

令和元年6月11日現在

機関番号：11101

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2016～2018

課題番号：16K14169

研究課題名（和文）浮遊法と放射率フリーの温度計測法を融合した完全非接触熱物性計測法の構築

研究課題名（英文）Development of a complete non-contact thermophysical properties measurement combining the levitation technique and the emissivity-free temperature measurement

研究代表者

小畠 秀和 (Kobatake, Hidekazu)

弘前大学・地域戦略研究所・准教授

研究者番号：10400425

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 2,800,000円

研究成果の概要（和文）：浮遊液滴を模擬した銅、ニッケル、および白金球に対して2波長放射率比法を適用し、放射率に依存しない温度計測を行い、本手法の適用性について検証を行った。その結果、本手法によって計測された温度は1300 Kまでの温度範囲において、温度モニタリング用に試料表面に融着させた熱電対の支持温度と20 K以内の精度で一致することが分かった。このことから本手法を高温の金属球に適用することで、放射率が未知の物質であっても実際の温度と±2%以下の温度範囲で測定できることが分かった。また温度計測法による不確かさ評価を行い、参照光源の二波長の輝度比の均質性が測定精度向上にとって重要であることが分かった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究によって高温融体に対する放射率フリーでの非接触温度測定法が確立されれば、密度、表面張力、放射率、比熱、熱伝導率といった高温融体の熱物性値を全て、非接触な状態で測定することが可能となる。このように得られた超高温融体の熱物性を用いて、信頼性の高い高温融体の熱物性データベースの整備を促進することができる。さらに、凝固過程を含む casting、結晶成長プロセス中の複雑なシミュレーションも可能となる。これらの成果は casting・溶接条件の最適化や金属部品や製造物の信頼性の向上につながり、日本の“ものづくり”における国際的な競争力を高めることができる。

研究成果の概要（英文）：Applicability of the dual-wavelength reflectance-ratio (DWR) method to high-temperature spherical metals was investigated. Solid nickel, copper and platinum spheres were used as samples for establishing the experimental setup and procedure. The samples were heated inductively and their temperatures were monitored with a thermocouple attached to the sample. Their radiances were measured using a pyrometer at two different wavelengths, 900 and 1350 nm. Their temperatures were calculated by analyzing the sample radiances with and without reflection of an auxiliary light source. The obtained temperatures by the DWR method agreed with the temperatures measured by a thermocouple within 20 K in the temperature up to 1300 K. It was turned out that the homogeneity of the radiance ratio of the reference light source is indispensable for the accurate temperature determination by this technique.

研究分野：熱物性計測

キーワード：電磁浮遊 高温融体 非接触温度計測

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19、CK - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

半導体の結晶成長や耐熱合金の精密鋳造、精密溶接など高温融体を經由する高付加価値製造プロセスを改善・効率化する、あるいは新たに構築する際、数値シミュレーションを行い、最適条件を探索することが必要不可欠である。このシミュレーションの精密化のために、融体の正確な熱物性値が求められている。従来の方法では 1) 容器と融体が反応することで試料が汚染される、2) 対流が存在するため熱伝導率が測定できない、などの問題があることから、融体の正確な熱物性測定は非常に困難であった。

申請者が所属していた東北大学多元物質科学研究所の福山研究室では電磁浮遊法を活用した非接触超高温熱物性計測システムを開発した。この超高温熱物性計測システムの開発により、高温融体の密度、表面張力、熱容量および熱伝導率を高精度で測定することが可能となった。しかし、このシステムを利用して熱物性を測定するためには試料の放射率が必須である。現在、融点を利用した試料の放射率の決定と融体では放射率が一定と仮定して測定を行っているが、この放射率が大きな不確かさ要因となっている。さらに実用合金などの熱物性測定では液相線温度が不明なものも多く、このような材料では正確な熱物性を測定することはできない。

また、放射温度計は鋳造など熱電対を挿入できないような高温での温度モニタリングにも広く用いられているが、この放射温度計による放射率の問題は、実際の製造プロセスにおける温度モニタリングにおいても大きな不確かさ要因になっていると考えられる。このように非接触温度計測における放射率の問題は単なる学術的課題だけでなく、広く日本の製造業にも関わる重要な課題である。

一方、産業技術総合研究所(産総研)では、補助光源を用いて試料の反射率比を測定することで可能になる放射率に依存しない非接触温度測定技術を開発している<sup>3,4)</sup>。この手法はこれまで電子基板の温度モニタリングや、ステンレス平板の温度測定への適応が試みられている。この手法を用いることで、830 K まで加熱された鏡面を有する平板試料に対して、放射率を用いずに非接触で高精度温度計測を行うことに成功している。この手法を浮遊させた高温の金属融体に適応すれば、完全に非接触で高温融体の熱物性計測が可能になるだけでなく、放射率に依存しない高温での温度モニタリングの可能性を切り開くことが可能になる。

### 2. 研究の目的

上述の課題を解決するため、申請者らは産総研で開発中の放射率フリーの非接触温度測定法と、電磁浮遊法を組み合わせることで、高温融体に対する非接触かつ放射率フリーの温度測定法を構築することを最終的な目標としている。本研究では、この放射率フリーの温度計測法の高温融体に対する適応性を検証するため、高温に加熱した曲率を有する固体の金属球に対して本手法による温度計測を行い、本測定法手法の確立を図る。

### 3. 研究の方法

本研究は放射率フリーの温度測定システムの球状金属試料への適応可能性を検証するために以下の手順で行った。

- (1) 超高温熱物性計測システムへの二波長反射率比法による温度測定用光学系の組み込み。
- (2) 固体試料を用いた本手法による温度測定精度の評価
- (3) 超高温熱物性計測システムを使った融点での放射率測定の実績がある Fe, Ni などの純金属融体に対する温度測定

本研究は、東北大学と産総研が共同で研究を行い、東北大学では、主に装置のテスト操作と

浮遊装置を含めた装置全体の改良，放射率フリーの温度測定用光学系を装置に組み込み，浮遊溶融合金の非接触での放射率フリー温度測定法の構築を行う．一方，産総研では，放射率フリーの温度測定システムの球状金属試料や溶融合金への適応可能性を検証し，さらに，東北大学で得られた測定データとの比較や検証，測定方法の評価，測定データの不確かさ評価等を行う．

#### 4．研究成果

産総研で開発された放射率を必要としない2波長反射率比法を高温融体の温度計測に適用した．直径8 mmのCu, Ni, Ptの金属球を試料として用いた．当該手法での高温における温度測定精度検証のため，熱電対で温度をモニタリングした金属球を誘導加熱した．CuおよびNiは酸化を防ぐために，石英ガラス管内でAr-H<sub>2</sub>の混合ガスを流しながら測定を行った．参照光源にはハロゲンランプを用い，参照光照射時および非照射時の試料輝度を，2波長で同時に出力できるように改造した放射温度計で測定した．これらの試料に対しては約1000 Kから1300 Kまでの温度範囲で測定を行った．

一方Pt球を用いた測定は試料の酸化が問題となることがないため，大気中で加熱実験を行った．試料は1800 Kの高温まで加熱した．高温では試料の輻射強度が高いため，ハロゲンランプを参照光源として用いた場合，反射光の輝度が試料の自発光の輝度に比べて非常に小さくなる．そのため，より強力な参照光源である白色レーザーを参照光源として用いた．

固体CuおよびNi球を用いた測定では，本手法で測定された温度と熱電対でモニタリングした温度は18以内で一致することが分かった．一方，白色レーザーを使用した固体Pt球での測定では平滑鏡面を有しない試料に対しても1800 Kの高温でも30程度の精度で放射率を使用しない2波長反射率比法での温度測定が可能となった．

一方，静磁場を印加して並進運動および表面振動を抑制した溶融Cu, Niに対して本手法を用いた温度計測を試みた．融点で保持した溶融合金に対して，本手法による温度計測を行ったところ，固体試料に比べて大きく測定温度がずれることが分かった．この結果は，参照光の光源から試料までの距離が長いため，レンズの色収差の影響が大きくなり，参照光源の2波長での輝度比が試料位置で異なったためであると考えられる．このことから，測定系から離れた位置にある試料に対して本手法を適用する際には，光学系の色収差を考慮した参照光に輝度比を測定する必要があると考えられる．

#### 結論

浮遊液滴を模擬した銅、ニッケル、および白金球に対して2波長反射率比法を適用し、放射率に依存しない温度計測を行い、本手法の適用性について検証を行った。その結果、本手法によって計測された温度は1300 Kまでの温度範囲において、温度モニタリング用に試料表面に融着させた熱電対の指示温度と20以内の精度で一致することが分かった。このことから本手法を高温の金属球に適用することで、放射率が未知の物質であっても実際の温度と±2%以下の温度範囲で測定できることが分かった。また温度計測法による不確かさ評価を行い、参照光源の二波長の輝度比の均質性が測定精度向上にとって重要であることが分かった。

#### 5．主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 8件)

研究論文(学術雑誌)

Lowering the incineration temperature of fishery waste to optimize the thermal decomposition of shells and spines, H. Kobatake, S. Kirihara, Fisheries Science, vol.

85, 573-579, 2019.

研究論文 (国際会議プロシーディングス)

Application of Dual-Wavelength Reflectance-Ratio Method to Electromagnetic Levitated Liquid Metals, M. Iwabuchi, Y. Kurokawa, H. Kobatake, M. Ohtsuka, H. Fukuyama, Y. Yamaguchi, N. Sasajima, Y. Yamada, Proc. SICE Ann. Conf. 161-163 2018.

研究論文 (学術雑誌)

Effect of aluminum carbide additives on carbothermic reduction process from alumina to aluminum, A. Chahtou, R. Benioub, A. Boucett, L. Zeng, H. Kobatake, K. Itaka, Journal of New Technology and Materials, 8, 77-82, 2018.

研究論文 (学術雑誌)

Surface tension and viscosity measurement of ternary Cr-Fe-Ni liquid alloys measured under microgravity during parabolic flights, H. Kobatake, J. Brillo, High Temperatures-High Pressures, Vol. 47, 465-477, 2018.

研究論文 (学術雑誌)

Viscosity of liquid Ag-Cu alloys and the competition between kinetics and thermodynamics, Juergen Brillo, Elisabetta Arato, Donatella Giuranno, Hidekazu Kobatake, Chiara Maran, Rada Novakovic, Enrica Ricci, Danilo Rosello, High Temperatures-High Pressures Vol. 47, 417-441, 2018.

研究論文 (学術雑誌)

Optimization of the Raw Material Input Molar Ratio on the Carbothermal Production of Solar-Grade Silicon, Rabie Beniouba, Mohamed Adnane, Abderahmane Boucetta, Amina Chahtou, Hidekazu Kobatake, Yasubumi Furuya, Kenji Itaka, Journal of New Technology and Materials, vol. 7, p. 90-96, 2017.

研究論文 (国際会議プロシーディングス)

Dual-wavelength reflectance-ratio (DWR) method applied to high-temperature metals, H. Kobatake, Y. Kurokawa, H. Fukuyama, N. Sasajima, Y. Yamaguchi, Y. Yamada, Proc. SICE Ann. Conf. 427-428 2017.

研究論文 (解説)

ドイツ航空宇宙センターでの溶融合金の密度および粘性測定技術～溶融 Cr-Fe-Ni 合金を例として～, 小島秀和, Brillo Juergen, 耐火物 Vol 68, p. 100, 2016 (査読なし)

〔学会発表〕(計 16 件)

小島秀和, 桐原慎二, 貝殻等水産系廃棄物の熱分解反応速度, 日本水産学会春季大会, 2019

小島秀和, 桐原慎二, 近赤外線を利用した水中の魚体の直接加温技術の開発, 日本水産学会春季大会 2019

H. Kobatake E. Sonderman, J. Brillo, Atomic diffusion and viscosity of liquid Al-Au alloys, 日本鉄鋼協会 2019

小島秀和, 完全非接触での溶融金属に対する高精度熱物性・温度計測法の開発, 日本鉄鋼協会 東北地区講演会・若手フォーラム 2019

小島秀和, 日本の産業基盤を支える完全非接触での超高温融体熱物性・温度計測への挑戦, 平成 30 年度日本金属学会東北支部地区講演会, 2018

H. Kobatake and S. Kirihara, Thermal decomposition of calcite shells and spines, International Symposium & School on Crystal Growth (国際学会) 2018

M. Adachi, K. Fujiwara, H. Kobatake, M. Ohtsuka and H. Fukuyama, In-Situ Observation of Liquid Phase Epitaxial Growth of an AlN Layer by Optical Microscopy, 20th Symposium on Thermophysical Properties (国際学会), 2018

M. Iwabuchi, Y. Kurokawa, H. Kobatake, M. Ohtsuka, H. Fukuyama, Y. Yamaguchi, N.

Sasajima, Y. Yamada, Application of Dual-Wavelength Reflectance-Ratio Method to Electromagnetic Levitated Liquid Metals, SICE Ann. Conf (国際学会), 2018

小島秀和, 桐原慎二, 伊高健治, 「貝殻等水産系廃棄物からの CaO 焼成温度条件の最適化」 日本水産学会, 2018 年 3 月 26-30 日, 東京

小島秀和, 黒川佑馬, 福山博之, 山田善郎, 笹嶋尚彦, 山口祐, 「無容器法による超高温融体の熱物性システマティクスモデルの構築」Brillo Juergen, 低温研結晶成長ワークショップ, 2018, 1 月 25 日, 札幌.

Kobatake Hidekazu, Kurokawa Yuma, Fukuyama Hiroyuki, Sasajima Naohiko, Yamaguchi Yu, Yamada Yoshiro, Dual-Wavelength Reflectance-Ratio (DWR) Method Applied to High-Temperature Metals, Society of Instrument and Control Engineers (SICE), 2017, September 19-22, Kanazawa, Japan.

Amina Chahtou, Rabie Benioub, Lihaowen Zeng, Hidekazu Kobatake, Kenji Itaka, "Effect of aluminum carbides on carbothermal reduction of alumina", EARTH 2017, (Hokkaido), 2017 年 9 月 26-28 日, 札幌.

Yuma Kurokawa, Hidekazu Kobatake, Hiroyuki Fukuyama, Yoshiro Yamada, Naohiko Sasajima, and Yu Yamaguchi, "APPLICATION OF DUAL-WAVELENGTH REFLECTANCE-RATIO METHOD TO HIGHTEMPERATURE METALS", European Conference on Thermophysical Properties, 2017 年 9 月 03 - 08 日, Graz, Austria.

小島秀和, Brillo Juergen, 「溶融金属の粘性測定とそのモデル化～ドイツ航空宇宙センターでの研究活動報告」, H29 年度第 1 回高温物性値フォーラム研究会, 2017 年 5 月 10-11 日, 函館.

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

出願状況 (計 1 件)

名称: 加温方法及び加温システム

発明者: 桐原慎二・小島秀和・近藤道雄・志田崇

権利者: 同上

種類: 特許

番号: 特願 2018-136195

出願年: 2018

国内外の別: 国内

取得状況 (計 0 件)

名称:

発明者:

権利者:

種類:

番号:

取得年:

国内外の別:

〔その他〕

ホームページ等

## 6. 研究組織

### (1) 研究分担者

研究協力者氏名: 山田 善郎

ローマ字氏名: Yoshiro Yamada

所属研究機関名：国立研究開発法人産業技術総合研究所  
部局名：計量標準総合センター  
職名：首席研究員  
研究者番号（8桁）：60358265

研究協力者氏名：笹嶋 尚彦  
ローマ字氏名：Naohiko Sasajima  
所属研究機関名：国立研究開発法人産業技術総合研究所  
部局名：計量標準総合センター  
職名：主任研究員  
研究者番号（8桁）：70357127

研究協力者氏名：山口 祐  
ローマ字氏名：Yu Yamaguchi  
所属研究機関名：国立研究開発法人産業技術総合研究所  
部局名：計量標準総合センター  
職名：研究員  
研究者番号（8桁）：80612176

(2)研究協力者  
研究協力者氏名：  
ローマ字氏名：

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。