

# STANOVENÍ RELATIVNÍ POHLTIVOSTI ZÁŘENÍ PLAZMOVĚ NANESENÝMI POVLAKY $ZrSiO_4$ A $Al_2O_3$

ALEXANDRA RUDAJEVOVÁ

Ústav fyziky plazmatu ČSAV, Pod vodárenskou věží 4, 182 11 Praha 8

Došlo 1. 3. 1988

*Při měření relativní pohltivosti záření plazmově nanesených povlaků  $ZrSiO_4$  a  $Al_2O_3$  na ocelové podložce v závislosti na tloušťce povlaku bylo zjištěno, že zatímco u povlaků  $Al_2O_3$  s rostoucí tloušťkou relativní pohltivost klesá, u povlaků  $ZrSiO_4$  se s tloušťkou nemění. Relativní pohltivost povlaků  $ZrSiO_4$  je větší než povlaků  $Al_2O_3$ .*

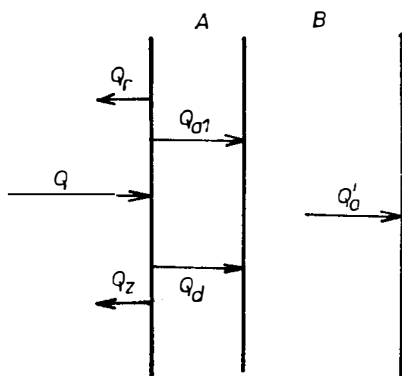
## ÚVOD

Dopadá-li na těleso zářivá energie, pak se část energie odrazí, část se pohltí a část projde. Vztahneme-li tyto hodnoty na celkovou dopadající energii, pak získáme poměrnou odrazivost  $r$ , poměrnou pohltivost  $a$  a poměrnou průteplivost  $d$ . Podle Kirchhoffova zákona platí pro ustálený stav [1]:

$$r + a + d = 1. \quad (1)$$

V termodynamické rovnováze je poměrná pohltivost rovna poměrné zářivosti.

Předmětem této práce je stanovení relativní pohltivosti vrstevnatého materiálu. Byly studovány povlaky žárovzdorných oxidů na ocelové podložce. Tyto oxidy jsou obecně částečně prostupné pro dopadající záření, zatímco kovová podložka je nepropustná. Dopadá-li na takový materiál množství energie  $Q$ , pak se šíří vzorkem tak, jak je schematicky znázorněno na obr. 1.



Obr. 1. Schematické znázornění šíření energie dvouvrstevnatým vzorkem: A — povlak, B — podložka,  $Q$  je celková dopadající energie,  $Q_r$  je energie odražená,  $Q_z$  energie vyzářená,  $Q_{a1}$  energie pohlcená povlakem,  $Q_d$  energie povlakem prošlá, a  $Q'_a$  je množství energie prošlé na zadní stranu vzorku.

Na obrázku je  $Q_r$  energie odražená,  $Q_z$  energie vyzářená,  $Q_{a1}$  energie pohlcená povlakem,  $Q_d$  energie povlakem prošlá a  $Q'_a$  je množství energie prošlé na zadní stranu vzorku. Za předpokladu, že pohltivost kovové složky je vysoká, platí

$Q'_a = Q_{a1} + Q_a$ . V tomto případě nejde o ustálený stav (dopadající energie  $Q$  působí v krátkém časovém intervalu), a proto  $Q_z \neq Q_{a1}$ . Vzhledem k velké pohltivosti kovové podložky nejsou v daných úvahách uvažovány odrazy na rozhraní oxid—kov (zanedbatelné, vždy stejné korekce). Pro černé povrchy platí, že všechna dopadající energie je pohlcena ( $Q_r = 0$ ,  $Q_a = 0$ ). Dopadá-li tedy na černý povrch množství zářivé energie  $Q$ , pak pohlcenou energii nazveme  $Q_{ač}$ . Relativní pohltivost vrstevnatého materiálu je pak definována:

$$a_r = \frac{Q'_a}{Q_{ač}}$$

#### EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

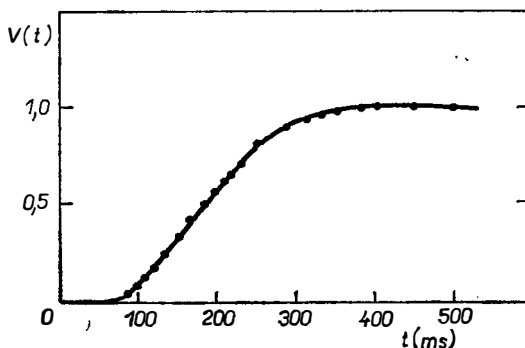
Studované vzorky se skládaly z plazmově nanesené vrstvy oxidu, tlusté 0,3 až 1,38 mm, na ocelové podložce (ČSN 11 373) tloušťky 2 až 3 mm. Průměr vzorku byl 16 mm. Ocelová podložka byla před stříkáním otryskána korundem. Povlaky  $Al_2O_3$  a  $ZrSiO_4$  byly stříkány ručně plazmovým agregátem PAL 160 s vodní stabilizací. Vzdálenost ústí hořáku od vzorku byla 250 mm, vzdálenost podávací trubičky od čela hořáku byla 25 mm. Bylo podáváno 23 kg za hodinu. Měrný rozměr zrna byl u  $Al_2O_3$  v rozmezí 50 až 63  $\mu m$ , u  $ZrSiO_4$  v rozmezí 40 až 80  $\mu m$ .

Ke stanovení relativní pohltivosti vrstevnatého materiálu bylo použito zábleskové aparatury postavené podle [2]. Aparatura byla konstruována pro měření teplotní vodivosti a je popsána v práci [3]. Uvedená metodika je nestacionární a pro časovou závislost teploty na zadní straně vzorku platí pro homogenní materiály vztah [2]:

$$T(l, t) = \frac{Q}{\rho c l} \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp \left( -\frac{n^2 \pi^2}{l^2} \cdot \alpha t \right) \right], \quad (3)$$

kde  $T$  je teplota,  $t$  je čas,  $l$  tloušťka vzorku,  $Q$  množství dopadající energie,  $c$  je měrné specifické teplo,  $\rho$  měrná hmotnost a  $\alpha$  je teplotní vodivost. Na obrázku 2 je uvedena tato závislost graficky.

Měření relativní pohltivosti bylo prováděno za kvazistacionárního stavu, tj. stavu, kdy se teplota ustálí na maximální hodnotě (obr. 2). Tohoto stavu bylo dosaženo za sto až několik set ms, v závislosti na použitém materiálu a tloušťce



Obr. 2. Časová závislost teploty na zadní straně vzorku,  $V(t)$  je poměrná teplota a  $t$  je čas.

vzorku. V tomto kvazistacionárním stavu je  $T \cong \frac{Q}{\rho c l}$ . I když rovnice (3) byla odvozena pro homogenní materiály, je jí možno použít pro dané účely i pro vrstevnaté vzorky.

Postup měření vyplývá z definice relativní pohltivosti. Sledovaný vzorek se ozáří množstvím energie  $Q$ , čímž stoupne teplota na zadní straně vzorku o  $(\Delta T_m)_1$ . Tato hodnota je úměrná  $Q_a$ . Potom se provede totéž s tímž vzorkem, jehož povrch byl začerněn sazí (pohltivost sazí svíčky je 0,952 [4]). Teplota zadní strany stoupne o  $(\Delta T_m)_2$ . Relativní pohltivost je potom dána poměrem:

$$a_r = \frac{(\Delta T_m)_1}{(\Delta T_m)_2} = \frac{Q'_a}{Q_a c} \quad (4)$$

### VÝSLEDKY

Výsledky získané výše popsaným postupem jsou v tabulkách I až IV. Hodnoty získané měření začerněného povrchu nebyly korigovány na hodnoty ideálního černého povrchu. Hodnoty v tabulce I se vztahují na kovovou podložku. Vzorek 35 měl hladký, matný povrch, vzorek 32 byl otryskaný korundem. Měření bylo prováděno až několik týdnů po otryskání, takže na povrchu byla vrstva oxidů. V tabulce II jsou uvedeny hodnoty relativní pohltivosti pro povlaky ZrSiO<sub>4</sub>. Tabulky III a IV uvádějí výsledky získané měření na povlacích Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. V tabulce III je uvedena závislost relativní pohltivosti na tloušťce povlaku. Tabulka IV má demonstrovat jednak reprodukovatelnost měření a jednak potvrdit vyšší hodnoty relativní pohltivosti pro vzorky slabší než 0,4 mm. Hodnoty  $\Delta T_m$  byly měřeny s přesností 5 %.

Tabulka I

Hodnoty relativní pohltivosti kovové podložky

Č. vzorku	Tloušťka [mm]	$a_r$
35	2,96	0,82
32	3,02	0,78

Tabulka II

Hodnoty relativní pohltivosti povlaků ZrSiO<sub>4</sub>

Č. vzorku	Tloušťka podložky (mm)	Tloušťka povlaku (mm)	$a_r$
1	2,97	0,29	0,61
2	2,97	0,31	0,62
3	2,98	0,36	0,60
4	2,97	0,39	0,59
5	3,00	0,39	0,59
6	2,98	0,43	0,60
7	2,97	0,50	0,62
8	2,98	0,57	0,59

A. Rudajevová:

Tabulka III

Hodnoty relativní pohltivosti povlaků  $\text{Al}_2\text{O}_3$

Č. vzorku	Tloušťka podložky (mm)	Tloušťka povlaku (mm)	$a_r$
1	1,95	0,32	0,42
2	3,02	0,46	0,34
3	1,97	0,55	0,35
4	2,93	0,78	0,34
5	2,00	1,18	0,34
6	1,94	1,29	0,33
7	2,05	1,38	0,35

Tabulka IV

Hodnoty relativních pohltivostí povlaků  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tlouštěk pod 0,4 mm. Tloušťka podložky byla okolo 2 mm

Č. vzorku	Tloušťka povlaku [mm]	$a_r$
1	0,30	0,43
2	0,33	0,43
3	0,35	0,40
4	0,36	0,40
5	0,36	0,40

## DISKUSE

Prvním bodem diskuse je reprodukovatelnost měření. Tato metoda je pro plazmově nanesené povlaky metodou destruktivní. Destruktivnost spočívá v tom, že grafit, který je použit pro začernění povrchu vzorku, nelze z něj odstranit v důsledku vysoké provitosti. Opakované měření na jednom vzorku není tedy možné. Reprodukovatelnost měření je patrna z tabulky IV, kde jsou výsledky měření na přibližně stejně tlustých vzorcích. Z tabulky je patrné, že reprodukovatelnost je dobrá. Měření, jehož výsledky jsou v tabulce IV, měly zároveň potvrdit, že povlaky slabší než 0,4 mm vykazují vyšší hodnoty relativní pohltivosti. Podle vztahu (2) je relativní pohltivost v této práci definována jako poměr energie povlakem pohlcené a prošlé ku energii pohlcené černým povrchem. Z této definice a ze získaných výsledků lze konstatovat, že povlaky  $\text{Al}_2\text{O}_3$  slabší než 0,4 mm jsou částečně průteplivé. Toto zjištění je důležité, jak pro experimentální měření, tak pro praktické aplikace. Například při měření teplotní vodivosti zábleskovou metodou jsou pro tyto povlaky získávány vyšší hodnoty, než pro povlaky, které průteplivé nejsou.

Při hodnocení zárovzdorných oxidových materiálů z hlediska tepelné ochrany materiálu je nutné uvažovat:

1. vlnovou délku dopadajícího záření,
2. amplitudu a vlnovou délku nerovností povrchu,
3. tloušťku vrstvy.

Podle informace výrobce jsou ve spektru Xe pulsní výbojky zastoupeny následující vlnové délky: 0,22—0,30  $\mu\text{m}$ , 0,40—0,60  $\mu\text{m}$  a 0,80—1,0  $\mu\text{m}$ .

Druhým bodem, který ovlivňuje zářivé vlastnosti povrchů pevných látek, je drsnost povrchu. Drsnost povrchu se projevuje především v několikanásobném zvětšení skutečného povrchu proti povrchu hladkému. Kvalitativní popis tohoto problému je uveden v knize Hottela a Sarofima [4]. Drsnost povrchu je charakterizována amplitudou  $s$ , což je střední kvadratická drsnost povrchu. Kritériem k hodnocení drsnosti povrchu je potom poměr  $s/\lambda$ , kde  $\lambda$  je vlnová délka dopadajícího záření. Autor dělí povrchy do tří skupin, a to: a)  $s/\lambda \ll 1$ , kdy je odraz zrcadlový a povrch je možno považovat za hladký; b)  $s/\lambda \sim 1$ , kdy je vlnová délka stejného řádu jako povrchové nerovnosti a začíná se uplatňovat ohyb, c)  $s/\lambda \gg 1$ , kdy na hladkých plochách dochází k zrcadlovému odrazu a současně se uplatňuje ohyb. K celkovému hodnocení povrchu je potom nutné připojit index lomu a poměr  $p/\lambda$ , kde  $p$  je vlnová délka nerovnosti povrchu [5].

Střední kvadratická odchylka nerovnosti povrchu povlaku  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (vzorek 5), stanovená z metalografického výbrusu, byla 15  $\mu\text{m}$ . Pro vlnovou délku 1  $\mu\text{m}$  se plazmově stříkané povlaky  $\text{Al}_2\text{O}_3$  řadí mezi drsné povrchy, kdy již dochází k difúznímu odrazu.

Podle literatury [4] je možné drsné povrchy kovových oxidů a nekovové drsné povrchy považovat za šedé. Jednou z charakteristik šedých povrchů je, že pohltivost nezávisí na vlnové délce. Pohltivost se však obecně mění s teplotou. U těles přibližně šedých je obvykle tato změna malá. Je-li možné považovat povrchy plazmově nanesených povlaků za přibližně šedé, pak výsledky této práce mohou být přibližně použity i tam, kde zdroj energie má jinou vlnovou délku a teplota tělesa je vyšší. Jak závisí pohltivost plazmově nanesených povlaků na teplotě, bude předmětem dalšího studia po konstrukci výkonnějšího zdroje záření.

Další veličinou, kterou je nutno uvažovat při studiu zářivých vlastností, je tloušťka povlaku. Žárovzdorné oxidy patří k několika málo materiálům, jejichž zářivé vlastnosti nejsou určeny pouze povrchovou vrstvou. K rozptylu a pohlcování zářivé energie dochází i na částicích nacházejících se pod povrchem. Zářivé vlastnosti závisí na absorpčním koeficientu  $b$ , povrchové odrazivosti a geometrii tělesa. U těchto materiálů se zavádí pojem nekonečné tloušťky, která je definována [1]:

$$x_{\infty} = \frac{3,5}{b}, \quad (5)$$

kde  $x_{\infty}$  je nekonečná tloušťka vzorku a  $b$  absorpční koeficient, který velmi závisí na vlnové délce dopadajícího záření. Z výsledků této práce vyplývá, že pro užitou oblast vlnové délky a rozmezí tlouštěk povlaky  $\text{ZrSiO}_4$  nejsou prostupné pro dopadající záření, zatímco povlaky  $\text{Al}_2\text{O}_3$  jsou částečně propustné do tloušťky asi 0,4 mm.

Z výsledků je patrné, že absolutní hodnota relativní pohltivosti povlaků  $\text{ZrSiO}_4$  je vyšší než povlaků  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Za předpokladu, že průteplivost je nulová, vykazují povlaky  $\text{Al}_2\text{O}_3$  vyšší odrazivost než povlaky  $\text{ZrSiO}_4$ .

Srovnání zde nalezených hodnot s literárními údaji je obtížné, protože zářivé vlastnosti materiálu závisí na jeho struktuře, stopových příměsích a drsnosti povrchu, což jsou údaje, které autoři většinou ve svých publikacích neuvádějí. Vztahovat výsledky měření na teplotu povrchu ztrácí u oxidových materiálů smysl, protože záření může mít svůj původ ve značné hloubce pod povrchem.

ZÁVĚR

Cílem práce bylo vypracovat metodiku měření pro vzájemné srovnávání relativních pohltivostí plazmově nanesených keramických materiálů. K rychlému stanovení tohoto parametru bylo využito zábleskové aparatury pro měření teplotní vodivosti. Byly studovány povlaky  $ZrSiO_4$  a  $Al_2O_3$ . Tloušťky povlaků byly v rozmezí 0,30 až 1,38 mm. Relativní pohltivost povlaků  $Al_2O_3$  byla téměř dvakrát menší než povlaků  $ZrSiO_4$ .

Literatura

- [1] Kingery W. D.: *Property Measurements at High Temperatures*. New York, London 1959.
- [2] Parker W. J., Jenkins R. J., Butler C. P., Abbott G. L.: *Journal of Applied Physics* 32, 9, 1679, (1961).
- [3] Rudajevová A.: 32, 4, 343 (1988).
- [4] Hottel H. C., Sarofim A. F.: *Přenos tepla zářením*. SNTL, Praha 1979.
- [5] Adorjan A. S., Wierum F. A.: *AIAA Journal* 9, 11, 2172, (1971).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛУЧЕПОГЛОТИТЕЛЬНОЙ СПОСОБНОСТИ ПЛАЗМЕННО НАНЕСЕННЫМИ ПОКРЫТИЯМИ  $ZrSiO_4$  И  $Al_2O_3$

Александра Рудаева

*Институт физики плазмы ЧСАН, 182 11 Прага 8*

Описывается методика определения относительной лучепогложительной способности плазменно нанесенными покрытиями  $ZrSiO_4$  и  $Al_2O_3$ . Для определения установленной величины была использована вспышечная аппаратура, предназначенная для определения теплопроводности. Относительная поглотительная способность рассматривается как соотношение максимальных температур (после облучения поверхности образца и достижения квазистационарного состояния) на задней стороне образца при неокрашенной и окрашенной в черный цвет поверхности покрытия. Относительную поглотительную способность исследовали в зависимости от толщины покрытия, так как оба оксидные покрытия относятся к жароупорным полупроницаемым материалам. В случае  $ZrSiO_4$  не была найдена зависимость от толщины покрытия, в то время как у  $Al_2O_3$  покрытия толщиной ниже 0,4 мм имели более высокую величину относительной поглотительной способности по сравнению с покрытиями с большей толщиной. В абсолютной величине относительная поглотительная способность покрытий  $Al_2O_3$  почти на половину ниже по сравнению с покрытиями  $ZrSiO_4$ . Разработанная методика предназначена для быстрого сопоставления лучепогложительных способностей плазменно нанесенных керамических покрытий.

*Рис. 1. Схематическое изображение распределения энергии двухслойным образцом.*

*Рис. 2. Временная зависимость относительной температуры на задней стороне образца.*

DETERMINING THE RELATIVE RADIATION ABSORPTIVITY OF PLASMA-SPRAYED  $ZrSiO_4$  AND  $Al_2O_3$  COATINGS

Alexandra Rudajevová

*Institute of Plasma Physics, Czechoslovak Academy of Sciences, 182 11 Prague 8*

The relative absorptivity of plasma-sprayed coatings of  $ZrSiO_4$  and  $Al_2O_3$  for thermal radiation was determined by means of the flash apparatus normally used to measure thermal conductivity. In this case, relative absorptivity is defined as the ratio of maximum temperatures (following irradiation of the sample surface and attainment of a quasistationary state) at the rear sample

surface with a non-blackened and a blackened coating surface. The relative absorptivity was measured in terms of the coating thickness, because both oxide coatings belong among refractory semiconductive materials. No dependence on coating thickness was found with  $ZrSiO_4$ , whereas in the case of  $Al_2O_3$ , coatings less than 0.4 mm thick exhibited a higher relative absorptivity than the thicker ones. In terms of absolute values, the relative absorptivity of  $Al_2O_3$  coatings was almost by one half lower than that of  $ZrSiO_4$  coatings. The method is to be used for rapid routine comparison of radiation absorptivity of plasma-sprayed ceramic coatings.

*Fig. 1. Schematic representation of energy propagation through a two-layer specimen.*

*Fig. 2. Time dependence of relative temperature at the rear sample side.*

---

N SHARMA: FIBER OPTICS IN TELECOMMUNICATIONS (Vláknová optika v telekomunikacích). Tata McGraw-Hill, New Delhi 1987, 191 str.

Kniha indického autora je převážně věnována praktické aplikaci skleněných vláken pro telekomunikační účely. V úvodních kapitolách autor stručně seznamuje čtenáře s výsledky teoretických řešení vedení světla skleněnými vlákny a podává krátký přehled o technologiích výroby optických vláken. Obsírněji jsou probírány soustavy optických vlnodů včetně schémat a tabulek. Jednotlivé prvky těchto soustav tvoří zvláštní rozsáhlejší kapitoly, v níž jsou přehledně probírány světelné zdroje LED, včetně různých konstrukcí laserů, detektorů, vlastností optických vláken a základních konstrukcí optických kabelů.

Projektování telekomunikačních spojů z vláknové optiky a jejich údržba jsou obsahem samostatné kapitoly. Zde jsou také uvedeny požadavky na personální obsazení a způsoby ukládání optických kabelů včetně výpočtů zatížení, délky kabelů a údržby kabelových sítí.

Oddělenou kapitolou je měření optických vlastností vláken a jejich geometrických a optických parametrů. Autor zde připojil schémata měřicích zařízení včetně vzorečů pro výpočet vlastností. Ekonomika a použití optických spojů a jejich aplikace jsou nástinově uvedeny ve zvláštní kapitole. Náznaky dalšího vývoje optických telekomunikačních spojů a integrované optiky tvoří závěrečnou kapitolu publikace. Kniha je doplněna seznamem literatury a věcným rejstříkem. Mnohým čtenářům kniha umožňuje bližší seznámení s novým, rychle se rozvíjejícím odvětvím přenosu informací. Autor se v ní soustředil na technologické problémy spojené se zaváděním optických vláken a uceleně pojednává o praktických aplikacích uplatnění této nové techniky v praxi.

*R. Tupyj*

SHINROKU SAITO: FINE CERAMICS (Jemná keramika). Anglická verze (která má XXII + 352 str.) byla vydána v roce 1988 ve spolupráci nakladatelství Elsevier, New York, a nakladatelství Ohmsha, Ltd., Tokio.

Jak připomíná v úvodu vedoucí autorského týmu Shinroku Saito, spíše než „jemná keramika“ by měl být použit termín „nová keramika“ (popř. některý z celé řady dalších světově používaných termínů, jako např. advanced ceramics, high-tech ceramics, high-performance ceramics, engineering ceramics, super-ceramics, ultra-ceramics, hyper-ceramics apod.). Protože však kniha představuje přehled některých výsledků prací, především japonských badatelů v této oblasti, bylo použito v názvu knihy i oficiální japonské označení „jemná keramika“, tj. keramika s texturou mnohem jemnější, nežli má keramika tradiční.

Jemná keramika tedy zahrnuje novodobé technologické procesy syntézy a přípravy anorganických a nekovových pevných látek, jemných prášků, monokrystalů, polykrystalických slinovaných materiálů, nekystalických látek včetně skel, tlustých a tenkých vrstev, vláken, kompozitů s různou morfológií a některé další směry materiálového inženýrství.

Úvod knihy v podstatě dokládá, že se i keramika studiem syntézy výchozích surovin, studiem vlastností i aplikačních možností vyplývajících z možných funkcí těchto nových materiálů stává interdisciplinárním oborem. Že nejde jen o teoretický výzkum, ale i o praktické využití, je v úvodu doloženo výrobními trendy různých typů výrobků.

Kniha, na jejímž obsahu se podílelo více než 40 japonských vědeckých a pedagogických pracovníků, je rozdělena do 4 oddílů.

První oddíl je zaměřen na některé technologické procesy. Dílčí kapitoly a odstavce zahrnují: — vysokotlakou syntézu jednak diamantu, jednak kubického nitridu bóru; — hydrotermální syntézu a hydrotermální slinování feroelektrických krystalů a feritů, laserových materiálů i polovodičů;