

熱膨張測定概要

株式会社 超高温材料研究センター

1.1 測定原理

線膨張率測定装置(望遠測微方式)の主な仕様を表1.1.1に、原理図を図1.1.1に示す。測定プローブとして半導体レーザーを使用している。レーザー光を試料の測定方向に対して一定速度で走査し、試料によってレーザー光が遮られている時間を計測し、走査速度をもとに試料長さに換算する(受光部が検知する光の強度が1/2となる点を試料端とする)。試料は加熱炉中にセットされ、長さ測定中に設定温度まで適当なプログラムによって昇降温することにより、室温から設定温度までの試料長さをPCにより連続的に記録を行う。

表 1.1.1 測定装置概要

測定装置形式	品川白煉瓦(株)製線膨張率測定装置 形式: SL-2000M
長さ測定方法	望遠測微法 東京光電子工業製レーザーマイクロゲージ
プローブレザー	半導体レーザー(AlGaInP; 波長 670nm 出力 0.2mW)
長さ測定精度	約± 1 μm(24時間の分布で標準偏差 0.6 μm)
測長時間間隔	約 43 秒
試料加熱方法	黒鉛ヒータ加熱
試料測温方法	試料台中に配置した熱電対(図1.1.2参照)

試料および熱電対配置の概略を図1.1.2、図1.1.3に示す。温度制御はヒーター制御用熱電対で行い、試料温度の計測は試料台ベースの中に挿入されたシース熱電対で行っている。

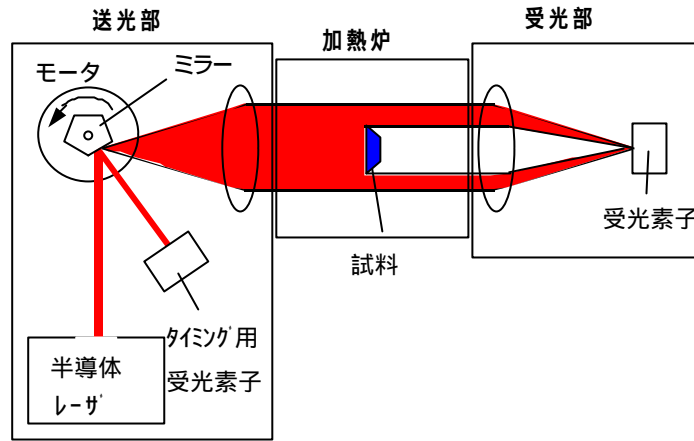


図1.1.1 測定装置の概略(品川白煉瓦社製 SL-2000M)

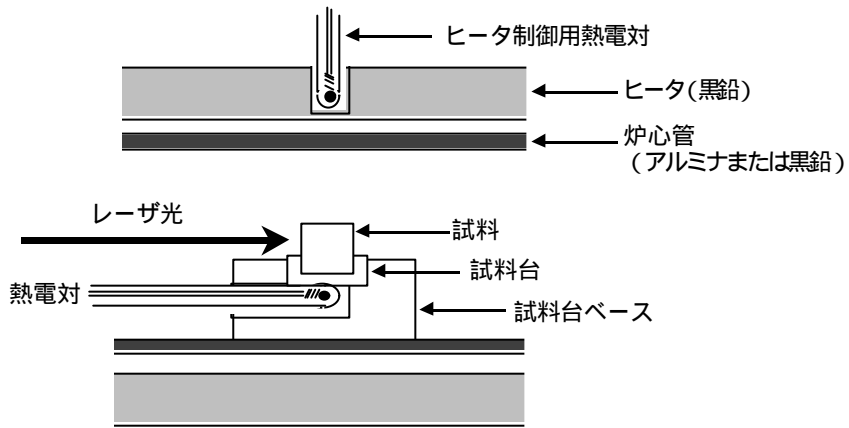


図1.1.2 試料配置の概略

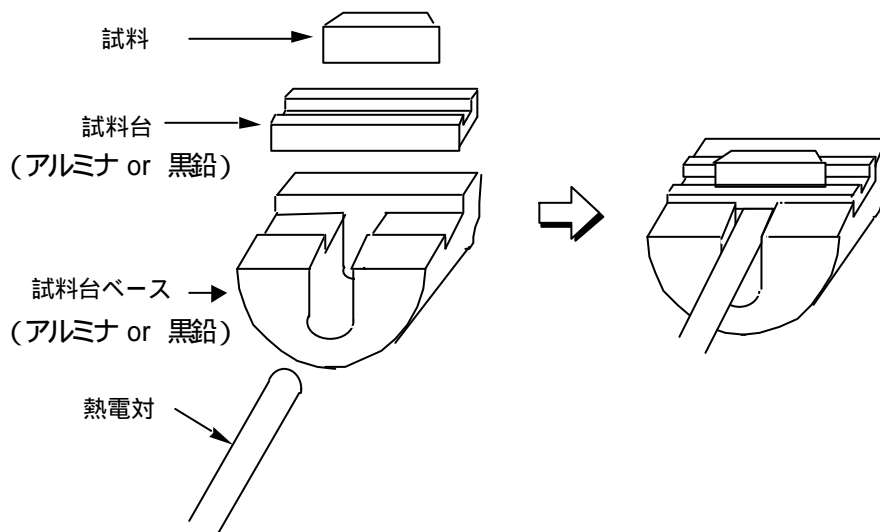


図1.1.3 試料設置台組立図

1.2 試料形状および測定条件

当社が推奨している試料の寸法を図1.2.1に示す。各寸法は厳密なものではなく自由度が高い。ただし測長の精度は一定なので、膨張率、膨張係数を求めるためには長さ測定部は長いことが望ましい。また試料および治具類の膨張により測長部位が上下に移動するため、測長するエッジ部の加工精度が高く平行度が良いことが必要となる。

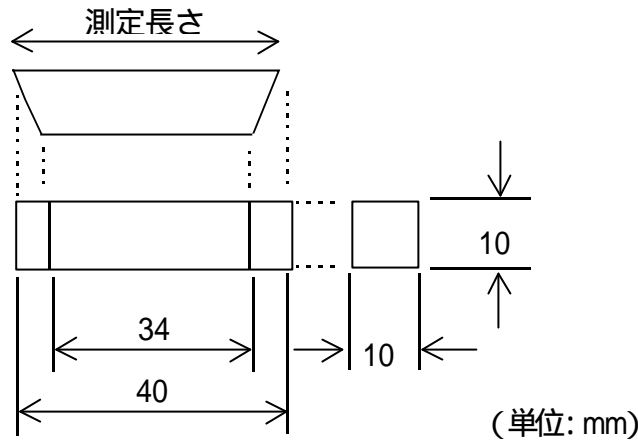


図1.2.1 標準試料形状および寸法

測定条件等を表1.2.1に示す。加熱プログラムは、試料の性質や目的により定速の昇温とステップ状の昇温を使い分けている。装置限界が2000であるため、黒鉛の炉心管を用いても最高温度は安全を見込んで1950となっている。また昇温に先立ち後述する基準試料温度 T_0 と基準試料長さ L_0 を決めるため、30分程度室温付近に保持している。

表1.2.1 測定条件

測定雰囲気	アルゴンまたは窒素 標準流量 100cc/min
測定温度範囲	室温 ~ 1650 (室温 ~ 1950)
試料測温熱電対	JIS-R または 20-40 (W・5%Re W・26%Re)
加熱プログラム	10 /min までの定速昇温 またはステップ状昇温
炉心管・試料台・ポート材質	アルミナ(黒鉛)

当所では通常、熱平衡状態を実現し炉内の温度の均一化、特に試料測温用の熱電対と実際の試料の温度差を小さくすることを目的としステップ状の昇温方式を推奨している。図 1.2.2 に黒鉛試料(IG-110)による測定例を示すが、定速昇温の場合には低温部での熱膨張係数に大きな誤差が生じてしまうことがわかる。ステップ状の昇温は、ある一定の温度に一定の時間保持しながら昇温していく方法で熱履歴は階段状になる。熱膨張係数の計算は温度安定部のデータを用いる。この方法では定速昇温と比較しておよそ 500 以下の温度領域で改善が見られる。なお測定時間を短縮したい場合、試料が変態/変質する場合、600 以下の領域のデータを必要としない場合、膨張率のデータのみ必要としている場合は、定速昇温が基本となる。この場合は 600 以下の低温部で線膨張係数のデータに誤差が含まれていることに注意する必要がある。

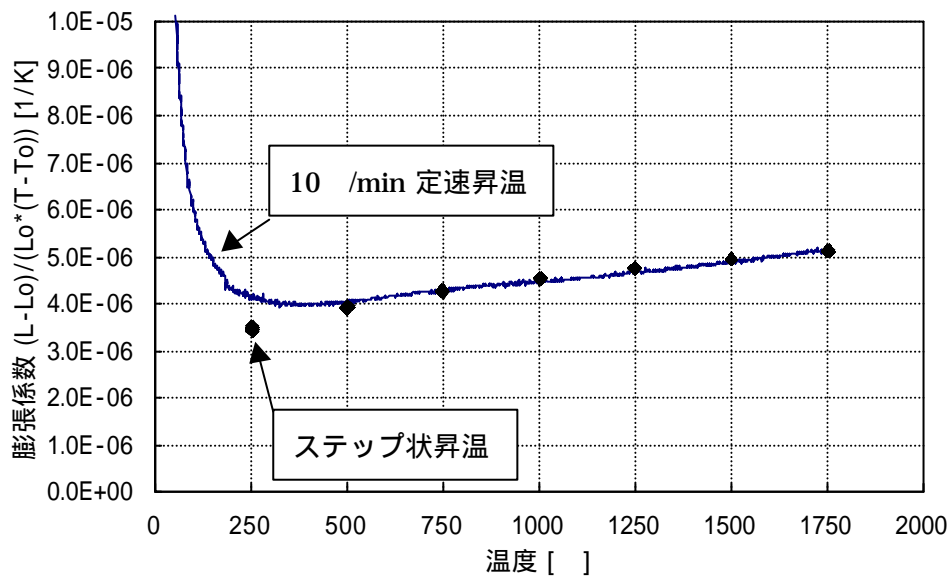


図 1.2.2 黒鉛(IG-110)の測定例

1.3 解析方法

測定において得られたデータを解析し、以下の式で定義される線膨張(linear thermal expansion) , および平均線膨張係数(mean coefficient of linear thermal expansion) の値を求める。

$$= \frac{L - L_0}{L_0} \quad \dots (1)$$

$$a = \frac{1}{L_0} \cdot \frac{L - L_0}{T - T_0} \quad \dots \quad (2)$$

式(1)(2)において T_0 は基準試料温度、 L_0 は基準試料温度での試料長を、 T は各測定試料温度、 L は各測定試料温度における試料長をそれぞれ表す。平均線膨張率は、測定温度 T における試料長の L_0 からの伸び(長さの変位)を L_0 で規格化した値であり、平均線膨張係数は、を測定温度と基準温度の温度差で割った値である。

なお当所では T_0 と L_0 の値はそれぞれ、昇温前の30分間の試料温度(室温) T と試料長 L の平均値を用いている。