

ノート

熱拡散率測定における黒化処理の影響

沼尻 治彦^{*1)} 佐々木 正史^{*1)} 倉持 幸佑^{*1)} 大久保 一宏^{*1)}

Influence of carbon coating on thermal diffusivity measurement using xenon flash analyzer

Haruhiko Numajiri^{*1)}, Masashi Sasaki^{*1)}, Kousuke Kuramochi^{*1)}, Kazuhiro Ookubo^{*1)}

キーワード：熱拡散率，黒化処理，キセノンフラッシュアナライザー

Keywords：Thermal diffusivity, Carbon coating, Xenon flash analyzer

1. はじめに

近年，省エネルギーのための熱利用から回路の小型集積化による熱対策に至るまで，さまざまな場面で材料の熱物性が注目されている。材料・素材開発において，特に熱拡散や熱伝導の向上を目指した製品開発が活発に進められている。開発段階では，多数のサンプルを測定する必要があるため，比較的短時間で測定可能なフラッシュ法^{(1)~(3)}が多く用いられている。そのため都産技研ではキセノンフラッシュアナライザー（図1）を機器利用ライセンス制度で活用して支援を行っているが，フラッシュ法は測定が簡便な一方，試料の状態や前処理の仕方によって測定結果が大きく異なってしまう欠点がある。本研究では，測定結果に大きな影響を与えると考えられる試料の黒化処理に注目し，その影響を評価して測定精度を明確にすることによる，測定の信頼性向上を目的とした。

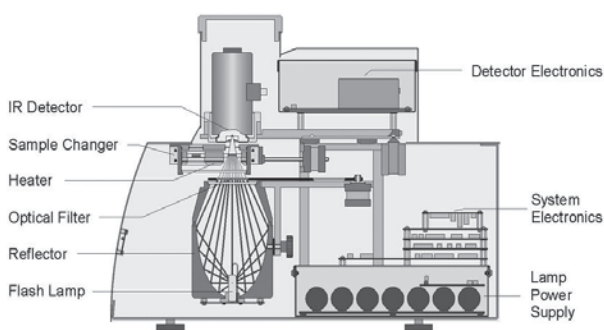


図1. キセノンフラッシュアナライザー
NETZSCH社製LFA447 Nanoflash

2. ラウンドロビテスト

これまで熱拡散率をはじめとする熱物性値の標準整備⁽⁴⁾が進められている一方で，測定機関ごとに得られた結果が異なるなど信頼性においては検討の余地があった。そのた

め産業技術連携推進会議知的基盤部会計測分科会温度・熱研究会において固体材料における熱拡散率測定のラウンドロビテスト（パイロットラボは国立研究開発法人産業技術総合研究所）が実施され，各機関での同等性が確認された⁽⁴⁾。都産技研においても良好な結果が得られ，さらに独自の評価を行った結果，次のようなことがわかった。

なお，ラウンドロビテストにおいて配布された試料は黒色セラミックス，ステンレス（SUS 304），工業用セラミックスおよびアクリル樹脂であった。

2.1 測定の再現性 それぞれの試料について熱拡散率を5回測定し，測定の再現性を調べた。5回測定の標準偏差を測定値に対するパーセンテージで表したものを図2に示す。再現性のばらつきは2%以内であった。

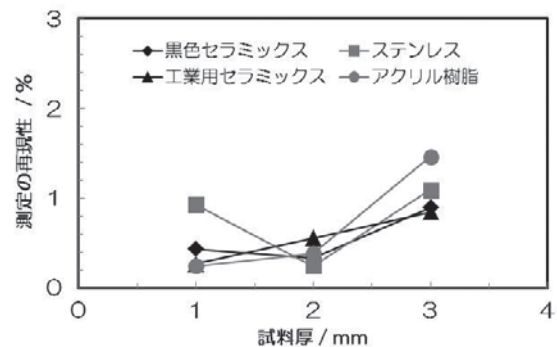


図2. 5回測定の再現性

2.2 測定者の違いによるばらつき ラウンドロビ参加に際しては7人で測定を行い，その平均値を報告した。測定者7人の平均値の標準偏差を求め，測定値に対するパーセンテージで表したものを図3に示す。測定者の違いによるばらつきは6%以内であった。

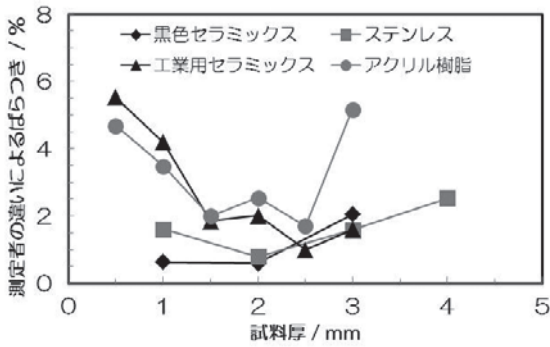


図3. 測定者の違いによるばらつき

2.3 ばらつきの差 2.1および2.2の結果を比較すると、黒色セラミックスを除く各試料のいずれも測定者の違いによるばらつきが著しく大きいことがわかる。これは黒色セラミックス以外では、測定者ごとに黒化処理を施しているため、黒化処理の個人差が大きき要因と考えられる。

3. 実験方法

フラッシュ法による熱拡散率測定では、試料の片面から光を当て、反対面から放出される熱を測定することで結果を得ている。光の効率的な吸収のため、試料に対して黒鉛スプレーを用いて黒化処理を施す必要がある。今回、黒化処理の必要のない黒色セラミックスを用いて黒化処理による影響の評価を行った。その手法として黒色セラミックスに黒鉛スプレーで黒化処理し、厚さを測り、熱拡散率を測定することを繰り返した(図4)。

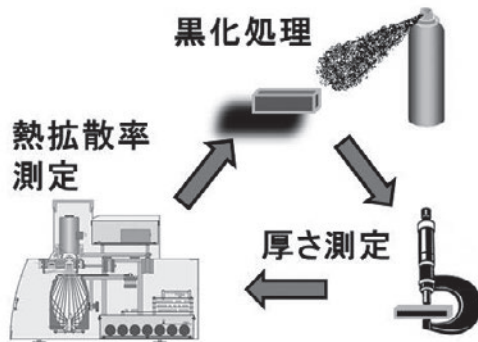


図4. 黒化処理の影響評価(イメージ)

4. 結果

横軸に試料厚に対する黒化処理膜厚の割合(%)を、縦軸に熱拡散率をプロットしたものを図5に示す。図中0%上の白抜きのプロットは黒化処理を施さずに直接測定した熱拡散率である。図5から黒化処理膜厚と測定結果に相関があることがわかる。横軸の差が黒化処理の個人差に相当し、結果が測定者の違いとして反映されていると考えられる。ここで得られたプロットから直線近似式を求めた。式の切片は膜厚0%に相当する熱拡散率となる。表1に黒化処理を施さずに測定した値と近似式の切片の値を示す。それぞれ

の値の差は1%未満で一致しており、近似式の切片を求めることで1%未満の高精度での測定が可能となることを見いだした。

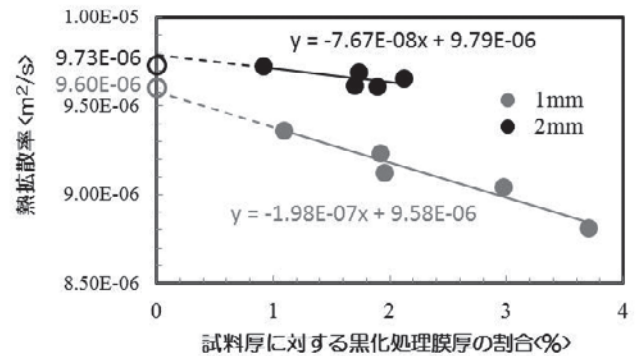


図5. 黒化処理の影響

表1. 実測値と近似式の切片

試料厚	実測値 ($\times 10^{-6}$ m ² /s)	近似式の切片 ($\times 10^{-6}$ m ² /s)	差 (%)
1 mm	9.60	9.58	0.2
2 mm	9.73	9.79	0.6

5. まとめ

熱拡散率測定の結果に影響を与える大きな要因である黒化処理に注目し、その影響を評価し測定精度を明確にすることを目的とした。その結果、黒化処理が不要の黒色セラミックスを用いて黒化処理と測定を繰り返し、近似式の切片を求めることで、未処理の実測値と1%未満の高精度での測定が可能となることがわかった。

今後、これらの情報を機器利用者に提供することで、信頼性を向上させ、より一層の製品開発支援、および上流技術支援の強化につなげることとする。

(平成27年7月13日受付, 平成27年8月12日再受付)

文 献

- (1) M. Akoshima, H. Abe, M. Neda and T. Baba: "DEVELOPMENT OF STANDARDS FOR THERMAL DIFFUSIVITY AND THERMAL CONDUCTIVITY MEASUREMENTS OF SOLID", Proceedings of The 31th Japan Symposium on Thermophysical Properties, B207 (2010)
- (2) W.J. Parker, R.J. Jenkins, C.P. Bulter, G.L. Abott: "Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity", J. Appl. Phys., 32, pp.1679-1684(1961)
- (3) JIS R 1611: 「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」, 日本規格協会 (2010)
- (4) M. Akoshima, Y. Agari, F. Takahashi, T. Yoshioka, H. Numajiri, C. Murasawa, T. Matsuki, N. Sasaki, R. Naito and A. Sano: "ROUNDROBIN TEST ON THERMAL DIFFUSIVITY MEASUREMENT USING THE FLASH METHOD IN LOCAL PUBLIC RESEARCH INSTITUTES AND AIST", Proceedings of The 35th Japan Symposium on Thermophysical Properties, B308 (2014)