

熱物性計測技術の高度化 —フラッシュ法比熱測定の高精度化における試料性状に関する研究—

窯業系チーム 荒川 裕也, 稲田 博文, 高石 大吾

要 旨

近年、電子機器用材料分野等で需要が高まっている、熱物性評価技術の高度化を目的として、フラッシュ法熱物性測定における比熱測定技術の高精度化に関しての検討を行っている。本稿では、測定試料の材質・形状の差異が、比熱測定の測定精度に及ぼす影響について検討した。検討の結果、10×10×2 mmの形状の試験片を用いた測定においては、参照試料との材質の違いによる影響は軽微である（～2%程度）ことが判明した。一方で、同条件において、参照試料と測定試料の厚みが1 mm異なる場合には、7%以上の誤差が生じることが示唆された。

1. 緒 言

近年、自動車、LED、パワー半導体等の分野において、電子機器・デバイスの小型高性能化に伴い、それらデバイスによる機器の発熱への対策が重要な課題となっているため、関連する材料の放熱特性に注目が集まっている。

フラッシュ法は、材料の放熱特性の中でも特に重要とされる、熱伝導率の測定を行う手法であり、その汎用性や利便性から、放熱材料の評価技術として広く普及している^{1,2)}。一方で、測定工程の一つである比熱の測定においては、DSC等の他の測定手法に比べ誤差が生じやすいことが知られており³⁾、その結果、フラッシュ法単独での測定では、測定の精度が低くなりやすいことが課題となっている。

当研究チームでは、上記の課題を解決するための検討を行っており、黒化処理と呼ばれる前処理工程を改善することで、比熱測定の測定精度を高めることに成功している⁴⁾。一方で、上記前処理工程以外にも、誤差要因は存在していると考えられ、それらを改善することで、さらなる精度の向上が期待できる。

図1に、フラッシュ法による比熱測定方式の概要を示す。同測定では、制御されたフラッシュ光の入熱(E)に対する試料の温度変化(ΔT)を計測した後、熱物性の値が既知の試料(参照試料)の計測結果と相対比較を行うことで、対象試料の比熱の算出を行っている。この参照試料としては、トレーサビリティの観点から、国家標準を元に比熱の値を認証された標準物質を用いるのが一般的である。また、外部への熱損失等による測定誤差低減のために、測定対象と同一形状かつ同等の熱伝導特性を持つ参照試料を用いることが望ましいとされてい

る⁵⁾。

ただし、上記標準物質が高価であることもあり、実際には、代表的な材質の標準物質のみを保有し、その中から測定対象に最も近い物質を使用することが一般的である。また、セラミック等の難加工材料では、測定試験片への加工の際、形状(加工精度)にばらつきが生じることもある。これらの理想条件との乖離が、測定誤差発生の一因となっている可能性がある。

そこで本研究では、フラッシュ法による比熱測定の高精度化手法開発の一環として、参照試料に対する、測定試料の材質や形状の差異が、測定精度に及ぼす影響について基礎的な検討を行った。

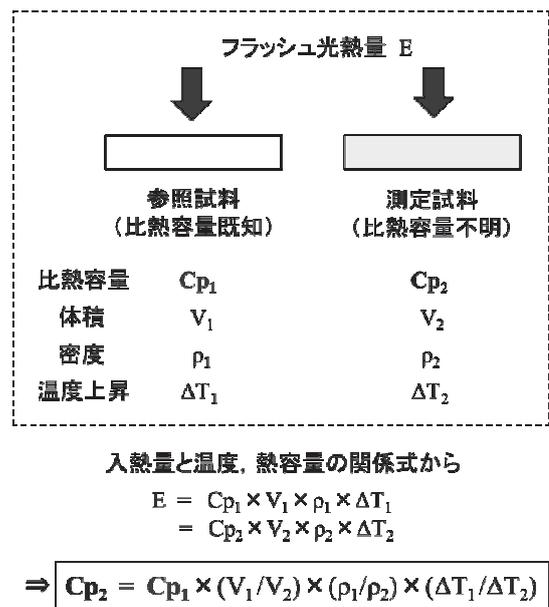


図1 フラッシュ法における比熱容量の算出方式

2. 実験条件

2.1 試料材質による影響の検討

測定試料には、比熱測定用の認証標準物質である、モリブデン（金属）、アルミナ（セラミックス）、及びパイレックス（ガラス）の正方形板状試料（いずれも、Netzsch社、10 mm × 10 mm × t: 2 mm）を使用した。測定試料に黒化処理⁴⁾を行った後、フラッシュ法熱伝導率測定装置（Netzsch社、LFA467）により、室温で測定を行った。上記測定を3回行った後、アルミナの測定結果を参照試料として比熱の算出を行い、各試料の平均値と認証値との比較を行った。

2.2 試料形状による影響の検討

測定試料には、厚みの異なる同様のアルミナ標準物質（Netzsch社、10 mm × 10 mm × t: 1, 2, 3 mm）を使用した。上記と同様に測定を行った後、厚さ2 mmの試料を参照試料として比熱の算出を行い、各試料の平均値と認証値との比較を行った。

3. 実験結果及び考察

3.1 試料材質による影響の検討

表1に、各試料の比熱の測定値と認証値との誤差、及び関連する材料物性の値を示す。各試料とも、材質や物性が大きく異なるにも拘らず、測定された比熱の値と認証値との誤差は2%程度という結果となった。なお、本検討においては、性質の大きく異なる試料を参照試料に用いていることから、実際の測定においては、影響はより軽微なものとなることが予想される。

表1 材質の異なる試料における比熱測定の結果

試料材質	モリブデン (金属・高熱伝導)	パイレックス (ガラス・低熱伝導)	アルミナ (セラミックス)
比熱 (J/g/K)	0.25 (+2%)	0.79 (+2%)	0.79
熱伝導率 (W/m/K)	141.4	2.21	30.4
密度 (g/mm ³)	10.18	1.1	3.9
試料形状	10 × 10 × 2 mm		

※()内は、標準物質認証値との誤差

表2 厚みの異なる試料における比熱測定誤差

試料材質	アルミナ		
	3 mm	2 mm	1 mm
比熱誤差	+7%	0%*	-10%
試料面積	10 × 10 mm		

※同一の測定結果を参照

3.2 試料形状による影響の検討

表2に、各厚みの試料の計測された比熱の値と認証値との誤差を示す。厚さ1 mmおよび3 mmの試料ともに、7%以上の大きな誤差が発生していることが分かる。ただし、実際の測定時には、このように大きな形状の差異は生じ得ないことから、より実条件に近い、微小な形状差異の領域に関しての、更なる検討が必要と思われる。

4. 結 言

フラッシュ法による比熱測定の高精度化手法開発の一環として、参照試料に対する測定試料の材質や形状の差異が測定精度に及ぼす影響について検討した結果、以下の知見を得た。

- ・参照試料（アルミナ）と材質・物性の大きく異なる各種材料（モリブデン、パイレックス、試料形状：10 × 10 × 2 mm）を用いて比熱測定を行った結果、測定値と認証値との間の誤差は2%程度であった。
- ・厚みの異なるアルミナ試料（10 × 10 × 1, 3 mm）の比熱測定を、厚み2 mmの同材質の参照試料を用いて行った結果、認証値に対し、7%以上の測定誤差が生じることが判明した。

今後は、本稿の試験条件とは異なる形状及び材質の試料を用いた測定についての検討や、より微小な形状差異における測定誤差についての調査を行う予定である。

参考文献

- 1) 日本工業規格 JIS R 1611 (2010)
- 2) 阿子島めぐみ, 高温学会誌, 第34巻 第5号, 188-195 (2008)
- 3) 三谷幸寛, IIC REVIEW No.45 (2011)
- 4) 荒川裕也 他, 京都市産業技術研究所研究報告, No.7 (2017)
- 5) 高橋洋一, 熱物性, 第1巻1号 3-12 (1989)