

Co-C 共晶点実現装置の不確かさ評価

○沼尻 治彦*1)、佐々木 正史*1)、水野 裕正*1)

1. はじめに

多くの工業プロセスにおいて、温度は重要な計測項目のひとつであり、生産効率の改善や品質の向上、あるいは省エネルギーを目的として温度計測が行われている。特に鉄鋼、石油、半導体や発電など産業界の多くでは 1000 °C を超える温度標準の需要が高まってきている。これらの産業界で広く使用されている熱電対の現在の国内高温トレーサビリティ体系は、銅の凝固点(1084.62°C)とパラジウムの融解点(1553.5°C)で供給が行われているが、これら 2 定点間に有効な定点が無いため、2 定点で校正された熱電対を中間の温度で使用する場合、計算による補間を行わなくてはならない。しかし、その温度差が約 450 °C と大きいため、補間による不確かさが大きくなり、精密な測定が困難となっている。この課題を解決するため 1100 °C 以上の温度域における新たな温度定点として金属-炭素共晶点技術が提案され実用化に向けた研究が進められている。

そこで東京都立産業技術研究センターでは、高温域における熱電対校正技術の蓄積と技術指導力の向上を目指して金属-炭素共晶点実現装置を導入した。今回は 1300°C への校正範囲拡大に向けて、コバルト-炭素(Co-C)共晶点(1324°C)の不確かさ評価を行った。

2. 不確かさ評価

不確かさ要因として「変曲点決定の不確かさ」、共晶点温度の「再現性」、「周囲温度の影響」、「熱流の影響」を挙げ、これらについて不確かさ評価を行った。

2.1 変曲点決定 融解曲線の近似式を求め、その変曲点を融解点とする。このとき融解曲線として設定する範囲により近似式が変わるため、その不確かさを評価した。結果として 4.09 mK の標準不確かさであった。

2.2 再現性 同一条件で融解・凝固を複数回実現したときのばらつきを再現性として評価した。17 回の測定値の平均の標準偏差を不確かさとして見積もると、標準不確かさとして 7.86 mK が得られた。

2.3 周囲温度の影響 融解・凝固実現時の炉内保持温度を変えて測定を行うと周囲温度 1 °C 当たり 1.7 mK 融解点に影響があった。炉内温度安定性を考慮した結果、標準不確かさとして 0.05 mK が得られた。

2.4 熱流の影響 セルの測温孔に沿って挿入された熱電対からの熱の流出入の影響を調べるため、測温孔に沿った温度分布を測定した結果、標準不確かさとして 10.56 mK が得られた。

評価した結果を不確かさバジェットとして表 1 に示す。合成標準不確かさとして 13.8 mK が得られた。

表 1. 不確かさバジェット表

不確かさ要因	標準不確かさ /mK	合成標準不確かさ /mK
変曲点決定	4.09	13.8
再現性	7.86	
周囲温度の影響	0.05	
熱流の影響	10.56	

3. まとめ

今回、熱電対校正用のコバルト-炭素共晶点の実現の不確かさを評価した。変曲点決定、共晶点温度の再現性、周囲温度の影響、熱流の影響についての不確かさを評価した結果、合成標準不確かさで 13.8 mK が得られた。実際の校正に際しては本報告で得られた不確かさに加え、セル校正(トレーサビリティ確保)の不確かさ、熱起電力測定系(電圧計、基準接点装置等)や熱電対の不均質に起因する不確かさ等が要因として考慮されることになる。

*1) 実証試験セクター