解説

微小重力環境での金属の凝固

茂木 徹一*

Solidification of metals under microgravity conditions

Tetsuichi MOTEGI*

1. はじめに

宇宙を初めとした微小重力を利用した研究の話題が頻繁にマスコミに登場するようになってから久しい。日ごろ、材料に携わっている研究者や技術者も自分の関係する材料が、もし微小重力環境で使用されるとしたらどのような用途があるのか、またこの環境を利用して材料を作るとしたら、どのような性質のものが得られるのか、どのような問題が起こるのか、などを考えるのも興味のあることと思われる。

ところで宇宙における金属材料を考える場合、宇宙環境で使用される材料と、この環境を利用して創製される材料に分けられる。前者は宇宙基地の構成材料やロケット、スペースシャトルなどの飛翔体材料であり、これらについては坂本の解説に述べられている¹⁾。

一方、宇宙で材料を創製する意義は、微小重力という最大の特徴を生かして、地上では作り得ない高品質、高機能、高性能材料を作製し、科学技術の発展に寄与することである。このようなことから、各方面から材料実験が計画され、実施されようとしている。現在の宇宙での材料実験に関する体系は栗林ら²⁾の報告に述べられている。

微小重力環境は人為的にも作ることができるが、なんといっても宇宙空間は無限の広さを持ち、高真空であり、微小重力も安定した環境であると考えられる。しかし現状ではこの自然の空間は材料の製造には十分活用されていない。現在行われているスペースシャトルなどに代表されるスペースラブや各種のロケット、落下塔などを利用した材料の研究は、人類が無重力下で実用材料を製造するための第一歩である。今世紀末にはNASAが宇宙基地の建設を始めるといわれている。このときには、

ESAと共に、日本も独自のモジュールを本体に接続する計画である。この過程をへて、将来、宇宙における無人の材料製造工場が建設され、われわれに有用な材料を供給してくれるものと思われる。しかしながら、実用材料を製造する段階に到達するには、まだまだ解決しなければならない難題が多く、時間と多額の費用を必要とするであろう。

我が国の微小重力環境を利用した材料の研究は現在までのところ米国、ソ連、ドイツ、フランスなどの諸外国に比べてたいへん少ないのが実状である。1992年に表1に示したような22のテーマの第一次材料実験 (FMPT) がNASAのスペースシャトルを使用して行う予定であるが、これを機会に研究がいつそう盛んになることが望まれる。

この解説では、微小重力環境で行われた研究のうち、主にアルミニウムをはじめとした金属材料および金属基複合材料についての材料実験を取り上げて、それらの研究の現状と成果および問題点を述べることにする。

2. 微小重力実験手段

図1は現在までに用いられている主な微小重力実験の手段を示したものである。ロケット、航空機、落下塔、スペースシャトル、スペースステーションなど、さまざまな手段が用いられて実験が行われ、また計画されている。これらの各手段は微小重力の大きさと持続時間がそれぞれ異なり、それにより実験の内容も制約を受けることになる。

3. 微小重力下での溶解凝固の特徴

微小重力下で金属を溶解凝固する場合の特徴は、重力に基づく対流の発生がないこと、無容器で溶解凝固が行

* 千葉工業大学 (習志野市)。Chiba Institute of Technology (Narashino-shi, Chiba)。

受理日：平成3年10月14日

表1 第1次材料実験テーマ

1	狭バンドギャップ三元混晶半導体 PbSnTe 単結晶の無重力下における結晶成長
2	無重力下における帯溶融法による PbSnTe 大形単結晶の試作
3	浮遊帯域溶融法による化合物半導体結晶の作製
4	新超電導合金の溶製
5	複合脱酸した鋼塊中の脱酸生成物の生成機構
6	粒子分散型合金の作製
7	二種の熔融金属の相互拡散および凝固生成する合金、化合物の組織と構造
8	ガラスの高温挙動
9	シリコン球結晶の成長とその表面酸化
10	非混合合金系の凝固・成長に関する研究
11	高剛性・超低密度炭素繊維/アルミニウム合金複合材料の製造研究
12	液相焼結機構の研究
13	無重力下における Si-As-Te アモルファス半導体の製造
14	無重力下における気相金属凝結機構の研究
15	音波浮遊装置内での液滴の挙動と音波干渉履歴の研究
16	温度勾配および超音波定常波のある場における泡の挙動
17	非可視域用光学材料の研究
18	無重力下での材料製造過程におけるマランゴニ対流の研究
19	無重力条件下における共晶系合金の凝固に関する研究
20	無重力下におけるサマルスカイトの合成
21	無重力環境下における有機金属結晶の成長
22	無重力環境下における化合物半導体の作製 (InGaAs の研究)

図1 各種の微小重力環境で実験可能な重力加速度とその保持時間

えること、液中に第2相としての固体、液体、気体が存在しても、密度差による沈降や浮上が起こらないことなどである。これらの特徴を十分活用すれば、良く制御された均一な組成と組織を持つ材料の製造が可能で、さらに容器からの不純物の混入などの防止も期待でき、高純度材料の製造も可能である。

その反面、無重力下では地上の現象からは予想できないことも現れる。その代表的なものがマランゴニ対流である。これは表面張力や界面張力に起因した流動で、地上では重力による対流のために隠蔽されて現れないが、微小重力下では顕著に現れる。したがって、気-液界面や液-液界面に温度差や濃度差がある溶液や融液では、この対流が起こる可能性があるわけで、このことが均質な材料の製造にとってどのように影響するか、大きな問題点でもある。

4. 金属の過冷凝固

一般に金属は平衡凝固温度以下まで過冷して、核生成が起こり、凝固が開始する。合金の場合はとくに過冷度の大きさは凝固組織にも関係するために、組織の制御のために過冷現象を利用する方法も検討されている。

地上では、材料の溶解のために、るつぼなどの容器を使用する必要があるために、バルク状態での過冷度は、るつぼ壁面での不均質核生成を常に考慮しなければならない。

これに対して、微小重力下では無容器で溶解凝固が行えることから、過冷度の測定はるつぼ壁面の影響を無視できるために、均質核生成が起こるのに必要な金属の過冷度を知ることが可能と思われる。

それにもかかわらず、これまでに微小重力下ではアルミニウムをはじめ軽金属の過冷度の測定に関する報告は少なく、わずかに純Tiが、NASA Marshall Space Flight Centerの落下チューブを用いて、数100 mgを無容器溶解で行われたことが報告³⁾されているのみである。この落下チューブでは、他にも比較的高融点の純Zr, Nb, Mo, Ru, Hf, Ta, Pt, Ir, RuおよびNb-Ge共晶合金について過冷度が測定されている^{3), 4)}。落下チューブや落下塔での実験は微小重力時間が10秒以内という短時間であるために、実験できる試料の種類と大きさが制約されるという問題がある。

過冷度に関するデータは現在のところ少ないものの、微小重力下で得られた過冷度はいずれも地上よりも大きくなり、異質核生成の影響が少ないことが推測される。

5. 合金の凝固

5.1 固溶体合金

一般に、これまでの地上での研究において、固溶体合

金がセル組織やデンドライト組織の形態をとるのは、(1)式で表わされる界面形態安定性の条件が満たされなくなった場合であることが知られている⁵⁾

$$\frac{G}{R} > \frac{mC_0}{D} \cdot \frac{(1-k_0)}{k_0} \quad (1)$$

ここで、 G は凝固界面前方の液体の温度勾配、 R は凝固速度、 m は液相線の勾配、 C_0 は初期溶質濃度、 D は融液中の拡散係数、 k_0 は平衡分配係数である。この式は重力項がないために、微小重力下の凝固にも適用できると考えられるが、対流の有無は凝固時の融液の温度の均一化や凝固前面の熱境界層の大きさに影響を及ぼすために、 G に影響を及ぼすし、また拡散も対流の有無により現実には異なるはずである。したがって(1)式は厳密には微小重力下では成立しなくなる。

一方、デンドライトに関する研究は、デンドライトアーム間隔の測定やアームの粗大化速度、粗大化機構についてのものが多い。また地上では対流のために、対称形をしたデンドライトが得られにくいことから、対流の影響のない微小重力下において、デンドライトの成長や形状を調べる研究も行われている。

デンドライトの粗大化メカニズム⁶⁾は2つの理論が考えられている。すなわち、デンドライトアームの溶融する場合と合体する場合である。アーム先端の曲率半径が異なるときは溶融が起こりやすく、その曲率半径がほぼ等しいときは合体が起こりやすい。微小重力下でのAl-Cu合金のデンドライトアーム粗大化機構はアームの合体であることが報告されている⁷⁾。

表2は各合金について測定されたアーム間隔を地上での測定結果と比較したものである^{8)~13)}。この結果から、微小重力下でのデンドライトの1次および2次アーム間隔は地上で成長したものよりも大きくなることが明らかである。2次アーム間隔は局部凝固時間の短いほど小さくなることから、微小重力下では対流の抑制により、局部凝固時間が長くなり、アーム間隔も大きくなったものと説明されている⁷⁾。

5.2 等軸晶-柱状晶遷移機構

鑄塊や鑄物の凝固組織に現れる柱状晶から等軸晶への遷移機構は、これまでも定説がなく、常に議論的であった。たとえば、組成的過冷により液中で異質核生成されるとする説¹⁴⁾、デンドライトアームが溶断するとする説¹⁵⁾、鑄型近傍の液体が過冷して核生成するとするフリーチル晶説¹⁶⁾、著者らが凝固現象のその場観察に基づいて提唱した結晶遊離説¹⁷⁾などである。このような種々の説明のうち、どれが正しいのかを明らかにするために、微小重力下での研究が行われた。Johnstonら^{18),19)}はこの環境では熱対流がないことからデンドライトアームの溶断も起こらないと考え、Sn-15%PbおよびSn-3%Bi

表2 デンドライト間隔に及ぼす微小重力の影響

合 金	重力レベル (地上 1 g)	デンドライト間隔	文献
Al-Cu	10^{-3}	+150% (1次アーム)	8
Al-Cu	10^{-3}	+500% (1次アーム)	9
Pb-Sn	10^{-2}	+50% (2次アーム)	10,11
Fe-C-Si-P	10^{-2}	+20% (2次アーム)	12
NH ₄ Cl-H ₂ O	10^{-4}	+30% (2次アーム)	13
NH ₄ Cl-H ₂ O	10^{-4}	+10% (3次アーム)	13

合金を用いて、SPAR計画において、ロケット実験および航空機による弾道飛行微小重力実験を行った。とくにSn-15%Pb合金では、ロケットによる μg および地上においては遠心力による5gまでを与えて、凝固組織に及ぼす対流の影響を調べた。また合金モデルとして、NH₄Cl-H₂Oを用いて、ロケット内でのその場観察実験を行い、デンドライトアームの溶断の有無を調べた。これらの一連の実験結果から、 10^{-2}g 以下では対流が抑制されるために、デンドライトアームの溶断は起こらないこと、組成的過冷による核生成も起こらないこと、したがって、Sn合金の凝固組織は地上での結果と比較するとたいへん粗大になること、反対に高gになるほど結晶粒は微細になることを明らかにした。またモデル合金のその場観察では、一方向凝固中にデンドライトアームの溶断も組成的過冷による液中の核生成も観察されなかったにもかかわらず、結晶の成長前面の液中に新しい結晶が出現することを認めた。この原因をJohnstonらは、ロケットの発射前に液体が不注意に冷却されて、いくつかの結晶核が液中に運ばれた結果生成されたものであると説明した。これに対して、McCay²⁰⁾はこの実験結果を詳細に検討し、組成的過冷の結果固-液界面前方に核生成したものであることを述べた。

その後Papazianら²¹⁾もSPAR5ロケットでNH₄Cl-H₂Oの凝固現象をその場観察法により調べて、デンドライトの成長挙動を明らかにした。その結果、微小重力下では、地上のようなデンドライトアームの溶断も、固-液界面前方の液体中での核生成もまったく認められないことを報告した。また故意に液中に作った結晶核も成長する柱状晶に取り込まれて、等軸晶生成に何も役立たないことを示した。

著者ら²²⁾はモデル実験から、対流を抑制した場合、このような固-液界面前方に生成する結晶は組成的過冷やデンドライトアームの溶断によるものではなく、試料溶液を入れたガラスセルの一方向冷却中の保温が不十分のために、セルの壁面で核生成した結晶が成長したものであることを明らかにした。

5.3 共晶合金

共晶合金は理論的には重力下でも均一に溶解でき、凝固組織も均一微細になることが知られている。それにもかかわらず微小重力下での研究が盛んである。この理由は2つある。第一は共晶合金を熱対流のない状態で一方凝固して、共晶ラメラ、ファイバーあるいはロッドの整列したしかも欠陥のない組織を得ること、第二は微小重力下でのこの合金の凝固機構を明らかにすることである。前者は整列した組織を作って、共晶複合材料あるいは磁性材料など機能材料への応用をめざしている。

現在までのところ、アルミニウム合金としては、Al-Cu, Al-Si, Al-Ge, Al-Ni により、微小重力下での凝固メカニズムおよび一方凝固による共晶ラメラやファイバーの整列化とそれらの間隔および欠陥密度に関する研究が行われている。とくに一方凝固の研究は、組織的に欠陥のない完全に整列した共晶複合材料の製造の可能性を探るための基礎的なものが多い。図2はAl-Cu合金のラメラ間隔と欠陥密度の関係を示したものである²³⁾。

共晶合金の整列した組織の間隔は次の関係が成り立つことが知られている。

$$\lambda^2 R = \text{一定} \quad (2)$$

ここで λ は間隔、 R は凝固速度である。これまでの研究によると、地上と微小重力下で凝固させて比較した λ の大きさは、合金の種類により異なり、微小重力下のほうが大きくなるAl-Al₃Ni合金、小さくなるInSb-NiSbおよびMn-MnBi合金、あるいは変わらないAl-Al₂Cu合金があり、必ずしも一致せず、この理由が明らかでない。

他方、微小重力下での共晶合金の初晶と共晶の関係など、この合金の凝固メカニズムも明らかでない部分が多い。

Carlberg²³⁾はAl-Cu, Al-SiおよびSn-Zn合金を用いて、TEXUS ロケットにより、溶解凝固実験を行った。その結果、Al-CuおよびSn-Zn合金の共晶組織は粗大になり、組織も整列化しやすいこと、これに対して過共晶Al-Si合金の凝固組織は、地上で得られる結果と比べて何も変化のないことを報告し、初晶Siは融液中での不均質核生成により生じたことを述べた。しかしながら、過共晶Al-Si合金の初晶Siは融点が高いために、6 min間の弾道飛行中に初晶Siが完全に溶解したか、一部が未溶解のまま残って再凝固したかが分らず、疑問を残している。このようなことから、Al-Siの初晶Siのような融点の高い結晶を含む合金を用いると、結果の解析に不明瞭な部分を残すことになり、試料の選択として適当でない。また地上で準備する試料も自由凝固させたものではなく、一方凝固させて組織を整列化しておくほうが、溶解の確認と凝固のメカニズムを考えるうえで

図2 微小重力下で凝固したAl-Cu共晶合金のラメラ間隔と欠陥密度の関係²³⁾

都合がよいと考えられる。

5.4 偏晶合金

Al-Pb, Al-In, Al-Bi などをはじめとした偏晶系合金の過偏晶組成は、2液相に分離する領域があるために、地上では急冷凝固しても冷却過程で液相の合体が起こり、なかなか均質な分散組織を得ることができない。そこでこの合金は2液相の分離の起こらない、宇宙の微小重力下での溶解凝固の研究を行い、均一分散粒子や規則的な整列組織をもった合金を作り、新しい機能材料を作る試みが早くから行われ、例えば繊維分散超電導体や防振用材料、粒子分散複合材料などへの応用が期待されていた。

しかしながら、初期の実験では偏晶合金の第2相を均一に分散させることは失敗に終わり、図3に示されたように第2相が分離した組織のみが得られた²⁴⁾。このような分離の起こった実験例とその原因については高橋ら²⁵⁾の解説に詳細に述べられている。その後もこの合金について種々の基礎実験が行われ、微小重力下での分離を引き起こすメカニズムは多数あることが明らかにされた。

当初は相分離を起こすもっとも大きな原因は合金の溶解方法にあるとされ、微小重力下で果たして合金は均一な液体になったのかどうか、疑問が残った。すなわち、微小重力下では対流がないために、均一融液にするには予想以上の加熱時間が必要であることが知られた。そしてこの結果にもとづいて、均一液相温度以上になった後、どのようにすれば短時間で均一液相にすることができかが研究され、超音波による攪はんを与える方法が

(a) Al-35 mass% In

(b) Al-73.9 mass% In

図3 相分離を示した Al-In 合金の例²⁴⁾
 明るい領域: Al, 暗い領域: In

良いことが報告され、高橋ら²⁵⁾は TT-500A ロケットによる実験において、Al-30% In 合金に超音波振動子を、また Clamcy ら²⁶⁾は TEXUS ロケットにおいて、Pb-5% および 15% Zn 合金にミキサーを用いて混合の効果を確認した。すなわち、均一液相に攪はんを与えた場合は微細な分散組織が生成され易く、攪はんを与えないと凝集や分離が起こり易い。とくに臨界濃度に近い Zn-15% Pb 合金では、攪はんしない場合の小滴は攪はんしたものより直径が12倍も大なることを明らかにし、第2相の均一分散化には攪はんが重要な因子であることを強調した。また、上記の結果をさらに考察したところ、第2相の体積率が分離に影響を及ぼすことも明らかとなった。

Frederiksson ら²⁷⁾は第2相の小液滴は第1相の液中に不均一に分散しているために、小滴が成長するとき互いに近づくか、衝突して合体する。この衝突が起こる確率は第2相の体積に比例するために、それが大きいほど合体して分離が起こりやすくなると説明した。さらに小滴の合体はストークスの法則による移動よりもかなり早く

短時間で行われることから、2液相間で起こる温度および濃度勾配に起因したマランゴニー対流による移動についても研究した。またこの場合、凝固界面によって排除された小滴の合体も起こりうることを示された。他方、合金融液を保持するための容器と融液の濡れ性も相分離に影響することが明らかとなった。Langbein⁴²⁾は Al-In, Zn-Bi 系の非混合合金が相分離するメカニズムを調べて、微小重力下ではるつぼ壁面での濡れ性の違い、核生成速度の局所的な違い、マランゴニー対流の発生、界面エネルギーの違い、毛管現象、凝固時の体積収縮などが因子として考えられ、とくにマランゴニー対流とるつぼの壁面での濡れ性の違いが分離に大きく影響することを明らかにした。Andrews ら²⁸⁾は Cu-Pb-Al 合金を用いて、微小重力下で非混合2液相間の界面エネルギーが第2相の分散にどのように影響するかを調べた。L₁相とL₂相の界面エネルギーの高いほど、容易に第2相は合体を起こし、分離を促進するものと予想されたが、結果はまったく逆であった。これは Pb に富んだ第2相がアルミナるつぼとよく濡れるためで、分散した Pb の小滴がるつぼと接触すると、Pb はるつぼ壁面を広がり、それによる対流が生じる。そのために、また次の Pb 小液滴はるつぼ上において広がり、やがて分離が起こると結論づけた。

戸叶ら²⁹⁾は TEXUS ロケットを用いて、Al-Pb-Bi 合金を窒化ボロンるつぼに入れて溶解した。結果は Pb-Bi 粒子が均一に分布していて、全体的には上方に移動している様子が認められた。これは試料の上下での温度勾配によるマランゴニー力に Pb-Bi 液滴に働いたためと推定された。また毛利ら³⁰⁾は KC-135 航空機を用いた実験で、Al-Pb-Bi 合金を20秒間、10⁻² g の微小重力下で一方向凝固させた結果を比較し、数10 μm の粒子は微小重力下のほうが均一に分散すること、1 μm 程度のものは両方で差がないことを明らかにした。さらに超電導測定を行い、微小重力下の試料の方が高い臨界温度を持つ相が多く存在することを明らかにした。

このように最近の研究において、相分離を引き起こすいろいろの因子の影響が明らかにされたために、第2相が均一に分散した組織が得られるようになってきた。

5.5 包晶合金

アルミニウム基合金合金平衡状態図には包晶反応系を持つものが多い。たとえば、Al-Ti, Al-Zr, Al-Cr, Al-Mn, Al-Nb, Al-V などである。これらの合金系での過包晶組成では、初晶としていずれも、Al と成分元素間で金属間化合物が晶出して、地上での凝固では融液との密度差のために、初晶は包晶反応を起こす前に沈降することが考えられる。微小重力下ではそのような心配がないために、微細な初晶が全体に分散され、包晶凝固後は

一種の分散強化型複合材料として期待できる。しかしこの合金での研究は行われていない。わずかに、Clyneら³¹⁾がAl-ZrおよびAl-Nb合金で、これらのことを証明しようと実験計画を立てている程度である。

6. 分散強化型金属基複合材料

金属マトリックス中にセラミックスや金属の粒子あるいは繊維を加えて分散強化した金属基複合材料は従来の合金では得られない特徴を持つために、工業的にも重要性を増している。これらの材料は粉末冶金法や溶解鋳造法で製造されているが、地上での溶解鋳造法では重力の影響を受けて、マトリックスと分散粒子の比重の差や自然対流のために粒子を均一に分散させた材料を作ることが難しい。そこで微小重力効果を狙った粒子の均一分散に関する研究が着目され、実施されてきた。

複合材料の製造における他の大きな問題点はマトリックスと粒子や繊維およびるつぼ壁との界面の濡れ性および凝固界面の移動による粒子や繊維の挙動である。これらの強化粒子や繊維が微小重力下でどのような挙動を示すかを明らかにすることが課題である。

現在までのところ、マトリックスとして軽金属を用いた複合材料の研究は少ない。Froyenら³²⁾はSL-D1 ミッションにおいて、Alマトリックスに Al_2O_3 , W, Mo, SiCを添加した複合材料の研究を行った。その結果どの試料も宇宙で溶解凝固したものは粒子の分散が均一であり、収縮孔やガスホールが少ないこと、硬さは均一であることを明らかにし、微小重力下での均一分散粒子複合材料の製造の可能性を示した。さらにこれらの結果をもとにして、粒子の凝集する理論を導いた。

Dhindawら³³⁾はAl-6.1%Niに8 vol%SiCを添加してKC-135航空機による弾道飛行中にブリッジマン型の一方向凝固実験を行った。その結果、SiCの分散はその粒子の大きさ、温度勾配、凝固速度に関係することが見いだされた。すなわち、粒子大きさ $7\mu\text{m}$ 以下のものは温度勾配(G)と凝固速度(R)の大小に関係なく、つねに凝固界面によって排除されて、マトリックス中に分散されなかったこと、しかしそれが $50\sim 150\mu\text{m}$ のものは凝固速度が 20 mm/min で、 $G/R \leq 0.475$ のときに界面に取り込まれて分散されることを明らかにした。これらのことから、臨界凝固速度を定義し、これよりも大きければ凝固界面での粒子の捕捉が行われ、小さければ排除されることを示した。またこの臨界凝固速度は粒子の大きさとも関係し、その直径の増加と共に減少することも明らかにした。

Froyenら³⁴⁾は、TEXUSロケットを用いて、Cu-SiC系の溶解凝固実験を行い、カートリッジと試料の濡れ性の良い場合は、溶けたCuがカートリッジに吸い取られ

て、浸み出しを生じ、ガス気孔や流れを生じた。また両者の濡れ性の悪い試料では、漏れはなかった。しかしどの場合もSiCは試料の外側に押し出されて存在した。さらにDeruyttereら³⁵⁾もTEXUSロケットによる実験で、CuマトリックスとSiC, SiO_2 あるいはW粉末粒子との複合化の研究を、濡れ性の良い溶解用るつぼおよびそれが悪いるつぼとの関係で研究を行った。その結果、マトリックスとるつぼの濡れ性が良い場合は、マトリックスとは濡れの悪い粒子は均一な分散は可能であるが、マトリックスと粒子の反応が起こるような時は微小重力下でも対流が起こり、粒子は移動して分散が難しいこと、さらにるつぼとマトリックスの濡れ性が悪い場合は粒子の均一な分散は難しいことを示した。この結果から、アルミニウムマトリックス中にマトリックスとは反応を起こさずに、濡れにくいSiCを均一に分散させることが可能であることを示唆した。

7. 熔融金属中のガスの挙動および気泡強化金属

宇宙の微小重力環境は高性能、高機能材料の創製の場として期待することが大きい。この場合とくに作られた材料中にガスが不純物として存在したり、気泡の存在することは避けなければならない。しかも、いったんガスが気泡として形成されるとその除去が困難になる。このことから、溶解に使用される材料はすべて前処理により脱ガスしておくことが重要である。しかしながら、このようにしても溶解凝固中に合金成分間の反応により、あるいは界面での溶質ガス成分の濃化により形成される気泡や粉末を原料として溶解される場合の粒子間に存在するマイクロポアがそのまま気泡として形成された場合はその移動除去が難しい。これらに関する研究もきわめて少ないのが現状である。

Barbierriら³⁶⁾は地上でAg-Cu合金粉末を成形圧縮し、脱ガスを行って作製した試料を微小重力下で溶解凝固させて、粒子間のマイクロポアがマイクロバブルとなり、この気泡が臨界サイズ以下では凝固界面に排出されるが、臨界サイズ以上になると、捕捉されて共晶ラメラ間に気泡として存在することを明らかにした。

このような微小重力下でのガスの挙動はその場観察により、目で確認したほうが理解しやすい。そこでその場観察が可能な透明モデル溶液を用いて、気泡を生成させてその挙動を調べた研究がある。Papazianら^{37), 38)}は透明な CBr_4 溶液がデンドライト状に結晶成長することに着目して、これに窒素ガスを飽和させて、SPAR 1ロケットにおいて微小重力実験を行った。その結果、気泡の核生成は固-液界面で容易に起こり、重力下におけるように浮上はしないで、界面にて捕捉される。気泡の形状

は温度勾配に依存して、20°C/cm では管状に、また 5°C/cm では球状に成長することを明らかにした。

しかしながら、熔融金属中の気泡をどのようにすれば簡単に除去することができるのか、その脱ガス技術を開発するには今後いっそうの研究が必要と思われる。

一方、微小重力環境では熔融金属中に存在する気泡は容易に移動しないことに着目して、金属中に気泡を均一微細に分散させて、金属の強化と軽量化あるいはその他の新しい機能を持った材料としての用途の開発を狙った研究も行われている。Shahani ら³⁹⁾は純アルミニウム、Al-4%Ti および Al-10%Fe 合金に過飽和の水素ガスを入れた試料を地上で作し、小形ロケットおよび航空機実験による溶解凝固を行った。その結果、気泡の形状はほぼ球状であり、ロケットや航空機の低重力下では、ストークスの法則に基づいた気泡の浮上が起こり、大きい気泡は小さいものより速く浮上すること、また気泡の合体も起こること、アルミニウム中に TiAl_3 や FeAl_3 の化合物が存在すると、気泡の移動と合体に影響することなどを明らかにした。さらに気泡を均一に分散させるための研究は、銅中に CO ガスをまた錫中に CO_2 ガスをいれることも試みられ、Pond ら⁴⁰⁾が SPAR 5 のロケット実験において、銅の中に CO ガスを

の反応を利用して、分散を行った。

さらに Cocks⁴¹⁾らは Mg-Li 合金のような軽合金に気泡を分散させ、この超軽量材料を宇宙で製造して、そのまま宇宙での構造材料として使用する可能性を検討している。地上のような腐食の心配のない宇宙空間での使用であれば、軽量である Mg 合金は他の材料よりも地上からの運搬も容易であり、宇宙構造材料としては最適であると考えられる。

8. おわりに

宇宙という広大な無重力空間と高真空、豊富な太陽エネルギーを用いての材料の創製を目指して微小重力下での材料に関する研究は進められている。ここでは微小重力下における金属の凝固の観点から解説を試みた。

とくに日本はこの分野の研究は実験数も欧米諸国に比べて少なく、遅れをとっていることは否定できない。これは独自の微小重力実験設備が少なく、とくに長時間の実験は米国やソ連の宇宙機関を頼っているためである。幸いにも、本年北海道に砂川に地下無重力実験センターが開設され、10秒間ではあるが、微小重力実験が可能になった。同様の実験設備が岐阜県にも建設中である。これら設備と共に、航空機実験やロケット実験、さらには長時間の宇宙実験が可能な設備の整備と建設が日本においても今後いっそう進むことを望む次第である。

付録 文中の略称

- ESA: European Space Agency (ヨーロッパ宇宙機関)
 FMPT: First Material Processing Test (第1次材料実験)
 GAS: Get Away Special (NASA スペースシャトルのペイロードに余裕のあるときに搭載される全自動実験装置)
 KC-135: NASA の所有する微小重力実験用航空機
 NASA: National Aeronautics and Space Administration (アメリカ航空宇宙局)
 SL-D1: ドイツがスペースシャトルを用いて行った微小重力実験
 SPAR: Space Processing Applications Rocket (NASA の打ち上げた無人ロケット)
 TEXUS: Technische Experimente unter Schwerelosigkeit (ドイツ航空宇宙研究所と ESA が共同運行する無人ロケット)
 TT-500A: 宇宙開発事業団の打ち上げた無人ロケット

参考文献

- 坂本 昭: 日本金属学会会報, **27** (1988), 860.
- 栗林一彦, 鈴木俊雄, 堀内 良: 日本金属学会会報, **30** (1991), 199.
- W. H. Hofmeister, M. B. Robinson and R. J. Bayuzick: Appl. Phys. Letter, **49** (1986), 1342.
- W. H. Hofmeister, N. D. Evans, R. J. Bayuzick and M. B. Robinson: Met. Trans., **17A** (1986), 1421.
- W. C. Winegard and B. Chalmers: Trans. ASM, **46** (1954), 1214.
- J. J. Favier, J. Berthier, Ph. Arragon, Y. Malmejec, V. T. Khryapov and I. V. Barmin: Acta Astronautica, **9** (1982), 255.
- Y. P. Young and D. H. Kirkwood: Met. Trans. A, **6A** (1975) 197.
- P. A. Curreri, J. E. Lee, D. M. Stefanescu: Met. Trans., A, **19A** (1988), 267.
- D. Camel, J. J. Favier, M. D. Dupouy, and R. Le. Maguet: Scientific Results of the German Spacelab Mission D1, P. R. Sahm, R. Jansen, and M. H. Keller, eds., DFVLR, Germany, (1987), CH. 4, p. 11.
- M. H. Johnston and R. A. Parr: Met. Trans. B, **13B** (1982), 85.
- M. H. Johnston and R. A. Parr: Materials Processing in the Reduced Gravity Environment of Space, G. E. Rindone, ed., New York, North-Holland, (1982), p. 651.
- D. M. Stefanescu, P. A. Curreri and M. R. Fiske: Met. Trans. A, **17A** (1986), 1121.
- M. H. Johnston and C. S. Griner: Met. Trans. A, **8A** (1977), 77.
- W. C. Winegard and B. Chalmers: Trans. Am. Soc. Met., **46** (1954), 1214.
- K. A. Jackson, J. D. Hunt, D. R. Uhlman, and T. P.

- Steward, III: Trans. Met. Soc. AIME, **236** (1966), 149.
- 16) R. Genders: J. Inst. Metals, **35** (1926), 259.
 - 17) A. Ohno, T. Moteg and H. Soda: Trans. ISIJ, **11** (1971) 18.
 - 18) M. H. Johnston and R. A. Parr: Met. Trans. B, **13B** (1982), 85.
 - 19) M. H. Johnston and R. A. Parr: Materials Processing in the Reduced Gravity Environment of Space, G. E. Rindone, ed., New York, North-Holland, (1982), 651.
 - 20) M. H. Macay: NASA Tech. Memo. No. NASA-TM-4019, **1** (1980), 459.
 - 21) J. M. Papazian and T. Z. Kattamis: Met. Trans. **11A**, (1980), 483.
 - 22) 茂木徹一, 大野篤美, 南和一郎: 第6回宇宙利用シンポジウム, (1989), 344.
 - 23) T. Carlberg: Proc. of 3rd European Symp. on Material Science in Space, (1979), ESA SP-142.
 - 24) K. Löfberg and V. Dietl: NASA TM **78125** (1977), 403.
 - 25) 高橋恒夫, 神尾彰彦, 手塚裕康, 熊井真次: 軽金属, **8** (1984), 479.
 - 26) P. F. Clamcy and W. Heide: Proc. Workshop on Effect of Gravity on Solidification of Immisibile Alloys, (1984), ESA SP-219.
 - 27) H. Frederiksson: Proc. Workshop on Effect of Gravity on Solidification of Immisibile Alloys, (1984), ESA SP-219.
 - 28) J. B. Andrews and A. C. Sandrin, and P. A. Curreri: 2nd International Symposium on Experimental Methods for Microgravity Science Research, (1988), 69.
 - 29) K. Togano, Y. Yoshida, K. Tachikawa and K. Nii: 宇宙環境利用国際シンポジウム In Space '86前刷集, (1986), 1.
 - 30) 毛利 衛, P. Curreri, G. Smith, M. K. Wu, D. R. Dietderich, 戸叶一正: 日本マイクログラビティ応用学会誌, **7** (1990), 22.
 - 31) T. W. Clyne and P. J. Goodhew: Proc. Workshop on Effect of Gravity on Solidification of Immiscible Alloys, (1984), ESA SP-219, 71.
 - 32) L. Froyen and A. Deruyttere: Proc. of 5th European Symposium Materials Sciences under Microgravity, (1984), ESA SP-222.
 - 33) B. K. Dhindaw A. Moitra, D. M. Stefanescu, and P. Curreri: 2nd International Symposium on Experimental Methods for Microgravity Science Research, (1988), 123.
 - 34) L. Froyen and A. Deruyttere: Proc. of the 4th European Symposium on Materials Sciences under Microgravity, (1983), ESA SP-191.
 - 35) A. Deruyttere and L. Froyen: Proc. Workshop on Effect of Gravity on Solidification of Immisibile Alloys, (1984), ESA SP-219, 65.
 - 36) F. Barbierri, P. Gondi, R. Montanari and C. Patuelli: Earth-Orient. Applic. Space Technol., **5** (1985), No. 5, 447.
 - 37) J. M. Papazian and W. R. Wilcox: SPAR III Final Report NASA TM-78137 (1978), VI-1.
 - 38) J. M. Papazian, R. Gatowsky and W. R. Wilcox: AIAA J. **17** (1979), 1111.
 - 39) H. Shahani and H. Fredriksson: Proc. of 4th Sympo. on Materials Science under Microgravity, (1983), ESA SP-191, 71.
 - 40) R. B. Pond and J. M. Winter, Jr: Rerort of SPAR Experiment 77-9/IR (1986), 77.
 - 41) F. H. Cocks, J. P. Morrill and M. R. Feldmann: GAS Experimenter's Symposium, NASA Conference Publication, 2324 (1984).
 - 42) D. Langbein: Proc. Workshop on Effect of Gravity on Solidification of Immiscible Alloys, (1984), 3.