

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

高橋洋一*, 山本一生*, 大里哲夫*

(昭和63年4月23日受理)

Advantages of Logarithmic Method – A New Method for Determining Thermal Diffusivity – in the laser-flash technique

Yoichi Takahashi, Kazutaka Yamamoto, Tetsuo Ohsato

“Logarithmic method” is a novel method for determining thermal diffusivity in the laser-flash technique. The advantages of logarithmic method over the conventional “ $t_{1/2}$ method” are discussed in this paper.

By solving the one-dimensional thermal diffusion equation using Laplace transformation and term-by-term inversion, we obtain a solution which is useful for early stage of elapsed time. In the logarithmic method, one term approximation of this solution is utilized to determine the thermal diffusivity from the experimental rear-surface temperature history of a sample after being flashed by a laser-pulse. The sensitivity analysis showed the following advantages of this method: The effects of heat leak from the sample and of non-uniform heating by a pulse to the determined thermal diffusivity values are much less in this method than those in case of $t_{1/2}$ method. This is associated with the fact that the deviation of the maximum temperature rise of a sample from the ideal case affects very little in the determination of thermal diffusivity in this method.

It is concluded that the logarithmic method is much superior to $t_{1/2}$ method and we propose this method to be used as the standard one for determining thermal diffusivity in the laser-flash technique.

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、その簡便さと測定精度の良さによって、今日では最も一般的な測定法となっている。レーザーフラッシュ法では、試料にレーザー光を照射した後の試料裏面の温度履歴曲線を解析することにより熱拡散率を算出する。この解析において、従来はその温度履歴曲線を(1)式のようにフーリエ級数で表し、温度上昇 θ が最大値 θ_m の $1/2$ に達するまでに要する時間 $t_{1/2}$ を用いて(2)式から熱拡散率を求めるのが一般的であった。

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

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

ここで α は熱拡散率、 L は被測定試料の厚さである。このような熱拡散率算出法を $t_{1/2}$ 法とよぶこととする。この方法は、比較的簡単な計算によって熱拡散率を算出できるという利点がある一方、試料の最大温度上昇の値が直接熱拡散率に影響するという欠点をもっている。すなわち試料の最大温度上昇は、測定時の試料からの熱損失やレーザー光の輝度分布によって変化するが、 $t_{1/2}$ 法では、後に示すようにこれらの影響が熱拡散率測定誤差の原因となる。このため、実際の測定において真の熱拡散率を得るためにには、測定条件の理想的な状態からのずれは考慮して適切な補正を行う必要がある¹⁾。通常、この補正の操作は(2)式の定数 0.1388 に補正係数を乗じること

* 東京大学工学部原子力工学科：東京都文京区本郷7-3-1113

Department of Nuclear Engineering, University of Tokyo, Hongo, Bunkyo-ku, Tokyo 113, Japan

により行うが、実際には熱損失や輝度分布に対する補正是概して複雑なものが多く、十分な精度をもった熱拡散率を求めるることは容易ではない。

これに対して、ラプラス変換および項別逆変換を用いて熱拡散方程式を解析すると(1)式とは異なる形の解が得られる。この解は経過時間 t の小さい領域において級数部分の収束性が良いので、温度履歴曲線の立上がり部分で一項近似ができる、さらにその一項近似式を用いて熱拡散率を算出することができる。この方法を $t_{1/2}$ 法に対比して対数法とよぶこととする。

本報告では、この対数法の概要を示し、この方法が試料からの熱損失や輝度分布の影響を受けにくい優れた方法であることを明らかにする。

2. ラプラス変換による1次元熱拡散方程式の解

レーザー光を照射した後の円板状試料内部の熱拡散は次の3つの条件を仮定することにより、1次元の簡単な熱拡散問題として解析的に解くことができる。

- ① レーザー光のパルス幅が試料裏面の温度上昇に要する時間に比べて十分短いこと
- ② 試料からの熱損失がないこと
- ③ レーザー光に輝度分布がなく、また試料表面でのエネルギー吸収が一様であること

このような条件は「理想条件」と呼ばれ、実際の測定ではほとんどの場合この条件が成立していないことに注意を要する。

さて、この理想条件のもとに、 $0 < z < L$ の有限な領域における1次元の熱拡散問題を考える。温度上昇 $\theta(z, t)$ のラプラス変換 $\theta(z, s)$ を考え、熱拡散方程式に代入すると、基礎方程式として次式を得る。

$$s\theta(z, s) = \alpha d^2\theta(z, s)/dz^2 \quad (3)$$

ただし、初期条件は(4)のように決める。

$$\theta(z, 0) = 0 \quad (4)$$

$s/\alpha = q^2$ とおくと(3)は z に関して以下の形の解を持つ。

$$\theta(z, s) = C_1(s) e^{qz} + C_r(s) e^{-qz} \quad (5)$$

次に $z = 0$ において試料は瞬間に加熱されるとし、また $z = 0, z = L$ で試料からの熱損失はないとする。これらより境界条件として、

$$\lambda(d\theta(0, t)/dz) = -Q_0 \delta_t \quad (z=0) \quad (6)$$

$$\lambda(d\theta(L, t)/dz) = 0 \quad (z=L) \quad (7)$$

ここに、 λ は熱伝導率、 Q_0 はレーザー光によって試料に与えられる単位面積あたりのエネルギーである。

(6)式および(7)式の両辺をラプラス変換して(5)式を代入すると、 $q \neq 0$ より $C_1(s), C_r(s)$ について次の2つの式を得る。

$$C_1(s) = (Q_0/\lambda) e^{-2qL}/q(1 - e^{-2qL}) \quad (8)$$

$$C_r(s) = Q_0/\lambda q(1 - e^{-2qL}) \quad (9)$$

(5)に代入して、

$$\theta(z, s) = (Q_0/\lambda q)(e^{qz} - 2qL + e^{-qz}) \cdot [1 - e^{-2qL}]^{-1} \quad (10)$$

(10)式は逆変換定理(Inversion Theorem)によって直接 $\theta(z, t)$ にできる。この場合は(1)式に示した解と同一の解が得られる。しかし一方で(10)式の最後の項はべき級数の和の収束値であるから、これを展開して次のような級数の形に表わすことができる。

$$\begin{aligned} \theta(z, s) &= (Q_0/\lambda q)(e^{qz} - 2qL + e^{-qz}) \times \sum_{n=0}^{\infty} e^{-2nqL} \\ &= (Q_0/\lambda q) \sum_{n=0}^{\infty} (e^{qz} - 2qL + e^{-qz}) \times e^{-2nqL} \end{aligned} \quad (11)$$

このようなべき級数の和の形にした $\theta(z, s)$ を項別に逆変換して $\theta(z, t)$ を求める。このようにして求められた $\theta(z, t)$ は、 t の小さな値に対して級数部分の収束性がよい。

さて、求めたいのは $z = L$ における温度変化であるから(11)式において $z = L$ とする。

$$\theta(L, s) = (Q_0/\lambda) \cdot 2 \sum_{n=0}^{\infty} e^{-(2n+1)qL}/q \quad (12)$$

試料の最大温度上昇 θ_m は、

$$\theta_m = Q_0/L\rho C_p \quad (13)$$

逆変換の表²⁾より $\theta(L, t)$ を求め、(13)式および $\lambda = \alpha C_p \rho$ の関係を用いると

$$\theta(L, t)/\theta_m = 2(L^2/\pi\alpha t)^{1/2}$$

$$\times \sum_{n=0}^{\infty} \exp\{-(2n+1)^2 L^2/4\alpha t\} \quad (14)$$

(14)式について、いくつかの n の値に対する θ/θ_m と t/t_e の関係を Fig. 1 に示す。ここに t_e は測定時間をノルマライズするための特性時間で、 $t_e = L^2/\alpha$ で定義される。

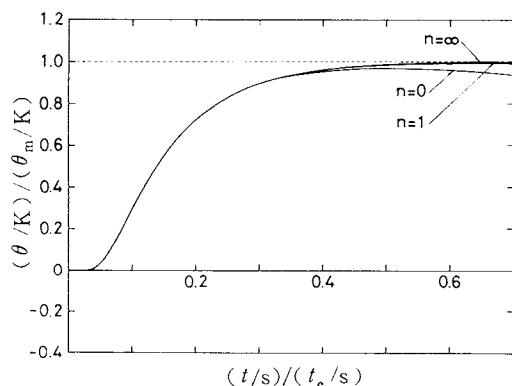


Fig. 1 Calculated rear-surface temperature history using eq. (14) in the text.

Fig.1より(14)式は t/t_e の小さい領域での収束性がよいことが明らかであろう。これより $\theta/\theta_m < 0.9$ の部分については、第1項のみで十分近似でき、温度履歴は(15)式で表される。

$$\theta(L, t)/\theta_m = 2(L^2/\pi\alpha t)^{1/2} \exp\{-L^2/4\alpha t\} \quad (15)$$

3. 対数法 (Logarithmic Method) とそのデータ処理

(15)式の一項近似の式を利用して熱拡散率を求める方法を対数法 (Logarithmic Method) と呼ぶこととする。この方法については、古くは Carslaw, Jaeger³⁾がその可能性を示唆し、また最近になって、H.M. James⁴⁾や M. Tada ら⁵⁾の熱拡散率測定への適用の試みがあるが、その得失についてはこれまで検討された例はない。

対数法の具体的な内容は以下の通りである。まず一項近似の(15)式の両辺の対数をとり、 $t^{1/2}$ の項を左辺に移項して次式を得る。

$$\ln(t^{1/2} \cdot \theta/\theta_m) = \ln\{2(L^2/\pi\alpha)^{1/2}\} - L^2/4\alpha t \quad (16)$$

さらに θ_m は時間に依存しない項であるから、(16)式は次のように変形される。

$$\ln(t^{1/2} \cdot \theta) = \ln\{2 \cdot \theta_m(L^2/\pi\alpha)^{1/2}\} - L^2/4\alpha t \quad (17)$$

のことから、温度履歴曲線の立上がり部分 ($\theta/\theta_m < 0.9$) のいくつかの点について、 $1/t$ 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 $-L^2/4\alpha$ から熱拡散率 α を求めることができる。(16)式、(17)式の右辺第一項は時間に依存せず、上記の直線の $t = \infty$ における切片を与える。原理的にはこの切片の値から α を求めることもできるが、この時は θ_m の値が必要となる。対数法の最大の特徴は θ_m を用いずに α を求め得る点であり、ここでは切片の値は用いない。

対数法によるデータ処理では、コンピュータを利用する事が有効である。チャートから手計算でみとれる点の数はせいぜい 5~7 点であろうが、最小二乗法を用いて直線回帰することを考えると、ある程度多くの点について解析することが望ましい。コンピュータを用いた対数法の解析では、ディジタル化された 1 つの曲線について数百以上の点をとって回帰計算をすることも容易であり、データの読み取り誤差やばらつきによる誤差をなくすることが可能となる。

このようなシステムにより、データ処理した温度履歴曲線の実例を Fig.2 に示す。理想条件下で予期される曲線とはかなり異なり、いわば悪い条件下での測定例である。またこのデータについての $1/t$ と $\ln(t^{1/2} \cdot \theta)$ のプロット ($0.1 \leq \theta/\theta_m \leq 0.8$) を Fig.3 に示す。このよ

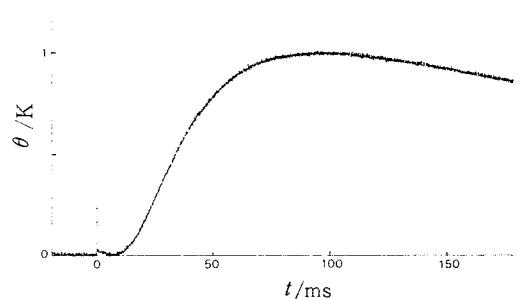


Fig. 2 An example of experimental rear-surface temperature history.

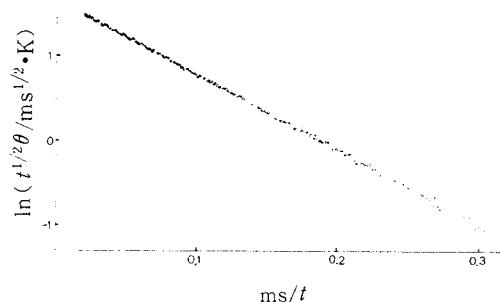


Fig. 3 Plot of $\ln(t^{1/2} \cdot \theta)$ vs. t^{-1} for experimental data shown in Fig. 2.

うな悪い条件でのデータでも、期待された通りに、比較的よい直線性が得られることがわかる。

4. 感度解析 I (t_{1/2} 法と対数法の比較)

次に、熱拡散率測定において重要な理想条件①~③に対して、実際の測定条件が Fig.2 のように理想的な状態からずれた場合、補正をしない今まで求められた熱拡散率の値が $t_{1/2}$ 法と対数法でどのように異なるかを調べる。

ここで用いた解析法の具体的な内容は次のようなものである。すなわちまず理想条件①~③からのずれを表すパラメータとして、それぞれレーザーパルスの幅 τ と $t^{1/2}$ の比・熱損失パラメータ・放物線型輝度分布関数のパラメータを以下に述べるように定め、適当な値に設定する。つぎにこれらのパラメータを含んだフーリエ級数による解からそれぞれの場合について温度履歴曲線を描く。そしてそれを補正をしない $t_{1/2}$ 法と対数法の両方で処理してみかけの熱拡散率を算出し、真の熱拡散率に対する誤差がどのようになるかを検討する。

まず $t_{1/2}$ 法については、理想条件がすべて成り立つ場合の温度履歴曲線から得られる $t_{1/2}$, α の各値に対して、理想条件が成り立たない場合の値を $t_{1/2}'$, α' とする。一般的には $\alpha \neq \alpha'$ であるので、係数 K_0 を導入して、次のよ

うにおく。

$$\alpha' = K_0 \alpha \quad (18)$$

$\alpha' < \alpha$ のとき $K_0 < 1$, $\alpha' > \alpha$ のとき $K_0 > 1$ である。

このとき、非理想条件の場合のみかけの熱拡散率の真の値に対する誤差 ϵ (%)は次の式のようになる。

$$\epsilon = (K_0 - 1) \times 100 \quad (19)$$

一方、(2)式より

$$\alpha t_{1/2} = \alpha' t_{1/2}' = 0.1388 L^2 \quad (20)$$

(18), (19), (20)式から次のように ϵ を評価できる。

$$\epsilon = 100 [(t_{1/2} / t_{1/2}') - 1] \quad (21)$$

次に対数法についても(18)および(19)式を考える。

この場合は $t_{1/2}$ および $t_{1/2}'$ のかわりに理想的な温度履歴曲線を対数プロットした時に得られる直線の傾き m と、非理想的な場合の m' を考える。 m , m' と α , α' との間には

$$\alpha m = \alpha' m' = -L^2/4 \quad (22)$$

の関係があるから、(20)式の場合と同様に対数法の場合の誤差 ϵ は次のように求められる。

$$\epsilon = 100 [(m/m') - 1] \quad (23)$$

理想条件が成立しない場合、同一の温度履歴曲線について、 m' は必ずしも一定ではなく対数プロットをとる領域によって変化するが、これについては次節で考察することとし、ここではすべて $0.1 \leq \theta / \theta_m \leq 0.8$ の領域全体についてフィッティングを行った。

4.1 パルス幅の影響

レーザーパルスの幅 τ が t_c に対して無視できない場合について考える。レーザーパルスの波形 $f(t)$ としては、(24)式に示されるような三角波を考える。

$$f(t) = 2t/\tau \quad (0 < t < \tau/2)$$

$$f(t) = 2(1-t/\tau) \quad (\tau/2 < t < \tau) \quad (24)$$

このような $f(t)$ に対して試料裏面の温度履歴は、

$$\theta / \theta_m = 1 + 2 \sum_{n=0}^{\infty} (-1)^n \exp(-n^2 \pi^2 t / t_c) \\ \times [F(\tau, n) \{ \exp(1/F(\tau, n)) - 1 \}]^2 \quad (25)$$

$$\text{ただし, } F(\tau, n) = 2t_c / n^2 \pi^2 \tau \quad (26)$$

(25), (26)式を用いて得られる温度履歴曲線を、理想条件の場合と比較して ϵ を算出する。Table 1にいくつかの $t_{1/2}/\tau$ の値に対する ϵ の値を、 $t_{1/2}$ 法と対数法について示す。パルス幅の影響によりみかけの熱拡散率は真の値よりも小さくなる。また、対数法と $t_{1/2}$ 法に対するパルス幅の影響の大きさを比べると、対数法の方がその影響を受けやすいことがわかる。対数法における真の値からのずれは、 $t_{1/2}$ 法におけるそれの約 2 倍である。このことは対数法のウィークポイントとも見られるが、パルス幅の補正に関しては、レーザーパルスの重心を時間軸

Table 1 Estimated error in thermal diffusivity, ϵ , caused by the finite pulse-duration time effect.

$t_{1/2}/\tau$	$\epsilon/%$	
	$t_{1/2}$ method	logarithmic method
10	-4.80	-9.93
20	-2.46	-5.18
30	-1.63	-3.50
50	-1.00	-2.13
100	-0.50	-1.08
200	-0.22	-0.54

の始点による重心法⁶⁾という簡便でしかも精度のよい補正法が確立されており、これを適用すればパルス幅の影響はほとんど無視してよい。実際、Table 1の $t_{1/2}/\tau = 10$ の場合でも重心法を適用すると、 $t_{1/2}$ 法、対数法のいずれの場合でも $\epsilon < 0.1\%$ となることがたしかめられた。

4.2 热リーエの影響

試料からの熱損失は、Heckman⁷⁾により定義された無次元化された熱リーエパラメータ H_{ex} および形状因子 Γ (試料の厚さ L と半径 a の比)に依存する。 H_{ex} は試料の形状や温度によって異なるが、試料温度が $\exp(-kt)$ で減衰する時の減衰係数 k は H_{ex} があまり大きくない通常の範囲 ($H_{ex} \leq 0.1$) では H_{ex} と次の関係式が成立⁸⁾。

$$k = 2\alpha H_{ex} (1 + \Gamma) / L^2 \quad (27)$$

実測の温度減衰曲線から H_{ex} の値を求めた。例として、 $\Gamma = 0.3$, $L = 0.15$ (cm) の U-Zr 合金 (Zr 52%) 試料についての温度と H_{ex} との関係を Table 2 に示す。 α は実

Table 2 Examples* of calculated heat-loss parameter, H_{ex} using an experimental decay parameter, k .

T/K	$H_{ex}/-$
300	0.0004
400	0.0008
500	0.0014
600	0.0022
700	0.0030
800	0.0042
900	0.0054
1000	0.0053

* Sample: U-Zr (Zr 52 mol%) alloy.

Parameters used are: $\Gamma = 0.3$, $L/cm = 0.15$, $\alpha/cm^2 s^{-1} = 0.03$ (300K) ~ 0.10 (1000K).

験的に求めた値(0.03~0.10cm²/s)を用いた。

H_{ex} と Γ を知れば、熱損失がある場合の温度履歴曲線を描くことができる。 $\Gamma = 0.3$ として H_{ex} のいくつかの値について描いたものをFig.4に示す。 H_{ex} の値が大きくなるにつれて試料の最大温度上昇が減少することがわかる。

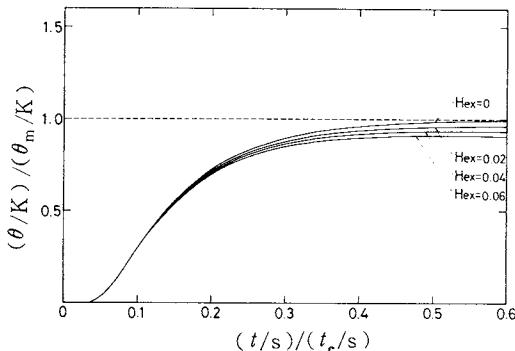


Fig. 4 Calculated rear-surface temperature history with heat-loss effect.

かるであろう。これを用いて理想条件の場合との比較により、 $H_{\text{ex}} \leq 0.1$ の場合について H_{ex} の値をパラメータとして ϵ を求めた結果をTable 3に示す。試料からの熱損失がある場合、対数法も $t_{1/2}$ 法も双方ともみかけの熱拡散率は真の値よりも大きくなる。次にその誤差の大きさを比べると、対数法は $t_{1/2}$ 法よりも熱損失の影響が非常に小さいことがわかる。これは $t_{1/2}$ 法で重要な試料の最大温度上昇が熱損失によって大きく変化するのに対して、対数法で重要な温度履歴曲線の立ち上がりはあまり熱損失の影響を受けないからである。熱損失が大きい($H_{\text{ex}} > 0.1$)場合には、この傾向は変わらないものの、対数法でも誤差は大きくなり、適切な補正が必要となる。

Table 3 Estimated error in thermal diffusivity, ϵ , caused by heat-loss effect.

H_{ex}	$\epsilon / \%$	
	$t_{1/2}$ method	logarithmic method
0.01	1.17	0.16
0.02	2.06	0.32
0.03	2.89	0.48
0.04	3.72	0.64
0.05	4.36	0.78
0.06	5.08	0.94
0.08	6.36	1.27
0.1	7.60	1.61

4.3 輝度分布の影響

レーザーフラッシュ法において用いられるルビーレーザーは一般的に輝度分布を持っている。光ファイバー内部で反射を繰り返させることにより輝度分布の少ないレーザー光を得ようとする試み⁹⁾もなされているが、一般的ではない。

放物線型の輝度分布がある場合、分布関数 $\gamma = 1 - \phi_1 X^2$ において放物線の開き ϕ_1 と試料半径 a が輝度分布のパラメータになる。いくつかの $\phi_1 a^2$ に対するレーザー光の分布の例をFig.5に、またこれらに対する温度履歴曲線をFig.6に示す。輝度分布のないレーザー光を得ることは容易でなく、 $\phi_1 a^2 = 0.5$ 程度の輝度分布は十分に起こり得る。Fig.2に示した実測温度履歴曲線は、輝度分布の効果のある例と考えられる。

輝度分布によるみかけの熱拡散率の真の値に対する誤差を、対数法と $t_{1/2}$ 法を比較してTable 4に示す。両者とも $\phi_1 a^2$ が大きくなるにつれてみかけの熱拡散率が大きくなるという傾向では一致する。しかしながらその絶対値を比較すると対数法の方が圧倒的に誤差が小さいことがわかるであろう。

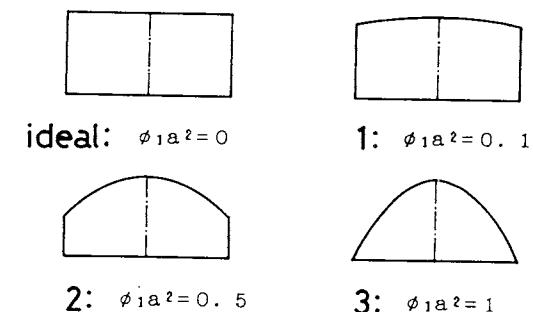


Fig. 5 Examples of non-uniform heating by a laser pulse. Cases of parabolic type intensity distribution.

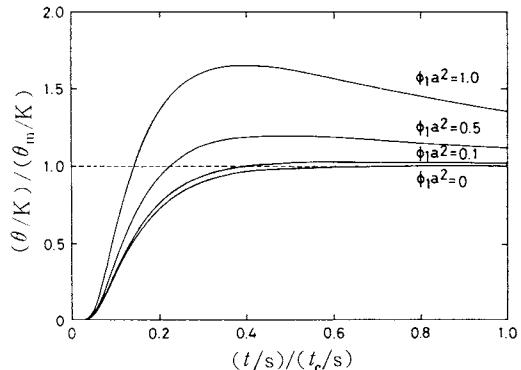


Fig. 6 Calculated rear-surface temperature history with non-uniform heating effect.

Table 4 Estimated error in thermal diffusivity, ϵ , caused by non-uniform heating effect.

$\phi_1 a^2 / -$	$\epsilon / \%$	
	$t_{1/2}$ method	logarithmic method
0.1	1.61	0.17
0.2	2.97	0.35
0.3	4.13	0.52
0.5	6.28	0.83
0.8	9.21	1.25
1.0	12.1	2.83

以上のように、対数法は $t_{1/2}$ 法に比べて特に補正のしにくい熱損失や輝度分布についてその影響が小さく、多くの場合これらを補正する必要がない。この点が従来の $t_{1/2}$ 法に比して極めてすぐれていると言えよう。

5. 感度解析 II (対数法における解析領域の検討)

前節では、実際の測定において理想条件からのずれの影響を受けにくいという点で、対数法は $t_{1/2}$ 法に比べて非常に優れた熱拡散率算出法であることを示した。ところで、対数法は一種のカーブフィッティングであるから、非理想条件下では温度履歴曲線の立上がり部分のどの領域を対数プロットの対象とするかによって得られる熱拡散率の値はわずかではあるが変化する。前節では、パルス幅、熱損失、輝度分布のいずれに対しても、実際に観測される試料の最大温度上昇の 0.1 ~ 0.8 にあたる領域についての対数プロットを最小自乗法による直線回帰で処理した。しかしながら、より真の値に近い熱拡散率を

求めるためには、必ずしも広い領域についてフィッティングをすればよいというものではない。ここではパルス幅、熱損失、輝度分布の影響が顕著な場合に、それぞれ温度履歴曲線の立上がり部分のどの領域でフィッティングをすればよいかを検討する。

5.1 パルス幅の影響があり、重心法による補正を行わない場合

$t_{1/2}/\tau = 10$ の場合について考える。温度履歴曲線を θ/θ_m で区分化し、それぞれの領域について対数法で熱拡散率を求めた場合のみかけの熱拡散率の真の値に対する誤差を Table 5 に示す。 θ/θ_m の領域によって熱拡散率の誤差は異なり、 θ/θ_m の小さい領域ほど大きくなる。したがって、パルス幅の影響をできるだけ小さくするためにには θ/θ_m の大きい領域でフィッティングしなければならない。

5.2 熱損失の影響がある場合

$H_{ex} = 0.1, \Gamma = 0.3$ の場合について、みかけの熱拡散率の真の値に対する誤差を Table 5 に示す。この場合は、 θ/θ_m の小さい領域でみかけの熱拡散率の誤差が小さい。ただし θ/θ_m が小さいほどよいというわけではなく、 $\theta/\theta_m = 0.1$ 付近の温度履歴曲線の勾配が最も大きい部分で誤差は最小になる。

5.3 輝度分布がある場合

$\phi_1 a^2 = 1, \Gamma = 0.3$ の場合についてのみかけの熱拡散率の真の値に対する誤差を Table 5 に示す。輝度分布の影響は熱損失の影響の傾向と同様で、 θ/θ_m の小さい領域でその影響が小さく、 $\theta/\theta_m = 0.1$ 付近の温度履歴曲線の勾配が最も大きい部分で誤差は最小になる。このことは、 t/t_e が大きくなるにつれて熱損失および輝度分布の影響が増大していくことを反映している。

このように、対数法によって求められた熱拡散率は、

Table 5 Dependence of estimated errors in thermal diffusivity, ϵ , upon the region of logarithmic plot, θ/θ_m .

θ/θ_m	$\epsilon / \%$		
	Finite pulse effect ($t_{1/2}/\tau = 10$)	Heat-loss effect ($H_{ex} = 0.1, \Gamma = 0.3$)	Non-uniform heating effect ($\phi_1 a^2 = 1, \Gamma = 0.3$)
0 ~ 0.1	-24.2	8.33	2.65
0.1 ~ 0.2	-15.0	0.80	1.35
0.2 ~ 0.3	-12.3	0.90	1.87
0.3 ~ 0.4	-10.4	1.28	2.43
0.4 ~ 0.5	-8.80	1.65	3.06
0.5 ~ 0.6	-7.44	2.14	3.82
0.6 ~ 0.7	-6.23	2.84	4.79
0.7 ~ 0.8	-5.08	3.80	6.22

温度履歴曲線のどの領域を採用して解析したかによってその誤差が異なる。上記のように、パルス幅に対しては θ/θ_m の大きい領域が好ましく、熱損失と輝度分布については θ/θ_m の小さい領域、特に $\theta/\theta_m = 0.1$ 付近を中心とするのがよい。

一般的の測定ではこれらの非理想条件の影響がすべて存在する可能性があり、どのような試料をどのような測定条件で測定するかによってどれが支配的かが異なってくる。したがって、対数法による熱拡散率の算出ではこれらの影響の大きさを十分検討し、温度履歴曲線の最適な領域でのフィッティングをすることが重要である。一般的には、パルス幅の効果を重心法の採用により十分に無視できるような条件として、比較的 θ/θ_m の小さい領域（たとえば $\theta/\theta_m = 0.1 \sim 0.5$ ）をとるのがよい。熱損失および輝度分布は、これを小さくしたり、補正したりすることが簡単ではないことをあらためて指摘しておこう。

このように、レーザーフラッシュ法が主に用いられる 80～1100 K の温度範囲において、対数法を採用することにより、試料の熱拡散率が特に低く、熱損失が相当に大きいときなどを除いて、多くの場合理想条件からのずれの補正なしに、工学的に十分な精度をもった熱拡散率を求めることができる。

6. 結 論

以上に論じたように、レーザーフラッシュ法での熱拡散率算出法として、次のような点で対数法がすぐれた方法であることが明らかとなった。

- (1) パルス幅効果の影響は比較的大きいが、簡便な重心法による補正によりその影響による誤差は容易にきわめて小さくできる。
- (2) 試料の最大温度上昇の変動の影響がほとんどないで、補正のしにくい熱損失や輝度分布に対する誤差は

小さく、補正をしない場合の $t_{1/2}$ 法の誤差の 1/10 以下である。

- (3) (1), (2)により、室温から 1000 Kまでの測定では、特徴的な場合を除いて熱損失や輝度分布に起因する理想条件からのずれに対する補正を行なう必要がない。
 - (4) コンピュータによるデータ処理を有効に活用できる。
- このような長所をふまえ、さらに解析に用いる温度履歴曲線の領域の最適化に留意すれば、対数法はレーザーフラッシュ法における非常に優れた熱拡散率算出法であることが結論される。従来用いられて来た $t_{1/2}$ 法にかわって対数法を熱拡散率算出の標準的な手法とすべきことを提倡したい。

本論文について種々討論していただいた東京大学工学部 寺井隆幸助教授および井戸照喜氏に深く感謝する。

文 献

- 1) 高橋洋一, 热物性 1, 3 (1987).
- 2) H.S. Carslaw, J.C. Jaeger, "Conduction of Heat in Solids, 2nd ed." Oxford Univ. Press, London, (1959) p. 494.
- 3) 同上書. p. 308.
- 4) H.M. James, *J. Appl. Phys.* 51, 4666 (1980).
- 5) Y. Tada, H. Harada, M. Tanigaki, W. Eguchi, *Rev. Sci. Instr.* 49, 1305 (1978).
- 6) T. Azumi, Y. Takahashi, *Rev. Sci. Instr.* 52, 1411 (1981).
- 7) R.C. Heckman, *J. Appl. Phys.* 44, 1455 (1973).
- 8) 高橋洋一, 安積忠彦, 菅野昌義, 热测定 8, 62 (1981); 安積忠彦, 東京大学博士論文 (1981) p. 27.
- 9) 馬場哲也, 新井照男, 小野晃, 第 7 回热物性シンポジウム講演論文集 (1986), p. 236.