放射率精密測定装置の試作と応用[†]

古 川 徹*・井 内 徹*

Development of an Emissivity Measurement System and Its Application

Tohru FURUKAWA* and Tohru IUCHI*

We have developed an emissivity measurement system by which we can measure changes of spectral emissivities of metals under some conditions such as vacuum, oxidation and deoxidization. This system is an effective tool to enable us to formulate the behaviour of emissivities.

Key Words : radiation thermometry, emissivity, polarization, oxide film, metal.

1. はじめに

放射測温法において放射率変化は深刻な温度誤差を引き起こすため、この問題を克服するための放射測温法の研究が盛んである。我々は、特に金属の酸化による放射率変化を詳細に調査するために、放射率の精密測定装置を開発した¹⁾。将来的には本装置による各種金属試料の放射率データベースを構築し、放射率挙動のモデル化を試みることを目的としているが、本研究報告では装置の構造と機能を中心に述べ、幾つかの測定例を紹介する。

2. 放射率

物体の放射率 ϵ_λ は式(1)のように、温度 $T(K)$ における、その物体の分光放射輝度 L_λ と、同一温度にある黒体分光放射輝度 $L_{\lambda,b}(T)$ の比で定義される。

$$\epsilon_\lambda = L_\lambda / L_{\lambda,b}(T) \quad (1)$$

方向放射率を示すときには試料面法線からの角度 θ を用いて $\epsilon(\theta)$ で表し、偏光放射率を示すときには p 方向に対して ϵ_p 、 s 方向に対して ϵ_s でそれぞれ表す。(試料面法線と放射輝度検出方向で形成する平面に対して平行な振動方向を p 方向、垂直な振動方向を s 方向とする。)

金属的な表面の放射率特性と酸化膜のような誘電体的な表面の放射率特性は大きく異なる、このために酸化進行中の放射率は双方の間にあって様々に変動する。本測定装置を用いて可視域から $10\mu\text{m}$ 以上の遠赤外波長域までの金属の分光放射率、その方向特性、偏光特性を定量的に、かつ再現性よく計測することができる。

3. 装置構成

放射率の精密測定装置は試料加熱炉と雰囲気調整装置の2点から構成されている。以下にそれぞれの機能と特徴を示す。

3.1 試料加熱炉の特徴

Fig.1に試作した試料加熱炉の構成図を示す。以下に試料加熱炉の特徴を列記する。

(1) 2重構造の加熱炉

(2) 材質 : ステンレス (sus304)

(3) ヒーター : カンタル A-1 線, ϕ 1.2mm

(4) 試料表面の温度 : $\sim 1023K$

(5) 試料寸法 : ϕ 88mm

(6) 試料内温度分布 : 中心から半径5mm以内で設定温度に対して $\pm 1\%$ 以内

最大の特徴はFig.1に示した外壁部分とヒーターの支柱部分からなる2重構造であり、後に示す雰囲気調整装置の試料室外部にヒーターが設置されている。このため試料室内の雰囲気をヒーターにより汚染することがない、また測定中の断線事故にも試料室内雰囲気に影響を与えることなく修理することができる。

このような構造的な特徴のほかに加熱方法にも特徴がある。試料と加熱炉の間に隙間を設け放射伝熱により間接的に加熱することで均熱性を向上させている。

Fig. 1 Schematic diagram of electric furnace

[†] 第35回計測自動制御学会学術講演会で発表 (1996・7)

* 東洋大学工学部 川越市鯨井2100

* Faculty of Engineering, Toyo University, Kawagoe
(Received January 22, 1997)

(Revised May 16, 1997)

3.2 雰囲気調整装置の特徴

Fig.2に示した雰囲気調整装置とは、先に述べた試料加熱炉をその一部とした密封装置である。加熱される試料が試料室内、すなわち密封装置内にセットされている。ガス注入機能をはじめとする下記のような特徴を有している。

(1) 試料室内の雰囲気制御：

真空(1.73×10^{-3} Pa)、酸化状態(0.1×10^{-6} m³毎の空気注入制御)
還元状態($N_2+3.5\%H_2$ ガス注入)。

(2) 試料室内壁による反射防止のための内壁粗面化およびアルマイト黒化処理

(3) 試料室内壁からの放射防止のための冷却水循環

(4) 検出窓：窓材により可視～10 μ m波長帯まで測定可能、試料面法線方向と80°(周囲90°間隔で4カ所)

(5) 検出窓の蒸着汚染保護のための遮蔽機能

(6) 外部光による反射測定可能。

(7) アルミ合金(YH75)製

(8) 真空度測定センサー：ピラニゲージ($\sim 1.3 \times 10^{-4}$ Pa)
イオンゲージ($< 1.3 \times 10^{-3}$ Pa)

(9) 多目的フランジ面(PNEUROP規格DN63ISO形状)
真空ポンプ、真空計などの接続

Fig. 2 Schematic diagram of atmosphere controlled apparatus

Fig. 3 Emissivity measurement system

4. 測定方法と測定例

Fig.3に測定中の構成図を示す。熱電対により検出された試料の表面温度と、光センサによる放射輝度測定値は、パーソナルコンピュータで信号処理され放射率に換算される。以下に放射率の温度特性、酸化特性、還元特性それぞれについて、測定方法と測定例について述べる。

4.1 放射率の温度依存性

放射率の温度依存性は次の2通りの方法で測定できる。

(1) 試料室内の雰囲気を高真空状態(1.33×10^{-3} Pa台)にして試料表面の温度を変化させる

(2) 試料室内を還元ガス($N_2+3.5\%H_2$ ガス)あるいは不活性ガス(100% N_2 ガス)のいずれかを充滿させた状態で試料表面の温度を変化させる

Fig.4に酸化していない金属(冷延鋼板ダル)を(1)の方法で検出した放射率の温度依存性を示す。

(i) 同一測定角度では分光放射率 ϵ_λ は波長の短い方が高い

(ii) 同一波長では80°方向の放射率 $\epsilon(80^\circ)$ が法線方向の $\epsilon(0^\circ)$ より高い

(iii) 温度上昇とともに放射率が漸増する
などいずれも金属特有の性質を計測できた。

Fig. 4 Emissivity changes with increasing temperature

Specifications;

Temperature range ; ~ 1023 K

Condition of atmosphere inside furnace ;

- (1) Vacuum($\sim 1.33 \times 10^{-3}$ Pa)
- (2) Air in case of oxidation
- (3) Reducing gas($N_2+3.5\%H_2$) in case of deoxidization

Optical window ;

from visible to infrared wavelengths ($\lambda \sim 10\mu$ m)
materials ; fused silica, CaF_2 , BaF_2 , etc.

Measurement direction ; $\theta = 0^\circ, 80^\circ (\times 4)$

Emissivity measurements ;

- (1) spectral emissivities $\epsilon(0^\circ)$ and $\epsilon(80^\circ)$
- (2) polarized emissivities ϵ_p and ϵ_s at $\theta = 80^\circ$

Specimens ;

Metals

(cold rolled steel, stainless steel, aluminium, titanium, etc.)

(a) Emissivity variation during oxidation due to air injection
($10 \times 10^{-6} \text{m}^3$)

(b) Emissivity variation during deoxidization
by reducing gas

Fig. 5 Emissivity change of cold rolled steel during oxidation and deoxidization at 823K

4.2 放射率の酸化特性

酸化過程の放射率の挙動については、試料をまず真空状態で加熱し、所定温度に制御した後に注射器を用いて一定微量の空気を炉内に注入する方法で試料の酸化膜生成過程の定量化、再現性の確立を図った。

Fig.5 (a) に、ブライト仕上げ冷延鋼板を温度 823K に保った状態で空気 $10 \times 10^{-6} \text{m}^3$ を注入した場合の分光放射率 (1.55μm) の変化の測定結果を示す。空気注入後の酸化過程の放射率変化については次のような興味ある挙動を観察できた。

(1) 法線方向放射率 $\epsilon(0^\circ)$ の酸化開始直後における急激な増大および酸化膜干渉によるピーク値の生成。

(2) 80° 方向放射率 $\epsilon(80^\circ)$ の酸化開始直後における一時的な減少(ボトムピーク現象)とその後の緩慢な増大。

(3) $\epsilon(0^\circ)$ と $\epsilon(80^\circ)$ の逆転現象。

(4) 角度 $\theta=80^\circ$ における偏光放射率 ϵ_p の酸化開始直後でのボトムピーク現象。

(5) 角度 $\theta=80^\circ$ における偏光放射率 ϵ_s の急激な増大とピーク値の生成。

(6) $\epsilon(80^\circ)$ はほぼ $(\epsilon_p + \epsilon_s) / 2$ で変化する。

これらの諸現象は放射率に関する金属的な性質と誘電体の考察により、定性的な解釈に成功したが、紙面の都合で本報告では省略する。

酸化過程での放射率変化は現在までの実験結果で注入空気量に対応した形で変化することが分かっており、今後は測定温度範囲と試料を拡大させながら、放射率の分光特性、角度特性、偏光特性などの測定データの蓄積とデータベース化を進めていく予定である。

4.3 放射率の還元特性

酸化実験終了後の炉内に還元ガスを注入し試料表面の還元

過程の放射率変化を見た。Fig.5(b) に還元過程の放射率変化の典型的な測定例を示した。還元ガス注入直後に、各放射率がふらつく時があるが、各放射率はそれぞれ酸化前の金属的な表面の特性に戻ろうとする動きを示すことが特徴である。また単純に放射率が減少するだけでないことがわかる。すなわち

(1) $\epsilon(80^\circ)$ は $\epsilon(0^\circ)$ よりも大きくなる。

(2) $\epsilon_p(80^\circ)$ は増大する。

(3) $\epsilon_s(80^\circ)$ はピーク値を出生したのちに減少する。

酸化と還元での放射率挙動は相補的な関係にある。

5. まとめ

開発した放射率の精密測定装置は金属放射率の温度特性、酸化過程の挙動、還元過程の挙動を再現性良く、定量的に測定可能であることが分かった。

今後の展開としては

(1) 金属・金属酸化膜の分光放射率の測定

(2) 金属・金属酸化膜の偏光放射率の測定

を主題に測定データを蓄積し、放射率挙動をモデル化する。装置の改善として

(1) 測定温度範囲の拡大。

(2) 光ファイバによるセンシングとアレイセンサ搭載の分光器を結合させた高速同時分光システムの構築。

などがある。

謝意

本研究は、一部 '95年度川鉄21世紀技術財団研究助成金、東洋大学 '95年度特別研究助成金の援助のもとで実施した。関係者に謝意を表します。

参考文献

1) 古川, 鶴川屋, 井内: 雰囲気調整加熱炉の試作開発と放射率の測定, 第 35 回 SICE 講演会予稿集, 111-A-5, 319/320 (1996)