

熱設計に必要な全ての熱物性を 1 秒以内に測定

光通電ハイブリッド・パルス加熱法による高速多重熱物性測定

導電性物質の高温における 4 種類の熱物性を瞬時に測定する方法を開発した。この方法では、試料に大電流パルスを通して瞬時に試料温度を室温から目標温度（1000℃以上）へ到達させた後、その試料表面に短いレーザ・パルスを照射する。このような 2 段階のパルス加熱に対する試料の温度応答を解析して、熱伝導率、比熱容量、全放射率、電気抵抗率を導き出す。この方法の最大の利点は、高温物質の熱物性測定において深刻な問題となる試料の汚染を回避できることである。

We have developed a method for simultaneously measuring four kinds of thermophysical properties of electrically conductive materials at high temperatures. In this method, a plate-like sample is rapidly heated up to a high temperature by passing an electrical current pulse through it. After that, a surface of the sample is irradiated by a laser pulse. Thermal conductivity, specific heat, total emissivity, and electrical resistivity are derived from the temperature response of the sample due to the electrical-optical hybrid pulse heating. The main advantage of this method is the short exposure of the sample to high temperature, which can minimize the contamination of the sample.

高温熱物性値のニーズと従来の測定法の問題点

ジェット・エンジンのタービン・ブレードのような高温環境で使用される部品を開発する際には、有限要素法のような数値シミュレーションを用いた伝熱解析を用いて熱設計を効率的に行う必要がある。伝熱解析を行うには、対象部材の熱伝導率、比熱容量、全放射率、電気抵抗率（ジュール熱が発生する場合）の値とそれらの温度係数が必要であり、それらのデータの正確さが伝熱解析の信頼性を大きく左右する。

一般に、これらの熱物性は別々の方法（表1）で測定されており、新しく開発された材料の熱物性を実験的に決定するには多大なコストと時間を要する。さらに、高温における金属や合金の熱物性を従来の方法で測定する

場合、加熱中に試料の汚染や装置の劣化が発生して測定値の信頼性が著しく低下することがある。特に、2000℃を超える金属や合金の熱伝導率を従来のレーザ・フラッシュ法（LF法）で精度良く測定することは困難である。LF法は、薄い板状の試料の片面にレーザ・パルスを照射して瞬間的に加えられた熱が1次元的に拡散して生じる試料裏面の温度変化を解析して、熱伝導率（直接的には熱拡散率）を導き出す方法である。したがって、金属試料の表面に酸化膜のような汚染物質が生じた場合、表面温度の変化から導き出される熱伝導率が本来の値と大きく異なってしまう。

渡辺 博道 わたなべ ひろみち
hiromichi-watanabe@aist.go.jp
計測標準研究部門 物性統計科
熱物性標準研究室（つくばセンター）

大学院では熔融金属や半導体の熱放射特性に関する研究を行い、99年の入所後は固体の熱膨張率に関する高精度計測技術開発に従事してきた。熱膨張率計測技術開発と並行して03年から光通電ハイブリッド・パルス加熱法の開発に取り組んでいる。今後も熱物性の計測技術開発を通じて、持続的発展可能な社会を構築する上で不可欠な高効率エネルギー利用技術の研究・開発に貢献していきたい。

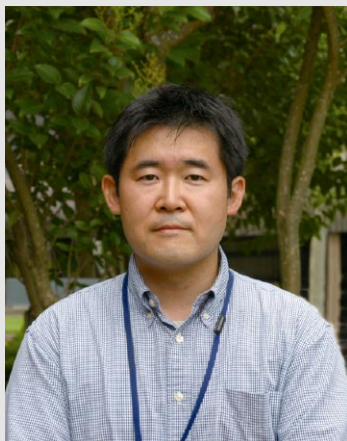


表1 伝熱解析に必要な熱物性の一般的な測定方法

熱物性	一般的な測定法
比熱容量	示差走査熱量法、投下熱量法
熱伝導率	レーザ・フラッシュ法
全放射率	黒体比較法、熱量法
電気抵抗率	4端子法

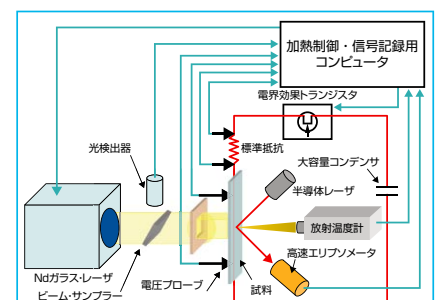


図1 光通電ハイブリッド・パルス加熱を用いた多重熱物性計測システム

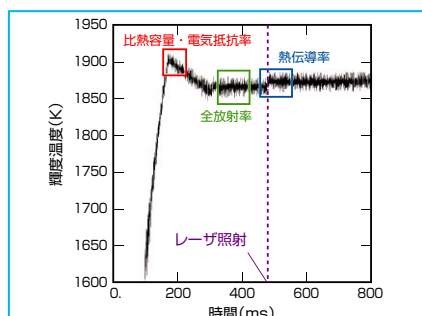


図2 光通電ハイブリッド・パルス加熱によるモリブデン試料の輝度温度時間変化

光通電ハイブリッド・パルス加熱法による高速多重熱物性測定

われわれは、金属や合金の高温での熱物性測定における試料の汚染やコストの問題を解消するため、光通電ハイブリッド・パルス加熱技術を用いた高速多重熱物性測定法を開発した¹⁾。開発した測定装置の概要を図1に示す。測定では、最初に大容量コンデンサから1000A以上の大電流を薄板状の試料(80×5×0.3 mm)に流して、0.2秒以内に試料温度を1000℃以上の目標値まで上げる。次に、加熱回路の電界効果トランジスタのゲート電圧を高速フィードバック制御して試料の温度を約0.5秒間一定に保持する。そして、この瞬間的な定常状態にある試料の片面にNdガラス・レーザーにより時間幅が約0.4 msの光パルス照射する。この光パルスによる加熱で試料裏面に生じる温度変化が終了した後、通電加熱を停止して試料温度を迅速に室温に戻す。この2段階のパルス加熱中の試料温度、試料を流れる電流、試料の電気抵抗を連続測定する。試料温度は放射温度計と高速エリプソメータを組み合わせて非接触で測定する。測定した3つの物理量の時間変化から、熱伝導率¹⁾、比熱容量²⁾、全放射率³⁾、電気抵抗率²⁾を導き出す。この方法の最大の利点は、測定温度が2000℃以上の場合でも、試料が高温にさらされる時間を1秒以下に抑え

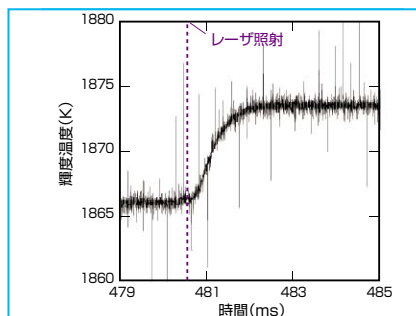


図3 レーザ・パルス加熱前後のモリブデン試料の輝度温度変化

られるため、測定に悪影響を及ぼす試料汚染や装置自体の劣化が生じないことである。さらに、1回の測定で伝熱解析に必要な熱物性を瞬時に全て測定できるため、従来の方法に比べて測定の手間やコストを大幅に削減できる。

測定結果例(モリブデン)

図2には、放射温度計で測定した1回の光通電ハイブリッド・パルス加熱時のモリブデン試料の輝度温度の時間変化を示す。時間tの原点は加熱開始時を表しており、加熱開始から約180 ms後に試料温度は最高値に達している。そして、赤枠で囲んだ最高温度近辺でのデータから比熱容量と電気抵抗率が決定される。その後、t = 300 ~ 500 msの時間域において試料温度はゲート電圧のフィードバック制御により一定に保持される。この時、試料中で発生するジュール熱は試料表面からの放射熱損失とほぼ釣り合うため、緑枠で囲んだ定常温度におけるデータから全放射率を決定できる。その後、t = 480 msの時点で試料に光パルス照射する。

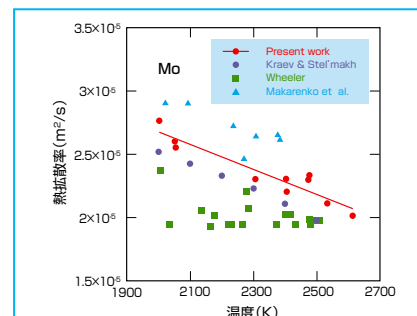


図4 モリブデンの熱拡散率の測定結果

青枠で囲んだレーザー加熱前後の温度変化の拡大図を図3に示す。レーザー照射範囲(7×5 mm)に比べて放射温度計の測定範囲(φ0.7 mm)と試料の厚さ(0.3 mm)は十分に小さいため、光パルスの熱は試料の厚み方向へ1次的に拡散するとみなせる。そのため、図3に示すレーザー照射後の温度変化からLF法の原理により熱拡散率を導き出せる。こうして得た熱拡散率と比熱容量の値から熱伝導率も算出できる。図4に、この方法で測定したモリブデンの熱拡散率の値(赤丸)を文献値とともに示す。モリブデンの2600 K以上における熱拡散率については、これまで測定例はなく、われわれが世界で初めて測定することができた値である¹⁾。

今後の展開

今後、様々な金属・炭素材料について測定を行い、高温熱物性に関するデータベースの作成や標準物質の選定および認証値決定を目指すとともに、民間への技術移転を通じて開発した測定法を一般に普及させることを目指す。

関連情報：

- 共同研究者：馬場哲也、松本毅
- 1) H. Watanabe and T. Baba: Appl. Phys. Lett., Vol. 88, 241901 (2006).
- 2) H. Watanabe: Rev. Sci. Instrum., Vol. 77, 036110 (2006).
- 3) H. Watanabe and T. Matsumoto: Rev. Sci. Instrum., Vol. 76, 043904 (2005).
- 特願 2004-056747 「熱物性測定方法及び装置」 渡辺博道、馬場哲也
- 特願 2005-249642 「比熱容量測定方法及び装置」 渡辺博道