

## 電子天びんを用いた真空中での質量測定\*

水島 茂喜\*<sup>1</sup>・植木 正明\*<sup>1</sup>・根津 嘉明\*<sup>1</sup>・大岩 彰\*<sup>1</sup>

(受理1999年11月25日, 掲載決定2000年1月8日)

## Mass Measurement in Vacuum Using an Electronic Mass Comparator

Shigeki MIZUSHIMA\*<sup>1</sup>, Masaaki UEKI\*<sup>1</sup>, Yoshiaki NEZU\*<sup>1</sup> and Akira OOIWA\*<sup>1</sup>\*<sup>1</sup>(National Research Laboratory of Metrology, 1-1-4, Umezono, Tsukuba, 305-8563 Japan)

(Received November 25, 1999, Accepted January 8, 2000)

A new electronic mass comparator, capable of automatic weighing in vacuum, was introduced into the National Research Laboratory of Metrology. The standard deviation of 0.1  $\mu\text{g}$ , a factor of 3 smaller than the standard deviation of the best previous measurement using a mechanical balance, was achieved for the mass comparison between two 1-kg weights. For eight days, mass difference of two 1-kg weights with the surface area difference of 66.7  $\text{cm}^2$  was measured in vacuum. We observed an outgassing rate of  $9 \times 10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$  after an evacuation for 3.9-6.8 hours, and below  $6 \times 10^{-9} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$  after an evacuation for 107 hours. Residual gas in the vacuum chamber, which housed the electronic mass comparator, was analyzed to monitor the oil contamination. At a total pressure of  $5.5 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ , we observed the main peaks due to hydrocarbon at 41, 43, and 57 amu with a partial pressure of  $3 \times 10^{-6} \text{ Pa}$ .

## 1. はじめに

計量研究所は日本の質量標準を実現, 維持, 供給する役割を担っており, キログラム原器を基にした高精度な質量標準を実現するための研究を行っている. 通常, 分銅の質量比較は空気中で行われ, 体積差, 空気密度に応じた空気浮力補正が必要となる. また, 空気中での質量比較では, ひょう量部における空気の対流が, ひょう量結果のばらつき, 偏りの主要な原因の一つとなる. こうした問題を解決するのが真空中での質量比較で, 計量研究所では, これまで, 機械式天びんを使用して真空中でのひょう量が行われてきた<sup>1,2)</sup>. 近年, 高精度で労力がかからない電子天びんが市販され, 利用されるようになり<sup>3-5)</sup>, 真空中でも電子天びんを使用することが試みられるようになった<sup>6-10)</sup>. 本報告では, 計量研究所に新たに導入された電子天びんによる真空中での質量測定について紹介する.

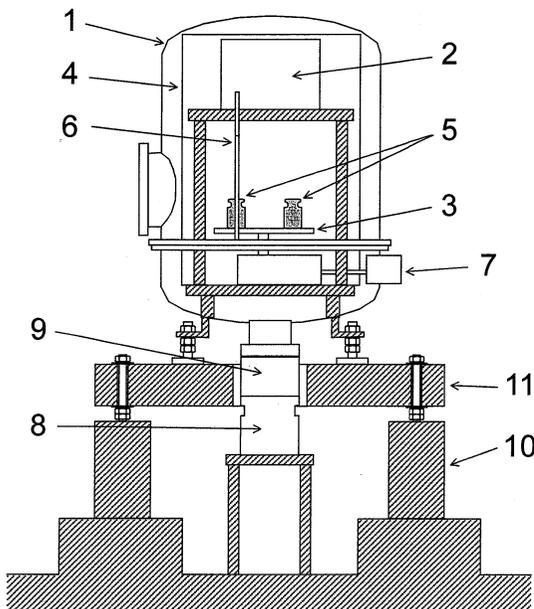
## 2. 装 置

## 2.1 装置の概要

Fig. 1 に装置の概略を示す. 容積およそ210 Lの真空容器(1)に, ひょう量セル(2), 自動分銅交換装置(3)からなる電子天びんが収められている. 大気圧中での測定時における対流の影響を小さくするため, 装置はアルミニウム製の風防(4)で囲まれている. ひょう量セルの最大ひょう量は1201.5 g, 読取り分解能は0.1  $\mu\text{g}$ である. 自動分銅交換装置には直径22 mm以上90 mm以下, 高さ100 mm以下の4個の分銅(5)が保持でき, ひょう量皿への分銅の加除, 交換が自動で行われる. 皿に載せられた分銅の荷重は荷重受け(6)を介して, ひょう量セルに伝えられる. 自動分銅交換装置の垂直運動, 回転運動は磁気流体回転導入フィードスルー(7)を介して真空容器外部の電気モーターから導入され, ひょう量への熱の影響を少なくしている. 真空排気には, 磁気軸受式ターボ分子ポンプ(排気速度300 L/sec) (8)と, その補助ポンプとしてドライ・スクロールポンプ(排気速度210 L/min)が使用された. ターボ分子ポンプと真空容器は除振ペロー(9)を介

\* 平成11年11月10日 第40回真空に関する連合講演会で講演

\*<sup>1</sup> 通商産業省工業技術院計量研究所 (〒305-8563 茨城県つくば市梅園 1-1-4)



**Fig. 1** Schematic design of the mass comparator. 1 vacuum chamber, 2 weighing cell, 3 weight handler, 4 draft shield, 5 weights, 6 load receiver, 7 ferrofluidic rotary feedthrough, 8 turbo-molecular pump, 9 vibration absorber, 10 base, 11 granite table.

して接続されている。48時間の排気によって、真空容器内側の圧力は $2 \times 10^{-3}$  Paまで下げることができる。真空容器は基礎(10)に固定された質量約380 kgの石定盤(11)に固定され、ひょう量における振動の影響を抑えている。

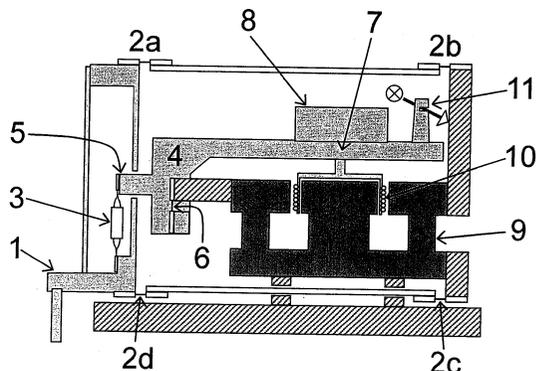
## 2.2 ひょう量セル

**Fig. 2**に装置の主要な部分の一つであるひょう量セルの概略を示す。荷重受け(1)は4つの板ばね支点(2a-d)からなるローバール機構によって垂直に保持されると共に、板ばね(3)によって、てこ(4)の重点(5)で支えられている。てこは板ばね(6)で支えられ、力点(7)には釣り合わせおもり(8)と電磁気補償機構(永久磁石(9)と補償コイル(10)で構成される)が取り付けられている。皿づるに加わる荷重の大部分は、釣り合わせおもりで釣り合いがとられる。荷重のうち残された部分によって、てこの力点の上昇すると、それを光学位置センサー(11)が読み取り、てこが水平になるように補償コイルに流れる電流が制御される。この状態を維持するのに必要な電流によって荷重の大きさが測定される。

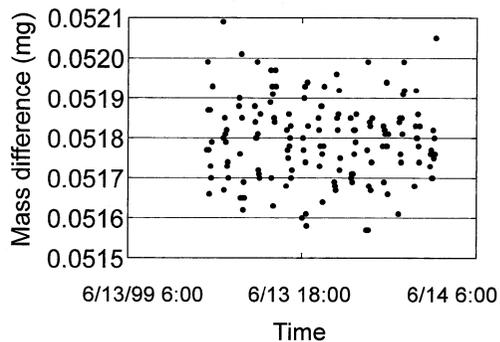
## 3. 結果と考察

### 3.1 天びんの性能

**Fig. 3**はステンレス鋼製1 kg分銅2個を用いて行わ



**Fig. 2** Schematic design of the weighing cell. 1 load receiver, 2a-d elastic bearings, 3 coupling element, 4 lever, 5 load arm, 6 elastic bearing, 7 effort arm, 8 counter weight, 9 permanent magnet, 10 compensation coil, 11 optical position sensor.



**Fig. 3** An example of weighing results between two 1-kg weights at a pressure of  $2 \times 10^{-3}$  Pa. Number of data: 150, Averaged value: 0.05179 mg, Standard deviation: 0.00010 mg.

れた真空中でのひょう量結果を示している。使用された2個の分銅はともに $126.725 \pm 0.03$  cm<sup>3</sup>の体積をもち、体積差、表面積差はほとんどなく、機械研磨された表面を持っている。ひょう量中もターボ分子ポンプ及びドライ・スクロールポンプは作動させたままで、圧力はおおよそ $2 \times 10^{-3}$  Paである。150回の比較ひょう量の標準偏差は0.10  $\mu$ gとなった。この値は、これまで最高精度とされてきた機械式天びんを用いて真空中で測定したときの約1/3であり、高精度な電子天びんを用いて空気中で測定したときの約1/10である。

### 3.2 真空中での質量変化

**Fig. 4**は体積差80.5 cm<sup>3</sup>、表面積差66.7 cm<sup>2</sup>の2個の1 kg分銅間の質量差を真空中で測定した結果である。1個は白金イリジウム製で、体積46.4 cm<sup>3</sup>、表面積71.7

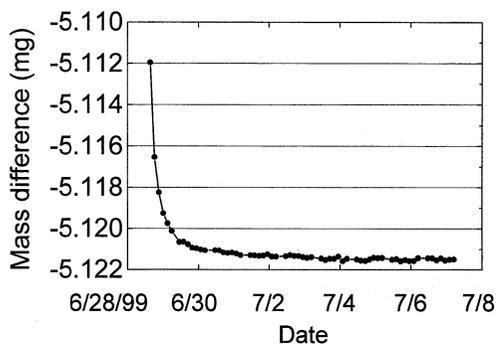


Fig. 4 An example of weighing results between two 1-kg weights in vacuum for eight days. Geometric surface area difference of weights: 66.7 cm<sup>2</sup>.

cm<sup>2</sup>である。もう1個はステンレス鋼製で、体積126.9 cm<sup>3</sup>、表面積138.4 cm<sup>2</sup>、である。これら2個の分銅の表面はともに機械研磨されている。最初に測定された質量差-5.1120 mgは真空引き開始から約3.9時間後に測定されたもので、このとき圧力は0.2 Pa以下で、必要な浮力補正は0.2 μg以下である。真空引き開始から約6.8時間後には-5.1166 mgの質量差が観測された。放出された分子を水分子とし、2個の分銅において単位面積あたりのガス放出率が等しいと仮定すると、質量差の変化-0.0046 mgから、ガス放出率は $9 \times 10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$ と計算される。真空引き開始から107時間以降において、質量差は $-5.1215 \pm 0.0001 \text{ mg}$ で安定した。この結果から、このときのガス放出率は $6 \times 10^{-9} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$ より小さいと見積もられる。

### 3.3 残留ガス分析

自動分銅交換装置の軸受や真空ポンプ等からの油による汚染は分銅の質量を不可逆的に増加させるおそれがある。したがって、真空中での質量の安定性を確保するために、真空の質を評価しておくことが重要である。Fig. 5は圧力 $5.5 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ での真空容器内の残留ガスを分析した結果である。残留ガスの大部分は水分子(約87%)であり、残りを水素(約7%)、窒素(約5%)、炭化水素等(約1%)が占める。炭化水素によるピークが多数観測され、特にM=41, 43, 57において、 $3 \times 10^{-6} \text{ Pa}$ の分圧で観測された。

## 4. まとめ

(1) 真空中で電子天びんを用い、2個の1 kg分銅質量差が標準偏差およそ0.10 μgで測定された。これは機械

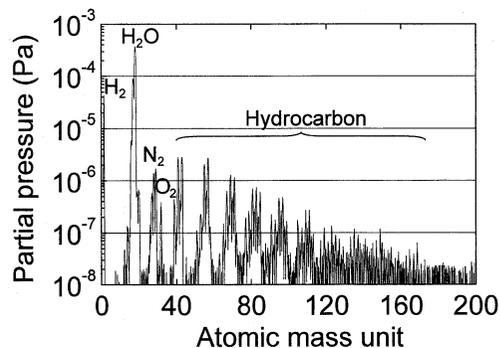


Fig. 5 Residual gas in the vacuum chamber at a total pressure of  $5.5 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ .

式天びんで得られる最良の値の1/3である。

(2) 表面積の異なる分銅の質量差が8日間にわたって測定され、真空引き3.9時間から6.8時間の間に-0.0046 mgの質量変化が観測された。真空引き開始から107時間以降には天びんの分解能0.1 μgを越える質量差の変化は観測されなかった。

(3) 圧力 $5.5 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ において、真空容器内の残留ガスが分析され、質量数41, 43, 57において $3 \times 10^{-6} \text{ Pa}$ の分圧で観測された。

(4) 今後、本速報で紹介した装置を利用して、固体表面へのガス吸着量に関する研究をさらに進めることを計画している。

## 【文 献】

- 1) 小林好夫：計量研究所報告，30 (1981) 107.
- 2) 小林好夫，根津嘉明，内川恵三郎，池田進，矢野宏：計量研究所報告，33 (1984) 127.
- 3) M. Gleaser, M. Mosca, L. R. Pendrill and K. Riski: PTB-Mitteilungen, 102 (1992) 163.
- 4) M. Ueki, Y. Nezu, S. Mizushima and A. Ooiwa: Proc. 16th IMEKO TC3 Conference, Taejon, 1998, 220.
- 5) R. S. Davis and M. Coarasa: Proc. 16th IMEKO TC3 Conference, Taejon, 1998, 163.
- 6) M. Gleaser, R. Schwartz and M. Meche: Metrologia, 28 (1991) 45.
- 7) R. Schwartz: Metrologia, 31 (1994) 129.
- 8) S. Davidson: Proc. 15th IMEKO TC3 Conference, Madrid, 1996, 155.
- 9) J. Y. Do, J. W. Chung and K. H. Chang: Proc. 14th IMEKO World Congress, Tampere, 1997, 3, 31.
- 10) J. Y. Do, J. W. Chung and K. H. Chang: Proc. 15th IMEKO World Congress, Osaka, 1999, 3, 93.