

〈技術レポート〉

## 広い温度範囲における各種測定方法による 断熱材の熱伝導率比較

浜松研究所 研究部門 大村 高弘

### 1. 要 旨

断熱材の熱伝導率測定に関し、0℃以下および100℃以上の温度範囲において熱伝導率測定の標準物質となるものがほとんど無いという問題がある。そのため、例えば保護熱板法（GHP法）による測定では、装置を校正することができず、装置あるいは測定者の違いにより、同質材料であるはずの断熱材の熱伝導率に大きな差が生じている。そこで、測定方法や装置の違いが、断熱材の熱伝導率測定にどれほどの影響を与えるものなのかを調査するとともに、標準物質が存在しない温度範囲で如何にして正確な測定をするかという課題に取り組むことにした。本研究では、同一あるいは同質・同形の試験体を使って、-170～1300℃の温度範囲においてGHP法、周期加熱法、非定常熱線法およびホットディスク法による測定が可能な装置をそれぞれ開発し、それらの測定結果を比較することで、測定方法の違いによる熱伝導率の差について検討した。その結果、少なくとも同質・同形の試験体を対象にする限り、測定方法が異なっても±10%の範囲で一致することが分かった。したがって、標準物質が存在しない温度範囲では、ある測定方法で得られた熱伝導率を、異なる測定方法による結果と比較することが、正確な熱伝導率を得る有力な手段の一つになると考えられる。

### 2. 緒 言

近年、産業の発展とともに環境破壊が一段と進み、公害や酸性雨、地球温暖化、オゾン層破壊、

異常気象が相次ぐようになってきた。なかでも、地球温暖化は世界的な問題にまで発展し、各国とも廃熱量の規制、二酸化炭素の排出量を抑える等の対策に積極的に取り組んでいる。特に、工業炉や焼却炉、工場、ビル、家屋からの廃熱は、省エネルギーの問題にも関連するため非常に注目されており、これらの廃熱を如何に低減させるかということが非常に重要な課題となってきている。そのため、断熱材のさらなる性能向上が期待されているのだが、断熱材の開発に欠かせない役割を果たしている熱伝導率の測定精度向上も重要な課題の一つである。熱伝導率は断熱材の性能指標の一つであり、これをどこまで低減させることができるかが開発の主目的となる。そして、より正確に熱伝導率を測定できることが、開発段階での断熱性能把握や、温度、高密度等の様々なパラメータとの関係を把握するための必要条件になる。また、断熱材を使用する側にとっても、正確な熱伝導率を使って熱設計することが、過剰な断熱施工によるスペースや資源の無駄、コストアップ、あるいは不十分な断熱施工によるエネルギーの無駄を避けることにつながる。

熱伝導率の測定方法は様々であるが、断熱材の熱伝導率測定には主に定常法が好んで用いられ、保護熱板法（Guarded Hot Plate method, GHP法）、熱流計法、平板比較法等が代表的である。特にGHP法は絶対法ともよばれ、標準的な測定方法として位置付けられている。さらに、非定常熱線法は、通常非定常法のように熱拡散率を測定するのではなく熱伝導率を直接測定できるた

め、比較的頻繁に使用されている。

一方、熱伝導率の正確な測定が非常に重要な技術であるにもかかわらず、広い温度範囲において測定の標準となる物質がほとんど無いという問題がある。世界的には米国の国立標準技術研究所 (National Institute of Standards and Technology, NIST) が提供するグラスウールが標準物質となっているが、その温度範囲は約7~67℃である。したがって、100℃以上の高温域や0℃以下の低温域では標準物質がないのが実情である。そのため、絶対法であるGHP法が標準的な測定方法とされているが、この測定にも当然ながら測定装置あるいは測定者の違いにより差があり、それを校正あるいは補正することができない状況となっている。例えばNISTが世界的に行ったGHP法によるラウンドロビン試験では、非常に大きなばらつきのあることが報告されている<sup>1)</sup>。図1と2はその結果であり、それぞれアルミナ-シリカ系繊維質断熱材およびケイ酸カルシウム保温材を試験体として実施された絶対温度 $T$ に対する熱伝導率 $\lambda$ のばらつきを示している。この試験では、同じ製造ロットの中からいくつかの試験体を選び出し、それらを世界各地の研究所あるいは試験機関に配っているため、ロット内の試験体ばらつきは含まれたままである。また、試験機関ごとに試験体の形状やサイズが異なり、直径200mmの円盤状から610×610mmの板状のものまでさまざまである。図中の○や△等の記号は、各試験機関により測定された結果を表しており、

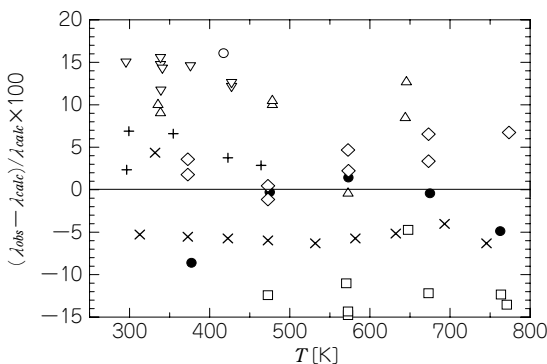


図1 アルミナ-シリカ系繊維質断熱材の熱伝導率に関するラウンドロビン試験の結果；各研究機関の測定結果の平均値に対するばらつき<sup>1)</sup>

測定温度 $T$ に対して最小自乗法を使って得られた近似式を基準にしたばらつきを示している。ここで、 $\lambda_{obs}$ は測定値、 $\lambda_{calc}$ は近似式を使って得られた計算値である。図1から、アルミナ-シリカ系繊維質断熱材では、熱伝導率に±15%ほどのばらつきが生じているのが分かる。また、図2から、ケイ酸カルシウム保温材では-20~+15%の範囲に至ることが分かる。したがって、住宅建築や工業炉、配管、保冷タンク等の熱設計で、これらの断熱材を使った場合の断熱効果を計算するようになるときに、どの値を使うかで20~30%もの差が生じてしまい、大きな問題になると予想される。さらには、断熱材の熱伝導率には非常に大きな幅がある、あるいは測定装置に依存するという印象を、断熱材の製造者や利用者に与えてしまう可能性が心配される。

そこで筆者は、ラウンドロビン試験で実施してきたような同一測定方法 (GHP法) に基づく装置間の比較ではなく、いくつかの全く異なる測定方法を用いて、同一あるいは同質・同形の試験体の熱伝導率を測定比較し、測定方法に依存する差異を検討した。さらに、標準物質の無い温度範囲で、この測定結果の相互比較が正確な熱伝導率を決定するのに有効な方法であるかを検討した。具体的には、同一または同質・同形の試験体を使って異なる測定方法の実施が可能な装置を開発し、各測定方法による結果の比較を試みた。特に、定常法と非定常法による測定結果の比較は、試験体の加熱条件が全く違った場合における熱伝導率を

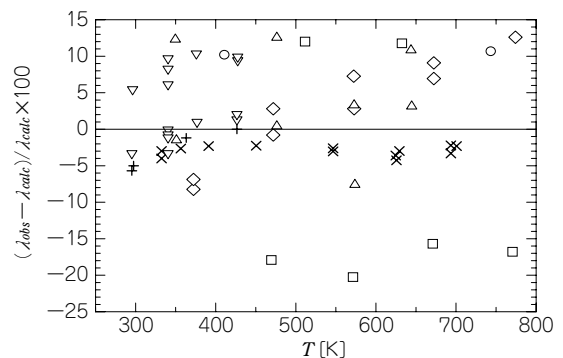


図2 ケイ酸カルシウム保温材の熱伝導率に関するラウンドロビン試験の結果；各研究機関の測定結果の平均値に対するばらつき<sup>1)</sup>

比較することになるため、非常に重要であると考えられる。ここで、同一あるいは同質・同形の試験体を測定するのは、試験体を持つ個体差をできるだけ少なくしたいためである。異なる測定法としてはGHP法、非定常熱線法、周期加熱法、ホットディスク法を選択し、これらの測定法が可能な装置を自作し、温度範囲 -170 ~ 1300℃において結果の相互比較を行った。

### 3. 測定原理

#### 3.1 保護熱板法 (GHP法)

この測定方法は、試験体が厚さ  $d$  の平板で、厚さ方向に一次元定常熱流を実現させ、その時の発熱量  $Q$ 、熱流面積  $S$ 、試験体の両表面間の温度  $\Delta\theta$  から、熱伝導率  $\lambda$  を次式より求める方法である<sup>2)</sup>。

$$\lambda = \frac{Q \cdot d}{\Delta\theta \cdot S} \dots\dots\dots (1)$$

図3に示すように、発熱部分は主熱板と保護熱板からなり、保護熱板は、熱的絶縁を目的とした溝(ギャップ)を挟んで、主熱板を取り囲む構造になっている。両熱板の温度が常に等しくなるように保護熱板の温度を制御することで、熱が試験体の側面方向に流れないようにしている。図3(a)に測定部の立体図を示す。また、試験体1枚方式と2枚方式があり、1枚方式では試

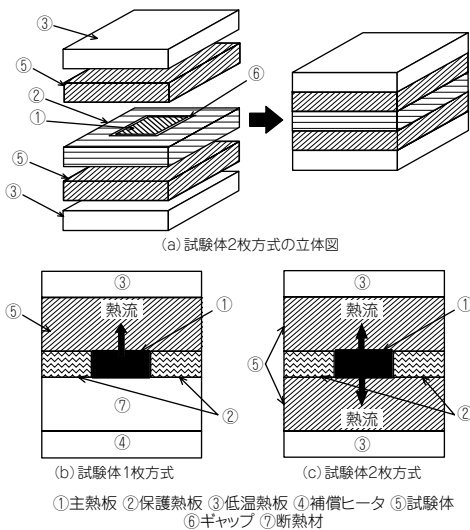


図3 保護熱板法 (GHP法) の模式図

験体を1枚用意し、主熱板を中心にして試験体を設置する側の反対側に熱が流れないように、断熱材と補償ヒータを設けている(図3(b))。補償ヒータを主熱板と同温度になるように制御することで、主熱板で発生した熱が全て試験体を通過して低温熱板に吸収される。一方、2枚方式では同質同厚の試験体を2枚用意し、それらで主熱板を挟むように設置する。熱は主熱板で発生し、2分されてそれぞれの試験体を通過して低温熱板に吸収される(図3(c))。本研究では、1枚方式を使用している。

#### 3.2 周期加熱法

周期加熱法は、非定常法による熱拡散率測定の一手法である。ここでは、 $x$ 軸方向への1次元熱流を仮定し、図4に示すように試験体の厚さ方向に $x$ 軸をとり、厚さを $L$ とする。原点に試験体の放熱面、 $x=L$ に試験体加熱面があるとし、原点では温度が常に一定に保持され、 $x=L$ で温度は周期変化  $\sin(\omega t + \eta)$  していると仮定する。ここで、 $\omega$ は角振動数、 $t$ は時間、 $\eta$ は任意の位相である。この条件の下で一次元の熱伝導方程式を解くと、 $x=L$ と任意の点  $x=x_m$  における温度波の振幅比  $A (= \theta_1 / \theta_0)$  および位相差  $\phi$  が次式のように求まる。

$$A = \left| \frac{\sinh kx_m(1+i)}{\sinh kd(1+i)} \right| = \left| \frac{\cosh 2kx_m - \cos 2kx_m}{\cosh 2kd - \cos 2kd} \right|^{1/2} \dots (2)$$

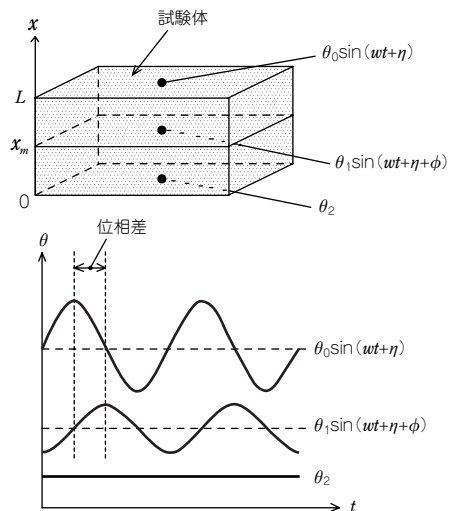


図4 温度波伝播の模式図

$$\phi = \arg \left\{ \frac{\sinh kx_m(1+i)}{\sinh kd(1+i)} \right\} \dots\dots\dots (3)$$

$$k = \sqrt{\frac{\omega}{2\kappa}} \dots\dots\dots (4)$$

ここで、 $\kappa$ は熱拡散率、 $i$ は虚数単位であり、 $f$ を周期とすると、 $\omega$ は次式で定義される<sup>3)</sup>。

$$\omega = 2\pi/f \dots\dots\dots (5)$$

以上から、加熱面の温度波と試験体内部の任意の位置 $x_m$ における温度波を比較し、その振幅比あるいは位相差を測定することで、熱拡散率を求めることができる。すなわち、測定した振幅比 $A$ を式(2)に代入することで $k$ を求め、その値を式(4)に代入して熱拡散率 $\kappa$ を得る。同様に、位相差 $\phi$ を式(3)に代入して得た $k$ と式(4)から熱拡散率 $\kappa$ が求まる。さらに熱伝導率 $\lambda$ は、別途測定した密度 $\rho$ と比熱 $c$ を以下の式に代入することで求まる。

$$\lambda = \rho c \kappa \dots\dots\dots (6)$$

本研究では、位相差 $\phi$ を測定して熱拡散率を求めている。これは、振幅比の測定では、試験体の側面から熱損失が生じ、大きな誤差を含む可能性があるためである。

### 3.3 非定常熱線法

図5に示すように、試験体内に線状の熱源を置き、そこから一定の熱量 $Q$ を発生させ、それが径方向に均一に流れると仮定する。この時、熱を発生し始めてから $t_1$ および $t_2$ 時間後の、熱源から一定距離にある点の温度変化量を $\Delta\theta$ とすると、熱伝導率 $\lambda$ は次式から求まる<sup>4)</sup>。

$$\lambda = \frac{Q}{4\pi} \frac{\ln(t_2/t_1)}{\Delta\theta} \dots\dots\dots (7)$$

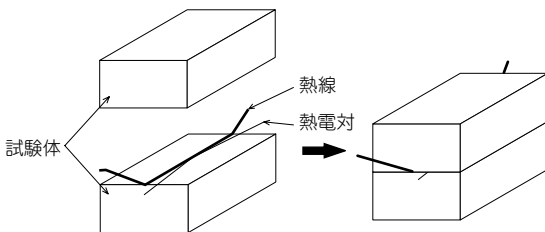


図5 非定常熱線法の模式図

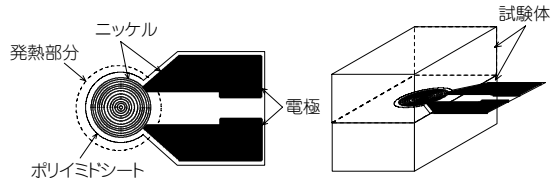


図6 ホットディスクセンサーの模式図と試験体にセットしたときの概念図

### 3.4 ホットディスク法

ホットディスク法は、非定常面加熱 (TPS) 法に基づいて、熱伝導率と熱拡散率、比熱を同時に測定する方法である<sup>5)</sup>。本研究で使用した装置はホットディスク社製 (京都電子工業株式会社) である。TPS法は、温度センサーを兼ねた薄い円形ヒータからの発熱を利用しており、本装置では、円形状のポリイミドの薄膜にニッケルを渦巻き状に蒸着させたセンサーを使用している。図6にセンサーの模式図を示す。半割にした試験体の間にセンサーを挟み、一定時間、ニッケル線に一定電流を流し発熱させ、同時にその電気抵抗の変化から温度上昇を測定する。電気抵抗 $R(t)$ は次式で表される。

$$R(t) = R_0 \{1 + a\Delta T_i + a\overline{\Delta T}(\tau)\} \dots\dots\dots (8)$$

ここで、 $R_0$ は通電前の電気抵抗、 $a$ はニッケルの電気抵抗に関する温度係数、 $\overline{\Delta T}(\tau)$ はセンサーの平均上昇温度であり、次式で表される。

$$\overline{\Delta T}(\tau) = \frac{P_0}{\pi^{3/2}r\lambda} D(\tau) \dots\dots\dots (9)$$

$P_0$ はヒータの発生熱量、 $r$ はディスクの半径、 $\lambda$ は試験体の熱伝導率である。また、 $\tau$ および $D(\tau)$ は次式で表される。

$$\tau = \frac{\sqrt{\kappa t}}{r} = \sqrt{\frac{t}{\Theta}} \dots\dots\dots (10)$$

$$D(\tau) = \int_0^\tau d\sigma \cdot \sigma^2 \int_0^1 v dv \int_0^1 u du \cdot \exp\left[-\frac{(u^2+v^2)}{4\sigma^2}\right] \cdot I_0\left(\frac{uv}{2\sigma^2}\right) \dots\dots (11)$$

ここで、 $\kappa$ は熱拡散率、 $t$ は測定時間、 $\Theta$ は特性時間 ( $\Theta = r^2/\kappa$ ) であり、 $I_0$ は変形ベッセル関数、 $\sigma$ は無次元時間、 $v$ はニッケル線の幅、 $u$ はニッケル線間の間隔である。

さらに、式(8)は、 $R^* = R_0 [1 + a\Delta T_i]$ 、 $C = aR_0P_0 / (\pi^{3/2}r\lambda)$  とおくことで、次式のような

$D(\tau)$  と  $R(t)$  の直線関係が得られる。

$$R(t) = R^* + C \cdot D(\tau) \dots\dots\dots (12)$$

したがって、一定時間に一定電流を流して試験体を加熱し、その時の電気抵抗  $R(t)$  の時間変化を測定する。その測定結果に対し、特性時間  $\theta$  を変えながら、式 (12) にカーブフィッティングさせていくことで、そのときに得られる直線の傾きが  $C$  として求まり、熱伝導率が決定される。また、最適な  $\theta$  から熱拡散率が求まり、熱伝導率と熱拡散率から比熱が求まる。

#### 4. 測定装置

開発した装置は、周期加熱法、非定常熱線法、ホットディスク法の3つの方法による測定が可能な装置 C170 (測定温度範囲：-170～30℃) と、非定常熱線法と周期加熱法による測定が可能な H1000 型 (測定温度範囲：100～1000℃)、GHP 法と周期加熱法による測定が可能な H1300 型 (測定温度範囲：100～1300℃) の3機種である。C170 と H1000 型では、同一試験体による測定比較が可能であるが、H1300 型では同一ではなく、同質・同形の試験体の測定比較となる。以下に、測定装置の詳細について述べる。

##### 4.1 熱伝導率測定装置 C170 型 (-170～30℃)

図7に開発した装置の模式図を示す。装置は、

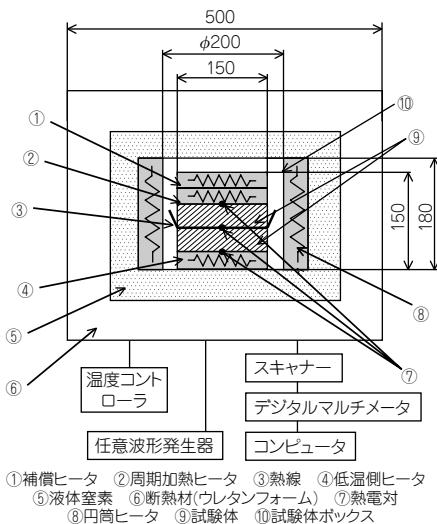


図7 熱伝導率測定装置 C170 型 (-170～30℃)

保冷部、測定部、制御部から構成されている。試験体およびその周辺部分は液体窒素により冷却されるが、保冷部は、その液体窒素を貯えるタンク部分と、それを保冷するウレタンフォームからなっている。測定部は、試験体を納める試験体ボックス (アルミ製) と、雰囲気温度を制御する円筒ヒータから構成されている。試験体ボックス内には、温度波を発生させるための周期加熱ヒータ (任意波形発生器により波形を発生)、その温度波を試験体側へ効率よく流すための補償ヒータ、そして低温側ヒータ、その外側に、ボックス内の雰囲気温度を制御するための円筒ヒータがある。2枚一組の試験体 (約 150×100×20～30mm×2枚) を重ねて、周期加熱ヒータと冷却側ヒータの間に設置する。その時、2枚の試験体間に、熱線 (ニクロム線  $\phi$  0.3mm、長さ 150mm) と熱電対 (Kタイプ、 $\phi$  0.1mm)、ホットディスクのセンサーが挟み込まれる。ただし、ホットディスクのセンサーは、ホットディスクによる測定時のみ試験体間に挟み込まれる。制御部は、温度コントローラ、任意波形発生器、デジタルマルチメータ、パワーサプライ、ホットディスク装置、コンピュータから構成されている。

周期加熱法による測定の条件は、定常状態に達してから4時間以上かけて温度波を計測し、そのうちの任意の3つのピークを使って位相差を求め、それらの平均値より熱拡散率を算出した。ピーク値は、温度波形の先端付近を2次式で最小自乗近似して決定し、また、式 (3) から  $k$  を求める際は、1次補間法を用いている。周期加熱ヒータ側表面の温度波の平均温度と冷却板側の温度の差は約 10℃であり、両温度の平均を測定温度とし、温度波の周期は 30～120 分である。振幅約 1V (±4℃程度) の温度波を加熱面側に発生させた。周期加熱法を使用した場合に必要となる比熱は、ホットディスク法により求めた。

非定常熱線法による測定では、熱線の近傍および試験体の上、下面の温度差が 0.5℃以内になり、その後1時間以上、0.1℃以上の変化がないことを確認してから測定を開始した。熱線にはステップ状に約 0.5V の電圧を約 7 分間印加した。温度上昇は、試験体にもよるが 5℃程度であり、電圧印加

前の温度を測定温度とした。測定回数は各温度で3回とし、1回終了するごとに約2時間放置し、試験体の温度が均一になったことを確認してから、繰り返し測定を行った。

4.2 熱伝導率測定装置H1000型 (100～1000℃)

図8にH1000型の模式図を示す。測定部の構成は、周期加熱ヒータと補償ヒータからなる高温側ヒータ、試験体を挟んでその下にある低温側ヒータ、試験体を取り巻く周辺の雰囲気温度を制御する円筒ヒータからなっている。周期加熱ヒータで発生した温度波は、その下側に設置した試験体へ伝播する。温度波が下側へ効率よく伝播するように最上部には補償ヒータが設置され、また、下側の低温側ヒータは常に一定の温度に制御されている。これら3つのヒータは、どれも Watorow 社製であり、そのサイズは約150×100mm、厚さは約50mmである。試験体のサイズは約150×100mm、厚さ10～30mmの平板を2枚重ねて測定する。また、土台となっているSUS板には銅の水冷管が溶接されており、冷却板の温度を一定に保つための補助的役割を担っている。各部分の温度測定にはR型熱電対(直径φ0.32mm)を用い、ヒータの温度制御には(株)チノー製の制御装置(SU12N6141LNN)を使用した。また、各部に設置された熱電対はスキャナー(アドバンテストR7210)、デジタルマルチメータ

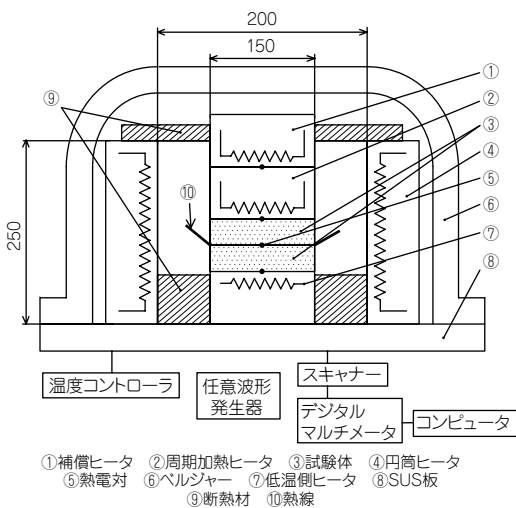


図8 熱伝導率測定装置H1000型 (100～1000)

(YOKOGAWA 2501A) をへてコンピュータに接続されている。

周期加熱法による測定の条件は、C170型とはほぼ同様であるが、平均比熱の測定には、自作した投下法による装置<sup>9)</sup>を使用した。

非定常熱線法による測定は、基本的にはC170型と同様である。2枚用意した試験体の間に鉄クロム電熱線2種(FCH2)を熱線として設置した。熱線を設置したイメージを図8の⑩に示す。熱線の近傍および試験体の上、下面の温度を、直径φ0.32mmのR型熱電対で測定し、これら3点における温度差が0.5℃以内になり、その後1時間以上、0.1℃以上の変化がないことを確認してから測定を開始した。

この装置では、周期加熱法との同一試験体による比較が行えるが、周期加熱法を実施する際は、熱線を取り外している。

4.3 熱伝導率測定装置H1300型 (100～1300℃)

図9にGHP法による熱伝導率測定装置の概略を示す。測定部の構成は、主熱板と保護熱板からなる高温側ヒータ、その上下にある低温側ヒータと補償ヒータ、試験体周辺の雰囲気温度を制御する円筒ヒータからなっている。水冷タンクは、補償ヒータおよび低温側ヒータに熱がこもるのを防ぐ働きをしている。試験体(約120×120mm、厚さ15～20mm)は高温側ヒータと上側の低温側ヒ

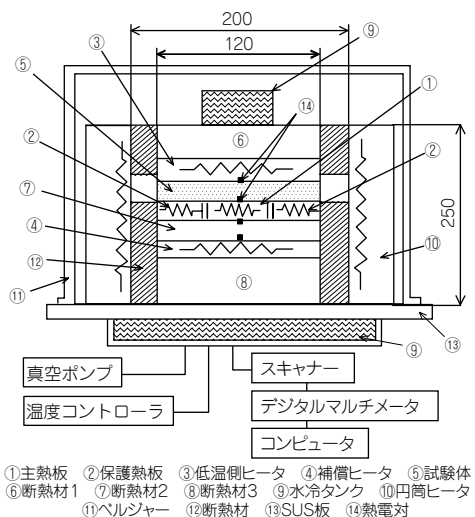


図9 熱伝導率測定装置H1300型 (100～1300)

タの間に設置され、熱流方向は上向きである。円筒ヒータはカンタル（株）製であるが、その他のヒータは自作したものである。加熱面側のヒータは、 $50 \times 50\text{mm}$ の主熱板とそれを取り囲む $85 \times 32\text{mm}$ の4枚の保護熱板からなり、また、上下の冷却板および補償ヒータのサイズは $120 \times 120\text{mm}$ である。どれも全て緻密質なアルミナ製の厚さ約 $3\text{mm}$ の板であり、これらの板に直径 $1\text{mm}$ 程度の穴を開け、内径 $1\text{mm}$ の碍子管（Insulator tube）に通した白金線（Pt wire；直径 $\phi 0.6\text{mm}$ ）を巻き付けてヒータとした。ここで、保護熱板は、一本の白金線を使って4枚の板を直列につないだ構造になっている。主熱板と保護熱板の間には約 $3\text{mm}$ のギャップがあり、そこには粉末質断熱材を詰めて熱的絶縁とした。また、主熱板と保護熱板との間に熱橋ができるのを避けるため、両者を繋ぐような固定部材を使用せず、図9に示す断熱材2の上に両熱板を置くだけとした。この断熱材は、厚さ約 $20\text{mm}$ 、熱伝導率は約 $0.1 \sim 0.3\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ であり、補償ヒータとの間に設置されている。補償ヒータの温度は、主熱板の温度と $1000^\circ\text{C}$ 以下の範囲では $0.1^\circ\text{C}$ 以下で、 $1000^\circ\text{C}$ を超える範囲では $1^\circ\text{C}$ 以下で一致するように制御した。さらに保護熱板の温度も同様に制御されるのだが、これに関しては、示差熱電対により両者の起電力差を測定し、温度にして $0.1^\circ\text{C}$ 以下で両者が一致するように制御した。各部分の温度測定にはR型熱電対（直径 $\phi 0.32\text{mm}$ ）を用い、温度および起電力差の制御には（株）チノー製の制御装置（SU12N614ILNN）を使用した。また、各部に設置された熱電対はスキャナー（アドバンテストR7210）、デジタルマルチメータ（YOKOGAWA 2501A）をへてコンピュータに接続されている。主熱板で発生する電力は、デジタルパワーメータ（YOKOGAWA 2533）により測定した電流値と主熱板の抵抗値とから算出し、その値を試験体に流れる熱量とした。

H1300型で周期加熱法による測定をする場合は、GHP法による測定で使用した主熱板と保護熱板を電氣的に直列に繋ぎ周期加熱ヒータとし、任意波形発生器と連結して温度波（周期 $30 \sim 120$ 分、振幅約 $2 \sim 6^\circ\text{C}$ ）を発生させる。温度波は上

向きに伝播する。試験体内部の温度については、GHP法で使用した試験体の上に、同質・同形の試験体を重ね、その間に設置した熱電対で測定した。そして、加熱面と内部の温度波の位相差より熱拡散率を測定し、投下法によって得られた平均比熱を使って熱伝導率を算出する。

## 5. 測定結果

### 5.1 非定常熱線法、周期加熱法、ホットディスク法による測定比較

図10に、高密度 $119\text{kg}/\text{m}^3$ のポリウレタンフォームの熱伝導率を示す。ここで、記号●、△、■は、それぞれ、非定常熱線法、周期加熱法、ホットディスク法による結果である。実線は、両者を比較し易くするために非定常熱線法の測定結果を2次式で最小自乗近似した結果であり、破線はその近似結果に対する $\pm 10\%$ の範囲を示している。

3手法とも、ほぼ $\pm 10\%$ 以内で一致しているが、周期加熱法に関しては $-10^\circ\text{C} \sim 10^\circ\text{C}$ 付近の辺りで、値が異常に大きくばらついているのが分かる。この原因は、温度波が水の融点をはさんで周期的に変化することによるものと考えられる。2つの試験体の合わせ面あるいは試験体表面に付着している水分、さらには周期加熱ヒータ内部に含まれる水分の相変化が周期的に生じ、温度波に歪みを与えてしまったと考えられる。

一方、ホットディスク法では、 $-120^\circ\text{C}$ 以下の温度域で値が他の2手法に比べ徐々に小さくなってしまった。これは、本研究で使用したセンサー

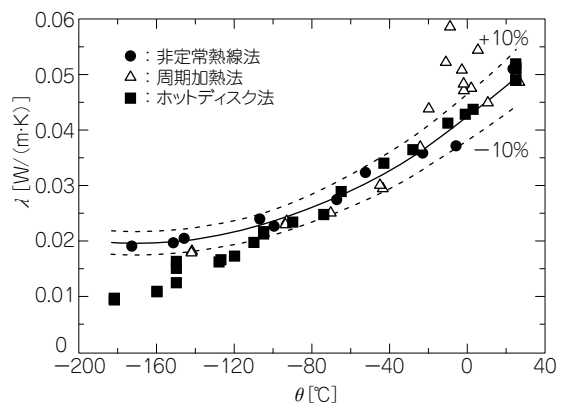


図10 ポリウレタンフォームの熱伝導率 $\lambda$   
嵩密度 $\rho = 119\text{kg}/\text{m}^3$

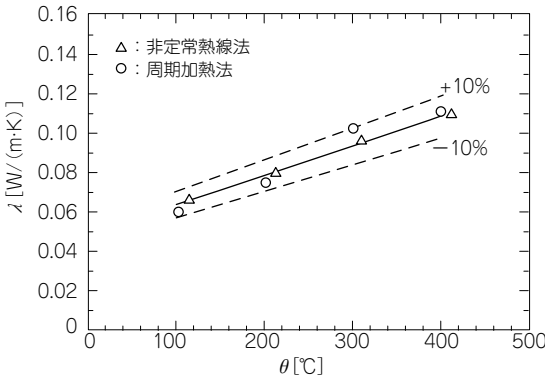


図11 ケイ酸カルシウム保温材の熱伝導率λ  
嵩密度  $\rho = 123\text{kg/m}^3$

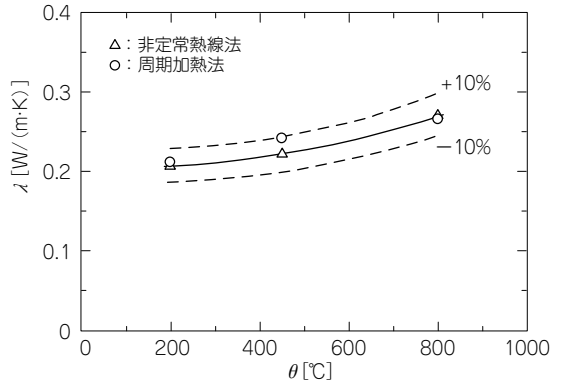


図13 軽量レンガの熱伝導率λ  
嵩密度  $\rho = 458\text{kg/m}^3$

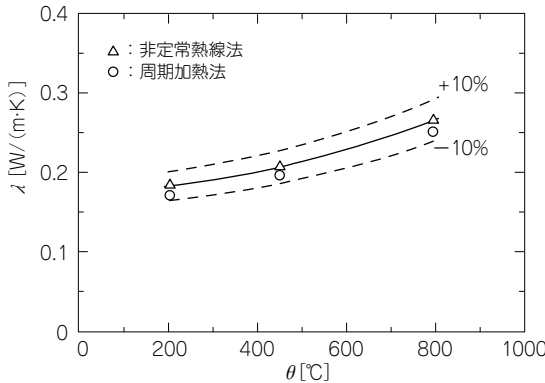


図12 軽量レンガの熱伝導率λ  
嵩密度  $\rho = 393\text{kg/m}^3$

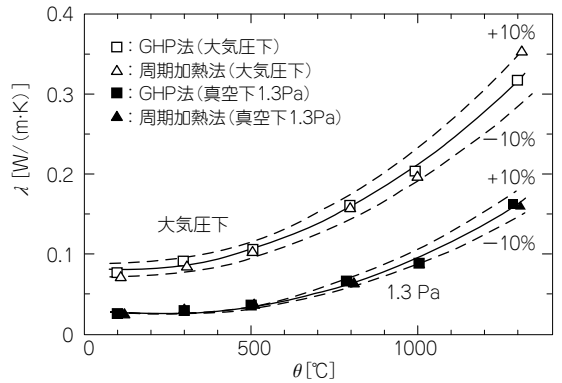


図14 アルミナシリカ繊維質断熱材の熱伝導率λ  
嵩密度  $\rho = 205\text{kg/m}^3$

が、 $-120^\circ\text{C}$ 以下で正確な補正がなされていないためである。

### 5.2 非定常熱線法と周期加熱法による測定比較

図11～13に、H1000型を使って測定した結果を示す。これらは全て、同一試験体に対して非定常熱線法と周期加熱法を適用した結果である。

図11に、ケイ酸カルシウム保温材 ( $123\text{kg/m}^3$ ) の $100\sim 400^\circ\text{C}$ における熱伝導率λを示す。厚さ30mmの試験体を2枚重ねて測定した。ここで、記号△、○は、それぞれ、非定常熱線法、周期加熱法による測定結果である。実線は、非定常熱線法による結果に対して1次式で最小自乗近似した結果であり、破線はその近似結果に対する $\pm 10\%$ の範囲を示している。両者は、約 $300^\circ\text{C}$ でほぼ $\pm 10\%$ 、その他の温度では数%以内で一致していることが分かる。

図12、13に、それぞれ、嵩密度が $393\text{kg/m}^3$ と $458\text{kg/m}^3$ の場合における軽量レンガの $200\sim 800^\circ\text{C}$ における熱伝導率λを示す。両試験体とも、厚さ25mmの試験体を2枚重ねて測定した。ここで、記号や曲線等の意味は図11と同じであるが、近似曲線は2次式である。嵩密度が $393\text{kg/m}^3$ の軽量レンガでは、 $200\sim 800^\circ\text{C}$ の温度範囲において数%以内で一致し、 $458\text{kg/m}^3$ のものについては、約 $450^\circ\text{C}$ で10%程度、その他の温度では数%以内で一致していることが分かる。

### 5.3 GHP法と周期加熱法との測定比較

図14に、H1300型を使って得た、大気圧下および真空下におけるGHP法と周期加熱法による測定結果の比較を示す。試験体として使用したアルミナ系繊維質断熱材の嵩密度は $205\text{kg/m}^3$ である。GHP法による測定では厚さ約15mmの試験



体1枚を使用し、周期加熱法の際には、さらに同質・同形の試験体をもう一枚重ねて測定した。記号□, △は、大気圧下におけるGHP法および周期加熱法による測定結果を示し、記号■, ▲は、真空下（約1.3Pa）におけるGHP法および周期加熱法による測定結果をそれぞれ示している。また、実線はGHP法による結果に対して2次式で最小自乗近似した結果であり、破線はその近似結果に対する±10%の範囲を示している。大気圧下における両者の測定結果は、約1300℃でほぼ10%、その他の温度では数～5%程度で一致し、真空下においては全温度域（100～1300℃）で、±10%以内で一致していた。

#### 5.4 異なる装置による測定比較

異なる装置間（H1000型とH1300型）による差異を、同種の試験体を使って周期加熱法による測定で検討した。ただし、試験体のサイズがそれぞれの装置で違うため、一枚の板状試料からそれぞれのサイズの試験体を切り出し、同種の試験体とした。図15にその結果を示す。記号▲および△は、大気圧下におけるH1000型およびH1300型の結果であり、記号◆および◇は、真空下（約1.3Pa）におけるH1000型およびH1300型の結果である。また、実線はH1300型の結果に対して2次式で最小自乗近似した結果であり、破線はその近似結果に対する±10%の範囲を示している。大気圧下および真空下とも、両者の結果はほぼ±10%以内で一致しており、装置間にほとんど差がないことが分かる。

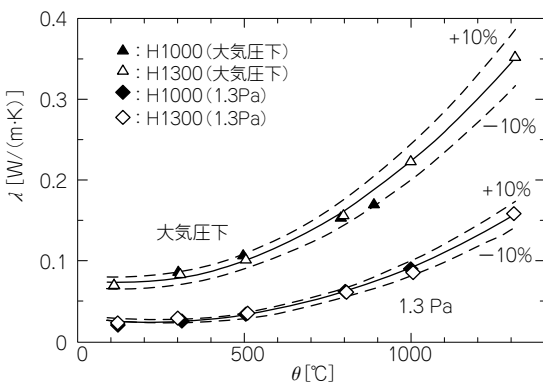


図15 周期加熱法による測定装置H1000とH1300の比較  
アルミナ-シリカ系繊維質断熱材 ( $\rho = 205\text{kg/m}^3$ )

## 6. 考察

### 6.1 異なる測定方法の結果比較の有効性

同一あるいは同質・同形の試験体を使って、GHP法と周期加熱法、非定常熱線法、ホットディスク法による測定結果を比較したところ、ほぼ±10%以内で一致した。このばらつきは、NISTのラウンドロビン試験のばらつきよりもかなり低い値であることがわかる。したがって、ある測定法により得られた結果を、全く別の方法で測定した結果と比較することで、その結果を再確認することが可能である。これは、一つの測定方法に基づく繰り返し測定による確認とは全く別の確認方法であり、よって、標準物質が存在しないような温度範囲において、異なる測定方法による結果の比較が、正確な熱伝導率を得る有力な方法の一つとして追加できると考えられる。

### 6.2 同一測定方法に基づく異なる装置の結果比較

周期加熱法に基づく二台の装置についての比較では、両者の結果は±10%以内で一致することが分かった。このばらつきも、NISTのラウンドロビン試験のばらつきよりもかなり低い値である。この原因として、GHP法と周期加熱法の装置の構造上の違いが考えられる。GHP法では、試験体を伝播する熱流と温度差をできるだけ正確に測定する必要があり、そのため装置の構造が複雑になり設計者に依存する傾向がある。一方、周期加熱法では、温度波の位相差のみを測定するため、熱流の測定は必要とされず、また、温度測定精度が温度波におよぼす影響が小さいため、装置の構造にほとんど依存しない。それ故、試験体のサイズや加熱ヒータの構造、熱流方向等が違っていても、両装置の測定結果に大きな差が生じなかったと考えられる。

## 7. 結言

断熱材を対象として、同一あるいは同質・同形の試験体を使って、GHP法、周期加熱法、非定常熱線法およびホットディスク法による測定が可能な装置を開発し、温度範囲-170～1300℃において測定結果の比較を行った。その結果、少なくとも同質・同形の試験体を対象にする限り、測定

方法が異なっても±10%以内で一致することが分かった。したがって、標準物質が存在しない温度範囲では、ある測定方法で得られた熱伝導率を、それとは異なる測定方法により得られた結果と比較することが、より正確な熱伝導率を得る有力な手段の一つになると考えられる。

#### 【転載】

本レポートは、2007年7月8～12日にカナダのバンクーバーで開催された日米熱工学合同会議（ASME-JSME Thermal Engineering and Summer Heat Transfer Conference）において発表したものである。

#### 参考文献

- 1) J. G. Hust and D. R. Smith, "Round-Robin Measurements of the Apparent Thermal Conductivity of Two Refractory Insulation Materials, Using High-Temperature Guarded-Hot-Plate Apparatus", NBSR 88-3087 (1988).
- 2) ISO8302. Thermal insulation-Determination of steady-state thermal resistance and related properties-

Guarded hot plate apparatus, (1991).

- 3) Carslaw, H. S. et al.: Conduction of Heat in Solids, OXFORD, 105-106 (1959).
- 4) J. Jackson, J. Adams, and R. C. Millar, "Thermal Conductivity Measurements on High-Temperature Fibrous Insulations by the Hot-Wire Method," Thermal Transmission Measurements of Insulation, ASTM STP 660, R. P. Tye, ed. (1977), pp. 154-171.
- 5) Gustafsson, S. E., "Transient Plane Source Techniques for Thermal Conductivity and Thermal Diffusivity Measurement of Solid Materials," Rev. Sci. Instrum., Vol. 62, No. 3 (1991) pp. 797-804.
- 6) T. Ohmura, M. Tsuboi, M. Onodera, and T. Tomimura, Int. J. Thermophysics, Vol.24, No.2, Mar. 2003 pp.559-575.

#### 筆者紹介



**大村高弘**

浜松研究所 研究部門