選択吸収膜のパイプ上へのコーティング法*

海老沢 重 雄**

(昭和53年12月21日受理)

Coating Method of Solar-Selective Absorber Onto Pipe

Shigeo EBISAWA

(Electrotechnical Laboratory, Tanashi-shi, Tokyo)

(Received December 21, 1978)

1. はじめに

太陽エネルギーを効率よく熱に変換するためには、(1)太陽光の波長域では吸収が大きく、(2)赤外領域では熱放射による損失が小さいような選択吸収膜が必要である。特に太陽熱発電用選択吸収膜の場合には、上記の条件に加えて、500~600℃の高温時における光学の性質の変化が小さく、ヒートサイクルに対してより安定であることなどが要求される。

われわれは、耐熱性に優れた材料を用いて、単純な膜

構成による新しい選択吸収膜として、高周波スパッタリング法により、ステンレス基板および石英基板上に ZrC_x/Zr 系、 HfC_x/Hf 系の膜を作成し、これらの膜の組成および膜厚に対する分光反射率の関係ならびに真空中800℃以下における熱劣化などについて調べてきた¹⁾。

本速報では、これら平板上で得られた諸特性を損うことなくパイプ上にコーティングするための方法と、作成された膜の光学特性について調べた結果を報告する。

2. 実験方法と結果

Fig. 1 は選択吸収膜をパイプ上にコーティングするために試作した回転並進駆動機構の平面図である。機構は

Fig. 1 Apparatus for coating of solar selective absorber onto a pipe (plane figure).

① stainless steel pipe ② rotating support ③ pipe flange ④ guide for translation ⑤ cam ⑥ micro switch

Fig. 2 Schematic diagram of rf-sputtering apparatus.

(a) target (b) pipe (c) shutter (d) mask

幅23 cm, 長さ78 cm, 高さ20 cm でステンレス鋼で作製した。図中の①は粒径 0.1ミクロンのアルミナ粉末で充分バフ研磨した直径3 cm, 長さ25 cm のステンレス鋼製パイプで膜はこのパイプ上に析出される。②はパイプ回転用のガイドで、回転はガイドの端に直結した傘型ギアを通じて、スパッタ室の外壁に固定したサーボモータM1で行った。回転速度はモータの入力電圧の調整により、時計方向、反時計方向とも毎分3回転から11回転の範囲で可変できる。パイプの前進、後退はパイプフランジ③と送りカム⑤の組合せによった。すなわち、送りカムは送りガイド④に切ってあるピッチ2.5, 長さ33 cm のネジ上を前後に移動する。送りのための駆動力には、図右側の平型ギアおよび傘型ギアを通じて、M1よりもトルクの大きなサーボモータM2を用いた。この場合も送り速度は毎分1 cm から2.7 cm の範囲で調節できる。⑥はパイプと同間隔に固定した送り方向切替用のマイクロスイッチで、外部の警報ブザーと接続した。なお、軸受にはステンレス製ベアリングを用い、スプレー式窒化ボロン粉末を薄く塗布することにより回転を円滑にした。

Fig. 2 は上述の機構をスパッタ室に据付けたときの電極とパイプとの相関を示したもので、Hf ターゲット(a)とパイプ(b)底面との距離は6 cm である。中間にはシャッター(c)、マスク(幅2.5 cm, 長さ8.5 cm) (d)を取付けた。

平板での実験結果から、パイプ温度を 300℃に保つことは作成された選択吸収膜の性能、特に付着力の強弱に対する影響が大きい。本実験では熱源として 500W のタングステン・ランプヒータ2個をパイプに接近させて取付け、ランプの入力電圧を調整することにより、スパッタ前の予備加熱から膜作成後の焼鈍を通じてほぼ均一に 300℃に保つことができた。

Table 1 Sputtering condition

Traget	Hf (99.9%)
V_{rf}	2.7 kV
P_D	3.8 W/cm ²
T_s	300°C
Sr	8 rpm
Ss	1.5 cm/min
HfC _x film	
P_{Ar}	8×10^{-3} Torr
t_{dep}	100 min
HfC _x film	
$P_{(Ar+CH_4)}$	8×10^{-3} Torr
$P_{(CH_4)}$	5×10^{-3} Torr
t_{dep}	55 min

Fig. 3 Reflectance spectra of HfC_x-Hf films deposited on a flat plate and a pipe.

選択吸収膜を作成するためのスパッタ条件は **Table 1** の通りである。ターゲットには純度99.9%の Hf 板を用いた。前報¹⁾で述べた ZrC_x/Zr系と同様に、HfC_x/Hf系でもステンレス基板と HfC_x 膜との付着力を強めるためには、Hf の中間層が必要である。本実験の場合には 8×10^{-3} Torr の Ar 雰囲気中で 100分間 Hf をスパッタした。膜厚は後述の膜厚測定から 1150~1300 Å (中央部がやや厚い) である。

HfC_x 膜を作成するための CH₄ と Ar の混合ガス圧 ($P_{(CH_4+Ar)}$)、CH₄ 分圧 (P_{CH_4})、高周波電圧 (V_{rf})、電力密度 (P_D)、基体(パイプ)温度 (T_s) などは平板での作成条件に合わせた。パイプの回転速度 (Sr) と送り速度 (Ss) の調整は、本実験で最も苦心を要した所で、パイプ温度が 250℃以下では比較的自由に速度調整が出来たが、300℃では極端に制限され、円滑に駆動させるには、8 rpm と 1.5 cm/分の組合せが最もよい条件であった。

HfC_x 膜の膜厚および膜組成は選択吸収膜としての光学特性を支配する大きな要素である。これらの諸特性を直接パイプ上に作成した膜から求めることは困難のた

め、パイプ上に数ヶ所取付けたガラスのテストピースから求めた。

まず、Table 1 に従って、スパッタリング時間(t_{dep})を100分にした Hf 膜を繰返し反射干渉顕微鏡で膜厚を求めると、パイプの中央部で1300Åである。これに対して55分間スパッタした HfC_x 膜の膜厚は600Åである。

一方、テストピース上に作成した HfC_x/Hf 膜を ESCA を用いて組成分析した結果、Hf および C と少量の O が存在していることが判った。この中 C_{1s} と $\text{Hf}_{4d5/2}$ ピークの面積強度比を求め、さらに光電離断面積を考慮して、C/Hf を求めた結果 7/1 である。 HfC_x 膜厚および組成比は最適条件で作成した ZrC_x 膜の数値とほぼ一致している。

Fig. 3 は同じテストピースから得た分光反射率(実験)と以前に平板上に作成した HfC_x 膜との分光反射率(点線)の特性比較である。図から、可視域での反射率

は約10%で、波長 $0.7 \mu\text{m}$ から立上り、赤外域では95%である。したがって Table 1 の条件で作成した HfC_x/Hf 膜は、膜厚、組成、分光特性とも平板で得た結果をほぼ満足した状態でパイプ上に移行することが出来た。

3. おわりに

以上のごとく、われわれが開発した ZrC_x 系および HfC_x 系選択吸収膜をパイプ上に作成することを試みた。得られた結果は平板で得た膜の諸特性をほぼ満足している。今後さらにパイプの回転数と送り速度との相関など基礎データを集積して、太陽熱発電用集熱管を作成する際の資料に役立てたい。

〔文 献〕

- 1) 海老沢重雄, 伊原英雄, 篠木藤敏: 真空 **21** (1978) 113.