低温アルミニウムの全半球輻射率の高精度測定法

日向野 三雄, 尾関 恭久, 中村 和人
伊部 雅人, 増田 英俊

東北大学流体科学研究所 仙台市青葉区片平 2-1-1

(1994 年 8 月 22 日受理)

Accurate Measuring Method for Total Hemispherical Emissivity of Aluminum at Low Temperatures

Mitsuo HIGANO, Yasuhisa OZEKI, Kazuto NAKAMURA, Masahito IBE and Hidetoshi MASUDA

Institute of Fluid Science, Tohoku University, 2-1-1 Katahira, Aoba-ku, Sendai 980-77

(Received August 22, 1994)

Synopsis :

To measure total hemispherical emissivities $\epsilon_{TH}(T)$ of metals at low temperatures, a new transient calorimetric technique is developed to improve its accuracy. The accuracy of this technique mainly depends upon heat loss Q_t through a thermocouple (TC) which suspends a specimen and measures its temperature. To reduce Q_t , an Iron-Constantan TC with diameter of about $20\mu\text{m}$ is used, and the temperature profile of TC is controlled by a guard heater attached to the other sides of TC. $\epsilon_{TH}(T)$ of aluminum specimens which shaped wire (99.9994% purity) and plate (99.988%) are measured in the temperature range from 125 to 350 K. The specimens are mechanically polished. The roughness of the plate surface is measured. Q_t , evaluated by a combined radiation and conduction heat transfer analysis, is less than 1% of the total power loss of the specimen. $\epsilon_{TH}(T)$ for wire and annealed plate are in good agreement with each other, and close to the values extrapolated from the data obtained above room temperature. An increase in $\epsilon_{TH}(T)$ of the plate without annealing may be due to the Beilby/damaged surfaces formed by mechanical polishing.

Keywords : total hemispherical emissivity, aluminum, transient calorimetric technique, guard heater, annealing

1. 緒 言

超電導機器, 極低温真空装置, 人工衛星などの高性能化に伴う熱設計では, より厳密な輻射伝熱解析が要求され, 低温域での物質の輻射物性に関する高精度データが不可欠である。輻射伝熱量の計算には, 輻射物性, 特に全半球輻射率 (Total Hemispherical Emissivity) が温度の関数として必要になる。

Fig. 1 に, 低温機器で多用されるアルミニウム (合金を除く) の温度 500 K 以下の全半球輻射率 $\epsilon_{TH}(T)$ を例示する。1963 年まで収録した著名な TPRC データ集¹⁾, 固体輻射物性に関する会議録^{2,3)}, 輻射温度計測法の専門書⁴⁾, 熱物性ハンドブック⁵⁾, 最新の超伝

導・低温工学ハンドブック⁶⁾で搜した主にバルクの $\epsilon_{TH}(T)$ 値である。TPRC のデータ番号 2~10 は, 蒸発法による各種のアルミ箔, 薄板の ϵ_{TH} 値 (正確には 300 K 熱輻射に対する 76 K 全半球吸収率) を, また 35~37 は水素イオン照射による電解研磨アルミ面の値の増加を示す。他の記号, 線は, 現在までの公表値の中で比較的小さく, 高精度と思われる $\epsilon_{TH}(T)$ 値^{7~18)} である。非定常熱量法による電解研磨面では, Wade ら⁷⁾ の値 (●, 純度 $\leq 99\%$) と, 室温以上の高温域の Ramanathan ら⁸⁾ および室温以下の低温域^{*1)} の Estalote ら⁹⁾ の値 (---, 99.999%) があり, 市販アルミ箔を

*1 便宜上, 室温を境に低温域および高温域と呼ぶ。

Fig.1 Temperature dependence of total hemispherical emissivity for aluminum: —, Masuda and Higano (surface preparation: Mechanically polished (M), shape of specimen: thin disk, measuring technique: Transient calorimetric (T))¹⁷⁾; ---, Ramanathan and Yen (Electrolytically polished (E), thin disk, T)⁸⁾; -·-, Estalote and Ramanathan (E, thin disk, T)⁹⁾; —·—, Amano and Ohara (buffed, plate, Evaporative (Ev))¹⁴⁾; —, Cunningham and Tien (as received (a.r.), aluminized Mylar, Steady calorimetric (S))¹⁵⁾; —□—, Caren (a.r., foil, S)¹⁰⁾; ●, Wade and Progar (E, circular cylinder (CC), S)⁷⁾; ▽, Spisz and Jack (a.r., foil, T)¹¹⁾; △, Jack and Spisz (a.r., foil, T)¹²⁾; ◀, Giuletta and Lucchesi (a.r., foil, T)¹³⁾; ☆, Hass (—, evaporated film, Reflective)¹⁶⁾; Nos. 2-10 (various, foil and sheet, Ev)¹⁾; Nos. 35-37 (E, CC, S).¹⁾

そのままの状態で熱量測定した Caren¹⁰⁾ (—□—), Spisz ら¹¹⁾ (▽) および Jack ら¹²⁾ (△), Giuletta ら¹³⁾ (◀) の値もある。また蒸発法による天野ら¹⁴⁾ のパフ研磨板 (—·—, 純度 $\geq 99.5\%$) と Cunningham ら¹⁵⁾ の 400/500 Å 蒸着膜 (---, Mylar), 反射法による Hass¹⁶⁾ の蒸着膜 (☆, 27℃ で 0.015), さらに高温域の非定常熱量法による著者ら¹⁷⁾ の機械研磨薄円板 (—, 99.986%) の $\epsilon_{TH}(T)$ 値も示した。なお蒸着条件の影響を調べた Smirnova ら¹⁸⁾ の値 (図示省略) は, Cunningham ら, Estalote らの値を上, 下限にして散在した。

Fig.1 から, 諸家のアルミニウムの全半球輻射率

Vol.30 No.2 (1995)

$\epsilon_{TH}(T)$ は温度と共に減少すること, 測定法と表面性状(純度, 粗さ, 研磨の有無と手法, バルクが蒸着膜)の相違に起因して, $\epsilon_{TH}(T)$ 値は大きく異なり, 0℃では200%以上, 液体窒素沸点では約450%も異なること, などが分かる。また著者らの高温域データ(—)を低温域へ延長すると, 値も温度依存性も諸家のそれと相違する。この様な現状では, 真空多層断熱材, 宇宙構造物, 輻射反射材などの蒸着膜, バルクにどの値を採用すべきか, 判断が難しく, 低温機器などの精密な熱設計は困難である。また輻射物性の理論モデル¹⁹⁾の検証, 改良も, さらに輻射物性データベースの構築も不可能である。

本研究の目的は, 室温以下の低温域で金属の全半球輻射率 $\epsilon_{TH}(T)$ の高精度, 短時間測定法の確立と, 表面性状を明示したアルミニウムの $\epsilon_{TH}(T)$ データ収集である。高温域で高精度な既報^{17,20,21)}の非定常熱量法を改良し, 各種の熱損失をさらに低減化し, 時間短縮も図る。機械研磨したアルミニウムの超高純度線と高純度薄板の $\epsilon_{TH}(T)$ を低温測定し, 諸家のデータと比較, 検討する。また $\epsilon_{TH}(T)$ への焼鈍効果も調べる。

2. 測定方法

2.1 測定原理

その絶対温度の 4 乗値と全半球輻射率 $\epsilon_{TH}(T)$ に比例する物質の輻射放熱量は, 低温金属では桁違いに小さくなり, $\epsilon_{TH}(T)$ の高精度測定法には, 原理はもちろん, 装置も簡単な直接測定法が望ましい²²⁾。本研究では, 試片に熱電対だけを取付けた最も簡単な非定常熱量法^{17,20,21)}を低温測定用に改良する。金属の全半球輻射率 $\epsilon_{TH}(T)$ は, 測定試片周囲が十分に広い高真空, 低温, 黒体空間^{*2}では, 下記の熱収支式^{7,8)}から求まる。

$$\begin{aligned} & -m \cdot c_p (dT_s/dt) \\ & = \sigma \cdot A_s (\epsilon_{TH}(T) \cdot T_s^4 - \alpha_{TH} \cdot T_\infty^4) \\ & \quad + Q_t + Q_{gas} - Q_h \end{aligned} \quad (1)$$

ここで A_s , c_p および m は測定試片の表面積, 比熱および質量, T_s は試片温度, T_∞ は液体窒素冷却槽の内壁温度, t は時間, Q_t , Q_{gas} は, それぞれ熱電対線, 残留ガスによる試片からの損失熱量, Q_h はホットスポット (ガードヒータ, 電気炉) による試片の吸収熱量, σ は Stefan-Boltzmann 定数である。また $\alpha_{TH}(T)$ は金属の全半球吸収率で, 後述の Eckert の理論で評価する。

*2 金属試片の吸収率の評価が非常に簡単になる。

式(1)から、低温域での高精度測定に必要な条件が明らかになる。

(1) 理想的な測定は、式(1)右辺第2~4項の熱損失項 Q_t 、 Q_{gas} および熱吸収項 Q_h が無視できる場合である。この時、比熱既知の金属の全半球輻射率 $\epsilon_{TH}(T)$ は、試片の冷却速度 $-dT_s/dt$ を測定し、 $\alpha_{TH}(T)$ を与えれば算出できる。

(2) 現実の測定では、熱損失項 Q_t 、 Q_{gas} および熱吸収項 Q_h が無視できる程、小さくなく、したがって測定精度はそれらの大きさに依存する。 Q_{gas} および Q_h は、測定装置の真空性能、構造などで決定されるから、精度向上には、熱電対線による損失熱量 Q_t を低減化するか、輻射放熱量、すなわち表面積 A_s の大きな試片を使用する必要がある。

本研究の特色は、低温域で高精度測定を可能にするため、(I) 高温測定法^{20,21)}と同様、極細線、低熱伝導率の熱電対を使用し、熱電対線による損失熱量 Q_t を低減化し、また(II) ガードヒータを導入して Q_t の

増減をアクティブ制御し、さらに(III)形状、純度の異なる試片を使用する点である。特に(II)ガードヒータによる熱電対線損失熱量のアクティブ制御は、従来の研究に見られない新しい試みである。

なお測定時間の短縮には、試片冷却速度 $-dT_s/dt$ の増大が必要である。式(1)で明らかのように、質量当たりの表面積の値 A_s/m が大きな形状の試片、すなわち細線、箔などを使用するか、または各種の熱損失を、特に Q_t を増大化すれば良い。

2.2 測定装置

Fig.2に測定装置を示す。式(1)が適用可能なように装置内部全面を、光学性質が既知^{23,24)}で、光学機器、輻射伝熱制御に良く使用される NEXTEL Black 101-C10 Velvet Coating (3M 社製)²⁵⁾ で塗装した。この塗料の液体窒素沸点での分光半球輻射率は、波長範囲 $3\sim 40\mu m$ でほぼ一定で、約 0.95 である。塗料の黒体近似に伴う式(1)の全半球輻射率算出への影響は、本研究では -0.5% 未満であり、無視した。内径約 490 mm、高さ約 540 mm の上、下槽内部の無酸素銅製支持棒に Fig.3 の測定部を懸架し、直径 0.32 mm 鉄コンスタンタン熱電対線 2'、4 をそのまま装置外の基準接点まで引き出した。上、下槽に液体窒素を充填し、槽の内壁温度 T_∞ を 77.4 K に、また装置内

Fig.2 Schematic drawing of emissivity apparatus.

Fig.3 Measuring section and specimens: 1, wire-shaped and plate-shaped specimens; 2, nominal diameter $25\mu m$ iron-constantan (J-type) thermocouple (TC); 2', diameter 0.32 mm J-type TC; 3, copper terminal; 4, diameter 0.32 mm J-type TC; 5, AlN ceramic guard heater controlled with personal computer.

Table 1 Description of aluminum specimens.

Shape	Mass (g)	Size (mm)	Surface area (mm ²)	Volume (mm ³)	Purity (%)
Wire	2.1008	3.179 ϕ $\times$ 98.42	998.8	781.2	99.9994
Plate	0.6673	0.529 t $\times$ 4.994W $\times$ 95.100 L	1055.8	251.2	99.988

部圧力を油回転および油拡散ポンプで 8.0×10^{-5} Pa 以下の高真空中に保持して測定した。

2.3 測定部と試片

Fig. 3 に示す測定部は、試片 1、極細線熱電対 2、接続端子 3、ガードヒータ 5、熱電対 2'、4 で構成される。線または薄板の試片 1 を吊るし、その温度測定用の熱電対 2 に、最も細い公称直径 25 μ m の鉄コンスタンタン線 (Omega Engng., USA) を選んだ。熱電対線の損失熱量 Q_t の計算に必要な低温熱物性データ*3 が比較的明らかな理由による。この極細線熱電対を直径 0.32 mm 同種線 2' に銅製端子 3 で接続した。端子温度を直径 0.32 mm 鉄コンスタンタン熱電対 4 で監視しながら、ガードヒータ (熱伝導率がアルミニウムと同程度の AlN 製セラミックス²⁹⁾ 5 を調節し、極細線熱電対線 2 の両端温度差を変化させ、損失熱量 Q_t の増減を制御した。

熱電対 2 の実測直径は 19.7~23.0 μ m で、長さを両試片ともに約 50 mm とし、試片端部の直径 0.30 mm 穴に銅ピンで固定した。真空保存の熱電対裸線を研磨せず、アセトンで超音波洗浄後、使用したが、少量のダイス傷が金属顕微鏡で観察された。

アルミニウム試片の形状は、前記の高精度、短時間測定条件、ホットスポットの輻射照射も考慮し、Table 1 に示す線、薄板とした。直径約 3 mm 線 (出荷状態の呼び径 1/8 in 超高純度 コイル 線²⁷⁾) と厚さ約 0.5 mm 板 (厚さ 1.0 mm 高純度板の冷間圧延板) の表面を、金属研磨剤 (粒度 #2000 アルミナ微粒子と灯油の混合物) を含む脱脂綿で、手で軽く機械研磨した。アセトン、エタノール、蒸留水で超音波洗浄、真空乾燥後、熱電対を取付け、接続端子にハンダ付した。測定終了後に触針式表面粗さ計 (TALY-SURF 6, Rank Taylor Hobson Ltd., UK) で計測した薄板の断面曲線を Fig. 4 に示す。中心線平均粗さ: $R_a = 0.053 \mu$ m, 自乗平均粗さ: $R_q = 0.068 \mu$ m, 最大高さ: $R_y = 0.37 \mu$ m 等で特性化される光学的平滑面 (鏡面) であった。なお測定困難な線表面は、金属顕微鏡下で薄板表面と

比較し、同程度の粗さと判断した。

2.4 測定手順

Fig. 2 の装置全体を十分に冷却後、線試片を始めに内蔵小型電気炉で約 340 K まで加熱し、次に輻射冷却させながら測定した。その際、炉を下槽に接触、急速冷却させた。測定手順は、Fig. 3 で、試片過渡冷却中に、(1) ガードヒータ制御で、端子温度 T_g を輻射率データ収集温度レベルに設定し、試片温度 T_s との交差まで一定保持する、次に(2)交差を確認後、ガードヒータ入力を切り、端子温度を下げ、次のデータ収集温度レベルに接近する頃、再び(1)の操作を行う。以下(1)、(2)の操作を繰返し、線の未焼鈍データ (記号●で Fig. 7, 8 に示す。以下の各記号も同様) を断続的に収集した。手順(1)、(2)で、熱電対線損失熱量 Q_t の極少化と試片冷却の加速化により、高精度、短時間測定が達成される。アルミニウム表面の化学的安定性を考慮して、未焼鈍測定した試片を室温空気 1 h 曝した後、再び冷却し、電気炉で約 700 K、4 h 真空焼鈍し、上述の操作で、焼鈍データ (○) を収集した。なお薄板の場合も同様に、約 300 K 加熱後、未焼鈍データ (▲)

Fig. 4 Cross-section of the aluminum plate: surface roughness R_a , arithmetic mean deviation from the mean line; R_q , root mean square; R_y , maximum height.

*3 熱電対素材の低温熱物性データは非常に少ない。

を、また約 700 K, 2 h 真空焼鈍後、焼鈍データ (Δ) を収集した。

2.5 計測・制御システム

装置の予冷却、データ収集、焼鈍などの一連の実験時間は短くても 4~5 日に及ぶので、計測・制御・データ収集を自動化した。熱電対起電力を測定するデジタルマルチメータ (アドバンテスト 株式会社製 TR6871, 高感度 DCV ユニット TR68701, 最高分解能 10 nV), スキャナ (TR7210, マルチプレクサ R72101D, 熱起電力 $\pm 0.2 \mu\text{V}$ 以下) と、ガードヒータ入力電流を制御する直流電流・電圧源/モニタ (同社製 TR6143, 電流分解能 $10 \mu\text{A}$) をパソコン (日本電気 株式会社製 PC-9801RX, CPU i80286/80287, 12/10 MHz) に GPIB 接続した。また試片温度測定系と直径 0.32 mm 熱電対の出力特性を、100~370 K で検定した。標準白金測温抵抗体 (熱チノー製, 型式 R800-0 (低温用), 25Ω カプセル形, 校正済) を内蔵した銅製円柱を試片位置に吊るし、各種熱電対線の接点をピン固定した。測温体抵抗値を前出のマルチメータ (TR6871, 低抵抗ユニット TR68702, 最高分解能 $1 \mu\Omega$) で、熱電対出力電圧をデジタルマルチメータ (TR6871E, 最高分解能 $0.1 \mu\text{V}$) で測定した。さらに円柱 (試片) と端子の温度差が $\pm 0 \sim \pm 15 \text{ K}$ の場合も検定し、試片温度測定系の出力特性の健全性を確認した。基準接点には氷点を用い、より低温での熱起電力を大きくした。

3. 測定結果と検討

3.1 試片の冷却速度

測定時間を決定する試片の冷却速度 $-dT_s/dt$ (350 K~150 K) は、線および薄板それぞれで、 $1.2 \times 10^{-2} \sim 2.7 \times 10^{-4} \text{ K/s}$, $4.3 \times 10^{-2} \sim 9.5 \times 10^{-4} \text{ K/s}$ であり、薄板が線より約 3.5 倍速く冷却した。これは、Table 1 に示したように薄板の質量当たりの表面積の値 A_s/m が線の値の約 3.3 倍もあり、低温域での短時間測定の必要条件を満たしているからである。測定時間の短縮化には、試片形状の検討が重要である。

3.2 極細線熱電対線の温度分布

Fig. 5 に、試片温度 $T_s \approx 245 \text{ K}$ でのコンスタンタン熱電対線の温度分布 (計算値) を示す。端子温度 T_g を、ガードヒータ使用で試片温度に一致させた場合を図の上部に実線で、また使用せず液体窒素沸点に保持した場合を下部に破線で示した。既報^{17,20,21)}と同様、結合輻射および伝導伝熱で解析した。コンスタンタンの熱伝導率、比熱には、文献値^{28,29)}を使用し、また低

Fig. 5 Temperature distribution of the thermocouple lead calculated by a combined radiation and conduction heat transfer analysis: —○—, guard heater-ON; ---, guard heater-OFF.

温データのない「輻射率 ϵ 」は、高温データ³⁰⁾を基に、 $\epsilon(340 \text{ K}) = 0.0889$ と $\epsilon(0 \text{ K}) = 0$ の直線近似式 $\epsilon = 2.61 \times 10^{-4} T(\text{K})$ で算出した。鉄の熱電対線の場合も Fig. 5 に類似であり、熱伝導率、比熱は文献値³¹⁾を、全半球輻射率は、熱電対用鉄の低温測定データ³²⁾を使用した。

ガードヒータを使用した場合、熱電対線の温度分布は、主に輻射放熱で U 字形になるが、試片端の温度勾配 (図中の水平細線からの角度) は小さく、熱電対線による損失熱量 Q_t も少ない。これに対してガードヒータを使用しないと、温度分布は主に熱伝導で直線状になり、温度勾配、損失熱量とも相当大きくなる。ガードヒータの有無による損失熱量の増加率は、試片温度が高い場合で数倍、低い場合で数十倍に達する。したがって、低温域で高精度測定を可能にするにはガードヒータの使用が不可欠となる。Estalote ら⁹⁾を含み、ガードヒータを使用しない多くの測定結果には十分、注意する必要がある。

なお図で分かるように、ガードヒータ制御で $T_g > T_s$ とし、試片端での温度勾配を、そして熱電対線損失熱量 Q_t を零にすることも原理的に可能である。

3.3 試片の全放熱量と各種の損失および吸収熱量

Fig. 6 に、焼鈍線の全放熱量 $Q_s \{ = -m \cdot c_p (dT_s /$

Fig. 6 Ratios of heat losses to total power loss Q_s of the specimen: Q_t , Q_{gas} , and Q_h , heat losses through thermocouple leads, residual gas in the vacuum chamber, and by hot spots, respectively.

dL) に対する熱電対線, 残留ガスによる損失熱量 Q_t , Q_{gas} およびホットスポット (ガードヒータ, 電気炉) による吸収熱量 Q_h の割合を示す。アルミニウム比熱に文献値³³⁾を使用し, 計算した Q_s は約 155~351 K で 0.44~24 mW と非常に小さかった。 Q_t は, Fig. 5 のコンスタンタン線の試片端温度勾配値と熱伝導率の積値と, 鉄線での積値の和である。 Q_{gas} は, 同心円筒系の自由分子熱伝導³⁴⁾で評価した。また Q_h の計算に必要な形態係数は, 文献^{35,36)}を参考にした。

Fig. 6 に実線で示した熱電対線損失熱量の割合 Q_t/Q_s は 0.8% 以下と非常に小さく, ガードヒータによる Q_t のアクティブ制御効果が顕著に現れている。前述のようにアクティブ制御しないと, Q_t/Q_s は低温域で数十倍に増大する。また Q_{gas}/Q_s は最大で約 1.6% と Q_t/Q_s より大きかったが, 本真空装置の性能限界である。なお Q_h/Q_s は 0.03% 以下で無視できる量であった。

Fig. 7 に線および薄板の $(Q_t + Q_{gas} - Q_h)/Q_s$ を示す。記号○, ●, △, ▲は, 2.4 で述べた諸データである。この量は, 式(1)で明らかなように, 測定精度を決定し, 小さいほど高精度になる。焼鈍薄板を除く他の測定は, 最大でも 2.5% 以内と非常に小さく, 室温以下の低温域で理想に近い測定になった。また焼鈍薄板では, この量が最大 8.25% (約 130 K, $Q_{gas}/Q_s = 7.60\%$) まで単調増加したが, 測定中に真空漏れ (Oリングの締付け不良) を発見, 修理したところ,

Fig. 7 Ratios of total heat loss $(Q_t + Q_{gas} - Q_h)$ to total power loss Q_s of the specimens: ↓, decrease of the ratio due to reduction of residual gas pressure.

3.64% (125.5 K, $Q_{gas}/Q_s = 2.92\%$) まで減少した。この値が真空漏れ前の未焼鈍薄板 (▲) の延長線 (---) に乗り, Fig. 6 の各成分の温度依存性を考慮すると, 増加分は主に微量漏れ空気によると考えられ, 焼鈍薄板の測定精度も十分に高精度と判断した。

以上から, 低温域での金属の全半球輻射率の高精度測定は, ガードヒータによる熱電対線損失熱量のアクティブ制御で, 容易に実現できることが分かった。

なお Estalote ら⁹⁾ は, アルメル・クロメル熱電対線の熱損失 Q_t を輻射放熱を無視し, 熱伝導のみで解析した。低温データのない熱伝導率を Wiedemann-Franz 則から求め, 正方形銅薄板の全放熱量 Q_s との比 $Q_t/Q_s \approx 6\%$ (約 140 K) と報告している。これからアルメル・クロメル熱電対の熱伝導率を逆算してみると, 室温以上の値³⁷⁾の低温外挿値より 1 桁も小さい値になる。したがって, 彼らは熱損失を過少評価していると思われる。

3.4 試片の温度分布

試片に温度分布が生じ易い条件は, 一般に, 試片の全放熱量 Q_s に対する熱電対線損失熱量 Q_t の割合と, 質量当たりの表面積の値 A_s/m が大きく, また試片の温度レベルが高く, 熱伝導率が小さい場合である。熱伝導率が大きいアルミニウム試片で, A_s/m 値が大きい 291 K 薄板でも $Q_t/Q_s \approx 0.6\%$, また A_s/m 値がその 1/3 以下の 351 K 線も $Q_t/Q_s \approx 0.5\%$ と非常に小さいこと, 本研究より温度分布の生じ易い高温域の銅細線の結果²⁰⁾でも温度差は非常に微小であり, 全半球輻射率への影響は 0.1% 未満であることから, 一様温度

分布と仮定した。

3.5 全半球放射率 $\epsilon_{TH}(T)$ の算出と不確かさ解析

式(1)から $\epsilon_{TH}(T_s)$ を算出する際、不明な全半球吸収率 $\alpha_{TH}(T_s, T_\infty)$ は、通常 $\epsilon_{TH}(T_s)$ に等しいと近似される。本研究では、「温度 T_∞ の黒体放射に対する温度 T_s の金属の全垂直吸収率 $\alpha_{TN}(T_s, T_\infty)$ は、代表温度 $T_m = \sqrt{T_s \cdot T_\infty}$ での全垂直放射率 $\epsilon_{TN}(T_m)$ に等しい」とする Eckert の理論³⁸⁾を全半球値にも適用し、 $\epsilon_{TH} \neq \alpha_{TH}$ でデータ処理した。得られた ϵ_{TH} は、上記の近似を使用した場合に比較し、最大で3.8% (焼鈍薄板、約130K) 減少した。

また Wojcik らの誤差評価式³⁹⁾を使用し、文献^{7,22,40)}を参考に、アルミニウムの全半球放射率の不確かさ $\delta\epsilon_{TH}/\epsilon_{TH}$ を解析した。式(1)の誤差要因とその不確かさは、大きい順に、(1)試片冷却速度 $-dT_s/dt$, $\pm 1\%$, (2)比熱 c_p , $\pm 0.5\%$ とした。また(3)各種損失および吸収熱量の全放熱量に対する割合 $(Q_t + Q_{gas} - Q_h)/Q_s$ もあるが、その不確かさを Fig. 7 に示す値の $\pm 10\%$ と仮定しても、 $\pm 0.4\%$ 以下である。本研究の特徴は、他の測定法で数10%に達する(3)の不確かさを極力、小さくした点である。結局、アルミニウムの全半球放射率の不確かさ $\delta\epsilon_{TH}/\epsilon_{TH}$ を、焼鈍線は184~129K で $\pm 1.21 \sim 1.41\%$ 、125.5K で $\pm 1.24\%$ 、その他の線および薄板はすべて $\pm 1.20\%$ 以内と推定した。

Fig. 8 Temperature dependence of total hemispherical emissivity for mechanically polished aluminum: ○, ●, △, ▲, present work; —, — —, — — —, — — —, No. 2 and No. 35, the same results as shown in Fig. 1.

3.6 アルミニウムの全半球放射率 $\epsilon_{TH}(T)$

Fig. 8 に、線試片の全半球放射率の焼鈍および未焼鈍データ (○, ●) と、薄板のそれら (△, ▲) を示す。図中の各種の線、記号は、Fig. 1 に対応する。不確かさ区間は記号に埋もれるため省略した。また全半球放射率の測定値を Table 2 に示す。

図から、(1)線の焼鈍および未焼鈍データ (○, ●)

Table 2 Total hemispherical emissivity as a function of temperature for mechanically polished aluminum.

Wire		Plate	
Unannealed		Unannealed	
T(K)	ϵ_{TH}	T(K)	ϵ_{TH}
319.0	0.0265	291.1	0.0243
304.2	0.0254	275.5	0.0248
289.7	0.0241	261.1	0.0235
275.1	0.0227	245.8	0.0224
260.5	0.0214	230.3	0.0214
245.4	0.0205	214.4	0.0207
230.0	0.0194	199.2	0.0197
214.0	0.0184	184.5	0.0187
198.2	0.0174	170.0	0.0172
183.0	0.0166	160.5	0.0165
168.2	0.0154	152.5	0.0154
Annealed		Annealed	
T(K)	ϵ_{TH}	T(K)	ϵ_{TH}
350.7	0.0283	350.3	0.0293
330.4	0.0259	334.9	0.0279
310.7	0.0250	320.6	0.0265
291.1	0.0233	305.4	0.0250
271.7	0.0219	288.8	0.0233
251.8	0.0206	274.8	0.0220
230.9	0.0191	260.4	0.0215
209.8	0.0183	245.1	0.0202
188.4	0.0164	230.3	0.0196
168.6	0.0148	215.1	0.0185
165.1	0.0146	200.1	0.0177
163.9	0.0145	185.0	0.0168
159.4	0.0138	170.1	0.0157
155.0	0.0138	160.5	0.0147
—	—	150.6	0.0142
—	—	140.1	0.0129
—	—	135.2	0.0124
—	—	129.9	0.0120
—	—	125.5	0.0110

は、非常に良く一致し、(2)薄板の焼鈍データ (Δ) もそれらと良く一致すること、また(3)これら3種類のデータ ($\circ$, $\bullet$, Δ) は、著者らの高温域データ (—, 焼鈍) の延長上に位置すること、さらに(4)薄板の未焼鈍データ ($\blacktriangle$) は、他のデータより最大で20%大きい、同様の温度依存性を示すこと、などが分かる。

薄板の全半球輻射率は、焼鈍により最大で20%減少した。これは、未焼鈍表層にある機械研磨による加工変質層が、焼鈍で回復、再結晶(純度99.988%の開始温度約180℃²⁷⁾)化し、無歪結晶粒の集合組織⁴¹⁾になり、表層での伝導電子散乱が減少するためと考えられる。また純度99.9994%超高純度線では焼鈍効果が現れなかったが、再結晶温度が室温²⁷⁾であるから、加工変質層が生じてもすぐに無歪結晶粒に戻るためと思われる。前記(1)~(3)の各種データの一致は、本測定法の再現性を実証したことになる。

また電解研磨でも加工変質層が除去され、金属内部の性質が現れること⁴²⁾を考慮すると、本測定データと番号35のデータ、Wadeら⁷⁾の値($\bullet$, Fig. 1)の一致は理解できるが、本研究と同じ測定法によるEstaloteら⁹⁾の電解研磨面の値(---, 99.999%)が相当小さい理由は不明である。3.3で述べた熱損失過少評価を考えれば、彼らのデータはさらに小さくなる可能性がある。

ところで、未焼鈍薄板データ ($\blacktriangle$) を比較できる唯一の天野ら¹⁴⁾のパフ研磨板の値(---)は、薄板より約40~100%大きい、測定法、表面状態(純度、粗さ、機械研磨による加工変質層、残留応力、酸化皮膜の成長⁴³⁾など)の相違を考慮すれば、妥当であろう。また多層断熱設計で多用されるCunningtonら¹⁵⁾の400/500 Å蒸着膜(—, Mylar)の $\epsilon_{TH}(T) \sim T^{2/3}$ の温度依存性に本測定データが類似なのは興味深い。以上、諸家のデータとの比較からも、本測定法は妥当と思われる。

未焼鈍アルミニウムの全半球輻射率とその温度依存性は、表面性状(純度、粗さ、清浄度など)、加工度(変質層の厚さ、残留応力の大きさ)などに依存すると推測され、焼鈍処理で輻射率が減少する知見は、極低温真空装置などの熱設計上、有用な情報と思われる。

4. 結 論

低温金属の全半球輻射率の高精度、短時間測定法を確立した。非定常熱量法にガードヒータを導入し、試

片測温および懸架用の極細線熱電対の温度分布をアクティブ制御したところ、測定精度に最も大きく影響する熱電対線損失熱量を試片全放熱量の1%以内に抑制できた。また短時間測定に好適な試片形状を検討した。機械研磨し、粗さ計測した超高純度および高純度アルミニウムの全半球輻射率を125~351Kで測定した。諸家のデータと比較し、本測定法の妥当性を明らかにし、再現性を確認した。また極低温真空装置などの断熱設計で有用な「焼鈍による全半球輻射率の減少効果」を見いだした。

本研究では、東北大学流体科学研究所 故大泉浩技官、渡邊努技官に試片作製で、佐々木博志助手、菱沼信夫技官に論文作成で御助力いただいた。また宮城県工業技術センター企画情報室 松田伸慶科長に試片の圧延、粗さ測定で御協力いただいた。さらに東北大学金属材料研究所 高杉隆幸助教授には、金属表面の基礎知識を御教授いただいた。ここに記して厚く感謝致します。なお経費の一部は文部省科学研究費補助金一般B(02452122)であることを記し、謝意を表します。

最後に、より良い論文になるよう貴重な御意見を賜った閲読者の方に深く感謝致します。

参 考 文 献

- 1) Y.S. Touloukian and C.Y. Ho: *Thermophysical Properties of Matter, TPRC Data Series*, Vol. 7, IFI/Plenum Press, New York (1970) 2
- 2) J.C. Richmond: *Measurement of Thermal Radiation Properties of Solids*, NASA SP-31 (1963) 33
- 3) S. Katzoff: *Thermal Radiation of Solids*, NASA SP-55 (1965) 11
- 4) D.P. DeWitt and G.D. Nutter: *Theory and Practice of Radiation Thermometry*, John Wiley & Sons, New York (1988) 91
- 5) 日本熱物性学会: 熱物性ハンドブック, 養賢堂, 東京 (1990) 325
- 6) 低温工学協会: 超伝導・低温工学ハンドブック, オーム社, 東京 (1993) 285, 1092
- 7) W.R. Wade and D.J. Progar: NASA TN-5106 (1969) 1
- 8) K.G. Ramanathan and S.H. Yen: J. Opt. Soc. Am. **67** (1977) 32
- 9) E.A. Estalote and K.G. Ramanathan: J. Opt. Soc. Am. **67** (1977) 39
- 10) R.P. Caren: Prog. Astronaut. Aeronaut., **18** (1966) 61

- 11) E.W. Spisz and J.R. Jack : Appl. Opt. **7** (1968) 2259
- 12) J.R. Jack and E.W. Spisz : Prog. Astronaut. Aeronaut. **23** (1970) 93
- 13) D. Giulietti and M.J. Lucchesi : J. Phys. D. Appl. Phys. **14** (1981) 877
- 14) 天野俊之, 尾原昭徳 : 日本機械学会論文集 **56B** (1990) 146
- 15) G.R. Cunningham and C.L. Tien : Prog. Astronaut. Aeronaut. **23** (1970) 111
- 16) G. Hass : *Thermal Radiation of Solids*, NASA SP-55 (1965) 189
- 17) H. Masuda and M. Higano : J. Opt. Soc. Am. **A2** (1985) 1877
- 18) I. Ye. Smirnova, G.A. Zhorov and Yu. V. Zenkov : Heat Transfer-Soviet Research, **14** (1982) 90
- 19) Y.S. Touloukian and C.Y. Ho : *Thermophysical Properties of Matter. TPRC Data Series*, Vol. 7, IFI/Plenum Press, New York (1970) 22a ; D.P. DeWitt and G.D. Nutter : *Theory and Practice of Radiation Thermometry*, John Wiley & Sons, New York (1988) 91
- 20) 増田英俊, 日向野三雄 : 日本機械学会論文集 **51B** (1985) 2629 ; H. Masuda and M. Higano : Trans. ASME, J. Heat Transf. **110** (1988) 166
- 21) 増田英俊, 日向野三雄 : 日本機械学会論文集 **53B** (1987) 573
- 22) K.E. Nelson and J.T. Bevens : *Measurement of Thermal Radiation Properties of Solids*, NASA SP-55 (1965) 55
- 23) D.L. Stierwalt : Appl. Opt. **5** (1966) 1911
- 24) J.R. Jack and E.W. Spisz : NASA TN D-6316 (1971) 1
- 25) Prod. Bull. 201-2 (1976), 3 M Co., MN, USA
- 26) R.B. Dinwiddie, A.J. Whittaker and D.G. Onn : Int. J. Thermophys. **10** (1989) 1075
- 27) 麻草春海, 佐藤朋有, 高橋明彦, 前田秀雄 : 住友化学 (1988-II) 69
- 28) Y.S. Touloukian and C.Y. Ho : *Thermophysical Properties of Matter, TPRC Data Series*, Vol. 1, IFI/Plenum Press, New York (1970) 556 (Curve 32)
- 29) Y.S. Touloukian and C.Y. Ho : *Thermophysical Properties of Matter, TPRC Data Series*, Vol. 4, IFI/Plenum Press, New York (1970) 344 (Curve 1)
- 30) H. Masuda, S. Sasaki, M. Higano and H. Sasaki : Exp. Therm. Fluid Sci., **4** (1991) 218
- 31) Y.S. Touloukian and C.Y. Ho : *McGraw-Hill/CINDAS Data Series on Material Properties*, Vol. III-1, McGraw-Hill, New York (1981) 95
- 32) J.A. Brandt, T.F. Irvine, Jr. and E.R.G. Eckert : *Proc. 1960 Heat Transf. Fluid Mech. Inst.*, Stanford Univ. Press, Stanford (1960) 220
- 33) Y.S. Touloukian and C.Y. Ho : *Thermophysical Properties of Matter, TPRC Data Series*, Vol. 4, IFI/Plenum Press, New York (1970) 3 (Curve 3)
- 34) R.B. Scott : *Cryogenic Engineering*, Van Nostrand, Princeton (1959) 144
- 35) J.R. Howell : *A Catalog of Radiation Configuration Factors*, McGraw-Hill, New York (1982) 62
- 36) U. Gross, K. Spindler and E. Hahne : Lett. Heat Mass Transf. **8** (1981) 219
- 37) Y.S. Touloukian and C.Y. Ho : *Thermophysical Properties of Matter, TPRC Data Series*, Vol. 1, IFI/Plenum Press, New York (1970) 699 (Curve 6) ; 1016 (Curve 1)
- 38) E.R.G. Eckert and R.M. Drake, Jr. : *Analysis of Heat and Mass Transfer*, McGraw-Hill, New York (1972) 612
- 39) L.A. Wojcik, A.J. Sievers, G.W. Graham and T.N. Rhodin : J. Opt. Soc. Am. **70** (1980) 443
- 40) H.W. Coleman and W.G. Steele, Jr. : *Experimentation and Uncertainty Analysis for Engineers*, John Wiley & Sons, New York (1989) 1
- 41) 日本金属学会編 : 金属便覧 (改訂 3 版), 丸善, 東京 (1971) 908
- 42) C.L. Faust : Metal Finishing **80** (1982) 21
- 43) アルミ表面技術便覧, 軽金属出版, 東京 (1980) 987