

熱物性計測技術の高度化 ーフラッシュ法比熱測定の高精度化における黒化処理手法に関する研究ー

窯業系チーム 荒川 裕也, 稲田 博文, 高石 大吾

要 旨

本研究では、熱特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検討を行っている。本稿では、測定の前処理工程である黒化処理について検討した結果を報告する。

測定試料の黒化処理において、スピンドーターを使用した塗装法を実施した結果、従来のスプレー噴霧方式の塗装法では最大7%程度存在した同一試料間の測定誤差が、およそ3%程度まで改善されることが判明した。これは、機械制御により塗装処理を行うスピンドーター方式では、手作業で行うスプレー噴霧方式と比較して、形成される塗装膜の膜厚・表面状態等の再現性が高く、処理後の測定試料のフラッシュ光吸収・放射率（光学的特性）のばらつきが抑制されたためと考えられる。

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、それらデバイス駆動による機器の発熱への対策が重要な課題となっており、各関連材料メーカーにおいても、放熱特性の向上が新製品の大きなトレンドとなっている。

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、試料の前処理条件等による測定誤差が生じることも報告されており^{3,4)}、特に、測定工程の一つである比熱の測定においては、DSC等の他の測定手法より、誤差が生じやすいことが知られている⁵⁾。

フラッシュ法の試料前処理は、対象材料に応じて多岐にわたるが、中でも重要な前処理工程に、検出感度を向上させるために行われる、黒化処理と呼ばれるものがある。これは、測定試料に照射されるフラッシュ光の吸収、及び試料から温度検出器への赤外光の放射量を高める効果のある黒化膜（光吸収・放射膜）を試料表面に形成する処理であり、一部の材料を除き、測定に必須の処理となっている。一方で、この処理が原因となって熱拡散率に測定誤差が発生する事例も報告されており³⁾、また、比熱測定においては、試料に吸収される光エネルギー量と温度検出器により計測される試料温度が、測定値の算出時に使用されることから、黒化処理が比熱測定における誤差の一因となっ

ている可能性が高いと考えられる。

本稿では、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、測定試料の黒化処理の手法について検討した結果を報告する。

2. 実験条件

測定試料は、比熱測定用の参照物質であるアルミナセラミック（Netzsch社, 10mm×10mm×t:2mm, 金コーティング処理）を使用した。測定試料に対し、黒化処理として、黒化処理用塗料（Kontakt Chemie社, Graphit33）を、手動でのスプレー噴霧により試料の素地が見えなくなるまで塗布した後、フラッシュ法熱伝導率測定装置（Netzsch社,LFA467）を用いて、試料の測定を行った。各種測定条件を表1に示す。測定後、測定試料から、塗布された黒化塗料を除去した後、再度、同様の手法で黒化処理及び測定を行った。上記測定工程を10回まで繰り返した後、1回目の測定を参照測定として比熱の算出を行い、得られた各測定値のばらつきを評価した。その後、同一の測定試料に対し、液媒として回収した同黒化塗料を、スピンドーター（ミカサ（株）, MS-B100）を用いて回転数：2000rpmで塗布することで黒化処理を行い、前述の工程と同様に、10回の繰り返し測定、及び測定値のばらつきの評価を行った。

3. 実験結果及び考察

図1に、各黒化処理手法において得られた測定値のばらつきの分布を示す。いずれも、各手法における測

定値の平均値を1とした相対値として記載している。スプレー噴霧方式により黒化処理を行った試料では、誤差範囲が最大7%程度であるのに対し、スピコーター方式では、およそ3%程度の範囲に収まっていることが分かる。(なお、1点のみ異常に突出した値が存在するが、これは何らかの理由で製膜不良が発生したためと思われる。)これは、機械制御であるスピコーター方式が、手作業で行うスプレー噴霧方式と比較して、形成される塗膜の再現性に優れているためと考えられる。

黒化処理は、吸収・放射率の高い薄膜を測定試料表面に形成する処理であるが、薄膜材料等の分野においてよく知られるように、吸収率等の光学的特性は、材料の物性だけでなく、その膜厚や表面状態に依存する。上述したように、フラッシュ法における比熱測定では、これらの光学的特性によって変動する値が、測定値の算出に用いられていることから、塗膜性状の再現性に優れるスピコーター方式による黒化処理が、測定の高精度化に有効であったと考えられる。

表1 フラッシュ法比熱測定の種類測定条件

フラッシュ光源	キセノンランプ
温度計測器	IR検出器
測定温度	30℃
フラッシュ光出力	230 V
フラッシュ照射時間	0.3 ms
測定時間	700 ms
計算モデル	Cowan model

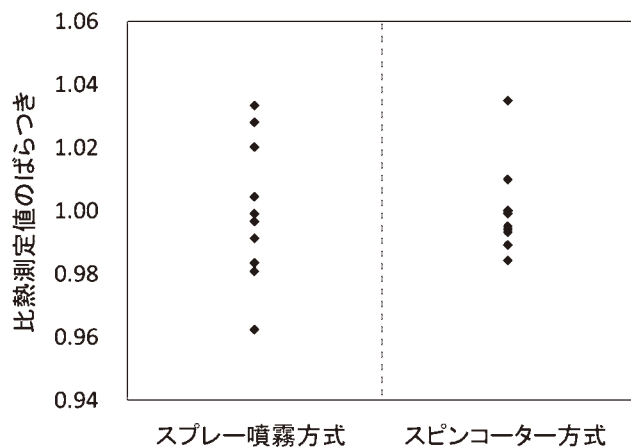


図1 各黒化処理手法における比熱測定値のばらつきの評価

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、測定の前処理工程である、試料の黒化処理（フラッシュ光吸収・放射膜の形成処理）について検討した結果、以下の知見を得た。

- ・測定試料の黒化処理において、スピコーターを使用した塗装処理を実施した結果、従来のスプレー噴霧方式の塗装では最大7%程度存在した同一試料間の測定誤差が、およそ3%程度まで改善されることが判明した。
- ・これは、スピコーターによる塗装法が、手動でのスプレー噴霧による塗装法より、形成される塗膜の再現性に優れており、処理後の測定試料のフラッシュ光吸収・放射率（光学的特性）のばらつきが抑制されたためと考えられる。

今後は、測定誤差の発生原因となる各要素（膜厚・表面状態等）についての詳細な調査や、製膜不良の判別手法、及び、黒化処理以外の誤差要因等について検討を行っていく。

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) Megumi Akoshima 他, Thermophysical properties 30, 383-385 (2009)
- 4) 三橋武文, 熱測定, Vol.16, No.4 P241-243 (1989)
- 5) 三谷幸寛, IIC REVIEW No.45 (2011)