

# 平面度と真直度の標準化

計測標準研究部門 高辻 利之

## 幾何学量

「平面度」はものの表面がいかに平らであるか、「真直度」はものがいかにまっすぐであるかを表す指標である。このようなものの形状を表す量は「幾何学量」と呼ばれており、他にも直角度、平行度などいろいろなものがある。

幾何学量を表すにはマイクロメートルやナノメートルなど長さの単位を使う。1次元の長さ(寸法)については既に標準供給が始まっており、計量法認定事業者も多数存在する。ところが同じ長さの単位を使うといっても、幾何学量は理想的な形状からの偏差を表す量であり、その扱いが根本的に異なる。そもそも平面や直線は数学的に定義可能なものであり、その標準が必要なのかという議論さえなされることがある。しかしながら実用的にはやはり、非常に平らであったり、あるいはまっすぐであったりする「モノ」を産業界に供給することが求められている。

## 真直度

図1に計量標準総合センター(NMIJ)で使用している真直度測定機を示す。この装置は非常に単純な機構であり、きれいに磨かれたガイドに沿って変位を検出するセンサを動かし、測定対象をなぞるだけである。ガイドが完全な直線(つまり真直度がゼロ)であるならば、このようにして単に測定するだけで、被測定物の真直度がわかる。ところが実際にはガイドそのものも曲がっている。そこで反転法あるいは三枚合わせ法と呼ばれる、ガイドの真直度が影響しないようなテクニックを使う。

NMIJでは、(株)ミットヨと共同で三枚合わせ法についての研究を行った。ここではその原理を説明する。まず、被測定物とほぼ同じ長さ

と形状を持つものを二つ用意する。これらは真直度マスターとも呼ばれており、セラミックでできていることが多い。ここで被測定物の形状をA、真直度マスターの形状をそれぞれBとCとする。初めにAとBを並べておき、その間をセンサでなぞって間隔を測定する。次にBとCの間隔、さらにCとAの間隔を測定する。結果として、測定結果である間隔が3つ得られる。ここで未知数も同じくA、B、Cの3つである。つまり未知数の数と連立方程式の数と同じになり、A、B、C全てがわかる。

この式にガイドの形状は出てこない。つまりガイドの形状はどうでもよいことになる。この手法により、1mの長さまでの真直度を0.1 $\mu$ m程度の不確かさで評価することが可能である。

## 平面度

平面度は、1次元の幾何学量である真直度を2次元に拡張したものと考えればよい。測定対象の多くはオプティカルフラットと呼ばれる高精度に研磨されたガラス面の形状であるが、光をきれいに反射するものであれば何でもよい。

図2にNMIJが富士写真光機(株)と共同で開発した装置を示す。1辺2m近い巨大な装置であり、12インチ(約30cm)のシリコンウェファ-

を測定できる。測定原理はフィゾー干渉と呼ばれるもので、極めて平面度のよいオプティカルフラットと被測定物との間隔をレーザにより測定する。

ここでも真直度の場合と同様、基準となるオプティカルフラットの形状が絶対的な平面ではない、という問題が起こる。そこで三枚合わせを行ってある一つのラインに沿った形状を測定する。オプティカルフラットを少しずつ回転させながら多数のラインの形状を測定し、最後にそれらの測定結果をつなぎ合わせることで平面度が得られる。

真直度の測定では、毎回三枚合わせを行うが、平面度の場合は多数回の回転操作が必要であり、非常に面倒かつ時間がかかる。そこで三枚のオプティカルフラットのうちから最もいいものを選び、実際の測定はそのオプティカルフラットとの比較で行う。測定に光による干渉を利用するため、真直度に比べて測定の不確かさはかなり小さく10nm程度である。

## 今後の展開

いずれの標準についても、測定機の開発はほぼ終了した。今後は依頼測定に対応するために必要な品質システムを整備し、まもなく標準の供給を開始する。

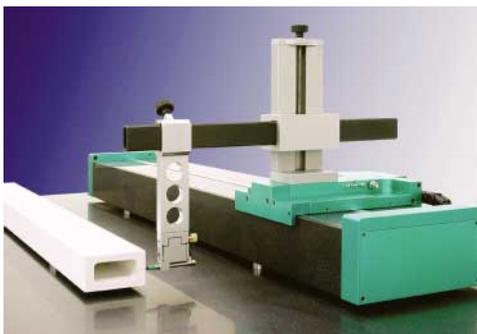


図1 真直度測定機 (courtesy of Kunz Precision)



図2 大口径平面度干渉計

# 固体物性標準の開発 — 熱膨張率 —

計測標準研究部門 渡辺 博道

## 物性測定のための標準物質

化学分析分野では、標準物質(濃度標準液等)との比較測定により試料の組成や濃度を決定することはごく一般的である。比較測定が採用される理由の一つは、物質量(mol)の絶対測定が極めて困難だからである。同様に、組立量である物性量の絶対測定も一般に困難であり、多くの物性測定装置は比較測定を採用している。標準物質の特性値は高精度な絶対測定により決定する必要があるが、そのような測定法は産総研が開発し、標準物質を頒布することが求められている。そこで、計測標準研究部門では各種の物性値(熱膨張率、熱拡散率、熱伝導率、比熱、放射率、音速)の標準物質供給を目指し、絶対測定法の開発および標準物質候補材料の評価を行っている。以下に熱膨張率に関する成果の一例を紹介する。

## 熱膨張率標準物質の現状

固体の熱膨張率測定に一般に用いられる押し棒式膨張計は、試料に押しつけた棒の移動量から試料の熱膨張を測定するが、棒の移動量には試料だけでなく棒の熱膨張の寄与も含まれるため、熱膨張率が既知な標準物質を測定して棒の熱膨張を補正す

る必要がある。現在、絶対測定法により熱膨張率が決定された標準物質は米国標準技術研究所(NIST)が頒布する銅、ボロシリケート・ガラス、ステンレスのみであり、これらを用いて熱膨張率測定の校正が行える温度は800K以下に制限される。また、上記3物質は比較的大きな熱膨張率を持つため、低熱膨張材料の校正に適さない。そこで、当研究部門では世界最高精度の測定が可能な複数の熱膨張率絶対測定装置を開発し、10~2300Kの広い温度範囲における標準物質の供給に向けた研究を行ってきた。以下に293~1300Kの温度範囲を測定する装置の概略を述べる。

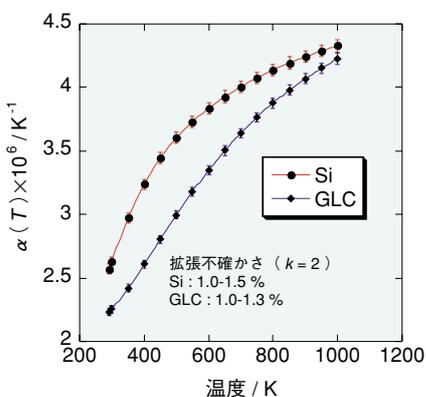
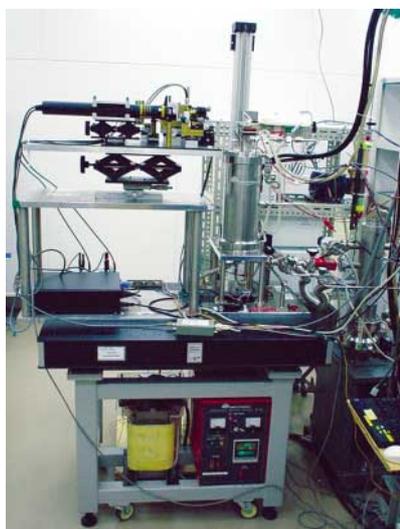
## レーザー干渉式熱膨張計

開発した装置(写真)は、試料の膨張量を測定するレーザー干渉計と温度を測定する熱電対および加熱炉から構成される。本装置の大きな特徴は、光ヘテロダイン検出と2重光路光学系を採用したマイケルソン型干渉計を用いて測長分解能をナノメートル( $10^{-9}$ m)以下に向上させたことである。光ヘテロダイン検出とは、周波数の異なる2つの光を重ね合わせて生じた光の唸り(ビート信号)を測定する事により、2つの光の光路長の変

化、すなわち試料の長さ変化を高精度に検出する方法である。また、2重光路光学系は、実験時の試料や装置の熱歪みの影響を低減するように設計されている。温度測定に関しては、長期的安定性が白金抵抗温度計に匹敵する金と白金から構成された元素熱電対を用いて不確かさを低減した。その他、光学素子内の温度の均一化や測定雰囲気用最適化を行い、293~1300Kの温度範囲における熱膨張率を高精度に絶対測定する事に成功した。現在、この装置による同一試料の繰り返し測定では、非常に再現性の良い結果(標準偏差が0.2%以下)を得ている。

## 熱膨張率依頼試験

平成15年度から、当研究部門では前述の装置を用いて単結晶シリコン(Si)とガラス状炭素(GLC)について293~1000Kの温度範囲における熱膨張率の依頼試験を開始した。SiとGLCは、等方的であると共に光干渉測長に必要な平行鏡面研磨が可能なため、熱膨張率標準物質に適している。これら2物質の線膨張係数( $\alpha(T)$ )の試験結果例を図に示す。これら2物質は、前述のNIST標準物質より小さな $\alpha(T)$ の値を持ち、低熱膨張材料の校正により適している。Siの場合、高精度で均質な試料を入手できると共に試料形状を高精度に加工する技術があるため、最も再現性の良い標準物質として使用できる。一方、GLCは優れた耐熱性を持つため、依頼試験の温度範囲を2300Kまで広げることを計画しており、広い温度範囲で校正できる標準物質として期待される。今後は、上記2物質を含む標準物質候補材料について安定性・均質性評価を行い、NISTと同様に標準物質を頒布する形で熱膨張標準を広く国内外に供給することを目指す。



図(上) 単結晶シリコン(Si)とガラス状炭素(GLC)の線膨張係数

写真(左) レーザ干渉式熱膨張計

# 地球化学標準試料

地球科学情報研究部門 今井 登

岩石、鉱物、土壌、底質など地球科学で用いられる試料の分析に広く利用されているのが地球化学標準試料である。これらの試料は多様な元素を高濃度に含有しているのが特徴で、より正確な分析には目的以外の成分（マトリックス）の影響を適切に取り除くことが必要である。このために類似のマトリックスを持った元素濃度既知の標準試料を用いて検量線（定量分析する際の測定値と濃度の関係を表す基準線）を引いたり精度をチェックすることが必要である。

岩石標準試料は1949年に米国地質調査所（USGS）によって最初にW-1（輝緑岩）、G-1（花崗岩）が作製され、世界各地の主要な実験室で共同分析が行われた。この目的は当時岩石・鉱物などの分析に広く用いられていたスパーク発光分光分析の標準を作るためであった。しかしながら、分析結果は予想に反して研究室ごとに大きくばらついて論議を呼び、改めて標準試料の重要性が認識される結果となった。その後世界各国で同様の標準試料が整備され、現在岩石・鉱物・土壌・底質等の標準試料の総数は1000以上に上っている。

日本においては地質調査所（現産総研）が1964年以来現在まで40年近くに亘って火成岩、堆積岩、鉱石、土壌、底質の標準試料を40種類作製

し、化学組成や同位体組成、年代値の信頼性の高いデータを定め公表してきた。これらの試料はこの間に世界50カ国近くで1万個以上が配布されて分析に用いられ国際的な評価も極めて高い標準試料となっている。図1にその源岩石・試料を、図2にいくつかの標準試料を示す。

## 試料調整法

岩石標準試料の調整法としては、採取した源岩石を大型のハンマーや切断機で5～10cmの塊にした後、ジョークラッシャーで1～2cmまで粗砕する。土壌・底質等は採取後、水分量の変化がなくなるまで広げて乾燥する。これをハイアルミナまたはチャート内張りの大型のボールミルに入れる。粉碎を行うためにボールと呼ばれる被粉碎岩と同一岩の鶏卵大からこぶし大の塊またはフリントボールを同時にに入れて1～数日間静かに回転させる。この粉末を100メッシュのふるいを通させた後、よく混合し約100gを容器に詰め、均質性をチェックした後、標準試料とする。

## 標準値の設定法とデータの公開

地球化学標準試料の標準値の決定は、信頼できる複数（十数カ所）の機関で事前の共同分析を行った後、分析値の統計処理を行い認証値として値を決定する。しかしながら、こ

のような共同分析により決めることができるのは通常は数元素から十数元素である。産総研の地球化学標準試料は、このような値のほかに認証値とはならないができるだけ多数の元素（他の50～60元素）についても信頼性の高い参考値を、長期間にわたる多数の不特定の機関の参加による自発的な共同分析により値を定め公開していることが大きな特徴である。

地球化学標準試料の標準値・個別の分析値を含む全データはデータベースとしてインターネット上で公開されておりいつでも検索することができる（図3：URLは<http://www.aist.go.jp/RIODB/geostand/welcomej.html>）。また、関連情報として各試料の源岩石と採取地の写真、粒径、顕微鏡写真等を見ることができるので参照されたい。



図1 源岩石・試料



図2 地球化学標準試料



図3 ホームページ  
<http://www.aist.go.jp/RIODB/geostand/welcomej.html>