

## Parabolic Flight Levitation Experiment Facility(PFLEX) による 微小重力環境下での高温融体熱物性値計測

学習院大・理 渡辺 匡人、安達 正芳、青柳 智勇、水野 章敏、重政 岳、渋谷 龍一、  
首都大・システムデザイン 小澤 俊平、尺長 憲明、都科技大・工 大久保 倫久、  
JAXA 樋口 健介、慶應大・先端研究センター 日比谷 孟俊

### Measurement of thermophysical properties of high temperature melts using Parabolic Flight Levitation Experiment Facility (PFLEX) under microgravity conditions

Masahito Watanabe<sup>1)</sup>, Masayoshi Adachi<sup>1)</sup>, Tomow Aoyagi<sup>1)</sup>, Akitoshi Mizuno<sup>1)</sup>, Gaku Shigemasa<sup>1)</sup>,  
Ryu-ichi Shibutani<sup>1)</sup>, Shumpei Ozawa<sup>2)</sup>, Noriaki Takenaga<sup>2)</sup>, Norihisa Okubo<sup>3)</sup>, Kensuke Higuchi<sup>4)</sup>  
and Taketoshi Hibiya<sup>5)</sup>

<sup>1)</sup> Department of Physics, Gakushuin University, Mejiro, Tokyo 171-8588

<sup>2)</sup> Department of Aerospace System Engineering, Tokyo Metropolitan University, Hino, Tokyo 191-0065

<sup>3)</sup> Department of Aerospace Engineering, Tokyo Metropolitan Institute of Technology, Hino, Tokyo, 191-0065

<sup>4)</sup> Japan Aerospace Exploration Agency (JAXA), Sagami-hara, Kanagawa, 229-8510

<sup>5)</sup> System Design and Management Research Center, Keio University, Mita, Tokyo, 108-8345  
E-Mail: masahito.watanabe@gakushuin.ac.jp

**Abstract:** Microgravity conditions have advantages of measurement of the surface tension and the viscosity of metallic alloys by the oscillating drop method with an electromagnetic levitation (EML) device. However, in Japan we have no facilities of measurement of these thermophysical properties of high temperature melts under microgravity conditions. Therefore, we rearrange the Parabolic Flight Levitation Experiment Facility (PFLEX) devices for measurements of thermophysical properties of them under the microgravity conditions. We succeeded to measure surface oscillation of levitated liquid droplets using PFLEX on parabolic flight experiments performed from 17th to 29th September, 2007 operated by DAS. In these experiments, we obtained not only the thermophysical properties of Cu melts but the effects of electromagnetic force for levitation on the surface oscillation. Based on this result, we are planning next parabolic flight experiments to study of oxygen effects on surface tension, and also to perform more precise measurements of surface oscillation in order to improve analysis method the surface oscillation spectra. If we will succeed this approach, we will be able to measure high temperature, reactive alloys such as Ti based alloys which is planning to use next generation materials for turbine blades of the jet engine and the power plants.

**Key words:** Electromagnetic Levitation, Surface Tension, Viscosity, Surface Oscillation of Liquid Droplet

### 1. はじめに

宇宙環境の利用により、無容器浮遊技術は大きく発展し、高温融体の熱物性計測、ならびに、過冷却急凝固を組み合わせたことによる準安定相生成の研究が可能となり、「過冷却融体の科学」という新しい科学技術の領域が開けつつある。我々は、単結晶成長や鋳造などの工業プロセスに必要な高温融体の熱物性値データベースの構築を目指し、無容器法による熱物性計測を測定精度向上と対象物質の広範囲化に取り組んできた[1]。また、金属性高温融体の表面張力測定における酸素分圧依存性の計測も進めてきた[2]。現状では雰囲気制御環境での金属性高温融体の熱物性計測には、電磁浮遊法を

採用するしかなく、我々は、ドイツ DLR、ウルム大学と共同で新たな液滴表面振動解析方法を検討してきた[1]。しかし、今後さらに計測手法の高精度化を検討していくには、国内において微小重力環境下における液滴振動計測をおこなう環境の整備が必要である。このため、平成 18 年度より、Parabolic Flight Levitation Experiment Facility (PFLEX) を用いた航空機による微小重力環境下における電磁浮遊法による熱物性計測手法の開発を、第 9 回公募地上研究採択テーマとしておこなってきた。平成 18 年度では PFLEX を物性計測用に調整し、さらに液滴振動法の試料回転を考慮した解析方法の検討をおこなった。平成 19 年度において実際

に PFLEX を航空機に搭載し、微小重力環境下において高温融体（Ag と Cu をテスト試料として用いた）の表面張力と粘性、密度の計測をおこなったので報告する。

## 2. PFLEX を用いた微小重力環境下での液滴振動計測実験

Parabolic Flight Levitation Experiment Facility (PFLEX)は、凝固実験のために設計作成されたものであり、熱物性計測をおこなうには改良・調整しなくてはならなかった。このため、主に熱物性計測用に高周波コイル部分を改良した。図1にPFLEXの航空機への搭載図を示す。また、雰囲気酸素分圧を変化させて表面張力を計測する目的のため、酸素センサーを取り付けた。液滴振動の計測は、周波数1000Hz、シャッタースピード1msの高速度ビデオカメラを用いた。温度は、2色放射温度計（1350nm, 900nm）を用いて試料上方から計測した。実験は、2007年9月17日から29日までの13日間に、5フライトで計52回のパラボリックフライト実験をおこなった。

図2にCuを試料として用いた場合の温度プロフィールとコイルに印加した高周波電流値、および加速度の変化を示す。これまで、ドイツにおいておこなわれた TEMPUS での航空機実験 [3] の場合、微小重力突入後に試料を浮遊溶解させていたが、今回の実験では微小重力突入前から、試料を浮遊しておき微小重力突入のタイミングに合わせて、加熱溶解させることをおこなった。この操作により熔融試料が試料ホルダーに溶着することなく、全てのパラボリックフライトにおいて浮遊溶解することができた。この微小重力エントリー前から試料を浮遊する操作は、通常のパラボリックフライトの加速度変化

では対応できず、微小重力エントリー前の過重力がかかる状態での加速度の大きさを1.5Gまでに抑えるように航空機を運転することにより達成できた。このようにして、試料が浮遊溶解後に、高周波電流を減少させて、微小重力下において熔融試料が真球となるような条件の下で、液滴振動の観察をおこなった。ただし、今回に実験では、1つのコイルで浮遊と過熱を行うために、電磁力を完全には0にはせず、試料の浮遊法時に必要な最低の電流値まで低下させたのち、液滴振動を励起させるためのパルス電流を印加した。（加熱と保持に2つのコイルを用いる TEMPUS での実験においても、試料保持のために電磁力を完全に0にすることはしていない。）微小重力下での電磁浮遊法を用いた液滴振動実験について、電磁力が液滴振動に与える影響についての報告されていなかった。このため、今回は、試料保持のために印加している電磁力が液滴振動に及ぼす影響について調べる目的で、最低電磁力の大きさを変化させて液滴振動を観測した。また、試料保持に必要な最低電磁力の影響を調べるとともに、地上での計測にフェードバックする目的で、微小重力状態において地上で試料を浮遊させるのと同じ電磁力を印加した場合についての、液滴振動も計測した。

## 3. 結果と考察（Cu 融体の表面張力、粘性、密度）

微小重力エントリー後、試料保持のために必要な最低電磁力を変化させて液滴振動を観察した結果、1G状態で浮遊に必要な電磁力に対して、半分の電磁力印加までは、液滴振動の減衰時間と振動数に影響を与えないことがわかった。このため、Cuについての表面張力と粘性を液滴振動法から計測する際には、1Gでの電磁力に対して0.2倍の電磁力まで減少させて、液滴振動の励起をおこなった。

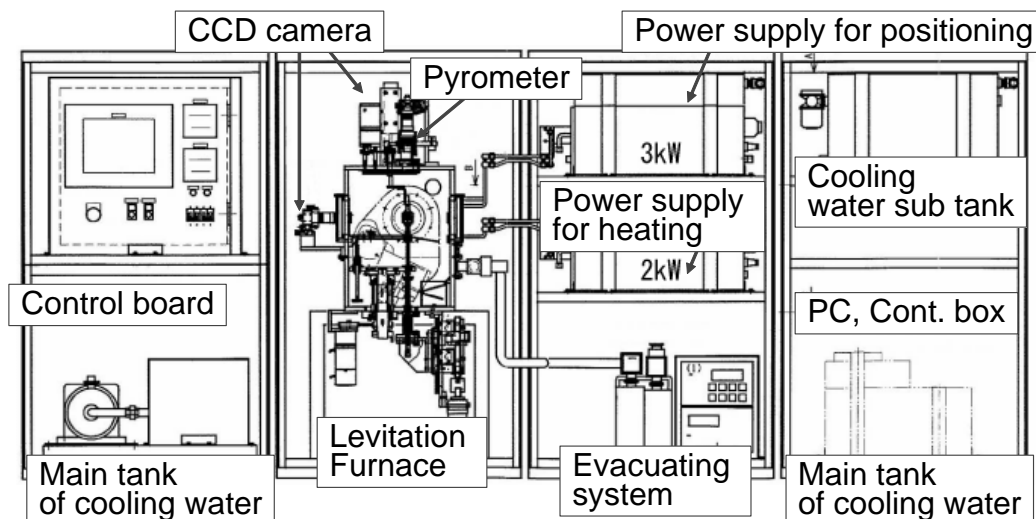


Fig.1 Schematic diagram of PFLEX on G-II airplane.

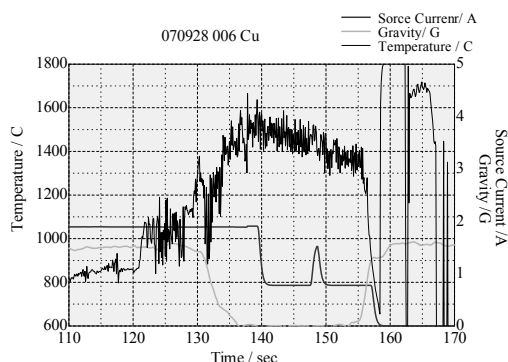


Fig.2 Profile of sample temperature and electric current applied coil and acceleration during parabolic flight experiments of Cu melts.

この液滴振動の励起に用いるパルス電流の大きさについても変化させて液滴振動に与える影響を調べたが、液滴振動励起に必要な1sの間ではパルス電流の大きさはあまり影響しないことも確認した。一方、地上と同様の電磁力を微小重力下においても印加した場合は、電磁力の影響が明らかに表れた。この場合液滴振動の減衰を観測することはできないが(図3(a))、液滴振動の周波数が多数現れることが確認できた(図4(a))。この周波数が多数表れることは、液滴が複数のモードで振動しているため、液滴が真球からずれてしまっているためである。地上では、浮遊するための電磁力の影響と重力により下方に伸びた形状のため、5つの周波数が現れていることが知られている[4]。今回の実験では、重力による伸びは無いので、この周波数は電磁力によるものである。この周波数を解析することにより、電磁力が液滴振動に及ぼす影響を明らかにできると期待される。

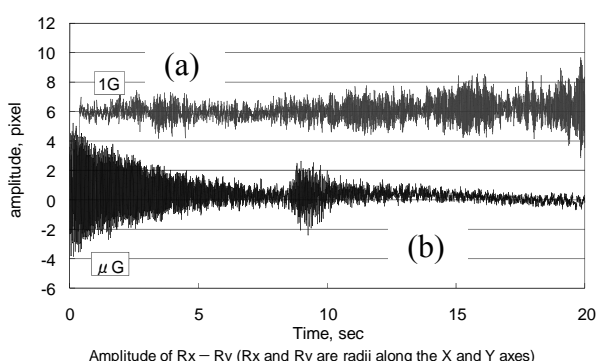


Fig.3 Surface oscillation of Cu melts at 1400°C under microgravity; (a) application of same electromagnetic force of terrestrial conditions, (b) weak electromagnetic force to keep the sample position and application of plus current to generate surface oscillation.

このような電磁力の影響について確認した後、最適な電磁力の条件で液滴振動の計測をおこない、今回テスト試料と用いたCuの表面張力と粘性および密度を測定した。我々の目的である表面張力の酸素分圧依存性については、今回は実施することはできなかった。図3は、液滴を上部から観測して液滴径のx軸方向とy軸方向の時間変化をプロットしたものである。図3(b)が、微小重力下において電磁力を最適化してパルス電流を印加して液滴振動を励起させた場合の結果である。これから、微小重力下において液滴振動が減衰している様子が観測されていることがわかる。この液滴振動の減衰を  $A \exp(-t/\tau)$  でフィットし減衰時間  $\tau$  を求めた。またこの液滴振動の周波数を、図3に示した時系列データをFFTでフーリエ変換して求めた結果を図4に示す。それぞれの計測結果より、Rayleighにより導出された、以下の液滴振動と表面張力と粘性の関係式を用いてCuの1400°Cでの値を導出した。表面張力  $\sigma$  とモード  $l$  の表面振動の振動数  $\omega_l$  の関係は、

$$\omega_l^2 = l(l-1)(l+2) \frac{4\pi}{3} \frac{\sigma}{M} \quad (1)$$

である。また、減衰時間  $\tau$  と粘性  $\eta$  の関係は

$$\frac{1}{\tau_l} = (l-1)(2l+1) \frac{r_0}{M} \eta \quad (2)$$

である ( $M$  は試料の質量) [5,6]。Table1に(1)、(2)式から求めた表面張力と粘性の値をまとめた。密度の値は、表面振動を励起する直前での試料を上部から観察した時の半径を用いて、球形として体積を算出して求めた結果である。

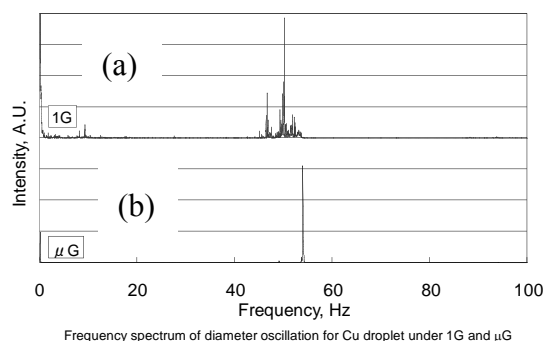


Fig.4 Power spectrum of surface oscillation of Cu melts shown in Fig.3; (a) application of same electromagnetic force of terrestrial conditions, (b) weak electromagnetic force to keep the sample position and application of plus current to generate surface oscillation.

表には T. Iida and R. I. L. Guthrie によりまとめられた文献 [7] によるものから、1400℃ での値を算出して求めた結果を併せて示した。この結果より、過去の報告値とほぼ同じ値が得られていることがわかる。また、密度の値も文献値と一致しており液滴形状が球形であったことが確認できる。以上により、PFLEX を使用した微小重力環境下での液滴振動法による熱物性計測が可能であることが示された。ただし、TEMPUS においても同様の問題であるが、微小重力環境下での電磁浮遊法による液滴振動法では、浮遊のための電磁力を減少させてから液滴振動を励起するため、試料温度が変化している間で液滴振動を計測しなくてはならない。このため、表面張力の場合には、短時間での表面振動から表面振動数を求めることができるため、放射温度計での計測値温度として±20K 程度の精度を保つことが可能だが、粘性の場合には粘性の大きさにもよるが、液滴振動が減衰するまでに数 10 秒のオーダーとなる場合もあり、温度として 100K 以上変化してしまう場合もある。このような場合にはどの温度での粘性を計測しているのか判断できなくなってしまう。このため、今回おこなったような表面振動の減衰時間を直接液滴振動の減衰から求める方法ではなく、現在我々が提案している表面振動のパワースペクトルの半値幅から減衰時間を算出する方法 [1] を検討していかなければならない。このためには、より精度の高い液滴振動計測が必要であり、今回の液滴形状観察のための光学系では、液滴を大きく観察することができていないため、液滴径の振動が液滴全体の大きさに対してわずかしかなり、半値幅法を使用するには精度が足りていない。このため、より液滴形状を拡大して観測できる光学系を採用し、液滴振動のパワースペクトルの半値幅から減衰時間をもとめ求める方法を次のフライト実験ではおこなう。併せて、雰囲気酸素分圧を変化させた場合の表面張力の測定をおこなう。

**Table 1 Density, surface tension and viscosity of liquid Cu at 1400℃**

Density: $\rho = M / \frac{4}{3}\pi R^3$	$\rho = 7640 \text{ kg/m}^3$ (* $\rho = 7650 \text{ kg/m}^3$ )
Surface tension: $\sigma = \frac{3}{8}\pi \nu^2 M$	$\sigma = 1.62 \text{ N/m}$ (* $\sigma = 1.32 \text{ N/m}$ )
Viscosity: $\eta = \frac{3}{20\pi} \frac{M}{R} \tau^{-1}$	$\eta = 3.73 \text{ g/m}\cdot\text{s}$ (* $\eta = 3.2 - 4.2 \text{ g/m}\cdot\text{s}$ )
M: Mass $\tau$ : Damping time constant	$\omega$ : surface oscillation frequency R: Radius

#### 4. まとめ

PFLEX を用いて国内においても微小重力環境下での高温融体の熱物性計測が可能となった。日本では、JAXA グループによる静電浮遊法による高温融体の熱物性計測手法が確立されてきており [8]、2 つを相補的に利用し高温融体の熱物性値を、これまでより精度良く計測できるようになるはずである。高温融体の熱物性の計測について、どの程度の精度が必要かはそれを使う立場によって異なるが、精度の高いデータを取得しておくことが信頼性にもつながるので、今後基礎物性値として残っていくはずである。また、精度の高い測定が可能となってくると、合金融体の組成依存性も詳細に議論できるようになり、新たな液体科学の展開が開ける。今後、PFLEX による微小重力下での表面振動計測をより高精度化し、表面張力の雰囲気酸素分圧依存性を調べるのが今後の課題である。

#### 謝辞

今回のフライト実験では、微小重力エントリー前の過重力を変えるという特殊なフライトにより、測定を成功させることができた。このような要求を承諾し応えていただいた景山大朗氏をはじめダイヤモンドエアサービス(株)の方々に感謝いたします。また、特殊なフライトでの同乗実験を承諾いただいた、岐阜大学高橋周平准教授にも感謝いたします。なお、本研究は日本宇宙フォーラムによる「第 9 回宇宙環境利用に関する地上研究の公募」として実施されたものであり、関係各位に感謝いたします。また本研究の一部は、文部科学省科学研究費 19560747 によって補助されており、ここに感謝の意を表します。

#### 【参考文献】

- [1] 渡邊，日比谷，第 23 回宇宙利用シンポジウム p26 (2007).
- [2] 日比谷ほか，第 24 回宇宙利用シンポジウム，M-7 講演.
- [3] 樋口健介ほか，日本マイクロ重力ビティー応用学会誌，**24**, 365 (2007)
- [4] D. L. Cummings and D. A. Blackburn: J. Fluid Mech. **224**, 395 (1991).
- [5] L. Rayleigh: Proc. Royal Soc. London, **29**, 71 (1879).
- [6] I. Egry *et al.*, Meas. Sci. Technol. **16**, 426 (2005).
- [7] T. Iida and R. I. L. Guthrie, The physical properties of liquid metals (Oxford, 1993),
- [8] 石川ほか，第 24 回宇宙利用シンポジウム，M-6 講演.