

温度計較正システムの整備

当施設の名称からも明白なように、私共は主として熱力学量を取扱う研究をしておりますが、実験的には温度測定そのものと言っても過言ではないくらい測温が重要な役割を果たしています。せっかく苦勞して立派な熱量計を製作しても、測温の精度や確度が悪ければだいたいになってしまいます。これまでに紹介してきた種々の熱量計がカバーする温度領域は極低温から高温にわたっており、しかもさまざまな温度計が使用されています。私共がどのようにしてこれらの温度計の目盛づけを行ない、また温度目盛を管理しているかについて紹介したいと思います。

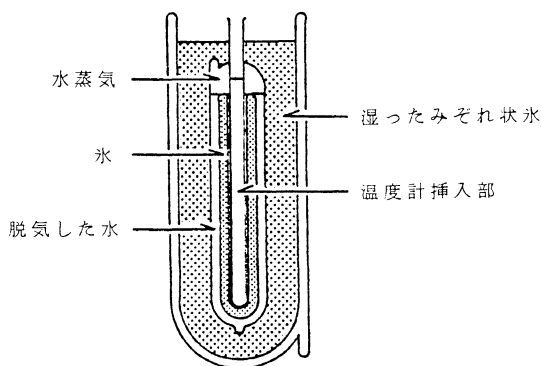


Fig. 1 Triple-point cell of water.

(1) 水の三重点セル

水の三重点（気体・液体・固体が共存する平衡状態）は、温度標準の基準点として現在採用されている最も重要な温度定点点で、その温度を 273.16 K（あるいは 0.01°C）と定義することによって、またこれを基準として熱力学的な手法を用いることによって標準温度目盛が作成されています。一方、その熱力学温度目盛を最も正確に再現できる実用的な標準温度計として、13.81 K（平衡水素の三重点）から 630.74°C（アンチモンの凝固点）の範囲では白金抵抗温度計が採用されています。ここでもやはり水の三重点は重要な定義点とされており、正確な温度目盛を作成する上で不可欠なものとなっています。現在使用している実用温度目盛は、1968年に国際的に定められた国際実用温度目盛（IPTS-68）で T_{68} と記されます。

水の三重点セル（図 1）はガラス製の容器の中に脱気した純水を封入したもので、較正すべき温度計を挿入する井戸が中央部に設けてあります。室温では気液共存状態ですから、固相である氷を作製すれば三重点が実現できることになります。作り方は簡単で、ドライアイスあるいは液体窒素からの冷気流によって井戸の内部から冷却し、井戸の外周に氷を成長させればよ

いわけです。氷のマントルが適当な厚みになったところで水やアルコール（場合によってはオイル）などの熱媒体で井戸の内部を置きかえます。こうして作製した三重点を室温からの放射を避けて氷点中に保存すれば長期間使用できます。実際に使用する際には注意すべき点が二つあって、ひとつは固相作製直後には氷に歪みがあるので一晩放置（アニール）してから使用することです。もうひとつは、井戸と接触している部分の氷を融解させることによって三重点セル内の氷のマントルを水中に浮かせて使用することです。その理由は、液相を介することによって熱接触をよくすることと、もうひとつ、一旦固体にした後融解させた水中には不純物が少ないことです。つまり固相に溶けず液相に溶けこむという性質をもった不純物に対しては、三重点セル内で 1 回精製したことになるからです。

こうして作製した水の三重点温度は 0.2 mK よりよい正確さで実現できることがわかっており、白金抵抗温度計の較正および長期間使用後の再較正に用いています。なお当施設で使用している水の三重点セルは、英国の H. Tinsley 社から購入したものです。

(2) IPTS-68目盛の標準温度計

各種の熱量計に実装する個々の温度計（白金抵抗温度計や熱電対温度計）の目盛づけには、当施設に保管している「標準温度計」が使用されます。

(i) 標準白金抵抗温度計：米国の Leeds & Northrup 社製の 4 導線式ステム型 ($25\ \Omega$) のもので、既に米国 NBS で目盛づけされているものですが、経年していますので工業技術院計量研究所に再較正を依頼しました。酸素の沸点、水の三重点、スズの凝固点および亜鉛の凝固点で較正してもらい、 $90.188\ \text{K} \sim 630.74\ \text{K}$ 領域の IPTS-68 に基づく温度目盛が実現されています。

これとは別に 4 導線式カプセル型 ($25\ \Omega$) の Leeds & Northrup 社製白金抵抗温度計を「標準温度計」として保管しています。これは NBS で IPTS-68 に目盛づけされたもので、 $13.81\ \text{K} \sim$ 約 $300\ \text{K}$ の領域をカバーしています。

(ii) 標準白金ロジウム対白金熱電対： $630.74\ \text{K}$ から $1064.43\ \text{K}$ （金の凝固点）までの範囲の国際標準温度計は白金ロジウム対白金熱電対です。当施設では、千野製作所製の線径が $0.5\ \text{mm}$ （タイプ S）の熱電対を計量研で、スズ、亜鉛、アンチモン、銀、金の各凝固点で較正してもらい、IPTS-68 を実現しています。

(3) EPT-76目盛の標準温度計

IPTS-68 は $30\ \text{K}$ 以下で熱力学目盛から数 mK ずれていることが明らかになり、また IPTS をさらに低温域へ拡張する目的で、1987 年には改訂が行なわれようとしています。その改訂にさきがけ、1976 年に $0.5\ \text{K} \sim 30\ \text{K}$ の低温領域で提案された暫定目盛（EPT-76）があります。当施設では、英国の NPL で目盛づけされた H. Tinsley 社製の 4 導線式カプセル型鉄ロジウム抵抗温度計を保管しています。 $0.5\ \text{K} \sim 27.102\ \text{K}$ （ネオンの沸点）領域は EPT-76 に、また $27.102\ \text{K} \sim 100\ \text{K}$ 領域は IPTS-68 に目盛づけされています。

(4) 超伝導定点セル（SRM767および SRM768）

極低温領域ではゲルマニウム抵抗温度計と炭

素抵抗温度計を使用しています。いずれも半導体ですから、低温になるほど電気抵抗が大きくなり、高感度が得られるわけです。しかし問題は温度目盛です。現在のところ当施設では、米国 NBS の温度基準デバイスとして市販されている超伝導定点セル SRM767 と SRM768 を各 1 個購入し、温度計の較正用として使用しています。いずれも超伝導転移を示す数種の金属や合金を、交流磁化率測定用の一つのソレノイドの内部に挿入し、転移点通過前後の相互インダクタンスの変化から温度定点を検知する仕組みになっています。SRM767 には 6 種の金属片（ニオブ、鉛、インジウム、アルミニウム、亜鉛、カドミウム）が入っており、EPT-76 目盛で $9.24\ \text{K}$ から $0.520\ \text{K}$ の間に超伝導転移点が分散しています。他方、SRM768 の方には 5 種の金属及び合金（ AuIn_2 、 AuAl_2 、イリジウム、ベリリウム、タングステン）が用いられており、転移点は高温側から順に、 $T_{C1} = 205.68\ \text{mK}$ 、 $T_{C2} = 162.58\ \text{mK}$ 、 $T_{C3} = 98.83\ \text{mK}$ 、 $T_{C4} = 21.75\ \text{mK}$ 、 $T_{C5} = 15.60\ \text{mK}$ です。この温度領域には国際目盛が存在せず、NBS の温度目盛（NBS-CTS-1）になっています。

「新しい熱量計の開発 1」で紹介した ^3He - ^4He 希釈冷凍機を用いた極低温熱量計では、SRM768 を用いて炭素抵抗温度計（Speer 社製、 $1/2\ \text{ワット}$ 、 $100\ \Omega$ 型）の較正を行ないました。

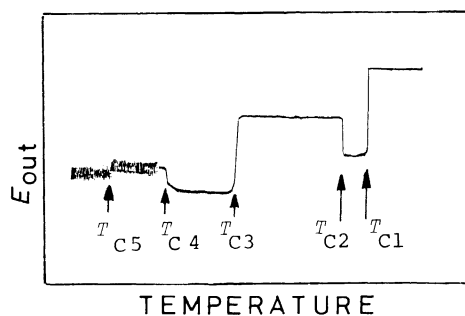


Fig. 2 The change in mutual inductance of a fixed point cell, SRM 768, as a function of temperature.

図 2 は SRM768 の相互インダクタンスの温度変化を示したもののですが、一つの金属片が超伝

導転移を示すたびに大きく変化するのがわかります。炭素抵抗温度計の較正を15 mK ~ 2 Kの範囲で行ないましたが、較正点と計算式とのずれ ΔT を示したのが図3です。図の黒丸がSRM768によるもので、白丸はEPT-76目盛

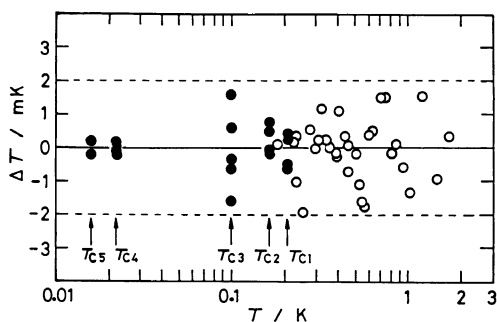


Fig. 3 A deviation plot of the calibrated temperatures from a smoothed curve for a carbon resistance thermometer (Speer, 1/2 W, 100 Ω). Solid circles are due to SRM768 while open circles are based on EPT76.

のゲルマニウム抵抗温度計に対して較正したものです。全温度領域で ± 2 mK、とくに T_{C4} と T_{C5} の極低温では ± 0.5 mK以内におさまっています。

(5) 温度計較正用恒温槽

室温以下の温度目盛づけは、それぞれの熱量計なりクライオスタットで行ないませんが、室温から200℃までの較正には、Tronac社製の恒温槽と吉田製作所製の計量研式恒温油槽が使用できるように整備されています。

(6) 標準抵抗

温度計として抵抗素子を使用する限り、抵抗標準の管理は温度標準の管理の一部として重要な位置を占めることとなります。そこで本施設では、一次標準としてH. Tinsley社製25 Ω 型標準抵抗器を25℃の空気恒温槽中に保管し維持しています。これは日本電気計器検定所において ± 10 ppmの確度で較正されたもので、電子技術総合研究所の有する抵抗標準にトレーサブルなものとなっています。本器の特長は、交流による測定値がそのまま直流測定値として使用できるいわゆる交直両用型であることで、近年普及のめざましい交流ブリッジの標準器としても適用できる点です。よく使用する標準白金抵抗温度計が25 Ω 型のものであるため本器を一次標準としていますが、この他にも1 Ω 、10 Ω 、100 Ω など種々の二次標準器に値を移し、定期的に相互比較を行なうことによって経年変化の監視を行なっています。