

高感度膨張計について

アルバック理工株式会社

笈川 直美

High Sensitivity Dilatometer

ULVAC-RIKO, INC. Analysis Service

Naomi Oikawa

物質，材料の熱膨張係数（線膨張係数）は物性研究上，また材料開発上極めて重要な物性値で，機械設計上も基本的，必須な値である。測定には多くの場合，押し棒式の熱膨張計が用いられている。これは扱いが容易で $1\sim 100\times 10^{-6}\text{K}^{-1}$ の程度の熱膨張係数を通常，径 $5\sim 20\text{mm}$ ，長さ $15\sim 100\text{mm}$ ほどの円柱状試料によって毎分 $2\sim 5^\circ\text{C}$ の定速加熱をしながら行なう。熱膨張量の検出は試料に軽く押し付けられた押し棒が加熱による試料の熱膨張により動く量を差動トランスという変位検出器によって行ない，試料近傍の温度センサ（多くの場合，熱電対）による温度計測と同時に測定する。差動トランスの検出精度は普通 $0.1\mu\text{m}$ よりやや小さい程度である。通常のほとんどの物質，材料はこの押し棒式熱膨張計で測定ができるが，膨張係数の非常に小さい材料や，試料長を大きくできない場合には適さない。

本稿では押し棒式とは異なり，弊社アルバック理工にて開発，製造している，光の干渉を用いる高感度熱膨張計で検出再現性が 20nm で，膨張係数が $0.1\sim 1\times 10^{-6}\text{K}^{-1}$ 程度の試料の測定が出来る二重光路マイケルソン光干渉式熱

膨張計 LIX-2 と，さらにもう一段感度を高めた四重光路マイケルソン光干渉式熱膨張計 nano LIX について概説する。これらの熱膨張計は石英などの低膨張材や，さらに膨張係数の小さい低膨張ガラスの開発や製造上の品質管理に非常に有効であると思われる。[1]

二重光路マイケルソン光干渉計式熱膨張計 LIX-2

試料は円柱状で両端を緩やかな曲面にしたものを二枚の石英板で挟んで保持する。この二枚の石英板には図1のように光が反射できる鏡が形成されている。試料は径 6mm で，長さ 12

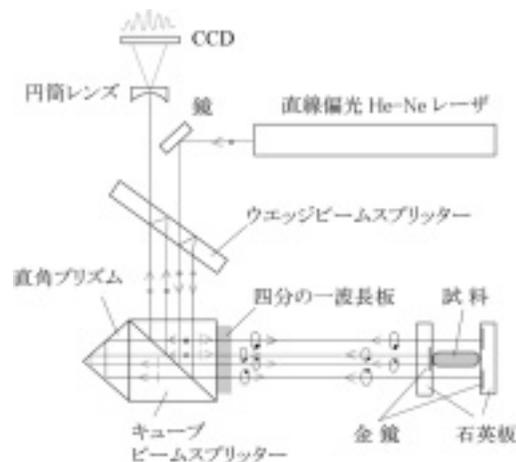


図1 LIX-2 ブロック図

mm 程度である。

さてヘリウムネオンレーザの直線偏光を光源とし、これをウエッジビームスプリッタを通過させ、射出光のうち最も強度の強い二つの光束をキューブビームスプリッタ、直角プリズム、四分の一波長板各1から成る光学部品に入射させる。四分の一波長板を通過することで直線偏光が円偏光になり、また円偏光が直線偏光になる性質を用いると二光束は同図のような反射光路をたどることができる。この結果二光束には試料長の四倍の光路長差を生じ、もし試料に ΔL の熱膨張が生じるとき、光路長差の変化は $4\Delta L$ となり、熱膨張量を四倍に拡大して検出することができる。したがって通常の押し棒式の膨張計に比較して非常に高感度な膨張検出が可能となる。上記光学部品から射出した二光束はウエッジビームスプリッタを逆方向に通過し、鋭角で交叉し、干渉縞を形成する。光路長差が変化すると干渉縞が移動するので移動量をセンサで検出して簡単な演算により ΔL を求めることができる。加熱は試料を保持用の石英板とともに抵抗炉で囲んで室温から700℃まで加熱することが出来る。抵抗炉のかわりにクライオスタットを載せると、-150℃から200℃の範囲で測定できる。

この膨張計の特徴は絶対法であること、すなわち熱膨張係数が既知の基準試料を必要としな

い点、また光の干渉を利用するのに試料に特別な光学的加工の必要が無いことである。前者はヘリウムネオンレーザの単波長性、波長安定性にに基づく測定法であること、後者は試料両端を曲面にして保持の石英板と点接触させている工夫に拠っている。

NIST SRM 739 の石英試料を測定した結果を図2および表1に示す。試料寸法12mm、昇温速度2Kmin⁻¹で測定した。雰囲気は1Pa程度の真空である。石英は通常材料の中では非常に膨張係数の小さいものだが、LIX-2は低膨張係数を高精度で測定することが出来るので石英の原料、熱処理等の違いによる膨張係数の違いを識別することも可能である。[1]

四重光路マイケルソン光干渉計式熱膨張計 nano LIX

これはLIX-2に似た測定原理だが、二光束の光路長差を $8\Delta L$ に増やしたことで、試料長を20~25mmとして原理的にLIX-2の四倍の高感度化を図った装置である。

図3、4のごとく、直線偏光のヘリウムネオンレーザをプレートビームスプリッタで反射させ、反射光の強いほうの二光束をキューブビームスプリッタ4個、直角プリズム1個、四分の一波長板1枚から成る光学部品に入射させる。円柱状試料を基準板上に置き、試料端面と基準

表1 NIST SRM 739 文献値と測定値の比較

TEMP. (°C)	平均膨張係数 ($\times 10^{-7} K^{-1}$)		
	文献値	測定値1	測定値2
100	5.524	5.188	5.201
200	5.882	5.813	5.905
300	6.000	5.956	5.977
400	5.919	5.911	5.968
500	5.745	5.723	5.701
600	5.544	5.578	5.552

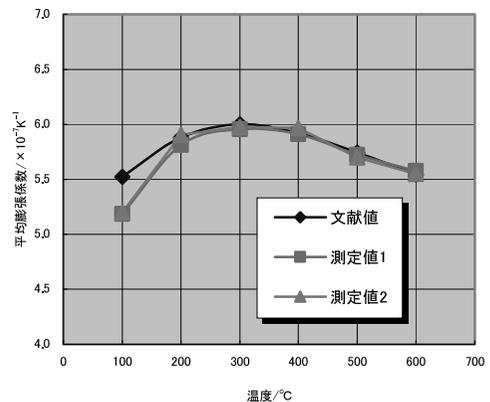


図2 NIST SRM 739 文献値とLIX-2による測定結果

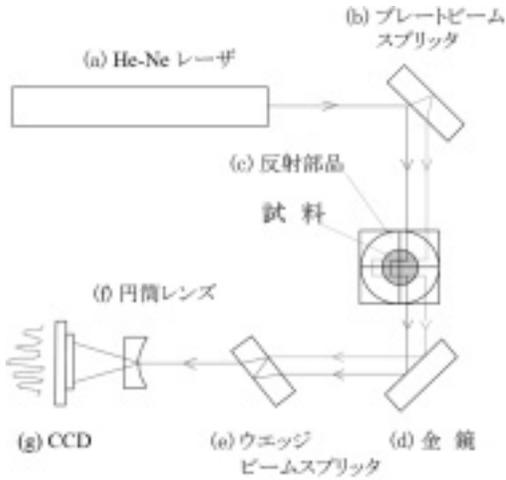


図3 nano LIX 四重反射光学図

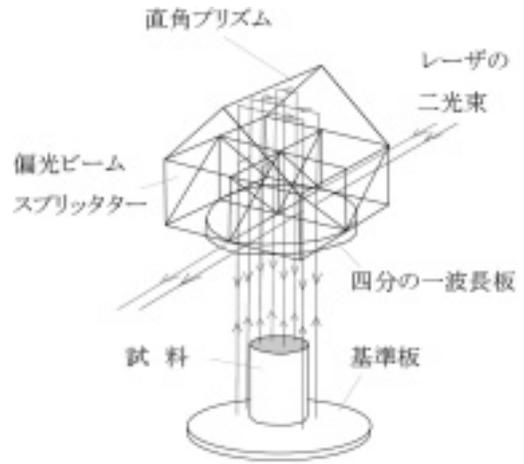


図4 光学系ブロック図

板の鏡により二光束は各々試料と基準板により四回反射される。LIX-2では二次元的反射光路であったが、nano LIXでは三次元的光路展開により反射の回数を増やしている。

四回反射するので干渉させる二光束の光路長差は $8\Delta L$ となる。光学系は室温変動の影響を受けにくくするため、気密性の恒温箱内に収納し、さらに箱内部をヘリウムガスで置換した。ヘリウムは熱伝導率が大きく、光学部品類の温度を一定に保つことができ、また、屈折率も非常に小さいため光路変動を小さくすることが期

待できる。

試料は、恒温箱底板から懸垂した真空容器内にセットする。この容器は円筒形で上面にレーザー光の入出窓があり、底部に冷媒が循環する冷却ブロックがある。試料は円盤状の主ヒータと円筒状のガードヒータ（側部ヒータ）で囲まれる内部のガラス基準板上に置く。ガードヒータは試料の長さ方向の温度分布を均一に保つ働きをする。

代表的低膨張ガラスULEとZerodureのnano LIXによる測定結果を次に示す。

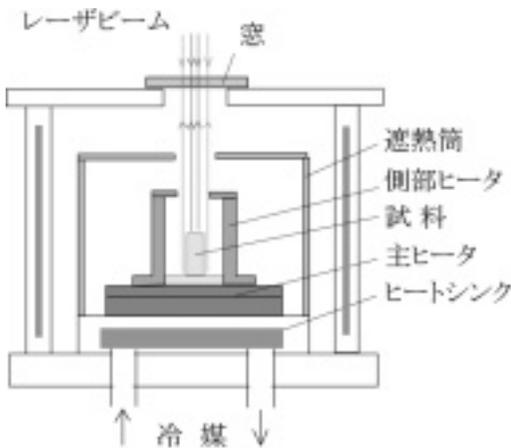


図5 試料容器

測定条件

- 試料寸法：径8 mm×長20.00 mm
- 両端面平行度：5秒 平面性 $10/\lambda$
- 雰囲気：真空1 Pa台
- 昇温過程にて測定 $0.1^\circ\text{C min}^{-1}$
- 測温：Kタイプシース熱電対
- 近傍温度

石英より一桁小さい膨張係数の測定を20 mm長の試料で行うのは極めて難しいが、Zerodurはほぼメーカの公称値内に収まり、ULEは約8割増となった。装置の設置環境の改善により再現性の向上を期待できる。

表2 回帰式から算出した ULE の係数

ULE #2 平均膨張係数/ $\times 10^{-9}K^{-1}$				
データ 番号	0-25°C	25-50°C	50-100°C	0-100°C
(1)7010	80.03	53.35	37.16	51.93
(2)8010	77.49	52.02	38.27	51.52
(3)3110	56.23	38.11	53.76	30.46
(4)4110	76.33	37.73	54.96	55.99
平均値 (標準 偏差)	72.52 (9.50)	45.31 (7.39)	46.06 (8.34)	52.48 (2.10)
カタログ 値 メーカー	$0 \pm 30 \times 10^{-9}K^{-1}$ (0-100°C間) コーニング社			

表3 回帰式から算出した Zerodure の係数

Zerodure class2 #2 平均膨張係数/ $\times 10^{-9}K^{-1}$				
データ 番号	0-25°C	25-50°C	50-100°C	0-100°C
(1)4210	74.24	6.81	-34.29	40.52
(2)5210	96.44	4.805	-35.58	50.62
(3)7210	74.33	2.812	-25.82	38.57
(4)8210	84.9	8.723	-38.41	46.81
平均値 (標準 偏差)	82.48 (9.15)	5.788 (2.207)	-33.53 (4.69)	44.13 (4.83)
カタログ 値 メーカー	$0 \pm 0.1 \times 10^{-6}K^{-1}$ (500°C間) シヨット社			

参考文献

- 1) 笈川直美, 前園明一: 第22回日本熱物性シンポジウム論文集, (2001) 25
- 2) S. J. Bennett: Opt. Commun. 4 (1972) 428.
- 3) S. J. Bennett: J. Phys., E, 10 (1977) 525.
- 4) R. Kato, T. Azumi and A. Maesono; High Temp. -High Press., 23 (1991) 615.
- 5) ASTM Designation E 289-99 (1999)
- 6) 吉原邦夫: 物理光学, 共立出版 (1966) 1.