フォトサーマル赤外検知法による高温遮熱皮膜(TBC)

及び傾斜機能材料(FGM)の熱物性値測定

80122134 佐野彰彦 指

指導教員 長坂雄次

1. 緒言

遮熱皮膜(TBC: Thermal Barrier Coatings)や傾斜機能材料 (FGM: Functionally Graded Materials)は,ガスタービン翼や燃 焼器等の高温にさらされ,かつ高い熱応力を受ける部材にお いて利用が進められている.これらの材料は,高温環境下で の連続使用による経年劣化も報告されている.従って,使用 条件下における熱物性値の変化を知ることは,その設計や寿 命予測において重要となる.また,TBC やFGM の性能劣化 による遮熱効果の定量的な評価手段はなく,定期点検での目 視検査が主である.そのため,定量的な非破壊検査の開発が 期待されている.本研究では,非接触・非破壊で測定可能なフ ォトサーマル赤外検知法を室温から 1273K において TBC, FGM の熱物性値測定に適用し,検討を行った.

2. 測定原理

フォトサーマル赤外検知法では,強度を正弦波変調したレ ーザーで試料表面を加熱する.すると,試料表面の温度は変 調周波数と同じ周波数で変化し,その周期は加熱光源に対し, ある位相遅れを伴う.この位相遅れを,ある変調周波数範囲 で測定して得られる周波数 - 位相遅れ曲線について逆問題を 解析することで,試料内部の熱伝導率,温度伝導率を独立に 求めることが原理的に可能である.本測定法の特徴として, 試料表面の温度変化を赤外放射の強度変化として検知してい る為,試料に対して非接触で測定ができること,また変調周 波数に応じて熱拡散長を変化させることが可能なため,試料 内部の熱物性値を非破壊で求められることである.

試料表面上の温度変化の位相遅れ⊿øは以下のように表わされる.

 $\Delta \phi = F(f:a_s,\lambda_s,l_s,\beta_s)$

(1)

- a_s :thermal diffusivity of sample, m²/s λ_s :thermal conductivity of sample, W/m/K
- l_s :thickness of sample, m
- β_s :absorption coefficient, m⁻¹

3. 測定装置

Figure 1 に本研究の実験装置図を示す.試料表面を加熱す るための光源には,波長 810nm,ファイバー端で最大出力 30Wの半導体レーザーを用いている.レーザー光は試料全面 に照射され,試料表面の温度変化を2枚のZnSe平凸レンズ で集光し赤外検出器で測定している.信号はプリアンプを介 し電気信号に変換され,ファンクションジェネレーターから の変調信号と共にロックインアンプに入力され,位相差を検 出している.また,試料を任意の温度に加熱するため,最高 1273K程度まで加熱可能な赤外線ゴールドイメージ炉を設置 している.試料は空気中にあり,SUS304製の試料ホルダー にのせ,炉の中心に位置するように2本のSUS304製の寿に より支えられている.試料の前後にはSUS304製のラディエ ーションシールドが各4枚ずつ設置してあり,試料温度をで きるだけ一定に保つようにしている.試料の温度は,試料基 板裏面のR熱電対により測定している.

4. 測定試料

今回測定したのは, Round Robin FGM 試料(PSZ(安定化 ZrO₂)/ NiCrAIY:同一 sample を異なる方法で測定し,標準値



Figure 1 Experimental system.

Table 1 Specification of FGM samples.

| | FGM | | | |
|--------------------|------------------------|-------|-------|-------|
| Sample number | No.1 | No.2 | No.3 | No.4 |
| Component | | | | |
| PSZ/NiCrAlY(wt%) | 100/0 | 80/20 | 20/80 | 0/100 |
| Thickness | 400 µ m | | | |
| Production process | Spark plasma sintering | | | |

Table 2 Specification of TBC samples.

| | TBC | | |
|--------------------|--------------|---------|--|
| Sample number | No.5 | No.6 | |
| Component | PSZ | NiCrAlY | |
| Thickness | 150 µ m | 130 µ m | |
| Production process | Plasma spray | | |

を得る.静岡大学,産業技術総合研究所,航空宇宙技術研究 所,慶応大学にて測定.)の各成分の単層試料と,TBCのTop coating-PSZ(安定化ZrO₂)とBond coating-NiCrAIYの単層試料 を測定した.Table 1,2にそれぞれの成分等を示す.

5. 3次元熱伝導の影響緩和

5-1. 加熱径の拡大

フォトサーマル赤外検知法の理論では,熱の移動は光軸と 同じ1次元方向のみと仮定している.そのため熱拡散長の大 きくなる低周波領域でこの仮定が崩れ,3次元熱伝導の影響 が信号に表れていた.1次元性を確保するための解決策とし ては,試料全面をできるだけ均一に加熱することが挙げられ る.そこで,従来の測定では最大 600mWの半導体レーザー を用いて 2mm 程度であった加熱径を試料径である 30mm 程 度まで広げても信号強度を確保できる最大出力 30Wの半導 体レーザーを導入し,3次元熱伝導の影響緩和を図った.

5-2. Glassy Carbon の測定

温度伝導率標準物質候補の Glassy Carbon(10mm × 30mm, 厚み 750 µm)を加熱径 15mm(30W レーザー)と従来の加熱径 2mm(600mW レーザー)において室温で測定を行い,1 次元性 を確保できているか比較した.加熱径 15mm では5回測定を 行った.Figure 2 にその測定結果の1例を示す.Figure 2 に おいて,加熱径 15mm による位相遅れ曲線は,推奨値を用い て描かせた1次元理論曲線に近づいている 0.5Hz 以下では, 理論曲線よりも位相遅れ曲線が低下しており全周波数領域で は完全に1次元性を確保できなかったが,その効果は確認で きた.また,結果を解析し推奨値と比較したところ,加熱径 2mm の時は偏差が温度伝導率 23%,熱伝導率 42%であった のに対し,加熱径 15mm の時は温度伝導率 7.7~9.7%,熱伝 導率 5.5~7.9%となり 3次元性の影響を大幅に取り除くこと ができた.

測定における精度を評価するために,位相差曲線での周波 数方向および位相差方向の誤差要因を検討した.その結果, 周波数方向は±3%,位相差方向はGlassy Carbonの5回の測 定により±0.29°とした.位相差曲線を周波数方向と位相差 方向に変化させ,再度解析を行った結果,測定精度は温度伝 導率±5%,熱伝導率±8%と見積もられた。



Figure 2 Frequency vs. phase-lag data of glassy carbon.

6. 測定結果及び検討

6.1 測定結果

FGM の単層試料 4 種類(No.1 ~ No.4)と TBC の単層試料 2 種類(No.5, No.6)を室温から 1273K まで測定を行った.Figure 3 に FGM(No.1 ~ No.4)の室温における温度伝導率を,同試料 をレーザーフラッシュ法で測定している産業技術総合研究所 (馬場),航空宇宙技術研究所(吉田)の結果と比較した.また, 高温の予備的測定として,Figure 4 に FGM (No.1 ~ No.4)の温 度伝導率の温度依存結果および,Figure 5 に TBC (No.5, No.6) の温度伝導率の温度依存結果を示す.

6.2 測定結果の検討

Figure 3 を見ると, NiCrAIY の成分が増えるに従い, 温度 伝導率の値も大きくなる結果が得られた.吉田と馬場ら(レー ザーフラッシュ法)の結果は,5~17%程度で一致している. それに対し,本測定の温度伝導率の結果は,No.1:22%,No.2: 5%,No.3:14%,No.4:15%,で吉田の結果と一致した.

Figure 4,5 に示したように,フォトサーマル赤外検知法を 用いて,FGM,TBCともに1273Kの高温まで信号を検知す ることができた.熱物性値の温度依存性はPSZ成分が多いほ ど減少傾向となり,NiCrAIY成分が多いほど増加傾向となっ た.しかし,1273Kにおいて値が大きく減少するなど問題も あり,さらなる高温測定に向け,試料温度の安定性を向上さ せる等の装置の改善が今後の課題である.

7. 結言

✓ 加熱径を拡大することで,3次元性の影響を大幅に取り除くことに成功した.

- ✓ Glassy Carbon を室温で測定した結果,推奨値との偏差が温度伝導率で9.7%,熱伝導率で7.9%となった.
- ✓ Round Robin FGM の測定結果を室温において比較した. レーザーフラッシュ法の結果と温度伝導率,熱伝導率とも 5~22%程度で一致した.
- ✓ FGM , TBC ともに室温~1273K まで予備的測定を行い,信号を検知し,熱物性値の温度依存性を確認することができた.



Figure 4 Temperature dependence of thermal diffusivity of FGM (PSZ/NiCrAlY).



Figure 5 Temperature dependence of thermal diffusivity of TBC.