

電磁浮遊法による高温融体密度計測の液滴表面振動解析による高精度化

学習院大理 三浦 美晴、安達 正芳、水野 章敏、渡辺 匡人

東北大多元研 小畠 秀和、福山 博之

首都大東京 小澤 俊平、日比谷 孟俊

Precise measurement of high-temperature melt density by electromagnetic levitation technique combined with surface oscillation analysis

Yoshiharu MIURA, Masayoshi ADACHI, Akitoshi MIZUNO and Masahito WATANABE
Department of Physics, Gakushuin University, 1-5-1 Mejiro, Toshima-ku, Tokyo 171-8588, Japan
Hidekazu KOBATAKE and Hiroyuki FUKUYAMA

Institute of Multidisciplinary Research for Advanced Materials (IMRAM), Tohoku University
2-1-1 Katahira, Aoba-ku, Sendai, 980-8577, Japan

Shumpei OZAWA and Taketoshi HIBIYA

Department of Aerospace System Engineering, Tokyo Metropolitan University
6-6, Asahigaoka, Hino 191-0065, Japan

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

Abstract: Electromagnetic levitation (EML) technique is useful method for measurement of thermophysical properties of liquid state of metals and semiconductors at high temperature. The EML technique has big advantages for easily keeping large undercooled due to containerless situations. When we measure using this technique the density of liquid metals or molten semiconductors, the volume of levitated droplet-samples must be precisely observed from their shapes. In conventional methods, volume of the droplets obtained by averaging of few hundred images taken by high-speed camera, but large error values appear in temperature dependence data due to the asymmetry of surface oscillation of electromagnetically levitated liquid droplets. In this study, we propose new method to obtain accurate density of high temperature liquid by using the analytical technique of surface oscillations. We confirmed that this technique is useful for precise measurement of high temperature melt density combined with the static magnetic field experiments.

Key words; Electromagnetic Levitation, Measurement of Thermophysical Properties, High-temperature melt

1. はじめに

近年、宇宙環境利用の観点から浮遊法を用いた高温融体の物性値測定法が改良され、多くの物質の熱物性値測定がおこなわれはじめている [1]. なかでも密度は液体物性を研究するうえで最も基本的な熱物性値であり、特に分子動力学法等によるシミュレーションにおいてはその精度を決める重要なパラメータであり、密度の温度変化はシミュレーション結果を見極める指標としても用いられる量であるため、浮遊法を用いた方法による液体密度の測定は数多く報告されている。特に、金属や半導体などの高融点の物質の密度は、反応性が高いためこれまでに融点近傍でのみしか測定がおこなわれていなかったものが、浮遊法を用いることによりるつばからの汚染の回避と過冷却状態の実現のため、非常に広い温度領域において測定が可能となり、液体物性研究において重要な情報を提供している。

浮遊法による高温融体の熱物性値測定では、多く

は静電浮遊法 [2] または電磁浮遊法 [3,4] を用いて、浮遊した液滴形状から体積を算出し、別途測定した質量を用いて密度を求める。このうち電磁浮遊法は金属や半導体などの導電性物質の熔融浮遊が容易であるため、簡便に高温融体の熱物性値計測ができる方法である。しかし、地上において電磁浮遊法により密度を計測する場合には、浮遊に必要な電磁力が大きいため浮遊している液滴形状は重力報告に伸びた形状となり真球から変形してしまう。このため、密度計測のための体積測定は、横方向から液滴形状を計測する必要がある。また、電磁力の作用のため表面振動が顕著に現れてしまい、正確な体積を画像から求めることが困難である。同様にたとえ微小重力環境下においても、電磁浮遊法では電磁力の作用のため液滴形状は真球から変形し、さらに表面振動も発生してしまう。このため、従来はこの液滴振動の影響を抑制するために、高速度カメラで撮影した液滴画像のエッジを抽出して重心

を求めたあとで、重心からエッジまでの径について数百枚の撮影画像を平均してからフィッティングする方法を取っていた[5]。しかし、この方法によって得た結果はエラーバーが大きく、融液密度の温度依存性を求めるのに十分な精度を確保するのが困難であった[3-5]。一方、安田ら[6]は電磁浮遊法に静磁場を印加することで液滴振動を抑制できることを報告している。また、大西ら[7]は、静磁場印加により Si 融液物性測定 of 精度が向上できることを報告している。しかし、液滴表面振動の静磁場印加による変化は不明であり、密度測定における表面振動の影響の詳しい解析が必要である。このため、本研究では電磁浮遊液滴の密度計測における液滴表面振動の影響について静磁場印加した場合を含めて解析し、電磁浮遊法による高温融体密度計測の高精度化を検討した。

2. Si 融液密度の高精度測定 of 検討

2.1 電磁浮遊法

Fig.1 に側方から見た電磁浮遊装置の概略図を示す。チャンバーの中心に設置された浮遊コイルのギャップで融液が浮遊する。使用した高周波電源は 10kW, 250kHz である。温度測定は 2 色放射温度計 (測定波長, 0.85 μ m, 1.00 μ m) を用いた。試料液滴画像取得には高速度カメラを用いた。チャンバー内は高純度 Ar ガスを 0.1MPa で満たし、高純度 He ガスを試料へ向けて吹き付けることによって、試料冷却および温度制御をおこなった。

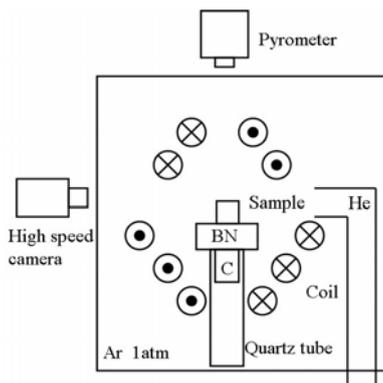


Fig.1. Experimental set-up of EML for measurement of liquid density at high temperature.

2.2 液滴表面振動解析による電磁浮遊液滴の密度計測 of 高精度化

密度は、質量/体積で求めることができるため、浮遊法による密度計測では液滴体積を、浮遊液滴形状から算出する。このため、電磁浮遊コイルのギャップで浮遊した Fig.2 に示すような液滴形状を横方

向から高速度カメラで撮影し、以下の手順で体積を求める。

- (1). 試料と背景の境界を検出
- (2). 境界から重心を求める
- (3). 境界 $r(\cos(\theta))$ を以下のルジャンドル多項式でフィット

$$r(\cos(\theta)) = \sum_{n=0}^6 a_n P_n(\cos(\theta))$$

- (4). z 軸回転対称と仮定し、体積 V を計算

$$V = \frac{2\pi}{3} \int_{-1}^1 r^3(\cos(\theta)) d(\cos(\theta))$$

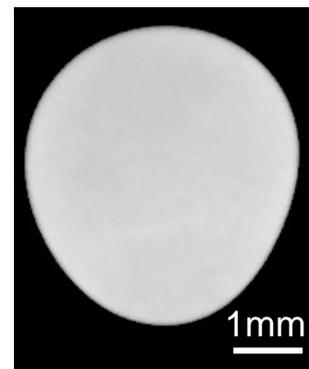


Fig.2. Image of levitated Si melt droplet taken by high-speed CCD camera.

従来の方法では、手順 (2) で重心を求めた後、その重心からの径を角度毎に数百枚の画像を平均することで、表面振動の平均値を求めていた。しかし、この方法では求めた密度の値の分散が大きく、十分な精度を得ることができなかった。これは、液滴振動により液滴形状が時間とともに変化してしまうためである。そこで本研究では高速度カメラで撮影した画像 1 枚から体積を求め、見かけ体積の時間変化を液滴表面振動を解析することで、この電磁浮遊による密度測定 of 欠点である分散を減少させる方法を検討した。

この液滴振動解析のため、浮遊液滴の表面振動について考える。一般に、液滴の表面振動 ω は表面張力 γ とすると、

$$\gamma = \frac{3}{8} M \pi \omega^2$$

と表される (M は質量) [8]、この表面振動による真球半径 r_0 からの半径のずれ δR は

$$\delta R = \cos(\omega_{n,m} t) Y_{n,m}(\theta, \phi)$$

と表される。ここで、 $Y_{n,m}$ は球面調和関数であり、この球面調和関数の $n \geq 2$, $m \neq 0$ の振動モードが液滴表面非対称振動[8]であり、このときの表面振動による液滴形状の変化はわかるので、側方から見た液滴形状を推定することができる。実験では、こ

の側方からの形状のみを観察しているため、非軸対称振動の場合、見かけの体積が時間と共に変化することがわかる。従って、液滴形状の時間変化のなかで、この非軸対称形状とならない形状を取り出すことで、液滴の真の体積を決めることができ、電磁浮遊液滴の密度計測の精度を高めることが可能となる。

2.2 静磁場印加による液滴表面振動抑制による電磁浮遊液滴密度測定の高精度化

大西ら[7]は、静磁場中において電磁浮遊した Si 液滴の振動を抑止し、密度測定分散を小さくできることを報告している。また、磁場印加強度を変化させた際の液滴表面振動の変化については、安田ら[6]による報告があるが、密度測定に及ぼす影響は調べられていない。このため、上記した液滴表面振動解析による密度測定の高精度化の検討を磁場印加により液滴振動を変化させて、液滴密度測定の精度の検証をおこなった。静磁場印加電磁浮遊実験は、東北大学強磁場超伝導材料研究センターにおいて無冷媒型超伝導マグネット 6T-CSM を用い、このマグネット内に電磁浮遊コイルを設置しておこなった。

3. 高精度 Si 融液密度測定結果

Fig.3 に Si 融体の 1700K での液滴形状を側方から観測して求めた見かけの体積の時間変化を示す。前述したように、体積が周期的に時間変化していることがわかり、表面振動による非軸対称形状も含めて体積を求めてしまっていることがわかる。この振動数を考慮すると、これは $n=2, m=\pm 2$ の振動モードであることが推定された。

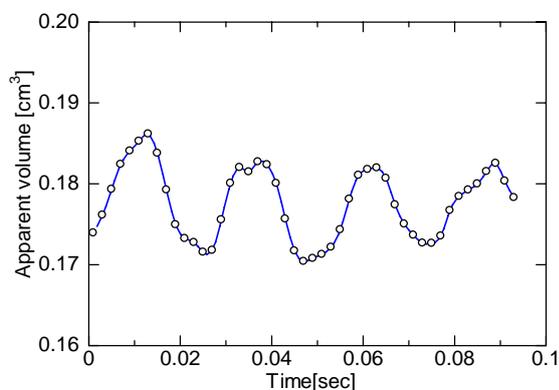


Fig.3. Time dependence of apparent volume of Si melts at 1700K.

次に静磁場を印加し、磁場強度を 0T から 1.5T まで変化して得られた Si 融体の見かけの体積の時間

変化を Fig.4 に示す。この結果より、磁場強度 0.75T まで大きくしていくと見かけの体積変化が大きくなり、その振幅は一定となることがわかる。さらに磁場強度を 1.5T まで大きくすると見かけの体積変化が無くなり一定値となることがわかる。

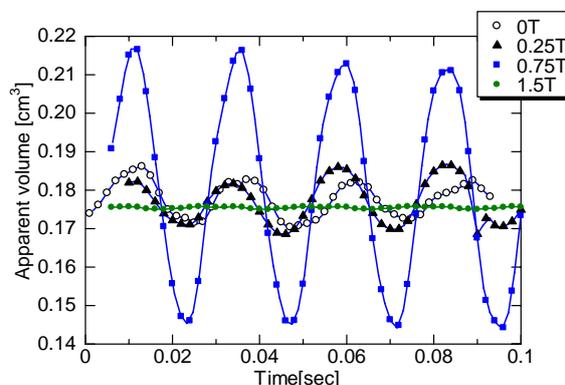


Fig.4. Time dependence of apparent volume of Si melts in static magnetic fields with various strength.

この結果は、ある程度の磁場強度では液滴振動が増幅し、さらに強くすると液滴振動が抑制されることを示している。液滴振動の増幅作用のメカニズムは現時点では明らかではないが、この磁場により増幅された液滴振動は一定の振動をしており、この状態を上方から観測したところ、 $n=2, m=\pm 2$ の振動モードであることが明らかに確認された。従って、Fig.3 および Fig.4 における見かけの体積の時間変動が液滴表面振動の $n=2, m=\pm 2$ の非軸対称モードが原因であることが明らかとなった。また、Fig.3 における見かけの体積の振幅の変化が、液滴の回転によることもわかった。

以上の解析と、Fig.4 において 1.5T における一定体積が 0.75T までの見かけの体積が変化している場合の平均値（中心値）でないことも考慮して、見かけの体積が変化している場合の液滴の正確体積値を求め、Si 融体密度の温度依存性を求めた。この結果を Fig.5 に示す。この図には、過去に電磁浮遊法を用いて測定した Si 融液密度の結果[3,5]を併せて示してある。この結果より、過去の電磁浮遊法で測定された Si 融液密度の温度依存性の結果に比べ、今回の測定結果は分散が小さくなっていることがわかる。また、磁場印加せずに表面振動解析で求めた Si 融液密度の温度依存性と、1.5T の静磁場印加で表面振動を抑制して測定した Si 融液密度の温度依存性がほぼ同じ温度依存性を示していることもわかる。従って、静磁場印加せずに液滴表面振動解析のみでも、電磁浮遊液滴の密度測定を高精度化できると言える。しかし、過去に報告された Si 融

液密度の温度依存性に比べ、今回測定したどちらの結果も、傾きが異なっている。これは、温度測定の誤差と高速度カメラにより撮影した画像の質が各測定において異なっていることが原因と考えられる。今後この点を改善し、より高精度な密度計測を検討していく。

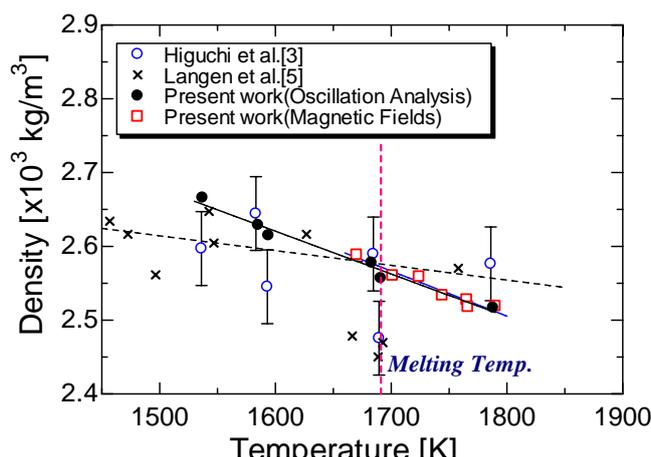


Fig.4. Temperature dependence of Si melt density measured by using electromagnetic levitation technique.

5.まとめ

電磁浮遊法を用いた高温融体の密度の温度依存性の測定における密度の分散を、液滴表面振動を解析することで小さくできることを提案し、Si 融液密度を表面振動解析による方法と静磁場中における電磁浮遊による測定を併せておこない、その有効性を確認した。この手法を用いて今後、高温融体の精密密度計測をおこない、データベース化していく計画である。

謝辞

本研究開発は、財団法人機械システム振興協会が日本自転車振興会の機械工業振興事業補助金の交付を受け、その財源により受託実施したもので、深く謝意を記します。

参考文献

- [1] D. M. Herlach *et al.*, *Int. Mater. Rev.* 38 (1993) 273-347.
- [2] T. Ishikawa *et al.*, *Meas. Sci. Technol.* 16 (2005) 443-451.
- [3] K. Higuchi *et al.*, *Meas. Sci. Tech.* 16(2)(2005) 381-385.
- [4] J. Brillo *et al.*, *Int. J. Thermophysics.* 24(2003) 1155-1170.
- [5] M. Langen *et al.*, *J. Crystal Growth* 186 (1998) 550-554..
- [6] H. Yasuda *et al.*, *J. Crystal Growth* 260(2004) 475-485.
- [7] F. Onishi *et al.*, *Space Utiliz Res*, 21(2005) 39.
- [8] D. L. Cummings and D. A. Blackburn, *J. Fluid Mech.* 224 (1991) 395-416.