

キャパシタンス標準に関する計測技術の研究

東京都市大学

工学研究科 生体医工学専攻

学籍番号: 1291401

堂前 篤志

目次

| | |
|--|-----------|
| 第 1 章 序論 | 1 |
| 1.1 はじめに | 1 |
| 1.2 本研究の制度的な背景 | 1 |
| 1.2.1 国際単位系 | 1 |
| 1.2.2 トレーサビリティ制度 | 2 |
| 1.2.3 国際相互協定と国際比較 | 3 |
| 1.2.4 より信頼性の高い標準の実現に向けた取り組み | 4 |
| 1.3 本研究の技術的な背景 | 6 |
| 1.3.1 キャパシタンス標準の必要性 | 6 |
| 1.3.2 キャパシタンスの単位 | 7 |
| 1.3.3 キャパシタンス標準の実現方法 | 8 |
| 1.4 本論文の目的 | 9 |
| 1.5 本論文の構成 | 10 |
| 1.6 第 1 章の参考文献 | 11 |
| 第 2 章 キャパシタンス標準を実現するための技術 | 14 |
| 2.1 NMIJ におけるキャパシタンス標準の実現 | 14 |
| 2.2 キャパシタンス標準の実現に必要な精密測定技術 | 16 |
| 2.2.1 量子化ホール抵抗 | 16 |
| 2.2.2 電流比較器 | 18 |
| 2.2.3 交流測定における定義状態 | 20 |
| 2.2.4 交直差計算可能抵抗器 | 22 |
| 2.2.5 交流抵抗器 | 24 |
| 2.2.6 4 端子対型ブリッジ回路 | 25 |
| 2.2.7 直角相ブリッジ回路 | 26 |
| 2.2.8 2 端子対型ブリッジ回路 | 27 |
| 2.2.9 標準キャパシタ | 28 |
| 2.3 測定の不確かさ | 29 |
| 2.3.1 測定の不確かさ評価 | 29 |

| | | |
|------------------------------|--|-----------|
| 2.3.2 | 不確かさの A タイプの評価 | 30 |
| 2.3.3 | 不確かさの B タイプの評価 | 31 |
| 2.3.4 | 不確かさの合成と拡張不確かさ | 31 |
| 2.4 | 第 2 章の参考文献 | 33 |
| 第 3 章 次世代の基準に対応した計測技術 | | 35 |
| 3.1 | まえがき | 35 |
| 3.2 | ac QHR を起点としたキャパシタンス標準の実現手順の提案 | 35 |
| 3.3 | 改良型直角相ブリッジ回路 | 37 |
| 3.3.1 | 改良型直角相ブリッジ回路の設計 | 37 |
| 3.3.2 | 実用的な改良型直角相ブリッジ回路 | 39 |
| 3.4 | 改良型直角相ブリッジ回路を構成するキーデバイス | 41 |
| 3.4.1 | 公称値 $10 \times R_{K-90}/2 \Omega$ の交流抵抗器 | 41 |
| 3.4.2 | 誘導分圧器 | 43 |
| 3.5 | 不確かさ評価 | 47 |
| 3.6 | まとめ | 50 |
| 3.7 | 第 3 章の参考文献 | 50 |
| 第 4 章 より安定な計測機器開発 | | 53 |
| 4.1 | まえがき | 53 |
| 4.2 | 従来型金属箔抵抗素子を用いた交流抵抗器 | 53 |
| 4.2.1 | 従来型金属箔抵抗素子を用いた交流抵抗器の概要 | 53 |
| 4.2.2 | 4 端子対型 $10 \text{ k}\Omega$ 交流抵抗器の長期履歴評価 | 55 |
| 4.2.3 | 従来型金属箔抵抗素子を用いて製作した交流抵抗器の課題 | 56 |
| 4.3 | 高安定金属箔抵抗素子 | 57 |
| 4.3.1 | 高安定金属箔抵抗素子の概要 | 57 |
| 4.3.2 | 高安定金属箔抵抗素子に関する先行研究 | 59 |
| 4.3.3 | 高安定金属箔抵抗素子を用いた抵抗器の製作 | 60 |
| 4.4 | 交流特性の評価 | 62 |
| 4.4.1 | 交流特性評価の手順 | 62 |
| 4.4.2 | 抵抗値の周波数依存性の評価 | 63 |
| 4.4.3 | 位相角の評価 | 65 |

| | | |
|------------|---|-----------|
| 4.5 | 電流依存性の評価 | 66 |
| 4.5.1 | 電流依存性の評価手順 | 66 |
| 4.5.2 | 電流依存性の評価結果 | 68 |
| 4.6 | まとめ | 70 |
| 4.7 | 第4章の参考文献 | 71 |
| 第5章 | 量子効果に基づく計測・評価技術 | 73 |
| 5.1 | まえがき | 73 |
| 5.2 | QHR 分圧器の製作 | 74 |
| 5.2.1 | 設計 | 74 |
| 5.2.2 | QHR 分圧器の製作 | 75 |
| 5.3 | ホール抵抗 R_H および縦抵抗 R_{xx} の評価 | 77 |
| 5.4 | 市販計測器による分圧比評価 | 78 |
| 5.5 | 分圧比評価法の高度化 | 81 |
| 5.5.1 | 参照用抵抗分圧器を用いた分圧比評価 | 81 |
| 5.5.2 | 標準抵抗器を基準とした参照用抵抗分圧器の分圧比校正システム | 81 |
| 5.5.3 | 分圧比校正システムの校正手順 | 83 |
| 5.5.4 | 分圧比の導出 | 83 |
| 5.5.5 | B タイプの不確かさ評価：標準抵抗器に起因した不確かさ $u(\gamma)$ | 84 |
| 5.5.6 | B タイプの不確かさ評価：分圧比校正システムに起因する不確かさ $u(\epsilon)$ | 86 |
| 5.5.7 | 標準抵抗器を利用した分圧比校正システムの不確かさに関する検討 | 91 |
| 5.6 | まとめ | 91 |
| 5.7 | 第5章の参考文献 | 92 |
| 5章の付録 | 5.3.4 における分圧比の導出 | 94 |
| 第6章 | 校正結果の妥当性確認手法の高度化 | 99 |
| 6.1 | まえがき | 99 |
| 6.2 | 校正の結果の妥当性確認手法の必要性和現状の課題 | 99 |
| 6.3 | 原因判別を可能とする校正の結果の妥当性確認手法 | 102 |
| 6.3.1 | キャパシタンス差の長期履歴を加味した妥当性確認手法の提案 | 102 |
| 6.3.2 | 原因判別 | 103 |
| 6.4 | キャパシタンスの変化の傾向の評価 | 107 |

| | | |
|--------------|-------------------------------|------------|
| 6.4.1 | 概要 | 107 |
| 6.4.2 | 被測定キャパシタ | 107 |
| 6.4.3 | 標準キャパシタ X のキャパシタンスの長期履歴 | 108 |
| 6.4.4 | 標準キャパシタ X、Y、Z 間のキャパシタンス差の長期履歴 | 109 |
| 6.5 | 提案手法の実証 | 111 |
| 6.5.1 | 概要 | 111 |
| 6.5.2 | 震災後のキャパシタンス差 | 112 |
| 6.5.3 | 震災後のキャパシタンス | 114 |
| 6.5.4 | 震災後に行った校正の結果の妥当性確認 | 115 |
| 6.6 | まとめ | 115 |
| 6.7 | 第 6 章の参考文献 | 116 |
| 第 7 章 | 結論 | 117 |
| | 謝辞 | 120 |
| | 付録 A：基本用語 | 122 |
| | 付録 B：ブリッジ回路 | 124 |
| | 本研究に関する業績 | 129 |

第 1 章 序論

1.1 はじめに

計量（計測）は科学技術の礎となるだけでなく、商取引や日常生活などあらゆる活動に関係する基本的なものである。正しく計量し、計量より得られた結果を比較するには、共通の尺度である「計量の基準」が必要となる。この「計量の基準」は計量標準（measurement standard）と呼ばれる。現在、多くの国が、その国における計量標準（国家標準、national measurement standard）を、国際単位系という枠組みの中で確立し、運用している。

本論文は、計量標準のひとつであるコンデンサ（キャパシタ）の静電容量（キャパシタンス）の国家標準（キャパシタンス標準）に関する一連の研究から成る。キャパシタンス標準について理解を深めるには、その実現に係る技術的な見地からだけでなく、計量標準を取り巻く制度的側面からも、その背景を理解しておくことが重要となる。そのため、本章では、まず、計量標準について、制度的および技術的な面から、その背景について記述する。次に、本研究の目的を記述する。

1.2 本研究の制度的な背景

1.2.1 国際単位系

世界共通の実用的な計量単位として、国際的に定められた単位系が国際単位系（仏: Le Système International d'Unités、英: The International System of Units、略称: SI）である^[1]。SI は、1960 年にメートル条約加盟国が一堂に会する条約下の最高議決機関（国際度量衡総会: CGPM）で決議された。日本は 1885 年にメートル条約へ加盟している。

SI は、SI 基本単位と呼ばれる少数の単位によって単位系を定義し、それら基本単位を組み立てる（べき乗の積として定義する）ことで全ての量の単位を与えるものである^[2]。その構成は、大きく分けて「SI 基本単位」「SI 組立単位」「SI 接頭語」から成る。SI 単位の構成を図 1-1 にまとめる。

日本において、適正な計量の実施を確保するために制定された法律が計量法である（1952 年施行）。1992 年の計量法改正で“計量単位の SI 化”が導入された。その際、非 SI 単位を段階的に計量単位から削除することにより、原則として 1999 年 9 月 30 日までに SI 単位への

統一を行った^[3]。この統一のため、天気予報等で用いられていた気圧の単位の変更（mbar（ミリバール）から hPa（ヘクトパスカル）へ変更）などがあった。

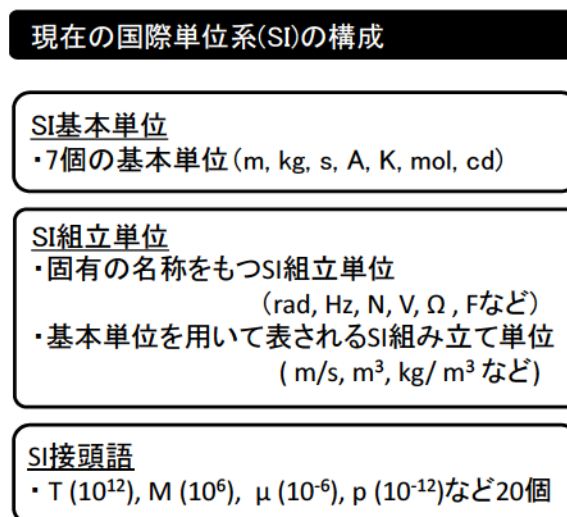


図 1-1 SI 単位の構成 ^([2]を参考に作成)

1.2.2 トレーサビリティ制度^[4]

1992年の計量法改正において、“計量単位のSI化”と共に大きな柱とされたのが“計量標準供給制度の創設”である。計量標準供給制度は校正事業者認定制度(Japan Calibration Service System: JCSS、2005年より校正事業者登録制度)と合わせて計量法トレーサビリティ制度と呼ばれる。この制度は、先端技術分野や工業生産における高精度計測や品質管理の信頼性確保を目的として創設された。

計量法トレーサビリティ制度の概要を図1-2にまとめる。この制度では、独立行政法人産業技術総合研究所(AIST)計量標準総合センター(NMIJ)等が国家標準を確立する。そして、切れ目のない校正(calibration)の連鎖を通して、ユーザーによる測定の結果が国家標準へ関連付けられるようになった。この制度に基づいて行われた校正の結果は、JCSSロゴマーク付きの校正証明書へ記載される。

日本以外の各国においても、それぞれの国の内情に則したトレーサビリティ制度が確立されている。NMIJのように、国を代表して国家標準を確立・維持し、さらに高度な国家標準の研究開発を行う機関を国家計量標準機関(National Metrology Institute: NMI)と呼ぶ。代表的な海外のNMIとして、ドイツの物理工学研究所(Physikalisch-Technische Bundesanstalt:

PTB)、イギリスの国立物理学研究所 (National Physical Laboratory: NPL)、アメリカの標準技術研究所 (National Institute of Standards and Technology : NIST) がある。

産業界等のユーザーが望む国家標準を立ち上げ、そのトレーサビリティ体制を確立することはNMIの重要な任務のひとつである。また、確立したトレーサビリティ制度を維持し続けるために、国家標準による校正の結果の妥当性を適宜確認し国家標準の信頼性を保つこともNMIの重要な任務である。

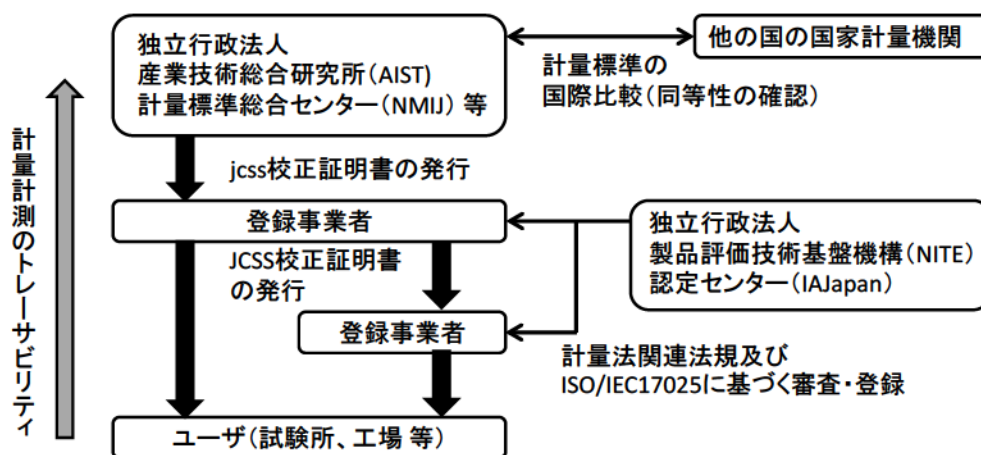


図 1-2 計量法トレーサビリティ制度の概要 [4]を基に作成

1.2.3 国際相互協定と国際比較^{[5][6]}

経済の著しいグローバル化に対応するため、計量標準の国際相互承認協定 (Mutual Recognition Arrangement : CIPM MRA) が締結され、2005 年より発効された。この協定は、NMI を頂点とする各国の計量計測のトレーサビリティ体系を相互に信頼し、他国の国家標準の校正データを自国でもそのまま同等と認め、その校正証明書を自国でも受け入れる仕組みを構築したものである。この仕組みにより、製品検査時の試験器等が CIPM MRA に対応した国家標準と関連付けられる場合、この試験器で検査された製品等の試験成績書がワンストップで相手国に受け入れられることが可能となる (One-Stop-Testing)。One-Stop-Testing により、国際間の取引において重複して行われていた試験を省くなどの貿易障壁の除去が可能となり (図 1-3)、その結果、製品のコストを下げることができる、製品が市場に出るまでの時間を短縮することができるなど、多くのメリットが期待できる。

この CIPM MRA において非常に重要となるのが、国家標準間の同等性を確認するために

NMI 間で行う比較試験（国際比較）である。国際比較では、同一の校正対象を複数の NMI で持ち回り、その校正結果を比較することで、国家標準の同等性の確認を行う。また、この国際比較は、国家標準による校正の結果の妥当性確認にも、非常に有効である。しかしながら、国際比較の実施には参加する各国 NMI 間の調整が必要となるため、国際比較を頻繁に行うことは容易ではない。そのため、実施間隔が 10 年以上となることもめずらしくない。

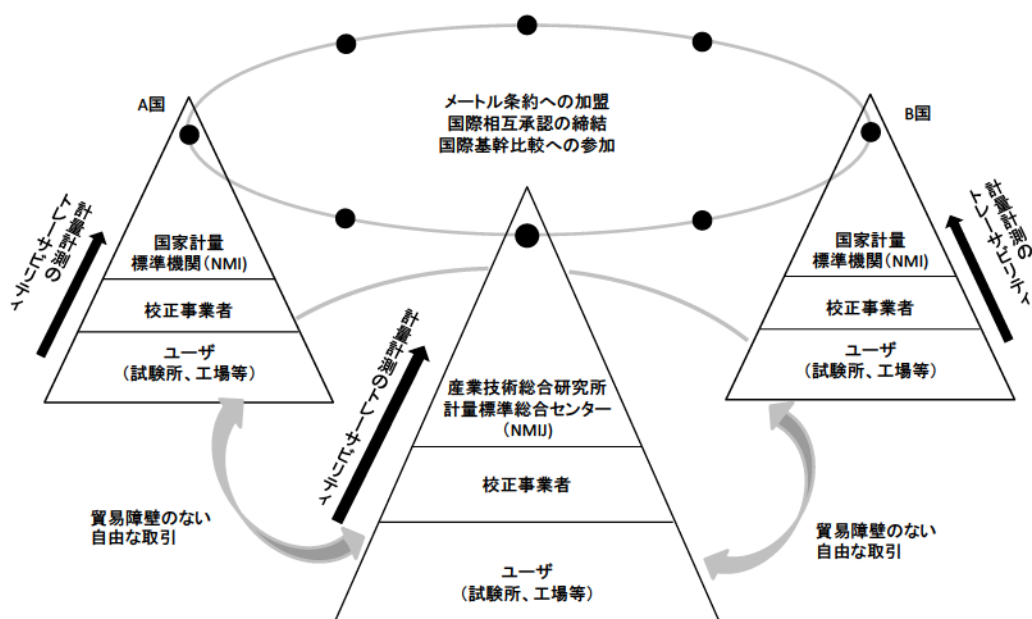


図 1-3 国家計量機関を頂点とした計量標準の信頼性確保の枠組み ([6]を参考に作成)

1.2.4 より信頼性の高い標準の実現に向けた取り組み

国家標準を確立し、その国家標準を頂点としたトレーサビリティ体系を整備し、国際的にそのトレーサビリティ体系が受け入れられるよう国際比較へ参加することは、NMI の重要な任務である。この任務に加え、標準のトレーサビリティ体系が一旦整備されたとしても、その時点での最新の科学的知見や利用できる最高の技術を用いて常にその高度化に取り組んで行くことも、NMI にとって非常に重要な任務のひとつとなっている。

標準の高度化への取り組みの具体例として、日本における電圧・電気抵抗標準の変遷を表 1-1 にまとめる。日本における電圧・電気抵抗標準は、日本の電気分野における NMI であった電気試験所 (ETL：後の電子技術総合研究所。2001 年より AIST に改編され、標準関

連業務はNMIJが継承)を中心に発展した。

表 1-1 日本の電圧・電気抵抗標準の歴史 (7)を参考に作成)

| 年代 | 日本の電圧・電気抵抗標準に関する特記事項 |
|--------------|---|
| 1900年(明治41年) | 【国際】万国電気単本位会議開催、国際電気単位を決議 |
| 1910年(明治43年) | 電気測定法発布、国際電気単位採用 |
| 1911年(明治44年) | 電圧副原器(標準電池)を整備 |
| 1914年(大正3年) | 水銀抵抗原器で国際オームを実現、抵抗副標準で維持開始 |
| 1916年(大正5年) | 電流原器(銀分離器)と水銀抵抗原器で国際ボルトを誘導 日本独力の国際電気単位の完成。 |
| 1921年(大正10年) | 【国際】CGPMが電気単位のメートル条約への統合を決議 |
| 1923年(大正12年) | 関東大震災により標準器焼失 |
| 1937年(昭和12年) | 電流天秤による絶対測定でアンペア標準を実現 相互誘導器を用いる絶対測定で絶対オームを実現 |
| 1956年(昭和31年) | 【国際】クロスキャパシタの発案 |
| 1960年(昭和35年) | 【国際】CGPMが国際単位系(SI)の採用を決議 |
| 1962年(昭和37年) | 【国際】ジョセフソン効果の発見 |
| 1964年(昭和37年) | 標準自己誘導器を用いて抵抗標準を絶対測定 |
| 1966年(昭和41年) | 電気測定法を計量法に統合、旧電気測定法は廃止 |
| 1967年(昭和42年) | クロスキャパシタを用いてキャパシタンス標準を絶対測定 |
| 1972年(昭和47年) | 【国際】CIPMの電気諮問委員会(CCE)が以下を勧告 ・オームをクロスキャパシタにより実現すること ・ボルトを $2e/h$ の値を定めて維持すること |
| 1976年(昭和51年) | クロスキャパシタを用いて抵抗標準を絶対測定 |
| 1977年(昭和52年) | クロスキャパシタとジョセフソン電圧標準を基礎とする電気標準体系へ移行 |
| 1980年(昭和55年) | 【国際】量子ホール効果の発見 |
| 1990年(平成2年) | 【日本および国際】 ・ジョセフソン効果(ジョセフソン定数の協定値)を用いた電圧標準と、量子ホール効果(フォン・クリッツィング定数の協定値)を用いた抵抗標準を基礎とする電気標準体系を採用 |

ETLは、欧米からの技術導入を行い、1916年には国際電気単位の設定を独力で完成させ

た。この完成以降、日本における電圧・電気抵抗標準は、その時点での最新の科学的知見や利用できる最高の技術を取り入れながら、より普遍性の高いものへと高度化されている。近年で注目されるのは、1990年に、ジョセフソン効果と量子ホール効果という2つの量子効果に基づいた、極めて普遍性の高い電気標準体系を採用した点である。

1.3 本研究の技術的な背景

1.3.1 キャパシタンス標準の必要性

キャパシタンスは基本的な物理量のひとつであるため、電気分野に限らず、あらゆる分野において取り扱われている。そのため、日本においてキャパシタンスの国家標準（キャパシタンス標準）を確立・維持・管理し、その高度化を目指すことは、先端科学や学術研究の屋台骨を支えるために、非常に重要であるといえる。また、日本の産業界にとって、キャパシタンス標準は非常に重要な計量標準の一つとなっている。

積層セラミックキャパシタなどの電子部品製造産業は、日本のものづくり産業の中で大きな位置を占めている。その市場規模はキャパシタだけでも1兆円ほどと推定されている^[8]。また、次世代エネルギーデバイスとして蓄電用キャパシタへの期待が高まっている。そのためエネルギー分野においても、キャパシタの需要拡大が見込まれている。電子部品メーカーで製造されたキャパシタは、顧客である自動車産業、電気・通信機器産業等へ供給され、顧客先にて製品の製造に利用されている。近年、顧客から、キャパシタに対してさらなる信頼性向上の要求がなされている。また、この要求に関連して国際規格、たとえば“試験所および校正機関の能力に関する国際規格：ISO/IEC 17025”など、への適合が強く求められている。これら規格では、国家標準への計量計測トレーサビリティの確保が要求されている。信頼性向上および規格適合という顧客からの2つの要求へ応えるため、日本国内の電子部品メーカーはキャパシタ製造ラインにおける検査装置等への計量計測トレーサビリティの確保を進めるなどの対応を行っている。

日本国内の電子部品メーカーにおいて確立されている、キャパシタンス標準を頂点としたトレーサビリティ体系の一例を図1-4に示す。電子部品メーカーにおいて製造されたキャパシタは、製造現場に備え付けられた検査装置等を用いて、そのキャパシタンスを測定することで品質が検査される。検査装置等は、その企業の品質管理を統括する部門（品質管理部門）が保有する標準キャパシタによって校正される。品質管理部門の標準キャパシタ

は、NMIJ が維持・管理するキャパシタンス標準（計量法上の特定標準器：キャパシタンス測定装置）によって校正される。このように、品質検査のための測定結果が切れ目のない比較の連鎖を通じてより上位の標準へと遡ることが可能な体制（トレーサビリティ体系）を構築することにより、最終製品であるキャパシタの品質が担保される。

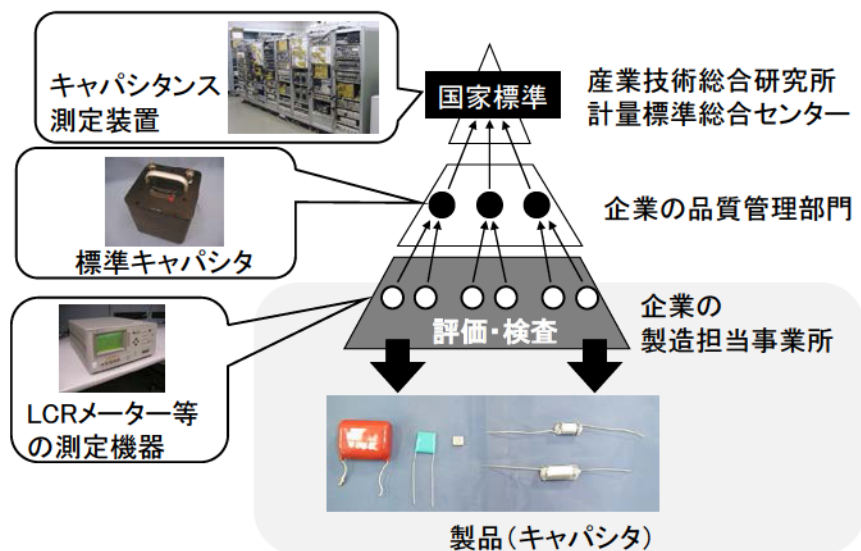


図 1-4 キャパシタンス国家標準を頂点としたトレーサビリティ体系の一例

1.3.2 キャパシタンスの単位

キャパシタンスの単位は、SI では固有の名称をもち F (ファラッド) と表記する。1 F は、「1 C の電気量を充電したときに 1 V の電圧を生ずる 2 導体間の静電容量」であり、F を先の SI 基本単位で書き表すと、

$$F = C/V = \text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{s}^4 \cdot \text{A}^2 \quad (1-1)$$

となる^[2]。(1-1)において C は電気量、V は電圧を表す。

1 F というキャパシタンスは、実用的には非常に大きな値である。そのため、電気二重層キャパシタなどが実用化される近年まで、この様な容量のキャパシタンスは一般的ではなかった。近年まで、キャパシタは主として電子回路などで素子として使用され、その値は pF や μF などの微小な値が一般的であった。このような背景から、世界的に、キャパシタンス標準は pF や μF といった微小な値を中心にして発展を遂げた。

1.3.3 キャパシタンス標準の実現方法

第二次大戦後における、キャパシタンス標準の実現方法の変遷についての概説していく。

1948年、アメリカ国立標準局（現NIST）のMoonらが形状寸法からキャパシタンスを理論的に計算できるキャパシタを開発した^[9]。この時に製作されたガード・リング型と呼ばれるキャパシタのキャパシタンスは5 pF から 0.1 pF で、その精度は 10^{-3} であった。日本においてもガード・リング型の変形である電試型標準器がETLで製作され、その精度は1 pF で 10^{-4} であった^[10]。ガード・リング型のキャパシタでは、そのキャパシタンスを決めるために、すべての部材の形状寸法を測定する必要がある。しかしながら、この測定は非常に困難であったため、この方式によるキャパシタンス標準の精度向上は難しい状況であった。

1956年、オーストラリアのA. M. ThompsonとD. G. Lampardにより、クロスキャパシタという新たな構造のキャパシタが提案された^[11]。クロスキャパシタは、互いに平行に配置された4本の電極棒を用いる特殊な形状のキャパシタである。その対向する2組の電極の間にはキャパシタンス（クロスキャパシタンス）が存在する。クロスキャパシタの特徴は、その全体を真空中におけば、単位長さあたりのクロスキャパシタンスが理論的に $(\epsilon_0 \ln 2) / \pi = 1.953549043 \dots$ pF (ϵ_0 : 真空中の誘電率) で与えられることである。この特徴は、1方向の長さのみを精密に計測すれば、キャパシタンスを精密に決められることを表している。ただし、実際にクロスキャパシタを製作するには、電極棒の表面粗さや、電極棒を配置する際の平行度など、機械加工・組み立ての精度が極めて重要になる。また、クロスキャパシタによるキャパシタンスの測定は容易ではなく、熟練の技術を必要とする。そのため、クロスキャパシタを用いて小さな不確かさの（高精度な）キャパシタンス標準を実現するのは容易ではない。公称キャパシタンスに対して0.1 $\mu\text{F}/\text{F}$ (ppm)より小さな不確かさを達成しているのは、現在、オーストラリア、アメリカ、ドイツ、フランスなどごく少数にとどまっている^{[12][15]}。日本では、過去にETLがクロスキャパシタを製作・実現しており、その不確かさは0.2 $\mu\text{F}/\text{F}$ 程度であった^{[16][17]}。

現在、量子化ホール抵抗（Quantized Hall Resistance: QHR）を基準にキャパシタンス標準を実現する方法が、クロスキャパシタと並んで、各国で採用されている。QHRは量子ホール効果に基づいて決まる電気抵抗^[18]で、直流抵抗標準の起点として世界的に用いられており、日本においても1990年からETLがQHRに基づいた直流抵抗標準の供給を行っている^[19]。ブリッジ回路およびその精密評価技術を駆使することにより、QHRを基準としてキャパシタンス標準を実現することが可能となる（QHRを基準にキャパシタンス標準を実現す

る方法については、2 章で詳細に説明する)。国家標準の分野では標準を確立するだけでなく、確立した標準を安定的に長年にわたって維持し続けることも必要となるため、標準を開発した後の維持・管理の側面を考慮することも非常に重要になる。直流抵抗標準とキャパシタンス標準は同じ電気標準というカテゴリーに属するため、これら標準の間での装置の共有化、効率化等のメリットが期待できる。このように維持・管理の側面に着目すると、クロスキャパシタより、QHR を基準にキャパシタンス標準を実現する方法の方が有利であるといえる。このような背景から、日本では ETL が、1990 年代半ばから QHR に基づくキャパシタンス標準の確立に向けた研究開発に取り組み、2001 年以降は NMIJ がその研究開発を引き継いだ。そして、2002 年より、QHR に基づくキャパシタンス標準の供給を開始した。NMIJ のキャパシタンス標準の標準不確かさは最高（もっとも小さい不確かさ）で、 $0.04 \mu\text{F/F}$ と見積もられている^[20]。日本以外で QHR に基づくキャパシタンス標準を確立しているのは、イギリス、イタリア、台湾、そして国際度量衡局 (Bureau International des Poids et Mesures : BIPM) などである^{[21]-[24]}。

現在、NMIJ を含む各国の NMI において、キャパシタンス標準の確立に用いられているのは直流における QHR (dc QHR) である。これを交流における QHR (ac QHR) に置き換えることにより、標準の長期的な信頼性の向上、および、より普遍性の高い標準の確立ができると期待されている。そのため、ac QHR を基準としたキャパシタンス標準の実現に向けた研究が進められている^[25]。

1.4 本研究の目的

計量（計測）の信頼性を確保するために、国の計量の基準である国家標準が整備され、国家標準を頂点にしたトレーサビリティ体系が整備されている。この体系が整備されることにより、先端技術分野や産業界等で使用される計測機器等の信頼性が担保され、最終的に科学技術の発展や国際通商の活性化などへと結びついている。標準のトレーサビリティ体系が一旦整備されても、その時点での最新の科学的知見や利用できる最高の技術を用いて、常にその高度化に取り組んで行かねばならない。

本研究の目的は上述の背景に基づき、新たな校正手法・計測機器の長期安定性評価・標準の維持管理といったキャパシタンス標準へ応用可能な計測に関する幅広い技術の研究を行うことで、我が国のキャパシタンス標準の高度化・高信頼化へつながる計測技術の基盤

を固め、キャパシタンスに係る科学技術及び産業技術の発展に資するものである。

この目的を達成するため、我が国のキャパシタンス標準を実現する手順において、図 1-5 に示す一連の計測技術の研究を行う。

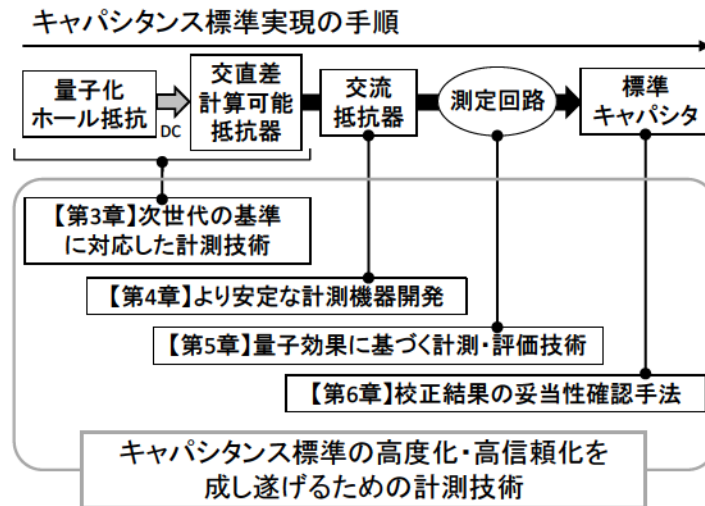


図 1-5 本研究で行う一連の研究

1.5 本論文の構成

本論文は全 7 章から構成されており、以降の各章の概要は以下のとおりである。

第 2 章でキャパシタンス標準の実現の基礎となる計測技術について述べた後、3 章以降で一連の研究について展開する。

第 3 章では、キャパシタンス標準の次世代の基準に対応した計測技術の開発について述べる。ac QHR の導入で、キャパシタンス標準の長期信頼性が向上し、より普遍性の高い標準が実現できると期待されている。しかしながら、その実現までにはまだ解決すべき課題が存在する。本章では、課題のひとつである”既存標準との校正条件の一貫性の確保”を解決する計測技術の開発を行う。

第 4 章では、キャパシタンス標準で使用している計測機器について、より安定な計測機器の導入に向けた研究について述べる。キャパシタンス標準において、交流抵抗器は標準キャパシタとの比較に使用される非常に重要な計測機器である。本章ではキャパシタンス標準において現在使用している交流抵抗器の課題を明らかにする。また、この課題を解決に導き得る新たな抵抗器の性能を詳細に評価し、キャパシタンス標準において使用可能な性能を有することを実験的に明らかにする。

第 5 章では、キャパシタンス標準へ応用可能な、量子効果に基づく計測・評価技術の開発について述べる。キャパシタンス標準の実現にはブリッジ回路を用いた精密計測が必須となり、そのブリッジ回路の評価では電圧の比（分圧比）の校正が重要となる。分圧比校正の基準として電磁誘導現象を利用した分圧器（誘導分圧器）が広く利用されているが、誘導分圧器の比は経時変化をするため定期的な校正作業が欠かせない。本研究では、分圧比の経時変化のない量子効果に基づいた分圧器（QHR 分圧器）の開発を行う。QHR 分圧器を製作し、その分圧比を定量的に評価することで、QHR 分圧器が高精度測定に使用可能であることを実証する。

第 6 章では、キャパシタンス標準による校正結果の妥当性確認手法について、より信頼性の高い手法の開発について述べる。キャパシタンス標準の高い信頼性を維持し続けるには、キャパシタンス標準による校正の結果の妥当性を適宜確認する手法を確立することが重要となる。本研究では、従来からの妥当性確認手法に新たな知見を加えることで、従来手法では不可能であった不具合発生時の原因判別を可能にする。そして、その手法を実際の適用し、有用性を示す。

第 7 章は本論文のまとめと結論である。

1.6 第 1 章の参考文献

- [1] 訳編者：独立行政法人産業技術総合研究所 計量標準総合センター，“国際文書第 8 版(2006)/日本語版 国際単位系(SI),” 日本規格協会, 2007 年.
- [2] 独立行政法人 産業技術総合研究所 計量標準計画室制作，“国際単位系（SI）は世界共通のルールです -国際文書 第 8 版(2006)対応-,” 2010 年 2 月発行.
- [3] 通商産業省 SI 単位普及推進委員会，“新計量法と SI 化の進め方 -重力単位系から国際単位系（SI）へ-,” 1999 年 3 月発行.
- [4] 独立行政法人製品評価技術基盤機構 認定センター，“計量法校正事業者登録制度 JCSS,” Ver. 4.0, 2012 年 4 月.
- [5] 日本工業標準調査会, 計量標準の国際的取組(<http://www.jisc.go.jp/intellectual/effort.html>)
- [6] 経済産業省, “計量標準の国際相互承認協定 (CIPM MRA) の概要”.
- [7] 電子技術総合研究所 特別記念講演会 - 情報・エネルギー・エレクトロニクス・計測標準技術の過去・現在・未来 - 講演資料

- [8] (株) 日本エコノミックセンター : '10 コンデンサ業界の実態と将来展望, (株) 日本エコノミックセンター, 2009 年.
- [9] Moon, C. & Sparks, C. M., "Standard for low values of direct capacitance," *J. Res. Nat. Bur. Stand.*, 4, p.497, 1948.
- [10] 五十嵐隆士, "微小静電容量の絶対測定に関する研究," 電子技術総合研究所研究報告, 第 754 号, 1975 年 8 月.
- [11] A. M. Thompson and D. G. Lampard, "A new theorem in electrostatics and its application to calculable standards of capacitance," *Nature*, 177, 888, 1956.
- [12] G. W. Small, B. W. Ricketts, P. C. Coogan, B. J. Pritchard and M. M. R. Sovierzoski, "A new determination of the quantized Hall resistance in terms of the NML calculable cross capacitor," *Metrologia*, 34, pp.241-243, 1997.
- [13] A. Jeffery, R. E. Elmquist, L. H. Lee, J. Q. Shields and R. F. Dziuba, "NIST comparison of the quantized Hall resistance and the realization of the SI ohm through the calculable capacitor," *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol.46, pp.264-267, 1997.
- [14] H. Bachmair, T. Funck, R. Hanke and H. Lang, "Realization and maintenance of the unit of capacitance with the PTB cross capacitor during the last ten Years," *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol.44, pp.440-442, 1995.
- [15] G. Trapon, O. Thevenot, J. C. Lacueille and G. Geneves, "Realization of the farad at BNM-LCIE," *Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM) Digest*, 448-449, 1998.
- [16] K. Shida, T. Wada, H. Nishinaka, M. Kobayashi, G. Yonezaki, T. Igarashi and T. Nemoto, "Determination of the quantized Hall resistance value by using a calculable capacitor at ETL," *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol.36, pp.214-217, 1987.
- [17] 西中英文, 井上克巳, 五十嵐隆士, "静電容量と抵抗の絶対測定用システム," NMIJ 直流低周波電気標準クラブ 第 12 回クラブ研究会資料, 2011 年 3 月.
- [18] K. v. Klitzing, G. Dorda, M. Pepper, "New Method for High-Accuracy Determination of the Fine-Structure Constant Based on Quantized Hall Resistance," *Phys. Rev. Lett.* 45, pp.494-497, 1980.
- [19] 遠藤 忠, "電気標準の変遷," 電気学会誌, 120 巻, 1 号, pp.31-34, 2000.
- [20] 中村 安宏, 堂前 篤志, "ものづくり産業の国際競争力を支援する電気標準," シンセシ

オロジール, vol.3, no 3, pp.213-222, 2010.

[21] S. A. Awan, R. G. Jones and B. P. Kibble, "Evaluation of coaxial bridge systems for accurate determination of the SI Farad from the DC quantum Hall effect," *Metrologia*, 40, pp.264–270, 2003.

[22] B. Trinchera, V. D'Elia, L. Callegaro, "Determination of the farad from dc quantum hall effect, by using digital ac bridges," *Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM) Digest*, pp.116-117, 2008.

[23] Hsu, J.C., Ku, Y.S., Pang, H.L., "Establishment of Capacitance Traceability Based on QHR at CMS," *Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM) Digest*, pp.101-102, 2004.

[24] Delahaye F., Goebel R., "Evaluation of the Frequency Dependence of the Resistance and Capacitance Standards in the BIPM Quadrature Bridge," *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol.54, pp.533-537, 2005.

[25] J. Schurr, V. Bürkel and B.P. Kibble, "Realizing the farad from two ac quantum Hall resistances," *Metrologia*, vol.46, no.6, pp.619–628, 2009.

第2章

キャパシタンス標準を実現するための技術

2.1 NMIJ におけるキャパシタンス標準の実現

NMIJ で確立されている日本のキャパシタンス標準の測定手順^[1]を図 2-1 に示す。

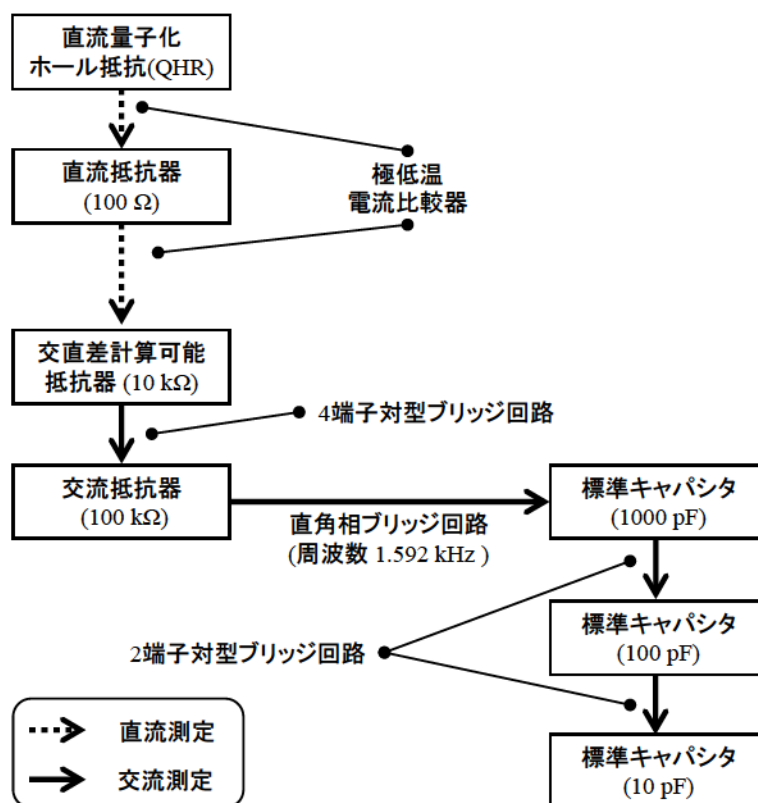


図 2-1 量子化ホール抵抗を起点とした NMIJ のキャパシタンス標準

図 2-1 の測定手順の詳細は以下のとおりである。まず、QHR を基準に、極低温電流比較器を用いて、直流抵抗器（公称抵抗値 100 Ω）の直流抵抗値を校正する。次に、この 100 Ω 抵抗器を基準として、交直差計算可能抵抗器（公称抵抗値 10 kΩ）の直流抵抗値を極低温電流比較器で校正する。交直差計算可能抵抗器を利用すると、測定した直流抵抗値と、交直差計算可能抵抗器の内部構造を基に計算で求められる抵抗値の周波数特性から、ある周波数 f [Hz] における交流抵抗値を決めることができる。このようにして決めた交流抵抗値をも

とに、4端子対型ブリッジ回路を用いて、交流抵抗器（公称抵抗値 100 k Ω ）の交流抵抗値を校正する。この 100 k Ω 交流抵抗器を基準として、直角相ブリッジ回路を用いて標準キャパシタ（公称キャパシタンス値 1000 pF）のキャパシタンスを校正する。公称値 100 pF の標準キャパシタは公称値 1000 pF のものを基準に、2端子対型ブリッジ回路を用いて校正する。公称値 10 pF の標準キャパシタは公称値 100 pF のものを基準に、2端子対型ブリッジ回路を用いて校正する。

産業界等から持ち込まれるキャパシタの校正依頼品は、上述の手順で校正した NMIJ の 1000 pF、100 pF、および 10 pF 標準キャパシタとの比較測定によって校正する。また、NMIJ では、1000 pF 標準キャパシタを基準として、 μ F オーダーおよび mF オーダーの大容量キャパシタンス標準も確立している^{[2][4]}。

図 2-1 のキャパシタンス国家標準の測定手順のうち、交直差計算可能抵抗器以降の交流測定で使用する測定機器は“キャパシタンス測定装置”と呼ばれる。図 2-2 にキャパシタンス測定装置の写真を示す。

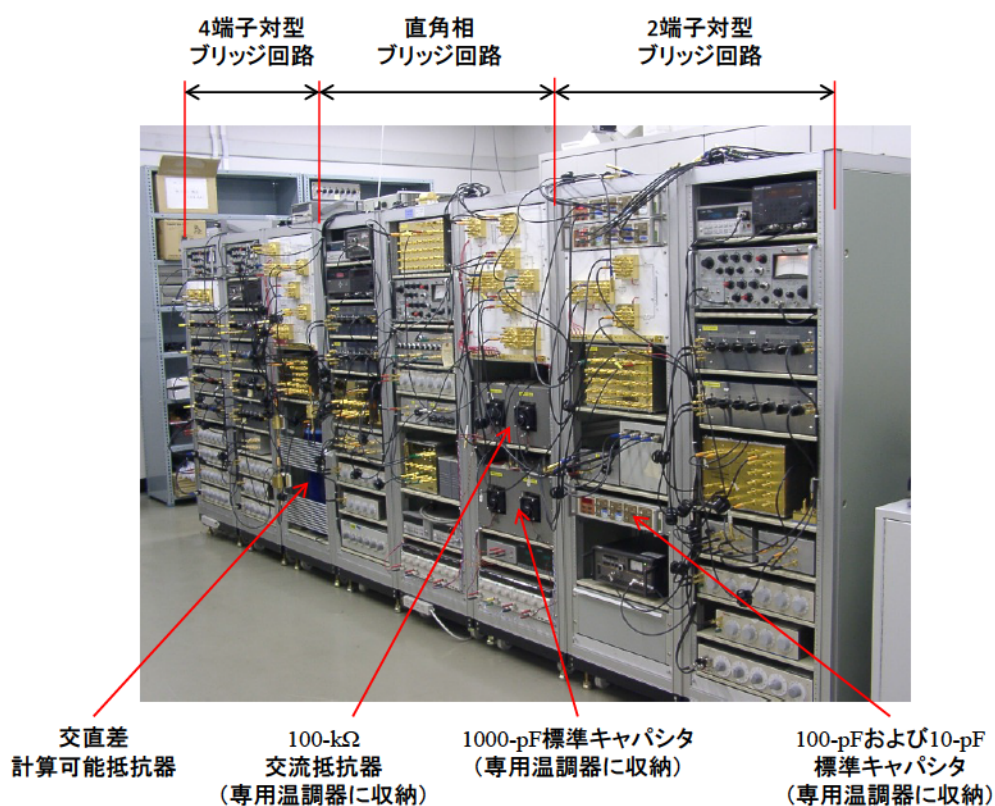


図 2-2 キャパシタンス測定装置

図 2-1 に示した一連の測定手順で重要となる精密測定技術について、以下にその詳細を記述する。また、測定の確からしさを定量的に表すための尺度である“測定の不確かさ”についても本章で説明する。

2.2 キャパシタンス標準の実現に必要な精密測定技術

2.2.1 量子化ホール抵抗

ホール効果は、金属や半導体から成る素子を磁場中に置き、磁場と直角な方向に電流を流すと、磁場と電流の両方に対して直角となる方向に起電力が生ずる現象である。この現象において、起電力と電流の比は抵抗の次元をもつことからホール抵抗と呼ばれる。通常の素子では、ホール抵抗は磁場に比例する。

ここで、電子が 2 次元状に分布する状態 (2 次元電子系) を考える。このような状態は半導体の界面を利用して実現できる。この 2 次元電子系を実現する素子を、図 2-3 に示すように、極低温下 (~ 0.5 K) におき、非常に強い磁場 (~ 10 T) を加えてホール抵抗 R_{xy} (図 2-3 のホール電圧 V_{xy} と電流 I の比) を測定する。すると、 R_{xy} が磁場に対して非線形な特性を示し、ある磁場の範囲に対して抵抗値が一定値 (プラトー) を示す。図 2-4 は量子化ホール抵抗の測定例であり、磁束密度が約 10 T から 12 T に渡って、 R_{xy} が一定値: 12.9064035 k Ω を示している。このプラトーにおけるホール抵抗の値 (R_H) は、基礎物理乗数 (プランク定数 h と素電荷 e) の組み合わせで与えられる。この現象が量子ホール効果と呼ばれる^[5]。この量子ホール効果によって与えられる電気抵抗が、量子化ホール抵抗 (QHR) と呼ばれる。 R_H は h/e^2 の自然数に量子化され、次式で与えられる。

$$R_H(i) = h/ie^2 \quad (2-1)$$

ここで i は 0 以外の自然数である。図 2-4 において R_{xy} が一定値: 12.9064035 k Ω を示すプラトーは、 $i=2$ の領域である。

また、図 2-3 の縦電圧 V_{xx} と電流 I の比は、縦抵抗 (R_{xx}) と呼ばれる。 R_{xx} は、 R_{xy} がプラトーを示す領域でゼロに近い最小値をとる。

量子化ホール抵抗において、電流 I が直流の場合を直流量子化ホール抵抗 (dc QHR)、交流の場合を交流量子化ホール抵抗 (ac QHR) と呼ぶ。現在、NMIJ および各国の NMI において、キャパシタンス標準の起点として用いられているのは dc QHR である。

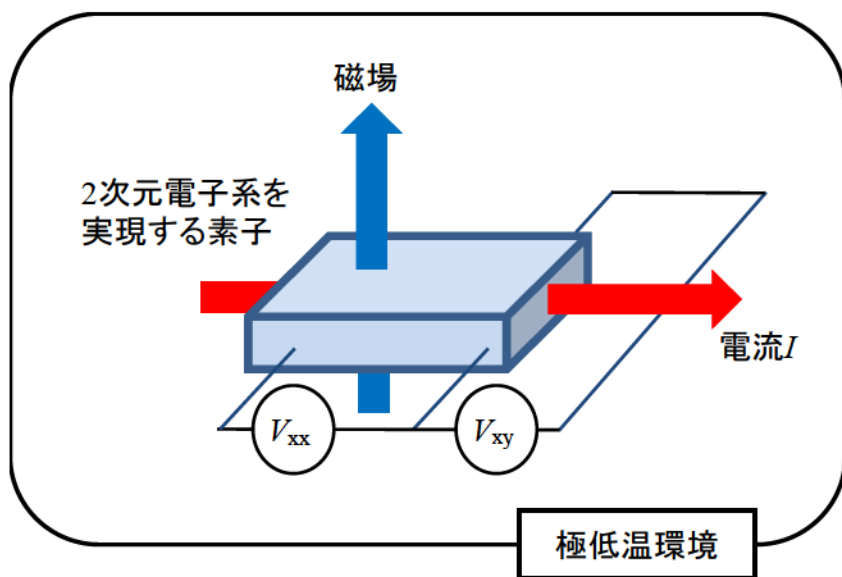


図 2-3 量子化ホール抵抗の原理図

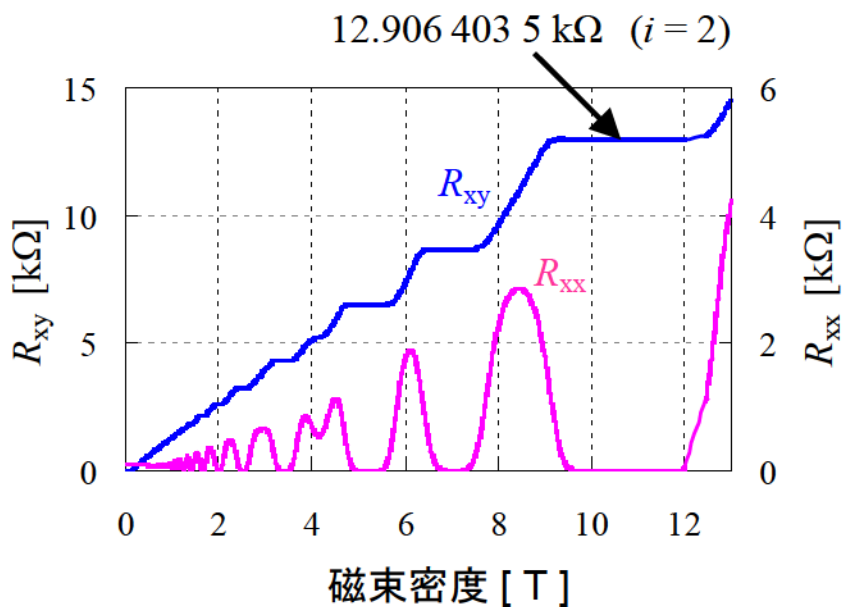


図 2-4 量子化ホール抵抗および縦抵抗の測定結果の例^[6]

QHR は基本的には素子のサイズや物質、作製条件などによらない極めて高い普遍性を持つ効果であり、サイズや物質の違いによる値の不確かさは 3.5×10^{-10} 以下であることが確認されている^{[7]-[9]}。量子ホール効果が実験的に確認されたのは 1980 年と比較的最近のことで

あるが^[5]、普遍性が極めて高いことから、1988年にはQHRを基準に直流抵抗の標準を確立する方法が世界的に合意された^[10]。日本においては、ETL(現NMIJ)がこの合意に基づき、1990年よりQHRに基づいた直流抵抗標準の供給を行っている。

ここで注意が必要なのは、プランク定数 h や素電荷 e などの基礎物理乗数は、国際科学会議(International Council for Science:ICSU)の科学技術データ委員会(Committee on Data for Science and Technology:CODATA)によって定期的に再調整がなされることである。再調整のたびに抵抗標準の値が変わってしまえば、世界的に整合性のとれた標準を設定する上で混乱を招きかねない。そこで1988年にCGPMの代執行機関である国際度量衡委員会(Comité International des Poids et Mesures:CIPM)によって、 h/e^2 の代わりにフォン・クリツィング定数 R_K が新たに定義された。 R_K の2010年CODATA推奨値は

$$R_K=25812.8074434(84)\Omega \quad (2-2)$$

である^[11]。また、この値から不確かさを除いた定義量であるフォン・クリツィング定数の協定値 R_{K-90} が以下の値で定義されている^[12]。

$$R_{K-90}=25812.807\Omega \quad (2-3)$$

1990年1月1日から世界で一斉に、この協定値 R_{K-90} を基に抵抗標準の供給がなされるようになった。この協定値 R_{K-90} の導入により、QHRを基にした、世界的に整合性のとれた抵抗標準の供給体制が確立された。

QHRを直流抵抗の基準として用いるだけでなく、より広範な精密測定に応用するための試みもなされている。その試みの一つが前述のac QHRである。ac QHRにより基礎物理乗数の組み合わせのみで交流の抵抗値を決めることができる。このため、ac QHRをキャパシタンス標準の新たな起点として利用するための研究開発^[13]が進んでいる(本論文3章に関連)。また、微細加工技術の進展により、複数のQHR素子を1枚の基板上に集積化させることが可能となった。この集積化の技術を利用して、QHR素子を直並列に接続して任意の抵抗値を実現するQHRアレーの研究^[14]や、本論文5章で取り扱うQHR素子で構成した分圧器の開発が行われている。

2.2.2 電流比較器

直流電流比較ブリッジ回路(Direct Current Comparator Bridge Circuit:DCCブリッジ回路)は、直流において、基準抵抗(抵抗値 R_1)を基に、被測定抵抗(抵抗値 R_2)を高精度に測定するために使用されるブリッジ回路である。図2-5にその原理図を示す。

図 2-5 の回路において、2つの電流の比 I_1/I_2 の値を変えて、検出器 G がゼロを示したとする。このとき $V_1=I_1R_1$ と $V_2=I_2R_2$ は等しくなっており、次の関係が成り立つ。

$$R_1 / R_2 = I_2 / I_1 \quad (2-4)$$

(2-4)式右辺の電流比は、電流比測定装置によって求められる。

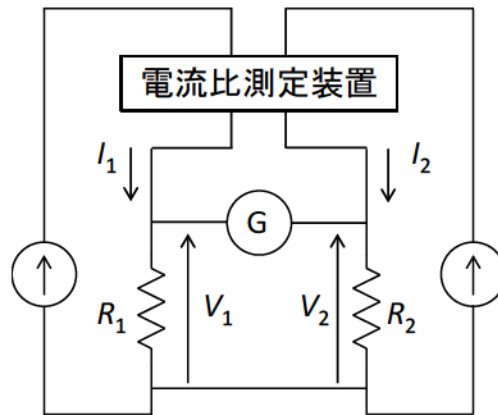


図 2-5 電流比較器の原理 ([15]を参考に作成)

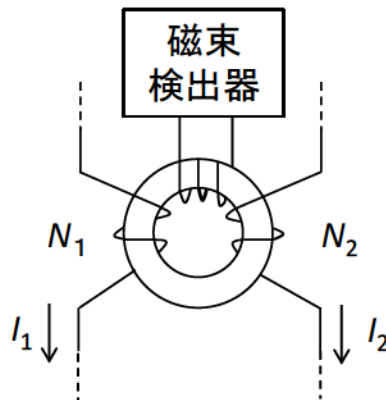


図 2-6 電流比測定装置 ([15]を参考に作成)

電流比測定装置の原理を図 2-6 に示す。一つの磁気コアに、2つの巻線（巻数 N_1 と N_2 ）を、 N_1 と N_2 の巻線がそれぞれのつくる磁束を打ち消しあうように巻く。そして、磁気コア内の磁束がゼロであることを検出するための検出巻線を巻き、検出巻線に磁束検出器を接続する。磁束検出器で検出される磁束がゼロであるとき、

$$I_1 N_1 = I_2 N_2 \quad (2-5)$$

の関係が成立する。式(2-4)(2-5)より、

$$R_1 / R_2 = N_2 / N_1 \quad (2-6)$$

の関係が成り立つ。このように、DCCブリッジ回路を用いれば、巻数比 N_2 / N_1 および基準抵抗 R_1 の値から被測定抵抗 R_2 を知ることができる。DCCブリッジ回路は室温で動作可能なため取り扱いが容易であるが、抵抗比測定の不確かさは 1×10^{-7} 程度である。

DCCブリッジ回路の回路構成を基本として、電流比測定装置に超電導部材および超高感度磁気センサー (Super Quantum Interference Device: SQUID) を利用したのが極低温電流比較器 (Cryogenic Current Comparator Bridge Circuit: CCCブリッジ回路) ^[16] である。CCCブリッジ回路を用いれば 1×10^{-9} 台の不確かさで、直流における抵抗比測定が可能となる。ただし、CCCブリッジ回路の動作には低温環境 ($\sim 4.2\text{K}$) が必要となる。CCCブリッジ回路はキャパシタンス標準実現の手順において、dc QHR を基準に交直差計算可能抵抗器の直流抵抗値を校正するために使用される。

本論文 4 章に記述する抵抗器の評価において、電流の変化に起因した抵抗値の変化 (電流依存性) を評価する際の測定器として、DCCブリッジ回路および CCCブリッジ回路を使用した。

2.2.3 交流測定における定義状態

交流において抵抗やキャパシタンスを高精度に計測するには、交流電流が流れることによって生じる誘導起電力や、浮遊容量による漏れ電流への対策が重要となる。直流における抵抗測定では、2端子法や4端子法による測定が行われる。交流における抵抗やキャパシタンスの高精度測定では、誘導起電力や浮遊容量の影響を除去するため、2端子法を発展させた2端子対定義、および4端子法を発展させた4端子対定義が用いられる。2端子対定義や4端子対定義を用いることにより、測定対象の測定状態を明確にして測定を行うことが可能となる。以下、2端子対定義および4端子対定義について簡単に説明する。

A. 2端子対構造および2端子対定義 ^[17]

2端子対定義 (two terminal-pair definition) では、図 2-7 に示すように、被測定素子 (Z) が 2端子で、その全体が外部導体で覆われた構造 (2端子対構造) を考える。図中の細線は同軸構造の内部導体を、太線は外部導体を表わす。また、 Y_e 、 Y_i は内部導体と外部導体間に存在するシャントアドミタンスを表わす。2端子対構造をもつインピーダンス素子は2端子対インピーダンスと呼ばれ、その端子対はポート (port) と呼ばれる。

2 端子対インピーダンスは 2 つの条件 (2 端子対定義) ;

- 1) 同軸構造の内部導体と外部導体を流れる電流が“大きさが同じで向きが逆”の関係にある、
- 2) $V_2=0$ 、

が同時に満たされているとき、 Y_e や Y_i 、外部磁界との誘導結合などの影響を排除することができる。

2 端子対定義が満たされた状態の 2 端子対インピーダンス Z は、

$$Z = \frac{V_1}{I} \Big|_{V_2=0} \quad (2-7)$$

で与えられる。

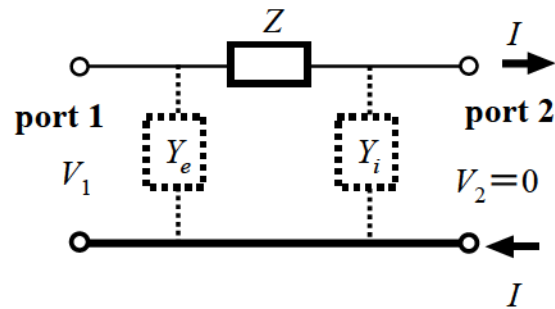


図 2-7 2 端子対インピーダンス

B. 4 端子対構造および 4 端子対定義^[17]

4 端子対定義 (four terminal-pair definition) では、図 2-8 に示すように、被測定素子(Z)が 4 端子で、その全体が外部導体で覆われた構造 (4 端子対構造) を考える。図中の細線は同軸構造の内部導体を、太線は外部導体を表わす。また、 Y_e 、 Y_i は内部導体と外部導体間に存在するシャントアドミタンスを表わす。4 端子対構造をもつインピーダンス素子は 4 端子対インピーダンスと呼ばれ、その端子対はポート(port)と呼ばれる。

4 端子対インピーダンスは 4 つの条件 (4 端子対定義) ;

- 1) 同軸構造の内部導体と外部導体を流れる電流が“大きさが同じで向きが逆”の関係にある、
- 2) $I_2=0$ 、
- 3) $V_3=0$ 、
- 4) $I_3=0$ 、

が同時に満たされているとき、 Y_e 、 Y_i や、外部磁界との誘導結合などの影響を排除することができ、高精度な測定が可能となる。

4端子対定義が満たされた状態の4端子対インピーダンスは、

$$Z = \frac{V_2}{I_4} \Big|_{V_3=0, I_2=I_3=0} \quad (2-8)$$

で与えられる。

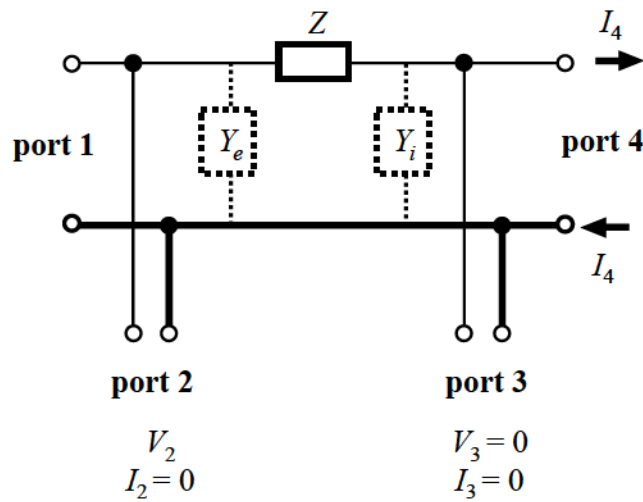


図 2-8 4端子対インピーダンス

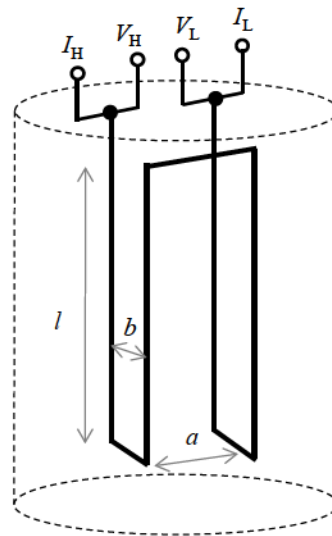
2.2.4 交直差計算可能抵抗器

キャパシタンス標準の起点は dc QHR によって決まる直流抵抗である。しかしながら、キャパシタンス標準のキャパシタンスは交流(周波数 $f=1.592$ kHz)での値である。そのため、キャパシタンス標準を実現するには、直流抵抗を基準に、交流における抵抗(交流抵抗)決めることが必要となる。この交流抵抗を決めるために用いる特殊な内部形状をした抵抗器が、交直差計算可能抵抗器と呼ばれる。また、交直差計算可能抵抗器を用いれば、この抵抗器のインピーダンスの直角相成分も計算によって求めることができる。その外観および内部の模式図を図 2-9 に示す。図 2-9(b)の太線は抵抗線材を表す。

リアクタンス成分が非常に小さい交流抵抗器を考える。この交流抵抗器の周波数 f [Hz] におけるインピーダンス $Z(f)$ は、次式で書き表すことができる。

$$\begin{aligned}
Z(f) &= R_{AC}(f) + jX(f) \\
&= R_{AC}(f) \times \{1 + jX(f)/R_{AC}(f)\} \\
&= R_{AC}(f) \times \{1 + j \tan \theta(f)\} \\
&\approx R_{AC}(f) \times \{1 + j\theta(f)\}
\end{aligned} \tag{2-9}$$

式(2-9)において、 $R_{AC}(f)$ は $Z(f)$ の交流抵抗成分、 $X(f)$ は $Z(f)$ のリアクタンス成分、 $\theta(f)$ は位相角を表す。リアクタンス成分が非常に小さいと $\theta(f)$ が微小になるため、 $\tan \theta(f) \approx \theta(f)$ の関係が成り立つ。



(a) 外観

(b) 内部模式図

図 2-9 交直差計算可能抵抗器

(2-9)の $R_{AC}(f)$ は、さらに以下のように書き下すことができる。

$$\begin{aligned}
R_{AC}(f) &= R_{DC} \times \{1 + \alpha(f)\} \\
&= R_0 (1 + \Delta R_{DC}) \times \{1 + \alpha(f)\} \\
&\approx R_0 \times \{1 + \Delta R_{DC} + \alpha(f)\}
\end{aligned} \tag{2-10}$$

(2-10)において、 R_{DC} は交流抵抗器の直流抵抗成分、 R_0 は交流抵抗器の公称抵抗値を表す。 ΔR_{DC} は直流抵抗の公称抵抗値 R_0 に対する相対偏差であり、 $\Delta R_{DC} \ll 1$ であれば(2-10)の近似が成り立つ。また、 ΔR_{DC} はdc QHRを基準として高精度に測定可能である。 $\alpha(f)$ は抵抗値の周波数特性を表す項であり、(2-10)では $\alpha(f) \ll 1$ とされている。

また、 $\theta(f)$ は、以下のように書き下すことができる。

$$\theta(f) = \omega\tau = 2\pi f\tau \tag{2-11}$$

(2-11)において、 ω は角周波数、 τ は時定数を表す。

(2-10) (2-11)の $\alpha(f)$ および τ を、抵抗線材の長さ l 、抵抗線間隔 a 、 b 、といった寸法パラメータ (図 2-9(b)) から、電磁気学の理論を基に数値計算で求めることができるよう工夫した抵抗器が、交直差計算可能抵抗器と呼ばれる。交直差計算可能抵抗器では、 $\alpha(f)$ および τ の数値計算を可能にするため、抵抗線材が図 2-9(b)に示すように単純な形状で配置される。

NMIJ では Gibbins によってデザインされた Reversed Quadrifilar 型交直差計算可能抵抗器^[18] (公称抵抗値 $R_0=10\text{ k}\Omega$ 、NL-Engineering 製)を用いている。この抵抗器の ΔR_{DC} を測定した結果は 50×10^{-6} 以下であった。 $\alpha(f)$ を計算した結果は、例えば周波数 1.592 kHz では 0.012×10^{-6} 、周波数 20 kHz では 1.87×10^{-6} であった。また、この抵抗器の τ は $1.13\times 10^{-8}\text{ s}$ と見積もられている^[19]。(文献[19]の τ の見積もりでは、交直差計算可能抵抗器に外部キャパシタ C_a を接続した状態で τ の見積もりを行っている。しかしながら、本研究では C_a を接続しない状態でこの抵抗器を使用した。このため、本研究で用いる τ の値 ($1.13\times 10^{-8}\text{ s}$) は、文献[19]の見積もり結果と C_a の影響の分だけ値が異なる。)

本論文 4 章に記述する抵抗器の評価において、抵抗値の周波数に対する変化 (周波数依存性) を $\alpha(f)$ の計算結果を基準として精密に評価した。また、抵抗器の位相角を τ の計算結果を基準として精密に測定した。

2.2.5 交流抵抗器

2 端子対構造もしくは 4 端子対構造で、交流抵抗測定に用いる抵抗器のことを、本論文では交流抵抗器と呼び、直流抵抗測定用の抵抗器と区別する。

図 2-10 に NMIJ で製作した交流抵抗器 (4 端子対構造) の写真を示す。



図 2-10 交流抵抗器

キャパシタンス国家標準の測定手順（図 2-1 参照）に示したように、交流抵抗器は QHR とキャパシタンスを仲介するための重要な測定用機器である。そのため、キャパシタンス国家標準で使用する交流抵抗器の抵抗値の経時変化、周囲環境（温度等）や測定条件（測定周波数等）の変化に対する抵抗値変化、などの諸特性を明らかにすることが重要となる。

本論文 4 章では、既存の交流抵抗器の課題を明らかにし、より安定な交流抵抗器の実現に利用可能な抵抗素子の探求と、その電気的特性の評価を行った。

2.2.6 4 端子対型ブリッジ回路^[17]

4 端子対型ブリッジ回路は、正確に決められた電源電圧比 V_2/V_1 を利用して、2 つの 4 端子対インピーダンス Z_A 、 Z_B のインピーダンスの比を高精度に比較することができるブリッジ回路である。図 2-11 に 4 端子対型ブリッジ回路の原理図を示す。ブリッジ回路の平衡状態はヌル点検出器 D_m で検出する。微小電圧源 ΔV を調整して D_m の指示をゼロにすることで、ブリッジ回路を平衡状態にする。

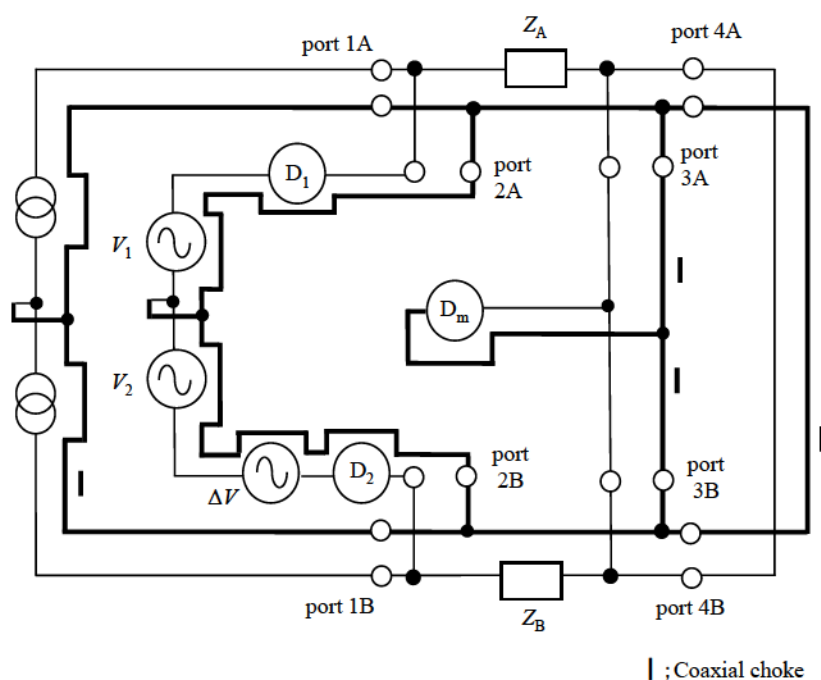


図 2-11 4 端子対型抵抗ブリッジ

4 端子対型ブリッジ回路では、平衡状態の時に、 Z_A 、 Z_B の 4 端子対定義を同時に満たすことが非常に重要となる。4 端子対定義の諸条件のうち、同軸構造の内部導体と外部導体を流

れる電流は、チョークコア (Coaxial choke) ^[20]を用いて、“大きさが同じで向きが逆”の関係にする。 $I_{2A}=0$ は検出器 D_1 、 $I_{2B}=0$ は検出器 D_2 を用いてそれぞれ確認する。 V_{3A} 、 V_{3B} は D_m で確認する。また、 $V_{3A}=V_{3B}=0$ であれば、それに伴い、 $I_{3A}=I_{3B}=0$ となる。

NMIJ の 4 端子対型ブリッジ回路では、精密トランスを用いて電源電圧比 V_2/V_1 を実現しており、その電圧比は誘導分圧器 (Inductive Voltage Divider: IVD) の分圧比の国家標準^[21]を基準に評価している。IVD の分圧比は時間の経過とともに変化してしまうため、その比の定期的な校正が必要となる。そこで、本論文 5 章では、分圧比の経時変化のない、量子効果に基づいた分圧器 (QHR 分圧器) の開発を行った。

2.2.7 直角相ブリッジ回路^[17]

QHR からキャパシタンスを導出する過程で、交流抵抗を基準としてキャパシタンスを校正するために用いられるブリッジ回路が、直角相ブリッジ回路である。このブリッジ回路の原理図を図 2-12 に示す。NMIJ の直角相ブリッジ回路は 2 端子対構造であるが、図 2-12 では簡単のため同軸構造の外部導体を省略して示す。

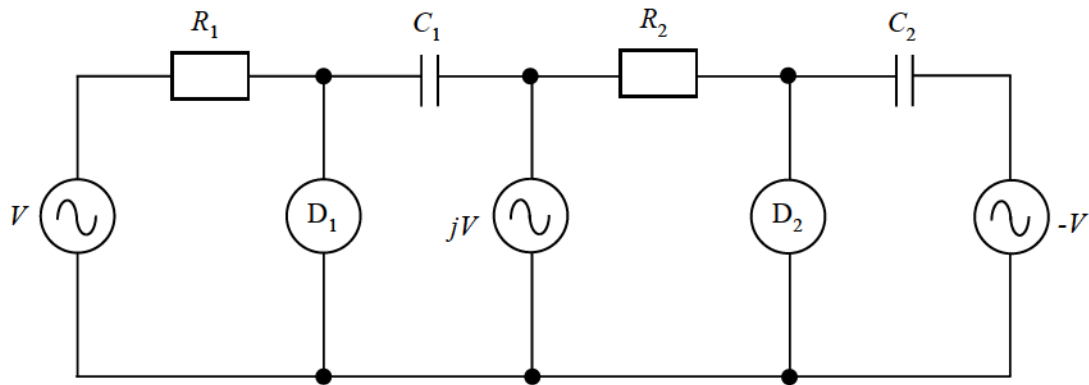


図 2-12 直角相ブリッジ回路

直角相ブリッジ回路は、基本的には、2つの交流抵抗器 R_1 、 R_2 および、2つのキャパシタ C_1 、 C_2 、位相が 90 度ずつ異なる 3つの電源 V 、 jV 、 $-V$ 、および 2つのヌル点検出器 D_1 、 D_2 で構成する。直角相ブリッジ回路の平衡状態は検出器 D_1 、 D_2 が同時にゼロを示したときに実現され、その平衡条件は、

$$\omega^2 R_1 R_2 C_1 C_2 = 1 \quad (2-12)$$

で与えられる。この式で ω は角周波数、 R_1 および R_2 は交流抵抗、 C_1 および C_2 はキャパシタンスを表す。

(2-12)から明らかなように、直角相ブリッジ回路を用いて交流抵抗を基準にキャパシタンスを校正する場合、直角相ブリッジ回路の平衡周波数は交流抵抗とキャパシタンスの組み合わせで決まる。NMIJ のキャパシタンス標準では図 2-1 に示したように $R_1 = R_2 = 100 \text{ k}\Omega$ 、 $C_1 = C_2 = 1000 \text{ pF}$ である。そのため、平衡周波数は、 $10^4/2\pi \text{ Hz}$ (約 1.592 kHz) となる。

世界的に、多くの NMI がキャパシタンス標準を周波数 1.592 kHz、もしくはその近傍で確立している。また、キャパシタンスの国際比較における測定周波数も 1.592 kHz を基本とすることが多い。しかしながら、ac QHR を起点とした次世代のキャパシタンス標準では、本項に記述する従来型の直角相ブリッジ回路を使用すると、校正周波数が 1.233 kHz となってしまう、校正周波数条件の一貫性を保つことができない。そのため、本論文 3 章では、校正周波数が 1.592 kHz で ac QHR を起点としたキャパシタンス標準が実現可能な校正手順を提案する。そして、そのキーデバイスとなる改良型の直角相ブリッジ回路の開発を行う。

2.2.8 2 端子対型ブリッジ回路^[17]

2 端子対ブリッジ回路は、正確に決められた電源電圧比 V_2/V_1 を利用して、2 つの 2 端子対インピーダンス Z_A, Z_B の比を高精度に比較することができるブリッジ回路である。図 2-13 に 2 端子対ブリッジ回路の原理図を示す。ブリッジのバランス状態はヌル点検出器 D_m で検出する。微小電圧源 ΔV を調整して D_m の指示をゼロにすることで、ブリッジ回路を平衡状態にする。

2 端子対ブリッジ回路では、平衡状態の時に、 Z_A, Z_B の 2 端子対定義を同時に満たすことが非常に重要となる。2 端子対定義の諸条件のうち、同軸構造の内部導体と外部導体を流れる電流は、チョークコア^[18]を用いて、“大きさが同じで向きが逆”の関係にする。“port2 の電圧がゼロ”という条件は、微小電圧源 ΔV を調整して D_m の指示をゼロにし、ブリッジ回路を平衡状態にしたときに達成される。

NMIJ の 2 端子対型ブリッジ回路では、精密トランスを用いて電源電圧比 V_2/V_1 を実現しており、その電圧比は誘導分圧器 (Inductive Voltage Divider: IVD) の分圧比の国家標準^[21]を基準に評価している。IVD の分圧比は時間の経過とともに変化してしまうため、その比の定期的な校正が必要となる。そこで、本論文 5 章では、分圧比の経時変化のない、量子効果に基づいた分圧器 (QHR 分圧器) の開発を行った。

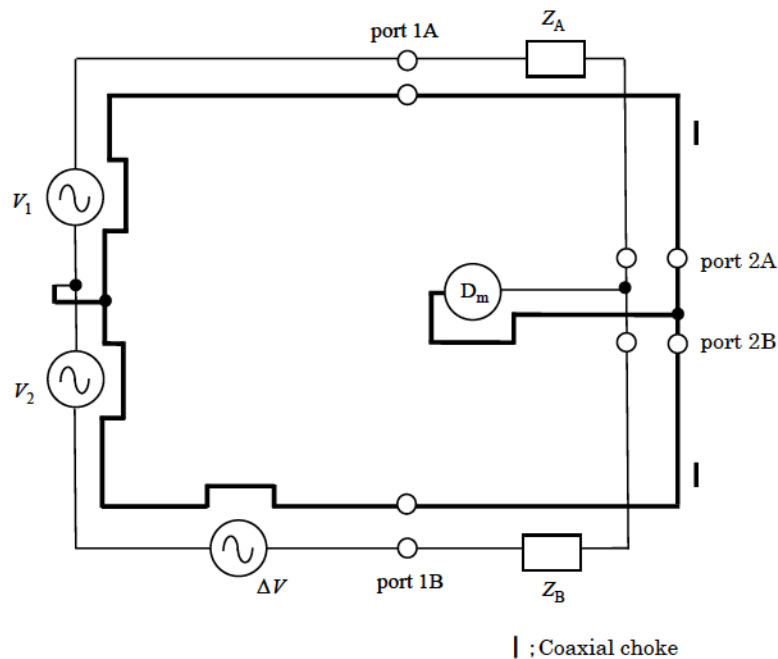


図 2-13 2 端子対型ブリッジ回路

2.2.9 標準キャパシタ

キャパシタンスの精密測定に用いる、公称値からのキャパシタンスのズレが非常に小さく、キャパシタンスの経時変化が小さなキャパシタを標準キャパシタと呼ぶ。

1000 pF, 100 pF および 10 pF の代表的な標準キャパシタとして General Radio (GR) 社 (現 IET Labs, Inc.) 製のモデル 1404 が挙げられる。このモデルは、熱膨張係数の小さな金属で電極板を作製し、その電極板を複数積み上げてキャパシタを構成し、そのキャパシタ全体を乾燥窒素ガス中に封入した、いわゆるガス封入型キャパシタである^[22]。図 2-14 にモデル 1404 の写真を示す。

また、各国の NMI において、近年よく用いられているのが、熔融石英板の両面に金属電極を蒸着させてキャパシタを構成した、熔融石英型キャパシタである。この代表的なモデルとして GR 社製のモデル 1408 (100 pF もしくは 10 pF)、Andeen-Hagerling 社製のモデル 11A (115 pF から 0.1 pF の間で任意のキャパシタンスを指定可能) があげられる。これらのモデルは専用の温調器を備えており、キャパシタの温度を一定に保つよう配慮されている。

NMIJ のキャパシタンス標準の測定手順 (図 2-1) では、1000 pF 標準キャパシタとしてモ

デル 1404 を、100 pF および 10 pF 標準キャパシタとして 11A を使用している。



図 2-14 ガス封入型キャパシタ：モデル 1404

キャパシタンス標準による校正結果の妥当性確認手法として、標準キャパシタのキャパシタンスの長期的な変化を明らかにし、その変化の傾向から推測される推測値と実際の校正値を比較する手法が、従来から用いられている。しかしながら、この手法では推測値と校正値が一致しない場合に、その原因がキャパシタンス標準にあるのか、標準キャパシタにあるのが、原因を判別することが困難である。そこで、本研究 6 章では、複数の標準キャパシタ間でのキャパシタンス差の結果を利用してこの原因判別を可能とする手法を提案し、実証した。

2.3 測定の不確かさ

2.3.1 測定の不確かさ評価

測定結果の信頼性をどのように評価・記述するかは、専門分野ごとに異なる方法が採用されたり、国によって用語が異なったりするなどして、統一されていなかった。この不統一に対して、1993 年に計測結果の表現のルールを示す国際文書“Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement: GUM^[23]”が国際標準化機構 ISO から発行された。この文章によって、測定結果の信頼性の評価と表現の統一的な方法が示された。GUM では、現実の測定で「知ることができない”真値”や、その真値を基にした”誤差”といった量を用いないとされた。

その代わりに、新しい指標として導入されたのが”不確かさ”である。測定の不確かさは、ある物理量の測定結果を報告するにあたって、その結果を利用する人がその信頼性を評価できるように、結果の質についての定量的な指標を与えるものである。

測定の不確かさは一般的に多くの要因から構成され、その評価方法に基づいて 2 つの種類“A タイプ”と“B タイプ”に分類される。両タイプとも確率分布に基づいて評価され、どちらのタイプに由来する不確かさ成分も分散または標準偏差によって定量化される。

なお、本論文の不確かさに関する記述の用語は、GUM の日本語訳である文献^[24]の記述に従う。

2.3.2 不確かさの A タイプの評価

“不確かさの A タイプの評価 (Type A evaluation of uncertainty)”は、測定によって得られたデータのばらつきを統計的手法に基づき評価することで行われる。

多くの場合、偶然的に変化するある量 q の期待値の最良推定値は、この量に対する互いに独立な n 個の測定値 q_k が同じ測定条件下で得られたとすると、 n 個の測定値 q_k の平均値 \bar{q} である。すなわち、

$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n q_k \quad (2-13)$$

個々の測定値 q_k は、影響量の偶然変動のために、値がばらつく。 q の確率分布の分散を推定する測定値の実験分散は次式で与えられる。

$$s^2(q_k) = \frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (q_k - \bar{q})^2 \quad (2-14)$$

$s^2(q_k)$ は測定値 q_k の平均まわりのばらつきを特徴づける。そして、平均の分散の最良推定値は次式で与えられる。

$$s^2(\bar{q}) = \frac{s^2(q_k)}{n} \quad (2-15)$$

平均の実験分散 $s^2(\bar{q})$ と、 $s^2(\bar{q})$ の正の平方根に等しい平均の実験標準偏差 $s(\bar{q})$ は、 \bar{q} がいかに良く q の期待値を推定しているかを表すものであり、 \bar{q} の不確かさの指標として用いることができる。

このように、独立な n 個の繰り返し測定値 $X_{i,k}$ から求められるある入力量 X_i に対し、その推定値 $x_i = \bar{x}_i$ の標準不確かさ $u(x_i)$ は $u(x_i) = s(\bar{x}_i)$ である。

2.3.3 不確かさの B タイプの評価

A タイプの評価以外の手段による不確かさ評価法を“不確かさの B タイプの評価 (Type B evaluation of uncertainty)”と呼ぶ。B タイプの評価では、経験又は他の情報に基づいて確率分布を想定し、不確かさの評価を行う。B タイプの不確かさ評価で用いる情報には、

- ・測定に関する過去のデータ
- ・校正証明書・試験成績書に記載されたデータ
- ・機器の製造者の仕様
- ・公表されている情報、及び常識

などが挙げられる。

これらの合理的な情報を基に適切な確率分布を仮定して B タイプの評価を行う。B タイプの評価で用いられる確率分布の例と、標準不確かさ(標準偏差)の推定式を表 2-1 に示す。

本論文の B タイプの評価でよく用いるのが矩形分布である。この分布は、ある入力量 X_i について、その分布の限界(上限値 a_+ 、下限値 a_-)のみが分かるような場合に適用される。上限値と下限値の間の区間において、 X_i の取りうる値について具体的な情報がないような場合、この区間内において X_i が一様に分布すると仮定するのが合理的である。このとき、 X_i の期待値 x_i は区間の中点 $x_i=(a_+ + a_-)/2$ となる。また、限界の両側の差を $2a$ とすると、 x_i の標準偏差 $u(x_i)$ は次式で与えられる。

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (2-16)$$

2.3.4 不確かさの合成と拡張不確かさ

測定の結果を y とすると、 y の標準不確かさは、入力推定値 x_1, x_2, \dots, x_N の標準不確かさを適切に合成することによって求められる。この合成された標準不確かさ(合成標準不確かさ) $u_c(y)$ の大きさは、次式で求められる。

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N \left[\frac{\partial f}{\partial x_i} \right]^2 u^2(x_i)} \quad (2-17)$$

ここで f は入力量と出力量に関係づける関数を表す。偏導関数 $\partial f / \partial x_i$ は感度係数と呼ばれ、 y が x_i それぞれの変化によってどの程度の影響を受けるかを表す係数である。

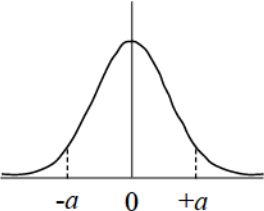
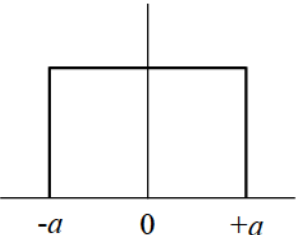
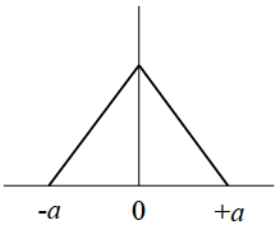
拡張不確かさは、合理的に測定量に結び付けられ得る値の分布の大部分を含むと期待さ

れる区間を定める量、とされている。拡張不確かさ U は合成標準不確かさ $u_c(y)$ に包含係数 k を乗じて、次式により求められる。

$$U = k u_c(y) \quad (2-18)$$

包含係数 k の値は“ $y - U$ ”と“ $y + U$ ”によっては含まれる区間に要求される信頼の水準を基に選択される。一般に、 k は 2 と 3 の間にあり、有効自由度が十分に大きいと考えられる場合には、 $k=2$ とすると約 95 % の区間の信頼の水準をもつと推定される。

表 2-1 B タイプの不確かさ評価で用いられる確率分布の例

| 分布の形 | $\pm a$ の範囲に含まれる 確率 p | 標準偏差 (標準不確かさ) |
|---|----------------------------|-------------------------------|
| 正規分布  | $p=0.9545$ | $u(x_i) = \frac{a}{2}$ |
| 矩形分布  | $p=1$ | $u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{3}}$ |
| 三角分布  | $p=1$ | $u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{6}}$ |

2.4 第2章の参考文献

- [1] 中村 安宏, 堂前 篤志, “ものづくり産業の国際競争力を支援する電気標準,” シンセシオロジー, vol.3, no.3, pp. 213-222, 2010.
- [2] A. Domaе, Y. Nakamura, Y. Ichikawa, “Calibration of standard capacitors of 0.01 - 1 μ F at NMIJ/AIST,” *Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM) Conference Digest*, pp.608-609, 2004.
- [3] 米永 暁彦, 堂前 篤志, 中村 安宏, “四端子対インピーダンスブリッジを用いた標準キャパシタの校正法とその不確かさ,” 産総研計量標準報告, vol. 2, no. 2, pp. 101-117, 2007.
- [4] N. Sakamoto, Y. Nakamura, “Calibration method for large capacitances using a current comparator with an inductive voltage divider,” *Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM) Conference Digest*, pp.412-413, 2010.
- [5] K. v. Klitzing, G. Dorda, M. Pepper, “New Method for High-Accuracy Determination of the Fine-Structure Constant Based on Quantized Hall Resistance,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 45, pp.494-497, 1980.
- [6] Nobuhisa Kaneko, Euromet “DC and quantum metrology meeting 2007”.
- [7] A. Hartland, K. Jones, J. M. Williams, B. L. Gallagher and T. Galloway, “Direct comparison of the quantized Hall resistance in gallium arsenide and silicon,” *Phys. Rev. Lett.*, vol.66, pp.969-973, 1991.
- [8] B. Jeckelmann, A. D. Inglis, B. Jeanneret, “Material, device, and step independence of the quantized Hall resistance,” *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol.44, pp.269-272, 1995.
- [9] B. Jeckelmann and B. Jeanneret, “The quantum Hall effect as an electrical resistance standard,” *Rep. Prog. Phys.* vol.64, pp.1603, 2001.
- [10] 遠藤 忠, “電気標準の変遷,” 電気学会誌, 120 巻, 1 号, pp.31-34, 2000.
- [11] *Information at the foundation of modern science and technology from the Physical Measurement Laboratory of NIST*, <http://physics.nist.gov/cuu/index.html>
- [12] T.J. Quinn, “News from the bipm,” *Metrologia*, vol.26, pp.69-74, 1989.
- [13] J. Schurr, V. Bürkel and B.P. Kibble, “Realizing the farad from two ac quantum Hall resistances,” *Metrologia*, vol.46, no.6, pp.619-628, 2009.
- [14] W. Poirier, A. Bounouh, K. Hayashi, H. Fhima, F. Piquemal and G. Genevès, “ $R_K/100$ and $R_K/200$ Quantum Hall Array Resistance Standards,” *J. Appl. Phys.*, Vol.92, No.5, pp. 2844-2854,

2002.

- [15] 菅野充, 改訂電磁気計測, コロナ社, 平成3年.
- [16] 原宏, 量子電磁気計測, 社団法人電子情報通信学会, 平成3年.
- [17] B. P. Kibble and G. H. Rayner, "Coaxial AC bridges," Adam Hilger Ltd, Bristol, 1984.
- [18] D. L. H. Gibbings, "A design for resistors of calculable ac/dc resistance ratio," *Proc. Inst. Elec. Eng.*, vol.110, pp. 335-347, 1963.
- [19] Y. Nakamura and H. Fujiki, "An analysis on the uncertainty of calculating the time constant of the quadrifilar reversed resistor," 産総研計量標準報告, vol.3, no.3, pp. 341-348, 2004.
- [20] D. N. Homan, "Applications of Coaxial Chokes to A-C Bridge Circuits," *J. Res. Natl. Bur. Stand. C 72C-2*, pp. 161-165, 1968.
- [21] 中村安宏, "Two-Stage 型誘導分圧器の校正と不確かさ評価," 産総研計量標準報告, vol.4, no.1, pp. 45-52, 2005.
- [22] JOHN F. HERSH, "A HIGHLY STABLE REFERENCE STANDARD CAPACITOR", *AS Published in the GENERAL RADIO EXPERIMENTER*, August (1963). [online].Available: http://www.ietlabs.com/pdf/application_notes/1404_GR_Expermenter.pdf
- [23] International Organization for Standardization (ISO): "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement", 1993.
- [24] 飯塚幸三 監修, ISO 国際文書 計測における不確かさの表現のガイド - 統一される信頼性表現の国際ルール -, 日本規格協会, 1996年.

第3章

次世代の基準に対応した計測技術

3.1 まえがき

ac QHR をインピーダンスの精密計測に利用しようという研究が 1990 年代から行われており^{[1]-[3]}、キャパシタンス標準の新たな起点として ac QHR を利用するための研究開発^{[4]-[6]}が各国で行われてきている。dc QHR を起点とした既存のキャパシタンス標準では、dc QHR による直流抵抗を基準として交流抵抗を導くために交直差計算可能抵抗器が必要となる。ac QHR を起点とすれば、交直差計算可能抵抗器といった“モノ”に依存することなく、基礎物理定数に基づいて交流抵抗の基準を実現することが可能となり、長期的な信頼性の高い、より普遍的なキャパシタンス標準が実現できると期待されている。

ac QHR を起点としたキャパシタンス標準の確立に関する先行研究では、既存のキャパシタンス標準と同様な校正手順を踏襲し、校正用回路も既存と同様なものを用いているため、直角相ブリッジ回路の平衡条件に起因してキャパシタンスの校正周波数が 1.233 kHz となっている。ところが、NMIJ を含む各国ですでに確立されている既存のキャパシタンス標準において、校正周波数は基本的に 1.592 kHz であり、この周波数で長年にわたって校正データの蓄積や国際比較が行われている。このため、校正周波数の違いが、校正データの一貫性確保や国際比較実施の観点から課題となっている。

本章では、既存のキャパシタンス標準と同じ校正周波数 (1.592 kHz) で ac QHR を起点としたキャパシタンス標準を実現する新たな校正手順を提案する。そして、その校正手順を実現するためのキーデバイスとなる改良型直角相ブリッジ回路を開発し、その回路の性能を定量的に示す。

3.2 ac QHR を起点としたキャパシタンス標準の実現手順の提案

抵抗とキャパシタンスを結びつけるには、交流抵抗とキャパシタンスの比較測定を行う直角相ブリッジ回路が必要となる。直角相ブリッジ回路は原理的にその動作が周波数に依存する。これまでに、ac QHR の $i=2$ のプラトーにおける抵抗値 $R_{K-90}/2 = 12.9064035 \text{ k}\Omega$ (R_{K-90} : von-Klitzing constant: R_K の 1990 年の協定値) を基準にしたキャパシタンス測定の研究成果が、

いくつか報告されている^{[4]-[6]}。これらの研究では、キャパシタンス C_1, C_2 (それぞれ公称値 10 nF) と抵抗 R_1, R_2 (それぞれ公称値 $R_{K-90}/2 \Omega$) が、直角相ブリッジ回路を用いて比較されている。従来型の直角相ブリッジ回路では、式(3-1)を満足する特定の周波数でブリッジ回路の平衡状態が得られる^[7]:

$$\omega^2 R_1 R_2 C_1 C_2 = 1. \quad (3-1)$$

式(3-1)から、先行研究におけるブリッジ回路の平衡周波数 f は、

$$f = \frac{\omega}{2\pi} = \frac{1}{2\pi \left(\frac{R_{K-90}}{2} \right) C} \approx 1.233 \text{ kHz} \quad (3-2)$$

となる。このため、ac QHR を基準にしたキャパシタンスは 1.233 kHz における値となる。

ここで、 $C = C_1 = C_2 = 10 \text{ nF}$ 、そして ω は角周波数を表す。

慣例的に、計量標準の分野においてキャパシタンスの校正は周波数 $10^4/2\pi \text{ Hz}$ ($\approx 1.592 \text{ kHz}$, $\omega = 10^4 \text{ rad/s}$)で行われてきている。この校正周波数はキャパシタンスの国際比較においても使用されている^[8]。また、NMIJでは1999年より、dc QHRおよび従来型直角相ブリッジ回路を用いて校正周波数1.592 kHzにおいてキャパシタンス標準の維持・管理を行ってきている^{[9][10]}。そのため、NMIJにおいてac QHRを基準としたキャパシタンス標準を確立する場合、校正周波数1.592 kHzで行われている国際比較への対応、および校正周波数1.592 kHzで維持・管理されてきた従来からのキャパシタンス標準との整合性をとることが非常に重要となる。このような背景から、本研究では図3-1に示すような手順で、ac QHRを起点として校正周波数1.592 kHzでキャパシタンス標準を実現する手順を提案する。

図3-1の手順において、4端子対型ブリッジ回路 (four terminal-pair 10:1 resistance bridge)、直角相ブリッジ回路 (two terminal-pair quadrature bridge)、2端子対型ブリッジ回路 (two terminal-pair 10:1 capacitance bridge) の3つのブリッジ回路を使用するが、その校正周波数はすべて1.592 kHzである。この手順では、まずac QHRの $i = 2$ のプラトーにおける抵抗値 $R_{K-90}/2 \Omega$ を基準として、10:1比の4端子対型ブリッジ回路を用いて、 $10 \times R_{K-90}/2 \Omega$ の抵抗を測定する。次に、 $10 \times R_{K-90}/2 \Omega$ の抵抗と1000 pFのキャパシタンスを、直角相ブリッジ回路を用いて比較する。この比較の後、100 pFと10 pFのキャパシタンスを、1000 pFのキャパシタンスを基準として10:1比の2端子対型ブリッジ回路を用いて測定する。この一連の測定手順において最も重要な測定装置が、 $10 \times R_{K-90}/2 \Omega$ の抵抗と1000 pFのキャパシタンスを測定周波数

1.592 kHzで比較するための直角相ブリッジ回路（改良型直角相ブリッジ回路）である。

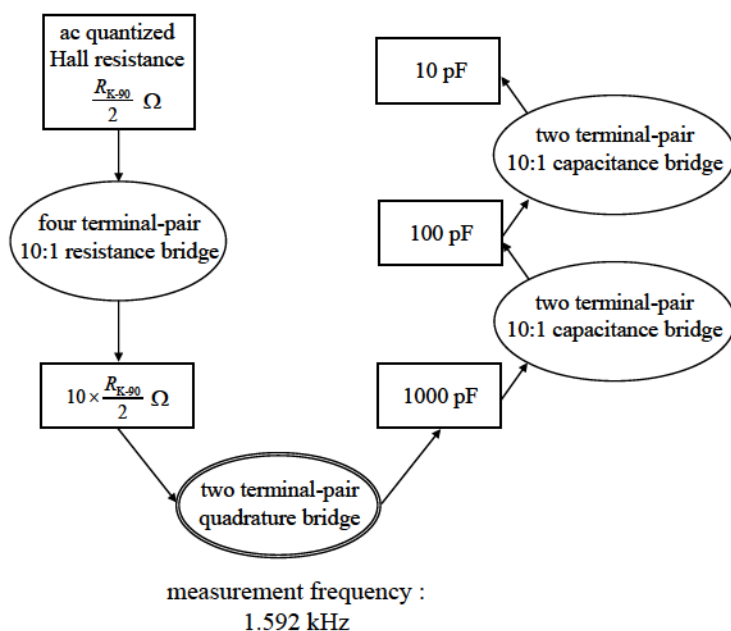


図3-1 本研究で提案するac QHRを起点としたキャパシタンス標準の実現手順（校正周波数1.592 kHz）

3.3 改良型直角相ブリッジ回路

3.3.1 改良型直角相ブリッジ回路の設計

周波数 1.592 kHz にて 1000 pF のキャパシタンスと $10 \times R_{K-90}/2 \Omega$ の抵抗を比較する直角相ブリッジ回路の設計には、NMIJ の中村安宏らが開発した周波数可変直角相ブリッジ回路の原理^{[11][12]}を応用した。周波数可変直角相ブリッジ回路は、図 2-12 に示した従来型の直角相ブリッジ回路に誘導分圧器（Inductive Voltage Divider: IVD）を付加し、回路構成に改良を加えることで、ブリッジ回路動作の多周波数化を可能にしたものである。図 3-2 に周波数可変直角相ブリッジ回路の原理図を示す。図 3-2 において、 R_1 および R_2 は交流抵抗、 C_1 および C_2 はキャパシタンス、 D_1, D_2 はヌル点検出器を表す。

従来型の直角相ブリッジ回路では、式(3-1)に示したように、その理想的な平衡条件は、

$$\omega^2 R_1 R_2 C_1 C_2 = 1 \quad (3-3)$$

となり、 R_1, R_2, C_1, C_2 の組み合わせによってブリッジ回路の平衡する周波数 f [Hz] が特定の値に決まってしまう（角周波数 $\omega = 2\pi f$ ）。

周波数可変直角相ブリッジ回路は、図 3-2 に示すように、3 つの IVD (IVD1, IVD2, IVD3) が、従来型の直角相ブリッジ回路の電圧節点 $V, jV, -V$ にそれぞれ接続された回路構成である。抵抗とキャパシタンスが IVD の分圧比 $\rho_1, \rho_2, \rho_3, \rho_4$ の出力端子に接続されているとき、周波数可変直角相ブリッジ回路の理想的な平衡条件は

$$\omega^2 R_1 R_2 C_1 C_2 = \frac{\rho_1 \rho_3}{\rho_2 \rho_4} \quad (3-3)$$

となる。式(3-3)の右辺の値を IVD の分圧比の設定によって変えることができるため、 R_1, R_2, C_1, C_2 の組み合わせが決まってもブリッジ回路動作の多周波数化が可能となる。

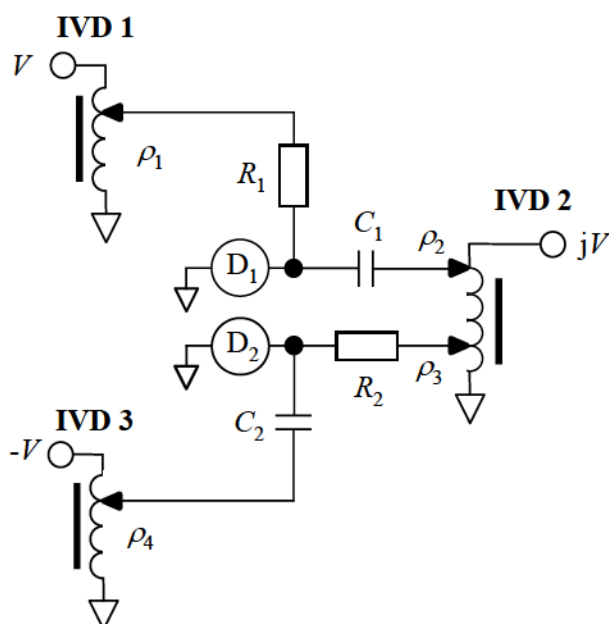


図 3-2 周波数可変直角相ブリッジ回路の原理図.

実際に回路を製作する場合は、簡単のため、抵抗とキャパシタンスは $R_1 = R_2 = R_m$ と $C_1 = C_2 = C_m$ を満足する値が選択される。そのため、ブリッジ回路の平衡状態における周波数 f は、

$$f = \frac{1}{2\pi R_m C_m} \sqrt{\frac{\rho_1 \rho_3}{\rho_2 \rho_4}} \quad (3-4)$$

となり、与えられた R_m と C_m に対して適当な IVD の分圧比 $\rho_1, \rho_2, \rho_3, \rho_4$ を選択することで任意の周波数において直角相ブリッジ回路を平衡状態にできる。

抵抗 R_1 & R_2 ($10 \times R_{K-90}/2 \Omega$) とキャパシタンス C_1 & C_2 (1000 pF) を周波数 1.592 kHz で比較

するための直角相ブリッジ回路の設計について以下に記す。

周波数 $10^4/2\pi$ Hz (約 1.592 kHz) において式(3-3)で与えられる平衡条件を満足する IVD の分圧比 $\rho_1, \rho_2, \rho_3, \rho_4$ は、

$$\frac{\rho_1\rho_3}{\rho_2\rho_4} = 1.6657525 \quad (3-5)$$

となる。

しかしながら、実際には、式(3-5)で与えられる分圧比の組み合わせを実現することは困難である。それは、直角相ブリッジ回路に起因した不確かさを小さく抑えるには、分圧比 $\rho_1, \rho_2, \rho_3, \rho_4$ を小さな不確かさで校正する必要がある、小さな不確かさでの校正を可能にするには選択できる分圧比に制限がかかるためである。そのため、小さな不確かさで校正可能で、かつ、式(3-5)で与えられる分圧比の組み合わせに近い値を実現できる分圧比 $\rho_1, \rho_2, \rho_3, \rho_4$ を見つけることが必要となる。この課題に対して本研究では、 $\rho_1 = 1, \rho_2 = 1, \rho_3 = 1, \rho_4 = 0.6$ という分圧比の組み合わせを見出した。その組み合わせから得られる値は、

$$\frac{\rho_1\rho_3}{\rho_2\rho_4} = \frac{1}{\rho_4} = \frac{1}{0.6} = 1.6666667 \quad (3-6)$$

となる。

式(3-6)の分圧比の組み合わせから得られる平衡状態における周波数は、

$$f = 1.59198609 \text{ kHz} \quad (3-7)$$

となり、 $10^4/2\pi$ Hz に非常に近い値となる。

上述の試算から、図 3-2 の電圧節点 -V に 1 台の IVD を追加し、その分圧比を 0.6 に設定するだけで、抵抗 R_1 & R_2 ($10 \times R_{K-90}/2 \Omega$) とキャパシタンス C_1 & C_2 (1000 pF) を周波数 1.592 kHz で比較可能な改良型直角相ブリッジ回路を実現することができることが明らかとなった。

3.3.2 実用的な改良型直角相ブリッジ回路

3.3.1 の試算を基にして設計した実用的な改良型直角相ブリッジ回路の回路図を図 3-3 に示す。ブリッジ回路の構成要素はインピーダンスが比較的高いため 2 端子対構造とした。単純化のため、図 3-3 では 2 端子対構造の外部端子を省略している。このブリッジ回路は、抵抗 R_1, R_2 ($10 \times R_{K-90}/2 \Omega$) とキャパシタンス C_1, C_2 (1000 pF) の組み合わせにおいて、式(3-7)で与えられる周波数で平衡状態となるよう設計している。

電源 V と $-V$ は、出力電圧の比が 1:1 の精密トランス (1:1 ratio transformer) を利用して実現する。また、ブリッジ回路の平衡状態は、精密トランスの $-V$ 側に微小電圧 ΔV を加え、その微小電圧値を調整することで実現する。

精密トランスの出力側に R_1, R_2, C_1, C_2 等の負荷が接続された状態における精密トランスの出力電圧比は、図 3-3 に示す 100 pF キャパシタで構成する補助的なキャパシタンスブリッジ回路を用いて測定する^{[13][14]}。

図 3-3 の IVD は分圧比 $\rho = n/10$ ($n = 1, 2, \dots, 10$) を実現するよう入力電圧を 10 等分するように設計する。そして、 C_2 は、この IVD の分圧比が 0.6 ($n = 6$) の出力端子に接続する。

図 3-3 の抵抗 R_a, R_b ($10 \times R_{K-90}/2 \Omega$) とキャパシタンス C_a, C_b (600 pF) は Twin-tee 型のフィルタ回路を構成するために追加したものである。Twin-tee 型フィルタ回路は、直角相ブリッジ回路の平衡状態を検出器で検出する際に、検出器が直角相電源 jV の電圧変動の影響を受けないようにするためのものである。

図 3-2 の原理図で 2 台あった検出器は、図 3-3 では Twin-tee 型フィルタ回路の出力端に接続する 1 台 (図 3-3 の“D”) だけとした。

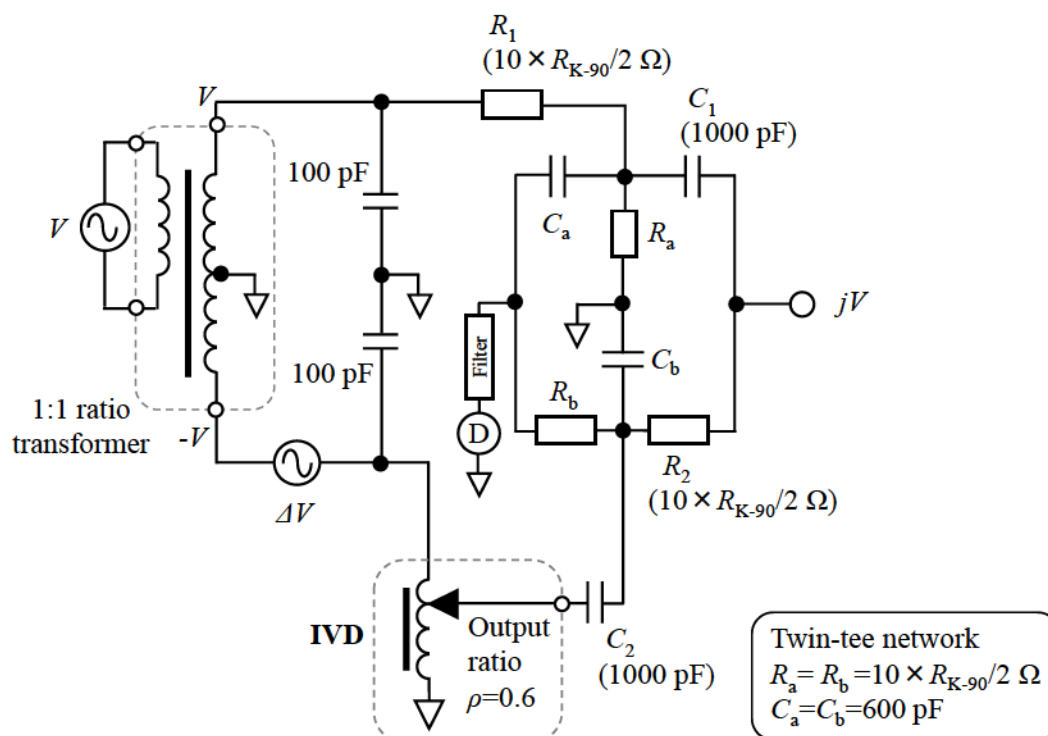


図 3-3 改良型直角相ブリッジ回路の実用的な回路図

直角相ブリッジ回路は、平衡条件に周波数が含まれる。そのため、回路中の信号に含ま

れる高調波成分の影響を受けてしまう。高調波成分は基本波成分およびその高次項から成るため、高調波成分が存在すると検出器はその高調波成分に起因した基本波周波数をオフセット誤差として検出してしまう。すなわち、オフセット誤差により、ブリッジ回路の平衡点が正しい点からずれてしまう。このような高調波成分による誤差を避けるため、IVDは2-stageのテクニックを使って設計した^[13]。特に、このIVDにおいて励磁巻線と磁気コアの周りに磁気シールドを配置することによって、非線形の漏れ磁束の影響によって高調波成分(ひずみ波)が生じるのを防いでいる。IVDの詳細は本章3.4節に記す。単純化のため、図3-3のIVDは2-stageの構造ではなく、1段のみの構造で示している。さらに、受動素子のみで構成したフィルタ回路を検出器の前段に配置することで(図3-3の“Filter”)、高調波成分が検出器で検出されないよう対策を講じた。

ブリッジ回路の平衡状態において、2次より高次項を無視すると式(3)の平衡条件は

$$\omega^2 R_1 R_2 C_1 C_2 = \frac{1}{\rho(1+\varepsilon)}(1+\alpha) \approx \frac{1}{\rho}(1+\alpha-\varepsilon) \quad (3-8)$$

となる。ここで、 α は精密トランスの出力電圧比の公称比1:1からのズレ、 ε はIVDの分圧比0.6からのズレを表す。 ε の詳細は3.4節に記す。式(3-4)で用いた R_m と C_m で式(3-8)を書き改めると、

$$\omega R_m C_m = \sqrt{1+\alpha-\varepsilon} \times \frac{1}{\sqrt{\rho}} \approx \left(1 + \frac{\beta}{2}\right) \frac{1}{\sqrt{\rho}} \quad (3-9)$$

となる。ここで $\beta/2 = (\alpha - \varepsilon)/2$ である。

3.4 改良型直角相ブリッジ回路を構成するキーデバイス

3.4.1 公称値 $10 \times R_{K-90}/2 \Omega$ の交流抵抗器

構造 2つの交流抵抗器 R_1 と R_2 (公称値： $10 \times R_{K-90}/2 \Omega$)は、アルファ・エレクトロニクス社製の従来型金属箔抵抗素子を使用して、NMIJで製作した。この抵抗器はP. C. Cooganらの文献^[15]を参考に、位相角が調整可能となるよう設計した。位相角の大きさを適切に調整することにより、ブリッジ回路を平衡状態にするために注入する微小電圧 ΔV の直角相成分を小さく(たとえば数ppm以下に)抑えることができる。図3-4は製作した交流抵抗器の回路図である。抵抗素子(R_E)の公称抵抗値は $10 \times R_{K-90}/2$ の半分の値(64.532 k Ω)である。公称値 $10 \times R_{K-90}/2 \Omega$ の交流抵抗器を製作する際は、製作する交流抵抗器の抵抗値を可能な限りに

公称値へ近づけるため、直列接続する抵抗素子 R_E の抵抗値の組み合わせを事前に選別した。図 3-4 に示す 2 つのキャパシタ C_E と、1 つの可変キャパシタ C_V は交流抵抗器の位相角を調整するために付加したものである。

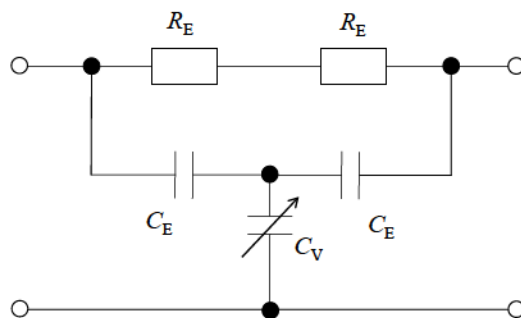


図 3-4 交流抵抗器の回路図

NMIJ では、位相角の標準を交直流差計算可能抵抗器の時定数の計算値を基準に確立している^[16]。この位相角標準を基準に、製作した $10 \times R_{K-90} / 2 \Omega$ 交流抵抗器の位相角をゼロに調整した。 $10 \times R_{K-90} / 2 \Omega$ 交流抵抗器を製作する際、キャパシタ C_E の適切な値を選択すると交流抵抗器の位相角をゼロ付近に近づけることができる。さらに可変キャパシタ C_V を調整することで、このゼロ付近の位相角をさらに可能な限りゼロに近づけることができる。図 3-5 に製作した交流抵抗器の写真を示す。キャパシタ C_E としてセラミックキャパシタを、可変キャパシタ C_V として空気型のトリマキャパシタを使用した。

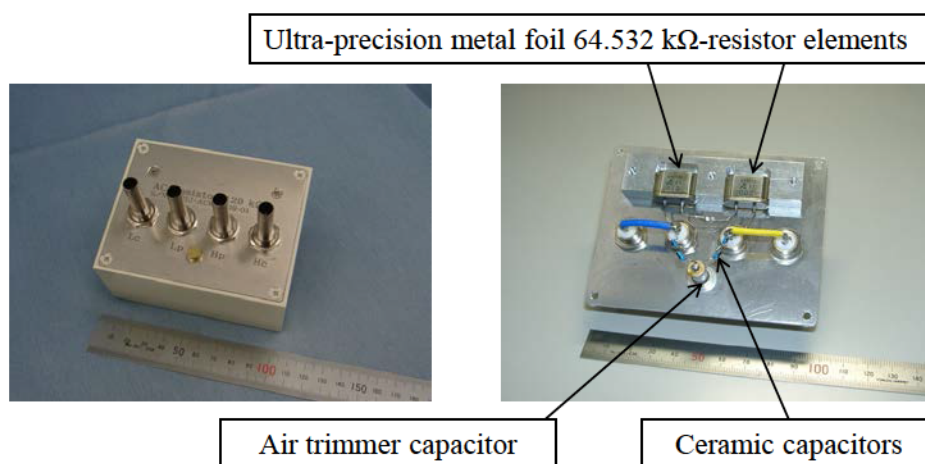


図 3-5 製作した $10 \times R_{K-90} / 2 \Omega$ 交流抵抗器の写真

評価 製作した2つの抵抗器 R_1 と R_2 の交流抵抗を周波数 1.592 kHz で評価した。評価の基準には dc QHR で直流抵抗値を校正した公称値 12.9 k Ω の交直差計算可能抵抗器を用いた。また、 R_1 と R_2 の交流抵抗の温度に対する変化（温度係数）も評価した。それらの結果を表 3-1 にまとめる。 R_1 と R_2 の交流抵抗校正値は、どちらも公称値 $10 \times R_{K-90} / 2 \Omega$ からの偏差が 5 $\mu\Omega/\Omega$ 以下と、公称値に近い値であった。また、抵抗器の温度係数はどちらも周囲温度 23 $^{\circ}\text{C}$ 付近において $\pm 0.01 (\mu\Omega/\Omega)/\text{K}$ 以下と小さい値であった。

表 3-1 $10 \times R_{K-90} / 2 \Omega$ 交流抵抗器の評価結果

| Name | | R_1 | R_2 |
|---|---|--|--------------------------|
| Nominal value | | $10 \times R_{K-90} / 2 \Omega$ (129.064035 k Ω) | |
| Resistance at 1.592 kHz | Calibrated value | 129.0646650 k Ω | 129.0640700 k Ω |
| | Relative difference from the nominal value | 4.881 $\mu\Omega/\Omega$ | 0.271 $\mu\Omega/\Omega$ |
| | Relative standard uncertainty | 0.059 $\mu\Omega/\Omega$ | 0.060 $\mu\Omega/\Omega$ |
| Temperature coefficient (around 23 $^{\circ}\text{C}$) | | less than $\pm 0.01 (\mu\Omega/\Omega)/\text{K}$ | |

3.4.2 誘導分圧器

構造 誘導分圧器 (IVD) は 2-stage のテクニック^[13]を用いて設計した。表 3-2 に IVD の仕様を示す。

励磁巻線は超微細結晶合金を用いた三菱電機メテックス製のトロイダルコア（1 段目）の周りに巻いた。このコアの飽和磁束密度は 1.35 T である。コアのサイズは外径 100 mm、内径 60 mm、高さ 30 mm である。12 本の電線（それぞれの直径は 0.8 mm）で撚り線を作製し、その撚り線をコアに 10 回巻くことで励磁巻線を構成した。コアからの漏れ磁束を抑えるために、励磁巻線の外側を厚さ 1 mm の銅板およびパーマロイ板でシールドした。2 段目のコアのサイズは外径 60 mm、内径 45 mm、高さ 10 mm である。12 本の電線（それぞれの直径は 0.8 mm）で撚り線を作製し、その撚り線を 1 段目および 2 段目のコアの両方の周りに 10 回巻くことで分圧巻線を構成した。分圧巻線の 12 本の電線は直列に接続し、その接続部分から出力端子を引出し、それぞれを図 3-6(a)に示すように Tap -0.1, Tap 0.0, Tap 0.6, Tap 1.0,

Tap 1.1 とした。入力電圧は誘導分圧器の Tap 1.0 に印加し、Tap 0.0 はグランドに接続した。上述の巻線構造により、分圧比 ρ が $n/10$ ($n=1, 2, \dots, 10$) となる 2-stage 構造の IVD が実現できる。

出力端子のコネクタとして BPO コネクタを使用した。BPO コネクタは厚さ 6 mm の金メッキ処理された銅板に取り付けた。図 3-6(b)に製作した IVD の写真を示す。

表 3-2 製作した 2-stage 構造の誘導分圧器の仕様 (s/n: 0803525)

| Component | | Size/Turns | Material |
|---------------|--------------------|--|--------------------------------|
| Magnetic core | 1 st | 100 mm × 60 mm × 30 mm | Nanocrystalline core |
| | 2 nd | 60 mm × 45 mm × 10 mm | |
| Shield | Inside | Thickness of 1 mm | Copper |
| | Outside | | Permalloy |
| Winding | Excitation winding | 12-strand wire × 10 turns (Diameter of each wire: 0.8 mm) | Polyester-enameled copper wire |
| | Ratio winding | | |

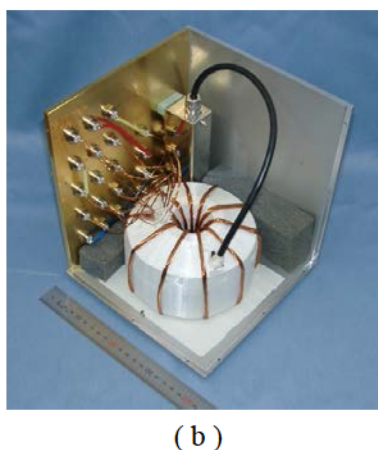
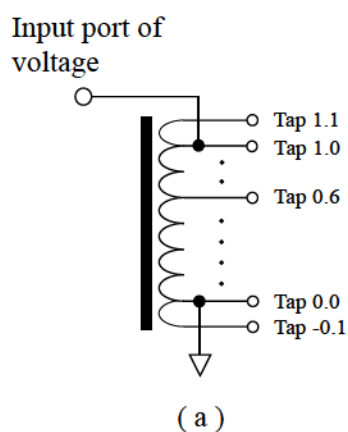


図 3-6 製作した誘導分圧器(s/n: 0803525)の構造(a)および写真(b)

評価 式(3-6)の誘導分圧器の分圧比 ε は

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \varepsilon_{Load}, \quad (3-10)$$

と書きあらわらすことができる。

ここで、 ε_0 は出力端解放状態における分圧比の公称比からのズレを表す。本研究の直角相ブリッジ回路は 2 端子対構造であるため、直角相ブリッジ回路の平衡状態において、IVD の出力端子 (Tap 0.6) から図 3-7 に示すような負荷電流 (Load current) が流れる。この負荷電流により、IVD の出力インピーダンス (Output impedance) において電圧降下が生じる。結果として、ブリッジ回路の平衡状態における Tap 0.6 の電圧が出力端解放状態における電圧と異なってしまふ。Tap 0.6 に C_2 (1000 pF) を接続し、負荷電流が流れることによって生じるこの電圧の違いを考慮に入れるため、式(3-10)に $\varepsilon_{\text{Load}}$ を付加する。

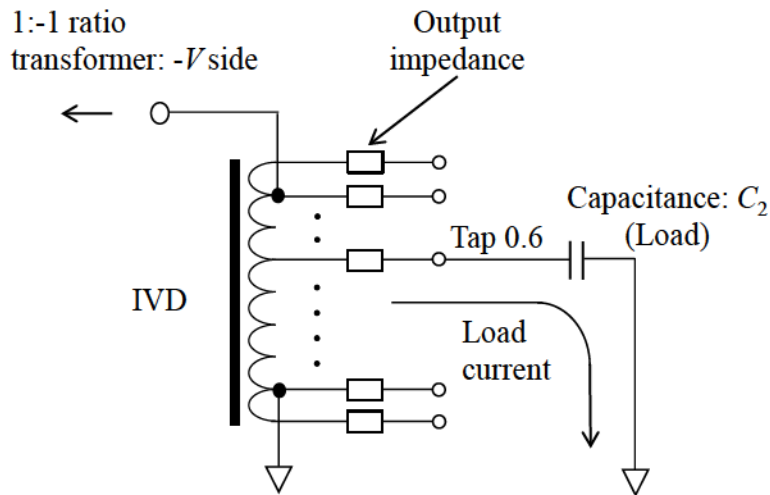


図 3-7 負荷電流に起因した Tap 0.6 の分圧比の変化

製作した IVD の ε_0 は、精密電位差比較器、スペシャルコネクタ^[17]、そして標準誘導分圧器を用いて評価した。標準誘導分圧器の分圧比は、NMIJ の開発したトンプソン法^[17]に基づく誘導分圧器校正システム^[18]を用いて校正した。 ε_0 は、この標準誘導分圧器の出力電圧と製作した IVD の出力電圧を比較することで評価した。この評価の際、スペシャルコネクタを用いることで、標準誘導分圧器の出力電圧および製作した IVD の出力電圧は、どちらも出力端解放状態における電圧となるようにした。 ε_0 評価の条件は、印加電圧 (実行値) 10 V、周波数 1.592 kHz である。 ε_0 の評価結果を表 3-3 にまとめる。Tap 0.6 における ε_0 の値は実数成分では 0.055×10^{-6} 、直角相成分では -0.260×10^{-6} であった。その値の標準不確かさは実数成分では 0.013×10^{-6} 、直角相成分では 0.043×10^{-6} と推定した。 ε_0 の評価において不確かさの主要因は、トンプソン法に基づく標準誘導分圧器の校正であった。

表 3-3 IVD(s/n: 0803525)の出力端解放状態における分圧比 ϵ_0 の評価結果

| Nominal ratio (Tap) | Calibrated ratio ($\times 10^{-6}$) | | Standard uncertainty ($\times 10^{-6}$) | |
|---------------------------|--|---------------|--|--------------|
| | in-phase | quadrature | in-phase | quadrature |
| 0.9 | 0.033 | -0.332 | 0.006 | 0.011 |
| 0.8 | 0.049 | -0.509 | 0.009 | 0.024 |
| 0.7 | 0.059 | -0.524 | 0.011 | 0.033 |
| 0.6 | 0.055 | -0.260 | 0.013 | 0.043 |
| 0.5 | -0.002 | 0.046 | 0.014 | 0.044 |
| 0.4 | -0.093 | 0.503 | 0.013 | 0.035 |
| 0.3 | -0.227 | 1 | 0.01 | 0.053 |
| 0.2 | -0.255 | 1.63 | 0.01 | 0.065 |
| 0.1 | -0.25 | 2.26 | 0.01 | 0.06 |

ϵ_{Load} は図 3-8 に示すように置換法で評価した。この方法では、まず、負荷がない状態における IVD の出力電圧と、参照用 IVD (Reference IVD) の出力電圧との差分(Δv_0)精密電位差比較器 (Voltage comparator) とスペシャルコネクタ (Special connector) を用いて測定する。次に Tap0.6 に負荷 C_2 (1000 pF) を接続した状態の IVD の出力電圧と、参照用 IVD の出力電圧との差分(Δv_{load})を測定する。 ϵ_{Load} は Δv_0 と Δv_{load} の差分から評価した。 ϵ_{Load} は IVD の入力端に電圧 (実行値) 10 V を印加した状態で測定し、その印加電圧の周波数は 1.592 kHz とした。負荷 (Load) は、直角相ブリッジ回路でこの IVD を使用する際と同じ空気型の 1000 pF 標準キャパシタ (GR TYPE1404, General Radio Co., Ltd.) と同軸ケーブル (HUBER+SUHNER 社製モデル S 04233、BPO コネクタ付, IVD 側長さ 1.4 m、検出器側長さ 2.3 m (チョークコア付)) を用いた。Tap 0.6 における ϵ_{Load} の値、および標準不確かさを表 3-4 にまとめる。

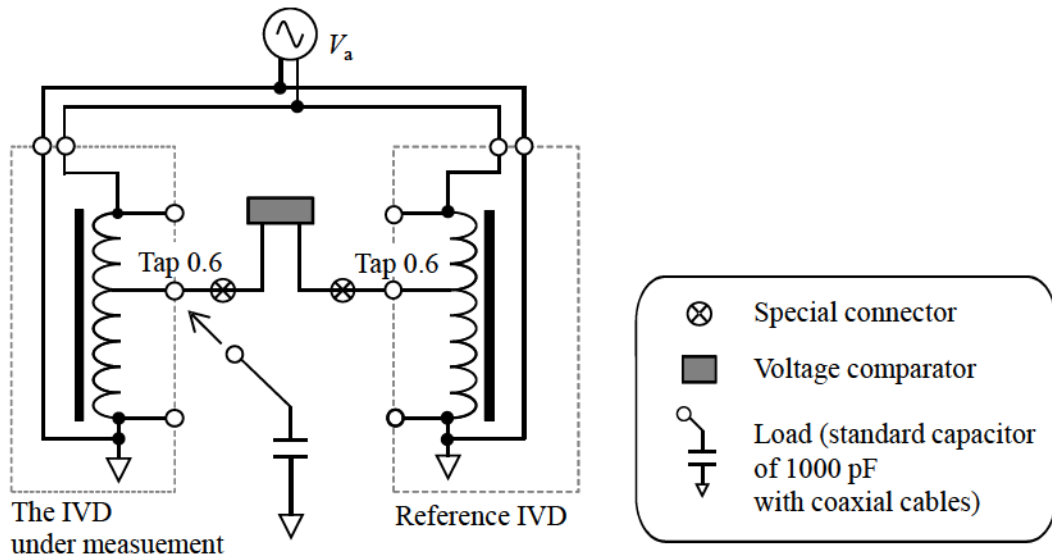


図 3-8 負荷効果の測定回路

表 3-4 IVD(s/n: 0803525)の Tap0.6 に負荷 C_2 (1000 pF)を接続した状態での

ε_{Load} の値および標準不確かさ

| Tap | Change of the ratio ($\times 10^{-6}$) | | Standard uncertainty ($\times 10^{-6}$) | |
|-----|--|------------|---|------------|
| | in-phase | quadrature | in-phase | quadrature |
| 0.6 | 0.350 | -2.668 | 0.0002 | 0.003 |

ε_{Load} の不確かさの主要因は Δv_0 と Δv_{load} の繰り返し測定のばらつきであった。測定に使用した参照用 IVD の分圧比は経過時間、および周囲温度の変化に対して非常に安定であった。そのため、全体の不確かさへ対する参照用 IVD に起因した不確かさの寄与は大きくないと評価した。

現状では ε_0 に比べて ε_{Load} が一桁程度大きい値となっている。その改善策として、たとえば文献^[12]に記述されているような補助回路を追加することで、負荷電流を補償する方法が考えられる。

3.5 不確かさ評価

製作した改良型直角相ブリッジ回路 (図 3-9) の性能を定量的に評価するため、この回路に起因する不確かさの評価を行った。

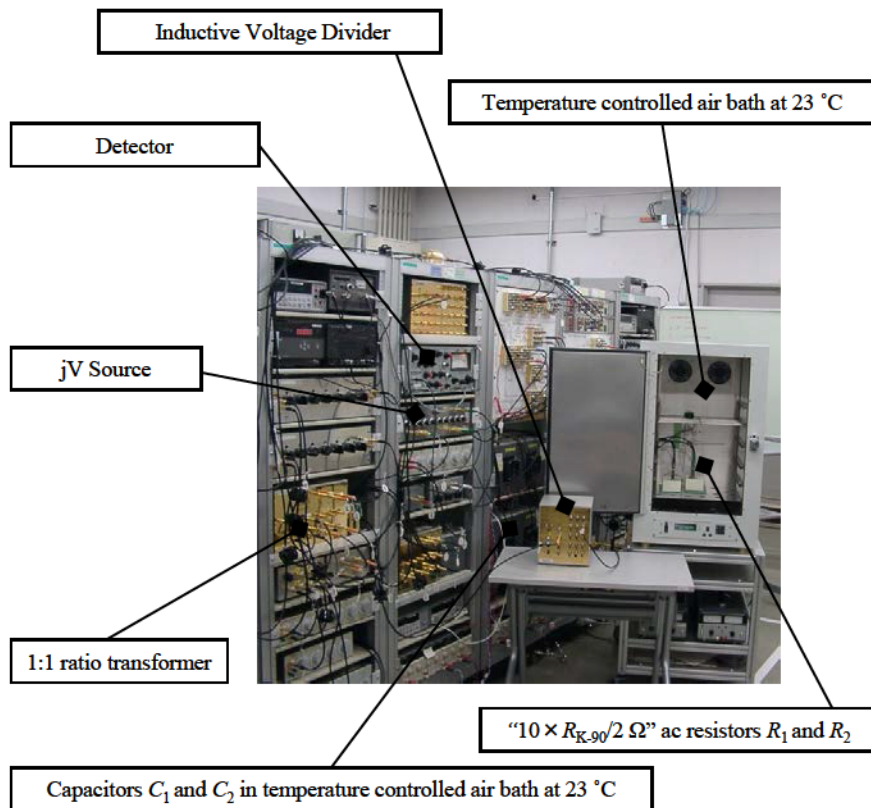


図 3-9 製作した改良型直角相ブリッジ回路

不確かさ評価において、1000 pF 標準キャパシタ（図 3-3 の C_1 , C_2 ）として、空気型の標準キャパシタ（GR TYPE1404, General Radio Co., Ltd.）を使用した。 $10 \times R_{K,90}/2\text{-}\Omega$ 交流抵抗器として、NMIJ で製作した交流抵抗器（詳細は 3.4 に記述）を使用した。不確かさ評価を行う間、1000 pF 標準キャパシタおよび $10 \times R_{K,90}/2\text{-}\Omega$ 交流抵抗器の周囲温度は、恒温槽を用いて 23 °C に管理した。また、ブリッジ回路の印加電圧は 10 V（実効値）、周波数は(3-7)式の値とした。

A タイプの不確かさを推定するため、文献[13]と同様の手順でブリッジ回路を平衡状態にし、ブリッジをバランスさせるために注入する微小電圧 ΔV の実数成分を 5 回繰り返し測定した。繰り返し測定の結果のばらつきから、A タイプの標準不確かさを推定した結果、 0.015×10^{-6} となった。

また、本ブリッジ回路の B タイプの不確かさに寄与する要因として、

- (1) 高調波成分に起因する検出器のオフセット成分、

- (2) 100 pF キャパシタを用いて測定する 1 : 1 トランスのトランス比、
- (3) ブリッジ回路を平衡させるために注入する微小電圧 ΔV
- (4) IVD の無負荷時における分圧比
- (5) IVD の Tap0.6 における負荷効果

の 5 つを考慮した。

高調波成分に起因する検出器のオフセット成分は以下の手順で推定した。まず、基本周波数でブリッジ回路を平衡状態にし、その状態において検出器に入る 2 次と 3 次の高調波信号成分の大きさを測定した。その結果、高調波信号成分の大きさは 10 μV 以下であった。次に、参照信号周波数 f [Hz] でロックした検出器に、外部信号源で発生させた $2f$ [Hz] と $3f$ [Hz] の信号を直接入力し、高調波成分の入力に対して検出器がどの程度影響を受けるのかを定量的に評価した。その結果、高調波の影響が基本波成分に与える影響は、入力した高調波成分の 0.2 % 以下であると判断された。この 2 つの結果から、ブリッジ回路平衡時における高調波成分に起因した標準不確かさは 0.020 μV であると推定した。これは相対標準不確かさ 0.020×10^{-6} に相当する大きさである。

精密トランスの出力電圧比評価の不確かさは図 3-3 に示す 100 pF キャパシタで構成した補助的なキャパシタンスブリッジ回路を用いた出力電圧比測定の結果のばらつきから評価した。測定は 5 回行い、その結果から標準不確かさを 0.002×10^{-6} と推定した。

微小電圧 ΔV に起因する相対標準不確かさは以下の手順で推定した。まず、微小電圧 ΔV の注入に使用するトランスの比の不確かさ値を 1×10^{-3} と推定し、その標準不確かさは矩形分布を仮定して 5.77×10^{-4} と推定した。そして、今回の測定における微小電圧 ΔV の実測値は、精密トランスの出力電圧 V の大きさに対して相対値で 15×10^{-6} (ppm) 以下であったため、微小電圧 ΔV は 15×10^{-6} を上回らないと仮定した。微小電圧 ΔV の不確かさは、このトランス比の不確かさ 5.77×10^{-4} と微小電圧 ΔV の上限値 15×10^{-6} の積で与えられ、その大きさは 0.010×10^{-6} 以下であった。

IVD の無負荷時における分圧比の標準不確かさは、表 3-2 の 0.6 Tap の結果から引用した。

IVD の Tap0.6 における負荷効果に起因する B タイプ不確かさは表 3-4 から引用した。

上述の不確かさ評価の結果を表 3-5 にまとめる。最終的にブリッジ回路に起因した合成相対標準不確かさを 0.030×10^{-6} と推定した。

表 3-5 改良型直角相ブリッジ回路に起因した標準不確かさ

| Source of uncertainty | Type | Relative standard uncertainty |
|--|------|-------------------------------|
| Five repeated measurements | A | 0.015×10^{-6} |
| Balance point offset resulting from the harmonic components | B | 0.020×10^{-6} |
| Ratio of 1:1 transformer | B | 0.002×10^{-6} |
| Injection voltage | B | 0.010×10^{-6} |
| Ratio calibration for IVD at Tap 0.6 | B | 0.013×10^{-6} |
| Change in the IVD ratio with 1000-pF load | B | 0.0002×10^{-6} |
| Combined relative standard uncertainty | | 0.030×10^{-6} |

3.6 まとめ

既存キャパシタンス標準と同じ校正周波数（1.592 kHz）でac QHRを起点としたキャパシタンス標準を実現する校正手順を提案し、そのキーデバイスとなる改良型直角相ブリッジ回路を開発した。開発した回路の性能を定量的に示すため、この回路に起因した不確かさを詳細に評価し、相対合成標準不確かさを 0.030×10^{-6} と推定した。この不確かさは、現在のdc QHRを起点としたキャパシタンス標準において用いられている従来型直角相ブリッジ回路と比較して遜色のない大きさであり、開発した回路がキャパシタンス標準へ応用するに十分な性能を有することを確認した。

3.7 第3章の参考文献

- [1] J. Melcher, P. Warnecke, and R. Hanke, "Comparison of Precision AC and DC Measurements with the Quantized Hall Resistance," *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 42, pp. 292-294, 1993.
- [2] B.P. Kibble and J. Schurr, "A novel double-shielding technique for ac quantum Hall measurement," *Metrologia*, vol. 45, no.5, L25-7, 2008.

- [3] N. Kaneko, A. Domaie, T. Oe, J. Schurr, F.J. Ahlers, S. Kiryu, "First Attempt to Develop an On-Chip Double-Shielded QHR Device for Use in AC Measurements," *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol.62, no.6, pp. 1743-1748, 2013.
- [4] W.C. Sze, B. Kibble and A. Hartland, "Comparison of capacitance with AC quantized Hall resistance," *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 48, no. 2, pp.342-345, 1999.
- [5] A.D. Inglis, B.M. Wood, M. Côté, R.B. Young and M.D. Early, "Direct determination of capacitance standards using a quadrature bridge and a pair of quantized Hall resistors," *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 52, no. 2, pp.559-62, 2003.
- [6] J. Schurr, V. Bürkel and B.P. Kibble, "Realizing the farad from two ac quantum Hall resistances," *Metrologia*, vol. 46, no. 6, pp.619-628, 2009.
- [7] A.M. Thompson, "AC bridge methods for the measurement of three-terminal admittances," *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, IM-13, no.4, pp.189-197, 1964.
- [8] L Johnson, et al. "Final report on the APMP comparison of capacitance at 100 pF (APMP supplementary comparison APMP.EM-S7)," *Metrologia* 2008, 45 Tech. suppl. 01003.
- [9] 中村 安宏, 堂前 篤志, "ものづくり産業の国際競争力を支援する電気標準," シンセシオロジー, vol.3, No.3, pp. 213-222, 2010.
- [10] A. Domaie, N. Sakamoto and Y. Nakamura, "Monitoring of NMIJ standard capacitors during the last 10 years," *Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM) Conference Digest*, Daejeon, Korea, pp.424-425, 2010.
- [11] Y. Nakamura, et al, "A Multifrequency Quadrature Bridge for Realization of the Capacitance Standard at ETL," *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 48, no. 2, pp.351-355, 1999.
- [12] G. W. Small, et al, "A bridge for the comparison of resistance with capacitance at frequencies from 200 Hz to 2 kHz", *Metrologia*, vol.38, no.4, pp. 363-368, 2001.
- [13] B. P. Kibble and G. H. Rayner, "Coaxial AC bridges," Adam Hilger Ltd, Bristol, 1984.
- [14] R. D. Cutkosky and J. Q. Shields, "The precision measurement of transformer ratios", *IRE Trans. Instrum.* vol.9, pp. 243-250, 1960.
- [15] P C Coogan, J M Darlow, J R Fiander and G W Small, "200 kΩ ac resistance transfer standard," *Metrologia*, vol.38, no.6, pp. 503-507, 2001.
- [16] Y. Nakamura and H. Fujiki, "An analysis on the uncertainty of calculating the time constant of the quadrifilar reversed resistor," 産総研計量標準報告, vol. 3, no. 3, 341-348, 2004.

[17] A. M. Thompson, "Precise calibration of ratio transformers," *IEEE Trans. Instrum. Meas.* vol.32, no.1, pp. 47-50, 1983.

[18] 中村安宏, "Two-stage型誘導分圧器の校正と不確かさ評価," 産総研計量標準報告, vol.4, no.1, pp.45-52, 2005.

第4章 より安定な計測機器開発

4.1 まえがき

QHR を基準としてキャパシタンス標準を実現する手順において、交流抵抗器はキャパシタとの比較に使用される非常に重要な計測用機器である。キャパシタンス標準で使用する交流抵抗器には、交流における抵抗値の経時変化が小さく、測定周波数などの測定条件の変化に対して抵抗値の変化が小さいことが要求される。現在、NMIJ のキャパシタンス標準において使用している交流抵抗器は、市販の金属箔抵抗素子（従来型金属箔抵抗素子）を利用して製作したものである。

本研究では、従来型金属箔抵抗素子を用いた製作した交流抵抗器の交流抵抗値について長期評価を行うことで、この種の抵抗器を長期的に使用し続ける際の課題を明らかにした。そして、この課題を解決に導くため、最近開発された金属箔抵抗素子（高安定金属箔抵抗素子）に着目して検討を行った。具体的には、高安定金属箔抵抗素子の抵抗値に測定条件が与える影響、具体的には交流特性（抵抗値の周波数依存性および位相角）と印加電流による抵抗値の変化（電流依存性）を詳細に評価し、高安定金属箔抵抗素子がキャパシタンス標準において使用可能な性能を有するかどうかを実験的に明らかにした。本章では、上述の一連の取り組みについて記述する。

4.2 従来型金属箔抵抗素子を用いた交流抵抗器

4.2.1 従来型金属箔抵抗素子を用いた交流抵抗器の概要

キャパシタンス標準で使用するものを含め、NMIJ で使用する多くの交流抵抗器は NMIJ で製作したものである。製作に際し、オーストラリアの NMI (National Measurement Institute, Australia: NMIA) で開発された交流抵抗器^[1]を参考に、NMIJ の中村安宏が設計を行った。その設計を基に、市販の従来型金属箔抵抗素子を利用して製作を行った。

市販の従来型金属箔抵抗素子を採用した理由として、抵抗値が公称抵抗値に対して 0.01 % より良い精度で合わせ込まれており、かつ、室温付近における抵抗値の温度に対する変化（温度係数）が $1 \mu\Omega/\Omega$ オーダーと非常に小さい素子が存在したこと、があげられる。図

4-1 に交流抵抗器の製作に使用した従来型金属箔抵抗素子の写真を示す。

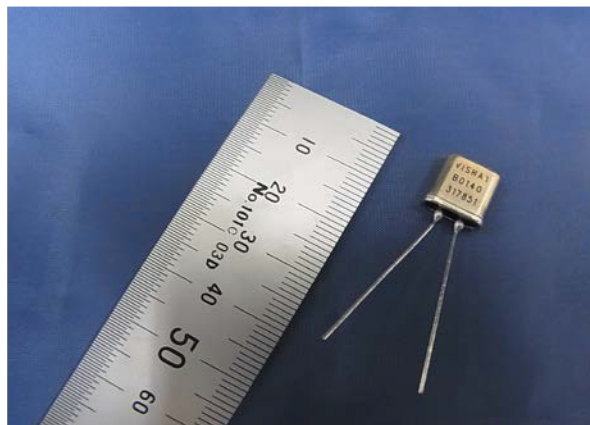


図 4-1 交流抵抗器の製作に使用した従来型金属箔抵抗素子

NMIJ では、キャパシタンス標準用も含め、従来型金属箔抵抗素子を利用した交流抵抗器を複数製作した。4.2.2 では、それらの中で抵抗値の長期的な変化（長期履歴）が特徴的であった 4 端子対型の 10 k Ω 交流抵抗器（製造番号：MIJ200210-01）について記述する。図 4-2 に 4 端子対型 10 k Ω 交流抵抗器の写真を示す。また、表 4-1 にその仕様をまとめる。



図 4-2 4 端子対型 10 k Ω 交流抵抗器

表 4-1 4 端子対型 10 kΩ 交流抵抗器の仕様

| | |
|---|------------------------|
| Nominal value | 10 kΩ |
| Serial number | MIJ200210-01 |
| Terminal | 4 terminal-pair |
| Connector | BPO |
| Phase angle | Adjusted to be Zero |
| Dimensions in packaging (Width × Depth × Height) | 100 mm × 80 mm × 83 mm |

4.2.2 4 端子対型 10 kΩ 交流抵抗器の長期履歴評価

4 端子対型 10 kΩ 交流抵抗器の交流抵抗値を、QHR を基準に、2002 年から年 2 回以上の頻度で定期的に測定し、交流抵抗値の長期的な変化を明らかにした。図 4-3 にその結果を示す。測定条件は、測定周波数：1 kHz、印加電圧：実効値 1 V、である。また、測定は 23 °C ± 0.5 °C に管理された恒温実験室内で行った。測定を行わない際も、4 端子対型 10 kΩ 交流抵抗器は 23 °C ± 0.5 °C に管理された恒温実験室内に保管した。

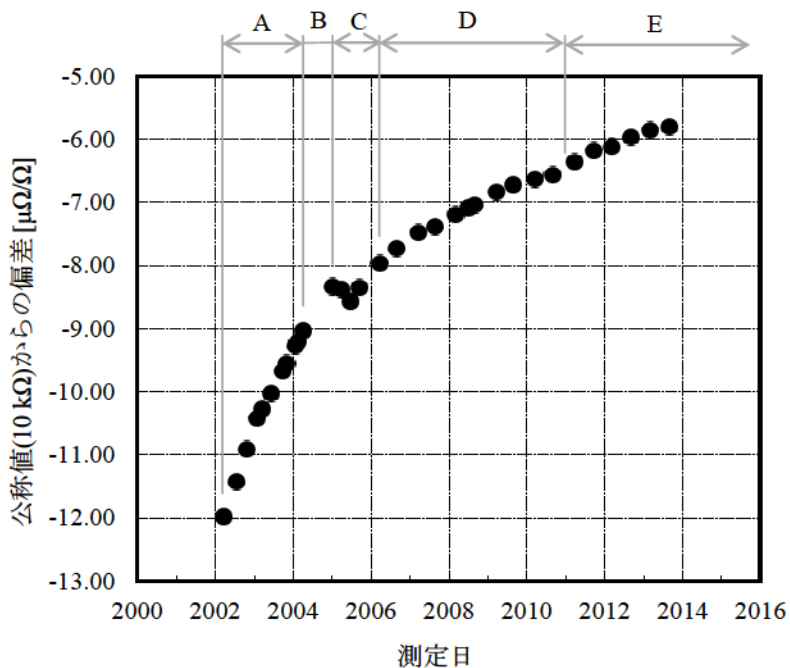


図 4-3 4 端子対型 10 kΩ 交流抵抗器の長期履歴

4.2.3 従来型金属箔抵抗素子を用いて製作した交流抵抗器の課題

図 4-3 において、期間 A (抵抗器を製造した直後 1 年) では、抵抗値の年間変化率が $1.5 \mu\Omega/\Omega$ と電気標準の分野で用いるには小さくはない抵抗値変化を示した。期間 B では、4 端子対型 $10 \text{ k}\Omega$ 交流抵抗器を保管する実験室の改修工事が行われた。この期間内は、実験室内の温度管理が出来なかったため、交流抵抗器の周囲温度が大きく変動していた。期間 C は、期間 B の工事終了後の 1 年間を表す。この期間において抵抗値が一時的に減少傾向を示したのは、期間 B における周囲温度変化の影響と考えられる。その後、期間 D では、交流抵抗値は増加を続け、その変化の様子は 2 次曲線で近似可能であった。期間 D と期間 E は、東日本大震災 (2011 年 3 月 11 日) の前後で区切った。期間 E は東日本大震災後の結果である。期間 D と E の期間を拡大したグラフを図 4-4 に示す。

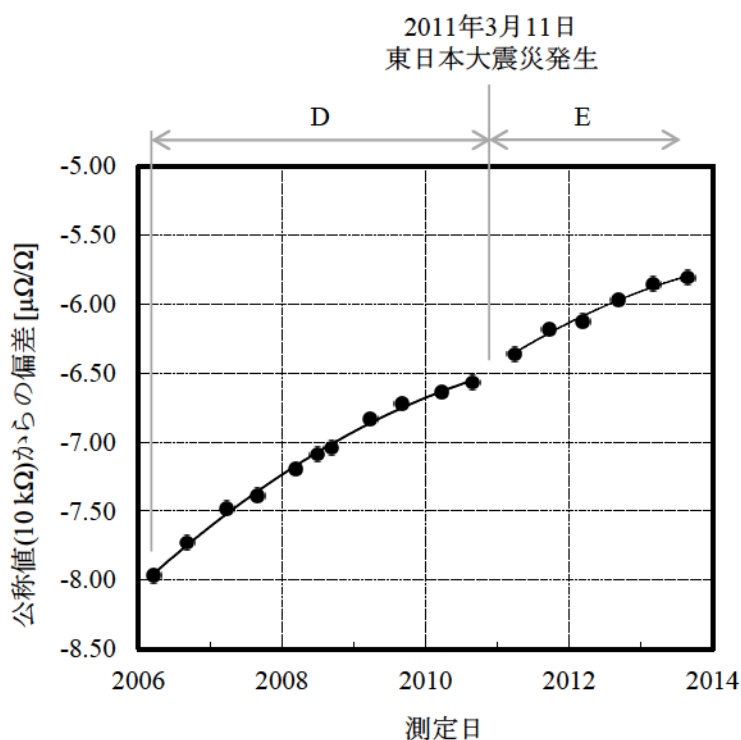


図 4-4 東日本大震災前後における 4 端子対型 $10 \text{ k}\Omega$ 交流抵抗器の履歴

図 4-4 中の実線は期間 D の測定結果の分布を 2 次曲線で近似したもの、点線は期間 E の測定結果の分布を 2 次曲線で近似したもの、をそれぞれ表す。この実線と点線の変化の様子から、抵抗値の変化の傾向が、東日本大震災を境にして僅かながらではあるが、異なっている様子が伺える。2011 年 3 月 11 日の東日本大震災発生直後から 3 月 24 日まで実験室

への電力供給が停止したため、実験室内の温度を $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ に保つことができず、4 端子対型 $10\text{ k}\Omega$ 交流抵抗器は普段より大きな周囲温度の変化にさられた。この温度変化に起因して、抵抗値の変化の傾向が変わったと推測される。

4 端子対型 $10\text{ k}\Omega$ 交流抵抗器の長期履歴評価により、キャパシタンス標準で使用している従来型金属箔抵抗素子を用いて製作した交流抵抗器における 2 つの課題、

課題 1：製造直後は抵抗値の年間変化率が大きく、安定するまで長い期間を要する

課題 2：周囲温度の大きな変化に起因して抵抗値の変化の傾向が変わってしまう

を明らかにした。これら課題は、従来型金属箔抵抗素子を用いて製作した他の交流抵抗器においても確認されている。

4.3 高安定金属箔抵抗素子

4.3.1 高安定金属箔抵抗素子の概要

4.2.3 で明らかにした従来型金属箔抵抗素子を用いて製作した交流抵抗器の課題を解決に導くものとして、高安定金属箔抵抗素子^{[2][3]}に注目した。この素子は、直流抵抗標準の高度化を目的に、NMIJ の金子晋久が中心となって企業と共同で開発を行っているものである。

従来型金属箔抵抗素子では、素子を構成する金属箔抵抗とそれを支える部材（支持部材）との特性（熱膨張係数など）が完全には一致しないことから、周囲温度の変化等に起因してこれらの間に機械的ストレスが生じてしまう場合がある。この機械的ストレスを小さくすることが、抵抗値の温度係数や長期変化を小さく抑えるために有効であると知られている^{[4][5]}。しかしながら、従来型金属箔抵抗素子では、金属箔抵抗が厚さ $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下と非常に薄いため、金属箔抵抗の形状を保持するための支持部材が必要となっている。そのため、金属箔抵抗と支持部材の間の機械的ストレスを今以上に小さくすることが困難であった。この機械的ストレスの課題を解決するため、金子らは金属箔抵抗の厚さを比較的厚い $50\text{ }\mu\text{m}$ 程度とし、支持部材がなくとも金属箔抵抗の形状を保持可能な新たな構造を採用して、高安定金属箔抵抗素子を製作した。

また、金子らは金属箔抵抗の酸化に伴う抵抗値変化を小さく抑えるため、金属箔抵抗の表面に化学薬品によって酸化膜を形成させ、アニール処理を施している。図 4-5 に金子らが明らかにした高安定金属箔抵抗素子における“金属箔抵抗の表面処理”と“抵抗値の経時変化”の関係を示す。図 4-5 の縦軸は初期値からの抵抗値の変動を相対値で表示、横軸は経過

時間を表す。1) 金属箔抵抗に何も処理を加えない場合（図 4-5 中の No treatment）、2) 化学薬品による酸化膜形成処理のみを行った場合（Chemical treatment）、3) アニール処理のみを施した場合（Annealing）、の 3 つの場合では、抵抗値は製造直後から大きな変化を示し、100 日を経過するまでの抵抗値の変化の大きさは $\pm 0.5\mu\Omega/\Omega$ を超えている。しかしながら、酸化膜形成処理とアニール処理を組み合わせさせた場合（Chemical treatment + annealing）は、抵抗素子の製作直後から抵抗値の変化が小さく、その状態が 200 日以上も継続している。

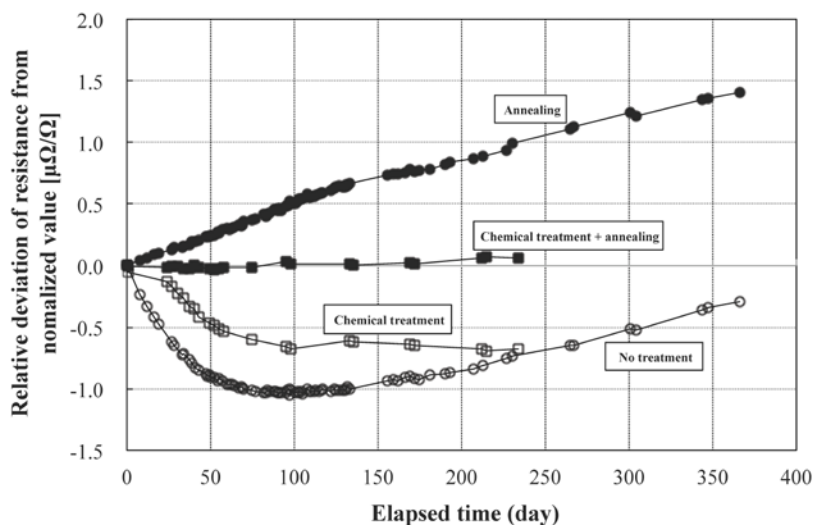


図 4-5 高安定金属箔抵抗素子における金属箔抵抗の表面処理と経年変化の関係⁽³⁾

図 4-6(a)に高安定金属箔抵抗素子、図 4-6(b)に高安定金属箔抵抗素子を利用して製作した直流抵抗測定用の抵抗器の写真を示す。

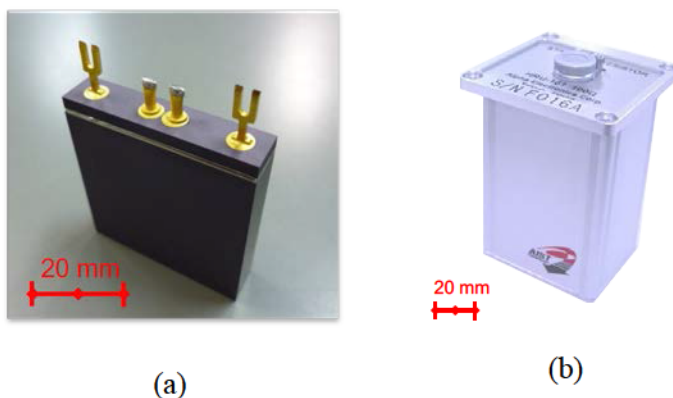


図 4-6 高安定金属箔抵抗素子の写真: (a) 抵抗素子単体, (b) 直流測定用抵抗器

4.3.2 高安定金属箔抵抗素子に関する先行研究

高安定金属箔抵抗素子を利用して製作した直流測定用抵抗器（図 4-6(b)）の直流における特性は、NMIJ の坂本泰彦らが精密に測定している^[2]。その特性を表 4-2 にまとめる。表 4-2 から、高安定金属箔抵抗素子は、直流における抵抗値の年間変化率が非常に小さく、温度・湿度・大気圧といった周囲環境が抵抗値に与える影響も非常に小さい、高い性能を有した抵抗器といえる。

表 4-2 高安定金属箔抵抗素子を利用して製作した直流測定用抵抗器の特性^[2]

| characteristics | value |
|---|--|
| nominal value | 100 Ω |
| a drift rate | < 0.1 (μΩ/Ω)/year, |
| temperature coefficient | < 0.15 (μΩ/Ω)/°C at 23 °C |
| change in resistance due to relative humidity variation | < 0.01 μΩ/Ω in the 35–80 % range |
| change in resistance due to pressure variation | < 0.025 μΩ/Ω in the 700–1200 hPa range |
| size (1 element) | 7 mm × 32 mm × 42 mm |
| size (packaged for DC measurements) | 56 mm × 56 mm × 77 mm |

図 4-7 に、坂本泰彦らが測定した高安定金属箔抵抗素子の直流抵抗値の経時変化^[2]を示す。図 4-5 の縦軸は初期値からの抵抗値の変動を相対値で表示、横軸は経過時間を表す。各色の実線は、抵抗器の抵抗値の変化を表す。図中の 2009 年 10 月から 2009 年 12 月の期間にかけて、温度係数の評価を行っている。この評価では、直流抵抗器の周囲温度を 28 °C から 18 °C の間で段階的に変化をさせている。

図 4-7 において、測定を行った 10 個以上の抵抗器の抵抗の変化はほぼ同様の傾向を示している。そして、この経時変化の測定は高安定金属箔抵抗素子の製作直後から開始されているが、抵抗値の変化は測定開始直後から安定している。

また、図 4-7 において、温度係数の測定を行う直前の 2009 年 10 月と直後の 2009 年 12 月で測定結果を比較すると抵抗値に大きな差異は見られない。また、この期間の前後で抵抗値の変化の傾向にも大きな変化は見受けられない。この結果から、周囲温度が大きく変化しても、高安定金属箔抵抗素子の抵抗値の変化の傾向は変わらない、と判断できる。

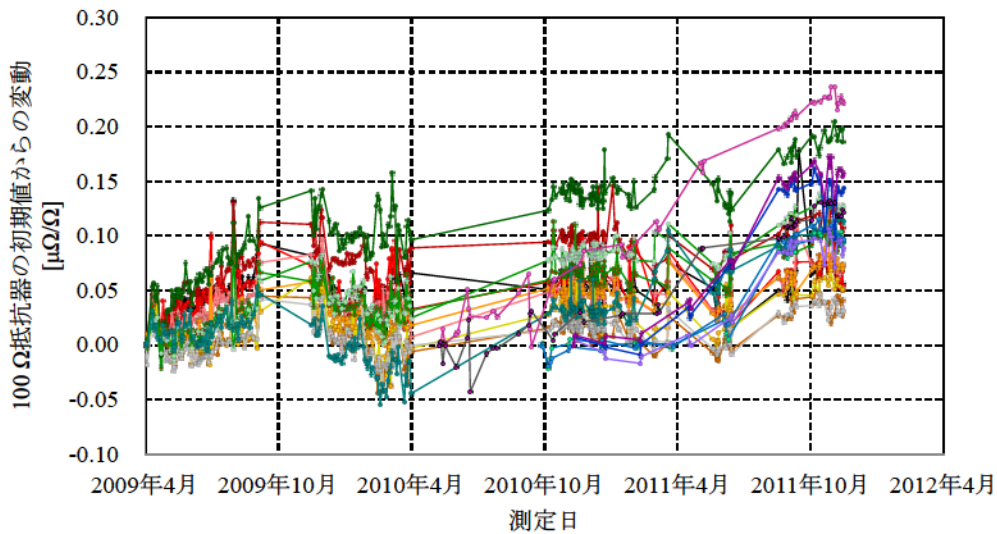


図 4-7 高安定金属箔抵抗素子の抵抗値の経時変化⁽²⁾

上述のように、従来型金属箔抵抗素子でみられた課題（4.2.3 に記述）は、高安定金属箔抵抗素子では確認されなかった。そのため、抵抗値がより安定した交流抵抗器を実現するために、高安定金属箔抵抗素子は非常に有望であると考えた。しかしながら、測定条件が高安定金属箔抵抗素子の抵抗値に与える影響が明らかとなっていなかった。そこで、本研究ではキャパシタンス標準で抵抗器を使用する際に重要となる測定条件が抵抗値に与える影響、具体的には、交流特性（抵抗値の周波数依存性、位相角）および電流依存性を詳細に評価した。

4.3.3 高安定金属箔抵抗素子を用いた抵抗器の製作

4.3.2 に記述した坂本泰彦らの高安定金属箔抵抗素子に関する先行研究^[2]はすべて直流において行われており、100 Ω の高安定金属箔抵抗素子を用いて製作した直流測定用抵抗器（図 4-6(b)）が評価対象であった。本研究では交流特性の評価を行うため、精密な交流抵抗測定に適した構造の抵抗器を製作する必要がある。そこで、本研究では、100 Ω の高安定金属箔抵抗素子を用いて 4 端子対構造の抵抗器を新たに製作した。4 端子対構造の抵抗器は端子の変換治具を用いることにより、精密な直流抵抗測定にも使用可能である。4 端子対構造の抵抗器は 2 個製作し、それぞれのシリアル番号を #1 と #2 とした。#1 と #2 はどちらも公称値 100 Ω であるが、使用する高安定金属箔抵抗素子の数が異なる。#1 では 4 個の 100 Ω 素子を直並列に接続して全体の抵抗値を 100 Ω とし、#2 は 1 個の素子のみで 100 Ω とした。

#1 と#2 とで使用する高安定金属箔抵抗素子の数を変えた理由は、素子数が電気的特性に与える影響を評価するためである。たとえば、温度係数がゼロの抵抗器を製作したい場合、ゼロ温度係数の抵抗素子を 1 個作製するよりも、複数の抵抗素子の中から温度係数がゼロになる組み合わせを見つける方が容易である。このように、抵抗器を製作する際、所望の特性を実現する 1 個の抵抗素子を製作するよりも、複数の抵抗素子の特性を組み合わせで所望の特性に調整する方が容易である。つまり、歩留まりの観点から、複数の抵抗素子を使用して抵抗器を作製する方が有利である。しかしながら、複数の抵抗素子を使用して抵抗器を製作した場合、その内部構造は複雑化し、この複雑化に起因して電気特性が変化する可能性がある。この内部構造の複雑化に起因した電気特性の違いを定量的に明らかにするため、#1 と#2 において、使用する高安定金属箔抵抗素子の数に違いを設けた。

図 4-8 に製作した 4 端子対型抵抗器の写真を示す。また、その仕様を表 4-3 にまとめる。



図 4-8 高安定金属箔抵抗素子を用いて製作した 4 端子対型抵抗器

表 4-3 高安定金属箔抵抗素子を用いて製作した 4 端子対型抵抗器の仕様

| | |
|--|--|
| Nominal value | 100 Ω |
| Serial number / number of resistance elements | #1 / four resistance elements #2 / one resistance element |
| Terminal | 4 terminal-pair |
| Connector | BNC |
| Phase angle | No adjustment |
| Dimensions in packaging (Width \times Depth \times Height) | 95 mm \times 95 mm \times 95 mm |

4.4 交流特性の評価

4.4.1 交流特性評価の手順

高安定金属箔抵抗素子を用いて製作した 4 端子対型抵抗器の抵抗および位相角の周波数に対する変化を評価した。図 4-9 にその評価手順を示す。

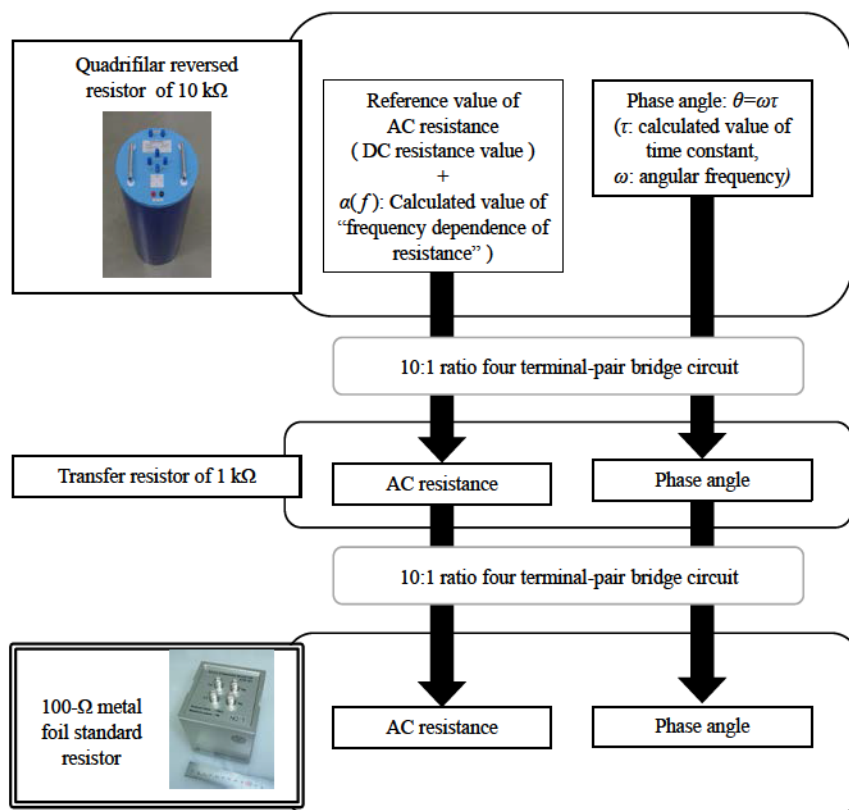


図 4-9 交流特性の評価手順

4 端子対型交流抵抗器の交流抵抗の周波数依存性は、交直差計算可能抵抗器(図 4-9 の Quadrifilar reversed resistor)^[6]の計算で求めた抵抗値の周波数による変化: $\alpha(f)$ を基準に評価した。また、位相角は交直差計算可能抵抗器の時定数: τ ^[7]を基準に評価した。評価に使用した交直差計算可能抵抗器の公称値は 10 kΩ である。そのため、まず、交直差計算可能抵抗器を基準に電源電圧比 10:1 の 4 端子対型ブリッジ回路 (10:1 ratio four terminal-pair bridge circuit) を使用して仲介抵抗器 (Transfer resistor of 1 kΩ) の抵抗値の周波数依存性、および位相角を測定した。次に、この仲介抵抗器を基準として、電源電圧比 10:1 の 4 端子対型ブリッジ回路を使用して、高安定金属箔抵抗素子を用いて製作した 4 端子対型交流抵抗器

(100 Ω metal foil standard resistor) の抵抗値の周波数依存性、および位相角を測定した。

測定周波数は 0.398 kHz, 0.995 kHz, 1.592 kHz, 1.989 kHz と段階的に変化させて、測定を行った。その際の、4 端子対型ブリッジ回路の電源電圧値は一定とした。測定周波数を 0.4 kHz、1 kHz、2 kHz から僅かながらずらしたのは、商用電源 (50 Hz) の高調波成分の影響を避けるためである。

本研究では、測定に使用する 4 端子対型ブリッジ回路の周波数特性を事前に評価することが重要となる。4 端子対型ブリッジ回路において、周波数を変化させることによって特性が変わると考えられるのは電源電圧比である。このため、電源電圧比 10:1 を実現するために使用する精密トランスについて、その電源電圧比 10:1 の周波数に対する変化を NMIJ が維持・管理する誘導分圧器の分圧比の校正システム^[8]を用いて評価した。そして、その電源電圧比の評価結果を基に、4 端子対型交流抵抗器の交流特性評価結果に補正を加えた。また、精密トランスの電源電圧比評価の不確かさの推定も行った。

4.4.2 抵抗値の周波数依存性の評価

抵抗値の周波数依存性の測定結果を図 4-10 に示す。

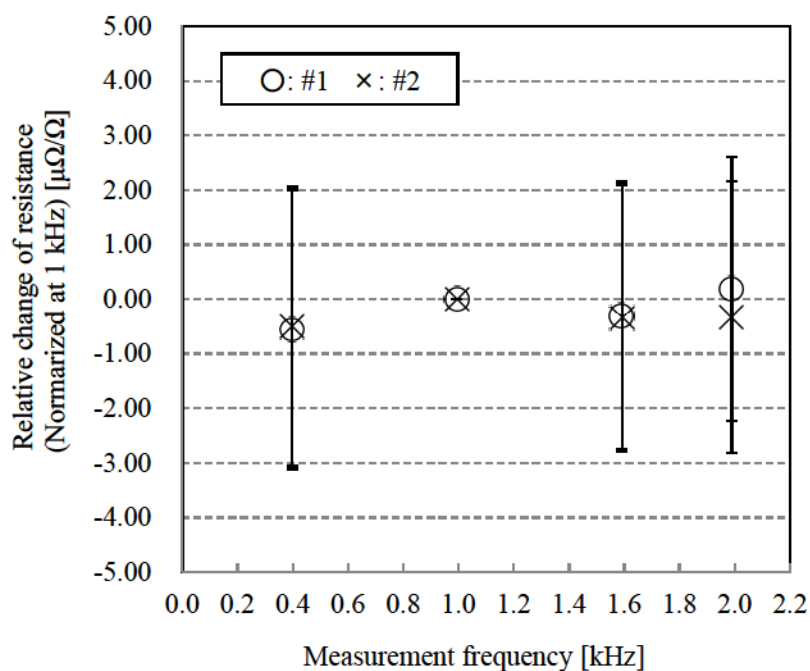


図 4-10 抵抗値の周波数依存性 (1 kHz 基準)

この図では、0.995 kHz (約 1 kHz) での値を基準として、その値からの相対偏差を示している。#1 の結果を“○”、#2 の結果を“×”で示し、各点のエラーバーは、それぞれの測定の拡張不確かさを表す。周波数 2 kHz 以下では拡張不確かさの範囲において周波数依存性は確認されなかった。また、#1 と#2 で結果に有意な差は見られなかった。

#1 の測定における不確かさ評価を表 4-4 にまとめる。タイプ B の不確かさ要因として、交直差計算可能抵抗器の $\alpha(f)$ の推定、4 端子対型ブリッジ回路の 10:1 電源電圧比、ブリッジ回路測定における測定感度、4 端子対定義の実現の不完全性、を考慮した。また、タイプ A の不確かさ要因として、繰り返し測定 (3 回) における測定値のばらつきを考慮した。不確かさ評価の結果、各測定周波数における拡張不確かさを約 $2.5\mu\Omega/\Omega$ と推定した。#2 の不確かさ評価の結果も#1 と同様であった。

表 4-4 抵抗の周波数依存性評価の不確かさ (シリアル番号#1)

| Source of uncertainty | | Measurement frequency | | |
|---|--|-----------------------|-----------|-----------|
| | | 0.398 kHz | 1.592 kHz | 1.989 kHz |
| Comparison measurement between “10-k Ω quadrifilar reversed resistor” and “1-k Ω transfer resistor” | Calculated ac-dc difference of the quadrifilar reversed resistor | 0.016 | 0.016 | 0.016 |
| | In-phase component of the 10:1 transformer ratio | 0.041 | 0.041 | 0.041 |
| | Sensitivity of the measurements | 0.060 | 0.060 | 0.060 |
| | Realization of the four-terminal-pair condition | 0.18 | 0.18 | 0.18 |
| Comparison measurement between “1-k Ω transfer resistor” and “100- Ω metal-foil standard resistor” | In-phase component of the 10:1 transformer ratio | 0.041 | 0.041 | 0.041 |
| | Sensitivity of the measurements | 0.18 | 0.18 | 0.18 |
| | Realization of the four-terminal-pair condition | 1.2 | 1.2 | 1.2 |
| Repeated measurements (3 times) | | 0.45 | 0.16 | 0.13 |
| Combined relative standard uncertainty | | 1.3 | 1.2 | 1.2 |
| Expanded relative uncertainty ($k = 2$) | | 2.5 | 2.4 | 2.4 |

4.4.3 位相角の評価

位相角の測定結果を図 4-11 に示す。#1 の結果を“○”、#2 の結果を“×”で示し、各測定点のエラーバーは拡張不確かさを表す。測定結果が周波数に対して直線的する傾向が見られたため、最小二乗法を適用し、位相角変化の近似直線を求めた。その近似直線を図 4-11 に実線で示す。近似直線の傾きは、#1 では $23.10 \mu\text{rad}/\text{kHz}$ 、#2 では $20.98 \mu\text{rad}/\text{kHz}$ であった。交流抵抗器の時定数を近似直線の傾きと角周波数の比から算出したところ、位相角は#1 で 3.7 ns 、#2 で 3.3 ns であった。

#1 の測定における不確かさ評価を表 4-5 にまとめる。タイプ B の不確かさ要因として、交直差計算可能抵抗器の時定数 τ の推定、4 端子対型ブリッジ回路の電源電圧比 10:1、ブリッジ回路測定における測定感度、4 端子対定義の実現の不完全性、を考慮した。また、タイプ A の不確かさ要因として、繰り返し測定（3 回）における測定値のばらつきを考慮した。#2 の不確かさ評価の結果も#1 と同様であった。

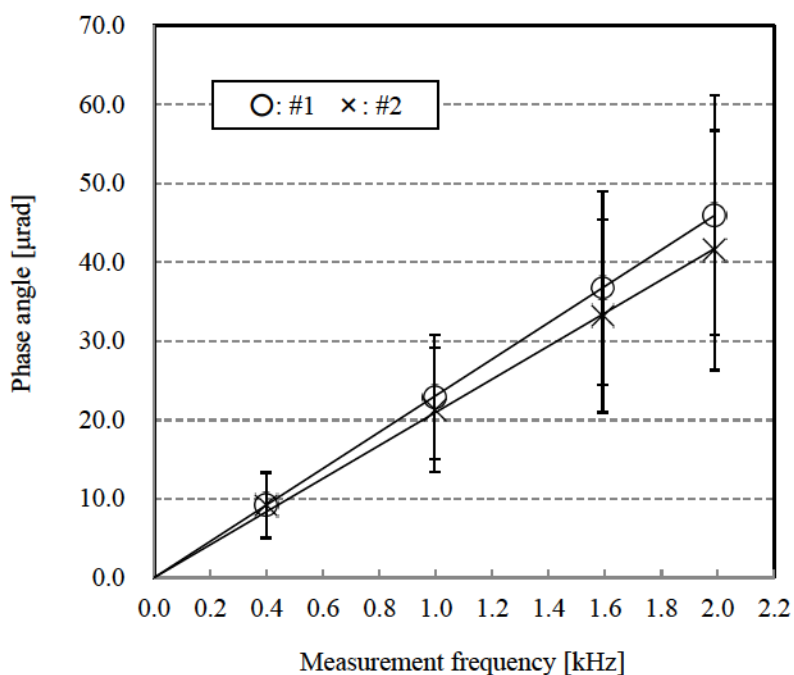


図 4-11 位相角の測定結果

表 4-5 位相角測定の不確かさ (シリアル番号#1)

($\times 10^{-6}$)

| Source of uncertainty | | Measurement frequency | | | |
|---|---|-----------------------|-----------|-----------|-----------|
| | | 0.398 kHz | 0.995 kHz | 1.592 kHz | 1.989 kHz |
| Comparison measurement between “10-k Ω quadrifilar reversed resistor” and “1-k Ω transfer resistor” | Calculated time constant of the quadrifilar reversed resistor | 1.5 | 3.8 | 6.0 | 7.5 |
| | Imaginary components of the 10:1 transformer ratio | 0.12 | 0.12 | 0.12 | 0.12 |
| | Sensitivity of the measurements | 0.17 | 0.07 | 0.04 | 0.04 |
| | Realization of the four-terminal-pair condition | 0.18 | 0.18 | 0.18 | 0.18 |
| Comparison measurement between “1-k Ω transfer resistor” and “100- Ω metal-foil standard resistor” | Imaginary components of the 10:1 transformer ratio | 0.12 | 0.12 | 0.12 | 0.12 |
| | Sensitivity of the measurements | 0.69 | 0.28 | 0.17 | 0.14 |
| | Realization of the four-terminal-pair condition | 1.2 | 1.2 | 1.2 | 1.2 |
| Repeated measurements (3 times) | | 0.28 | 0.05 | 0.21 | 0.10 |
| Combined standard uncertainty | | 2.1 | 3.9 | 6.1 | 7.6 |
| Expanded uncertainty ($k = 2$) | | 4.1 | 7.9 | 12 | 15 |

4.5 電流依存性の評価

4.5.1 電流依存性の評価手順

高安定金属箔抵抗素子を用いて製作した 4 端子対型抵抗器の抵抗値の電流に対する変化 (電流依存性) を詳細に評価した。試験電流は直流で、電流範囲は 50 μ A から 5 mA とした。評価手順を図 4-12 に示す。また、この評価において、評価対象である 4 端子対型交流抵抗器、仲介器である 10- Ω 抵抗器および、電流依存性評価の基準のそれぞれに流した電流の値を表 4-6 にまとめる。

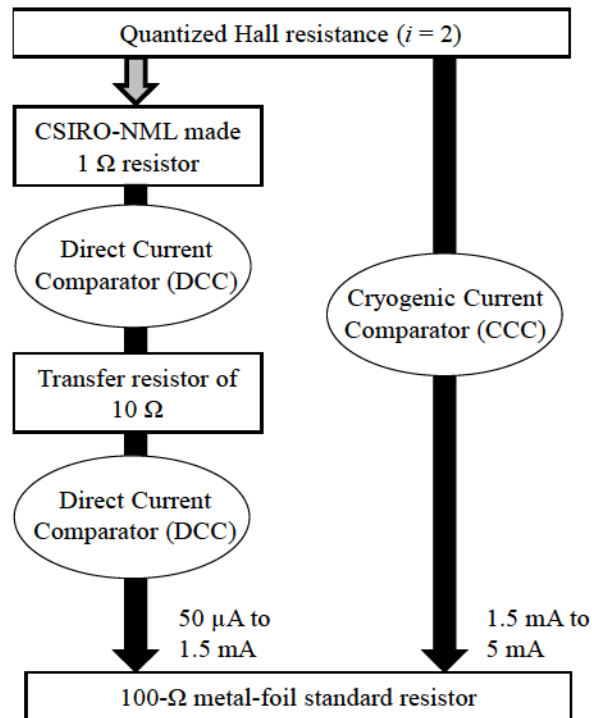


図 4-12 電流依存性の評価手順

表 4-6 電流依存性評価における各抵抗での電流値

| Reference | Reference: CSIRO-NML 1-Ω resistor | | | | | Reference: QHR ($i=2$) | | |
|------------------------------------|-----------------------------------|--------|--------|--------|--------|--------------------------|--------|-------|
| | 5 mA | 10 mA | 50 mA | 100 mA | 150 mA | 12 μA | 21 μA | 39 μA |
| 10-Ω transfer resistor | 500 μA | 1 mA | 5 mA | 10 mA | 15 mA | - | - | - |
| 100-Ω metal-foil standard resistor | 50 μA | 100 μA | 500 μA | 1 mA | 1.5 mA | 1.5 mA | 2.7 mA | 5 mA |

電流範囲 50 μA から 1.5 mA における評価： この電流範囲における電流依存性は Commonwealth Scientific and Industrial Research Organisation-National Measurement Laboratory (オーストラリア連邦科学産業研究機構計測標準研究所: CSIRO-NML、現 NMIA) 製の 1-Ω 抵抗器 (serial number: 64162) を基準に評価した。この 1-Ω 抵抗器は 23.000 °C に制御された恒温オイルバスで管理した。また、CSIRO-NML 1-Ω 抵抗器の抵抗値は QHR を基準に校正されており、その際の電流値は 50 mA である。図 4-12 の灰色の矢印は、この QHR による抵抗値校正を表す。

ETL の中西正和らによる CSIRO-NML 1-Ω 抵抗器の電流依存性評価の結果^[9]から、1.0 A

以下におけるこの 1- Ω 抵抗器の電流依存性をゼロと判断した。そして、その標準不確かさは、文献[9]の測定結果が $\pm 1 \mu\Omega/\Omega$ の範囲に分布していることから、短形分布を仮定して $0.58 \mu\Omega/\Omega$ と推定した。

本評価では、QHR を基準に 1- Ω 抵抗器の直流抵抗値を測定し、その際の電流は 50 mA とした。また、評価用機器として 10:1 比をもった直流電流比較器 (DCC, Measurement International 6010D)、仲介抵抗器として 10- Ω 抵抗器 (Yokokawa, Model 2781) を用いた。10- Ω 抵抗器も 23.000 °C に制御された恒温オイルバスで管理した。

電流範囲 1.5 mA から 5 mA における測定： この電流範囲における電流依存性は、QHR の $i=2$ のプラトーにおける抵抗値を基準に評価した。この評価を行うとき、QHR はガイドライン^[10]に記載されている推奨状態を保持した。本測定の最大電流 (5 mA) は、測定に使用した QHR デバイスにおける量子ホール効果の崩壊電流を考慮して決定した。この QHR デバイスの崩壊電流は 100 μA と評価されている。そのため、表 4-6 に示すように、QHR デバイスに流す電流は崩壊電流と比べて十分に小さい 39 μA までとした。

電流範囲 1.5 mA から 5 mA における電流依存性は、極低温電流比較器 (Cryogenic Current Comparator, CCC) の 2065:16 の比を利用して、QHR を基準に測定した。

4.5.2 電流依存性の評価結果

電流依存性の測定結果を図 4-13 に示す。グラフの縦軸は公称値 100 Ω からの相対偏差、横軸は測定電流を表す。図中の“●”は CSIRO-NML 1- Ω 抵抗器を基準とした測定の結果を、“×”は QHR を基準とした測定結果をそれぞれ表す。各点のエラーバーは測定の相対拡張不確かさを表す。また、図 4-13 の縦軸がゼロ付近における拡大図も示す。

シリアル番号#1 (図 4-13(a)) と #2 (図 4-13(b)) との間に有意な差は見られず、5 mA 以下の範囲では測定の不確かさの範囲内で電流依存性は見られなかった。また、測定結果の一貫性をチェックするため、CSIRO-NML 1- Ω 抵抗器を基準とした測定手順および QHR を基準とした測定手順の両方で 1.5 mA において測定を行ったが、2つの手順によって得られた結果は不確かさの範囲内で一致しており、差は見られなかった。

電流範囲 50 μA から 1.5 mA における#1 の不確かさ評価を表 4-7 に示す。電流が 100 μA 以下では“10- Ω 仲介抵抗器と 4 端子対型交流抵抗器との繰り返し測定に起因する不確かさ”が主たる不確かさ要因であった。電流が 500 μA 以上では、測定の基準として使用した“CSIRO-NML 1- Ω 抵抗器の電流依存性評価の不確かさ”が主たる不確かさ要因であった。

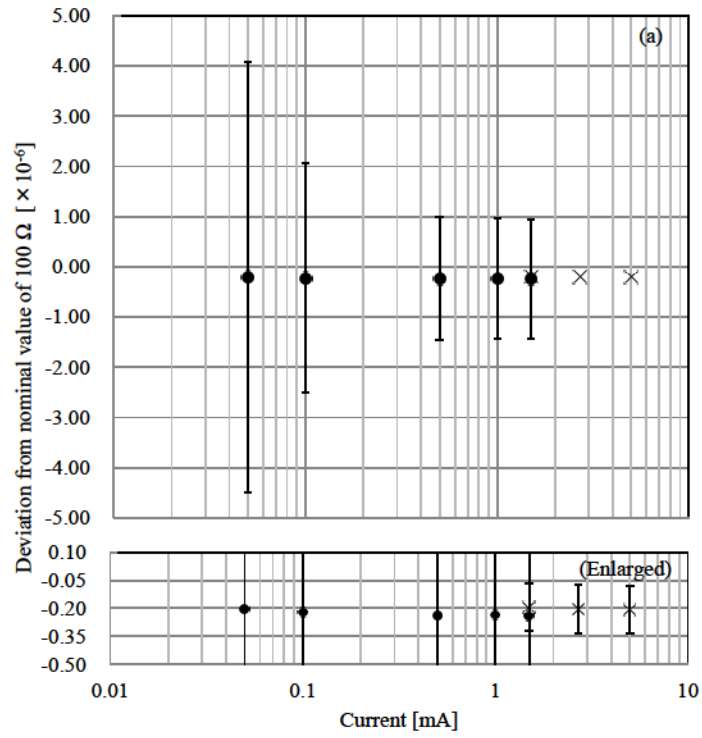


図 4-13 (a) シリアル番号#1 の電流依存性

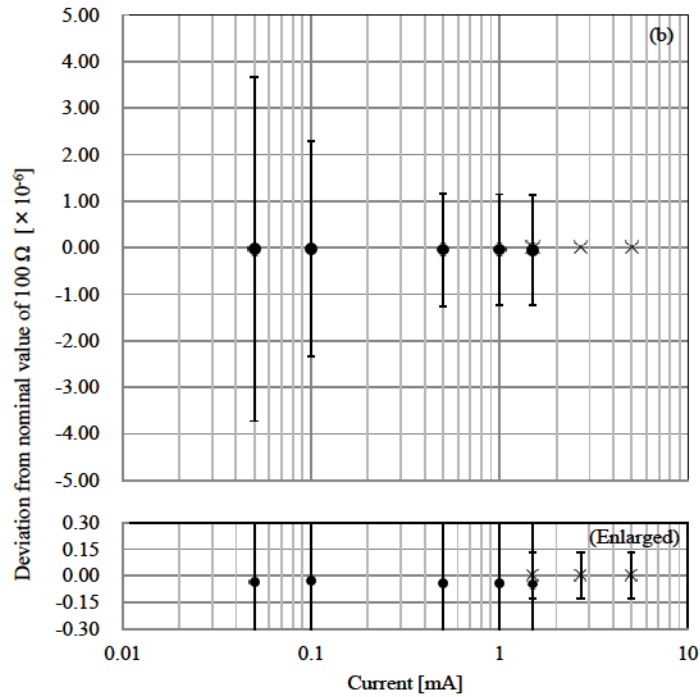


図 4-13 (b) シリアル番号#2 の電流依存性

表 4-7 電流範囲 50 μA から 1.5 mA における不確かさ評価 (シリアル番号#1)

| Source of uncertainty | | Measurement current of 100- Ω metal-foil standard resistor | | | | |
|---|---|--|-------------------|-------------------|-------|--------|
| | | 50 μA | 100 μA | 500 μA | 1 mA | 1.5 mA |
| Comparison measurement between CSIRO-NML 1- Ω resistor (reference) and 10- Ω transfer resistor | Current dependence of CSIRO-NML 1- Ω resistor | 0.58 | 0.58 | 0.58 | 0.58 | 0.58 |
| | Calibration CSIRO-NML 1- Ω resistor at 50 mA based on the QHR | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 |
| | Temperature control of CSIRO-NML 1- Ω resistor | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.005 |
| | DCC ratio error | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| | Repeated measurements (300 times) | 0.73 | 0.38 | 0.07 | 0.04 | 0.04 |
| Comparison measurement between 10- Ω transfer resistor and 100- Ω metal-foil standard resistor | Temperature control of 10- Ω transfer resistor | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.005 |
| | DCC ratio error | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| | Repeated measurements (300 times) | 1.9 | 0.90 | 0.16 | 0.08 | 0.06 |
| Combined relative standard uncertainty | | 2.15 | 1.14 | 0.61 | 0.59 | 0.59 |
| Expanded relative uncertainty ($k=2$) | | 4.3 | 2.3 | 1.2 | 1.2 | 1.2 |

QHR を基準とした電流範囲 1.5 mA から 5 mA における電流依存性測定における不確かさ評価では、QHR と CCC を使用した測定の 100 Ω に対する相対標準不確かさを 0.028×10^{-6} と推定した。しかしながら、測定機器の使用可能期間に起因して、CSIRO-NML 1- Ω 抵抗器を基準とした電流範囲 50 μA から 1.5 mA の電流依存性評価と、QHR を基準とした電流範囲 1.5 mA から 5 mA の電流依存性評価を実施する間に 4 ヶ月の隔たりが生じた。この 4 ヶ月の隔りに起因した抵抗値の経時変化を考慮するため、4 端子対型交流抵抗器の抵抗値の年間変化率 ($< 0.1 (\mu\Omega/\Omega)/\text{year}$ 、表 4-2 に記載) を基に、短形分布を仮定して、“4 端子対型交流抵抗器の抵抗値の経時変化に起因した不確かさ”を推定した。そしてこの不確かさと前述の 0.028×10^{-6} を合成した 0.064×10^{-6} を、QHR を基準とした電流範囲 1.5 mA から 5 mA での電流依存性測定における相対標準不確かさと推定した。拡張相対不確かさは、この相対標準不確かさに包含係数 $k=2$ を乗じた 0.13×10^{-6} とした。

4.6 まとめ

従来型金属箔抵抗素子を用いた交流抵抗器において、抵抗値の長期履歴評価から、この種の抵抗器を使用する際の 2 つの課題：

課題1：製造直後は抵抗値の年間変化率が大きく、安定するまで長い期間を要する、
課題2：周囲温度の大きな変化に起因して抵抗値の変化の傾向が変わってしまう、
を明らかにした。

そして、これらの課題を解決に導くと考えられる高安定金属箔抵抗素子に着目して検討を行った。具体的には、高安定金属箔抵抗素子を用いて2種類の4端子対型交流抵抗器を製作し、その交流特性および抵抗値の電流依存性を評価した。製作した4端子対型交流抵抗器のうち、#1は抵抗素子4個を直並列に接続して、#2は抵抗素子1個で構成した。

交流特性のうち、抵抗値の周波数依存性の結果は、#1、#2共に、拡張不確かさの範囲内で、周波数依存性が確認されなかった。また、位相角は周波数に比例して増加し、その変化の傾きから時定数を#1で3.7 ns、#2で3.3 nsと評価した。

抵抗値の電流依存性の測定結果は、#1、#2共に、拡張不確かさの範囲内で、電流依存性が確認されなかった。

また、交流特性および抵抗値の電流依存性の測定結果において、抵抗素子を4個使用して抵抗器を製作した場合（#1）と1個で製作した場合（#2）とで、結果に有意な差が見られないことが分かった。抵抗素子の数で特性に差が見られないという知見は、抵抗器を製作する際に、歩留まりの向上につながる有益なものである。

上述の結果から、高安定金属箔抵抗素子はキャパシタンス標準で使用するに問題ない性能を有していることが明らかとなった。

4.7 第4章の参考文献

- [1] P. C. Coogan, J. M. Darlow, J. R. Fiander and G. W. Small, “200 k Ω ac resistance transfer standard,” *Metrologia*, vol. 38, pp.503-507.2001.
- [2] Y. Sakamoto, N. Kaneko, T. Oe, M. Kumagai, and M. Zama, “Novel 100- Ω Metal Foil Resistor,” *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 60, no. 7, pp. 2544–2549, 2011.
- [3] N. Kaneko, T. Oe, A. Domae, H. Abe, M. Kumagai, M. Zama, “Development of High-Stability Metal-Foil Standard Resistors for DC and AC Measurements,” *NCSLI Measure: The Journal of Measurement Science*, Vol. 7, No. 4, pp. 34-40, 2012.
- [4] Tinsley 5685 catalogue. [online] Available:
<http://www.tinsley.co.uk/products/standard-resistors/5685.htm>

- [5] B. J. Pritchard and R. C. Grime, "Fabrication of reference standard 1 ohm resistors from Evanohtm S alloy," *Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM) Conference Digest*, Ottawa, Canada, pp. 290–291, Jun. 1990.
- [6] D. L. H. Gibbings, "A design for resistors of calculable a.c./d.c. resistance ratio," *Proc. Inst. Elec. Eng.*, vol. 110, no. 2, pp. 335–347, 1963.
- [7] Y. Nakamura and H. Fujiki, "An analysis on the uncertainty of calculating the time constant of the quadrifilar reversed resistor," 産総研計量標準報告, vol. 3, no. 3, pp. 341–348, 2004.
- [8] 中村安宏, "Two-stage 型誘導分圧器の校正と不確かさ評価," 産総研計量標準報告, Vol. 4, No. 1, pp. 45-52, 2005.
- [9] M. Nakanishi, J. Kinoshita, Y. Sakamoto, and T. Endo, "Current dependence measurement of 1 Ω standard resistors using a cryogenic current source with linear output," *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 50, no. 2, pp. 255–258, 2001.
- [10] F. Delahaye and B. Jeckelmann, "Revised technical guidelines for reliable dc measurements of the quantized Hall resistance," *Metrologia*, vol. 40, no. 5, pp. 217–223, 2003.

第5章 量子効果に基づく計測・評価技術

5.1 まえがき

QHR を起点にキャパシタンス標準を実現するには、交流抵抗器およびキャパシタの比較測定が必要となる。比較測定にはブリッジ回路を用いられるが、その回路に起因した測定の不確かさを小さく抑えるには、正確な電源電圧比を実現し、かつ、その比を小さな不確かさで校正することが必要となる。NMIJ のキャパシタンス標準では、精密トランスの2次側電圧出力を利用して正確な電圧比の実現し、さらに、その比を参照用分圧器の分圧比を基準に校正している。そして、参照用分圧器として、電磁誘導現象を利用して入力電圧を高精度に分圧することができる誘導分圧器 (Inductive Voltage Divider: IVD) ^[1]を用いている。IVD の分圧比は湿度、温度といった周囲環境の影響を受けにくいという利点がある。しかしながら、分圧比が時間の経過とともに変化してしまうため、分圧比の定期的な校正作業が必要となる。その校正作業は煩雑であり非常に時間を要する。

分圧比の新たな基準として量子化ホール抵抗 (QHR) 素子を用いて構成した分圧器 (QHR 分圧器) が NMIJ の金子晋久によって提案されている^[2]。QHR 素子の抵抗値は基礎物理定数の組み合わせ h/e^2 (h : プランク定数, e : 素電荷) によって決まり、その値は原理的に時間の経過とともに変化をしない。また、QHR を利用する際のガイドライン^[3]に従った適切な運用を行えば、周囲環境の変化も抵抗値に影響しない。そのため、QHR 分圧器の分圧比は、周囲環境の影響によって変化をせず、時間の経過によっても変化しないと見込まれている。また、QHR 分圧器の分圧比が時間の経過によって変化しないため、一度その分圧比の評価を行えば、後の定期的な校正作業が不要となるという大きな利点をもつ。

QHR 分圧器の先行研究では、QHR 分圧器を製作し、その動作を確認するだけで、分圧比の定量的な評価を行うまでには至っていない^[4]。そこで、本研究では、QHR 分圧器の分圧比を定量的に評価し、QHR 分圧器が高精度測定に使用可能であることを実証する。

5.2 QHR 分圧器の製作

5.2.1 設計

本研究で製作した QHR 分圧器の構成図を図 5-1 に示す。図 5-1 において、灰色部分が 1 個の QHR 素子を表す。各 QHR 素子の間をつなぐ線は配線を表す。本研究では、複数の QHR 素子 (Hall bar) を 1 枚の基板上に集積化させて QHR 分圧器を製作した。

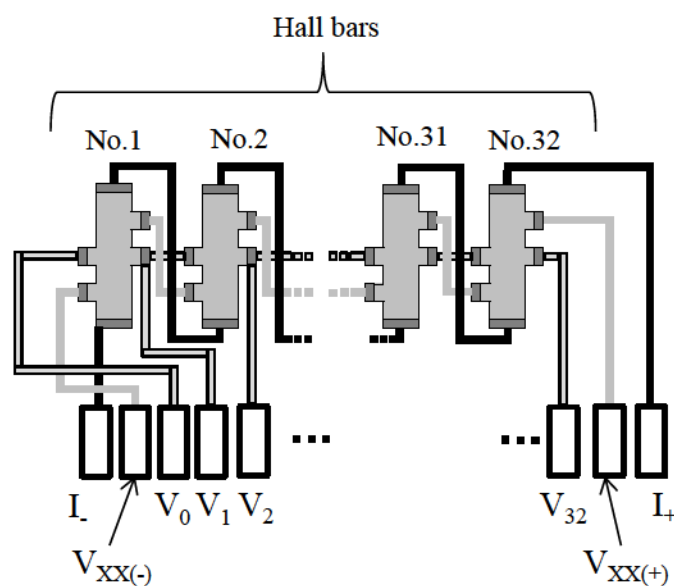


図 5-1 QHR 分圧器の構成図:

以下に本研究で製作した QHR 分圧器の特徴的な点を記す。

- 1) QHR 分圧器は 32 個の QHR 素子から構成した。図 5-1 において、それぞれの QHR 素子を No. 1, No. 2, ..., No. 32 とした。
- 2) 2つの電極: I と I_+ は、それぞれ QHR 素子 No.1 と No. 32, に接続した。これらの電極は、外部電源により QHR 分圧器を駆動させるためのものである。
- 3) 6つの電圧出力用電極: V_n ($n = 1, 2, 4, 8, 16, 32$) は対応する QHR 素子 No. n の高電位側に、 V_0 は QHR 素子 No. 1 の低電位側に配置した。
- 4) QHR 素子の縦抵抗を評価するため、電極 $V_{xx}(+)$ を QHR 素子 No. 32 の高電位側に、電極 $V_{xx}(-)$ を QHR 素子 No.1 の低電位側に、それぞれ配置した。
- 5) QHR 素子を直列に接続するとき、コンタクトおよび配線に起因した抵抗の影

響を考慮する必要がある。これらが分圧比へ与える影響を小さく抑えるため、QHR分圧器の設計では、QHR素子同士を複数の配線で接続することでコンタクトおよび配線の影響を小さくする triple series connection technique^[5]を採用した。

5.2.2 QHR分圧器の製作

QHR分圧器製作の基板には、分子線エピタキシー法で成長させた GaAs/AlGaAs のヘテロ構造基板を用いた。基板のサイズは 4 インチである。基板の層構造ならびに各層の厚さを表 5-1 に記す。2次元電子ガス (2-dimensional electron gas: 2DEG) の電子密度 N_s および移動度 μ は、0.5 K においてそれぞれ $N_s = 4 \times 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ 、 $\mu = 1 \times 10^5 \text{ cm}^2/(\text{V}\cdot\text{s})$ である。

表 5-1 GaAs/AlGaAs ヘテロ構造基板の構造

| Layer | Thickness [nm] |
|--|----------------|
| Si-doped GaAs $N_D = 4.0 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ | 4.8 |
| Si-doped $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ $x \geq 28 \%$ $N_D \approx 2.5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ | 36.8 |
| Undoped $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ $x \geq 28 \%$ | 7.75 |
| Undoped GaAs | 350 |
| Undoped $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ $x \geq 10 \%$ | 50 |
| Undoped GaAs | 30 |
| GaAs substrate | |

QHR分圧器は、以下に記す7つのステップで製作した。

- 1) リン酸ベースのエッチング液 ($\text{H}_3\text{PO}_4/\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O} = 30:10:500$ in volume) を使用したウェットエッチングにより、QHR素子のパターンを作製した。エッチングのレートは室温付近において 90 nm/min 程度で、エッチングの深さは約 200 nm

とした。

- 2) 基板の表面を厚さ 100 nm の SiO₂ 保護膜 (SiO₂ passivation layer) で覆った。その後、コンタクトホールのパターンを反応性イオンエッチング (Reactive Ion etching : RIE) により形成した。反応性イオンエッチングは CHF₃ と O₂ の混合気体中 (CHF₃/O₂ = 40:10; 4.5 Pa) で行った。
- 3) 2DEG への電氣的コンタクトをとるため、AuGe/Ni (140/23 nm) の薄膜を堆積し、その後、基板をアルゴンガス中でアニール処理 (415 °C, 30 s) を行った。ガイドライン^[3]に適合するため、32 個の QHR 素子における電氣的コンタクトは、すべてオーミック特性となる必要がある。
- 4) Ti/Au/Ti (5/250/5 nm) により第一配線層を形成する。配線パターンは、蒸着と、有機溶剤によるリフトオフプロセスにより形成する。
- 5) 感光性ポリイミドにより絶縁層を形成する。スピナーにより基板上に感光性ポリイミドの薄膜を構成し、*i* 線露光装置を用いた露光および現像を行う。その後、ポリイミドパターンのアニール処理 (350 °C, 20 min) を行う。
- 6) ステップ 4 と同じ手順で第二配線層の形成を行う。
- 7) 保護層およびガード電極層はこの上に形成する。本研究の QHR 分圧器では、高電圧での測定を想定していないため、漏れ電流を抑えるためのガード電極層は形成しなかった。

上述の手順 2)において、SiO₂ 保護膜を形成したのは、QHR 分圧器の歩留まりを向上させるためである。AuGe/Ni を堆積させる前に SiO₂ 保護膜を形成することで QHR 素子作製の歩留まりが向上することを、NMIJ の大江武彦らが明らかにしている^[6]。

また、手順 5)の感光性ポリイミドは、配線間の漏れ電流、および短絡による不具合を抑えるために採用した。感光性ポリイミドは高品質の絶縁層として機能し、フォトリソグラフィ技術によって加工することができる^[7]。

製作した QHR 分圧器の写真を図 5-2 に示す。図 5-2 では 32 個の QHR 素子 (幅 100 μm、長さ 500 μm) が triple series connection technique によって直列に接続されている。QHR 分圧器全体のサイズは 9.5 mm × 1.6 mm である。

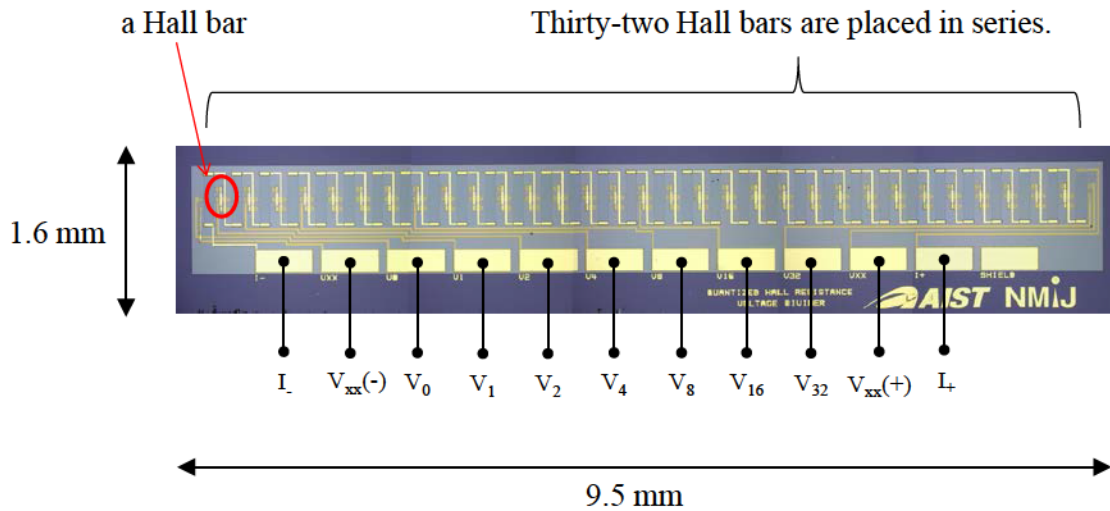


図 5-2 製作した QHR 分圧器の写真:

5.3 ホール抵抗 R_H および縦抵抗 R_{XX} の評価

製作した QHR 分圧器の、印加磁場に対するホール抵抗 R_H の変化を測定した。測定は QHR 分圧器の周囲温度：0.5 K、QHR 分圧器へ流す直流電流：5 μA の条件で行った。図 5-3 にその結果を示す。左軸がホール抵抗 R_H 、横軸が印加磁場を表す。図中、 $R_{H32} \equiv (V_{32} - V_0)/I$ 、 $R_{H16} \equiv (V_{16} - V_0)/I$ 、 $R_{H8} \equiv (V_8 - V_0)/I$ 、 $R_{H4} \equiv (V_4 - V_0)/I$ 、 $R_{H2} \equiv (V_2 - V_0)/I$ 、 $R_{H1} \equiv (V_1 - V_0)/I$ である。測定の結果、印加磁場 8 T から 10 T の領域 ($i=2$ の領域) に渡って、ホール抵抗 R_H に広いプラトーが観測された。また、 $i=2$ のプラトーにおける中心は 8.9 T であった。

また、2つの電極： $V_{XX}(+)$ と V_{32} の間における縦抵抗 $R_{XX} \equiv (V_{32} - V_{XX}(+))/I$ の印加磁場に対する変化も測定した。ここで、 $R_{XX} \equiv (V_{32} - V_{XX}(+))/I$ である。図 5-3 に破線でその結果を示す。図の右軸が縦抵抗 R_{XX} を表す。 R_H が $i=2$ の領域となる磁場範囲において、縦電圧 (V_{32} と $V_{XX}(+)$ の間の電位差) は 1 μV 以下の小さな値であった。そのため、この磁場範囲において、 R_{XX} の大きさは無視できるほど小さい値でとなった。

$i=2$ のプラトーにおけるそれぞれのホール抵抗 R_H の値は、“von Klitzing 定数の協定値 R_{K-90} ” と“QHR 素子の数”の積と等しくなっていた。この結果より、製作した QHR 分圧器は、適切な電源と共に用いることで分圧器として正常に機能することが確認された。

また、QHR 分圧器へ印加できる最大電圧を見積もるため、QHR 分圧器を構成する QHR 素子のホール抵抗が量子化された値から外れてしまう現象 (崩壊現象) ^[8] に至る限界の電流

(崩壊電流) の値を評価した。崩壊電流は、縦抵抗の電流依存性から推定することが可能であるため、QHR 分圧器の2つの電極 V_{XX} (+) と V_{32} 間における縦抵抗 R_{XX} の電流依存性を測定した。測定は、QHR 分圧器の周囲温度が 0.5 K、印加する磁場は $i=2$ のプラトー中心：8.9 T において行った。QHR 分圧器に流す直流電流は $-18 \mu\text{A}$ から $18 \mu\text{A}$ の間で段階的に変化をさせた。この電流範囲は NMIJ で開発した電流源の出力特性によって決まっている。この縦抵抗の電流依存性の測定において、 $-18 \mu\text{A}$ から $+18 \mu\text{A}$ の電流範囲では、縦抵抗 R_{XX} に大きな変化は見られなかった。この結果から、開発した QHR 分圧器を構成する QHR 素子 1 個あたりの崩壊電流は $18 \mu\text{A}$ より大きいと判断した。これより、現段階において、QHR 分圧器へ少なくとも 7.4 V の電圧が印加可能であると推定した。

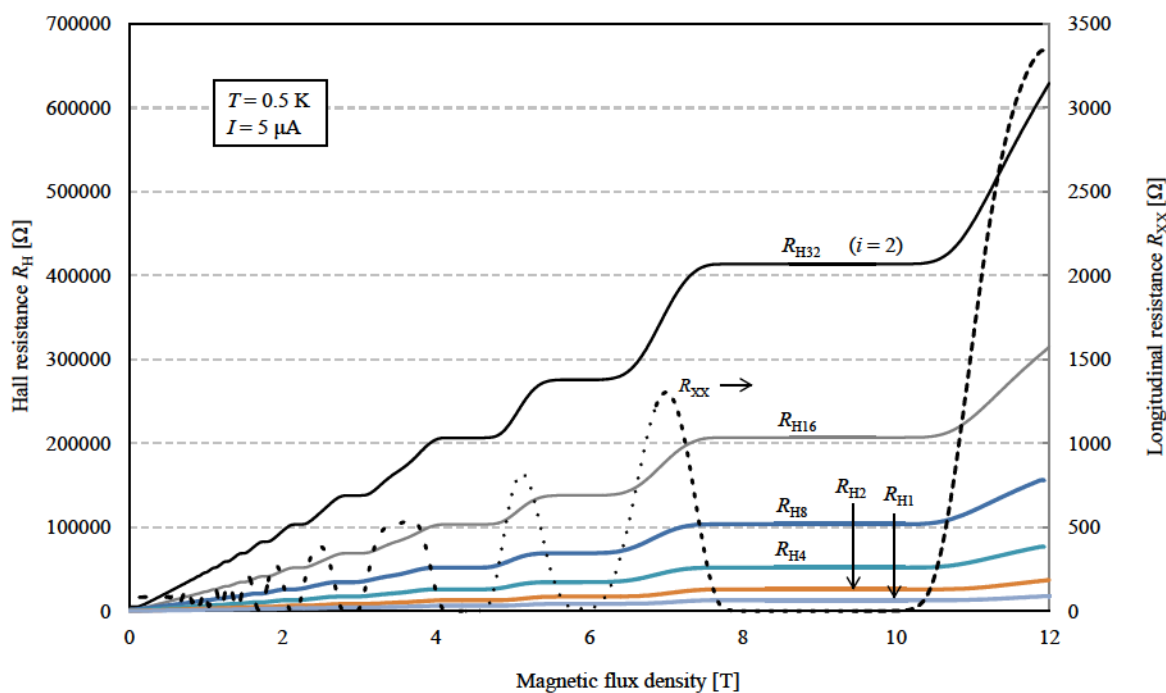


図 5-3 QHR 分圧器の印加磁場に対するホール抵抗 R_H および縦抵抗 R_{XX} の変化

5.4 市販計測器による分圧比評価

市販のマルチメーターを用い、QHR 分圧器の分圧比を評価した。評価手順は次の 1) から 3) のとおりである。

- 1) 電極 L と L_1 に直流定電流を流したときの”電圧出力端子 $V_{n/2}$ における電位 $E_{n/2}$ ”と”電圧出

- 力端子 V_0 における電位 E_0 ”との電位差を測定する ($n = 2, 4, 8, 16, 32$)。
- 2) ”電圧出力端子 V_n における電位 E_n ”と”電圧出力端子 V_0 における電位 E_0 ”を測定する。
 - 3) 1)と 2)の測定結果から、2:1 比からの偏差 ρ_n は次式で求めることができる。ここで、 $n = 2, 4, 8, 16, 32$ である。

$$\frac{V_n}{V_{n/2}} = \frac{E_n - E_0}{E_{n/2} - E_0} = 2 \times (1 + \rho_n) \quad (5-1)$$

上述の評価において、QHR 分圧器へ流す直流定電流は $5 \mu\text{A}$ とし、QHR 分圧器の周囲温度は 0.5 K とした。また、印加する磁場は $i=2$ のプラトー中心： 8.9 T とした。電位差測定におけるオフセット誤差の影響を取り除くため、電位差測定の際には電流を流す方向を反転させて測定を行った。

2:1 比からの偏差 ρ_n の結果、および不確かさの評価結果を表 5-2 に示す。

表 5-2 分圧比 2:1 の測定結果と関連する不確かさの評価結果

| 2:1 Ratio | | V_{32}/V_{16} | V_{16}/V_8 | V_8/V_4 | V_4/V_2 | V_2/V_1 |
|---|--------------------|-----------------|--------------|-----------|-----------|-----------|
| Deviation from nominal 2:1 ratio | | ρ_{32} | ρ_{16} | ρ_8 | ρ_4 | ρ_2 |
| Measurement result of ρ_n [$\times 10^{-6}$] | | 1.4 | 0.84 | 0.17 | -1.3 | -0.04 |
| Uncertainty budget [$\times 10^{-6}$] | | | | | | |
| Source of uncertainty | Type A | 0.71 | 0.66 | 0.47 | 0.52 | 0.58 |
| | Multimeter | 0.35 | 0.35 | 0.35 | 0.35 | 0.35 |
| | Measurement system | 0.60 | 0.60 | 0.60 | 0.60 | 0.60 |
| Combined standard uncertainty | | 1.0 | 0.96 | 0.84 | 0.87 | 0.90 |
| Expanded uncertainty ($k = 2$) | | 2.0 | 1.9 | 1.7 | 1.7 | 1.8 |

2:1 比からの偏差 ρ_n は 1.4×10^{-6} 以下であった。また、拡張不確かさは、おおむね 2×10^{-6} であった。

今回の測定では、A タイプの不確かさとして繰り返し測定のばらつきを評価した。また、B タイプの不確かさとして、測定システムに起因した不確かさ、ならびにマルチメーターを不確かさの要因として考慮した。測定システムの不確かさ評価において、主たる不確かさ

の要因は直流定電流源の安定性であった。また、マルチメータの不確かさとして、直線性、ノイズ、ゲインエラーの影響を、マルチメータのデータシート^[9]を参考に評価した。

表 5-2 に示す 2:1 比の結果から、電圧出力端子 V_1 における電位を基準とした n 番目の電圧出力端子 V_n における分圧比は次式で求めることができる。

$$\frac{V_n}{V_1} = \prod_{s=1}^{\log_2 n} \frac{V_{2^s}}{V_{2^{s-1}}} \approx n \times \left(1 + \sum_{s=1}^{\log_2 n} \rho_{2^s} \right) \equiv n \times (1 + \varepsilon_n) \quad (5-2)$$

ここで、 $n = 2, 4, 8, 16, 32$ である。

また、 n 番目の電圧出力端子における公称分圧比からのズレ ε_n は

$$\varepsilon_n = \sum_{s=1}^{\log_2 n} \rho_{2^s} \quad (5-3)$$

で求めることができる。

ε_n の結果を図 5-4 にまとめる。

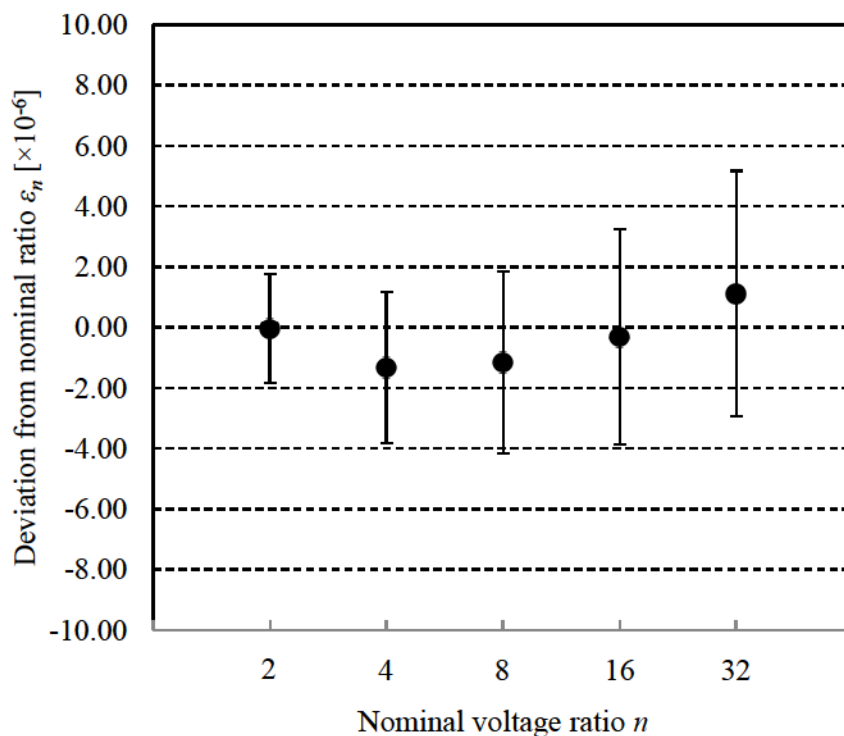


図 5-4 市販計測器による QHR 分圧器の分圧比評価結果

図 5-4 の“●”は分圧比の公称値 n からの偏差 ε_n : $V_n/V_1 = n(1 + \varepsilon_n)$ を表す。 ε_n は V_4/V_1 において

最大となり、その値は -1.34×10^{-6} 以下であった。また、図中のエラーバーは測定の拡張不確かさ ($k=2$) を表す。拡張不確かさの大きさは V_{32}/V_1 において最大となり、 4.1×10^{-6} と推定した。

理想的な QHR 分圧器では ε_n の大きさはゼロである。本項に記述した市販の高精度マルチメーターを用いた評価では、 1×10^{-6} 台の拡張不確かさで ε_n を評価することができた。そして、 ε_n はその拡張不確かさの範囲でゼロと一致した。

5.5 分圧比評価法の高度化

5.5.1 参照用抵抗分圧器を用いた分圧比評価

5.4 のマルチメーターを用いた分圧比評価において、主たる不確かさの要因のひとつが測定システムにおける直流定電流源の安定性であった。具体的には、測定時間が長いため、その間に QHR 分圧器を動作させるための直流電流源の出力電流が変化してしまい、この変化に起因して測定の不確かさが大きくなってしまっていた。この課題は、あらかじめ分圧比が校正された参照用抵抗分圧器を用意し、この参照用抵抗分圧器と QHR 分圧器の分圧比を比較することにより解決できると見込まれる。この解決手法で重要となるのが、参照用抵抗分圧器の分圧比をあらかじめ校正しておくための分圧比校正システムである。以下に、このシステム開発および評価について記述する。

5.5.2 標準抵抗器を基準とした参照用抵抗分圧器の分圧比校正システム

開発する参照用抵抗分圧器の分圧比校正システムは、公称抵抗値 R_0 [Ω] の抵抗素子が N 個直列接続された構造の抵抗分圧器を校正の対象とする。この参照用抵抗分圧器を校正するため、標準抵抗器（公称抵抗値 R_0 [Ω]）、比較器として用いる市販のマルチメーター、切り替えスイッチであるスキャナ、および制御用パソコンによりシステムを構築した。図 5-5 にシステムの構成を示す。

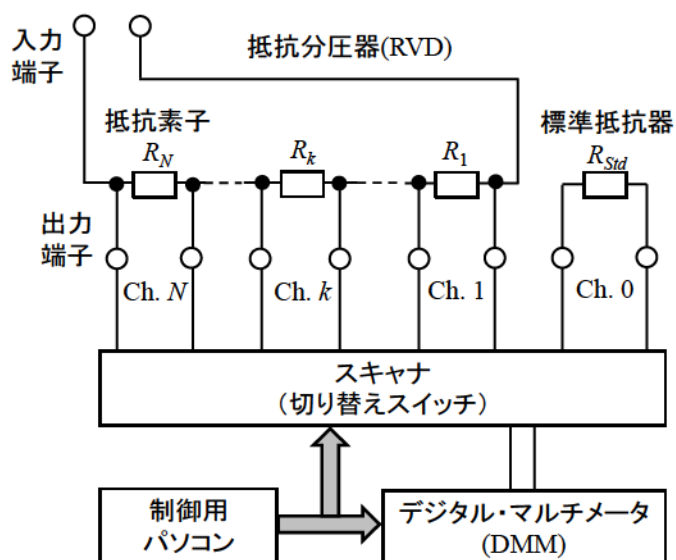


図 5-5 参照用抵抗分圧器校正システムの構成

各抵抗とスキャナ、ならびにスキャナとマルチメータは4端子で接続するが、図 5-5 では簡単のため2端子での接続として表している。また、図 5-6 にシステムの写真を示す。

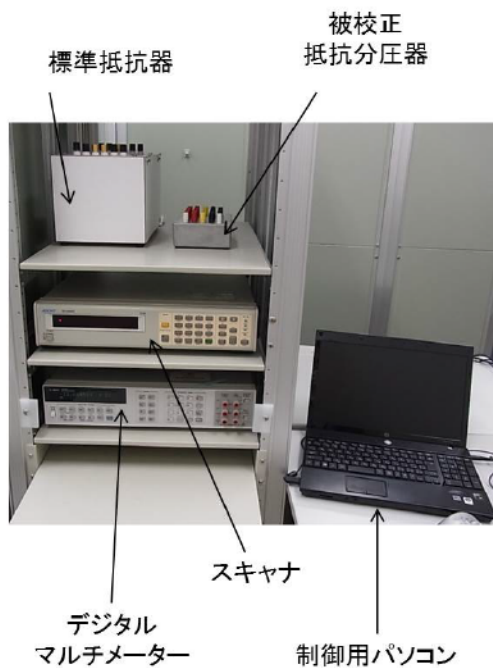


図 5-6 参照用抵抗分圧器の分圧比校正システムの写真

5.5.3 分圧比校正システムの校正手順

開発した参照用抵抗分圧器の分圧比校正システムを用いた分圧比校正手順は以下 1)から 3)のとおりである。

- 1) 制御用パソコンの指示でスキヤナのスイッチを標準抵抗器に接続し、マルチメータの 4 端子抵抗測定モードで標準抵抗器の抵抗値 (R_{Std}) を測定する。測定データは制御用パソコンで収集する。
- 2) 制御用パソコンの指示でスキヤナのスイッチを参照用抵抗分圧器の i 番目の抵抗素子に切替え、マルチメータの 4 端子抵抗測定モードでこの抵抗素子の抵抗値 (R_i) を測定する。測定データは制御用パソコンで収集する。
- 3) 制御用パソコンで収集したデータを用い、 R_i と R_{Std} の抵抗比を求める。

上記 1)–3) の手順を $i=1$ から $i=N$ ($i=1, \dots, k, \dots, N$)まで繰り返す。分圧比は抵抗比から計算で求める。計算の詳細は“5.5.3. 分圧比の導出”に記す。

5.5.4 分圧比の導出

N 個の抵抗素子で構成される分圧器において、 k 番目の出力端子における分圧比 a_k を(5-4)で定義する。

$$a_k = \frac{R_k + \dots + R_1}{R_N + \dots + R_k + \dots + R_1} = \frac{\sum_{i=1}^k R_i}{\sum_{i=1}^N R_i} \equiv \frac{k}{N} + \rho_k \quad (5-4)$$

ここで、 k/N は k 番目の出力端子における分圧比の公称比、 ρ_k は公称比からのずれを表す。分圧比の校正では、この ρ_k が求める対象となる。

このとき、本手法による校正手順によって求められる公称比からのずれは

$$\rho_{Meas.-k} = \left(\frac{1}{N} \right) \left\{ \sum_{i=1}^k \delta R_{Meas.-i} - \left(\frac{k}{N} \right) \times \sum_{i=1}^N \delta R_{Meas.-i} \right\} \quad (5-5)$$

となる。この式で、左辺の $\rho_{Meas.-k}$ は k 番目の抵抗素子における分圧比の公称値からのずれの校正値を表す。右辺の N は抵抗分圧器を構成する抵抗素子の数、 i は分圧器の i 番目の抵抗素子 ($i=1, \dots, k, \dots, N$) を表すための添え字である。 $\delta R_{Meas.-i}$ は、 R_i と R_{Std} の抵抗比から 1 を引いた値である。

また、式(5-5)を基に導いた ρ_k の不確かさは、

$$u_c^2(\rho_k) = u^2(\rho_{Meas.-k}) + u^2(\gamma) + 2k \left(\frac{1}{N} \right)^2 \left(1 + \frac{k}{N} \right) \times u^2(\varepsilon) \quad (5-6)$$

で与えられる。(5-6)において、 $u(\rho_{Meas.-k})$ は測定結果のばらつきに起因した不確かさで、測定結果を統計処理することで見積もることができる A タイプの不確かさである。 $u(\gamma)$ は標準抵抗器に起因する不確かさ、 $u(\varepsilon)$ は分圧比較正システムに起因する不確かさである。 $u(\gamma)$ と $u(\varepsilon)$ は共に B タイプの不確かさで、以下にその評価の詳細を記述する。また、各不確かさの係数の平方根、たとえば $u(\varepsilon)$ では $2k(1/N)^2(1+k/N)$ の平方根、は感度係数である。

式(5-5)および(5-6)の導出の詳細は、本章の付録に記述する。

5.5.5 B タイプの不確かさ評価：標準抵抗器に起因した不確かさ $u(\gamma)$

標準抵抗器に起因した不確かさ $u(\gamma)$ を見積もるため、表 5-3 に挙げる“標準抵抗器の抵抗値に影響を与えると考えられる要因”について考察する。また、 $u(\gamma)$ と表 5-3 に挙げた要因に起因した不確かさの関係を次式で表す。

$$u^2(\gamma) = u^2(\gamma_{stability}) + u^2(\gamma_{temp.}) + u^2(\gamma_{env.}) + u^2(\gamma_{power}) \quad (5-7)$$

表 5-3 標準抵抗器に起因した不確かさの要因

| 要因 | 記号 |
|-----------|----------------------|
| 抵抗値の安定度 | $\gamma_{stability}$ |
| 周囲温度 | γ_{temp} |
| 大気圧および湿度 | γ_{env} |
| 電力サイクルの影響 | γ_{power} |

式(5-7)の右辺各項について、その見積もりを以下に記す。なお、不確かさの見積もり際に、標準抵抗器として、NMIJ が所有する IET LABS, INC.製 SR104 (s/n: #K201109530104, 公称抵抗値 10 k Ω) を考える。また、マルチメーターとして産総研が所有するアジレント・テクノロジー製 3458A を考える

安定度に起因した不確かさ $u(\gamma_{stability})$ 分圧比較正システムで使用した標準抵抗器の直流抵抗値を、NMIJ が所有・管理する直流抵抗の国家計量標準を基準に 4 日間に渡って測定し、

その安定度を評価した。その結果を図 5-7 に示す。

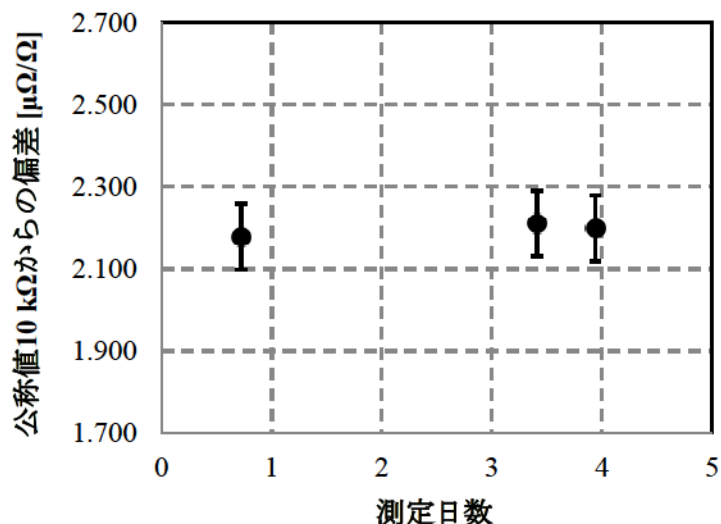


図 5-7 標準抵抗器の安定度評価

図 5-7 の“●”は測定結果の平均値、エラーバーは測定の標準不確かさを表す。標準抵抗器の抵抗値は、4 日という比較的短期間では、標準不確かさ 0.080×10^{-6} の範囲内で一致した。そのため、標準抵抗器の安定度に起因した標準不確かさ $u(\gamma_{\text{stability}})$ を 0.080×10^{-6} と評価した。

周囲温度に起因した不確かさ $u(\gamma_{\text{temp}})$ 分圧比較正システムは $23 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0.5 \text{ }^\circ\text{C}$ に管理された室温で使用する。そのため、 $0.5 \text{ }^\circ\text{C}$ を限界値とする矩形分布を仮定し、周囲温度の安定度の標準不確かさを $0.29 \text{ }^\circ\text{C}$ と評価した。また、標準抵抗器の $23 \text{ }^\circ\text{C}$ 近傍における一次温度係数は製造事業者により $0.003 (\mu\Omega/\Omega)/^\circ\text{C}$ と評価されている。これらの値から、周囲温度に起因した標準不確かさ $u(\gamma_{\text{temp}})$ を 0.001×10^{-6} と評価した。

大気圧および湿度に起因した不確かさ $u(\gamma_{\text{env}})$ 分圧比較正システムを使用する部屋の湿度と気圧は一定に管理することができないため、これらに起因した不確かさを見積もる。湿度と気圧に起因した抵抗値変化の限界値は、標準抵抗器のデータシート^[10]から 0.1×10^{-6} とし、矩形分布を仮定して、その標準不確かさ $u(\gamma_{\text{env}})$ を 0.058×10^{-6} と評価した。

電力サイクルに起因した不確かさ $u(\gamma_{\text{power}})$ 開発した分圧比較正システムの校正手順では、

スキャナでスイッチを切り替えながら校正を行うため、標準抵抗器は抵抗値測定を行っていない状態（測定用電流が流れておらず電力がゼロの状態）と、標準抵抗器に測定用電流を流して抵抗測定を行っている状態（電力が供給された状態）を交互に繰り返すことになる。この電力の変化に起因した不確かさを求めるため、まずマルチメータの測定条件から標準抵抗器に印加される電力を求めた。マルチメータのデータシート^[9]によると 10 kΩ 測定時の測定電流を 100 μA である。これより、測定時に標準抵抗器へ与えられる電力を 0.1 mW と試算した。また、標準抵抗器の Power Coefficient はデータシートによると 1 (μΩ/Ω)/W 以下である^[10]。これらの値から、電力サイクルに起因した不確かさ $u(\gamma_{power})$ を 0.001×10^{-6} 以下と評価した。

上述の標準抵抗器に起因した標準不確かさ評価の結果を表 5-4 にまとめる。表 5-4 の各値および式(5-7)から、標準抵抗器に起因した標準不確かさ $u(\gamma)$ を 0.10×10^{-6} と評価した。

表 5-4 標準抵抗器に起因した標準不確かさ

| 不確かさ要因 | 記号 | 標準不確かさ |
|------------------------------|-------------------------|------------------------|
| 抵抗値の安定度 | $u(\gamma_{stability})$ | 0.080×10^{-6} |
| 周囲温度 | $u(\gamma_{temp})$ | 0.001×10^{-6} |
| 大気圧および湿度 | $u(\gamma_{env})$ | 0.058×10^{-6} |
| 電力サイクルの影響 | $u(\gamma_{power})$ | 0.001×10^{-6} |
| 標準抵抗器に起因した標準不確かさ $u(\gamma)$ | | 0.10×10^{-6} |

5.5.6 Bタイプの不確かさ評価：分圧比校正システムに起因する不確かさ $u(\varepsilon)$

$u(\varepsilon)$ はマルチメータによる i 番目の測定中に一定ではないと考えられる誤差要因であり、校正システムに起因するものである。これに起因した不確かさを評価するため、表 5-5 に挙げる要因を考える。

また、 $u(\varepsilon)$ と表 5-5 に挙げた要因に起因した不確かさの関係を次式で表す。

$$u^2(\varepsilon) = u^2(\varepsilon_{stability}) + u^2(\varepsilon_{scanner-ch}) + u^2(\varepsilon_{leak}) + u^2(\varepsilon_{DMM}) + u^2(\varepsilon_{resolution}) \quad (5-8)$$

式(5-8)の各項について、その見積もりを以下に記す。なお、本見積もりでは、標準抵抗器として、産総研が所有する IET LABS, INC. 製 SR104 (s/n: #K201109530104, 公称抵抗値

10 kΩ)、マルチメーターとして産総研が所有するアジレント・テクノロジー製 3458A、スキャナとして株式会社エーディーシー製 7210 を考える。

表 5-5 校正システムに起因した不確かさの要因

| 要因 | 記号 |
|--------------|----------------------------|
| システムの安定度 | $\varepsilon_{stability}$ |
| スキャナ ch 間の差 | $\varepsilon_{scanner-ch}$ |
| 漏れ電流 | ε_{leak} |
| マルチメーターの直線性等 | ε_{DMM} |
| マルチメーターの分解能 | $\varepsilon_{resolution}$ |

安定度に起因した不確かさ $u(\varepsilon_{stability})$ 分圧比較正システムの安定度を評価するため、スキャナのスイッチを“Ch. 0”に固定した状態で、標準抵抗器の抵抗値をマルチメーターで測定し続けた。図 5-8 に測定回路の概要を示す。図 5-7 において、標準抵抗器とスキャナ、ならびにスキャナとマルチメーターは 4 端子で接続したが、簡単のため 2 端子での接続として表している。測定は室温 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ の環境で行った。測定点数は 600 点、測定時間は約 1 時間とした。マルチメーターおよびスキャナ、標準抵抗器は通電を開始してから十分に時間が経過してから本測定に使用した。

図 5-9 に分圧比較正システム安定度評価の測定結果を示す。図 5-8 の縦軸は 1 点目の測定結果を基準にした抵抗値の変化分を表す。横軸は測定点数である。図中の“×”は各測定結果を表し、灰色の実線はその平均値 -0.07×10^{-6} を表す。

測定に使用した標準抵抗器は 5.5.5 に記したように、測定期間中は標準不確かさ 0.10×10^{-6} の範囲内でその値が一定であると評価されている。また、測定結果は平均値を中心にして $\pm 0.6 \times 10^{-6}$ の範囲に一様に分布している。これらから、図 5-9 の測定結果のばらつきは主として分圧比較正システムの安定度に起因していると判断した。そこで、上述の結果から、分圧比較正システムの安定度に起因した標準不確かさ $u(\varepsilon_{stability})$ を $\pm 0.6 \times 10^{-6}$ を限界値とする矩形分布を仮定して、 0.35×10^{-6} と評価した。

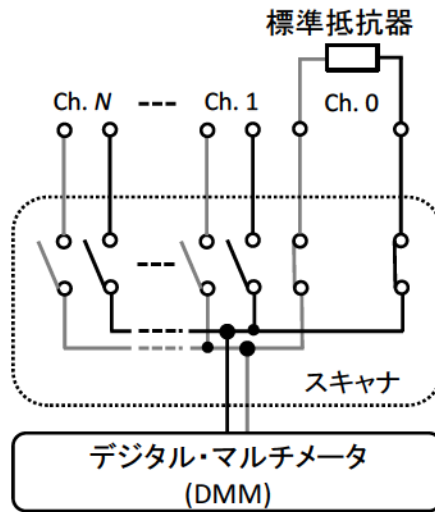


図 5-8 システム安定度の評価回路

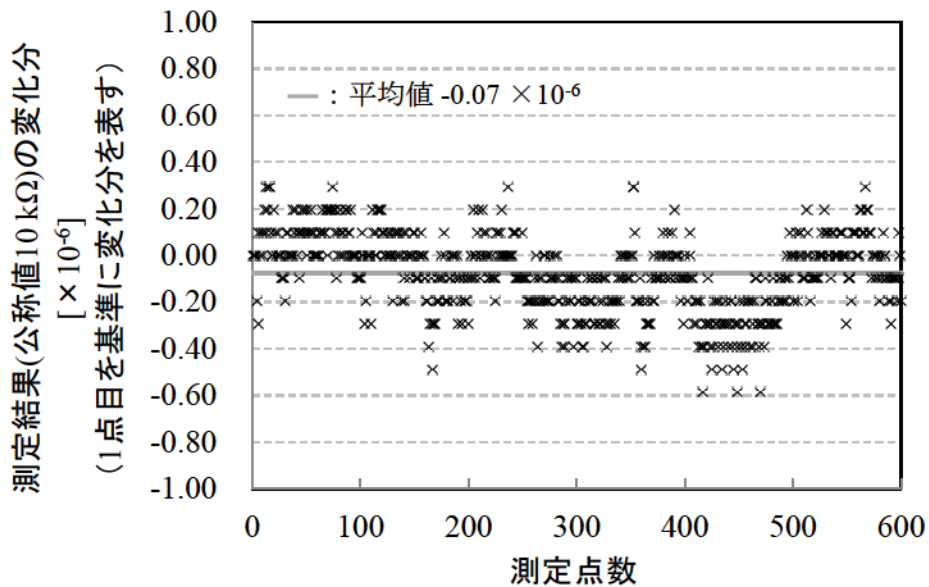


図 5-9 分圧比較正システム安定度評価の測定結果

スキャナに起因した不確かさ $u(\varepsilon_{\text{scanner-ch}})$ 分圧比較正システムのスキャナの各スイッチ間の差を評価するため、スイッチの一端をすべて標準抵抗器に接続し、スイッチを制御用パソコンで切り替えながら標準抵抗器の抵抗値をマルチメータで測定した。図 5-10 に測定回路を示す。図 5-10 において、標準抵抗器とスキャナ、ならびにスキャナとマルチメータは 4 端子で接続したが、簡単のため 2 端子での接続として表している。測定は室温 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm$

0.5 °C の環境で行った。

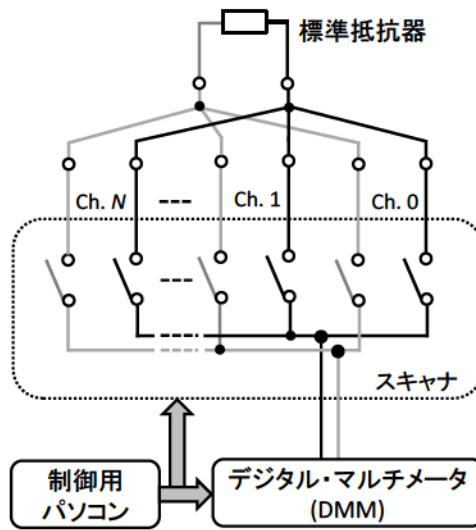


図 5-10 スキャナの評価回路

図 5-11 に測定結果を示す。図 5-11 の縦軸は Ch. 0 での測定結果と各スイッチでの測定結果の差分を表す。横軸は測定回数を表し、20 回とした。測定開始から終了までは 1 時間程度であった。

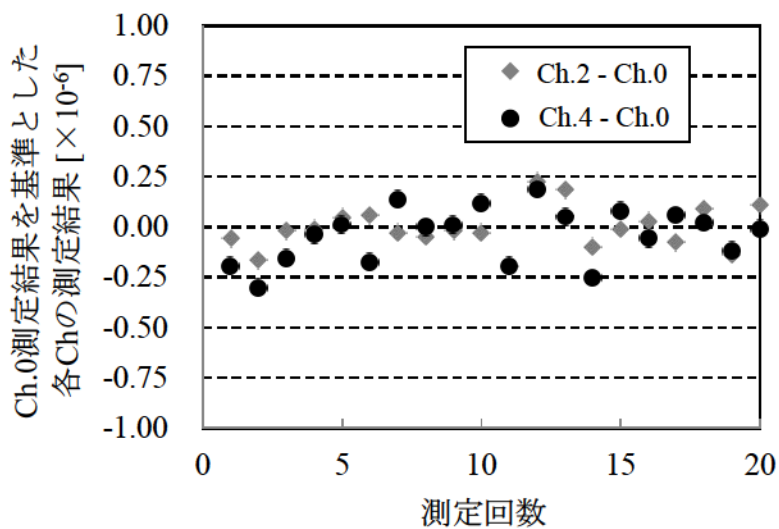


図 5-11 スキャナのチャンネル間の差の評価結果
(測定結果を代表して Ch. 2 と Ch. 4 の結果を示す)

測定に使用した標準抵抗器は5.5.5に記したように標準不確かさ 0.10×10^{-6} でその値が一定であると評価されている。また、図 5-11 の測定結果は 0.00 を中心に、 $\pm 0.3 \times 10^{-6}$ の範囲に一樣に分布している。これらから、図 5-11 の測定結果のばらつきは主としてスキヤナのチャンネル間の差に起因していると判断した。そこで、上述の結果から、スキヤナのチャンネル間の差に起因した標準不確かさ $u(\varepsilon_{\text{scanner-ch}})$ を $\pm 0.3 \times 10^{-6}$ を限界値とする矩形分布を仮定して、 0.17×10^{-6} と評価した。

漏れ電流に起因した不確かさ $u(\varepsilon_{\text{leak}})$ 分圧比校正システムの印加電圧はマルチメーターによって決まる。本測定に使用したマルチメーターでは、10 k Ω 測定時の測定電流は 100 μA であるため^[9]、10 k Ω 抵抗器の両端電圧は 1 V と高い値にはならない。このため、分圧比校正システムの漏れ電流による影響は他の不確かさに比べ全体の不確かさへの寄与が大きくなり、 0.01×10^{-6} 以下と見積ることができるかと判断した。

マルチメーターの直線性等に起因した不確かさ $u(\varepsilon_{\text{DMM}})$ マルチメーターは極めて精度の高い抵抗測定が可能な機器であるが、その抵抗値測定の直線性など、不確かさを見積もる場合は検討すべき項目がいくつかある。これらマルチメーターに起因した標準不確かさについては、各国の研究機関で検討がなされている。今回は文献^[11]を参考に、その大きさが 0.10×10^{-6} を超えないと評価した。そのため、 $u(\varepsilon_{\text{DMM}})$ を 0.10×10^{-6} と評価した。

マルチメーターの分解能に起因した不確かさ $u(\varepsilon_{\text{resolution}})$ マルチメーターの分解能は校正結果の最終桁から算出した。最終桁を 0.01×10^{-6} としたため、その半値を限界値とする矩形分布を考え、 $u(\varepsilon_{\text{resolution}})$ を 0.003×10^{-6} と評価した。

上述の分圧比校正システムに起因した不確かさ評価の結果を表 5-6 にまとめる。表 5-6 の各値および式(5-8)から、分圧比校正システムに起因した B タイプの標準不確かさ $u(e)$ を 0.40×10^{-6} と評価した。

表 5-6 校正システムに起因した標準不確かさ

| 不確かさ要因 | 記号 | 標準不確かさ |
|---------------------------------------|-------------------------------|--------------------------|
| システムの安定度 | $u(\varepsilon_{stability})$ | 0.35×10^{-6} |
| スキャナ | $u(\varepsilon_{scanner-ch})$ | 0.17×10^{-6} |
| 漏れ電流 | $u(\varepsilon_{leak})$ | 0.01×10^{-6} 以下 |
| マルチメータの直線性等 | $u(\varepsilon_{DMM})$ | 0.10×10^{-6} |
| マルチメータの分解能 | $u(\varepsilon_{resolution})$ | 0.003×10^{-6} |
| 分圧比校正システムに起因した標準不確かさ $u(\varepsilon)$ | | 0.40×10^{-6} |

5.5.7 標準抵抗器を利用した分圧比校正システムの不確かさに関する検討

5.5.5 において標準抵抗器に起因する標準不確かさ $u(\gamma)$ を 0.10×10^{-6} 、5.5.6 において分圧比校正システムに起因した標準不確かさ $u(\varepsilon)$ を 0.40×10^{-6} と評価した。これらの不確かさ評価結果および式(5-6)を用いて、 $N=10$ の抵抗分圧器を校正した場合における合成標準不確かさ $u_c(\rho_k)$ を計算した (表 5-7)。表 5-7 では A タイプの不確かさである $u(\rho_{Meas.-k})$ は加味していない。表 5-7 から、開発した分圧比校正システムを用いて $N=10$ の抵抗分圧器を校正する際の B タイプの標準不確かさは 1×10^{-6} を下回ると推定された。

5.6 まとめ

より普遍性の高い分圧比評価を目指して、基礎物理定数に基づいて分圧比を実現できる分圧器 (QHR 分圧器) の開発を行った。まず、32 個のホールバーを 1 つのチップ上に集積化して QHR 分圧器を製作した。そして、製作した QHR 分圧器のホール抵抗 R_H と縦抵抗 R_{XX} の磁場に対する変化を測定することで、製作した QHR 分圧器が分圧器として機能することを確認した。

市販の計測器を用いて製作した QHR 分圧器の分圧比を直流で測定し、その分圧比の公称比からのズレが $\pm 1.4 \times 10^{-6}$ 以下であること、その評価の拡張不確かさが 4.1×10^{-6} 以下であることを定量的に示した。この結果から、現状において、QHR 分圧器は 1×10^{-6} オーダーの高精度測定に十分使用可能ということが出来る。

また、QHR 分圧器の分圧比のより精密な評価を目指して、参照分圧器を用いる分圧比校正法を検討した。その手法で核となる“標準抵抗器を利用した分圧比校正システム”を開発し、そのシステムに起因する不確かさを評価した。その結果、参照用分圧器を本システムで校正する際の B タイプの標準不確かさは 1×10^{-6} を下回ると推定され、市販の計測器による分圧比評価法に比べ小さな不確かさで QHR 分圧器の分圧器を評価できる見通しを得た。

表 5-7 抵抗分圧器($N=10$)校正時における合成標準不確かさ $u_c(\rho_k)$: (B タイプ不確かさのみ)

| | Bタイプの不確かさ要因 | | | 合成標準不確かさ $u_c(\rho_k)$ (Bタイプの 不確かさのみ) |
|-----|-----------------------|-----------------------------|-----------------------|--|
| | 標準抵抗器 | 校正システム | | |
| | 標準不確かさ | (感度係数) ² | 標準不確かさ | |
| k | $u(y)$ | $\frac{2k(1/N)^2}{(1+k/N)}$ | $u(\varepsilon)$ | |
| 9 | 0.10×10^{-6} | 0.34 | 0.40×10^{-6} | 0.25×10^{-6} |
| 8 | 0.10×10^{-6} | 0.29 | 0.40×10^{-6} | 0.24×10^{-6} |
| 7 | 0.10×10^{-6} | 0.24 | 0.40×10^{-6} | 0.22×10^{-6} |
| 6 | 0.10×10^{-6} | 0.19 | 0.40×10^{-6} | 0.20×10^{-6} |
| 5 | 0.10×10^{-6} | 0.15 | 0.40×10^{-6} | 0.18×10^{-6} |
| 4 | 0.10×10^{-6} | 0.11 | 0.40×10^{-6} | 0.17×10^{-6} |
| 3 | 0.10×10^{-6} | 0.08 | 0.40×10^{-6} | 0.15×10^{-6} |
| 2 | 0.10×10^{-6} | 0.05 | 0.40×10^{-6} | 0.13×10^{-6} |
| 1 | 0.10×10^{-6} | 0.02 | 0.40×10^{-6} | 0.12×10^{-6} |

5.7 第5章の参考文献

- [1] 中村安宏, “Two-stage 型誘導分圧器の校正と不確かさ評価,” 産総研計量標準報告, Vol. 4, No. 1, pp. 45-52, 2005.
- [2] N. Kaneko, “Development of a voltage divider based on quantized Hall resistance arrays for high dc voltage standard,” *CPEM 2006 Conf. Digest (Torino)*, pp. 396–397, 2006.
- [3] F. Delahaye and B. Jeckelmann, “Revised technical guidelines for reliable dc measurements of the quantized Hall resistance,” *Metrologia*, Vol. 40, pp. 217–223, 2003.
- [4] N. Kaneko, T. Oe, A.Domae, C. Urano, T. Itatani, H. Ishii, S. Kiryu, “Development of a voltage divider based on quantized Hall resistance arrays for a high DC voltage standard II,” *CPEM 2008*

Conf. Digest (Colorado), pp. 692-693, 2008.

[5] F. Delahaye, "Series and parallel connection of multiterminal quantum Hall-effect devices," *J. Appl. Phys.*, Vol. 73, pp. 7914–7920, 1993.

[6] T. Oe, K. Matsuhira, T. Itatani, S. Gorwadkar, S. Kiryu and N. Kaneko, "Fabrication of the 10 k Ω QHR Array device," *Elektronika*, Vol. 52, pp. 47–49, 2011.

[7] T. Itatani, S. Gorwadkar, T. Fukushima, M. Komuro, H. Itatani, M. Tomoi, T. Sakamoto and S. Matsumoto, "Positive photosensitive polyimide synthesized by block-copolymerization for KrF lithography," *Proc. SPIE–Advances in Resist Technology XVII*, vol. 3999, pp. 552–558, 2000.

[8] 吉岡大二郎, 量子ホール効果, 岩波書店

[9] *Agilent 3458A multimeter data sheet*, Agilent Technologies.

[10] IET LABS, INC. "SR104 Data Sheet,"
<http://www.ietlabs.com/pdf/Datasheets/SR102,103,104.pdf>.

[11] Harald Slinde and Kåre Lind, "A precision setup and method for calibrating a DC voltage divider's ratio from 10 V to 1000 V," *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 52, no. 2, pp. 461-464, 2003.

5章の付録：5.3.4における分圧比の導出

1. 抵抗の表記

N 個の公称抵抗値が等しい抵抗素子から構成される分圧器を考える。分圧器の i 番目の抵抗素子 ($i=1, \dots, k, \dots, N$) の抵抗値を次式で表す。

$$R_i = R_0(1 + x_i) \quad (1)$$

R_0 は抵抗素子の公称抵抗値、 x_i は公称抵抗値からの偏差とする。ただし、

$$x_i \ll 1 \quad (2)$$

とする。また、標準抵抗器の抵抗値を次式で表す。

$$R_{Std} = R_0(1 + y_{Std}) \quad (3)$$

標準抵抗器の公称抵抗値 R_0 は分圧器の抵抗素子の公称抵抗値と等しいとする。また、 y_{Std} は公称抵抗値からの偏差とする。ただし、

$$y_{Std} \ll 1 \quad (4)$$

とする。 y_{Std} は直流抵抗の国家標準を基準にして高精度に値付けを行うことができる。

(1)と(3)の比をとると、

$$\frac{R_i}{R_{Std}} - 1 \approx x_i - y_{Std} \equiv \delta R_i \quad (5)$$

(5)を(1)に代入して、

$$R_i = R_0(1 + y_{Std} + \delta R_i) \quad (6)$$

の関係が得られる。

2 マルチメーターを用いた測定によって得られる測定値

5.5.3の校正手順において、分圧器の i 番目の抵抗素子 ($i=1, \dots, k, \dots, N$) の抵抗値を、マルチメーターを用いて測定した結果を、

$$R_{Meas.-i} = R_0(1 + x_{Meas.-i}) \quad (7)$$

で表す。 $x_{Meas.-i}$ は公称抵抗値からの偏差を表し、これは測定によって得られる値である。ただし、

$$x_{Meas.-i} \ll 1 \quad (8)$$

とする。

また、 i 番目の測定において、マルチメータを用いて、標準抵抗器の抵抗値を測定した結果を、

$$R_{Std-Meas.-i} = R_0 (1 + y_{Std-Meas.-i}) \quad (9)$$

で表す。 $y_{Std-Meas.-i}$ は公称抵抗値からの偏差を表し、これは測定によって得られる値である。ただし、

$$y_{Std-Meas.-i} \ll 1 \quad (10)$$

とする。

(7)(9)より、マルチメータを用いた測定から、

$$\frac{R_{Meas.-i}}{R_{Std-Meas.-i}} - 1 \approx x_{Meas.-i} - y_{Std-Meas.-i} \equiv \delta R_{Meas.-i} \quad (11)$$

の関係が得られる。

3. 分圧比の定義

N 個の抵抗素子で構成される分圧器において、 k 番目の出力端子における分圧比 a_k を(12)で定義する。

$$a_k = \frac{R_k + \dots + R_1}{R_N + \dots + R_k + \dots + R_1} = \frac{\sum_{i=1}^k R_i}{\sum_{i=1}^N R_i} \equiv \frac{k}{N} + \rho_k \quad (12)$$

ここで、 k/N は k 番目の出力端子における分圧比の公称比、 ρ_k は公称比からの乖離を表す。分圧比の校正では、この ρ_k が求める対象となる。

4. 分圧比の導出

分圧比の定義式(12)に(6)を代入して、

$$\begin{aligned} a_k &= \frac{\sum_{i=1}^k R_0 (1 + y_{Std} + \delta R_i)}{\sum_{i=1}^N R_0 (1 + y_{Std} + \delta R_i)} = \frac{k}{N} \times \frac{1 + y_{Std} + \left(\frac{1}{k}\right) \times \sum_{i=1}^k \delta R_i}{1 + y_{Std} + \left(\frac{1}{N}\right) \times \sum_{i=1}^N \delta R_i} \\ &\approx \frac{k}{N} \times \left\{ 1 + \left(\frac{1}{k}\right) \times \sum_{i=1}^k \delta R_i - \left(\frac{1}{N}\right) \times \sum_{i=1}^N \delta R_i \right\} \\ &= \frac{k}{N} + \left(\frac{1}{N}\right) \left\{ \sum_{i=1}^k \delta R_i - \left(\frac{k}{N}\right) \times \sum_{i=1}^N \delta R_i \right\} \end{aligned} \quad (13)$$

(13)と(12)の対応から ρ_k は、

$$\rho_k = \left(\frac{1}{N} \right) \left\{ \sum_{i=1}^k \delta R_i - \left(\frac{k}{N} \right) \times \sum_{i=1}^N \delta R_i \right\} \quad (14)$$

となる。(14)の δR_i は、開発した分圧比較正システムを用いた校正手順ではマルチメーターを用いた測定により(11)で与えられる。このため、(11)と(14)より、 ρ_k の測定値 $\rho_{Meas.-k}$ は、

$$\rho_{Meas.-k} = \left(\frac{1}{N} \right) \left\{ \sum_{i=1}^k \delta R_{Meas.-i} - \left(\frac{k}{N} \right) \times \sum_{i=1}^N \delta R_{Meas.-i} \right\} \quad (15)$$

となる。

ρ_k と $\rho_{Meas.-k}$ の差について考察するため、(5)の δR_i と(11)の $\delta R_{Meas.-i}$ の関係を次式でおく。

$$\begin{aligned} \delta R_i &= x_i - y_{Std} \\ &= (x_{Meas.-i} + \alpha_{1i} + \alpha_{2i}) - (y_{Std-Meas.-i} + \beta_{1i} + \beta_{2i}) \quad (16) \\ &= \delta R_{Meas.-i} + (\alpha_{1i} - \beta_{1i}) + (\alpha_{2i} - \beta_{2i}) \end{aligned}$$

(16)において、

α_{1i}, β_{1i} : マルチメーターによる i 番目の測定中に大きさが一定であると考えられる誤差要因、

α_{2i}, β_{2i} : マルチメーターによる i 番目の測定中に大きさが一定ではないと考えられる誤差要因、

を表す。

α_{1i}, β_{1i} は大きさが一定であると考えられるため、

$$\alpha_{1i} \approx \beta_{1i} \quad (17)$$

と仮定することができ、結果として(16)は、

$$\delta R_i \approx \delta R_{Meas.-i} + (\alpha_{2i} - \beta_{2i}) \quad (18)$$

とできる。(18)を(14)に代入して、

$$\begin{aligned} \rho_k &\approx \left(\frac{1}{N} \right) \left\{ \sum_{i=1}^k \{ \delta R_{Meas.-i} + (\alpha_{2i} - \beta_{2i}) \} \right. \\ &\quad \left. - \left(\frac{k}{N} \right) \times \sum_{i=1}^N \{ \delta R_{Meas.-i} + (\alpha_{2i} - \beta_{2i}) \} \right\} \quad (19) \\ &= \rho_{Meas.-k} + \left(\frac{1}{N} \right) \left\{ \sum_{i=1}^k (\alpha_{2i} - \beta_{2i}) \right. \\ &\quad \left. - \left(\frac{k}{N} \right) \times \sum_{i=1}^N (\alpha_{2i} - \beta_{2i}) \right\} \end{aligned}$$

(19)の右辺第2項が ρ_k と $\rho_{Meas.-k}$ の差に相当する。その要因については5.で詳細に考察する

が、その大きさはどれも非常に小さいと考えられる。このため、これら要因の大きさをゼロとおく、すなわち ρ_k と $\rho_{Meas.-k}$ の差をゼロと仮定し、

$$\rho_k \approx \rho_{Meas.-k} \quad (20)$$

とする。差をゼロと仮定した不確かさについては次の 5 で考察する。

5. 分圧比の不確かさ

ISO のガイド^[1]を参考に、測定の不確かさについて考察する。 ρ_k と $\rho_{Meas.-k}$ の差をゼロとおいた不確かさを考慮するため、差の項が含まれる (19) を用いて不確かさ評価を進める。標準抵抗器に起因した不確かさも考慮に入れるため、(19)に標準抵抗器に起因した補正項 γ を追加する。ただし、

$$\gamma \approx 0 \quad (21)$$

とする。すると、(19) (21)より、

$$\rho_k = \rho_{Meas.-k} + \gamma + \left(\frac{1}{N} \right) \left\{ \begin{array}{l} \sum_{i=1}^k (\alpha_{2i} - \beta_{2i}) \\ - \left(\frac{k}{N} \right) \times \sum_{i=1}^N (\alpha_{2i} - \beta_{2i}) \end{array} \right\} \quad (22)$$

(22)から ρ_k の不確かさを算出すると、

$$u_c^2(\rho_k) = u^2(\rho_{Meas.-k}) + u^2(\gamma) + u^2(A_k) \quad (23)$$

ただし、

$$u^2(A_k) = \left(\frac{1}{N} \right)^2 \left\{ \begin{array}{l} \sum_{i=1}^k u^2(\alpha_{2i}) + \sum_{i=1}^k u^2(\beta_{2i}) \\ + \left(\frac{k}{N} \right)^2 \times \left\{ \sum_{i=1}^N u^2(\alpha_{2i}) + \sum_{i=1}^N u^2(\beta_{2i}) \right\} \end{array} \right\} \quad (24)$$

ここで、 $u(\alpha_{2i}), u(\beta_{2i})$ は i に依存しないと仮定し

$$u(\alpha_{2i}) \equiv u(\alpha_2), u(\beta_{2i}) \equiv u(\beta_2) \quad (25)$$

とおく。また、

$$u(\alpha_2) = u(\beta_2) \equiv u(\varepsilon) \quad (26)$$

とおく。(24)(25)(26)より、

$$\begin{aligned}
 u^2(A_k) &= \left(\frac{1}{N}\right)^2 \left\{ 2k \times u^2(\varepsilon) \right. \\
 &\quad \left. + \left(\frac{k}{N}\right)^2 \times 2N \times u^2(\varepsilon) \right\} \quad (27) \\
 &= 2k \left(\frac{1}{N}\right)^2 \left(1 + \frac{k}{N}\right) \times u^2(\varepsilon)
 \end{aligned}$$

(23)と(27)から、最終的に ρ_k の不確かさは、

$$\begin{aligned}
 u_c^2(\rho_k) &= u^2(\rho_{Meas.-k}) + u^2(\gamma) \\
 &\quad + 2k \left(\frac{1}{N}\right)^2 \left(1 + \frac{k}{N}\right) \times u^2(\varepsilon) \quad (28)
 \end{aligned}$$

で与えられる。

(28)において、 $u(\rho_{Meas.-k})$ は測定結果のばらつきに起因した不確かさで、測定結果を統計処理することで評価することができる A タイプの不確かさである。 $u(\gamma)$ は標準抵抗器に起因する不確かさ、 $u(\varepsilon)$ は分圧比校正システムに起因する不確かさである。 $u(\gamma)$ と $u(\varepsilon)$ は共に B タイプの不確かさである。また、各不確かさの係数の平方根、たとえば $u(\varepsilon)$ では $2k(1/N)^2(1+k/N)$ の平方根、は感度係数である。

5 章の付録の参考文献

[1] 飯塚幸三 監修, “ISO 国際文書 計測における不確かさ表現のガイド,” 日本規格協会 (1996).

第 6 章 校正結果の妥当性確認手法

6.1 まえがき

産業界等のユーザーが望む国家標準を立ち上げ、そのトレーサビリティ体制を確立することは NMI の重要な任務のひとつである。また、確立したトレーサビリティ制度を維持し続けるために、国家標準による校正の結果の妥当性を適宜確認し、国家標準の信頼性を保つことも NMI の重要な任務である。

キャパシタンス標準による校正の結果の妥当性を確認する方法として、他国の同種な標準との間で行う比較試験（国際比較）があるが、実施間隔が 10 年以上となることがめずらしくない。そこで、標準キャパシタのキャパシタンスを定期的に校正することでその変化の傾向を明らかにし、校正結果が変化の傾向に従うか確認する妥当性確認手法が各国で行われている。しかしながら、この手法では校正結果が変化の傾向に従わない場合（不具合発生時）に、その原因がキャパシタンス標準（測定装置）にあるのか、それとも標準キャパシタにあるのかが判別できないという課題があった。

本研究では、不具合発生時の原因判別を可能にする新たな妥当性確認手法を提案する。この手法を実証するため、基礎データの蓄積を 2006 年から継続的に行った。そして、2011 年の東日本大震災後のキャパシタンス標準の復旧作業において提案した妥当性確認手法を実際に適用し、震災後 1 ヶ月以内という極めて短期間で復旧に大きく貢献した。本章では、提案手法の詳細から、基礎データの蓄積、震災後の実証に至る一連の取り組みについて記述する。

6.2 校正の結果の妥当性確認手法の必要性和現状の課題

キャパシタンス国家標準を確立する際、キャパシタンス測定装置を構成する各機器の詳細な評価、装置全体の評価、および傍証測定により、キャパシタンス測定装置による校正の結果が妥当であることを確認している。しかしながら、いったん装置として組み上げてしまうと、再度の評価が困難なことが少なくない。そのため、トレーサビリティ体制を何十年にも渡って維持し産業界へ標準を供給し続けるには、キャパシタンス国家標準による

校正の結果の妥当性を確認する手法を確立することが非常に重要となる。

国家標準による校正の結果の妥当性を確認するための有効な方法として、他国の同種な標準との間で行う比較試験（国際比較）がある。NMIJのキャパシタンス標準は、アジア・太平洋地域のNMI間で行われた国際比較に参加している^[1]。図6-1に100 pFの結果（APMP. EM-S7、実施期間は2003年から2006年）を示す。図6-1の横軸は国際比較に参加したNMIの名称、縦軸は参照値からの偏差を表す。各NMIの点が結果を表し、エラーバーは結果の不確かさを表す。

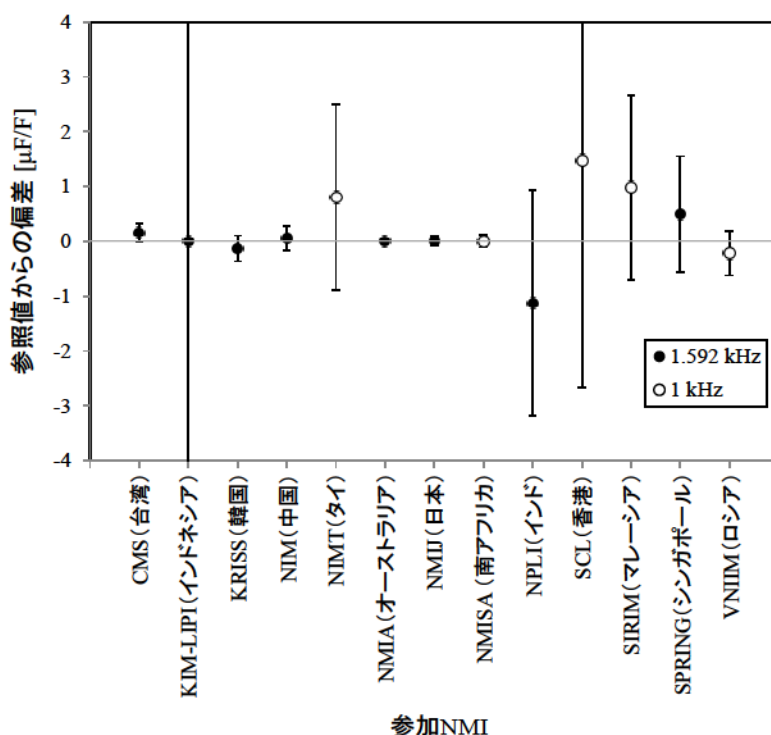


図 6-1 100 pF キャパシタンスの国際比較結果（APMP. EM-S7）^[1]を参考に作成

図6-1は、NMIJのキャパシタンス国家標準による校正の結果がアジア・太平洋地域のNMIとμF/F (ppm)オーダーで同等であることを表している。また、図6-1の参加NMIのうちNMIAなどはクロスキャパシタによりキャパシタンス標準を確立している^[2]。そのため、この国際比較では、QHRを起点に確立されたNMIJのキャパシタンス標準と、クロスキャパシタンスによって確立されたキャパシタンス標準、という手法の全く異なるキャパシタンス標準の間で同等性が確認されている点において学術的に意義深い。このように、他国と比較することにより、自国の標準による校正の結果の妥当性を確認することが可能となる。しか

しながら、参加する各国 NMI 間の調整が必要となるため、国際比較を頻繁に行うことは容易ではなく、その実施間隔が 10 年以上となることはめずらしくない。例えばアジア・太平洋地域の NMI 間で行われる国際比較の場合、APMP. EM-S7 以前に行われた 100 pF キャパシタンスの国際比較は、1992 年から 1994 年にかけて行われたものである^[3]。このため、信頼性の高いキャパシタンス標準を維持し続けるには、国際比較が行われない期間において、キャパシタンス標準による校正の結果の妥当性を確認する手法を確立することが非常に重要となる。

国際比較によらず独力でキャパシタンス標準による校正の結果の妥当性確認を行うために、例えば PTB では、キャパシタンス標準により標準キャパシタを定期的に校正し続けることで、キャパシタンスの長期的な変化（長期履歴）を評価している^[4]。長期履歴の評価結果から標準キャパシタのキャパシタンスの変化の傾向が明らかとなれば、図 6-2 に示すように、標準キャパシタの次回校正時における校正結果を予め推測することが可能となる。実測した校正結果がこの推測値と一致するか確認することにより、キャパシタンス標準による校正の結果の妥当性を確認することが可能となる。NMIJ においても、この PTB の取り組みを参考に、NMIJ のキャパシタンス標準により標準キャパシタを定期的に校正し続け、そのキャパシタンスの長期履歴の評価を行っている^[5]。

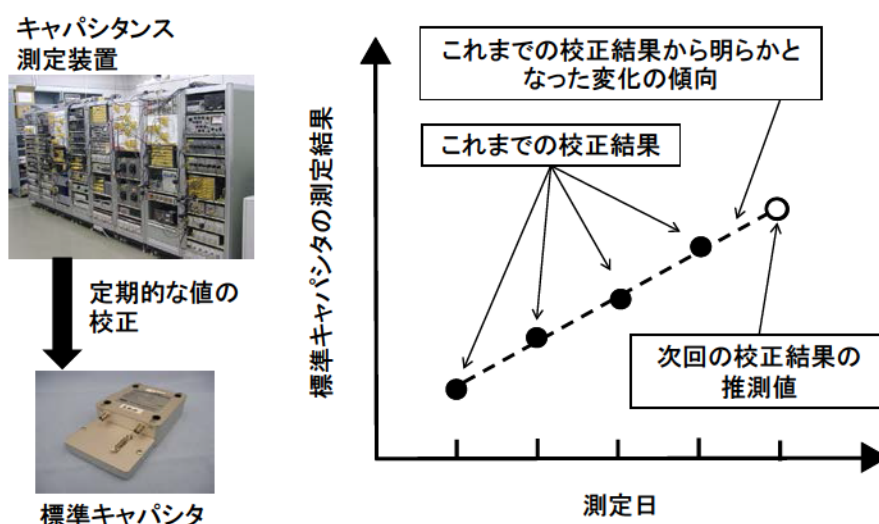


図 6-2 標準キャパシタのキャパシタンスの長期履歴評価に基づく校正結果妥当性の確認

しかしながら、標準キャパシタのキャパシタンスの長期履歴に基づく校正の結果の妥当

性確認手法では、“実測した校正結果”が推測値と一致しない場合（以下では簡単のため“不具合発生時”と記す）に、その不一致が“標準キャパシタに起因する”のか、それとも“キャパシタンス標準（キャパシタンス測定装置）など標準キャパシタ以外に起因する”のか、どちらか原因を判別することが困難である。（ここで注意すべきことは、NMIJ ではキャパシタンス標準の起点としては経年的に普遍性のある QHR を用いている。しかし、QHR からキャパシタンスを導く過程で用いる交直差計算可能抵抗器など器物の“特性”が結果に影響を与える為、より保守的な観点からの運用を必要とする。）そのため、NMIJ では、不具合発生時における原因判別を可能とする新たな校正の結果の妥当性確認手法の開発を行った。

6.3 原因判別を可能とする校正の結果の妥当性確認手法

6.3.1 キャパシタンス差の長期履歴を加味した妥当性確認手法の提案

本研究では、不具合発生時の原因判別を可能とするため、3つの標準キャパシタ X、Y、Zを用意し、それらを用いた以下2つの評価結果を組み合わせる手法を提案する。

- ① キャパシタンス測定装置により、標準キャパシタ X を定期的に校正し続け、そのキャパシタンスの長期履歴を評価する。（図 6-3）。
- ② 標準キャパシタ X と Y のキャパシタンス差、Y と Z のキャパシタンス差、Z と X のキャパシタンス差、を定期的に測定し続け、そのキャパシタンス差の長期履歴を評価する。（図 6-4）。

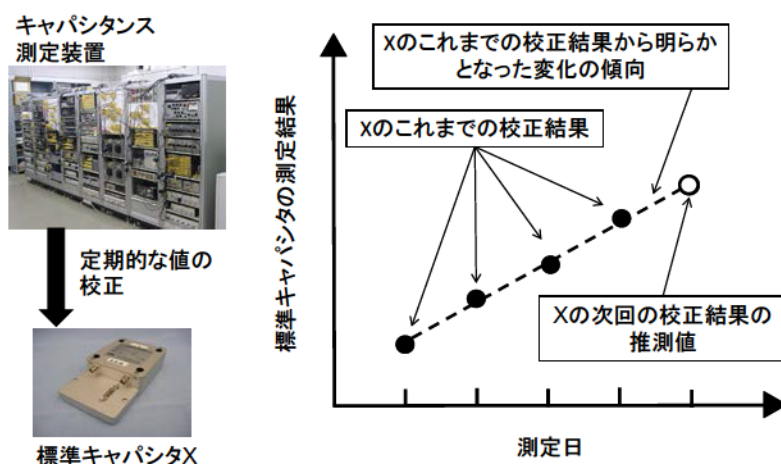


図 6-3 標準キャパシタ X のキャパシタンスの長期履歴評価

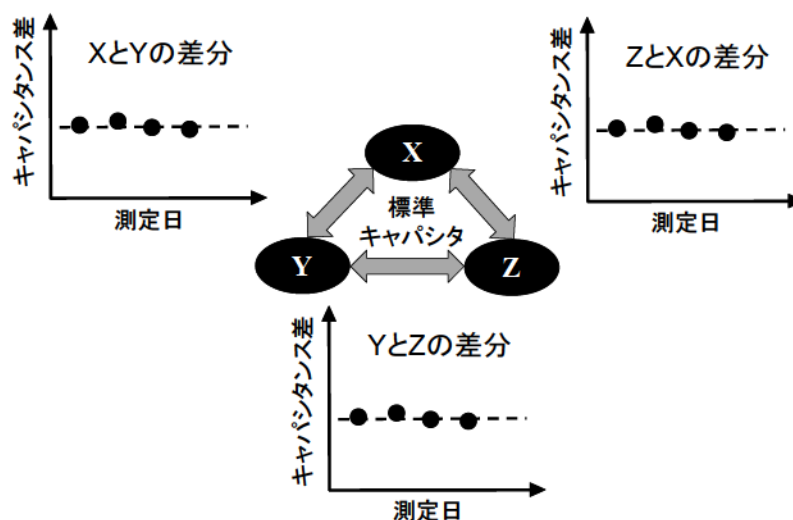


図 6-4 標準キャパシタ X、Y、Z 間のキャパシタンス差の長期履歴評価

上述の①は、6.2 に記した従来からと同じ手法である。この手法に対して、3 つ標準キャパシタ間のキャパシタンス差を加味する手順②が、従来手法とは異なる本研究の新たな点である。①と②の評価を組み合わせることで、標準キャパシタ X のキャパシタンスの長期履歴に不具合が発生した場合に、その不具合の原因が“標準キャパシタに起因する”のか、それとも“キャパシタンス標準（キャパシタンス測定装置）など標準キャパシタ以外に起因する”のかを判別することが可能となる。具体的な判別の方法については 6.3.2 に記述する。

6.3.2 原因判別

6.3.1 に記した不具合発生時の原因判別について、以下に考えらえる 3 つのケースを以下にまとめる。“標準キャパシタ X のキャパシタンス校正結果”および“標準キャパシタ X、Y、Z 間のキャパシタンス差の測定結果”が、この 3 つのいずれかのケースに該当するか判別することにより、不具合の原因を判断することが可能になる。

【ケース1】キャパシタンス測定装置と標準キャパシタ X のどちらにも問題がない場合

この場合における、標準キャパシタ X の校正結果、およびキャパシタンス差の測定結果の関係を図 6-5 にまとめる。この場合に標準キャパシタ X の校正結果、およびキャパシタンス差の測定結果が示す特徴は以下 2 点である。

1. **【標準キャパシタ X のキャパシタンス測定装置による校正結果】**

最新の標準キャパシタ X の校正結果は、これまでの校正結果から推測される変化の傾向に従う。

2. **【キャパシタンス差の測定結果】**

最新の標準キャパシタ X、Y、Z 間のキャパシタンス差の測定結果は、これまでの測定結果から推測される変化の傾向に従う。

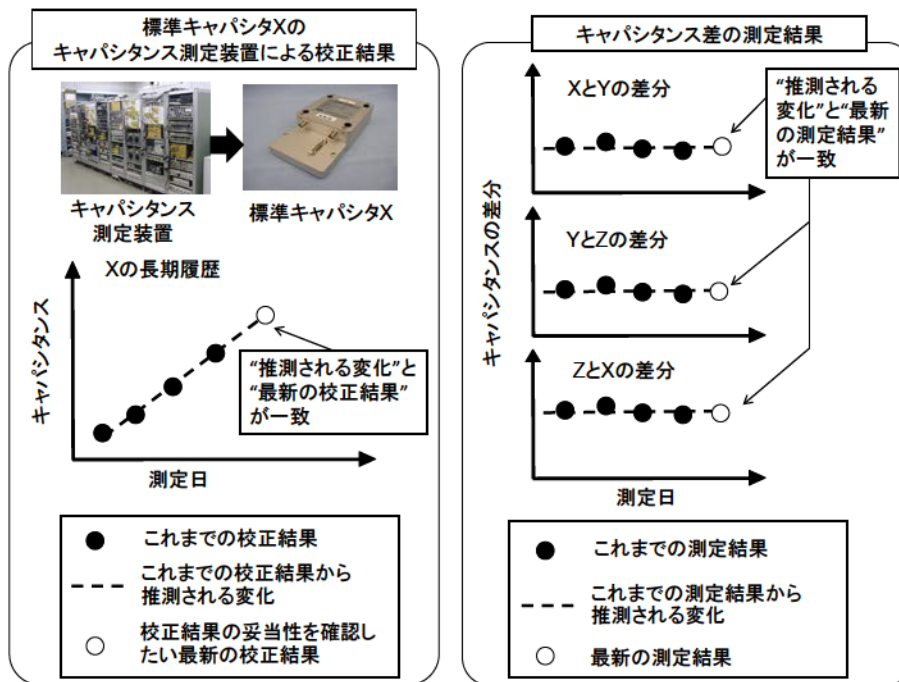


図 6-5 キャパシタンス差を加味した妥当性確認手法

-ケース 1- キャパシタンス測定装置と標準キャパシタ X のどちらにも問題がない場合

【ケース2】キャパシタンス測定装置に問題あり、標準キャパシタ X には問題がない場合

この場合における、標準キャパシタ X の校正結果、およびキャパシタンス差の測定結果の関係を図 6-6 にまとめる。この場合に、標準キャパシタ X の校正結果、およびキャパシタンス差の測定結果が示す特徴は以下 2 点である。

1. **【標準キャパシタ X のキャパシタンス測定装置による校正結果】**

最新の標準キャパシタ X の校正結果は、これまでの校正結果から推測される変化の傾向に従わない。

2. **【キャパシタンス差の測定結果】**

最新の標準キャパシタ X、Y、Z 間のキャパシタンス差の測定結果は、これまでの測定結果から推測される変化の傾向に従う。

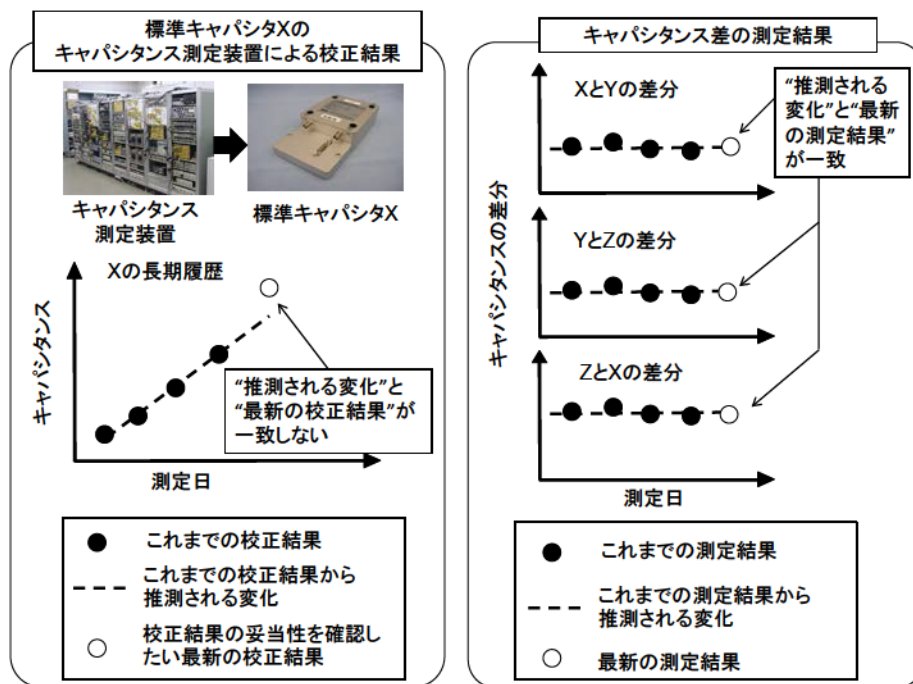


図 6-6 キャパシタンス差を加味した妥当性確認手法

-ケース 2- キャパシタンス測定装置に問題があり、標準キャパシタ X には問題がない場合

【ケース3】キャパシタンス測定装置が問題なく、標準キャパシタ X に問題がある場合

この場合における、標準キャパシタ X の校正結果、およびキャパシタンス差の測定結果の関係を図 6-7 にまとめる。この場合に、標準キャパシタ X の校正結果、およびキャパシタンス差の測定結果が示す特徴は以下 2 点である。

1. **【標準キャパシタ X のキャパシタンス測定装置による校正結果】**

最新の標準キャパシタ X の校正結果は、これまでの校正結果から推測される変化の傾向に従わない。

2. **【キャパシタンス差の測定結果】**

標準キャパシタ X の関連する“X と Y の差分”および“Z と X の差分”の測定結果は、これまでの測定結果から推測される変化の傾向に従わない。

“Y と Z の差分”の測定結果はこれまでの測定結果から推測される変化の傾向に従う。

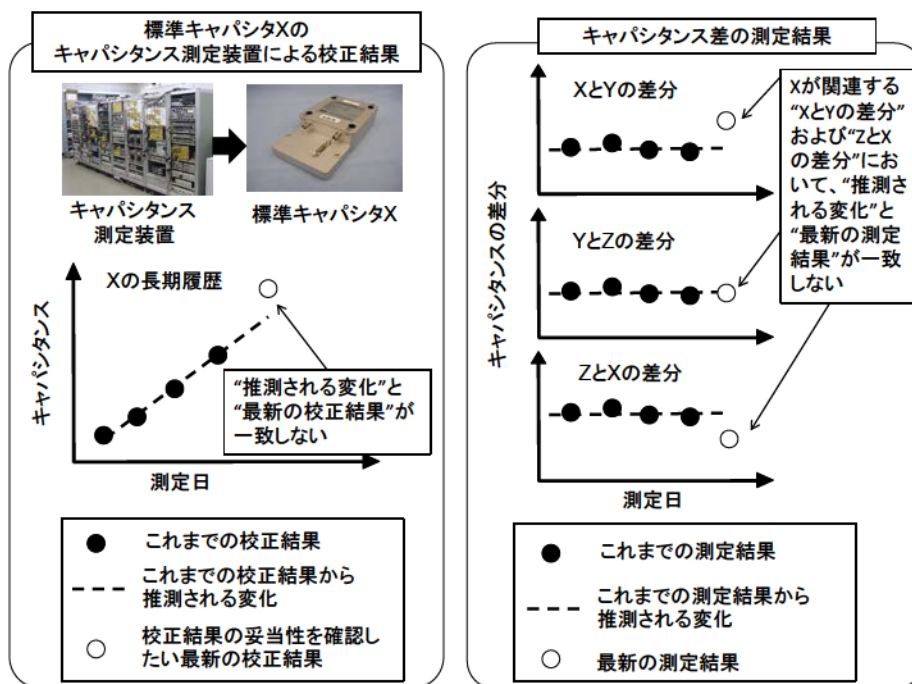


図 6-7 キャパシタンス差を加味した妥当性確認手法

-ケース 3- キャパシタンス測定装置が問題なく、標準キャパシタ X に問題がある場合

6.4 キャパシタンスの変化の傾向の評価

6.4.1 概要

6.3 に記した手法を実際の校正結果に適用するため、キャパシタンス測定装置により標準キャパシタ X のキャパシタンスを 5 年間にわたって校正し続け、その変化の傾向を明らかにした。また、3 つの標準キャパシタ X、Y、Z 間のキャパシタンス差を 4 年間にわたって測定し続け、その変化の傾向も明らかにした。6.4 節では、その詳細について記述する。

6.4.2 被測定キャパシタ

NMIJ が確立したキャパシタンス標準では、図 2-1 の手順で示したように、まず pF オーダーの標準キャパシタが校正される。そして、その値を基準に μF オーダーおよび mF オーダーの標準キャパシタに校正範囲を拡張する手順となっている^{[6]-[8]}。このため、基準となる pF オーダーの校正結果の妥当性確認が最も重要となる。そこで、国際比較の対象でもある 10 pF を長期履歴の評価対象とした。また、評価対象の標準キャパシタとして、pF オーダーの標準キャパシタとして熔融石英型のものを選択した。表 6-1 に本研究で使用した標準キャパシタの情報をまとめる。

表 6-1 標準キャパシタ

| 名前 | 型式, 製造者 (モデル名) | 製造番号 (通称) | 公称値 |
|----|---|-------------|-------|
| X | 熔融石英型, Andeen-Hagerling Co., Ltd (model: 11A) | 01099 (10D) | 10 pF |
| Y | | 01339 (10N) | |
| Z | | 01098 (10C) | |

表 6-1 の model: 11A は市販の熔融石英型標準キャパシタで、各国 NMI や、国際比較における試験用器物としても使用実績のある、計量計測標準の分野では世界的に定評のあるモデルである。その端子構造は 2 端子対構造となっており、高い精度での測定が期待できる。モデル 11A 専用の恒温槽 AH1100 frame に収納し、測定を行っていない状態においても温度管理を行っている。図 6-8 に 11A 型標準キャパシタおよび専用恒温槽 AH1100 frame の写真を示す。

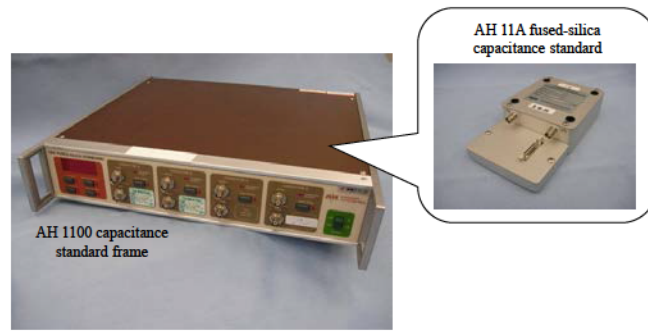


図 6-8 11A 型標準キャパシタおよび専用恒温槽 AH1100 frame

3つの標準キャパシタ X、Y、Zは、普段から AH1100 frame に収納し、特殊空調機により $23.0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ に管理された恒温実験室に保管した。

6.4.3 標準キャパシタ X のキャパシタンスの長期履歴

キャパシタンス測定装置を用いて、図 2-1 の手順で、標準キャパシタ X のキャパシタンスを校正し、キャパシタンスの長期履歴を評価した。校正は年間 2 回以上の頻度で実施した。図 6-9 に標準キャパシタ X のキャパシタンスの長期履歴を示す。

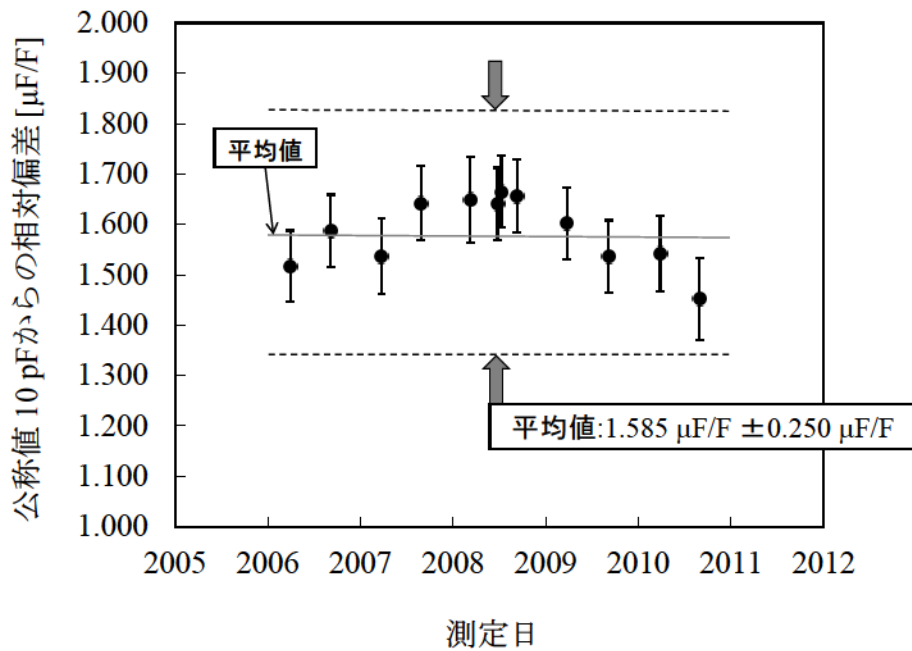


図 6-9 標準キャパシタ X のキャパシタンスの長期履歴

図 6-9 の縦軸はキャパシタンスの公称値 10 pF からの相対偏差、横軸は測定日を表す。測定条件はすべて印加電圧（実効値）100 V、測定周波数 1.592 kHz（角周波数 $\omega=10^4$ rad/s）である。図中の“●”は 2006 年 3 月から 2010 年 9 月までの結果で、各点とも 5 回の繰り返し測定を行った結果の平均値である。また、そのエラーバーは測定結果の標準不確かさを表す。標準不確かさは、QHR による直流抵抗測定、交直差計算可能抵抗器の周波数依存性の見積り、測定に使用したブリッジ回路などに起因する不確かさ要因を詳細に評価し、GUM^[9] の手順に従い算出した。また、2006 年 3 月から 2010 年 9 月までの測定結果の平均値は 1.585 $\mu\text{F}/\text{F}$ であった。

図 6-9 から、標準キャパシタ X のキャパシタンスの変化の傾向を“標準不確かさの範囲も含めて平均値 $1.585 \mu\text{F}/\text{F} \pm 0.250 \mu\text{F}/\text{F}$ の範囲でばらつく”と判断した。

6.4.4 標準キャパシタ X、Y、Z 間のキャパシタンス差の長期履歴

標準キャパシタ X、Y、Z 間のキャパシタンス差は、NMIJ で製作した 2 端子対型ブリッジ回路を用いて測定した。図 6-10(a)に“標準キャパシタ X と標準キャパシタ Y の差分”、同図(b)に“標準キャパシタ X と標準キャパシタ Z の差分”、同図(c)に“標準キャパシタ Y と標準キャパシタ Z の差分”の長期履歴をそれぞれ示す。縦軸はキャパシタンスの差分（相対値、公称値 10 pF）、横軸は測定日を表す。図中の“●”は、2007 年 3 月から 2010 年 9 月までの結果で、各点とも 5 回の繰り返し測定を行った結果の平均値である。測定条件はすべて、印加電圧（実効値）100 V、周波数 1.592 kHz である。

図 6-10 に示す標準キャパシタ X、Y、Z 間のキャパシタンス差の測定結果の分布には、時間の経過とともに測定結果が直線的に変化していく傾向が伺える。そのため、測定結果の分布を最小二乗法で直線近似した。直線近似の結果を図 6-10 に実線で示す。

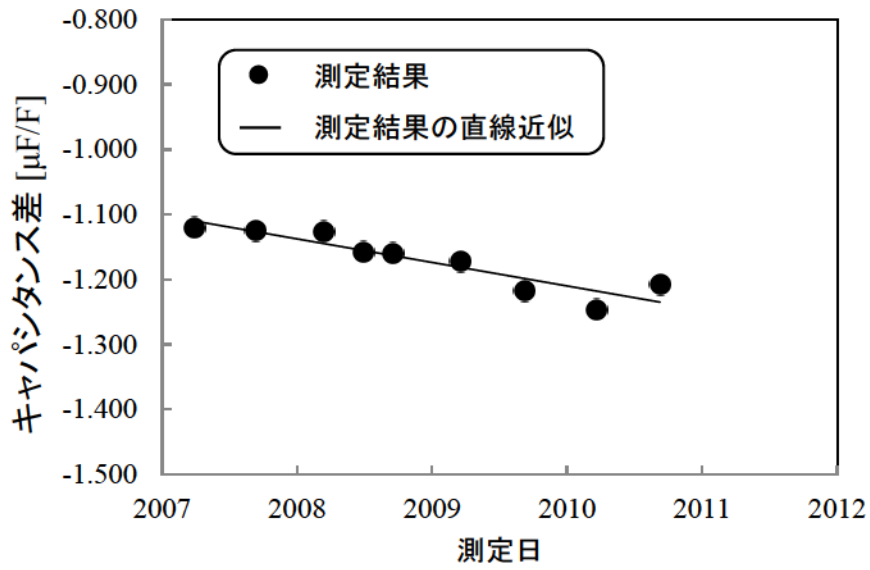


図 6-10(a) 10 pF 標準キャパシタのキャパシタンス差測定結果：
標準キャパシタ X と標準キャパシタ Y の差分

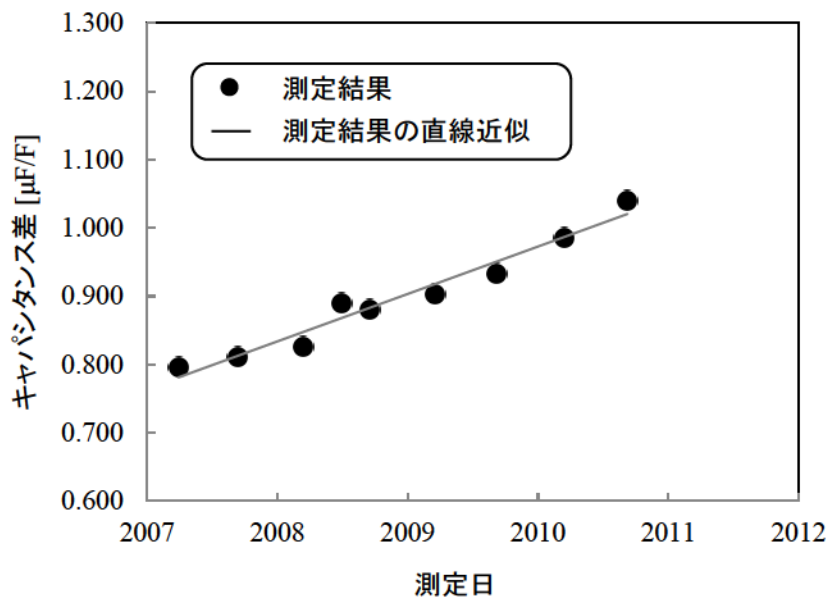


図 6-10(b) 10 pF 標準キャパシタのキャパシタンス差測定結果：
標準キャパシタ X と標準キャパシタ Z の差分

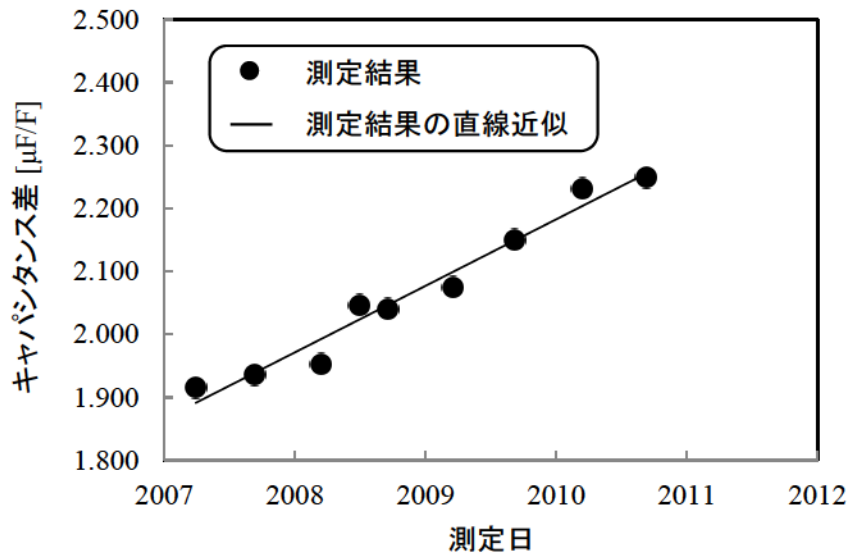


図 6-10(c) 10 pF 標準キャパシタのキャパシタンス差測定結果：
標準キャパシタ Y と標準キャパシタ Z の差分

6.5 提案手法の実証

6.5.1 概要

2011年3月11日の東日本大震災により、NMIJのある茨城県つくば市は震度6弱の大きな揺れに見舞われた。NMIJのキャパシタンス国家標準は耐震補強を厳重に行っていた。そのため、装置の倒壊など、地震の揺れに直接起因する大きな被害は目視で確認されなかった。しかしながら、キャパシタンス測定装置全体に強い揺れが加わるような事態は前例がなく、それがキャパシタンス国家標準の測定能力にどのような影響を与えるか不明であった。また、震災直後から恒温実験室のある建屋全体への電力供給が停止し、恒温実験室用特殊空調機および各標準キャパシタ用恒温槽が運転できず、適切な温度環境を保てないという2次的な被害に見舞われた。

キャパシタンス標準の本格的な復旧作業は、恒温実験室への電力供給が回復した2011年3月24日から開始した。まずはキャパシタンス測定装置が動作することを確認した。その後、本研究で提案する校正結果の妥当性確認手法をキャパシタンス標準の復旧作業に適用するため、3月31日から4月1日にかけて、キャパシタンス測定装置による標準キャパシタ X のキャパシタンス測定、および2端子対型ブリッジ回路を用いた標準キャパシタ X、Y、

Z のキャパシタンス差測定を行った。

6.5.2 震災後のキャパシタンス差

震災後に行ったキャパシタンス差の測定結果を図 6-11 に“×”で示す。測定方法、測定条件は 6.4.4 に記載した内容と同一である。

震災後のキャパシタンス差の測定結果がこれまでの変化の傾向に従っているか確認するため、2007 年 3 月から 2010 年 9 月までの校正結果の分布から求めた近似直線を用いて、震災後におけるキャパシタンス差の推定値を算出した。また、近似直線の傾きおよび切片の推定値の信頼区間（約 68 %）を計算し、その値を基に、GUM^[9]を参考に、キャパシタンス差の推定値の拡張不確かさを推定した。表 6-2 に、震災後のキャパシタンス差の測定結果およびその拡張不確かさ、ならびに近似直線による推定値、およびその拡張不確かさをまとめる。また、図 6-11 に推定値を“○”、推定値の拡張不確かさの範囲を エラーバーで示す。表 6-2 および図 6-11 から明らかなように、震災後のキャパシタンス差の測定結果は、いずれも“推定値 ± 推定値の拡張不確かさ”の範囲内に収まっていた。このことから、震災後の標準キャパシタ X、Y、Z のキャパシタンス差は、これまでの測定結果から推測される変化の傾向に従っていると判断した。

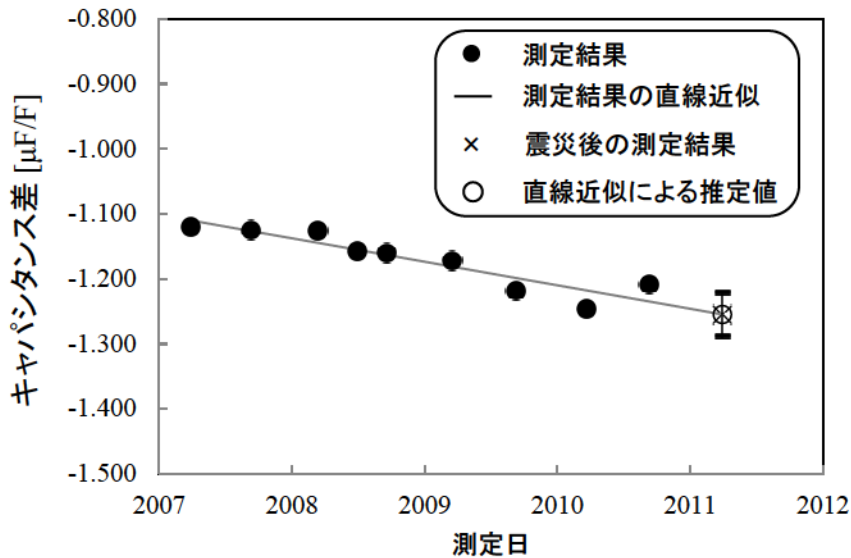


図 6-11(a) 震災後の 10 pF 標準キャパシタのキャパシタンス差測定結果：
標準キャパシタ X と標準キャパシタ Y の差分

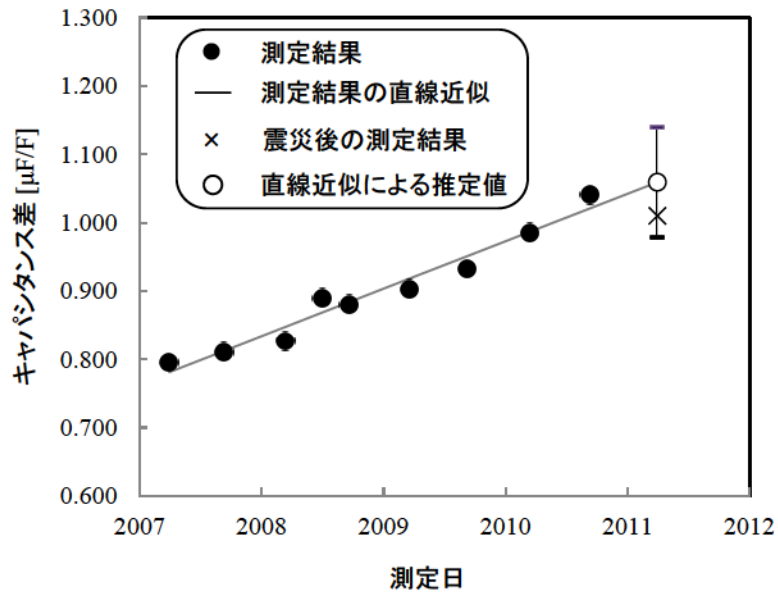


図 6-11(b) 震災後の 10 pF 標準キャパシタのキャパシタンス差測定結果：
標準キャパシタ X と標準キャパシタ Z の差分

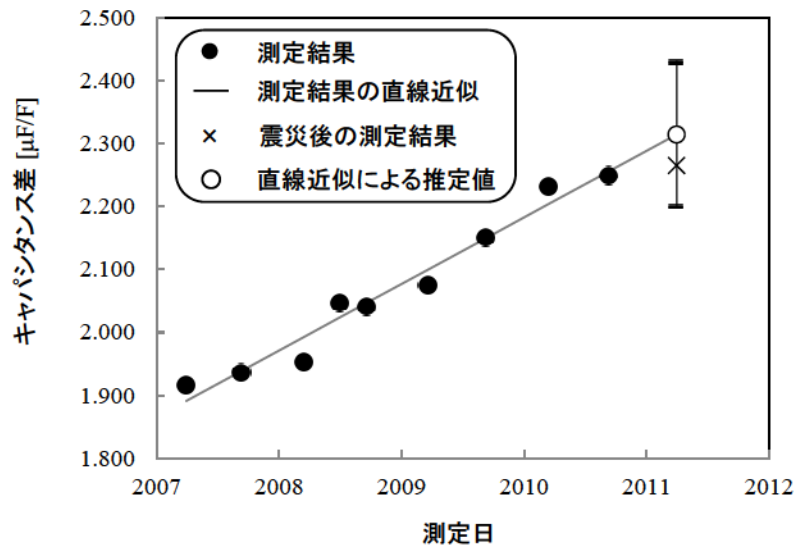


図 6-11(c) 震災後の 10 pF 標準キャパシタのキャパシタンス差測定結果：
標準キャパシタ Y と標準キャパシタ Z の差分

表 6-2 震災後のキャパシタンス差測定結果と過去の履歴に基づく推定結果

| 標準キャパシタ間の キャパシタンス差 | 測定結果 (平均値 ± 拡張不確かさ) [$\mu\text{F}/\text{F}$] | 推定結果 (推定値± 拡張不確かさ) [$\mu\text{F}/\text{F}$] |
|-----------------------|--|---|
| X と Y の差分 | -1.255 ± 0.017 | -1.255 ± 0.034 |
| X と Z の差分 | 1.010 ± 0.020 | 1.059 ± 0.081 |
| Y と Z の差分 | 2.265 ± 0.026 | 2.314 ± 0.115 |

6.5.3 震災後のキャパシタンス

震災後に行った標準キャパシタ X のキャパシタンスの校正結果を図 6-12 に“×”で示す。測定方法、測定条件は 6.4.3 に記載した内容と同一である。

震災後の標準キャパシタ X の測定結果は、“平均値 1.585 $\mu\text{F}/\text{F}$ ± 0.250 $\mu\text{F}/\text{F}$ ”の範囲に収まっていた。このことから、震災後の標準キャパシタ X の測定結果はこれまでの校正結果から推測される変化の傾向に従っていると判断した。

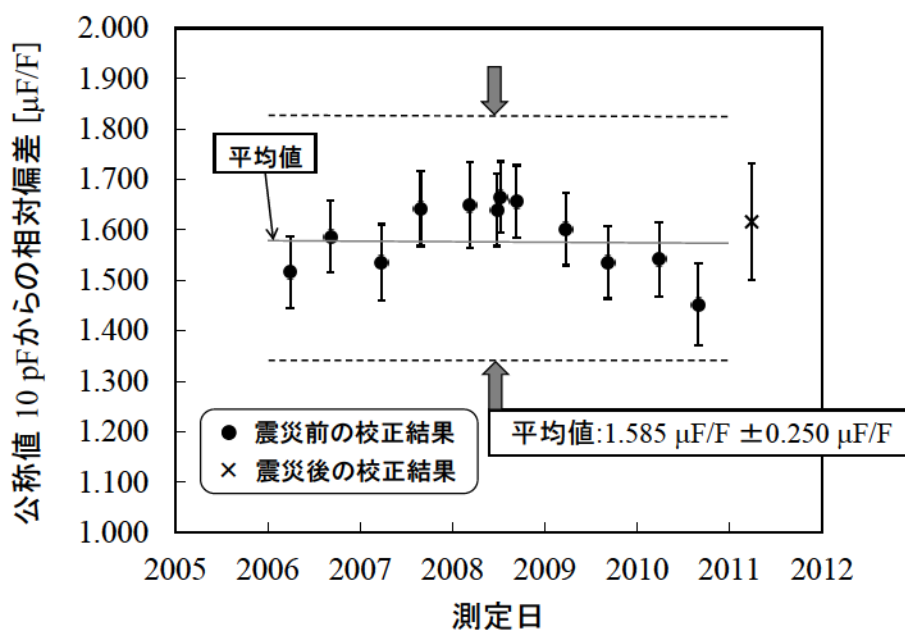


図 6-12 震災後の標準キャパシタ標準キャパシタ X のキャパシタンスの長期履歴

6.5.4 震災後に行った校正の結果の妥当性確認

6.5.2 において、震災後に実施したキャパシタンス差測定のスべての結果が、震災前の結果から推定される値と拡張不確かさの範囲内で一致することを確認した。また、6.5.3 において、震災後における標準キャパシタ X のキャパシタンスが、震災前までの変化の傾向に従っており、“平均値 $1.585 \mu\text{F}/\text{F} \pm 0.250 \mu\text{F}/\text{F}$ ”の範囲に収まっていることを確認した。この2つの結果から、今回のケースは 3.3.2 に記述した原因判別において“ケース 1”に相当する、すなわち、キャパシタンス測定装置および標準キャパシタ X のどちらにも問題がないと判断した。

妥当性の確認の不確かさは、GUM^[9]を参考に、以下の手順で推定した。図 6-12 より、震災前（2006 年 3 月から 2010 年 9 月まで）の標準キャパシタ X のキャパシタンス校正結果は平均値 $1.585 \mu\text{F}/\text{F} \pm 0.250 \mu\text{F}/\text{F}$ の範囲に収まっており、震災後の標準キャパシタ X の測定結果もこの範囲内に収まった。そのため、 $\pm 0.250 \mu\text{F}/\text{F}$ を限界値とする範囲内でキャパシタンスが一様に分布している矩形分布を仮定した。矩形分布における標準不確かさは、限界値を 3 の平方根で除した値となる。今回の結果では $0.144 \mu\text{F}/\text{F}$ となり、この値を校正測定能力の確認の標準不確かさとした。図 6-12 の震災後の測定結果“x”のエラーバーは、この標準不確かさを表している。

6.6 まとめ

従来からのキャパシタンスの長期履歴に基づく妥当性確認手法に、複数のキャパシタンス差の長期履歴を加味する新たな校正の結果の妥当性確認手法を提案した。キャパシタンス差を加味することにより従来手法だけでは困難であった不具合発生時の原因判別を可能とした。

提案した方法を実際の妥当性確認に適用するため、まず、標準キャパシタ X のキャパシタンスの長期履歴を評価し、キャパシタンスは標準不確かさの範囲も含めて平均値 $1.585 \mu\text{F}/\text{F} \pm 0.250 \mu\text{F}/\text{F}$ の範囲でばらつくことを明らかにした。次に、標準キャパシタ X、Y、Z 間のキャパシタンス差の長期履歴を実測し、キャパシタンス差が直線的に変化する傾向を示すことを明らかとした。

明らかとした標準キャパシタ X のキャパシタンスの変化の傾向、および標準キャパシタ X、Y、Z 間のキャパシタンス差の変化の傾向を基に、東日本大震災後のキャパシタンス国

家標準の復旧作業に本手法を適用した。その結果、キャパシタンス測定装置および標準キャパシタ X に問題がないこと、震災後 1 ヶ月以内の早い段階で確認することができた。

6.7 第 6 章の参考文献

- [1] H. L. Johnson, “Final Report: APMP.EM-S7 APMP Supplementary Comparison of Capacitance at 100 pF,” *Metrologia*, vol. 45, Tech. Suppl., 01003, 2008.
- [2] G. W. Small, B. W. Ricketts, P. C. Coogan, B. J. Pritchard and M. M. R. Sovierzoski, “A new determination of the quantized Hall resistance in terms of the NML calculable cross capacitor,” *Metrologia*, 34, 241-243, 1997.
- [3] 国際度量衡局 : Key and supplementary comparisons (Appendix B), The BIPM key comparison database (http://kcdb.bipm.org/AppendixB/KCDB_ApB_search.asp)
- [4] H. Bachmair, T. Funck, R. Hanke, and H. Lang, “Realization and Maintenance of the Unit of Capacitance with the PTB Cross Capacitor During the Last Ten Years.”, *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, Vol. 44, No.2, pp. 440-442, 1995.
- [5] A. Domae, N. Sakamoto and Y. Nakamura, “Monitoring of NMIJ standard capacitors during the last 10 years”, *Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM) Conference Digest*, pp.424-425, 2010.
- [6] A. Domae, Y. Nakamura, Y. Ichikawa, “Calibration of standard capacitors of 0.01 - 1 μ F AT NMIJ/AIST,” *Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM) Conference Digest*, pp.608-609, 2004.
- [7] 米永 暁彦, 堂前 篤志, 中村 安宏, “四端子対インピーダンスブリッジを用いた標準キャパシタの校正法とその不確かさ,” 産総研計量標準報告, vol. 2, no. 2, pp. 101-117, 2007.
- [8] N. Sakamoto, Y. Nakamura, “Calibration method for large capacitances using a current comparator with an inductive voltage divider,” *Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM) Conference Digest*, pp.412-413, 2010.
- [9] International Organization for Standardization (ISO): “Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement”, 1993.

第7章 結論

本論文では、日本のキャパシタンス標準の高度化を実現する計測技術の基盤を確立するため、新たな校正手法・計測機器の長期安定性評価・標準の維持管理といったキャパシタンス標準へ応用可能な計測に関する幅広い技術の研究を行った。これらの研究によって得られた成果を以下にまとめる。

(1) キャパシタンス標準の次世代の基準に対応した計測技術の開発

キャパシタンス標準の次世代の基準として研究開発が進む ac QHR を起点としたキャパシタンス標準を実現する際に、既存のキャパシタンス標準と同じ校正周波数 1.592 kHz でキャパシタンス標準を実現可能な校正手順を提案した。そして、その提案手順においてキーデバイスとなる改良型直角相ブリッジ回路の設計・製作を行った。製作した回路の不確かさを評価することで、改良型直角相ブリッジ回路の性能を定量的に示した。

(2) より安定な計測機器の開発

従来型金属箔抵抗素子を用いた交流抵抗器について、その交流抵抗値の 10 年以上にわたる長期評価を行い、従来型金属箔抵抗素子に起因すると考えられる 2 つの課題：

課題 1: 製造直後は抵抗値の年間変化率が大きく、安定するまで長期間を要する、

課題 2: 周囲温度の大きな変化に起因して抵抗値の変化の傾向が変わってしまう、を明らかにした。そして、これらの課題を解決に導くことができると考えられる高安定金属箔抵抗素子について、キャパシタンス標準で使用可能な性能を有するかの評価を行うため、交流特性（抵抗値の周波数依存性、位相角）、および抵抗値の電流依存性を精密に評価し、高安定金属箔抵抗素子がキャパシタンス標準で使用するに問題ない性能を有していることを明らかにした。

(3) 量子効果に基づく計測・評価技術の開発

ブリッジ回路の評価に応用可能な、分圧比の経時変化のない量子効果に基づいた分圧器（QHR 分圧器）の開発を行った。2 進数型の出力をもった QHR 分圧器を製作し、その動作を確認した。そして、市販計測器を用いて分圧比を評価し、

製作した QHR 分圧器が 1×10^{-6} 台の高精度測定に十分使用可能なことを確認した。また、QHR 分圧器の分圧比評価の不確かさをより小さくするため、参照分圧器を用いる分圧比校正法を検討し、その手法で核となる標準抵抗器を利用した参照用分圧器校正システムを開発した。開発したシステムの不確かさ評価結果から、市販計測器による分圧比評価法に比べ小さな不確かさで QHR 分圧器の分圧器を評価できる見通しを得た。

(4) 校正結果の妥当性確認手法

従来からの“キャパシタンスの長期履歴に基づく妥当性確認手法”に対して、新たに“複数の標準キャパシタ間のキャパシタンス差の長期履歴”を組み合わせる校正の結果の妥当性確認手法を提案した。キャパシタンス差の長期履歴を加味することにより、従来手法だけでは困難であった不具合発生時の原因判別を可能とした。そして、提案した方法を実際の妥当性確認に適用するため、キャパシタンスの長期履歴、および複数の標準キャパシタ間のキャパシタンス差の長期履歴を実測した。実測したデータを利用して、東日本大震災後のキャパシタンス国家標準の復旧作業に提案した手法を適用した。その結果、震災後 1 ヶ月以内の早い段階で、キャパシタンス標準による校正の結果の妥当性を確認することができた。

本研究における各成果を発展的に統合することにより、ac QHR を起点としたキャパシタンス標準を既存のキャパシタンス標準と同じ校正周波数 1.592 kHz で実現することが可能となる。また、その実現の各段階において、より安定な交流抵抗器、および量子効果に基づく計測・評価を利用することで、校正回路の信頼性の向上を図ることが可能となる。そして、一連の流れによる校正の結果の妥当性を本研究で提案した手法で確認することにより、長期的に信頼性の高いキャパシタンス標準の供給が可能となる。

現時点において、高安定金属箔抵抗素子の抵抗値が 100Ω のみとなっているが、抵抗範囲を拡張するための研究開発が NMIJ と企業の共同で進められている。また、QHR 分圧器については、本研究で開発した参照用分圧器校正システムを用いて、より不確かさの小さな分圧比評価を実施することが当面の課題である。また、NMIJ のキャパシタンス標準で使用している 1000 pF の空気型標準キャパシタについて、10 年以上にわたる長期評価を実施している過程において数度その値が著しく大きく変化しており、今後はそのようなキャパシタンスの大きな変化が生じない、安定な 1000 pF 標準キャパシタの開発に向けて取り組んでいく必要がある。

本研究では、キャパシタンス標準の高度化を実現する計測技術の基盤を確立するための研究開発を進め上述の成果を得たが、これらの成果は他の国家計量標準の高度化、先端計測への応用、および産業応用も可能である。例えば、高安定金属箔抵抗素子が交流における電気抵抗の国家標準（交流抵抗標準）においても利用可能な高い性能を有することが本研究の成果から明らかとなった。また、民間企業において、その企業の品質管理の要である標準器として従来型金属箔抵抗素子を用いた交流抵抗器を使用している場合がみられるが、本研究で明らかとした従来型金属箔抵抗素子に起因する課題は、これら企業の標準器の維持・管理の取り組みに有益な情報をもたらすものである。QHR 分圧器はジョセフソン効果に基づく直流電圧標準（最大電圧値: 10 V）を高電圧へ拡張する際のツールとして応用可能である。量子ホール効果に基づく QHR 分圧器とジョセフソン効果に基づく直流電圧を組み合わせることによって、基礎物理定数に基づいた直流高電圧標準確立への道筋が開ける。

本研究ではキャパシタンス標準の高度化・高信頼化を実現する計測技術の基盤を確立するための研究開発を行い、他の国家計量標準の高度化、先端計測や産業技術の発展にも貢献する計測技術の基盤を得た。これらの成果を基に医療現場や産業界等で使用される計測機器の信頼性がより高い次元で担保されることで、最終的に科学技術の発展、国民生活の安全性確保や国際通商の円滑化へ貢献するものと信ずる。

謝辞

本論文は、東京都市大学 工学部 医用工学科 桐生昭吾教授のご指導のもとに、筆者が東京都市大学 工学研究科 生体医工学専攻および独立行政法人産業技術総合研究所 計測標準研究部門において行った一連の研究の成果をまとめたものです。

本論文の完成にあたり、多大なるご指導・ご鞭撻を賜りました、東京都市大学 工学部 医用工学科 桐生昭吾教授に、謹んで感謝の意を表します。

本論文の審査過程において有益なご助言とご教示を賜りました、東京都市大学 知識工学部 情報通信工学科 堀田正生教授、工学部 電気電子工学科 百目鬼英雄教授、工学部 医用工学科 和多田雅哉教授、工学部 医用工学科 京相雅樹准教授、ならびに電気通信大学 量子・物質工学科 島田宏准教授に深謝いたします。

現在の日本のキャパシタンス標準を確立され、本研究の基礎を築くにあたってご指導を賜りました産業技術総合研究所 研究環境安全本部 研究環境安全企画部 中村安宏部長に心より厚く御礼申し上げます。本研究の遂行にあたり様々なご支援、ご配慮を賜りました産業技術総合研究所 計測標準研究部門 電磁気計測科 金子晋久科長に心より感謝の意を表します。計量標準に関する制度および歴史的背景について多くのご指導を賜りました産業技術総合研究所 計測標準研究部門 電磁気計測科 坂本泰彦主任研究員に厚く御礼申し上げます。

本研究を進めるにあたって、産業技術総合研究所 計測標準研究部門 小柳正男元副部門長、瀬田勝男元副部門長、大嶋新一元副部門長にはご理解とご協力を賜りました。各位に厚く御礼申し上げます。

産業技術総合研究所 計測標準研究部門での研究実施にあたり、電磁気計測科の皆様から多大なるご協力をいただきました。特に、低温実験および直流抵抗測定に関しては浦野千春主任研究員および大江武彦主任研究員、インピーダンス測定に関しては米永暁彦元研究員および坂本憲彦主任研究員、QHR 分圧器の作製に関しては松廣健二郎様（現 名古屋大学）から多大なるご協力をいただきました。インピーダンス測定用機器の製作に関しては株式会社サンジェムの皆様、特に市川洋介様にお世話になりました。高安定金属箔抵抗素子の評価に関しては、アルファ・エレクトロニクス株式会社の皆様、特に座間松雄様および熊谷誠弥様、日本電気計器検定所 技術研究所 阿部隆行様のお世話になりました。本当にありがとうございました。

東京都市大学での研究実施にあたり、お世話になりました知覚システム工学研究室の皆様にお礼を申し上げます。

本論文をまとめるにあたり、株式会社 DSP 応用技術研究所 曾禰元隆武蔵工業大学名誉教授、産業技術総合研究所 計測標準研究部門 音響振動科 音響超音波標準研究室 堀内竜三室長、および電磁波計測科 高周波標準研究室 飯田仁志主任研究員、から有益なご助言をいただきました。深く感謝しております。

本研究テーマへ取り組む大きなきっかけとなった通商産業省 工業技術院 電子技術総合研究所 (現 独立行政法人産業技術総合研究所) への入所にあたり、電子技術総合研究所 基礎計測部 遠藤忠元部長、豊橋技術科学大学 長尾雅行教授、豊橋技術科学大学 穂積直裕教授、名城大学 村本裕二准教授、電力中央研究所 岡本達希首席研究員には大変お世話になりました。御礼申し上げます。

最後になりますが、学位授与を心待ちにしながら永眠した母にこの論文を捧げるとともに、研究生生活を理解し心の支えになってくれた友人、家族、婚約者に、心より深く感謝いたします。

2014年3月

付録 A：基本用語

本論文で使用される基本用語の定義を明確にするため、代表的なものを文献[1]より引用し、以下に示す。本基本用語をまとめるにあたり、文献[2]を参考にした。

- ・計測 (measurement, instrumentation) :

特定の目的をもって、事物を量的にとらえるための方法・手段を考究し、実施し、その結果を用い所期の目的を達成させること。

- ・測定 (measurement) :

ある量を、基準として用いる量と比較し数値又は符号を用いて表すこと。

- ・計量 (metrology) :

公的に取り決めた測定標準を基礎とする計測。

- ・校正 (calibration) :

指定の条件下において、第一段階で、測定標準によって提供される測定不確かさを伴う量の値と、付随した測定不確かさを伴う当該の指示値との関係を確立し、第二段階で、この情報を用いて指示値から測定結果を得るための関係を確立する操作。

- ・校正トレーサビリティ (metrological traceability) :

個々の校正が測定不確かさに寄与する、文書化された切れ目のない校正の連鎖を通して、測定結果を計量参照に関連付けることができる測定結果の性質。

*計量参照は通常、国家標準、または国際標準である。

- ・測定不確かさ (measurement uncertainty) :

用いる情報に基づいて、測定対象量に帰属する量の値のばらつきを特徴付ける負ではないパラメータ。

・標準不確かさ (standard uncertainty) :

標準偏差として表した測定不確かさ。

・合成標準不確かさ (combined standard uncertainty) :

測定モデルの入力量に付随する個々の標準測定不確かさを用いて得られる標準測定不確かさ。

・拡張不確かさ (expanded uncertainty) :

合成標準測定不確かさと 1 より大きい係数との積。

・包含係数 (coverage factor) :

拡張測定不確かさを得るために合成標準測定不確かさに乗じる, 1 より大きい数。

付録 A の参考文献

[1] 国際計量計測用語－基本及び一般概念並びに関連用語 (VIM) TS Z 0032 : 2012 (ISO/IEC Guide 99 : 2007) , 日本工業標準調査会適合性評価部会 審議 (日本規格協会 発行) , 公表 平成 24 年 6 月 20 日 (有効期限 平成 27 年 6 月 19 日) .

[2] 飯田仁志, 博士学位論文 “広帯域高周波雑音の精密計測に関する研究,” 電気通信大学大学院情報理工学研究科, 2011 年 12 月.

付録 B : ブリッジ回路

キャパシタンス標準では測定回路としてブリッジ回路を用いる。本付録 B では、このブリッジ回路のうち最も基本的な 2 端子対型ブリッジ回路について、その詳細を記述する。

B-1. 2 端子対型ブリッジ回路の測定対象

2 端子対型ブリッジ回路の測定対象となるのは 2 端子対定義による構造をもったインピーダンス^[1]である。2 端子対定義では、図 B-1 に示すように、被測定素子(Z)が 2 端子で、その全体が外部導体で覆われた構造 (2 端子対構造) を考える。図中の細線は同軸構造の内部導体を、太線は外部導体を表わす。また、 Y_e 、 Y_i は内部導体と外部導体間に存在するシャントアドミタンスを表わす。2 端子対構造をもつインピーダンス素子は 2 端子対インピーダンスと呼ばれ、その端子対はポート (port) と呼ばれる。

2 端子対インピーダンスは 2 つの条件 (2 端子対定義) ;

- 1) 同軸構造の内部導体と外部導体を流れる電流が“大きさが同じで向きが逆”の関係にある、
- 2) $V_2=0$ 、

が同時に満たされているとき、 Y_e や Y_i 、外部磁界との誘導結合などの影響を排除することができる。

2 端子対定義が満たされた状態の 2 端子対インピーダンス Z は、

$$Z = \frac{V_1}{I} \Big|_{V_2=0} \quad (2-7)$$

で与えられる。

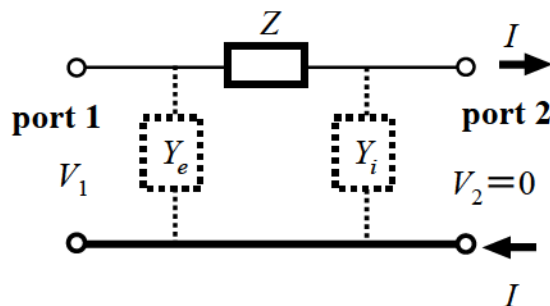


図 B-1 2 端子対インピーダンス

B-2 2端子対型ブリッジ回路^[1]

一般にインピーダンスを測定するためのブリッジ回路では、インピーダンスが既知の標準器 Z_s と未知の測定対象 Z_x を直列に接続して等しい電流を流したとき、それぞれの両端電圧の比 V_x/V_s を測定し、この比をもとにインピーダンスの比を推定する。このとき、電圧の比を実現する比例辺の実現方法によってブリッジ回路の種類が大きく2つに分類される。一つが、インピーダンス比が既知の2つの素子で比例辺を構成する四辺ブリッジ回路である。もう一つがトランス（変成器）あるいは誘導分圧器で比例辺を構成する変成器ブリッジ回路である。キャパシタンス標準で用いる2端子対型ブリッジ回路はこの変成器ブリッジ回路の一種である。

図 B-2 に2端子対ブリッジ回路の基本回路図を示す。図中の細線が同軸線路の内部導体、太線が外部導体を表す。

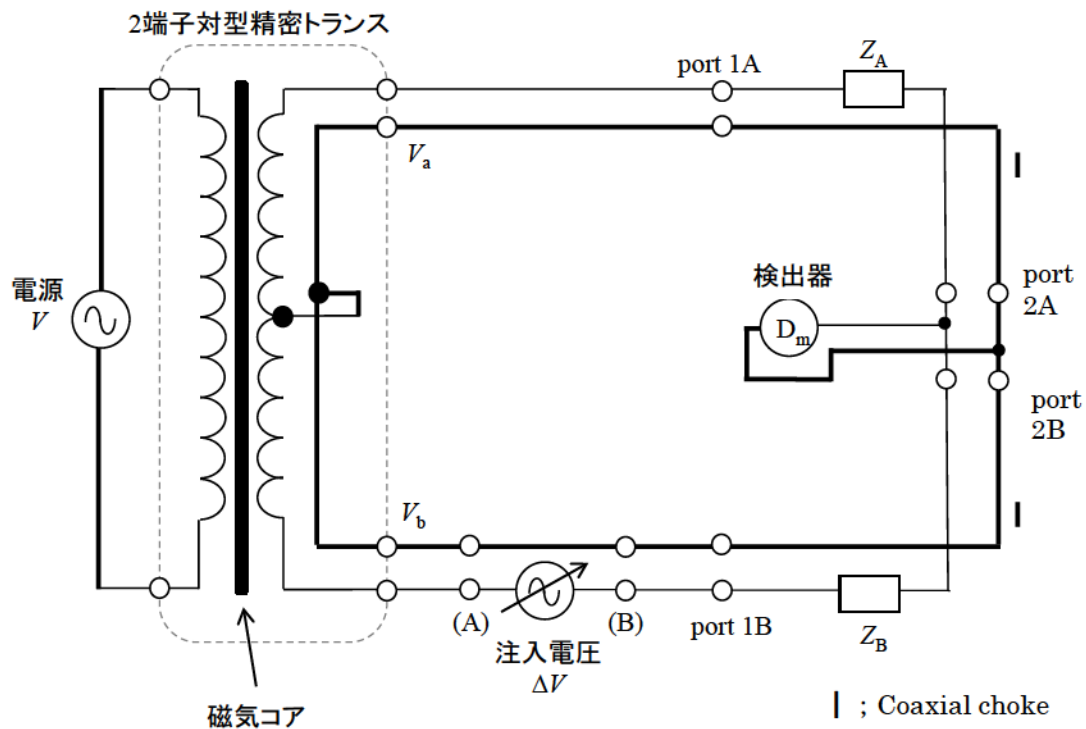


図 B-2 2端子対型ブリッジ回路の基本回路図

2端子対型精密トランスの1次側に電源 V を接続する。そして、2次側に比較対象である

2つの2端子対型インピーダンス Z_A および Z_B を接続する。このとき、2端子対型精密トランスの2次側出力電圧 V_a, V_b と2端子対型インピーダンス Z_A, Z_B の間に以下の関係が成り立っている必要がある。

$$\frac{Z_A}{Z_B} \approx \frac{V_a}{V_b} \quad (\text{式 B-1})$$

また、 Z_A と Z_B の間にヌル点検出器が接続し、その指示値がゼロとなるように注入電圧 ΔV を調整する。注入電圧 ΔV を調整して2端子対型ブリッジ回路を平衡状態にすると、

$$\frac{Z_A}{Z_B} = \frac{V_a}{V_b + \Delta V} \quad (\text{式 B-2})$$

の関係が成り立つ。

キャパシタンス標準の分野で行われる測定では、2端子対インピーダンス Z_A, Z_B の比の公称比からのズレが極めて小さいと想定できる。このような場合、注入電圧 ΔV に対して、

$$\Delta V \ll 1 \quad (\text{式 B-3})$$

と仮定することができる。式 B-3 の関係から、式 B-2 は以下に示すように近似することができる。

$$\begin{aligned} \frac{Z_A}{Z_B} &= \frac{V_a}{V_b + \Delta V} = \frac{V_a}{V_b \left(1 + \frac{\Delta V}{V_b}\right)} \\ &\approx \frac{V_a}{V_b} \left(1 - \frac{\Delta V}{V_b}\right) \end{aligned} \quad (\text{式 B-4})$$

式 B-4 において、電源電圧比 V_a/V_b は誘導分圧器の分圧比の国家標準を基準として高精度に校正可能な量である。また、2端子対インピーダンス Z_A, Z_B のうち、どちらか一方が既知であれば、ブリッジによる測定値 $\Delta V/V_b$ から、未知のインピーダンスを求めることができる。

ブリッジ回路が平衡状態のとき（検出器の指示がヌルであるとき）、2端子対定義の諸条件のうち2端子対インピーダンスの port2 の電圧がゼロ”という条件が達成される。また、2端子対定義の諸条件のうち、同軸構造の内部導体と外部導体を流れる電流は、チョークコア^[2]を用いることで、“大きさが同じで向きが逆”の関係にしている。

B-3 2端子対型ブリッジ回路の注入電圧 ΔV を実現するための回路

図 B-3 に注入電圧 ΔV を実現するための回路の一例を示す。本回路では簡単のため同軸線路の内部導体だけを示す。

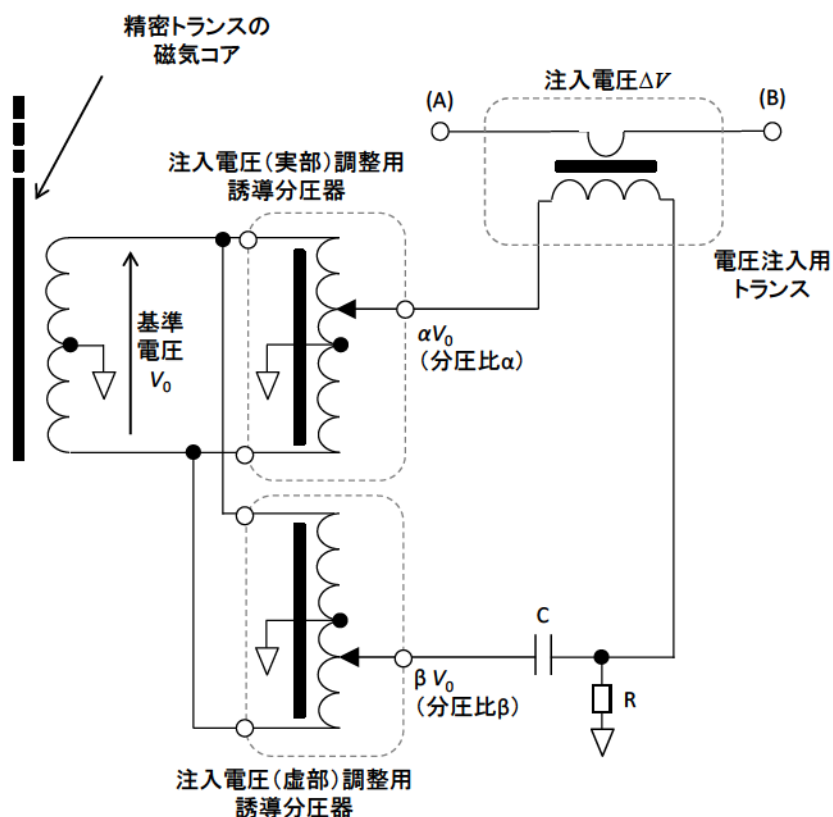


図 B-3 注入電圧 ΔV を実現するための回路の一例

この回路による注入電圧 ΔV の調整の手順は以下のとおりである。まず、注入電圧 ΔV の基準となる電圧 V_0 は、2端子対型精密トランスの2次側にまかれた注入電圧用の巻線からとり、その基準電圧 V_0 を2台の誘導分圧器に入力する。図 B-3 の注入電圧(実部)調整用誘導分圧器の分圧比の設定値 α を調整することで、注入電圧 ΔV の実部の大きさを調整する。また、注入電圧(実部)調整用誘導分圧器の出力端には既知のキャパシタ C および R が接続されており、注入電圧(虚部)調整用誘導分圧器の分圧比の設定値 β を調整することで、注入電圧 ΔV の虚部の大きさを調整する。2台の誘導分圧器によって調整された注入電圧 ΔV は(A)端子—(B)端子間に接続されたトランスを介して、2端子対型ブリッジ回路の V_0 側(図

B-2 の回路の(A)端子—(B)端子間) へ注入される。

精密トランス製作時のトランス巻数から、注入電圧 ΔV の基準電圧 V_0 は既知である。また、注入電圧 ΔV の虚部の調整に用いるキャパシタ C および抵抗 R の値も既知である。そのため、2 端子対型ブリッジ回路の平衡状態における 2 台の誘導分圧器の分圧比の設定値が分かれば、ブリッジ回路の平衡状態における注入電圧 ΔV の大きさが分かる。2 端子対型ブリッジ回路を用いた測定における測定値（読み値）は、この 2 台の誘導分圧器の分圧比の設定値である。

注入電圧 ΔV の基準電圧 V_0 と V_b の大きさが等しくなるように精密トランスを製作していれば、 $\Delta V/V_b$ の実部においては次式の関係が成り立ち、誘導分圧器の分圧比の設定値を直読すればよい。

$$\left| \frac{\Delta V}{V_b} \right| = \left| \frac{\Delta V}{V_0} \right| = \alpha \quad (\text{式 B-5})$$

B-4 付録 B の参考文献

- [1] B. P. Kibble and G. H. Rayner, "Coaxial AC bridges," Adam Hilger Ltd, Bristol, 1984.
- [2] D. N. Homan, "Applications of Coaxial Chokes to A-C Bridge Circuits," *J. Res. Natl. Bur. Stand.* C 72C-2, pp. 161-165, 1968.

本研究に関する業績

I. 関連論文発表【査読あり】

1. 全著者名: 堂前篤志、中村安宏、大江武彦
論文題目: “Development of quadrature bridge for ac QHR measurements at measurement frequency of 1.592 kHz,”
IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, Vol. 60, No. 7, pp. 2602-2608, 2011.
(本論文の第 3 章の内容と関連)
2. 全著者名: 堂前篤志、大江武彦、金子晋久、中村安宏、桐生昭吾
論文題目: “標準器として利用可能な 4 端子対型標準交流抵抗器の製作とその評価,”
高速信号処理応用技術学会誌, Vol. 12, No. 1, pp. 17-24, 2009.
(本論文の第 4 章の内容と関連)
3. 全著者名: 堂前篤志、大江武彦、熊谷誠弥、座間松雄、金子晋久
論文題目: “Characterization of 100- Ω Metal Foil Standard Resistors,”
IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, Vol. 62, No. 6, pp.1776-1782, 2013.
(本論文の第 4 章の内容と関連)
4. 全著者名: 堂前篤志、大江武彦、松廣健二郎、桐生昭吾、金子晋久
論文題目: “Development of a one-chip quantized Hall resistance voltage divider,”
Measurement Science and Technology, Vol. 23, No. 12, pp.4008-4012, 2012.
(本論文の第 5 章の内容と関連)
5. 全著者名: 堂前篤志、金子晋久、桐生昭吾
論文題目: “標準抵抗器を利用した簡便な抵抗分圧器校正システム,”
高速信号処理応用技術学会誌, Vol. 16, No. 1, pp. 56-63, 2013.
(本論文の第 5 章の内容と関連)

6. 全著者名: 堂前篤志、坂本憲彦、金子晋久、
論文題目: “Validation for Capacitance National Standard Based on Long-term Monitoring Results of Standard Capacitors,”
IEEJ Transactions on Electrical and Electronic Engineering, Vol. 8, No. 2, pp. 111-115, 2013.
(本論文の第 6 章の内容と関連)

II. 参考論文

査読を受けた学術雑誌論文

1. 全著者名: 藤木弘之、堂前篤志、中村安宏
論文題目: “Analysis of Time Constant of Calculable AC/DC Resistors for the Phase Angle Standard,”
Japanese Journal of Applied Physics, Vol. 42, No. 8, pp. 5357-5360, 2003.
2. 全著者名: 中村安宏、堂前篤志
論文題目: “キャパシタンス標準の実現とトレーサビリティ体系の確立,”
Synthesiology, Vol. 3, No. 3, pp. 213-222, 2010.
3. 全著者名: 金子晋久、大江武彦、堂前篤志、阿部隆之、熊谷誠弥、座間松雄
論文題目: “Development of High-Stability Metal-Foil Standard Resistors for DC and AC Measurements,”
NCSLI Measure: The Journal of Measurement Science, Vol. 7, No. 4, pp. 34-40, 2012.
4. 全著者名: 秋山美郷、桐生昭吾、堂前篤志
論文題目: “結合係数が増化する系を想定した磁場共鳴型非接触電力伝送等価回路の解析,”
高速信号処理応用技術学会誌, Vol. 15, No. 1, pp. 39-46, 2012.

5. 全著者名: 金子晋久、堂前篤志、大江武彦、J. Schurr、F. J. Ahlers、桐生昭吾
論文題目: “First attempt to develop an on-chip double-shielded QHR device for use in ac measurements,”
IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, Vol. 62, No. 6, pp. 1743-1748, 2013.
6. 全著者名: 秋山美郷、島谷祐一、桐生昭吾、堂前篤志
論文題目: “磁場共鳴型非接触電力伝送における送電側電流の測定による受電側電力の最大化,”
日本 AEM 学会誌, Vol.21, No.2, pp. 254-259, 2013.

査読を受けた国際会議 Proceedings

1. 全著者名: 堂前篤志、市川洋介、中村安宏
論文題目: “Calibration of standard capacitors of 0.01 – 1 μF at NMIJ/AIST,”
Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM2004) Conference Digest, pp. 608-609, 2004.
2. 全著者名: 金子晋久、大江武彦、浦野千春、堂前篤志、板谷太郎、桐生昭吾
論文題目: “Development of a voltage divider based on quantized Hall resistance arrays for a high DC voltage standard II,”
Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM2008) Conference Digest, pp. 692-693, 2008.
3. 全著者名: 松沢草介、花岡健一、下平隆、下山昭彦、坂上清一、堂前篤志、木藤量隆、中村安宏
論文題目: “Feasibility study on remote calibration of impedance standards for industrial use,”
Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM2008) Conference Digest, pp. 348-349, 2008.

4. 全著者名: 堂前篤志、中村安宏
論文題目: “Multi-Frequency quadrature bridge for use in ac QHR measurement,”
Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM2010) Conference Digest,
pp. 424-425, 2010.

5. 全著者名: 堂前篤志、坂本憲彦、中村安宏
論文題目: “Monitoring of NMIJ standard capacitors during the last 10 years,”
Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM2010) Conference Digest,
pp. 398-399, 2010.

7. 全著者名: 大江武彦、松廣健二郎、堂前篤志、浦野千春、藤野英利、石井裕之、
板谷太郎、Gorwadkar Sucheta、前澤正明、桐生昭吾、金子晋久
論文題目: “Development of on-chip double-shielded quantum Hall device for use in ac
quantized Hall resistance measurement,”
Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM2010) Conference Digest,
pp. 376-377, 2010.

8. 全著者名: 堂前篤志、熊谷誠弥、座間松雄、大江武彦、金子晋久
論文題目: “Characterization of 100-Ω metal-foil resistor for AC measurements,”
Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM2012) Conference Digest,
pp. 578-579, 2012.

9. 全著者名: 堂前篤志、大江武彦、松廣健二郎、桐生昭吾、金子晋久
論文題目: “Evaluation of a voltage divider based on quantized Hall resistance arrays,”
Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM2012) Conference Digest,
pp. 368-369, 2012.

10. 全著者名: 金子晋久、堂前篤志、大江武彦、J. Schurr、F. J. Ahlers、桐生昭吾
論文題目: “Investigation of on-chip double-shield QHR device in AC regime,”
Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM2012) Conference Digest,
pp. 193-194, 2012.
11. 全著者名: 金子晋久、大江武彦、堂前篤志、阿部隆之、熊谷誠弥、座間松雄
論文題目: “Development of High-Stability Metal-foil Standard Resistors for DC and AC
Measurements,”
Proceedings of the 2012 NCSLI 2012 Workshop & Symposium (CD-ROM), 2012.
12. 全著者名: 熊谷誠弥、金子晋久、大江武彦、堂前篤志、阿部隆之、座間松雄
論文題目: “Development of Ultra High Stable Standard Resistor,”
Proceedings of the 2012 NCSLI 2012 Workshop & Symposium (CD-ROM), 2012.

III. 特許

1. [産業財産権（特許権） 国内特許 出願]

周波数可変直角相ブリッジ

堂前篤志、中村安宏、特願 2010-132620、2010/06/10

(本論文の第3章の内容と関連)

2. [産業財産権（特許権） 国内特許 出願]

電力伝送システムの電力効率制御方法及び電力効率制御プログラム

秋山美郷、桐生昭吾、堂前篤志、特願 2012-253638、2012/11/19

IV. 受賞

1. 電気学会 基礎・材料・共通部門表彰

一般社団法人電気学会 基礎・材料・共通部門

堂前篤志、2012 年 9 月

(本論文の第 6 章の内容と関連)

2. NCSLI Measure Editor's Choice Award

NCSL International

金子晋久、大江武彦、堂前篤志、阿部隆之、熊谷誠弥、座間松雄、2013 年 7 月

(本論文の第 4 章の内容と関連)

3. 高速信号処理応用技術学会 優秀発表賞

高速信号処理応用技術学会

堂前篤志、2013 年 8 月 (本論文の第 5 章の内容と関連)