

移送用耐振動型白金抵抗温度計の開発

新井 優*, 岸本 勇夫*, 山澤 一彰*, 丹波 純*,
佐藤 公一*, 成島 弘一*, 坂井 宗雄*

(平成17年4月1日受理)

Development of Stable Platinum Resistance Thermometers for Transfer Standard

Masaru ARAI, Isao KISHIMOTO, Kazuaki YAMAZAWA, Jun TAMBA,
Koichi SATO, Hirokazu NARUSHIMA, Muneo SAKAI

Abstract

A new type of a platinum resistance thermometer (PRT) was developed for the purpose to use as a transfer instrument of temperature standard. The PRT has a technical feature of filling three layers of alumina powder to reduce the effect caused by some mechanical damage during transport. Experiments on stability were made at the temperatures of the indium point (156.5985 °C) and the tin point (231.928 °C). The developed PRTs showed a stability of about 0.2 mK at those temperatures. The interpolation characteristic of the PRTs in the temperature range between 0 °C and 157 °C were studied using a pressure-controlled heat pipe. The high stability of the PRTs on transport was verified as follows. The PRTs were calibrated at indium point and tin point at NMIJ and then transported to a calibration laboratory. The indium point and the tin point of that laboratory have been calibrated by direct comparison at NMIJ. The temperatures of indium point and tin point of the laboratory measured using the transported PRTs agreed within 0.03 mK and 0.02 mK with the direct comparison results, respectively.

1. 序

国家計量標準供給制度における温度の標準供給は、2005年現在、接触式-40℃～1554℃、非接触式400℃～2000℃の範囲となり、国内の産業現場で必要とされる温度域のかなりの部分を覆いつつある。また、校正事業者認定制度における温度の認定事業者の中で、校正事業を行う温度範囲や校正の種類を拡大しつつある事業者も多い。この2つの制度が支える日本のトレーサビリティ制度が、その目的としたところへ到達しようとしている。この時点において、温度のトレーサビリティの将来を見渡したときに、技術的解決方法により、効率化を図り堅牢なシステムへと改善していくことが、必要であると考えられる。その一つが、標準を移していく、すなわち、校正された器物を介して次の段階の上位標準としていくことにおいて、温度標準では、必ずしも堅牢な方法が採られていないことであろう。計量法トレーサビリティ制度における国家標準から始まる供給の流れにおいて、産

業技術総合研究所が所有する特定標準器の温度定点実現装置を用いて、日本電気計器検定所（以下JEMIC）が所有する特定副標準器の温度定点実現装置の校正を行っている。この際には、特定副標準器の温度定点実現装置を産業技術総合研究所に輸送し、直接の比較校正を行っている。この場合、校正の不確かさは最も小さいが、温度定点実現装置を校正のために輸送するという、通常行われない方法が採られており、極めて大きな輸送作業とそのコストが発生している。さらには、分解・輸送・組立を伴うため、装置の破損の危険といった問題をも含んでいる。

移送用耐振動型白金抵抗温度計（以下移送温度計と略す）の開発は、これらの問題を解決し、より堅牢なトレーサビリティ体系を構築するため、新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）「計量器校正情報システムの研究開発プロジェクト」のサブテーマの一つとして進められた。本報告では、開発した移送温度計の安定性と抵抗比特性、及び実際に移送温度計が用いられることを想定した条件での移送実験を行った結果について述べる。

* 計測標準研究部門 温度湿度科

2. 移送用温度計

一般的な標準用白金抵抗温度計(以下SPRTと略す)は、石英などの絶縁材に、白金線をストレインフリー状態で軽く架けた、いわゆる巻き線構造が用いられている¹⁾。この構造は、温度変化によって白金線が膨張した際に歪みがかからないように配慮されたものであるが、反面、機械的な振動や衝撃には極めて弱い。このため校正された後に輸送する際には、手運びにせざるを得ない。

本研究では、この振動・衝撃に弱いSPRTの性質を改善する、耐振動型白金抵抗温度計を開発した^{2),3)}。試作した温度計の感温部の構造を図1に示す。白金線をコイル状に巻いてから、2つ折りにして、直径2.6 mmのアルミナ製絶縁管に入れた。白金線と絶縁管の隙間にアルミナの粉末を充填し、封止した後、さらにアルミナ管に入れ、それとの隙間にもアルミナ粉末を充填した。このアルミナ管をさらに石英製の保護管に入れ、その隙間にもアルミナ粉末を充填した。このように、粉体の層を3重にすることにより、外部からの振動・衝撃を緩和する構造とした。感温部は、外径2.6 mm、長さ30 mmであり、白金線の抵抗値は、0℃で約25Ωである。

3. 安定性試験

3.1 熱的安定性

移送温度計10本を試作し、温度定点インジウム点(156.5985℃)用として4本(以下記号A~D)、温度定点スズ点(231.928℃)用として4本(記号E~H)、及び温度補間特性評価用として2本(記号I, J)をそれぞれ以下の実験に用いた。A~Dの移送温度計を用いて、水の三重点温度(0.01℃)とインジウム点温度の間の熱サイクルに対する安定性を調べた。電気炉温度を157℃とし、水の三重点における初期の抵抗を測定した後、この温度に保持した時間の累計がそれぞれ100時間、240時間、400

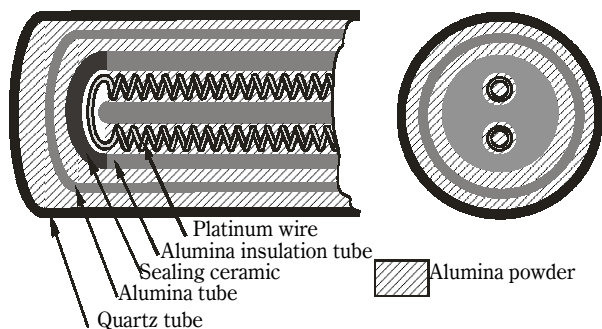


図1 移送温度計の感温部

時間の時に、電気炉から取り出して室温にまで冷却した。その時点での水の三重点における抵抗を測定し、初期値との変化を調べた結果を図2に示す。温度計Dは、最も大きな変化を示したが、この大きさは温度に換算して、0.28 mKであった。他の3本の温度計の変化量は概ね0.1 mK以下であり、極めて安定であった。

同様にE~Hの温度計を用いて、水の三重点温度(0.01℃)とスズ点温度の間の熱サイクルに対する安定性を調べた。電気炉温度を232℃とし、この温度に保持した時間の累計がそれぞれ20時間、40時間、60時間、210時間の時点での水の三重点における抵抗と初期値との差を調べた結果を図3に示す。温度計Fの変化が最も大きく、温度に換算して0.34 mKであったが、他の温度計の変化は、0.2 mK以下程度であった。

これら2つの温度定点に対応する温度157℃および232℃に対して、試作した移送温度計は、個体差は見られるものの、0.1 mKから0.2 mKの熱的安定性が示された。

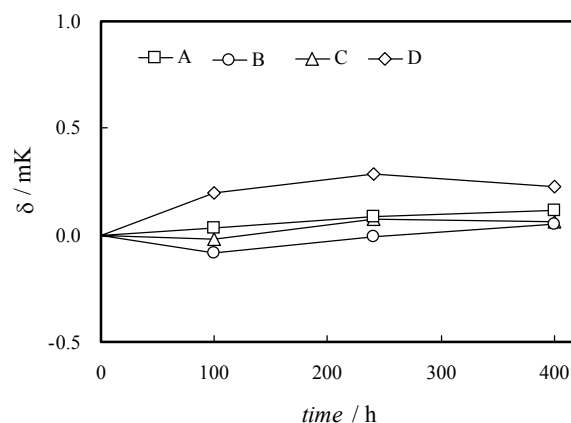


図2 157℃における移送温度計の安定性

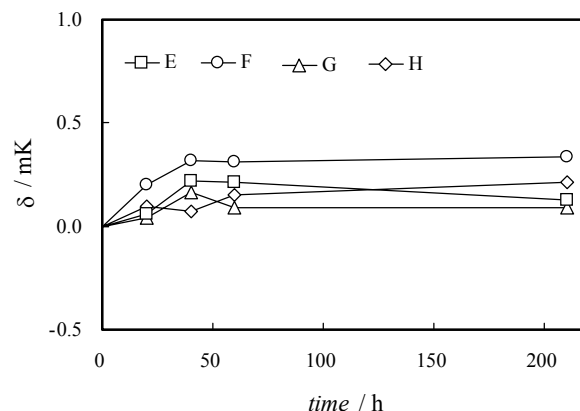


図3 232℃における移送温度計の安定性

SPRTのこれらの温度における安定性は、一般に0.1 mK程度であるとされている。移送温度計感温部の構造は、ストレインフリー状態ではないが、熱的安定性は、SPRTに比べて大きな差がないことが分かった。

3.2 移送における安定性

移送温度計を移送する際に受ける振動などに対する抵抗の安定性を調べるために、後述する実証実験に際して、その移送前後における水の三重点での抵抗の変化量を調べた。この実証実験では、温度計の移送に物流で一般的に使われる宅配便を用いた。実験は、インジウム点とスズ点において行い、それぞれに2本の移送温度計を用いた。前述のインジウム点において熱的安定性を調べた温度計の中からA, Bを、スズ点において熱的安定性を調べた温度計の中からE, Fを選んで用いて、産業技術総合研究所計量標準総合センター（以下NMIJ, 所在地：つくば市）とJEMIC（所在地：東京）との間で温度計を移送した。宅配輸送の前にNMIJにおいて測定した抵抗と、JEMICでの実験を終わってNMIJに運ばれて来た時の抵抗を比較した結果を表1に示す。また、A, Bの温度計を移

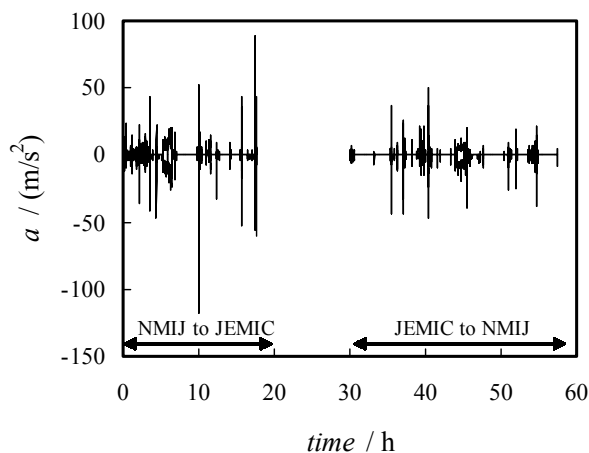


図4 インジウム点用温度計を移送している間の振動加速度記録

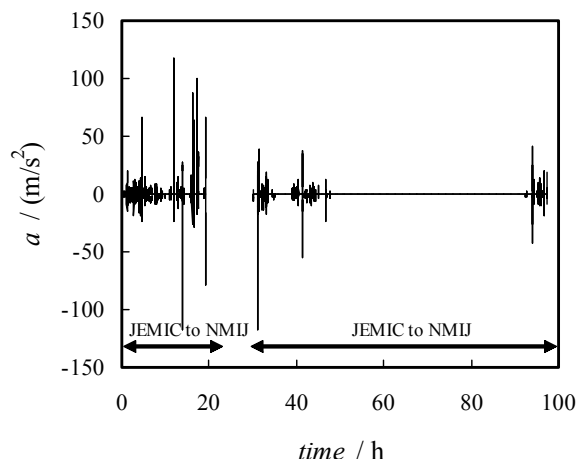


図5 スズ点用温度計を移送している間の振動加速度記録

送した時に温度計に付随させて記録した振動加速度を図4に示す。同様にE, Fの温度計の移送時に付随させて記録した振動加速度を図5に示す。

インジウム点に用いた温度計A, B, 及びスズ点に用いた温度計E, Fの抵抗変化は、最大でも0.2 mK相当であった。振動加速時計のデータからは、トラック輸送時に10 m/s²程度の加速度が継続して加わり、積み替え時などに、その数倍～10倍の加速度が加わったことがわかる。今回の結果から、記録された程度の振動加速度の範囲内であれば、移送温度計の安定性には問題がないことが分かった。

4. 抵抗比特性

1990年国際温度目盛 (ITS-90) の中では、補間計器として用いることができる標準用白金抵抗温度計の抵抗比特性を次のように規定している。

$$W(29.7646 \text{ } ^\circ\text{C}) \geq 1.118 07$$

試作した移送温度計A～JのW(29.7646 °C)の値を測定した結果を図6に示す。これら10本の温度計すべてにおいて、

表1 移送前後における温度計の抵抗変化

Transfer PRT ID	R / Ω			
	A	B	E	F
Before	24.924 587	24.953 429	24.973 175	24.970 578
After	24.924 590	24.953 428	24.973 155	24.970 569
ΔR (After-Before)	2×10^{-6}	-1×10^{-6}	-2.1×10^{-5}	-9×10^{-6}
δ / mK	0.02	-0.01	-0.20	-0.09

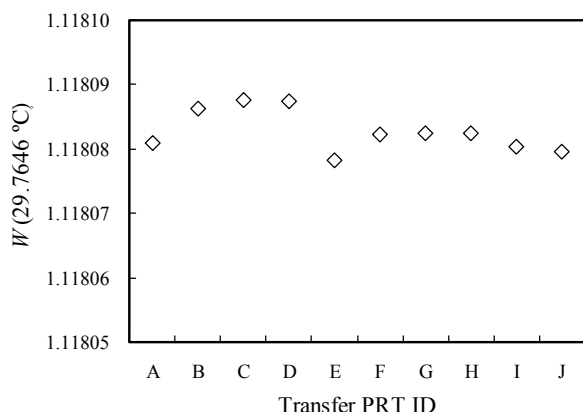


図6 移送温度計の抵抗比 $W(29.7646\text{ °C})$ の値

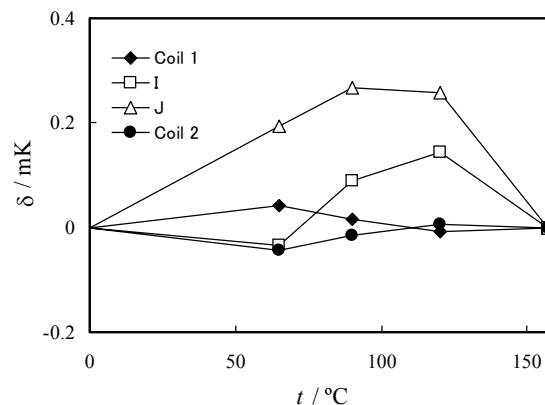


図7 移送温度計の0°C~157°Cにおける内挿特性

$W(29.7646\text{ °C})$ の値は規定値より大きく、開発した移送温度計は、ITS-90の標準用温度計として使用できることを示している。しかしながら、この温度計は構造上、ITS-90に示されるもう一つの条件「白金線がストレインフリー状態であること」については満たしていない。この影響は、抵抗比の数値のみから判断することはできず、実際にITS-90に従って温度定点において温度計を校正して、決定される定数を用いた補間式によって得られる温度値を比較することによってのみ知ることができる。実験的にこれを行うには、予想される程度のわずかな温度値の差を検出できる比較測定技術が必要となる。そこで、水のヒートパイプ比較装置⁴⁾⁵⁾を用いることにより同程度の温度差検出が技術的に可能な0 °C~157 °Cの温度域について、ストレインフリー構造のコイル型SPRTとの比較測定を行った。移送温度計I, Jとコイル型SPRT(記号1, 2)を温度定点インジウム点と水の三重点において校正し、ITS-90に定められた補間式の定数を求めた。次に水のヒートパイプ比較装置にこれらの温度計を設置して、比較を行う温度を60 °C, 90 °C, 120 °C, 157 °Cとした。4本の温度計の抵抗を測定し、前述の補間式から計算される温度を求め、その差をプロットした結果を図7に示す。ここでは、コイル型温度計により得られた温度値の平均値を基準としてそれとの差として示している。移送温度計が示した温度値の差は、最大で0.27 mKであった。ITS-90の補間用として用いられるSPRT相互の間によってもこのような差はわずかながら観測され、目盛のノンユニークネス問題と呼ばれているが、この大きさは0.1 mK~0.3 mK程度であると予想されている。すなわち、ここで得られた温度差もこれと同程度であり、移送温度計をITS-90に従って校正して得られる温度値は、標準用温度計によって得られる温度値と比べて、0.3 mK程度で

一致していると考えてよい。このことから、ITS-90に従って温度定点において校正して用いることが出来るという点で、移送温度計は、SPRTと殆ど同等であると言える。

5. 実証実験

移送温度計を用いることで、温度定点装置を輸送することなく、現在の特定副標準器に対する標準供給を行うことが可能になると考えられる。このための実証実験として、特定副標準器のインジウム点とスズ点の各定点実現装置をNMIJで校正する直前に、JEMICにおいて移送温度計を用いた測定を実施した。NMIJにおいて校正を行った移送温度計をJEMICに宅配便を利用して輸送した。JEMICでは、特定副標準器の定点実現装置を用いて、移送温度計のその温度における抵抗比を測定により求めた。その抵抗比の値とNMIJでの校正值との差から、特定副標準器の定点実現装置の温度を求めることができる。インジウム点とスズ点のそれぞれについて、NMIJの特定標準器との温度差として表した結果を表2及び表3に示す。移送温度計は、それぞれの定点用に2本の温度計を用い、その平均値を求めた。特定標準器と特定副標準器の差として、インジウム点の結果では、0.82 mKが、スズ点の結果では、-0.09 mKが得られた。それぞれに用いた2本の移送温度計によるばらつきは、インジウム点では、0.13 mK、スズ点では、0.04 mKであった。この実証実験の後、従来から実施されている装置の分解・輸送手順によって、JEMICの特定副標準器をNMIJに持ち込んだ。NMIJでこの定点実現装置を再組立後、従来から行われている方法で校正を行った。この校正は、特定標準器と特定副標準器の温度差を直接に求める方法である。この校正では、特定標準器と特定副標準器の温度差として、イ

表2 NMIJとJEMICでの移送温度計のインジウム点における抵抗比とその差から得られる温度差

Transfer PRT ID	A		B	
W at NMIJ	1.609 489 02		1.609 521 50	
W at JEMIC	1.609 492 39		1.609 524 39	
ΔW (JEMIC-NMIJ)	0.000 003 37		0.000 002 89	
T (JEMIC)- T (NMIJ)	0.89	mK	0.76	mK
mean of two transfer PRTs	0.82		mK	

表3 NMIJとJEMICでの移送温度計のスズ点における抵抗比とその差から得られる温度差

Transfer PRT ID	E		F	
W at NMIJ	1.892 335 92		1.892 363 31	
W at JEMIC	1.892 335 67		1.892 362 90	
ΔW (JEMIC-NMIJ)	-0.000 000 25		-0.000 000 40	
T (JEMIC)- T (NMIJ)	-0.07	mK	-0.11	mK
mean of two transfer PRTs	-0.09		mK	

表4 インジウム点における移送温度計の校正値と直接持込校正の差

	T (JEMIC)- T (NMIJ) / mK	u ($k=1$) / mK
transfer PRTs	0.82	1.10
direct caribration	0.79	0.90
difference between two methods (transfer PRT - directcalibration)	0.03	

表5 スズ点における移送温度計の校正値と直接持込校正の差

	T (JEMIC)- T (NMIJ) / mK	u ($k=1$) / mK
transfer PRTs	-0.09	0.90
direct caribration	-0.07	0.60
difference between two methods (transfer PRT - directcalibration)	-0.02	

ンジウム点0.79 mK, スズ点-0.07 mKが得られた. この値と前述の移送温度計を用いた方法による温度値との比較をそれぞれ表4及び表5に示す. 2つの表に示された $u(k=1)$ は, 校正値につけられた標準不確かさを表す. 直接持込校正での不確かさの要因の主なもの, 特定標準器の温度定点装置に用いられている定点物質の不純物に起因する要因である. 移送温度計を用いた方法では, この不確かさに, NMIJおよびJEMICでそれぞれ用いる抵抗測定器の不確かさが加算されている. 移送温度計2本の平均値と直接持込校正との差を両者の差として求めた. T (JEMIC) - T (NMIJ)として表した差は, インジウム点では, 0.03 mK, スズ点では, -0.02 mKであり, 2つの方法は, どちらの温度定点においても極めて良く一致した.

6. 結び

移送用耐振動型温度計の開発を行い, 基本的に必要とされる性能である, 熱的安定性, 移送安定性について調べた. これらはいずれも, 0.2 mK~0.3 mKであり, 移送温度計として十分なものである. また, 抵抗比の特性は, ITS-90に規定される標準用白金抵抗温度計に対する条件を満足することも確認された. 標準用温度計として温度定点で校正して用いた場合の0 °C~157 °Cの補間でも, ストレインフリー構造の温度計の示す温度値との差は, 0.3 mK程度と小さかった. これらの結果から移送温度計は, 十分に当初の開発目的を達成する性能であることが示された.

さらに, 移送温度計の利用として, 最も高い効果が期待される, 特定標準器から特定副標準器への標準供給の

実証実験を行った。移送用温度計を用いた方法と直接持込校正との差は小さく、十分に実用に供されるものであることが分かった。移送温度計を用いる方法により、特定副標準器の温度定点装置を輸送することに代わる新方式の標準供給を実際に行う方向で議論を深めたい。また、移送温度計を用いる校正方法は、NMIJ以外の校正機関においても広く応用が可能であると期待される。

謝辞

本研究の実証実験を進めるにあたりご協力を頂いた、日本電気計器検定所標準部の浜下雅之氏、小平和明氏に深く感謝致します。

参考文献

1) 櫻井弘久, 田村收, 新井優: 1990年国際温度目盛に関する補足情報, 計量研究所報告, 41-4 (1992)336.

- 2) I. Kishimoto, M. Arai, K. Yamazawa, A. Kawata, Development of a Stable Transfer Standard Thermometer. I Evaluation of Vibration Damage on Standard Platinum Resistance Thermometers, Proc of SICE Annual Conference 2002,143-144.
- 3) I. Kishimoto, M. Arai, K. Yamazawa, A. Kawata: Development of a Stable Transfer Standard Thermometer. II Vibration Test of Prototype Models, Proc of SICE Annual Conference 2003. 2449-2451.
- 4) 丹波純, 新井優: 圧力制御型水ヒートパイプによる白金抵抗温度計用精密比較装置, 計測自動制御学会論文集38-4(2002)345-349.
- 5) J. Tamba, I. Kishimoto, M. Arai: Pressure-Controlled Water Heat Pipe for Investigation of the Non-Uniqueness of the ITS-90 in the Range from 65 °C to 157 °C, Temperature, its Measurement and Control in Science and Industry, Vol. 7, AIP(2003)381-385.