

定常法による熱伝導率測定装置の試作

固体物質の熱伝導率は今日に至るまで基本的物質についてもデータが十分に整備されてきているとは言えません。これは物質のミクロな構造との関連において、理論との対応が比較的容易な極低温領域で研究が進んできたことや、熱伝導率を測定するときに界面の熱抵抗がしばしば真の熱伝導率を得ることを困難にしていることなどのためと考えられます。

しかし、固体物質の熱伝導率は結晶の格子系の熱容量、分子間結合の非調和性、分子の集合状態の乱れなどの化学的に興味ある情報を含んでいます。したがって、今後のデータの蓄積、整備が進むにつれ化学者の関心も集まって来るものと期待されます。

今回、100K以上での固体の熱伝導率の温度変化を調べる目的で定常法による熱伝導率測定装置を試作しました。定常法を採用したのは原理的に最も簡単な構造であることと、相転移にともなう潜熱の影響を除くためです。

〔装置の概要〕

図1に装置の主要部分を示します。直径24mmの円盤状試料(S)は銅ブロック(B1, B2)にはさみ込まれます。B1, B2の試料面から4mmの深さに白金抵抗温度計(P1, P2: Degussa社 Ceracoil 1620/1-100, $\phi 1.6$, JIS0.15級)を埋め込んでいます。B1はステンレスの薄肉チューブ(SU)によって液体窒素溜め(RS)に固定されます。厚さ3mmの銅チューブからなる断熱シールド(S1, S2)の温度はそれぞれB1, B2に対してPIDによって制御されます。S1, S2には温度差があるので、間にテフロン板(S3)をはさんでいます。クライオスタットは50 l/sの拡散ポンプで真空中に保たれます。P1, P2の抵抗はデジタルマルチメーター(Keithly社, 195 A)を用いて4端子法で1 m Ω まで読み取り、パーソナルコンピューターに入力されます。B1の温度(T1)はP1の抵抗値が一定になるようコンピューターによって制御されます。

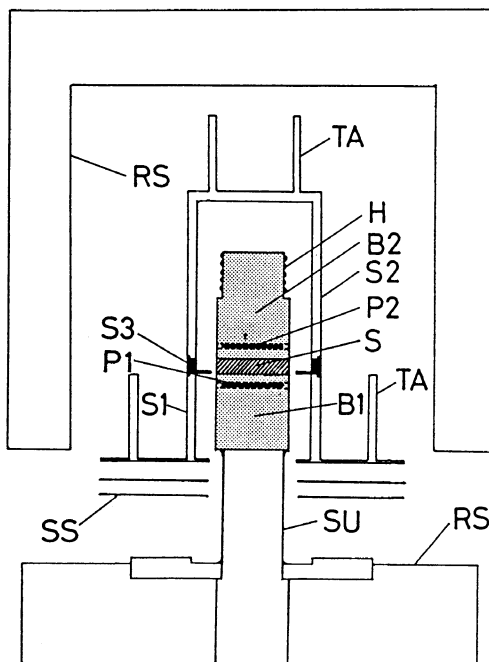


Fig. 1 Schematic diagram of cryostat.

S; sample disk, B1, B2; copper blocks, P1, P2; platinum resistance thermometers, S1, S2; PID controlled adiabatic shields, S3; adiabatic shield made of PTFE, H; sample heater, TA; thermal anchor, SS; adiabatic shield, S U; SUS support tube, RS; LN₂ reservoir.

〔測定例〕

図2に市販のテフロン板(Polytetrafluoroethylene; PTFE, 厚さ1mm)を試料とした時の測定例を示します。試料は表面にシリコングリースを薄く塗布してブロックに密着させました。ヒーター線(H)に定電流電源(横河電気2555)をつなぎ、約90mWの電力を供給しB2を加熱します。加熱を始めてから定常状態に達するまでに約1時間を要します。試料自身の熱拡散率からは10秒以内に定常状態に達すると予測されます。実際にこれだけ長い時間がかかるのは主としてB2の熱容量が大きいため、改

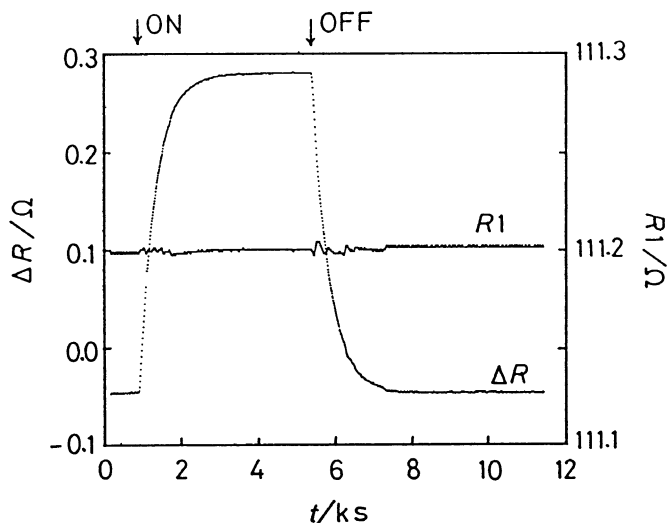


Fig. 2 An example of thermal conductivity measurement. R1; resistance of P1, ΔR ; $R2 - R1$, where R2 is resistance of P2. Sample; PTFE (diameter of 24mm, thickness of 1 mm), Heater power; 91.36mW.

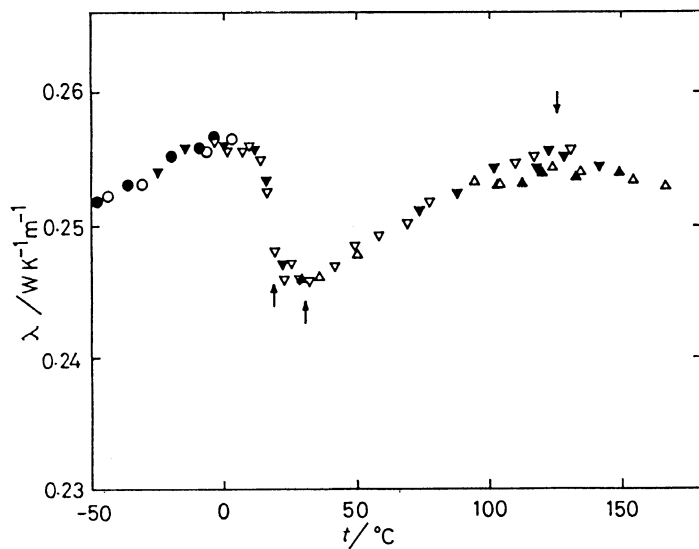


Fig. 3 Thermal conductivity of polytetrafluoroethylene (PTFE).

善の余地があります。試料に比べて銅ブロックの熱伝導率が非常に大きいので、P1, P2の温度 $T1$, $T2$ をそれぞれ試料下面, 上面の温度とみなすことが出来ます。B2を加熱する前の $T1$, $T2$ の差 ΔT_- と加熱後定常状態に達してからの $T1$, $T2$ の差 ΔT_+ から試料に一定の熱流 W をほどこしたときの試料内の温度勾配 $\Delta T = \Delta T_+ - \Delta T_-$ を求めることができます。熱伝導率 λ は次式で求められます。

$$W = \lambda \frac{S \Delta T}{\ell}$$

ここで S は試料の断面積, ℓ は試料の厚さです。PTFEの場合, ΔT は約0.8Kで測定を行いました。

図3にPTFEの熱伝導率の温度変化を示します。19°Cと30°Cに相転移が知られていますが, それらに対応する熱伝導率の折れ曲がりが見られます。また125°Cの折れ曲がり, は, 内部摩擦のピークに対応しています。非常にゆっくりと温度変化させているにもかかわらず, 125°C付近では上昇させる時 (Δ) と下降させる時 (∇) で明らかに差が見られます。

参考文献

長野八久, 第24回熱測定討論会(東京), 1116B (1988).