熱放射を利用した溶射粒子の温度と速度の測定*

黒田聖治**, 福島 孟**, 北原 繁**, 藤森秀木***

Measurement of Temperature and Velocity of Thermally Sprayed Particles using Thermal Radiation*

by Seiji Kuroda**, Takeshi Fukushima**, Shigeru Kitahara** and Hideki Fujimori***

Methods to measure the surface temperature and the velocity of thermally sprayed particles were developed and applied to plasma-sprayed Mo, Ni-Cr alloy, and alumina particles in the air.

In the temperature measurement, radiation from particles within a cylindrical measurement volume is measured and its spectrum is analyzed by a monochromator. Then the spectrum is compared with the spectra of blackbody radiation to determine the surface temperature of the particles through the least squares method.

Spatial filtering technique using a mask with four thin parallel slits was adopted in the velocity measurement. When a single particle travels in front of the plates, radiation passing through the spacings between the plates is detected by a photo-multiplier, which gives a signal with four peaks. Then the velocity v of the particle is given by $v=d/t$, where d is the distance between the neighboring slits and t the period between the peaks. It was also found that the mean velocity of a high-density particle stream can be determined by analyzing the power spectrum of the signal by a method such as FFT.

As the results of those measurements, the change in the temperature and the velocity of sprayed particles with the distance from the exit of a plasma-torch was obtained. Where as the metal powders exhibited similar history of cooling and deceleration with the distance, alumina particles were found to be accelerated to a much higher velocity close to 300 m/s but decelerated at a much faster rate. The temperature of alumina particles could be measured for only a limited region due to the weak radiation. Also the effects of particle size on the distribution of both the temperature and the velocity of sprayed Mo particles were examined.

Key Words: Thermal spraying, Plasma jet, Temperature measurement, Velocity measurement, Color pyrometry, Spatial filtering

1. 緒 言

溶射によって形成される表面皮膜の特性と数多い溶射パラメータの間には、密接な関係があることが経験的に良く知られている。この主な原因として、溶射粒子の状態、即ち温度、速度、酸化度や、それらの空間分布が溶射パラメータによって変化することが考えられる。プラズマ溶射を例にとり、溶射粒子の状態に影響を与えると考えられるパラメータを Table 1 に整理したが、あるパラメータ、例えば、アーク電流を変化させた場合、溶射粒子の温度や速度がどう変化するかについて、系統的なデータは極めて乏しい。数値モデルによる解析もかなり試みられているが^{1,2)}、その基礎となるプラズマと粒子間の運動量や熱伝達の素過程が十分明らかでない点に問題がある³⁾。従って、溶射粒子の状態を直接的に計測する技術が溶射プロセスの基礎的研究を行うためにも、溶射皮膜の品質管理、信頼性向上のためにも望まれる。レ

ーザを始めとする近年のオプトエレクトロニクス技術の進歩によって、溶射粒子の状態を非接触でかなり精密に測定できるようになってきた。例えば、溶射粒子の速度は、レーザドップラー法 (LDA) や^{1,2)} レーザ 2 フォーカス法^{2,4)} によってプラズマ輝部内でも 1 mm 程度の高い空間分解能で測定できる。しかし、これらの方法には、光学系の精密な調整が必要であったり、溶射で用いられるような高密度粒子流に適用しにくいなどの問題がある。また、従来から良く用いられている写真による各種の計測法は、その場測定ができない欠点がある。

Table 1 Principal spray parameters determining the state of plasma sprayed particles

Torch structure	Electrode geometry Position, diameter, and angle of powder feed inlet
Operating conditions of a torch	Arc current Composition of operating gas Flow rate of operating gas Powder feed rate Flow rate of powder feed gas
Others	Characteristics of powder (powder size, density, morphology, etc.) Spray distance Atmosphere

*原稿受付 平成元年1月18日 昭和63年度春季全国大会及び昭和63年2月アーク物理研究委員会で発表

**正 員 金属材料技術研究所 Member, National Research Institute for Metals

*** 慶応大学大学院 (現, 三菱電機) Keio University, graduate school (Present address: Mitsubishi Electric Corp.)

粒子温度の測定法としては、熱量計によるもの⁵⁾、粒子表面からの熱放射によるもの^{2,6,7)}があるが、現在のところプラズマ輝部内の粒子温度を測定する方法はない。前者は、多数の粒子の質量平均した温度が求まるもので、原理的な信頼性は高い。熱放射を利用した測定では粒子の表面温度が測定されるわけだが、二色温度計の原理によるものがほとんどである。通常の二色温度計と同様に、使用する波長での物体表面の分光放射率が明らかでないと測定される温度の絶対値の信頼性は低い。また、溶射の場合、測定対象の近くにプラズマジェットのような高温、高輝度の光源があるので、迷光について十分留意する必要がある⁸⁾。

最近、粒子の熱放射を利用して、単一粒子の温度、速度⁶⁾、あるいは粒径まで⁹⁾同時に測定する方法が報告されているが、光学系の調整に精密さを要する点や、高密度粒子流に適用できない、統計的に十分な数の粒子についてのデータを得るのに時間がかかるといった問題がある。

本研究では、溶射粒子の熱放射を利用して、溶射に適用した実用性の高い温度、速度計測法を開発することを目的とした。本論文で報告する方法は、多数の溶射粒子の流れを一つの粒子束と見なし、測定体積中に含まれる複数粒子からの放射光を同時に取り込み、平均的な温度と速度を迅速に求めようとするものである。

2. 実験条件

実験は、モリブデン (Mo)、ニッケルクロム (80 Ni-20 Cr) 合金、アルミナ (Al_2O_3) 粉末を Table 2 に示すような条件で大気中でプラズマ溶射して行った。Mo については、粉末粒度の影響を調べる目的で三種類の粒度の粉末を用意したが、通常の実験では 10-53 μm のものを用いた。

3. 温度測定

Fig. 1 にプラズマジェットおよび溶射粒子の放射光の強度分布とスペクトルを測定する装置の概略を示す。集光用の光学系は、直径 12 mm の開口 a_1 , a_2 を 250 mm の間隔で配し、その後方に焦点距離 30 mm の凸レンズ l_1 を置いたもので、集光された光は光ファイバによって分光系に導かれる。実験では本光学系をプラズマジェットの軸より 150 mm の距離に置き、測定体積はプラズマジェットの軸付近で直径約 14 mm の円筒となっている。また、本光学系的前方には、プラズマジェットの放射光が装置の周囲で散乱され迷光として混入しないように、楔形の黒色吸収体を置いた。光ファイバから出射し

Fig. 1 Scheme for measurement of radiation spectra from plasma-sprayed particles.

た光は、凸レンズ l_2 とハーフミラー $h.m.$ によって二分され、一方は光電子増倍管 1 (PMT 1) に、他方は分光された後、光電子増倍管 2 (PMT 2) によって電流信号に変換される。分光器は、焦点距離 250 mm のクロスツェルニー型のもので、回折格子は 600 本/mm のものを用いた。この分光器は回折格子をモータで回転する方式で 300 nm から 900 nm の波長範囲を走査するのに約 2 分間を要する。したがって、溶射粒子の放射光を分光する場合、円筒状の測定体積中の粒子の数が変動すると、入射光のスペクトルは一定でも、その強度変化が雑音としてスペクトル上に現れてしまう。この粒子数変動による雑音を軽減するために割り算器を用い、分光器側の出力 PMT 2 を PMT 1 によって検出する波長範囲 185~850 nm の光強度で逐次規格化した。割り算器の出力は、ペンレコーダで記録し、デジタイザによってコンピュータに取り込み処理した。また、光学系を移動テーブルによってプラズマジェットの軸に沿った z 方向、或いは上下 y 方向に移動させて、各点での光強度やスペクトルの測定を行った。なお測定系全体の分光感度は分光照度標準電球 (分布温度 3111 K) を用いて校正した。

Fig. 2(a) に Mo を溶射した際の PMT 1 によって測定される放射光の強度分布を示す。粉末をトーチ上方から送給しているために、溶射粒子がやや下方に広がりながら飛行する様子が分かる。Fig. 2(b) には y 方向の光強度分布の最大値とトーチ出口からの距離 z の関係を、プラズマジェットおよび三種類の粉末を投入した場合について示す。トーチ出口から約 20 mm の距離までは、粉末を投入しても、プラズマジェットだけのときとほとんど変化はない。プラズマジェットだけの場合、 $z=40$ mm で光強度はトーチ出口の約 10^{-4} にまで減少するが、粉末がある場合は、 10^{-2} 程度である。 $z>60$ mm では、粉末の放射光に比べてプラズマジェットの放射光は十分小さくなっており、溶射粒子が「良く見える」状態である

Table 2 Experimental conditions of spraying and the size of powders

Operating gas	Ar
Powder feed gas	Ar
Arc current, voltage	750A, 30V
Powders	
Material	Size (μm)
Mo	Coarse 76-100
	Medium 10-53
	Fine 1-10
80Ni-20Cr	10-44
Al_2O_3	10-44

Fig. 2 Intensity distribution of radiation from a plasma jet loaded with Mo powder (a), and changes in peak radiation intensity with the distance from the torch for a gas plasma jet and powder-loaded plasma jets (b).

ことが分かる。しかし、アルミナ粒子の放射光は、Mo、80 Ni-20 Cr に比べて急速に減少し、肉眼で観察しても薄いオレンジ色の発光の認められる領域の長さは100 mm 程度である。

実際の粒子放射光のスペクトルを測定する際の測定体積中の粒子密度の変動の影響と、割り算による補償効果を Fig. 3 に示す。粉末は 80 Ni-20 Cr 合金で、 $z=100$ mm での測定結果である。(a)はモノクロメータの出力であり、横軸は波長とそれを走査するに要する時間を併記した。出力に細かい変動と周期的な大きな変動が重畳されている。(b)は、モノクロメータを通さない光電子増倍管 PMT 1 の出力であり、同様の変動が現れている。この変動の主な原因は、粉末送給装置の粉末送給量の変動であるが、PMT 2 の出力を PMT 1 の出力で割ることによって、その影響をほとんど取り除くことができ(c)に示すようなスペクトルが得られる。

Fig. 4 に、トーチ出口近傍($z=10$ mm)でのプラズマジェット放射光のスペクトル(a)と、Mo 粒子を投入した

Fig. 3 Effect of compensation for intensity fluctuation in the spectrum measurement. Monochromator output (a), fluctuation in intensity (b) and compensated spectrum (c).

場合の各位置でのスペクトル(b), (c)を z にしたがって示す。 $z=10$ mm でのスペクトルの概形は、Mo 粒子を入れても変化しないが、金属蒸気によると思われる線スペクトル短波長側に数多く現れている。 $z=40$ mm でもまだこれらの線スペクトルの強度は高いが、 z が 60 mm 以上ではほとんど粒子の熱放射による連続スペクトルが観測される。波長 600 nm 付近のスペクトルの歪みは、モノクロメータの回折効率と光電子増倍管の分光感度の関係で生じているものである。このようにして測定された粒子放射光のスペクトルの一本 (Mo 粉末、 $z=200$ mm) を測定系の分光感度によって補正し、黒体放射のスペクトルと比較したものを Fig. 5 に示す。ただし、どのスペクトルも 600 nm での強度を 1 として規格化してあるが、測定されたスペクトルの形は 2450 K の黒体放射スペクトルに近いことが分かる。最も形に近い黒体放射スペクトルを求めるために、最小二乗法を 400 nm から 800 nm の波長域について 10 nm 刻のみデータ 41 個について適用し、最小残差を与える温度を、本方法によって計測される溶射粒子束の平均温度 T とトーチ出

Fig. 4 Spectra of radiation from a gas plasma jet (a) and a plasma jet loaded with Mo particles (b), (c) at various distances z from the torch outlet.

Fig. 5 Comparison of the measured spectrum of radiation from Mo particles with the spectra of black body radiation.

口からの距離 z の関係を三種類の粉末について Fig. 6(a) に、また温度を決定した際の残差の r.m.s. を 600 nm で

Fig. 6 Temperature T of plasma sprayed particles vs. the distance z from the torch outlet (a), and normalized r.m.s. errors in the temperature determination (b).

のスペクトル強度を 1 として Fig. 6(b) に示す。点線は粉末を投入しない状態のジェットを中心軸上の温度で熱電対を用いて測定した¹⁰⁾。スペクトルのフィッティングの残差は、材料による違いはあるが、torch 出口に近すぎても、離れ過ぎても大きくなる傾向がある。torch 出口に近いと Fig. 4 で示したように、プラズマジェットや金属蒸気の発光が混入してくるため残差が大きくなる。また z が大きくなると、測定体積中の粒子数密度が小さくなって、測定される放射光強度が小さくなるのが原因と考えられる。とくにアルミナ粒子の場合、 $z = 100$ mm 以上で急速に残差が増大するが、Fig. 2(b) に示したようにアルミナ粒子の放射光強度が金属系粒子と比べて急速に小さくなっていることが原因であり、その結果として温度を推定できる区間は短い。赤外域での測定も考えられるが、アルミナの分光放射率は赤外域に複雑な構造を持っており¹¹⁾、本方式による温度測定の目的には利用しにくい。Mo と 80 Ni-20 Cr については Fig. 6(a) に見られるように、冷却過程に対応すると考えられる曲線が得られた。測定された温度と各材料の融点を右端に記した。Mo の場合、 $z > 100$ mm では、温度が融点より低くなっているが、 $z = 200$ mm 付近で粒子をガラス板に受け止めて観察すると、大部分の粒子は扁平になって円周方向に飛散しており大部分が溶融していたと推測される。本測定は粒子の冷却が最も早い粒子表面の温度を測定しており、表面が凝固していても内部が溶融している

ことは十分にあり得る。また、こうした材料の高温、溶融状態、或いは表面が酸化膜で覆われた状態での分光放射率の値がほとんど不明なため¹²⁾、温度の絶対値や、粒子の溶融状態との対応についてはさらに検討する必要がある。しかし、溶射粒子の状態を一定に制御したり、同一材料について溶射パラメータを変化させた場合の相対的な評価などには適用が可能であろう。

4. 速度測定

溶射粒子の速度測定の原理を Fig. 7 に示す。装置の光学系は、シリンダレンズ L_1 、5枚の黒色平板、集光レンズ L_2 を直線上に配して構成した一種の空間フィルタ¹³⁾ とその出力光を伝送する光ファイバと集光レンズ L_3 、光電子増倍管 (PMT) よりなる。PMT の出力は、データレコーダで一度記録したのち再生され、パーソナルコンピュータによって時間領域で、FFT アナライザによって周波数領域で解析される。今、図に示すように、一個の発光粒子が空間フィルタの前方を横切ると、PMT に入射する光量は、粒子が黒色平板間の隙間の延長線上にあるときは大きくそうでないときは小さくなる。従って、一個の発光粒子の通過ごとに、4つのピークを持つ波形が記録され、そのピーク間の時間間隔を t_p 、黒色平板間の隙間のピッチを d 、粒子の速度を v とすると

$$v = d/t_p \quad \cdots \cdots (1)$$

という関係が成り立つ。粒子の放射光を集光する効率は、粒子がシリンダレンズの焦点上にある時に最大となるが、(1)の関係自体は粒子と光学系の距離によらず保たれる。従って、精密な調整を要さず、しかも溶射粒子束のような測定器に対して奥行き方向に空間的な広がりを持った粒子束に対しても正確な測定が可能である。

また、この波形のパワースペクトルには、周波数 $f_p = 1/t_p$ に顕著なピークが現れ、

$$v = f_p \cdot d \quad \cdots \cdots (2)$$

という関係が成り立つ。

実際に、プラズマ溶射した Mo 粒子1個から観測さ

Fig. 7 Scheme for velocity measurement of plasma-sprayed particles.

れた波形を Fig. 8(a) に、そのパワースペクトルを(b)に示す。データレコーダの入力部が AC カップリングのため、信号のベースラインにうねりが現れているが、明瞭に4つのピークが認められる。この波形をパーソナルコンピュータに取り込み、プログラムによって、各ピークを検出し、3つのピーク間隔 t_{p1} , t_{p2} , t_{p3} より、

$$t_p = \frac{1}{3} (t_{p1} + t_{p2} + t_{p3}) \quad \cdots \cdots (3)$$

として、各粒子の速度を(1)式より計算した。(b)に示すパワースペクトル上には、 $f_p = 1/t_p$ の位置に顕著なピークが現れているが、そのほかにもかなり細かい構造のピークが存在している。

Fig. 9 には、Mo 粒子を毎分約 0.2 g の送給量で溶射した場合の測定結果を溶射トーチ出口からの距離 z にしたがって示す。(a)は各位置での時間軸波形、(b)は(a)の波

Fig. 8 Typical change in radiation intensity detected through the mask (a) and its power spectrum (b).

Fig. 9 Change in temporal waveform (a), velocity distribution (b), and power spectrum (c) with the distance z from the torch outlet.

Fig. 10 Velocity of plasma-sprayed particles vs. the distance z from the torch outlet. Results of peak-interval analysis (a) and FFT analysis (b).

形を粒子100個分処理して得られた速度分布、(c)は(a)の波形のパワースペクトルを約2分間加算平均したものである。 $z=40$ mmは、プラズマジェットの発光が強く4つのピークを持つ波形は測定されず、パワースペクトル上にも対応するピークは無い。60 mm以上離れたと、明瞭に4つのピークが検出されるようになり、パワースペクトル上にも対応する位置にピークが生じる。(b)の粒子の速度分布を見ると、 $z=60$ mmでは、120 m/sに速度分布の中心があり、それより ± 10 m/sの範囲内に全粒子の約7割が入っていることが分かる。トーチから離れるに従って粒子速度は低下していき、平均速度は $z=400$ mmで約70 m/sとなる。パワースペクトル上の顕著なピークの周波数 f_p も z が増すと低周波数側に移動している。

Fig. 9(b)の速度分布から、平均速度と標準偏差を計算し、それらがトーチ出口からの距離 z によって変化する様子を三種類の粉末についてFig. 10(a)に示す。点線は、ジェット中心軸上のガス流速で、粉末を投入しない状態でピトー管を用いて測定した¹⁰⁾。Moと80Ni-20Cr合金は、類似の速度分布を示しており、トーチ出口から約120 mmで、粒子より周囲のガスの方が低速な減速領域に入っている。一方アルミナ粒子の場合、測定可能な最小距離 $z=80$ mmでの速度が約270 m/sと、金

Fig. 11 Effects of powder feed rate on the temporal waveforms and their power spectra.

属系の粉末に比べて2倍以上高く、またその z に対する減速の割合も著しく大きい。この主な原因は、アルミナの密度がMoや80Ni-20Cr合金の半分以下であるためと考えられる。

つぎに、Fig. 9(c)のパワースペクトル中のピークの周波数 f_p から(2)式によって速度を計算し、Fig. 10(b)に示す。各点でFig. 10(a)の速度分布の平均値と同様の値をとっており、両者の差は最大でも分布の標準偏差程度である。このことからパワースペクトル中のピーク周波数から粒子束の平均速度を推定でき、その誤差は速度分布の標準偏差程度であることが分かる。さらに、この方法の最大の利点として粉末送給量を増して、測定体積中の粒子数密度が高くなっても測定できることがある。即ち、Fig. 11に示すように、粉末送給量が約60 mg/s以上になると時間軸上では複数の粒子からの波形が重なり合ってピーク間隔の決定が困難になるが、パワースペクトルの形はほぼ一定に保たれており、送給量を620 mg/sまで上げて平均速度はほとんど変化しないことが分かる。

5. 粉末粒度の影響

同一材料について溶射パラメータを変化させた場合の影響の一例として、粉末粒度を取り上げる。Table 2に示した三種類の粒度のMo粉末を溶射し、 z 方向の温度と速度分布を測定した結果をFig. 12(a), (b)に示す。温度、速度ともに粒径が小さいほど溶射距離 z に対する変化の割合が大きいことが明らかである。Vardelleらはレーザドップラー法によって大気中でプラズマ溶射されたアルミナ粒子について溶射トーチ出口直近からの速度分布を測定した¹⁾。その結果によると粒径の小さい粒子ほど高速まで加速されるが、その後の減速域での減速割合は大きく、本実験で測定されたMo粒子の減速過程と同じ傾向を示している。従って、このような溶射粒子束を用いて皮膜形成を行う場合、微粒であるほど皮膜の性質は溶射距離の変化に敏感になると推測される。

6. 結論

溶射粒子の放射光を用いて、粒子の表面温度、及び飛行速度を非接触で測定する方法を開発した。本方法は、以下のような特徴を持つ。

- 1) 実際の皮膜形成に用いられるような高密度の粒子

Fig. 12 Effects of powder size on the cooling (a) and the deceleration (b) of plasma-sprayed Mo particles.

流に対しても、その平均速度や温度を求めることができる。

2) 光学系の構造が単純で、精密な調整を必要としない。

3) プラズマ輝部内の粒子の測定はできないが、通常の溶射距離での測定は可能である。

4) 温度測定では、放射スペクトルを約 500 nm の波長域に渡って測定しているので、プラズマジェットからの迷光や、蒸気の発光の影響を受けにくい。

この方法によって大気中でプラズマ溶射された Mo,

80 Ni-20 Cr 合金、アルミナ粒子の温度と速度の分布を測定し、冷却および減速の過程をほぼとらえることができた。また、粉末の粒径が小さいほど溶射距離の変化に対して温度と速度は大きな割合で変化することが確認された。

謝 辞

本研究に対し貴重な助言を頂いた慶応大学理工学部、堀内敏夫教授、富田 豊講師に深謝の意を表します。

参 考 文 献

- 1) M. Vardelle, A. Vardelle, P. Fauchais, M. Boulos : Plasma-particle momentum and heat transfer, modelling and measurement, A. I. Ch. E. J. 29 (1983), 236-242.
- 2) P. H. M. Vaessen : Heat and momentum transfer from an atmospheric argon hydrogen plasma jet to spherical particles. Thesis, Eindhoven Univ. Technol., 1984.
- 3) X. Chen : Particle heating in a thermal plasma. Proc. 8 th Int. Conf. on Plasma Chemistry, Tokyo, 1987, Vol. 1, 4-11.
- 4) H. D. Steffens, K. H. Busse, M. Schneider : Spray particle behaviour in a low pressure plasma jet, Proc. 11 th Int. Thermal Spraying Conf., Montreal, 1986, 49-59.
- 5) 蓮井淳 : 溶射工学, 養賢堂(1969), 116.
- 6) V. P. Lyagushkin, O. P. Solonenko, A method to simultaneously measure the velocity and temperature of disperse particles in high temperature flows, Proc. 7 th Int. Conf. on Plasma Chemistry, Eindhoven, 1985, Vol. 2, 730-735.
- 7) J. Mihsin, M. Vardelle, J. Lesinski, P. Fauchais : Measurement of surface temperature of particles sprayed by D. C. plasma jets by colour pyrometry in flight, Proc. 7 th Int. Symp. Plasma Chem., Eindhoven, 1985, 724-729.
- 8) 真島正一, 磯部孝 : 計測法通論, 東京大学出版会(1974), 364.
- 9) T. Sakuta, M. Boulos : Simultaneous in-flight measurement of particle velocity size and surface temperature under plasma conditions. Proc. 8 th Int. Symp. Plasma Chem., Tokyo, 1987, Vol. 1, 371-376.
- 10) 福島孟, 黒田聖治, 北原繁 : 高出力トーチによるプラズマジェットの性質, 溶接学会講演概要41 (1987), 228-229.
- 11) Y. Touloukian, D. Dewitt : Thermal Radiative Properties. Nonmetallic Solids, 8 (1972), 157.
- 12) 小野晃 : 高温材料の放射率データの現状と問題点, 計量管理, 134 (1985), 9-15.
- 13) 小林彬 : 空間フィルタとその応用(1), 計測と制御19 (1980), 409-417.