

J A E R I - M
93-244

遮蔽型ペレット熱伝導率測定装置の開発
(受託研究)

1994年1月

大和田 功・西野 泰治・串田 輝雄

日本原子力研究所
Japan Atomic Energy Research Institute

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, Tokaimura, 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 株原子力資料サービス

遮蔽型ペレット熱伝導率測定装置の開発

日本原子力研究所東海研究所ホット試験室
大和田 功・西野 泰治・串田 輝雄

(1993年11月26日受理)

ホット試験室では、科学技術庁からの委託により、高燃焼度燃料の照射挙動を解明するため、各種照射後試験装置の開発を行ってきてている。高燃焼度燃料の照射挙動の中でも、燃料ペレットの熱伝導率等の熱物性値が特に重要であり、その内の一つとしてレーザーフラッシュ法により熱拡散率を測定し、熱伝導率を算出する遮蔽型ペレット熱伝導率測定装置を開発した。

本報では、熱伝導率測定装置の性能及び特性を確認するため、タンタル金属およびセラミック（アルミナ、ジルコニア、ムライト）試料を用いて、室温から1800°Cの温度範囲で熱拡散率を測定した結果をまとめたものである。タンタルの熱拡散率の測定値は米国TPRCのデータと良い一致を示した。試料が円形以外の場合の形状依存性を確認するため、タンタルの扇型小片を用いて熱拡散率を測定した。データの解析に対数法を用いれば顕著な差が現われなかった。セラミックの熱拡散率の測定値は、タンタルの値とばらつきが同程度であり、セラミックの熱拡散率が精度良く測定できることがわかった。

本報告書は、電源開発促進対策特別会計法に基づき、科学技術庁からの受託によって行った研究の成果である。

東海研究所：〒319-11 茨城県那珂郡東海村白方字白根2-4

Development of a Shielded Pellet Thermal
Conductivity Measurement Apparatus

Isao OWADA, Yasuharu NISHINO and Teruo KUSHIDA

Department of Hot Laboratories
Tokai Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received November 26, 1993)

At the Hot Engineering Division, development of new PIE techniques for the study on high burnup fuel behavior have been continued. The thermal conductivity in high burnup fuel pellet is one of the most important thermophysical properties. The shielded pellet thermal conductivity apparatus using the laser flash method was developed and it became possible to calculate the thermal conductivity of high burnup fuel pellets.

This report describes the results of measurement of the thermal diffusivity of the metallic tantalum and ceramic samples such as alumina, zirconia and mullite, at room temperature to 1800°C. The measured value of the thermal diffusivity with tantalum were correspond to the data of the TPRC data series published by the Purdue University in USA. The thermal diffusivity of the fan shaped tantalum samples was also measured to examine the effect of sample shape. The result of data analysis by the logarithmic method showed small difference between round and fan shaped samples. The measured value of ceramic samples were similar scatter in tantalum one.

Keywords: Fuel Pellet, Laser Flash Method, Thermal Conductivity, Thermal Diffusivity, Tantalum, Alumina, Zirconia, Mullite

The work was performed under contract with Atomic Energy Bureau of Science and Technology Agency of Japan.

目 次

1. まえがき	1
2. ペレット熱伝導率測定装置の概要	3
2.1 热伝導率測定の原理	3
2.2 热伝導率測定の手順	4
2.3 ペレット熱伝導率測定装置の概要	4
2.4 試料作製用機器	7
3. 特性試験と結果	15
3.1 タンタル試料による特性試験	15
3.1.1 タンタル特性試験試料	15
3.1.2 タンタルの測定条件	15
3.1.3 円形試料の測定結果	16
3.1.4 扇形試料の測定結果	16
3.2 セラミック試料による特性試験	17
3.2.1 セラミック特性試験試料	17
3.2.2 セラミックの測定条件	17
3.2.3 アルミナの測定結果	18
3.2.4 ジルコニアの測定結果	18
3.2.5 ムライトの測定結果	19
3.2.6 扇形アルミナの測定結果	19
3.3 試料作製試験結果	20
4. 考察および結論	92
5. あとがき	93
参考文献	93

Contents

1. Introduction	1
2. Summary of Pellet Thermal Conductivity Measurement Apparatus ...	3
2.1 Principle of Thermal Conductivity Measurement	3
2.2 Procedure for Thermal Conductivity Measurement	4
2.3 Summary of Pellet Thermal Conductivity Measurement Apparatus	4
2.4 Sample Preparation	7
3. Performance Test of Pellet Thermal Conductivity Measurement Apparatus	15
3.1 Thermal Diffusivity Measurement of Tantalum Samples	15
3.1.1 Tantalum Samples	15
3.1.2 Measurement Conditions of Tantalum Samples	15
3.1.3 Measurement Results of Circle Samples	16
3.1.4 Measurement Results of Fan Shaped Samples	16
3.2 Thermal Diffusivity Measurement of Ceramic Samples	17
3.2.1 Ceramic Samples	17
3.2.2 Measurement Conditions of Ceramic Samples	17
3.2.3 Measurement Results of Alumina Samples	18
3.2.4 Measurement Results of Zirconia Samples	18
3.2.5 Measurement Results of Mullite Samples	19
3.2.6 Measurement Results of Fan Shaped Alumina Samples	19
3.3 Sample Preparation Tests	20
4. Discussion	92
5. Conclusion	93
References	93

表 目 次

Table 1.1	高燃焼度照射後試験装置の開発計画	1
Table 3.1	特性試験用タンタル試料	21
Table 3.2	タンタルの熱拡散率測定条件	22
Table 3.3	直径10mm円形タンタルの熱拡散率測定値	23
Table 3.4	直径5mm円形タンタルの熱拡散率測定値	24
Table 3.5	直径3mm円形タンタルの熱拡散率測定値	25
Table 3.6	扇形タンタルの熱拡散率測定値	26
Table 3.7	室温における異形タンタルの熱拡散率測定値	27
Table 3.8	特性試験用セラミック試料	27
Table 3.9	アルミナの熱拡散率測定条件	28
Table 3.10	ジルコニアの熱拡散率測定条件	28
Table 3.11	ムライトの熱拡散率測定条件	29
Table 3.12	アルミナの熱拡散率測定値	30
Table 3.13	ジルコニアの熱拡散率測定値	32
Table 3.14	ムライトの熱拡散率測定値	35
Table 3.15	扇形アルミナの熱拡散率測定値	37

図 目 次

Fig. 2.1	レーザーフラッシュ法の測定原理図	8
Fig. 2.2	試料裏面の温度履歴曲線	8
Fig. 2.3	ペレット熱伝導率測定手順	9
Fig. 2.4	ペレット熱伝導率測定装置構成ブロック図	10
Fig. 2.5	ペレット熱伝導率測定装置本体構成図	11
Fig. 2.6	ペレット熱伝導率測定装置外観写真	11
Fig. 2.7	ペレット熱伝導率測定装置加熱炉構成図	12
Fig. 2.8	ペレット熱伝導率測定装置加熱炉部外観写真	12
Fig. 2.9	直径10mm試料用ホルダー	13
Fig. 2.10	直径5mm試料用ホルダー	13
Fig. 2.11	直径3mm試料用ホルダー	14
Fig. 2.12	小型精密切断機外観写真	14
Fig. 3.1	タンタルの形状依存性測定試料	38
Fig. 3.2	タンタルの形状依存性測定試料外観写真	38
Fig. 3.3	直径10mm円形タンタルの室温における温度履歴曲線	39

Fig. 3.4	直径10mm円形タンタルの室温における対数法解析曲線	39
Fig. 3.5	直径10mm円形タンタルの500°Cにおける温度履歴曲線	40
Fig. 3.6	直径10mm円形タンタルの500°Cにおける対数法解析曲線	40
Fig. 3.7	直径10mm円形タンタルの1000°Cにおける温度履歴曲線	41
Fig. 3.8	直径10mm円形タンタルの1000°Cにおける対数法解析曲線	41
Fig. 3.9	直径10mm円形タンタルの1500°Cにおける温度履歴曲線	42
Fig. 3.10	直径10mm円形タンタルの1500°Cにおける対数法解析曲線	42
Fig. 3.11	直径10mm円形タンタルの1800°Cにおける温度履歴曲線	43
Fig. 3.12	直径10mm円形タンタルの1800°Cにおける対数法解析曲線	43
Fig. 3.13	直径10mm円形タンタルの熱拡散率測定値	44
Fig. 3.14	直径5mm円形タンタルの室温における温度履歴曲線	45
Fig. 3.15	直径5mm円形タンタルの室温における対数法解析曲線	45
Fig. 3.16	直径5mm円形タンタルの500°Cにおける温度履歴曲線	46
Fig. 3.17	直径5mm円形タンタルの500°Cにおける対数法解析曲線	46
Fig. 3.18	直径5mm円形タンタルの1000°Cにおける温度履歴曲線	47
Fig. 3.19	直径5mm円形タンタルの1000°Cにおける対数法解析曲線	47
Fig. 3.20	直径5mm円形タンタルの1500°Cにおける温度履歴曲線	48
Fig. 3.21	直径5mm円形タンタルの1500°Cにおける対数法解析曲線	48
Fig. 3.22	直径5mm円形タンタルの1800°Cにおける温度履歴曲線	49
Fig. 3.23	直径5mm円形タンタルの1800°Cにおける対数法解析曲線	49
Fig. 3.24	直径5mm円形タンタルの熱拡散率測定値	50
Fig. 3.25	直径3mm円形タンタルの室温における温度履歴曲線	51
Fig. 3.26	直径3mm円形タンタルの室温における対数法解析曲線	51
Fig. 3.27	直径3mm円形タンタルの500°Cにおける温度履歴曲線	52
Fig. 3.28	直径3mm円形タンタルの500°Cにおける対数法解析曲線	52
Fig. 3.29	直径3mm円形タンタルの1000°Cにおける温度履歴曲線	53
Fig. 3.30	直径3mm円形タンタルの1000°Cにおける対数法解析曲線	53
Fig. 3.31	直径3mm円形タンタルの1500°Cにおける温度履歴曲線	54
Fig. 3.32	直径3mm円形タンタルの1500°Cにおける対数法解析曲線	54
Fig. 3.33	直径3mm円形タンタルの1800°Cにおける温度履歴曲線	55
Fig. 3.34	直径3mm円形タンタルの1800°Cにおける対数法解析曲線	55
Fig. 3.35	直径3mm円形タンタルの熱拡散率測定値	56
Fig. 3.36	扇形タンタルの室温における温度履歴曲線	57
Fig. 3.37	扇形タンタルの室温における対数法解析曲線	57
Fig. 3.38	扇形タンタルの500°Cにおける温度履歴曲線	58
Fig. 3.39	扇形タンタルの500°Cにおける対数法解析曲線	58
Fig. 3.40	扇形タンタルの1000°Cにおける温度履歴曲線	59
Fig. 3.41	扇形タンタルの1000°Cにおける対数法解析曲線	59

Fig. 3.42	扇形タンタルの1500°Cにおける温度履歴曲線	60
Fig. 3.43	扇形タンタルの1500°Cにおける対数法解析曲線	60
Fig. 3.44	扇形タンタルの1800°Cにおける温度履歴曲線	61
Fig. 3.45	扇形タンタルの1800°Cにおける対数法解析曲線	61
Fig. 3.46	扇形タンタルの熱拡散率測定値	62
Fig. 3.47	室温における異形タンタルの熱拡散率測定値	63
Fig. 3.48	アルミナの形状依存性測定試料	64
Fig. 3.49	アルミナの形状依存性測定試料外観写真	64
Fig. 3.50	アルミナの室温における温度履歴曲線	65
Fig. 3.51	アルミナの室温における対数法解析曲線	65
Fig. 3.52	アルミナの500°Cにおける温度履歴曲線	66
Fig. 3.53	アルミナの500°Cにおける対数法解析曲線	66
Fig. 3.54	アルミナの1000°Cにおける温度履歴曲線	67
Fig. 3.55	アルミナの1000°Cにおける対数法解析曲線	67
Fig. 3.56	アルミナの1500°Cにおける温度履歴曲線	68
Fig. 3.57	アルミナの1500°Cにおける対数法解析曲線	68
Fig. 3.58	アルミナの1800°Cにおける温度履歴曲線	69
Fig. 3.59	アルミナの熱拡散率測定値	70
Fig. 3.60	ジルコニアの室温における温度履歴曲線	71
Fig. 3.61	ジルコニアの室常温における対数法解析曲線	71
Fig. 3.62	ジルコニアの100°Cにおける温度履歴曲線	72
Fig. 3.63	ジルコニアの100°Cにおける対数法解析曲線	72
Fig. 3.64	ジルコニアの300°Cにおける温度履歴曲線	73
Fig. 3.65	ジルコニアの300°Cにおける対数法解析曲線	73
Fig. 3.66	ジルコニアの500°Cにおける温度履歴曲線	74
Fig. 3.67	ジルコニアの500°Cにおける対数法解析曲線	74
Fig. 3.68	ジルコニアの700°Cにおける温度履歴曲線	75
Fig. 3.69	ジルコニアの700°Cにおける対数法解析曲線	75
Fig. 3.70	ジルコニアの1000°Cにおける温度履歴曲線	76
Fig. 3.71	ジルコニアの1000°Cにおける対数法解析曲線	76
Fig. 3.72	ジルコニアの1500°Cにおける温度履歴曲線	77
Fig. 3.73	ジルコニアの1500°Cにおける対数法解析曲線	77
Fig. 3.74	ジルコニアの1800°Cにおける温度履歴曲線	78
Fig. 3.75	ジルコニアの1800°Cにおける対数法解析曲線	78
Fig. 3.76	ジルコニアの熱拡散率測定値	79
Fig. 3.77	ムライトの室温における温度履歴曲線	80
Fig. 3.78	ムライトの室温における対数法解析曲線	80
Fig. 3.79	ムライトの500°Cにおける温度履歴曲線	81

Fig. 3.80 ムライトの500°Cにおける対数法解析曲線	81
Fig. 3.81 ムライトの1000°Cにおける温度履歴曲線	82
Fig. 3.82 ムライトの1000°Cにおける対数法解析曲線	82
Fig. 3.83 ムライトの1500°Cにおける温度履歴曲線	83
Fig. 3.84 ムライトの1500°Cにおける対数法解析曲線	83
Fig. 3.85 ムライトの1800°Cにおける温度履歴曲線	84
Fig. 3.86 ムライトの1800°Cにおける対数法解析曲線	84
Fig. 3.87 ムライトの熱拡散率測定値	85
Fig. 3.88 扇形アルミナの室温における温度履歴曲線	86
Fig. 3.89 扇形アルミナの室温における対数法解析曲線	86
Fig. 3.90 扇形アルミナの500°Cにおける温度履歴曲線	87
Fig. 3.91 扇形アルミナの500°Cにおける対数法解析曲線	87
Fig. 3.92 扇形アルミナの1000°Cにおける温度履歴曲線	88
Fig. 3.93 扇形アルミナの1000°Cにおける対数法解析曲線	88
Fig. 3.94 扇形アルミナの1500°Cにおける温度履歴曲線	89
Fig. 3.95 扇形アルミナの1500°Cにおける対数法解析曲線	89
Fig. 3.96 扇形アルミナの1800°Cにおける温度履歴曲線	90
Fig. 3.97 扇形アルミナの熱拡散率測定値	91

1. まえがき

原研・ホット試験室では、近年の軽水炉技術の高度化計画に伴って進められている、燃料の高燃焼度化による高燃焼度燃料の照射挙動を取得するため各種照射後試験装置の開発を行っている。その主な装置は、ペレット熱伝導率測定装置、超微小硬度計、ペレット融点測定装置、イオンマイクロアライザーである。高燃焼度燃料用照射後試験装置の開発計画を Table 1.1 に示す。高燃焼度燃料の照射挙動の中でも、燃料ペレットの熱伝導率等の高温熱定数が重要な熱物性値として注目されている。

今回、高燃焼度下で生じるペレット内のFP蓄積等に起因した熱伝導率の低下を解明するため、レーザーフラッシュ法により試料の熱拡散率を測定し、別な測定機器または文献等から得られた試料の比熱容量と密度データより熱伝導率を算出する遮蔽型のペレット熱伝導率測定装置を開発した。本報告書は、ペレット熱伝導率測定装置の概要を記述すると共に、タンタルおよびセラミック（アルミナ、ジルコニア、ムライト）を用いて行った本装置の特性試験結果についてまとめたものである。

なお、本装置の開発は、「高燃焼度燃料照射後試験設備整備」として、電源開発特別会計予算に基づき、科学技術庁からの委託研究として実施したものである。

Table 1.1 高燃焼度照射後試験装置の開発計画

試験装置	平成 2 年度	平成 3 年度	平成 4 年度	平成 5 年度	平成 6 年度	平成 7 年度	平成 8 年度
1. ペレット熱伝導率測定装置	設計・製作 (第1期)	据付・性能 (第2期)					
2. 超微小硬度計	設計・製作 (第1期)	据付・性能 (第2期)					
3. ペレット融点測定装置	設計・製作(1) (第1期)	設計・製作(2) (第2期)	据付・性能 (第3期)				
4. イオンマイクロアナライザー		全体設計 (第1期)	設計・製作(1) (第2期)	設計・製作(2) (第3期)	設計・製作(3) (第4期)	据付・性能 (第5期)	

2. ペレット熱伝導率測定装置の概要

2.1 热伝導率測定の原理

試料の熱伝導率は、熱拡散率をレーザーフラッシュ法^{1), 2), 3), 4), 5)}で測定し、得られた熱拡散率に試料の比熱容量と密度を乗算することによって求める。レーザーフラッシュ法は、試料の大きさを比較的小さくできること、試料の温度履歴測定点が1ヶ所でよく、試料が平面であるため赤外線検出器を用いた非接触温度測定が可能であることなど、放射化された燃料ペレットの熱拡散率測定には利点の多い方法である。

熱拡散率の測定データ解析方法には、ハーフタイム法または対数法⁶⁾が用いられるが、本装置では、両方法の解析が可能である。

(1) ハーフタイム法

ハーフタイム法では、平板試料の一方の面にレーザー光を1パルス照射し、その裏面の温度履歴曲線として示される熱拡散方程式により求められる。Fig. 2.1に示すように試料の上面(表面)にレーザー光を照射した後の熱が試料中を一次元的に伝わる場合、下面(裏面)の温度上昇は式(1)で表される。

$$\Theta = \Theta_m \left\{ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp(-n^2 \pi^2 \alpha t / L^2) \right\} \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

ここで、

α : 試料の熱拡散率

L : 試料の厚さ

t : パルス照射した後の時間

Θ : 試料の温度上昇幅

Θ_m : Θ の最大値

式(1)を図示するとFig. 2.2となる。Fig. 2.2では、 $\alpha t / L^2 = 0.1388$ で $\Theta / \Theta_m = 0.5$ となることを示している。つまり、 Θ が Θ_m の半分に達する時間を $t_{1/2}$ とすれば、熱拡散率 α を式(2)で表すことができる。

$$\alpha = 0.1388 L^2 / t_{1/2} \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

ここで、試料の比熱容量 C_p および密度 ρ が既知であれば式(3)により熱伝導率 λ が求められる。

$$\lambda = \alpha \cdot C_p \cdot \rho \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

(2) 対数法

対数法では、熱拡散方程式をラプラス変換して式(1)に相当した解を導くと、式(4)のようになる。

$$\Theta = (2 \Theta_m L / \sqrt{\pi \alpha t}) \sum_{n=1}^{\infty} \exp\left\{-\frac{(2n-1)^2 L^2}{4 \alpha t}\right\} \quad \dots \dots \dots \quad (4)$$

式(4)の第一項を近似した式の両辺の対数をとり変形すれば式(5)が得られる。

$$\log(\Theta / \sqrt{t}) = \log(2 \Theta_m L / \sqrt{\pi \alpha}) - L^2 / 4 \alpha t \quad \dots \dots \dots \quad (5)$$

$\Theta \cdot \sqrt{t}$ の対数と $1/t$ とは直線関係になり、その傾きを t_L とすれば、式(6)となる。

$$t_L = L^2 / 4\alpha \quad \dots \dots \quad (6)$$

式(6)より試料の熱拡散率 α は、式(7)で表される。

$$\alpha = L^2 / 4t_L \quad \dots \dots \quad (7)$$

なお、熱伝導率は式(3)による。

2.2 热伝導率測定の手順

試料の熱伝導率を求める手順をFig. 2.3に示す。作業手順は、始めに照射済み燃料棒を1~2mmのスライス状に切断する。スライス状に切断された試料は、照射により発生するペレット内のクラックにより種々の形状に崩れるので、その中から試料ホルダーに固定できて、測定に適した大きさ・形状のものを選別して測定用試料とする。

測定用として選別された試料は洗浄・乾燥後、ペレット熱伝導率測定装置に試料移送容器にて搬送し、熱拡散率を測定する。熱伝導率は測定された熱拡散率を用いて計算処理して求める。

2.3 ペレット熱伝導率測定装置の概要

ペレット熱伝導率測定装置は、試料保持部、レーザー発振部、赤外線検出計測部、加熱炉・温度制御部、真空排気部、データ処理部、遮蔽体、フードおよび試料移送容器から構成されている。装置の構成ブロック図をFig. 2.4に、また装置の本体構成をFig. 2.5、装置の外観写真をFig. 2.6に示す。加熱炉構成をFig. 2.7に、また加熱炉部外観写真をFig. 2.8に示す。

(1) 試料保持部

試料保持部は照射済燃料ペレットの試料を保持する試料ホルダー、試料ホルダーを支える試料保持台および試料保持台の昇降機構からなる。

試料ホルダーはタンタル製で、直径が10mm、5mmおよび3mmの3種類の試料用がある。試料は試料直径が10mmのホルダーでは据え置きであるが、直径5mmおよび3mmの試料ホルダーでは、3方向から小径のビスによって固定される。固定が可能な試料の厚さは0.5~2mmである。それぞれの試料ホルダーの形状をFig. 2.9、Fig. 2.10およびFig. 2.11に示す。

試料保持台はタンタル製の円筒型で、加熱炉の中心部に試料ホルダーと共に試料が保持できる構造である。試料ホルダーは、試料保持台の上面に設けられたテーパー部によって保持される。したがって、試料は装置に対して水平に保持される。

(2) レーザー発振部

レーザー発振部は、レーザーヘッド、レーザー電源、レーザー発振検出回路、レーザー冷却水用循環器等より構成されている。また、外部操作微小調整機構により、レーザーヘッド部の光軸調整が可能である。光軸調整はレーザー発振部後方に取り付けられたHe-Neガスレーザーにより行う構造である。

レーザー発振部の主な仕様は次の通りである。

- ・レーザー出力：ルビーレーザー (6J/pulse以上)
- ・パルス幅：0.5ms以内（半値幅）
- ・発振波長：6943Å
- ・照射面の大きさ：約直径14mm
- ・冷却方式：ルビーロッドをポンプにより純水にて循環冷却

(3) 赤外線検出計測部

赤外線検出計測部は、In-Sb赤外線センサー、Siレンズ系、プリアンプ等より構成され、試料表面へのレーザーパルス照射によって発生する、試料裏面の温度履歴を遠隔測定しデータを出力する部分である。赤外線センサーは、冷媒に液体窒素を使用している。受光量の調整に自動絞り機構を用いている。また、外部操作微小調整機構により赤外線センサーの光軸調整が可能である。赤外線センサー光路の光軸調整には、レーザーヘッドの側面に取り付けたキセノンランプを用いている。

熱拡散率の測定温度範囲は、室温～1800°Cである。In-Sb赤外線検出器を採用した理由としては、有効波長領域が1.2～5.5μmにあり、室温から2200Kの温度範囲をカバーしているためである。赤外線センサーの受光面積は、直径1mmである。また、赤外線センサーは光起電力型であり、試料からの輻射を検出するため、熱電対を用いた場合に生じる試料と熱電対間の接触抵抗や熱電対の熱容量等による遅れがなく、また素子自体の立ち上がり時間が短いので、試料の温度変化応答時間を正確に測定できる。

(4) 加熱炉・温度制御部

加熱炉・温度制御部は、熱拡散率の測定時に希望の試料温度に加熱すると共に、その温度に保持する制御部である。加熱炉部のヒータ部と試料部はタンタル製内筒により仕切られており、試料から発生する放射性物質により加熱炉のヒータ部が放射性物質で汚染するのを防止している。加熱炉で加熱された試料の温度は、試料近傍の温度をW-Re熱電対で計測し、熱拡散率測定時の試料温度としている。

温度制御部は、加熱炉の温度をW-Re熱電対で計測しプログラム温度制御器にフィードバックして信号を入力し、加熱炉の温度を精度良く制御する部分である。温度制御（昇温速度、保持時間、昇温モード）は、各設定値をプログラム温度制御器に入力して行う。なお、熱拡散率の測定は、設定温度の変化が1分間に1°C以下となったときに開始される。

加熱炉の主な仕様は次の通りである。

- ・加熱炉ヒータ：タンクステンメッシュヒータ
- ・炉体：水冷式ステンレス製2重構造
- ・最高加熱温度：試料部において1800°C
- ・測温：試料近傍（測温用），W-Re熱電対（直径0.25mm）
 加熱炉のヒータ部（制御用），W-Re熱電対（直径0.5mm）
- ・遮熱方式：多重構造のタンタル-モリブデン製遮熱板
- ・真空度： 5×10^{-2} Pa以下（加熱開始が可能な真空度）

(5) 真空排気部

真空排気部は、試料部を真空排気する系統と、加熱炉ヒータ部を真空排気する2系統からなり、ヒータの酸化を防止するため真空雰囲気を調整制御する。2系統とした理由は、放射性物質による加熱炉ヒータ部の汚染を防止するため、加熱炉容器（ヒータ部）と内筒内部（試料部）を個別に真空排気するために、油回転ポンプとターボ分子ポンプが両系統ごとに備えつけられている。さらに、真空ポンプの放射性物質による汚染を防ぐため液体窒素冷却型トラップおよび空気作動ゲート弁を備えている。真空排気系の真圧度は、内筒内部が 1×10^{-3} Pa以下であり、加熱炉容器側が 2×10^{-2} Pa以下である。両系統の真圧度は、ピラニー真圧計および電離真圧計によって測定し、真圧値を常に監視している。

両系統のリーク量は真空ポンプを停止した状態で、試料部が40分で6Pa、加熱炉ヒータ部が40分で13Paである。

(6) データ処理部

データ処理部では試料の測定に関して、試料温度の昇温・保持、赤外線検出用アパーチャーの開閉、窓シャッターの開閉、レーザーの充電・発射、データの取り込み、データの計算と表示データの保存、設定温度への昇温等の一連の動作を自動制御している。

データ処理部の構成、仕様は次の通りである。

- ・ C P U : PC-9801DX (NEC)
- ・ C R T : PC-KD854N (NEC)
- ・ プリンタ : PC-PR101G2(NEC)
- ・ X-Yプロッタ : DXY-1100 (ローランド)
- ・ 自動シーケンス制御回路

(7) 遮蔽体

遮蔽体¹⁾は、試料からの放射線による作業者の被曝を低減するもので、測定装置の性能・機能を損なうことのないように、操作性および保守性を考慮して設置してある。試料の保持および搬送を容易にかつ確実に行うために、装置本体機器の配置構造を縦型とし、遮蔽体の中央部に加熱炉、上部外側にレーザー発振器、下部側に試料の裏面温度履歴の測定に用いる赤外線検出器を配置した。遮蔽体は板厚130mmの鋼板製で、フード表面における線量当量が、人が常時立ち入る区域の線量当量である1mSv/週を超えない構造とした。線量当量の評価は、線源からの直接線を一次元輸送計算コードANISNと、線源からの散乱線を一回散乱計算コードG33-GP2により計算し、各々算出した値の和で行った。計算に用いた線源は、使用済み燃料ペレット片 (5mm ϕ × 1mm t) であり、本装置の使用に際しての最大放射能を持つMOX燃料（放射能42.6GBq、燃焼度56GWd/t、Pu富化度5%、冷却日数90日）とした。遮蔽体には、装置本体部の保守点検が可能なように扉を2面設けてある。

遮蔽体内には試料移送容器と装置本体（試料保持台）間の試料受け渡し状態を確認するために、テレビカメラを設置した。

(8) フード

フードは、装置本体および真空排気部の運転時または保守点検時において、万が一発生するトラブルによる実験室への放射性物質の汚染飛散を防止するためのボックスである。構造は、ステンレス製フレームにアクリル板をボルトで固定している。また、フードの排気ダクトを既設の施設側排気設備に接続し、フード内を排気して負圧を維持している。フードには装置の保守点検用の扉を4ヶ所設けた。

(9) 試料移送容器

測定試料の調製はコンクリートセル内で行う。調整の終了した試料は、試料ホルダーに取付ける。試料移送容器は、試料ホルダーに取り付けられた試料のコンクリートセルと装置本体間で移送するための遮蔽機能を有する容器である。試料移送容器は、ステンレス外装鉛鋳造製で、試料移送容器と装置本体（試料保持台）間での試料の受け渡しを行うため、試料保持棒を有した構造である。

2.4 試料作製用機器

熱拡散率測定用の試料作製機器として小型精密切断機を使用している。小型精密切断機は、燃料棒をダイヤモンドホイールにより精密切断する。また、コンクリートセル（ホットセル）内に設置して使用するため、主要材料にステンレス鋼を使用し、表面は放射性汚染物質の除去を容易にするためバフ仕上げを施している。小型精密切断機の外観写真をFig. 2.12に示す。

試料の切断方法は、粗切断後の照射済燃料棒を試料バイスで固定し、回転させたダイヤモンドホイールに試料バイスを照射済燃料棒と共に移動させて行う。切断方向（半径方向）の送りは自動で、送り量は40mmである。また、切断機の安全機構として、半径方向の送り量が設定値に達した時、あるいは過負荷時は、試料バイスの送りとダイヤモンドホイールの回転を自動停止させるインターロックと、機械的に送りを制限するストッパーを備えている。燃料棒の軸方向の送り（切断可能な試料の厚さ設定）は手動であり、送り量は最大で2.5mmである。

小型精密切断機の主な仕様は次の通りである。

- ・ダイヤモンドホイール：窒化ボロン砥粒（クリストンダイヤモンド工業製)
150D×0.5T×3X×13H 120MV
- ・ホイール回転数：0～300rpmの無段变速
- ・試料送り速度：0.3～5mm/minの無段变速

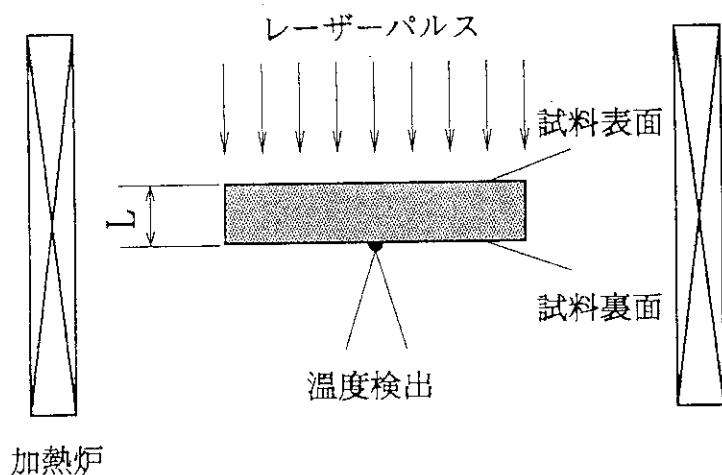


Fig. 2.1 レーザーフラッシュ法の測定原理図

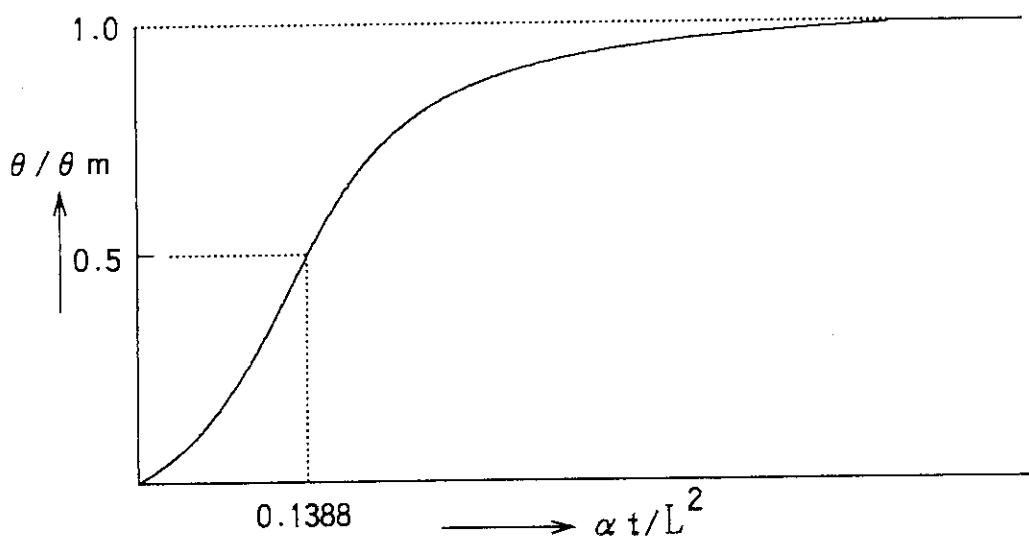


Fig. 2.2 試料裏面の温度履歴曲線

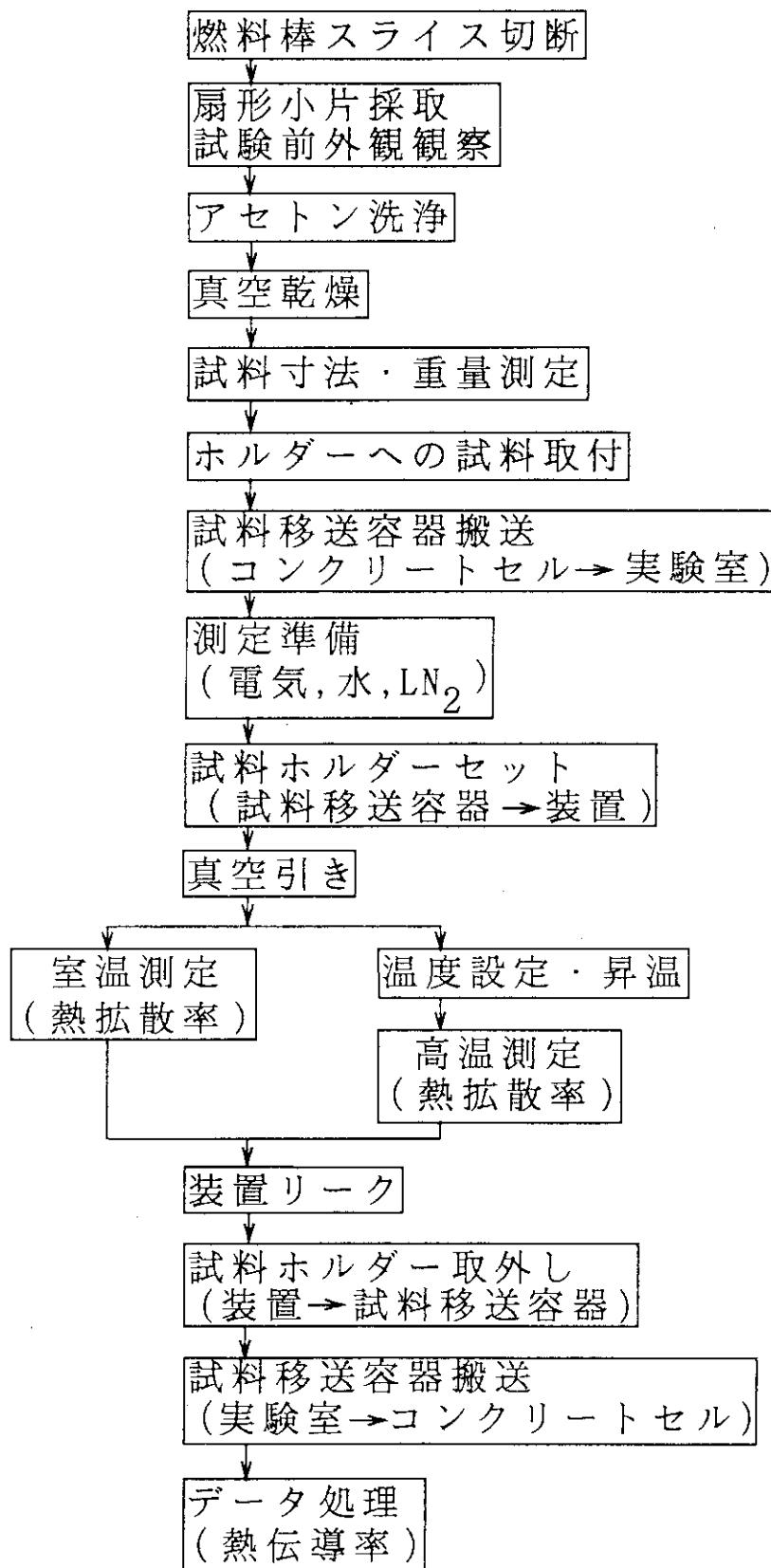


Fig. 2.3 ペレット熱伝導率測定手順

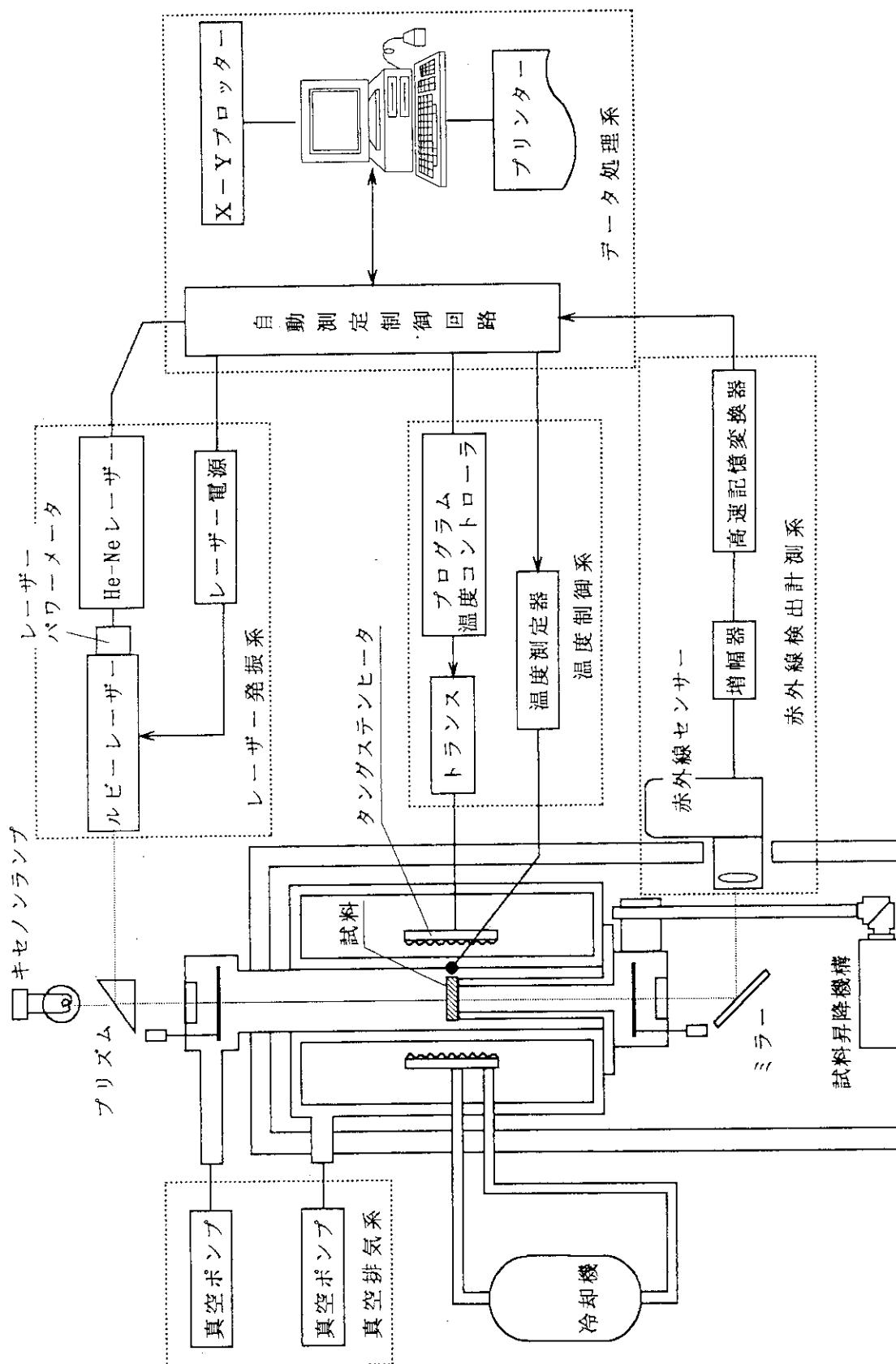


Fig. 2.4 ベレット熱伝導率測定装置構成ブロック図

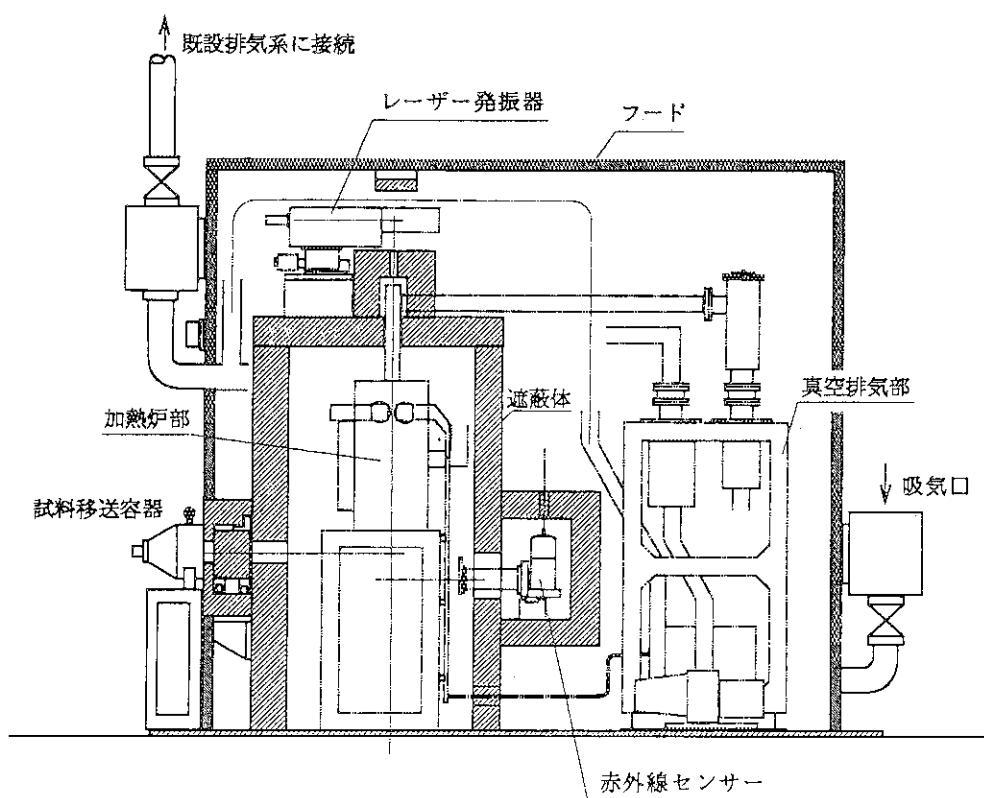


Fig. 2.5 ペレット熱伝導率測定装置本体構成図

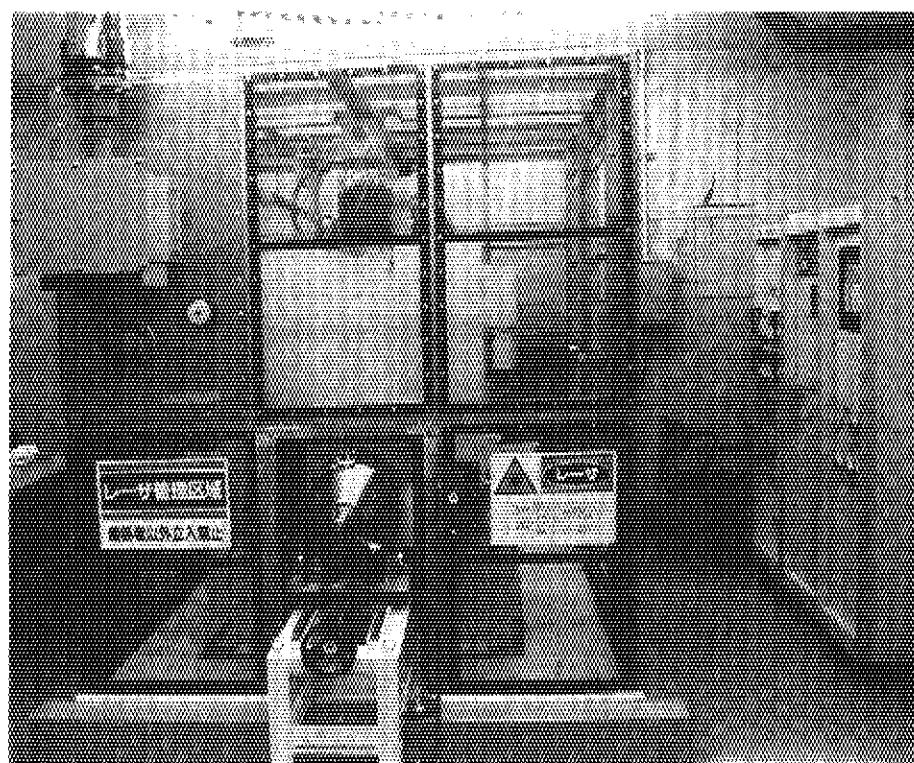


Fig. 2.6 ペレット熱伝導率測定装置外観写真

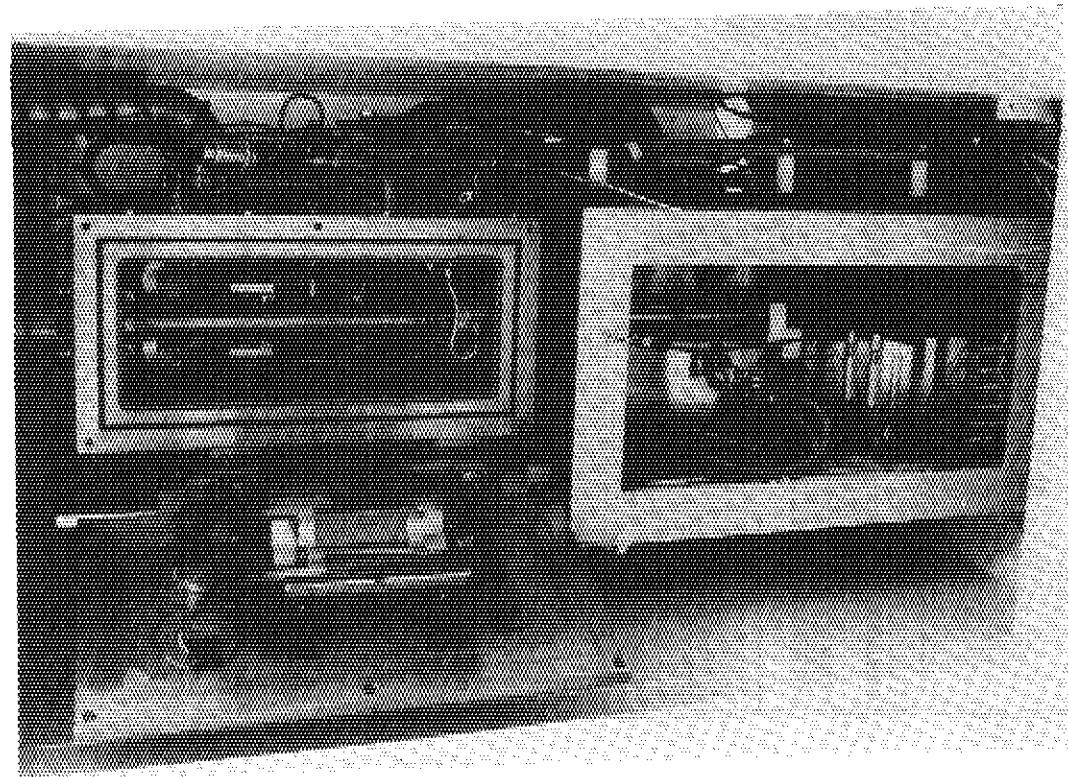


Fig. 2.8 ペレット熱伝導率測定装置加熱炉部外観写真

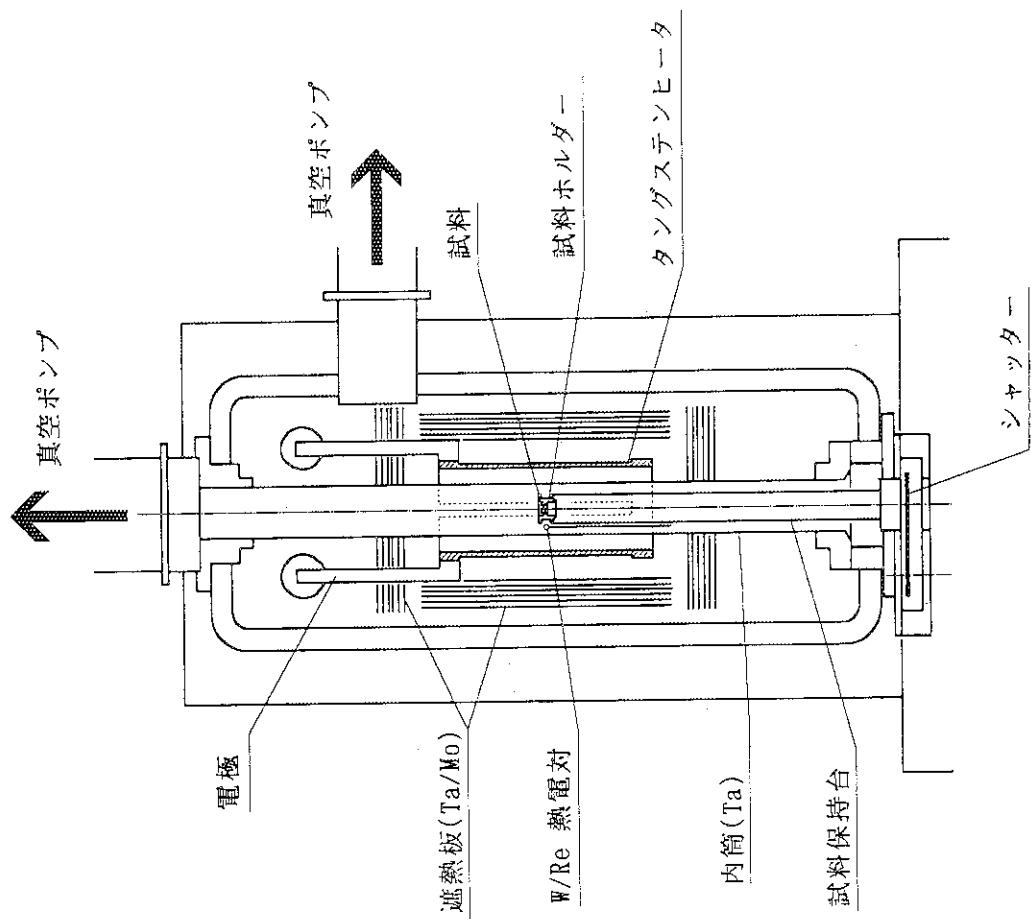


Fig. 2.7 ペレット熱伝導率測定装置加熱炉構成図

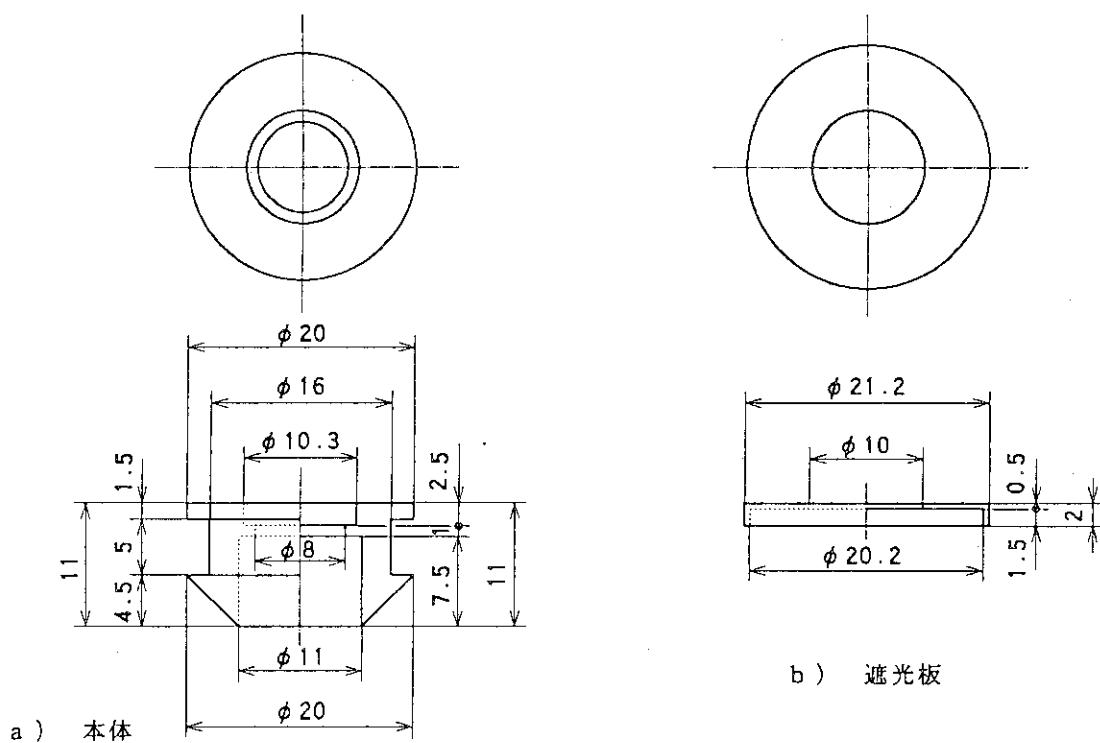


Fig. 2.9 直径10mm試料用ホルダー

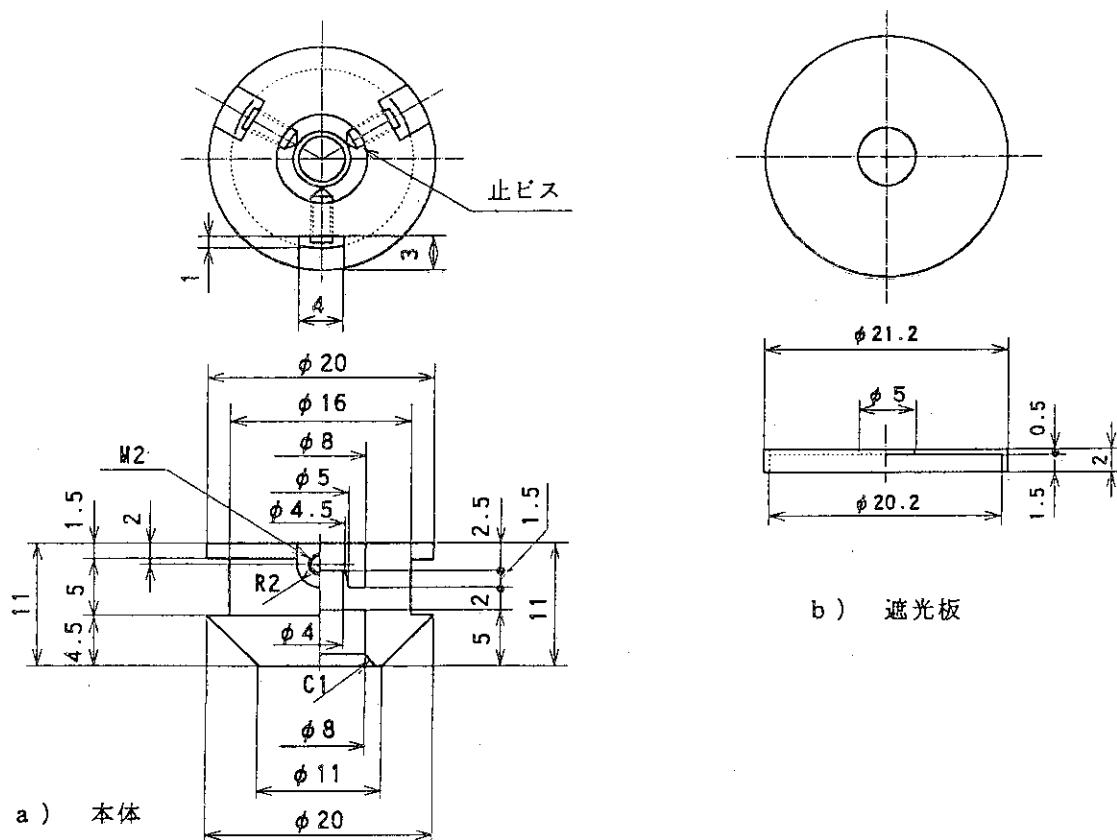


Fig. 2.10 直径5mm試料用ホルダー

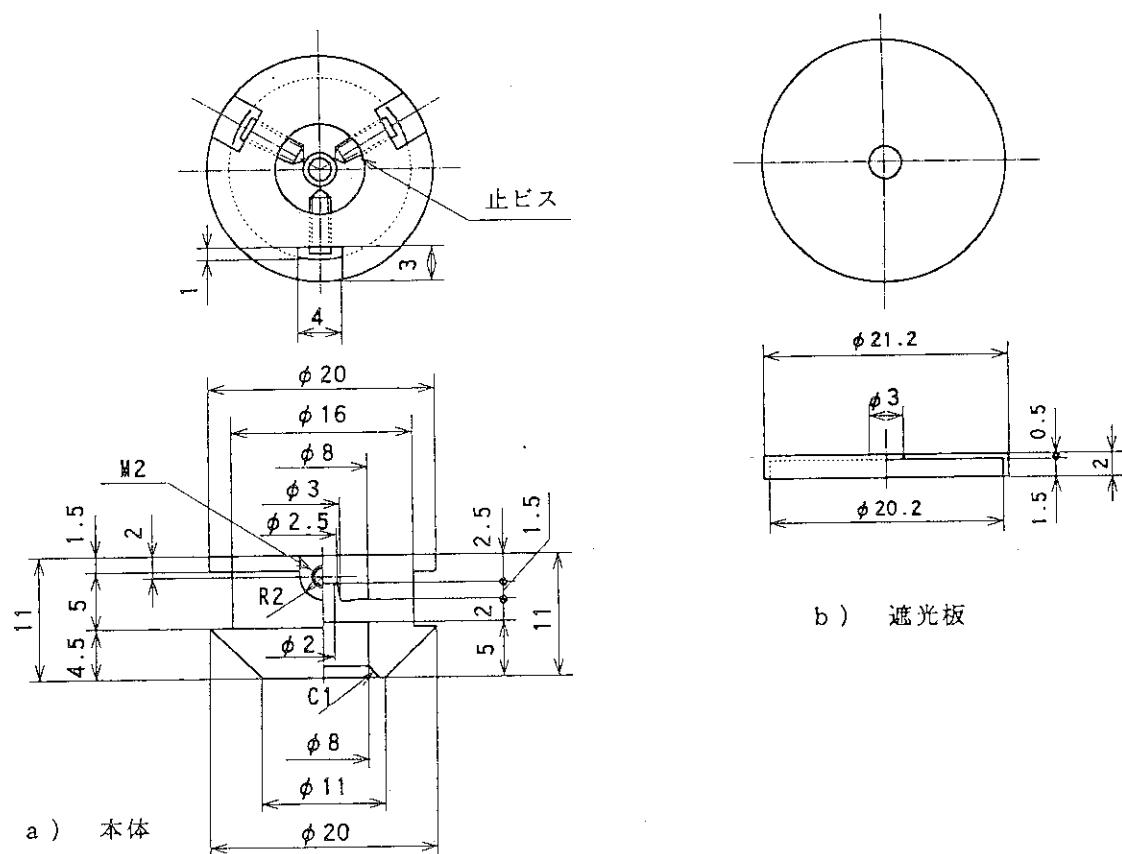


Fig. 2.11 直径 3 mm 試料用ホルダー

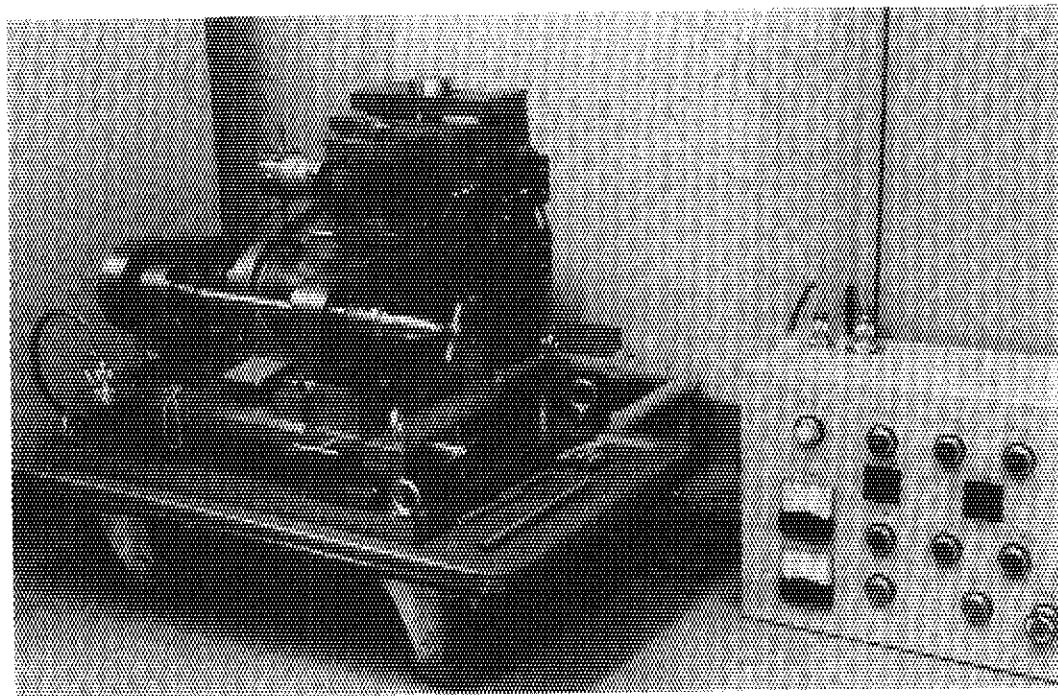


Fig. 2.12 小型精密切断機外観写真

3. 特性試験と結果

3.1 タンタル試料による特性試験

3.1.1 タンタル特性試験試料

装置の特性を確認するための試験試料として、最も熱的に安定した金属材料の純タンタル(99.97%以上)を用いた。その形状等をTable 3.1に示す。タンタル試料の内、形状依存性に用いた扇型の試料形状をFig. 3.1に、また測定終了後の試料外観写真をFig. 3.2に示す。

タンタルの特性試験試料の形状寸法はマイクロメータにて測定した。測定精度は±0.001 mmである。

3.1.2 タンタルの測定条件

タンタルの熱拡散率測定条件は、Table 3.2に示すように設定した。

タンタル試料の高温測定温度は、試料温度が500、1000、1500および1800°C前後となるよう加熱炉を設定した。タンタル試料の温度加熱方法は次の手順とした。始めに、加熱炉ヒータが250°C(試料温度約50°C)になるまで5°C/minで昇温し、引き続き1670°C(試料温度約1500°C)まで20°C/minで、その後は1960°C(試料温度約1800°C)まで5°C/minで昇温し、それぞれの設定温度の段階ごとに熱拡散率を測定した。熱拡散率測定終了後の冷却は、加熱炉ヒータを1600°C(試料温度約1450°C)まで10°C/min、引き続き300°C(試料温度約300°C)まで30°C/minの速度で降温した。

試料温度が室温の時の赤外線検出器測定感度は±50 μVに固定したが、高温測定時は赤外線温度計の温度特性に合わせた検出感度に自動修正して熱拡散率を測定した。

室温における熱拡散率の測定は、赤外線温度計の検出感度が低いため、1回のレーザー光により得られる温度履歴生データを5回加算して、1回の測定データとなるようにして熱拡散率を算出した。高温における測定は、赤外線温度計の検出感度が良くなるため、温度履歴生データの加算は行わなかった。

サンプリングスピードは、試料裏面の温度履歴がもっとも良く現れる速度として、10 μ secとした。

測定データを対数法で解析したときの計算は、温度履歴曲線における温度上昇幅の最大値を1とすると0.3~0.9の範囲とした。なお、範囲を変えた場合(0.3~0.7)でも大差がみられなかつたので、装置の特性試験として0.3~0.9とした。計算範囲間での計算点数は、測定された温度履歴曲線によって異なるが2500点前後である。参考として添付した対数法解析プロット曲線には、小範囲ごとの平均値が約50点プロットされている。

各試料設定温度における熱拡散率の測定回数は5回とした。測定回数を変えて測定した時に、それぞれの測定データの標準偏差を計算したところ、5回未満では偏差が大きくなる傾向がある。

測定試料の表裏面処理として、カーボンを塗布した。これはレーザー光の熱を試料表面に効率よく吸収させ、また裏面においては赤外線温度計による測温感度をあげるために行った。そのカーボン量は平均して約3.9 μg/mm²であった。

円形試料の保持に用いたホルダーは、試料の直径に合ったものを用いた。ただし、扇形試

料の測定には、直径3mm試料用ホルダーを用いた。

3.1.3 円形試料の測定結果

直径10mm円形試料の熱拡散率を、ハーフタイム法と対数法で測定・解析した結果をTable 3.3に示す。室温から1800°Cまでの各測定温度における測定データの代表例として、ハーフタイム法にて解析した温度履歴曲線と対数法により解析したプロット曲線をFig. 3.3～3.12に示す。また、各測定温度ごとの熱拡散率の平均値を米国TPRC (Thermophysical Properties Research Center, Purdue University) のデータ^④と共にプロットしたものをFig. 3.13に示す。

直径10mm円形試料の熱拡散率は、ハーフタイム法において最大のばらつきが-4.6%で、また対数法では一つの結果を除き+4.0%以内であった。熱拡散率をハーフタイム法と対数法で解析した結果の差は、ハーフタイム法に対して対数法の結果が0.4～3.0%低い値となった。これらの結果と米国TPRCのデータとの比較においては、ほぼ同一の値であった。

直径5mm円形試料の熱拡散率を直径10mm円形試料と同様に、ハーフタイム法と対数法で測定・解析した結果をTable 3.4に示す。室温から1800°Cまでの各測定温度における測定データの代表例として、ハーフタイム法にて解析した温度履歴曲線と対数法により解析したプロット曲線をFig. 3.14～3.23に示す。また、各測定温度ごとの熱拡散率の平均値を米国TPRCのデータと共にプロットしたものをFig. 3.24に示す。

直径5mm円形試料の熱拡散率は、ハーフタイム法において最大のばらつきが-2.8%で、また対数法では最大で-3.8%あった。熱拡散率をハーフタイム法と対数法で解析した結果の差は、ハーフタイム法に対して対数法の結果が1.9～5.5%低い値となった。これらの結果と米国TPRCのデータとの比較においては、ほぼ同一の値であった。

直径3mm円形試料の熱拡散率を直径10mmおよび直径5mmの円形試料と同様に、ハーフタイム法と対数法で測定・解析した結果をTable 3.5に示す。室温から1800°Cまでの各測定温度における測定データの代表例として、ハーフタイム法にて解析した温度履歴曲線と対数法により解析したプロット曲線をFig. 3.25～3.34に示す。また、各温度ごとの熱拡散率の平均値を米国TPRCのデータと共にプロットしたものをFig. 3.35に示す。

直径3mm円形試料の熱拡散率はハーフタイム法において最大のばらつきが-3.8%で、また対数法では、1800°Cにおけるばらつきがやや大きく最大-11.4%であり、その他は±5.8%以内であった。熱拡散率をハーフタイム法と対数法で解析した結果の差は、ハーフタイム法に対して対数法の結果が室温から1500°Cまでは、2.0～2.7%低い値となった。しかし、1800°Cにおいては逆に3.7%大きい値となった。これらの結果と米国TPRCのデータとの比較においては、ほぼ同一の値であった。

測定試験後の試料重量は、加熱前の試料重量に対して減少がみられなかた。

3.1.4 扇形試料の測定結果

扇形No. 2試料の熱拡散率を、ハーフタイム法と対数法で測定・解析した結果を表3.6に示す。室温から1800°Cまでの各測定温度における測定データの代表例として、ハーフタイム法にて

解析した温度履歴曲線と対数法により解析したプロット曲線をFig. 3. 36～3. 45に示す。また、各温度ごとの熱拡散率の平均値を直径3mm円形試料の熱拡散率のデータと共にプロットしたものをFig. 3. 46に示す。5種類の扇形試料と直径5mm円形試料を直径3mm試料用ホルダーで測定した室温における熱拡散率をTable 3. 7に示す。これらの値を直径3mm円形試料の室温における熱拡散率のデータと共にプロットしたものをFig. 3. 47に示す。

扇形No. 2試料の熱拡散率の測定値は、ハーフタイム法においてばらつきの最大-5.5%で、また対数法では一つの結果を除き最大で+5.6%であった。熱拡散率をハーフタイム法と対数法で解析した結果の差は、ハーフタイム法に対して対数法の結果が11.2～13.3%低い値となった。直径3mm円形試料と扇形No. 2試料の測定結果を比較すると、直径3mm円形試料に対してハーフタイム法では15.9～20.6%大きい値で、対数法では室温から1500°Cまでが6.5～10.1%大きい値であった。しかし、1800°Cにおいては3.1%小さい値となった。

5種類の扇形試料と直径5mm円形試料を直径3mm試料用ホルダーで測定した室温における測定結果を直径3mm円形試料の室温における測定結果と比較すると、直径3mm円形試料に対してハーフタイム法では試料面積が大きくなるにしたがて7.5～20.6%大きい値となる傾向があった。対数法における5種類の扇形試料では、直径3mm試料より小さい試料面積である扇形No. 5試料の測定値を除けば、試料面積の大きさと関係なく9.9～15.0%大きい値となった。直径5mm円形試料では値が7.1%大きかった。

3.2 セラミック試料による特性試験

3.2.1 セラミック特性試験試料

セラミックを用いた装置の特性試験としてアルミナ (Al_2O_3)、ジルコニア (ZrO_2) およびムライト ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) のセラミック試料を用いた。アルミナは UO_2 と熱拡散率値が近いため、またジルコニア、ムライトはさらに熱拡散率の小さい試料での装置の特性を把握するために選定した。その形状等をTable 3. 8に示す。

各セラミックの組成は、アルミナ試料が99.5% Al_2O_3 のものであり、ジルコニア試料が94% ZrO_2 で5% Y_2O_3 が含まれたものであり、ムライト試料は、80%が $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ であり15%が Al_2O_3 の状態で残っているものである。

セラミック試料の中で、形状依存性に用いたアルミナの扇形形状をFig. 3. 48に示す。また、熱拡散率測定後の外観写真をFig. 3. 49に示す。この扇形試料は、熱拡散率測定終了後の円形アルミナNo. 1試料を、扇形に切断して測定試料としたものである。

セラミックの特性試験試料の形状寸法は、マイクロメータにより測定した。測定精度は $\pm 0.003\text{mm}$ である。

3.2.2 セラミックの測定条件

3種類のセラミックの熱拡散率測定条件は、それぞれTable 3. 9、Table 3. 10およびTable 3. 11に示すように設定した。それぞれの条件の設定は、タンタルの熱拡散率測定結果に基づいて決定したるものである。

アルミナおよびムライト試料の高温での測定温度は、試料温度が500、1000、1500および

1800°C前後となるように加熱炉を設定した。試料温度の昇温・加熱方法は、タンタル試料と同じ手順で行った。

ジルコニア試料の場合は、一般的に測定データが少なくジルコニア試料の熱拡散率の温度依存性を確認するために、測定温度点数を多くした。測定温度は、試料温度が100、300、500、700、1000、1500および1800°C前後となるように加熱炉を設定した。昇温・加熱方法は、始めに加熱炉ヒータが310°C（試料温度約100°C）になるまで5°C/minの速度で昇温し、その温度で熱拡散率を測定した。その後の昇温手順は設定温度段階を多くしたのみで、タンタル試料の場合と同じである。降温手順は、タンタル試料と同じである。

試料温度が室温の時の測定感度はタンタル試料の場合と同じく、 $\pm 50 \mu V$ とし、高温測定時は赤外線温度計の温度特性に合わせた検出感度に自動修正した。

熱拡散率測定時の室温および高温における温度履歴データの加算数は、タンタル試料の場合と同じくした。

サンプリングスピードは、各セラミック試料の試料裏面の温度履歴がもっとも良く現れる速度として、Table 3.9~3.11に示すような値とした。

測定データを対数法で解析するときの温度履歴曲線の計算範囲は、タンタル試料と同様に0.3~0.9とした。

各測定温度における熱拡散率の測定回数は、タンタル試料と同様に5回とした。

セラミックス試料の表裏面処理は、タンタル試料の場合と同様にカーボンを塗布した。

3種類のセラミックス円形試料の保持には、直径10mm試料用ホルダーを用いた。アルミナの扇形試料の測定には、直径3mm試料用ホルダーを用いた。

3.2.3 アルミナの測定結果

アルミナ試料（直径10mm円形）の熱拡散率を、ハーフタイム法と対数法で測定・解析した結果をTable 3.12に示す。室温から1800°Cまでの各測定温度における測定データの代表例として、ハーフタイム法にて解析した温度履歴曲線と対数法により解析したプロット曲線をFig. 3.50~3.58に示す。1800°Cでは対数法により解析出来なかったためプロット曲線は添付していない。また、各温度ごとの熱拡散率の平均値を米国TPRCのデータと共にプロットしたものを見付ける。

アルミナ試料（直径10mm円形）の熱拡散率はハーフタイム法においてばらつきが、一つの結果を除き+2.4%以内であった。熱拡散率をハーフタイム法と対数法で解析した結果の差は、ハーフタイム法に対して対数法の結果が室温において1.9%大きい値が得られた他は、1500°Cまでにおいて0.3~3.9%低い値となった。これらの結果を米国TPRCのデータと比較すると、約10%大きい値となった。

測定試験後の試料重量は、試料への温度加熱前に対してNo. 2試料が2.7mgの減少であった。

3.2.4 ジルコニアの測定結果

ジルコニア試料（直径10mm円形）の熱拡散率をハーフタイム法と対数法で測定・解析した結果をTable 3.13に示す。室温から1800°Cまでの各測定温度における測定データの代表とし

て、ハーフタイム法にて解析した温度履歴曲線と対数法により解析したプロット曲線をFig. 3.60～3.75に示す。なお、No.1試料の100°Cにおいて1回目の測定終了後に赤外線温度検出器のホールドタイムレンジを切り替えたので、温度履歴曲線および対数法解析曲線の代表例(Fig. 3.62および3.63)は、No.2試料のものとした。この測定操作における測定値の変化はみられなかった。各測定温度ごとの熱拡散率の平均値を米国TPRCのデータと共にプロットしたもの(Fig. 3.76)を示す。

ジルコニア試料(直径10mm円形)の熱拡散率はハーフタイム法において最大のばらつきが±6.8%であった。熱拡散率をハーフタイム法と対数法で解析した結果の差は、ハーフタイム法に対して+3.5%から-21.6%のばらつきがある値となった。これらの結果と米国TPRCのデータとの大差はみられなかった。

測定試験後の試料重量は、試料への温度加熱前に対してNo.1試料が0.5mg、No.2試料が0.6mg減少した。

3.2.5 ムライトの測定結果

ムライト試料(直径10mm円形)の熱拡散率を、ハーフタイム法と対数法で測定・解析した結果をTable 3.14に示す。室温から1800°Cまでの各測定温度における測定データの代表例として、ハーフタイム法にて解析した温度履歴曲線と対数法により解析したプロット曲線をFig. 3.77～3.86に示す。また、各温度ごとの熱拡散率の平均値をプロットしたもの(Fig. 3.87)を示す。

ムライト試料(直径10mm円形)の熱拡散率は、1500°Cまでにおいてハーフタイム法で最大のばらつきが+1.9%であった。熱拡散率をハーフタイム法と対数法で解析した結果の差は、1500°Cまでにおいてハーフタイム法に対して4.6～20.0%小さい値となった。1800°Cの測定データは試料の融点に近づいた場合の測定値である。

測定試験後の試料重量は、試料への温度加熱前に対して、No.1試料が2回昇温した後で7.8mgの減少で、No.2試料は1回昇温した後で4.7mgの減少した。

3.2.6 扇形アルミナの測定結果

扇形アルミナ試料の熱拡散率を、ハーフタイム法と対数法で測定・解析した結果をTable 3.15に示す。室温から1800°Cまでの各測定温度における測定データの代表例として、ハーフタイム法にて解析した温度履歴曲線と対数法により解析したプロット曲線をFig. 3.88～3.96に示す。1800°Cでは対数法では解析出来なかったためプロット曲線は添付していない。また、各温度ごとの熱拡散率の平均値を、円形アルミナの測定データと共にプロットしたもの(Fig. 3.97)を示す。

扇形アルミナ試料の熱拡散率はハーフタイム法では、一つのデータを除きばらつきは-6.2%以内であった。熱拡散率をハーフタイム法と対数法で解析した結果の差は、ハーフタイム法に対して、対数法の結果が室温において0.5%大きい値が得られた他は、1500°Cまでにおいて2.4～5.0%低い値となった。これらの結果と円形アルミナの測定データと比較すると、円形アルミナの測定値にたいしてハーフタイム法では11.2～23.1%大きい値であり、対数法

でも1500°Cまでにおいて9.1~20.6%大きい値であった。

3.3 試料作製試験結果

試料作製において最も問題となることは、スライス状に切断された試料の平行度である。そこで、試料作製における試料平行度の確認試験を行った。切断試験試料として、直径12mmのアルミナ円柱を前記した小型精密切断機を用いて、約1mmの厚さに切断した。切断されたアルミナの厚さは、0.96mm~0.98mmで試料面内における厚さの最大誤差が±0.01mmであった。

Table 3.1 特性試験用タングタル試料

タングタル(Ta)試料	直径 (mm)	直径 (mm)	厚さ (mm)	重量 (mg)	密度 (g/cm ³)
直径 10 mm 円形	10.00		1.018	1330.9	16.65
直径 5 mm 円形	5.00		0.980	320.3	16.64
直径 3 mm 円形	3.00		1.008	126.7	17.78
扇形 No. 1 (面積 19.88 mm ²)	—		1.018	336.9	16.65
扇形 No. 2 (面積 14.84 mm ²)	—		1.018	251.6	16.65
扇形 No. 3 (面積 12.11 mm ²)	—		1.025	207.9	16.75
扇形 No. 4 (面積 7.12 mm ²)	—		1.018	120.7	16.65
扇形 No. 5 (面積 6.35 mm ²)	—		1.025	108.9	16.75
円形 (面積 19.63 mm ²)	5.00		1.005	331.2	16.79

Table 3.2 タンタルの熱拡散率測定条件

設 定 項 目	設 定 値 等
1. 測定温度	室温 : 20°C 前後 高温 : 500, 1000, 1500, 1800°C の 4 段階
2. 測定雰囲気	室温, 高温共に 1×10^{-3} Pa 前後
3. 測定感度	室温 : $\pm 50 \mu V$ 高温 : 自動調整
4. 演算処理データ加算数	室温 : 5回 高温 : 1回
5. サンプリング スピード	室温, 高温共に $10 \mu sec$
6. 測定回数	室温, 高温共に 5回

Table 3.3 直径10mm円形タンタルの熱拡散率測定値

	測定温度(°C)	ハーフタイム法		対数法	
		拡散率(cm ² /s)	ばらつき(%)	拡散率(cm ² /s)	ばらつき(%)
1	18	0.2356	- 2.28	0.2412	0.42
2	18	0.2396	- 0.62	0.2410	0.33
3	18	0.2496	3.53	0.2414	0.50
4	18	0.2364	- 1.95	0.2332	- 2.91
5	18	0.2443	1.33	0.2440	1.58
平均値	18	0.2411	標準偏差 2.17	0.2402	
1	491	0.2319	0.04	0.2268	0
2	492	0.2320	0.09	0.2269	0.04
3	492	0.2321	0.13	0.2272	0.18
4	493	0.2316	- 0.09	0.2270	0.09
5	493	0.2313	- 0.22	0.2261	- 0.31
平均値	492	0.2318	標準偏差 0.13	0.2268	
1	999	0.2292	- 0.13	0.2239	- 0.22
2	999	0.2296	0.04	0.2243	- 0.04
3	999	0.2293	- 0.09	0.2242	- 0.04
4	999	0.2297	0.09	0.2243	- 0.04
5	999	0.2296	0.04	0.2252	0.36
平均値	999	0.2295	標準偏差 0.08	0.2244	
1	1500	0.2209	0.09	0.2145	- 0.14
2	1500	0.2204	- 0.14	0.2148	0
3	1500	0.2212	0.23	0.2149	0.05
4	1500	0.2203	- 0.18	0.2151	0.14
5	1500	0.2207	0	0.2148	0
平均値	1500	0.2207	標準偏差 0.16	0.2148	
1	1801	0.2088	2.45	0.2056	4.00
2	1800	0.2054	0.76	0.1972	- 0.25
3	1800	0.2067	1.42	0.1980	0.15
4	1801	0.1944	- 4.61	0.1859	- 5.97
5	1801	0.2036	- 0.10	0.2018	2.07
平均値	1801	0.2038	標準偏差 2.45	0.1977	

Table 3.4 直径 5 mm 円形タンタルの熱拡散率測定値

	測定温度(°C)	ハーフタイム法		対数法	
		拡散率(cm ² /s)	ばらつき(%)	拡散率(cm ² /s)	ばらつき(%)
1	22	0.2412	- 1.83	0.2456	2.87
2	22	0.2433	- 0.98	0.2375	- 3.78
3	22	0.2512	2.24	0.2406	2.87
4	22	0.2451	- 0.24	0.2422	- 0.12
5	22	0.2475	- 0.73	0.2361	- 1.91
平均値	22	0.2457	標準偏差 1.41	0.2404	
1	492	0.2357	0.34	0.2325	0
2	493	0.2386	1.58	0.2358	0.04
3	493	0.2329	- 0.85	0.2271	0.33
4	494	0.2334	- 0.64	0.2278	- 0.25
5	495	0.2341	- 0.34	0.2292	- 0.25
平均値	493	0.2349	標準偏差 0.88	0.2305	
1	984	0.2275	0.04	0.2211	- 0.25
2	984	0.2249	- 1.10	0.2201	0.17
3	984	0.2289	0.66	0.2241	0.04
4	984	0.2281	0.31	0.2216	- 0.04
5	984	0.2275	0.04	0.2227	0.13
平均値	984	0.2274	標準偏差 0.59	0.2219	
1	1497	0.2123	- 0.93	0.2045	2.11
2	1496	0.2143	0	0.2080	0.44
3	1496	0.2172	1.35	0.2101	- 0.48
4	1496	0.2175	1.49	0.2116	- 0.44
5	1496	0.2100	- 2.01	0.2031	- 1.71
平均値	1496	0.2143	標準偏差 1.34	0.2075	
1	1799	0.2028	- 1.07	0.1884	- 2.01
2	1798	0.2071	1.02	0.1962	- 0.32
3	1798	0.2057	0.34	0.1938	1.01
4	1798	0.2101	2.49	0.2002	0.41
5	1798	0.1993	- 2.78	0.1900	0.82
平均値	1798	0.2050	標準偏差 1.80	0.1937	

Table 3.5 直径 3 mm 円形タンタルの熱拡散率測定値

	測定温度(°C)	ハーフタイム法		対数法	
		拡散率(cm²/s)	ばらつき(%)	拡散率(cm²/s)	ばらつき(%)
1	18	0.2584	2.87	0.2402	- 1.72
2	18	0.2417	- 3.78	0.2469	1.02
3	18	0.2584	2.87	0.2586	5.81
4	18	0.2509	- 0.12	0.2391	- 2.17
5	18	0.2464	- 1.91	0.2370	- 3.03
平均値	18	0.2512	標準偏差 2.63	0.2444	
1	497	0.2405	0	0.2352	- 0.04
2	498	0.2406	0.04	0.2354	0.04
3	498	0.2413	0.33	0.2359	0.25
4	499	0.2399	- 0.25	0.2352	- 0.04
5	499	0.2399	- 0.25	0.2348	- 0.21
平均値	498	0.2405	標準偏差 0.21	0.2353	
1	1000	0.2361	- 0.25	0.2300	- 0.39
2	1000	0.2371	0.17	0.2327	0.78
3	1000	0.2368	0.04	0.2319	0.43
4	1000	0.2366	- 0.04	0.2294	- 0.65
5	1000	0.2370	0.13	0.2306	- 0.13
平均値	1000	0.2367	標準偏差 0.15	0.2309	
1	1499	0.2323	2.11	0.2275	2.02
2	1498	0.2285	0.44	0.2217	- 0.58
3	1498	0.2264	- 0.48	0.2213	- 0.58
4	1498	0.2265	- 0.44	0.2210	- 0.90
5	1498	0.2236	- 1.71	0.2233	0.13
平均値	1498	0.2275	標準偏差 1.28	0.2230	
1	1799	0.2145	- 2.01	0.2037	- 10.22
2	1798	0.2182	- 0.32	0.2011	- 11.37
3	1798	0.2211	1.01	0.2506	10.45
4	1797	0.2198	0.41	0.2384	5.07
5	1798	0.2207	0.82	0.2409	6.17
平均値	1798	0.2189	標準偏差 1.10	0.2269	

Table 3.6 扇形タンタルの熱拡散率測定値

	測定温度(°C)	ハーフタイム法		対数法	
		拡散率(cm ² /s)	ばらつき(%)	拡散率(cm ² /s)	ばらつき(%)
1	20	0.3026	- 0.13	0.2624	- 2.49
2	20	0.3197	- 5.51	0.2674	- 0.63
3	20	0.3064	1.12	0.2750	2.19
4	20	0.2914	- 3.83	0.2708	0.63
5	20	0.2946	- 2.77	0.2701	0.37
平均値	20	0.3030	標準偏差 3.29	0.2691	
1	506	0.2895	0.14	0.2546	0.08
2	507	0.2891	0	0.2547	0.12
3	507	0.2888	- 0.10	0.2547	0.12
4	508	0.2891	0	0.2538	- 0.24
5	508	0.2889	- 0.07	0.2542	- 0.08
平均値	508	0.2891	標準偏差 0.08	0.2544	
1	1003	0.2838	- 0.04	0.2505	0.16
2	1003	0.2830	- 0.32	0.2488	- 0.52
3	1004	0.2839	0	0.2500	- 0.04
4	1004	0.2844	0.18	0.2506	0.20
5	1004	0.2842	0.11	0.2507	0.24
平均値	1004	0.2839	標準偏差 0.16	0.2501	
1	1501	0.2722	0.41	0.2393	0.80
2	1501	0.2703	- 0.30	0.2359	- 0.63
3	1501	0.2709	- 0.07	0.2351	- 0.97
4	1501	0.2731	0.34	0.2410	1.52
5	1501	0.2689	- 0.81	0.2356	- 0.76
平均値	1501	0.2711	標準偏差 0.53	0.2374	
1	1788	0.2612	3.00	0.2323	5.64
2	1788	0.2538	0.08	0.2099	- 4.55
3	1788	0.2488	- 1.89	0.2305	4.82
4	1788	0.2452	- 3.31	0.2000	- 9.05
5	1786	0.2591	2.17	0.2266	3.05
平均値	1788	0.2536	標準偏差 2.37	0.2199	

Table 3.7 室温における異形タンタルの熱拡散率測定値

測定試料	測定温度(°C)	ハーフタイム法 *2		対数法 *2
		拡散率(cm ² /s)	標準偏差(%)	
扇形No. 1 (2.81)	19	0.3010	3.10	0.2811
扇形No. 2 (2.10)	20	0.3030	3.29	0.2691
扇形No. 3 (1.71)	20	0.2888	1.40	0.2685
扇形No. 4 (1.01)	21	0.2701	1.92	0.2742
扇形No. 5 (0.90)	21	0.2739	4.52	0.2953
円形 (2.78)	19	0.2839	0.16	0.2617

*1 ()内は直径3mmの試料に対する面積比を示す。

*2 拡散率は5回測定した平均値を示す。

Table 3.8 特性試験用セラミック試料

セラミック試料	直径(mm)	厚さ(mm)	重量(g)	密度(g/cm ³)
アルミナ(Al ₂ O ₃) No. 1	10.00	2.005	609.3	3.87
アルミナ(Al ₂ O ₃) No. 2	10.00	2.005	609.4	3.87
ジルコニア(ZrO ₂) No. 1	10.04	2.125	1000.5	5.95
ジルコニア(ZrO ₂) No. 2	10.04	2.125	999.3	5.94
ムライト No. 1	10.03	2.010	314.2	1.98
ムライト No. 2	10.03	2.005	312.9	1.98
扇形アルミニウム(面積12.50mm ²)	—	2.005	97.0	3.87

Table 3.9 アルミナの熱拡散率測定条件

設 定 項 目	設 定 値 等
1. 測定温度	室温 : 20°C 前後 高温 : 500, 1000, 1500, 1800°C の 4 段階
2. 測定雰囲気	室温, 高温共に 1×10^{-3} Pa 前後
3. 測定感度	室温 : $\pm 50 \mu V$ 高温 : 自動調整
4. 演算処理データ加算数	室温 : 5回 高温 : 1回
5. サンプリング スピード	室温 : 50 μsec 高温 : 0.2 m sec
6. 測定回数	室温, 高温共に 5回

Table 3.10 ジルコニアの熱拡散率測定条件

設 定 項 目	設 定 値 等
1. 測定温度	室温 : 20°C 前後 高温 : 100, 300, 500, 700, 1000, 1500°C 1800°C の 7 段階
2. 測定雰囲気	室温, 高温共に 1×10^{-3} Pa 前後
3. 測定感度	室温 : $\pm 50 \mu V$ 高温 : 自動調整
4. 演算処理データ加算数	室温 : 5回 高温 : 1回
5. サンプリング スピード	室温 : 0.5 m sec 高温 : 1 m sec
6. 測定回数	室温, 高温共に 5回

Table 3.11 ムライトの熱拡散率測定条件

設 定 項 目	設 定 値 等
1. 測定温度	室温 : 20°C 前後 高温 : 500, 1000, 1500, 1800°C の 4 段階
2. 測定雰囲気	室温, 高温共に 1×10^{-3} Pa 前後
3. 測定感度	室温 : $\pm 50 \mu V$ 高温 : 自動調整
4. 演算処理データ加算数	室温 : 5回 高温 : 1回
5. サンプリング スピード	室温 : 0.5 m sec 高温 : 1 m sec
6. 測定回数	室温, 高温共に 5回

Table 3.12 アルミニナの熱拡散率測定値 (1/2)

測定 温度 (°C)	N o . 1			N o . 2		
	ハーフ タイム 法		対数法	ハーフ タイム 法		対数法
	拡散率 (cm ² /s)	ばらつき (%)	拡散率 (cm ² /s)	測定 温度 (°C)	拡散率 (cm ² /s)	ばらつき (%)
19	0.1071	- 6.30		19	0.1125	2.37
19	0.1170	2.36		19	0.1092	- 0.64
19	0.1154	0.96	0.1100	19	0.1080	- 1.73
19	0.1186	3.76		19	0.1096	- 0.27
19	0.1136	- 0.61	0.1118	19	0.1101	0.18
19	0.1143	標準偏差 3.47		19	0.1099	標準偏差 1.36
519	0.0294	0		506	0.0313	0.64
519	0.0294	0	0.0286	506	0.0312	0.32
520	0.0295	0.34	0.0285	507	0.0311	0
520	0.0294	0		508	0.0311	0
520	0.0294	0		508	0.0310	- 0.32
520	0.0294	標準偏差 0.11		507	0.0311	標準偏差 0.29
1012	0.0179	0.56		1011	0.0182	- 0.55
1012	0.0179	0.56	0.0171	1011	0.0183	0
1012	0.0178	0	0.0171	1011	0.0183	0.0179
1012	0.0178	0		1011	0.0181	- 1.09
1012	0.0177	- 0.56		1011	0.0184	0.55
1012	0.0178	標準偏差 0.37		1011	0.0183	標準偏差 0.41

Table 3.12 アルミナの熱拡散率測定値 (2 / 2)

		N o . 1			N o . 2		
		ハーフタイム法		対数法	ハーフタイム法		拡散率(%)
	測定温度(°C)	拡散率(cm ² /s)	ばらつき(%)	拡散率(cm ² /s)	測定温度(°C)	拡散率(cm ² /s)	ばらつき(%)
1	1508	0.0145	- 1.36		1510	0.0151	0
2	1508	0.0148	0.68	0.0142	1510	0.0150	- 0.66
3	1508	0.0147	0	0.0143	1510	0.0150	- 0.66
4	1507	0.0148	0.68		1510	0.0154	1.99
5	1507	0.0148	0.68		1510	0.0149	1.32
平均	1508	0.0147	標準偏差 0.68		1510	0.0151	標準偏差 1.05
1	1808	0.0164	2.50		1813	0.0164	0.61
2	1808	0.0159	- 0.63		1810	0.0166	1.84
3	1808	0.0161	0.63		1811	0.0164	0.61
4	1808	0.0159	- 0.63		1810	0.0160	- 1.84
5	1808	0.0157	- 1.88		1811	0.0159	- 2.45
平均	1808	0.0160	標準偏差 1.52		1811	0.0163	標準偏差 1.61

Table 3.13 ジルコニアの熱拡散率測定値 (1 / 3)

	No. 1			No. 2			
	測定温度(℃)	ハーフタイム法 拡散率(cm ³ /s)	ばらつき(%)	対数法 拡散率(cm ³ /s)	測定温度(℃)	ハーフタイム法 拡散率(cm ³ /s)	ばらつき(%)
1	18	0.0113	- 0.88		18	0.0114	0.88
2	18	0.0111	- 2.63		18	0.0112	- 0.88
3	18	0.0112	- 1.75	0.0118	18	0.0114	0.88
4	18	0.0116	1.75		18	0.0113	0
5	18	0.0116	1.75		18	0.0113	0
平均值	18	0.0114	標準偏差 1.87		18	0.0113	標準偏差 0.76
1	76	0.0111	2.78		67	0.0106	- 1.85
2	76	0.0112	3.70		68	0.0109	0.93
3	76	0.0106	- 1.85	0.0092	68	0.0109	0.93
4	76	0.0105	- 2.78		68	0.0108	0
5	76	0.0105	- 2.78		69	0.0107	- 0.93
平均值	76	0.0108	標準偏差 2.71		68	0.0108	標準偏差 1.20
1	233	0.0092	0		286	0.0092	0
2	233	0.0091	- 1.09		286	0.0093	1.09
3	233	0.0092	0	0.0089	287	0.0093	1.09
4	233	0.0092	0		290	0.0092	0
5	233	0.0092	0		291	0.0092	0
平均值	233	0.0092	標準偏差 0.47		288	0.0092	標準偏差 0.74

Table 3.13 ジルコニアの熱拡散率測定値 (2 / 3)

	No. 1			No. 2			
	測定温度(℃)	拡散率(cm ³ /s)	ハーフタイム法 ばらつき(%)	対数法 拡散率(cm ³ /s)	測定温度(℃)	拡散率(cm ³ /s)	ハーフタイム法 ばらつき(%)
1	442	0.0080	0		534	0.0082	0
2	443	0.0081	1.25		535	0.0082	0
3	444	0.0080	0	0.0077	536	0.0082	0
4	445	0.0080	0		536	0.0082	0
5	446	0.0080	0		537	0.0082	0
平均値	444	0.0080	標準偏差 0.19		536	0.0082	標準偏差 0.07
1	679	0.0074	0		718	0.0080	-1.23
2	680	0.0074	0		718	0.0081	0
3	680	0.0075	1.35	0.0070	718	0.0081	0
4	681	0.0074	0		718	0.0081	0
5	681	0.0074	0		718	0.0081	0
平均値	680	0.0074	標準偏差 0.45		718	0.0081	標準偏差 0.07
1	971	0.0074	0		1007	0.0085	1.19
2	970	0.0074	0		1007	0.0085	1.19
3	970	0.0074	0	0.0067	1007	0.0084	0
4	970	0.0074	0		1007	0.0084	0
5	970	0.0074	0		1007	0.0084	0
平均値	970	0.0074	標準偏差 0.14		1007	0.0084	標準偏差 0.28

Table 3.13 ジルコニアの熱拡散率測定値 (3/3)

	No. 1			No. 2		
	測定温度(°C)	拡散率(cm ³ /s)	ハーフタイム法 ばらつき(%)	対数法 拡散率(cm ³ /s)	測定温度(°C)	拡散率(cm ³ /s)
1	1483	0.0078	0		1498	0.0102
2	1483	0.0078	0		1498	0.0102
3	1483	0.0078	0	0.0066	1498	0.0101
4	1483	0.0078	0		1498	0.0100
5	1483	0.0078	0		1498	0.0102
平均値	1483	0.0078	標準偏差 0.36		1498	0.0101
1	1788	0.0074	0		1800	0.0110
2	1788	0.0075	1.35		1800	0.0107
3	1788	0.0072	- 2.70	0.0058	1800	0.0105
4	1788	0.0076	2.70		1799	0.0098
5	1788	0.0075	1.35		1799	0.0096
平均値	1788	0.0074	標準偏差 1.79		1800	0.0103
						標準偏差 5.19

Table 3.14 ムライトの熱拡散率測定値 (1 / 2)

	No. 1				No. 2			
	測定温度(°C)	ハーフタイム法 拡散率(cm ² /s)	ばらつき(%)	対数法 拡散率(cm ² /s)	測定温度(°C)	ハーフタイム法 拡散率(cm ² /s)	ばらつき(%)	対数法 拡散率(cm ² /s)
1	20	0.0109	0.93		20	0.0110	1.85	
2	20	0.0107	-0.93		20	0.0108	0	
3	20	0.0108	0	0.0103	20	0.0108	0	0.0103
4	20	0.0107	-0.93		20	0.0107	-0.93	
5	20	0.0108	0		20	0.0108	0	
平均値	20	0.0108	標準偏差 0.78		20	0.0108	標準偏差 0.89	
1	506	0.0069	0		501	0.0066	0	
2	506	0.0069	0		502	0.0066	0	
3	506	0.0069	0	0.0065	503	0.0066	0	0.0062
4	507	0.0069	0		504	0.0066	0	
5	507	0.0069	0		504	0.0066	0	
平均値	507	0.0069	標準偏差 0.15		503	0.0066	標準偏差 0.16	
1	1001	0.0062	0		1.004	0.0060	0	
2	1001	0.0062	0		1.004	0.0060	0	
3	1001	0.0062	0	0.0055	1.004	0.0060	0	0.0052
4	1001	0.0062	0		1.004	0.0060	0	
5	1001	0.0062	0		1.004	0.0060	0	
平均値	1001	0.0062	標準偏差 0.05		1.004	0.0060	標準偏差 0.10	

Table 3.14 ムライトの熱拡散率測定値 (2 / 2)

	N o . 1			N o . 2				
	測定温度(°C)	拡散率(cm ² /s)	ばらつき(%)	対数法	測定温度(°C)	拡散率(cm ² /s)	ばらつき(%)	対数法
1	1504	0.0065	0		1504	0.0062	0	
2	1504	0.0065	0		1504	0.0063	1.61	
3	1504	0.0065	0	0.0052	1504	0.0062	0	0.0050
4	1504	0.0065	0		1504	0.0062	0	
5	1504	0.0065	0		1504	0.0062	0	
平均値	1504	0.0065	標準偏差 0.29		1504	0.0062	標準偏差 0.35	
1	1796	0.0054	8.00	0.0058	1795	0.0070	29.63	
2	1797	0.0060	20.00		1794	0.0049	-9.26	
3	1796	0.0046	-8.00		1793	0.0054	0	0.0049
4	1795	0.0037	-26.00		1792	0.0051	-5.56	
5	1795	0.0054	8.00		1790	0.0046	-14.81	
平均値	1796	0.0050	標準偏差 1.6		1793	0.0054	標準偏差 1.5	

Table 3.15 扇形アルミナの熱拡散率測定値 (1 / 2)

測定温度(°C)	ハーフタイム法		対数法
	拡散率(cm ² /s)	ばらつき(%)	拡散率(cm ² /s)
1 20	0.1322	0.08	
2 20	0.1356	2.65	
3 20	0.1239	- 6.21	0.1327
4 20	0.1326	0.38	0.1185
5 20	0.1362	3.10	
平均値 20	0.1321	標準偏差 3.31	
1 499	0.0343	0.59	0.0334
2 500	0.0342	0.29	
3 501	0.0340	- 0.29	0.0330
4 501	0.0340	- 0.29	
5 502	0.0338	- 0.88	
平均値 501	0.0341	標準偏差 0.54	
1 1001	0.0198	0	0.0187
2 1002	0.0197	- 0.51	
3 1002	0.0199	0.51	0.0188
4 1002	0.0199	0.51	
5 1003	0.0198	0	
平均値 1002	0.0198	標準偏差 0.39	

Table 3.15 扇形アルミナの熱拡散率測定値 (2 / 2)

測定温度(°C)	ハーフタイム法		対数法
	拡散率(cm ² /s)	ばらつき(%)	拡散率(cm ² /s)
1 1500	0.0164	0	0.0156
2 1500	0.0167	1.83	
3 1500	0.0163	- 0.61	0.0156
4 1500	0.0163	- 0.61	
5 1500	0.0164	0	
平均値 1500	0.0164	標準偏差 0.97	
1 1787	0.0178	- 9.64	
2 1785	0.0207	5.08	
3 1783	0.0208	5.58	
4 1783	0.0191	- 3.05	
5 1784	0.0202	2.54	
平均値 1784	0.0197	標準偏差 5.68	

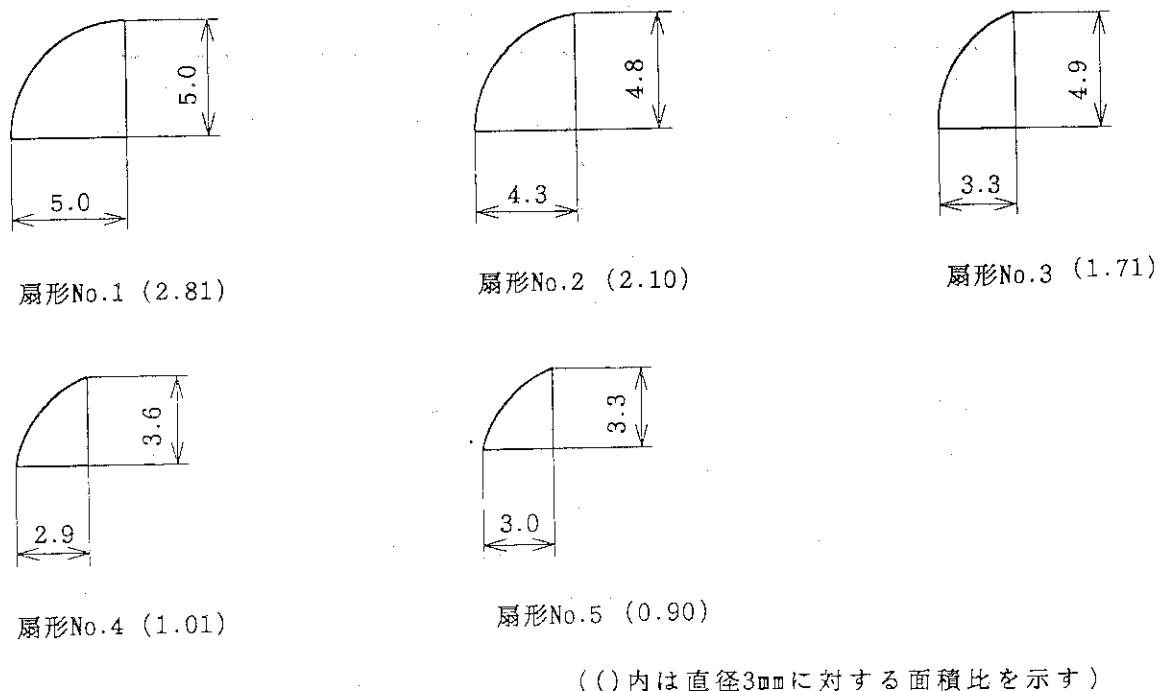


Fig. 3.1 タンタルの形状依存性測定試料

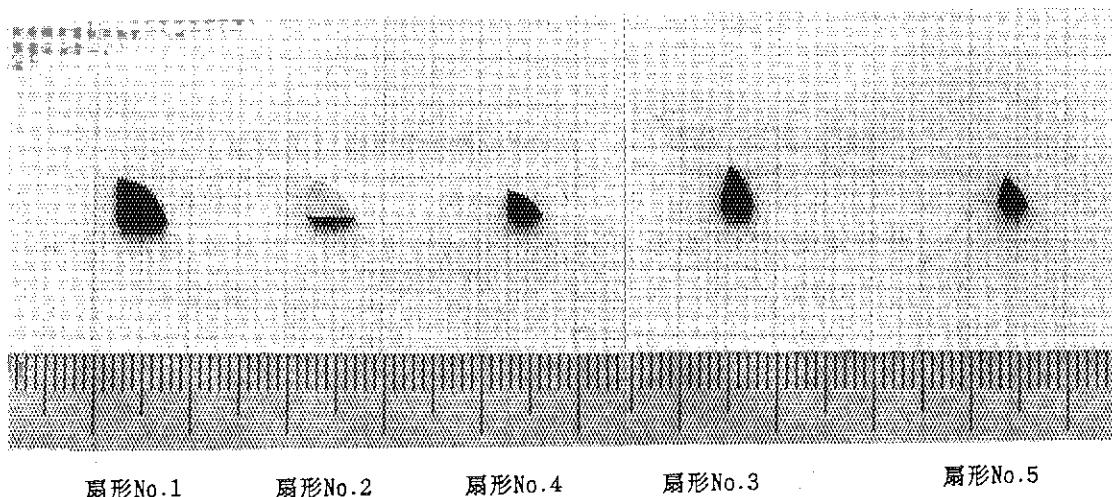


Fig. 3.2 タンタルの形状依存性測定試料外観写真

Measurement of Thermal Diffusivity

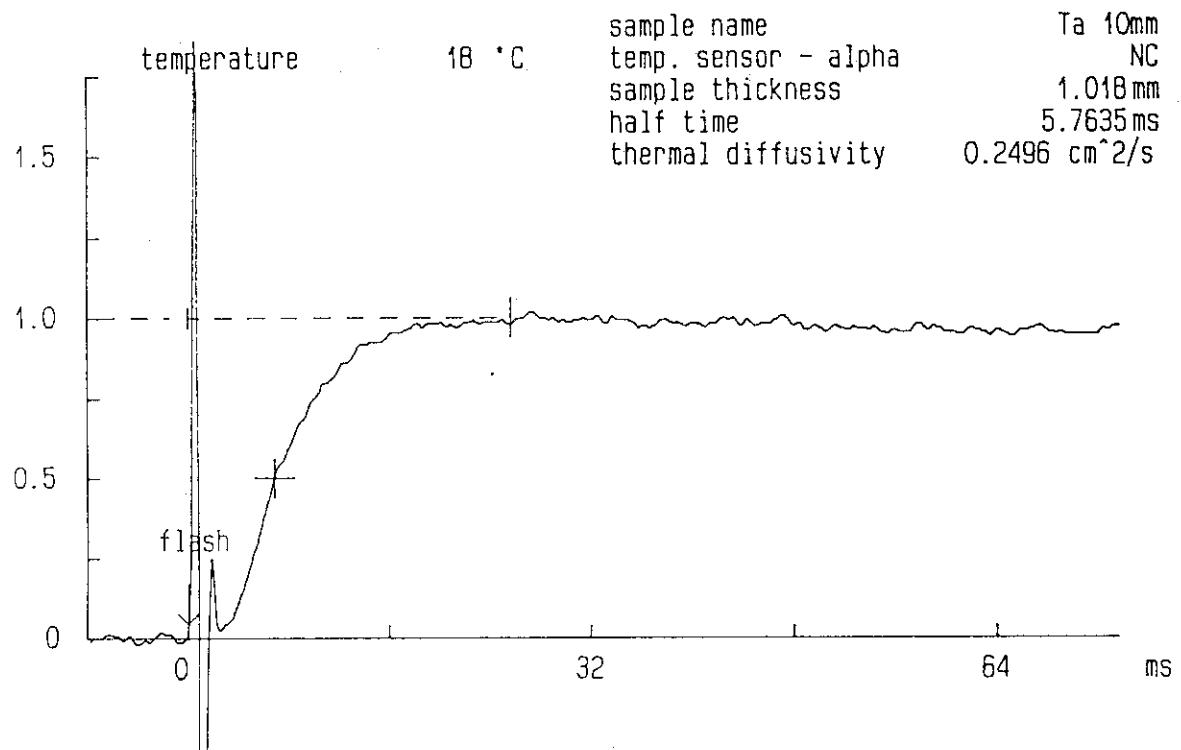


Fig. 3.3 直径10mm円形タンタルの室温における温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

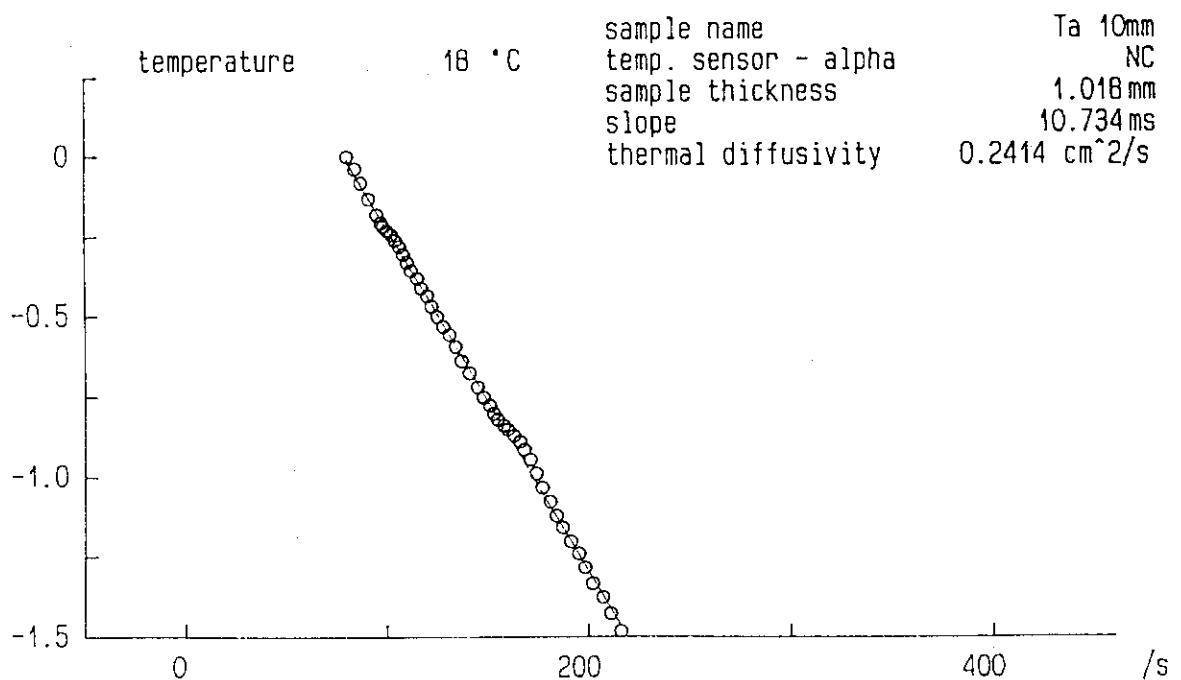


Fig. 3.4 直径10mm円形タンタルの室温における対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

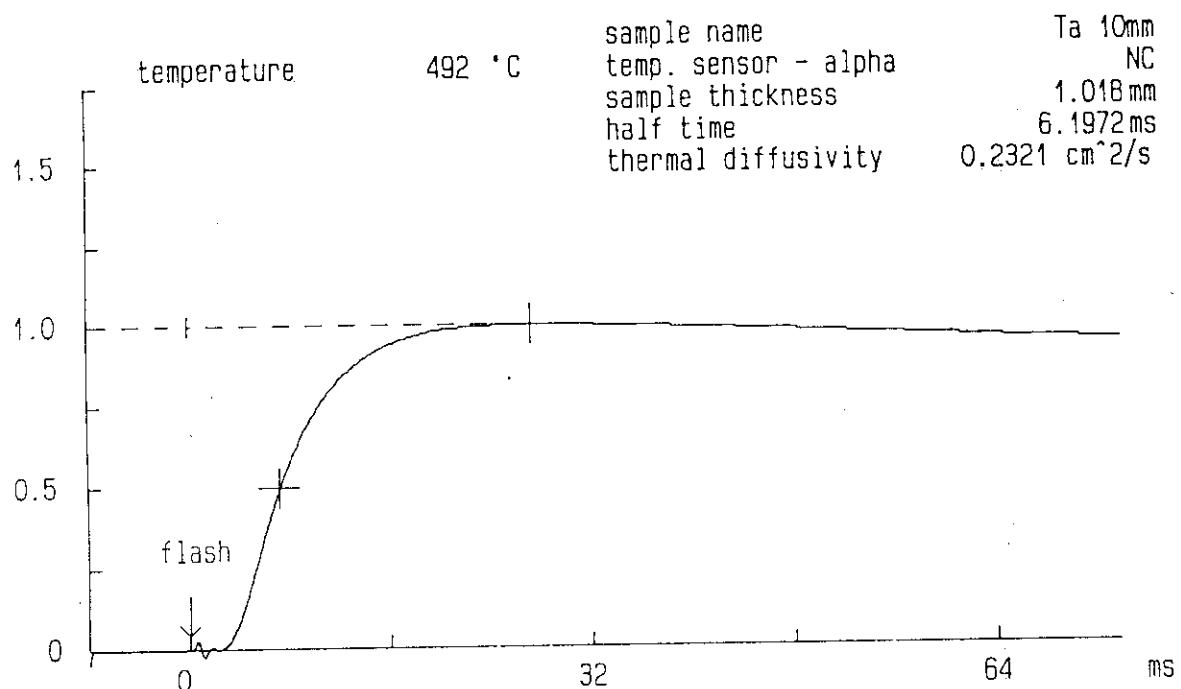


Fig. 3.5 直径10mm円形タンタルの500°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

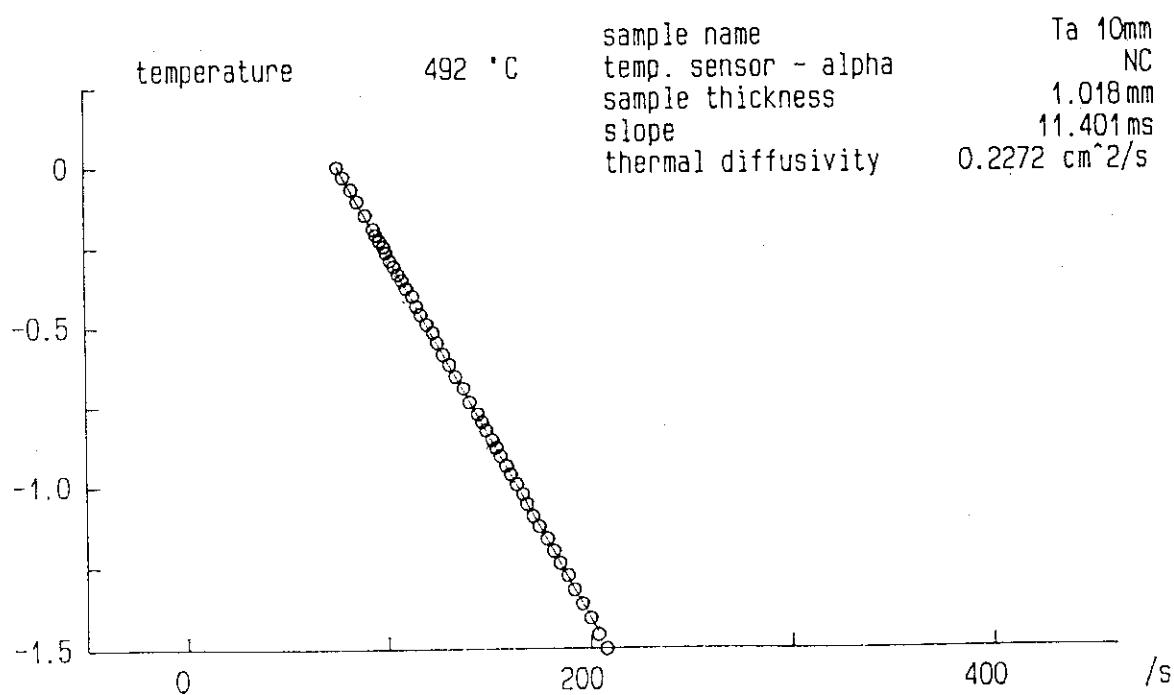


Fig. 3.6 直径10mm円形タンタルの500°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

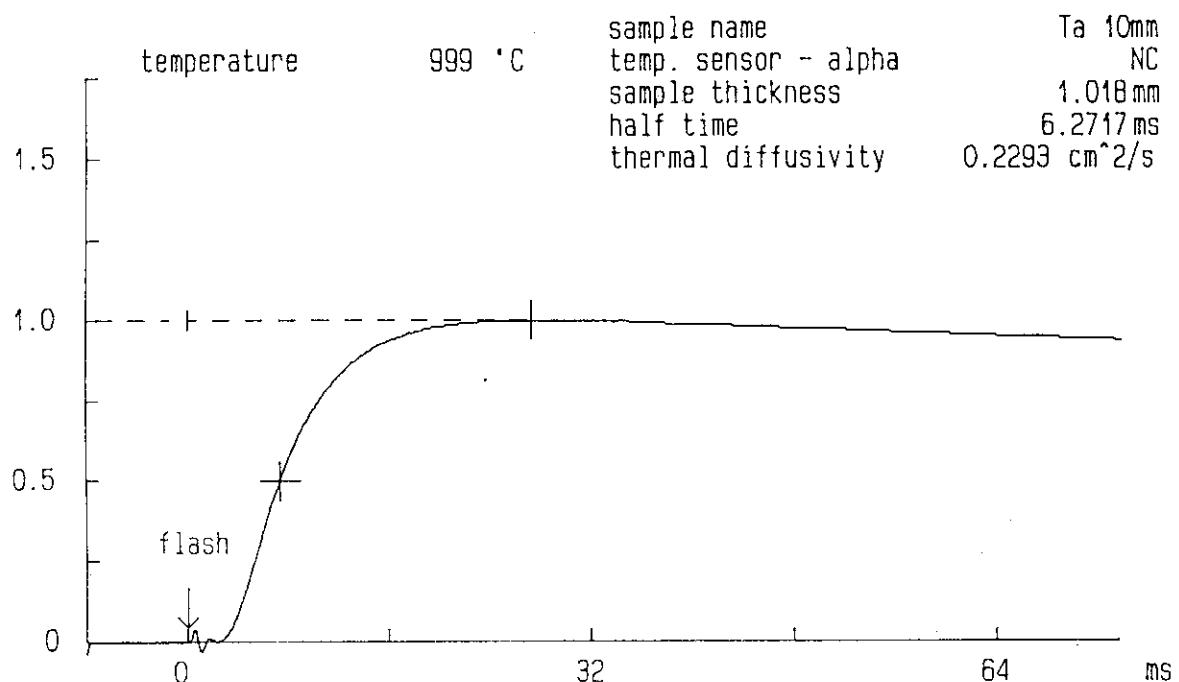


Fig. 3.7 直径10mm円形タンタルの1000°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

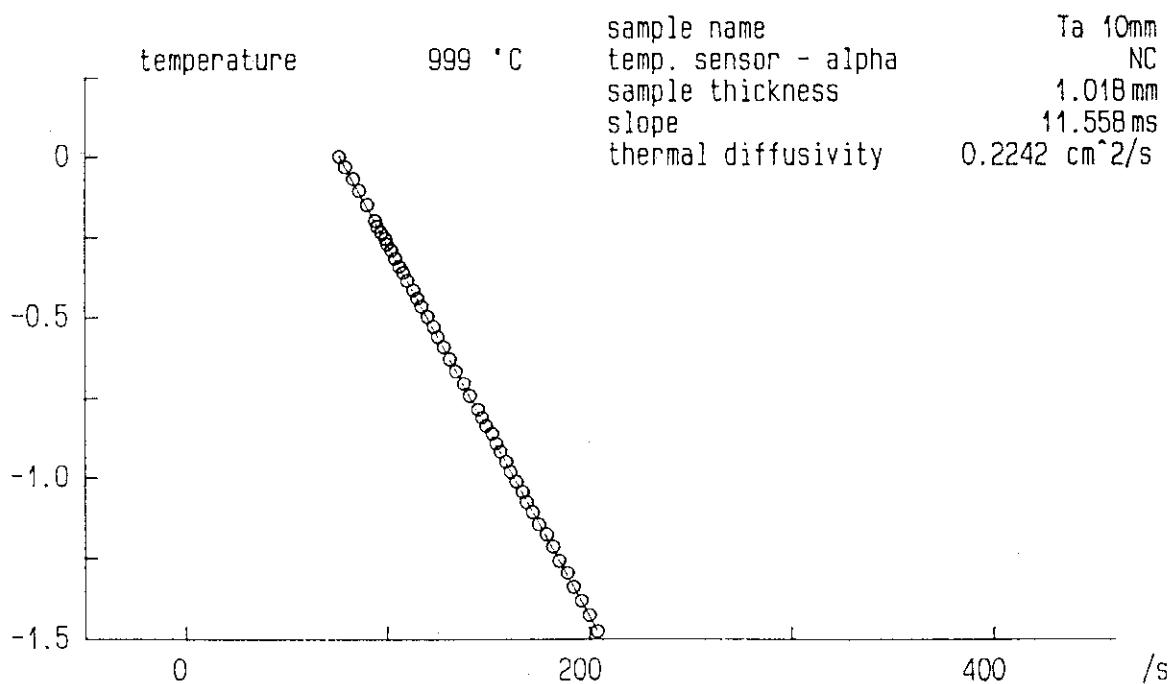


Fig. 3.8 直径10mm円形タンタルの1000°Cにおける対数法解析曲線

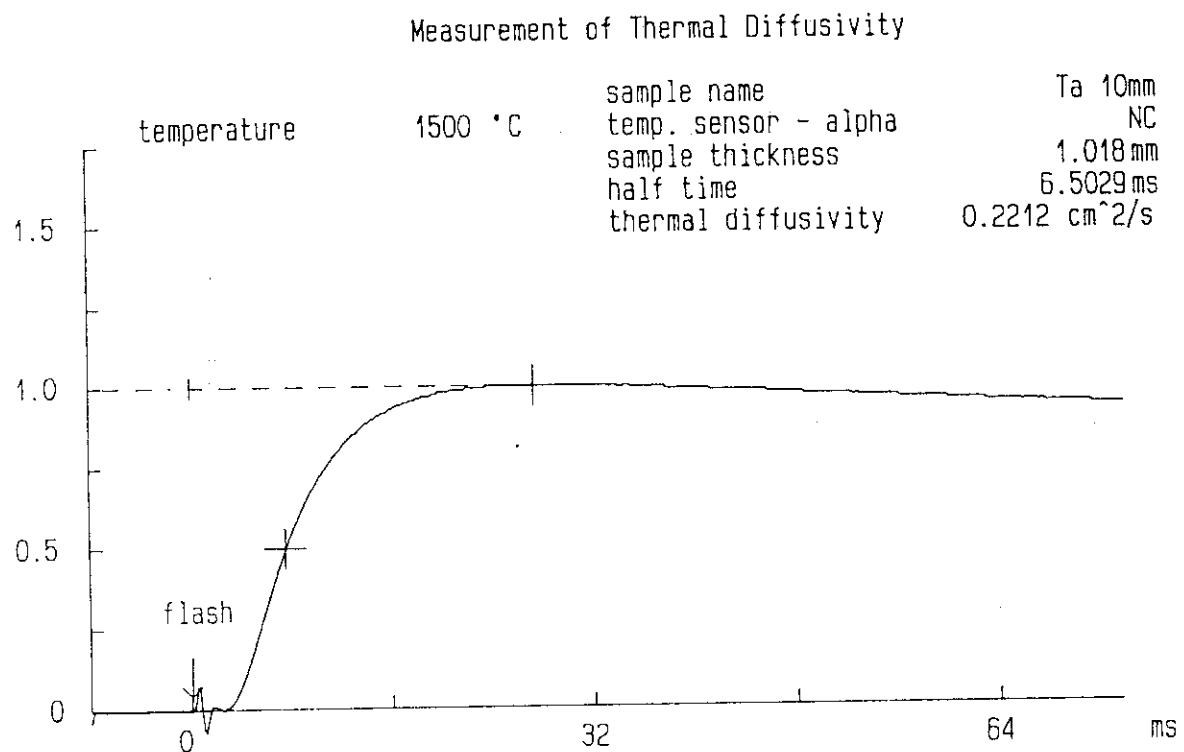


Fig. 3.9 直径10mm円形タンタルの1500°Cにおける温度履歴曲線

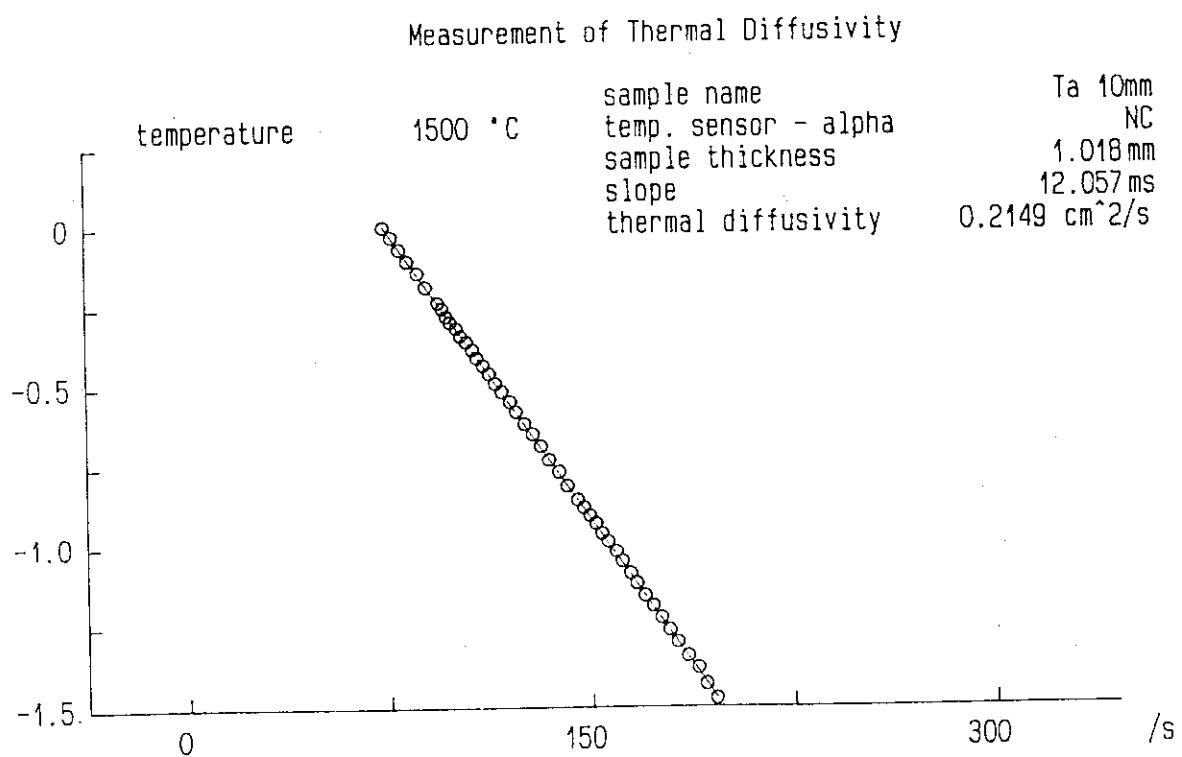


Fig. 3.10 直径10mm円形タンタルの1500°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

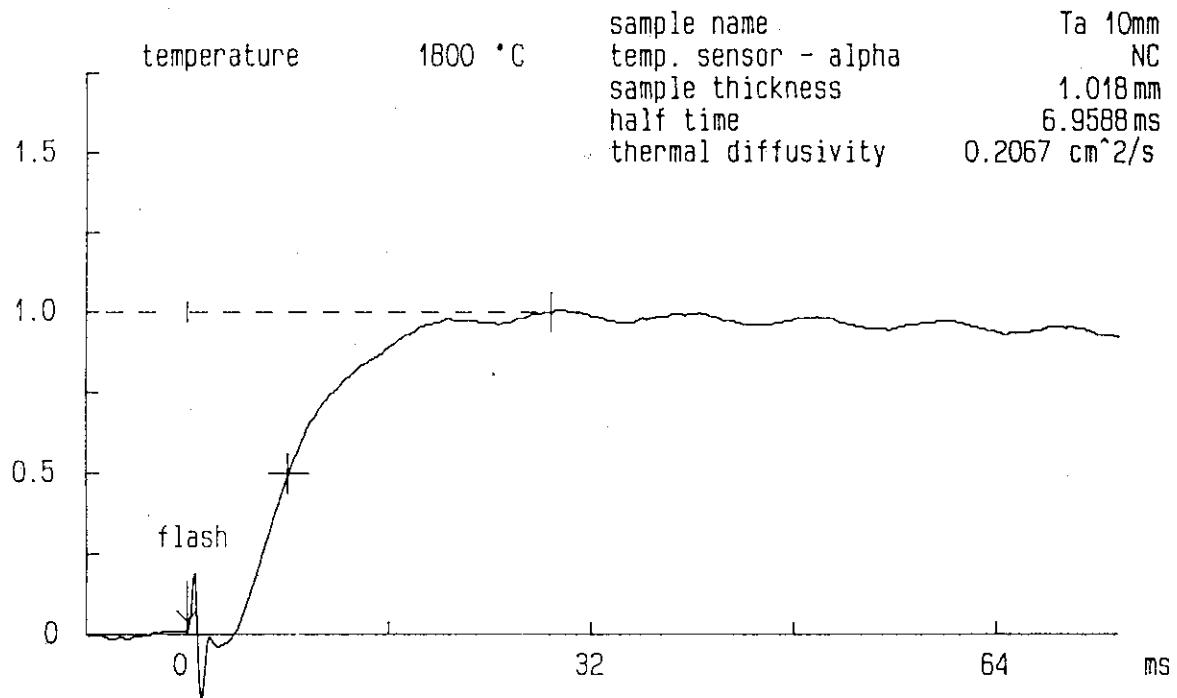


Fig. 3.11 直径10mm円形タンタルの1800°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

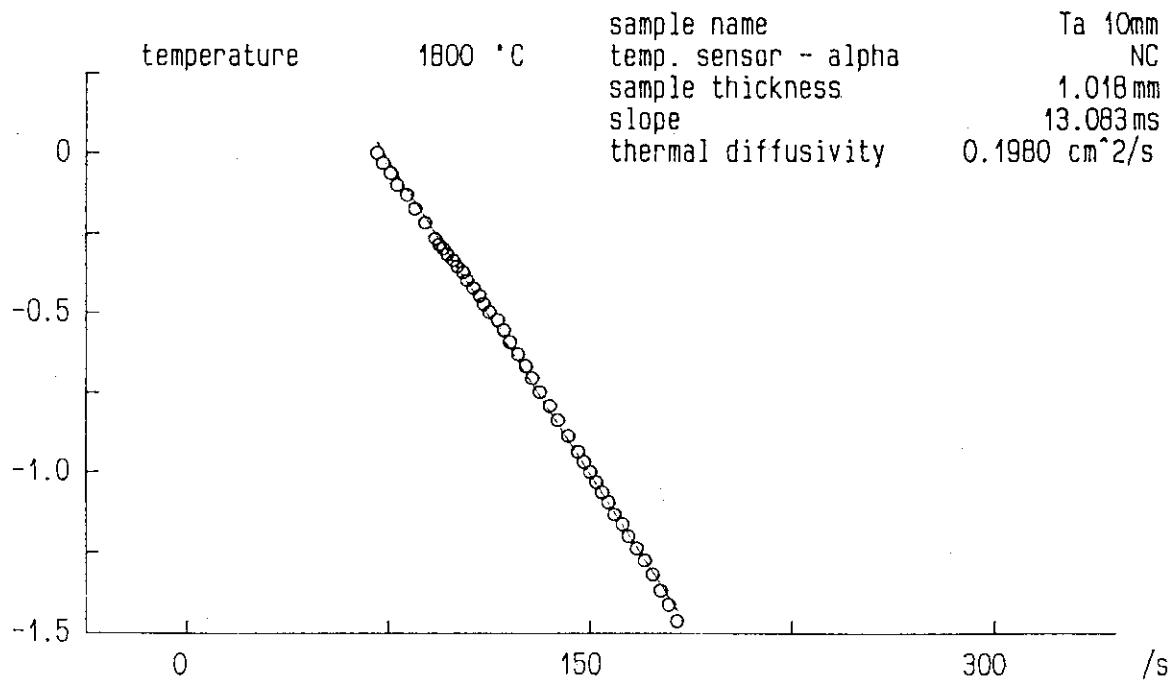


Fig. 3.12 直径10mm円形タンタルの1800°Cにおける対数法解析曲線

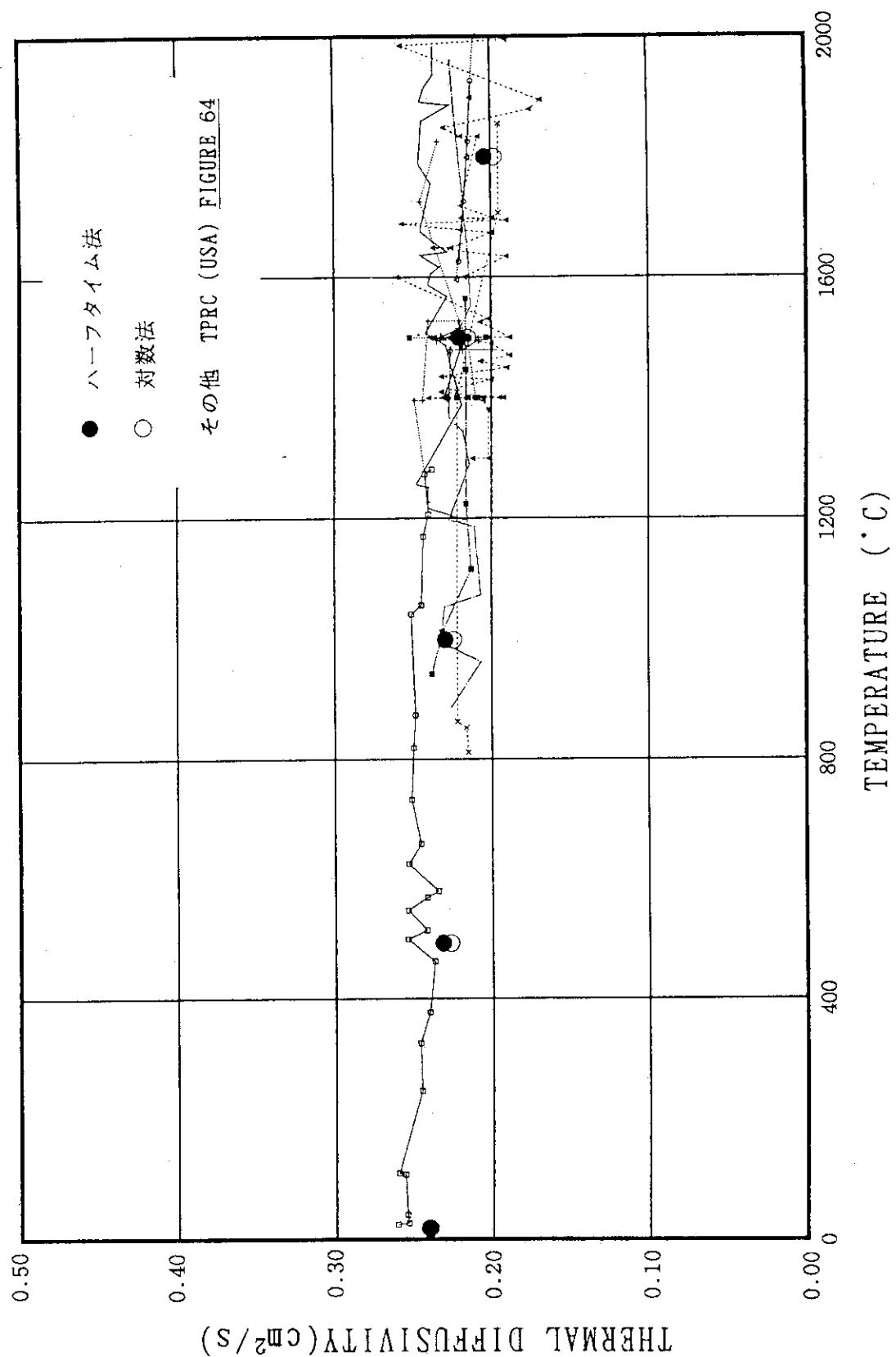


Fig. 3.13 直径10mm円形タンタルの熱拡散率測定値

Measurement of Thermal Diffusivity

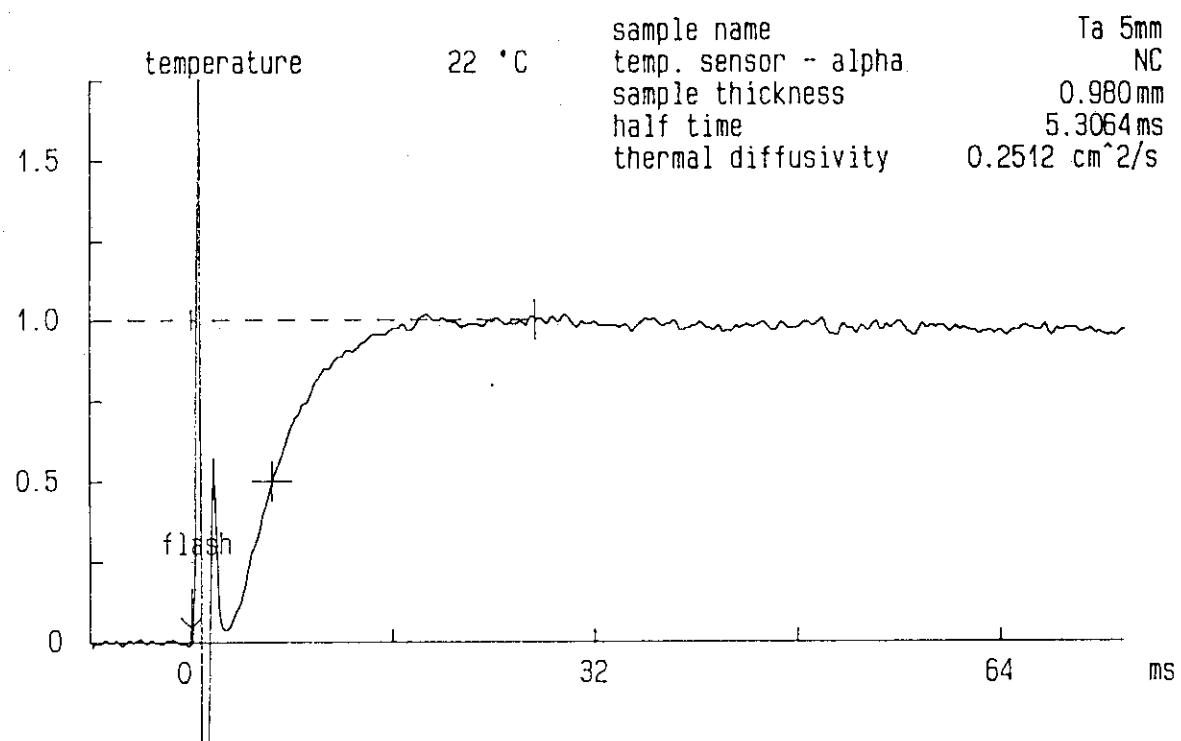


Fig. 3.14 直径 5 mm 円形タンタルの室温における温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

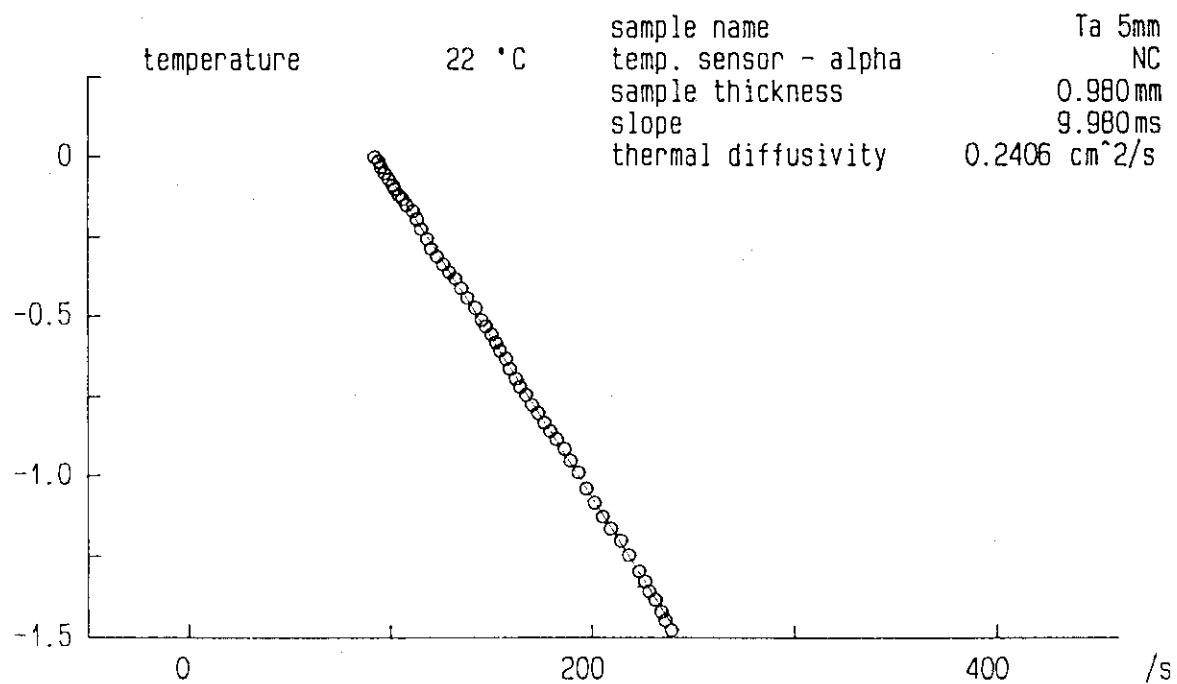


Fig. 3.15 直径 5 mm 円形タンタルの室温における対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

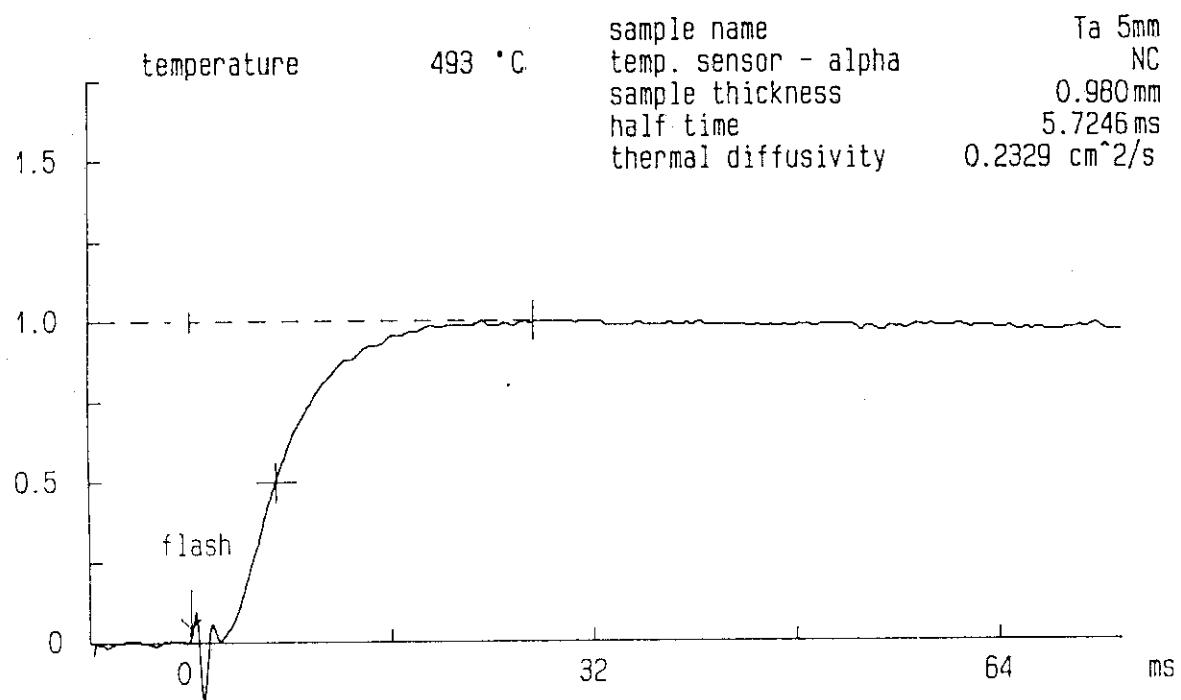


Fig. 3.16 直径 5 mm 円形タンタルの 500°C における温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

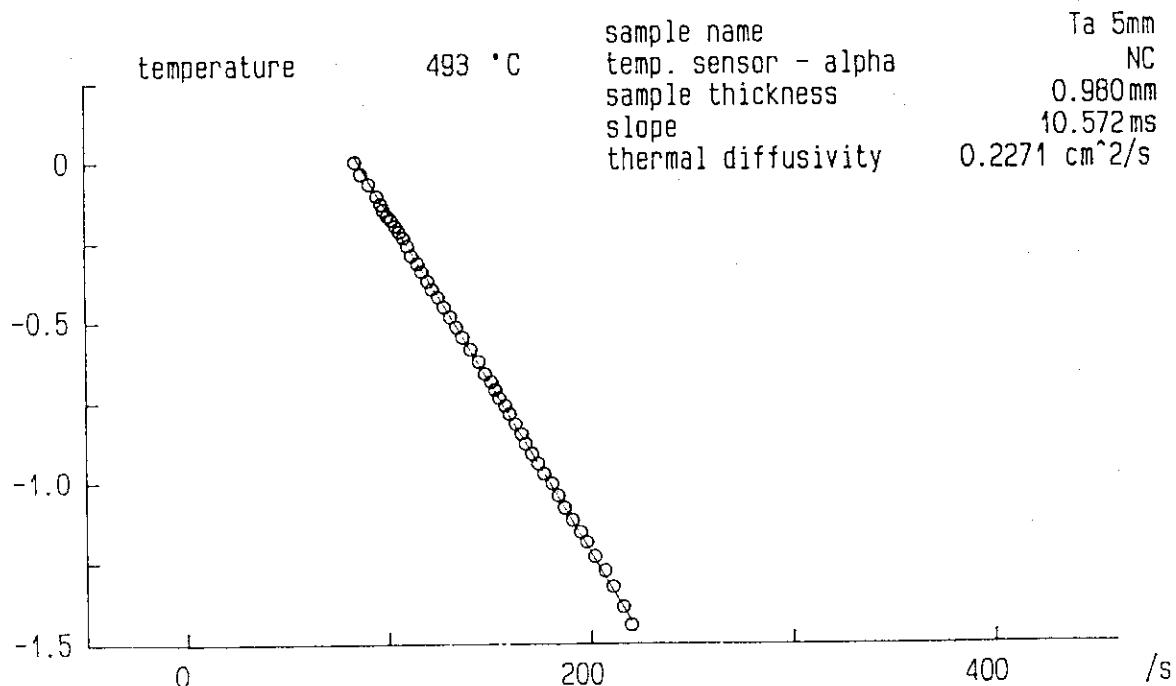


Fig. 3.17 直径 5 mm 円形タンタルの 500°C における対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

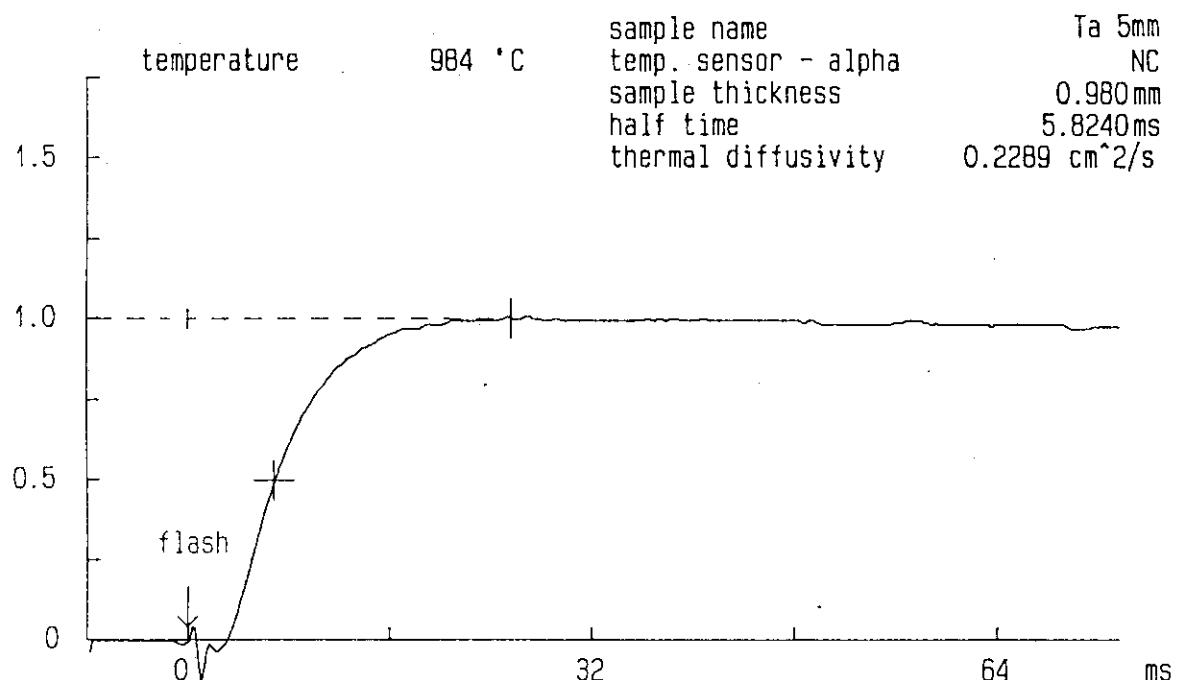


Fig. 3.18 直径 5 mm 円形タンタルの1000°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

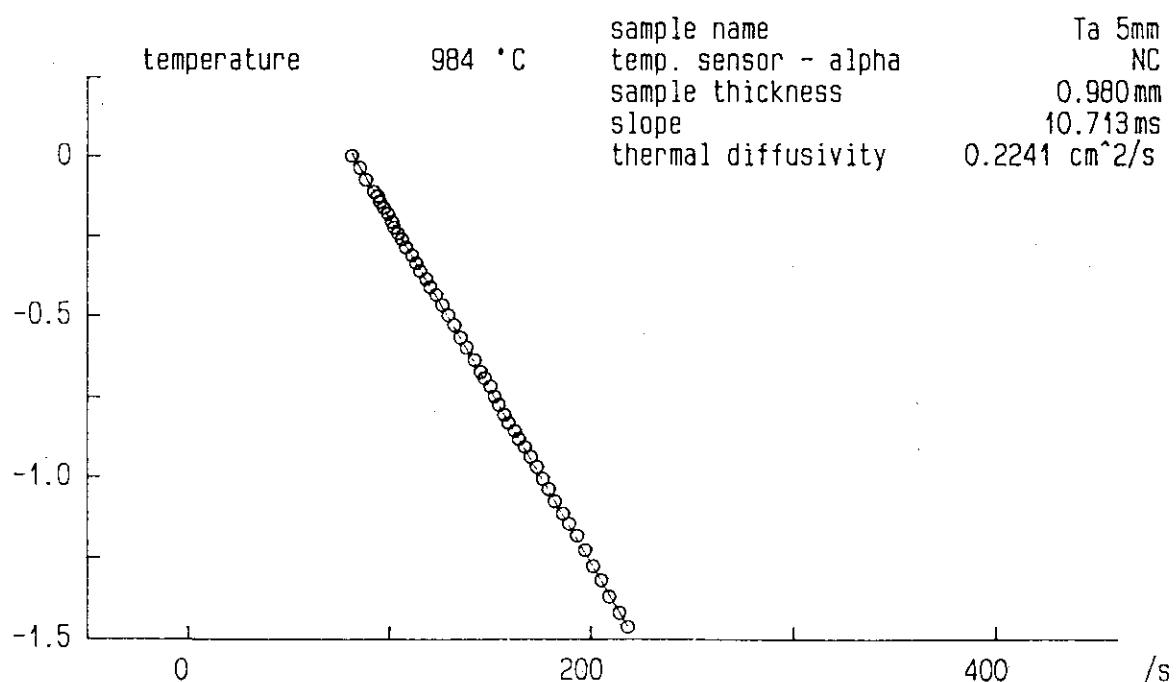


Fig. 3.19 直径 5 mm 円形タンタルの1000°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

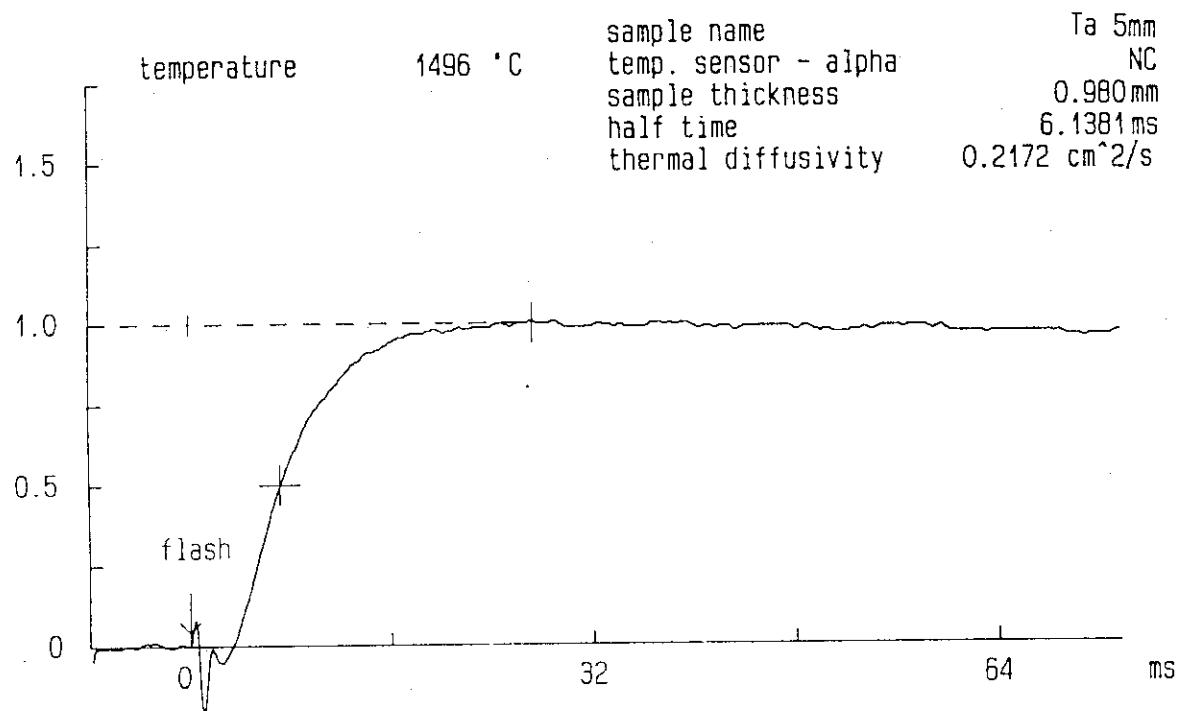


Fig. 3.20 直径 5 mm 円形タンタルの 1500°C における温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

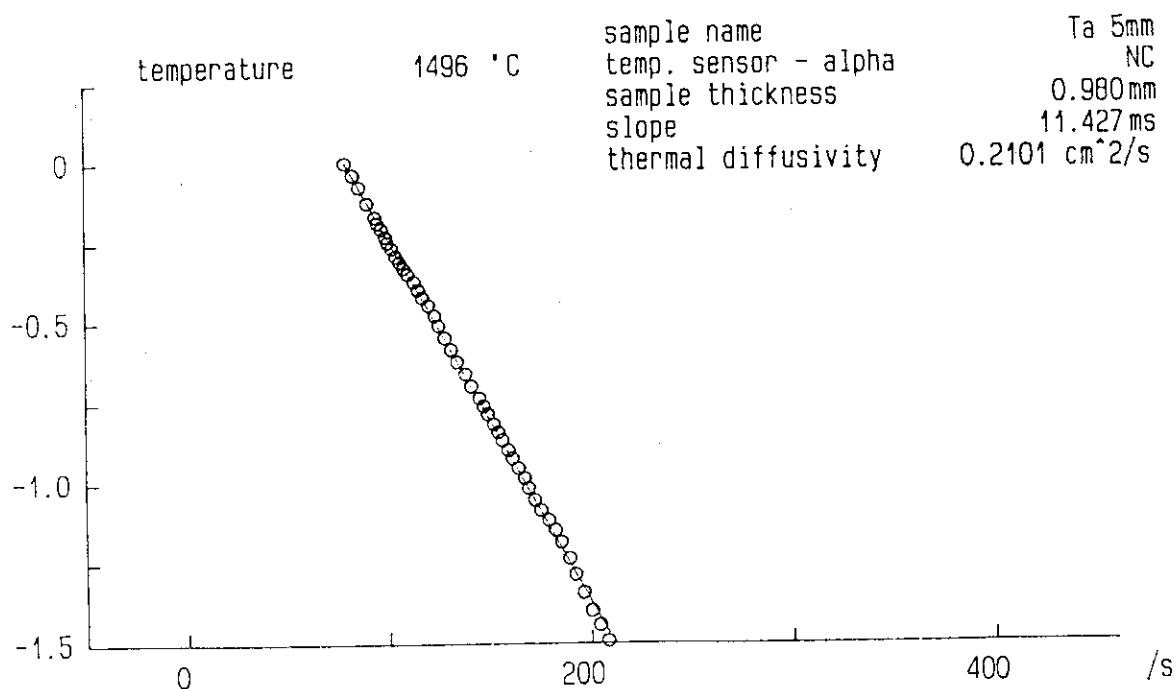


Fig. 3.21 直径 5 mm 円形タンタルの 1500°C における対数法解析曲線

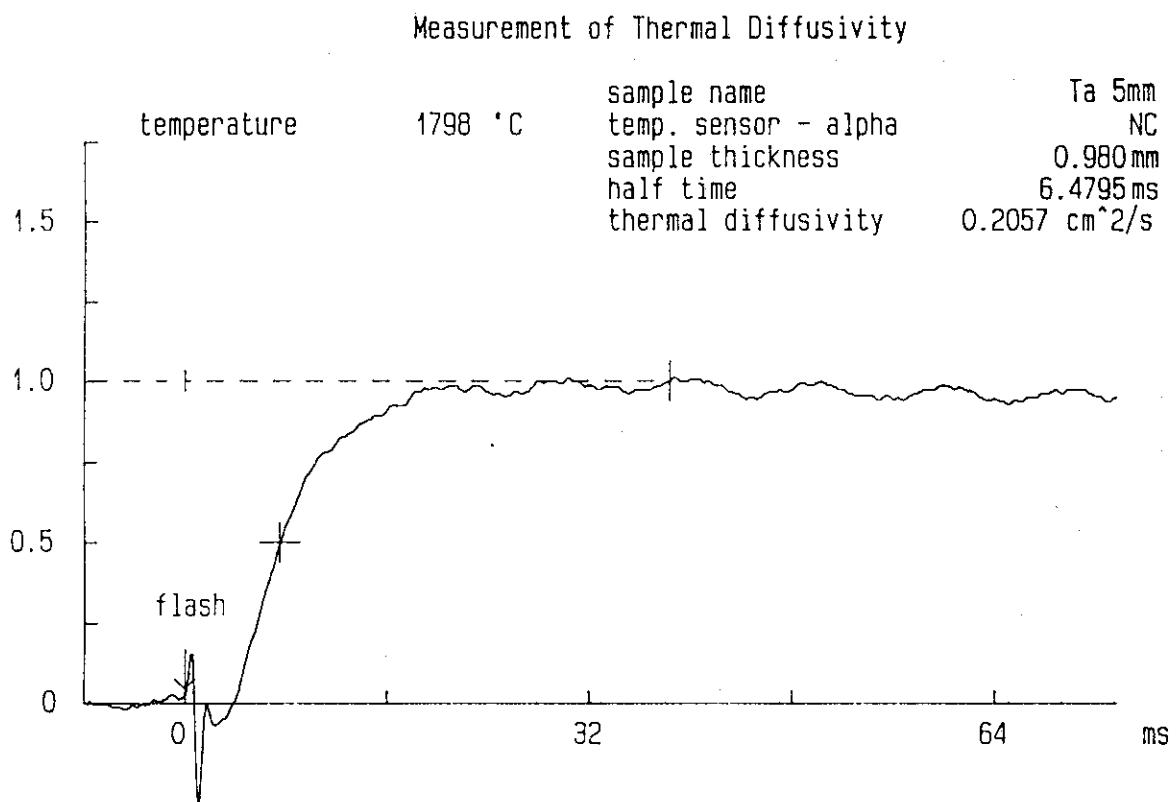


Fig. 3.22 直径 5 mm 円形タンタルの1800°Cにおける温度履歴曲線

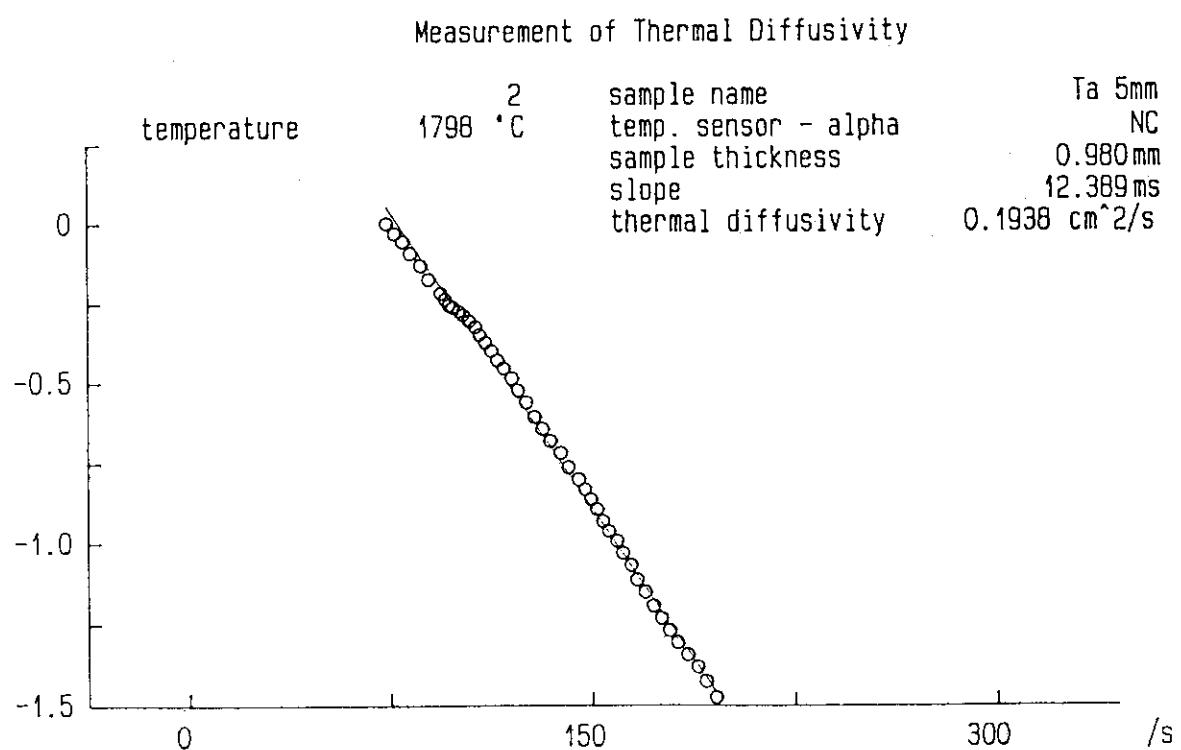


Fig. 3.23 直径 5 mm 円形タンタルの1800°Cにおける対数法解析曲線

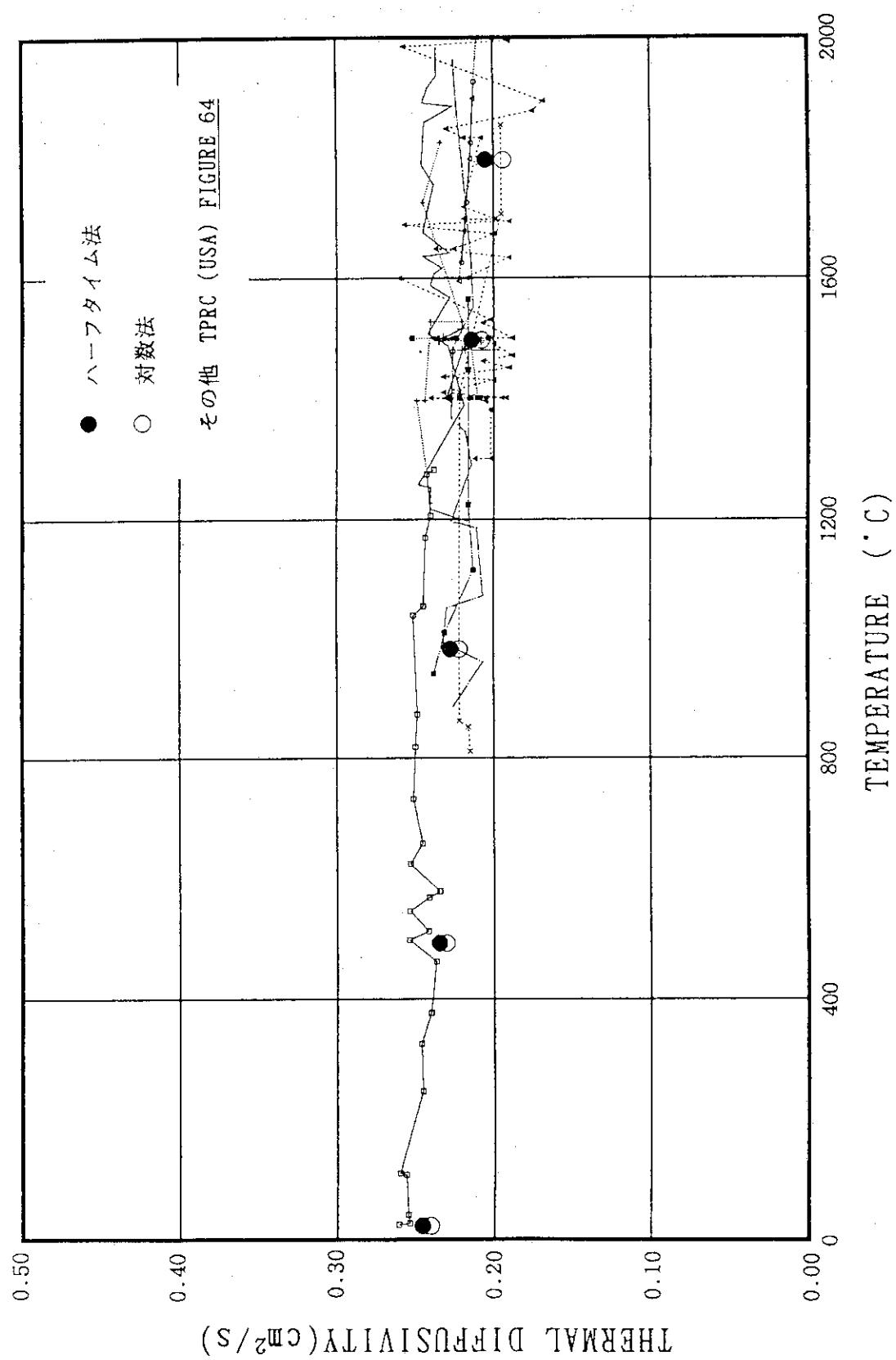


Fig. 3.24 直径 5 mm 円形ターゲットの熱拡散率測定値

Measurement of Thermal Diffusivity

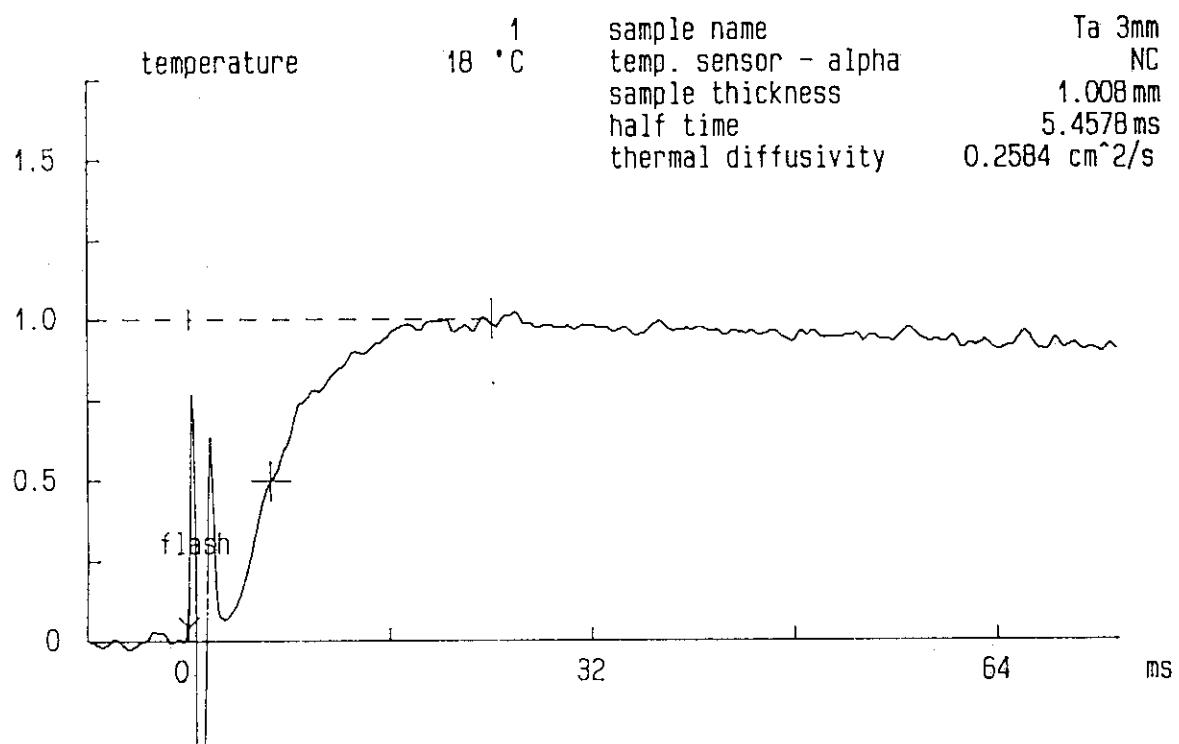


Fig. 3.25 直径 3 mm 円形タンタルの室温における温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

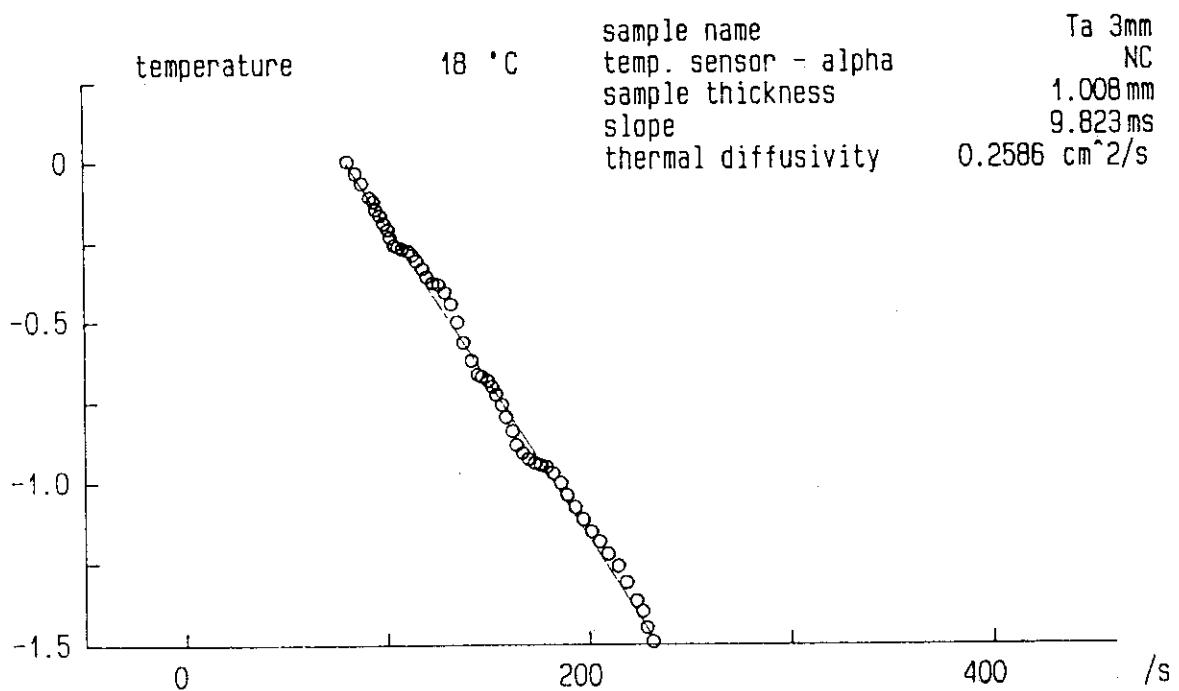


Fig. 3.26 直径 3 mm 円形タンタルの室温における対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

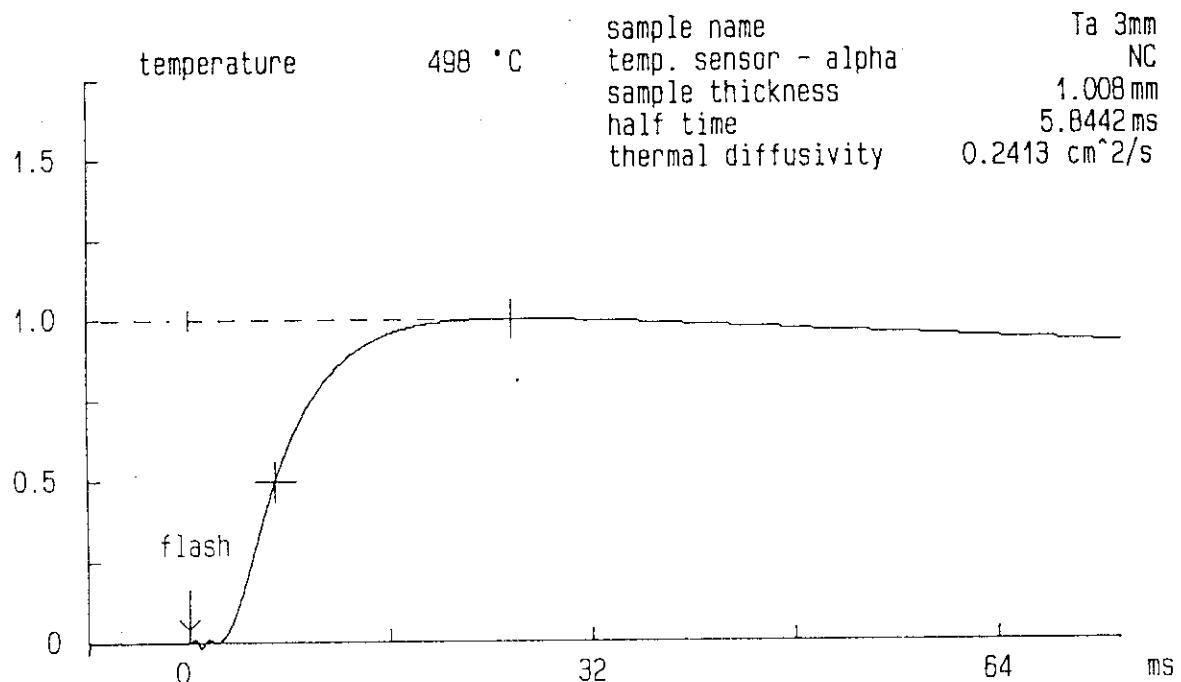


Fig. 3.27 直径 3 mm円形タンタルの500°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

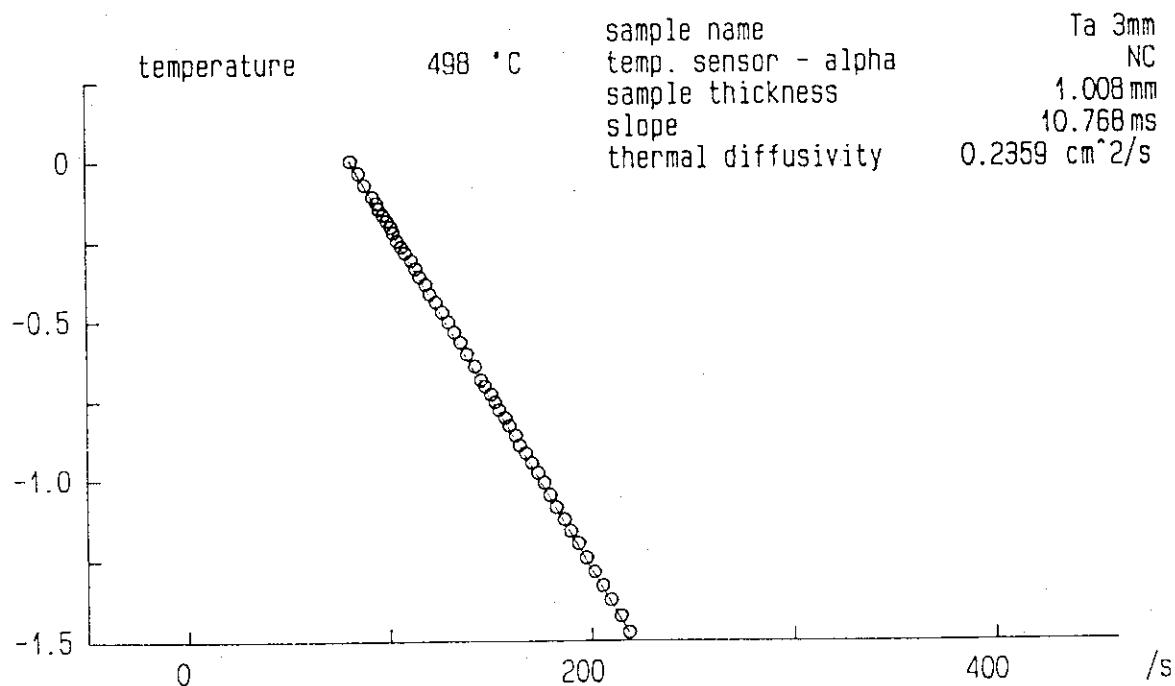


Fig. 3.28 直径 3 mm円形タンタルの500°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

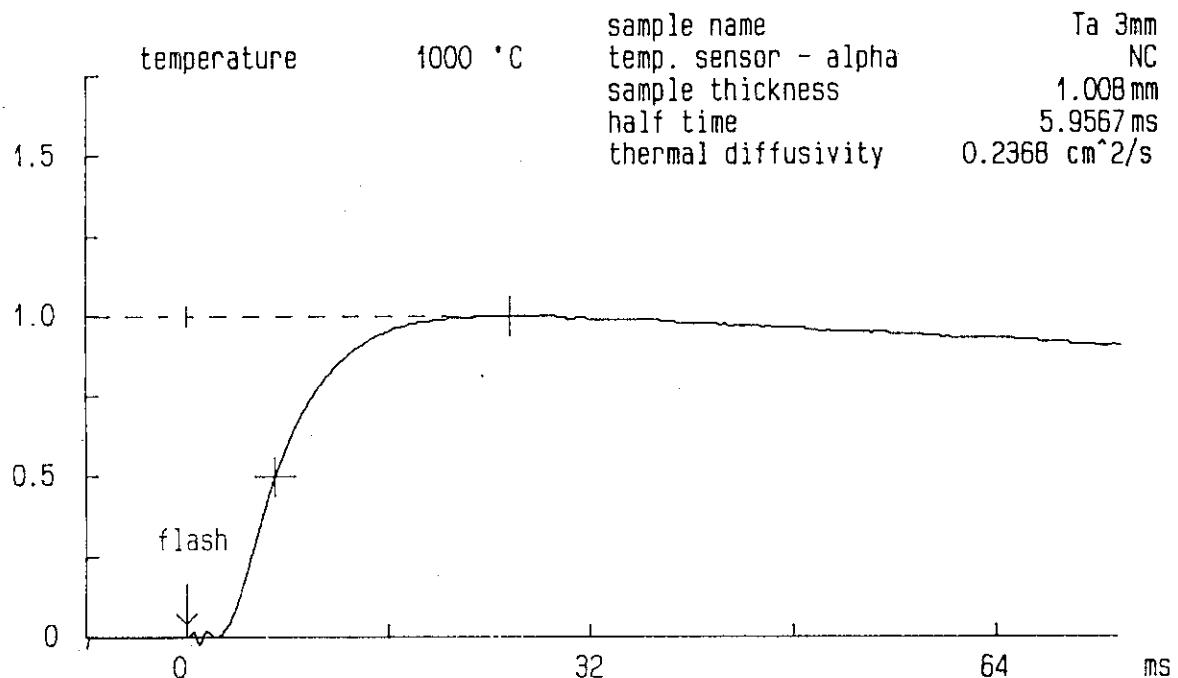


Fig. 3.29 直径 3 mm円形タンタルの1000°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

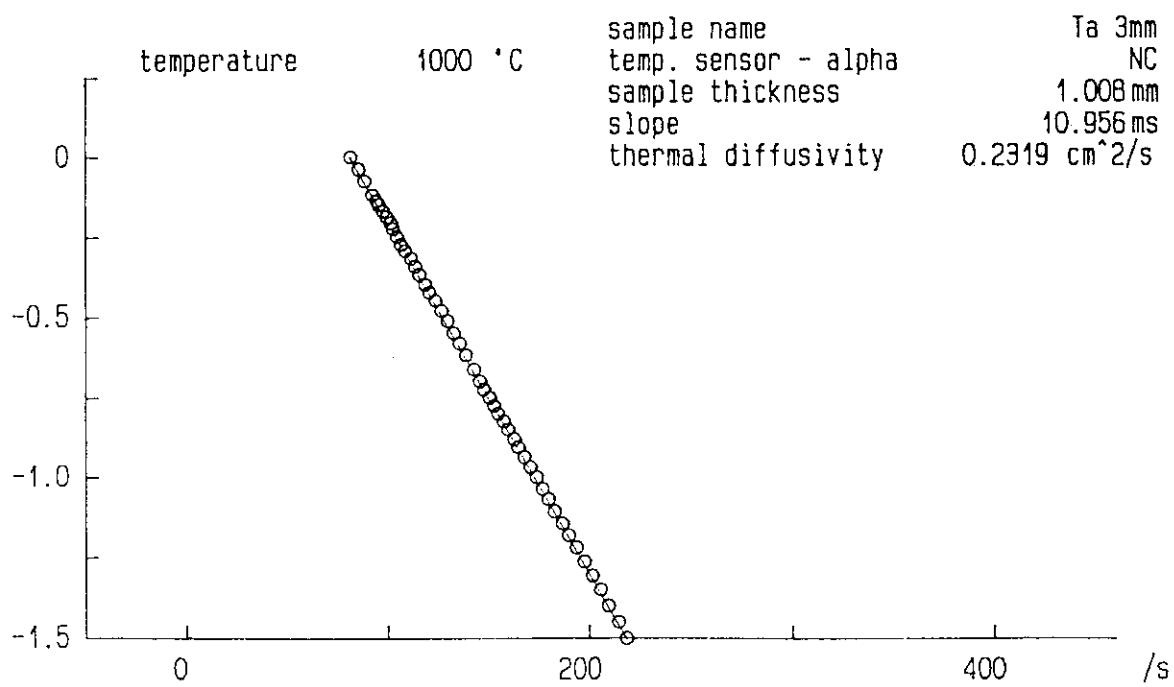


Fig. 3.30 直径 3 mm円形タンタルの1000°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

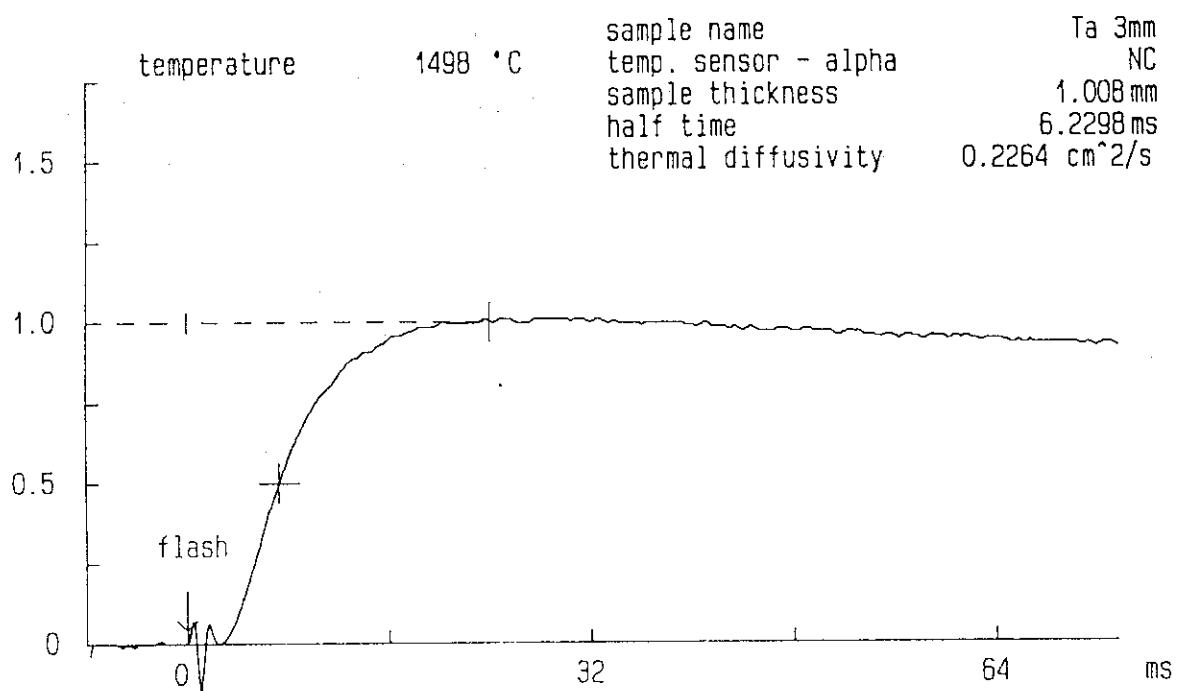


Fig. 3.31 直径 3 mm 円形タンタルの 1500°C における温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

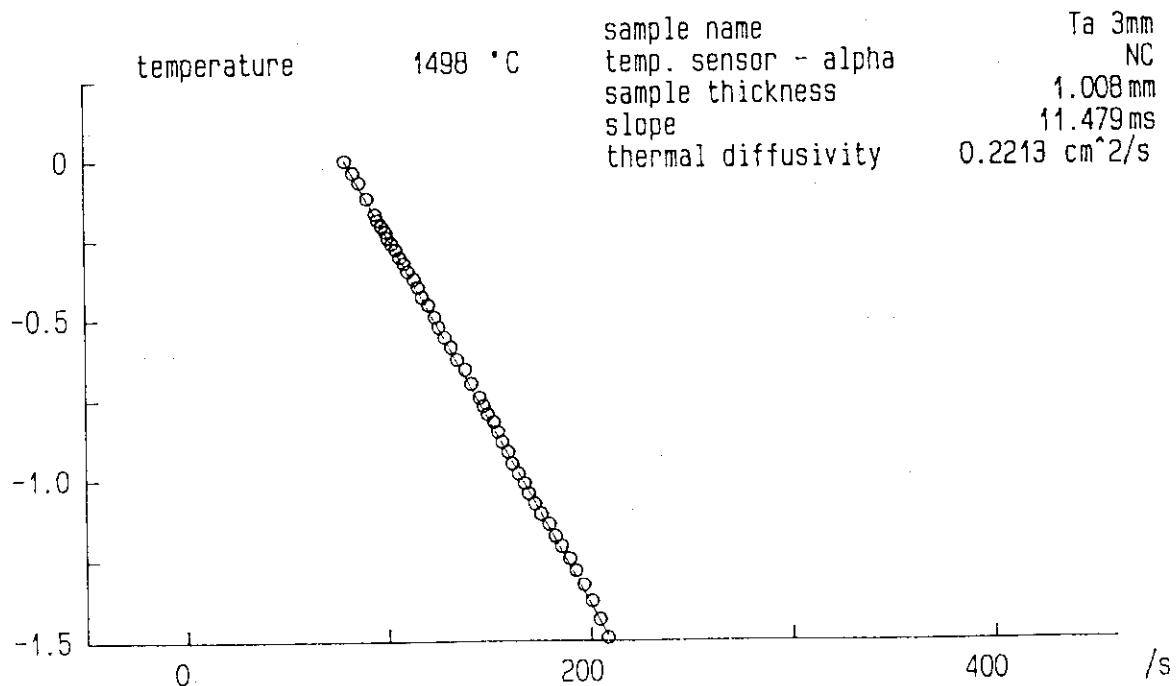


Fig. 3.32 直径 3 mm 円形タンタルの 1500°C における対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

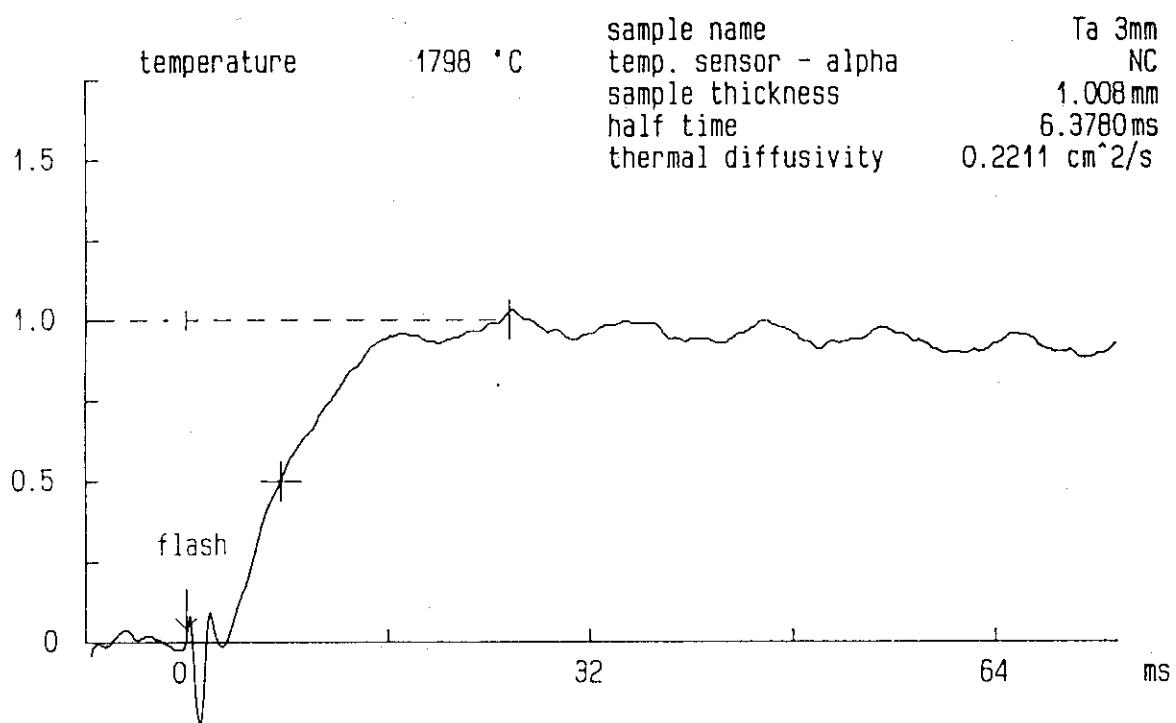


Fig. 3.33 直径 3 mm円形タンタルの1800°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

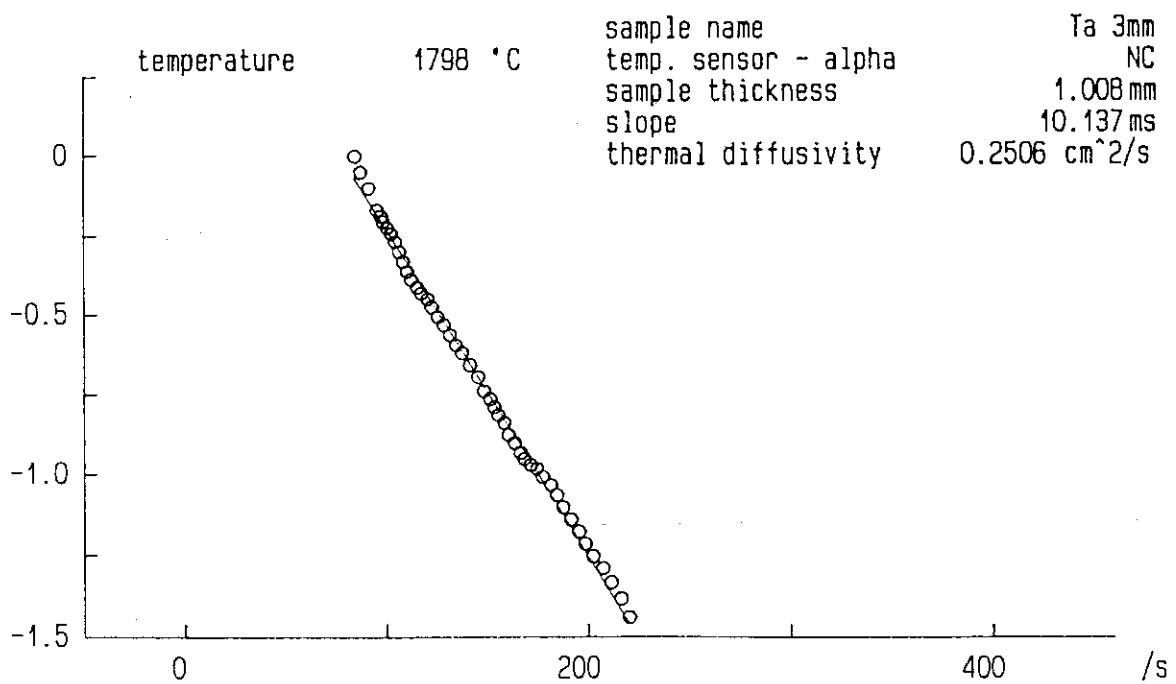


Fig. 3.34 直径 3 mm円形タンタルの1800°Cにおける対数法解析曲線

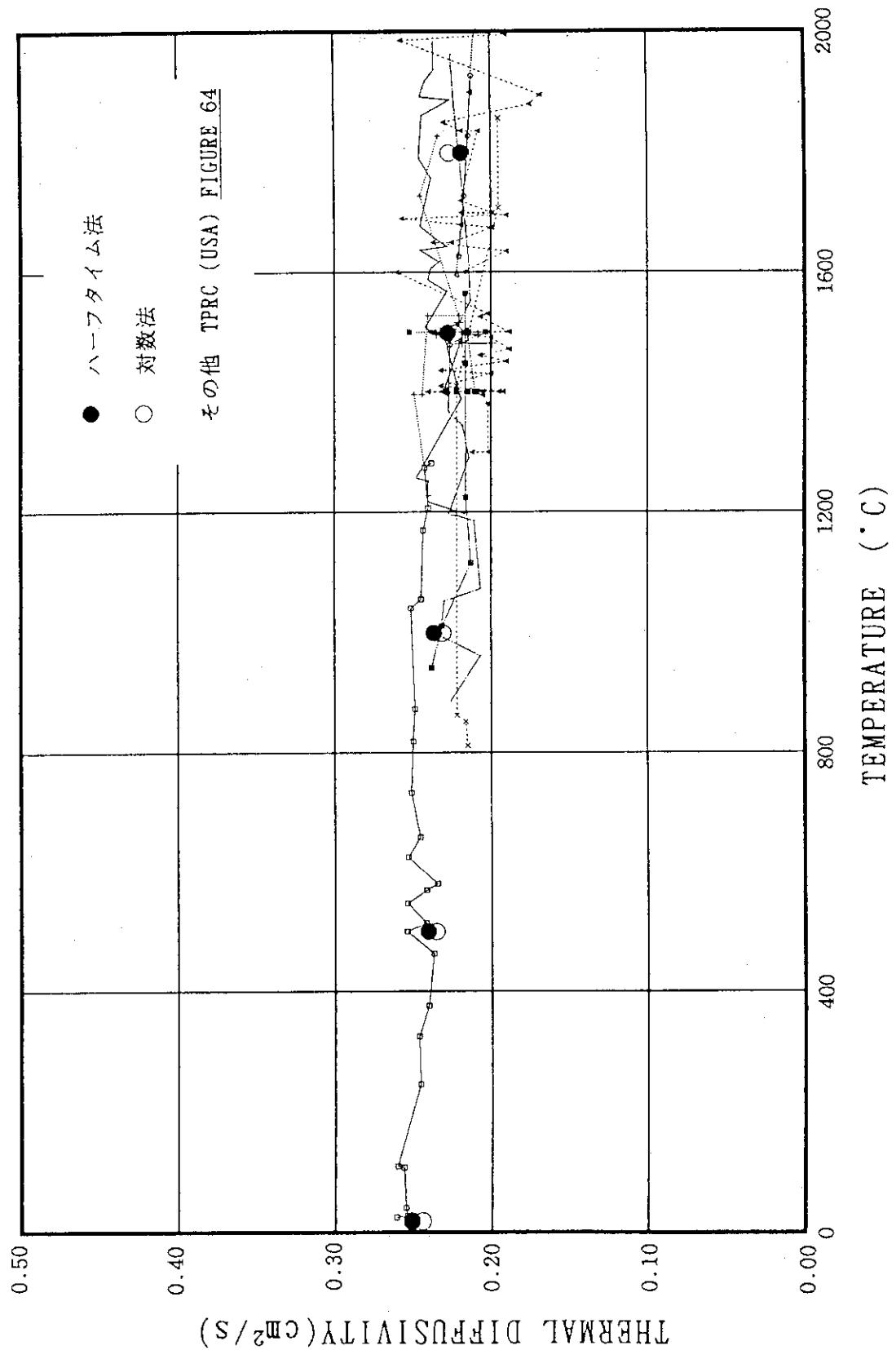


Fig. 3.35 直径 3 mm 円形タルの熱拡散率測定値

Measurement of Thermal Diffusivity

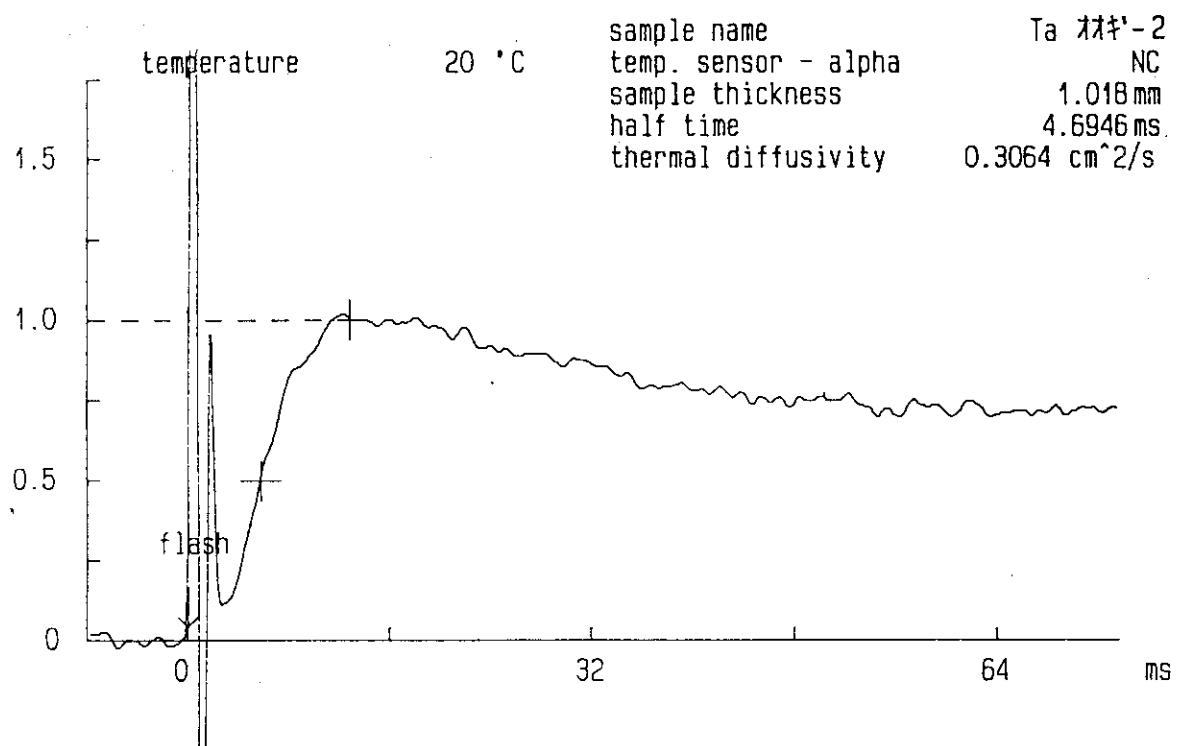


Fig. 3.36 扇形タンタルの室温における温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

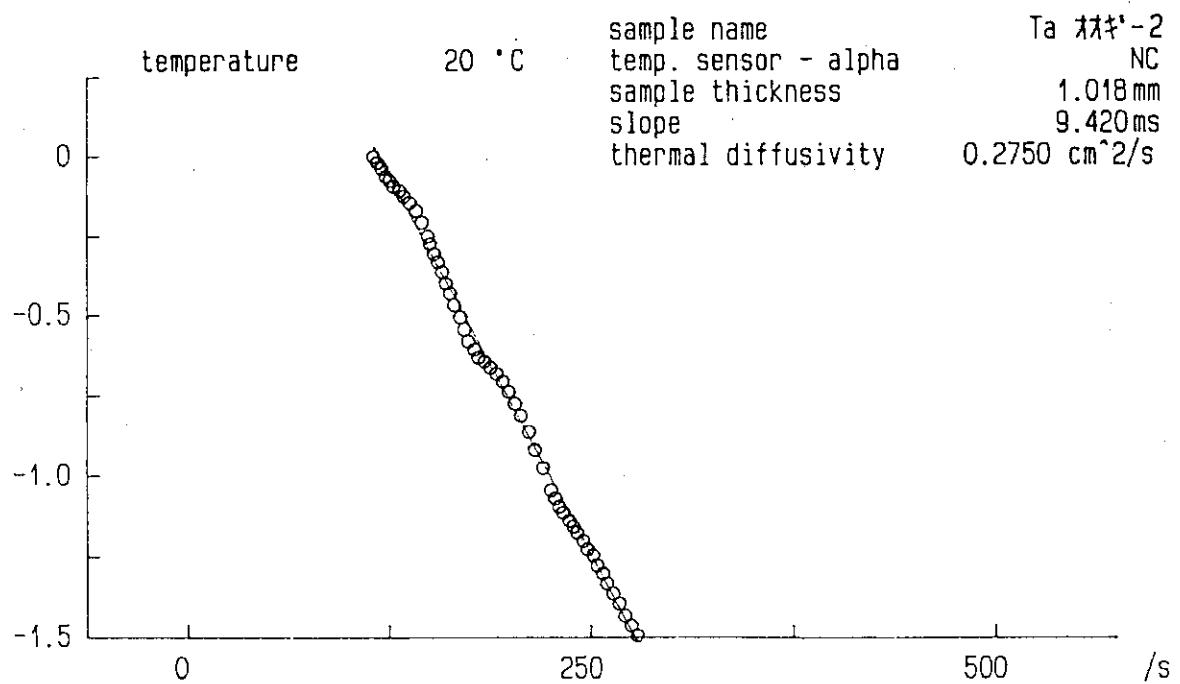


Fig. 3.37 扇形タンタルの室温における対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

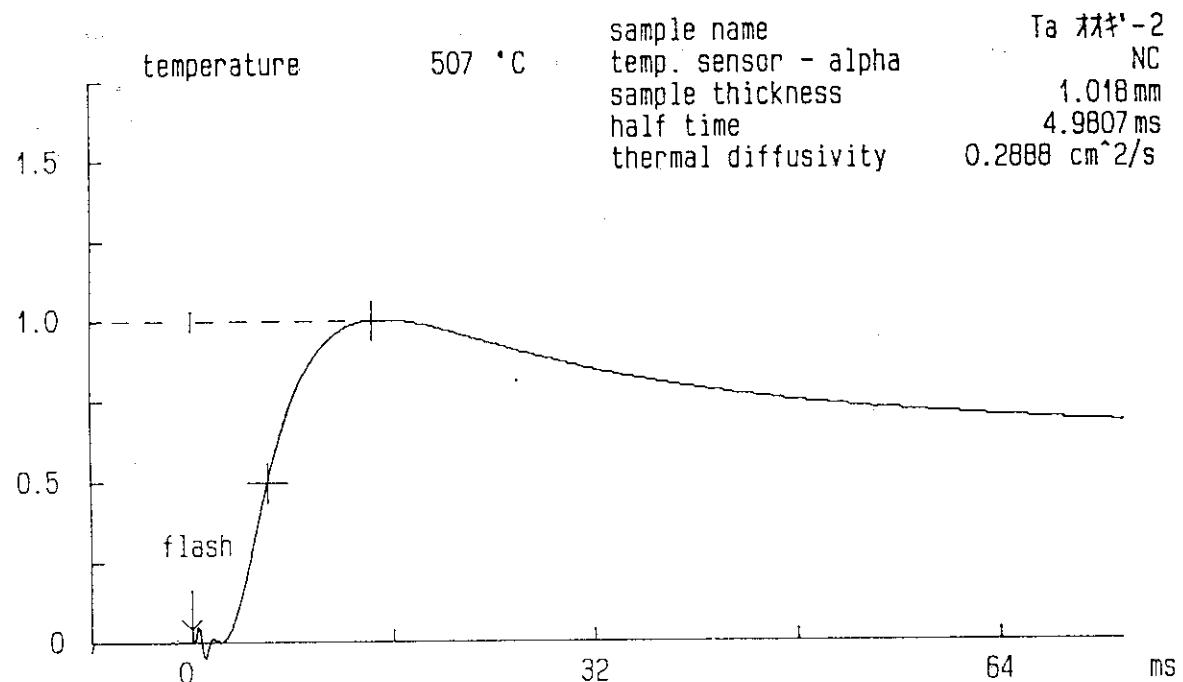


Fig. 3.38 扇形タンタルの500°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

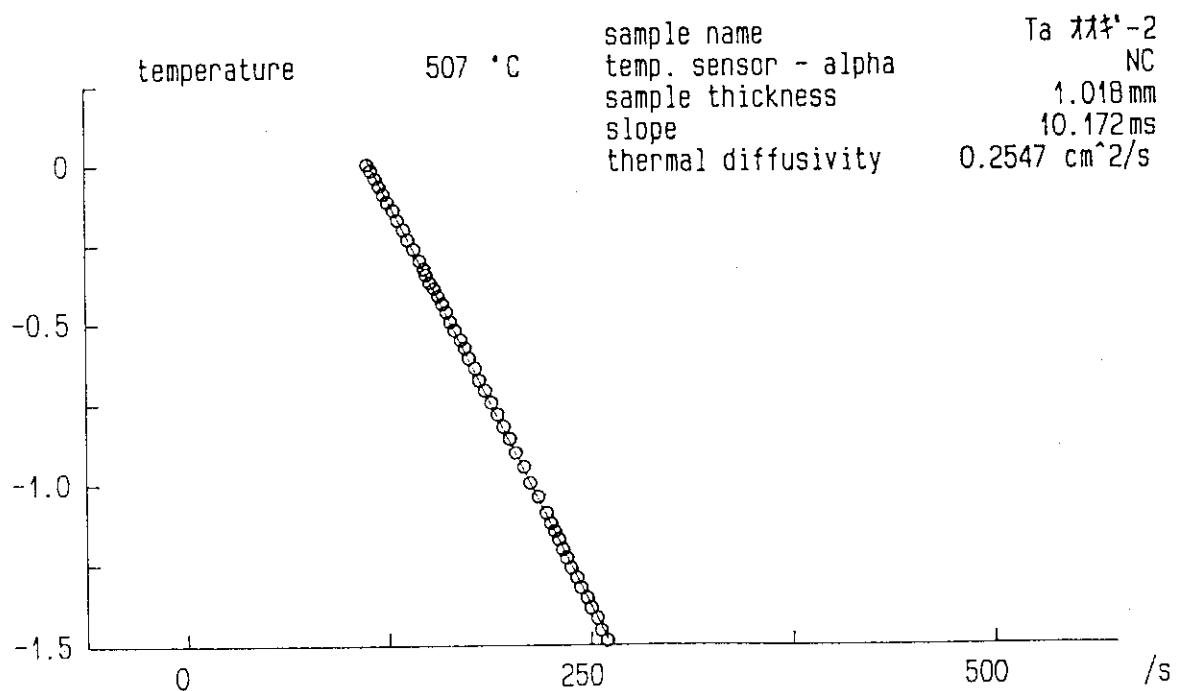


Fig. 3.39 扇形タンタルの500°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

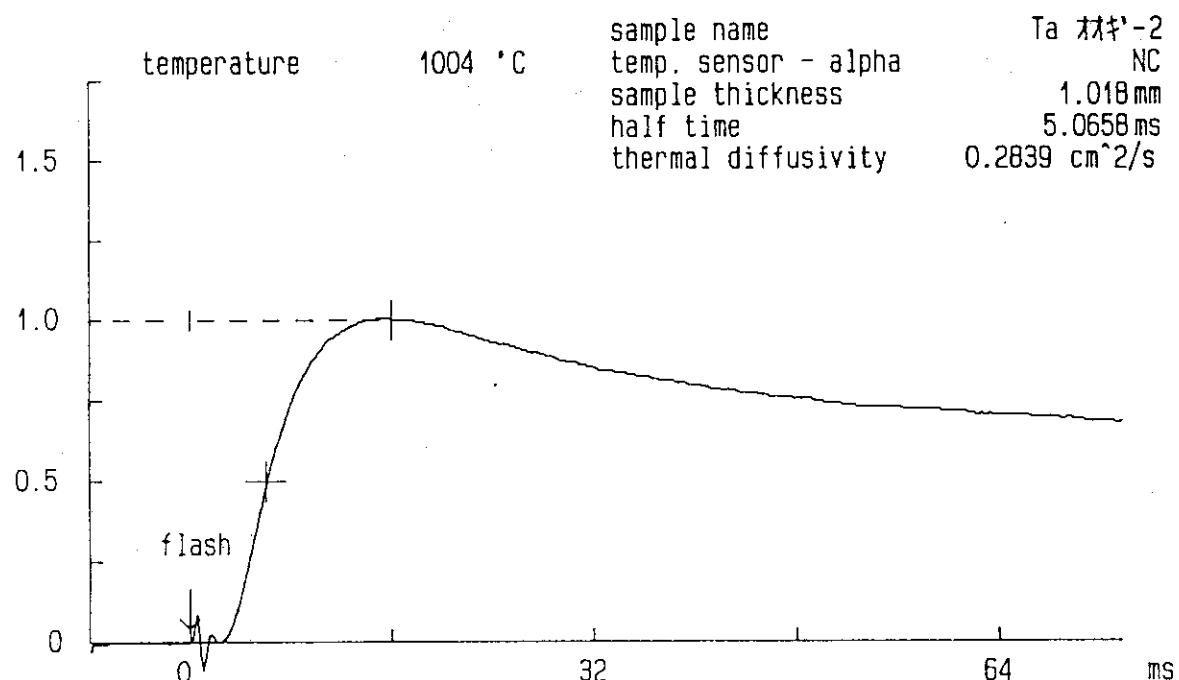


Fig. 3.40 扇形タンタルの1000°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

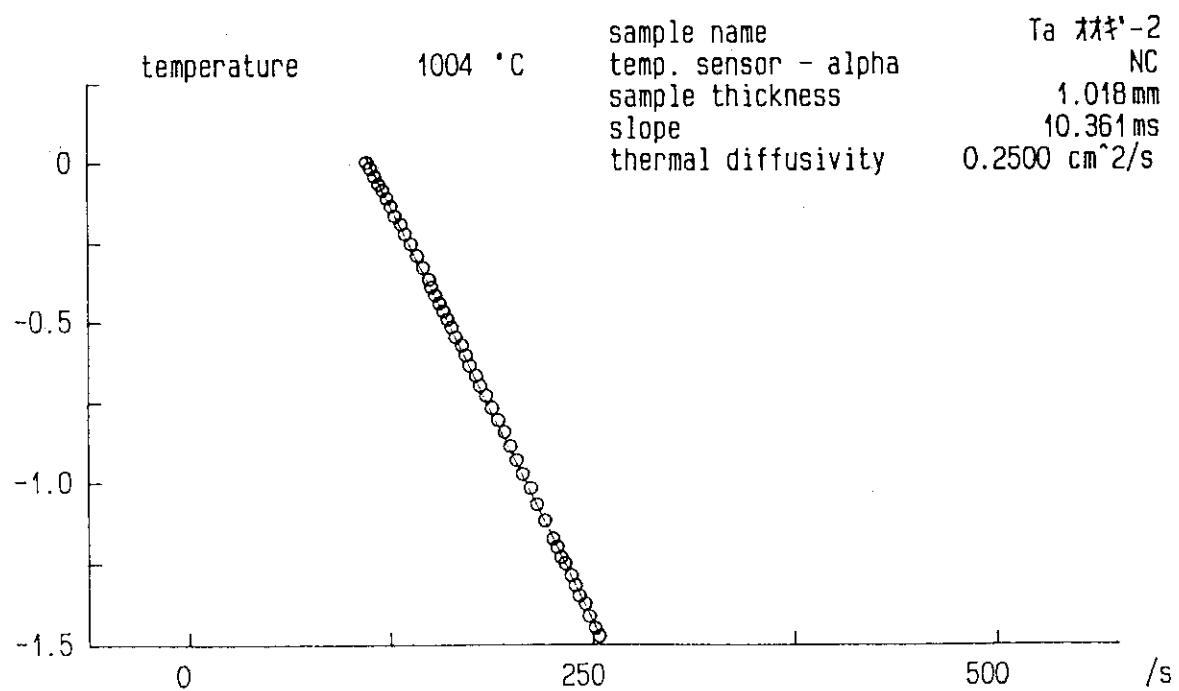


Fig. 3.41 扇形タンタルの1000°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

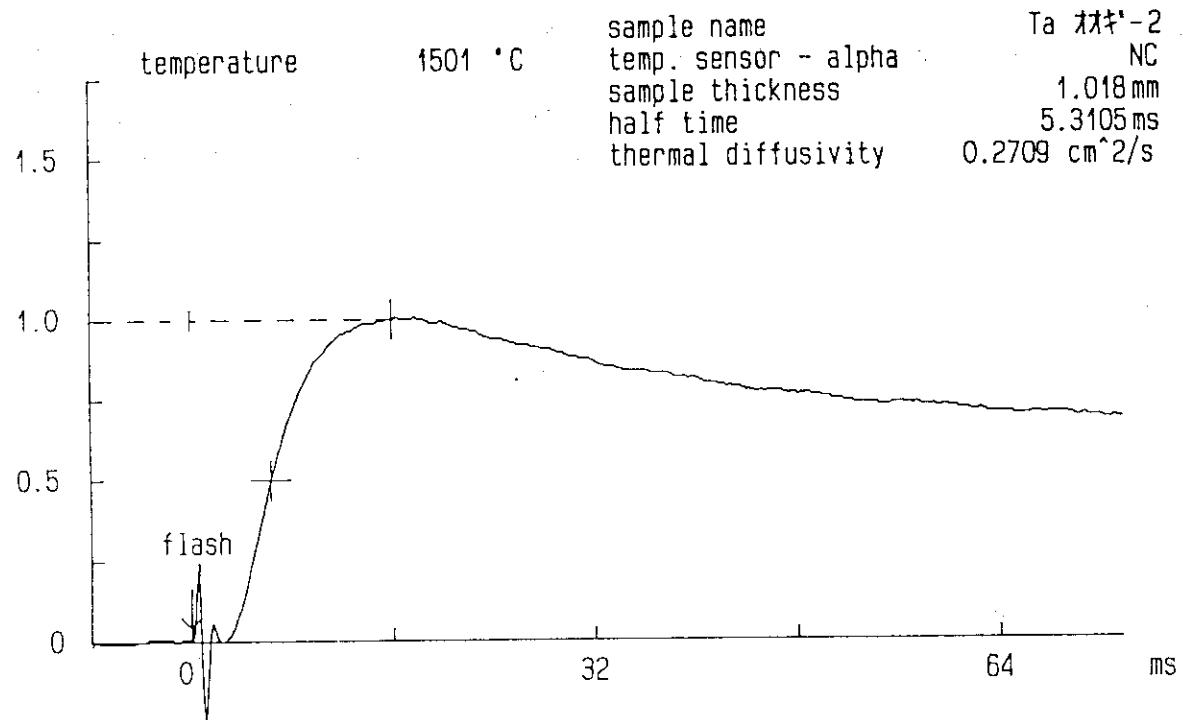


Fig. 3.42 扇形タンタルの1500°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

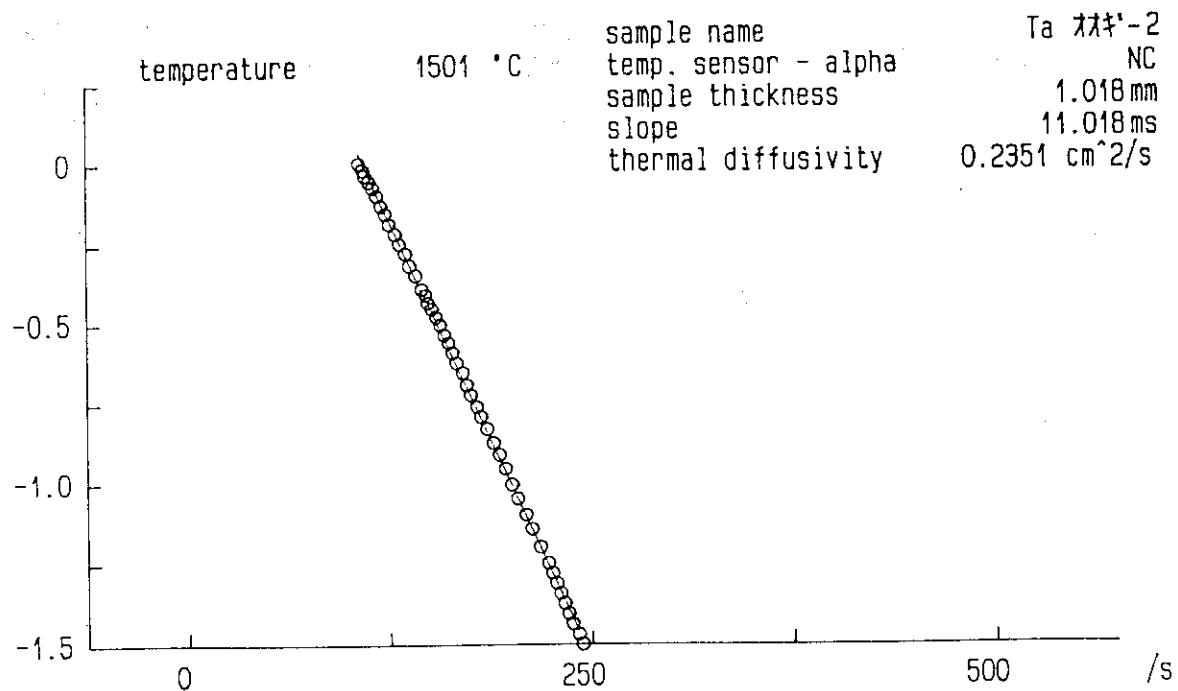


Fig. 3.43 扇形タンタルの1500°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

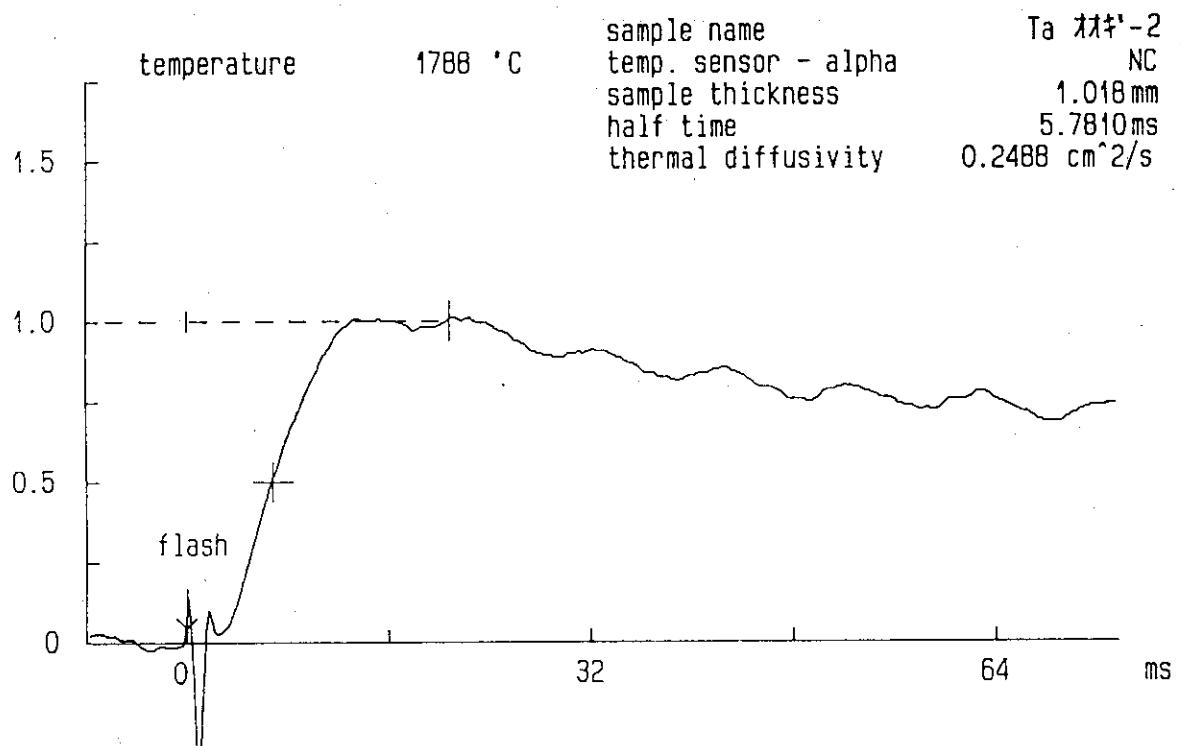


Fig. 3.44 扇形タンタルの1800°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

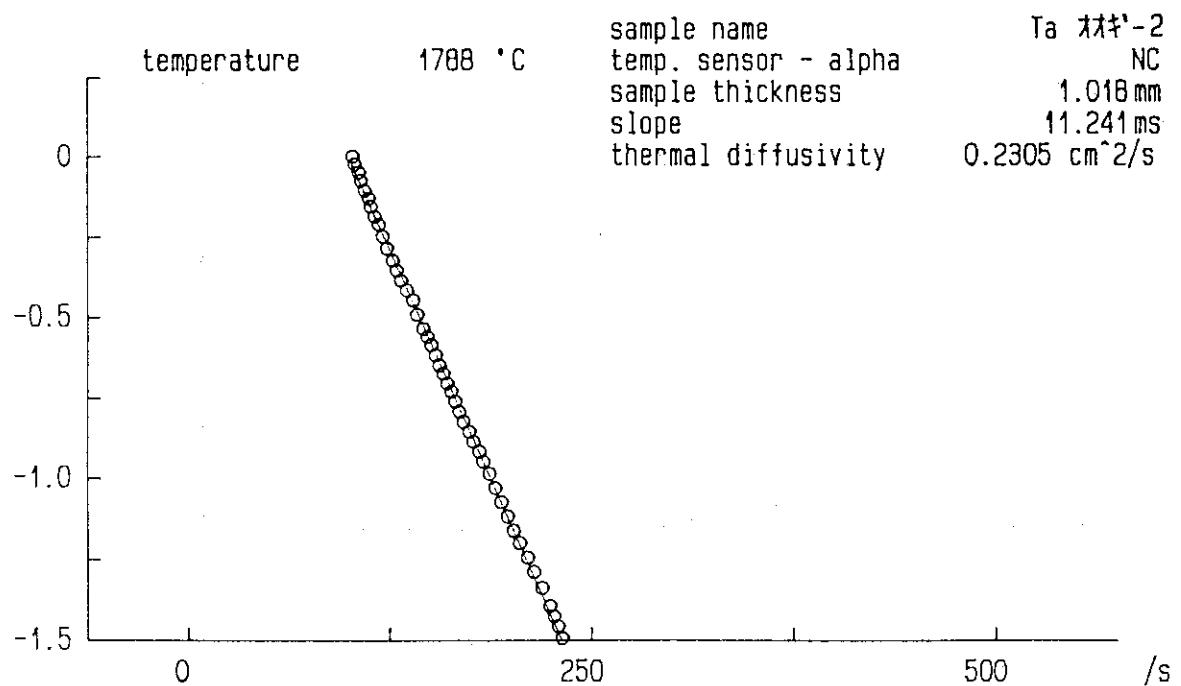


Fig. 3.45 扇形タンタルの1800°Cにおける対数法解析曲線

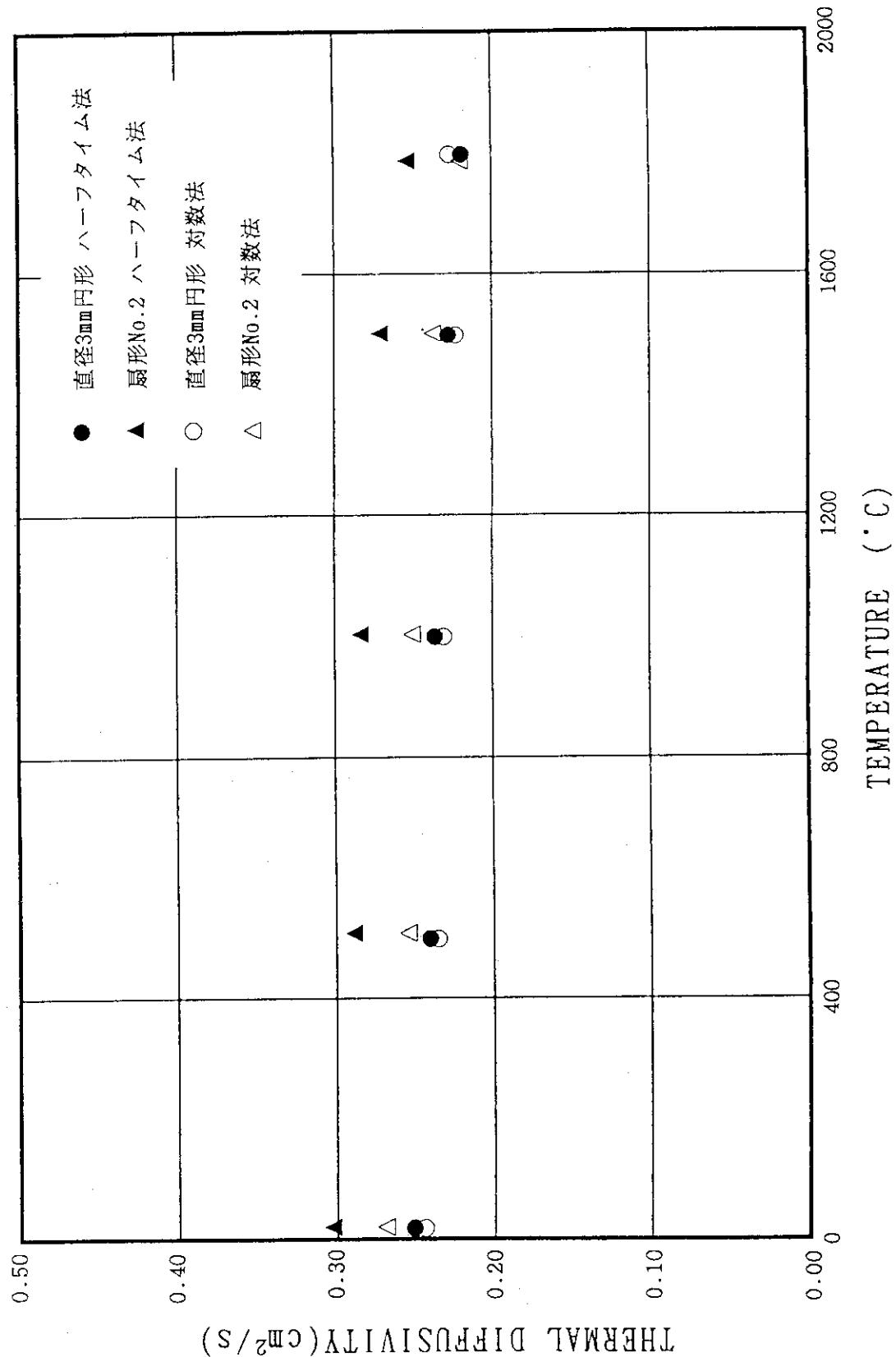


Fig. 3.46 扇形タントタルの熱拡散率測定値

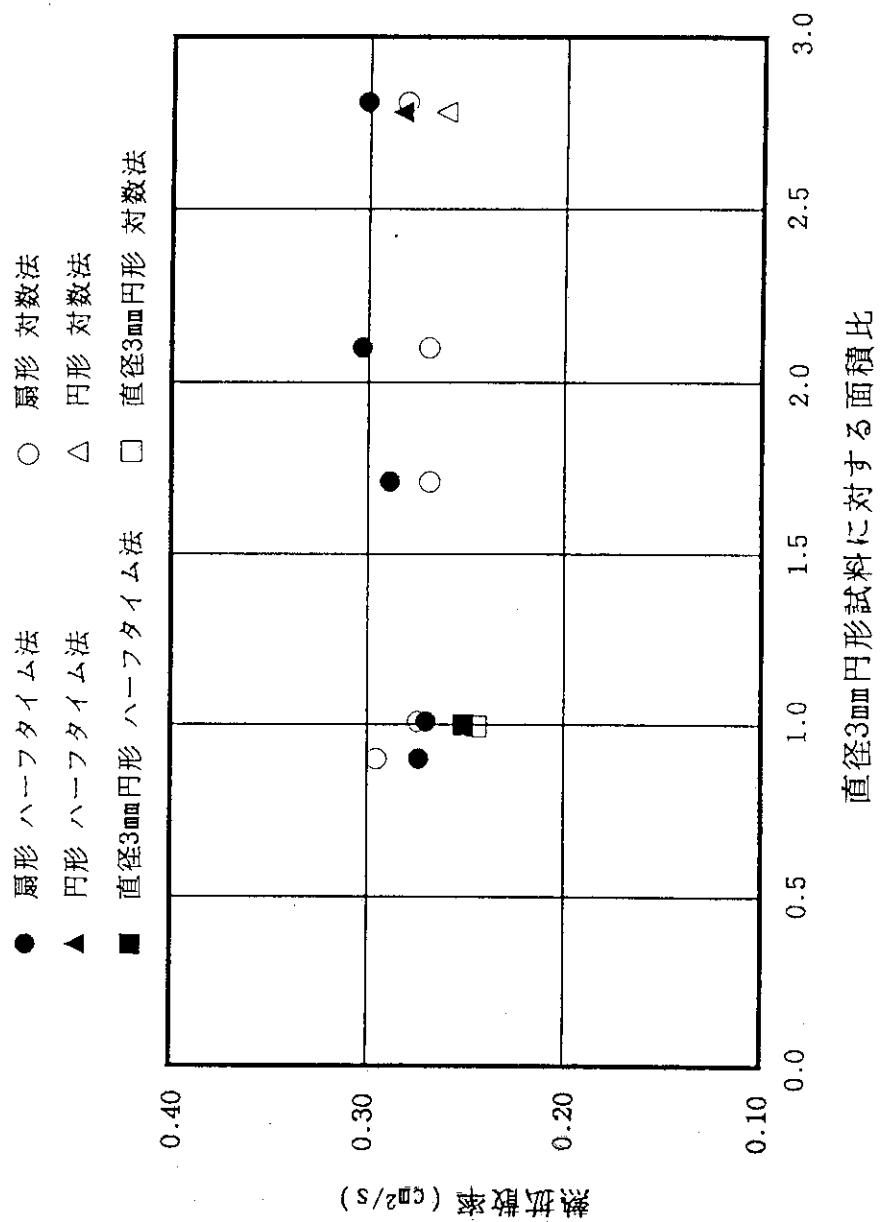
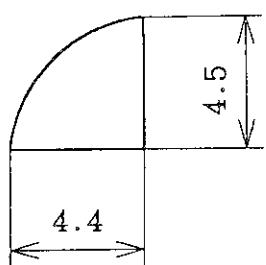


Fig. 3.47 室温における異形サンタルの熱拡散率測定値



(直径3mmに対する面積比 : 1.77)

Fig. 3.48 アルミナの形状依存性測定試料

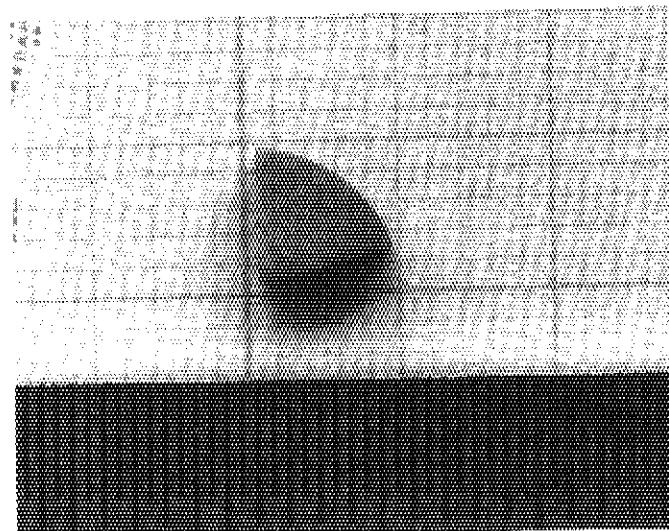


Fig. 3.49 アルミナの形状依存性測定試料外観写真

Measurement of Thermal Diffusivity

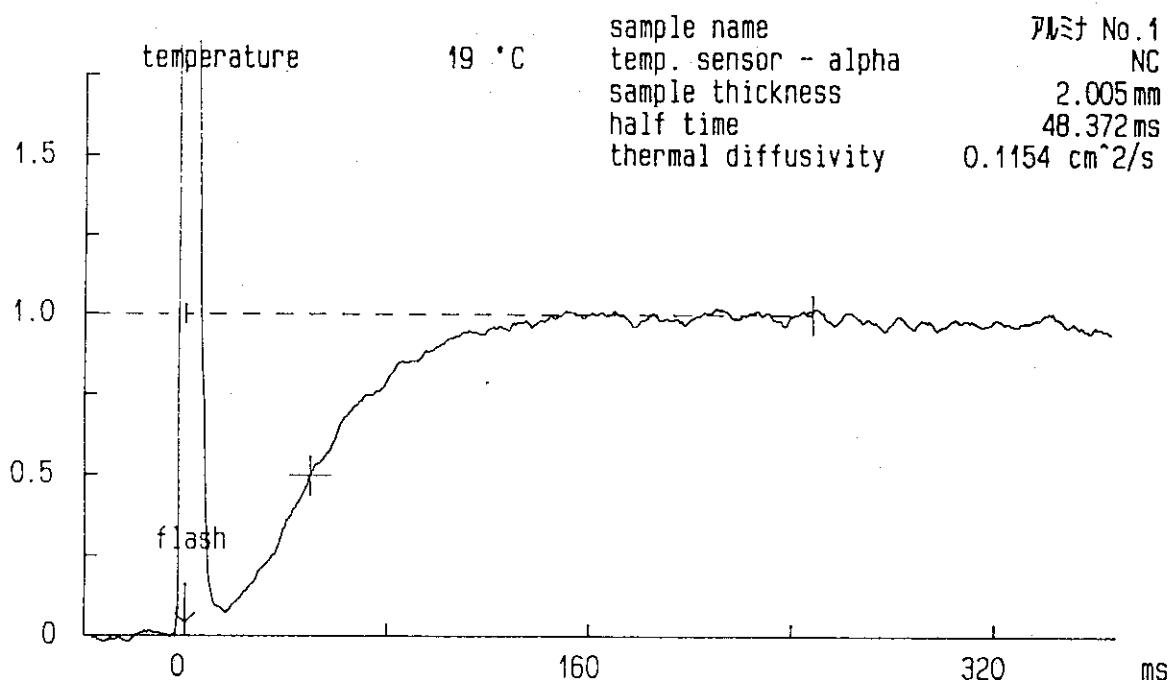


Fig. 3.50 アルミナの室温における温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

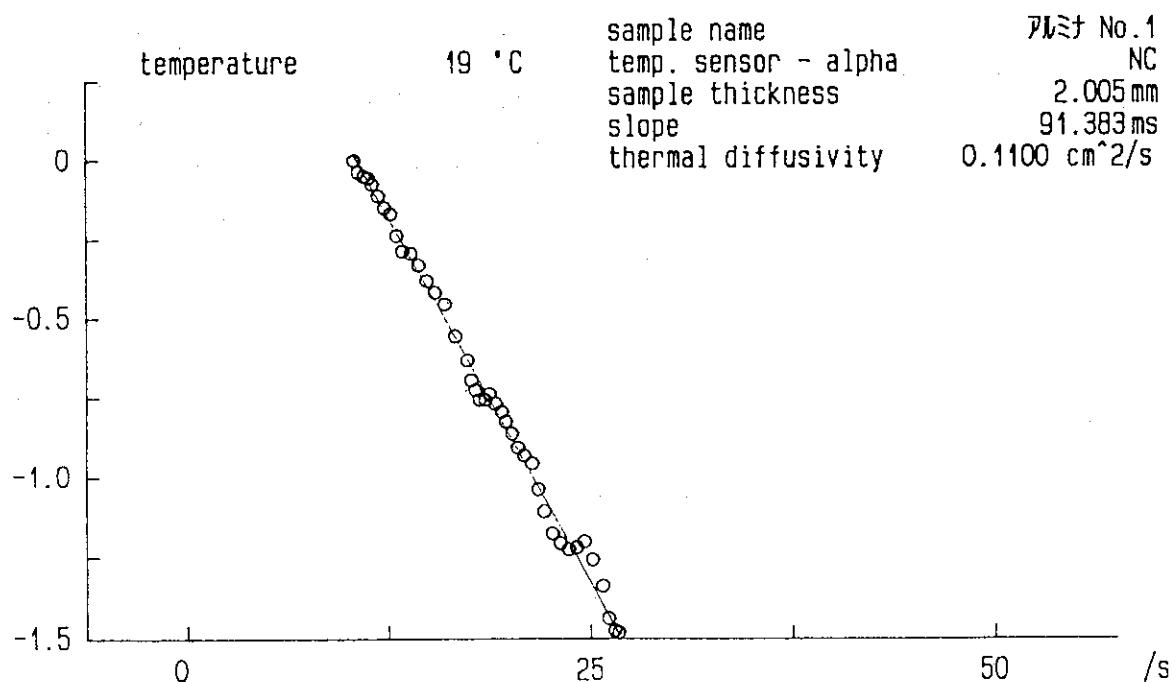


Fig. 3.51 アルミナの室温における対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

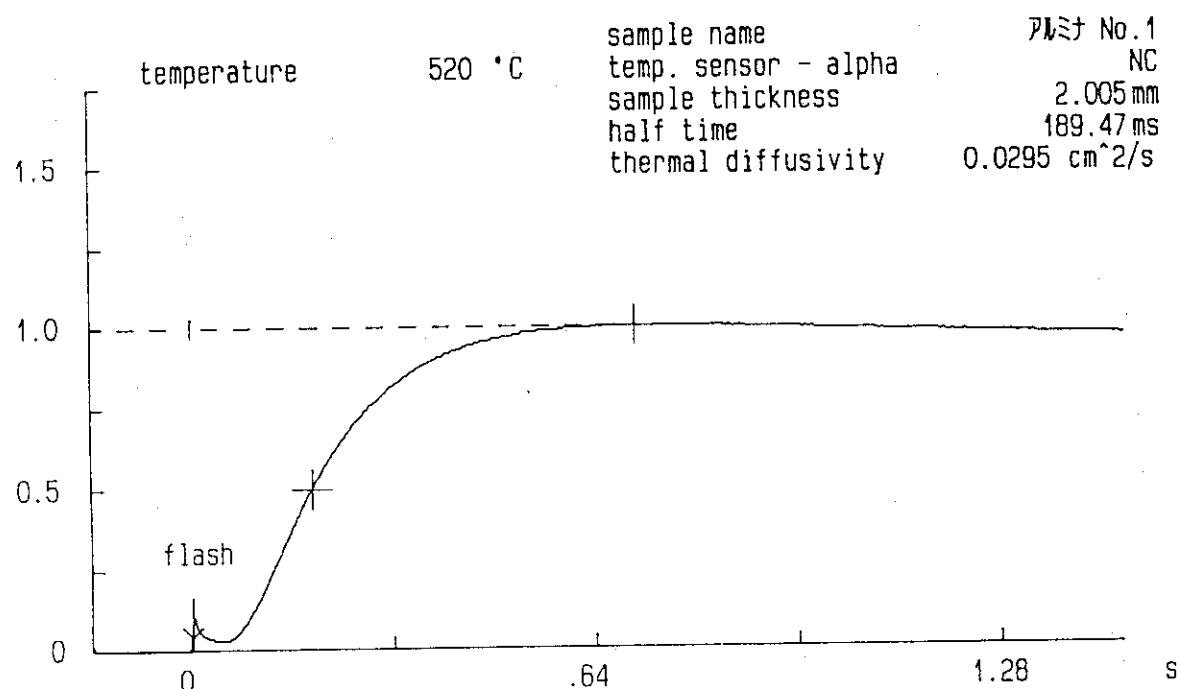


Fig. 3.52 アルミナの500°Cにおける温度履歴曲線

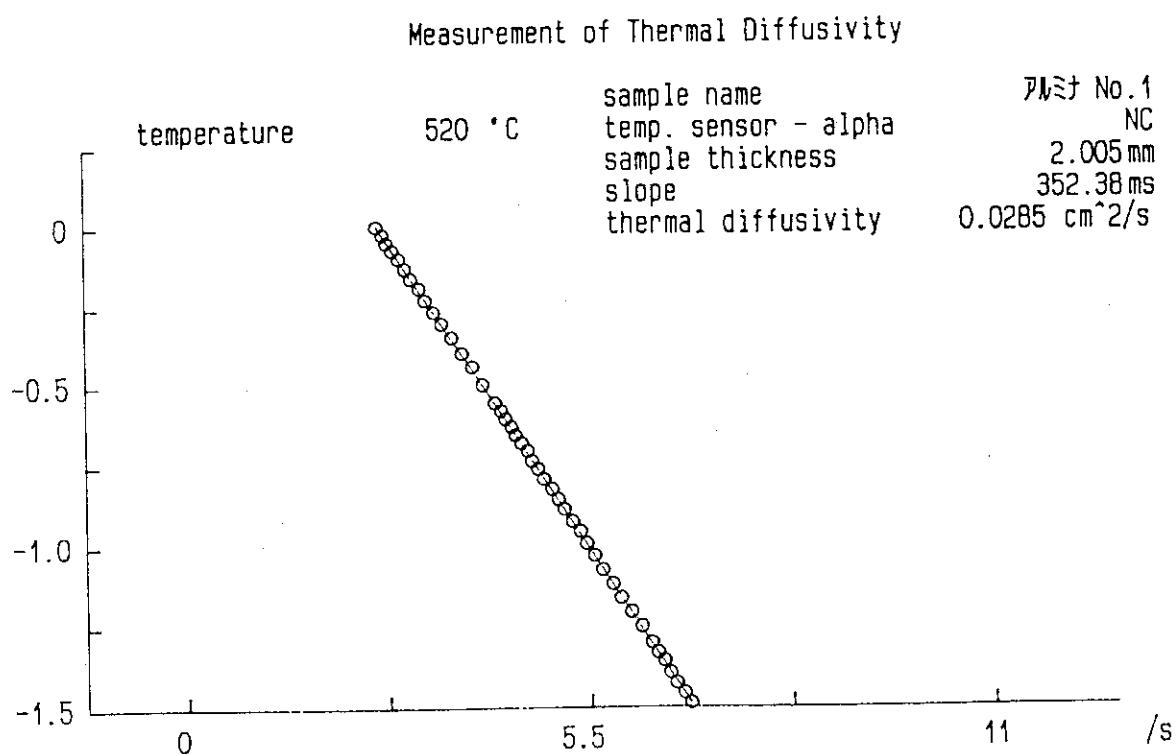


Fig. 3.53 アルミナの500°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

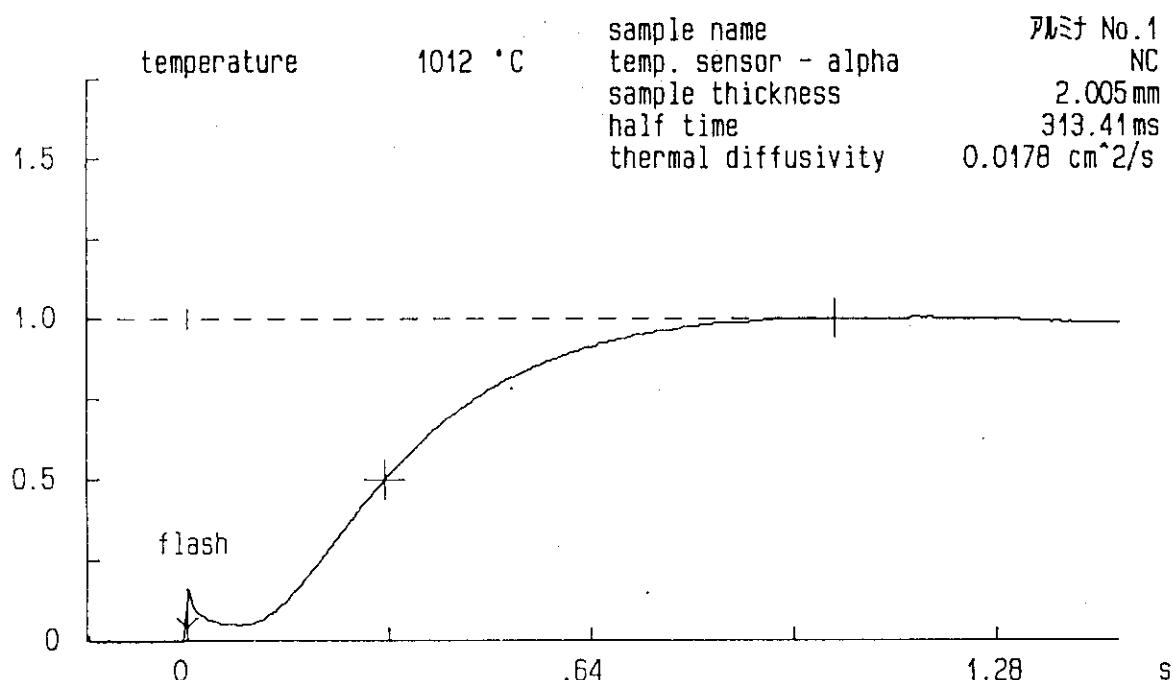


Fig. 3.54 アルミナの1000°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

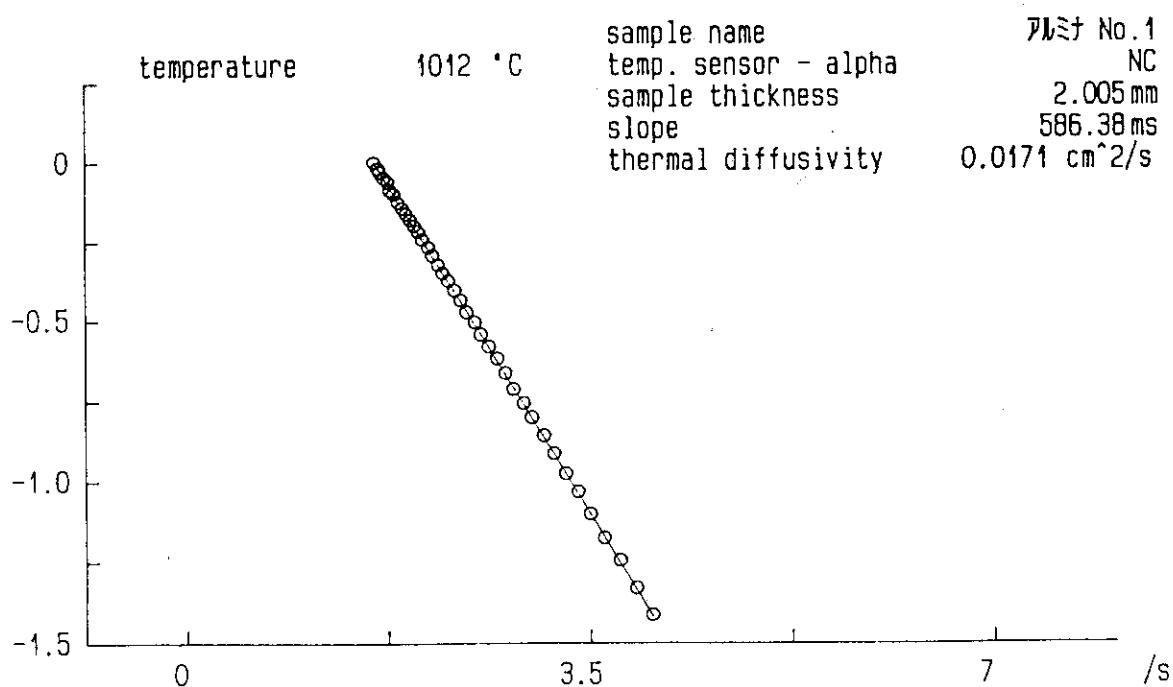


Fig. 3.55 アルミナの1000°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

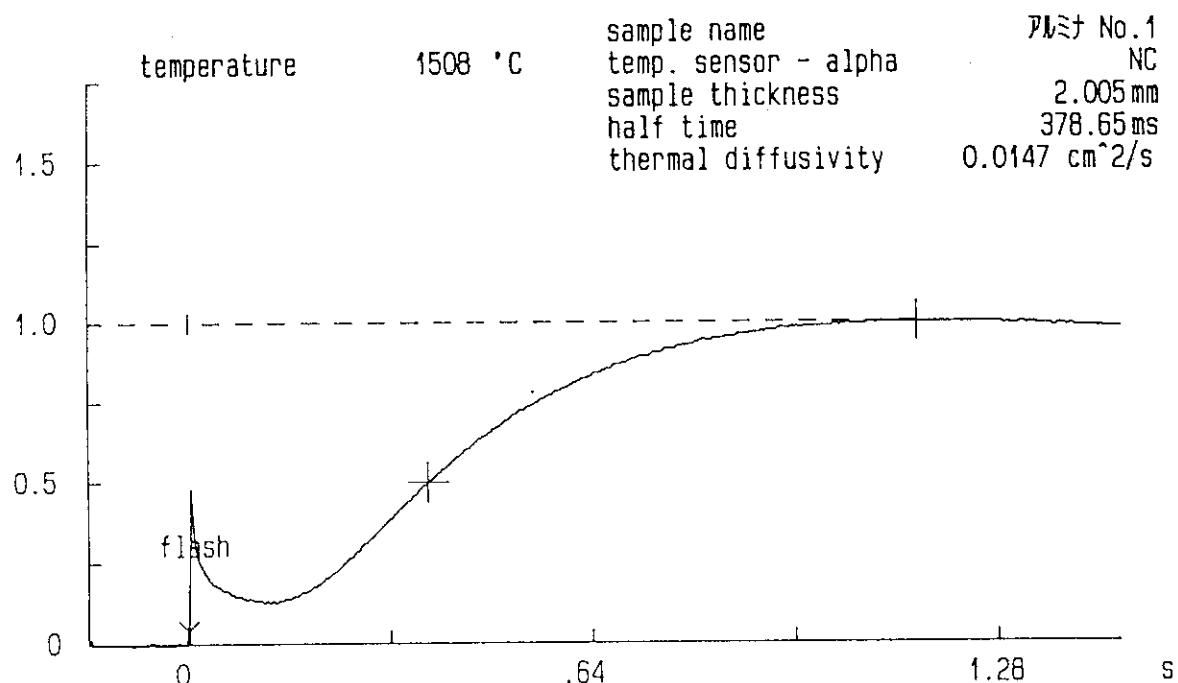


Fig. 3.56 アルミナの1500°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

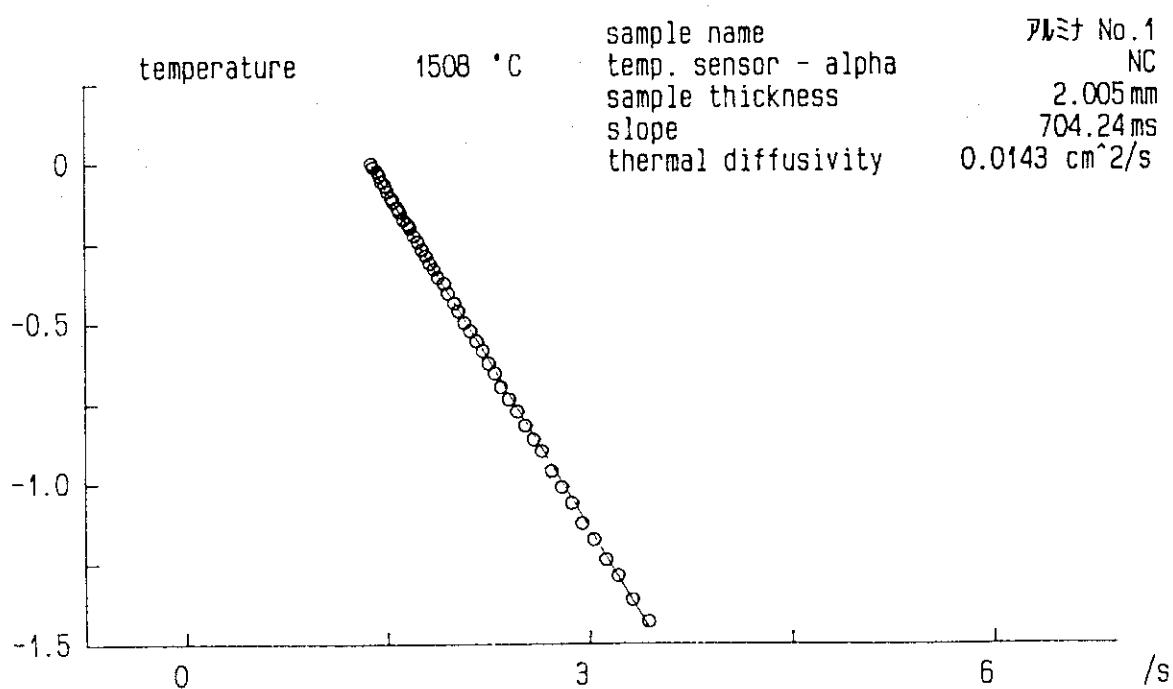


Fig. 3.57 アルミナの1500°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

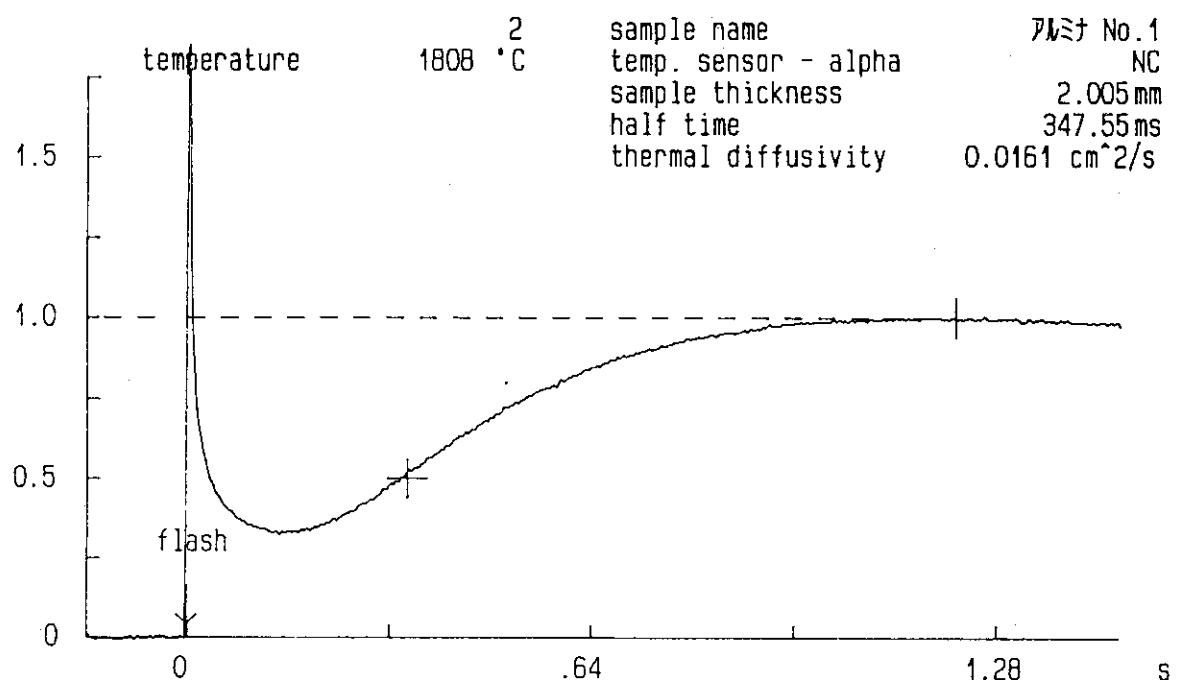


Fig. 3.58 アルミナの1800°Cにおける温度履歴曲線

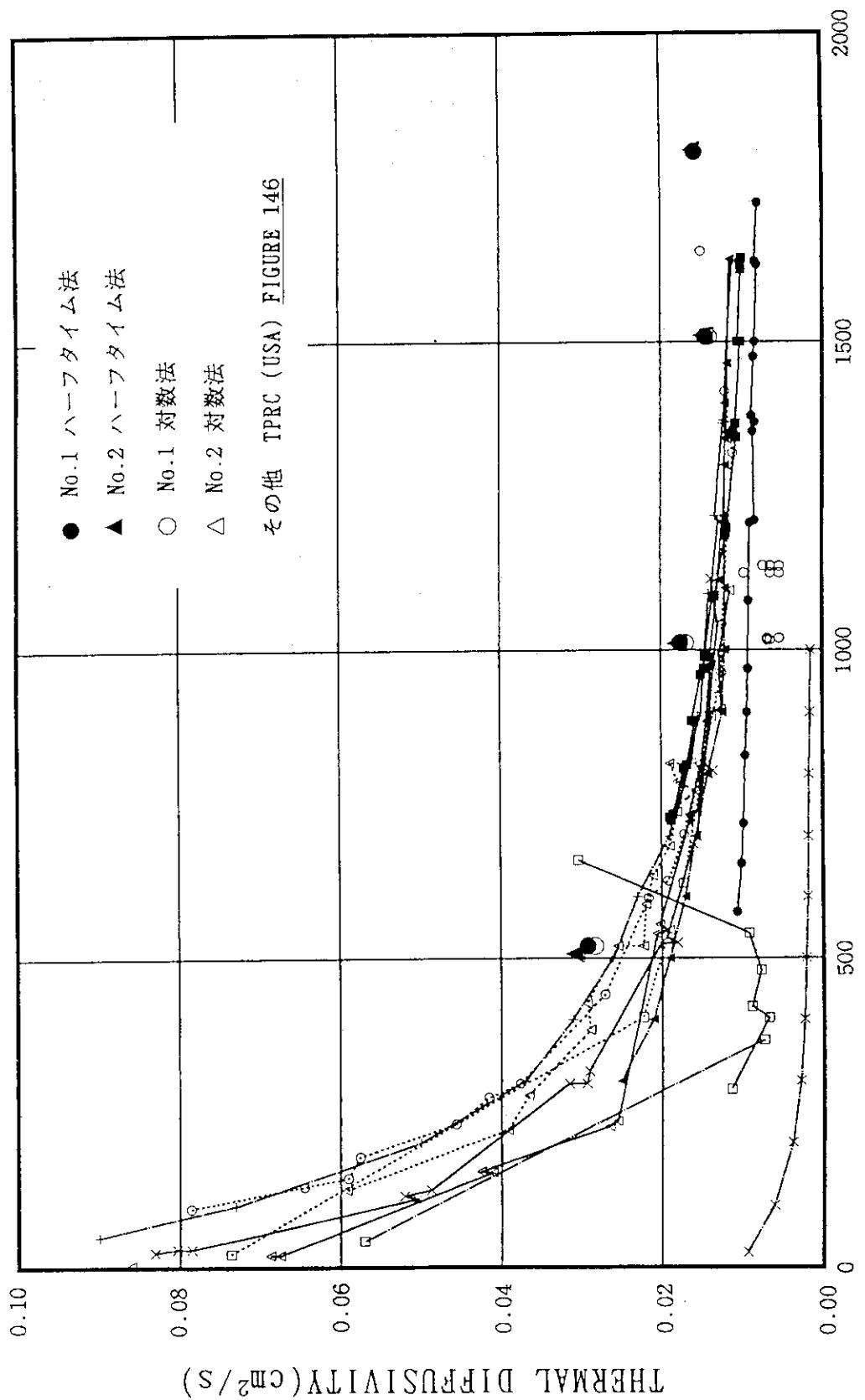


Fig. 3.59 アルミニナの熱拡散率測定値

Measurement of Thermal Diffusivity

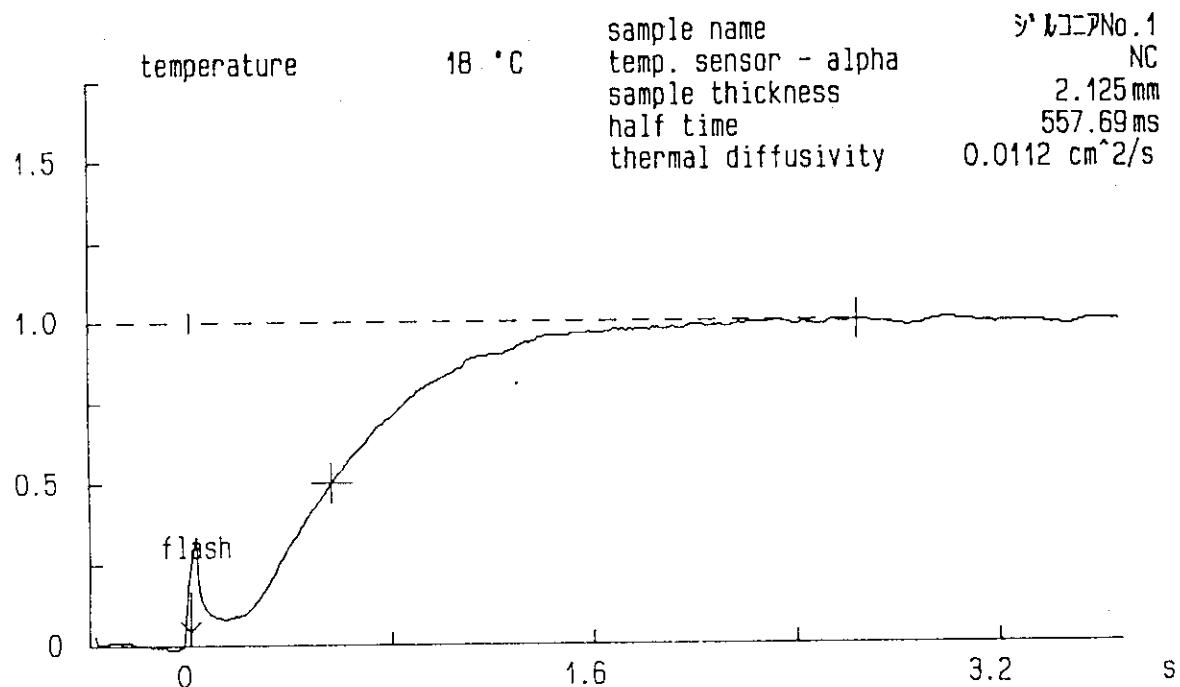


Fig. 3.60 ジルコニアの室温における温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

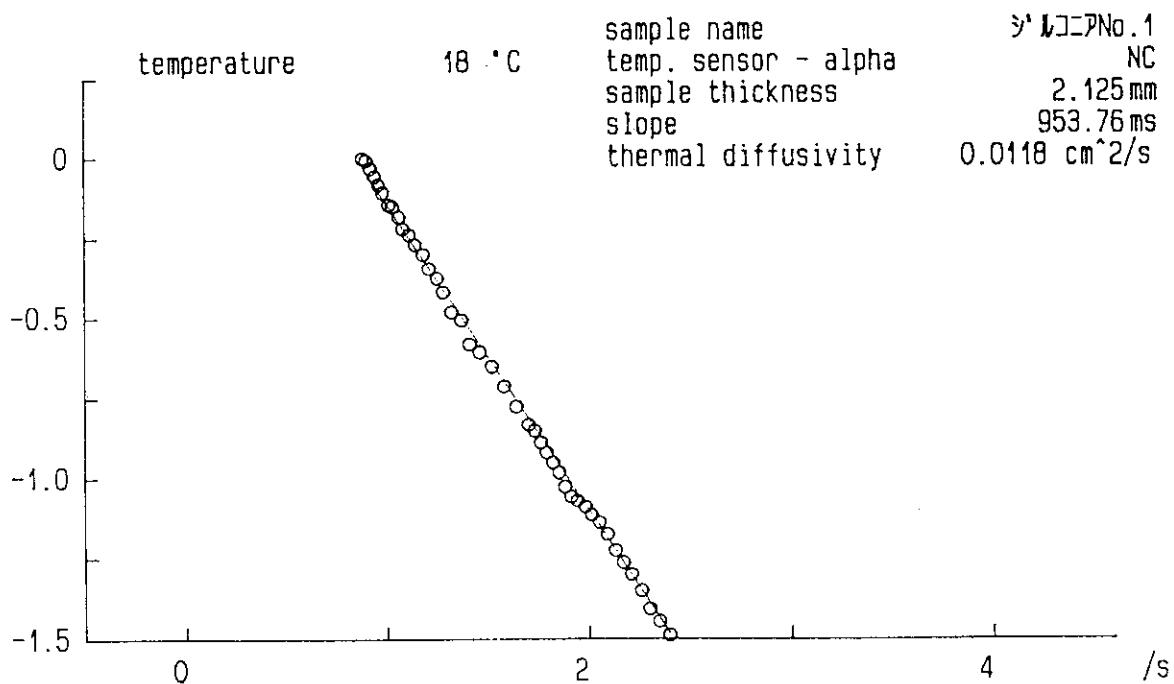


Fig. 3.61 ジルコニアの室常温における対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

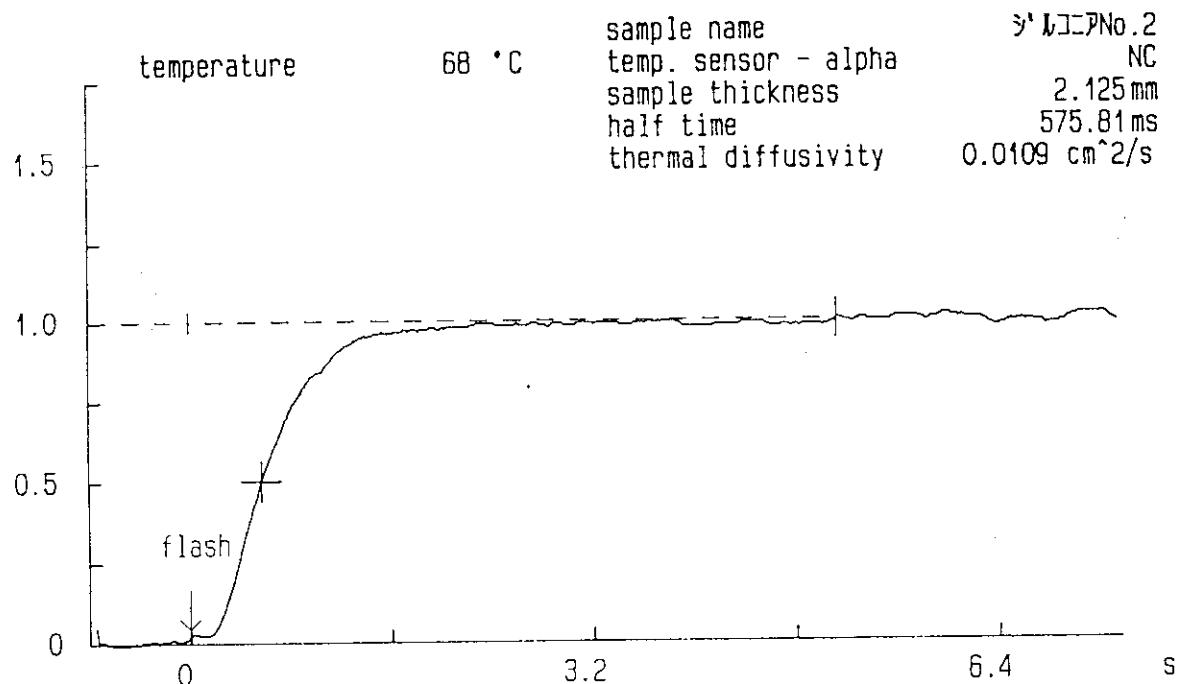


Fig. 3.62 ジルコニアの100°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

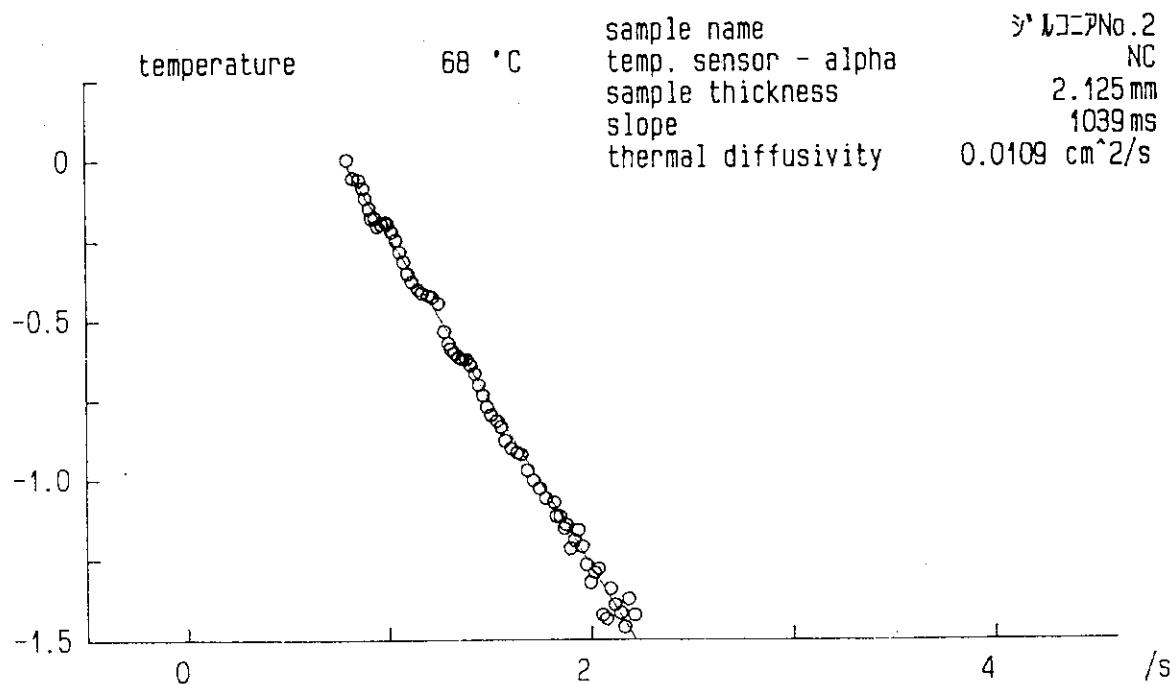


Fig. 3.63 ジルコニアの100°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

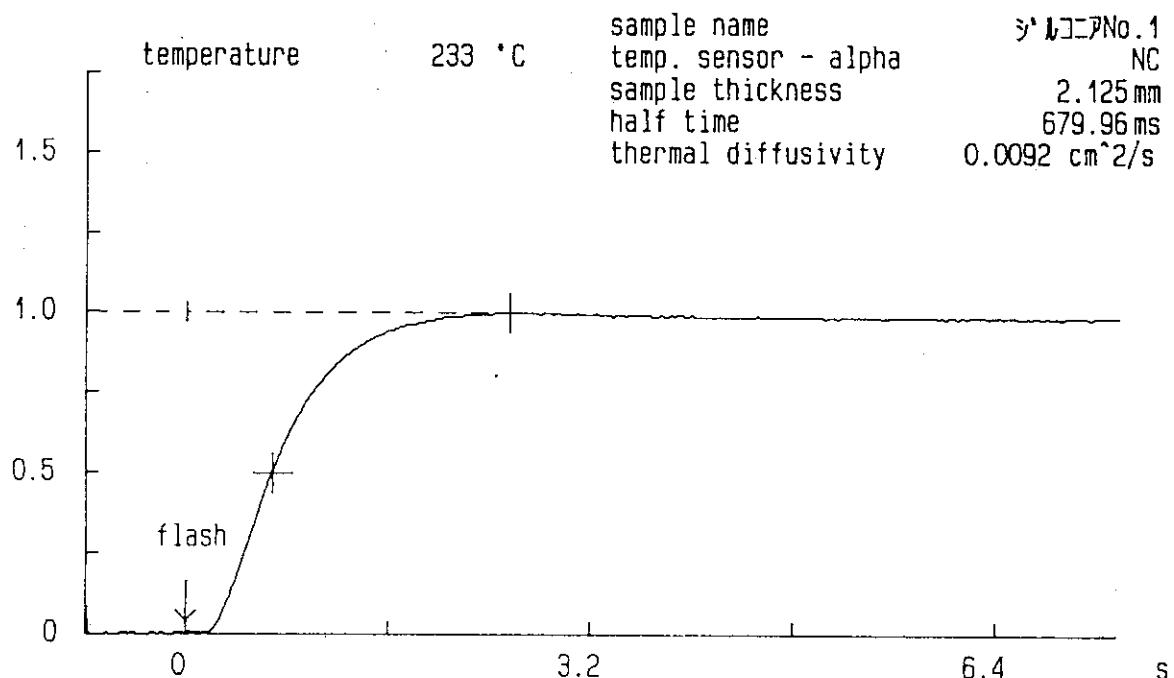


Fig. 3.64 ジルコニアの300°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

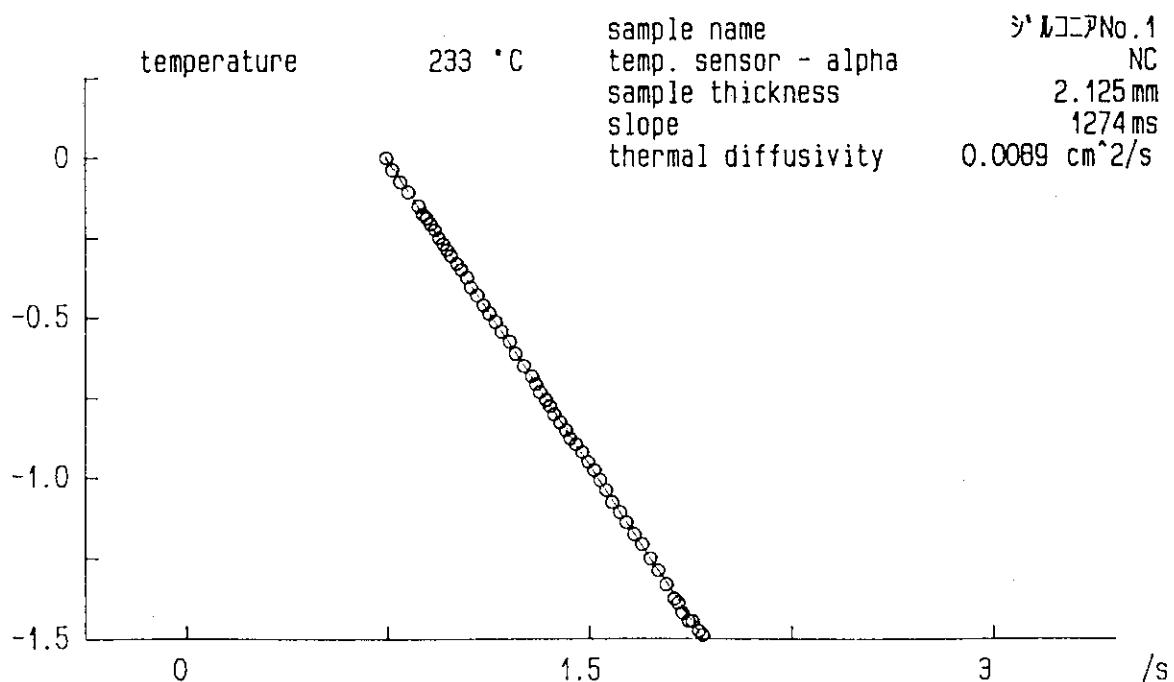


Fig. 3.65 ジルコニアの300°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

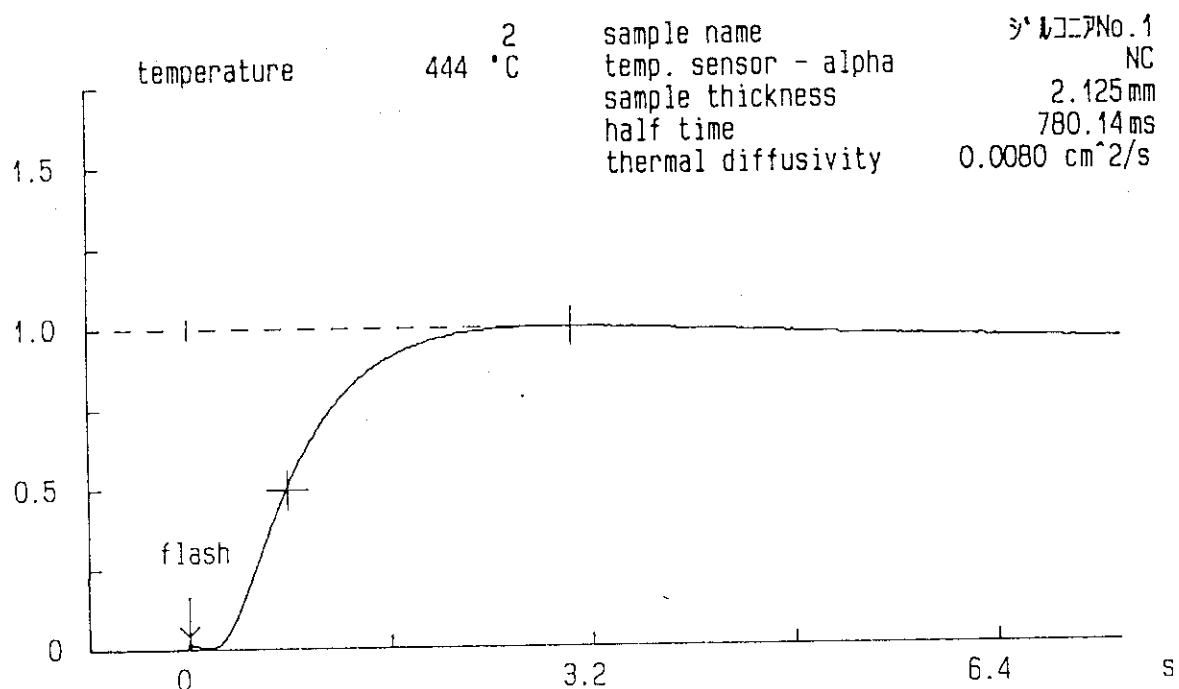


Fig. 3.66 ジルコニアの500°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

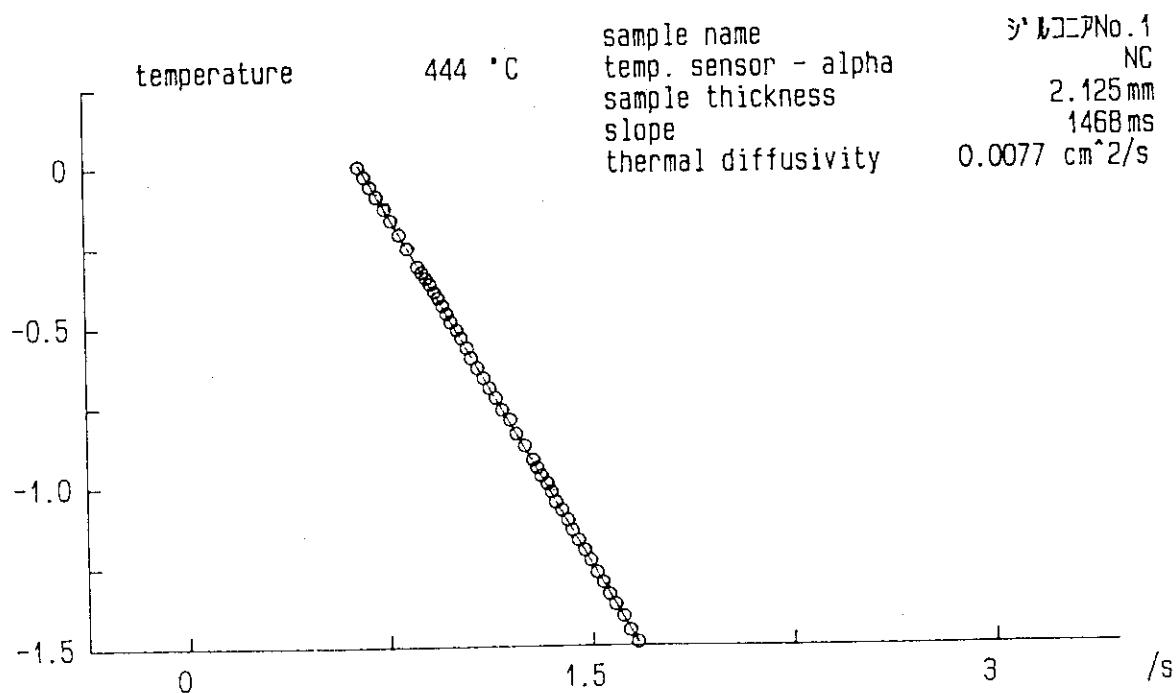


Fig. 3.67 ジルコニアの500°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

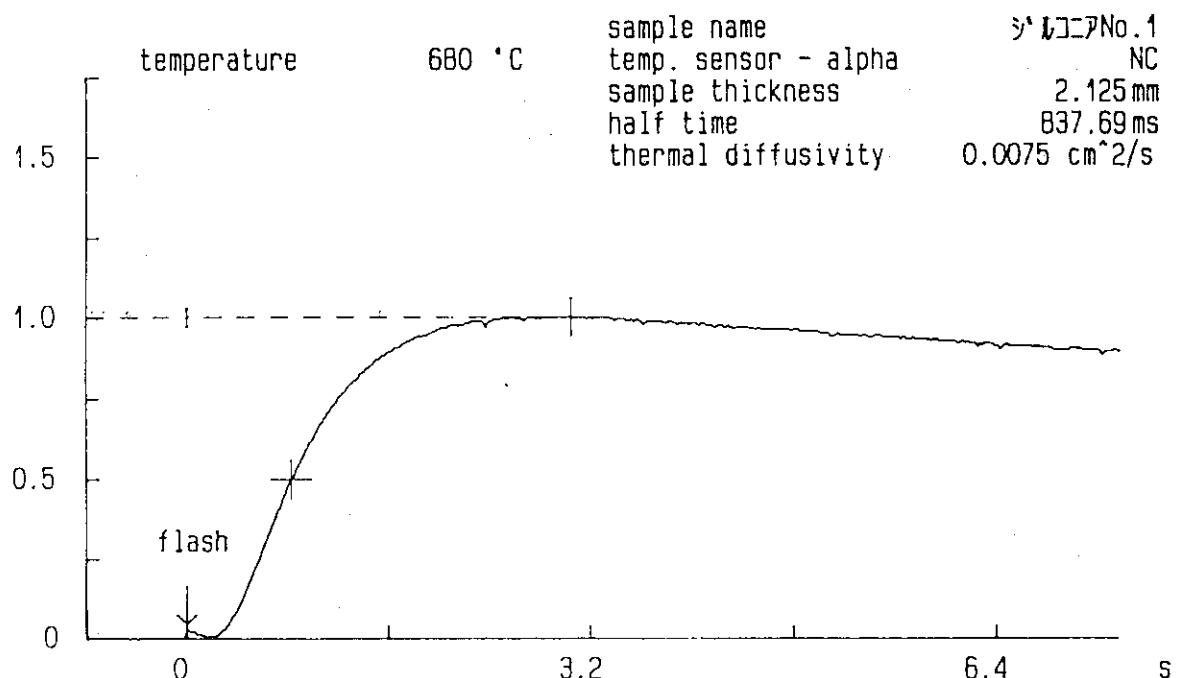


Fig. 3.68 ジルコニアの700°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

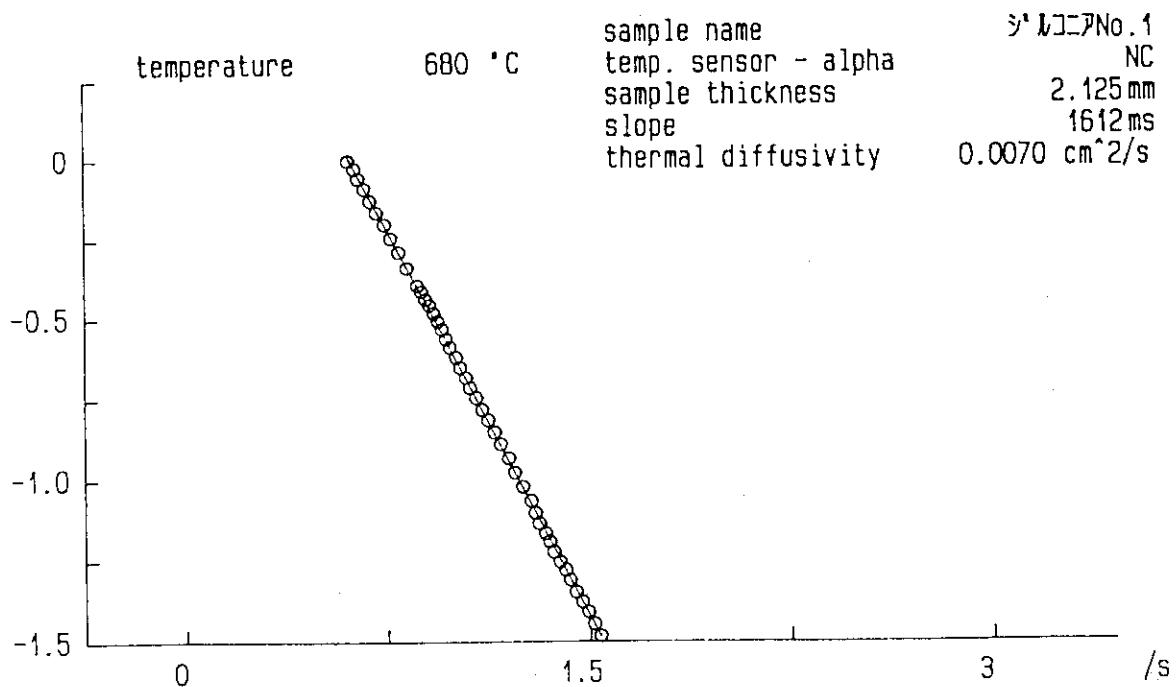


Fig. 3.69 ジルコニアの700°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

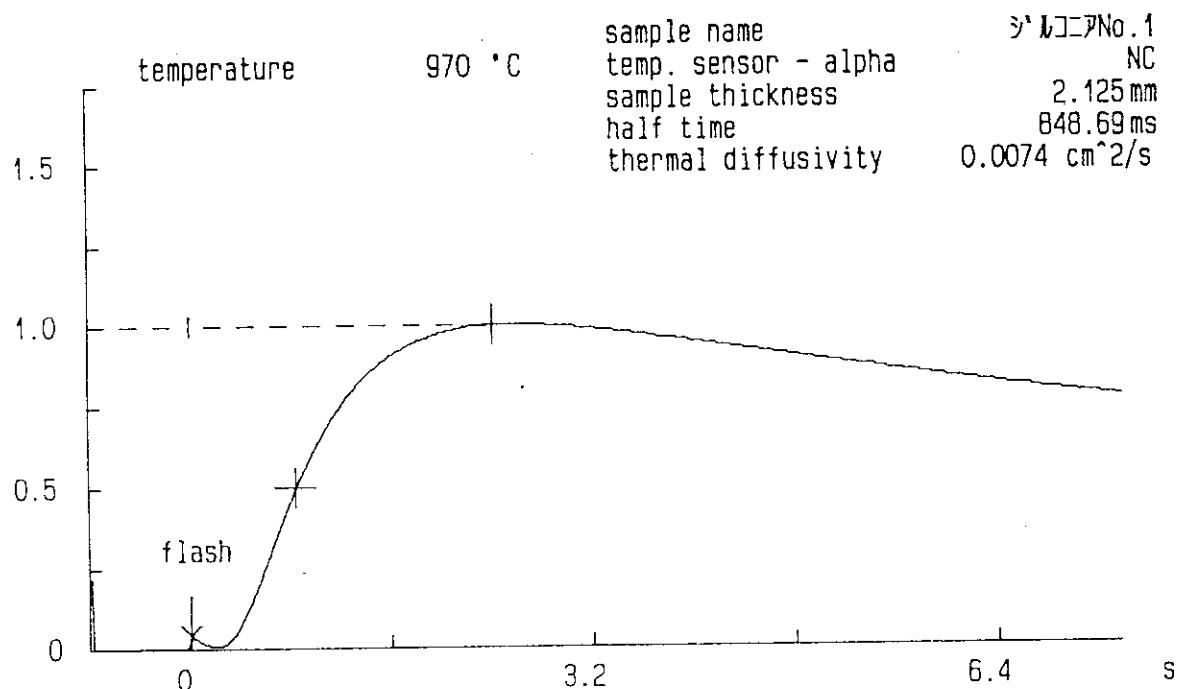


Fig. 3.70 ジルコニアの1000°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

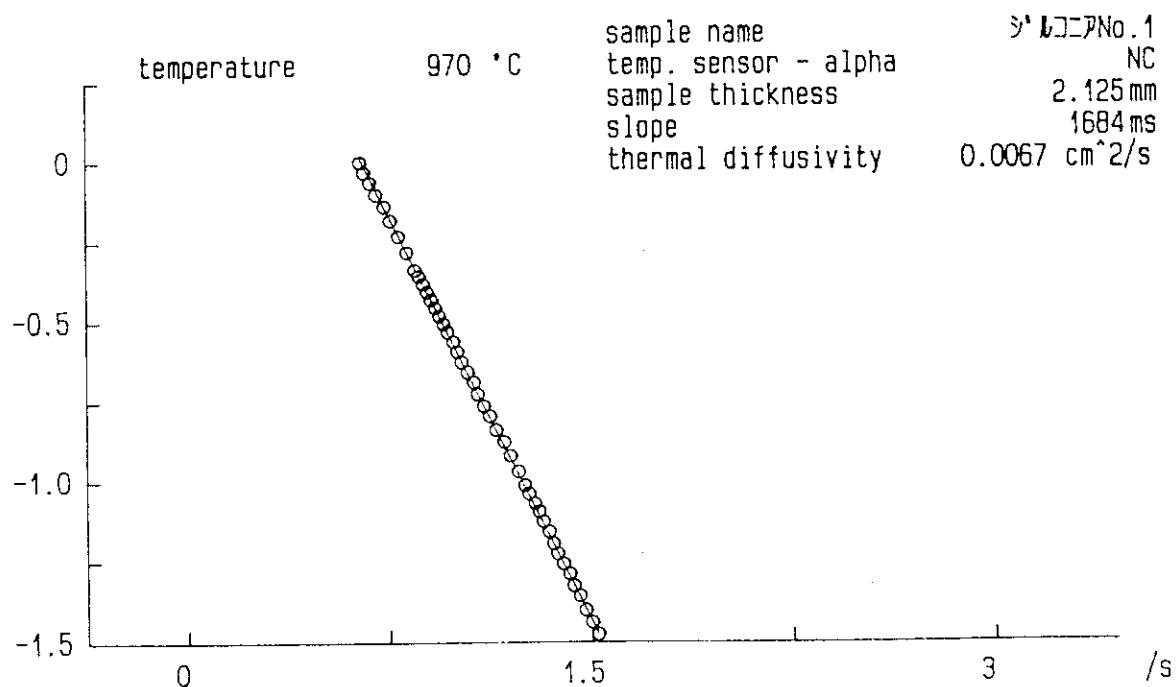


Fig. 3.71 ジルコニアの1000°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

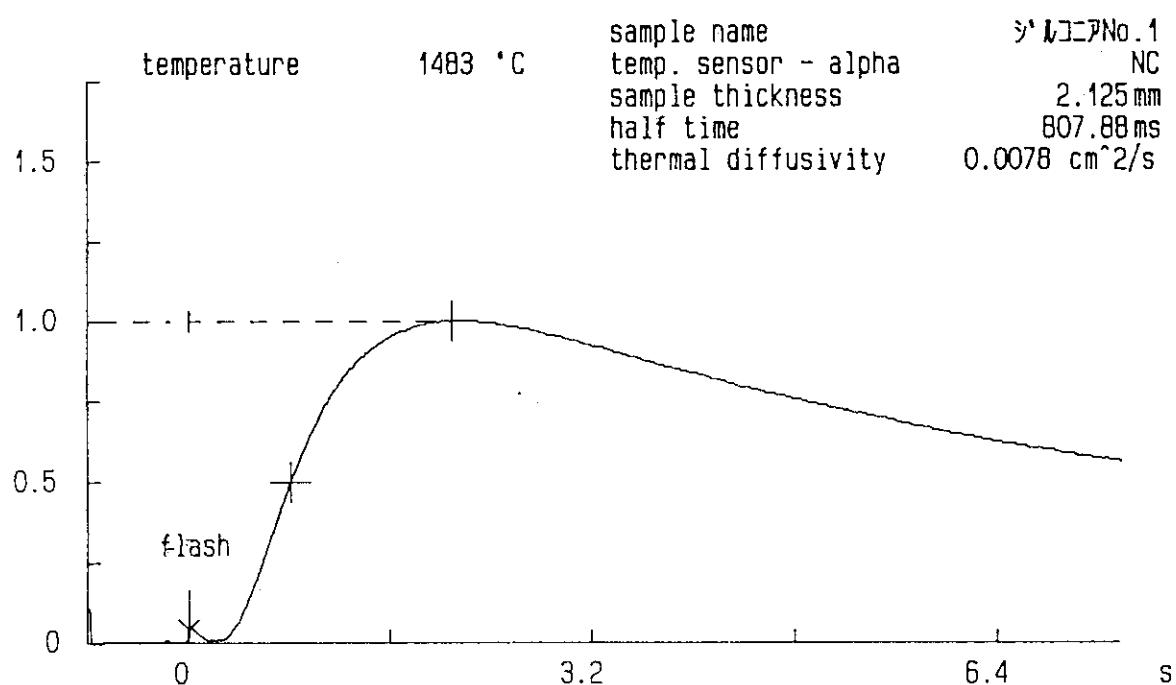


Fig. 3.72 ジルコニアの1500°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

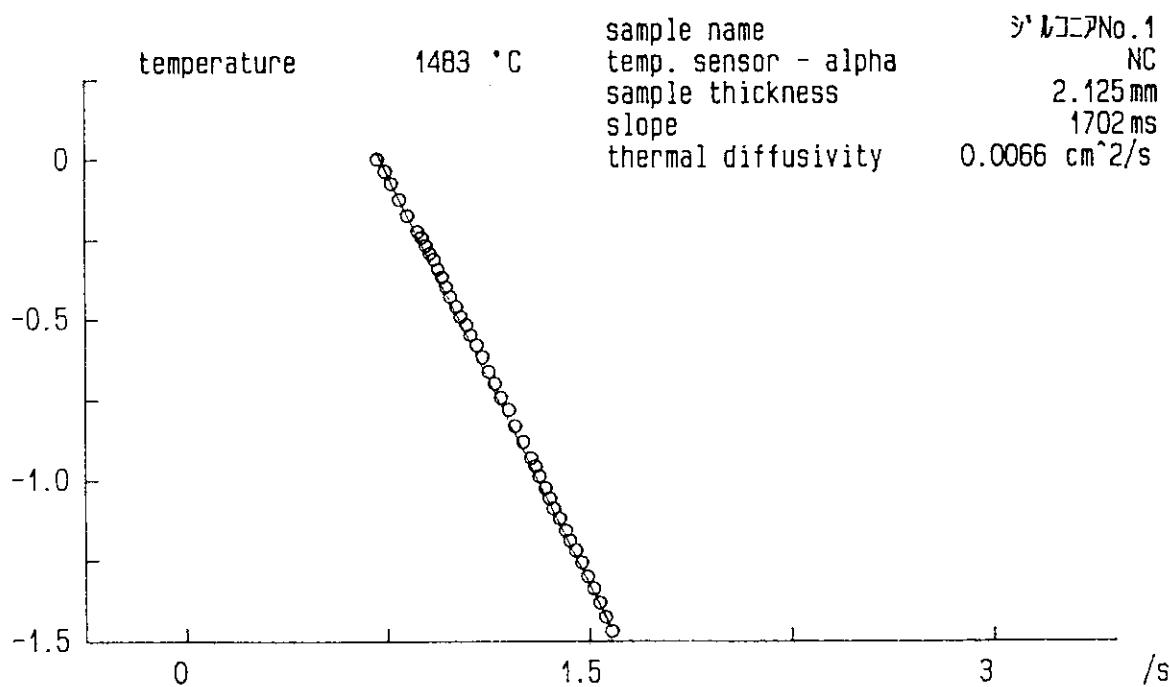


Fig. 3.73 ジルコニアの1500°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

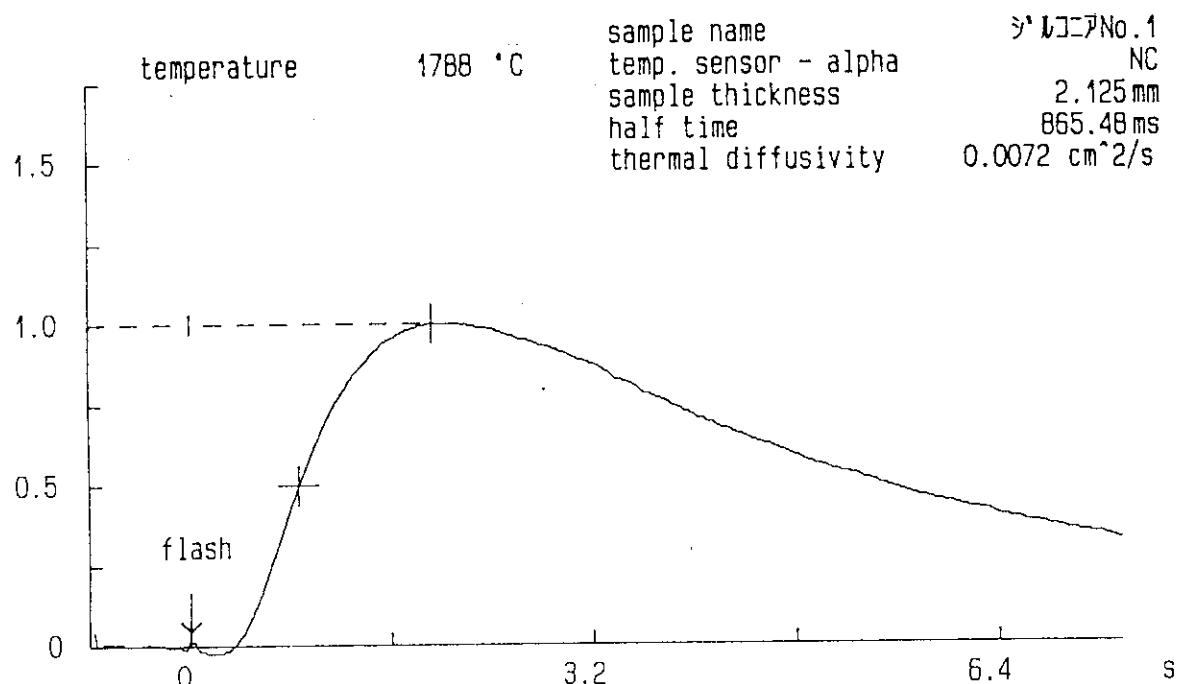


Fig. 3.74 ジルコニアの1800°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

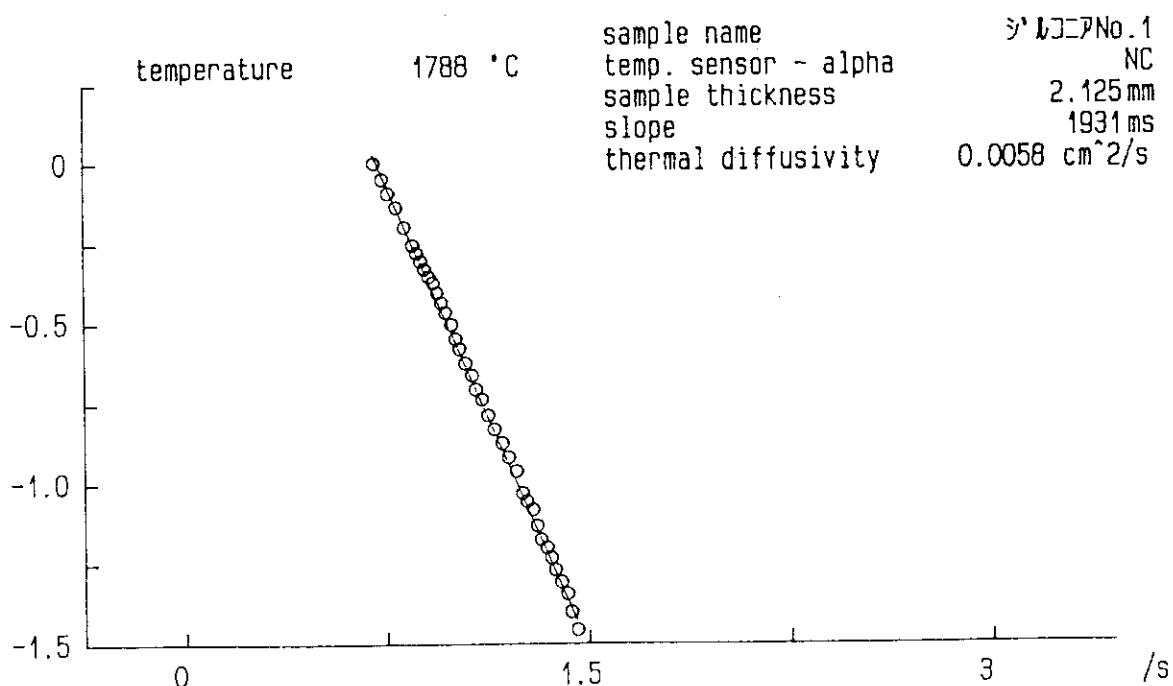


Fig. 3.75 ジルコニアの1800°Cにおける対数法解析曲線

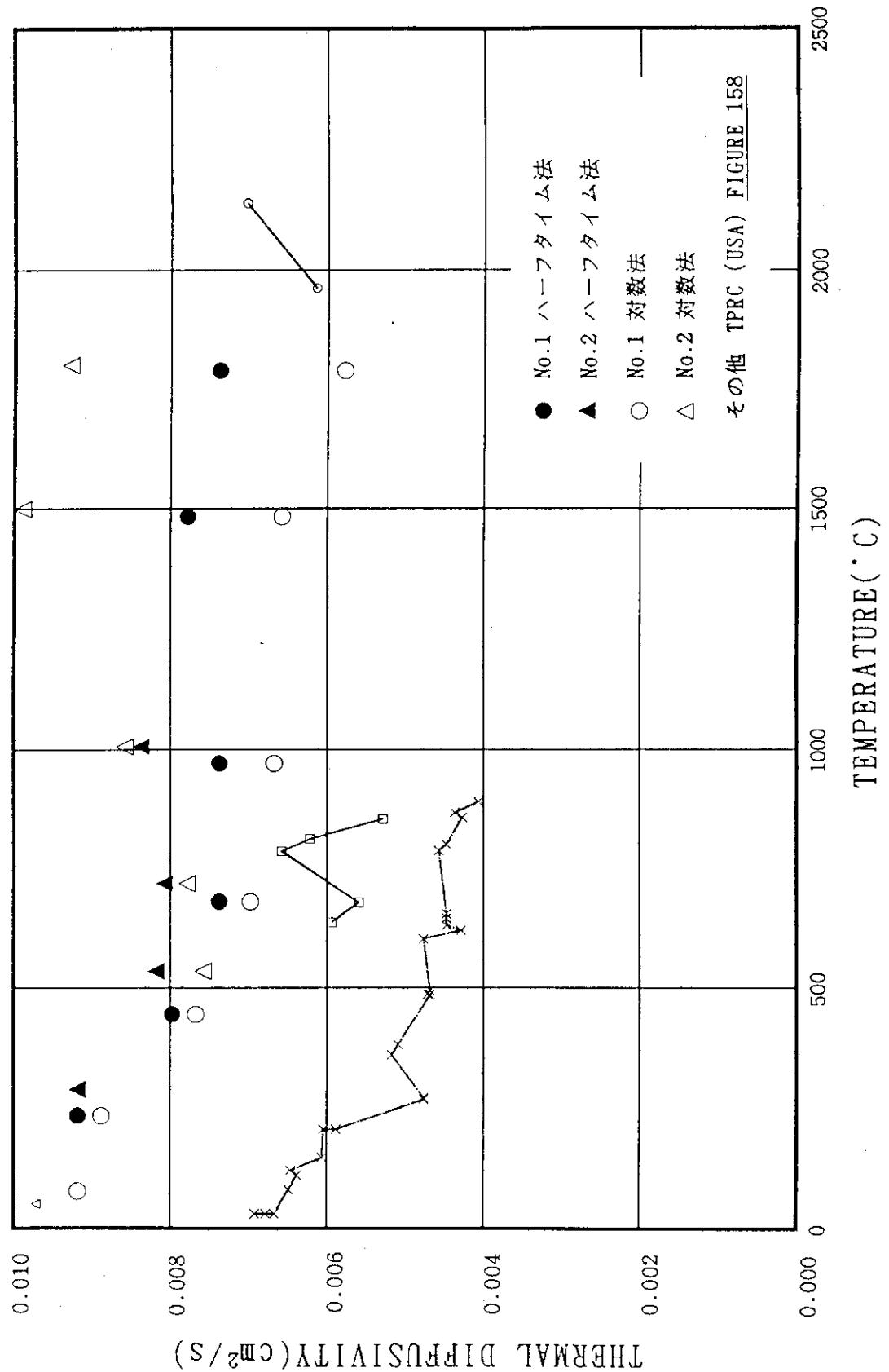


Fig. 3.76 ジルコニアの熱拡散率測定値

Measurement of Thermal Diffusivity

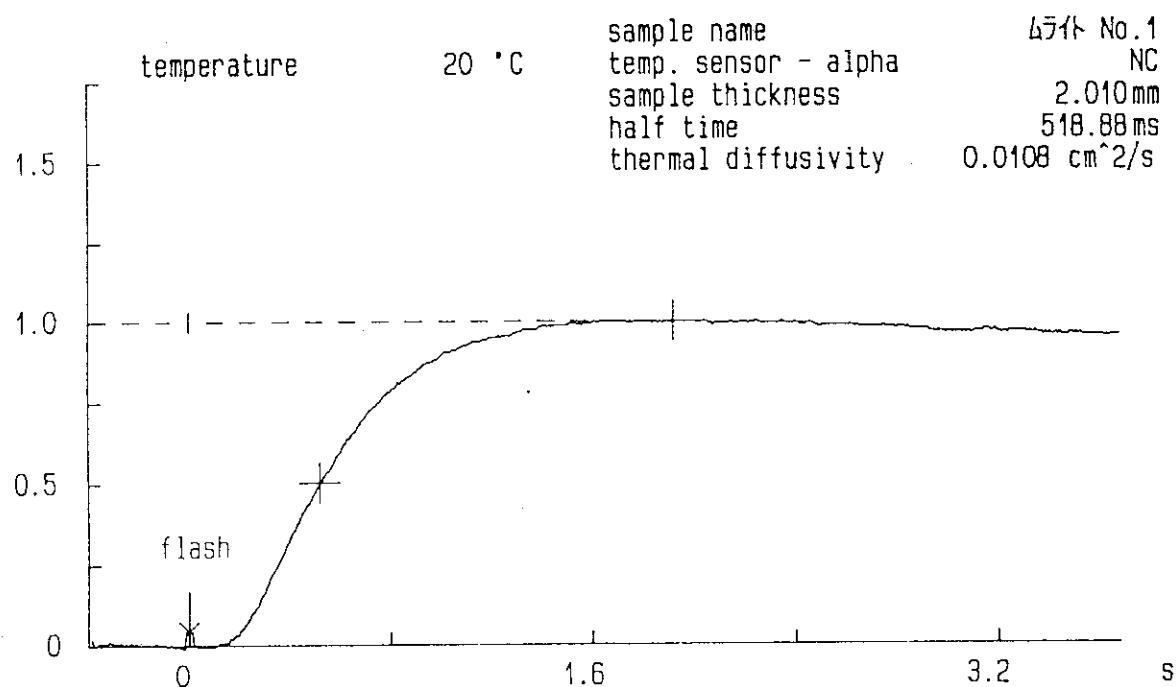


Fig. 3.77 ムライトの室温における温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

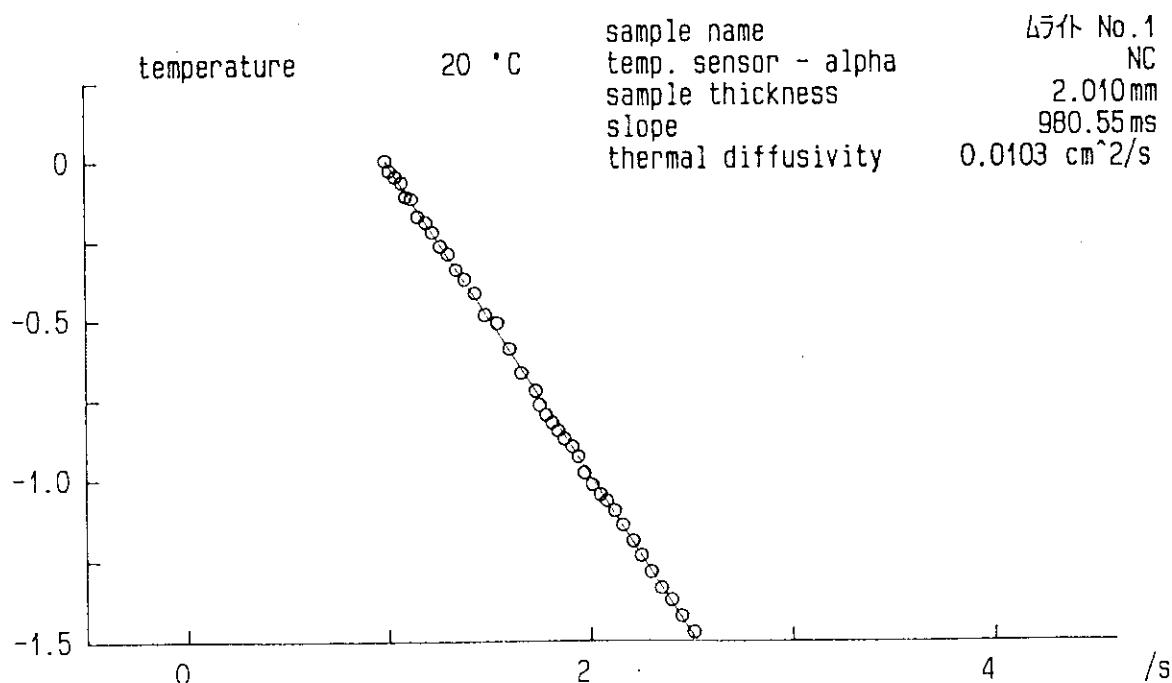


Fig. 3.78 ムライトの室温における対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

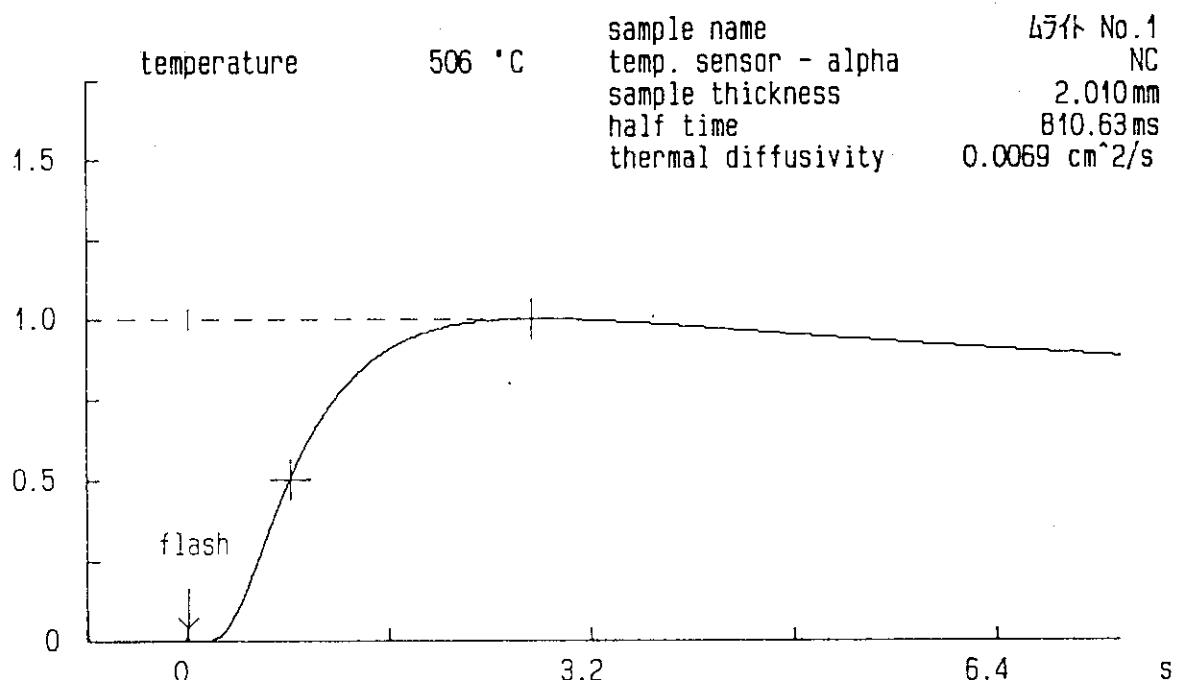


Fig. 3.79 ムライトの500°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

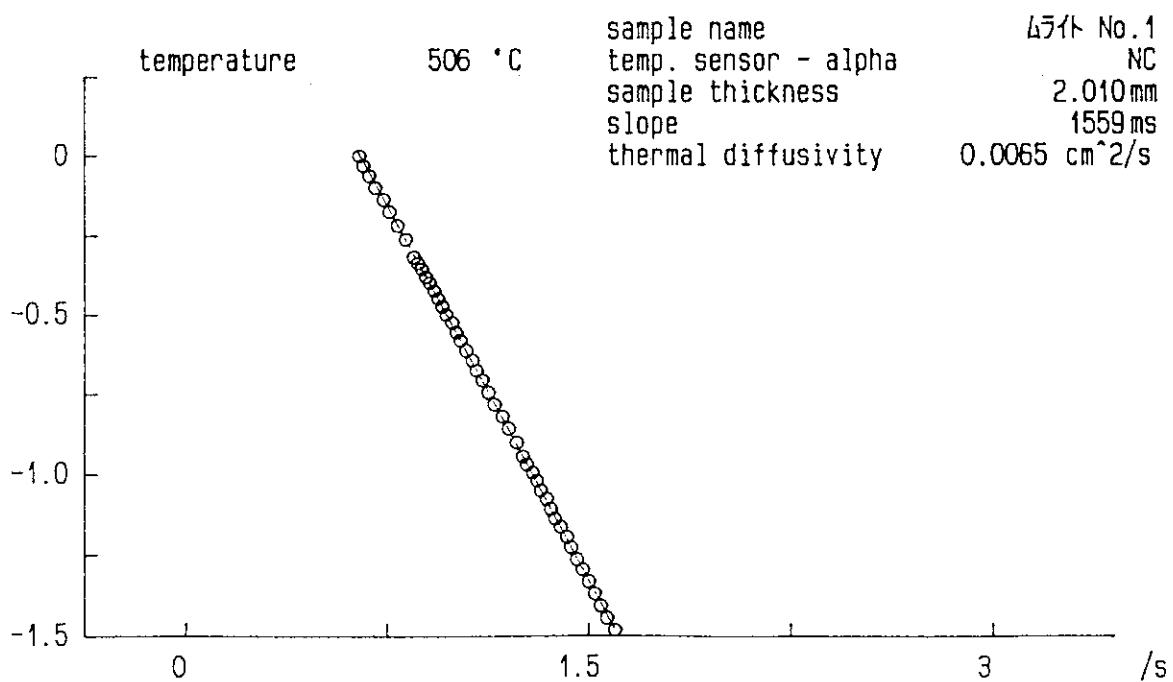


Fig. 3.80 ムライトの500°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

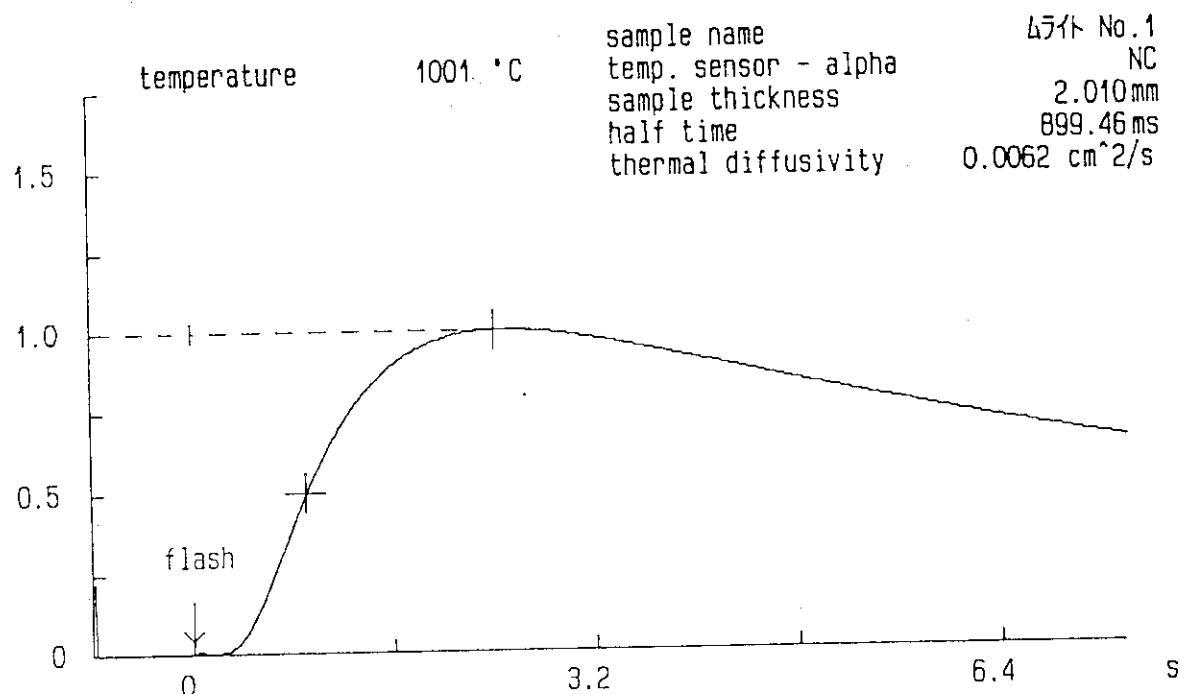


Fig. 3.81 ムライトの1000°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

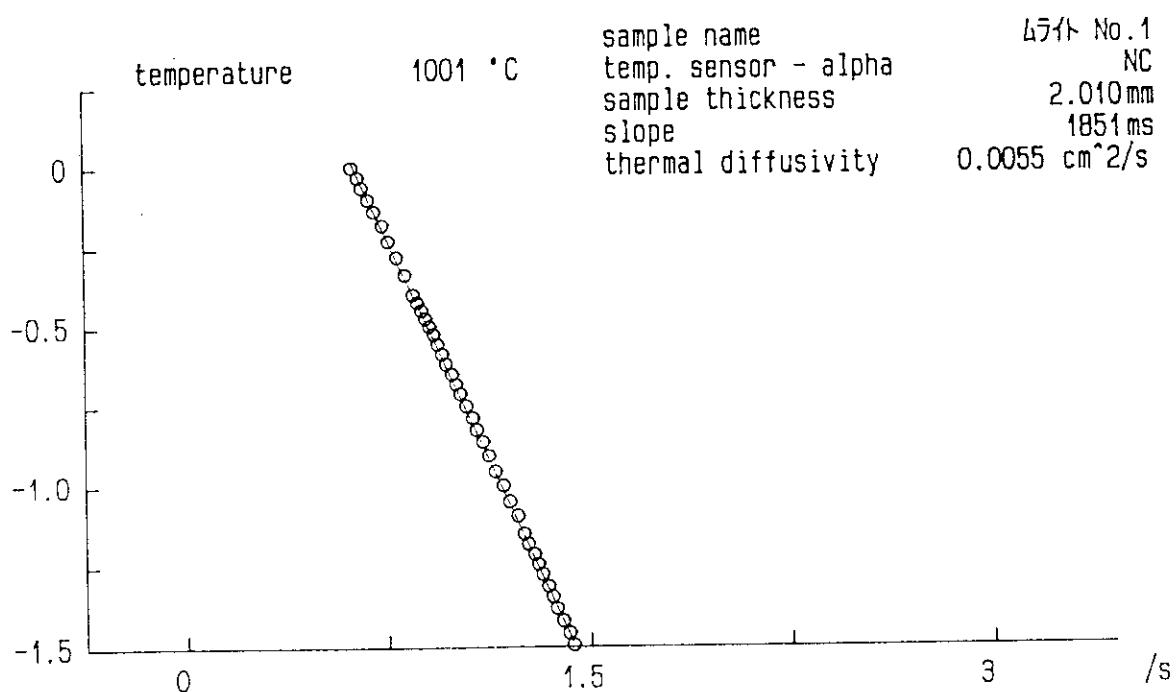


Fig. 3.82 ムライトの1000°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

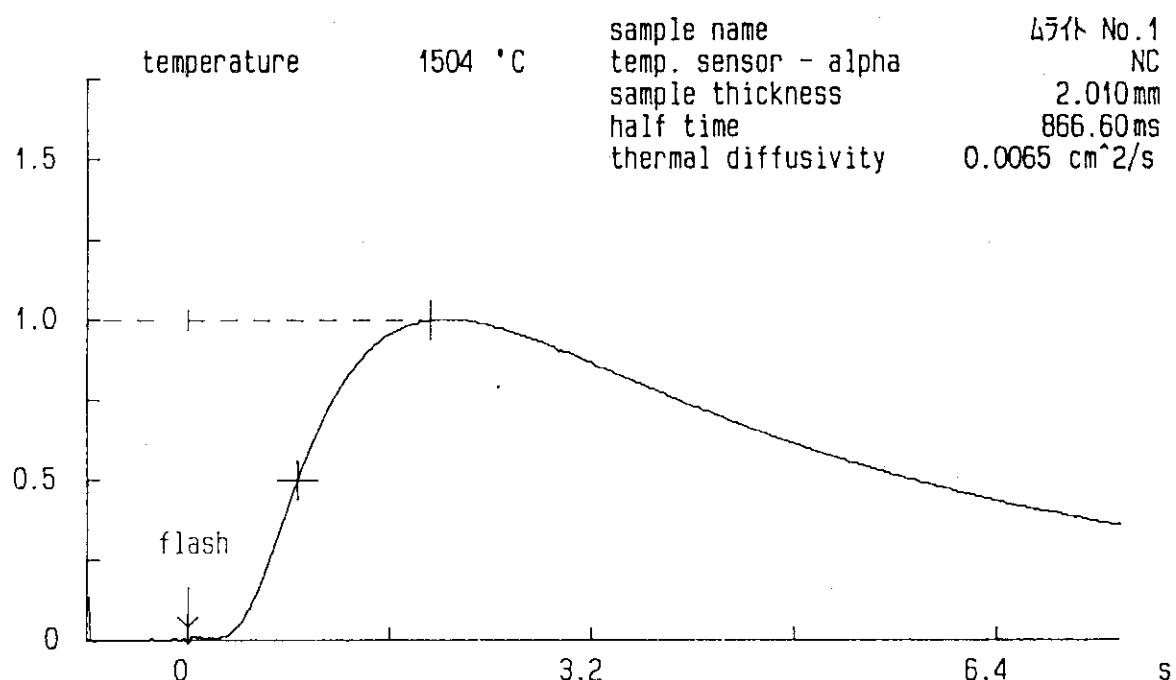


Fig. 3.83 ムライトの1500°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

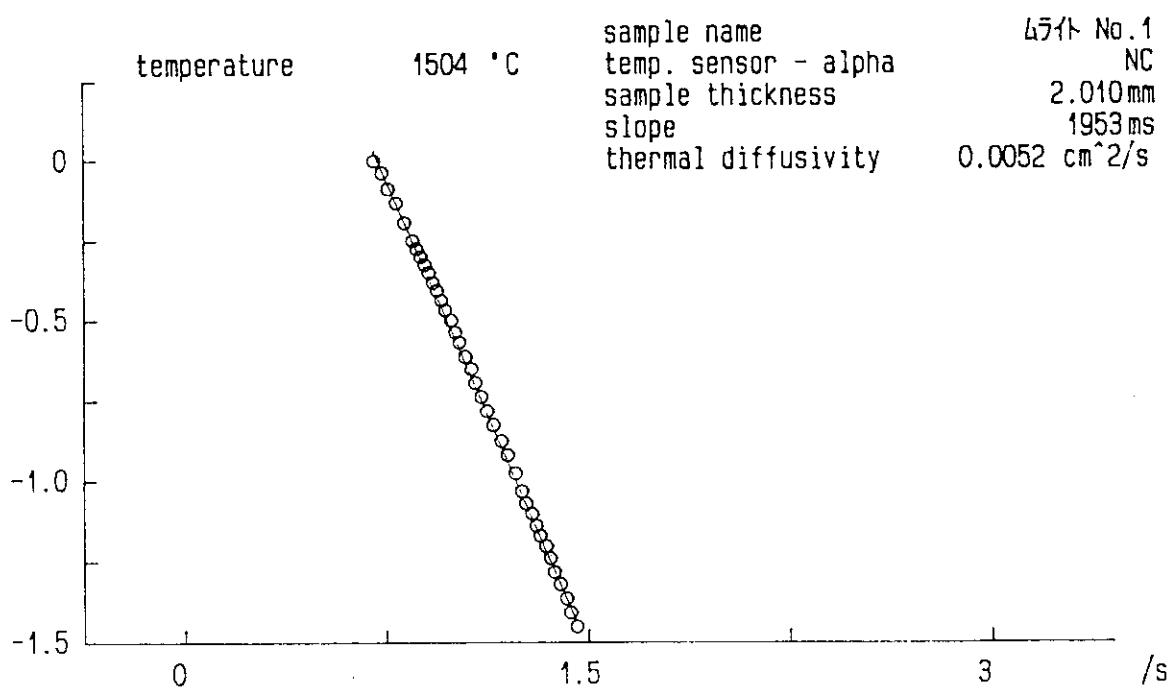


Fig. 3.84 ムライトの1500°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

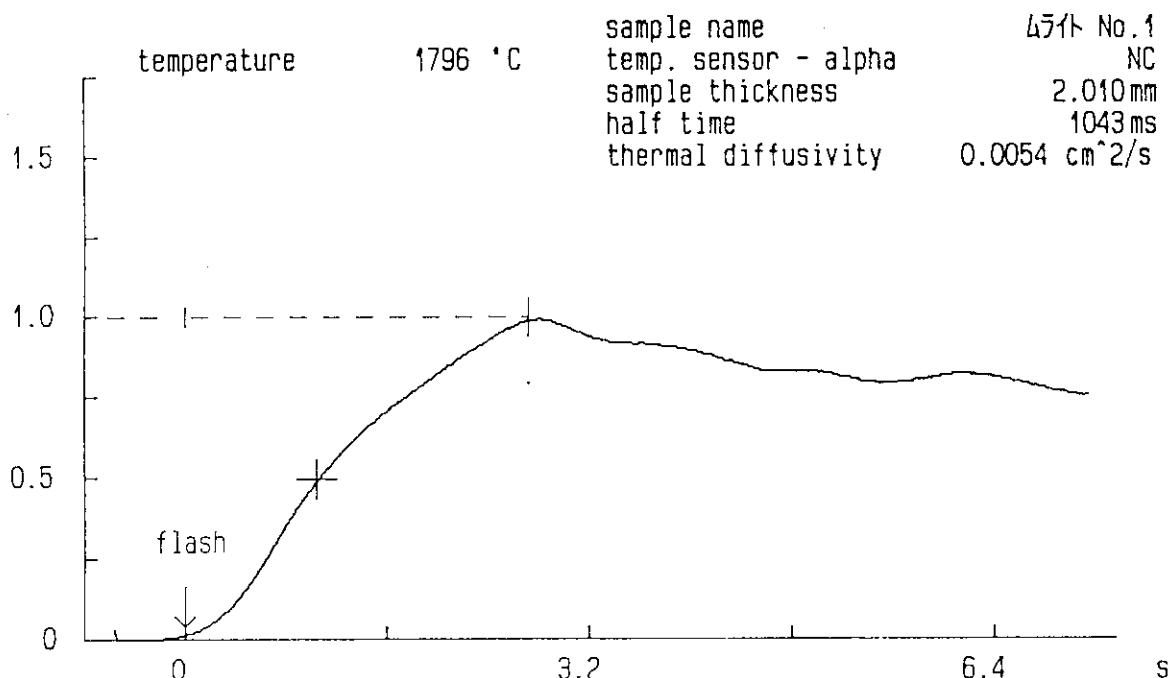


Fig. 3.85 ムライトの1800°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

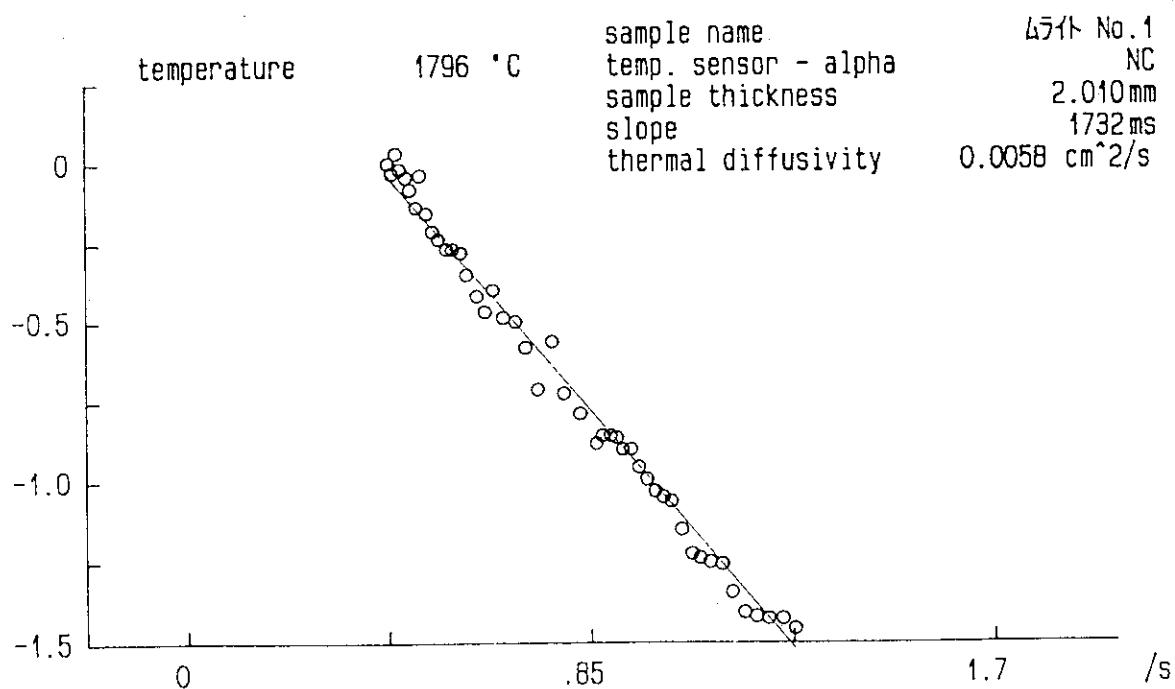


Fig. 3.86 ムライトの1800°Cにおける対数法解析曲線

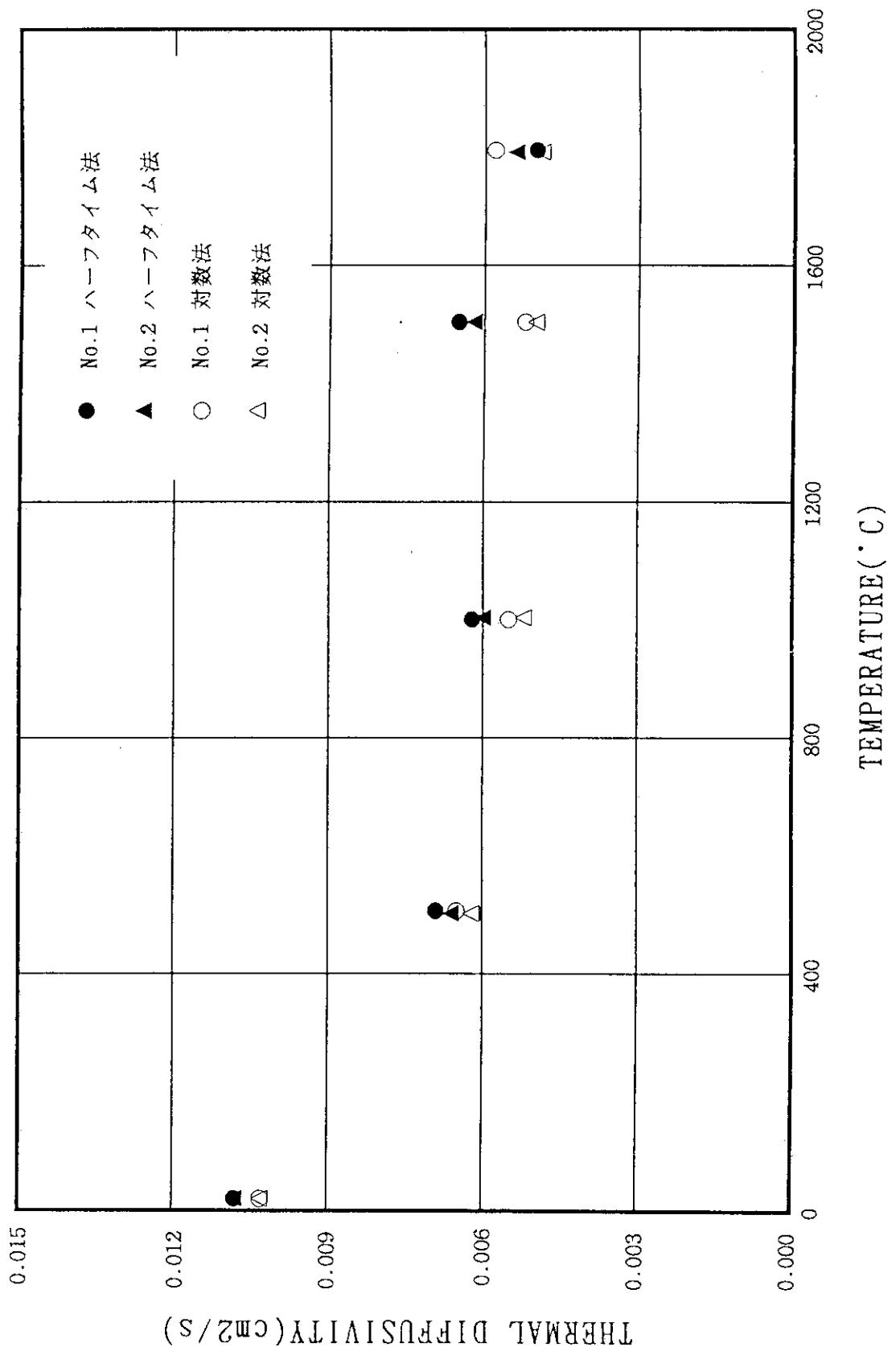


Fig. 3.87 ムライトの熱拡散率測定値

Measurement of Thermal Diffusivity

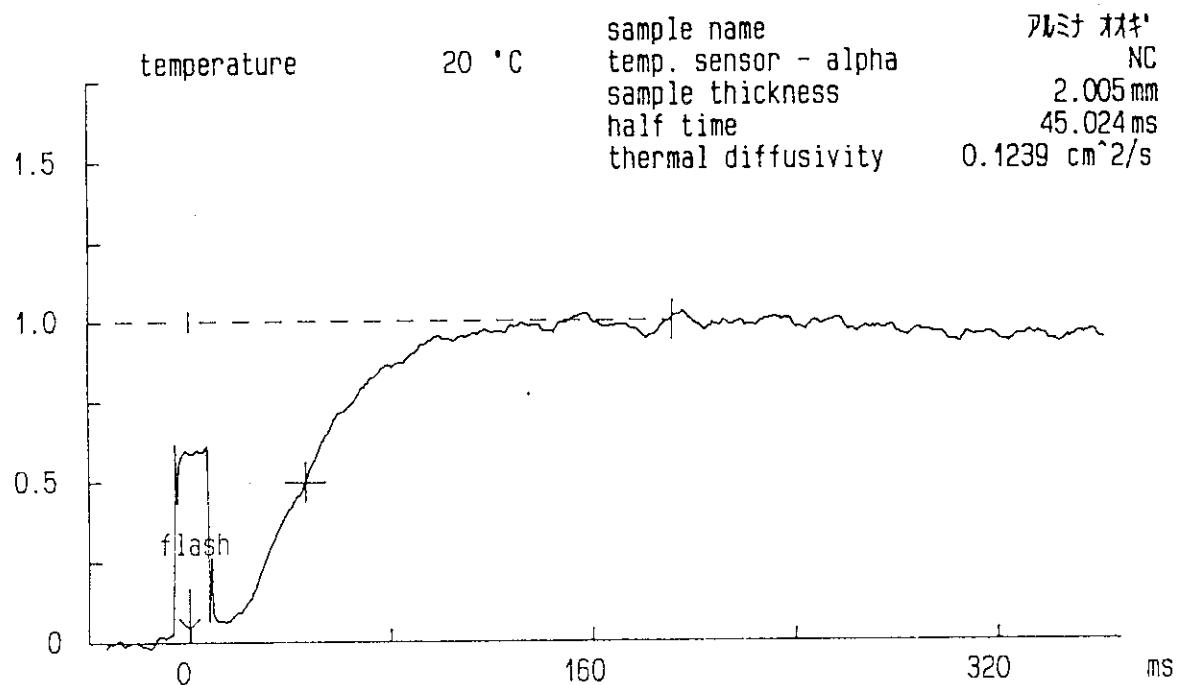


Fig. 3.88 扇形アルミナの室温における温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

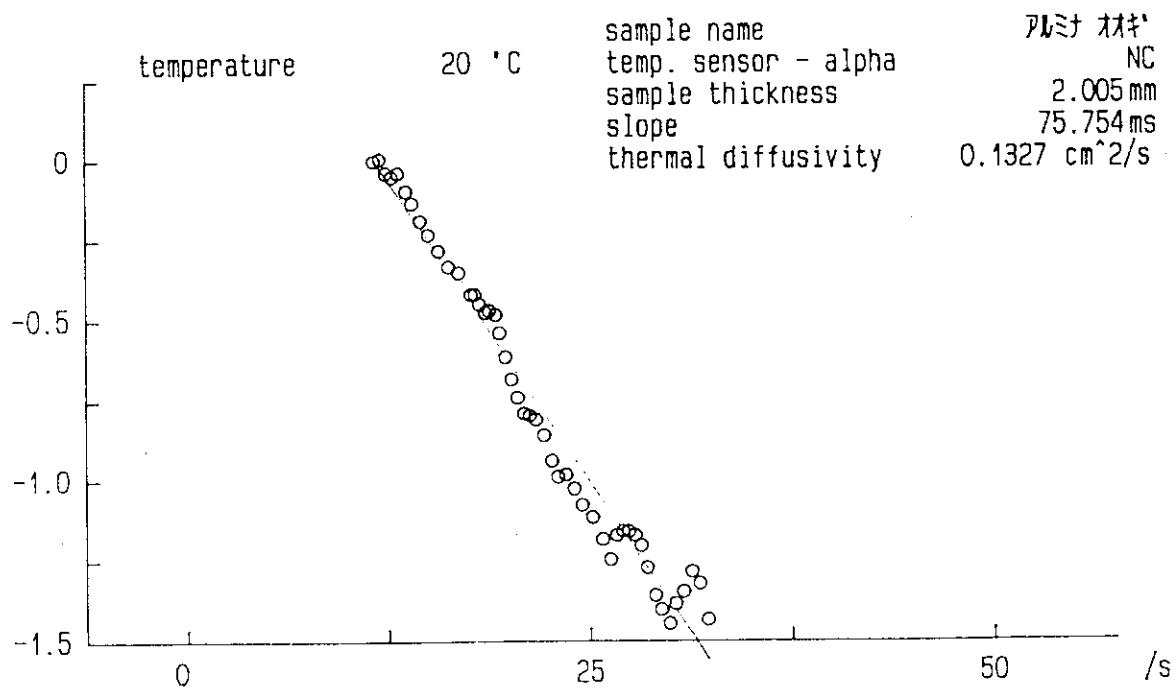


Fig. 3.89 扇形アルミナの室温における対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

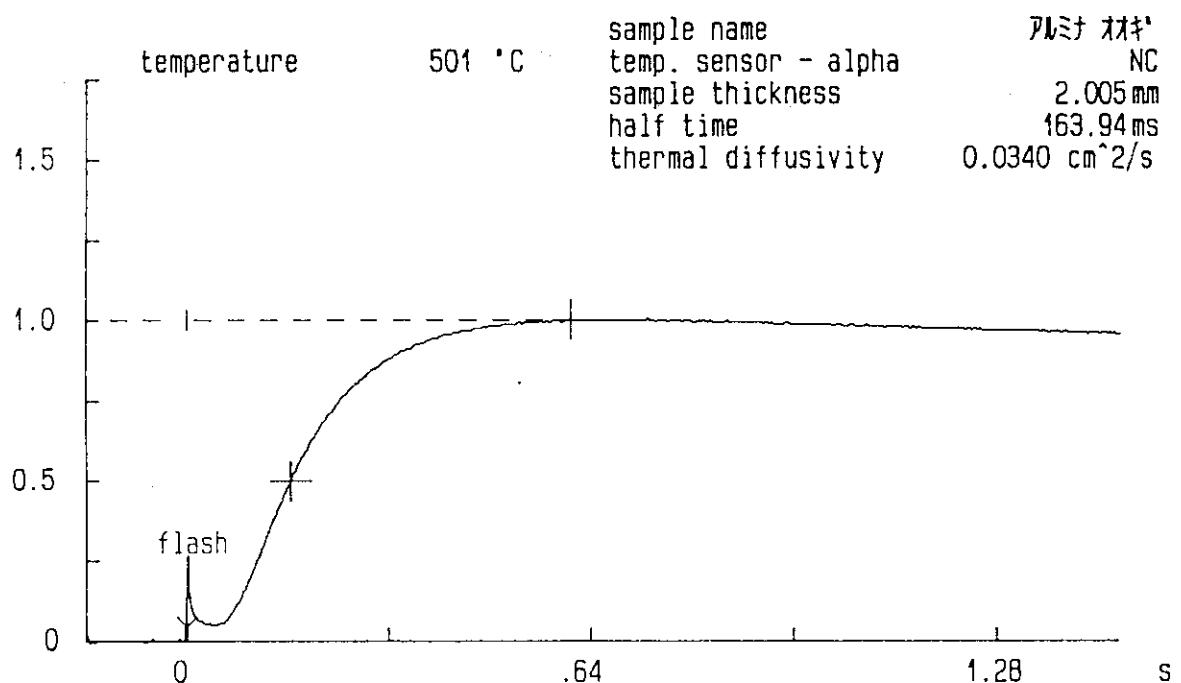


Fig. 3.90 扇形アルミナの500°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

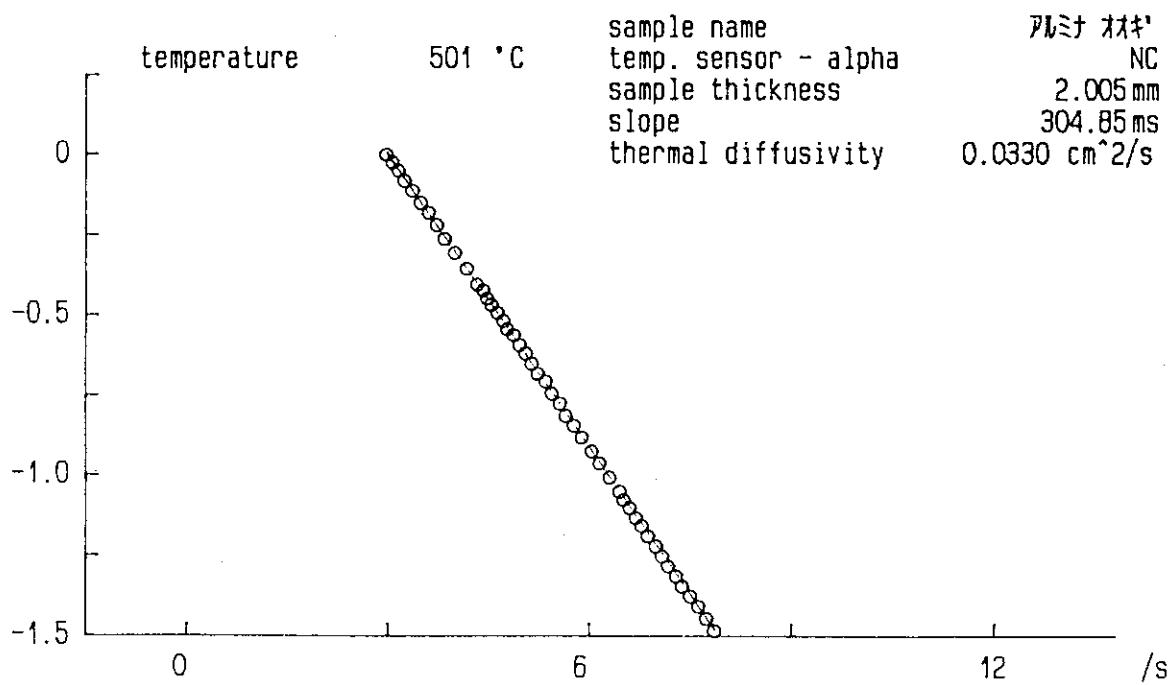


Fig. 3.91 扇形アルミナの500°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

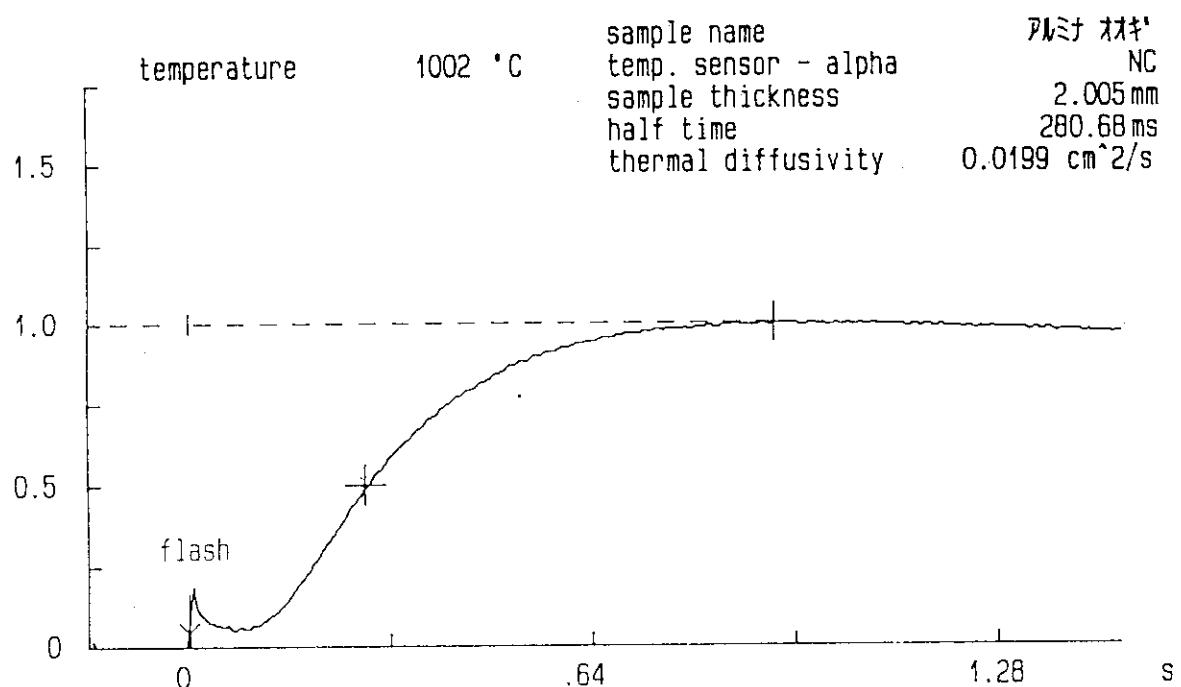


Fig. 3.92 扇形アルミナの1000°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

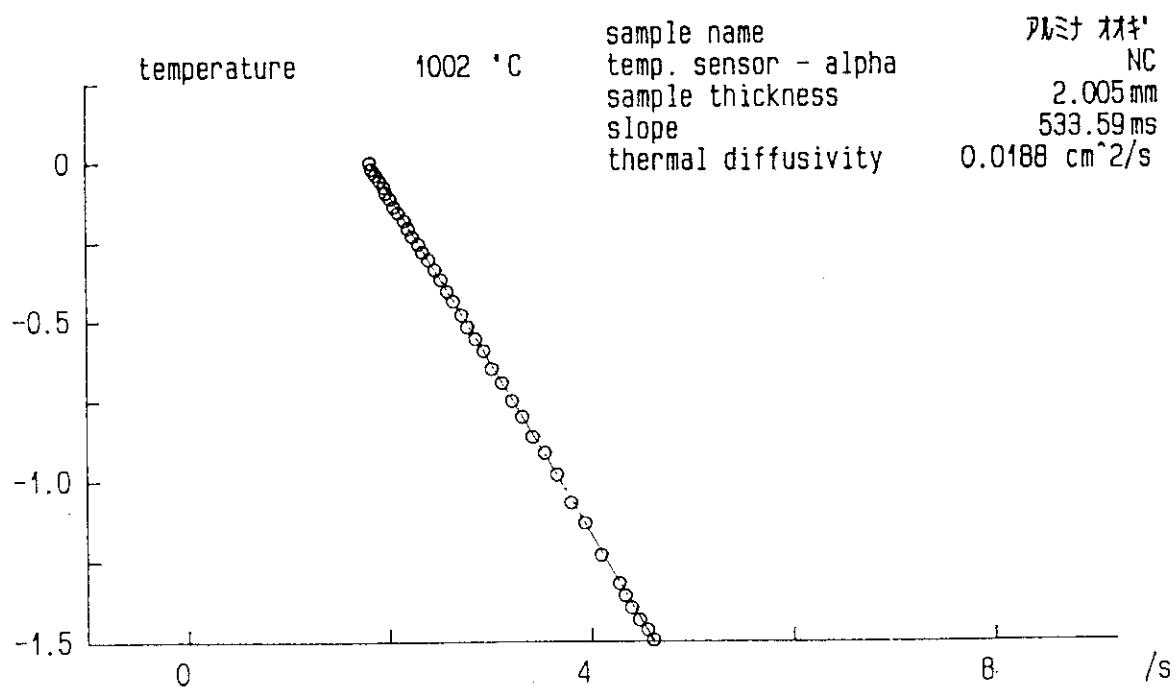


Fig. 3.93 扇形アルミナの1000°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

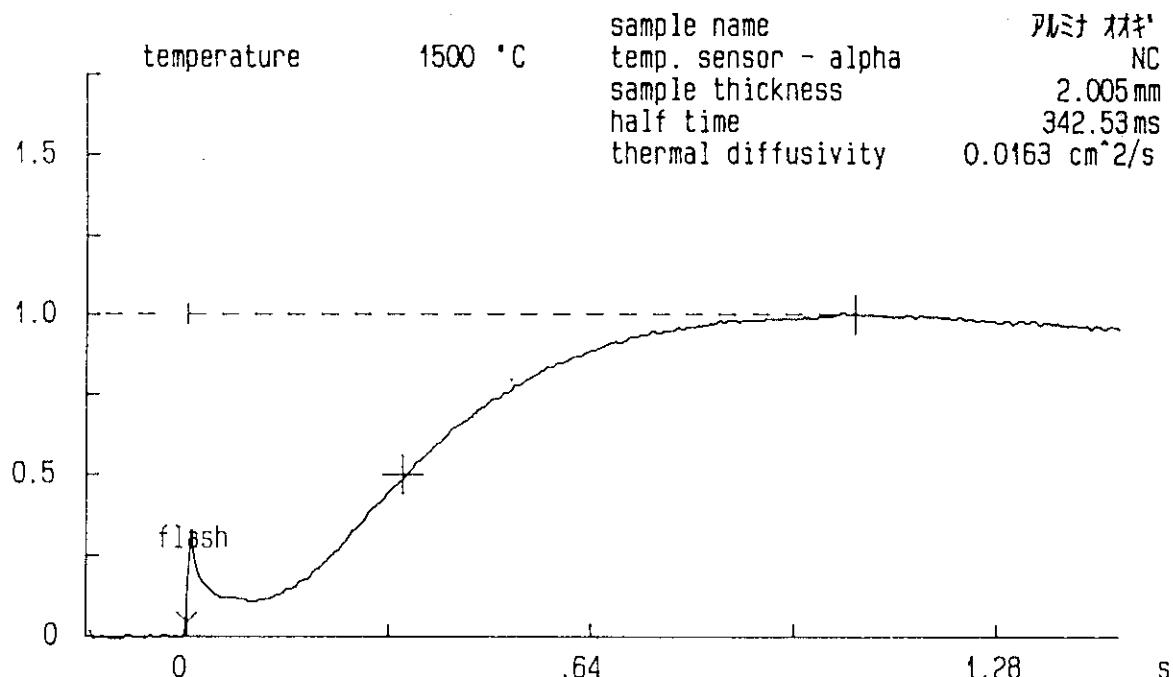


Fig. 3.94 扇形アルミナの1500°Cにおける温度履歴曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

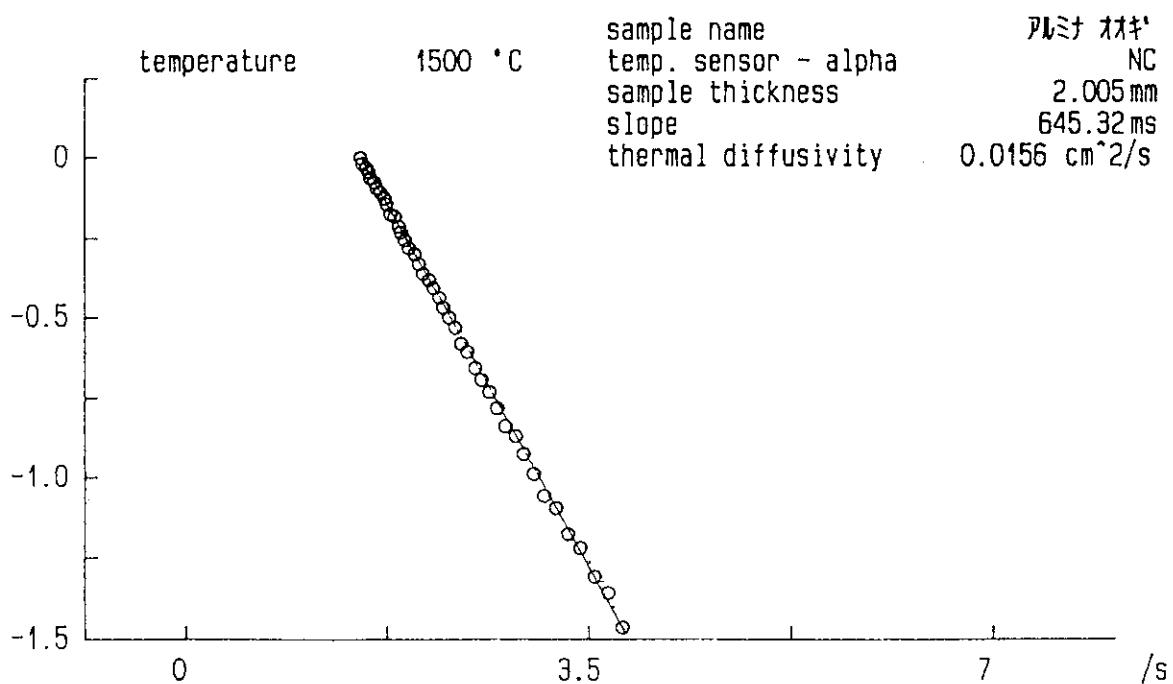


Fig. 3.95 扇形アルミナの1500°Cにおける対数法解析曲線

Measurement of Thermal Diffusivity

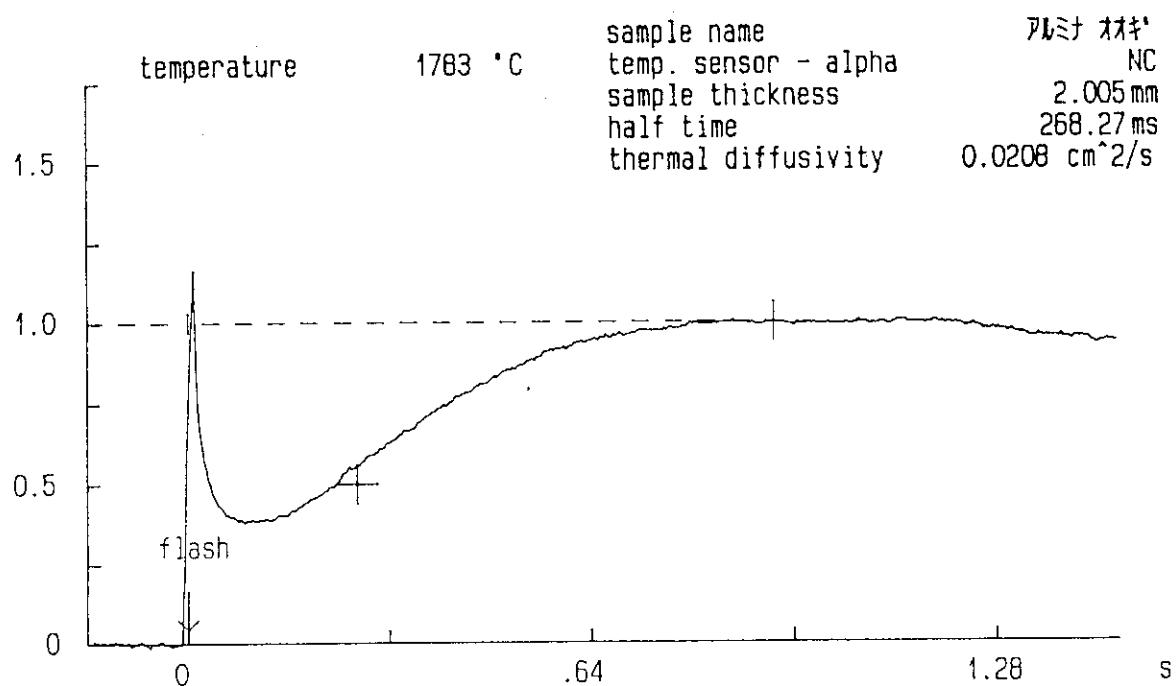


Fig. 3.96 扇形アルミナの1800°Cにおける温度履歴曲線

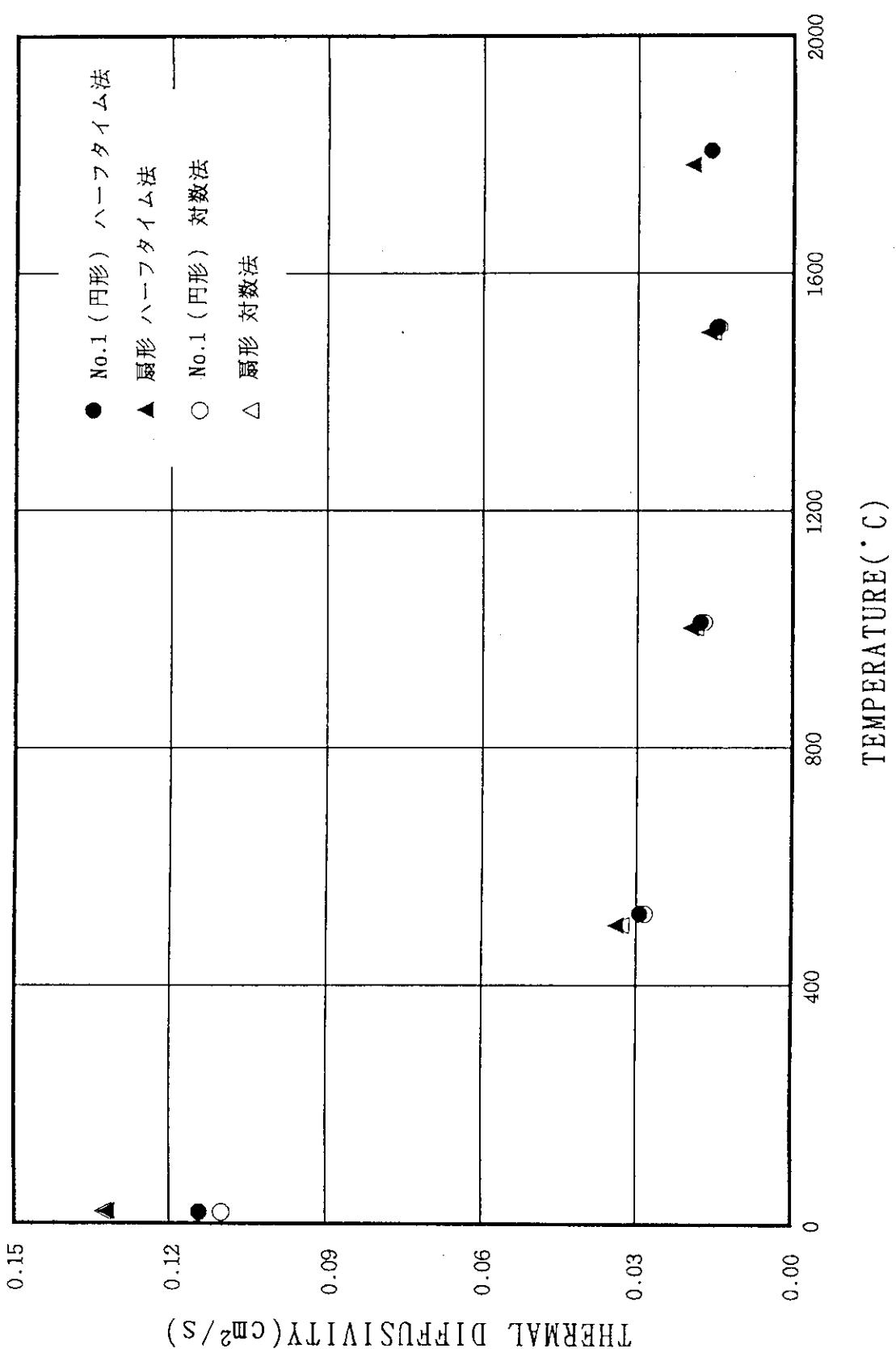


Fig. 3.97 扇形アルミナの熱拡散率測定値

4. 考察および結論

(1) タンタル試料

装置の性能および特性を確認するために、タンタル試料(厚さ1mm、直径10、5、3mm)を使用し、試料温度を室温から1800°Cの間で熱拡散率を測定した。その結果、各測定値のばらつきがハーフタイム法においては、最大でも±5%以内で良い一致が得られた。また、対数法でも一部にばらつきが大きいところがみられたが、ほとんどの値が±6%以内であった。米国TPRCのタンタルデータとの比較においては、特に良い一致が得られた。

試料が円形以外の場合における、測定データの形状依存性の確認においては、直径3mmの内接円のとれる扇形小片を用いて測定したところ、ハーフタイム法の結果では、試料面積が大きくなるにしたがって、標準の直径3mm試料の測定値との差が大きくなる傾向がみられた。しかし、対数法の解析結果では、試料面積の変動に関係なく、10%前後で顕著な差は認められなかった。核燃料が照射によって割れが生じて、小片となった燃料ペレットについても対数法を用いれば測定・解析が可能であることが分かった。

(2) セラミック試料

セラミック（アルミナ、ジルコニア、ムライト）試料の熱拡散率測定値のばらつきは、最大で±7%であり、タンタル試料の値に近い結果が得られた。

アルミナ試料の熱拡散率測定結果と米国TPRCのアルミナの測定結果との比較においては、大差がみられなかった。ただし、アルミナ試料の測定結果において、試料裏面における温度履歴曲線を確認すると、測定試料温度が高くなるにつれてレーザー光照射後の温度履歴ベースが高くなっている。このため1800°Cにおける対数法の解析が行えなかった。これは測定試料温度が高温になってくると、アルミナ試料表面に塗布したカーボンの揮発が多くなってくることと、アルミナ自体がレーザー光を透過しやすくなる性質から起った現象と思われる。よって、米国TPRCのアルミナの熱拡散率より測定結果がやや大きな値となったのは、温度履歴ベースが上記の理由により高くなり、ハーフタイム値が小さく計算されたためと思われる。

アルミナ試料を用いた熱拡散率の形状依存性の確認においては、円形試料の測定結果と比較したところ、室温および1800°Cの測定結果においては約20%の差があったが、その他の温度においては、ハーフタイム法と対数法共に約10%で一致していた。

ジルコニア試料の熱拡散率測定結果においては、米国TPRCのジルコニアのデータ（純ジルコニア）と測定に用いた5%Y₂O₃が含まれたジルコニアとは単純に比較することはできない。しかし、熱拡散率の測定値はほぼ同程度であった。ジルコニアのような低い熱拡散率を持つ試料でも測定が可能であることが確認できた。ジルコニアの熱拡散率測定値が1000°Cを超えてくると、ハーフタイム法と対数法との解析結果に差がでてくるが、これはジルコニアが高温になってくると、試料ホルダーへの熱の逃げが無視できなくなり、ハーフタイム法では誤差が大きくなってくると思われる。

ムライト試料の1800°Cにおける測定結果では、ムライトの融点（約1850°C）に近いため測定温度履歴に変動が多かったが熱拡散率の測定は可能であった。したがって、試料が融点近い場合でも、熱拡散率の測定が可能であることが確認できた。

これら3種類のセラミックの熱拡散率が精度良く測定できることから、熱拡散率がほぼ同等であるUO₂核燃料ペレットの測定に、本装置が適用できることが確認できた。

(3) 試料作製試験

拡散率測定用試料の作製確認試験においては、作製した試料面内における試料厚さの最大ばらつきが±0.01mmであり、熱拡散率測定試料として使用可能である試料を作製できることが確認できた。

5. あとがき

核燃料の熱特性データの把握は、軽水炉燃料の高燃焼度化を進めるに当たり重要な物性値であり、本装置の開発によって熱特性データの一つである熱伝導率（熱拡散率）が測定できるようになった。また、核燃料のみならず燃料デブリ試料や原子炉材料の高融点セラミック試料等の幅広い分野の熱拡散率等の測定に活用できることを期待している。

終わりに、本稿をまとめるにあたり多くの御助言を与え、ご指導して下さった石本ホット試験室長、菊地ホット試験室次長、山原ホット試験技術課長を始め関係者諸氏に対して、また、セラミック試料を貸与して下さった燃料挙動安全研究室・中村博士の好意に対して深く感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 福島 他：「U-Pu混合炭化物系燃料用熱定数測定装置の試作と性能試験」，JAERI-M 8299 (1979年6月)
- 2) 原田：「フラッシュ法による熱拡散率の測定」，熱測定 13(3) 1986
- 3) 安積：「レーザーフラッシュ法の測定技術」，金属 '92/9臨時増刊号
- 4) ASTM Committee：「Standard Test Method for Thermal Diffusivity of Solids by the Flash Method」，E 1461-92
- 5) 日本工業規格：「ファインセラミックスのレーザフラッシュ法による熱拡散率・比熱容量・熱伝導率試験方法」，JIS R 1611-1991
- 6) 高橋，山本，大里：「レーザーフラッシュ法熱拡散率測定における新しい解析法—対数法一の優位性」，熱測定 15(3) 1988
- 7) 串田 他：「ペレット熱伝導率測定装置に係わる遮蔽計算」，私信
- 8) A Comprehensive Compilation of Data by the Thermophysical Properties Research Center (TPRC)：「Purdue University Thermophysical Properties of Matter, The TPRC Data Series」，Volume 10

これら3種類のセラミックの熱拡散率が精度良く測定できることから、熱拡散率がほぼ同等であるUO₂核燃料ペレットの測定に、本装置が適用できることが確認できた。

(3) 試料作製試験

拡散率測定用試料の作製確認試験においては、作製した試料面内における試料厚さの最大ばらつきが±0.01mmであり、熱拡散率測定試料として使用可能である試料を作製できることが確認できた。

5. あとがき

核燃料の熱特性データの把握は、軽水炉燃料の高燃焼度化を進めるに当たり重要な物性値であり、本装置の開発によって熱特性データの一つである熱伝導率（熱拡散率）が測定できるようになった。また、核燃料のみならず燃料デブリ試料や原子炉材料の高融点セラミック試料等の幅広い分野の熱拡散率等の測定に活用できることを期待している。

終わりに、本稿をまとめるにあたり多くの御助言を与え、ご指導して下さった石本ホット試験室長、菊地ホット試験室次長、山原ホット試験技術課長を始め関係者諸氏に対して、また、セラミック試料を貸与して下さった燃料挙動安全研究室・中村博士の好意に対して深く感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 福島 他：「U-Pu混合炭化物系燃料用熱定数測定装置の試作と性能試験」，JAERI-M 8299 (1979年6月)
- 2) 原田：「フラッシュ法による熱拡散率の測定」，熱測定 13(3) 1986
- 3) 安積：「レーザーフラッシュ法の測定技術」，金属 '92/9臨時増刊号
- 4) ASTM Committee：「Standard Test Method for Thermal Diffusivity of Solids by the Flash Method」，E 1461-92
- 5) 日本工業規格：「ファインセラミックスのレーザフラッシュ法による熱拡散率・比熱容量・熱伝導率試験方法」，JIS R 1611-1991
- 6) 高橋, 山本, 大里：「レーザーフラッシュ法熱拡散率測定における新しい解析法—対数法一の優位性」，熱測定 15(3) 1988
- 7) 串田 他：「ペレット熱伝導率測定装置に係わる遮蔽計算」，私信
- 8) A Comprehensive Compilation of Data by the Thermophysical Properties Research Center (TPRC)：「Purdue University Thermophysical Properties of Matter, The TPRC Data Series」，Volume 10

これら3種類のセラミックの熱拡散率が精度良く測定できることから、熱拡散率がほぼ同等であるUO₂核燃料ペレットの測定に、本装置が適用できることが確認できた。

(3) 試料作製試験

拡散率測定用試料の作製確認試験においては、作製した試料面内における試料厚さの最大ばらつきが±0.01mmであり、熱拡散率測定試料として使用可能である試料を作製できることが確認できた。

5. あとがき

核燃料の熱特性データの把握は、軽水炉燃料の高燃焼度化を進めるに当たり重要な物性値であり、本装置の開発によって熱特性データの一つである熱伝導率（熱拡散率）が測定できるようになった。また、核燃料のみならず燃料デブリ試料や原子炉材料の高融点セラミック試料等の幅広い分野の熱拡散率等の測定に活用できることを期待している。

終わりに、本稿をまとめるにあたり多くの御助言を与え、ご指導して下さった石本ホット試験室長、菊地ホット試験室次長、山原ホット試験技術課長を始め関係者諸氏に対して、また、セラミック試料を貸与して下さった燃料挙動安全研究室・中村博士の好意に対して深く感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 福島 他：「U-Pu混合炭化物系燃料用熱定数測定装置の試作と性能試験」，JAERI-M 8299 (1979年6月)
- 2) 原田：「フラッシュ法による熱拡散率の測定」，熱測定 13(3) 1986
- 3) 安積：「レーザーフラッシュ法の測定技術」，金属 '92/9臨時増刊号
- 4) ASTM Committee : 「Standard Test Method for Thermal Diffusivity of Solids by the Flash Method」, E 1461-92
- 5) 日本工業規格：「ファインセラミックスのレーザフラッシュ法による熱拡散率・比熱容量・熱伝導率試験方法」，JIS R 1611-1991
- 6) 高橋, 山本, 大里：「レーザーフラッシュ法熱拡散率測定における新しい解析法—対数法—の優位性」，熱測定 15(3) 1988
- 7) 串田 他：「ペレット熱伝導率測定装置に係わる遮蔽計算」，私信
- 8) A Comprehensive Compilation of Data by the Thermophysical Properties Research Center (TPRC) : 「Purdue University Thermophysical Properties of Matter, The TPRC Data Series」, Volume 10