

ISSN 0389-4010

UDC 533.665

535.233

# 航空宇宙技術研究所報告

TECHNICAL REPORT OF NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

TR-1320

耐熱タイル表面黒色コーティングの放射率計測

石田 清道・佐野 政明

濱村 修・柵山 英明

1997年2月

航空宇宙技術研究所

NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

## 既 刊 報 告

TR-1310	ヘリコプタ操縦時における注視点 移動特性に関する飛行実験 In-flight Measurement of Eye Scanning Characteristics of Helicopter Pilots	1996年10月	川原 弘靖, 船引 浩平, 若色 薫 田中 敬司, 渡辺 顯
TR-1311	ヘリコプタ飛行シミュレータのためのビル風モデル Wind Model near a High Building for Helicopter Flight Simulator	1996年11月	原田 正志, 奥野 善則
TR-1312	トラッキング・レーダ改修後の機能確認および DGPS 測位を用いた較正試験 Performance of a Tracking Radar after Improvement and Correction using DGPS positioning	1996年11月	井之口浜木, 稲垣 敏治, 矢澤 健司 小野 孝次, 稲葉 基之
TR-1313	小型自動着陸実験 (ALFLEX) システム設計 SYSTEM DESIGN OF THE AUTOMATIC LANDING FLIGHT EXPERIMENT (ALFLEX)	1996年11月	NAL/NASDA HOPE チーム ALFLEX サブグループ
TR-1314T	MLS Angle Accuracy of the MIAS Flight Test	1996年11月	H. Inokuchi, M. Zaayer, J. K. Sridhar, J. A. Mulder
TR-1315	宇宙用スリップリング材の摩擦, 摩耗, 通電特性に関する 研究 (第2報) スリップリングモデル機による摺動特性の評価 Friction, Wear and Electric Characteristics of Slip-ring Brush Materials for Space Applications Part 2: Evaluation by Slip-ring Simulation Tests	1996年11月	鈴木 峰男, 渡 幹男, 西村 充 中川 潤
TR-1316	$k-\varepsilon$ 乱流モデルを用いた単翼素および多翼素翼型まわり非 圧縮流れの有限要素法による解析 Employment of $k-\varepsilon$ Turbulence Model for Finite-Element Analysis of Flows over Single- and Multi-Component Aerofoils	1996年12月	重見 仁, 伊藤婦美子
TR-1317	極超音速飛行実験 (HYFLEX) 機の飛行シミュレーション プログラムの開発と飛行解析 Development of Flight Simulation Program for the HYFLEX Vehicle and Flight Analysis	1997年1月	鈴木 広一, 松本 吉昭
TR-1318T	Numerical Studies of Swirling Turbulent Flows in Conventional and DS Burners	1997年1月	Yan LIU, Shigeru HAYASHI
TR-1319	炭素繊維 / 熱可塑性樹脂複合材料円孔切欠き試験片 の疲労強度 Fatigue Properties of Circular-Hole-Notched Specimens of a AS- 4/PEEK Thermo-Plastic Composite Material.	1997年2月	濱口 泰正

# 耐熱タイル表面黒色コ - ティングの放射率計測 \*

石田 清道\*<sup>1</sup> 佐野 政明\*<sup>2</sup>

濱村 修\*<sup>3</sup> 柵山 英明\*<sup>3</sup>

## Emittance Measurement of BHE Coating on Refractory Tiles

Kiyomichi ISHIDA\*<sup>1</sup>, Masaaki SANNO\*<sup>2</sup>

Osamu HAMAMURA\*<sup>3</sup>, Hideaki SAKUYAMA\*<sup>3</sup>

### ABSTRACT

The normal emittance of the Black High Emittance (BHE) coating for refractory tiles has been measured for surface temperatures of 473 to 1473K. The changes in emittance between new and exposed tiles were evaluated, and no distinct difference was found. The effects of thin metallic and ceramic coatings on BHE were also measured and discussed.

**Keywords:** Reentry, Aerodynamic Heating, HOPE, OREX, Emittance

### 概 要

OREX 軌道再突入実験の飛行実験データ解析のため、耐熱タイル黒色コーティングの放射率計測を行った。低温域（473K）での放射率計測には、放射率は同一温度の黒体試料を参照して求める FT-IR 装置（波長範囲 0.2 ~ 25 $\mu$ m）を使用し、高温域（1073 ~ 1473K）では試料移動法により全垂直放射率（波長範囲 0.2 ~ 9 $\mu$ m）を計測する高温放射率計測装置を使用した。耐熱タイル黒色コーティング供試体については、未使用品及び OREX 飛行を模擬したアーク加熱風洞試験済供試体を計測し、加熱による放射率の変化を観察した。その結果、低温域及び高温域とも、両供試体の放射率に顕著な差異のないことが分かった。また、耐熱タイル黒色コーティング表面に薄膜コーティングを施して、表面特性を改変した 3 種類の供試体（SiC, Au, Ir）の計測を行い、薄膜コーティングが計測結果に与える影響等についても討論した。

### 1. まえがき

耐熱材料開発技術の進歩に伴い、従来にない高温環境下で使用される材料の物性評価の必要性が高まっている。宇宙往還機の機体を再突入時の苛酷な空力加熱から守る防熱系表面材の放射率の計測はその典型的な例である。往還機的设计では、内部への熱伝導軽減のために高い放射率を与えられた機体表面材よりの熱放射の正確な見積

りが飛行時の機体の加熱履歴予測に不可欠である。しかし、高温での放射率測定は種々の困難があり、実用データが極めて少なく、データ蓄積の努力が続けられている状況である。

本報告では、その一環として、純国産大型ロケット H-1 号機で実施された日本初の軌道からの再突入実験である OREX (Orbital Reentry Experiment Vehicle) 軌道再突入実験<sup>1)</sup>の飛行実験データ解析のために行った耐熱タイル黒色コーティング (Black High Emittance Coating: BHE) の

\* 平成 8 年 11 月 6 日受付 (received 6 November 1996)

\* 1 空気力学部 (Aerodynamics Division)

\* 2 構造力学部 (Structural Mechanics Division)

\* 3 エイ・イー・エス (Advanced Engineering Services)

放射率測定結果 (473-1473 K) を示す。このコ - ティングは、米国シャトルの RCG コ - ティング (Reaction Cured Glass Coating) と同様にガラスを主成分とし高放射率顔料を添加したもので、低密度耐熱タイル表面を保護するものである。

## 2. 実験装置

OREX 再突入飛行に於ける耐熱タイル表面予測最高温度は 1593 K であったが、ここまでの全温度範囲で放射率を一度に測定する装置は利用できないため、以下に述べる二種の装置を用い、低温 (473 K 一点のみ) と高温

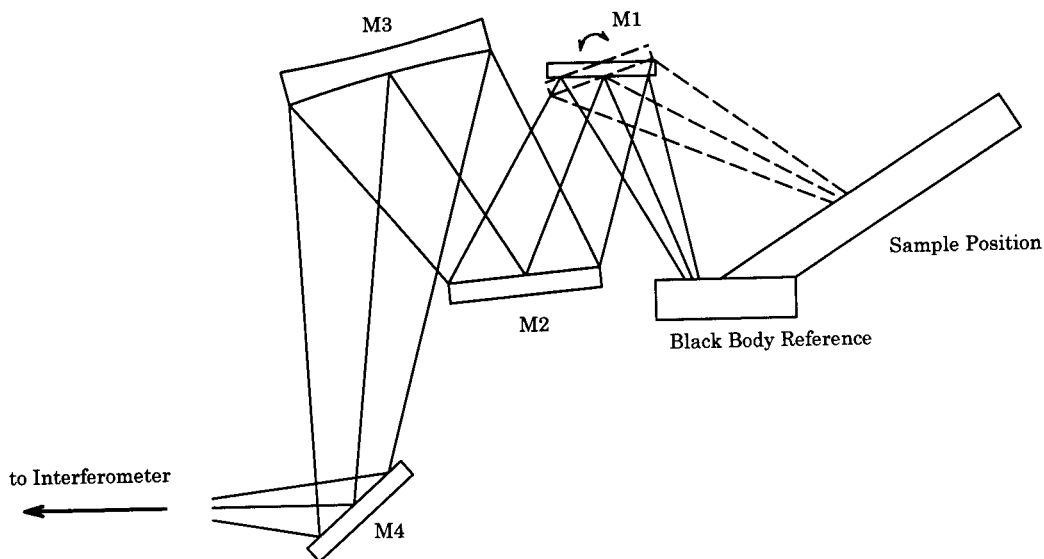


図1 低温放射率測定試料配置概略図

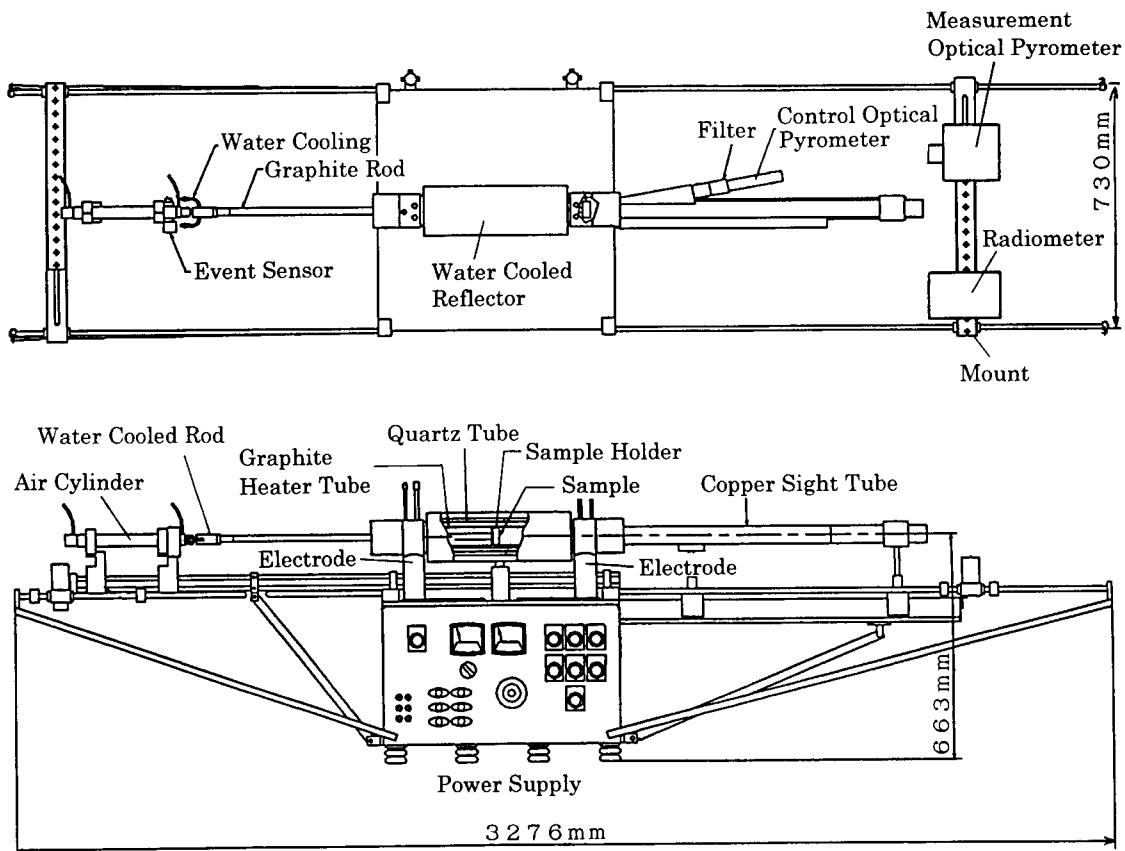


図2 高温放射率計測装置

表1 放射率測定用供試体仕様

供試体	状態	コーティング	膜厚	コーティング方法
BHE-V	未使用	BHE	—	
BHE-E	加熱済	BHE	—	
BHE-A	未使用	BHE/Au	3.6 $\mu\text{m}$	イオンプレーティング
BHE-I	未使用	BHE/Ir	1.5 $\mu\text{m}$	スパッタリング
BHE-S	未使用	BHE/SiC	2.0 $\mu\text{m}$	スパッタリング

BHEコーティングは全供試体共通で厚さ約300  $\mu\text{m}$ 。

表中にはBHE上の薄膜コーティングについてのみ方法、厚さを記述。

(1073 ~ 1473 K) の2領域で測定を行った。高温領域での測定試験において供試体は、試験開始から終了するまで長時間高温にさらされ変形する恐れがあったため試験温度を1473 Kまでにとどめた。

低温(473 K)での放射率は、FT-IR装置(Bruker社製IFS-113 V)により取得した(この測定は東レリサ・チセンタによる)。図1の配置図に示すように、放射率は同一温度の黒体試料を参照して決定される。装置の制約上、放射率の測定角度は試料面への垂線に対して68度となった。測定波長範囲は2 ~ 25  $\mu\text{m}$ である。

高温領域での放射率測定は、試料移動法により全垂直放射率(波長範囲0.2 ~ 9  $\mu\text{m}$ )を測定する高温放射率計測装置(Thermogage社製Emissiometer)を使用した。本装置の構成を図2に示す。供試体(第3章参照)はグラファイト製供試体ホルダに固定され、電力供給装置より2本の電極を介して加熱されたグラファイト製伝熱炉の中央に配置される。試験設定温度(T)に加熱された供試体は、伝熱炉内で熱平衡疑似黒体状態となる。この状態の供試体をエア・シリンダにより伝熱炉端まで瞬時に射出する。供試体が疑似黒体状態に置かれている時の放射エネルギー(R1)と射出後の供試体自身から熱的に放射される放射エネルギー(R2)を放射エネルギー計で計測し、その比(R2/R1)をとることにより、試験設定温度(T)における全垂直放射率が求まる。放射エネルギー計は、検出素子にサーモパイルを使用し、供試体表面上の直径約3 mm程度の円内から垂直方向に放射されるエネルギーを計測する。伝熱炉内は、グラファイトで製作されている伝熱炉、供試体ホルダ等を高温加熱による酸化から防ぐため窒素ガスが流されている。本装置の試験温度範囲は1073 K ~ 2773 Kである。本装置の詳細については文献2を参照されたい。

### 3. 測定用供試体

供試体は、ア・ク風洞試験用に製作されたタイル模型( $\phi 29 \text{ mm} \times t 25 \text{ mm}$ , 厚さ約300  $\mu\text{m}$ のBHEコーティング付(コーティング直下に熱電対装着))を装置の供試体ア

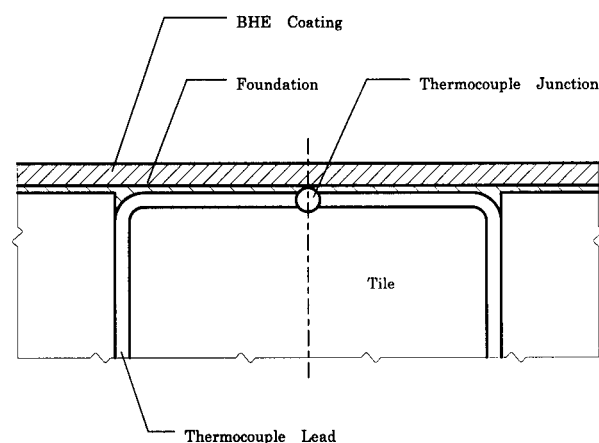


図3 試験用耐熱タイル供試体概念図

ダプタに適合するように加工して使用した。図3に表面の温度変化に追従するために耐熱タイル部に溝を掘りBHEコーティング直下に熱電対を埋め込んだ、供試体表面近傍の概念図を示す。低温測定では、耐熱タイル部を削り取り、コーティング部のみをアルミ板に銀ペーストで固定して測定した。高温測定では、タイル、熱電対を含めて直径29 mm、厚さ約3 mmの供試体を作成し、アダプタに装着して計測した。計測時の供試体温度として、この熱電対での測定値を使用した。

測定した供試体表面仕様を表1に示す。BHEについては未使用品に加えて、OREX飛行を模擬したア・ク加熱風洞加熱試験済供試体(表面温度1593 Kにて90秒加熱)を試験し、加熱による放射率の変化を観察した。このようなデータは機体の再使用性の評価に非常に重要である。また、BHE表面に薄層コーティングを施して、表面特性を改変した3種類の供試体を試験し、放射率の変化を調べた。(耐熱タイルは国内3社でそれぞれ独自に開発されているが、本測定ではOREX飛行実験に合わせて富士重工製タイルを使用した。)

### 4. 低温測定結果

図4から図7に各試料と理想黒体の473 Kにおける熱放

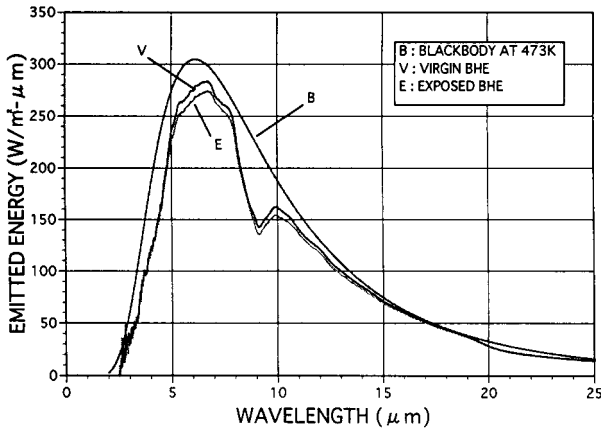


図4 耐熱タイル黒色コーティング (BHE-V, E) の473 Kにおける熱放射エネルギー分布

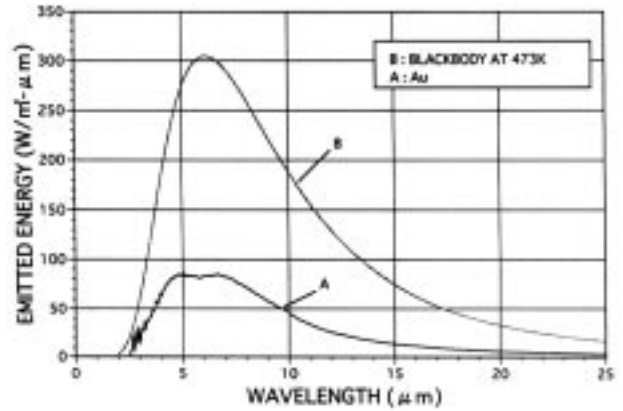


図6 耐熱タイル黒色コーティング (BHE-A) の473 Kにおける熱放射エネルギー分布

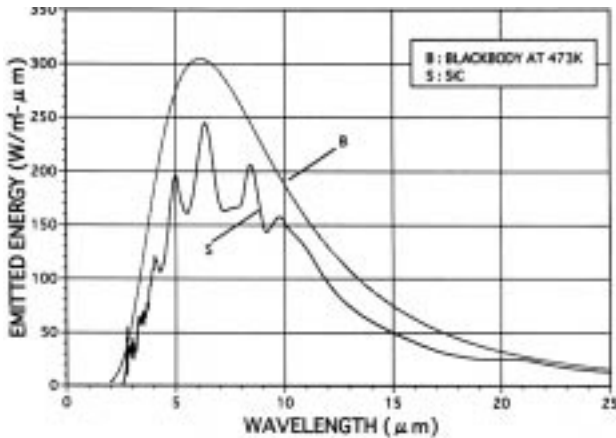


図5 耐熱タイル黒色コーティング (BHE-S) の473 Kにおける熱放射エネルギー分布

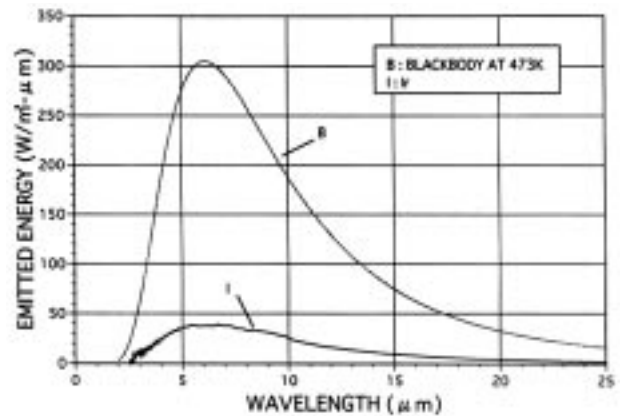


図7 耐熱タイル黒色コーティング (BHE-I) の473 Kにおける熱放射エネルギー分布

射エネルギー分布測定結果を示す。

未使用と加熱試験済供試体 (BHE-V, E) の熱放射エネルギー - 分布の比較が図4に示されている。加熱試験済供試体コーティング表面は、目視では未使用品と比較して多少のくすみが見られるが、スペクトル分布に顕著な差異は見られない。9  $\mu\text{m}$  と20  $\mu\text{m}$  付近にみられる窪みはガラスの主成分である二酸化珪素 ( $\text{SiO}_2$ ) に特有の残留線 (Reststrahlen) を示している。全波長の積分値としての放射率 (全放射率) は各測定曲線 (V, E) と理想黒体曲線 (B) 下の面積の比をとることにより得られ、未使用品、加熱済品に対してそれぞれ0.86, 0.83である。

図5に示すBHE-Sの熱放射スペクトル分布は表面のSiCの分子構造を反映して複雑な構造を示している。SiCはC/C材の表面耐酸化性コーティングとして用いられており、その応用性を考えて評価した。金属コーティングを施した供試体BHE-A及びBHE-Iの測定結果を図6及び7に示す。一般の金属の低い放射率から予測されるように、これら表面の熱放射エネルギー量は、理想黒体からの熱放射エネルギー量に比して非常に少ない。これらの熱放

射エネルギー分布より得られた放射率は、順に0.68, 0.25, 0.13である。

## 5. 高温測定結果

図8に今回試験した全供試体の全垂直放射率の温度依存性測定結果を示す (以下では、低温測定結果も含めて議論する。図中の記号A, I, S, V, Eは表1に対応する。) また、未使用黒色コーティングBHE-Vの放射率測定結果を図9に示す。図8において、高温領域では、BHE未使用品、加熱済品間の差異は測定のばらつきの範囲と思われる、またこの温度範囲のみでは、温度依存性も顕著には現れていない。しかし、第6章でも述べるように低温域での測定結果には放射率の方向依存性によりやや低めの値が得られていると思われる。このことを考慮して473 Kでの測定結果を含めると温度依存性が見られ、中間域での測定の必要性が感じられる。図9中の直線 (SS) は、文献3に与えられているシャトルタイルRCGコーティングの温度依存式で、今回の測定点により得られた結果

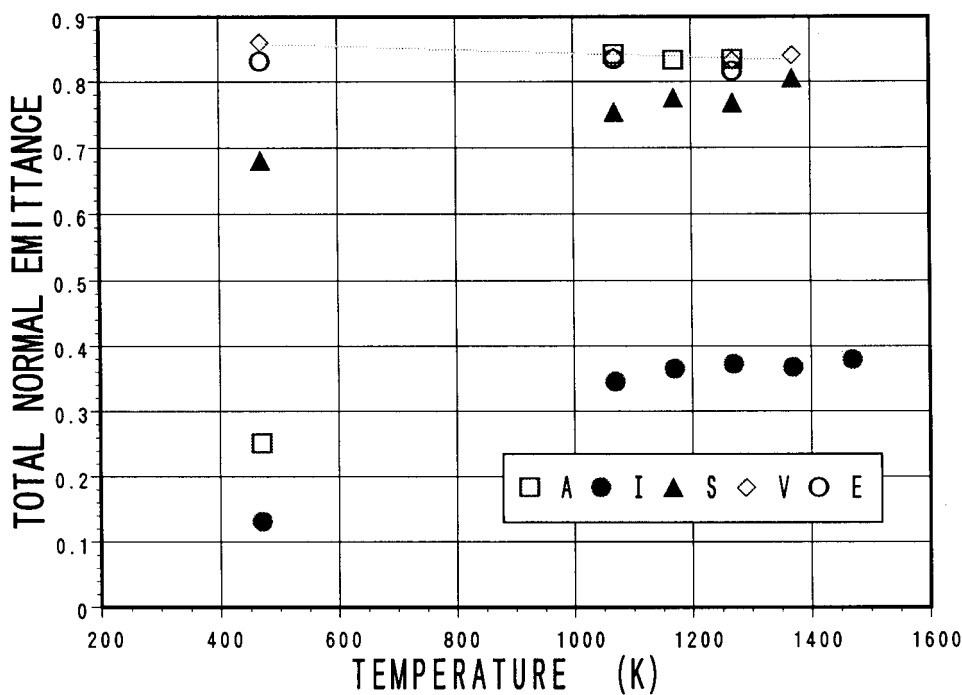


図8 耐熱タイルコーティングの全垂直放射率の温度依存性

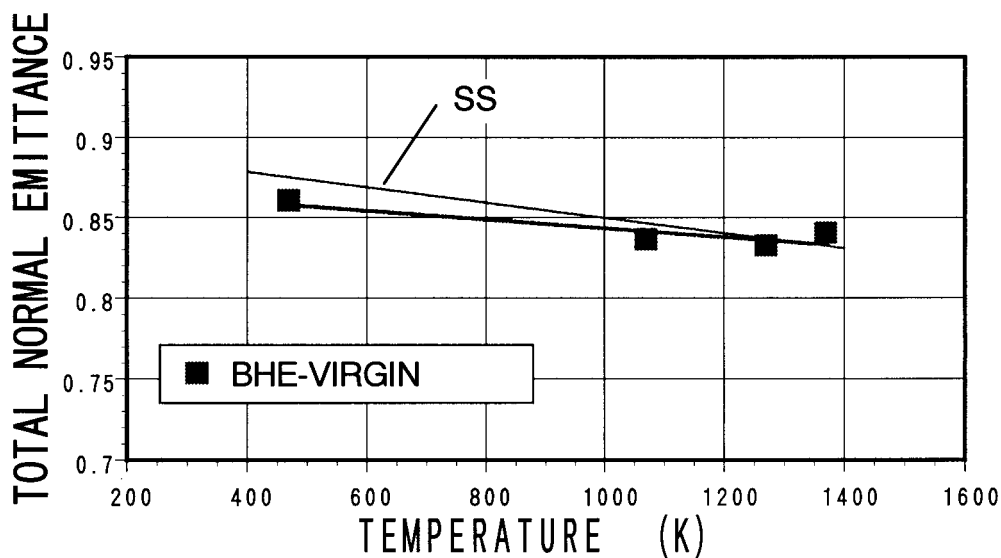


図9 耐熱タイル黒色コーティング (BHE)の全垂直放射率の温度依存性

も類似の依存性を示している。

以前、今回と同じ装置を用いてSiCをコーティングした数種類のカーボン/カーボン材の放射率測定を行ったが1073 K及び1273 Kにおける測定値は順に0.85～0.95、0.86～0.94であった。図8に示すSiC表面の放射率は、供試体の材質や表面の状態等が異なるため具体的な比較はできないが、カーボン/カーボン材の測定値よりやや低めの値が得られた。また、金属コーティング表面では、Au表面は高温領域では下地のBHEと同じ放射率を示した

が、Ir表面はIr単体とBHEの中間の値を示した。低温放射率はいずれの場合も金属単体の数倍の値を示した。図10及び11にBHE-A及びBHE-Iの測定結果と金属単体の放射率を温度に対して示す。金属単体の放射率の値はBramson<sup>4)</sup>の表から求めた。

## 6. 討 論

473 Kにおける低温測定では、前述のように装置上の制

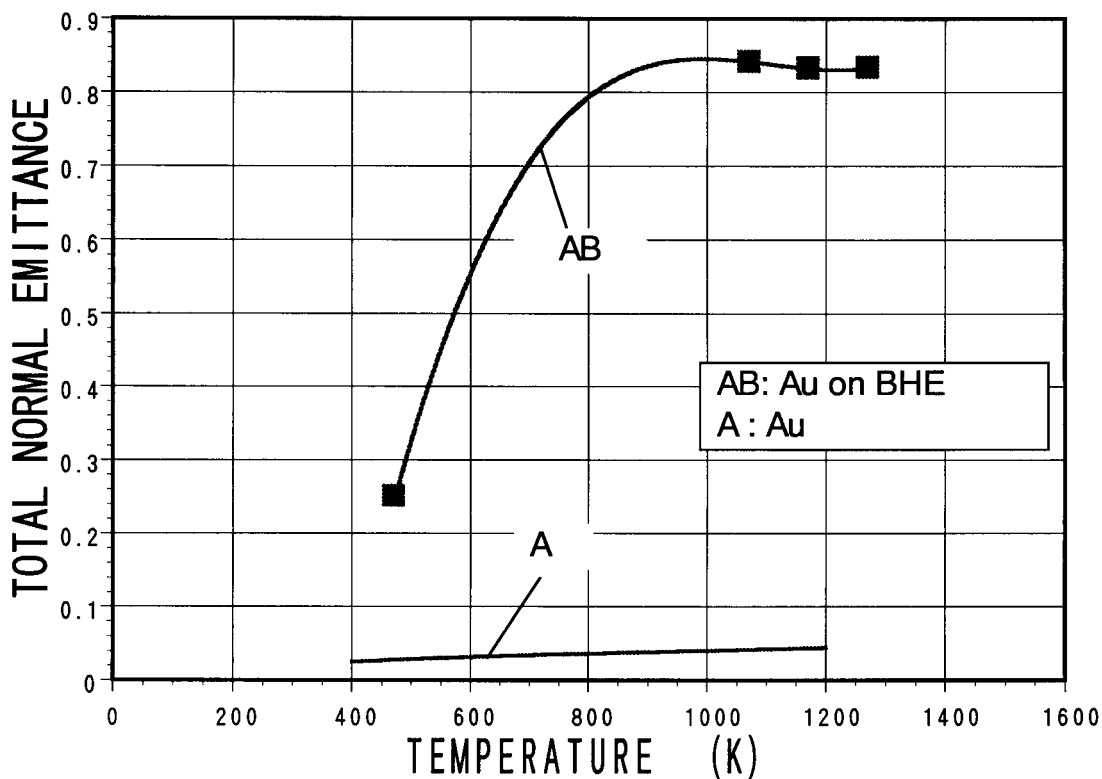


図10 Au コーティング付耐熱タイルの全垂直放射率の温度依存性

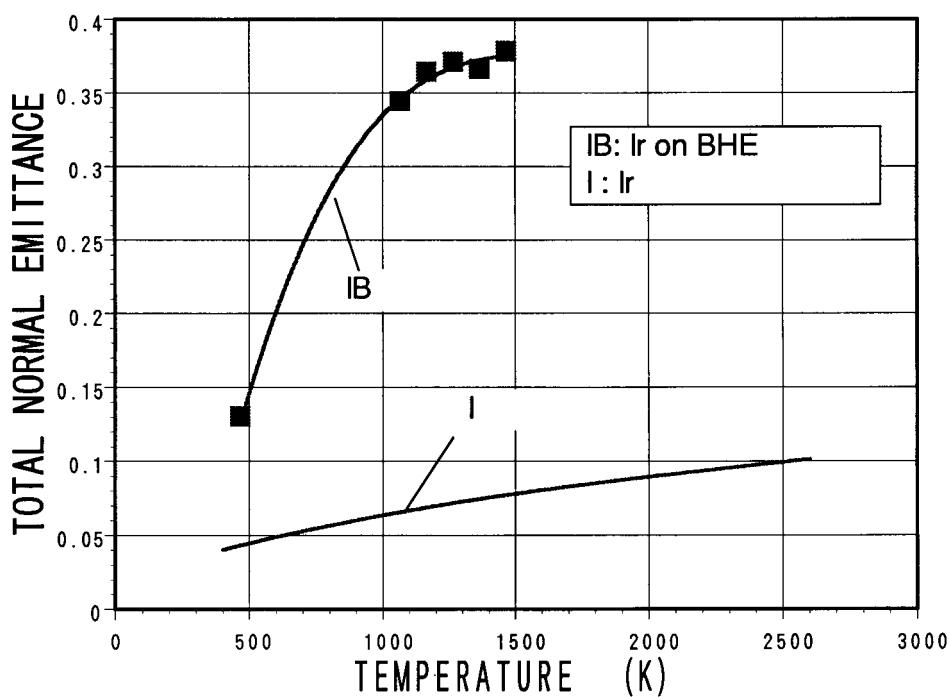


図11 Ir コーティング付耐熱タイルの全垂直放射率の温度依存性

約で、試料面の垂直線に対する観測角は68度に制限された。一般に、図12に示すように、放射率には方向依存性があり、50度付近よりかなり急激に低下することが知られている<sup>5)</sup>。従って、本図より推定してこの測定では、や

や低めの測定値（推定約10%）が得られていると思われる。これを考慮すると、図9に示すBHEの放射率は、シャトルタイルの温度依存性とより似た傾向となる。

本測定で得られた全垂直放射率は、実際の熱伝達解析



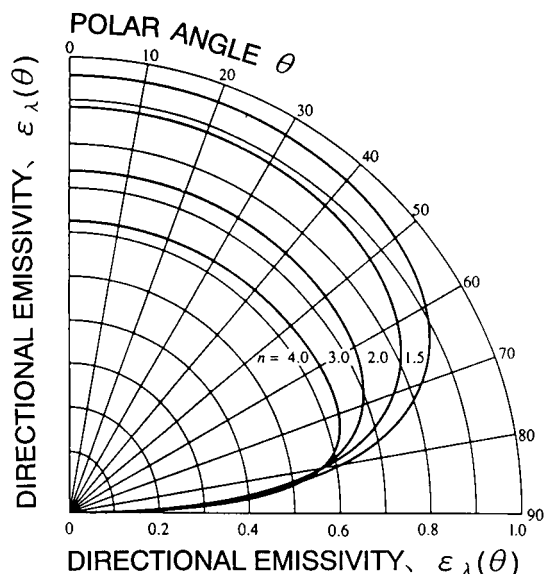


図12 放射率の方向依存性

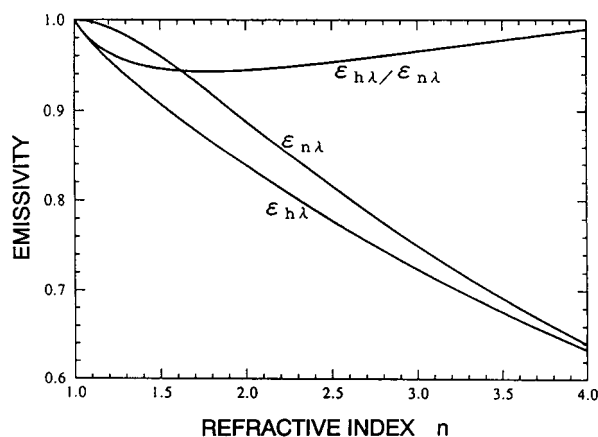


図13 垂直放射率と半球放射率の関係

に使用する際には、全半球放射率に換算する必要がある。文献3では、室温における方向依存性放射率の実測結果より、換算係数0.94を得ている。図13に不伝導性物質に対して、理論的に導かれた垂直放射率と半球放射率の関係を示す<sup>5)</sup>。BHEコーティングの屈折率は文献5より1.5近傍と推定されるので、上記換算係数は妥当な値と考えられ、実用的に利用可能と思われる。

表面に薄いコ-ティング層を施したことによる物体表面の高温放射率の変化の測定データは少ないが、Liebert<sup>6)</sup>がガスタービンエンジン要素の熱防御用に実施したジルコニアコーティングの例では、コーティング層の厚さを段階的に変えて評価した。それによれば表面放射率が基材の値からコーティングの特性値まで変化するには、500 μm程度のコーティング層厚さが必要であり、層の厚さが極めて薄い場合には、基材の放射率が支配的になることが示されている。本実験では、表1に示す3種類のコーティングをBHE表面に施した供試体の放射率を測定し

た。Au及びIrをコ-ティングした供試体の473 Kでの放射率は、図10及び11に示すように、これら金属に対する値<sup>4)</sup>より数倍高めの値を示した。高温では、Auコ-ティング供試体は予測通りBHEのみの場合の放射率に一致したが、Irコ-ティング供試体は金属単体の数倍でBHEとの中間的な値を示した。この差異を解明するためには、さらにセラミック材、Au材、Ir材それぞれの単体について、また、種々のコーティング厚さをもったBHE材について、今回と同じ装置、条件、手順で放射率測定を行う必要がある。しかしながら、今回の放射率計測試験の主な目的は、放射率の測定値からOREX軌道再突入実験の飛行実験データ解析を行うことであった。そのため、上記の試料等についての詳細な放射率計測は行わなかった。

正確な温度依存関係を求めるには、中間温度領域の計測データが必要である。しかし、放射率の計測を行った二種の試験装置では中間領域の計測データを取得することはできないため、飛行実験データの解析に必要な耐熱タイルの熱伝達解析には、図10及び図11に示すような計測データを補間する近似曲線を適用した。

SiCコーティング供試体の放射率は、同じ装置を使用して計測試験を行ったSiCをコーティングした数種類のカーボン/カーボン材の放射率の測定値より推定して、より高い値が予測される。測定前後の表面状況は、変色等の異常は見られなかったが、BHEとの膨張率の差による軽いクラックの発生が見られた。高温領域での測定は、供試体表面中央の直径3 mm程度の円内から垂直方向に放射される放射エネルギーを放射エネルギー計で計測する。クラックの発生が誘起した供試体表面の傾斜による測定光学系(放射エネルギー計)視野への影響、黒体炉の温度の昇温時と降温時での放射率測定値に差が出る問題等があり、本測定値には、再検討する必要がある。クラックの発生が影響した測定値については、熱伝達解析には使用しないで参考値とした。耐熱タイルのSiCコーティング層の厚さは2 μmと薄く、それに対しカーボン/カーボン材のコーティング層は100 μmと厚い。SiCの放射率は本来高く、コーティング層の厚さの影響は残らない。

## 7. まとめ

宇宙往還機用耐熱タイルの黒色コ-ティング等について高温での放射率を計測し、再突入実験データの解析のための温度依存特性データを取得した。その結果、以下の知見が得られた。

BHE未使用品の放射率の温度依存性は、高温域では顕著に現れなかったが、低温域での計測値を含めると、シャトルタイルRCGコーティングの温度依存性と同様の傾向であった。

BHE 未使用品，加熱済供試体間の放射率には，顕著な差異がない。

金属コーティングを施した BHI-Au，Ir 供試体の放射率は，低温域ではこれら金属単体の場合の放射率に対し数倍の値であった。また高温域では，Au コーティング供試体は BHE の放射率に一致し，Ir コーティング供試体は金属単体に対し数倍で，BHE との中間的な値であった。

今回，得られた放射率の計測結果及び過去に高温放射率計測装置で，同種試料の放射率を多数計測した結果の分析より，本装置による放射率の測定値の  $3\sigma$  レベルでのばらつきは，平均値に対して  $\pm 5\%$  と推定される。

終わりに，本報告を作成にあたり空気力学部 渡辺泰夫室長から終始貴重な助言を頂いたことを記して感謝の意を表します。

## 参考文献

- 1) 航空宇宙技術研究所：HOPE/OREX ワ - クショップ講演論文集，SP-24，(1994)。
- 2) 石田清道他：航技研報告，近刊。
- 3) Bouslog, S. A. and Cunnington, Jr., G.R.: Emittance Measurements of RCG Coated Shuttle Tiles, AIAA 92-0851, 1992.
- 4) Bramson, M. A.: Infrared Radiation, A Handbook for Applications (Translated from Russian by Rodman R. B.), Plenum Press, 1968.
- 5) Modest, M. F.: Radiative Heat Transfer, McGrawHill, 1993, Chap. 3.
- 6) Liebert, C. H.: Emittance and Absorptance of the National Aeronautics and Space Administration Ceramic Thermal Barrier Coating, Thin Solid Films, Vol. 53, No. 2, 1978, pp. 235-240.

---

## 航空宇宙技術研究所報告 1320号

平成9年2月発行

発行所 科学技術庁航空宇宙技術研究所  
東京都調布市深大寺東町7丁目44番地1  
電話(0422)47-5911 ㊦182  
印刷所 株式会社 東京プレス  
東京都板橋区桜川2-27-12

---

© 禁無断複写転載

本書(誌)からの複写, 転載を希望される場合は, 企画室調査普及係にご連絡ください。

Printed in Japan