

1. 実験の目的

著者の一人は、以前に真空管材料規格⁹⁾に従ったガラスの自記熱膨張計を作った⁹⁾。これは現在まで、ガラスの品質管理、特性(平均膨張係数 $\alpha_{100-300}$, ガラス転移点 T_g , 屈伏点 T_c) 管理に使われ、精度の向上と省力化に効果が大きかった。このたび、装置の移設、部品の交換の必要がおきたので、最近のエレクトロニクスの進歩を取り入れて、自記系統を高性能化することにした。

2. 装置の概要

装置は、石英ガラスを構造材料としたたて型の示差膨張計で、長さ 10 cm の試料を使う。試料の伸びは光学でこによって 910 倍に拡大され、光像の移動に変換される。光像が CdS 光伝導セルを使った追跡機構に追尾され、追跡機構の動きがセルシンモーターによって取り出され、温度記録計の記録紙が連動して送られる。光像と記録紙との移動量の比は正確に 1:1 である。記録紙上には、横軸が温度、縦軸が光像の動きに対応した曲線が描かれる(図 1)。

この曲線に石英ガラスの伸びを加えて補正するとガラスの膨張曲線が得られる。

以前の装置に比べて、次の点が改良された。

(1) 追跡機構の駆動、制御に、サイクロンとリレーとの代わりに、サイリスターを使い、固体回路化した。モーターは整流子型である。

(2) 追跡機構と記録紙送りとを、機械的方法の代わりに、セルシンモーターで連結した。

(3) 炉温を、炉温に対して炉電流を規制する方法に代わって、定速 ($4^\circ\text{C}/\text{min}$) 昇温コントローラーで制御した。これは市販品の入手が容易で、装置の構成、複製が容易であり、商品化のためにも好都合である。

温度制御用の熱電対はアルメル・クロメルで、熱接点を炉のニクロム巻線にできるだけ近く置いた。試料温度は白金・白金ロジウム熱電対で検出し、これには冷接点を使用した。現状では、記録紙の送り 1 cm が、試料の伸び $10.9 \mu\text{m}$ に対応する。直径 3 mm, 長さ 10 cm, 純度 99.9% 以上の白金棒を、拡大率の校正と、その経年的な異常の有無の検定に使用している。

3. 測定結果の例

この自動膨張計の試料の伸びに対する光学でこの幾何光学的拡大率は 910 倍である。したがって、試料の伸び $1 \mu\text{m}$ は記録紙上に、

0.91 mm として記録されるはずである。この精度を検討するために、2種類の線膨張係数既知の標準試料について測定した。

一つは、純白金棒(純度 99.9% 以上)で、この線膨

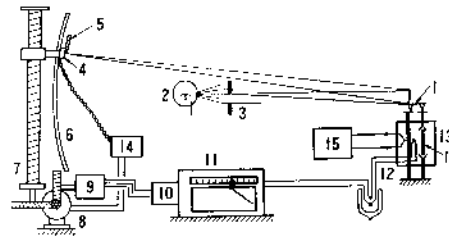


Fig. 1. Schematic sketch of the dilatometer.

1: Optical lever with a concave mirror, 2: Lamp, 3: Diaphragm, 4: CdS cell, 5: Real image of the diaphragm opening, 6: Rail, 7: Cell driving mechanism, 8: Driving motor, 9: Selsyn transmitting motor, 10: Selsyn receiving motor for chart drive, 11: Recording voltmeter, 12: Thermocouple, 13: Dilatometer, 14: Amplifier for motor driving, 15: Temperature controller, 16: Glass sample.

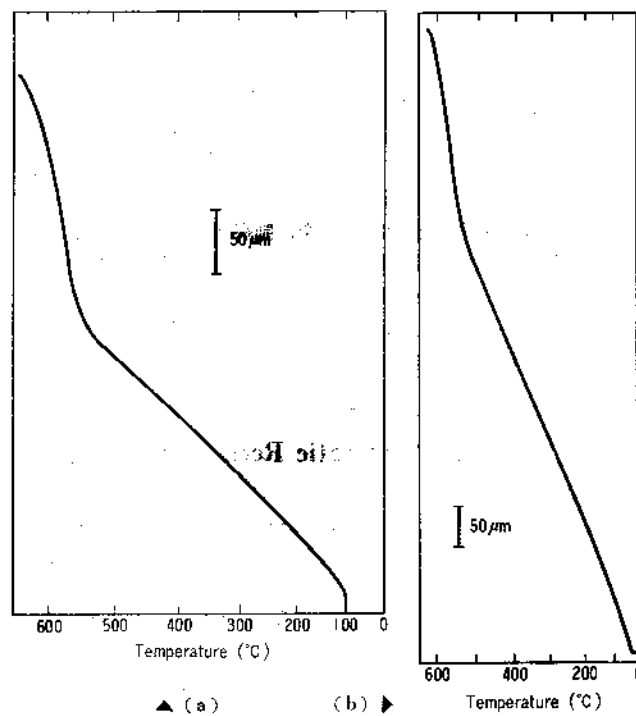


Fig. 2. Recorded traces for

- (a) : A hard glass ($\alpha_{100-300} = 48.8 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, $T_g = 547^\circ\text{C}$, $T_c = 638^\circ\text{C}$) and
 (b) : A soft glass ($\alpha_{100-300} = 100.1 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, $T_g = 530^\circ\text{C}$, $T_c = 606^\circ\text{C}$).
 T_g : Glass transition point
 T_c : Deformation point.

Table 1. Experimental values, reference values and the differences.

Standard samples	Experimental values	Reference values	Differences
Platinum	$92.2 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	$92.7 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	-0.5%
Borosilicate Glass (NBS, SRM-731)	$51.8 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	$51.5 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	+0.6%

張係数は文献値³⁾

$$d/l = 1 + 8.868 \times 10^{-8} T + 1.324 \times 10^{-9} T^2$$

から与えられ、他は米国標準局 (NBS) 製標準ガラス SRM-731⁴⁾ である。

これら、2種類の標準試料を室温 (25°C) ~ 300°C の温度範囲で、前記拡大率を 910 倍として測定した結果と、文献値とを比較すると表 1 のようになる。

表 1 のとおり、測定値は文献値若しくは指定値と非常によく一致する。室温 ~ 300°C での平均膨張係数を求める場合、軟質ガラス、硬質ガラスを問わず、測定精度は $\pm 1 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ 内に十分入ると考えてよい。図 2 は軟質及び硬質ガラスの熱膨張曲線を測定した例である。

4. 装置の適用範囲

JIS には、ガラス用膨張計の規格がある⁵⁾。これは 0° ~ 300°C の平均膨張係数を求めるものであるが、転移点、屈伏点は求められないので、真空管材料規格による膨張計の必要性、重要性には依然変わりがない。

取引、証明用としては、JIS に準拠する義務があるのは当然であり、また品質管理用には JIS 型膨張計の方が迅速に測れて能率がよい。我々は JIS 型膨張計を作り、真空管材料規格型と使い分けをして活用している。

JIS 型については稿を分けて報告する。

文 献

- 1) 真空管材料規格 VMS (7-4) 第 2 条; T. Abe, マツダ研究時報, 5, 167 (1930).
- 2) 岸井 貫, 窯協, 65, 269 (1957).
- 3) L. Holborn, *Ann. Physik*, 4, 104 (1901).
- 4) T.A. Hahn, National Bureau of Standards Certificate, Standard Reference Material, 731, Borosilicate Glass-Thermal Expansion.
- 5) JIS R 3102.