

# 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）

## Measurement of Surface Tension of High Temperature Liquid under Oxygen Partial Pressure Controlled Ambient in International Space Station

Masahito Watanabe<sup>1)</sup>, Shumpei Ozawa<sup>2)</sup>, Akitoshi Mizuno<sup>1)</sup>, Takehiko Ishikawa<sup>3)</sup>, Toshio Tagawa<sup>4)</sup>, Takao Tsukada<sup>5)</sup>, Hiroyuki Fukuyama<sup>6)</sup>, Toshihiro Tanaka<sup>7)</sup>, Dairo Kageyama<sup>8)</sup>, Hans-Jürgen Fecht<sup>9)</sup>, Rainer Wunderlich<sup>9)</sup>, Enrica Ricci<sup>10)</sup>, Elizabetha Arato<sup>11)</sup>

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

<sup>2)</sup> Tokyo Metropolitan University, Hino, Tokyo 191-0065

<sup>4)</sup> Japan Aerospace Exploration Agency (ISAS-JAXA), Tsukuba, Ibaraki, 305-8505

<sup>5)</sup> Tohoku University, Aramaki, Aoba-ku, Sendai, 980-8579

<sup>6)</sup> IMRAM, Tohoku University, Katahira, Aoba-ku, Sendai 980-8577

<sup>7)</sup> Osaka University, Yamada-oka, Suita, Osaka 565-0871

<sup>8)</sup> Diamond Air Service (DAS), Toyoyama-cho, Nishikasugai, Aichi 480-0202

<sup>9)</sup> Universität Ulm, Albert-Einstein-Allee 47, D-89081 Ulm, Germany

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

<sup>11)</sup> 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

ジェットエンジンタービンブレードに用いられる超耐熱合金の精密鋳造，原子炉容器の高信頼性溶接などの，高付加価値高温融体凝固プロセスの数値シミュレーションは，開発期間短縮や，コスト削減に有効であり，その重要性はますます高くなっている。特に，溶接プロセスで重要な表面張力とその温度係数は，雰囲気，特に酸素分圧と合金組成に大きく依存する。このため，本 WG では，高温融体の熱物性計測を無容器でおこなえる電磁浮遊法を用いて，雰

囲気酸素分圧依存性を考慮し液滴振動法による表面張力と粘性測定をおこなってきた。この結果，単元素金属融体の表面張力の酸素分圧依存性の測定に成功した。しかし，鉄鋼材料など実際に産業用途として用いられる金属材料は，多元系の合金であり，合金融体の場合の酸素分圧依存は合金の成分元素間の活量と各元素と酸素間の活量を考慮して考えなくてはならないため，より複雑な振る舞いとなる。そこで，国際宇宙ステーションにおいて ESA 装置の電磁浮遊装置 MSL-EML を用いて合金融体の表面張力と

粘性を酸素分圧制御環境下で測定をおこなう国際研究チームでの計画が進んでいる。この測定結果より合金融体表面での元素の偏析現象と表面構造の緩和を関係づけ、合金融体表面張力の酸素分圧依存性のモデル式の導出を目指す。このモデル式が導出できれば、全ての合金融体の表面張力測定をしなくても、合金組成と雰囲気酸素分圧が与えられれば表面張力を推定することが可能となる。これらの測定値のデータベース化とモデル式の導出を産業界へ還元するとともに、学術的視点から、高温融体表面の科学を構築することが本研究および本 WG の目的である。

## 2. 酸素分圧制御下での表面張力測定

本研究班ワーキンググループでは、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て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いる[1]。2014 年から 2015 年にかけて予定されている ISS での電磁浮遊装置 MSL-EML (Material Science Laboratory Electromagnetic Levitator) を用いた第 1 期実験 (bach-1, bach-2) で本 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)」では、SiGe 融体の熱物性測定をおこなうことが決定している。この測定に向けての準備は、フライト試料を作成し ISS へ搬送するために EADS へ発送し打ち上げを待つ状態である。bach-1 と bach-2 では酸素分圧のモニタと制御がおこなえないが、2016 年以降の bach-3 からは酸素分圧を制御した測定をおこなう計画も進んでおり、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 “OXTERM” が 2011 年度の ESA-AO において採択されている。本 WG もこのプロジェクトに参画し、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-H<sub>2</sub>O と Ar-H<sub>2</sub> 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-H<sub>2</sub>O ガスは H<sub>2</sub>O 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 2H<sub>2</sub>O → 2H<sub>2</sub>+O<sub>2</sub> の反応で分解した O<sub>2</sub> が融体表面に吸着するが、Ar-H<sub>2</sub> ガスを混合していることで分解した O<sub>2</sub> のうち試料表面温度で平衡に吸着する O<sub>2</sub> 以外は H<sub>2</sub> と O<sub>2</sub>+2H<sub>2</sub> → 2H<sub>2</sub>O 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%H<sub>2</sub> ガス中の還元雰囲気で測定した場合で、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 Szyszkowski 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。

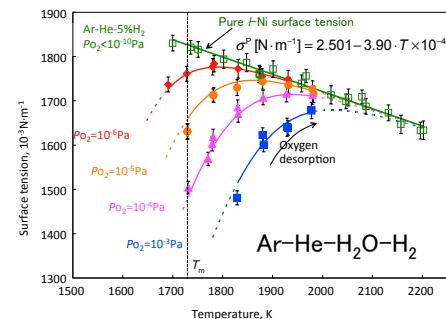


図 1 Ni 融体の表面張力の酸素分圧を変えた時の温度変化

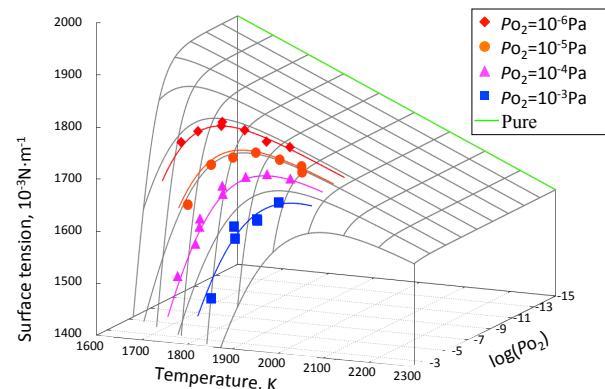


図 2. Ni 融体の表面張力の温度と酸素分圧に対する変化

### 3. 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压を利用することで融体表面での酸素分压に対する表面張力を求めることができる。この結果を利用してことで、酸素ポンプの校正が可能である。ISS 内では H<sub>2</sub> ガスを利用できないため、酸素ポンプで生成した酸素分压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压と融体試料表面での酸素分压は異なってしまう。そこで、本手法で測定した表面張力と温度、酸素分压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压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压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 を占有する形でしか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 3 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いる。図 4 に、Ni 融体を電磁浮遊させたときの重力加速度、試料温度、投入ガスの酸素分压、排気ガスの酸素分压の測定例を示す。このいように、試料を融解させることでチャンバ内部での酸素分压が今後、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。

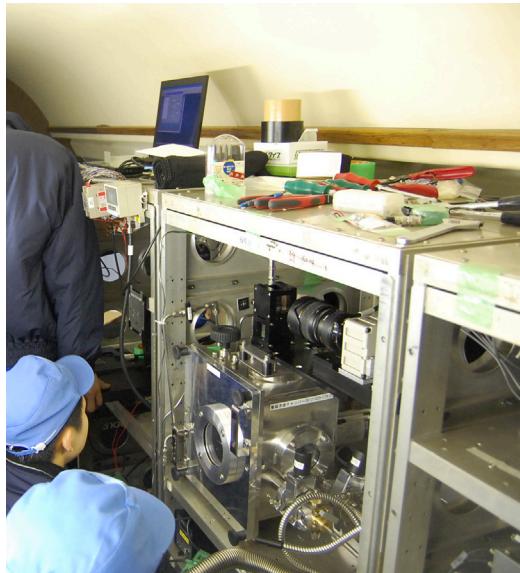


図 3. GII に搭載した小型電磁浮遊装置

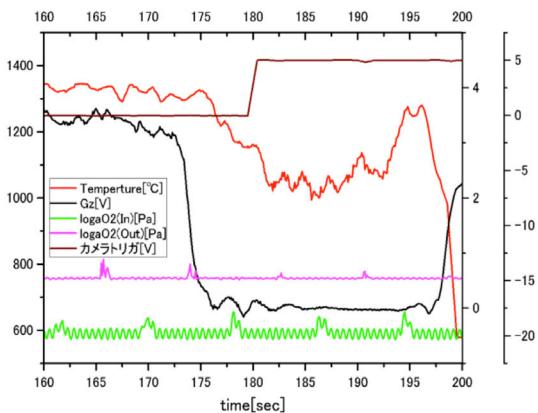


図 4. 航空機実験チ中の重力加速度、電磁浮遊した Ni 融体の温度、投入ガスの酸素分圧、排気ガスの酸素分圧。

### 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ました。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.