

平成30年度
戦略的基盤技術高度化・連携支援事業
戦略的基盤技術高度化支援事業

「単一の測定装置による熱電3物性値の同時計測可能な方法の開発」

研究開発成果等報告書

平成31年3月

担当局 中部経済産業局
補助事業者 オザワ科学株式会社

目 次

第1章 研究開発の概要	
1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標	P3
(1)研究開発の背景	
(2)研究目的	
(3)研究目標	
1-2 研究体制	P6
1-3 成果概要	P8
1-4 当該研究開発の連絡窓口	P9
第2章 本論	
2-1. 熱電3物性計測用センサの開発・試作・評価	P9
(1)熱電3物性計測用センサ(マルチセンシングプローブ)の開発	
(2)測定値の有効性の検証	
2-2. 熱電3物性計測用センサの実用化検討	P12
(1)各種環境下における測定方法の確立	
(2)装置の構築及び健全性の確認	
2-3. 熱電3物性同時計測システムの構築	P14
(1)熱電物性同時計測システムの構築及び最適化検討	
(2)計測用センサの異種(形状)センサによる測定方法	
(3)技術的目標値と達成状況を以下に記す。	
(4)熱電3物性同時計測システムの健全性についての確認	
最終章 全体総括	
1. 研究開発成果	P18
2. 研究開発後の課題・事業化展開	P19
(1)想定している具体的なユーザー、マーケット及び市場規模等に対する効果	
(2)事業化の見込み	
(3)今後のスケジュール	

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

(1) 研究開発の背景

近年、地球温暖化やエネルギー問題から自然エネルギーを利用した発電が注目されており、その中でも熱電発電が排熱の有効利用という点から特に期待されている。排熱から発電する技術として、温度差を利用して直接電気エネルギーに変換する熱電発電技術の開発が行われている。熱電発電で使用する熱電モジュールの動作原理を図-1に記す。また、熱電発電を行う上で鍵となるのが熱電変換材料の性能であり、一般的に熱電変換性能指数(Z)で評価される。性能指数(Z)は熱電3物性(ゼーベック係数(S)、電気抵抗率(比抵抗(ρ))及び熱伝導率(λ))を用いて式(1)のように表される。

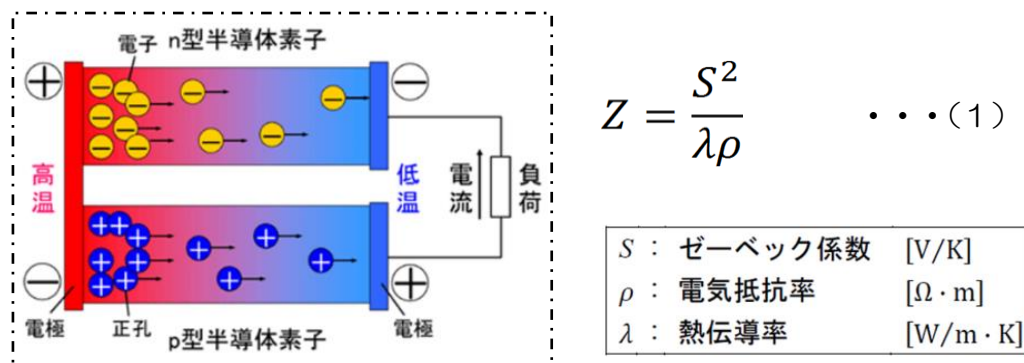


図-1 熱電モジュール

熱電変換材料の性能は、動作温度にも依存するため、性能指数(Z)と動作温度(T)との積で無次元性能指数(ZT)としても用いられ、熱電変換材料が実用化可能となる無次元性能指数(ZT) ≥ 4 を目指して熱電材料の開発が行われている。

従来の技術では、熱電3物性のうちゼーベック係数(S)と電気抵抗率(比抵抗(ρ))の同時計測・評価については、2001年に弊社と産業技術総合研究所申ウソク研究グループ長との共同開発で製品化しているが、熱伝導率(λ)を含む熱電3物性を同時に測定可能な装置は国内外を問わず見当たらない。

そのため、熱伝導率(λ)は、個別の測定装置で求めている。また、各々の測定装置において熱電物性の測定方向(面方向(図-2参照)又は厚さ方向測定)が異なるため、等方的な(性質や特性が測定方向に依存しない)試料では問題ないが、異方性のある(性質や特性が測定方向に依存する)試料の場合は、微細組織の方向と熱の流れる方向とを考慮して試料を準備(加工)する必要がある、熱電材料開発の大きな障害となっていた。

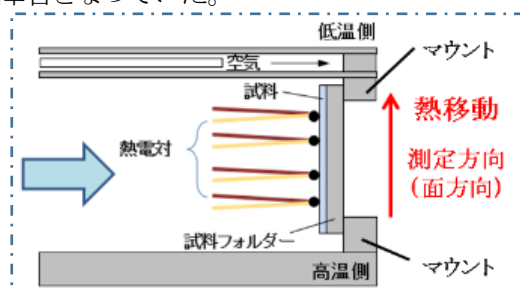


図-2 試料の測定方向と熱移動方向(面方向)

(2) 研究目的

本研究開発では、これら従来の技術の問題点を解決し、単一の測定装置により、熱電3物性値を同時に測定可能な方法を開発することを目的とし、新たな熱電変換材料の探索及び応用研究を飛躍的に加速することに資するものである。

従来の熱電3物性の測定・原理と課題事項並びに本研究開発で完成する新技術(測定装置)による測定原理と特徴について比較記述したものを図-3に記す。

従来技術ではまず、熱電2物性(ゼーベック係数・電気抵抗率(比抵抗))を既に製品化されている測定装置で計測する。具体的には、バルク(直方体・円柱)形状の試料をマウントに押し当てて一方を加熱し、他方を冷却して試料内部に熱勾配(温度差)を発生させ、その熱移動(熱の流れ)に沿って配置した熱電対で起電力を検出してゼーベック係数を求める。また4つの熱電対を利用して四端子測定法により電気抵抗率(比抵抗)を求める。次に熱電物性値(熱伝導率)を同じく既に製品化されている測定装置(レーザーフラッシュ法)を用いて計測して求める。

このように熱電3物性を個別の測定装置を用いて計測するため、測定原理・手法により、「手間が掛かる」「コスト高」等の課題がある。また、熱伝導率を測定する場合、レーザー光を試料面に当てるため、測定方向と熱移動(熱の流れる方向)は試料の厚さ方向であるのに対し、ゼーベック係数・電気抵抗率(比抵抗)を測定する場合は、四端子測定法により、測定方向と熱移動(熱の流れる方向)は試料の面方向であるという相違がある。

これらの条件下で求められた熱電物性値から無次元性能指数(ZT)を求めた場合、同一環境下での測定ではないという課題がある。さらに、試料の形状は測定装置毎に合せて作成する要素も加わり、熱電変換材料の開発従事者への負担を増している。

これに対して、新技術では単一の測定装置で熱電3物性(ゼーベック係数、電気抵抗率(比抵抗)、熱伝導率)を同時に得ることが可能となり、無次元性能指数(ZT)を容易(試料加工)・迅速及び高精度に求めることが可能となる。また従来技術で課題とされていた測定方向と熱の移動方向は同じ面方向となり、同一環境下での測定が実現できる。併せて、試料は単一形状で測定可能となり、熱電変換材料の開発従事者の負担軽減を実現し、熱電変換材料の開発スピードアップへ貢献が期待される。

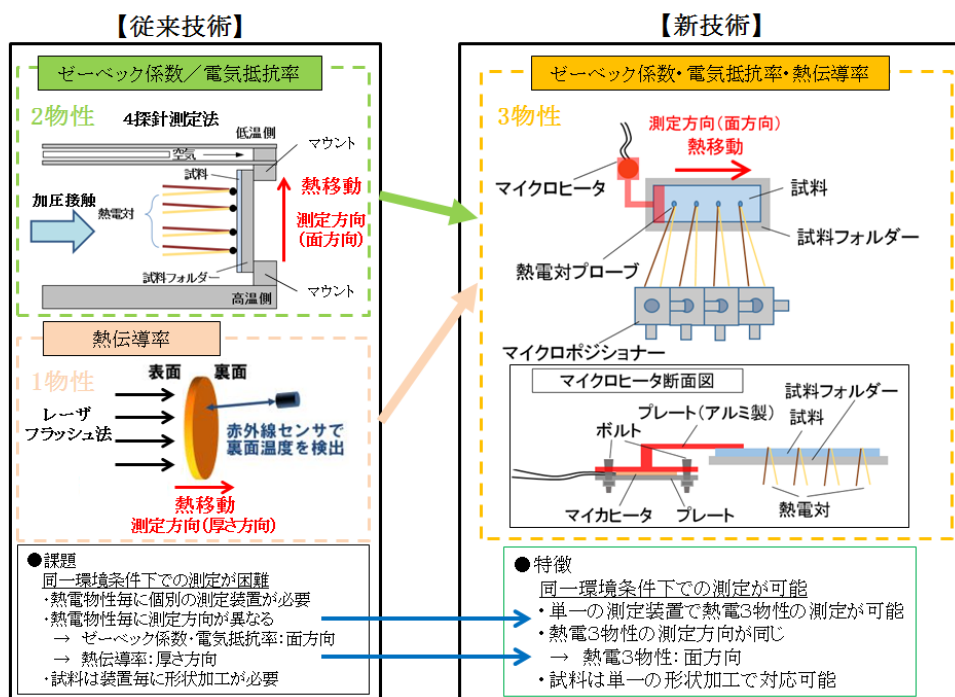


図-3 従来技術と新技術の比較

(3) 研究目標

i) 高度化目標

イ. 測定結果の信頼性向上

本研究開発で、熱電変換材料の熱電3物性を同時に計測可能な技術を開発し、同一環境下での計測が可能な技術を確立する。

具体的には、

- ・「単一の測定装置で熱電3物性の測定を可能にする」
- ・「熱電3物性の測定方向(電気伝導方向および熱移動方向)を同じにする」
- ・「試料は単一の形状加工で対応可能」

である。これらの技術の確立により、測定誤差が小さく、信頼性の高い熱電3物性の計測データを得る事を目指す。

ウ. 評価(分析・解析)の効率性向上

本研究開発で、「単一の測定装置で熱電3物性の測定を可能にする」、「試料は単一の形状加工で対応可能」の技術を確立し、熱電材料開発に従事する開発者の労務(準備、手間)負担の軽減を図り、容易(加工)・迅速及び高精度な熱電物性の計測を可能とし、正確に評価・分析・解析できる事を目指す。従来の計測方法では、試料加工に2日(2種類の試料加工)、測定時間に2日(2種類の試料の計測)を要したが、本研究開発で開発された測定装置を用いれば、試料加工に1日(1種類の試料加工で対応可能)、測定時間に1日(熱電3物性の同時測定が可能)と従来の半分の時間短縮を実現する。

キ. 低コスト化

本研究開発で、「単一の測定装置で熱電3物性の測定を可能にする」の技術を確立し、熱電3物性を同時に計測可能な測定装置を開発し、生産工程の効率化を図り、低コストを実現することを目指す。

ii) 技術的目標

目標とする精度(参照値との誤差)を以下に記す。

- ・ゼーバック係数 : $\pm 5\%$ 以内の参照値との誤差
- ・電気抵抗率(比抵抗) : $\pm 5\%$ 以内の参照値との誤差
- ・熱拡散率 : $\pm 15\%$ 以内の参照値との誤差
(熱伝導率は熱拡散率 $\times$ 比熱 $\times$ 密度で求められる)

(4) 実施結果

本研究開発の具体的な実施結果を以下に記す。

i) 熱電3物性計測用センサの開発・試作・評価

初年度に開発した低温域($-50^{\circ}\text{C}\sim 150^{\circ}\text{C}$)の薄膜フィルム型計測用センサについては、測定値の再現性の低さ、計測用センサの寿命(短い)及び使いやすさ(試料セッティング時の留意点)の観点からプローバー型(中温域対応用)計測用センサへ方式を転換し、名古屋大学が有するシーズ技術(基礎研究で確立した測定原理)に基づき計測用センサを開発した。

これにより、中温域計測用センサのセンサ部及び試料ホルダー(材料・形状)に関して、基本的な構造(設計)を共用することができ、効率的な開発を進めることが可能となった。具体的には、使用する熱電対プローブの選定、マイクロヒーターの材料・形状の決定及び計測用センサを

セッティングする試料ホルダーの形状について、熱損失による温度分布、温度応答(熱拡散)の検証を共用で実施し、最適化を図ることができた。

開発(設計・製作)した中温域計測用センサ(低温用、中温用)を用いて、既知の熱電材料(ビスマステルル)、他の材料(ニッケル、コンスタンタン、他の熱電材料等)の熱電3物性を同一環境下(室温付近:大気下)で計測し、有効性の検証を実施した。

熱電3物性の中、熱伝導率(熱拡散率)については、他の材料を用いて外部分析依頼(JFCC、名古屋市工業研究所)を行い、測定温度範囲(RT、100℃、150℃:大気下)で測定値の有効性を検証した。

検証作業には、熱電3物性同時計測するために開発した計測プログラムに中温域計測、分析に活用化可能な測定結果を表す等の改良を加えたものを使用した。

ii) 熱電3物性計測用センサの実用化検討

中温域計測用センサを用いて、中温域温度範囲(RT~500℃付近)且つ各種雰囲気環境下(大気・真空・不活性ガス)で熱電3物性を測定可能な中温域の測定チャンバーの設計・製作を実施した。

製作した測定チャンバーを用いて熱電3物性を測定できる装置を構築した。これを用いて、熱電材料を用いて、先ず室温において温度差、熱起電力、位相差を測定し、面内方向のゼーベック係数、電気抵抗率、熱拡散率を測定し、組成比依存性を確認するための測定を実施した。また、高温域(500℃)までの同様の測定を行い、温度依存性を確認するための測定を実施した。従来装置への反映を想定した熱電3物性計測用センサ(高温域対応の試料ホルダーを含む)を試作した。

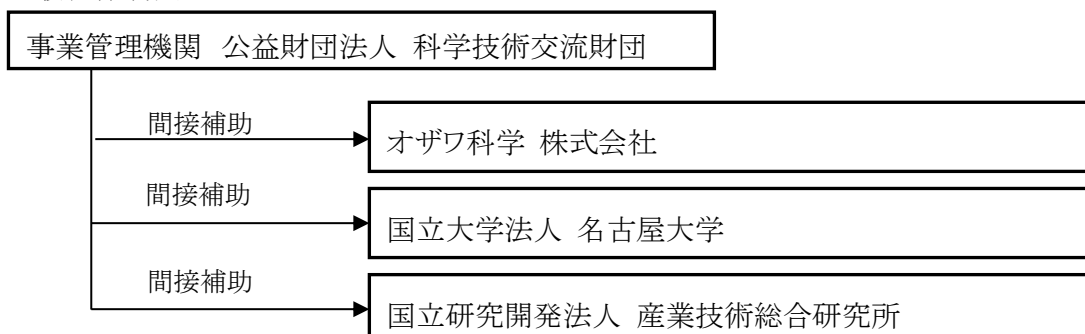
iii) 熱電3物性同時計測システムの構築

高温域対応用に開発した熱電3物性計測用センサを用いた検証段階で、熱リーク等による測定誤差(正確度、精度(再現性)いずれも)発生したため、センサで使用する熱電対の種類(熱損失の小さいタイプの熱電対)・形状の変更、押付け力による測定値の変化等の再検討、並びに試料ホルダーの構造(形状)について見直しを図り、熱リークが小さくなるような試料セッティングに対応した熱電3物性計測用センサへ変更した。

アドバイザーに測定方法のハンドリング(試料の取付、計測操作手順・方法)の評価を実施するための熱電3物性同時計測システムのプロトタイプを製作した。

1-2 研究体制

<履行体制図>



<管理員及び研究員>

【事業管理機関】 公益財団法人 科学技術交流財団

管理員

氏 名	所属・役職
岩田 勇二	専務理事
大塚 美則	事業参与
出口 和光	業務部・部長
田尻 耕治	業務部研究交流グループ・グループ長兼科学技術コーディネータ
山下 典男	業務部中小企業等研究開発支援グループ・グループ長兼科学技術コーディネータ
藤井 智也	業務部中小企業課・課長
伊藤 友美	業務部中小企業等研究開発支援グループ

【間接補助事業者】

オザワ科学 株式会社

研究員

氏 名	所属・役職
小川 清	技術本部・課長
笑喜 進	技術本部
平松 良三	技術本部・顧問
豊田 義尚	技術本部・本部長代理
梶間 崇宏	技術本部

国立大学法人 名古屋大学

研究員

氏 名	所属・役職
長野 方星	工学研究科 機械理工学専攻 教授

国立研究開発法人 産業技術総合研究所

研究員

氏 名	所属・役職
申 ウソク	無機機能材料研究部門・研究グループ長
鶴田 彰宏	無機機能材料研究部門・研究員

1-3 成果概要

(1) 達成事項

本研究開発の具体的な成果(概要)を以下に記す。

i) 熱電3物性計測用センサの開発

名古屋大学のシーズ技術(基礎研究で確立した測定原理)に基づく、熱電3物性を計測可能な計測用センサ(プロトタイプ)を開発した。

熱電3物性の測定方法を以下に記す。

電気抵抗率(ρ) : 四端子測定法

ゼーベック係数(s) : 定常法

熱拡散率(a) : 周期加熱法

熱電3物性の計測用センサで使用する熱電対(オリジナル仕様)の製作工程を確立した。

ii) 熱電3物性同時計測システムの構築

本研究開発のテーマである「単一の測定装置」、「同一セッティング(測定試料)」且つ「測定時の熱流方向が一致」の条件を満足した計測システム(プロトタイプ)を構築した。

室温付近から中温域(500℃)までの熱電3物性の測定環境を備えたチャンバーの製作を製作した。併せて各種雰囲気的环境下で熱電3物性の測定が可能な環境を実装した。

熱電3物性を一定の条件設定で同時計測可能な熱電3物性自動計測プログラムを開発した。

iii) 知的財産権の出願

本研究開発事業のテーマである「単一の測定装置による熱電3物性値の同時計測可能な方法の開発」に基づいて実施した成果として、「熱電特性評価ユニット」と「熱電特性評価ユニットを用いた熱電特性評価(熱電3物性)方法」に関する請求項で特許出願を実施した。

(2) 未達成事項

本研究開発の未達成事項について以下に記す。

i) 熱電3物性計測用センサの基準・標準試料を用いた定量試験評価(温度依存性含む)

ii) 熱電3物性計測用センサの基準・標準試料を用いた定量試験評価(温度依存性含む)

電気抵抗率・ゼーベック係数 …… 基準試料(ニッケル: Ni)

熱拡散率 …… 標準試料(ジルコニア)

iii) 熱電3物性計測用センサを用いて他の熱電材料の検証評価

iv) 熱電3物性計測用センサの耐久性試験

開発した計測用センサを用いての定量測定による耐久性試験を行い、機構部・センサ先端部の構造的耐久性、基準・標準試料の熱物性値との誤差の検証

v) 熱電3物性同時計測システムの健全性について検証方法の確立

健全性評価方法の確立

vi) 熱電3物性同時計測システムの性能仕様についての確立

vii) 熱電3物性同時計測システムの低コスト化への取り組み

1-4 当該研究開発の連絡窓口

氏 名 : 小川 清 (オガワ キヨシ)
事業者名・所属部署名 : オザワ科学株式会社 技術本部 技術開発課
所属役職 : 課長
電話番号 : 052-882-1399
E-Mail : k-ogawa@ozawasc.co.jp

第2章 本論

2-1. 熱電3物性計測用センサの開発・試作・評価

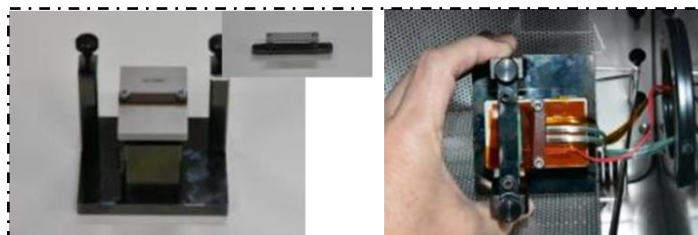
(1) 熱電3物性計測用センサ(マルチセンシングプローブ)の開発

名古屋大学が有するシーズ技術(基礎研究で確立した測定原理)に基づき、名古屋大学で熱電3物性計測用センサ(マルチセンシングプローブ: 薄膜フィルム型)の開発(設計・製作)を実施した。



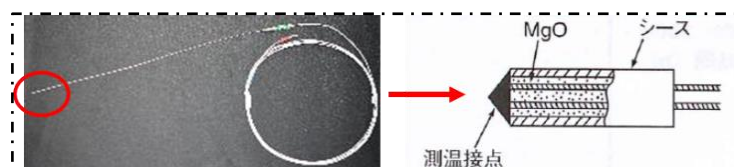
(写真) 熱電3物性計測用センサ(薄膜フィルム型)

名古屋大学で開発した計測用センサを具体的に検証可能な治具(熱電3物性計測センサ実装試料ホルダー治具)の開発(設計・製作)を実施した。

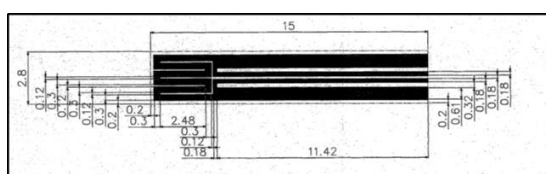


(写真) 熱電3物性計測センサ実装試料ホルダー治具

低温域(-50°C ~ 150°C)の計測用センサについては、測定精度(再現性低い)、寿命(短い)、使いやすさ(試料セッティング時の留意点)の観点とから薄膜フィルム型からプローバー型へ方式を転換し、中温域(RT ~ 500°C)の計測用センサと基本的な構造を共用することで開発を効率的に進め、使用する熱電対プローブ、マイクロヒーターの材料・形状を決定し、試作治具の開発(設計・製作)を実施した。

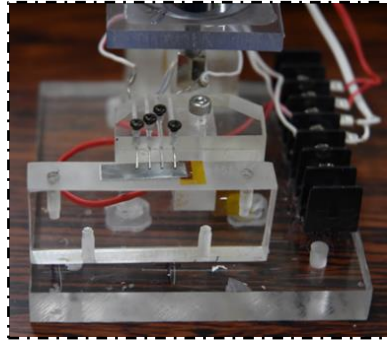


(写真・図面) 熱電対プローブ

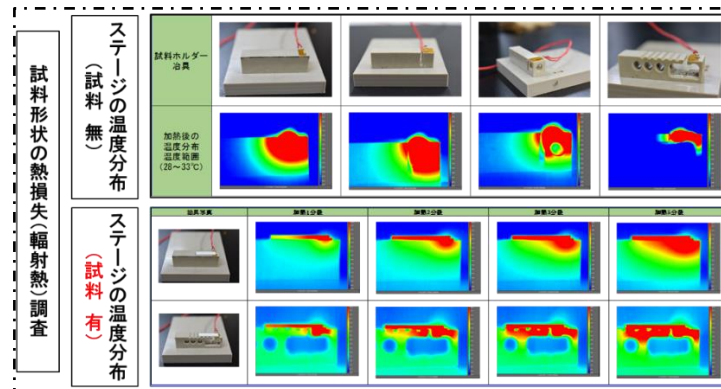


(図面) 加熱用ヒーター

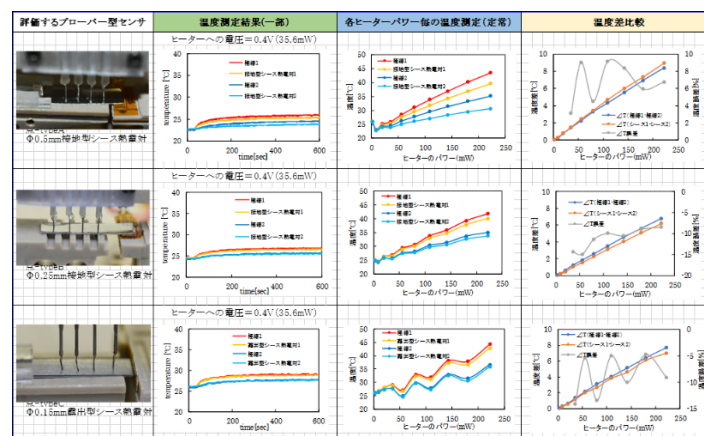
計測用センサをセッティングする試料ホルダーの形状について、熱損失による温度分布、温度応答(熱拡散)試験を実施し、最適化を図った。



(写真) 試料ホルダー

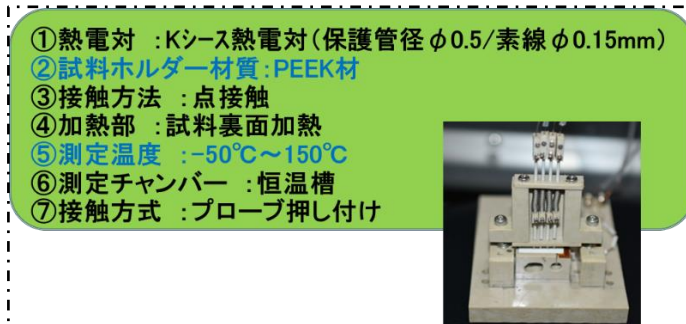


(写真) 試料ホルダー 熱伝搬の確認調査



(写真) 試料ホルダー上の試料面の温度分布の確認調査

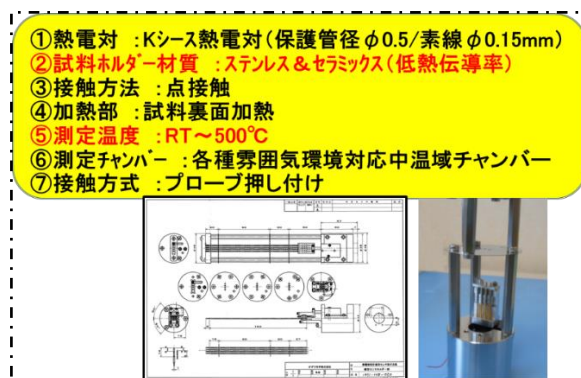
計測用センサの方式を決定するにあたり、プローブの押付け力と測定精度について定量的な検証を実施した。



(資料) 計測用センサー1 押付け力と測定精度検証用



(資料)計測用センサー2 押し付け力と測定精度検証用



(資料)計測用センサー3 押し付け力と測定精度検証用

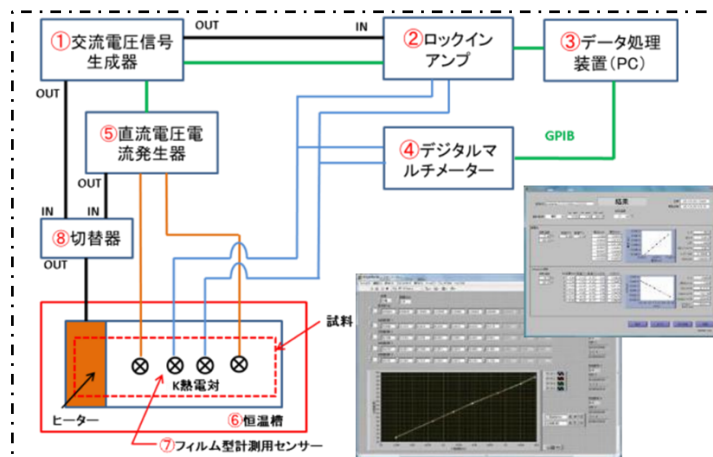
中温域の計測用センサについては、低温域(恒温槽内で測定)の計測用センサ及び試料ホルダーの構造(材料・形状)をベースにして、200℃付近までの環境下で測定可能な治具を製作し、測定検証を実施した。

また高温域(500℃)までの対応治具についても測定検証作業を実施した。

(2)測定値の有効性の検証

熱電3物性同時計測システム(評価版)を構築し、計測用センサを用いて、熱電3物性が既知のコンスタンタン及び代表的な熱電材料であるビスマステルルの熱電3物性を同一環境下で計測し、有効性の検証を実施した。

熱電3物性同時計測するための計測プログラムを開発(各熱物性を個別に計測する評価プログラム)し、有効性の検証を実施した。



(資料) 熱電3物性同時計測システム(評価版) & 計測プログラムの開発

次に低温域向けに新たに開発した計測用センサについて、構築した熱電3物性計測システムを用いて、熱電3物性の測定を測定温度範囲($-50^{\circ}\text{C}\sim 150^{\circ}\text{C}$)、大気環境下及び一方向加熱(面方向加熱)による測定実験を実施し、有効性を確認した。

中温域向けに開発した計測用センサについては、構築した熱電3物性計測システムを用いて、熱電3物性の測定を測定温度範囲($\text{RT}\sim 500^{\circ}\text{C}$)、大気環境下及び一方向加熱(面方向加熱)による測定実験を実施し、有効性を確認した。

低温域および中温域の計測用センサを用いた熱電3物性測定結果と各熱電物性値が既知の試料(熱電材料等)との比較精度検証作業を実施した。

<検証作業で使用した試料>

ビスマステルル(Bi_2Te_3)

アルミナ(Al_2O_3)

コンスタンタン

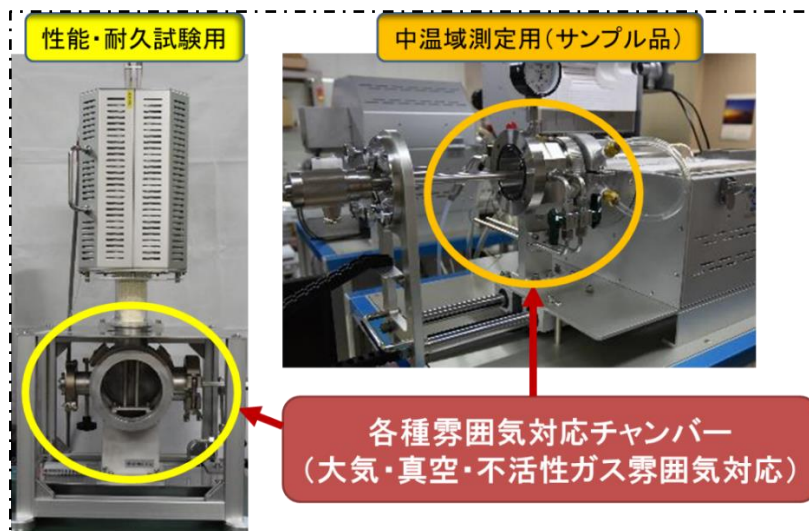
シリサイド系材料(マンガン、マグネシウム)

ニッケル(Ni)

2-2. 熱電3物性計測用センサの実用化検討

(1) 各種環境下における測定方法の確立

中温域の計測用センサを用いて、中温域温度範囲($\text{RT}\sim 500^{\circ}\text{C}$ 付近)且つ各種雰囲気環境下(大気・真空・不活性ガス)で熱電3物性を測定可能な測定チャンバーを開発(設計・製作)した。



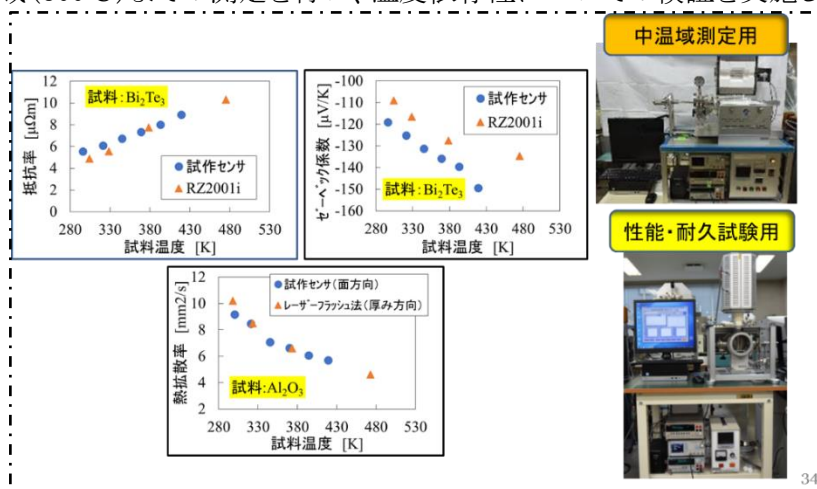
(写真) 中温域&各種雰囲気環境下で熱電3物性を測定可能な測定チャンバー

サンプル出荷等の実用化に向けた詳細設計を行い、各種制御(温度調節・加熱制御及び熱物性測定条件を制御するための各種計測機器コントロール等)機能を含めた熱物性自動計測プログラムを開発した。



(写真) 熱物性自動計測プログラム(測定条件)

高温域(500℃)までの測定を行い、温度依存性についての検証を実施した。



(資料) 温度依存性の確認

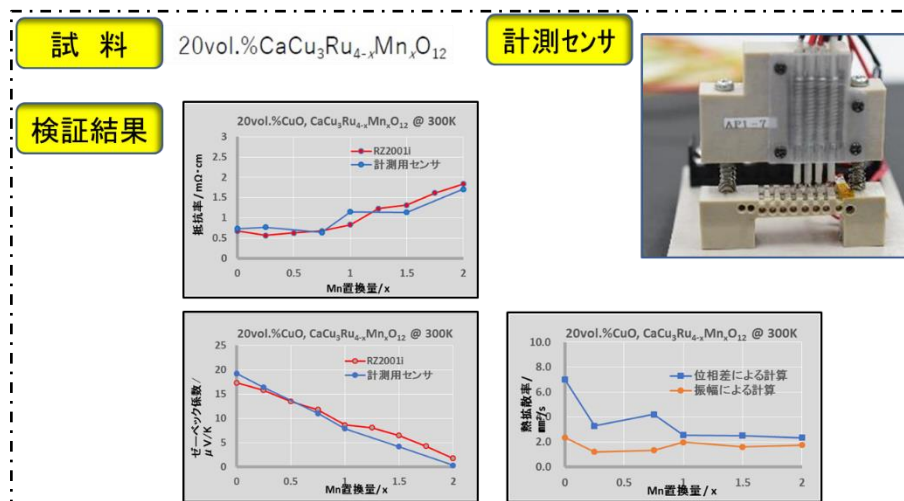
計測システムを用いて、各種雰囲気環境下での測定を実施した。

熱リーク並びに温度分布を実験的に見積り、試料の温度コントロール方法、周期加熱方法を検討した。実施結果については、アドバイザーの評価を得て、改善点の洗い出しを実施した。

(2) 装置の構築及び健全性の確認

中温域温度範囲(RT~500℃付近)、各種雰囲気環境下(大気・真空・不活性ガス)並びに各種制御(温度調節・加熱制御及び熱物性測定条件を制御するための各種計測機器コントロール等)機能を行う熱物性自動計測プログラムを実装し、熱電3物性を同時に測定可能な計測システムを構築した。

併せて、プロトタイプ装置(評価版)を製作し、測定方向(熱移動と同じ)である面方向のゼーベック係数、電気抵抗率(比抵抗)及び熱拡散率について、組成比が段階的に異なる熱電酸化物や化合熱電材料を用いての組成比依存性を検証した。



(資料) 組成比依存性の検証

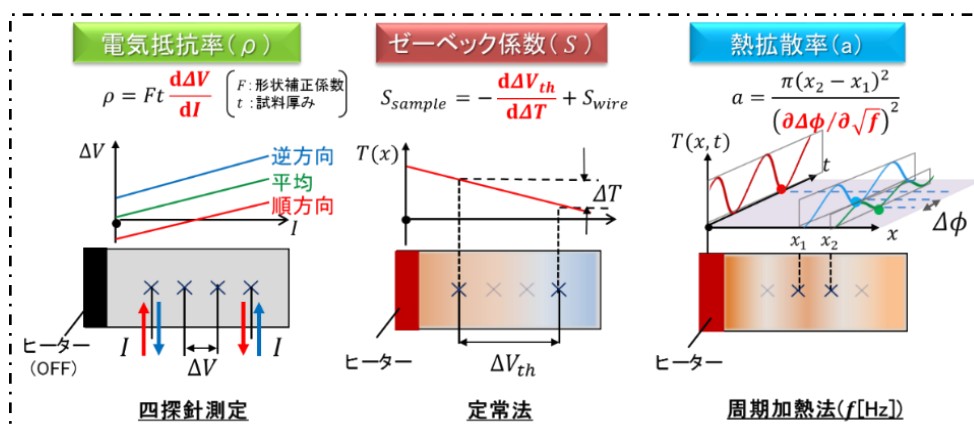
2ー3. 熱電3物性同時計測システムの構築

(1) 熱電3物性同時計測システムの構築及び最適化検討

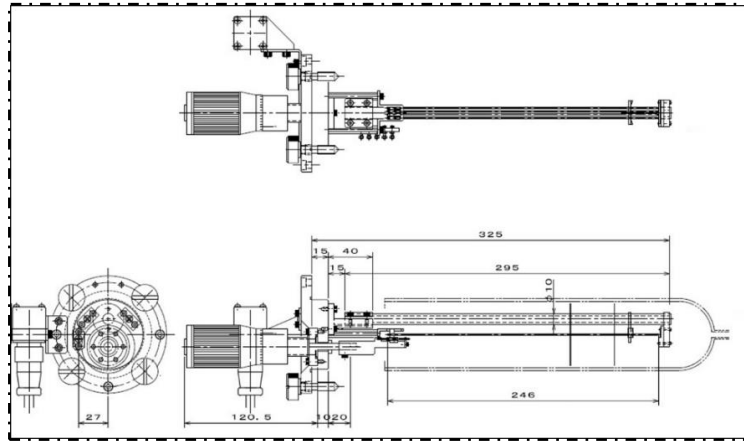
熱電3物性同時計測システムの構築については、先ずマルチセンシング構造の熱電3物性計測用センサを製作した。平成 29 年度の精度の技術的目標値に対する達成状況から、大きな測定誤差が生じており、要因とし想定される熱リーク対策を講じた熱電3物性計測用センサの製作に取り組んだ。

取り組みの重要なポイントとして、①機構部、②ステージ(試料ホルダー)の材質・構造、③センサ先端部の形状を中心にこれまでの検証結果を踏まえてセンサを製作した。

また計測用センサを用いて熱電3物性同時計測システム(プロトタイプ)を構築し、測定検証(正確度(参照値との差)、精度(繰り返し再現性))を実施した。また併せて温度依存性の測定検証も実施した。



(資料) 熱電3物性の測定方法



(図面) 熱電3物性計測用センサ

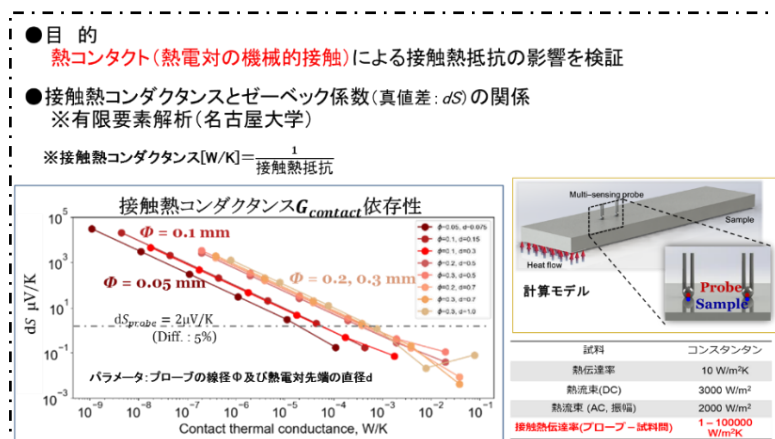


(写真) 熱電3物性同時計測システム

(2) 計測用センサの異種(形状)センサによる測定方法

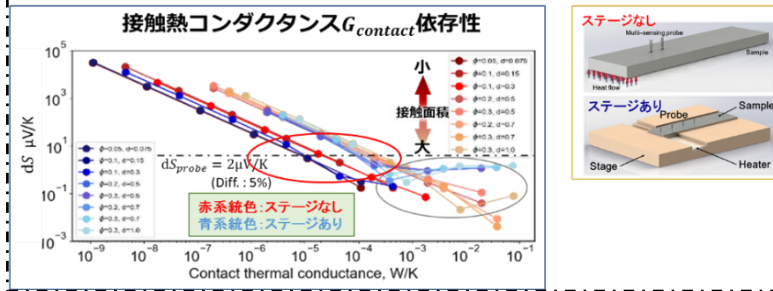
(1)で製作・構築した熱電3物性計測用センサで測定した結果が本研究開発の技術的目標値に達していない状況から、熱シミュレーション計算による電気・伝熱解析(有限要素解析)を行い、その結果を踏まえて熱電3物性計測用センサの改良を実施した。

主な取り組みとしては、①センサ及び先端部の形状の見直し、②ステージ構造変更、③周期加熱の温度変化波のサンプリング方法の変更、④センサの試料への押付け力の変更等である。

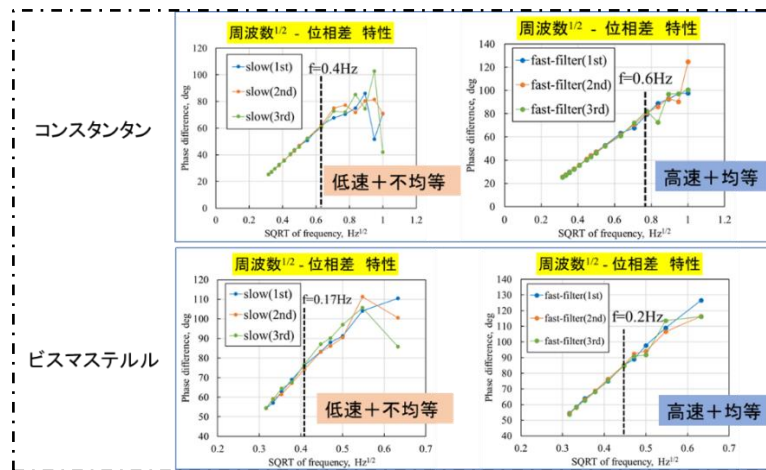


(検証) センサ及び先端部の形状の見直し

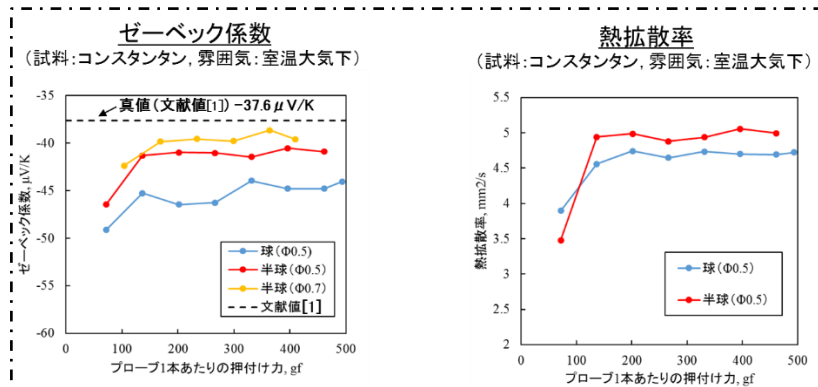
- 目的
熱リーク(ステージ有無による接触熱コンダクタンス)の依存性を検証
(試料:コンスタンタン)
- ステージの有無によるゼーベック係数変化
※有限要素解析(名古屋大学)



(検証) ステージ構造変更



(検証) 周期加熱の温度変化波のサンプリング方法の変更



(検証) センサの試料への押付け力の変更

(3) 技術的目標値と達成状況を以下に記す。

目標とする正確度(参照値との誤差)に対する達成状況を以下に記す。

- ・ゼーベック係数 : $\pm 5\%$ 以内の目標に対して $\pm 7.0\%$ 以内を達成
- ・電気抵抗率 : $\pm 5\%$ 以内の目標に対して $\pm 5.0\%$ 前後以内を達成
- ・熱拡散率 : $\pm 15\%$ 以内の目標に対して $\pm 15\%$ 以内を達成

技術的目標値と達成状況(正確度および精度(再現性)結果)

試料	測定物性値 (正確度の技術的目標値)		
	電気抵抗率 (5%)	ゼーベック係数 (5%)	熱拡散率 (15%)
ピスマステル (Bi ₂ Te ₃)	5.17 % (T=298K)	0.346 % (T=299K)	13.3 % (T=321K)
	1.48 %	0.726 %	4.14 %
コンスタンタン (Cu,Ni合金)	2.63 % (T=296K)	3.78 % (T=298K)	12.2 % (T=316K)
	0.314 %	0.512 %	3.30 %
ニッケル (Ni)	2.45 % (T=296K)	※6.92 % (T=300K)	3.99 % (T=318K)
	1.95%	0.925%	2.61 %

正確度 (T:測定時の試料温度)	$\frac{5\text{回の平均値}-\text{参照値}}{\text{参照値}} \times 100 [\%]$
精度 (=再現性)	$\frac{5\text{回の標準偏差}}{5\text{回の平均値}} \times 100 [\%]$ (変動係数)

※目標値:3%以下

※測定条件
・測定環境:室温大気下
・測定回数:5回

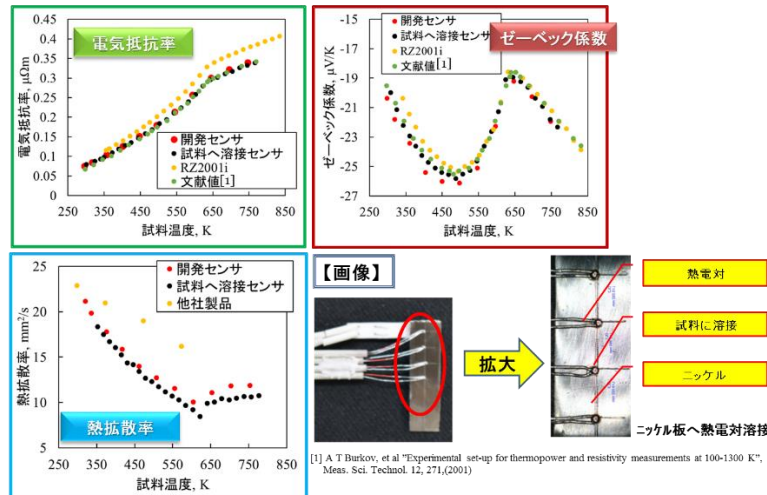
※ニッケルのゼーベック係数の正確度が悪い要因:
ニッケル自身のゼーベック係数の絶対値が小さい(室温下19.24 $\mu\text{V/K}$)

(検証結果)技術的目標値と達成状況

(4) 熱電3物性同時計測システムの健全性についての確認

熱電3物性同時計測システムの健全性を確認する方法として、熱電物性の電気抵抗率とゼーベック係数については、基準試料として「ニッケル(Ni)」を使用し、熱電物性の熱拡散率については、標準試料として「ジルコニア」を使用する。熱拡散率の基準となる測定値は、日本ファインセラミックスセンターで熱拡散率の標準試料として値付けされた測定結果を用いる。計測システムで基準試料(ニッケル)の熱電物性(電気抵抗率、ゼーベック係数)、標準試料(ジルコニア)の熱電物性(熱拡散率)を測定し、基準値との正確度の誤差が一定値以内であれば、装置の健全性が保たれていると判断する。

◆ニッケル 計測システム(開発装置)による温度特性結果(雰囲気:大気下)



(資料) 計測システムによるニッケル(試料)の熱電3物性温度特性結果

最終章 全体総括

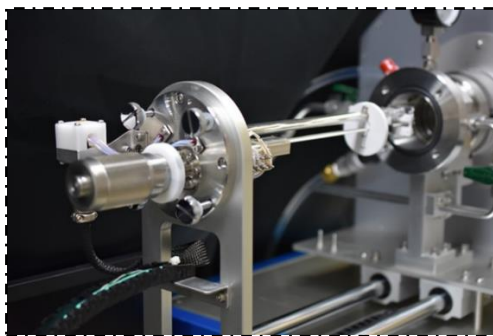
1. 研究開発成果

本研究開発事業の成果としては、単一の測定装置による熱電3物性(電気抵抗率、ゼーベック係数、熱拡散率)の同時計測可能な方法として、マルチセンシングプローブ構造の熱電3物性計測用センサ(プロトタイプ)を製作したことである。

また、開発した計測用センサを用いて計測用システム(プロトタイプ装置)を製作し、各熱物性に則した諸条件をパラメータとして準備し、熱電3物性自動計測プログラムを構築したことが大きな成果となった。

この成果によって、研究の目標であった①単一の測定装置で熱電3物性の測定を可能にする、②熱電3物性の測定方向と熱移動方向を同じにする、③試料は単一の形状加工で対応可能にする等の問題を解決し、具体的に川下ユーザーへサンプル品を提供可能などところまでたどり着けた事は大きな前進である。

今後は、熱電材料の定量評価を実施し、その結果を解析しながら、装置の信頼度(正確度、再現性)の検証、計測用センサの耐久性検証を実施しながら、併行してユーザーへのサンプル品の提供による実質的な評価を実施し、その結果をフィードバックしていただき、ユーザーニーズに応えた装置に向けて今後も研究開発を続けていく所存である。



＜熱電3物性計測用センサ＞



＜熱電3物性同時計測システム＞

2. 研究開発後の課題・事業化展開

(1) 想定している具体的なユーザー、マーケット及び市場規模等に対する効果

市場調査会社(株)アールアンドデイ社の 2014 年度版科学機器マーケットサイズによると、国内熱分析関連で年間 52 億の市場が見込まれる報告がある。その中でも熱物性計測装置としては、約 10%となる 5 億程が見込まれている。実際は、弊社の従来装置については、発売以来、国内外で 50 台前後の納入実績があり、競合メーカーの販売実績を合算すれば、合計 150 台程が稼働している。まずは、既存ユーザーに対して本製品への機器更新に向けての販売促進アプローチを進めていくことが重要と捉えている。

これまで熱電変換材料開発に必要な熱電3物性を同時・迅速且つ高精度に測定できる装置は皆無であったため、国内外でスタンダード装置となり得ることができる。また、熱電3物性を一つの試料セッティングで容易(試料加工)・迅速及び高精度に測定が行えるため、熱電変換材料探索における性能評価の迅速化、熱電変換技術の高度化に大いに貢献ができる。

(2) 事業化の見込み

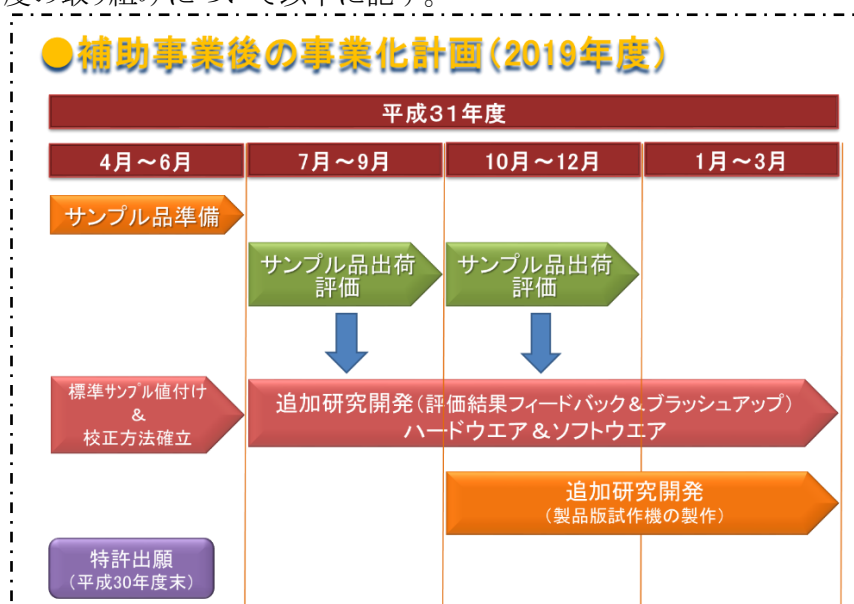
この単一の測定装置で熱電3物性(ゼーベック係数、電気抵抗率(比抵抗)、熱伝導率(熱拡散率))を同時に測定することが可能となり、正確・スピーディーに測定(分析・解析)を実現できることから、熱電変換材料の開発時間の短縮に大きく貢献することが期待できる。

本研究開発終了後の 2019 年度に川下製造業者(アドバイザー中心)に対して、サンプル品を出荷し、性能評価を実施する計画である。その評価結果をフィードバックして、構造面、機能面及び耐久性の観点からブラッシュアップを行い、製品化に向けた取り組みを実施する。

具体的には、2021 年度頃の事業化を目指す。まずは、弊社の従来装置の既存ユーザー又は本研究開発のアドバイザーに対して本製品への機器更新に向けての販売促進アプローチを進めていくことが重要と捉えている。

(3) 今後のスケジュール

2019 年度の取り組みについて以下に記す。



2019 年度以降の取り組みについて以下に記す。

