

熱膨張測定における測定条件及び装置構成の影響に関する検討

窯業系チーム 荒川 裕也, 稲田 博文, 高石 大吾

要 旨

熱膨張特性は、陶磁器釉薬、電子部品用の接合材、先端工業材料等の様々な材料において重要な物性であり、その測定技術は製品開発や品質管理等に広く用いられている。本研究では、熱膨張測定における測定条件及び装置構成による影響について調査・検討した。検討の結果、測定曲線に異常が発生する一部の測定条件が見出され、他方、装置構成や対象材料に合わせた適切な条件を設定することで、測定異常値の発生を抑制することが可能であることが判明した。また、熱膨張が小さい場合に上記異常が発生しやすいことから、低熱膨張材料の測定の際には、測定条件や使用装置に応じて適切な測定条件やデータ補正を行うことが必要であることが分かった。

1. 緒言

一般に、製造工程において高温での焼成・熔融工程を伴い、また高温環境下でも使用されるセラミックス系材料は、それら材料を扱う上で、その熱膨張特性が重要な物性となる。古くは陶磁器素地と釉薬（ガラスコーティング）の剥離の抑制¹⁾に始まり、近代においては接合・封止材の選定・開発²⁾や高温使用時における寸法変化管理等に熱膨張評価が用いられてきた。また、近年では、精密機器や工作機械等の分野で、熱膨張挙動を高度に制御した素材^{3, 4)}やゼロ膨張と呼ばれる超低熱膨張材料⁵⁾なども注目を集めている。本研究では、上記のようなセラミックス系材料の評価技術の高度化を目的に、熱膨張測定における測定条件や装置構成等の影響について検討した。

2. 実験条件

使用した測定装置と主要な構成を表1に示す。いずれも示差膨張方式の装置であるが、試料の設置方式や試料室・検出棒の材質等が異なっている。測定試料は、直径：5 mm、長さ：20 mmの石英またはアルミナを使用した。参照試料は、上記と同一形状の各装置メーカー推奨のアルミナまたは石英製の参照試料を使用した。試料室雰囲気は大気とし、昇温条件は10°C/minとした。

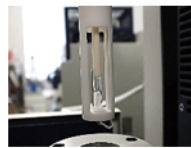

3. 実験結果及び考察

3.1 検出棒荷重による影響

図1に、測定試料をアルミナとして、検出棒荷重が熱膨張測定結果（熱膨張曲線）に及ぼす影響を検討した結果を示す。装置A（縦型）では、低荷重（0.1N）時に振動と推察されるノイズが発生する測定例が得られた。一

方で、高荷重（0.5N）時や、装置B（横型）での測定時には同様の現象は見られないことから、装置A、低荷重（0.1N）時に観察された測定ノイズは、縦型（直立）設置方式に由来する試料固定の不安定さが原因と考えられる。

表1 熱膨張率測定装置の主要な構成

	測定装置A	測定装置B
機種名	Thermoplus EVO II TMA8310	WS002 TD5000S
製造会社	(株)リガク	ネッチ・ジャパン(株) (旧(株)マック・サイエンス)
設置方式	縦型	横型
検出方式	示差膨張式	
試料室材質 (検出棒等)	アルミナ	石英
試料室外観		

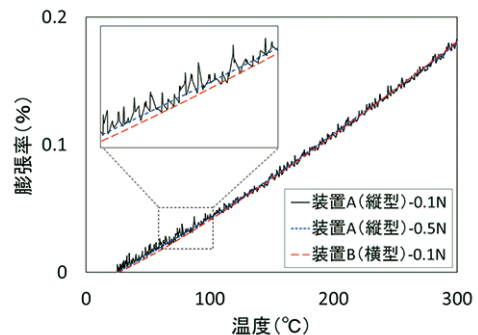


図1 低荷重条件におけるノイズの発生

3.2 バックグラウンド(ドリフト)による影響

図2に同一材種(石英)の参照試料を用いた際のブランク測定結果を示す。いずれの装置においても、測定中にバックグラウンドの変動(ドリフト)が発生していた。また、装置A・Bで変動幅が大きく異なることや、参照側と測定側の試料を入れ替えた場合でも同様の曲線が得られたことから、これらのドリフトは主に装置に依存するものであると考えられる。特に装置Aでは、数 μm 程度の変動が発生しており、石英等の低熱膨張試料の測定時には、解析時に補正処理を行う等の注意が必要であることが分かった。

3.3 参照試料及び解析処理による影響

図3に装置Aを用いて異なる参照試料において石英試料の熱膨張を測定した結果を示す。アルミナ参照試料での測定時に、不自然に屈曲した曲線が出力されていることが分かる。これは、試料の熱膨張を算出するデータ処理の際に、測定時に検出される試料の長さ変化に、参照試料の熱膨張を100~200 $^{\circ}\text{C}$ ごとに直線近似したデータテーブル値を加算する仕様のためである。一方で、石英参照試料を用いた場合では、参照試料が低膨張であるため上記データ処理による値のずれが軽減され、適正な曲線を得ることが出来たと考えられる。

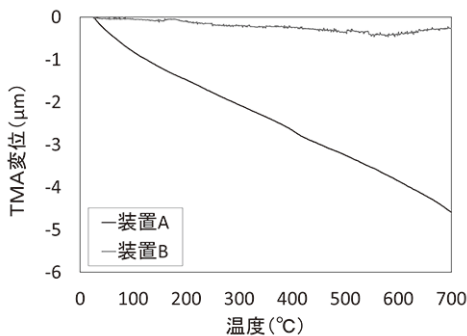


図2 各装置におけるブランク測定の結果

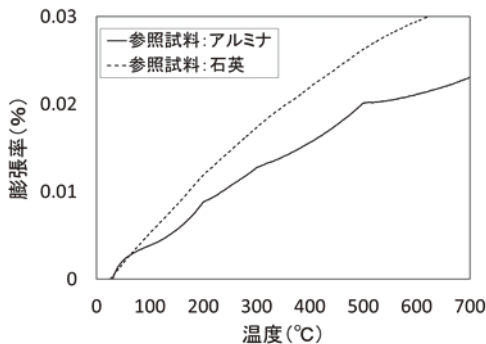


図3 各参照試料での石英試料測定結果

4. 結言

セラミックス系材料を対象に、熱膨張測定における測定条件や装置構成等の影響について検討した結果、以下の知見を得た。

- ・装置A(縦型)を用いた場合、低荷重の条件では測定曲線に試料振動のノイズが発生することが判明した。
- ・測定時のドリフトの変動幅は、装置構成によって大きく異なることが確認された。
- ・熱膨張率の高い参照試料を用いて低熱膨張試料を測定した場合、データ処理の仕様に由来する解析エラーが発生しうることが判明した。

いずれも測定曲線に対し顕著な影響を及ぼし得るものであったが、適切な条件を設定することで、測定異常値の発生を抑制することが可能であった。また、試料の膨張量が少ない場合には、測定・解析エラーが発生しやすいことから、特に低熱膨張の試料の測定においては、測定条件や使用装置の選定に注意を要する。

参考文献

- 1) 吉岡藤作, 大日本窯業協会雑誌, 39巻 458号, p. 88-92, (1931)
- 2) 今中佳彦 他, “熱膨張・収縮の低減化とトラブル対策”, S&T出版(2012)
- 3) 竹中康司, “熱膨張制御材料の開発と応用”, シーエムシー出版, (2018)
- 4) 野村周平 他, 旭硝子研究報告, 67, (2017)
- 5) 小林正宏, NEW GLASS, Vol.29, No.111, (2014)