

超高速加熱試験技術の活用：「接触角測定」、「熱伝導率測定」

1. はじめに

超高速加熱試験装置を開発してから今年度で4年目になる。この間、各種試験への展開を図ってきたが、今回は、「接触角測定」、「熱伝導率測定」について、測定条件に関する、より掘り下げた検討を行ったので、その成果を紹介する。

2. 超高速加熱装置の特徴（図1）

本装置の特徴は以下である。

- ・ 炉体加熱は必要なく、試料のみ均等に高速昇温－高速冷却が可能。接触角の測定なら、1サイクル30分。従来1日1回の測定が数十回と大幅な処理を実現。接触角のデータベース化が現実的になった。
- ・ 装置に設けた4つの大きな観察窓（φ100mm）からビデオ撮影とデジタル2色放射温度計による高精度測温を行い、リアルタイムに必要なデータを取得可。
- ・ 卓上設置型のコンパクトサイズで扱い易い。



図1 超高速加熱試験装置の概要

3. 接触角（濡れ性）の評価試験

3-1. 試験装置の構成（図2）

接触角の測定では、均等・急速加熱が可能な上下ヒーターと試料のヒーター直置きが装置構成のポイントである。

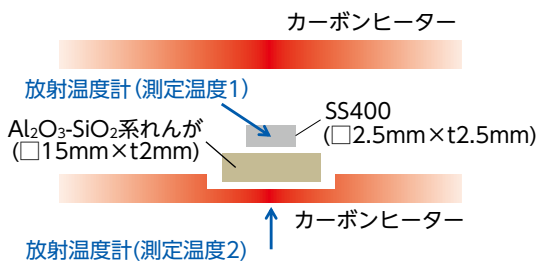


図2 接触角測定用装置構成例

3-2. 試料

基盤にはAl₂O₃-SiO₂系のれんが（SK34～SK38）を（表1）、溶融物にはSS400を用いた。

表1 基盤れんがの主な化学組成（mass%）

	SK34	SK35	SK36	SK37	SK38
Al ₂ O ₃	42.9	51.7	59.1	73.4	77.7
SiO ₂	52.3	43.0	35.0	20.1	16.9

3-3. 超高純度Ar（純度99.9999%）下の測定結果

SK34～38のいずれにおいても、SS400は1600℃で球状に完全溶融し接触角が測定できた。しかし、SK34では、基盤からSK34の融液生成と発泡が確認され、融液が溶融SS400に取り込まれる場合（図3）とそうでない場合とが観察され、それぞれに応じ接触角が変化した。

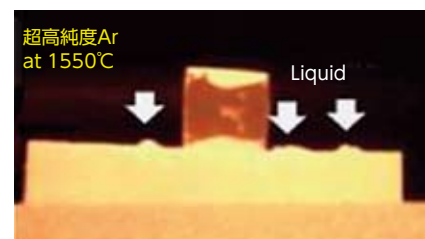


図3 昇温途中におけるSK34の状態

接触角の結果を図4に示す。高アルミナ質であるSK35～38の接触角は122～127°でほぼ同じになり、高アルミナ質はSS400に濡れにくいと言える。

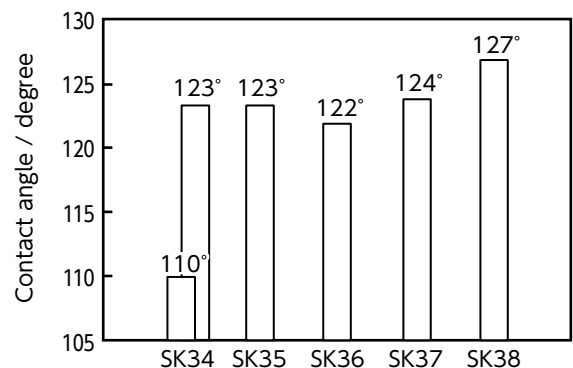


図4 1600℃におけるSK34～38とSS400との接触角

一方、接触角が110°と低くなった粘土質のSK34はSS400との界面に他の試料では観察されなかったAl-Si-Mn-O系の反応層を生じた（図5）。この反応層は、溶融SS400がSK34の融液を取り込み生成した層である。

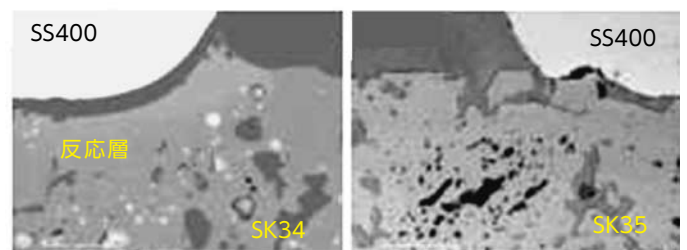


図5 接触角測定後試料の切断面SEM像

3-4. 4% H_2 +Ar下の測定結果

製鉄業において、「水素還元製鉄」の技術開発が進められている現状を考慮し、水素雰囲気が接触角測定にどのように影響するかを調べた。

前項で特異な結果を示したSK34とSS400を試料にして検討した。その結果、超高純度Ar雰囲気中で観察された融液もSEMで見られた反応層も確認されず(図6)、同じ条件で実施したSK35~38と同等の接触角 $127\sim 129.4^\circ$ となり、SS400との濡れ性が悪い結果を示した。

水素雰囲気は接触角測定に影響を与えず、れんがからの融液生成を抑制し、正確な接触角測定に適していることがわかった。

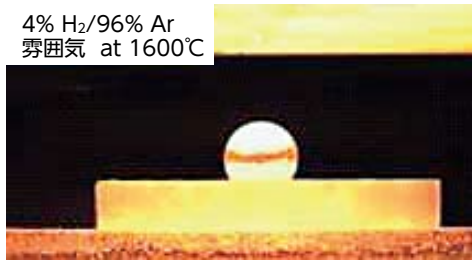


図6 水素雰囲気中のSK34とSS400の状態

<まとめ>

- ① れんがから生じる融液が熔融SS400に取り込まれると反応層を形成しやすく、反応層が形成されると接触角が低くなる。
- ② 4%程度含有の水素雰囲気は、接触角測定に影響することが無い。
- ③ 水素雰囲気での測定は、れんがの液相生成を抑制する。
- ④ 正確な接触角測定に水素雰囲気は適している。

<今後の展開>

今回の研究から、水素雰囲気が耐火物の挙動(反応)に影響することがわかった。水素雰囲気下での測定環境の整備とともに、同条件下で得られる知見を広げて行く予定である。

4. 熱伝導率測定技術の開発

超高速加熱試験装置を高温熱伝導率測定に活用することにより、21年度から取り組んでいる(日鉄テクノロジー(株)協力)。21年度は、種々の耐火物材質の高温熱伝導率測定の可能性を見出したが、測定値が試料厚さに依存する誤差が生じた。22年度はその解決を図った。

4-1. 試験装置の構成(図7)

熱伝導率測定用装置の構成を図7に示す。装置の特徴は以下である。

- ・一次元定常伝熱モデルをベースにしている。
- ・ 1500°C を超える測定温度が可能。現状の耐火物用装置は 1400°C までの測定であり、実炉の 1600°C を超える測定が困難である。本装置は実炉条件に適す。
- ・ヒーターと試料間の間隙、ヒーター穴の設置による試料上下面の直接測温。21年度の装置構成では、ヒーターと試料間を直接接触させ、ヒーター下面を測温したが、22年度の研究でこのような改善を行った。

4-2. 熱伝導率測定結果(図8)

装置構成の改善により、アルミナセラミックス試料を用いた試験で試料厚さに依存した誤差が解消できた(図8)。

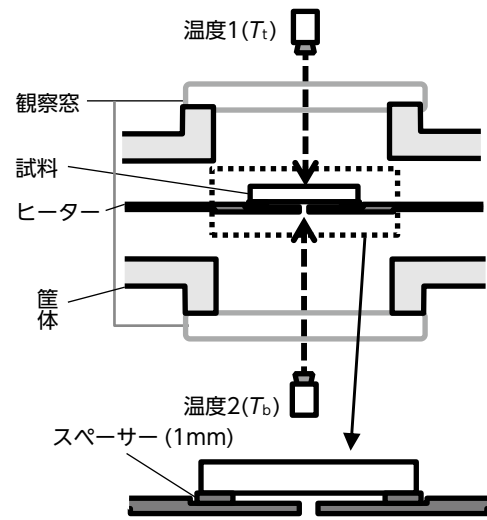


図7 熱伝導率測定用装置構成

また、得られた値をレーザーフラッシュ法の 1000°C での値($6.5\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)と比較したところ、近似な結果になった。

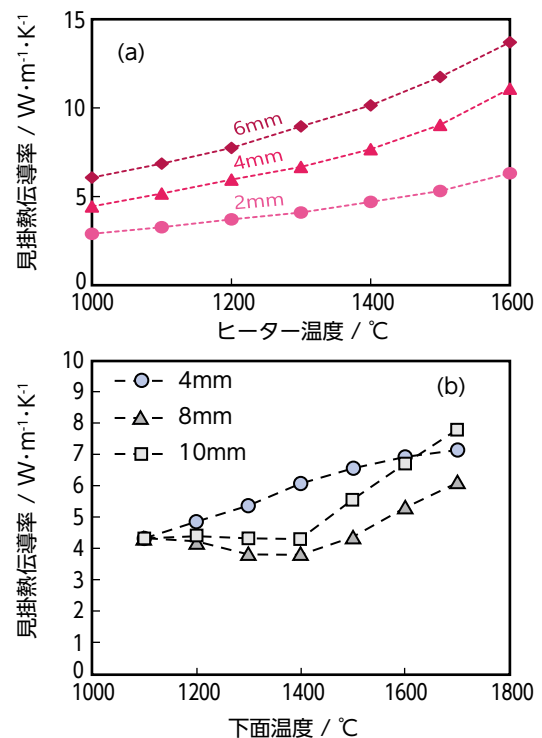


図8 当初の装置構成(a)と改善装置構成(b)

<今後の展開>

本研究は絶対値を目指すものではなく、実用に供する程度の見掛の数値を得ることを目的とし、今回のアルミナセラミックスで実現できた。今後は材質を変え(SiC質など)、現状の測定温度限界を超える温度域での測定技術の確立を図っていく。

5. 最後に

超高速加熱試験装置の活用は大きく広がっている。一例として、高温下観察技術を活かした材料の挙動観察、融点測定、雰囲気制御の高温加熱処理、急速昇降温性能を利用した熱衝撃試験などの実績がある。さらに、装置の活用を探っていきたい。