

# ISS 搭載 ELF による酸化物融体熱物性の温度依存性

石渡涼 (学習院大・院), 清水颯希 (学習院大・院), 山田真琴 (学習院大), 井上涼太 (学習院大), 田口正二郎 (学習院大), 渡邊匡人 (学習院大), 石川毅彦 (JAXA), 織田裕久 (JAXA), 小山千尋 (JAXA), 伊藤剛 (JAXA)

## Temperature dependence of thermophysical properties of molten oxide measured by ELF installed in ISS

Ryo Ishiwata<sup>1\*</sup>, Satsuki Shimizu<sup>1</sup>, Makoto Yamada<sup>1</sup>, Ryouta Inoue<sup>1</sup>, Seijiro Taguchi<sup>1</sup>, Masahito Watanabe<sup>1</sup>, Takehiko Ishikawa<sup>2</sup>, Hirohisa Oda<sup>2</sup>, Chihiro Koyama<sup>2</sup>, Tsuyoshi Ito<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Gakushuin Univ., Mejiro, Tokyo 171-8588, <sup>2</sup>JAXA, Tsukuba, Ibaraki 305-8505

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

**Abstract:** We start to measure interfacial tension between iron melt and molten oxide using the electrostatic levitation furnace (ELF) installed in ISS-KIBO. In order to find out the magnitude of the interfacial tension, it is necessary to know in advance the temperature dependence of the surface tension, density and viscosity of the molten oxide. Previous experiments on the ISS have yielded thermophysical properties for molten oxides (SiO<sub>2</sub>-CaO-Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-TiO<sub>2</sub> system). However, the temperature dependence of the thermophysical properties has not been clarified. In this report, so as to clarify the temperature dependence of the thermophysical properties of oxide melts, the temperature correction by the estimated vertical spectral emissivity of oxide melts was performed and the temperature dependence of the density was clarified.

**Key words;** International space station, Electrostatic levitation furnace, Molten oxide, Thermophysical property, Emissivity

### 1 研究の背景と目的

材料製造プロセスの高度な制御のために高温融体の熱物性値の精密測定が要求されており, これまでに ISS に設置した静電浮遊炉 ELF<sup>1)</sup> を用いて酸化物融体の溶融浮遊に成功し, 密度, 粘性, 表面張力の値を取得してきた<sup>2)</sup>. しかし, 試料の帯電量が温度により変化してしまい, 温度変化したとき試料位置制御ができず, 熱物性値の温度依存性を得ることができなかった<sup>3)</sup>. そこで 2021 年の 5 月に行った ELF での実験では, 試料の帯電量変化を補正できる制御システムに変更し, 酸化物融体の温度変化を可能とした. 改良した ELF を用いて熱物性値の温度依存性を調べる目的で, 溶接用フラックス材のモデル組成 SiO<sub>2</sub>:CaO:Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub>:TiO<sub>2</sub>= 27:7:13:53 wt% (flux10 と呼ぶ) 酸化物試料を用いて熱物性測定をおこなった. ELF での測定では, 酸化物融体試料の放射率が未知であるため放射率を 1 と設定し温度 (見かけ温度) 測定をおこなった. 測定時の試料温度を知るには, 酸化物融体の放射率で見かけ温度を補正すれば良く, 地上における電磁浮遊法を用いて酸化物融体の放射率を決定する手法<sup>4)</sup> を構築してきた. この手法により flux10 融体の垂直分光放射率を決定し, ELF での熱物性計測時の温度を補正し, 測定した温度範囲を明らかにした. 密度とその温度依存性は, 他の熱物性値に影響を与えるため, 本報告では密度の温度依存性について検討した結果を中心に述べる.

### 2 ELF での酸化物融体密度計測方法

ISS 内に設置した ELF<sup>1)</sup> (Fig.1) を用いて, flux10 酸化物物を半導体レーザーで加熱・溶融し, バックライト光学系を用いて観察した液滴形状から体積を求め, 回収後の質量を基に密度を算出した.

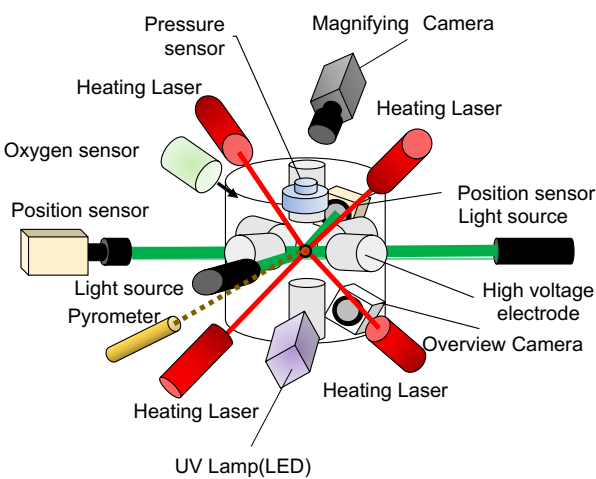


Fig.1 Schematic figure of ELF installed in ISS

試料温度は放射温度計 (波長 1.6μm) を用い放射率を 1 と設定し, みかけの温度として求めた. ELF 内で溶融浮遊した flux10 融体をバックライト光学系で観察した融体形状を Fig.2 に示す. ISS 内の微小重力環境では, 浮遊液滴はほぼ真球形状となり<sup>2)</sup>, 半径のみから体積を算出できる

が、より正確な体積を算出するため直径 2.0mm の参照用の固体ステンレス球を用いて画素サイズを決定し球形度を楕円体近似し、画素のアスペクト比を決定し flux10 融体の体積を求めた。試料の質量は ISS からの帰還後の試料を、3 回測定した平均値を用い、密度を算出した。

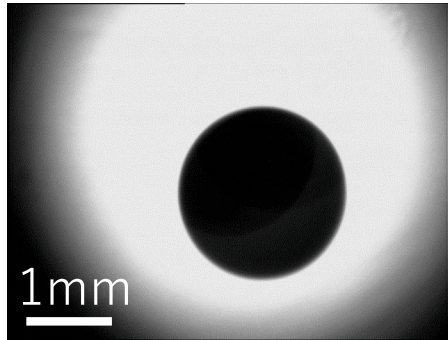


Fig.2 Backlight image of molten oxides levitated in ELF

### 3 電磁浮遊法による酸化物融体の放射率決定

ISS での測定時では flux10 融体の放射率が未知であったため、測定時の試料温度を知るために、以前に報告した電磁浮遊法<sup>4)</sup>を用いて、Fe と flux10 の同時浮遊実験で flux10 融体の垂直分光放射率を決定した。放射率の違いから放射温度計を用いると溶融 Fe と flux10 融体のみかけの温度に差が生じるが、実際には flux10 融体には溶融 Fe からの伝導のみで熱が伝わるのでそれぞれの温度は等しくなる。このことを利用し以下のような手続きで、flux10 融体の垂直分光放射率を決定した。まず、チャンバー内を真空排気後に Ar ガスで置換し 1.5atm を維持するように圧力を調整し、flux10 酸化物原料を封入した円筒形 Fe を電磁浮遊し溶融した。溶融浮遊した溶融 Fe と酸化物融体は電磁力と重力のため、酸化物融体が溶融 Fe の下部を帯状に囲うような形態となる<sup>3)</sup>。この浮遊した試料の側方から放射温度計（波長  $\lambda_0 = 900\text{nm}$ ）を用いて放射率を 1 として試料のみかけの温度をまず測定した。放射温度計を鉛直軸にそって液滴の溶融 Fe から酸化物融体部分へと移動し、Fe のみが観察される領域の温度と酸化物部分の温度を計測した。温度測定終了後、He ガスを試料に吹き付け冷却し過冷却後の凝固によるリカレンセンスを観測し、みかけの融点を計測した（Fig.4）。Fe 融点（ $T_m = 1535^\circ\text{C}$ <sup>5)</sup>）と溶融 Fe の垂直分光放射率（ $\varepsilon_{\text{Fe}} = 0.35$ <sup>5)</sup>）、は既知であるので、Fe 融点での放射輝度  $R_{\text{Fe}}$  が黒体の放射輝度  $R_b$  と一致するように補正定数  $C_s$  を算出し、溶融 Fe の温度を放射輝度から求められるようにした。

$$\begin{aligned} C_s R_{\text{Fe}}(\lambda_0, T_m) &= \varepsilon_{\text{Fe}} R_b(\lambda_0, T_m) \\ &= \varepsilon_{\text{Fe}} \frac{C_1}{\lambda_0^5} \frac{1}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda_0 T_m}\right) - 1} \end{aligned} \quad (1)$$

ここで、 $C_1 = 2\pi hc^2$ :放射第一定数、 $C_2 = hc/k_B$ :放射第二定数で、 $h$ :プランク定数、 $c$ :光速、 $k_B$ :ボルツマン定数である。補正定数を用いて溶融 Fe 部分の温度から放射輝度  $R_{\text{Fe}}(\lambda_0, T)$  を求め、同じ温度での酸化物融体の放射輝度  $R_{\text{ox}}(\lambda_0, T)$  との比から、酸化物融体の垂直分光放射率  $\varepsilon_{\text{ox}}(\lambda_0, T)$  を決定した。このようにして flux10 の垂直分光放射率を  $\varepsilon_{\text{ox}}(\lambda_0, T) = 0.76 \pm 0.01$  と決定した。

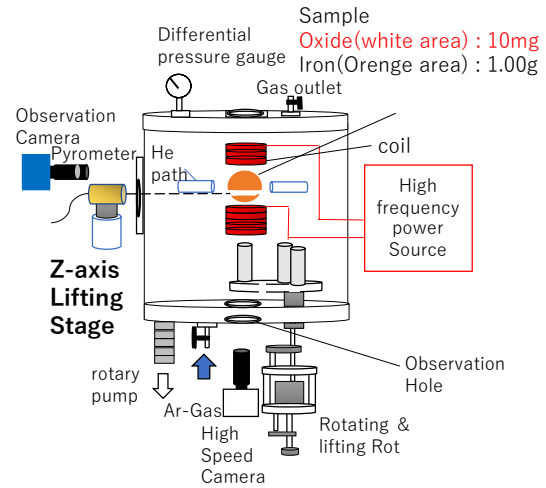


Fig.3 Schematic figure of EML system to levitate complex droplet by liquid Fe and molten flux10-oxides

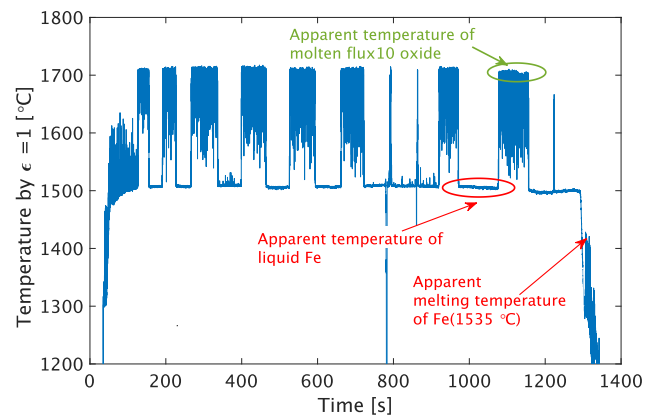
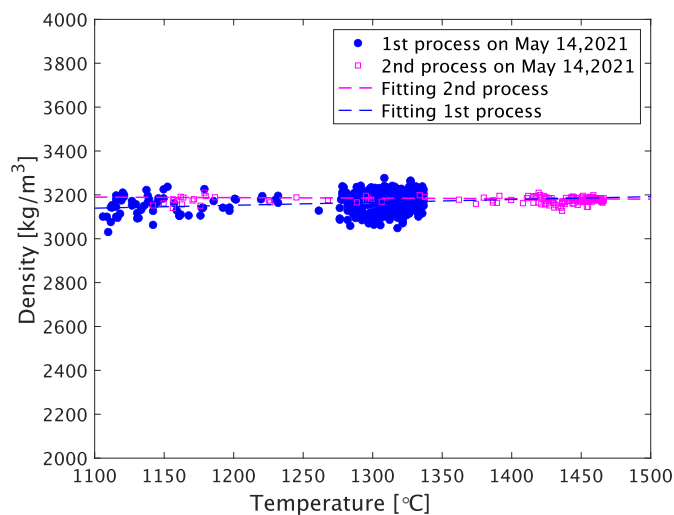


Fig.4 Liquid Fe and molten oxide temperature indicated by pyrometer using  $\varepsilon = 1$

### 4 ELF での測定時の温度補正と酸化物融体密度の温度依存性

電磁浮遊法によって得た flux10 融体の垂直分光放射率  $\varepsilon_{\text{ox}} = 0.76 \pm 0.01$  を用いて、flux10 融体の ELF での密度測定時の温度を補正した。電磁浮遊法での測定は、 $\lambda_0 = 900\text{nm}$  での放射輝度の測定であったが、ELF の放射温度計の測定波長  $1.6\mu\text{m}$  と異なっているため、補正が必要である。ここでは、酸化物融体の電気伝導度が十分に小さいことから、 $\varepsilon_{\text{ox}}$  の波長依存性は小さく無視できると考え温度補正をおこなった。Fig.4 に温度を補正

した flux10 融体密度の温度変化を示す．ELF での 2 回の測定結果を示したが，それぞれのデータをフィッティングして結果，温度係数はほぼ 0 となり，flux10 の組成  $\text{SiO}_2\text{:CaO:Mn}_3\text{O}_4\text{:TiO}_2 = 27\text{:}7\text{:}13\text{:}53$  wt% の酸化物融体は体積膨張をほとんどしないことがわかった．また，熱力学平衡計算ソフト FactStage で求めた液相線温度から低い温度領域での測定が主であり，温度補正をしたことで過冷却状態での密度が得られていることも明らかとなった．



**Fig.5 Temperature dependence of flux-10 molten oxide density**

5 まとめ

ISS 内の ELF で溶接用フラックス材のモデル組成  $\text{SiO}_2\text{:CaO:Mn}_3\text{O}_4\text{:TiO}_2=27\text{:}7\text{:}13\text{:}53$  wt%(flux10) 融体の密度の温度変化の測定を行った．測定時では flux10 融体の垂直分光放射率が未知であったため，放射温度計 ( $\lambda = 1.6\mu\text{m}$ ) を放射率 1 に設定し，みかけの温度で計測を行った．電磁浮遊法により酸化物と鉄を同時溶融浮遊し、放射率 1 に設定した放射温度計 ( $\lambda_0 = 900\text{nm}$ ) により，放射輝度を求め flux10 融体の垂直分光放射率を決定した．flux10 融体の 900nm での垂直分光放射率の値は， $0.76 \pm 0.01$  となった．この放射率の値を用いて ISS 内の ELF での flux10 融体密度の測定時のみかけの温度を補正し，flux10 融体密度の測定範囲を明らかにし，その温度依存性を明らかにすることができた．ELF で用いた放射温度計の波長と地上での電磁浮遊法で用いた放射温度計の波長が異なっていたため，今回 flux10 の垂直分光放射率の波長依存性を小さいと仮定して温度補正をおこなったが，今後酸化物融体の垂直分光放射率の波長依存性についてさらに検討していく．

参考文献

- 1) Tamaru.H., Ishikawa, T., Okada, J.T., Nakamura, Y., Ohkuma, H., Yukizono, S., Sakai, Y., Takada,T; *Int. J. Microgravity Sci. Appl.*, 32,32104(2015).
- 2) 渡邊匡人，羽染博道；微少重力環境下での液滴振動計測，宇宙環境利用シンポジウム（第 33 回），G-03(2019).
- 3) 羽染博道 他；ISS において無容器凝固した酸化物の表面モルフォロジーと内部組織観察，宇宙環境利用シンポジウム（第 34 回），G-14 (2020).
- 4) 清水颯希 他；ISS 搭載 ELF による酸化物融体の熱物性計測，宇宙環境利用シンポジウム（第 35 回），G-06(2021).
- 5) Watanabe.M, Adachi.M and Fukuyama.H;*J. Mater. Sci.*, 52,9850(2017).