

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4812026号
(P4812026)

(45) 発行日 平成23年11月9日(2011.11.9)

(24) 登録日 平成23年9月2日(2011.9.2)

(51) Int.Cl. F I
GO 1 N 25/18 (2006.01) GO 1 N 25/18 H

請求項の数 2 (全 7 頁)

<p>(21) 出願番号 特願2007-36462 (P2007-36462) (22) 出願日 平成19年2月16日 (2007. 2. 16) (65) 公開番号 特開2008-202960 (P2008-202960A) (43) 公開日 平成20年9月4日 (2008. 9. 4) 審査請求日 平成20年6月11日 (2008. 6. 11)</p> <p>(出願人による申告) 文部科学省平成18年度電源開発促進対策特別会計による委託事業題目「効果的環境負荷低減策創出の為の高性能Am含有酸化物燃料の研究」の委託契約(「18開原研第32号」)の成果に係る出願(産業活力再生特別措置法第30条の適用を受けるもの)</p>	<p>(73) 特許権者 505374783 独立行政法人日本原子力研究開発機構 茨城県那珂郡東海村村松4番地49 (73) 特許権者 000161932 京都電子工業株式会社 京都府京都市南区吉祥院新田二の段町68番地 (74) 代理人 100083172 弁理士 福井 豊明 (72) 発明者 廣沢 孝志 茨城県東茨城郡大洗町成田町4002 独立行政法人日本原子力研究開発機構 大洗研究開発センター内</p>
---	---

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 熱物性測定装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

レーザフラッシュ法において、
 試料よりの放射光を波長域に対応して複数の分岐光に分岐するビームスプリッタと、
 それぞれの分岐光に対応して配設された、波長感度の異なるセンサと、
 を備えた熱物性測定装置であって、
上記試料からの放射光の波長域を、試料温度域に対応させた、所定の温度以下と以上で使用センサを切り替える切り替え手段を備えた熱物性測定装置。

【請求項2】

上記使用センサのそれぞれからの出力を平行して解析に使用する請求項1に記載の熱物性測定装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、熱物性測定装置に関し、特に、広い温度域での熱物性の測定を容易にする熱物性測定装置に関するものである。

【背景技術】

【0002】

物質の熱物性を測定する方法として、レーザフラッシュ法と称される方法がある。測定対象試料を所定の温度に保った状態で、パルスレーザ光を照射する(このパルスレーザに

よるフラッシュ加熱法をレーザフラッシュ法と称している)と、レーザ光が照射された部分(例えば試料の表側)は温度が上昇する。この温度上昇にともなって、試料の例えば裏側からは裏面温度に対応する波長の赤外光を放射し、その強度を測定し解析することによってその試料の熱特性(熱拡散率、熱伝導度)を知ることができる。

【0003】

上記方法において、参照試料と測定対象試料に対して同時にレーザ光を照射して、その裏面の温度変化を比較測定する、示差熱量法と称される方法がある(図1参照)。この方法であると、試料の熱拡散率だけでなく、比熱も同時に求めることができ有益である。

【0004】

一方、室温域から高温域(例えば2000)に渡って、熱物性を調べようとするとき、試料温度に応じて試料から放射する赤外線波長の波長が変化する。図2は黒体についてその様子を示すものであって、試料(黒体)温度が高いほど、試料から放射する赤外線の強度のピークは波長の短い方にシフトすると共にピーク値は高くなる。他方、その放射光を計測するセンサは、図2に示すように、そのセンサの材料によって、感度が波長依存性を持つ。例えばSiは1 μm程度以下、InSbは2~5 μmの波長に対して強い感度をもつ。従って、上記のように室温から高温に渡って高精度に熱物性を調べようとするとき、温度に応じてセンサを交換する必要がある。

10

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

上記示差熱量法は、参照試料と測定対象試料に対して同時にレーザ光を照射して加熱するとともに、それぞれの試料の裏面温度の上昇を独立に測定する必要があるところから、光学系の調整に精度を要する。しかしながら、上記のように広温度帯域に渡って測定しようとするとき、温度に応じてセンサを交換する必要があるが、装置が稼動中にセンサを交換することは、上記精度の問題を勘案すると殆ど不可能であった。また、上記のように2つの試料を使用する示差熱量法でなくても、稼動中にセンサを交換することは測定精度に影響を与えるため、好ましい結果を生むことはなかった。

20

【0006】

本発明は、上記従来の事情に鑑みて提案されたものであって、広温度帯域で光学素子の交換をすることなく、熱物性の測定が可能な熱物性測定装置を提供することを目的とするものである。

30

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明は上記の目的を達成するために以下の手段を採用している。すなわち、レーザフラッシュ法において、ビームスプリッタで試料より発する放射光を、波長帯域に対応して複数に分岐し、それぞれの分岐光に対して、上記波長帯域で優れた感度を示すセンサを配設する。ここで、上記試料より放射される赤外線の波長は試料温度に依存する。そこで、上記構成に加えて、試料温度に応じてセンサを切り替える切り替え手段を備えるようにする。これによって、測定温度域が広範囲に跨るときであっても、放射温度計のセンサを交換することなく、計測が可能となる。

40

以上

【発明の効果】

【0008】

以上のように本発明では、広温度帯域で光学素子の交換をすることなく、熱物性の測定が可能な熱物性測定装置を提供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

50

図1は本発明が適用される示差熱量法の原理を示す図である。

【0010】

炉本体4の内部空間に置かれた測定対象試料S1と参照試料S2にパルスレーザー光Rがその表側に照射されると、各試料の温度は僅かに上昇し、それに対応する赤外線を放射する。この各試料S1、S2の裏側から発光する赤外線を光学系を介して放射温度計100の受光素子A、Bで受光し、光電変換して出力する。これによって、プリアンプ120からは測定対象試料S1の温度が T_m 変化するときの出力変化(a)と、参照試料S2の温度が T_r 変化するときの出力変化(b)が得られることになる。ここで、参照試料S2の比熱は予めわかっているため、当該参照試料S2の温度上昇と測定対象試料S1の温度上昇との比較から測定対象試料の比熱が求められ、また、測定対象試料S1の温度上昇の応答時間と試料S1の厚さより熱拡散率が求められることになる。さらに、上記比熱と熱拡散率より熱伝導率が求められる。すなわち、熱特性(熱伝導率、熱拡散率、比熱)を求めることができる。

10

【0011】

この測定を広い温度域で実行する場合、上記図2を用いて説明したように、温度域に対応して試料の放射する赤外光の波長がシフトするとともに、その強さも変化する。常温付近では8 - 13 μm の波長の赤外線の強度がピークであるが、1500 近辺では1.55 μm 、3000 近辺では0.9 μm の波長の赤外線の強度がピークとなっている。

【0012】

一方、温度センサは特定の狭い範囲の波長域にしか対応していないので、広温度域での測定を試みる場合、1種類のセンサでは対応できないことになる。これに対応して各温度域(波長域)に感度のよいセンサーを選択するとすれば、図2から明らかなように、例えば1600 以下はInSb、それ以上の温度ではSiを用いるのが、適正ということになる。

20

【0013】

上記は示差熱量法についての説明であるが、本発明は示差熱量法だけでなく、通常のレーザーフラッシュ法(試料が測定対象試料のみ)においても適用可能であるので、以下試料は単に「試料」とのみ表現する。

【0014】

図3は、本発明の熱物性測定装置が適用されるシステムの概要を示す図であり、図4は本発明が適用される熱物性測定装置の放射温度計の概要を示すブロック図である。

【0015】

炉4の内部には試料台(図示しない)が配設され、試料Sが載置されるとともに、所定の温度に加熱される。この試料Sに対して、レーザーユニット150からのレーザー光が、光ファイバ160を介して、炉外上方に設けられた光学窓7を透過して照射できるようになっている。更に、レーザー光を照射することによって変化する試料の温度を炉外下方の光学窓8を介して放射温度計100で測定することができるようになっている。尚、当然のことながら、上記光ファイバ160の入力端にはレンズ161が、出力端にはレンズ162が備えられ、また、光ファイバ160の間にはモードミキサ163が備えられ、光ファイバ160内の光の強度分布を均一にしている。

30

【0016】

この構成によって、レーザー光が照射された試料の、当該レーザー照射面(表面)の温度は上昇し、次第に試料裏面に伝導する。上記したように、測定用の光学窓8の後方には、放射温度計100が備えられ、上記試料が放射する赤外線の強度を測定することによって、上記温度上昇の状態を把握できるようになっている。放射温度計100の出力は差動アンプ120と解析用のPC130に入力され具体的な数値あるいはグラフとして表示されるようになっている。

40

【0017】

上記したように、測定用の光学窓8からの放射光を受けて、図4に示す放射温度計100が備えられる。この放射温度計100には上記光学窓8からの出力を受けるビームスプリッタ101が配置され、当該ビームスプリッタ101で試料からの放射光を波長に応じて2岐に分岐している。すなわち、2 μm 以下の波長を透過させ、それ以上を90度反射さ

50

せる。上記 $2 \mu\text{m}$ 以上の長波長の赤外線は InSb 受光素子 111 に、また、 $2 \mu\text{m}$ 以下の短波長は Si 受光素子 121 に導かれる。

【0018】

炉 4 には図示しない温度計が配設されて、炉内の温度を測定し、種々の制御に使用されるようになっている。この温度計の出力は図 3 に示すスイッチ（切り替え手段）140 に導かれ、温度が $1,600$ 以下では InSb 受光素子の出力を、 1600 以上では Si 受光素子の出力を採用するようになっている。尚、当該スイッチはソフトスイッチであっても、ハードスイッチであってもよいことはもちろんであり、また、スイッチで切り替えることなく InSb と Si のそれぞれの受光素子の出力信号を同時に用いることも可能である。

【0019】

尚、上記図 3 において、炉 4 の周壁には、該炉 4 の断熱性を高めるために真空層を形成し、真空装置 41 が備えられる。また、上記 2 つの試料に適正にレーザー光が照射されているか否か、すなわち上記モードミキサ 163 が適正に作動していることを確認するためのビームプロファイルモニタ 42 とモニタ 43 が備えられている。また、図 4 において、サンプリング時のみシャッタ 102 を開く構成になっている。更に、上記光学窓 8 からの放射光は反射ミラー 81 を介して放射温度計 100 に入力されるようになっている。

【0020】

図 5 は、加熱炉制御温度に対する InSb 受光素子（図 5 (a)）ならびに Si 受光素子（図 5 (b)）の出力の概念図を示すものであり、時刻 t_0 でパルスレーザーが照射されその後、試料の裏面の温度が上昇していく状態を表している。InSb 受光素子は、図 5 (a) の破線 2000 の方が実線の 1000 よりも遥かに大きな出力を示す。一方、Si 受光素子は、図 5 (b) の実線 2000 の方が破線の 1000 よりもはるかに大きな出力を示す。

【0021】

このことから、加熱炉制御温度が約 1500 （図示していないが）を境に、 1500 未満の場合には、InSb 受光素子の出力を使用して熱物性の測定を行うことで高精度を達成する。また、 1500 より大の場合には、Si 受光素子の出力を使用して熱物性の測定を行うようにするものである。

【0022】

尚、本例では、InSb 受光素子と Si 受光素子について例示したが、他の材料で、InSb 受光素子ならびに Si 受光素子と同様な性質を持つ受光素子を利用できることはもちろんである。

【0023】

以上説明したように、本発明はレーザーフラッシュ法において、試料からの赤外線を長波長域と短波長域に分岐し、所定の温度でいずれかの域の波長に対応するセンサを選択できるようにしているので、低温域から高温域までセンサを交換しないで熱物性を測定できるので、精密な測定が可能となる効果がある。特に、2 つの試料に対して光学系の調整が必要な示差熱量レーザーフラッシュ法では煩雑光学系の調整をする必要が全くないので、測定精度、作業の単純化等の多大の効果がある。

【産業上の利用可能性】

【0024】

本発明は、熱物性測定装置において、試料よりの放射光を波長域（温度域）に対応して分岐し、それぞれの波長域に対応するセンサを用いて上記放射光を測定できるようになっているので、試料温度によって変化する、試料からの放射光をセンサの交換作業をしないで測定でき、産業上の利用可能性が高い。

【図面の簡単な説明】

【0025】

【図 1】本発明の適用される示差熱量法の原理を説明する概念図。

【図 2】黒体の温度 放射特性とセンサ感度を示す図

【図 3】本発明の適用されるシステムの概念図。

10

20

30

40

50

【図4】本発明の光学系の概念図。

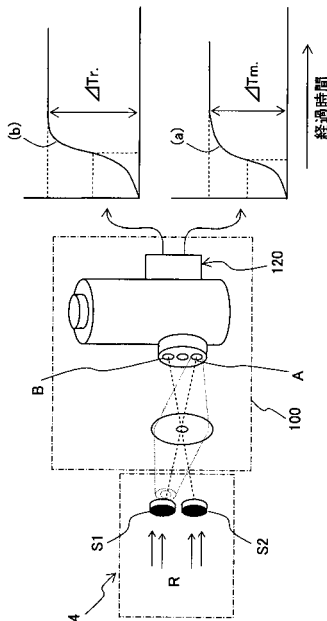
【図5】SiとInSbによる、低波長域と長波長域の出力の比較を示す図。

【符号の説明】

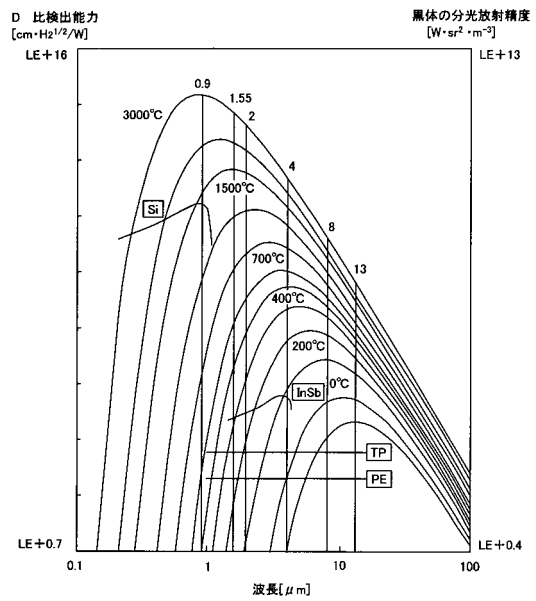
【0026】

- 100 放射温度計
- 101 ビームスプリッタ
- 111 InSb受光素子
- 121 Si受光素子

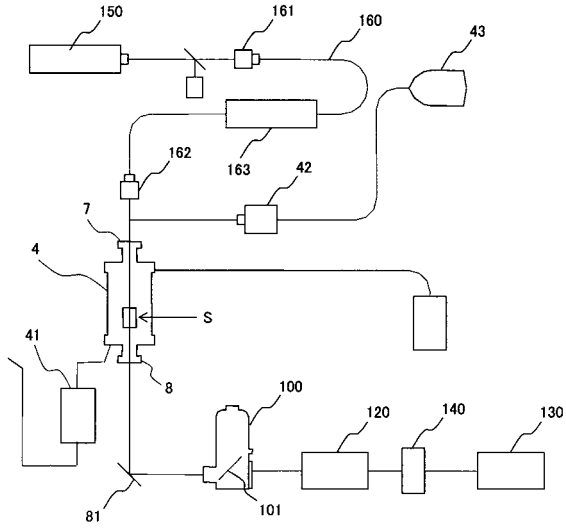
【図1】



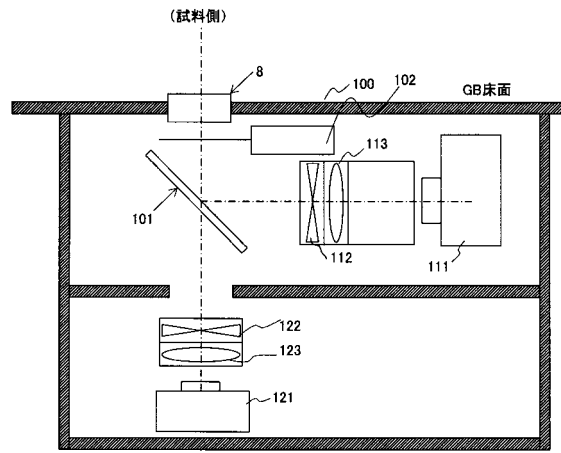
【図2】



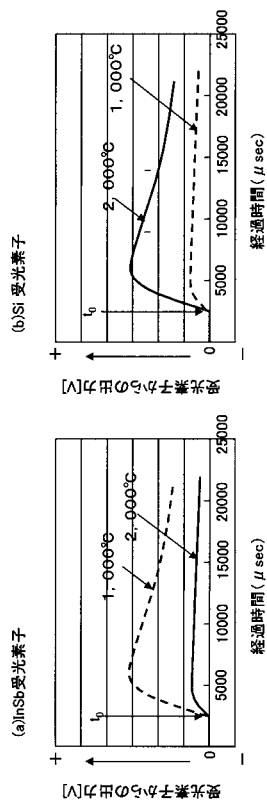
【 図 3 】



【 図 4 】



【 図 5 】



フロントページの続き

(72)発明者 佐藤 勇

茨城県東茨城郡大洗町成田町4002 独立行政法人日本原子力研究開発機構 大洗研究開発センター内

(72)発明者 手嶋 康介

福岡県北九州市戸畑区中原新町1-2 京都電子工業株式会社内

審査官 高見 重雄

(56)参考文献 特開昭61-010750(JP,A)

特開昭58-168943(JP,A)

特開平03-237346(JP,A)

特開平06-259675(JP,A)

手嶋康介, 野村俊英, 加納喜代継, レーザフラッシュ示差熱量法の進展, Thermophys Prop, 日本, 2004年10月20日, Vol.25th, Page.213-215

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N 25/00 - 25/72