

高温域における耐熱材料の垂直分光放射率と光学定数の同時測定に関する研究 - クリスマンセン効果を用いた表面温度決定 -

Simultaneous Measurement of Normal Spectral Emissivity and Optical Constants of Heat Resistant Materials at High Temperatures - Surface Temperature Determination Using the Christiansen Effect -

80223962 矢島大輔(Daisuke Yajima)

Supervisor 長坂雄次(Yuji Nagasaka)

1 緒言

高温環境下で使用される機器の熱設計を行う上で材料の放射率が必要となる。しかし、高温に曝されることで材料表面状態が変化し、放射率が変化することが予想される。従って、表面状態を明確にした放射率データが必要である。一方、放射率の測定を行う上で問題となるのが、試料表面温度を正確に把握することである。特に宇宙用熱防護材料のような高放射率かつ低熱伝導率の試料では、大きな温度勾配が生じることが考えられる。本研究では、物質固有の波長で放射率が1になるクリスマンセン効果を利用した試料表面温度決定法を採用し、また、分離黒体法による試料表面の垂直分光放射率測定と偏光解析法による光学定数の同時測定法を行い、分光放射率と、高温酸化反応などで試料表面に形成される膜厚の時間的変化や光学定数等との関係を明らかにすることを最終目的とする。本論文では、垂直分光放射率、光学定数、試料表面温度の3つの測定法の確立を図り、SUS304、セラミックタイル、アブレーション材料の測定を行った。

2 測定原理と測定装置

2.1 測定原理

垂直分光放射率測定では、分離黒体法を採用した。それは、参照黒体からのふく射エネルギーと、同温度の試料からのふく射エネルギーの比をとり、式(1)より求める手法である。

$$\varepsilon(\lambda, \theta, T_S) = \frac{I_S(\lambda, \theta, T_S) - I_{bg}(\lambda, T_{amb})}{I_b(\lambda, T_b) - I_{bg}(\lambda, T_{amb})} \quad (1)$$

$$T_S = T_b \quad (2)$$

ここで T_S 、 T_b は試料および参照黒体の絶対温度、 $I_b(\lambda, T_b)$ 、 $I_S(\lambda, \theta, T_S)$ はふく射エネルギー測定時のFT-IRの出力、 $I_{bg}(\lambda, T_{amb})$ はバックグラウンド、 $\varepsilon(\lambda, \theta, T_S)$ は垂直分光放射率である。

光学定数は偏光解析法により求める。それは光の反射に伴う偏光状態の変化 ρ_0 を測定し、これを解析することで表面の光学定数、膜厚を算出する手法である。

$$\rho_0 = \frac{R_p}{R_s} = \frac{r_p}{r_s} \exp(i\delta_p - i\delta_s) = \tan \psi \exp(i\Delta) \quad (3)$$

ここで R_p 、 R_s は薄膜内での光の多重反射を考慮したFresnel係数である。

2.2 測定装置

本測定装置は、主に真空チェンバ、フーリエ変換型赤外分光光度計FT-IR、エリプソメーター、放射温度計、参照黒体炉から成り、これに電源、デスクトップコンピューター、ロータリーポンプ、ターボ分子ポンプ等が付随される(図1)。FT-IR、エリプソメーター、放射温度計はそれぞれ半球型フランジの窓に設置され、その入射角と測定波長範囲を表1に示す。試験中の圧力は 10^{-4} Paに保たれる。

2.3 参照黒体と試料の構成

参照黒体炉は炉心にモリブデン、保護管にはアルミナが用

いられ、その周囲にはタンタル線がコイル状に巻かれている。図2に参照黒体炉断面図を示す。炉心内壁は放射率0.9以上の耐熱黒色塗料が塗布されている。黒体炉の温度を一様にするため、開口部と底部に分けたヒーターを準備し、それぞれ温度制御する分離加熱法を採用した2点間の温度差は±3K以内に納められている。試料は直径28mm、厚さ4mmの円板型を基本とし、クリスマンセン効果を利用する場合には試料の上にリファレンスとして厚さ0.25mmのジルコニアを置く。その構成を図3に示す。試料は参照黒体炉の開口部前面に設置され、ふく射により加熱される。

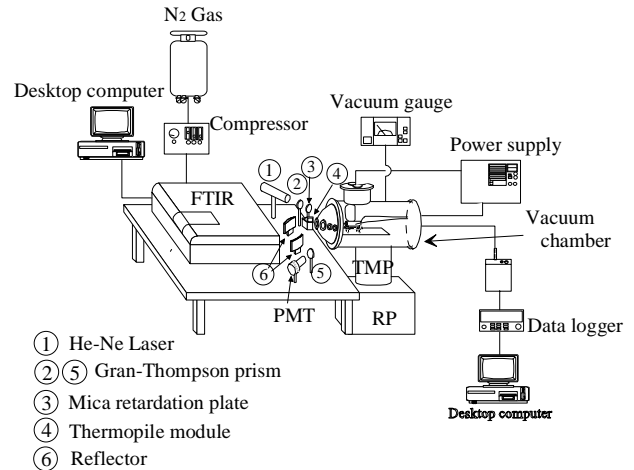


図1 測定装置概略図

表1 各測定の入射角度と波長範囲

	垂直分光放射率測定	光学定数測定	試料温度測定
入射角度	0°	70°, 50°	30°
測定波長	2~25μm	632.8nm	12μm

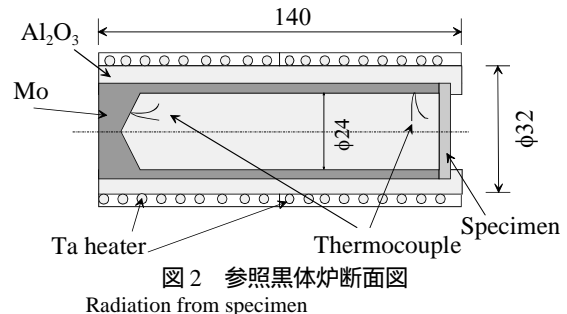


図2 参照黒体炉断面図

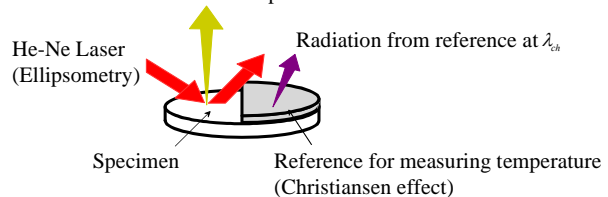


図3 試料の構成

2.4 試料表面温度の決定

ジルコニアのクリスチャンセン波長（放射率=1）は分光反射率の測定結果（図4）から、分光反射率が0.01以下になる12 μm とした。また、放射温度計はサーモパイル（Perkin Elmer社製: A1TPMI）に、ジルコニアのクリスチャンセン波長に合わせた狭帯域フィルター（中心波長12 μm ）を付加して構成した。具体的な試料表面温度の測定はジルコニアのふく射エネルギーを放射温度計で測定し、その出力から図5の放射温度計校正結果に従い求める。

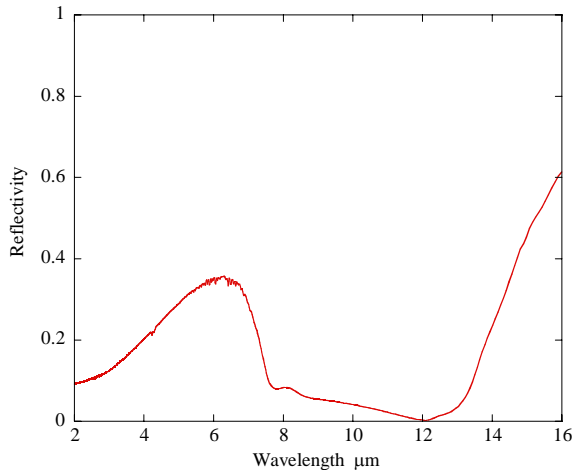


図4 ジルコニアの反射率

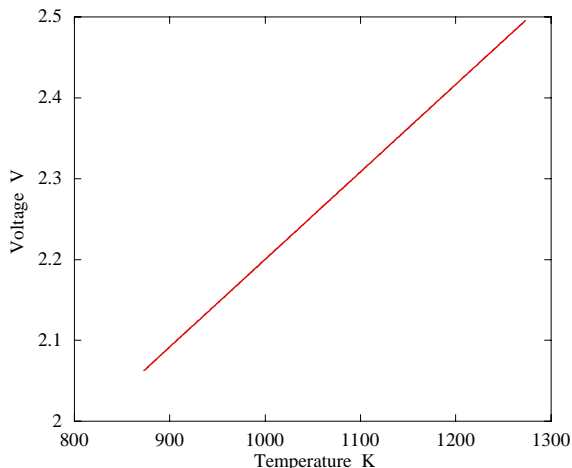


図5 放射温度計校正結果

3 垂直分光放射率と光学定数の同時測定結果と考察

3.1 SUS304の測定結果

SUS304の試料にして、熱電対を埋め込み、温度を決定し同時測定した場合(1)と、ジルコニアのリファレンスを使用してクリスチャンセン効果を用いて試料温度を決定した場合(2)と2通りの測定を行った。垂直分光放射率の測定結果を図6、光学定数測定結果を表2に示す。どちらの場合も、垂直分光放射率は長波長になるに従い減少するという傾向があり、これは他の研究例とも同じである。短波長域ではS/N比が悪いが、3 μm 以降では放射率は0.18~0.40内に収まり、クリスチャンセン効果を用いた表面温度決定法の有効性を確認することができた。光学定数測定結果は、いずれの場合

表2 光学定数測定結果

温度[K]	(1)	温度[K]	(2)
室温	n=2.49 k=3.21	室温	n=2.60 k=3.28
1023	n=2.20 k=2.76	973	n=2.26 k=2.42
1073	n=2.10 k=1.67	1073	n=2.21 k=1.68

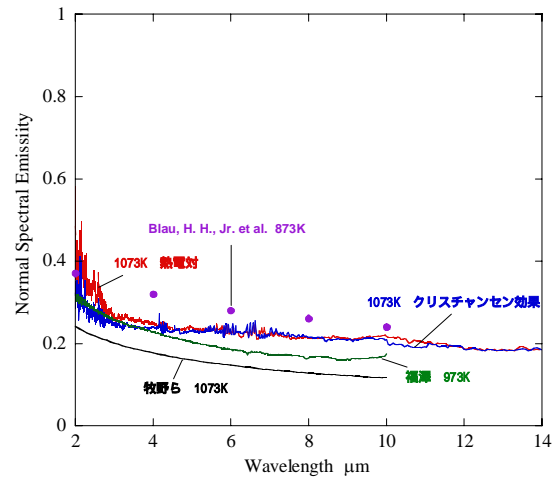


図6 SUS304の測定結果

においても、温度上昇とともに屈折率、消衰係数は減少する傾向が得られた。

3.2 宇宙用耐熱材料の測定結果

宇宙用耐熱材料としてセラミックタイルとアブレータを試料にして、垂直分光放射率と光学定数の同時測定を行った。その結果を図7、表3に示す。どちらの材料でも、温度上昇とともに放射率が増加する傾向が見られる。アブレータでは温度上昇とともに屈折率、消衰係数が増加する傾向が得られ、セラミックタイルでは消衰係数が減少する傾向が得られた。

表3 光学定数測定結果

温度[K]	セラミックタイル	温度[K]	アブレータ
室温	n=1.44 k=0.0855	室温	n=1.59 k=0.108
1073	n=1.51 k=0.0733	1073	n=1.82 k=0.163
1173	n=1.54 k=0.0335	1173	n=1.85 k=0.185
1273	n=1.53 k=0.0162	1273	n=1.98 k=0.212

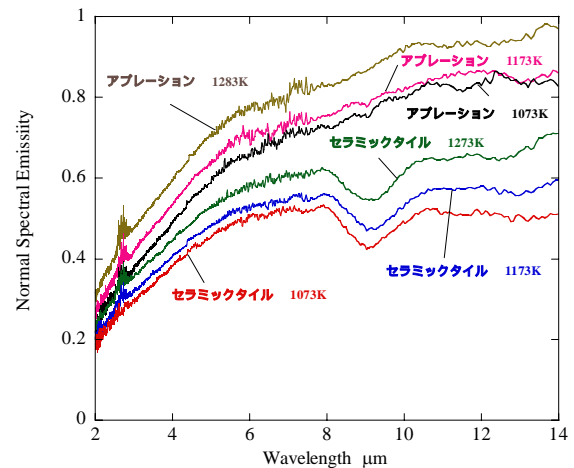


図7 垂直分光放射率測定結果

4 結言

本研究では、材料表面状態を明確にした放射率データを得るために、垂直分光放射率と光学定数の同時測定装置を製作し、また、クリスチャンセン効果を用いた試料表面温度決定法を新たに適用した。SUS304の測定結果より表面温度決定法の有効性を確認することができた。そして、測定データのない宇宙用耐熱材料としてセラミックタイルとアブレータの測定を行った。1073Kから1273Kへの温度上昇に伴い、セラミックタイルでは2~14 μm での総放射率が約18%、アブレータでは約19%それぞれ上昇することが示された。