

アプリケーションノート

ホットディスク法での TD-AL の比熱容量測定

関連業種	: 窯業
使用装置	: ホットディスク法熱物性測定装置 Hot Disk Thermal Constants Analyser
測定手法	: ホットディスク法(非定常面熱源法)
関連規格	:

1. 概要

TD-AL は多結晶体アルミナで形成されたセラミックスです。
一般財団法人 ファインセラミックスセンターよりレーザーフラッシュ法用の標準物質として頒布されています。
今回は、ホットディスク法熱物性測定装置のオプションソフトウェア「比熱測定」と「容器付き専用センサ」を用いて、厚さ 2[mm]と 3[mm]の TD-AL の比熱容量測定を紹介します。

2. 測定上の注意点

- 1) 本測定の原理は、均質な物質の比熱容量測定に適用されます。
- 2) 試料表面が粗い場合、「容器付専用センサ」の容器への試料の接触状態が測定結果に影響を与えますので、表面は平滑にするようにしてください。
- 3) 試料をセッティングする際は「容器付専用センサ」の容器の周りに試料が接触しないようにしてください。
- 4) 比熱容量測定は周囲の温度に影響されやすいため、「試料」と「容器付専用センサ」は測定環境温度に十分馴染ませて測定してください。

3. 装置構成

本体	: ホットディスク法熱物性測定装置 TPS 2500 S
センサ	: 容器付専用センサ(RTK50-φ13 センサ付)
使用ソフト	: 比熱測定

4. 測定手順

TPS 2500 S の比熱測定ソフトを用いて TD-AL を下記の内容で評価をしました。

- ① 試料をセットしていない状態で、容器付専用センサのみの熱容量を測定します。
- ② 試料を容器付専用センサにセッティングし、全体の熱容量を測定します。
- ③ ①と②を比較し、試料の比熱容量を求めます。

容器付専用センサは必ず専用の断熱容器にセットしてください。

測定の詳しい操作方法は“TPS シリーズ 取扱説明書(補追)の比熱測定”を参照してください。

4-1. 評価方法

1)試料	TD-AL	厚さ:3.010[mm]	直径:10.013[mm]
		厚さ:2.007[mm]	直径:10.002[mm]
2)測定	比熱測定	容器付専用センサ(RTK50-φ13 センサ付)	

※1 容器付専用センサの容器内径が 20[mm]、高さが 5[mm]であるため、試料寸法は直径 19[mm]、厚さ 5[mm]未満のものを準備してください。

※2 比熱測定は、同一の初期温度で測定を行うことが前提です。

したがって、試料内部の蓄熱を極力なくすため、測定間隔は 60～120 分を推奨します。
この間に、試料や容器および断熱容器にも触れないように十分注意してください。

4-2. 測定条件

1)測定方法	比熱容量測定			
2)使用センサ	容器付専用センサ (RTK50-φ13 センサ付)			
3)環境温度 [°C]	24			
4)加重 [g]	錘 約 600			
5)試料	TD-AL			
6)厚さ [mm]	2.007		3.010	
7)質量 [g]	0.6157		0.9256	
8)体積 [cm ³]	0.158		0.237	
9)印加電力 [mW]	容器のみ	容器+試料	容器のみ	容器+試料
	110	180	80	130
10)測定時間 [s]	20	20	40	40

4-3. TPS 測定後の解析指針

指標は下記となります。

- (1) 測定後に「ドリフト」グラフにて、プロットが均一にばらついているか確認。
- (2) 「昇温」グラフにて、解析区間 100 から 200 を拡大し、直線であることを確認。
- (3) 「昇温」グラフにて、解析区間 100 から 200 を拡大し、「容器のみ」と「容器+試料」が平行であることを確認。
- (4) 「容器のみ」と「容器+試料」の温度上昇の差が±0.2[°C]以内であること。

5. 測定例

表1.比熱容量測定結果詳細

試料	印加電流 [mW]	測定時間 [s]	熱容量 [J/K]	比熱容量 (単位質量当) [J/(kg K)]	比熱容量 (単位体積当) [MJ/(m ³ K)]
TD-AL 2.007mm	180	20	0.4924	799.7	3.116
			0.4920	799.0	3.114
			0.4879	792.4	3.088
		Ave.	0.491	797	3.11
		SD	0.00248	4.03	0.0158
		RSD[%]	0.51	0.51	0.51
	偏差[%] [*]		-0.4		
TD-AL 3.010mm	130	40	0.7460	806.0	3.148
			0.7360	795.1	3.105
			0.7377	797.0	3.113
		Ave.	0.740	799	3.12
		SD	0.00537	5.80	0.0226
		RSD[%]	0.73	0.73	0.72
	偏差[%] [*]		-0.1		

※ TD-AL の検査成績書に記載されている比熱容量(単位質量当)に対し、平均値との偏差[%]を算出しています。

6. まとめ

測定結果は、いずれも再現性 1%以下と良好な結果を得ることができました。
TD-AL の検査成績書に記載されている比熱容量(単位質量当)との偏差も 1%以内で一致していることが確認できました。

7. 参考文献

検査成績書の比熱容量(単位質量当)を下記に示します。

	比熱容量[J/(kg K)] @300K
TD-AL	800