

温度の標準供給 - 熱電対 -

計測標準研究部門 新井 優

熱電対

熱電対は、2種類の金属素線や合金素線から作られる極めて簡単な構造をした温度計である。素線の選び方により、 -270°C の極低温から 2400°C の超高温までを測ることができ、実用的に大変優れた温度計である。産業の現場では、一つの設備だけで数千本の熱電対を使っていることもあり、生産活動と密接に結びついた使われ方をしている。

熱電対による温度計測結果が正しいことを確認するには、温度定点において校正され、温度と起電力の関係が決められた熱電対と比較する必要がある。計測標準研究部門では、熱電対に対する標準の開発を進め、2002年に 1085°C までの温度での標準供給を開始した。

校正用温度定点

産業界で需要が多い 1000°C 付近の温度を測る熱電対の標準となる熱電対は、銀の凝固点(961.78°C)や銅の凝固点(1084.62°C)で校正される。それぞれ銀または銅が 101.325 kPa の圧力下で、固体と液体の共存する状態の温度である。これらの温度に

熱電対を挿入したときに発生する起電力を電圧計で測定し、校正を行う。その標準となる温度を実現する装置が、銀の凝固点実現装置と銅の凝固点実現装置である(写真1)。開発した装置は、従来に比べ温度制御や温度均一性が向上し、相平衡温度の再現性は、銀の凝固点で $\pm 7\text{ mK}$ ($1\text{ mK} = 0.001\text{ K}$)、銅の凝固点で $\pm 20\text{ mK}$ と評価された。当研究部門では、この二つの装置による熱電対の校正を行っている。

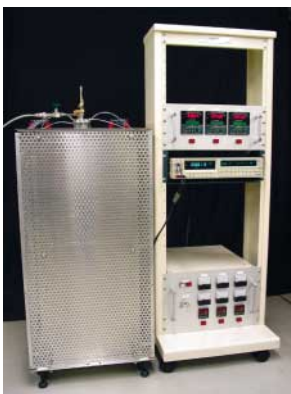
白金パラジウム熱電対

高精度の熱電対として一般に知られているのは、白金と白金ロジウム合金を組み合わせた熱電対である。ところが、この熱電対でも高温で使用されるにつれて素線に沿っての合金組成に変化が現れ、結果として校正された起電力は、素線に沿っての温度分布に依存するようになってしまう。この問題は熱電対の不均質と呼ばれ、避けることが困難と考えられていたが、2種類の純金属線を組み合わせた熱電対を用いることで解決の糸口が見つかった。純白金と純パラジウムを使った熱電対では最適な

熱処理を施すことによって、不均質の発生を極めて小さくできることが分かった。この白金パラジウム熱電対(写真2)は、国内の標準供給における最上位の温度計として用いられることになった。熱電対は、測定対象の温度分布に依存する性質があるために精度を向上させることが難しい温度計として扱われることが多かったが、研究の進展により温度計としての新しい世界が開けたことになる。

不均質評価装置を用いた高精度な熱電対作製方法の開発

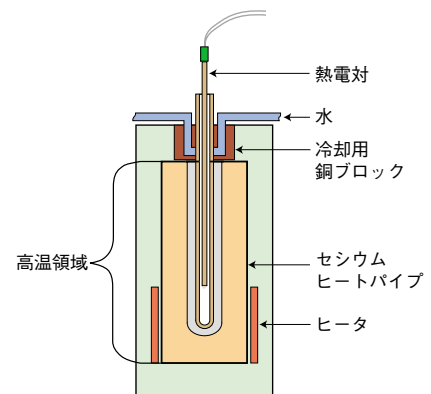
白金パラジウム熱電対は、開発した作製方法によって、不均質ができるだけ小さくなるように作られるが、それが時間的に変化しないかどうかを検証する必要がある。このために開発された不均質評価装置(図)は、 $0.1\ \mu\text{V}$ の検出感度があり、白金パラジウム熱電対の不均質が、高温で使用されるにつれ変化の様子を詳しく見ることができる。この装置を用いた測定により、さらに不均質の小さな熱電対を作製する方法を開発し、温度分布依存性をなくすという夢に向かって研究を進めている。



●写真1 銅の凝固点実現装置
高純度の銅を入れたセルの周囲温度を制御し、固相と液相の平衡温度を安定に実現させて、熱電対の校正に用いる。



●写真2 白金パラジウム熱電対 (コイルつき)
純白金素線と純パラジウム素線を用いた熱電対。高温における両素線の熱膨張の差が、発生する起電力に対して影響を及ぼさないように、先端をコイル状に加工している。



●図 不均質評価装置
温度均一部と温度急勾配部をもつ特殊な電気炉。セシウムヒートパイプを用いた技術により、均一部では $0.005^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ の均一性を、勾配部では $130^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ の急勾配を熱電対挿入管に沿って連続して作り出す。熱電対の不均質を検出する感度、位置分解能とも、先進諸外国の標準研究機関の性能を上回る。

シリコン単結晶の密度を基準とする JCSS

計測標準研究部門 藤井 賢一

高精度化する密度計測ニーズ

密度標準は醸造、食品、石油・化学、食品、医療、材料開発、物性研究など多くの分野で利用されている。特にアルコール・醸造産業では、酒税に関連してエタノール水溶液の濃度を正確に測る必要があり、水溶液の密度からその濃度を求めるために、計量法に基づいて校正された浮ひょう（浮秤）が使われてきた。最近では、より緻密な品質管理のために振動式密度計などの高感度な密度センサーが導入されるようになり、これらのセンサーに対しても国家計量標準へのトレーサビリティを確保することが求められるようになった。このような背景から、密度の絶対値が校正されたシリコン単結晶を基準として、各種の液体や固体の密度を校正するトレーサビリティ制度を確立し、2002年8月からユーザーへの標準供給を開始した。

シリコン単結晶の密度

シリコン単結晶は重要な半導体材料であり、高純度、無転位、大寸法の単結晶が容易に入手できる。安定同位体²⁸Si、²⁹Si、³⁰Siの混合物からなる天然のシリコンの結晶密度は、

同位体組成の割合などで相対的に 1×10^{-5} 程度ばらつきがあるが、その平均値は 20°C 、標準大気圧力下で約 2329 kg/m^3 である。水や水銀などの密度標準物質が液体であるのに対し、シリコン単結晶は固体なので使用中の化学的純度低下による密度変化がない。また、完全に近い結晶性を有するので、一度測定してしまえばその密度は極めて安定している。

シリコン単結晶の密度をSI単位の定義にトレーサブルなかたちで決めるために、計測標準研究部門では単結晶を加工・研磨し、質量1 kg、直径約93.6 mmの単結晶シリコン球体を用意した。この球体の真球度は50 nmなので、光の波長を基準として直径を多方位から測定し、平均直径を求めれば、小さい不確かさで体積と密度を決めることができる。この方法による密度測定の前相対標準不確かさは 10^{-7} であり、従来の標準の不確かさよりも約一桁小さい。

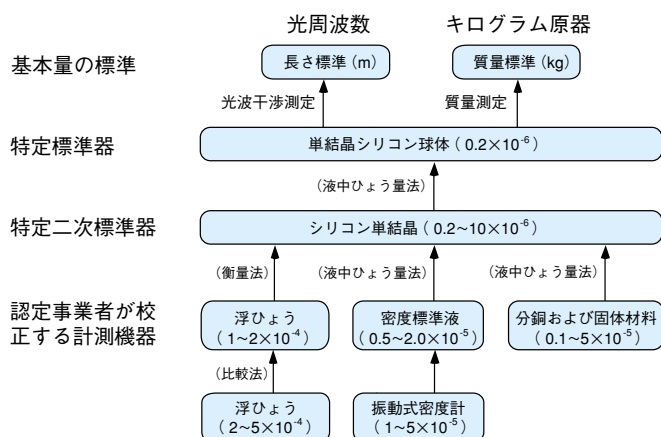
密度のトレーサビリティ体系

図に我が国における密度のトレーサビリティ体系を示した。単結晶シリコン球体を特定標準器として、液

中ひょう量（秤量）法によって任意の形状のシリコン単結晶（写真）の密度を当研究部門が校正し、特定二次標準器として供給する。ISO 17025に準拠して製品評価技術基盤機構（NITE）が認定した校正事業者はこのシリコン単結晶の密度を基準として、①衡量法による浮ひょうの目盛校正、②液中ひょう量法による密度標準液の校正、③密度標準液による振動式密度計の校正、④液中ひょう量法による固体密度の校正、などを行う。この制度で校正された密度計測機器にはJCSS（Japan Calibration Service System）の標章の付いた校正証明書が添付される。

標準供給の状況

シリコン単結晶の密度を基準とするトレーサビリティ制度はスタートして間もないが、既に複数の認定事業者から校正された浮ひょう、密度標準液、振動式密度計などが一般ユーザーへと供給されている。これらのトレーサブルな密度計測機器が関連産業で広く利用されることを期待したい。



●写真 密度の特定二次標準器（シリコン単結晶）
左：1 kg円柱、右上：1 kg球体、右下：200 gリング。

重力図の刊行と利用に向けて

地球科学情報研究部門 駒澤 正夫

重力図関連の出版物

地質調査所時代から、重力図シリーズとして東北・北海道から順次「1/20万 重力図(ブーゲー異常)」を作製し、平成14年までに18枚を刊行している。重力図とは、地下の地質構造やマグマの分布などを明らかにするために重力異常をコンター(地形図と同様の等値線)にして示した図である。特長として、コンターは1ミリガル、測点も記されているため測点が多いところは精密に、測点の少ないところは概略に地下構造が判る。重力図は、20万分の1という大縮尺で出版しているため局所的な微細な地質構造の把握にも適している。なお、このシリーズの「福岡地域重力図」(No.18)からは地形の起伏を併記して地形情報との関連が容易に理解できるようにした。また、「1/20万 地質図幅」には地質と密度構造の対比が容易にできるよう5ミリガル間隔でブーゲー異常をコンター表示して出版している。最近では、「1/50万 活構造図」の一翼としてブーゲー異常図と重力基盤図を併記した「重力構造図」の出版も行われている(1/50万 活構造図(第2版)「東京」および「京

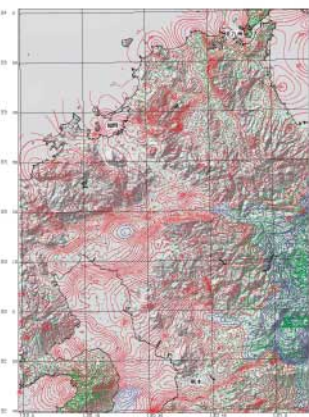
都)」。シリーズものではないが陸・海域データの編集の成果として「1/100万 日本重力図(ブーゲー異常)」(3枚組)が刊行されている。また、デジタルデータの利用に供するため数値地質図シリーズとして「日本重力CD-ROM」も刊行されている。日本列島の広域重力場を精緻に提示しており大規模な構造の把握に有効である。なお、CD-ROMの内容としては、1kmのグリッドデータベース、重力測定データベース(緯経度、標高、重力値、地形補正值など)、重力異常図や地質図などの図化データが収納されたイメージデータベースから構成されている。

重力データの利用

重力図の利用としては、詳細に地質図と対比させれば地質図からの解釈に厚み(深さ)の情報を汲み取ることができる。例えば、地質図では堆積層で覆われた平野部の基盤までの深さは判らないが、重力異常では低異常を示した場所の解析を行うことにより概略の深さを知ることができる。また、重力の変化が大きいところは、密度構造の急変帯であって活断層や地質構造線の認識に有効である。さらに、広域的な堆積層の厚みが把握

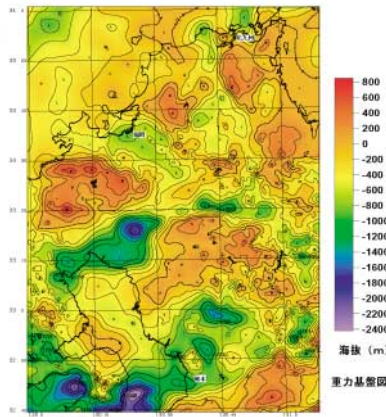
できるので地震動の震度予測の基礎資料としても利用できる。重力基盤の落ち込み側での地震の揺れは、高まり側より遥かに大きいものになり、地溝状の構造域では地震波が閉じ込められ揺れが大きくなる異常震域となることが考えられる。資源探査での利用については従来より行われてきた。日本の石油貯留構造は背斜構造に関連づけられることが多く、グローバルな低重力域のローカルな高重力異常を検出し、詳細な構造は反射法地震探査に委ねるという利用法がなされた。金属鉱床は高密度の貫入岩との関連を持つものが多く、局所的な重力異常の検出が試みられた。地熱エネルギーの利用・開発にも地熱貯留構造の把握は欠かせないものである。熱水の流路になる断裂構造や基盤が隆起した貯留構造はローカルな低重力を示すのでその指針となる。

重力データから得られる構造の具体的なイメージとして重力基盤図を「福岡地域重力図」を例に示す。モデルとしては、基盤と被覆層(堆積層)の2層モデルであるが、重力値から深度への概略の情報や、より複雑なモデルへの換算データとして有効である。



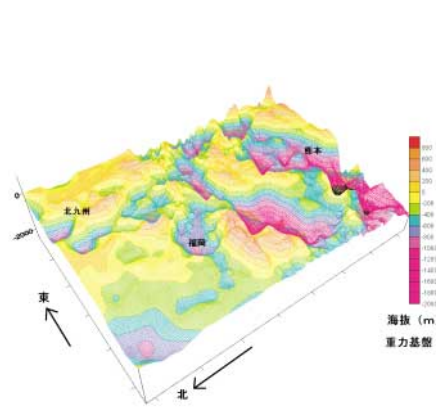
●福岡地域重力図

プラスの重力異常を赤、マイナスの重力異常を青で表示。陰影で示したレリーフは地形。



●福岡地域の重力基盤図

重力図から基盤の起伏を計算したものの。平野は基盤が深くなっている。



●重力基盤の起伏

鳥瞰図にすると福岡や熊本は溝状構造の上にあることが判る。