

解 説

熱膨張率測定

- 熱膨張率測定の不確かさ評価の側面から -

山田修史

(受取日：2001年9月20日，受理日：2001年10月31日)

Evaluation of Uncertainty in Thermal Expansivity Measurements

Naofumi Yamada

(Received September 20, 2001; Accepted October 31, 2001)

Evaluating the uncertainty of the result of a measurement of a physical quantity is very effective to the improvement of the measurement technique. The new expression of uncertainty in measurements has been established to standardize the expression of error evaluation on measurement results. In this text, the sources of uncertainty on thermal expansion measurement techniques by using a pushrod dilatometer and a laser interferometric dilatometer were classified and the uncertainty of the result in the linear thermal expansivity measurements was presented according to the guide of the expression of uncertainty.

今回、「熱測定」誌の編集委員の先生からの熱膨張率に関連する解説記事執筆の依頼を気軽にお引き受けしましたが、すでに本誌上にはよくまとまった熱膨張関連の解説記事¹⁻³⁾が幾つも掲載されていました。さてどういった内容がよいかと暫し逡巡し、ここはやはり計測標準を専門とする立場上、研究の現場での計測技術や計測データの質の向上を図るために役立つ情報、そして少しばかり目新しいことを紹介できればと考え、熱膨張率計測における不確かさ評価の実例を中心に、新しい概念に基づいた計測における不確かさの表現方法の紹介をすることとしました。

1. 計測における不確かさの評価

1.1 計測における不確かさの新しい表現

従来からある物質についての物性値の測定結果の信頼性がどの程度であるかを表現する方法として、測定された物性値の「真の値」に対する「誤差」を見積もる、いわゆる「誤差評価」が行われてきた。この「誤差評価」では、注意深い考察に基づいて系統的な測定を行いその測定値に対し

て適切な統計処理を施すことが求められるが、実際は統計的信頼性が十分とはいえない数回程度の測定により得られた結果の平均値をあたかもその物性値の「真の値」として扱い、そのデータのばらつきを「誤差」に読み替えて済ませてしまうこともあったのではないかと思う。そして「真の値±誤差」の値が他の多くの正しく評価された結果に混じって学术论文、ハンドブック、材料のカタログなどの媒体により我々の目の前に提示されることも容易に想像できる。こういった信頼性の低いデータによる弊害は、最終的に提示された「真の値±誤差」を見積もるために行われた具体的手順をユーザ側で検証できない状況下でさらに深刻化するであろう。これに対して、誤差評価に関わる解析手順についてのガイドラインが共通の認識として確立・実行されれば、それぞれの「誤差評価」の結果の妥当性が客観的判断基準に基づいて検証することができるようになることが期待される。こういった要請により「誤差」の概念に替わって導入されたのが以下に述べる新しい「(測定の)不確かさ」の概念である。

この新しい概念は、国際度量衡委員会（CIPM）の働きかけにより国際度量衡局（BIPM）を中心としてまとめられた不確かさの表現に関する勧告を基に、国際標準化機構（ISO）とその技術諮問グループ（TAG4）に参加している六つの機関の共同作業により、国際文書のGUM⁴⁾（Guide to the expression of Uncertainty in Measurement）として1993年に公表された。ここでの「不確かさ」と従来の「誤差」の大きな違いは、「誤差」が測定値と実際には知ることが非常に困難な「真の値」の“差”として解析・評価されていたのに対し、「不確かさ」では実際に知ることのできる測定値に対してその分布からみた“ばらつき”に基づいた議論しようというところにある。GUMには「不確かさ」の概念と共にその評価手順が提示されており、この手引きに沿った不確かさ評価が行われた結果であれば、誰でもその測定結果の質を客観的に判断し、また異なる測定の結果の比較を行うことが可能となる。

1.2 不確かさの評価の手順

GUMに提示されている、ある一連の測定結果の不確かさの評価および報告を行う際に従うべき手順の大まかな流れをFig.1に示す。より具体的には以下に示す作業を行うことになる。

手順 測定量 Y と Y を決定づける入力量 X_i との関係； $Y = f(X_1, X_2, \dots, X_n)$ についての数学的モデルを構築する。^{注1)}

手順 実際の測定を行い、入力量 X_i の推定量 x_i （入力推定値）を決定する。

手順 入力推定量 x_i について標準不確かさ $u(x_i)$ ^{注2)}を求める。

手順 相関がある入力推定量の間の共分散を評価する。

手順 手順 関数 f に手順 において決定した入力推定量 x_i を適用することにより測定量 Y の推定量 y （測定結果）

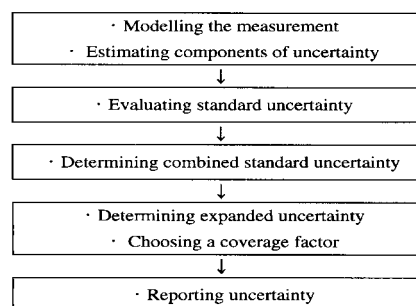


Fig.1 Procedure of the expression of uncertainty in measurement.

を求める。

手順 入力推定量の標準不確かさと共分散から測定結果 y の合成標準不確かさ $u_c(y)$ ^{注3)}を決定する。

手順 必要な信頼の水準の対応した包含係数 k および拡張不確かさ U ^{注4)}を求める。

手順 測定結果 y とその合成標準不確かさ $u_c(y)$ 、もしくは拡張不確かさ U を推奨される形式に従って記述する。

2. 不確かさ評価の実際

ここでは熱膨張率測定における不確かさ評価の実例を上記の評価手順に沿って紹介する。ここでは主要な熱膨張率測定方法である、押し棒式膨張計による線膨張率測定（比較測定法）光干渉法による線膨張率測定（絶対測定法）を例に解説する。

2.1 熱膨張の定義

手順 進む前に熱膨張の定義の確認を行う。物質の熱

注1) 数学的モデルには測定の結果に有意な不確かさの成分を与える補正や補正係数をもれなく盛り込む必要がある。これにより不確かさの取り扱いの観点からは、測定量に対する入力量の系統効果と偶然効果を同等に扱うことができる。

注2) 標準不確かさ（Standard uncertainty）は標準偏差の形で表される、測定の結果の不確かさの尺度であり、入力量のばらつきを正規分布に変換したときの標準偏差として与えられる。ここで、一連の入力量の観測値についての統計的解析に基づいて得られる標準不確かさを“タイプAの標準不確かさ”といい、その他の手段により決められた標準不確かさを“タイプBの標準不確かさ”という。

注3) 合成標準不確かさ（Combined standard uncertainty）は測定結果が複数の入力量に依存する場合の測定結果の標準不確かさであり、各入力量の変化が測定結果に与える影

響の大きさにより重み付けされた入力推定量の分散（または他の量との共分散）の和の正の平方根で定義される。ここで測定結果の合成標準不確かさ $u_c(y)$ は式(1)で表される不確かさの伝播則に従い、

$$u_c^2(y) = \left[\frac{f}{x_i} \right]^2 \cdot u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{f}{x_i} \frac{f}{x_j} u(x_i, x_j) \dots \quad (1)$$

と表される。ここで右辺第2項の $u(x_i, x_j)$ は x_i と x_j に関する推定共分散であり、 x_i と x_j が互いに独立である場合は0である。

注4) 拡張不確かさ（Expanded uncertainty）は測定結果についてその測定結果に予測される不確かさを加えたときの値の大部分が含まれると期待される区間を定める量である。具体的には合成標準不確かさに包含係数（Coverage factor; k ）を乗じることにより、 $U = k u_c(y)$ として求められる。

膨張現象とは、“温度変化により物質の体積が膨張（もしくは、収縮）する現象”のことを指す。特に物質が固体である場合、物質の単位長さ当たりかつ単位温度変化当たりの長さ変化率として、線膨張率 $\alpha(T)$ が定義される。

$$\alpha(T) = \frac{1}{L(T)} \frac{dL(T)}{dT} \quad (2)$$

ここで $L(T)$ は温度 T での試料の長さである。さて、固体材料の熱膨張率の値を実際の機器設計等のパラメータとして使用する場合、“室温から温度 T まで加熱したときの寸法変化はいくらか？”とか“温度 T における温度変化にともなう寸法変化は？”といった形での用途が大部分である。こういった際のデータ使用時の利便性を考慮して、

$$(\text{線膨張}) \quad \frac{\Delta L}{L_0}; \Delta L = L(T_2) - L(T_1) \quad (3a)$$

$$(\text{平均線膨張率}) \bar{\alpha}(T_2, T_1) = \frac{1}{L_0} \frac{\Delta L}{T_2 - T_1} = \frac{1}{L_0} \frac{\Delta L}{\Delta T} \quad (3b)$$

$$(\text{線膨張率}) \alpha(T) = \lim_{\Delta T \rightarrow 0} \bar{\alpha}(T + \Delta T, T) \quad (3c)$$

で定義される線膨張、平均線膨張率、および線膨張率⁵⁾を用いるのが一般的であり、 L_0 は室温（通常20℃）での試料長とするのが普通である。また、式(3c)で線膨張率は平均線膨張率の温度変化 ΔT が0での極限值として定義されているが、実際の測定では ΔT は有限にする必要がある。このとき線膨張率が温度の1次の関数として十分近似できる程度の温度幅に ΔT を設定し、 ΔT の中央の温度を T とすることにより $\alpha(T)$ を求めることで十分である。

2.2 押し棒式膨張計による線膨張率測定の場合 手順 数学的モデルの構築

現在最も一般的な熱膨張測定装置は押し棒式膨張計 (Pushrod dilatometer) であり、これに試料に応力付加機能を追加したものが熱機械分析装置 (TMA) である。押し棒式膨張計による熱膨張計測は比較測定であるため参照試料を必要とし、このときの参照試料の取り扱いの違いで示差膨張式と全膨張式に分類される。⁵⁾ Fig.2に全膨張式の膨張計の構成を示す。押し棒式膨張計は大きく分けて試料温度を制御する部分、試料の寸法変化を検出する部分、および制御・記録装置により構成されており、試料寸法の変化を押し棒（検出棒）と呼ばれるロッドを介して検出するためにこの名称がついている。

ここでは全膨張式膨張計における測定量と各入力量との関係を定式化する事にする。まず、試料Aの測定において試料温度測定用温度計の指示温度 T における押し棒式膨張計の変位検出器から変位出力信号 $L^m_A(T)$ は、

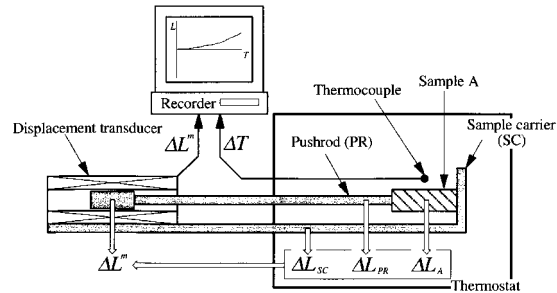


Fig.2 Schematic diagram of a pushrod dilatometer.

$$L^m_A(T) = \{L_A(T + \delta T_A) + [L_{PR}(T) - L_{SC}(T)]\} \cdot S + \varepsilon \quad (4)$$

と表すことができる。ここで、 L_A は試料の長さ、 L_{PR} と L_{SC} はそれぞれ押し棒および試料支持部の長さである。特に L_A に関しては、温度における試料の実際の温度と温度計の指示温度の差 δT_A を導入して、試料温度の関数として表している。また、 S は変位検出器の感度、 ε はこの測定を行った時点での室温変動等による変位測定への影響量である。ここで $L_A(T + \delta T_A)$ を線膨張率 $\alpha_A(T)$ を使って近似すると、

$$L_A(T + \delta T_A) \approx L_A(T) + L_{A0} \alpha_A(T) \delta T_A + \frac{1}{2} L_{A0} \frac{\delta \alpha_A}{\Delta T} (\delta T_A)^2 \quad (5)$$

であり、 $\delta \alpha_A$ は T 近傍での温度変化 ΔT に対応する α_A の変化量、 L_{A0} は 20°C での試料長を表している。式(4)に式(5)を代入し温度 $T \pm (\Delta T/2)$ のそれぞれについての L^m_A を求め、同時に試料温度と温度計の指示温度の差 δT_A について温度 T 付近での温度変化 ΔT に応じた δT_A の変化量 δT_A^* を用いて近似すると、温度 T における L^m_A の変化率 $\alpha^m_A(T)$ は、

$$\begin{aligned} \alpha^m_A(T) &= \frac{L^m_A(T + \frac{\Delta T}{2}) - L^m_A(T - \frac{\Delta T}{2})}{\Delta T \cdot L_{S0}} \\ &= \left\{ \alpha_A(T) + \left[\alpha_A(T) \cdot \frac{\delta T_A^*}{\Delta T} + \delta \alpha_A \cdot \frac{\delta T_A}{\Delta T} \cdot \frac{\delta T_A^*}{\Delta T} \right] \right. \\ &\quad \left. + \frac{\Delta L_{PR}(T) - \Delta L_{SC}(T)}{\Delta T \cdot L_{S0}} \right\} \cdot S + \frac{\Delta \varepsilon_A}{\Delta T \cdot L_{A0}} \quad (6) \end{aligned}$$

となる。ここで Δ は各変数の温度 $T \pm (\Delta T/2)$ 間での変化量であることを示している。

さて、全膨張式膨張計では参照試料 (RS) と未知の試料 (X) についての測定を別々に行うため、それぞれの試料についての測定を想定した式(6)より未知の試料Xの線膨張率 $\alpha_X(T)$ は、

$$\alpha_X(T) = \alpha_{RS}(T) + \frac{1}{S} \cdot \frac{\Delta T}{\Delta T + \delta T^*} (\alpha_X^m(T) - \alpha_{RS}^m(T))$$

$$- (\delta\alpha_X - \delta\alpha_{RS}) \cdot \frac{\delta T \cdot \delta T^*}{\Delta T \cdot (\Delta T + \delta T^*)} - \frac{\Delta \varepsilon}{SL_0(\Delta T + \delta T^*)}$$

$$; \alpha_X^m(T) = \frac{\Delta L_X^m(T)}{\Delta T \cdot L_{X0}}, \alpha_{RS}^m(T) = \frac{\Delta L_{RS}^m(T)}{\Delta T \cdot L_{RS0}},$$

and $\Delta \varepsilon = \Delta \varepsilon_X - \Delta \varepsilon_{RS}$ (7)

となる。式(7)を導出する際に、室温における試料長 L_0 、および試料温度と温度計の指示温度の差 δT は試料に依存しないと仮定した。(実際の測定では L_0 は制御可能であるが δT に影響を与える熱容量や熱伝導率等は制御することができないため、試料RSと試料Xの組み合わせによってはこの仮定が成立しない場合がある)

手順 モデルに入力する入力量の決定

定式化した数学的モデルへの各入力量はある一連の測定による推定量として得られる。ここでは参照試料RSをアルミナとして $T = 500$ (および、 $\Delta T = 10$) におけるシリコン(試料X)の線膨張率の測定を行なった場合を想定する。このときの測定により得られた各入力推定量の例をTable 1に挙げる。ここでTable 1中で $\delta\alpha_X$ と $L_{RS}^m(T)$ の推定値は0とした。 $\delta\alpha_X$ については α_X の情報が全く無いとしその推定量は0とした。また、 $L_{RS}^m(T)$ の推定量は膨張計の押し棒および試料支持部が参照試料と全く同じ材質であると想定した結果である。ここで注意すべき点は、数学的モデルの定式化の際に入力推定量が0であるという理由でこれを無視することはできないことである。

手順 入力推定量の標準不確かさの決定

ここでは、各入力推定量についての不確かさ要因および標準不確かさの値について検討する。このとき合成標準不確かさに対して有意でない要因については無視してよいことになっているが、有意かどうかは装置や測定条件に依存するので、以下では一般的に想定されるであろう不確かさ要因について広く考えることにする。

・ α_{RS} の標準不確かさの導出

α_{RS} は参照試料の線膨張率の標準値であり通常、離散的な温度に対応した線膨張率の値として提供されている。また、そのばらつきは(標準値: m) \pm (許容値: a) の形で与えられていることが多く、このとき α_{RS} の値は許容値の範囲に一様分布すると考えることが妥当であろう。こういった場合、GUMでは標準不確かさ $u(\alpha_{RS})$ を以下の式より求めることが許されている。

$$u(\alpha_{RS}) = \frac{m+a}{m-a} \frac{1}{2a} \int_{m-a}^{m+a} (x-m)^2 dx = \frac{a}{3} \text{ (K}^{-1}\text{)} \quad (8)$$

ここで、 $(1/2a)$ は標準値の分布の確率密度である。従って、

Table 1 Input estimate in a measurements using a pushrod dilatometer.

Input quantities	Input estimates	units
α_{RS}	8.55×10^{-6}	K^{-1}
$\delta\alpha_{RS}$	2.60×10^{-8}	K^{-1}
L_{RS0}	2.5×10^{-2}	m
L_{X0}	2.5×10^{-2}	m
S	1	1
ΔL_{RS}^m	0	m
ΔL_X^m	1.12×10^{-6}	m
δT	1	K
δT^*	1×10^{-2}	K
$\Delta \varepsilon$	0	m
$\delta\alpha_X$	0	K^{-1}
ΔT	10	K

500 での標準値の許容値が $\pm 0.1 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ である場合の標準不確かさ $u(\alpha_{RS})$ は、

$$u(\alpha_{RS}) = \frac{0.1 \times 10^{-6}}{3} \approx 5.8 \times 10^{-8} \text{ (K}^{-1}\text{)} \quad (9)$$

となる。

・ $\delta\alpha_{RS}$ の標準不確かさの導出

500 近傍における $\delta\alpha_{RS}$ の推定入力値を、450, 500, および550 における α_{RS} の標準値に対する最小二乗法による近似直線の勾配 q から求めることにする。このとき近似曲線の勾配 q は、

$$q = \frac{n \alpha_{RS,k} T_k - \alpha_{RS,k} \cdot T_k}{n T_k^2 - (T_k)^2}; n = 3 \quad (10)$$

で与えられる。 q の不確かさ $u(q)$ は不確かさの伝播則に従い、 $\alpha_{RS,k}$ (ここでは、 $T_k = 450, 500, 550$ における標準値) の不確かさにより決定される (T_k は設定値であるので不確かさは無視できるとする)。式(9)および式(10)より、

$$u(q) = \frac{u(\alpha_{RS})}{(T_k - T)^2}; T = \frac{1}{n} T_k$$

$$\approx 0.014 \times (5.8 \times 10^{-8}) = 8.1 \times 10^{-10} \text{ (K}^{-2}\text{)} \quad (11)$$

従って、 $\delta\alpha_{RS}(T)$ の標準不確かさ $u(\delta\alpha_{RS}(T))$ は、

$$u(\delta\alpha_{RS}(T)) = u(q \times \Delta T) = 8.1 \times 10^{-9} \text{ (K}^{-1}\text{)} \quad (12)$$

となる。

・ δT の標準不確かさの導出

δT は試料の実際の温度と温度計の指示温度の差である。押し棒式膨張計において δT の決定は、純金属試料の融解現象時の試料形状の変化を観測することにより金属融点(

試料温度)と温度計の指示温度の比較より行う方法が一般的である。

各純金属の融点における δT の不確かさの主な要因としては、融点の値の不確かさ、収縮曲線からの融点決定の不完全性、温度計測の分解能、および δT の再現性が考えられる。まず、融点の値の不確かさとしては、融点と凝固点の差と融点の不純物依存性が考えられる。ここではトータル融点のばらつきを許容値を ± 0.1 とする。不純物の影響で融点は系統的に低下するが、このように影響に“かたより”のある不確かさの成分についてもある幅で補正を行わないと決めた場合はその中で一様分布するとして成分を求め、系統効果が不確かさの中に“かたより”の形で残るとは考えない。次に融点決定はT-L曲線上での試料の融解にともなう急激なLの減少が観測される温度により行われるため、曲線の形状や測定者の読みとりのクセ等による不確かさを生じる。ここでは、この不確かさを0.05 (標準偏差)とする。温度計測の分解能に関する不確かさについては、計測器の感度およびデジタル指示の分解能がその要因である。ここではデジタル指示の分解能について考えると、最小桁が0.01 である場合、ある表示値に対する実際の値の許容値は ± 0.005 となる。次に δT の再現性は、試料の設置状態の再現性や試料の熱特性に大きく依存することが予想される。これについては慎重な考察と系統的な温度差評価を行う必要があるがここでは詳細については触れず、再現性を0.2 (標準偏差)とする。これらをまとめると金属融点 (T_{mp}) における標準不確かさは、

$$u(\delta T_{mp}) = \left(\frac{0.1}{3}\right)^2 + 0.05^2 + \left(\frac{0.005}{3}\right)^2 + 0.2^2 \approx 0.21(\text{K}) \quad (13)$$

となる。

次に、 $T = 500$ における δT の推定値の不確かさを求める。ここでは δT を亜鉛 (融点; $T_{Zn} = 419.527$) とアルミニウム (融点; $T_{Al} = 660.323$) を用いた測定の結果より得られた δT_{mp} に対して直線補間により求めることにする。得られる直線は、

$$\delta T = \frac{\delta T_{Al} - \delta T_{Zn}}{T_{Al} - T_{Zn}} \cdot (T - \bar{T}) + \frac{\delta T_{Al} + \delta T_{Zn}}{2}; \quad \bar{T} = \frac{T_{Al} + T_{Zn}}{2} \quad (14)$$

と表せる。従って、 $T = 500$ における δT の標準不確かさは、

$$u(\delta T) = 2 \left(\frac{(500 - \bar{T})}{T_{Al} - T_{Zn}} \right)^2 + 2 \left(\frac{1}{2} \right)^2 \cdot u(\delta T_{mp}) \approx 0.74 \times 0.21 \approx 0.16(\text{K}) \quad (15)$$

となる。

・ δT^* の標準不確かさの導出

δT^* は δT の ΔT 当たりの変化量であるから、式(14)の勾配より推定することができる。従って、 δT^* の標準不確かさ $u(\delta T^*)$ は、

$$u(\delta T^*) = \frac{\Delta T}{T_{Al} - T_{Zn}} \cdot \sqrt{u^2(\delta T_{Zn}) + u^2(\delta T_{Al})} \approx 0.012(\text{K}) \quad (16)$$

と求められる。

・ $\Delta L_{RS}(T)$ および $\Delta L_{X}(T)$ の標準不確かさの導出

温度変化 ΔT 当たりの $\Delta L_{RS}(T)$ および $\Delta L_{X}(T)$ の不確かさの主な要因は、変位検出器の分解能と変位計測における繰り返し時の再現性、および反復時の再現性である。まず、変位検出器の分解能は通常フルスケールの大きさに対応して変化するため、ここでは2 nmと20 nmとする。次に繰り返し時の再現性は、同一試料を可能な限り測定条件を変えないで行った一連の測定の結果をもとに推定できる。一方、反復時の再現性は試料の交換作業を行った場合の再現性を指す。ここでは、繰り返し時の再現性と反復時の再現性をそれぞれ、1.5 nmと3 nm (共に標準偏差)とする。ここでは、

$$u(\Delta L_{RS}^m(T)) = \sqrt{\left(\frac{1 \times 10^{-9}}{3}\right)^2 \times 2 + (1.5 \times 10^{-9})^2 + (3 \times 10^{-9})^2} \approx 3.5 \times 10^{-9}(\text{m})$$

$$u(\Delta L_X^m(T)) = \sqrt{\left(\frac{1 \times 10^{-8}}{3}\right)^2 \times 2 + (1.5 \times 10^{-9})^2 + (3 \times 10^{-9})^2} \approx 8.8 \times 10^{-9}(\text{m}) \quad (17)$$

である。式(17)右辺の“ $\times 2$ ”は $T \pm \Delta T/2$ の2点でデータ取得を行うことにより分解能に由来する分散が2倍になることに対応する。

・ S の標準不確かさ

S は変位検出器の感度であり、 S の主な不確かさ要因は変位に対する直線性および異なる変位測定レンジ間での差となる。ここでは直線性を1に対して $\pm 0.2\%$ (許容値)とし、測定レンジ間での差は無視できるとすると、

$$u(S) = \frac{2 \times 10^{-3}}{3} = 1.2 \times 10^{-3} \quad (18)$$

となる。

・ L_{RS0} および L_{X0} の標準不確かさの導出

20 での試料長、 L_{RS0} および L_{X0} を室温において分解能 $1 \mu\text{m}$ 、公称精度 $\pm 2 \mu\text{m}$ のリニアゲージにより測定をしたとする。測定時の試料温度の20 からの変動の最大値を ± 2 とすると標準不確かさ $u(L_{RS0})$ と $u(L_{X0})$ はそれぞれ、

$$u(L_{RS0}) = \sqrt{\left(\frac{5 \times 10^{-7}}{3}\right)^2 + \left(\frac{2 \times 10^{-6}}{3}\right)^2 + \left((5.3 \times 10^{-6}) \times (25 \times 10^{-3}) \times \frac{2}{3}\right)^2} \approx 1.2 \times 10^{-6} \text{ (m)}$$

$$u(L_{X0}) = \sqrt{\left(\frac{5 \times 10^{-7}}{3}\right)^2 + \left(\frac{2 \times 10^{-7}}{3}\right)^2 + \left(\alpha_X(20) \times (25 \times 10^{-3}) \times \frac{2}{3}\right)^2} \approx 1.2 \times 10^{-6} \text{ (m)} \quad (19)$$

ここで、 $u(L_{X0})$ の計算において $\alpha_X(20)$ が必要であるが、標準不確かさへの影響が他の項に比べて非常に小さいので無視できることが解る。

・ $\Delta\varepsilon$ の標準不確かさの導出

$\Delta\varepsilon$ は各データ点取得時における室温変動等に起因する変位検出量への影響である。この影響の大きさは、試料温度を一定に制御した状態での室温変動に対する変位出力の応答、もしくは変位検出部の温度を積極的に変動させることによる応答をみることにより推定できる。ここで室温変動に対する応答係数を $0.1 \mu\text{m K}^{-1}$ として、測定時間内(ΔT だけ温度変化させるための時間)での室温変動の最大値が ± 0.01 であるとする。すると $\Delta\varepsilon$ の標準不確かさは、

$$u(\Delta\varepsilon) = \sqrt{\left(\frac{1 \times 10^{-7} \times 0.01}{3}\right)^2} \times 4 = 1.2 \times 10^{-9} \quad (20)$$

平方根内の4は線膨張率決定の際に試料RSと試料Xにおいて各2点づつ計4点の測定点が必要であることに対応している。

・ $\delta\alpha_X$ の標準不確かさの導出

$\delta\alpha_X$ は ΔT 当たりの α_X の変化量である。従って、 $\delta\alpha_X$ の不確かさは式(7)を逐次近似等によりどのオーダまで計算するか依存する。ここでは、 $\delta\alpha_X$ を 5×10^{-8} の精度まで決めると仮定すると、

$$u(\delta\alpha_X) = \frac{2.5 \times 10^{-8}}{3} = 1.4 \times 10^{-8} \text{ (K}^{-1}\text{)} \quad (21)$$

と得られる。

手順 相関のある入力量についての共分散の評価

入力量の間に関連がある場合は式(1)の第2項を求める必要がある。ここで推定共分散 $u(x_i, x_j)$ は、相関係数 $r(x_i, x_j)$ により

$$u(x_i, x_j) = r(x_i, x_j) \cdot u(x_i) \cdot u(x_j); \quad r(x_i, x_j) \leq 1 \quad (22)$$

として $u(x_i)$ と $u(x_j)$ と関連づけられる。従って、合成標準不確かさ $u_c(y)$ に対してある相関のある入力量間の共分散の影響が有意かどうかは、入力量の標準不確かさが与える影響の大きさより推測できる。実際に相関係数を求めるために

は、入力量を互いに相関のない変数による関数として表すことから始めるが、この内容は非常に微妙で不確かさ評価の対象に大きく依存するため、ここでは入力量の相関については考慮しないことにする。

手順 測定量の入力推定量からの決定

測定量である線膨張率を実際の測定により得られる入力推定値を式(7)に代入することにより決定する。ここでは、Table 1の値を代入することにより、

$$\alpha_X = 4.087 \times 10^{-6} \text{ (K}^{-1}\text{)} \quad (23)$$

が得られる。

手順 合成標準不確かさの決定

手順 において得られた入力推定量の標準不確かさを基に式(1)より合成標準不確かさを計算する。このとき、Table 2に示すエラーバジェットシートを作成する事が有効である。これにより必要な補正や不確かさについての考慮の漏れの防止の他にも、入力量間での合成標準不確かさへの影響の大きさを比較することによる測定法・装置の改良における指針の明確化といった副次的メリットもある。ここでの合成標準不確かさ $u_c(y)$ は、

$$u_c(\alpha_X) = 7.0 \times 10^{-8} \text{ (K}^{-1}\text{)} \quad (24)$$

と得られる。

手順 拡張不確かさの決定

上述のように拡張不確かさ U は合成標準不確かさ $u_c(y)$ に包含係数 k を乗じることにより求めることができる。ここでは信頼の水準の決定における有効自由度についての検討は割愛し、簡単に包含係数 $k=2$ (約95%の信頼の水準に対応)として、

$$U = k u_c(\alpha_X) = 1.4 \times 10^{-7} \text{ (K}^{-1}\text{)} \quad (25)$$

とする。また、このとき測定値の推定値との比で表される相対拡張不確かさは、3.4%となる。

手順 結果の提示

最後に手順 ~ により得られた結果をまとめる。不確かさの表示として合成標準不確かさを用いると、例えば「シリコンの500における線膨張率 $\alpha = (4.087 \pm 0.070) \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ 、ここで記号 \pm に続く数値は合成標準不確かさ u_c の数値であって信頼区間ではない」となる。ここで、不確かさは特殊な場合を除き2桁の有効数字で表示することが推奨されている。また、拡張不確かさを用いた場合は上の例の u_c を U で置き換えた上で、 U が何パーセントの信頼の水準を持つ区間を表しているのかを明記することになる。

2.3 レーザ干渉法による線膨張率測定の場合

手順 数学的モデルの構築

押し棒式膨張計の場合と同様にレーザ干渉法による線膨

Table 2 Error budget sheet in α measurements using a pushrod dilatometer.

Terms	Terms (detail)	Standard uncertainty $u(x_i)$	(units)	Effect on α_X (K^{-1})	Type
Reference sample	Uncertainty of reference value	$u(\alpha_{RS}) = 5.8E-08$	K^{-1}	$5.8E-08$	B
Reference sample	Estimation of $\delta\alpha_{RS}$	$u(\delta\alpha_{RS}) = 8.1E-09$	K^{-1}	$8.1E-13$	B
Temperature measurement	Determination of δT	$u(\delta T) = 1.6E-01$	K	$4.2E-13$	A
Temperature measurement	Reproducibility	$u(\delta T^*) = 1.2E-02$	K	$5.5E-09$	A
Displacement measurement	Resolution of detector	$u(\Delta L_{mX}) = 8.2E-10$	m	$3.3E-09$	B
	Repeatability			$6.0E-09$	A
	Reproducibility			$1.2E-08$	A
Displacement measurement	Resolution of detector	$u(\Delta L_{mRS}) = 8.2E-09$	m	$3.3E-08$	B
	Repeatability			$6.0E-09$	A
	Reproducibility			$1.2E-08$	A
Sensitivity of L -measurement	Linearity	$u(S) = 1.2E-03$	l	$5.4E-10$	A
Measurement of L_{X0}	Accuracy of linear gauge	$u(L_{X0}) = 1.2E-06$	m	$2.1E-10$	B
	Resolution of linear gauge			$2.9E-07$	B
	Uncertainty of sample temperature			$2.3E-07$	B
Measurement of L_{RS0}	Accuracy of linear gauge	$u(L_{RS0}) = 1.2E-06$	m	$0.0E+00$	B
	Resolution of linear gauge			$2.9E-07$	B
Environment	Fluctuation of room temperature	$u(\Delta\epsilon) = 1.2E-09$	m	$4.6E-09$	A
Sample X	Determination of α_X	$u(\delta\alpha_X) = 1.4E-08$	K^{-1}	$1.4E-12$	B
Combined standard uncertainty : $u_c(\alpha_X) =$				$7.0E-08$	
Expand Uncertainty (Coverage Factor; $k=2$) : $U = ku_c(\alpha_X) =$				$1.4E-07$	
Relative expand uncertainty =				3.4%	

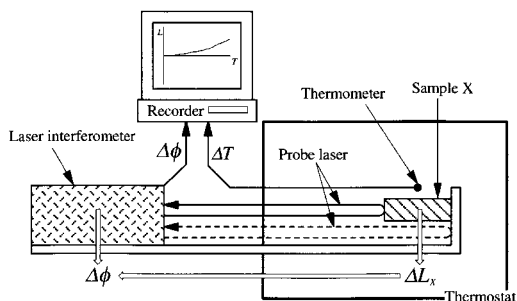


Fig.3 Schematic diagram of a laser interferometric dilatometer.

張率測定における数学的モデルを定式化する。押し棒式膨張計との違いは、絶対測定であるため参照試料の必要がなく未知の試料Xの測定のみから線膨張率を決定できることにある。ここで想定する装置は試料温度を制御する部分と試料の寸法変化を検出する干渉計部分（ロックインアンプで位相検出をおこなう光ヘテロダイン型のレーザ干渉計（2重光路）を考える）、および制御・記録装置により構成されるとする。Fig.3にレーザ干渉式膨張計の基本構成を示す。

試料温度測定用温度計の指示温度 T における干渉光信号の位相差 $\Delta\phi_T$ を長さに変換した量である $L_X(T + \delta T)$ に対し

て、温度差 δT と熱膨張率 α_X および $\delta\alpha_X$ による補正を考慮した結果は、

$$\left[L_X(T) + L_{X0}\alpha_X(T)\delta T + \frac{1}{2}L_{X0}\frac{\delta\alpha_X}{\Delta T}(\delta T)^2 \right] = \left(\frac{n_T\lambda_T}{8\pi} \right) \Delta\phi_T \quad (26)$$

となる。ここで、 $\Delta\phi_T$ は位相信号の初期位相からの変化、 n_T と λ_T はそれぞれ $\Delta\phi_T$ の取得時における光路の屈折率とレーザ光の真空中での波長である。式(26)において、温度 $T \pm (\Delta T/2)$ の2点での $\Delta\phi_T$ を測定して、 T における線膨張率 $\alpha_X(T)$ を求めることを考える。ここで式(6)および(7)と同様な変数を設定し、また、 $T \pm (\Delta T/2)$ での測定時における波長と屈折率をそれぞれ $\lambda \pm \delta\lambda/2$ および $n \pm \delta n/2$ とすると、 $\alpha_X(T)$ は、

$$\alpha_X(T) = \frac{L_X\left(T + \frac{\Delta T}{2}\right) - L_X\left(T - \frac{\Delta T}{2}\right)}{\Delta T \cdot L_{X0}} = \frac{\Delta L_+ - \Delta L_-}{(\Delta T + \delta T^*) \cdot L_{X0}} - \delta\alpha_X \cdot \frac{\delta T}{\Delta T}$$

$$\Delta L_+ - \Delta L_- \approx \left(\frac{n\lambda}{8\pi} \right) \cdot (\Delta\phi_+ - \Delta\phi_-) + \left(\frac{\delta n \cdot \lambda + n \cdot \delta\lambda}{8\pi} \right) \cdot \Delta\phi_+ \quad (27)$$

となる。ここで、 \pm はそれぞれ $T \pm (\Delta T/2)$ における観測値で

Table 3 Input estimate in α measurements using a laser interferometric dilatometer.

Input quantities	Input estimates	units
λ	6.32991×10^{-7}	m
$\delta\lambda$	0	m
n	$1 + (4.5 \times 10^{-8})$	1
δn	0	1
δT	0.5	K
δT^*	5×10^{-3}	K
$\Delta\phi$	32.423	rad
$\Delta\phi_+$	0	rad
L_0	2×10^{-2}	m
$\delta\alpha_x$	0	K^{-1}
ΔT	10	K

あることを示す。

手順 モデルに入力する入力量の決定

ここでは500 におけるシリコン（試料X）の線膨張率の測定を行なった場合を想定し、各入力推定量の例をTable 3に挙げる。Table 3での入力推定量の中で $\Delta\phi_+$ の値が0としてあるが、これは温度($T - \Delta T/2$)での測定時の位相差を基準としたことによる。

手順 入力推定量の標準不確かさの決定

・ λ および $\delta\lambda$ の標準不確かさの導出

レーザ干渉計の光源（He-Ne ガスレーザ； λ (公称値) = 632.991 nm)の真空中の波長に関する不確かさの要因としては、絶対値の不確かさ、測定時間内での時間的変動および室温変動に起因する変動が考えられる。ここで λ および $\delta\lambda$ の定義より最初の要因が $u(\lambda)$ 、後の二つが $u(\delta\lambda)$ を与える。ここで λ の絶対値の不確かさは要因は $\delta\lambda$ の不確かさ要因と同じであるから、結局 $u(\lambda)$ と $u(\delta\lambda)$ は同じ大きさとなる。レーザ光源のカタログ値（例として時間的変動： ± 2 MHz, 室温変動の影響： $0.5 \text{ MHz} \cdot K^{-1}$ とする）と測定時間内での室温変動を ± 0.2 とすると、

$$u(\lambda) = u(\delta\lambda) = \frac{\left(\frac{2 \times 10^6 \cdot 632.991 \times 10^{-9}}{3 \cdot 473.6 \times 10^{12}}\right)^2 + \left(\frac{(0.5 \times 10^6) \times 0.2 \cdot 632.991 \times 10^{-9}}{3 \cdot 473.6 \times 10^{12}}\right)^2}{3} \approx 1.5 \times 10^{-15} \text{ (m)} \quad (28)$$

となる。

・ n および δn の標準不確かさの導出

屈折率 n およびその変化量 δn は本来、干渉測長系におけるすべての光路上の屈折率について検討する必要があるが、ここでは試料長に対応した光路長差の部分での屈折率の絶対値およびその変化量に注目する（干渉計が実験室の開放

系に置かれている場合、空気の屈折率分布およびその変化の影響を受けるが、この影響については干渉計の安定性の項目である程度考慮することになる。100 Pa程度のHeガスを熱交換のために室温で試料セル内部に封入した場合を考え、封入時のガス圧の再現性（ ± 50 Pa）と温度および時間変化の影響（封入圧の $\pm 10\%$ ）とすると、

$$u(n) = \frac{1.75 \times 10^{-8}}{3} \approx 1.0 \times 10^{-8}$$

$$u(\delta n) = 10 \times 10^{-8} \times 0.1 = 1.0 \times 10^{-9} \quad (29)$$

となる。

・ δT および δT^* の標準不確かさの導出

試料温度と温度計の指示温度の差 δT を決定するために、ダミーの試料に校正済みの参照用温度計を埋め込み、参照用温度計と試料温度測定用温度計の読みの比較を行ったとする。このときの δT の不確かさ要因は、参照用温度計の校正値の不確かさ、二つの温度計の読みの不確かさ、および異なる測定間での δT の再現性である。ここでは、参照用温度計の校正値の不確かさを0.05、二つの温度計のそれぞれ読みの不確かさを0.03、および異なる測定間での δT の再現性を0.1 とすると、

$$u(\delta T) = \sqrt{0.05^2 + (0.03^2 \times 2) + 0.1^2} \approx 0.12 \text{ (K)} \quad (30)$$

となる。 δT^* については δT の値が450, 500, 550 で求められているとして、押し棒式膨張計の場合の $\delta\alpha_{RS}$ の項と同様な扱いより、

$$u(\delta T^*) = 0.014 \times 0.12 \times 10 \approx 0.017 \text{ (K)} \quad (31)$$

が得られる。

・ $\Delta\phi_+$ および $\Delta\phi_-$ の標準不確かさの導出

位相差 $\Delta\phi_+$ の不確かさの主な要因は、位相差の分解能、干渉計出力の直線性と時間的安定性、および反復時の ΔT における位相変化量の再現性である。ロックインアンプを含む検出系の位相差の分解能を1 μ rad (1.75×10^{-2} rad), 干渉計の直線性と安定性を0.5 nmと1 nm (1.98×10^{-2} , 3.96×10^{-2} rad), および位相変化量の再現性を2 nm (7.92×10^{-2} rad)とすると、

$$u(\Delta\phi_+) = \frac{\left(\frac{8.75 \times 10^{-3}}{3}\right)^2 + (1.98 \times 10^{-2})^2 + (3.96 \times 10^{-2})^2 + (7.92 \times 10^{-2})^2}{3} \approx 9.1 \times 10^{-2} \text{ (rad)} \quad (32)$$

となる。 $\Delta\phi_-$ についてはここでの位相差の値を基準点に設定したとすると、その不確かさの要因は位相差の分解能のみとなり、

解 説

Table 4 Error budget sheet in α measurements using a laser interferometric dilatometer.

Terms	Terms (detail)	Standard uncertainty $u(x_i)$	Effect on α_X (K ⁻¹)	Type
Wavelength (He-Ne Laser)	Absolute value of wavelength	$u(\lambda) = 1.5E-15$ m	1.0E-14	B
Correction of the Refractive Index	Reproducibility	$u(n) = 4.0E-08$ 1	1.6E-13	A
Wavelength (He-Ne Laser)	Long-term stability	$u(\delta\lambda) = 1.5E-15$ m	9.9E-15	B
	Effect of room temperature fluctuation	7.7E-17 m	5.0E-16	B
Correction of the Refractive Index	Change with temperature changing	$u(\delta n) = 4.0E-10$ 1	1.6E-15	B
	Resolution of fringe detector	$u(\Delta\phi_0) = 5.1E-03$ rad	6.4E-10	A
Fringe Determination	Linearity	2.0E-02 rad	2.5E-09	A
	Long-term stability	4.0E-02 rad	5.0E-09	A
Fringe Determination	Reproducibility	7.9E-02 rad	1.0E-08	A
	Resolution of fringe detector	$u(\Delta\phi_0) = 5.1E-03$ rad	6.4E-10	A
Specimen Length at room temperature	Length measurement	$u(L_0) = 1.2E-06$ m	2.4E-10	B
	Uncertainty in temperture of specimen	8.9E-08 m	1.8E-11	B
Temperature Calibration	Temperature calibration of thermometer	$u(\delta T) = 5.0E-02$ K	0.0E+00	B
	Stability in temperature measurements	4.4E-02 K	0.0E+00	B
	Reproducibility of the temperature of specimen	2.0E-01 K	0.0E+00	A
Temperature Calibration	Reproducibility of the temperature of specimen	$u(\delta T^*) = 2.1E-03$ K	8.6E-10	B
Sample X	Determination of α_X	$u(\delta\alpha_X) = 1.4E-08$ K ⁻¹	7.0E-10	B
Combined standard uncertainty : $u_c(\alpha_X) =$			1.2E-08	
Expand Uncertainty (Coverage Factor; $k = 2$) : $U = ku_c(\alpha_X) =$			2.3E-08	
Relative expand uncertainty =			0.56 %	

$$u(\Delta\phi_0) = \frac{8.75 \times 10^{-3}}{3} \approx 5.1 \times 10^{-3} \text{ (rad)} \quad (33)$$

が得られる。

・ LX_0 の標準不確かさの導出

LX_0 は 20 での試料長であり，測定条件は上述の場合と同様に

$$u(LX_0) = \left(\frac{5 \times 10^{-7}}{3} \right)^2 + \left(\frac{2 \times 10^{-6}}{3} \right)^2 \approx 1.2 \times 10^{-6} \text{ (m)} \quad (34)$$

となる

・ $\delta\alpha_X$ の標準不確かさの導出

$\delta\alpha_X$ は ΔT 当たりの α_X の変化量である。ここでは， $\delta\alpha_X$ を 5×10^{-8} の精度まで決めると仮定すると，

$$u(\delta\alpha_X) = \frac{2.5 \times 10^{-8}}{3} = 1.4 \times 10^{-8} \text{ (K}^{-1}\text{)} \quad (35)$$

となる。

手順 相関のある入力量についての共分散の評価

考えている入力量の中で，波長 λ と位相差 $\Delta\phi_0$ ，屈折率 n と位相差 $\Delta\phi_0$ には明らかな相関が予想される。しかしながら，エラーバジェットシート (Table 4) を見ると波長や

屈折率の不確かさの影響が非常に小さいので，無視することにする。

手順 測定量の入力推定量からの決定

測定量である線膨張率を実際の測定により得られる入力推定値を式(27)に代入することにより決定する。ここでは，Table 3 の値を代入することにより 500 の測定推定量として，

$$\alpha_X = 4.081 \times 10^{-6} \text{ (K}^{-1}\text{)} \quad (36)$$

が得られる。

手順 合成標準不確かさの決定

手順 において得られた入力量の標準不確かさをエラーバジェットシート (Table 4) にまとめる。ここで得られた合成標準不確かさ $u_c(y)$ は，

$$u_c(\alpha_X) = 1.2 \times 10^{-8} \text{ (K}^{-1}\text{)} \quad (37)$$

となる。

手順 拡張不確かさの決定

ここでは，包含係数 $k = 2$ として，

$$U = k u_c(\alpha_X) = 2.3 \times 10^{-8} \text{ (K}^{-1}\text{)} \quad (38)$$

となる。また，測定値の推定量との比で表される相対拡張

不確かさは、0.56 % となる。

手順 結果の提示

手順 ~ により得られた結果をまとめると、「シリコンの500 における線膨張率 $\alpha = (4.081 \pm 0.012) \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ 」ここで記号 \pm に続く数値は合成標準不確かさ u_c の数値であって信頼区間ではない」となる。

4. おわりに

本稿では、熱膨張率計測法における不確かさ要因の分類を行い、併せて計測における不確かさの評価の具体的手順について解説した。ここまでお読みいただいた読者の方々はお気づきと思うが、紹介した不確かさ評価の内容は定型的でも純粹数学的でもなく、評価者のさじ加減に任されている部分も多い。この点に関してGUMには「最終的に得られる測定の結果に付けられる不確かさの質と効用は、評価を行う者の測定量や測定の性質についての知識と理解、鑑識眼のある解析、そして誠実さにかかっている」とある。このことは、不確かさ評価を行うことがそれを実施した者自身の評価を含んでいることに他ならない。これは非常に厳しいことではあるが、計測技術の向上を図り有用な測定データを世に送り出すためには避けては通れないことではないだろうか。

なお、本稿では内容の平易化（および、著者の理解不足）のため用語の定義、統計的取り扱いの説明を犠牲にしている。これから不確かさ評価を行ってみようという方はGUMもしくはその日本語訳⁷⁾ また参考文献として⁸⁾を御一読されることをお勧めする。

文 献

- 1) 岸 証, 熱測定 8[2], 81-88 (1981).
- 2) 稲場秀明, 山本敏博, 熱測定 10[4], 132-145 (1983).

- 3) 平野賢一, 熱測定 15[1], 10-18 (1988).
- 4) ISO Guide to the expression of uncertainty in measurement, ISBN 92-67-10188-9, (1993).
- 5) 例えば, JIS R1618 ファインセラミックスの熱機械分析による熱膨張率の測定法 (日本規格協会), (1994).
- 6) M. Okaji and N. Yamada, *High Temp.-High Press.* 29, 89-95 (1997).
- 7) 飯塚幸三監修 (日本規格協会), ISO 国際文書「計測における不確かさの表現ガイド (1996).
- 8) ミニ特集 "計測における不確かさ", 計測と制御 37(5), (1998).

要 旨

計測結果の誤差評価における表現方法の統一を目的として、従来の「誤差」に替わる新しい概念である「不確かさ」に基づいた表現方法が提唱されている。本稿では、代表的な熱膨張率測定法である押し棒式膨張計および光干渉法による線膨張率測定における計測結果の不確かさ要因の分類を中心に、また併せて「不確かさ」の表現方法のガイドにそった不確かさの導出を示すことにより新しい「不確かさ」表現方法についての解説を行なった。

山田修史 Naofumi Yamada
産業技術総合研究所 計測標準研究部門,
National Metrology Institute of Japan,
AIST, TEL. 0298-61-4166, FAX. 0298-
61-4039, e-mail: naofumi-yamada@aist.
go.jp
研究テーマ: 固体材料の熱膨張率精密計
測技術および熱膨張率標準物質の開発
趣味: サボテン栽培