

# 無容器法による酸素分圧制御下での高温融体熱物性測定

渡邊 匡人 (学習院大), 小澤 俊平 (千葉工大), Joonho Lee (Korea Univ.), Jürgen Brillo (DLR)

## Thermophysical Property Measurement using Containerless Technique under Controlled Oxygen Atmosphere

Masahito Watanabe<sup>\*1)</sup>, Shumpei Ozawa<sup>2)</sup>, Joonho Lee<sup>3)</sup>, Jürgen Brillo<sup>4)</sup>

<sup>1)</sup> Gakushuin Univ., Mejiro Toshima, Tokyo 171-8588, Japan

<sup>2)</sup> Chiba Institute of Tech., Narashino, Chiba 275-0016, Japan

<sup>3)</sup> Korea Univ., Seoul 02841, Korea

<sup>4)</sup> DLR, Köln 51170, Germany

E-mail : masahito.watanabe@gakushuin.ac.jp

Abstract: In industrial manufacturing process of metals, it is very important understanding surface tension of liquid-metals with influence of oxygen, because welding processes are performed in the air conditions. For this requirement, we organize international research project to understand the effect of oxygen on the surface tension of alloys' liquid-metals. In our project, we have been planning to use the electromagnetic levitation device (MSL-EML) developed by DLR/ESA combined with the Oxygen Control and Sensing device (OCS) which is based on the ZrO<sub>2</sub> solid-state electrolyte, installed in Columbus module of ISS. For preparations of ISS experiments, we have been clarified from ground-based measurements the effect of oxygen on the surface tension of pure liquid metals from the surface tension measurements under oxygen partial pressure ( $P_{O_2}$ ) controlled atmosphere condition from  $10^{-18}$ Pa to  $10^{-3}$ Pa using the OSC device. Now, the OCS device for installing in ISS has been developed and made by Airbus Corp. Our ISS experiments target to measure surface tension of alloys' liquid, because it is difficult to measure it on ground due to the surface segregation affected by the density differences on ground. For this reason, we are planning to measure surface tension of liquid alloys under  $P_{O_2}$  controlled atmosphere in ISS.

Key words: Microgravity experiment, International space station, Electromagnetic levitation

### 1. はじめに

本研究プロジェクトでは、国際宇宙ステーションに搭載した電磁浮遊装置 MSL-EML (Material Science Laboratory Electromagnetic Levitator)<sup>1)</sup>に酸素分圧制御装置 (Oxygen Control and Sensing System, OCS) を搭載し、合金融体の表面張力の酸素分圧依存性を測定し、酸素分圧依存性を考慮した合金融体の表面張力推定モデルを構築することを目指し、地上での準備をおこなってきた。昨年度、OCS 開発が ESA において Phase-B へ移行し ISS 搭載モデルの作成に入った。本稿では、OSC を使用した MSL-EML による酸素分圧制御下での合金融体の表面張力測定実験の計画と OCS の ISS 搭載モデル作成の状況について述べる。

### 2. 酸素分圧制御方法

OCS は、Fig.1(a)に示すような固体電解質 (安定化ジルコニア) でガス中の酸素分圧を測定し、同様に Fig.1(b)に示すように固体電解質でガス中の酸素分圧を調整するシステムである。Fig.1(a)のように固体電解質を挟んで酸素分圧の異なるガスがあると、固体電解質に起電力  $E_0$ [V]が生じる。(1)式のように  $E_0$ は、固体電解質の両側の  $P_{O_2(ii)}$ と  $P_{O_2(i)}$ の差により、

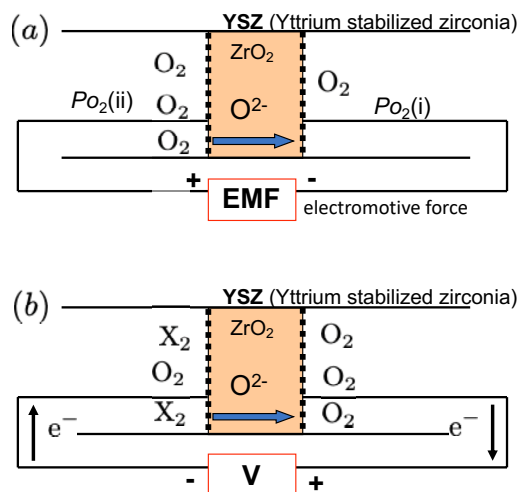


Fig.1 Schematic diagram of  $P_{O_2}$  measurement and  $P_{O_2}$  control by solid state electrolyte. (a)  $P_{O_2}$  measurement and (b)  $P_{O_2}$  control.

$$E_0 = \frac{RT}{4F} \ln \frac{P_{O_2(ii)}}{P_{O_2(i)}} \quad (1)$$

で与えられる ( $R$ :気体定数 $[J \cdot K^{-1} \cdot mol^{-1}]$ ,  $T$ :温度 $[K]$ ,  $F$ :ファラデー定数 $[C \cdot mol^{-1}]$ )。また、これと逆に Fig.1(b)のように固体電解質に電圧を印加すると、固体電解質を挟んだ両側のガスの酸素分圧差  $\ln P_{O_2(ii)} - \ln P_{O_2(i)}$ を生じることができる。従って、どちらかの酸素分圧を一定にしておくことで、もう片側に任意の酸素分圧の雰囲気を生成することができる。この原理を応用し、Fig.2のようなMSL-EMLの浮遊溶解チャンバへのガス供給システムの中にOCSを挿入し、OCSの内部にあるポンプでガスを循環するシステムを構築する予定である。まず、空の浮遊溶解チャンバ内にフレッシュなArガスをボンベからV7,V4を開けて供給する。チャンバ内をArで満たし、V2を開けてArガスをOCSへ導入しSSIで酸素分圧を測定する。測定したArガスをOLSへ送りOLSでチャンバ内へ導入するガスの酸素分圧を決定し、V3を開けてチャンバにガスを導入する(V7,V4は閉めておく)。次に試料をチャンバに入れて加熱溶解し、上記の操作をおこない、制御された酸素分圧雰囲気中で融体試料の表面張力を計測する。仕様上では、OCSシステムで酸素分圧を $10^{-13}Pa$ から $10^4Pa$ まで変化できるようになっている。また、MSL-EMLではガスを純化して再使用するシステムとなっており、上記のプロセスを何サイクルか繰り返した後、V2を閉めてチャンバ内にArガスを満たしておき、V1を開けてガス循環システムへ導入し、V1,V3を閉めた後フレッシュなArガスをV7、V4を開けてチャンバに導入し、同じプロセスを繰り返すことができる。

### 3. ISS 搭載用 OCS システム作成状況と今後の計画

昨年度OCS開発がESAにおいてPhase-Bに移行し、Airbus社においてISS搭載用モデル(Fig.3)の作成を開始した。固体電解質 $Y_2O_3$ 安定化 $ZrO_2$ は $600^\circ C$ 以上で動作するため、 $Y_2O_3$ 安定化 $ZrO_2$ チューブをヒータの中に設置し加熱して動作させる必要がある。

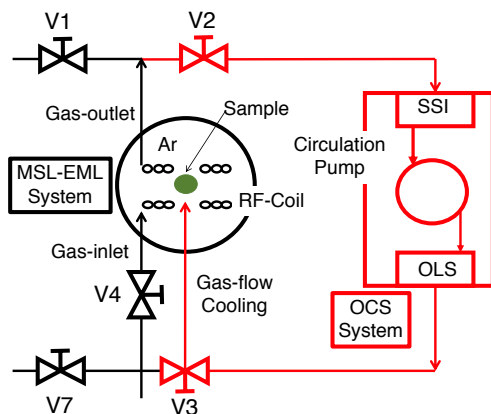


Fig.2 Schematic diagram of MSL-EML system installing OCS system in ISS.

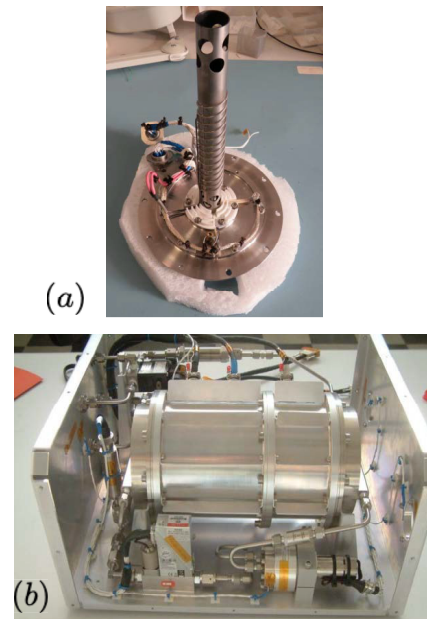


Fig.3 Flight model of OCS system. (a) SSI and its heating furnace and (b) total system of OCS for installing MSL in ISS.

このため、Fig.3(a)のようにヒータ内部に $Y_2O_3$ 安定化 $ZrO_2$ チューブを挿入したチャンバを2個作成し、SSIとOLSにする。この2つのチャンバをMSLに導入できるようにガス循環ポンプと介して接続ケースの組み込んだ(Fig.3(b))。現在この装置を地上でテストをおこなっており、これまでの我々が測定してきた酸素分圧制御下での純金属融体(Ag, Cu, Fe, Tiなど)<sup>2,3)</sup>の表面張力測定をおこない $P_{O_2}$ の校正をおこなっていく。また、このOCSシステムを2020年までにMSL-EMLに接続しBatch-#4での試料を用いて、微小重力環境で $P_{O_2}$ 制御下での合金融体表面張力<sup>4)</sup>の酸素分圧依存性を明らかにしていく計画である。

### 参考文献

- 1) D. Matson *et al.*; Preliminary experiments using electromagnetic levitation on the International Space Station, *Int. J. Microgravity Sci. Appl.*, 33 (2016) 330206.
- 2) S. Ozawa *et al.*; Influence of oxygen partial pressure on surface tension of molten silver, *J. Appl. Phys.*, 107 (2010) 014910.
- 3) S. Ozawa *et al.*; Influence of oxygen partial pressure on surface tension and its temperature coefficient of molten iron, *J. Appl. Phys.*, 109 (2011) 014902.
- 4) J. Brillo and H. Kolland; Surface tension of liquid Al-Au binary alloys, *J. Materials Sci.*, 51 (2016) 4888.