

# 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旨とし、

- 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端的計測法を開発し、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。

\*) ここで熱物性値とは、密度、熱伝導率/熱拡散率、比熱容量、熱膨張率、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(独立行政法人産業技術総合研究所計測標準研究部門)

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

① モル質量計測法の研究(独立行政法人産業技術総合研究所地球科学情報研究部門)

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。二次イオン質量分析計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。

② モル質量標準作製技術(独立行政法人物質・材料研究機構材料研究所)

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(株)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(独立行

政法人産業技術総合研究所計測標準研究部門)

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(独立行政法人物質・材料研究機構物質研究所)

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(財ファイン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(財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、高融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2000℃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(財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(独立行政法人物質・材料研究機構材料研究所)

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. 熱膨張率に関する研究

固体の構造相転移の研究や物の破壊に直接関わる熱応力の評価に資するため、熱膨張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(独立行政法人産業技術総合研究所計測標準研究部門)

計測技術の高度化に資するため、熱膨張率の極低温~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張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(独立行政法人物質・材料研究機構材料研究所)

熱膨張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計測法の研究を行う。これにより標準物質の供給、及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(財ファインセラミックスセンター)

熱膨張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~1000℃)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、及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張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(財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、熱膨張率の超高温領域(1000~2000℃)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張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及び放射伝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  
(独立行政法人産業技術総合研究所計測標準研究部門)

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 3000℃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及び標準データを供給し、
- ・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科）

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。

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、及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（独立行政法人産業技術総合研究所計測標準研究部門）

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、1500℃を越える温度領域までの金属、セラミックスの測定をおこなう。これにより、

- ・音速／弾性率測定の一二次標準を確立し、
- ・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（財団法人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

① 同位体希釈質量分析法（IDMS）の高度化に関する研究（独立行政法人産業技術総合研究所計測標準研究部門）

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。

② 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（独立行政法人物質・材料研究機構材料研究所）

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・高圧化分解法、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

① 鉄鋼材料の組成評価に関する研究（財団法人日本鉄鋼協会）

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。

② GDMSによる組成評価法に関する研究（財団法人日本鉄鋼協会）

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（独立行政法人産業技術総合研究所計測標準研究部門）

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。

8. 研究運営（独立行政法人産業技術総合研究所計測標準研究部門）

研究全体の方針を設定し、実施計画を調整し、研究の進捗を把握する。また研究成果のまとめと普及を行う。

3. 年次計画

研 究 項 目	12 年 度	13 年 度
1. 密度に関する研究		
(1) 精密計測技術開発と標準物質の供給	密度比較法高精度化	標準物質の評価と供給体制の検討
(2) 固体のモル質量の精密測定の研究	モル質量測定の校正法の開発	国際比較
① モル質量計測法の研究	組成比参照試料の作製	組成比参照試料の評価
② モル質量標準作製技術	シリコン標準物質の構造評価	シリコン標準物質作製
(3) 半導体結晶の微視的構造評価の研究		
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		
熱伝導率/熱拡散率の研究	中高温熱拡散率/熱伝導率計測技術の高度化	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
比熱容量の研究	中高温比熱容量計測技術の高度化	性能評価 データの取得と評価
低温熱物性の研究	示差走査熱量法の標準化 パルス通電加熱法の精度評価	低温領域における熱物性計測技術の開発
		精度評価 標準物質の開発 標準データの供給
(2) 薄膜/傾斜機能材料の熱物性の研究	定常熱流法による熱伝導率計測技術	データの取得と評価
(3) 先端無機材料の熱物性の研究		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	複合材料/微小領域熱の物性計測技術 シミュレーション技術	
(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	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 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 精度評価	データの取得と評価
(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	データの取得と評価
(8) 低温材料の熱物性の研究		データの取得と評価

研 究 項 目	12 年 度	13 年 度
3. 熱膨張率に関する研究		
(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 超高温領域 標準データの取得 超高温領域	
(2) 低温標準物質および計測技術の研究	標準物質の開発 超伝導材料 データの取得 低温領域	取りまとめ
(3) 高温標準物質および計測技術の研究	データの取得 中高温領域	取りまとめ
(4) 超高温での計測技術の研究	データの取得 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 分光放射率の研究	精密測定技術の開発と制度評価 標準データの取得	まとめ
全放射率の研究	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
(2) 実在表面の熱ふく射特性と熱ふく射診断の研究	ふく射特性の研究 ふく射診断技術の確立	熱ふく射情報標準化の提案
(3) 高温放射率の計測技術の研究	データ取得・解析	
5. 音速／弾性率に関する研究		
(1) 精密測定技術の研究	音速／弾性率データの収集と標準物質の値付け 実用計測技術の精度評価	まとめ
(2) 高温標準物質と計測技術の研究		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		
① IDMSの高度化に関する研究	時間変動の影響の検討	取りまとめ
② 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	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		
① 鉄鋼材料の組成評価に関する研究	高温材料, 高合金鋼, その他	取りまとめ
② GDMSによる組成評価法に関する研究	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	データベース構造の検討 データベースの試作	
8. 研究運営	研究方針の設定・計画の調整・進捗の把握	研究成果のまとめと普及
所 要 経 費 (合 計)	318 百万円	285 百万円

II 平成13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	独立行政法人産業技術総合研究所計測標準研究部門	藤井賢一
(2) 固体のモル質量の精密測定の研究	独立行政法人産業技術総合研究所地球科学情報研究部門	森下祐一
(3) 半導体結晶の微視的構造評価の研究	独立行政法人物質・材料研究機構材料研究所 新日本製鐵(株)先端技術研究所	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	独立行政法人産業技術総合研究所計測標準研究部門	馬場哲也
(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システムデザイン工学科	長坂雄次
(3) 先端無機材料の熱物性の研究	独立行政法人物質・材料研究機構物質研究所	三橋武文
(4) 複合材料/微小領域の熱物性の研究	茨城大学工学部物質工学科	太田弘道
(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)ファインセラミックスセンター	内藤牧男
(6) 高温材料の熱物性の研究	(株)超高温材料研究所山口センター	榎本弘毅
(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	(株)東レリサーチセンター	十時 稔
(8) 低温材料の熱物性の研究	独立行政法人物質・材料研究機構材料研究所	沼澤健則
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	独立行政法人産業技術総合研究所計測標準研究部門	山田修史
(2) 低温標準物質および計測技術の研究	独立行政法人物質・材料研究機構材料研究所	佐藤明男
(3) 高温標準物質および計測技術の研究	(財)ファインセラミックスセンター	内藤牧男
(4) 超高温での計測技術の研究	(株)超高温材料研究所山口センター	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	独立行政法人産業技術総合研究所計測標準研究部門	小野 晃
(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科機械物理工学専攻	牧野俊郎
5. 音速/弾性率に関する研究		
(1) 精密測定技術の研究	独立行政法人産業技術総合研究所計測標準研究部門	中野英俊
(2) 高温標準物質と計測技術の研究	(財)ファインセラミックスセンター	内藤牧男
6. 標準物質の組成評価に関する研究		
(1) 基準分析法の開発に関する研究	独立行政法人産業技術総合研究所計測標準研究部門 独立行政法人物質・材料研究機構材料研究所	倉橋正保 小林 剛
(2) 先端産業用材料の組成評価に関する研究	(株)日本鉄鋼協会学会・生産技術部門 (株)日鐵テクノリサーチ	富田幸夫 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	独立行政法人産業技術総合研究所計測標準研究部門	馬場哲也
8. 研究運営	独立行政法人産業技術総合研究所計測標準研究部門	小野 晃

Ⅲ 運営委員会

委員	所 属
○小野 晃	独立行政法人産業技術総合研究所 計測標準研究部門部門長
荒木 信幸	静岡大学 工学部教授
飯田 嘉宏	横浜国立大学 工学部教授
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
倉橋 正保	独立行政法人産業技術総合研究所 計測標準研究部門無機分析科長
小林 剛	独立行政法人物質・材料研究機構 材料研究所材料基盤研究センター物性解析研究グループ 第4サブグループリーダー
佐伯 正夫	富士物産(株) 代表取締役社長
鈴木 堅市	(株)日鐵テクノリサーチ 解析部長
十時 稔	(株)東レリサーチセンター 常務取締役研究部門長
富田 幸夫	(社)日本鉄鋼協会 学会・生産技術部門学術企画グループマネージャー
内藤 牧男	(財)ファインセラミックスセンター 試験研究所副所長
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教授
沼澤 健則	独立行政法人物質・材料研究機構 材料研究所強磁場研究グループ主任研究員
野田 哲二	独立行政法人物質・材料研究機構 材料研究所主幹研究員
日比谷 孟俊	日本電気(株) 研究開発グループ主席研究員
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顧問
三橋 武文	独立行政法人物質・材料研究機構 物質研究所環境材料グループ主幹研究員
森下 祐一	独立行政法人産業技術総合研究所 地球科学情報研究部門微小領域同位体研究グループ長

(注：○は運営委員長)