

サブミリグラム分銅の開発経緯と JCSS 校正の開始

キーワード: JIS B7609:2008 「分銅」, ASTM E617-18, サブミリグラム領域, JCSS 校正

株式会社 村上衡器製作所

代表取締役 村上 昇

1. はじめに

『計量トレーサビリティ』という言葉が普及して久しく、近年の質量分野では製薬業界や自動車業界を筆頭に高精度なばかりの計量管理には高精度かつ計量トレーサビリティの担保された質量標準分銅を用いる、ということが定着している。

現在、分銅に関する国際勧告 OIML R111-1:2004^[1]及び国内規格 JIS B7609:2008^[2]において規定されている分銅の最小質量は 1 mg である。一方、研究室や製造ラインで使用されている電子天びんは、1 mg 未満の測定能力を持つ機種が数多く存在している。電子天びんの性能管理は測定範囲に相当する標準分銅を使用するのが原則だが、1 mg 未満の質量範囲、いわゆるサブミリグラム領域の計量管理を直接的に実施できないことが問題となっていた。

このような背景から弊社は、サブミリグラム分銅の開発に着手、2015 年 9 月に製品化している。また、2018 年 1 月からはサブミリグラム領域での JCSS 分銅校正サービスを開始した。本稿ではそれらの経緯を紹介する。



図 1 弊社サブミリグラム分銅セット

2. サブミリグラム分銅の開発経緯

2.1 分銅材料と形状の決定

開発に着手した 2014 年当時、国内で入手可能なサブミリグラム領域の分銅は、M 社と T 社の 2 製品であった。この 2 製品の仕様を表 1 に示す。

表 1 他社サブミリグラム分銅の仕様

	M 社	T 社
公称値	0.05 mg, 0.1 mg, 0.2 mg, 0.5 mg	0.1 mg, 0.2 mg, 0.4 mg, 0.6 mg, 0.8 mg
材質	アルミニウム	ステンレス
形状	線状分銅 径 0.05 mm ㎍	板状分銅 0.005 mm 厚
密度	2700 kg/m ³ ±130 kg/m ³	7950 kg/m ³ ±140 kg/m ³

当初は、M 社に倣ってアルミニウム線材による線状分銅の試作を行っていたが、視認性の悪さと取扱いの難しさのため断念し、別の材料を検討していたところチタンの箔材に着目し、板状分銅を試作した。チタンの密度はステンレスとアルミニウムの中間の 4510 kg/m³ であり、耐食性かつ非磁性であることも含めてサブミリグラム分銅の材料として適していると思われた。

形状は OIML R111-1:2004 に準拠して五角形、四角形、三角形とした。なお、分銅セットの中で同質量の組合せがある場合は、箔材の曲げ方により識別することにした。1 mg 以上の板状分銅の製造で培ったハサミ加工技術を基に切断工程を慎重に行うことにより質量の許容誤差を ±0.0010 mg 以下に抑えることが可能となった。

図 1 に弊社サブミリグラム分銅セット (0.5 mg, 0.2 mg×2, 0.1 mg)、表 2 に仕様を示す。

用するサブミリグラム分銅の製造および校正のトレーサビリティ体系図を示す。

表 2 弊社サブミリグラム分銅の仕様

公称値	0.5 mg	0.2 mg	0.1 mg
最大許容誤差	±0.003 mg	±0.003 mg	±0.003 mg
拡張不確かさ	±0.00067 mg	±0.00039 mg	±0.00033 mg
材質	チタン		
形状	板状分銅 五角形 0.005 mm 厚	板状分銅 四角形 0.005 mm 厚	板状分銅 三角形 0.003 mm 厚
密度	4510 kg/m ³ ±60 kg/m ³		
数量	1	2	1
付属品	クロスピンセット、専用ケース		
添付書類	JCSS 校正証明書、 トレーサビリティ体系図		

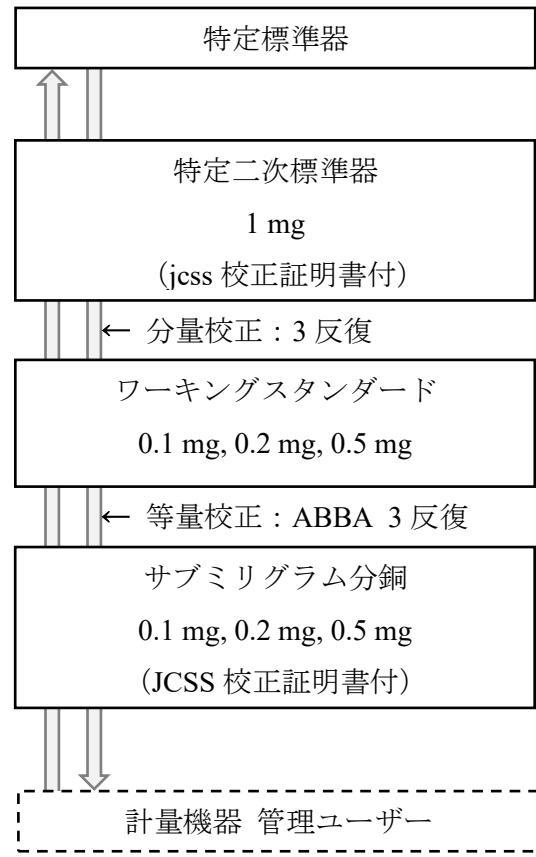


図 2 トレーサビリティ体系図

2.2 ワーキングスタンダードの製作

現在、計量法が定める特定二次標準器には、1 mg 未満の分銅は存在しない。よって、1 mg 未満の社内標準または製品を校正するには分量校正の手順が必須となる。1 mg の特定二次標準器を基準として 0.5 mg, 0.2 mg, 0.1 mg の分銅を製造及び校正を実施するには、以下の 2 通りの方法が考えられる。

- ① 1 mg の特定二次標準器を参照分銅として、分量校正で直接 0.5 mg, 0.2 mg, 0.1 mg の分銅を製造及び校正を実施する。
- ② 1 mg の特定二次標準器を参照分銅として、分量校正で一旦、0.5 mg, 0.2 mg, 0.1 mg のワーキングスタンダード分銅 (WS) を製作する。次に、その WS を参照分銅として、等量校正 (ABBA 法) で 0.5 mg, 0.2 mg, 0.1 mg の分銅を製造及び校正を実施する。

分量校正は手順が複雑かつ時間を要し製品製造には不向きであること、特定二次標準器の使用頻度は可能な限り抑えたいこと、これらの理由により、弊社では②の方法を採用し、トレーサビリティの確保されたサブミリグラム分銅の供給を実施することにした。図 2 に弊社が採

2.3 最大許容誤差と不確かさの決定

OIML R111-1:2004 では未だ規定されていない 1 mg 未満の分銅だが、ASTM 規格 E617-18^[3] では既に 0.5 mg~0.05 mg の範囲が規定されている。最大許容誤差 δ_m 、拡張不確かさ U 、公称値 m_0 、協定質量 m_c の間には OIML R111-1 と同様に、

$$U \leq 1/3\delta_m \quad (1)$$

かつ、

$$m_0 - (\delta_m - U) \leq m_c \leq m_0 + (\delta_m - U) \quad (2)$$

の関係が要求されている。

OIML R111 での最高精度等級である E1 級は ASTM E617-18 では class00 に相当する。この class00 での公称値 0.5 mg~0.05 mg の最大許容誤差は 0.003 mg であり、弊社ではこれを目標として不確かさを見積もった。例として、表 3 に 0.1 mg の不確かさ算出バジェットシート

を示す。検討の結果、公称値 0.5 mg、0.2 mg、0.1 mg の分銅に対する拡張不確かさは、ASTM E617-18 の class00 に対して、式(1)かつ式(2)の要求を満足させるものとなった。(拡張不確かさの最終決定値は表 2 を参照)

2.4 質量の長期安定性の検証

チタンは表面に形成される酸化皮膜が強固で安定しているため耐食性に優れる等、分銅としての質量安定性に問題は無いと思われる。例と

して、表 4 に 0.5 mg のワーキングスタンダード(T1、T2)と展示会用の製品サンプル (A、B、C) についての質量経時変化を示す。T1 は分銅ケースの中に保管し通常は使用せず、T2 は製品の製造工程内での校正に使用している。22 カ月間で T1、T2 とも有意な質量変化は認められず、2015/3/6 に JQA に依頼した T1 の A2LA 校正結果を含めても大きな矛盾は認められない。0.2 mg および 0.1 mg の分銅についても同様の結果であった。質量の長期安定性については、今後も継続して検証する予定である。

表 3 サブミリグラム分銅 0.1 mg の不確かさ算出バジェットシート

不確かさの要因	標準不確かさ $u(x_i)$	タイプ	感度係数 C_i	標準不確かさへの寄与	自由度 ν_i
ひょう量過程	0.00009 mg	A	1.0	0.00009 mg	9
参照分銅 (WS)	0.00013 mg	B	1.0	0.00013 mg	∞
空気の浮力補正	0.00000 mg	B	1.0	0.00000 mg	∞
質量比較器	0.00005 mg	B	1.0	0.00005 mg	∞
合成標準不確かさ u_c				0.000163 mg	112
拡張不確かさ $U (k = 2)$				0.000325 mg	

表 4 チタン製 0.5mg 分銅の質量経時変化

校正年月日	協定値偏差					不確かさ U [mg]
	ワーキングスタンダード		展示会用 製品サンプル			
	T1 [mg]	T2 [mg]	A [mg]	B [mg]	C [mg]	
2015/02/18	0.00040	0.00085				0.00042
2015/03/06*	0.0005					0.0008
2015/06/26			0.0009	-0.0001		0.00068
2015/08/05	0.00039	0.00101				0.00042
2015/12/03	0.00025	0.00093				0.00042
2016/06/02	0.00016	0.00091				0.00042
2016/07/05			0.0010	0.0005	0.0001	0.00068
2016/12/05	0.00014	0.00087				0.00042
2016/12/09			0.0012	0.0007	-0.0001	0.00068

*2015/03/06 は JQA による A2LA 校正

2.5 サブミリグラム分銅の製造工程

サブミリグラム分銅の製造工程は、既に社内で確立している1 mg から500 mg までの板状分銅（ステンレス板材：厚さ0.01 mm～0.05 mm）の製造工程と基本的には同様である。

ただし、1 mg 以上の板状分銅は専用ヤスリを用いて“擦る”ことで微小な質量調整が可能だが、サブミリグラム分銅では板厚が極端に薄い（チタン板材：厚さ0.003 mm～0.005 mm）ためにヤスリが使用できない。完成品の社内検査合格範囲は極めて微小（公称値±0.0007 mg）であるが、ハサミのみで質量調整を実施することになる。このために、板状分銅製造の熟練者であっても細心の注意と十分な経験を要する。

1枚のサブミリグラム分銅製造に要する時間は、熟練者で10～15分であり、不慣れな者では60分以上になる。

表4に製造工程の概要、図3に製造ツール、図4に最終成型工程を示す。

表4 サブミリグラム分銅 製造工程概要

工程	作業
ガイドラインマーキング	チタン材上にレーザーマーカで切り出す形状（三角形・四角形・五角系）のガイドラインをマーキングする。
在庫保管	ピンセットでの掴みしろを残し、チタン材をだまかに切断する。 受注時まで、そのまま保管する。
最終成型	受注後に最終成型を開始する。 ガイドラインを目安にハサミで規定の形状に成型する。この際、社内検査合格範囲（公称値±0.0007 mg）に納まる様に随時コンパレータ（ひょう量/目量：6.1 g/0.0001 mg）で確認する。 質量が規定値内で確定した後、端面を曲げてピンセットでの掴み部を成型する。

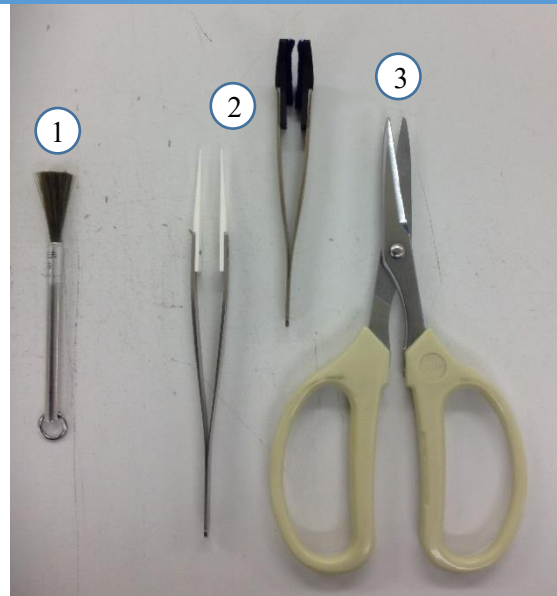


図3 サブミリグラム分銅 製造ツール
①静電気除去ブラシ ②ピンセット（先端：セラミック、フェルト貼り）③金切りハサミ

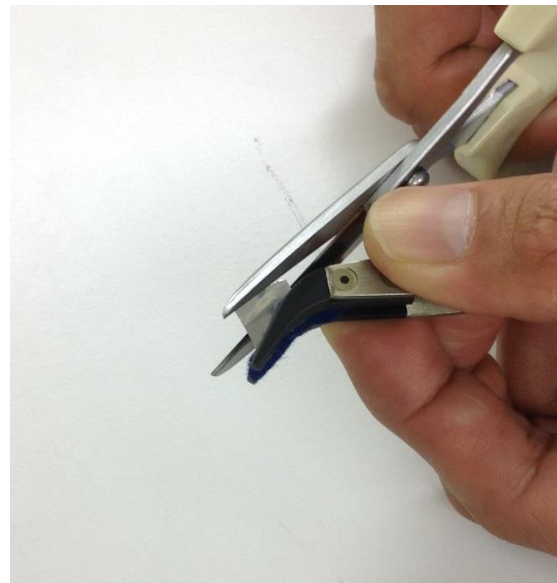


図4 サブミリグラム分銅 最終成型工程

3. サブミリグラム領域でのJCSS校正

サブミリグラム分銅の開発当初より、計量トレーサビリティを担保する公的証明書、すなわちJCSS校正証明書の添付がない分銅は質量の標準分銅としては片手落ちである、との社内認識があった。当時より米国試験所認定協会（A2LA）による分銅校正範囲にはサブミリグラム領域が含まれており、日本国内のA2LA認定事業者による当該領域の分銅のA2LA校正証明

書は入手可能であった。弊社のサブミリグラム分銅には自社による検査成績書の添付を実施していたが、公的な証明書ではないため、ユーザーの希望があれば国内の A2LA 認定事業者が発行する A2LA 校正証明書の添付を弊社が窓口となり受け付けていた。

その様な状況の中、「NITE 公開文書 技術的要求事項適用指針（分銅等）」が 2017 年 5 月に改訂され、校正範囲の下限が 0.05 mg に拡張された。この改訂をうけて、サブミリグラム領域での自社による JCSS 校正証明書の発行を目指した。

3.1 合同技能評価の実施

JCSS 質量校正の事業範囲拡大の申請のためには、公的な技能試験の結果の提出が必要となる。既存の質領域、すなわち 1 mg 以上の範囲については、定期的に JCSS 技能試験が開催されているが、サブミリグラム領域については無い。そこで、国立研究開発法人 産業技術総合研究所（以下、産総研）の技術コンサルティングを活用し、サブミリグラム領域の質量校正についての技能試験を企画した。この企画には、弊社以外の JCSS 認定事業者 3 社からの賛同も得て、

合計 4 社と産総研による「合同技能評価」として実施した。表 5 に実施概要を示す。

表 5 合同技能評価の実施概要

参加者	JCSS 認定事業者 4 社
参照機関	(国) 産業技術総合研究所 計量標準総合センター
仲介器	0.5 mg, 0.2 mg, 0.1 mg, 0.05 mg 各 2 個
実施期間	2017 年 9 月 29 日～10 月 3 日 (弊社の担当期間)

3.2 技能評価の結果と検証

校正技術能力の評価は、JIS Q17043:2011^[4]の附属書 B に定義されている E_n 数により行われた。弊社の校正結果 x 、拡張不確かさ $U_{lab} (k=2)$ 、および評価結果は表 6 の①②の通り。全ての校正結果について $|E_n \text{数}|$ は 1 以下となり、適切であることが確認された。

表 6 合同技能評価の結果

① 分量校正（協定質量）：最も小さい不確かさを実現する校正

公称値	識別	x	U_{lab}	$ E_n \text{数} $
0.05 mg		0.00013 mg	0.00023 mg	0.36
0.05 mg	曲がり	0.00005 mg	0.00023 mg	0.26
0.1 mg		-0.00009 mg	0.00017 mg	0.05
0.1 mg	曲がり	-0.00003 mg	0.00017 mg	0.42
0.2 mg		0.00078 mg	0.00022 mg	0.04
0.2 mg	曲がり	-0.00037 mg	0.00022 mg	0.07
0.5 mg		-0.00064 mg	0.00042 mg	0.11

② 等量校正（協定質量）：ワーキングスタンダードを使用し CMC を実現する校正

公称値	識別	x	U_{lab}	$ E_n \text{数} $
0.1 mg		-0.00006 mg	0.00033 mg	0.11
0.1 mg	曲がり	0.00002 mg	0.00033 mg	0.39
0.2 mg		0.00082 mg	0.00039 mg	0.12
0.2 mg	曲がり	-0.00036 mg	0.00039 mg	0.02
0.5 mg		-0.00069 mg	0.00067 mg	0.00
0.5 mg	曲がり	-0.00045 mg	0.00067 mg	0.09

3.3 JCSS 校正の開始

合同技能評価の結果を校正技術能力のエビデンスとして、JCSS 校正範囲の拡大を NITE へ申請した。

社内における最も小さい不確かさを実現する校正は、表 6 ①分量校正になるが、社外への校正業務は表 6 ②等量校正のみになるため、NITE へ申請した CMC (校正測定能力) は②であることに留意されたい。

2017年12月に校正範囲拡大が承認され、2018年1月からサブミリグラム領域での JCSS 校正業務を実施している。拡大された校正範囲と校正測定能力(CMC)は表 7 の通り。

表 7 拡大された校正範囲と校正測定能力

種類	校正範囲	校正測定能力 (信頼の水準約95%) (協定質量の校正)
分銅	0.5 mg	0.00067 mg
	0.2 mg	0.00039 mg
	0.1 mg	0.00033 mg

参考文献

- [1] 国際法定計量機関、OIML R111-1:2004 Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ and M₃、2004、総 80 頁
- [2] 日本規格協会、JIS B7609:2008 分銅、2008、総 74 頁
- [3] ASTM International、ASTM E617-18 Standard Specification for Laboratory Weights and Precision Mass Standards、2018、総 17 頁
- [4] 日本規格協会、JIS Q17043:2011 適合性評価—技能試験に対する一般要求事項、2011、総 38 頁

本稿は、2019年6月に力学量標準トレーサビリティワークショップ（主催：日本試験機工業会）にて発表、予稿集へ掲載した原稿に加筆修正をしたものです。

本製品の開発・製造、及び校正サービスの開始にあたっては、経済産業省『平成 25 年度中小企業・小規模事業者ものづくり・商業・サービス革新事業補助金』（通称：ものづくり補助金）の交付を受けて事業を推進しました。

4. おわりに

計量管理現場のユーザーからの年々高まる要求への対応として、OIML/JIS 規格に先んじて 1 mg 以下の分銅の供給を開始し、JCSS 校正証明書の発行も可能となった。弊社と同時に合同技能評価を受けた JCSS 認定事業者 3 社も校正範囲を 1 mg 以下 (0.1mg または 0.05mg) まで拡大しており、今後はサブミリグラム領域での JCSS 質量校正の普及が見込まれる。

国家計量機関レベルにおいては、「キログラム」定義改定に関連して、微小質量域の計測技術は今後飛躍的に発展するものと思われる。これらの技術革新をエンドユーザーの計量管理へ反映させることも JCSS 校正事業者の重要な責務と考える。