すず点黒体炉の開発

[計測自動制御学会論文集]
Vol. 23, No. 2
(昭和62年2月)

藤原 哲雄*・服部 晋**

A Study of a Tin-Point Blackbody Furnace

Tetsuo FUJIHARA* and Susumu HATTORI**

1. はじめに

放射温度計のトレーサビリティに関して新しい方式が発表された¹⁾が、適用可能範囲は400~1100°Cに限られ400°C以下の領域にも適用できる方式の確立が望まれている。この目的に対してすず点(231.9681°C)は有用であるが、この定点の実現に際しては、20~30 Kにも及ぶ過冷却からの速やかな復帰を達成させない限り十分な精度は期待されない。

本研究は、過冷却状態を保持するための設定温度を定点値の5 K下程度まで接近させ、かつ、ガス噴射による強制冷却を適用して、すず点での黒体を簡単にしかも精度よく実現する方式を考案し実験的に検証したものであって、その成果は、400°C以下での放射测温のトレーサビリティの向上に資するものと期待される。以後では本黒体炉の概要とその性能を示す。

2. 黒体炉の構成

加熱炉は内管と外管の二重の炉芯管を有するFig. 1の構造とした。内管にはFig. 2の形状のすず点黒体をつばを設置しており、内管と外管のすきまは中空にして、外管にヒータを設置している。この構造では内管と外管との間の熱伝達は小さく、すずの過冷却復帰時に潜熱を消費する熱負荷は、るつばと、るつば設置付近の内管にほぼ限定される。108 gのすずを内蔵するるつばは、すずの凝固に際して約6.4 KJの熱を放出する。一方、熱負荷となる部分の熱容量は、すずが約30 J/K、黒鉛るつばが約80

Fig. 1 Furnace for the tin freezing point blackbody

Fig. 2 Graphite blackbody for the realization of the tin freezing point

J/K、内管(るつばに接する部分)が約110 J/Kで合計220 J/Kと評価できる。過冷却復帰時にこれらの熱負荷をすずの凝固点温度に高めるために消費される熱量の許容値を全潜熱の1/3として計算すれば、この構造では10 K程度まで許容される。この黒体炉は、内管と外管との間に設置したシース径が1 mmのK熱電対で、炉の中間部の温度を検出し、融解時と凝固時とで設定温度を変えて比例制御を行う。この方法は、凝固点付近の温度に達する時間を短縮でき、かつ、過冷却温度を一定温度以内に維持できる、設定温度を変えることによってプラトー持続時間の調整効果を期待できるなどの特徴をもつ。

空どうは内径10 mm、深さ52 mmの黒鉛壁の円筒で構成し、開口径6 mmの絞りを設置して、空どう放射率0.999以上が得られる形状に設計した。噴射管(Fig. 2)からのガスによって、るつばは局部的に短時

* 計量研究所大阪支所 大阪市北区扇町 2-6-20

** 計量研究所 茨城県新治郡桜村梅園 1-1-4

* Osaka Branch, National Research Laboratory of Metrology, Osaka

** National Research Laboratory of Metrology, Niihari-gun, Ibaraki

(Received July 10, 1986)

(Revised October 3, 1986)

Key Words: tin-point, blackbody furnace, supercooling

間冷却され、過冷却から速やかに復帰する。温度制御には設定温度範囲 $0 \sim 599^\circ\text{C}$ 、最小設定目盛 1°C の温度調節計を用い、最大電力は 900 W である。

3. 凝固特性

すず点温度より数 K 高い融解状態から加熱を停止し、自然冷却した場合と過冷却に入った直後に、ガス噴射によって過冷却からの復帰を誘発させた場合の凝固曲線を Fig. 3 に示す。この曲線は、測定範囲 $0 \sim 500^\circ\text{C}$ の HgCdTe 放射温度計（波長帯域 $2 \sim 5\mu\text{m}$ 、分解能 0.05 K ）で記録したものである。Fig. 3(a) は、過冷却が 7.5 K で、過冷却時間が約 4 分と比較的小さい状態の測定例で、加熱停止の自然冷却状態では、過冷却温度、プラトー持続時間共に大幅に変化し、プラトーの傾斜は過冷却が大きいほど大きい。

つぎに過冷却状態の温度を保持するための設定温度（「過冷却保持温度」と呼び、すず点の温度に対する差で表わす）を -10 K に設定して温度制御した状態の自然復帰の凝固曲線を Fig. 4 に示す。Fig. 3(b) に強制復帰させた場合の例を、また Fig. 4 に温度制御した場合の例を示すが、図はこうした条件のもとでは

Fig. 4 Tin freezing curve for spontaneous nucleation when the furnace temperature is controlled 10 K below the freezing point

共に平坦なプラトーが得られることを示している。

Table 1 は過冷却保持温度を $-5, -10, -15\text{ K}$ に設定し、強制復帰と自然復帰の両方式により測定したプラトー持続時間とプラトー温度の全平均値からの差である。この測定では、強制復帰は過冷却突入後約 0.5 min で行い、表には自然復帰の場合の過冷却持続時間を併記した。この測定においては、過冷却保持温度の大小および強制復帰の有無の影響は、測定温度には現れていない。ただし、プラトー持続時間は、過冷却保持温度によって大幅に変えることができる。

4. あとがき

この実験から推定すると、すず点では強制冷却は不可欠である。過冷却が小さい状態での自然復帰では、自然冷却でも精度よく定点が実現されるが、その状態を生ずる確率は低い。温度制御はプラトー持続時間を延ばす効果大きい。また、強制復帰のタイミングも温度制御を有することによって大幅に緩和される。さらに、精密な測定では温度制御が望ましいと考えられるが、使用した放射温度計では、その定点測定値に及ばず効果までは観測できず、 0.1 K の精度では有意な差はないものと推定される。

参考文献

- 1) 服部：放射温度計の新方式のトレーサビリティ，計測と制御，21-11，1014/1019（1982）

Fig. 3 Tin freezing curves without heater current

- (a) Spontaneous nucleation
- (b) Induced nucleation

Table 1 Comparison of tin freezing temperatures between induced nucleation and spontaneous nucleation when the furnace temperature is controlled 5 K , 10 K and 15 K below the freezing point

Furnace temperature $T_{sn} - \Delta T$ $\Delta T(\text{K})$	Induced nucleation		Spontaneous nucleation		
	Plateau duration (min)	Difference* (K)	Plateau duration (min)	Difference* (K)	Supercool duration (min)
5	72	-0.04	73	+0.06	59
10	44	+0.07	34	-0.05	34
15	34	-0.09	25	+0.06	43

* Difference from the average of all six data