

があった。このため、試料後方から平行光に成形したレーザー光(532nm)を試料に照射し、試料前方から試料の影を撮影して、液滴形状を観察するような観測系を構築した。通常のレーザー光を光源とした場合、レーザー光強度がガウス分布をしているため、平行光とした場合にわずかに光の強度がことなり、試料位置が変化した場合、試料のエッジの鮮明さが異なり、歪んだ試料形状として計測してしまう。このため、レーザー光の強度をガウス分布から、フラットなパルス状強度へ変換する光学系(製品名:πシェーパー, デルフトハイテック社製)を用いて、レーザー光をフラットな形状の強度分布に変換し、ビームエクパンダーで拡大し、平行光となるようにしてバックライトとした。また、Ni合金や鉄鋼材料では、融体試料温度が高くバックライトのレーザー光よりも放射光のほうが強度が強いため、分可能1nmの干渉フィルターをカメラ前方に挿入し、試料からの放射光をカットし液滴形状の影を撮影できるようにした。このようにして、撮影したベアリング用のNi合金固体球の計測結果をFig.3に示す。形状計測が正しくおこなえるかを確認するために、試料が融解しないよう温度は融点以下に設定して観察した。Fig.3からバックライトを用いることにより試料と背景の境界がより明瞭となっていることがわかる。この状態で冷却しながら試料形状を観察していったが、自己発光の場合には低温では強度が弱くなり観察可能な温度領域が限られてしまったが、バックライトを使用した場合には室温まで試料形状を観察することが可能であった。この結果、バックライト光学系を用いることにより、より正確な試料形状の観察が可能となり、また試料温度によらない形状観察ができるようになった。さらに、試料の並進運動による試料位置の変動に対しても、その影響を受けずに静止状態と同様の精度で密度計測が可能となった。

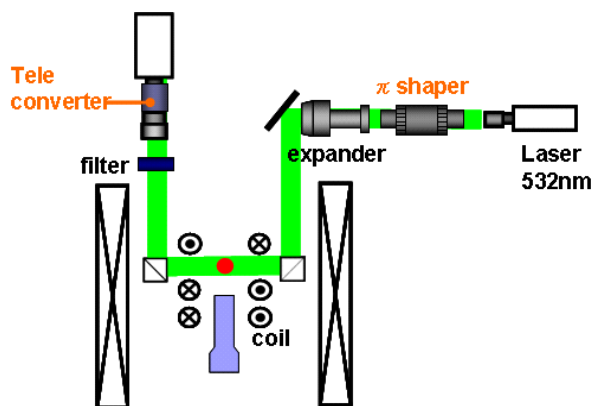


Fig.1 バックライト光学系による浮遊試料形状観測システム

3. 実験結果と考察

3.1 固体試料密度の測定精度

以上のような計測光学系を用いて室温でSUS304の密度測定をおこなった。試料は浮遊せずに、基板上に設置して形状を計測し、質量を別途測定して密度を算出した。また同一の試料をアルキメデス法により密度測定をおこなった。この結果をTable 1にまとめる。Table 1にはそれぞれの測定での不確かさを併せて示した。この表より、バックライト光学系を用いた形状計測とアルキメデス法による結果が一致しており、校正の必要なく密度が算出できることが確認された。

次にNi合金固体試料の高温で密度を測定した。使用したNi合金は市販のベアリング用のものであり組成はNi:99%, Fe:0.4%, Mn:0.3%, Cu:0.2%, Si:0.3%, C:0.15%, S:<0.01%であり、ほぼNiで構成されているがFeとCuが少量含まれているものである。この試料の密度の測定結果をFig.3に示す。この図には、同一の光学系を用いて、学習院大学の電磁浮遊装置を用いて同一の試料を測定した結果を併せて示してある。また、過去の純粋なNi固体密度の結果と比較すると、合金であるため密度の値は合金なのが大きくなっているが、温度係数はほぼ同じである。この結果より、東北大学の磁場中で測定した結果と学習院大学で磁場印加せずに測定した結果で、密度の測定結果が一致していることが確認される。つまり、浮遊装置を変えても密度を再現性良く測定できることがこの結果からわかる。これは、レーザー光の強度分布をフラットにしたことで、レーザー光強度に対して試料位置をどこにしても良くなったので、正確な位置合わせをしなくても再現性良く試料形状が計測できるようになったことが確認された。

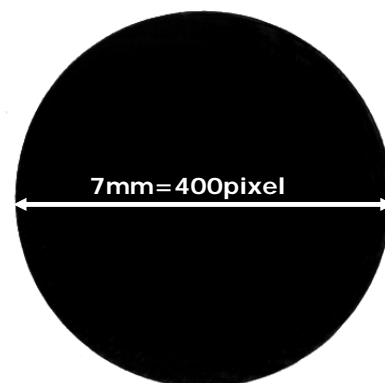


Fig.2 改良したバックライト光学系で撮影したNi合金球

Table1 2つの方法での SUS304 固体試料の室温での密度と不確かさ

Method	Density [$\times 10^3 \text{kg/m}^3$]	Uncertainty [%]
EML with magnetic fields	7.90	5%
Archimedean method	7.91	1%

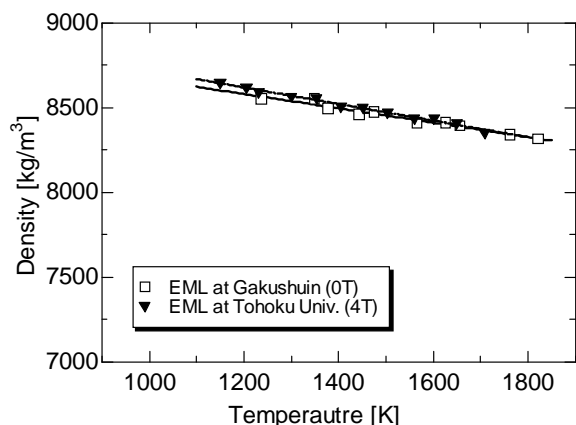


Fig.3 Ni 合金固体試料密度の温度依存性. 違う電磁浮遊装置 (学習院大と東北大) を用いて測定した結果

3.2 SUS304 固体試料の密度測定

上記で述べた方法で、SUS304 固体試料の密度を融点近傍までの高温で測定した。ステンレス鋼は Fe-Cr-Ni を主成分としており、これらの組成により高温での相変態が変化し、組織制御をおこなっている。このため、相変態温度を知ることが重要である。今回 SUS304 (C:<0.1%, Si:<1%, Mn:<1%, Ni:8%, Cr:18%, P,S:<0.1%) について、1170K から 1700K まで温度範囲において測定した。Ni と同様に学習院大学での静磁場なしでの測定結果と東北大学での 4T の静磁場を印加して測定した結果を併せて Fig.4 に示す。この図には過去に報告された結果[5]と熱力学計算による相と相変態の温度も併せて示してある。この結果より、SUS304 密度の測定結果は、過去の Mizukami らの報告例[5]と一致していることがわかる。また、K 付近での σ 相と $\sigma+\gamma$ 相の変態温度と K 付近での $\sigma+\gamma$ 相と γ 相の変態温度において、密度の温度依存性が変化しており、本測定により固体金属の相変態を検出できることがわかり、本測定手法が固体金属の相変態を検出できる程度精度を有していることも明らかとなった。今回の測定では、測定温度点が少ないが多くの温度において測定することにより、相変態温度を精度良く決定できるはずである。

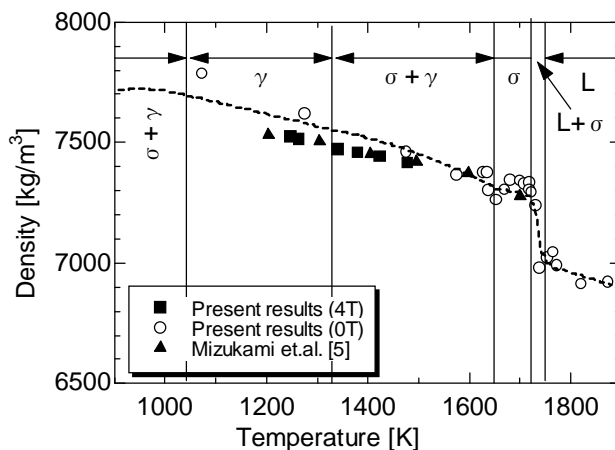


Fig.4 SUS304 固体試料の密度の温度依存性. 過去に報告された Mizukami ら[5]の結果を併せて示してある

4. まとめ

Ni 合金および SUS304 固体試料の密度を静磁場印加電磁浮遊法により計測した。浮遊液滴形状を正確に計測するためにレーザービーム強度をフラットに変化し、平行光束にすることで試料位置の変動によるエッジ検出のばらつきなくし、従来よりも精度よく形状計測できるようにした。この結果、測定装置などの条件に左右されず、浮遊試料の密度計測が可能となった。SUS304 の密度測定では、過去の報告と一致した測定結果が得られ、本手法により金属の高温での相変態温度の検出が可能であることを明らかにした。

謝辞

本研究の一部は、JST 先端計測分析技術・機器開発事業と科研費 (19560747) の助成を受けたものであり感謝いたします。

参考文献

- [1] M. Watanabe *et al.*, Faraday Discuss. 136 (2007) 279.
- [2] 渡邊ら, 日本マイクログラビティ応用学会誌, 24 (2009)印刷中.
- [3] T. Aoyagi *et al.*, 18th ECTP (2008, Pau).
- [4] 青柳ら, 日本鉄鋼協会第 156 回秋季講演大会 (2008, 熊本).
- [5] H. Mizukami *et al.*, ISIJ International, 40 (2000) 987.