

平成21年 5月29日現在

研究種目：基盤研究（B）

研究期間：2006～2008

課題番号：18360108

研究課題名（和文） 静電浮遊法を利用した高温融体熱物性計測システムの構築

研究課題名（英文） Development of thermophysical properties measurement system for high temperature melts using an electrostatic levitation method.

研究代表者

石川 毅彦（ISHIKAWA TAKEHIKO）

独立行政法人宇宙航空研究開発機構・宇宙科学研究本部・准教授

研究者番号：00371138

研究成果の概要：

本研究は、容器を用いた通常の方法では測定が困難な高温融体の熱物性値をクーロン力による浮遊法（静電浮遊法）を用いて無容器状態で測定するシステムを構築するものである。本研究により、粘性係数測定および電気伝導率測定に関する高精度化を達成し、定圧比熱測定のための放射率測定システムを構築した。また、本システムを用いて測定例の少ない希土類元素の熱物性データが得られた。

交付額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
平成18年度	2,600,000	780,000	3,380,000
平成19年度	8,500,000	2,550,000	11,050,000
平成20年度	2,100,000	630,000	2,730,000
年度			
年度			
総計	13,200,000	3,960,000	17,160,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：熱工学

キーワード：高温融体、密度、表面張力、粘性係数、電気伝導率、定圧比熱

1. 研究開始当初の背景

コンピュータの発展および計算法の高度化に伴い、鑄造・結晶成長、溶接等液体から固体への相変化を伴う材料プロセスの数値シミュレーション化が進んでいる。一方、その計算の基礎となる高温融体の熱物性値は、融点の高さと化学的活性の高さから測定が困難であり、データの信頼性も低い。浮遊法を用いた無容器プロセッシングでは、坩堝が不必要のため上述の問題がなく、高温融体の熱物性測定に最適な方法として注目を浴びている。代表研究者らは、クーロン力を用いて試料を浮遊させる静電浮遊法を用いて密

度・表面張力および粘性係数を測定するシステムを構築し、それを用いてタングステンを初めとする多くの高融点金属融体のデータを測定してきている。

2. 研究の目的

本研究では、上述の静電浮遊法を用いた熱物性計測システムを更に発展させることを目的とする。

第一は、測定可能な熱物性値の種類を増やすことである。定圧比熱、電気伝導率および熱伝導率を測定ターゲットとして研究を進めることとした。

第二は、測定精度の向上であり、他の浮遊法では測定が困難な粘性係数について精度の向上を目指す。

3. 研究の方法

(1) 静電浮遊炉

図1に静電浮遊炉の外観図を示す。直径2mm程度の試料を10mm間隔の上下電極間に浮遊させる。上下電極間には十数KV/cmの電圧を印加し、He-Neレーザーによって試料の影をポジションセンサーに投影して試料位置の検出を行い、目標位置からのずれに応じてこの電圧を調整する。

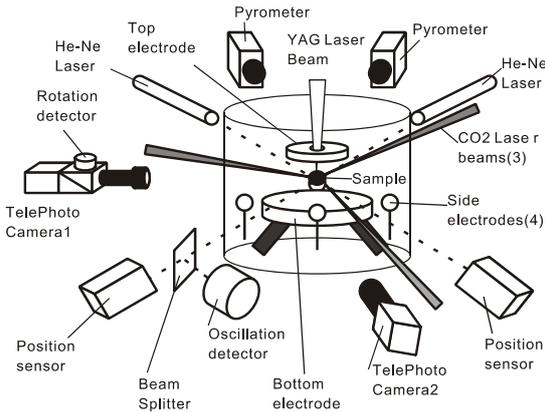


図1 静電浮遊炉

試料の加熱は複数方向からの加熱レーザー照射により行う。浮遊試料の温度計測は放射温度計によって行う。また、複数台のカメラにより試料の拡大画像の取得を行い、試料の密度計測等を行う。

(2) 電気導率測定法の確立

電気伝導率は、下電極下部に設置した4個のコイルにAC電流を流して回転磁場を発生させ、誘導モーターの原理により試料に発生する回転トルクを計測することにより求めることができる。この測定原理は、1997年にRhim, Ishikawaにより報告されているが、試料サイズの影響評価など測定精度の確保に必要な検討がされていないため、本研究でこれらの検討を行った。

(3) 定圧比熱測定法の確立

高真空下で浮遊試料は輻射のみで冷却されるため、試料の冷却曲線(温度T時間t曲線)から次式により定圧比熱(C_p)が算出できる。

$$mC_p \frac{dT}{dt} = -\varepsilon_T \sigma_{SB} AT^4$$

ここで ε_T は試料の全半球輻射率、 m, A は試料の質量および表面積、 σ_{SB} はステファンボルツマン定数である。式より明らかに、定圧比

熱を算出するためには、試料の全半球輻射率の値が必要となる。本研究では、全半球輻射率測定のため、分光計による試料の放射強度測定システム(主に赤外領域)の確立を行った。

(4) 粘性係数測定法の高精度化

浮遊試料の粘性係数は、液滴振動法により変形した試料液滴が球状に戻る時定数から算出することができる。ただし、その理論式的前提として試料には外場が働いていないこととされている。実際には試料を浮遊させるため大きな電場が働いている。この影響を評価し、試料浮遊力の影響を低減させる測定法の確立を行った。

(5) 希土類元素の熱物性測定

研究を通じて、化学的に活性で測定データの乏しい希土類元素(La, Ce, Pr, Nd, Gd, Tb, Lu)について、熱物性測定実験を実施した。

4. 研究成果

(1) 電気導率測定法の確立

① 試料サイズの影響

直径の異なるアルミ球を浮遊させ、一定の回転磁場中での試料の回転実験を行った。実験結果を図2に示す。

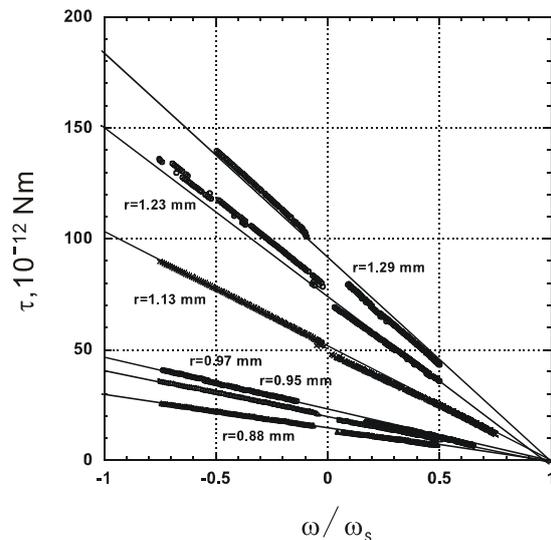


図2 アルミ試料の回転数-トルク計測結果

図2の横軸は試料の回転数を回転磁場の回転数で規格化した数値を示しており、その符号は回転方向が同じ場合は正、逆の場合は負となっている。試料に働くトルクは試料の回転数によって変化し、また、試料径とともに増大する。図3は回転数0におけるトルクと試料径の5条との関係をプロットしたものである。図より明らかに、試料に生じるトルクは、試料径の5条に比例する。この関係は、容器を用いた回転トルク法による電気伝

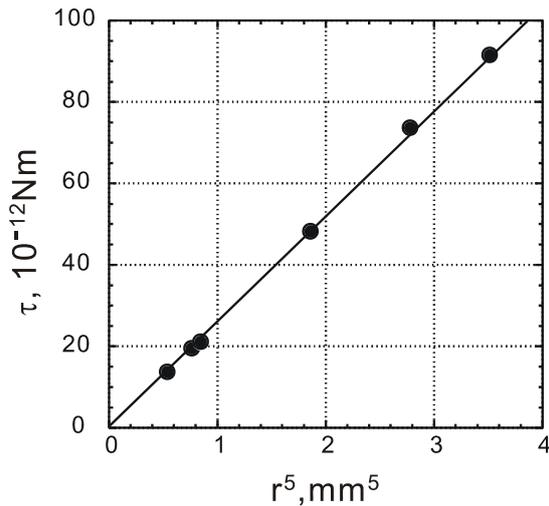


図3 トルクの試料径依存性

導率測定的基础式として Braunbek により提唱されていたものであるが、浮遊する球状試料についても同様の式が当てはまることが実験的に検証された。

②加熱レーザーの影響

加熱レーザーによって試料に回転トルクが与えられることは、Rhim and Paradis により報告されている。その影響は加熱レーザー出力が大きい高温に置いて顕著となるため、高温試料の計測システムの確立を行う本研究でその影響評価と低減法の確立を行った。一定出力の加熱レーザーは光学調整を行わない限り、同一方向に一定のトルクを与えることから、回転磁場により試料を右回転にさせる実験と左回転させる実験を行うことにより加熱レーザーによるトルクの寄与を算出することができるおことを明らかにし、その算出プログラムを構築した。

以上の研究結果を基に、高温固体ジルコニウムの比抵抗（電気伝導率の逆数）測定実験を実施した。結果を図4に示す。他の測定例（文献値）と良い一致が見られ、計測方法としての妥当性が確認出来た。今後の課題として精度の向上および計測時間の短縮があげられる。更に、液体状態では試料の回転数計測が困難であるため測定が出来ていないため、この点を継続して技術開発を行っている。

(2) 定圧比熱測定法の確立

赤外領域の輻射率測定のため、FT-IR をおよび黒体炉を購入し、試料からの発光強度を黒体炉のものと比較することによって輻射率を算出するシステムを構築している。当初、静電浮遊炉から FT-IR への導光に光ファイバーの使用を想定していたが、ファイバーでの減衰が大きく精度が悪いため、浮遊炉チャンバーの光学窓から直接 FT-IR に光を導入するように設計変更を行った。図5に InGaAs デ

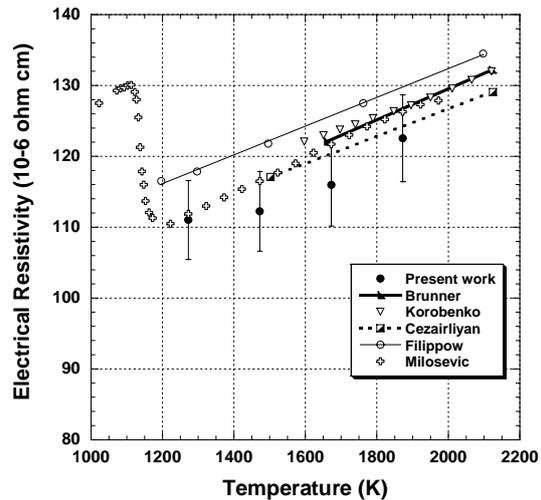


図4 高温固体ジルコニウムの比抵抗

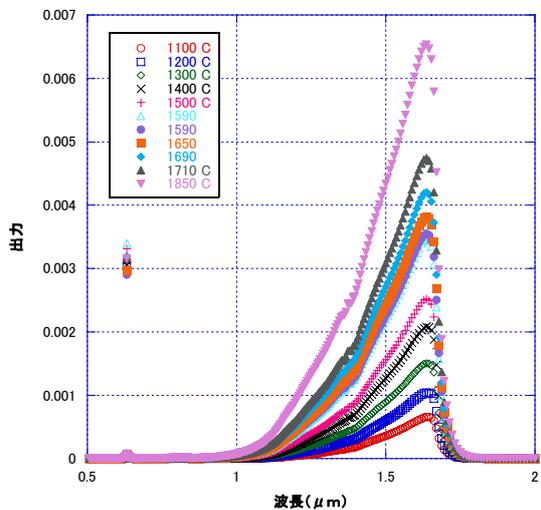


図5 ジルコニウムの発光スペクトル（温度依存性）

テクターを用いて測定したジルコニウム試料の発光スペクトルを示す。これまでの予備実験により、FT-IR と試料とのアライメントが測定精度に大きく影響することが明らかとなったため、今後光学系の再設計を行って輻射率測定に繋げていく。

(3) 粘性係数測定法の高精度化

図6に浮遊位置制御のパラメータを種々に変更して、液滴振動（粘性係数測定）を実施した時の見かけ上の粘性係数の変化を示す。図よりに、位置制御が液滴振動の減衰に影響を与えていることが明らかとなった。図7に試料の大きさを変化させた実験結果を示す。位置制御の影響は、振動周波数が小さく、浮遊のための印加電場が大きくなる場合により顕著になることが確認された。バネ-マス-ダンパーを用いた疑似シミュレーションにより、定量的にもこの効果が確認で

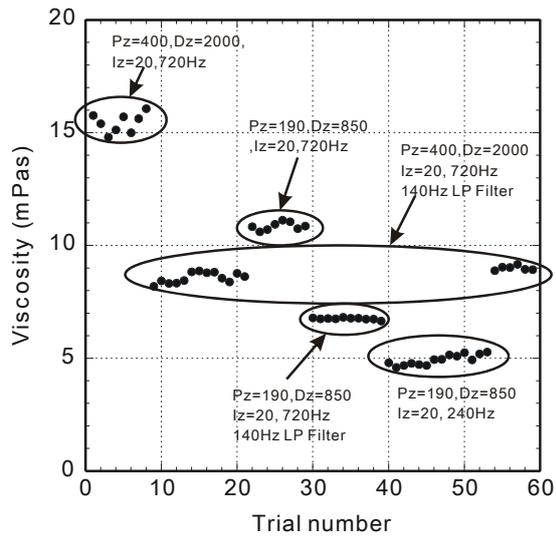


図 6 粘性係数測定に与える位置制御パラメータの影響

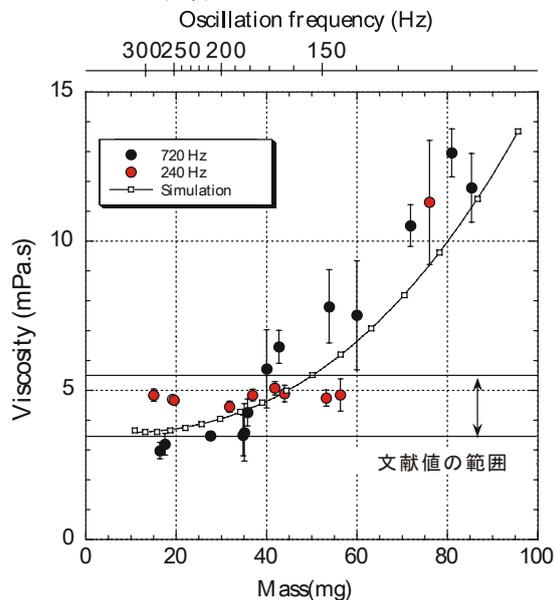


図 7 ジルコニウム試料の粘性係数測定実験—試料サイズの影響—

きた (図 7 にシミュレーション結果を示すとおり、720Hz の制御周波数の実験結果とよく一致している。) この影響を排除するためには、位置制御の周波数帯域と液滴振動の周波数帯域を分離することが重要である。図 7 に制御周波数を 240Hz (制御帯域は 120Hz) とし測定を行った結果を示す。約 60mg (液滴振動周波数 140Hz 程度) まで位置制御の影響を受けることなく、一定の粘性係数値が得られており、周波数分離によって試料位置制御の影響を低減できることを実験的に確認した。

(4) 希土類元素の熱物性測定

化学的活性が高く、測定例が非常に少ない希土類元素の熱物性計測を実施した。密度、表面張力および粘性係数の測定結果をそれ

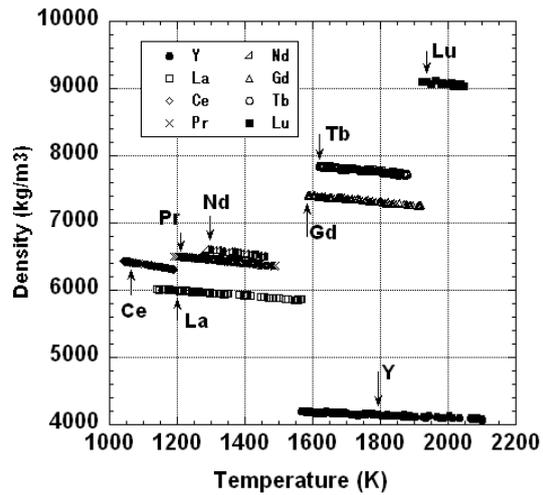


図 8 希土類元素融体の密度

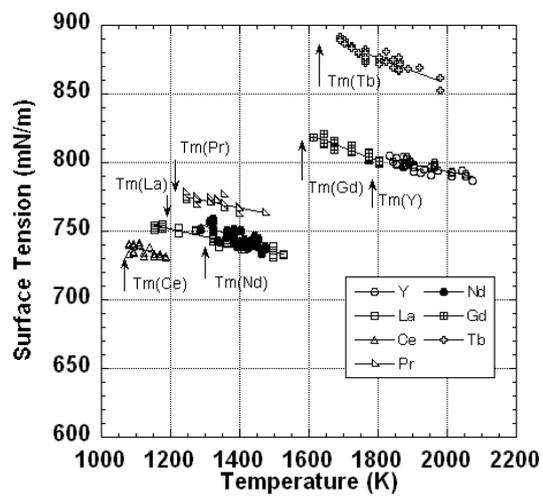


図 9 希土類元素融体の表面張力

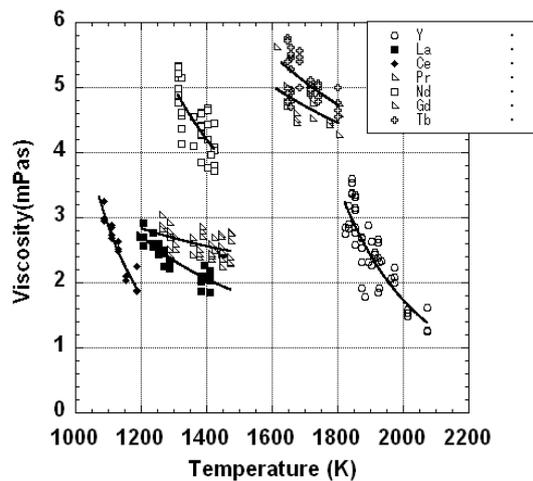


図 10 希土類元素融体の粘性係数

ぞれ図 8, 9, 10 に示す。

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 9 件)

- (1) P. -F. Paradis, T. Ishikawa, N. Koike, “Thermophysical Properties of Molten Yttrium Measured by Non-contact Techniques”, *Microg. Sci. Tech.* **21** (2009), 113-118, 査読有り.
- (2) T. Ishikawa, P-F. Paradis, N. Koike, Y. Watanabe, “Effects of the positioning force of electrostatic levitators on viscosity measurements”, *Rev. Sci. Instrum.* **80** (2009), 013906, 査読有り.
- (3) P-F. Paradis, T. Ishikawa, N. Koike, and Y. Watanabe “Study of Molten Lanthanum, Praseodymium, and Neodymium by Electrostatic Levitation”, *J of Jpn Soc. of Microgravity Appl.* **25** (2008), 407-412, 査読有り.
- (4) P-F. Paradis, T. Ishikawa, N. Koike, “Thermophysical Property Measurements of Liquid and Supercooled Cobalt”, *High Temp.-High Press.*, **37** (2008), 5-11, 査読有り.
- (5) T. Ishikawa, P-F. Paradis, Y. Watanabe, N. Koike, “Development of non-contact electrical resistivity measurement technique using an electrostatic levitator”, *J of Jpn Soc. of Microgravity Appl.* **25** (2008), 399-402, 査読有り.
- (6) P-F. Paradis, T. Ishikawa, and N. Koike, “Non-contact measurements of the surface tension and viscosity of molybdenum using an electrostatic levitation furnace”, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* **25** (2007), 95-100, 査読有り.
- (7) N. Koike, T. Ishikawa, P-F. Paradis, H. Tomioka, Y. Watanabe, S. Yoda, T. Motegi, “Influence of Sample Size on the Viscosity Measurement of Molten Metals with an Electrostatic Levitation Method”, *J of Jpn Soc. of Microgravity Appl.* **24** (2007), 154, 査読有り.
- (8) R. Ishikawa, T. Ishikawa, J. T. Okada, T. Masaki, Y. Watanabe, and S. Nanao, “Thermophysical properties of the melt of AlPdMn icosahedral quasicrystal”, *Phil. Mag.*, **87** (2007), 2965-2971, 査読有り.
- (9) P-F. Paradis, T. Ishikawa, N. Koike, Y. Watanabe, “Physical Properties of Liquid Terbium Measured by Levitation Technique”, *Journal of Rare Earths* **25** (2007), 665, 査読有り.

[学会発表] (計 9 件)

- (1) 岡田純平, 石川毅彦, 濱石光洋, 渡邊康裕, 渡辺勇基, 木村薫, 七尾進, “静電浮遊法を用いた溶融ボロンの粘性測定”, 金属学会 2009 年春期講演大会, 194, 東京, (Mar. 29th, 2009)
- (2) 渡邊勇基, 岡田純平, 石川毅彦, “静電浮遊炉を用いたルテチウム、ガドリニウム融体の熱物性測定”, 日本マイクログラフィティ応用学会第 23 回学術講演会、26B11 京都 (Nov. 26th, 2008) .
- (3) Y. Watanabe , J. T. Okada , T. Ishikawa, “Thermophysical property measurements of molten lutetium and gadolinium with an electrostatic levitator “, 第 29 回日本熱物性シンポジウム、C309, 東京 (Oct. 10th, 2008).
- (4) T. Ishikawa, P-F. Paradis, Y. Watanabe, N. Koike, ”Development of non-contact electrical resistivity measurement technique using an electrostatic levitator”, International Symposium on Physical Sciences in Space 2007, B6-4 Nara, (Oct. 25th, 2007).
- (5) 渡邊勇基, 富岡 浩, 林 義雄, 古池紀之, 石川毅彦, パラディ・ポールフランソワ “静電浮遊炉を用いた Ti-Zr 合金の熱物性測定”, 第 28 回日本熱物性シンポジウム、C112 札幌、(Oct. 24th, 2007)
- (6) P-F. Paradis, T. Ishikawa, Y. Watanabe, N. Koike, ”Study of molten lanthanum by electrostatic levitation ” International Symposium on Physical Sciences in Space 2007, P24 Nara, (Oct. 23rd, 2007).
- (7) 石川毅彦, “静電浮遊法による高温融体の熱物性計測”, 日本鉄鋼協会第 154 回秋季講演大会、54 岐阜、(Sep. 19th, 2007)
- (8) P-F. Paradis, T. Ishikawa, N. Koike, S. Yoda, “Property determination of liquid metals by electrostatic levitation at high temperatures”, 2007 Biennial International Symposium of ELGRA, Florence, Italy, (Sept. 6th, 2007).
- (9) N. Koike, T. Ishikawa, P-F. Paradis, H. Tomioka, Y. Watanabe, S. Yoda, T. Motegi, ”Influence of sample size on the viscosity measurement of molten metals with an electrostatic levitation method”, 2007 Biennial International Symposium of ELGRA, Florence, Italy, (Sept. 4th, 2007).

[図書] (計 1 件)

- (1) T. Ishikawa and P-F. Paradis, “Noncontact thermophysical property measurements of refractory metals using an electrostatic levitator”, in Chap. 9 (p. 173- 195), *High-Temperature Measurements of Materials*, Ed. by H. Fukuyama and Y.

Waseda, Springer Berlin Heidelberg, 2009.

〔産業財産権〕

○出願状況（計0件）

○取得状況（計0件）

〔その他〕

特になし。

6. 研究組織

(1) 研究代表者

独立行政法人宇宙航空研究開発機構・宇宙科学研究本部・准教授

石川 毅彦 (ISHIKAWA TAKEHIKO)

0 0 3 7 1 1 3 8

(2) 研究分担者

独立行政法人宇宙航空研究開発機構・宇宙科学研究本部・教授

依田 眞一 (YODA SHINICHI)

0 0 3 4 4 2 7 6

独立行政法人宇宙航空研究開発機構・宇宙科学研究本部・助教

岡田 純平 (OKADA JUNPEI)

9 0 3 7 3 2 8 2

(3) 連携研究者

芝浦工業大学・工学部・講師

正木 匡彦 (MASAKI TADAHIKO)

0 0 3 6 0 7 1 9