

# ふわっと'92 第一次材料実験に参加して スペースシャトルでのガラス溶融実験

大阪工業技術研究所 エネルギー変換材料部

早川 悅二

Junji Hayakawa

Government Industrial Research Institute, Osaka



平成4年9月12日アメリカ東部時間10時23分、スペースシャトル、エンデバー号(Fig. 1)はフロリダ州ケネディ宇宙センターから予定どおり発射された。エンデバー号は、1時間後には高度300kmの軌道に乗り、即刻、実験が開始された。実験開始早々に、ラック10の電源付近で水漏れが発見された。宇宙での水漏れは水が浮遊するため、電気系統に付くと大事故になりかねない、このためラック10への冷却水を停止した。ラック10での実験は修理が完了するまで中止となつた。ラック10で行われる実験は音波浮遊炉、イメージ炉、帯域炉等を利用する材料実験が行われ

る予定となっていた。昭和54年の宇宙実験テーマ応募から13年間地上実験、航空機実験等を行い、昨年の4月から3度もアメリカ、アラバマ州、ハンツビルのマーシャル宇宙センターで実験模擬訓練(POCC)を行って来て、この水漏れ事故により、13年間の努力が無駄になるかと思うとやりきれない気持ちになったのが本音であった。同時にアメリカ航空宇宙局(NASA)の安全性に対する考え方も教えられた。水漏れ事故の発生と同時に、即刻、安全性についての専門家が集められ、機上での修理の可能性と安全性を検討した。この専門家集団が結論を出すまでに約24時間が経過した。安全性を確認した後、発生場所と考えられたバルブの周りの切開が行われた。水漏れ修理の映像はダウンリンクされ、宇宙飛行士と地上の技術者の一連の共同作業により無事修理を完了した。この水漏れ修理に費やした実験時間の遅れは宇宙滞在日数を一日延長することで全テーマ(Table 1, Table 2)実施することが出来た。

宇宙環境の特色は1) 長時間の微小重力、2) 豊富な太陽エネルギー、3) 無限の空間、4) 広大な視野、5) 高真空等である。近年、これらの地上では得難い環境を利用して、材料開発が商業規模で行われる様になってきた。この関連をTable 3に示す。地上では得難い、長時間微小重力環境である。この環境を利用して無接触、無容器でガラスを溶融することは、容器からの不純物の混入が無い高純度ガラス、地上では結晶化するが、宇宙環境では結晶しない新組成のガラス、容



Fig. 1 ふわっと'92 の実験を行ったスペースシャトル エンデバー号

〒563 大阪府池田市緑丘1-8-31

大阪工業技術研究所  
エネルギー変換材料部

Table 1 材料実験テーマ一覧表

テーマ No. テーマ名略称 装置名	代表研究者(PI) 所 属	テーマ No. テーマ名略称 装置名	代表研究者(PI) 所 属
M-1 狭バンドギャップ半導体 温度勾配型電気炉	山田 智秋 日本電信電話(株)基礎研究所 山田特別研究室	M-12 液相焼結機構 高温加熱温压電気炉	小原 剛朗 東京理科大学基礎工学部材料工学科
M-2 鉛錫テルル(PbSnTe)大型 単結晶 イメージ炉	岩井 荘八 理化学研究所レーザ科学研究所グループ	M-13 アモルファス半導体 連続加熱型電気炉	浜川 圭弘 大阪大学基礎工学部電気工学科
M-3 インジウム・アンチモン(InSb) 化合物半導体結晶 イメージ炉	中谷 功 科学技術庁金属材料技術研究所 機能特性研究部第3研究室	M-14 気相金属凝結機構 金属微粒子生成実験装置	和田 伸彦 名古屋大学理学部物理学科
M-4 新超電導合金 連続加熱型電気炉	戸田 一正 科学技術庁金属材料技術研究所筑波支所 表面界面制御研究所	M-15 液滴の音波干涉 液滴マニピュレーション実験装置	山中 龍夫 科学技術庁航空宇宙技術研究所 宇宙研究グループ
M-5 鋼塊中の脱酸生成物 高温加圧型電気炉	福澤 章 科学技術庁金属材料技術研究所 反応制御研究部第一研究室	M-16 泡の挙動 泡挙動実験装置	東 久雄 科学技術庁航空宇宙技術研究所 宇宙研究グループ
M-6 粒子分散合金 同上	村松 祐治 科学技術庁金属材料技術研究所 第4研究グループ	M-17 非可視域光学材料 音波浮遊炉	早川 悅二 通産省工技院大阪工業技術試験所 ガラス・セラミック材料部ガラス工学研究室
M-7 溶融金属相互拡散 連続加熱型電気炉	壇 武弘 科学技術庁金属材料技術研究所 第4研究グループ	M-18 マランゴニ対流 マランゴニ対流実験装置	塩治震太郎 石川島播磨重工(株) 技術研究所
M-8 ガラスの高温挙動 イメージ炉	曾我 直弘 京都大学工学部工業化学教室	M-19 共晶系合金 連続加熱型電気炉	大野 篤美 千葉工業大学金属工学科
M-9 シリコン球結晶成長 球結晶成長実験装置	西永 順 東京大学工学部電子工学科	M-20 サマルスカイト合成 イメージ炉	竹川 俊二 科学技術庁無機材質研究所 第6研究グループ
M-10 非混合系合金 温度勾配型電気炉	神尾 彰彦 東京工業大学工学部金属工学科	M-21 有機金属結晶 有機結晶成長実験装置	安西 弘行 通産省工技院電子技術総合研究所及び兵庫県立姫路工業大学理学部物理科学科
M-11 炭素繊維/アルミ複合材料 連続加熱型電気炉	鈴木 朝夫 東京工業大学工学部金属工学科	M-22 インジウム ガリウム ひ 素半導体結晶 温度勾配型電気炉	龍見 雅美 住友電気工業(株) 基盤技術研究所 半導体材料研究部

Table 2 ライフサイエンステーマ一覧表

テーマ No. テーマ各略称 装置名	代表研究者(PI) 所 属	テーマ No. テーマ各略称 装置名	代表研究者(PI) 所 属
L-1 内分泌系代謝変化 尿モニタリングシステム	妹尾 久雄 名古屋大学環境医学研究所	L-7 骨と軟骨の成長 ・卵巣 ・熱電式恒温恒湿保持装置 (高温用)	須田 立雄 昭和大学歯学部生化学教室
L-2 視一前庭性姿勢制御 前庭機能実験装置	森 滋夫 名古屋大学環境医学研究所	L-8 フリーフロー泳動細胞分離 ・電気泳動装置 ・細胞培養キット	山口登喜夫 東京医科歯科大学難治疾患 研究所(遺伝生化学部門)
L-3 電気泳動法分離条件 電気泳動装置	黒田 正男 大阪大学医学部附属共同研 究実習センター	L-9 HZB(高エネルギー重粒子 宇宙放射線)の遺伝的影響 ・ハエ容器 ・熱電式恒温恒湿保持装置 (低温用)	池永 満生 京都大学放射線生物研究セ ンター
L-4 視覚安定性 ・身体機能測定装置 ・赤外線テレメータ受信機 ・刺激信号制御装置	古賀 一男 名古屋大学環境医学研究所	L-10 手動制御特性 ・身体機能測定装置 ・赤外線テレメータ受信機 ・刺激信号制御装置	多田 章 科学技術庁航空宇宙技術研 究所 調布飛行場分室新型航空機 研究 G
L-5 酵素結晶成長 ・熱電式恒温恒湿保持装置 (低温用) ・酵素結晶実験キット	森田 雄平 京都大学 食糧科学研究所 不二製油㈱ つくば研究開 発センター/中央研究所	L-11 宇宙放射線防護対策 宇宙放射線モニタリング装 置	長岡 俊治 宇宙開発事業団宇宙ステー ション開発本部宇宙実験グ ループ
L-6 哺乳類細胞超微細構造 ・細胞培養キット ・熱電式恒温恒湿保持装置 (高温用)	佐藤 温重 東京医科歯科大学医学部 第二歯科理工学教室	L-12 アカバンカビ概日性リズム カビ成長箱	三好 泰博 静岡県立大学生物学科

Table 3 宇宙環境利用と材料開発

宇宙環境	現 象	効 果	期待される新材料等
長時間の微小重力	無容器保持	容器からの汚染が無い	高純度材料
豊富な太陽エネルギー		容器壁界面からの不均一核生成が無い	新しいアモルファス材料
無限の空間		溶融温度の制限が無い	高融点材料
広大な視野	無熱対流	熱対流によるじょう乱が無い	完全結晶
高真空			分離効率の向上
宇宙線	無沈降、無浮力	比重差のある物質の混合可能	新しい複合体
	無静圧	表面張力の効果大	大形真球ガラスバルーン
		自重による変形が無い	

Table 4 試料組成と溶融条件

	組成(mol%)	溶融温度	溶融時間
高温試料	65CaO・25Ga <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ・10GeO <sub>2</sub>	1400°C	5 分間
低温試料	10GaO・40B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ・50PbO	610°C	5 分間

器の熱的制限の無い高融点ガラス、融体状態で結晶成長を行う準安定状態を利用する地上では出来ない全く新しいヘテロガラス材料等の創製等を可能とする。この様な宇宙環境での材料創製に係わる各種現象の解明は、この環境での材料創製に深く関係するため、十分に行われる必要がある。スペースシャトルでの実験はこれらの現象を解明するには、十分な実験時間があり、落下塔、航空機、小型ロケットでは見られなかった現象等も明らかとなり、この実験を通して、材料創製に関わる貴重なデータを得ることが出来た。

大阪工業技術試験所の提案した宇宙実験、“非可視域用光学材料の研究”(Table 1 中の M-17)はふわっと'92 の代表的な実験の一つである。この実験の目的は無容器溶融、処理技術の確立と高純度ガラス、高融点ガラス等ニューガラスの創製である。ガラス原料を音波の圧力で微小重力空間に固定し、光を用い、非接触で溶融し、冷却凝固させる。この技術によって高純度、ニューガラスを創製する。この目的の一つが次世代光通信用赤外透過ガラスである。現在の使われている光通信用石英ガラス以上の透過率を持つガラスの開発を目指している。

宇宙実験では、これまで地上実験で行ってきた音波浮遊技術の実証を中心に制御方法及びその適用範囲について行い、音波浮遊炉(Fig. 2)との関

連を明らかにすることが出来た。実験に用いた試料及び溶融条件を Table 4 に示す。低温試料 1 回、高温試料では 2 回の浮遊溶融を試み、地上では得られない透明なガラスとすることが出来たが (Fig. 3)，溶融したガラスはケージと接触し付着してしまい、真球のガラスとして持ち帰ることができなかった。以下にスペースシャトルで行った宇宙実験の要旨を示す。

宇宙空間の特徴である長時間の微小重力環境下で、空間に試料を固定し、無接触、無容器でガラスを溶融するシャトル実験を実現することが出来た。長時間にわたり、試料を空間の一点に保持することは当初予測した以上に困難さが存在することが明らかとなった(加热浮遊中の試料を Fig. 4 に示す)。この溶融実験を通して以下のことを明らかにした。

浮遊制御：1) 浮遊位置制御の方法としては現在のプログラムで良く、状況の変化に対応しながら、周波数を選択し、試料を一定の位置に集束させることができたのはこれらのプログラムが完全に働いたことを示したが、状況に対する対応が遅いことが明らかになった。これに対応するため、高速化により迅速に状況変化に対応できるようにする。2) 予想外の G ジター等がある場合、ケージ (Fig. 5) はこれらの防御手段として極めて有効であり、加热、溶融の予熱器として必要であるばかり

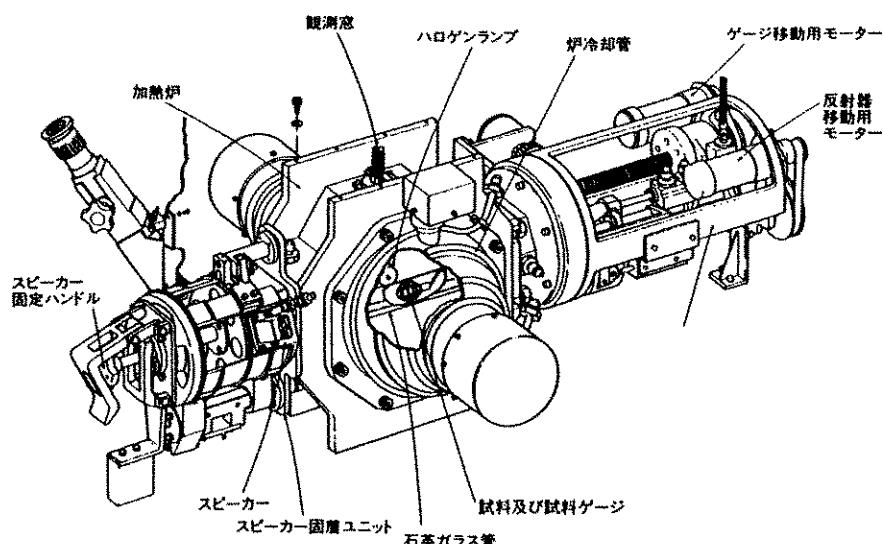


Fig. 2 音波浮遊炉概略図

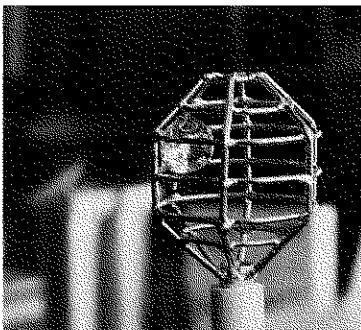


Fig. 3 スペースシャトルで溶融したガラス

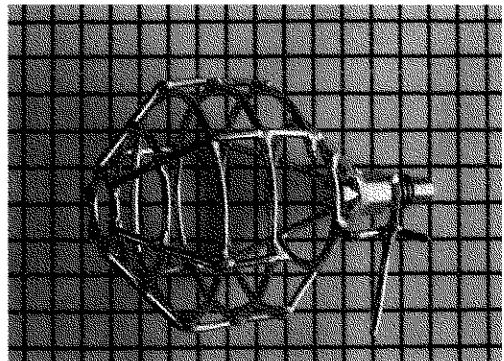


Fig. 5 実験に用いた白金製ケージ

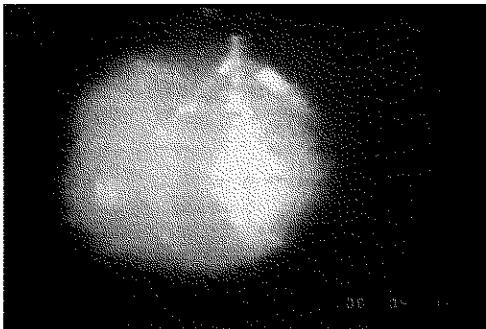


Fig. 4 加熱浮遊中の試料

りでなく、高温融体の場合は安全性の確保においても、必要欠くべからざるものである。ケージの機能を更に高めるため、白金線を濡れ性の悪いカーボン等の物質でコートし、白金の混入を防ぐと同時にケージ付着を防止することが必要である。

各種現象のその場観察：今回の実験の目的としては浮遊、溶融現象をその場観察することが含まれている。これらは主に浮遊炉内部の直接観察である。この観察はファイバースコープを通して行われた。しかし、この映像の分解能が低く、また試料保持が完全でないため、溶融過程の正確な映像を得ることができなく、詳細な分析が出来なかった。将来、ラックのスペースが十分に確保できれば、反射光学系を用いて、より鮮明な映像で溶融過程を解析出来ることが望まれる。

溶融した試料の観察：実験#1の音波浮遊に対する試料の挙動を知るために、試料表面につけたコバルトマーカーは最初は点であったが実験終了

後のマーカーは引き延ばされて帯状に拡散している。これは試料中にガラスの流れが存在していたことを証明するものであり、溶融温度、時間等から流れの速さ、濃度変化、拡散係数等を計算することが出来る貴重な試料となった。実験#2では地上実験で容器を用いた黄色に着色したガラスとは異なり、透明なガラスとなった。また冷却過程で表面に残った細かい気泡は微小重力環境下での新たな問題を示していると思われる。実験#3ではケージとの接触部分から白金の混入と結晶化が観察され、不均質核生成、結晶成長の発生が明白になった。

紫外・可視・赤外域の透過率測定：透過率測定は透明な試料が必要となるため、実験#2の試料を用いて行ったが、試料形状が平行になっていないため、紫外・可視域では積分球を、赤外域ではコンデンサービームを用いて測定を行ったが、透過率は何れとも地上の測定値よりも低い値を示したが、地上で溶融した試料と比較すると容器からの白金の混入がないため、着色がなく、浮遊溶融の効果は明瞭であった。紫外・可視域の透過率測定結果を Fig. 6 に示す。また試料中に多数存在している気泡は吸収ばかりでなく、透過率にも影響を及ぼしているものと考えられる。溶融したガラス中の気泡の状態を Fig. 7 に示す。

今回の宇宙実験を通して、無容器溶融による高純度化、ガラス化範囲の拡大、過冷却による結晶制御、無重力におけるガラスの流れ、均質化、泡

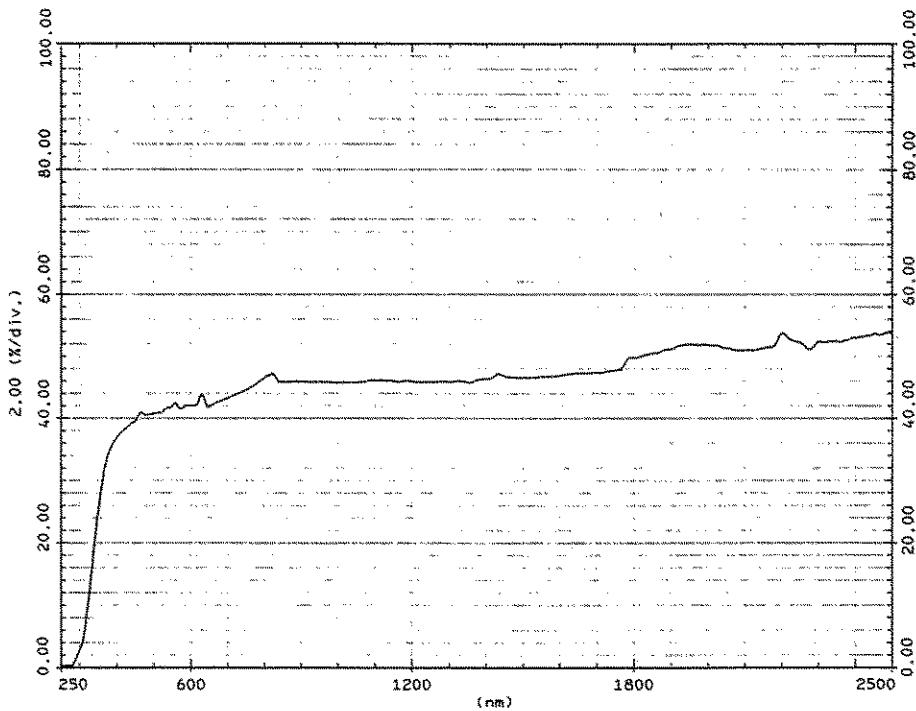


Fig. 6 紫外・可視域の透過率曲線

の挙動や不純物の混入等貴重なデータが得られた。これらのデータは今世紀末から始まる宇宙ステーションでの実験の基礎データにも活用されることであろう。またこれらの成果が地上の技術に還元され、各方面に広く利用されるものと期待される。

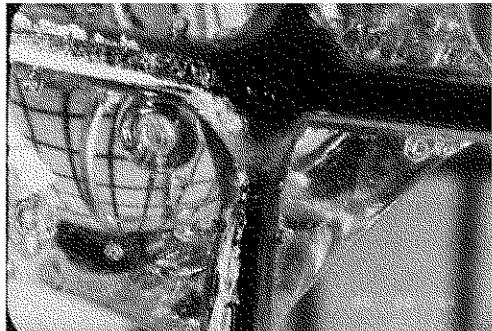


Fig. 7 溶融したガラス中に存在する気泡