

WG 活動報告

微小重力下での酸素分圧制御による金属性融体の表面張力測定

渡邊匡人（学習院大），小澤俊平（首都大），水野章敏（学習院大），石川毅彦（JAXA），田川 俊夫（首都大），塚田隆夫（東北大），福山博之（東北大多元研），田中敏宏（大阪大），景山大郎（DAS），H. J. Fecht, R. Wunderlich（ウルム大），E. Ricci（国立研究協会・エネルギー界面研），E. Arato（ジェノア大）

WG activity report: Measurement of Surface Tension of High Temperature Liquid under Oxygen Partial Pressure Controlled Ambient in International Space Station

Masahito Watanabe¹⁾, Shumpei Ozawa²⁾, Akitoshi Mizuno¹⁾, Takehiko Ishikawa³⁾, Toshio Tagawa⁴⁾, Takao Tsukada⁵⁾, Hiroyuki Fukuyama⁶⁾, Toshihiro Tanaka⁷⁾, Dairo Kageyama⁸⁾, Hans-Jürgen Fecht⁹⁾, Rainer Wunderlich⁹⁾, Enrica Ricci¹⁰⁾, Elizabetta Arato¹¹⁾

¹⁾ Department of Physics, Gakushuin University, Mejiro, Tokyo 171-8588

²⁾ Tokyo Metropolitan University, Hino, Tokyo 191-0065

⁴⁾ Japan Aerospace Exploration Agency (ISAS-JAXA), Tsukuba, Ibaraki, 305-8505

⁵⁾ Tohoku University, Aramaki, Aoba-ku, Sendai, 980-8579

⁶⁾ IMRAM, Tohoku University, Katahira, Aoba-ku, Sendai 980-8577

⁷⁾ Osaka University, Yamada-oka, Suita, Osaka 565-0871

⁸⁾ Diamond Air Service (DAS), Toyoyama-cho, Nishikasugai, Aichi 480-0202

⁹⁾ Universität Ulm, Albert-Einstein-Allee 47, D-89081 Ulm, Germany

¹⁰⁾ IENI-Genova, Istituto per l'Energetica e le Interfasi – CNR, Via de Marini, 6, 16149 Genova

¹¹⁾ Dipartimento di Ingegneria Ambientale, Università di Genova, 16145 Genova, Italy

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

Abstract: Microgravity conditions have advantages of measurement of surface tension of metallic liquids by the oscillating drop method with an electromagnetic levitation (EML) device. Recently, it has been identified that dependence of surface tension on oxygen partial pressure (P_{O_2}) must be considered for industrial application of surface tension values. Therefore, surface tension of metallic liquids must be measured in the controlled P_{O_2} atmospheric conditions. In our working group (WG), using the parabolic flight levitation experimental facilities (PFLEX) the effects of P_{O_2} on surface oscillation of levitated liquid droplets are systematically investigated for the precise measurements of surface tension and viscosity of high temperature liquids. On the basis of activity of our working group and European WG, we discussed the experimental conditions and details parameter of samples for the thermophysical properties measurement under microgravity conditions in ISS.

Key words; Surface Tension, Oxygen Partial Pressure, Viscosity, Electromagnetic Levitator

1. はじめに

高温融体の表面張力およびその温度係数は、酸素やイオウなどの界面活性物質に敏感であり、高温材料プロセス、特に溶接プロセス、ではこの表面張力の酸素分圧依存性に関する情報の要求が非常に高い。このため、本研究班ワーキンググループ(WG)では、これまでに金属や半導体融体などの高温融体の表面張力測定を精密に測定するため、微小重力環境下に

おいて雰囲気酸素分圧を制御した下で測定する技術および解析方法の開発を進めてきた。この成果を基に、欧州および米国の熱物性WGと共同で国際宇宙ステーション(ISS)における高温融体熱物性計測の準備を進めてきた。2015年7月にESAがATV-5で電磁浮遊装置MSL-EML(Material Science Laboratory Electromagnetic Levitator)を打ち上げ、2015年10月からMSL-EMLがISSにおいて稼働を始めた。この

MSL-EML を用いた第 1 期実験 (batch-1, batch-2) において本 WG が参画している「半導体融体熱物性計測プロジェクト (SEMITHERM)」は、SiGe 融体の測定をおこなう[1]。この実験では酸素分圧のモニタと制御がおこなえないが、2017 年以降の batch-3 からは酸素分圧を制御した測定をおこなう計画が進んでいる。この酸素分圧制御環境での高温融体熱物性計測プロジェクト “ThermoLab-ISS” と “OXTHERM” も ESA-AO において採択され[1]、本 WG もこのプロジェクトに参画しており、プロジェクト遂行の準備として、航空機の放物飛行による短時間微小重力環境での酸素分圧制御下での測定技術を改良し、ISS 実験に備えた測定をおこなってきた。本報告では、MSL-EML の ISS での現状と本 WG の活動について述べる

2. ISS における電磁浮遊装置 MSL-EML

MSL-EML はスペースシャトルに搭載された電磁浮遊装置 TEMPUS の後継装置として、ISS に搭載することを目的に設計されたものである。TEMPUS では、位置制御用コイルと加熱コイル 2 つを独立に使っていたが、それぞれのコイル中心を一致させることが難しく試料の回転が問題となった。このため、MSL-EML は Fig.1 のような上下 1 対のコイルを使い高周波電源を制御し 2 つの周波数を切り替えることで位置制御と加熱がおこなえるように改良された。この MSL-EML が 2014 年 7 月 30 日にアリアン 5 ES ATV ロケットで打ち上げられた ATV-5 により ISS へ運搬され、10 月から装置の試験を開始した。装置の試験完了後、11 月から 1 回目の Facility Checkout Experiments (FCE-1) がおこなわれ、固体の Zr を浮遊加熱し、温度上昇と冷却および高速度カメラのテストがおこなわれた。この結果では、Fig.2 のような温度プロファイルが得られ、加熱がおこなえることがわかった。しかし、パルスで加えた加熱用電流の大きさに対して予想される Zr 試料の温度が低いことがわかり、電流値の設定を再度確かめることになっている。また、加熱電流を印加すると試料がおおしく揺れてしまうこともわかった。これは、固体試料の真球からのズレが原因と考えられ、溶解した場合には問題とならないと考えられている。2015 年 2 月に FCE-2 を実施し、Zr が融解する温度まで上昇させ、電流値と温度の関係および試料位置の安定性をチェックし、実際の測定の準備をおこなっていく。

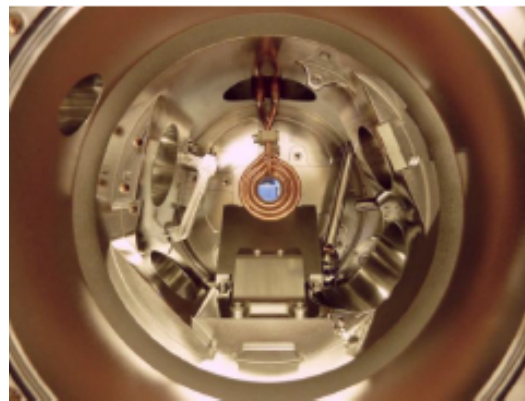


Fig. 1 MSL-EML の高周波コイル

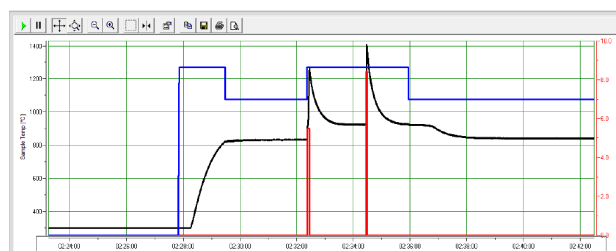


Fig. 2 ISS 内の MSL-EML で浮遊加熱した固体 Zr の温度プロファイル

3. 酸素分圧制御下での表面張力測定

本 WG では、航空機の放物飛行による短時間微小重力環境での酸素分圧制御下での測定技術を改良し、ISS 実験に備えた準備を進めてきた。この研究の過程において、ISS の微小重力環境では、浮遊した液滴周りのガス対流がなくなることから、酸素分圧の値が液滴表面と離れた場所で大きく異なってしまうことが明らかとなってきた。現在進んでいる ISS での酸素分圧制御下での表面張力測定は、高純度 Ar ガス中で試料を浮遊融解し、ここに酸素ポンプで酸素分圧を規定したガスを吹き付けておこなう計画となっている。この方法では、試料に吹き付けるガスの流速、流量、吹き付ける方向などの条件によって試料表面での酸素分圧が変化してしまう。このため、表面張力測定にとって重要な融体表面での酸素分圧を知るために、実験条件によらない酸素分圧の値を予め知っておく必要がある。そこで、酸素を含んだ混合ガスと融体表面での平衡酸素分圧を利用し、酸素ポンプで生成したガスを吹き付けた場合の試料表面での酸素分圧を校正することを現在進めている。混合ガスと融体表面での平衡酸素分圧を利用した表面張力測定を Ni 融体について地上で実験をおこなった。混合ガスとして Ar-H₂O と Ar-H₂ を用いて Ni 試料を電磁浮遊して He ガスで試料温度を調整しながら測定をおこなった。Ar-H₂O ガスは H₂O の量を調整しながら気化器を通して Ar ガスと混合し、融体試料表面温度において 2H₂O → 2H₂ + O₂ の反応で分解した O₂ が融

体表面に吸着するが、Ar-H₂ガスを混合していることで分解したO₂のうち試料表面温度で平衡に吸着するO₂以外はH₂とO₂+2H₂→2H₂Oに従い気化する。このため試料表面温度での平衡酸素分圧条件で表面張力の測定がおこなえる。この方法で酸素分圧条件を変化させて測定したNi融体の表面張力の温度変化を図1に示す。この結果において、直線でフィッティングしている測定点は、Ar+5%H₂ガス中の還元雰囲気中で測定した場合で、清浄Ni融体表面が現れている場合の表面張力の温度変化として考えて良い。この結果よりSzyzkowskiによる経験式を用いて、Ni融体の表面張力と酸素分圧依存性を求め温度と酸素分圧を変数として表面張力の変化をプロットすると[2]、図3のようになる。

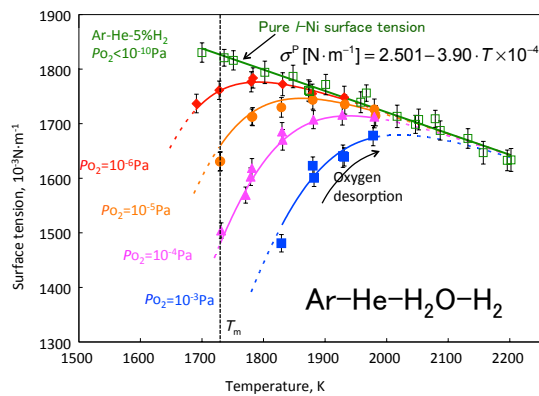


Fig. 3 Ni 融体の表面張力の酸素分圧を変えた時の温度変化

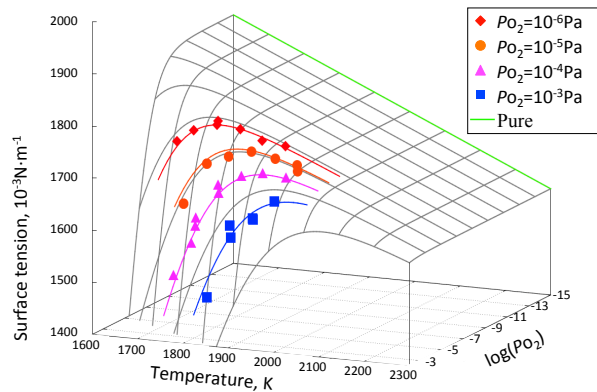


Fig. 4 Ni 融体の表面張力の温度と酸素分圧に対する変化

4. 微小重力下での酸素分圧制御下での表面張力測定

上記のように、混合ガスと融体表面での平衡酸素分圧を利用することで融体表面での酸素分圧に対する表面張力を求めることができる。この結果を利用

することで、酸素ポンプの校正が可能である。ISS内ではH₂ガスを利用できないため、酸素ポンプで生成した酸素分圧を規定したガスを試料周りに導入して表面張力を測定するが、前述したように酸素ポンプで規定した酸素分圧と融体試料表面での酸素分圧は異なってしまふ。そこで、本手法で測定した表面張力と温度、酸素分圧の値を基準にして酸素ポンプを使って測定した値を比較し、酸素ポンプでの酸素分圧を校正することができる。この測定を航空機による微小重力実験でおこない、地上での測定結果と変化が無いことを確認しISSでの実験に備える必要がある。そこで、航空機に搭載できる小型電磁浮遊装置を新規に作成した。この装置はG-II内で2ラックに収まるように設計し、微小重力下で酸素分圧を制御して電磁浮遊実験がおこなえるようにした。これまで使用していた電磁浮遊装置[3]は、航空機搭載ラック4個使用していたため、G-IIを占有する形では実験がおこなえなかった。今回装置を小型化することで、ラック2個に装置を組み込むことができ、他の実験と相乗りが可能となった。図5にG-II機内に搭載した装置の写真をしめす。この装置を用いて、微小重力下で酸素分圧制御をして表面張力測定ができるようになってきている。図6に、Ni融体を電磁浮遊させたときの重力加速度、試料温度、投入ガスの酸素分圧、排気ガスの酸素分圧の測定例を示す。このように、試料を融解させることでチャンバ内部での酸素分圧が今後、この装置を使って、前述したISS実験に向けた準備をおこなっていく計画である。

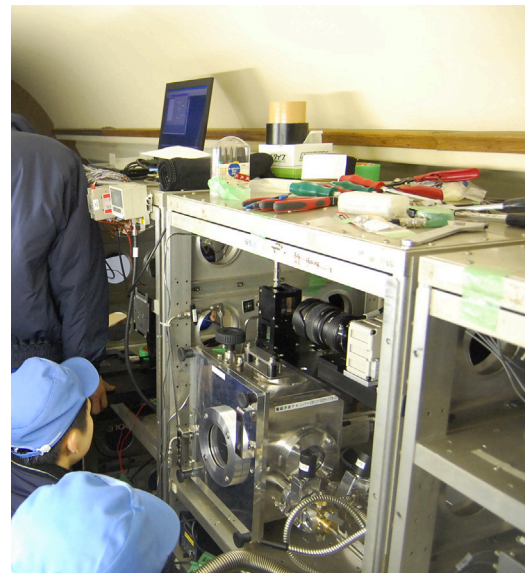


Fig. 5 GIIに搭載した小型電磁浮遊装置

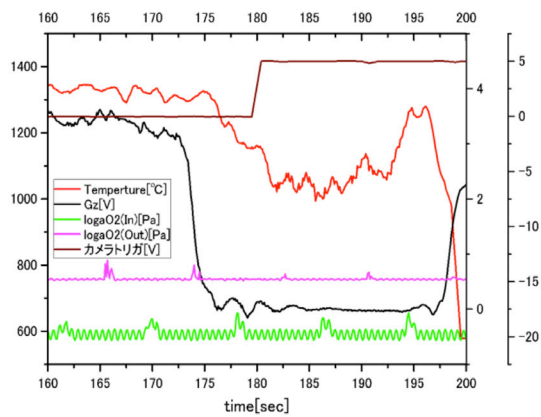


Fig. 6 航空機実験中の重力加速度，電磁浮遊したNi融体の温度，投入ガスの酸素分圧，排気ガスの酸素分圧。

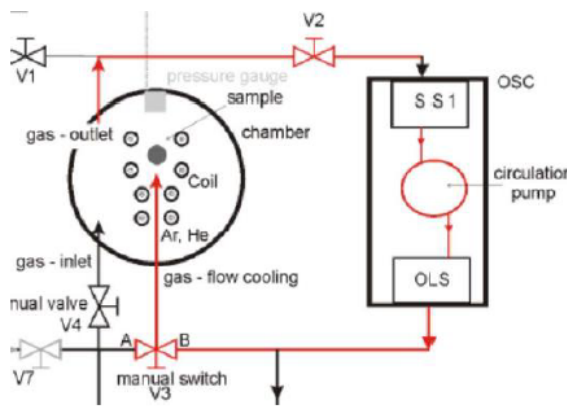


Fig. 7 ISSでのMSL-EML酸素分圧制御システム

MSL-EMLでの酸素分圧制御は、Fig. 7に示すような方法でおこなう。ISSではガスの使用に制限があるため、浮遊溶解チャンバを通したガスを純化して再使用するシステムとなっている。Fig. 7中のOLSで酸素分圧を制御したガスをチャンバに送りこみ、チャンバを通して排気されたガスの酸素分圧をSS1で測定した後、フィルターを通して純化しOLSに再度送りこみ酸素分圧を設定値にする。仕様上では、酸素分圧を 10^{-14} Paから 10^4 Paまで変化できるようになっている。現在、DLRにおいてこの地上テスト装置を用いて酸素分圧変えながら表面張力測定をおこなっているが、Fig. 3に示した結果と表面張力の値と酸素分圧値がずれており、今後我々の混合ガスによる方法と比較しながら酸素ポンプの校正をおこなっていく計画である。

5. まとめ

ISSでMSL-EMLを使って電磁浮遊法による高温融体熱物性計測が、ようやく始まろうとしている。これまで準備を重ねてきた成果を活かして、この貴重な機会を有効に利用し、高温融体熱物性のデータベースの拡充をはかり、さらに新たな高温融体の意物理化学の構築を目指す。また、酸素分圧制御下での表面張力測定もISSでおこなうことを目指し、航空機による短時間微小重力実験を使いながら、ESAグループと共同で準備を進めていく。

謝辞

本研究は、宇宙環境利用科学委員会研究班ワーキンググループ活動として実施された。関係各位に感謝いたします。

【参考文献】

- [1] 渡邊匡人ら, 日本マイクログラビティー応用学会誌 27(2010)143.
- [2] S. Ozawa et al., J. Appl. Phys., 109 (2010) 014902.
- [3] S. Ozawa et al., J. Jpn. Soc. Microgravity Appl., 27 (2010) 215-221.