

〈技術レポート〉

## 超高温熱伝導率測定装置

浜松研究所 研究部門 坪井 幹 憲  
大村 高 弘  
小野 寺 正 剛

周期加熱法を使って、常用1500℃までの熱伝導率測定が可能な装置を開発した。測定精度の確認として、同一試験体を保護熱板法に基づく装置、従来装置(周期加熱法)及び今回開発した装置(開発装置)の3装置にて測定し、他の装置と±10%以内で一致し、実用上十分な精度で測定可能であった。

また、本装置を使って従来では不可能であった異なる2種類の試験体を同時に測定する方法を新たに考案し、検討温度は800℃までであるが、同時測定結果が個々に測定を行った場合と±10%以内で一致し、周期加熱法で異なる2種類の試験体の同時測定が可能であった。

さらにアルミナーシリカ系断熱材について、上向き・下向き熱流を使ってそれぞれ測定された場合の熱伝導率比較を行ったが、両者にほとんど差はなく試験体内部に熱流方向に依存した対流発生は見られないことが分かった。

### 1. はじめに

近年の宇宙産業や半導体産業のめざましい発達、また環境問題に伴って発達したゴミ焼却用施設に使用される加熱炉等の産業の成長や世界的規模の省エネ対策等により、断熱技術がより一層重要性を増してきた。そのため、断熱材の性能を向上させる研究が盛んに行われるようになり、また、その使用温度も1000℃以上の高温下で使用されるケースが増えてきた。そのため、高温下での断熱性能、特に熱伝導率測定技術が必要となってきた。本課題に対し、当社では周期加熱法及び保護熱板法による熱伝導率測定装置を開発し、1300℃までの測定を可能にした<sup>1)</sup>。しかし、この装置では最高測定温度が1300℃であり、常用では1000℃までの測定であった。そこで今回その装置を更に改良することにより、周期加熱法により1500℃まで測定が可能な熱伝導率測定装置を開発し、高温下で使用可能な断熱材の熱伝導率を測定した。ここでは、測定原理、装置の構成、加熱周期と熱伝導率、

100～1500℃までの測定結果、及び異なる2種類の試験体の熱伝導率同時測定について報告する。

### 2. 測定原理

周期加熱法は、試験体の一方の面に温度波を与え、その内部での位相差、あるいは振幅の減衰比を測定することにより熱拡散率を求める手法である。図1に示すように、試験体の厚さを  $d$

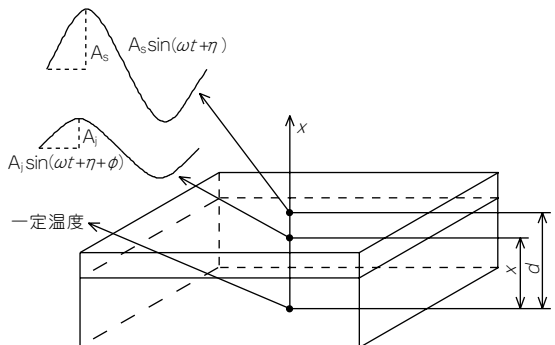


図1 測定原理

とし、また、その方向を  $x$  軸方向とする。原点に試験体の放熱面、 $x=d$  に試験体加熱面があると、原点では温度が常に一定に保持され、 $x=d$  で温度は周期的に変化 ( $\sin(\omega t + \eta)$ ) していると仮定する。ここで、 $\omega$  は角振動数、 $f$  は周期、 $t$  は時間、 $\eta$  は任意の位相である。この条件の下で一次元の熱伝導方程式を解くと、加熱面  $d$  と試験体内部任意の位置  $x$  の位相差  $\phi$ 、及び振幅の減衰比  $A$  は、

$$\phi = \arg \left\{ \frac{\sinh 2kx(1+i)}{\sinh 2kd(1+i)} \right\} \dots\dots\dots (1)$$

$$A = \frac{A_j}{A_s} = \sqrt{\frac{\cosh 2kx - \cos 2kx}{\cosh 2kd - \cos 2kd}} \dots\dots\dots (2)$$

で表される。ここで、

$$k = \sqrt{\frac{\omega}{2\kappa}} \dots\dots\dots (3)$$

$$\omega = \frac{2\pi}{T_f} \dots\dots\dots (4)$$

であり、 $i$  は虚数単位である<sup>2)</sup>。

以上から、加熱面の温度波と試験体内部の任意の位置  $x$  における温度波を比較し、その位相差  $\phi$  あるいは振幅比  $A$  を測定することで、熱拡散率

$\kappa$  を求めることができる。すなわち、位相差  $\phi$  を式 (1) に代入することで  $k$  を求め、その値を式 (3) に代入することで熱拡散率  $\kappa$  を得ることができる。同様に、振幅比  $A$  を式 (2) に代入し、得られた  $k$  と式 (3) から熱拡散率  $\kappa$  が分かる。さらに熱伝導率  $\lambda$  は、別途測定した密度  $\rho$  と比熱  $c$  を以下の式 (5) に代入することで得られる。

$$\lambda = \rho c \kappa \dots\dots\dots (5)$$

### 3. 測定装置

写真1に装置の全体写真、図2に測定部の模式図を示す。装置は、試験体の加熱面(上側)に温度波を発生させる周期加熱ヒータ、試験体の低温面(下側)を一定温度に保つための下部ヒータ、周期加熱ヒータより発生した温度波を効率よく試験体に伝播させるための補償ヒータ、試験体周辺の雰囲気温度を制御するための円筒ヒータからなる。全てのヒータが約1550℃まで昇温可能であり、周期加熱ヒータ、下部ヒータ及び補償ヒータは、1800℃まで耐熱性を有する高アルミナ質断熱板に0.3mmの白金線を巻くことにより作製している。ここで、低温側ヒータである下部ヒータの直下には水冷タンクがあり、タンク内部の水をサーキュレータにより循環させることで、試験体を伝播してきた熱を効率良く吸



写真1 開発した熱伝導率測定装置

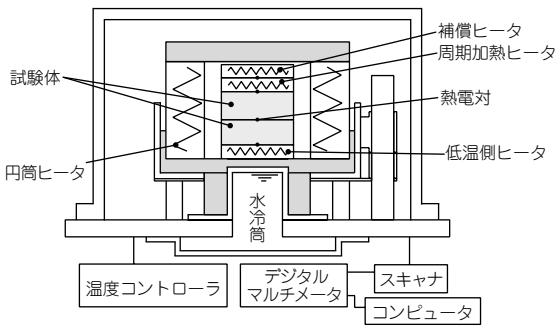


図2 熱伝導率測定装置模式図

収する構造となっている。試験体の加熱，中央及び低温面の温度測定にはφ0.3mmのR型熱電対を使用し，スキャナー，デジタルマルチメータを経てコンピュータに取り込んだ。測定に用いる試験体は120×120×25mm<sup>1</sup>のものを2枚重ねにしたサイズであり，その重ね面に挿入した熱電対で試験体内部の温度を測定した。なお，比熱測定は自作した投下法による比熱測定装置<sup>3)</sup>を使用した。

#### 4. 測定精度の確認

断熱材の標準物質として正式に存在するのは，NISTのグラスウールやポリスチレンフォーム等であるが，いずれも室温付近に使用が限られている。従って，今回開発した装置について，これらの標準物質をあてはめる事は不可能である。そこで他の原理を使った装置，あるいは他の装置で同じ試験体を測定し，その結果を比較することで精度の確認を行うことにした。今回は，保護熱板法 (JIS A 1412-1) による装置 (英弘精機 (株) 製 HC-090, 測定温度範囲: 100 ~ 600 °C), 現有する周期加熱法による装置 (弊社にて製作, HV1000 型, 測定温度範囲: 100 ~ 1000 °C) を使用した。その結果を図3に示す。灰色の○は現有装置, □は保護熱板法による装置, ◆が開発装置により測定された熱伝導率 λ [W/(m·K)] であり, 横軸には試験体平均温度 θ [°C] をとっている。全ての測定結果が ±10% 以内で一致し, 十分な精度で測定可能であることを確認した。

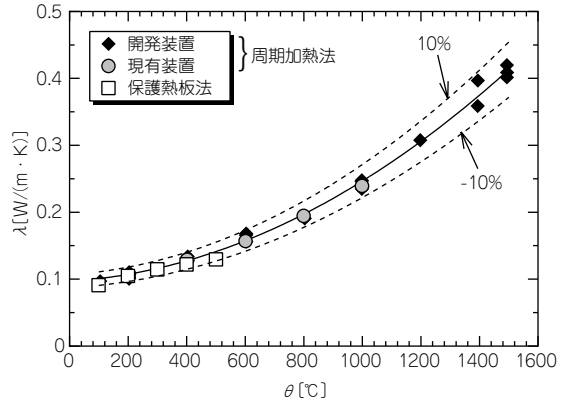


図3 測定精度の確認

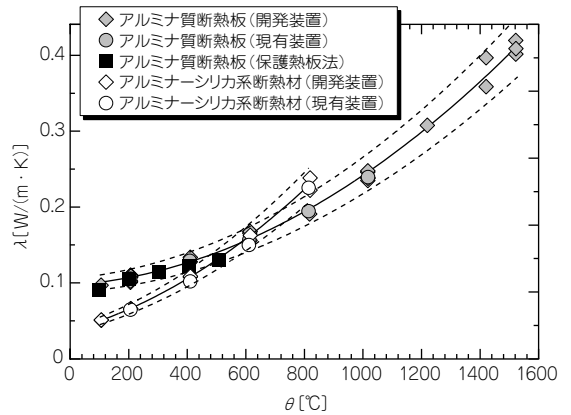


図4 各種断熱材の熱伝導率測定結果

#### 5. 断熱材の熱伝導率測定結果

図4にアルミナ質断熱板及びアルミナ-シリカ系断熱材の測定結果を示す。全ての測定結果について◇は開発装置, ○は現有装置であり, 灰色がアルミナ質断熱板, 白色がアルミナ-シリカ系断熱材, ■は保護熱板法 (アルミナ質断熱板) により測定された熱伝導率 λ [W/(m·K)] である。ここで, いずれの図においても, 横軸には試験体平均温度 θ [°C] をとっている。実線は, 開発装置による測定結果を最小二乗近似した結果であり, 破線はその ±10% の範囲を示している。各試験体とも, 測定温度範囲で約5%以内のバラツキで安定した

結果を得ることができ、また、他の装置による測定結果とも±10%以内で一致した。

### 6. 2種類の材料の熱伝導率同時測定

従来の装置では1回の測定につき一つの試験体を測定する構造であったが、今回開発した装置では二つの試験体を同時に測定することが可能な構造である。すなわち、本装置の周期加熱ヒータは高アルミナ断熱板に白金線を巻きつけて製作しているため、ヒータ面上から上下方向へ同じ温度波が発生することになり、従ってヒータの上下に試験体があれば2種類の試験体の熱伝導率を同時に測定できるということになる。そこで、図2にある測定装置の構造を、図5に示すように補償ヒータを上側の低温側ヒータとし、そ

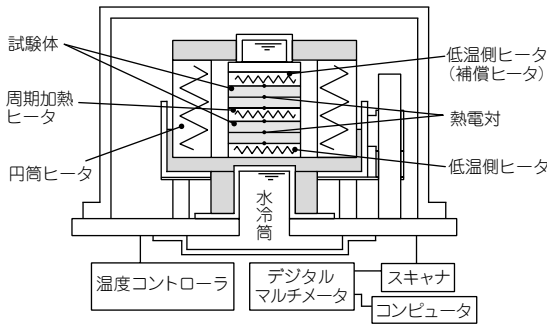


図5 同時測定模式図

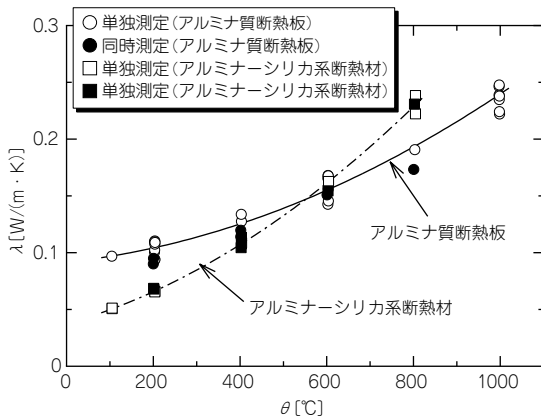


図6 同時測定

の上部にも水冷筒を設け、2種類の試験体を設置できるようにした。測定はすでに単一試験体で測定を行っているアルミナ質断熱板を周期加熱ヒータの下側、アルミナ-シリカ系断熱材をその上側に設置して行った。図6にアルミナ質断熱板及びアルミナ-シリカ系断熱材の測定結果を示す。各試験体とも個々に測定した結果と±10%以内で一致し、上向きまたは下向き加熱による測定への影響はなく、同時測定についても十分な精度で測定可能であることを確認した。

### 7. 測定誤差に関する検討

図7は、試験体を上に置いた場合と下に置いた場合の測定結果であるが、両者に差はなかった。当初、6. で説明した同時測定の際、試験体を上に置いた場合、すなわち上向き加熱になる場合、空隙内部における自然対流により熱伝導率が影響を受けると考えていた。そこで、この原因について考察してみることにする。

繊維質断熱材内部における自然対流の有無は、一般的に、以下に示す修正レイレー数  $Ra$ ,

$$Ra = \frac{g\beta\Delta\theta d^3}{\nu\kappa_a} \frac{h}{d^2} \dots\dots\dots (6)$$

により推定できる<sup>4)</sup>。ここで、 $g$ は重力加速度、 $\beta$ は体膨張係数、 $\Delta\theta$ は温度差、 $\nu$ は動粘性係数、 $\kappa_a$ は熱拡散率、 $d$ は試験体厚さである。また、 $h$ は透過率であり、次式で表される<sup>5)</sup>。

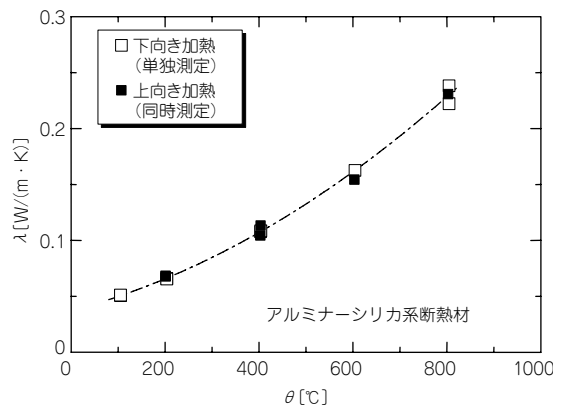


図7 上向き加熱と下向き加熱

$$h = \frac{r^2 \sigma^3}{122(1-\sigma)^2} \dots\dots\dots(7)$$

ここで、 $r$ は繊維径、 $\delta$ は試験体の空隙率である。この $Ra$ が臨界レイレー数 $Ra_{cr} (=4\pi^2)$ より大きくなると、試験体内部で自然対流が発生していることになる。例えば、500℃の場合、試験体平均温度を500℃、高密度 $\rho$ を150kg/m<sup>3</sup>、真密度 $\rho_t$ を2900kg/m<sup>3</sup>、繊維径 $r$ を $4 \times 10^{-6}$ m、試験体厚さ $L$ を0.04m、体膨張係数 $\beta$ を $1/773K^{-1}$ 、動粘性係数 $\nu$ を $7.63 \times 10^{-5}m^2/s$ 、熱拡散率 $\kappa_a$ を $1.06 \times 10^{-4}m^2/s^2$ 、温度差 $\Delta\theta$ を30℃、重力加速度 $g$ を $9.8m/s^2$ とすると、透過率 $h$ は、

$$h = \frac{(4 \times 10^{-6})^2 \times 0.95^3}{122 \times 0.05^2} = 4.5 \times 10^{-11}$$

となり、修正レイレー数 $Ra$ は、

$$Ra = \frac{9.8 \times \frac{30}{773} \times 0.04 \times 4.5 \times 10^{-11}}{7.63 \times 10^{-5} \times 1.06 \times 10^{-4}} = 8.5 \times 10^{-5}$$

となる。この値は、臨界レイレー数 $Ra_{cr} (=39.5)$ に比べ非常に小さく、従って上向き加熱であっても試験体内部で自然対流が発生していないのが分かる。以上により、試験体をどちらに置いた場合でも（加熱方向が上向き、下向きによらず）、自然対流による測定誤差は発生しないことが示された。

**8. おわりに**

試験体温度100℃から1500℃に対して適用可能な周期加熱法による熱伝導率測定装置を開発した。本装置の測定精度を確認するため、同一試験体を従来の周期加熱法による装置及び保護熱板法による装置で測定した結果と比較し、全ての結果が±10%以内で一致し、従来の装置では不可能であった1500℃の温度域においても、実用的に十分な精度での熱伝導率測定が可能となった（測定温度範囲は100～1500℃）。

また、新たな試みとして2種類の異なる試験体の熱伝導率同時測定を行い、その結果について

も単体で測定した熱伝導率と一致し、十分な精度で測定可能であることを示した。

参考文献

- 1) T.Omura, Int. J. Soc. Mater. Eng. Resour, 9-1/2 (2001)
- 2) H. S. Carslaw and J. C. Jaeger, Conduction of Heat in Solids, 105-109 (1959)
- 3) 坪井幹憲, 大村高弘, 小野寺正剛, ニチアス技術時報 2004 No.1, 9-14 (2004)
- 4) 日本熱物性学会, 熱物性ハンドブック, 養賢堂, 178 (1990)
- 5) 日本機会学会, 伝熱工学資料 改訂第4版, 丸善, 221 (1986)
- 6) 日本熱物性学会, 熱物性ハンドブック, 養賢堂, 59 (1990)

筆者紹介



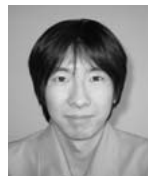
**坪井 幹憲**

浜松研究所 研究部門



**大村 高弘**

浜松研究所 研究部門



**小野寺 正剛**

浜松研究所 研究部門