周期加熱法による熱伝導率測定

The Thermal Conductivity Test by a Cyclic Heat Method

大村高弘*, 坪井幹憲*

Takahiro Ohmura, Mikinori Tsuboi

周期加熱法は、試験体内部に温度波を伝播させ、その位相差あるいは振幅の減衰比により、熱拡散率を求める方法である。我々は、この手法による熱拡散率測定装置を自作し、大気圧下及び真空中における繊維質断熱材の熱拡散率を測定した。さらに、自作した比熱測定装置により比熱を決定し、これらの値から熱伝導率を求めた。本装置は、雰囲気温度 100 ~ 1000 °C、大気圧 ~ 真空度 0.1Pa の範囲での熱拡散率測定を可能とし、また、比熱測定装置は、高温試料投入型であり、100 ~ 1000 °C における比熱の測定を可能とする。求めた熱伝導率に関しては、大気圧下で既存の平板直接法 (GHP 法) による測定装置の結果と ± 10% 以内で一致し、真空中においても安定したデータが得られることを確認した。

The cyclic heat method consists of two kinds of determining ways of thermal diffusivity of thermal insulations. One is the way to measure a time lag of the phase of heat waves conducting in the test specimen, the other is to measure the amplitude decay of a heat wave. We have designed a thermal diffusivity test apparatus by the cyclic heat method, and tested under atmospheric conditions and evacuated conditions. This apparatus is able to test thermal diffusivity at temperature range from 100 to 1000 °C. We have determined thermal conductivity values of thermal insulations by multiplying thermal diffusivity, specific heat, and bulk density. The thermal conductivity values of thermal insulations measured by this apparatus are good agreement with the values by the thermal conductivity test apparatus by the Guarded Hot Plate (GHP) method.

[Keywords: cyclic heat method, thermal diffusivity, specific heat, thermal conductivity, fibrous insulation]

1. 緒言

真空中での熱伝導率測定は、宇宙、電力産業等、広い分野で必要とされている。特に、繊維質断熱材は高い断熱性能を持つため、各種断熱材のコア材として大きな魅力を持っており、その要求が強い。このような断熱材の熱伝導率測定手法としては、平板直接法 (GHP 法) や熱流計法等の定常法が一般的であるが、高温かつ真空中という過酷な条件では、測定が非常に難しい状況である。一方、非定常法は周囲の擾乱による影響が少なく、これらの条件における測定に適していると考えられるが、繊維質断熱材を対象とした報告は、それほど多くない。そこで、我々は、周期加熱法による測定装置を独自に開発し、大気圧下および真空中での熱伝導率測定を試みたので報告する。

周期加熱法には、試験体内部を伝播する温度波の位相差から熱拡散率を求める方法と、温度波の振幅の減衰比から熱拡散率を求める方法がある。いずれの方法においても、求められた熱拡散率に試験体の比熱と密度をかけて熱伝導率を算出する。特に、前者は温度波の時間的遅れのみを測定することから、試験体周縁部

からの熱損失による温度測定の誤差の影響が少なく、高温あるいは真空中といった過酷な条件下における測定に適していると考えられる。

2. 測定原理

周期加熱法は、図 1 に示すように、試験体の一方の面に温度波 (周期 T 、振幅 A_s) を与え、試験体内部での位相差、あるいは振幅の減衰比を測定することで、熱拡散率を求める手法である。この時、反対の面は一定温度に制御されている。

試験体の厚さを L とし、厚さ方向に x 軸をとると、位相差 ϕ と振幅の減衰比 A は、次式の関係を持つ [1,2]。

$$\phi = \arg \left[\frac{\sinh kx (1+i)}{\sinh kL (1+i)} \right] \quad (1)$$

$$A = \frac{A_j}{A_s} = \sqrt{\frac{\cosh 2kx - \cos 2kx}{\cosh 2kL - \cos 2kL}} \quad (2)$$

$$\kappa = \frac{\omega}{2k^2} \quad (3)$$

$$\omega = \frac{2\pi}{T} \quad (4)$$

$$\lambda = \rho c \kappa \quad (5)$$

* ニチアス株式会社 浜松研究所 RD 部門 〒431-2103 静岡県浜松市新都田 1-8-1. RD Dept. Hamamatsu Research Centre. NICHIAS Corp. 1-8-1 Shinmiyakoda, Hamamatsu, Shizuoka 053-428-6652. fax: 053-484-1039 E-mail: hamaken@nichias.co.jp

Fig.1 Cyclic heat in a specimen

ここで、 θ : 温度、 κ : 熱拡散率、 t : 時間、 c : 比熱、 ρ : 密度、 λ : 熱伝導率、 π : 円周率、 i : 虚数、 $\arg\{f\} = \arctan\{\text{Im}(f)/\text{Re}(f)\}$ である。

従って、位相差 ϕ と周期 T 、あるいは振幅の減衰比 A と周期 T を測定することで、(1)~(5)式より、熱伝導率を求めることができる。

3. 測定装置

今回製作した熱拡散率測定装置と比熱測定装置の構成について以下に述べる。

3.1 熱拡散率測定装置

図2に装置の概略を示す。構成は、測定部、制御部、計測部、解析部と真空排気装置からなる。

測定部は、周囲の雰囲気温度をつくる円筒ヒータ、試験体の一方の面を一定温度(低温側・吸熱源)に保つ低温側ヒータ、温度波を発生させる周期加熱ヒータ(Function Generatorにより波形を発生)、熱を試験体へ効率よく流すための補助ヒータからなる。円筒ヒータの内径は $\phi 203\text{mm}$ 、高さ 150mm であり、低温側ヒ

Fig.2 Experimental apparatus

ータ、周期加熱ヒータそして補助ヒータのサイズは、 $150 \times 100 \times 50\text{mm}^3$ であり、どれも Watorow 社製のものを使用した。ヒータの温度制御には、チノー製の温度コントローラ(SU12N6141LNN)を使用した。

試験体は、周期加熱ヒータと低温側ヒータの間に2枚重ねにして設置され、この時、試験体内部の温度を測定するための熱電対(Rタイプ、 $\phi 0.3\text{mm}$)を挟むようにする。真空排気装置は、油回転ポンプと油拡散ポンプを併用し、 0.1 Pa まで到達可能である。真空計には、高真空側では水銀マンオメータ、ピラニーゲージを使用し、低真空側ではガイスラ管を使用した。

周期加熱に関しては、測定温度に合わせて $5 \sim 10\text{V}$ のオフセット電圧を KEPCO 社製のバイポーラ電源(BOP50-4M)から周期加熱ヒータに与えた上で、WAVETEK 社製の Function Generator 75A により、振幅電圧 $0.5 \sim 5\text{V}$ 程度の正弦波を加えることで温度波を発生させる。

試験体の加熱側表面、試験体内部そして低熱源側表面に温度計測用の熱電対(Rタイプ、 $\phi 0.3\text{mm}$)を、各1本ずつ設置し、スキャナ(アドバンテスト R7210)を介してデジタルマルチメータ(YOKOGAWA2501A)に接続する。各チャンネルの熱起電力をデジタルマルチメータで、 $10 \sim 15$ 秒ごとに測定し、コンピュータにより温度換算して、温度波を測定する。加熱側表面の温度波と試験体内部のそれとの位相差を、温度波の3つのピーク(極大値、極小値、極大値)の時間差の平均から求めるが、このとき、サンプリング時間による誤差を極力小さくするために、温度波のピーク部分を、最小2乗法により時間に対する2次曲線に近似し、その極大値あるいは極小値として計算する。そして、温度波の振幅減衰比を、近似された2次曲線のピーク温度から計算する。

この様にして求めた位相差あるいは振幅比から、式(1)、(2)を使って k を求めるが、この時、1次補間法を用いた。

3.2 比熱測定装置

比熱測定のために、高温試料投入型[3]の比熱測定装置を製作した。図3にその概略を示す。

本測定装置は、加熱ヒータと、水槽からなり、加熱した試料(約 $10 \times 10 \times 10\text{mm}$)を水槽内に落下させ、水温の上昇から比熱を求める装置である。ヒータは約 $1100\text{ }^\circ\text{C}$ まで昇温可能であり、水槽には紙製のコップを使用し、二つの紙コップを重ね、間にウレタンフォームの破片を挟むことで空気層を設け、熱損失をできる限り抑え、水温を一定に保つようにした。また、水の自然蒸発を考慮するため、モニタ用水槽を設け、測定中に空気中へ蒸発する熱量を監視している。温度計測器には KEITHLEY デジタルマルチメータ 2001 型、電気炉には坂口電熱 セラミックファイバーヒータ(半円筒型) VS-03J06S,B リット、ヒータ温度コントローラは CHINO SU12N6141LNN、熱電対には K タイプ(水

温測定用、 $\phi 0.2\text{mm}$)と R タイプ(サンプル温度測定用、 $\phi 0.3\text{mm}$)を使用している。

加熱した試料を水に落下させた時、試料の持つ熱エネルギーは、水槽内の水の温度を上昇させるとともに、水槽自身の温度も上昇させ、また、入水の際、水を蒸発させる場合もある。従って、試料が周囲に与えた熱エネルギーを Q_s 、水槽内の水が受け取った熱量を Q_w 、水槽が受け取った熱量を Q_p 、水の蒸発潜熱を h 、蒸発した水の重量を m_v とすれば、

$$Q_s = Q_w + Q_p + m_v h \quad (6)$$

で表される。

落下前の試料、水、水槽の温度をそれぞれ $\theta_{s1}, \theta_{w1}, \theta_{p1}$ とし、落下後の試料、水、水槽の温度を $\theta_{s2}, \theta_{w2}, \theta_{p2}$ とし、試料、水、水槽の比熱を c_s, c_w, c_p 、重量を m_s, m_w, m_p をとすれば、

$$\begin{aligned} Q_s &= m_s c_s (\theta_{s1} - \theta_{s2}) \\ Q_p &= m_p c_p (\theta_{p2} - \theta_{p1}) \\ Q_w &= m_w c_w (\theta_{w2} - \theta_{w1}) \end{aligned} \quad (7)$$

となる。従って、求める試料の比熱は、

$$c_s = \frac{(m_w - m_v) c_w + m_p c_p}{m_s} \frac{\theta_{w2} - \theta_{w1}}{\theta_{s1} - \theta_{s2}} + \frac{m_v h}{m_s (\theta_{s1} - \theta_{s2})} \quad (8)$$

となる。ここで、 $\theta_2 = \theta_{s2} = \theta_{w2} = \theta_{p2}$ 、 $\theta_{w1} = \theta_{p1}$ とした。

4. 測定誤差

位相差法は、温度波伝播の時間的遅れのみを計測するため、温度計測による誤差の影響が少なく、さらに、試験体側面からの熱流入による誤差が少ないことで、高い精度の熱拡散率測定が可能である。一方、振幅法では、温度波の振幅を測定するため、正確な温度計測を必要とし、また、試験体側面からの熱損失がある

場合には、位相差法に比べ大きな誤差を含んでしまう。

また、求めた熱拡散率から熱伝導率を算出する際、比熱を用いるため、比熱の測定誤差の影響がある。

そこで、まず周期加熱法による測定誤差を検討し、次に比熱の測定誤差を検討する。

4-1. 周期加熱法による測定誤差

先にも述べたが、周期加熱法では、温度波の時間的遅れ(位相差法)か、あるいは振幅比(振幅法)を測定するだけであるから、主要な誤差要因としては、温度波の時間的変動(特に時間に比例した温度上昇・降下)と周囲への熱損失による2つの誤差が考えられる。以下に、その2点について述べる。

(1) 温度波の時間的変動による誤差

ここでは、温度が時間に比例して変化する場合を考える。 t を時間、 a を時間に対する試験体の温度変動係数、 T を温度波の周期、 $\omega (=2\pi/T)$ を角振動数、 θ を温度とすると、温度変動がない場合、試験体内部の温度は、

$$\theta = \theta_0 \sin \omega t \quad (9)$$

で表され、ここで θ_0 は温度波の振幅温度である。

一方、試験体の温度が、時間に比例して変動すると、試験体内部の温度は、

$$\theta = \theta_0 \sin \omega t + at \quad (10)$$

と表される。

本測定では、熱拡散率を求める際、温度波のピーク時間を求めている。試験体に温度変動がない場合のピーク時間 t_0 は、(9)式より、

$$t_0 = \frac{T}{4}, \frac{3T}{4}, \dots \quad (11)$$

となる。ここで、 $\omega (=2\pi/T)$ を使った。

一方、試験体に温度変動がある場合のピーク時間 t_a は、(10)式より、

$$\begin{aligned} t_a &= \frac{T}{2\pi} \cdot \cos^{-1} \left(\frac{-aT}{2\pi} \right), \\ &\frac{T}{2\pi} \cdot \cos^{-1} \left(\frac{-aT}{2\pi\theta_0} \right) + \frac{T}{2}, \dots \end{aligned} \quad (12)$$

となる。

(11)式と(12)式から、試験体に、温度変動がある時とない時のピーク時間の差 Δt を求めると、

$$\Delta t = \frac{T}{2\pi} \left\{ \cos^{-1} \left(\frac{-aT}{2\pi\theta_0} \right) - \frac{\pi}{2} \right\} \quad (13)$$

となり、これが位相差法による測定誤差となる。

また、(9)式より温度変動のない場合の温度波の振幅は θ_0 となり、一方、温度変動がある場合の振幅 θ_0' は、(10)、(12)式より、

$$\theta_0' = \sqrt{\theta_0^2 - \frac{a^2 T^2}{4\pi^2}} - \frac{a \cdot T}{4} \quad (14)$$

Fig.3 Specific heat measurement apparatus

となり、振幅法における測定誤差となる。

例として、真空中において、繊維質断熱材を 500℃ で測定した場合の位相差法における誤差の検討結果を示す。この検討では、①加熱面の温度変動係数 a と試験体内のそれが異符号である場合と、②加熱面の温度変動係数 a と試験体内のそれが同符号である場合について比較した。

①温度変動係数が異符号の場合

加熱面の温度波： $a=1.5\text{K/h}$, $T=1\text{h}$, $\theta_0=9^\circ\text{C}$

$\therefore$ (13)式より、 $\Delta t_{11} = 15.2\text{sec}$

試験体内の温度波： $a=-0.35\text{K/h}$, $T=1\text{h}$, $\theta_0=3^\circ\text{C}$

$\therefore$ (13)式より、 $\Delta t_{12} = -10.6\text{sec}$

よって、トータルの位相差の誤差 Δt_1 は、

$$\Delta t_1 = \Delta t_{11} - \Delta t_{12} = 25.8\text{sec}$$

となる。この測定では、位相差 $\phi = 552.7\text{sec}$ であり、従って、温度変動による誤差は、

$$25.8/552.7 \times 100 = 4.7\%$$

と考えられる。

②温度変動係数が同符号である場合

加熱面の温度波： $a=1.0\text{K/h}$, $T=1\text{h}$, $\theta_0=9^\circ\text{C}$

$\therefore$ (13)式より、 $\Delta t_{21} = 10.1\text{sec}$

試験体内の温度波： $a=0.33\text{K/h}$, $T=1\text{h}$, $\theta_0=2.5^\circ\text{C}$

$\therefore$ (13)式より、 $\Delta t_{22} = 12.0\text{sec}$

よって、トータルの位相差の誤差 Δt_2 は、

$$\Delta t_2 = \Delta t_{21} - \Delta t_{22} = -1.9\text{sec}$$

となる。この測定では、位相差 $\phi_1 = 600.3\text{sec}$ であるから、温度変動による誤差は、

$$1.9/600.3 \times 100 = 0.3\%$$

と考えられる。

従って、温度変動係数が同符号で、②に示した程度の温度変動(加熱面で 1K/h 程度)であれば、温度変動による誤差を、1%以内とすることができる。

(2)温度波の周期による誤差

周期加熱ヒータにかかる周期が短すぎると、試験体内部を伝播する温度波が歪んでしまう。これは、周期が短くなればなるほど、短時間で低熱源側に熱を逃がす必要性が生じ、低熱源側の放熱性に依存して温度波が歪むためと考えられる。

図4に、大気圧下および真空中における位相差法による測定結果を、温度波の周期に対する熱伝導率として示す。

真空中での測定結果と大気圧下のそれとは、周期に対する傾向が全く違う結果となった。真空中においては、500℃以上で、周期が45分以上であれば、ほぼ一定の熱伝導率が得られ、300℃では、周期が短くなると熱伝導率が上昇する傾向があった。加熱源からの熱エネルギー供給を中止した場合の冷却速度より速い周期の温度波を与えても、温度降下側の波形は歪んでしまい、測定誤差を生じさせると考えられる。300℃での冷却速度は、500℃、800℃でのそれよりも遅いため、300℃では、短い周期に試験体の温度変化が追従できず、温度波が変形してしまい、誤差が大きくなる

Fig.4 Thermal conductivity as a function of a period of a cyclic heat (Time lag method)

なったと考えられる。

一方、大気圧下の測定では、真空中に比べ、冷却側の放熱効率が高くなるため、真空中での測定よりも、より短い周期で測定できるはずと予想したが、むしろ45分程度の周期で、熱伝導率が小さくなりはじめてしまった。これは、試験体の熱伝導率が、真空中に比べ高くなったため、試験体内部の温度波が、低温面で振幅零になるのではなく、試験体内部で零になってしまったためと考えている。なぜなら、短い周期での測定では、狭い範囲に温度の高いところと低いところがひしめき合い、容易に熱交換が行われ、試験体内部で均一温度になってしまう可能性が高いからである。特に大気圧下では、真空中に比べ熱伝導率が高くなるため、より容易に均一温度になってしまい、測定の条件である試験体の低温面で温度波の振幅零という条件から、ずれてしまったと考えられる。

また、振幅法による測定結果については、周囲への熱損失が大きいため、かけ離れた測定値が得られたが、測定周期に対する傾向を見ると、測定値は指数関数的に減少する傾向があった。結果を図5に示す。

周期に対する熱伝導率の傾きが高温になるほど大きくなっており、これは、高温ほど放射伝熱等による熱損失が大きくなるためと考えられる。また、周期が長いと試験体内部の温度がゆっくりと変化するため、周囲への熱拡散が十分にされることになり、そのため

Fig.5 Thermal conductivity as a function of a period of a cyclic heat (Amplitude decay method)

熱伝導率が周期とともに小さくなってしまふと考えられる。これについては、考察にてさらに詳細に述べることにする。

よって、周期による誤差については、500℃以上であれば1時間以上の周期で測定することで、誤差を数%程度にすることができ、それ未満の温度では、1.5時間程度の長い周期の温度波による測定を必要とすることがわかる。

4-2. 比熱の測定誤差

(1) 標準物質による装置検定

測定精度の確認をするために、標準物質による比熱測定装置の検定を行った。

使用した標準物質は、SRM 720 Synthetic Sapphire ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) NIST 認定であり、100～1000℃における比熱の測定を実施し、標準値と比較した。結果を図6に示す。

測定結果は、標準値と±5%で一致した。

Fig.6 Specific heat of Synthetic Sapphire ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)

(2) DSC との比較

図7に、繊維質断熱材の比熱の、100～1000℃における測定結果を示す。同時に、100～600℃におけるDSC(理学電機製サーモプラス DSC8230)による測定結果も示した。

本比熱測定装置で測定した結果とDSCによる結果とは、ほぼ±5%以内で一致した。

Fig.7 Comparison of specific heat of Fibrous insulation measured by Experimental apparatus with DSC

4-3. 本測定装置による熱伝導率測定の誤差

位相差法による測定に関しては、上述した周期加熱法による測定誤差と比熱の測定誤差から、ほぼ7%程度の誤差で測定できていると考えられる。

一方、試験体の熱伝導率にもよるが、本測定では試験体が小さいため(150×100×25mm³)、振幅法による誤差が比較的大きく、ゆえに、熱伝導率の決定には振幅法による熱拡散率を用いないこととした。以下、主に位相差法による測定結果を主体として説明する。

他の測定装置との比較のため、図8に、GHP法による測定結果との比較を示す。GHP法による装置は、英弘精機(株)製 HC-90 であり、試験体は、嵩密度140kg/m³と240kg/m³の繊維質断熱材を使用した。

本装置による測定結果は、GHP法による装置のそれと、100～800℃の温度範囲で±10%以内で一致した。

Fig.8 Thermal conductivity of Fibrous insulation as a function of temperature

5. 測定結果

5-1. 真空中における繊維質断熱材の熱伝導率

図9に、繊維質断熱材(嵩密度 250kg/m³)の真空中(2.6Pa)における100～1000℃での、位相差法により測定した熱伝導率を示す。

真空中(2.6Pa)では100～1000℃まで安定したデータが得られているのがわかる。

Fig.9 Thermal conductivity of the fibrous insulation as a function of temperature

5-2. 真空度と熱伝導率

図10に、図9と同じ試験体の300℃、500℃、800℃における、真空度に対する熱伝導率の依存性を示す。各温度とも真空度が、 $1 \times 10^3 \sim 3 \times 10^4$ Paの間で、熱伝導率が急激に変化しているのがわかる。この真空度の変化による熱伝導率の急激な変化は、この付近の真空度で、試験体内の空隙のサイズと空気の平均自由行程とが、同程度になるためと考えられる。[4]

Fig.10 Thermal conductivity of Fibrous insulation (250kg/m³) as a function of residual air pressure in temperature

5-3. 密度と熱伝導率

図11に、密度140kg/m³と250kg/m³の繊維質断熱材の800℃における、真空度と熱伝導率の関係を示す。密度が変わることで、熱伝導率の急激に変化する真空度が、大きく変わっているが、これは、試験体内部の空隙のサイズの違いによるものと考えられる。[4]

Fig.11 Thermal conductivity of Fibrous insulation as a function of residual air pressure in density

6. 考察

6-1. 温度波の周期に対する熱伝導率

測定誤差の項でも述べたが、試験体の周囲への熱損失がある場合の影響を、試験体側面の周囲雰囲気温度が一定であると仮定して考察する。

試験体の周囲への熱損失があると、熱拡散方程式は、次式となる。

$$\kappa \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} = \frac{\partial \theta}{\partial t} + \delta(\theta - \theta_a) \quad (15)$$

ここで、 δ は熱コンダクタンス、 θ_a は周囲雰囲気温度であり、一定とする。

このとき、 $u(x,t) = \theta(x,t) - \theta_a$ とおき、(15)式に代入すると、

$$\frac{\partial u}{\partial t} - \kappa \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} + \delta u = 0 \quad (16)$$

が得られ、(16)式を解くと、

$$u(x,t) = u_0 \cdot \exp(-\delta t) \cdot v(x,t) \quad (17)$$

となる。ここで、 $v(x,t)$ は、周囲への熱損失が無い場合の微分方程式

$$\frac{\partial v}{\partial t} = \kappa \frac{\partial^2 v}{\partial x^2} \quad (18)$$

の解であり、

$$v = A \cdot \sin(\omega t + \varepsilon + \phi) + f(x,t) \quad (19)$$

で表される[1]。

従って、(17),(19)式より、試験体内部温度 θ は、 $\theta = \theta_a + A \cdot \exp(-\delta t) \cdot \sin(\omega t + \varepsilon + \phi)$

$$+ f(x,t) \cdot \exp(-\delta t) \quad (20)$$

となる。よって、試験体周囲の温度が一定に保たれていれば、周囲への熱損失は、位相差 ϕ には影響を与えず、振幅 A にのみ影響することがわかる。長い周期の温度波ほど、(20)式の時間 t が長いことに相当して、1周期に失う熱量は大きくなり、(20)式によれば、振幅比は、時間に対し指数関数的に減少することが予想され、これは図5に示した結果と一致する。

また、図5に示したように、温度が高くなるほど、周期に対する熱伝導率の傾きが大きくなるのは、放射伝熱、気体・対流伝熱等の増加により、熱コンダクタンス δ が増大したためと考えられる。

6-2. 真空度と熱伝導率

繊維質断熱材のような空隙を持った材料の熱伝導率は、真空度を上げていくと、ある時点で急激に小さくなることが知られている。これは、気体を減圧し続けると、いずれ気体の平均自由行程が空隙のサイズと一致するためである。

今回の試験体について、簡単なモデルを使って空隙のサイズ χ を計算し、空気の平均自由行程と比較する。図12に示すように、理想的に繊維が配向されたと仮定し、試験体の嵩密度 ρ と繊維径 d 、繊維の真密度 ν から空隙のサイズを次式で計算する[4]。

$$\chi = \sqrt{\frac{\pi \nu d^2}{\rho}} \quad (21)$$

繊維の真密度を $\nu = 2900 \text{ kg/m}^3$ 、平均繊維径を $d = 4 \mu\text{m}$ とすると、

$$\rho = 250 \text{ kg/m}^3 \text{ の時 } \chi = 2.4 \times 10^{-5} \text{ m}$$

$$\rho = 140 \text{ kg/m}^3 \text{ の時 } \chi = 3.2 \times 10^{-5} \text{ m}$$

となる。

一方、図10,11に示す温度付近の平均自由行程 l を次式[5]

$$l = 2.27 \times 10^{-4} \theta / P \text{ [m]} \quad (22)$$

を使って求めると、表1のようになる。ここで、 θ は温度[K]、 P は圧力[N/m²]である。

密度 140kg/m³ の繊維質断熱材に関しては、上記計算結果 λ と表1の1000Pa前後の平均自由行程がほぼ一致しており、熱伝導率の急激な変化を説明できるが、250kg/m³に関しては、十分な一致を得ることはできなかった。この理由は、繊維質断熱材の製造方法(薄い繊維の層を積み重ね圧縮する)にあると考えられ、密度が高くなるほど、圧縮の度合いが高くなり、図12に示すような理想的な空隙モデルを使用できなくなるためと考えている。

また、この熱伝導率の急激な変化の立ち上がりが、大気圧側でも高真空側でもシャープにならず、テールをひいてしまうのは、実際には、様々なサイズの空隙が存在しているためと考えられる。

7. 結論

大気圧下および真空下にて、100 ~ 1000 °Cの温度範囲で使用可能な、周期加熱法による熱拡散率測定装置を開発し、また、合わせて、高温試料投入型の比熱測定装置を開発することで、大気圧下から真空下における繊維質断熱材の熱伝導率測定が可能となった。その測定誤差は、ほぼ7%程度と見積もられ、大気圧下でのGHP法による測定結果と比較して、±10%以内で一致した。また、比熱測定装置をNISTの標準物質で検定したところ、標準値と±5%以内で一致した。

周期加熱法による測定の誤差に関しては、今まで詳細な検討報告がなされていなかったが、今回の検討により、振幅法では、周期を長くすると、指数関数的に誤差が大きくなることがわかった。この原因は、試験体側面からの熱損失の影響によるものであり、周囲温度を一定とした放熱モデルで説明することができた。

繊維質断熱材の熱伝導率が、特定の真空度で急激に変化するのは、気体分子の平均自由行程と試験体内部の空隙のサイズの一致によるものであることを示した。

Table 1 Mean free path of air

Pressure [Pa]	Mean free path [m]		
	300 °C	500 °C	800 °C
1.01×10^5	1.3×10^{-7}	1.7×10^{-7}	2.4×10^{-7}
1×10^4	1.3×10^{-6}	1.7×10^{-6}	2.4×10^{-6}
1×10^3	1.3×10^{-5}	1.7×10^{-5}	2.4×10^{-5}
1×10^2	1.3×10^{-4}	1.7×10^{-4}	2.4×10^{-4}
1×10^1	1.3×10^{-3}	1.7×10^{-3}	2.4×10^{-3}

Fig.12 Schematic of the model in the fibre system

参考文献

- [1] H.S.Carslaw, J.C.Jaeger, Conduction of Heat in Solids, p.105, (OXFORD,1959).
- [2] T.Ohmura, Y.Takita; 16th Japan Symposium on Thermophysical Properties, B310, p.385 (1995).
- [3] 実験化学講座4 (日本化学会編) 140頁(丸善社 1992).
- [4] 大村高弘; ニチアス技術時報、3(1996),12-17.
- [5] J.P.ホーランド; 伝熱工学 454頁, (アレイ図書出版 1996).

[Received Aug.2, 1999, Accepted Sep.3, 1999]