

航空機による微小重力実験 材料・容器の濡れ挙動の観察

宇宙開発事業団	清水盛生	楠瀬智宏	木村秀夫
(財)宇宙環境利用推進センター	大山 勝	井村貞治	石倉精三
三菱マテリアル(株)	佐平健彰	北村英男	白石浩之
	中田嘉信	和田正彦	鈴木元一
	成田 健		

1. 緒言

微小重力環境 (μg) は、重力に起因する乱れを無視できるので高品質材料や新しい機能材料の開発等の点で注目されている。そのため現在まで様々な材料について、 μg 下での溶融凝固実験が行われてきた。

材料と容器の適合性は高品質材料や新しい機能材料の開発等における基本要素である。その中でも濡れ性はきわめて重要であり、過去の μg 下での溶融凝固実験において、材料と容器の濡れ性を考慮しなかったために材料が容器からあふれ出す等の失敗が報告されている^(1,2)。このような失敗を防ぐためには μg 下における濡れに関するデータの取得や濡れ性改善技術の確立が必要である。

材料と容器の濡れ性改善技術について、著者らは地上実験において材料の精製処理が効果的であることを報告した⁽³⁾。しかしながら、精製処理による濡れ性の改善効果が μg 下でも有効であるかどうかはまだ確認されていない。そこで航空機の弾道飛行によって作りだした μg 下での容器内の溶湯の挙動観察によって μg 下における濡れ性データの取得と精製処理効果の確認を目的とした航空機実験を行った。

なお、航空機実験は平成2年10月に、三菱重工(株)製のビジネスジェット機MU-300を用いて実施された。

2. 実験方法

2.1 実験項目

航空機実験の実験項目を以下に示す。

- ① 濡れ挙動の温度依存性評価
- ② 濡れ挙動に及ぼす精製処理効果の確認
- ③ μg 下における $m. p. \geq 1273 K$ の材料の挙動観察

①および②は、地上で確認されている材料と容器の濡れ挙動が μg 下ではどのように変化するかを調べるための実験である。③は、 μg 下での材料実験においては融点が1273K以上の材料が取り上げられることが予想されるので、観察技術を検討し、今後 μg 下における融点が1273K近辺の材料溶湯の濡れ性データ取得をしていくための準備段階としての試験である。

2. 2 試料

②の実験における精製処理は、I：真空加熱、II：ハロゲンガス処理、III：水素還元処理の3種類である。各精製処理の手順を表1に示す。

地上実験では、宇宙実験で取り上げられる金属あるいは半導体材料を考慮して、Cu、Sn、Bi、CdTe、GaSb、Geの6種類の材料を透明石英管内に真空封入したものと、カーボン容器内にいれた材料をさらに透明石英管内に真空封入したものについて溶解実験を行った。航空機実験では、材料と容器の濡れ挙動が直接観察・記録が可能な透明石英を容器として用いた。また材料としては、①の試料としてSnの処理II、②の試料としてSnおよびBi、③の試料としてCuの処理IIを採用した。②の試料としてSnおよびBiを選んだ理由は、両者とも低融点材料であるため、航空機内での試料交換が容易にかつ迅速に行えるからである。①および③の試料として処理IIを選んだ理由は、地上実験において湯面がきれいである濡れ挙動の観察が容易であり、かつ3種類の精製処理の中で最も湯面の盛り上がりが大きく濡れ性が改善されているものと考えられたためである。図1に石英容器内に封入された試料の外観を示す。

表1. 精製処理区分

処理区分 I	処理区分 II	処理区分 III
1.原料の充填	1.原料の充填	1.原料の充填
2.真空排気10^{-5}Torr	2.真空排気10^{-5}Torr	2.真空排気10^{-5}Torr
3.加熱(1hr) (材料融点の473~773K下の温度)	3.加熱(1hr) (材料融点の473~773K下の温度)	3.加熱(1hr) (材料融点の473~773K下の温度)
4.室温へ降ろす	4.Cl ₂ ガス約150Torr導入(10分)	4.H ₂ ガス約300Torr導入(10分)
5.室温、10^{-5}Torrで真空封入	5.真空排気	5.真空排気
	6.Cl ₂ ガス中融解または4を繰り返す	6.室温へ降ろす
	7.真空排気(Cl ₂ 脱ガス)	7.室温、10^{-5}Torrで真空封入
	8.室温、10^{-5}Torrで真空封入	

※ I:真空加熱、II:ハロゲンガス処理、III:水素還元処理

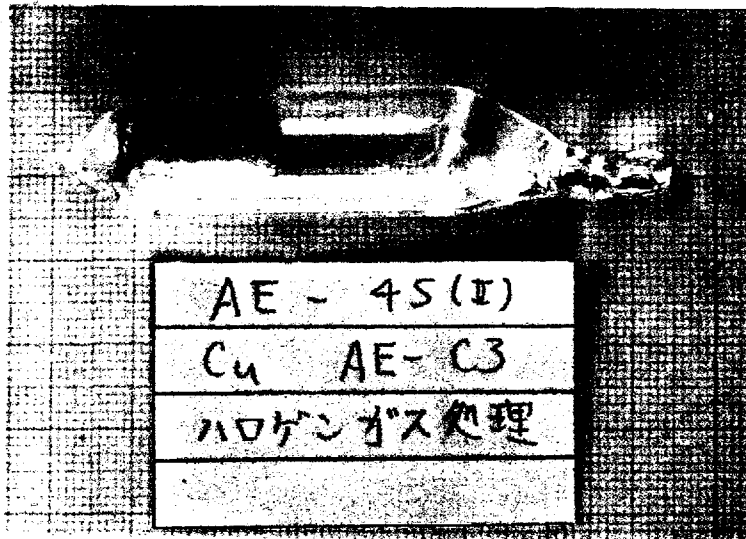


図1. 実験試料外観

2.3 実験装置

図2に航空機実験用の溶解及び観察、記録システムを示す。材料と容器の濡れ挙動は、電気炉内に実験試料を上部の穴から吊す形で電気炉内に挿入し、電気炉の横に設けた石英窓を通して水平方向から観察した。観察、記録システムはCCDカメラで撮影した動画像をビデオレコーダーで記録し、 μ g時の静止画像をスチルビデオレコーダーで記録するものとした。以上のシステムを含めた実験装置を航空機実験専用ラックに組み込み航空機に搭載した。図3に μ g実験装置の3面図を示す。

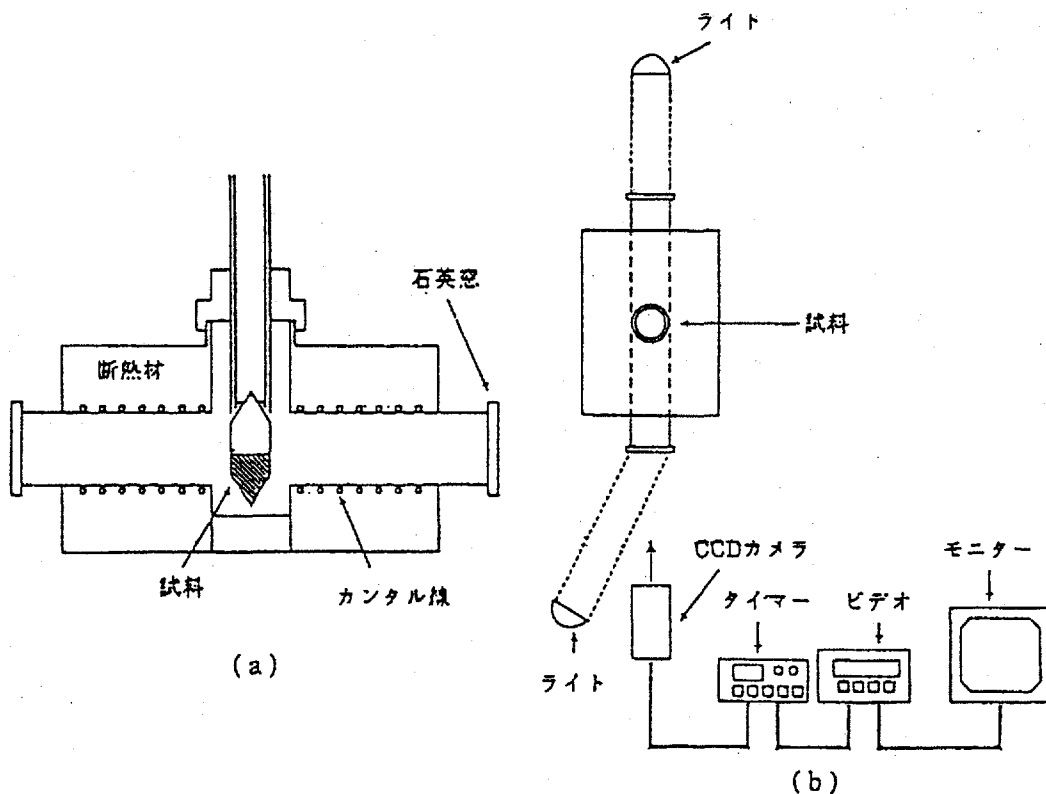


図2. 溶解・観察記録システム

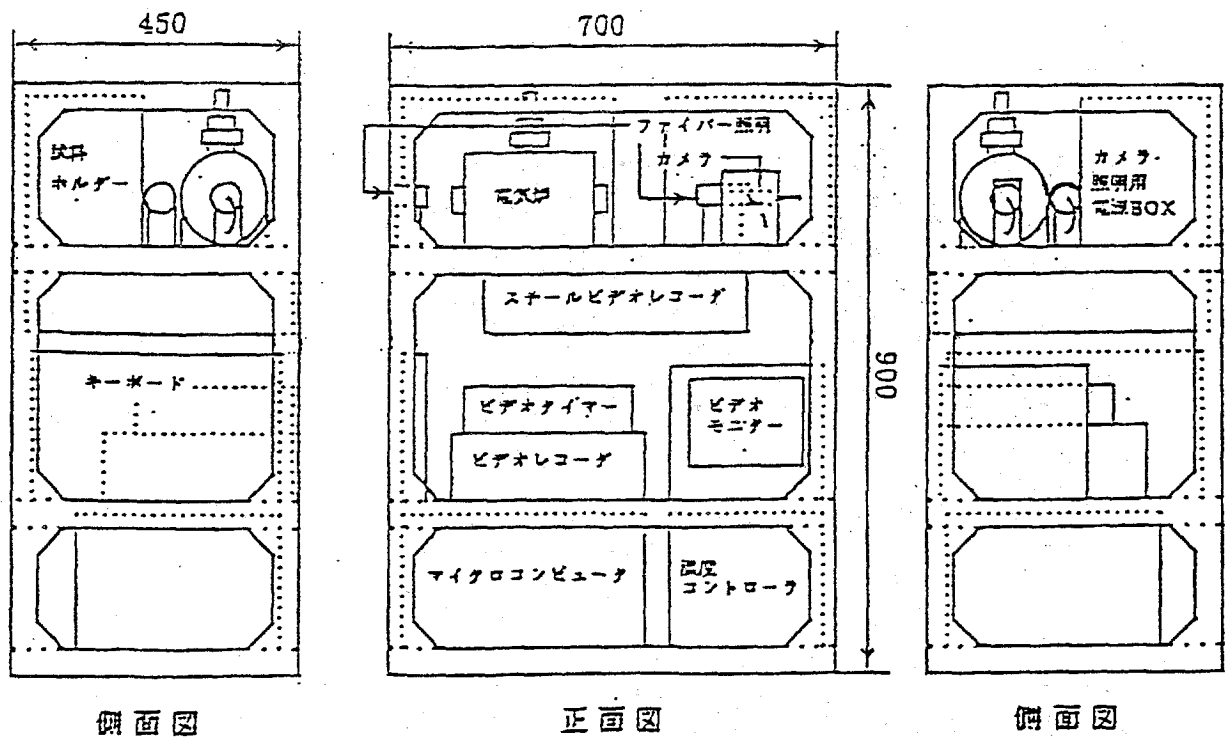


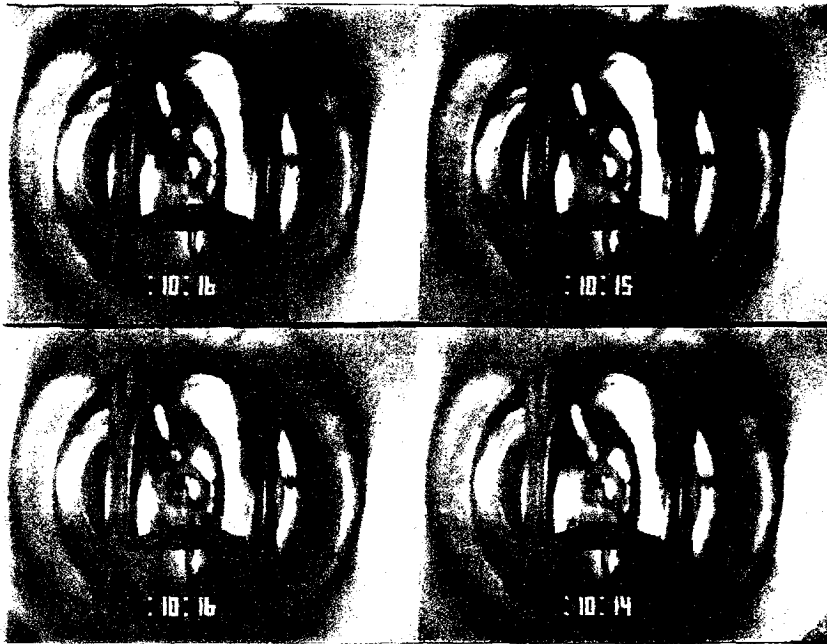
図3. 航空機実験用濡れ性挙動観察装置

3. 結果および考察

図4に①の実験結果を示す。1は溶湯温度が553K、2は573K、3は623K、4は673Kにおける μg 時のSn溶湯の状態である。濡れ性は接触角で表すのが適当であるが、本実験での接触角の評価は困難なので、湯面の盛り上がり距離 (h) とアンプル内径の1/2 (r) との比 h/r で濡れ性を評価することにする。この図からは μg 時におけるSn溶湯の湯面の盛り上がりの温度による明確な違いは観察されなかった。表2に濡れの度合 h/r の μg 時および2g時の値と、 g による変化率を示す。この表からは、 h/r の温度による変化は認められない。

以上のことからSn溶湯と石英容器の組合せにおいては、地上における場合と同様⁽⁴⁾に μg 下でも濡れ挙動の温度依存性はきわめて小さいと考えられる。

図5には②の実験結果のうち、Sn溶湯の状態を示す。左側が1gの場合で、右側が μg の場合である。実験温度は573Kである。処理I、II、IIIいずれの場合も、1gの場合よりも μg の場合において湯面の盛り上がりが大きくなっている。特に処理IとIIIの試料では、湯面の様子は極端に変化した。表3に h/r の μg と1gとの場合の変化率を示す。この表から、処理IとIIIの試料の h/r の変化率はきわめて大きく、処理IIの試料はあまり変化していないことがわかる。Biの場合も、湯面の汚れや、アンプルへの付着物のために h/r は測定できなかったが、動画像の観察からは、Snの場合と同じ傾向にあることが確認された。以上のことから、地上実験と比較して μg 下では処理IとIIIの試料への改善効果の方が大きくなる傾向があるが、 μg 下でも材料の精製処理の違いにより容



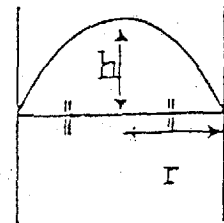
材料 Sn
ハロゲンガス処理

1	2	1. 553K
		2. 573K
3	4	3. 623K
		4. 673K

図4. 濡れ性の温度依存性

表2. Snにおける濡れ性の度合い h/r の温度依存性

温度(°C)	h/r		変化率
	μg	2g	
280	0.35	0.23	0.13
300	0.35	0.23	0.13
350	0.32	0.19	0.13
400	0.35	0.23	0.13



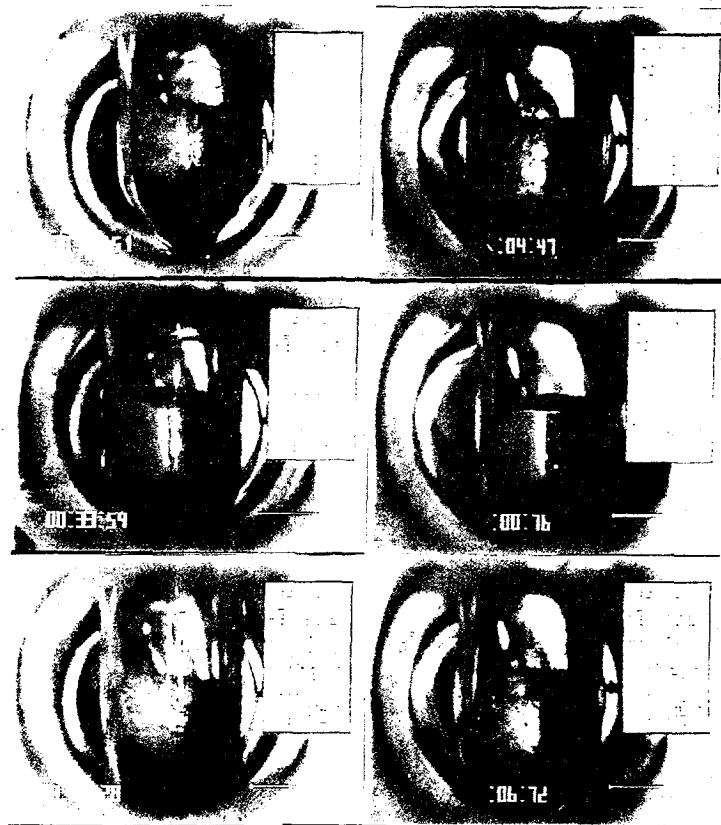
h : 湯面の盛り上がり

r : アンブルの内径の1/2

※ 変化率 = $(h_0 - h_2) / r$

h_0 ; μg のときの h

h_2 ; 2gのときの h



lg	μg
I	I
II	II
III	III

材料 Sn
300°C

- I. 真空加熱 (0.03 g)
- II. ハロゲンガス処理 (0.002 g)
- III. H₂還元 (0.030 g)

図5. 濡れ性の精製処理効果

表3. 精製処理効果

材料	精製処理	h/r		変化率 (平均)
		μg	lg	
Sn	I	0.84	0.13	0.63
		0.84	0.19	
Sn	II	0.26	0.23	0.05
		0.32	0.26	
Sn	III	1.03	0.13	0.60
		0.55	0.19	
Bi	I	----	----	----
		----	浮遊	
Bi	II	0.32	0.19	0.10
		0.26	0.19	
Bi	III	----	----	----
		----	----	

※ 変化率 = $(h_0 - h_1) / r$
 h_0 ; μGのときのh
 h_1 ; 1Gのときのh

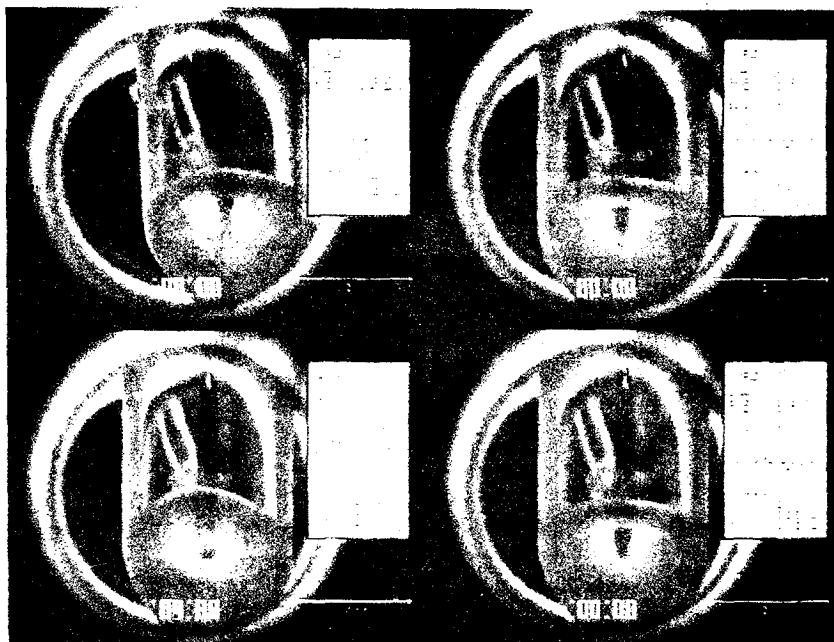
器への濡れ挙動が変化することが確認された。

図6に③の実験結果を示す。実験温度は1413Kである。

本実験では、融点が1273K以上になると、材料自身の赤熱による発光のために、CCDカメラのホワイトバランスの自動追尾調整機能を損傷する恐れがあるので、種々検討を行った結果、減光率25%と50%の減光フィルターを各1枚ずつカメラレンズにセットすることによってCCDカメラの損傷を防ぐと共に鮮明な画像が得られるように工夫した。

また、低融点のSnおよびBiでは、光源としてファイバー照明を用いる必要があったが、③の実験ではCu自身の発光により十分な光量が得られるため、照明は用いずに観察を行った。

以上の結果、重力が1g、2.3g、0.01g、および2.1gのときのCu溶湯の湯面の様子の変化が明確に観察できた。このことより、今回の航空機実験のために製作した実験装置によって融点が1273K以上の材料の石英容器内での濡れ挙動を直接観察できることが分かった。



材料 Cu
ハロゲンガス処理

1	2	1.1.011 g
		2.2.314 g
3	4	3.0.009 g
		4.2.130 g

図6. μ g下におけるCu溶湯の濡れ挙動

4. 結言

μg 下における材料と容器の濡れ性データの取得と精製処理効果の確認を目的として平成2年10月に航空機実験を行い、以下の結果を得た。

- (1) 航空機による μg 実験のために専用の実験装置を設計、製作し、 μg 下において正常に機能することを確認した。
- (2) μg 下の Sn 溶湯において、濡れ性を評価する一つの目安である湯面の盛り上がりの、温度による違いは観察されなかった。このことから Sn 溶湯と石英容器の組合せでは、 μg 時における濡れ性の温度依存性は、地上における場合と同様に極めて小さいと思われる。
- (3) 精製処理の違いによる μg 下での濡れ挙動の違いが明確に観察できた。地上実験の場合と比べて Sn、Bi とも真空加熱処理（処理Ⅰ）と水素還元処理（処理Ⅲ）の試料の湯面の盛り上がりが極端に増加した。特に Bi の処理Ⅰの試料は溶湯がアンプルから離れて浮遊した。ハロゲンガス処理（処理Ⅱ）の試料でも湯面の盛り上がりは大きくなったが、処理Ⅰ、Ⅲほどの著しい変化はなかった。このことから、 μg 下でも材料の精製処理の違いにより容器との濡れ性が変化することが確認された。
- (4) μg 下における Cu 溶湯の濡れ挙動を明確に観察できた。このことから、今回の航空機実験で確立した観察技術によって $m. p. \geq 1273\text{K}$ の材料の μg 下における濡れ性データの取得は可能であると考えられる。

濡れ性は材料の純度や雰囲気によって変化することが知られている⁽⁵⁾。従って μg 下での濡れ挙動変化に及ぼす精製処理効果が材料の純度や雰囲気によるものかどうかについて検討する必要があり、現在 EPMA 分析等による評価を実施中である。

参考文献

- (1) H.DeGroh and H.Probst, AIAA 89-0304, 27th Aerospace Science Meeting(1989),
- (2) T.Duffar, I.Paret-Harter and P.Dusserre, J.Crystal Growth, Vol.100(1990)

171-184

- (3) 北村ら, 第34回宇宙科学技術連合講演会講演集(1990) 324-325
- (4) 荒瀬ら, 第11回日本熱物性シンポジウム論文集(1990) 227-230
- (5) 野城ら, 日本金属学会誌, Vol.52(1988) 72-78