低熱膨張セラミックスの開発と 精密測定での標準器への活用*

Ultra-low Coefficient of Thermal Expansion Ceramics-based Method for New Material Creation, with Gauge Standard Proposed for Fine-measurements

菅原 潤** 松浦章彦*** 佐藤 理† 和合 健†† 大西 徹†††
Jun SUGAWARA, Akihiko MATSUURA, Osamu SATO, Takeshi WAGO and Tohru OHNISHI

Key words

ultra-low coefficient of thermal expansion ceramics, ratio of Young's modulus and specific gravity, CMM, uncertainty, gauge block, hole plate, ball dimension gauge

1. はじめに

座標測定機（以下、CMM という）は、融通性の高い測定に加えて、数値制御・補正技術の向上により高い測定精度を実現し、現在では製造現場で広く活用されている。しかしながらその測定における不確かさの算出が非常に難しいという問題点を有し、CMM の信頼性を保証するためには校正された標準器を定期的・日常的に測定し、その安定性から測定の信頼性を検証する必要がある。

CMM の校正および点検には従来、スチール製、インバー合金製、低熱膨張ガラス製などの標準器が使用されてきた。これらの基準器は材料の特性上、重い、錆びやすい、熱膨張する、温度慣らしが必要、等、実用上の注意を要する点があった。またインバー合金製や低熱膨張ガラス製標準器の場合では、経年変化が大きい、比剛性が低いといったため、形状成形が困難である、などの問題が存在した。

ここでは、従来の標準器がもつ問題点を解決し、CMM をはじめとする寸法測定機器の校正および検査における精度向上のための標準器の不確かさ低減および機能向上を目的として、低熱膨張セラミックスの開発、その材料を使用したブロックゲージや各種ゲージの製作、およびその性能検証と活用方法を提案した。

2. 黒色低熱膨張セラミックス焼結体¹⁾²⁾

新たに開発した黒色低熱膨張セラミックス焼結体（以下、BUC:Black color Ultra-low coefficient of thermal expansion Ceramics という）は、コーディエライトベースの超低熱膨張セラミックスで、従来から低熱膨張材料として使用されてきたインバー合金や低熱膨張ガラスに代わる新たな素材である。

2.1 組織的特長

BUC の組織は $0.5 \sim 2 \mu\text{m}$ のコーディエライト ($2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$) 結晶粒子の間隙を、アモルファス粒界相が充填する組織を骨格としている。結晶相はコーディエライトの単一結晶相であり、図 1 のように結晶粒子が組織の大部分を占めアモルファス相は数 % であるため、低熱膨張ガラスのガラス量 30% と比較して結晶相が非常に多い特徴を有している。コーディエライト結晶相のゼロ熱膨張温度を室温付近に制御することにより、室温での超低熱膨張を実現した。また、コーディエライト結晶粒子とアモルファス粒界相の熱膨張係数の差を小さくすることにより、焼結体中の残留応力を低減し、超低熱膨張を維持しながら、経時変化や熱サイクルに強い材料を実現している。

2.2 熱膨張特性と格子定数の温度変化

従来の理論組成のコーディエライト単結晶は室温領域で比較的大きなマイナス膨張を示し、ゼロ膨張領域は $300 \sim 400^\circ\text{C}$ にあるが、BUC のコーディエライト結晶粒は、ゼロ膨張温度領域が図 2、3 のとおり室温付近に移動して

図 1 BUC の光学顕微鏡像

*原稿受付 平成 26 年 11 月 26 日

**黒崎播磨(株)セラミックス事業部(北九州市八幡西区東浜町 1-1)

*** (株)ミットヨ宮崎工場(宮崎市田野町甲 10652-1)

†正会員 (独)産業技術総合研究所(つくば市梅園 1-1-1 つくば中央第 3)

††正会員 (地独)岩手県工業技術センター(盛岡市北飯岡 2-4-25)

†††正会員 (地独)東京都立産業技術研究センター多摩テクノプラザ(昭島市東町 3-6-1)

表 1 BUC と低熱膨張ガラスの物性値比較

Code	N113B	N117B	LTEG
Materials	BUC	BUC	Low Thermal expansion glass
Color	Black	Black	Brown
Density	g/cm ³	2.5	2.55
Young's Modulus	GPa	130	140
Bending Strength	MPa	210	230
Fracture Toughness	MPa m ^{1/2}	1.2	1.2
Hardness HV	GPa	8	8
Thermal Conductivity	W/(m・K)	3.7	4.2
Thermal Expansion Coefficient	ppm (at 23°C)	<0.03	<0.03
			0±0.02

図 2 BUC の格子定数の精密測定

図 4 各種材料の機械剛性と熱膨張係数の関係

図 3 体積熱膨張率（焼結体実測値と格子定数から計算値）

いる。そのため、室温領域ではコーディエライト結晶粒はわずかなマイナス熱膨張となり、アモルファス粒界相はわずかなプラス熱膨張となるため、その膨張と収縮が相殺されゼロ膨張となる。

2.3 比剛性と熱膨張係数の比較

表 1 のとおり BUC は超低熱膨張特性を有し、23°C 付近では低熱膨張ガラスと同等の熱膨張係数 0.03/°C 未満を示す。また、比重は鉄の 1/3 以下と軽量でありながら、剛性は鉄並みであり、強度は低熱膨張ガラスの 2 倍以上と

極めて優れた特徴を有している³⁾。図 4 の比剛性（ヤング率/比重）を指標とすれば、BUC は 52 GPa・cm³/g 以上となり低熱膨張ガラスの 35.6 GPa・cm³/g を大きく上回ることから構造体としての用途にも適する性能を有する。

2.4 BUC の経年変化

BUC（商標 NEXCERA）と低熱膨張ガラスの経年変化を図 5 に比較した。BUC の標準スケールで長さ 550 mm の 13 カ月後の経年変化は ±4.6 nm (2σ) と算出された⁴⁾。これは経年変化の大きさがこの測定で使用した測定器の指示誤差を下回ったために標準偏差で示した。同様に低熱膨張ガラスの標準スケールで長さ 300 mm の 13 カ月後の経年変化は 90 nm と測定され⁵⁾、BUC の経年変化が低熱膨張ガラスに比較して非常に小さいことが示された。

2.5 温度サイクルにおける安定性

φ340×70 mm の大きさの円形ミラーで裏面に剛性と軽量化を両立するためのリブ接合補強をしたものを実験対象に取り上げ、温度サイクルを与えた後の平面度の変化を測定した。平面度測定範囲は φ300 mm として、温度サイクルは 1 サイクル当たり RT → -20°C 11 hr → +60°C 11 hr → RT として 4 サイクルを与えた。その結果、図 6 のとおり温度サイクルを与える前の平面度は 58 nm、与えた後の平面度は 60 nm が測定され、温度サイクル前後での平面

図5 経年変化（上：BUC，下：低熱膨張ガラス）

図7 BUC製ブロックゲージ⁶⁾

図8 BUC製ホールプレート

図6 温度サイクルに対する形状安定性

度変化は装置誤差内であり、形状の起伏分布もほとんど変化していない結果となった。

3. BUCを用いた各種ゲージの製作

3.1 ブロックゲージ

精密測定における寸法標準器として JIS B 7506:2004 (ブロックゲージ) で規定されたブロックゲージ (以下、GB という) を図7のBUCで製作した。測定長さ500 mmで23℃での熱膨張量は、銅製GBで $+16.2 \mu\text{m}$ であるのに対し、BUC製GBは $+0.03 \mu\text{m}$ となり比較測定においてGBの熱膨張量を考慮する必要はなくなった。また、標準器の特性で最重要となる値付け時の拡張不確かさは測定

長さ1000 mm時、銅製GBで $U(k=2) = 0.235 \mu\text{m}$ に対し、BUC製GBでは $U(k=2) = 0.194 \mu\text{m}$ となり不確かさが低減し、より高精度な校正および検査に対応できる。この取り組みにより JCSS (Japan Calibration Service System)^{*1} 認定機関である独立行政法人製品評価技術基盤機構 (NITE) より100 mm以下で世界トップレベルの校正能力 (測定の不確かさ: 20 nm ($0.020 \mu\text{m}$) ($k=2$)) が認められた。

3.2 ホールプレート⁷⁾

図8のホールプレート (以下、HP という) は二次元的に円筒を配置した標準器であり、CMMの精度検査や補正テーブル作成に使用される⁸⁾。HPにはこれまで低熱膨張ガラスやインバー合金を機械加工で仕上げたものや、低熱膨張ガラスや炭素繊維筐体に円筒ブッシュを埋め込んだものなどが提案・市販されている。後者は入手が容易であるが各穴の中心軸平行度が大きく、測定結果が安定しないために検査の信頼性が低くなる⁹⁾。そのため高精度なCMMの検査などには前者が利用されてきた。

高品位なHPの製作には工作機械による直接的な円筒穴加工が必須であるため、HPの材料には加工容易性が要求される。低熱膨張ガラスによるHP製作はガラス製造特有の高度技能が必要となるため、世界的にも低熱膨張ガラス製HPを製作できる機関は限定され、入手が困難である。

一方、BUCは焼結で製造するため任意形状のゲージ製作に適し、BUCを素材とすることで円筒穴が楕円になら

*1 計量法に基づく計量法トレーサビリティ制度で、国から認定された校正事業者の標。

図9 BUC 製ボールディメンジョンゲージ

ない、樽型/鼓型にならない、全ての円筒軸方向が揃う、表面粗さが小さい、比剛性が高く大型 HP (□ 500 mm 以上) へも対応可などの優位な特性が得られた。またインバー合金と比較して経年変化が小さく、標準器としての長期安定性にも優れている。

3.3 ボールディメンジョンゲージ¹⁰⁾

図9のボールディメンジョンゲージ(以下、BDG という)は曲げ剛性と軽量化に有利なH形状の直定規の両端面に球を千鳥状に配置し、WCS(測定物座標系)が設定できるボールバーである。BDGの特長は、第一に反転法が適用でき正確な校正値が得られる。第二に3球でWCSが設定できる球配置により、従来は一次元方向のみで使用されたバー型でWCSに従った空間座標の検査が行える。第三に球を測定要素としたため加工レスとなりゲージ製作が容易、かつ高い真球度により値付けの不確かさが低減できる。従来、球は後付けのため校正値がズレなどの欠点があったが、BUCなどのセラミックスを使用することで、その脆性特性から、鋼球の場合に生じた追加工時の残留応力解放による変形が生じない。そのため球に開けた軸穴を利用してゲージ筐体と球を直接的にピンで固定できるため、輸送や環境変動による球位置のズレが非常に小さい。

GB、ステップゲージ、BDGなどのバー型標準器は、JIS B 7440-2:2013に従った7通りの姿勢による指示誤差の検査において、規格で要求する検査長さがCMMの最大移動可能範囲の66%以上を容易に満足できる。また、7通りの姿勢で得られた測定値から各姿勢の方向ベクトルを算出してX、Y、Z軸で構成する基準面に投影することで指示誤差の他に目盛誤差と各軸間の直角度が検査できる。

4. BUCを用いた各種ゲージの活用方法の提案

4.1 BUC製GBを使用したCMMの目盛補正方法¹¹⁾

図10の現場環境に置かれたCMMのBUC製GBの目盛誤差 E_{CX} からスケール温度計の等価スケール温度係数誤差(スケールの温度測定の変換率誤差とスケールの熱膨張係数の誤差が含まれる)とスケールオフセット誤差(スケールの温度測定の変換率誤差とスケールの変換率誤差が含まれる)を評価し、さらに、鋼製GBの目盛誤差 E_{MX} からワーク温度計のワークオフセット誤差(ワークの温度測定の変換率誤差とワークの校正誤差が含まれる)を評価することにより、図11のスケールとワークの温度計

図10 BUC_GB、Metal_GBおよびCMM温度計の配置

図11 CMM内蔵温度計の補正前後の目盛誤差

の補正が可能となる。その結果、現場環境での測定精度が大幅に向上し、従来の目盛誤差 $5\mu\text{m/m}$ を $2\mu\text{m/m}$ 以下に低減できた。

4.2 BUC製ホールプレートを使用したCMMの精度検査

HPを用いてCMMの測定精度を検証した例を示す。HPはCMMで各円筒穴中心座標を測定することで、測定値と校正値を比較し、CMMの長さ測定誤差および直交誤

図 12 HP の YZ 面の姿勢

表 2 YZ 面内誤差

	XY 面内	YZ 面内	ZX 面内
xTx [$\mu\text{m}/\text{m}$]	0.0	—	0.0
yTy [$\mu\text{m}/\text{m}$]	0.0	-0.3	—
zTz [$\mu\text{m}/\text{m}$]	—	0.5	0.0
xWy [μrad]	0.0	—	—
yWz [μrad]	—	-0.3	—
xWz [μrad]	—	—	0.0

図 13 YZ 面の誤差

差が検査できる。使用した HP は大きさ 410 mm×410 mm (9 kg) であり、350 mm×350 mm の範囲に設けられた 28 個の円筒穴の中心座標が校正されている (校正の拡張不確かさ $U=0.5\mu\text{m}$ 程度)。HP は図 12 のとおり CMM の YZ 面に平行に設置した。

CMM の Y 方向および Z 方向の指示誤差と YZ 軸の直交誤差を表 2 に示す。また YZ 面内における CMM の座標測定誤差を可視化したものを図 13 に示す。表 2 より、YZ 面内での誤差は Y 軸方向で $-0.3\mu\text{m}/\text{m}$ 、Z 軸方向で $0.5\mu\text{m}/\text{m}$ となり検査長さ 1 m での最大許容指示誤差 2.4

図 14 左：BUC 製 BDG，右：銅製 BDG

	℃					
	Org.1	Org.2	Org.3	Org.4	Org.5	Org.6
BUC 製 BDG	1.7	0.2	0.2	0.1	0.26	0.50
銅製 BDG	0.7	0.1	0.3	0.07	0.43	0.09

図 15 各機関の拡張不確かさ ($L=458\text{ mm}$)

μm を大きく下回った。また、Z 軸に対する Y 軸の直角度誤差は $-0.3\mu\text{rad}$ となり非常に小さく、CMM の状態が良好であることが確認できた。

BUC 製 HP は熱膨張しないため測定中の温度変動の影響を受けず、さらに不確かさの小さい標準値が付与できるため、従来の銅製標準器で見られた熱膨張に起因した誤差が排除できる。このことから BUC 製 HP を利用することで CMM の機械誤差を他の誤差要因と分離して正確に評価できる。

4.3 BUC 製ボールディメンジョンゲージを使用した CMM の中間点検¹²⁾

JIS B 7440-2:2013 附属書 A 中間点検では中間点検の実施にあたり作業者が標準器と検査方法を目的に応じて設定することを指示している。ここでは図 14 に示す二つの材質の BDG に対する値付け時の不確かさを 6 機関の持ち回り測定で求め、中間点検で使用するゲージが具備する特性を調べた。信号因子は球間距離、標示因子はプロービング方向、スタイラス向き、BDG 位置、プロービング領域、誤差因子は繰り返しとして BDG 校正時の不確かさを算出した。図 15 は各機関の温度変動幅と値付けの不確かさである。図中の棒線は CMM の指示誤差で機関 2 のみが $MPE_E=4.53\mu\text{m}$ ($L=458\text{ mm}$)、他の機関は $MPE_E=1.56\mu\text{m}$ である。銅製 BDG では 6 機関中 5 機関で値付けの不確かさが高精度タイプの CMM の指示誤差を超えた。これは測定中の温度変動が直接的に銅製 BDG を膨張収縮させた影響であることが分かり、温度影響を排除し、不確かさの小さい校正値を得るためには BUC の活用が必須になる。

5. お わ り に

黒色低熱膨張セラミックス焼結体は、今までの銅製標準器が達成できなかった高比剛性による大きな検査長さかつ

可搬性の容易さの両立に加え、温度変化による熱膨張ゼロ特性による正確な校正値付与、さらに成形加工の容易性など多くの優れた特性を合わせもつことからブロックゲージ、CMM 検査用アーティファクトおよび歯車ピッチマスター¹³⁾など精密測定の標準器部材として広く実用化されており、ものづくり産業の基盤技術の役割を果たしている。さらに、黒色低熱膨張セラミックス焼結体は、標準器の他にも低熱膨張性や安定性の特長を生かし、半導体製造装置や精密測定機器の構造部材として広く実用化されており、今後精密光学や天文分野においても応用が期待されている。

参 考 文 献

- 1) 菅原潤：特許第 3133302 号。
- 2) 野瀬哲郎，森田英彦，高橋史明：特許第 3090914 号。
- 3) 黒崎播磨株式会社セラミックス事業部カタログ：NEXCERA 超低熱膨張セラミックス。
- 4) A. Takahashi: Long-term Dimensional Stability of a Line Scale Made of Low Thermal Expansion Ceramic NEXCERA, Meas. Sci. Technol., **23** (2012) 035001.
- 5) 高橋顕：小不確かさ標準尺測定機の開発（第 4 報：測定の長期安定性と尺材料の経年変化），2009 年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集，(2009) 715.
- 6) 株式会社ミットヨカタログ：低膨張セラミックスゲージブロック ZERO CERA BLOCK.
- 7) 佐藤理：座標測定機用標準の開発—新素材を用いた熱膨張・たわみの少ない国産標準—，産総研 Today **8**, 11 (2008) 29.
- 8) E. Trapet and F. Waeldele: A Reference Object Based Method to Determine the Parametric Error Components of Coordinate Measuring Machines and Machine Tools, Measurement, **9**, 1 (1991) 17.
- 9) T. Takatsuji et al.: Final Report on APMP Regional Key Comparison APMP. L-K6: Calibration of Ball Plate and Hole Plate, Metrologia, **51**, Tech. Suppl., 04003, (2014).
- 10) 和合健，井山俊郎：特許第 5317077 号。
- 11) 大西徹，高瀬省徳，高増潔：現場環境における三次元測定機の高度化に関する研究（第 3 報）—低熱膨張ブロックゲージを用いた温度補正の評価—，精密工学会誌，**76**, 5 (2010) 541.
- 12) 和合健，中居久明，加藤勝，久田哲弥，渡部光隆，吉田智，大澤尊光，井山俊郎：座標測定機の間点検手法の考察，精密工学会誌，**79**, 3 (2013) 241.
- 13) 大澤尊光，佐藤理，尾藤洋一，近藤余範：低熱膨張セラミック

スを用いた座標測定機評価用基準器，Ceramics Japan, **46**, 11 (2011) 950.

菅原 潤

1981 年東北大学大学院理学部物理学専攻修了。現在、黒崎播磨株式会社セラミックス事業部 Gr リーダー。

松浦章彦

1984 年横浜国立大学第二部機械工学科卒業。現在、株式会社ミットヨ宮崎工場技術課課長。

佐藤 理

2004 年東京大学大学院工学系研究科精密機械工学専攻博士後期課程修了。現在、独立行政法人産業技術総合研究所計測標準研究部門主任研究員。

和合 健

2009 年岩手大学大学院工学研究科生産開発工学専攻博士後期課程修了。現在、地方独立行政法人岩手県工業技術センター素材技術部上席専門研究員。

大西 徹

1987 年東海大学工学部生産機械工学科卒業。博士（工学）。現在、地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター多摩テクノプラザ電子・機械グループ主任研究員。