

JAERI-M
93-233

黒鉛およびセラミックスのレーザーフラッシュ法
による熱拡散率測定における対数法の応用

1993年12月

松尾 秀人

JAERI-Mレポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。
入手の問合わせは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11茨城県那珂郡東海村）
あて、お申しこしてください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-11茨城
県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費頒布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.
Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Division, Department
of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun,
Ibaraki-ken 319-11, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1993

編集兼発行 日本原子力研究所
印刷 日立高速印刷株式会社

黒鉛およびセラミックスのレーザーフラッシュ法
による熱拡散率測定における対数法の応用

日本原子力研究所東海研究所材料研究部

松尾 秀人

(1993年11月8日受理)

レーザーフラッシュ法による熱拡散率測定法を検討するために新しい解析法, すなわち対数法について従来から適用されている $t_{1/2}$ 法や重心法と比較した。実験では黒鉛とセラミックスの2種類の試料を用いて室温から高温まで測定し, 熱拡散率を3つの解析方法で求めた。全ての試料の熱拡散率は温度が高くなるにしたがって単調に低下した。熱拡散率の値は低い測定温度領域では解析法によって異なる結果が得られた。高温では3つの解析法とも殆ど同じ値を示したが, 低い測定温度領域では3つの解析方法のうち対数法が最も良い値を与えることがわかった。

Application of Logarithmic Method to Determine
the Thermal Diffusivity of Graphite and Ceramics
by Laser Flash Method

Hideto MATSUO

Department of Materials Science and Engineering
Tokai Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received November 8, 1993)

A new analytical method, logarithmic method, was applied to analyze the measurement method for thermal diffusivity by laser flash method and compared with other conventional analytical methods, $t_{1/2}$ method and modified $t_{1/2}$ method.

Two kinds of samples, graphite and ceramics, were used in the present experiment for analyzing the methods. The measurement was done from room temperature to elevated temperatures which depended on the samples used. Monotonous decrease of thermal diffusivity with measurement temperature was obtained for all samples measured, however the thermal diffusivities depended on the analytical methods especially at low measurement temperatures. It was found that the logarithmic method gave the best results of the three methods at low temperatures, however they showed almost similar results at elevated temperatures.

Keywords : Thermal Diffusivity, Laser Flash Method, Logarithmic Method,
Graphite, Ceramics

目 次

1. はじめに	1
2. 熱拡散率測定の理論	1
3. 実験方法	2
3.1 試料	2
3.1.1 黒鉛	2
3.1.2 セラミックス	2
3.2 熱拡散率の測定および解析	2
4. 実験結果および考察	3
4.1 黒鉛	3
4.2 セラミックス	4
5. まとめ	5
謝辞	5
参考文献	5

Contents

1. Introduction	1
2. Theory of Thermal Diffusivity Measurement	1
3. Experimental Procedure	2
3.1 Sample	2
3.1.1 Graphite	2
3.1.2 Ceramics	2
3.2 Measurement and Analysis of Thermal Diffusivity	2
4. Results and Discussion	3
4.1 Graphite	3
4.2 Ceramics	4
5. Summary	5
Acknowledgements	5
References	5

1. はじめに

レーザーフラッシュ法による熱拡散率の測定は、Parkerら¹⁾によってその測定原理が提案されて以来、測定方法の簡便さから広く用いられてきている。この測定におけるデータ解析には、一般的な方法としては、レーザー光照射後の試験片裏面の温度上昇がその最高到達温度の半分に達する時間 ($t_{1/2}$) を用いた、いわゆる $t_{1/2}$ 法、が適用されている。しかし、この方法を用いる場合には、照射レーザー光のパルス巾や輝度分布、被測定試料の熱エネルギー吸収の一様性や熱損失等の影響が全くない理想条件が成立する条件で測定することが必要であるが²⁻⁴⁾、実際の測定においてそれらの条件が完全に成立することは実験上困難なことが多い。このためこれらの影響を考慮した補正が必要であり、種々の提案がなされている。例えば、これらの因子の中のレーザー照射光のパルス幅の影響を小さくするためには重心法⁵⁾ が応用されている。また、特に補正の困難な熱損失や輝度分布の問題を解決するためには、データ解析法の一つとして高橋ら⁶⁾ によって対数法を熱拡散率算出の標準的な手法とすることが提案されている。この報告はセラミックスや黒鉛の高温までの熱拡散率のデータ解析に対して対数法を応用して検討した結果である。

2. 熱拡散率測定理論

固体内で熱の発生や吸収がない場合には、 α を熱拡散率、 λ を熱伝導度、 c を比熱容量、 ρ を密度とすると熱拡散方程式は次のように表わされる。

$$\alpha \nabla^2 \theta = d\theta / dt \quad (1)$$

$$\alpha = \lambda / c \rho \quad (2)$$

ここで、レーザー光で円柱状試験片を照射してエネルギーを付与し、非定常状態でその熱伝導が一次元である場合について (1) 式を解いて、 l を被測定試料の厚さ、 θ をレーザー光照射後 t 秒後の試料裏面の温度、 θ_m を最高到達温度とするとレーザー光を照射して t 秒後の温度履歴曲線は (3) 式で与えられる。

$$\theta / \theta_m = 1 + 2 \sum_{n=0}^{\infty} (-1)^n \exp(-n^2 \pi^2 \alpha t / l^2) \quad (3)$$

この式から熱拡散率 α が求められるが、それを算出する方法として、レーザー光照射直後から $\theta / \theta_m = 1/2$ になるまでの時間 ($t_{1/2}$) を測定し、(3) 式から導かれる次の (4) 式から α が求められる ($t_{1/2}$ 法)。従来は殆どこの方法を用いて熱拡散率が求められている。

$$\alpha = 0.1388 l^2 / t_{1/2}^2 \quad (4)$$

一方、高橋ら⁶⁾ によると、熱拡散方程式 (1) を他の方法で解析しても α が求められる。すなわち、その解析結果によると、試験片裏面の温度履歴は、 $\theta / \theta_m < 0.9$ の領域では、近似的

1. はじめに

レーザーフラッシュ法による熱拡散率の測定は、Parkerら¹⁾によってその測定原理が提案されて以来、測定方法の簡便さから広く用いられてきている。この測定におけるデータ解析には、一般的な方法としては、レーザー光照射後の試験片裏面の温度上昇がその最高到達温度の半分に達する時間 ($t_{1/2}$) を用いた、いわゆる $t_{1/2}$ 法、が適用されている。しかし、この方法を用いる場合には、照射レーザー光のパルス巾や輝度分布、被測定試料の熱エネルギー吸収の一様性や熱損失等の影響が全くない理想条件が成立する条件で測定することが必要であるが²⁻⁴⁾、実際の測定においてそれらの条件が完全に成立することは実験上困難なことが多い。このためこれらの影響を考慮した補正が必要であり、種々の提案がなされている。例えば、これらの因子の中のレーザー照射光のパルス幅の影響を小さくするためには重心法⁵⁾が応用されている。また、特に補正の困難な熱損失や輝度分布の問題を解決するためには、データ解析法の一つとして高橋ら⁶⁾によって対数法を熱拡散率算出の標準的な手法とすることが提案されている。この報告はセラミックスや黒鉛の高温までの熱拡散率のデータ解析に対して対数法を応用して検討した結果である。

2. 熱拡散率測定の理論

固体内で熱の発生や吸収がない場合には、 α を熱拡散率、 λ を熱伝導度、 c を比熱容量、 ρ を密度とすると熱拡散方程式は次のように表わされる。

$$\alpha \nabla^2 \theta = d \theta / dt \quad (1)$$

$$\alpha = \lambda / c \rho \quad (2)$$

ここで、レーザー光で円柱状試験片を照射してエネルギーを付与し、非定常状態でその熱伝導が一次元である場合について (1) 式を解いて、 l を被測定試料の厚さ、 θ をレーザー光照射後 t 秒後の試料裏面の温度、 θ_m を最高到達温度とするとレーザー光を照射して t 秒後の温度履歴曲線は (3) 式で与えられる。

$$\theta / \theta_m = 1 + 2 \sum_{n=0}^{\infty} (-1)^n \exp(-n^2 \pi^2 \alpha t / l^2) \quad (3)$$

この式から熱拡散率 α が求められるが、それを算出する方法の一つとして、レーザー光照射直後から $\theta / \theta_m = 1/2$ になるまでの時間 ($t_{1/2}$) を測定し、(3) 式から導かれる次の (4) 式から α が求められる ($t_{1/2}$ 法)。従来は殆どこの方法を用いて熱拡散率が求められている。

$$\alpha = 0.1388 l^2 / t^{1/2} \quad (4)$$

一方、高橋ら⁶⁾によると、熱拡散方程式 (1) を他の方法で解析しても α が求められる。すなわち、その解析結果によると、試験片裏面の温度履歴は、 $\theta / \theta_m < 0.9$ の領域では、近似的

に次の (5) 式で表される。

$$\theta / \theta_m = 2 (\ell^2 / \pi \alpha t)^{1/2} \exp(-\ell^2 / 4 \alpha t) \quad (5)$$

したがって、熱拡散率 α は、(5) 式を変形して次の (6) 式から求められる。

$$\ln(t^{1/2} \cdot \theta) = \ln 2 \cdot \theta_m (\ell^2 / \pi \alpha)^{1/2} - \ell^2 / 4 \alpha t \quad (6)$$

すなわち、実験データで $1/t$ に対して $\ln(t^{1/2} \cdot \theta)$ をプロットすれば直線となり、その傾きから熱拡散率 α (対数法) が求められる。

3. 実験方法

3.1 試料

この実験には黒鉛とセラミックスの2種類の試料を用いた。

3.1.1 黒鉛

実験には2種類の多結晶試料を用いた。試料 AXM-5Q1 は、アメリカの POCO 社製で超微粒フィラーを用いた等方性材料で、黒鉛の熱伝導度測定では標準試料として取り上げられている材料である⁷⁾。試料 IG-110 は、東洋炭素(株)製の石油コークス系微粒等方性材料である。いずれの試料も大きな素材から $\phi 10 \times 75\text{mm}$ の円柱状試料を採取した後ダイヤモンドカッターで $1.5 - 2.0\text{mm}$ の所定の厚さに加工した。

3.1.2 セラミックス

実験には4種類の試料、 Al_2O_3 、 MgO 、 AlN 、および Si_3N_4 等、で $\phi 10 \times 0.5 - 2.0\text{mm}$ の形状の試験片を用いた。 Al_2O_3 および MgO は京セラ(株)製の単結晶、 AlN は徳山曹達(株)、 Si_3N_4 は東芝セラミックス(株)製である。なお、 Al_2O_3 の場合には六方晶系の (1120) 面に垂直方向を測定した。透光性の試験片の場合、レーザー光が試験片の表面で反射したり、試験片を透過するためにレーザー光の試験片へのエネルギー吸収が問題となるので、試験片表面に DGF (Dry Graphite Film Lubricant) を吹き付けて測定に供した。

3.2 熱拡散率の測定および解析

熱拡散率は、レーザーフラッシュ法を原理とし、最高 2200°C まで加熱可能な理学電機(株)製の装置 PS-2000 を用いて測定した。Fig.1 に測定のブロックダイアグラムを示した。測定では、 0.1mPa の真空中で試験片上部からその軸方向に平行方向に最高エネルギー 20J のレーザー光を照射し、試験片の裏面の温度の時間変化を赤外線検出器によって非接触で測定・記録し、(4) および (6) 式によって熱拡散率 α を求め、両者を比較した。なお、これらの測定および解析ではコンピューターを使用して全て自動的に行えるようにし、また測定では所定の各温度で3回測定してそれぞれを解析し、それらの平均値をその温度での実測値とした。なお、セラミックスで

に次の (5) 式で表される。

$$\theta / \theta_m = 2 (\ell^2 / \pi \alpha t)^{1/2} \exp(-\ell^2 / 4 \alpha t) \quad (5)$$

したがって、熱拡散率 α は、(5) 式を変形して次の (6) 式から求められる。

$$\ln(t^{1/2} \cdot \theta) = \ln 2 \cdot \theta_m (\ell^2 / \pi \alpha)^{1/2} - \ell^2 / 4 \alpha t \quad (6)$$

すなわち、実験データで $1/t$ に対して $\ln(t^{1/2} \cdot \theta)$ をプロットすれば直線となり、その傾きから熱拡散率 α (対数法) が求められる。

3. 実験方法

3.1 試料

この実験には黒鉛とセラミックスの2種類の試料を用いた。

3.1.1 黒鉛

実験には2種類の多結晶試料を用いた。試料 AXM-5Q1 は、アメリカの POCO 社製で超微粒フィラーを用いた等方性材料で、黒鉛の熱伝導度測定では標準試料として取り上げられている材料である⁷⁾。試料 IG-110 は、東洋炭素(株)製の石油コークス系微粒等方性材料である。いずれの試料も大きな素材から $\phi 10 \times 75\text{mm}$ の円柱状試料を採取した後ダイヤモンドカッターで $1.5 - 2.0\text{mm}$ の所定の厚さに加工した。

3.1.2 セラミックス

実験には4種類の試料、 Al_2O_3 、 MgO 、 AlN 、および Si_3N_4 等、で $\phi 10 \times 0.5 - 2.0\text{mm}$ の形状の試験片を用いた。 Al_2O_3 および MgO は京セラ(株)製の単結晶、 AlN は徳山曹達(株)、 Si_3N_4 は東芝セラミックス(株)製である。なお、 Al_2O_3 の場合には六方晶系の (1120) 面に垂直方向を測定した。透光性の試験片の場合、レーザー光が試験片の表面で反射したり、試験片を透過するためにレーザー光の試験片へのエネルギー吸収が問題となるので、試験片表面に DGF (Dry Graphite Film Lubricant) を吹き付けて測定に供した。

3.2 熱拡散率の測定および解析

熱拡散率は、レーザーフラッシュ法を原理とし、最高 2200°C まで加熱可能な理学電機(株)製の装置 PS-2000 を用いて測定した。Fig.1 に測定のブロックダイアグラムを示した。測定では、 0.1mPa の真空中で試験片上部からその軸方向に平行方向に最高エネルギー 20J のレーザー光を照射し、試験片の裏面の温度の時間変化を赤外線検出器によって非接触で測定・記録し、(4) および (6) 式によって熱拡散率 α を求め、両者を比較した。なお、これらの測定および解析ではコンピューターを使用して全て自動的に行えるようにし、また測定では所定の各温度で3回測定してそれぞれを解析し、それらの平均値をその温度での実測値とした。なお、セラミックスで

は表面吹き付け材料の安定性から、試験片の種類によって異なるが、最高測定温度を900 - 1400℃とした。

これらの試験片裏面の温度履歴曲線の解析においては、対数法では $\theta/\theta_0 = 0.1$ から0.7までの領域について行い、(6)式の直線近似を最小自乗法で求め、その傾きから熱拡散率 α を算出した。また、 $t_{1/2}$ 法では重心法⁹⁾(ここでは Modified $t_{1/2}$ 法と称する)を適用してパルス幅の影響を補正した。

4. 実験結果および考察

4.1 黒鉛

Fig.2, Fig.3およびFig.4に、試験片の厚さが1.5mmの試料AXM - 5Q1について(5)式を用いて解析した結果の例を示した。また、Fig.5, Fig.6およびFig.7にはそれらの解析の基本となるレーザー照射後の試験片の裏面の温度履歴曲線の実際の測定結果の例を9.5℃, 1101℃および1794℃の3つの測定温度の場合について示した。

これらの図から明らかなように、実際の測定結果では温度履歴曲線は完全にスムーズでなく、特に1794℃の測定結果で見られるように、最高到達温度付近にはノイズによりある程度の温度の変動がある。しかし、このような温度の変動があっても、Fig.5, Fig.6およびFig.7に示すように、対数法の解析ではいずれの温度でも直線となる結果が得られた。これらの直線は測定した全ての温度で得られたので、それぞれの直線の式を最小自乗法によって求め、直線の傾きから(6)式を用いて各温度での熱拡散率を求めた。これらの結果をFig.8に、 $t_{1/2}$ 法やModified $t_{1/2}$ 法による解析結果と比較してそれぞれ示した。高温では3つの解析結果は比較的によく一致する結果が得られた。これに対して、低い温度領域では3つの解析結果に差が認められ、対数法による解析結果がすでに報告されている値^{7,8)}により近い値を示す結果が得られた。実験で得られた結果と文献を比較した場合をFig.9およびFig.10に示した。

前に述べたように、レーザーフラッシュ法による測定では測定結果に影響を及ぼす因子の一つにレーザーパルス幅の影響がある。レーザー光は瞬間的に試験片表面に照射されてそのエネルギーが試験片に吸収され全て温度上昇に消費されるのが理想である。しかし、実際にはこの実験に使用したレーザーのパルス幅は約600 μ sであって理想のパルスの形状からのずれがある。このレーザーパルス幅の影響を補正するためにModified $t_{1/2}$ 法を適用した。測定温度が低い領域では、試験片の厚さが1.5mmの場合には $t_{1/2}$ の測定値は数msである。このため $t_{1/2}$ 法の解析結果ではレーザーパルス幅の影響が比較的大きくでる。一方、Modified $t_{1/2}$ 法ではレーザーパルス幅の影響を補正しているのでその影響は小さくなっていると考えられる。したがって、対数法とModified $t_{1/2}$ 法の二つの方法による解析で得られた室温付近の温度領域における熱拡散率の差は、レーザーパルス幅よりも他の因子の影響であると考えられる。その一つの原因としては、 $t_{1/2}$ の測定値がある。すなわち、低い測定温度領域ではレーザー照射後の温度履歴は比較的スムーズな曲線が得られるが、 $t_{1/2}$ の値が小さいので、その温度履歴曲線にわずかにノイズ

は表面吹き付け材料の安定性から、試験片の種類によって異なるが、最高測定温度を900 - 1400℃とした。

これらの試験片裏面の温度履歴曲線の解析においては、対数法では $\theta/\theta_0 = 0.1$ から0.7までの領域について行い、(6)式の直線近似を最小自乗法で求め、その傾きから熱拡散率 α を算出した。また、 $t_{1/2}$ 法では重心法⁹⁾(ここでは Modified $t_{1/2}$ 法と称する)を適用してパルス幅の影響を補正した。

4. 実験結果および考察

4.1 黒鉛

Fig.2, Fig.3およびFig.4に、試験片の厚さが1.5mmの試料AXM-5Q1について(5)式を用いて解析した結果の例を示した。また、Fig.5, Fig.6およびFig.7にはそれらの解析の基本となるレーザー照射後の試験片の裏面の温度履歴曲線の実際の測定結果の例を9.5℃, 1101℃および1794℃の3つの測定温度の場合について示した。

これらの図から明らかなように、実際の測定結果では温度履歴曲線は完全にスムーズでなく、特に1794℃の測定結果で見られるように、最高到達温度付近にはノイズによりある程度の温度の変動がある。しかし、このような温度の変動があっても、Fig.5, Fig.6およびFig.7に示すように、対数法の解析ではいずれの温度でも直線となる結果が得られた。これらの直線は測定した全ての温度で得られたので、それぞれの直線の式を最小自乗法によって求め、直線の傾きから(6)式を用いて各温度での熱拡散率を求めた。これらの結果をFig.8に、 $t_{1/2}$ 法やModified $t_{1/2}$ 法による解析結果と比較してそれぞれ示した。高温では3つの解析結果は比較的によく一致する結果が得られた。これに対して、低い温度領域では3つの解析結果に差が認められ、対数法による解析結果がすでに報告されている値^{7, 8)}により近い値を示す結果が得られた。実験で得られた結果と文献を比較した場合をFig.9およびFig.10に示した。

前に述べたように、レーザーフラッシュ法による測定では測定結果に影響を及ぼす因子の一つにレーザーパルス幅の影響がある。レーザー光は瞬間的に試験片表面に照射されてそのエネルギーが試験片に吸収され全て温度上昇に消費されるのが理想である。しかし、実際にはこの実験に使用したレーザーのパルス幅は約600 μ sであって理想のパルスの形状からのずれがある。このレーザーパルス幅の影響を補正するためにModified $t_{1/2}$ 法を適用した。測定温度が低い領域では、試験片の厚さが1.5mmの場合には $t_{1/2}$ の測定値は数msである。このため $t_{1/2}$ 法の解析結果ではレーザーパルス幅の影響が比較的大きくでる。一方、Modified $t_{1/2}$ 法ではレーザーパルス幅の影響を補正しているのでその影響は小さくなっていると考えられる。したがって、対数法とModified $t_{1/2}$ 法の二つの方法による解析で得られた室温付近の温度領域における熱拡散率の差は、レーザーパルス幅よりも他の因子の影響であると考えられる。その一つの原因としては、 $t_{1/2}$ の測定値がある。すなわち、低い測定温度領域ではレーザー照射後の温度履歴は比較的スムーズな曲線が得られるが、 $t_{1/2}$ の値が小さいので、その温度履歴曲線にわずかにノイズ

があったり、或はわずかな損失があっても、 $t_{1/2}$ の評価に誘起される誤差が大きくなる。さらに、他の原因としては、後で述べる対数法における解析領域の設定範囲の影響もあると考えられる。

Fig.11 - Fig.17には試料IG-110の熱拡散率の測定ならびに解析結果の例を11°C, 1105°Cおよび1782°Cの3つの測定温度の場合について示した。熱拡散率の絶対値はAXM-5Q1と比較して大きい、いずれの解析方法も先に示した試料AXM-5Q1の場合と類似した傾向を示した。また、熱拡散率では、低い測定温度領域では対数法によって得られた値が最も大きく、温度が高くなるにしたがって3つの解析方法とも同じ値を示すようになってきている。

4.2 セラミックス

Fig.18 - Fig.29に Al_2O_3 , MgO, AlN , Si_3N_4 等のセラミックスの熱拡散率の測定ならびに解析結果の例を示した。これらの試料では被測定試料の厚さによって対数法とModified $t_{1/2}$ 法の両者の測定結果に違いが認められる。すなわち、両者の熱拡散率の違いは、試験片の厚さが薄くなるほど低い測定温度領域において大きい。また、いずれの試料の熱拡散率でも、対数法の解析では試験片の厚さが0.5mmになるとそれよりも厚い他の厚さの試験片の結果よりも小さい値を示す傾向を示している。

このように熱拡散率が試験片の厚さによって異なることについては次のことが考えられる。Modified $t_{1/2}$ 法では、レーザー光のパルス幅の影響を補正しているのでその影響はほとんどないと考えられ、この影響の他に他の因子も考慮する必要があることを示唆している。測定試験片が薄くなると試験片の裏面の温度はレーザー光を照射した後短時間で最高温度に到達し、熱損失がない場合には $t_{1/2}$ の値は比較的正確に得られる。これに対して、対数法で解析する場合には、この実験ではその解析領域を全ての厚さの試験片に対して $\theta/\theta_m = 0.1 - 0.7$ と一定にし、すなわち $t_{1/2}$ が短い或は長いにかかわらず同じにしている。したがって温度の立ち上がり部分や最高温度近傍領域が解析結果にはいってこないための影響とも考えられる。

このため対数法による解析では、高橋ら⁹⁾が指摘しているように、パルス幅、熱損失、輝度分布等の影響を最も小さくするためには解析領域を試料によって適度に設定する必要があると考えられるが、その中の輝度分布の影響は非常に小さいとされている。したがって、実際の実験結果からこれらの因子がどのように影響しているかについて考えると、試験片の厚さによって輝度分布の影響以外のパルス幅や熱損失の影響が異なってくることになり、このため対数法では解析する対象領域を変えて、これらの影響を極力少なくなるようにして解析する必要性もあることを示唆している。特に、0.5mm以下の薄い試験片の測定ではこれらのことがらに注意を要すると考えられる。以上考察したように、セラミックスの熱拡散率を対数法によって測定・解析する場合には、試験片の厚さをどの程度に設定するかについては十分に検討する必要がある。

5. ま と め

黒鉛およびセラミックスの熱拡散率をレーザーフラッシュ法によって算出する一つの解析方法として対数法の適用について検討し、従来から適用されている解析方法と比較した。対数法による測定・解析結果は、 $t_{1/2}$ 法に比較して、特に低い測定温度領域で精度の高い結果を与えることがわかった。また、対数法では、試験片の厚さによって最適の解析領域を設定するか、或は適切な厚さの試験片の選択が必要であること等が明らかになった。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり、御指導頂きました高橋洋一前東京大学教授（現中央大学教授）、ならびに解析法の開発に御協力頂きました理学電機㈱の岡谷伸一氏に感謝致します。

参考文献

- 1) W.J.Parker, R.J.Jenkins, C.P.Butler, G.L.Abott, J.Appl.Phys.,32,1679 (1961).
- 2) F.Righini, A.Cezairliyan, High Temp.- High Pressures 5,481 (1973).
- 3) Y.Takahashi and M.Murabayashi, J.Nucl.Mater.,12 (3),133 (1975).
- 4) Y.Takahashi, Netsu Bussei 1 (1),3 (1987).
- 5) T.Azumi, Y.Takahashi, Rev.Sci.Instrum.52,1411 (1981).
- 6) 高橋洋一, 山本一生, 大理哲夫, 熱測定 15 (3), 103 (1988).
- 7) S.Weisenburger, High Temp.- High Pressures 5,475 (1973).
- 8) R.E.Taylor and H.Groot, ibid 12,147 (1980).

5. ま と め

黒鉛およびセラミックスの熱拡散率をレーザーフラッシュ法によって算出する一つの解析方法として対数法の適用について検討し、従来から適用されている解析方法と比較した。対数法による測定・解析結果は、 $t_{1/2}$ 法に比較して、特に低い測定温度領域で精度の高い結果を与えることがわかった。また、対数法では、試験片の厚さによって最適の解析領域を設定するか、或は適切な厚さの試験片の選択が必要であること等が明らかになった。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり、御指導頂きました高橋洋一前東京大学教授（現中央大学教授）、ならびに解析法の開発に御協力頂きました理学電機㈱の岡谷伸一氏に感謝致します。

参考文献

- 1) W.J.Parker, R.J.Jenkins, C.P.Butler, G.L.Abott, J.Appl.Phys.,32,1679 (1961).
- 2) F.Righini, A.Cezairliyan, High Temp.- High Pressures 5,481 (1973).
- 3) Y.Takahashi and M.Murabayashi, J.Nucl.Mater.,12 (3),133 (1975).
- 4) Y.Takahashi, Netsu Bussei 1 (1),3 (1987).
- 5) T.Azumi, Y.Takahashi, Rev.Sci.Instrum.52,1411 (1981).
- 6) 高橋洋一, 山本一生, 大理哲夫, 熱測定 15 (3), 103 (1988).
- 7) S.Weisenburger, High Temp.- High Pressures 5,475 (1973).
- 8) R.E.Taylor and H.Groot, ibid 12,147 (1980).

5. ま と め

黒鉛およびセラミックスの熱拡散率をレーザーフラッシュ法によって算出する一つの解析方法として対数法の適用について検討し、従来から適用されている解析方法と比較した。対数法による測定・解析結果は、 $t_{1/2}$ 法に比較して、特に低い測定温度領域で精度の高い結果を与えることがわかった。また、対数法では、試験片の厚さによって最適の解析領域を設定するか、或は適切な厚さの試験片の選択が必要であること等が明らかになった。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり、御指導頂きました高橋洋一前東京大学教授（現中央大学教授）、ならびに解析法の開発に御協力頂きました理学電機㈱の岡谷伸一氏に感謝致します。

参考文献

- 1) W.J.Parker, R.J.Jenkins, C.P.Butler, G.L.Abott, J.Appl.Phys.,32,1679 (1961).
- 2) F.Righini, A.Cezairliyan, High Temp.- High Pressures 5,481 (1973).
- 3) Y.Takahashi and M.Murabayashi, J.Nucl.Mater.,12 (3),133 (1975).
- 4) Y.Takahashi, Netsu Bussei 1 (1),3 (1987).
- 5) T.Azumi, Y.Takahashi, Rev.Sci.Instrum.52,1411 (1981).
- 6) 高橋洋一, 山本一生, 大理哲夫, 熱測定 15 (3), 103 (1988).
- 7) S.Weisenburger, High Temp.- High Pressures 5,475 (1973).
- 8) R.E.Taylor and H.Groot, ibid 12,147 (1980).

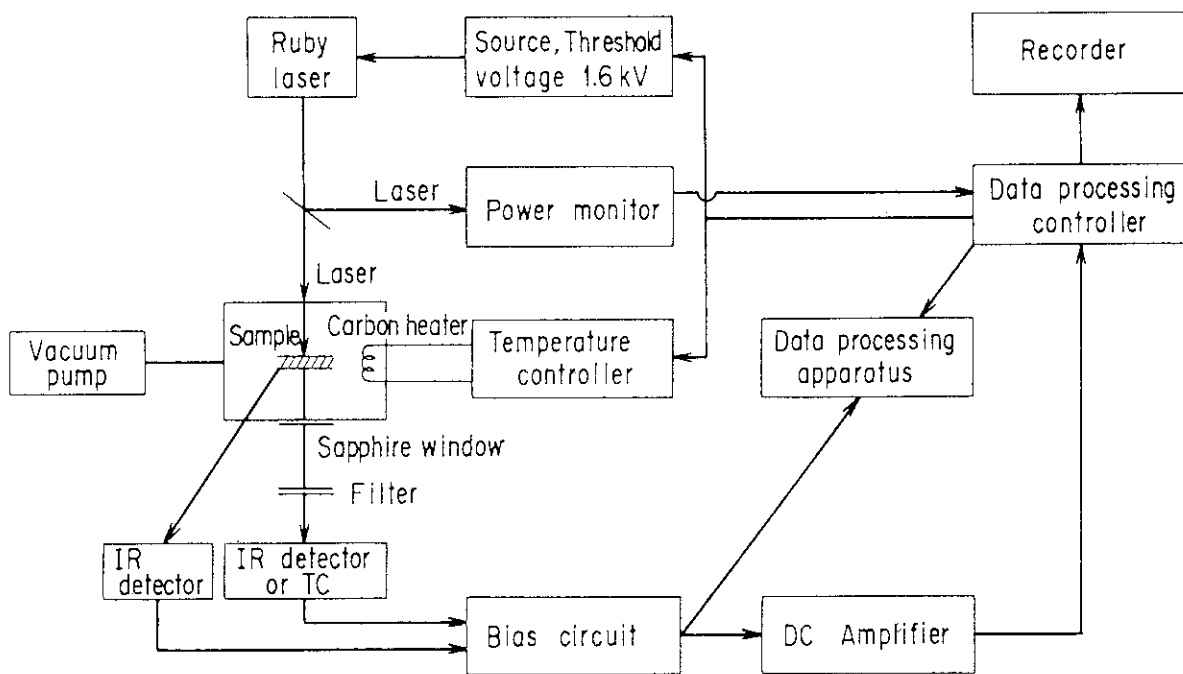


Fig. 1 A schematic diagram for the measurement of thermal diffusivity by laser flash method

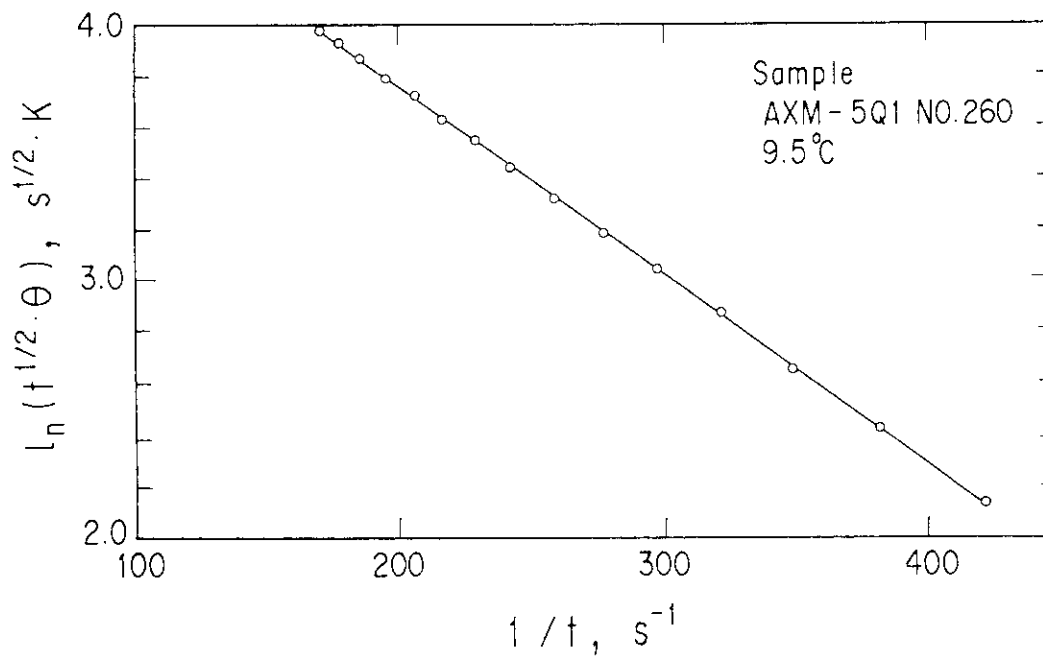


Fig. 2 Analytical results for the sample AXM-5Q1 at 9.5°C

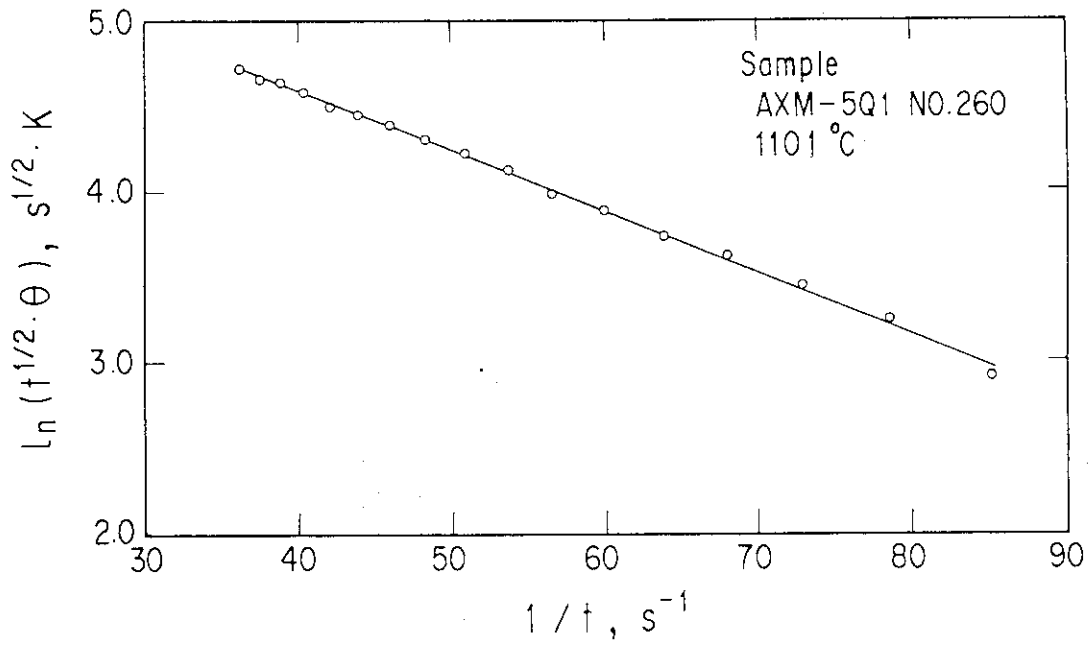


Fig. 3 Analytical results for the sample AXM-5Q1 at 1101°C

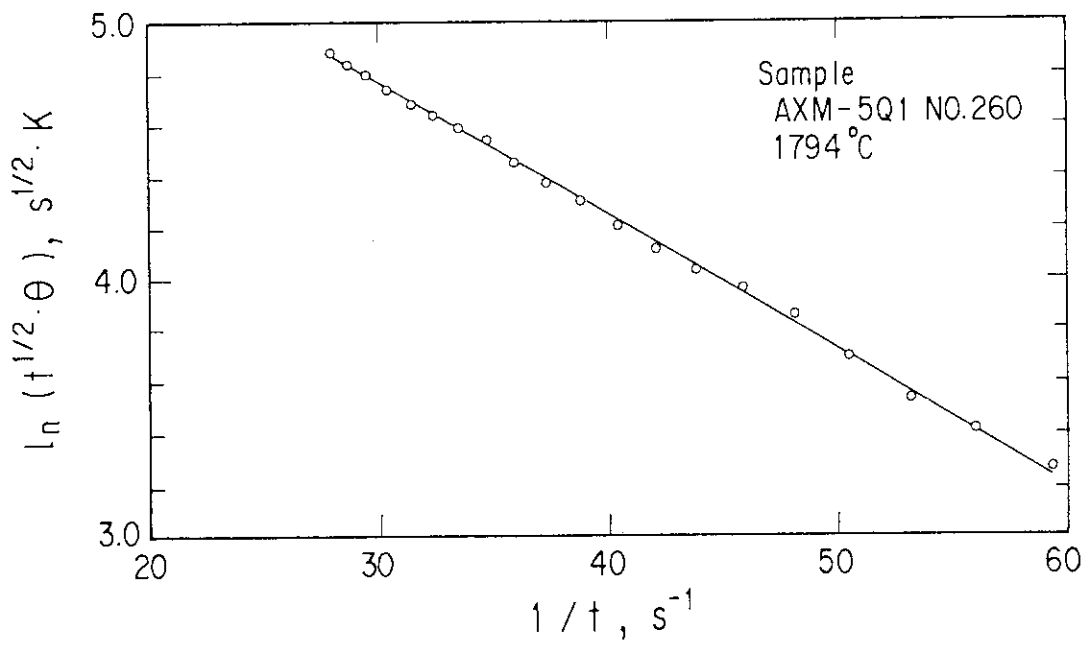


Fig. 4 Analytical results for the sample AXM-5Q1 at 1794°C

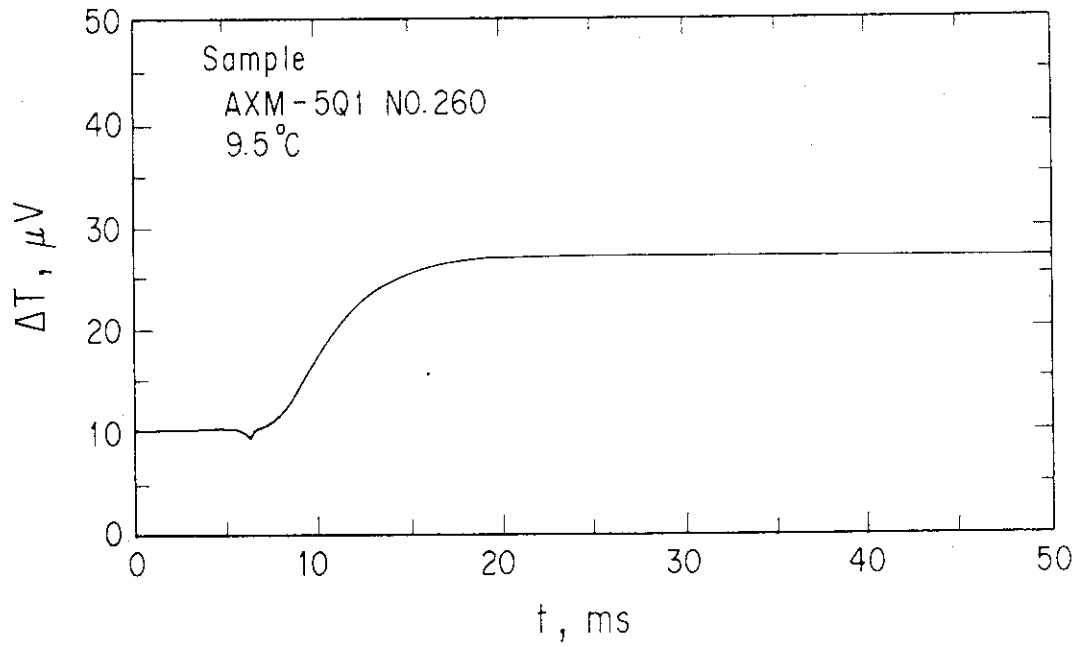


Fig. 5 Temperature history of the sample AXM-5Q1 at 9.5°C after irradiation of laser pulse

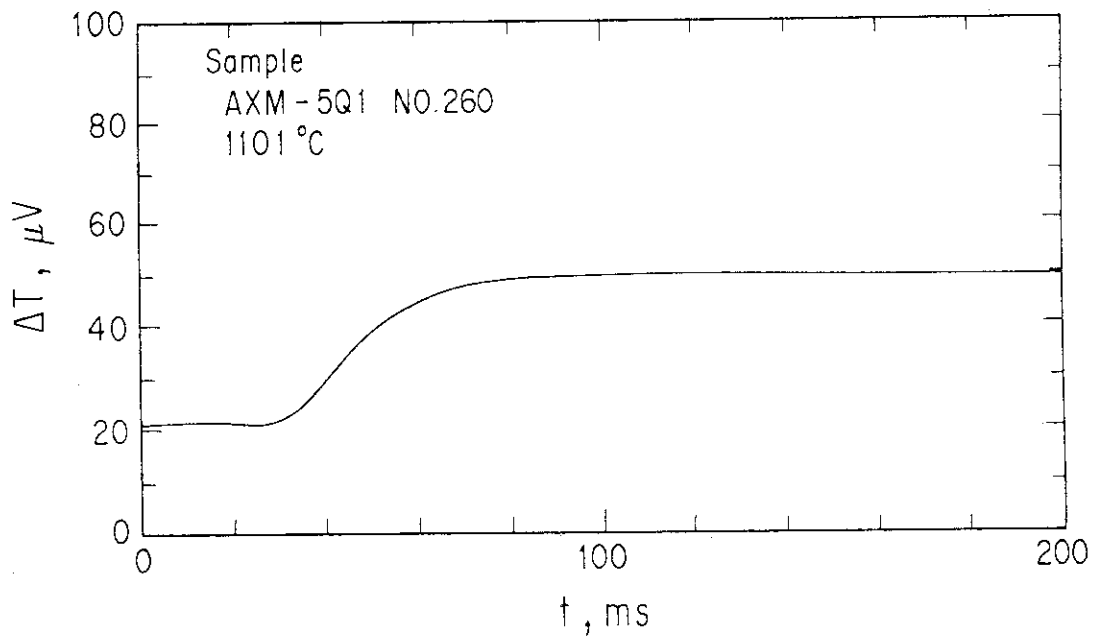


Fig. 6 Temperature history of the sample AXM-5Q1 at 1101°C after irradiation of laser pulse

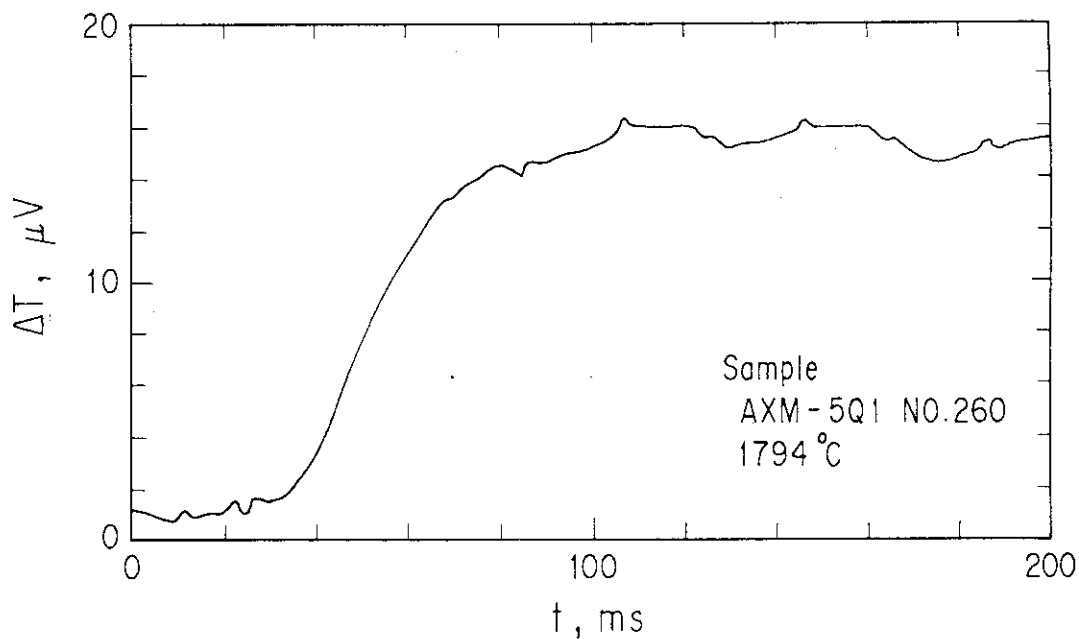


Fig. 7 Temperature history of the sample AXM-5Q1 at 1794°C after irradiation of laser pulse

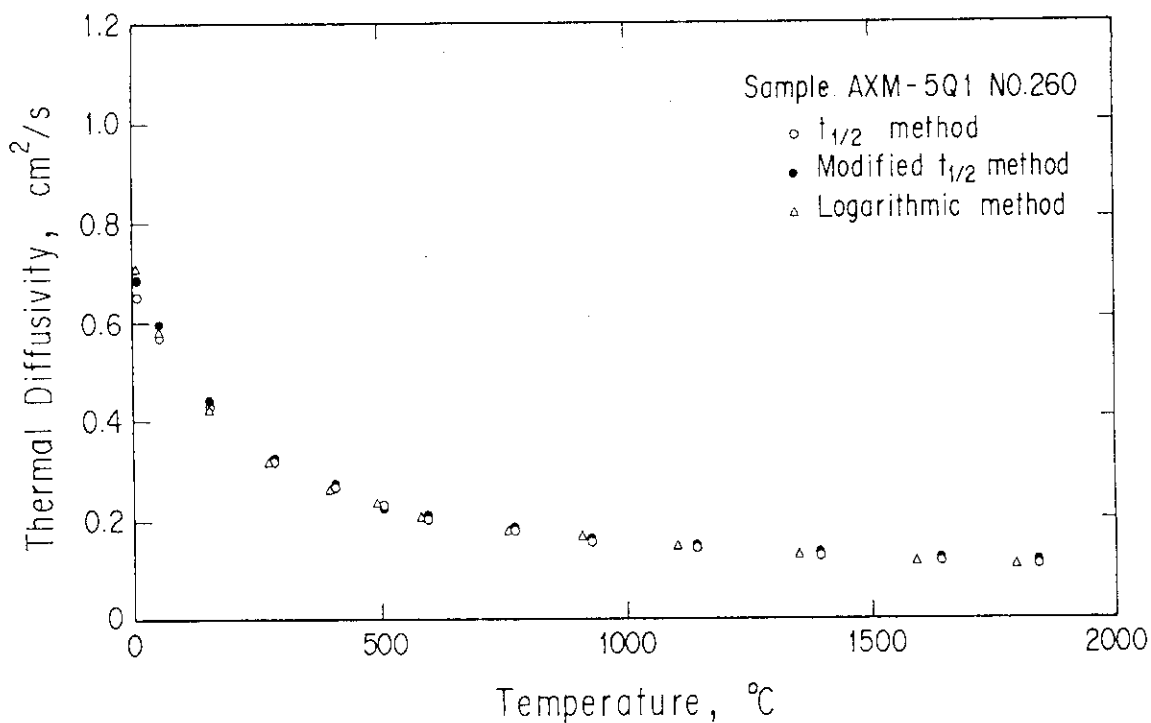


Fig. 8 Temperature dependence of thermal diffusivity of the sample AXM-5Q1

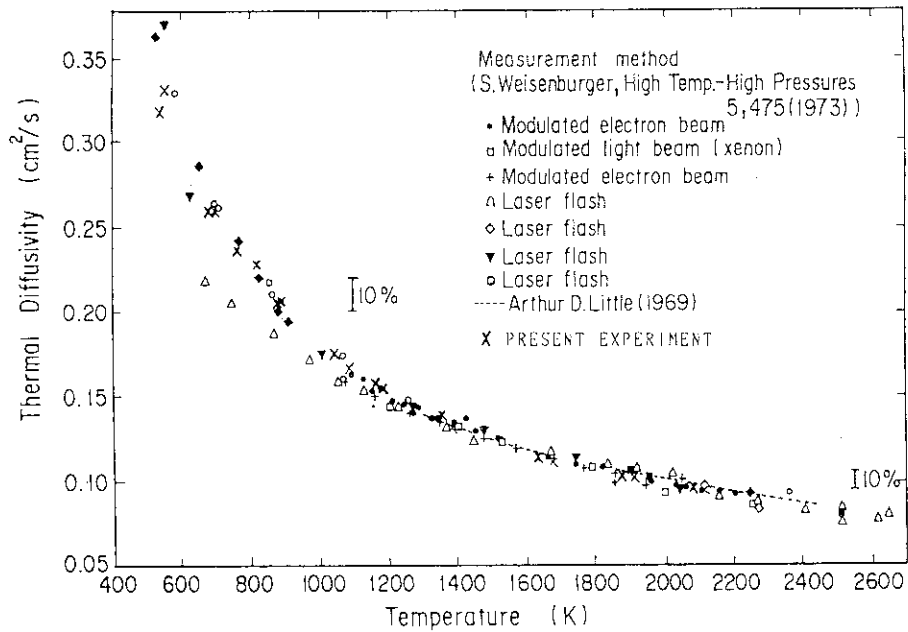


Fig. 9 Comparison of the present experimental results for the sample AXM-5Q1 with literatures⁷⁾ (1)

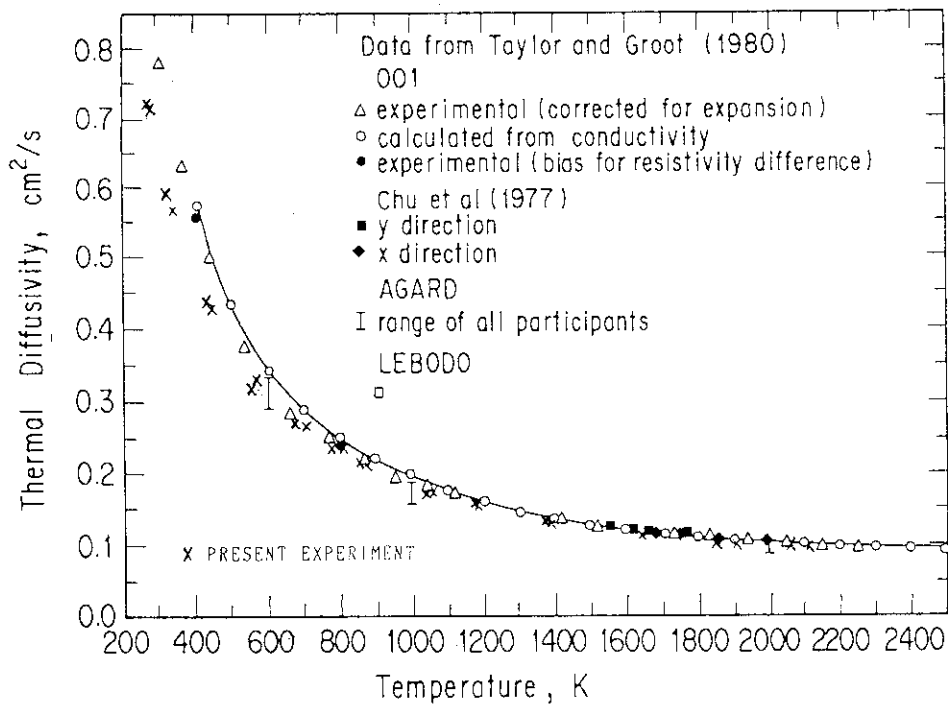


Fig. 10 Comparison of the present experimental results for the sample AXM-5Q1 with literatures⁸⁾ (2)

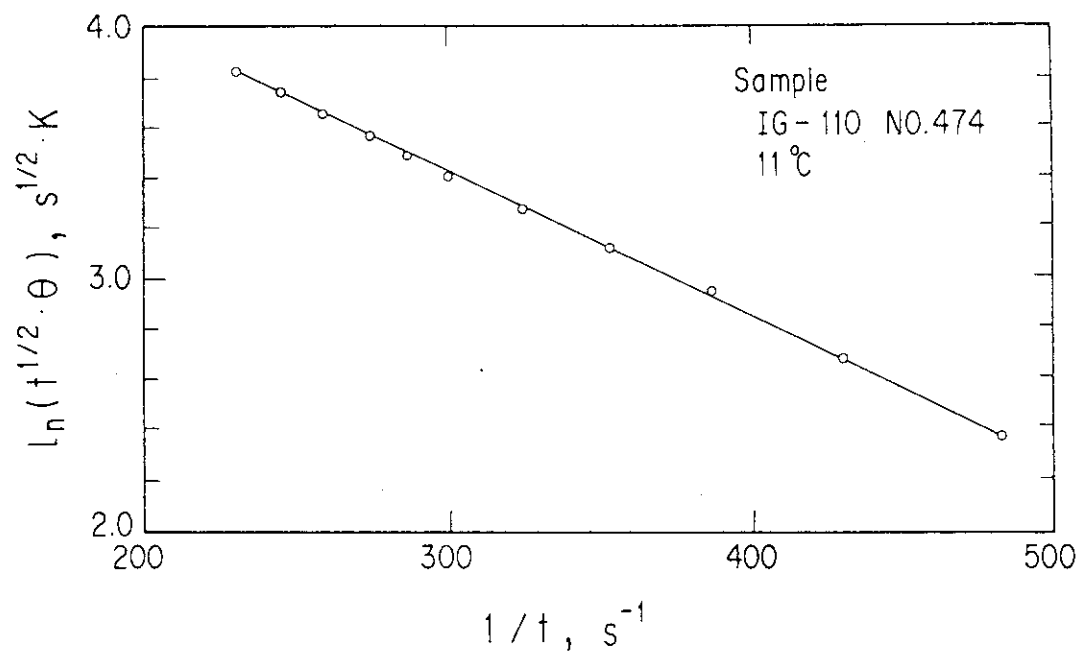


Fig. 11 Analytical results for the sample IG-110 at 11°C

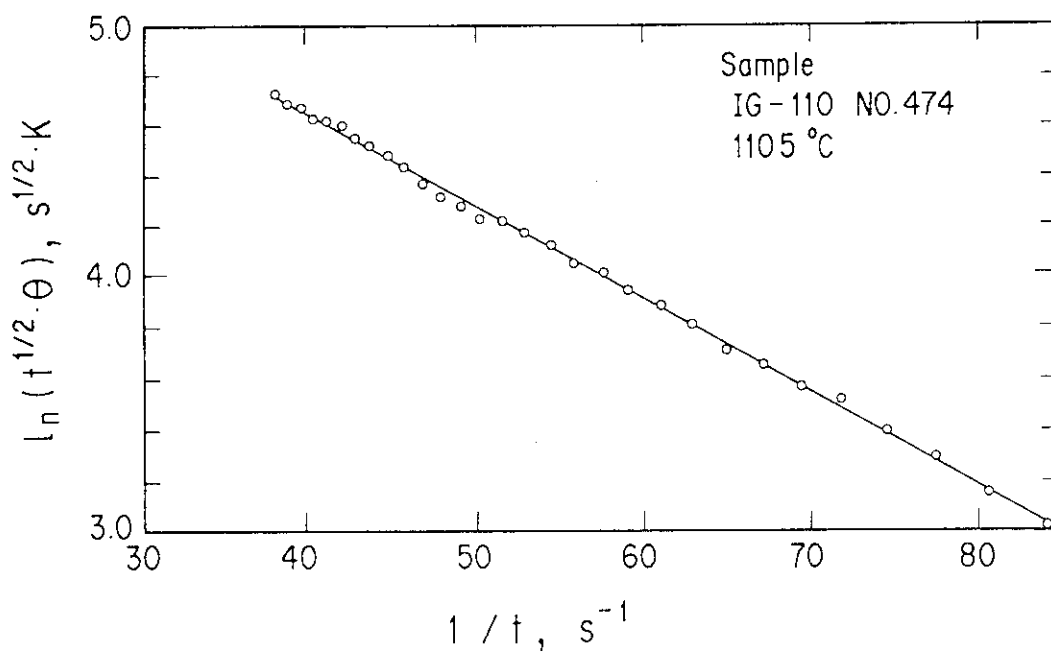


Fig. 12 Analytical results for the sample IG-110 at 1105°C

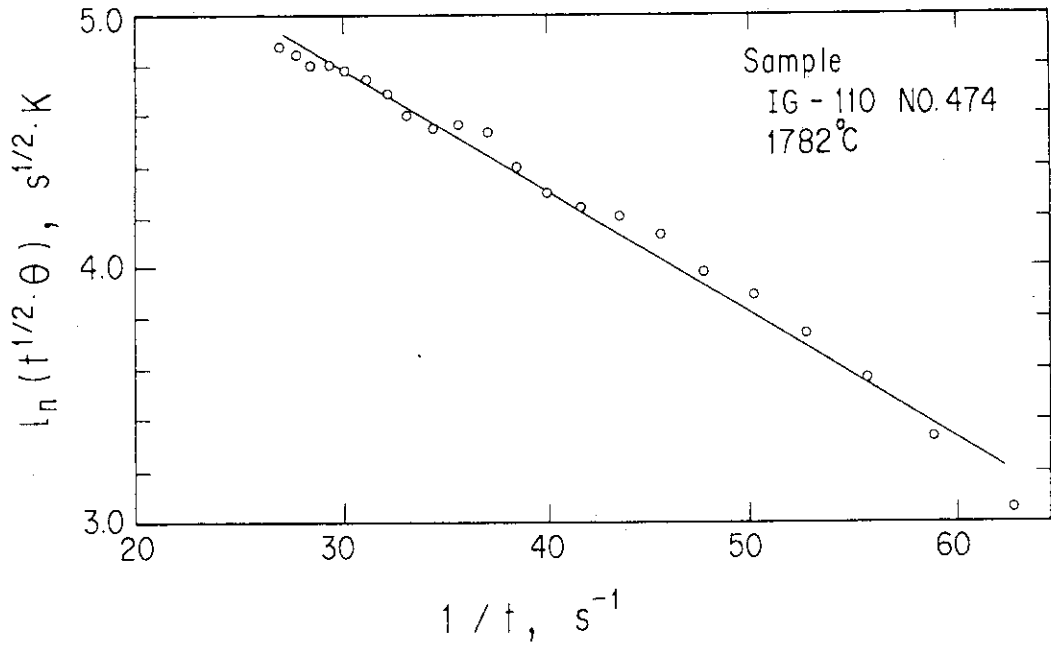


Fig. 13 Analytical results for the sample IG-110 at 1782°C

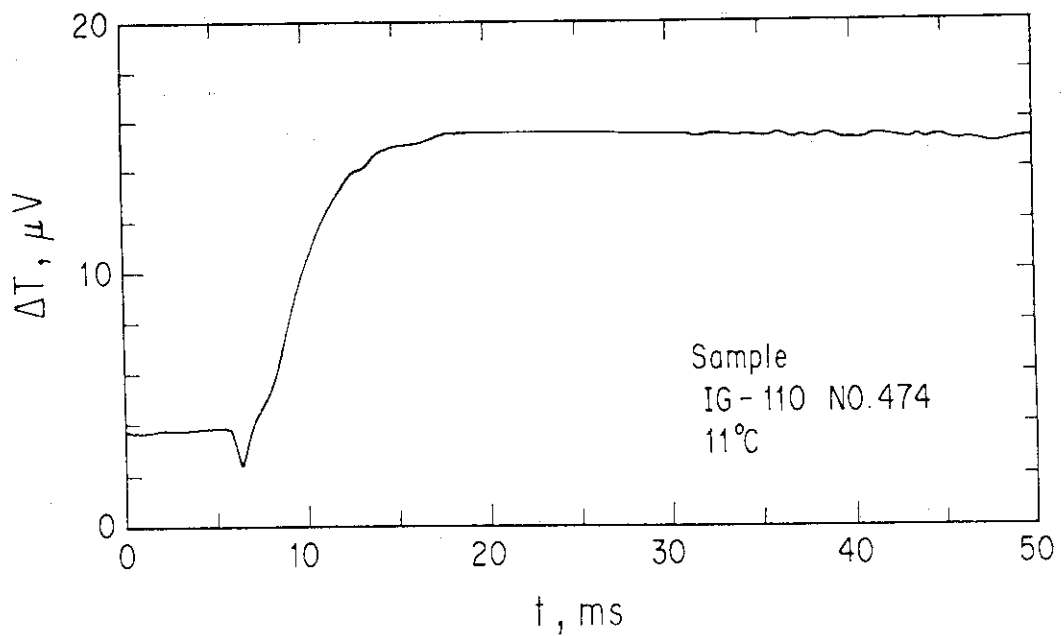


Fig. 14 Temperature history of the sample IG-110 at 11°C after irradiation of laser pulse

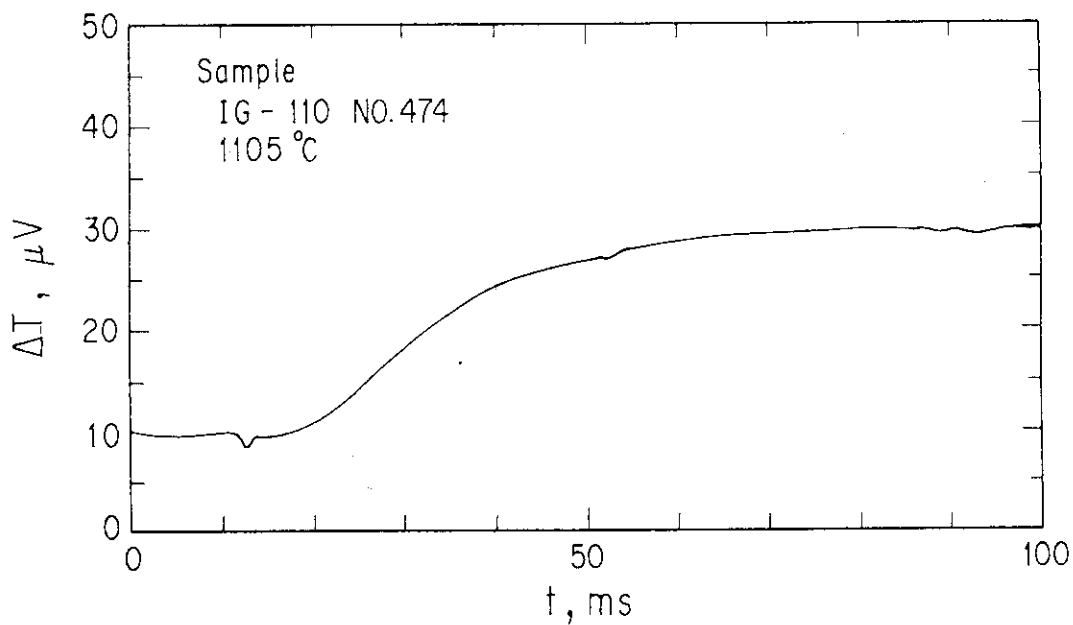


Fig. 15 Temperature history of the sample IG-110 at 1105°C after irradiation of laser pulse

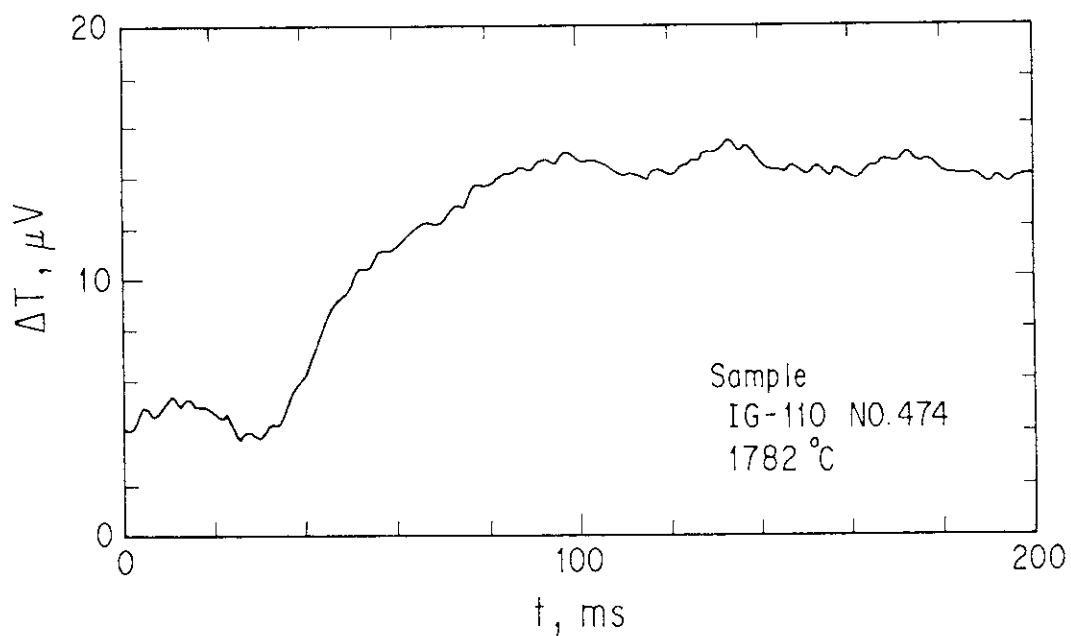


Fig. 16 Temperature history of the sample IG-110 at 1782°C

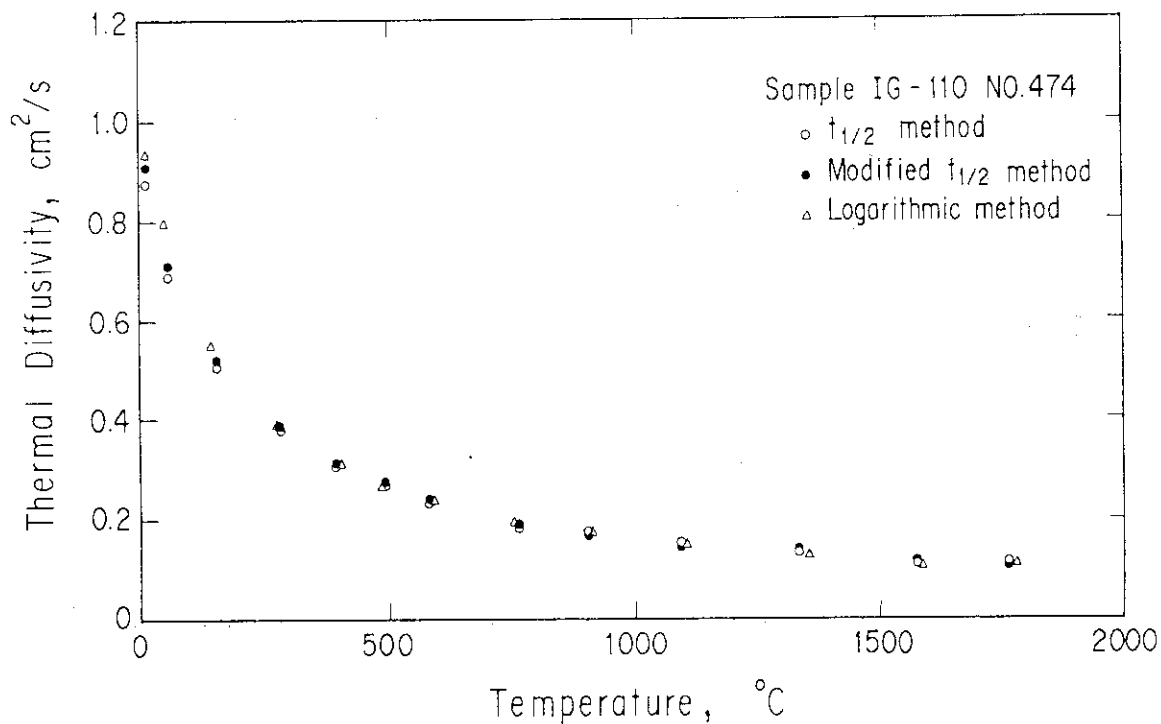


Fig. 17 Temperature dependence of thermal diffusivity of the sample IG-110

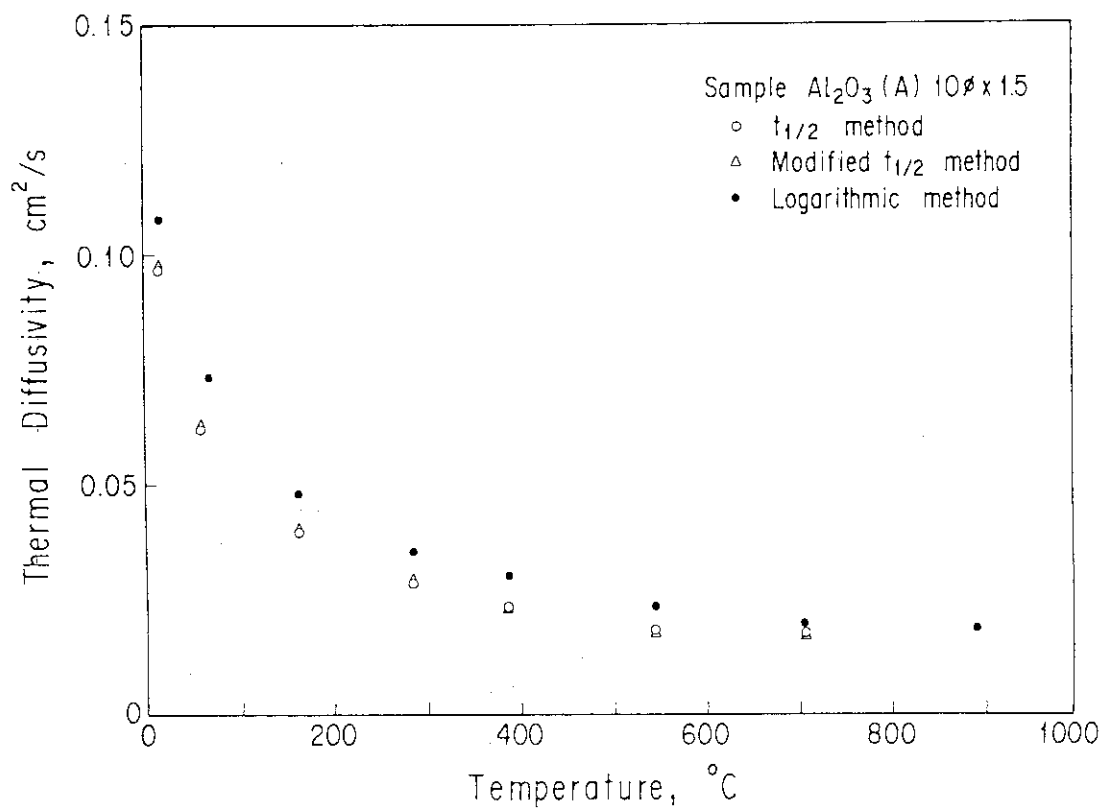


Fig. 18 Temperature dependence of thermal diffusivity of the sample Al_2O_3 with thickness 1.5mm

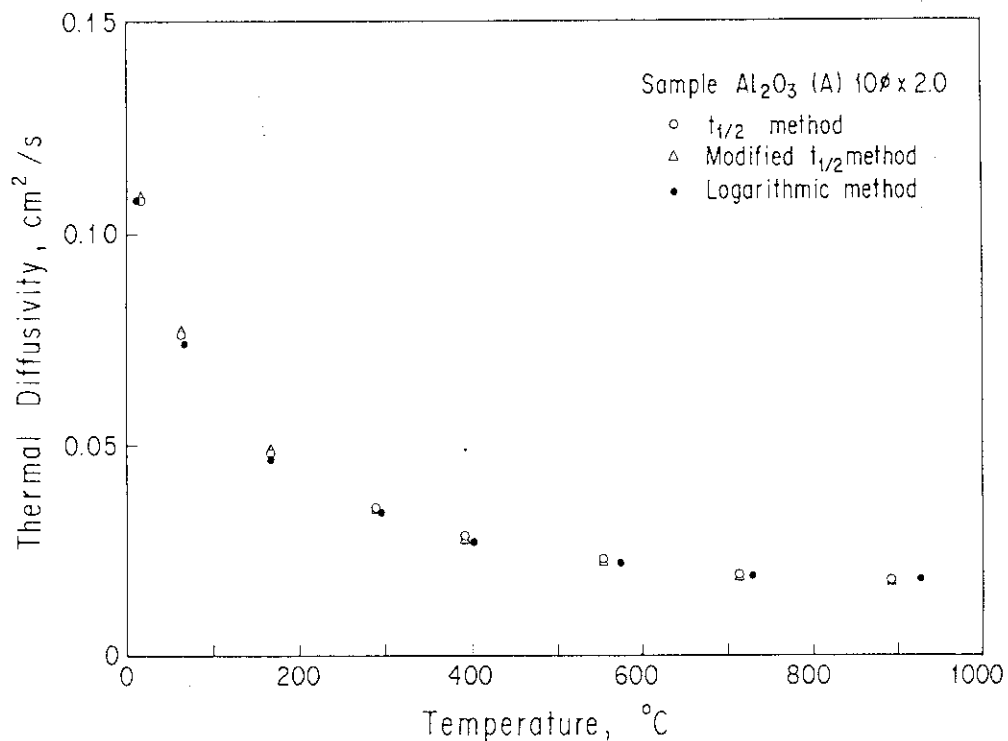


Fig. 19 Temperature dependence of thermal diffusivity of the sample AL₂O₃ with thickness 2.0mm

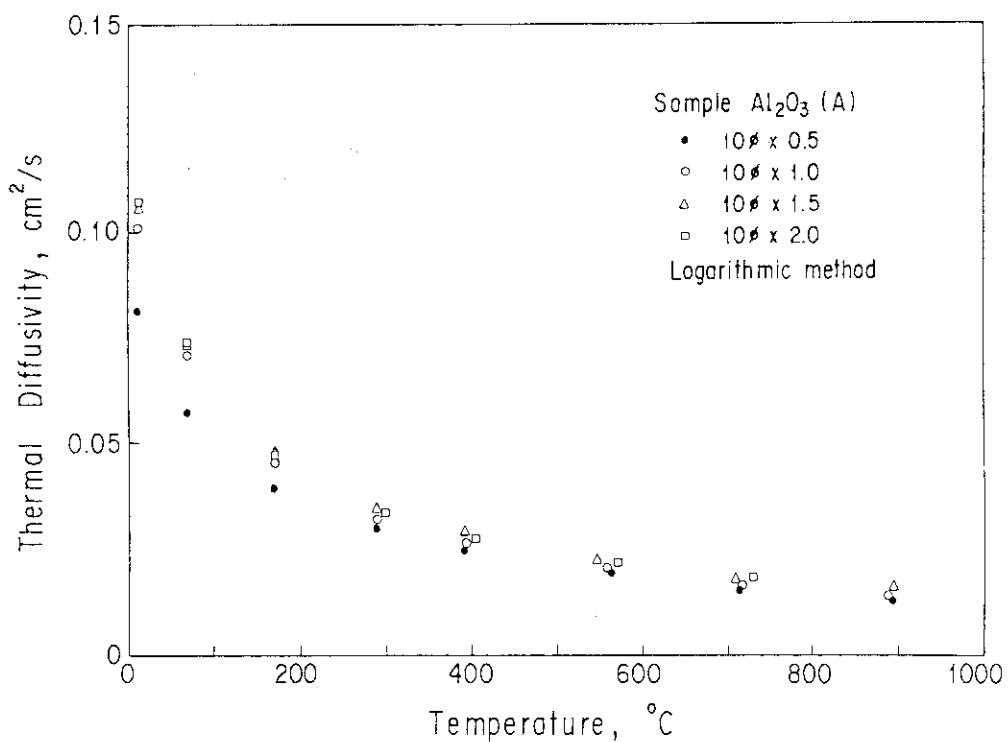


Fig. 20 Dependence of sample thickness on thermal diffusivity of the sample AL₂O₃

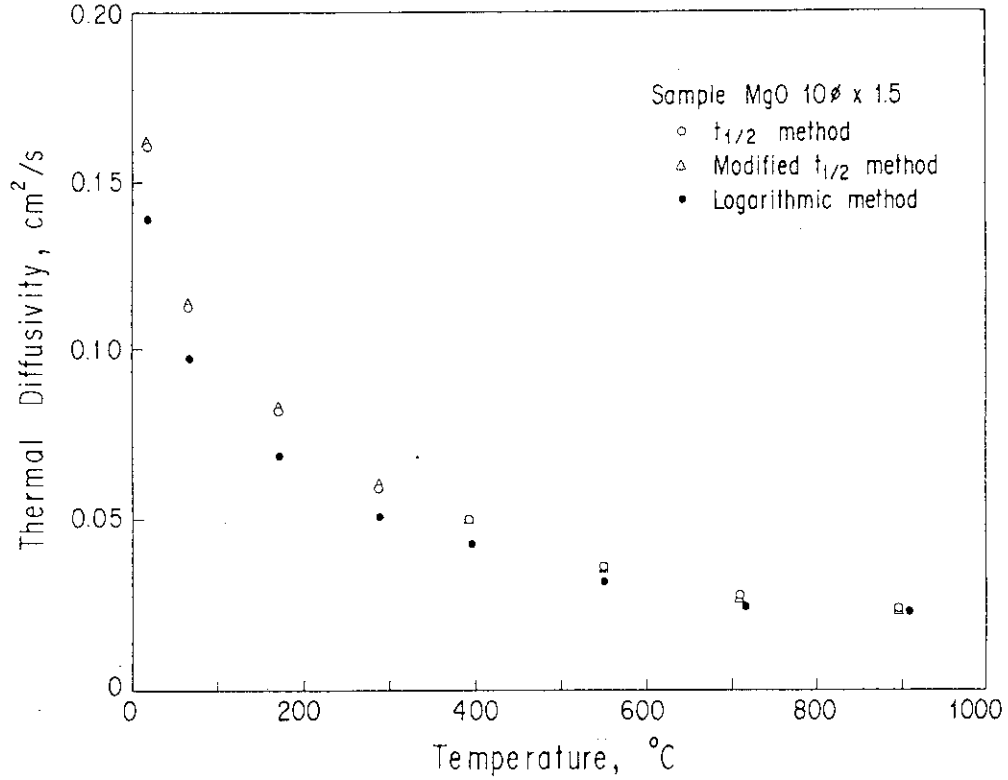


Fig. 21 Temperature dependence of thermal diffusivity of the sample MgO with thickness 1.5mm

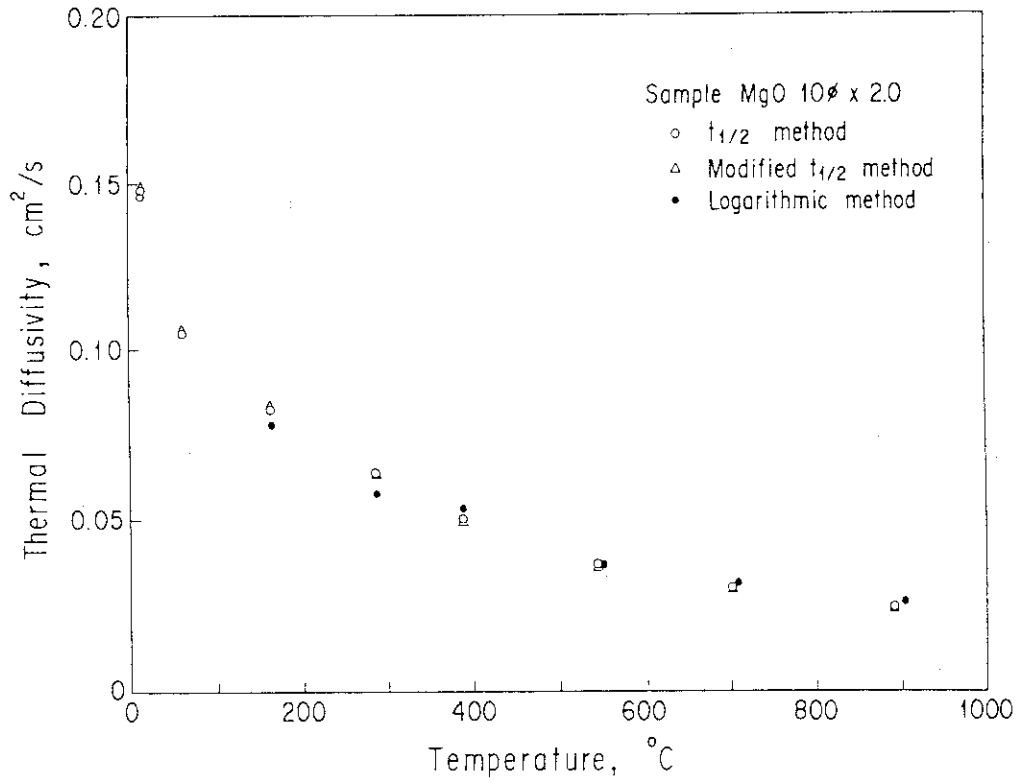


Fig. 22 Temperature dependence of thermal diffusivity of the sample MgO with thickness 2.0mm

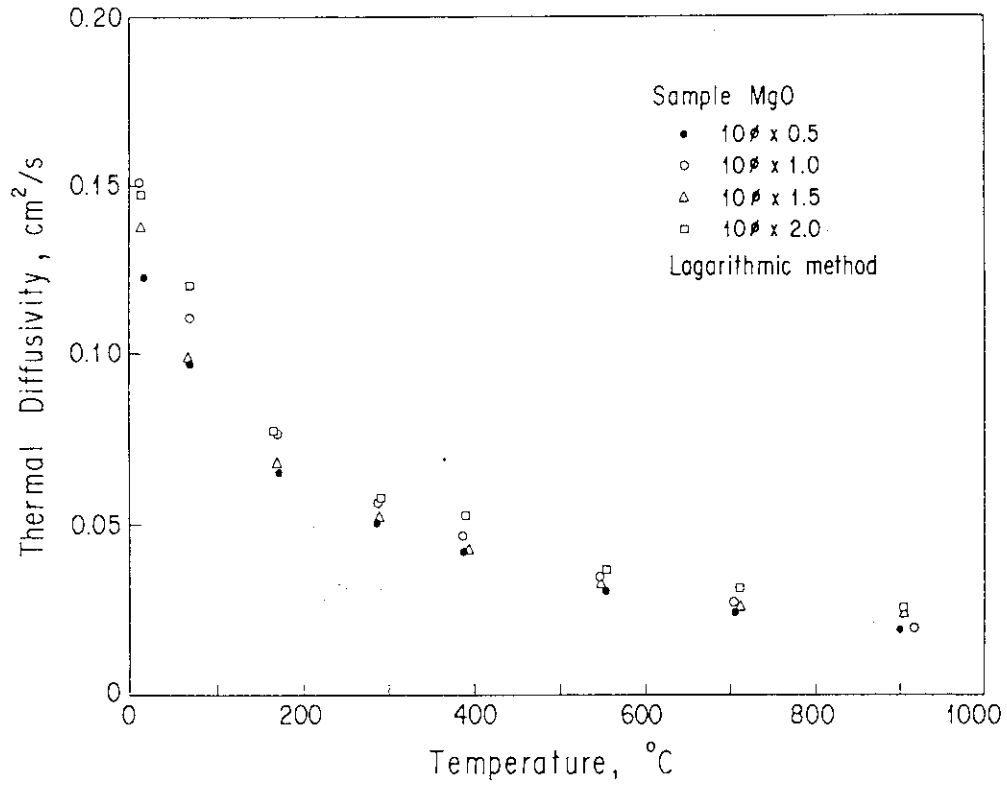


Fig. 23 Dependence of sample thickness on thermal diffusivity of the sample MgO

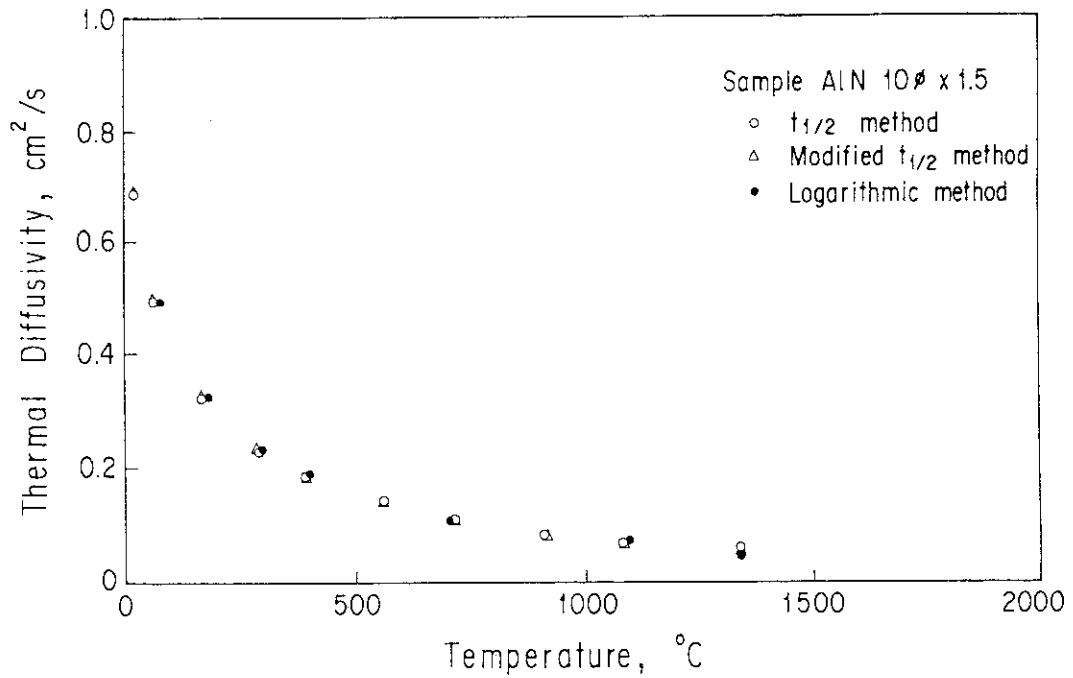


Fig. 24 Temperature dependence of thermal diffusivity of the sample ALN with thickness 1.5mm

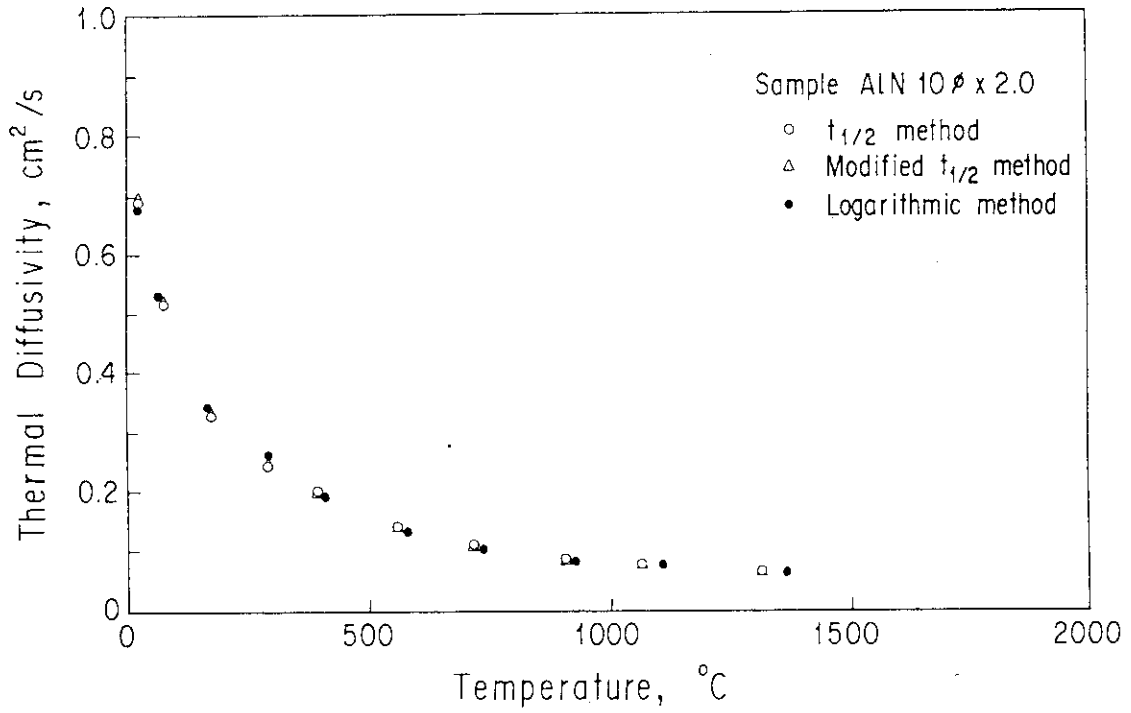


Fig. 25 Temperature dependence of thermal diffusivity of the sample ALN with thickness 2.0mm

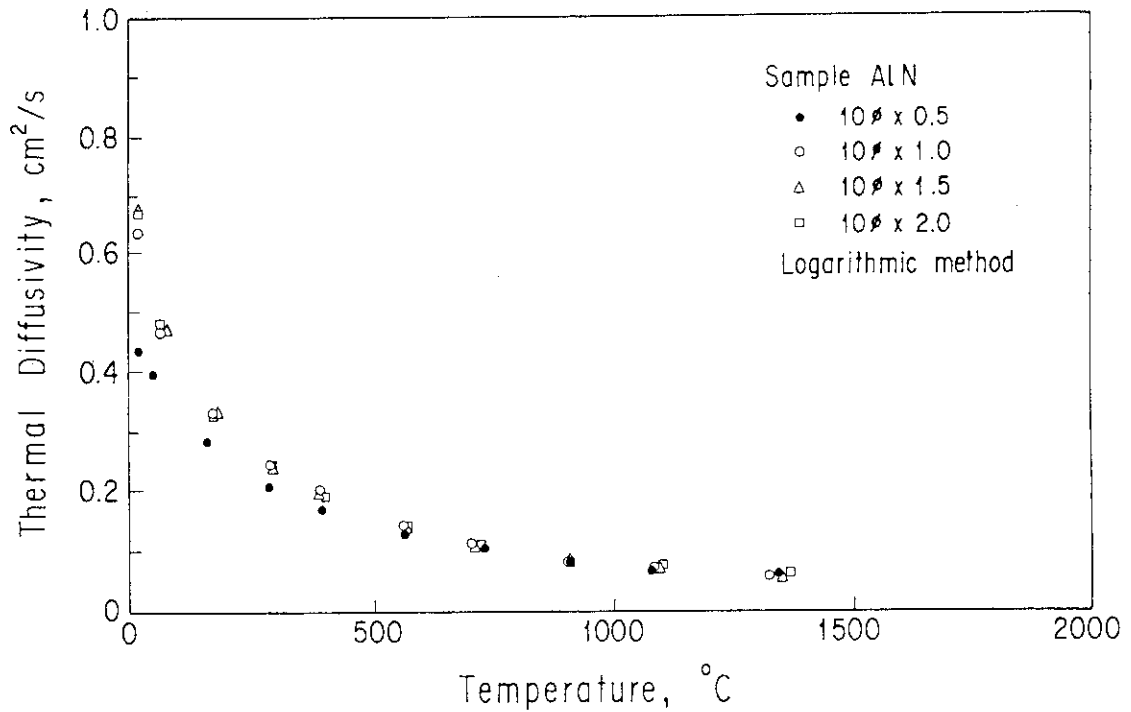


Fig. 26 Dependence of sample thickness on thermal diffusivity of the sample ALN

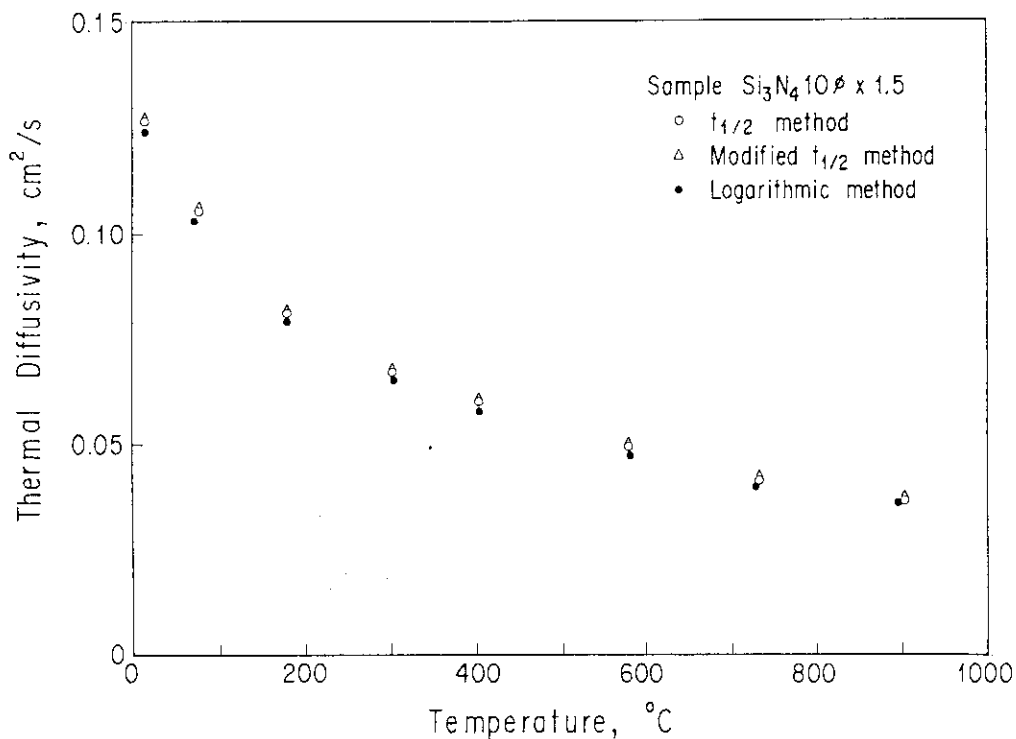


Fig. 27 Temperature dependence of thermal diffusivity of the sample Si_3N_4 with thickness 1.5mm

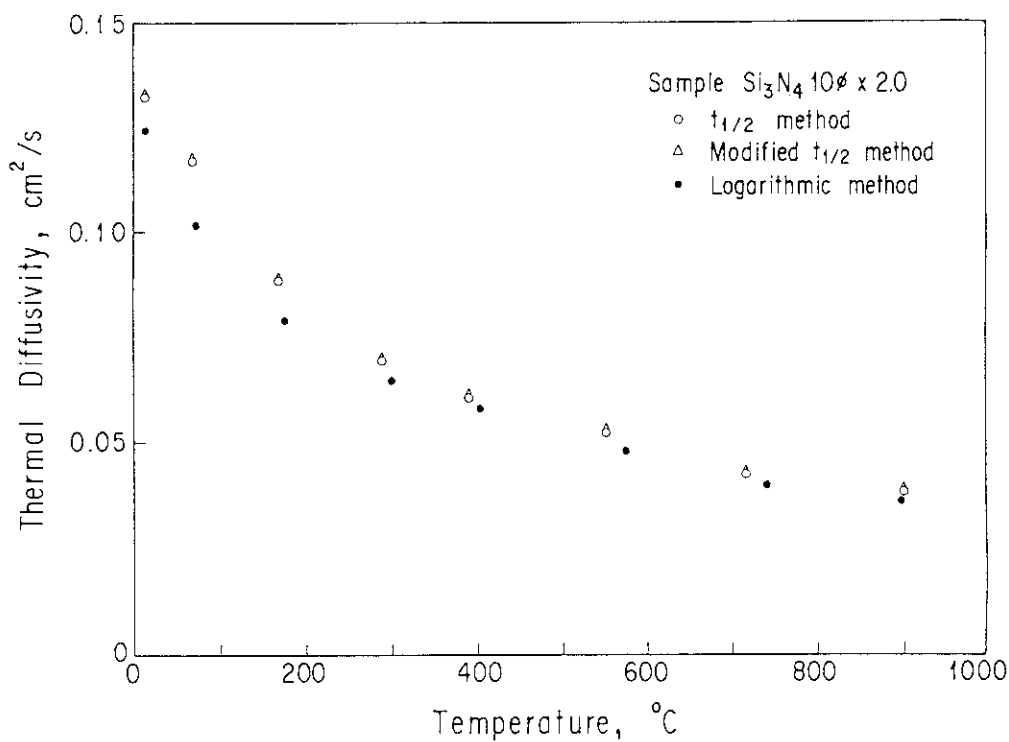


Fig. 28 Temperature dependence of thermal diffusivity of the sample Si_3N_4 with thickness 2.0mm

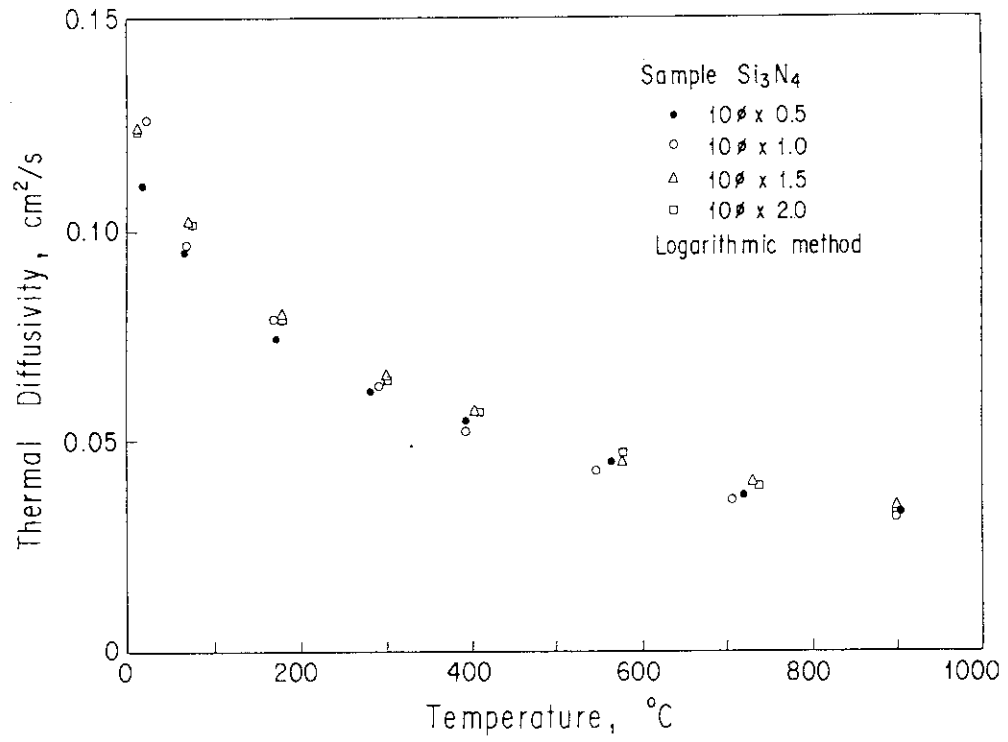


Fig. 29 Dependence of sample thickness on thermal diffusivity of the sample Si₃N₄