

B 単層および多層材の熱伝導率測定技術

自動車エンジン周辺部品やタービン材、またはIT機器の電子部品などには、新規材料や高機能複合材料が多用されてきている。これらの製品/部品について、最適熱設計を行うには材料の熱物性値、特に熱伝導率を知ることが重要である。熱伝導率の測定法には、定常法、熱線法、レーザーフラッシュ法などがあるが、なかでも、レーザーフラッシュ法は操作が簡便、少量試料で測定可能、測定温度範囲が広いことなどから最も広く活用されている。ここでは、レーザーフラッシュ法による ①単層バルク材 ②多層材(2層) ③溶融体 についての熱伝導率測定法を紹介する。

B-1 単層バルク材の熱伝導率測定

金属、セラミックス、など均質かつ緻密な固体の熱伝導率は、個別に測定した熱拡散率、比熱、密度から(1)式により求める。

$$\lambda = \alpha \cdot C_p \cdot \rho \quad \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 λ : 熱伝導率 ($\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)

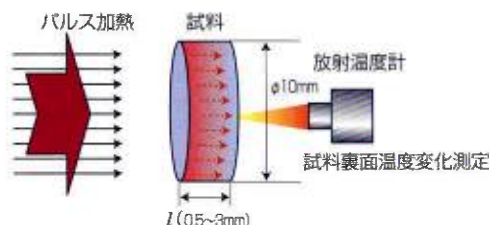
α : 熱拡散率 ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)

C_p : 比熱 ($\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)

ρ : 密度 ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$)

熱拡散率

レーザーフラッシュ法は、第1図に示すように、直径約10mm、厚さ0.5~3mmの円板状試料にレーザー光を照射し、裏面の温度履歴曲線を解析することにより、熱拡散率 α を求める方法である。



第1図 レーザーフラッシュ法の原理

一定温度に保持した平板状試料の表面を一様にパルス加熱すると、瞬間的に昇温された試料表面から裏面に向かって一次的に熱が拡散し、最終的に試料全体が均一温度となる。試料裏面の温度変化の速さは熱拡散率に比例し、試料の厚さの2乗に反比例するので、試料厚みと熱拡散時間とから熱拡散率が計算できる。

レーザーフラッシュ法の前提は、下記のとおりとする。

- 1) レーザーパルス幅は熱拡散時間に対し、無視できるほど短い。
- 2) 試料表面は空間分布の均一なレーザービームで均一に加熱される。
- 3) 試料はレーザーエネルギー吸収後、測定の間断熱に保たれる。
- 4) 試料は均質かつ緻密で、不透明である。
- 5) パルス加熱後の試料温度上昇による熱拡散率の変化は無視できるほど小さい。

上述の仮定が成立しているとして、厚さ l の平板の表面が一様なエネルギー密度 Q でパルス加熱

されたときを考える。試料内部では(2)式に示す1次元熱伝導方程式が成立する。

$$\alpha \frac{\partial^2 T(x,t)}{\partial x^2} = \frac{\partial T(x,t)}{\partial t} \quad \dots\dots\dots (2)$$

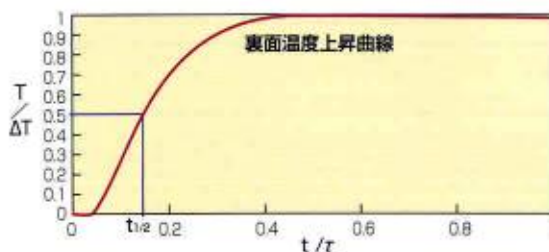
初期条件 $T(x,0) = \Delta T \cdot \delta(x)$

境界条件 $\left[\frac{\partial T(x,t)}{\partial x} \right]_{x=0} = 0, \left[\frac{\partial T(x,t)}{\partial x} \right]_{x=l} = 0$

のもと、フーリエ展開すると(3)式が得られる。

$$T(x,t) = \Delta T \cdot \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(-\frac{(n\pi)^2 t}{\tau}\right) \right] \quad \dots\dots (3)$$

ここで、 τ は特性時間で、 $\tau = l^2/\alpha$ で表わされる。(3)式を図示すると第2図になる。



第2図 レーザーフラッシュ法における試料裏面温度変化理論解と半値時間

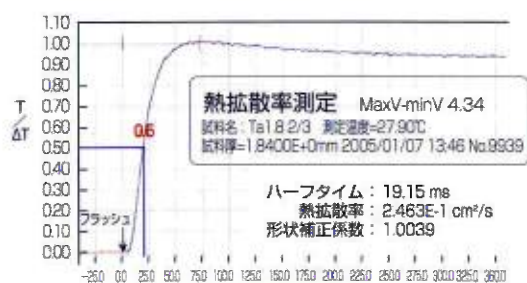
試料裏面温度はパルス加熱後、特性時間の0.1388倍経過時に、最大温度上昇の半分に達する。実測の試料裏面温度変化曲線を理論曲線と対応させることにより特性時間 τ が決定され、 $\alpha = l^2/\tau$ によって熱拡散率を算出する。

標準的な解析は試料の最高温度の50%に達する時間 $t_{1/2}$ を求め、(4)式から熱拡散率を算出する方法(半値時間法)である。

$$\alpha = \frac{0.1388 l^2}{t_{1/2}} \quad \dots\dots\dots (4)$$

第3図に実測データの一例を示す。

放射温度計はレーザー照射時に試料からの反射光や漏れ光によるわずかな温度上昇を感知し、そ



第3図 実測熱拡散率測定データ

の後試料裏面の温度を計測する。

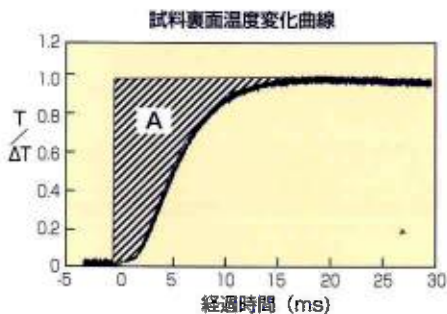
この例では $t_{1/2}$ は19.15msで厚みが1.84mmであるから $\alpha=0.246\text{cm}^2\cdot\text{s}^{-1}$ となる。

比熱、密度の測定

多層材の熱伝導率測定

多層材における伝熱特性を評価するには、構成する各層の熱伝導率あるいは界面の熱抵抗を求める必要がある。ここでは、2層材(①母材、レーザー照射側 ②合わせ材、裏面測温側)の熱拡散率と界面熱抵抗に関する解析事例を紹介する。

2層材の熱拡散率と界面熱抵抗¹⁾



第4図 面積熱拡散時間の概念

多層膜を横切る熱拡散の解析は応答関数法により系統的に解析が行なわれている。熱拡散率は、レーザー照射後の試料裏面温度変化曲線と最高温度上昇値が囲む面積A(面積熱拡散時間:第4図)から(5)式をもとに算出する。

$$A = \int_0^{\infty} [1 - b\sqrt{\tau} T_r(t)] dt \quad \dots\dots\dots(5)$$

ここで、 b :熱浸透率($=\sqrt{c_p\rho\lambda}$)
 τ :熱拡散の特性時間
 T :試料裏面温度

断熱単層膜の場合には

$$A = \frac{\tau}{6} \quad \dots\dots\dots(6)$$

2層材の場合には

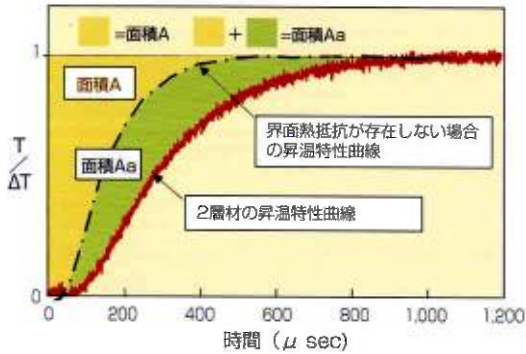
$$A = \frac{b_1\tau_1^{3/2} + 3b_2\tau_1\tau_2^{1/2} + 3b_1\tau_1^{1/2}\tau_2 + b_2\tau_2^{3/2}}{6 \cdot (b_1\sqrt{\tau_1} + b_2\sqrt{\tau_2})} \quad \dots\dots\dots(7)$$

ここで、 b_i :熱浸透率、 τ_i :熱拡散の特性時間

母材: $i=1$ 、合わせ材: $i=2$

第5図に昇温曲線と面積熱拡散時間の関係を示す。一方の熱拡散率が既知の場合には、計測された実測面積熱拡散時間 Aa から(7)式をもとに他方の熱拡散率を算定する。その際の算定値には、界面の熱抵抗が含まれる。これらについては分離して評価する必要がある。

比熱は、測定温度条件、試料特性、試料採取可能量などにより、レーザーフラッシュ法、示差走査熱量計(DSC)あるいは断熱型比熱測定装置などのうち、適合するいずれかの方法によって測定する。密度は主にアルキメデス法により測定する。



第5図 2層材の熱拡散率測定時の昇温特性曲線と面積熱拡散時間の概念図

1)T.Baba:23th Jap. Symp. on Thermophysical Prop. (Tokyo 2002) p.340-342

測定例

ステンレス鋼(sus)と炭素鋼(ss)の2層材を対象に、炭素鋼の熱拡散率を既知($3.45 \times 10^{-6} \text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$)とした場合について、susの熱拡散率と界面熱抵抗を算定を行った。その結果を第1表に示す。

第1表 熱拡散率 α および界面熱抵抗の算出例

試料	SS/SUS (mm)	SUS層の α ($\times 10^{-6} \text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$)	界面熱抵抗 ($\text{m}^2\cdot\text{K}\cdot\text{W}^{-1}$)
A	1.59/2.4	3.15	3.13E-05
B	2.02/2.07	3.39	3.85E-06
C	2.45/1.59	3.40	5.23E-07
D	2.98/1.09	3.42	4.82E-08

<試験条件>

・試験装置:アルバック理工熱定数測定装置 TC-7000
 ・試験温度:室温



2層材(SS/SUS)

ステンレス鋼単層材の熱拡散率測定値は $3.45 \times 10^{-6} \text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ であるが、2層材で界面熱抵抗を含んだステンレス鋼の熱拡散率(α)の計算値はこれよりも低い。すなわち、ステンレス鋼の計算熱拡散率が小さいものほど界面熱抵抗は大きいといえる。

この結果は、界面の接合状態と密接に関係していると考えられる。

融体の熱伝導率測定

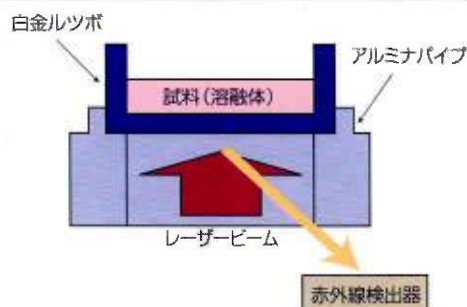
融体の熱伝導率は、高温であるため、放射あるいは融体の対流の影響などにより、正確な測定は

難しい。今回は、東北大学で開発された「レーザーフラッシュ法による溶融体の熱伝導率測定」法²⁾

2)太田弘道:金属, vol.71(2001), p.452

による測定事例を紹介する。

測定原理



第6図 溶融体の熱伝導率測定原理

太田³⁾は第6図に示すように、溶融体試料を入れたルツボの裏面に下方からレーザービームを照射してルツボ裏面を瞬間的に加熱し、照射後の溶融体試料への熱の散逸によるルツボ下面（金属板）の温度降下を測定する。その降下状況を解析して熱伝導率を求める。レーザー照射後の金属板の温度応答を以下の条件に基づき導く。

- 1) レーザー照射前の測定系は熱平衡状態にある。
- 2) 熱の流れは1次元である。
- 3) 溶融体層は半無限長さである。
- 4) 金属板/溶融体界面の接触熱抵抗は無視し得る。
- 5) 一般に非金属溶融体は金属に比べ熱伝導率が小さい。

この場合、金属板内の温度分布は無視でき等温であると近似できる。

レーザーパルスにより、時間 t が0のとき、金属板の温度が平衡温度から T_0 だけ上昇したとすると時間 t における金属板の表面温度 $T_m(0,t)$ は次式で与えられる。

$$\frac{T_m(0,t)}{T_0} = \exp(h^2 t) \operatorname{erfc}(h\sqrt{t}) \quad \dots\dots\dots (8)$$

$$h = \frac{(\lambda_s \rho_s C_{ps})^{1/2}}{\rho_m C_{pm} l_m} \quad \dots\dots\dots (9)$$

$$T_0 = \frac{Q}{\rho_m C_{pm} l_m} \quad \dots\dots\dots (10)$$

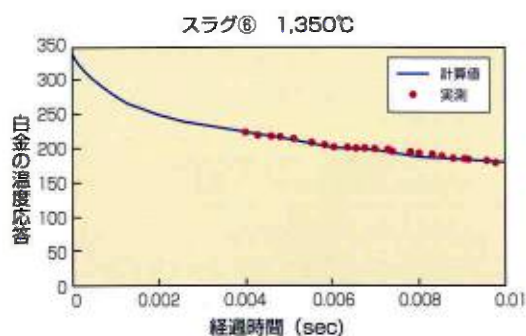
ここで C_p : 比熱 ($\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)
 ρ : 密度 ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$)
 λ : 熱伝導率 ($\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)
 l : 金属板の厚さ (m)
 Q : 金属板の吸収熱量 ($\text{J} \cdot \text{m}^{-2}$)

添え字 m は金属板、 s は溶融体試料層を表す。測定した温度応答に対して (8) 式により T_0 と h をパラメータとしてフィッティングを行い、得られた h を用いて(9)式から試料の熱伝導率を求める。

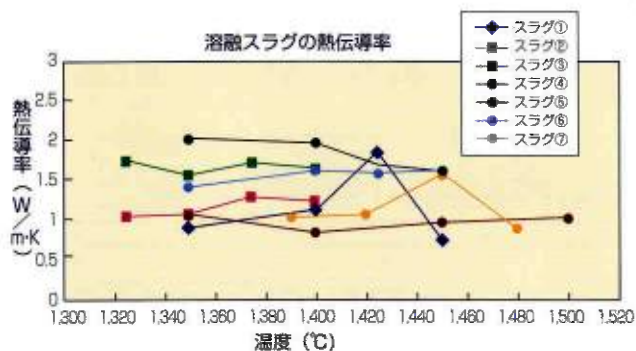
測定結果の一例

合成スラグと高炉スラグを用いて測定を行った結果の一例を紹介する⁴⁾。

溶融スラグ(スラグ⑥)の $1,350^\circ\text{C}$ における温度応答の例を第7図に示す。計算値の曲線は測定値を



第7図 溶融スラグの温度応答曲線の一部



第8図 溶融スラグの熱伝導率の温度依存性

十分表現しているといえる。ここで求めた h と別に測定した比熱、密度および白金の物性値を用いて、(9)式から熱伝導率を算出した。その熱伝導率の温度依存性を第8図に示す。

熱伝導率は、すべての試料について、ほぼ $1 \sim 2 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ であり、温度依存性は比較的小さいが、スラグの種類によっては温度依存性がみられる。スラグ①とスラグ⑦には、それぞれ $1,425^\circ\text{C}$ と $1,450^\circ\text{C}$ 付近に熱伝導率のピークがある。

溶融スラグの熱伝導率はスラグの構造に起因すると考えられ、溶融スラグがある温度域で結晶化やネットワーク構造の変化で緻密さが増したり、固相の晶出などがある場合には熱伝導率が高くなる可能性がある。

溶融スラグの熱伝導率に関しては未解明の分野もあり、今後の詳細な研究が必要である。

固体材料、2層材、溶融体についてレーザーフラッシュ法による熱伝導率測定法について紹介した。今後の材料は、その使用目的に応じて、高機能化、薄膜化が推進され、それらに対する熱伝導率の測定ニーズがますます高まってくるものと予想される。レーザーフラッシュ法による適用可能領域の拡大とマイクロな領域の測定法を確立して、さまざまな顧客ニーズに対応していきたい。

[加古川事業所 技術室 木村 吉雄]

3)太田弘道, 早稲田嘉夫: 日本金属学会報, vol.24(1985), p.805

4)Shinichi INABA, Yoshio KIMURA, Hiroyuki SHIBATA and Hiromichi OHTA: ISIJ Vol.44(2004), No.12(December)