

微小重力下での金属融体の濡れ性評価(その1)

Evaluation of the Wettability of Melted Metals under Microgravity -PART 1-

石倉 精三 ¹⁾	橋本 泰明 ¹⁾	
Seizo Ishikura	Hiroaki Hashimoto	
皆藤 達也 ²⁾	志村 隆二 ²⁾	木下 誠 ²⁾
Tatsuya Kaido	Ryuji Shimura	Makoto Kinoshita
高田 吉昭 ³⁾	依田 真一 ³⁾	藤森 義典 ³⁾
Yoshiaki Takada	Shin-ichi Yoda	Yoshinori Fujimori

- (1) (財) 宇宙環境利用推進センター
Japan Space Utilization Promotion Center
- (2) 株式会社 エィ・イー・エス
Advance Engineering Service Co., Ltd.
- (3) 宇宙開発事業団
National Space Development Agency of Japan

ABSTRACT

The wettability between melted metals and base plates (crucible materials) was evaluated under microgravity using MU-300. The compatibility between sample and crucible is very important, why it was caused to failure in the previous space experiments. So NASDA was developed the apparatus of wettability measurement and has been planning to its data acquisition for database.

In this experiment, we evaluated the wettability between the metal samples, Gallium (Ga), Antimony (Sb), Silver (Ag) and the disks, Silica, Boron Nitride (BN), Graphite using pushing-out droplet method in the several temperature, under microgravity and 1g environment. The image data were acquired and treated, then the contact angles were analyzed by curve fitting method of Laplace equation.

The results are following, (1) to the Silica disk, the contact angle increases as $Sb < Ag < Ga$, (2) to Ga sample, the wettability to disk is less as $Silica > BN > Graphite$, (3) the effect of temperature to contact angles under microgravity and 1g is less than that of disk and metal materials.

1. 緒言

材料と容器の適合性の評価項目である濡れ性と反応性は、宇宙実験で金属、半導体等の凝固、結晶成長を行う際、影響を与える要因の一つである。過去の宇宙実験で、材料と容器との濡れ性を評価していなかったことに起因する失敗例が報告されており、宇宙開発事業団では、JEMでの宇宙実験をめざす研究者に各種材料と容器材料との濡れ性に関するデータを提供すべく濡れ性データの取得を進めている。

微小重力環境下で、グリセリンを使用した濡れ性評価の実験が押し液滴法、リキト・フ

リッジ法により航空機実験が行われている¹⁾⁻³⁾が、実材料での系統的なデータは極めて少なく⁴⁾、このため宇宙開発事業団では、実材料と容器材料との濡れ性を系統的に評価するための濡れ性測定装置を開発した。本報告ではこの濡れ性測定装置を用いて、押し出し液滴法により中低温金属材料と基板との微小重力環境下と1g下での濡れ性を評価するため、MU-300を使用した航空機実験と地上対照実験を行い、金属材料、基板材料、温度依存性等をパラメータとして濡れ性データを取得した。

2. 実験方法

2.1 実験試料

実験試料として、融点が異なる3種類の金属、Ga (mp:29.6°C)、Sb (mp:631°C)、Ag (mp:961°C)を選び、基板材料として容器材料として用いられている石英、BN (窒化硼素)、グラファイト (高純度黒鉛質)を $\phi 10 \times 3 \text{mm}$ (中央部に $\phi 1 \text{mm}$ の穴をあけたもの)に加工して使用した。基板の面粗度は、平均粗さで石英が $0.5 \mu\text{m}$ 、BN、グラファイトが約 $2 \mu\text{m}$ である。

2.2 実験装置及び実験方法

宇宙開発事業団が開発した濡れ性測定装置を使用して実験を行った。図1に実験装置のブロック図を示す。実験装置はハロゲンランプを用いたイメージ炉、真空系、ガス供給系、冷却系、試料押し出し機構、画像データ取得系及び制御系から構成されている。

図2に試料押し出し機構部を示す。予め試料を試料ホルダーに入れ、 10^{-3}Torr に真空排気しガスクリーン、ドライカラム、Tiゲッターを通した高純度アルゴンガスを20mlフローしながら加熱を行い、試料を熔融させる。航空機実験では μg 突入後、試料を下部ピストンで押し上げ、 1mm の穴径を有する基板上に液滴を形成した。地上対照実験及び航空機実験ともに所定の大きさ (約 3mm)で静止させた液滴の画像をCCDカメラで撮影し、画像データをビデオに収録した。

2.3 データ解析方法

液滴の形状から接触角を求める方法としては、液滴を写真撮影し拡大投影して、接線から求める方法と、液滴の輪郭をラプラスの式を用いて最も近似するパラメータを決めて求める方法に大別される。本実験では後者の方法を用い、CCDカメラで取得した画像データを画像処理装置により液滴の輪郭を抽出し、得られた輪郭の座標に対してラプラスの式を用いて最適近似解を求め、これから接触角を算出する解析方法を用いた。

3. 実験結果及び考察

3.1 実験条件

表1に航空機実験の実験条件の一覧を示す。なお、Agは加熱炉の能力のため1温度条件とし、基板はパラボリックフライト回数の制約から石英を主体として測定し、Ga試料のみ基板の影響を比較するため、3種類の基板で測定した。また、液滴の保持性の確認のため基板を凹形と平板形を用いて比較した。

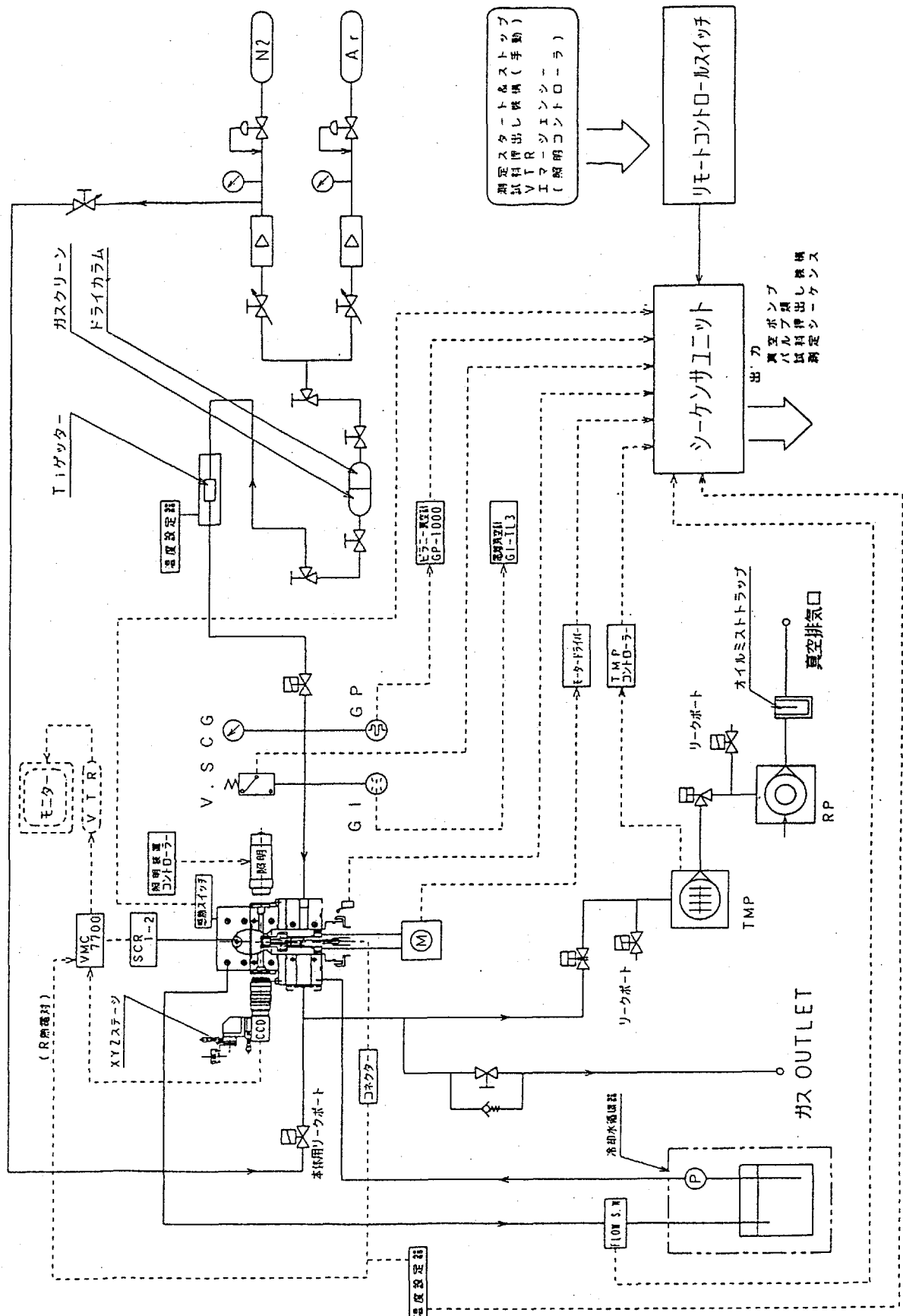


図1 システムブロック図

Fig.1 System Block Diagram of the Apparatus

表 1 航空機実験条件

Table 1 Experimental Condition under Microgravity

フライト No.	試料	基板	基板形状	温度(°C)
慣熟飛行	Ga	石英	凹板	50
	Ga	石英	凹板	100
No. 1	Ga	石英	凹板	50
	Ga	石英	平板	50
No. 2	Ga	石英	平板	100
	Ga	石英	平板	150
	Ga	石英	平板	100
	Ga	石英	平板	150
No. 3	Sb	石英	平板	780
	Sb	石英	平板	730
	Ga	石英	平板	150
No. 4	Ag	石英	平板	1010
	Sb	石英	平板	730
	Sb	石英	平板	680
	Ga	BN	平板	100
No. 5	Ag	石英	平板	1010
	Sb	石英	平板	780
	Ga	BN	平板	50
No. 6	Ag	石英	平板	1010
	Ga	ガラス フライト	平板	100
	Ga	石英	平板	50

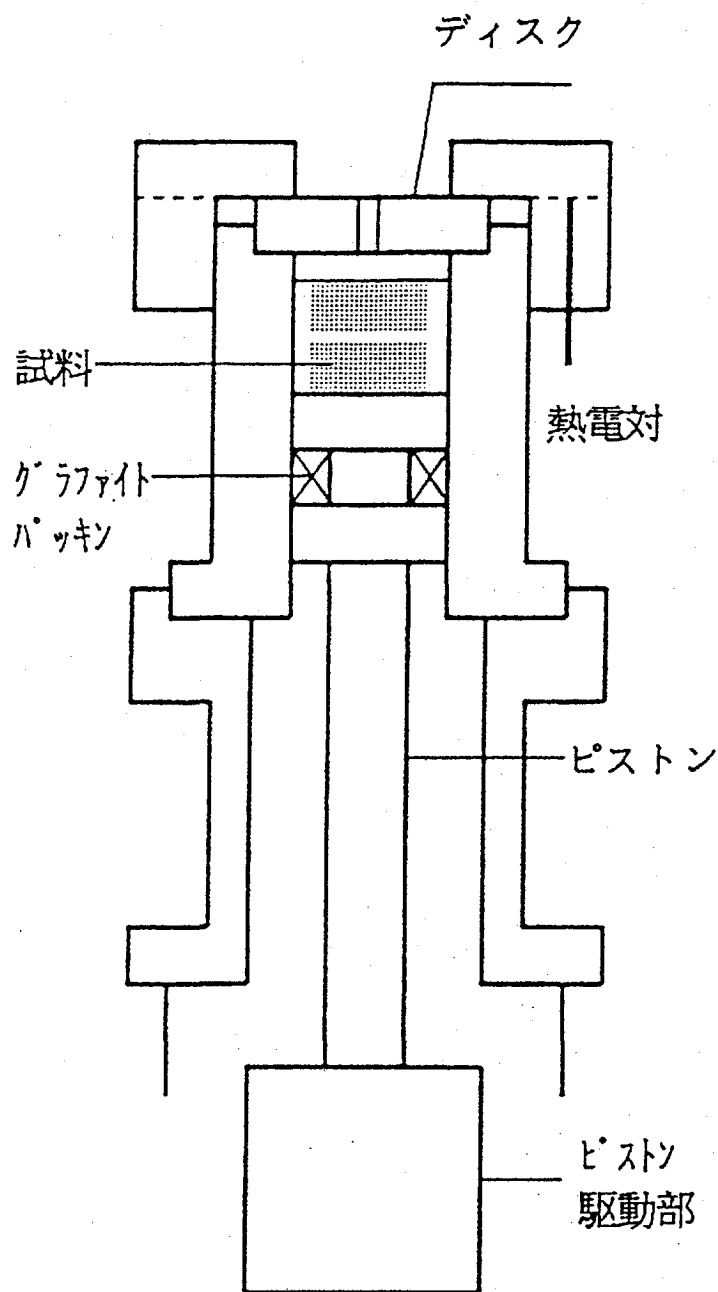


図2 試料押し出し機構部

Fig.2 Push-Out Mechanism of Sample

3.2 実験結果

航空機の微小重力環境は、機体の振動、 g -ジッター等により必ずしも良好な g が得られにくく、本来濡れ性が悪い金属液滴の保持性が懸念されたが、航空機の微小重力環境下においても、濡れ性が極端に悪い系を除いて十分液滴の保持ができることが確認できた。以下に航空機実験及び地上対照実験で得られた結果の概要を示す。

μg と $1g$ との液滴形状の比較

図3に液滴形状の g による違いを示す。 μg 下では真球に近い液滴形状を示し、 $1g$ では g による変形が見られ、ラプラスの式に良く近似されることが確認できた。

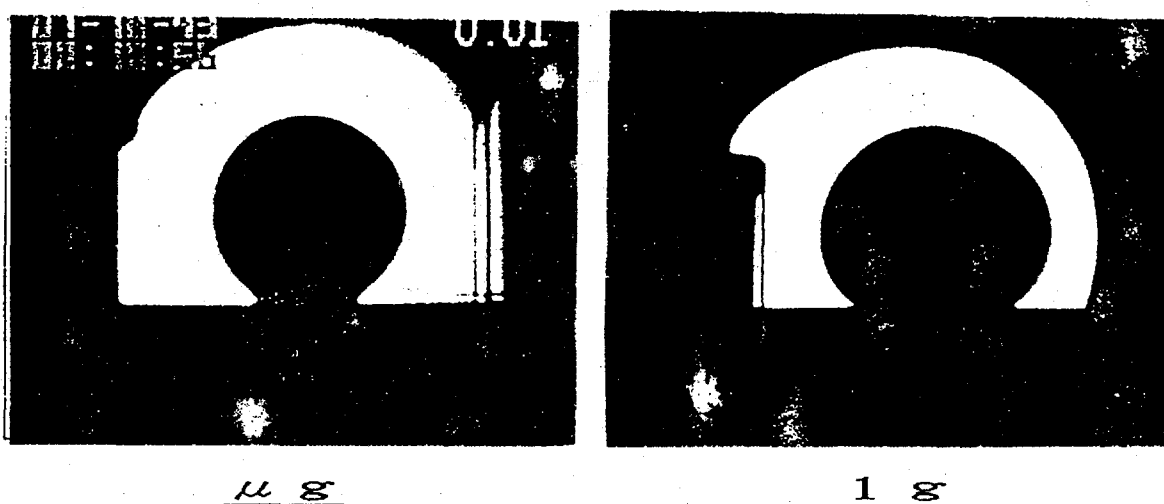


図3 液滴形状の比較 (Ga/石英系、 100°C)

Fig.3 The Comparison of Droplet Shapes (Ga/Silica, 100°C)

Ga及びSb試料の接触角への温度依存性

Ga、Sb試料と石英基板との接触角の温度依存性を図4、5に示す。Ga、Sbともに μg の方が接触角が大きくなっているが、温度が高くなると一致する傾向を示す。また、測定温度範囲では大きな接触角の変化は認められなかった。

基板の影響

Ga試料について測定温度 50°C 、 100°C における接触角の基板材料の影響を図6に示す。この結果では μg 、 $1g$ ともに接触角は、石英<BN<グラファイトの順に大きくなり、グラファイトが最も濡れ性が悪くなっている。この傾向は、航空機実験中にグラファイト基板で液滴が微小振動を発生していることから確認できた。

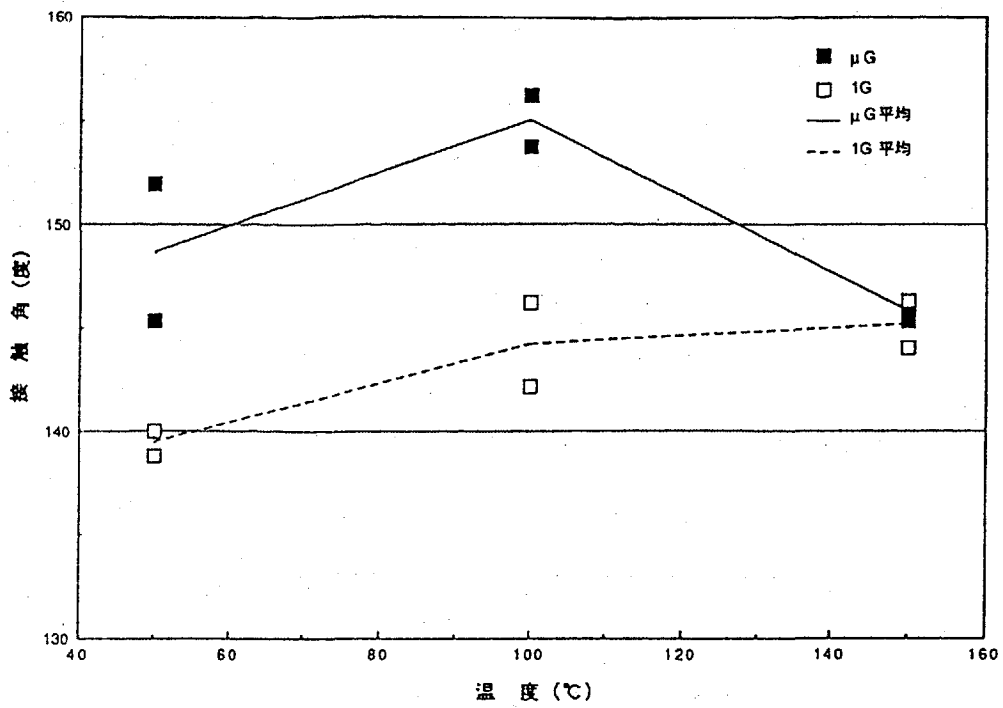


図4 Ga/石英系の接触角への温度の影響

Fig.4 The Effect of Temperature to Contact Angle of Ga/Silica

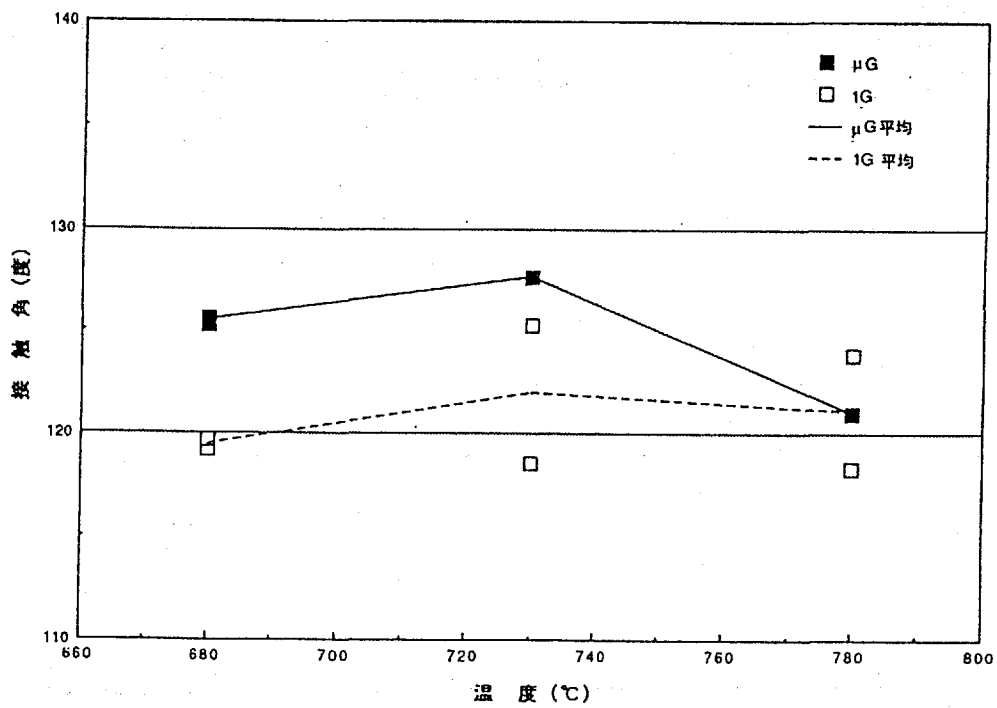


図5 Sb/石英系の接触角への温度の影響

Fig.5 The Effect of Temperature to Contact Angle of Ga/Silica

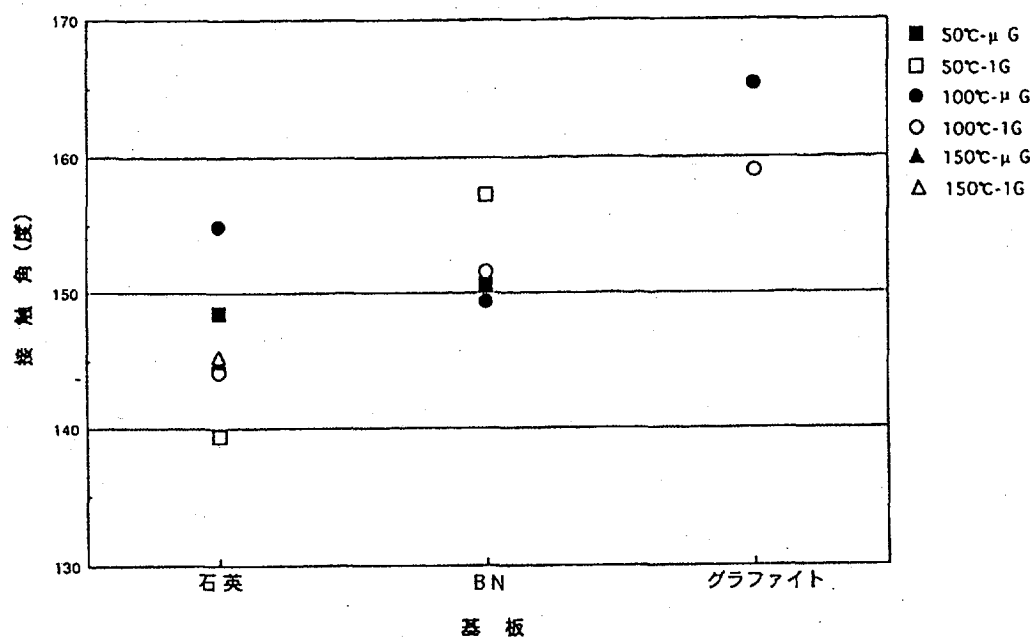


図6 接触角への基板材料の影響 (Ga 試料)

Fig.6 The Effect of Disk Materials to the Contact Angle(Ga Sample)

金属試料の比較

図7に石英基板へのGa、Sb及びAg試料の最も融点に近い温度での接触角の比較を示す。この結果では、μg、1gともにSb < Ag < Gaの順に接触角が大きくなり、濡れ性が悪くなっている。

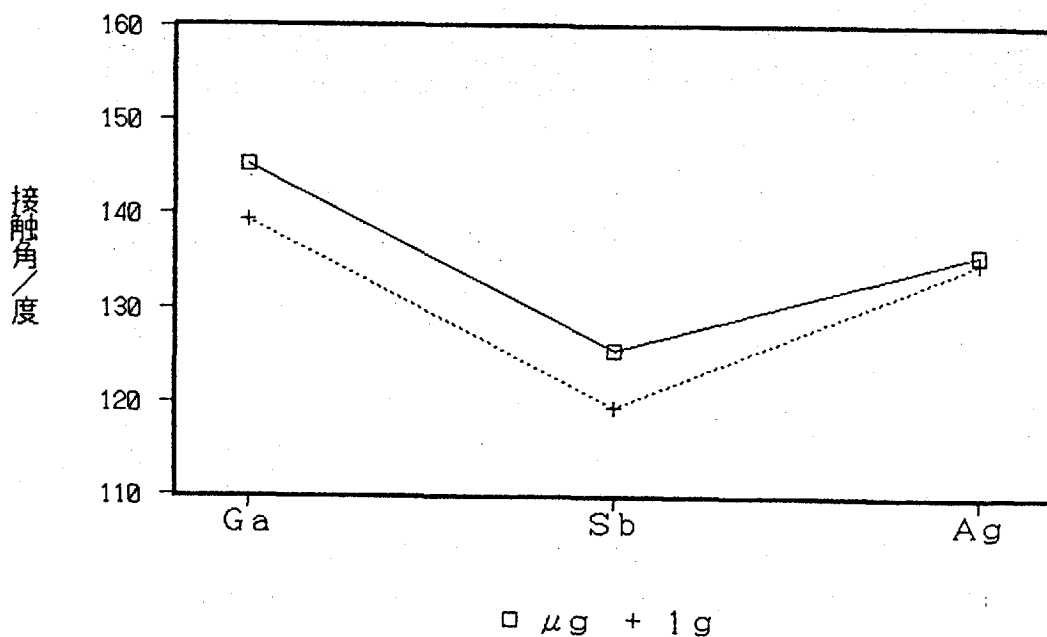


図7 金属試料の接触角への影響 (石英基板)

Fig.7 The Effect of Metals to the Contact Angle(Silica Disk)

3.3 考察

接触角は同じ試料系においても基板材料/面粗度、試料純度、雰囲気条件、測定方法、温度分布等で影響を受ける物理量である。これを考慮して以下 μg と 1g との濡れ性への影響を検討した。

- (1) 図6の比較では基板材料の違いの他に面粗度が基板によって差があり接触角への面粗度の影響も考慮しなければならない。この影響を調べるため他の装置を用いた地上実験の結果では、むしろ滑らかな面の方が接触角が大きくなるデータを得ている。このことは上記基板材料の接触角の大小が面粗度の影響ではなく、材料による差であることを示している。
- (2) 石英基板に対する金属試料の濡れ性はDUFFARらの報告⁴⁾と傾向が一致しているが、接触角の絶対値については差がみられる。これは実験条件、解析方法等が異なることに起因するものと考えられる。
- (3) Ga/石英、Sb/石英系の低温域で μg と 1g で接触角に差が見られる原因は、現在のところ明かではなく、今後さらにデータを蓄積して検討を進める必要がある。

4. 結言

材料と容器の適合性評価技術の開発の一貫として、宇宙開発事業団が開発した濡れ性測定装置を使用し、押し液滴法により中低温融点金属材料のGa、Sb、Agを試料として、石英、BN、グラファイト基板材料との航空機による微小重力環境下での濡れ性データの取得及び地上対照実験を行った。その主な結果のまとめを以下に示す。

- (1) 航空機の実験環境下においても金属液滴の濡れ性データを取得することができた。
- (2) Ga試料で基板材料との接触角を比較すると、石英<BN<グラファイトの順に大きくなり、グラファイトが最も濡れ性の悪い材料であった。
- (3) 石英基板に対する金属試料の接触角は、Sb<Ag<Gaの順に大きくなり、Sbが最も濡れ性の良い試料であった。

<参考文献>

- (1) 福沢 他、パラオックフライト Vol.1, No.1(1991), pp40
- (2) 福沢 他、パラオックフライト Vol.2, No.3(1992), pp13
- (3) 福沢 他、パラオックフライト Vol.3, No.1(1993), pp15
- (4) T. DUFFAR, etc, J. of Crystal Growth, 100(1990), pp171

<謝辞>

本報告をまとめるにあたり、多忙の中アドバイスをいただいた長岡技術科学大学 福沢助教授、筑波技術短期大学 岡田助教授に深甚の謝意を表します。また、実験準備等でご協力をいただいたダイヤモンドエアサービス(株)の皆様方に深く感謝致します。