



JCSS

**不確かさの見積もりに関するガイド
登録に係る区分 : 質量
計量器等の区分 : 分銅等
(第 6 版)**

改正 : 平成 19 年 8 月 8 日

**独立行政法人 製品評価技術基盤機構
認定センター**

この指針に関する全ての著作権は、独立行政法人製品評価技術基盤機構に属します。この指針の一部転用は、電子的・機械的(転写)な方法を含め独立行政法人製品評価技術基盤機構認定センターの許可なしに利用することは出来ません。

発行所 独立行政法人 製品評価技術基盤機構
認定センター

住所 〒151-0066 東京都渋谷区西原 2丁目 49 - 10

TEL 03 - 3481 - 1921 (代)

FAX 03 - 3481 - 1937

E-mail jcss@nite.go.jp

Home page <http://www.iajapan.nitego.jp/jcss>

目 次

1 .公称値10kgのOIML規格M 1クラス分銅の校正例	4
2 .E ₂ クラス相当の協定質量校正の不確かさ評価例	6
2.1 はじめに	6
2.2 校正の実験式	6
2.3 質量差評価における不確かさ	6
2.4 空気浮力補正の不確かさ	7
2.5 分銅体積の測定	8
2.5.1 水中ひょう量法による分銅体積の測定	8
2.5.2 音響式体積計による分銅体積の測定	8
2.6 空気密度の不確かさ	9
2.7 分銅の磁気特性	10
2.7.1 BIPM型磁化率計	10
2.7.2 ガウス計と透磁率計	11
2.8 表面粗さの評価	11
2.9 1 kg分銅の協定質量校正の拡張不確かさ	12
2.9.1 試験分銅の体積と空気密度を評価し浮力の補正を行う場合	12
2.9.2 試験分銅体積及び空気密度を規定の範囲内と仮定し浮力補正しない場合	13

1. 公称値10 kgのJIS規格M1クラス分銅の校正例

- 1) JIS B7609:2000を参照し、M₁クラスの10 kg分銅を校正する事例を紹介する。校正には事前に性能特性が確認されている質量比較器及びF₂クラス分銅を用いて実施する。また、試験分銅の特性についてもM₁クラス分銅としての規定要件を満たしていることが確認されているものとする。

試験分銅の協定質量 m_t は、以下の式で得られる。

$$m_t = m_r + D_r + Dm + C_b$$

ここで、 m_r ; 参照分銅の協定質量
 D_r ; 最終校正後の標準の経時変化
 Dm ; 質量比較器の読みの差
 C_b ; 空気浮力の補正

- 2) 参照分銅の10 kg分銅に付けられている不確かさは、信頼レベル95 %で(包含係数 $k=2$ として) ± 30 mgである。
- 3) 参照分銅の経時変化は、以前の校正値から評価されており、その値は校正値 ± 15 mgに入っている。
- 4) 質量比較器の線形性と分解能による不確かさは、事前の測定で評価されており、 ± 10 mgに入っている。
- 5) 測定手順の繰返し性のタイプA不確かさの事前評価は、標準偏差 $s(Dm)$ 、として25 mgであった。
- 6) 空気浮力については補正を行わない。しかし、行わないことによる不確かさは限界値として公称値の1 ppm即ち10 mgになる。
- 7) 伝統的な置換ひょう量によって試験分銅に対して3つの測定結果を得た。以下にその結果を示す。

測定番号	測定分銅	比較器の読み		質量差
1	参照	+0.01 g		
	試験	+0.03 g	+0.015 g	+0.015 g
2	参照	+0.02 g		
	試験	+0.04 g	+0.015 g	+0.025 g
3	参照	+0.01 g		
	試験	+0.03 g	+0.01 g	+0.02 g
	参照	+0.01 g		
			差の平均	+0.02 g
	元の協定質量	10 000.005 g		
	校正結果	10 000.025 g		

- 8) 試験分銅に対する測定読み値の数は3であるから、これを平均値の標準偏差の計算に用いる。

$$u(Dm) = s(Dm)/\sqrt{n} = 25/\sqrt{3} = 14.4 \text{ mg.}$$

- 9) 不確かさ収支表

記号	不確かさの原因	値 (mg)	確率分布	商	C_i	$u(m_i)$	自由度
m_r	参照分銅の校正値	30.0	正規	2.0	1.0	15.0	
D_s	最終校正からの経時変化	15.0	矩形	$\sqrt{3}$	1.0	8.66	
b_a	比較器の不確かさ	10.0	矩形	$\sqrt{3}$	1.0	5.77	
C_b	空気浮力(1ppm)	10.0	矩形	$\sqrt{3}$	1.0	5.77	
Dm	繰返し性	14.4	正規	1.0	1.0	14.4	9
u_c	合成不確かさ	-	正規	-	-	23.96	69
U	拡張不確かさ	-	正規 ($k=2$)	-	-	47.92	69

- 10) 報告された結果

試験分銅(10 kg)の校正値: 10 000.025 g \pm 0.050 g

校正値は、協定質量(JIS B7609)としての校正結果である。

報告された拡張不確かさは、合成標準不確かさに包含係数 $k=2$ を掛けることで得られる。この包含係数は、およそ95%の信頼レベルを意味する。

以上の校正によって、この分銅の協定質量は不確かさを含めてJIS B7609におけるM₁級の最大許容誤差 \pm 500 mgの範囲内にあることが確認できた。

2. E₂クラス相当の協定質量校正の不確かさ評価例

2.1 はじめに

E₁クラス相当の分銅を参照標準としてE₂クラス相当の分銅の協定質量を校正する際の、校正実験式、校正方法、不確かさの要因と評価結果について述べる。ここでは、参照規格としてISO国際文書「計測における不確かさの表現ガイド」(略称GUM)、「OIML R111 (1994) Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₂, M₃」及び「JIS B7609分銅」を引用する。

2.2 校正の実験式

本稿では、分銅の質量校正にひょう量皿が1つの電磁力平衡式の質量比較器を用いる。ここでは、JIS B7609に示されているABA法あるいはABBA法などの、参照分銅と試験分銅を交互に加除するひょう量手順をn回実施する。これらの結果から、試験分銅の協定質量 m_{ci} が同規格に示されている次の式より計算できる。

$$\Delta m_{ci} = \Delta I_i + C_{cbi} = \Delta I_i + (r_{ai} - r_0)(V_i - V_r) \quad \dots [1]$$

$$\overline{\Delta m_c} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta m_{ci} \quad \dots [2]$$

$$m_{ci} = \overline{\Delta m_c} + m_{cr} \quad \dots [3]$$

ここで、添え字はn回のひょう量のうち番目の測定結果を意味し、 Δm_c は参照分銅と試験分銅の協定質量の差、 ΔI_i は参照分銅と試験分銅のひょう量時の比較器の指示値の差、 C_{cbi} はひょう量時の空気浮力の補正項、 ρ_{ai} はひょう量時の空気密度、 ρ_0 は参照空気密度(1.2 kg/m³)、 V_i は試験分銅の体積、 V_r は参照分銅の体積、 m_{cr} は参照分銅の協定質量である。 ΔI_i の計算方法は、ABA法及びABBA法についてJIS B7609に示されている。なお、本校正では後述するとおり試験分銅の表面粗さの評価を行い、これに起因する誤差が無視できることを確認する。このため、上式において、表面粗さの補正項は省略されている。また、同規格に推奨された寸法・形状の分銅を対象とするため、重心位置の差による補正も省略する。

以上の実験式による協定質量校正の合成標準不確かさ u_c を次の式から評価する。

$$u_c = \sqrt{u(\overline{\Delta m_c})^2 + u(C_{cb})^2 + u(m_{cr})^2} \quad \dots [4]$$

ここで、 $u(\overline{\Delta m_c})$ は質量差評価における標準不確かさ、 $u(C_{cb})$ は空気浮力の補正の標準不確かさ、 $u(m_{cr})$ は参照分銅の協定質量の標準不確かさである。

なお、分銅の体積差及びひょう量中の空気密度をJIS B7609の規定の範囲内に限定すると、空気浮力の補正なしで試験分銅の協定質量が評価できる。後述2.9章では、1)分銅体積と空気密度を評価し浮力の補正を行う高精度な協定質量校正法、2)体積及び空気密度を規定の範囲内と仮定し浮力補正なしの実用的な協定質量校正法、の2通りの不確かさの見積もり例を示す。

2.3 質量差評価における不確かさ $u(\overline{\Delta m_c})$

質量差評価における不確かさ $u(\overline{\Delta m_c})$ は次の[5]式から与えられる。

$$u(\overline{\Delta m_c}) = \sqrt{u_w(\overline{\Delta m_c})^2 + u_{ba}^2} \quad \dots [5]$$

ここで、 $u_w(\overline{\Delta m_c})$ はひょう量過程における標準不確かさ、 u_{ba} は質量比較器の不確かさである。

2.3.1 ひょう量過程における不確かさ $u_w(\overline{\Delta m_c})$

n回実施したひょう量過程における不確かさ $u_w(\overline{\Delta m_c})$ は、ひょう量過程における標準偏差

$s(\overline{\Delta m_c})$ から次の式のとおり求める。

$$u_w(\overline{\Delta m_c}) = \frac{t_r \cdot s(\overline{\Delta m_c})}{\sqrt{n}} \quad \dots [6]$$

$$s(\overline{\Delta m_c})^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (\Delta m_{ci} - \overline{\Delta m_c})^2 \quad \dots [7]$$

ここで、 t_r は n が 10 より小さい場合に考慮すべき因子である。JIS B7609 の附属書 2 表 17 に示された数値を引用し、ひょう量過程における不確かさを計算する。更に、 n が 5 回以下の場合には、過去に蓄積された $s(\overline{\Delta m_c})$ に関する評価結果を用いることが推奨される。

2.3.2 質量比較器の標準不確かさ u_{ba}

デジタル式の質量比較器の標準不確かさ u_{ba} を次式のとおりに評価する。

$$u_{ba}^2 = (u_s^2 + u_d^2 + u_E^2 + u_{ma}^2) \quad \dots [8]$$

ここで、 u_s は感度、 u_d は最小読み取り、 u_E は偏置荷重、 u_{ma} は分銅の磁性、による標準不確かさである。感度に関する不確かさ u_s は、質量 m_s 、標準不確かさが $u_{(ms)}$ の感じ分銅を付加したときの指示値の変化を DI_s 、 DI_s の不確かさを $u(\Delta I_s)$ 、試験分銅と参照分銅の協定質量差の平均値を $\overline{\Delta m_c}$ とすると、次の式で評価できる。

$$u_s^2 = (\overline{\Delta m_c})^2 \left[\frac{u(m_s)^2}{m_s^2} + \frac{u(\Delta I_s)^2}{\Delta I_s^2} \right] \quad \dots [9]$$

最小読み取りに関する不確かさ u_d は、用いた比較器の目量 d から [10] 式のとおり計算する。

$$u_d = \left(\frac{d/2}{\sqrt{3}} \right) \times \sqrt{2} \quad \dots [10]$$

偏置荷重に関する不確かさ u_E については [11] 式により評価するが、複数の分銅を自動交換する比較器の場合には [12] 式を用いる。

$$u_E = \frac{d_1/d_2 \times D}{2 \times \sqrt{3}} \quad \dots [11], \quad u_E = \frac{|\Delta I_1 - \Delta I_2|}{\sqrt{3}} \quad \dots [12]$$

ここで、 d_1 はひょう量する際の各分銅の中心間の推定距離、 d_2 は皿の中心から隅までの距離、 D は OIML R76-2 で実施される偏置誤差試験からの最小値と最大値の差、 $DI_1 - DI_2$ は分銅の位置が交換されたときの指示値の差、である。分銅の磁性による不確かさ u_{ma} については、後述する評価法によって分銅の磁性特性が OIML R111 の要求条件を満たしているかを確認し、質量比較器の不確かさ u_{ba} の評価では無視する。

2.4 空気浮力補正の不確かさ、 $u(C_{cb})$

協定質量校正の空気浮力補正の標準不確かさ $u(C_{cb})$ は、参照分銅の密度を r_r 、その標準不確かさを u_{r_r} 、試験分銅の密度を r_t 、その標準不確かさを u_{r_t} から次の式で計算できる。

$$u(C_{cb})^2 = \left(m_{cr} \times \frac{r_r - r_t}{r_r r_t} u_{r_a} \right)^2 + [m_{cr} \times (r_a - r_0)]^2 \times \left(\frac{u_{r_r}^2}{r_r^4} + \frac{u_{r_t}^2}{r_t^4} \right) \quad \dots [13]$$

なお、分銅に関する文書の空気浮力に関する記述では、理解を容易にするため分銅の体積と密度を混在して用いている。例えば、浮力の説明ではアルキメデスの法則から体積を主に用いる。一方、同材料の組分銅の密度値はその質量に依存しないので、材料の範囲を限定す

る記述では密度により表現する。分銅は公称値にほぼ等しい質量を有していることから、その質量と体積から密度が容易に換算できる。

2.5 分銅体積の測定

ここでは、質量の調整孔を備えない一体型のE₁あるいはE₂クラス相当の分銅を対象とする、体積測定法とその不確かさについて解説する。第1の水中ひょう量法は、水の密度を基準に分銅体積の絶対値を高精度に評価できる。しかし、分銅を水に浸けるので、分銅表面の状態変化が問題になる。多くの場合、水浸前後の分銅の質量変化とその後の質量安定性を確認することが必要になる。第2の音響式体積測定法は、分銅体積を大気中で比較測定する実用的な手法である。事前に、参照分銅の体積を水中ひょう量法により評価する必要があるが、試験分銅の表面を汚染することなく短時間にかつ簡便に体積を測定できる。

2.5.1 水中ひょう量法による分銅体積の測定

分銅の体積 V_A を評価した水中ひょう量の概要を示す。これは、JIS B7609附属書2に紹介された測定法(b)の装置に空気中のひょう量皿を追加し、水中と空気中の2つの皿で置換ひょう量法実現する測定法である。この方法は、水中に吊り下げたひょう量皿の吊り線に作用する表面張力の影響を補償し、天びんの直線性の誤差も有意とならない、の特徴を有する。最初に、密度が ρ_a の空気中の皿に、質量 M_s と体積 V_s が既知の分銅を皿に載せ、指示 I_1 を読み取る。次に、質量 M_A が既知の試験分銅を温度が t で密度が ρ_w の水中の下部の皿に載せ、指示 I_2 を読み取る。これらの測定により、標準温度20における試験分銅の体積 V_A は次式から与えられる。

$$V_A = \frac{(I_1 - I_2) - (M_s - r_a V_s) + M_A}{r_w \{1 + b(t - 20)\}} \quad \dots[14]$$

この体積測定における不確かさ $u(V_A)$ は感度係数を $c(x)$ とすると、次の[15]式から与えられる。

$$u(V_A)^2 = \left[c(I_1 - I_2)^2 \cdot u(I_1 - I_2)^2 + c(M_s)^2 \cdot u(M_s)^2 + c(r_a)^2 \cdot u(r_a)^2 + c(V_s)^2 \cdot u(V_s)^2 + c(M_A)^2 \cdot u(M_A)^2 + c(r_w)^2 \cdot u(r_w)^2 + c(b)^2 \cdot u(b)^2 + c(t)^2 \cdot u(t)^2 \right] \dots[15]$$

ここで、水温と水質の管理によって安定で既知の水の密度が得られると、空気中と水中の分銅をひょう量した際の指示値差($I_1 - I_2$)の測定の良否が体積測定の不確かさを決定する主要因となる。すなわち、水中の分銅のひょう量皿への加除を慎重に行い、指示値のばらつきを最小にすることが求められる。注意深い作業により、体積測定の相対拡張不確かさ 9×10^{-5} の実現も可能である^[1]。

なお、JIS B7609附属書の体積測定法(a)については、測定法の詳細及び不確かさの見積もり結果を示した文献^[2]を参照できる。

2.5.2 音響式体積計による分銅体積の測定

分銅の体積 V_B を実用的に測定する音響式体積計^{[1],[3]}による手法を記す。音響式体積計による測定法としては、体積の参照分銅を1個用いる方法と、2個の参照分銅を用いる方法がある。本稿では、音響式で最高性能の測定実現を目標に、2個の参照分銅を用いる方法を紹介する。ここでは、「OIML推奨形状の参照分銅を用いOIML形状の試験分銅の体積を比較測定する」の前提条件から、試験分銅の体積 V_B が次の簡易式から求められる。

$$V_B = (V_{r2} - V_{r1}) \frac{R_{r1} - R_t}{R_{r1} - R_{r2}} + V_{r1} \quad \dots[16]$$

式で、 V_{r1} と V_{r2} は参照分銅1と2の体積 ($V_{r1} < V_{r2}$)、 R_{r1} と R_{r2} は参照分銅を測定槽に収納時のマイクロホン出力信号の振幅比、 R_t は試験分銅を収納時の振幅比である。測定の作業として、参照分銅2個及び試験分銅を音響式体積計に順次に格納し、ここで得た3種の振幅比から試験分銅の体積が評価される。なお、体積の温度補正については、1)比較する分銅が共にステン

レス鋼製である、2)分銅の温度は室温にほぼ等しい、の前提条件からこれが無視される。測定では[16]の実験式に従って体積が評価されるが、ここでは3種の振幅比Rのみが偶然変動を生じる要素となる。このため、振幅比に係わる項として R_x を[17]式のとおり定義した。この R_x の偶然変動により体積結果のばらつきが生じるので、n回の反復測定における振幅比測定の不確かさ $u(R_x)$ は、測定の標準偏差 $s_{(de)}$ と感度係数 $c(R_x)$ から次の[18]式の関係となる。

$$R_x = \frac{R_{r1} - R_t}{R_{r1} - R_{r2}} \quad \dots[17], \quad u(R_x) = \frac{s_{(de)}}{\sqrt{n} \cdot c(R_x)} \quad \dots[18]$$

音響式体積計を用いた分銅体積測定における不確かさ $u(V_B)$ は[19]式から与えられる。

$$u(V_B)^2 = [c(V_{r1})^2 \cdot u(V_{r1})^2 + c(V_{r2})^2 \cdot u(V_{r2})^2 + c(R_x)^2 \cdot u(R_x)^2 + e^2] \quad \dots[19]$$

ここで、 e は音響式体積計の非直線性から生じるかたより成分で、文献^{[11],[3]}のとおり水中ひょう量によって体積が既知の分銅の測定から評価できる。音響式体積計の測定では、公称体積値に対し、 V_{r1} は95 %、 V_{r2} は105 %、となる2つの体積参照分銅を用いると、1 gから10 kgまでのE₁クラス分銅の体積測定が可能となる。参考として、音響式体積計による1 g分銅の体積測定の不確かさの見積もり例を表1に示す。水中ひょう量法により体積が評価された体積の参照分銅 V_{r1} 及び V_{r2} を参照し、1 gの試験分銅の体積が0.0030 cm³の合成標準不確かさで測定できる。

表 1 音響式体積計による1 g分銅の体積測定の不確かさの評価例

量 X_i	推定値 x_i	標準不確かさ $u(x_i)$	確率分布	除数	感度係数 $c(x_i)$	標準不確かさへの寄与 $u_i(V_B)$
参照分銅 1 の体積 V_{r1}	0.11927 cm ³	0.00011 cm ³	正規	2	4.9E-01	0.000027 cm ³
参照分銅 2 の体積 V_{r2}	0.13186 cm ³	0.00011 cm ³	正規	2	5.1E-01	0.000029 cm ³
振幅比 R_x	0.51244	0.23725	正規	1	1.26E-02	0.002986 cm ³
かたより成分 e	有意でない	-----	矩形	$\sqrt{3}$	-----	----- cm ³
$V_B: 0.1257$ cm ³					$u(V_B)$	0.0030 cm ³

2.6 空気密度の不確かさ $u(r_a)$

空気密度の評価には、目標とする質量校正の不確かさから、世界的に合意された国際度量衡委員会 (CIPM) の国際式を簡略化した次式[20]を用いる。

$$r_a = \frac{0.34848 p - 0.009024 h \times \exp(0.061 t_a)}{273.16 + t_a} \quad \dots [20]$$

ここで、 r_a : 空気密度 [kg/m³]、 p : 大気圧 [hPa]、 h : 相対湿度 [%]、 t_a : 空気温度[]である。空気密度評価における不確かさは次式から与えられる。

$$u(r_a)^2 = [c(p)^2 \cdot u(p)^2 + c(h)^2 \cdot u(h)^2 + c(t_a)^2 \cdot u(t_a)^2 + u(F)^2] \quad \dots[21]$$

式の $u(F)$ は[20] 式自身の不確かさで、CIPMより相対標準不確かさとして 2×10^{-4} と報告されている。表2に、空気密度計算の不確かさの見積もり例を示す。表では、環境を測定した計測器の校正証明書から、大気圧、温度及び相対湿度の測定の不確かさを各々、0.15 hPa、0.15 及

び1.5%とした。この結果、空気密度計算の合成標準不確かさを 0.00072 kg/m^3 と評価した。

表2 [22]式による空気密度計算の合成標準不確かさの評価例

量 X_i	推定値 x_i	標準不確かさ $u(x_i)$	確率分布	除数	感度係数 $c(x_i)$	標準不確かさへの寄与 $u_i(r_a)$
大気圧 p	1013.25 hPa	0.15 hPa	正規	1	0.00118	0.00018 kg/m^3
温度 t_a	23.0	0.15	正規	1	-0.00439	-0.00066 kg/m^3
相対湿度 h	50.0 %	1.5 %	正規	1	-0.00012	-0.00019 kg/m^3
計算式 F	-----	2.0E-4	矩形	$\sqrt{3}$	1.0	0.00012 kg/m^3
$\rho_a: 1.18606$ kg/m^3					$u(r_a)$	0.00072 kg/m^3

2.7 分銅の磁気特性

分銅の磁性は、質量比較器が従来の機械式から電磁力平衡機構の電子式に置き換わっている今、その評価の重要性が増している特性である。また、比較器以外にも電磁力を多用した機器が満ちあふれている最近の状況を見れば、分銅とその周辺にある磁性体との相互作用にもより注意深い配慮が必要になっている。このような状況から、一般に非磁性材料と考えられるオーステナイト系ステンレス鋼製の分銅についても、磁気特性の評価が求められる。JIS B7609では、最上位E₁クラス分銅に、磁化率0.01以下、磁化の上限値 $3 \mu\text{T}$ 以下、E₂クラス分銅に、磁化率0.03以下、磁化の上限値 $10 \mu\text{T}$ 以下と規定している。

以上の磁気特性を評価する手法として、1)BIPM型磁化率計、2)ガウス計と透磁率計、を用いる2つの測定方法の概要を解説する。最初のBIPM型磁化率計は、試験分銅の磁化率及び磁化を同時に絶対評価できる。この装置は、電子天びん、磁石及び非磁性材料による各種部品を用意し使用者が自らシステム化することに問題があったが、最近は装置としての完成品が市販され導入が容易になった。第2のガウス計や透磁率計は、比較的汎用な計測器であり、分銅以外の測定目的にも流用が可能で設備が容易と言える。しかし、分銅の計量特性の一要因として磁性を評価するためには、後述する雰囲気磁場や局所的に磁化している分銅などの問題について留意し、正しい測定を実現しなければならない。

2.7.1 BIPM型磁化率計

国際度量衡局 (BIPM) によって開発されたBIPM型磁化率計^[4]を用いた測定方法を説明する。この装置は、図1に示すとおり、電子天びん(ひょう量5 g、目量 $0.1 \mu\text{g}$)、分銅を置く非磁性の台、磁石を置く円筒部品、及び磁気モーメントが評価された磁石(ネオジウム、直径:5 mm、高さ:5 mm)から構成される。天びんのひょう量皿上に中空の円筒部品を介して磁石を置き、磁石から一定の距離で分銅を配置する。分銅の磁性により磁石に与えられる力の変動を検出し、磁化率及び磁化を評価する。試験分銅の磁化率 c 及び磁化 M_z は、天びんで測定する鉛直方向の力 F 、磁石の中心から分銅の底面までの距離 Z_0 、真空の透磁率 m_0 ($4\pi \times 10^{-7} \text{ N/A}^2$)、磁石の磁気モーメント m_d 、試験分

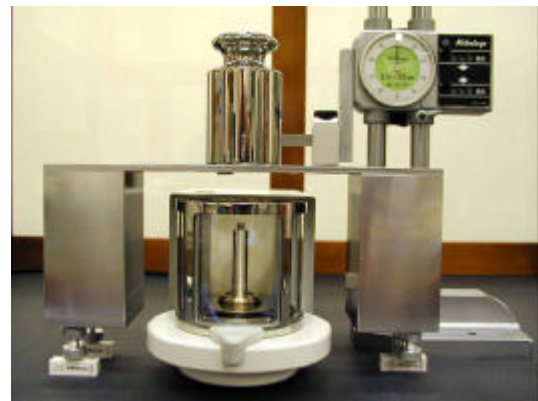


図1 BIPM型磁化率計

銅の寸法・形状の補正係数 $I_{a,b}$ 、磁石の中心から分銅の上面までの距離 Z_1 、分銅の半径 R_w 、地磁気の鉛直方向成分 H_{EZ} 、天びんの指示変化 Δm 、重力加速度 g 、をパラメータとする計算式から求められるが、詳細はJIS B7609に示されている。この測定法では、装置定数となる磁石の磁気モーメント及び距離 Z_0 の評価が重要である。磁気モーメントについては、3個の同仕様の磁石を用いた評価方法が文献^[4]に示されている。図の装置では、距離 Z_0 を分解能が0.1 mmのハイトゲージを用いて評価し、セラミック製のブロックゲージで既知の距離変化を設定している。この装置の磁化率及び磁化測定の相対合成標準不確かさは数%以下と評価されている。

2.7.2 ガウス計と透磁率計

分銅の磁化 $m_b M$ の測定は、ホール素子を検出部とするガウス計を用いても測定できる。ここでは、方向性を有した数十 μT の大きさの雰囲気磁場の影響を補償し、E₂クラス分銅に要求されている磁化の上限値 10 μT 以下を評価することが課題となる。このため、測定子の検出部上で試験分銅を移動し指示の変化を読み取る際に、ガウス計の測定子をスタンドに固定したり非磁性アルミ合金製の板に埋め込む、などの配慮が必要となる。この測定の不確かさ $u(m_b M)$ は、代表値検出の繰り返し性 $u(r)$ 、ガウス計の不確かさ $u(G)$ 、及びデジタル表示の不確かさ $u(d)$ 、を要因に次のとおり評価する。

$$u(m_b M)^2 = u(r)^2 + u(G)^2 + u(d)^2 \quad \dots [22]$$

参考として、最小読取り 0.1 μT のガウス計による分銅の磁化測定の不確かさの見積もり例を表3に示す。

表3 ガウス計による磁化測定の合成標準不確かさの評価例

量 X_i	標準不確かさ $u(x_i)$	確率分布	除数	感度係数 $c(x_i)$	標準不確かさへの寄与 $u_i(m_b M)$
繰り返し性 r	0.50 μT	正規	1	1.0	0.50 μT
ガウス計の校正 G	0.25 μT	正規	1	1.0	0.25 μT
表示 d	0.041 μT	正規	1	1.0	0.041 μT
$m_b M : 5.5 \mu\text{T}$				$u(m_b M)$	0.56 μT

分銅磁化率の測定は、市販の透磁率計を利用できる。この装置は、測定子を被測定物に接触させると、その透磁率に応じて平衡状態の磁界が乱れるので、これを検出、増幅して表示する。測定法は簡便であるが、測定対象の大きさに制限があり、50 g以下の分銅の測定には適さない場合がある。この測定の不確かさは、測定の繰り返し性 $u(r)$ 及び透磁率計の不確かさ $u(p)$ の二乗和平方根から評価できる。

2.8 表面粗さの評価

分銅の表面粗さは、汚染物質の付着量に関係し、質量の安定性に影響を与える因子として、分銅の特性評価の対象となる。OIML R111では、E₂クラス分銅に、粗さ曲線の最大高さ R_z の上限値を1 μm と規定している。触針式粗さ計が表面粗さの測定器として一般的であるが、ここでは、実用的な測定法として比較用表面粗さ標準片を用いた視覚比較法について記す。比較用表面粗さ標準片は段階的に異なる表面粗さを有する標準片群から構成され、市販品として平面及び円筒曲面の標準片が入手できる。これらの標準片と試験分銅の表面を肉眼で比較し、例えば、公称粗さ R_z 0.29 μm の標準片より劣るが0.55 μm の標準片よりは優れた面と判定した場合、標準片の校正の拡張不確かさ0.20 μm を考慮し、試験分銅の表面粗さの上限値 R_z 0.75 μm 以下の結果を得る。

2.9 1 kg分銅の協定質量校正の拡張不確かさ

2.9.1 試験分銅の体積と空気密度を評価し浮力の補正を行う場合

E₂クラス相当1 kg分銅の協定質量を、試験分銅の体積と質量比較時の空気密度を評価し浮力の補正を行って校正する際の拡張不確かさの見積もり例を示す。

参照分銅

次の校正履歴を有するE₁クラス相当の分銅を用いる。

- 1)協定質量 m_{cr} : 1 kg+0.01 mg±0.15 mg [$k=2$]
- 2)20 における体積 V_r : 124.844 cm³±0.018 cm³ [$k=2$] [8010.00 kg/m³±1.15 kg/m³]
- 3)磁化 m_bM : 2.0 μT以下
- 4)磁化率 c : 0.009以下
- 5)表面粗さ R_z : 0.49 μm以下

試験分銅

質量比較の前に、前述の測定方法で、体積は音響式体積計、磁化はガウス計、磁化率は透磁率計、表面粗さは比較用表面粗さ標準片、により特性が評価された。

- 1)協定質量 m_{ct} : 校正対象
- 2)20 における体積 V_t : 125.786 cm³±0.025 cm³ [$k=2$] [7950.00 kg/m³±1.58 kg/m³]
- 3)磁化 m_bM : 2.0 μT以下
- 4)磁化率 c : 0.009以下
- 5)表面粗さ R_z : 0.49 μm以下

ひょう量を実施した空気密度

ひょう量中は、大気圧、温度及び相対湿度を変化に対応できる時間間隔で実測し、空気密度を記録する。

1.15 ~ 1.20 kg/m³ (大気圧 980 ~ 1024 hPa、温度 22.0 ~ 22.2 、相対湿度 50 ~ 60 %)

以上の結果は、OIML R111のE₂クラス分銅の特性に関する要件を満足し、質量比較において磁性及び表面粗さによる補正は省略され、これらに起因する不確かさは有意とならない。

質量比較は、ひょう量1 kg、最小読み取り0.01 mgの比較器を用い、ABA法により指示の差 ΔI を3日にわたり3反復測定した。ひょう量時の空気密度は、1日目1.15 kg/m³(大気圧 980 hPa、温度 22.1 、相対湿度 55 %)、2日目1.18 kg/m³ (大気圧 1005 hPa、温度 22.0 、相対湿度 50 %)、3日目1.20 kg/m³(大気圧 1024 hPa、温度 22.2 、相対湿度 60 %)であった。第1回目のひょう量の空気浮力の補正量を、ステンレス鋼製分銅の比較の前提条件から体積の温度補正を省略し、次のとおり計算した。

$$C_{cb} = (V_t - V_r)(r_a - r_0) = (125.786 - 124.844)(1.15 - 1.2) \approx -0.047 \text{ mg}$$

表 4 ABA 法による質量差評価 (mg)

測定番号	ΔI_i	C_{cbi}	Δm_{ci}
1 (1日目)	-0.013	-0.047 (r_a :1.15)	-0.060
2 (2日目)	-0.021	-0.019 (r_a :1.18)	-0.040
3 (3日目)	-0.057	0.000 (r_a :1.20)	-0.057
		$\overline{\Delta m_c}$	-0.052
		$s(\overline{\Delta m_c})$	0.011

3回測定、各ひょう量における指示値の差、空気浮力の補正量、計算された質量差、をまとめて表4に示す。表の結果から、質量差の平均値 $\overline{\Delta m_c}$ は-0.052 mg、その標準偏差 $s(\overline{\Delta m_c})$ が0.011 mgと計算された。このn= 3の標準偏差 $s(\overline{\Delta m_c})$ から、 $t_r=2.3$ を引用し[6]式から、ひょう量過程における標準不確かさ $u_w(\overline{\Delta m_c})$ は0.014 mgとなる。試験分銅の協定質量 m_{ct} は、[3]式よ

り1 kg-0.04 mgとなる。使用した比較器は、事前の性能試験によって u_s 、 u_d 、及び u_E が評価されている。これらの結果から、質量差評価における不確かさ $u(\Delta m_c)$ を[5]式及び[8]式から次のように計算した。

$$u(\Delta m_c) = \left[u_w(\Delta m_c)^2 + (u_s^2 + u_d^2 + u_E^2 + u_{ma}^2) \right]^{\frac{1}{2}} = \left[0.014^2 + (0.0^2 + 0.004^2 + 0.010^2 + 0.0^2) \right]^{\frac{1}{2}} \approx 0.018 \text{ mg}$$

空気浮力補正の不確かさを、前述の条件を引用し[13]式から下記のとおり求めた。

$$u(C_{cb}) = \left\{ \left(1 \times \frac{8010-7950}{8010 \times 7950} \times 0.00072 \right)^2 + [1 \times (1.15-1.2)]^2 \times \left(\frac{0.575^2}{8010^4} + \frac{0.79^2}{7950^4} \right) \right\}^{\frac{1}{2}} \approx 0.001 \text{ mg}$$

以上の評価結果をまとめたバジェット表を表5に示す。ここで、協定質量 m_{ct} を校正する際の合成標準不確かさ u_c を次のとおり計算した。

$$u_c = \sqrt{u(\Delta m_c)^2 + u(C_{cb})^2 + u(m_{cr})^2} = \sqrt{0.018^2 + 0.001^2 + 0.075^2} \approx 0.077 \text{ mg}$$

試験分銅の体積と質量比較時の空気密度を評価し浮力の補正を行う手法による、試験分銅の協定質量の校正結果が、包含係数 $[k=2]$ とする拡張不確かさから、次のとおり報告される。

試験分銅の協定質量 m_{ct} : 1 kg-0.04 mg \pm 0.16 mg $[k=2]$

表5 空気浮力補正を行う1 kg分銅協定質量校正の合成標準不確かさの評価例

量 X_i	標準不確かさ $u(x_i)$	確率 分布	除数	感度係数 $c(x_i)$	標準不確かさへの 寄与 $u_i(m_{ct})$
質量差 Δm_c	0.018 mg	正規	1	1.0	0.018 mg
浮力補正 C_{cb}	0.001 mg	正規	1	1.0	0.001 mg
参照分銅 m_{cr}	0.075 mg	正規	1	1.0	0.075 mg
				u_c	0.077 mg

2.9.2 試験分銅の体積及び空気密度を規定の範囲内と仮定し浮力補正しない場合

E_2 クラス相当1 kg分銅の協定質量を、試験分銅の体積、磁性、表面粗さ及び質量比較時の空気密度についてJIS B7609の規定の範囲内と仮定し、浮力補正しないで校正する際の拡張不確かさの見積もり例を示す。参照分銅は、前項に示した特性を含む校正履歴を有する E_1 クラス相当の分銅を用いる。試験分銅は E_2 クラス相当品であり、第3者によりステンレス鋼製であることが確認されていると想定する。更に、磁性及び表面粗さによる評価を省略し、これらに起因する不確かさも無視する。

参照分銅

前項と同じ分銅を用いる。

試験分銅

特性に関する前提条件は以下のとおりである。

- 1)協定質量 m_{ct} : 校正対象
- 2)20 における体積 r_t : $7950 \text{ kg/m}^3 \pm 70 \text{ kg/m}^3$ [$k=1$] [7880 ~ 8020 kg/m^3]
ステンレス鋼製と想定しJIS B7609の規定値を引用する(評価しない)
- 3)磁化 m_M : E₂クラスの規定を満足すると想定(評価しない)
- 4)磁化率 c : E₂クラスの規定を満足すると想定(評価しない)
- 5)表面粗さ R_z : E₂クラスの規定を満足すると想定(評価しない)

ひょう量を実施する環境

ひょう量中に大気圧、温度及び相対湿度を実測し、この結果が管理範囲内であればひょう量結果は有効になるが、範囲外の場合はひょう量結果を無効とする。

- 1)管理範囲の大気圧 p : 980 ~ 1030 hPa
- 2)管理範囲の温度 t : 15.5 ~ 24.5
- 3)管理範囲の相対湿度 h : 40 ~ 60 %
- 4)上記管理範囲で想定される空気密度 r_a : 1.14 ~ 1.24 kg/m^3

表 6 ABA 法による質量差評価 (mg)

質量比較器、ひょう量手順及びひょう量結果について前項を引用し、浮力補正しない手法による校正結果とその拡張不確かさを評価する。ここでは、測定環境が上記の管理範囲内であれば、ひょう量時の空気密度は1.20 kg/m^3 で一定と仮定し、空気浮力の補正量 C_{cb} は0.00 mgとなる。このため、表6のとおり、質量差の平均値 $\overline{\Delta m_c}$ は-0.030 mg、その標準偏差 $s(\overline{\Delta m_c})$ が0.023 mgと計算された。この $s(\overline{\Delta m_c})$ から、ひょう量過程における標準不確かさ $u_w(\overline{\Delta m_c})$ は0.031 mgとなる。試験分銅の協定質量 m_{ct} は、[3]式より1 kg-0.02 mgの結果を得た。質量差評価における不確かさ $u(\overline{\Delta m_c})$ を[5]式及び[8]式から次のように計算した。

測定番号	Δ_i	C_{cbi}	Δm_{ci}
1 (1日目)	-0.013	----- (r_a :1.15)	-0.013
2 (2日目)	-0.021	----- (r_a :1.18)	-0.021
3 (3日目)	-0.057	----- (r_a :1.20)	-0.057
$\overline{\Delta m_c}$			-0.030
$s(\overline{\Delta m_c})$			0.023

$$u(\overline{\Delta m_c}) = \left[u_w(\overline{\Delta m_c})^2 + (u_s^2 + u_d^2 + u_E^2 + u_{ma}^2) \right]^{\frac{1}{2}} = \left[0.031^2 + (0.0^2 + 0.004^2 + 0.010^2 + 0.0^2) \right]^{\frac{1}{2}} \approx 0.033 \text{ mg}$$

ひょう量時の空気密度を1.20 kg/m^3 で一定と仮定し、浮力補正しない場合の浮力補正の最大不確かさ $u'(C_{cb})$ を、[13]式から下記のとおり推定した。

$$u'(C_{cb}) < \left\{ \left[1 \times \frac{8010 - 7880}{8010 \times 7880} \times (1.2 - 1.14) \right]^2 + \left[1 \times (1.2 - 1.2) \right]^2 \times \left(\frac{0.57^2}{8010^4} + \frac{70^2}{7880^4} \right) \right\}^{\frac{1}{2}} \approx 0.124 \text{ mg}$$

ここでは、最大不確かさを求めるため、各パラメータが決定されている。以上の評価結果をまとめたバジェット表を表7に示す。ここで、協定質量 m_c を校正する際の合成標準不確かさ u_c を次のとおり計算した。

$$u_c = \sqrt{u(\overline{\Delta m_c})^2 + u(C_{cb})^2 + u(m_{cr})^2} = \sqrt{0.033^2 + 0.072^2 + 0.075^2} \approx 0.109 \text{ mg}$$

試験分銅の体積と質量比較時の空気密度をJIS B7609の規定の範囲内と仮定し、浮力補正しない手法による協定質量の校正結果は、包含係数[$k=2$]とする拡張不確かさから、次のとおり報告される。

試験分銅の協定質量 m_{ct} : 1 kg-0.02 mg \pm 0.22 mg [$k=2$]

以上、1 kg分銅の協定質量の校正において、音響式体積計により0.57 kg/m³の標準不確かさで体積を評価し空気の浮力補正を行った際の包含係数[$k=2$]とする拡張不確かさは0.16 mgであるが、前提条件を設定し体積評価と浮力補正しない場合は0.22 mgとなる。

表7 空気浮力補正しない場合の1 kg分銅協定質量校正の合成標準不確かさの評価例

量 X_i	標準不確かさ $u(x_i)$	確率分布	除数	感度係数 $c(x_i)$	標準不確かさへの寄与 $u_i(m_{ct})$
質量差 Δm_c	0.033 mg	正規	1	1.0	0.033 mg
浮力補正 C_{cb}	0.124 mg	矩形	$\sqrt{3}$	1.0	0.072 mg
参照分銅 m_{cr}	0.075 mg	正規	1	1.0	0.075 mg
				u_c	0.109 mg

参考文献

- [1] 植木正明、他：：1 g～50 gの分銅の音響式体積計による体積測定、有機微量分析研究懇談会・SICE力学量計測部会合同シンポジウム講演要旨集,(2004) pp14-21
- [2] M.Ueki et al. : Application of an Acoustic Volimeter to Standard Weights, 計量研究所報告, **48-4**, (1999) pp395-402
- [3] T. Kobata, et al. : Measurement of the volume of weights using an acoustic volumeter and the reliability of such measurement, Metrologia, **41**, (2004) pp75-83
- [4] R. S. Davis : Determining the magnetic properties of 1kg mass standards, J.Res.Natl.Inst.Stand.Technol. **100**, (1995)pp 209-225