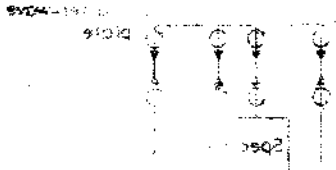


光ヘテロダイン干渉式高精度線膨張率測定装置の開発

(250~360 Kにおける低膨張材料の測定結果)



岡路正博, 今井秀孝
計量研究所

〒305 つくば市梅園1-1-4

光ヘテロダイン干渉法を用いて、250~360 Kの温度範囲で線膨張率を高精度で測定できる装置を開発した。5種類の低膨張材料（シリコン、溶融石英標準試料（SRM739）、低膨張セラミック、インバー合金、及び低膨張ガラス）の測定を行い、これまで報告されている推奨データと比較していずれも $3 \times 10^{-8} / (K)$ 以内で一致することを確認した。

1. はじめに

固体の線膨張率の大きさは、物質の種類により、また温度領域により $10^{-4} / (K)$ オーダからほぼゼロまでの広い範囲にわたって分布しているが、一般的な物質では、 $10^{-5} \sim 10^{-6} / (K)$ の範囲に大体おさまる。このような、ppmオーダの寸法変化を測定するために、光干渉法、X線回折法、測微望遠鏡法、キャパシタンス法、機械てこ法、光てこ法、熱機械分析法（TMA）など種々の測定方法がこれまで開発されてきた。これらの方法の中で最も高い信頼性を持つ方法として光干渉法を適用した方法があげられる。一方、高感度性に特長がある測定法としては、例えばキャパシタンス法などがあげられ、主として低温領域ではあるが、pm ($10^{-12} m$) オーダの変位測定を行った例も報告されている。[1]

光干渉法は、原理的に絶対測定法であり変位測定の感度に対して校正の必要がない点で他の方法に優っている。ただし、測定結果が常に無条件で正確なわけではなく、ここでいう絶対測定とは、干渉縞の間隔が光の波長 λ の $1/2$ に正確に対応しているという意味においてである。高感度な変位測定のためには干渉縞の間を補間する必要があるが、この補間の過程での誤差に注意する必要がある。例えば、フィゾー法のような干渉光の強度変化を検出する方法（DC法）では、干渉光のD

Cレベルの変動や可視度（visibility）の変化の測長誤差への影響が無視できない。これらの影響を受けない方法が、2周波レーザ光源を利用した光ヘテロダイン干渉法（AC法）である。AC的な干渉光では、光路長変化に伴って変化するのは2つの周波数成分の差周波（ビート信号）の位相であり、したがって干渉縞の端数を高感度な時間差測定として行えるため、DC法と比較してはるかに感度の高い測定が可能となる。端数の読み取り分解能として、フィゾー法では理想的な条件下でも $\lambda/50$ ($=12 nm$) 程度が限界であるのに対し、AC法では $\lambda/1000$ ($=0.6 nm$) でさえ難しいことではない。

計量研究所では、線膨張率の精密測定法の開発に取り組んできたが、特に光ヘテロダイン法を応用した線膨張率の精密測定法に重点的に取り組み、線膨張率測定用の2重光路干渉計[2]、薄板や細線など特殊な形状の試料の測定法[2-4]、また1300Kまでの高温領域での測定装置[5,6]などの開発を行ってきた。

さらに、産業的に最も重要な温度領域（250~360K）において、測長と測温精度の両方に優れた精密線膨張率測定装置の開発を進めてきた。本報告では、常温近傍の測定を目的として製作した装置の構成と性能、及び比較的線膨張率の小さな5種類の物質の測定結果並びに考察について述べる。

2. 測定装置

測定装置は、ゼーマン安定化2周波レーザ、2重光路干渉計、光検出器、位相計 (Lock-in Amplifier)、空気温槽、試料用真空槽、温度測定系 (サーミスタ温度センサ及び表示部) 及びデータ収録装置から構成されている。測長装置の基本部分を構成する2重光路干渉計をFig. 1に示した。この干渉計は、感度が2倍になるほか、光路の対称性により光学的調整の容易さや試料形状に対する条件の緩和といった特長を持っている。また、形式としては偏光干渉計であり、レーザからの互いに偏光面が直交する2つの周波数成分との組合せによって光ヘテロダイン干渉法の適用を可能にしている。[2, 5] 変位測定精度は、干渉計出力の直線性及び長時間安定性を考慮すると、3 nm程度である (後述)。干渉光学系、温度設定装置 (冷凍機付空気温槽)、及び試料用真空槽の配置をFig. 2に示した。ここで使用した空気温槽は空気を強制的に循環させる方式であるため、温度設定変更後の熱平衡に達するまでの時間が短く、液体を用いた温槽に比べ試料交換の手間などの取扱いははるかに容易である。また、温度の安定性・一様性についても十分な性能を有している。装置の構成の特長としては、試料系を納めたアルミニウム製の真空槽の支持を温槽とは切り放して、干渉測長系の基盤と一体化した点にある。この配置により、温度変化に起因する温槽自体の熱変形の影響を排除でき、また温槽に内蔵する冷凍機からの機械的振動の影響などからもまめがれている。

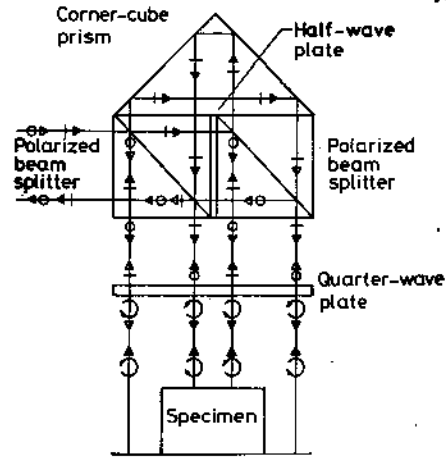


Fig.1 Configuration of the double path interferometer.

真空槽は、肉厚20mmのアルミニウム合金のブロックで作られているが、試料交換のために、前面は取り外し自在のふたになっている。真空槽の側面には、ステンレス鋼製の円筒 (外径50mm、肉厚4mm、室温部に光学窓付) が取り付けられており、この円筒が干渉計本体及びレーザ光源を保持している光学ベンチに固定されている。

温槽は、市販の広温度範囲型の恒温恒湿槽をほぼ原型のまま用いている。温槽の設定可能温度範囲は 240~373K (-33~+100℃) であり、設定温度に対する空気温度の安定性は、 $\pm 0.3K$ 程度である。しかし、真空槽の熱容量をある程度大きく設定したことに加えて、試料そのものは槽内の真空中に保持しているため、試料温度に関しては、空

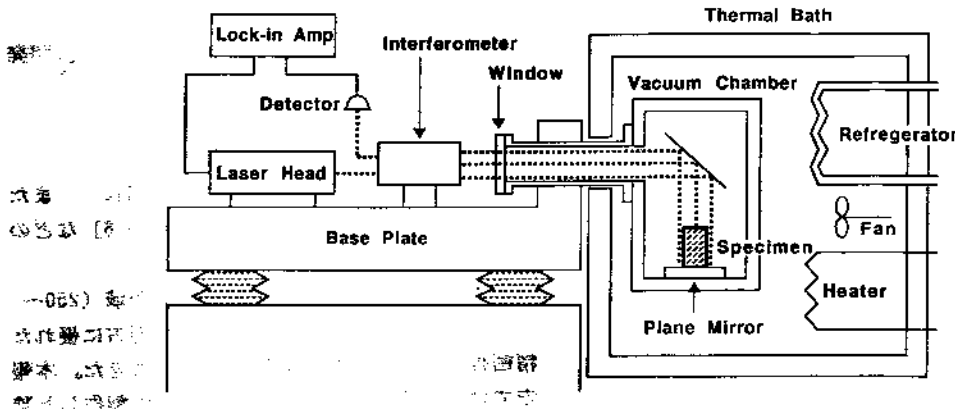


Fig.2 Arrangement of the interferometric system and the thermal bath.

気温度のそれよりも約1桁高い $\pm 0.02\text{K}$ という安定性が得られた。また、ある温度での熱的な定常状態から、設定温度を変更(変化させる温度の間隔は、今回の測定では、昇温・降温過程によらず約26Kとしている)して試料系の温度が再度安定化するまでの時間(すなわち1点の線膨張率測定時間)も、約30分程度と、高温炉や液体温槽を用いた場合よりも短く、測定の効率化にも寄与できた。

3. 測定試料及び測定結果

測定に用いた試料は、多結晶シリコン (Silicon; $15\text{mm} \times 35.6\text{L}$)、米国 N I S T の溶融石英標準試料 (Fused Silica SRM739; $6.4\phi \times 10.0\text{L}$)、インバー合金 (Invar Alloy (35%Ni-res Fe); $15\phi \times 9.95\text{L}$)、低膨張セラミック (Low Expansion Ceramic (LEC), β -Spodumen; $10\phi \times 22.6\text{L}$)、及び低膨張ガラス (Low Expansion Glass (LEG), Crystron-HOYA Co. Ltd.; $10\phi \times 29.9\text{L}$) である。各試料とも、両端面を平面度 $\lambda/10$ ($\lambda = 0.6328\mu\text{m}$) 以内、平行度5秒以内に研磨加工してある。

各試料の線膨張率は、約26Kの温度間隔で2つの熱的に定常な状態(添字1、2)の間の長さ変化 ΔL 、及び温度変化 ΔT から $\alpha = \Delta L / (L_0 \cdot \Delta T)$ によって求めた。ここで、 $\Delta L = L_2 - L_1$ 、 L_0 : 20°Cでの試料長、 $\Delta T = T_2 - T_1$ 、を表す。測定は、 $-33 \sim +100^\circ\text{C}$ の間を1往復させるごとにセッティングを変えながら2往復行い、各試料について合計20点ずつのデータを得た。これらの測定値を、最小二乗法により3次の多項式で近似した。各試料の、測定データをFig. 3 - Fig. 7に、多項式の各係数をTable 1に示した。

4. 誤差の解析及び考察

測定の誤差要因の推定値から、測定誤差の大きさを見積る。測長誤差要因には、干渉光の端数の読み取り精度(1nm)、干渉計のゼロ点の長時間安定性(2nm)、フリンジの直線性(2nm)があるが、これらはすべて偶然誤差と見なせるので、測長誤差の2乗和の平方根は、 $\delta l = [1^2 + 2^2 + 2^2]^{1/2}\text{nm} = 3\text{nm}$ となる。測温の誤差要因には、測温の分解能(0.0025K)、試料近傍での温度の安定性(0.02K)、サーミスタ温度センサの校正誤差(0.05K)がある。最後の1つが系統誤差 δT_s となり、それ以外は偶然誤差 $\delta T_r = [0.0025^2 + 0.02^2]^{1/2}\text{K} = 0.02\text{K}$ となる。したがって、総合誤差 $\delta \alpha_T$ は、偶然誤差 $\delta \alpha_r$ と系統誤差 $\delta \alpha_s$ の和、

$$\begin{aligned} \delta \alpha_T &= \delta \alpha_r + \delta \alpha_s = \\ &= [2 \times (\bar{\alpha} / L_0 \cdot \Delta T)^2 \\ &\quad + 2 \times (\bar{\alpha} \cdot \delta T_r / \Delta T)^2]^{1/2} \\ &\quad + 2 \times \bar{\alpha} \cdot \delta T_s / \Delta T (\text{K}) \end{aligned} \quad (1)$$

となる。ここで、 $\bar{\alpha}$ は測定温度領域における試料の平均線膨張率である。それぞれの試料について、この式の計算を行った結果をTable 2に示した。

ここで、偶然誤差の推定値 $\delta \alpha_r$ は、測定データのばらつき、すなわち多項近似式からの標準偏差 $\delta \alpha_s$ に対応するはずである。Fig. 8にその比較を5種類の試料について示したが、両者がほぼ

Table 2 Standard deviation from polynomial fit(SD), estimated random error(ERE), estimated systematic error(ESE), and estimated total error(ETE).

Specimen	(x10 ⁻⁶ /K)			
	SD ($\delta \alpha_s$)	ERE ($\delta \alpha_r$)	ESE ($\delta \alpha_s$)	ETE ($\delta \alpha_T$)
Silicon	0.54	0.54	1.02	1.56
Fused Silica	0.93	1.63	0.19	1.82
Invar Alloy	1.21	1.67	0.65	2.32
LEC	1.19	0.72	0.12	0.84
LEG	0.87	0.55	0.02	0.57

Table 1 Polynomial coefficients of five specimens.
 $\alpha = C_0 + C_1 T + C_2 T^2 + C_3 T^3$ (x10⁻⁶/K)

	Silicon	Fused silica	Invar Alloy	LEC	LEG
C_0	-4.193	-3.349	-967.6	-2.589	-1023
C_1	0.04280	0.03134	11.88	0.01185	10.41
C_2	-8.685×10^{-6}	-8.805×10^{-6}	-0.04320	-7.407×10^{-7}	-0.03461
C_3	6.620×10^{-8}	8.660×10^{-8}	5.364×10^{-5}	-2.292×10^{-8}	3.753×10^{-5}

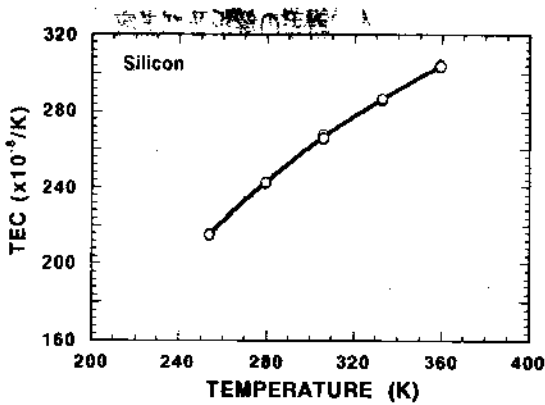


Fig.3 Measurement result of silicon.

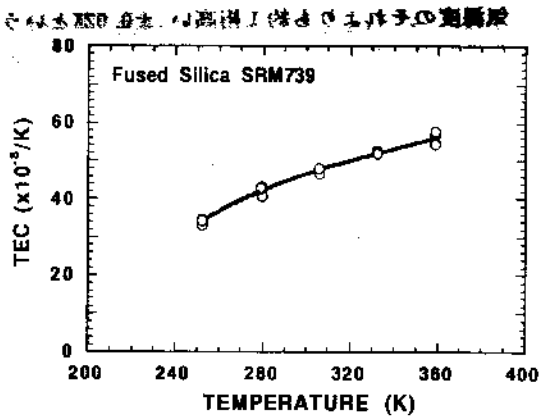


Fig.4 Measurement result of fused silica SRM739, supplied by NIST, USA.

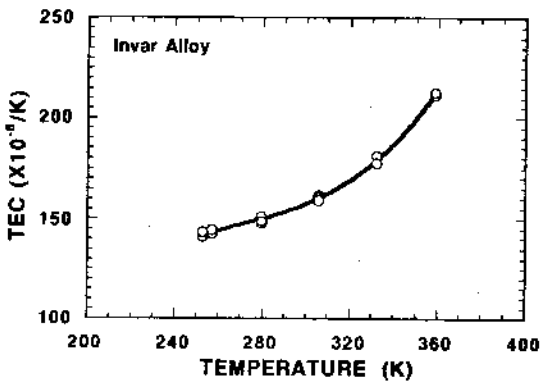


Fig.5 Measurement result of invar alloy.

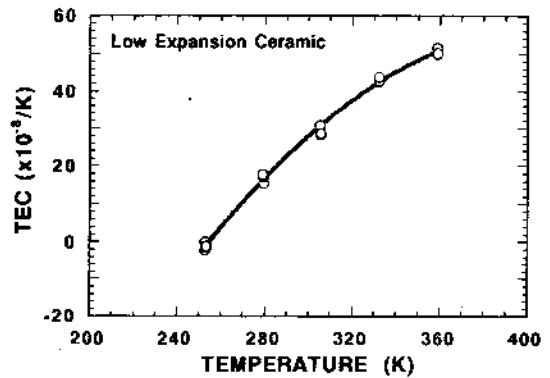


Fig.6 Measurement result of low expansion ceramic(LEC).

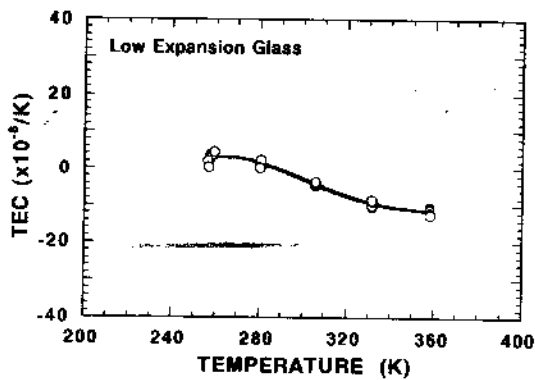


Fig.7 Measurement result of low expansion glass(LEG).

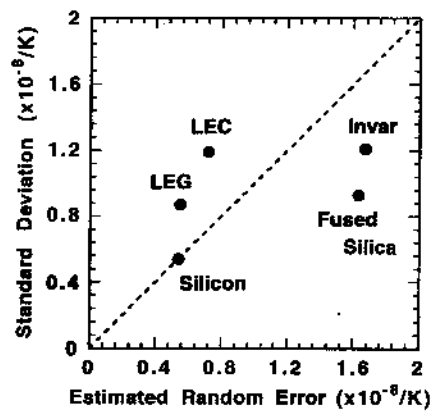


Fig.8 Relation between the estimated random error and the standard deviation from polynomial fit.

対応していることが分かる。したがって、個々の偶然誤差の大きさの見積りについてはその妥当性が確認できたといえる。

測定の絶対値の正確さについて確認するために、シリコン、熔融石英、低膨張ガラスについてはすでに報告されている他の測定値との比較を行った。シリコンについては、高純度で寸法の大きな試料が得られるという利点があるため、多数の測定が行われているが、ここではそれらの中から比較的信頼性の高い測定結果[6-9]との比較を行った。シリコンについては、Swenson が取りまとめた推奨データ[10]

$$\begin{aligned}
 & \epsilon = \\
 & [-68.7 + 500r^2 e^r / (e^r - 1)^2 + 22(r-1)^2 / (1 + 0.316r)] \\
 & \times 10^{-6} / \text{K}
 \end{aligned}$$

(ここで、 $r=685/T$, $r=7/395$ for $90 < T < 850\text{K}$)があるが、それらのデータをこの式からのずれという形で、Fig. 9に示した。これによれば、今回の測定結果は、推奨値及び特に高精度であるといわれているRobertsとLyon et al.の結果と 1×10^{-6} (/K)以内で一致していることが分かる。

NISTの熔融石英標準試料 (SRM739) については、NISTのHahn自身[11]、Drotning[12]、及びAikawa et al. [13] により測定されている。そこで、今回及びそれらの結果をFig. 10にHahnの結果からの差という形で示した。Hahnの結果は他の3者の結果に比べてわずかに大きめとなっているが、すべての測定結果は、最大偏差として約 4×10^{-6} (/K)以内で一致している。これらは方式は異なるが光干渉法を用いた測定装置によって絶対測定された結果である。Hahn、Drotning、Aikawa et al. の測定結果の標準偏差は、それぞれ2.6, 2.7, 2.9×10^{-6} (/K)であり、一方、今回の結果では 0.9×10^{-6} (/K)であった。したがって、これら4つの測定結果の間には測定データのばらつき範囲内で統計的に有意な差はないといえる。

低膨張ガラス (LEG) については、今回の結果とAikawa et al. による測定結果[12]との比較を行った。Fig. 11からわかる通り、測定温度範囲内で両者の結果は非常に一致 (1.5×10^{-6} (/K)以内)を示している。それぞれの標準偏差 ($0.9, 1.2 \times 10^{-6}$ (/K))を考慮すると、やはりこの場合も有意差はないという結果が得られる。

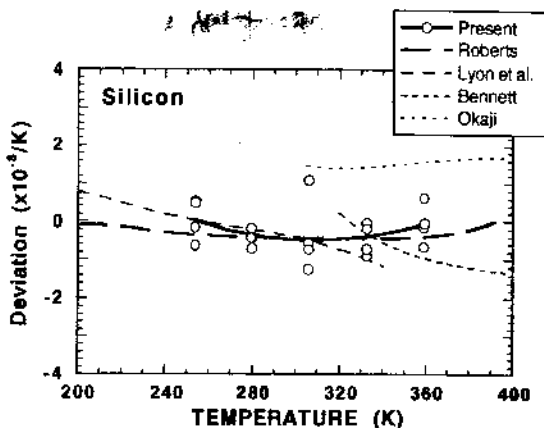


Fig.9 Deviations of the present and previous data from the recommended value by Swenson.

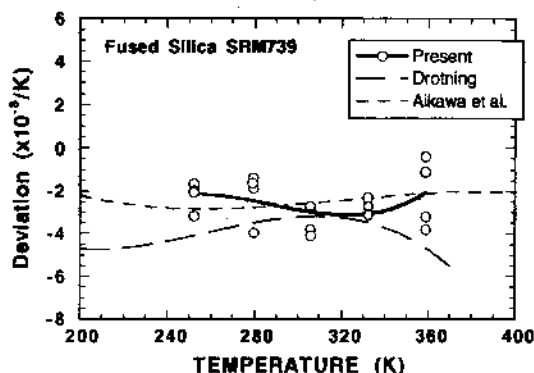


Fig.10 Comparison among the present work and the previous works based on the data obtained by Hahn for fused silica.

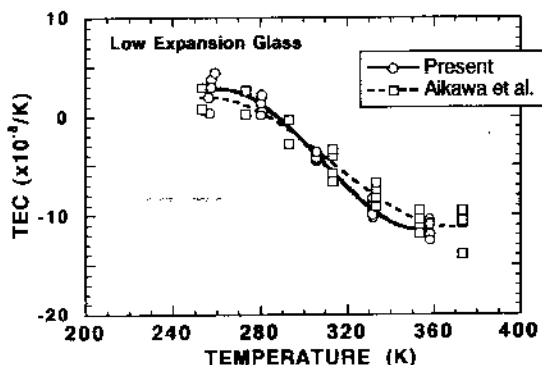


Fig.11 Comparison between the present work and the previous work presented by Aikawa et al. for low expansion glass.

5. まとめ

1) 室温近傍 (250~360K) をカバーする精密線膨張率測定装置を開発し、5種類の材料 (シリコン、熔融石英標準試料、インバー合金、低膨張セラミック、及び低膨張ガラス) を試料として装置の性能を確認した。

2) 測定値の繰り返し精度 (標準偏差) は、試料長により異なるが、今回の5種類の試料については、 $0.5 \sim 1.2 \times 10^{-5}$ (/K) 程度であった。これらの標準偏差と、個々の誤差要因の大きさから誤差解析により推定した偶然誤差の大きさはそれぞれほぼ1対1に対応することが確認できた。この結果、本装置においては、変位と温度の測定を、それぞれ3nm及び0.02K程度の再現性で測定できることが確認された。

3) これまでに公表されている文献値との比較を行い、シリコンの絶対値については、推奨値及び他の測定結果と非常に良い一致 (2×10^{-5} (/K) 以内) を得た。熔融石英については、今回の結果は Bahn (NIST) の測定値と 3×10^{-5} (/K) 以内で一致し、また他の2つの絶対測定の結果とも 2×10^{-5} (/K) 以内で一致する結果が得られた。低膨張ガラスについては、他の絶対測定の結果と 1.5×10^{-5} (/K) 以内で一致した。

以上のことから、今回開発した光ヘテロダイン干渉式線膨張率測定装置を用いて、産業的に最も重要である室温を挟む温度領域 (250~360K) において、測定値のばらつきが 1×10^{-5} (/K) 程度、温度センサの校正誤差を含めた絶対値の総合誤差で 3×10^{-5} (/K) 以内という高精度な線膨張率測定ができることを確認できた。これにより、すでに開発した高温領域用測定装置 [4, 5] と合わせて、250~1300Kまでの温度領域をカバーすることが可能となった。今後は、さらに極低温 (液体He温度近傍) 領域まで適用可能な絶対測定装置の開発を進める予定である。

参考文献

- [1] R.Pott and R.Schefzik; *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, 16(1983)444.
- [2] M.Okaji and H.Imai; *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, 17(1984)669.

- [3] H.Imai and W.J.Pates; *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, 14(1981)883.
- [4] M.Okaji H.Imai, N.Hida and K.Iizuka; "Thermal Expansion 8", p.123 (New York, Plenum Press, 1981).
- [5] M.Okaji and H.Imai; *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, 20(1987)887.
- [6] M.Okaji; *Int. J. Thermophys.*, 9-6(1988)1101.
- [7] R.B.Roberts; *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 14(1981)L163.
- [8] K.G.Lyon, G.L.Salinger and C.A.Swenson; *J. Appl. Phys.*, 48(1977)865.
- [9] S.J.Bennett; "Thermal Expansion 8", p.235 (New York, Plenum Press, 1981).
- [10] C.A.Swenson; *J. Phys. Chem., Ref. Data*, 12(1983)179.
- [11] T.A.Hahn; "NBS Certificate, Standard Reference Material 739, Fused Silica -Thermal Expansion", (1971).
- [12] W.D.Drotning; *Int. J. Thermophys.*, 9(1988)849.
- [13] H.Aikawa, M.Okaji and H.Imai; *J. Soc. Instrum. & Cont. Engrs.* (in Japanese), 29(1990)1131.

A Precision Interferometric Dilatometer by means of Optical Heterodyne Interferometry

Masahiro OKAJI and Hidetaka IMAI
National Research Laboratory of Metrology
1-1-4, Umezono, Tsukuba, Ibaraki 305 JAPAN

A precise thermal expansion measurement system which covers the temperature region from 250 to 360K and measurement results of five low expansion materials (silicon, fused silica SRM739, invar alloy, low expansion ceramic and low expansion glass) are presented. At the present work, an air thermal bath has been incorporated with the double path optical heterodyne interferometer.

The present results of silicon, fused silica and low expansion glass agree very well with the recommended data and other precise data previously reported. The maximum deviations among these data are within 3×10^{-5} /K.

(Received Jan. 16, 1992.)

(Accepted for publication March 17, 1992.)