

令和 4 年 6 月 17 日現在

機関番号：82626

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2019～2021

課題番号：19K04228

研究課題名(和文) 球構造を用いた比熱容量・熱伝導率測定法の新提案および測定装置の開発

研究課題名(英文) New proposal and development of specific heat capacity and thermal conductivity measurement method using the spherical structure

研究代表者

阿部 陽香 (ABE, Haruka)

国立研究開発法人産業技術総合研究所・計量標準総合センター・主任研究員

研究者番号：70462835

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,300,000円

研究成果の概要(和文)：比熱容量・熱伝導率は、物質・材料の熱的特性を明らかにするために不可欠な物性値である。本研究では、球形の構造を用いた熱量計により、熱放射の影響を正確に算出できる比熱容量の測定法を提案し、新しい断熱型熱量計を開発した。測定温度については、室温から200℃付近までの測定に取り組み、その結果、良好な測定シグナルを得ることができた。

熱伝導率測定においては、球形の構造を用いることにより、熱放射による試料側面からの熱損失が無視できる新しい測定法を提案し、その装置の試作を行った。大気中・室温での発砲ポリスチレン球の試行測定を行い、良好な測定結果が得られた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

開発した球形構造の断熱型熱量計は、測定の不確かさ評価を行い、室温以上でのSIトレーサブルな比熱容量測定を実現する国家標準器として活用する予定である。現在、高温域における断熱型熱量計は数少なく、国内外にアピールできる新しい標準器となる。また将来的には本装置を用いて新しい標準物質を開発したいと考えており、学術・産業界で重要な役割を果たせると期待される。

熱伝導率測定については、本研究により、熱損失の影響を考慮しなくてすむユニークな測定法を提案することができた。これは、熱伝導率測定における重要課題の解決につながり、学術的な測定法の発展に大きな意義を持っている。

研究成果の概要(英文)： Specific heat capacity and thermal conductivity are physical property values required for clarifying the thermal properties of substances and materials. In this research, a new method of the specific heat capacity measurement considering the effect of the heat radiation using the spherical structure was proposed, and a new adiabatic calorimeter was developed. The measurement temperature was from room temperature to around 200 °C, and a good measurement signal was obtained as a result.

In the thermal conductivity measurement using a spherical structure, a new measurement method that negligible heat loss from the sample side due to heat radiation was proposed, and a prototype apparatus was produced. The thermal conductivity of a polystyrene ball was tried to measure at atmosphere and room temperature, and it obtained the successful measurement results.

研究分野：熱物性標準

キーワード：比熱容量 熱伝導率 熱量計 熱容量 計測技術

1. 研究開始当初の背景

比熱容量・熱伝導率は、あらゆる物質の熱的特性を明らかにするために不可欠な物性値である。それらの値をより正確に測定するため、比熱容量では、等温型、断熱型、伝導型、等温壁型などの測定法、また、熱伝導率としては、保護熱板法や熱流計法、レーザーフラッシュ法や熱線法など、様々な測定法が研究者によって提案されてきた。しかしながら、既存の測定法に関する根本的な課題は解決されていない点も多く、その一つに測定中の「熱放射の影響」が挙げられる。この「熱放射の影響」については、比熱容量・熱伝導率測定に共通する課題であり、その問題を改善できる新しい測定法の確立が、学術及び産業界において強く望まれていた。

2. 研究の目的

本研究では、新しい発想として、球形の構造を用いた熱量計により、「熱放射の影響」を正確に見積もることができる比熱容量の測定法を提案し、その装置を開発することを目的とする。さらに熱伝導率測定においては、球形の構造を用いることにより、熱放射による試料側面からの熱損失がない新しい測定法を提案し、その装置の試作を実施する。

3. 研究の方法

(1) 球形熱量計の開発

通常熱量計における熱放射による熱損失(放射伝熱量)は、試料セル周りの幾何学的な関係によって決定される形態係数が複雑になるため、見積もることが非常に難しい。しかしながら、形状が球の場合、形態係数が1になることが知られており、熱損失(放射伝熱量)の算出が非常に容易になる。本研究では、この点に着目し、試料セルを球形とし、その周りの遮熱シールドも球殻を用いて製作することとした。さらに測定中心部とその外側に対して、示差熱電対と保護ヒータを用いた断熱制御を行うことにより、断熱法を用いた比熱容量測定を実現する。本装置の開発により、熱放射による熱損失(放射伝熱量)をより正確に算出して、比熱容量を求めることが可能となる。完成した熱量計の健全性は、NISTの標準物質(NIST SRM720、合成サファイア)もしくはNMIJの認証標準物質(NMIJ CRM 5806a、単結晶シリコン)を用いた測定により評価される。初めは、室温において試行測定を行い、室温での測定結果が良好であれば、温度を上げて測定を実施することとした。

(2) 球形熱伝導率測定装置の試作と測定評価

熱伝導率測定における定常法では、測定試料の形状は円筒状であるため、一方の片端で加熱され、他方の片端で受け取られる熱流において、測定試料の側面からの熱損失が問題となる。この問題は長年にわたって、熱伝導率測定技術における解決できない課題となっていた。そこで、ゴン研究では、球形熱源から流出する熱をすべて外側の球殻に流入することにより、側面からの熱損失を自体が無い測定を行うこととして、試作装置を作製した。完成した試作装置は、大気中・室温での発砲ポリスチレン球を測定し、装置の健全性評価を行うこととした。

4. 研究成果

(1) 球形熱量計の開発

製作した球形熱量計中心部を図1に示す。中央に球形の試料セルがあり、6重の球殻の遮熱シールドに囲まれている。これらは、直径250mm、高さ300mmの真空容器内に設置され、卓上に置くことができるコンパクトな大きさの熱量計として開発した。

図2に真空中、室温において単結晶シリコン(NMIJ CRM 5806a)を測定した時のデータを示す。断熱法は、断熱状態に置かれた比熱容量 $c(T)$ 、質量 m の試料に既知の熱エネルギー ΔQ を投入したときの温度上昇幅 ΔT を求め、 $c(T) = \Delta Q / (\Delta T \cdot m)$ から試料の比熱容量を求めるという最も熱容量の定義に則ったシンプルかつ高精度な絶対測定法である。実際には、試料

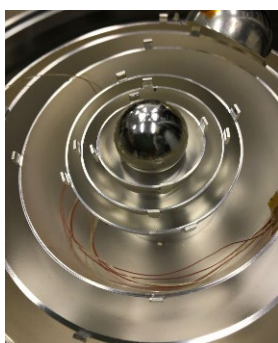


図1 球形熱量計中心部

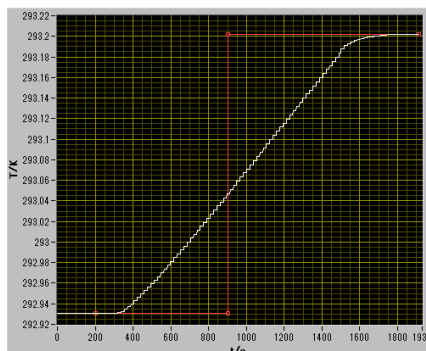


図2 測定例(単結晶シリコン)

測定の前に、空の試料セルの熱容量を測定しておき、その熱容量をベースとして、試料の熱容量を求めることになる。図2に示すように、等温→昇温（加熱）→等温という温度プログラムにより測定を行い、加熱前後の等温ドリフトを外挿することにより、 ΔT を正確に求め、さらに試料や試料セルに与えた熱量を正確に求めることにより熱容量を算出する。測定結果より、本装置では、試料セルの周りの熱流入・流出量は小さく、温度ドリフトは $10^{-5} \sim 10^{-6}$ K/sec程度で抑えることができ、断熱制御は十分にできていることが確認された。合成サファイア（NIST SRM720）についても、室温で同様の測定を行い、良好な結果が得られた。さらに、 200°C 付近まで温度を上げて測定を行い、問題なくシグナルが確認できたことから、装置の開発目標は達成されたといえる。

(2) 球型熱伝導率測定装置の試作と測定評価

伝導率測定については、温度センサーと加熱用ヒータを埋め込んだ球型熱源を製作し、それを球殻の中心に設置し、その球殻と球型熱源の間に測定試料を詰めて測定する構造を試作した。図3に試作した球形の熱伝導率測定装置を示す。真空中においても測定できるように、アクリルの真空容器の中に設置した。測定は、球殻の中心にある球型熱源から測定試料を加熱し、熱源と外側球殻の温度が平衡状態になるのを待ち、その温度差を求める。温度センサーとしては、K熱電対を使用し、測定プログラムはLabVIEWにより作成した。外部からの熱流入を防ぐために、外側の球殻のさらに外側に球状のラディエーションシールドを設けるとともに、測定時には装置全体をアルミの遮熱シートで囲んで、外部との接触を可能な限り遮断する環境を整えた。この試作装置を用いて、大気中・室温での発砲ポリスチレン球を測定し、装置の健全性評価を行った。測定結果を図4に示す。図4の縦軸は球型熱源の加熱量、横軸は球型熱源と外側球殻に生じた温度差であり、この直線の傾きから熱伝導率を求めることができる。測定結果より、発砲ポリスチレン球の熱伝導率は $0.033 \text{ W} / (\text{m K})$ と求められ、その値は、既存の参考値の範囲内であることが確認された。従って、作製した装置の健全性を確認することができた。さらに真空中においても、発砲ポリスチレン球の試行測定を行い、良好に測定できることが確認された。



図3 球型熱伝導率測定装置

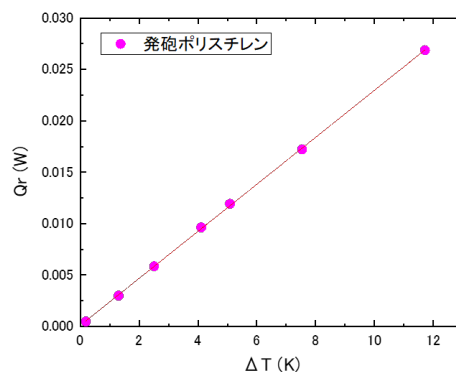


図4 測定結果（発砲ポリスチレン）

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計1件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 阿部陽香
2. 発表標題 熱放射の影響を考慮した高温用球型熱量計の開発
3. 学会等名 第57回熱測定討論会
4. 発表年 2021年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------