(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2010 年 9 月 10 日(10.09.2010)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2010/101006 A1

(51) 国際特許分類:
G01N 25/20 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2010/051922

(22) 国際出願日: 2010 年 2 月 10 日(10.02.2010)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2009-052886 2009 年 3 月 6 日(06.03.2009) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 独立行政法人産業技術総合研究所(NATIONAL INSTITUTE OF ADVANCED INDUSTRIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY) [JP/JP]; 〒1008921 東京都千代田区霞が関１丁目３番１号 Tokyo (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 渡辺　博道 (WATANABE Hiromichi) [JP/JP]; 〒3058563 茨城県つくば市梅園１－１－１　中央第３　独立行政法人産業技術総合研究所内 Ibaraki (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

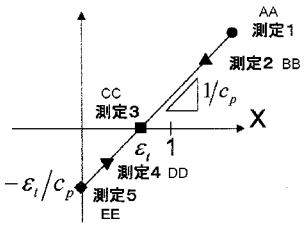
— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

WO 2010/101006 A1

(54) **Title**: METHOD AND DEVICE FOR DETERMINING SPECIFIC HEAT CAPACITY AND SEMISPHERICAL TOTAL EMISSIVITY OF CONDUCTIVE SAMPLE

(54) 発明の名称 : 導電性試料の比熱容量及び半球全放射率の測定方法及び装置

[図6]



AA... MEASUREMENT 1
BB... MEASUREMENT 2
CC... MEASUREMENT 3
DD... MEASUREMENT 4
EE... MEASUREMENT 5

$$X = \frac{VI}{A\sigma_{SB}\left(T_m^4 - T_0^4\right)} \quad (1)$$

$$Y = \frac{m\left(dT/dt\right)}{A\sigma_{SB}\left(T_m^4 - T_0^4\right)} \quad (2)$$

$$Y = \left(1/c_p\right)X - \varepsilon_t/c_p \quad (3)$$

(57) **Abstract**: Improved is the accuracy of the result of determination of the specific heat capacity and semispherical total emissivity of a conductive sample at high temperatures by solving the problem of the electromagnetic interference noise and the nonuniformity of the sample temperature distribution by means of a low cost device. A method and device for determining the specific heat capacity and semispherical total emissivity of a conductive sample is characterized by comprising a step of rapidly heating the conductive sample by current application and causing the temperature of the sample to reach a target temperature Tm, a step of varying the current immediately after the temperature reaches the target temperature and calculating multiple values of X and those of Y for different currents from the rate of change of the temperature dT/dt, the current I flowing through the sample, and the measurement data relating to the voltage drop V of the sample immediately after the variation using relations (1), (2) of X and Y, (where A is the effective surface area of the sample, σ_{SB} is the Stefan-Boltzmann constant, T_m is the target temperature, and T_o is the ambient temperature of the sample) and a step of calculating the specific heat capacity c_p and the semispherical total emissivity ε_t from the slope and intercept of the approximately derived linear expression of X and Y using the fact that X and Y are in a linear relation (3) for multiple values of X and those of Y obtained when the current after the temperature reaches the target temperature is varied.

(57) 要約:

[続葉有]

本発明は、低コストな装置により上述の電磁干渉ノイズや試料温度分布の不均一性の問題を解決して高温における導電性試料の比熱容量及び半球全放射率の測定結果の確度を向上させることを課題とする。　導電性試料に通電して急速加熱し、該試料を目標温度T_mに到達させるステップ、目標温度に到達直後に該電流を変化させ、その直後の温度変化率dT/dt、試料を流れる電流Ｉ、試料の電圧降下Ｖの測定データから異なる該電流に対応する複数のＸとＹの値を次のＸとＹの関係式により算出するステップ、（式中のＡは試料の有効表面積、σ_{SB}はステファン・ボルツマン定数、T_mは目標温度、T_oは試料周囲の温度である。）　及び目標温度到達後の該電流を様々な値に変えた場合に得られる複数のＸとＹの値に対して、ＸとＹが次式に示す線形関係を持つことを利用して、近似的に導出したＸとＹの１次式の傾きと切片の値から比熱容量c_p及び半球全放射率ε_tを算出するステップを含むことを特徴とする導電性試料の比熱容量及び半球全放射率の測定方法及び装置。

明　細　書

発明の名称 ：

導電性試料の比熱容量及び半球全放射率の測定方法及び装置

技術分野

[0001] 本発明は、高温における導電性試料の比熱容量及び半球全放射率の測定方法及び装置に関するものである。

背景技術

[0002] 高温における導電性試料の比熱容量及び半球全放射率の測定については従来より次のような熱量法を原理とする測定方法が採用されている。

（１）古典的なパルス通電加熱技術を利用した熱量法（非特許文献１参照）

（２）フィードバック制御パルス通電加熱技術を利用した熱量法（非特許文献２参照）

（３）試料の温度分布を考慮したパルス通電加熱技術を利用した熱量法（非特許文献３、４参照）

以下簡単に紹介する。

[0003] 古典的なパルス通電加熱技術を利用した熱量法は、１５００Ｋ以上の高温における導電性試料の比熱容量と半球全放射率を測定する際に利用される一般的な方法である。この方法を実施するために使用される典型的な装置の概略を図１に示す。この方法では、試料にバッテリーを通じてパルス状の大電流を流して試料を瞬間的に加熱する。そして、その際の試料を流れる電流Ｉと試料における電圧降下Ｖ及び試料の温度Ｔを連続測定する。Ｉの値は、試料に直列接続した標準抵抗における電圧降下の測定値から算出すると共にＴの値は放射温度計により測定して決定する。室温から急速に通電加熱された試料の中央付近の温度分布は短時間内では一様であり、試料から周囲への熱移動は熱放射が支配的であると仮定できるため、試料中央部での単位体積当たりの熱収支関係は次式［数１］で表される。

[0004]

[数1]

$$mc_p(dT/dt) = VI - A\varepsilon_t\sigma_{SB}(T^4 - T_0^4)$$

[0005] ここでｍは、前述のＶを測定する領域に対応する試料の有効質量、ｃ$_p$は試料の比熱容量、Ａは前述のｍに対応する試料の有効表面積、ε_tは試料の半球全放射率、σ_{SB}はステファン・ボルツマン定数、Ｔ$_0$は試料周囲の温度である。

[0006] 測定では図２に示すような温度変化を観測することになるが、電流を停止して試料が降温中であっても冷却開始直後であれば試料の温度分布が一様に保持されるとみなして［数１］が成立すると仮定する。この仮定の上で、昇温時(添字h)と降温時(添字c)における目標温度Ｔ$_m$における熱収支式はそれぞれ次式［数２］で表される。

[0007] [数2]

$$mc_p(dT/dt)_h = VI - A\varepsilon_t\sigma_{SB}(T_m^4 - T_0^4) \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots [数２－１]$$
$$mc_p(dT/dt)_c = -A\varepsilon_t\sigma_{SB}(T_m^4 - T_0^4) \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots [数２－２]$$

[0008] そして、式［数２－１］、式［数２－２］を連立することにより比熱容量ｃ$_p$と半球全放射率ε_tを次式［数３］により算出することができる。

[0009] [数3]

$$c_p = VI/\left[m\left\{(dT/dt)_h - (dT/dt)_c\right\}\right] \cdots\cdots\cdots\cdots [数３－１]$$

$$\varepsilon_t = VI(dT/dt)_c/\left[A\sigma\left(T^4 - T_e^4\right)\left\{(dT/dt)_h - (dT/dt)_c\right\}\right] \cdots\cdots [数３－２]$$

[0010] 次に述べるフィードバック制御パルス通電加熱技術を利用した熱量法は、（１）の技術を発展させた方法である。（１）の技術との違いは、電流制御スイッチにMOSFET等の半導体素子を用いることにより電流のON/OFFのみならず試料温度を基準パラメータとして電流をフィードバック制御することにより試料温度を短時間だけ温度一定に保持する機能を有する点である。この機能により試料を目標温度Ｔ$_m$の定常状態に保持した場合には上記［数１］の左辺は零とみなせるため、半球全放射率ε_tは次式［数４］により算出できる。

[0011] [数4]

$$\varepsilon_t = VI / \left\{ A\sigma_{SB} \left(T_m^4 - T_0^4 \right) \right\}$$

[0012] 更に、得られた半球全放射率と加熱時の温度変化から次式［数５］により比熱容量を算出することができる。

[0013] [数5]

$$c_p = \left\{ VI - A\varepsilon_t \sigma_{SB} \left(T_m^4 - T_0^4 \right) \right\} / \left\{ m \left(dT / dt \right)_h \right\}$$

[0014] 次に述べる試料の温度分布を考慮したパルス通電加熱技術を利用した熱量法による比熱容量の測定方法は、（１）の技術を発展させた方法である。（１）の方法との違いは、冷却中の試料の温度とその時間変化率として放射温度計が測定する値ではなく、電気抵抗率の値から導出した温度を用いる点である。電気抵抗率から導出した温度を用いる理由は、急速加熱が終了して試料が冷却状態になると試料の温度分布は伝導熱損失の影響により急速に不均一になるため、単に試料表面の一部のみを観測する放射温度計が示す温度は試料全体の温度分布を考慮した実効温度と偏差を生じるためである。（３）の技術による比熱容量の具体的な実施方法は、急速加熱により目標温度T_mへ到達させた後も電流をわずかに流すことにより４端子法原理による電気抵抗率測定を冷却中も継続し、得られた電気抵抗率の値から実効的な温度を算出し、その実効温度を式［数３－１］中に代入して比熱容量を算出する（非特許文献３）。

また、温度分布を考慮したパルス通電加熱技術を利用した熱量法による半球全放射率の測定方法は、（２）の技術を発展させた方法である。この方法では、電流のフィードバック制御により試料温度を一定に保持した上で同時に測定される電気抵抗率の値から算出される実効的な温度の変動に対応するエンタルピー減少や伝導熱損失の効果を考慮した解析により半球全放射率を算出する（非特許文献４）。

先行技術文献

非特許文献

[0015] 非特許文献1：A. Cezairliyan, J. L. McClure, and C. W. Beckett: J. Res. National Bureau of Standards, Vol. 75C, 7(1971).

非特許文献2：T. Matsumoto and A. Cezairliyan: Int. J. Thermophys. Vol. 18, 1539 (1997).

非特許文献3：H. Watanabe: Rev. Sci. Instrum., Vol. 77, 036110 (2006).

非特許文献4：H. Watanabe and T. Matsumoto: Rev. Sci. Instrum., Vol. 76, 043904 (2005).

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0016] （従来技術の問題点）

パルス通電加熱法により試料を急速加熱する際、導電性試料を流れる電流は大きく時間変動する場合が多い。電流の時間変化は、電磁干渉ノイズを発生させ、試料と標準抵抗におけるそれぞれの電圧降下の測定に大きな誤差を与えることがある。

図３にモリブデン試料をパルス通電加熱した際の試料の観測温度Ｔ$_p$（試料中心部を放射温度計で観測した値）と電気抵抗率の時間変化を示す。図３中の２本の白線は、試料の昇温時と降温時それぞれの電気抵抗率測定結果についての近似曲線を示す。この測定では、加熱開始から約２×10^5μｓの時間経過後に急速加熱を停止しており、その直前直後における試料の昇温時と降温時の電気抵抗率（ρ_hとρ_c）を比較すると系統的な差が存在することが判る。電気抵抗率は試料の温度が同じであれば一致するはずなので、このような電気抵抗率の違いは、試料及び標準抵抗の電圧降下の測定値に何らかの誤差が含まれることを明示している。渡辺と松本は、その誤差要因として電圧降下の測定機器のゼロ点補正の誤りのような常に一定の値で測定値に含まれる定常的な電圧ノイズであるとの考察を報告している（非特許文献３）。同報告によれば、昇温時と降温時どちらの電圧降下の測定値も常に一定の電圧ノイズΔＶが含まれると仮定した上で、ρ_hとρ_cは同じ大きさであるという関係から

ΔＶを導出し、導出したΔＶを用いて電気抵抗率の測定結果を補正している。

[0017] しかし、本発明者は炭素材料について前述のモリブデンと同様な測定を行った結果、急速加熱を停止する直前直後における電気抵抗率の見かけ上の不連続現象の原因は、試料を流れる電流の大きな時間変化を伴う急速加熱時にのみ発生する電磁干渉ノイズであるとの結論に至った。なぜなら、本発明者が測定した炭素材料のρ_hとρ_cの値を信頼できる文献値と比較した結果、ρ_cは文献値とほぼ一致したがρ_hは大きく文献値と異なったからである。ρ_hにのみ大きな誤差が含まれた原因が渡辺と松本が主張する定常的な電圧ノイズと仮定すると、あまりに大きな電圧ノイズが定常的に生じていることになる。一方、電磁干渉ノイズの大きさは電流の時間変化の大きさに比例するので、電流の大きな時間変動を伴う急速加熱時の電気抵抗率の測定値にのみ大きな誤差が含まれることは十分考えられる。

これまでの議論から、急速加熱中のＩとＶの測定値を用いる式［数３－１］、［数３－２］、［数５］により算出した比熱容量と半球全放射率の値には電磁干渉ノイズを起因とする大きな誤差が含まれる可能性がある。また、非特許文献３に記載された比熱容量の測定法では、試料及び標準抵抗の電圧降下の測定値に定常的な電圧誤差が含まれるとの誤った仮定の基で比熱容量が導出されるため、本発明者が測定を行った炭素材料のような試料を測定する場合には、大きな誤差が生じると考えられる。

[0018] ［数４］により半球全放射率を測定する場合には、急速加熱時の電圧測定値を使わないため電磁干渉ノイズの問題はほぼ無視できる。しかし、次に示すような問題点が指摘されている。モリブデン試料について上述の（２）の技術により試料温度T_pを目標温度（１５０７Ｋ）に一定保持した際の試料の電気抵抗率ρ_{av}の測定値を図４に示している（非特許文献４）。この図から、試料温度を一定に保持しているにもかかわらず、温度に依存する電気抵抗率の値が時間変化することが認められる。このことは、試料に接触している電流供給のためのホルダーや電圧降下測定用のプローブを介した伝導熱損失に

より、温度分布の不均一化が進行していることを示している。つまり、観測パラメータである放射温度計が測定する温度は観測する試料中心の一部の範囲の温度を示しているに過ぎず、試料全体の温度分布が均一でないため試料の実効的な温度を代表しないことを示す。

[0019] 図４に示された試料中心温度と電気抵抗率の温度係数の不一致は、前述の（２）の技術による半球全放射率の算出に使われる式［数４］が厳密には成立しないことを示している。非特許文献４に記載された半球全放射率の測定法は、この問題の１つの解決法として提案されたが、半球全放射率を算出するためには比熱容量と熱伝導率及び試料の温度分布とその経時変化を測定する必要があるという大きな制限がある。

[0020] （本発明の解決課題）

本発明は、従来の比熱容量及び半球全放射率の測定方法を改良し、低コストな装置により上述の電磁干渉ノイズや試料温度分布の不均一性の問題を解決して高温における導電性試料の比熱容量及び半球全放射率の測定結果の確度を向上させることを課題とする。

課題を解決するための手段

[0021] 上記課題を解決するために本発明は、次のような測定方法及び装置を提供する。

導電性試料に通電して急速加熱し、該試料を目標温度T_mに到達させるステップ、目標温度に到達直後に該電流を変化させ、その直後の温度変化率dT/dt、試料を流れる電流Ｉ、試料の電圧降下Ｖの測定データから次の関係式を用いてＸとＹの値を算出するステップ、

[0022] ［数6］

$$X = \frac{VI}{A\sigma_{SB}\left(T_m^4 - T_0^4\right)}$$

$$Y = \frac{m\left(dT/dt\right)}{A\sigma_{SB}\left(T_m^4 - T_0^4\right)}$$

（式中のＡは試料の有効表面積、σ_{SB}はステファン・ボルツマン定数、T_0は試料周囲の温度である。）

及び目標温度到達後の該電流を様々な値に変えた場合に得られる複数のＸとＹの値に対して、ＸとＹが次式に示す線形関係を持つことを利用して、近似的に導出したＸとＹの１次式の傾きと切片の値から比熱容量c_p及び半球全放射率ε_tを算出するステップを含むことを特徴とする導電性試料の比熱容量及び半球全放射率の測定方法。

[0023] [数7]

$$Y=\left(1/c_p\right)X-\varepsilon_t/c_p$$

[0024] 目標温度到達後の電流値を変えることにより複数のＸとＹの値を算出するステップを自動的に繰り返す手段を備えたことを特徴とする上記の比熱容量と半球全放射率の測定方法を実施する装置。

発明の効果

[0025] 本発明によれば、上述の（２）の技術において必要とした温度のフィードバック制御機能を有さない低コストの装置により、電磁干渉ノイズと温度分布の不均一性の影響を廃した上で比熱容量と半球全放射率を測定できると共に測定点を増やすことで容易に測定結果の確度を向上させることができる。

また本発明によれば、同じ目標温度における複数の測定から算出した複数のＸとＹの値が線形関係を持つかどうかを評価することにより、測定データ中の深刻な誤差の有無や本発明が実施可能な熱収支関係式［数１］が成立していたかどうかをセルフチェックできる。

図面の簡単な説明

[0026] [図1]古典的なパルス通電加熱技術を利用した熱量法を原理とする比熱容量と半球全放射率の測定方法を実施するための典型的な装置例

[図2]古典的なパルス通電加熱技術を利用した熱量法を原理とする比熱容量と半球全放射率の測定方法において得られる典型的な試料温度の時間変化

[図3]パルス通電加熱による急速加熱前後における試料の電気抵抗率の不連続

的変化

[図4]フィードバック制御パルス通電加熱による試料温度の一定保持時における電気抵抗率の時間変化

[図5]目標温度T_m到達後のゲート電圧の値を変えて得られる複数の時間変化曲線を重ね合わせた場合の模式図

[図6]目標温度T_mが同じ条件で複数の異なる試料温度変化率dT/dtを実現させた測定から得られたＸとＹの値を用いた比熱容量と半球全放射率の算出方法の模式図

[図7]実際に行った炭素材料の複数の測定で得られたＸとＹの値をＸＹ平面上へプロットした図

発明を実施するための形態

[0027] 本発明に係る導電性試料の比熱容量及び半球全放射率の測定方法の概要を説明する。

本発明は、上述の２つの誤差要因の影響を低減するため、電磁干渉ノイズと試料温度分布の不均一性が小さい急速加熱した直後の測定データを利用して目標温度T_mにおける比熱容量c_pと半球全放射率ε_tを算出することを目的とする。大電流により試料を目標温度に急速加熱した直後であれば、試料温度分布の不均一性や伝導熱損失の影響はほぼ無視できるため試料の熱収支について式［数１］が成立する。そして、式［数１］は、以下のように変形することができる。

[0028] [数8]

$$Y=\left(1/c_p\right)X-\varepsilon_t/c_p$$

[0029] [数9]

$$X=\frac{VI}{A\sigma_{SB}\left(T_m^4-T_0^4\right)}$$

[0030]

[数10]

$$Y = \frac{m(dT/dt)}{A\sigma_{SB}\left(T_m^4 - T_0^4\right)}$$

[0031] 上述の式［数８］は、式［数９］と式［数１０］からそれぞれ算出されるＸとＹの値の間には線形関係が成立することを示している。したがって、目標温度到達後に試料に流す電流を様々な値に変えることで算出した複数のＸとＹの値に対して最小自乗法等によりＸとＹの一次式を近似的に算出し、その一次近似式の傾きと切片の値から目標温度T_mにおける比熱容量c_pと半球全放射率ε_tを算出できる。

[0032] 本発明を実施するためには、上述の（１）の技術を実施する装置(図１参照)において電流スイッチとしてMOSFET等の半導体素子を採用した装置が必要である。

測定は、以下の手順により行う。

試料を目標温度T_mに急速加熱した後、MOSFETへのゲート電圧V_gを適当な値に変化させることで、試料に流れる電流Ｉ、試料に対応する電圧降下Ｖ、温度変化率dT/dtのそれぞれの値について急速加熱を停止する直前の値から変化させる。次に、目標温度T_m到達後のV_gの値を変えた測定を繰り返し、さまざまなＸとＹの値を算出する。

これは例えば図１に示す装置において、複数のＸとＹの値を求めるために目標温度到達後の電流値を変えてＸとＹの値を算出するステップを自動的に繰り返す手段を設けることにより実施される。

すなわち目標温度到達後の試料に流す電流は任意の大きさで構わないため、電流を調整するMOSFETのゲート電圧を適当な間隔で複数点変えてＸとＹの算出に必要なＩ、Ｖ及びdT/dtの測定を繰り返す簡単なコンピュータ・プログラム機能を有する装置により、比熱容量と半球全放射率の自動測定が可能となる。

図５に、前述の複数の測定において得られた複数の試料温度変化曲線を重ね合わせた場合の模式図を示す。このようにして得られた複数の測定に対応

するＸとＹの値を算出し、図６に示すようにＸとＹの直線関係を導出することによりT_mにおけるc_pとε_tを算出できる。

[0033] 本発明の第１の利点は、電磁干渉ノイズや試料温度分布の不均一性がほぼ無視できる急速加熱により目標温度に到達した直後の試料温度、電流、電圧降下の測定データを用いることによる測定誤差の低減である。

本発明の第２の利点は、上述の（２）の技術において必要とした温度のフィードバック制御機能を必要としないため、低コストの装置により実施できると共にＸとＹの測定点を増やすことで容易に比熱容量と半球全放射率の測定結果の確度を向上させることができることである。実際にある炭素材料を試料として本発明の方法により、目標温度到達後のゲート電圧の値を変えて得られた複数のＸとＹの測定結果を図７に示す。

この図からＸの値が８前後の点は明らかに線形関係からずれているが、これらの点は目標温度到達後もかなり大きな温度上昇率が生じるようにゲート電圧を設定した際の測定結果から導出した点である。この場合、明らかに試料温度の急激な上昇に付随する試料の電気抵抗率の変化に応じて試料に流れる電流が大きく時間変動してしまい、結果として深刻な電磁干渉ノイズが電圧測定値に含まれてしまったことを示している。このような、ＸとＹの線形関係からのずれは、試料の熱収支関係が式［数１］に表される理想的な状態からずれてしまうことによって生じる。したがって、電磁干渉ノイズ以外の測定誤差要因例えば試料の汚染等が複数回繰り返す測定のいずれかにおいて発生した場合、その測定から得られる（Ｘ，Ｙ）点は他の正常な測定から得られた（Ｘ，Ｙ）点が構成する直線からずれることになる。

[0034] したがって、本発明の第３の利点は、得られた複数の（Ｘ，Ｙ）点が線形関係を持つかどうかを評価することにより、深刻な電磁干渉ノイズや試料の変質などのその他の測定誤差の有無や本発明が実施可能な熱収支関係すなわち式［数１］が成立していたかどうかをセルフチェックできることである。

本発明の第４の利点は、目標温度到達後の試料に流す電流は任意の大きさで構わないため、電流を調整するMOSFETのゲート電圧を適当な間隔で複数点

変えてＸとＹの算出に必要なＩ、Ｖ及びdT/dtの測定を繰り返す簡単なコンピュータ・プログラム機能を有する装置により、比熱容量と半球全放射率の自動測定が可能である点である。

請求の範囲

[請求項1] 導電性試料に通電して急速加熱し、該試料を目標温度T_mに到達させるステップ、目標温度に到達直後に該電流を変化させ、その直後の温度変化率dT/dt、試料を流れる電流Ｉ、試料の電圧降下Ｖの測定データから次の関係式を利用してＸとＹを算出するステップ、

$$X = \frac{VI}{A\sigma_{SB}\left(T_m^4 - T_0^4\right)}$$

$$Y = \frac{m\left(dT/dt\right)}{A\sigma_{SB}\left(T_m^4 - T_0^4\right)}$$

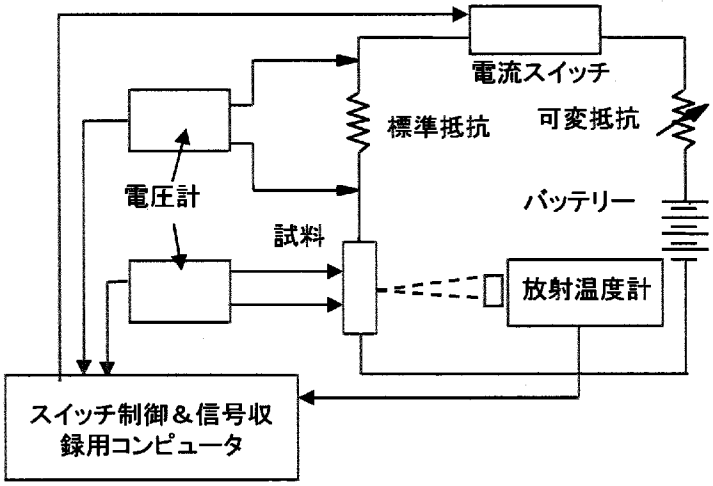
（式中のＡは試料の有効表面積、σ_{SB}はステファン・ボルツマン定数、T_mは目標温度、T_0は試料周囲の温度である。）

及び該複数のＸとＹの値に対して、ＸとＹが次式に示す線形関係を持つことを利用して、近似的に導出したＸとＹの１次式の傾きと切片の値から比熱容量c_p及び半球全放射率ε_tを算出するステップを含むことを特徴とする導電性試料の比熱容量及び半球全放射率の測定方法。

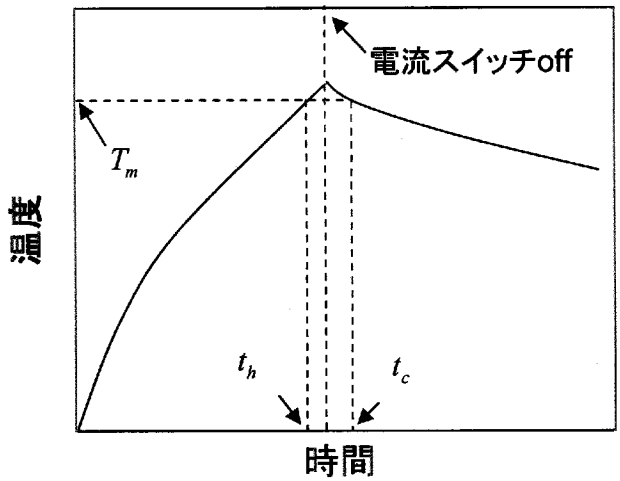
$$Y = \left(1/c_p\right)X - \varepsilon_t/c_p$$

[請求項2] 目標温度到達後の電流値を変えることにより複数のＸとＹの値を算出するステップを自動的に繰り返す手段を備えたことを特徴とする請求項１に記載の比熱容量と半球全放射率の測定方法を実施する装置。

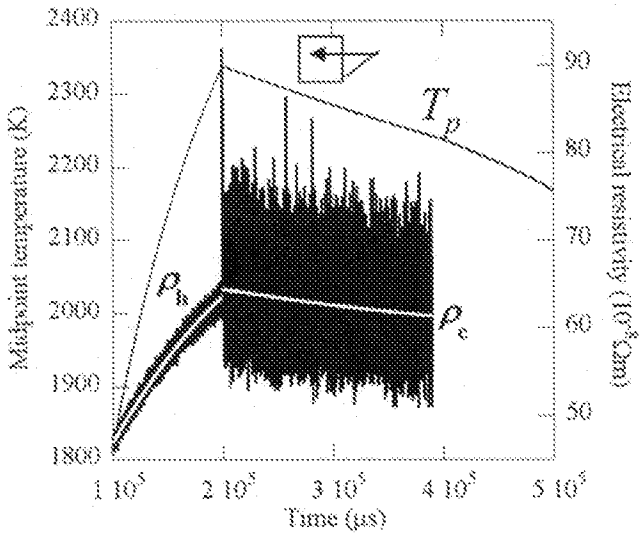
[図1]


電流スイッチ
標準抵抗
可変抵抗
電圧計
バッテリー
試料
放射温度計
スイッチ制御＆信号収
録用コンピュータ

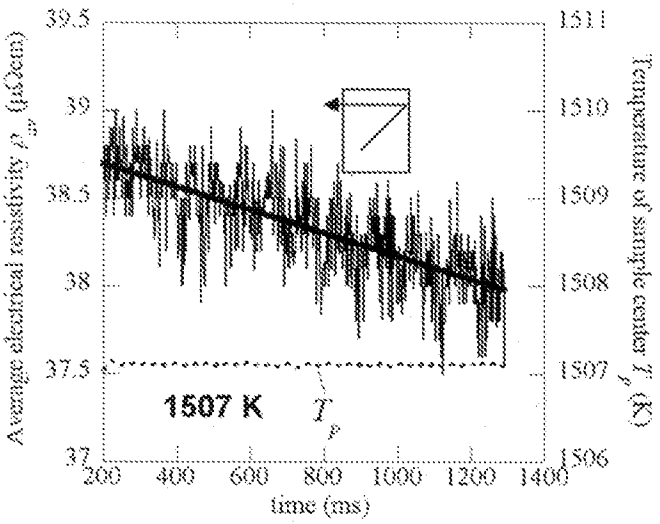
[図2]


電流スイッチoff
T_m
温度
t_h
t_c
時間

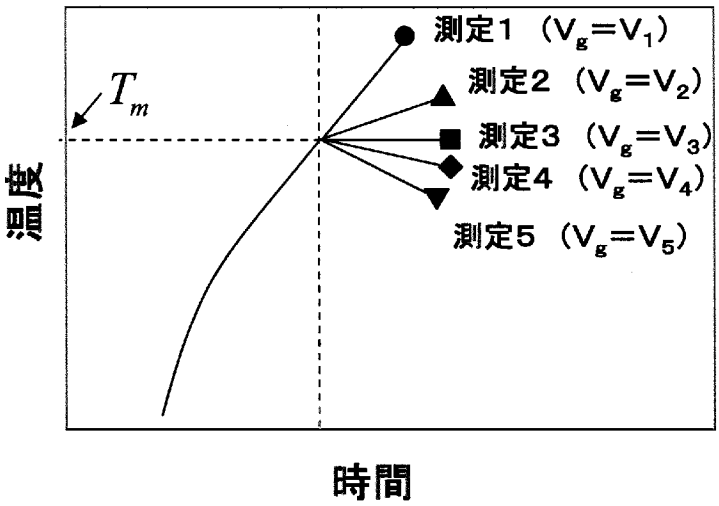
[図3]


2400
2300
2200
2100
2000
1900
1800
90
80
70
60
50
T_p
ρ_h
ρ_c
1 10^5
2 10^5
3 10^5
4 10^5
5 10^5
Time (μs)

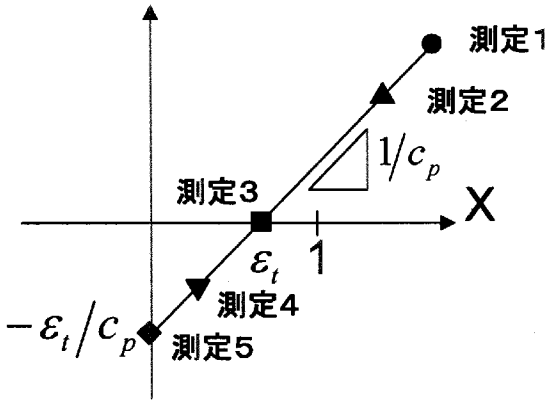
[図4]


39.5
39
38.5
38
37.5
37
1511
1510
1509
1508
1507
1506
200
400
600
800
1000
1200
1400
time (ms)
1507 K
T_p
Temperature of sample center T_p (K)

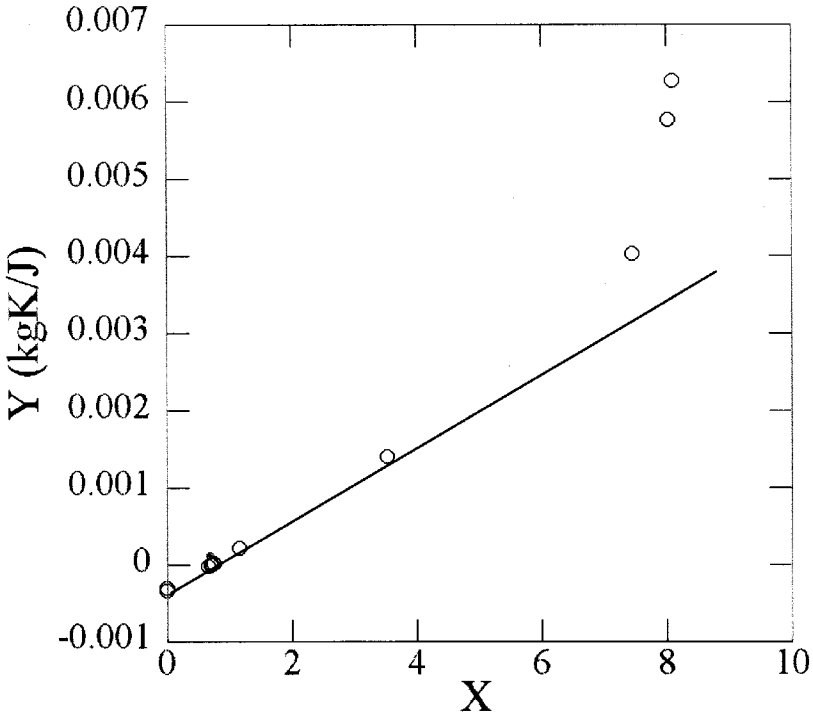
[図5]


T_m
測定1 ($V_g=V_1$)
測定2 ($V_g=V_2$)
測定3 ($V_g=V_3$)
測定4 ($V_g=V_4$)
測定5 ($V_g=V_5$)
温度
時間

[図6]


測定1
測定2
$1/c_p$
測定3
X
ε_t
1
測定4
$-\varepsilon_t/c_p$
測定5

[図7]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2010/051922

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
G01N25/20(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
G01N25/20

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2010
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2010	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2010

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
JSTPlus(JDreamII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2006-329969 A (National Institute of Advanced Industrial Science and Technology), 07 December 2006 (07.12.2006), entire text; all drawings (Family: none)	1,2
A	JP 2009-25279 A (Heatrad Corp.), 05 February 2009 (05.02.2009), entire text; all drawings (Family: none)	1,2
A	JP 3-237345 A (Director General, Agency of Industrial Science and Technology), 23 October 1991 (23.10.1991), entire text; all drawings (Family: none)	1,2

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
26 April, 2010 (26.04.10)	11 May, 2010 (11.05.10)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2010/051922

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 10-160590 A (Director General, Agency of Industrial Science and Technology), 19 June 1998 (19.06.1998), entire text; all drawings (Family: none)	1,2
A	Hiromichi WATANABE, "Ceramics ni Okeru Netsu Sokutei·Netsu Bunseki Hikari Tsuden Hybrid Pulse Kanetsu o Riyo shita Kosoku Taju Netsu Bussei Sokutei to Hikari Heterodyne Kanshoshiki Netsu Bocho Sokutei", Ceramics, 01 December 2007 (01.12.2007), vol.42, no.12, pages 930 to 935	1,2
A	Hiromichi Watanabe, Novel pulse calorimetry taking nonuniform temperature distributioninto account, REVIEW OF SCIENTIFIC INSTRUMENTS, 2006.03.27, 77, 036110	1,2
A	Hiromichi Watanabe, Tsuyoshi Matsumoto, New analysis for determination of hemispherical total emissivityby feedback-controlled pulse-heating technique, REVIEW OF SCIENTIFIC INSTRUMENTS, 2005.03.23, 76, 043904	1,2

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１０／０５１９２２

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　G01N25/20(2006.01)i

Ｂ．　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　G01N25/20

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０１０年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１０年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１０年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

JSTPlus(JDreamII)

Ｃ．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
A	JP 2006-329969 A (独立行政法人産業技術総合研究所) 2006.12.07, 全文, 全図 (ファミリーなし)	１，２
A	JP 2009-25279 A (株式会社ヒートラド) 2009.02.05, 全文, 全図 (ファミリーなし)	１，２
A	JP 3-237345 A (工業技術院長) 1991.10.23, 全文, 全図 (ファミリーなし)	１，２

☑　Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。

☐　パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー

「Ａ」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「Ｅ」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「Ｌ」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）

「Ｏ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「Ｐ」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献

「Ｔ」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「Ｘ」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Ｙ」特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「＆」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日 ２６．０４．２０１０	国際調査報告の発送日 １１．０５．２０１０
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ） 郵便番号１００－８９１５ 東京都千代田区霞が関三丁目４番３号	特許庁審査官（権限のある職員）　２Ｊ　９１１６ ▲高▼見　重雄 電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３２５２

Ｃ（続き）．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
A	JP 10-160590 A（工業技術院長）1998.06.19，全文，全図（ファミリーなし）	１，２
A	渡辺博道，セラミックスにおける熱測定・熱分析　光通電ハイブリッド・パルス加熱を利用した高速多重熱物性測定と光ヘテロダイン干渉式熱膨張測定，セラミックス，2007.12.01，Vol.42，No.12，Page.930-935	１，２
A	Hiromichi Watanabe, Novel pulse calorimetry taking nonuniform temperature distributioninto account, REVIEW OF SCIENTIFIC INSTRUMENTS, 2006.03.27, 77, 036110	１，２
A	Hiromichi Watanabe, Tsuyoshi Matsumoto, New analysis for determination of hemispherical total emissivityby feedback-controlled pulse-heating technique, REVIEW OF SCIENTIFIC INSTRUMENTS, 2005.03.23, 76, 043904	１，２