

# SMT 業務紹介

## 「ドロップカロリメータ法による比熱測定」

### ○はじめに

物性評価チームの主な業務内容は、各種材料の熱物性、固体・焼結体特性、電気・磁気特性、X線残留応力測定です。これらの中でも特に高温の熱物性測定を得意としており、今回は高温比熱測定についてご紹介します。

比熱(物質1gの温度を1℃上げるのに必要な熱量)の測定方法としては①DSC(示差走査熱量測定)法、②断熱法、③レーザフラッシュ法等があります。一般には、これらの方法で1000℃以上の測定については、適用範囲外となっています。そのため弊社では、従来よりドロップカロリメータ法(投下法)を用いて高温領域(600~1500℃)の比熱測定を行っております。

今回はその一例としてニッケル(純度:4N)の固体状態・溶融状態の比熱と融解潜熱の測定についてご紹介します。

### ○測定原理

ドロップカロリメータ法は、室温以上の温度に保った試料が室温近傍の平衡温度に達するまでに放出する熱量( $\Delta H$ :エンタルピー変化量)を測定するものです。すなわち、室温にある断熱容器内の銅製放熱室へ所定の測定温度( $x$ ℃)に加熱保持した試料セルを投下し(図1)、試料の持っていた熱量が銅を介して水に伝わり、上昇した水温の温度上昇量( $\Delta T$ )を計測し(図2)、 $(\Delta T - \Delta T_0)$ と水当量より試料の $\Delta H$ を次式により求めます。

$$\Delta H = (H_x - H_{RT}) = C_p \times W \times (\Delta T - \Delta T_0) / m$$

- $\Delta H$  : エンタルピー変化量(J/g)
- $H_x$  :  $x$ ℃における試料のエンタルピー(J/g)
- $H_{RT}$  : 室温における試料のエンタルピー(J/g)
- $C_p$  : 室温における水の比熱容量(J/gK)
- $W$  : 水当量(g)
- $\Delta T$  : 試料+試料セルの時の水温上昇(K)
- $\Delta T_0$  : 試料セルだけの時の水温上昇(K)
- $m$  : 試料の質量(g)

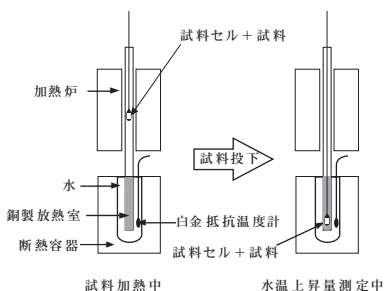


図1 高温比熱測定装置の構成概略

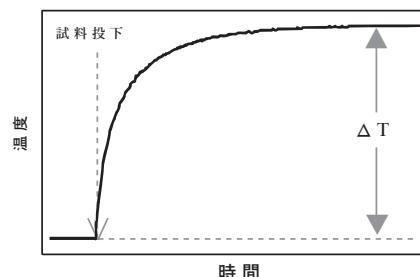


図2 水温測定曲線

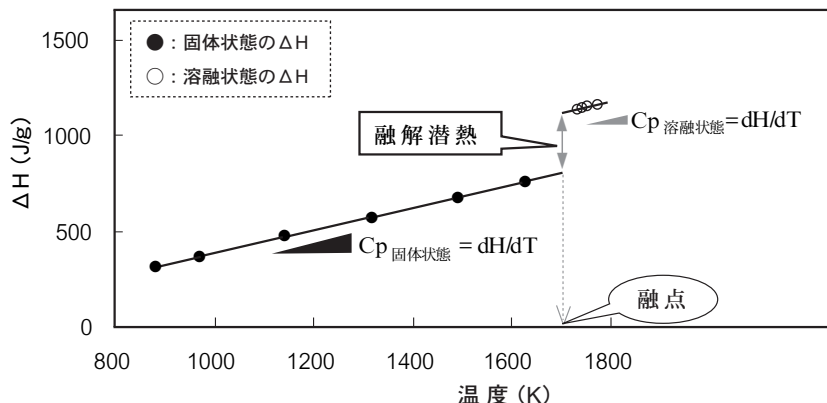


図3 温度とΔHの関係

この測定を評価温度を挟む各温度について行い、温度vs $\Delta H$ の関係式を求めて、その温度微分から比熱を導出します。尚、本測定原理より比熱評価温度領域においてエンタルピーが不連続な場合には、比熱を求めることは不可となります。しかしながら、このエンタルピーギャップより潜熱を求めることが可能です。例えば、融解潜熱については、融点以下の固体状態と融点以上の液体状態の $\Delta H$ をそれぞれの測定し、融点におけるエンタルピーギャップを求めることにより評価が可能となります(図3)。

### ○測定例

ニッケルの固体・溶融状態の $\Delta H$ 測定結果を図3に示します。

次に、図3の測定結果を基に求めた固体状態、溶融状態の比熱測定結果を図4に示します。本結果は文献値と±5%以内にて良く一致しています。

最後に固体状態、溶融状態のそれぞれの温度vs $\Delta H$ の関係(図3)から算出した融解潜熱は308(J/g)であり、本結果も比熱同様に文献値(文献(1):310J/g、文献(2):292J/g)とよい一致を示しています。

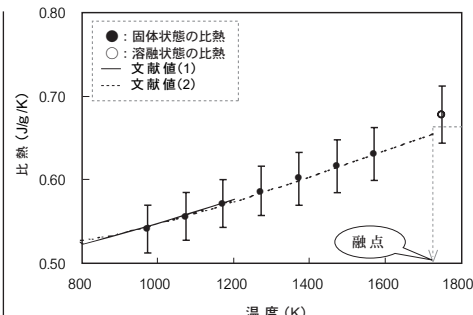


図4 比熱の温度依存性

今回ご紹介させて頂きました、ドロップカロリメータ法は金属以外にもセラミックス等の高温比熱測定にも適用可能です。さらに、常々高温の比熱測定がネックとなるレーザフラッシュ法を用いた熱伝導率測定においても、弊社ではドロップカロリメータ法を併用することにより高温比熱を測定し、高温の熱伝導率を評価しております。

[参考文献]

- (1) 日本熱物性学会編;熱物性ハンドブック, 養賢堂, (1990).
- (2) 日本熱測定学会編;熱力学データベースMALT2, 科学技術社(1992).

受託研究事業部 物性評価チーム  
 廣瀬隆一 田中隆  
 TEL:06-6489-5714 FAX:06-6489-5959  
 E-mail: bussei@smt-co.com