	NBS-2	BIPM
日本国キログラム副原器 No.30	1 kg + 0.172 mg	0.0145	12.1	2004/3/16	真空天秤	NMIJ/AIST
日本国キログラム実験原器 No.E59	1 kg + 4.931 mg	0.0145	12.1	2004/3/16	真空天秤	NMIJ/AIST
ステンレス鋼製標準分銅 S2_2	1 kg - 0.182 mg	0.0148	13.1	2004/4/15	真空天秤	NMIJ/AIST
ステンレス鋼製標準分銅 S1_1	1 kg + 0.426 mg	0.0148	13.1	2004/4/18	真空天秤	NMIJ/AIST
ステンレス鋼製標準分銅 S1_2	1 kg - 1.296 mg	0.0148	13.1	2004/4/18	真空天秤	NMIJ/AIST
ステンレス鋼製標準分銅 S2_1	1 kg + 0.442 mg	0.0148	13.1	2004/4/18	真空天秤	NMIJ/AIST

表6 比較表

分銅名	1996年の結果	2004年の結果	差 (2004年)-(1996年)
日本国キログラム副原器 No. 30	1 kg + 0.149 mg	1 kg + 0.172 mg	+ 0.023 mg
日本国キログラム実験原器 No. E59	1 kg + 4.905 mg	1 kg + 4.931 mg	+ 0.026 mg
ステンレス鋼製標準分銅 S1_1	1 kg + 0.391 mg	1 kg + 0.426 mg	+ 0.035 mg
ステンレス鋼製標準分銅 S2_2	1 kg - 0.216 mg	1 kg - 0.182 mg	+ 0.034 mg

参照値からのNMIJ/AISTの測定値の偏差はやや大きく、-0.020 mgであった。一方、2003年11月には、ステンレス鋼製1 kg分銅 (T4と名づけられているOIML型分銅)の質量値を国際度量衡局とNMIJ/AISTで比較した。国際度量衡局での校正値は1 kg + 2.081 mg<sup>17)</sup>、NMIJ/AISTでの校正値は1 kg + 2.073 mgで、その差は-0.008 mgとなり、比較的良い一致を示した。

### 6.3 ステンレス鋼製標準分銅S1\_1, S1\_2, S2\_1, S2\_2間の比較

ステンレス鋼製標準分銅S1\_1, S1\_2, S2\_1, S2\_2の間の質量差測定は、2004年4月15日に開始し、4月18日まで行った。秤量はすべて空気中で行った。圧力、温度、相対湿度の平均値は、それぞれ100.9 kPa, 19.0 °C, 51.8%であった。体積差が0.011 cm<sup>3</sup>と小さいため、0.3 µg以下の小さなばらつきで測定することができた。表4はステンレス鋼製標準分銅S1\_1の質量校正の不確かさ評価表である。合成不確かさは0.0148 mg ( $k=1$ )となった。

以上の測定によって得られた校正結果を表5にまとめる。白金イリジウム製分銅の質量校正結果の不確かさは0.0145 mg ( $k=1$ )、ステンレス鋼製標準分銅の質量校正結果の不確かさは0.0148 mg ( $k=1$ )である。また、表6に1996年の結果<sup>18),19)</sup>との比較を示す。1996年の結果と比較すると、白金イリジウム製分銅No. 30, No. E59の質量値は0.023-0.026 mg、ステンレス鋼製標準分銅S1\_1, S2\_2の質量値は0.034-0.035 mg増加した。

## 7. まとめ

日本国キログラム原器No. 6を用いて、同副原器No. 30, 同実験原器No. E59, ステンレス鋼製標準分銅S1\_1, S1\_2, S2\_1, S2\_2の校正を行った。参照分銅として校正に用いた日本国キログラム原器No. 6の質量値には、国際度量衡局での洗浄後の汚染を考慮して質量増加が補正された。秤量には、真空容器内に設置されたマスコンパレータ (真空天秤) が用いられた。さらに、日

本国キログラム実験原器No. E59とステンレス鋼製標準分銅S2\_2の比較に必要な浮力補正は、シンカー法が用いられた。白金イリジウム製分銅No. 30, No. E59の質量校正結果の不確かさは0.0145 mg ( $k=1$ )、ステンレス鋼製標準分銅の質量校正結果の不確かさは0.0148 mg ( $k=1$ )である。また、1996年の結果と比較すると、白金イリジウム製分銅No. 30, No. E59の質量値は0.023-0.026 mg、ステンレス鋼製標準分銅S1\_1, S2\_2の質量値は0.034-0.035 mg増加した。

今後、より精度の高い校正を行うためには、天秤内の温度を安定させ、空気中や窒素ガス中での測定値のばらつきを減らす必要がある。また、今回の校正で明らかになった分銅表面の汚染と水蒸気吸着量の問題を解決するための研究を進めていきたいと考えている。

## 参考文献

- 1) 計量研究所・計量技術ハンドブック編集委員会編：改定・計量技術ハンドブック (コロナ社, 1972) 21-30.
- 2) 計量研究所・計量技術ハンドブック編集委員会編：新版・計量技術ハンドブック (コロナ社, 1987) 21-32.
- 3) 佐藤朗：二次標準分銅の較正について、中央度量衡検定所報告 1-1 (1951) 13-25.
- 4) 加藤芳三, 小林好夫, 須藤清二, 水島敏男：キログラム原器と副原器の比較測定, 中央計量検定所報告 5-3 (1956) 330-337.
- 5) 加藤芳三, 小林好夫, 水島敏男：キログラム副原器No. 30と第二次標準分銅1 kgとの比較, 中央計量検定所報告 6-3 (1957) 507-520.
- 6) 高橋照二, 小林好夫, 水島敏男：第2次標準分銅の較正, 中央計量検定所報告 7-1 (1958) 31-38.
- 7) 大山勲, 小林好夫, 三宅史, 内川恵三郎：庁舎移転後のキログラム原器と副原器の比較, 中央計量検定所報告 8-4(20) (1960) 35-43.
- 8) 小林好夫, 才野武彦, 笠原剛, 清水嘉彦：正標準



- 分銅の校正, 計量研究書報告31-3 (1982) 202-206.
- 9) G. Girard: The third periodic verification of national prototypes of the kilogram (1988-1992), *Metrologia* 31 (1994) 317-336.
  - 10) BIPM: Certificate of mass prototype No. 6 belonging to Japan, Certificate No. 8 (1993).
  - 11) 小林好夫, 質量標準の設定精度の向上に関する研究, 計量研究所報告30-Supplement (1981) 107-172.
  - 12) P. Giacomo: Equation for the determination of the density of moist air (1981), *Metrologia* 18 (1982) 33-40.
  - 13) R.S. Davis: Equation for the determination of the density of moist air (1981/91), *Metrologia* 29 (1992) 67-70.
  - 14) S. Mizushima, M. Ueki and K. Fujii: Mass measurement of 1 kg silicon spheres to establish a density standard, *Metrologia* 41 (2004) S68-S74.
  - 15) 水島茂喜, 植木正明, 根津嘉明, 大岩彰: 1 kg電子天秤を用いた重力勾配測定, 計量研究所成果発表会資料(2000) 39-41.
  - 16) C. Aupetit, L. O. Becerra, N. Bignell, W. Bich, G. D. Chapman, J. W. Chung, J. Coarasa, S. Davidson, R. Davis, N. G. Domostroeva, K. M. K. Fen, M. Gläser, W. G. Lee, M. Lecollinet, Q. Li, A. Ooiwa, R. Spurny, A. Torino, J. C. G. A. Verbeek and Z. J. Jabbour: Final report on CIPM key comparison of 1 kg standards in stainless steel (CCM.M-K1), *Metrologia* 41 (2004) 07002.
  - 17) BIPM: Certificate for 1 kg mass standard in stainless steel T4, Certificate No. 74 (2003).
  - 18) 根津嘉明, 植木正明, 大岩彰: キログラム原器 (No. 6) によるキログラム副原器の校正, 計量研究所成果発表会資料(1997) 1.
  - 19) 根津嘉明, 植木正明, 大岩彰: キログラム副原器によるステンレス鋼製標準分銅の校正, 計量研究所成果発表会資料(1997) 2.