

熱拡散率の高精度測定技術

産業技術総合研究所 計測標準研究部門 材料物性科 熱物性標準研究室
阿子島めぐみ

熱拡散率の標準開発

レーザフラッシュ法

< Half time method > Parker et al., J. Appl. Phys. 32 (1961) 1679.
< Data analysis considered heat loss based on the half method >
Cape et al., J. Appl. Phys. 34 (1963) 1909.

原理: 1次元の熱拡散現象

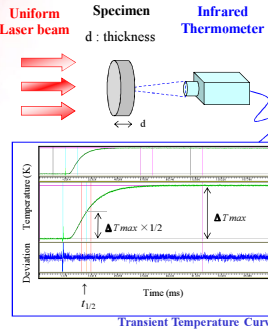
- ・試料: 断熱保持
- ・パルス加熱: 一様な表面加熱
- ・測定: 裏面の温度変化の観測

熱拡散率は、試料厚さと熱拡散時間の関数

$$\alpha = \frac{0.1388 \times d^2}{t_{1/2}} \quad (\text{half-time method})$$

特徴

- ・高い信頼性⇒標準測定法
- ・実用測定法としての実績、普及
- ・適応範囲(一般的に):
 - 試料: パルク材(金属、セラミックス、...)
 - 温度範囲: \geq room temperature
 - 熱拡散時間: 1ms - 1s
 - 熱拡散長: 1mm - 5mm
 - 試料形状: disk with ϕ 3mm - 25.4mm



NMIJが提案する熱拡散率標準

・コンセプト:

- 標準かつ実用の測定技術を採用 ⇒ レーザフラッシュ法
- 形状・測定条件に依存しない材料に一意な熱拡散率(インヘリント) ⇒ 加熱強度ゼロへの外挿による熱拡散率の決定

・測定対象・標準物質候補材料:

- 表面処理不要で単体で測定可能な材料 ⇒ 黒い材料
- 均質性・安定性に優れている材料(標準物質として) ⇒ “等方性黒鉛”
- 等方的な材料(扱いやすさ)
- 形状: ϕ 10mm 円板 (厚さ: 1.0mm ~ 4.0mm)

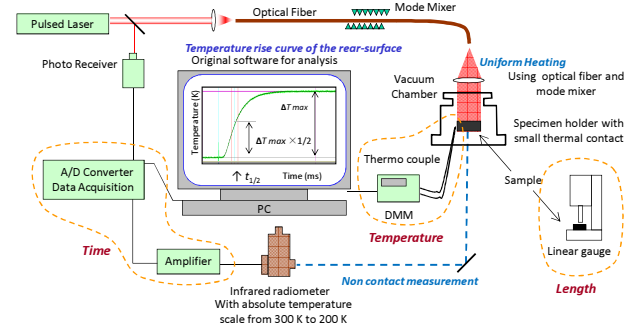
・測定範囲:

- 市販装置の測定範囲をカバーすることを考慮 ⇒ 温度範囲: 297 K ~ 1500 K
- 熱拡散率: $5.0 \times 10^{-4} \text{ m}^2\text{s}^{-1} \geq \alpha > 1.0 \times 10^{-6} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$
- 不確かさ: 約3%以上 ($k=2$)
- 雰囲気: 真空

SIトレーサブルかつインヘリントな熱拡散率測定の実現

測定装置: 出来る限り、理想条件の実現

- 断熱的保持、表面の均一加熱、裏面温度変化の測定、定常温度の正確な測定
- 解析の最適化



不確かさ評価

「長さ・時間・温度の組み立て量」

< 不確かさ要素 >

Length: 1. 試料厚さの不確かさ

Time: 2. サンプリング時間の不確かさ

For LF: 3. 放射計の応答速度の遅れ・不確かさ

4. 有限幅のパルス加熱による不確かさ

5. 不均一加熱による不確かさ

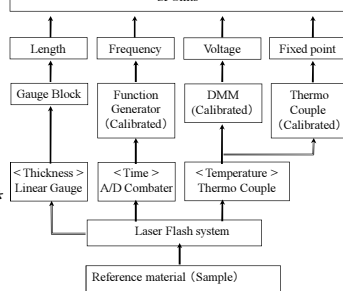
6. 熱損失効果による不確かさ: u_6

7. 定常温度のドリフトによる不確かさ

8. 温度上昇曲線のデータ解析の不確かさ

9. ゼロ外挿による解析の不確かさ

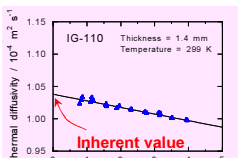
Temperature: 10. 試料温度測定の不確かさ



インヘリントな熱拡散率

- ・熱拡散率: 温度に依存する物性値
- ・温度変化曲線: 有限の温度幅の変化
- ⇒ 見掛の熱拡散率は、測定条件に依存。

T_s での熱拡散率 = 温度上昇ゼロの測定



- 1) 一定温度のもと、パルス加熱強度を変化させた測定を行う。
- 2) 温度上昇値に対して熱拡散率をプロットする
- 3) ゼロ外挿した値を“熱拡散率”とする

※測定条件に依存しない: inherent

依頼試験 (FY2004~ 供給中)

・測定対象:

- 材質: 等方性黒鉛 ϕ 10mm 円板 (厚さ: 1.0mm ~ 4.0mm)

・測定範囲:

- 温度範囲: 297 K ~ 1500 K
- 熱拡散率: $5.0 \times 10^{-4} \text{ m}^2\text{s}^{-1} \geq \alpha > 1.0 \times 10^{-6} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$
- 不確かさ: 3.1%以上 ($k=2$)
- 雰囲気: 真空 ※ 測定点などは要相談

- ・2004年度 サービス開始
- ・2005年度 品質システムの運営開始
- ・2006年度 ASNITE認定

標準物質 NMIJ CRM 5804-a

・仕様:

- 材質: 等方性黒鉛 (IG-110)
- 形状: ϕ 10mm 円板
- 厚さ: 1.4mm, 2.0mm, 2.8mm, 4.0mm 各1枚
- 物性値: 熱拡散率 不確かさ(100K毎) 温度依存性の関係式

・使用条件:

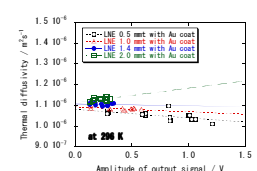
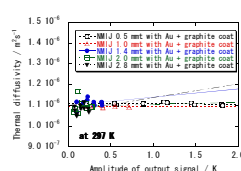
- 温度範囲: 300 K ~ 1500 K
- 熱拡散率: $1.0 \times 10^{-4} \text{ m}^2\text{s}^{-1} \geq \alpha > 1.3 \times 10^{-5} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$
- 不確かさ: 5% ~ 7% (包含係数 $k=2$)
- 雰囲気: 真空 または 不活性ガス
- 使用限界: 1500 Kへの昇温10回程度
または、高温(800°C)以上への暴露40時間以上

※ 熱伝導率標準物質(熱拡散率/比熱容量) NMIJ RM1401aも頒布中

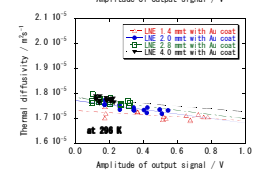
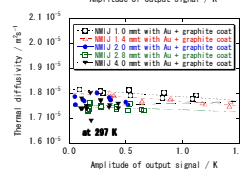
インヘリントな熱拡散率を求める方法の検証実験(室温)

※ 日仏の計量標準研究所の共同研究: NEDO産技助成, 共同研究者: B. Hay(LNE)

・3YSZ



・Si₃N₄



Material	熱拡散率 / m ² s ⁻¹		装置 / 解析方法	
	NMIJ	LNE	NMIJ	LNE
Isotropic graphite	1.00×10^{-4}	1.00×10^{-4}	LF-502N	Homemade
Armco Iron	2.06×10^{-5}	2.05×10^{-5}	Nd-YAG laser	Nd-glass laser
Zirconia (3YSZ)	1.09×10^{-6}	1.10×10^{-6}	InSb sensor	InSb / MCT sensor
Silicon Nitride (Si ₃ N ₄)	1.75×10^{-5}	1.77×10^{-5}	CFP32	Moments method

- ・測定装置や解析方法に依存せず、結果が極めて良く一致
- ・この方法の有効性が明確
- ・温度依存性が強い材料に対して特に有効