

## ●各種材料設計のための高感度 TMA による線膨張率の精密測定

TN484

### Precision Measurement of Coefficient of Thermal Expansion (CTE) by High Sensitivity TMA

#### [概要]

製品、部材として使用される樹脂、セラミックス、金属などのあらゆる材料は、温度変化によって膨張、収縮します。そのため、加熱や冷却過程を伴う製造過程や使用時の温度環境により破損や変形などの不具合を引き起こします。特に高い寸法安定性が求められる電子材料、薄膜材料、フレキシブルデバイス、異種接着材料等の高機能材料では、熱膨張が製品に及ぼす影響は大きく、材料設計においては高感度かつ高精度の線膨張率計測が求められます。

高感度 TMA は、ナノメートルオーダーの分解能を有し微小な変位を検出できるため、フィルムや基板上の薄膜、塗膜などの薄い試料の厚み方向の熱挙動や線膨張率を高精度に計測できます。

また、不活性雰囲気や真空下での測定が可能であるため、大気中の水分、酸素により変質する材料の評価にも対応が可能です。

#### [原理]

熱機械分析 (TMA : Thermomechanical Analysis) は、温度をプログラムによって変化させたときの物質の寸法形状変化を、温度又は時間の関数として計測する手法です。TMA には、圧縮、引張、針入等の測定モード (プローブ) があり、樹脂、セラミックス、金属、複合材料等の様々な材料の試料の形状に応じて、適切な測定モード (プローブ) を選択することにより、幅広い条件下で評価を行うことが可能です (Fig. 1)。

次ページでは、石英ガラス薄板の線膨張率の高精度測定、熱延伸樹脂フィルムの 3 次元方向の膨張、収縮率測定を紹介します。

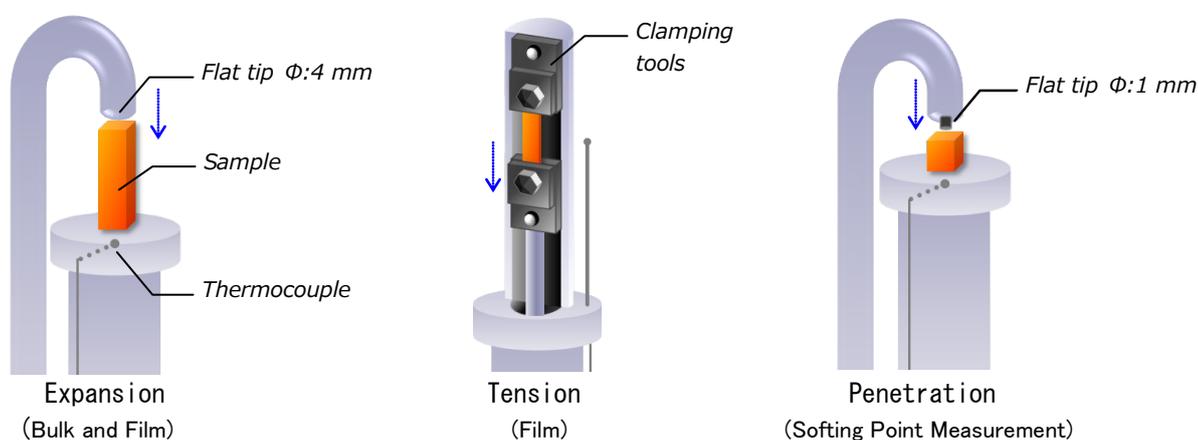


Fig. 1 Measurement mode of TMA and probe shape (↓:Load direction)

#### [装置仕様]

測定温度範囲	: -150~1000 °C
分解能	: 0.125 nm
変位検出範囲	: ±2500 μm
荷重範囲	: 0.001 N~3 N (変調可)
昇温速度	: 0.01~50 °C/min
測定雰囲気	: He、大気、真空 (10 <sup>-2</sup> Pa) 等
最大試料寸法	: 【圧縮、針入】12 mm (直径) × 30 mm (高さ) 【引張】8 mm (幅) × 20 mm (長さ) × 1 mm (厚み)

#### [特徴]

- ・ 低温域から高温域まで同一炉で一括昇降温
- ・ 高分解能測定が可能 (試料長 10μm~)
- ・ 不活性雰囲気測定に対応
- ・ 真空下での測定が可能

### [測定例 1 : 石英ガラス薄板の線膨張率の高精度測定]

石英ガラス（厚み 12 mm、0.8 mm、0.4 mm）の圧縮モードにおける TMA 測定結果を Fig. 2 に示します。一般的な寸法である厚み 12 mm の試料と比較して、0.8 mm、0.4 mm の薄板でもほぼ同等の膨張率曲線が得られています。

Table 1 に線膨張率（温度範囲 50°C～300°C）を示します。各試料の n=4 測定における平均値、変動係数および石英標準試料の線膨張率（ $6.00 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ ）との差（乖離率）を比較しました。厚み 12 mm では乖離率 0%、厚み 0.8 mm でも乖離率は 0.2%程度であり、線膨張率は  $10^{-8}$  の桁まで同等となっております。

このように、高感度 TMA を用いることで、石英のような低膨張材料の薄板でも正確かつ高精度な線膨張率の測定が可能です。また、高膨張な樹脂材料などは膨張量が大きいため、厚み  $10 \mu\text{m}$  程度でも高精度な測定が可能です。

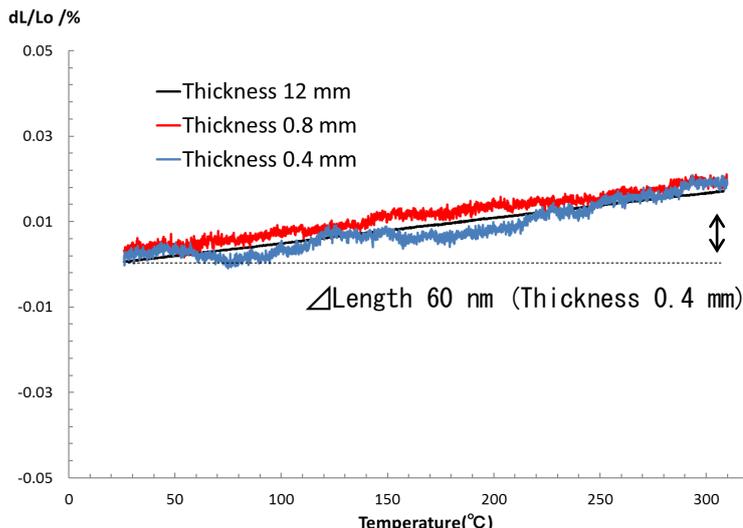


Fig. 2 TMA curves of fused silica

Table 1 Coefficient of thermal expansion(CTE) of fused silica

	Thickness 12 mm	Thickness 0.8 mm	Thickness 0.4 mm
CTE (1/°C)*	$6.00 \times 10^{-7}$	$6.01 \times 10^{-7}$	$6.12 \times 10^{-7}$
Coefficient of Variation (%)	1.2	4.4	6.7
Ratio of Deviation (%)	0	0.2	2.0

\* : Average (n=4)

### [測定例 2 : 熱延伸樹脂フィルムの 3 次元方向の膨張、収縮率測定]

フィルムの膨張、収縮率測定では、引張モードによる面内方向の計測に加え、圧縮モードで厚み方向の変化を精密に計測することにより、3次元方向の膨張、収縮挙動の解析も可能です。

Fig. 3 に熱延伸処理後のポリプロピレンフィルムの延伸方向、厚み方向および未延伸フィルムの TMA 曲線を示します。未延伸フィルムでは加熱時に大きな変化はみられませんが、熱延伸フィルムでは加熱により収縮が観測され、厚み方向では膨張が観測されています。このように、フィルム試料を 3次元方向から計測することで、より詳細な膨張、収縮挙動の解析が可能です。

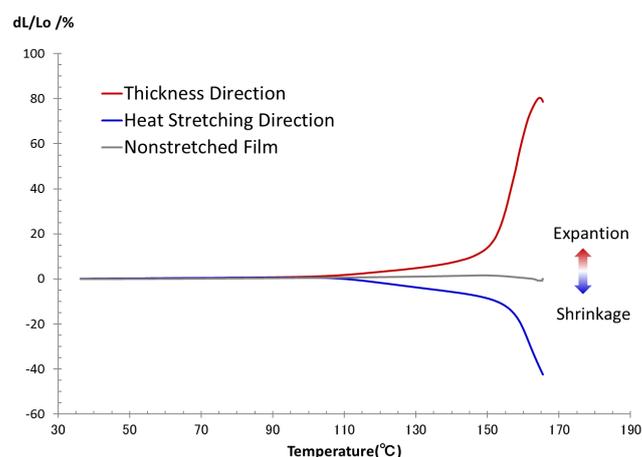


Fig. 3 TMA curves of heat stretched and nonstretched polypropylene film

[関連リンク] 車載用各種材料の熱物性評価

[https://www.scas.co.jp/scas-news/sn-back-issues/pdf/45/SCASNEWS2017-1\\_web\\_p11-14.pdf](https://www.scas.co.jp/scas-news/sn-back-issues/pdf/45/SCASNEWS2017-1_web_p11-14.pdf)

[キーワード] 熱収縮、伸縮、無機材料、固体材料