425

高温測定用フォスファー薄膜の試作

永井伸治[○] 浅井圭介(航空宇宙技術研究所)

Thermographic Phosphor Coating for High Temperature Measurement

Shinji NAGAI and Keisuke ASAI

Abstract

For high temperature measurement of object's surface, TEOS/TBA sol-gel coatings with $Y_2O_3:Eu$ thermographic phosphor were manufactured. These surface coatings were required to have temperature sensitivity by phosphoresce, adhesion strength without a thermal crack, thinness, and surface smoothness for applications to aerothermodynamic tasting. The 3 sample coating plates with 3 different densities of phosphor were examined. The properties of these samples were investigated by heating up to 1000 Celsius. No change such a thermal crack was seen in surface micrographs after heating. The coatings were adherent enough against Scotch-tape tests before and after heating. Surface temperature measurement from 400 to 800 Celsius is feasible and principle phosphorescence of 611nm was affected by near infrared radiation from the background over 850 Celsius.

Key words: High Temperature, Thermographic Phosphor, Surface Coating

1. はじめに

フィルム冷却されたタービン翼の開発試験等においては、高温となる表面温度分布を得ることが出来れば非常に有用である。このような場合赤外線カメラの使用も考えられるが、温度を得るには高温での放射率測定が必要となり、また対象物以外から放射される赤外線の回りこみが問題となる。

無機物質であるフォスファーを紫外光で励起すると、強度が温度に依存するリン光を発する。このフォスファーを物体表面に付着させると、赤外線とは別波長であるリン光の発光強度画像から、物体表面の温度分布を得ることが出来る。フォスファー自身は高温で損傷しないものの、フォスファーを塗膜として物体表面に保持するバインダーについては高温に対する耐久性が問題となる。さらに本手法を熱流体実験のツールとして用いるためには、温度追従性に優れた一様で滑らかな薄膜が形成できるか、十分な温度感度を持つかを確認する必要がある。

本研究では 1000℃までの面温度測定を目的として、TEOS/TBA 系ゾルゲルを $Y_2O_3:Eu$ フォスファー粉末のバインダーとした感温コーティングの試作を行った。フォスファー粉末濃度を変えた3種類のサンプル片を試作し、表面状態や膜厚等の属性を調べた。また電気ヒーターによる高温炉によって1000℃まで10分程度で加熱し、温度感度を調べた。さらに加熱後の状態から、付着性の変化や熱クラックの有無等の耐久性を調べた。以上より高温測定ツールとしての成立性を検討した。

2. 感温コーティングの試作と評価

2. 1 コーティングサンプルの製作

Ethanol/Tetraethlorthosilane(TEOS)(4/1)の混合液に、1/10量のisobuthanol/aluminium tri-sec butoxide(TBA)(4/1)混合液を加え、ゾルを得た。このゾルに $Y_2O_3:Eu$ フォスファー粉末を重量比で7.5, 15, 30%加え、それぞれC0.5, C1.0, C2.0サンプル用ゾルとした。これらのフォスファーを含む各ゾルを縦横20mm、厚さ1mmの耐熱金属片に滴下し、乾燥させた後に400℃で30分、600℃で30分焼結を行い、ゾルゲル薄膜を形成して3種類のコーティングサンプルC0.5, C1.0及びC1.5を製作した。

2. 2 目視による常温での表面状態

試作サンプルC0.5及びC1.0の写真を図1に示す。

C0.5: 7.5% in weight

C1.0: 15%

Fig. 1 Surface photographs of phosphor coatings

表面はフォスファー微細粉末が一部露出し、バインダーのみのゾルゲル表面のような光沢は見られない。重い粒子であるフォスファー粉末をゾルに混合して滴下するため、サンプル板上のフォスファーの分布状態は一様ではない。フォスファー粒子は化学反応を伴わない混合状態でサンプル板上に付着しているため、他の種類のフォスファーでもこの方法で薄膜形成が可能であると考えられる。

2. 3 スコッチテープテスト及び膜厚測定

各試作サンプルに対して 1000℃までの加熱前後でスコッチテープテストを行ったところ、テープによる剥離は認められなかった。加熱後でも十分な付着性を維持していると考えられる。

次に膜厚を掃引距離 5mm で測定し、平均膜厚及び平均的最大値と平均的最小値の差から粗さを求めた。表 1 に示した結果より、温度追従性に優れた非常に薄い塗膜が、膜厚の 2 倍を超えない範囲の粗さで形成されていることが分かる。

Table 1 Results of thickness measurement

Phosphor Density	Averaged Thickness (μm)	Roughness (μm)
C0.5 7.5%	5	~7
C1.0 15%	7	5~11
C2.0 30%	12	9~20

2. 4 1000℃経験前後の表面状態の変化

1000℃経験前後の表面状態の変化を調べるため、試作サンプル表面を反射型顕微鏡で観察した。加熱前後の表面写真(160 倍)の比較を図 3 に示す。表面に露出したフォスファー粉末が白点となり、またバインダーの架橋構造がランダムな模様となって観察されるが、加熱前後で状態の変化は見られなかった。

Before heating

After heating up to 1000℃

Fig. 3 Surface micrographs of phosphor coating; C1.0: 15%

2. 5 発光強度の温度感度

$Y_2O_3:Eu$ フォスファーには色々な輝線があり、それぞれ温度に対する感度が異なる。510~1000℃の範囲の温度測定に用いるためには、255nm の紫外光で励起して 611nm のリン光強度を測定するのが良いとされている²⁾。ここでは励起光源に紫外線水銀ランプ、受光器に分光強度計を用いて、試作したサンプルの温度感度を 1000℃まで調べた。

発光強度の変化を図 4 に示す。横軸に温度、縦軸に発光強度を取った。フォスファー濃度の異なる 3 種類のサンプルでは、濃度が高くなるに従って発光強度が増加するが、3 種類とも温

度上昇に従って発光強度が大きく低下する。しかし 400℃以下と 850℃以上では変化に乏しい。また 400,500,600℃等の温度上昇時のデータと 450,550,650℃等の温度下降時のデータで、発光強度にばらつきが見られる。

C0.5 及び C1.0 サンプルは、400~800℃の温度測定に十分な感度を持つ。発光強度のばらつきは、温度下降時にサンプル板自体が冷え切っていないためと考えられる。850℃以上で見られる温度上昇に伴う発光量の僅かな増加は、サンプル板自身や加熱炉の側壁等が発する近赤外線放射の影響を受けているためと考えられる。この影響を避けるためには、611nm より低い波長領域で発光するフォスファーの使用が有効であると考えられる。

Fig. 4 Relationships between phosphorescence intensity of 3 sample coatings and temperature up to 1000℃

3. まとめ

TEOS/TBA ゼルゲルをバインダーとした $Y_2O_3:Eu$ フォスファーによる感温コーティングを試作した。1000℃までの加熱試験を行ったところ、耐久性に問題のないことがわかった。また発光強度の変化を調べ、400~800℃までの面温度測定に使用できる見込みが得られた。

今後の課題としてフォスファー粉末の均一な散布、850℃以上での近赤外線放射の影響を避けるための低波長発光フォスファーの使用が挙げられる。

謝辞

本研究の一部は、文部科学省科学技術振興調整費「機能性分子による熱流体センシング技術の研究開発 (MOSAIC)」により行われた。またコーティングの試作と評価試験に当たっては株式会社 関西新技術研究所(KRI)の宮保・柳瀬両氏の協力を得た。ここに感謝の意を表する。

参考文献

- 1) A. R. Di Gianpaolo Condo et al., J. Non-Crystalline Solid, 147&148, 467(1992)
- 2) Tianshu Liu et al, Appl. Mech. Rev. vol 50, no. 4, April 1997