

多機能熱拡散率熱伝導率測定装置：サーモウェーブアナライザの測定原理と装置

株式会社ベテル ハドソン研究所 羽鳥 仁人

1. はじめに

最近のスマートフォンやタブレットPCは、筐体は薄型でCPUの性能も向上しているため、発生した熱をどのように逃がすかが課題となっており、薄くて熱伝導性の高いグラファイトシートが熱伝導材料として用いられる。また、自動車の電動化はますます進展し、インバーターなどのパワーデバイスから発生する大量の熱を効率よく逃がす熱設計が重要となっており、パワーデバイスで発生した際の熱を逃がす際の熱抵抗を低減させるためにサーマルインターフェースマテリアルが用いられる。

本書では周期加熱法の一つである、スポット周期加熱放射測温法によるグラファイトシート及びサーマルインターフェースマテリアルの熱拡散率測定手法について測定原理と装置について解説する。本測定方法は、レーザによる周期加熱と放射温度計による温度測定を組み合わせる方法で、加熱にヒーターが不要であり、温度測定に熱電対が不要であるため熱拡散率が非接触で測定できるという特徴を持つ。また、試料の厚み方向及び面内方向の熱拡散率測定と厚み方向の熱拡散率のマッピングが可能であり、グラファイトシートのように、面内方向に高い熱拡散率を持つ試料や、TIMのように異方性があり不均一な試料の測定が可能である。[1]

2. スポット周期加熱放射測温法の原理

周期加熱源 $P_0e^{i\omega t}$ によって熱拡散率 κ の試料表面をスポット加熱する。加熱点における温度の交流成分は $T_{ac}=T_0e^{i\omega t}$ と表される。周期加熱源 $P_0e^{i\omega t}$ が周辺に誘起する温度伝播は次式で表せる。

$$T_{ac} = \frac{P_0}{4\pi\kappa r c} \cdot e^{-kr+i(\omega t-kr)} \quad (1)$$

c は単位体積あたりの比熱容量、 r は点熱源からの距離、 k は次式で表される温度波の波数である。

$$k = \sqrt{\frac{\omega}{2\kappa}} = \sqrt{\frac{\pi f}{\kappa}} = \frac{1}{\mu}$$

ここで μ は熱拡散長である。よって(1)式における位相は、

$$\theta = -\sqrt{\frac{\pi f}{\kappa}} \cdot r \quad (2)$$

で与えられる。

2. 1. 面内方向の測定 (距離変化法)

図1及び図2に面内方向の測定(距離変化法)の模式図を示す。

(2)式の r を加熱点からの距離 l とし、横軸に距離 l 、縦軸に位相 θ をプロットする。得られたグラフの傾きは $a=-(\pi l/\kappa)^{0.5}$ となるので、熱拡散率 κ は、

$$\kappa = \pi f / a^2 \quad (3)$$

距離の変化に対する位相の変化を求め、その関係から傾き a を導出し、これを上式(3)に代入して熱拡散率 κ を求める。

2. 2. 厚み方向の測定 (周波数変化法)

図3及び図4に厚み方向の測定(周波数変化法)の模式図を示す。

面内方向の測定とは異なり、加熱点と検出点を同軸にしたまま測定を行う。

(2)式の r を試料の厚み d とし、横軸に周波数の平方根 \sqrt{f} 、縦軸に位相 θ をプロットする。

得られたグラフの傾きは $a=-(\pi/\kappa)^{0.5}d$ となるので、熱拡散率 κ は、

$$\kappa = \pi d^2 / a^2 \quad (4)$$

となる。

周波数特性に対する位相を求め、その関係から傾き a を導出し、これを上式(4)に代入して熱拡散率 κ を求める。

また、加熱点と検出点を同軸にしたまま試料のみを移動させることで熱拡散率のマッピングが可能である。

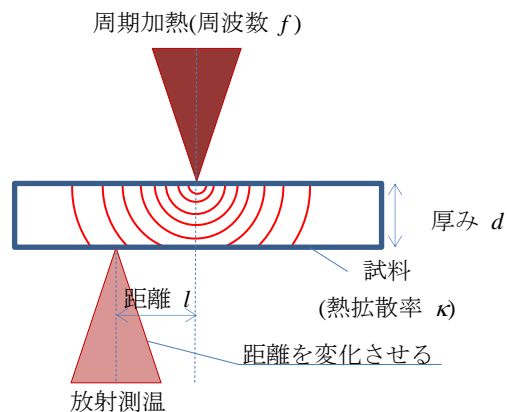


図1 面内方向測定(距離変化法)の模式図

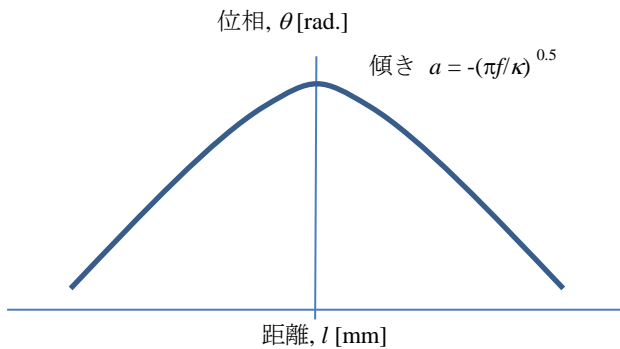


図2 面内方向測定(距離変化法)の測定結果の模式図

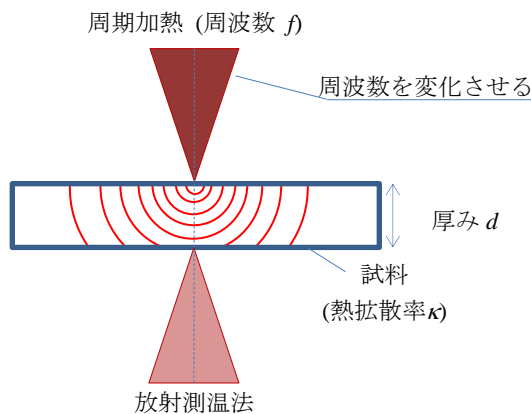


図3 厚み方向測定(周波数変化法)の模式図

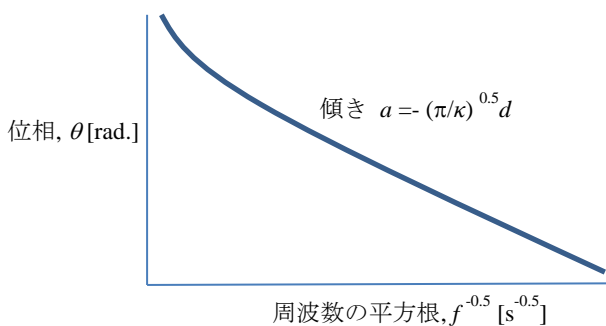


図4 厚み方向測定(周波数変化法)の測定結果の模式図

3. 測定装置

3. 1. 装置構成

図5 にスポット周期加熱放射測温法の装置構成を表したブロック図を示す。ファンクションジェネレータで発生した信号によりレーザは周波数 f の正弦波で変調され試料表面に集光される。試料表面が周期的に加熱されることで発生した周期加熱温度変化(正弦波)は、試料中を伝搬し裏面で放射温度計により検出される。放射温度計で検出された温度変調信号はロックインアンプに入力され、ファンクションジェネレータの信号に対する位相遅れが計測される。

厚み方向の測定の場合はファンクションジェネレータで発生する周波数を変化させながら、面内方向の測定の場合はメ

カニカルステージにより赤外線検出光学系の位置を変化させながら加熱変調信号に対する位相が計測される。

また、ロックインアンプ、ファンクションジェネレータ、メカニカルステージはPCにより自動的に制御されながらデータを取得する。

面内方向の熱拡散率測定であれば、距離と位相の関係の傾き、厚み方向の熱拡散率であれば周波数の平方根と位相の関係の傾きから熱拡散率が求められる。メカニカルステージは2種類搭載されており、面内方向測定用メカニカルステージは、試料表面の加熱点と試料裏面の信号検出点を変化させ加熱点と検出点の位置を $1 \mu\text{m}$ 単位で変化させる。

加熱点と検出点を同軸とした場合は厚み方向の熱拡散率が測定されるが、この状態でメカニカルステージにより試料のみを移動することで熱拡散率のマッピングが可能となる。

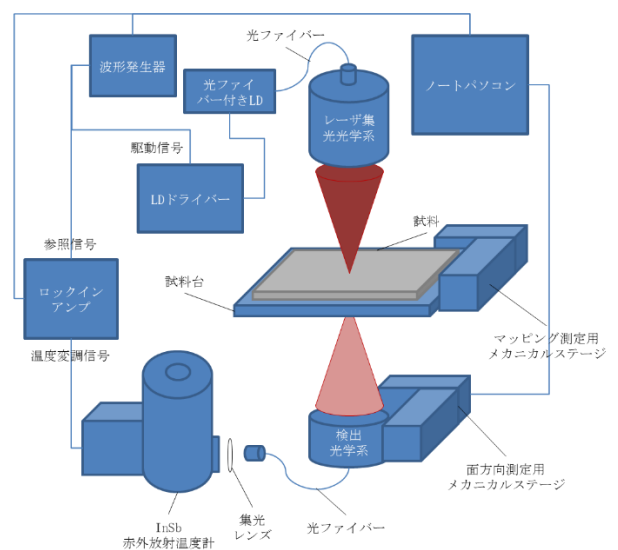


図5 スポット周期加熱放射測温法熱拡散率測定装置のブロック図

3. 2. 試料台

本測定手法は試料の固定が不要でヒーターや熱電対の試料への取り付けも不要である。図6に試料台の写真を示す。上からレーザを照射し下から赤外線放射温度計による温度変化の検出を行う。図6aは試料を設置していない状態の試料台である。上の円筒はレーザ用の光学系である。下の開口部から信号を検出する。図6bは試料を設置した状態である。試料を設置するだけで測定準備が完了する。図6cは試料の上に試料押さえを設置した状態である。試料が薄く起伏が生じる場合のみ試料押さえを設置する。適切に加熱変調周波数を選択することで試料台、試料、試料押さえの端面の影響は生じない。周期的な温度変化の波長は周波数を高めると短くなり、なおかつその振幅は1波長分でほとんど減衰するためである。[2]

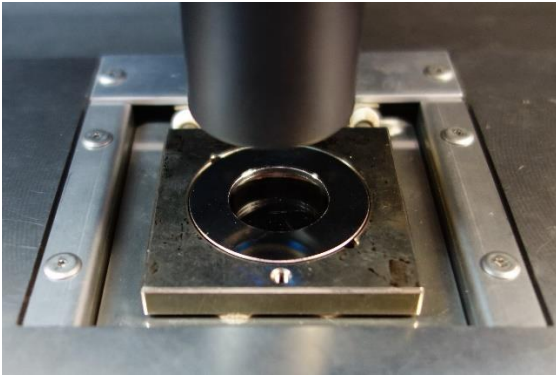


図6 a 試料台(試料を設置していない状態)

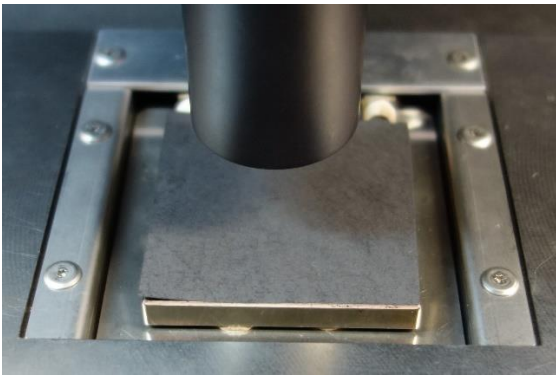


図6 b 試料台(試料を設置した状態)

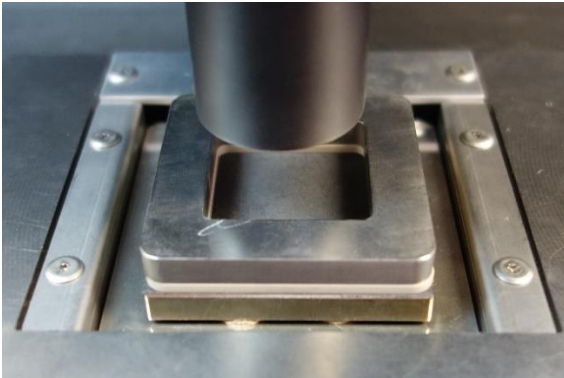


図6 c 試料台(試料及び試料押さえを設置した状態)

3. 3. スポット周期加熱放射測温法熱拡散率測定装置「サーモウェーブアナライザTA」

シート状材料や薄板材料に対応し、試料の厚み(垂直)方向及び面内(水平)方向の測定や試料内での熱物性マッピング可能にした「サーモウェーブアナライザTA」として販売されている。図7にサーモウェーブアナライザTAの外観を示す。下記、①～⑧の特徴をもち、グラファイトシート、サーマルインターフェース材料、高熱伝導性樹脂、CFRP等多くの分野で測定が行われている。

サーモウェーブアナライザTAの主な特徴

①厚み方向と面内方向の両方向の測定が同一試料で可能

である。

②試料形状の自由度が高い。

③比較的薄い試料の測定が可能である。

④分布測定が可能(相対値)、密着性の評価、フィラーの偏りなど、非破壊検査への転用が可能である。

⑤測定可能範囲が広くポリマー系の材料からダイヤモンドまで測定が可能である。

⑥レーザー安全はFDA規格取得済でJISのClass1相当となる。

⑦CEマーキング取得済み。

⑧レーザーの焦点調整自動化。



図7 バテル製スポット周期加熱放射測温法熱拡散率測定装置「サーモウェーブアナライザTA」

4. 認証標準物質の熱拡散率測定

測定結果の検証の為、認証値または、校正値を持つ試料を測定した[3]. 産業技術総合研究所より頒布されたアルミナチタンカーバイド($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$)認証標準物質 NMIJ CRM5807-aで、300Kにおける熱拡散率の認証値が $9.51 \times 10^{-6} \text{m}^2\text{s}^{-1}$ である(相対拡張不確かさ6.1%, 包含係数 $k=2$) [4]. 産業技術総合研究所により値付けされた熱拡散率校正証明書付き等方性黒鉛で、298Kにおける熱拡散率が $92.5 \times 10^{-6} \text{m}^2\text{s}^{-1}$ である(相対拡張不確かさ4.6%, 包含係数 $k=2$) [5]. アルミナチタンカーバイド及び等方性黒鉛を測定した結果は、表1の通り認証値又は校正値と比較して±5%以内で一致した。

表1 検証用標準試料の測定結果

試料名	測定方向	熱拡散率 / $\times 10^{-6} \text{m}^2\text{s}^{-1}$	
		測定値	認証値 又は校正値
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$	厚さ方向	9.79	9.51
	面内方向	9.04	
等方性黒鉛	厚さ方向	91.8	92.5
	面内方向	92.5	

5. まとめ

サーモウェーブアナライザの測定原理、装置、標準試料の測定結果を示した。本装置は、試料の熱拡散率の異方性やマッピング測定が可能な、従来の装置にはない特徴を持った

装置である。また、比熱容量と密度を別途与えることで熱伝導率を求めることができる。昨今の省エネルギーが強く求められる中、本装置は、正確な熱物性値を得て高精度な製品設計を行うために必要不可欠な装置である。

6. 参考文献

- [1] H. Kato, T. Baba, M. Okaji, “Anisotropic thermal-diffusivity measurements by a new laser-spot-heating technique”, Meas. Sci. Technol., **12** (2001) 2074-2080 289.
- [2] 八田 一郎, 最新熱測定, アグネ技術センター 等
- [3] 羽鳥仁人, 栗野孝昭, 小林千賀子, 林健, 堀江航太, 西剛史, 太田弘道, 第39回日本熱物性シンポジウム講演論文集, (2018), E112
- [4] 熱拡散率認証物質 (NMIJ CRM5807-a) データシート, 産業技術総合研究所
- [5] 羽鳥仁人, 大槻哲也, 久保田隆彦, 関根誠, 八木貴志, 阿子島めぐみ, 第37回日本熱物性シンポジウム講演論文集, (2016), C311

※本データシートに記載された測定結果は典型的な結果を示したもので、個別の測定結果を保証するものではありません。

※本データシートに記載された製品仕様は予告なく変更することがあります。



株式会社ベテル

ハドソン研究所

〒300-0037

茨城県土浦市桜町4-3-18 土浦ブリックビル1階

TEL : 029-825-2620 FAX : 029-307-8451

E-mail : info@btl-hrd.jp

WEB Site : <https://hrd-thermal.jp/>

Facebook : <https://www.facebook.com/bethel.thermal/>