

任意な加熱入力で熱拡散率と熱伝導率 を測定するラプラス変換法

(昭和61年5月13日受理)

飯田 嘉宏*

1. まえがき

『熱拡散率や熱伝導率の測定は何故難しいのだろうか。良い市販の装置はあるが高価だし、試作も経費がかかりそうだけでなく適用可能な試料の形状や大きさ、それに条件が限られてしまう問題もある。』ある新材料の両値を測りたいと計画した時に抱いた疑問であった。

測定困難さの原因は、基本的にはどこに流れるかも知れぬ熱自体の性質にあるだろう。しかし、従来の測定原理についてはある事実気付く。まず定常法では熱的条件を定常値に保つ必要がある。また熱伝導の解析解に基づく非定常法では、解析に用いた数学上の境界条件の存在がある。すなわち多くの方法では、試料境界条件をそれぞれある確定したものにする必要があるのである。これらを実験上で実現する必要性が困難さの一原因とは考えられないだろうか。

そこで著者らは、貧乏研究室に相応しい、境界条件を確定する必要のない方法の研究を始め、当初はプロセス解析の手法の応用など検討したが、結局ここに紹介するラプラス変換法に至っている^{1~6)}。本法は熱流の一次元性と初期条件の一様性のみが必要な理論的条件であって、境界条件は任意のまま、すなわち任意の加熱、放熱下で測定できる。従って簡単な装置で熟練度なく測定できる可能性がある。またこの任意性故に適用範囲が非常に広い。使用機器も簡単なもので良く、計算は多少手間はかかるが複雑ではない。各研究室等で役に立つこともある。

さて、本法は一般原理の提案と、その各種測定体系への拡張と実証の段階にあるもので、特定の材料や条件への適用は今後の課題と考えている。従って本稿では一般原理と各場合への原理的適用性を中心として述べ、方法の性質と実測例を述べる。詳しくは文献を参照されたい。なお、従来実測した材料は熱拡散率については金属から断熱材までのほとんど総ゆる種類の材料、同時測定ではガラス、プラスチック、ゴム、断熱材、土壌、粉体

および常温付近の液体などである。また、固体内の発熱量を測定する同法の原理も提案している⁷⁾。

2. 熱拡散率の測定原理^{1,3)}

Fig. 1は平板状(a)および円柱状(b)の各試料に関する各一般原理図である。熱流は一次元的で、初期温度は一樣とする。以下の主な説明は平板状についてのみ行う。

熱伝導基礎式は(1)式で表わされる。ただし、 $\theta(x, t)$ は(2)式のような初期温度基準の温度差である。また x ：距離、 t ：時間、 a ：熱拡散率である。

$$\frac{\partial \theta(x, t)}{\partial t} = a \frac{\partial^2 \theta(x, t)}{\partial x^2} \quad (1)$$

$$\theta(x, t) = T(x, t) - T(x, 0) \quad (2)$$

(1)式にラプラス変換を行い、常微分方程式に直すと、

$$\frac{d^2 \bar{\theta}}{dx^2} - \frac{s}{a} \bar{\theta} = 0 \quad (3)$$

ここで、 s はラプラスパラメータで、 $\bar{\theta}$ は(4)式で定義される位置 x でのラプラス積分値である。

$$\bar{\theta} = \int_0^{\infty} \exp(-st) \cdot \theta(t) dt \quad (4)$$

(3)式の一般解は次式となる。

$$\bar{\theta} = A \exp(\sqrt{s/a} x) + B \exp(-\sqrt{s/a} x) \quad (5)$$

Fig. 1(a)のように入力 $q_0(t)$ を加え、3位置 x_i の温度応答 $\theta_i(t)$ を得れば、各 $\bar{\theta}_i$ は s 値をパラメータとして(4)式より計算できる。各 $\bar{\theta}_i$ を各 x_i に対して(5)式に代入し整理すれば、容易に(6)式を得る。

$$\bar{\theta}_1(X_2/X_3 - X_3/X_2) + \bar{\theta}_2(X_3/X_1 - X_1/X_3) + \bar{\theta}_3(X_1/X_2 - X_2/X_1) = 0 \quad (6)$$

ただし、

$$X_i = \exp(\sqrt{s/a} x_i) \quad (7)$$

(6)式において未知の量は s と a である。しかしラプラス変換の性質より、(4)式の積分が収束する限り s はいかなる正の有限値をもとり得る。よって a は決定される。

ここで(4)式の積分範囲だが、 $\exp(-st)\theta(t)$ は t ：大と共に0に収束するから測定時間 t_{\max} までの積分で

* 横浜国立大学工学部物質工学科：横浜市保土ヶ谷区常盤台156 〒240

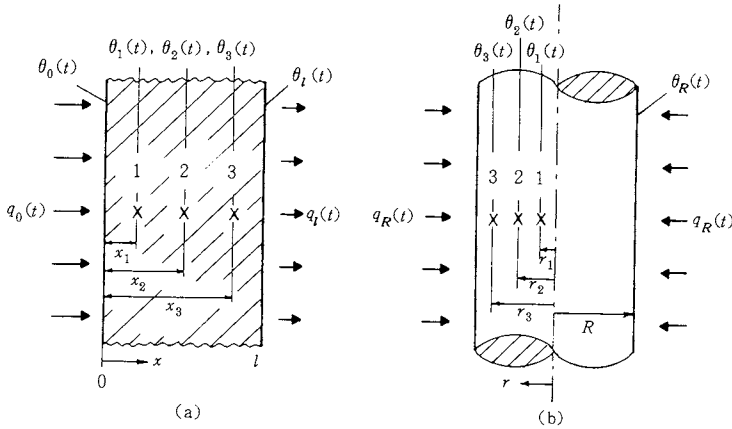


Fig. 1 General principle for measuring the thermal diffusivity ((a) flat plate sample, (b) cylindrical sample).

近似できる。多くのシミュレーション例によれば、 $st_{\max} \geq 8$ で全ての場合に十分近似できる。しかし、 st_{\max} が過大だと初期データのみで結果を評価する度合いが強くなるので、(8)式の範囲内または(9)式のように s 値を選ぶ。

$$8 \leq st_{\max} \leq 12 \quad (8)$$

$$st_{\max} = 8 \quad (9)$$

以上より、本原理の条件は熱流一次元性と初期温度一様性(直線的でも可)のみであり、境界条件 $\theta_0(t)$, $\theta_1(t)$ および $q_0(t)$, $q_1(t)$ の関数形は任意の下で測定できるわけである。従って例えば、試料の両側に別の物体を付置するなどしておいても測定上の問題は無い。

さて、一般原理に基づき実際上有用な種々の測定体系が導出される。Fig. 2はその数例で、(a)は試料両表面に測温点をとったもので、 a を決定する関係式は(10)式となる。(b)は $x=l$ で定温の場合で、境界条件が1つ与えられたので測温点は1つ減ぜられ、(11)式を得る。(c)は $x=l$ で断熱と見なせる場合で $(\partial\theta/\partial x)_{x=l}$ 故、 $[d\bar{\theta}/dx]_{x=l}=0$ であり、(12)式を得る。(d)は半無限固体の場合で、 $(\bar{\theta})_{x=\infty}=0$ だから(5)式で $A=0$ となり、(13)式を得る⁸⁾。

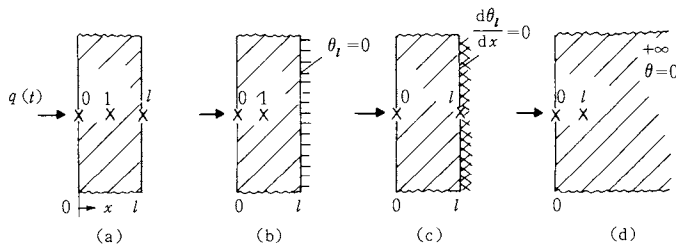


Fig. 2 Application of the principle for various measuring systems.

$$\bar{\theta}_0(X_1/X_l - X_l/X_1) + \bar{\theta}_1(X_l - 1/X_1) + \bar{\theta}_l(1/X_1 - X_1) = 0 \quad (10)$$

$$\bar{\theta}_0(X_1/X_l - X_l/X_1) + \bar{\theta}_1(X_l - 1/X_l) = 0 \quad (11)$$

$$2\bar{\theta}_0 - \bar{\theta}_l(1/X_l + X_l) = 0 \quad (12)$$

$$a = s x_l^2 / \{ \ln(\bar{\theta}_0/\bar{\theta}_1) \}^2 \quad (13)$$

ここで、 $X_l = \exp(\sqrt{s/a} l)$ である。

Fig. 1 (b)の円柱座標系での(5)式に相当する式は、

$$\bar{\theta} = CI_0(\sqrt{s/a} r) + DK_0(\sqrt{s/a} r) \quad (14)$$

ここで I_0 , K_0 は各第一種、第二種の零次変形ベッセル関数である。試料が円柱の場合には $(d\bar{\theta}/dr)_{r=0} = 0$ なる条件が使えるので $D=0$ となり、測定点は2つで良い。 r_1 と r_2 で各 $\bar{\theta}_1$, $\bar{\theta}_2$ を得たとすれば、

$$\bar{\theta}_1 I_0(\sqrt{s/a} r_2) - \bar{\theta}_2 I_0(\sqrt{s/a} r_1) = 0 \quad (15)$$

また、中心軸上に1点とれば関係式はより簡単になる。

中空円柱の場合は基本的には3測温点を必要とする。円座標系でも種々の実用的測定体系が導出される。一例として大きな固体を考えれば、その中に1本の棒状ヒーターを挿入し、 $r=r_1$ と r_2 の試料内2位置の $\bar{\theta}_1$, $\bar{\theta}_2$ を得れば、次式より a は決定される。

$$\bar{\theta}_1 K_0(\sqrt{s/a} r_2) - \bar{\theta}_2 K_0(\sqrt{s/a} r_1) = 0 \quad (16)$$

3. 熱拡散率と熱伝導率の同時測定の原理^{2~4)}

平板状試料の場合についてのみ述べる。一般原理図をFig. 3に示した。供試試料[II] (a, λ) と標準試料[I] (a_0, λ_0) を密接させ、境界面を含め合計4位置で測温する。

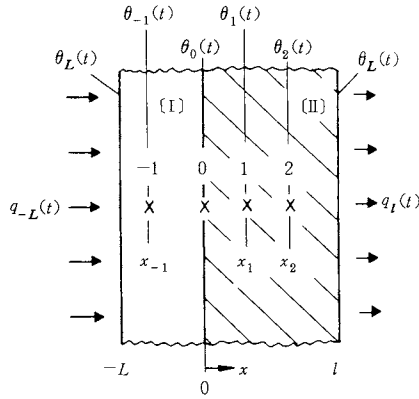


Fig. 3 General principle for the simultaneous measurement of thermal diffusivity and conductivity of solids (for flat plate sample).

フーリエの式をラプラス変換した上で(5)式を使えば、熱流束のラプラス積分として次式を得る。

$$\bar{q} = \lambda \sqrt{s/a} \{-A \exp(\sqrt{s/a} x) + B \exp(-\sqrt{s/a} x)\} \quad (17)$$

まず、[I]につき、 $x=x_{-1}, 0$ に対して $\bar{\theta}_{-1}, \bar{\theta}_0$ を(5)式に代入すれば積分定数 A_I, B_I が定められ、これらを(17)式に代入して $x=0$ とすれば、境界面での[I]側の $[\bar{q}_{x=0}]_I$ の式が求まる。一方、[II]につき、 $x=0, x_1$ に対して $\bar{\theta}_0, \bar{\theta}_1$ を(5)式に代入して A_{II}, B_{II} を定め、これらを(17)式に代入して $[\bar{q}_{x=0}]_{II}$ の式を求める。同境界面での熱流束の連続性より両者を等置すれば、 λ を定める次式を得る。

$$\frac{\lambda}{\lambda_0} = \sqrt{\frac{a}{a_0}} \left(\frac{X_1 - 1/X_1}{X_{-1} - 1/X_{-1}} \right) \left\{ \frac{\bar{\theta}_0 (X_{-1} + 1/X_{-1}) - 2\bar{\theta}_{-1}}{\bar{\theta}_0 (X_1 + 1/X_1) - 2\bar{\theta}_1} \right\} \quad (18)$$

ここで、 $X_{-1} = \exp(\sqrt{s/a_0} x_{-1})$, $X_1 = \exp(\sqrt{s/a} x_1)$ である。一方、 a については、 $x=0, x_1, x_2$ 3位置での各 $\bar{\theta}_0, \bar{\theta}_1, \bar{\theta}_2$ より成る、(6)式を単純に変形した式より決定される。

以上より、この場合も $\theta_{-L}(t), \theta_1(t), q_{-L}(t), q_1(t)$ の各関数形に何らの制約もない。また、種々の測定体系が可能である。なお同原理では最少1点は試料内部にとる必要があるが、その必要のない測定原理も著者ら⁴⁾は提案していることを付記する。

4. 方法の性質と検討および使用法

本法の内容を解り易く説明するために、シミュレーションの一例を記す。Fig. 4の上部に示したように、 $x=l$ 面を定温とした同時測定時を考える。各物性値、厚さを図中のように設定し、 $x=-L$ 面にステップ状温度変化

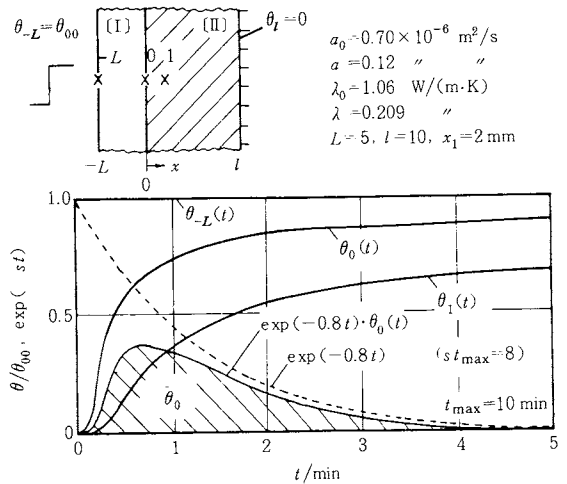


Fig. 4 Discussion of the method by simulative calculation (model and temperature responses)

θ_{00} を与えた時の $x=-L, 0, 1$ の各応答は解析解により図下部の3実線となる。いまこの3実線が実験で得られたと仮定して本原理を適用してみよう。 $t_{max} = 10$ 分、 $st_{max} = 8$ とすれば、 $\exp(-st), \exp(-st)\theta_0(t)$ は図中の各曲線となり、 $\bar{\theta}_0$ は斜線部面積となる。同様に $\bar{\theta}_{-L}, \bar{\theta}_1$ を得る。Fig. 5(A)は各積分値の s 値依存性を示す。 N は Simpson 数値積分法における等分割数である。Fig. 5(B)は結果である。同場合には $st_{max} \geq 6$ で s 値

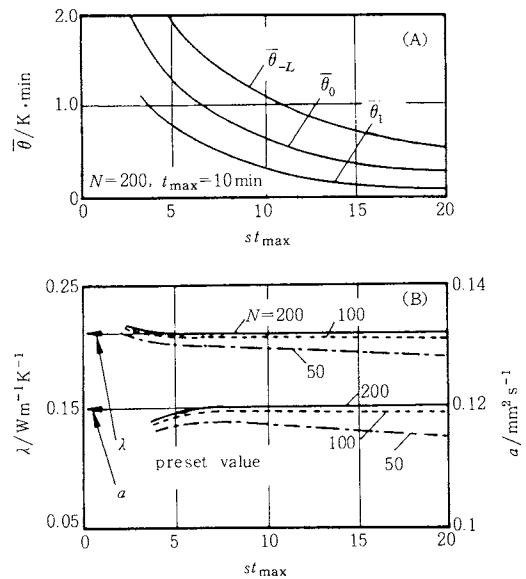


Fig. 5 Discussion of the method by simulative calculation (simulation results)

(st_{max})によらずに設定値と良く一致している。 N が小さくなると誤差が生じるのは数値積分精度が悪化するためである。

実験誤差の評価については紙面の都合で省略するが、測定上の留意点のみいくつか述べる。まず同時測定における接触面の熱抵抗だが、その誤差は評価し難いけれども金属のような高熱伝導性材料の同時測定は難しい。通常プラスチック材以下の低熱伝導性材料ではそれ程の注意は必要ないが、ガラス程度だと熱抵抗を無視できるように標準試料にゴムを使用したり界面に液体を塗付するなど、細心の注意が必要である。

また、 t_{max} のとり方や加熱法は、測定体系の如何、試料の材質や大きさ、付属する部分などによって相違するので一概に論ぜられないが、2~3度実験して温度応答を比較するなどにより、比較的簡単に適当な所を見出せる。詳細は原報を参照されたい。

5. 測定例

Fig. 6 (A) はガラスおよびプラスチック板の同時測定用に試作した試験部の略図である。試料1と標準試料2 (パイレックス7740)は、銅製均熱板3、圧密着実現用テフロンシート4と共に、各界面にシリコン油塗付の上で黄銅製フランジ5と銅ブロック6の間にボルトで圧密着されている。試験部8の端部は断熱材10でおおわれる。測定時には電圧調整器12を手で調整しつつ、赤外線ランプ11で加熱入力を加えた。測温は0.1φ Al-Cr

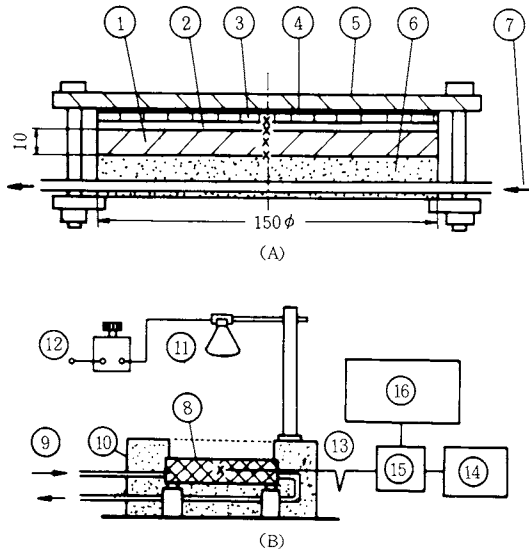


Fig. 6 Typical example of the experimental apparatus prepared for the simultaneous measurement of flat plate samples

熱電対で行ったが、その出力は冷接点13、スイッチ15、電圧補償器14を経てペンレコーダー16で記録される。6中には恒温水7を流し定温に保てるようになっている。Fig. 7は記録された温度応答例で、(A)は $\theta_L =$ 定温のもの、(B)は両面とも任意の場合である。(A)では初期の約8分程のみ赤外線加熱されている。Fig. 8はソーダガラスの測定結果であり、文献データも参考のため記してある。

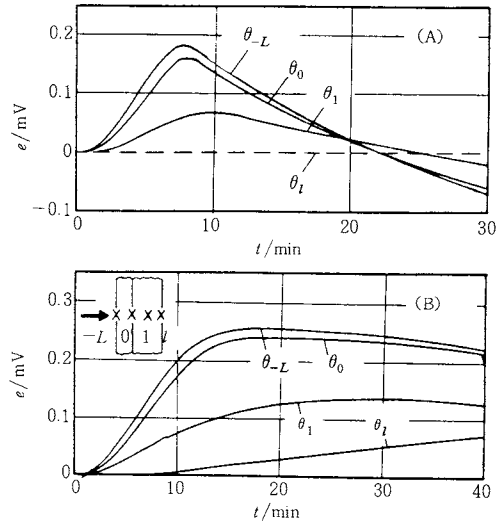


Fig. 7 Typical examples of temperature responses detected in simultaneous measurement

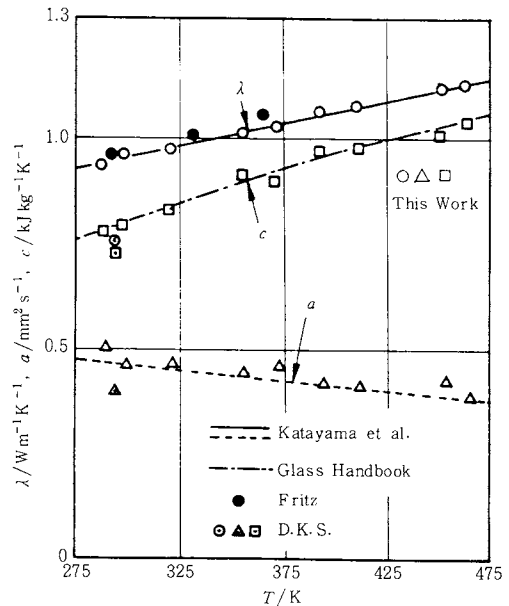


Fig. 8 Measured results for soda glass

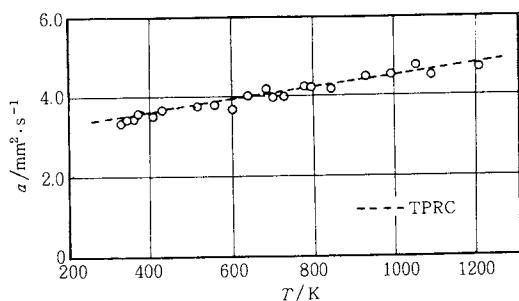


Fig. 9 Measured results for stainless steel SUS304

Fig. 9は直径 30 mm の円柱状ステンレス鋼の熱拡散率測定結果例である。加熱は外周に雲母板を介して密に巻かれたニクロム線で行い、測温は $r=0$ と 10 mm で行った。

5. あとがき

従来広く使用されている方法と大きく異なる方法であって、任意の加熱条件下で熱拡散率あるいは熱伝導率と熱伝導率の同時測定が可能なラプラス変換法を概説した。本法は基本原理の提案に始まり、各種の場合への適用性

を検討、実証の段階にあるもの故、今後の展開範囲は更に広がるものと考えている。諸賢の御意見をいただければ幸いです。

文献

- 1) 飯田嘉宏, 重田治彦, 機械学会論文集 47-415, 470 (昭56).
- 2) 飯田嘉宏, 重田治彦, 機械学会論文集 47-424, 2324 (昭56).
- 3) 飯田嘉宏, 重田治彦, 秋元久雄, 機械学会論文集 48-425, 142 (昭57).
- 4) Y. Iida, H. Shigeta, M. Umemoto and M. Kawai, Proc. 7th Int. Heat Transf. Conf., Vol. 4, 527 (1982).
- 5) Y. Iida, Japan-U.S. Joint Seminar on Thermophysical Properties, 37 (1983).
- 6) Y. Iida, H. Shima, M. Ohura and Y. Udagawa, Proc. 1st Asian Thermophysical Properties Conf., 304 (1986).
- 7) Y. Iida, S. Ohtani and K. Stephan, Rev. Sci. Instr. 55-10, 1648 (1984).
- 8) A. Kavianipour and J. V. Beck, Int. J. Heat Mass Transfer 20, 259 (1977).

熱測定 の 進歩 第3巻

(熱・温度測定と熱分析 1985)

編集：日本熱測定学会

B 5 判 110頁 4,000円(送料300円)

発行：(株)科学技術社

〒113 東京都文京区湯島1-5-31
第一金森ビル Tel. 03-815-8163

<目 次>

1.	acカロリメトリーの最近の進歩…………… (名大工) 八田 一 郎………… 1	
2.	二成分溶液の体積変化…………… (阪市大理) 村上幸夫, 田村勝利………… 13	
3.	分析化学における熱測定…………… (お茶の水大理) 藤 枝 修 子………… 27	
4.	複合酸化物の等温分解平衡に及ぼす酸素分圧の効果 …………… (東工大工材研) 中村 哲 朗………… 39	
5.	土壤微生物活性の熱測定による評価…………… (農業環境技術研) 金野 隆 光………… 55	
6.	温度測定法の新動向…………… (化技研) 天谷 和 夫………… 67	
7.	蓄熱技術の進歩と熱測定…………… (電総研) 神本 正 行………… 75	
付.	熱測定関連機器資料…………… S 2 ~ S 19	