

川崎製鉄技報
KAWASAKI STEEL GIHO
Vol.5 (1973) No.4

熱伝導率迅速測定装置

Thermal Conductivity Rapid Measuring Apparatus

平橋 明(Akira Hirahashi) 川村 紘一(Koichi Kawamura) 宮本 一真(Kazuma Miyamoto)

要旨：

耐火物や断熱材の熱伝導率を正確に知ることは重要である。本文では川崎製鉄㈱計量器工場にて開発した“熱線法”にもとづく熱伝導率測定装置の原理，仕様，特徴および2，3の測定例を述べている。本装置を用いて，10kcal/m・h・℃以下の耐火物や断熱材の熱伝導率を，常温から1000℃まで迅速に，連続的に測定することができる。

Synopsis：

It is significant to accurately determine the thermal conductivity of refractories and adiabatics. This article describes the principle, specifications, characteristics of the thermal conductivity measuring apparatus with Hot Wire Method developed by Kawasaki Steel Corporation, together with some data obtained using this apparatus. This apparatus has made it possible to get rapid and continuous measurements of the thermal conductivity under 10 kcal/m・h・℃ ranging from room temperature to 1000℃.

(c)JFE Steel Corporation, 2003

本文は次のページから閲覧できます。

熱伝導率迅速測定装置

Thermal Conductivity Rapid Measuring Apparatus

平 橋 明*

Akira Hirabashi

川 村 紘 一*

Koichi Kawamura

宮 本 一 真**

Kazuma Miyamoto

Synopsis:

It is significant to accurately determine the thermal conductivity of refractories and adiabatics.

This article describes the principle, specifications, characteristics of the thermal conductivity measuring apparatus with Hot Wire Method developed by Kawasaki Steel Corporation, together with some data obtained using this apparatus.

This apparatus has made it possible to get rapid and continuous measurements of the thermal conductivity under 10 kcal/m·h·°C ranging from room temperature to 1000°C.

1. ま え が き

固体の熱伝導率を正確に知ることは、エネルギーの有効利用という点から非常に重要である。固体の熱伝導率の測定方法には、大別して定常熱流法と非定常熱流法とがあるが、従来窯業製品に対しては定常熱流法が多く用いられてきた。耐火レンガについても、JIS¹⁾でこの測定法を採用しているが、装置が複雑であり、測定に長時間を必要とする。特に耐火物に要求される高温における熱伝導率については、その数値の信頼性に問題があるといわれている。

本装置に採用した熱線法は、この方法とは異なり、非定常熱流法に属する測定方法である。この熱線法の特徴を列挙すれば、

- (1) 従来の定常熱流法で得られる熱伝導率の値が、試料の熱源側と冷却側との平均値に対する値であるのに対して、熱線法では、試料の

置かれた雰囲気温度に対する熱伝導率が得られる

- (2) 測定は約 5min 間程度ですみ、解析法が簡単である
- (3) 常温から高温まで連続的に測定できる
- (4) 試料は特殊な形状に成形する必要はなく、多くの工業製品はそのまま使用することができる

などの点であろう。

当計量器工場もこの原理にもとづく装置を開発、製品化したのでその原理、特徴、構成および二、三の測定例を紹介する。

2. 測定原理

図1のように固体試料（以下試料と称する）を2枚重ね、中央に直線状に抵抗線をはさみ、この抵抗線に一定の電力を連続的に供給すると、抵抗線にはジュール熱が発生する。このジュール熱

* 計量器工場開発設計室

** 計量器工場製造部自動機器課課長

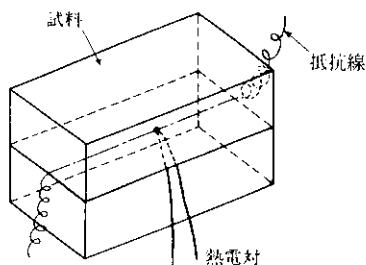


図1 測定原理図

は、抵抗線に接している試料に伝達していくが、試料が熱伝導率の大きい場合は、発生した熱が試料に伝わる速度は早く、抵抗線の温度上昇速度は遅くなる。反対に熱伝導率の小さな試料では、発生した熱が試料に伝わる速度は遅いから抵抗線の温度上昇は急激となる。

抵抗線の中央部に熱電対を溶接して、抵抗線の温度上昇の模様を時間的に観測すると図2のような曲線を得ることができる。記録計に記録させたこの昇温曲線を解析して試料の熱伝導率を算出しようとするのがこの方法である。

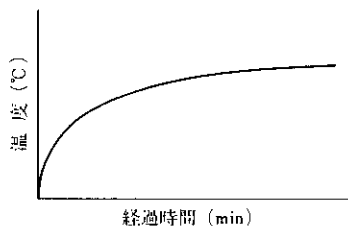


図2 抵抗線の昇温曲線

Held によって数学的に解析された結果²⁾によれば、無限に広がった媒体中に置かれた直線状の熱源を仮定したとき、熱源の温度上昇は次の式に従う。

$$\Delta\theta = q/4\pi\lambda \cdot \ln(t_2/t_1) \quad \cdots \cdots (1)$$

λ : 媒体の熱伝導率

q : 熱源単位長さに対し定常的に注入される熱量

$\Delta\theta$: 時間 t_1 から t_2 の間の抵抗線の温度上昇分

実際の測定では有限大の資料を用い、太さのあ

る熱源を使用するから(1)式に対する補正を必要とするが、Held らの研究³⁾によると試料が5 cm以上の径を持ち、抵抗線の長さが直径の100倍以上あれば試料の端面からの熱放散による誤差は無視できる。

本装置には直径0.3mmの白金線を熱源として使用しているので(1)式をそのまま熱伝導率の計算に用いた。すなわち

$$\lambda = q/4\pi\Delta\theta \cdot \ln(t_2/t_1) \quad \cdots \cdots (2)$$

今、抵抗線の長さを L 、抵抗線に加えた電力を W とすると

$$q = W/L \quad \cdots \cdots (3)$$

さらに(2)式の自然対数を常用対数に直して $M \cdot K \cdot S$ 単位系で表わすと

$$\lambda = 15.8 W/L \Delta\theta \cdot \log(t_2/t_1) \text{ [kcal/m} \cdot \text{h} \cdot \text{°C]} \quad \cdots \cdots (4)$$

となる。ただし(4)式に使用する単位は W は W 、 L は cm 、 $\Delta\theta$ は $^{\circ}C$ である。

L と W は既知であるから、図2のような卓上記録計の記録から $\Delta\theta$ を読みとれば、(4)式より試料の熱伝導率が求まる。

3. 装置の概要

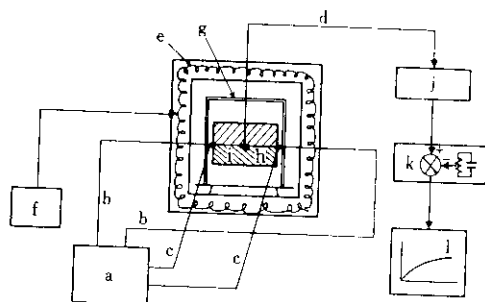
3.1 仕様

本装置の標準仕様は下記のとおりである。

- | | |
|--------------|---|
| (1) 熱伝導率測定範囲 | 0.1~10 kcal/m $\cdot$ h $\cdot$ °C |
| (2) 測定温度範囲 | 常温~1000°C |
| (3) くり返し測定精度 | ±3%以内 |
| (4) 測定対象 | 原則として耐火、断熱材、ただし(1)の測定範囲を満足する電氣的絶縁物であれば測定可能。 |
| (5) 試料寸法 | 並形レンガ |
| (6) 測定時間 | 約5min 間 |

3.2 構成

図3に本装置の構成概略を示す。電力を抵抗線に供給する直流定電力供給装置、試料、抵抗線の温度変化を記録して $\Delta\theta$ を知る卓上記録計などが



- a: 直流定電力供給装置
 b: 電力供給用白金線 1mmφ
 c: 印加電圧検出用白金線 0.5mmφ
 d: 抵抗線温度検出用熱電対PR13 0.3mmφ
 e: 電気炉 20kW
 f: 電気炉温度制御盤
 g: 耐熱鋼製 2重マッフル
 h: 抵抗線
 i: 試料
 j: 冷接点補償器
 k: アダプタ
 l: 卓上記録計

図 3 測定装置構成図

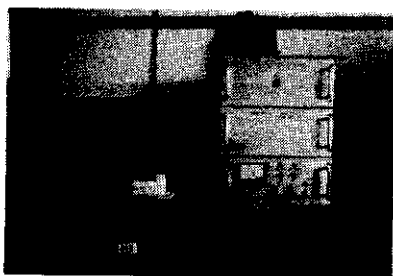


写真 1 測定部



写真 2 電気炉

ら構成されている。装置の外観を写真 1, 2, 3 に示す。写真 1 は測定部、写真 2 は電気炉、写真 3 は電気炉温度制御盤である。常温下での測定はこの測定部だけで測定可能である。

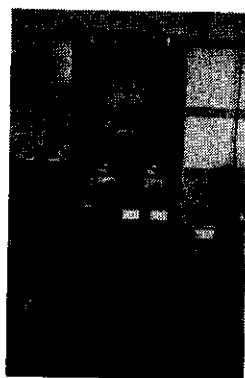


写真 3 電気炉温度制御盤

3.3 特 徴

本装置の一般的な特徴として以下の各項をあげることができる。

- (1) 常温から 1000°C まで任意の温度での熱伝導率を知ることができる。
- (2) 抵抗線への電力供給源として当計量器工場で開発した直流定電力供給装置を使用しているので、抵抗線の温度上昇による抵抗変化を自動的に補正して常に一定電力を抵抗線に供給することができる。
- (3) 耐熱鋼製 2 重マッフルの中に試料を収める構造なので試料周囲温度は測定時間中 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 以内に収まっている。
- (4) 1 回の測定に要する時間は約 5min 間である。
- (5) 解析がきわめて簡単である。

さらに電気炉の構造を変えれば不活性ガス中、高圧雰囲気中、および荷重印加状態での熱伝導率も測定可能である。

3.4 製作および測定上の留意点

測定誤差を小さくするため下記の点に留意して測定条件を整えた。

(1) 電気炉温度制御

図 4 に本装置に採用した電気炉温度制御方式の概略を示す。電気炉発熱線は主、副の 2 巻線方式とし、主巻線は天井、底部、前後、左右の六面に、副巻線は天井を除く 5 面に巻いた。炉内温度検出用熱電対は No. 1~No. 3 の 3 本を用意し、No. 1 熱電対と主調節により主巻線制御を行なっ

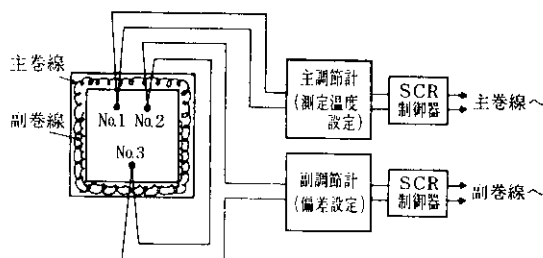


図4 電気炉温度制御方式

て炉内温度を設定温度に近づけ、さらに均熱を得るために No. 2 と No. 3 熱電対の偏差を副調節計に入れて副巻線制御を行なうといういわゆるマスタースレーブ方式を採用することによって炉内上下温度差を $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 以内に収めた。

(2) 抵抗線と熱電対、白金線の接続

高温まで測定するため抵抗線と熱電対、各種白金線の接続箇所は溶接する必要がある。図5に溶接箇所および形状を示す。

本装置では、直流電力を供給する方式としたため、交流電力を供給する場合のように、フィルタを設けて交流分と熱起電力とを分離するわずらわしさはまぬがれたが、図6に示すように、熱電対に重畳してくる直流電圧降下 ΔE の大きさは無視

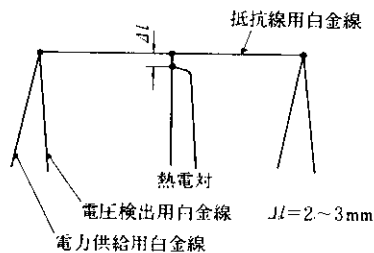


図5 抵抗線、熱電対、白金線の溶接箇所

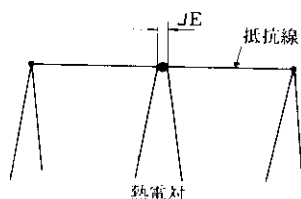
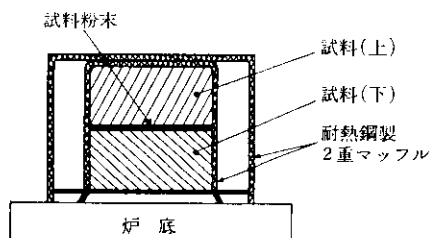
図6 熱電対接点の電圧降下(ΔE)

図7 試料装着状態図

できないものとなった。しかし図5のように熱電対接続個所に 4l なる $2\sim 3\text{mm}$ のギャップを設けることによりこの問題を解決した。

(3) 試料と抵抗線の密着性

試料装着の状態を図7に示す。試料と抵抗線の間には空気層が存在するため、両者の密着状態が測定値に及ぼす影響は多大である⁴⁾との報告があった。この問題を解決するため、上、下の試料をすりあわせてできた粉末を、試料(下)上面に均一に散布し、かつ2重マッフルの重み約 20kg を試料に印加するようにした。また抵抗線および熱電対は、直径 0.3mm の細線を採用し、少しでも密着状態がよくなるようにくふうした。

(4) 直流定電力供給装置の開発

従来装置においては、抵抗線の熱源として定電圧源もしくは定電流源を用いていた。供給電力および試料の熱伝導率の大きさにもよるが、電力供給後、測定終了までの 5min 間の抵抗線の温度上昇は 70°C 以上に達することもある。したがってこれらの方式では抵抗線の抵抗温度係数変化を補償できない。

そこで抵抗線の抵抗温度係数による抵抗値の変化に関係なく、純粹に抵抗線を通れる電流と印加電圧の積、つまり電力を一定に保持するように制御を行なう定電力供給装置を採用することにより上記の問題点を解決した。

(5) アダプタ方式の採用

これは抵抗線の温度上昇を記録する際に、試料のおかれた雰囲気温度に相当する初期値を差し引き、真に温度上昇分のみを記録するようにした方式である。

当初、雰囲気温度分を除去するために電気炉内にモニター用熱電対を設け、この値とつきあわせ

を行ったり、試料表面に熱電対を貼りつけるなどの方法を取ったが、前者はその炉内温度の変動のため記録が乱され、後者は技術的にかなり困難であった。そこで先に述べたように2重マッフルを使用すれば、測定期間中の試料内温度は、 0.5°C 以下の変動に収まることが確かめられたので、外部よりこの雰囲気温度に相当する基準電圧を与えるようにしたものである。

この方式の採用により、炉内温度の変動を $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 以内に押え、かつ温度上昇曲線を拡大記録できる良い記録計さえ選択すれば読取誤差を少なくして、精度の良い測定ができるようになった。

(6) 卓上記録計の選択

特に高温測定の際、電気炉から卓上記録計へのノイズ混入が大きな問題となった。そこで筆者らはY社製とO社製の卓上記録計についてコモンモードノイズ、ノルマルモードノイズに関する実験を行なった結果、O社製の方がノイズ、特にコモンモードノイズに対して強いことを確認したので、O社製を採用し、良好な結果を得ている。

3.5 解析例

本節では耐火断熱レンガの常温における測定例を使って解析方法を述べる。

(1) 測定条件

試料；耐火断熱レンガ

試料寸法； $114 \times 230 \times 65\text{mm}$ （並形レンガ）

抵抗線の長さ；23cm

熱電対；PR13

供給電力；12W

記録計チャートスピード；6cm/min

同フルスケール；1mV

(2) 解析

図8は卓上記録計に記録された抵抗線の温度上昇カーブである。横軸は測定開始後の経過時間、縦軸はPR-13熱電対の熱起電力である。この曲線の上に記入してある数字は熱起電力を熱起電力表を使って換算した温度である。このとき温度を縦軸にとり、横軸に時間の対数をとってグラフにすると図9が得られる。この直線上の2点、たとえば、1minと5minを選べばこの間の抵抗線の上昇温度 $\Delta\theta$ がわかる。

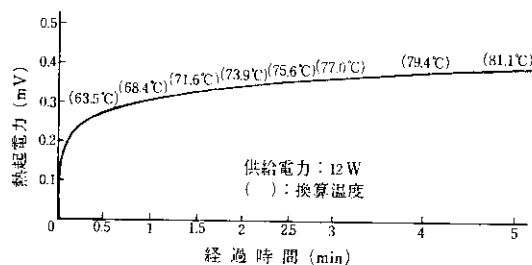


図8 抵抗線の上昇曲線

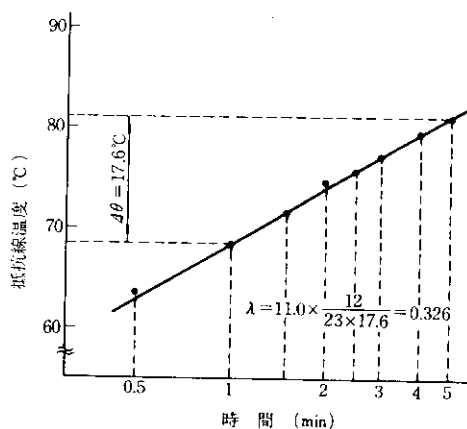


図9 抵抗線温度の時間変化

今 $t_1=1\text{min}$, $t_2=5\text{min}$, $W=12\text{W}$, $L=23\text{cm}$ を(4)式に代入するとこの試料の熱伝導率が求まる。すなわち $\lambda=0.326\text{kcal/m}\cdot\text{h}\cdot^{\circ}\text{C}$ となる。

4. 測定例

種々の試料の熱伝導率を測定したが、この中で本装置の標準試料として採用している透明石英硝子、実際の工業材料であるハイルミナ質の耐火レンガ、近年電気炉用の断熱材として有望視されてきたアルミナシリケート質繊維状断熱材の測定例を述べる。

4.1 透明石英硝子

透明石英硝子は成分一定、均質等方性であり、内部気孔の心配もなく、今まで多くの人々によって測定されてきており大体の値がわかっているという事実、さらに上井らが石英硝子について最も

信頼のおける値⁵⁾を示していることもあり、筆者らは装置の標準試料として透明石英硝子を採用した。図10に本装置を使つての測定結果、上井らの測定結果、さらに物理定数表⁶⁾に掲載されている測定結果を示す。試料寸法は $150 \times 50 \times 25 \text{ mm}$ である。

図10の結果を見ると、絶対値については 250°C の値をのぞきほぼ妥当な値が得られている。くり返し精度は高温になるにつれて悪くなっている。試料寸法が小さい場合、熱流の一部が急速に試料表面に到達し、試料表面から空気層への熱拡散や、熱流の内部への反射等が起こり測定誤差を生じるが、本試料の場合、試料がやや小さく、また高温になるほど熱伝導率が高くなるという性質を持っているため上記の現象が起こり、くり返し精度が悪化したものと考えられる。

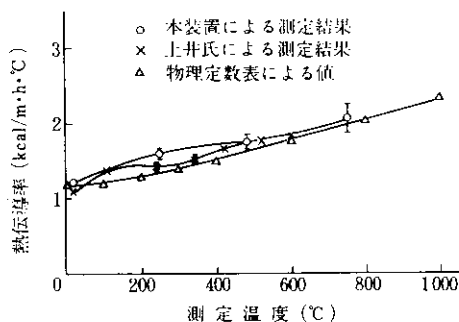


図10 透明石英硝子の熱伝導率

4.2 ハイアルミナ質耐火レンガ

図11にハイアルミナ質レンガの測定結果を示す。試料寸法は並形大である。本試料は高温になるほど熱伝導率が低くなるのがわかる。

4.3 アルミナシリケート質繊維状断熱材

試料加圧装置を備え、かつ不活性ガス雰囲気中の測定が可能な測定装置をF社に収め初期テストを終了した。納入時の調整段階で、アルミナシリケート質繊維状断熱材の熱伝導率を測定したので、その結果を図12に示す。常温だけではあるが荷重を変化させたときのデータを示す。試料寸法は $200 \text{ mm} \phi \times 100 \text{ mm}$ である。

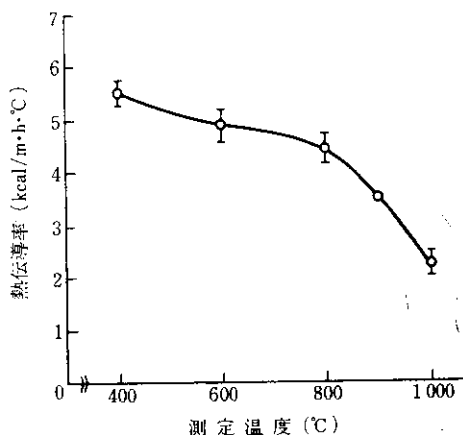


図11 ハイアルミナレンガの熱伝導率

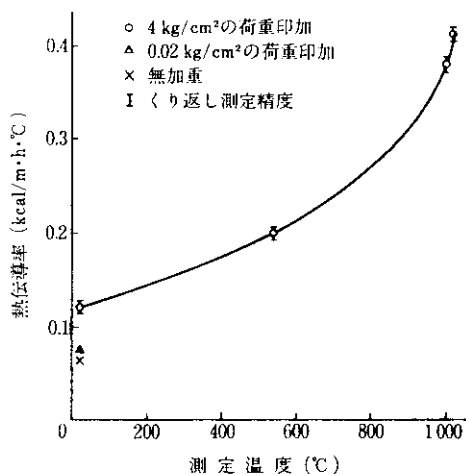


図12 アルミナシリケート質繊維状断熱材の熱伝導率

本試料の熱伝導率は高温になるにつれ急激に大きくなり、常温での値と 1000°C の値とでは約4倍も違うことがわかる。また空気層を多量に含む繊維質からなっているため、試料に加わる荷重の熱伝導率に与える影響が大なることもわかる。試料内部に存在する空気層は流動的であるから、内部で複雑な対流現象が起こり、試料に加える荷重と熱伝導率との間には明確な直線関係は見られないが、荷重を増すことにより空気層が試料内部から追い出され、その結果熱伝導率が高くなるという傾向はこのデータからうかがうことができる。

5. 本装置に対する考察

本装置の測定原理からすれば、抵抗線に加えられた熱が試料表面に到達する前に測定を終了しなければならない。試料が無限に大きければ、無限に高い熱伝導率の測定も可能なはずであるが、試料の大きさを無限に大きくすることは不可能である。特に高温時の測定となると電気炉の収容面積との兼ねあいもあり、並形レンガの大きさが今のところ限度であろう。試料の大きさに制約があるとすれば、そこにおのずから本装置によって測定できる熱伝導率の限界があるはずである。また低熱伝導率の試料の方が定常状態に達するまでの時間が長いから精度良く測定できるはずである。この後者の考えは図11から約 $4\text{kcal/m}\cdot\text{h}\cdot^{\circ}\text{C}$ の熱伝導率を持つハイアルミナ質耐火レンガのくり返し精度は最大 $\pm 5\%$ 、図12から約 $0.3\text{kcal/m}\cdot\text{h}\cdot^{\circ}\text{C}$ の熱伝導率を持つアルミナシリケート質繊維状断

熱材の場合は最大 $\pm 3\%$ であるという結果と符号する。また、種々の測定結果から判断すると本装置を使って測定可能な熱伝導率の上限界は $10\text{kcal/m}\cdot\text{h}\cdot^{\circ}\text{C}$ 程度であろう。

6. むすび

本装置は、熱伝導率が $10\text{kcal/m}\cdot\text{h}\cdot^{\circ}\text{C}$ 以下の試料に対しては常温から 1000°C まで精度良く、きわめて簡単に測定できる点でその意義は大きいと思われる。一方近年、金属やカーボン質のような熱伝導率の高い、しかも導電性の試料を、 1500°C 近辺の温度まで精度良く測定できる装置が要求されてきた。これらの要求を満たすためには本装置では不十分であり、さらに研究、改良を重ねる必要がある。おわりに本装置の開発に当たり数々のご助言をいただいた京都工芸繊維大学の上井勲先生、岡山県工業技術試験場窯業指導所の大森蕃三氏に深く感謝の意を表する。

参考文献

- 1) JIS R2616, 耐火断熱レンガの熱伝導率の試験方法
- 2) Van der Held, Van Drunen: Physica, 15 (1945), 865
- 3) 上井勲・福井雅男・林国郎: 旭硝子工業技術奨励会研究報告, 13 (1967), 363
- 4) 大森蕃三, 入矢映宏: 熱線法による固体の熱伝導率測定法について (第1報), 岡山県工業試験場窯業指導所
- 5) 上井勲, 福井雅男: 耐火物, 18 (1966), 352
- 6) 芝亀吉: 物理定数表, (1949), 188 [岩波書店]