

無容器での熔融白金の表面張力測定に対するラウンドロビン試験

小嶋秀和（弘大・地戦研），小澤俊平，樋口龍輝，清宮優作，高橋駿，富田脩斗（千葉工業大学），
渡邊匡人，羽染博道，清水颯希（学習院大学），
石川毅彦（JAXA）
Xiao Xiao, Juergen Brillo (DLR)

Round robin test for surface tension measurement of molten platinum with container-less technique

Hidekazu Kobatake*, Shumpi Ozawa, Tatsuki Higuchi, Yusaku Seimiya, Shun Takahashi, Yuto Tomita, Masahito Watanabe, Hiromiti Hazome, Saki Shimizu, Takehiko Ishikawa, Xiao Xiao, Juergen Brillo

*Hirosaki Univ., 2-1-3 Matshubara Aomori 030-0813
E-Mail: kobatake@hirosaki-u.ac.jp

Abstract: Container-less processing, which can protect the sample contamination from the contact materials, is an effective technique for surface tension measurement with the oscillating droplet method. However, it is still unambiguous on the true value of the surface tension, because the surface tension of the molten metals is affected by the oxygen partial pressure and there are no criteria for the peak identification of the oscillation frequency to determine the surface tension. In order to overcome these problems, we have launched a Round-robin test for surface tension measurement using molten platinum, which surface tension under microgravity is ineffective in the oxygen partial pressure.

Key words; Surface tension Electromagnetic Levitation, Oscillating drop

1. はじめに

浮遊法のような無容器プロセスは，試料と容器との化学反応を防ぐことができることから，試料が汚染されることなく，高温においても熔融状態にある材料の物性値を計測できる有力な手法である．特に高温融体の表面張力は，わずかな汚染にさえ影響を受けるため，浮遊法による測定は世界的に見てもその重要性を増している．現在，この手法の正当性を確認するために，欧州や日本において，航空機を用いた微小重力実験が行われている．しかし，これまでの欧州の実験では，強力な表面活性元素である酸素が雰囲気中に存在する事を考慮していない問題がある．

一方日本の実験においては， H_2 ガスを用いた還元雰囲気により，酸素分圧をできる限り低くする事が試みられたが，最近の結果から， H_2 ガスの混合量が少ない場合は，酸素分圧の温度変化を十分に緩衝できず，試料表面の酸素分圧が不確かとなる問題が明らかとなった．

本研究では，表面張力の酸素感受性が極めて低い Au および Pt をサンプルとして，微小重力環境において，表面張力のベンチマークデータ取得を最終的な目標とする．さらに，そのデータの信頼性を検証するため同じサンプルを用いて，日独の電磁浮遊炉，静電浮遊炉，ガスジェット浮遊法によるラウンドロビン

試験を行い，その正当性を評価する．

この微小重力での実験も含めたラウンドロビン試験を成功するために今回のプロジェクトでは 1) これまで GII での実験実績のある航空機実験用電磁浮遊炉の MU-300 に搭載可能サイズへの改良，2) 航空機実験用電磁浮遊炉の動作確認，3) JAXA にある静電浮遊炉による熔融白金の表面張力測定，を行ったのでその進捗状況について報告する．

2. 液滴振動法による表面張力測定原理

微小重力環境下では，液滴はその表面張力により真球の形状を保つことができるため，表面振動モードは縮退する．その結果，表面振動周波数は一つのピークを持つこととなり，その表面振動周波数は Rayleigh の式[1]によって，

$$\sigma = \frac{3}{8} \pi \omega_R^2 M$$

と表される．ここで σ は表面張力， ω_R は表面振動周波数， M は試料の重量である．

一方，重力環境下では，試料の形状は重力の影響を受け変形し，表面振動周波数は Fig.1 に示すように 5 つのピークに分離する．この時の表面張力は

Comings と Blackburn の式[2]より,

$$\sigma = \frac{3M}{160\pi} \sum_{-2}^2 \omega_m^2 - 1.9\Omega^2 - 0.3 \left(\frac{g}{a}\right)^2 \Omega^{-2}$$

$$\Omega^2 = \frac{(\omega_x^2 + \omega_y^2 + \omega_z^2)}{3}$$

と表される. ここで a は試料の半径, g は重力加速度である. 測定条件によって表面振動周波数ピーク強度が小さくなり, 表面振動周波数の同定が困難な場合がある. そのため, 航空機実験を利用した微小重力実験でベンチマークデータを取得し, 高温での表面張力の標準データを構築する必要がある.

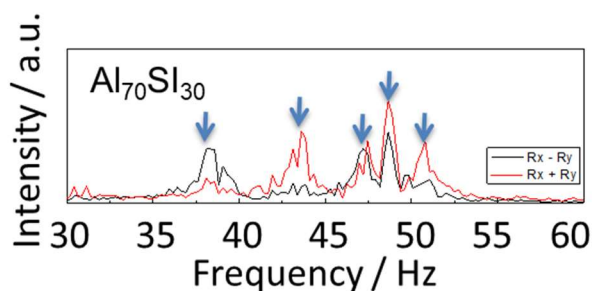


Fig. 1 An example of the surface oscillation frequency of the levitated liquid alloy (Al₇₀Si₃₀). Because of the measurement under terrestrial condition, the oscillation peak is splitted to 5 peaks.

3. 1. 航空機での微小重力実験に向けた装置改良と動作確認

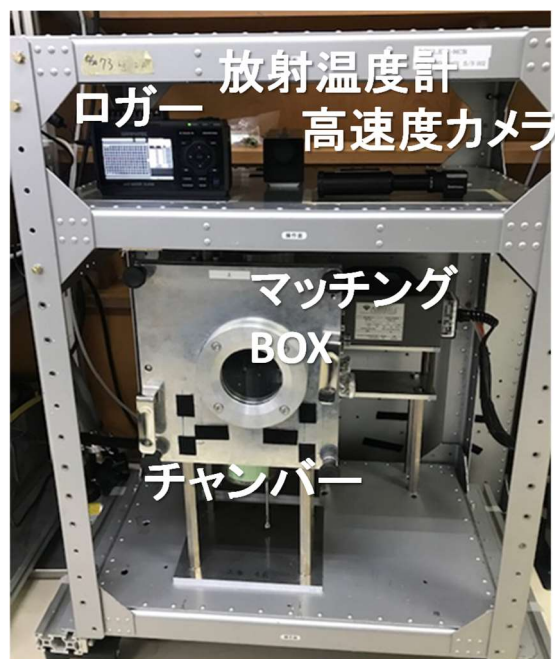


Figure 2. Experimental setup for microgravity experiment

これまで航空機実験に用いられてきた電磁浮遊装置は GII 用にカスタマイズされている. MU300 型の航空機にも搭載できるようにするためには, 装置全体を小型化する必要があった. そこで, 装置に高周波電流を供給する銅管および試料交換用のスペースを削減することで装置全体を小型化し, MU300 用の実験ラックに搭載できるように改良した(Fig.2). またラック上部には, 温度計測用の放射温度計と表面振動撮影用の小型の高速カメラを配置するスペースも確保した.

航空機実験実施に向け, この電磁浮遊装置を用いて熔融銅を浮遊・融解させて高速カメラで撮影し, 1) この装置が熔融金属の浮遊・融解を行うだけの出力を有していること, 2) 新規に設置した小型の高速カメラで液滴振動の様子を撮影し表面張力を測定できることを確認した(Fig.3a)

白金は非常に密度が高いため, 航空機実験用の電磁浮遊装置では出力が足りず, 地上で浮遊させることはできなかった. しかし, MU300 航空機で供給される 1.5kW の少ない電力でも高融点を持つ白金を加熱・融解できるが確認できた(Fig.3b). 微小重力環境では試料の重さの影響は非常に小さくなるため, 航空機を利用した微小実験では白金試料を浮遊・融解させることができると考えられる.

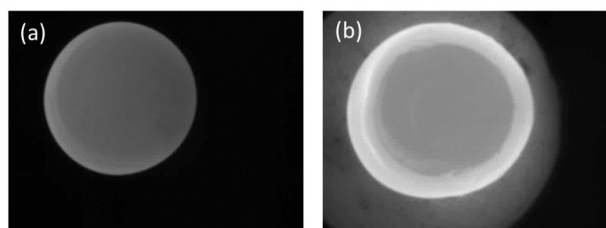


Fig.3. EML device operation test (a) Levitation of metallic liquid using Cu as analog material. (b) melting of the Pt sample

3. 1. 表面張力測定に対するラウンドロビン試験

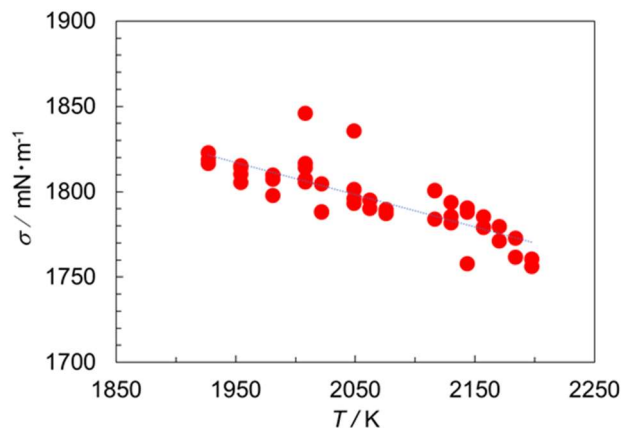


Fig.4. Temperature dependence of the surface tension of molten Pt measured by Electrostatic levitator in JAXA

液滴振動法による熔融金属の表面張力測定に対するラウンドロビン試験を開始した。今回の研究では JAXA にある静電浮遊炉を用いた表面張力測定を実施した。Fig. 4 に示すように過冷却領域を含む 1900 K – 2100 K の温度範囲において表面張力を測定することに成功した。この測定した温度範囲において表面張力は直線的に変化しており、酸素分圧の影響が熔融金属の表面張力に影響を与えるときに見られるような温度依存性の変化は見られなかった。

3.2. ガスジェット浮遊装置による白金の浮遊・融解

また、千葉工業大学と弘前大学で作製しているガスジェット浮遊装置を用いて、白金試料の浮遊・融解試験を実施した。Fig. 5. に示すように白金試料をガスジェット浮遊装置で安定して浮遊できることを確認した(Fig. 5). さらに浮遊した熔融白金試料に音波振動を与えることで表面振動を励起させた。



Fig. 5. Molten Pt droplet levitated by Gas-jet method

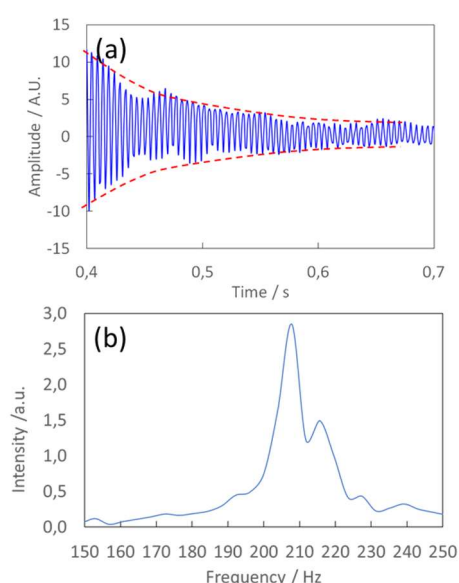


Fig.6 Surface oscillation and surface oscillation frequency of the Pt droplet levitated by a gas jet levitator

この手法により、表面振動が減衰していく現象が確認でき(Fig. 6a), この振動減衰の緩和時間を求めることで、当初予定していなかった熔融白金・金の粘性も測定できる可能性がでてきた。また液滴振動に信号を FFT 解析することで、表面振動周波数を求めることができる(Fig.6b). 現在のところ、表面振動の中に比較的大きな周期の擾乱が存在しているが、光学系の改良と浮遊させた試料をより安定化によって擾乱を抑え、粘性と表面張力の値を求められると考えられる。

3.3. ドイツ航空宇宙センターでの電磁浮遊装置を用いた表面張力測定

日独の電磁浮遊炉、静電浮遊炉、ガスジェット浮遊法による熔融白金の表面張力測定に対するラウンドロビン試験を進めるために、ドイツ航空宇宙センターにある電磁浮遊装置を用いた熔融白金の液滴振動法による表面張力を実施した。液滴振動における試料サイズの影響も評価するために、約 1.5g, と約 1.8g の重さの異なる白金試料を準備して測定を行った。

測定に用いた電磁浮遊装置の仕様上の最大出力は 5 kW, 電磁浮遊コイルに流れる高周波電流の周波数は 300 kHz である。質量の異なる 2 つの白金試料はともに電磁浮遊させることに成功し、熔融状態で保持することができた。Fig. 7 に示すように電磁浮遊させた熔融白金の表面振動を高速度カメラで観察することに成功した。

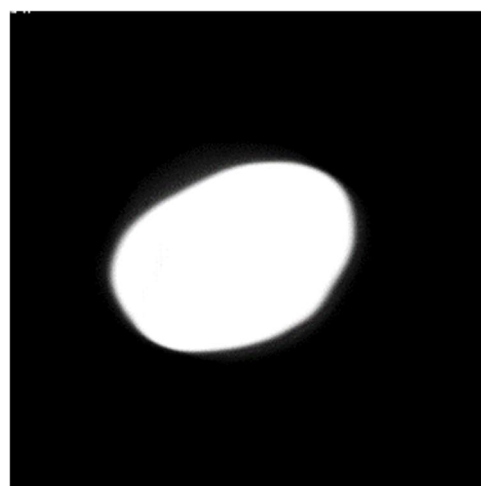


Fig. 7 Snapshot of surface oscillation of liquid Pt levitated by an Electromagnetic levitator in DLR.

DLR では高速度カメラによる液滴振動の撮影は 800fps で行っていた。DLR で行った表面張力測定データは現在解析を進めているところであり、今後、静電浮遊やガスジェット浮遊させた熔融白金に対する表面張力測定データと比較し、これら異なった装置での測定方法の比較および測定精度の評価を進めながら、微小重力実験で得られるベンチマークデー

タの妥当性を検証するためのデータとする予定である。

4. まとめ

正確な表面張力測定のための手順・条件を明らかにするために、酸素吸着の影響を受けない熔融白金・金を用いたラウンドロビン試験を開始した。今回のプロジェクトによって、

- 1) 既存の電磁浮遊装置の装置を改造することで、航空機を利用した微小重力環境下で測定が行えるようになった。
- 2) JAXA の静電浮遊を用いて液滴振動法による熔融白金の表面揚力を測定した
- 3) ガスジェット浮遊装置を改良し、ガスジェット浮遊でも熔融白金の液滴振動を観察できることを確認した
- 4) ドイツ航空宇宙センターにある電磁浮遊装置を用いて熔融白金の表面揚力測定を行った。

参考文献

- 1) Rayleigh, L.; On the capillary phenomena of jets. Proc R Soc London 29:71–97 (1879).
- 2) Cummings, D. L. and Blackburn, D.A.; J Fluid Mech 224:395 – 416 (1991)