

超高速加熱試験装置を用いた各種試験へのチャレンジ

1. はじめに

超高速加熱試験装置の開発開始から今年度で3年目になる。昨年10月に発行したセラミックス岡山誌及び今年（22年）1月の関係各位に向けた本装置のデモンストレーションにより、周知と利用の促進を図ってきた。

本誌では、当財団で実施している超高速加熱試験装置及び技術による各種試験の取組みと進展状況を報告する。

2. 超高速加熱試験装置の特徴（図1）

あらためて、本装置の特徴をまとめておく。

- ・装置に設けた4つの大きな観察窓（φ100mm）からビデオ撮影とサーモカメラによる測温を行い、リアルタイムに必要なデータの取得を実現。高温でのその場観察可能。
- ・1分以内に2000℃以上のピンポイント均等加熱可能。
- ・炉体加熱は必要なく、急昇温とともに急冷却が可能。
- ・接触角の測定なら、1サイクル30分で試験ができ、従来の1日1回の試験が数十回と大幅な処理を実現。
- ・卓上設置型のコンパクトサイズ。

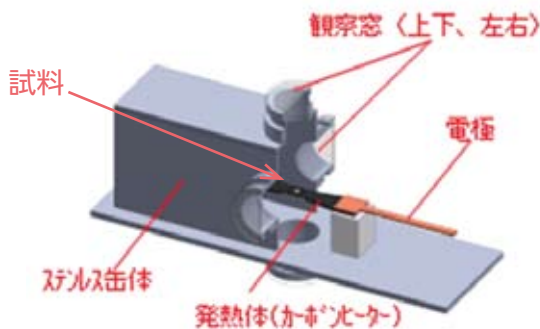


図1 超高速加熱試験装置の概要

3. 超高速加熱技術と耐火物との関係

耐火物は溶損と割れが損傷の主要因になっている。溶損は接触角、割れは熱伝導率の特性データが評価ポイントの一つになっている。

従来、前者は測定に時間が掛かっていたこと、後者は耐火物を使用される高温度（～1700℃）で測定できないことなどの問題があったが、超高速加熱技術によって、これらの問題の解決が期待出来るようになった。

3-1. 接触角（濡れ性）の研究例

上記に示したように、短時間で正確に高温特性の評価を行うには、ピンポイント均等加熱とその場観察技術が重要である。

1) ピンポイント均等加熱と溶融物の大きさ

基盤にAl₂O₃質とSK34レンガを用い、溶融物に初期寸法が2.5mm角と5.0mm角のSS400を用いた場合の接触角をθ/2法で求めた。3分で1600℃に昇温し、保持。1600℃に達してから溶

融物が溶けるまでの時間は、材質、試料の大きさに依存して異なり、実験では、5mm角のSK34試料の場合で、溶融に73秒かかった。

また、接触角も溶融物（SS400）の大きさによって異なった（図2）。溶融物が大きいほど重力の影響により、接触角が小さくなる（濡れ性が良いと評価される）ので、注意が必要である。

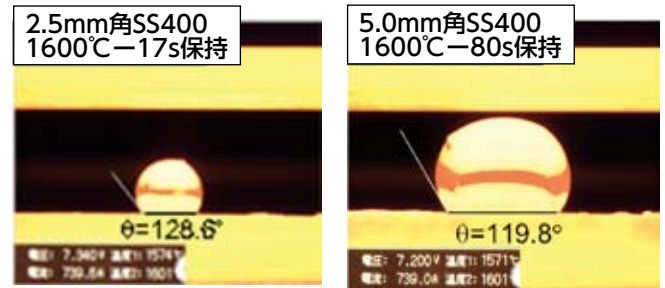


図2 溶融物(SS400)の大きさと接触角

以上より、ピンポイント均等加熱が可能であること、また、一定の注意のもとに、大きな形状が必要な不均質組成の耐火物も基盤にできることが示唆できた。

2) 濡れ性の良い基盤／溶融物のその場観察

本装置は、ヒーターと溶融物の測温及び溶融状態のその場観察が可能である。この特徴を生かし、接触角の測定が難しい事例を検討した。基盤にダイレクトボンドマグクロレンガ、溶融物にRH用合成スラグを用いて測定を実施した（図3）。

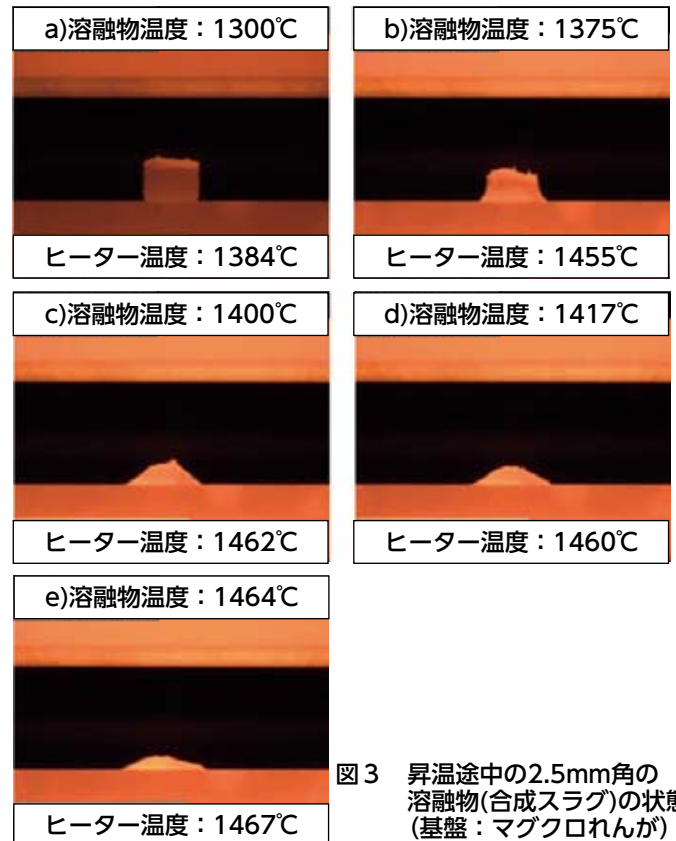


図3 昇温途中の2.5mm角の溶融物(合成スラグ)の状態(基盤：マグクロレンガ)

昇温途中で、ヒーターと溶融物とに大きな温度差（約80℃）が生じ、完全溶融に近づくにつれその差は小さくなっているが、その後、溶融物の温度変化（約50℃上昇）が大きくなっている。以上の結果とその場観察とから、以下が示唆できた。

- ・溶融物が融解するときは、その融解熱(吸熱)によりヒーターと溶融物とに温度差が発生し、測定温度の決定が困難になる場合があること。
- ・基盤と溶融物との濡れ性が良い場合は、基盤への浸潤速度が速くなり、接触角が算出できないこと。
- ・但し、接触角の算出が困難であっても、試験中の観察動画による浸潤挙動を比較することが可能であること。

<今後の展開>

昨年度は主に、接触角測定のための条件を検討した。今年度は接触角を自動でリアルタイムに測定できる機能を付加し、実験効率と測定精度を高める。さらにその先の課題として、各種耐火物と溶融物との接触角に関するデータベースの作成が挙げられる。

3-2. 熱伝導率測定技術の開発

耐火物は1500℃以上の高温で使用されるうえ、材料としては不均質な組織である。そこで、まず、材質を変えた場合の高温熱伝導率測定の可能性を検討した。

φ20×t3mmに成形した耐火原料（電融アルミナ、ばん土頁岩、ムライト、シャモット、マグネシアクリンカー）を60℃/minで超高速加熱したとき、試料の下面側から上面側に勾配を持つ温度の画像と数値データが得られ（図4）、このデータから、材料に応じた見掛け熱伝導率が算出できることが推定された。

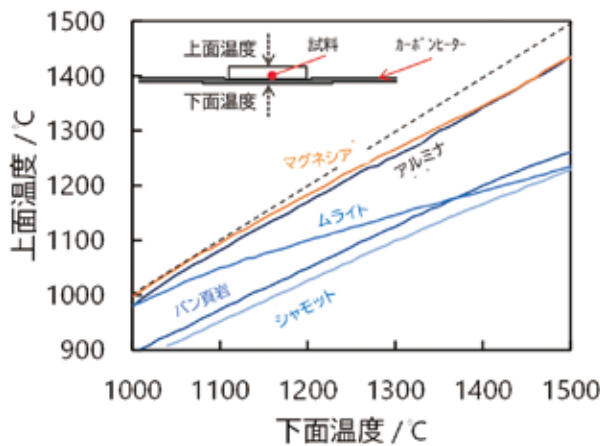


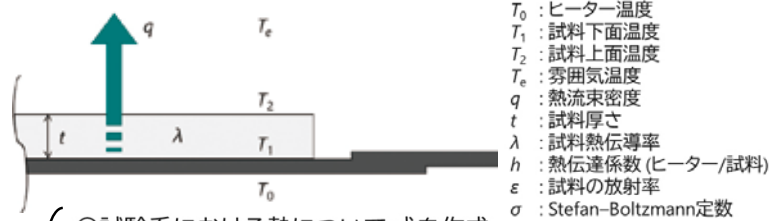
図4 耐火原料の材質と上下面温度のデータ

そこで、緻密質セラミックス（ニッケト製SSA-S アルミナ純度99.6%）を用い、より精度の高い見掛け熱伝導率を求める方法を検討した。

図5に示す一次元定常伝熱モデルの式(1)、(2)、(3)にパラメーター $\varepsilon=0.85$ 、 $\lambda=10$ 、 $h=1000$ 、 $T_e=80$ を設定して、 T_1 、 T_2 、 q を求め、見掛け熱伝導率 λ_A を式(4)から算出した。

$$\lambda_A = q \cdot t / (T_0 - T_2) \dots\dots\dots (4)$$

式(4)は試料厚さtの関数になっている（図6）。次に、tに影響する因子を調べた。その結果、ヒーターと試料との接触熱抵抗（熱伝達率）が主に効いていることがわかった。



◎試験系における熱について式を作成

・ヒーター/試料間の伝熱
 $q = h(T_0 - T_1) + \sigma\varepsilon(T_0^4 - T_1^4)$ (1)

・試料内の熱伝導
 $q = \lambda(T_1 - T_2)/t$ (2)

・試料からの熱放射
 $q = \sigma\varepsilon(T_2^4 - T_e^4)$ (3)

◎ T_1 、 T_2 、 q についての連立方程式として求解
 ◎見掛け熱伝導率を計算

図5 一次元定常伝熱モデル

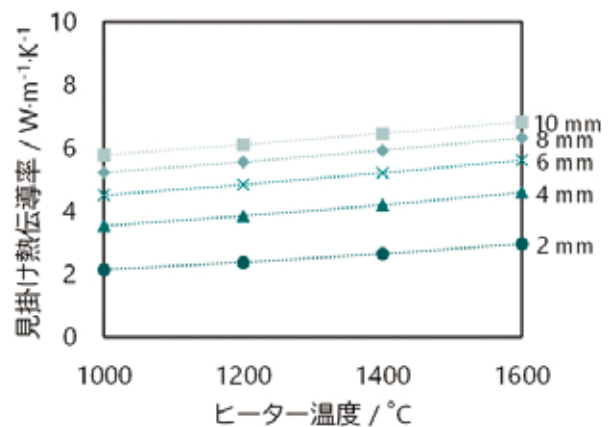


図6 見掛け熱伝導率の試料厚み依存性

物性値としての熱伝導率を求めるためには、厚みtへの依存性を取り除く必要がある。そこで、試料とヒーター間に適当な隙間を設け、接触熱抵抗 $h=0$ とする改善案を熱流体ソフトを用いて解析的に検討した。

試料とヒーター間に1mm程度の隙間を設けることにより、理想的に $h=0$ を実現する「放射のみ」の条件に近づくことがわかった。

<今後の展開>

今回、解析的に検討し、改善案を見出すことができたので、今後は、実験的に検証し、超高速加熱装置の機能充実を図る予定である。さらには、高温範囲における各種耐火物の熱伝導率のデータベース作成も課題になる。

4. 最後に

今回紹介した内容は、接触角は当財団と(株)日進機械との共同研究事例、熱伝導率はさらに日鉄テクノロジー(株)が加わった共同研究事例である。

超高速加熱試験装置及びその技術を昨年度末に各位に紹介して以降、このように接触角測定に関する共同研究、依頼試験が増えている。また、同装置の超高速の機能を生かした接触角測定以外の試験研究も実施している。さらに幅広く本装置の利用が促進されることを期待する。
 (副所長 内田 茂樹)