

熱電対による温度標準の供給

パラジウムの融点における熱電対校正の開始

熱電対による温度標準供給体系

熱電対は、2種類の金属素線や合金素線の先端同士を接合して測温接点を作るという極めて簡単な構造の温度計であり、発生した熱起電力を電圧計で測定することにより温度を知ることができるため工業用に最も多く使われている。産業界の現場では生産活動と密接に関わっており、一つの設備だけで数千本の熱電対を使用していることもある。これらの熱電対の温度計測結果の信頼性を確保するためには、個々の熱電対の熱起電力と温度との関係を事前に求めておくことが必要不可欠である。こうした熱電対校正に対する産業界からの要求は非常に強い。産総研では国家標準としての熱電対校正用の銀の凝固点（銀点、961.78℃）実現装置および銅の凝固点（銅点、1084.62℃）実現装置の開発を進め、2002年から銀点および銅点での熱電対の校正を開始している。これにより、校正事業者は自社の銀点および銅点実現装置の校正が

可能になり、その結果、1100℃までの温度域で熱電対の校正事業を開始することができるようになった。

一方、鉄鋼、半導体、セラミックス等の素材産業を代表とする分野では、製品の開発段階から製造における品質管理に至る多くの実用的な場面において、1100℃を超える温度の精密な計測あるいは制御を必要としており、銅点以上の温度域での熱電対標準供給に対する産業界からの要求は依然として強い。そのため、産総研ではさらにパラジウム（Pd）の融点実現装置（図1）の開発を進め、新たにPd点（1553.5℃）での熱電対校正を2005年4月より開始した。

先に供給を開始した銀点、銅点では、純粋な白金（Pt）線とPd線を組み合わせることにより従来から使用している熱電対よりも安定性などに優れたPt/Pd熱電対を産総研での校正対象としている。しかし、Pt/Pd熱電対は素線にPd線を使用しているため、Pd点

校正を行うことは不可能である。そのため、Pd点校正では、白金およびロジウム（Rh）を成分とする合金系熱電対であり、高温測定に広く用いられているR熱電対を標準供給用の熱電対として使用することとした。今回、熱電対によるPd点での標準供給を開始したことにより、図2に示すように、校正事業者は熱電対に対して1554℃までの標準を持つことが可能になり、同温度範囲における校正事業の道が開けたことになる。

Pd点における熱電対の校正

新たに標準供給を開始したPd点での熱電対の校正には「金属線溶融法（ワイヤ法）」を用いている。ワイヤ法は被校正熱電対の測温接点近くに定点物質である純金属線を直接取り付ける方法であり、定点金属を融解するためののつぼが不要である。そのため、定点金属へののつぼ材料からの汚染の心配が無く、さらに、0.1g以下の僅かな量で

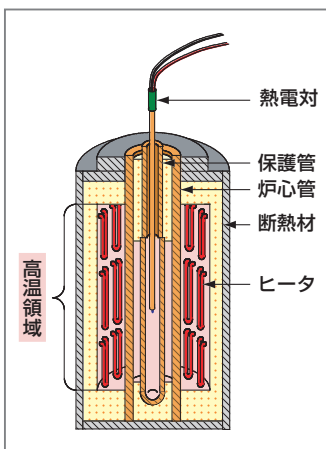


図1 パラジウム点実現装置
3ゾーンの縦型炉で、中心付近の温度安定性は±0.1℃以内、温度分布については300mmの範囲で±0.5℃以内である。

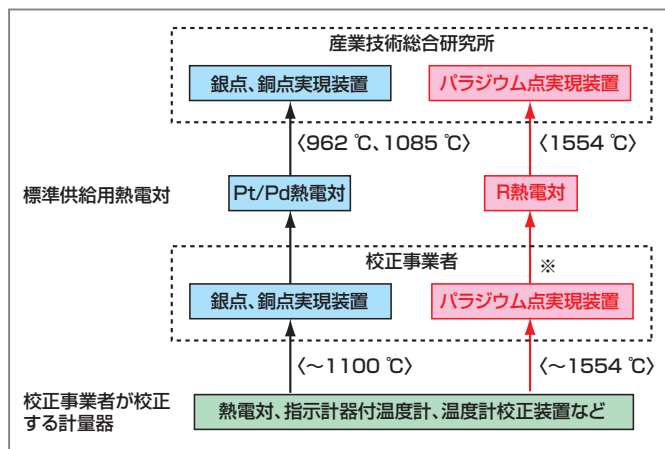


図2 熱電対のトレーサビリティの体系図
図中の〈〉内の数字は校正を行う温度範囲を表す。
※ 標準供給用R熱電対について、校正事業者はパラジウム点実現装置の校正の他にワーキングスタンダード（R熱電対又はS熱電対）の比較校正に用いることができる。

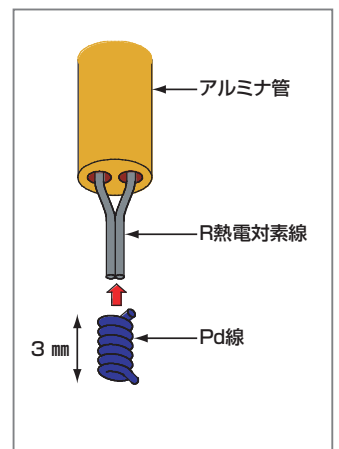


図3 パラジウム（Pd）線の取り付け
R熱電対の測温接点を溶接した後、測温接点部分にコイル状にしたPd線をかぶせる。

校正が可能であるので、貴金属のような高融点の純金属を用いる定点校正に一般的に用いられている。熱電対への定点物質の取り付け方には幾つかの手法があるが、評価の結果、図3のようにコイル状のPd線を取り付ける手法が安定した融解プラトー（融解温度で熱起電力が一定になる部分）を得るのに効果的であることがわかった。図4はコイル状のPd線を取り付けたR熱電対をPd点実現装置に挿入した後、徐々に炉の温度を上昇させたときの熱起電力の値を測定した結果である。取り付け付けたPd線の溶融に伴って融解プラトーが観測され、この領域の熱起電力の平均値を求めることによりPd点での被校正熱電対の熱起電力の値を得ることができる。測定の結果、約0.05℃（標準偏差）の再現性で融解プラトーが得られることが確認された。

Pd点における熱電対校正の不確かさの要因には、プラトーの再現性の他

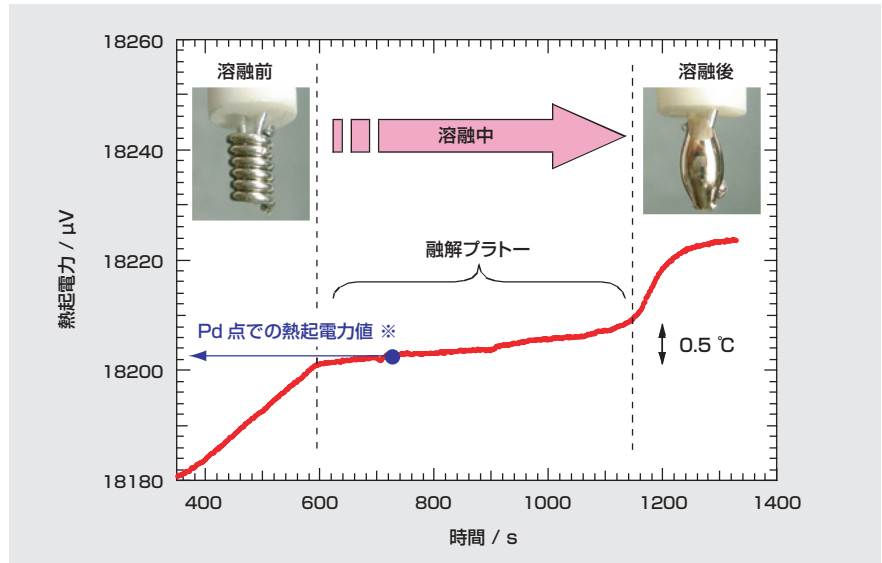


図4 パラジウム (Pd) 点ワイヤ法測定結果の例
融解プラトー測定後は溶融したPdが被校正熱電対の測温接点に付着したまま固化するため、測温接点は毎回切断し、熱電対素線をアルミナ管から5mm程度引き出して接点を作り直す。
※ここでは融解プラトー開始後50秒～200秒の熱起電力の平均値をPd点の測定値とした。

にも、保持炉の均熱性、熱起電力測定系の不確かさ、熱電対の安定性等が挙げられる。日本学術振興会産業計測第36委員会温度計測分科会WG研究会において産総研を含む7ラボで実施された「R熱電対のPd点校正を含む共同実験報告」の結果も踏まえ、考えられる不確かさの要因を評価した結果、産総研からは0.8℃程度の拡張不確かさ(k=2)でPd点での標準供給が可能であることがわかった。

今後の展開

産業界からは、熱電対校正の高精度化の期待は強く、また1600℃を越える温度域での校正を求める声もある。今後も熱電対校正のさらなる高精度化と温度範囲の高温への拡大の要望に応じていくため、新たな熱電対校正用定点の研究開発を進めていきたい。

関連情報

日本計量新報：2005年5月22日

新井優：AIST Today, Vol.3, No.4, p34 (2003)

「R熱電対のPd点校正を含む共同実験報告」日本学術振興会産業計測第36委員会温度計測分科会 (2005)

M.Izuchi, S.Masuyama, H.Ogura, M.Arai: SICE Annual Conference 2005, PS1-30 (2005)

計測標準研究部門（つくばセンター）

小倉 秀樹

E-mail: h.ogura@aist.go.jp

高温域の温度標準の研究、特に、高温で安定な熱電対の研究開発および熱電対を上位標準の温度計とするトレーサビリティ制度の構築に従事。R熱電対や、これまでの実用的な熱電対よりも性能の高いPt/Pd熱電対および温度定点の研究開発を行ってきた。現在、1100℃以上の温度での熱電対校正の高精度化に向けて、新たな熱電対用温度定点および高温域にて安定で高精度な熱電対の開発に挑戦中。

共同研究者：井土 正也、新井 優

