

# 室温以上の熱伝導率測定装置の開発と評価に関する研究

杉村 茂昭 (池部研究室)

## 1. 序 論

材料の熱伝導率は工学的にも物理的にも重要なパラメータである。これまで池部研ではヘリウム冷凍機を用いて10 K~260 Kの温度領域で熱伝導率測定システムを開発して来たが、種々の材料の熱伝導率を評価する必要性からも測定温度領域を広げる必要がある。そこで、本研究は300 K~400 Kにおける熱伝導率(定常法)の測定システムを立ち上げ、さらにこの測定システムを用いて室温以上で金属絶縁体転移を起こす $La_{1-x}Sr_xMnO_3$ の熱伝導率測定を行い、転移近傍での熱伝導率の変化を調べた。

## 2. 実 験

熱伝導率の測定方法には定常法を用いた。これは定常状態に達した試料を用い、その温度勾配と流入熱量より熱伝導率を測定する方法であり、このとき熱伝導率 $\kappa$ は、

$$\kappa = (Q / \Delta T) \cdot (\ell / S) \quad Q: \text{熱流} \quad \ell: \text{端子間距離} \quad S: \text{試料の断面積}$$

で表される。

試料はその一端を銅ブロックにインジウム半田で接触させ、他端には熱源として1 k $\Omega$ のヒーターを絶縁ワニスで接着した。また、温度測定用のアルメル・クロメル熱電対(70  $\mu\text{m}\phi$ )を絶縁ワニスで接着した。そして試料の周りには、輻射による熱の損失を防ぐためシールドをかぶせてある。チャンバー内は油拡散ポンプを用いて $1 \times 10^{-5}$  Torr程度の高真空に保ってある。さらに、300 K以上の測定では輻射による熱損失が測定値に誤差を与えることが考えられるため、以下のことを行った。

- ・ 輻射シールドを熱の伝導のよい銅とステンレスで作製し、材質の違い及びヒーターを用いた輻射シールドの温度勾配の補償を行った。
- ・ 脱ガスをを行うために一度高温に保った。
- ・ 局所的な真空度の悪さを改善するためシールドの穴の数を増やした。

この評価に使用した試料はSUS316及びステンレス標準サンプルSRM1460である。

## 3. 結 果

### 3-1 ステンレス標準サンプルを用いた測定システムの立ち上げ

- ・ 熱損失による影響

fig. 1にはQを変化させて $\Delta T$ を変えた場合の $\kappa$ の測定結果を示している。このときシールドには銅シールドを用いている。 $\Delta T$ の増加に伴い $\kappa$ も増加しているのが分かるが、これにより確実に熱の損失があることが認められた。

- ・ 真空度

サンプルを300 K~400 Kまで測定するうえで、300 Kから加熱(Heating)しながら測定していく場合と400 Kから冷却(Cooling)しながら測定

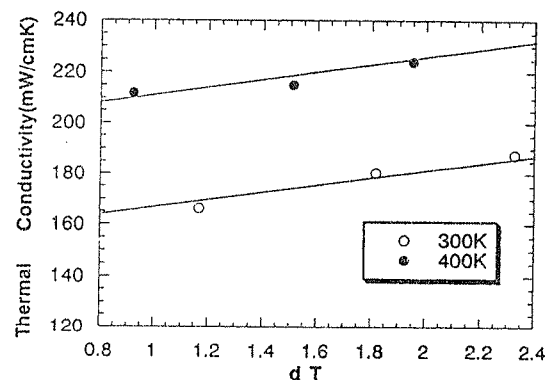


fig. 1 熱伝導率とdT

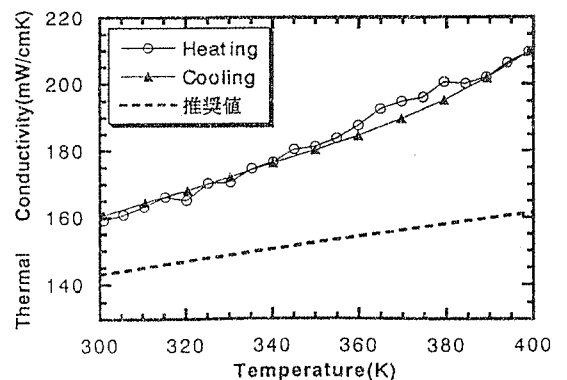


fig. 2 Heating and Cooling

していく場合との違いを比較したグラフがfig. 2である。HeatingよりもCoolingのほうが熱伝導率の値が低めでかつ、より安定していた。これはHeating中はサンプルなどからの脱ガス等の効果が残っていて、真空度を悪くしているからだと考える。

また、シールド内の真空度を上げるため次のような実験も行った。今までシールドの穴は下部に2つだったものをさらにもう2つ、上部にも2つ新しく増やした。(穴の大きさは7mm×7mm)そのときの熱伝導率の値の変化を示したのがグラフがfig. 3(銅製シールドを使った)である。値が推奨値に近づいているのがわかるが、シールド内の局所的な真空度の悪さが改善されたためだと考える。つまり、シールド内の特にサンプル空間の真空度が影響していることが分かった。

### 3-2 La<sub>0.80</sub>Sr<sub>0.20</sub>MnO<sub>3</sub>の測定

研究室で作製したLa<sub>0.80</sub>Sr<sub>0.20</sub>MnO<sub>3</sub>を銅シールドの場合、SUSシールドの場合、SUSシールドに熱の補償をしながら測定した場合で測定した結果がfig. 4である。本来ならば、熱の補償は測定温度に応じて行う必要があるが、今回はシールドに1.2kΩのヒーターを接着して、常に314mAの電流を流した。La<sub>0.80</sub>Sr<sub>0.20</sub>MnO<sub>3</sub>の300K~400Kにおける推奨値はないものの既に10K~300Kまでのκは測定されており、それに自分が測定した300K~400Kのκを重ねて考えてみて、熱の補償のあるときはないときに比べ値が低めであった。また、銅シールドのときは他のときに比べて最も熱伝導率の値が低く安定的で、300Kにおいて以前に測定した値に最も近かった。

また、既に測定された電気抵抗率に自分が測定した熱伝導率を重ねたグラフがfig. 5である。これより、340K付近の磁気転移温度で熱伝導率の値も変化することを確認した。

## 4. まとめ

これまで行って来た実験により、以下の4点が明らかになった。

- ・ ΔTを変化させた時の熱伝導率をみる実験からヒーターから確実に熱が逃げていて、その1つの原因として輻射が考えられる。

- ・ 現在の測定装置においてSRM1460の測定結果より、誤差は300Kでは約12%、400Kでは約30%であった。しかしながらサンプルのサイズ(表面積や端子間距離)も熱伝導率に影響を及ぼすものと考え、現在実験中である。

- ・ 輻射シールド内部の局所的な真空度が熱伝導率に影響を与えていることが分かった。

- ・ この測定装置について、絶対値にまだ多少の問題はあるものの少なくとも相対的变化は測定することができた。

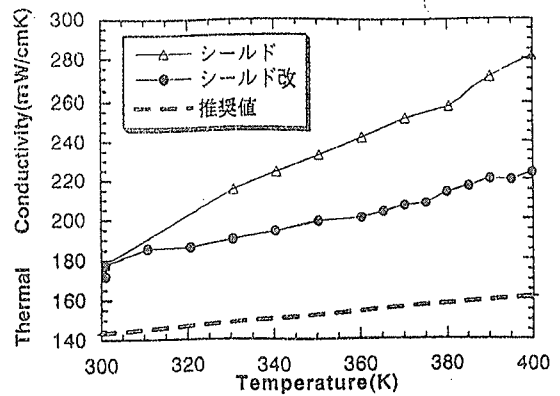


fig. 3 真空度

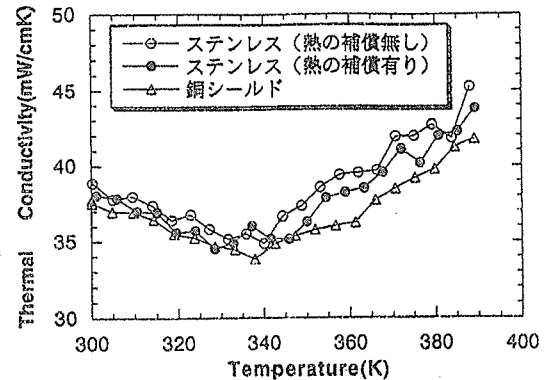


fig. 4 シールド別の

La<sub>0.80</sub>Sr<sub>0.20</sub>MnO<sub>3</sub>の測定

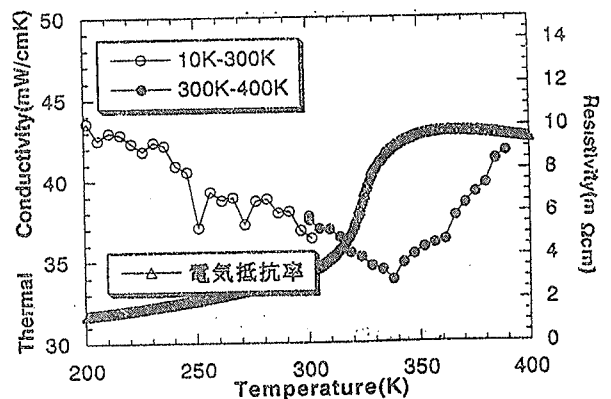


fig. 5 La<sub>0.80</sub>Sr<sub>0.20</sub>MnO<sub>3</sub>の熱伝導率と電気抵抗率