

気体高圧力標準に関する調査研究

飯泉英昭*

(平成 25 年 1 月 17 日受理)

A survey on gas high-pressure standard

Hideaki IIZUMI

Abstract

Recently, high-pressure gases have been used in industries such as fuel cell vehicles and hydrogen stations. A gas high-pressure standard is therefore of primary importance for ensuring the reliability of the pressure measuring instruments in this field. In this survey, the principle and characteristics of pressure balances, which are most commonly used to establish the pressure standard, are reported. Present state of the gas high-pressure standard is also reported. Several methods to establish the gas high-pressure standard are investigated. A liquid-lubricated pressure balance is adopted at the National Metrology Institute of Japan (NMIJ) as a principal method to transfer the liquid high-pressure standard to the gas high-pressure standard.

1. はじめに

圧力測定は、多くの分野で広く行われており、社会や産業において欠くことのできない重要な計測の一つである。工業プロセスにおける流体監視をはじめとして、気象観測における大気圧測定や建造物の空調管理など、さまざまな分野で圧力の計測が行われている。このような現場で使用されている圧力計の信頼性を確保するために、産業技術総合研究所の計量標準総合センター(National Metrology Institute of Japan: NMIJ)では、圧力標準の開発・維持・供給を行っている。

近年は、工業技術の進歩・発展に伴い高圧力気体の利用やその圧力計測が増加している。数十MPaから100 MPa程度の高圧力気体は、材料加工に用いられる熱間等方加圧(Hot Isostatic Pressing: HIP)装置、特定物質の抽出や洗浄に用いられる超臨界装置、ポリエチレン製造施設、各種プラントなど様々な分野で利用され、圧力の計測が行われている。

また、低炭素社会の実現のためにエネルギーの有効利

用を目指したグリーンイノベーションへの取り組みが精力的に進められているが、その一環として水素エネルギーの利用がある。燃料電池車に関しては、2015年からの市場導入に向け、開発が進められており、水素ステーション等の水素供給インフラも整備が進められている^{1),2)}。燃料電池車、水素ステーションでは水素充填圧力に35 MPaから70 MPaといった高圧力を用いている。これに関連した高圧力水素物性研究などの基礎研究や燃料電池車、水素ステーションの実証試験や低コスト化のための規制緩和に向けた安全性の検証・技術開発などにおいても100 MPaまでの気体高圧力測定が行われている。

このように、気体高圧力の利用が増加してきているが、100 MPaといった高圧力の領域では気体圧力標準はまだ整備されていない。そのため、現状ではこのような圧力範囲において圧力計を校正する場合、液体で校正が行われている。そして、圧力計の中身の媒体を気体に入れ換えて測定に使用している。しかし、液体圧力での校正結果が気体圧力の計測の際にも使用可能かどうかを検証する必要がある。また、不純物の混入が厳禁とされる半導体製造や水素ステーションなどで使用される禁油禁

*計測標準研究部門 力学計測科 圧力真空標準研究室

水の圧力計は直接気体で校正することが望ましい。そのため、高圧力気体を利用する産業現場における圧力測定の信頼性確保には気体高圧力標準が必要となる。

本報告では、気体高圧力標準の整備と供給の開始を目的として、圧力計や圧力標準についてまとめ、100 MPaまでの気体圧力標準の開発についての調査結果を報告する。第2章では、さまざまな分野で利用されている各種圧力計の種類を説明し、第3章で圧力の標準器として広く利用されている重錘形圧力天びんとその有効断面積について記述する。第4章では、日本および諸外国における圧力標準の整備状況について報告する。第5章では、気体高圧力標準への拡張方法について調査し、第6章で実際にNMIJにおいて進めている気体高圧力標準の整備に向けた取り組みを記述する。そして最後に第7章でまとめを行う。

2. 各種圧力計について

2.1 圧力計の種類

圧力計には、標準器として利用されるものから、現場計測に汎用的に利用されるものまで様々な種類がある。図1に示すように測定原理により、液柱形圧力計、重錘形圧力天びん、デジタル圧力計、機械式圧力計の4種類に大きく分類される。

計測器には、他の計測器による校正を必要とせずに自分だけで、または別の物理量から組み立てることで、物理量を絶対測定することができる一次標準となり得る計測器と、自分だけでは物理量を絶対測定できずに、その目盛り付けに同じ物理量を計測する他の計測器による校正を必要とする計測器がある。圧力計に関しては、液柱形圧力計と重錘形圧力天びんが前者であり、デジタル圧力計と機械式圧力計が後者である。

液柱形圧力計と重錘形圧力天びんは、測定圧力の不確かさが小さく、長期安定性に優れ、信頼性が高い。その一方で、一般的にはその取扱いが複雑で、重量が重く、コストも高い。また、正確に圧力を求めるためには、設置場所の重力加速度の値や周囲温度などの環境による補正が必要となる。これらと比較してデジタル圧力計と機械式圧力計は、信頼性は劣るが、取扱いは簡単であり、重量も軽く、コストも低い。それぞれの特徴を生かして、液柱形圧力計と重錘形圧力天びんは標準器として利用され、デジタル圧力計と機械式圧力計は現場計測に広く利用されている。それぞれの特徴・特性を表1にまとめた³⁾。

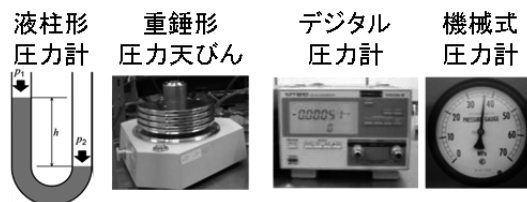


図1 測定原理による圧力計の分類

表1 各種圧力計の相対的な特徴・特性

不確かさについては、相対的に小さなものから順に○、△、×で表した。

	一次標準	不確かさ	圧力範囲	操作性	コスト
液柱形圧力計	○	○	～300 kPa	複雑・重い	高
重錘形圧力天びん	○	○	～1 GPa	複雑・重い	高
デジタル圧力計	×	△	～1 GPa	簡単・軽い	低
機械式圧力計	×	×	～1 GPa	簡単・軽い	低

2.2 液柱形圧力計

液柱形圧力計は、単管式やU字管式があり、管内の液柱の密度 ρ とその高さの差 H から、圧力 p を $p=\rho gH$ (g : 重力加速度)によって求める計測器である。管内の作動媒体としては、密度が正確に知られている水、または水銀を用いることが多い。 H を正確に測定することで、圧力の絶対値を正確に測定できる。管の一端を大気圧に開放すれば、ゲージ圧力が求められ、一端を真空にすれば、絶対圧力が求められる。圧力の特定期標準器である光波干渉式標準圧力計⁴⁾は、水銀を作動媒体としたU字管式の液柱形圧力計である。絶対測定が可能のため、諸外国の国家計量標準機関（National Metrology Institute: NMI）においても、同様の圧力計が大気圧付近の国家標準器として用いられている。しかし、圧力差の絶対値に比例して高さ H が高くなるため、圧力範囲は最大で300 kPa程度までとなっている。他の種類の圧力計と比較すると、測定できる圧力範囲は限定的となる。

2.3 重錘形圧力天びん

重錘形圧力天びんは、圧力を高精度に発生・測定可能な計測器であり、標準器として広く利用されている。圧力範囲としては、数kPaから1 GPaまで存在する。気

体高圧力の標準器としても用いられ、本稿において重要な装置となるため、第3章で詳しく記述する。

2.4 デジタル圧力計

圧力センサとその出力をデジタル表示する装置またはデジタル信号を出力する装置を備えた圧力計をデジタル圧力計⁵⁾とよぶ。連続測定が可能であり、測定結果を直接電子データとして記録できるため、産業現場における圧力監視などに用いられている。圧力センサの検出原理はさまざまであるが、ひずみゲージ等の抵抗変化、静電容量型センサの静電容量変化、水晶やシリコン振動子の共鳴周波数変化を検出する方法が典型的である。近年は技術進歩により、表示分解能が高く安定性に優れたデジタル圧力計が利用可能となってきた。圧力範囲や用途により様々な種類があり、100 MPaのデジタル圧力計としては、水晶振動式で相対精度が 1×10^{-4} 程度の高精度なものも市販されている。短時間での安定性が良く、分解能が良いものは、後述の重錘形圧力天びん同士の置換比較法において、高精度圧力計としても用いられている。

2.5 機械式圧力計

機械式圧力計は、圧力による弾性素子の変形量を機械的に拡大して圧力を測定する計測器である。このうち、扁平な断面をもち、片方の管端が閉じた曲がった管（ブルドン管）を弾性素子に用いた指示圧力計はブルドン管圧力計⁶⁾とよばれ、比較的低コストなため、社会・産業における現場計測に広く用いられている。デジタル圧力計と同様に、圧力範囲や用途により様々な種類があり、高圧力の測定においても、最もよく用いられている。

3. 重錘形圧力天びん

3.1 重錘形圧力天びんの原理

重錘形圧力天びん^{7)~10)}は、「単位面積に加わる力」という圧力の定義どおりに圧力の発生を実現した装置である。原理図を図2に示すように、ピストン・シリンダと重錘により構成されている。ピストンがシリンダ内部で適正な位置に浮上し回転しているとき、ピストンと重錘の質量による下向きの力と上向きの圧力の釣り合いにより安定な圧力を発生する。

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、高精度のものは $1 \mu\text{m}$ 以下の狭い隙間で嵌合している。ピストン・シリンダ間の隙間からは僅かずつ圧力媒体が漏れており、徐々にピストンが降下する。隙間が

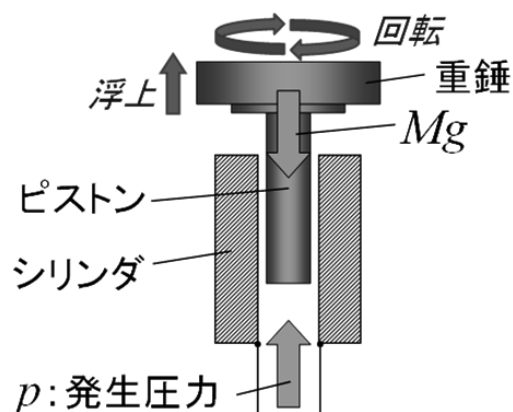


図2 重錘形圧力天びんの原理図

発生圧力 p は $p = Mg/A$ より求まる。 $(M$:ピストンと重錘の質量、 g :重力加速度、 A :ピストン・シリンダの有効断面積)

広すぎると圧力媒体が漏れ出す量が多く、安定に圧力を発生できない。逆に狭すぎるとピストンとシリンダが接触したり、圧力変形により隙間が閉じてしまったりする。また、ピストンを回転させることにより、ピストンとシリンダ間の物理的な接触が低減され、ピストンと重錘の質量による下向きの力が奪われるのを防いでいる。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、発生圧力の安定度は相対的に 10^{-6} のオーダーで維持することができる^{11),12)}。

発生圧力は簡単には、「圧力 p 」=「質量による力 Mg 」/「有効断面積 A 」で求めることができる。補正項を含むと発生圧力 p は次式のように表すことができる。

$$p = \frac{M \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_w}\right) \cdot g + \gamma \cdot C}{A(p,t)} + (\rho_t - \rho_a) \cdot g \cdot H \quad (1)$$

ここで、 M は重錘とピストンの質量和、 g は重力加速度、 ρ_a 、 ρ_w 、 ρ_t は、それぞれ空気密度、ピストンと重錘の平均密度、圧力媒体の密度である。 $\left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_w}\right)$ は重錘とピストンの質量の浮力補正の項である。 γ は圧力媒体の表面張力、 C はピストンの円周長である。圧力媒体が液体の場合は、ピストン・シリンダの隙間の上端に液体と空気の境界面が存在し、境界面では液体の表面張力による下向きの力を受ける。 $A(p,t)$ は圧力 p 、温度 t でのピストン・シリンダの有効断面積である。有効断面積の異なる複数のピストン・シリンダを用意することで広い圧力範囲に対応することができる。右辺第一項はピストン底面での発生圧力であり、右辺第二項はピストン底面と圧力を測定する位置との鉛直方向距離が H の時のヘッド差補正の項である。圧力媒体が気体か液体かにより、

表面張力 γ と圧力媒体の密度 ρ_f の値は大きく異なるので注意が必要である。

ピストン・シリンダの形状にはいくつか種類があり、用途や圧力範囲に応じて使い分けられる。代表例として、単純型、内包型、隙間制御型のピストン・シリンダの概念図を図3に示す。

単純型は一般的に使用されているタイプであり、設計や操作が比較的容易である。高圧力用の重錘形圧力天びんには内包型や隙間制御型が使用されている。内包型は、測定圧力自体を利用してシリンダを締め付ける構造をしており、高圧下でのシリンダの変形を抑制し、圧力媒体の過度の流出を防止できる。隙間制御型は、測定圧力とは独立な圧力源から与えられる制御圧力をシリンダの外周面に作用させ、ピストンとシリンダの隙間を能動的に制御することができる。構造や操作は複雑になるが、他の標準器との比較を行わずに、独立に有効断面積の圧力変化を評価できる^{13)~15)}。

重錘形圧力天びんを圧力標準器として用いるためには、発生圧力を算出するのに必要な多くのパラメータを、国家標準にトレーサブルになるように校正・管理する必要がある。これらのパラメータのうち圧力発生時のピストン・シリンダの有効断面積 $A(p, t)$ の評価が特に重要となる。

3.2 ピストン・シリンダの有効断面積

有効断面積は、重錘形圧力天びんのパラメータの中で最も重要であり、重錘形圧力天びんの校正とは主としてピストン・シリンダの有効断面積の評価を意味する。

ピストン・シリンダの有効断面積とは、ピストン底面の断面積そのものではない。ピストンの側面に働く上向きの力と、ピストンとシリンダの隙間を流れる圧力媒体による粘性揚力を考慮したときの実効的な断面積であ

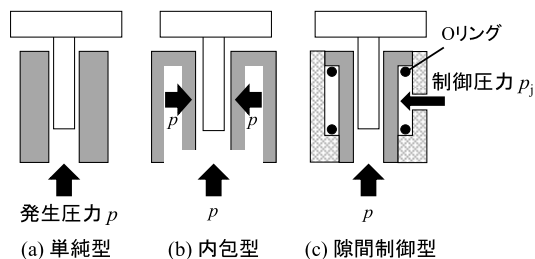


図3 ピストン・シリンダの代表的形状

(a) 単純型は一般的に使用されているタイプであり、設計や操作が比較的容易である。(b) 内包型や (c) 隙間制御型は高圧下でのシリンダの変形を抑制する。

る。ピストンとシリンダが理想的な円柱形で完全に同心である場合、ピストン・シリンダの有効断面積は、ピストン半径とシリンダ内半径の平均値を半径とする円の面積となる。しかし、ミクロに見ると実際には表面に凹凸が存在し、また圧力発生時にはピストン・シリンダは変形する。一般的にはピストン下部は内側に縮められ、シリンダ下部は外側に広げられるため完全な円柱形ではない。

有効断面積は圧力と温度の関数であり、単純型と内包型のピストン・シリンダの有効断面積は、圧力依存性が線形である事を仮定して次式で表される。

$$A(p, t) = A(0, t_r) \cdot (1 + \lambda \cdot p) \cdot \{1 + \alpha(t - t_r)\} \quad (2)$$

ここで、 $A(0, t_r)$ は標準状態（大気圧、参照温度 t_r ）での有効断面積、 λ は圧力変形係数、 α は温度係数（ピストンとシリンダの線膨張係数の和）である。単純型では圧力変形係数は正の値となるが、内包型では負の値となることが多い。

有効断面積を評価するには、詳細な形状（直径・真円度・円筒度など）の情報とヤング率、ポアソン比等の材料特性から有限要素法を用いた計算により評価する方法と、他の標準器との比較校正により実験で評価する方法がある。

3.2.1 有限要素法を用いた計算による評価

ピストン・シリンダの形状や圧力下での変形を考慮した計算により有効断面積を評価する方法について、Dadson の理論¹⁶⁾を基に説明する。圧力発生時のピストン・シリンダの変形の概念図を図4に示す。実線は大気圧下、破線は圧力発生時でのピストン・シリンダの形状である。ピストンがシリンダの内部で浮上している時に、ピストンが圧力媒体から受ける力を計算し、発生圧力で割ることによって有効断面積を求めることができる。

圧力媒体から受ける力を計算するには、圧力発生時のピストン・シリンダの形状変化と、ピストン・シリンダの隙間での圧力分布が必要となるため、まずこれらを実験する方法を説明する。ピストン・シリンダの詳細な形状の情報が与えられたとき、流体力学の計算によりピストン・シリンダの隙間を流れる圧力媒体の圧力分布と流量が求められる。得られた圧力分布とピストン・シリンダ全体の形状、そして材料特性（ヤング率、ポアソン比）から、有限要素法を用いた計算により形状変化を求める。この2つの計算を解が収束するまで繰り返すことで、圧力発生時のピストン・シリンダの形状と圧力分布が求まる。

ピストンが圧力媒体から受ける力は以下の3種類であ

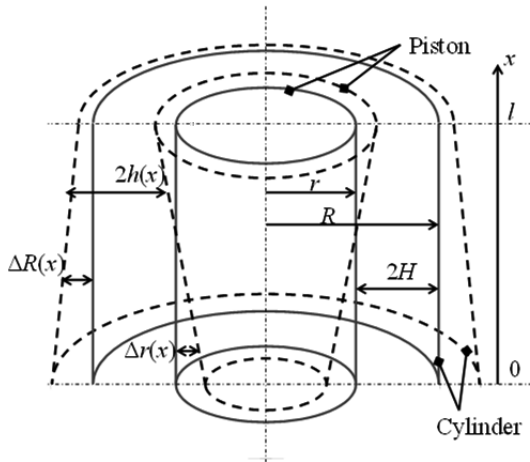


図4 ピストン・シリンダの圧力による変形
実線は大気圧下、破線は圧力発生時でのピストン・シリンダの形状である。一般的には、圧力発生時にはピストン下部は内側に縮められ、シリンダ下部は外側に広げられる。

る。

- (a) 発生圧力によりピストン底面に加わる力

$$p(0) \cdot \pi \cdot r^2 \left[1 + 2 \frac{\Delta r(0)}{r} \right] \quad (3)$$

- (b) 発生圧力によりピストン側面に加わる力の垂直方向成分

$$2\pi \cdot r \cdot \int_0^l p(x) \cdot \frac{d(\Delta r(x))}{dx} \cdot dx \quad (4)$$

- (c) 粘性によりピストン側面に加わる力の垂直方向成分

$$2\pi \cdot r \cdot \int_0^l \left(-h(x) \cdot \frac{dp(x)}{dx} \right) \cdot dx \quad (5)$$

ここで、 r 、 R は、圧力による変形を受けていない大気圧下でのピストン半径、及びシリンダ内半径である。また、 $\Delta r(x)$ 、 $\Delta R(x)$ は発生圧力によるピストン半径及びシリンダ内半径の変化量を表す。圧力発生時の隙間を $2h(x)$ と表す。また、ピストンとシリンダの隙間での圧力を $p(x)$ と表す。 x はピストン上面方向が正な軸方向の座標であり、ピストン・シリンダの底面を原点とし、ピストン・シリンダ上端までの長さを l としている。式(3)において、 $\left(\frac{\Delta r(0)}{r} \right)$ の二次の項は一般に 10^{-6} 以下の値となるため、無視した。

これらの力を足し合わせ、発生圧力 $p(0)$ で割ることで、有効断面積 A は以下のように表される。

$$A = \pi \cdot r^2 \cdot \left[1 + \frac{2H}{r} + \frac{\Delta R(0) + \Delta r(0)}{r} + \frac{1}{rp(0)} \int_0^l p(x) \left(\frac{d(\Delta R(x))}{dx} + \frac{d(\Delta r(x))}{dx} \right) dx \right] \quad (6)$$

ここで、ピストンとシリンダの隙間を $2H (= R - r)$ としている。ピストン・シリンダが理想的な円柱で変形がない場合、 $\Delta R(x) = \Delta R(0) = 0$ 、 $\Delta r(x) = \Delta r(0) = 0$ であるから、有効断面積は、

$$A = \pi \cdot r^2 \cdot \left[1 + \frac{2H}{r} \right] \quad (7)$$

となり、ピストン半径とシリンダ内半径の平均値を半径とする円の面積となる。

欧州の研究機関では、上記の有限要素法による有効断面積の評価が盛んに行われており、形状測定を行った特定のピストン・シリンダについて、各国が独自に行った計算結果の比較も行われている¹⁷⁾。

3.2.2 比較校正による評価

実験により有効断面積を評価するには、他の標準器との比較校正が用いられる。比較校正とは、発生圧力や有効断面積が既知の標準器を用いて、被校正器となる重錘形圧力天びんの未知の発生圧力や有効断面積を校正する方法である。

この方法では、標準器と被校正器の2台の重錘形圧力天びんをつなげて配管し、発生圧力を比較する。両重錘形圧力天びんの発生圧力が等しくなり平衡状態が得られるまで、どちらかの重錘形圧力天びんに微小な分銅を負荷して調整する。平衡状態では、既知である標準器の発生圧力 p_s と、被校正器の発生圧力 p_t が等しい。そのため、重力加速度 g と質量 m_t を評価しておけば、 $p_s = p_t = m_t g / A_t$ において p_t は既知となるため、被校正器の有効断面積 A_t を求めることができる。ここでは発生圧力の式は、補正項を省略した $p = mg/A$ を用いた。

両重錘形圧力天びんの発生圧力が平衡状態にあるかどうかを判断する代表的な方法として、ピストンの降下速度を観測する降下速度法、発生圧力差を差圧計で観測する差圧計比較法、高精度圧力計を比較器とした置換比較法の3つの方法について述べる¹⁸⁾。

降下速度法では、ピストン位置の時間変化から降下速度を測定する。この方法では、図5に示すように2台の重錘形圧力天びん間の配管にバルブを設置し、バルブを開いたときに測定される各重錘形圧力天びんの降下速度を、そのバルブを閉じたときに測定される各重錘形圧力天びん固有の自然降下速度と比較する。もし異なる場合には微小分銅を加え、それぞれ重錘形圧力天びんの降下

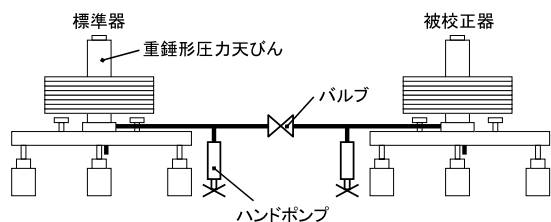


図5 降下速度法の装置構成
両重錘形圧力天びんの発生圧力が平衡しているときは、バルブを閉じたときと開いたときのピストン降下速度が一致する。

速度が自然降下速度と一致するまで測定を繰り返し、発生圧力を平衡させる。

差圧計比較法では、図6に示すように2台の重錘形圧力天びん間の配管に差圧計およびバルブを並列に取り付ける。はじめに、バルブを開け差圧計の両側を導通し圧力を等しくすることで、差圧計の零点での値を測定する。そして、バルブを閉め、差圧計の値が先に測定した零点での値に一致するように微小分銅を調整し、発生圧力を平衡させる。

高精度圧力計を比較器とした置換比較法¹⁹⁾では、図7に示すように、2台の重錘形圧力天びん間の配管にバルブー圧力計ーバルブを順に設置する。はじめに、標準器側のバルブを開、被校正器側のバルブを閉の状態として、高精度圧力計で標準器の発生圧力を測定する。次に、両方のバルブの開閉を切り替えることで被校正器の発生圧力を測定する。そして、測定圧力値が一致するように微小分銅を加えて発生圧力を平衡させる。置換比較法では、各重錘形圧力天びんの発生圧力が別々に測定されるので、発生圧力の安定度を個別に評価できる。

差圧計や高精度圧力計を用いる方法では、両重錘形圧力天びんの発生圧力がある程度非平衡であっても、平衡状態に必要な微小分銅が求められるという利点がある。

3.3 重錘形圧力天びんの不確かさ

重錘形圧力天びんの発生圧力を決定するには、式(1)にあるような多数のパラメータの測定が必要となり、それぞれが発生圧力の不確かさの要因となる²⁰⁾。不確かさの要因について以下にまとめる。

- ピストンと重錘の質量による力
 - － ピストンの質量
 - － ピストンの密度
 - － 重錘の質量
 - － 重錘の密度

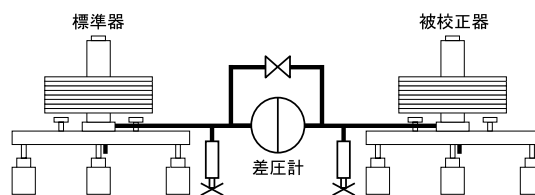


図6 差圧計比較法の装置構成
発生圧力が平衡しているときは、バルブが閉じているときの差圧計の値が、バルブを開き、両側の圧力を均一にしたときの差圧計の値と一致する。

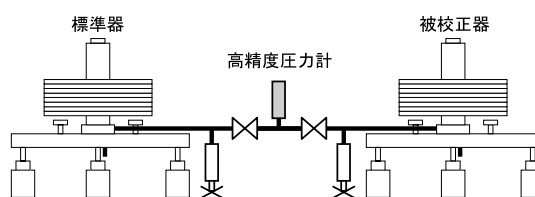


図7 置換比較法の装置構成
両重錘形圧力天びんの発生圧力を、圧力計により交互に測定する。発生圧力が平衡しているときは、測定圧力が一致する。

- － 周囲の空気密度
- － 重力加速度
- － 表面張力
- － ピストンの円周長

●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
- － ピストン・シリンダの温度
- － ピストン・シリンダの温度係数
- － ピストン・シリンダの圧力変形係数

●ヘッド差

- － ヘッド差
- － 圧力媒体の密度
- － 空気密度
- － 重力加速度

●その他、式には直接含まれない要因

- － ピストン・シリンダの磁化
- － ピストンの傾き
- － ピストンの回転に伴う応力
- － 圧力媒体の粘性
- － 環境の変動（振動、風等）

一般的にはこれらの要因のうち、ピストン・シリンダの有効断面積に関する不確かさが支配的である。

4. 圧力標準の整備状況

4.1 日本における整備状況

我が国のNMIであるNMIJでは、水銀柱を用いた光波干渉式標準圧力計を基に、重錘形圧力天びん群によって圧力の国家標準を整備し、維持・供給を行っている²¹⁾。NMIJ圧力校正サービスの概要²²⁾を表2に示し、校正・測定能力(Calibration and Measurement Capabilities: CMC)を図8に示す。

気体圧力は20 MPaまで、気体の差圧²³⁾は1 Paから10 kPaまで、液体圧力は1 MPaから1 GPaまでが整備されている。また、圧力媒体には、気体は窒素、液体はセバケート(Dioctyl Sebacate)を用いている。

圧力媒体である気体と液体は、性質が大きく異なるため、高圧力の領域では安全性や取扱いやすさの優れている液体圧力のほうが気体圧力よりも産業界において広く利用されており、圧力標準の整備も進んでいる。100 MPa(約1000気圧)の圧力下における媒体の密度変化は、液体の場合は大気圧下の時と比較して10%未満だが、気体の場合は数百倍に圧縮され²⁴⁾、危険性が高いためである。

圧力標準の校正サービスは、ISO/IEC 17025の要求事項²⁵⁾に基づく品質システムにより運用されている。また、NMIJにおいて維持している圧力の国家標準は、校正事業者登録制度(Japan Calibration Service System: JCSS)によって、ユーザーへ供給される。JCSS登録された圧力の校正事業者の標準器をNMIJが校正することにより、国家標準の値が供給される。JCSS校正事業者は校正された標準器を基に、事業者やユーザーの圧力計

表2 NMIJ圧力校正サービスの概要

気体圧力は最大で20 MPaまで、液体圧力は最大で1 GPaまで整備されている。

種類	校正器物	範囲	媒体
気体ゲージ圧力	重錘形圧力天びん	5 kPa ~ 7000 kPa	窒素
	高精度圧力計	5 kPa ~ 20 MPa	
気体絶対圧力	重錘形圧力天びん	5 kPa ~ 7000 kPa	
	高精度圧力計	10 Pa ~ 20 MPa	
気体差圧	高精度圧力計	1 Pa ~ 10 kPa	
液体圧力	重錘形圧力天びん	1 MPa ~ 500 MPa	セバケート(油)
	高精度圧力計	1 MPa ~ 1 GPa	

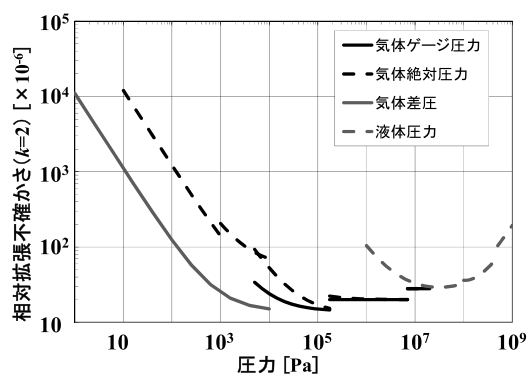


図8 NMIJの圧力の校正・測定能力(CMC)
光波干渉式標準圧力計を基にしているため、大気圧付近での不確かさが最も小さい。

をJCSSのもとで校正する。JCSSの圧力区分に登録されている校正事業者は、2013年現在で16事業者である。圧力のJCSS校正証明書の発行件数は年々増加しており、平成24年度では約2700件となっている²⁶⁾。

4.2 各国の気体高圧力標準の整備状況

20 MPaより高い範囲の気体圧力に関する諸外国NMIのCMCを図9に示す^{27), 28)}。20 MPaより高い圧力をすでに整備している国は10か国あり、ドイツ(PTB)やアメリカ(NIST)は100 MPa程度まで、フランス(LNE)などは80 MPaまでの校正サービスを整備している。

一方で、国際度量衡局(BIPM)のKey comparison database(KCDB)に登録されている気体圧力の国際比較において、これまでの最大圧力はCCM-PK1.cなどの7 MPaとなっている。これまで行われてきた気体圧力の国際比較のうち、1 MPa以上のものを表3に示す。

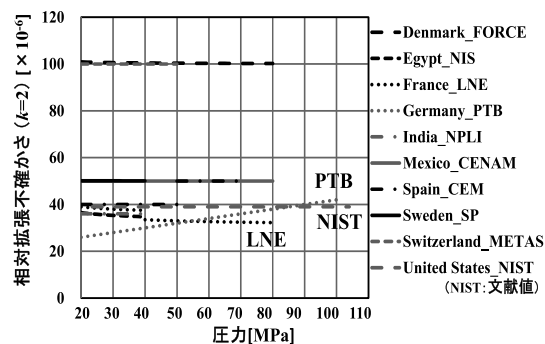


図9 諸外国の気体高圧力のCMC
ドイツ(PTB)やアメリカ(NIST)はすでに100 MPa程度まで整備されている。

表3 気体圧力（1 MPa 以上）の国際比較
気体圧力の国際比較は最大で7 MPa である。

名称	圧力範囲	実施年
CCM.P-K1.a	50 kPa ~ 1 MPa	1995-1997
CCM.P-K1.b	50 kPa ~ 1 MPa	1995-1997
CCM.P-K1.c [※]	80 kPa ~ 7 MPa	1998-1999
APMP.M.P-K1.c [※]	0.4 MPa ~ 4 MPa	1998-2001
APMP.M.P-K1.c.1	0.4 MPa ~ 4 MPa	2003-2004
APMP.M.P-K2.c.2	0.4 MPa ~ 4 MPa	2012
APMP.SIM.M.P-K1.c	0.4 MPa ~ 4 MPa	2003-2004
EURAMET.M.P-K1.c	0.7 MPa ~ 7 MPa	2011-2013
EUROMET.M.P-K2	1 MPa ~ 4 MPa	1994-1995
EUROMET.M.P-K3.a	0.05 MPa ~ 1 MPa	2000-2001
EUROMET.M.P-K3.b	0.08 MPa ~ 7 MPa	1999-2001
EUROMET.M.P-S1	0.05 MPa ~ 1 MPa	2004
EUROMET.M.P-S4	0.04 MPa ~ 1.75 MPa	2005-2006
SIM.M.P-K1	0.6 MPa ~ 7 MPa	2008-2010
SIM.M.P-K1.c	0.6 MPa ~ 7 MPa	2011-2013

※NMIJ 参加

CCM.P-K1.c には NMIJ も参加しており、その結果から当該圧力域において NMIJ の圧力標準が優れた国際整合性を有していることを確認している²⁹⁾。

7 MPa 以上の圧力範囲における国際比較はまだ行われていないが、CCM High Pressure Working Group においてライン圧力が 20 MPa までの差圧の国際比較などが計画されている³⁰⁾。

4.3 新しい圧力標準の開発

現在、NMIJ をはじめ、諸外国の NMI では、大気圧付近の圧力の国家標準として水銀を作動媒体とした液柱形圧力計を用いることで、大気圧付近での重錘形圧力天びんの評価を行い、これを基に圧力範囲の拡張を行っている。しかし、2013 年に採択が予定されている水銀条約をはじめ、水銀は世界的に廃止が進められており、水銀を用いた液柱形圧力計の今後の使用は慎重に検討されている。このような状況から水銀を用いた液柱形圧力計以外の、より高精度な新たな原理に基づく圧力標準の開発が世界的に行われている。

その一つは、気体の誘電率を基に圧力を決定する方法である^{31), 32)}。状態方程式を密度でビリアル展開した式とクラウジウス-モソッティの式などの密度と誘電率の関係式により、圧力と誘電率の関係が得られる。この関係から、ビリアル係数と誘電率を高精度に決定することにより圧力を高精度に決定することができる。ビリアル係数は第一原理計算で求め、誘電率を得るためには、球形空洞のマイクロ波共鳴周波数の測定や、クロスキャパシタの静電容量測定などが用いられる。

また、ファブリペロー干渉計を用いて気体の屈折率を高精度に測定し、第一原理計算から屈折率を密度に変換し、気体の状態方程式から圧力を決定する試みも行われている^{33), 34)}。屈折率から得られる密度と、その時の温度から圧力が得られる。

どちらも、基礎的な物理性質を基に気体の低圧力を決定する方法である。

5. 気体高圧力標準の開発方法

気体高圧力標準の開発には、気体高圧力が発生可能な重錘形圧力天びんを用いる。有効断面積を評価する一般的な方法については第3章で述べたが、ここでは特に、100 MPa までの気体高圧力用重錘形圧力天びんの有効断面積を評価する方法を述べる。

5.1 気体低圧力標準から拡張する方法

既存の低圧力用のピストン・シリンダでより高圧力用のピストン・シリンダを比較校正することによって、順々に高い圧力へと標準の拡張を行う方法がある。

気体圧力標準は、光波干渉式標準圧力計によって大気圧付近での有効断面積 $A(p, t)$ を評価したピストン・シリンダから、この方法により拡張して7 MPa まで整備している。使用圧力範囲ごとに複数のピストン・シリンダを用いることで、圧力変形の線形性も確認している。また、複数のピストン・シリンダを、互いに定期的に比較することで、標準の維持、管理をする群管理も行っている。群管理では、圧力範囲の拡張の際の比較校正と同様に、使用圧力範囲の異なるピストン・シリンダ同士の比較校正も行っており、拡張した圧力標準も含めて維持、管理している。7 MPa までの気体圧力標準における群管理の概念図を図10に示す。複数の比較ルートがあるものに関しては、その比較結果の整合性を確認し、より確実な群管理をしている。

この拡張方法では、既存のピストン・シリンダの範囲以上の圧力における有効断面積は外挿により評価する。100 MPa の高圧力まで拡張する場合、ピストン・シリンダの圧力変形は線形性が失われる可能性があるため、不確かさの増加が予想される。

5.2 液体圧力標準と比較する方法

一方、液体圧力標準では標準状態での有効断面積 $A(0, t)$ を気体圧力標準から評価することに加え、圧力変形係数 λ を隙間制御型ピストン・シリンダにより独自に評価している^{15), 35)}。これにより、高圧力下での有効断面

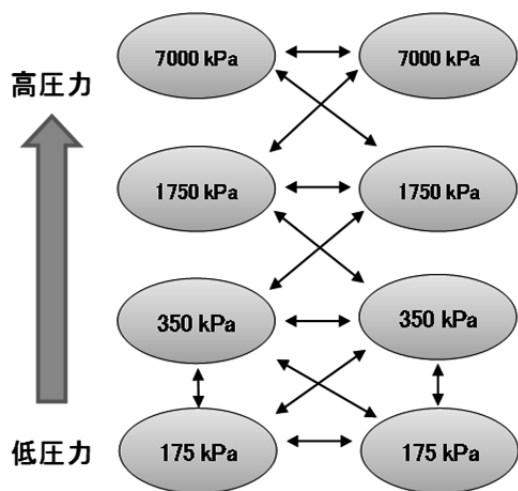


図10 ピストンの群管理の概念図

矢印で繋がれた複数のピストン・シリンダを互いに定期的に比較することで維持、管理をしている。楕円がピストン・シリンダを表し、中の数字は最大発生圧力を表す。

積 $A(p, t_p)$ の不確かさを小さく抑えて、1 GPa まで整備している。100 MPa における相対拡張不確かさ ($k=2$) は、 3.3×10^{-5} であり、また、国際比較によって国際整合性も確認されている^{36), 37)}。

液体圧力と気体圧力を比較することができれば、比較校正で液体圧力標準から気体高圧力用重錘形圧力天びんの有効断面積を評価することができる。しかし、媒体の種類が違う場合は媒体同士が混ざってしまうため単純には比較校正が行えない。そこで、これまでに開発されてきた液体圧力と気体圧力の比較方法について以下に記述する。

5.2.1 差圧計を用いた方法

まず差圧計を用いる方法がある。差圧計により仕切られるため、媒体が混ざることなく気体と液体の圧力差を直接計測することができる。アメリカ (NIST) をはじめ多くの NMI で使用されている方法である³⁸⁾。

差圧計を用いて比較校正する場合は 3.2.2 で述べたように通常、まず差圧計の零点での値を測定し、その後、差圧計の値が先に測定した零点での値に一致するように微小分銅を加えて発生圧力を平衡させる。零点の値を測定するためには、媒体が同じであれば、差圧計の両側を導通することで、高圧力下でも差圧が零の状態を作り出すことができ、零点が確認できる。

しかし、媒体が異なる場合は、差圧計の両側を導通させると気体と液体が混ざってしまうため、導通による高圧下での零点確認ができない。気体、液体とも大気圧に

合わせることで、大気圧下での零点は確認できるが、大気圧下と高圧下では零点が異なる可能性がある。

5.2.2 気体-液体圧力変換槽を用いた方法

気体用重錘形圧力天びんと液体用重錘形圧力天びんの比較を行うための伝統的な方法に気体-液体圧力変換槽を用いる方法がある。

図 11 に、変換槽を用いた比較校正を行うための装置構成を示す。変換槽は、下部から液体を、上部から気体を充填し、それぞれの媒体による圧力を平衡させることで圧力を変換する装置である。槽内にある指示体の先端を基準位置とし、両側の圧力を調整することで、気体と液体の境界面を基準位置に合わせて使用する。変換槽により、液体圧力を気体圧力に、またはその逆に変換することによって同種の圧力媒体同士の比較校正と同じように校正することができる。

変換槽内の境界面が基準位置からずれるとヘッド差により圧力値が変わってしまうため、境界面の位置合わせには注意が必要である。例えばセバケイトの場合、境界面が上下に 1 cm ずれると、圧力は約 90 Pa 変化する。境界面の位置の測定にカメラを使うなどの工夫により、変換槽を用いて高精度に液体圧力と気体圧力を比較する実験も行われている^{39), 40)}が、ピストンの高さや液面の位置を同時に合わせる必要があり、変換槽を用いた比較校正には複雑な手順の操作が必要となる。

また、高圧力下で使用する場合、変換槽内の境界面ではヘンリーの法則により、気体が液体に溶解込み、減圧すると溶解込んでいた気体が液体中から泡となって出現してくる。溶解込む量は圧力にはほぼ比例し、圧力が高くなるほど多くの気体が液体に溶解込む。この現象により、7 MPa までの圧力で校正値に大きなヒステリシスが生じるという報告もされている³⁹⁾。100 MPa では溶解込む気体の量がより多いため、測定結果への影響も大きくなると予想される。

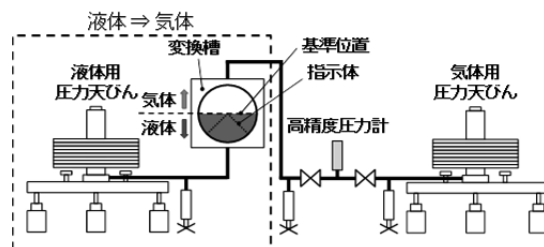


図11 変換槽を用いた比較校正

変換槽により液体圧力を気体圧力に変換し気体同士の比較として、図7の置換比較法を行うことができる。

5.2.3 液体潤滑型重錘形圧力天びん

気体、液体どちらの媒体でも圧力を発生可能であり、さらにどちらの媒体でも同じ有効断面積を使用できる重錘形圧力天びんを気体圧力標準器とする方法がある。液体潤滑型重錘形圧力天びん⁴¹⁾と呼ばれるもので、図12にピストン・シリンダとその周りのハウジング部分を示す。

液体潤滑型重錘形圧力天びんは、ピストン底面下の媒体を入れ換えることにより気体、液体どちらの媒体を用いても圧力を発生可能である。また、シリンダの外側に液槽があることが特徴である。液槽はシリンダ側面に開けられた二つの穴によりピストン・シリンダ間の隙間に繋がっている。ピストン底面下の圧力媒体が気体の場合、ピストン底面に与えられる圧力は液槽内の液体上部にも作用するため、ピストン・シリンダ間の隙間にかかる液体の圧力は、ピストン底面に与えられる気体の圧力と液槽内の液柱の高さによる圧力の和となる。この圧力は、シリンダ下端面においてピストン・シリンダ間の隙間にかかる気体の圧力よりも常に大きくなるので、ピストン・シリンダ間の隙間は常に液体で満たされることになる。液槽内の媒体が枯渇しない限り、ピストン・シリンダ間には液体が満たされるので、有効断面積は圧力媒体が液体の場合と原理的には不変となる。

ピストン・シリンダ間の隙間は、圧力媒体が気体の方が、液体よりも隙間から漏れ出しやすいため、気体用ピストン・シリンダは、液体用よりも隙間が狭い。さらに、高圧力用になるほどピストン径は小さくなり、加工が技術的に困難となるため、気体高圧力を安定に発生するピストン・シリンダを制作するのは難しい。その点、液体潤滑型ピストン・シリンダは、隙間に液体が満たされているため、隙間の広さも液体用と同等でよい。

この重錘形圧力天びんを液体で使用し、液体圧力標準

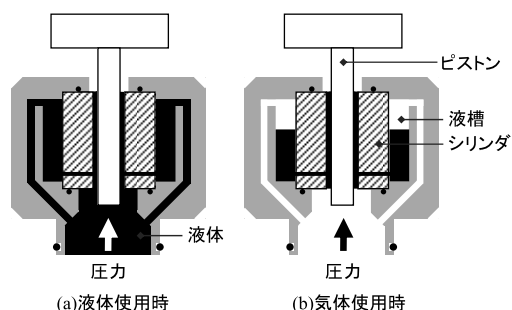


図12 液体潤滑型重錘形圧力天びん

気体使用時もピストン・シリンダの隙間は液体で満たされており、液体と気体の両媒体で使用することができる。

によって有効断面積を評価する。そして、圧力媒体を気体に入れ換えることで気体圧力標準器として使用することができる。

6. NMIJ における取り組み

NMIJ では、産業技術総合研究所中期計画の新エネルギーの開発・利用に資する計量標準の開発の一環として、100 MPa までの気体高圧力標準の研究開発を進めている⁴²⁾。5.2.3 で紹介した液体潤滑型重錘形圧力天びんは、ピストン・シリンダの隙間に液体があり、隙間の広さが液体用と同等なため、加工や取扱いが比較的容易である。また、既存の液体圧力標準により直接有効断面積を評価することで、諸外国と同等の不確かさを目指せると判断したため、NMIJ では、液体潤滑型重錘形圧力天びんを用いた方法を採用して 100 MPa までの開発を進めている。

図13にNMIJの圧力標準の体系を示したように、光波干渉式標準圧力計を基に100 MPaの気体高圧力標準まで拡張される。20 MPa までの気体高圧力標準は、液体潤滑型重錘形圧力天びんを用いた方法により、有効断面積 $A(p, t)$ を評価し、発生圧力の不確かさを評価することで、既に2010年に整備が完了している⁴³⁾(相対拡張不確かさ $(k=2) 2.8 \times 10^{-5}$)。

100 MPa の液体潤滑型ピストン・シリンダについても20 MPa と同様に、液体圧力標準との比較校正により有効断面積の評価を行っている。今後、有効断面積を定期的に評価し、値の再現性や経時変化を評価する。さらに、

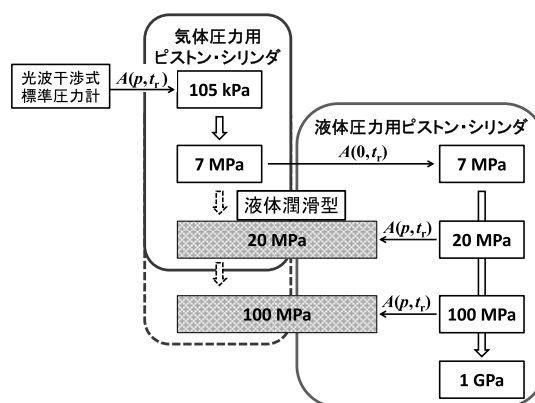


図13 気体高圧力標準の体系図

光波干渉式標準圧力計を基に、重錘形圧力天びんにより範囲や媒体が拡張されている。四角がピストン・シリンダを表し、中の数字は最大発生圧力を表す。

有効断面積の信頼性を確認するため、第5章で述べた気体低圧力から拡張する方法など、複数の方法で有効断面積の確認を行う。

また、ピストン・シリンダの特性評価により、使用方法の最適化や発生圧力の不確かさ評価を行う。発生圧力の不確かさは、液体圧力標準により評価した有効断面積の相対拡張不確かさ ($k=2$) 3.3×10^{-5} が主になる。これに液体潤滑型ピストン・シリンダの気体と液体での特性の違いによる不確かさや被校正器である圧力計由来の不確かさ（再現性や分解能、温度係数など）が加わり、相対拡張不確かさ ($k=2$) 4×10^{-5} 程度が目指せると推定している。

20 MPa までの気体高圧力標準の整備、維持とその校正サービスに使用するために開発した校正システムの概略図を図14に示す。校正システムでは、液体潤滑型重錘形圧力天びんにより発生される正確な圧力を被校正器に与え、その時の被校正器の出力値を発生した圧力値と比較することにより、校正を行う。システムの構成要素は、液体潤滑型重錘形圧力天びん、自動重錘交換器、圧力制御器、ガスブースタ、ガスボンベ、環境測定器、圧力計、空気作動式の定容積バルブ (CVV)、2台のコンピュータである。コンピュータにより装置制御、データ取得が可能であるため、被校正器が通信インターフェイスを有している場合、全自動で校正が実施できるシステムとなっている。このシステムは、一部の装置を100 MPa 対応にすることで100 MPa までの全自動校正が可能となる。

これにより、100 MPa までの気体圧力標準を整備し、社会・産業への供給を開始する。また、国際整合性確保

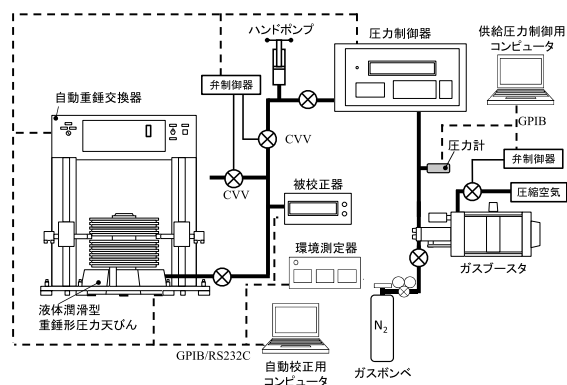


図14 気体高圧力校正システムの概略図

ガスボンベの窒素をガスブースタで昇圧、圧力制御器で調整して、重錘形圧力天びんと被校正器に印加し、校正を行う。

のため、すでに100 MPa までの気体圧力標準を整備している諸外国との国際比較も検討する。

7. まとめ

水素・燃料電池車をはじめとした高圧力気体を利用する産業現場における安全確保や高品質な生産のためには、現場で行われている圧力測定の実験性を確保する必要がある。そのために必要な気体高圧力標準の整備と供給の開始を目的として、圧力計や圧力標準についてまとめ、100 MPa までの気体圧力標準の開発についての調査を行った。

圧力計は大きく4種類に分類でき、それぞれの特徴を生かして利用されており、圧力標準器としては、重錘形圧力天びんが広く用いられている。重錘形圧力天びんは、その有効断面積の評価が重要であるため、その方法について述べた。

ドイツやアメリカでは、100 MPa までの気体圧力標準を既に整備しているが、NMIJの気体圧力標準は現在20 MPa までである。NMIJにおいて100 MPa までの気体高圧力標準を開発するために必要な、気体高圧力用重錘形圧力天びんの有効断面積を評価する方法を調査した。NMIJでは、液体潤滑型重錘形圧力天びんを用いた方法を採用して、気体高圧力標準の開発を現在行っている。今後、100 MPa までの気体高圧力標準を整備し、圧力校正サービスを実施できるよう取り組んでいる。

謝辞

本調査研究を行うにあたり、ご指導・ご助言を頂きました藤井賢一 力学計測科科长、小島時彦 計測・計量標準分野研究企画室室長、小島桃子 主任研究員、梶川宏明 主任研究員、ならびに圧力真空標準研究室の皆様にも深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 資源エネルギー庁：エネルギー基本計画 (<http://www.enecho.meti.go.jp/topics/kihonkeikaku/100618honbun.pdf>)
- 2) 水素・燃料電池ハンドブック編集委員会編：水素・燃料電池ハンドブック（オーム社、2006）
- 3) 小島時彦、小島桃子、梶川宏明：圧力計測の実験性向上と国際相互承認－工業用デジタル圧力計の計量標準体系への応用－, Synthesiology 4-4 (2011) 209-

- 221
- 4) A. Ooiwa, M. Ueki and R. Kaneda: New Mercury Interferometric Baromanometer as the Primary Pressure Standard of Japan, *Metrologia* 30-6 (1994) 565-570
 - 5) JIS B 7547, デジタル圧力計の特性試験方法及び校正方法, (2008)
 - 6) JIS B 7505-1, アネロイド型圧力計－第1部：ブルドン管圧力計, (2007)
 - 7) OIML R 110: Pressure balance, edition 1994 (E), (1994)
 - 8) JIS B7610, 重錘形圧力天びん, (2012)
 - 9) EAL-G26, Calibration of Pressure Balance, (1997)
 - 10) S. Lewis and G. N. Peggs: The Pressure Balance: A Practical Guide to its use, National Physical Laboratory, (1979)
 - 11) B. Fellmuth et al.: The international Boltzmann project – the contribution of the PTB, *C. R. Physique* 10-9 (2009) 828-834
 - 12) J. W. Schmidt et al.: A primary pressure standard at 100 kPa, *Metrologia* 36-6 (1999) 525-529
 - 13) P. L. M. Heydemann and B. E. Welch: Experimental Thermodynamics, Vol II, Part 3, 147, (International Union of Pure and Applied Chemistry, 1975) 147-202
 - 14) T. Kobata, J. W. Schmidt and D. A. Olson: Characterization of a Controlled-Clearance Piston Gauge Using the Heydemann-Welch model, *Trans. of the Society of Instrument and Control Engineers* 39-4 (2003) 349-356
 - 15) H. Kajikawa, K. Ide and T. Kobata: Precise determination of the pressure distortion coefficient of new controlled-clearance piston-cylinders based on the Heydemann-Welch model, *Rev. Sci. Instrum.* 80-9 (2009) 095101
 - 16) R. S. Dadson, R. G. P. Greig and A. Horner: Developments in the Accurate Measurement of High Pressures, *Metrologia* 1-2 (1965) 55-68
 - 17) W. Sabuga et al.: Finite element method used for calculation of the distortion coefficient and associated uncertainty of a PTB 1 GPa pressure balance-EUROMET project 463, *Metrologia* 43-3 (2006) 311-325
 - 18) JIS B7616, 重錘形圧力天びんの使用方法及び校正方法, (2013)
 - 19) T. Kobata and D. A. Olson: Accurate Determination of Equilibrium State between Two Pressure Balances using a Pressure Transducer, *Metrologia* 42-6 (2005) S231-S134
 - 20) P. R. Stuart: Measurement Uncertainties of U-tube Manometers and Pressure Balances, *Metrologia* 30-6 (1994) 727-735
 - 21) 小島時彦：圧力標準の開発・維持・供給と信頼性向上, 熱測定 38-2 (2011) 58-65
 - 22) 小島時彦：圧力標準の整備・拡張と国際整合性の確保, 計測標準と計量管理 56-2 (2006) 44-48
 - 23) M. Kojima, T. Kobata, K. Saito and M. Hirata: Development of small differential pressure standard using double pressure balances, *Metrologia* 42-6 (2005) S227-S230
 - 24) R. Span et al.: A Reference Equation of State for the Thermodynamic Properties of Nitrogen for Temperatures from 63.151 to 1000 K and Pressures to 2200 MPa, *J. Phys. Chem. Ref. Data* 29-6 (2000) 1361-1433
 - 25) ISO/IEC 17025, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories, (2005)
 - 26) NITE website JCSS 校正証明書発行件数 (<http://www.iajapan.nite.go.jp/jcss/pdf/H22-24FY.pdf>)
 - 27) The BIPM key comparison database (<http://kcdb.bipm.org/>), Appendix C
 - 28) NIST website (<http://www.nist.gov/calibrations/pressure.cfm>)
 - 29) The BIPM key comparison database (<http://kcdb.bipm.org/>), Appendix B
 - 30) Report of the 13th meeting to the International Committee for Weights and Measures (2011)
 - 31) M. R. Moldover: Can a Pressure Standard be Based on Capacitance Measurements?, *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.* 103-2 (1998) 167-175
 - 32) M. Moldover et al.: Atomic Standard of Pressure, NIST website (http://www.nist.gov/pml/div685/grp02/atomic_standard.cfm)
 - 33) J. Hendricks et al.: Beyond Mercury Manometers: Are Optically-Based Primary Standards for Realization of the Pascal Within Reach?, *Proc. of XX IMEKO World Congress, Busan, Republic of Korea*, 2012
 - 34) J. Hendricks et al.: A Fundamentally New Way of Realizing Pressure . . . Without Mercury, NIST website (<http://www.nist.gov/pml/div685/realizing-pressure.cfm>)
 - 35) H. Kajikawa, T. Kobata and A. Ooiwa: Features of a New Controlled-clearance Pressure Balance and In Situ Mass Calibration of Its Weights, *Trans. Of the Society of Instrument and Control Engineers* 44-3 (2008) 219-

- 36) W. Sabuga et al.: Final Report on Key Comparison CCM.P-K7 in the range 10 MPa to 100 MPa of hydraulic gauge pressure, *Metrologia* 42-TS (2005) 07005
- 37) T. Kobata et al.: Final Report on Key Comparison APMP.M.P-K7 in hydraulic gauge pressure from 10 MPa to 100 MPa, *Metrologia* 42-TS (2005) 07006
- 38) S. W. Doty: Development of High Pressure (110 MPa) Gas Calibration Service at NIST, Proc. of the 1995 Measurement Science Conference (1995)
- 39) T. Kobata: Improved methods for comparing gas and hydraulic pressure balances, *Metrologia* 46-5 (2009) 591-598
- 40) M. P. Fitzgerald, C. M. Sutton and D. G. Jack: Video-camera-based sensor to measure gas/oil interface heights for pressures up to 17 MPa, *Metrologia* 36-6 (1999) 627-629
- 41) P. Delajoud and M. Girard: A New Piston Gauge to Improve the Definition of High Gas Pressure and to Facilitate the Gas to Oil Transition in a Pressure Calibration Chain, Proc. of International Symposium on Pressure and Vacuum (IMEKO TC16, Beijing, China, 2003) 154-159
- 42) 独立行政法人産業技術総合研究所, 中期計画 (第3期), (2010)
- 43) T. Kobata, M. Kojima, H. Kajikawa and S. Kimura: Calibration System for High Gas Pressure Measuring Devices, Proc. of SICE Annual Conference 2011 (2011) 775-779