

レーザフラッシュ法熱物性測定装置の比熱測定結果と 公的機関の校正結果との比較検討について

業種	: セラミックス、ガラス、レンガ
使用機器	: レーザフラッシュ法熱物性測定装置 Laser Flash Thermophysical Properties Analyzer
測定原理	: レーザフラッシュ法
関連規格	: JISR 1611:2010 (ISO 18755:2005) ファインセラミックスのフラッシュ法による熱拡散率・比熱容量・熱伝導率の測定方法
資料番号	: APTM-0010
資料作成	: 2015年3月

1. 概要

弊社のレーザフラッシュ法熱物性測定装置 Laser Flash Thermophysical Properties Analyzerは、熱拡散率と比熱を同時に測定し、更に熱伝導率を算出することにより、一台の装置で3つの熱物性値の測定が出来ます。

標準物質と試料を同時に均一照射加熱することによる温度上昇の偏差から比熱を算出する示差熱量法を採用しているのが弊社のレーザフラッシュ法熱物性測定装置の特徴です。

今回はサファイアを試料とし、レーザフラッシュ法熱物性測定装置での比熱測定結果と独立行政法人 産業技術総合研究所の校正結果について比較検討した例を示します。

産業技術総合研究所で校正した結果については、校正証明書が発行されています。

2. 測定原理

試料の表面に、エネルギー密度が均一なレーザ光をパルス状に照射加熱し、試料裏面の温度上昇曲線を解析することにより熱拡散率を求めます。

また、標準試料と測定試料を同時に均一照射加熱し、両試料裏面の温度上昇を比較することから比熱を求めます。

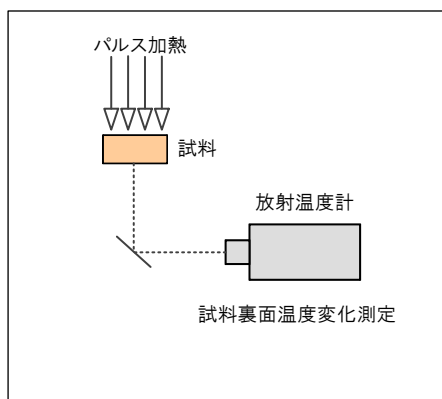


図1.LFA測定原理

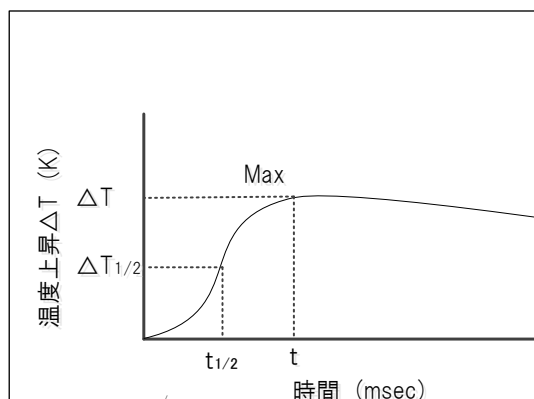


図2.試料裏面温度変化

求めた熱拡散率と比熱及び密度から熱伝導率を算出します。

$$\text{熱伝導率} = \text{熱拡散率} \times \text{比熱} \times \text{密度}$$

3. 測定上の注意点

- 1) 試料は、熱拡散率のみを測定する場合は $\phi 10 \pm 0.1$ または $\square 10 \pm 0.1$ mm に、熱拡散率と比熱を同時に測定する場合は $\phi 5 \pm 0.1$ または $\square 5 \pm 0.1$ mm、試料厚さは 1~3mm に加工します。
- 2) 試料サイズと厚さはマイクロメータを使って小数点3桁、質量は電子天秤で小数点4桁まで測定します。
- 3) エネルギーの吸収および放射率を良くするために前処理としてカーボンスプレーによる「黒化処理」を施します。
熱拡散率と比熱および熱伝導率の同時比較測定の場合は、試料と標準物質のエネルギー吸収及び放射率を同一にするために、黒化処理を同時に試料と標準物質(モリブデン)に行います。
- 4) 「黒化処理」は 700℃ 以上の測定を行う際は剥がれ落ちます。剥がれ落ち方は、試料の表面状態・測定・黒化処理のその都度の状況により異なります。
- 5) 本測定法は、基本的に均質なバルクの固体材料の熱拡散率を求めるもので、試料表面から裏面への1次元の熱拡散率を求めるのに適用されます。

4. 測定の準備

- 本体 : レーザフラッシュ法熱物性測定装置
オプション : 循環水冷却ユニット
スパッタ処理装置(金スパッタ処理に使用)
解析ソフトウェア : カーブフィッティング法(CFP32)
※CFP32:独立行政法人産業技術総合研究所 殿 作製の解析ソフト
" レーザフラッシュ法データ解析プログラム CFP32 for Windows "

5. 測定条件

試料は $\phi 5$ mm \times t1mm のサファイアで、標準物質には LFA-502 付属のモリブデン(99.99%)を使用しました。

— 試料・標準物質形状 —

	試料	標準物質
材質	サファイア	モリブデン(99.99%)
形状	円柱	円柱
直径(mm)	$\phi 5.021$	$\phi 4.999$
厚さ(mm)	0.999	0.978
質量(g)	0.0782	0.196

— 測定条件 —

測定温度 ^{※1}	測定雰囲気	レーザーパワー ^{※2}	サンプリングレート ^{※3}
300K	アルゴンガス雰囲気	約 5J (1800V)	2.4 μ sec
600K			
800K			

- ※1 測定温度 : 設定温度に対して試料熱電対温度が±3℃以内で安定した状態で測定します(測定開始の温度が試料温度)。
- ※2 レーザパワー : 通常は上記に記載している設定値で測定を行います。
試料がフィルムのように薄い場合、レーザ照射時の衝撃を無くするためにレーザパワーを小さく設定することがあります。
- ※3 サンプリングレート : 試料裏面の温度変化を収録する時のスピードです。
熱拡散率が大きい物質の場合は短い値に設定し、熱拡散率が小さい物質の場合は長く設定します。

- ① サファイヤは透明試料でレーザ光が試料を透過し、試料裏面の温度上昇が得られません。そこで黒化処理を施す前に、金スパッタ処理を試料のレーザ照射側の片面のみに施しました。
- ② サファイヤ(金スパッタ処理済)と標準物質(モリブデン)ともカーボンスプレーによる黒化処理を実施し測定を行いました。

※ 「レーザフラッシュ法熱物性測定装置」の操作手順・方法の詳細は取扱説明書を参照下さい。

6. 測定結果

設定温度(試料温度)で5回測定を行い、試料温度と比熱の関係を図3に、産業技術総合研究所の校正結果との比較を表1に、更にLFA-502で測定した詳細な測定結果を表2に示します。

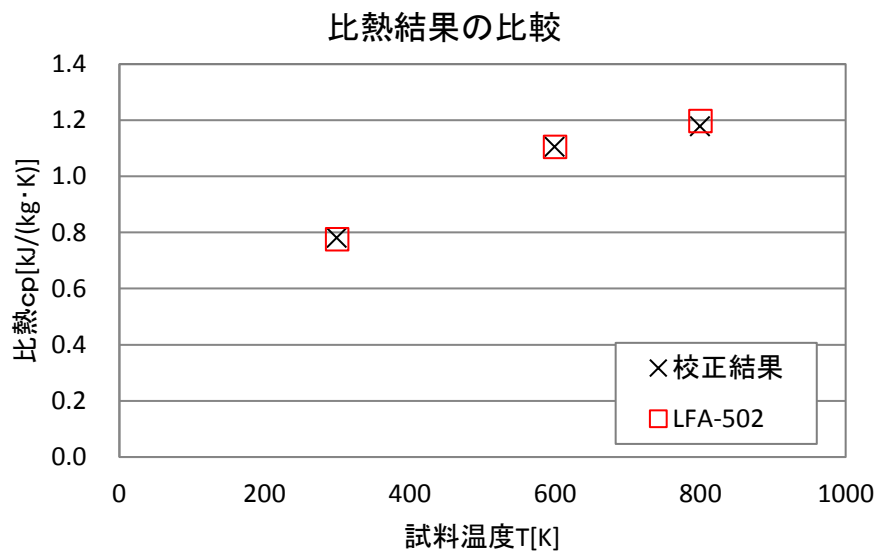


図3. 試料温度と比熱の関係

表1. LFA-502 と校正結果の比較一覧表

試料温度 T[K]	比熱 cp[kJ/(kg·K)]		偏差[%]
	校正結果	LFA-502	
300	0.780	0.776	-0.5
600	1.105	1.105	0.0
800	1.178	1.197	1.6

※ “偏差” は校正結果との偏差を%表示したものです。

表2. LFA-502の測定結果

試料温度 T[K]	熱拡散率 α [mm ² /s]	比熱 cp[kJ/(kg·K)]	熱伝導率 λ [W/(m·K)]
300	12.57	0.7905	39.3
	12.54	0.7556	37.5
	12.60	0.7560	37.7
	12.68	0.7928	39.8
	12.58	0.7866	39.1
Ave	12.6	0.776	38.7
STD	0.0527	0.0188	
CV(%)	0.42	2.4	
600	3.237	1.101	14.1
	3.243	1.104	14.2
	3.235	1.105	14.1
	3.241	1.110	14.2
	3.238	1.106	14.2
Ave	3.24	1.105	14.2
STD	0.0032	0.0033	
CV(%)	0.10	0.30	
800	2.435	1.203	11.6
	2.423	1.200	11.5
	2.422	1.191	11.4
	2.433	1.197	11.5
	2.418	1.194	11.4
Ave	2.4	1.197	11.5
STD	0.0074	0.0047	
CV(%)	0.30	0.40	

7. まとめ

- ・レーザフラッシュ法熱物性測定装置の比熱測定結果は、各測定温度領域(300K、600K、800K)において産業技術総合研究所での校正結果と2%以内でよく一致していることが確認できました。
- ・レーザフラッシュ法熱物性測定装置の繰返し再現性も熱拡散率 1%以内、比熱 3%以内と良好な結果を確認することができました。
- ・本測定法の測定原理は、均質な物質の測定に適用されます。
試料が不均一な場合や異方性がある場合は、他の測定方法との比較を行うことを推奨します。

8. 参考

独立行政法人産業技術総合研究所での校正方法

『JIS R 1672を準拠した示差走査熱量計による比熱容量測定方法』

測定装置 : 入力補償型示差走査熱量測定装置

データ処理 : NMIJ製DSCデータ処理ソフトウェア