

強制レイリー散乱法を用いた温度伝導率の動態測定法の開発

80123559 元祐昌広 指導教員 長島昭 教授

1. 緒言

組成、構造や相など種々の物質変化に伴って物性値はその変化を反映して変動している。そのため、物質が変化する過程における物性変動の追跡測定を行うことや、追跡測定を行うことによってその物質変化の進行度合や変化の有無を検知することは、その変化を詳細に記述する場合や、変化を動的に制御する場合において有効な手段であるといえる。こういった計測概念を本研究では「動態測定」と呼ぶ。

一方、温度伝導率は物質の熱的性質を代表する熱物性値のひとつであり、非定常熱伝導を考える場合には必要不可欠である。物質が変化していく過程の温度伝導率変動を測定することは、物質変化過程の詳細な評価や解析につながるだけでなく、物質変化における温度状態を動的観点から制御する、新しい動的熱制御技術へ応用される可能性を有しており、その意義は大きい。

また、ゲルは種々の産業で利用されており、固体と液体の中間の性質を持つ物質としてその用途は拡大している。中でも Gellan gum は透明・耐熱・耐酸性に優れ、価格と品質安定性の面からも食品工業等への応用が注目されている。温度によって物理ゲルを形成することは知られているにも関わらず、その熱特性については未だよく分かっていない。

本研究は熱物性値の動態測定法の確立を目指し、光学的測定法である強制レイリー散乱法による温度伝導率の動態測定装置を開発した。また、Gellan gum のゲル化過程を対象として温度伝導率の測定を行うことで、動態測定による構造変化の検知を目的とする。

2. 測定原理

測定法には強制レイリー散乱法 (Forced Rayleigh Scattering Method: 以下 FRSM)^[1] を用いた。原理図を Fig.1 に示す。加熱用レーザーを等強度の 2 光束に分け、試料上で交差するよう照射すると、試料がその干渉パターンで加熱され、干渉縞に対応した温度分布が形成される。加熱領域に試料に吸収されない波長の観察用レーザーを照射すると、温度分布に対応した屈折率分布が位相型回折格子としてはたらき、回折光を得ることができる。加熱終了後、温度分布は熱伝導によって均一化し、このとき 1 次回折光強度 I_1 は(1)式で表される。

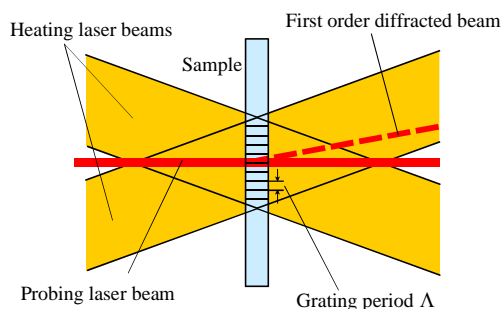


Fig.1 Principle of FRSM.

$$I_1(t) \propto \exp\left(-\frac{2t}{\tau}\right) \quad (1)$$

ここで τ は熱伝導の時定数である。そして試料の温度伝導率 a は時定数 τ と干渉縞間隔 Λ によって(2)式のように記述される。

$$a = \frac{1}{\tau} \left(\frac{\Lambda}{2\pi}\right)^2 \quad (2)$$

I_1 の挙動より τ を求め、 Λ を測定することによって温度伝導率 a を決定することができる。FRSM の特徴として、非接触、高時間分解能 (μs オーダー)、高空間分解能 (μm オーダー) 等があり、変化している物質の局所的な温度伝導率を高速で繰り返し測定することができ、動態測定法としての応用性に富んでいると考えられる。

3. 測定装置概略

本研究では新たに温度伝導率動態測定用装置の設計・開発を行った (Fig.2)。加熱用には波長 $10.6 \mu\text{m}$ 、全発出力 10W の CW- CO_2 レーザーを用い、レーザー光は Chopper によりパルス光に変換された後に Beam splitter (BS) で分割されて交差するように試料に照射される。観察用には波長 632.8 nm 、出力 15mW の He-Ne レーザーを使用し、得られた回折光を光電子増倍管 (PMT) に導く。PMT で電気信号へと変換された信号は DSO を経て GP-IB を介して PC へと取り込まれる。また、Lens (L3) で観察領域を変えることができ、試料の特定領域の温度伝導率を測定することができる。試料セルはセル窓及びスペーサーをアルミニウム板で挟んで固定する構造で、セル窓には $10.6 \mu\text{m}$ と 632.8 nm の両波長での減反射コーティングを施した ZnSe 及び BK7 光学窓を用い、セル窓間のスペーサーによって試料厚みを設定することができる。本研究では観察領域を約 1 mm^2 、試料厚みを 1 mm とした。また、試料はセル下部のシートヒーターによって加熱され、供給電圧をコントロールすることで温度調節を行い、熱電対 (Type K) をセル上部より試料に直接挿入することで温度計測を行う。

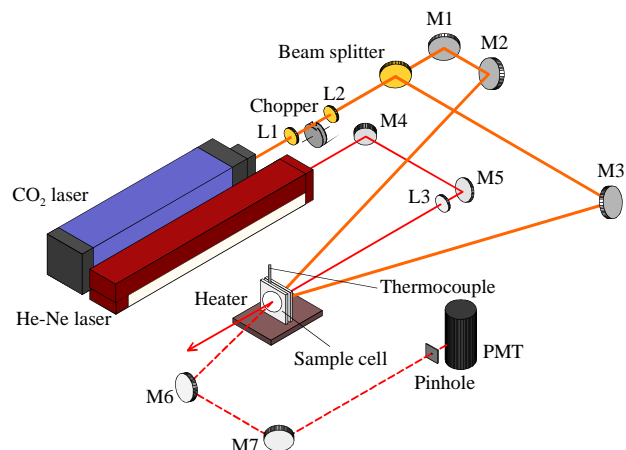


Fig.2 Schematic diagram of experimental system.

4. 動態測定装置の開発

加熱光である CO₂ レーザーの CW をパルス光へ変換する Chopper には、パルス幅 50 ~ 1000 μ s, パルス間隔 0.1 ~ 数 s のパルス光を 100 % 欠落なく生成するために、安定性、時間応答性を考慮してブラシレス DC モーター、ステッピングモーターを用いた連動式 Chopper を製作した。ブラシレス DC モーターのホール素子の制御信号をステッピングモーターの入力信号とすることで、2 モーター間の回転比率が一定となる機構で、この Chopper を用いることで連続して試料をステップ加熱することが可能である。

また「温度伝導率リアルタイムモニタリング」を行うためには、信号処理の過程を高速化する必要があるといえる。信号の取り込みに関しては、本装置ではデータ 1point の容量を DSO の垂直分解能と等しい 8bit とすることで 30 ms 以内での取り込みを可能とした。よって加熱から信号取り込みまでの操作を毎秒数十回行うことができる。さらに解析過程において非線形最小 2 乗フィッティングを行って温度伝導率を算出する際、その時間を 1 s 以下としたことから、加熱から温度伝導率算出までの一連測定においてほぼ毎秒の時間分解能を可能とした。

5. 測定結果及び考察

装置の構築後装置の健全性を確認するために、試料に水を用いて 303, 313, 323 K で温度伝導率を予備的に測定したところ、測定値のばらつきはそれぞれ $\pm 1.0\%$, $\pm 2.2\%$, $\pm 2.5\%$ となった。

1wt% Gellan gum 水溶液の 323 K からの冷却過程において温度伝導率の動態測定を、加熱時間 1000 μ s, 干渉縞間隔 44.1 μ m, 測定間隔 2 s の条件下で行った。このときの温度と温度伝導率の測定結果を Fig.3 に示す。46 min. を境にして温度伝導率の挙動が変化し、約 30% 減少する様子を確認することができた。この時点付近の拡大図を Fig.4 に示す。このときの試料温度は 303 K であり、他研究者のゾル - ゲル転移温度の測定例^[2]とほぼ一致している (Fig.5) ことから、この温度伝導率変化はゲル化によるものであることが分かる。この結果から、温度伝導率の変化によってゲル化を検知することが可能であることを示すことができたといえる。

また、Gellan gum の濃度を変えた測定では、高濃度の水溶液の温度伝導率は小さく、Gellan gum が温度伝導率に負の濃度依存性を有することが分かった。

6. 結論

強制レイリー散乱法を用いた温度伝導率の動態測定用装置を新たに構築し、Gellan gum のゲル化過程の測定に適用した。その結果、温度伝導率の挙動が変化する点よりゲル化点の検知ができることを示した。また、Gellan gum が温度伝導率に負の濃度依存性を持つことを測定によって明らかにした。

温度伝導率の連続測定によって物質の構造変化を検知することが可能であること示し、温度伝導率の動態測定法の有効性を示すことができた。

参考文献

- [1] Y. Nagasaka *et al.*, *Rev. Sci. Instrum.*, **59**, 7, 1156 (1986).
 [2] K. Nishinari (eds.), *Progr. Colloid Polym. Sci.*, **114**, (1999).

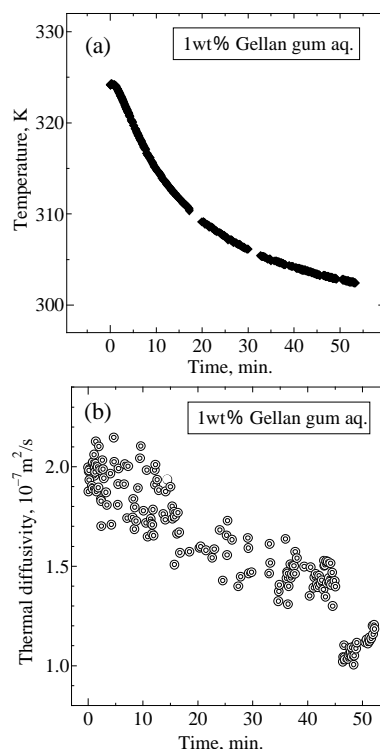


Fig.3 Results of dynamic measurement. (a) Temperature. (b) Thermal diffusivity.

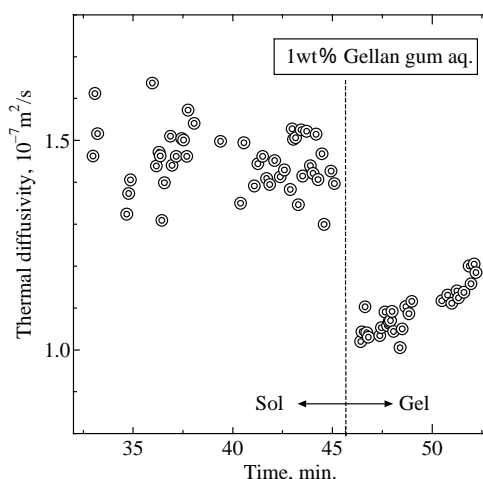


Fig.4 Thermal diffusivity profile of 1 wt% gellan gum aq.

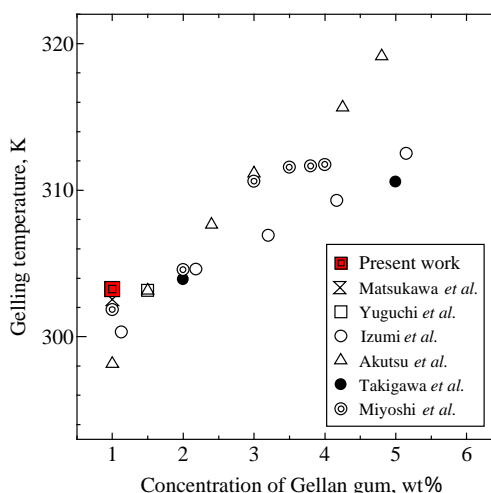


Fig.5 Gelling temperature of gellan gum aq.