

# 周期加熱法による断熱材の熱拡散率測定における 試験片サイズおよび周期の影響

ニチアス株式会社 阿部直毅  
 一般財団法人 日本建材・住宅設備産業協会 藤本哲夫  
 一般財団法人 建材試験センター 萩原伸治  
 国立研究開発法人 産業技術総合研究所 阿子島めぐみ  
 元ニチアス株式会社 和田迫三志  
 ニチアス株式会社 安藤大介  
 三木達郎  
 小野寺正剛

## はじめに

2021年2月に、Thermal insulation — Test method for thermal diffusivity — Periodic heat methodが、国際規格(ISO 21901:2021)として発行された。

そこで本レポートでは、まず【解説】として、国際標準化の背景や経緯、測定原理、国際標準化による効果について、当社の阿部による説明を記す。次に、【本文】として、国際標準化に取り組んだ際に、国内外で行われた技術的な検証事項の一部を記す。具体的には、試験片サイズおよび加熱周期の熱拡散率測定値に対する影響を確認し、適切な測定条件を検証した。

なお【本文】は、共著で発表した第42回日本熱物性シンポジウム(2021年10月)からの転載である。

## 【解説】

### 1. 背景

断熱材の最も重要な特性として熱伝導率があり、その代表的な測定方法として「JIS A 1412-1 熱絶縁材の熱抵抗及び熱伝導率の測定方法-第1部:保護熱板法(GHP法)」がある。しかしながら、市販のGHP法装置の多くは測定温度範囲が常用

600℃までとなっている。高温域で用いられる測定方法としては「JIS R 2251-1 耐火物の熱伝導率の試験方法-第1部:熱線法(直行法)」があるが、熱線法は熱的に等方で熱伝導率が高い材料の測定に適している。つまり、熱線法は繊維質断熱材など異方性の高い断熱材の評価には不向きである。

そこで当社は、金属の熱拡散率測定に古くから用いられてきた周期加熱法の原理を応用して、断熱材を測定できる装置を独自開発することにより、1990年代から高温域における断熱性能を評価してきた。

### 2. 国際標準化に至る経緯

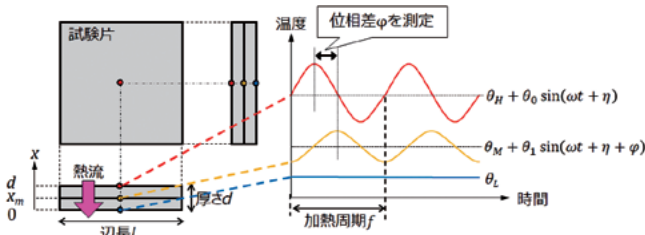
高温域における断熱材の断熱性能評価について、標準化された測定方法や、100℃以上で使用できる標準物質は存在しなかった。そこで、一般財団法人建材試験センターが当社の用いていた周期加熱法に着目し、2014年より経済産業省の委託事業を受託して「断熱材の熱拡散率測定方法(周期加熱法)」の国際標準化に、国立研究開発法人産業技術総合研究所や当社などと共同で取り組んだ。国内外で技術的な検証が行われ、検証結果を規定に反映することにより、2021年2月にISO 21901 Thermal insulation — Test method for thermal diffusivity — Periodic heat methodとして規格

発行に至った。これにより、周期加熱法によって熱拡散率を国際規格に準じて測定できるようになった。

### 3. 周期加熱法とは

周期加熱法は、試験片を加熱した際の温度変化から熱拡散率を測定する方法であり、非定常法に分類される。原理を簡単に説明するため、周期加熱法の試験片と温度変化を図Aに示す。

試験片の上面から時間で変化する周期加熱を行うと、試験片の厚さ方向に熱が伝わる際に位相差  $\varphi$  (時間遅れ) が生じる。1次元の非定常熱伝導方程式の解である式 (A) を用いて減衰係数  $k$  を求め、式 (B) および式 (C) を用いて熱拡散率  $a$  を算出する方法が周期加熱法である。



図A 原理

$$\varphi = \arg \left\{ \frac{\sinh[kx_m(1+i)]}{\sinh[kd(1+i)]} \right\} \dots\dots\dots (A)$$

$$k = \sqrt{\frac{\omega}{2a}} \dots\dots\dots (B)$$

$$\omega = \frac{2\pi}{f} \dots\dots\dots (C)$$

ここで、 $\varphi$ は位相差、 $k$ は減衰係数、 $x_m$ は放熱面を原点としたときの試験片部における温度測定点の位置、 $i$ は虚数単位、 $d$ は試験片厚さ、 $\omega$ は角振動数、 $f$ は周期、 $\eta$ は任意の位相、を示す。

なお、試験片の下面に周期的な温度変動がある場合についても、ISO 21901に記載された別の式を用いて求めることができる。

さらに、別途求めたかさ密度  $\rho$  と比熱  $c$ 、熱拡散率を用いて式 (D) により熱伝導率  $\lambda$  を求められる。

$$\lambda = \rho ca \dots\dots\dots (D)$$

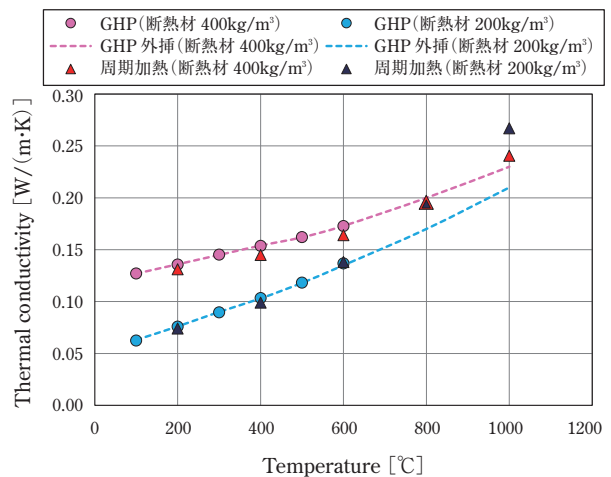
GHP法では、加熱板のヒーター出力を熱伝導率の算出に使うので、測定原理に基づいた1次元熱流を実現させるために繊細な温度制御が求められる。高い均熱性を求められ、加熱板が金属製になっているため常用600℃までとなる。一方、周期加熱法では、位相差および振幅比を熱拡散率の算出に使うので、GHP法と比較して単純な装置構成となっており、セラミックス製のパネルヒーターを使用できるため高温測定が可能となる。

### 4. 周期加熱法の国際標準化の効果

かさ密度が異なる2種類の断熱材の熱伝導率評価例を図Bに示す。今回国際標準化された周期加熱法による熱伝導率は、実測した熱拡散率から式 (D) を用いて求めた結果である。

図Bから、周期加熱法とGHP法の600℃までの熱伝導率が同等であることを確認できた。また、周期加熱法ではGHP法よりも高い温度域まで評価可能である。そのため、周期加熱法では2種類の断熱材の熱伝導率が800℃を境に高低逆転する事象を確認できた。これは600℃までのGHP法による外挿結果からでは予測が難しいところである。このように、周期加熱法を用いることにより、高温域の予測が難しい断熱材の熱拡散率を国際規格に準じて実測できるようになった。

さらに、断熱材の比熱測定方法 (DSC法) につ



図B 評価例

いても、建材試験センターが経済産業省の委託事業を受託し、産業技術総合研究所や熱分析装置メーカー、当社などと共同で国際標準化（ISO/CD 24144）に取り組んでいる。比熱測定方法（DSC法）も国際標準化されれば、熱伝導率を国際規格に準じて求めることができるようになる。

## 5. 転載情報

阿部, 藤本, 萩原, 阿子島ら, 第42回日本熱物性シンポジウム講演論文集, 講演No.A315 (2021)

## 【本 文】

### ABSTRACT

The International Organization for Standardization (ISO) published “Thermal insulation — Test method for thermal diffusivity — Periodic heat method” in February 2021 as an international standard (ISO 21901: 2021). The issuance of this international standard will contribute to global energy conservation by properly evaluating the thermal insulating performance of thermal insulation materials in the high temperature range. In this study, we verified the effects of the specimen size and the measurement conditions on the measured thermal diffusivity. The thermal diffusivity measurements by the periodic heat method were affected by the specimen size and the period of temperature change. However, in period range of 900 s to 5400 s, effect of the specimen size and the period could be ignored by setting the ratio  $L/d$  of side length to thickness to 6 or more.

### 1. 緒言

国際標準化機構（ISO）において、Thermal insulation — Test method for thermal diffusivity — Periodic heat method「断熱材の熱拡散率測定方法（周期加熱法）」が、2021年2月に国際規格（ISO 21901:2021）として発行された<sup>1)</sup>。この国際規格の発行により、断熱材の高温域における断熱性能を適正に評価でき、世界的な省エネルギー化に貢献できる。

当該規格の基盤となる技術は、大村氏（和歌山工業高等専門学校）がニチアス株式会在籍中に断熱材の熱拡散率測定用に応用した周期加熱法である<sup>2)~4)</sup>。この周期加熱法を国際規格とすべく、2014年から国際標準化委員会（委員長:富村氏 [元熊本大学, TC163/SC1/WG19 コンビーナ]）で技術的な検証や規格開発、国際提案等に取り組んできた。

本研究では当該事業における技術的な検証<sup>5)</sup>の一部として、熱拡散率測定値に対する試験片サイ

ズおよび測定条件の影響について確認した。断熱材の熱拡散率測定において、高温域で使用できる標準物質が存在しないため、実測結果とシミュレーションによる計算結果の両面から検証した。

### 2. 周期加熱法装置の概要

熱拡散率測定装置の概略を図1に示す。装置は、試験片の加熱面（上側）に周期的な温度変化を発生させるための周期ヒーター①、試験片の放熱面（下側）の温度を制御するための下部ヒーター②、試験片周辺の雰囲気温度を制御するための雰囲気ヒーター③等から構成される。試験片の加熱面、中央、放熱面の温度測定には直径0.3 mmのR型熱電対を使用した。また、試験片④を2枚積層して設置し、その間に挿入した熱電対⑤で試験片内部の温度を測定した。各ヒーターの外側には断熱材⑥を設置した。

本研究では試験片の辺長 $L$ および厚さ $d$ を変更し、その影響を確認した。本研究で用いた装置で

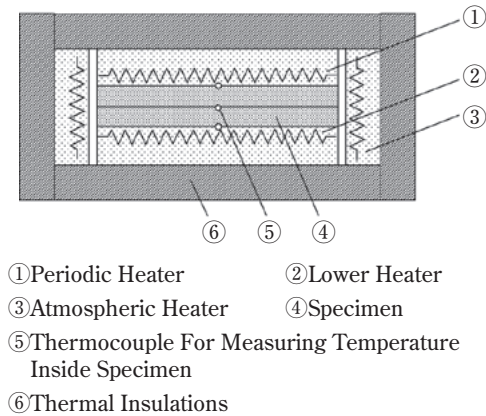


Fig. 1 Schematic of thermal diffusivity measuring apparatus

は、試験片の辺長と同じサイズの周期ヒーターおよび下部ヒーターが必要となる。したがって、厚さを変更した試験片の測定は同じ装置で実施できるが、辺長を変更した試験片の測定は同じ装置では実施できない。そのため本研究では、ニチアスで自作したヒーターサイズの異なる2台の装置を使用した。さらに、製作者（設計）の違いによる影響を確認するため、当該事業で（一財）建材試験センターに導入した英弘精機株式会社製の装置も使用し、合計3台を用いて検証した。

### 3. 試験片

検証には、かさ密度  $174 \sim 178 \text{ kg/m}^3$  の全て同じ製造ロットのアルミナ繊維質断熱材の試験片を使用した。厚さの影響の検証には、同等の辺長で異なる厚さの試験片を用いた。辺長の影響の検証には、同等の厚さで異なる辺長の試験片を用いた。なお、辺長サイズ毎に厚さ  $10 \text{ mm}$  と厚さ  $20 \text{ mm}$  の試験片を複数枚用意し、狙い厚さとなるように組み合わせて積層し、1組の試験片とした。測定値に対して、積層による影響がないことを事前に確認済である。

## 4. 結果および考察

### 4.1 厚さの影響

試験片の厚さと熱拡散率測定値の関係を確認した。結果を図2に示す。各プロットは、全て辺長  $125 \text{ mm}$  試験片で、厚さだけが異なる試験片の熱拡散率測定結果である。なお、試験片の加熱面と

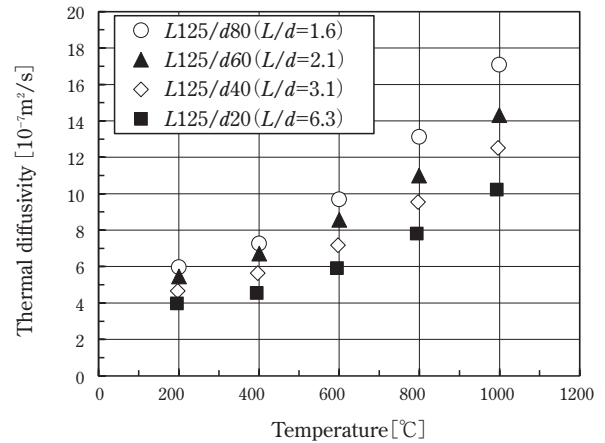


Fig. 2 Effect of thickness  
( $f = 3600 \text{ s}$ ,  $L = 125 \text{ mm}$ , apparatus: Nichias)

放熱面の平均温度を試験温度とした。図2より、試験片が厚くなるほど、各温度における熱拡散率測定値は高くなることが確認された。

### 4.2 辺長の影響

試験片の辺長と熱拡散率測定値の関係を確認した。結果を図3に示す。各プロットは、全て厚さ  $40 \text{ mm}$  の試験片で、辺長だけが異なる試験片の熱拡散率測定結果である。図3より、試験片の辺長が短くなると、各温度における熱拡散率測定値は高くなることが確認された。

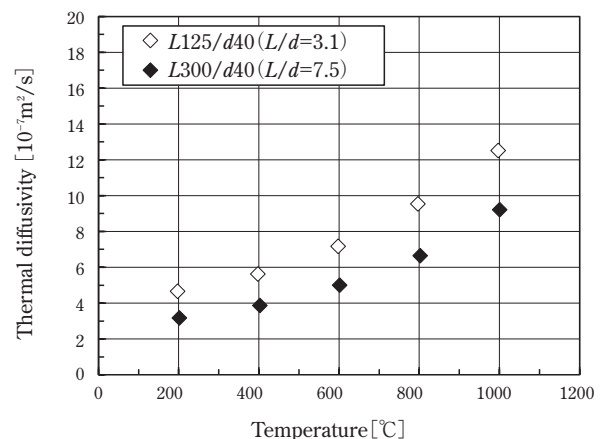


Fig. 3 Effect of side length  
( $f = 3600 \text{ s}$ ,  $d = 40 \text{ mm}$ , apparatus: Nichias)

### 4.3 厚さと辺長の影響の検証

図2および図3より、熱拡散率測定値に対する試験片の厚さと辺長の影響は大きいことが確認さ

れた。そのため、信頼できる測定値を得られる試験片サイズ範囲の規定が必要と考えた。そこで、試験片サイズを $L/d$ （辺長 $L$ と厚さ $d$ の比率）で規定できると考え、 $L/d$ と熱拡散率測定値の関係を検証した。

最初に、 $L/d$ と熱拡散率測定値の関係をシミュレーションで確認した。シミュレーション条件を以下に示す。

- ・ソフトウェア：有限体積法 熱流体解析ソフトウェア SCRYU/Tetra®（株式会社ソフトウェアクレイドル製）
- ・解析方法：非定常伝熱解析
- ・解析領域：直方体の試験片
- ・加熱面の面内温度： $410+5\sin(\omega t)$ °Cで時間変化
- ・放熱面の面内温度：390°Cで固定
- ・側面温度：代表温度400°C，  
熱伝達率  $100 \text{ W}/(\text{m}^2\cdot\text{K})$
- ・試験片の熱拡散率 $a$ ： $5.0 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$
- ・試験片のかさ密度： $200 \text{ kg}/\text{m}^3$
- ・試験片の比熱： $1000 \text{ J}/(\text{kg}\cdot\text{K})$

シミュレーションによる計算結果を図4に示す。図の縦軸は真の熱拡散率（入力値：シミュレーションで計算をする際に設定した値）と公称熱拡散率（計算値：ある条件下でシミュレーション計算して得られた値）との差を示す。図4より、 $L/d$ が高くなるほど、熱拡散率の計算値は入力値に近づき、 $L/d \geq 6$ で計算値は入力値と同等になるこ

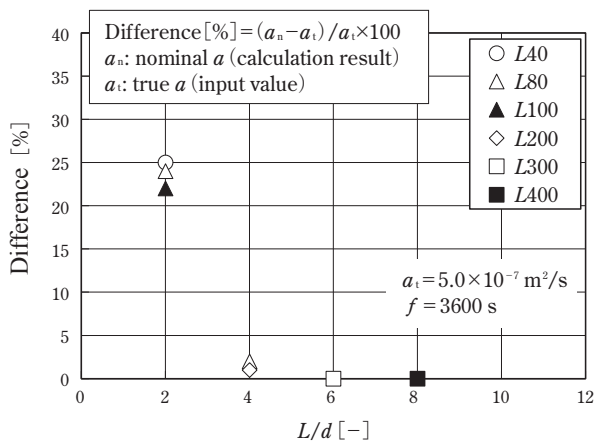


Fig. 4 Effect of  $L/d$  (calculation result)

とが確認された。

次に、 $L/d$ と熱拡散率測定値の関係を実測で確認した。実測による検証結果を図5に示す。図5の実測による検証結果は、シミュレーションの検証結果と同じ傾向を示した。つまり、 $L/d$ が高くなるほど熱拡散率測定値は低下し、 $L/d \geq 6$ で熱拡散率測定値はおよそ一定になった。辺長が長く厚さが薄いほど、熱拡散率測定値に対する試験片側面部からの熱入出による影響を無視できると考えられる。

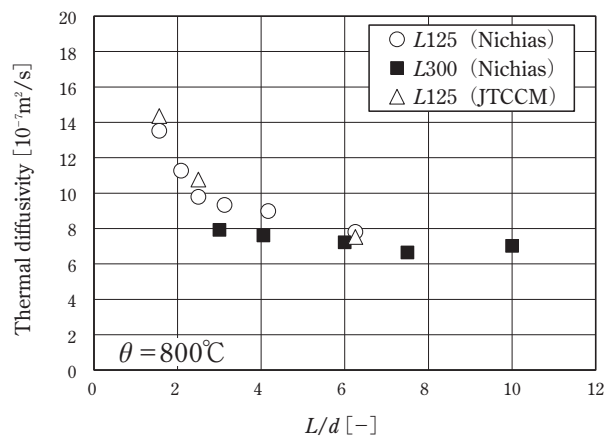


Fig. 5 Effect of  $L/d$  (measured result at  $f = 3600 \text{ s}$ )

また、異なる装置でも同様の結果を得られることが確認できたため、製作者（設計）の違いよりも $L/d$ による影響の方が大きいことを確認できた。これらのことから、「試験片サイズとして $L/d \geq 6$ を推奨」と国際規格に規定した。

#### 4.4 周期の検証

温度変化の周期についても、信頼できる測定値を得られる周期範囲があると考えられたため、周期と熱拡散率測定値の関係をシミュレーションで確認した。試験片サイズのシミュレーションによる検証と同様の条件で計算した。周期と熱拡散率測定値の関係に対する真の熱拡散率（入力値）と公称熱拡散率（計算値）の差を、試験片の $L/d$ 毎に図6に示す。図6は熱拡散率と厚さを変更した検証の一例である。

図6より、周期が短く $L/d$ が高くなるほど、熱拡散率の計算値は入力値に近づき、900 ~ 5400 s

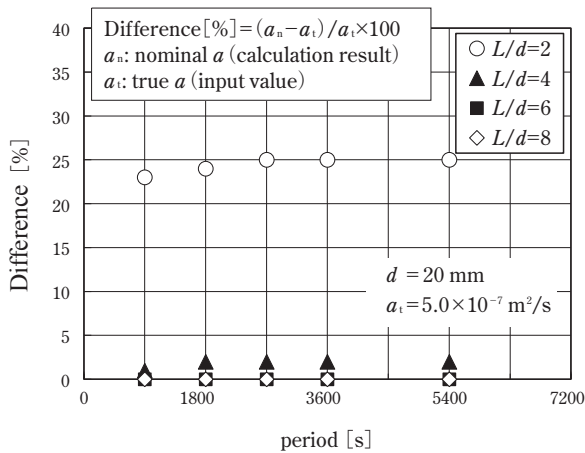


Fig. 6 Effect of period (calculation result)

の周期範囲であれば  $L/d \geq 6$  で計算値は入力値と同等になることが確認された。

なお、シミュレーションによる検証と同様に実測による検証においても周期が短いほど測定条件として適切であることを確認できたが、実際の測定においては温度変化の周期が短すぎると時間の測定誤差が生じる。これらのことから、「周期を通常 3600 s」と国際規格に規定した。

## 5. 結言

周期加熱法による熱拡散率測定値は、試験片サイズおよび温度変化の周期に影響された。しかし、900 ~ 5400 s の周期範囲であれば辺長と厚さの比率  $L/d$  を 6 以上とすることで、試験片サイズや周期の影響を無視できた。なお、熱拡散率から熱伝導率を求めるには比熱が必要である。断熱材の高温比熱を国際標準に基づき測定可能にすべく、

TC163/SC1/WG21 (コンビーナ: 阿部氏 [産業技術総合研究所]) で断熱材の比熱測定方法 (DSC 法) の国際標準化に取り組んでいる。

## 6. 謝辞

本研究に終始ご指導頂いた富村委員長 (国際標準化委員会, 元 熊本大学, TC163/SC1/WG19 コンビーナ) に謝意を表す。実験にご協力頂いた高木氏 (建材試験センター) に謝意を表す。本研究は「経済産業省平成 29 ~ 31 年度省エネルギー等に関する国際標準の獲得・普及促進事業委託費 (省エネルギー等国際標準開発 (国際標準分野))」の一環として実施した。記して謝意を表す。

## NOMENCLATURE

- $a$  : thermal diffusivity,  $\text{m}^2/\text{s}$
- $d$  : specimen thickness, mm
- $f$  : period, s
- $L$  : specimen side length, mm
- $\theta$  : temperature,  $^{\circ}\text{C}$
- $t$  : time, s
- $\omega$  : angular frequency,  $1/\text{s}$

## REFERENCES

- 1) ISO 21901:2021 Thermal insulation — Test method for thermal diffusivity — Periodic heat method
- 2) Carslaw H. S., Jaeger J. C., Conduction of Heat in Solids, Oxford (1959), 105-106.
- 3) T. Ohmura, Int. J. Soc. Mater. Eng. Resour. Vol. 9, No. 1/2, Sept. (2001), 17-22.
- 4) T. Ohmura, M. Tsuboi and T. Tomimura, Int. J. Thermophysics, Vol. 23, No. 3, May (2002), 843-853.
- 5) JTCCM Achievement Report [Ministry 03] 'International Standardization of Methods for Measuring the Specific Heat of Thermal Insulations', (2020), 29-50.