

金属 - 炭素共晶点実現装置の性能評価

沼尻 治彦* 佐々木 正史* 尾出 順*

Evaluation for Specification of Metal – Carbon Eutectic Point Furnace

Haruhiko Numajiri*, Masashi Sasaki*, Jun Ode*

キーワード：高温標準，金属 - 炭素共晶点，熱電対

Keywords：High temperature standard, Metal – carbon eutectic point, Thermocouple

1. はじめに

現在の温度分野における標準は 1990 年国際温度目盛 (ITS-90)⁽¹⁾ に基づいて設定されており，水の三重点(0.01 °C)を始め 17 の定義定点で目盛付けされ，銅の凝固点(1084.62 °C)が最高温度となっている(図 1 参照)。一方，鉄鋼，石油，ガラス，窯業，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。現在の国内の高温熱電対センサのトレーサビリティ体系は銅の凝固点と 2 次基準点となるパラジウムの融解点(1553.5 °C)において供給が行われている。しかしながら，銅の凝固点とパラジウムの融解点の 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が，2 定点間の温度差が約 450 °C と大きいため，補間による不確かさが大きくなっている。

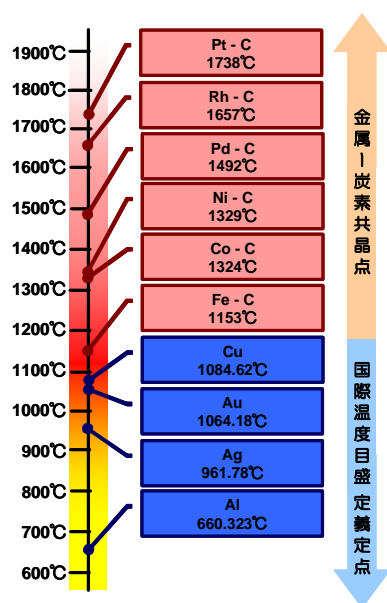


図 1. 国際温度目盛の高温側定義定点と金属-炭素共晶点

また高温領域における安定性に優れていることから標準熱電対として使用されている白金パラジウム熱電対ではあるが，素線にパラジウムを使用しているため，融解温度に達してしまいパラジウム点による校正が出来ない。そのためパラジウム点においては R 熱電対が使用されているのが現状で，この点も不確かさ増大の要因となっている。

この 1100 °C 以上の温度域における新たな温度定点として産業技術総合研究所に

より金属-炭素共晶点⁽²⁾⁽³⁾⁽⁴⁾技術が提案され実用化に向けた研究が進展し，放射温度計においては平成 20 年 4 月より 2500 °C までの温度範囲において 5 つの定点による標準供給が開始された。一方，熱電対においても研究⁽⁵⁾⁽⁶⁾が進展しており，金属-炭素共晶点による標準供給の期待が高まってきている。

そこで東京都立産業技術研究センターでは，金属-炭素共晶点を利用した熱電対校正技術を蓄積し，産業界に対しての技術指導力の向上を目指し，金属-炭素共晶点実現装置を導入した。本報告は金属-炭素共晶点実現装置の基本的性能を評価した結果である。

2. 装置概要

今回導入した金属-炭素共晶点実現装置を図 2 に示す。電気炉は 3 ゾーン制御となっており，発熱体にはカンタルスーパーを用い，適用温度範囲は 1100 °C から 1500 °C，室温から 1100 °C まで約 4 時間で昇温可能となっている。

今回の評価に際して用いた共晶点物質はコバルト-炭素 (Co-C) とした。その融解温度は 1324 °C，共晶点物質の純度はコバルト 99.999 %，炭素 99.9999 % である。共晶点物質を封入するルツボには高純度黒鉛を用い，さらにルツボを φ 50 mm × 600 mm のアルミナ管(セル)に組込んである。また装置組み込みのガス交換ユニットにより，セル内はアルゴン置換が行われ，金属の酸化を防いでいる。



図 2. 金属-炭素共晶点実現装置

また測定には現在、特定二次標準器としても用いられている白金パラジウム熱電対を使用した。

3. 性能評価

炉の性能を調べるために、Co-C 共晶点温度付近でセル内の試料が全て固体の状態での炉内温度の安定性と熱電対挿入方向の温度分布を調べた。

3.1 炉の安定性 電気炉の温度調節により試料の融解・凝固を実現させるためには、電気炉内の温度が時間的に安定してはならない。炉内温度が安定することで、融解・凝固時の保持温度を共晶点温度に近づけることが可能になり、プラトー持続時間を必要に応じて長く取ることが出来るからである。図3は炉設定温度をCo-C共晶点温度 $-7.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ として炉内温度を測定した結果である。横軸時間に対して炉内の温度変化を縦軸に示したものである。Co-C共晶点温度 $-7.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 付近で6時間にわたり $0.05\text{ }^{\circ}\text{C}$ の範囲で安定であった。

3.2 炉の温度分布 熱電対挿入方向に温度分布があると、固-液境界が测温孔に沿って移動することになり、凝固プラトーが階段状になるなど一定温度が持続せず定点としての役割を果たせない。そのため電気炉内の温度分布を测温孔に沿って出来るだけ均熱に調整することが望ましい。図4は横軸に测温孔底を 0 mm とした熱電対测温接点の位置をとった空間的な炉内温度の変化を示したものである。縦軸は通常、熱電対が設置されている位置(测温孔 $+10\text{ mm}$)からの温度差である。図中[withdrawal]は测温孔底より熱電対を引き上げたときの結果、[insertion]は熱電対を挿入していったときの結果である。試料が入ったルツボ(180 mm)より広範囲において $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以内の均熱が得られた。

3.3 測定例 測定例を図5に示す。実線はセル测温孔に挿入された熱電対により測定した熱起電力を規準関数により温度換算した値である。また破線は炉の設定温度を示す。今回は温度安定性が確認された共晶点温度 $-7.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ を保持温度としたため、融解・凝固が一方向に進み安定なプラトーが観測でき、その持続時間は融解・凝固共に約 50 分 であった。またルツボが测温孔に沿って均熱であるため、プラトーが階段状になるなどの現象も見られず、熱電対の校正に十分耐えうる事が確認できた。

4. まとめ

今回、コバルト-炭素を用いて共晶点実現炉の性能を評価した。炉の安定性、温度分布を確認し、Co-C共晶点を実現した結果、熱電対校正に充分なプラトーが観測できた。今後はパラジウム-炭素共晶点の実現、銅点を含めた $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ から $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$ 間の多点校正の不確かさ、さらには持回り試験への対応等を行い、高温測定における信頼性の向上に繋げていく計画である。

(平成20年7月4日受付, 平成20年8月19日再受付)

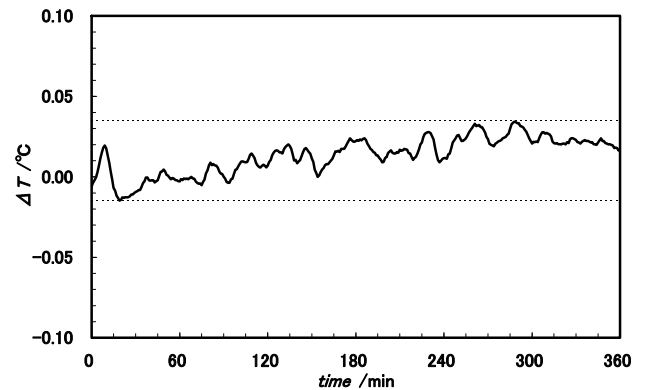


図3. 電気炉の安定性(Co-C共晶点温度 $-7.5\text{ }^{\circ}\text{C}$)

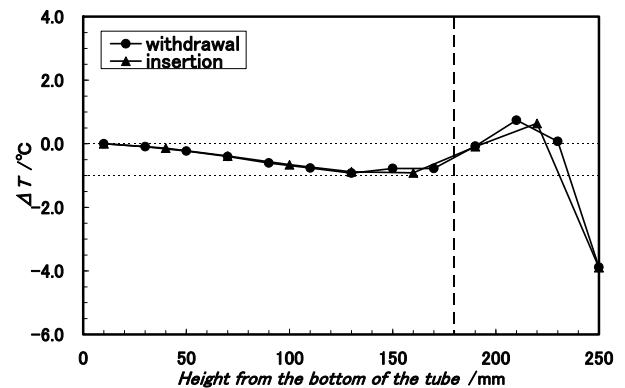


図4. 電気炉の温度分布(Co-C共晶点温度 $-7.5\text{ }^{\circ}\text{C}$)

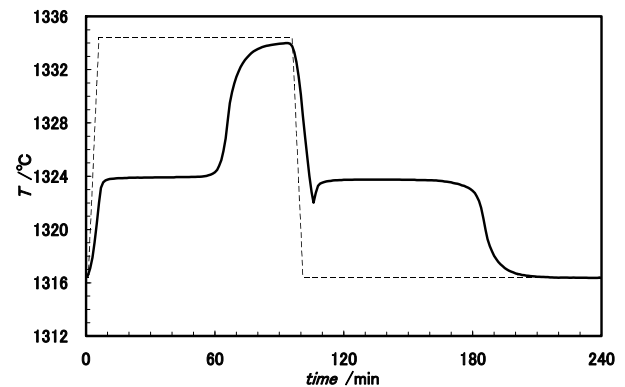


図5. Co-C共晶点の融解・凝固曲線

文 献

- (1) H. Preston-Thomas: "The International Temperature Scale of 1990", Metrologia, Vol.27, pp.3-10 (1990)
- (2) Y. Yamada, H. Sakate, F. Sakuma and A. Ono: "High-temperature fixed points in the range $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ to $2500\text{ }^{\circ}\text{C}$ using metal-carbon eutectics", Metrologia, Vol.38, pp.213-219 (2001)
- (3) 山田善郎: 「 $2000\text{ }^{\circ}\text{C}$ を超える新しい超高温標準」, AIST Today, Vol.1-1, 2001.4-1, pp.5-8 (2001)
- (4) 山田善郎: 「金属-炭素共晶を用いた高温標準の動向」, 計測と制御, Vol.42, pp.918-921(2003)
- (5) Y. Yamada, F. Sakuma and A. Ono: "Thermocouple observations of melting and freezing plateaus for metal-carbon eutectics between the copper and palladium points", Metrologia, Vol.37, pp.71-73 (2000)
- (6) H. Ogura, M. Izuchi and M. Arai: "Co-C Eutectic Point for Thermocouple Calibration", SICE 2005 Proceedings, pp.2456-2459 (2005)