

〈技術レポート〉

## 周期加熱法の低温下における熱伝導率測定への応用

研究開発本部 研究開発部門 大村 高弘

### 1. はじめに

ロックウールは、建築用、工業炉用あるいはプラント用など、さまざまな用途で使用されている非常に汎用性の高い断熱材であり、低温域でもその使用ニーズは多い。しかしながら、液体窒素レベルの温度領域における断熱材の熱伝導率測定例は意外に少ない。例えば、竹越ら<sup>1)</sup>は非定常熱線法を用いて、けい酸カルシウム(180kg/m<sup>3</sup>)や発泡ウレタン(38kg/m<sup>3</sup>)、グラスファイバー(93kg/m<sup>3</sup>)、ロックウール(240kg/m<sup>3</sup>)などの熱伝導率を-190℃～室温付近の温度範囲で測定し、定常法による結果との比較を行っている。ただしその他、ウレタン断熱材以外はほとんど報告例がないというのが実情である。また、低温下における断熱材の熱伝導率測定のための標準物質が存在しないため、装置の測定精度を確認できないという問題がある。この問題に対し、著者は周期加熱法、非定常熱線法およびホットディスク法の3種類の測定方法を使用できる装置を開発し、3手法の結果を比較することで測定精度を確認し、ウレタン断熱材の熱伝導率を-170℃から室温付近の範囲で測定した<sup>2)</sup>。

本研究では、代表的な繊維質断熱材の一つであるロックウール断熱材の熱伝導率を、周期加熱法により低温下で測定するとともに、100℃以上の高温域で得た熱伝導率推定式との比較を行った。

### 2. 測定原理

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1に示すように試験体の厚さ方向に $x$ 軸をとり、試験体厚さを $d$ とする。原点に試験体の放熱面、 $x=d$ 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、 $x=d$ で温度は周期的に変化( $\sin(\omega t + \eta)$ )していると仮定する。ここで、 $f$ は温度波の周期、 $T$ は温度、 $t$ は時間、 $a$ は熱拡散率、 $\omega$ は角振動数、 $\eta$ 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

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

を解くと、

$$T = A_m \sin(\omega t + \eta + \phi) +$$

$$2\pi a \sum_{n=1}^{\infty} \left\{ \frac{n(-1)^n (an^2\pi^2 \sin \eta - \omega d^2 \cos \eta)}{a^2 n^4 \pi^4 + \omega^2 d^4} \times \right.$$

$$\left. \sin\left(\frac{n\pi x}{d}\right) \times \exp\left(\frac{-an^2\pi^2 t}{d^2}\right) \right\} \quad \dots (2)$$

となる。

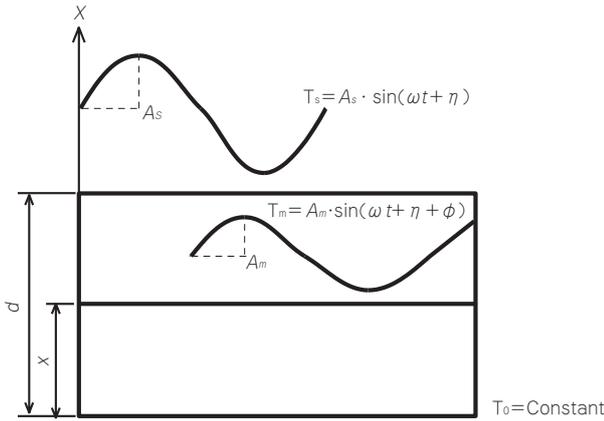


図1 試験体を伝播する温度波の模式図

ここで、 $A_m$ は周期加熱面 ( $x = d$ ) と試験体内部の任意の位置  $x$  における温度波の振幅比、 $\phi$ は位相差であり、次式で表される。

$$A_m = \frac{|\sinh kx (1+i)|}{|\sinh kd (1+i)|} = \left\{ \frac{\cosh 2kx - \cos 2kx}{\cosh 2kd - \cos 2kd} \right\} \dots (3)$$

$$\phi = \arg \left\{ \frac{\sinh kx (1+i)}{\sinh kd (1+i)} \right\} \dots (4)$$

$$k = \sqrt{\frac{\omega}{2a}} = \sqrt{\frac{\pi}{f \cdot a}} \quad (\text{ただし, } \omega = \frac{2\pi}{f}) \dots (5)$$

$i$ は虚数単位である<sup>3, 4)</sup>。

周期加熱法には二つの解析方法があり、一つは、加熱面 ( $x = d$ ) の温度波と試験体内部の任意の位置  $x$  における温度波を測定し、その振幅比から熱拡散率を求める方法である。すなわち、測定で得られた振幅比  $A_m$  を式 (3) に代入することで  $k$  を求め、その値を式 (5) に代入して熱拡散率  $a$  を求める方法である。もう一つは位相差を使った方法であり、測定で得られた位相差  $\phi$  を式 (4) に代入し  $k$  を求め、その値と式 (5) から熱拡散率  $a$  を求めるものである。いずれの方法を使った場合でも、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得られる。

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

本装置では位相差を使った測定を実施し、また、比熱測定については、ホットディスク法熱物性測定装置 (京都電子工業株式会社製)<sup>4~7)</sup> を使用した。

### 3. 測定装置

図2に自作した熱拡散率測定装置の外観写真を示す。本装置は、周期加熱法、非定常熱線法、ホットディスク法の3種類の測定が可能な装置として開発したものであり、同一試験体を使って測定精度を確認できる装置である<sup>4, 8, 9)</sup>。従って、周期加熱法と非定常熱線法による比較が可能である。

装置は、保冷部、測定部、制御部から構成されており、図3にその保冷部および測定部の模式図を示す。試験体とその周辺部は液体窒素により冷却される。保冷部は、液体窒素用タンクとそれを取り囲むウレタン断熱材から構成され、測定部は、試験体が納められているアルミニウム製ボックスと雰囲気温度を形成するための円筒ヒータからなっている。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用ヒータ (任意波形発生器により温度波を発生)、その温度波を試験体側へ効率よく伝播させるための補償ヒータ、そして低温側ヒータがある。試験体 (150×100×10~50mm) は周期加熱用ヒータと低温側ヒータの間に設置される。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、コンピュータから構成されている。測定では、周期約1時間、電圧振幅約1V (温度振幅2℃程度) の温度波を発生させた。

また、試験体の比熱を測定するために、試験体の側面にカッターで切り込みを入れ、そこにできた空間にホットディスクセンサーを挿入した(図3)。

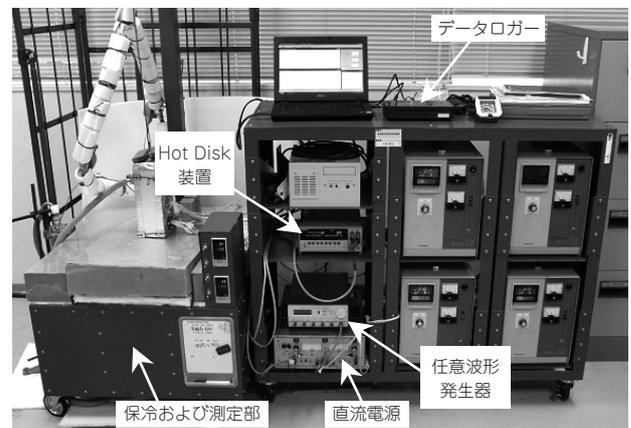


図2 周期加熱法による熱拡散率測定装置

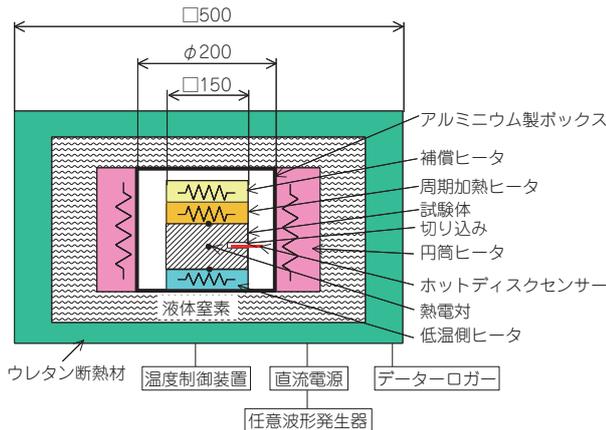


図3 装置の保冷部および測定部の模式図

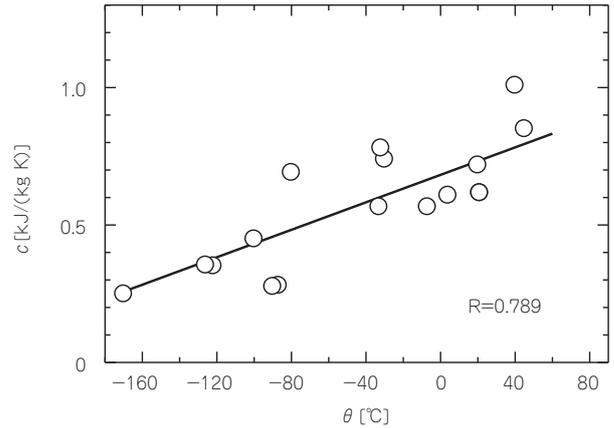


図5 MGボードの比熱

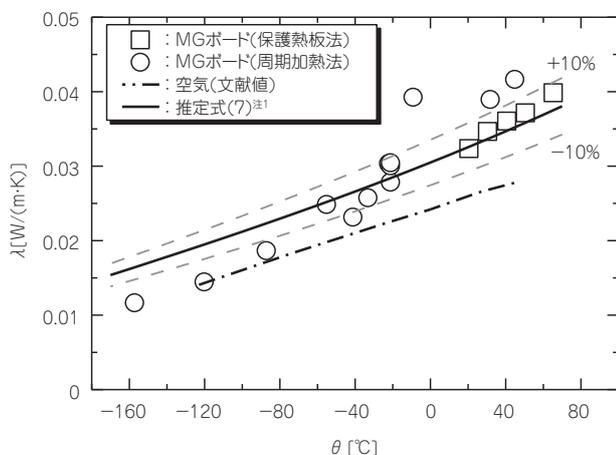
#### 4. 試験体

ボード状ロックウール断熱材（当社MGボード™）を試験体とした。試験体の重量，寸法，かさ密度などを以下に示す。

- ・重量：108.6g
- ・寸法：150.4 × 101.2 × 48.5mm
- ・かさ密度：147kg/m<sup>3</sup>

#### 5. 測定結果

試験体の平均温度  $\theta$  に対する熱伝導率  $\lambda$  の測定結果を図4に，比熱  $c$  の測定結果を図5に示す。比較として，保護熱板法<sup>10)</sup>による測定結果も図4（□印）に示した。熱拡散率から熱伝導率を算出する際に使用した比熱は，図5に示す近似直線から読み取った値である。



注1：100～400℃のデータを使って得られた

図4 MGボードの熱伝導率

### 6. 所見

#### 6.1 比熱

図5に示すように，MGボード™の比熱測定には大きなばらつきが生じた。その原因の一つとして，ホットディスクセンサーと試験体（ロックウール繊維）との接触の不具合が考えられる。図3に示すように，センサーは試験体側面につけた切り込みによる空間に挿入されるが，その際，繊維とセンサーに多少の空気層が生じ，両者の不十分な接触の影響で測定にばらつきが生じた可能性が考えられる。

これらのばらつきを考慮して，熱伝導率を算出する際の比熱は，各温度における個々の値ではなく，図5に示す近似直線から読み取った値を使用した。この近似直線の相関係数Rは0.789であり，強い相関関係を示していた。

#### 6.2 推定式から得られる熱伝導率との比較

熱伝導率の推定式による推定結果（実線）との比較を図4に示した。ここで使用した熱伝導率  $\lambda$  の推定式は，次式で表される<sup>11)</sup>。

$$\lambda = A\rho + \frac{B}{\rho}T^3 + (C \cdot T + D)\lambda_{air} \quad \dots(7)$$

$\rho$  はかさ密度， $\lambda_{air}$  は静止空気の熱伝導率（文献値）， $T$  は絶対温度，係数  $A$ ， $B$ ， $C$ ， $D$  はそれぞれ，

$$A = 3.1 \times 10^{-5}, B = 1.6 \times 10^{-8}, C = 1.1 \times 10^{-5}, D = 1 \quad \dots(8)$$

であり，さらに  $\rho = 150\text{kg/m}^3$  とした。この推定式は，大気圧下および真空下における100～

400℃での熱伝導率を用いて導かれた結果である。

図4に示すように、推定結果と測定結果を比較すると、保護熱板法との結果と併せて、-100℃付近まで±10~15%で両者が一致しているのが分かる。-100℃以下では20%程度、推定結果の方が高くなった。ここで、0℃付近の値は、水の相転移による影響があるため無視している。

今回の測定には、図4 (○印) に示すように、比較的大きなばらつきがある。その測定ばらつきを考慮すると、100℃以上の熱伝導率から得られた推定式の結果は、比較的良好に低温下での測定結果と一致していると考えられる。

### 6.3 空気の熱伝導率との比較

空気の熱伝導率を併せて図4に示した。この図から、MGボードの熱伝導率は、低温になると静止空気の熱伝導率に近づくことが分かる。そこで、 $\rho = 150\text{kg/m}^3$ として、推定式(7)および式(8)を使って、固体、ふく射、気体に寄与する熱伝導率をそれぞれ求めた。その結果を図6に示す。さらに、各温度における各伝熱成分を合計した熱伝導率に対する比率を図7に示す。ここで、式(7)より固体、ふく射、気体に寄与する熱伝導率を、それぞれ $\lambda_s$ 、 $\lambda_r$ 、 $\lambda_g$ とし、次式に示すように定義した。

$$\lambda_s = A\rho, \quad \lambda_r = \frac{B}{\rho}T^3, \quad \lambda_g = (C \cdot T + D) \lambda_{air} \quad \dots (9)$$

式(9)から分かるように、固体に寄与する熱伝導率 $\lambda_s$ は温度に依存しないと仮定しているため、図6では温度に対して一定となる。一方、図7では、ふく射および気体に寄与する熱伝導率が温度低下とともに減少するため、温度が下がると固体に寄与する熱伝導率の比率が相対的に大きくなっている。

図7より、ロックウール断熱材の熱伝導率は、室温から-170の範囲で、70%以上が気体に寄与する熱伝導率で占められていることが分かる。したがって、低温下での測定結果が、気体の熱伝導率に近づいたのは、ふく射伝熱が低下し、相対的に気体による伝熱が主流になってきたためと考えられる。

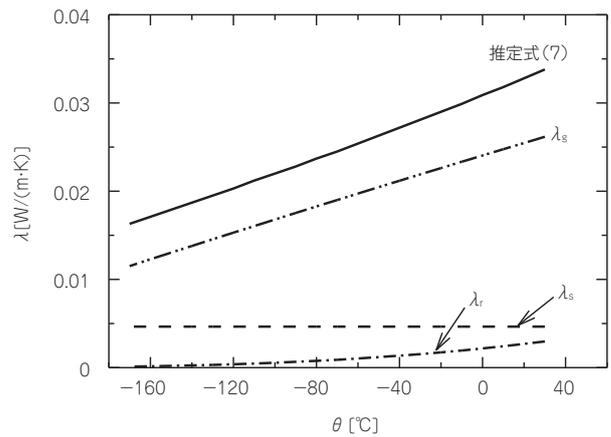


図6 推定式から得られた固体、ふく射、気体に寄与する熱伝導率

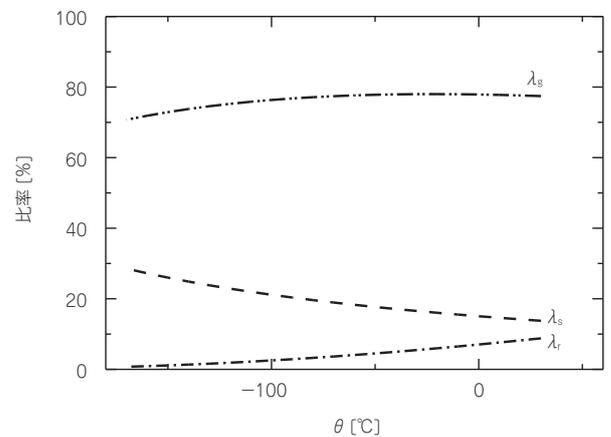


図7 各伝熱成分の比率

## 7. おわりに

従来、低温下では非定常熱線法による測定が主流であったが、試験体の熱的配向性の影響を受けるといった欠点も持ち合わせていた。今後、省エネ対策が進みあらゆる断熱材を対象とするようになれば、今回使用した周期加熱法のようなさまざまなタイプの試験体に対応できる測定方法が重要となる。これからも測定精度向上とデータ蓄積に励み、より高性能な断熱材開発の一助にしたい。

## 参考文献

- 1) 竹越, 法利, 平澤, 井村: 非定常熱線法による断熱材の低温域における熱伝導率測定, 日本冷凍協会, 4 [2] 109-114 (1987).
- 2) 大村: 非定常熱線法, 周期加熱法およびホットディスク法による熱伝導率測定に関する研究, ニチアス技術時報, No.339, 5, 17-21 (2003).
- 3) H. S. Carslaw, J. C. Jaeger: Conduction of Heat in Solids, OXFORD 105-106 (1959).
- 4) (株) R&D 支援センター: 「断熱材/遮熱材の開発と応用および評価・試験法」, 11-40 (2012).
- 5) S. E. Gustafsson: Transient plane source techniques for thermal conductivity and thermal diffusivity measurements of solid materials, Rev. Sci. Instrum. 62 [3] 797-804 (1991).
- 6) S. E. Gustafsson, E. Karawacki, and M. N. Khan: Determination of the thermal-conductivity sensor and the heat capacity of insulating solids with the transient hot-strip method, J. Appl. Phys, 52 [4] 2596-2600 (1981).
- 7) T. Log and S. E. Gustafsson: Transient plane source (TPS) technique for measuring thermal transport properties of building materials, Fire and materials. 19 43-49 (1995).
- 8) 大村: 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, ニチアス技術時報, No.3, 6-15 (2003).
- 9) T. Ohmura, M. Tsuboi and T. Tomimura: Estimation of the Mean Thermal Conductivity of Anisotropic Materials, Int. J. Thermophysics, 23 [3] 843-853 (2002).
- 10) JIS A 1412-1: 熱絶縁材の熱抵抗及び熱伝導率の測定方法
- 11) 大村: 断熱材の熱伝導率解析に関する研究, ニチアス技術時報, No.2, 4-10 (2012).

## 筆者紹介



### 大村高弘

研究開発本部 浜松研究所  
断熱材の熱伝導測定に関する  
研究に従事  
博士 (工学)  
日本熱物性学会, 日本機械学会,  
日本伝熱学会の会員