

報 文
ORIGINAL PAPER
No. 32

ガラス用自動記録膨脹計について

岸 井 貫

(東京芝浦電気株式会社)

On the Automatic Recording Dilatometer for Measuring the Thermal Expansion of Glass

By Tōru KISHII

(Lamp and Tube Manufacturing Department, Tokyo Shibaura Electric Company)

The construction and the operation of the automatic recording dilatometer which was developed for measuring the thermal expansion of glass is described. The sample, 10 cm long and 1.5~2.0 mm in diameter, was heated at a constant rate, and the temperature was recorded by an automatic temperature recorder. The expansion of the sample was magnified by an optical lever having the effective length of about 5 mm, and was traced by a tracer mechanism. This mechanism drove the recording chart of the recorder, and as the result, the expansion curve of the sample was drawn on the chart.

Several improvements were also made on the dilatometer to increase its accuracy. Results of the measurements for three kinds of glass are described briefly.

緒 言

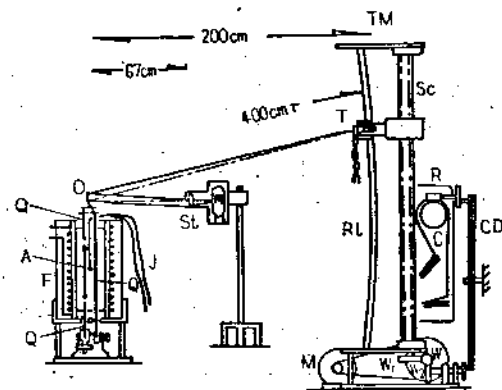
管球用ガラスの常温から転移点を経て屈伏点にいたる熱膨脹曲線は、金属または他種のガラスとの封着に關係する外、品質管理にも必要なデータとしてしばしば測定されており、真空管材料規格にも測定法が規定されている。本報では、ガラス工場において、品質管理のために日常行われている測定を自動化し、ガラスの膨脹曲線を自記させる目的で製作した膨脹計について報告する。

I. 構成 (Fig. 1 参照)

この膨脹計は真空管材料規格による石英ガラス製差膨脹計²⁾を自記化したものである。試料ガラスと石英ガラスとの膨脹差を光学テコを用いて光点の移動量に変換、拡大した。一定速度で上昇する試料温度を記録温度計に指示させる一方、光点の移動を光電導セルを利用した追跡子に追跡させ、追跡子の移動に連動して記録温度計の記録紙を送るようにした。その結果、記録紙上には温度を横軸とし、試料と石英ガラスとの膨脹差を縦軸とした膨脹曲線が画かれることとなった。

Fig. 1 において、電気炉 F は直径 10 cm、長さ 20 cm の壺型で、炉心には 3 個の孔を対称的にあけた直径 2.8 cm、長さ 17 cm の黄銅心を入れて、試料部分の温度を均一にした。また炉外被内面、黄銅心の上下面等は石棉板でよく熱絶縁して、局部的冷却による温度分布の不均一をさらに小さくした。

黄銅心の孔にはいずれも石英ガラス管を入れ、それぞれに標準となる石英ガラス棒、アルメルクロメル熱



A: Sample Q: Silica glass rods F: Furnace
O: Optical lever with a concave mirror.
J: Thermo-junction. St: Semi-circular slit.
T: Tracer. Sc: Screw bolt for driving tracer.
TM: Tracer mechanism. Rl: Rail for the tracer.
M: Motor for driving the tracer mechanism.
W₁, W₂: Worm wheels. W: Worm.
C: Recording chart.
CD: Chart driving mechanism by means of a pantograph. R: Recorder

Fig. 1 Schematic representation of the automatic recording dilatometer.

電対ならびに試料とそれを上下から支える 2 本の石英ガラス棒を挿入した。試料は直径 1.5~2.0 mm、長さ 10 cm とした。また、以上の電気炉部分は同型のもを 2 個備え、交互に使用して測定回数を増した。

試料と石英ガラスとの膨脹差は、標準石英ガラス棒と試料上方を支える石英ガラス棒との関係位置の変化になるので、この両方にまたがる光学テコによって拡大した。光学テコの有効脚間距離は比較的長く約 5 mm であって、焦点距離 50 cm の凹面鏡を備えた。

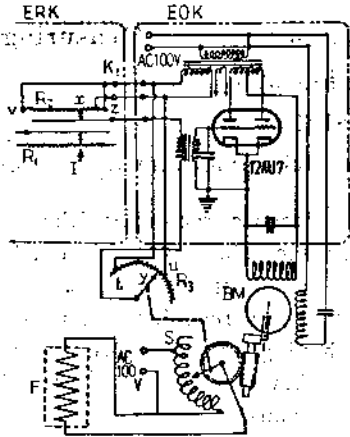
光学テコ O の前方 67 cm の所に光源のスリット St を置くと、その実像が光学テコから 200 cm 離れた追

跡子T上に生じるようにした。

試料の温度は横河電機製電子管式自動平衡型温度記録調節計を用いて記録した。測温範囲は 0°~800°C で、スケール巾は 18 cm であった。

記録調節計に付属した調節器を Fig.2 のように改造して炉温の上昇速度を調整した。

指針 I と共に移動する抵抗 R₂ の摺動端子 x と、抵抗 R₃ の摺動端子 y との間に電位差が生じないように、平衡電動機 BM が y を駆動するので、y に対して固定されたスライダック S の摺動端子も移動し、炉温上昇と共に炉に加わる電圧が増加するようになった。R₂ の固定端子 t および u の位置の調整、短絡子を用いることによる R₂ の抵抗分布の調整、並びに



ERK: ERK type recording controller for temperature measurement.
EOK: EOK type controller.
R₁: Slide resistor for temperature measurement.
R₂: Slide resistor for temperature control.
R₃: Slide resistor for regulating the handle of a slidac.
BM: Balancing motor.
F: Furnace. S: Slidac.
I: Indicator.

Fig.2 Circuit for regulating heating up rate of the dilatometer furnace.

温度上昇が速い方の炉に直列抵抗を付加することにより、二つの炉の温度上昇の仕方を Fig.3 のようにはぼ

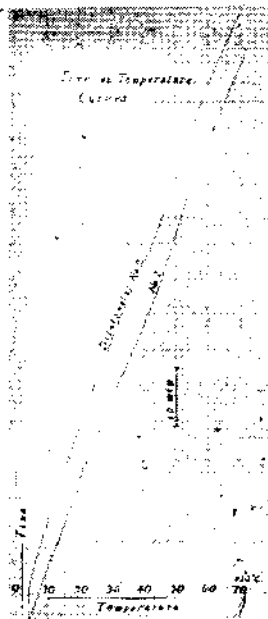
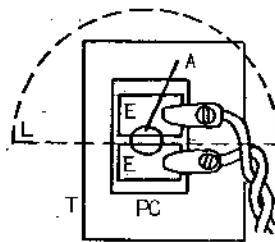


Fig.3 Time vs. temperature curves for dilatometers No.1 and No.2

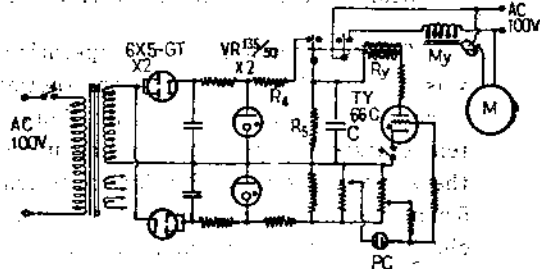
同一かつ一定にすることができた。なお、Fig.2 において抵抗 R₂ の z 端子を v 端子に結んだので、炉温が 700°C を超すと電圧が下り、Fig.3 に見られるように炉の過熱が防がれた。



T: Tracer.
PC: Photo-conducting cell.
E: Electrodes.
A: Photo-conducting material.
L: Light spot (Real image of the slit).

Fig.4 Construction of the tracer.

追跡子 (Fig.1 T) 前面の構造ならびに光点との関係位置は Fig.4 の通りで、光電導セル PC を備えており、試料が膨脹すると光点 L が下方へ動き、セルの電極 E, E 間の間隙をおおるようにした。これによって電極間の電気抵抗が低くなるから、Fig.5 に示した回路のサイラトロングリッド電位が上昇することとなる。したがってサイラトロンが発火し、リレー Ry と水銀リレー My を経てモーター M (Fig.5 および Fig.1) が回転する。回路の調整は容易であった。



M: Motor for driving the tracer mechanism.
Ry: Relay.
My: Mercury relay.
PC: Photo-conducting cell.

Fig.5 Amplifier circuit with a photo-conducting cell.

Fig.1 においてモーター M はウォーム W₁、ウォーム車 W₂ を経て追跡子駆動用ネジボルト Sc を廻転させ、追跡子 T を下方に移動させるから、追跡子は (Fig.4 参照) 光像 L の下端と、セルの下方電極の上端とが常に接するような位置を保ち、光像と共に移動することとなった。ウォーム W (Fig.1 参照) はまたウォーム車 W₂、パンタグラフを経て記録計 R の記録紙 C を送るので、前に述べた理由により試料の膨脹曲線が記録紙上に画かれた。

II. 測定法に対する討論

ガラスの膨脹曲線測定に当り問題となるのは加熱速度である。特に転移点は加熱速度に影響されると考えられる。真空管材料規格には 5°C/min と定められているが、緻密な測定にはこれでも速過ぎるとの意見がしばしば述べられている。しかし工場実験としては測定に長時間を費やすことはできず、特に筆者の場合、一定時間内の測定回数が少ないと自動記録膨脹計製作の意義が失われる事情があったので、結局 6~7°C/min の加熱速度を採用した。しかし炉および炉心の構造、材質に注意してあるので、加熱速度が大きいことによる温度分布の不均一や、試料と熱電対との温度差等の影響は少いであろう。

この型の膨脹計では、膨脹差 Δl と記録紙の送り、したがって追跡子の垂直移動距離 ΔL とが正比例する必要があるので (Fig.6 参照)。この膨脹計では追跡子を導くレール R1 (Fig.6 および Fig.1) の曲率

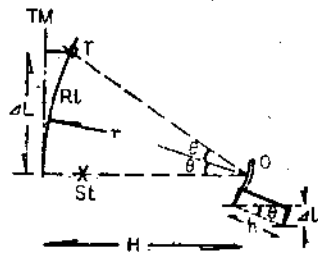
半径を 400 cm としたが、この場合は曲率半径を 200 cm または無限大としたいずれの場合よりも正比例関係がよく成立し、比膨脹差 $\Delta l/l$ が零に近い時の光学テコの拡大率 $2H/h$ と、 $\Delta l/l = 50 \mu/cm$ のとき拡大率 $\Delta L/\Delta l$ との差は 0.25% に過ぎない。

光電導セルの電極間隙は 1 mm に過ぎないし、またもし光点の下縁とセル下方電極の上縁とが互に平行な直線をなしているならば、セルは 1 mm よりはるかに

小さい光点の移動を検出して追跡子を移動させるはずである。光点のピントのボケがあれば、この検出する最小移動量がそれだけ大きくなってしまふけれども、凹面鏡の直径が 1 cm 以下なので、焦点合わせが適切であれば、レールの曲率半径等の影響によるボケは 0.1 mm を超えないと計算され、無視できる。

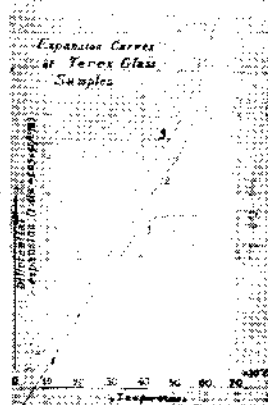
モーター M (Fig. 1 および Fig. 5) の慣性により追跡子が行過ぎることは誤差の原因となるが、Fig. 5 に掲げた回路によりこれを小さくすることができた。すなわちサイラトロンは、 R_1, R_2, C およびリレー Ry の機械的常数等によって定まる時間間隔をおいて短時間ずつ発火するので、モーター M は微動を繰返しながら追跡子を送り、追跡子の行過ぎは十分小さくなった。この点については他にも、適当なモーターの選定、ブレーキの採用等が考えられるであろう。

この膨脹計の拡大率、すなわち比膨脹差 $\Delta l/l$



- Δl : Differential expansion
- ΔL : Translation of the tracer mechanism.
- H: Distance between the optical lever and the rail on which the tracer moves.
- h: Effective length of the optical lever.
- θ : Inclination of the optical lever.
- O: Optical lever
- T: Tracer.
- TM: Tracer mechanism.
- RL: Rail on which the tracer moves.
- St: Slit of the light source.
- r: Radius of curvature of the rail.

Fig. 6 Schematic explanation of the magnification factor of the optical lever and the tracer mechanism.

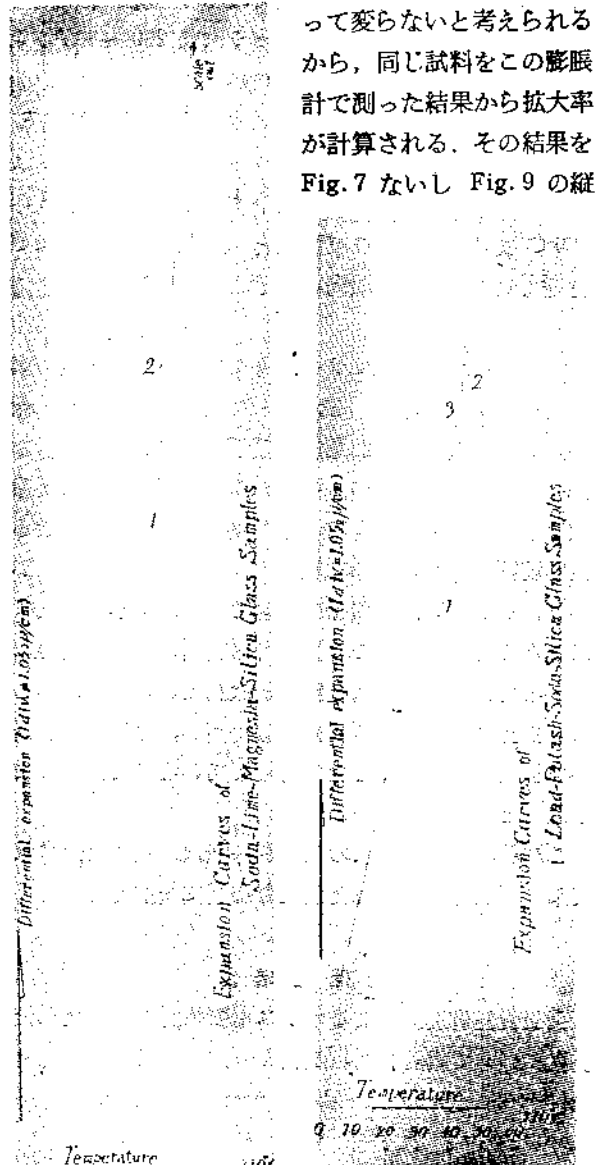


- 1) Chilled sample.
- 2) Annealed by heating up to the contraction temperature.
- 3) Annealed by heating up to the neighbourhood of the annealing point.

Fig. 7 Expansion curves of Terex glass* samples. (* A soda-borosilicate glass, Pyrex chemical resistant type)

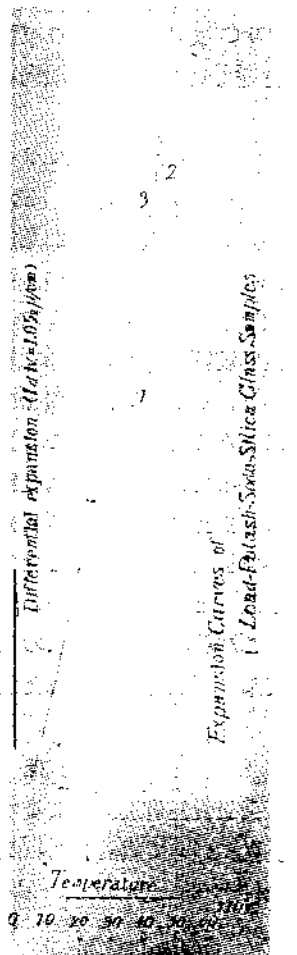
とそれに対応する記録紙の送りとの比は、光学テコの有効脚間距離 h、光学テコと追跡子のレールとの距離 H、追跡子送りネジボルト (Fig. 1 Sc) のピッチ、記録紙送り機構の寸度等から計算することができるけれども、これらをそれぞれ求めてその合成誤差を例えば 1% 以下にするのは困難と考えられた。この膨脹計では、膨脹係数既知の試料を測定した結果から拡大率を算出した。もし試料が適当なましを受けていて、加熱による密度変化の影響が小さいならば、干渉膨脹計によって例えば 100°~300°C 間の平均膨脹係数を $\pm 0.5\%$ の再現性で測定でき³⁾、この値は加熱速度によ

って変わらないと考えられるから、同じ試料をこの膨脹計で測った結果から拡大率が計算される。その結果を Fig. 7 ないし Fig. 9 の縦



- 1) Chilled sample.
- 2) Annealed by heating up to the contraction temperature.
- 3) Annealed by heating up to the neighbourhood of the annealing point.

Fig. 8 Expansion curves of a soda-lime-magnesia-silica glass used for the bulbs of lamps and receiving tubes.



- 1) Chilled sample.
- 2) Annealed by heating up to the contraction temperature.
- 3) Annealed by heating up to the neighbourhood of the annealing point.

Fig. 9 Expansion curves of a lead-potash-soda-silica glass used for the stems of receiving tubes.

軸に記入した。炉の加熱の仕方は常に同じであるから、仮に試料部分の温度不均一があったとしても、以上の方法で拡大率を求めればその影響は一応打消されてしまうであろう。

III. 測定結果

テレックスガラス (Pyrex chemical resistant 型ソーダ硼珪酸ガラス)、電球および受信管バルブ用ソーダ-石灰-マグネシヤ-シリカガラス、ならびに受信管システム用鉛-カリ-ソーダ-シリカガラスについての測定結果を Fig. 7 ないし Fig. 9 に掲げた。バルブガラスとステムガラスは低温では膨脹曲線が下に凸であること、急冷されたままのガラスは 250°~300°C 以上に保たれると密度増加、したがって収縮を起し、曲線が上に凸になること等を既に報告したが³⁾、Fig. 8, Fig. 9 にも同じことが認められる。テレックスガラスの膨脹係数がなましにより低下すること、常温から 300°C までは曲線はほぼ直線と見なし得るが、300°C 付近で上に凸になる傾向を示すことも前報告の通りである。

一般に急冷されたガラスは再加熱により、構造の緊密化による密度増加、したがって収縮を起すため、転移点付近で膨脹係数が見掛上低下することはこれらの図にも示されているが、特にテレックスガラスは膨脹係数が小さいために、収縮の方が熱膨脹より大きくなる温度範囲 (Fig. 7 急冷試料曲線 1 の 460°~590°C) があり、ここでは膨脹曲線は点線で定性的に示したようになるのであるが、この膨脹計は試料の収縮は追跡しないので、この範囲は直線で結ばれている。しかしこの膨脹計は真空管材料規格にしたがい、なました試料の膨脹曲線を得ることを目的としているので、このようなことは差支えない。

これらの曲線から求めた膨脹係数は、従来使用されて来た膨脹計による値と満足な程度に一致した。

総括と結言

真空管材料規格によるガラス用膨脹計を自記化した装置について報告した。試料を一定速度で加熱してそ

の温度を記録計に指示させる一方、試料の膨脹を光学テコにより光点の移動に変換、拡大して追跡し、追跡子に連動して記録紙を送って行く方法で、記録紙上にガラスの膨脹曲線を自動的に画くことができた。装置の各部にも改良を加えてあるため、自記化したにもかかわらず満足な精度が得られた。

この膨脹計は、電氣的または機械的に無理に拡大率を大きくすることを避け、有効脚間距離が長い光学テコにより純光学的に拡大しているので、問題が少い。

この膨脹計はガラス工場において日常行われている膨脹測定を能率よく行う目的で製作されたので、このための単能機として機構を簡単にし、取扱いのできるだけ容易にしてある。研究用としては加熱、冷却速度の変化や定温保持もでき、また試料の収縮も追跡するようなものが必要であろうが、このようにするための原理的困難は全然なく、この膨脹計に利用された機構を用いて十分製作可能であるが、製作目的から、従来の膨脹計の測定者に熟練を要しないで扱えるように、あえて機構の複雑化を避けたものである。ガラスと金属、またはガラス同士の封着の良否は、厳密に言えば封着温度から常温まで温度を下げて行った時のおのこの膨脹曲線から判定すべきものであるが、実際には真空管材料規格による測定から、低い温度範囲における膨脹係数と転移点とを求めれば、十分良否を予測できるので、この膨脹計のように簡単化したものでも利用範囲は広いのである。

本膨脹計に用いた記録調節計の製作には、横河電機製作所技術部の方々の御配慮を受け、また、膨脹計の製作に当りマツダ研究所安部俊夫博士をはじめ東京芝浦電気株式会社の方々の御指導、御協力を得たことを付記して、謝意を表する。

文 献

- 1) T. Abe, マツダ研究時報, 5, p.167 (1930)
- 2) 真空管材料規格, VMS 31 (7-4) 第2条
- 3) T. Kishii, Proc. 4th International Congress on Glass P. 244 (1956)

(5/19/57 受付)

文 献 目 録

1. 原 料

オレゴン・ワシントン・モンタナ・アイダホ州における窯業の発達とその原料資源 H.J. Kelly, K.G. Strandberg and J.I. Mueller, *U.S. Bur. Mines Inform Circ.*, No. 7752, 77 pp. (56)

窯業用陶土—その起源・性質・用途 R.A. Green, *Pottery Gaz.*, 81 [954] 1732-35 (56)

独国ゲッチンゲン付近の三疊紀赤色層中に含まれる粘土鉱物 F. Lippmann, *J. Sediment Petrol.*, 26 [2] 125-39 (56)

フランスにおける白雲岩 (ドロマイト) の主用途と鉱床 V. Charrin, *Génie civil*, 133 134-36 (56)

ほたる石と氷晶石 J.E. Holtzinger and L.C. Roberts, *U.S. Bur. Mines Minerals Yearbook* (rep-