



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
校正手法の区分の呼称: 分銅等
(第10版)

改正: 平成30年8月28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 jcass@nite.go.jp
Home page <https://www.nite.go.jp/iajapan/jcass/>

目 次

1. 公称値10kgのJIS規格M ₁ クラス分銅の校正における不確かさ評価例	4
2. E ₂ クラス相当分銅の協定質量校正における不確かさ評価例	9
2.1 校正の実験式	9
2.2 測定過程における不確かさ	9
2.3 質量比較器の標準不確かさ	10
2.4 空気浮力補正の不確かさ	10
2.5 分銅体積の測定	10
2.5.1 水中ひょう量法による分銅体積の測定	11
2.5.2 音響式体積計による分銅体積の測定	11
2.6 空気密度の不確かさ	12
2.7 分銅の磁気特性	13
2.7.1 BIPM型磁化率計	13
2.7.2 ガウス計と透磁率計	14
2.8 表面粗さの評価	15
2.9 1 kg分銅の協定質量校正の拡張不確かさ	15
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	15
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	18
3. おもりの校正における不確かさ評価	21
4. 現地校正によるM ₁ クラス分銅の校正不確かさの評価における留意事項	21
参考文献	22

1. 公称値10 kgのJIS規格M₁クラス分銅の校正における不確かさ評価例 (不確かさの評価にプールした実験標準偏差 $s(\Delta m)$ を利用する例)

1) 「JIS B7609:2008 分銅」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とF₂クラスの参照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JISの規定要件を満たしていることを確認している。なお、本校正では、「M₁クラス相当の分銅を校正する」の前提から空気浮力の補正は行わない。

試験分銅の協定質量 m_{ct} を、以下の実験式で計算する。

$$m_{ct} = m_{cr} + \Delta m \quad \dots [1.1]$$

ここで、 m_{cr} ; 参照分銅の協定質量

Δm ; 質量比較器の読みの差

本校正の合成標準不確かさ u_c を次のとおり評価した。

$$u_c = \sqrt{u^2(\text{ba}) + u_w^2(\Delta m) + u^2(m_{cr}) + u^2(C'_b)} \quad \dots [1.2]$$

ここで、 $u(\text{ba})$; 質量比較器の標準不確かさ

$u_w(\Delta m)$; 測定過程の標準不確かさ

$u(m_{cr})$; 参照分銅の協定質量の標準不確かさ

$u(C'_b)$; 空気浮力の補正を省略するときの標準不確かさ

2) 質量比較器には、ひょう量16 kg、目量 d が50 mgの電子式はかりを用いた。この標準不確かさ $u(\text{ba})$ の評価では、JIS B7609 C6.4を参照し、感度 u_s 、最小読み取り u_d 、偏置荷重 u_E 、分銅の磁性 u_{ma} 、の不確かさについて検討した。この結果、 u_{ma} については、①質量比較器のひょう量皿には十分な高さのスペーサーを介して測定分銅を載せる、②測定分銅を質量比較器に近づけても表示のゼロが変化しないことを確認する、③ひょう量皿上で垂直軸まわりの回転で測定分銅の向きを変えても質量比較器の表示が変化しないことを確認する、などの方策を校正手順に規定しているので、本校正の合成標準不確かさの評価では有意な要因ではないとした。また、 u_s 及び u_E の効果も検討結果は有意ではなく、次のとおり $u(\text{ba})$ として20.4 mgを得た。

$$u^2(\text{ba}) = u_s^2 + u_d^2 + u_E^2 + u_{ma}^2 \quad \dots [1.3]$$

$$u^2(\text{ba}) = (0.0 \text{ mg})^2 + \left(\frac{\sqrt{2} \cdot 50 \text{ mg}}{\sqrt{3} \cdot 2}\right)^2 + (0.0 \text{ mg})^2 + (0.0 \text{ mg})^2 \approx (20.4 \text{ mg})^2 \quad \left[\because u_d = \frac{\sqrt{2} \cdot d}{\sqrt{3} \cdot 2} \right]$$

3) 参照分銅と試験分銅は校正手順書の規定内容に従って、JIS B7609 C4.2に示された測定手順 AB₁...B_NA 法によって質量を比較測定する。なお、 N は同手順書で最大5と規定している。

表 1.1 評価例 (mg)

番号	分銅	読み	Δm
1	A ₁	0	125
	B ₅	100	
	A ₂	-50	
2	A ₁	0	175
	B ₁	200	
	A ₂	50	
3	A ₁	0	100
	B ₄	100	
	A ₂	0	
4	A ₁	0	125
	B ₂	150	
	A ₂	50	
5	A ₁	0	175
	B ₃	200	
	A ₂	50	
6	A ₁	0	150
	B ₄	100	
	A ₂	-100	
7	A ₁	0	200
	B ₂	100	
	A ₂	-200	
8	A ₁	0	200
	B ₅	250	
	A ₂	100	
9	A ₁	0	50
	B ₃	100	
	A ₂	100	
10	A ₁	0	50
	B ₁	100	
	A ₂	100	

る。この測定過程の実験標準偏差 $s(\Delta m)$ を、次のとおり評価した。二つの 10 kg 分銅 A と B を使い、 $AB_1 \dots B_5 A$ を一連の測定として 1 日 1 回行い、合計 10 日間にわたる測定日を実施する。二つの分銅で $AB_1 \dots B_5 A$ 法を実現するため、手順として、1 回目の A の測定の後、必ず B を 5 回加除して結果を記録し、2 回目の A を測定する。A と B の質量差は、表 1.1 に示すとおり、 N の影響を考慮し、ランダムに選択した B_N の結果を用いて、A の結果の平均値からの差を計算する。この結果、10 回の質量差測定の標準偏差 $s(\Delta m)$ は 55.5 mg であった。

なお、この実験では、校正手順書の規定に従い、質量比較器の使用前点検を測定毎に実施し、B の 5 回の測定は A の 2 回と同様に、分銅をひょう量皿に載せた後、規定の待機時間で表示の安定を待って結果を記録した。さらに、測定時の校正室の温度、大気圧力及び相対湿度についても後述する手順書に規定の範囲内であって、JIS B7609 の表 C.1 を参照し測定実施前の環境の安定度も記録している。また、空気浮力の影響を補償するため、二つの 10 kg 分銅 A と B は同一の製造者により同時期に製作された分銅を選択し、材料密度に有意差がないと想定している。

以上のとおり本実験では、校正手順書の規定内容を忠実に再現・実行し、適切に標準偏差 $s(\Delta m)$ を評価することが重要である。最終的に $u_w(\Delta m)$ を正確に評価して不確かさの収支表に計上するために、 $s(\Delta m)$ 自身の過小な推定、あるいは、 $s(\Delta m)$ に収支表内の他の要因の影響を二重に加味する、などの誤りを犯さないよう注意を払う。なお、本実験で得た標準偏差 $s(\Delta m)$ は、 $N=1 \sim 4$ の測定の不確かさ評価においても引用できる。

4) 参照する F_2 クラスの 10 kg 分銅の協定質量及び拡張不確かさは、最新の校正証明書に 10 kg+10 mg ±50 mg と報告され、その拡張不確かさは「信頼の水準約 95 % に相当し、包含係数 k は 2 である。」としている。また、この参照分銅には表 1.2 に示すような過去 4 回の校正履歴がある。この校正値の経時変化の不確かさ $u_{\text{inst}}(m_r)$ は、表 1.2 の過去の校正値の変化量から推定した。すなわち、3 年ごとの変化量の最大値 25 mg を矩形分布の半幅とし、これを $\sqrt{3}$ で除して不確かさとした。なお、今後、当該分銅を参照として他の分銅と質量比較する際は、この最新の校正結果 10 kg+10 mg を引用する。

表 1.2 参照分銅の校正履歴

最新の結果	3年前の結果	6年前の結果	9年前の結果
10 kg+10 mg	10 kg+30 mg	10 kg+5 mg	10 kg+17 mg

以上の条件から、JIS B7609 C.6.2 を参照し参照分銅の協定質量の標準不確かさ $u(m_{\text{cr}})$ を次のとおり評価した。

$$u(m_{\text{cr}}) = \sqrt{\left(\frac{u}{k}\right)^2 + u_{\text{inst}}^2(m_r)} \quad \dots [1.4] \quad u(m_{\text{cr}}) = \sqrt{\left(\frac{50 \text{ mg}}{2}\right)^2 + \left(\frac{25 \text{ mg}}{\sqrt{3}}\right)^2} \approx 28.9 \text{ mg}$$

5) 校正手順書に規定されている環境条件の管理範囲を下記に示す。質量比較時の、環境条件が管理範囲内であれば、質量比較の結果は有効であるが、範囲外の場合は比較結果を無効として破棄する。

環境条件の管理範囲

温度：10 °C～30 °C、大気圧：980 hPa～1030 hPa、相対湿度：30 %～70 %

上記の管理範囲で想定される空気密度の範囲：1.11 kg m⁻³～1.27 kg m⁻³

6) 「M₁クラスの分銅を校正する」の前提から、本校正では空気浮力の補正を行わない。このときの標準不確かさ $u(C'_b)$ を、JIS B7609の(C.6)式の空気浮力の補正量 $m_r C$ と(C.17)式の補正の不確かさ $u(C_b)$ とを合成し、次のとおり計算した。

$$u(C'_b) = \frac{1}{\sqrt{3}} \sqrt{(m_r C)^2 + u^2(C_b)} \quad \dots [1.5]$$

$$m_r C = m_r (\rho_a - \rho_0) \left[\frac{1}{\rho_t} - \frac{1}{\rho_r} \right] = (10 \text{ kg})(1.2 \text{ kg m}^{-3} - 1.2 \text{ kg m}^{-3}) \left[\frac{1}{6500 \text{ kg m}^{-3}} - \frac{1}{8570 \text{ kg m}^{-3}} \right] \approx 0 \text{ mg}$$

$$u^2(C_b) = \left[m_{cr} \frac{(\rho_r - \rho_t)}{\rho_r \rho_t} u(\rho_a) \right]^2 + [m_{cr} (\rho_a - \rho_0)]^2 \frac{u^2(\rho_t)}{\rho_t^4} + m_{cr}^2 (\rho_a - \rho_0) [(\rho_a - \rho_0) - 2(\rho_{al} - \rho_0)] \frac{u^2(\rho_r)}{\rho_r^4}$$

$$= \left[(10 \text{ kg}) \frac{(8570 \text{ kg m}^{-3} - 6500 \text{ kg m}^{-3})}{(8570 \text{ kg m}^{-3})(6500 \text{ kg m}^{-3})} (1.2 \text{ kg m}^{-3} - 1.11 \text{ kg m}^{-3}) \right]^2$$

$$+ [(10 \text{ kg})(1.2 \text{ kg m}^{-3} - 1.2 \text{ kg m}^{-3})]^2 \frac{(0.0 \text{ kg m}^{-3})^2}{(6500 \text{ kg m}^{-3})^4}$$

$$+ (10 \text{ kg})^2 (1.2 \text{ kg m}^{-3} - 1.2 \text{ kg m}^{-3}) [(1.2 \text{ kg m}^{-3} - 1.2 \text{ kg m}^{-3}) - 2(1.2 \text{ kg m}^{-3} - 1.2 \text{ kg m}^{-3})] \frac{(0.0 \text{ kg m}^{-3})^2}{(8570 \text{ kg m}^{-3})^4}$$

$$\approx (33.4 \text{ mg})^2$$

$$\text{従って、} u(C'_b) = \frac{1}{\sqrt{3}} \sqrt{(0 \text{ mg})^2 + (33.4 \text{ mg})^2} \approx 19.3 \text{ mg}$$

ここで、 ρ_r と $u(\rho_r)$ は参照分銅の密度とその不確かさ、 ρ_t と $u(\rho_t)$ は試験分銅の密度とその不確かさ、 ρ_a と $u(\rho_a)$ は質量比較時の空気密度その不確かさ、 ρ_0 は参照空気密度1.2 kg m⁻³、 ρ_{al} は参照分銅の校正時の空気密度である。前頁の計算では、本校正の前提条件をもとに、空気浮力の補正を省略する際の最大の標準不確かさを求めるよう計算の各パラメータを仮定した。この仮定において分銅の密度とその不確かさは、F₂クラス相当の参照分銅は黄銅製、M₁クラス相当の試験分銅はねずみ鋳鉄製として、JIS B7609の表B.9の数値を引用している。また、空気密度 ρ_a と ρ_{al} は、参照空気密度1.2 kg m⁻³を引用した。空気密度の不確かさ $u(\rho_a)$ は、前記の環境条件の管理範囲で参照空気密度から最大の偏差を持つ数値1.11 kg m⁻³から、(1.2-1.11)を得た。計算した最大不確かさは、これを矩形分布の不確かさとして $\sqrt{3}$ で除している。以上の計算の結果、浮力補正しない場合の標準不確かさ $u(C_b)$ を最終的に19.3 mgと評価した。

7) 前述の前提条件に沿った、M₁クラスの10 kg分銅Xの校正例を表1.3に示す。この校正例では、実験標準偏差を評価した質量比較器を用い、測定手順AB₁...B₃A法の1回の結果から校正値を決定する。なお、他のM₁クラス分銅Y、Zの2個も同時に比較しているが結果の紹介は省略している。以上の結果、試験分銅の協定質量を、参照分銅の校正結果と表の質量差から、10 000.26 gと決定した。

表 1.3 比較測定の一例

(mg)			
番号	分銅	読み	質量差
1	A ₁	0	250
	X	150	
	Y	-----	
	Z	-----	
	A ₂	-200	

8) これまでの検討結果をまとめ、M₁クラスの10 kg分銅Xの校正の不確かさ収支表を表1.3に示す。測定過程の不確かさ $u_w(\Delta m)$ は、表1.1に示した10回の実験でプールした実験標準偏差 $s(\Delta m)$ を利用し、上記7)の1回の測定手順AB₁...B₃A法から $n=1$ として、次のとおり計算した。

$$u_w(\Delta m) = \frac{s(\Delta m)}{\sqrt{n}} \quad \dots [1.6] \quad u_w(\Delta m) = \frac{55.5 \text{ mg}}{\sqrt{1}} = 55.5 \text{ mg}$$

合成標準不確かさ u_c を、[1.2]式と4つの不確かさの要因から、次のとおり計算した。

$$u_c = \sqrt{(20 \text{ mg})^2 + (56 \text{ mg})^2 + (29 \text{ mg})^2 + (19 \text{ mg})^2} = 69 \text{ mg}$$

表1.4の不確かさの収支表の右列には、各要因の自由度 ν を示している。ここで、 $u_w(\Delta m)$ の自由度 ν は、10回の実験で評価した実験標準偏差を根拠にしていることから、この n を引用して $\nu=10-1=9$ とした。他の要因は全てタイプBの不確かさであるので、その自由度 ν は無量大 ∞ となる。合成標準不確かさの有効自由度 ν_{eff} を、Welch - Satterthwaiteの式から、次のとおり計算した。

$$\nu_{\text{eff}} = \frac{u_c^4}{\frac{u^4(\text{ba})}{\nu(\text{ba})} + \frac{u_w^4(\Delta m)}{\nu(\Delta m)} + \frac{u^4(m_{\text{cr}})}{\nu(m_{\text{cr}})} + \frac{u^4(C'_{\text{cb}})}{\nu(C'_{\text{cb}})}} \quad \dots [1.7]$$

$$= \frac{(69 \text{ mg})^4}{\frac{(20 \text{ mg})^4}{\infty} + \frac{(56 \text{ mg})^4}{9} + \frac{(29 \text{ mg})^4}{\infty} + \frac{(19 \text{ mg})^4}{\infty}} \approx 21$$

表1.4 M₁クラスの10 kg分銅Xの協定質量校正の不確かさ収支表

不確かさの要因	値 [mg]	タイプ	C_i	$u(m_i)$ [mg]	自由度
質量比較器	20.4	B	1.0	20	∞
測定過程	55.5	A	1.0	56	9
参照分銅の校正値	28.9	B	1.0	29	∞
空気浮力の補正	19.3	B	1.0	19	∞
合成標準不確かさ	—	—	—	69	21

9) 表1.4に示すように、合成標準不確かさの有効自由度 v_{eff} は21と10以上であるので、信頼の水準約95 %を実現するための包含係数 k として2が採用できる。この結果、拡張不確かさが138 mgと計算でき、これを有効数字2桁でまるめて0.14 gとした。

以上の測定と検討の結果、 M_1 クラスの10 kg分銅の校正結果を次のとおり報告した。

試験分銅の協定質量： 10000.26 g \pm 0.14 g

備考

- a) 協定質量は、温度 20 °C、空気密度 1.2 kg m⁻³ の環境においてつり合う密度 8000 kg m⁻³ の標準分銅の質量である。
- b) 拡張不確かさは信頼の水準約95 %に相当し、包含係数 k は2である。

本校正によって、この分銅Xの協定質量は拡張不確かさを含めてJIS B7609 における M_1 級の最大許容誤差 ± 500 mgの範囲内にあることが確認できた。

2. E₂クラス相当分銅の協定質量校正における不確かさ評価例

2.1 校正の実験式

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 (2004) Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ and M₃」及び「JIS B7609: 2008 分銅」を引用する。

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JIS B7609の表C.2の規定内容を満足するよう*n*回実施する。これらの結果から、試験分銅の協定質量 m_{ct} が同規格に示されている次の式より計算する。

$$\Delta m_{ci} = \Delta I_i + m_{cr} C_i = \Delta I_i + (\rho_{ai} - \rho_0)(V_t - V_r) \quad \dots [2.1]$$

$$\overline{\Delta m_c} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta m_{ci} \quad \dots [2.2]$$

$$m_{ct} = \overline{\Delta m_c} + m_{cr} \quad \dots [2.3]$$

ここで、添え字 *i* は *n* 回のひょう量のうち *i* 番目の測定結果を意味し、 Δm_c は参照分銅と試験分銅の質量の差、 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、 $m_{cr} C_i$ 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_t 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 C4.1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重力勾配の補正も省略する。

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。

$$u_c = \sqrt{u_w^2(\overline{\Delta m_c}) + u^2(m_{cr}) + u_b^2 + u_{ba}^2} \quad \dots [2.4]$$

ここで、 $u_w(\overline{\Delta m_c})$ は測定過程における標準不確かさ、 $u(m_{cr})$ は参照分銅の協定質量の標準不確かさ、 u_b は空気浮力の補正の標準不確かさ、 u_{ba} は質量比較器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できる場合(校正対象がJISマーク表示制度に基づく認証を受けた分銅である場合など)で浮力補正なしの実用的な協定質量校正法、の二通りの不確かさの評価例を示す。

2.2 測定過程における不確かさ $u_w(\overline{\Delta m_c})$

n 回実施した測定過程における不確かさ $u_w(\overline{\Delta m_c})$ は、質量差の標準偏差 $s(\overline{\Delta m_c})$ から次のとおり求める。

$$u_w(\overline{\Delta m_c}) = \frac{s(\overline{\Delta m_c})}{\sqrt{n}} \quad \dots [2.5],$$

$$s^2(\overline{\Delta m_c}) = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (\Delta m_{ci} - \overline{\Delta m_c})^2 \quad \dots [2.6]$$

2.3 質量比較器の標準不確かさ u_{ba}

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

$$u_{ba}^2 = u_s^2 + u_d^2 + u_E^2 + u_{ma}^2 \quad \dots [2.7]$$

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 $u(m_s)$ の感じ分銅を付加したときの指示値の変化を ΔI_s 、 ΔI_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 Δm_c から、次の式で評価する。

$$u_s^2 = (\overline{\Delta m_c})^2 \left[\frac{u^2(m_s)}{m_s^2} + \frac{u^2(\Delta I_s)}{\Delta I_s^2} \right] \quad \dots [2.8]$$

最小読み取りの不確かさ u_d は [2.9] 式のとおり計算し、偏置荷重に関する不確かさ u_E については [2.10] 式により評価するが、複数の分銅の自動交換機構を有する比較器の場合には [2.11] 式を用いる。

$$u_d = \frac{\sqrt{2}d}{\sqrt{3}2} \quad \dots [2.9], \quad u_E = \frac{d_1 D}{d_2 2\sqrt{3}} \quad \dots [2.10], \quad \text{あるいは} \quad u_E = \frac{|\Delta I_1 - \Delta I_2|}{\sqrt{3}} \quad \dots [2.11]$$

ここで、 d は比較器の目量、 d_1 はひょう量する際の各分銅の中心間の距離、 d_2 は皿の中心から隅までの距離、 D は JIB B7611 で実施される偏置誤差試験からの最小値と最大値の差、 $\Delta I_1 - \Delta I_2$ 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} は、後述する評価法によって分銅の磁性特性が JIS B7609 10 章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} の評価では省略する。

2.4 空気浮力補正の不確かさ u_b

協定質量校正の空気浮力補正の標準不確かさ u_b は、参照分銅の密度を ρ_r 、その不確かさを $u(\rho_r)$ 、試験分銅の密度を ρ_t 、その不確かさを $u(\rho_t)$ 、空気密度を ρ_a 、その不確かさを $u(\rho_a)$ 、参照分銅の校正時の空気密度を ρ_{a1} 、とすると次の式で計算できる。

$$u_b^2 = \left[m_{cr} \frac{(\rho_r - \rho_t)}{\rho_r \rho_t} u(\rho_a) \right]^2 + [m_{cr}(\rho_a - \rho_0)]^2 \frac{u^2(\rho_t)}{\rho_t^4} + m_{cr}^2(\rho_a - \rho_0)[(\rho_a - \rho_0) - 2(\rho_a - \rho_0)] \frac{u^2(\rho_r)}{\rho_r^4} \quad \dots [2.12]$$

なお、分銅に関する文書の空気浮力についての記述では、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に調整されているので、その公称値と体積から密度を容易に換算できる。

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、水浸前後に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B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、水中と空気中の二つの皿で置換ひょう量法を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、という特徴を有する。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 $t^\circ\text{C}$ 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°C における試験分銅の体積 V_A を次式から計算する。

$$V_A = \frac{(I_1 - I_2) - (M_s - \rho_a V_s) + M_A}{\rho_w \{1 + \beta(t - 20)\}} \quad \dots [2.13]$$

この体積測定における不確かさ $u(V_A)$ を、感度係数 $c(x)$ から、次式より求める。

$$u^2(V_A) = [c^2(I_1 - I_2)u^2(I_1 - I_2) + c^2(M_s)u^2(M_s) + c^2(\rho_a)u^2(\rho_a) + c^2(V_s)u^2(V_s) + c^2(M_A)u^2(M_A) + c^2(\rho_w)u^2(\rho_w) + c^2(\beta)u^2(\beta) + c^2(t)u^2(t)] \quad \dots [2.14]$$

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、空気中と水中に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、水中に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B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評価結果を示した文献^[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

試験分銅の体積 V_B を実用的に測定する音響式体積計^{[1],[3]}について説明する。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、音響式で最良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、「JIS推奨形状の参照分銅を用いJIS形状の試験分銅の体積を比較測定する」、の前提条件から、分銅の体積 V_B を次の式から求める。

$$V_B = (V_{r2} - V_{r1}) \frac{R_{r1} - R_t}{R_{r1} - R_{r2}} + V_{r1} \quad \dots [2.15]$$

[2.15]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 は試験分銅を収納した時の振幅比である。測定作業として、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を評価する。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を無視できる。測定では[2.15]の実験式に従って体積を評価するが、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[2.16]

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[2.17]式の関係となる。

$$R_x = \frac{R_{r1} - R_t}{R_{r1} - R_{r2}} \quad \dots [2.16], \quad u(R_x) = \frac{s_{(de)}}{\sqrt{nc(R_x)}} \quad \dots [2.17]$$

音響式体積計を用いた体積測定における不確かさ $u(V_B)$ は、次式から与えられる。

$$u^2(V_B) = [c^2(V_{r2})u^2(V_{r2}) + c^2(V_{r1})u^2(V_{r1}) + c^2(R_x)u^2(R_x) + \varepsilon^2] \quad \dots [2.18]$$

ここで、 ε 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^{[1],[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 %、となる二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評価例を表2.1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 2.1 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

要因記号	推定値 x_i	標準不確かさ $u(x_i)$	タイプ	感度係数 $c(x_i)$	標準不確かさ (測定量の単位)	自由度
参照分銅 1 体積 $u(V_{r1})$	0.11927 cm ³	<u>0.000055</u> cm ³	B	<u>4.88E-01</u>	0.000027 cm ³	∞
参照分銅 2 体積 $u(V_{r2})$	0.13186 cm ³	<u>0.000055</u> cm ³	B	<u>5.12E-01</u>	<u>0.000028</u> cm ³	∞
振幅比 $u(R_x)$	0.51244	0.23725	A	1.26E-02	<u>0.002989</u> cm ³	11
かたより成分 ε	有意でない	-----	B	-----	----- cm ³	∞
$V_B: 0.1257$ cm ³				$u(V_B)$	0.0030 cm ³	11

2.6 空気密度の不確かさ $u(\rho_a)$

空気密度の計算には、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を用いる。

$$\rho_a = \frac{0.34848p - 0.009(hr) \times \exp(0.061t_a)}{273.15 + t_a} \quad \dots [2.19]$$

ここで、 ρ_a : 空気密度 [kg m⁻³]、 p : 大気圧 [hPa]、 h : 相対湿度 [%]、 t_a : 空気温度[°C]である。空気密度評価における不確かさを次式から求める。

$$u^2(\rho_a) = [c^2(p)u^2(p) + c^2(h)u^2(h) + c^2(t_a)u^2(t_a) + u^2(F)] \quad \dots [2.20]$$

式の $u(F)$ は[2.19]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2.2に、空気密度計算の不確かさの評価例を示す。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°C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0.00074 kg m⁻³と

評価した。ここで、全ての標準不確かさはタイプBであるので、これらの自由度を無限大 ∞ として、 $u(\rho_a)$ の有効自由度も無限大 ∞ となる。

表2.2 [2.19]式による空気密度計算の合成標準不確かさの評価例

要因記号	推定値 x_i	標準不確かさ $u(x_i)$	タイプ	感度係数 $c(x_i)$	標準不確かさ (測定量の単位)	自由度
大気圧 $u(p)$	1013.25 hPa	0.15 hPa	B	0.00118	$\frac{0.000177}{\text{kg m}^{-3}}$	∞
温度 $u(t_a)$	23.0 °C	0.15 °C	B	<u>0.00438</u>	$\frac{0.000657}{\text{kg m}^{-3}}$	∞
相対湿度 $u(h)$	50.0 %	1.5 %	B	<u>0.0001236</u>	$\frac{0.000185}{\text{kg m}^{-3}}$	∞
計算式 $u(F)$	-----	2.0E-4	B	<u>1.186</u>	$\frac{0.000237}{\text{kg m}^{-3}}$	∞
$\rho_a: \frac{1.18611}{\text{kg m}^{-3}}$				$u(\rho_a)$	0.00074 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の10章では、例えば1 kg分銅について、最上位E₁クラス分銅に、磁化率0.02 以下、磁化の上限値2.5 μT 以下、E₂クラス分銅に、磁化率0.07 以下、磁化の上限値8 μT 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2.1に示すとおり、電子天びん（ひょう量5 g、目量0.1 μg）、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 χ 及び磁化 M_z は、天びんで測定する鉛直方向の力 $F_{a,b}$ 、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 μ_0 ($4\pi \times 10^{-7}$ N/A²)、磁石の磁気モーメント m_d 、試験分銅の寸法・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の付属書BのB6.4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。この装置の磁化率測定 of 合成標準不確かさはJIS B7609の(B.7)式から、表2.3のとおり一例として0.00020 と評価される。



図 2.1 BIPM 型磁化率計

表 2.3 BIPM磁化率計による磁化率測定の不確かさの評価例

要因記号	推定値 x_i	標準不確かさ $u(x_i)$	タイプ	感度係数 $c(x_i)$	標準不確かさ	自由度
鉛直方向の力 $u(F_a)$	6.59E-07 N	<u>3.60E-08</u> N	A	<u>4.90E+03</u>	<u>0.000176</u>	7
距離 $u(Z_0)$	27.5 mm	<u>0.1732</u> mm	B	<u>4.74E-04</u>	<u>0.0000821</u>	∞
真空の透磁率 $u(\mu_0)$	1.26E-06 N/A ²	-----	-----	-----	-----	∞
磁気モーメント $u(m_d)$	0.0871 Am ²	<u>6.50E-04</u> Am ²	A	<u>7.33E-02</u>	<u>0.0000476</u>	2
補正係数 $u(I_a)$	0.821	0.008	B	<u>3.89E-03</u>	<u>0.0000311</u>	∞
$\chi: 0.00323$				$u(\chi)$	0.00020	<u>12</u>

2.7.2 ガウス計と透磁率計

分銅の磁化 $\mu_0 M$ 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 8 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、 Gauss計の測定子をスタンドに固定する、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 $u(\mu_0 M)$ は、代表値検出の繰返し性 $u(r)$ 、 Gauss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。

$$u^2(\mu_0 M) = u^2(r) + u^2(G) + u^2(d) \quad \dots [2.21]$$

参考として、最小読取り 0.1 μT の Gauss計による分銅の磁化測定の不確かさの評価例を表 2.4 に示す。

表2.4 Gauss計による磁化測定 of 合成標準不確かさの評価例

要因 記号	標準不確か さ $u(x_i)$	タイプ	感度係数 $c(x_i)$	標準不確か さ (測定量の単位)	自由度
繰返し性 $u(r)$	0.52 μT	A	1.0	0.52 μT	7
Gauss計の 校正 $u(G)$	0.25 μT	B	1.0	0.25 μT	∞
表示 $u(d)$	<u>0.04</u> μT	B	1.0	0.04 μT	∞
$\mu_0 M : 5.5 \mu\text{T}$			$u(\mu_0 M)$	0.58 μT	11

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。JIS B7609の12章では、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。



図 2.2 表面粗さ評価例 (SP 資料より)

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評価例を示す。なお、本例の参照分銅の協定質量、参照分銅と試験分銅の体積の校正値の拡張不確かさは、いずれも信頼の水準約95 %に相当し包含係数 $k=2$ と報告されている。

参照分銅の特性

次の校正履歴を有するE₁クラス相当の分銅を用いる。

協定質量 m_{cr} : 1 kg+0.01 mg±0.15 mg [$k=2$]

1)20°Cにおける体積 V_T : 124.844 cm³±0.018 cm³ [$k=2$]

2)磁化 $\mu_0 M$: 2.5 μT以下

3)磁化率 χ : 0.02以下

4)表面粗さ R_z : 0.5 μm以下

試験分銅の特性

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、により特性を評価した。

1)20°Cにおける体積 V_t : 125.786 cm³±0.080 cm³ [$k=2$]

2)磁化 $\mu_0 M$: 8 μT以下

3)磁化率 χ : 0.07以下

4)表面粗さ R_z : 1.0 μm以下

以上の結果は、JIS B7609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。

測定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、空気密度を記録した。この標準不確かさ $u(\rho_a)$ は、表2.2のとおり0.00074 kg m⁻³である。

質量差の評価

質量比較は、ひょう量1 kg、目量 d が0.1 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反復行った。測定時の空気密度は、1日目1.15 kg m⁻³ (大気圧 988 hPa、温度 24.4 °C、相対湿度 53 %)、2日目1.18 kg m⁻³ (大気圧 1013 hPa、温度 24.2 °C、相対湿度 51 %)、3日目1.20 kg m⁻³ (大気圧 1030 hPa、温度 24.2 °C、相対湿度 53 %)であった。第1回目の測定の空気浮力の補正量を、ステンレス鋼製分銅同士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。

$$C_{cb} = (V_t - V_T)(\rho_a - \rho_0) = (125.786 \text{ cm}^3 - 124.844 \text{ cm}^3)(1.15 \text{ kg m}^{-3} - 1.2 \text{ kg m}^{-3}) \approx -0.047 \text{ mg}$$

表 2.5 ABA 法による質量差評価 (mg)

測定番号	ΔI_i	$m_{cr} C_i$	Δm_{ci}
1 (1日目)	0.10	-0.047 (ρ_a :1.15)	0.05
2 (2日目)	-0.05	-0.019 (ρ_a :1.18)	-0.07
3 (3日目)	-0.10	0.000 (ρ_a :1.20)	-0.10
		$\overline{\Delta m_c}$	-0.039
		$s(\overline{\Delta m_c})$	0.081

3回測定、表示値の差、空気浮力の補正量、質量差結果をまとめて表2.5に示す。表の結果から、質量差の平均値 $\overline{\Delta m_c}$ は-0.039 mg、その標準偏差 $s(\overline{\Delta m_c})$ を[2.6]式より 0.081 mg と計算した。この $n=3$ の $s(\overline{\Delta m_c})$ から、測定過程における標準不確かさ $u_w(\overline{\Delta m_c})$ が [2.5]式より 0.047 mg となる。試験分銅の協定質量 m_{ct} は、[2.3]式より 1 kg-0.03 mg となった。使用した比較器のひょう量皿は懸垂式で、また、事前の性能試験によって u_s 、 u_E 及び u_{ma} が有意でないと評価されている。これらの結果から、質量比較器の標準不確かさ u_{ba} を [2.7]式から次のように計算した。

$$u_{ba}^2 = (0.0 \text{ mg})^2 + \left(\frac{\sqrt{2} \cdot 0.1 \text{ mg}}{2}\right)^2 + (0.0 \text{ mg})^2 + (0.0 \text{ mg})^2 \approx (0.041 \text{ mg})^2 \quad \left[\because u_d = \frac{\sqrt{2} \cdot d}{\sqrt{3} \cdot 2} \right]$$

空気浮力補正の不確かさ u_b を、前提条件を引用し [2.12]式から下記のとおり求めた。

$$\begin{aligned} u_b^2 &= \left[(1 \text{ kg}) \frac{(8010 \text{ kg m}^{-3} - 7950 \text{ kg m}^{-3})}{(8010 \text{ kg m}^{-3})(7950 \text{ kg m}^{-3})} (0.00074 \text{ kg m}^{-3}) \right]^2 \\ &+ [(1 \text{ kg})(1.15 \text{ kg m}^{-3} - 1.2 \text{ kg m}^{-3})]^2 \frac{(2.53 \text{ kg m}^{-3})^2}{(7950 \text{ kg m}^{-3})^4} \\ &+ (1 \text{ kg})^2 (1.15 \text{ kg m}^{-3} - 1.2 \text{ kg m}^{-3}) [(1.15 \text{ kg m}^{-3} - 1.2 \text{ kg m}^{-3}) - 2(1.2 \text{ kg m}^{-3} - 1.2 \text{ kg m}^{-3})] \frac{(0.577 \text{ kg m}^{-3})^2}{(8010 \text{ kg m}^{-3})^4} \\ &\approx (0.002 \text{ mg})^2 \end{aligned}$$

参照分銅は過去の校正履歴が複数回あるので、協定質量の標準不確かさ $u(m_{cr})$ を JIS B7609 C.6.2 を根拠に推定した。ここでは、複数の校正結果から、経時変化の不確かさ $u_{inst}(m_r)$ を校正値のばらつきの範囲 $\pm 0.020 \text{ mg}$ を矩形分布の不確かさとして $\sqrt{3}$ で除し、以下のとおり計算した。

$$u(m_{cr}) = \sqrt{\left(\frac{U}{k}\right)^2 + u_{inst}^2(m_r)} = \sqrt{\left(\frac{0.15 \text{ mg}}{2}\right)^2 + \left(\frac{0.020 \text{ mg}}{\sqrt{3}}\right)^2} \approx 0.076 \text{ mg}$$

以上の評価結果をまとめたバジェット表を表2.6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。

表の右列に示した自由度で、不確かさの要因 Δm_c については $\nu=3-1=2$ から計算した。他の要因については、これらが全てタイプBの不確かさであるので、その自由度は無限大 ∞ とした。 u_c の有効自由度 ν_{eff} を、Welch - Satterthwaite の式から、次のとおり計算した。

$$u_c = \sqrt{(0.047 \text{ mg})^2 + (0.076 \text{ mg})^2 + (0.002 \text{ mg})^2 + (0.041 \text{ mg})^2} \approx 0.098 \text{ mg}$$

$$\nu_{eff} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{\nu_i}} = \frac{(0.098 \text{ mg})^4}{\frac{(0.047 \text{ mg})^4}{2} + \frac{(0.076 \text{ mg})^4}{\infty} + \frac{(0.002 \text{ mg})^4}{\infty} + \frac{(0.041 \text{ mg})^4}{\infty}} \approx 38$$

以上のように、合成標準不確かさの有効自由度は38と10以上であるので、包含係数 k として2が採用できて、次の表現で校正結果を報告した。

試験分銅の協定質量 m_{ct} : 1 kg-0.03 mg \pm 0.20 mg
上記の拡張不確かさは信頼の水準約95%に相当し、包含係数 k は2である。

表2.6 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

要因 記号	標準不確か さ $u(x_i)$	タイプ	感度係数 $c(x_i)$	標準不確かさ (測定量の単位)	自由度 ν_i
質量差 $u_w(\Delta m_c)$	0.047 mg	A	1.0	0.047 mg	2
参照分銅 $u(m_{cr})$	0.076 mg	B	1.0	0.076 mg	∞
浮力補正 u_b	<u>0.002</u> mg	B	1.0	<u>0.002</u> mg	∞
質量比較器 u_{ba}	0.041 mg	B	1.0	0.041 mg	∞
			u_c	<u>0.098</u> mg	<u>38</u>

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

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できる場合（校正対象がJISマーク表示制度に基づく認証を受けた分銅である場合など）について、E₂クラス相当1 kg分銅の協定質量を浮力補正しないで校正する際の拡張不確かさの評価例を示す。参照分銅は、前項に示した特性を含む校正履歴を有するE₁クラス相当の分銅を用いる。試験分銅はE₂クラス相当品であるので、ステンレス鋼製であると想定する。JISの規定を満足しているため、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。

参照分銅の特性

前項2.9.1と同じ分銅を用いる。

試験分銅の特性

特性に関する前提条件は以下のとおりである。

- 1) 20°Cにおける体積 ρ_t : $7950 \text{ kg m}^{-3} \pm 140 \text{ kg m}^{-3}$ [$k=2$]
ステンレス鋼製と想定しJIS B7609の規定値を引用する（測定しない）
- 2) 磁化 $\mu_0 M$: E₂クラスの規定を満足すると想定（測定しない）
- 3) 磁化率 χ : E₂クラスの規定を満足すると想定（測定しない）
- 4) 表面粗さ R_z : E₂クラスの規定を満足すると想定（測定しない）

ひょう量を実施する環境

本校正では空気浮力の補正を行わないが、JIS B7609 C.6.3.5を参照し、ひょう量中に大気圧、温度及び相対湿度を実測、[2.19]式から空気密度を計算し、環境条件を監視してひょう量結果の有効性を判断した。

(環境条件の管理範囲)

温度：15.5 °C～24.5 °C

大気圧：980hPa～1030 hPa

相対湿度：40 %～60 %

上記の管理範囲で想定される空気密度の範囲：1.14 kg m⁻³～1.24 kg m⁻³

(質量差の評価)

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 $m_{cr}C$ は0.00 mgとした。このため、表2.7のとおり、質量差の平均値 Δm_c は-0.02 mgとなる。この質量差の測定過程における標準不確かさ $u_w(\overline{\Delta m_c})$ は、前章1.と同様な方針で、事前の実験により評価した標準偏差 $s(\Delta m)$ をもとに推定した。すなわち、体積に有意差のない二つの分銅AとBを用い、ABA法による比較を前記管理範囲内の環境下で異なる測定日に10回行い、AとBの質量差の平均とその標準偏差を計算した。この結果、 $s(\Delta m)$ は0.15 mgであった。なお、試験分銅の協定質量 m_{ct} は、[2.3]式から、1 kg-0.01 mgの結果を得た。

測定過程における不確かさ $u_w(\overline{\Delta m_c})$ を[2.5]式から次のように計算した。

$$u_w^2(\overline{\Delta m_c}) = \frac{0.15 \text{ mg}}{\sqrt{3}} \approx 0.087 \text{ mg}$$

ひょう量時の空気密度を1.2 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不確かさ $u(C_b')$ を、前章1.と同様の考え方で下記のとおり推定した。

$$m_r C = m_r(\rho_a - \rho_0) \left[\frac{1}{\rho_t} - \frac{1}{\rho_r} \right] = (1 \text{ kg})(1.2 \text{ kg m}^{-3} - 1.2 \text{ kg m}^{-3}) \left[\frac{1}{7810 \text{ kg m}^{-3}} - \frac{1}{8010 \text{ kg m}^{-3}} \right] \approx 0.0 \text{ mg}$$

$$u^2(C_b) = \left[(1 \text{ kg}) \frac{(8010 \text{ kg m}^{-3} - 7810 \text{ kg m}^{-3})}{(8010 \text{ kg m}^{-3})(7810 \text{ kg m}^{-3})} (1.2 \text{ kg m}^{-3} - 1.14 \text{ kg m}^{-3}) \right]^2$$

$$+ [(1 \text{ kg})(1.2 \text{ kg m}^{-3} - 1.2 \text{ kg m}^{-3})]^2 \frac{(0.0 \text{ kg m}^{-3})^2}{(7810 \text{ kg m}^{-3})^4}$$

$$+ (1 \text{ kg})^2 (1.2 \text{ kg m}^{-3} - 1.2 \text{ kg m}^{-3}) [(1.2 \text{ kg m}^{-3} - 1.2 \text{ kg m}^{-3}) - 2(1.2 \text{ kg m}^{-3} - 1.2 \text{ kg m}^{-3})] \frac{(0.0 \text{ kg m}^{-3})^2}{(8010 \text{ kg m}^{-3})^4}$$

$$\approx (0.192 \text{ mg})^2$$

表2.7 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)	0.10	----- (ρ_a :1.15)	0.10
2 (2日目)	-0.05	----- (ρ_a :1.18)	-0.05
3 (3日目)	-0.10	----- (ρ_a :1.20)	-0.10
		$\overline{\Delta m_c}$	-0.02

従って、

$$u(C'_b) = \frac{1}{\sqrt{3}} \sqrt{(m_r C)^2 + u^2(C_b)} = \frac{1}{\sqrt{3}} \sqrt{(0.0 \text{ mg})^2 + (0.192 \text{ mg})^2} \approx 0.111 \text{ mg}$$

ここでは、最大不確かさを求めるため、各パラメータを決定している。

以上の評価結果をまとめたバジェット表を表2.8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。なお、参照分銅の不確かさ $u(m_{cr})$ と質量比較器の標準不確かさは u_{ba} 、前節2.9.1の結果を引用している。

$$u_c = \sqrt{(0.087 \text{ mg})^2 + (0.076 \text{ mg})^2 + (0.111 \text{ mg})^2 + (0.041 \text{ mg})^2} \approx 0.165 \text{ mg}$$

表の有効自由度 v_{eff} を、Welch - Satterthwaiteの式から、次のとおり計算した。

$$v_{\text{eff}} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{v_i}} = \frac{(0.165 \text{ mg})^4}{\frac{(0.087 \text{ mg})^4}{9} + \frac{(0.076 \text{ mg})^4}{\infty} + \frac{(0.111 \text{ mg})^4}{\infty} + \frac{(0.041 \text{ mg})^4}{\infty}} \approx 116$$

以上のように、合成標準不確かさの有効自由度は116と10以上あるので、包含係数 k として2が採用でき、拡張不確かさを0.330 mgと計算できる。最終的に校正証明書で表明する拡張不確かさは有効2桁でまるめ0.33 mgとした。次の表現で校正結果を報告した。

試験分銅の協定質量 m_{ct} : 1 kg-0.01mg ± 0.33 mg
 上記の拡張不確かさは信頼の水準約95%に相当し、包含係数 k は2である。

表2.8 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

要因記号	標準不確かさ $u(x_i)$	タイプ	感度係数 $c(x_i)$	標準不確かさ (測定量の単位)	自由度
質量差 $u_w(\Delta m_c)$	0.087 mg	A	1.0	0.087 mg	9
参照分銅 $u(m_{cr})$	0.076 mg	B	1.0	0.076 mg	∞
浮力補正 u_b	0.111 mg	B	1.0	0.111 mg	∞
質量比較器 u_{ba}	0.041 mg	B	1.0	0.041 mg	∞
			u_c	0.165 mg	<u>116</u>

3. おもりの校正における不確かさ評価

おもりの校正における不確かさの評価では、実現を目指す不確かさに応じ、1章あるいは2章の評価例の基本的な考えを参考にすることができる。ここで、参照分銅を複数個組み合わせて参照値を設定しておもりとの質量比較を行う場合は、各参照分銅の合成標準不確かさを単純和して参照値の不確かさを推定する必要がある。また、組合せ作業による測定時間の変動、偏置荷重、比較器の非直線性など、一対一の分銅の等量比較では無視できた要因についても、これらが不確かさの評価で有意になるかを再度確認しなければならない。

4. 現地校正による M_1 クラス分銅の校正不確かさの評価における留意事項

分銅の現地校正を行う場合には、少なくとも以下に示す事項について、不確かさ要因として考慮（あるいは無視できることを確認）するよう留意する。

- 1) 機器の輸送 [輸送方法、輸送後現地での性能確認]
 - ・参照分銅
 - ・質量比較器
 - ・環境測定機器
- 2) 現地での測定を有効と判断できる環境の管理範囲とその安定度 [測定中は勿論、測定前のならし時間の状況も含む。]
 - ・温度
 - ・相対湿度
 - ・振動（測定台）
 - ・空気の流れ
 - ・清浄度
 - ・照明
 - ・雰囲気磁場
 - ・大気圧力
 - ・電源の安定度
- 3) 試験分銅の確認事項
 - ・外観
 - 寸法・形状
 - 表面粗さ・表面処理
 - 汚染・腐食・異物の付着 [清掃あるいは洗浄の判断基準]
 - 形状・丸み
 - 取っ手
 - 傷
 - ・磁気特性
 - ・分銅材料 [密度や磁気特性を推定できる。]
 - ・調整孔
 - 寸法・形状
 - 異物の混入・内部の腐食
 - シール封止の状況

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 Volumeter 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

改正のポイント

- ・表現の見直し、誤記の修正

なお、本文中、主な改正箇所には下線を引いてあります。