

技術レポート「岡山セラムックスセンターにおける各種分析手法」

熱伝導率測定（レーザーフラッシュ法）

1. はじめに

耐火物は高温で使用する構造材料であり、その熱伝導率は窯炉の設計、省エネ対策および、耐熱スポーリング性などの特性に大きな影響を与える重要な要素である。耐火物の多様化が進み材質、形状也多岐にわたり、その測定方法も分別され各々の耐火物に応じた測定手法が選択され熱伝導率の測定が行われている。

耐火物の熱伝導率測定方法は、表1に示すように定常法と非定常法に大別され、定常法としては熱流法が挙げられ、非定常法として熱線法があり直交法と平行法に分けられる。これらは耐火物のJISに規定された測定方法である。また耐火物のJISとしては規定されていないが近年注目されつつあるフラッシュ法（セラミックスのJISには規定されている）は非定常法に分類される。耐火断熱れんがの熱伝導率測定方法としても、熱流法と熱線法がJISに規定されている。

今回は、近年耐火物への利用が広がっているレーザーフラッシュ法（以降：LFM）での測定事例を紹介する。

表1 熱伝導率測定方法一覧

大分類	測定手法		対象物	JIS
定常法	熱流法		耐火物	JIS R2251-3
			耐火断熱れんが	JIS R2616
非定常法	熱線法	直交法	耐火物	JIS R2251-1
		平行法		JIS R2251-2
		直交法	耐火断熱れんが	JIS R2616
	フラッシュ法		セラミックス	JIS R1611

2. 測定手法

LFMは熱拡散率の測定方法であり、この方法は、直接熱伝導率を測定する方法に較べて、試料形状がシンプルで寸法が小さく、広範囲の熱拡散率の測定が可能で、精度・再現性にも優れるという利点を持っている。

LFMにおいては、図1のように通常円盤形状の試料の全面が短時間のエネルギー（レーザー）パルスによって加熱され、試料背面の温度上昇（温度上昇曲線）がIR検出器によって時間の関数として測定される。

図2に示されているのが、各種材料の温度上昇曲線で、横軸は時間で縦軸はIR検出器の出力である。

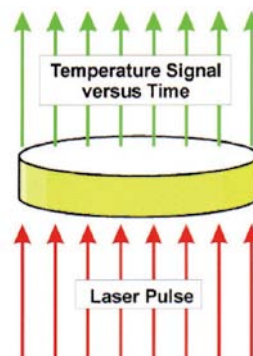


図1 レーザー照射模式図

＜出典：ネッチ・ジャパン（株）カタログ＞

グラファイト（赤）のように熱拡散率の高い物質では、温度上昇曲線が急速に立ち上がり、反対にガラスセラミックス（紫）のような熱拡散率の低い物質ではゆっくりと上昇する。もし、試料から周囲への熱損失がなく（断熱条件下）パルス幅がほとんどゼロとみなせる場合には、熱拡散率（ a ）が簡単に算出することが出来る。

実際の測定では、試料から周囲への熱損失を考慮し、温度上昇曲線全域にわたってフィッティングを行い、熱拡散率を求めることが行われている。

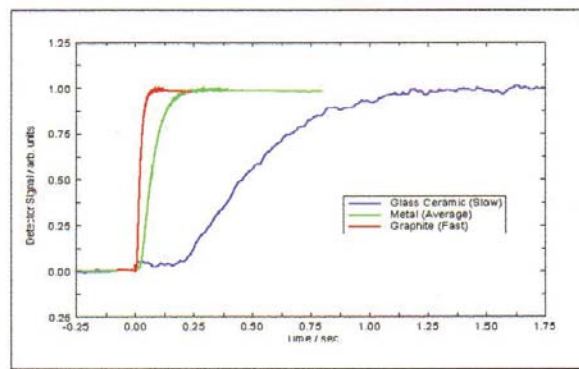


図2 各種材料の温度上昇曲線

＜出典：ネッチ・ジャパン（株）カタログ＞

こうして求められた熱拡散率 a と比熱容量 C_p と密度 ρ をかけあわせることにより、熱伝導率 λ を計算することが出来る。（次式）

$$\lambda = a \cdot \rho \cdot C_p$$

当所設置の熱伝導率測定装置（LFM）の仕様を表2に示す。

表2 機器名称及び主な仕様
 <出典：ネッチ・ジャパン（株）カタログ>

名称	NETZSCH社製 LFA457 Microflash 取扱：ブルカー・エイエックスエス（株）
主な仕様	試料寸法：φ10mm, φ12.7mm, φ25.4mm 加熱炉：室温～1100℃ レーザー：Nd-Glass 0～15J レーザーパルス幅：0.33ms 検出器：InSb（液体窒素冷却） 熱拡散率測定範囲：0.001～1000mm ² /s （試料によって測定限界有り）

3. 実験方法

前述のように「試料形状がシンプルで寸法が小さい」という特徴を持つLFMであるが、言い換えると「大きな試料での測定ができない」ということとなる。耐火物のように数mmにおよぶ粗粒を用いる材料にとって、大きな試料での評価が出来ない場合、その評価の箇所によってデータが異なる可能性があり、試料の大きさは重要な要素となる。

この問題を明らかにするため、並行れんが2枚を用いる熱線法と比較検討した例を紹介する。

まずは、LFMで比較手的測定しやすい市販の高アルミナ質れんがを入手し同材質において、熱線法とLFMにおける熱伝導率を比較した。

熱線法はJIS R 2252-1に沿った直交法にて実施し、LFMはφ25mm×5mmの試料形状にて成形方向と同方向（A）成形方向に直角方向（B）に分けて測定し、常温から1000℃まで200℃毎の熱伝導率を算出した。

4. 測定結果

図3に熱伝導率測定結果を示す。熱線法、LFM共にほぼ同等の値を示しており、熱線法での適用範囲[10W/(m・K)]以上を除くと相関係数は0.99となることからLFMは高アルミナれんがでは熱線法と同様の結果が得られ十分に適用可能なことが明らかとなった。

また、高アルミナれんがでは異方性を有する粒を用いていないことから、成型方向に対する熱伝導率の差異は認められなかった。

図4に厚さが5mmと3mmと異なる試料の測定結果を示す。今回の比較検討に用いたトップ粒度が1.7mmである試料の場合、試料厚みを3mmとしても試料厚み5mmと同様の結果が得られたが、厚さ3mmの試料の方がより安定

的に測定できているように思われる。これは、試料厚み3mmの方がレーザー照射背面の温度上昇が大きく、より精度の高い測定が可能なためと考えられる。

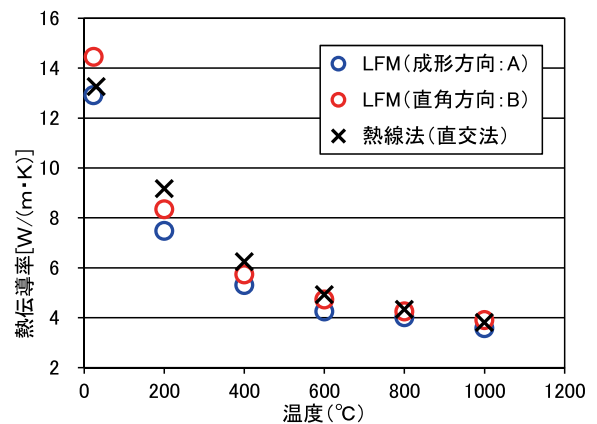


図3 熱線法とLFMの比較

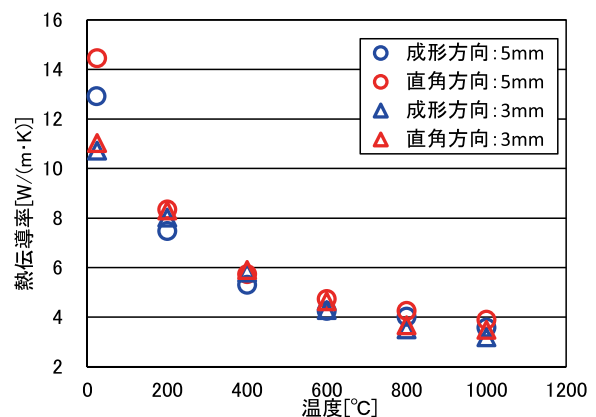


図4 LFMによる試料厚みの比較

5. まとめ

今回の比較に用いた高アルミナれんがにおいては、LFMにおいても熱線法と同等の測定結果が得られており、耐火物においてもLFMが十分に適用可能であることが示されたと言える。

また、試料厚みは薄い方がS/N比の高いデータが取得でき、より精度良く測定できる可能性が高いことがわかった。

（班長 武内 修治）