

フリージングパックを利用した冷熱衝撃試験機 による簡易水浸型温度変化試験

宮本博永・中込広幸・布施嘉裕・油井誠志・望月威夫

Easily Available Thermal Cycling Test for the Sample Soaked into Water Using Thermal Shock Equipment by Freezer Packs

Hironaga MIYAMOTO, Hiroyuki NAKAGOMI, Yoshihiro FUSE, Seishi YUI and Takeo MOCHIZUKI

要 約

最近の信頼性評価においては、製品が実際に使用される環境を忠実に再現したストレス負荷が求められており、既存の設備では目的に対応する試験の実施が困難な場合が増えてきている。その課題の1つとして、供試体を水に浸した状態で、温度サイクル試験を短時間で実施するという試験がある。本研究では、この課題解決のため、フリージングパックを利用した環境試験における試験方法を提案することを目的とした。その結果、例えば0℃～60℃のサイクル試験を1サイクル僅か6分以内で実施することができ、かつ0℃以下の凍結状態も温度サイクルに含めることが可能な試験方法を開発した。本法の利用により、非常に短い時間で簡易かつ安価に試験を実施することができる。

1. 緒 言

通常、JIS C 60068-2-14¹⁾に代表される温度変化試験は、冷熱衝撃試験機が用いられ、空気（高温・低温）との熱交換により供試体に温度変化が与えられる。また、急激な温度変化が必要な場合、触媒にガルデン（融点：-65℃、沸点：150℃）を使用した液槽式冷熱衝撃試験機も利用される。

しかし、最近では、製品が実際に使用される環境を忠実に再現したストレス負荷が求められており、これらの試験では目的に対応する試験の実施が困難な場合が増えてきている。その中に、当センターに持ち込まれる要望として、「供試体を『水』に浸したまま温度変化を与え、短時間で所定のサイクル数を実施したい」というものがある。具体的な対象には、水に浸した状態で使用されるセンサなどの電子部品・デバイスや新規に開発した素材等が挙げられる。

これら試験を実施するための手法として、二槽間移動方式と強制対流熱伝達方式の2つがよく利用されている。前者は所定の温度に設定できる水槽を高温側と低温側に2つ用意し、ロボットアームにより供試体を配置したカゴごと水槽間を移動させる方式である。短時間で試験を行うことができる反面、装置を製作する必要があり費用を要する。また、設定できる温度範囲が狭い等問題があ

る。後者は冷熱衝撃試験機槽内に水を入れた容器（ビーカーなど）を配置し、通常温度変化試験を実施する方法である。空気との熱交換により容器と水を温度変化させなければならないことから短時間で試験を実施することが困難であり、水の蒸発等の問題もある。

本研究は、これらの課題を解決し、供試体を水に浸した状態での温度サイクル試験（以後、「水浸型温度変化試験」と呼ぶ）を簡易かつ安価に実施するための方法を提供しようとするものである。

2. 実験方法

2-1 簡易水浸型温度変化試験の概要

提案する簡易水浸型温度変化試験の具体的な実施方法を説明する。基本的には前述した強制対流熱伝達方式から派生した方法である。供試体を市販フリージングパックに封入したものを冷熱衝撃試験機に配置し、空気との熱交換により温度変化を与える仕組みとなっている。この際、熱交換の促進など様々な効果を得るための保持具として銅板を利用した。その実際の試験写真と模式図を図1、2に示す。

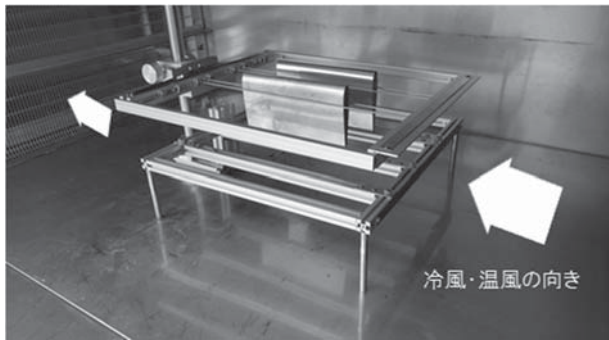


図1 フリージングパックを利用した簡易水浸型温度変化試験（冷熱衝撃試験機の槽内に供試体を取り付けた保持具を配置した様子）

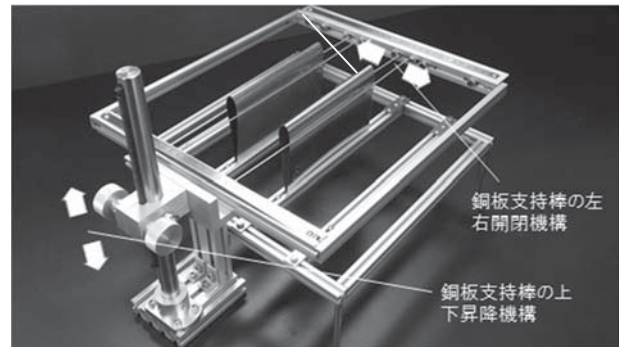


図3 保持具の外観写真

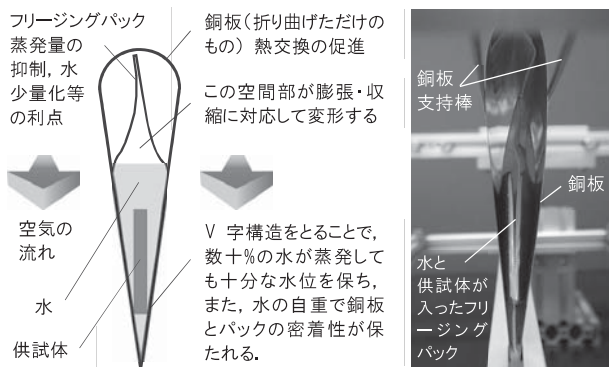


図2 フリージングパックを利用した簡易水浸型温度変化試験の模式図と供試体投入例

図1の銅板の内側には、水と供試体を封入したフリージングパックが保持されているが、その断面は図2のような状態となっている。フリージングパックを冷熱衝撃試験機の槽内にどのように配置しても基本的には問題はない。しかし、効率よく試験を行うためには次に挙げる点に注意する必要がある。

- (i) 少ない水量で深さが確保できるようにする。これは、供試体を完全に水没させ、また、短時間での温度変化を可能とするためである。
- (ii) チャック部が上になるように配置する。これは、水が溢れ出てしまうことを防止するためである。
- (iii) 水面の面積を小さくする。これは、水蒸発量の抑制のためである。
- (iv) 熱交換を促進させる。これは、短時間での温度変化を可能とするためである。

本研究で使用した図2のフリージングパックの保持例は、これら(i)～(iv)を考慮したものとしている。

なお、保持具は図3のものを製作した。銅板支持棒は左右に開閉可能であり、上下の昇降機能を備える。これにより様々なサイズのフリージングパックに対応可能となっている。

参考までに、3社（A、B及びC社）から市販されているフリージングパックの仕様を表1に示した。

表1 市販フリージングパックの一般的な仕様

大きさ [mm]		材質	厚さ [mm]	使用温度 [°C] ^注
縦幅	横幅			
90 ~ 280	140 ~ 270	ポリエチレン	0.06 ~ 0.07	-70 ~ 100

注) メーカー表記使用温度。本研究用途での利用と直ちに関連付ける必要性はない。

本研究では、このフリージングパックを利用した簡易水浸型温度変化試験について、その有用性を判断するための基礎データの収集を目的に、各種の実験を行った。

2-2 各種評価実験の実施条件

本法による試験を確立するために、次の項目、(i)フリージングパックの密閉性、(ii)水量別温度変化時間、(iii)材料別温度変化時間、(iv)連続試験の安定性、についてそれぞれ評価を実施した。

2-2-1 フリージングパックの密閉性評価の実験条件

本試験は、高温保持時における水の蒸発量を把握し、水の補充なしに長時間の試験が可能かどうかを検証するものである。密閉性の評価は、メーカー別3社のフリージングパックを用意し、比較による評価を行った。これは、おおよそのフリージングパックの密閉性を評価することと、実際の選択にあたり、メーカーの違いによりどの程度差が生じるかを把握しておく必要があるためである。具体的には、水を入れたフリージングパックを一定温度（80°C）で保持し、蒸発量を測定することで行った。併せて、常温放置した場合と、水を入れたガラス容器を一定温度（80°C）で保持した場合についても参考として測定を行った。なお、条件の詳細は表2(1)に示すとおりである。また、冷熱衝撃試験機での利用を想定した温度サイクルによる蒸発量把握の実験も行った。その条件は表2(2)のとおりである。

表2 フリージングパックの密閉性評価の実験条件

(1) 恒温試験

フリージングパック仕様	メーカー別 Mサイズ相当 3種類を用意 ・A社製 127×177mm, t=0.6mm ・B社製 140×160mm, t=0.7mm ・C社製 140×160mm, t=0.7mm ※)いずれも、2重ジッパー構造 その他 ・室温放置 C社製 期間：15.9.15～15.10.15 ・ガラス容器(φ46mm, 高:90mm)
水量	70ml
温度条件	80°C (エスベック製 恒温恒湿槽 SH-242)

(2) 温度サイクル試験

フリージングパック仕様	・C社製 140×160mm, t=0.7mm (一般Mサイズ相当, 2重ジッパー構造)
銅板サイズ	400×200mm, t=0.3mm ※)これを二つ折りにして使用
水量	70ml
温度条件	高温側80°C(5min), 低温側-20°C(5min) (エスベック製 冷熱衝撃試験機 TSA-301L-W)

2-2-2 水量別水温変化時間の計測実験条件

本実験は、温度変化時間をどれだけ短く設定できるかの基礎データとするものである。本法の利用においては、供試体の大きさによって個別に水量を設定する必要がある。水量によって水温の変化時間がどの程度異なるかを把握しておくことは、非常に重要である。本項目の実験では、水量を3通りに設定した後、所定の温度変化を与え、水の温度上昇及び温度降下に要する時間を計測した。試験条件の詳細は表3のとおりである。また、設定水量別の外観を図4に示した。

表3 水量別水温変化時間の計測実験条件

水量	30ml, 50ml, 70mlの3通り
フリージングパック仕様	90×140mm, t=0.7mm (一般Sサイズ相当)
銅板サイズ	200×160mm, t=0.3mm ※)これを二つ折りにして使用
温度条件	・温度上昇：0°Cの状態から加熱 80°C(10min) ・温度降下：70°Cの状態から冷却 -20°C(10min) (エスベック製 冷熱衝撃試験機 TSA-301L-W)
温度計測	高応答性 K熱電対 (先端厚さ t=0.04mm, 元線φ=0.1mm)

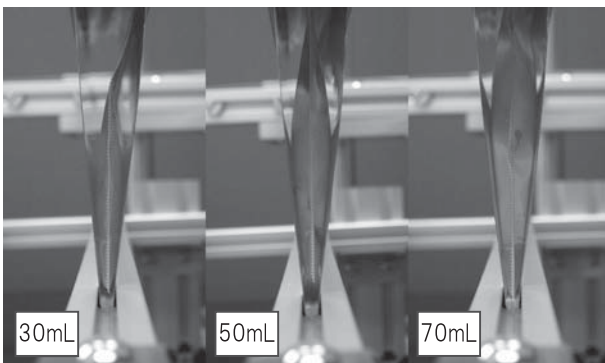


図4 設定水量別フリージングパックの外観

2-2-3 材料別温度変化時間の計測実験条件

本実験は、物性値の異なる材料を用意し、温度変化に要する時間の実測を行ったものである。様々な材料の製品への適用が想定されることから、本項目の試験では、物性の異なる4種類の供試体を用意し(外観及び主な物性値は図5, 表4のとおり), 温度変化に要する時間を実測し, その評価を行った。なお, 温度計測に利用する高応答性熱電対は, 各材料の中心位置に取り付けた。その他, フリージングパック仕様や温度条件等は表5のとおりである。

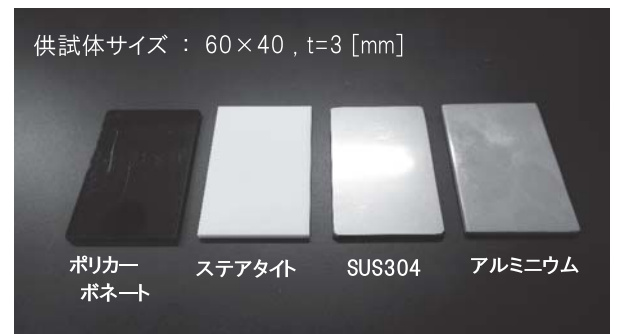


図5 用意した供試体の外観

表4 供試体の主な物性値

	熱伝導率	比熱	密度
	[W/m・K]	[J/Kg・K]	[g/cm ³]
ポリカーボネート	0.24	1260	1.2
ステアタイト	2	840	2.5
SUS304	16	500	7.9
アルミニウム	236	900	2.7

表5 材料別温度変化時間の計測実験条件

フリージングパック仕様	90×140mm, t=0.7mm (一般Sサイズ相当)
銅板サイズ	200×160mm, t=0.3mm ※)これを二つ折りにして使用
水量	50ml
温度条件	・温度上昇：0°Cの状態から加熱 80°C(10min) ・温度降下：75°Cの状態から冷却 -20°C(10min) (エスベック製 冷熱衝撃試験機 TSA-301L-W)
温度計測	高応答性 K熱電対 (先端厚さ t=0.04mm, 元線φ=0.1mm)

2-2-4 連続試験による安定性評価の実験条件

本法による試験が安定して行えるかどうかの確認を目的に、表6の条件による実験を行った。短時間サイクルを目的とした実験では、低温側0°Cと高温側60°Cのサイクルを出来るだけ短時間で実施できるように各条件を設定したものである。凍結状態を目的とした実験は、水が凍結する環境下でも使用することのある製品への適用を想定し、その実施可能性を調査した。

表 6 連続試験による安定性評価の実験条件

フリージングパック仕様	90×140mm, t=0.7mm (一般Sサイズ相当)
銅板サイズ	200×160mm, t=0.3mm ※)これを二つ折りにして使用
水 量	・短時間サイクルを目的とした実験 50ml ・凍結状態(0℃以下)を目的とした実験 30ml
温度条件	・短時間サイクルを目的とした実験 高温側100℃(3min), 低温側-40℃(3min) ・凍結状態(0℃以下)を目的とした実験 高温側80℃(7min), 低温側-50℃(13min) (エスベック製 冷熱衝撃試験機 TSA-301L-W)
温度計測	高応答性 K熱電対 (先端厚さ t=0.04mm, 元線φ=0.1mm)

3. 結果

3-1 フリージングパックの密閉性評価の実験結果

表 2 (1) の条件におけるフリージングパックの密閉性評価実験の結果は図 6 のとおりで、時間とフリージングパック内の水残量との関係を表したものである。150 時間経過時には、いずれのメーカーのフリージングパックにおいても、初期設定量 70 mL の水がほぼ半分となる 35~42 mL まで減少した。また A 社と C 社においては、徐々にではあるが時間の経過とともに水残量の差が広がった。200 時間経過したところでは、両社の間に 15% 以上の蒸発量の差があることがわかる。なお、室温に放置した場合、1 ヶ月経過時でも、1.5% 程度の蒸発量に留まった。また、参考までに実施したガラス容器による蒸発量実験では、僅か 7 時間程度で 70 mL の水が全て蒸発してしまう結果となった。

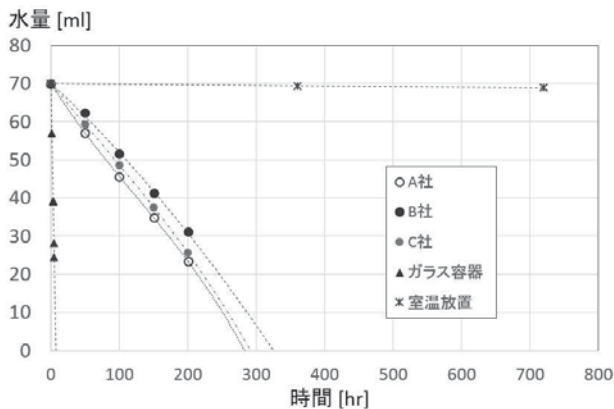


図 6 恒温試験等による密閉性評価の結果

図 7 は、表 2 (2) の条件で温度サイクル試験を行い、所定サイクル毎にフリージングパック内の水量を計測したものである。1000 サイクルの実施で、約 8% の水が蒸発するという結果が得られた。なお、実際の水温は 10~60℃の繰り返し変化であった。

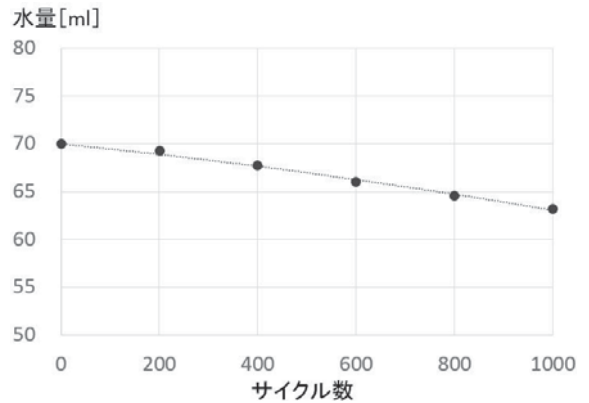


図 7 温度サイクル試験による密閉性評価の結果

また、本温度サイクル試験時にフリージングパックの外観等の調査を行った。図 8 はその写真である。それぞれ写真の左側が、冷熱衝撃試験機の槽内に直置きにしたもので、右側が銅板保持(図 2)したものである。銅板保持したほうは、シワ等がなく外観上の変化が少ない。これは銅板への密着状態が試験中保持されていることを示している。その一方で、サイクル毎に素材であるポリエチレンが局所的に硬化してくるとともに、内側での張り付きが発生しているのがわかった。放置すると、膨張収縮の課程でチャックの開放に繋がってしまう場合があるため、所定のサイクルごとに交換が必要である。具体的には、表 2 (2) の条件においては、少なくとも 900 サイクルまでにフリージングパックの交換を行うことが望ましい。一方で、本法を利用する実際の試験は、高温側条件が高くとも 80℃程度までとなることが想定されるため、フリージングパックは十分な耐久性を備えていると言える。

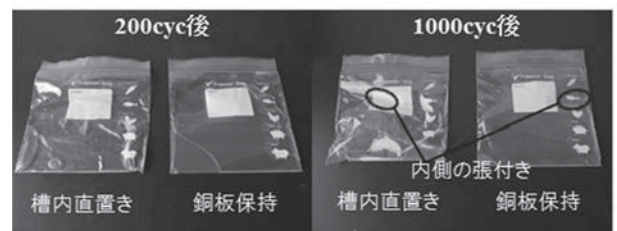


図 8 温度サイクル試験後のフリージングパック外観

3-2 水量別水温変化時間の計測実験結果

図 9 に実験結果を示す。左図は 80℃一定の槽内環境において、フリージングパックに封入した水(初期温度 0℃)が所定の温度まで上昇するのに要する時間を表したものである。右図は、同様に -20℃一定の槽内環境において水温(初期温度 70℃)の降下に要する時間を表したものである。温度上昇時は温度降下時と比べ、水量によって変化時間に大きな差が生じた。これは槽内温度

と水との温度差が大きく影響しているためと考えられる（温度上昇時では、槽内温度 80℃に対し初期水温が 0℃となっており、その差は 80℃であるが、温度降下時では、槽内温度 -20℃に対し初期水温は 70℃で、その差が 90℃となっている）。

温度上昇時に要する時間を見てみると、30 mL の水が 70℃に到達する時間が約 240 秒であるのに対し、70 mL の場合では 2 倍の約 480 秒の時間を要しているのがわかる。本法を利用した実際の試験を考えた場合、槽内温度を一定以上高く設定できないため（水の沸騰、ポリエチレンの耐久性などの問題）、試験時間の短縮には水量を少なく設定することが重要となる。

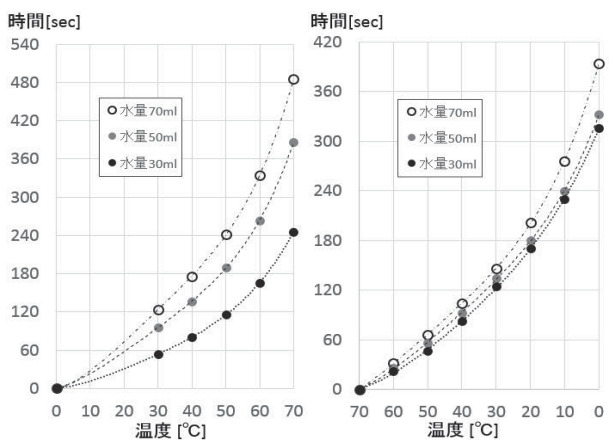


図 9 水量別水温変化時間の計測結果

3-3 材料別温度変化時間の計測実験結果

図 10 に計測した材料の温度を表した。図 9 と同様に、横軸に温度、縦軸が時間となっている。左図は 80℃一定の槽内環境において、フリージングパック内の供試体（初期温度 0℃）が所定の温度まで上昇するのに要する時間を表したものである。また、右図は -20℃一定の槽内環境において、フリージングパック内の供試体（初期温度 70℃）の降下に要する時間を表したものである。温度上昇時において、最も早く 70℃に到達したのはステアタイトであり、最も時間を要した SUS304 との差は 74 秒であった。これに対し、温度降下時では、最も早く 0℃に到達したのはステアタイトと、最も時間を要したのはアルミニウムとの差は僅か 14 秒であった。温度上昇時、温度降下時のどちらにおいても、材料の温度変化時間は、ステアタイトとポリカーボネートが短く、SUS304 とアルミニウムが長い時間を要する結果となった。これは、熱容量（比熱×質量）が最も影響していることを示しているが、一方で本法の適用においては製品の材質による温度変化時間の違いをそれほど考慮に入れなくてもよいことがわかる。なぜなら、本法で適用が想

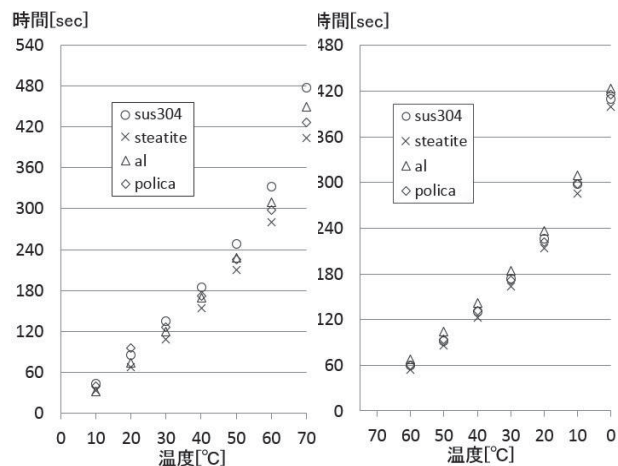


図 10 材料別温度変化時間の計測結果

定される素材や電子部品等のほうが、体積はより小さく（数分の 1 から数十分の 1 程度になる）、全てを水であると仮定して試験条件を設定しても、供試体の温度変化時間への影響は少ないからである。参考までに水等の体積別温度変化時間の比較を表 7 に示した。材料の水量を含む体積は、50 cc + 7.2 cc = 57.2 cc である。これは、図 9 における水だけの場合の 50 mL と 70 mL の間の体積に相当するが、温度変化時間も、降下時間と上昇時間のどちらにおいても 50 cc と 70 cc の間の値となっていることがわかる。

表 7 水等の体積別温度到達時間

	[単位: sec]	
	温度上昇時間 0 → 70 [°C]	温度降下時間 70 → 0 [°C]
水量 50cc	386	316
水量 50cc + サンプル 7.2cc	404~478	377~391
水量 70cc	486	394

3-4 連続試験による安定性評価の実験結果

短時間サイクルを目的とした実験結果を図 11 に、凍結状態を目的とした実験結果を図 12 に示した。どちらの実験においても再現性の高い安定した温度プロファイルが得られている。短時間サイクルを目的とした実験結果を見てみると、フリージングパックに封入した水の温度が低温側 0℃、高温側 60℃のサイクル試験となっている。その 1 サイクル当たりの時間は 6 分であるが、水量を減らしたり、温度条件を変更したりすることにより、さらに短い時間での試験が可能である。凍結状態を目的とした実験結果のほうは、水温 -43℃から 60℃の温度サイクルを 20 分で実現している。水温 20℃付近において小さなピークが計測されているが（図 11）、これはフリージングパック内で対流する氷に起因するものである。本法は、供試体を水に浸した状態において、0℃以

下の温度を含むサイクル試験を実現する方法として極めて有用である。

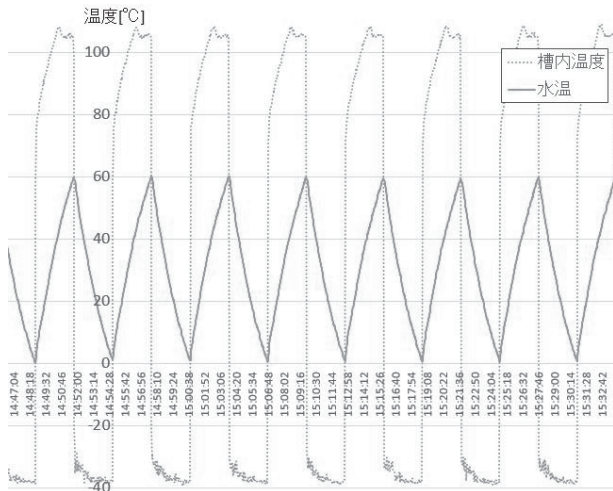


図 11 短時間サイクルを目的とした実験結果

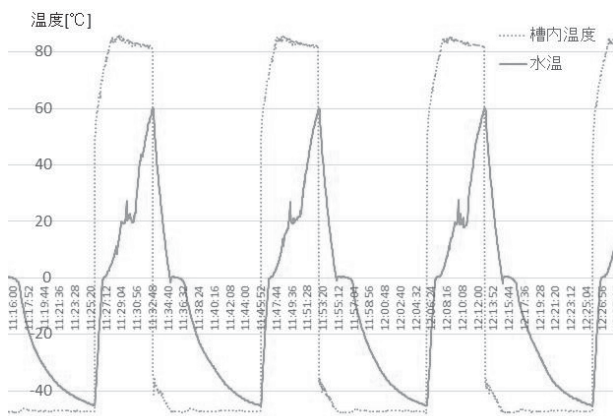


図 12 凍結状態を目的とした実験結果

以上のことから、他試験方法との比較を述べることでより各実験結果の総括としたい。表 8 は本法と従来の二層間移動方式及び容器による強制対流熱伝達方式（以後、容器強制対流方式と呼ぶ）との関係において、その特徴を一覧表にまとめたものである。最初に、温度条件範囲について比較した。二層間移動方式では 0°C 以下の試験が実施できないため、他方式よりもこの点において大きく劣る。試験時間については、一定温度の水槽に直接供試体を沈める二層間移動方式が圧倒的に短い時間で試験を行うことができる。ただし、実際はロボットアームによる供試体の二層間移動速度に大きく依存する。コストは、二層間移動方式を選択する場合には、必ず専用の試験設備を製作しなければならず、手軽に実施することは難しい。また、容易に試験が行えるかという管理性を考えた場合、二層間移動方式では高温側水槽の水の蒸発量やロボットアームの正常動作の管理がある。容器強制対

流方式においては容器に頻繁に水を継ぎ足さなくてはならず、管理性において非現実的な課題がある。その他、試験の拡張性については、主にバイアス印加や各種センサ取り付けによる試験が容易に行えるかを比較したものである。二層間移動方式では、供試体はロボットアームにより常に移動している状態にあるため、配線と試験設備との干渉が問題となる。以上により、本法は全ての項目において優位な面が認められる。

表 8 試験方法の総合評価

	温度条件範囲	試験時間	コスト	管理性	拡張性
二層間移動方式	△ (0~100°C)	◎	△	△	△
容器強制対流方式	○ (-60~100°C)注	△	○	△	○
本試験方式	○ (-60~100°C)注	○	○	○	○

注) 低温側-60°Cは環境試験機のスペックに依存。

4. 結 言

供試体を水に浸したまま繰り返しの温度変化を与える試験を簡易かつ安価に実施するため、フリージングパックを利用した冷熱衝撃試験機による水浸型温度変化試験を提案した。

本法により、非常に短い時間で簡易かつ安価に目的の試験を実施できることがわかった。小さい供試体であれば少ない水量による試験が実施でき、例えば 0°C~60°C のサイクル試験を 1 サイクル僅か 6 min 以内で実施することが可能である。また、フリージングパックには十分な耐久性が認められ、蒸発量を抑制する機能が備わっていることから、試験中のパック交換は 600~900 サイクル毎に行うだけでよく、管理性にも優れている。その他、コスト面においても優位で、企業が既に保有する冷熱衝撃試験機を活用したり、あるいは当センターにおいて開放設備である冷熱衝撃試験機が利用できたり、専用の試験設備の製作費用等を削減することができる。

最後に、本試験方法の利用が、当センターにおいて既に可能であるが、冷熱衝撃試験機の設備利用料のみで必要な保持具等も利用することができる。ご希望の方は、是非お気軽に当センターまでご連絡いただきたい。

参考文献

- 1) 日本工業規格 環境試験方法 一電気・電子—
第 2-14 部:温度変化試験方法, JIS C 60068-2-14
(2011)