

1 緒 言

構造材料は温度変化により熱応力が発生し、あるいは熱膨張により部材に歪みがを生じるため、この材料の熱膨張係数を正確に測定することは工業上非常に重要なことである。従来、この熱膨張係数の測定方法としては試料を加熱して試料の伸び（あるいは縮み）を測定し、温度変化により生じた歪みを温度差で除して求める方法が主流である。熱膨張係数の測定法には加熱方法と伸びの測定方法の組み合わせにより数多くの方法が考案されている。¹⁻⁵⁾

しかしこれらの手法においては試料全体の伸び（歪み）を測ることしかできず、従って試料全体の熱膨張係数を測定することしかできなかった。

複合材料のように、熱膨張係数の異なる材料を含む材料においては異種界面に熱膨張係数の違いにより生ずる熱応力のくり返しにより、疲労き裂（熱疲労）が生じ、電子機器などは基板とは熱膨張係数の異なる材料で配線されているため、稼働中に温度差を生ずることによって生じる熱歪みの違いにより、断線や接触不良を生じ、故障の原因となっている。

しかし、これらの材料や部品の中で熱膨張係数を測定すべき領域は非常に小さく、例えば複合材の強化繊維や強化粒子の直径はサブミクロンから数百ミクロンであり測定する領域も同程度と小さく、上記の手法で局所的に生じる熱変形を測定することはできなかった。

そこで本研究では、微小領域でのひずみを測定できる電子線モアレ法⁶⁾を用いて、モデルグリッドを作製した試料に電子線を格子状に照射し、加熱前後の電子線モアレ縞を観察し、その変形量より、熱変形や熱膨張係数を測定する試みを行った。

2 電子線モアレ法の原理

モアレ縞の発生原理をFig. 1に示す。モアレ縞は二つの相似形のパターンを有する図形が重なり合うことによりできる縞のことである。Fig. 1左図に示すように、グリッドの間隔が異なることにより発生するモアレ縞をミスマッチによるモアレ縞、右図に示す2つのグリッドがある角度をもっている時に現れるモアレ縞をミスマッチによるモアレ縞という。

歪みを測る場合は等間隔で平行な直線群の平行グリッドや平行直線群が互いに直行する直行グリッドを用い、基準となるグリッドのマスターグリッド（ここでは粒子線の走査幅）の間隔を a とし、モデルグリッド（変形するグリッド）の間隔を a' とすると、モデルグリッドのマスターグリッドに対する変化の割合（歪み） ε は式1で表される。この式より明らかなように、モアレ法はノギスのバーニアのように何本かの直線を用いて歪

みを求めるため、空間分解能を犠牲にし、平均的な歪みの測定精度を向上させる手法であり、モアレ縞の様子により変形の様子が視覚的にわかる手法である。

$$\varepsilon = a / (d - a) \quad \dots \dots (1)$$

電子線モアレ法においてはFig. 2に示すように二次電子発生量が基板とは異なる様に作製したモデルグリッドを用い、マスターグリッドとして電子線をグリッド状に照射し、二次電子発生量の違いによりモアレ縞を発生させる。

電子線モアレ縞観察は、走査型電子顕微鏡にパターンジェネレーター、試料の温度を所定の温度に設定するヒーターおよび温度調節装置を取り付けたものである。試料温度が所定の温度に達したところでモアレ縞観察を行うが、通電による電氣的雑音を避けるために通電を停止し、電子線モアレ縞を観察する。

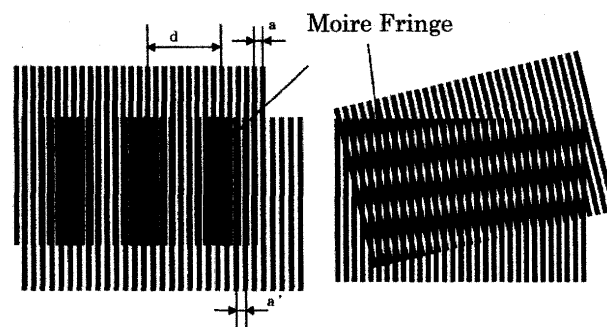


Fig.1 Principle of Moiré fringe generating system.

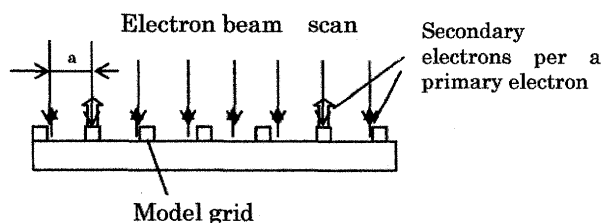


Fig.2 Schematic formation of electron Moiré fringe

3 実験方法

供試材はNi-Ti系形状記憶合金のファイバー（直径 $530\mu\text{m}$ ）を埋め込んだ純アルミニウムの試料である。ファイバーの方向が厚さ方向に対して垂直になるように約 1mm 厚に切り出した後、表面を鏡面状に研磨し、それに電子線レジスト（東レEBR-9）をスピンコーターを用いて塗布し、 200°C にて30分ベーキング後パターンジェネレーターを装備した電子顕微鏡（トプロ

ンSX-40A)を用いて電子線を $2.9\mu\text{m}$ 間隔で直交格子状に照射し、専用現像液で現像(電子線が照射された部分を取り除くこと)後、 100°C において30分間ポストベークを行い、イオンコーターを用いて厚さ $0.1\mu\text{m}$ の金を蒸着後、アセトンにてレジストを剥離するとFig. 3に示すような $2.9\mu\text{m}$ 間隔の直交グリッドが完成する。これに図3のSのようにセットし、室温(23°C)において電子線モアレ縞観察後加熱装置を使用して、試料を 80°C まで加熱し、同様の電子線モアレ縞観察を行った。

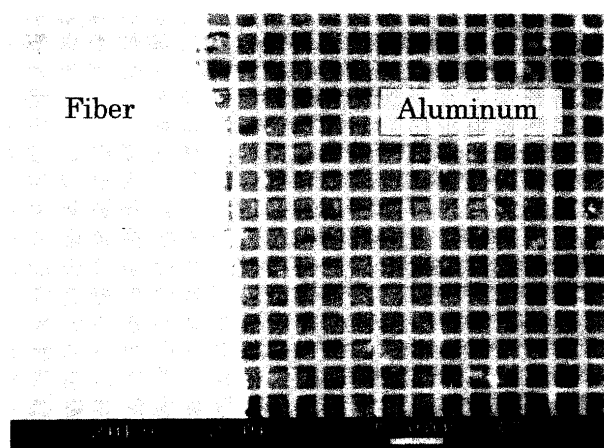


Fig. 3 SEM image of micro-grid

4 結果および考察

Fig. 3に示すようにSEM観察ではマトリックスとファイバーの輝度は異なるものの、作製したグリッドはさらに輝度が高いため十分に観察が可能である。

Fig. 4およびFig. 5に室温および 80°C で観察した電子線モアレ縞をそれぞれ示す。Fig. 5のモアレ縞の方が図4よりも若干湾曲し、間隔が狭くなっている。

Fig. 5のモアレ縞より求めた歪みよりFig. 4のモアレ縞より求めた歪みを差し引くと 23°C から 80°C に温度が上昇したことによる熱変形による歪みが求まる。この値はファイバー部において 0.23% 、母材部において 0.15% である。さらに、この歪みを温度差で除すと熱膨張係数が求まる。これより算出した熱膨張係数は、ファイバー部で $4.0 \times 10^{-5}/^\circ\text{C}$ 、母材部の純アルミニウム部で $2.6 \times 10^{-5}/^\circ\text{C}$ である。

Ni-Ti合金のファイバーと純アルミニウムの熱膨張係数の文献値はそれぞれ $1.0 \times 10^{-5}/^\circ\text{C}$ ⁷⁾、 $2.3 \sim 2.9 \times 10^{-5}/^\circ\text{C}$ ⁸⁾であるので、Ni-Ti合金のファイバー部では文献値より大きく、純アルミニウム部ではほぼ同程度である。これは、純アルミニウムの熱膨張係数がNi-Ti合金のファイバーよりも大きく、本材料作製時に 650°C から冷却しているため、常温ではNi-Ti合金のファイバーに負(圧縮)の残留応力が働いているため、熱膨張により純アルミニウム部分の拘束が減少し、その分弾性的に膨張したと考えられ

る。

このように本手法を用いると数百ミクロン領域の微小な部分の熱膨張係数を、材料別に複合材料の状態で求めることができる。

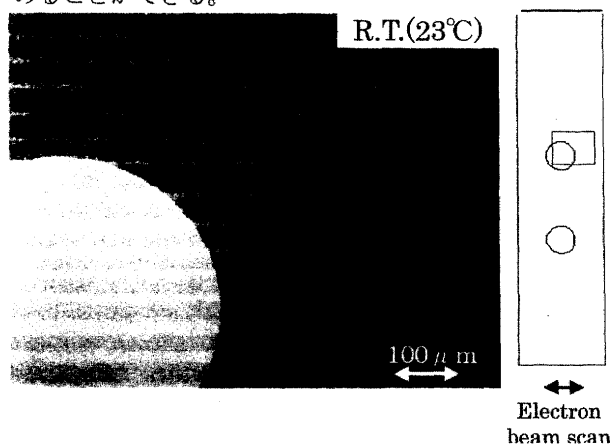


Fig.4 Electron Moiré fringe at room Temperature

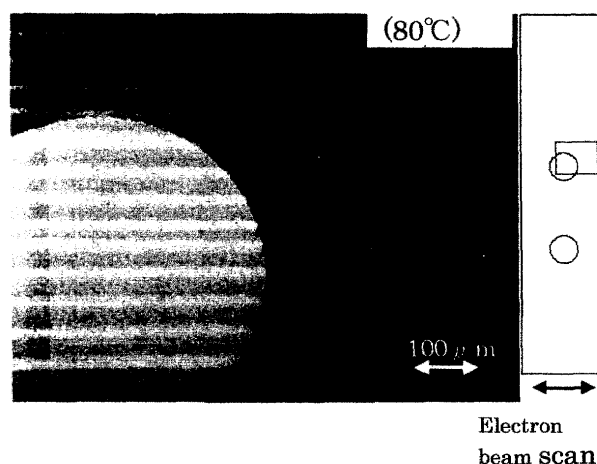


Fig.5 Electron Moiré fringe at 80°C

5 まとめ

電子線モアレ法を用いて、複合材料中のファイバーとマトリックスの熱膨張係数を測定した。ファイバーおよびマトリックスは異なる熱膨張係数を示した。このように本手法を用いると複合材料など異なる材料を複合して作製している材料において、微小局所的な熱膨張係数や異なる材料別の熱膨張係数を測定することができる。

参考文献

- 1) 特開平6-34584
- 2) JIS規格 JIS R 3251-1995
- 3) ISO規格 ISO 4897-1985
- 4) JIS規格 JIS Z 2285-2003
- 5) ISO規格 ISO 799
- 6) 岸本 哲, 江頭 満, 新谷紀雄, 40, 材料, 637(1991)
- 7) www.atuen.com.sub1100.html
- 8) 理科年表: 東京天文台編