

小型セルによる Co-C 共晶点の実現

佐々木正史^{*1)}、沼尻治彦^{*1)}、山田善郎^{*2)}、石井順太郎^{*2)}、小倉秀樹^{*2)}

1. はじめに

現在、金属の熱処理や半導体産業など定義定点の確立されていない 1100 以上における高温測定需要が高まっている。この温度域に対して近年新たな高温標準として金属 - 炭素共晶点が開発された。しかしながら、民間事業者等への金属 - 炭素共晶点普及の足かせとなっているのが、新たな設備投資の負担である。そこで昨年度、産業技術総合研究所との共同研究で既存パラジウム点炉(Pd 点炉)に設置可能な熱電対用小型 Co-C 共晶点セルの開発を行った。本報告は、共晶点技術の普及を目指し、実用温度標準として小型セルの共晶点実現を行った成果である。

2. 実験方法

本研究で試作した小型セルは、共晶点専用炉に設置する高精度セル $\Phi 50\text{mm}$ に対し、当センターで所有している Pd 点炉 (内径 34mm) に設置可能とするため $\Phi 32\text{mm}$ とした。

尚、本実験の温度測定には Pt/Pd 熱電対を使用した。

2.1 専用炉による共晶点実現

Pd 点炉での共晶点実現の前に、共晶点専用炉に小型セルを設置し、共晶点実現確認及び高精度セルとの比較を行った。

2.2 パラジウム点炉での共晶点実現

小型セルを Pd 点炉に設置し、共晶点の実現を試みた。図 1 は小型セルを Pd 点炉に設置した様子である。Pd 点炉は本来、熱電対の先端に取付けた Pd を融解させる事を目的とした炉であるために定点炉と比べ温度分布が悪い。そのためセル内のルツボを可能な限り均熱な温度分布が得られるように設置した。実験装置は 1 ゾーン制御の Pd 点炉と定電圧電源装置を用いた。実験手順としては、炉の設定温度を Co-C 共晶点温度-10 付近として昇温・保持し安定を確認した。その後、1345 を目指し昇温し、融解終了後 1340 付近に到達したら降温を始め 3 分後保持温度に戻す方法で繰返し実現を行った。



図 1 既存パラジウム点炉

3. 結果・考察

小型セルの有効性を確認するために 2.1 で述べたように専用炉を用いて高精度セルとの比較を行った。専用炉による共晶点実現の結果を図 2 に示す。高精度セルに比べ、小型セルのプラトー持続時間は短くなっているが、これは共晶点物質の量が少ないためだと考えられる。融解・凝固が一方向へ進む安定したプラトーが観測できた。

有効性の確認が出来た小型セルを既存 Pd 点炉で実現可能であるか評価するため 2.2 の実験を行った。小型セルの再現性を確認した結果を図 3 に示す。この時の再現性は $\pm 40\text{mK}$ であった。徐々にドリフトが大きくなっていくように見えるが、これは熱電対の不均質の影響が支配的であると考えられる。

4. まとめ

今回、小型セルを用いて専用炉による良好な共晶点温度実現が確認できた。また既存 Pd 点炉を用いても安定した共晶点を実現する事が出来たため、実用温度標準の校正機器として利用するには十分な性能であることが確認できた。現在、様々な条件でも小型セルが利用可能であるかを評価するために校正事業者間での回送評価 (持ち回り試験) を開始している。

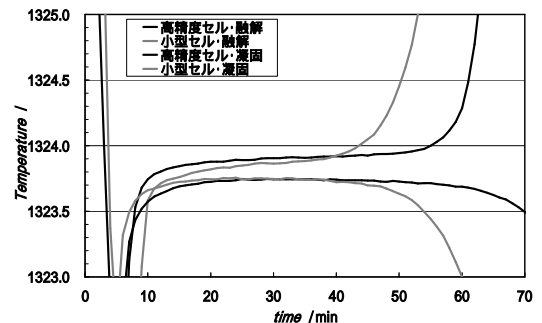


図 2 専用炉による共晶点実現

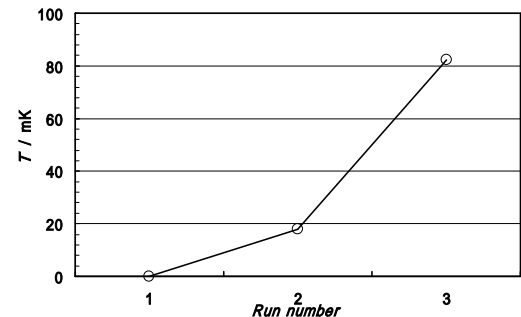


図 3 小型セルの再現性

*1) 技術経営支援室 *2) 独立行政法人産業技術総合研究所 計測標準研究部門