

# 固体熱物性標準整備の現状 と 開発計画 —概要—

産業技術総合研究所

山田修史

NATIONAL INSTITUTE OF ADVANCED INDUSTRIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY (AIST)

## ●新たな標準整備計画

■ H23.8に閣議決定の第4期科学技術基本計画において、新たな知的基盤整備計画の策定が求められ、知的基盤整備小特別委員会によりこれまで議論が進められている。( [http://www.meti.go.jp/committee/qizi\\_0000003.html](http://www.meti.go.jp/committee/qizi_0000003.html) )

■ 昨年12月2日に産業構造審議会 産業技術分科会・日本工業標準調査会合同会議 知的基盤整備特別小委員会(第6回)において、

- ・ 物理標準に関する整備実績及び計画改定案 ; 資料4-2
- ・ 標準物質に関する整備実績及び計画改訂案 ; 資料4-3

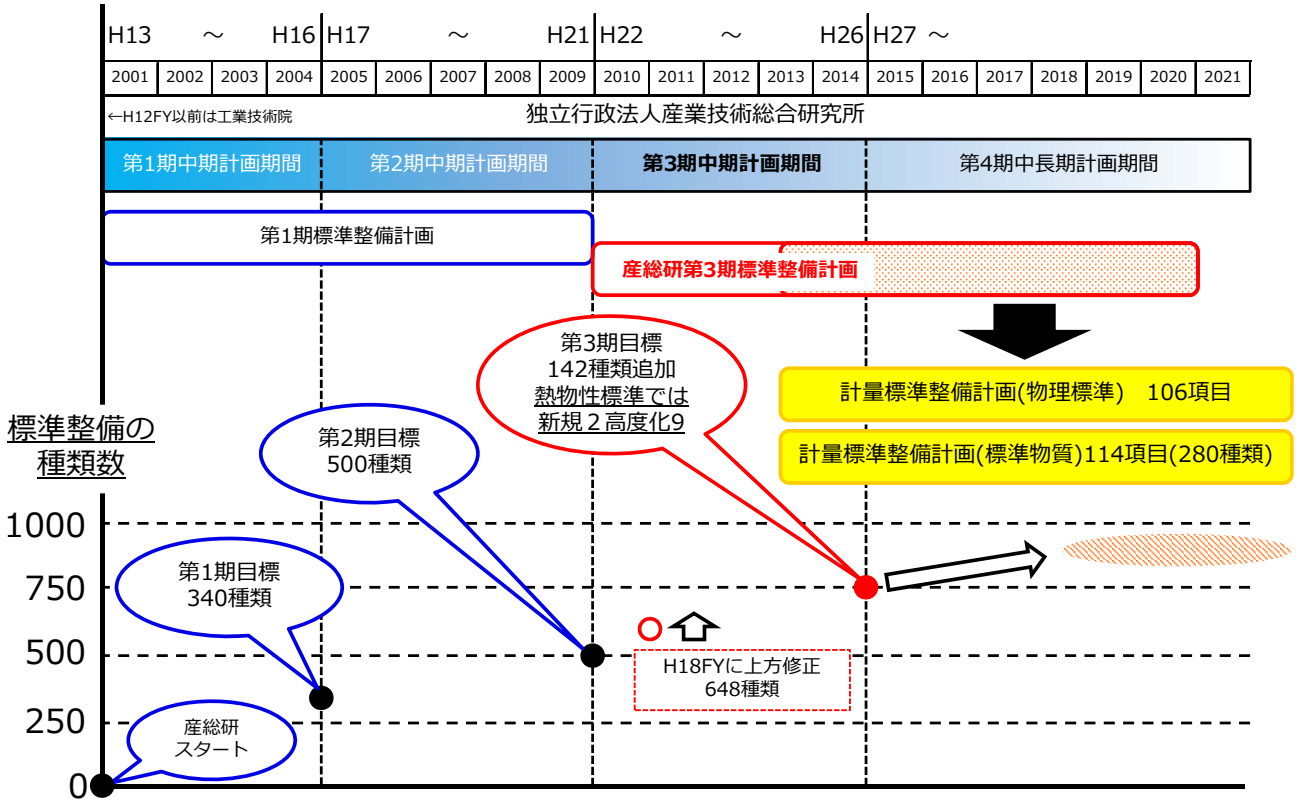
( [http://www.meti.go.jp/committee/summary/0003843/006\\_haifu.html](http://www.meti.go.jp/committee/summary/0003843/006_haifu.html) )

物理標準 106項目  
標準物質 114項目 (280種)



物理標準 5項目  
標準物質 6項目 (6種)

# ●産総研における標準整備計画



# ●物理標準に関する整備実績及び計画改定案

項目 (単位)	校正器物	測定器	供給計画			
			供給範囲	2014年度 まで	2017年度 まで	2022年度 まで
熱流密度 熱伝導率	熱流センサー 熱伝導率標準試料	熱流計 熱伝導率測定装置	室温 ・2014年度まで：熱流密度校正 (10 W/m <sup>2</sup> ~数100 W/m <sup>2</sup> ) ・2022年度まで：新規標準物質 (数W/(m <sup>2</sup> ·K))	◎		○
熱膨張率	熱膨張率標準試料	熱機械分析器(TMA) 各種膨張計	中高温 (300 K以上) ・2014年度まで：アルミナ (300 K~1700 K) ・2022年度まで：石英ガラス (300 K~1000 K)	○		○
熱拡散率	熱拡散率標準試料	レーザーフラッシュ法による熱拡散率測定装置 (周期加熱法による装置にも適用可)	中高温 (300 K~1500 K) ・2014年度まで：黒色セラミックス ~10 <sup>-5</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> ; 1000 Kまで) ・2022年度まで：新規標準物質 (10 <sup>-6</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> ~10 <sup>-5</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> もしくは10 <sup>-4</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> ~10 <sup>-3</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )	○		○
比熱容量	比熱容量標準試料	示差走査熱量計(DSC) 他各種熱量計	・2022年度まで：断熱法の温度範囲拡大 絶対測定法開発による高度化			○
熱膨張率	ゲージブロック 固体ブロック	ゲージブロック 熱膨張率基準試験片	室温付近 (5 °C~35 °C) ・2014年度まで：温度範囲拡大 (-10 °C~+60 °C) ・2022年度まで：器物範囲拡大	○		○

[http://www.meti.go.jp/committee/summary/0003843/pdf/006\\_04\\_02.pdf](http://www.meti.go.jp/committee/summary/0003843/pdf/006_04_02.pdf)より抜粋

## ● 標準物質に関する整備実績及び計画改定案

物質・項目等	供給計画				想定される用途
	2016 年度 まで	2017 年度 まで	2022 年度 まで	供給 形態	
熱膨張率測定用 高熱膨張材料標準物質	済 2013			CRM	TMA装置等の校正および参照試料
熱拡散率測定用 黒色セラミックス標準物質	◎ 2015			CRM	レーザフラッシュ法、光交流法等の装置の精度確認
熱拡散率測定用 金属薄膜標準物質	◎ 2015			CRM又 はRM	ピコ秒サーモリフレクタンス装置の校正, サーモリフレクタンスを用いた計測器用の薄膜標準物質
熱膨張率測定用 アルミナ標準物質		◎		CRM又 はRM	TMA装置等の校正および参照試料
熱膨張率測定用 石英ガラス標準物質			◎	CRM又 はRM	TMA装置等の校正および参照試料 低膨張を評価する熱膨張計の評価
熱伝導率測定用 金属薄膜標準物質			◎	CRM又 はRM	ピコ秒サーモリフレクタンス装置の校正

[http://www.meti.go.jp/committee/summary/0003843/pdf/006\\_04\\_03.pdf](http://www.meti.go.jp/committee/summary/0003843/pdf/006_04_03.pdf)より抜粋

←ニーズ調査やユーザの要望を反映し、  
定期的にローリングを実施

NATIONAL INSTITUTE OF ADVANCED INDUSTRIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY (AIST)

# 固体熱物性標準整備の現状 と 開発計画 —熱膨張率—

- ・ 熱膨張率標準の整備状況報告
- ・ 今年度のトピック

産業技術総合研究所

山田修史

## ● 熱膨張率に関する標準供給の現状(2015.1現在)

供給形態	名称	適用範囲等	不確かさ等
標準物質	標準物質名	適用温度範囲	認証値などの不確かさ/頒布形状
	単結晶シリコン NMIJ RM 1101-a	293 K ~ 1000 K	相対拡張不確かさ: < 1.2 % 頒布形状: 4.5角×L60 mm <sup>3</sup> , 9.0角×L60 mm <sup>3</sup>
	ガラス状炭素 NMIJ RM 1102-a	293 K ~ 1100 K	相対拡張不確かさ: < 3.3 % 頒布形状: 6.0角×L10 mm <sup>3</sup> , 6.0角×L20 mm <sup>3</sup>
	ガラス状炭素 NMIJ RM 1104-a	293 K ~ 約1600 K	相対拡張不確かさ: 0.91 % ~ 1.7 % 頒布形状: 6.0角×L10 mm <sup>3</sup>
	熱膨張率測定用単結晶シリコン NMIJ CRM 5803-a (RM 1103-aを移行)	20 K ~ 300 K	拡張不確かさ: 5.0×10 <sup>-9</sup> K <sup>-1</sup> ~ 8.0×10 <sup>-9</sup> K <sup>-1</sup> 頒布形状: 10.0角×L30 mm <sup>3</sup> , 10.0角×L60 mm <sup>3</sup>
	熱膨張率測定用高純度銅 NMIJ CRM 5805-a	20 K ~ 300 K	拡張不確かさ: 2.9×10 <sup>-8</sup> K <sup>-1</sup> ~ 5.2×10 <sup>-8</sup> K <sup>-1</sup> 頒布形状: 10.0角×L30 mm <sup>3</sup>
依頼試験	試験名	校正温度範囲他	校正・測定能力(k=2)
	・単結晶シリコン もしくはガラス状炭素の 熱膨張率校正	・25×25×t6の単結晶シリコン もしくはガラス状炭素試験片 ・校正温度範囲は293 K~1000 K	2.0×10 <sup>-8</sup> K <sup>-1</sup>
	・固体ブロックの 熱膨張率校正(特殊)	・20×20×t8の固体ブロック ・校正温度範囲は15 K~320 K	5.8×10 <sup>-9</sup> K <sup>-1</sup> ~ 4.2×10 <sup>-7</sup> K <sup>-1</sup>
	・ブロックゲージの 熱膨張率校正	・JIS B7506で定めるブロックゲージ もしくは同等な形状精度をもつ固体試験片 ・呼び寸法の範囲: 20 mm以上100 mm以下 ・校正温度範囲: 5 °C以上35 °C以下	$\left[ \frac{A \times \sqrt{\alpha^2 + B^2}}{\Delta T} + C \cdot \alpha \right] \times 10^9 \text{K}^{-1};$ $A = 4.3 + \left( \frac{5.9}{L_0 - 23} \right)^2, B = 0.38 + \frac{39}{L_0}, C = 0.020 + \left( \frac{6.3}{L_0} \right)^2$ 尚、L <sub>0</sub> <40の場合はA=2.0とする。また、入力量の単位はαが10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup> 、L <sub>0</sub> がmm、ΔTがKとする。

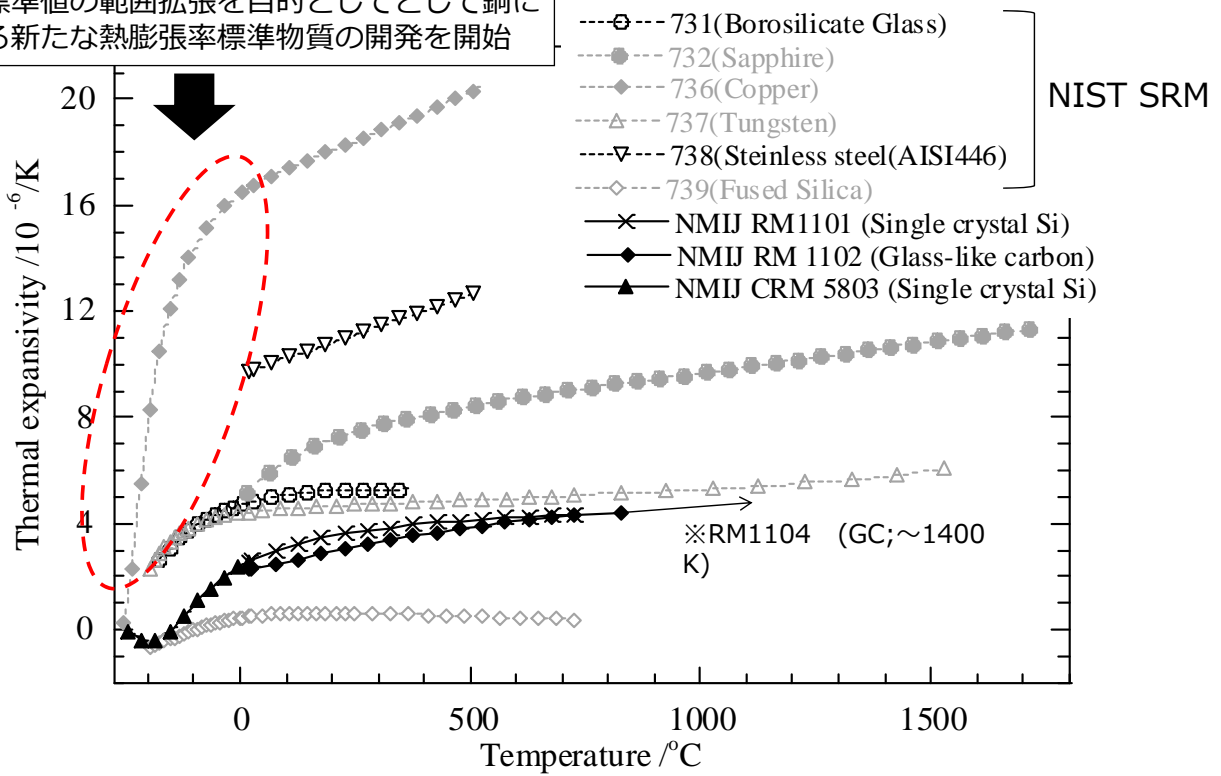
NATIONAL INSTITUTE OF ADVANCED INDUSTRIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY (AIST)

## 今年度のトピックス

- 1 : 新認証標準物質 熱膨張率測定用  
高純度銅NMIJ CRM5805-a
- 2 : 室温熱膨張率校正の範囲拡張

# ■ 1: 新規熱膨張率標準物質の開発

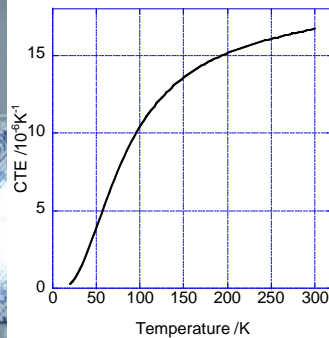
●標準値の範囲拡張を目的としてとして銅による新たな熱膨張率標準物質の開発を開始



# ■ 1: CRM5805-a 熱膨張率測定用高純度銅



## 認証値の温度依存性



- 適用温度範囲： 20 K ~ 300 K
- 頒布形状： 10 mm × 10 mm × 30 mm
- 認証値  
温度の5次多項式セットによる提示  
拡張不確かさ(k=2)：  
 $0.029 \times 10^{-6} K^{-1} \sim 0.051 \times 10^{-6} K^{-1}$

## ■ 2 : 室温熱膨張率校正の範囲拡張

名称	適用範囲等	校正・測定能力(k=2)
・熱膨張率校正	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ JIS B7506で定めるブロックゲージ</li> <li>もしくは同等な形状精度をもつ固体試験片</li> <li>・ 呼び寸法の範囲：20 mm以上100 mm以下</li> <li>・ 校正温度範囲：5℃以上35℃以下</li> </ul>	$\left[ \frac{A \times \sqrt{\alpha^2 + B^2}}{\Delta T} + C \cdot \alpha \right] \times 10^{-9} \text{K}^{-1};$ $A = 4.3 + \left( \frac{5.9}{L_0 - 23} \right)^2, B = 0.38 + \frac{39}{L_0}, C = 0.020 + \left( \frac{6.3}{L_0} \right)^2$ <p>尚、<math>L_0 &lt; 40</math>の場合は<math>A = 2.0</math>とする。また、入力量の単位は<math>\alpha</math>が<math>10^{-6} \text{K}^{-1}</math>、<math>L_0</math>がmm、<math>\Delta T</math>がKとする。</p>

### ● 開発目標

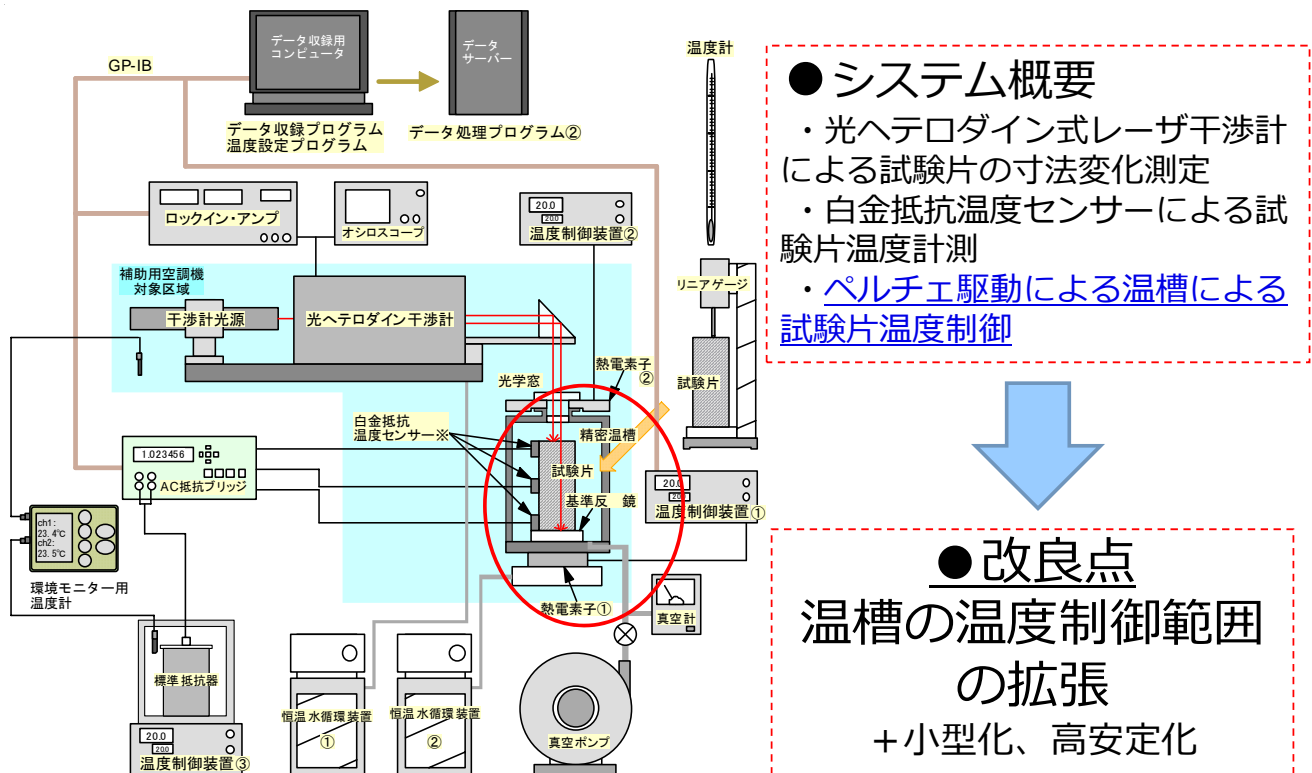
- ・ 校正温度範囲 (現状) 5℃~35℃

➡ -20℃~+60℃ ( (20±40)℃ ) に拡張する

### ● 位置づけ;

- 標準物質による供給が有効でないゼロ膨張領域での標準をより広範囲の温度で提供
- 標準物質の再校正を実現などためのファーストステップ

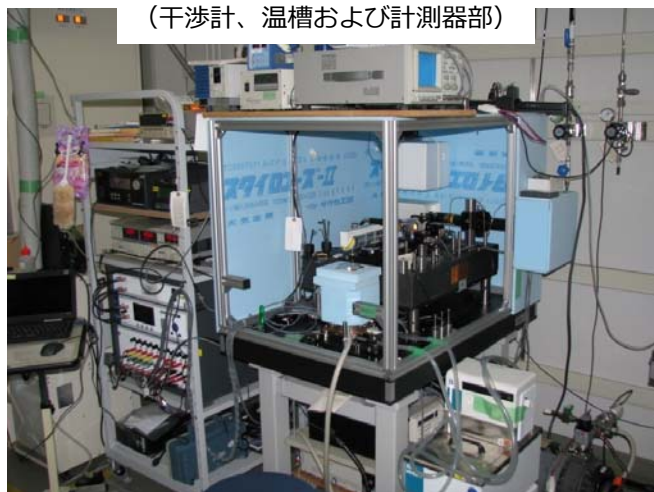
## ■ 2 : システムの構成図



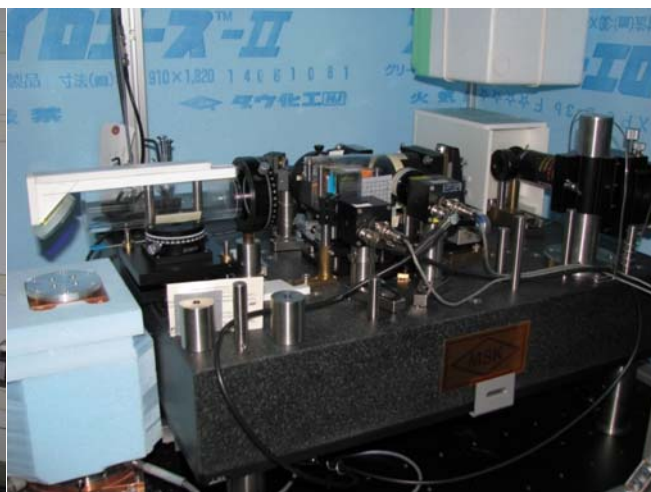
## ■ 2 : 新熱膨張率校正システムの構築

### システム全景

(干渉計、温槽および計測器部)



### レーザ干渉計部拡大 (左に温槽)



室温が1℃変動

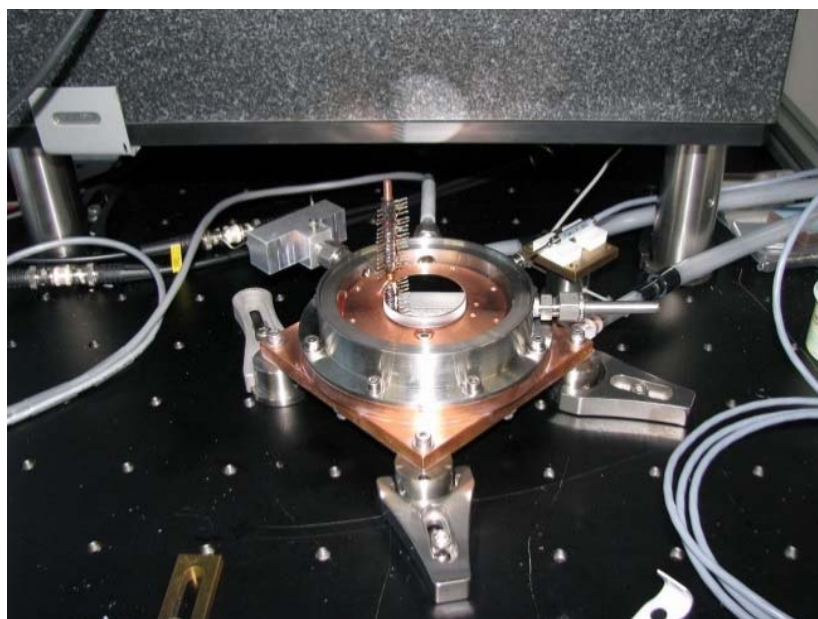
↓  
ブース内は  
0.03℃以下の変動

石定盤上での干渉計構築

↓  
安定度、剛性の確保

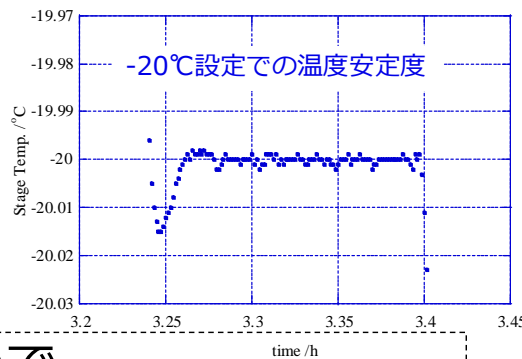
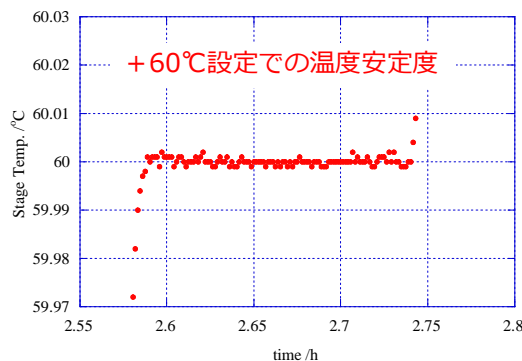
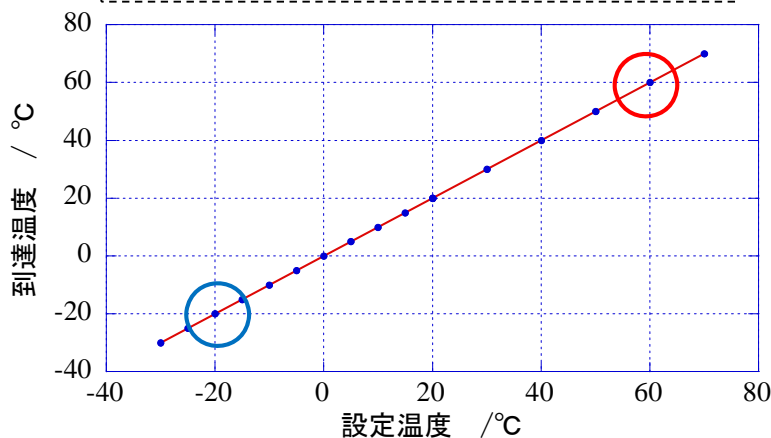
## ■ 2 : 新熱膨張率校正システムの構築

### 試料ステージ (温槽底部)



## ■ 2 : 温槽の温度制御性能

校正温度範囲を含む $-30^{\circ}\text{C} \sim +70^{\circ}\text{C}$ での温度範囲での検証試験結果



校正温度範囲内( $20^{\circ}\text{C} \pm 40^{\circ}\text{C}$ )で  
 $\pm 1 \text{ mK}$ 以内での温度安定制御が可能

## まとめ

■ 1 : 新規熱膨張率標準物質/熱膨張率測定用高純度銅NMIJ CRM5805-aの供給を2014年4月より開始した。(入手は資料巻末の標準物質ベンダーより可能です)

■ 2 : 室温熱膨張率校正の供給温度範囲の拡張を目標に、室温熱膨張率校正システムの改良を行っている。温度制御性能として室温 $\pm 40^{\circ}\text{C}$ の範囲で安定度 $\pm 1 \text{ mK}$ を達成した。