純金属板の溶融を利用して 放射温度計を校正する方法†

伊 藤 寿*・高 田 誠 二**

* 計量研究所名古屋支所 名古屋市中区三ノ丸 2-5-2

** 計量研究所 東京都板橋区加賀 1-10-4

(昭和 48 年 1 月 8 日 受付)

A Simple Method of Calibration of Radiation Pyrometers at the Melting Point of Metals

Hisashi ITO* and Seiji TAKATA**

(* National Research Laboratory of Metrology Nagoya Branch, Nagoya)
(** National Research Laboratory of Metrology, Itabashi-ku, Tokyo)

(Received January 8, 1973)

As a substitute for the common method of calibration of radiation pyrometers, which requires either a blackbody furnace provided with a standard thermocouple or a blackbody cavity immersed in a freezing metal of high purity, a simple method having a practically sufficient accuracy is reported.

A small sheet of pure metal, the melting point of which is known, is set in a refractory cavity in a furnace, and the pyrometer to be calibrated, connected with a recorder, is aimed at the metal sheet. The furnace is heated up and, in due course of time, an abrupt increase of the pyrometer indication is observed on the record. The terminal point of this increase corresponds to the temperature of a blackbody kept at the melting point of the metal, as, at the moment of the melting of the metal sheet, the condition of radiation in the cavity turns from an incomplete equilibrium to the complete one, because of the disappearance of the specularly reflecting surface of the metal sheet and the consequent disclosure of the roughly reflecting surface of the refractory cavity wall. The departure from the expected correspondence gives the amount of error of the pyrometer indication at the melting point of the metal.

The reproducibility of calibration by this method, estimated from the results of application to three different models of infrared radiation pyrometer, was within ± 2 K at the melting points of gold and of silver. This method is also applicable to the melting point of copper and to that of palladium, if proper care is taken.

1. ま え が き

近年、電子技術、赤外線応用技術の急速な進歩につれて、熱放射を利用する自動放射温度計の開発が進み、研究所、生産工場における実用的な温度計測手段として、放射温度計の使用が普及しはじめている。そのた

めに、放射温度計の指示値の信頼性に対する要求も非常に増大しており、産業界では実用上じゅうぶんな精度で簡便に放射温度計を校正する方法の確立が望まれている。そこで筆者らは、少量の純金属板の融解点を利用して放射温度計を校正する方法について実験、検討を行ない、実用上じゅうぶんと思われる校正精度が、この方法で得られることを確認した。その結果と実際

† 第 10 回計測自動制御学術講演会 (昭 46-8) で発表

の適用例について報告する。

2. 校正の原理と方法

放射温度計を校正するには、この種の温度計が黒体の熱放射に関する諸法則を基礎として設計されている計測器であることから、黒体放射を基準とするのが最も正確であり、また正統的である。

従来、放射温度計は、熱電対あるいは光高温計を標準として黒体放射の仲介のもとに比較する方法、あるいは多量の温度定点用純金属の熔融塊のなかへ空どうをセットしてその金属の凝固点における黒体放射を供試放射温度計によって観測する方法により、校正されていた。

いま、Fig. 1 に示すような空どうの内部に、空どう

Fig. 1 Principle of the method

うの構成材料と固有放射率 ϵ の異なる物質であって、かつその熔融温度の知られている物質で作られた薄板をそう入して空どうを均一に加熱すれば、内部にそう入された板は、その熔融温度に至って急速に融解し、表面張力のために微小な球状となる。そのさい空どう内部の相互反射の状況が大きく変化して空どうの実効放射率 $\bar{\epsilon}(\lambda, T)$ が変化することにより空どうから射出される分光放射輝度 $L(\lambda, T)$ が急変する。空どう内部の物質の熔融前後における $L(\lambda, T)$ のこのような不連続的な変化を放射温度計で観測すれば、その放射温度計をそう入物質の融解点において校正することができる。

実際上の校正では、Fig. 2 に示すような耐火物(ϵ の大きいグラファイト、SiC など)の底つき円筒形空どうの底面へ、厚さ 0.1~0.05 mm の薄い板状とした温度定点用物質の純金属をそう入した後、温度分布の良好な管状電気炉のなかへ空どう全体を設置して均一にゆっくりと昇温する。校正しようとする放射温度計によって、この空どうから射出される放射を連続して観測する。空どうの温度が純金属板の融解点に到達

Fig. 2 Construction and dimension of the cavity and the furnace

すると、純金属板は急速に融解する。そのとき、空どうの底面の状態は、はじめ純金属板で覆われていて近似的に鏡面反射面となっているが、金属板の融解と同時に空どう材料のグラファイトあるいは SiC が露出されて拡散性反射面へと変化をするから、空どうの $\bar{\epsilon}(\lambda, T)$ の変化、ひいては射出される $L(\lambda, T)$ に急激な変化を生ずる。その結果、校正しようとする放射温度計の時間的な記録の上に不連続な変化が記録される。この不連続変化の直後の指示値は、ここで使用した温度定点用純金属の融解点における拡散反射性空どうの放射に対するものであって、そのさいの空どうの $\bar{\epsilon}(\lambda, T)$ はほぼ 1 とみなせるから、この指示値をそのまま国際実用温度目盛¹⁾の温度定点値と比較することができ、放射温度計の校正値が得られる。

3. 実験装置

空どう放射体として底つき円筒形空どうを使用した。この形状の空どうは、 $\bar{\epsilon}(\lambda, T)$ の数値計算が比較的容易であり、工作も簡単で一般に実用性が高いからである。ここでは、 ϵ の値が大きいグラファイトと SiC を材料として底つき円筒形空どうを構成し、その底面へ温度定点用純金属の薄板を固着した。純金属として実験に用いたうち Au, Ag, Pd については純度 99.99 % 以上と公称される試料を使用した。

校正装置の構成を Fig. 3 に示す。

空どうを加熱する電気炉は、空どうの $\bar{\epsilon}(\lambda, T)$ が低下しないようにその温度分布が均一であることが必要である。ここに使用した装置では、加熱用電熱線の配置を工夫した結果、温度の均一性は炉の中心部分軸方向 120 mm にわたって ± 1.5 K 以内、空どう部 60 mm については 0.4 K 以内となり、 ± 1 K 程度の校正精度を目標とするこの実験の目的にはじゅうぶんで

Fig. 3 Arrangement of the equipment for calibration

Fig. 4 Temperature distribution along the axis of the furnace

あった (Fig. 4 参照)。

4. 市販放射温度計への適用

近赤外領域の放射を利用した放射温度計について、上述の方法を適用して校正を行なった記録の一例を Fig. 5 に示す。この例で使用している空どうは、半

Fig. 5 Result of a calibration at the melting point of silver

径に対する深さの比を6とした底のある円筒形グラファイト製で、温度定点用純金属は Ag である。レコーダによる記録中の矢印の部分 Ag の融解直後の指示値で、Ag の融解点温度に相当する。そのさい、空どうの $L(\lambda, T)$ の変化によって生じたみかけ上の温度変化は約 1.5 K である。変化の検出は、校正しようとする放射温度計に高感度記録計を併用すればほどの困難なく行なうことができる。適用する放射温度計

の構造にもよるが、本実験では、フルスケール 1 mV の記録計と前置増幅器および変化部分のみを拡大して記録する必要から打消用基準電圧発生装置を使用した。この場合、空どうの $\varepsilon(\lambda, T)$ を Fig. 5 のさいよりも更に高めて完全黒体の状態に近づけ、熔融時の変化量を小さくしてもじゅうぶんに検出が可能であった。

校正実験には、国産 2 社、アメリカ製 1 社の標準製品の放射温度計それぞれ 1 台ずつを用いた。供試放射温度計の機能の概略は Table 1 のとおりである。い

Table 1 Specifications of the tested thermometers

specifications	radiation thermometers		
	A	B	C
temp. range	800~1200°C	750~1100°C	760~1600°C
scale interval	10 K	10 K	20 K
detector	Si	CdS	PbS
peak wave length	0.9 μm	0.6 μm	2 μm
spectral band	0.7~1.3 μm	0.5~0.8 μm	
response time	1.0 s	0.05 s	0.03 s
spot size	5.0 mm ϕ	3.5 mm ϕ	0.9 mm ϕ
focusing range	500 mm ~ inf.	300 mm ~ inf.	300 mm ~ inf.

ずれも半導体検出器により可視から近赤外の放射を検出する方式の放射温度計で、原理的にはたがいに類似した一般的な製品である。

校正を行なう場合、温度定点用純金属を溶融させるために空どうの温度を上昇せなければならないが、電気炉の昇温速度は定点用金属溶融直後の放射温度計の指示値に影響を及ぼし、ある程度以上に昇温速度を大きくすると、正しい融解点に相当する値より低い指示値が得られたり、指示値の不安定な変動を生じて溶融の瞬間の判定が困難となったりすることがあるので、昇温速度に考慮を払う必要がある。影響の度合は実験に使用する電気炉の熱容量、温度の分布状態、定点用金属板の厚さなどにより異なるが、本実験に使用した装置では、昇温速度の変化と金属溶融直後の放射温度計の指示値との関係は Fig. 6 に示すとおりであって、昇温速度が 1 K/min 以上になると明らかに指示値の

Fig. 6 Rise rate of the cavity temperature vs. signal output at the melting point of silver

Fig. 7 Example of an unsuccessful calibration brought out by an excess rise rate of temperature

低下が認められ、レコーダ記録上でも溶融時の変化の明確さを欠く場合があった。その一例を Fig. 7 に示す。これは、空どう内の温度分布の均一性が失われて空どうの $\varepsilon(\lambda, T)$ が低下するとともに、Ag 板の溶融状態が不安定となることによると考えられる。

5. 校正実験の結果

前述の3台の赤外放射温度計 (A, B および C とする) について、標準用温度定点金属として Au と Ag を用いて校正実験を行なった。空どうは半径に対する深さの比が6で、その $\varepsilon(\lambda, T)$ が 0.98 (波長 0.65 μm における実測値) のものを主として使用した。空どう放射炉の昇温速度は、0.7 K/min 以下として定点金属溶融時における指示値変化の検出の確実を期した。

Au と Ag による供試放射温度計の校正結果を Table 2 に示す。

ここでは、各放射温度計の校正によって得られた器差の大きさは問題にしないので、再現性を標準偏差によって調べてみると 0.6~1.8 K であって、空どうが

Table 2 Instrumental error, obtained by calibrations at the melting point of silver and at that of gold

(A) silver point

observation	instrumental error		
	A	B	C
1	-9.7 K	-35.5 K	-21.0 K
2	-10.4	-33.6	-22.4
3	-10.9	-34.4	-19.6
4	-9.6	-35.0	-19.4
5	-10.1	-34.5	-22.0
6	-9.4	-34.2	-21.0
7	-10.6	-35.8	
8	-10.2	-36.1	
9	-9.3		
10	-9.1		
mean	-9.9 ₃ K	-34.8 ₉ K	-20.9 ₀ K
std. deviation	0.6 K	0.9 K	1.2 K

完全放射体でないことに原因する偏りの誤差を考慮に入れても、 $\pm 2 \sim 3$ K 程度の精度が期待できる。さらにこの結果は、供試放射温度計個々の指示値の不安定性も含まれている値であって、Table 1 に示すとおりこれらの放射温度計では1目の値が 10~20 K となっており、他の一般の工業用放射温度計においても指示値の最小目盛は 10 K が普通であるから、この校正結果は、実用上じゅうぶんに満足できる精度である。

6. 空どう放射体の実効放射率の検討

一般に閉じた空どうの一部に開穴を設けた場合は、空どうは熱平衡条件よりはずれることとなり、完全黒体ではなくなるため、それに起因する誤差の評価、すなわち空どう放射体の $\varepsilon(\lambda, T)$ の検討が問題となる。

本実験においては、空どう放射体の $\varepsilon(\lambda, T)$ を1とみなして校正を行なっているので、校正結果は正しい値に対して一定の偏りを有することとなり、厳密な校正には、その偏りの量を推定しておく必要がある。

一般に拡散反射性の内壁をもつ底のある円筒形空どうについての $\varepsilon(\lambda, T)$ は、相互反射に関する積分方程式を解かなければ精密には計算できないが^{(2)~(4)}、ここでは、実用上じゅうぶんの正確さで近似できる次式⁽⁴⁾で評価した。

$$\varepsilon(\lambda, T) = \frac{\varepsilon}{1 - A\rho} \quad (1)$$

ただし、 ε は空どうを構成する材料の固有放射率、 ρ は空どう構成材料の反射率で、材料が不透明体ならば、

$$\rho + \varepsilon = 1 \quad (2)$$

である。 A は空どう放射体の幾何学的因子によってきまる形状係数である。

本実験に使用した空どう放射体を拡散反射性内壁と仮定すれば $\varepsilon(\lambda, T)$ は式 (1) による計算で得られ

(B) gold point

observation	instrumental error		
	A	B	C
1	-15.3 K	-22.0 K	-19.5 K
2	-14.2	-24.2	-15.3
3	-14.6	-23.9	-18.6
4	-15.1	-22.1	-20.4
5	-15.7	-21.8	-18.8
6	-14.0	-24.6	-20.7
7	-14.8	-24.3	-18.1
8	-15.0	-22.9	
9		-24.0	
10			
mean	-14.8 ₄ K	-23.3 ₁ K	-18.7 ₇ K
std. deviation	0.6 K	1.1 K	1.8 K

Table 3 Effective emissivity of the cavity

depth/ radius	measured $\bar{\epsilon}(\lambda, T)$			calculated $\bar{\epsilon}(\lambda, T)$	
	graphite cavity	with silver sheet	with gold sheet	$\epsilon=0.75$	$\epsilon=0.80$
6	0.98	0.95	0.95	0.99 ₂	0.99 ₄
4	0.97	0.95	0.94	0.98 ₀	0.98 ₅

measured value: $\lambda=0.56 \mu\text{m}$, $T=1220 \text{ K}$

る。その計算結果と、光高温計（波長 $0.65 \mu\text{m}$ ）と熱電対とによる実測で得られた $\bar{\epsilon}(\lambda, T)$ の結果との比較を Table 3 に示す。

Table 3 で第 1 列はグラファイトを材料とした円筒形底つき空どうについて実測した値、第 2 列と第 3 列はそれぞれこの空どうの底の部分へ温度定点用純金板として Ag と Au の鏡面に近い表面の薄板をセットした場合の実測値である。校正の状態に関していえば、第 1 列は定点用金属の溶融直後に対応する値であり、第 2 列、第 3 列は金属板の溶融前に対応する値である。

$\bar{\epsilon}(\lambda, T)$ の実測の方法は、あらかじめ国際実用温度目盛に則して目盛定めなされている精密光高温計と白金-白金ロジウム熱電対とにより空どう放射体の温度を同時に測定して、輝度温度と真温度の差を求め、Planck の公式により、黒体放射に関する数表⁷⁾を利用して計算した。Table 3 の第 4 列、第 5 列は式 (1) により計算した値であるが、グラファイトの ϵ に関する文献^{8), 9)} 上のデータにはかならずしも一貫性がないので、ここでは、問題とする波長範囲 ($0.6 \sim 2.0 \mu\text{m}$) でのグラファイトの ϵ の代表的な値として 0.75 および 0.80 をとり、 $\bar{\epsilon}(\lambda, T)$ を計算した。したがってこの計算値はあまり確実なものとは言えないが、いずれにしても実測値と計算値との差は Ag の融解点近傍の温度において約 0.5 K にすぎない。さらに定点用純金属の溶け落ちた状態に対応するみかけの温度と、真温度との差も 1.2 K であるから、校正のさいの偏りは実用上じゅうぶん無視できる値といえる。

7. 他の金属による校正実験の結果

校正のできる温度領域を拡張するには、Au, Ag 以外に種々の融解点の異なる純金属を定点物質として利用することが必要であるから、本実験では 2, 3 の純金属について、更に補足的な実験を行なった。

この実験では、純金属板の溶融時における $L(\lambda, T)$ の急変の検出は、PbS と増幅器により近赤外放射検出器を組立て、併用したレコーダとともに、各純金属の融解点近傍の温度における検出器出力と温度との関係についてあらかじめ校正した後に実験に供した。

7.1 Pd

融解点が 1554°C ¹⁾ と高温であり空どう材料としてグラファイトを使用すると酸化消耗が激しく長時間空どうを維持できないので、高温でも酸化しにくい SiC を材料として空どうを構成した。空どうを加熱する電気炉には SiC 抵抗炉を用い、厚さ 0.1 mm の Pd 板により実験した。校正結果は $1543 \pm 3^\circ\text{C}$ で、再現性はじゅうぶんであったが、Au, Ag と比較して高温であるので電気炉の温度を一樣かつ一定に制御することが困難であり、空どう放射体の $\bar{\epsilon}(\lambda, T)$ の実測値が 0.92 と低いせいもあって、校正値に偏りが認められた。

7.2 Cu

Cu は、Au, Ag の場合と同一の装置を用いて、厚さ 0.1 mm 、公称純度 99.98% の薄板により実験を試みた。加熱に際して、あらかじめ電気炉内にグラファイトの粉末を多量に散布して昇温し、炉内の雰囲気還元性の状態として酸化の進行をおくらせたとき、融解点に対応する指示値の変化は一応検出できた。しかし標準偏差は 7 K 以上であって、再現性はよいとはいえなかった。

7.3 Al, Zn

Cu と同一の方法により実験したが、Al, Zn とともに融解点に対応する指示値の変化が不明確で検出困難であった。記録例を Fig. 8 に示す。溶融後の金属の状

Fig. 8 Result of a calibration at the melting point of aluminium

態を調べてみると小球状とはならないで、空どうの内壁に溶着している場合が見えられた。

純金属試料はいずれも厚さ 0.1 mm で純度約 99.8% のものを使用した。

Au, Ag の場合も含めて数種の純金属の溶融を利用する校正実験の結果を総合すれば、温度定点用純金属として貴金属を用いた場合は、純金属板溶融直後における放射温度計の指示値の変化を明確に検出することができ、再現性も良好であって実用性はじゅうぶんと考えられる。しかし卑金属では、酸化の影響と考えられる不規則な指示値の変動、融解点の判定の困難などの

ために満足な結果が得られなかった。さらに検討をする必要はあるが、卑金属であってもその種類によっては酸化を防ぐ方法を講ずることにより実用の可能性があると考えられる。

8. 結 言

以上純金属板の溶融を利用して放射温度計を校正する方法について述べた。本方法は、温度定点を利用して校正するものであるから、精密な標準温度計およびその測定系が不必要であり、しかもきわめて少量の純金属を使用するのみで温度定点による校正方法を容易に実現できる。したがって本方法は、熱放射を利用する各種温度計の校正に対してひろく有用であると考えられる。

この方法では、空どう放射体の $\epsilon(\lambda, T)$ を高めて完全黒体に近くすると、温度定点用純金属板の溶融の前後における $L(\lambda, T)$ の変化が小さくなり、融解点の判定が困難となる。ゆえに使用する空どうを完全黒体とすることはできないから校正結果には常に偏りを生ずるが、一般的な用途の放射温度計では実用上無視できる値であり、ある程度の補正も可能である。

純物質の温度定点が基準である関係上、特定の温度値における校正しかできないという基本的な欠点を有

していることは止むを得ない。他に、空どう放射体の昇温速度を早くできないので非能率であるとか、純金属（特に貴金属）の消耗がある等の問題もあるが、これらはいずれも致命的な欠点とは思われない。

なお、2色温度計にこの校正方法を適用するさい注意しなければならないのは、温度定点用金属板の溶融前と溶融後において、いずれも空どうが灰色体条件を備えている場合は、 $L(\lambda, T)$ が変化しても2色温度計の構造上その指示値が変化しないことで、その結果、校正は不可能となる。ただしその場合でも、温度定点用の純金属板を電気回路の一部（たとえば、熱電対回路）として構成し、溶融の瞬間を検出して校正することは可能である。

参 考 文 献

- 1) 計量研究所訳：1968 年国際実用温度目盛（コロナ社、1971）
- 2) 高田：照明学会雑誌，51，702（1967）
- 3) E.M.Sparrow, et al. : J.Heat Transfer, 84, 73 (1962)
- 4) 山本：応用物理，38，618（1969）
- 5) G.A.W.Rutgers : Handbuch der Physik Vol.26, 129（1958）
- 6) Temperature, its Measurement and Control in Science and Industry, Vol.3（1963）Part 1 429
- 7) 山本：計量研究所報告，15，114（1966）