

# 固体熱物性標準整備の現状と開発計画

## －熱膨張率－

産業技術総合研究所

山田修史

- ・熱膨張率標準の整備状況
- ・膨張計の校正に関連して

# 熱膨張率標準供給項目 詳細(2009.1現在)

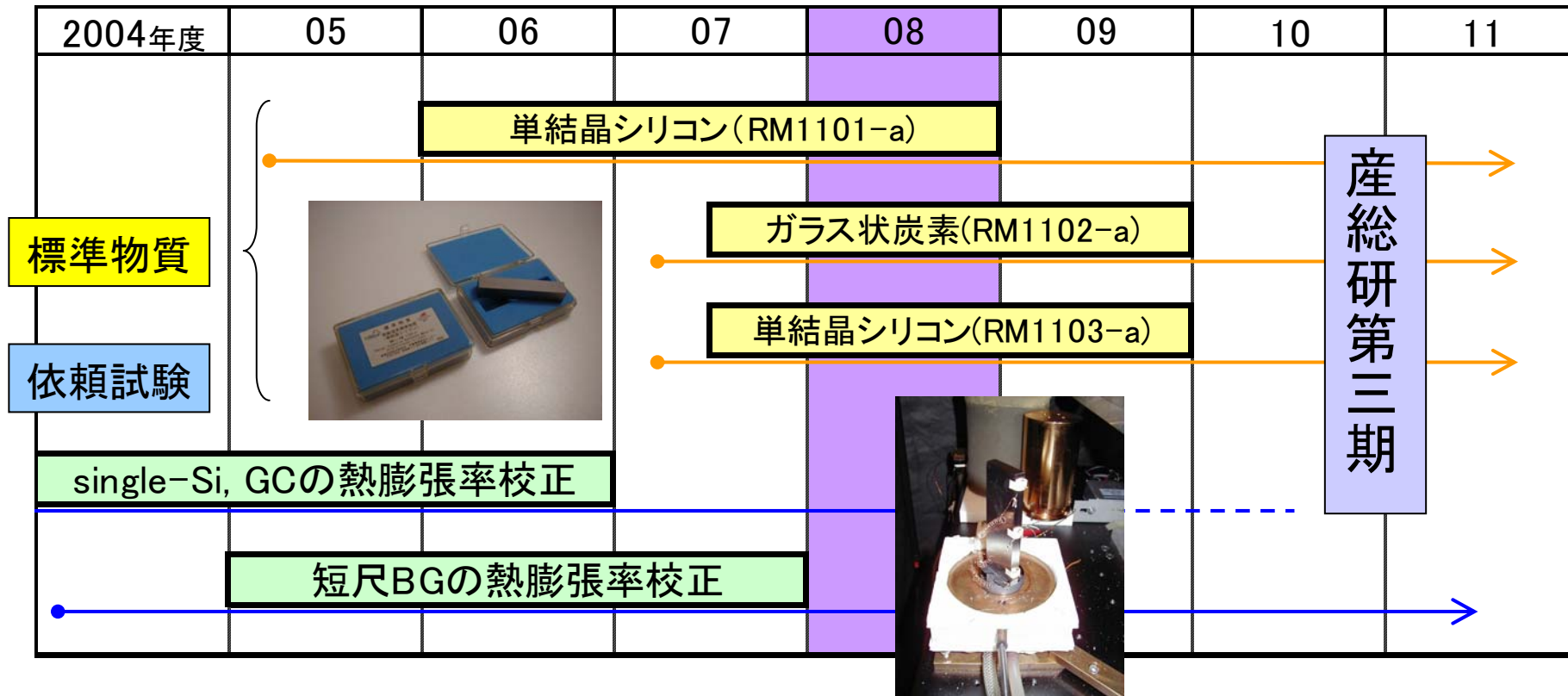
供給形態	名称	適用範囲	不確かさ等
標準物質※	標準物質名	適用温度範囲	参照値の不確かさ
	単結晶シリコン (NMIJ RM 1101-a)	293 K - 1000 K	相対拡張不確かさ: < 1.2 % 頒布形状: 4.5□×L60 mm <sup>3</sup> , 9.0□×L60 mm <sup>3</sup>
	ガラス状炭素 (NMIJ RM 1102-a)	293 K - 1100 K	相対拡張不確かさ: < 3.3 % 頒布形状: 6.0□×L10 mm <sup>3</sup> , 6.0□×L20 mm <sup>3</sup>
	単結晶シリコン (NMIJ RM 1103-a)	20 K - 300 K	拡張不確かさ: 6.0×10 <sup>-9</sup> K <sup>-1</sup> ~ 8.0×10 <sup>-9</sup> K <sup>-1</sup> 頒布形状: 10.0□×L30 mm <sup>3</sup> , 10.0□×L60 mm <sup>3</sup>
依頼試験	試験名	校正範囲	最高測定能力(k=2)
	<ul style="list-style-type: none"> <li>単結晶シリコン もしくはガラス状炭素の 熱膨張率校正</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>25×25×t6の単結晶シリコン もしくはガラス状炭素試験片</li> <li>校正温度範囲は293 K-1000 K</li> </ul>	2.0×10 <sup>-8</sup> K <sup>-1</sup>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>短尺ブロックゲージの 熱膨張率校正</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>呼び長20 mm以上かつ100 mm 以下のJIS K級ブロックゲージ もしくはこれと同等寸法精度形 状の固体ブロック</li> <li>校正温度範囲は5 °C - 35 °C</li> </ul>	$\left[ \frac{4.6\sqrt{\alpha^2 + D^2}}{\Delta T} \right] \times 10^{-9} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}; D = \frac{150}{L_0} + 0.20$ <p>ここで入力量の単位はαが10<sup>-6</sup>°C<sup>-1</sup>, L<sub>0</sub>がmm, ΔTが°Cとする。</p>

※現行のロットについては研究成果品扱い、次回生産ロットより認証標準物質(CRM)へ移行する予定  
H20FYより頒布業務を外部委託。委託先リスト: <http://www.nmij.jp/service/P/else/gyou-ichiran.pdf>

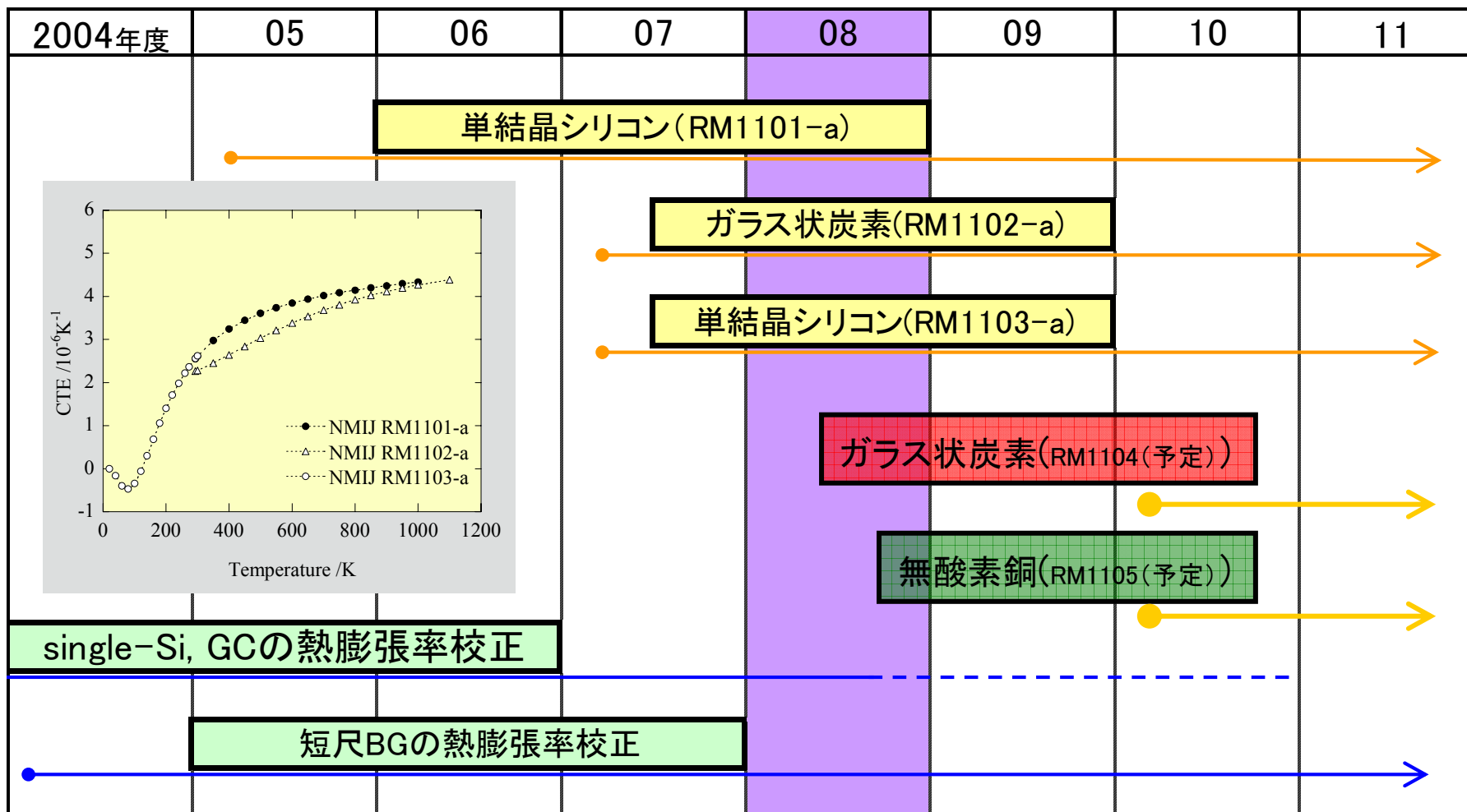
# 熱膨張率標準の整備状況 (2009. 1現在)

- ・標準物質：PR式膨張計やTMAの参照試験片
- ・依頼試験：レーザ干渉式膨張計群による器物の熱膨張率校正サービス

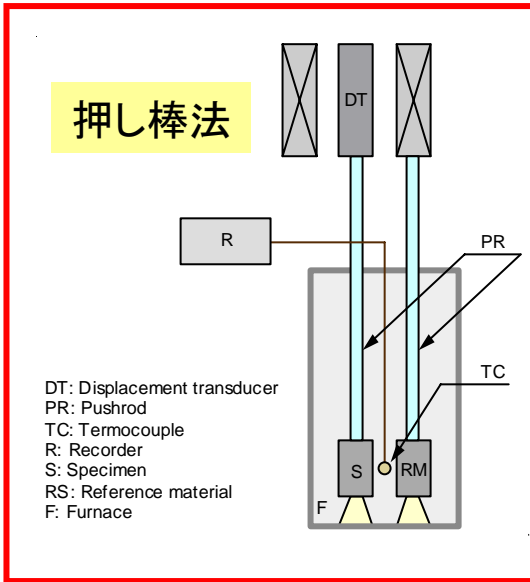
## 標準開発/供給の状況：



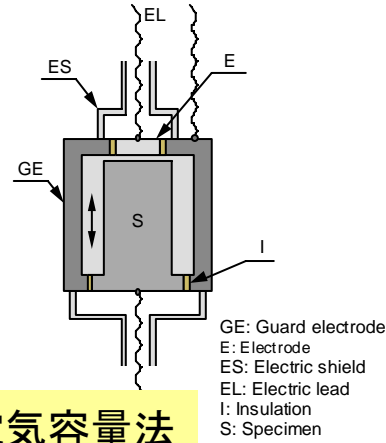
# 今後の整備予定(熱膨張率関連)



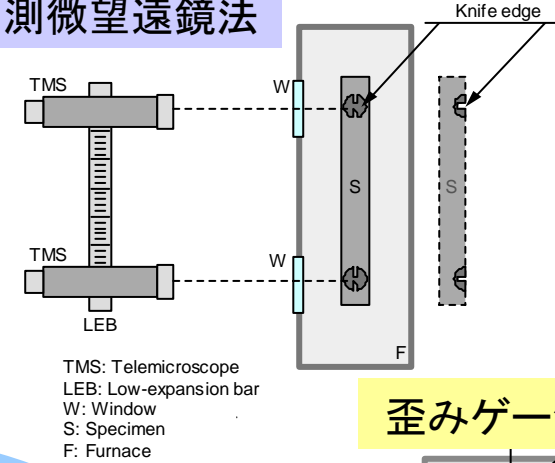
押し棒法



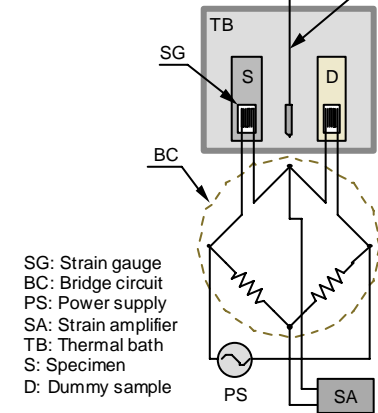
電気容量法



測微望遠鏡法

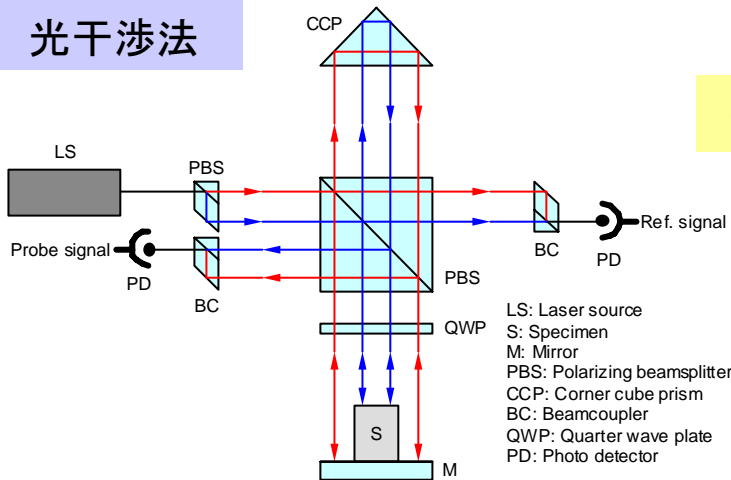


歪みゲージ法

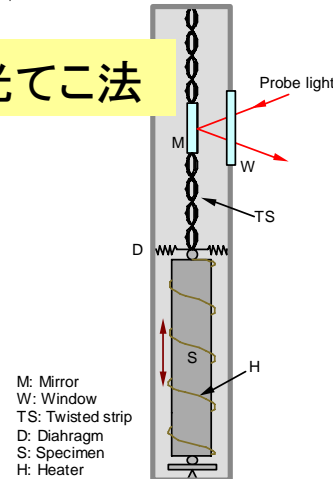


# 固体材料の熱膨張測定法

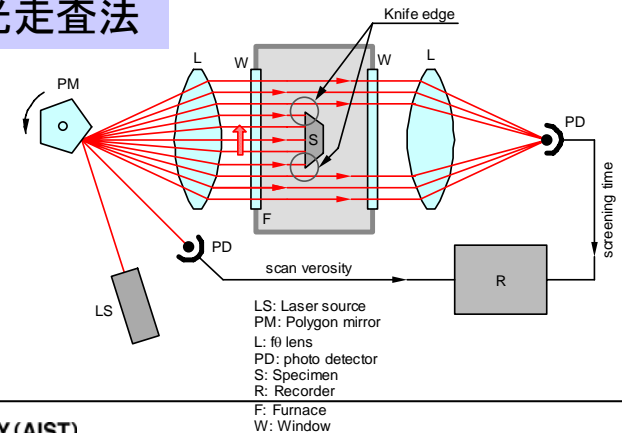
光干渉法



光てこ法

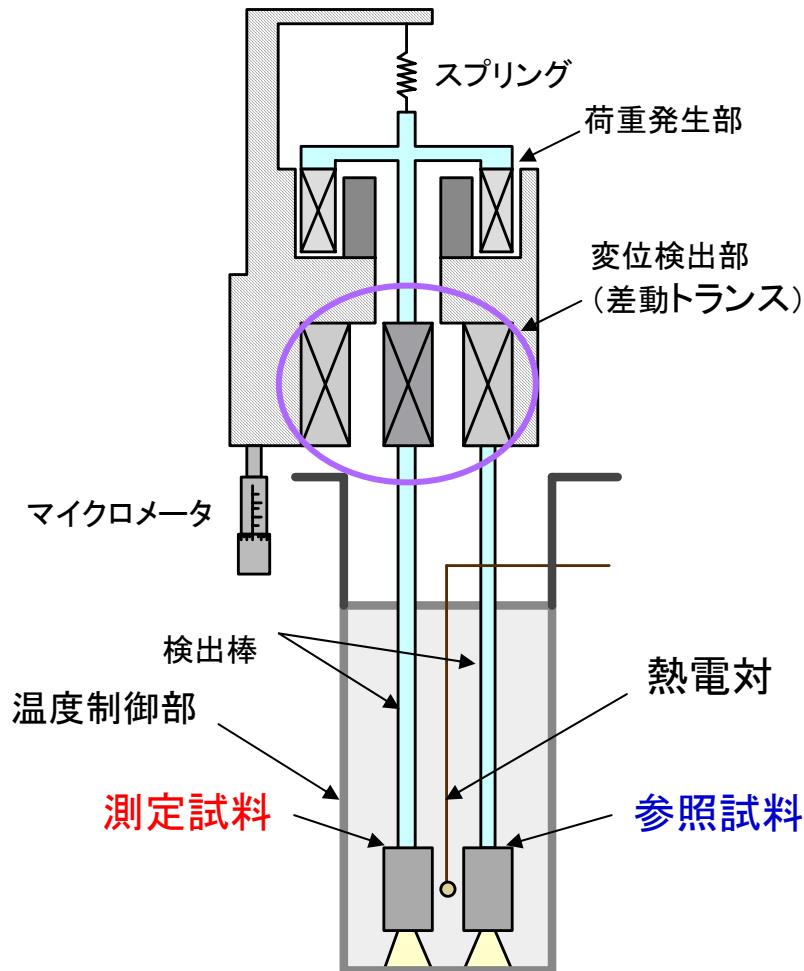


光走査法



# プッシュロッド式膨張計とTMAによる熱膨張測定

模式図：差動型TMA



関連JIS規格：

- ・JIS R1618: 2202 ファインセラミックスの熱機械分析による熱膨張の測定法
- ・JIS Z2285: 2003 金属材料の線膨張係数の測定法 など

## 熱膨張率の決定手順

温度変化:  $T_1 \rightarrow T_2; \Delta T = T_2 - T_1$

①: (測定試料 + 参照試料)による測定

$$\Delta L_{SP,m} = (\Delta L_{SP} - \Delta L_{ref}) + \Delta L_{bl}$$

②: (参照試料 + 参照試料)による測定

$$\Delta L_{ref,m} = (\Delta L_{ref} - \Delta L_{ref}) + \Delta L_{bl}$$

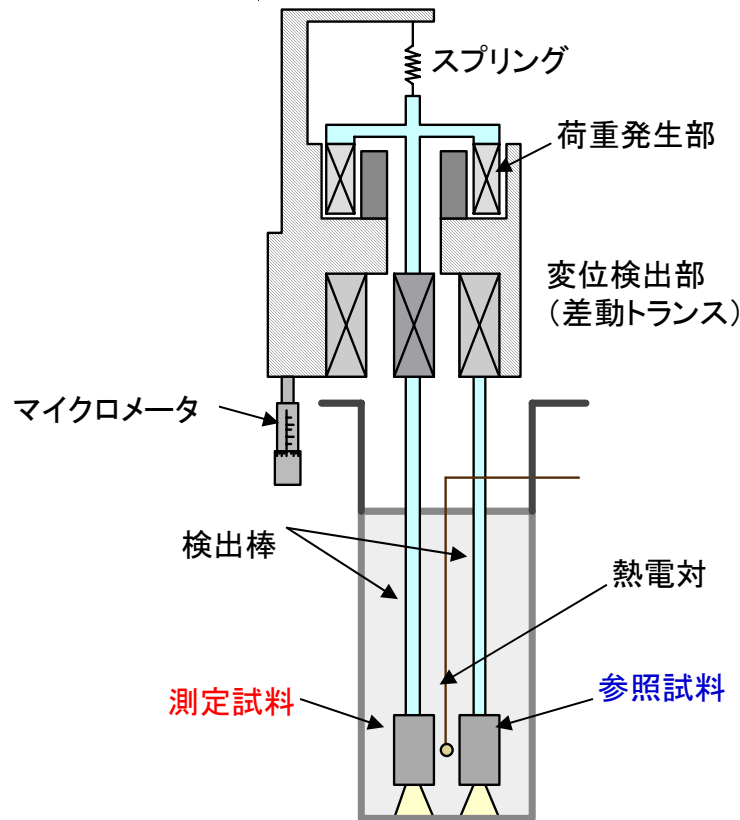
$$\alpha_{sp} \equiv \frac{\Delta L_{sp}}{\Delta T \cdot L_0} = \frac{(\Delta L_{sp,m} - \Delta L_{ref,m})}{\Delta T \cdot L_0} + \alpha_{ref}$$

# PR膨張計・熱機械分析装置における校正(1)

## 変位の校正

JIS B 7502に規定する外側マイクロメータ、または装置に付属する マイクロメータによって、変位計の出力の校正を行う。また、参照試料と同一材質・同一寸法の試料を用いて、実際の測定と同じ測定条件でベースラインの測定をする。

(JIS R1618:2202 ファインセラミックスの熱機械分析による熱膨張の測定法 他)



①:(測定試料 + 参照試料)による測定

$$\Delta L_{SP,m} = (\Delta L_{SP} - \Delta L_{ref}) + \Delta L_{bl}$$

②:(参照試料 + 参照試料)による測定

$$\Delta L_{ref,m} = (\Delta L_{ref} - \Delta L_{ref}) + \Delta L_{bl}$$

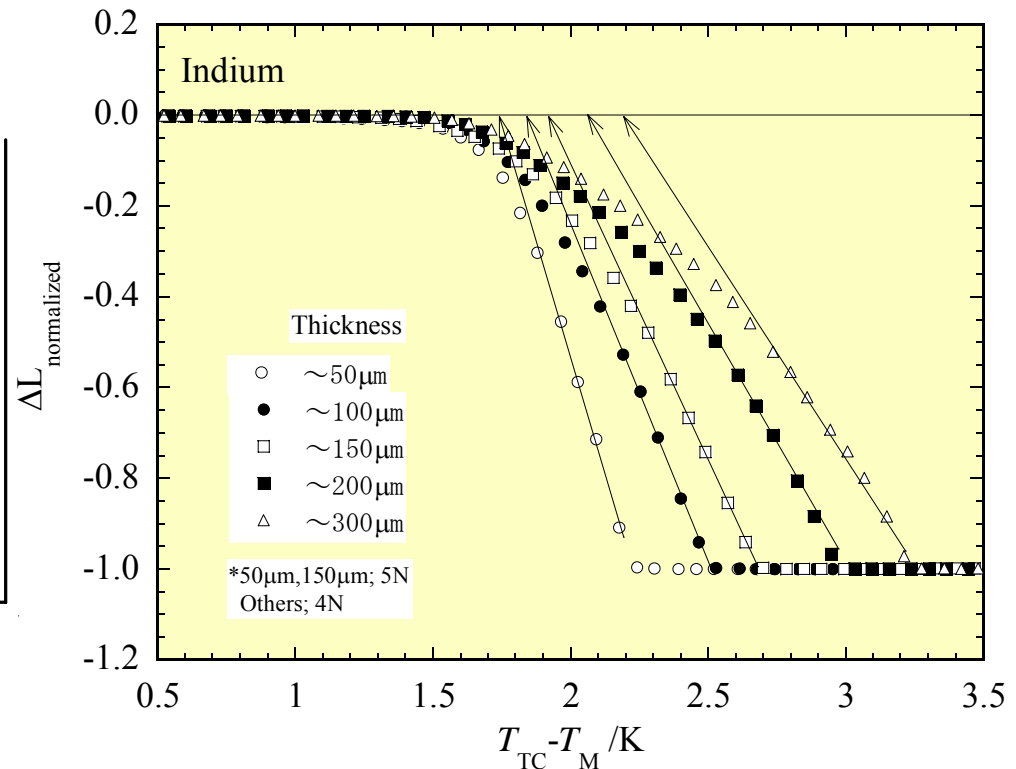
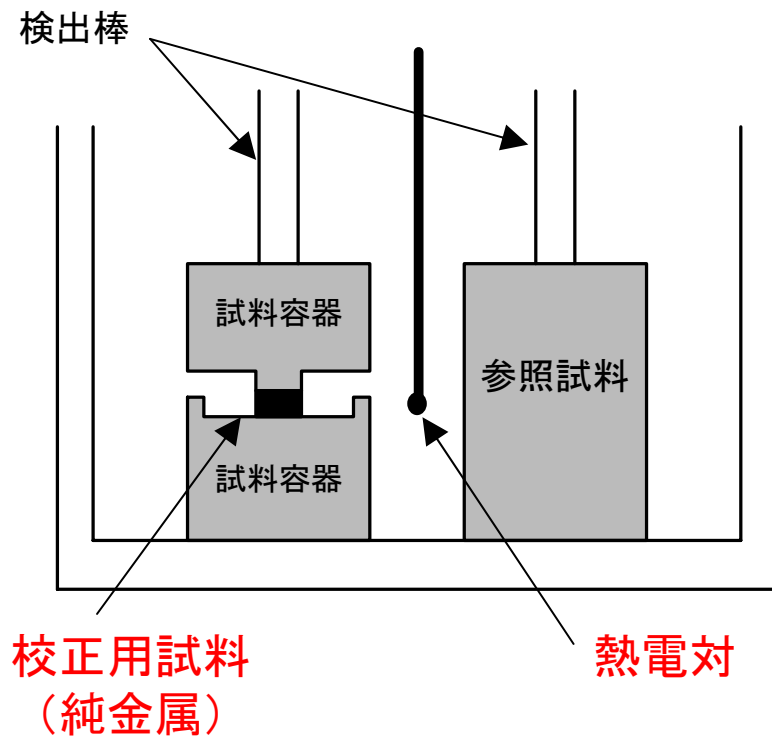
$$\alpha_{sp} \equiv \frac{\Delta L_{sp}}{\Delta T \cdot L_0} = \frac{(\Delta L_{sp,m} - \Delta L_{ref,m})}{\Delta T \cdot L_0} + \alpha_{ref}$$

# PR膨張計・熱機械分析装置における校正(2)

## 温度の校正

使用する温度計の校正には純度が99.9%以上の校正用試料を用い実際の測定の場合と同じ条件(荷重、昇温速度、雰囲気)で校正用試料の融解に伴う検出棒の変位が起こるときの熱電対の出力電圧を測定する。

(JIS R1618:2202 ファインセラミックスの熱機械分析による熱膨張の測定法)





# 熱膨張計校正キットの開発

## ◎熱膨張率標準物質の範囲拡充

- ・適用温度範囲の超高温領域への拡張 (at ~2000 K by GC, 高融点金属)
- ・参照値の多様化(熱膨張率の大きいモノから小さなモノまで; by 銅, アルミナ, 石英ガラス etc)を継続する。

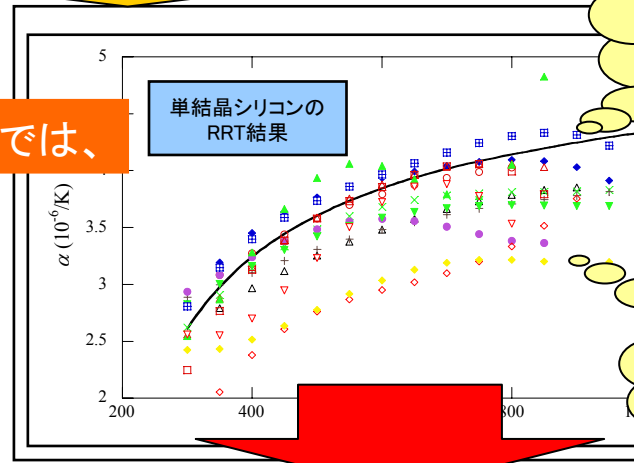
さらに

熱膨張率標準物質



参照値の不確かさ:  $\sim 10^{-8} \text{K}^{-1}$

実際の測定の現場では、



標準値の  
小さな不確かさが  
生かされていない!!

標準物質の  
供給だけで  
いいの?

### 関連JIS規格:

- ・JIS R1618: 2002 ファインセラミックスの熱機械分析による熱膨張の測定法
- ・JIS Z2285: 2003 金属材料の線膨張係数の測定法 他

取得データの健全性・信頼性を確保のみならず計測スキルのアップおよび不確かさ評価への意識の向上を目的とし、高付加価値な標準供給形態として、

- ・標準物質(2種類以上) + その他有用な標準データ情報
- ・関連JIS規格の詳細解説/ガイド
- ・上記規格に準拠した実践的な校正プロトコル/チェックシート
- ・不確かさの推定に係る技術資料 等

を1パッケージとした**校正キットの開発**を検討

ご意見をお願いします