

気体圧力計測の標準に関する研究

大 岩 彰

①

気体圧力計測の標準に関する研究

大 岩 彰

目 次

第1章 緒 論	1
1. 1 研究の目的	1
1. 2 研究の背景 (産業界の新たな要求)	1
1. 3 従来技術及びその問題点	2
1. 4 解決すべき技術上の課題	5
1. 5 本研究の特徴	6
1. 6 論文の構成	7
参考文献	8
第2章 新しい光波干渉式標準気圧計	9
2. 1 緒 言	9
2. 2 旧光波干渉式水銀U字管気圧計の問題点とその解決案	10
2. 2. 1 屈折率の補正	10
2. 2. 2 装置の改良	11
2. 3 新しい光波干渉式水銀U字管標準圧力計の測定原理	11
2. 3. 1 水銀柱の高度差の測定方法 (ダブル・2ステージ干渉測長計)	13
2. 3. 2 光路屈折率の補償機構	13
2. 3. 3 レーザ波長の自動補正	13

2. 3. 4	水銀U字管と温度計測	17
2. 3. 5	U字管内水銀の温度測定	17
2. 3. 6	装置の全体構成	17
2. 3. 7	新旧圧力計の比較	21
2. 4	新しい光波干渉式標準圧力計の性能評価と測定不確かさ	21
2. 4. 1	液位差の測定	24
2. 4. 2	水銀密度の評価	26
2. 4. 3	重力加速度	29
2. 4. 4	高度差の補正	29
2. 4. 5	水銀蒸気圧の評価補正	30
2. 4. 6	総合的な不確かさ	30
2. 5	大気圧力標準の国際比較	32
2. 5. 1	国際比較の概要	32
2. 5. 2	国際比較実施方法及び内容	32
2. 5. 3	トランスファ標準器	33
2. 5. 4	日本国圧力標準器	36
2. 5. 5	比較結果	36
2. 6	結 言	42
	参考文献	46

第3章 無回転ピストン安定化機構を用いる次世代ピストン圧力計	48
3.1 緒言	48
3.2 無回転ピストン安定化機構を用いる重錘型圧力計 —シングルテーパ・シリンダの場合—	49
3.2.1 無回転安定化機構	49
3.2.1.1 安定化機構の動作原理	49
3.2.1.2 安定化力の数値計算	52
3.2.2 試作装置	54
3.2.2.1 ピストン・シリンダ部	54
3.2.2.2 重錘懸架部	60
3.2.2.3 ピストン姿勢モニタ部	60
3.2.3 結果	60
3.2.3.1 動作状態	60
3.2.3.2 試作装置の性能	64
3.3 無回転ピストン安定化機構を用いる差動微差圧計 —ダブルテーパ・シリンダの場合—	64
3.3.1 微差圧測定の必要性	64
3.3.2 計測動作原理	68
3.3.2.1 重量補償機構	68
3.3.2.2 無回転ピストン機構	68

3. 3. 3 装置の構造	69
3. 3. 3. 1 ピストンシリンダ部	69
3. 3. 3. 2 等比天秤と電子天秤	69
3. 3. 3. 3 真空チャンバ	69
3. 3. 4 考察	74
3. 3. 4. 1 ガス洩れ	74
3. 3. 4. 2 不確かさの評価	74
3. 4 結言	74
参考文献	77
第4章 レーザ干渉式油マノメータ	78
4. 1 緒言	78
4. 2 液位差の測定原理	79
4. 2. 1 ヘテロダイン干渉法	79
4. 2. 2 液位差測定の主な誤差	81
4. 2. 3 液位差誤差の補償	83
4. 3 液位差測定装置	83
4. 3. 1 装置の概略	83
4. 3. 2 ビート信号の検出と処理	86

4. 3. 3	ダブルU字管と作動液	88
4. 3. 4	液位差誤差を補償する機構の調整	88
4. 4	液位差測定装置の性能	89
4. 4. 1	ゼロ点の安定性	89
4. 4. 2	ゼロ点の履歴特性	92
4. 4. 3	液位差測定の不確かさ	96
4. 5	結 言	96
	参考文献	97
第5章	遠心力を利用した一定微小差圧発生装置	98
5. 1	緒 言	98
5. 2	差圧発生原理	98
5. 3	差圧発生装置の概要	100
5. 4	実験結果	104
5. 5	結 言	108
	参考文献	110
第6章	結 論	111
	謝 辞	114

第1章 緒論

1. 1 研究の目的

本研究の目的は、圧力計測に対する近年の産業界の高度な要求に対応するため、日本における微小圧力から大気圧力にわたる1 Paから120 kPaの範囲の圧力計測標準を確立することにある。1 kPaから120 kPaの範囲については従来技術を発展させてより高精度化した標準を開発する。1 kPa以下の微小圧力については従来確立されていなかった一次標準の確立を初め関連する圧力計測の周辺技術も併せて開発する。

1. 2 研究の背景（産業界の新たな要求）

一般に、全ての圧力範囲で圧力計測器の性能とその要求精度は向上している。その原因は従来の産業分野においては省エネルギーのための工程管理の高度化・緻密化であり、半導体産業などの新産業技術分野においては真空及び微小圧力関連技術の急速な発展である。その中で本研究では、圧力計測全般の基礎となる大気圧領域の計測標準の高精度化から始め、更に、大気圧力以下の低圧力に焦点を合わせて進めている。その理由は、後述するようにこの低圧力を利用する技術が高圧力と比較して発展途上の若い技術分野であり、その原動力となる新たな計測技術の開発と標準の確立が強く要求されていたからである。

産業の従来分野で圧力の計測と制御を必要とするところについて見る。エネルギー関連分野では、発電における高圧蒸気タービンの効率的運転等のために圧力の計測制御は重要である。流体輸送・貯蔵関連分野では、パイプラインやタンク等における流量測定に用いられる。石油精製等の化学プラント関連では、流量制御や反応環境制御に用いられる。また、圧力プレス等の油空圧機械関連分野では、圧力技術は歴史的に主要な部分を占めている。これら分野では、省エネルギー及びコスト削減の要求が近年特に著しく、そのためにより正確かつ精密な計測・制御技術が要求されており、その需要に応じて高機能・高精度を主張する圧力伝送器や圧力センサが多数開発されている。最近では、0.1%以下の精度、10:1のレンジアビリティを持つ伝送器が市場に出てきており、その製品管理のためには0.01%以下の圧力標準器の設備が各製造者及び使用管理者にとつての責務となっている。これは、従来は実験室レベルで行われていた精密計測が産業の現場に入ってきたことを意味し、その現場標準の信頼性を確保するために、標準研究所の計測標準に対する要求はよ

り高精度かつ高度になってきている。

本研究は、先ずこれら従来分野の圧力標準の基礎となり、最も高精度を得られる、大気圧計測標準の高精度化と高機能化を対象としている。具体的には1 kPa から120 kPa をカバーする新型の光波干渉式圧力計の開発に関するものである。

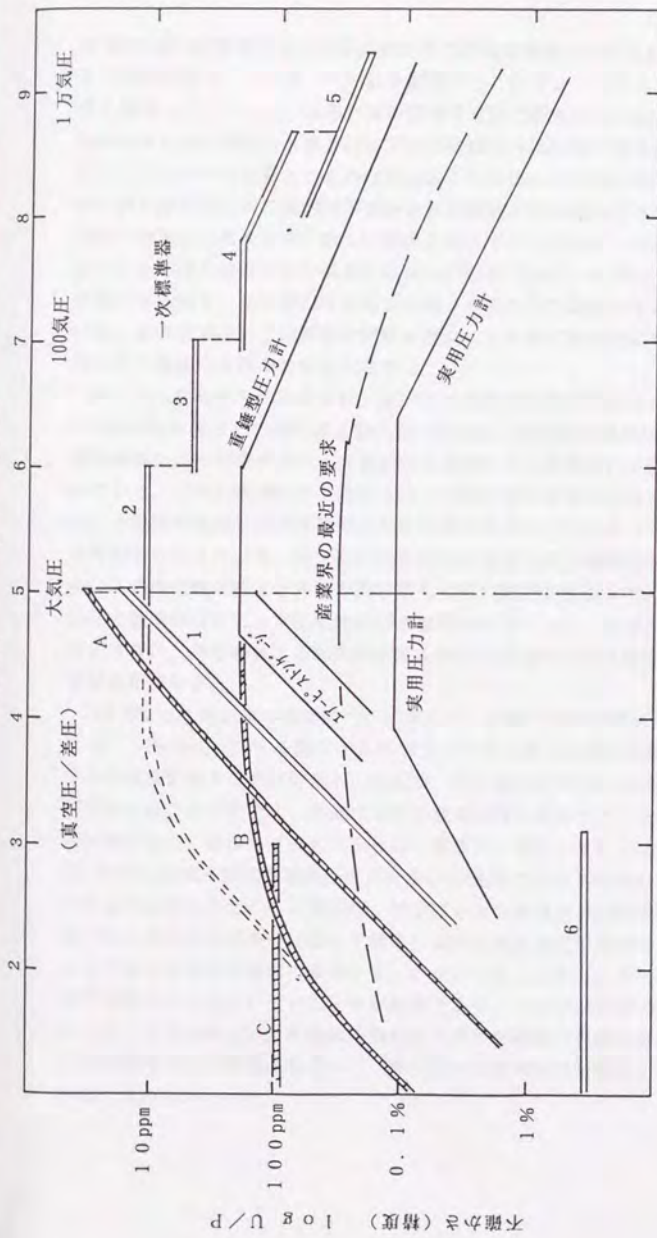
一般に圧力計測の主たる用途は、タンク内等の圧力場のゲージ圧・絶対圧計測と差圧式流量計等のための差圧計測に分けられる。省エネルギーの観点から、反応圧力場はより高圧化し、圧力損失としての差圧はより低圧化する傾向を持つ。そのため、圧力計測の範囲は高低両方向に常に拡大している。計測技術的に見ると困難な問題は低圧側の方が大きい。その理由は、1 kPa 以下の微小圧力分野は従来未開拓であったため、使用に耐える有効な技術や標準機器が開発されていなかったからである。

従来の産業分野に加えて、近年、半導体製造技術の進歩に伴い、真空・微小圧力の精密計測に対する要求が、強くなってきている。製造過程で用いられる気相蒸着やエッチング技術では、反応場や反応ガス流の精密な制御が必要であり、そのために微小圧力の正確な計測が不可欠である。かつては、真空技術では'真空度'という言葉で表されていたように、計測精度は良くて精々数十%程度であったが、半導体製造分野では、%以下の高精度管理を実現できる各種計測・制御技術が必要である。現にその要求に応えられるような計測器が製造・使用されている。更に集積度の高い複雑な素子を製造するためには、より緻密な製造技術を必要とし、結果としてより高精度の計測システムが常に要求されている。また、その圧力範囲は従来の真空標準の確立されていた 1.3×10^{-2} Pa から 0.3 Pa、精度 2% の範囲を越えて上は約 1 kPa まで拡大している。他方、半導体製造技術で欠かせないクリーンルームの管理にも 100 Pa 以下の微小差圧の計測制御が必要技術となっている。

本研究は、次いでこれら新技術分野に応えられるような 1 Pa から 1 kPa までの高精度の計測を実現するための、新たな計測標準となるべき基礎技術を対象としている。具体的には、筆者の考案になる作動ピストン式微小差圧計、及び遠心式一定微小差圧発生装置の発明開発、更に、次世代の低圧力標準となるべきレーザ干渉式油U字管マノメータの開発である。

1. 3 従来の技術及びその問題点

図1-1を用いて説明する。圧力標準の不確かさ(精度)と産業界の必要とする計測精度との関係を圧力範囲にわたって図示したものである。圧力標準の基本は、大気圧領域をカバーする水銀U字管式圧力計である。従来、標準として使用されていたのは、光波干渉式標準気圧計(2号機)であり、測定範囲1 kPa から120 kPa までのその高圧部において最高の精度約7ppmを達成していた。この気圧計は、



- 新たに開発した標準圧力計
- A: 光波干渉式標準圧力計 (3号機) 「第2章」
 - B: 無回転差動ピストン式微差圧計 「第3章」
 - C: レーザ干渉式油マノメータ 「第4章」
- 従来よりある標準圧力計
- 1: 光波干渉式標準圧力計 (2号機)
 - 2: 標準エアピストンゲージ
 - 3: 油圧重錘型圧力計
 - 4: 200 MPa, 500 MPa 重錘型圧力計
 - 5: 1.5 GPa, 2 GPa 重錘型圧力計
 - 6: JIS マクワラウド型真空計

図 1-1 圧力標準とその必要精度

約35年前に計量研究所で世界に先駆けて開発実用化した歴史を持ち、水銀面の検出に白色光のマイケルソン干渉計を適用することにより当時としては画期的な高精度を実現した。その後、世界各国の標準研究所で研究開発が進み、それぞれ光学的、電氣的または音響的な検出方法による高精度の水銀U字管圧力計を次々に開発整備した¹⁾。その中でも優れたものは2 ppm から3 ppm の不確かさを主張しており、光波干渉式標準気圧計の標準の不確かさ及び機能が相対的に劣って来ている。この問題を解決するためには、新しい技術を導入するとともに、液面位置の検出光学系における各種の誤差要因を減少する努力が必要である。しかし、特に、水銀面を反射鏡とする限り、屈折率の計算補正に伴う不確かさは避けがたいものと考えられていた。本研究では、この困難な問題を解決すると伴に各部分に改良を加えてその不確かさと機能の大幅な改善を試みる。

図1-1にも明らかなように、圧力の計測標準の技術状況は、光波干渉式気圧計の100 kPaを境として高压側と低压側で異なる。高压側の標準は複数の重錘型圧力標準機群によって構成され、大気圧から2 GPa (2万気圧)の超高压力まで整備されている。これら標準器の不確かさは、光波干渉式標準気圧計を基にしている。最低圧力範囲の重錘型圧力標準器は光波干渉式標準気圧計によって校正され、高压側に外挿することにより、更に次の圧力範囲の重錘型圧力標準器を校正する基準となる。この様に順次校正と外挿を繰り返して圧力範囲を拡張していく。これらの重錘型圧力標準器群により高压領域の圧力標準が形づくられ、従来から産業界の要求に添えてきた。現在のところ超高压領域を除いて産業界の要求精度と標準との間にはまだ余裕がある。

100 kPaより低压側の標準について見ると、光波干渉式標準気圧計以外には、 1.3×10^{-2} Paから0.3 Paを精度 $\pm 3\%$ でカバーする電子技術総合研究所の標準マクラウド真空計があるだけである。従来は、約1 kPa以下の圧力については産業的に利用されることが少なく、計測に対する要求精度も低かったことから、実用的な管理技術が無く、標準も不十分であった。現実には、図1-1に示されているように、0.3 Paから光波干渉式標準気圧計がどうか使用できる100 Pa付近までは標準と呼べるものはなかった。この領域は、従来は日本工業規格JIS Z8750「真空計校正方法」に示された構造条件に従って制作、操作される校正用基準マクラウド真空計によって使用者自身が個別に確保するしかなかった。しかし、その精度は、JISの規定を正確に守ったとしても $\pm 3\%$ が限度であり、これで産業界の新たな要求に添えて行くことは難しい。半導体産業を初め新たな産業の急激な発展で生じたこの圧力標準体系の穴を早急に塞ぐべく、微小圧力の標準を開発整備することが各分野より強く求められている。

1. 4 解決すべき技術上の課題

光波干渉式標準気圧計については、既述したように屈折率の補正をどの様に高精度に行うかということが課題である。計算（推算）によらずに実測によって補正することが一つの解決方法である。更に言えば、できる限り機構上で補正されれば計算する必要はなくなる。すなわち、マイケルソン干渉計の干渉成立条件、「両光学腕の光学特性を距離、屈折率、分散について一致させることによって干渉縞を得る」、という状態を自動的に実現させれば良いのである。媒質及びその圧力条件の変化するU字管を一方の光学腕に含む干渉計であるから、他方の光学腕の参照鏡も同じ媒質条件の中で移動させられる様にすることができれば、屈折率による補正も分散の差による補正も必要なくなり、更に鮮明な干渉縞を得ることも可能となる。このような光学系を如何に実現するかが本研究の課題となる。

微小圧力の標準については、圧力標準である以上、力学的な圧力の定義に従って、技術的により単純な原理によって標準を実現することが求められる。標準に要求される精度は0.01%から0.1%とこの圧力範囲では従来になく高い。圧力を力学的に変換する要素でこの精度を得られそうなものは少なく、ピストンシリンダ、液柱以外ではダイヤフラム等が考えられるが、検出すべき力が微小であるため、感度の保証されているピストンシリンダ及び液柱を用いて標準技術を開発することが当面の課題となる。

ピストンシリンダは従来より標準圧力計の主要な要素技術として用いられてきたが、その動作原理上、ピストンとシリンダの相対的な回転により隙間における潤滑効果を得ている。また、重量と平衡させる方式で測定できる最低限界圧力はピストンの重量で決まる数キロパスカルであり、それ以下の圧力測定はできない。ピストン重量を補償する試みとして、電子天秤と組み合わせる構造を持つ圧力計が開発されたが、外部モータによりピストンに回転を与えているために常に擾乱があり、1 Pa以下の分解能と安定性を得ることが困難である。そのため、本研究の目的とする1 kPa以下で高精度を得ることは難しい。回転による擾乱をより少なく、または無くすることができれば、計測標準としての可能性がある。筆者は、かねてより無回転ピストンの安定化機構を考案し、これを重錘型圧力計に適用することを提案してきた。電子天秤と組み合わせる微小圧力計はその最適の応用対象と考えられ、これを実現することが課題となる。

一方、液柱を用いて微小圧力を測定することを可能にするには、比重1の媒体を用いる場合で液位差を0.1 μm 以下の精度で測定する必要がある。検出分解能は更に小さく0.01 μm オーダーになるためヘテロダイン・レーザ干渉計を直接液面に適用することを考慮しなければならない。液面の光反射率は数%である上、常に振動していると考えられる。先ず、この光学的に不安定な対象にも適用できる干渉光学

系を開発しなければならない。また、高分解能の干渉計をある程度隔たった位置にあるU字管コラムに適用する場合、U字管及び干渉系の配置の小さな歪みそのまま検出されてしまう危険性がある。このレベルの測定においては、干渉測長技術の問題だけでなく、振動を初め温度変化等の小さな擾乱で信頼性が阻害されるのを如何に避けて安定な測定システムを構成するかが課題となる。

微小圧力計測の技術的な問題点として指摘されるもう一つの重要な点は、如何に安定な微小圧力を作製するかという問題である。標準となる計測方法は一般にU字管等のバランス要素より成り、比較的長い時定数を持つはずであるから、ある程度の時間安定して微小圧力が得られなければ、測定値は求められない。このような問題意識の下に、一定な微小圧力を動的に発生する方法を考案した。これは、回転体とともに動く圧力媒体自身に働く遠心力を利用する原理で差圧を発生し、回転速度に対応した安定な差圧力が得られる特徴を持つ。理論的にはmPaからkPaまでの広い圧力範囲にわたる一定圧力が発生するはずであるが、如何に理論に近い条件を実現できるかが課題となる。もし実現できれば、単なる圧力発生装置としてだけでなく、単独で圧力標準器として使用できる可能性もある。

1. 5 本研究の特徴

大気圧以下での1 Paから120 kPaにわたる範囲の圧力計測標準に関わる研究であり、従来にはない形の圧力技術の開発が中心である。内容は、一次標準器としての超高感度の液柱型圧力計の開発と、実用標準器としての微圧用ピストン式圧力計の開発、更に一定微差圧発生装置の開発に分かれるが、これらは互いに補完する技術でもある。以下の5つの点の特徴として挙げられる。

(1) 気体圧力計測の基本は、大気圧計測である。現実には、全圧力領域で最も高い精度を実現できるのは水銀U字管標準圧力計である。これを基に隣接する圧力範囲の標準器を比較校正することにより外挿して精度を確保する手法が採られる。本研究では、従来は得られなかった高精度を達成することのできる新型の光波干渉式標準圧力計を開発した。その際、従来は避けがたい誤差要因であると考えられていた屈折率の影響を自動的に補正する機構を考案することにより、測定を容易にするとともに大幅な精度の改善を達成した。

(2) 従来の重錘型圧力計ではピストンシリンダのどちらかを回転させて機械的接触摩擦を防いで使用する必要があった。回転は外力によっているため安定度に悪影響があり、重錘が重くなると機構的にも困難が多くなる。本研究では、無回転ピストン安定化機構を利用して回転を必要としない重錘型圧力計を開発した。これは、ピストンシリンダの隙間の形状を工夫して、流体力学的にピストンに自動調心効果を持たせることによって実現した。

(3) 無回転ピストン安定化機構を更に発展させて、差動ピストン式微差圧計を開発した。これにより、従来は大気圧力付近以上でしか使われなかったピストン式圧力計を1 Pa オーダの微圧・低差圧にも適用できるようにした。

(4) 次世代の微圧・微差圧の一次標準器となるべきレーザ干渉式油マノメータを開発した。これは、ナノメートル・オーダの超高分解能測長が可能であるヘテロダイン・レーザ干渉計の技術をU字管の液位差測定に適用し、特殊な差動式位相カウンタを開発試作することにより2 nmの液面位置の検出分解能を実現したものである。更に、温度、振動などの擾乱が精度に影響しないように、ダブルU字管・ダブル干渉計の適用により高安定かつ高精度の液位差測定を可能にし、0.01 μm 以下の短期安定度、0.03 μm の長期安定度を実現した。

(5) 微小差圧を安定に発生する機構を考案し、一定微差圧発生装置を開発した。これは、回転遠心力を利用して、差圧を発生するものである。回転速度を介して発生圧力を制御できるため非常に安定した差圧を発生できる。試作した装置では、1 kPa から1 Pa までの差圧力を発生でき、最低で1 mPa レベルの超微小差圧の発生に成功した。

1. 6 論文の構成

第2章では、開発した新型の光波干渉式標準圧力計について述べる。内容は、高精度化の主要課題である干渉光学系の問題点とその解決法、装置の構成、測定不確かさの評価等についてである。また、国際度量衡委員会の主催で行われた大気圧領域の国際比較に参加した結果についても述べる。

第3章では、無回転ピストン安定化機構を考案し、これを適用して開発した無回転ピストン式重錘型圧力計及び差動無回転ピストン式微差圧計について述べる。先ず、無回転安定化原理について紹介し、開発した無回転ピストン式重錘型圧力計の構造を説明する。また、高感度圧力計を用いた性能評価の結果について述べる。次いで、差動無回転ピストン式微差圧計についてその動作原理、試作装置の構造、不確かさ評価について述べる。

第4章では、レーザ光の液面による直接反射とレーザ・ヘテロダイン技術を用いて従来にない高分解能検出を実現したレーザ干渉式油マノメータについて述べる。内容は、ヘテロダイン干渉法とその液面への適用方法、位相カウンタによる高分解能の実現、高精度を得るための各種補償機構及び装置構成、装置の性能評価、不確かさ評価等である。

第5章では、回転遠心力を利用して差圧を発生する方式を考案し、開発した遠心式一定微差圧発生装置について述べる。内容は、差圧の発生源理、試作した装置の概要、及び実験結果である。

参考文献

- [1] Pavese F. and Molinar GF.: Modern Gas-based Temperature and Pressure Measurements (Plenum)(1992) 280-307.

第2章 新しい光波干渉式標準気圧計⁽¹⁾

2.1 緒言

新型の光波干渉式圧力計の位置づけを明確にするためには、世界各国の標準研究機関における高精度水銀U字管圧力計の開発の歴史について簡単に触れることが必要である。1950年代に熱物理分野から提起されていた「気体温度計の実現」の要請に応えるため、各国の標準研究機関では新しい高精度水銀U字管式圧力計の開発計画が開始された。従来の水銀圧力計では、液面検出を目視によっていたため0.02 mmより良い液位測定は出来なかった。計量研究所においても1956年から研究が開始され、1958年に光波干渉式により従来にない高精度を実現できることが試作装置により証明された⁽²⁾。これは小山により1958年に開催された国際度量衡委員会の第5回温度諮問委員会で報告されている⁽³⁾。同委員会では国際度量衡局(BIPM)のTerrienからも類似した原理による光波干渉式の圧力計を開発していることが紹介された^{(4)・(5)}。

試作装置の実験結果を基にして、2号機の圧力計が1960年代初期に金田等により開発された⁽⁶⁾。2号機の測定不確かさは101.3 kPa (1気圧)の絶対圧力測定に対して0.73 Paと見積もられた⁽⁷⁾。その後、これと別に各国で次々にそれぞれ特徴を持つ高精度の水銀U字管圧力計が開発された。日本でも、1970年代初期に気体温度計のために13 kPa (100 mmHg)以下の圧力を測定できる光波干渉式の圧力計が三井等により開発された⁽⁸⁾。三井の圧力計は参照鏡の位置をレーザ干渉計で測長する方式を採用している。また、フランスのBonhoure等により白色光マイケルソン干渉計を用いる圧力計が開発され、現在でも国際度量衡局(B.I.P.M.)に設置されている⁽⁹⁾。アメリカ国立標準局(NBS)のGuildner等は電気容量による液面検出とゲージブロックによる高さ測定を組み合わせ高精度の圧力計を実現した⁽¹⁰⁾。オーストラリアのHarrison等は、レーザ測長器を直接水銀液面に適用することを試みた⁽¹¹⁾。これは水銀面の振動を嫌うため、除振装置及びキャッツアイを持つ浮き子等の工夫がなされているが、なお水銀面の移動に多大の時間を要している。NB SのHeydemann等は、超音波干渉による液面検出技術を用いて高分解能の圧力計を完成した⁽¹²⁾が、水銀中の音速の測定精度になお問題を残している。これら各国の標準研究機関の圧力計の中で優れたものは、約100 kPa (1気圧)の圧力測定で1 ppmから3 ppmの不確かさを主張している。

今回、新たに水銀式圧力計を開発するに当たり、液面検出方式としてレーザ光の直接干渉計と白色光のマイケルソン干渉計が候補として考えられたが、結果的に白

色光干渉計を用いることとした。その理由は、レーザの直接干渉方式は、干渉縞フリンジの連続計数の必要から極度に振動を嫌い、非常に長い測定時間を要すると考えられたからである。測長技術等については近年発達の著しい光学機器や電子機器、特にレーザ技術等を導入することにより、大幅に機能と精度の改善が期待できる。原則的には白色光のマイケルソン干渉計を液面検出に用い、2号機の持つ問題点を解決して、容易な操作でより高精度を実現できる新型の光波干渉式圧力計を開発することが課題となる。

2. 2 旧光波干渉式水銀U字管気圧計の問題点とその解決策

2. 2. 1 屈折率の補正

解決すべき問題点として最も大きなものである。

【問題点】 水銀液面の検出に用いているマイケルソン干渉計では、分割した二つの光路の一方の光学腕をU字管内の水銀面に、他方を大気中を移動する参照鏡に置いているため、両光路間の屈折率・分散の差による誤差が避けられない。屈折率・分散特性の良く分かっている空気を圧力媒体とすることによって、計算による補正を可能にしているが、光路の温度分布等の評価は十分でなく、補正の精度には限界があった。実際に補正量はゲージ圧100kPaの測定で約 $-270\ \mu\text{m}$ 、絶対圧100kPaの測定で $-39\ \mu\text{m}$ と目標精度の目安 $1\ \mu\text{m}$ に対して不安のある大きさを持っている。実際には、最高精度で屈折率の補正を行うには、常に標準大気からのズレを計測評価しなければならない。また、空気を媒体とするため、水銀面の酸化による汚染が避けられない。

【解決策：屈折率の自動補償機構】 基本的には白色光のマイケルソン干渉計を採用することとした。その理由は、水銀液面の擾乱は避け難く、加圧・減圧の際に速やかに水銀面を上下することが測定の効率上重要と判断したからである。緒言でも触れたようにレーザ光による直接反射による干渉測長を採用している例もあるが、水銀面の乱れによるカウントミスを避けるために多大の時間と努力を強いられているのが実状である⁽¹¹⁾。

そこで光路の屈折率・分散の差による誤差を如何に高精度に補正するかが課題となる。本研究ではマイケルソン干渉計の原理に立ち返ってこの問題を解決した。すなわち、分離された両光路の媒体の光学特性を一致させることができれば、零次の干渉縞が観察されるとき両光路の距離は正しく一致するはずである。具体的には、光路屈折率の補償機構として参照鏡側にもU字管側と同じ光路環境が実現できるように対応するチャンパーを設け、U字管内と同じ環境条件にし、その中を参照鏡が移動するような機構を実現すれば問題は解決する。

2. 2. 2 装置の改良

(1) 測長器

【問題点】 測長に移動台上のスケールを用いているため、台のピッチングとヨーイングの影響を大きく受け、無視できないアッペの誤差を生じる。この誤差の大きさは開発当初は、ブロックゲージとの直接比較により、実測補正されていたが、移動台の真直度及びその特性は長年の使用により変化し、安定ではない。

【解決策：レーザ測長器（2ステージ干渉計）】 測長にレーザ干渉式測長器を用い、水銀面検出用の白色光と測長用のレーザ光の光軸を同一軸上に一致させることによってアッペ (Abbe) の誤差を無視できるレベルにまで下げることが可能になる。これは、白色光のマイケルソン干渉計とレーザ干渉計を組み合わせた2ステージ干渉計とすることができる。

(2) 移動台

【問題点】 検出すべき水銀面は、U字管の高圧側と低圧側の二つがあるが、一つの移動台に両方の参照鏡を設置して、別々に干渉縞を観察検出するために、同時性が無い。確認のため何度も交互に検出する必要から手間と時間を要する。また、圧力に小さな変化がある場合は、何時どの位変化したのかが明確にならないため、誤差が生ずる。

【解決策：差動ダブル干渉計】 この2ステージ干渉測長計を高圧側と低圧側で二つ平行して二つの移動台上に設置することにより差動的に液位差のみを測定することが可能になる。結果として、差動型のダブル・2ステージ干渉計が構成される。

(3) 温度計測

【問題点】 水銀U字管は水槽内に格納されており、水銀の温度はその水温の測定によっている。温度計には当初熱電対が用いられ、その後抵抗温度計に改善された。しかし、水銀U字管の持つ温度分布が明確でないため、水銀密度の決定に重要な温度の不確かさの評価ができない。

【解決策】 水銀U字管には複数本の白金測温抵抗体を埋め込んで水銀温度の測定精度を改善する。

(4) 排気装置

【問題点】 排気に油拡散ポンプを用いているために、水銀の汚染が問題となる。

【解決策】 水銀拡散ポンプと液体窒素の冷却バップルによって充分の排気性能を得ることができる。U字管内の水銀の汚染の心配はなくなる。

2. 3 新しい光波干渉式水銀U字管標準圧力計の測定原理

図2-1に新型圧力計の計測原理をあらわす。装置は、大きく分けて水銀U字管部、真空排気・圧力調整部、及び光波干渉測長部に分かれる。

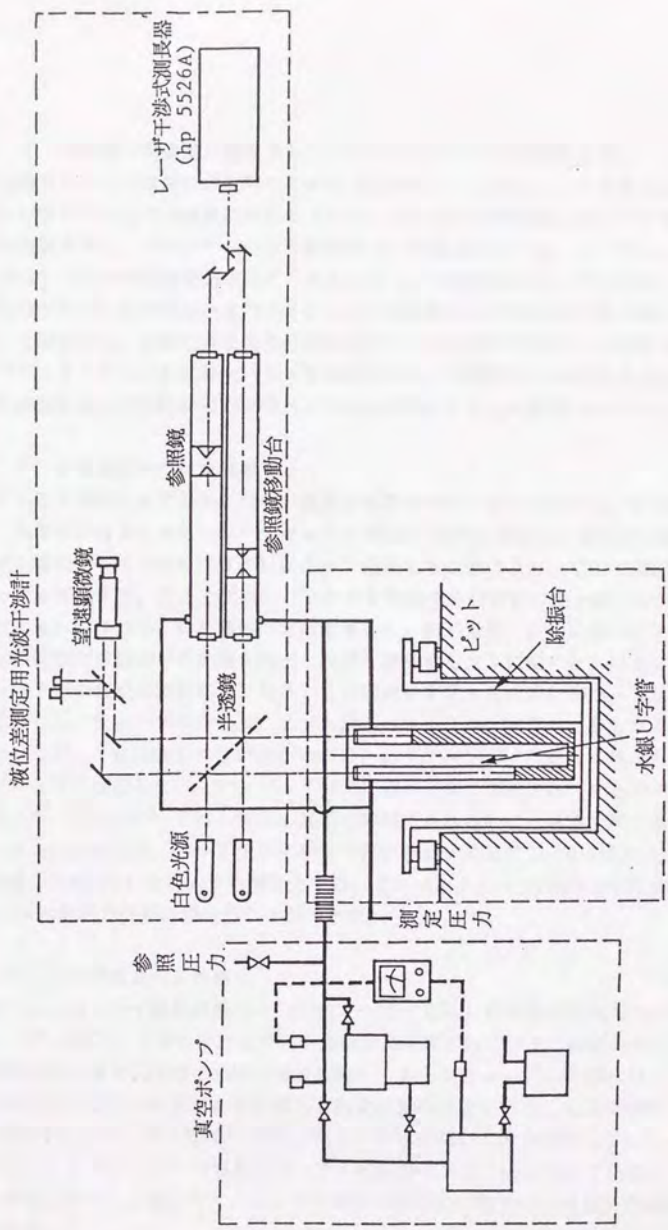


図 2-1 新しい光波干渉式水銀U字管標準圧力計 (ISB-3) の構造概念

2. 3. 1 水銀柱の高度差の測定方法 (ダブル・2ステージ干渉測長計)

液位差測定の中心的な部分は並列したふたつの白色光マイケルソン干渉計であり、それぞれU字管のふたつの液柱に対応している。それぞれの参照鏡にはコーナキューブと平面鏡を用い、コーナキューブが移動台上に設置されている。コーナキューブの位置はレーザ干渉式測長器 (HP-5526A) で測定される。すなわち、液位差測定のためにふたつの白色光のマイケルソン干渉計がU字管の高压側と低压側で平行して配置され、両者の参照鏡の位置の差をレーザ干渉計で測定する構造である。ダブル・2ステージ干渉計というべき構成である。干渉計などの光学系は本圧力計用に特別に造られた鋳物製の光学ベンチ上に移動台とともに配置されている。

2. 3. 2 光路屈折率の補償機構

図2-2に水銀柱に対するふたつの白色光干渉系の中の一方を図示する。この設計では、光学移動台上にふたつコーナキューブ CC1 と CC2 を配置し、移動台と筒の間をゴム製のシール (ベロフラム) によって密閉することにより、CC1 の側にチャンバPを形成する。ここでチャンバPの中を対応するU字管の中と同一の状態に維持する。すなわち、同じ種類の気体を導入し、同じ温度、圧力に保つことにする。この状態で移動台が干渉縞を検出しながら追従するように動くと、U字管側とチャンバP側の移動距離が同じになる。この原理を実現するために図2-3に示す構造とした。チャンバのシールにはゴム製のペロー (ベロフラム、藤倉ゴム商標) を用いたが、これは弛んではいけないうえ、必ずチャンバに対して外から加圧して用いなければならない。チャンバVは大気側から常に加圧されているので簡単であるが、チャンバPは大気圧に対して加減圧されるために、単独で用いることができない。そこで、ベロフラムをふたつ背中合わせに配置し、その間に加圧ガス (窒素、400 kPa) を導入する構造とする。これによりチャンバP内の圧力は0~300 kPaの範囲で任意に変えることができる。

2. 3. 3 レーザ波長の自動補正

移動台の上にはレーザ測長器用のコーナキューブ (CC2) が水銀面検出用のコーナキューブ (CC1) と背中合わせに同一光軸上に配置されている。移動台上の干渉光学系は高压側と低压側で同様の構造を持ち、コーナキューブ CC2 側にはレーザ干渉測長器の2ビームがそれぞれ導入され変位差の測定を行う。CC2 の側も CC1 と同様にチャンバが形成してあり、ベロフラムを用いて大気に対してシールされている。このチャンバVは専用のロータリ式真空ポンプで排気されているため、屈折率補正を行う必要がなく、レーザ干渉計の波長には真空中の波長がそのまま使用できる。

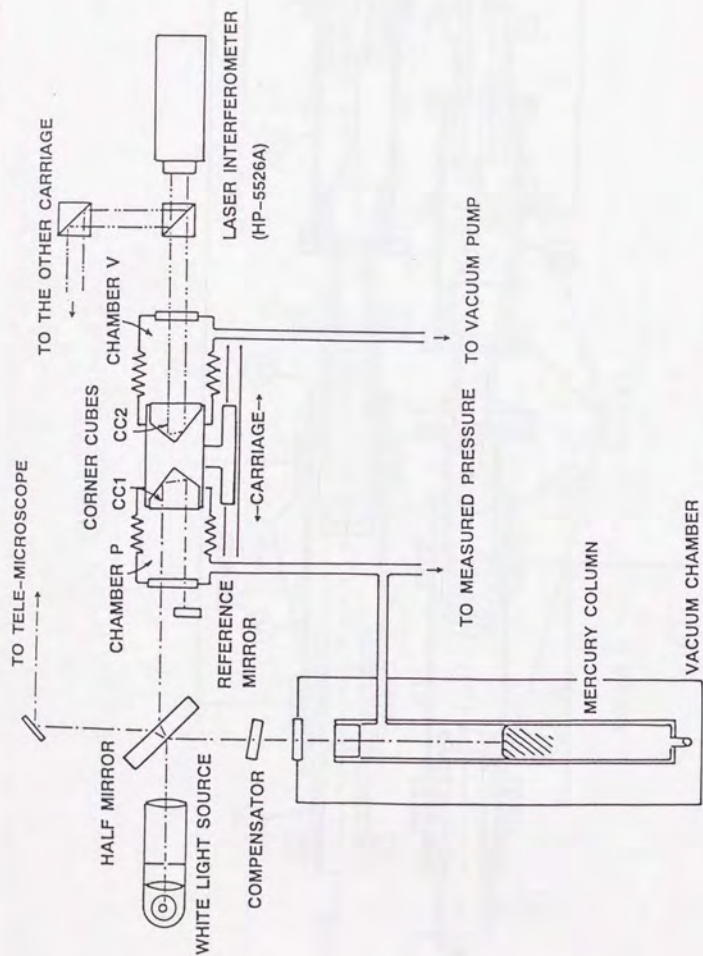


図 2-2 屈折率の誤差を自動補正する機構

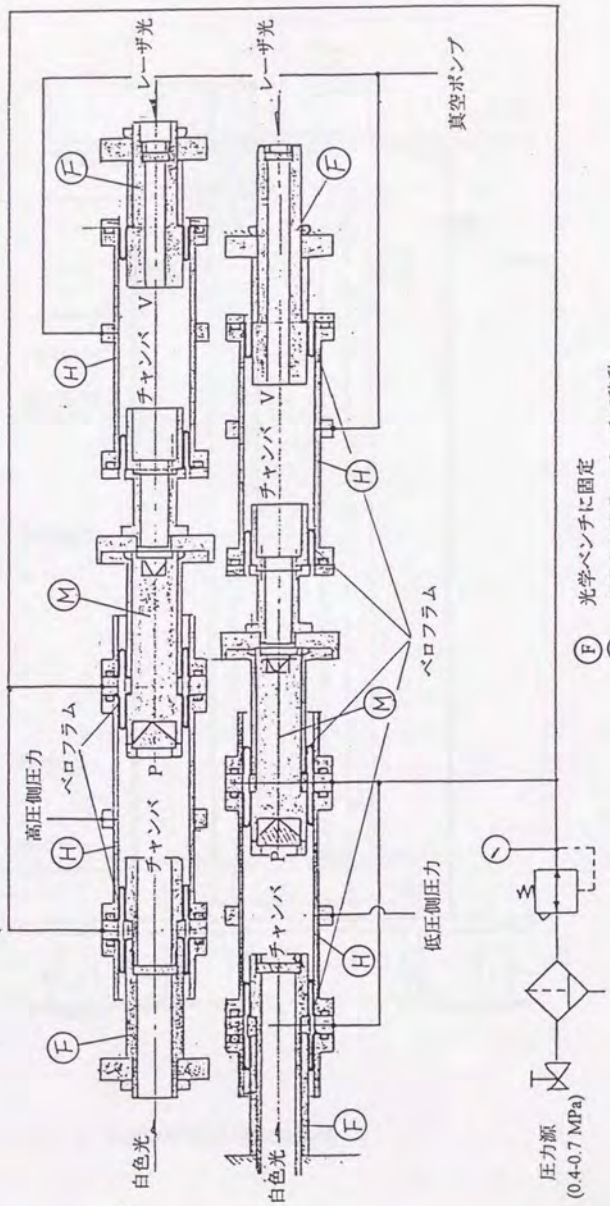


図 2-3 光波干渉式圧力計の移動台チャンバの構造

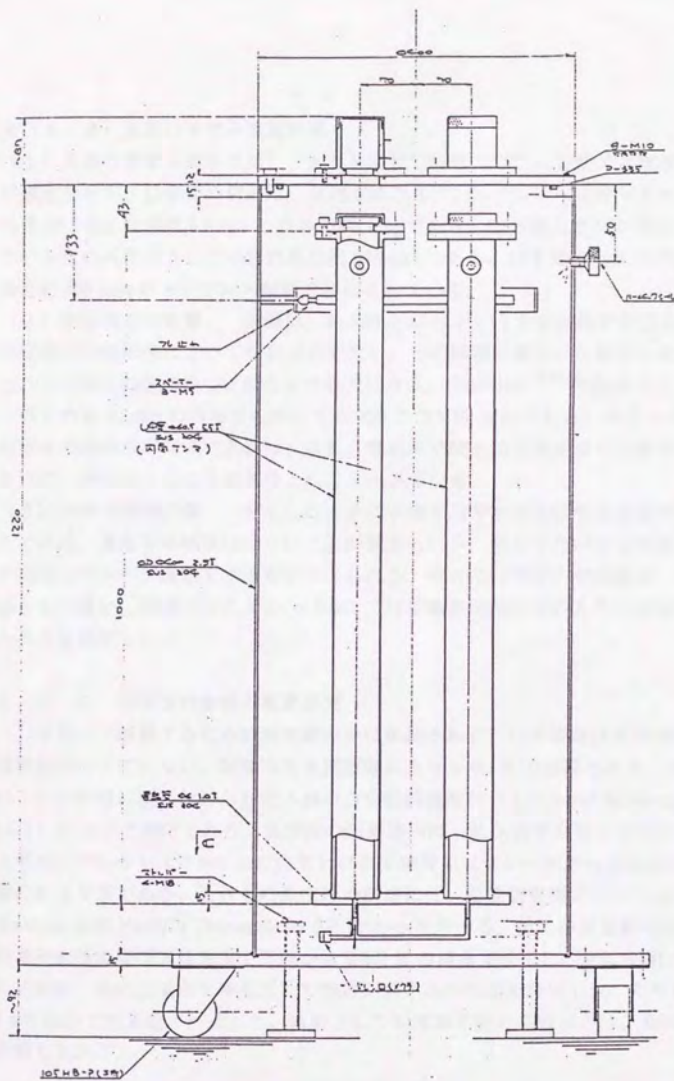


図 2-4 水銀U字管及び真空断熱槽

2. 3. 4 水銀U字管と温度計測

(1) 水銀U字管の形状寸法 図2-4にU字管及びこれを納める真空断熱容器の構造を示す。U字管の材質は、SUS 304のステンレススチール管であり、寸法は内径49.5 mmで肉厚5.5 mm、長さ1000 mmである。圧力導入管が上部に着けられているため水銀柱としての有効長は約900 mmである。U字管の下部は内径4 mm、長さ約230 mmのステンレス細管で連結されている。

(2) 表面張力の影響 水銀は、約450 dyn/cmという大きな表面張力を持つため管壁との接触角によって面形状が変化し、その影響が面レベル変位となって現れる。この変位は接触角180度のとき最大になり、Blaisdell⁽¹²⁾の報告をもとに計算すると内径50 mmの円筒管の場合その大きさは0.02 μ mである。ふたつの管内の水銀面の接触角が同様であれば、また、零点測定時と加圧測定時で同様の面形状であれば、表面張力による誤差はこれより小さくなる。

(3) 水銀の振動現象 加圧したときに水銀が速やかに対応する位置に移動するためには、連結管の抵抗は小さいことが望ましいが、余り小さいとU字管内の水銀が振動してシーソー運動をする事が考えられる。そこでU字管内の水銀を一つの振動系として扱い、減衰ファクタ $\zeta = 0.811$ でほぼ臨界制動になるように連結管の内径と長さを選択した。

2. 3. 5 U字管内水銀の温度測定

U字管は、断熱するために真空槽の中に格納される。U字管及び真空槽に対して温度制御はしていない。室温は空気調整機により ± 0.1 Kで制御される。水銀温度は、U字管壁に張り付けられた3個の白金抵抗温度計(Leeds and Northrup社製No. 1872)によって測定される。温度計の配置場所は、低圧側管のゼロレベルの位置とゼロレベルから350 mm上の位置及び高圧側管のゼロレベルから350 mm下の位置の計3カ所である。これらの温度計の測定には、温度測定用ブリッジ(Leeds and Northrup社製No.8079 Thermometer ER Bridge)を用いる。全ての温度計は装着前に計量研究所温度標準研究室で不確かさ0.001 Kの精度で校正し、更に使用ブリッジに装着後、水の三重点セルを用いて測定システムの性能を評価した。その結果、1 mK以内で校正値と一致した。結果として温度測定値の不確かさは、0.0015 Kと見積もられる。

2. 3. 6 装置の全体構成

図2-5に装置の排気部と配管系を示す。真空排気ポンプには水銀拡散ポンプを用い、水銀の汚染の可能性を極力小さくした。実際の配管には、更に圧力調整のためのバルブシステムが加わる。また、図2-6にU字管と測長部の具体的な構造を

26	0-10% 継手	SUS 304
21	0-10% 継手	SUS 304
22	7A377L 継手	SUS 304
21	7A377L 継手	SUS 304
20	7A377L 継手	SUS 304
19	10A 継手	L-125
18	真空排気バルブ	
17	シリンダ用バルブ	
16	10-10% 継手	
15	真空排気バルブ	
14	7L 継手	SUS 304
13	真空排気バルブ	SUS 304
12	10-10% 継手	SUS 304
11	シリンダ用バルブ	SUS 304
10	真空排気バルブ	SUS 304
9	真空排気バルブ	SUS 304
8	10-10% 継手	
7	10-10% 継手	
6	10A 継手	LV2B
5	10A 継手	1
4	真空排気バルブ	EDH-2
3	真空排気バルブ	
2	10A 継手	LV2B
1	10-10% 継手	EDH-2
品番	品名	材料

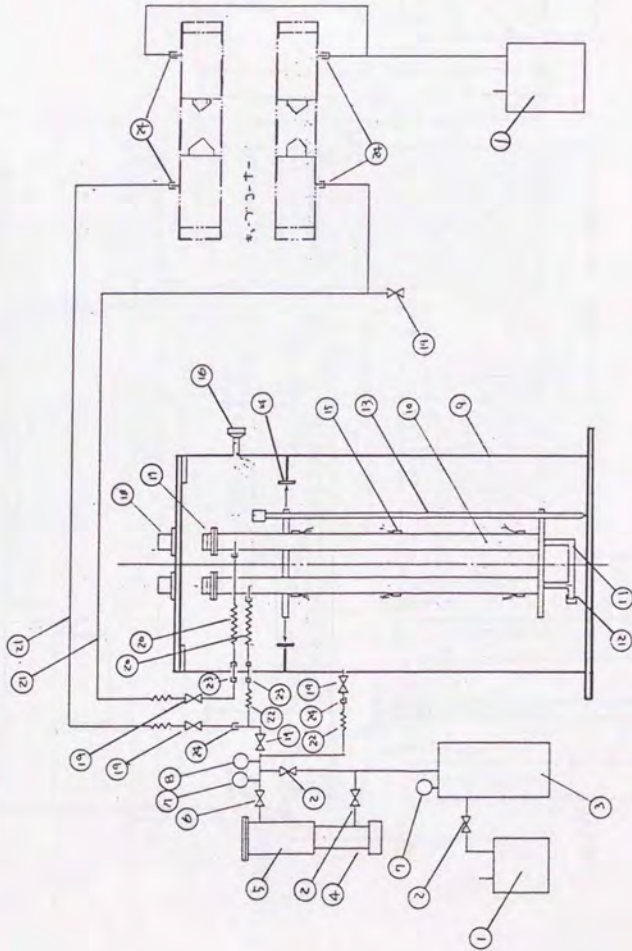


図 2-5 真空排気系及び高圧配管系

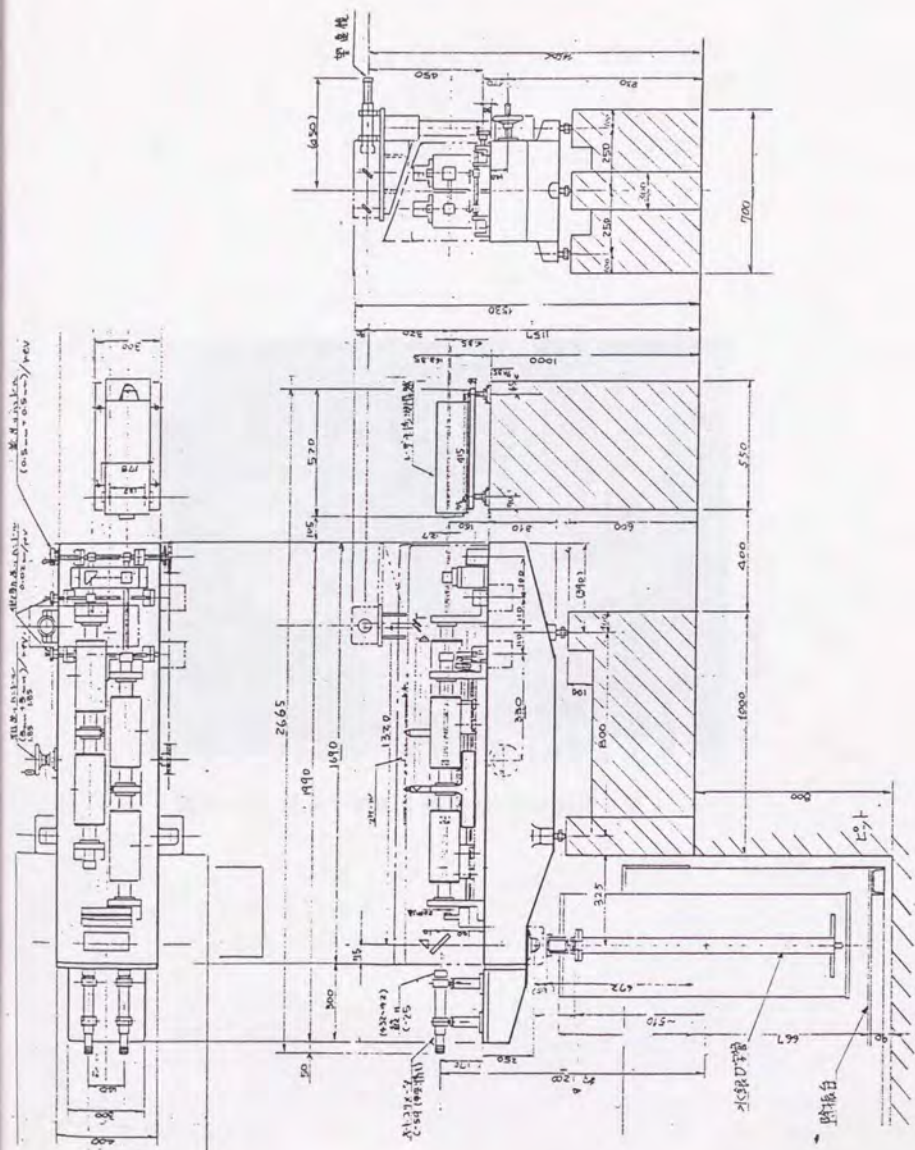


図 2-6 光波干渉式標準圧力計 (ISB-3) の測長部の構造

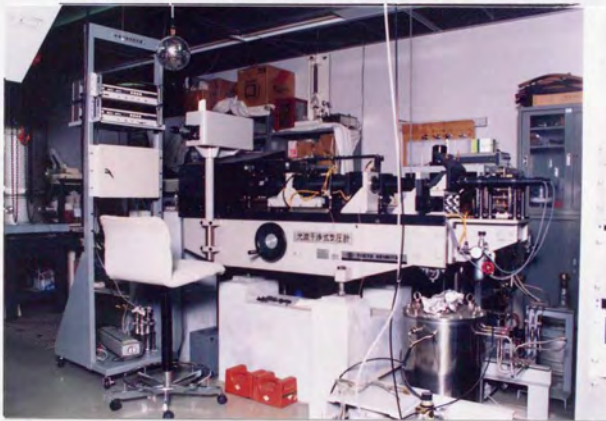


図 2 - 7 光波干渉式標準圧力計 (ISB-3) の外観

を示す。マイケルソン干渉計では望遠顕微鏡で干渉縞を観測する場合、焦点面を液面上に合わせなくてはならない。ところが液面は移動するためその度に焦点を合わせ直す必要がある。そこで本装置では、移動台上に反射鏡を設置して干渉後の光路上に配置することにより、望遠鏡から水銀面（正しくは参照鏡面）までの距離が常に一定になるようにしてある。図2-7に装置の外観を示す。

2. 3. 7 新旧圧力計の比較

新旧圧力計（ISB-2とISB-3）の動作原理と構造の特徴についての比較対照を表2-1に示す。新型の圧力計の基本原理解である水銀メニスカスの位置測定の手法は、ISB-2と同じ白色光によるマイケルソン干渉計である。旧型の誤差原因の主要な部分を占めていた液位差測定と温度測定の精度を大幅に改善し、それぞれ2分の1及び5分の1に減少させた。そのために、干渉計における分散及び屈折率の補正方法を計算によるものから原理的に誤差にならない自動補償方法に変え、同時に、測長にスケールを用いていたものをレーザ干渉測長器に変えた。これにより、従来は光学的性質（分散、屈折率）の充分に知れている気体である空気しか圧力媒体に用いることが出来なかったものが、任意の不活性気体を用いることが出来るようになった。また、水銀U字管の温度計測に用いる温度計を熱電対からより分解能、安定度の高い白金抵抗温度計（複数）に変え、より信頼性を高めた。

2. 4 新しい光波干渉式標準圧力計の性能評価と測定不確かさ

液柱U字管圧力計の測定原理は、従来から良く知られている次式で表される。

$$P = \rho \times g_L \times h + P_0 \quad (2-1)$$

ここで、 P 及び P_0 はU字管中の両水銀面上における圧力である。 ρ は作動液体の密度、 g_L は測定点の重力加速度、 h は液位差である。

表2-2に新型の圧力計（ISB-3）の 1σ レベルにおける不確かさ収支表を示す。不確かさの要因として挙げられているのは、2. 3節で述べた原理上の理想的な状態と実際の状態との差によるものである。最終的な圧力測定値の精度に影響を与える要素は、装置そのものの性能に起因するものとしては、水銀U字管の液位差測定と水銀の温度測定がある。それ以外に、水銀密度の標準値の選定、設置地点の重力加速度測定、雰囲気環境測定、及び圧力調整導入等に付随する高度差補正、安定度評価などがある。本圧力計の不確かさ評価について各項目毎に検討する。

表 2-1 新旧の光波干渉式標準圧力計（ISB-2とISB-3）の原理・構造の対照

項目	新標準圧力計 (ISB-3)	旧標準圧力計 (ISB-2)
共通点：		
動作原理	水銀U字管	水銀U字管
液面検出	マイケルソン干渉計	マイケルソン干渉計
光源	白色光	白色光
相違点：		
長さ測定	レーザ干渉式測長器	線尺
屈折率補正	自動補正	計算
圧力媒体	窒素などの不活性気体	空気
U字管格納器	真空容器	水槽
温度測定	白金抵抗測温体	熱電対
除振	空気ダンパー除振台	なし

表2-2 新光波干渉式標準圧力計 (ISB-3) の1σで表示する不確かさ

不確かさの原因	タイプA*	タイプB*
圧力比例項:	不確かさ U [Pa] × 10 ⁶ / P	
(1) 長さ測定		
光学的調整誤差		0.13
分散補正	0.69	
レーザ周波数		0.006
レーザ波長	0.37	
(2) 水銀密度		
温度測定	0.9 (5mK)	
基準値からの偏差		2.0 >
(3) 重力加速度		0.15
(4) 高度差補正	0.18	
非圧力比例項:	不確かさ U [Pa]	
(1) 長さ測定		
位置検出	0.06	
分散補正	0.10	
移動台温度	0.05	
移動台真直度		0.04
(4) 高度差補正	0.02	
(5) 水銀蒸気圧力		0.03 (絶対圧測定)
圧力P測定時の不確かさ		
Type A (1.2·10 ⁻⁶ P/Pa <+> 0.13) Pa	--- 絶対圧及びゲージ圧測定	
Type B (2.02·10 ⁻⁶ P/Pa <+> 0.05) Pa	--- 絶対圧	
Type B (2.02·10 ⁻⁶ P/Pa <+> 0.04) Pa	--- ゲージ圧	

* 「計測の不確かさの表記方法 (Guide to the expression of uncertainty in measurement)」
 による分類
 <+> 2乗和の平方

2. 4. 1 液位差の測定

液位差の測定の精度は、直接そのまま測定圧力値に影響する。液面の位置検出には白色光によるマイケルソン干渉計を用いる。干渉計による測長における注意点は、光学的な距離と幾何学的な距離が必ずしも一致しないことである。特に白色光のマイケルソン干渉計では、鮮明な干渉縞を得るためには距離だけでなく分離した2光路の分散特性も一致させる必要がある。また、旧光波干渉式圧力計のように圧力の差によって異なる屈折率を持つ2光路間で干渉測長を行う場合、光路長を幾何学長に換算するとき用いる屈折率には群波屈折率を用いなければならない^{(8), (14)}。気体の中でこの群波屈折率を正確に求められるほど光学特性の調べられているものは空気がないため、旧標準圧力計では、圧力媒体に空気が用いることができなかった。また、補正量はゲージ圧100 kPaの測定で約 $-270 \mu\text{m}$ 、絶対圧100 kPaの測定で $-39 \mu\text{m}$ と厳密な評価を行っても不安の残る大きさである。新型の圧力計ではマイケルソン干渉計の両光路の光学的特性を同じになる様に調整できるためこの様な屈折率補正は必要としない。圧力媒体は水銀に対して安定であれば任意に選ぶことが可能である。また、分散が一致しているので干渉縞の鮮明度が良く、ゼロ次の縞の同定が容易で液面検出精度も向上している。しかし、完全に光路媒体が一致しているわけではないので、その差を測定評価して二次的な補正を加える必要がある。更にまた、光軸が完全に調整されているわけではないので、その誤差も評価して不確かさの最大値を見積もる必要がある。

(1) 光学系の調整誤差

光学系の調整による不確かさは、本来平行であるべき白色光、レーザ光、移動台のスライド、の方向のズレに起因する。これらの角度の違いは、調整時の精度評価及びコーナキューブ等の光学素子の精度から推算して $2 \times 10^{-4} \text{ rad}$ 以内と考えられる。この誤差はより高精度の光学素子を用いることにより $1 \times 10^{-4} \text{ rad}$ まで改善することが可能である。

マイケルソン干渉計の原理に従えば、白色光の光軸方向は、干渉縞が正しく視察できる限りは、液面に垂直入射している必要はない⁽¹⁴⁾。しかし、参照鏡側に移動コーナキューブを組み込み、更に後で述べるように白色光の光軸をレーザ光の光軸調整の基準にも用いていることから、正確に垂直入射するように調整する必要がある。光軸調整の手順は次のようにする。先ず、高圧側と低圧側のふたつのコリメータの光軸を移動台の方向に合わせ、移動ストローク約250 mmに対して $\pm 0.2 \text{ mm}$ ($8 \times 10^{-4} \text{ rad}$)以内にズレを抑える。このズレは直接誤差にはつながらない。次いで、半透鏡の方向を調整して水銀面からの反射光が正確にコリメータ光源に戻ってくるようにする。ピンホール面を視測することによりこの精度は2400 mmに対して $\pm 0.1 \text{ mm}$ ($4 \times 10^{-5} \text{ rad}$)以内にできる。更に、参照鏡の方向を調整して、

干渉縞が見えるようにする。直径 20 mm 程の視野の中で干渉縞が 4、5 本程度 (6×10^{-5} rad) の状態にする。これで白色光干渉計の調整ができる。

次にレーザ干渉測長計の光軸と白色光マイケルソン干渉計に光軸を一致させる。そのために平行度 10 秒 (5×10^{-5} rad) 以内の平行プリズムを用いレーザ光を平行移動させ、参照鏡にあたるようにして調整する。約 3 m の光路で ± 0.2 mm (7×10^{-5} rad) 以内の調整が可能である。

以上の調整により、レーザ光は、半透鏡でつくられた仮想水銀面に対して 10^{-4} rad 以内で垂直入射していることが保証される。実際には、コーナキューブ等の光学素子の精度が影響する。光学素子の面角度の精度は約 5×10^{-5} rad (10 秒) である。

(2) 屈折率による誤差

屈折率の補正については 2.3.2 に概要を述べたが、その不確かさの原因はマイケルソン干渉計の二つの光路である U 字管内とチャンバ P 内の媒質の光学的な状態の差によって生じる。チャンバ内の光路長の差と温度の差はそれぞれ 1 mm と 0.1 K の不確かさで測定されており、補正がなされている。両者の圧力差が最も大きな誤差要因である。干渉縞を検出する時には、U 字管とチャンバの間を繋ぐバルブは閉じている。これは、バルブを開けておくと移動台の微小な動きでもチャンバの体積が変わり U 字管内の圧力に影響を与えるからである。また、チャンバのシールに用いているペロフラムからの漏れが避けられない。この漏れによるチャンバ内の圧力の変化が補正の精度に最大の影響を与えている。干渉縞の観測に要する時間は一般に 10 ~ 20 分であり、その間にチャンバ内の圧力が変化し結果として U 字管内の圧力との間に最大で 500 Pa の差を生じる。この大きさは、屈折率の二次補正の不確かさとして 0.69 ppm に相当する。もし漏れを少なくできれば、圧力差による屈折率誤差の影響は小さくできる。

(3) レーザ光源の周波数の誤差

長さ測定用の He-Ne レーザ (HP-5500C) 光源は、縦ゼーマン効果を利用する周波数安定化機能がついている。この周波数の安定度を調べるために、当所の標準で 10^{-9} 以下の不確かさを持つ沃素安定化 He-Ne レーザとの比較測定を行った。その結果、周波数の変動は 2×10^{-8} 以内であった。また、周波数の値は、473 612 186.1 MHz (真空中の波長で 0.632 991 436 μ m) であった。

(4) レーザの波長の補正

移動台の移動距離はレーザ干渉計で測定される。2.3.2 節で述べたように移動台に取り付けたコーナキューブは真空チャンバ V の中にあり、光路差はチャンバ内で

計測されるから、充分の真空度が保たれていればレーザー光の波長は上記の真空中の値を用いれば良い。実際には、シールであるベロフラムを通してのリークにより約 20 Pa の残圧があり、その分を測定して補正している。補正量は約 -0.5 ppm である。

(5) 液面検出の不確かさ

水銀の液面検出の測定の不確かさは、ゼロ点の検出再現性と標準偏差から計算される。一連の測定は常にゼロ基準点の測定から出発して、加圧点の測定の後またゼロ基準点に戻って測定する。すなわちゼロ点は 2 回に付き加圧測定点は 1 回である。ゼロ点の検出再現性は $0.3 \mu\text{m}$ 以内である。加圧測定点における液面の検出は圧力の安定度に左右されるが、ゼロ点の検出再現性から推算して $0.4 \mu\text{m}$ の不確かさで検出可能である。液位差は両者の差として計算されるからその不確かさは $0.5 \mu\text{m}$ と評価される。

(6) 移動台の温度と移動真直度による不確かさ

移動台の温度偏差によってふたつのコーナキューブ CC1 と CC2 の距離（実効長約 200 mm）が変化する。参照鏡移動台は高压側と低压側が平行に設置されており両者の偏差の差が誤差として測長結果にあらわれる。

a. 温度差による不確かさ

ふたつの移動台の温度は熱電対温度計で測定評価されその偏差は 0.1 K 以内であることが確かめられている。この測長誤差への影響は、約 $0.3 \mu\text{m}$ に相当する。

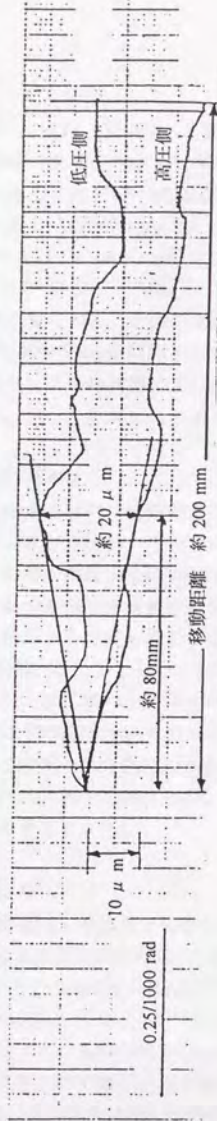
b. 真直度による不確かさ

測長における Abbe の誤差を小さくするために白色光干渉計の光軸とレーザー干渉計の光軸は 10^{-4} rad 以内で一致しているため移動台の移動に伴うピッチングとヨーイングに起因する誤差は小さいものであるが、チャンバ P とチャンバ V の間にかかる差圧によって移動台には力がかかり系統的な誤差が発生することが予想される。ふたつの移動台の位置関係は一意に決まるから対応する位置での両者の傾きの差を評価すれば良い。図 2-8 に真直度測定器によって測定したふたつの移動台の真直度の差を示す。傾きの差は 3×10^{-4} rad を越えないことが確かめられた。また、コーナキューブ CC1 と CC2 の軸ズレの大きさは最大で 1 mm 以内であるから。測長誤差は $0.3 \mu\text{m}$ 以内である。これは、0.04 Pa に相当する。

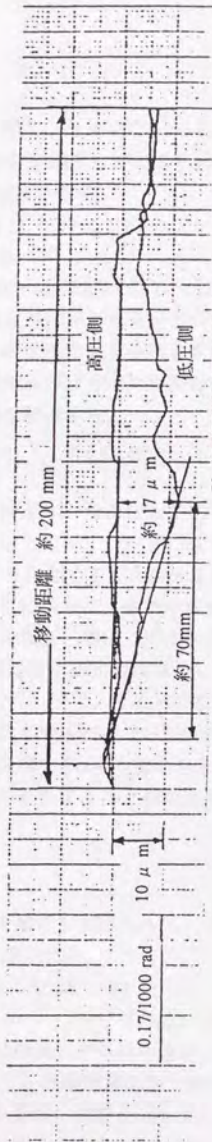
2. 4. 2 水銀密度の評価

常温常圧付近における水銀密度 ρ_M は、次の式 (2-2) で表される。

$$\rho_M = \rho_{M20} \cdot \{1 - \alpha_{20} (T - 20)\} \cdot \{1 + \beta_{20} (P_{av} - P_{ATM})\} \quad (2-2)$$



(a) 垂直方向 (ピッチング)



(b) 水平方向 (ヨーイング)

図 2-8 移動台進捗度の測定結果

ここで、 ρ_{M20} 、 α_{20} 、 β_{20} は、それぞれ20℃、1気圧における水銀の密度、熱膨張係数、圧縮率である。本水銀U字管圧力計で採用しているそれぞれの値を以下に示す。但し、温度TはIPTS-68による測定値である。

$$\rho_{M20} = 13\,545.867 \text{ kg/m}^3, \quad (\text{Cook}^{(16)} \text{ }^{(17)} \text{による}) \quad (2-3)$$

$$\alpha_{20} = 1.811 \times 10^{-4} \text{ 1/K}, \quad (\text{Beattie}^{(18)} \text{による})$$

$$\beta_{20} = 3.9 \times 10^{-11} \text{ 1/Pa}, \quad (\text{Grindley and Lind}^{(19)} \text{による})$$

これらの数値を見て解ることは、水銀の温度評価が最も大きな問題であり、1 ppmの密度変化が約5.5 mKに相当する。水銀柱内の温度分布も5 mK程度以内に抑える必要があり、これを実現するには分解能及び安定度に優れた白金抵抗温度計が不可欠である。以下、それぞれの値の根拠を説明する。

(1) 水銀密度の標準値

U字管内に充填する前に、水銀は希硝酸水溶液ついで蒸留水で洗浄された後、真空三段蒸留により精製された。この水銀は真空に引いたU字管にフィルターを介して充填された。水銀の密度を ppm の不確かさで実測することは大変に難しいことなので、この水銀の正確な密度値は測定されていないが、水銀密度値としては、今までに得られた値のうち最も確からしい値である、前出の式(2-3)のCookの密度値^{(16)・(17)}を用いることとした。素性の異なる水銀の密度値及びCookの水銀からの違いについては、幾つかの報告がある^{(19)・(20)}。それらのなかで主張する不確かさが1 ppm以下の値について調べると、最も大きい差で-1.8 ppmであった。そこで、然るべく精製された未知の水銀の密度値もCookの値から2 ppm以内にあることが予想される。後でも触れるが、本圧力計の精度に水銀の密度値の不確かさが最も大きな寄与をしている。

(2) 熱膨張と圧縮

最終的な水銀密度は、熱膨張と圧縮の影響を補正して得られる。水銀の熱膨張率はBeattie等⁽¹⁸⁾による値 $1.811 \times 10^{-4} \text{ K}^{-1}$ を用いた。

圧縮係数としては、GrindleyとLind⁽¹⁹⁾による値 $3.9 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$ を用いた。不確かさはそれぞれ $0.1 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ と $0.1 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$ である。20℃付近で測定を行っていれば、これらの不確かさの影響は無視できる程小さい。水銀温度評価の不確かさは、温度計の不確かさ(0.0015 K)と水銀温度の均一性に起因する不確かさに分かれる。U字管は断熱真空槽内にあるが、空調を入れていても実験室内大気温度の不均一により微小な温度差が生じる。その大きさは0.01 K以内である。U字管内の水銀温度は、これらの結果からおおよそ0.005 Kの不確かさで評価されていると考えられる。

2. 4. 3 重力加速度

重力加速度は、1 ppm の目標精度に対しては実測により十分に良い精度が得られる。実際には、重力定点との比較測定により 0.1 ppm より良い精度で求めることが可能であるが、潮汐力の影響が ± 0.13 ppm 程あるためこれを補正しない場合は、この変動分の不確かさを加える必要がある。

圧力計の設置されている実験室の重力加速度は、ラコステ型の重力計を用いて国土地理院の重力基準点との比較測定により測定された。重力値は $9.799\,493\,1\text{ m/s}^2$ であり、その不確かさは $3 \times 10^{-7}\text{ m/s}^2$ と評価される。この値を潮汐力による変動の補正を行わないで使用する場合は、不確かさはその変動分増加して、 $1.5 \times 10^{-6}\text{ m/s}^2$ (0.15 ppm) になる。

2. 4. 4 高度差の補正

一般に、圧力計測では測定するレベルを特定しないと圧力値が決まらない。式(2-1)式は水銀面上の圧力であるから、U字管のゼロレベルからLだけ異なる測定レベルでの圧力差 ΔP は、高度差補正が加わり次式で表される。

$$\begin{aligned} \Delta P = & \{ P - \rho_r \cdot g_L \cdot (L + h/2) \} \\ & - \{ P_0 - \rho_0 \cdot g_L \cdot (L - h/2) \} \end{aligned} \quad (2-4)$$

この補正の大きさの目安としては、1気圧の大気の場合1cmの高度差で約0.1 Pa (大気圧の1ppm)の差が生じることから、ppm以下の影響にするためには高度についてはミリメートルオーダーの精度が必要である。また、光波干渉式圧力計の場合U字管は深さ約0.8mのピット内に設置されているため、被校正圧力計の測定レベルLは約1メートルである。0.1 Pa (1 ppm)の測定精度を得るには大気の状態も0.3 K、1 hPa オーダーの精度で安定しているとともにこれらを測定しなければならない。

水銀面と圧力測定面の間には約1mのレベル差があるのでその補正が必要である。測定される圧力は、圧力配管と幾つかのバルブを介してU字管に連結され、装置及び配管には多少なりとも温度分布・変化がある。補正値の計算では代表値として装置付近の大気温度を用いているが、配管の温度との差は最大で0.3 K以内であった。測定レベルの測定には、カセットメータを用い1mmの不確かさで測定している。圧力値に与える不確かさは、圧力に比例する成分としない成分に分かれるが、どちらも100 kPaの測定に対して約0.02 Paと見積もられる。

2. 4. 5 水銀蒸気圧の評価補正

U字管の中を如何に高真空に排気しても水銀蒸気圧が残る。その圧力の大きさは温度によって決まり、実験式が Ernsberger と Pitman⁽²¹⁾ によって与えられている。その大きさは表 2-3 に示すように 20℃で 0.17 Pa である。U字管の中の圧力は直接測れないので、排気チャンバーの圧力が 3 mPa 以下に排気されていることから真空度を確認している。圧力計にはペニング真空計 (Edwards 社製 Model: CP25-S) を用いている。

2. 4. 6 総合的な不確かさ

100kPa (約 1 気圧) の測定に対する総合不確かさ (1σ) は、絶対圧力の場合もゲージ圧力の場合もほぼ同じ値で 0.28 Pa である。この不確かさは温度、振動などの環境条件の良いときに十分に安定した測定対象に対して得られる値である。具体的には、24時間空調を数日以上維持して温度を安定させ、建物及び施設付近での振動の少ない晴天時の深夜に測定実験を行う。測定対象は安定度の保証されているエアーストンゲージである。複数回の測定を数日にわたって行った場合の標準偏差は、0.2 Pa (およそ 2 ppm) 以下になる。

最も大きな不確かさは、水銀の密度値の不確かさ 2 ppm にある。これ以外の原因による不確かさはどれも 1 ppm 及び 0.1 Pa を越えない。水銀の密度を 1 ppm 以下の不確かさで測定できなければ、装置の改良によってより高精度の測定を実現しても効果的ではない。水銀の密度測定が高精度で可能であることを前提とすると、以下の改良が有効となる。

(1) 水銀温度の測定評価 温度測定の不確かさ (0.005 K) の主たる部分は U 字管内の温度分布である。U 字管に対して温度制御機能を付ければこの不確かさは、0.002 K 以下に減らせる。

(2) 屈折率補正 屈折率に影響を与える主たる原因は、不十分なシールによってチャンパー P 内の圧力を正確に評価できないことによる。シールを改良することにより、現在の不確かさ $0.69 \text{ ppm} \times P <+> 0.1 \text{ Pa}$ (ここで $<+>$ は自乗和の平方をあらわす。100 kPa の圧力測定で約 0.12 Pa) を 4 分の 1 程度に減らすことは可能である。レーザ測長器の真空チャンパー V のシールについても同様の改良を施せば、レーザ波長に対する現在の不確かさ 0.37 ppm を 0.1 ppm 程度に減らすことも同様に可能である。

表 2-3 水銀の蒸気圧

温度 [°C]	圧力 [Pa]
14	0. 101
16	0. 121
18	0. 144
20	0. 171
22	0. 203
24	0. 240
26	0. 283
28	0. 333
30	0. 392

2. 5 大気圧力標準の国際比較

2. 5. 1 国際比較の概要

今回の国際比較の実施団体である中圧力ワーキンググループ(WG)は、国際度量衡委員会(CIPM)の諮問委員会の一つである質量関連量諮問委員会(CCM)に属する。CCM本委員会は、約3年毎にフランスのパリで開催され、各WGの会合も普通その直前に持たれる。その会合の際にWGの3年間の活動報告がされ、次の3年の活動計画が討議決定される。最近では1988年と1991年に開催された。中圧力WGの現在の活動は、大気圧力以下の気体圧力計測標準の国際的整合性を確認することであり、本国際比較もそのために実施された。

中圧力WGの議長は英国国立物理研究所(NPL: National Physical Laboratory)のDr. Peter R. Stuartである。また、今回の国際比較の幹事研究所(Pilot Laboratory)は、英国NPLであり、Dr.P.R.Stuartが責任者としてその世話にあっている。

本国際比較は、既に第1、第2、第3フェーズを終了しており、日本(計量研究所: NRLM)の参加した第3フェーズは1990年6月から1991年4月にわたって実施された。これらの結果は、1993年6月にフランスのパリで開催されたCCM第2回国際圧力計測標準セミナーで報告され、論文発表された⁽²³⁾。

2. 5. 2 国際比較実施方法及び内容

- (1) 幹事研究所 —— 幹事研究所をNPL(英国)が務め全体の計画及びトランスファ標準器の整備、発送、各国のデータの取りまとめ等を行っている。
- (2) トランスファ標準器 —— トランスファ標準器は、ゲージ圧力及び絶対圧力の測定も可能なエアピストンゲージ(APG: Air Piston Gage)であり、その本体をCSIRO(オーストラリア)が、ピストンシリンダをNIST(アメリカ合衆国)が、真空計、温度計その他をNPLがそれぞれ提供している。
- (3) 持回り手順 —— エアピストンゲージ(APG)の持回りによる比較は、幾つかの研究所を順繰りに回し、1周する毎にNPLによってトランスファ標準器のチェックを行う。第1フェーズは2ヶ所、第2フェーズは3ヶ所、第3フェーズは3ヶ所である。そのスケジュールを以下に記す。
第1フェーズ—— NPL → BIPM(国際、フランス) → INM(フランス) → NPL
第2フェーズ—— NPL → CSMU(チェコスロバキア) → CSIRO(オーストラリア) → NIST(USA) → NPL
第3フェーズ—— NPL → NRLM(日本) → ASMW(旧東ドイツ) → PTB(旧西ドイツ) → NPL
- (4) 比較内容 —— 絶対圧力及びゲージ圧力におけるトランスファ標準器APGの発生圧力を各国標準器で直接比較測定する。ゲージ圧力及び絶対圧力モー

ドにおいて 11 ~ 131 kPa の範囲で標準器でカバーできる部分で実施する。比較は 10 kPa おきに圧力を上昇・下降させ測定して行く。これをゲージ圧、絶対圧それぞれについて 2 ~ 4 回繰り返す。標準器でカバーしきれない圧力は測定しなくてもよい。絶対圧力での比較のできない所ではゲージ圧モードのみで行う。

(5) 測定評価項目 ----- ピストン回転方向、真空計読み値、ピストン温度、気温、標準器による発生圧力測定値、等である。

2. 5. 3 トランスファ標準器

(1) 本体 (CSIRO 提供) ----- 軽合金製台、配管、ピストン回転機構、ガラス製真空カバー、重錘加除機構付き上蓋等よりなる。図 2-9 に外観を示す。

a. ピストン・重錘回転機構 ----- ピストンは重錘懸架用の帽子と一体となっているが、レバー操作によって帽子の下部に回転ベルトが接触し、ピストンを回転させる。回転速さは最高 1 秒間に約 3 回転である。これらの操作は全て外部から行える。

b. 重錘加除機構 ----- リングウェイトは支持爪の回転操作で負荷数 0 枚から 6 枚まで調整できる。これらの操作は全て外部から行える。

(2) ピストンシリンダ (NBS [現 NIST] 提供) ----- 米国 CEC 社製ピストンシリンダセット Ser.No. P-977,C-1716 有効断面積: 約 0.8064cm² 有効断面積の温度係数: 21.6 × 10⁻⁶/K

(3) 重錘 (CSIRO 提供) ----- 自動加除装置対応形重錘。

リングウェイト 約 164.47 g × 6 枚 リング E ウェイト 約 8 g × 1 個
バイアスウェイト 約 82.27 g × 1 個

(4) 真空計 (NPL 提供) ----- 英国エドワーズ社製ピラニー真空計
本体 Model 8/2 Ser.No. 22308.15
ゲージヘッド 2 個 Head 1, Head 2 (NPL の成績書付き)

(5) 温度計 (NPL 提供) ----- Edale 温度計 No.3333
センサプローブヘッド Probe 51, Probe 52 (NPL の成績書付き)

(6) トランスファ標準器に係わる準備作業 ----- 比較作業を実施する前にピストン及び重錘質量測定及びピストンシリンダ及び重錘の磁化試験・消磁作業を行った。質量の測定結果を表 2-4 に示す。ピストンシリンダ及び重錘の磁化試験・消磁作業では、先ず磁気センサ、測定器による磁気測定を行い、磁束密度が 0.1 Gauss を超えるものは消磁コイルにて 0.1 Gauss 以下になるまで消磁作業を行った。

a. 測定器: HP-3529A Magnetic Flux Gate (1 Gauss/Amp)、
 HP-428B DC Milliammeter。

b. 結果: ピストン P-977 ; 0.05 Gauss 以下。シリンダ C-1716 ; 0.03 Gauss 以

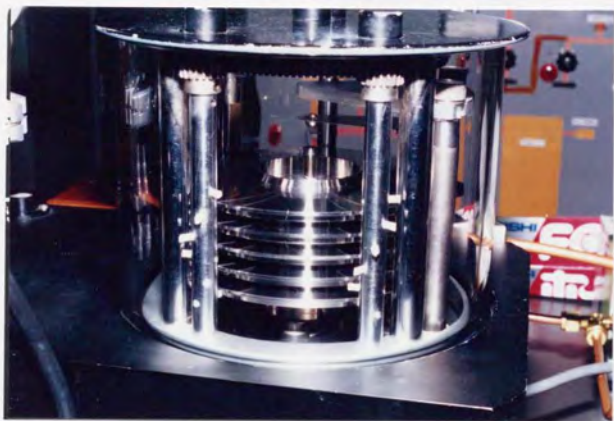


図 2-9 国際比較用トランスファ標準器

表2-4 トランスファ標準器の重錘質量の測定結果

名称・番号	計量研測定値	NPLの値
ピストン P-977	86.61881 (g)	86.61971
リングウェイトno. 1	164.46869	164.46859
リングウェイトno. 2	164.46972	164.46966
リングウェイトno. 3	164.46950	164.46941
リングウェイトno. 4	164.47102	164.47078
リングウェイトno. 5	164.47068	164.47061
リングウェイトno. 6	164.46785	164.46774
リングEウェイト	7.99918	7.99937
バイアスウェイト	82.23548	82.23549

注) NPLの操作実施ノートに従いピストンの密度を 3.900g/cm^3 、ウェイトの密度を 7.84g/cm^3 とした。

下。重錘（ウェイト）；何れも 0.01 Gauss 以下。

2. 5. 4 日本国圧力標準器

比較に用いる標準器としては、光波干渉式標準気圧計 3 号機を用いて行った。原理構造は図 2-1 に、主な仕様を表 2-5 に示す。

試験に先立って精度確認のため以下の点を再チェックした。

- (1) レーザ測長器周波数計測 ---- よう素安定化 He-Ne レーザを用いたレーザ測長器の周波数測定結果は、 $f_{\text{HeNe}} = 0.632\,991\,436 \pm 6 \text{ ppb}$ であった。
- (2) 白金抵抗温度計の校正 ---- 水の 3 重点セルにより測温ブリッジの値付けを 1 mK の精度で行った。
- (3) 光学系のアライメント調整 ---- 光学系の調整により調整誤差による測長誤差は 0.1 ppm 以下と評価される。
- (4) 各種機能整備・調整 ---- その他、配管や真空ポンプの整備等を行った。

2. 5. 5 比較結果

(1) 比較作業 ---- 標準器の測定可能圧力範囲は、116 kPa であるから、以下の 2 通りの重錘の組合せについて比較測定を実施した。比較実験の装置構成を図 2-10 に示す。

① ピストン、リング E ウェイト、リングウェイト no. 1 ~ 5

発生圧力の呼び値 11 kPa, 31 kPa, 51 kPa, 71 kPa, 91 kPa, 111 kPa。

② ピストン、リング E ウェイト、バイアスウェイト、リングウェイト no. 1 ~ 4

発生圧力の呼び値 21 kPa, 41 kPa, 61 kPa, 81 kPa, 101 kPa。

これら 2 つの組合せをゲージ圧力と絶対圧力について夫々行った。また、各々の重錘組合せについて 2 ~ 4 回往復測定を行った。

(2) 日本の比較校正結果 ---- 絶対圧力の重錘の組み合わせ①の場合の比較試験の結果について表 2-6 に例示する。有効断面積の圧力による変化が低圧部分で認められる。また、最高試験圧力 (111.5 kPa) 測定におけるゲージ圧と絶対圧の有効断面積の比較試験結果を表 2-7 に示す。不偏分散はそれぞれ 4.5 ppm と 2.4 ppm であったが、両者の差は 33 ppm も生じている。この差の理由としては、ピストン回転による影響が考えられるが、明らかではない。本標準圧力計を用いて得た比較試験結果は表 2-8 に示す形にまとめて幹事研究所である英国 NPL に報告した。トランスファ標準器の動作特性は絶対圧力モードにおいては 0.2 Pa 以内で安定していましたが、ゲージ圧力モードにおいては発生圧力が不安定で高感度の標準器でその変動する圧力を測定することは非常に難しかった。これは表中のばらつきの項の数値によく表れている。

表 2-5 光波干渉式標準圧力計の仕様性能

測定圧力		気体のゲージ圧力または絶対圧力
圧力媒体		水銀に対して不活性な気体（普通窒素を用いる）
圧力測定範囲		0~116kPa(870mmHg)
不確かさ	Type A	$0.13\sqrt{P} \times 1.2E-6 \text{ Pa}$ (0.18Pa at 1atm)
	Type B	$0.05\sqrt{P} \times 2.1E-6 \text{ Pa}$ (0.22Pa at 1atm)
		$0.14\sqrt{P} \times 2.4E-6 \text{ Pa}$ (0.28Pa at 1atm)

記号 $\sqrt{\quad}$ は2乗和の平方の計算を意味する。

計測研究所 圧力標準機
 (光波干渉式標準気圧計 (3号機))

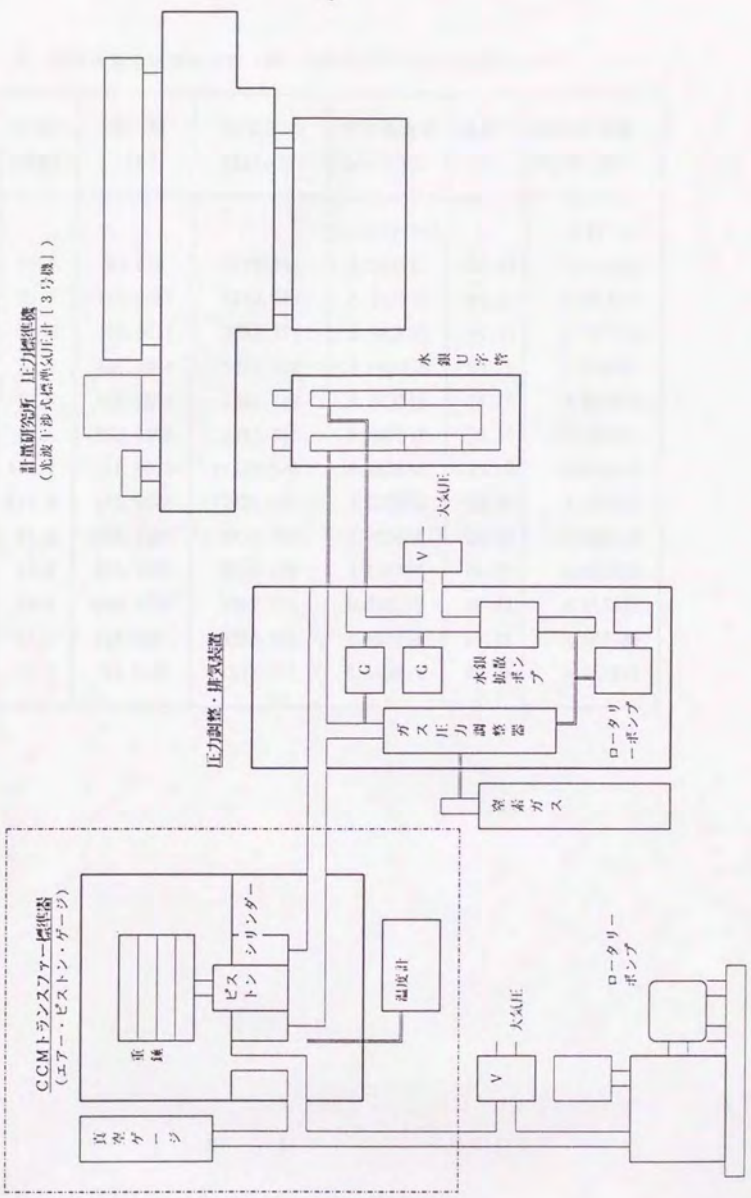


図 2-10 国際比較実験装置管図

表2-6 国際比較の試験結果例 (例: Abs-①-2についての測定結果)

番号	呼称圧 [kPa]	質量 [g]	発生圧力 [kg/m ²]	有効断面積 Ae at T°C	温度 T [°C]	有効断面積 Ae at 20°C
				× 10 ⁻⁵ m ²		× 10 ⁻⁵ m ²
1	11.5	94.618	1173.342	8.063975	20.30	8.063922
2	31.5	259.0867	3212.914	8.063916	20.34	8.063857
3	51.5	423.5564	5252.521	8.063868	20.42	8.063795
4	51.5	423.5564	5252.560	8.063808	20.10	8.063791
5	71.5	588.0259	7292.143	8.063829	20.10	8.063811
6	91.5	752.4969	9331.741	8.063842	20.12	8.063821
7	111.5	916.9676	11371.346	8.063844	20.16	8.063816
8	111.5	916.9676	11371.325	8.063859	20.20	8.063825
9	91.5	752.4969	9331.726	8.063856	20.23	8.063816
10	71.5	588.0259	7292.109	8.063866	20.23	8.063826
11	51.5	423.5564	5252.515	8.063878	20.23	8.063838
12	31.5	259.0867	3212.950	8.063826	20.23	8.063786
13	11.5	94.6180	1173.351	8.063914	20.24	8.063872

表 2 - 7 国際比較有効断面積評価結果

ゲージ圧		絶対圧	
番号	有効断面積 [$\times 10^{-5} \text{m}^2$]	番号	有効断面積 [$\times 10^{-5} \text{m}^2$]
①-1	8.063513	①-1	8.063791
①-2	8.063592	①-2	8.063820
①-3	8.063490	①-3	8.063802
①-4	8.063575	②-1	8.063835
②-1	8.063572	②-2	8.063837
②-2	8.063526	②-3	8.063804
②-3	8.063573		
②-4	8.063557		
平均	8.063550	平均	8.063815
不偏分散 [0.000036(4.5ppm)]		不偏分散 [0.000019(2.4ppm)]	

注 1) ①②は、重錘組合せ番号、-1、-2、・・・は試行回数。

注 2) ゲージ圧と絶対圧の有効断面積の差は、約 3.3 ppmである。

表2-8 CCM 主催国際比較における日本の結果報告書

(a) Observation summary and analysis sheet for absolute mode.

BIPM INTERNATIONAL INTERCOMPARISON IN THE MEDIUM-PRESSURE RANGE

Observation summary and analysis sheet, ABSOLUTE mode.

Name of participating laboratory: National Research Laboratory of Metrology (Tsukuba, Japan)
 Name of Scientist responsible for intercomparison: Akira Ooiwa
 Address of participating laboratory: Mechanical Metrology Department, National Research Laboratory of Metrology
 1-4, Umezono 1-chome, Tsukuba-shi, Ibaraki 305 JAPAN.

Latitude: 36° 03'22.7" north. Longitude: 140° 08'22.5" east. Height above mean sea level: 19 m
 Value of g, the acceleration due to gravity: at Standard: 9.7994931 ms⁻² (measured), at Transfer: 9.7994902 ms⁻² (calculated)
 Standard used by participant: Interferometric mercury manometer (type 3)
 Transfer standard piston/cylinder serial number: P2 #977 /C2 #1716

Wt. combn.	Nom. Press. /kPa	Uncertainties /Pa		Total no. of Meas.	Pressure values corrected to transfer standard datum level. /Pa (20°C, g=9.80665)						Overall mean	
		Type A	Type B		Mean Ascend.	Mean Descend.	Dif. Asc-Dac	Mean Pvd.rot.	Mean Rvs.rot.	Dif. Pvd-Rvs		Std.Dev.
B	11	0.20	0.19	8	11506.62	11506.55	0.07	11506.61	11506.57	0.04	0.06	11506.59
B#2	21	0.20	0.19	8	21507.43	21507.33	0.11	21507.38	21507.38	0.00	0.17	21507.38
B#1	31	0.20	0.20	8	31508.12	31508.17	-0.04	31508.18	31508.11	0.08	0.08	31508.14
B#2#1	41	0.20	0.21	8	41508.97	41508.86	0.11	41508.88	41508.95	-0.06	0.14	41508.91
B#2	51	0.20	0.22	8	51509.81	51509.69	0.12	51509.78	51509.72	0.05	0.14	51509.75
B#2#12	61	0.21	0.23	8	61510.54	61510.53	0.01	61510.52	61510.56	-0.04	0.08	61510.54
B#123	71	0.21	0.24	8	71511.58	71511.34	0.23	71511.47	71511.45	0.01	0.15	71511.46
B#2#123	81	0.22	0.25	8	81512.38	81512.05	0.23	81512.14	81512.19	-0.05	0.18	81512.16
B#1234	91	0.22	0.26	8	91513.20	91513.29	-0.10	91513.26	91513.23	0.02	0.08	91513.24
B#2#1234	101	0.23	0.28	8	101513.87	101513.96	-0.10	101513.91	101513.92	-0.01	0.10	101513.91
B#12345	111	0.24	0.29	8	111515.10	111515.08	0.02	111515.10	111515.08	0.02	0.17	111515.09

(b) Observation summary and analysis sheet for gauge mode.

BIPM INTERNATIONAL INTERCOMPARISON IN THE MEDIUM-PRESSURE RANGE

Observation summary and analysis sheet, GAUGE mode.

Name of participating laboratory: National Research Laboratory of Metrology (Tsukuba, Japan)
 Name of Scientist responsible for intercomparison: Akira Ooiwa
 Address of participating laboratory: Mechanical Metrology Department, National Research Laboratory of Metrology
 1-4, Umezono 1-chome, Tsukuba-shi, Ibaraki 305 JAPAN.

Latitude: 36° 03'22.7" north. Longitude: 140° 08'22.5" east. Height above mean sea level: 19 m
 Value of g, the acceleration due to gravity: at Standard: 9.7994931 ms⁻² (measured), at Transfer: 9.7994902 ms⁻² (calculated)
 Standard used by participant: Interferometric mercury manometer (type 3)
 Transfer standard piston/cylinder serial number: P2 #977 /C2 #1716

Wt. combn.	Nom. Press. /kPa	Uncertainties /Pa		Total no. of Meas.	Pressure values corrected to transfer standard datum level. /Pa (20°C, g=9.80665)						Overall mean	
		Type A	Type B		Mean Ascend.	Mean Descend.	Dif. Asc-Dac	Mean Pvd.rot.	Mean Rvs.rot.	Dif. Pvd-Rvs		Std.Dev.
B	11	0.19	0.19	12	11503.58	11503.58	0.00	11503.67	11503.50	0.17	0.15	11503.58
B#2	21	0.19	0.19	12	21502.70	21502.96	-0.26	21502.82	21502.84	-0.01	0.26	21502.83
B#1	31	0.19	0.20	12	31504.63	31504.41	0.21	31504.42	31504.62	-0.19	1.00	31504.52
B#2#1	41	0.20	0.20	12	41504.24	41504.35	-0.11	41504.03	41504.56	-0.53	1.20	41504.29
B#12	51	0.20	0.21	12	51503.65	51502.88	0.78	51503.15	51503.38	-0.23	0.64	51503.27
B#2#12	61	0.20	0.22	12	61501.85	61501.97	-0.12	61501.94	61501.89	0.06	0.69	61501.91
B#123	71	0.21	0.24	12	71503.32	71501.83	1.49	71502.51	71502.64	-0.14	1.10	71502.58
B#2#123	81	0.21	0.25	12	81501.69	81501.52	0.18	81501.62	81501.60	0.02	0.53	81501.61
B#1234	91	0.22	0.26	12	91502.77	91501.23	1.53	91502.17	91501.83	0.35	1.37	91502.00
B#2#1234	101	0.23	0.28	12	101501.15	101500.98	0.17	101501.02	101501.11	-0.09	0.32	101501.07
B#12345	111	0.23	0.29	12	111500.82	111500.55	0.27	111500.72	111500.66	0.06	0.71	111500.69

(3) 各国の結果の比較 ——— 1994年4月に Metrologia ⁽²³⁾ にて報告された結果を図2-11及び図2-12に示す。参加機関及びその保有する標準器について表2-9に示す。縦軸は比較のため各々の測定結果から計算したピストンシリンダーの有効断面積を用いているが、ブラインド試験であるので数値は記されていない。この中で計量研究所はJで表されている。

2. 6 結 言

本章では、光波干渉式標準気圧計の3号機の開発について述べた。これは、2号機の持つ欠点を及び問題点を解決し、機能・精度ともを大幅に改善することに成功したものである。主たる特徴について以下に記す。

(1) 旧標準圧力計 (ISB-2) の 100 kPa における計測不確かさが、0.73 Pa であったところを、新標準圧力計 (ISB-3) では、0.28 Pa と半減させることに成功した。

(2) 屈折率の補償機構により、光波干渉を用いながら屈折率の補正を不要のものとすることに成功した。この機構の適用は、U字管圧力計では世界的に初めての試みであり、光波及びレーザ干渉式のU字管圧力計の高精度化に対する有力な提案である。この機構により、非測定圧力媒体として水銀に対して不活性な気体であれば任意のものを使用することが出来るようになった。

(3) 測長部にレーザ干渉測長器を用いて、その光軸を水銀面検出用のマイケルソン干渉計の光軸と同一にすることにより、Abbeの測長誤差を最小限のものとすることができた。

(4) 温度計測、真空排気等の周辺技術を改善することにより、容易に高精度を実現できるようにした。

(5) 国際度量衡委員会の主催する国際比較に参加し、100 kPa 絶対圧力の計測で主要先進国との偏差 2 ~ 3 ppm 以内という、満足すべき結果を得た。

表 2-9 国際比較参加機関の標準圧力計、MM：水銀圧力計、PB：ピストン圧力計

Laboratory	Code on graphs	Type of standard and reference	Mode: A = absolute G = gauge	Maximum pressure measured/kPa	Claimed type B uncertainties (1σ)		
					Constant pressure term/Pa	Pressure proportional term/ppm	
NPL1	A	MM [1, 2, 3]	A	111	0,10	1,4	
BIPM	B	MM [4]	A	101	0,02	0,8	
INM	C	MM [5]	A	101	0,01	1,5	
NPL2	D	MM [1, 2, 3]	A	111	0,10	1,4	
CSMU	E	MM [6, 7]	A	101	0,09	1,4	
CSIRO	F	MM [8]	A	101	0,001	0,5	
NIST1	G	MM [9, 10, 11]	A	131	0,00	5,6	
NIST1	G	MM [9, 10, 11]	G	141	0,00	5,6	
NIST2	H	PB [12]	A	131	0,00	0,8	
NIST2	H	PB [12]	G	131	0,22	0,8	
NRLM	J	MM [13, 14]	A	111	0,10	2,0	
NRLM	J	MM [13, 14]	G	111	0,09	2,0	
PTB (F)	K	MM [15]	A	101	0,10	1,2	
PTB (F)	K	MM [15]	G	101	0,01	2,0	
PTB (B)	L	MM [16, 17]	A	141	0,03	1,8	
IMGC1	M	PB [18]	G	131	0,07	7,9	
IMGC2	N	MM [19]	A	111	0,25	1,0	
IMGC2	N	MM [19]	G	111	0,30	1,0	
IMGC3	P	MM [20, 21]	A	101	0,02	4,4	
NRC	R	MM	A	141	0,00	1,5	
NRC	R	MM	G	141	0,00	1,5	
NPL3	S	MM [1, 2, 3]	A	111	0,10	1,4	

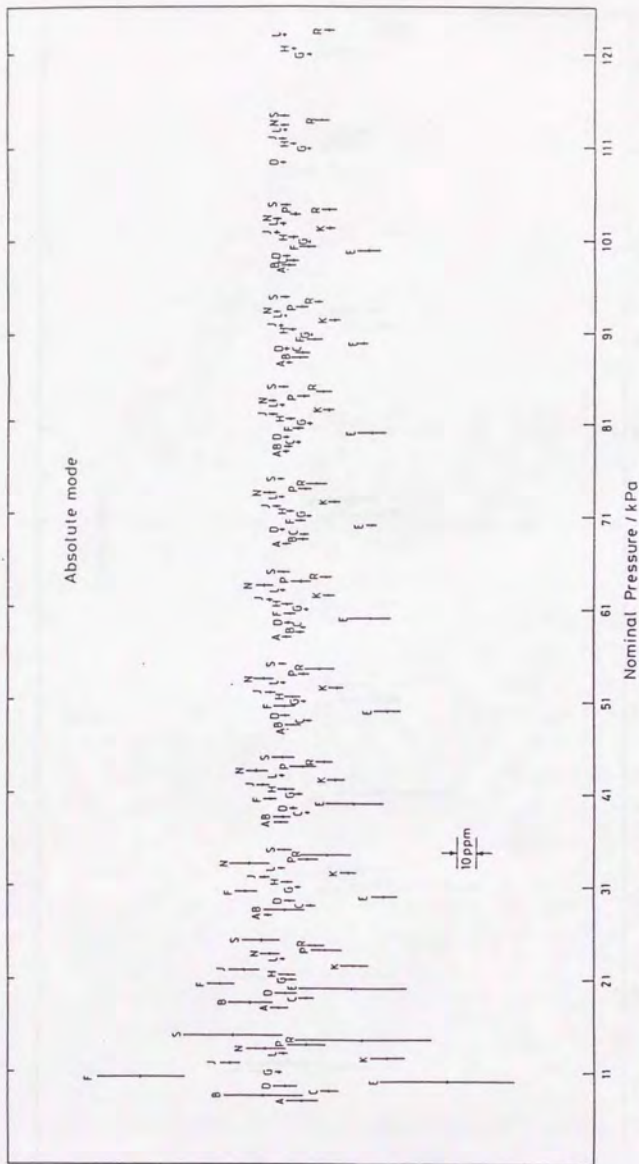


図 2-1-1 国際比較の結果 (絶対圧力)

- | | | | |
|----------------|--------------------|--------------|----------------|
| A=NPLI(GB) | B=BIPM(Int.Nat.) | C=INM(F) | D=NPL2(GB) |
| E=CSMU(CHK) | F=CSIRO(AUSTRALIA) | G=NIST1(USA) | H=NIST2(USA) |
| J=NRLM(JAPAN) | K=ASNM(DDR)=PTB(F) | L=PTB(FRG) | N=IMGC2(ITALY) |
| P=IMGC3(ITALY) | R=NRC(CANADA) | S=NPI 3 | |

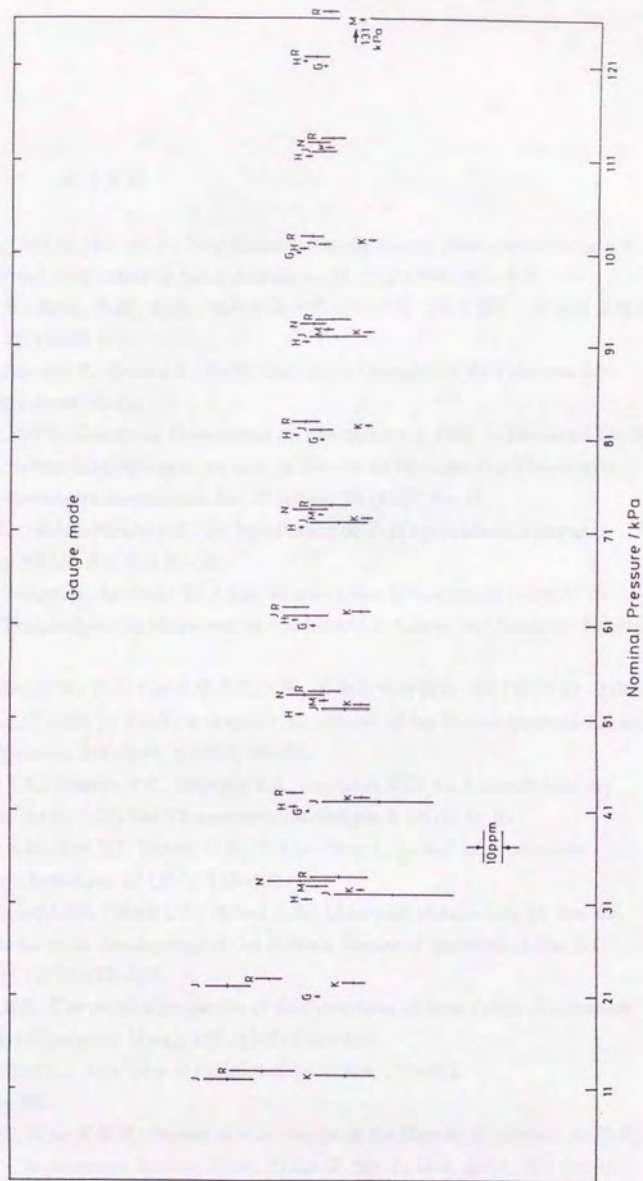


図 2-1-2 国際比較の結果 (ゲージ圧力)

G=NIST1(USA) H=NIST2(USA) J=NRL(F)(JAPAN) K=ASW(DDR)=PTB(F)
 M=IMGC1(ITALY) N=IMGC2(ITALY) R-NRCC(CANADA)

参考文献

- [1] Ooiwa A., Ueki M., Kaneda R.: New Mercury Interferometric Baromanometer as the Primary Pressure Standard of Japan, *Metrologia*, **30** (1993/1994) 565–570.
- [2] 大山, 小泉, 金田, 須藤, 西端: 光波干渉式標準気圧計 (第1報), 中央計量検定所報告, **7**(3)(1958) 1–8.
- [3] Oyama I., Koizumi K., Kaneda R., BIPM Committee Consultative de Thermometrie, 1958, 5, Document No.31.
- [4] Terrien J., BIPM Committee Consultative de Thermometrie, 1958, 5, Document No.16.
- [5] Terrien J.: Methods optique pour mesurer la hauteur de Mercure d'un Manometre; Nouveau Manometre Interferetiel, *Rev. d'Optique*, **38** (1959) 29–37.
- [6] Kaneda R., Sudo S., Nishibata K.: An Interferometric Primary Standard Barometer, *Bulletine of NRLM*, **9** (1964) 24–36.
- [7] Mitui K., Sakurai H., Motizuki T.: A Gas Thermometer Measurement below IPTS Range, "Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry" **4** (1974) 333–338.
- [8] 西端, 須藤, 金田: 光波干渉式標準気圧計, 計量研究所報告, **24** (1975) 91–112.
- [9] Bonhoure J., Terrien J.: The New Standard Manometer of the Bureau International des Poids et Mesures, *Metrologia*, **4** (1968) 59–68.
- [10] Guildner L.A., Stimson H.F., Edsinger R.E., Anderson R.L.: An Accurate Mercury Manometer for the NBS Gas Thermometer, *Metrologia*, **6** (1970) 1–18.
- [11] Harrison E.R., Hatt D.J., Prowse D.B., Wilbur–Ham J.: A New Interferometric Manometer, *Metrologia*, **12** (1976) 115–122.
- [12] Heydemann P.L.M., Tilford C.R., Hyland R.W.: Ultrasonic Manometers for low and medium vacua under development at the National Bureau of Standards, *J. Vac.Sci. Technol.*, **14** (1977) 597–605.
- [13] Blaisdell, B.E.: The physical properties of fluid interfaces of large radius of curvature, *J.Math. Phys.*(Cambridge Mass.), **1**(9) (1940) 186.–216.
- [14] Born M., Wolf E.: Principles of Optics, 6th Ed. (1989) 270–271.
- [15] *ibid.*, 300–302.
- [16] Cook A.H., Stone N.W.B.: Precise Measurements of the Density of Mercury as 20 °C , I. Absolute Displacement Method, *Philos. Trans. R. Soc. London*, Ser.A, **250** (1959) 279–323.
- [17] Cook A.H.: Precise Measurements of the Density of Mercury as 20 °C , II. Content Method, *Philos. Trans. R. Soc. London*, Ser.A, **254** (1961) 125–154.

- [18] Beattie J.A., Blaisdell R.E., Kaye J., Gerry H.T., Johnson C.A.: Temperature Dependence of Mercury Density, *Proc. Am. Acad. Arts. Sci.*, **74** (1941) 371–388.
- [19] Grindley T., Lind J.E.: Pressure Dependence of Mercury Density, *J. Chem. Phys.*, **54** (1971) 3983–3988.
- [20] Patterson J.B., Prowse D.B.: Comparative Measurement of the Density of Mercury, *Metrologia*, **21** (1985) 107–113.
- [21] Adametz H., Wloka M.: Measurements of the Absolute Density of Mercury in the ASMW, *Metrologia*, **28** (1991) 333–337.
- [22] Ernsberger F.M., Pitman H.W.: Vapor Pressure of Mercury, *Rev. Sci. Instrum.*, **6** (1955) 584.
- [23] Stuart P.R.: Progress Report on an International Intercomparison in the Pressure Range 10 kPa to 140 kPa, *Metrologia*, **30** (1993/1994) 705–709.

3.1 緒言

重錘型圧力計は、一般に、ピストン・シリンダとピストン上部に加えられる重錘により構成され、ピストン上下間の圧力差によりピストンと重錘に働く重力を支え平衡させる構造を持つ⁽³⁾。精度と安定性が良いため、圧力標準器として用いられる⁽⁴⁾。動作中は、ピストンとシリンダは、相互の機械的接触を避けるため相対的に回転させる。この回転によりピストンとシリンダの隙間には粘性流動が生じ、これが潤滑の役割を果たし、ピストン表面に調心力を及ぼす⁽⁵⁾。回転が止まると普通ピストンとシリンダは接触し、安定した測定はできなくなる。すなわち、重錘形圧力計にこの回転は不可欠である。しかしながら、次に示すように回転に起因する問題点が指摘されている。

(1) 回転を起動しまた維持するためには、外力に頼らねばならず、この外力が圧力に対する乱れの原因となる。また、回転部分の回転バランスの小さな偏りによっても回転に同期する圧力値の変動が生ずる⁽⁶⁾。

(2) 回転速度が速い場合、回転するピストンと重錘のために周りの空気がかき混ぜられ、その相互作用の結果、重錘部に力を受ける⁽⁷⁾。

(3) ピストン上部に載せる重錘質量が増すにつれてピストンを傾ける力が増し、不安定になる。

(4) ピストン・シリンダの隙間の粘性摩擦により回転に伴う発熱が生じ、温度上昇をもたらす。温度上昇により、ピストン・シリンダの有効断面積が変化する⁽⁸⁾。

(5) 重錘重量が大きくなると、重錘をピストンと一緒に回転させることが難しくなるため、ピストンまたはシリンダのみを回転させる複雑な回転機構を採用する必要がある⁽⁹⁾。

以上の問題は、回転無しでピストン・シリンダが安定に保持できれば解決可能なものである。すなわち、無回転化により重錘形圧力計の高精度化、高性能化、簡潔化が期待できる。そこで、ピストンを回転させないでも安定にシリンダの中央に保持する機構について検討し、新たに無回転ピストン安定化機構を考案した⁽¹⁰⁾。

⁽¹¹⁾。これはピストンシリンダの隙間に小さなテーパを設けることにより隙間を流れる媒体の流体力学的な効果により自動調心機能を持たせるものである。その考えをもとに、シングルテーパ・シリンダによる無回転ピストン式重錘形圧力計の開発を行った^{(1)・(2)}。

更に、無回転でピストンをシリンダ内で機械的に接触させないで保持することが可能になれば、従来の重力と圧力を釣り合わせる方法以外の応用技術が考えられる。例えば、電子天秤等の高感度検出装置と組み合わせる等の手法である。過去において既にピストンシリンダと電子天秤を組み合わせた例がふたつほど存在するがこれはピストンをモータで回転駆動させており、その機構は複雑で、調整も難しい^{(13)・(14)・(15)}。また、モータ駆動に伴う擾乱があり、常に0.5～1 Paのノイズ変動がある。フィルタにより見かけの分解能を良くしているが、最良の状態でも0.4 Paの不確かさは避けられない。無回転ピストン機構を応用すればこれらの機構上の困難はなくなり、また分解能や安定度も格段に改善が見込める。特に微小な圧力の測定には大きなメリットがある。そこで無回転ピストン機構を電子天秤と組み合わせる技術を検討し、ダブルテーパー・シリンダによるピストン保持機構を考案した⁽¹⁶⁾。これは前述のシングルテーパー・シリンダによる安定化機構を発展させたものである。

3. 2 無回転ピストン安定化機構を用いる重錘型圧力計

—シングルテーパー・シリンダの場合—

3. 2. 1 無回転安定化機構

無回転安定化機構を実現するために必要なことは、次のふたつの点であると考えられる。ひとつは、ピストン・シリンダがそれ自身で調心機能を持つことで、これは本安定化機構の中心的原理となる。他のひとつは、ピストンに懸かる重錘の重心を正確にピストン軸の延長線上に保持することで、これは、圧力と重力の平衡を本質的に安定な力学系として実現しようとするものである。以下前者の具体的実現法について述べる。

3. 2. 1. 1 安定化機構の動作原理

無回転安定化機構の特徴は、ピストン・シリンダの隙間の流体の流れによって自動的に調心機能が生じるようにするところにある。そのために、隙間の形状を低圧側で狭く高圧側で広いテーパー状にすることを考案した。図3-1は、ピストンは直円筒で、シリンダにテーパーを設けた場合である。ピストンが正確にシリンダの中心軸上にあるとして、嵌合部上端の隙間を Δa 、下端の隙間を Δb とする。テーパーが付いているから、 $\Delta a < \Delta b$ である。普通の気体用の重錘形圧力計に使われているピストン・シリンダの隙間の大きさは、1～2 μm であるからテーパーの大きさもミクロンオーダーの小さなものとなるが、図3-1では、理解のために誇張して書いてある。その動作原理を図3-2によって説明する。

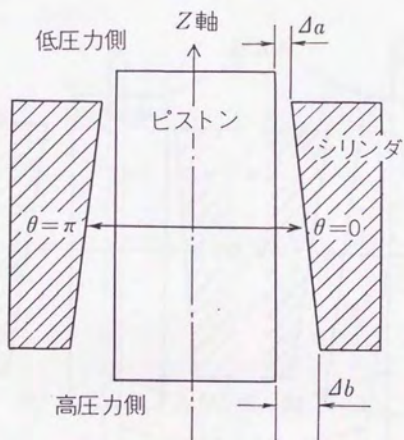
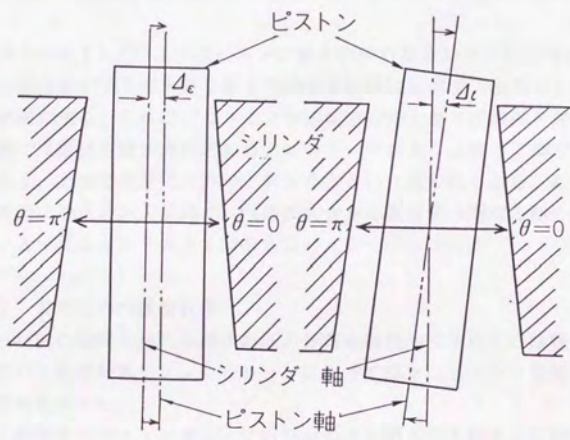


図 3-1 無回転ピストン安定化機構説明図
(ピストン・シリンダ形状概念)



(a) 偏心または平行移動 (b) 回転または傾斜

図3-2 ピストンの姿勢の変化

ピストン・シリンダ間の隙間を満たす圧力媒体は、ピストン上下の圧力差により図中の下から上に向かって流れている。隙間内の流れ及び圧力分布は、隙間の形状、すなわち、シリンダ内でのピストンの姿勢によって変化する。ピストンの姿勢変化を図3-2にある様に平行移動または偏心(図3-2(a))と回転または傾斜(図3-2(b))に分けて考えてみる。

偏心の場合図3-2(a)のように右($\theta = 0$)の方向に移動したとすると、右($\theta = 0$)の部分ではシリンダ上部で隙間が絞られ、テーパ度が大きくなるため、圧力が増加する。逆に左($\theta = \pi$)の部分では、テーパの影響が小さくなり、圧力は減少する。結果として、右から左へ偏心を戻す方向に圧力が作用する。偏心の大きさをピストン軸の中心軸からの偏差 $\Delta \varepsilon$ で表すと、 $\Delta \varepsilon$ は Δa より大きくはならない。

傾斜の場合図3-2(b)のようにピストンがその中心のまわりに右方向に回転したとすると、右上部の絞りが大きく偏心の場合と同様に右側での圧力が上昇し、左側での圧力が減少する。これは、ピストンの回転中心の上側では傾斜を戻す方向であるが、下側では傾斜を増す方向である。ピストン中央より上側と下側での圧力変化を比較すると、上側での変化の方が下側より大きいと思われるから、結果として傾斜を戻す方向にモーメントが働く。傾斜の大きさを嵌合部上端での軸の偏差 $\Delta \iota$ で表すと、 $\Delta \iota$ は Δa より大きくはならない。

3. 2. 1. 2 安定化力の数値計算

非対称なテーパ状の隙間を流れる流体の圧力分布を解析的に求めるのは難しいため、計算機を用いて数値計算シミュレーションによって様々なピストン姿勢における隙間の圧力分布を求めた。

簡単のため、直円筒のピストン表面上に円筒座標系を図3-1のように設け、座標中心がピストン・シリンダの嵌合部の中心にくるようにする。隙間の大きさがピストン・シリンダ径に比べ充分小さいとすると、圧力分布は座標(z, θ)の関数 $p(z, \theta)$ で表される。また、ピストン表面に働く圧力は、その部分の放線ベクトル \mathbf{n} ($|\mathbf{n}| = 1$)を用いて、 $p \cdot \mathbf{n}(z, \theta)$ と表される。圧力分布の偏りを評価するために、ある高さ z でピストンに働く圧力ベクトル $\mathbf{f}_p(z)$ を次式(3-1)で定義する。

$$\mathbf{f}_p(z) = \int_{\theta} p \cdot \mathbf{n}(z, \theta) d\theta \quad (3-1)$$

ピストンに働く並進力 \mathbf{F}_p と嵌合部の中心点に対する回転モーメント \mathbf{M}_p は圧力ベクトル $\mathbf{f}_p(z)$ を用いて、式(3-2)のように表せる。

$$F_p = \int_{-1/2}^{1/2} f_p(z) dz$$

$$M_p = \int_{-1/2}^{1/2} f_p(z) z dz$$
(3-2)

もしピストンが正しくシリンダの中心にあれば、周方向での偏りはなく、 $f_p(z) = 0$ になる。よって $F_p = M_p = 0$ となり、ピストンの姿勢を変える力は働かない。

流体方程式を数値計算によって解くために次の仮定を設けた。

- (a) 流体はピストン・シリンダ表面では、滑らないとする。気体は、その種類と圧力状態によって「滑り」の現象があるが、簡単のため滑らないと仮定する。
- (b) 流体は非圧縮性であるとする。気体は圧縮性をもつが、非圧縮性を仮定すると、圧力差の大きさに関係なく流れが相似になり、結果が比較し易くなるためである。
- (c) 粘度は一定とする。発熱などの影響は考慮していない。

計算は、 (z, θ) の $[\pm 1, 2\pi]$ の範囲を 100×100 のメッシュに分割して行い、圧力分布を求めた。結果は、平進力 F_p と回転モーメント M_p によって表されるが、一般性を持たせるため、ピストン・シリンダと差圧の大きさに影響されないように、式 (3-3) で示すように規格化する。

$$F_p' = \frac{F_p}{2\pi r l \Delta p}$$

$$M_p' = \frac{M_p}{2\pi r l^2 \Delta p}$$
(3-3)

ここで、 r はピストンシリンダの半径、 l は嵌合部の長さ、 Δp は圧力差である。

偏心及び傾斜の大きさは、上部嵌合部の隙間の変化量 $\Delta \varepsilon$ 及び $\Delta \iota$ で表され、0 から Δa までの範囲で変化し得るから、 Δa で正規化し、それぞれ ε 、 ι で表す。また、テーバの程度をテーバ度 t で表し、ピストン・シリンダ上部と下部の隙間 Δa 、 Δb の比とする。

$$\varepsilon = \Delta \varepsilon / \Delta a, \quad \iota = \Delta \iota / \Delta a,$$

$$t = \Delta b / \Delta a.$$
(3-4)

仮定と条件により隙間の流れのパターンは、テーバ度 t 、偏心 ε 、または傾斜 ι を与えると決まり、その結果正規化された並進力 F_p' 、回転モーメント M_p' が求まる。圧力差、ピストンシリンダの大きさ、隙間の大きさ、偏心や傾斜の程度については正規化されているので、式 (3-3) 及び式 (3-4) により換算すればよい。

テーパ度 $t=2$ の場合に、偏心 ε と傾斜 ι を変化させたときの並進力 F_p' と回転モーメント M_p' の変化を図 3-3 に示す。偏心させた場合 (図 3-3 (a))、ピストンを中央に戻す復元力として平進力 F_p があると同時に、狭まった上部隙間を広げる方向に回転モーメント M_p が生じる。 F_p 、 M_p 共に偏心 ε の大きさにほぼ比例して増加している。傾斜の場合 (図 3-3 (b)) でもほぼ同じ傾向であるが、並進力 F_p' 、回転モーメント M_p' 共に偏心の場合の 3.5 ~ 3.9 倍である。これは、傾斜による隙間の形状の変化が偏心の場合よりも大きいからと思われる。

次いで、テーパ度を変化させた場合の復元力の変化を図 3-4 に示す。比較のため偏心 ε と傾斜 ι は 0.5 とした。偏心による並進力 $F_{p-\varepsilon}$ と傾斜による回転モーメント $M_{p-\iota}$ は復元力であり、テーパ度 5 ~ 7 の間で最大値をとる。また、偏心による回転モーメント $M_{p-\varepsilon}$ と傾斜による並進力 $F_{p-\iota}$ は、直接復元力にはならない力であるが、テーパ度に従って指数関数的に変化増減する。

実際のピストンの動きを考えると、偏心と傾斜が複合した姿勢となっているはずであり、あるアンバランスによって生ずる傾きは、傾斜のみで考えた場合よりも大きくなると考えられる。また、復元力及び調心力は嵌合部上端の絞られた付近の圧力変化により発生するものであるから、ピストンは嵌合部上端部分でより強く拘束されていると思われる。よって実際の傾斜中心はより上端に近いところにあることが想像される。その場合、同じ傾斜角でも絞りの程度は小さくなるから復元力も小さなものとなるはずである。

3. 2. 2 試作装置

開発試作した装置の構成概念図を図 3-5 に、全体の写真を図 3-6 に示す。また、主たる仕様を表 3-1 に示す。ピストン上面には、円筒帽子状の荷重釣り下げ枠が載り、この釣り下げ枠の下部には、重錘懸架部が取り付けられている。シリンダ部分は、この荷重釣り下げ枠の中にあるが、ピストンが回転しないので枠に開けられた穴を通して支柱で支えられている。枠の上部には、バランス調整用の 4 本の腕が横に出ている。

各部の詳細を以下に説明する。

3. 2. 2. 1 ピストン・シリンダ部

試作したピストン・シリンダの形状寸法測定の結果を図 3-7 に示す。測定は、ゲージ・ブロックとの比較測定により行った。ピストン外径及びシリンダの内径の測定不確かさは、それぞれ $\pm 0.1 \mu\text{m}$ 及び $\pm 0.2 \mu\text{m}$ であり、真円度は、どちらも $0.05 \mu\text{m}$ 以下であった。

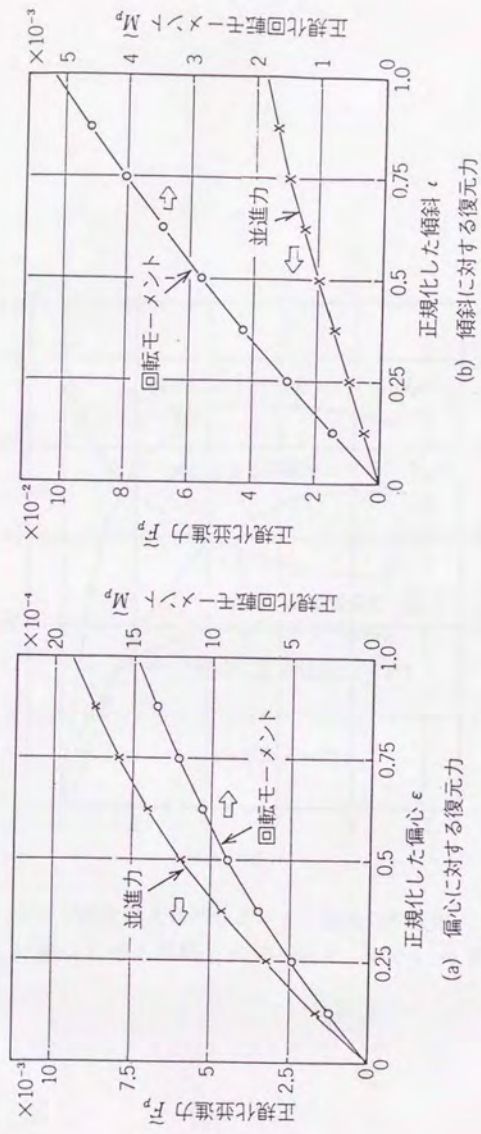


図3-3 ビストン復元力の数値計算結果例 (テーパ度 $t=2$ の場合)

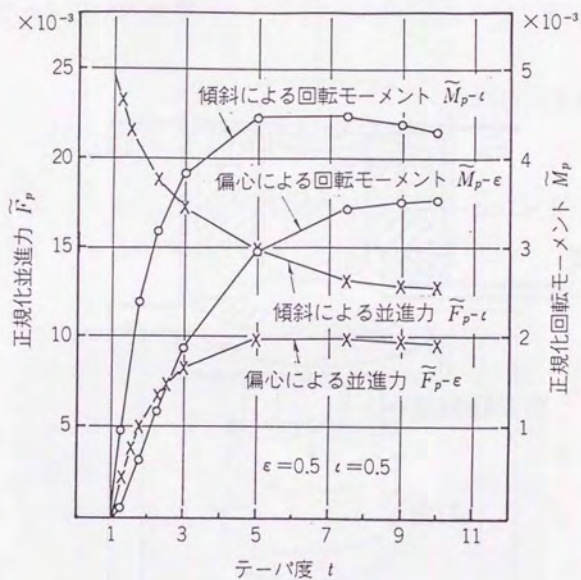


図3-4 テーバ度を変えた時のピストン復元力の変化
 (偏心 $\epsilon = 0.5$, 傾斜 $\iota = 0$ の場合と、偏心 $\epsilon = 0$, 傾斜 $\iota = 0.5$ の場合)

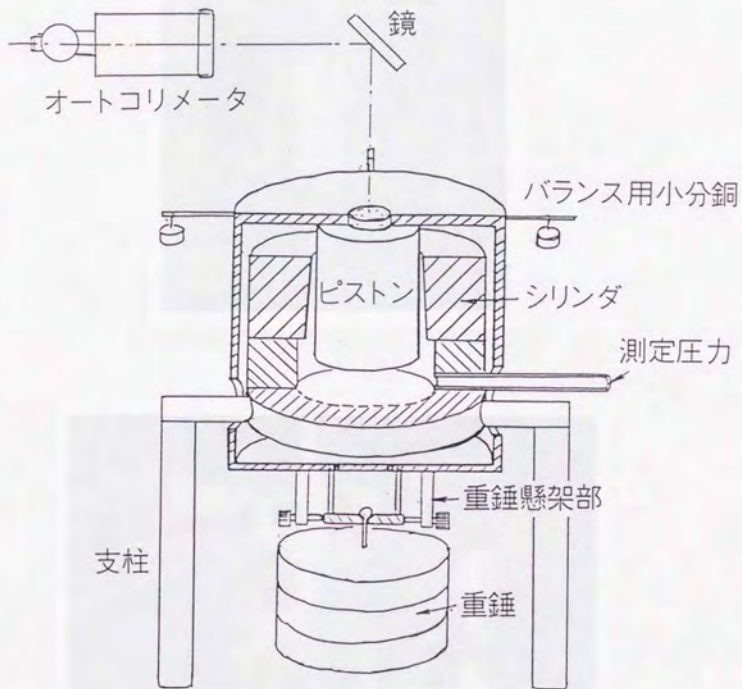


図3-5 試作した無回転ピストン式重錘型圧力計の構造概念

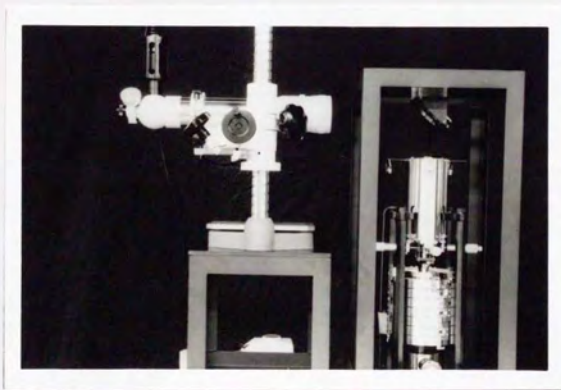
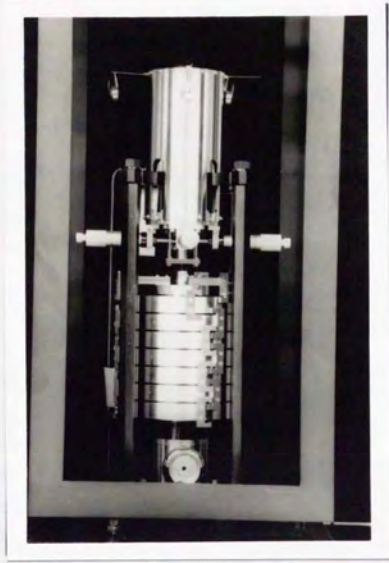


図 3 - 6 無回転ピストン式重錘型圧力計の外観

表 3 - 1 試作した無回転式重錘形圧力計の主な仕様

圧力媒体	空気、窒素など不活性気体
圧力測定範囲	$0.5 \sim 4 \times 10^5$ Pa
有効断面積	6 cm ²
不確かさ	9 ppm

3. 2. 2. 2 重錘懸架部

ピストン、荷重釣り下げ枠及び重錘懸架部の質量は、3kgに調整してあり、その下に3kgの重錘が7枚吊り下げられる構造になっている。重錘は、直径1 mm ϕ の棒で吊り下げられ、この棒の先端を懸架する部分の位置は、図3-8で示されるように、マイクロメータで微調整可能になっている。この機構によりピストンの中心軸の延長上に正確に重錘の荷重点を配置することができる。

3. 2. 2. 3 ピストン姿勢モニタ部

ピストンの上端面は鏡面に研磨加工されており、図3-5に示すように、オートコロメータによってピストンの傾きが ± 1 秒の分解能で観測モニタできるようにしてある。自由液体面を基準にするとピストンとシリンダの鉛直度も測定調整することが可能である。その様子を図3-9に示す。ピストンはシリンダ内で ± 7 秒傾けることが可能であり、その中心がシリンダの中心方向に対応する。しかし、ピストンの中心軸の方向と鏡端面の方向が一致していないので、そのずれを評価するために、ピストンの回転姿勢を90度づつ変えて4姿勢についてそれぞれ可動傾斜範囲を求めることにより真のシリンダ方向を求めることができる。図3-9によると、ピストンの軸方向と端面の方向はおおよそ15秒ずれていることが解る。

3. 2. 3 結果

3. 2. 3. 1 動作状態

試作装置はバランス調整を適切に行うことにより期待通りの動作をすることが確かめられた。調心機能を実現するための調整手順を以下に示す。

(1) 3.3で述べた方法によりシリンダの軸方向を鉛直に調整する。

(2) 重錘を懸架しない状態でバランス用腕の小分銅により浮揚状態を実現し、ピストン軸が鉛直になるように調整する。

(3) 重錘を懸架する。ピストンの姿勢の乱れをオートコロメータにより観察し、懸架位置を調整するマイクロメータによりピストンが鉛直になるまで調整する。以上の手順によりバランス調整を行う。ひと度調整が為されれば、安定な浮揚状態は容易には崩れない。

ピストンは ± 3 秒の傾き範囲内で浮揚状が維持され、傾きが3秒を越える程のアンバランスが加えられると、数秒で傾きが増しシリンダに接触するに至る。実際の復元力の回転モーメント M_r をバランス用の小分銅によって測定したところ傾斜角度と回転モーメントは比例し、差圧 Δp が 1×10^5 Pa (約1 kgf/cm²) のとき、 8.3×10^{-3} N-m/秒 (85 gf-cm/秒)であった。この大きさは、差圧すなわち懸架する重錘量に比例して大きくなる。この回転モーメントの大きさは数値計算シミュレーションによる傾斜のみの場合の結果と比較すると5分の1位の大きさになる。

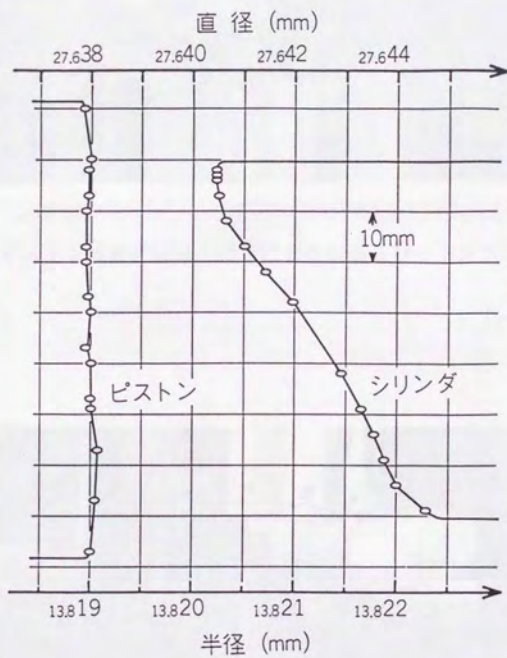
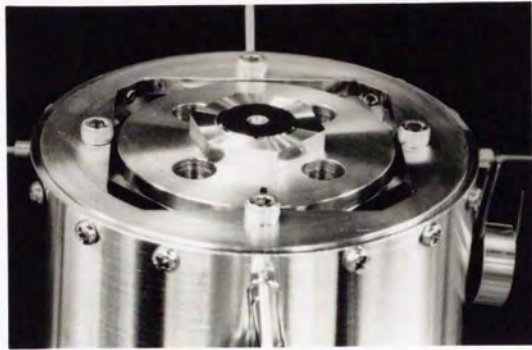
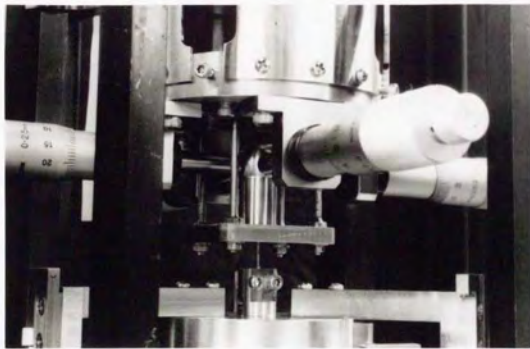


図3-7 試作したピストン・シリンダの形状寸法測定結果



(a) ピストン頂部の構造 (鏡面にした端面及びバランス用分銅)



(b) 重錘懸架部の吊り下げ軸微調機構

図3-8 試作した圧力計のバランス調整機構

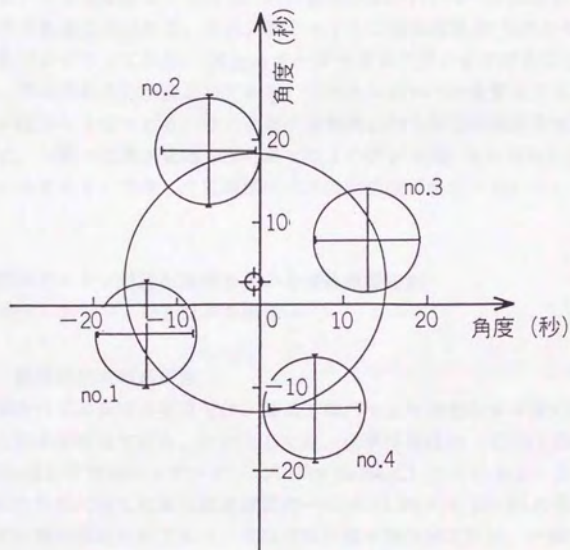


図3-9 ピストン傾斜角度の測定結果

小さな4つの円がシリンダ内でのピストンの傾き範囲をあらわす。
 大きな円はピストン頂部端面の方向とシリンダ軸との方向のズレに
 よって生じたもので、その中心点がシリンダ軸の方向になる。

3. 2. 3. 2 試作装置の性能

感度と安定度について調べた結果を図3-10に示す。圧力変動のモニタ測定には水晶振動子式の圧力変換器（Paro-scientific社製）を用いた。測定範囲は、800 mmHgで分解能が0.26 Pa（ 2μ mHg）なので、これ以下の変動については測定不能である。図3-10は、各量の微小分銅をピストン上に載せ、モニタ圧力計の表示変化をプロットしたものである。試作重錘形圧力計はモニタ圧力計の分解能以下まで感度があることが解る。また、図3-11に加圧直後30分間のモニタ圧力計指示値をプロットしてみた。10 ppm オーダーでヒステレシスがあることが解る。その後、モニタの出力が安定してから、ピストンのレベルを変えてモニタ出力を見た結果が図3-12である。モニタ最小分解能以内で同じ圧力値を発生していることが解る。一般の空気式重錘形圧力計では1 Pa（ 8μ mHg）もの回転に伴う変動があることから見ると、開発した重錘型圧力計は安定度が格段に良いといえる。

3. 3 無回転ピストン安定化機構を用いる差動微差圧計

—ダブルテーパー・シリンダの場合—

3. 3. 1 微差圧測定の必要性

半導体産業をはじめ関連各業界では、製造工程内でより精密なガス流の計測制御技術に対する要求が増えている。一例としては、化学蒸着技術（CVD [Chemical Vapor Deposition]）や気相エッチング（DE [Dry Etching]）などがある。このような要求に応えるために最も重要な要素技術の一つが0.1 Paから100 Paの範囲の微圧・微小差圧の精密測定技術である。当該分野の微小差圧測定には、一般に、静電容量式隔膜圧力計（CDG [Capacitance Diaphragm Gage]）が用いられている。CDGは基本的に差圧測定器であり、参照圧側を真空中に排気する事により絶対圧の測定も可能となる。測定範囲のレンジアビリティは、約3桁と高く、1 Paから 10^6 Paの圧力を0.01%の分解能で測定でき、最高感度は1 mPa以下である。また、最高グレードの圧力計は、精度0.1%以下を主張している。しかし、校正基準となる標準器が無い場合、この精度を確保することは、低圧力になるに従って難しくなる⁽¹²⁾。

本報告で紹介する新しい形の空気式重錘型圧力計（APG [Air Piston Gauge]）は、微小な差圧と絶対圧の高感度かつ高精度の計測標準と成ることを予定しているものであり、これは精密なCDGの要求に充分応えることができるものである。

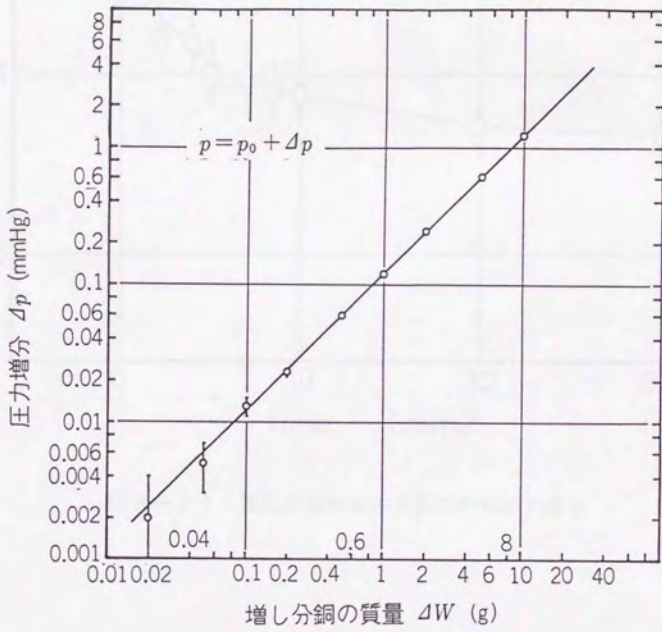


図3-10 増し分銅による圧力変化 (試作圧力計の感度)

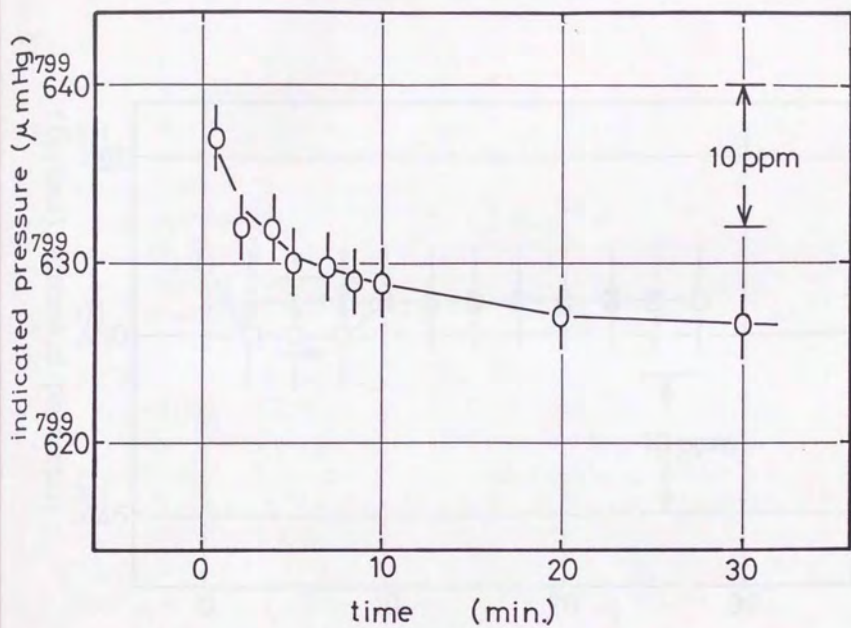


図 3 - 1 1 加圧直後のモニタ圧力計の出力変化

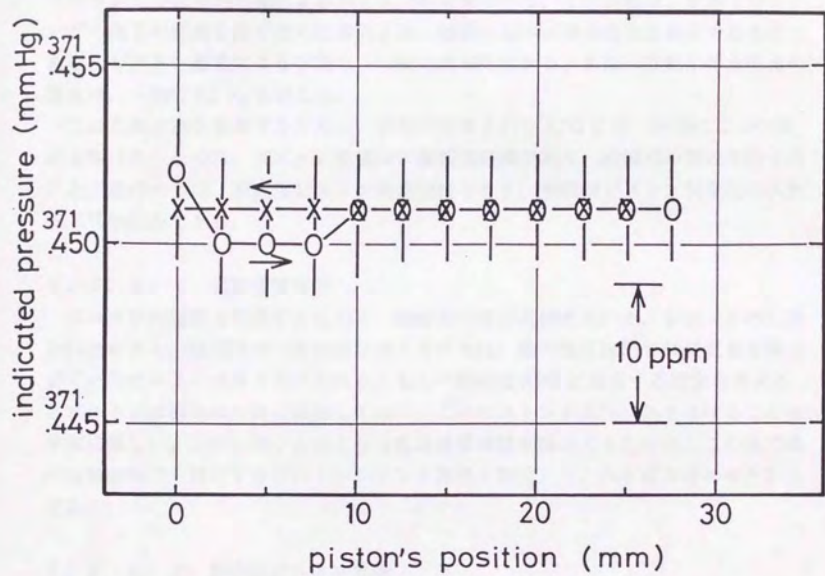


図3-12 ピストン位置による発生圧力値の変化

3. 3. 2 計測動作原理

一般的な APG を微小圧力計測に用いるには、二つの決定的な問題がある。一つは測定下限がピストンの重量で制限されるということであり、他の一つはピストン・シリンダの相対的回転による発生圧力の変動である。この回転は、ピストンシリンダの相互の接触を防ぐために導入され、隙間の流体の潤滑効果を利用するものである。ピストン重量による下限は、一般に数 kPa である。また、回転に伴う圧力の擾乱は、一般に 0.1 Pa を越える。

これらの欠点を補償するために、新たに開発された APG には、特別に二つの機構を設けた。一つは、ピストン重量の平衡補償機構であり、機械式の等比天秤を用いた。他の一つは、安定化ピストン保持機構であり、無回転ピストン安定化システム⁽¹⁰⁾の応用である。

3. 3. 2. 1 重量補償機構

ピストンの重量を補償するために、機械式の等比天秤を用いた。シリンダ内に置かれたピストンは天秤の一方の端に吊り下げられ、他の端には同じ材質質量を持つダミーのピストンが吊り下げられる。もし一般的な APG に適用する場合を考えるとピストンは潤滑のために回転しており、このピストンを天秤に吊り下げることは、非常に難しい。天秤を使うこのような重量補償機構を採用できたのは、この後で述べる無回転でも機能するピストンシリンダ機構を開発し、これと組み合わせたからである。

3. 3. 2. 2 無回転ピストン機構

既に、回転しなくてもピストンシリンダの接触を防げる無回転ピストン安定化機構を開発し、APG に応用する技術を有している^{(10)・(11)}。その主要な動作原理は、図 3-1 に示すような、小さなテーパ状の隙間を持つピストンシリンダで説明される。隙間の大きい方は高压側、小さい方は低压側に向いている。3.2.1.1 節で説明したように、この機構により、ピストンがシリンダの中心からずれる動きをした場合に、これを戻す求心的力がピストン側面に作用し、ピストンはシリンダの中心に保持される。先に開発した APG は、図 3-1 に示すような単体のテーパ付きピストンシリンダを装備していた。動作は良好であり、求心復原力による安定化の効果は、APG に対して有効であることが確かめられた。また、復原力は加えた圧力と中心位置からのピストンの変位に比例することが見いだされた。このことは、圧力差が小さいほど復原力は小さくなることを意味し、この APG は微小差圧計測には適さないことが解る。

そこで、微小差圧計測を可能にするために二重テーパシリンダを考案した。その原理的構造を図 3-13 に示す。これは一本のピストンが二つのテーパ付きシリン

ダに嵌合する構造を持つ。シリンダは隙間の広い側を向かい合わせて内側に配置している。このシリンダの間に安定化のための加圧気体が導入され、隙間を流れて、先に単体のテーパシリンダの場合に説明したのと同様にピストンを安定化する働きを示すことが期待される。この効果は、二つのシリンダ部分それぞれで起こるから、ピストンは単テーパの場合に比して、より安定にシリンダ内に保持されることが期待される。また、この効果はピストン両端の圧力が中央の安定化圧力より小さければ発揮される訳で、微小差圧の測定に適しているだけでなく、絶対圧への応用にも有効である。

今回新たに開発した二重テーパシリンダの APG と先に開発した単テーパシリンダの APG の設計値及び実験値を対比して表 3-2 に示す。

3. 3. 3 装置の構造

装置の構造の概念図を図 3-14 に示す。装置の全体システムはピストンシリンダ部、重量補償用等比天秤、圧力測定用電子天秤、天秤操作用マニピレータ付き真空チャンバ、及び排気ポンプである。

3. 3. 3. 1 ピストンシリンダ部

無回転ピストンシリンダ原理に基づいて図 3-15 に示すようなピストンシリンダ部を設計・試作した。二つのテーパ付きシリンダはサポート用シリンダの中に焼き詰めで挿入固定し、それぞれの軸が一致するようにしてある。

3. 3. 3. 2 等比天秤と電子天秤

天秤の配置は図 3-14 に示してあるが、等比天秤は一般的なナイフエッジの支点及び、10cm の長さの腕を持つ。ピストンを吊るしている側の上部には連結棒が付いており、電子天秤にぶら下がっている。電子天秤は、ザルトリウス社製モデル 1712MP8 で、160g までの重量を 0.1mg の感度で測定できる。この複合天秤の構造により、ピストンに働く差圧のみを取り出して電子天秤で測定することができる。

3. 3. 3. 3 真空チャンバ

全ての機構的な部分は、真空チャンバ内に納められる。真空チャンバは、昇降可能なベル部分と複数の ICF-70 フランジを持つカラー部分より成る。ベル部分には内部を観察できるように観測用窓が付いている。カラーのフランジには天秤操作用のマニピレータ、電気信号用ハーメチックシールが取り付けられている。排気用のポンプには、オイル拡散ポンプ (ULVAC 製モデル YH-500A) を用いている。

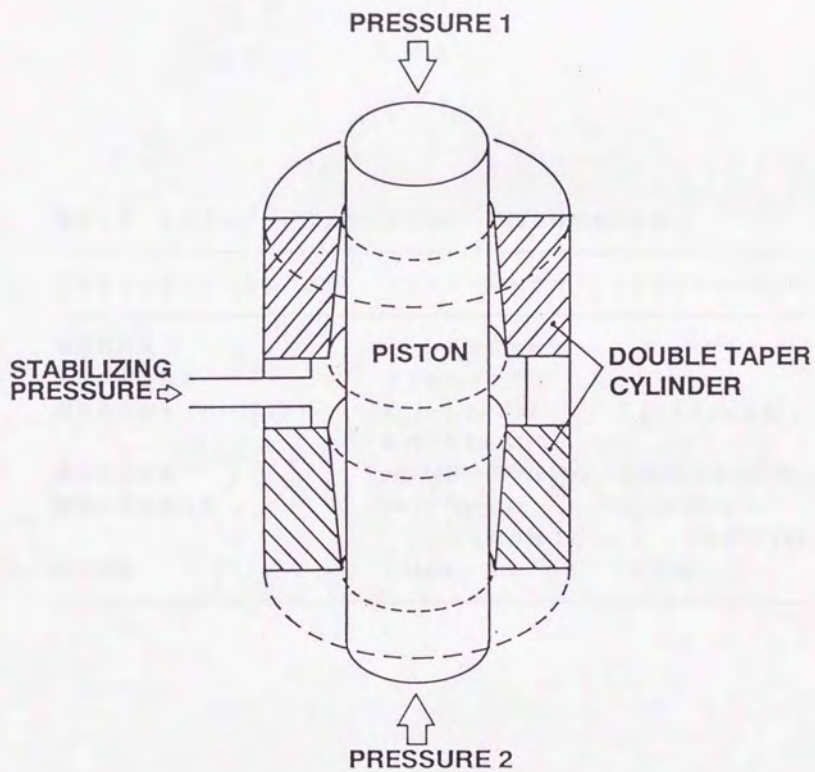


図 3 - 1 3 ダブル・テーパー・シリンダの構造概念図

表 3-2 シングルテーパー圧力計とダブルテーパー圧力計の設計仕様

ピストンシリンダーの設計項目	ダブルテーパー圧力計	シングルテーパー圧力計
有効断面積	1.9999 cm ²	6.0011 cm ²
シリンダの長さ	37 mm × 2	70 mm
隙間の大きさ (テーパー比)	0.55~2.8 μm(5) 0.25~2.8 μm(11)	1.3~3.3 μm(2.5)
復元力の目安	~0.06 N (圧力 10 ⁴ Pa)	0.025 N・m (圧力 10 ⁵ Pa)
隙間からの漏れ量	2 × 10 ⁻⁶ Pa・m ³ /s (圧力 10 ⁴ Pa)	1 × 10 ⁻³ Pa・m ³ /s (圧力 10 ⁵ Pa)
圧力変動	< 10 mPa	< 50 mPa

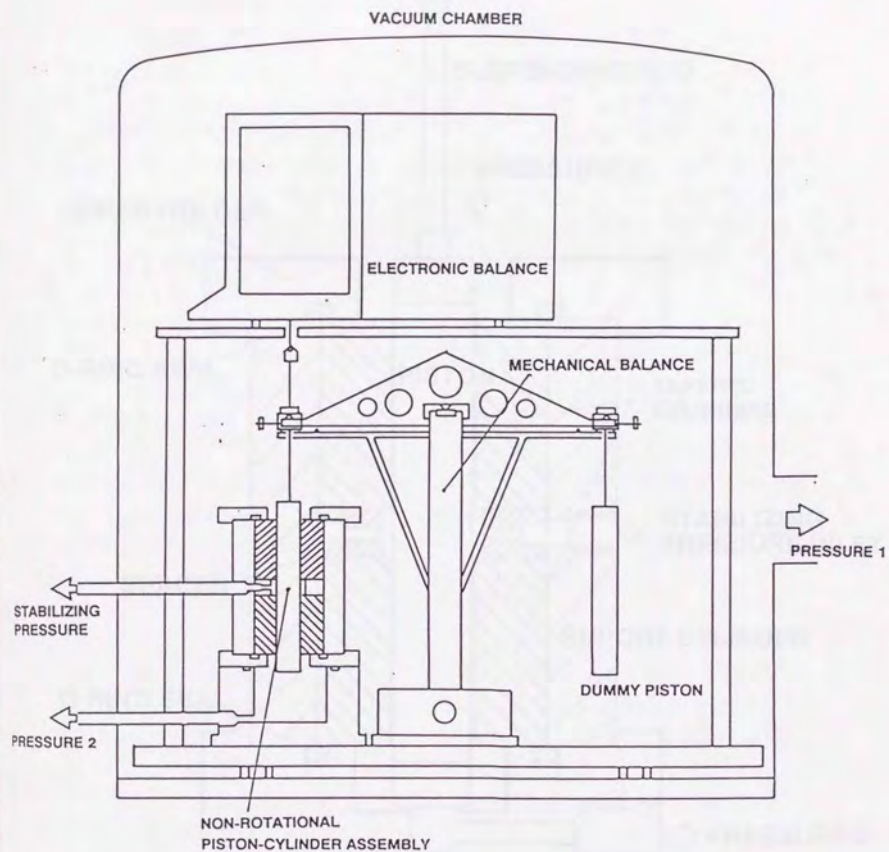


図 3 - 1 4 無回転差動ピストン式微小圧力計の装置構造の概念

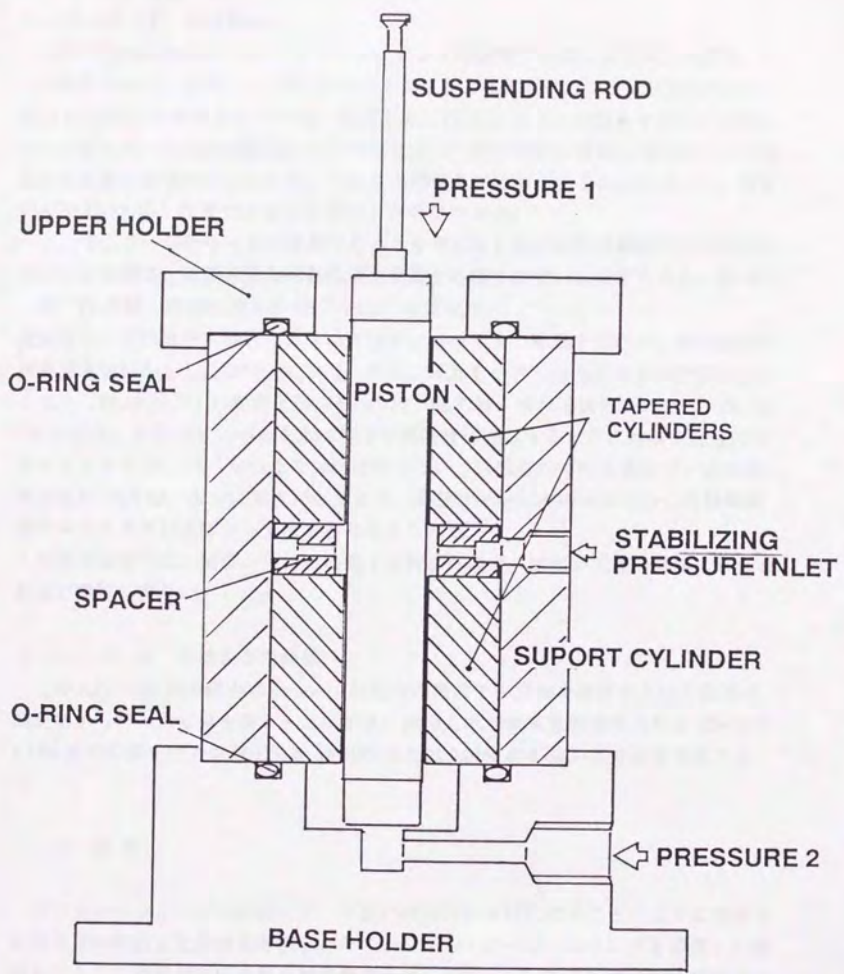


図3-15 ダブル・テーパ・シリンダとピストンの組立図

3. 3. 4 考察

3. 3. 4. 1 ガス洩れ

APGの主要な特性の一つにピストンシリンダの隙間からの一定のガスの流れ(洩れ)がある。開発したAPGについて言うと、洩れ速度は安定化圧力とライン圧力との差圧 P_s に比例している。安定化圧力 P_s はピストンの傾きやピストンと二つの天秤を結ぶ支点の鉛直性からのずれによって生ずる力に対抗してピストンの位置を正す働きを目的としている。これらの調整を注意深くとることによって、安定化圧力 P_s は 10^4 Paまで小さくすることが可能である。

ここで、ゲージ圧モードで使用することを考えると洩れ速度は無視できるほど小さいことが解る。隙間の流れが粘性流で壁面での滑りが無いと仮定すると、 P_s が 10^4 Paの時、流量は約 2×10^{-6} Pa \cdot m³/sになる。

絶対圧モードの場合、洩れたガスは真空チャンバの中で膨張するので、洩れ速度は無視できないかもしれない。しかし、ライン圧力も小さくなるのでガス密度も小さくなり(約10分の1)安定化圧力 P_s が 10^4 Paの時、洩れ速度は 2×10^{-7} Pa \cdot m³/sになる。真空チャンバを1 mPa以下の真空度に排気するためには排気速度は少なくとも 2×10^{-4} m³/s以上なければならない。装置されている真空ポンプの排気速度約2m/sは、十分に大きいと言える。真空チャンバ内の圧力はむしろ排気配管のコンダクタンスによって決まると考えられる。

この真空領域では、装置から、特に電子天秤からのガス放出が天秤の動作に与える影響が無視し得ない。

3. 3. 4. 2 不確かさの評価

このAPGの計測不確かさについての現在の段階での評価を設計値と圧力変動の測定値から行った結果を表3-3に示す。開発した空気式重錘型圧力計は1Paから8 kPaまでの微小圧力を差圧力を15 mPaまたは0.01%の不確かさで測定可能である。

3. 4 結言

ピストン・シリンダの隙間にテーパ状の傾斜分布を持たせることにより安定効果を得る無回転安定化機構を考案し、そのシングル・テーパ・シリンダを適用した無回転ピストン式重錘形圧力計を試作開発した。ピストン・シリンダの有効断面積は、約6 cm²であり、この重錘型圧力計の圧力範囲は、 $0.5 \sim 4 \times 10^5$ Paである。試作圧力計は以下の特長を備えている。

- (1) 回転に伴う外力が無いので1 ppm以下のオーダまで発生圧力が安定している。
- (2) 回転に起因する系統誤差、例えば発熱や対流による誤差などが発生しない。

表 3-3 差動ピストン微差圧計の不確かさ

不確かさの原因	不確かさ (1σ)
圧力比例項 :	不確かさ [Pa] $\times 10^6 / P$
有効断面積	5.0
重量測定	1.0
アラインメント	2.0
温度偏差	1.0
非圧力比例項 :	不確かさ [Pa] $\times 10^3 / Pa$
圧力変動	1.0
重量測定	5

(3) 回転させるための複雑な機構がいらないので、特に重錘量が大きい場合、重錘懸架部の設計・製作が容易である。

(4) ピストン・シリンダ間の隙間の流れが単純になるため有効断面積の評価などの理論的解析が容易になる。

(5) 安定化力は差圧に比例するので重錘量を増やしてもピストンの姿勢に変化がなく、高圧領域でも安定化原理は有効である。

(6) この無回転安定化機構は、これ以外の圧力領域に対しても適用可能であり、特に高圧力領域においては、重錘懸架方式の設計に大きな利点がある。

更に、無回転ピストン安定化機構を発展させて、差動ピストン微差圧計を開発した。これはダブルテーパ・シリンダによるピストン保持機構により可能になったものである。有効断面積は約 2 cm^2 であり、圧力範囲は $0 \sim 8 \text{ kPa}$ である。本試作圧力計により以下の成果を得た。

(7) ミリパスカル mPa オーダの微小圧力を計れるピストン式圧力計を初めて実現した。これにより、 15 mPa の分解能を達成した。これは従来のピストン式圧力計の適用下限である 1 Pa の 2 桁下の感度安定度である。

(8) 真空雰囲気 で用いれば、絶対圧力（真空）測定も可能である。

(9) この方式の圧力計は今後の微小圧力の標準器として使われることが期待される。

参考文献

- [1] Ooiwa A.: Development of a Highly Stable Air Piston Pressure Gauge with Non-rotational Piston-cylinder System, Fluid control and measurement(Proc. of FLUCOME TOKYO '85), 2 (1985) 959-964.
- [2] 大岩: 無回転ピストン・シリンダー機構を用いた高安定な空気式重錘型圧力計の開発, 計量研究所報告, 38(3) (1989) 289-294.
- [3] Dadson R.S., Lewis S.L., Peggs G.N.: The Pressure Balance, HSMO, London (1982) 1-11.
- [4] Legras J.C., Lewis S.L., Molinar G.F.: International Comparison in the Pressure Range 20-100 MPa, *Metrologia*, 25 (1988) 21-28.
- [5] [3] と同じ, 34-45.
- [6] 植木, 大岩, 山本, 川上: 空気式重錘型圧力計による微差圧計の校正技術, 第35回応用物理学関係連合講演会講演予稿集, 1 (1988) 38.
- [7] Prowse D.B., Hatt D.J.: The effect of rotation on a gas-operated free-piston pressure gauge, *J.Phys.E*, 10 (1976) 450-451.
- [8] Welch B.E., Bean V.E.: Pressure and temperature measurements in the annulus between the piston and cylinder of a simple dead-weight piston gauge, *Rev.Sci.Instrum.*, 55(12) (1984) 1901-1909.
- [9] Yamamoto S., Ooiwa A., Ueki M.: A Dead-Weight Piston Manometer as the National Primary Standard of Pressure up to 500 MPa, *Bulletine of NRLM*, 34(3) (1985) 218-223.
- [10] 特許 第1071815 「シリンダー内ピストンの安定化機構」 (1981)
- [11] 特許 第1692880 「圧力・力変換機構」 (1992)
- [12] [3] と同じ, 73-75
- [13] Delajoud P.R., Girard M.B.: The Development of a Digital Read-out Primary Pressure Standard, Instrument Society of America, N.C., (1981).
- [14] Dargent L.: Digital Piston Manometers; Are they Primary or Transfer Standards, *Metrologia*, 30 (1993/1994) 659-663.
- [15] Rendle C.G.: A Large Area Piston Gauge for Differential and Gauge Pressure from Zero to 3.2 kPa, *Metrologia*, 30 (1993/1994) 611-613.
- [16] Ooiwa A.: Novel Nonrotational Piston Gauge with Weight Balance Mechanism for the Measurement of Small differential Pressures, *Metrologia*, 30 (1993/1994) 607-610.

4.1 緒言

近年、半導体産業などにおける製造技術の高度化に伴って1～数100 Pa オーダの微小な圧力(微圧)の計測に対する要求が増加しており、高度なものでは1%の測定精度を必要としている。この測定精度を確保するための微圧用標準器としては、1%の数分の1(0.1～0.3%)の精度が必要である。具体的には、この微圧用標準器には、1 mPa 程度の分解能、1000分の1の正確さ、1 Pa から1000 Pa までの測定範囲が必要になる。

従来、この圧力領域付近における日本の国家的な一次標準器は、計量研究所の光波干渉式標準気圧計と電子技術総合研究所の標準マクラウド真空計であるが、各々微圧用標準器としては問題がある。光波干渉式標準気圧計は本論文の第2章に述べてるように水銀U字管式の気圧計で、水銀面の検出法に特長があり、水銀面を直接の反射面とする白色光マイケルソン干渉計によって液面を光の波長オーダの精度で検出することが可能である^{(3)・(4)}。これは、約880 mm(116 kPa)までの水銀の液位差を±2.1 μm(0.28 Pa)の不確かさで測定することができる。また、標準マクラウド真空計は、約1000 cm³の水銀溜を有する圧縮式の真空計であるが、0.013 Pa から0.3 Paの圧力範囲を、約2%の不確かさで測定でき、これより低い真空圧力の計測標準として用いられている⁽⁵⁾。これらの精度と測定範囲を見ると、光波干渉式気圧計は1000 Pa以上、標準マクラウド真空計は0.3 Pa以下の圧力範囲での使用を想定して造られたものであり、微圧領域の計測標準としては不十分であることがわかる。

そこで、我々は標準器となり得る0.01～0.1%の精度、1 Pa～1000 Paの測定範囲を有する標準圧力計の開発を計画した。これは真空用の油を作動流体とし、レーザ干渉計によって液面を検出する方式のものである。仮に油の密度を1 g/cm³と仮定すると、約100 mmの液位差を0.01～0.1 μmの精度で測長しなければならない。過去に、液面位置をレーザ干渉計で検出する方式の圧力計としては大気圧用のものではC.R.Tilford⁽⁶⁾、S.J.Bennett⁽⁷⁾、S.F.Jacobsら⁽⁸⁾が知られている。微圧用のものではK.F.Poulterら⁽⁹⁾の例が知られている。これらは何れも干渉縞計数方式を採用しており、Poulterのレーザ干渉計では、液面の検出精度が約0.06 μm、測定範囲が0.025～0.5 mmを実現している。我々の開発する圧力計では、更に大きな100 mm程度の液位差をサブミクロン以下の精度で測定する技術が必要になる。このため液位差測定装置としては、精密測長法として定評のあるレーザ・ヘテロダイ

ン干渉法^{(10)・(11)}を採用した。ヘテロダイン干渉法は従来の干渉縞計数法と異なり高い安定度と分解能が得られるばかりでなく、変調周波数によっては数十 cm/s の移動速度にも追従できるので、移動・振動する液面を直接の反射面とする測定には有利である。また、今回試作したヘテロダイン干渉測長器の分解能は 2 nm と非常に高分解なので干渉計本体及び U 字管部分の微小な変形や移動が無視できなくなる。変形や移動の主な原因としては、温度変化に伴う熱膨張及び光学除振台の傾きが考えられるが、これらを自動的に補償する構造として、2 組の U 字管と各々の U 字管に対する干渉計を組み合わせたダブル U 字管・ダブル干渉計を考案した。

本研究は、この液位差の精密測定装置に関するもので、装置の測定原理、構成及び測定精度の検討結果について述べる。

4. 2 液位差の測定原理

4. 2. 1 ヘテロダイン干渉法

図 4-1 に測定原理の概念図を示す。レーザヘテロダイン干渉計 (LHI) を液面検出に適用している。光源の波長安定化 He-Ne 横ゼーマンレーザ⁽¹²⁾ から周波数が f_1 、 f_2 と異なりかつその偏光面が直交する 2 つの直線偏光光が射出される。まず、光の一部を分離し、それを光検出器に導く。検出される信号の強度 I_R は、干渉する 2 つ光の強度の振幅が等しいと仮定しそれらの合成振幅を A_R 、位相を ϕ_R とすると、

$$I_R = A_R [1 - \cos(2\pi(f_1 - f_2)t + \phi_R)] \quad (4-1)$$

と表され、これを基準となる参照ビート信号とする。一方の偏光ビームスプリッタに向かった光は、偏光方向に応じて透過光と反射光に分割され、各々油面で反射し再び偏光ビームスプリッタに戻る。戻った光は、その経路中で 1/4 波長板の 2 回の透過と油面での反射によって偏光面が $\pi/2$ rad 回転する。そこで、最初に偏光ビームスプリッタで反射して U 字管の左側の油面に向かった光は偏光ビームスプリッタを透過して光検出器へ、偏光ビームスプリッタを透過して U 字管の右側の油面に向かった光は偏光ビームスプリッタで反射して光検出器に向かう。検出される信号の強度 I_1 は、2 つの光の波長を λ_1 、 λ_2 、光路長を l_1 、 l_2 とすると、

$$I_1 = A_1 [1 - \cos(2\pi(f_1 - f_2)t - \frac{2\pi(2l_1)}{\lambda_1} + \frac{2\pi(2l_2)}{\lambda_2} + \phi_1)] \quad (4-2)$$

と表され、これを干渉ビート信号とする。ここで、

(4-1) 式の ϕ_R 及び (4-2) 式の ϕ_1 は、光学素子の位置関係及び光路の屈折率に応じ

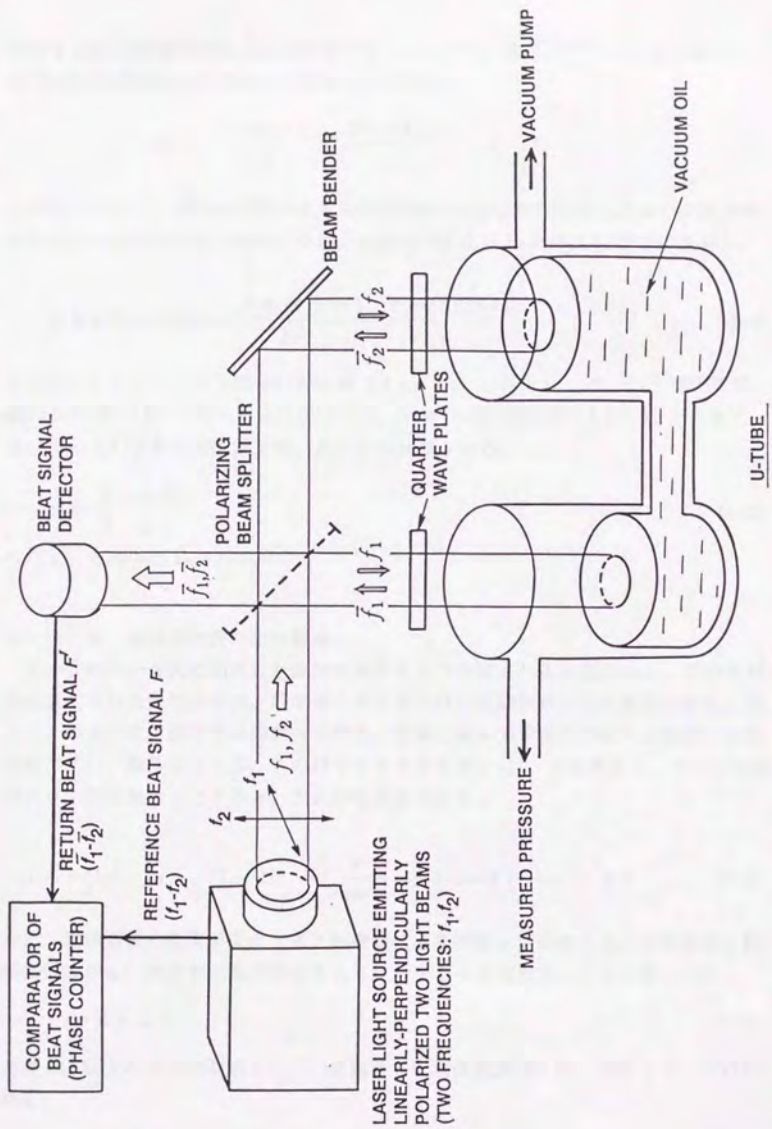


図4-1 レーザ・ヘテロダイン干渉式U字管圧力計の測定原理

変化するが、測定中には一定と仮定する。このため、参照ビート信号と干渉ビート信号の位相差 Φ は、干渉計の光路長のみ依存し、

$$\Phi = -\frac{2\pi(2l_1)}{\lambda_1} + \frac{2\pi(2l_2)}{\lambda_2} \quad (4-3)$$

となる。従って、液位差が零のときの位相差 Φ_0 と液位差を設定した後の位相差 Φ_m から求められる位相差の変化 $\Delta\Phi$ は、光路長の変化 Δl_1 及び Δl_2 だけに依存し、

$$\Delta\Phi = \Phi_m - \Phi_0 = -\frac{2\pi(2\Delta l_1)}{\lambda_1} + \frac{2\pi(2\Delta l_2)}{\lambda_2} \quad (4-4)$$

となる。ここで、ビート信号の周波数 $(f_1 - f_2)$ は約 2.1×10^5 Hzで光の周波数約 5×10^{14} Hzに比べ充分小さいので、レーザの波長は $\lambda = \lambda_1 = \lambda_2$ と見なせる。よってU字管の液位差 h は、次式から計算される。

$$h = \frac{\lambda}{2} \frac{\Delta\Phi}{2\pi} \quad (4-5)$$

ただし、 $h = -\Delta l_1 + \Delta l_2$

4. 2. 2 液位差測定の主な誤差

干渉計のレーザ光は油面に垂直に入射するよう調整される必要がある。干渉計が組み立てられた光学基板は、U字管と共に空気ばね式除振台の上に配置される。図4-2のように、測定中に除振台が傾き、油面に対し光学基板が傾くと調整された光軸がずれ、誤差が生じる。この傾き θ による誤差 ε_θ は、光路長を l 、レーザの間隔を d 、液位差を h とすると、次式から計算される。

$$\varepsilon_\theta = (l_1' - l_2') - (l_1 - l_2) = \left(\frac{h}{\cos \theta} + d \cdot \tan \theta \right) - h = d \theta \quad (4-6)$$

また、光学基板の温度が変化すると熱膨張により間隔 d が伸縮する。光学基板の熱膨張係数を α 、測定中の温度変化を ΔT 、とすると温度変化による誤差 ε_T は、

$$\varepsilon_T = d \alpha \Delta T \quad (4-7)$$

となる。以上の2つの誤差 ε_θ 、 ε_T を総合した液位差誤差 ε は、次のように求められる。

$$\varepsilon = \varepsilon_\theta + \varepsilon_T = d (\alpha \Delta T + \theta) \quad (4-8)$$

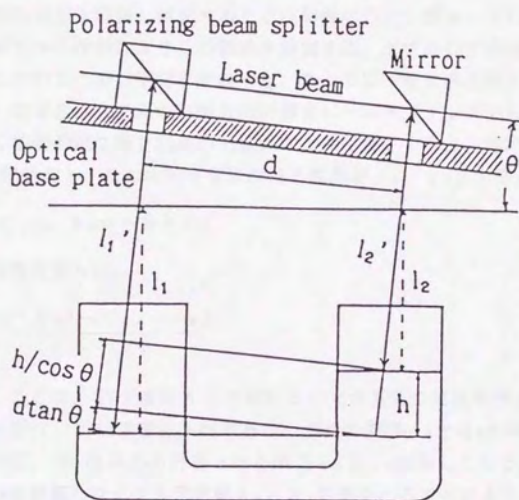


図4-2 光学台の傾きによって生じる誤差

ここで、この誤差を小さくするために、間隔 d は最小に設計する必要がある。しかし、間隔 d によって制限される U 字管の内径は、レーザの反射面となる U 字管内部の油面の中心部が平面で、油と U 字管内壁の接触状態の変化による液位差測定誤差が生じないようにするため、最小化に限界がある。以上の問題を考慮し、本装置の間隔 d は 46 mm に設計した。光学基板が黄銅製でその熱膨張係数 α が約 $2 \times 10^{-5} / ^\circ\text{C}$ とすると、光学基板の温度変化 1°C につき約 $1 \mu\text{m}$ の誤差 ε_T が生じる。

4. 2. 3 液位差誤差の補償

前述の液位差誤差を評価し補正することは困難なので、図 4-3 に示すダブル U 字管⁽¹³⁾とダブル干渉計によりこの誤差を補償する。ダブル U 字管は、紙面奥側に A、手前側に B の 2 つの U 字管を配置する。2 つの U 字管は高压側と低压側の向きが左右反転し配管され、油面の移動方向が偏光ビームスプリッタから見て逆になる。この 2 つの U 字管の液位差を別個の干渉計によって測定すると、測定結果 h_A 及び h_B は、真の液位差を h 、2 つの U 字管における誤差を ε_A 、 ε_B とすると、

$$h_A = h + \varepsilon_A, \quad h_B = -h + \varepsilon_B \quad (4-9)$$

となり、真の液位差 h は、

$$h = \frac{(h_A - h_B) - (\varepsilon_A - \varepsilon_B)}{2} \quad (4-10)$$

と表される。ここで、1) 干渉計 A と干渉計 B の光学基板の温度が等しい、2) 光軸 A と光軸 B が平行、3) U 字管に入射するレーザ光の間隔 d_A と d_B が等しい、の条件を満足すれば、(4-8) 式から計算される誤差 ε_A と ε_B は等しくなる。このため、誤差 ε_A と ε_B を評価しなくても測定値 h_A と h_B の差をとることにより誤差は補償され、真の液位差 h は測定値 h_A と h_B から、次式により与えられる。

$$h = \frac{(h_A - h_B)}{2} \quad (4-11)$$

4. 3 液位差測定装置

4. 3. 1 装置の概略

試作した装置の概略を図 4-4 に示す。レーザ(朝日分光社製、STZL-1)は出力が約 2 mW で、その周波数は計量研究所のよう素安定化 He-Ne レーザ⁽¹⁴⁾による校正の結果、 5×10^{-8} の再現性が確認された。レーザは半透鏡で 2 分され、2 つの U 字管 A 及び B に向い、油面で反射した後、光検出器に導かれ、干渉ビート信号が検出される。2 つの干渉ビート信号は、2 台の位相計によって別個に参照ビー

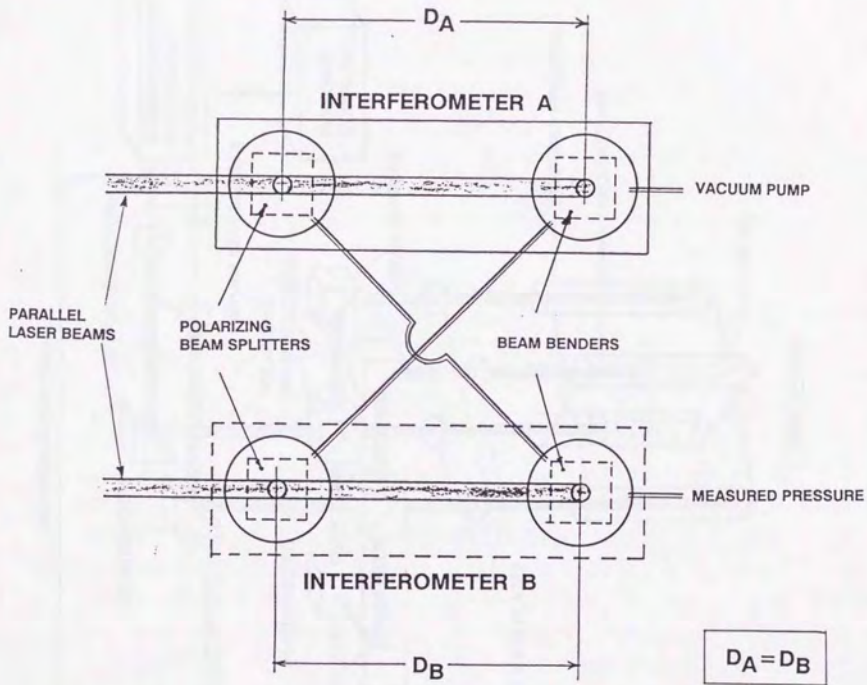


図4-3 ダブルU字管・ダブル干渉計の配置

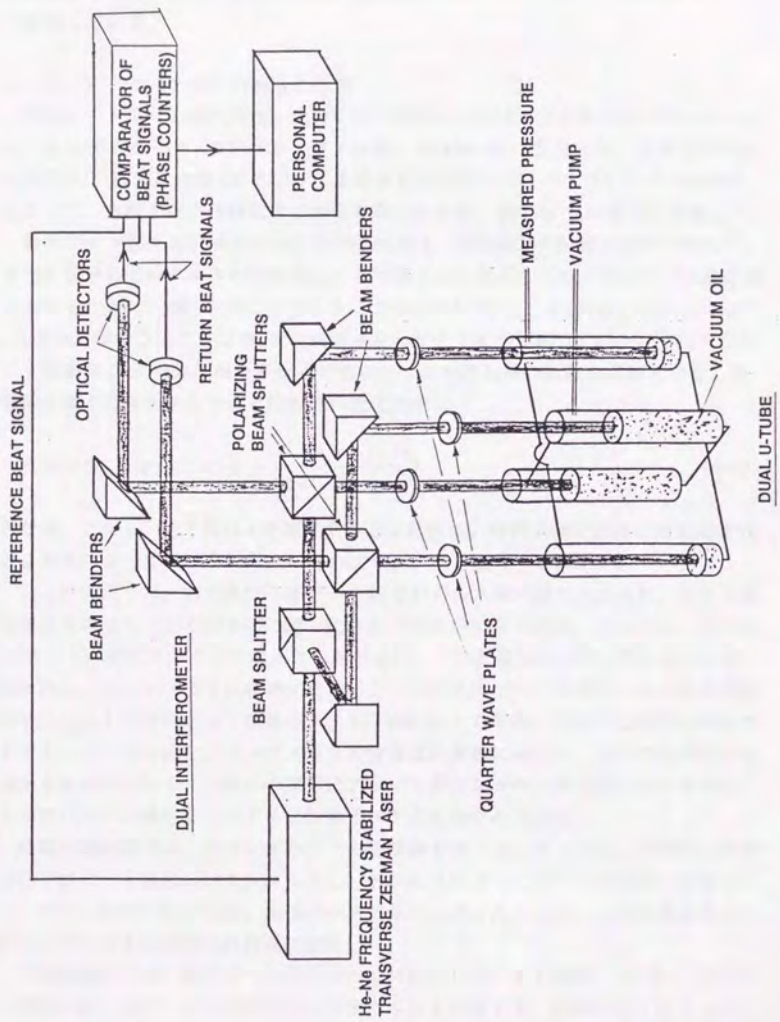


図4-4 開発したレーザ干渉式油圧マンオメータの装置構成

ト信号の位相と比較し $\Delta\Phi_A$ 及び $\Delta\Phi_B$ が測定され、液位差が求められる。油面の振動を減少させるために、干渉計は固有振動数が公称1.2 Hzの空気ばね式除振台上に配置してある。

4. 3. 2 ビート信号の検出と処理

干渉ビート信号の検出には、オペアンプが同一パッケージに組み込まれたシリコンフォトダイオード（浜松ホトニクス社製、S1406-06）を用いた。光検出器からの信号は、FET入力型OPアンプによる多重掃選型のハイパスフィルタと増幅器によって、電源と室内照明による雑音を除去した後、約1Vp-pの信号に増幅した。

参照ビート信号と干渉ビート信号の位相差は、電気信号の位相測定法に従って、2つの信号のゼロクロスの時間差 Δt と周期 t から求められる。本装置では液位差を求めるために、(4-4)式に示すように2つの位相差 Φ_0 と Φ_m から、位相差の変化 $\Delta\Phi$ を計算する。ここで Φ_m は、油面がレーザの半波長（約 $0.3\mu\text{m}$ ）移動する毎に1周期分（ $2\pi\text{ rad}$ ）位相を変化させるので、この周期数の計数も必要となる。周期数を表す整数を n とすると位相差の変化 $\Delta\Phi$ は

$$\Delta\Phi = \Phi_m - \Phi_0 = 2\pi \left(n + \frac{\Delta t_m}{t_m} - \frac{\Delta t_0}{t_0} \right) \quad (4-12)$$

となる。この n 、 Δt 及び t を測定する 2π 計数部、時間差測定部及び周期測定部の3要素によって構成された位相計のブロック図を図4-5に示す。

2π 計数部では、参照及び干渉ビート信号がパルス化回路に入力され、各々交流電圧信号の立ち下がりが0Vに達したときパルスが発生される。パルスは、2つの24ビットバイナリカウンタに入力し計数され、この計数結果がラッチメモリに収納される。ラッチメモリに収納するタイミングは干渉ビート信号のパルスと計算機のリクエスト信号によって制御され、210 kHz以上で高速に変化する結果を所定のタイミングで取り込む。ラッチメモリの情報は計算機に送られ、2つの計数結果の差から n が得られる。この n の測定にアップ・ダウンカウンタを用いない理由は、2つのパルスが同時に入力すると計数ミスが生じるためである。

時間差測定部では、カウンタのゲートを制御するフリップ・フロップ回路に参照及び干渉ビート信号のパルスが入力し、各パルスによってゲートの開閉が制御される。ゲートが開いている間、基準パルスがカウンタに入力され、この計数結果 Δt をラッチメモリに収納し計算機に送る。

周期測定部では、参照ビート信号のパルスによりゲートを開閉し、ビート信号の1周期の間にカウンタに入力された基準パルスを計数する。計数結果 t はラッチメモリに収納し、計算機に送られ、位相差 Φ が計算される。位相差 Φ は、常に1周期のパルス数をもとに計算するので、基準パルスの安定度は誤差にならない。基準パ

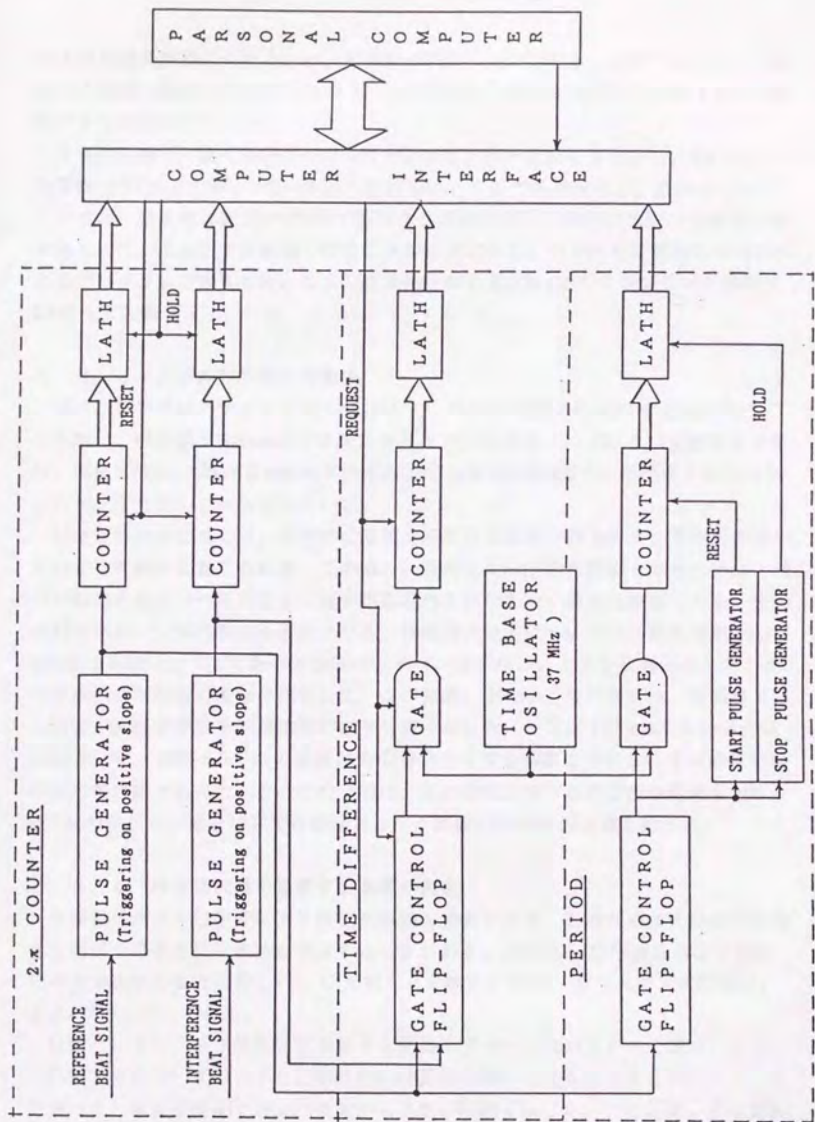


図4-5 位相カウンタの信号ブロック図

ルスは水晶発振器より出力され、周波数は約 37 MHz である。210 kHz のビート信号の 1 周期の測定では約 176 のパルスが計数され、長さに換算すると約 2 nm に相当する分解能が得られる。

2 台の位相計の測定結果はパラレル I/O のインターフェイスを介し、16 ビット計算機 (EPSON 社製、PC-286X) に送られ、ここで処理される。結果のサンプリングは、静止時に数 Hz の周期で振動する油面並びに移動時の油面の位置を評価するために、これより短周期で行うことが要求される。このため計算機は C 言語によるプログラムで操作され、2 台の位相計の結果を 120 Hz のサンプリング周期で RAM 上に記録できる。

4. 3. 3 ダブル U 字管と作動液

ダブル U 字管はステンレス製 (SUS304) で、内面が研磨された内径 43mm のパイプを用い、液位差が 120 mm まで測定できるように設計されている。上部の光学窓は、直径 25 mm、厚さ 5 mm の平行平面ガラス板 (材料 BK 7、平行度 2 秒以内) と Oリングで圧力シールされている。

U 字管作動液としては、化学的に安定で精度良く密度が得られる、蒸気圧が低い、等の特性を条件に選定される。この他に、液面をレーザの反射面とするために、液面の振動を抑えかつ圧力変化に対する応答性を損なわない適切な粘度である、光の反射率が良い、等の特性も必要となる。作動液の粘度については、動粘度が 10、100 及び 1000 mm^2/s である 3 種類のシリコン油を用い、これを反射面としたときの干渉信号の強度の変動を測定した。この結果、10 mm^2/s の場合は、除振台上でも油面が乱れ干渉信号の連続測定は不可能であった。一方、100 mm^2/s の場合は除振台上で、1000 mm^2/s の場合は除振台がなくても油面は安定し、干渉信号の連続検出が可能であった。このため今回は、圧力変化に対する応答性を考慮し 100 mm^2/s のシリコン油を U 字管作動液として、装置の性能評価実験を行った。

4. 3. 4 液位差誤差を補償する機構の調整

本装置はダブル U 字管により液位差誤差を補償するが、このために次の 3 つの条件を満足するように干渉計を構成する必要がある。条件は、1) 干渉計 A と干渉計 B の光学基板の温度が等しい、2) 光軸 A と光軸 B が平行、3) レーザ光の間隔 d_A と d_B が等しい、である。

1) については、光学基板と光学素子を発泡スチロール製のカバーで被い、さらに熱源であるレーザヘッド、位相計及び計算機を除いた装置全体をビニールシートで囲って、温度が変化する室内空気から 2 重の断熱を施した。この結果、光学基板の A と B の部分の温度差は、使用したデジタル温度計の検出限界である、0.02 $^{\circ}\text{C}$ 以下になった。この温度差によるダブル U 字管の液位差誤差は 0.01 μm 以下と考

えられる。

2) は、偏光ビームスプリッタからのレーザー光を鉛直方向に曲げる鏡を外し、光を水平方向に7 m 延長してその両端で間隔を測り、 $\tan^{-1}(1 \text{ mm}/7 \text{ m}) \text{ rad}$ より良い精度で平行にする。次に、鏡をセットし、鉛直方向に向かう光が油面に垂直に入射するように鏡の向きを調整する。この調整のために干渉計とレーザーヘッドを3 m 離して配置し、反射光の一部がヘッドに戻ることを利用し、

反射光が射出口に重なるように調整する。しかし、バックトークのため完全には一致できないので、液位差誤差に影響の小さい紙面に直角の方向に、光の半径2 mm 分ずらして、 $\tan^{-1}(0.5 \text{ mm}/3 \text{ m}) \text{ rad}$ の精度で調整した。この調整による100 mm の液位差測定における誤差は約0.001 μm である。またこの調整は、直径200 mm のシャーレ内の油面とダブルU字管内の油面で行い、光学窓の平行度誤差による影響が無視できることを確認した。

3) の調整は、2) で脱着する鏡の位置を水平方向に微動して行う。鏡の位置は、反射面としてダブルU字管の代わりに直径130 mm の平面鏡を置き、平面鏡を θ 傾け、共通の θ で生じる(4-6)式の誤差 $\varepsilon_{A\theta}$ と $\varepsilon_{B\theta}$ を測定し、これを等しくすることで決定した。平面鏡の傾きが大きくなると光検出器に当たっているレーザー光がずれ、干渉ビート信号が検出できなくなる。本装置では、この傾きの限界は水平から $\pm 1.85 \times 10^{-3} \text{ rad}$ である。そこで、平面鏡を $+1.75 \times 10^{-3} \text{ rad}$ から $-1.75 \times 10^{-3} \text{ rad}$ まで傾け、ここで生じる約161 μm の誤差 ε_{θ} を測定し、鏡の位置を調整した。装置は、表4-1に示すように誤差 $\varepsilon_{A\theta}$ と $\varepsilon_{B\theta}$ の差が平均0.007 μm になるまで調整された。

以上のように本装置は、レーザーヘッドが干渉計から3 m 離れてセットされ、また反射率の小さい油面からの干渉ビート信号のSN比を稼ぐため参照ビート信号はヘッド内で検出された信号を用いている。この配置では、ヘッドから干渉計までの光路中の屈折率が変動すると液位差誤差が生じる。しかし、この誤差も2つの干渉計A及びBで同じ大きさに生じると考えられ、2つの測定結果を差し引くことによって補償される。

4. 4 液位差測定装置の性能

4. 4. 1 ゼロ点の安定性

U字管は導通して差圧をゼロにすれば液位差がゼロになる。この状態で液位差測定結果の変化、言い替えればマノメータのゼロ点の変化の測定を行い、誤差を補償するダブルU字管の安定度を評価した。この結果を図4-6に示す。測定は3日間行われ、光学基板の温度、U字管A及びBのゼロ点を示す h_{A0} 及び h_{B0} とこれらから計算されるダブルU字管のゼロ点 h_0 を1時間毎にプロットしてある。 h_{A0} 及び

表4-1 光学台を約 1.75×10^{-3} rad 傾けることによって
生じる干渉計AとBの出力とその差

No.	Time	Manometer A $\epsilon_{A\theta}$ μm	Manometer B $\epsilon_{B\theta}$ μm	$\epsilon_{A\theta} - \epsilon_{B\theta}$ μm
1	15 : 35	163.256	163.254	0.002
2	15 : 40	162.389	162.403	-0.014
3	15 : 45	161.370	161.375	-0.005
4	15 : 50	161.677	161.687	-0.010
5	15 : 55	161.448	161.474	-0.026
6	16 : 00	160.323	161.321	0.002
7	16 : 05	160.326	160.316	0.010
8	16 : 10	161.822	161.832	-0.010
9	16 : 15	162.771	162.776	-0.005
10	16 : 20	162.111	162.123	-0.012
Mean				-0.007
Standard deviation (σ)				0.010

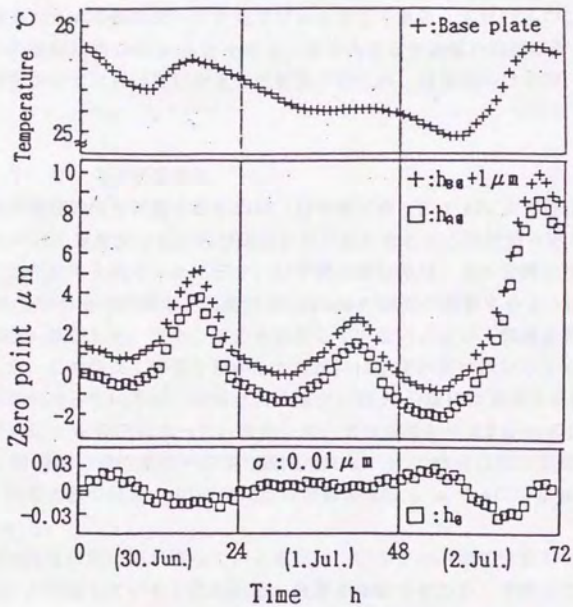


図4-6 ゼロ点の長期安定度
(光学台の温度変化及び干渉計AとBの出力も併せて示す。)

h_{B0} は20秒間に測定した2400個のデータの平均値で、 h_{B0} は h_{A0} と重なってしま
うので $+1\mu\text{m}$ 分ずらしてある。3日の間に、光学基板の温度が 0.8°C 、 h_{A0} 及び
 h_{B0} は主に除振台の傾きが原因で生じたと思われる誤差により約 $10\mu\text{m}$ 変化した。
しかし、ダブルU字管のゼロ点 h_0 は、誤差が補償され安定し、その標準偏差は
 $0.01\mu\text{m}$ であった。以上の結果から4.3.4節で述べた装置の調整が、所要の精度で
行われたことが確認できた。

図4-7はU字管のゼロ点すなわち油面の短期的な安定度を測定した結果で、5
秒間に測定した600個のデータを全てプロットしてある。A及びBのU字管のゼロ
点の変動の振幅は約 $0.04\mu\text{m}$ と小さく、またAとBで振幅と周期が等しいため、
ダブルU字管のゼロ点は更に安定した結果が得られ、標準偏差は $0.001\mu\text{m}$ であっ
た。

4. 4. 2 ゼロ点の履歴特性

ゼロ点の履歴特性を評価するために、U字管に徐々に 1kPa まで差圧を加えて
 100mm の液位差を設定し、再び差圧をゼロにしたときの液位差の戻りの測定を
行った。この結果を図4-8に示す。U字管の液位差は、360分間に2回設定し、
各々約10分間の操作時間で、油面が $25\text{mm}/\text{min}$ の速度で移動するようにハンドポ
ンプで加圧、減圧した。また、圧力を操作していないときは、導通弁を開き差圧を
ゼロにした。この結果、油面を動かした直後には差圧がゼロになっても約 $+0.2\mu\text{m}$
の液位差が残っているが、時間と共に減少し約90分後には油面を移動させる前
との差が $0.01\mu\text{m}$ 以下になった。また、差圧ゼロ直後の $+0.2\mu\text{m}$ の液位差及び
これから30分間の液位差は不安定で規則性はないが、40分以降は安定し再現性が
ある。8回の実験の結果、40分後には標準偏差 $0.01\mu\text{m}$ で $+0.05\mu\text{m}$ の液位差
が残っている。

差圧ゼロ直後に液位差が残っている原因は、U字管の内壁に付着した油すなわち
壁面の塗れが関係していると思われる。油面を移動させると、下向きに移動した側
では内壁に付着した油が重力により落ちて行く。本来差圧がゼロであれば、U字管
の2つ面は釣り合い、液位差はゼロになる。しかし、本装置では液面の移動量が大
きいと、油の粘性が抵抗になって面の平衡に時間が必要になった。液位差を 50mm
に変えた実験の結果、差圧ゼロ直後の液位差は $0.03\mu\text{m}$ で、油面を移動させる前
との差が $0.01\mu\text{m}$ 以下になるのは15分後であった。

以上の結果から本装置は、液位差に応じ測定に数時間掛かるが、図4-6に示し
たように装置の安定性が3日間は保証されているので、液位差測定の精度には影響
がない。

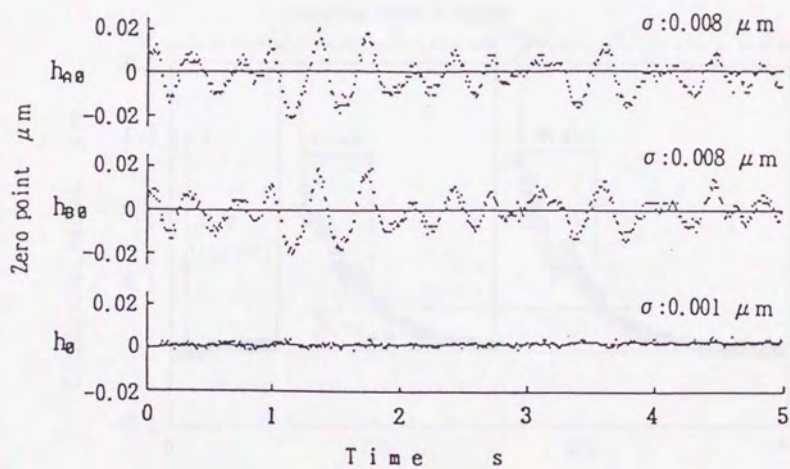


図4-7 ゼロ点の短期安定度
(干渉計AとBの出力も併せて示す。)

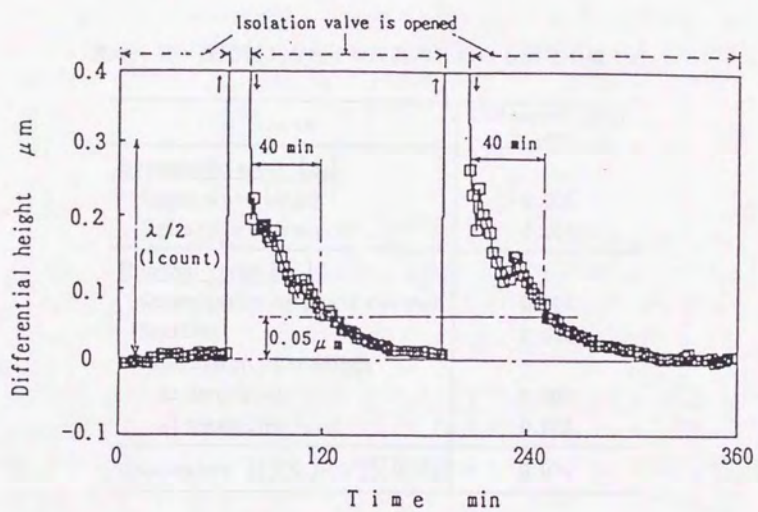


図4-8 加圧後のゼロ点の戻り

表 4-2 液位差 100 mm の計測時における測定不確かさ

Source	Estimated value μm
<u>Systematic error $[S_i]$</u>	
Laser wave length	0.005
Refractive correction	0.001
<u>Random error $[R_i]$</u>	
Quantization of phase counter	0.002
Stability	0.020
Fluctuation of readings	
at zero level	0.002
at measuring level	0.002
Uncertainty $[\sum(S_i) + \sqrt{\sum(R_i)^2}]$	0.026

4. 4. 3 液位差測定の不確かさ

これまでの結果をもとに、100 mmの液位差測定の不確かさをまとめて表4-2に示す。評価は、誤差を系統誤差と偶然誤差に分類して行った。レーザ波長の誤差は、よう素安定化He-Neレーザによる校正の結果である。屈折率の補正は、U字管内で異なる媒質を通過させて得た光学的長さを幾何学的長さに変換するもので、パラメータとなる温度、圧力及びU字管内の光路長の決定精度から誤差が見積られた。量子化誤差は、位相差測定のデジタル化に伴う誤差で、位相計の分解能の1カウント分が誤差になる。安定性及び読み値の変動の要因は、実験で得た標準偏差を2倍し信頼度95%の誤差を求めた。以上の結果100 mmの液位差測定の不確かさは、系統誤差の和と偶然誤差の2乗和の平方根から $0.026 \mu\text{m}$ と評価された。この液位差測定の不確かさにより、密度が 1000 kg/m^3 の真空用油をU字管作動液として用いると、1 kPaの圧力が0.3 mPaの不確かさで測定できる。

4. 5 結 言

1 kPaまでの圧力標準を確立するために、油マノメータの液位差を精密測定する装置を開発した。装置は、U字管の油面を反射面として干渉計を構成し、ヘテロダイン干渉法により100 mmまでの液位差を2 nmの分解能で測定する。また、除振台のレベル変化や温度変化に起因する誤差を2組のU字管と干渉計を組合せたダブルU字管・ダブル干渉計によって補償する。

動粘度が $100 \text{ mm}^2/\text{s}$ のシリコン油をU字管作動液として装置の性能評価を行い、以下の結果が得られた。

(1) ゼロ点は安定し、3日間の標準偏差が $0.01 \mu\text{m}$ 、5秒間の標準偏差が $0.001 \mu\text{m}$ であった。

(2) 25 mm/min の速度で油面を移動させても、油面をレーザの反射面としてその位置が検出できる。

(3) 1 kPaの差圧を導入し100 mmの液位差を設定した直後には差圧がゼロでも不規則に液位差が生じているが、90分後に油面を移動させる前との差が $0.01 \mu\text{m}$ 以下に戻る。

(4) 100 mmの液位差測定の不確かさは $0.026 \mu\text{m}$ である。

参考文献

- [1] 植木, 大岩: 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, **58**(1) (1992) 120-126.
- [2] Ueki M., Ooiwa A.: A Heterodyne Laser Interferometric Oil Manometer, *Metrologia*, **30** (1993/94) 579-583.
- [3] Ooiwa A., Ueki M., Kaneda R.: New Mercury Interferometric Baromanometer as the Primary Pressure Standard of Japan, *Metrologia*, **30** (1993/1994) 565-570.
- [4] 大岩: 光波干渉式標準気圧計, 計量研ニュース, **29**(2) (1981) 6-7
- [5] 中山: 真空度の標準確立に関する研究, 電気試験所研究報告, 第701号 (1969)
- [6] Tilford C.R.: A Fringe Counting Laser Interferometric Manometer, *Rev. Sci. Instrum.*, **44** (1973) 180-182.
- [7] Bennett S.J. et al.: Laser Interferometry applied to Mercury Surfaces, *J. Phys. E Sci. Instrum.*, **8** (1975) 5.
- [8] Jacobs S.F. et al.: Liquid Level Interferometer, *Appl. Opt.*, **20** (1981) 3508.
- [9] Poulter K.F. et al.: An Interferometric Oil Micromanometer, *J. Phys. E Sci. Instrum.*, **12** (1979) 931.
- [10] Dukes J.N. et al.: A Two-Hundred-Foot Yard-stick with Graduations Every Microinch, *Hewlett Packard J.*, **21** (1970) 2.
- [11] 高崎 他: 測定用光源としての安定化ゼーマンレーザ, 光学, **8**(5) (1979) 285.
- [12] 梅田 他: 横ゼーマンレーザの安定化制御, 光学, **8**(5) (1979) 279.
- [13] Heydemann P.L.M. et al.: Ultrasonic Manometer for Low and Medium Vacua under Development at the National Bureau of Standards, *J. Vac. Sci. Technol.*, **14** (1977) 597.
- [14] 岩崎 他: 市販波長安定化レーザの波長校正とその安定度, 応用物理, **49**(9) (1980) 870.

5. 1 緒言

最近の圧力計測器の高精度化には目覚ましいものがある。特に、半導体工業、流体輸送産業等の分野で、流体計測・制御技術の精密化、高精度化が進んでいる。これらの分野の圧力計測に対する要求の一つに1000 Pa以下の微小な圧力の計測が挙げられる。この範囲の圧力は、従来余り利用されることが多くなかったが、半導体産業における反応ガス制御、空調設備や低損失流路の流量計測・制御などの分野で要求が増えてきている。そのために各種圧力計測器の精度が良くなり、それに従ってその圧力計を校正する作業標準器及びその上に位置する標準器に要求される精度も良くなってきている。その要求精度は良い場合には0.1%以下が要求されている。微小差圧力の精密測定における問題点は、精度の高い微圧標準の確保の困難さと同時に、安定な微小差圧を発生させること自身が難しいということも挙げられる。そのため、圧力計の校正作業そのものに技術的困難がある。

そこで、これらの要求に応えるべく安定な微小圧力を発生する装置を開発した。これは、原理として回転遠心力を利用するもので、回転体とともに回る圧力媒体自身が遠心加速度で外側に加圧され、差圧力が得られる。回転速度を精密に制御することにより安定な差圧力が得られるはずである。差圧力1~1000 Paを0.1%の安定度で発生することを目標として設計・試作したが、如何に理論に近い条件を実現できるかが課題となる。性能試験を行って満足すべき結果を得た。

5. 2 差圧発生原理

差圧の発生には、回転遠心力の原理を応用し⁽³⁾、放射状に流路を設けたロータの回転によって差圧力を発生・制御するものである。その原理を図5-1によって説明する。回転体と一緒に流体が回転すると流体は自身の質量によって遠心力を受け回転中心から外側に向かって加圧される。その加圧力 ($dp/dr > 0$) は回転半径 r 、回転角速度 ω と流体の密度 ρ で決まり、

$(dp/dr) = \rho r \omega^2$ となるはずである。例えば図5-1の様にディスク状のロータに放射状に流路が設けてあると、ディスクの回転に従って流路内の流体は遠心力を受ける。気体の場合、密度は圧力 p と温度 T の関数であり、次式(5-1)で表される。

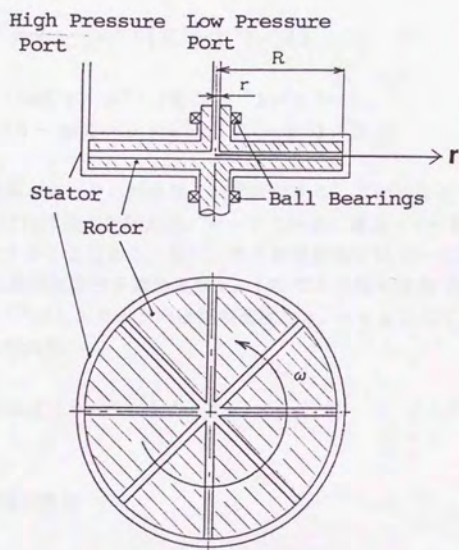


図5-1 遠心式一定差圧発生装置の原理説明図

$$\rho = p \cdot m / RT = p \cdot c \quad (5-1)$$

ここで、 m は気体の分子量（空気； $m = 0.02896 \text{ kg/mol}$ ）、 R は気体定数（ $R = 8.31451 \text{ J/mol/K}$ ）である。 c は気体密度係数、つまり、単位圧力当りの密度（ 25°C 、 1 気圧の空気では $c = 1.1688 \cdot 10^{-5} \text{ s}^2/\text{m}^2$ ）と言うべきものである。流路方向に流れが無く温度が一定とすると、ロータ中心部の圧力 P_L と周縁部の圧力 P_H の間には差圧力 $\Delta p = P_H - P_L$ [Pa]が発生し、ロータの回転速度 ω [rad/s]との間に次式の関係が成り立つ。

$$P_H / P_L = \exp[c \cdot \omega^2 \cdot (R^2 - r^2) / 2] \quad (5-2)$$

または、

$$\begin{aligned} \Delta p &= P_L \{ \exp[c \cdot \omega^2 \cdot (R^2 - r^2) / 2] - 1 \} \\ &= P_H \{ 1 - \exp[-c \cdot \omega^2 \cdot (R^2 - r^2) / 2] \} \end{aligned} \quad (5-3)$$

ここで、 R と r は夫々ロータの外半径と内半径である。この式を見て解ることは、 R に比べて r が小さければ発生差圧力は、ロータの外周の速度 $v_R = R\omega$ の自乗の指数に比例して変化することである。更に、気体密度係数 c について分子運動論的にみると、 $\sqrt{2/c}$ は最頻気体分子運動速度 v_m （ 25°C 1気圧の空気では約 $v_m = 413.66 \text{ m/s}$ ）に一致する⁽⁴⁾から、ロータ内径部の速度を $v_r = r\omega$ として、式(5-2)は次のように書き換えられる。

$$P_H / P_L = \exp[(v_R / v_m)^2 - (v_r / v_m)^2] \quad (5-4)$$

5. 3 差圧発生装置の概要

原理式(5-4)をみると、安定した発生圧力を得るためには、回転体に付随する運動以外の流体の運動の排除、回転体流路内における流体温度の一定性、回転体（回転流体）の周縁半径の確定、等が重要なことが解る。これらのことを考慮して、装置の設計・試作を行った。差圧発生装置の本体部分の構造を図5-2に、ロータとステータを分解したところの外観を図5-3に、全体の構成を図5-4に示す。

(1) ロータ部 ロータは厚さ 22 mm 、外径 $300 \text{ mm } \phi$ のディスクに中心軸をもった独楽の様な形状をしている。ディスク部の中には幅 $2 \sim 4 \text{ mm}$ 、深さ 4 mm の流路が放射状に等間隔で2段構成（中心部で 30 度間隔、周縁部で 7.5 度間隔）で設けられている。ロータの軸は両端のボールベアリングでステータ内に保持される。外部とのシールは回転軸の両先端部で行われる。中心軸の一方には内径 $10 \text{ mm } \phi$

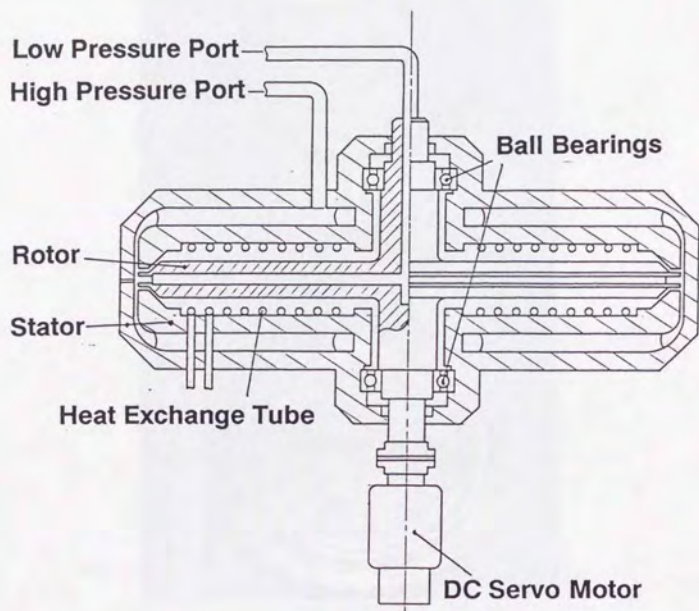


図 5 - 2 試作した装置本体部の構造



図 5 - 3 試作装置のロータとステータを分解した写真

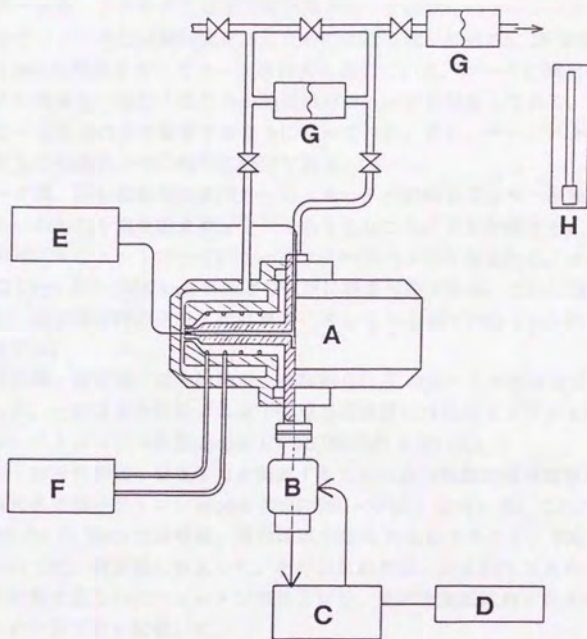


図 5-4 一定差圧発生実験の装置構成

- A : 発生装置本体部、B : 直流サーボモータ、
- C : モータ用 NC 制御装置、
- D : ロータ回転測定用カウンタ、
- E : サーミスタ温度センサ、
- F : 恒温水循環装置、G : 圧力計
- H : 水銀ファルタン型気圧計。

の圧力導入孔があけてあり、他方には回転駆動用の直流サーボ・モータが直接取り付けられている。

(2) ステータ部 ステータには圧力測定用とロータ収納用のチャンバがある。圧力測定用のチャンバ内には旋回流を防ぐための仕切り板が放射状に 29 枚配置してあり、幅 1 mm の隙間を介してロータ周縁部と通じている。ロータ収納用チャンバにはロータの温度を一定にするための熱交換用チューブが配置してあり、外部から供給される一定温度の水が循環するようになっている。また、サーミスタ温度計のための測定孔が周縁部と中心軸内に設けてある。

(3) モータ部 回転駆動用の直流サーボ・モータの回転速度はモータ軸に取り付けたレゾルバの出力を周波数カウンタで取り込むことにより計測する。レゾルバの出力は同時に NC コントローラによってフィードバック制御される。モータの回転速度は 1 rpm から 3000 rpm の範囲で任意に設定可能である。これは理論式にしたがうと、常温常圧時の空気または窒素に対して 0.15 mPa から 1 322 Pa の発生圧力に相当する。

(4) 温度計測・制御部 温度計測は、分解能 0.01 °C のサーミスタ温度計を校正して使用した。一定温水を供給する電子恒温循環装置には温度リップル 0.05 °C 以下の小松エレクトロニクス社製 model: CTE/CTR-240 を用いた。

(5) 気圧・差圧計測部 発生圧力を測定するために高分解能の隔膜型静電容量式差圧計 [MK S 社製 バルトロン model: 270B/398H-SP05] を用いた。これは、測定レンジ 1 300 Pa (10 Torr) で分解能、再現性が 0.01 % のものであるが、100 Pa 以上の範囲については、測定前に校正した。その校正精度は、約 0.5 Pa である。また、大気圧を計測するためにフォルトン型気圧計を、更に大気圧に対する本体内部圧力を求めるために差圧計を配置した。

5. 4 実験結果

差圧計によって実測した発生圧力と式 (5-4) による理論計算との関係を図 5-5 に示す。両者はかなり良い一致を示しているが、理論計算値に比べて発生圧力値の方が常に小さく、偏差は 3000 rpm の時、最大 (約 2.5 %) であった。理論値に対する実測値の偏差の特性を図 5-6 に示す。0% から -2.5 % の範囲で複雑に変化している。この関係の再現性は良く、この装置固有の特性と考えられる。変化の明確な原因は不明であるが、ロータ周縁部における流体の流れに変化が生じているものと思われる。

発生装置として重要な性能は発生圧力の安定度である。そこで、この装置の性能をロータの回転速度と発生圧力の安定度によって表すと図 5-7 の様になる。ロータの回転数の安定度は 10 rpm では約 0.1 %、100 rpm で約 0.01 % と回転数が増す

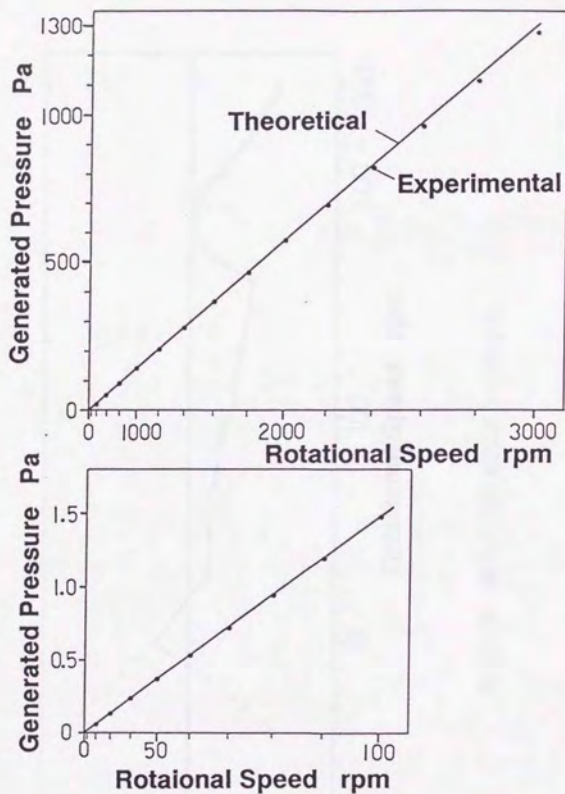


図5-5 ロータ回転速度と発生差圧力との関係

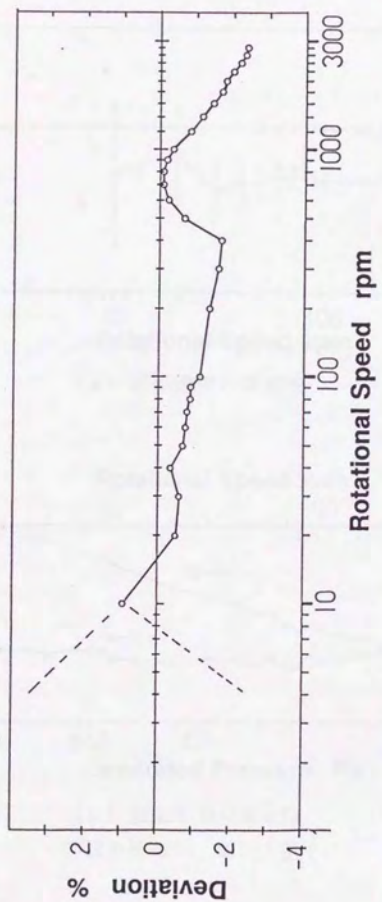
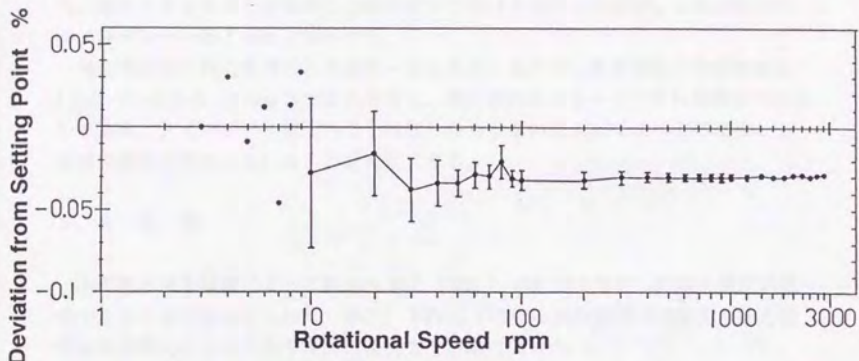
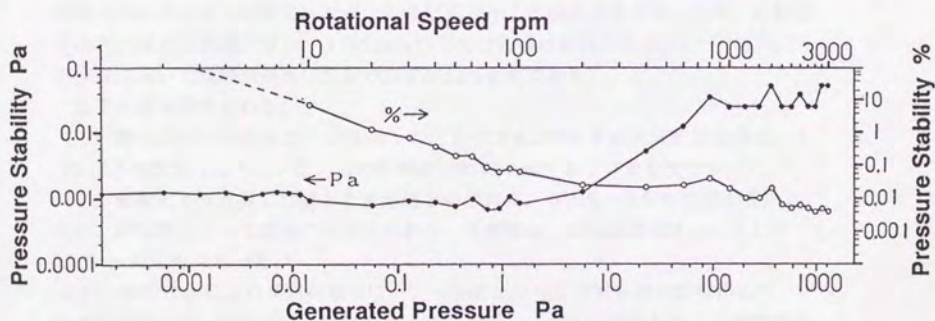


図5-6 発生圧力の理論値からの偏差



(a) 回転速度の安定性



(b) 発生圧力の安定性

○読み値の%、●圧力値 Pa

図5-7 一定差圧発生装置の安定性能

に連れて良くなり、3000 rpm では0.001 %以下となった。発生圧力の安定度については、13 mPa(10 rpm)で10%、1.3 Pa(100 rpm)で0.1%と回転数の安定度と同様に回転速度が増すにつれて良くなり、1300 Pa(3000 rpm)では0.01 %以下となった。図4-7を見ると発生圧力の安定度の下限は1 mPaであるが、これは差圧計のノイズレベル約1 mPaに相当する。

発生圧力の下限を参考のため図5-8に示す。これは、約6分おきに回転数を1 rpm づつ0から10 rpm まで変化させて、差圧計の出力をレコーダに記録させたものである。ノイズレベル以下のことははっきりしないが1 mPa オーダの感度、分解能で差圧が発生していることが確認できる。

5. 5 結 言

本微差圧発生装置によって数 mPa から1300 Pa の範囲で安定した微小差圧が発生できることが確かめられた。特に、1 Pa 以下の微小差圧領域での安定な圧力発生は本装置によって初めて容易に実現できる様になった。

本装置はプロトタイプとして研究室用として試作したものであるから、約100kgと重くて持ち運びに向かず、操作性も良くないが、今後、改良を加えコンパクトにできれば、微差圧計測器用の簡便な校正装置として有望ではないかと考える。試作装置において大きな問題は、シール部の摩擦熱による温度上昇であったが、回転数が小さいほど発熱量は減り、1000 rpm 以下では影響は無視しえる。いずれにしろ本装置においては熱制御及び温度の測定評価は重要である。

以下に結果をまとめる。

- (1) 発生圧力の安定度は、1 Pa 以上の圧力で0.1 % 以下の高安定度を得た。1 Pa 以下の圧力ではモニタ圧力計の分解能の加減1 mPa 以下の安定度であった。
- (2) 理論式より計算した値と実測値との偏差は、0 から-2.5 % の間で変化した。回転数によって偏差に再現性があり、再現性は、回転速度100 rpm 以上で0.1 % ~ 0.01 % であった。
- (3) 2000 rpm 以上の高回転域では、シール部分から発生する熱の影響があり、本体の温度の均一性が保証されなくなってくる。ロータの温度を正しく評価することで補正が可能である。
- (4) 本装置は、小型化すれば、微差圧計測器用の簡便な校正装置として使用できる。

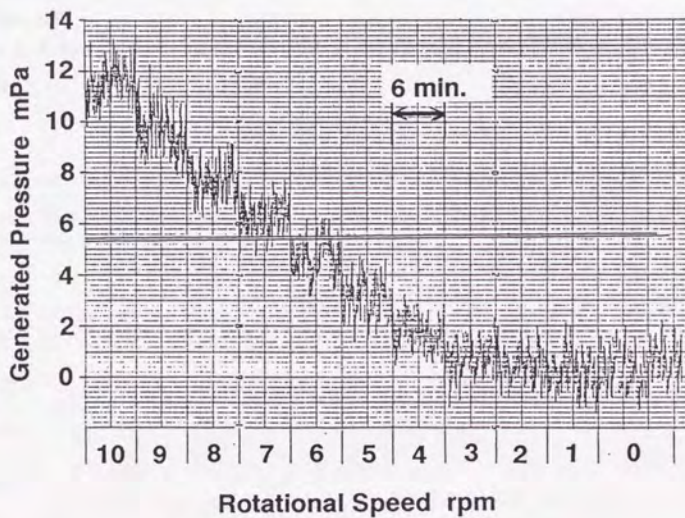


図5-8 発生微小差圧の測定下限

参考文献

- [1] Ooiwa A., Ueki M.: A Novel Fine Differential Pressure Generator Using Centrifugal Force, Proceedings of the XIII IMEKO World Congress, 3 (1994) 1957-1962.
- [2] 大岩彰, 植木正明, 村上順一: 遠心式微小差圧発生装置の開発, 1991 D&D Conference 論文集, 3-B (1991) 254-257.
- [3] 深町信尊: 圧力発生装置の試作, 九州大学応用力学研究所所報, 第 53 号 (1980) 105-109.
- [4] 例えば Reif F.: Fundamentals of Statistical and Thermal Physics, McGraw-Hill(1965) 269.

第6章 結 論

各種先端分野で、微小圧力や真空技術が広く応用されるのに伴い、当該領域の圧力の精密計測技術及び計測標準の重要性が増している。特に、最近の半導体製造技術及び省エネルギー技術の急激な高度化によって必要精度が従来と比して格段に高くなってきている。この動きは、大気圧以下の1 Pa付近から1000 Paにわたる微小圧力領域で顕著である。大気圧以上の圧力計測技術は比較的に充実しており、従来からあらゆる産業技術分野で重要な役割を果たしてきたが、1000 Pa以下の微小圧力領域に限って見れば、計測標準と呼べるものは従来無かった。また、関連する計測技術も未だ未熟な段階にあり、産業界の強い要請に十分な対応がとれないでいる。微小圧力計測における基礎技術及び計測標準の開発が早急に求められている。

本研究では、このような背景の下に大気圧以下の圧力計測標準及び関連する計測技術を開発したものである。特徴を以下に記す。

大気圧付近（120 kPa）から約1 kPaまでの圧力計測標準である光波干渉式標準圧力計を新たに開発し、従来のものと比べて格段に高機能・高精度化を実現した。また、従来ピストン式圧力計は機構的な制約から数kPa以上の圧力計測しかできなかったが、筆者の考案した無回転ピストン安定化機構を用いて差動ピストン式圧力計を新たに開発し、これがミリパスカルオーダーの微小圧力の計測にも適用できることを示した。更に、液柱型のマノメータで微小圧力測定を可能にするために、He-Neレーザのヘテロダイン変調干渉計をU字管の液面検出に適用した。この研究では、ダブルU字管・ダブル干渉計によりレーザ干渉式油マノメータを新たに開発し、サブミリパスカル・オーダーの測定精度を得た。一方、微小差圧計測の要素技術として、一定の微小差圧を安定して発生する装置を考案し、開発試作した。性能試験によりミリパスカル以下の安定度を有することを確認した。

以下に各章において明らかとなった諸点をまとめ、本研究の結論とする。

第1章では、本研究の目的とその背景・意義を明らかにするとともに、産業界における圧力計測に対する要求、計測技術の実体、圧力計測標準の現状、から問題点を概観した。

第2章では、光波干渉式標準気圧計の3号機を試作・開発した。これは、従来ある2号機を持つ欠点及び問題点を解決し、機能・精度とも大幅に改善することに成功したものである。主たる特徴について以下に記す。

(1) 旧標準圧力計 (ISB-2) の 100 kPa における計測不確かさが、0.73 Pa であったところを、新標準圧力計 (ISB-3) では、0.28 Pa と半減させることに成功した。

(2) 屈折率の補償機構により、光波干渉を用いながら屈折率の補正を必要無いものとするに成功した。この機構の適用は、U字管圧力計では世界的に初めての試みであり、光波及びレーザ干渉式のU字管圧力計の高精度化に対する有力な提案である。この機構により、水銀に対して不活性な気体であれば任意のものを媒体として使用することが出来るようになった。

(3) 測長部にレーザ干渉測長器を用いて、その光軸を水銀面検出用のマイケルソン干渉計の光軸と同一にすることにより、測長誤差を最小限のものとする事ができた。

(4) 温度計測、真空排気等の周辺技術を改善することにより、容易に高精度を実現できるようにした。

(5) 国際度量衡委員会の主催する国際比較に参加し、100 kPa 絶対圧力の計測で主要先進国との偏差 $2 \sim 3$ ppm 以内という、満足すべき結果を得た。

第3章では、ピストン・シリンダの隙間にテーパ状の傾斜分布を持たせることにより安定効果を得る無回転安定化機構を考案し、そのシングル・テーパ・シリンダを適用した無回転ピストン式重錘形圧力計を試作開発した。試作圧力計により以下の結果を得た。

(1) 回転に伴う外力が無いので 1 ppm 以下のオーダまで発生圧力が安定している。

(2) 回転に起因する系統誤差、例えば発熱や対流による誤差などが発生しない。

(3) 回転させるための複雑な機構がいらないので、特に重錘量が大きい場合、重錘懸架部の設計・製作が容易である。

(4) ピストン・シリンダ間の隙間の流れが単純になるため有効断面積の評価などの理論的解析が容易になる。

(5) 安定化力は差圧に比例するので重錘量を増やしてもピストンの姿勢に変化がなく、高圧領域でも安定化原理は有効である。

(6) この無回転安定化機構は、これ以外の圧力領域に対しても適用可能であり、特に高圧力領域においては、重錘懸架方式の設計に大きな利点がある。

更に、無回転ピストン安定化機構を発展させて、差動ピストン微差圧計を開発した。これはダブルテーパ・シリンダによるピストン保持機構により可能になったものである。有効断面積は約 2 cm^2 であり、圧力範囲は $0 \sim 7 \text{ kPa}$ である。本試作圧力計により以下の成果を得た。

(7) mPa オーダの微小圧力を計れるピストン式圧力計を初めて実現した。これにより、15 mPa の分解能を達成した。これは従来のピストン式圧力計の適用下限である 1 Pa の 2 桁下の感度安定度である。

- (8) 真空雰囲気を用いれば、絶対圧力（真空）測定も可能である。
- (9) この方式の圧力計は今後の微小圧力の標準器として使われることが期待される。

第4章では、1 kPaまでの圧力標準を確立するために、油マノメータの液位差を精密測定する装置を開発した。装置は、U字管の油面を反射面として干渉計を構成し、ヘテロダイン干渉法により100 mmまでの液位差を2 nmの分解能で測定する。また、除振台のレベル変化や温度変化に起因する誤差を2組のU字管と干渉計を組合せたダブルU字管・ダブル干渉計によって補償する。

動粘度が $100 \text{ mm}^2/\text{s}$ のシリコン油をU字管作動液として装置の性能評価を行い、以下の結果が得られた。

- (1) ゼロ点は安定し、3日間の標準偏差が $0.01 \mu\text{m}$ 、5秒間の標準偏差が $0.001 \mu\text{m}$ であった。
- (2) 25 mm/min の速度で油面を移動させても、油面をレーザの反射面としてその位置が検出できる。
- (3) 1 kPa の差圧を導入し 100 mm の液位差を設定した直後には差圧がゼロでも不規則に液位差が生じているが、90分後に油面を移動させる前との差が $0.01 \mu\text{m}$ 以下に戻る。
- (4) 100 mm の液位差測定の不確かさは $0.026 \mu\text{m}$ である。

第5章では、回転遠心力によって一定差圧を発生する装置を考案し、開発試作した。本微差圧発生装置によって数mPaから 1300 Pa の範囲で安定した微小差圧が発生できることが確かめられた。特に、 1 Pa 以下の微小差圧領域での安定な圧力発生は本装置によって初めて容易に実現できる様になった。

- (1) 発生圧力の安定度は、 1 Pa 以上の圧力で 0.1% 以下の高安定度を得た。
 1 Pa 以下の圧力ではモニタ圧力計の分解能の下限である 1 mPa 以下の安定度であった。
- (2) 理論式より計算した値と実測値との偏差は、0から -2.5% の間で変化したが、回転数によって偏差に再現性があり、再現性は、 100 rpm 以上で $0.1\% \sim 0.01\%$ であった。
- (3) 2000 rpm 以上の高回転域では、シール部分から発生する熱の影響があり、本体の温度の均一性が保証されなくなるが、ロータの温度を正しく評価することで補正が可能である。
- (4) 本装置は、小型化すれば、微差圧計測器用の簡便な校正装置として便利に使用できる。

謝 辞

本研究は、通商産業省工業技術院計量研究所において行われたものであります。本論文を結ぶにあたり、終始懇篤なる御指導と御鞭撻を賜りました計量研究所の谷村吉久博士、株式会社クボタの飯塚幸三博士、ならびに株式会社テラテックの森村正直博士に対して謹んで感謝の意を表します。

本研究をまとめるにあたり、東京大学の森下巖教授と藤村貞夫教授からは有益な御教示と注意深い御検討を受けました。ここに、厚く感謝の意を表します。

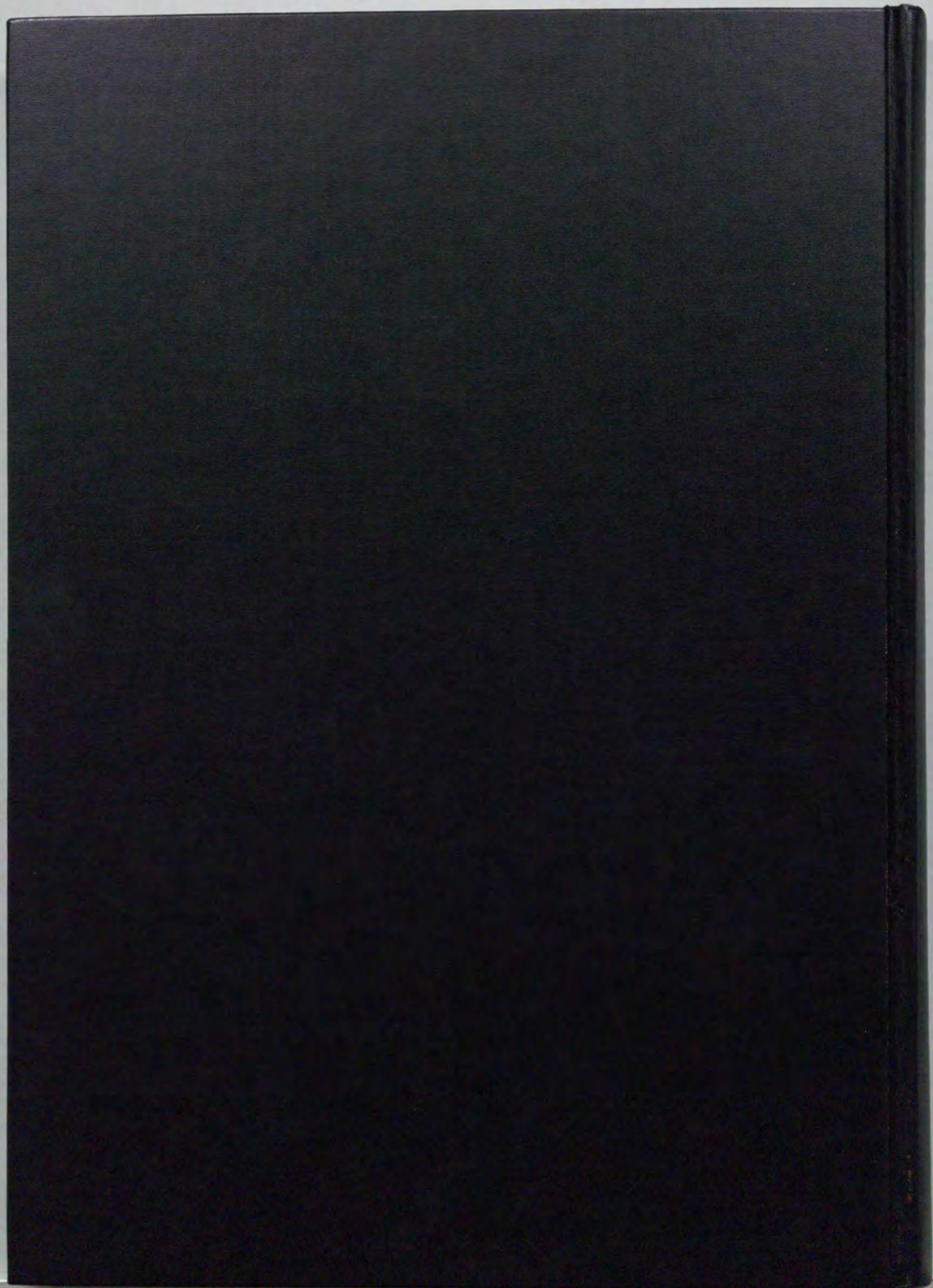
本研究の進行の過程で、有益な御教示を頂いた元計量研究所研究官の金田良作氏と西端健氏に深く感謝の意を表します。

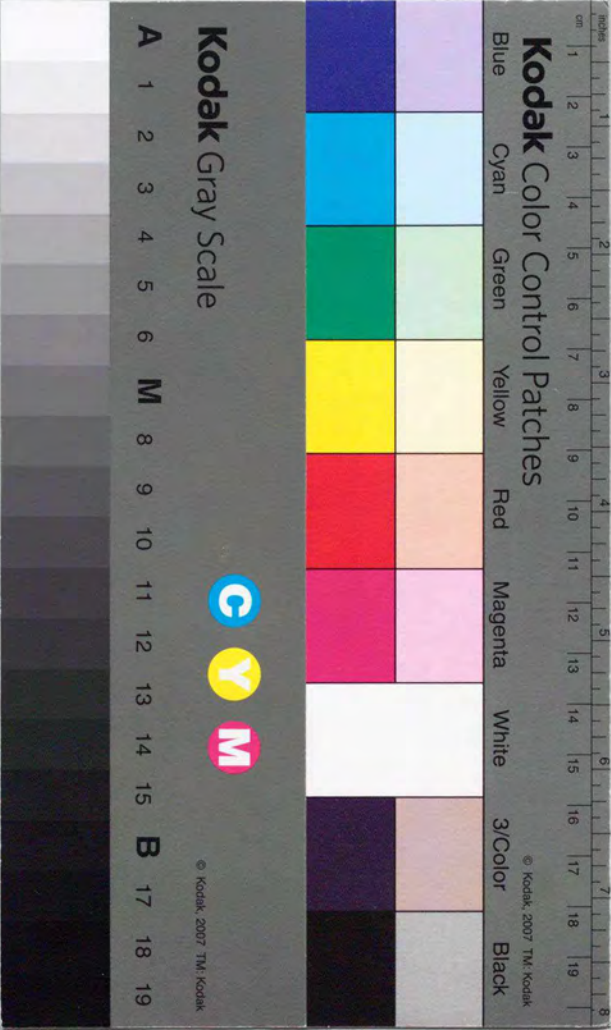
更に、実験装置の製作について多くの助力を頂いた東京精密株式会社の南悟氏と遠藤大海氏、大佐研究所の大佐仙助氏及び近藤清氏、稲葉製作所の稲葉正男氏、タートル工業の亀井氏の諸氏に心から感謝いたします。

また、研究を進めるにあたり、御協力を頂いた、計量研究所の植木正明氏、岩崎茂雄氏、桜井弘久氏、地質調査所の須田芳朗氏と広島俊男氏、長野計器製作所の村上順一氏に厚く御礼申し上げます。

最後に、本論文をまとめるにあたり、種々の御支援を賜った方々に深く謝意を表します。

平成6年11月





Kodak Color Control Patches

Blue Cyan Green Yellow Red Magenta White 3/Color Black

Kodak Gray Scale

A 1 2 3 4 5 6 M 8 9 10 11 12 13 14 15 B 17 18 19

C
Y
M

© Kodak, 2007 TM Kodak