

高温熱物性に関する標準整備 の現状と開発計画

渡辺博道

産業技術総合研究所

計測標準研究部門

物性統計科 熱物性標準研究室

高温熱物性のニーズ

社会的要請：高温プロセス・機器の効率性・生産性の向上



高効率化を実現するための手段

発電タービン・航空機 ← タービン翼の耐熱性向上・熱設計

廃熱利用(熱電変換) ← 高効率熱電材料

製造プロセス ← 伝熱シミュレーション(鑄造／結晶成長／溶接)



大量の高温熱物性データ(材料、温度、・・・)

熱伝導率、熱拡散率、比熱、全放射率、分光放射率、電気抵抗率等

高温熱物性測定の問題点

既存の高温熱物性測定法(1500 K超)

- 1. 熱伝導率／熱拡散率 ← 比較法／レーザ・フラッシュ法
- 2. 比熱容量 ← 落下熱量法、DSC
- 3. 半球全放射率 ← 黒体比較法、分光測定法
- 4. 電気抵抗率 ← 4端子法
- 5. 熱膨張率／密度 ← 押し棒式熱膨張計

問題点

- ・測定コスト(装置価格や運用／設置コスト)が非常に高い。
- ・測定結果の信頼性が低い(←試料の汚染等)

測定装置が普及しない。

- ・熱設計の信頼性低下、高温材料・高温機器開発の遅れ
- ・高温熱物性に関する測定技術開発・計測標準の整備の遅れ

高温熱物性標準物質の現状

入手可能な高温1500 K以上で使用できる熱物性標準物質

エンタルピー&比熱

- ・合成サファイア (SRM 720、範囲: 10 - 2250 K、NIST頒布)
- ・モリブデン (SRM 781、範囲: 273.15 - 2800 K、NIST頒布)

熱伝導率&電気抵抗率

- ・黒鉛 (RM 8424、範囲: 5 - 2500 K、NIST頒布)

問題点

標準物質の種類の少なさ

←市販測定装置の普及の遅れ、正確な測定の難しさ

高温熱物性に関する標準整備の進め方

1. **低コストかつ信頼性の高い実用測定機及びに
測定規格の開発・普及（現在のステージ）**

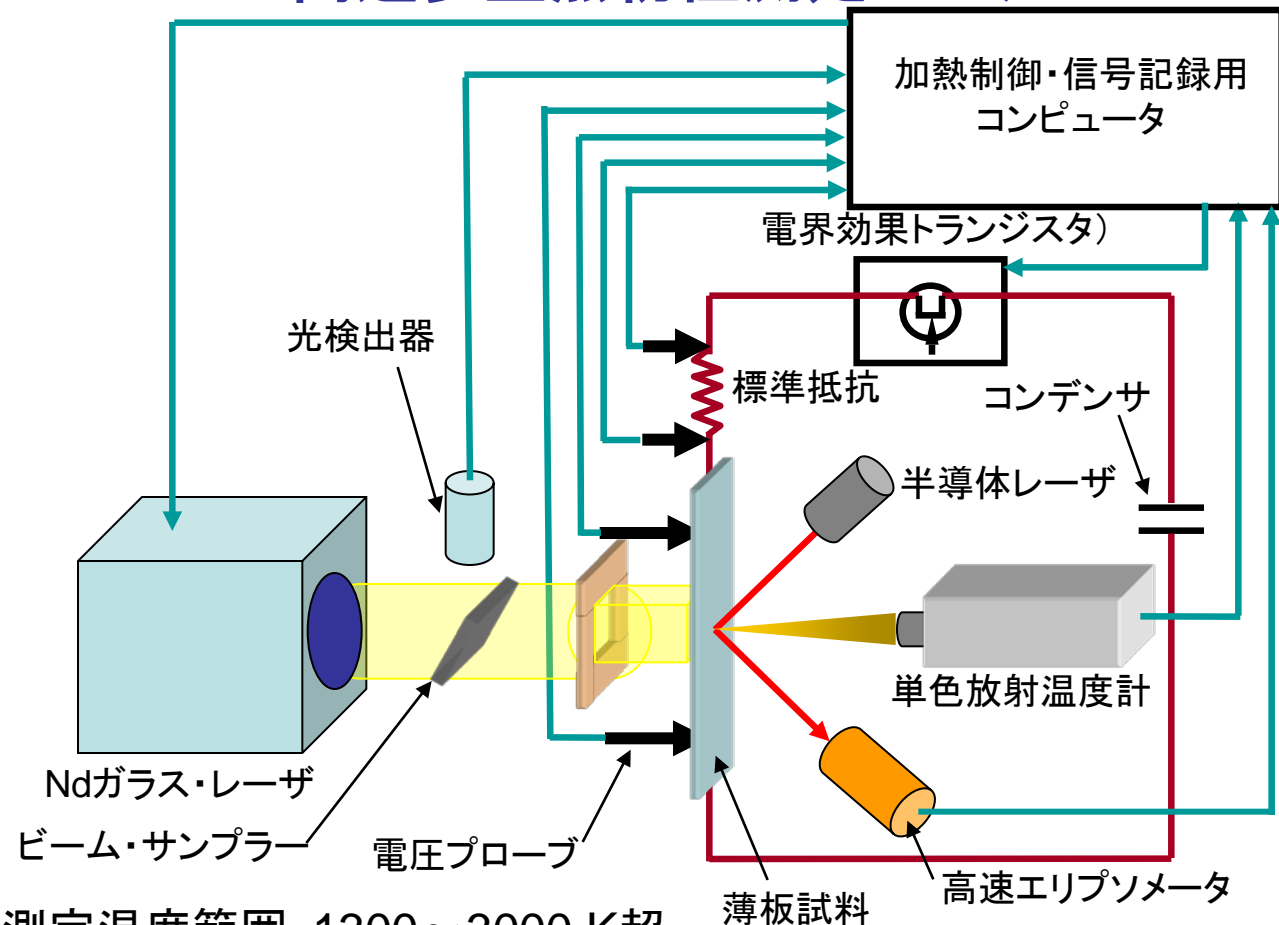


2. **標準物質の値付け・依頼試験に利用可能な高
確度な測定手法の確立**



3. **標準物質頒布／依頼試験の開始
（熱伝導率、全放射率、比熱、熱膨張率）**

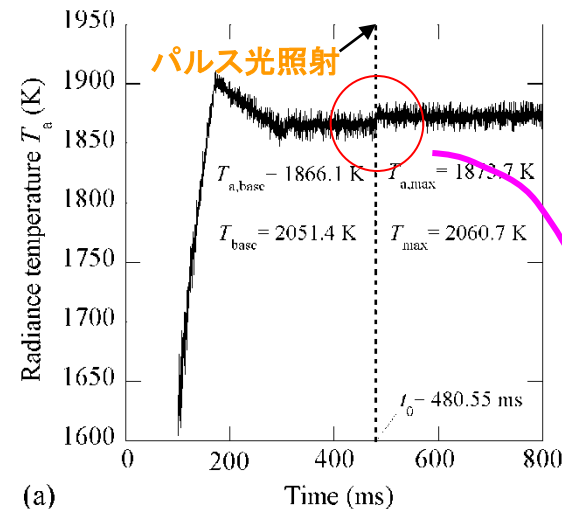
光通電ハイブリッド・パルス加熱法による 高速多重熱物性測定システム



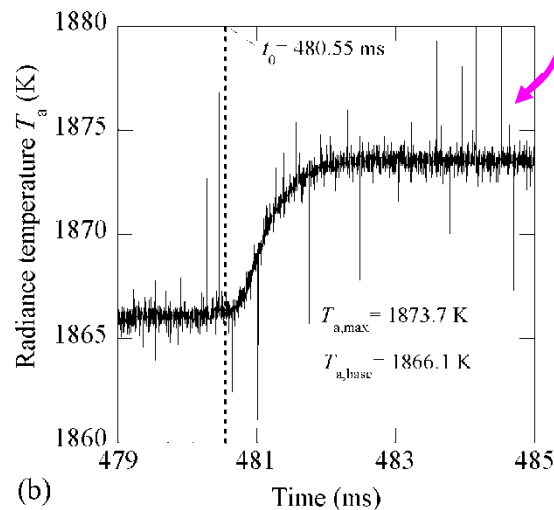
測定温度範囲: 1300~3000 K超

測定対象: 金属/合金、炭素材料

測定物性: 熱伝導率、熱拡散率、比熱容量、全放射率、
分光放射率、電気抵抗率、ローレンツ比、融点



(a)



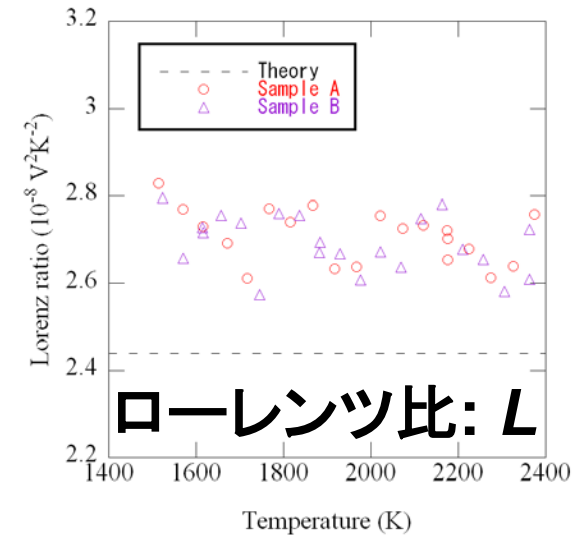
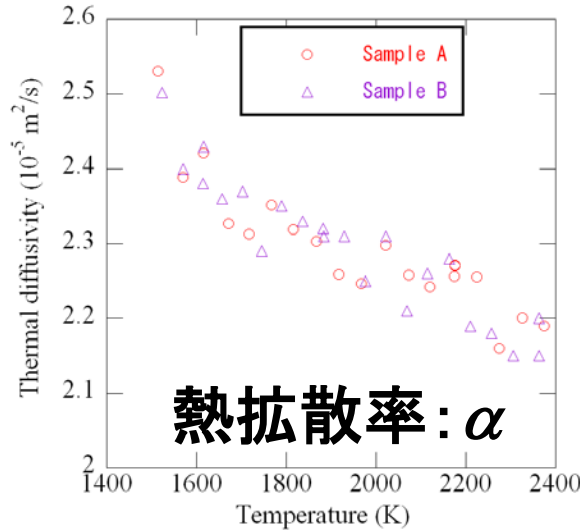
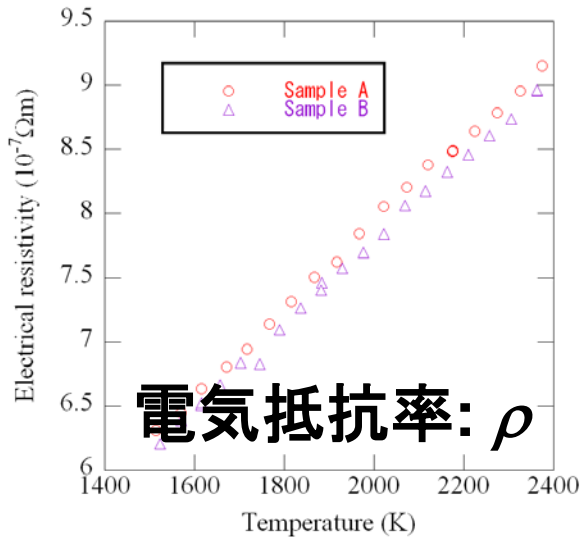
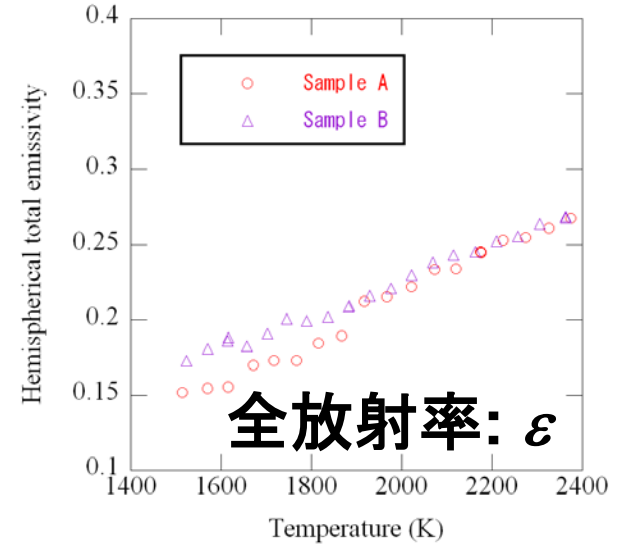
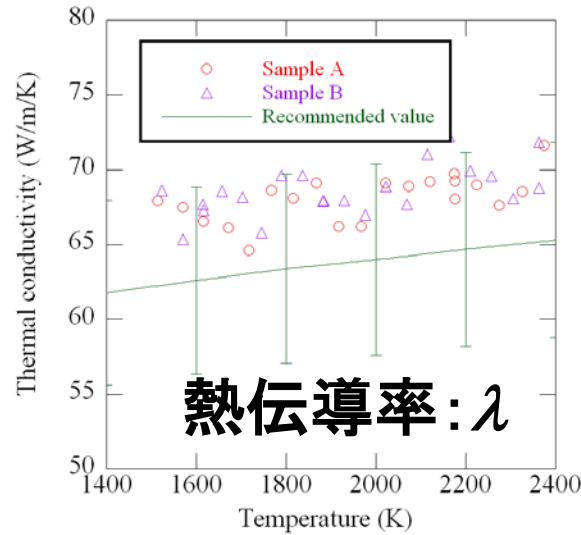
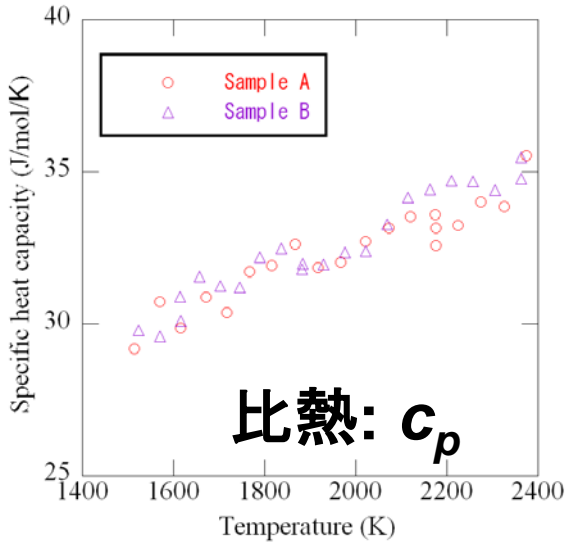
(b)

モリブデン試料の温度変化

H. Watanabe and T. Baba, *Appl. Phys. Lett.*, **88**, 241901 (2006).

測定結果例 (タンタル2試料、1500~2400 K)

従来測定法が要する時間: 1ヶ月
本測定法が要する時間: 2時間



実用測定機のプロトタイプの開発

協力企業: アルバック理工



従来システムからの変更点

パルスレーザ → キセノン・フラッシュランプ

大容量コンデンサ → 2組の鉛バッテリー(金属&炭素用)

エリプソ&可視放射温度計 → 熱電対&近赤外放射温度計

測定&解析プログラムの改良

優位性・新規性

- ①高速多重測定: 7物性を1秒以下で測定
- ②試料の汚染フリー: 瞬間測定ゆえ、2000°C超でも試料は健全。
- ③省エネ測定(従来の数万分の1): 100W電球3秒点灯時の消費エネルギー以下。
- ④装置導入の容易さ: 冷却水フリー、100V電源駆動、省マンパワー。

全放射率測定に関するJIS規格制定に向けた活動

「長繊維セラミックス繊維複合材料の 高温放射率試験法の規格化作業」 日本ファインセラミックス協会主催(2007～)

- ・ FT-IRを用いた分離黒体法 IHI、AIST、JAXA-ISAS、JAXA-ARD
- ・ FT-IRを用いた光学的方法 JFCC、JAXA-ISAS
- ・ 熱量法 JUTEM、AIST

炭素材料の比熱 c_p と全放射率 ϵ_t の導出法の開発

パルス通電加熱による熱量法の原理式

$$mc_p (dT/dt) = VI - A\epsilon_t \sigma_{SB} (T_m^4 - T_0^4)$$



$$Y = (1/c_p) X - \epsilon_t / c_p$$

$$X = \frac{VI}{A\sigma_{SB} (T_m^4 - T_0^4)}$$

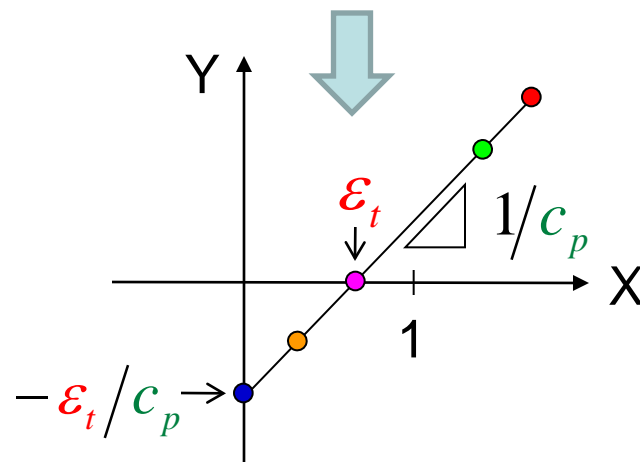
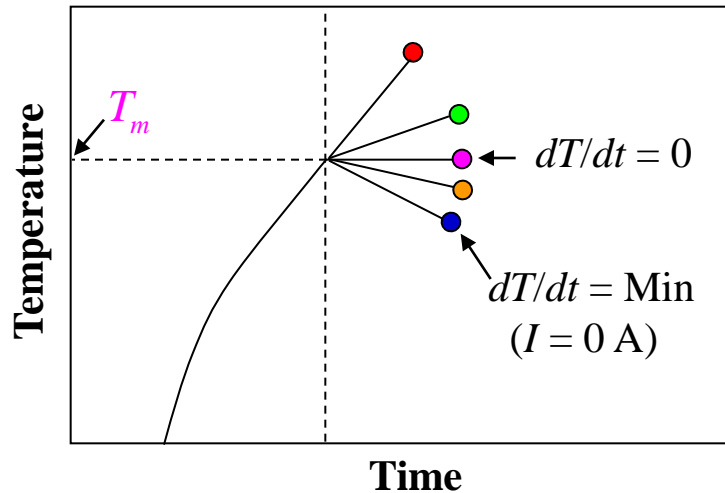
$$Y = \frac{m(dT/dt)}{A\sigma_{SB} (T_m^4 - T_0^4)}$$

実測値
から算出

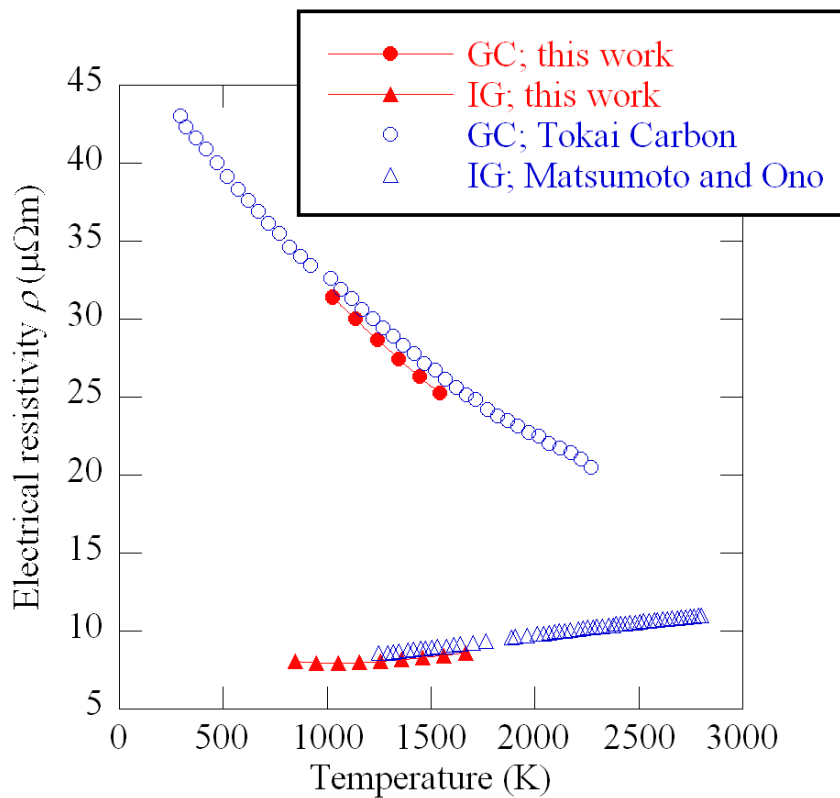


ϵ_t & c_p @ T_m

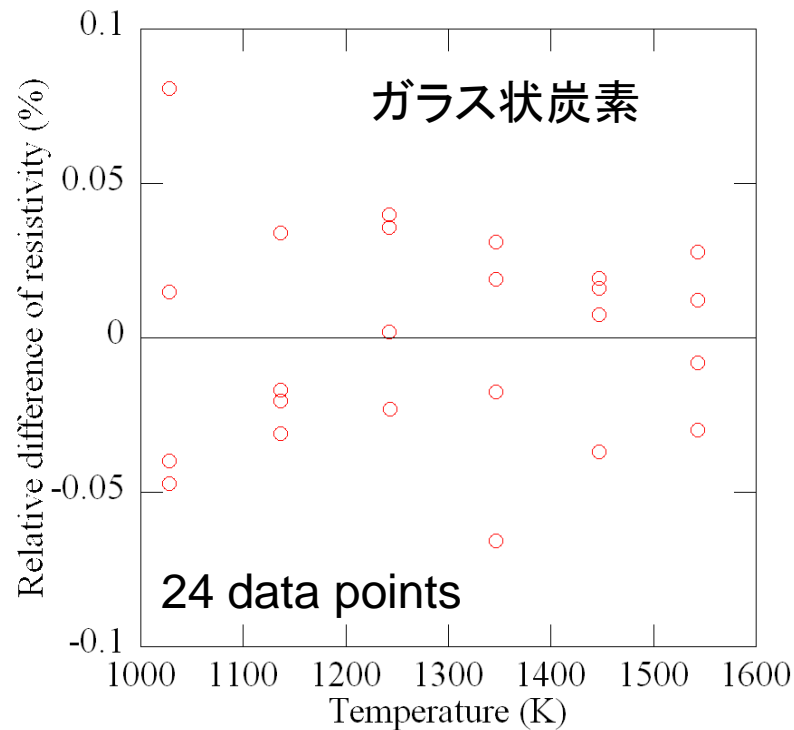
複数組の X & Y を測定



電気抵抗率の測定結果



フッティングカーブに対する測定点の残差

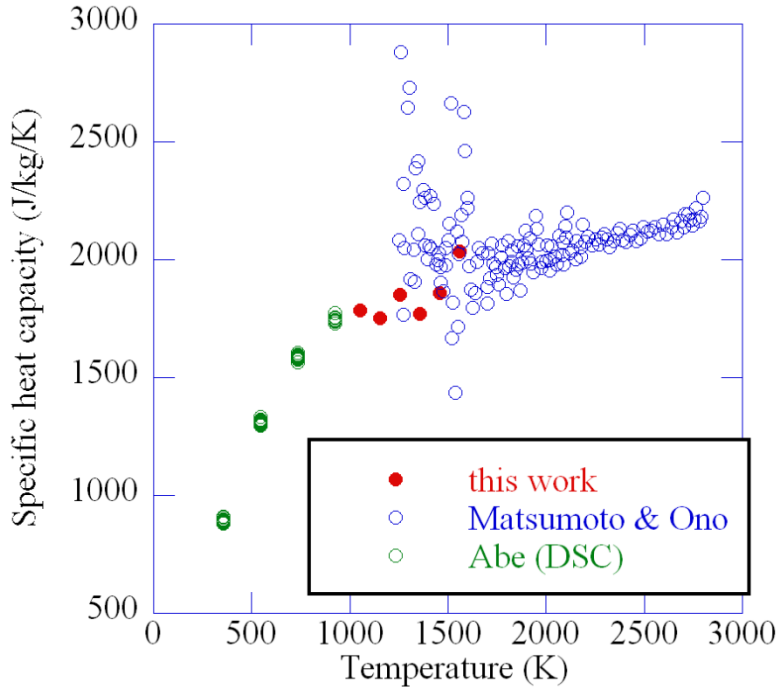


Points

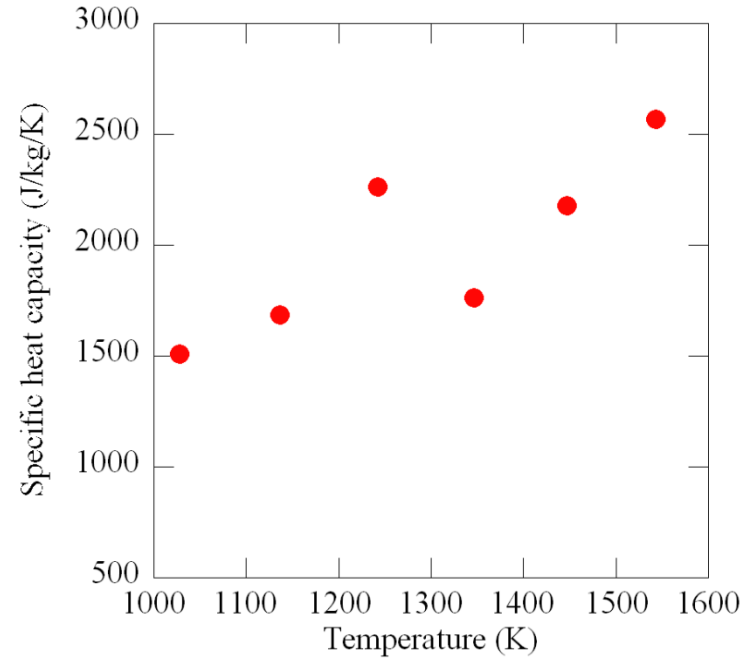
1. 過去の文献値と良い一致
2. 電気抵抗率測定結果のばらつきは0.1 %.

比熱容量の測定結果

等方性高密度黒鉛(IG110)



ガラス状炭素(GC20SS)

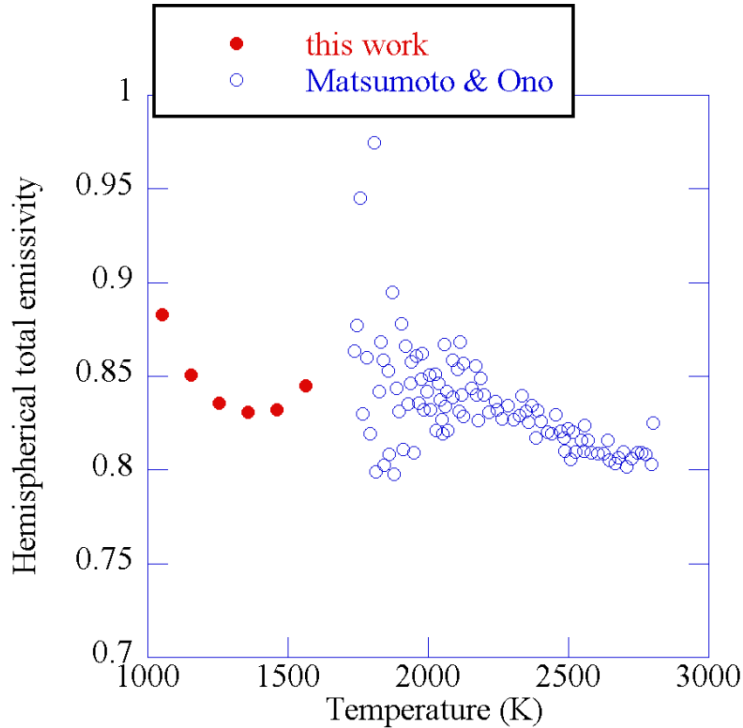


Point

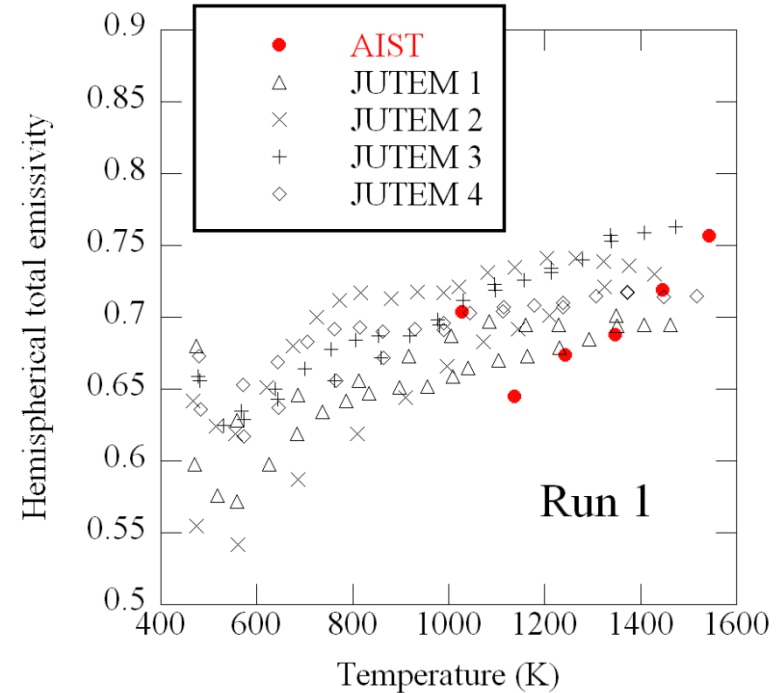
等方性高密度黒鉛については過去の報告値と良い一致.

半球全放射率の測定結果

等方性高密度黒鉛(IG110)



ガラス状炭素(GC20SS)

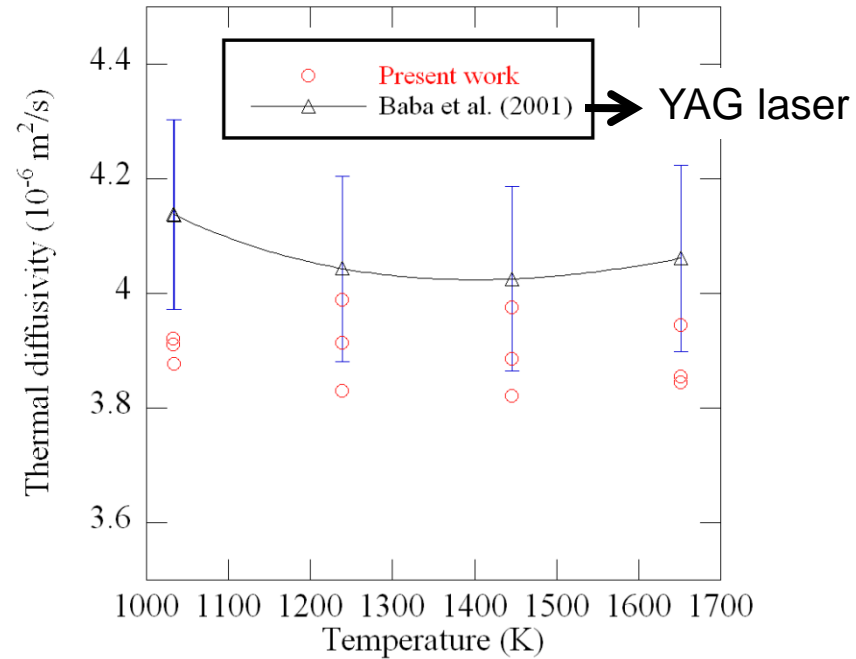
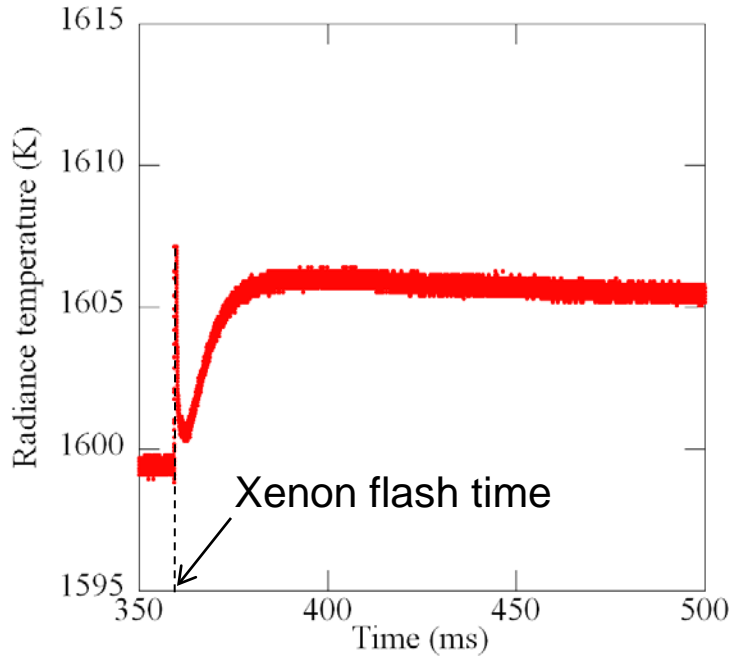


Point

等方性黒鉛 & ガラス状炭素共に過去の測定結果と良い一致

ガラス状炭素の熱拡散率測定結果

キセノン・フラッシュによる温度変化



Points

- 1400 K超の温度域においてキセノン・フラッシュによる熱拡散率測定(世界初)
- 従来型レーザフラッシュ法による測定結果と良い一致

現状

1. 低コストな高温熱物性高速多重測定実用機プロトタイプの開発中
2. 全放射率測定に関するJIS規格提案の準備中
3. 炭素材料の比熱・全放射率を測定する方法の開発

今後の方針

1. 実用機プロトタイプのブラッシュアップ
2. 半球全放射率測定に関するJIS規格の提案
3. 様々な物質についての測定データの蓄積