

KD2 Pro の測定理論

熱線法(Transient line heat source methods)は、50年以上にわたって多孔質材料の熱伝導率測定に使用されてきた。通常、測定用プローブはヒーターと温度センサーを内蔵するニードルで構成されている。電流がヒーターを通過すると、プローブの温度は経時的にモニターされ、プローブ温度が解析され熱伝導率が決定される。さらに最近では、ヒーターと温度センサーを別々のニードルに配置したものもある。このデュアルプローブは、それぞれのプローブで計測された温度と時間の関係を分析することで伝導率と同時に拡散率と比熱を算出する。

理想的なセンサーは、非常に小さな直径とおそらくその100倍ほどの長さを持ったものであろう。まわりの物質と密に接触し加熱時と冷却時に、その物質の温度を測定するものであろう。理想的には、計測される物質の温度と組成は測定中に変化しない。

実際のセンサーは理想に及ばない点もある。理想的な十分に小さいプローブは応用面であまりにも脆いものである。屋外の環境の測定では、周囲温度は一般的に一定ではない。湿った不飽和土壌を加熱すると、水分が熱源から離れて移動し、測定領域の水分含量が変化する。そして、プローブ用の穴はまわりの素材をかき乱し素材とプローブ間の接触抵抗となる。

すべての条件下で正確な測定値を与えるプローブを設計することは一つの挑戦である。プローブが小さ過ぎるとそのプローブは脆く、乾いた多孔質の素材の中でその接触抵抗は大きくなる。大きなプローブは長い加熱時間を要求し、長い加熱時間は水分をプローブから移動させ、液状サンプルでは自然対流を引き起こし、読み取り値を変化させる。高い加熱速度は温度変化の測定を容易にし、温度ドリフト誤差の影響を小さくするが、それでも測定領域から水分を移動させ、液体では自然対流を引き起こす。長い加熱時間は接触抵抗を最小化するためには推奨されるが、上で述べたようにプローブからの水分の移動につながる。

デカゴン社 KD2 Pro の設計は、これらの課題に関連する熱特性測定を最適化しようとするものである。プローブは比較的大きく堅固で扱いやすい。熱的に誘起される水分の動きを最小限に留め、測定に要する時間を最小化するため、加熱時間は可能な限り短く設定されている。熱量も水分の移動と自然対流を抑えるために最小化されている。比較的短い加熱時間と低い加熱速度を使用して熱特性を測定するには、高分解能温度測定と特殊なアルゴリズムが必要である。KD2 Pro の温度分解能は 0.001℃である。加熱および冷却中になされた測定結果を分析するために、特殊なアルゴリズムを使用している。また周囲温度から熱パルスの影響を分離するにも、特殊なアルゴリズムを使用している。2つの異なるアルゴリズムが、1つはデュアルニードルセンサーのために、もう1つはシングルニードルセンサーのために用いられている。双方とも Carslaw と Jaeger (1959)、Kluitenberg et al (1993) の線熱源解析に基づくものである。

デュアルニードルセンサーのアルゴリズム

熱が加熱時間 t_h でニードルに適用され、温度はモニタリング・ニードル(6mm)によって加熱中と加熱後降温時に測定される。測定値は、時間 0 における周囲温度が差し引かれ、 4π が乗じられ、単位長さ当りの熱量 q で割る。得られたデータは非線形最小二乗法を使用して次の式にフィッティングされる。

$$T^* = b_0 t + b_1 \left\{ Ei\left(\frac{b_2}{t}\right) - Ei\left[\frac{b_2}{(t-t_h)}\right] \right\}$$

$$T^* = b_0 t + b_1 Ei\left(\frac{b_2}{t}\right)$$

(1)

ここで、

$$T^* = \frac{4\pi(T - T_o)}{q}$$

(2)

ここで、 Ei は指数積分(Abramowitz and Stegun, 1972)、 b_0 , b_1 及び b_2 はフィッティングのための定数である。 T_o は測定開始時の温度、 q は熱量である。最初の方程式は加熱中の最初の t_h 秒の間適用される。第 2 の式は非加熱中に適用される。熱伝導率は次から計算される。

$$k = \frac{1}{b_1}$$

(3)

熱拡散率は、

$$D = \frac{r^2}{4b_2}$$

(4)

伝導率と拡散率は、方程式(1)を変換データに適用することで求められる。b0、b1 と b2 の正確な値は、方程式と測定値の間の誤差の二乗和を最小にするものである。その値は Marquardt (1963) による非線形最小二乗手順を用いて求められる。この手順は局所的極小値でスタックし、全体の最小値を求めるに失敗する傾向もある（シングルニードルは非線形最小二乗法を適用するに良くない例である）が、デュアルニードルでは一般的によく機能し、KD2 Pro で 3 つのモデルパラメータを素早く求めることができる。

シングルニードルセンサーのアルゴリズム

熱はシングルニードルに t_h 時間適用され、加熱中と加熱後の t_h に等しい時間、温度はそのニードルでモニターされる。ニードルの大きさには 2 つあり、1 つ(KS-1)は直径 1.2mm、長さ 60mm である。もう 1 つ(TR-1)は、直径 2.4mm、長さ 100mm である。加熱中の温度は次の式で計算される。

$$T = m_0 + m_2 t + m_3 \ln t \tag{5}$$

m_0 は加熱中の周囲温度（接触抵抗及び温度センサーに隣接する熱的要素の補正值を含めることもできる）、 m_2 は背景温度ドリフト率、そして、 m_3 は温度の対数をとったときの温度の上昇に対応する直線の傾きである。降温時このモデルは次の式となる。

$$T = m_1 + m_2 t + m_3 \ln \left[\frac{t}{(t - t_h)} \right] \tag{6}$$

熱伝導率は次の式で計算される。

$$k = \frac{q}{4\pi m_3} \tag{7}$$

これらの方程式は、指数積分方程式 1 へと至る時間を要する近似となるため、我々は加熱時と降温時に収集されたデータの最後の 2/3 のみを使用する（前半のデータを無視する）。このアプローチにはいくつかの利点がある。一つは主に前半のデータに接触抵抗の効果が現れるため、後半のデータのみを用いて分析する方が、関心のあるサンプルの熱伝導率をよりよく表すことになる。もう一つの利点は、方程式 5 と方程式 6 は線形の最小二乗法で解け、実質的で安定した結果を与えてくれる。同じデータを非線形の最小二乗分析にかけると、シングルニードルでは極小点でスタックする傾向があるため、繰り返し点に依存する広い範囲の結果が得られてしまう。また線形最小二乗計算は非常に高速でもある。

References:

1. Carslaw, H.S. and J.C. Jaeger (1959) *Conduction of Heat in Solids, 2nd Edition*. Oxford, London.
2. Abramowitz, M. and I. A. Stegun (1972) *Handbook of mathematical functions*. Dover Publications, Inc., New York.
3. Marquardt, D. W. (1963) "An algorithm for least squares estimation of nonlinear parameters" *J. Soc. Indust. Appl. Math.* 11:431-441.
4. Kluitenberg, G. J., J. M. Ham, and K. L. Bristow (1993) "Error analysis of the heat pulse method for measuring soil volumetric heat capacity" *Soil Sci. Soc. Am. J.* 57:1444-1451.