

# 機能材料の熱物性計測技術と標準物質に関する研究

## I 試験研究の全体計画

### 1. 研究の趣旨

電子技術、精密・光学技術、エネルギー、航空宇宙、原子力、計量標準などの分野で、新しい機能を発揮させることを目的として種々の先進的材料が製造されている。ところがこれらの新材料については、もともと熱物性データが得られていないか、あるいはあっても信頼性が極めて乏しい状況にある。また個々の研究者や技術者が自ら計測して信頼性の高い熱物性値を得るための計測技術も確立していないために、研究・生産現場に必要な熱物性データの入手が非常に困難な状況にあり、新材料の開発・利用を大きく阻害している。このために材料の開発・利用をはじめとする多くの研究ラボや生産現場が、機器の熱設計や材料特性の評価を行ったり、計測の高度化を図るとき、機能材料の熱物性値\*)を高い信頼性で効率よく入手できるような知的基盤を整備することが必要となっている。

本研究課題では熱物性値の計測技術と標準物質を確立することを目指し、

- ① 熱物性値の精密計測技術を開発して、国の一次標準を確立し、
  - ② 標準試料・標準物質を開発し、標準データを取得して、広く研究・生産現場に供給し、
  - ③ 先進的機能材料に対応できる先進的計測を開発し、また実用的計測法の標準化を行う。
- さらに、
- ④ 特定の重要材料に対して、材料キャラクターを同定しつつ、熱物性値の高水準データセット\*\*)を作成して、本研究のアプローチの有効性を検証し、
  - ⑤ プロトタイプ熱物性データベースを試作して、データ普及用ツールとしての有効性を検証する。

\*) ここで熱物性とは、密度、熱伝導率/熱拡散率、比熱容量、熱膨脹率、放射率、音速/弾性率を指す。

\*\*) ここで高水準データセットとは熱物性値だけでなく、材料を同定するためのキャラクターを含むひとまとまりのデータを指す。

### 2. 研究概要

#### 1. 密度に関する研究

高精度密度計測技術及びモル質量計測技術を開発して、材料の構造特性を計測する新しい技術を確立し、その際に必要となる標準試料、標準物質を供給する。これにより材料合成過程、材料加工過程、材料改質過程の同定に必要と

される、物質の微視的構造の欠陥、組成、充填率及び空孔率を、信頼性が極めて高い巨視的な手法により決定する新技術基盤を提供する。さらに標準データを提供することにより、より広いユーザーがより広い環境で密度計測の高精度化を図ることができるような技術基盤を形成する。

#### ① 精密計測技術開発と標準物質の供給（通商産業省工業技術院計量研究所）

密度の高精度一次標準を用いて、標準試料並びに標準物質の密度値を正確に決定する技術を確立し、その系統誤差を評価し、低減する方法を実験的に検討する。これによりシリコン標準試料/標準物質の密度及びモル体積標準値を決定し、それらを供給する。

#### ② 固体のモル質量の精密測定の研究

##### (a) モル質量計測法の研究（通商産業省工業技術院地質調査所）

単位体積当たりの原子、分子数であるモル体積と密度を関連付けるためには、モル質量を精密に測定する必要がある。二次イオン質量を精密に測定する必要がある。二次イオン質量分析を用いた局所精密同位体比測定等により、モル質量を高精度で決定し、標準試料、標準物質に標準値を付ける。

##### (b) モル質量標準作製技術（科学技術庁金属材料技術研究所）

シリコン同位体組成比の異なる参照試料作製技術を開発し、モル質量決定の高精度化のための素材を提供する。

#### ③ 半導体結晶の微視的構造評価の研究（新日本製鐵㈱先端技術研究所）

シリコン単結晶の密度及びモル体積の信頼性の高い測定技術を標準化し、これに基づいて適正な標準物質を作製する。また、半導体材料に対して密度データセットを作成する。

#### 2. 熱伝導率/熱拡散率/比熱容量に関する研究

科学技術における熱の制御と利用の高度化に資するため、熱エネルギーの移動と蓄積に関わる熱物性値（熱伝導率/熱拡散率/比熱容量）を計測する技術を整備するとともに、基盤材料および先端材料の熱伝導率/熱拡散率/比熱容量データが社会の要求に応じて速やかに供給される体制を構築するための研究を行う。これにより

- a. 熱伝導率/熱拡散率/比熱容量測定用の標準試料・標準物質を開発・供給し、
- b. 先端計測技術の開発と実用計測技術の標準化を行い、
- c. 特定の先端材料に対してキャラクターを明確にして、熱物性データセットを作成する。

① 精密計測技術と標準物質／標準データの研究（通商産業省工業技術院計量研究所）

熱伝導率／熱拡散率／比熱容量の計測技術の高精度化を進め、不確かさの評価を行う。また精密計測技術と材料キャラクター化技術に基づき標準試料・標準物質の研究を行う。これにより熱拡散率の一次標準を確立し、熱物性の標準物質の標準値を決定してそれらを供給し、標準データを提供する。あわせて計測技術の標準化を行う。

② 薄膜／傾斜機能材料の熱物性の研究（慶應義塾大学理工学部）

薄膜、傾斜機能材料など従来の技術では計測できないような先端材料に関して、熱伝導率・熱拡散率などの熱物性値を計測できるような技術の研究を行う。また特定の重要な先端材料について熱物性データセットを提供する。

③ 先端無機材料の熱物性の研究（科学技術庁無機材質研究所）

新しい機能を有する無機材料の開発に資するため、成膜技術等により創成される先端無機材料の熱物性計測評価技術を開発する。また特定の重要な先端無機材料について、熱物性データセットを提供する。

④ 複合材料／微小領域／高温融体の熱物性の研究（茨城大学工学部）

複合材料の熱物性を総合的に解明するために、複合材料を構成する微小領域における局所熱物性値を計測する技術を開発するとともに、局所熱物性値から複合材料の有効熱拡散率を評価する手法に関する研究を行う。また特定の重要な複合材料について熱物性データセットを提供する。さらに従来測定が困難であった高温融体の熱物性を計測する技術を開発する。

⑤ 熱拡散率標準物質とファインセラミックスの熱物性の研究（財団法人セラミックスセンター）

ファインセラミックスの熱物性標準物質に関する研究を行うとともに、ファインセラミックスの熱伝導率、熱拡散率、比熱容量などの熱物性値を計測する技術を開発する。これにより熱物性標準物質を供給し、また熱物性実用計測技術の標準化を行う。

⑥ 高温材料の熱物性の研究（㈱超高温材料研究所山口センター）

原子力分野、航空宇宙産業などで要請される炭素系材料、高熔点金属などの高温材料の熱伝導率、熱拡散率、比熱容量を熔融状態に至る2,000℃以上の高温領域まで計測する技術に関する研究を行う。これにより実用計測技術の標準化を行い、特定の高温材料に関する熱物性データセットを提供する。

⑦ 先端産業用材料の熱物性の研究（㈱東レリサーチセンター）

先端産業を支える半導体、金属等の基本材料の熱伝導率、熱拡散率、比熱容量の計測技術を開発する。その技術によ

り先端産業用材料の熱物性を系統的に測定するとともに、キャラクター化を行う。これにより先端産業用材料の熱物性計測技術の標準化を行うとともに、熱物性値が材料キャラクターの関数として統一的に記述された高水準熱物性データセットを提供する。

⑧ 低温材料の熱物性の研究（科学技術庁金属材料研究所）

低温領域（液体He温度～室温）における熱物性実用計測技術に関する研究を行う。これにより実用計測技術の標準化を行い、特定の重要な低温材料に関する熱物性データセットを提供する。

3. 熱膨脹率に関する研究

固体の構造相転移の研究や破壊に直接関わる熱応力の評価に資するため、熱膨脹を広い温度領域に渡って計測する技術を整備するとともに、基盤材料および先端材料の標準データ・標準物質を社会に供給するための研究を行う。

① 精密計測技術、標準物質、および標準データの研究（通商産業省工業技術院計量研究所）

計測技術の高度化に資するため、熱膨脹率の極低温～超高温における精密絶対測定法の開発に関わる研究を行う。これにより中高温領域での熱膨脹率一次標準を確立し、標準物質の標準値を決定するとともに、標準データを提供する。

② 低温標準物質および計測技術の研究（科学技術庁金属材料技術研究所）

熱膨脹率の標準物質の開発に資するため、低温領域（液体He温度～室温）における標準物質の研究および実用測定法の研究を行う。これにより標準物質の供給、および実用計測法の標準化を行う。

③ 高温標準物質および計測技術の研究（財団法人セラミックスセンター）

熱膨脹率の標準物質の開発および計測技術の高度化に資するため、高温領域（室温～1,000℃）における標準物質の研究および実用計測法に関わる研究を行う。これにより標準物質の供給、および実用計測法の標準化を行う。また特定の重要なセラミックスに対して熱膨脹率データセットを提供する。

④ 超高温での計測技術の研究（㈱超高温材料研究所山口センター）

実用計測技術の高度化に資するため、熱膨脹率の超高温領域（1,000～2,000℃）における計測技術に関わる研究を行うとともに、標準データの測定を推進する。これにより実用計測法の標準化を行い、特定の重要な超高温材料について熱膨脹率データセットを提供する。

4. 放射率に関する研究

放射温度計測の精度向上および放射熱評価の高度化に資するため、コーティング材料を含む金属、セラミックス、黒鉛などの分光放射率と全放射率を信頼性高く測定する技術を開発する。これにより

- a. 分光放射率／全放射率測定用の標準試料・標準データを供給し、
- b. 放射率実用計測技術の開発とその標準化を行い、
- c. 特定の重要材料に関して表面性状を明確にした放射率データセットを提供し、
- d. 放射率情報の標準化手法を提示する。

① 放射率精密計測技術と標準試料・標準データの研究  
(通商産業省工業技術院計量研究所)

標準黒体炉の精度評価をはじめとして中低温域における放射温度計測の精度向上に資するため、精密赤外域分光放射率計測技術を開発して精度評価し、金属酸化面、黒鉛、黒色塗料などの測定を行う。

またパルス通電加熱により 3,000℃までの全放射率を精密に計測する技術を開発し、黒鉛や耐熱金属の測定を行う。これにより

- ・高放射率表面について、赤外分光放射率の標準試料およびデータを供給し、
- ・高温材料の全放射率の標準試料及び標準データを供給する。

② 実在表面の熱ふく射特性と熱ふく射診断の研究(京都大学大学院工学研究所)

熱ふく射応用計測に資するために、広波長域高速スペクトル法を基礎とした熱ふく射物性の系統的な研究法を確立することにより、

- ・実在表面の熱ふく射特性メカニズムを解明し、
- ・熱ふく射診断技術を開発し、
- ・熱ふく射情報の標準化手法を提示する。

③ 高温放射率の計測技術の研究(科学技術庁航空宇宙技術研究所)

航空宇宙、エネルギー、原子力等で使用される高温機器の熱設計の高度化に資するために、試料移動法による高温放射率の実用計測技術を開発する。これにより、

- ・高温放射率実用計測技術の標準化を行い、
- ・セラミックス、複合材料などの先進材料について、表面性状との対応を明確にした放射率データセットを提供する。

5. 音速／弾性率に関する研究

先進的機能材料における変形特性や熱応力評価の高度化に資するため、音速／弾性率を高精度で測定する技術を開発するとともに、標準物質、標準データを供給する研究を行う。これにより

- a. 音速／弾性率の一次標準の確立、および実用計測法の精度評価を行い
- b. 金属、セラミックスを対象に重要な材料について標準データを供給し
- c. 高温領域まで安定した音速／弾性率の標準物質の探索、供給を行う。

① 音速／弾性率の精密測定技術の研究(通商産業省工業技術院計量研究所)

音速／弾性率計測の精度向上に資するため、高周波超音波による測定技術を開発し、1,500℃を越える温度領域までの金属、セラミックスの測定を行う。これにより、

- ・音速／弾性率測定の一標準を確立し、
- ・特定の重要な機能材料について高温までの標準データを提供し、標準物質の値付けを行う。

② 高温標準物質と計測技術の研究(助ファイナセラミックスセンター)

高温環境で使用されるセラミックスの熱変形、熱応力解析の高度化に資するため、高温まで安定した標準物質の開発を行い、標準物質を用いて音速／弾性率の実用計測技術の精度評価を行う。これにより

- ・高温域までの音速／弾性率の標準物質を供給し、
- ・音速／弾性率の実用計測技術の精度評価を行う。

6. 標準物質の組成評価に関する研究

信頼性の高い標準物質の供給に資するため、SIにトレーサブルな分析法の開発を行うとともに、その方法を用いて組成標準物質の値付けを行う。

① 基準分析法の開発に関する研究

(a) 同位体希釈質量分析法(IDMS)の高度化に関する研究(通商産業省工業技術院物質工学工業技術研究所)

IDMSにおいて、分析値の精確さに影響を及ぼす因子を評価し、その補正法あるいは軽減法について検討する。

(b) ICP-MSにおける試料調製と分析法の高精度化に関する研究(科学技術庁金属材料技術研究所)

ICP質量分析法における難溶性の鉄鋼材料の溶液調製法、特にマイクロ波加熱・高圧分解法、高精度定量法について検討する。

② 先端産業用材料の組成評価に関する研究

(a) 鉄鋼材料の組成評価に関する研究(社)日本鉄鋼協会)

放射化分析等、種々の分析法による組成評価の研究を行うとともに、鉄鋼標準物質の開発を行う。

(b) GDMSによる組成評価法に関する研究(株)日鐵テクノリサーチ)

広い濃度範囲で高精度な分析が可能なGDMSを対象とし、代表的金属系組成標準物質に対する感度係数設定のための開発・解析を行う。主として非鉄金属に応用する。

7. プロトタイプ熱物性データベースに関する研究(通商産業省工業技術院計量研究所)

当該研究課題の研究成果として生産される高水準の熱物性データセットを科学技術に関わる広範な利用者に速やかに供給するため、データの操作性に優れた熱物性データベースを設計しプロトタイプを開発・提供する。

3. 年次計画

研究項目	9年度	10年度	11年度	12年度	13年度
1. 密度に関する研究	固体密度1次標準の系統誤差の低減	液中ひょう量技術の開発	固体密度標準試料校正技術の高精度化	密度比較法高精度化	標準物質の評価と供給体制の検討
① 精密計測技術開発と標準物質の供給					
② 固体のモル質量の精密測定の研究	モル質量測定法における系統誤差の検討	シリコン標準物質の局所同位体比測定法の確立及びモル質量分布の測定	モル質量の精密測定法の開発及びシリコンインゴット間のモル質量差の測定	モル質量測定法の校正法の開発	国際比較
(a) モル質量計測法の研究					
(b) モル質量標準作製技術	同位体組成比制御の基礎技術開発	組成比制御技術の高度化	組成比制御技術の確立	組成比参照試料の作製	組成比参照試料の評価
③ 半導体結晶の微視的構造評価の研究	圧力浮遊による密度比較装置の試作	圧力浮遊法の実用シリコン結晶の適用	シリコン結晶標準物質の適性評価	シリコン標準物質の構造評価	シリコン標準物質作製
2. 熱伝導率/熱拡散率/比熱容量に関する研究	中高温熱拡散率/熱伝導率計測技術の高度化				
① 精密計測技術と標準物質/標準データの研究	計測技術の開発 熱拡散率標準物質の評価 基本薄膜の作成	精度評価		データの取得と評価 熱拡散率標準物質の値付け 薄膜熱拡散率標準物質候補材料の試作	
熱伝導率/熱拡散率の研究	中高温比熱容量計測技術の高度化				
	高温断熱法による材料評価 パルス通電加熱法の計測精度の向上	高温断熱法装置の試作 パルス通電加熱法の精度評価		性能評価 データの取得と開発	
比熱容量の研究	低温領域における熱物性計測技術の開発				
	光ac法による熱拡散率計測技術	断熱法による比熱容量計測技術	定常熱流法による熱伝導率計測技術	精度評価 標準物質の開発 標準データの供給	
低温熱物性の研究					
② 薄膜/傾斜機能材料の熱物性の研究	計測技術の高度化		精度評価	データの取得と評価	
③ 先端無機材料の熱物性の研究	計測技術の高度化		精度評価	データの取得と評価	
④ 複合材料/微小領域/高温融体の熱物性の研究	高温融体の熱物性計測技術		複合材料/微小領域熱の物性計測技術		
⑤ 熱拡散率標準物質とファインセラミックスの熱物性の研究	熱拡散率標準物質の研究				
	候補材料の選定	均質性評価	安定性評価	供給体制の整備	
	ファインセラミックスの熱拡散率計測技術				
	計測技術の開発	表面黒化技術	精度評価	データの取得と評価	
⑥ 高温材料の熱物性の研究	高温熱拡散率/比熱容量計測技術				
	計測技術の開発と高度化		精度評価	データの取得と開発	
⑦ 先端産業用材料の熱物性の研究	金属/半導体/薄膜の熱拡散率計測技術				
	計測技術の高度化		精度評価	データの取得と開発	
⑧ 低温材料の熱物性の研究	計測技術の高度化				
	計測技術の高度化		精度評価	データの取得と開発	

研究項目	9年度	10年度	11年度	12年度	13年度
3. 熱膨脹率に関する研究					
① 精密計測技術、標準物質、および標準データの研究	精密計測法の開発 低温領域	中高温領域		超高温領域	
② 低温標準物質および計測技術の研究		標準データの取得 低温領域	中高温領域	超高温領域	取りまとめ
③ 高温標準物質および計測技術の研究	標準物質の開発 中高温領域	超高温領域			
④ 超高温での計測技術の研究		実用計測法の開発 超高温領域	データの取得 予備測定	超高温領域	取りまとめ
4. 放射率に関する研究					
① 放射率精密計測技術と標準試料・標準データの研究	分光技術の開発	精密測定技術の開発と精度評価		標準データの取得	まとめ
② 実在表面の熱ふく射特性と熱ふく射診断の研究	パルス通電加熱法の開発	測定精度の評価と標準試料の値付け		標準データの取得	まとめ
③ 高温放射率の計測技術の研究	実験研究設備の開発	ふく射特性の研究		ふく射診断技術の確立	まとめ
5. 音速/弾性率に関する研究					
① 音速/弾性率の精密測定技術の研究	放射率測定技術の開発と精度評価	音速/弾性率の精密計測技術の開発		データ取得・解析	まとめ
② 高温標準物質と計測技術の研究		高温標準物質の開発		音速/弾性率データの収集と標準物質の値付け	まとめ
6. 標準物質の組成評価に関する研究					
① 基準分析法の開発				実用計測技術の精度評価	まとめ
(a) IDMSの高度化に関する研究	マトリックス効果の検討・軽減	質量差別効果の検討		時間変動の影響の検討	取りまとめ
(b) ICP-MSにおける試料調製と分析法の高精度化に関する研究	直接試料導入法の検討	マイクロ波高圧分解法の検討	高精度定量法の基礎検討	高精度定量法の確立	取りまとめ
② 先端産業用材料の組成評価に関する研究					
(a) 鉄鋼材料の組成評価に関する研究	既存鉄鋼標準物質	低酸素鋼	原子力材料	高温材料, 高合金鋼, その他	取りまとめ
(b) GDMSによる組成評価法に関する研究	鉄鋼材料と非鉄金属	セラミックス素材	アルミニウム素材	亜鉛, 銅素材, その他	取りまとめ
7. プロトタイプ熱物性データベースに関する研究					
	データ表示形式の検討	データベース構造の検討		データベースの試作	
所要経費(合計)	352百万円				

II 平成9年度における実施体制

研究項目	担当機関	研究担当者
1. 密度に関する研究 ① 固体密度の精密計測の研究 ② 固体のモル質量の精密測定の研究 ③ 半導体結晶の微視的構造評価の研究	通商産業省工業技術院計量研究所 通商産業省工業技術院地質調査所 科学技術庁金属材料技術研究所 新日本製鐵(株)先端技術研究所	田中 充 森下 祐一 野田 哲二 碓 敦
2. 熱伝導率/熱拡散率/比熱容量に関する研究 ① 精密計測技術と標準物質/標準データの研究 ② 薄膜/傾斜機能材料の熱物性の研究 ③ 先端無機材料の熱物性の研究 ④ 複合材料/微小領域の熱物性の研究 ⑤ 熱拡散率標準物質とファインセラミックスの熱物性の研究 ⑥ 高温材料の熱物性の研究 ⑦ 先端産業用材料の熱物性とキャラクタリゼーションの研究 ⑧ 低温材料の熱物性の研究	通商産業省工業技術院計量研究所 慶應義塾大学理工学部システムデザイン工学科 科学技術庁無機材質研究所 茨城大学工学部物質工学科 (財)ファインセラミックスセンター (株)超高温材料研究所山口センター (株)東レリサーチセンター 科学技術庁金属材料技術研究所	馬場 哲也 長坂 雄次 三橋 武文 太田 弘道 松井 実 榎本 弘毅 十時 稔 佐藤 明男
3. 熱膨脹率に関する研究 ① 精密計測技術, 標準物質, および標準データの研究 ② 低温標準物質および計測技術の研究 ③ 高温標準物質および計測技術の研究 ④ 超高温での計測技術の研究	通商産業省工業技術院計量研究所 科学技術庁金属材料技術研究所 (財)ファインセラミックスセンター (株)超高温材料研究所山口センター	岡路 正博 佐藤 明男 松井 実 榎本 弘毅
4. 放射率に関する研究 ① 放射率精密計測技術と標準試料・標準データの研究 ② 実在表面の熱ふく射特性と熱ふく射診断の研究 ③ 高温放射率の計測技術の研究	通商産業省工業技術院計量研究所 京都大学大学院工学研究科機械物理工学専攻 科学技術庁航空宇宙技術研究所	小野 晃 牧野 俊郎 佐野 政明
5. 音速/弾性率に関する研究 ① 精密測定技術の研究 ② 高温標準物質と計測技術の研究	通商産業省工業技術院計量研究所 (財)ファインセラミックスセンター	中野 英俊 松井 実
6. 標準物質の組成研究 ① 基準分析法の開発に関する研究 ② 先端産業用材料の組成評価に関する研究	通商産業省工業技術院物質工学工業技術研究所 科学技術庁金属材料技術研究所 (株)日本鉄鋼協会生産技術部事務局 技術企画グループ (株)日鐵テクノリサーチ	倉橋 正保 長谷川 良祐 笹原 茂樹 鈴木 堅市
7. プロトタイプ熱物性データベースに関する研究	通商産業省工業技術院計量研究所	馬場 哲也

Ⅲ 運営委員会

委 員	所 属
○小野 晃	通商産業省 工業技術院計量研究所熱物性部長
碓 敦	新日本製鐵(株) 技術開発本部先端技術研究所半導体基盤研究部主任研究員
太田 弘道	茨城大学 工学部物質工学科助教授
岡路 正博	通商産業省 工業技術院計量研究所熱物性部低温計測研究室長
倉橋 正保	通商産業省 工業技術院物質工学工業技術研究所計測化学部無機分析研究室長
佐藤 明男	科学技術庁 金属材料技術研究所強磁場ステーションユニットリーダー
佐野 政明	科学技術庁 航空宇宙技術研究所構造力学部主任研究官
鈴木 堅市	(株)日鐵テクノリサーチ 解析部長
田中 充	通商産業省 工業技術院計量研究所熱物性部物性計測研究室長
十時 稔	(株)東レリサーチセンター 材料物性研究部長
長坂 雄次	慶應義塾大学 理工学部システムデザイン工学科助教授
中野 英俊	通商産業省 工業技術院計量研究所力学部材料計測研究室長
野田 哲二	科学技術庁 金属材料技術研究所第2研究グループ総合研究官
長谷川 良祐	科学技術庁 金属材料技術研究所物性解析研究部第5研究室長
馬場 哲也	通商産業省 工業技術院計量研究所計測システム部計測情報研究室長
平井 昭司	武蔵工業大学 原子力研究所教授(日本鉄鋼協会)
牧野 俊郎	京都大学 大学院工学研究科機械物理工学専攻教授
榎本 弘毅	(株)超高温材料研究所 山口センター研究所長
松井 実	(財)ファインセラミックスセンター 常務理事
三橋 武文	科学技術庁 無機材質研究所第7研究グループ総合研究官
森下 祐一	通商産業省 工業技術院地質調査所資源エネルギー地質部鉱床成因研究室主任研究官

(注：○は運営委員長)