計量標準を支える材料 一光の標準を一例として一

市野善朗*

1. はじめに

長さにせよ、質量にせよ、何らかの物理量を測定しようとするときには、その基準が必要となる。ある研究者がその最新研究成果である測定データを論文として世に問うとき、その値が「当社比」に過ぎないとしたら、値の基準となった「当社独自標準」を知ることの出来ない他の研究者が、その研究成果が従来の成果と比して本当に優れているのか、また自身の未発表データと比してどうなのかを、客観的に評価する術がない。すなわち、研究成果を競い、切磋琢磨して科学技術が発展していくためには、測定データに信頼性を与える世界共通の基準が必要である。学術論文に国際単位系(SI)(1)を使うことが義務付けられているのはそのためである。

筆者の所属する産業技術総合研究所計量標準総合センター(略称 NMIJ)は、様々な被測定量の「ものさし」である計量標準を開発、供給することをミッションとする公的機関である。NMIJを含む世界各国の国家計量標準機関(National Metrology Institute, NMI)では、SIにトレーサブルとなるよう自国の国家計量標準を構築するとともに、それらを仲介器等を用いて相互比較することによって、常にその同等性を担保している。また各国とも独自の計量トレーサビリティ体系を構築し、測定装置や検査装置の国家計量標準へのトレーサビリティを確保している。この仕組みによって、測定値への信頼性が、研究開発・検査分析などあらゆる現場の隅々にまで行き渡り、その成果物(製品、論文、分析結果)の品質に信頼性を与える。

さて上述の内容は、「材料開発」にとって如何に「計量標準」が重要であるかを述べたもので、NMI の活動意義を広く理解してもらうためにしばしば用いられる"宣伝文句"である。しかし当然のことながら、測定のトレーサビリティの源流となる高安定・高精度な国家計量標準は、高品質な部品や素材があって初めて実現するものである。

そこで本稿では、計量標準が如何に材料技術に支えられているか、という観点に立って、筆者が従事している光の国家標準について、標準と金属材料との密接な関係を紹介することにする。2節では白金を使った標準光源の歴史を、3節では現在の光放射標準体系の最上流に位置する測定装置に用いられる金属材料を紹介する。また4、5節では現在用いられている標準光源について概説する。

なお筆者は金属学の専門家ではないので、材料そのものの 詳細な議論には十分に立ち入ることが出来ないことを予めご 了解頂きたい.

2. 白金を用いた標準光源の実現

人間のいわゆる「五感」のうち、「視覚」は全情報の大半を占めると言われており、「明るさ」の定量化への願いは古くからあった。しかし、心理物理量⁽²⁾である「明るさ」は、客観比較が容易な長さや質量といった純粋な物理量とは違い、その定量化の道は容易ではなかった。

光の単位の歴史は、1860年にロンドンで「標準ロウソク (燭)」の仕様が定められたことに始まる(③). 鯨の頭部から取った油脂から作られ、重量と消費速度が厳密に定められたろうそく1本の明るさを「1キャンドル(燭)」とする最初の光の単位が誕生した。その後ペンタンを気化させたガス灯による「国際燭」が英米仏間で設定され(1909年)、後に日本にも導入された(④). しかしやや標準器らしくなったとはいえ、ペンタン灯も「炎」による光源であり、安定性・再現性が悪いことから、新たな「標準光源」の登場が望まれていた。

安定光源の探求は19世紀中頃まで遡る⁽⁵⁾.ドイツの Schwendler は、金属片に規定電流を印加して得られる一定 光量の白熱発光を標準光源とすることを考え、金属材料として、高純度のものが得られ、融点が高く化学的に安定な白金を選択した。多くの通電発光実験を重ねた結果、この光源が一定光量を良く再現することを見出した(1879年).

^{*} 独立行政法人産業技術総合研究所 計量標準総合センター主任研究員(〒305-8563 つくば市梅園 1-1-1)

Key Materials in Optical Radiation Metrology; Yoshiro Ichino*(National Metrology Institute of Japan, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, Tsukuba)

Keywords: metrology, standard, photometry, SI, candela, platinum, nickel phosphorous black, radiometry, blackbody, cryogenic radiometer 2009年10月26日受理

これに対してフランスの Violle は、同じく白金を使う白熱発光源ながら、材料固有の物性値である凝固点を利用する新しいアイデアを導入した.彼は金属が融点温度にあるとき、凝固プラトーの間その発光量が一定であることを見出し、光の単位は凝固点における白金表面 1 cm² から放射される光量と定義すべきである、との結論に達した.しかし実際には、白金表面の放射率や表面温度が一定であることを確かめる術がなかったことが、普及を妨げることとなった.表面放射率はわずかな不純物によって大きく変化するし、温度が1度変化するだけで放射光量は10%以上も変化するからである.

ドイツの Lummer と Kurlbaum はこの問題に対し、凝固点を使う代わりに、発光スペクトルを規定することで一定温度を再現する、という発想で解決しようとした。白金片に通電発光させる際、発光スペクトルが発光源の温度によって決まることを利用し、短波長域での光量と長波長域での光量との比が一定になるよう温度を決定することで、融点以下で一定の温度を再現するようにした。彼らの装置は発光量の再現性1%を達成したが、依然標準光源としての実用性には難があった。標準ロウソクがようやくガス灯に置き換わろうとしていた19世紀末の話である。

大きな転換点となったのは、米国商務省標準局(NBS、後の NIST)の Waidner と Burgess による「黒体」の概念の導入である. 黒体はその名の通り入射する全ての光を吸収する状態のことを言い、黒体からの光放射は、単純にその温度だけで一義的に決定される. 彼らは、白金槽中に黒体空洞を埋め込み、白金の凝固点温度における黒体放射を取り出す装置を提案した. すなわちこれは、Violle によって提唱された純金属の凝固点温度の高い再現性という長所に、黒体放射という理想条件を組み合わせたものと言える. 当時の最大の問題点は、1700℃を超えるこの放射体を保持する耐熱性容器であった.

それから20年以上の研究を経て、ついに白金黒体が完成した(1930年). 耐熱性容器の問題は酸化物中最も融点が高く(3300℃)、化学的にも安定な酸化トリウムを用いることで解決した. 高周波誘導加熱により白金の融点を少し超えたところまで昇温したのち、ゆっくりと冷却することにより凝固点プラトーを得るしくみを持つ. 白金の純度は、昇温前後において電気抵抗を測定することによって評価するようにした.

結局1909年に三国間合意された標準燭は、1937年の測光 諮問委員会において、「白金の凝固点における黒体を標準光源とし、その輝度を新しい candle 単位に基づいて 60 candle/cm² とする」という定義に置き換えられることが決定した。1948年には、第9回国際度量衡委員会総会(CGPM)において、光度単位として新たにカンデラ(candela)という名称が与えられた。

白金という優れた性質を持つ金属が標準として用いられた 最も有名な例は、メートル原器とキログラム原器であろう。 白金90%イリジウム10%合金が極めて熱的・化学的に安定 であることから、メートル原器は1960年まで長さの単位の 定義として使われ、キログラム原器は現存する唯一の原器に よる単位の定義として現在も各国で維持されている。また白 金抵抗温度計は、国際温度目盛(ITS-90)において定義され ている定点間の補間計器として、あらゆる計測現場に用いら れている。しかし本稿で紹介したような白金が標準光源とし て開発された歴史は、一般にあまり知られていない。

さてこのようにしてめでたく標準光源の座を射止めた白金点黒体であったが、その座は安泰ではなかった。日本の電気試験所(のちの電子技術総合研究所)は、NBSの設計に基づき、苦心の末白金黒体炉の独自開発に成功したが⁽⁶⁾、各国NMIにとって白金黒体炉の開発は容易ではなく、また放射性耐熱容器を使わざるを得ないことも合わせて、結局単位の定義に明記された標準器でありながら実現・保有できる国が極めて少ない、という矛盾に陥ってしまった。

3. 電力置換型放射計を支える金属材料

第10回 CGPM (1954年)では光度単位カンデラを含む基本単位が決議され、SI が誕生したが、その頃には既に「特定の標準光源に依存しない光度単位の実現」に向けた研究が始まっていた。これはすなわち、光度単位を光源ではなく光量測定器の絶対感度を基準して具現する試みを意味する。

このとき絶対測定器として使われた電力置換型放射計は, 光を高効率に吸収する黒色面とサーモパイル(熱電堆)等の温 度測定素子,電熱用抵抗体から構成される装置である $^{(7)}$. 電 力置換型放射計の仕組みは単純であり,黒色面によって光を 吸収した際の温度上昇と,抵抗体に通電することにより発生 するジュール熱による温度上昇とを比較し,これらが等しく なるよう印加電力 (\mathbf{W}) を調整することにより,入射光のパ ワー (\mathbf{W}) が求められる,というものである.

電力置換型放射計の黒色面は、当初煤煙のようなものが使われていたが、沈殿法や真空蒸着法により多孔質とした金や白金などの金属が艶消し黒色を呈し、優れた光吸収特性を示すことから、吸収面として最適であることが分かった.

電力置換型放射計を用いた絶対放射精密測定技術の発展を受けて、ついに1979年、光度単位カンデラが現行の下記の定義に置き換えられるに至った.

「カンデラは、波長 540×10^{12} ヘルツの単色放射を放出し、所定の方向におけるその放射強度が 1/683 ワット毎ステラジアンである光源の、その方向における光度である.」

この定義の特徴は、黒体炉や電球といった絶対標準光源が 特定されていないことと、電力置換型放射計によって測定可 能なワットという放射量によって定義されていることであ る. すなわちここでは、電力置換型放射計を電気標準から光 量の標準を作るためのコンバータと位置づけることが出来よ う.

この定義改訂に後押しされるように、電力置換型放射計に 関する技術革新があった。1985年イギリスの Martin らは、 従来室温動作であった電力置換型放射計を液体へリウム温度 (5 K 以下)で動作させることにより、大幅に電力-光パワー置換の等価性を向上させることに成功した $^{(8)}$. 現在では、NMIJ を含む世界各国の NMI において電力置換型極低温放射計(図 $\mathbf{1}$)が導入され、各国の測光放射標準の源流として活躍している.

極低温放射計が従来の室温動作型放射計の性能を凌駕するに至ったのは、様々な金属材料の導入によるところが大きい.ここではキーアイテムとなったいくつかの金属材料を紹介したい.白金点黒体が、より上位の標準を必要としない絶対標準光源であったのに対し、これらの金属材料は、コンバータとしての究極の性能をチームプレイで生み出す名脇役たちといえる.

受光部は、1 に限りなく近い吸収率を実現するために内壁が黒色のキャビティ構造を取っているが、入射光が最初に照射されるキャビティ底部には、新たにニッケルリン合金(NiP)皮膜が採用された。これは硫酸ニッケルとリン酸塩を含む無電解めっき液を用いて銅基板表面に NiP 皮膜を析出させたのち、エッチング処理することにより、剣山のような多孔質構造を生成したものである(9). 一方、キャビティ底面において反射したわずかな光は、白金黒が塗布された円筒内壁面に再度吸収される。この仕組みによって、キャビティ構造全体で99.99%を超える極めて高い吸収率を実現している。

NiP 皮膜は、その堅牢性に加え、当時金黒や白金黒など従来用いられてきたどの黒化物よりも低い反射率(0.2%以下)を示し、最近になってカーボンナノチューブ構造体が0.1%を下回る超低反射率を実現するまで、「地球上で最も黒い材料」として君臨していた⁽¹⁰⁾. 超低反射率材料は、望遠鏡や撮像装置などの光学機器内面に使用することで迷光を抑え、コントラストを向上させることから、観測衛星等への応用も期待されている.

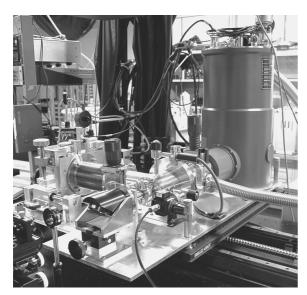


図1 NMIJ 高精度分光応答度校正装置に組み込まれている電力置換型極低温放射計(右奥). 補正係数として入射窓透過率を精密測定するため,光検出器が内蔵されたチェンバーを付設する.

電力-光パワー置換等価性を担保するためには、ヒータの発熱がリード線を通して受光キャビティ以外に流出するのを抑える必要がある。従来の室温動作型放射計では原理的に熱損失をなくすことが出来ないため、等価性を損ねる要因となっていた。そこで極低温放射計では、ヒータの配線用に10K以下で超伝導性を示し、熱絶縁性の高いニオブチタン線材が用いられている。

受光キャビティのボディは、超高吸収率を維持しつつ、応答特性と置換等価性を両立させるため、総体積を抑える必要がある。そこで極低温放射計では、電鋳(エレクトロフォーミング)法によって無酸素銅を $0.1\sim0.25~\mathrm{mm}$ の厚さの中空円筒形状に成型したものに、金めっき処理を施したものを受光部として組み込んでいる。

4. 標準電球とフィラメント

前節で述べたように、現在光度単位は極低温放射計に基づいて具現されているが、実際の光度校正現場では、既知の光度値を持つ標準電球との比較校正によって試験電球の光度が校正されている。標準電球は値の維持を目的としているため、一般照明用とは異なる専用設計が施され、慎重に選別されたものが用いられている。

現在 NMIJ において運用されている光度標準電球(図2) は、不活性ガスが封入されタングステンフィラメントを持つ 白熱電球であり、国内の光度校正事業者においても同様の標 準電球が使用されている.

エジソンが1879年に発明した最初の電球はカーボンフィラメントであったが、バルブ内壁面が黒く汚れ、寿命も短か



図2 コイル M 字型光度標準電球. M 字型に張られた コイルフィメントにより, 基準面が厳密に規定 される.

った. のちに初代 GE 研究所長となった Whitney は,カー ボンを高温処理することによって金属的な電気抵抗特性を示 すこと, バルブの黒化や短寿命といった問題が解決できるこ とを見出し、これを用いた電球が GEM (GE Metalized の 略) ランプとして発売された(1904年)(11). これが金属フィラ メントへの端緒となり、現在の白熱電球と同じタングステン をフィラメントとする最初の電球が1910年に登場した.

タングステンは純金属中で最も融点が高く(3422℃),黒 体放射が人間の眼にほぼ白色として見える通電発光が得られ ることが、照明用となり得た理由である.標準の観点から言 えば、可視域におけるタングステンの放射率がほぼ1に近 いことから、黒体への近似度が十分良いことが、標準電球と して適している理由といえよう. しかし, 照明として寄与し ない赤外域の放射エネルギーの割合が大きい白熱電球は「地 球に優しくない明かり」だとして、全廃を決めた国も出始め た. 国内白熱電球メーカーも、相次いで数年後の製造中止を 表明している. 優秀なタングステンへの"逆風"が、今後光 度単位の供給体系を変貌させることになるかも知れない.

5. 分光スペクトルの標準を支える金属黒体炉

白金点黒体炉がその実現の困難さから結局標準光源として 定着しなかったことは先述のとおりであるが、その後も凝固 点を用いた金属黒体炉のエッセンスは引き継がれ、今もなお 光の標準体系の一翼を担っている.

現在、光源の分光分布の基準となる分光放射照度と呼ばれ る物理量の標準供給にはハロゲン電球が用いられているが、 ハロゲン電球の分光分布の絶対値の源流を辿ると,銅の凝固 点(1084℃)を用いた黒体炉からの黒体放射スペクトルに行 き着く(12). 銅点は、1990年に改訂された現在の国際温度目 盛(ITS-90)における最も高温の定義定点であり、以下金、 銀,アルミ,亜鉛,スズ,インジウム,ガリウムと続 く(13). 一方現行の ITS-90 には定義定点として記載されて いないが,近年金属-炭素共晶点(14),金属炭化物-炭素共晶 点(15)あるいは金属炭化物-炭素包晶点(16)を用いて高温定点 黒体を実現する技術が確立している. ほぼ白色の強い黒体放 射が得られることから, 測光放射標準への応用が期待されて いる(17).

6. お わ り に

本稿では、光に関する計量標準を構築する上で、金属材料

が主役として、また名脇役として如何に"輝いて"来たかを、 その苦心惨憺の歴史の一部を紐解きながら解説した. 高品質 な材料製造現場を計量標準が陰ながら支えているとするなら ば、計量標準を支えているものもまた高品質な材料である-この当たり前とも言える"持ちつ持たれつ"の姿の一側面を 紹介させて頂けたことは、計量標準開発に携わる筆者にとっ て無上の喜びである. 由緒ある貴会誌に寄稿の機会を下さっ た独立行政法人物質・材料研究機構の出村雅彦主任研究員に 厚く御礼申し上げたい.

文 擜

- (1) 産業技術総合研究所計量標準総合センター訳編:国際単位系 (SI)国際文書第8版(2006)/日本語版(2007).
- (2) CIE Compte Rendu (1924).
- (3) A. H. White: Technical Gas and Fuel Analysis, Hesperides Press (2006).
- (4) 山内二郎: 照明学会誌, 40(1956), 456-460.
- (5) I. E. Cottington: Platinum Metals Rev., **30**(1986) 84–95.
- (6) 山内二郎: 照明学会誌, 26(1942), 444-447.
- (7) 大場信英:電気試験所研究報告, 675(1967).
- (8) J. L. Martin and N. P. Fox: Metrologia, 21 (1985), 147-155.
- (9) 特許第 2661983 号「黒体皮膜を有する基材およびこの黒体皮 膜付基材の製造方法」(1997).
- (10) Z. P. Yang, L. Ci, J. A. Bur, S. Y. Lin and P. M. Ajayan: Nano Lett., 8(2008), 446-451.
- (11) A. A. Bright: The electric-lamp industry; technological change and economic development from 1800 to 1947, Macmillan Co. (1949)
- (12) CCPR K1-a Key Comparison of Spectral Irradiance (250 to 2500 nm) Final Report (2006).
- (13) H. Preston-Thomas: Metrologia, 27 (1990) 3-10.
- (14) Y. Yamada, H. Sakate, F. Sakuma and A. Ono: Metrologia, 38 (2001), 213-219.
- (15) N. Sasajima, Y. Yamada, F. Sakuma in Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry, 7, D. C. Ripple, ed., AIP, New York, (2003), 279-284.
- (16) Y. Yamada, Y. Wang and N. Sasajima: Metrologia, 43(2006), L23-L27.
- (17) Y. Yamada, B. Khlevnoy, Y. Wang, T. Wang and K. Anhalt: Metrologia, 43 (2006), S140-S144.



市野善朗

1997年 大阪大学大学院理学研究科博士課程修了 1997年 工業技術院物質工学工業技術研究所 入所 2001年 産業技術総合研究所計測標準研究部門

2006年 現職

専門分野:測光放射標準

高精度分光応答度絶対校正や非接触開口面積校正,熱 力学温度測定のための絶対放射測定など, レーザ光を 用いた測定装置・技術を開発. 測光・放射分野の国家 標準の源流部分を主に担当
