

平成 1 1 年度

国際研究協力事業

「微小重力環境を利用した
ガラス融液内対流制御技術の研究開発」

成 果 報 告 書

平成 1 2 年 3 月

NEDOBIS 新エネルギー・産業技術総合開発機構
T99052 委託先 日本山村硝子株式会社

NEDO 図書・資料室



010015057-2

本報告書の内容を公表する際は、あらかじめ

新エネルギー・産業技術総合開発機構（N E D O）

産業技術研究開発部 国際共同研究課

T E L : 03-3987-9357

F A X : 03-5952-0082

の許可を受けて下さい。

平成 1 1 年度

国際研究協力事業

「微小重力環境を利用した
ガラス融液内対流制御技術の研究開発」

成 果 報 告 書

平成 1 2 年 3 月

新エネルギー・産業技術総合開発機構

委託先 日本山村硝子株式会社

「微少重力環境を利用したガラス融液内対流制御技術の研究開発」について

「微少重力環境を利用したガラス融液内対流制御技術の研究開発」は、通商産業省の国際協力事業費補助金（エネルギー使用合理化技術開発費等補助金に係るもの）により新エネルギー・産業技術総合開発機構が進めている国際研究協力事業の一つであり、新エネルギー・産業技術総合開発機構が日本山村硝子株式会社に研究開発を委託（一部を大阪府立大学と共同研究）し、平成11年度から平成13年度までの3年間の予定で進められている。

本研究開発は、ガラス製造において最も多くのエネルギーを消費する溶融プロセスの省エネ・高効率化のため、ガラス溶融炉内の対流制御技術に関する研究開発を行うものである。具体的には、ガラスの高温領域の物性値を微小重力環境を利用して精密に測定する手法・装置を開発し、測定を行う。また、ガラス融液内の対流を計測する手法・装置を開発し、測定を行う。さらに、これらの結果をもとに、シミュレーションにより熱対流及びマランゴニ対流の影響を明確にし、新しい対流制御技術を確立する。

なお、本研究開発に関しては、工業技術院大阪工業技術研究所、日本山村硝子株式会社、大阪府立大学の日本側と米国ミズーリ・ローラ大学が国際共同研究を行っている。

本研究開発を国際的に協調しつつ総合的・効率的に行うことにより、我が国の産業技術の向上と本分野における国際交流の進展に寄与できればと考える。

平成12年3月

新エネルギー・産業技術総合開発機構
産業技術研究開発部
国際共同研究課

は じ め に

本報告書は、新エネルギー・産業技術総合開発機構（N E D O）から受託した平成 1 1 年度「微小重力環境を利用したガラス融液内対流制御技術の研究開発」の研究開発成果をまとめたものである。

本研究開発では、正確な溶融ガラスの物性値を測定して、それを用いたガラス融液の対流シミュレーション技術を開発し、同時にモデル実験、小型溶融炉による検証を通してガラスの対流制御技術に寄与することを目的としている。

研究開発の推進にあたっては、大阪府立大学工学部、大阪工業技術研究所光機能材料部との密接な共同研究体制のもとに、外部の学識経験者を構成メンバーとする評価委員会の各専門委員の先生方からの有益なご指導、ご助言により効率的・効果的な推進を図り、微小重力環境を利用したガラスの高温物性測定、対流シミュレーション、小型溶融炉を用いたモデル実験とも当初の計画通り遂行することができた。また、共同研究先の米国ミズーリ・ローラ大学 D a y 教授をはじめとする関係各位には、計画に対する積極的なご助言とアメリカにおいて現在進められている「省エネルギーのためのガラス製造プロセスに関する研究」の調査報告を頂き、我々が進めている研究開発が国際的な共通性と重要性を持っていることを、改めて認識した。

ご協力頂いた評価委員各位ならびに N E D O 担当者に深く感謝の意を表するとともに、本報告書が関係者のお役に立つことを切望する次第である。

平成 1 2 年 3 月

日本山村硝子株式会社

目 次

はじめに
要 約
本 編

第1章 緒論

1. 1 基本計画	1-1
1. 1. 1 研究開発の目的	1-1
1. 1. 2 研究開発の内容および目的	1-1
1. 1. 3 スケジュール	1-2
1. 2 平成11年度研究開発計画	1-3
1. 2. 1 開発の内容	1-3
1. 2. 2 実施計画の細目（手法・手段・研究場所等）	1-3
1. 2. 3 研究実施期間	1-5
1. 2. 4 研究計画日程	1-5
1. 2. 5 研究体制	1-5
1. 3 国際研究協力	1-8
1. 3. 1 国際共同研究の必要性	1-8
1. 3. 2 過去の共同研究実情	1-8
1. 3. 3 共同研究相手方機関概要	1-8
1. 3. 4 ミズーリ・ローラ大学との Working Plan の締結	1-8
1. 3. 5 国際研究協力の詳細打ち合わせ	1-9

第2章 微小重力環境を利用したガラス融液の高温物性の測定

2. 1 ソーダ石灰ガラス融液の高温物性	2-1
2. 1. 1 文献調査	2-1
2. 1. 2 粘性測定	2-4
2. 1. 3 ガラスの融液状態での電気伝導度測定	2-6
2. 2 ガス流音波浮遊炉によるガラスの浮遊実験	2-17
2. 2. 1 CRI 社とガス流音波浮遊炉 (Aero-Acoustic Levitator (AAL))について	2-17
2. 2. 2 ガス流音波浮遊炉によるガラスの浮遊実験	2-17
2. 3 落下実験	2-50
2. 3. 1 概要	2-50
2. 3. 2 理論的基礎	2-51
2. 3. 3 実験ラックの作製	2-54
2. 3. 4 落下塔実験の実施	2-57
2. 3. 5 結論	2-63

第3章 ガラス融液内の対流の計測と制御技術の検討

3. 1 数値計算による対流解析	3-1
3. 1. 1 概要	3-1
3. 1. 2 輻射の効果	3-1
3. 1. 3 基礎方程式	3-2
3. 1. 4 計算領域と境界条件	3-3
3. 1. 5 計算コードの作成と検証計算	3-3
3. 1. 6 疑似液体を用いたモデル計算	3-3
3. 2 疑似流体を用いたモデル実験	3-30
3. 2. 1 概要	3-30
3. 2. 2 ガラス溶融モデル槽の試作	3-30
3. 3 ガラスの小型溶融炉における実験	3-36
3. 3. 1 概要 (現状, 文献調査等)	3-36
3. 3. 2 小型タンク炉の設計・試作	3-38
3. 3. 3 運転	3-39
3. 3. 4 予備実験結果	3-40

第4章 国際研究協力

4. 1 ミズーリ・ローラ大学との国際研究協力の経過	4-1
4. 2 ミズーリ・ローラ大学からのレポート (和訳)	4-1
4. 2. 1 緒言	4-1
4. 2. 2 微小重力下でのガラスの研究の概要	4-1
4. 2. 3 DOE 予算によるガラスのプロジェクト	4-3
4. 2. 4 ミズーリ・ローラ大学でのガラス製造に関するプロジェクト	4-4
4. 3 First annual report "Research on glass preparation process for energy saving"	4-5
4. 3. 1 Introduction	4-6
4. 3. 2 Over view of research on glasses in microgravity	4-6
4. 3. 3 Department of energy programs dealing with the manufacture of glass	4-8
4. 3. 4 Other glass research programs at UMR relevant to energy saving in glass manufacturing	4-10
4. 4 ミズーリ・ローラ大学との共同落下実験	4-12

目的に照らした達成状況

研究発表・講演、文献、特許等の状況

付 録

1. 海外調査報告
2. 研究推進会議
3. 評価委員会

要 約

要 約

1. 微小重力環境を利用したガラス融液の高温物性の測定

落下塔によって得られる微小重力環境下でガラス融液を浮揚させて、表面張力を測定することを目的として、実験を行った。微小重力下では融液が真球になり、その振動数を測定することによって表面張力を求めることができる。実験は北海道にある地下無重力実験センター(JAMIC)で行った。ここでは落下塔によって約 10 秒間の微小重力環境が得られる。

実験を行うにあたり、落下実験用の実験装置を製作した。ガラスを 1000℃～1500℃に加熱させる炉、炉を制御する機器や温度等を測定する機器、ガラス液滴の振動を撮影するための高速度カメラ、ガラスの浮揚を確かめるための CCD カメラなどを組み込んだ。落下実験の途中で操作が必要となる装置は遠隔操作できるようにした。

融けたガラスを浮揚させる方法として、初めにばねで跳ね上げる実験を行った。次に、ガラスの下から空気を送って落下前からガラスと床との接触を防いでガラスを浮揚させる実験を行った。この実験によって約 0.2 秒間の高速映像データを得られ、それからガラスの直径を測定したが、今回のデータからはガラスの振動を測定できなかった。今後の実験で改善すべき点を考察した。

C R I 社（アメリカ、シカゴ）でガス流音波浮揚による、ガラスの浮揚、溶解、振動実験を行った。その実験手法は落下実験に生かすことができた。実験結果は現在解析中である。一方、文献による物性値の調査、及びガラス熔融状態の粘性と電気伝導度の測定を行い、データの蓄積に努めた。

一連の実験から今後の実験につながる多くのデータをを得ることができた。

2. ガラス融液内の対流の計測と制御技術の検討

1) 計算機シミュレーション

ガラスタンク融溶炉の流れの実態を把握することは非常に困難であるので、数値計算による対流解析は、炉内流れの分布予測に有効である。本研究では、これまで考慮されていなかった温度差から生じる表面張力差に起因する表面張力流（マランゴニ対流）の効果を取り込んで解析することを目標とした。また、高温では熱輻射の効果を取り込むことも必要である。

対流解析の第一段階として、高温ガラス流ではなく、疑似流体によるモデル実験に対応した計算を行なった。流体は常温のモデル流体であるため、密度、物性値は温度に依存せず一定として、浮力に関する評価は Boussinesq 近似を

用いた。また輻射の流体内モデルとして、2つの輻射熱流束ベクトルを考慮した。モデル実験と対応させた計算領域で、容器下壁と両側の側壁は断熱、滑りなしの境界条件である。液面は表面張力と粘性力のつりあいを考え、表面変形は無視した。モデル実験が2次元的事であることから、ここでは2次元非圧縮性 Navier-Stokes 方程式に基づく直接数値シミュレーションコードの作成と検証計算を行い、モデル実験に対応した計算例も示した。

計算結果から液面で温度勾配による表面張力流が起こることが確かめられた。また輻射モデルや液面温度分布による流れ場の違いを明らかにした。モデル実験との比較からそれらの妥当性引き出すためには、実験から測定された正確な液体表面の熱流束や温度分布が必要であることが分った。

2) シリコンオイルを用いたモデル実験

容器中の液体の上部加熱によるマランゴニ対流を模擬するモデル実験は、(a) 2次元流れの観測し、(b) 容器中に液体の入出がなく、(c) 液体はシリコンオイルを使用し、(d) 加熱は上部から電気ヒータで行い、(e) 得られた流れから、コンピュータ・シミュレーションの妥当性を検証し、シリコンオイルからガラスの物性値に変えることにより、ガラスに適用できることを目指す。

容器は光を通すように、アクリルで製作した。ヒータ加熱による流れを観測するため、液体内に液体と同じ密度のトレーサを混入し、レーザーのスリット光を当てることにより、その反射光の移動をカメラで測定する。トレーサの軌跡は、スチールカメラで、シャッターを開放にして撮影することにより得た。流れが発生し、時間とともに流れの分布が変わって行くのを観測した。

3) 小型溶融炉を用いたガラスの対流観測

実際の溶融ガラスを用いて流れの観測を行うため、実験用の小型炉を設計・製作した。特に、温度分布を形成できるように、加熱はゾーンに分けて独立に設定できるようにした。また、流れの観察用の小窓を数カ所設けている。

びん組成のガラスを用いて種々の性能・機能確認のための予備実験を行い、後年度の実験計画策定のためのデータを得た。そのうち融液表面の局部加熱実験を試みて、表面張力差が引き起こすと考えられる強い流れを確認した。

3. 国際研究協力

ミズーリ・ローラ大学 (UMR) とワーキングプランを締結して、研究協力が推進され、数多くの情報交換がなされた。期間中、双方からの人的交流は3回に及んだ。情報交換を通して、ガラスの対流に関する研究開発が、日米共通の課題であることが分った。

ABSTRACT

Convection Control of Glassy Melts as Determined by Microgravity Experiments

--- Research on Glass Preparation Process for Saving Energy---

1. Study of the surface tension measurement for glassy melts by using microgravity

For the purpose of this study, an experiment of measuring surface tension of molten glass was carried out by levitating a glass using a drop shaft. Under microgravity, a molten glass becomes a true sphere and an exact value of the surface tension can be obtained by an oscillation analysis of glass droplets. The drop experiments were conducted at JAMIC, where 10 seconds microgravity is available.

A drop experimental system was made, equipping a furnace which makes 1000°C ~ 1500°C possible, an apparatus which control the furnace and measure the temperature and a high speed camera which takes a picture of a droplet of glass. Remote control is also possible during a drop.

As a first way to levitate a molten glass, a spring was used. Second way, a flow of air was sent from under a glass preventing the molten glass from adhering the base. By the second way, high-speed image data were obtained for 0.2 second. However, an oscillation of the glass droplet was not confirmed.

A levitation experiment of a droplet of molten glass was performed using an aero-acoustic levitator on the ground in CRI at Chicago in the USA. The experimental means are helpful to the drop experiment. The data are now in analysis. The properties of molten glasses were surveyed by papers, and the viscosity and electrical conductivity of a sample glass have been measured.

From a series of experiments many data were obtained which are useful for improvement of the following experiments.

2. Development of simulation and measurement methods for convection flow in glass furnace

1) Computer simulation

It is very difficult to understand glass currents in a glass-melting tank furnace. The numerical simulation is effective in an analysis of the convective flow. The purpose of this study is that the term of flow by a difference between surface tension (Marangoni flow) given rise to by different temperatures is considered in the analysis, though has been neglected in previous reports. It is also known that the radiation plays an important role in a heat conduction under glass currents at high temperatures. It is necessary to include an effect of a radiation dominant in the high temperature for a glass currents research.

For the first step, we report on the numerical simulation of not high temperature glass current but model fluid. Noting that the temperature of model fluid is not high, we can assume that the density and physical properties are constant, independent of the temperature. But the effect of buoyancy-driven convection is captured by the Boussinesq approximation. We considered two radiation heat flux vectors in the model. The computational domain corresponds to the trial fluid model experiment. As the boundary conditions, the lower and the both side walls of the domain have adiabatic,

non-slip conditions. The upper liquid surface boundary conditions are that the

surface tension balances with the viscous force, and that the surface deformation is neglected. We make a direct numerical simulation code and check the accuracy of our code on the basis of 2D Navier-Stokes equations.

It also shows a few simulation examples for the model experiment. We confirmed that the surface tension flow was driven by the temperature gradient on the surface. It was clarified that the flow field changes by the radiation model and by the upper surface temperature distribution. The correct value of the heat flux and temperature of liquid surface are required for the numerical simulation to be compared with the experiment.

2) Model experiment using silicone oil

An experiment for modeling Marangoni flow caused by heating a liquid in a container from over the liquid was conducted in conditions as follows:

- a) two-dimensional flow,
- b) no in and out flow to and from the container,
- c) silicone oil was used as liquid,
- d) heating by an electric heater,
- e) validity of computer simulation is confirmed by comparing the flow observed, and an application of the code to glass flow is aimed by changing the parameters of physical properties to the ones of glass.

Tracers whose density is equal to the liquid were mixed into the liquid and they were lighted in the slit light. In order to observe the flow pattern, pictures of track of the tracers were taken by a camera.

3) Observation of molten glass convection using a small tank furnace

A small tank furnace has been designed and constructed for a experimental use to observe the flow of molten glass. Heaters divided by several zones are set and controlled at each temperature to make it possible to take different temperatures in the furnace. The furnace has some opening windows using observation of the surface flow.

Preliminary experiments of glass melting with bottle glass composition are carried out in order to investigate the possibility of performing as a experimental apparatus, and then many resources for the following plan and experiments have been obtained. In particular, we conducted heating-up at a small glass surface area, and have confirmed to occur a strong surface current to the outside, which might be guessed that the temperature difference gives rise to the current as Marangoni flow.

3. International research cooperation

Nihon-Yamamura Glass Co.,Ltd., Osaka National Research Institute, and Osaka Prefecture University in Japan and the University of Missouri-Rolla in the United States concluded the working plan for the cooperative research and development project on convection control of glassy melts as determined by microgravity experiments in July 1999. Four times of meeting were held among them in this fiscal year.

Many research collaboration and exchange of information were performed each other. As a result of the exchange, it makes sure that the project on convection control of glassy melts is the general topic of energy savings in glass manufacturing between Japan and the United States at least.

本 編

第1章 緒 論

1. 1 基本計画

1. 1. 1 研究開発の目的

エネルギー利用の効率化と地球環境の保全を図るため、ガラス製造業において最も多くのエネルギーを消費する溶融プロセスの省エネ・高効率化が求められている。しかしながら、ガラス溶融プロセスの省エネ・高効率化は従来技術の改善に留まっているのが現状である。これは、ガラスの溶融・脱泡・清澄過程からなる製造プロセスの解明が不十分であり、ガラス溶融炉内の対流制御技術が確立されていないことによるものである。

ガラスの溶融（反応）・脱泡・清澄過程の多岐にわたる複雑な現象を解明するためには、ガラス融液の対流シミュレーション技術の確立が最も重要な位置を占めるが、シミュレーションに必須である物質移動に係わる表面張力・粘性率などの基礎データは熱対流による影響のため正確に測定することが困難である。このため、これらの物性値を熱対流の起きない微小重力下で測定する必要がある。他方、無重力下においても温度差に起因する対流（マランゴニ対流）が生じることが知られており、これを実際のガラス溶融炉の対流制御に積極的に利用することにより、従来にない新しい対流制御技術の開発が期待できる。

本研究開発においては、ガラスの高温領域（1000℃～1500℃）における物性値を正確に測定可能な手法・装置を開発するとともに、測定した物性値を基にしてシミュレーションを行い、熱対流及びマランゴニ対流の影響を明確にすることにより、新たな対流制御技術を確立する。さらに、ガラス融液の脱泡・均質化の促進について、その対流制御技術の適用性を評価することにより、ガラス製造プロセスの省エネルギー化に資することを目的とする。

1. 1. 2 研究開発の内容及び目標

（1）研究開発の内容

a. 微小重力環境を利用したガラス融液の高温物性の測定

ソーダ石灰系ガラスの高温領域（1000℃～1500℃）における表面張力・粘性率を正確に測定する技術を開発して、対流制御に必要なデータを集積する。具体的には、非接触振動測定装置を開発し、微小重力下（落下塔を利用）や小型溶融炉内（比較用）においてガラス融液の高温物性を測定する。さらに、シミュレーション結果との対比によって測定精度を検証する。

研究開発項目			(1)微小重力環境を利用したガラス融液の高温物性の測定	(2)ガラス融液内の対流の計測と制御技術の検討	(3)脱泡・均質化促進への新対流制御技術の適用性評価
H 1 1	H 1 2	H 1 3	←→	←→	←→

1. 1. 3 スケジュール

- 本研究開発により提案された新しいガラス融液内対流制御方法の適用性を評価し、ガラス製造プロセスの省エネルギー効果を試算する。
- c. 脱泡・均質化促進への新対流制御技術の適用性評価
- する。
- 正確な物性値を使用したシミュレーション技術を開発し、熱対流及びブラウン運動の対流の影響を明確にすることにより、新しい対流制御方法を確立する。
- b. ガラス融液内の対流の計測と制御技術の検討
- 粘性率を正確に測定可能な手法・装置の開発と測定を行う。
- ソーダ石灰系ガラスの高温領域（1000℃～1500℃）における表面張力・接触角の測定
- a. 微小重力環境を利用したガラス融液の高温物性の測定
- (2) 研究開発の目標

- 制御方法の適用性を評価する。
- 均質化の促進について、本研究により開発された新しいガラス融液内対流制御方法の適用性を評価する。
- c. 脱泡・均質化促進への新対流制御技術の適用性評価
- ガラス製造プロセスの省エネルギーに直接関係するガラス融液の脱泡・均質化の促進について、本研究により開発された新しい対流制御方法について検討する。
- 面から新しい対流の制御方法について検討する。
- 熱対流及びブラウン運動の対流の影響を明確にし、炉の形状及び温度分布制御方法の適用性を評価する。
- b. ガラス融液内の対流の計測と制御技術の検討
- 微小重力下（落下塔を利用）や小型溶融炉においてガラス融液内の対流を計測及び観察手法・装置を開発し、測定を行う。また、実測結果とガラス融液の高温物性の正確な物性値を使用したシミュレーション技術を用いて、熱対流及びブラウン運動の対流の影響を明確にし、炉の形状及び温度分布制御方法の適用性を評価する。

1. 2 平成11年度研究開発計画

1. 2. 1 開発の内容

(1) 微小重力環境を利用したガラス融液の高温物性の測定

ガラス融液(1000~1500℃)の表面張力を正確に求めるために、無重力下で浮遊している真球状の液滴の振動数を計測するための装置を作製する。そして、地下無重力実験センターの落下塔を用いて、微小重力下で液滴状に浮遊したガラス融液の振動を非接触で測定する実験を行う。

(2) ガラス融液内の対流の計測と制御技術の検討

①シリコンオイルを用いたモデル実験、②そのモデル実験に対応したコンピュータシミュレーションに着手し、および③実際の溶融ガラスを用いてガラスの流れを観測するための小型溶融炉を設計・試作する。また、関連する研究報告の調査も並行して行う予定である。

1. 2. 2 実施計画の細目(手法・手段・研究場所等)

(1) 研究開発の内容

a. 微小重力環境を利用したガラス融液の高温物性の測定

平成11年度は、この実験に供する、落下実験に耐え、1000~1500℃に加熱できる電気炉を備え、非接触で浮遊する液滴の振動測定が可能な装置(非接触液滴振動測定装置)の試作に着手する。実験上の解決すべき問題は、融けたガラスを空中に浮遊させる技術、振動しながら浮遊するガラス液滴を高速ビデオ等の光学系により観測する技術、および正確な温度測定であり、落下実験を通してそれらの技術に関する知見を得る。また、振動測定技術等に関する調査を行う。

一方、通常重力場において測定された表面張力、粘性率等のガラスの高温物性について調査し、後年度において微小重力下で測定した値と比較するためのデータ蓄積に努める。

b. ガラス融液内の対流の計測と制御技術の検討

ガラスタンク溶融炉内のガラスの流れは、ガラスの引き出しによる入口から出口に向かう流れと温度差に基づく比重差、表面張力差、粘性等により引き起こされる対流からなっている。流れの制御はガラス製造にとって最も重要であるが、現状は炉内の流れの実態を正確に把握することすら困難である。

平成11年度は、その第一段階として以下の実験を行う。

①対流モデル実験を行うために、ガラス溶融炉の形状とほぼ相似の内部の流れが外から観察できる小型実験装置を製作する。そして、シリコンオイルを模擬流体とし、オイル内にトレーサーおよび感温液晶を入れ、上部自由表面をランプ等で加熱して実際のガラス製造プラントに近い表面張力差をもった表面温度分布を作り出

し、これによって発生する流れを観測する。また、赤外温度計による表面温度分布の計測と感温液晶を用いて内部の温度分布を測定する。

②上記の対流モデル実験の条件に対応したコンピュータシミュレーションを行うためのプログラム開発に着手する。開発のキープポイントとして、自由表面でマランゴニ流に駆動された三次元の流れの場と温度場に着目する。

③また、上記手法による成果を実際の溶融ガラスへ展開するため、溶融ガラスの対流の検討ができる機能を備えた小型溶融炉を開発する予定である。小型溶融炉の基本的な設計概念は、種々のアクションを採ることができるものとし、特に各部のヒーターを独立に出力制御できる構造で、後年度においてホットスポットの位置等を変えた実験が可能な仕様にする。

平成 11 年度は、上記の機能をもつ小型溶融炉の設計のための調査を行う。さらに、シミュレーション実験との相関性を十分考慮して小型溶融炉の基本的な構造部を試作する。また、試運転においては、後年度におけるモデル実験に備えて、小型溶融炉の操炉条件、温度分布、実験目的に対する機能性などを検討して、実験装置としての特徴、問題点、改造部分、付加機能などの把握に努める。

(2) 研究実施場所

- ①〒663-8142 兵庫県西宮市鳴尾浜 2 丁目 1-18
日本山村硝子株式会社 ニューガラス研究所
- ②〒660-0857 兵庫県尼崎市西向島町 111 番地
日本山村硝子株式会社 尼崎工場
- ③〒599-8531 大阪府堺市学園町 1 番 1 号
大阪府立大学 工学部 航空宇宙工学科
- ④〒563-8577 大阪府池田市緑丘 1 丁目 8-31
通商産業省 工業技術院 大阪工業技術研究所 光機能材料部

(3) 共同研究先

大阪府立大学 工学部 航空宇宙工学科 東 久雄 教授と微小重力下における表面張力の測定、溶融ガラスの対流モデルのシミュレーション等に関して共同研究を行う。

共同研究において各項目の内容は主として以下のように分担する。

a. 微小重力環境を利用したガラス融液の高温物性の測定

主として大阪府立大学 (O P U) が担当し、日本山村硝子 (N Y G) は液滴振動測定装置の加熱炉、ガラス試料の選択・提供、及び落下実験に関して協力する。

通常重力場におけるガラスの表面張力測定実験は、N Y G が担当する。

ｂ．ガラス融液内の対流の計測と制御技術の検討

シミュレーション研究に関してOPJが担当し、小型溶融炉を用いた研究に関してはNYGが担当する。

1. 2. 3 研究実施期間

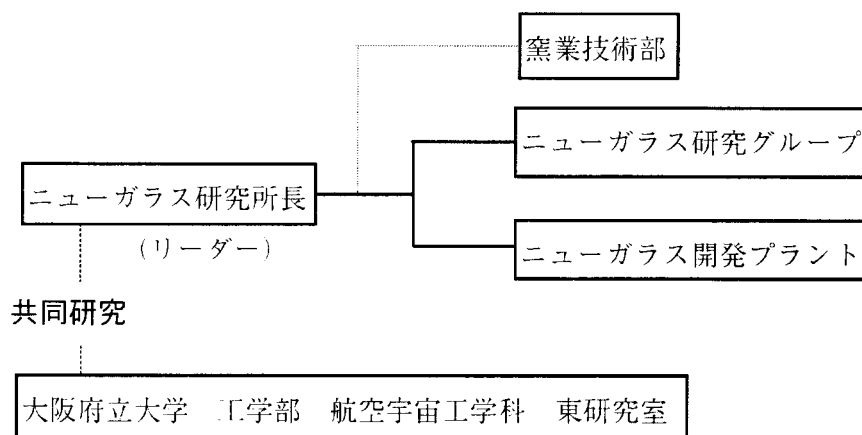
平成 11 年 8 月から平成 12 年 3 月 31 日まで

1. 2. 4 研究計画日程

年 月 実施内容	平成 11 年										平成 12 年		
	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	
a. 微小重力環境を利用したガラス融液の高温物性の測定													
b. ガラス融液内の対流の計測と制御技術の検討													

1. 2. 5 研究体制

(1) 研究組織



(2) 研究者氏名及び人員（役職、研究項目別担当）

氏 名	所 属 ・ 役 職	担 当
若林 肇	ニューガラス研究所 所長	総括
小西 明男	〃 研究グループリーダー	小型溶融炉開発及び指導
橋間 英和	〃 研究グループ主任研究員	実験用小型溶融炉開発
山田 秀雄	〃 研究グループ研究員	〃
森 海彦	〃 研究グループ研究員	〃

谷上 嘉規	〃 開発プラントリーダー	〃
田口 智之	〃 開発プラント係長	〃
鳥居 豊彦	産業技術部 課長	〃

共同研究先（大阪府立大学）

氏 名	所 属 ・ 役 職	担 当
東 久雄	工学部 航空宇宙工学科 教授	微小重力下実験、対流モデル
比江島 俊彦	〃 助手	〃

(3) 経理担当者及び業務管理者の所属、氏名

〒662-8586 兵庫県西宮市浜松原町 2 番 21 号
 経理責任者： 経理部長 木村 孔一
 TEL： 0798-32-2300 FAX： 0798-36-0725

〒663-8142 兵庫県西宮市鳴尾浜 2 丁目 1-18
 業務管理者： ニューガラス研究所長 若林 肇
 TEL： 0798-48-3456 FAX： 0798-41-9434
 E-mail： wakaba@po.iijnet.co.jp

(4) 他からの指導・協力事項

微小重力下でのガラスの研究に関する経験豊富な大阪工業技術研究所 光機
 能材料部 光材料物性研究室長 牧原正記氏から研究協力、指導を受ける。

<研究推進会議>

この研究開発を円滑、効率的に進めるために、大阪工業技術研究所 牧原正
 記研究室長、大阪府立大学工学部 東 久雄教授、比江島 俊彦助手、及び、日
 本山村硝子の研究担当者により構成される研究推進会議を開催する。そして、会
 議において研究結果の発表、研究進捗の調整、問題点、計画・方針に関する討議
 などを行う。開催は月 1 回程度とし、その他必要に応じて随時開く。
 今年度は 7 回開催された。

(5) 評価委員会

本研究開発の計画及び成果に対する評価、指導を頂くため、下記の学識経験者
 に評価委員会委員を委嘱した。

委員長 近畿大学 理工学部 経営工学科 教授 小見山 亨 氏
 委員 九州大学大学院 総合理工学研究科 教授 森永 健次 氏
 委員 東京理科大学 理工学部 機械工学科 教授 河村 洋 氏

本年度の第1回評価委員会は平成12年1月21日、日本山村硝子株式会社会議室において開催された。

1. 3 国際研究協力

1. 3. 1 国際共同研究の必要性

本研究開発の目的は、ガラス融液内対流の制御技術の開発をとおして省エネルギーとCO₂排出抑制に寄与することである。これは、わが国だけではなく、地球規模の問題であり、国際共同で研究開発を実施することが望ましい。

国際共同研究を予定している機関は、宇宙・微小重力研究の経験の豊富な大学であり、この国際共同研究により、本研究開発が円滑に実施され、成果の普及が進むものと考えられる。

1. 3. 2 過去の共同研究実績

ミズーリ・ローラ大学は、大阪工業技術研究所と1988年から航空機や落下塔を利用した微小重力研究を日米共同で継続して実施してきている。ミズーリ・ローラ大学教授の来日回数は10回にも及び、地下無重力実験センターを使った微小重力実験では、ガラス融液の蒸発・凝固による微粒子の作製実験を実施してきた。

1. 3. 3 共同研究相手方機関概要

ミズーリ・ローラ大学は、アメリカ合衆国ミズーリ州ローラにある州立大学で、その材料研究センターと共同研究を実施している。ミズーリ・ローラ大学材料研究センターは、ガラス、セラミックス、金属、高分子などの総合的な材料研究センターで、専任教授13名と併任教授23名から構成され、アメリカ合衆国では数少ないセラミック工学科からの学生、院生を抱えている。ミズーリ・ローラ大学のDay教授は、ミズーリ・ローラ大学の主幹教授で、材料研究センターの前所長、さらにアメリカンセラミックス学会前会長の要職にある。1983年と1985年にはスペースシャトルを利用したガラスの宇宙実験を実施し、1988年からは大阪工業技術研究所と国際研究協力を継続しており、航空機や落下塔を使った微小重力実験を実施してきている。ガラスと微小重力実験の分野では、世界をリードする研究者であり、海外のガラス関係者をとりまとめるにも最適である。大阪工業技術研究所との共同研究をとおして、わが国とのつながりも深く、本研究開発の一部を任せることができる。

1. 3. 4 ミズーリ・ローラ大学とのWorking Plan の締結

本研究開発の開始とともに、基本計画や実施計画書をもとに、ミズーリ・ローラ大学とのWorking Plan の締結の準備を進めた。1999年7月23日に、大阪工業技術研究所の牧原室長が、ミズーリ・ローラ大学を訪問した折りに、材料研究センター所長の立会いのもとに、あらかじめ同意してあった内容のWorking Plan にD.E. Day教

授とサインを交換した。7月30日に日本山村硝子の若林研究所長，8月3日に大阪府立大学の東教授が，このWorking Plan文書にサインを加えて，関連4機関(ミズーリ・ローラ大学，日本山村硝子，大阪府立大学，大阪工業技術研究所)の合意が成立した。Working Plan文書は6部作成し，ミズーリ・ローラ大学，日本山村硝子，大阪府立大学，大阪工業技術研究所がそれぞれ1部ずつ所持し，NEDO国際共同研究課と，工業技術院国際研究協力課にそれぞれ1部ずつ補完した。Working Plan文書のコピーを図1.3-1に示す。その和訳を図1.3-2に示す。

1. 3. 5 国際研究協力の詳細打ち合わせ

(1) C.S.Ray教授の来日

1999年10月，ミズーリ・ローラ大学のRay教授が，東京でのIn Space'99の招待講演のため来日した。これに合わせて，日本山村硝子と大阪府立大学で国際研究協力の詳細打ち合わせと情報交換を行った。

10月18日 日本山村硝子播磨工場

参加者 C.S.Ray教授 (ミズーリ・ローラ大学 材料研究センター)

牧原正記 (大阪工業技術研究所)

東 久雄 (大阪府立大学)

若林 肇 (日本山村硝子)

他 日本山村硝子播磨工場のメンバー

内容 日本山村硝子播磨工場のガラスびん製造ラインを見学した後，ガラス溶解炉の操業条件や，本研究開発の実炉への適用などについて議論した。

10月19日 大阪府立大学 航空宇宙工学科

参加者 C.S.Ray教授 (ミズーリ・ローラ大学 材料研究センター)

牧原正記 (大阪工業技術研究所)

東 久雄 (大阪府立大学)

他 大阪府立大学のメンバー

内容 C.S.Ray教授による宇宙環境利用の現状についての講演の後，落下実験装置の製作，実験の方法などについて議論した。

(2) 日本側メンバーの訪米

1999年11月に，本研究開発に関係するメンバーが訪米して，ミズーリ・ローラ大学にD.E.Day主幹教授，C.S.Ray教授を訪問し，共同研究の詳細な実施方法などについて議論した。図1.3-3は，ミズーリ・ローラ大学材料研究センターの玄関前で撮影した写真である。

参加メンバー

根岸 喜代春	NEDO 産業技術研究開発部 国際共同研究課 課長代理
石川 信二	NEDO 産業技術研究開発部 国際共同研究課 主査
牧原 正記	大阪工業技術研究所 光機能材料部 光材料物性研究室 室長
東 久雄	大阪府立大学 工学部 航空宇宙工学科 教授
若林 肇	日本山村硝子 ニューガラス研究所 所長

11月8日 ミズーリ・ローラ大学 材料研究センター

セラミックス工学科長のHuebner教授からミズーリ・ローラ大学セラミックス工学科の研究内容等について説明を受け、関係研究室を見学した。材料研究センターにおいて、Day教授、Ray教授、Brou教授から微小重力を利用したガラス、ガラスの生体利用、高レベル放射性廃棄物のガラス固化等についての研究紹介があり、続いて材料研究センター内を見学した。ミズーリ・ローラ大学側から提供を受けた文献、資料のリストは、表1.3-1のとおりである。ミズーリ・ローラ大学本部に副学長のGajda教授を訪問し、本国際研究プロジェクト歓迎表明を受け、ミズーリ・ローラ大学についての説明を受けた。

日本側からミズーリ・ローラ大学材料研究センターのセミナーとして、本研究開発の紹介や、プロジェクト関連の研究紹介を行った。

演題と講演者は次のとおり。

牧原正記「Containerless Glass Melting Under Magnetic Levitated Condition」

東 久雄「Three Dimensional Large Amplitude Drop Oscillations in Low Gravity: Experiments and Theoretical Analysis」

若林 肇「Introduction of our Research Subjects on High-Performance Glasses at the Nihon-Yamamura Glass Company」

11月9日 MO-Sci 社

ミズーリ州ローラのMO-Sci 社を訪ね、副社長のMr. Ted Dayから会社の概要についての説明を受け、社内見学を行った。MO-Sci 社はDay教授が創立した研究開発型ベンチャー企業で、ガラス微粒子やガラス繊維を製造販売している。ガラス微粒子は、ガン治療用や液晶パネルのスペーサなどとして世界の大手企業にも出荷されている。微粒子はガスフレーム法という短時間の微小重力環境を利用して作製されている。

MO-Sci 社内の会議室で、Day教授、Ray教授と図1.3-4をもとにして、本国際共同

研究の今後の進め方等について話し合った。内容は次の3点。

1. Day教授がアメリカ合衆国側の代表者としてとりまとめること。
2. 本年8月に締結した本プロジェクトのWorking Planに基づいてプロジェクト全体の確認を行った。日米共同の落下塔実験，試料の分析などミズーリ・ローラ大学側の研究分担の確認をした。
3. アメリカ合衆国側の来日等，人的交流を進めること。

表1.3-1 ミズーリ・ローラ大学側から提供された資料

1. 共同研究相手先の機関と人物の紹介

- 1-1 Day教授の経歴書 A4版 1枚
- 1-2 Day教授の経歴書 A4版 1枚
- 1-3 ミズーリ・ローラ大学材料研究センターのパンフレット 4ページ
- 1-4 ミズーリ・ローラ大学鉱山金属学部のパンフレット 28ページ
- 1-5 Mo-Sci 社のパンフレット 4ページ

2. ミズーリ・ローラ大学の研究発表論文

- 2-1 C.S.Ray and D.E.Day; Proceedings of IN SPACE'99 (Tokyo) p.57-68 (1999).
- 2-2 M.Makihara, C.S.Ray and D.E.Day; Proceedings of SPIE (Denver) Vol.3792 p.209-217 (1999).
- 2-3 C.S.Ray and D.E.Day; Thermochimica Acta 280/281 163-174 (1996).
- 2-4 C.S.Ray and D.E.Day; J. Am. Ceram. Soc, 73 p.439-42 (1990).
- 2-5 C.S.Ray and D.E.Day; J. Am. Ceram. Soc, 80 p.3100-108 (1997).
- 2-6 M.G.Mesko and D.E.Day; J.Nucl. Mat. 273 p.27-36 (1999).
- 2-7 G.K.Marasinghe, C.S.Ray, D.E.Day et.al; J.Non-Cryst. Solids 222 p.144-152 (1997).
- 2-8 M.Karabulut, C.S.Ray, D.E.Day et.al; J.Non-Cryst. Solids 249 p.106-116 (1999).
- 2-9 C.S.Ray, D.E.Day et.al; J.Non-Cryst. Solids 249 p.1-16 (1999).
- 2-10 J.E.White and D.E.Day; Key Engineering Materials 94-95 p.181-208(1994).
- 2-11 C.S.Ray, D.E.Day, M.Makihara et al; Proceedings of 19th ISTS (Yokohama) p.651-656 (1994).
- 2-12 O.Hafeli, D.E.Day et al; Int. J. Radiation Oncology Biol. Phys. 44 p.189-199 (1999).
- 2-13 C.S.Ray and D.E.Day; 日本マイクログラフィティ応用学会誌 7 p.94-108 (1990).

**Working Plan for
Cooperative Research and Development Project on
Convection Control of Glassy Melts
as Determined by Microgravity Experiments**

Research on Glass Preparation Process for Saving Energy

1. Names of Institutional Participants

Japan Side:

Osaka National Research Institute (ONRI)
Nihon Yamamura Glass Co., Ltd. (NYG)
Osaka Prefecture University (OPU)

U.S. Side:

University of Missouri-Rolla (UMR)
(Private companies and National Institutes may be added where there are common interests and appropriate resources)

2. Scope of Activities

ONRI, NYG, and OPU:

Study of the surface tension of glassy melts by using microgravity

Development of simulation and measurement methods for convection flow in glass melting furnace

Analysis of bubble movement and chemical homogenization in glassy melt

UMR:

Study of the thermal properties of glassy melts using microgravity

Study of convective flow and chemical homogenization in glassy melts under microgravity conditions.

Property analysis of glasses prepared by new operational processes.

The details of these activities will be worked out in annual meetings between the Japanese and U.S. participants and may change depending upon the needs of the project.

3. Objectives

Development of new glass preparation process for saving energy.

4. Funding Mechanisms

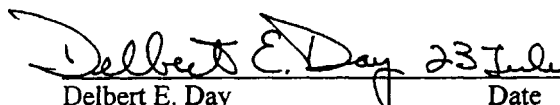
ONRI is funded through MITI, NYG and OPU are funded through NEDO. UMR work in these areas will be funded by companies and agencies that have an interest in developing energy saving glass technologies.

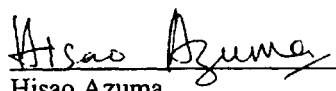
5. Reporting Procedures

- Informal reporting of research results on an as-needed basis
- Annual meeting and reports to participants only
- Workshop held at the end of the project

6. Signatures


23 July 1999
Masaki Makihara Date
Head of Optical Materials Science Section
Department of Optical Materials
ONRI


23 July 99
Delbert E. Day Date
Curators' Professor of Ceramic Engineering
and Senior Investigator, Graduate Center
for Materials Research
University of Missouri-Rolla


3 Aug. 99
Hisao Azuma Date
Professor
Department of Aerospace Engineering
OPU

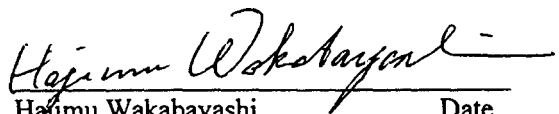

30 July 1999
Hajimu Wakabayashi Date
Senior Manager
New Glass Research Center
NYG

図 1.3-1 国際共同研究のWorking Plan 文書

Working Plan

微小重力実験を利用したガラス融液の対流制御に関する共同研究開発プロジェクト
--ガラスの省エネルギー製造プロセスの研究--

1.参加研究機関

日本側

大阪工業技術研究所(ONRI)

日本山村硝子(NYG)

大阪府立大学(OPU)

アメリカ合衆国側

ミズーリ・ローラ大学(UMR)

(このプロジェクトに興味を示し、適切な研究資源を有する民間企業や国立研究所が加わる場合もある。)

2.研究計画

大阪工業技術研究所，日本山村硝子，大阪府立大学:

微小重力を利用したガラスの表面張力に関する研究

ガラス溶解炉中の対流の計測方法とシミュレーション技術の開発

ガラス融液中の泡の動きと化学的均質性の解析

ミズーリ・ローラ大学:

微小重力を利用したガラス融液の熱物性研究

微小重力下におけるガラス融液の対流と化学的均質性

新プロセスにより製造されるガラスの物性解析

これらの研究計画の詳細は，日本側とアメリカ合衆国側の会合において検討され，必要ならば変更が可能である。

3.目的

省エネルギーのためのガラスの新製造技術の開発

4.予算

大阪工業技術研究所は通商産業省から，日本山村硝子と大阪府立大学はNEDOを通して予算を獲得する。ミズーリ・ローラ大学は，ガラスの省エネルギー技術開発に興味を持っている民間企業や政府関係機関から予算の獲得に努める。

5.情報交換の方法

必要に応じて非公式に研究結果を相互に報告する。
参加機関のみの会合を定期的に持ち、情報交換をする。
プロジェクトの終了時には、ワークショップを開催する。

6. サイン

牧原正記 1999年7月23日
大阪工業技術研究所
光材料物性研究室長

D. E. Day 1999年7月23日
ミズーリ・ローラ大学材料研究センター
主幹教授

東 久雄 1999年8月3日
大阪府立大学 航空宇宙工学科
教授

若林 肇 1999年7月30日
日本山村硝子 ニューガラス研究所
所長

図1.3-2 Working Planの和訳

第2章 微小重力環境を利用したガラス融液の高温物性の測定

2. 1 ソーダ石灰ガラス融液の高温物性

2. 1. 1 文献調査

<<目的と調査結果>>

流体の流れを測定・解析するには、その流体の各種物性値が必要となる。代表的なものとして、密度、粘度がある。流れが温度差により生じる場合は、これに加え比熱、熱伝導度の値が必要になり、また、先にあげた2つに関しても各温度における値が必要となる。本研究に際しては更に、ガラス溶解におけるマランゴニ対流の影響を明らかにするために表面張力を、用いた直接通電加熱方式のヒーターの発熱を正確に考慮するために電気伝導度を必要とし、これらについても各温度における値が必要である。

各物性値の測定目的および測定方法の調査結果を以下にまとめる。

○ 表面張力

表面張力は、本研究のマランゴニ対流と密接な関係にあり、表面張力差による対流機構を明らかにするには必要不可欠な物性値である。ガラス融体の表面張力測定方法としては、リング引き上げ法、最大泡圧法、静滴法、懸滴法、液滴法がある¹。中でも、リング引き上げ法と最大泡圧法は精度が高い。これらの測定からの表面張力の算出には、別に正確な融体密度値が必要となる。

上述のとおり、表面張力差を求めるために温度と表面張力の詳細な関係が必要となる。しかし、文献中にはある特定の温度における値しか見出せず、表面張力流解析に必要な情報を得るに到らなかった。

○ 密度

溶融状態のガラス密度は、対流における密度差対流(いわゆる熱対流)の寄与率を明らかにするのに必要であり、また、密度の値は既述の表面張力測定にも使用される。ガラス融体の測定には、アルキメデス2球法、最大泡圧法、静滴法などがある¹。精度の良い測定法として、アルキメデス2球法が広く用いられている。

代表的な2成分ケイ酸塩系融体の密度を表2.1-1に示す¹。表面張力の調査と同様、実験に使ったその類似ガラスについて、密度の値の温度依存性は発見できなかった。

○ 電気伝導度

本研究の実験炉には直接通電加熱方式のヒーターが用いられており、このヒーターの発熱量と電気伝導度は密接に関係している。ガラス融体はイオン伝導体であるので、金属融体の電気伝導度測定に用いられている直流法は融体が分極するので適用できない。そこで、交流法が用いられることが多い。ガラス融体の交流法による測定は文献 2 に詳しい。

本研究に用いたガラスと類似組成のガラスについて、電気伝導度と温度依存性を図 2.1-1 に示す¹。

○ 粘度

流体の粘度は、流れに影響を及ぼす重要な要因の一つである。ガラスの粘度範囲は、非常に広い範囲にわたって変化するため、測定には各粘度領域に応じて異なった方法が用いられる。本研究の範囲である高温での粘度測定では、回転円筒法と球引き上げ法が代表的である。一般的なガラスの粘度曲線を図 2.1-2 に示す¹。

○ 熱伝導

ガラス融体の伝熱は、振動エネルギーの直接的伝達によるいわゆる熱伝導より、輻射による伝熱が支配的であり、計算機シミュレーションにおいてはこれを考慮した見かけの熱伝導率(輻射伝導率)を考慮すべきである。本研究に用いたものと類似組成と思われるびんガラスを含む幾つかのガラスの熱伝導率を図 2.1-3 に示す¹。

○ 比熱

比熱は、ガラス溶融時の熱収支と直接関係しており、密度、粘度、熱伝導率などと共に、融体流れを計算機シミュレーションするには正確な値が必要とされる。比較的低温領域では DSC を用いるのが一般的であるが、700 °C を越す高温領域では断熱型熱量計を用いた落下法が広く使われている¹。表 2.1-2 に、類似組成を含む幾つかのガラスの比熱を示す³。

<<まとめ>>

ガラス融体の流れ解析に必要な物性値はガラス組成と融体温度に強く影響され、求める情報を過去の報告に発見するのは難しい。溶融炉実験と計算機シミュレーションを一致させる必要最低限の条件として正確な物性値が挙げられ、このことから、実際に実験に用いるガラスについて、各種測定により正確な物性値を測定することが必要であると結論付けられる。特に表面張力については報告例も少なく、また、測定方法や補正方法の影響を受けやすい

ので、多様な測定法により考察する必要がある。

<<参考文献>>

1. 山根 正之ら，ガラス工学ハンドブック(新版)，初版，(1999)
2. 若林 肇，寺井 良平，窯業協会誌，**91**，335-338 (1983)
3. 森谷 太郎ら，ガラス工学ハンドブック，初版，(1963)

2. 1. 2 粘性測定

A. 概要

融液内対流シミュレーションを実施する上で、高温領域での確度の高い粘性データが必要である。高温での融液の粘性測定の方法には回転式円筒法と球引上げ法があるが、本研究では白金球引上げ法でガラスの粘度を測定する。

B. 粘度の測定方法

B-1. 白金球引上げ法

白金球引上げ法では溶融ガラス中での球体の運動を連結した天秤で測定する。球が等速度運動をしている場合、粘度は Stokes の法則により次式で与えられる。

$$\eta = K_A(W-W_0) \Delta t / \Delta x$$

ここで η は粘性、 K_A は容器定数、 W は分銅の重量、 W_0 は分銅が液中で釣り合っているときの重量、 $\Delta t / \Delta x$ は単位距離の引上げ時間である。

粘性は一定上昇速度（引上げ速度）での粘性によって球に加わる抵抗（荷重）と上昇時間を測定することにより求めることができる。すなわち、(1)式の $(W-W_0)$ および $\Delta t / \Delta x$ を測定し、あらかじめ既知粘度の標準ガラス（NBS 標準ガラス # 711($\text{PbO}_2\text{-SiO}_2$ ガラス))を用いて K_A を決定し、粘性を求めることができる。

B-2. 粘度測定用試料

表 2.1-3 に溶融試験用ガラス試料と他の類似ガラスの組成との比較を示す。粘度測定に使用したガラスは小型溶融炉での溶融試験用ガラス試料である。粘度測定の前にガラスをフレーク状態にして白金るつぼに入れ、1450℃の電気炉内で再溶融した。白金るつぼ（ $\phi 45\text{mm}$ ，高さ 63mm）上部より 1cm のところまでガラスを満たした後、外に出し空冷した。

B-3. 測定操作

球引上げ装置は(株)オプト企業製の BVM-11T を使用した。白金るつぼを装置内にセットしてから電気炉を上昇させ、所定温度まで達してからあらかじめつり下げておいた白金球（ $\phi 8\text{mm}$ ）をガラス内へ沈めた。電気炉の位置は白金球が白金るつぼの底から約 1cm のところへくるよう設定した。測定前に白金球を 4～5 回上下運動し、白金球や線に付着している泡を取り除き、ガラスを攪拌した。その後 2～3 分待ち、測定を開始した。

白金球の引上げは等速度で 2cm 引き上げるが、その途中の 1cm の区間の上昇時間（タイマー表示される）と荷重を測定した。

測定は 1450, 1400, 1300, 1200, 1100℃の各温度で約 30 分保持した後に実施

した。

C 結果と考察

図 2.1-4 にガラスの温度-粘度曲線を示す。溶融試験用ガラスと類似組成の文献値の粘度は高温領域では 1364K の一点しかなかったが、比較的良い一致を示した。

一般的にアルカリ金属およびアルカリ土類酸化物の添加は SiO_4 四面体ネットワークを切断するためにガラスの粘度を下げる働きがあることが知られている。中でも原子番号が小さいアルカリ金属の酸化物は粘度を急激に下げる働きがある。溶融試験用ガラスが大工試の標準ガラスよりも大きな粘度を示すのは、 Na_2O 量が少ないためではないかと考えられる。

図 2.1-5 にガラスの粘度のアレニウスプロットを示す。Andrade に導かれた $\log \eta$ と $1/T$ の関係と Vogel-Fulcher-Tamman²⁾ の $\log \eta$ と $1/(T-T_0)$ の関係でまとめた。Vogel-Fulcher-Tamman によって導かれた次式はガラスの粘度を広い温度範囲にわたって示すことができる。

$$\text{Log } \eta = A + B / (T - T_0)$$

T_0 はアレニウス性からのずれを小さくするための最適化係数であり、粘度は T_0 で無限大となることを表している。

Vogel-Fulcher-Tamman²⁾ の式から、溶融試験用ガラス試料の粘度は以下の式で求められる。

$$\text{Log } (\eta / \text{Pa} \cdot \text{s}) = 5441 / (T - 469.0) - 3.409$$

$$r = 0.9999$$

一般的に T_0 はガラス転移温度より低いとされているために、 $T_0 = 469.0 \text{ K}$ は特に問題はないと考えられる。今後、さらなる高温粘性データとの比較が望まれる。

参考文献

- 1) 小川博司，小川晋永編：ガラス組成データブック.技報堂，1991，p23.
- 2) M.L.Williams, R.E.landel and J.D.Ferry : J.Am. Ceram. Soc.,1955,77, p3701.

2. 1. 3 ガラスの融液状態での電気伝導度測定

<<目的>>

実験用ガラス溶融炉は、加熱方法の一つとして直接通電加熱方式を採用しており、運転条件を決定するためには、溶融するガラスの融液状態での電気伝導度を把握しておく必要がある。また、流れのコンピュータシミュレーションにおいては、各温度におけるガラス融液の諸物性が必要となり、その一環としても電気伝導度測定は必要不可欠である。

<<実験方法>>

○ セルの作製 (ガラスの鑄込み)

白金箔の上に、輪切りにしたアルミナ管を乗せ、電気炉で加熱した。十分に加熱した後、小さく割ったサンプルを入れ、フローするまで再加熱した。ガラス素地面が、アルミナ管の端面より盛り上がるまで繰り返してサンプルを加えた。

その後、白金網と、アルミナ管の外径とほぼ同径の白金リングを乗せ、100 °C/h で室温まで降温し測定セルとした。(図 2.1-6)

今回の実験条件(アルミナ管のサイズ等)を表 2.1-4 に示す。

○ 実験

測定装置を図 2.1-7 に示す。準備したセルを炉中にセットし、上下から測定端子で挟み込み、100 °C/h で昇温しながら 300 sec 毎に測定した。測温は、上部電極のすぐ上に設置した熱電対で行った。下部電極の直下にも同様に熱電対が設置してあり、測定中はこれら 2 つの指示温度差が 1 °C 以内になるよう、発熱体の位置を調節した。

円筒状の被測定物の上下両端に平行平板電極が設置された測定槽のセル定数 C は、以下の式で計算できる。(但し、断面積 : S , 電極間距離 : l とする)

$$C = l / S$$

そして、測定周波数における融体の測定抵抗 R と比電導度 k の関係は以下のとおりである。

$$k = C / R$$

ガラスにおける伝導は電解電導であるので分極が生じ、測定抵抗は真の溶液抵抗と分極抵抗を含む。しかし、測定周波数が十分に高い場合は分極抵抗を無視できるので、今回も測定値でもって融液抵抗値とみなした。

<<結果・考察>>

測定抵抗から計算された比電導度の対数値 $\log k$ を縦軸に、絶対温度の逆数を横軸にとりプロットしたものを図 2.1-8 に示す。低温領域では測定装置内の温度分布が不均一であるため揺らぎが見られるものの、高温領域ではばらつきの少ないデータが得られた。

1250 °C を超えると、抵抗値が減少に転じた。これは、ガラス粘度が下がったことにより、セルを構成するアルミナ管と白金箔の隙間からガラスが染み出し、結果としてセル内に気泡が発生したものと考えられる。この時点で、測定を終了した。

この測定結果と、実験炉を大きなセルと見立てて操炉記録から算出した比電導度を併せてプロットしたものを図 2.1-9 に示す。セル断面積を電極面積と同様に 20×20 cm で計算すると測定結果から大きく外れた。そこで、セル断面積を大きめ (33×33 cm に相当) に見積もって計算すると、測定結果と良く一致した。これは、電極間で電流が樽状に膨らんで流れていることを示唆する。

<<参考文献>>

1. 若林 肇, 寺井 良平, 窯業協会誌, **91**, 335-338 (1983)

表 2.1-1 二成分ケイ酸塩系融体の密度

系と測定温度	SiO ₂ / wt%	ρ / g・cm ⁻³
Na ₂ O-SiO ₂ 1400 °C	40	2.17
	50	2.19
	60	2.20
	70	2.21
	80	2.22
CaO-SiO ₂ 1700 °C	40	2.68
	50	2.61
	60	2.55
	70	2.45

表 2.1-2 ガラスの比熱

ガラスの組成 / wt%							比熱 / J・g ⁻¹ ・°C ⁻¹	
SiO ₂	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	400~800 °C	40~1000 °C
74.10	16.65	0.04	4.65	3.23	0.33		1.17	1.22
71.88	17.59		5.01	3.64	1.21		1.12	1.21
73.28	16.31		5.31	3.88	0.48		1.17	1.19
74.95	15.82		4.79	3.30	1.13		1.11	1.23
71.58	14.00		12.94	0.10	0.54	0.12	1.15	1.21
74.84	16.48		2.55	1.77	4.36		1.17	1.18

表 2.1-3 溶融試験用ガラス試料と他の類似ガラスの組成(wt%)との比較

	溶融試験用 ガラス	大工試験標準 ガラス	文献値 ¹⁾
SiO ₂	72.8	72.5	72.5
Al ₂ O ₃	2.0	1.5	1.8
CaO	10.9	10.0	11.2
MgO	0.2	2.0	0.1
Na ₂ O	12.4	13.5	13.1
K ₂ O	1.3	0.5	0.8
SO ₃	0.2		0.2
As ₂ O ₃		0.5	

1) 小川博司, 小川晋永編: ガラス組成データブック.
技報堂, 1991, p23.

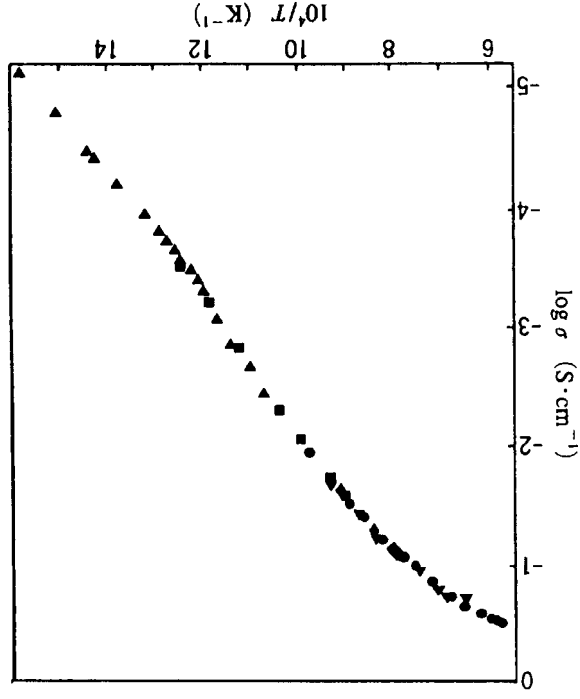


図 2.1-1 ソーダ石灰ガラス ($16 \text{ Na}_2\text{O} \cdot 12 \text{ CaO} \cdot 72 \text{ SiO}_2$) の電気伝導度の温度依存性²⁾
 直線(固体ガラス)から曲線(熔融状態)に移る屈折点はガラス転移温度に当たる。印は下に示す槽定数の違いを表す。●: $3.34 (\text{cm}^{-1})$, ◆: 3.472 , ▲: 3.42 , ■: 0.544 , ▼: 0.00566 .

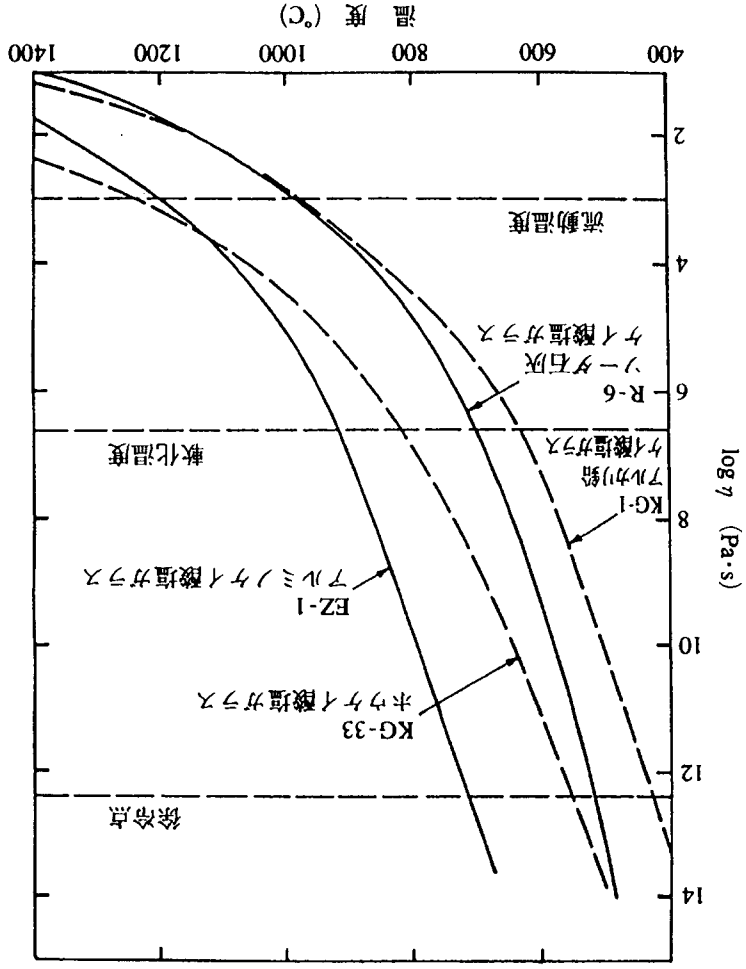


図 2.1-2 一般的なガラスの粘度曲線¹⁾

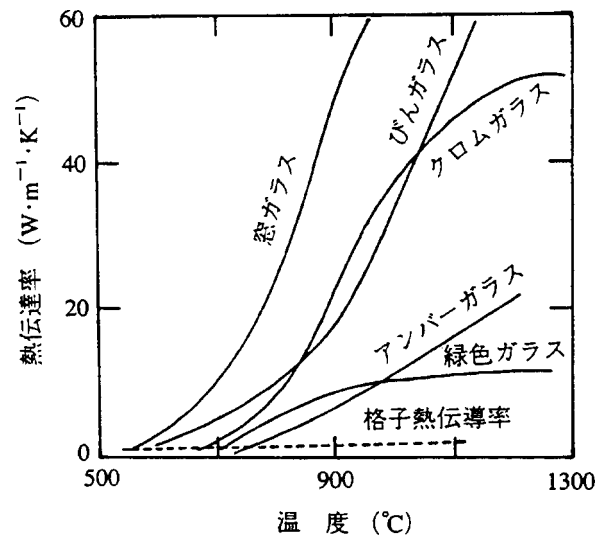
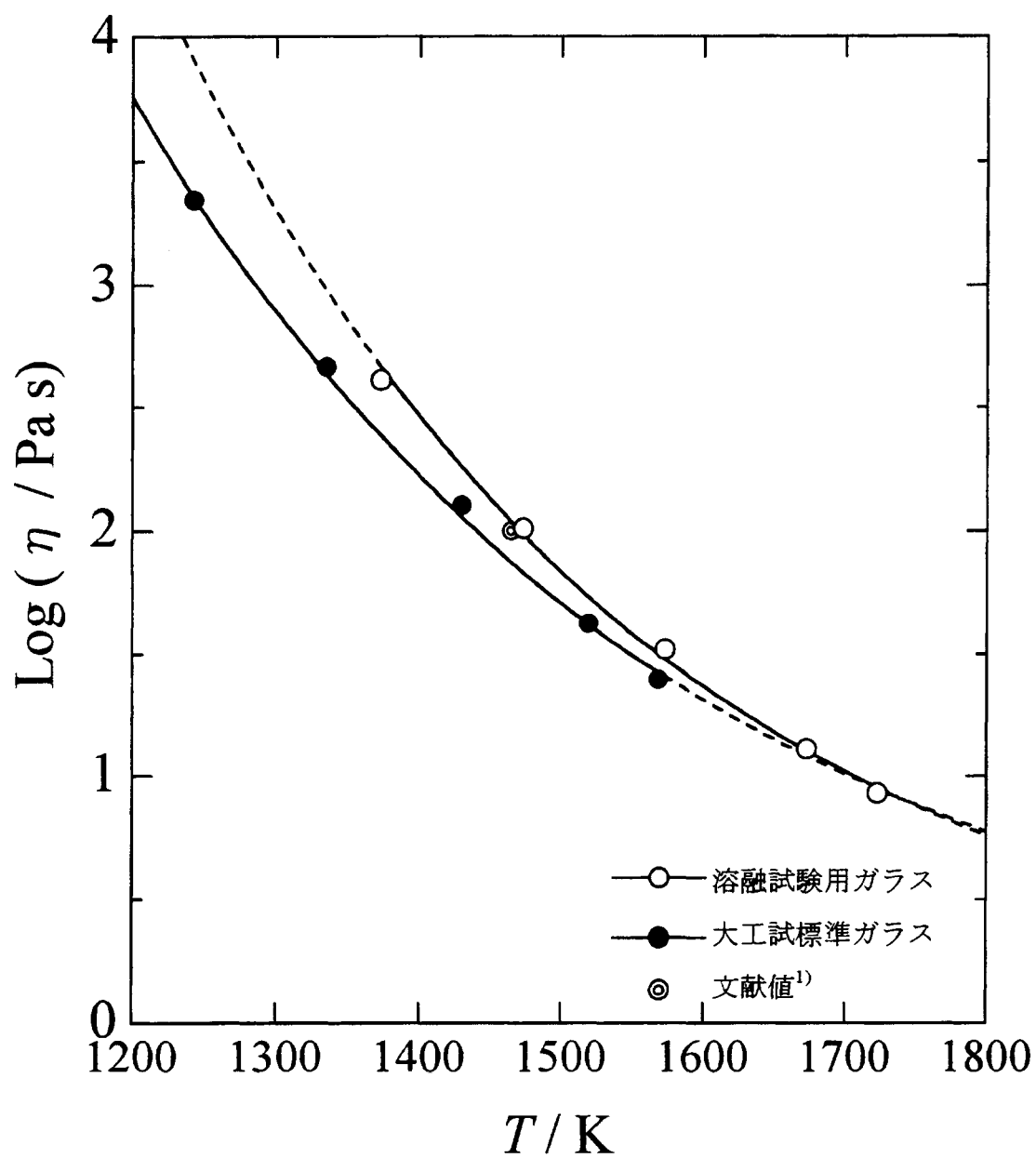
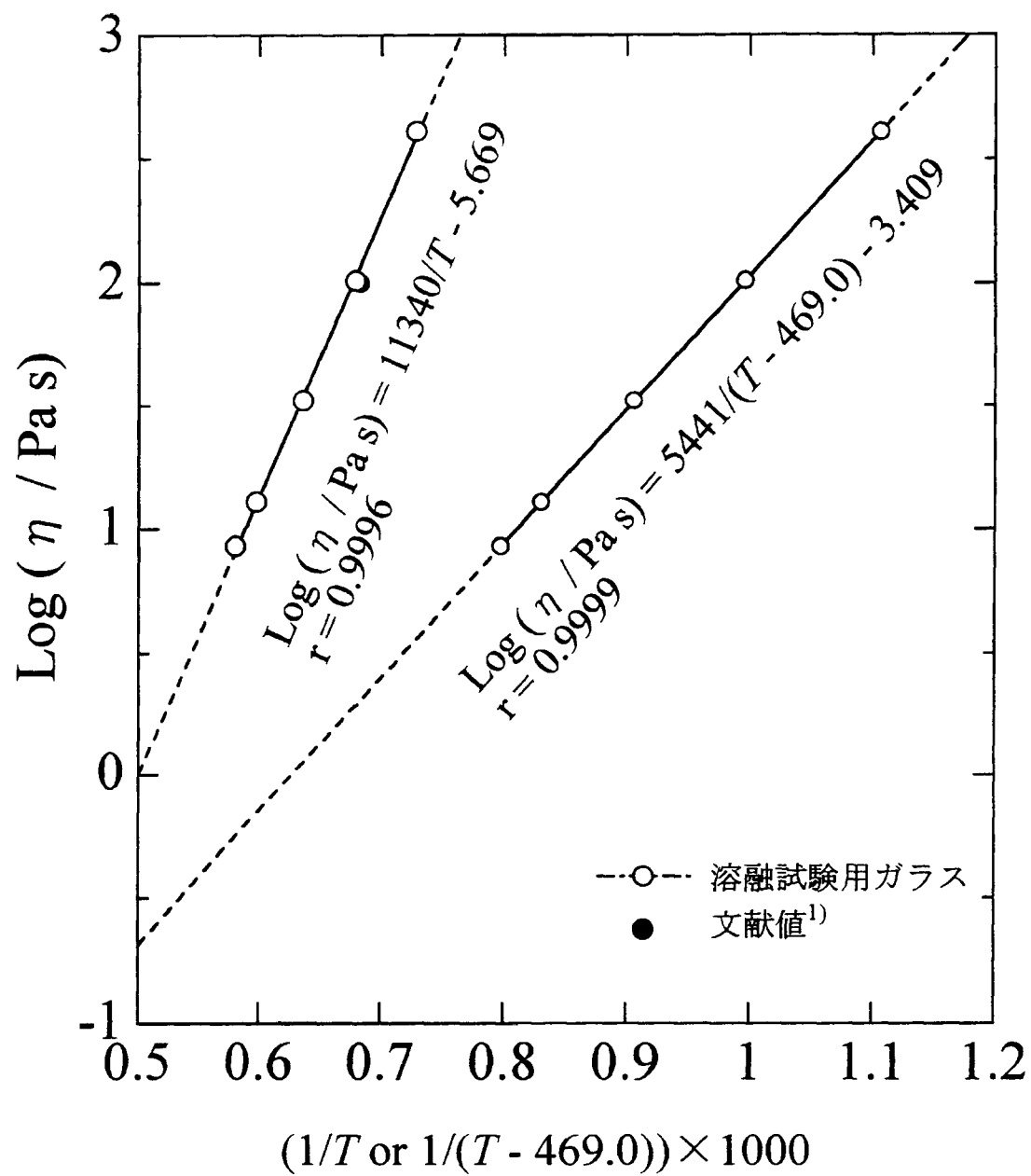


図 2.1-3 透明ガラスおよび色ガラスの融液の熱伝達率の温度依存性



1) 小川博司, 小川晋永編: ガラス組成データブック.
技報堂, 1991, p23.

図2.1-4 ガラスの温度-粘度曲線



1) 小川博司, 小川晋永編: ガラス組成データブック。
技報堂, 1991, p23.

図2.1-5 ガラスの粘度のアレニウスプロット

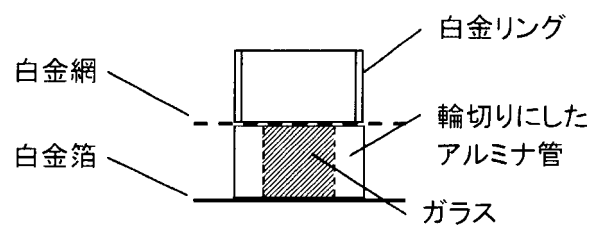


図 2.1-6

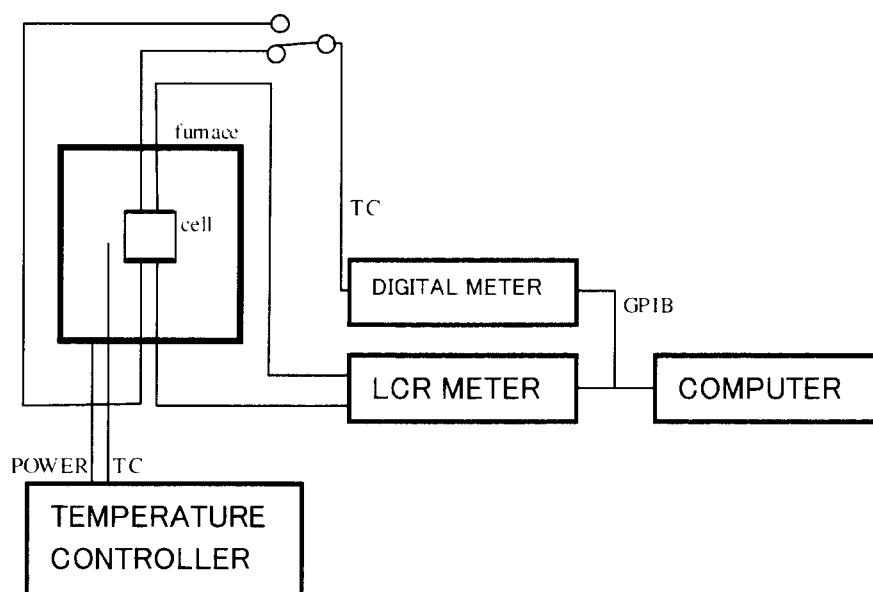


図 2.1-7

表 2.1-4

測定セル	アルミナ管	
	外径	10.5 mm
	内径	6.55 mm
	長さ	10.15 mm
サンプル	びんガラス(無色透明)	
铸込み温度	約 1000 °C	
周波数	10kHz	

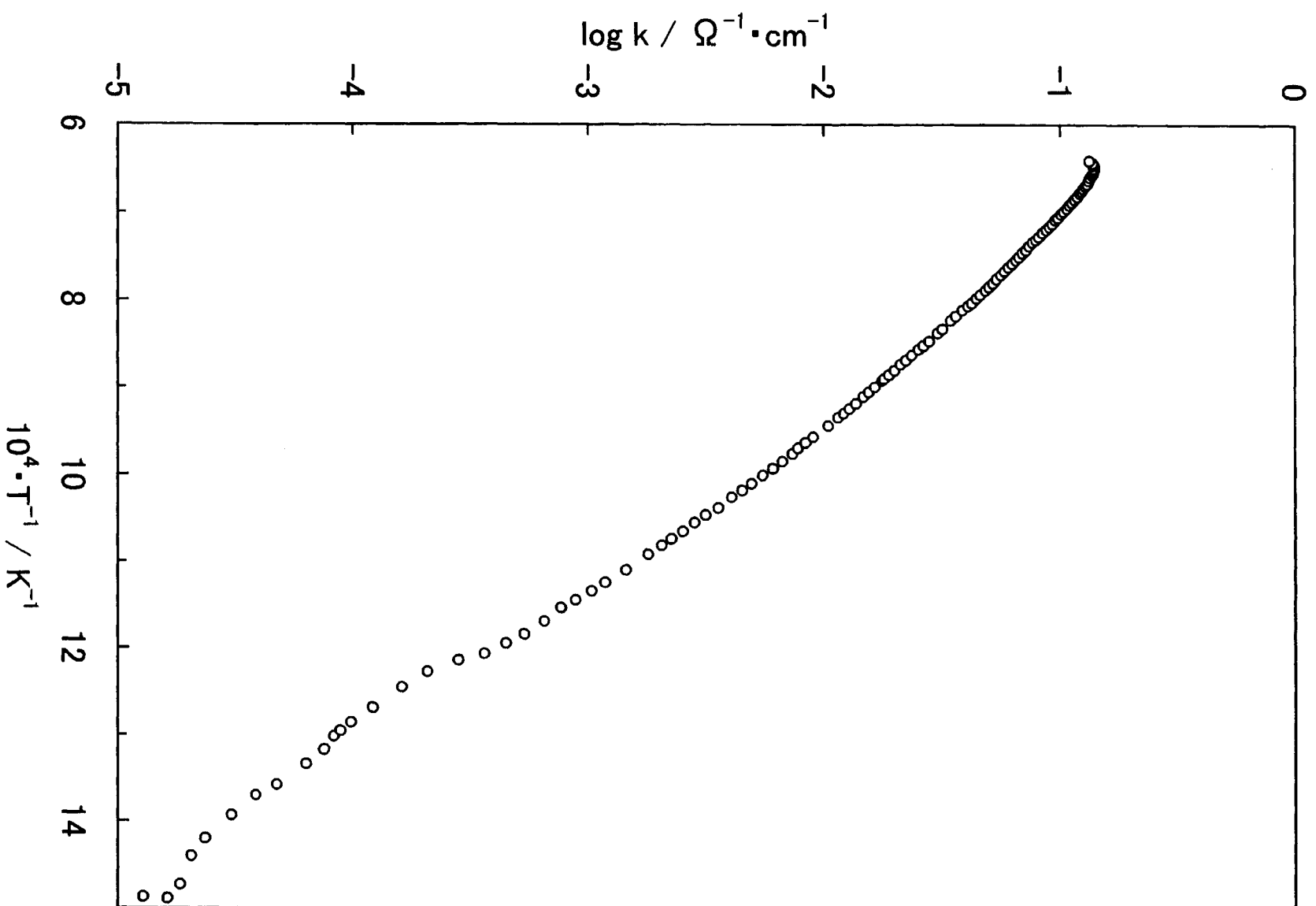


図2.1-8 温度と比電導度の関係

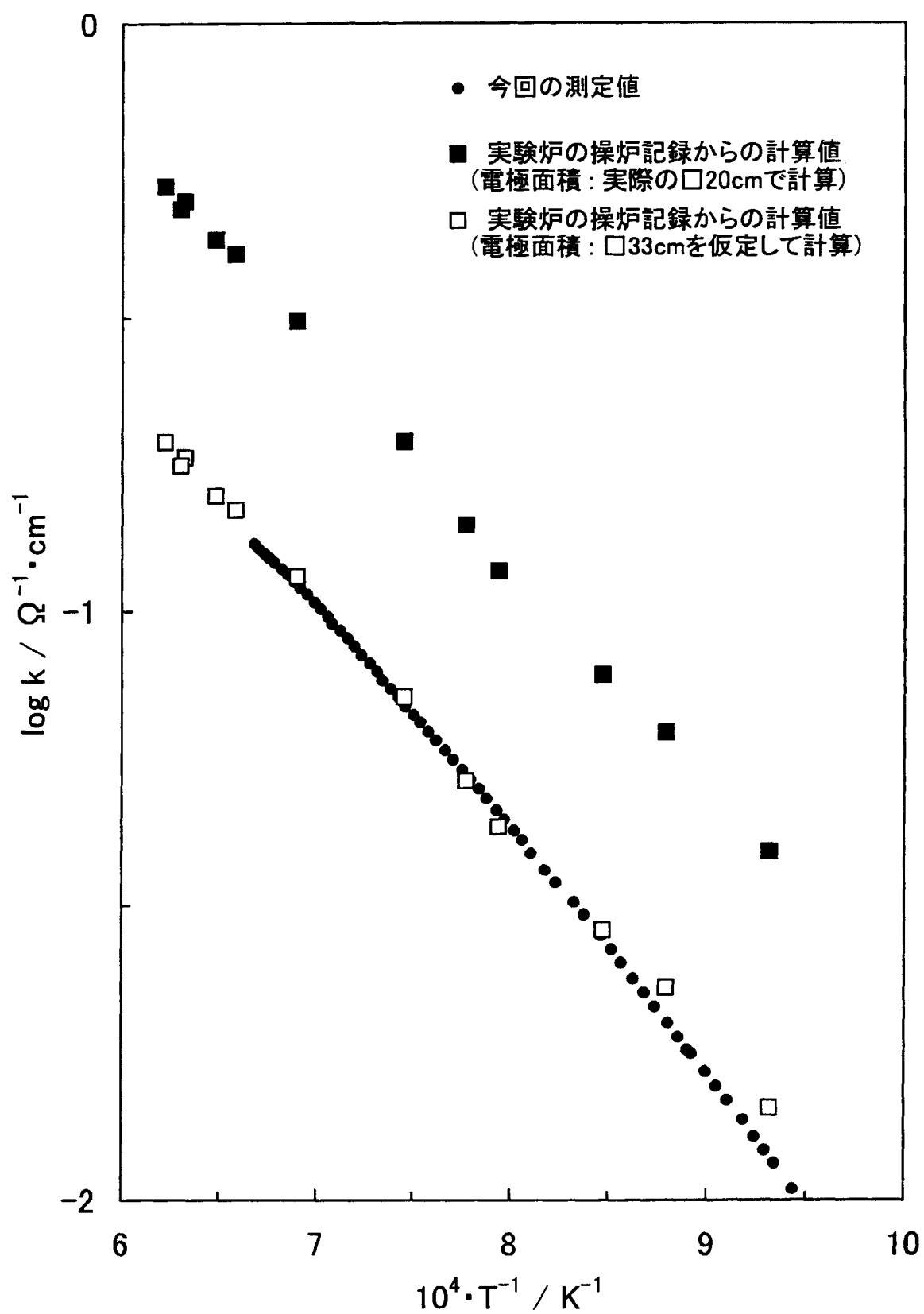


図2.1-9 測定した比電導度と実験炉の操炉記録から算出した比電導度の比較

2. 2 ガス流音波浮遊炉によるガラスの浮遊実験

2. 2. 1 CRI社とガス流音波浮遊炉(Aero-Acoustic Levitator (AAL))について

本研究開発の目的の一つであるガラス融液の高温物性測定の手段として、微小重力環境下でのガラス融液の浮遊を計画している。一方、ガラス融液の浮遊は、ガス流音波浮遊装置により可能であり、この装置によってガラス融液の高温物性測定がどこまで可能であるのか、その結果が落下実験に生かせないかという点について明確にしておく必要がある。これによって、本研究開発のより一層の推進を図ることができる。ガス流音波浮遊装置(Aero-Acoustic Levitator (AAL))は、アメリカ合衆国のCRI社が開発し、依頼試験ができるようになっている。

CRI社(Containerless Research Inc.)は、アメリカ合衆国イリノイ州エバンストンにあり、1993年にIntersonicsが浮遊炉部門と音響部門に分離独立してできた研究開発型企業である。創立当時の4人のメンバーが中心になり、浮遊炉関係の装置開発と委託研究を業務の中心にしている。現在の従業員は十数人で、米国内の大学、NASA等の政府機関を主な顧客としている。

ガス流音波浮遊装置はCRI社の現社長Dr.Nordineが、開発してきたAero-dynamic Furnaceと、CRI社の前身であるIntersonicsの社長Dr.Reyが開発してきたAcoustic Levitatorを組み合わせた複合型の浮遊炉である。当時Dr.NordineはContainerless Processingという会社を持っていたが、Intersonicsと合併してAALを完成させた。

ガス流音波浮遊装置は、3軸6音源の高温型音波浮遊装置にガス流浮遊を組合せて、浮揚力を増加させた装置で、0.2mmの精度で位置制御可能、CO₂レーザを加熱源にして、放射温度計で試料温度を測定し、少なくとも2400℃までの加熱が可能である。AALを用いて、サファイア、ルビー、多結晶アルミナの溶融、過冷却、結晶化実験、超伝導セラミックスの溶融実験、CaO-Ga₂O₃-SiO₂系ガラスの臨界冷却速度の研究、低融ガラスの蒸発実験などが、地上で実施されている。

2. 2. 2 ガス流音波浮遊炉によるガラスの浮遊実験

(1) 要約

CRI社のガス流音波浮遊装置を利用した研究を1999年11月に実施した。

無色透明のびんガラス、茶色のびんガラス、緑色のびんガラスの3種類のガラス試料について、850～1550℃の温度範囲で、無容器処理と物性測定を実施した。25～40 mg(2.5～3.5 mm直径)の試料をガス流音波浮遊炉(AAL)で浮遊させ、CO₂レーザで両面から加熱した。実験は乾燥空气中で実施した。実験経過は、30 frames/secのビデオカメラでモニターした。また、液滴の高速の動きを観測するために、1000 frames/secの高速ビデオも使用した。試料の温度は、波長0.65 μ mの放射温度計を使

って測定した。

試料は数分間にわたって処理した。色つきのガラスでは1400℃まで、透明ガラスでは1150℃まで、蒸発による重量損失はごくわずかであった。より高温になると、融液の中に泡が発生し、2分以内に数%の重量損失がみられるようになった。透明ガラスでは1550℃で、2分以内に30%の重量損失がみられた。すべての試料は、ガラス形成能が高く、いずれの実験条件においても、冷却することによってガラスを得ることができた。

1140℃の透明ガラスの波長0.65 μ mでの放射率は0.38と推定された。茶と緑のガラス融液は不透明となり、0.92という高い放射率を示した。

ガラス融液は粘性が高く、音響力の変化によって液滴はゆっくりと変形した。温度を上げても融液の粘性が高く、周期的振動を起こす限界値を越えており、この液滴は、粘性の低い液体に特徴的な高速の周期的振動を起こすことはなかった。粘性は1150℃と1400℃の間で急速に変化した。1150℃では、レーザのあたっている面と底部とでは、100～150℃の温度差ができていた。1400℃では、流動性のある動きが液滴の高温域と低温域を混合し、温度差は40～50℃に減少する。

(2) 緒言

この研究では、ガラス材料の無容器溶融状況を調べ、この無容器溶融がガラスの熱物性の測定に利用できるかどうかを調べる。

無容器方は、高温融液を研究するのに有効で、次の利点がある。

- 1.高純度 高温融液は、容器からの汚染がなくなる。
- 2.容器との界面で起きる不均一核生成がなくなり、過冷却が起こりやすくなって、ガラス化しやすくなる。
- 3.液体の物性を測定するのに必要な、清浄な表面をうることができる。

実験は、CRI社のAALにCO₂レーザをとりつけて実施した。図2.2-1はAAL中で浮遊する酸化アルミニウムである。図2.2-2はAALの写真である。

(3) 実験方法

実験は、CRIのHigh Temperature Materials research Laboratory で、CRIのメンバーと、日本山村硝子の若林、大阪府立大学の東、大阪工業技術研究所の牧原が協力して実施した。

(3)-1 試料調製

日本山村硝子から3種類のびんガラスをこの実験に提供した。試料は、その色によって"Clear", "Brown", "Green"として区別する。

これらのガラスは、アルミナ乳鉢で破碎して1～2mmの大きさとした。数個をLaser hearth melterで、溶融して2～4mmの球を作った。およそ100個の球を作り、秤量した。図2.2-3はLaser hearth melterで作られる試料の写真である。

(3)-2 浮遊予備実験

この実験は、浮遊条件を見出し、ガラスがレーザにどのように反応するかを調べ、そして温度の関数としての蒸発損失量を調べるために実施した。

ここで使われたAALは、試料を浮遊させるための空力力と、浮遊を安定させるための音響力を組み合わせている。音響力は、試料に回転を加えて、それを制御することにより、浮遊させた試料を変形させることができる。CO₂レーザにより浮遊させた試料を加熱する。

浮遊試料の片側が、まず、CO₂レーザによって加熱される、試料をはずれたCO₂レーザビームは反対側に置かれた集光ミラーで試料の反対側の面に集光されて、両面を加熱することができる。この2面の加熱により、より均一な加熱をすることができる。AALの詳細は文献8-11に記載されている。

浮遊装置には、2つのモノクロビデオカメラが装着されており、試料観察と、浮遊の制御に必要なデータを集めている。3番目のモノクロビデオカメラは30 frames/secで作動しており、クローズアップレンズと自動絞り、電子シャッター機能を有している。これは、浮遊試料のビデオ映像を記録するのに使われている。この映像は、モニター上で試料のと温度のデータが入れられて録画される。液滴振動の研究のために、1000 frames/secでデータを4秒間取得できる高速ビデオカメラも装着した。

浮遊試料の温度は、波長0.65 μ mでの自動放射温度計で測定した。この放射温度計は浮遊試料上の1mm直径領域をカバーしている。温度データはコンピュータに取り込まれてデータファイルに保存され、画面上に表示される。

直径2～4mmの試料を使って浮遊条件を見出す実験を実施した。浮遊させるためのガス流量は1.0～1.5 liter/min(空気)でこのガスはおよそ150℃に加熱してある。音響パワーは、パワーポテンショメータで5.0から6.0の範囲である。このパワーは、ガラスと同じ大きさの水を浮遊させるのに十分な値である。それぞれおよそ30Wの電力が圧電モータに加えられることになる(6個の音源がある。)

均熱加熱実験によって試料からの重量損失速度を調べた。重量を量っておいた試料を850～1550℃の一定温度に2分間置いて、温度と重量損失の関係を調べた。

(3)-3 液滴振動観察

液体は、音響浮遊力を変化させることによって変形したり、振動したりする。

AALでは、音響パルスを加えたり、瞬間的にパワーを25%ほど加えることによって液滴を圧縮したり、平らにすることができる。この実験では、1秒間25%ほど音響力を増加させ、すぐにもとに戻すことによって液滴を変形させた。

大きな表面張力と低い粘性を持っている液体では、自然振動数の測定と、振動幅の減少速度から、表面張力と粘性率を求めることができる。粘稠な液体では、変形したあとのもとより速度から粘性を求めることができる。

(3)-3-1 データ解析方法

この実験ではビデオデータを解析する。非粘性液体球について、表面張力と自然振動数の関係は、Rayleighによって示されている¹³⁾。

$$\omega_l^2 = l(l-1)(l+2) \gamma / \rho a_0^3$$

ここで、 ω_l は振動数、 l は振動モード、 γ は表面張力、 ρ は密度、 a_0 は球の半径、振動周期 f_l 、液滴の質量 M を用いれば、その関係は、

$$f_l^2 = l(l-1)(l+2) \gamma / 3 \pi M \quad (1)$$

粘性率が低い液体では、非粘性媒体の中で、液滴振動の速度はLambによって次のように与えられる。

$$\tau_l = \rho a_0^2 / (l-1)(2l+1) \mu \quad (2)$$

ここで、 τ_l は l モードの振動の大きさが、 $1/e$ の大きさになるまでの時間で、 μ は液体の粘性である。

これらの式は、液体の粘性が高くて振動が不規則になる場合には、あてはまらない。Suryanarayana と Bayazitogluは、パラメータ α^2 を導入した。

$$\alpha^2 = (l(l-1)(l+2) \gamma / \rho a_0)^{1/2} / \mu \quad (3)$$

α^2 が3.69よりも大きい時に、液滴は振動する。 α^2 が小さい時には、振動は、非粘性液体のRayleigh振動 ω_l からはずれる。 α^2 が3.69よりも小さい時には、振動が阻害され、不規則な変形をするようになる。

Barbeらは¹⁶⁾、液滴形状の緩和の測定から粘性を解析した。液滴の形と液体に働

く力の基本的関係は、Chandrasekharによって示されている。粘性液体が球形からわずかに変形している場合(垂直方向と水平方向の半径比が1.3以下である場合)には、水平方向の緩和は、次の式で与えられる。

$$(Z_{\text{inf}} - Z(t)) = (Z_{\text{inf}} - Z(0)) \exp(-t/\tau) \quad (4)$$

ここで、 Z_{inf} は、ぶらさげた液滴の高さ、 $Z(t)$ はその時の液滴の高さ、 $Z(0)$ は変形液滴の高さ、 τ は緩和時間。緩和時間は、液滴のビデオ像を使って液滴の高さ方向の時間依存性を調べることによって得られる。

$$\tau = [2(2l^2 + 4l + 3) / \mu a_0] / [l(l+2)(2l+1) \gamma] \quad (5)$$

(4) 結果

(4)-1 重量変化の予備実験

2.5～3.5mmの試料を室温から1550℃の範囲で浮遊させた。より小さな試料は浮遊できなかった。大きい方は4.5mmのものまでは浮遊できたが、試料のセットアップや装置の操作が容易ではなかった。水平方向の試料の動きは0.1mm以内であった。時々加熱中に固体試料の回転が始まり、円盤状の試料が得られることがあった。この場合、試料の向きによってガスの流れが変わってしまい、円盤は浮遊できなくなって落下した。この材料はガラス形成能が高く、すべての実験条件においてガラスが得られた。

図2.2-4A～Jは減量実験での、温度-時間のデータである。

図2.2-5は、重量変化と試料温度の関係を、透明ガラス、茶色ガラス、緑色ガラスのそれぞれについて850～1550℃のうちいくつかの温度について測定した結果である。水平ラインは1%ロスのラインである。

茶色ガラスと緑色ガラスの重量減少は少ない。これは、色付きガラスでは、高温域において高い放射率を示すことにより、結果として、(同じCO₂レーザーパワーでも)高い温度が測定されるためである。つまり、色付きガラスで1400℃と測定された温度は、無色透明ガラスで1140℃にほぼ等しいことになる。このことは、(5)-2で議論する。

ガラスの減量は、揮発性のNa₂OやB₂O₃によるものと考えられる。1350℃以上のより高温の実験では、蒸気の泡がガラス内に作られる。無色透明ガラスの中で、この泡が融液の中を動いていくのが観察されるが、このことは、高温域でも、融液が可視域で透明であることを示している。色付きガラスを1600℃に加熱すると、重量

減少が大きくなり、回収された試料は透明で色がなくなっていた(透明になっていた)。

(4)-2 液滴振動実験

液滴振動実験は、実験中の重量減少が1%以内となる温度範囲で実施した。ガラスが不揮発性となるこれらの温度域では、液体は非常に粘性が高いことを意味している。これは、重力や浮遊力による変形がゆっくりであることからわかる。

図2.2-6A～Hは、液滴振動実験での透明ガラス、茶色ガラス、緑色ガラスの温度と重力のデータを示している。図2.2-6Iは、熔融したアルミン酸イットリウムのデータを示している。この融液は融点1970℃近くの温度で、非粘性液体である。

ガラスを熔融した液体は、かなり粘性が高く、音響力のパルス変化にも、ゆっくりとしか反応しない。もっとも高い温度においても、液体の粘性は、周期振動を起こす臨界値を越えており、ガラス融液は、低粘性液体が示すような高い周波数振動を引き起こさない。

液体の粘性は1150～1400℃の範囲で、温度とともに減少する。たとえば1165℃(図2.2-6D)では、レーザのあたる面と試料の低温部とでは100から150℃の温度差がある。粘性の高い液体では、試料の回転によって、かなり大きな時間的な温度変動がみられる。より高い温度たとえば図2.2-6Hのように1370℃では、流動性の動きが液滴の高温いきと低温域を混合させ、温度の変化は40～50℃に減少することになる。このため比較的なめらかなplotがとれる。図2.2-6Iは、アルミン酸イットリウムのデータである。ほとんど非粘性液体であるこの液体では、高温域と低温域の混合により、温度変化は小さくなっている。

(5) 考察とまとめ

(5)-1 浮遊実験の精度

2.5～3.5mmの試料は室温から1550℃の温度域において安定的に浮遊した。試料の動きは水平方向で0.1mmのオーダーであった。直径2.5mmより小さな試料は浮遊させるのが困難であった。浮遊炉の位置検出器の分解リミットに近いためである。また、小さな試料は浮遊力に敏感で、そのわずかな変化によってうまく浮遊できなくなってしまう。

直径でおよそ4.5mmまでの大きな試料は、浮遊させることができるが、ガス流によって不安定になる。大きな試料を浮遊させるには、より大きなガスノズルが必要となり、ガスの温度も高くする必要がある。

2面のレーザ加熱によって試料断面で50～100℃の温度分布が得られた。最も低温なのは、ガス流が試料に当たる部分であった。最も高い温度は、レーザが試料を照

射する部分である。熱移動は、伝導、放射(透明体)、高温部と低温部の混合によって起きる。放射による寄与が小さい場合、固体や粘性液体では、熱伝導が優先する。温度が高くなるにつれて、融液が動きやすくなり、高温域と低温域の混合が温度差を小さくするようになる。

(5)-2 加熱時の重量減少

緑色ガラスと茶色ガラスの質量減は低い。これは、色付きガラスの放射率が高く結果として、より高い温度となるためである。つまり、色付きガラスの1400℃は、透明ガラスの1150℃におおよそ等しくなる。

(5)-2.1 温度測定

透明ガラスでは、1550℃の温度域においても融液の中の泡が見える。このことは、透明ガラスからできた融液が高温においても透明であることを示している。可視波長(0.65 μ m)で測定した温度は実際の温度よりもかなり低いかもしれない。茶色ガラスと緑色ガラスは溶融すると不透明になる。このことは、もし、屈折率 n_λ がわかっていたれば、放射率 ϵ_λ が次の式から計算できることを示している。

$$\epsilon_\lambda = 1 - [(n_\lambda - 1)^2 + k_\lambda^2] / [(n_\lambda + 1)^2 + k_\lambda^2] \quad (6)$$

ここで、 k は、吸収係数。不透明な溶融ガラスでは 10^{-4} のオーダーである。不透明な試料で、 $n_\lambda = 1.75$ の値を使うと、 ϵ_λ の計算値は0.92となる。 ϵ_λ の値は測定温度 T_a を補正するのに使われる。

$$1/T - 1/T_a = \lambda \ln \epsilon_\lambda / C_2 \quad (7)$$

ここで、 T は絶対温度(K)、 λ は放射温度計の作動波長、 $C=14388 \mu\text{m}$ は、2次放射定数。

7式から、ガラスの質量損失が2分間で1%となる温度で、不透明の茶色ガラス、緑色ガラスの放射率0.92の値を使い、透明ガラスの放射温度計の波長での放射率を1140℃で0.38と計算することができた。

(5)-3 液滴振動

3式は周期的振動を引き起こす液滴の条件だしにも使うことができる。振動が観察される上限値を推測することができる。半径1.5mm、比重3でモード2の振動をする材料を考える。表面張力400, 600, 800mN/m(ケイ酸塩で予想される範囲)、 α^2 を

3.69とすると、液滴振動を引き起こす粘性は、0.33, 0.40, 0.46Pa・sとなる(つまり、3.3, 4.0, 4.6Poiseである。)。つまり、数Poiseより大きな粘性を持った液体では、ひずみ振動が起こり、変形した液滴の緩和測定から解析しなくてはならない。

液滴は、非常に粘稠で、液滴振動を測定した高温域でさえも、泡の動きがゆっくりであった。ビデオ映像では、液滴がゆがんでしまっ、つまり、振動を引き起こすのには、粘性が高すぎるのがわかる。これらの液滴では、液滴を歪ませてから、その戻りを測定することによって粘性を測定することができる。

(5)-4 まとめ

1. 直径2.5～3.5mmの試料は容易にAALで浮遊させることができた。
2. 重量減少は、1400℃で1%であった。
3. ガラス融液は非常に粘稠で、周期的な振動は起きなかった。

(6) 次の研究への方針

ここでのガラスの実験は、無容器条件で熔融させたケイ酸塩融液の典型的な挙動を示した。試料は高い粘性を持ち、周期的振動は起こさなかった。同時に、高温で揮発成分の蒸発が起こり、かなりの重量損失、液体中での泡の発生、化学組成の変動が起きた。1%以上の質量損失が起こる温度はおよそ1450℃であった。この温度以下では、粘性を測ることは容易であるので、これらの材料について粘性挙動の測定に本方法を用いることは勧められない。

Barbeらは、異なった無容器方法、gas film levitationによって1130℃までの温度でSchott AR ガラスの粘性を測定している。Barbeらによって測定された最小の粘性は $260 \pm 90 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ である。ここでは、かなりの測定誤差があり、この方法は推奨できない。

酸化物ガラス材料の無容器処理と物性測定のかぎとなるのは、アルミン酸塩やオルソケイ酸塩あるいは、他の非粘性融液をつくる酸化物のような材料であろう。これらの材料を過冷却すると高い粘性を示し、新しいガラスが作られる可能性がある(18,19)。これらの材料に対する無容器手法は、過冷却をつくるだけではなく、液体への汚染を防ぐためにも有効である。ここで述べた方法は、周期的振動を起こす低粘性の液体や、限定的ではあるが粘性液体の粘性を測定するのに有効である。無容器方法は推薦できないのではなく、非粘性の酸化物融液にとっては非常に有益な研究手法である。

液体の物性測定には、温度の均一性が必要である。この装置では、もし、粘性が低くて、対流による熱移動が起これば十分な温度均一性を持っている。これは、ま

た、レーザビームをより均一に照射することによっても達成できる。

温度測定の基本物質として、着色ガラスを使用することは、この研究において、有益である。着色ガラスは不透明で、もし、屈折率がわかっていれば放射温度計によって正確な温度が求められる。

References

1. A.B. Biswas, J.K.R. Weber and P.C. Nordine, " Cr^{3+} Fluorescence in Containerless Melt-purified Aluminum Oxide," J. Mat. Res. 10, 1823-27 (1995).
2. S. Krishnan, J.K.R. Weber, P.C. Nordine, R.A. Schiffman, R.H. Hauge, and J.L. Margrave, "Spectral Emissivities and Optical Properties of Liquid Silicon, Aluminum, Titanium and Niobium at 632.8 nm.," High Temp Sci., 30 137-53 (1991).
3. J.K.R. Weber, C.D. Anderson, S. Krishnan and P.C. Nordine, "Solidification Behavior of Undercooled Liquid Aluminum Oxide," J. Am. Ceram. Soc., 78, 577-82 (1995).
4. K. Nagashio, Y. Takamura, K. Kuribayashi and Y. Shiohara, "Microstructural Control of $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ Superconducting Oxide from Highly Undercooled Melt by Containerless Processing," J. Cryst. Growth, 200, 118-25 (1999).
5. R.F. Cooper, J.B. Faselow, J.K.R. Weber, D.R. Merkley and D.B. Poker, "Dynamics of Oxidation of a Fe^{2+} Aluminosilicate (Basaltic) Melt," Science, 274, 1173-76 (1996).
6. S. Krishnan, J.K.R. Weber, R. Schiffman and P. Nordine, and R.A. Reed, "Refractive Index of Liquid Aluminum Oxide at $0.6328 \mu\text{m}$," J. Am. Ceram. Soc., 74, 881-83 (1991).
7. S. Krishnan, J.K.R. Weber, C.D. Anderson, P.C. Nordine and R.I. Sheldon, "Spectral Emissivity and Optical Properties at $\lambda = 632.8 \text{ nm}$ for Liquid Uranium and Zirconium," J. Nucl. Mat. 203, 112-21 (1993).
8. S. Krishnan, J.K.R. Weber, C.D. Anderson, P.C. Nordine, W.H. Hofmeister, C. Morton and R.J. Bayuzick, "Supersaturation and Optical Properties of Metal-Rich Zr-O and Zr-N Liquids," Mat. Sci. and Eng., A219 21-25 (1996).
9. J.K.R. Weber, D.R. Merkley, C.D. Anderson, P.C. Nordine, C.S. Ray and D.E. Day, "Enhancement of Calcia-Gallia Glass Formation by Containerless Processing," J. Am. Ceram. Soc., 76, 2139-41 (1993).
10. J.K.R. Weber, D.S. Hampton, D.R. Merkley, C.A. Rey, M.M. Zatarski and P.C. Nordine, "Aero-acoustic Levitation - A Method for Containerless Liquid-phase

Processing at High Temperatures," Rev. Sci. Instrum., 65, 456-465 (1994).

11. J.K.R. Weber, J.J. Felten, B. Cho and P.C. Nordine, "Design and Performance of the Aero-Acoustic Levitator," J. Jpn. Soc. Microgravity Appl., 13, 27-35 (1996).

12. J.K.R. Weber, J.J. Felten and P.C. Nordine, "Laser hearth melt processing of ceramic materials," Rev. Sci. Instrum., 67, 522-24 (1996).

13. J.W.S. Rayleigh, "On the Capillary Phenomena of Jets ", Proc. Royal Soc. London., 29, 71-97 (1879).

14. H. Lamb, "On the Oscillations of a Viscous Liquid Globe", Proc. London Math. Soc., 13, 51-66 (1881),

15. P.V.R. Suryanarayana and Y. Bayazitoglu, "Surface Tension and Viscosity from Damped Free Oscillations of a Viscous Sphere", Int. J. Thermophys., 12, 137-50, (1991).

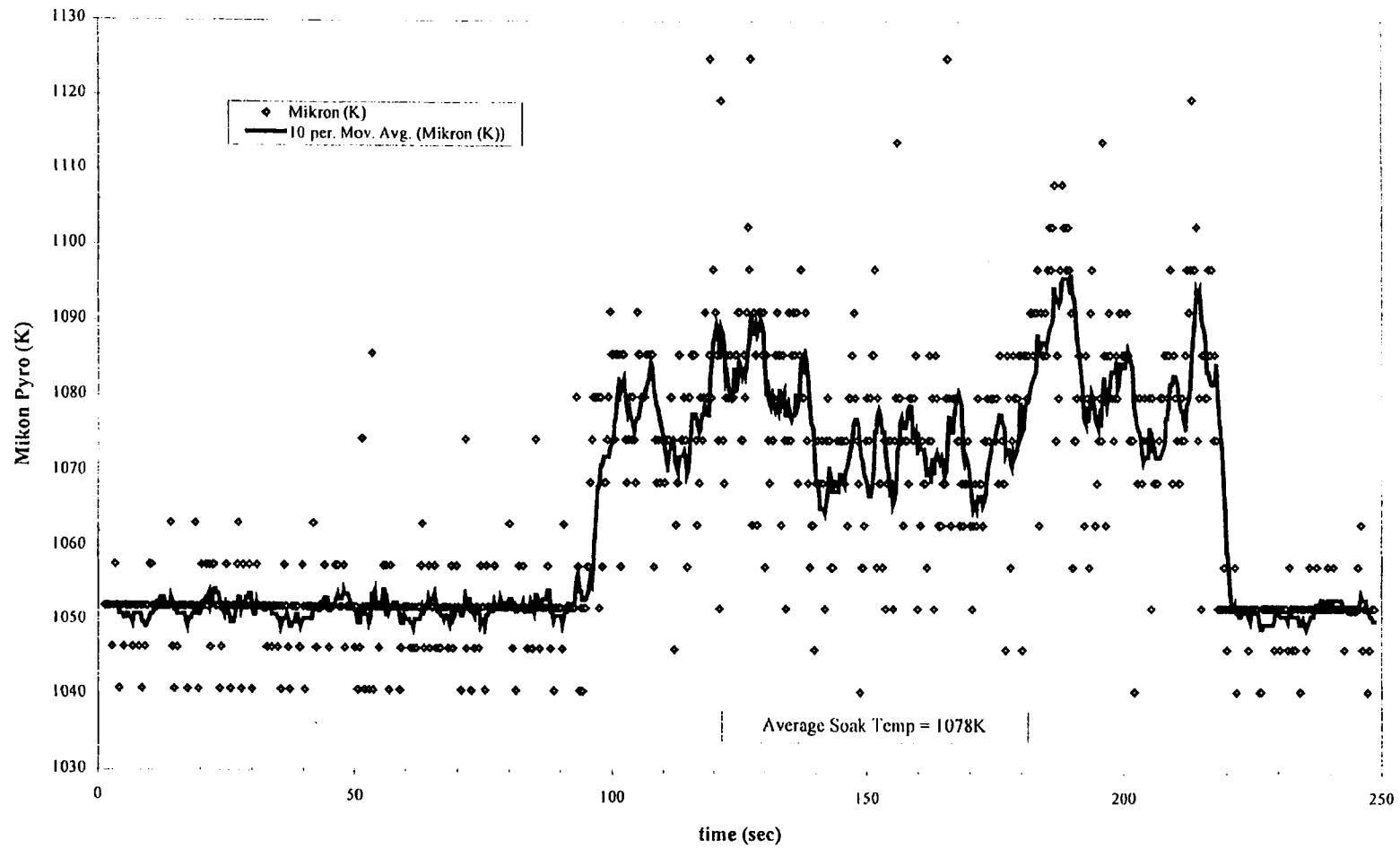
16. J-Ch. Barbe, C. Payayre, M. Daniel, M. Papoular and N. Kernevez, "High Temperature containerless Viscosity Measurement by Gas Film Levitation," Int. J. Thermophys., 20, 1071-1083 (1999).

17. S. Chandrasekhar, Hydrodynamic and Hydromagnetic Stability, Claerndon, Oxford, (1961).

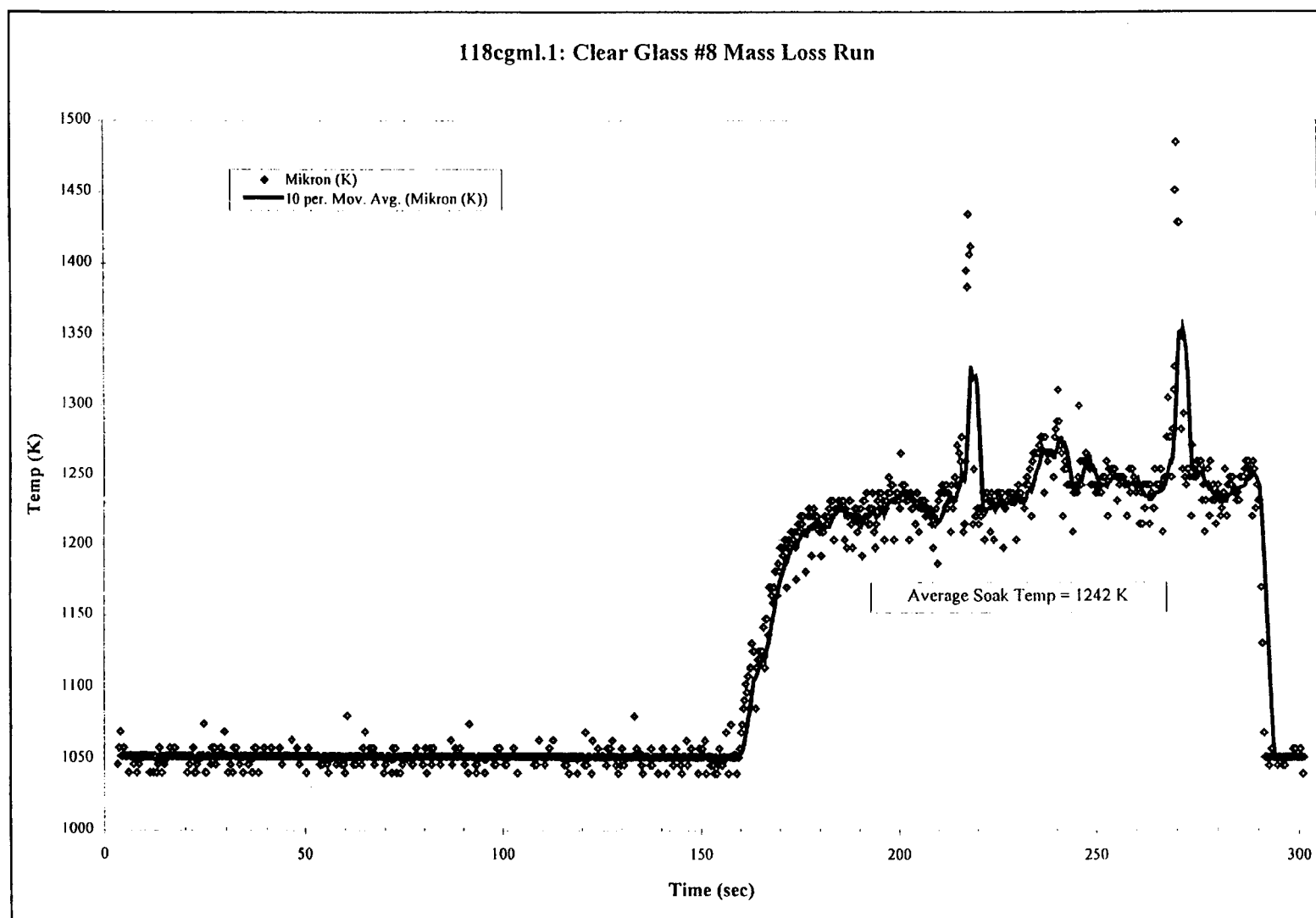
18. J.K.R. Weber, J.J. Felten, B. Cho and P.C. Nordine, "Glass Fibers of Pure and Erbium or Neodymium-doped Yttria-alumina Compositions," Nature, 393, 769-71 (1998).

19. J.K.R. Weber, A.D. Hixson, J.G. Abadie, P.C. Nordine and G.A. Jerman, "Liquid-liquid Phase Transition in Undercooled Rare Earth-Alumina Compositions," J. Am. Ceram. Soc., submitted.

118cgml.0: clear glass #9 mass loss run

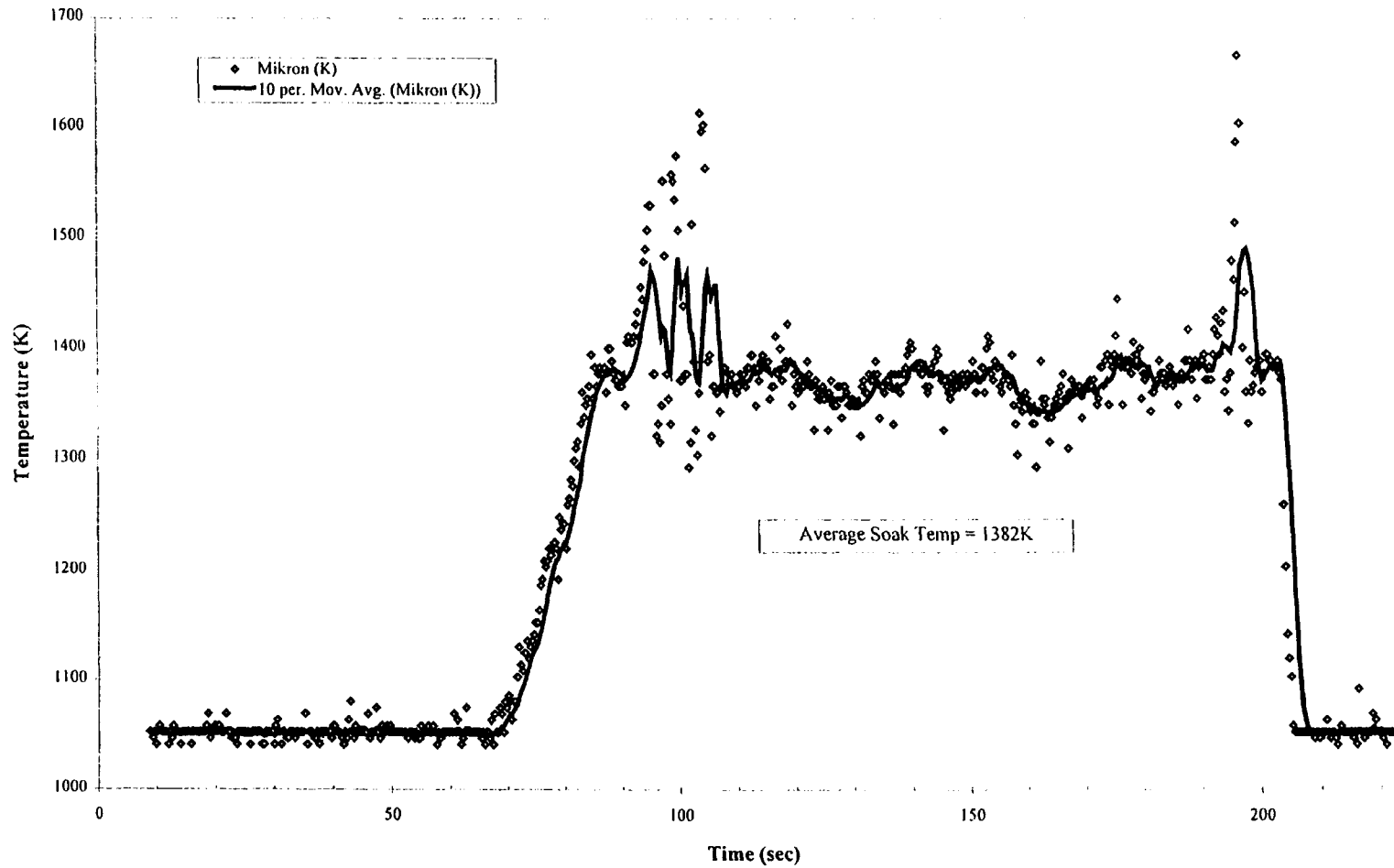


☒ 2.2-4 (A) Temperature vs. time data plotted for the mass loss experiments.



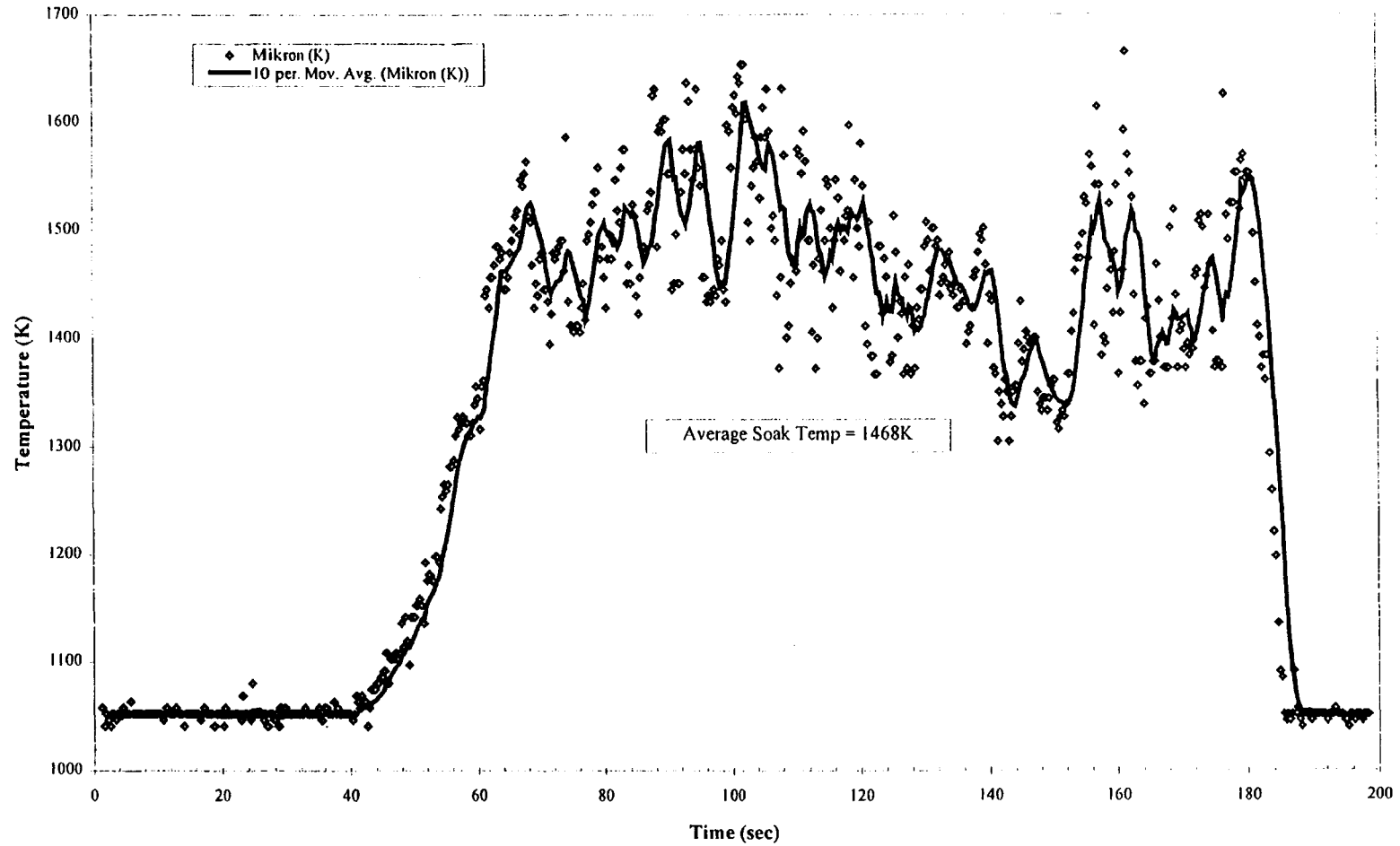
☒ 2.2-4 (B) Temperature vs. time data plotted for the mass loss experiments.

118cgml.2: Clear Glass #10 Mass Loss Run

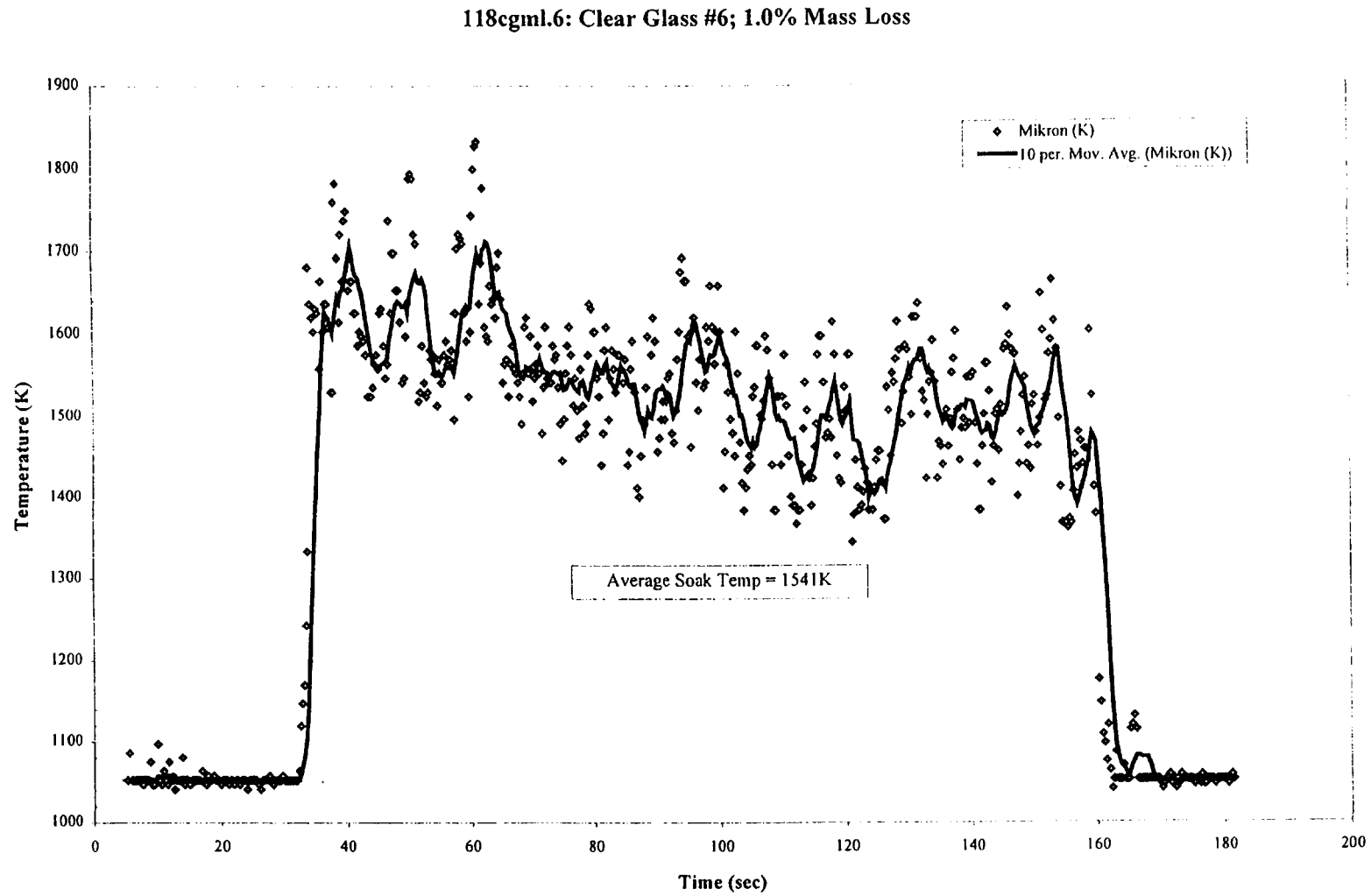


2.2-4 (C) Temperature vs. time data plotted for the mass loss experiments.

118cgml.3: Clear Glass #11; 4.2% Mass Loss

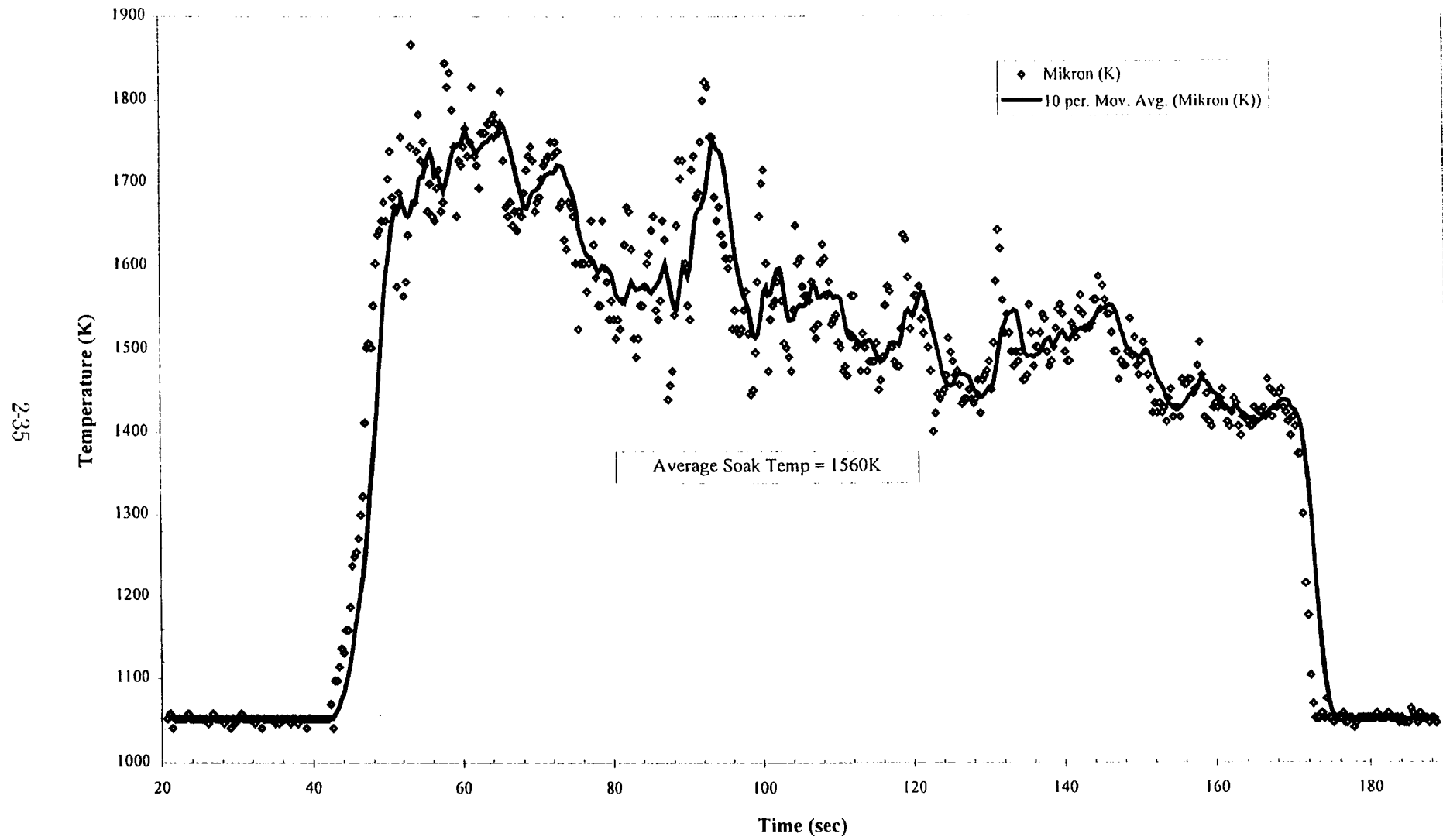


2.2-4 (D) Temperature vs. time data plotted for the mass loss experiments.

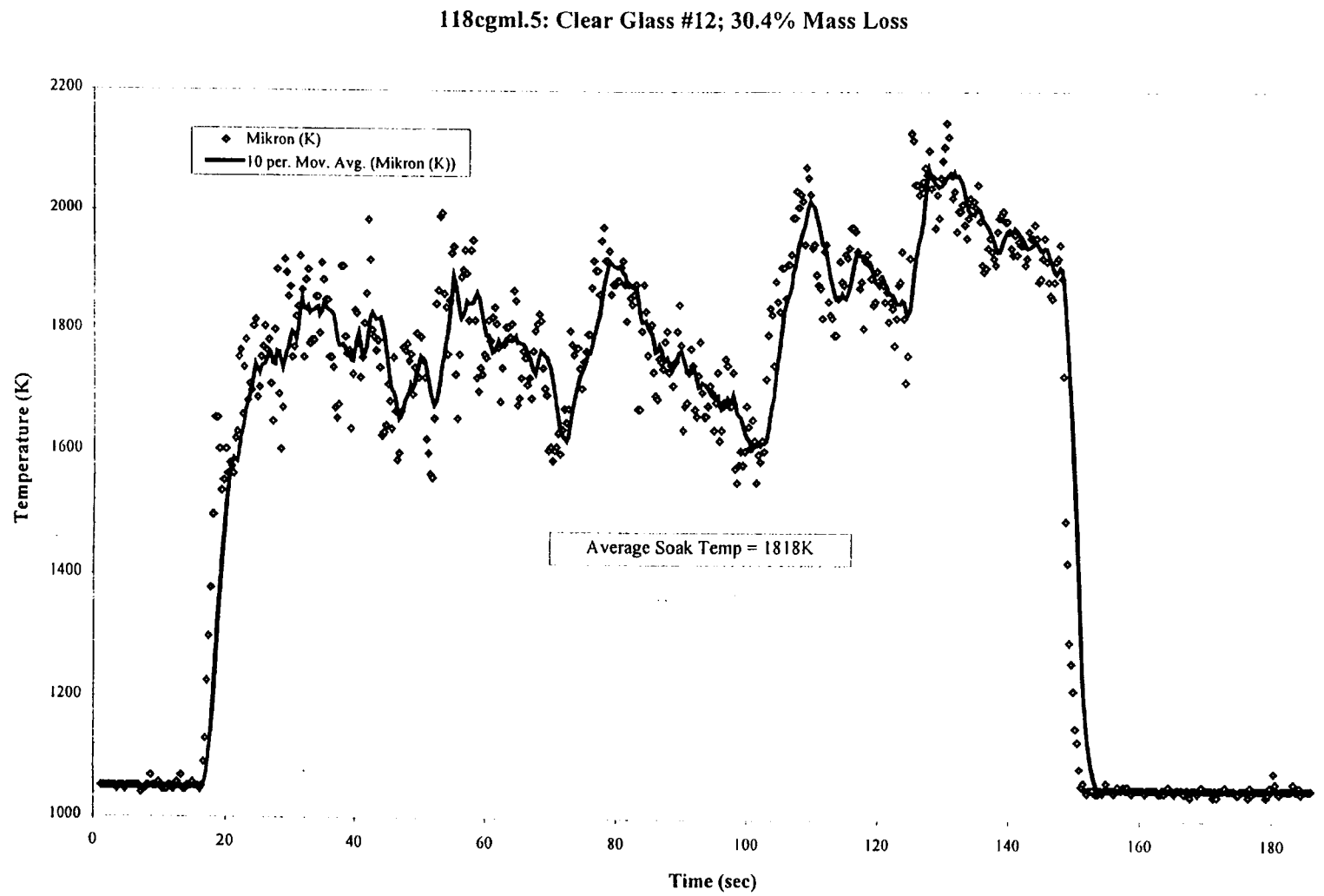


☒ 2.2-4 (E) Temperature vs. time data plotted for the mass loss experiments.

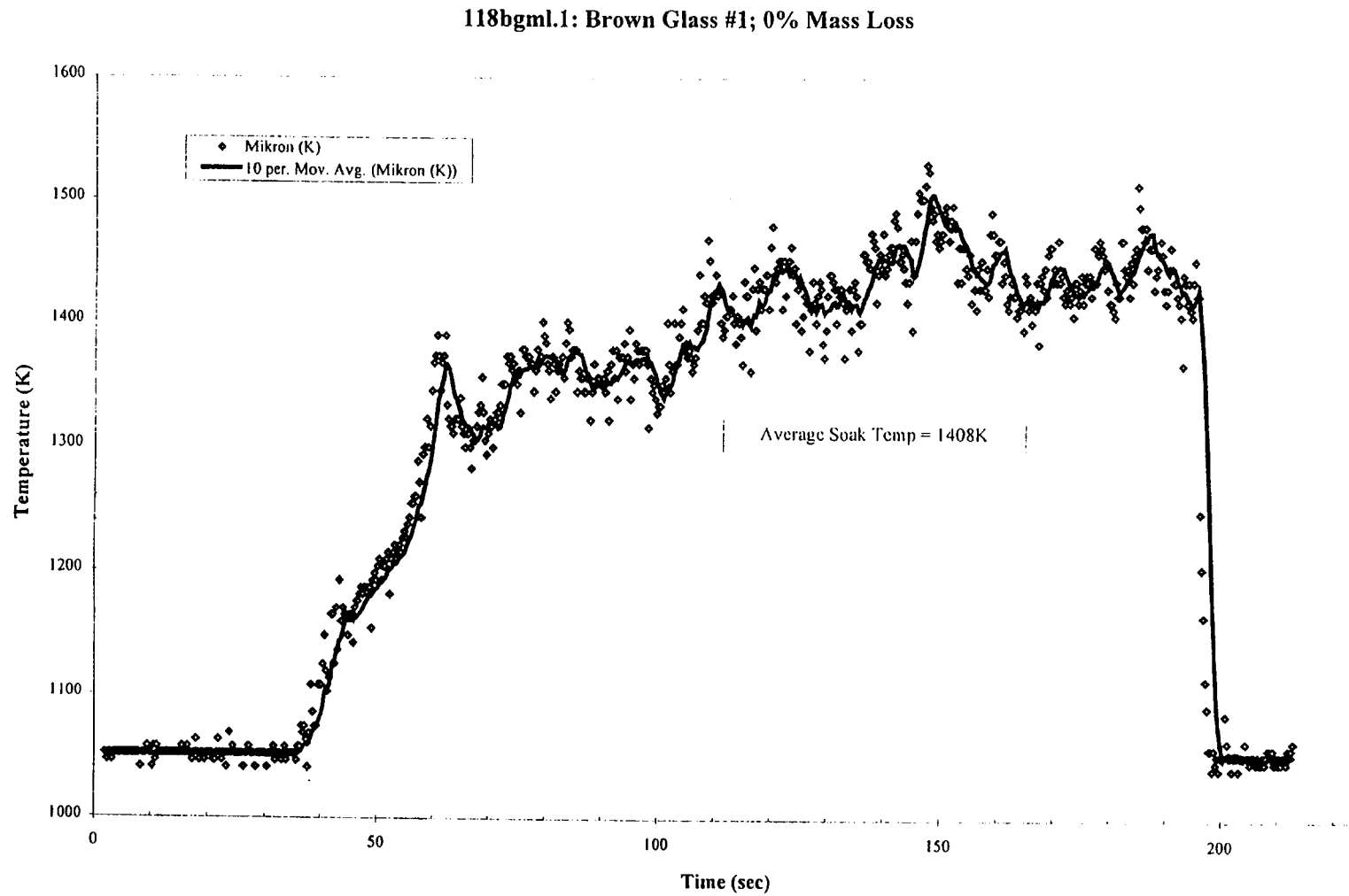
118cgml.4: Clear Glass #3; 12.4% Mass Loss



2.2-4 (F) Temperature vs. time data plotted for the mass loss experiments.

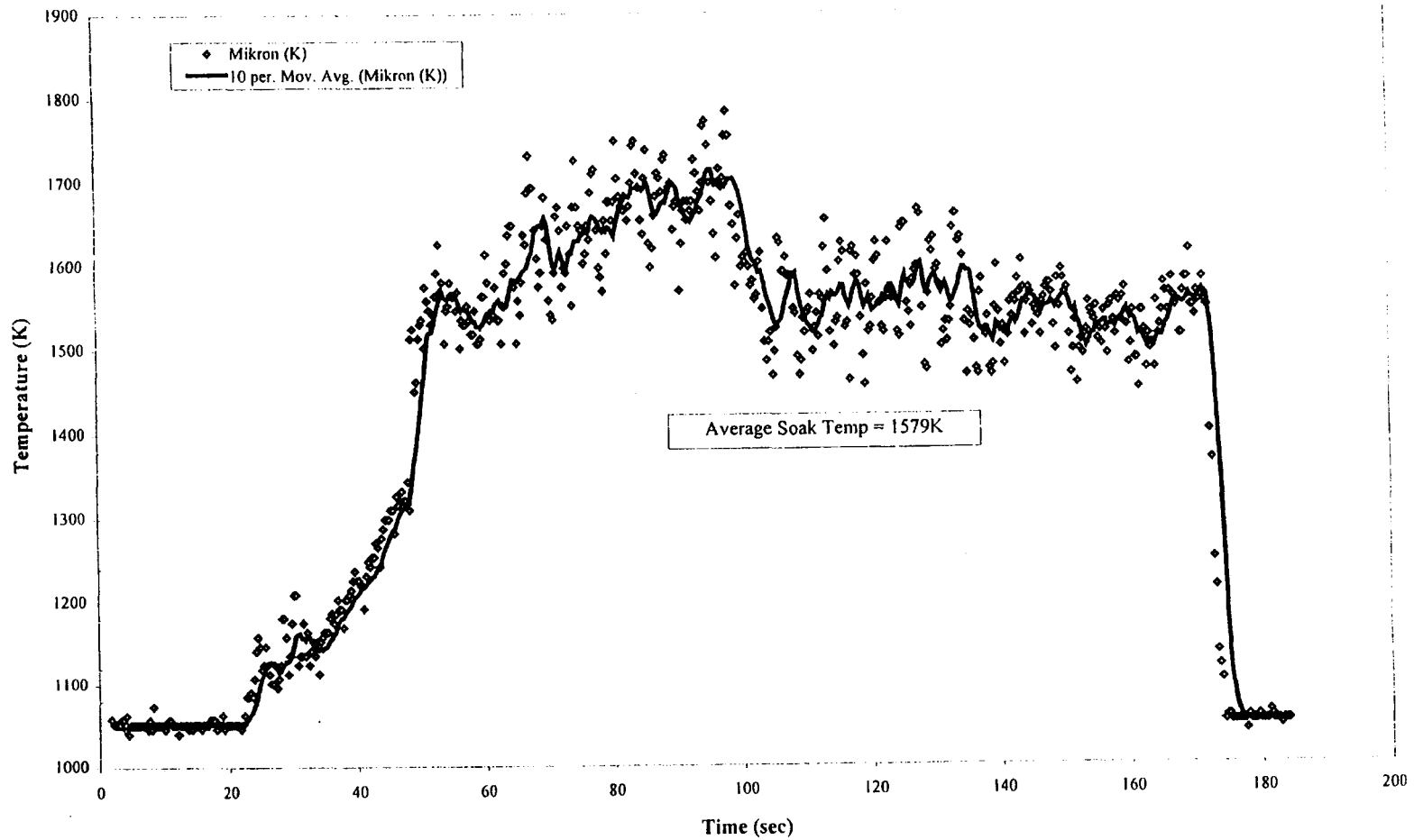


☒ 2.2-4 (G) Temperature vs. time data plotted for the mass loss experiments.



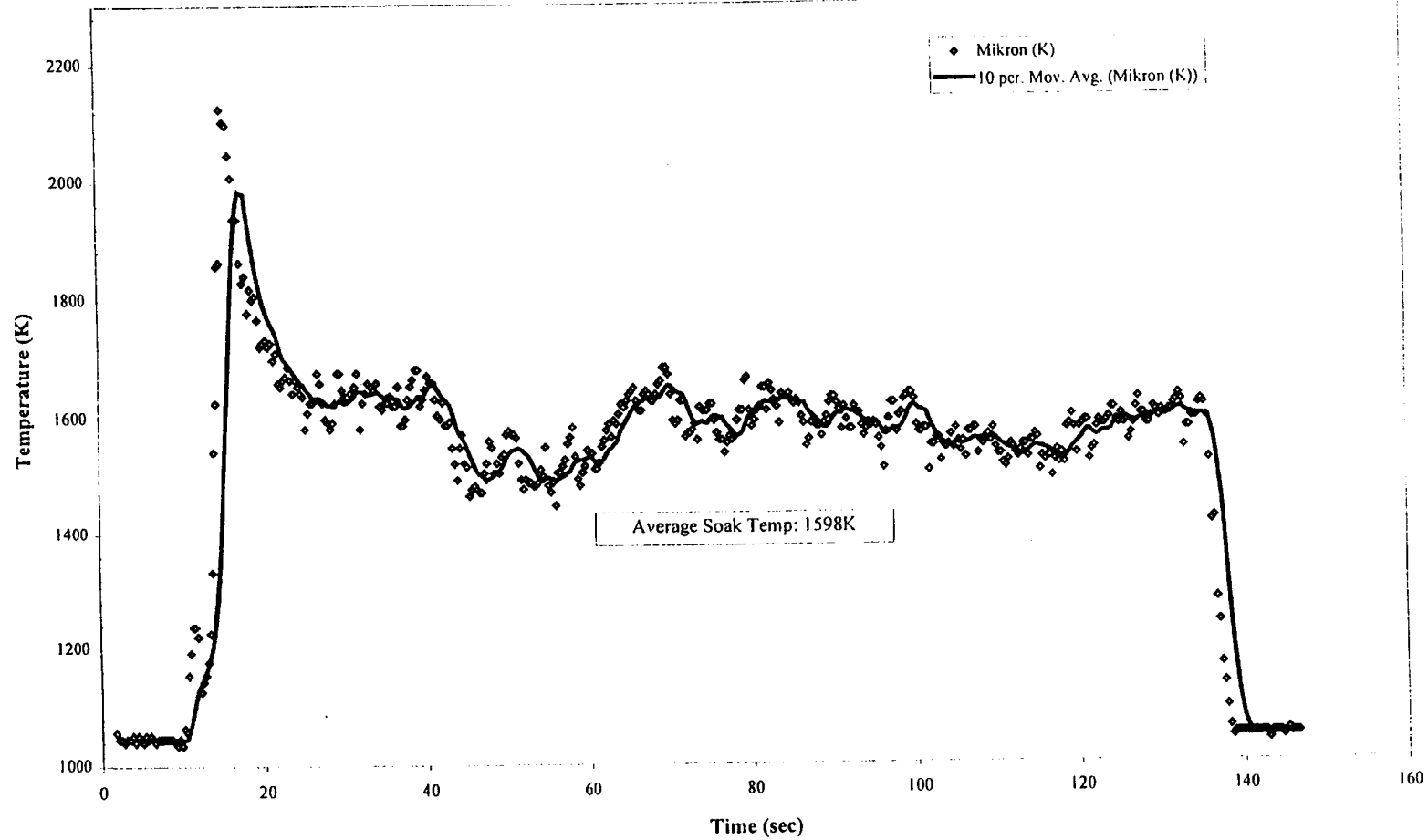
☒ 2.2-4 (H) Temperature vs. time data plotted for the mass loss experiments.

118bgml.3: Brown Glass #3; 1.2% Mass Loss



2.2-4 (I) Temperature vs. time data plotted for the mass loss experiments.

118gg.1: Green Glass #2; 0.6% Mass Loss



☒ 2.2-4 (J) Temperature vs. time data plotted for the mass loss experiments.

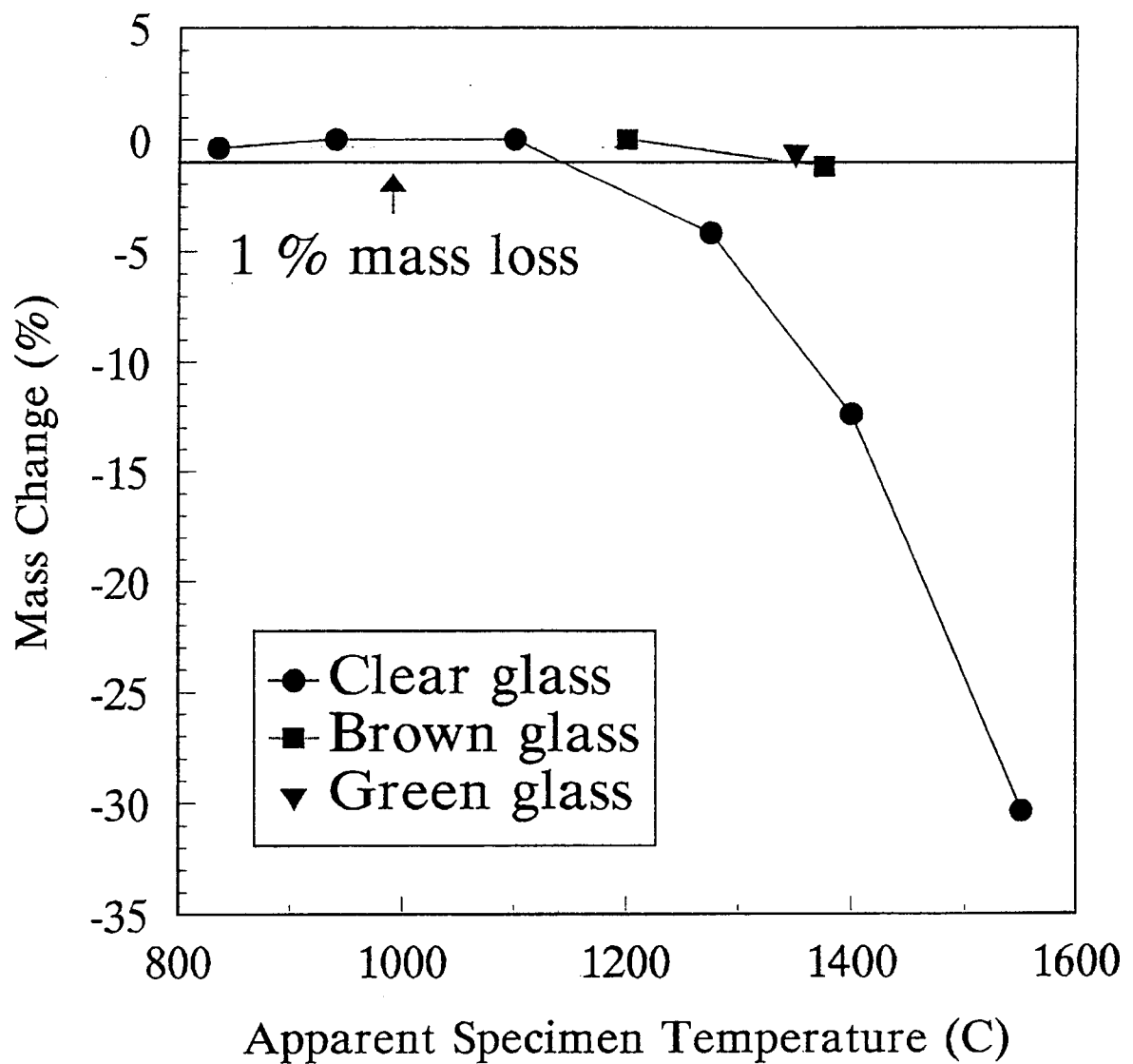


Fig 2.2-5 Mass change vs. apparent temperature for glass samples processes for 2 minutes at temperature in the range 850-1550°C.

118cg.13: Clear Glass #13; Looking for Oscillations

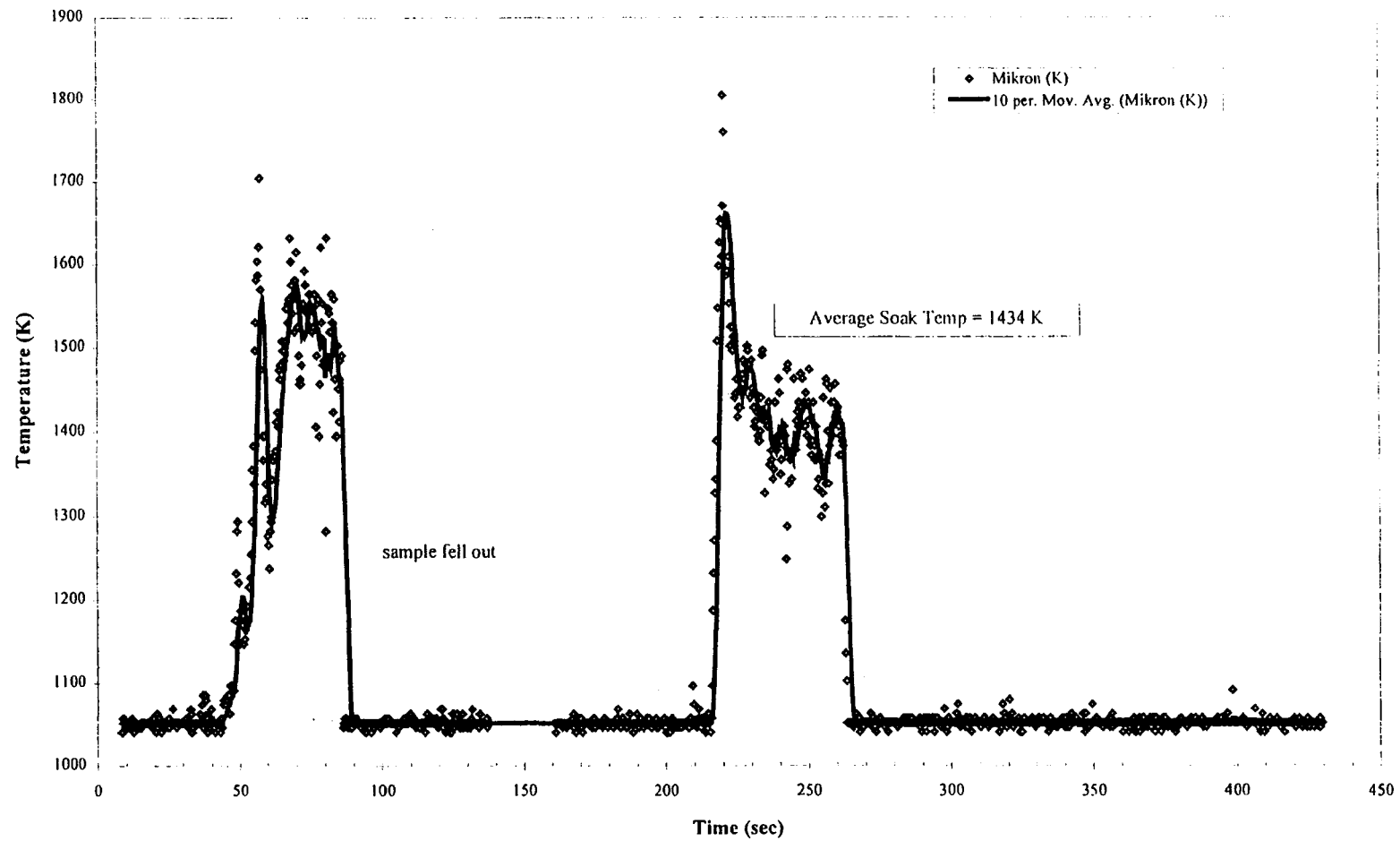
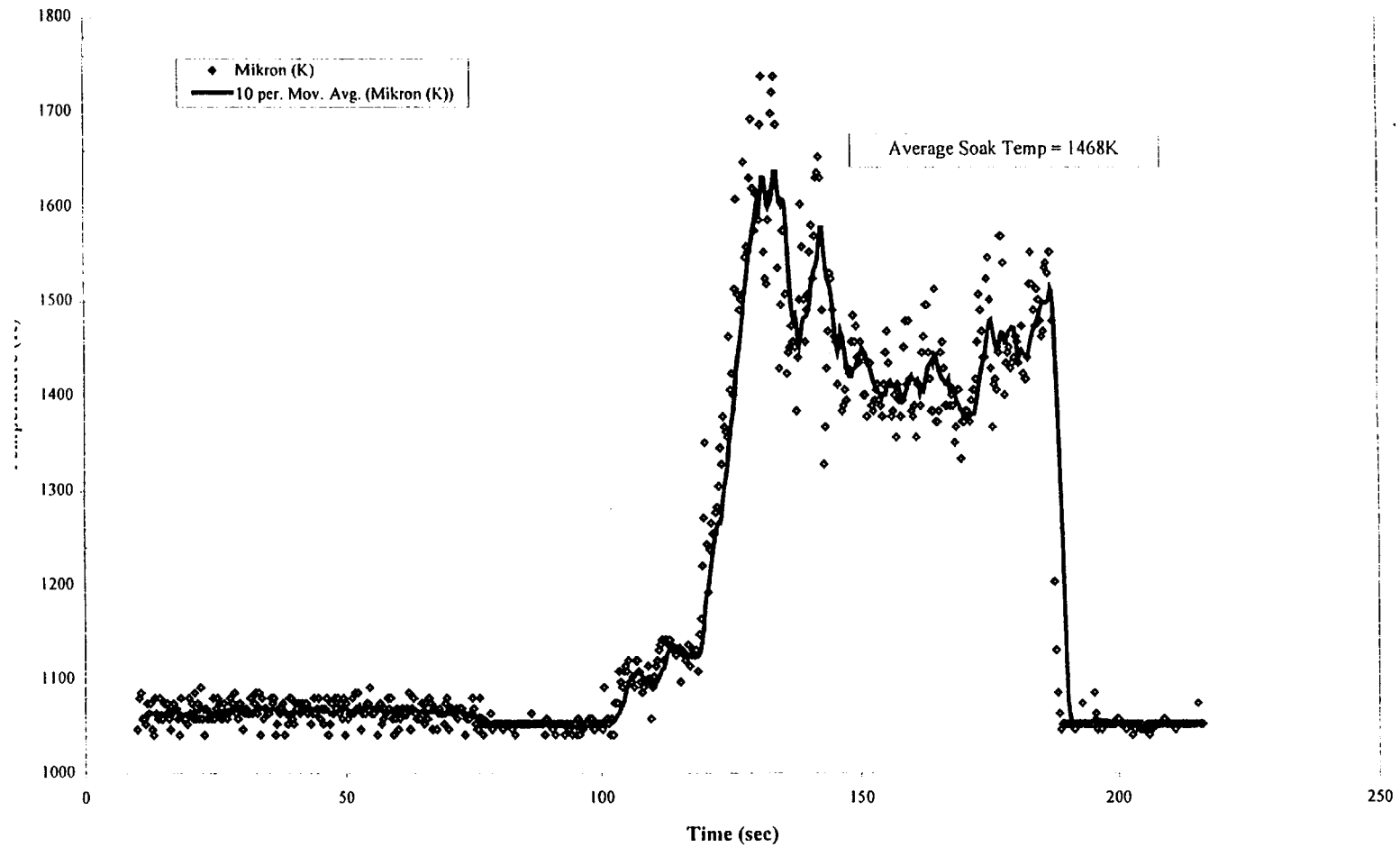


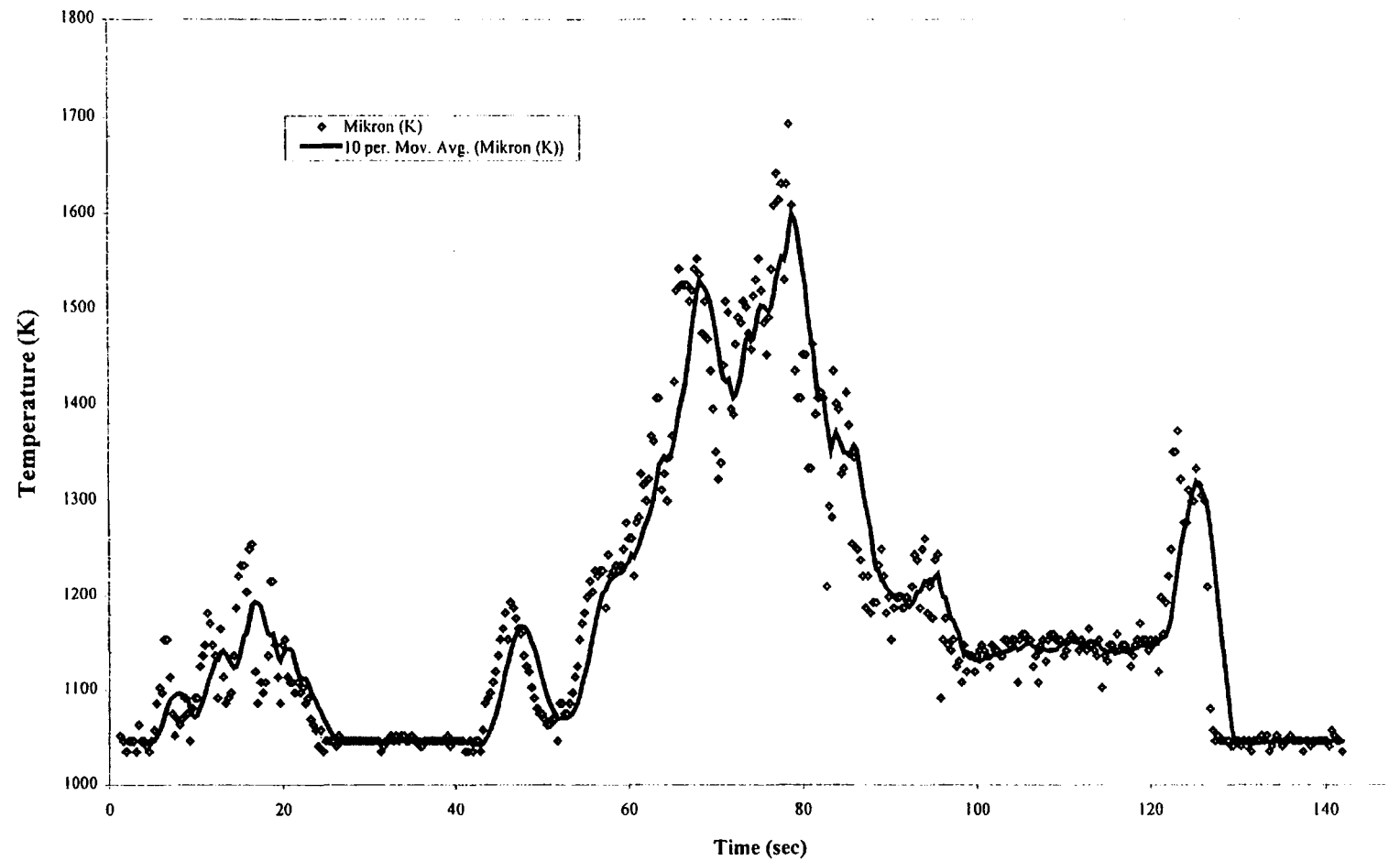
图 2.2-6 (A) Apparent temperature vs. data for drop oscillation experiments.

118cg.17: Clear Glass #17; Looking for Oscillations



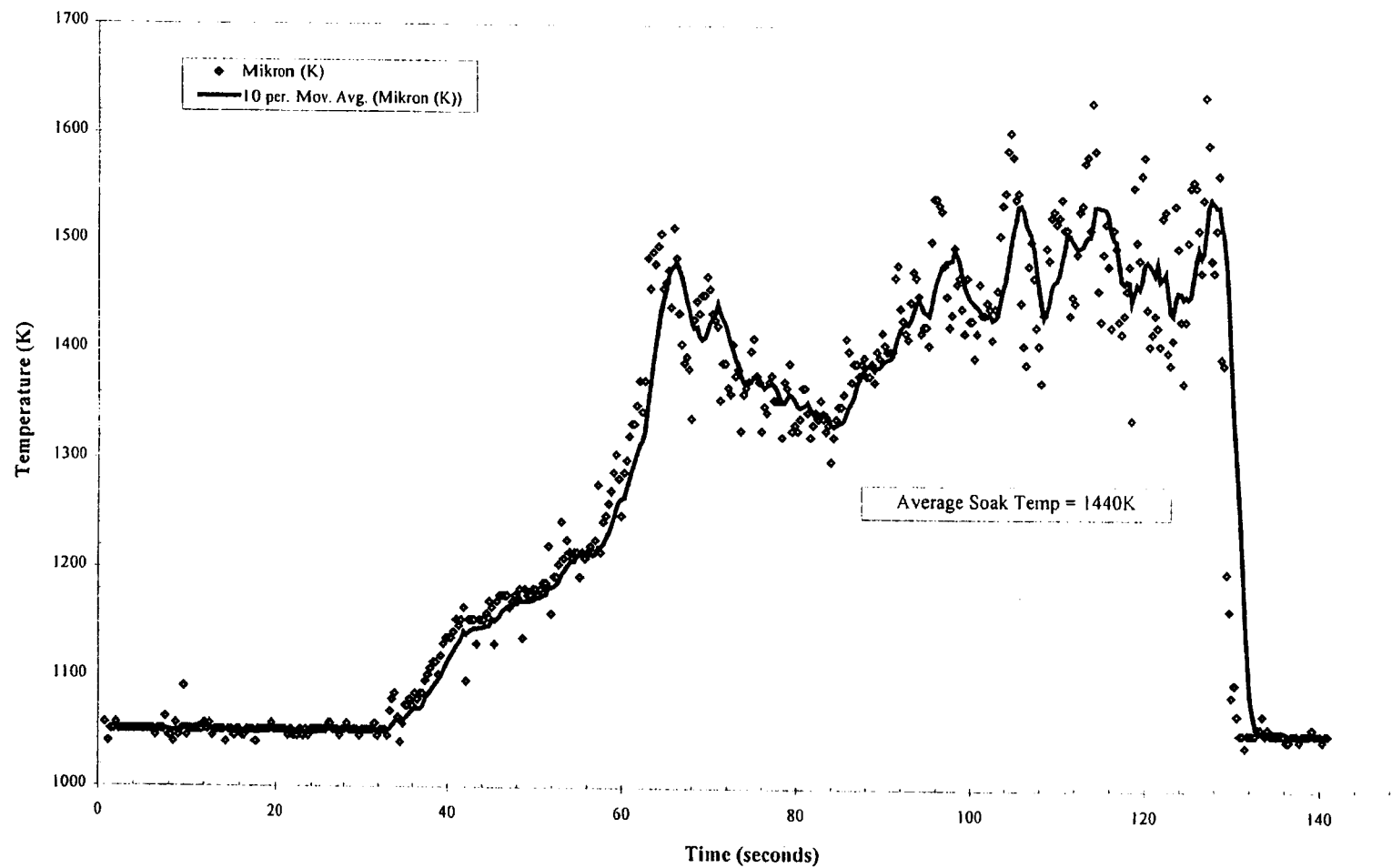
☒ 2.2-6 (B) Apparent temperature vs. data for drop oscillation experiments.

118cg.16: Clear Glass #16; Looking for Oscillations



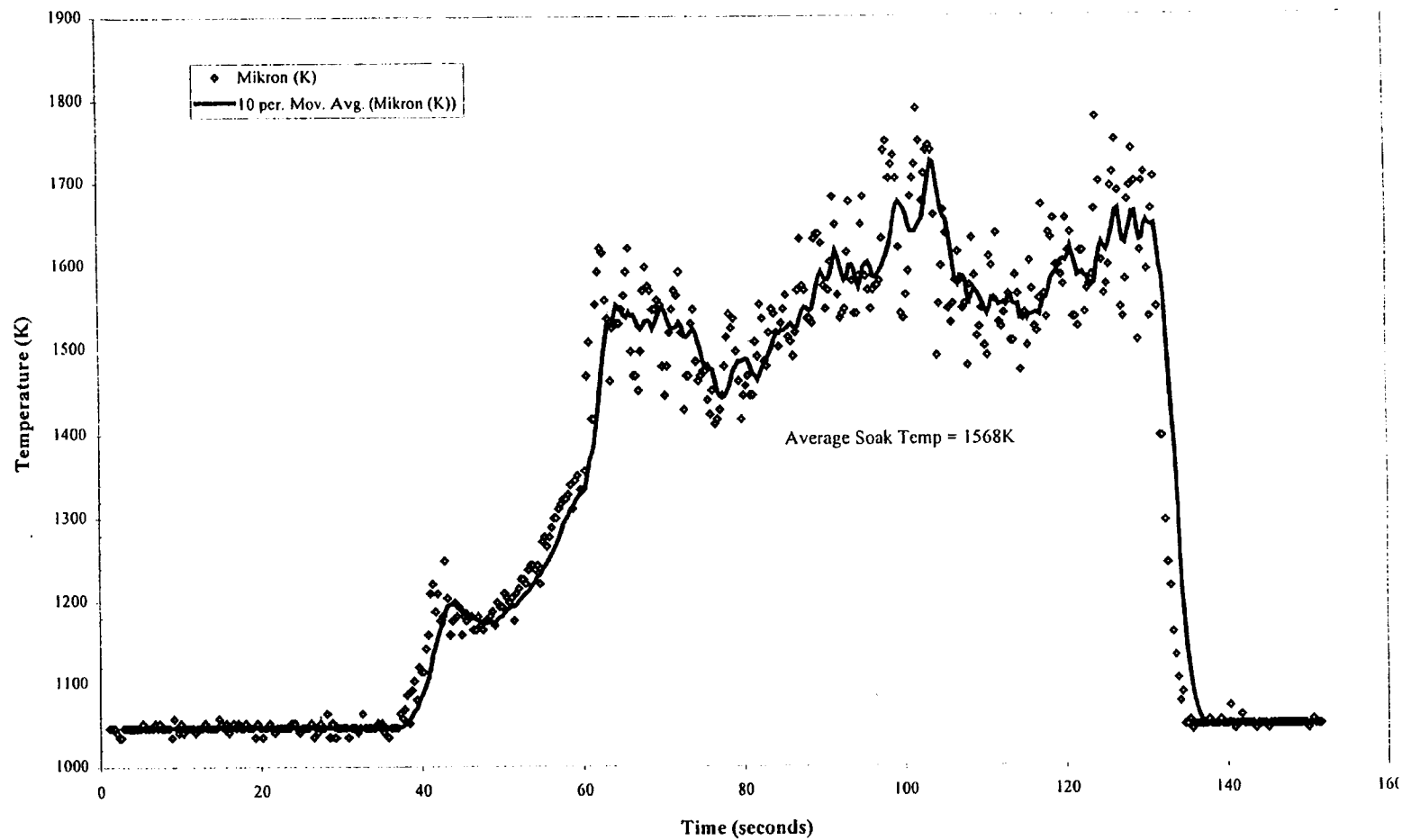
2.2-6 (C) Apparent temperature vs. data for drop oscillation experiments.

118bg.7: Brown Glass #7; Looking for Oscillations



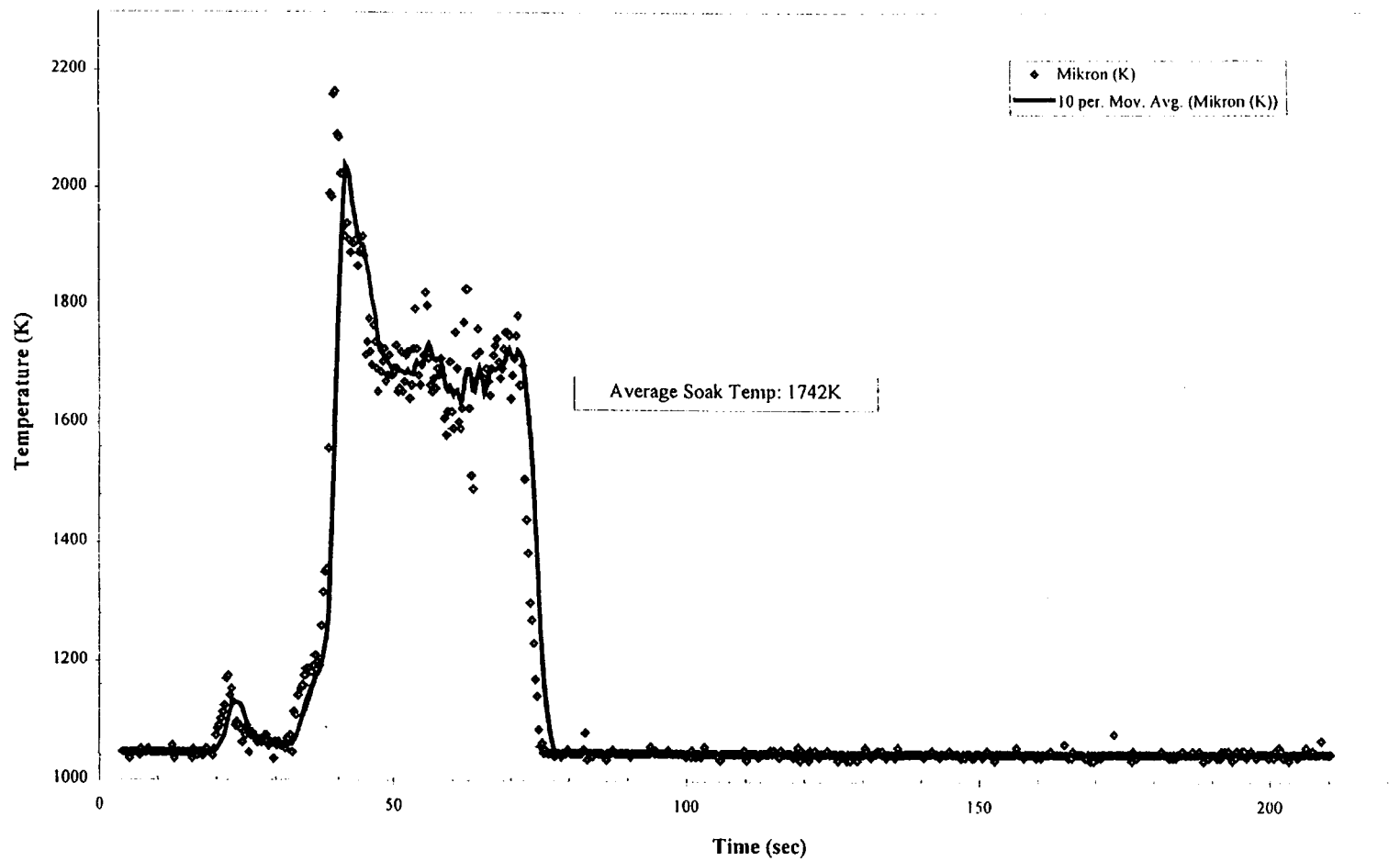
☒ 2.2-6 (D) Apparent temperature vs. data for drop oscillation experiments.

118bg.9: Brown Glass #9; Looking for Oscillations



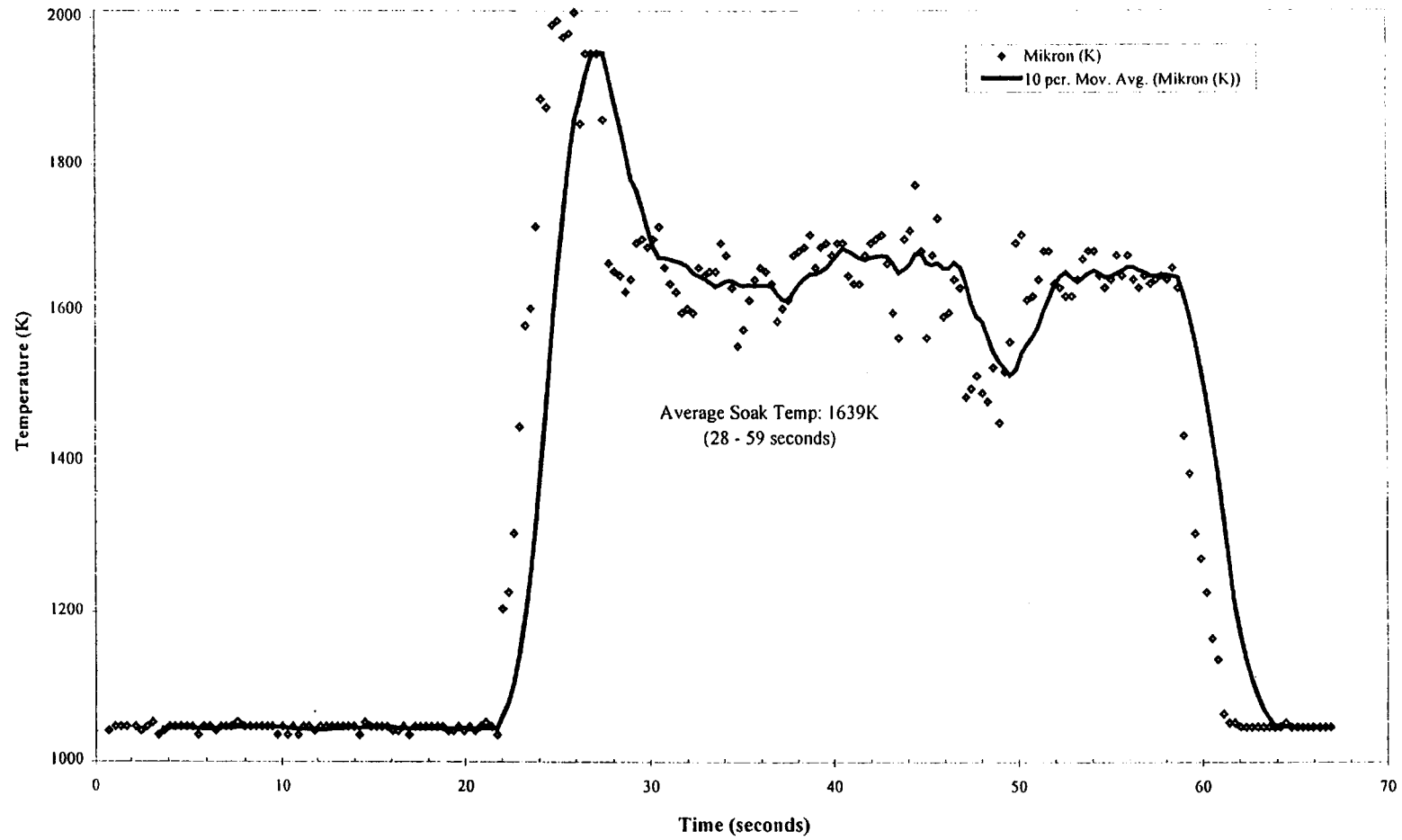
2.2-6 (E) Apparent temperature vs. data for drop oscillation experiments.

118bg.8: Brown Glass #8: Looking for Oscillations



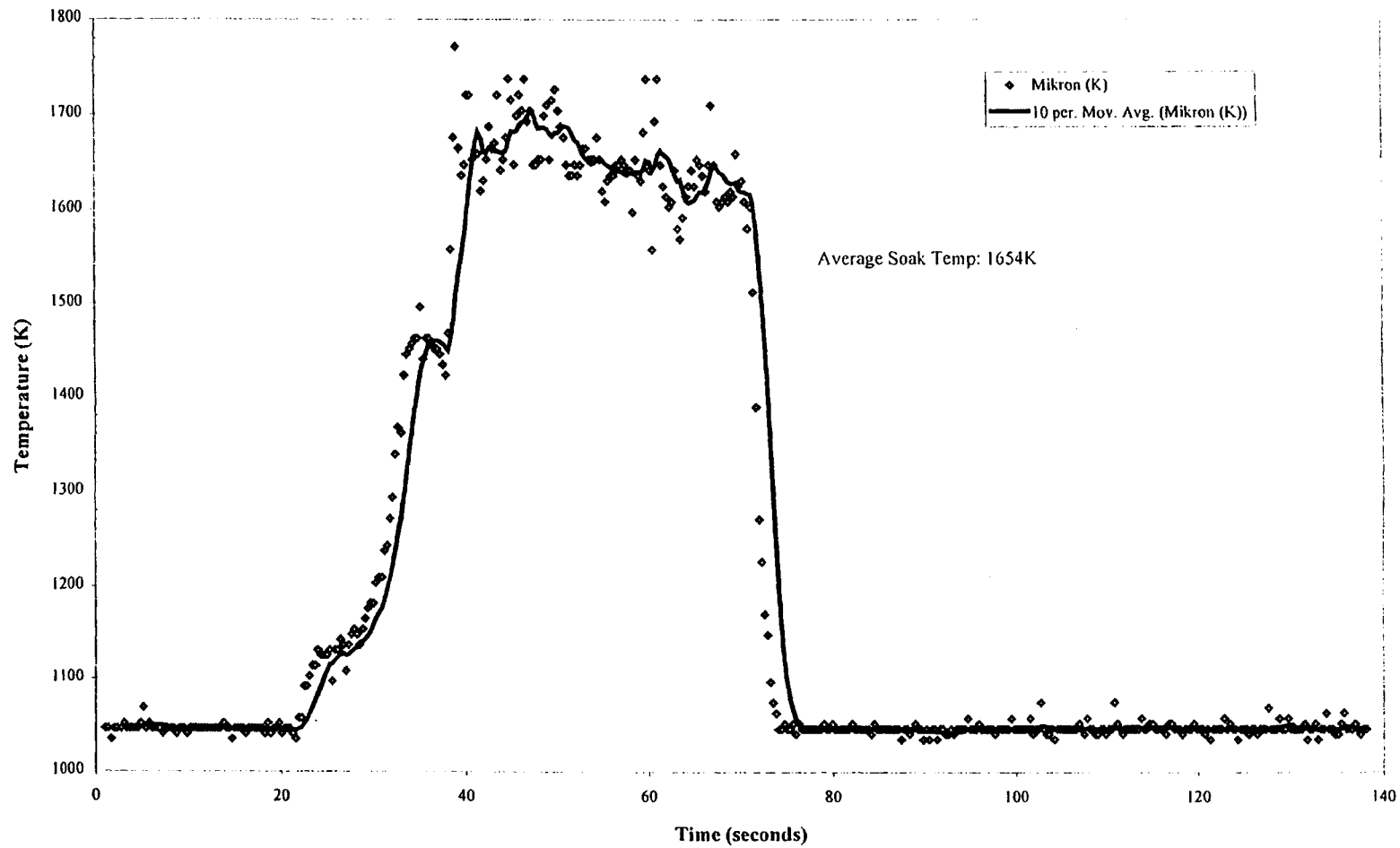
☒ 2.2-6 (F) Apparent temperature vs. data for drop oscillation experiments.

118gg.10: Green Glass #10: Looking for Oscillations



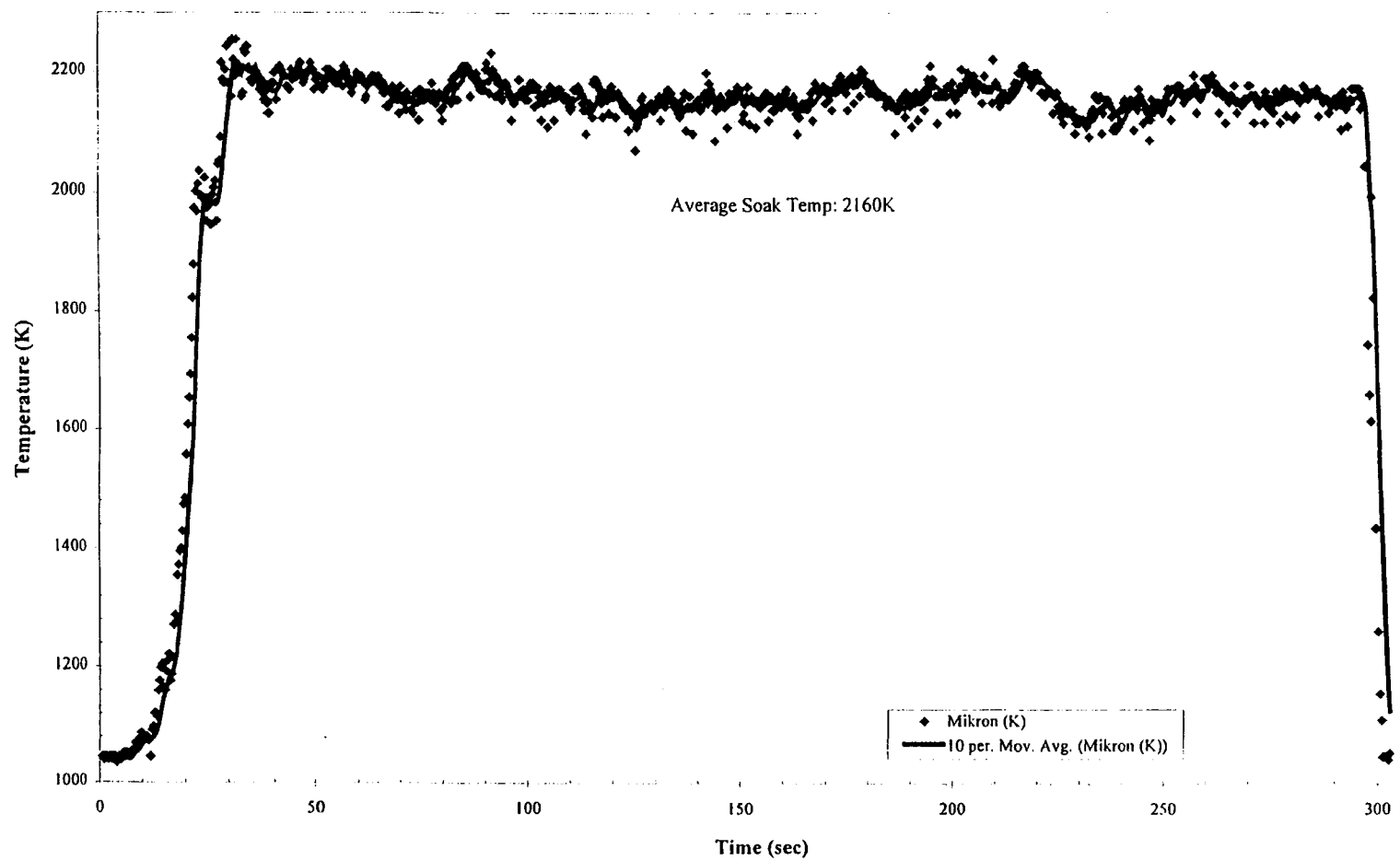
☒ 2.2-6 (G) Apparent temperature vs. data for drop oscillation experiments.

118gg.8: Green Glass #8; Looking for Oscillations



☒ 2.2-6 (H) Apparent temperature vs. data for drop oscillation experiments.

118yag.1: Commercial YAG; Looking for Oscillations



⊠ 2.2-6 (I) Apparent temperature vs. data for drop oscillation experiments.

2. 3 落下実験 2. 3. 1 概要

今日、宇宙産業の発達によって宇宙環境利用が注目され、様々な宇宙実験が行われている。しかし容易に宇宙での実験を行うことはできないため、宇宙環境を地上で実現して実験が行われている。本研究も落下塔による微小重力環境を利用した実験を行った。

種々の物質のプロセスにおいて表面張力流の役割は大きく、表面張力流を制御できればプロセスを制御できると考えられている。そのためには正確な表面張力の値が重要となるが、高温の溶融物質の表面張力を測定する技術は現在のところあまり確立されていない。そこで本研究では表面張力測定方法の1つとして、微小重力環境を利用する表面張力測定方法を用いて実験を行った。微小重力環境下では融液が球になり、その振動数を測定することによって表面張力を求めることができる。さらに地上で音波等により融液を浮かせるよりも正確な値を得ることができる。

本研究では、落下塔によって得られる微小重力環境を利用して、ガラス融液を浮揚させて表面張力を測定するための実験を行った。実験を行うにあたり、落下実験用の実験装置を製作した。ガラスを1000℃～1500℃で溶融させるが、制御する機器や温度などを測定する機器、ガラス液滴の振動を撮影するための高速度カメラ、ガラスの浮揚を確かめるためのCCDカメラなどを組み込んだ。実験の途中に操作が必要となる装置は遠隔操作できるようにした。

実験は北海道にある地下無重力実験センター(JAMIC)で行った。ここでは落下塔によって約10秒間の微小重力環境を得られる。

落下実験のためにガラスを溶融して浮揚させる実験装置を製作した。その詳細は2.3.3で説明している。実験は約10秒間の微小重力環境が得られる北海道にある地下無重力実験センター(JAMIC)で行った。実験装置はJAMICで使用できるように作り、実験中の装置の遠隔操作、実験データの送受信が可能になっている。しかしここで、ガラスを浮揚させる方法が問題となった。重力環境下ではガラスが床に付着しており(図2.3-2でその形状を求めている)、微小重力状態になっても付着したままでは正確な振動数が測定できない。

ガラスを浮揚させる方法として、始めにバネを使用した実験を行った。微小重力状態になったらバネが伸び、その力を利用してガラスを床から引き離すという方法である。2.3.4-1でその内容を述べる。次に、ガラスの下から空気を送って落下前からガラスと床との接触を防いでガラスを浮揚させる実験を行った。その内容を2.3.4-2で述べる。この実験によって約0.2秒間の高速映像が

ータを得られ、それからガラスの直径を測定したが今回のデータからはガラスの振動が見られなかった。しかし、次回の実験につながるたくさんの実験データを得ることができた。また本実験の結果から、今後の実験の改善すべき点を考察した。

2. 3. 2 理論的基礎

無重力環境下において、たくさんの流体は、その液面に働く表面張力のみによって存在することができる。そういった現象は、地球上においては液体フィルム、泡、液滴やその他の流体表面の形状によって確認されている。

液滴の運動は、重力環境状態によって変わってくる。地上では密度差と重力が一緒になって物体に働いているため、液滴は容器の内部を移動し、安定させるためにかなりの努力を要することになる。それとは対照的に、微小重力環境下では浮いている物体にはごくわずかの力しか働かないため表面張力による影響が顕著になり物体は浮揚し続ける。

本研究は以上のことを利用して、微小重力環境下でガラス融液を浮揚させて、ガラスの振動数から表面張力を求めようとした。

また実験の前に、地上でのガラス融液の形状を求めた。

表面張力と振動数の関係式の導出

無重力状態にあり、密度 ρ_o の溶媒中を微小振動する密度 ρ_i 、半径 a の液滴の n 次の振動モードは

$$\omega_n^2 = \frac{(n-1)n(n+1)(n+2)\sigma}{a^3[n\rho_o + (n+1)\rho_i]} \quad (2.3.1)$$

で与えられることが知られている。

空気中の液滴の場合 ($\rho_i \gg \rho_o$)、振動数は

$$\omega_n^2 = n(n-1)(n+2) \frac{\sigma}{\rho a^3} \quad (2.3.2)$$

となる。ここで、 ρ は液滴の密度である。この振動数はレイリー解としてよく知られている。これは、微小な振動を仮定された時のみの線形解である。

$n=2$ の場合、 ω_2 は基本モードの振動数である。その周期 τ_2 は

$$\tau_2 = \pi \sqrt{\frac{\rho a^3}{2\sigma}} \quad (2.3.3)$$

で与えられる。

従って、ガラス溶液球の半径、密度、振動数が分かれば、表面張力 σ を求める

ことが出来る。この時、振動モードは2と仮定しているが、いつもそうとは限らないと考えられる。

密度、表面張力の値は以下のように仮定すると

$$\rho = 2.5(\text{g/cm}^3), \quad \sigma = 300(\text{dyne/cm})$$

これらの値を(2.3.3)式に代入し、実験結果に予想される基本モードでの振動数を求めると以下ようになる。

$a = 0.15\text{cm}$ のとき

$$1/\tau_2 = 84.88\text{Hz}$$

$a = 0.25\text{cm}$ のとき

$$1/\tau_2 = 39.45\text{Hz}$$

$a = 0.50\text{cm}$

$$1/\tau_2 = 13.95\text{Hz}$$

地上でのガラス融液の形状

平面上にある液滴の形状を示す式を用いて、地上でのガラス融液の形状を求めた。

求める形状は、球体の中心について対称であるとする。また平面は $y=0$ の直線であり、求めたグラフは横から見た図である。

重力加速度を y 軸の下向きに持つ x - y 平面での液体表面のつりあい曲線の微分方程式は

$$\frac{d}{dx} \left(\frac{dy/dx}{\sqrt{1+(dy/dx)^2}} \right) = by + q, \quad (b = \pm \frac{\rho g}{\sigma}, q = \frac{c}{\sigma}) \quad (2.3.4)$$

ここで、 ρ は液体の密度、 g は重力加速度、 σ は表面張力、 c は積分定数である。上の式を x, y について2つの式に分けると次のようになる。

$$\frac{d^2x}{ds^2} = -\frac{dy}{ds}(by + q) \quad (2.3.5a)$$

$$\frac{d^2y}{ds^2} = \frac{dx}{ds}(bz + q) \quad (2.3.5b)$$

s は曲線上の任意の点を表す。 $b \neq 0$ であるので、次の変数

$$\xi = \sqrt{|b|}x, \quad \varsigma = \sqrt{|b|}y, \quad \kappa = q/\sqrt{|b|} \quad (2.3.6)$$

で無次元化すると、

$$\frac{d^2\xi}{d\tau^2} = -\frac{d\zeta}{d\tau}(\epsilon\zeta + \kappa) \quad (2.3.7a)$$

$$\frac{d^2\zeta}{d\tau^2} = \frac{d\xi}{d\tau}(\epsilon\zeta + \kappa) \quad (2.3.7b)$$

となる。 $\epsilon = \pm 1$ である。今回の場合、重力加速度の向きを考えると $\epsilon = -1$ となる。また、初期条件は

$$\xi(0) = 0, \quad \frac{d\xi}{d\tau}(0) = 1, \quad \zeta(0) = 0, \quad \frac{d\zeta}{d\tau}(0) = 0 \quad (2.3.8)$$

である。

(2.3.7), (2.3.8) から、次の式が得られる。

$$\cos \beta = 1 - \frac{\epsilon\zeta^2}{2} - \kappa\zeta \quad (2.3.9)$$

ここで、 $\cos \beta = d\xi/d\tau$ である。

この式から、ガラスの形状を求めた。それを図 2.3-1、図 2.3-2 に示す。

ただし、密度、表面張力の値は以下のように仮定した。

$$\rho = 2.5(g/cm^3), \quad \sigma = 300(dyne/cm)$$

ガラスの体積は図 2.3-1、図 2.3-2 それぞれ $0.523cm^3$, $0.0654cm^3$ である。これは球になるとそれぞれ半径 $0.5cm$, $0.25cm$ のものである。

これらの重力により潰れた液滴形状が微小重力となった時、真球になろうとする反発力により、基盤から離れて行くことを期待している。

2. 3. 3 実験ラックの作製

JAMIC で実験ができるよう実験ラックを作製した。ラックの大きさは、約 420 W×870L×910H (mm)である。

本実験で使用するガラスは、 SiO_2 約 71%， CaO 約 13.5%， Na_2O 約 10%， Al_2O_3 約 2.5%を含む。

実験装置は、ガラスを融解させるための炉を中心にし、炉の温度を制御する機器、炉内部の温度、電圧、電流を測定する機器、炉内部を映像するカメラなどから成っている。また、装置は3つの電源から電力供給される。そのうちの2つは電気炉とその制御に、残る1つは高速度カメラの電源に使われる。

(1) 実験機器の説明

本研究で使った主な実験機器の説明をする。

・スイッチングレギュレータ

交流電源を直流電源に変換する。本研究では、24V と-15V に変換するものを使用した。

・プログラム指示調節計

プログラムによって温度制御の指示を与えることができる。また、外部からの信号によっても作動させることができる。ヒータの温度制御に使用した。

・熱電温度インターフェース

熱電対による信号を、電圧の値を変えて出力させる。ここで使用したものはR熱電対用で、熱電対の0～2000℃の信号を、0～5Vに変換させて出力する。

・サイリスタレギュレータ

プログラム指示調節計からの指示により、電力の調整をする。

・電圧変換器，電流変換器

電圧変換器は0～100Vで入力された電圧値を0～10Vに、電流変換器は0～5Aで入力された電流値を0～10Vに変換して出力する。

・ビデオタイマ

ビデオカメラで撮影した映像にタイマを出力させる。

・トランス

1000VAのもので、100Vを25Vに変える。

・変流器

電流値を変えて出力する。ここで使用している2つの変流器は同じタイプの物で、リード線の巻数によって変換率を変えている。1の方は1/40の大きさに、2の方は1/20の大きさにする。

(2) 実験回路

制御、計測系の回路図を図2.3-4、2.3-5、炉の回路図を図2.3-6に示す。

炉は、図2.3-13に示すように2本の白金線(0.7mmφ)をヒータとして熱する。

炉の温度はプログラム指示調節計からの指示に従い、サイリスタレギュレータが出力の調節を行う。100Vの電源はトランスによって25Vに変換され、電流の値が上がるようにしている。

炉内部の温度は、炉内に取り付けた4本のR熱電対によって測定している。4本のうち1本は測定部が1cmほど高くなるように取り付けてある(図2.3-12、

2.3-14)。同じ高さで対角線上にある2本の熱電対は制御用のもので、プログラム指示調節計に温度の情報を送る。残る高さの異なる対角線上の2本は測定用のもので、熱電温度インスターフェースによって0~2000℃の信号が0~5Vに変換され、D-sub50ピンを介してアナログデータとしてJAMICの制御モニター室に送られる。アナログデータについては図2.3-9に示す。

ヒータにかかる電圧、電流の値も同様に制御モニター室に送った。図2.3-6に示すように、電圧は電圧変換器によって0~100Vが0~10Vに変換される。電流は変流器2によって1/20の大きさにされたのちに、電流変換器によって0~5Aを0~10Vに変換して送られる。

もう1つの変流器1は電流の値を1/40にし、サイリスタレギュレータへ電流値の情報を送る。サイリスタレギュレータは、プログラム指示調節計からの指示と電流値によって炉の電力を調節する。

JAMIC では実験ラックを 1 度落下カプセルに搭載すると実験装置に触ることができないため、外部からの信号によって装置を制御しなければならない。そのため、装置の on, off を操作できるデジタルコマンドを使って、プログラム指示調節計を外部から操作した。そこでは図 2.3-7, 2.3-8 のリレーボックスを使っている。また装置の on, off 状態がわかるように、デジタルデータもリレーボックスを使ってデータを送っている。図 2.3-4 のスイッチングレギュレータはリレーボックスに使われている。デジタルコマンド、デジタルデータは共に D-sub25 ピンを介し、JAMIC 側につながっている(図 2.3-10, 2.3-11)。これもアナログデータと同様に JAMIC の制御モニター室で観測できる。

(3) 炉とその内部

炉とその内部を図 2.3-13, 2.3-14 に示す。

炉は高さ 70mm, 内径 35mm, 外形 42mm のアルミナチューブでできている。白金線を巻き付けるための幅 1mm, 深さ 3mm の切り込みと、幅 5mm, 高さ 30mm ののぞき窓が作ってある。白金線はチューブの内側に巻き付けた。

図 2.3-14 は、炉の内部を表す。微小重力状態になった時にガラスと床とを離れやすくするため、床をガラスと濡れにくいカーボンにした。またガラスの位置を少しでも高くするためにカーボンの下にはレンガを置いた。

バネは、ガラスを浮かせるためのものである。図 2.3-15 に示すように、1g ではレンガなどの重さによってバネは縮んでいるが、0g になると重さがなくなりそのバネは伸びる。その伸びる力によってガラスをカーボンから引き離そうとした。また、伸びる力を最大限に使うためアルミナ棒に針金でストッパーをつけた。本実験では、接着剤としてコーティングセメントを使用した。

(4) 映像

実験ラック内で撮影している映像は、BNC ケーブルで JAMIC 側とつなぐことによって制御モニター室で観測することができる。映像は、ガラスを横からと上からの 2 方向から撮影した(図 2.3-12)。

横からの映像は、CCD カメラによるものである。炉となるアルミナチューブとその周りの断熱材ののぞき窓から撮影した。これは微小重力状態になった時にガラスが浮いているかを確認するためである。

上からの映像は、高速度カメラによるものである。これはガラスの振動数を測定するためのものである。高速度カメラを炉の上に設置するとかなりの熱を浴び

るので、三角プリズムを使って炉の真上ではなく横にくるようにした。また、白金線は温度が上がると非常に明るく光るので、レンズの前にフィルターを取り付けた。

今回使用している高速度カメラは、メモリーが本体に記憶され、本体の電源を切るとメモリーが消えてしまう。JAMIC ではラックを移動させる時に電源が切れてしまうので、バッテリーを実験ラックに載せて電源を供給し続けた。

また、高速度カメラは最大 5.4 秒の映像しか記憶できないため（撮影速度 250 コマ/秒の場合）、コマンドを使って落下開始と同時に録画を開始するようにさせた。

（５）温度制御

本研究では、白金線をヒータとして使用している。白金線は温度が高くなると抵抗値が上がる性質を持っているため、急激に温度を上げてしまうと切れてしまう可能性がある。そこで図 2.3-16 の様に、プログラム指示調節計には温度が 2 段階の勾配で上がっていくようにさせた。また落下開始 30 秒後には勝手に電源が落ちてしまうので、安全を考慮してコマンド操作ができるうちにプログラムをリセットさせた。

2. 3. 4 落下塔実験の実施

地下無重力実験センター(JAMIC)について

実験は微小重力環境下で行うため、北海道にある実験施設、地下無重力実験センター(JAMIC)で行った。

JAMIC は、古い炭坑を利用して造られた。実験センターの概略図を図 2.3-3 に示す。ドロップシャフトは全長 710m で、このうち 490m が自由落下部、200m が制動部、20m が非常制動部になっていて、約 10 秒間の微小重力時間を得ることができる。

実験ラックを落下カプセルに搭載し落下させる。実験ラックがカプセルに組み込まれると実験装置を見ることも触れることもできなくなるため、制御モニター室で実験装置を制御できるようになっている。そこでは、ラック内で撮影している映像や装置のデータを送ることによってそれを見ることができ、コマンドスイッチによって実験装置を制御させることができる。

2. 3. 4 - 1 落下実験 1

実験は計 11 回行った。そのうちの最初の 2 回はガラスを入れず、その他の機器がうまく動くかどうかを確かめた。以下の*/*は実験日を表す。

11/17

炉を最高 800℃まで温めた。炉はこの日だけ図 2.3-13 のものの外側にもう 1 つアルミナチューブを置いて、炉を二重にして使用した。

11/18

炉を最高約 850℃まで温めた。

11/19

ジュース瓶のガラスのかげらを石英ガラスの上に接着剤でくっつけて炉の中に入れた。温度は最高約 860℃となった。ガラスは石英ガラスに付着したままで浮かなかった。

1g 下ではガラスが床と付着しているので、微小重力になった時にどうにかしてガラスと床とを離れさせなければならない。残りの 8 回はガラスを入れ、バネを使ってガラスを浮かそうと試みた。

実験ラックは落下カプセルに載せた後の作業によって揺れるので、ガラスはカーボンの上にのせただけではどこに転がっていくかわからない。それを防ぐためにガラスを瞬間接着剤でカーボンの上にくっつけた。接着剤は 100℃くらいで溶けるので使用した。

ガラスを乗せた時の実験条件は表 2.3.1 のようになる。

ここで、ガラスは使用したガラスの色を示す。カーボン は等方性黒鉛材を使用しており、OP-8260 は比重 2.00g/cm^3 、硬度 80、曲げ強度 1000kg/cm^2 で、OP-9063 は比重 1.83g/cm^3 、硬度 85、曲げ強度 800kg/cm^2 となっている。バネはバネ定数を小さくするために細い針金などを巻いて作った。その材料を表す。

12/22

この日から図 2.3-16 のように炉の温度を制御させた。バネが伸びず、ガラスは浮かなかった。これは、バネ定数が大きかったのでバネが支えていた総重量では 1g

下であまりバネを縮ませることができず、微小重力環境になってもバネが伸びようとする力が小さかったためだと思われる。バネが断熱材の穴をうまく伸びることができなかったと考えられる。

12/23

前日使用したバネのバネ定数より小さくするため、バネを作る針金を細いものにした。バネは勢いよく伸び、レンガ、カーボン、ガラスは上に動いたが、ガラスはカーボンに付着したままだった。

12/24

前日よりバネを縮まさずにバネを固定してみたが、バネが伸びなかった。

1/5

12/23 と同じようにしたが、またバネは伸びるがガラスはカーボンに付着したままだった。バネが伸びる勢いがまだ小さいと考えられる。

1/6

高速度カメラにフィルターをつけて、映像を見やすくした。

バネ定数が小さくなるようにバネの径を大きくした(約 10φ)。バネの伸びる力をよりよくガラスに伝えるためにアルミナ棒にストッパーをつけ、バネが完全に伸びきる前にレンガ、カーボンが止まるようにした。その結果、セメントでくっつけていたカーボンが落下と同時にレンガからはずれ、ガラスはカーボンに付着したまま浮いた。図 2.3-17 は、落下開始後 1.4760 秒後と 1.5480 秒後のガラスの様子を示す。

1/7

カーボンがセメントだけではバネの勢いに負けてはずれてしまうので、カーボンとレンガをステンレス線で縛り付けた。しかし、この日はバネが伸びなかった。バネを実験の前日から伸ばして固定しているため、バネ自体が少し伸びたのではないかと考えた。また、ステンレス線はぼろぼろになって切れていた。ステンレス線が溶けてガラスに付着するかもしれないのでステンレス線の使用をやめた。

1/10

カーボンとレンガをセメントで今まで以上に隙間なくくっつけ、1/6 と同じよう

に実験したがバネが伸びなかった。

1/11

バネがまっすぐ伸びず断熱材の側面に引っかかっているのではないかと考え、バネをまっすぐにするためバネの中に細いアルミナ棒を入れた。しかしバネは伸びなかった。

2. 3. 4-2 落下実験 2

実験方法の改良

前回のバネによる実験はうまく行かなかったため、実験方法を改良した。金魚用の空気を送るポンプを使用し、ガラスの下から空気を送り込んだ。また、炉ののぞき窓が小さく横からの映像がわかりにくかったため、炉ののぞき窓を横幅約 7mm, 高さ約 50mm に大きくした。

地上実験とその考察

落下実験の前に、地上実験を行った。

(1) 断熱材用のカーボンを使用した場合 (図 2.3-18)

前回までのカーボンには穴がないため下から空気を送ってもガラスには届かないので断熱材用のカーボンを使用した。このカーボンは比重 0.13g/cm^3 で隙間があるので空気が通ることができる。

カーボンの周りにセメントを塗ってガラスの下以外から空気が漏れないようにした。カーボンとアルミナチューブをセメントでくっつけ、その下はシリコンチューブを差し込みそこから空気を送った。ガラスは接着剤でカーボンにくっつけた。前回の実験と同じように炉の温度を制御して行った。

実験後、カーボンはそのほとんどが酸素と反応して二酸化炭素になり、カーボンの周りに塗ったセメントとその中にわずかのカーボンしか残ってなかった。ガラスもその中に入っていた。

(2) 前回の実験で使ったカーボンに穴を空けた場合

断熱材用のカーボンではカーボンがぼろぼろになってしまい使い物にならなかった。そこで、前回の実験で使っていたカーボンの中心に直径 1.5mm の穴を空け、そこから空気を送った。

始めは接着剤でカーボンにくっついていてガラスは、接着剤が溶けると下から

の空気の勢いでカーボンから落ちた。カーボンの穴が1つになり小さかったため、下からの空気の勢いが大きくなり過ぎてガラスを落としてしまった。

(3) カーボンの穴の周りに溝を作り、テフロンチューブに穴を空けた場合(図 2.3-19)

(2)と同様にカーボンに穴を空けてその周りに溝を作り、ガラスが簡単に落ちないようにした。また、空気の勢いを小さくするため、テフロンチューブに穴を空けた。今までと同様にガラスは接着剤でカーボンにくっつけておいた。ガラスは温度を上げてカーボンから落ちることなく、溝の中で下からの空気によって振動していた。JAMICでの実験はこのようにやることにした。

JAMICで計4回の実験を行った。

今回も高速度カメラ、CCDカメラの撮影速度はそれぞれ250コマ/sec, 500コマ/secである。また、カーボンは4回ともすべてOP-9063を使用した。

2/7

ガラスはブラウンを使用した。温度制御は今までと同様、図 2.3-16のようにした。炉の温度が1200℃に到達し約5分ほどの落下までの待機時間の間に、カーボンに開けておいた1.5mmφの穴がだんだん大きくなりガラスがすっぽり入るくらいの大さになった。落下直前にはガラスが大きくなった穴にはまり、下から送られてくる空気によって浮いていた。落下と同時にガラスは勢いよく上に飛び出し、わずか0.2秒ほどでふたの石英ガラスの部分に付着した。その様子を図 2.3-20から図 2.3-23に示す。左側の写真は上からの、右側の写真は横からの映像で、右下のタイマは落下開始からの経過時間を表している。空気を送り続けたため、ガラスは飛び出したあとも下から押されて上へ進み続けたと考えられる。また、空気の勢いが強かったためにカーボンの穴が大きくなりやすくなっていたと思われる。カーボンの穴が大きくなり過ぎるとガラスが穴に落ちてしまう可能性がある。

2/8

ガラスはグリーンを使用。カーボンの穴に落ちにくくするために前回より大きめのガラスにした。温度制御は今後より高い温度に上げるために1200℃までの到達時間を図 2.3-24のように短縮した。

空気を送り続けるとガラスがすぐにふたまで到達するので、タイマーリレーを使って落下と同時に空気を止めさせた。また空気の勢いを前回より弱くするため、

シリコンチューブに穴を2つ開けた。

しかし今回は空気の強さが弱すぎたようで、ガラスはカーボンに付着したままで浮かなかった。

2/9

カーボンの代わりにガラスと濡れにくいシリコンカーバイトを使用した。ガラスはグリーンを使用した。シリコンチューブの穴を1つに戻した。

温度が高くなるにつれシリコンカーバイトの表面が空気中の酸素と反応して SiO_2 となり、ガラスと反応してガラスがべったりとシリコンカーバイトに付着してしまった。カーボンは空気中の酸素と反応すると二酸化炭素になるだけなので、カーボンを使用する方がいいと分かった。

ガラスはグリーンを使用した。空気が落下と同時に止まるようにし、あとは 2/7 と同じ条件で行った。

落下前にカーボンの穴が大きくなるが、2/7 の様にガラスがはまるほどは大きくならなかった。ガラスはカーボンに付着したままであった。

ガラスが浮こうとする動きが見られなかったため、空気を止めるタイミングをもう少し遅らせた方がいいと思われる。また、カーボンに開く穴の大きさも重要になる。ガラスがはまるくらいの大きさになり、かつ、下からの空気でガラスが浮いてガラスがどこも接触していない状態を作るのがよいと考えられる。

画像解析

ガラスが浮揚した 2/7 の実験の高速度カメラによる画像を用いて、ガラスの直径を測定した。そのグラフを図 2.3-25 に示す。時間は落下開始からの経過時間で、直径は画像上の長さでありここで単位は得に必要なため付けなかった。

このグラフからはガラスの振動が読み取れない。ガラスがカメラ側に近づくのが速いためこの日使用した直径 3mm 程のガラスの振動を求めるには、一定部分で浮揚しているデータ(カメラのピントに合っているデータ)が少なかったためと考えられる。また、直径 3mm ほどのガラスの振動を見るには、高速度カメラの撮影速度をもう少し速くしなければならない。直径が徐々に大きくなっているのはガラスの振動ではなく、ガラスがカメラ側に近づいているためと思われる。また、ガラスの同じ部分の直径を測定することは困難で、しかも高速度カメラの映像は 2 次元であるためガラス自体が回転していることを考慮に入れることができない

ために、測定した直径の値があまり正確ではないとも考えられる。

2. 3. 5 結論

高速度カメラによる画像データは得られたが、データ量が少なく、振動数を算出するまでには到らなかった。ガラスを安定して浮揚させ、たくさんのデータから振動数を考察する必要がある。

本実験より、以下のことを考慮して実験方法を改善する必要がある。

カーボンに開ける穴が落下前にガラスより大きくなるようにし、かつ下からの空気をガラスが浮く程度の強さにさせる。落下前からガラスが無接触であれば、微小重力になった時に浮揚しやすい。

ガラスの下から空気を送り、落下開始と同時に空気を止めるとガラスは浮揚しなかった。送り続ける浮揚はするがデータ量が少なくなるので、空気を止めるタイミングが重要になる。これまでの結果より、落下開始約 0.1 秒後に止めるのが良いと考えられる。

振動を大きくして見やすくするため、ガラスをもう少し大きいものにする。ガラスを大きくすると、微小重力になった時にガラス融液が球になる反発力でガラスが浮揚する可能性もある。

高速度カメラの撮影を炉の上からにするとピントがずれるのが早いため、炉の横から撮影する。

白金線のヒーターは高温になると蒸発してガラスに付着し、ガラスに混合物が含まれる可能性がある。セラミックのヒーターを使ってみるのも良いと考えられる。

参考文献

- [1] Basil N.Antar , Vappu S.Nuotio-Antar : Fundamentals of Low Gravity Fluid Dynamics and Heat Transfer : CRC Press.
- [2] A.D.Myshkis , V.G.Babskii , N.D.Kopachevskii , L.A.Slobozhanin , A.D.Tyuptsov, Low-Gravity Fluid Mechanics, Springer-Verlag.
- [3] Plesset,M.S., On the stability of flows with spherical symmetry, J.Applied Physics, 25,1954, 96-98.
- [4] L.D.Landau , E.M.Lifshitz : Fluid Mechanics 2nd edition, Pergamon Press
- [5] D.M.Herlach, R.F.Cochrane, I.Egry, H.J.Fecht, A.L.Greer, Containerless processing in the study of metallic melts and their solidification, International Materials Reviews 1993 Vol.38 No.6.
- [6] H.U.Walter: Fluid Sciences and Materials Science in Space, Springer-Verlag.

付録

実験装置の写真を図 2.3-26, 2.3-27 に示す。また、JAMIC で行った実験の炉の温度、電圧値、電流値、微小重力、制動加速度データを図 2.3-28 から図 2.3-34 に表す。時間は落下開始時間を 0 秒としている。微小重力データ、制動加速度データは JAMIC の支援データからのものである。微小重力データは JAMIC の計測機器が 0.2 を最高値としている。Z 軸が鉛直方向となっている。データは毎回ほとんど同じなので、ここでは 2/7 のデータを載せた。

JAMIC での実験のコマンド入力時間を表 2.3-2 に示す。

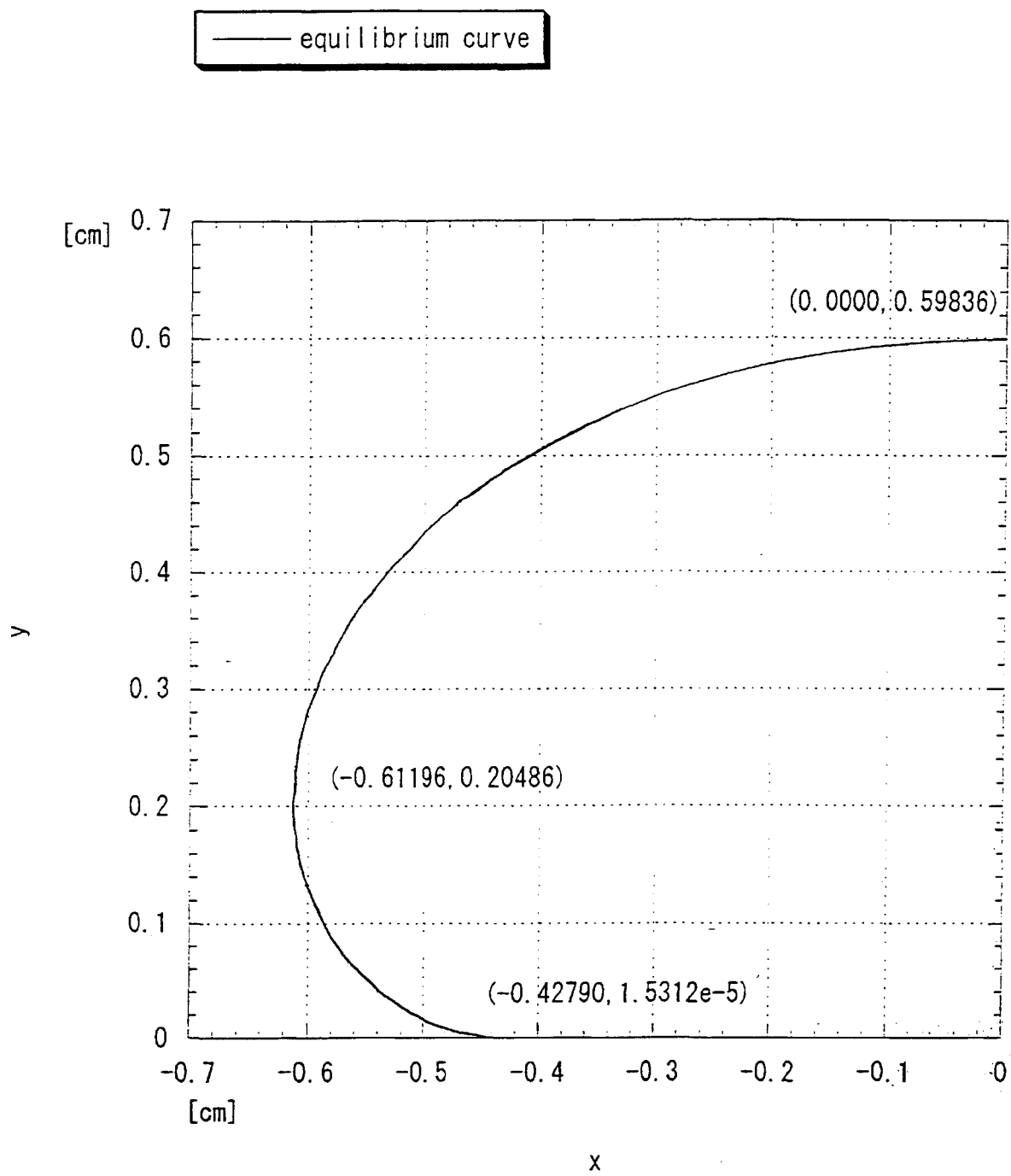


図 2.3-1 ガラス融液の形状 (体積 0.523cm^3)

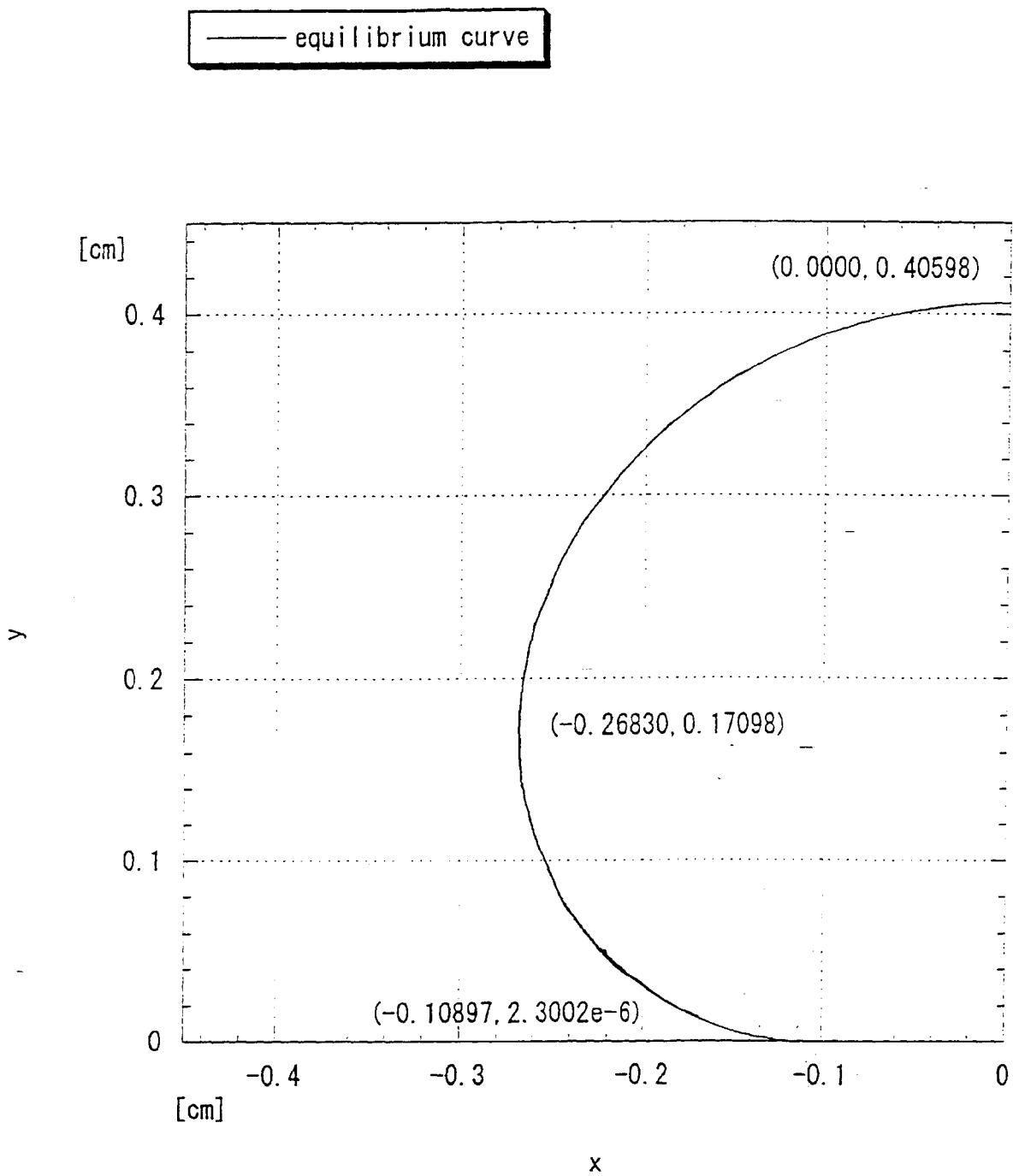


図 2.3-2 ガラス融液の形状 (体積 0.0654cm^3)

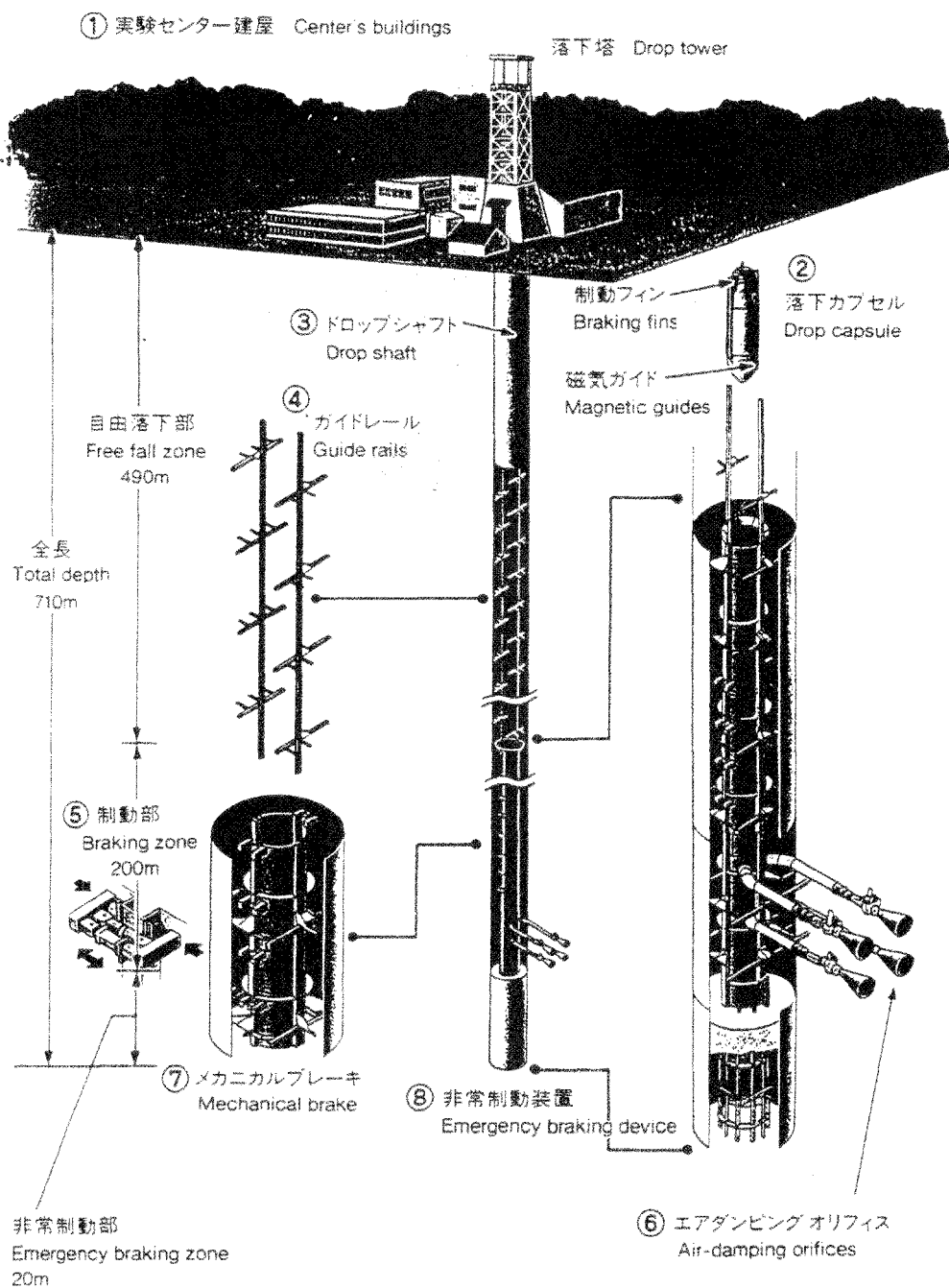


図 2.3-3 JAMIC 概略図

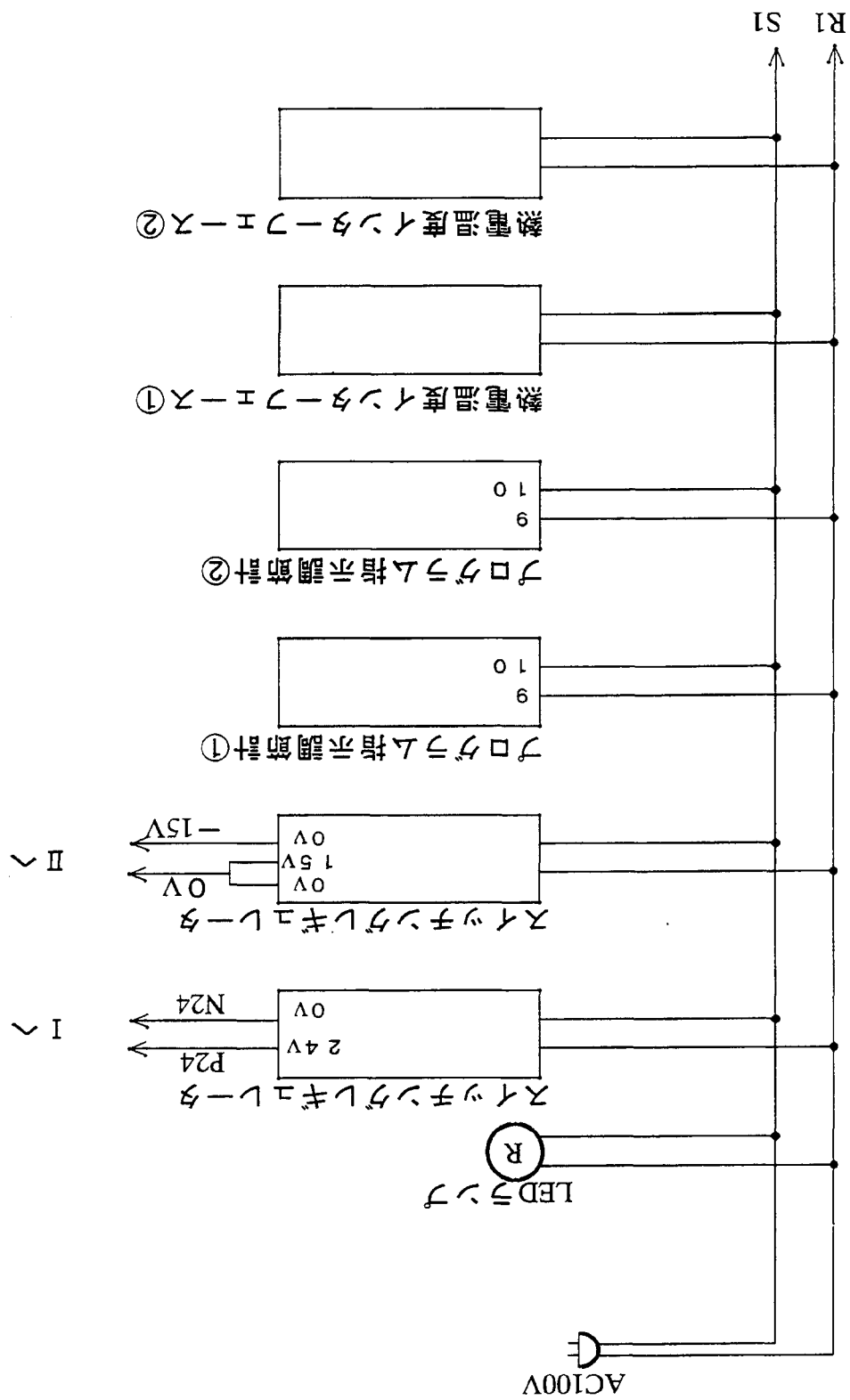


図2.3-4 電気回路図(制御、計測系)

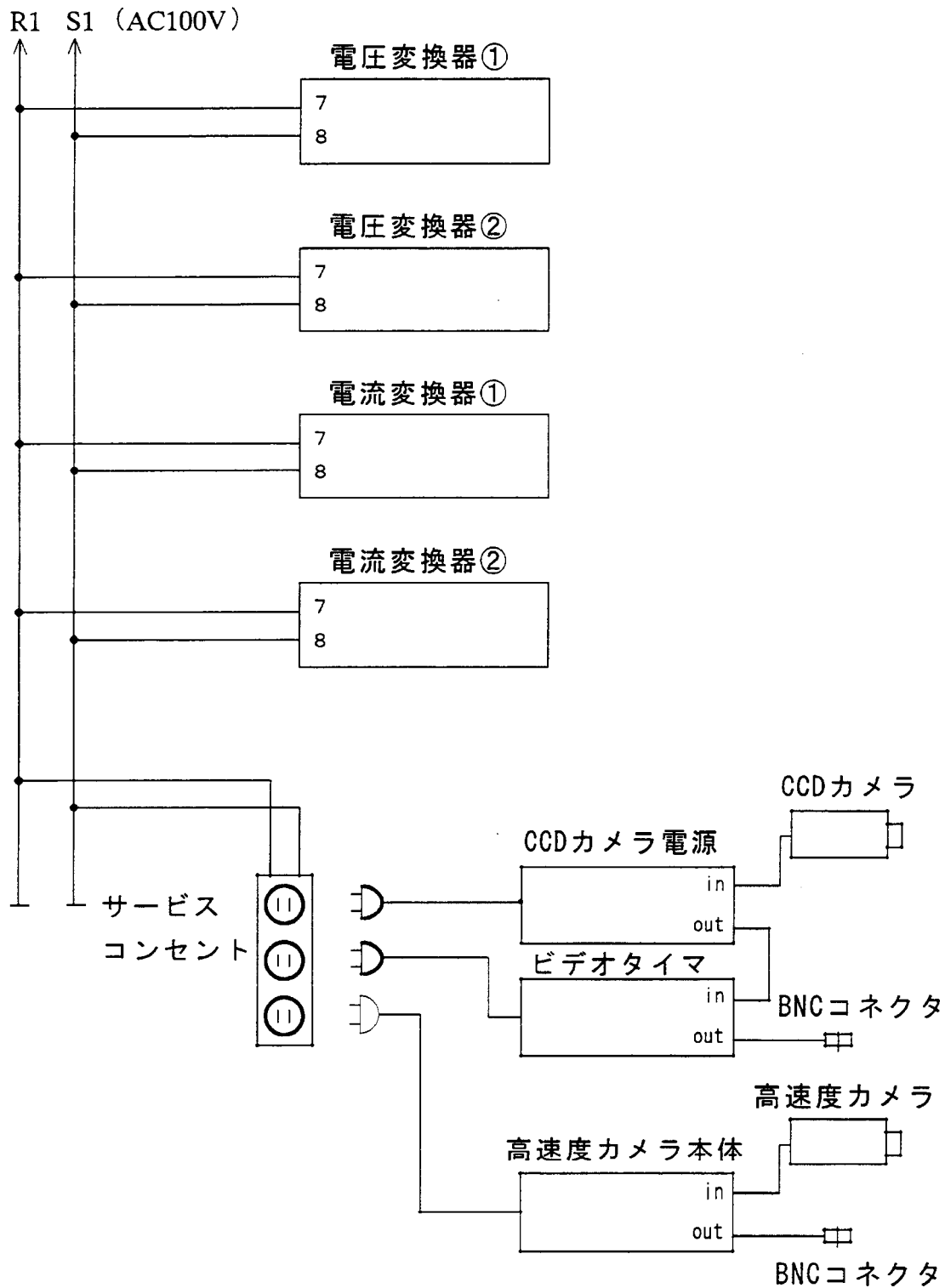


図2.3-5 電気回路図(制御、計測系)の続き

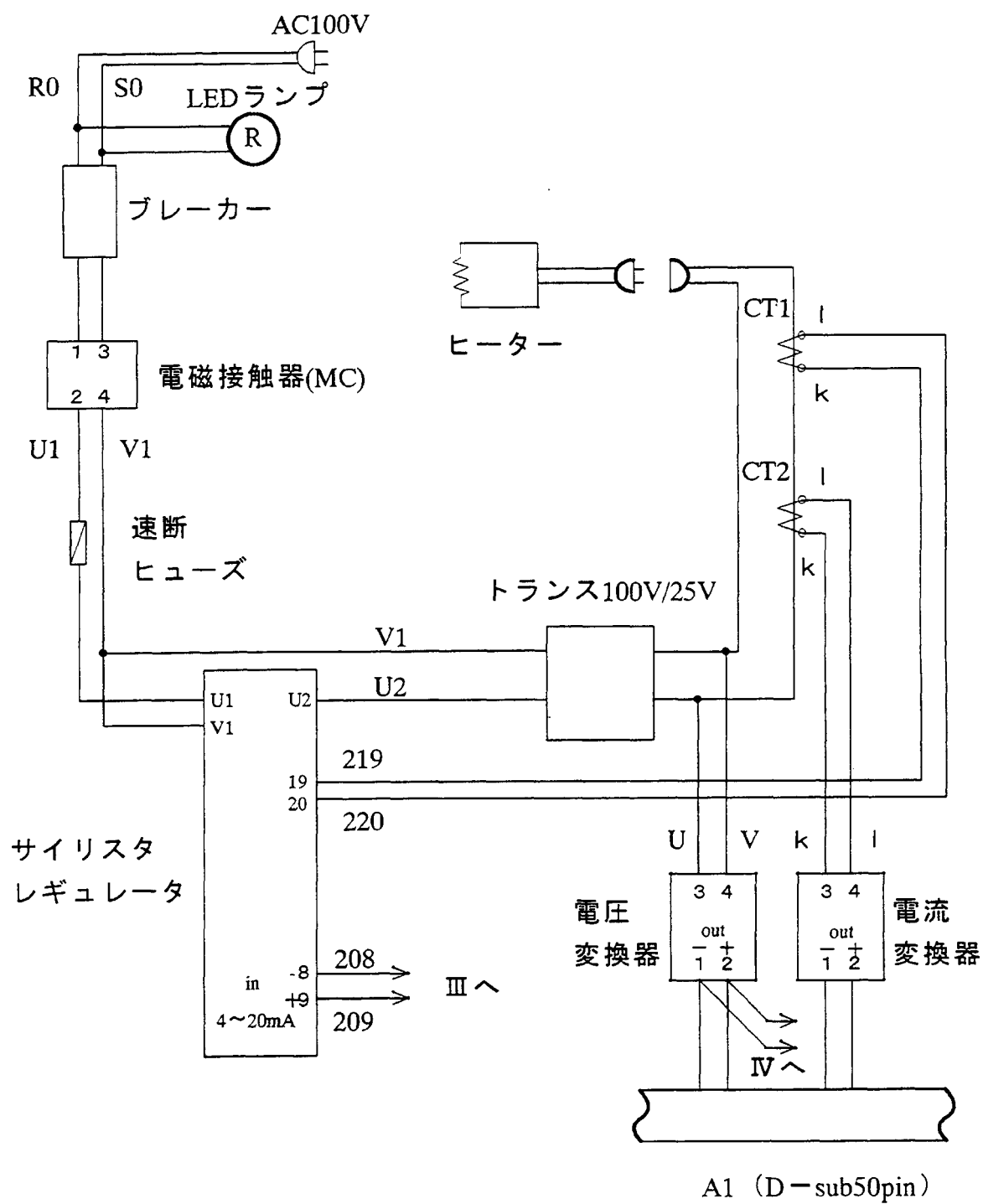


図2.3-6 電気回路図(炉)

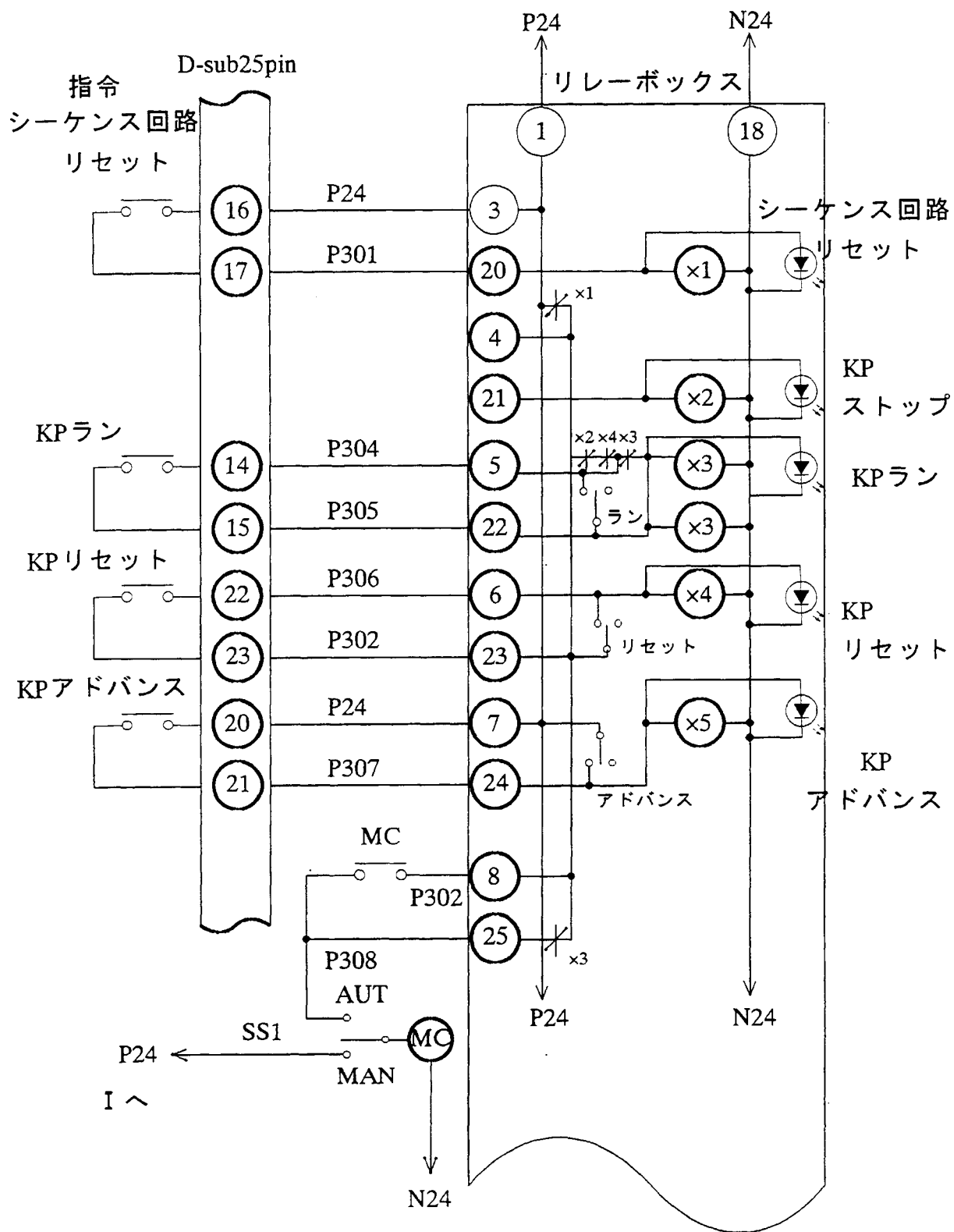


図2.3-7 リレーボックス

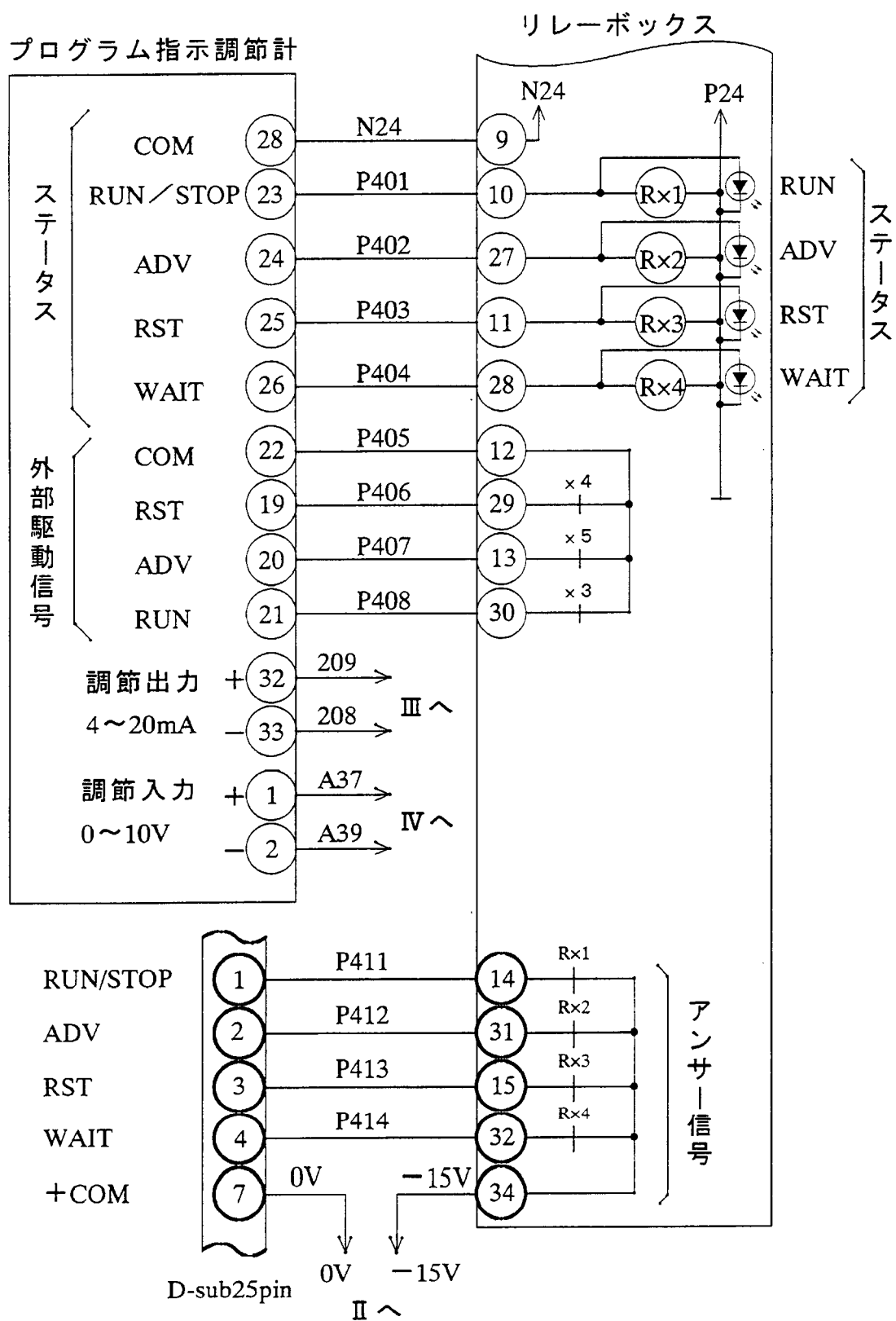


図2.3-8 リレーボックスの続き

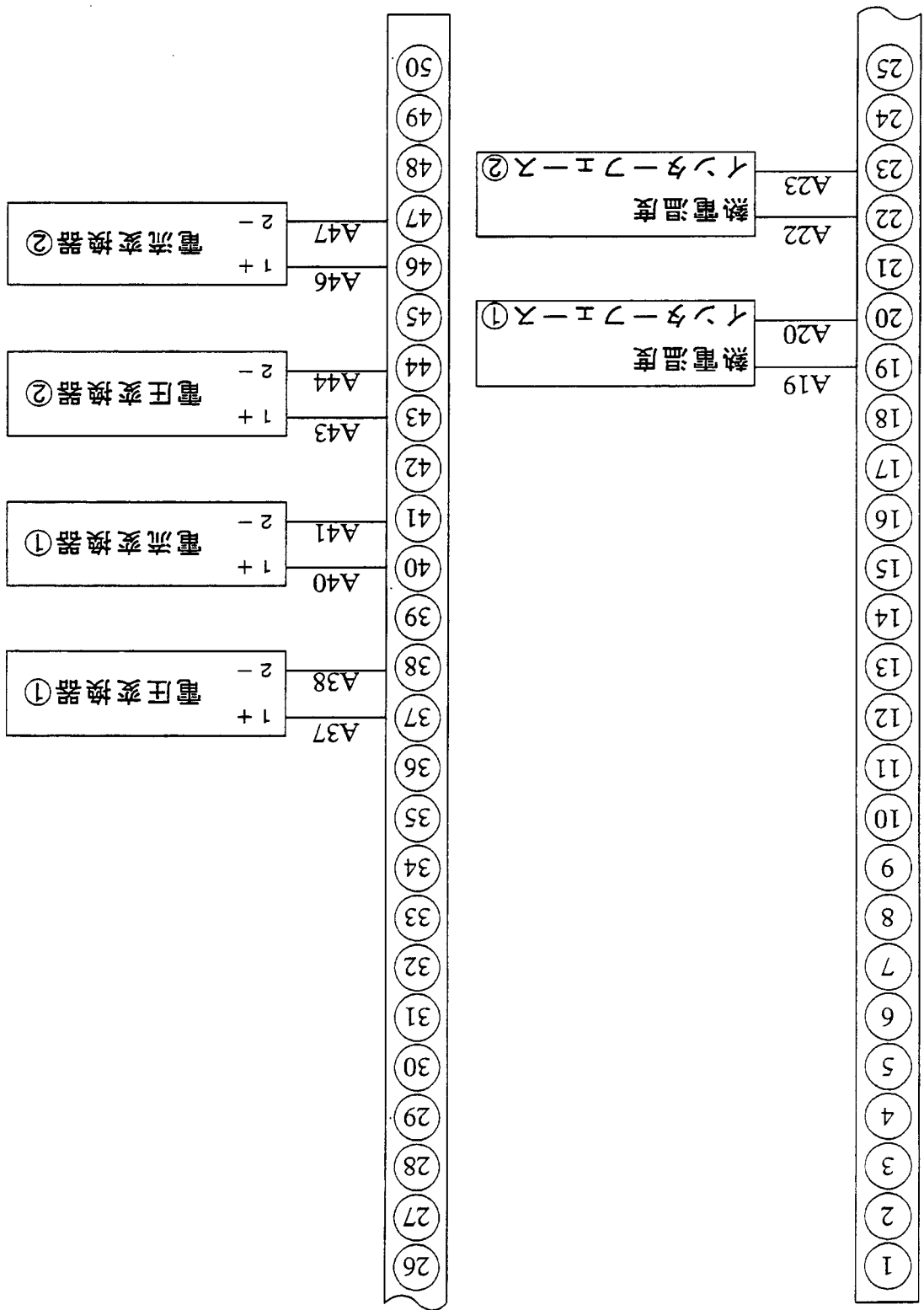


図2.3-9 フナロゲデータ

デジタルデータ、コマンド A (D-sub25pin)

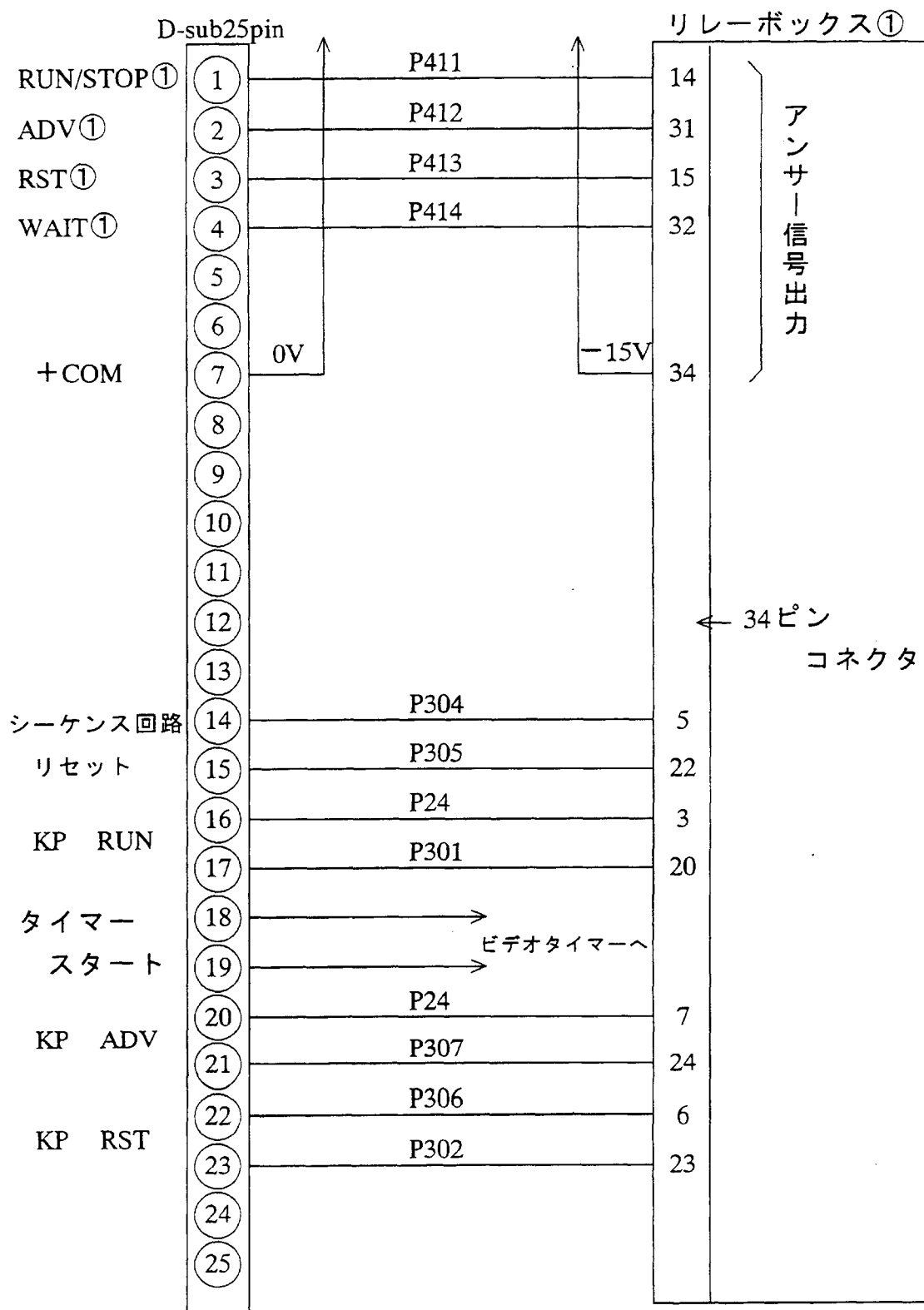


図2.3-10 デジタルデータ、コマンドA

デジタルデータ, コマンドB (D-sub25pin)

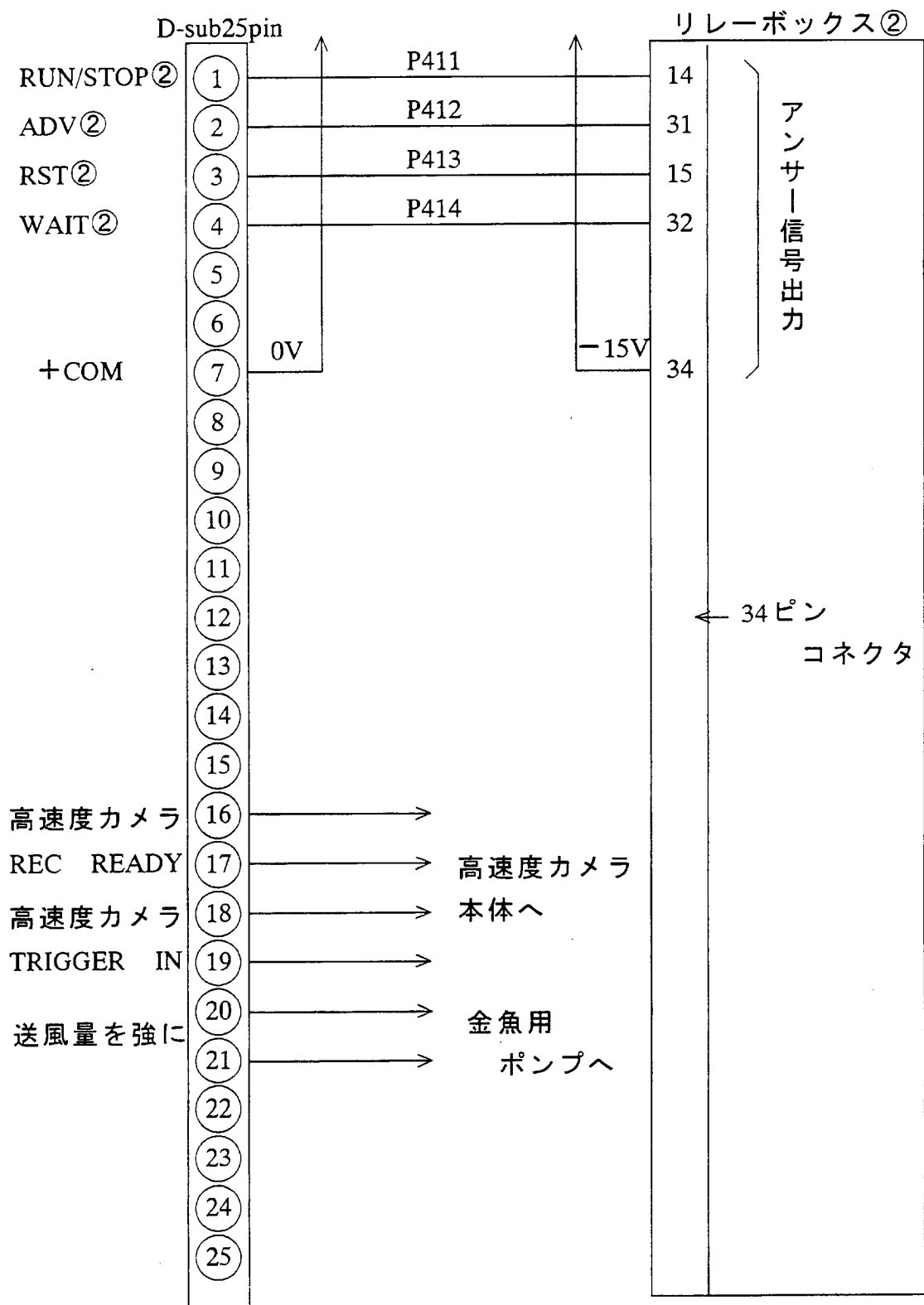


図2.3-11 デジタルデータ、コマンドB

炉とその周辺

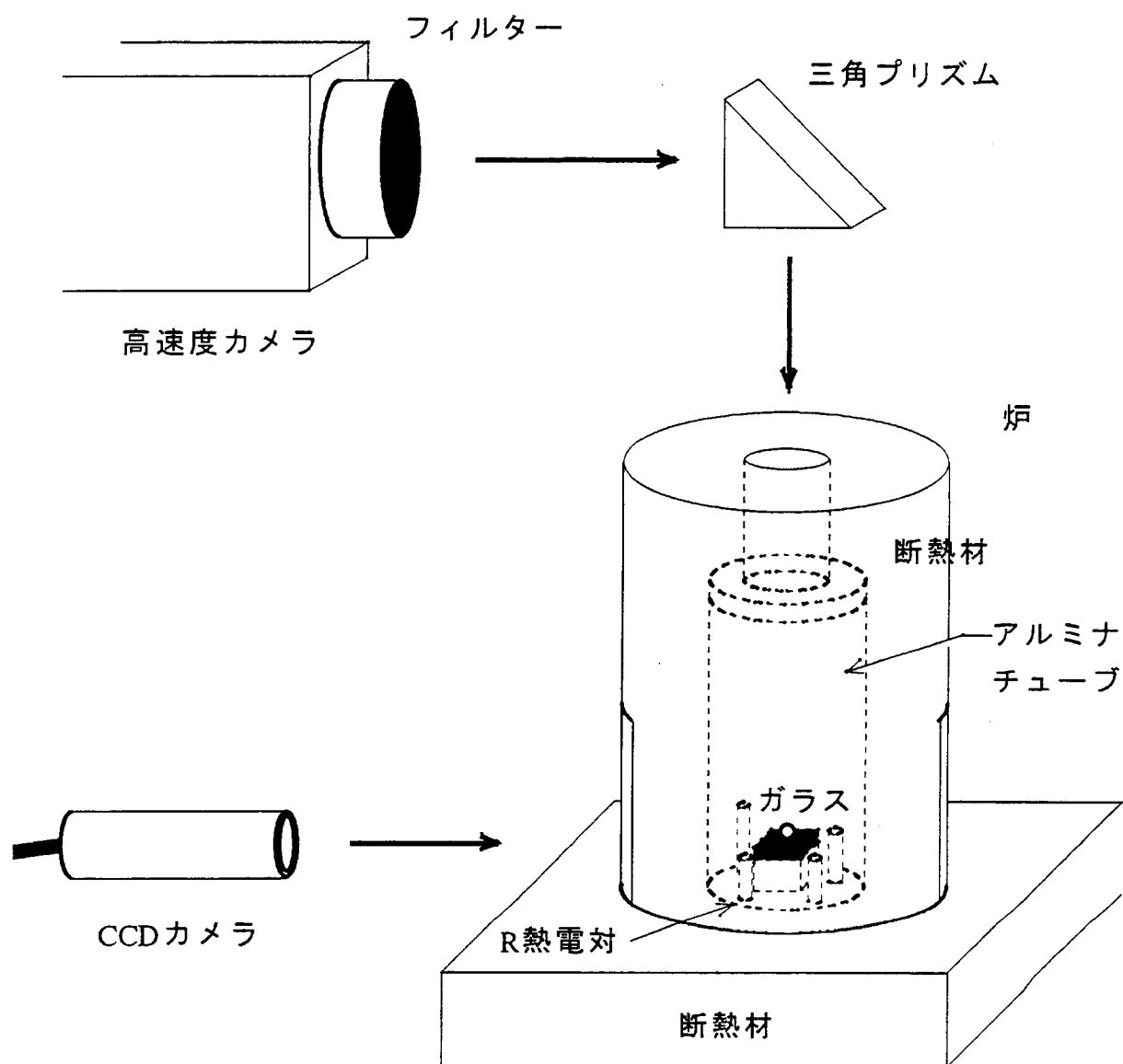


図2.3-12 炉とその周辺

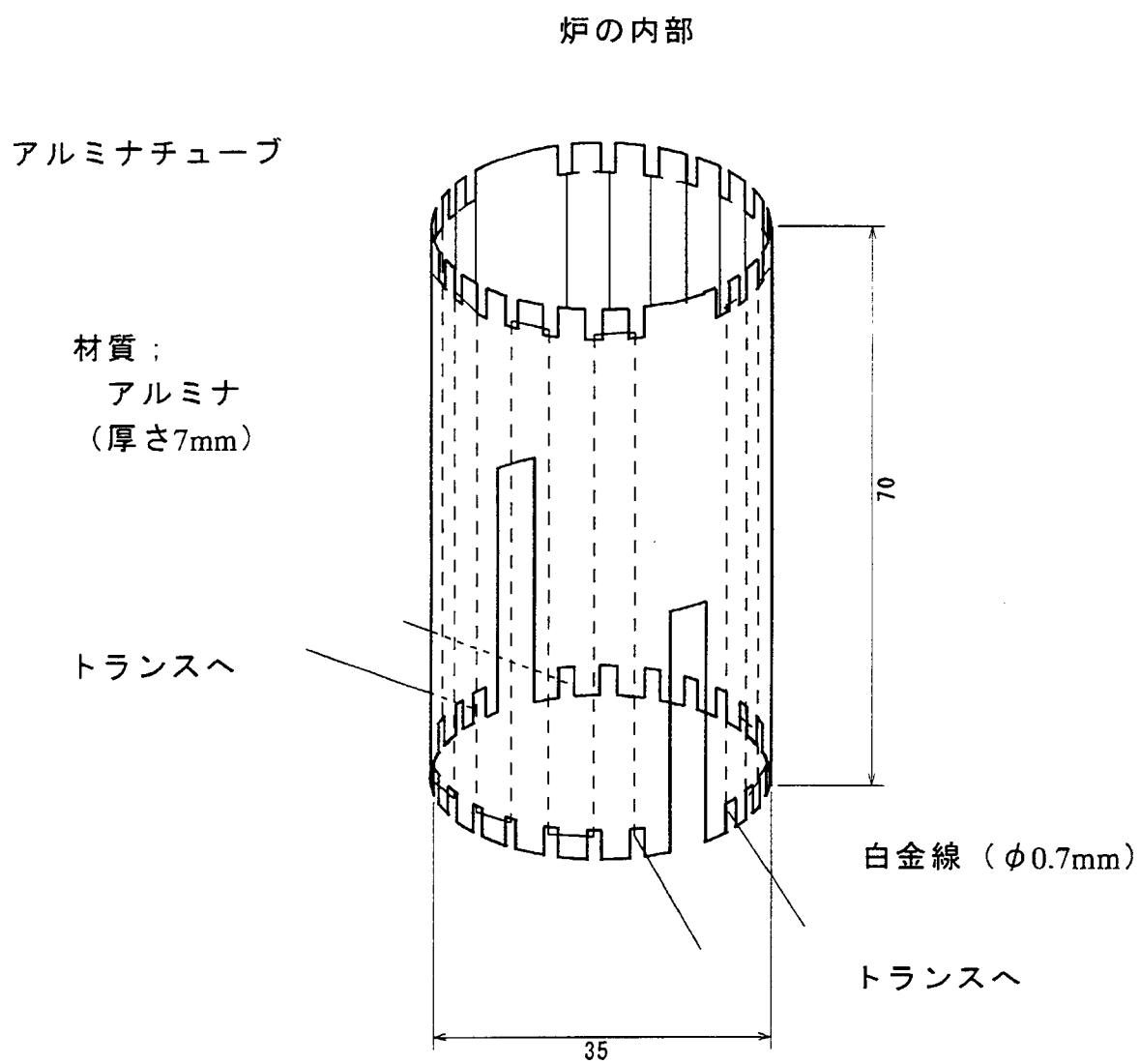


図2.3-13 炉

ガラスとその周辺

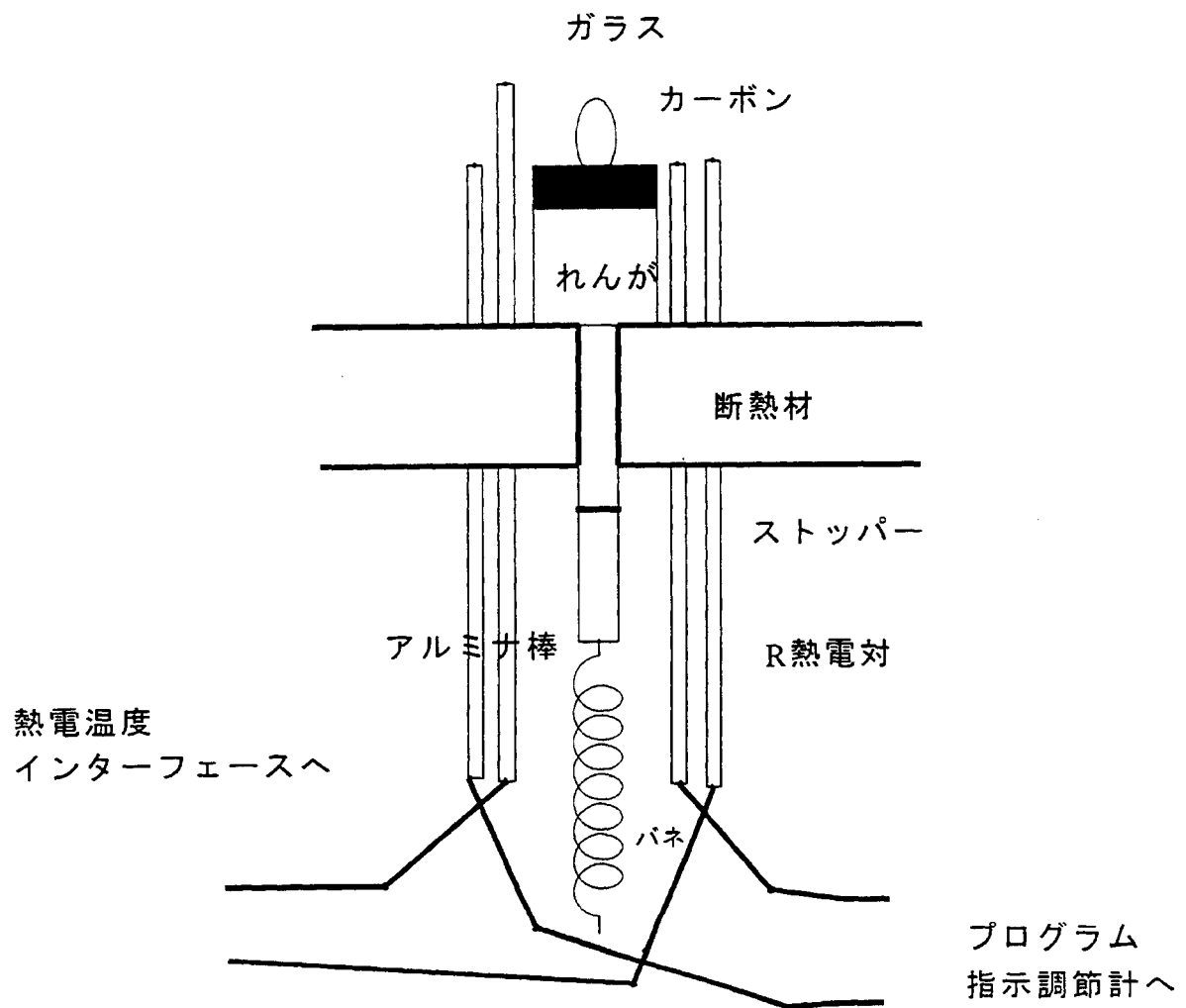
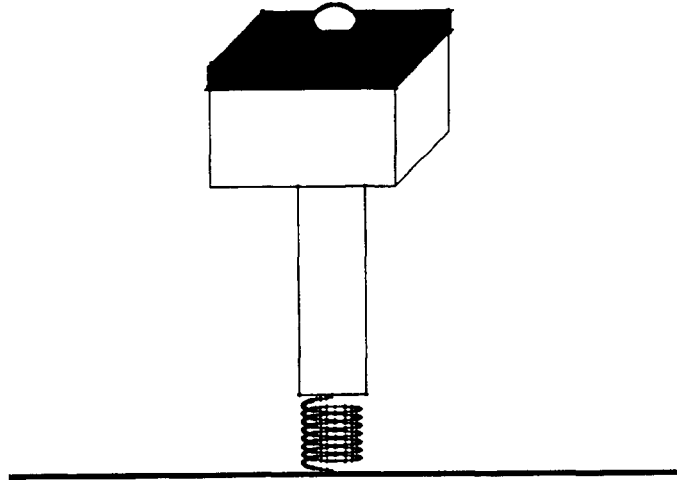


図2.3-14 炉の内部

ガラスの動き

1 g 下



0 g 下

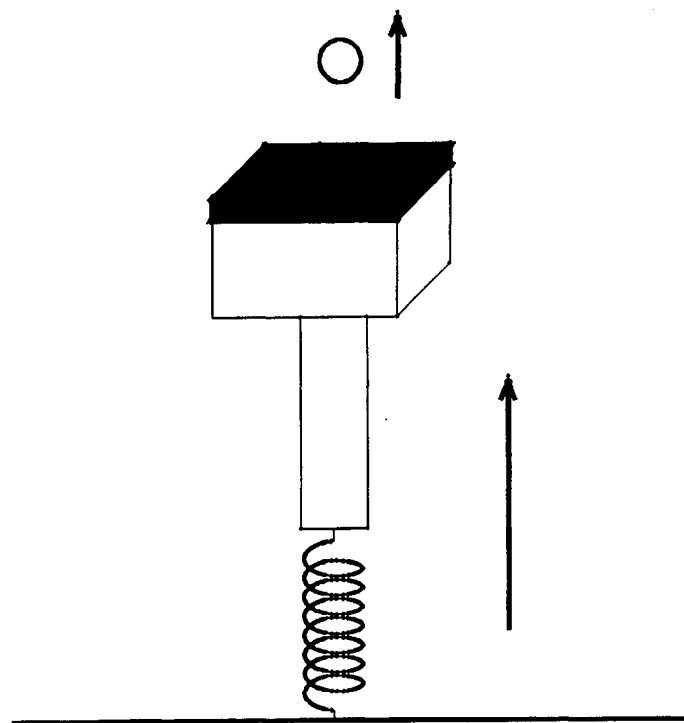


図2.3-15 ガラスの動き

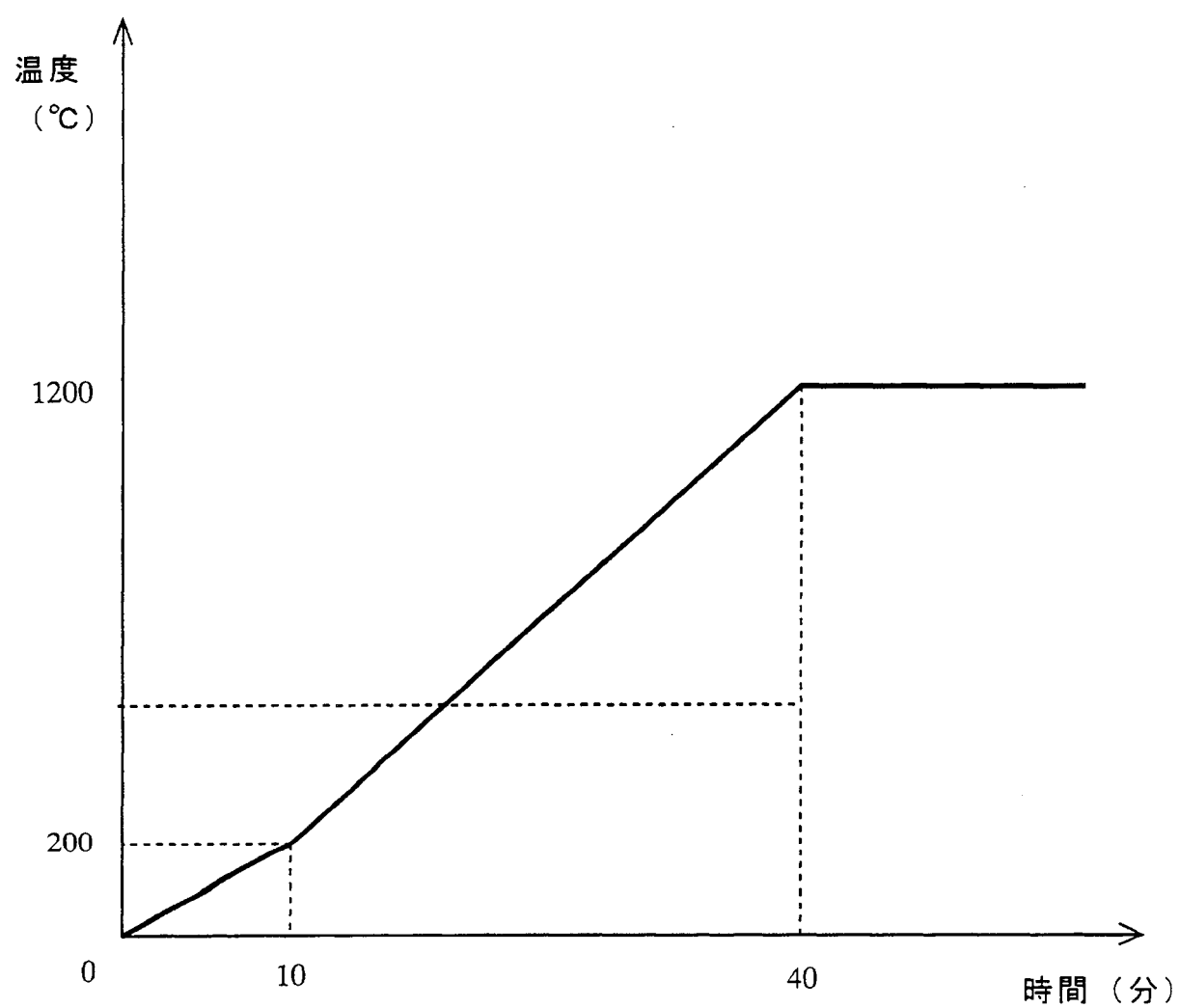


図2.3-16 温度制御プログラム①

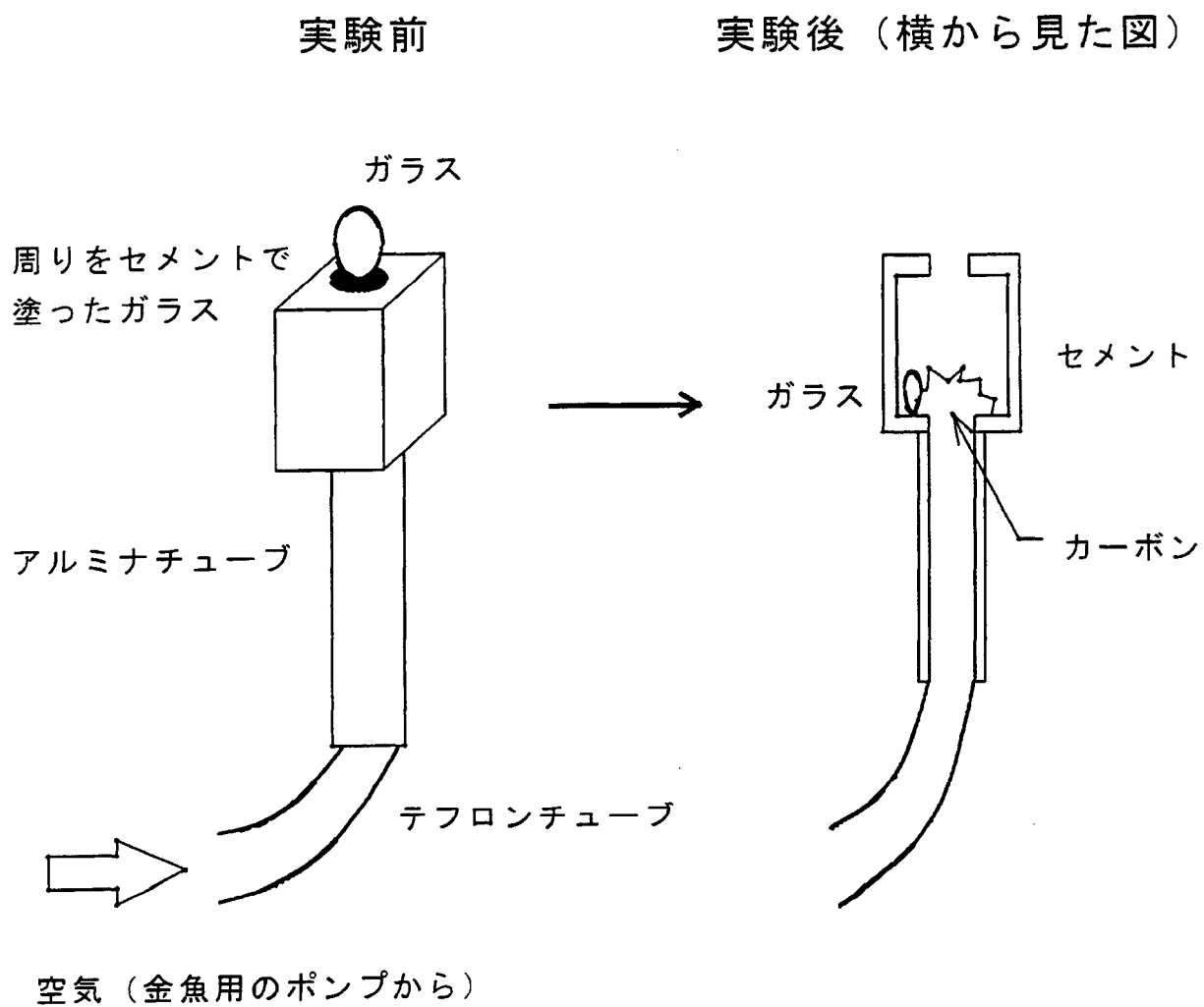


図2.3-18 断熱材用のカーボンを使用した場合

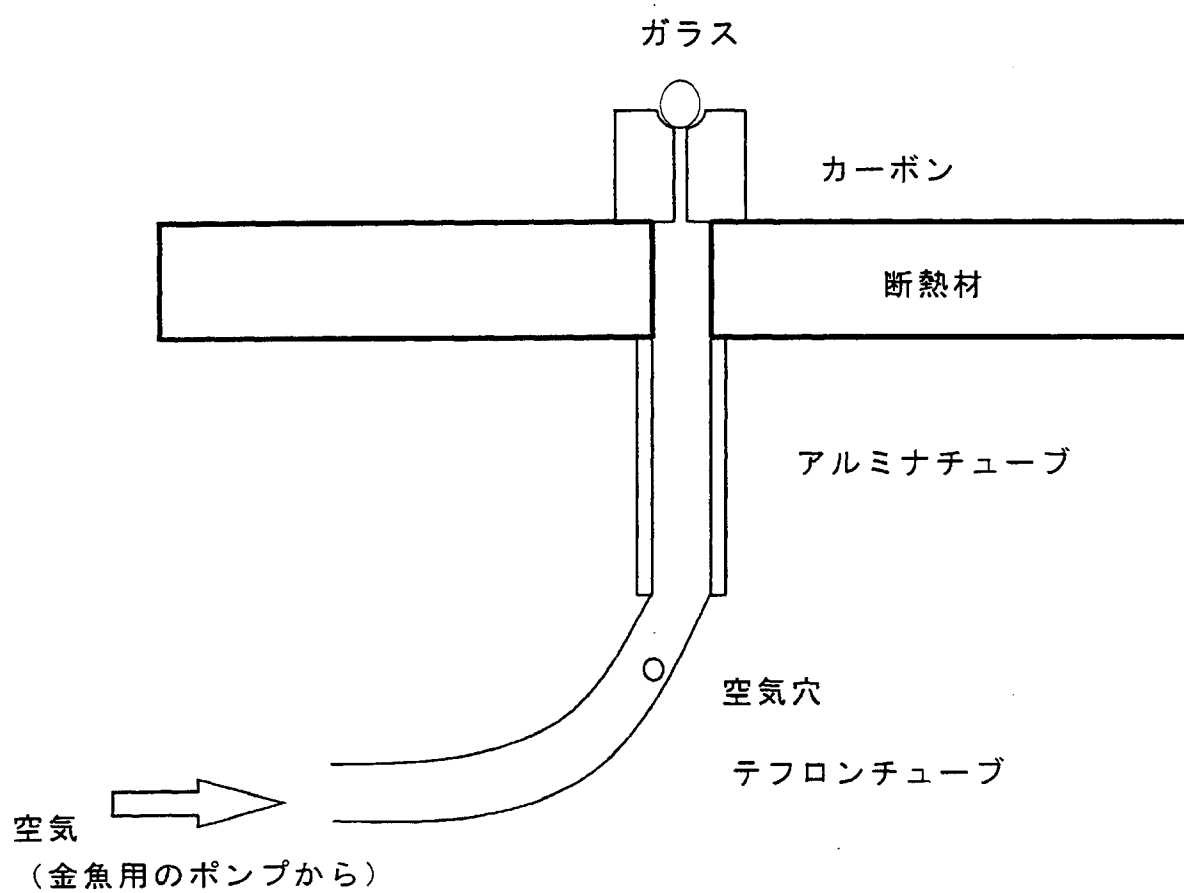


図2.3-19 ガラスとカーボン周辺

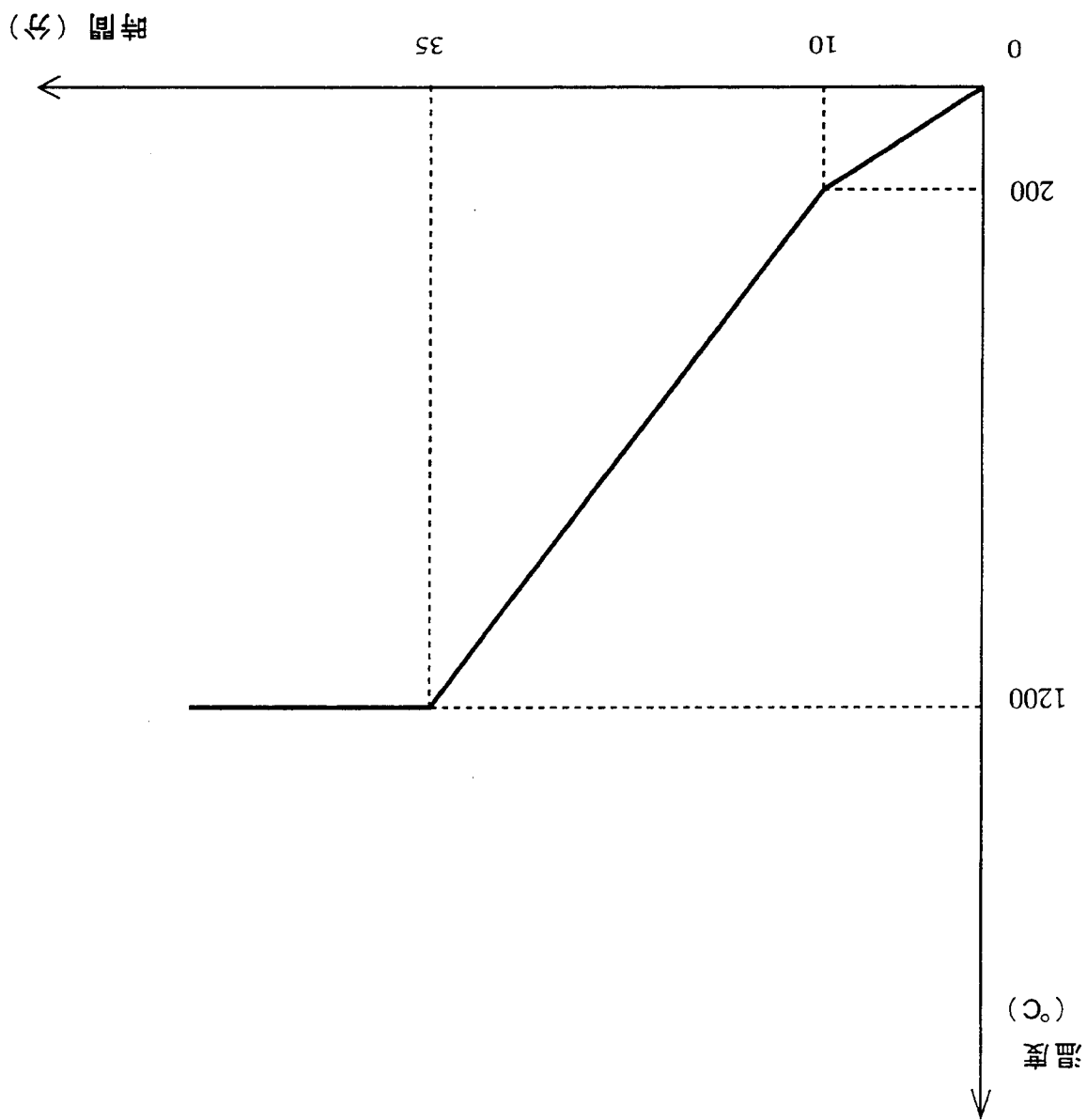


図2.3-24 温度制御プログラム②

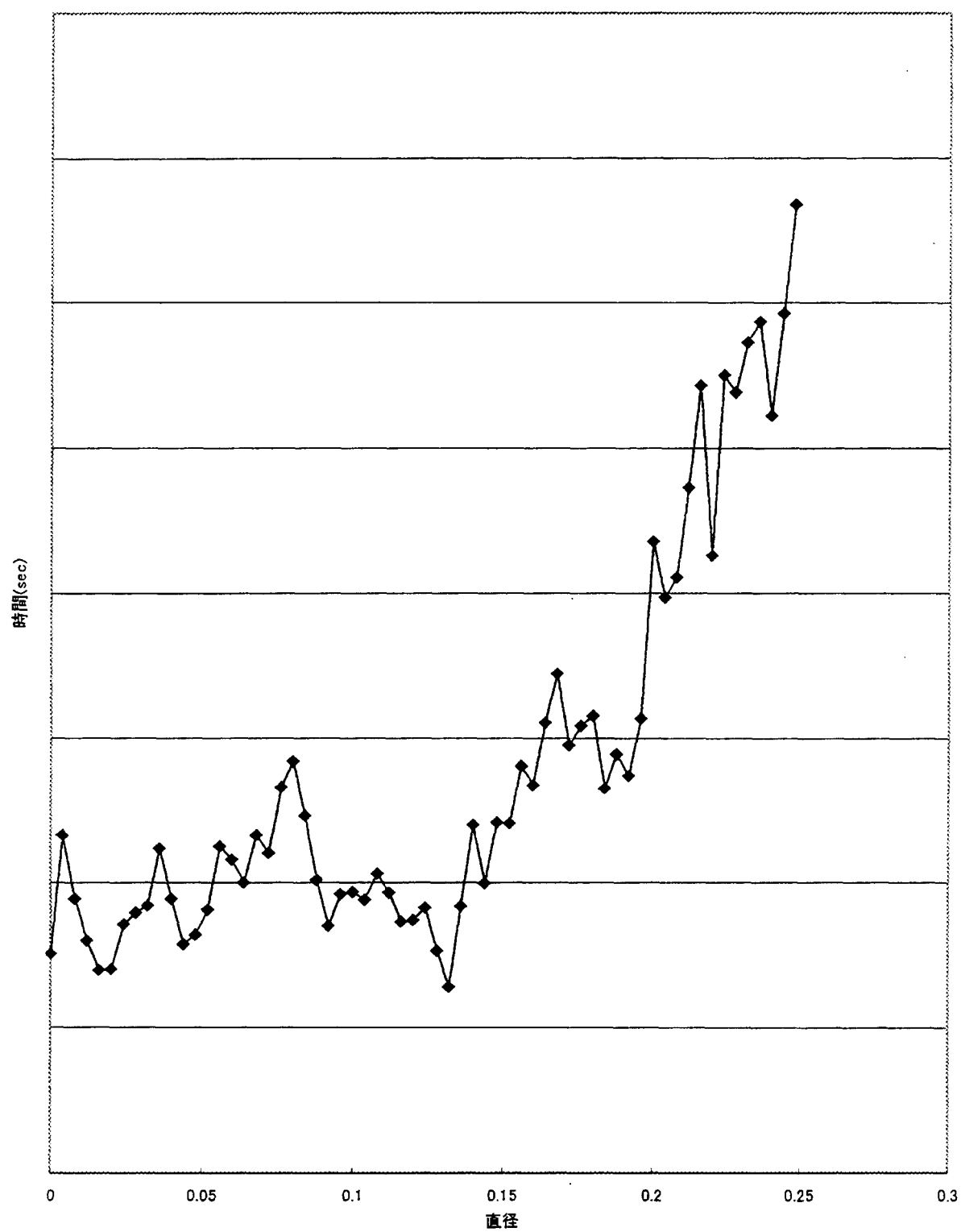


図 2.3-25 ガラスの直径のグラフ

2月7日 温度データ

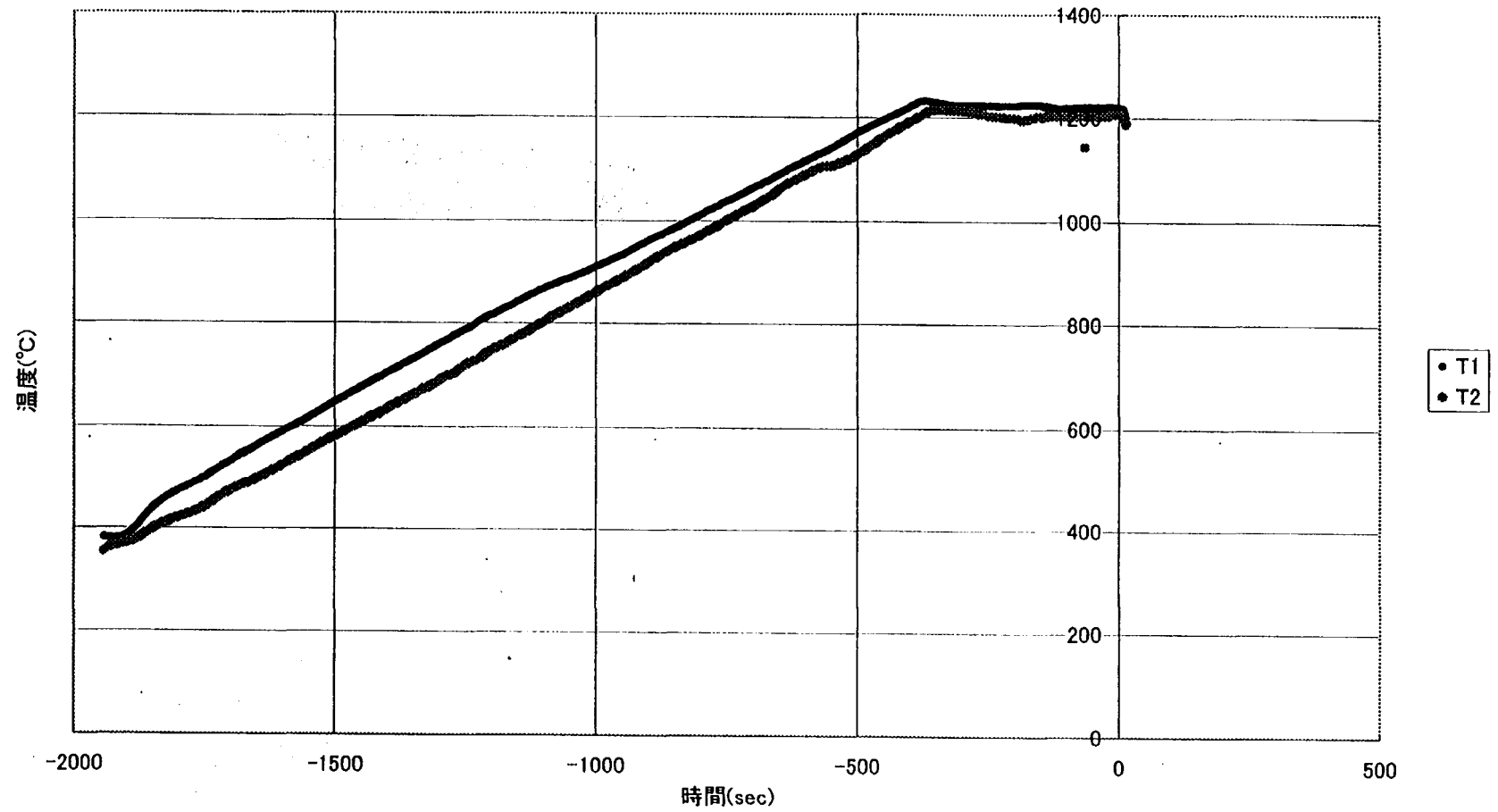


図 2.3-28 JAMIC 実験 温度データ

2月7日 電圧データ

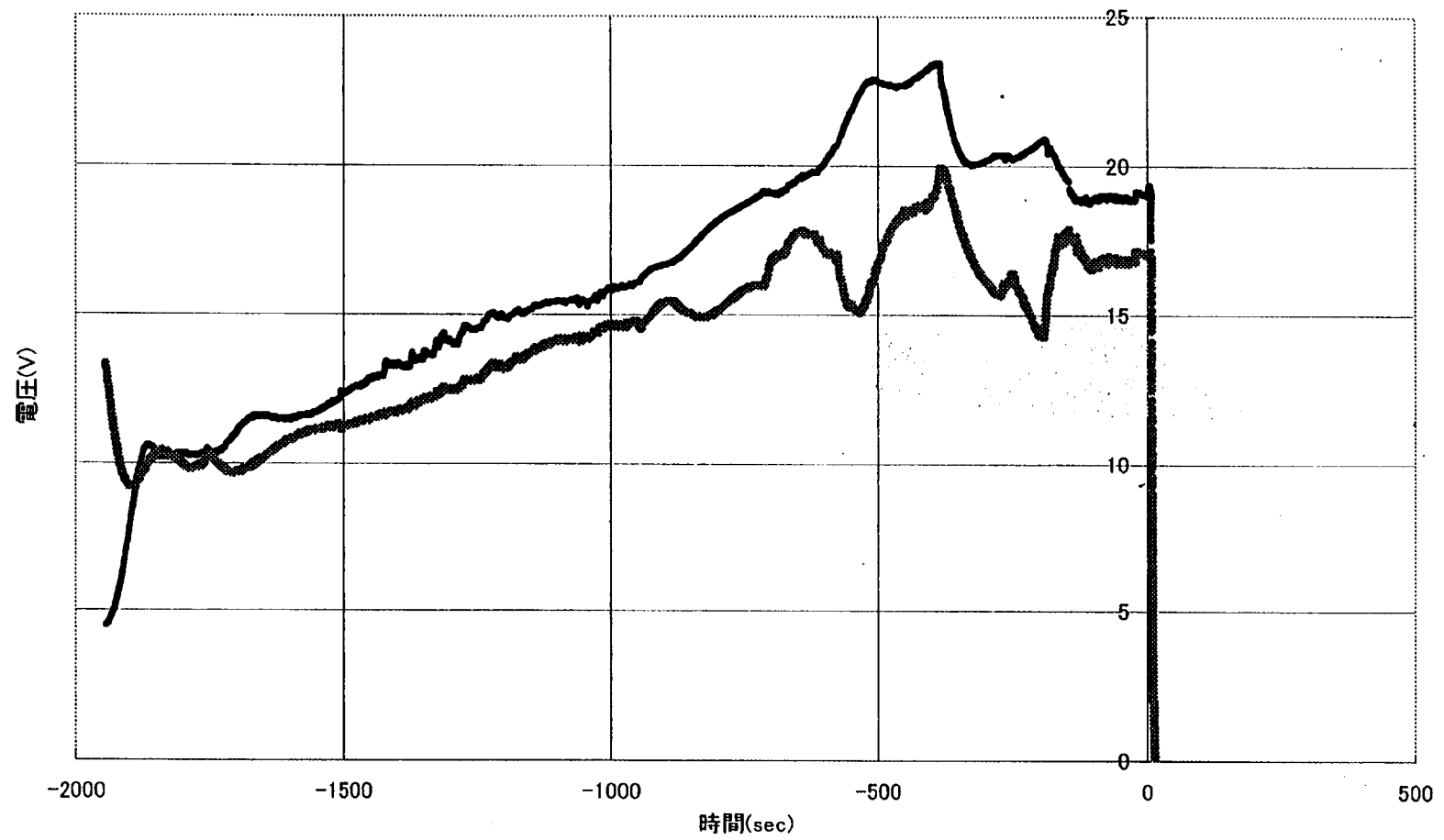
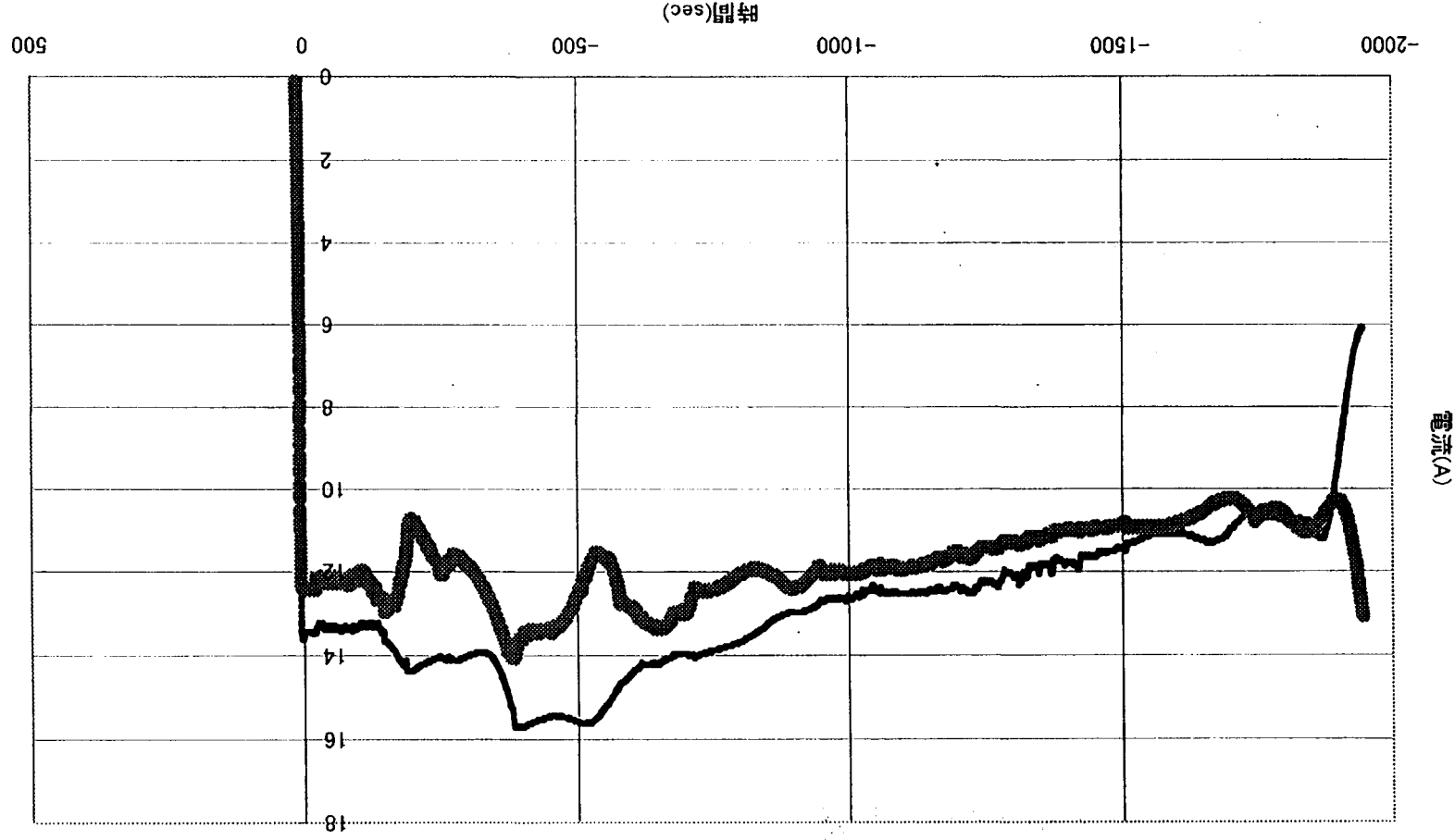


図 2.3-29 JAMIC 実験 電圧値データ



2月7日 電流データ

図 2.3-30 JAMIC 実験 電流値データ

2月7日 微小重力(X軸)

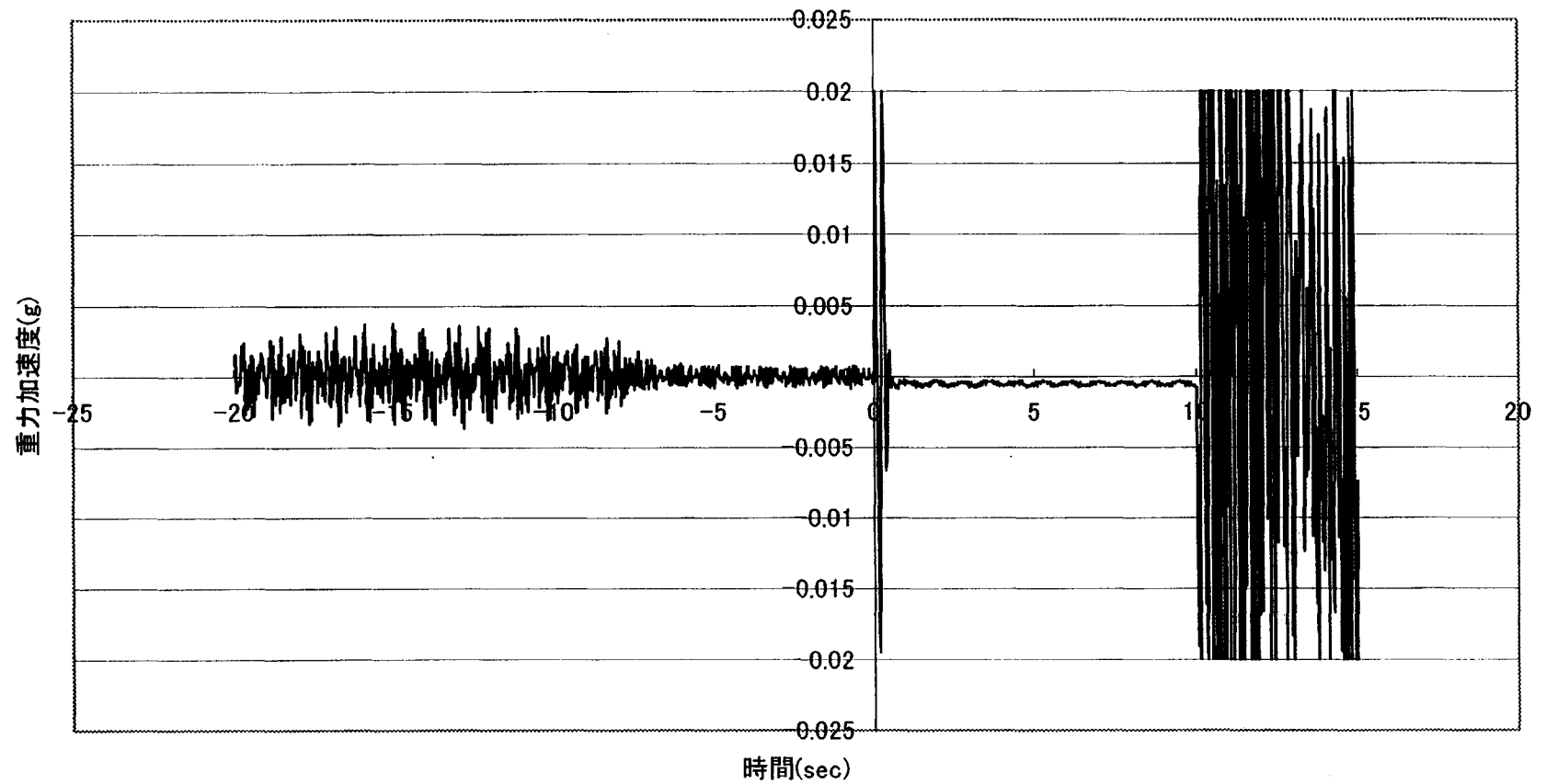


図 2.3-31 JAMIC 実験 微小重力(X 軸)データ

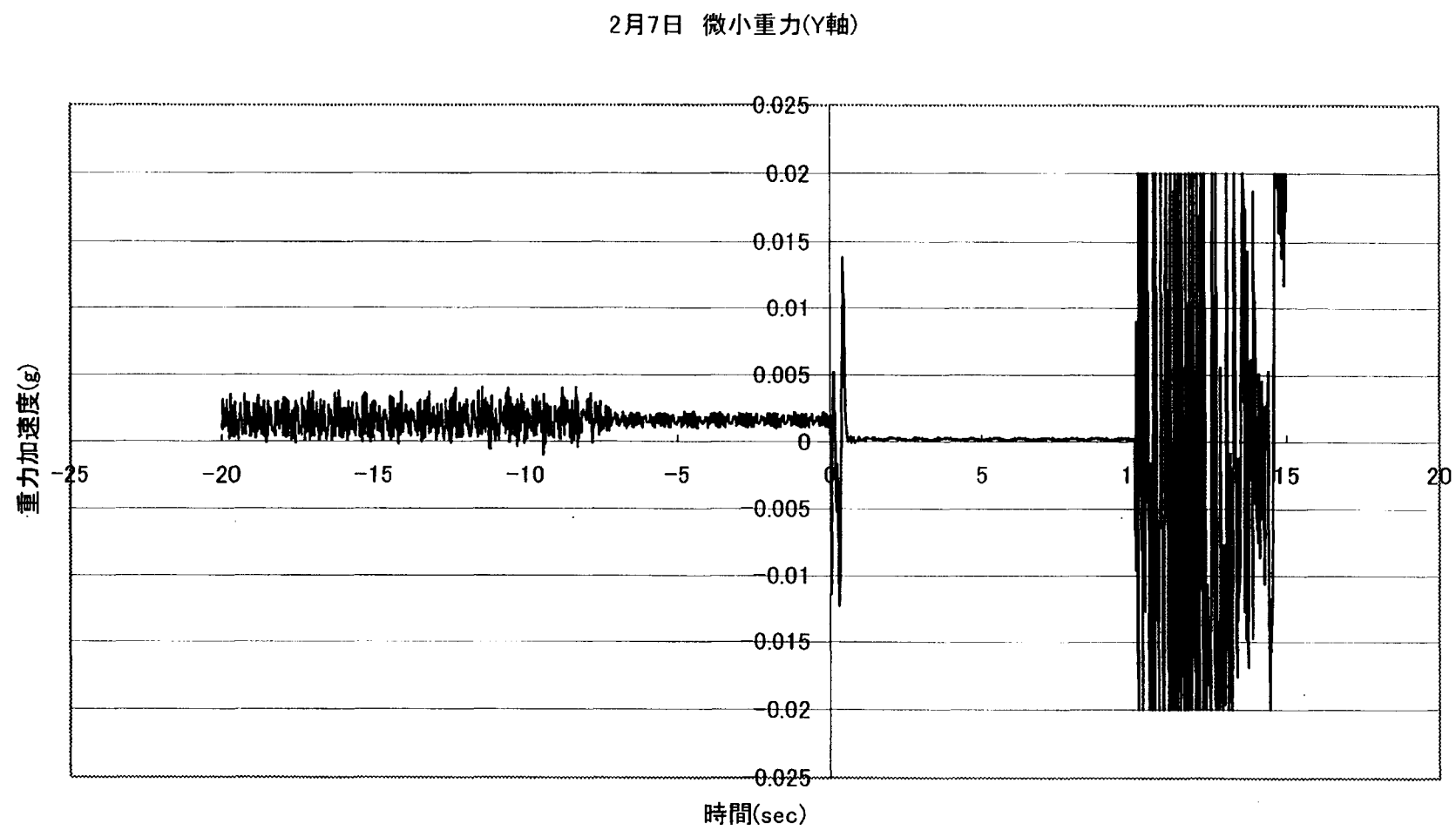


図 2.3-32 JAMIC 実験 微小重力(Y 軸)データ

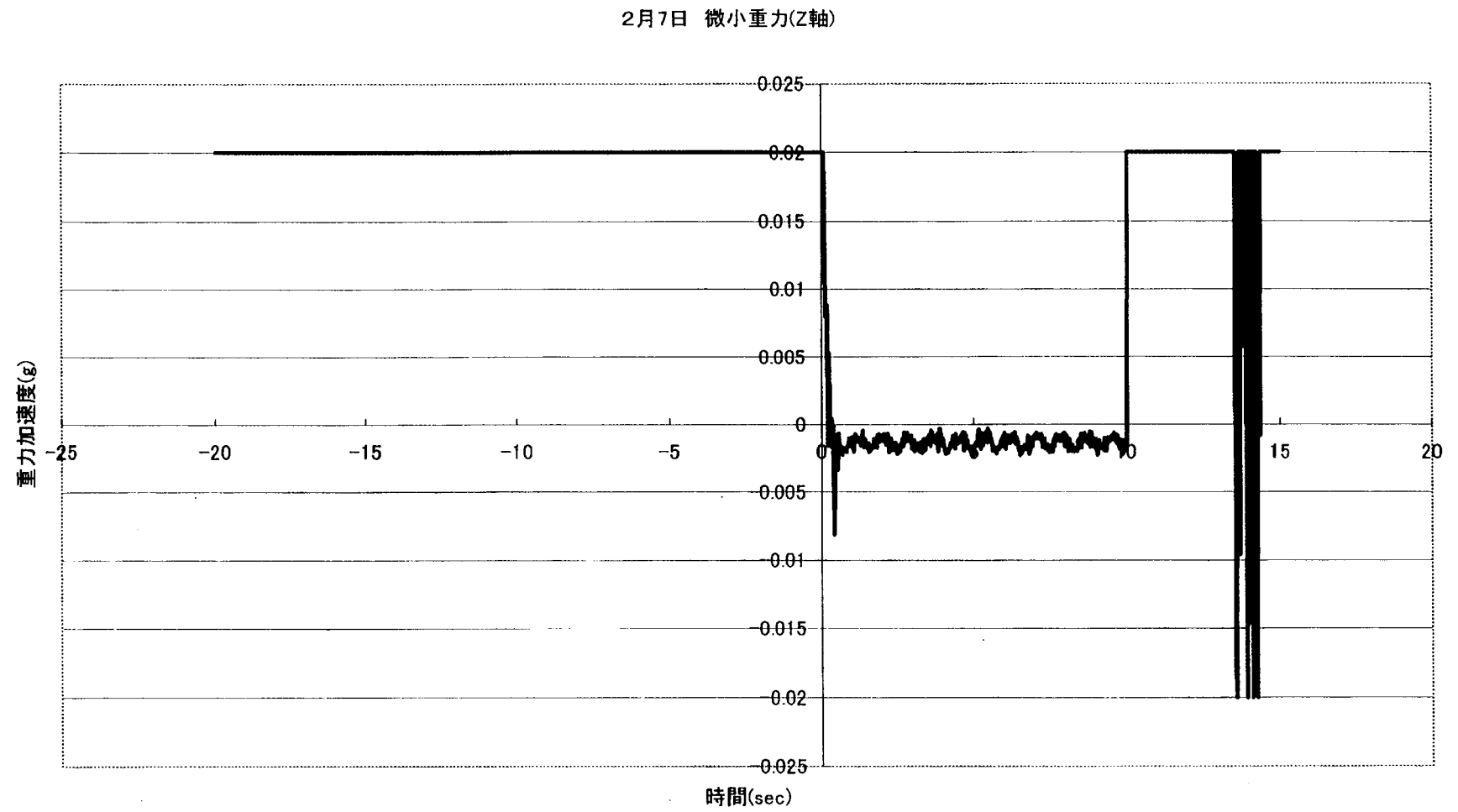


図 2.3-33 JAMIC 実験 微小重力(Z 軸)データ

2月7日 制動加速度(Z軸)

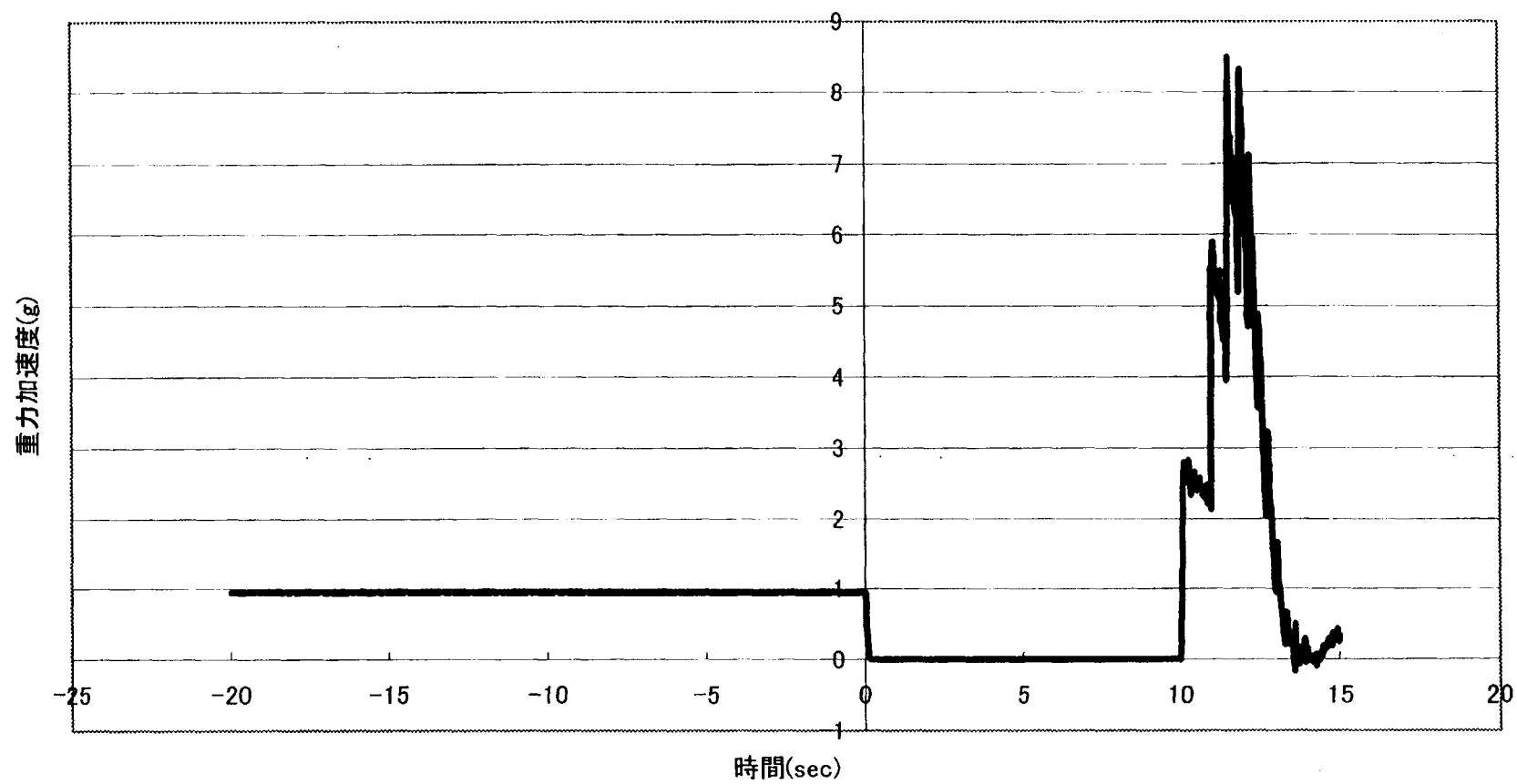


図 2.3-34 JAMIC 実験 制動加速度(Z 軸)データ

日付	ガラス	カーボン	高速度カメラ撮影速度	CCD カメラ撮影速度	ばねの素材
12月22日	グリーン	OP-8260	250 コマ/sec	500 コマ/sec	φ0.35 の針金
12月23日	ブラウン	研究室にあった物	250 コマ/sec	500 コマ/sec	φ0.3 の針金
12月24日	ブラウン	OP-9063	250 コマ/sec	500 コマ/sec	φ0.3 の針金
1月5日	グリーン	OP-8260	250 コマ/sec	500 コマ/sec	φ0.3 の針金
1月6日	ブラウン	OP-9063	250 コマ/sec	500 コマ/sec	φ0.3 の針金
1月7日	グリーン	OP-9063	250 コマ/sec	500 コマ/sec	φ0.3 の針金
1月10日	グリーン	OP-9063	250 コマ/sec	500 コマ/sec	φ0.3 の針金
1月11日	ブラウン	OP-9063	250 コマ/sec	500 コマ/sec	φ0.3 のステンレス線

表 2.3-1 実験条件

落下開始からの時間	コマンド操作
-45(40)分	KP ラン
-15 分	VTR 録画開始
-4 分	高速度カメラ REC READY
0	高速度カメラ TRIGGER IN
	KP アドバンス
	ビデオタイマー スタート
9 秒	KP リセット

表 2.3-2 コマンド入力時間

第3章 ガラス融液内の対流の計測と制御技術の検討

3. 1 数値計算による対流解析

3. 1. 1 概要

ガラスタンク融溶炉の流れの実態は、正確に把握することが非常に困難である。そこで、近年発達してきた数値計算によって炉内流れの内部構造や表面を調べることは有効である。まず、疑似流体を用いたモデル実験に対応した計算を行なうことを目的としているが、落下実験や小型溶融炉において測定された物性値による高温ガラス融液流への対応も考慮し、高温伝熱で支配的な輻射の効果も取り込むことも考える。

また、把握しにくい流れ場を明らかにすることによって、熱対流や温度差に起因する表面張力流であるマランゴニ流を対流制御に積極的に利用することにより新しい対流制御技術の開発も期待できる。

本節では、測定された物性値を用いたシミュレーションを行なうための計算コードの作成と検証計算について述べ、モデル実験に対応した計算例も示す。

3. 1. 2 輻射の効果

高温度におけるガラス流内の伝熱には、輻射が支配的な役割を果たしている。ここでは、疑似流体を用いたモデル実験に対応した計算を行なうための輻射の流体内モデルとして、温度 T を使って、以下の2つの輻射による熱流束ベクトル $\mathbf{q}_r$ を考える。

● モデル 1

輻射熱流束の近似解 (Rosseland 近似)

$$\mathbf{q}_r = -\frac{16n^2\sigma T^3}{3\chi_R} \nabla T$$

σ : ステファン・ボルツマン定数 [$\text{W}/\text{m}^2\text{K}^4$]

n : 屈折率

χ_R : ローゼランド平均減衰係数

● モデル 2

系の上部からの熱放射を考慮し、水平方向の熱流束の影響は小さいと考える。

(図 3.1-1 参照)

$$q_{rx} \approx 0$$

$$q_{ry} = AT e^{-By}$$

3. 1. 3 基礎方程式

熱や物質の移動は熱流体の Navier-Stokes 方程式によって記述される。厳密には密度やその他の物性値は温度によって変化するが、系の温度差が極端に大きくなければ物性値は一定であると近似できる。今回は高温のガラス融液ではなく、常温のモデル流体に対する計算を行なうために、物性値は一定としてある。ただし、浮力に関しては正しく評価しなければならないために、ここでは Boussinesq 近似を用いた。また、疑似流体を用いたモデル実験が2次元的事から本小節では2次元を仮定する。

無次元化

各物理量を、代表長さ L' 、動粘性係数 ν' 、密度 ρ' 、温度差 $\Delta T'$ 、基準温度 T'_0 を使って無次元化する。ここで上付き添え字（'）は有次元量を表わす。

$$x = \frac{x'}{L'} \quad , \quad y = \frac{y'}{L'} \quad , \quad u = \frac{\nu'}{L'} u' \quad , \quad v = \frac{\nu'}{L'} v' \quad , \quad t = \frac{\nu'}{L'^2} t' \quad , \quad p = \frac{p'}{\rho' \frac{\nu'^2}{L'^2}}$$

$$T = \frac{T' - T'_0}{\Delta T'} \quad , \quad q_r = \frac{q'_r}{\sigma' (\Delta T')^4}$$

速度 u 、 v 、圧力 p 、温度 T 、輻射熱流束 q_r 、 q_{ry} について、無次元化された基礎方程式を以下に示す。

$$\frac{\partial u}{\partial x} + \frac{\partial v}{\partial y} = 0$$

$$\frac{\partial u}{\partial t} + u \frac{\partial u}{\partial x} + v \frac{\partial u}{\partial y} = -\frac{\partial p}{\partial x} + \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial y^2}$$

$$\frac{\partial v}{\partial t} + u \frac{\partial v}{\partial x} + v \frac{\partial v}{\partial y} = -\frac{\partial p}{\partial y} + \frac{\partial^2 v}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 v}{\partial y^2} + G_r T$$

$$\frac{\partial T}{\partial t} + u \frac{\partial T}{\partial x} + v \frac{\partial T}{\partial y} = \frac{1}{P_r} \left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} \right) - \frac{\tau_0}{P_r N_R} \left(\frac{\partial q_{rx}}{\partial x} + \frac{\partial q_{ry}}{\partial y} \right)$$

無次元パラメーターは以下のようである。

$$G_r = \frac{g' \beta' \Delta T' L'^3}{\nu'^2} \quad , \quad P_r = \frac{\rho' C'_p \nu'}{\kappa'} \quad , \quad N_R = \frac{\alpha' \kappa'}{\sigma' \Delta T'} \quad , \quad \tau_0 = \alpha' L'$$

ただし、 g' は重力加速度、 β' は体膨張係数、 C'_p は定圧比熱、 κ' は熱伝導係数、 α' は光学距離である。

3. 1. 4 計算領域と境界条件

計算領域は疑似流体を用いた実験モデルと対応させている。横 100mm、高さ 20mm の長方形容器内に疑似流体であるシリコンオイルを満たし、液面上部中心から 1 ~ 1.5mm の高さにヒーターを設置し、その輻射熱によって液面上部及び液体内部近傍まで熱せられる。計算での境界条件は図 3.1-1 に示すように容器下面と両側の側壁は断熱、滑りなし条件である。上側の液面は表面張力と粘性力のつりあいと表面変形は非常に小さいと考えて以下の式で表わされる。

$$\frac{\partial u}{\partial y} = -\frac{M_a}{P_r} \frac{\partial T}{\partial x}, \quad v = 0$$

ただし、

$$M_a = \frac{-\partial \gamma' / \partial T' \Delta T' L'}{\mu' a}, \quad a = \frac{\kappa'}{\rho' C'_p}$$

M_a はマランゴニ数、 a は温度伝導率である。

なお、本計算ではヒーターの加熱による液面の温度分布を上側中心に正規分布を仮定して与えている。

また、使用した物性値は表 3.1-1 にまとめた。

3. 1. 5 計算コードの作成と検証計算

数値計算法としては、熱対流などの非圧縮性流体を解くのによく使われる MAC 法を用いる。ただし、熱流束として熱伝導と輻射の 2 つを考慮した 2 次元の計算コードを作成した。

まず、作成した計算コードの検証計算を格子数を変化させて行なった。計算条件は図 3.1-2 に示す上部が一定の速度で動く 2 次元正方キャビティ流れである。格子数を 50×50、100×100、200×200 の 3 通りと Ghia らの結果と比較した。図 3.1-3 に示す流線の挙動は 100×100 以上ではあまり変わらないが、図 3.1-4 に示す水平方向中心線上での速度 u と垂直方向中心線上での速度 v の分布は、200×200 でも壁付近でまだ少しずれていることがわかる。しかし、傾向的には格子数を増やせば Ghia らの精密な結果に近づくことが予想される。

3. 1. 6 疑似液体を用いたモデル計算

本小節では、次節で示す疑似液体を用いたモデル実験に対応した計算について述べる。計算条件は上で述べた 2 つの輻射モデルと輻射熱流束を考慮しない場合の 3 通りについて行なった。格子数は検証計算の流れ関数の結果を踏まえて、200

×40とした。時間は有次元で 8(s)まで計算した。流れ場の流速ベクトルと流れ関数を図 3.1-7～3.1-22 に示す。まず、液面の温度分布を中心から-25mm～25mmまで分布させて輻射を考慮せずに計算した。(図 3.1-5 これを液面温度分布 1 とする。) 表面張力流は与えた温度分布のところにだけ存在し、側壁に達することはない。そこで液面の温度分布を中心から-50mm～50mmまで分布させることにした。(図 3.1-6 これを液面温度分布 2 とする。) 液面で表面張力流が加熱によって側壁まで駆動されていることがわかる。温度差 $\Delta T'$ は 5(K)とした。このとき無次元パラメーターは $G_r = 4155.2$ 、 $P_r = 111.85$ 、 $Ma = 7655.86$ 、 $N_R = 19752 \alpha$ となる。未知の値である輻射モデル 1 の χ_R は容器の高さの半分と考え 0.01 とした。物性値として疑似流体である常温のシリコンを用いたために、輻射モデル 1 による効果は小さく、図 3.1-8, 3.1-9, 3.1-12, 3.1-13 から速度ベクトルや流線からはほとんど違いが見られない。このことから輻射モデル 2 のような式を仮定した。輻射モデル 2 の A は $\rho C_p / L$ で評価し、B は 10 とした。モデル 2 では輻射熱流束によって中心から外側へ流れが強められていることがわかる。これは図 3.1-14 に示す流れ関数からも明らかである。こうした特徴は図 3.1-23 の表面での流速分布によく顕われている。各計算においてモデル 2 以外は流れ関数から流れ場が定常状態に近づいていることも確認できる。この表面流速の強さから輻射モデル 2 で液面温度分布 1 にしたものを計算した。図 3.1-15, 3.1-16 から時間とともに表面張力流によって流れが強められていることがわかる。

次に、温度差を $\Delta T' = 10(K)$ にして、流れの無次元パラメーターを以下のように変化させた。($G_r = 8310.4$ 、 $P_r = 111.85$ 、 $Ma = 15311.72$ 、 $N_R = 2469 \alpha$) 図 3.1-17～3.1-22 に示すように、表面の温度勾配による流れが起こるようすは確かに強められている。 $\Delta T'$ が 5(K) のときより輻射モデルの傾向は変わらないが、若干流れのループが違っており、側壁の方まで流れが達している。

本モデル計算の物性値は疑似液体では影響の小さい輻射による効果を調べるために仮定したものが多い。これは特に高温のガラス融液の場合は吸収係数 χ_R の大小により、熱流束は異なり容器内温度分布は大きく異なることが予想されることを考慮したものである。また今回上部に与えた温度分布は正しくないが、定性的には計算が可能であることがわかる。実験から測定された正確な液体表面の熱量や温度分布が必要である。さらにガラス融液を模擬するという観点から粘度の高いシリコンオイルを使うことも有用であろう。

参考文献

- 1)A.Ungan & R.Viskanta “Three-dimensional numerical modeling of circulation and heat transfer in a glass melting tank,part1 Mathematical formulation”.Glastech.Ber.60(1987)Nr.3
- 2)A.Ungan & R.Viskanta “Three-dimensional numerical modeling of circulation and heat transfer in a glass melting tank,part2 Sample simulations”.Glastech.Ber.60(1987)Nr.4
- 3)標 宣男、鈴木 正昭、石黒 美佐子、寺坂 晴夫、“数値流体力学”、朝倉書店
- 4)B.Jiang “ The least-squares finite element method ” Scientific Computation,Springer
- 5)伝熱工学資料 改訂第4版、日本機化学会 (1986)
- 6)熱物性ハンドブック、日本熱物性学会編、養賢堂 (1990)
- 7)W.Jian & Z.Zhihao “Investigation into glass tank geometries by means of a mathematical model”. Glastech.Ber.65(1992)Nr.1
- 8)TANK FURNACES-THEIR BEHAVIOUR IN OPERATION

表 3.1-1 シリコンオイル KF96-10 の物性値

物性	単位	物性値
ρ'	kg/m ³	935
μ'	Pa s	9.35×10^{-3}
ν'	m ² /s	1.0×10^{-5}
L'	m	0.02
g'	m ² /s	9.8
β'	1/K	1.06×10^{-3}
κ'	W/m K	0.14
C_p'	J/kg K	1.674×10^3
γ'	N/m	2.01×10^{-2}
$-\partial\gamma'/\partial T'$	N/m K	6.4×10^{-5}
σ'	W/m ² K ⁴	5.66×10^{-8}
n	-----	1.39
χ_R'	m ⁻¹	-----

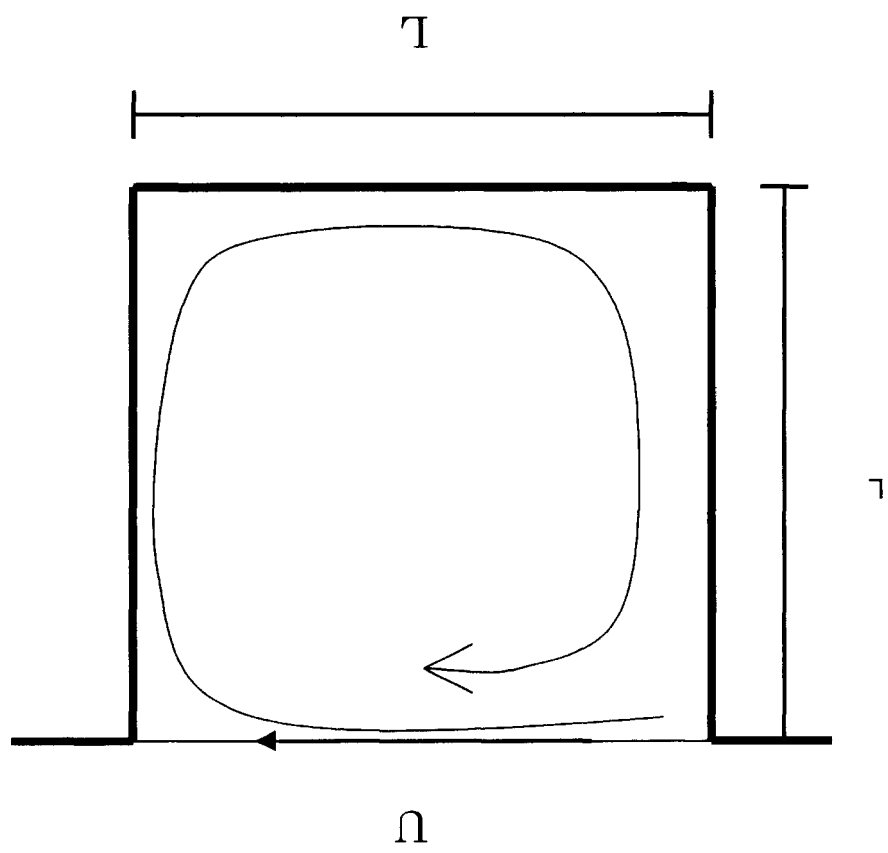
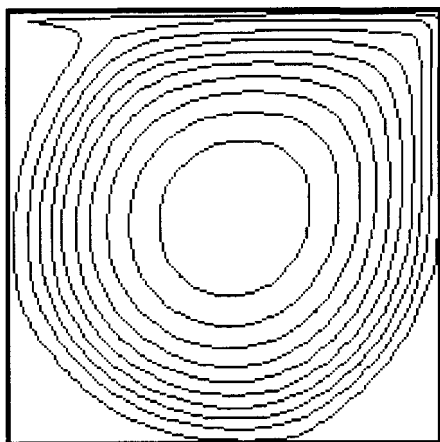
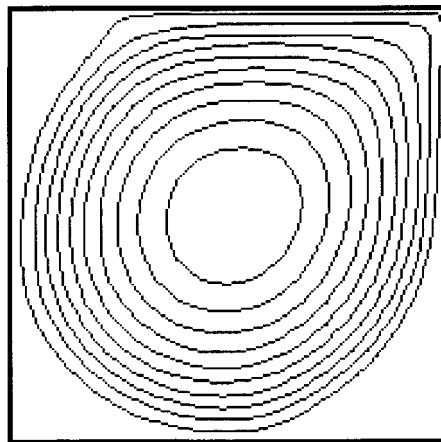


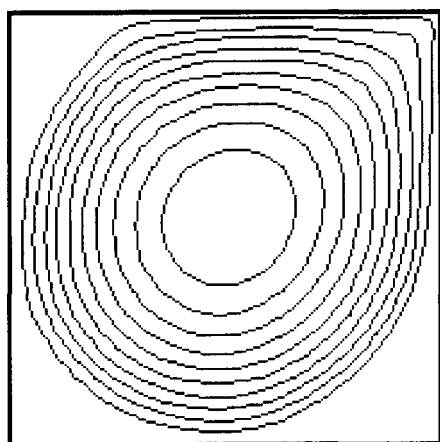
図 3.1-2 2次元正方形キャビティ内流れの模式図



50×50



100×100



200×200

図 3.1-3 2次元正方キャビティー流れの流線と格子数 (上左: 50×50 ,上右: 100×100 ,下左: 200×200)

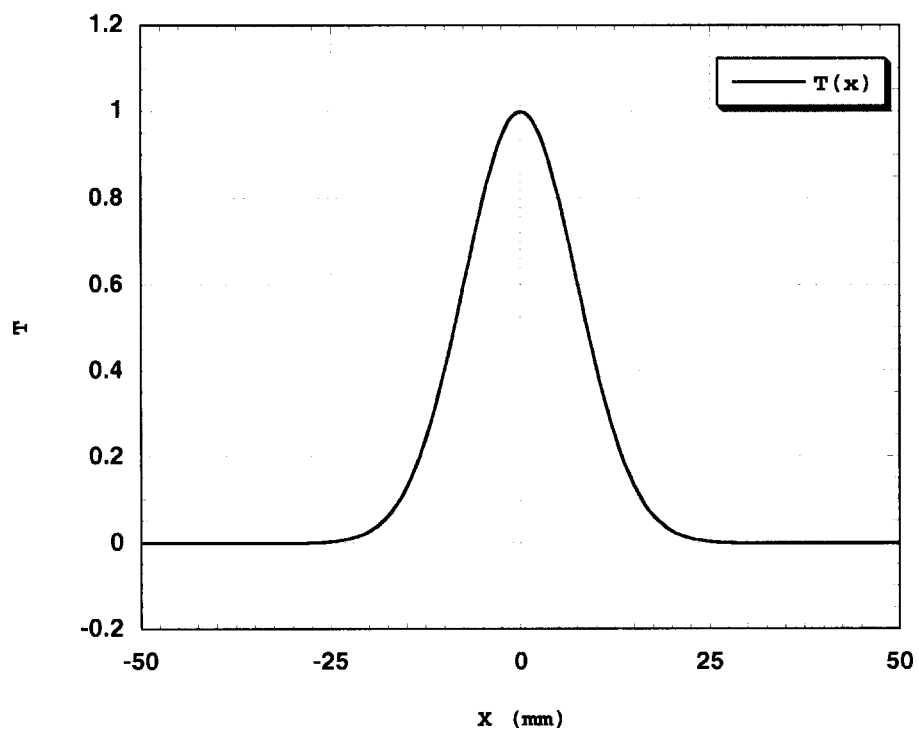


図 3.1-5 正規分布を仮定した液面温度分布1($-0.25 < x < 0.25$)

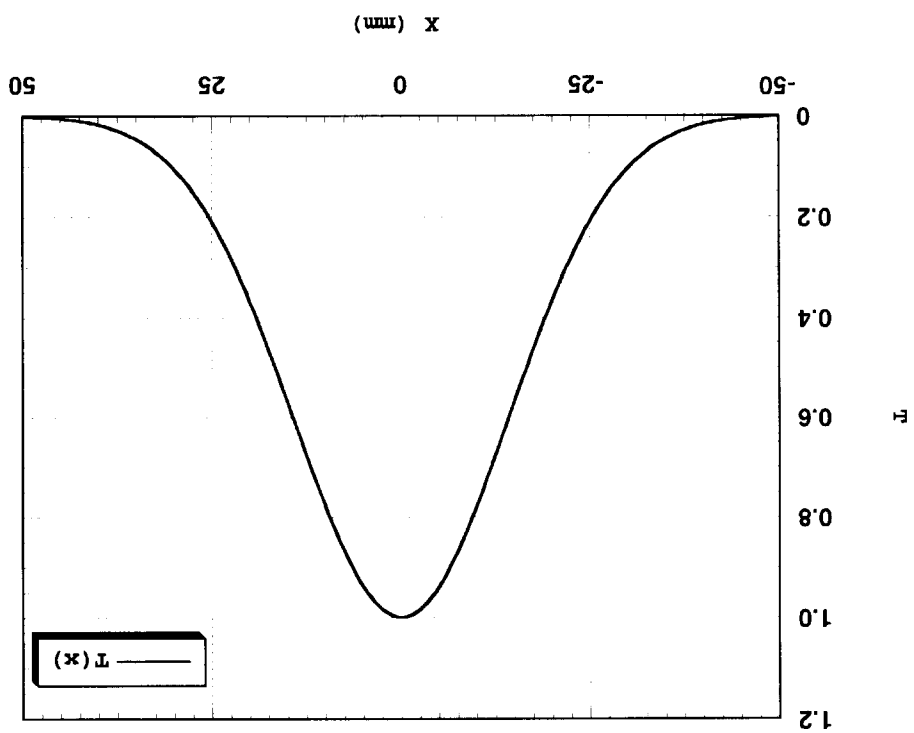


図 3.1-6 正規分布を仮定した液面温度分布2($-0.50 < x < 0.50$)

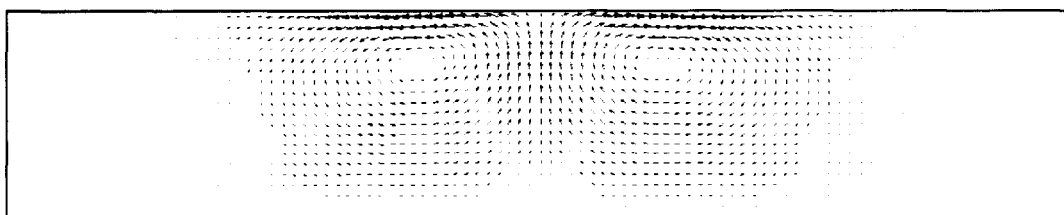
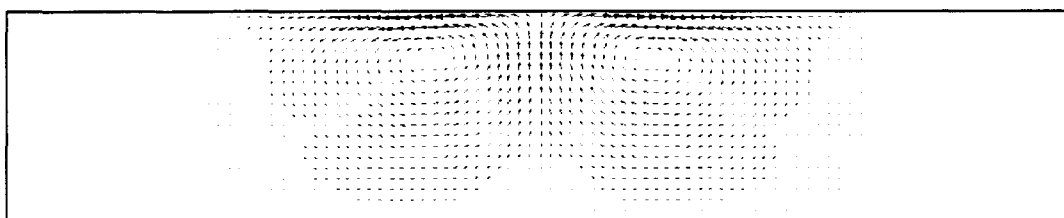
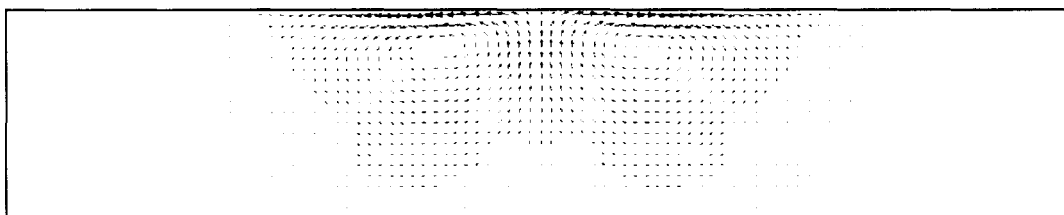
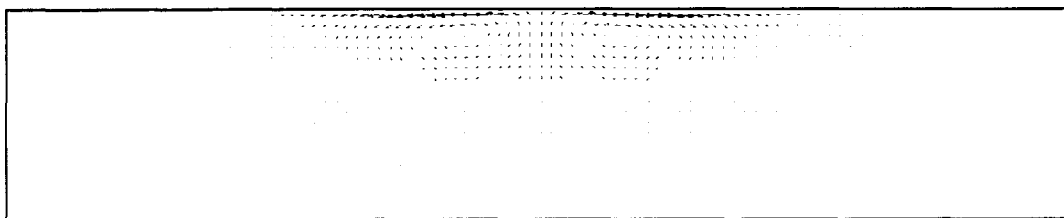


図 3.1-7 ベクトル線図 ($\Delta T=5$, 液面温度分布1、輻射なしの場合) 上から $t=0.8, 3.2, 5.6, 8.0(s)$

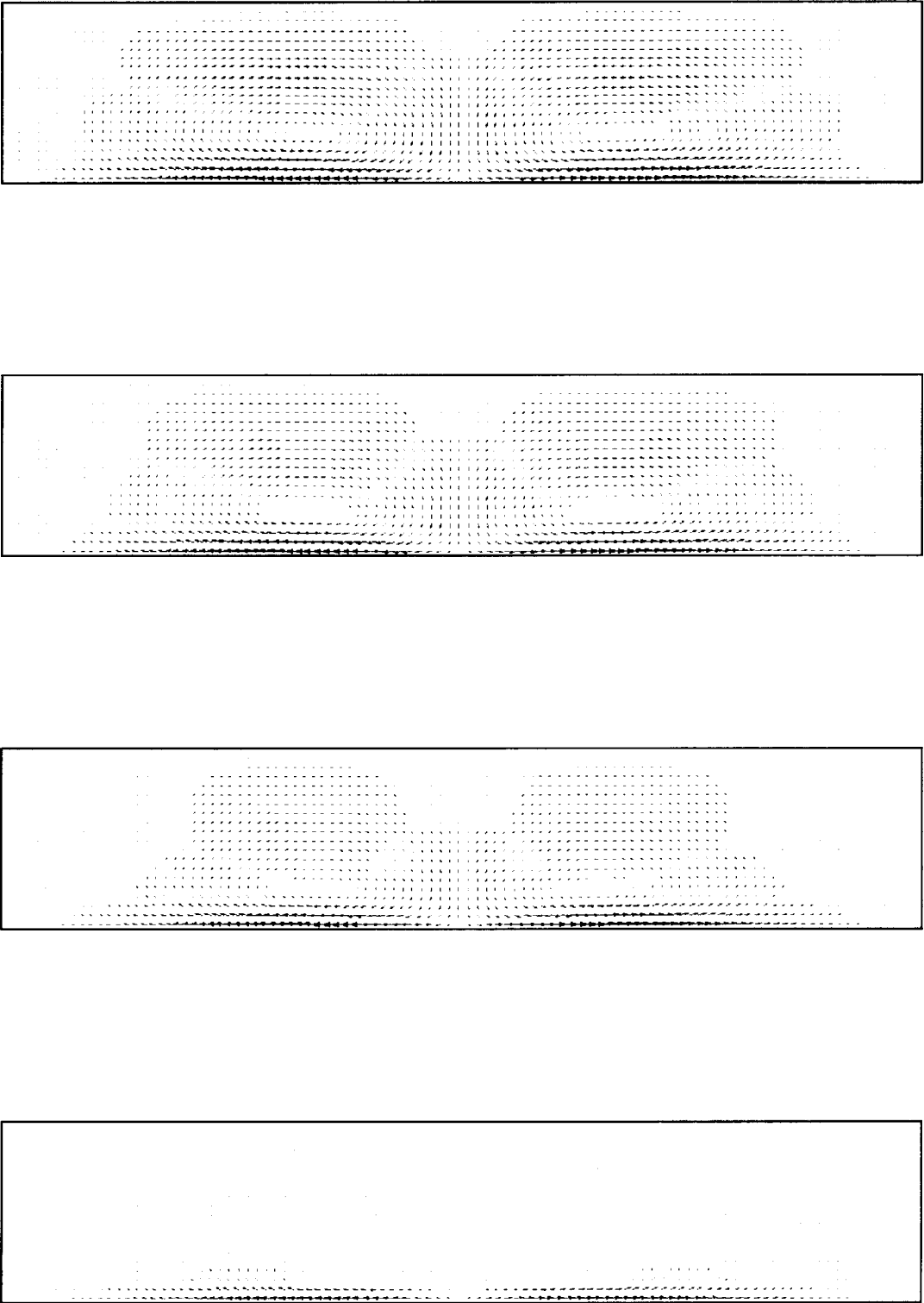


図 3.1-8 ベクトル線図 ($\Delta T=5$, 液面温度分布 2, 輻射なしの場合) 上から $t=0.8, 3.2, 5.6, 8.0$ (s)

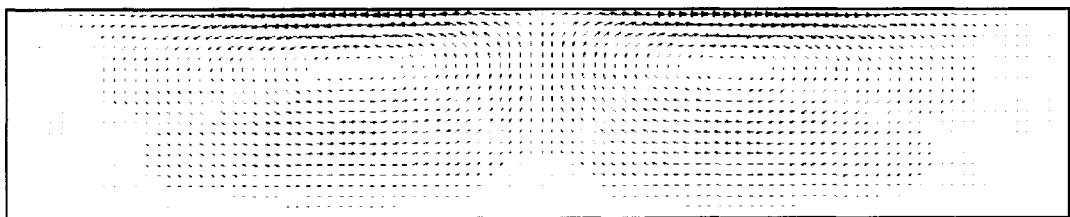
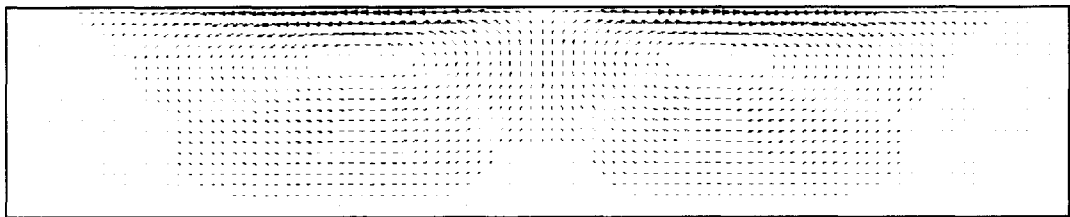
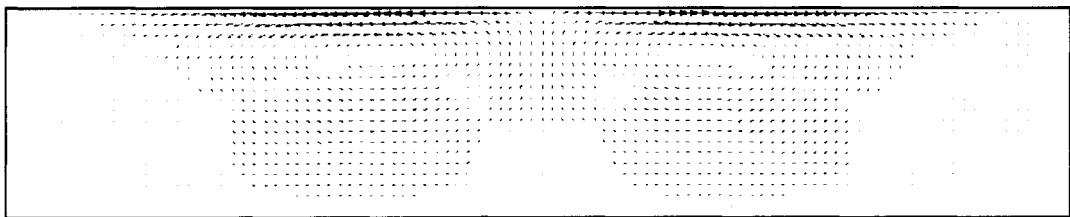
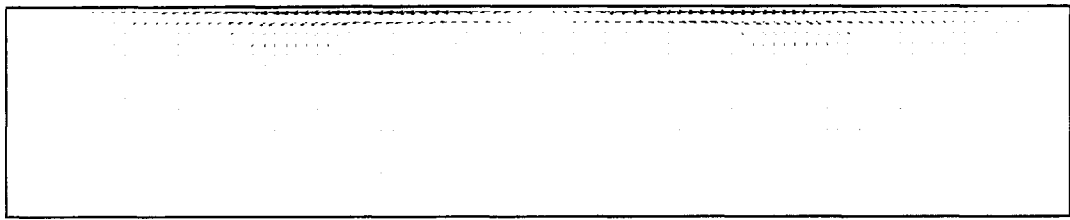


図 3.1-9 ベクトル線図 ($\Delta T=5$, 液面温度分布2、輻射モデル1の場合) 上から $t=0.8, 3.2, 5.6, 8.0$ (s)

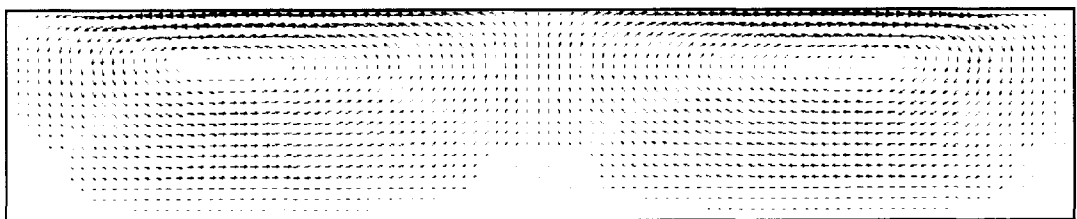
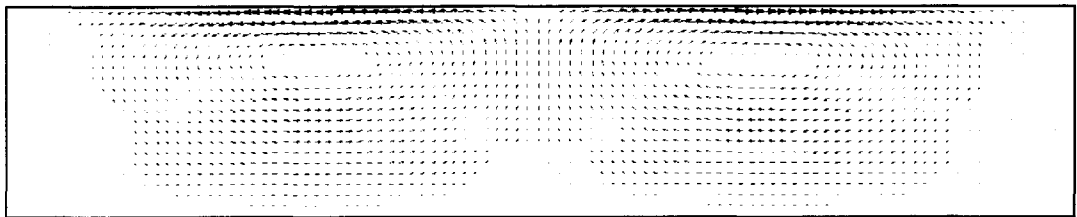
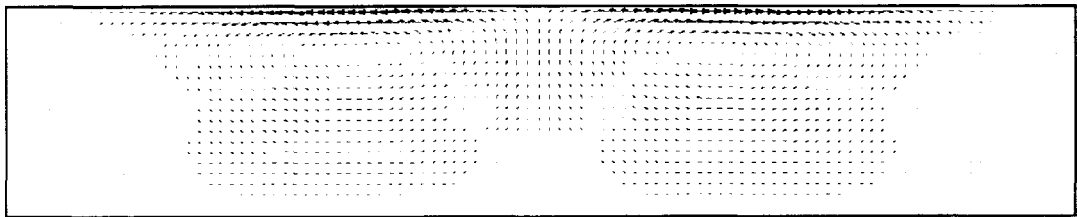
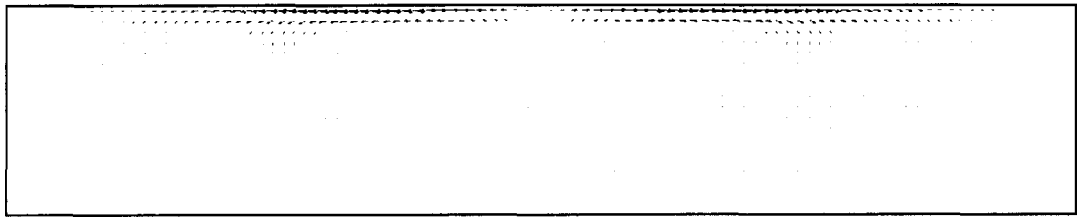


図 3.1-10 ベクトル線図 ($\Delta T=5$, 液面温度分布2、輻射モデル2の場合) 上から $t=0.8, 3.2, 5.6, 8.0(s)$

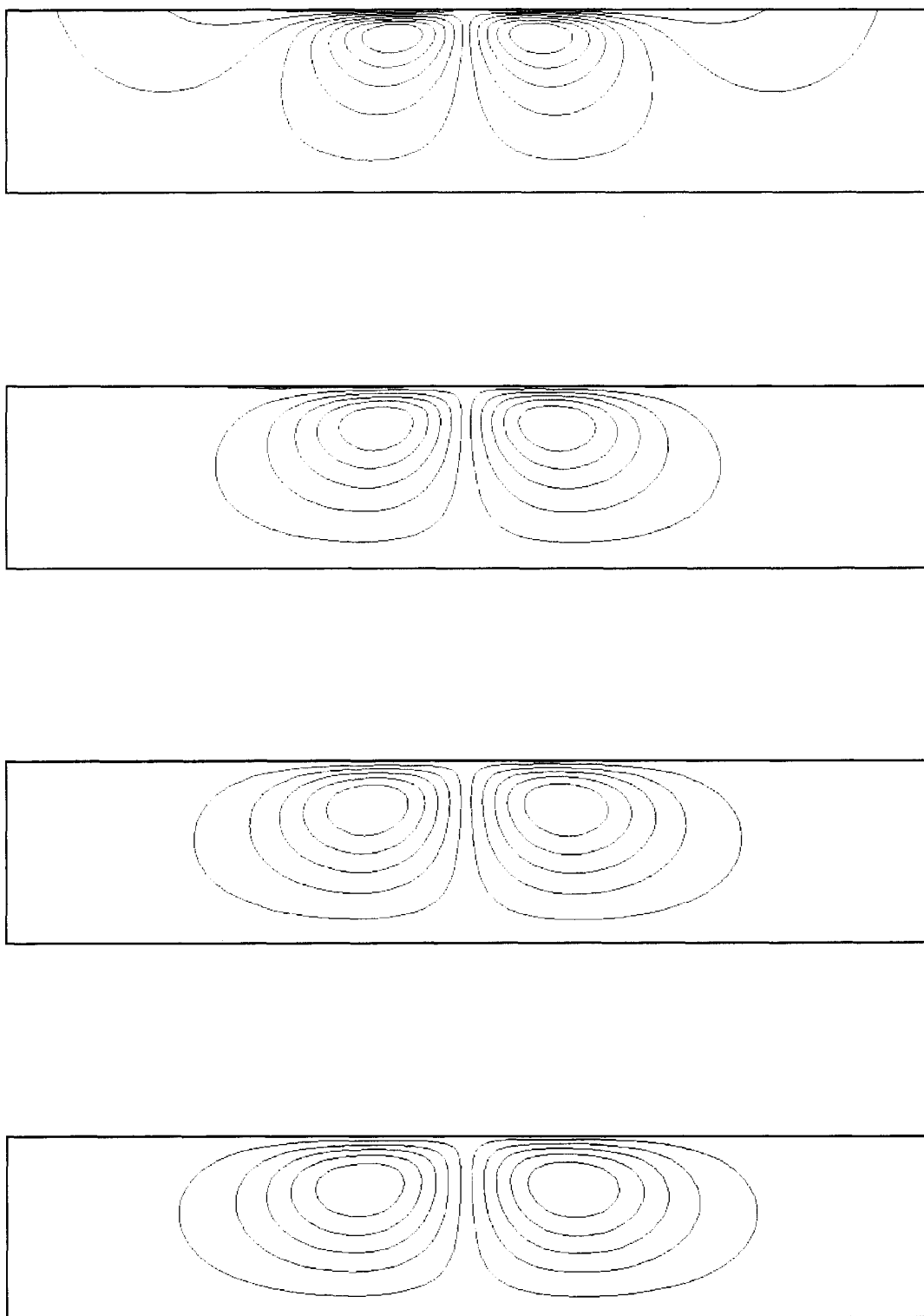


図 3.1-11 流れ関数 ϕ ($\Delta T=5$, 液面温度分布1、輻射なしの場合) 上から $t=0.8, 3.2, 5.6, 8.0$ (s)

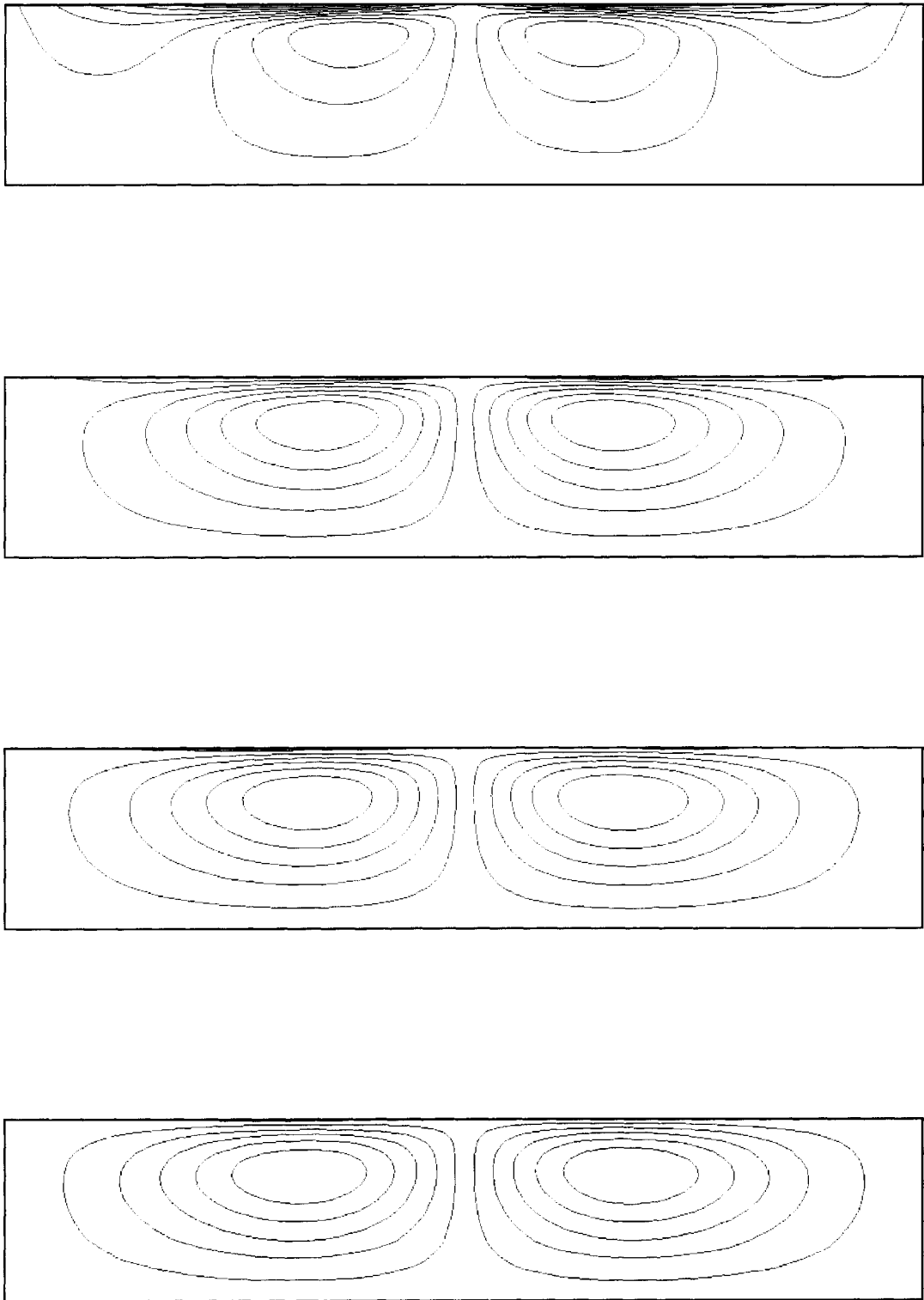


図 3.1-12 流れ関数 ϕ ($\Delta T=5$, 液面温度分布2, 輻射なしの場合) 上から $t=0.8, 3.2, 5.6, 8.0$ (s)

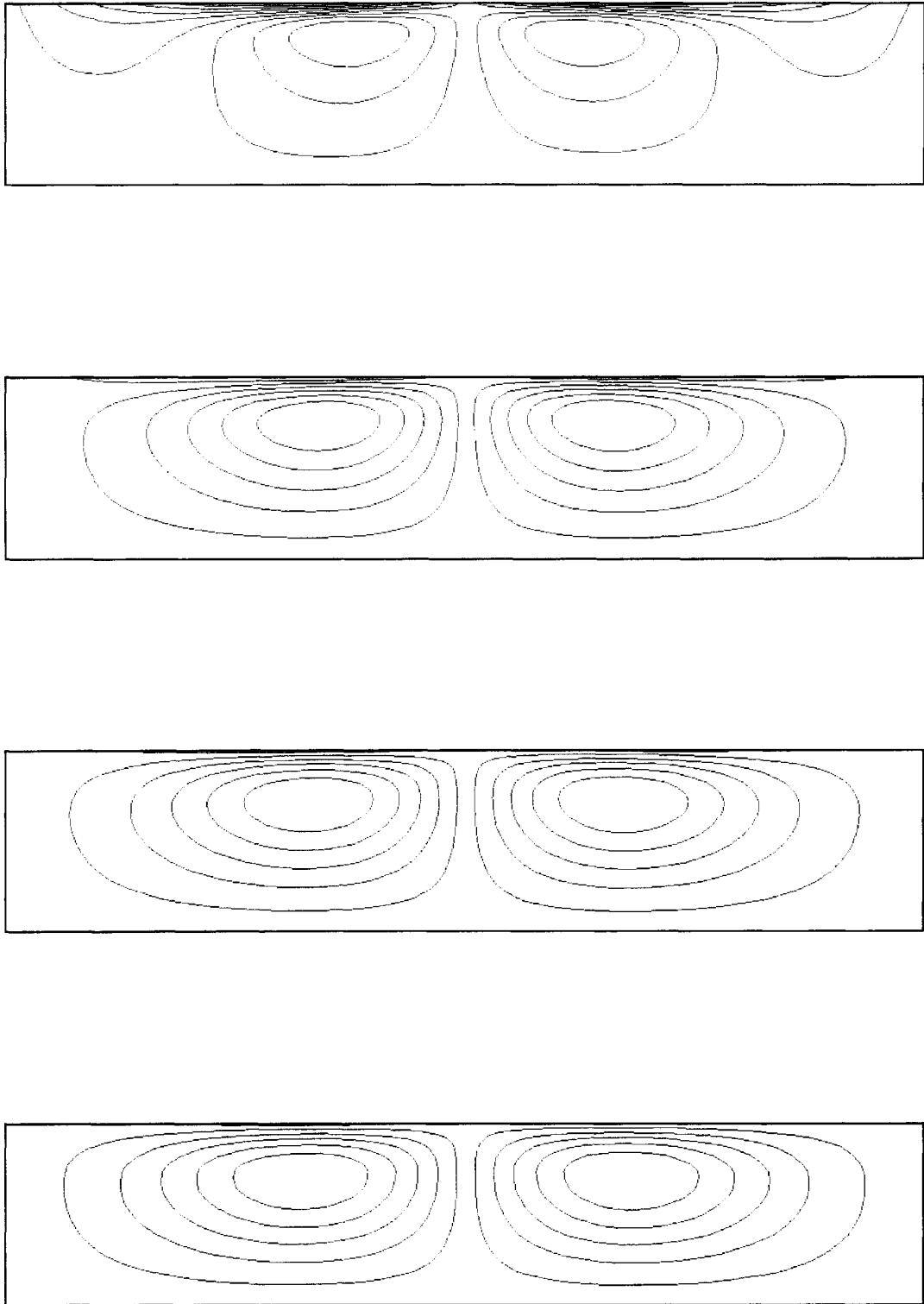


図 3.1-13 流れ関数 ψ ($\Delta T=5$, 液面温度分布2、輻射モデル1の場合) 上から $t=0.8, 3.2, 5.6, 8.0(s)$

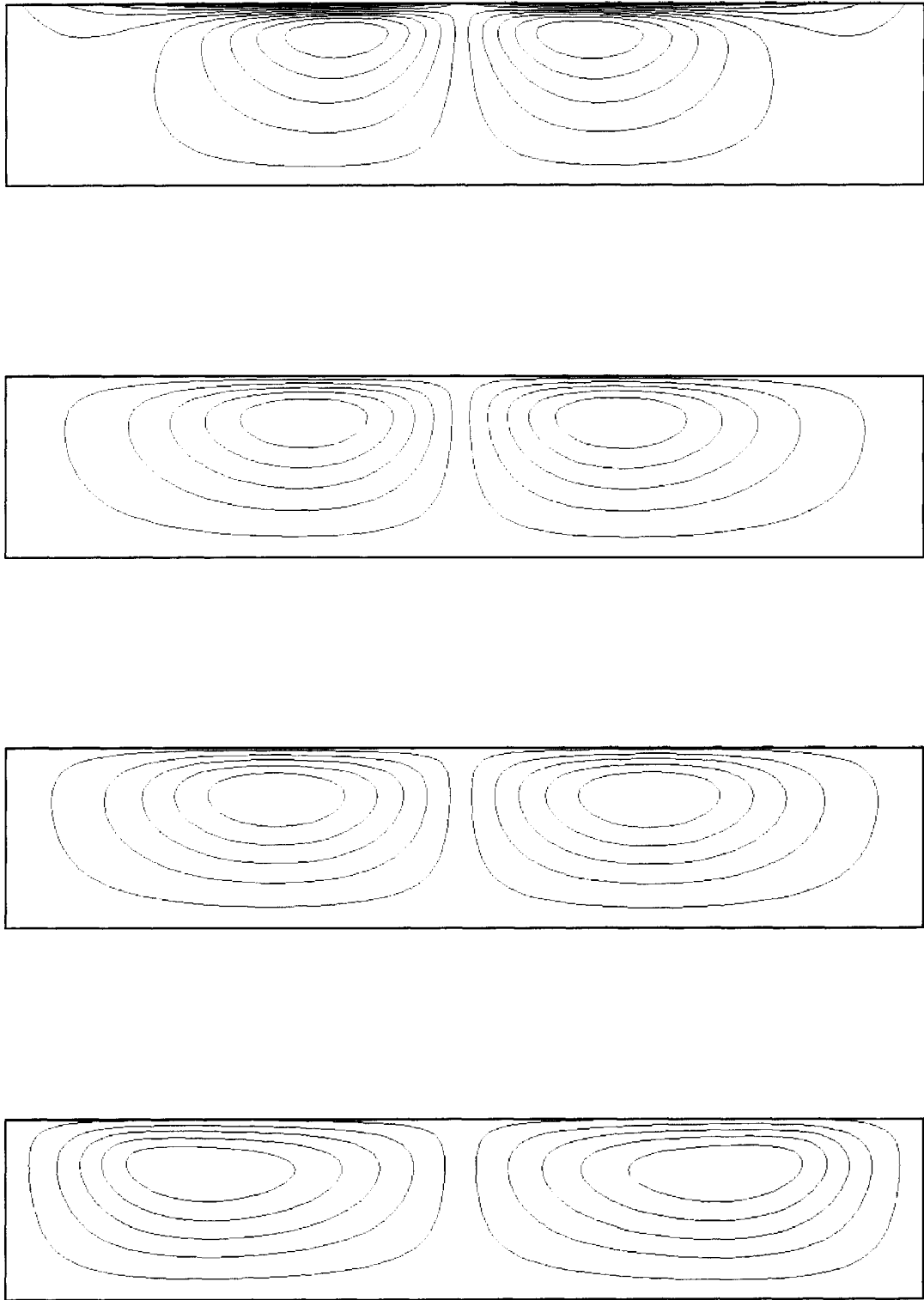


図 3.1-14 流れ関数 ψ ($\Delta T=5$, 液面温度分布2、輻射モデル2の場合) 上から $t=0.8, 3.2, 5.6, 8.0(s)$

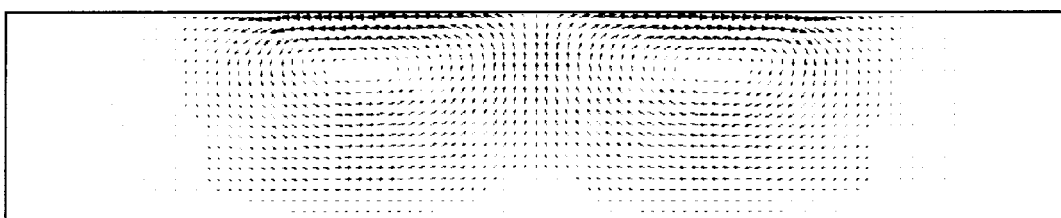
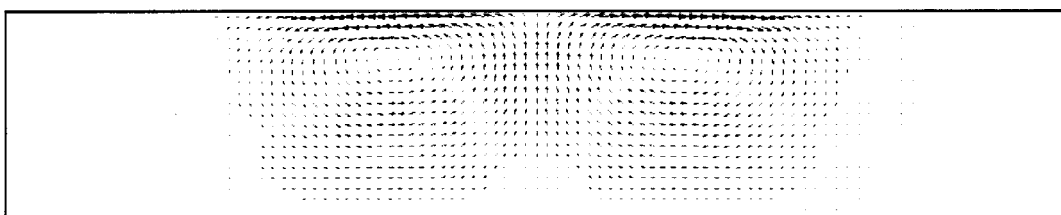
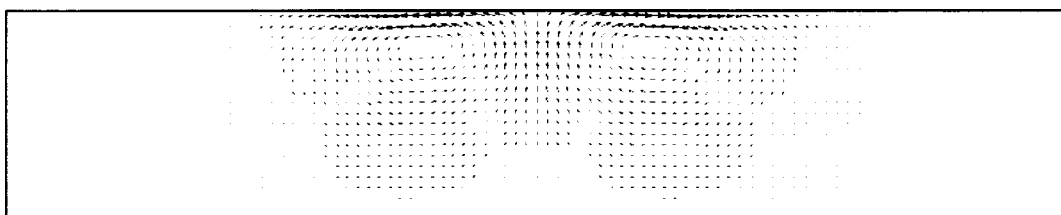
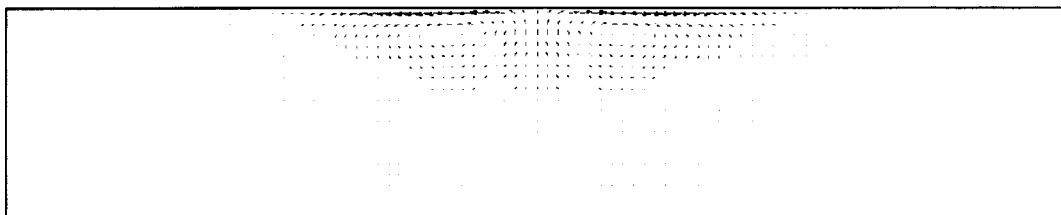
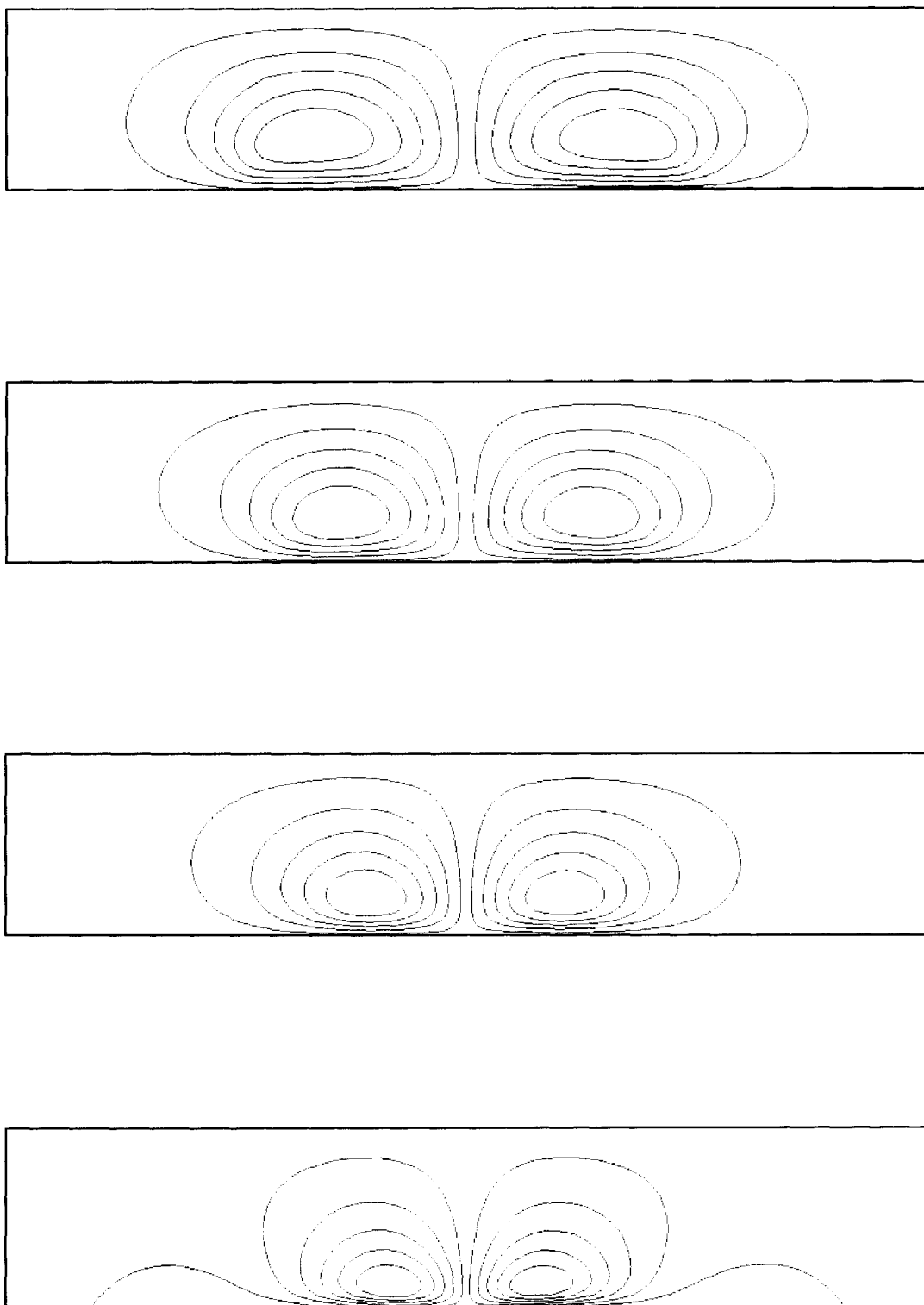


図 3.1-15 ベクトル線図 ($\Delta T=5$, 液面温度分布1、輻射モデル2の場合) 上から $t=0.8, 3.2, 5.6, 8.0(s)$

図 3.1-16 流れ関数 ψ ($\Delta T=5$, 液面温度分布 1, 輻射モデル 2) の場合) 上から $t=0.8, 3.2, 5.6, 8.0$ (s)



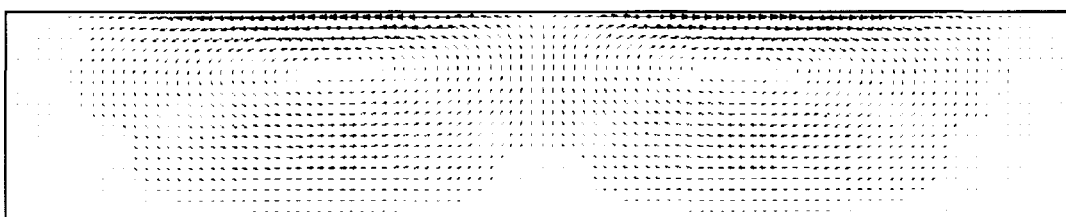
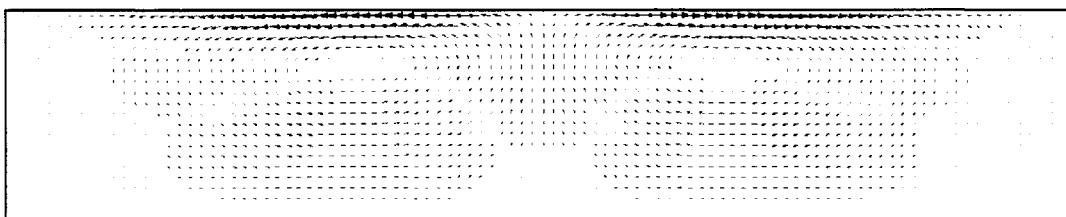
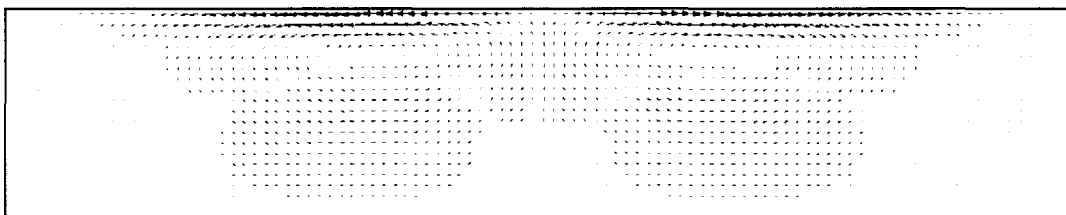
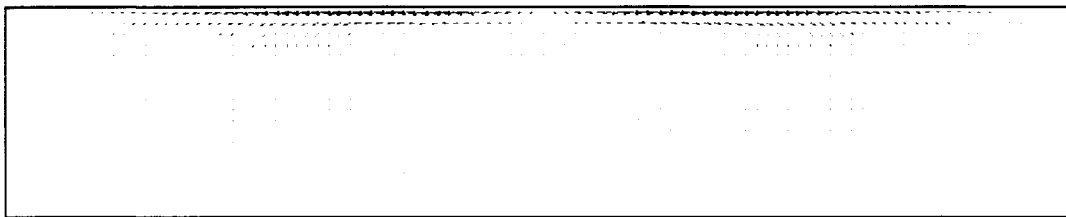


図 3.1-17 ベクトル線図 ($\Delta T=10$, 液面温度分布2、輻射なしの場合) 上から $t=0.8, 3.2, 5.6, 8.0$ (s)

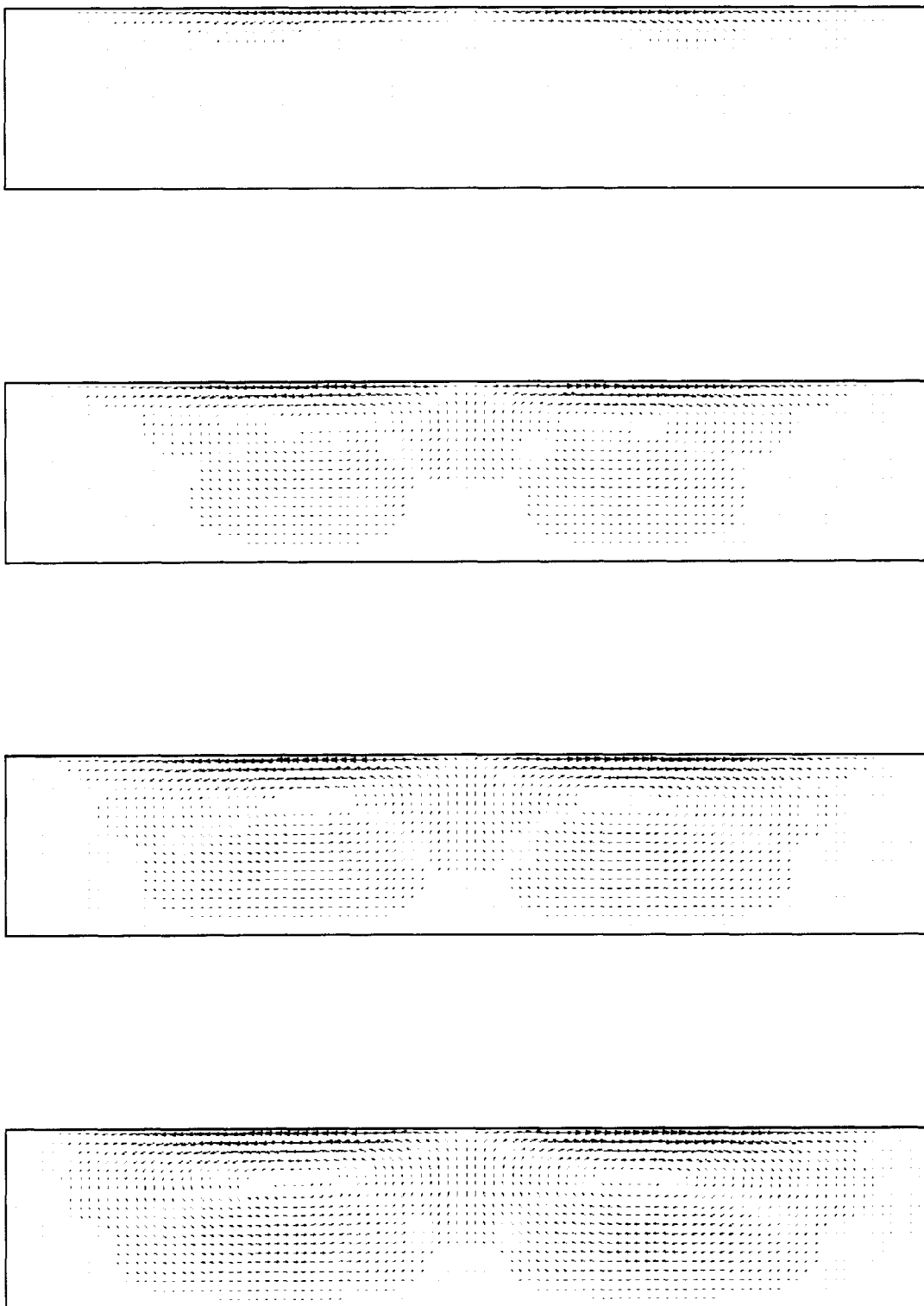


図 3.1-18 ベクトル線図 ($\Delta T=10$, 液面温度分布2、輻射モデル1の場合) 上から $t=0.8, 3.2, 5.6, 8.0(s)$

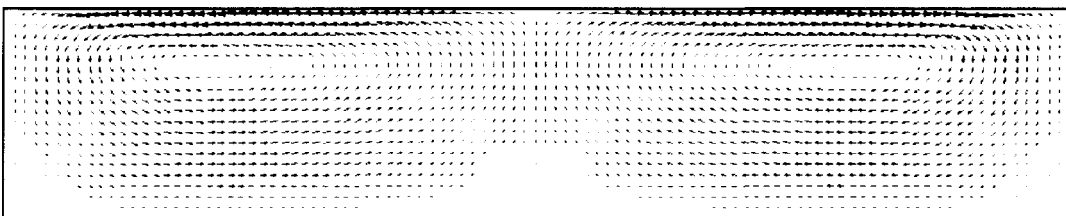
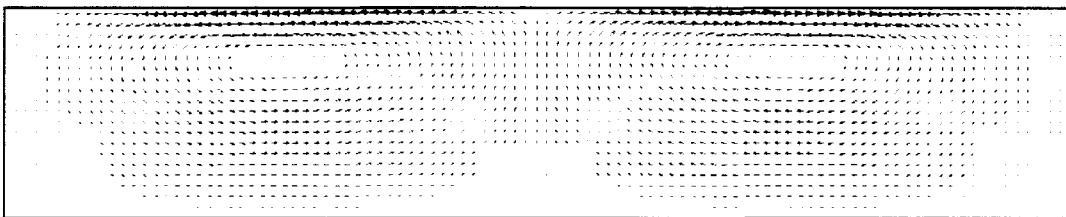
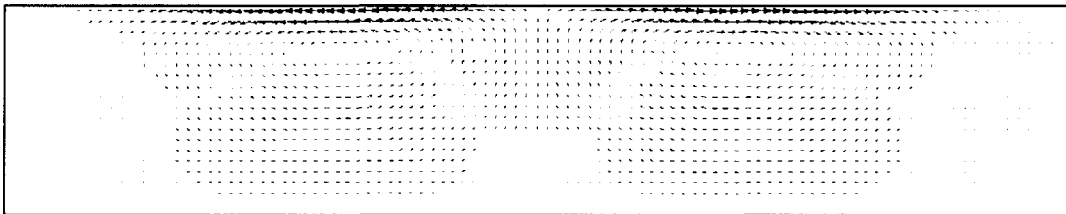
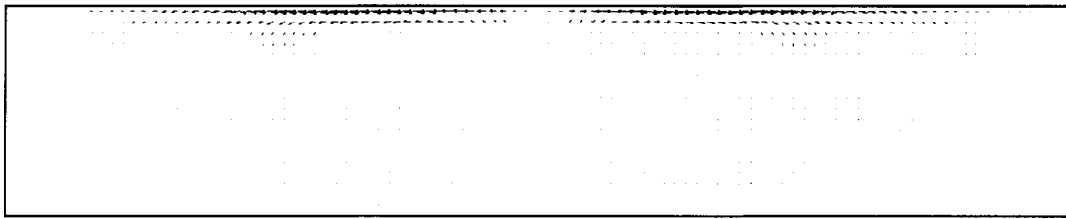


図 3.1-19 ベクトル線図($\Delta T=10$,液面温度分布2、輻射モデル2の場合)上から $t=0.8, 3.2, 5.6, 8.0$ (s)

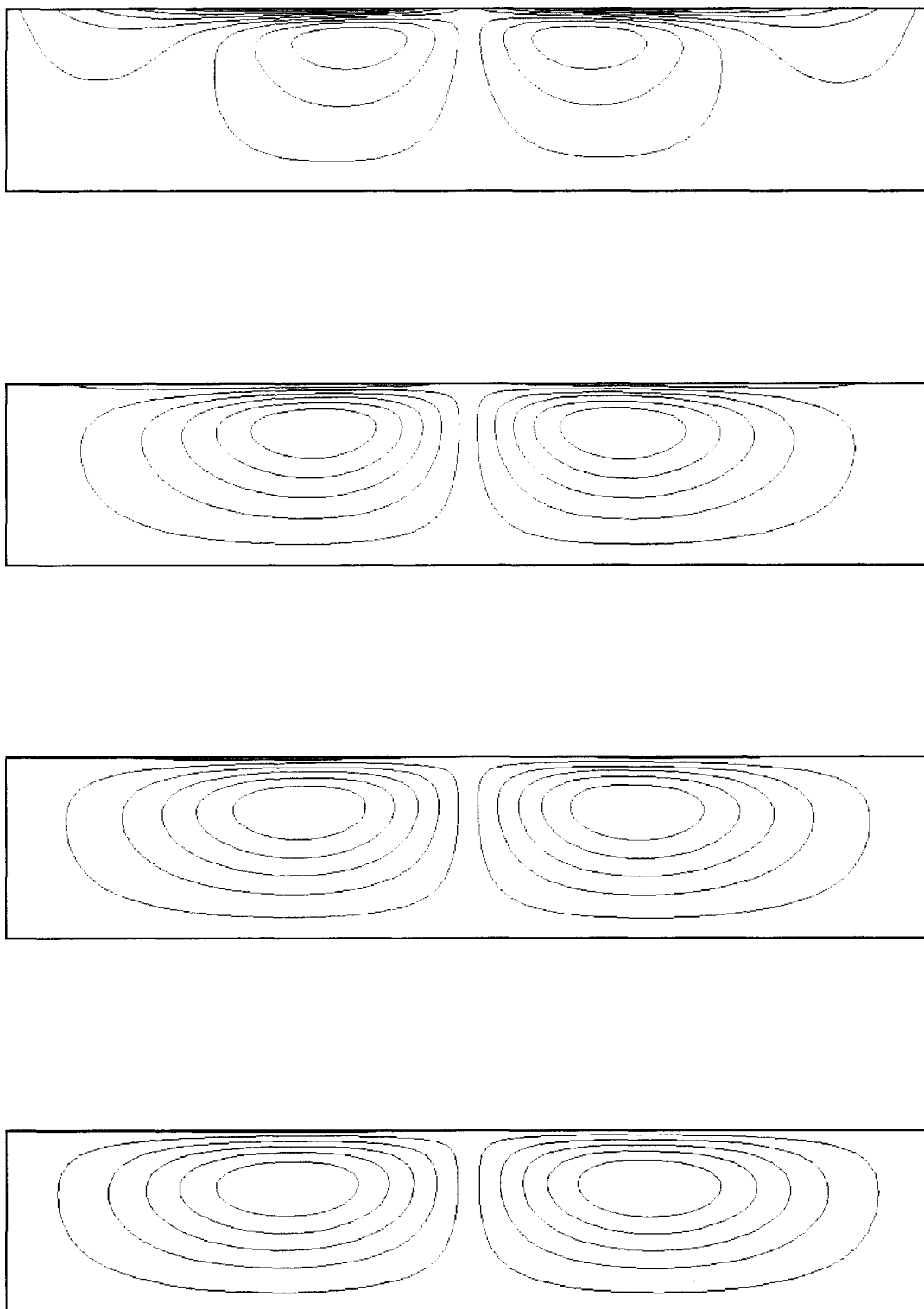


図 3.1-20 流れ関数 ψ ($\Delta T=10$, 液面温度分布2、輻射なしの場合) 上から $t=0.8, 3.2, 5.6, 8.0$ (s)

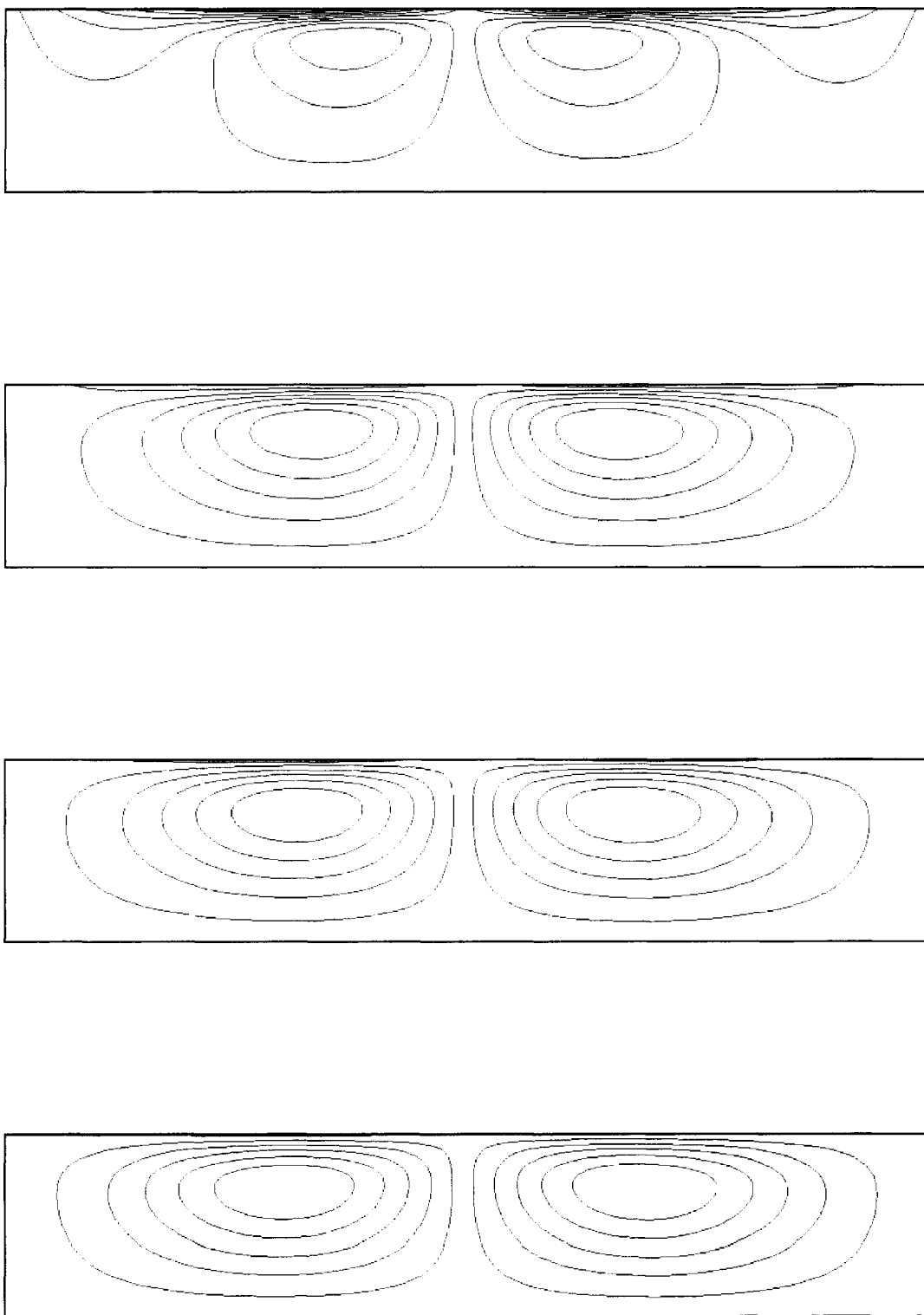


図 3.1-21 流れ関数 ψ ($\Delta T=10$, 液面温度分布2、輻射モデル1の場合) 上から $t=0.8, 3.2, 5.6, 8.0$ (s)

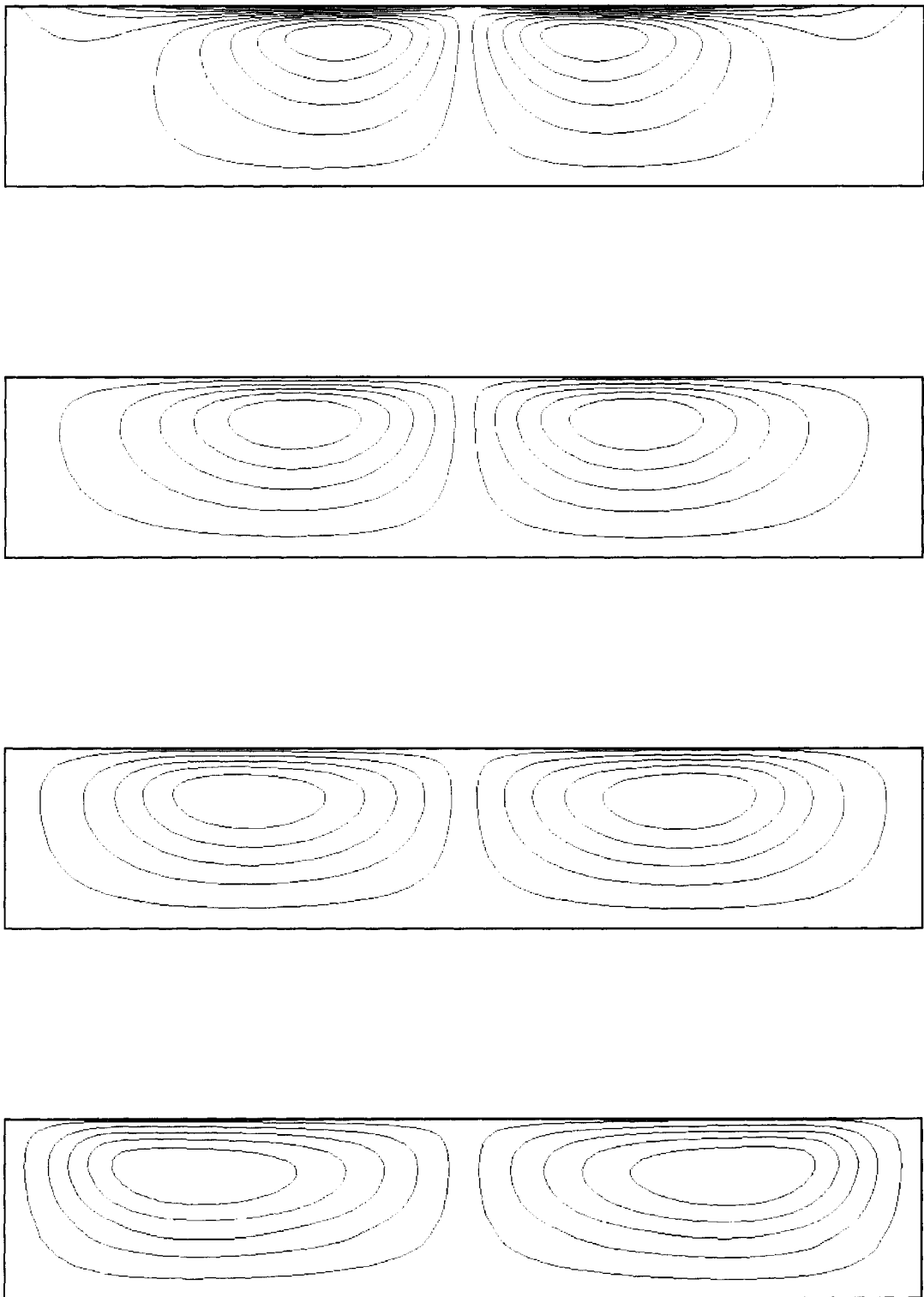


図 3.1-22 流れ関数 ψ ($\Delta T=10$, 液面温度分布2, 輻射モデル2の場合) 上から $t=0.8, 3.2, 5.6, 8.0$ (s)

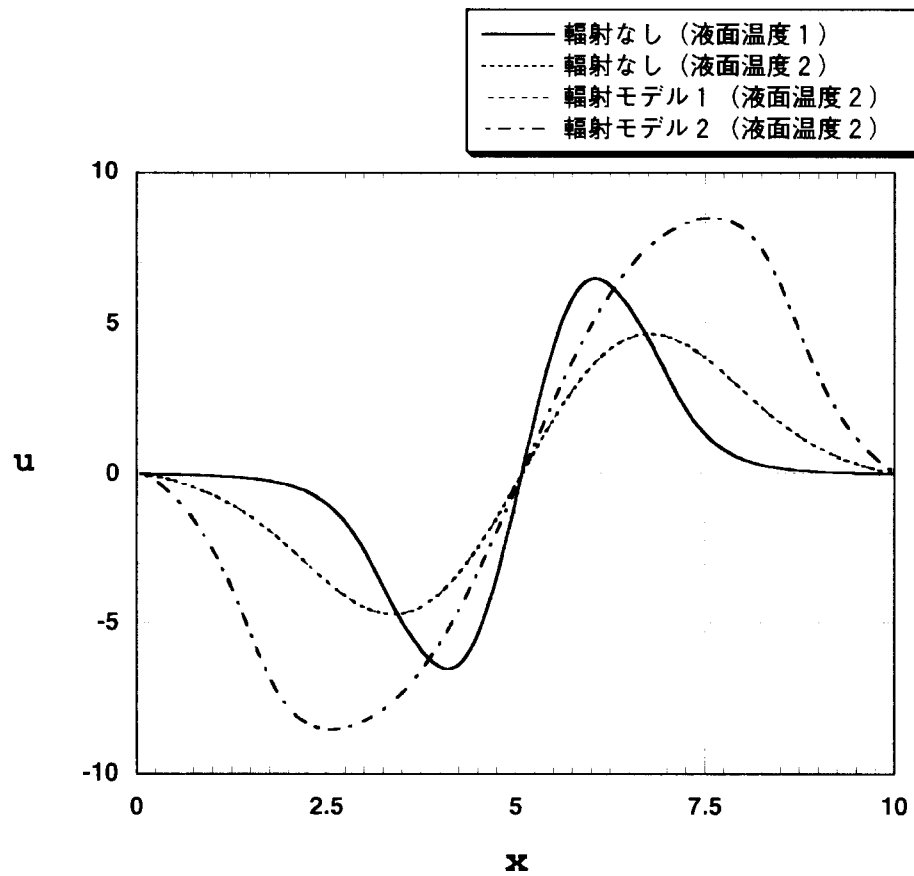


図 3.1-23 液面での流速分布 ($\Delta T=5$ の場合)

3. 2 擬似流体を用いたモデル実験

3. 2. 1 概要

実際のガラス溶融炉ではガラスプールの上部から火炎により加熱し、ガラスを溶かし、流れを発生させる（図 3.2-1 参照）。上部から加熱することから、流れを起こす主たる要因は熱対流ではなく、ガラス表面の温度差に起因する表面張力流によるものと考えられる（図 3.2-2）。表面張力は一般に（ガラスも例外でない）温度が高いほど低くなり、表面に温度勾配があると温度の低い方へ表面が引っ張られるため、流れが起こる。通常、マランゴニ対流と呼ばれている。従来の研究はこのマランゴニ流を無視して熱対流のみで流れを考えており、現実とやや食い違っていると思われる。

この上からの加熱によるマランゴニ対流を模擬するモデル実験を今年度は以下の考え方でおこなう。

- 1) 2次元の流れを観測する。
- 2) 容器は液体の入出がないものとする。
- 3) 液体はシリコンオイルを用いる。
- 4) 加熱は上部から電気ヒータで行う。
- 5) 得られた流れから、コンピュータ・シミュレーションの妥当性を検証し、シリコンオイルからガラスの物性値に変えることにより、ガラスに適用できることを目指す。

3. 2. 2 ガラス溶融モデル槽の試作

予備実験

実際のガラスの炉を非常に単純化したモデルとして、以下のようなモデル槽を製作した。容器は光を通すように、アクリルで製作した。その形状を図 3.2-3 に示す。この容器にいれた液体（シリコンオイル、物性値を表 3.2-1 に示す。）を上部から放射加熱し、液体表面に温度勾配をつけて、表面張力による流れを発生させる。そのため、図 3.2-4 に示すように、ヒータを配置した。

ヒータ加熱による流れを観測するため、液体内に液体と同じ密度のトレーサを混入し、レーザーのスリット光を当てることにより、その反射光の移動をカメラで測定する。その装置概略図を図 3.2-5 に示す。液体と同密度のトレーサとして、

液体に混入し長時間放置した後、浮上あるいは沈降することなく、液体内に留まっていたものを使用した。

実験結果

上部からヒータによる加熱により、容器内の液体（シリコンオイル）表面に温度分布をつけることにより、流れを発生させる。流れに乗って動いているトレーサをレーザー光により反射させ、その軌跡から、流れ場と流速を求める。トレーサの軌跡は、スチールカメラで、シャッターを開放にして撮影することにより得る。その例を図 3.2-6 に示す。流れが発生し、時間とともに流れの分布が変わって行くのが分かる。

今後の課題

- 1) 正確な速度が測定できる手法を確立する必要がある。特に表面速度。
- 2) 熱の平衡状態での定常な流れの測定が必要である。
- 3) 液体への熱エネルギーの吸収をより正確に知る必要がある。

来年度以降の予定

- 1) 3次元の流れ場測定を行い、コンピュータ・シミュレーションと比較する。
- 2) 流れの出入がある系で実験を行う。
- 3) 加熱エネルギーの分布を変えられるような加熱方法とする。

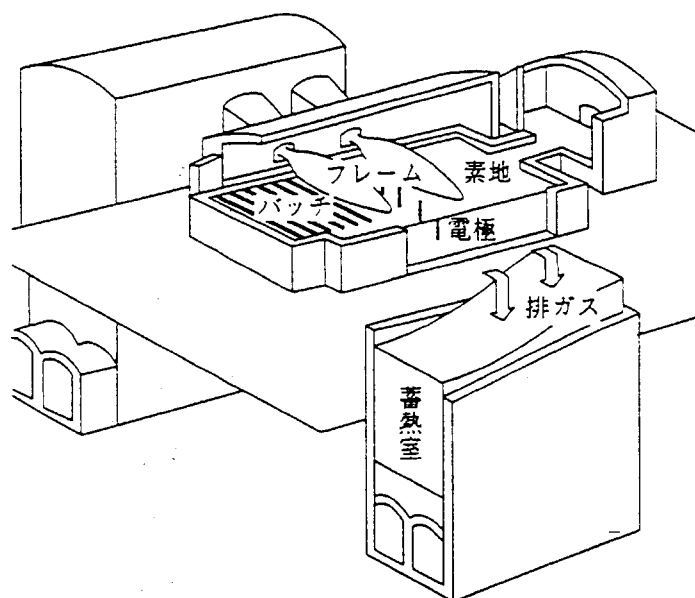


図 3 . 2 - 1 溶融炉の概要

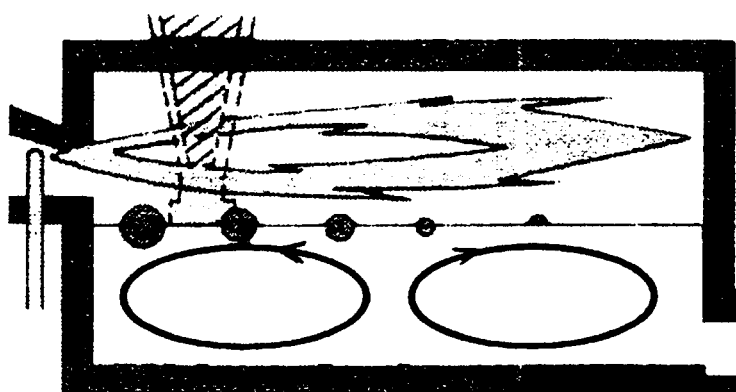


図 3 . 2 - 2 溶融炉の加熱と流れのモデル化

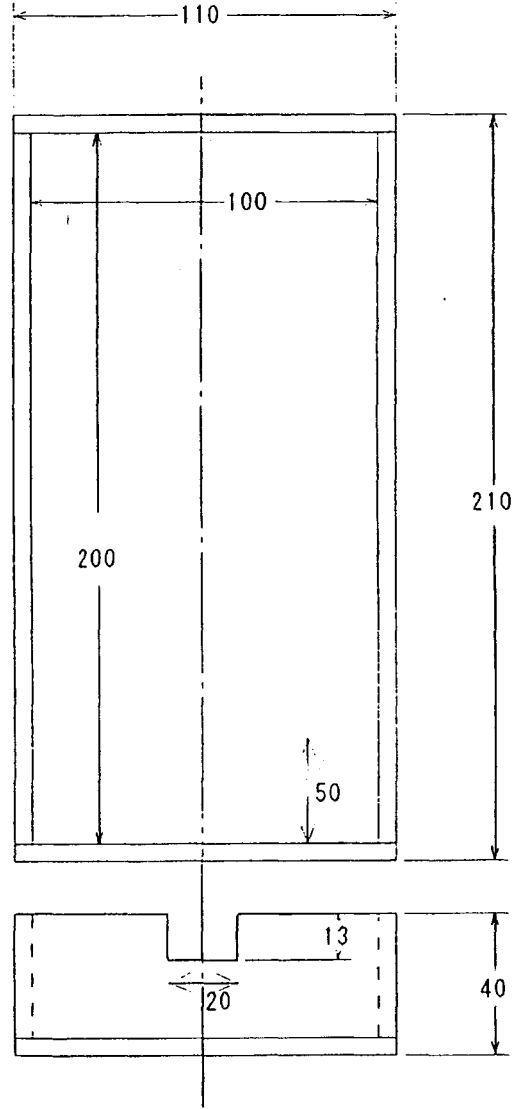


図 3. 2-3 容器形状

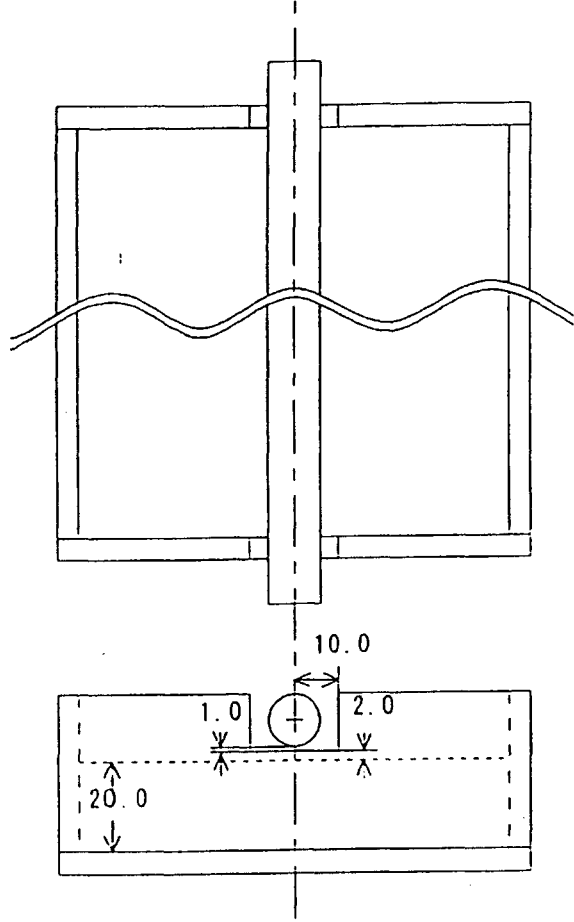
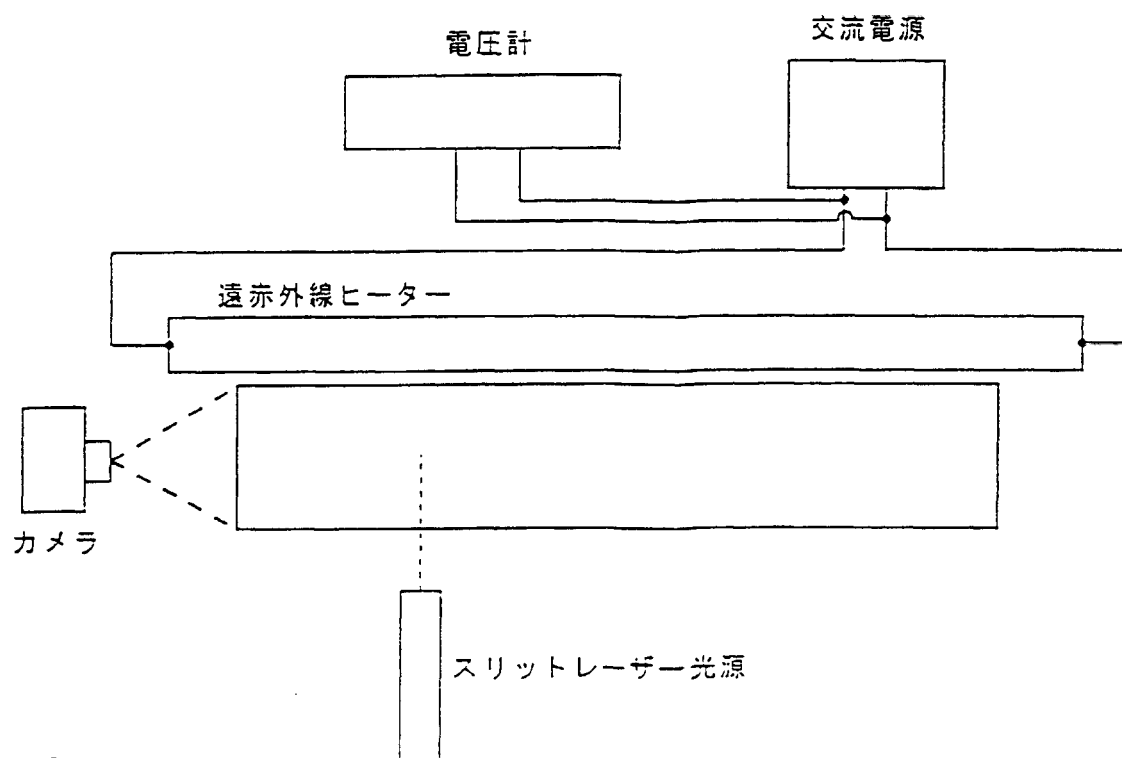


図 3. 2-4 容器とヒーター配置



遠赤外線ヒーター

長さ：330mm

直径：12mm

最大出力：500W

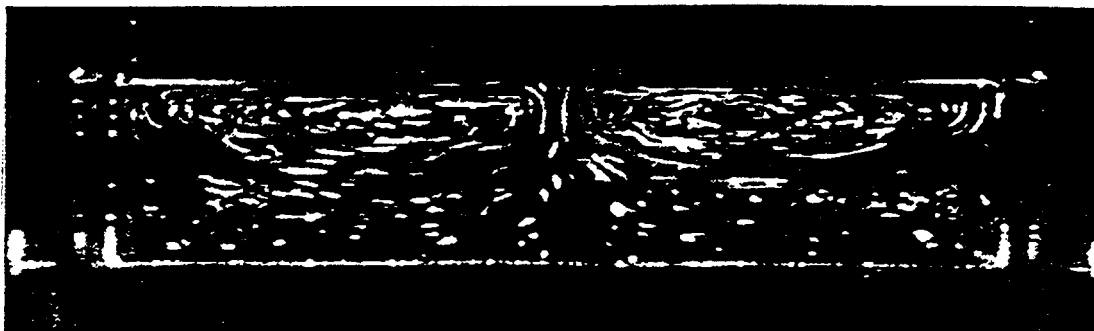
スリットレーザー光源：

媒体：半導体

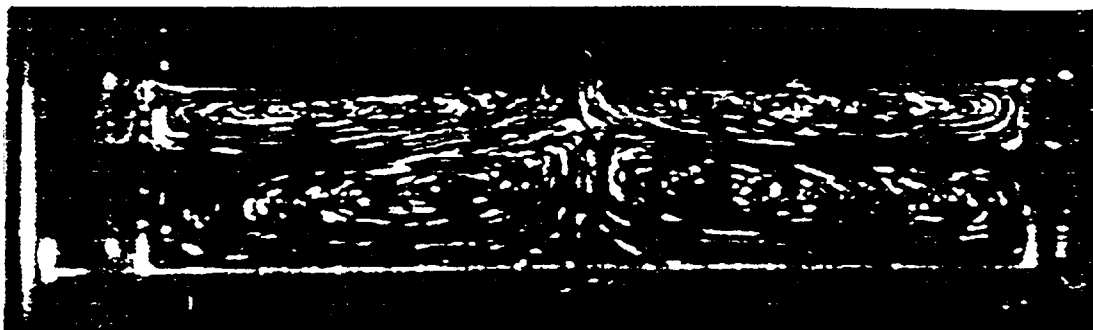
最大出力：0.8mW

波長：670nm

図3. 2-5 装置概略図



加熱 5 秒後から 3 0 秒間



加熱 4 5 秒後から 3 0 秒間

図 3 . 2 - 6 上部からの輻射により得られた流れパターン

	10 cst	50 cst	100 cst
σ	0.0201	0.0208	0.0209
β	0.00106	0.00096	0.00095
$\rho(\text{kg}/\text{m}^3)$	935	960	965
μ	10	50	100
$c(\text{J}/\text{kgT})$	1674.72	1507.25	1507.25
k	0.14	0.15	0.16

表 3 . 2 - 1 シリコンオイル物性値

3. 3 ガラスの小型溶融炉における実験

3. 3. 1 概要（現状、文献調査等）

ガラスの流れに関する文献はコンピューターシミュレーション、グリセリンやシリコンオイルなどの疑似液体を用いたモデル実験、実際の溶融炉でのガラスの流れ測定の種類に分類できる。中でもコンピューターシミュレーションの文献は近年圧倒的に多い。コンピューターの計算能力向上によるもので、炉内の3次元の流れ解析を試みる文献が現在の主流である。次いで、疑似液体を用いたモデル実験の文献が多いが、3次元で流れを測定した文献は1件のみである。実際の溶融炉でのガラスの流れを扱った文献はさらに数少ない。しかし、コンピューターおよび疑似液体で流れを解析した文献の正当性を守るためには、実際の溶融炉でのガラスの流れを測定することにより検証される必要がある。表 3.3-1 に溶融炉での流れに関する実験文献を示す。

数少ない文献のほとんどがガラス素地表面の流れを捉えることに注力している。ガラスタンク内の流れをとらえることが困難であるのは、熱輻射によりタンク内のガラスの流れが観察できないこと、高温作業での測定手段および作業性が確立しにくいことに起因するものと考えられる。

ガラス素地表面の流れを観察する方法としてはバッチパイルもしくは目印となる珪石レンガ等の動きを写真観察する方法と、溶解度の小さい着色ガラスを溶融ガラス表面上に置いてその分布を観察する方法の2種類におおよそ分類できる。

ただし、ガラスタンク内の3次元の流れ測定を実施した文献が1件存在する。1970年代にドイツのHVGのH.Barklage-Hilgefortらが振り子沈降法で実施したものである。タンク中のガラスの流れから振子棒にかかるエネルギーと振子棒の傾きからx, y, z軸の流速を算出したものである。計測装置を保護する冷却装置が素地面10cm上に存在するため素地面付近の温度が低下すること、稼働中の炉ゆえに原料投入量に変化があることおよび測定軸が2軸しかない点で炉内のガラスの流れを把握できたとは言い難いが、ガラス融液中の流れを測定する手段を確立した点で高く評価できる。

一般的に、ガラスの流れは、自然対流とマランゴニ対流の2種類に分類できる。自然対流は密度差や粘度差に起因するものであり、マランゴニ対流は表面張力に起因するものである。これまで、ガラスの流れを扱った文献は自然対流に着目したものであり、マランゴニ対流に着目してガラスの流れを測定した文献は存在しない。したがって本研究ではマランゴニ対流に着目し、素地面上にホットスポットを作ることにより表面張力を変化させ、マランゴニ対流が炉内全体の流れおよびガラス品質にどのように影響するか確認することを目指している。

したがって、初年度は流れ測定ができる小型電気溶融炉の設計・試作および運転をすること、マランゴニ対流を観察するために高温下での素地表面の流れを観察する手段を確立すること、ホットスポットを形成する手法の可能性を見極めることを目的とする。

表 3.3-2 に電気溶融に関する実験文献を示す。モリブデンの棒状電極に関する文献は多く得られたが、本研究で実施する板電極に関する文献はほとんどなかった。電気溶融炉の利点は以下のようにまとめられる。

- ・ コールドトップにした場合、揮発ロス・熱損失が少ない。
- ・ 重油燃焼と比較して炉温度を下げることができ、上部構造の負担が少ない。
- ・ 適正な電極の配置と電力の印加はガラス品質の向上と高効率なエネルギー利用につながる。
- ・ Nox 等の放出が抑えられる。
- ・ 重油燃焼タンクと比較して設置場所が小さくてすむ。
- ・ 騒音が小さい。

また、欠点は以下のようにまとめられる。

- ・ 電極ならびに耐火物に大きな負担がかかるために、炉の寿命が短い(2-3.5 年)
- ・ 柔軟性（引上げ量変更幅）が小さい
- ・ 電力単価が他の燃焼単価と比較して割高である。

3. 3. 2 小型タンク炉の設計・試作

ガラス融液内の対流を計測するためガラス溶融炉の試作を行った。ガラスびん生産炉と同様、炉材に電鑄レンガを用いたタンク炉にした。溶融炉は、ガラス素地の表面状態により、コールドトップとホットトップに大別される。コールドトップとは、ガラス素地表面がガラス原料で覆われているタイプの溶融炉であり、ホットトップは、ガラス素地表面が溶融状態になっているタイプの溶融炉である。本実験は、ガラスの流れを見るのが大きな目的であるため、表面が溶融状態になっているホットトップタイプの溶融炉を選択した。また、溶融炉は縦型と横形があるが、表面張力差による流れを観察するには、溶融状態のガラス素地表面が大きい横型の方が有利であるので横型を選択した。

ガラス溶融炉の大きさは、図 3.3-1 に示すようにガラス槽の内径が幅 500mm・長さ 1000mm・高さ 350mm とした。ガラスと接する部分は厚さ 150mm の電鑄レンガとし、その周りを断熱レンガ等で覆った。

下部加熱は、溶融状態のガラスに導電性があることを用い、ガラス自体を抵抗発熱体としてジュール熱を発生させる直接通電で行った。電極材料は、モリブデン・白金・酸化錫・グラファイトなどが用いられているが、ガラスびんのようなソーライムガラスに最も良く使用されているモリブデンを選択した。電極形状は、棒状（水平タイプ・垂直タイプ）と平板状が考えられる。図 3.3-2 に電極形状及び配置を変えたときのガラスに加えられるエネルギーの差と模型実験での温度上昇の差のデータを示す。本実験では、表面張力流を測定するためにガラス温度を保持するための加熱によって対流が起こるのをできるだけ減らしたい。そこで、平板電極による加熱が抵抗発熱体となるガラスの体積が大きく、棒電極による加熱に比べて電極間のガラスに加えられるエネルギー差が小さく、温度の差が小さくなると思えるため、本実験には向いていると考えられる。

直接通電加熱は、ガラスが融液状態になり導電性が得られるまで、別の方法で加熱する必要がある。そのため加熱手段は、図 3.3-3 に示すように、上部から Mosi_2 発熱体による間接加熱とした。上部・下部ともそれぞれ 3 ゾーンに分け、独立して制御できるように設計している。

また、ガラス素地表面をできるだけ広く観察したいため、できる限り観察孔を大きく開け、熱の放出を防ぐため、観察を行わないときは、観察孔を閉じることができるようにした。

作製した溶融炉及び電源の写真を図 3.3-4、図 3.3-5、図 3.3-6 に示す。

3. 3. 3 運転

溶融テストには、弊社のガラスびん（白びん）カレットの同一溶融ロットのものを使用した。本研究における物性測定等と同じ溶融ロットのものを使用している。

溶融炉は、ガラスカレットを入れて、上部 MoSi_2 ヒーターを用いて 4 日間かけて熱上げを行った。ガラスが溶融状態になり、導電性が得られると、下部の直接通電ヒーターを用いて加熱を行った。

試作した溶融炉の、高さ方向の温度分布を図 3.3-7 のように白金シース熱電対を溶融したガラス素地の中に入れ測定した。その結果、ガラス素地温度がガラス表面付近から底まで、比較的均一な温度分布を持つ溶融炉になっていることがわかった。特に溶融炉の温度を一定に保つ場合及び温度を上げる場合、均一な温度分布になっている（図 3.3-8）。溶融炉の温度を下げる場合、表面付近の温度が低くなるという特性を持った炉であるということがわかった（図 3.3-9）。

図 3.3-10 に作製した溶融炉におけるガラス素地中央部の温度と中央の下部ヒーター電力の関係を示す。ガラス直接通電加熱は、ガラスに電流を流した時に発生するジュール熱を用いているので、発生する熱量は電力に比例する。ガラスに印可する電力は次のように表される。

$$W = E \cdot I = \frac{E^2}{R} \quad (\text{式 3.3-1})$$

W：電力

E：電圧

I：電流

R：ガラスの抵抗

ガラスの抵抗は前章で測定したように、温度が高くなると急激に小さくなるという特徴を持っている。したがって、式 3.3-1 に示すように、電圧 E を一定にして加熱した場合、温度が高い時は抵抗 R が小さくなるので、電力 W が大きくなるということを示している。

3. 3. 4 予備実験結果

(1) 表面流の観察

表面流の観察は、観察孔から CCD カメラによってトレーサーの軌跡を観察するという方法を試みた。本年度は CCD カメラに簡易的な防熱・防赤外光を施すことにより、熔融状態のガラス素地表面を観察できるようにした。

小さく切断した珪石レンガをトレーサーとして、熔融ガラス素地表面に浮べて CCD カメラで観察すると、熔融ガラス素地表面が明るく光っているのに対し、珪石レンガが暗く見えるため観察することができる。本予備実験では、長さ約 50mm の珪石レンガを用いて観察した。

まず、表面流を観察できることが可能であるということを確認するために、下部ヒーターの中央のみで加熱することにより、密度差による対流を起こし（表面付近は、表面張力差による対流も含まれている可能性もあるが）、流れを観察した。その結果、図 3.3-12 のような流れを観察することができ、ホットスポットを作製し、珪石レンガの動きを追うことにより表面流を観察できることがわかった。

(2) 表面加熱による対流作製予備実験

ガラス素地表面を力を加えずに（すなわち、ガスバーナーなどでの加熱はガスバーナー自体の物理的な力でガラス表面に力を加えるため流れが起きる）、ガラスに簡易的に加熱する方法としてヒーターによる間接加熱とガラスに直接電流を流しガラス自体を発熱体する直接通電加熱の 2 つの予備実験を試みた。

1) 間接加熱

間接加熱により、ホットスポットの作製を試みた。1000～1500℃の高温中であるため、試作するヒーターは、

- ①ヒーター自体の耐熱性
- ②導線の耐熱性
- ③ヒーター保持具の耐熱性

などが必要になる。高温中ではニクロム線のヒーターなどはもちろん使用できないし、 MoSi_2 ヒーターに使用される導線なども放射熱だけで、使用不可能になる。したがって、使用できる材料は非常に限られる。ヒーターに使用する材料は、白金、 MoSi_2 、 SiC が良いのではないかと考えられる。その中で、今回は、予備実験であるため、手早く自分で工作できるものという条件があり、白金を用いた。

図 3.3-13 に示すように、白金線をアルミナチューブに巻いてヒーターとし、それよりも太い白金線を導線とした。また、ヒーターの保持具は、アルミナチューブにした。ヒーターは、電気炉の観察孔より入れ、図 3.3-14 に示すように、ガラ

ス素地面ぎりぎりのところまで下げた。印加電圧を、スライダックで調整し白金ヒーターを加熱した。しかし、本予備実験では、流れは起きなかった。今回の熱量が不足していると考えられる。熔融ガラスの持っている熱量が非常に大きいため、間接加熱ヒーターの熱量も大きくしなければ流れ観察は難しいのではないかと考えられる。Pt 線ヒーターは熱量が小さいので、 MoSi_2 または SiC ヒーターを用いた方がよいようである。

2) 直接通電加熱

直接通電加熱によりホットスポットの作製を試みた。図 3.3-15 に示すように、下部ヒーターのような直接通電による加熱をガラス素地の表層で部分的に行い、ホットスポットを作製した。図 3.3-16 に示すように、電極（導線も兼ねる）に MoSi_2 線を用いてガラス表面に浅く挿入し、熔融ガラスの表層に電流を流すことにより熔融ガラス表層の加熱（直接通電）を試みた。図 3.3-17 に示すように、CCD カメラによりガラス表面に浮かべたトレーサーを追うことにより表面流の観察を行った。図 3.3-18 に示すように、2.2kW の電力を投入したとき、約 2 cm/s の表面流を観察することができた。また、加熱をやめると、表面流が停止することから、マランゴニ対流が起きていると推定できる。

表3.3-1 溶融炉での流れに関する実験文献

Title	著者	雑誌名	年	巻	頁	実験の場 所	特徴
Contribution to the measurement of the local heat transfer coefficient at the wall of a cylinder perpendicular to the flow.	K.Fitzner	Glastech. Ber.	1968	41(5)	189-195		
Flow in glass-melting furnaces.	D.D.Billings & W.H.Manring	Glass Ind.	1969	50(7)	333-386	タンク窯	バッチパイルの動きを写真撮影
Investigation of the production cycle of molten-glass flows by analysis of convective glass transfer.	V.S.pavlov, V.V.Fokin & N.G.Suslikova	Glass Ceram.,N.Y., Consultants Bur. Transl.	1971	28(1-2)	71-74	タンク窯	鉄芯のグラファイト円筒を白金線でするし、ガラス中の流速を測定。浮き子法で表面の流速測定。
The character of the movement of the melt in the conditioning tank and drawing pot in nondebiteuse glass-drawing systems.	F.G.Solinov et al.	Glass Ceram.,N.Y., Consultants Bur. Transl.	1972	29(3-4)	174-177	清澄槽	目印となる着色ガラスを溶融表面に置いて流速測定。
The influence of a threshold in the area of the hot spot on heat transfer and glass flow in the melting end of the furnace.	R.I.Sevast'yanov et al.	Glass Ceram.,N.Y., Consultants Bur. Transl.	1973	30(2)	70-72	タンク窯	底部に障害物を置いて温度を測定。
Mass Transfer in industrial sheet glass furnace and model devices.	L.G.Geroimenkova & V.I.Anisimova	Glass Ceram.,N.Y., Consultants Bur. Transl.	1973	30(7-8)	517-521	板ガラス炉	溶融ガラスの表面層の軌跡と速度を測定。
Convection of the glass in an electric furnace.	V.M.Budov, N.A. Spirina & A.T.Dymov	Glass Ceram., N.Y., Consultants Bur. Transl.	1979	36(9-10)	478-480	電気溶融炉	目印となるガラスの流れ写真撮影
Flow measurements in the working end of a recuperatively heated glass tank.	H.Barklage-Hilgefort, K.W.Mergler & H.-	Glastek. Ber.	1980	53(2)	27-36	タンク窯	振り子式沈降測定で3次元の流速を測定。
Experience with electric melting of glass.	H.-J.Hillig & H.-J.Linz	Silikattechnik	1980	31(10)	292-294	電気溶融炉	電力、温度分布、電極付近の流れ
Convection of glass in furnaces with a reduced depth of the conditioning zone.	O.I.Koloskova et al.	Glass Ceram.,N.Y.	1985	42(2)	70-74	清澄槽	表面の流速、温度測定
Melting viscous hard glasses in electric furnaces.	A.P.Sivko & I.P.Khil'chenko	Glass Ceram.	1989	46(7-8)	350-354	電気溶融炉	石英の棒および筒をガラス中に釣り下げて流れを測定。また温度および比抵抗測定も実施。

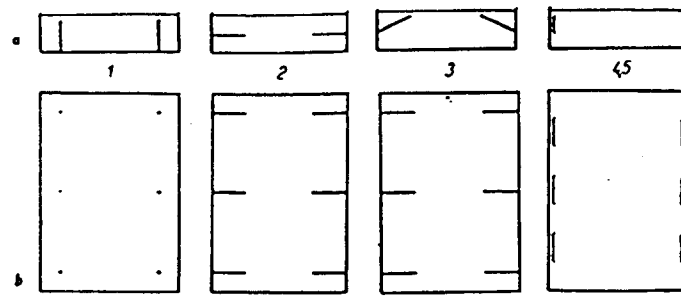
表3.3-2 電気溶融に関する文献

Title	著者	雑誌名	年	巻	頁	電極材料	電極形状	特徴
Experience with electrical heating of forehearth using elements above the melt.	M.Vogel & J.Ullrich	Glastech. Ber.	1970	43(7)	283-288			
Thyristor power supply regulator of an electric glass furnace.	I.G.Ibragimov & V.P.Nevzorov	Glass Ceram., N.Y., Consultants Bur. Transl.	1974	31(2)	89-92	記述無し	記述無し	抵抗センサーとサイリスタによる制御
The melting of milky glass in an electric tank furnace.	G.A.Iesnova et al.	Glass Ceram., N.Y., Consultants Bur. Transl.	1973	30(11-12)	744-746	モリブデン	棒	小型縦型炉, 1.4t / 日, 3相, メルティングエンド:1275°C, ワーキングエンド:1070°C, 1.6-1.7 A/cm ² , 炉効率46.7%
Practical data for electric melting	R.E.Loesel	Glass ind.	1975	56(2)	8-9,16, 18,24,29	モリブデン	棒	1.6 A/cm ² , 電気熔融全般
Contactless control of temperature in electrically heated furnaces.	V.M.Obukhov & S.D. Stepein	Glass Ceram., N.Y., Consultants Bur. Transl.	1975	32(6)	412-413	記述無し	記述無し	センサー
Electrical glass melting.	N.P.Vingogradov, V.I.Pankov & I.K.Sovolev	Glass Ceram., N.Y., Consultants Bur. Transl.	1975	32(9-10)	693-696	グラファイト	棒	メルティングタンク22.65m ² ×1m, アウトプットタンク3.2m ² ×0.65m, 0.4A/cm ² , 3相, 2800kVA, 炉効率50%
Origin of coloration of borosilicate glass by electrically heated melting.	K.Matsumoto & C.Tanaka	Asahi Glass Co. Res. lab. Rep.	1976	26(1)	1-8	モリブデン	記述無し	着色は電極からMo5+が溶出するためであり、着色の強度は熔融ガラスの還元状態に依存する。
Melting process stability in electric glass melting furnaces.	V.Z.Perfenov & Yu.K.Platinov	Glass Ceram., N.Y., Consultants Bur. Transl.	1978	35(1-2)	72-77	記述無し	記述無し	電力制御
Some problems in glass melting	M.Kunugi	Ceramics Japan	1979	14(6)	520-527	記述無し	記述無し	ガラス熔融全般
How Owens-Illinois utilities electric boosting.	G.J.Conger	Glass ind.	1979	60(5)	16,21-23	モリブデン	棒	炉74-102m ² , 2000kVA, 電極φ5.1cm, 3-4A/cm ² ,
Progress report on electric melting.	S.E.LaDue & H.Pieper	Glass ind.	1979	60(5)	12-18	記述無し	棒	マルチレベル電極配置, コールドトップ炉。
Electric formation of zinc-sulfide glass.	A.T.Dymov, V.M.Budov & N.A.Spirina	Glass Ceram., N.Y., Consultants Bur. Transl.	1978	35(7/8)	448-452	モリブデン	棒	コールドトップ炉, 電極φ40-50mm, 炉1.2×1.6×深さ0.9m, 電極2段配置
Opal glass: economic importance and melting in an electric furnace.	W.Kerner	Glastech. Ber.	1979	52(11)	237-242			
Small electrical glass making furnace for the production of E glass beads.	K.M.Tatevosyan, K.A.Kostanyan & V.S.Dzhamalyan	Glass Ceram., N.Y., Consultants Bur. Transl.	1978	35(9/10)	524-526	モリブデン	板	炉0.65×0.25×深さ0.7m, 2相, ガラス熔融最高温度1500-1510°C
Electric glass melting and fuel crises.	Z.Haider	Glass (International)	1979	56(9)	98	記述無し	記述無し	重油/ガス燃焼炉との経済的比較
A method of calculating the size of electrical boosting devices for glass melting.	B.Krey	Silikattechnik	1980	31(1)	10-12	記述無し	棒	

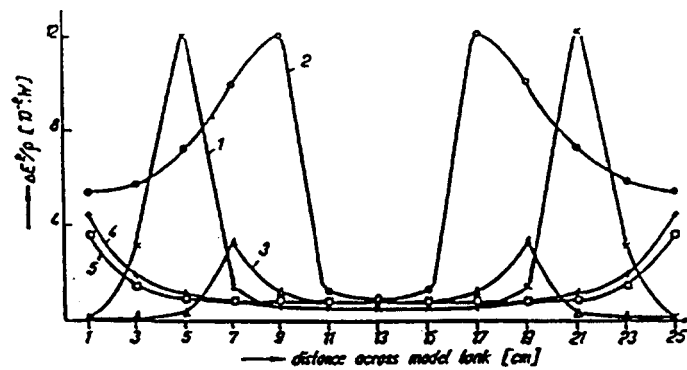
Calculation of the resistance of three-phase multielectrode systems for the electrical heating of a glass melt.	T.K.Trunova & L.G.Shemankov	Glass Ceram., N.Y.,Consultants Bur.Transl.	1978	35 (11/12)	648-650	記述無し	記述無し	単相, 2相, 3相の場合の計算比較
Practical experience with a small continuous electrically heated tank.	K.Eckhardt	Glastech. Ber.	1980	53(6)	145-148	モリブデン	棒	操炉データ
Introduction of electric making of fluorine glasses as an effective method of environmental protection.	N.A.Spirina & M.V.Shapilova	Glass Ceram., N.Y.,Consultants Bur.Transl.	1979	36(5-6)	299-302	モリブデン	棒	コールドトップ炉, フッ化物ガラス, 炉溶融部 1.92m ² ×深さ0.9m, フィーダー部0.75m ² , 電極φ45mm, ガラス溶融温度1285°C
Safety factors affecting electric melting	P.A.M.Gell	Glass Ind.	1980	61(11)	19-22			
Stability of electric glass melting furnaces.	G.Hilbig	Glastech. Ber.	1981	54(2)	44-47			
Design considerations for all-electric melters.	W.R.Steitz & C.W.Hibschler	Glass Ind.	1981	62(2)	11-17	記述無し	板, 棒	電極の配置, 単相, 2相, 3相, バッチチャー
Effect of current-conducting bath walls on current distribution in bottom electrodes.	Yu.N.Pistov & N.N.Shustrov	Glass Ceram., N.Y.,Consultants Bur.Transl.	1980	37(3-4)	167-170	記述無し	棒	実炉のモデル, 電極φ6.8mm, 3相
High productivity electrical tank furnace for making crystal.	S.I.Matyusya et.al.	Glass Ceram., N.Y.,Consultants Bur.Transl.	1981	37(5-6)	308-312	記述無し	棒	コールドトップ炉。タンクの大型化およびチャージ層からの電極除去により炉効率78%に向上。
Operating experience with electrically heated tanks for the production of C-glass.	J.Woltz	Glastech. Ber.	1982	55(5)	88-95			
Electric furnaces for melting barium crystal glass.	S.I.Matyusha et al.	Glass Ceram., N.Y.,Consultants Bur.Transl.	1981	38(5-6)	356-358			
Forehearth electric heating controlled by glass conductance.	J.F.Stevenson	Glass	1982	59(5)	189-192	モリブデン	棒	3相, ガラス深さ152mm, 電極φ31.8mm, ホルダーφ60mm Inconel600
Electro-chemical method for studying refractory oxides in a bath of molten glass. Part 1.	A.M.Vansteenberghe et al.	Verres Refract.	1982	36(3)	534-546			
Apparatus for measuring the conductivity of molten glass.	A.D.Zavgorodnii	Glass Ceram., N.Y.,Consultants Bur.Transl.	1981	38(7-8)	432-433	記述無し	記述無し	周波数範囲50-1000Hz
Three-phase electrofurnace for making lead crystal.	N.V.Kryukov, V.A.Kurilo & S.G.oleksa	Glass Ceram., N.Y.,Consultants Bur.Transl.	1981	38(7-8)	330-333	記述無し		単相, 3相, 100-125V, 270-290A, 55-65.7kVA, 0.65-0.75A/cm ²
Measurement and control of all electric glass melting tanks.	J.Woltz	Glastech. Ber.	1982	55	205-210	記述無し	棒	温度, 電力の経時変化
Stability of all-electric melting of aggregates.	C.-E.Michelsen	Silikattechnik	1982	33(10)	298-301			ホウ珪酸ガラス
An electric melter for clear borosilicate glass.	B.L.Schmidt & M.C.Reynolds	Glass Ind.	1982	63(5)	19-20, 25,37	モリブデン	棒	正12角形, 3-4A/cm ² , 燃焼炉と比較して各段に品質が向上。
Electric melting - a review of the current state of the art.	R.J.Brinkman	Glass	1982	59(8)	303-304			電気溶融全般。電極から生じる強い対流によって耐火物は傷みやすい。

Stability problems in the resistance heating of glass melts.	R.Schmscher	Glastech. Ber.	1982	59(13)	243-248			電力装置設計
Specifying electric booster melting equipment.	G.B.Collins	Glass	1983	60(3)	90-92, 94,109	記述無し	記述無し	対流のショートサーキットを防ぐためには負荷を上げる。
Electric conditioning of glass.	D.C.Gillman	Glass Ind.	1982	63(7)	14-17,20	記述無し	棒	炉の構造, 温度
A different approach to electric melting.	D.C.Gillman	Glass Ind.	1983	64(3)	17-20,25	モリブデン	棒	Modumeltシステムの紹介。電極の消耗, 配置
Perfecting electric melting of lead crystal.	I.A.figurovskii, V.A.Abramov & B.I.Figurovskii	Glass Ceram., N.Y.,Consultants Bur.Transl.	1981	38(11-12)	586-588	酸化錫	棒	鉛ガラス, 炉効率41%, 上部電極不要。
The first campaign of a cold top electric furnace.	C.W.Hibschler & R.C.Carle	Glass Ind.	1983	64(3): (4)	13-16; 17-19,29	モリブデン	棒	58.1m ² , 深さ1.5m, 約1500°C, 5800kW, 電極消耗, 1133日間の操炉, 炉効率78%, 操炉後の炉の状況
Electric melting of lead crystal in a furnace with a three-phase heating system.	V.A.Sibiryakov et al.	Glass Ceram., N.Y.,Consultants Bur.Transl.	1983	40(11-12)	583-587	酸化錫	ブロック	0.5-0.6A/cm ²
The effect of supplementary electric heating on convection in molten glass.	L.G.Baiburt et al.	Glass Ceram., N.Y.,Consultants Bur.Transl.	1984	41(9-10)	373-376	記述無し	記述無し	ホットスポットに補助電気加熱することは著しく対流を強化する。
Electrical heating in the glass industry.	E.Kreiss	Glastech. Ber.	1985	58(9)	237-243			
Electric heating of feeder channels.	V.N.Fekolin et al.	Glass Ceram.,N.Y.,Consultants Bur.Transl.	1984	41(7-8)	283-286	酸化錫	記述無し	4通りの電極接続方法と電流密度の関係
Determination of the optimal depth of the tank of electric glass melting furnaces.	K.M.Tatevosyan	Glass Ceram.,N.Y.,Consultants Bur.Transl.	1983	40(7-8)	401-406	モリブデン	板	
The electric control of power for all-electric glass melting furnaces.	R.Iser & J.Mullre	Silicatechnik	1986	37(1)	15-16			
Experience in the construction and repair of an electric furnace producing lead glass.	E.Neukunft	Glastech. Ber.	1986	59(1)	6-11	モリブデン		
Operating experience with an electric furnace melting lead glass.	J.Goedicke	Glastech. Ber.	1986	59(1)	12-16	モリブデン		
Optimum distribution of power for the electric heating of glass.	S.V.Ignatov et al.	Glass Ceram	1986	43(3-4)	141-144	記述無し	棒	ホットスポット部とバッチチャージ部の電極への適切な電力配分の比がガラスの対流速度を増加させる。
Recent developments in electric furnaces and high performance construction techniques.	R.Moreau & P.Jeanvoine	Sprechsaal	1987	120(4)	273-279			
Electric glass melting with low frequency current.	J.matej & Stanek	Glastech. Ber.	1988	64(1)	1-4			
All-electric furnace works well for Gallo Glass.	R.D.Moore & R.E.Davis	Glass Ind.	1989	70(4)	10-12,15	モリブデン	棒	操炉データ, 操炉後の炉の状況, 温度測定

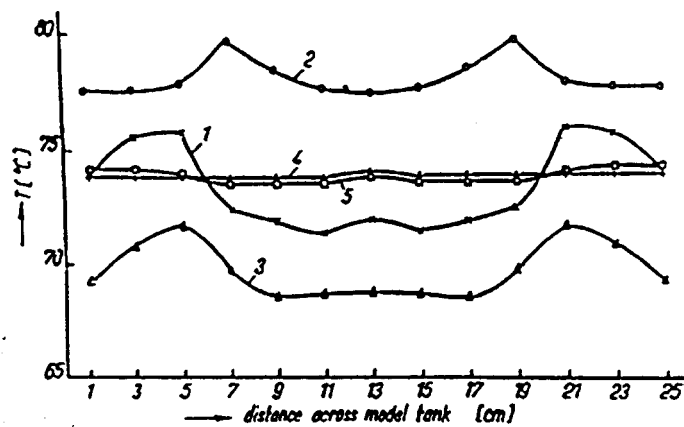
Electric melting in making glass for building and engineering purposes.	L.G.Baiburt & S.V.ignatov	Glass Ceram.	1989	46(5-6)	231-234	モリブデン	記述無し	
Joule heat calculations for simulations of multielectrode glass melters and in situ vitrification systems.	D.L.essor, L.L.Eyler &P.S.lowery	Glastech. Ber.	1991	64(4)	95-105	記述無し	記述無し	2相, ジュール熱計算
Electrical characteristics of horizontal glass melting furnaces and delivery systems.	P.F.Spremulli	Glastech. Ber.,Glass Sci. Technol.	1996	69(7)	193-203	記述無し	記述無し	
Electric melting of crystal glass - Recent knowledge and experiences.	S. Kasa		1998					



ガラス炉での電極配置



ガラスに加えられるエネルギーの電極配置による差



模型実験での温度上昇の電極配置による差

図 3.3-2 電極形状及び配置による差¹⁾

参考文献

- 1) The Handbook of Glass Manufacture volume I 3rd ed., Ed. Fay V. Tooley : Ashlee Publishing co. (1984)

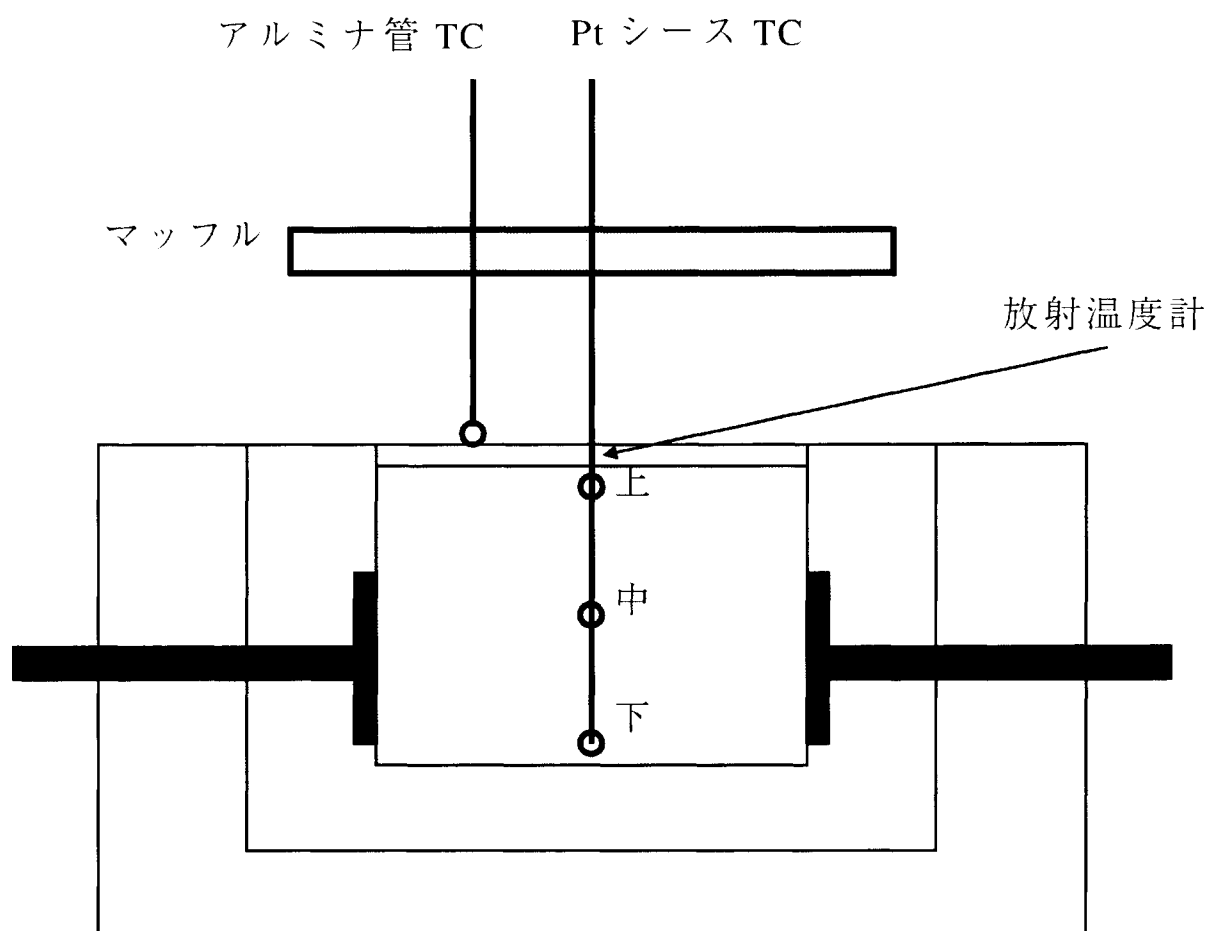


図 3.3-7 ガラス温度測定位置

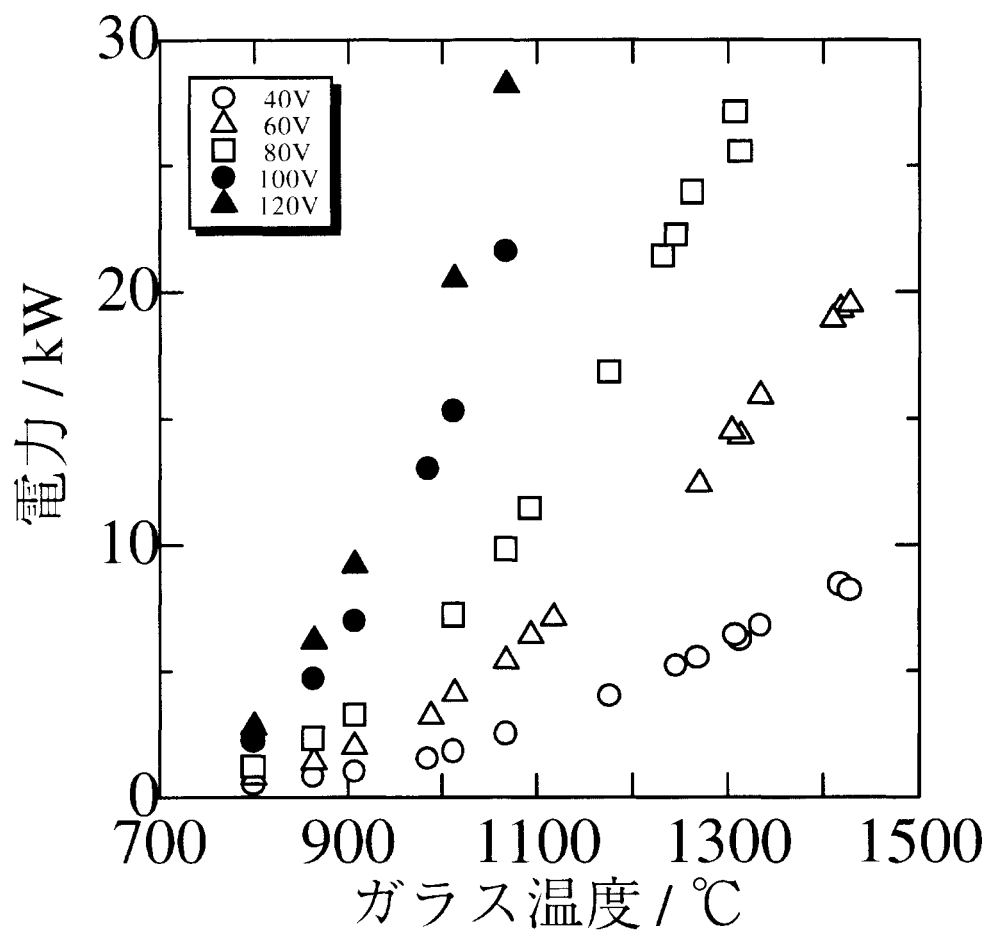
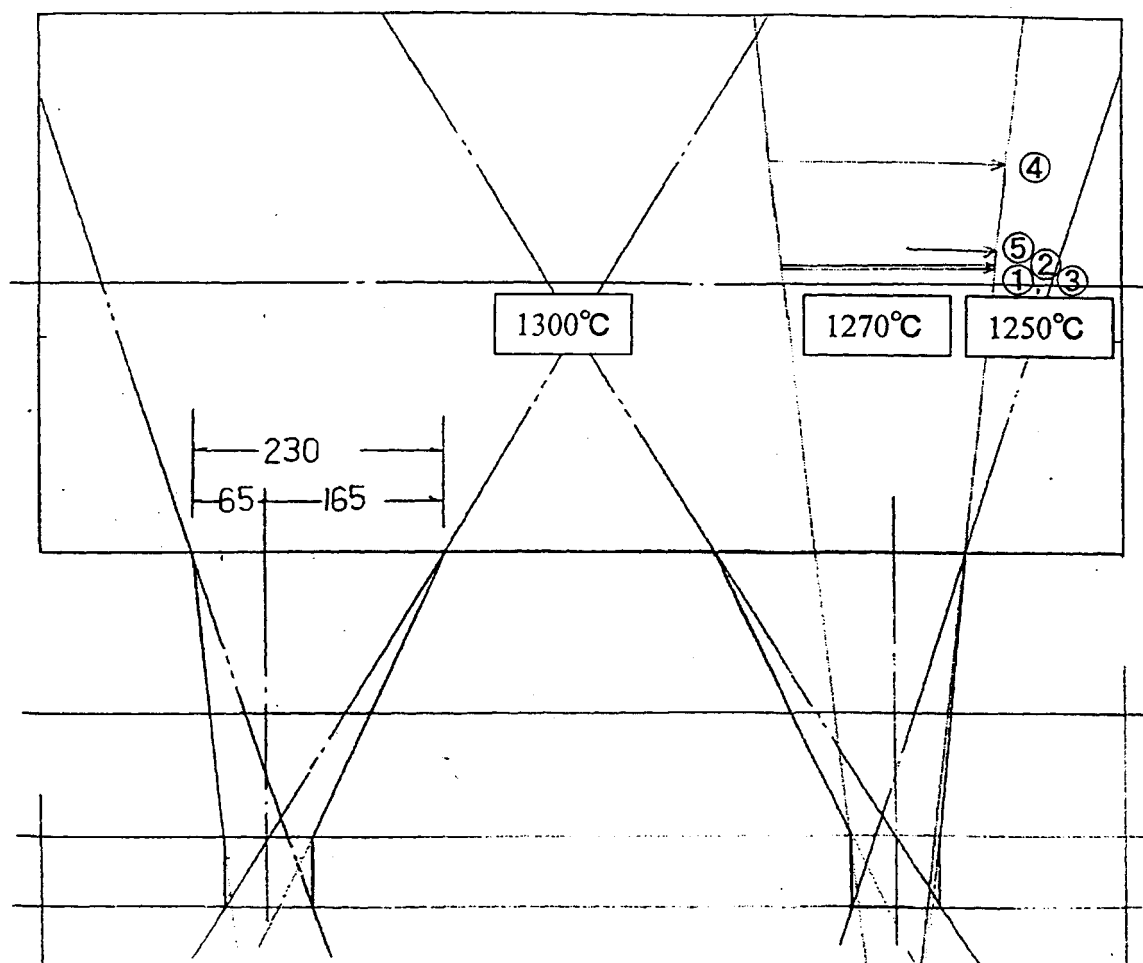


図 3.3-10 ガラス温度と下部中央電力の関係



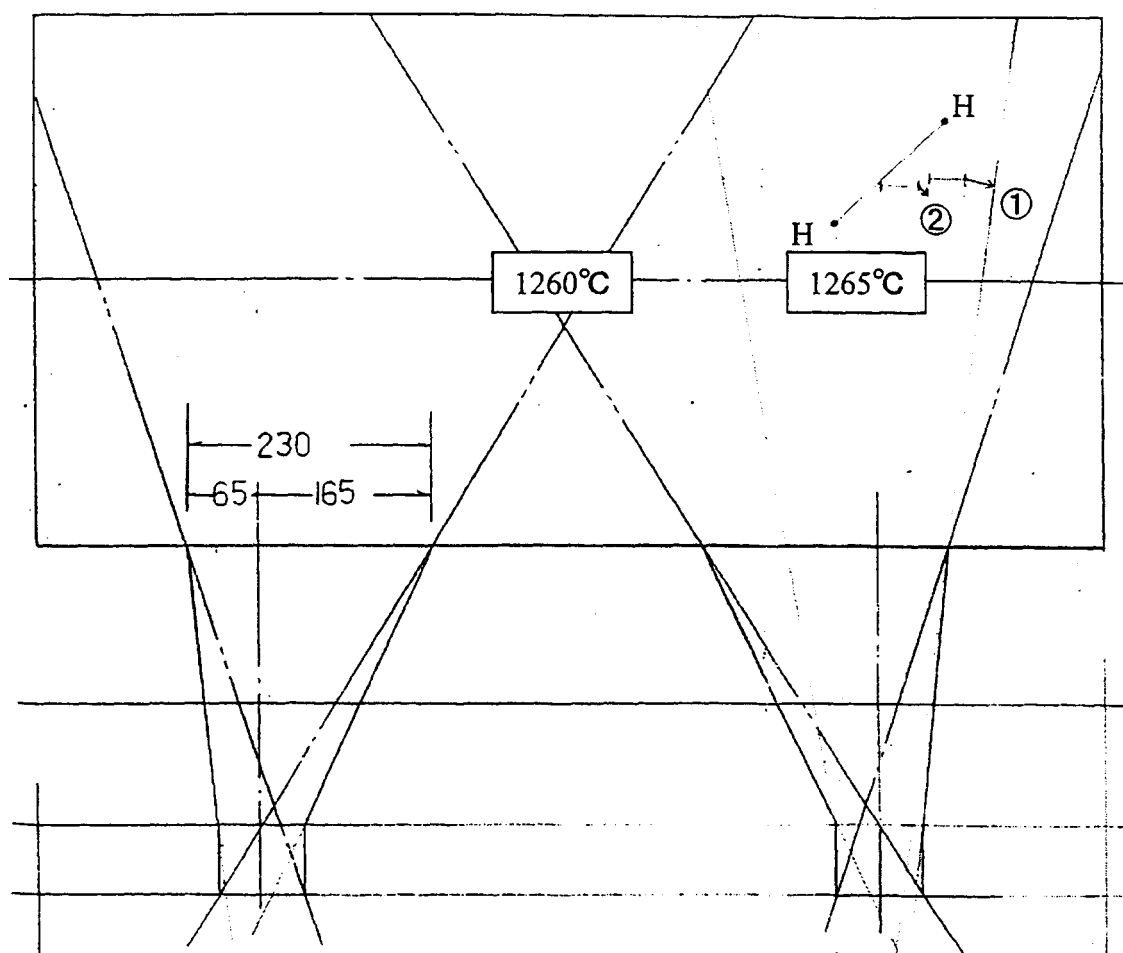
測定条件

下部電源中央 13.5kW

下部電源左右 0kW

	流速
	cm/min
①	7.0
②	6.4
③	7.2
④	6.7
⑤	7.1

図 3.3-12 密度差対流によるガラス表面の流れ測定



測定条件

全下部電源 停止

H: MoSi₂ヒーター
 直通電加熱
 2.2kW
 ヒーター間 約15cm

	流速
	cm/min
①	1.5
②	2.0

図 3.3-18 ホットスポットによるガラス表面の流れ測定

第4章 国際研究協力

4.1 ミズーリ・ローラ大学との国際研究協力の経過

1999年8月に、ミズーリ・ローラ大学と日本側3機関(大阪工業技術研究所, 日本山村硝子, 大阪府立大学)の間で、Working Plan の締結を行った。

1999年10月には来日したRay教授と情報交換と共同落下実験について打ち合わせを行った。1999年11月には日本側メンバーが渡米し、共同研究の詳細な実施方法について打ち合わせを行った。

ミズーリ・ローラ大学からは、本研究開発における情報交換の一環として、4.2と4.3に示すレポートが送付されてきた。

2000年3月にはRay教授が来日し、地下無重力実験センターで共同の落下実験を実施した。

4.2 ミズーリ・ローラ大学からのレポート (和訳)

4.2.1 緒言

1. このレポートは、1999年8月1日から2000年3月1日の間の大阪工業技術研究所, 日本山村硝子, 大阪府立大学の日本側3機関とミズーリ・ローラ大学のあいだの共同研究の一環として提出したものである。このレポートでは、ミズーリ・ローラ大学の研究活動に加えて、ガラス製造の省エネルギーについて実施されている他のプロジェクトの状況についても述べてある。

ミズーリ・ローラ大学の微小重力研究は、次の3点に焦点を当てている。

1. 低重力下でのガラス融液の結晶化過程
2. 低重力下でのガラス融液中の対流と均質化
3. 低重力下で作られたガラスの物性測定

次からの各章は、次の内容となっている。

4.2.2では、微小重力下でのガラス研究の概要、4.2.3では、アメリカ合衆国のガラス会社がガラスの品質向上、省エネルギー化、環境保護、ガラスの新規利用分野の開拓を目的としてエネルギー省から予算獲得して進めているプロジェクト、4.2.4ではガラス溶融に必要なエネルギーを減らす目的で実施されているミズーリ・ローラ大学のプロジェクトについて述べてある。

4.2.2 微小重力下でのガラス研究の概要

微小重力下でのガラスの研究は今からおよそ20年前、小型ロケットや宇宙船を利用して開始された。これらでは、5分間から数時間の低重力が得られる。ガラスにつ

いては、おおよそ12種類の研究が実施されてきた¹⁻¹⁵⁾。この数は、他の固体や液体に関する実験よりも少ない。現在までに、ケイ酸塩ガラス、リン酸塩ガラス、フッ化物ガラス、カルコゲンガラスについて研究が行われてきている。

これらの実験で得られた最も重要な事実、微小重力下で得られたガラスはその化学組成から予想されるよりもかなり結晶化傾向が低く、化学的均質性が高いということである。ガラス形成能については、 $\text{CaO-Ga}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ 系では少なくとも3倍大きくなっているが^{7,8)}、定量的なデータまだ得られていない。微小重力下で作られたリン酸塩レーザガラスが放射線ダメージに対してより高いしきい値を示すこと⁴⁾、微小重力で結晶化したケイ酸リチウムガラスではより小さな結晶がより均一に分布していること^{5,6,11)}も、微小重力下で作られたガラスが化学的により均一性が高いことによるものである。

ガラスの核生成、結晶化に関する古典的式には、重力Gに関するパラメータは含まれておらず、微小重力下でつくられたガラスがなぜ結晶化しにくいのかを説明することができない。古典式に含まれて、唯一重力に関係すると思われるのは、粘性の項である。もし、微小重力下で同じ温度におけるガラスの粘性が地上より高ければ、核生成速度とか結晶化速度は、粘性に反比例するため、地上と比べて小さくなる。

ミズーリ・ローラ大学では、NASAプロジェクトで、微小重力下で加熱処理したガラスの核生成速度と成長速度を測定している。ここでの目的は微小重力下で処理したガラス(ケイ酸リチウムガラス)での実測値を地上のそれと比べることである。今までの報告では、微小重力下で作られたガラスは、地上で作られたガラスよりも結晶化しにくくなっており、核生成速度や成長速度が地上のガラスよりも小さくなることが予想される。宇宙で作られたガラスの核生成速度や結晶化速度を測定する最初の実験となる。

最大の疑問は、なぜガラス/融液の粘性が地上より大きくなるかということである。"Shear thinning"として知られる現象がその答えになるかもしれない。"Shear thinning"は、非ニュートン流体においてせん断速度が大きくなると、粘性の減少傾向がみられることを意味している。このようにせん断速度が大きくなると、粘性が低下することは、ケイ酸リチウムを含めて、いくつかの酸化物ガラスで知られている。宇宙では、重力に起因する流れは全く小さく、せん断速度もまた小さくかぎりなく0に近い。つまり、"Shear thinning"は微小重力下では起きず、液体は、より高い粘性を示すことになる。地上での同じ融液に存在する重力起因の対流によるその高いせん断速度によって、1Gでの粘性は小さくなる。

ケイ酸リチウムのようなガラスでは、"Shear thinning"によって微小重力下では、地上の3から5倍ほど粘性が大きくなるというデータがある。つまり、微小重力下の

融液は、1/3から1/100の核生成速度や結晶化速度を示すことになる。別の言い方をすれば、"Shear thinning"の概念によって、微小重力下の融液は、重力に起因する対流が小さくなって"Shear thinning"が起こりにくくなり、より粘稠になって結晶化しにくくなっているのである。

もし、微小重力下での融液の核生成速度や結晶化速度が、地上の融液よりも小さくなっているのなら、結晶化過程の理解が深まり古典式の粘性項に重力依存項を加えることが必要となる。これは、科学的にも、実際の製造工程にも重要なことである。

表4.2-1に、アメリカ合衆国における微小重力下でのガラスの研究プロジェクトのリストをあげておく。

4. 2. 3 DOE予算によるガラスのプロジェクト

4年前にスタートしているが、アメリカ合衆国のガラス産業は、エネルギー省のOITによって、エネルギー効率を上げ、廃棄物を削減し、生産性を向上して環境改善に努める必要のある産業分やとして位置付けられた。これによって、GMICと呼ばれる非営利団体が作られ、技術の優先性を審議し、RD提案を評価し、RD予算をコントロールし、企業間のRDプロジェクトを促進し、共同RD合意をとりつけたりしている。GMICはアメリカンセラミックス学会本部内にある。Mr. Michael Greenman が、理事長 (telephone 410-750-1226 and e-mail: greenman@erols.com and website www.gmic.org)。Mr. Vincent Henry of Visteon Glass Systems がGMICの現在の理事。

GMICは、DOEと会員企業からの予算を管理・執行している。1999年には、OITは2.8百万ドルを次の分野に割り振った。

- a ガラス製造過程の新制御方法
- b ガラス光学ファイバや周辺機器のオンライン監視システム
- c ガラスプロセスセンサーとしての二ケイ化モリブデン
- d 炭酸ガスレーザによる手作りガラスの切断加工
- e ガラス融液中の酸化還元センサー
- f ガラス溶解炉の燃焼と溶融
- g 酸素燃焼炉での耐火物の高温浸食性

毎年、DOEはガラス会社、大学などからの提案を受け付け、DOEとGMICがこれらを評価する。2000年の提案は、(a)生産効率、(b)エネルギー効率、(c)環境、(d)ガラスの新規利用の分野から求められた。政府では、7から10件の採用を考えている。い

ずれも会社には少なくとも50%の経費の負担が必要。

4. 2. 4 ミズーリ・ローラ大学でのガラス製造に関するプロジェクト

1985年にアメリカ合衆国ガラス産業界は、ガラス科学と工学を強化するために、アルフレッド大学内にニューヨーク州立セラミックス専門学校を作った。設立の初年度にそのガラスセンター(CGR)は、National Science Foundation Industry-University Cooperative Research Centerとして認められた。

今日、CGRのメンバーには、フロートガラス、容器ガラス、ファイバ、特殊ガラスのガラス会社をはじめ、ガラスの2次加工、産業用ガス、原料供給、耐火物などガラス産業に関係したの各会社が名を連ねている。学術分野のメンバーや学生・助手が、アルフレッド大学、ミズーリ・ローラ大学、ペンシルバニア州立大学で研究を行っている。

ミズーリ・ローラ大学での酸素燃焼シミュレーション炉

CGRの耐火物部門は、酸素燃焼シミュレーション炉をミズーリ・ローラ大学内に造った。この炉は実際のガラス溶解炉を再現したもので、バーナーの配置を変えられるようになっている。サイズのには、その炉はパイロットタイプであり、実験の種類により、1日100から2,000ポンドのガラスを溶解することができる。この装置には、BOC3,000ガロンの液体酸素タンクを装備して、連続運転ができるようになっている。炉の概略は、www.umd.edu/~lcarroll/cgr/cgra.htmlに掲載されている。

ミズーリ・ローラ大学での研究プログラムの主要目的は、異なった条件、環境下での耐火物の浸食挙動を理解することである。次のプロジェクトが実施されている。

商用ガラスの連続溶融に採用されている酸素燃焼方式の物理シミュレーション(1998-2000)

ミズーリ・ローラ大学のガラス溶融シミュレーターの概念設計では、酸素燃焼シミュレーション、大量のガラス試験ができること、腐食性物質の濃度を変化できること、融液上部の温度と化学種をモニタできること、耐火物の厚さをオンラインでモニタできることとなっている。種々のモニタリング、サンプリング手法が行われ、NaOHが種々の位置に導入されている。この研究では、今までにないガラスプラント耐火物の収集とその特徴づけと、研究室での浸食試験シミュレーションである。この特徴づけ技術には、化学分析、光学観察、SEM、XRD、XRFなどによる解析が含まれる。

ミズーリ・ローラ大学の酸素燃焼炉の化学センシング(2000-2002)

この研究では、炉の設計とバッチの変化が、研究室サイズの酸素燃焼炉シミュレーターの燃焼化学への効果を調べる。ガラス化学と組成も変数のひとつ。また、表面温度、クラウン表面温度を増加するためのバーナーの傾き、バッチからクラウンまでの距離、炎からバッチまでの距離、バーナー調節因子なども、研究対象である。実験では、燃焼炉の中でガスをサンプリングして分析が行われる。実炉でのサンプリングも使われ、リアルタイムでのサンプリング解析が検討される。ガスはまず凝固され、NaOH, Na, H₂Oが分析される。炭化水素種がミズーリ・ローラ大学のクロマト法で分析される。燃焼が安定するまで、サンプリング解析が継続される。1日から2週間かかる。この結果は、蒸発モデル流動モデル、熱力学モデルの結果と比較される。この研究の結果は、実際に重要で、浸食メカニズムの理解と、耐火物の浸食防止につながる。

プラットフォームとしての炉シミュレータ

この炉は、燃焼化学種のオンラインモニタ、温度センサー、耐火物厚さの変化、などのような重要な手法開発の試験に利用できるようにデザインされてきた。現在および将来のゴールは、

1. 酸素燃焼パラメータ、タンク形状、原料を変えることによって引き起こされる、融液接触耐火物の浸食に関する研究
2. 旧来の耐火物を新耐火物に変えた結果の評価
3. 溶融に代わる研究手法の向上
4. 超音波などの手法により、耐火物の状態をオンラインモニタする。
5. マススペクトロスコーピー、ガス-マスなどの方法により、燃焼ガスをモニタする
6. 特殊な方法により、フレイムの解析をする。

4. 3 FIRST ANNUAL REPORT "RESEARCH ON GLASS PREPARATION PROCESS FOR ENERGY SAVING" (原文)

4 MARCH 2000

FIRST ANNUAL REPORT

"RESEARCH ON GLASS PREPARATION PROCESS FOR ENERGY SAVING"

UNIVERSITY OF MISSOURI-ROLLA

GRADUATE CENTER FOR MATERIALS RESEARCH

COOPERATIVE RESEARCH AND DEVELOPMENT PROJECT ON CONVECTION
CONTROL OF GLASSY MELTS AS DETERMINED BY MICROGRAVITY
EXPERIMENTS
NEW ENERGY AND INDUSTRIAL TECHNOLOGY
DEVELOPMENT ORGANIZATION, JAPAN

PREPARED BY

Dr. Delbert E. Day

Dr. Chandra S. Ray

4. 3. 1 INTRODUCTION

This report is submitted as part of the cooperative research between Osaka National Research Institute (ONRI), Nihon Yamamura Glass, Ltd. (NYG), and Osaka Prefecture University (OPU) in Japan and the University of Missouri-Rolla (UMR) in the United States. It covers the period from 1 August 1999 to 1 March 2000. In addition to describing research activities at UMR which are concerned with the properties of glasses prepared at low gravity ($<10^{-4}$ G), this report also contains information on other programs which are in progress and considered relevant to the general topic of energy savings in glass manufacturing. The microgravity research at UMR is focussed on three areas, namely, (1) the crystallization process in glassy melts in low gravity, (2) the convective flow and chemical homogenization in glassy melts under low gravity conditions, and (3) property analysis and characterization of glasses prepared in low gravity. The following sections of this report contain an overview of research on glasses in microgravity, a description of a Department of Energy program that provides funding to US glass companies for the purpose of improving their production and energy efficiency, environment protection, and innovative uses of glass, and a description of other research at UMR which is relevant to reducing the energy needed to melt glass.

4. 3. 2 OVER VIEW OF RESEARCH ON GLASSES IN MICROGRAVITY

Research on glasses in microgravity first started about 20 years ago using sounding rockets and spacecraft which provided low gravity conditions for times

ranging from about 5 minutes up to several hours. Roughly 12 different experiments have been conducted on glasses [1-15], which is a small number in comparison to the number of experiments conducted on other types of solids and liquids. To date, experiments have been conducted on silicate, phosphate, fluoride, and chalcogenide glasses in microgravity.

One of the most important findings from the few experiments conducted to date is that glasses made in microgravity are consistently reported to be, irrespective of their chemical composition, more resistant to crystallization and more chemically homogeneous than equivalent glasses made on earth (1-G). Glass formation has been reported to be increased by at least a factor of three [7,8] for a calcium-gallium-silicate glass melted in microgravity, but the maximum improvement in glass formation is still unknown and has not been quantified. Similarly, a higher threshold energy for radiation damage in phosphate laser glasses prepared in microgravity [4] as well as a more uniform distribution of smaller crystals in a lithium silicate glasses crystallized in microgravity [5,6,11] have been attributed to the better chemical homogeneity of glasses processed in microgravity.

The classical equations for nucleation and crystallization of a glass (or melt) do not contain any parameters that are directly dependent upon the g-value so it is not readily apparent why glasses melted in microgravity should be more resistant to crystallization than equivalent glasses melted at 1-G. One parameter in the classical equations that might be affected indirectly by gravity is the melt (glass) viscosity term. If the viscosity of glasses in microgravity was higher than on earth, at the same temperature, then the nucleation rate and/or crystal growth rate in microgravity would be smaller than that for the same melt on earth (1-G) since both rates are inversely proportional to the viscosity. Hence, the glasses melted in microgravity would be more resistant to crystallization.

In research sponsored by NASA, that is currently in progress at UMR, Ray and Day intend to measure the nucleation rate and crystal growth rate for glasses that are melted and heat treated in microgravity. The objective is to obtain experimental values for glasses processed completely in microgravity and to compare them with the nucleation rate and crystal growth rate measured for the same glass (a lithium disilicate glass will be used) melted and heat treated on earth (1-G). Based on the existing reports that glasses melted in space are more resistant to crystallization than those melted on earth, it is expected that the nucleation rate or crystal growth rate or

both rates will be smaller than the rates measured on earth (1-G). This will be the first time that the nucleation and crystal growth rates have been measured for glasses prepared totally in space.

A major question is why would the viscosity of glasses/melts in microgravity be higher than on earth? The phenomenon known as "shear thinning" may be a partial answer. "Shear thinning" is the reduction in viscosity which occurs with increasing shear rate in non-Newtonian liquids. Such a reduction in viscosity with increasing shear rate (that is, shear thinning) has been reported [15-24] for several oxide glasses, including lithium disilicate. In space, gravity-driven convective flow in the melt can be quite small (ideally, the melt might be completely stagnant) so the shear rate could also be quite small, approaching zero. Thus, "shear thinning" would be absent in microgravity and the liquid would have a higher viscosity (than on earth). Depending upon the extent of gravity-driven convection present in the same melt on earth, the viscosity of the liquid at 1-g could be smaller due to the higher shear rate; i.e., the process of shear thinning.

Data for glasses such as lithium disilicate indicate that the viscosity of a stagnant melt, as in microgravity, can be up to 3 to 5 times larger than the viscosity of the same melt where "shear thinning" (high shear rates) has occurred (as on earth). Thus, a melt in microgravity could have a nucleation rate and crystal growth rate of only 1/3 to 1/100 of rate for a melt on earth. In other words, the concept of shear thinning leads to the conclusion that melts in microgravity, where shear thinning is less likely to occur due to the smaller g-driven convective flow would be more viscous and thus more resistant to crystallization.

If the nucleation rate and crystal growth rate for melts in microgravity are indeed found to be smaller than equivalent melts on earth, then our understanding of the crystallization processes in glasses will be greatly increased and it will be clear that the viscosity term in the classical equations will need to be modified to account for differences in gravity. Such results would have important scientific ramifications and a significant impact on glass manufacturing practices.

A listing of projects in the United States which deal with research on glasses in microgravity are given in Table 4.2-1 below.

4. 3. 3 DEPARTMENT OF ENERGY PROGRAMS DEALING WITH THE MANUFACTURE OF GLASS

Starting about four years ago, the US glass industry was identified by the Department of Energy, through its Office of Industrial Technologies (OIT) as an industry where research was needed to increase energy efficiency, reduce waste, increase productivity and improve environmental performance. This effort resulted in the formation of a non-profit organization called the Glass Manufacturing Industry Council (GMIC) which was formed to identify technology priorities, evaluate R and D proposals (from participating glass companies), manage R and D funding, facilitate R and D projects between companies, negotiate cooperative R and D agreements and determine intellectual property rights. The GMIC office is located at the headquarters of the American Ceramic Society in Westerville, OH with Mr. Michael Greenman serving as Executive Director (telephone 410-750-1226 and e-mail: greenman@erols.com and website www.gmic.org). Mr. Vincent Henry of Visteon Glass Systems is currently president of GMIC.

The GMIC administers funds received from DOE and from participating companies. In 1999 the OIT provided \$2.8 million in cost-shared funding to support research in the following areas.

- a. Advanced Process Control for Glass Production.
- b. On-Line Sensor System for Monitoring the Cure of Coatings on Glass Optical Fibers and Assemblies.
- c. Molybdenum Disilicide Composites for Glass Processing Sensor.
- d. Enhanced Cutting and Finishing of Handglass Using a Carbon Dioxide Laser.
- e. Redox State Sensor Technology in Glass Melts.
- f. Glass Furnace Combustion and Melting User Research Facility.
- g. Diagnostics and Modeling of High Temperature Corrosion of Superstructure Refractories in Oxy-Fuel Glass Furnaces.

Each year the DOE requests proposals from glass companies, universities and others which are evaluated by the DOE and GMIC. For the year 2000 proposals are being sought in the areas of (a) production efficiency, (b) energy efficiency, (c) environment, and (d) innovative uses of glass. The government plans to award from 7 to 10 cooperative agreements which are cost-shared by the company at minimum of 50%.

4 . 3 . 4 OTHER GLASS RESEARCH PROGRAMS AT UMR RELEVANT TO ENERGY SAVINGS IN GLASS MANUFACTURING

In 1985, the U.S. glass industry formed a research center at the New York State College of Ceramics at Alfred University to emphasize glass science and engineering. Within the first year of its foundation, the Center for Glass Research (CGR) received designation as a National Science Foundation Industry-University Cooperative Research Center.

Today, CGR membership represents float, container, fiber and specialty glass companies, secondary processors of glass, industrial gas companies, and materials suppliers and refractory companies for the glass industry. Academic faculty members and graduate assistants conduct research in the laboratories of the three university Center sites: New York State College of Ceramics at Alfred University, the University of Missouri-Rolla (UMR), and at Pennsylvania State University. The satellite center at UMR is headed by Dr. Robert E. Moore.

UMR Oxy-fuel Simulation Furnace

The Refractories Satellite of the Center for Glass Research has completed the construction of an oxy-fuel simulator furnace (OFS) at UMR. This furnace has been designed to reproduce the environment of a working commercial glass furnace, and has flexibility of burner arrangement. The furnace, by its size, is equivalent to a pilot-scale furnace that can melt from about 100 lb/day to 2,000 lb/day, depending on the restrictions and types of experiments planned. The facility has a BOC 3,000 gallon liquid oxygen tank supply that can support running the furnace continuously. A summary of the furnace construction is located at www.umn.edu/~lcarroll/cgr/cgra.html.

The primary objective of the research program at UMR is to conduct studies that will allow understanding of the corrosion behavior of refractories (glass-contact refractories, crown refractories) under different conditions and environments. The following projects are being carried out:

PHYSICAL SIMULATION OF THE OXY-FUEL COMBUSTION METHOD AS EMPLOYED FOR THE CONTINUOUS MELTING OF COMMERCIAL GLASSES, 1998-2000 (R. E. Moore, M. Velez, W. D. Headrick, L. Carroll, C. Carmody)

The concept of the glass melting furnace simulator at UMR is one that features

oxy-fuel simulation, large test specimens replaceability, adjustability of corrodant concentrations, monitoring of temperature and chemistry in the space above the melt, and on-line monitoring of refractory thicknesses. Various monitoring and sampling procedures are to be accommodated and NaOH may be introduced at various positions. This work involves the collection of post-mortem glass plant refractories and their characterization as well as laboratory corrosion test simulation. The characterization techniques include chemical analysis, optical microscopy, SEM with microprobe analysis (EDS), XRD, XRF, and cathodoluminescence microscopy (CLM).

CHEMISTRY SENSING OF UMR-OFS COMBUSTION CHAMBER, 2000-2002 (M. Velez, R. E. Moore, D. Robertson, W. D. Headrick, L. Carroll, J. Almanza)

This work will provide data on the effects of furnace system and batch variables on the combustion space chemistry of the laboratory-scale oxyfuel furnace simulator (OFS). The variables include glass chemistry and batch cover. Furnace system variables might include burner inclination to increase both surface or crown surface temperatures, bath to crown distance, flame to bath distance and burner tuning parameters. The experiments will comprise analysis of the gases in the combustion chamber by sampling the gases with a specially designed heated-end probe that includes a filtering unit. A commercial furnace sampling probe system and pump is also intended to be used and will produce frequent real-time gas samples and the temperature of the gases at location of sampling. Gases will be condensed for chemical analysis of NaOH, Na, and H₂O. Hydrocarbon chemistry will be continuously monitored using a UMR adapted chromatograph system. The sampling will be conducted until the combustion space chemistry has stabilized. Run lengths may vary from 1 day to 2 weeks. The experimental results will be fitted to volatilization models, fluid flow models, and thermodynamic models for equilibrium species. Results of this study will provide data of practical importance in understanding corrosion mechanisms leading to refractory degradation.

The Furnace Simulator as a Platform for Further Testing

The furnace has been designed to serve in the future as a test bed for other important methodologies such as on-line monitoring of combustion space chemistry, temperature sensors, and refractory thickness changes. Current and future goals

include:

- To study the attack of the glass-contact refractories caused by changes in the oxy-fuel parameters, tank geometry, materials selection, etc.
- To evaluate the performance of refractory alternatives to the traditional crown and superstructure refractories including physical aspects, crown design, joint quality, etc.
- To improve methods of post-mortem study.
- On-line monitoring of the conditions of refractories by ultrasound techniques and novel sensing techniques.
- Monitoring of combustion gases to be made via mass spectroscopy or gas chromatography, with the appropriate probe and condensation equipment for trapping condensable species.
- Flame analysis using novel techniques.

4. 4 ミズーリ・ローラ大学との共同落下実験

2000年3月、ミズーリ・ローラ大学のRay教授が来日し、日本側と協力して地下無重力実験センターでの落下実験を実施した。落下実験には、大阪工業技術研究所のガラス微粒子作製装置を改造した落下用装置を用いた。この装置内にミズーリ・ローラ大学が持参したガラス試料をセットし、1G→0G→8Gの重力変化過程におけるガラス融液の結晶化、蒸発などについて調べた。実験で得られたデータ、試料はミズーリ・ローラ大学に持ち帰って解析が進められている。次の情報交換会で実験結果の解析状況の報告が行われる予定である。

REFERENCES

1. C. Barta, L. Stourac, A. Triska, J. Kocka and M. Zavetova, J. Non. Cryst. Solids, 35 & 36, 1239 (1980).
2. C. Barta, J. Trnka, A. Triska and M. Frumar, Adv. Space Res., 1, 121 (1981).
3. C. Barta, A. Triska, V. Ilyukhim and G. Zhukov, Proc. 4th ESA on Mat. Sci. Under Microgravity Conditions, Madrid, Spain, 5-8 April 1983, pp. 79-83 (ESA SP-191, 1983).
4. G. T. Petrovskii, V. V. Ryumin, and I. V. Semeshkin, Steklo i Keramika, 1, % (1983).
5. V. Braetsch and G. H. Frischat, Naturwissen-Schaffen, 73, 368 (1986).
6. V. Braetsch and G. H. Frischat, Proc. ESA on Mat. Sci. Under Microgravity

- Conditions, Bordeaux, France, 2-5 Dec. 1986, pp. 259-262 (ESA SP-256, 1987).
7. C. S. Ray and D. E. Day, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, 87, 239 (1987).
 8. D. E. Day and C. S. Ray, *NASA Technical Memorandum* 4069, Vol. 2, (1988), pp. 537-556.
 9. S. Varma, S. E. Prasad, I. Murley, T. A. Wheat and K. Abe, *Proc. Spacebound*, 91, 248 (1991); *ibid*, 92, 109 (1992).
 10. C. S. Ray, D. E. Day, M. Makihara and J. Hayakawa, *Proc. 19th Int. Symp. on Space Technology and Science (ISTS)*, Yokohama, Japan, 1994, pp. 651-656.
 11. G. H. Frischat, *J. Non-Cryst. Solids*, 183, 92 (1995).
 12. D. S. Tucker, G. L. Workman, and G. A. Smith, *J. Mater. Res.*, 12, 2223 (1997).
 13. D. S. Tucker, R. N. Scripa, B. Wang and J. M. Rigsbee, *Proc. 18th Int. Cong. On Glass*, 5-10 July 1998, San Francisco, CA.
 14. M. Makihara, C. S. Ray, and D. E. Day, *Proc. SPIE*, 3792, 209 (1999).
 15. J. H. Li and D. R. Uhlmann, *J. Non-Cryst. Solids*, 3, 127 (1970).
 16. I. Gutzow, A. Dovreva and J. Schmelzer, *J. Mater. Sci.*, 28, 890 (1993); *ibid* 28, 901 (1993).
 17. J. Schmelzer, R. Pascova, J. Moller and I. Gutzow, *J. Non-Cryst. Solids*, 162, 26 (1993).
 18. A. Habeck and R. Bruckner, *J. Non-Cryst. Solids*, 162, 225 (1993).
 19. R. L. Sammler, J. U. Otaigbe, M. L. Lapham, N. L. Bradley, B. Monahan and C. J. Quinn, *J. Rheol.*, 40, 285 (1996).
 20. J. U. Otaigbe and G. H. Beall, *TRIP*, 5, 369 (1997).
 21. C. E. Crowder, J. U. Otaigbe, M. A. Barger, R. L. sammler, B. C. Monahan and C. J. Quinn, *J. Non-Cryst. Solids*, 210, 209 (1997).
 22. I. Gutzow, B. Durschang and C. Russel, *J. Mater. Sci.*, 32, 5389 (1997); *ibid* 32, 5405 (1997).
 23. J. Deubener and R. Bruckner, *J. Non-Cryst. Solids*, 209, 96 (1997).
 24. T. Isojima, H. Kato, and K. Hamano, *Phys. Lett. A*, 240, 271 (1998).

表4.2-1 NASAの微小重力部門がサポートするプロジェクト

このプロジェクトは、1998年6月14日から16日にアラバマ州ハンツビルでのシンポジウムから選んだ。

Table 4.2-1 The following research projects are supported by the Microgravity Research Division of NASA. These projects were chosen from those described at NASA Microgravity Materials Conference in Huntsville, AL on July 14-16, 1998 on the basis of their subject matter being related to non-crystalline solids. The name of the principal investigator, institution, and title is given.

- a. Day, Delbert E., University of Missouri-Rolla, "Kinetics of Nucleation and Crystal Growth in Glass forming Melts in Microgravity."
- b. Johnson, William L., California Institute of Technology, "Physical Properties and Processing of Undercooled Metallic Glass Forming Liquids" and "Thermo-physical Properties of Undercooled Metallic Glass Forming Alloys-- An Experiment on MSL-1."
- c. Katz, Joseph L., Johns Hopkins University, "Measurement of Liquid to Solid Nucleation Rates in Undercooled Metallic Melts."
- d. Rhim, Won-Kyu X., Jet Propulsion Laboratory, "Undercooling Limits and Thermophysical Properties in Glass Forming Alloys."
- e. Trinh, Eugene, H., Jet Propulsion Laboratory, "Dynamic Nucleation in Supercooled Melts and Measurement of the Surface Tension and Viscosity."

目的に照らした達成状況

目的に照らした達成状況

1. 目的

(1) 微小重力環境を利用したガラス融液の高温物性の測定

ガラス融液（1000～1500℃）の表面張力を正確に求めるために、無重力下で浮遊している真球状の液滴の振動数を計測するための装置を作製する。そして、地下無重力実験センターの落下塔を用いて、微小重力下で液滴状に浮遊したガラス融液の振動を非接触で測定する実験を行う。

(2) ガラス融液内の対流の計測と制御技術の検討

①シリコンオイルを用いたモデル実験装置の作製及び観測手法の確立、②そのモデル実験に対応したコンピュータシミュレーションコードの作成に着手、及び③実際の熔融ガラスを用いてガラスの流れを観測するための小型熔融炉を設計・試作する。また、関連する研究報告の調査も並行して行う予定である。

2. 達成状況

(1) 微小重力環境を利用したガラス融液の高温物性の測定

落下実験に先立ち、実験に供するため、1500℃まで昇温可能な炉を備え、その温度計測と制御、ガラス液滴の振動を撮影するための高速度カメラ、ガラスの浮揚を確認するための CCD カメラなどを組み込んだ装置を製作した。落下実験の途中に操作が必要となる装置は、遠隔操作できるようにした。

ガラスを浮遊させる方法として、初めにばねを使用した実験を行い、次にガラスの下から空気を送って落下前からガラスを浮遊させる実験を行った。後者の方法によって、約 0.2 秒間の高速映像データが得られ、そのデータからガラスの直径を測定できたが、ガラスの振動を測定することができなかった。

一方、C R I 社（アメリカ、シカゴ）でガス流音波浮遊炉による、ガラスの浮揚、熔融、振動実験を行った。その実験手法は落下実験に生かすことができた。また、実験結果は現在解析中である。

一方、文献による物性値の調査、及び地上実験によって、ガラス熔融状態の粘性と電気伝導度の測定を行いデータの蓄積に努めた。

今年度は、一連の実験から今後の実験につながる多くのデータを得ることができ、初年度としての目標を達成できた。

(2) ガラス融液内の対流の計測と制御技術の検討

① 計算機シミュレーション

ガラス溶融炉内の流れを把握することは非常に困難であるので、数値計算による対流解析は有効である。そこで、高温における熱伝導で支配的な輻射の効果を取り込み、また、これまで考慮されていなかった温度差から生じる表面張力差に起因する表面張力流（マランゴニ対流）の効果を取り込んで、第一段階として、2次元非圧縮性 Navier-Stokes 方程式に基づく直接数値シミュレーションコードの作成と検証計算を実行した。また、モデル実験に対応した条件で計算を行い、実験と計算の有機的な結合を図った。

将来、表面張力流の効果を確認して、対流制御に積極的に利用するという目標に対して、計算結果はその実効性を十分予言することとなった。

② シリコンオイルを用いた実験

流体にはシリコンオイルを用いて、モデル実験に供する装置と観測手法を確立した。今年度は2次元の流れを対象として、スリットを通したレーザー光によって可視化した流れのトレーサの軌跡を観測した。上部ヒーターからの加熱によって流れが発生するのを確認でき、時間等条件により流れの分布が変化するのを観測した。

計算機シミュレーション結果との対比から、今後の実験において、熱流束や温度分布の正確な条件設定が必要であることが明らかとなった。

③ 小型ガラス溶融炉による実験

ガラスの流れの観測と各種実験に用いることができる実験装置としての仕様を備えた小型のタンク溶融炉を設計し、製作した。特に、温度分布を形成できるように、加熱はゾーンに分けて独立に設定できるようにした。

びん組成のガラスを用いて種々の性能・機能確認のための予備実験を行い、後年度の実験計画策定のためのデータを得た。そのうち、融液表面の局部加熱実験を試みて、表面張力差が引き起こすと考えられる強い流れを確認した。この予備実験結果によって、プロジェクトのポイントである表面張力流をタンク炉内の流れの制御因子の一つに用いるという目標に、確信を得た。

(3) 国際研究協力（ミズーリ・ローラ大学：UMR）

期間中、双方から3回の交流があった。ワーキングプランを締結して、落下塔実験等、共同研究も含めて協力が推進され、数多くの情報交換がなされた。3月にUMRから年報が出され、大学での研究成果のみならず、アメリカにおけるガラス溶融に関する省エネルギー研究の調査報告があり、省エネルギーのための対流制御技術開発が、日米共通の課題であることが分った。

研究発表・講演、文献、特許等の状況

研究発表・講演、文献、特許等の状況

(1) 研究発表・講演

口頭発表題目	発表先	発表日	備考	発表者	所属
Containerless Glass Melting Under Magnetically Levitated Condition	Special Seminar, University of Missouri-Rolla	1999.11.8	Oral	Masaki Makihara	Osaka National Research Institute, AIST
Three Dimensional Large Amplitude Drop Oscillations in Low Gravity: Experimental and Theoretical Analysis	Special Seminar, University of Missouri-Rolla	1999.11.8	Oral	Hisao Azuma	Osaka Prefecture University
Introduction of our Research Subjects on high-Performance Glasses at the Nihon-Yamamura Glass Company	Special Seminar, University of Missouri-Rolla	1999.11.8	Oral	Hajimu Wakabayashi	Nihon-Yamamura Glass Co.,Ltd.

(2) 研究発表・誌上発表

表 題	発表誌	巻号	ページ	発表年	著者	所属
よくわかるガラスの宇宙・無重力実験	マンスリー近畿	No. 362(11月号)	21-25	1999. 11	牧原正紀	大阪工業技術研究所
微小重力環境を利用したガラスの研究	NEW GLASS	14 巻、4 号	20-26	1999	牧原正紀	大阪工業技術研究所
ガラス微粒子	「地下につくられた小さな宇宙」 (地下無重力センター)		90-98	2000. 3	牧原正紀	大阪工業技術研究所
ガラスと微小重力、最近の動向について	平成 11 年度 宇宙環境利用の展望 (宇宙環境利用推進センター)			2000. 3	牧原正紀	大阪工業技術研究所
特集 ー宇宙・無重力ー	大工研ニュース	44 巻 3 号	1 - 9	2000. 3	牧原正紀	大阪工業技術研究所

(3) 特許等

なし

(4) その他の公表（プレス発表等）

なし

付 録

- 1． 海外調査報告
- 2． 研究推進会議
- 3． 評価委員会

1. 海外調査報告

(1) 共同研究等打合せ

渡航目的 NEDO国際共同研究事業調査・打ち合わせ

期 間 平成11年11月4日～平成11年11月11日

出張者	NEDO	根岸 喜代春	課長代理
	NEDO	石川 信二	主査
	大阪工業技術研究所	牧原 正紀	研究室長
	大阪府立大学	東 久雄	教授
	日本山村硝子株式会社	若林 肇	研究所長

日 程

月／日	出発地	到着地	訪問先	目 的
11／4 、 11／6	伊丹・ 成田	(シカゴ経由) エバンストン	Containerless Research Inc.	・ 浮遊溶融実験立会 ・ 依頼実験の計画及び 報告書内容の打ち合 わせ
11／7	シカゴ	(セントルイス経由) ローラ	Day 教授宅	表敬訪問
11／8		ローラ	ミズーリ・ローラ大学 (UMR)	・ 表敬訪問 (副学長、 学部長等) ・ セラミック工学科及 び材料研究センター (紹介、見学) ・ UMR ガラス研究 紹介 ・ Special Seminars (牧原、東、若林)
11／9		ローラ (会議後、セントル イスへ移動)	MO-SCI Corp	・ 工場見学 ・ 日米共同研究に関す る会議 (内容・計 画打ち合わせ)
11／10	セント ルイス	(シカゴ経由)	移動	
11／11		成田・伊丹		

出張概要

1. Containerless Research Inc. (CRI)

日 時 11月4日(木)～11月6日(土)
場 所 906 University Place, Evanston, IL 60201-3149
Phone: (847)467-2678 Fax: (847)467-2679
面会者 Dr. Paul Nordine President
Dr. Richard Weber Director and Principal Scientist
Dr. Shankar Krishnan Director and Principal Scientist
Mr. John Nordine Director of Business Operations
Mr. Johan Abadie Material Research Scientist
Ms. April Hixson Research Associate

内 容

ガス流音波浮遊装置(AAL)を用いたガラス溶融実験を依頼しているので、その実験の立会と実施を行い、その上で今後の実験方法と条件、出力データ形式、及び報告書の内容について、話し合いをもった。その2週間後、“Containerless Processing of Glass Materials”と題する約40頁の報告書とAALを用いた浮遊溶融に関する7報の研究報告(参考文献)、ビデオテープデータ、コンピュータ記録データが送付されてきた。

CRIの紹介及び実験の詳細、報告書の内容については、第2章 2.2に述べられている。

2. ミズーリ・ローラ大学 材料研究センター

日 時 11月8日(月)
場 所 Martin E. Straumanis Hall, 1870 Miner Circle, Rolla, MO 65409-1170
Phone: (573)341-4873 Fax: (573)341-2071
面会者 Dr. Delbert E. Day Professor
Dr. Chandra S. Ray Research Professor
Dr. Richard K. Brow Professor

Dr. Wayne Huebner Chairman of Ceramic Engineering
Dr. Walter J. Gajda Vice Chancellor for Academic Affairs
Dr. James O. Stoffer Director for Materials Research Center

内 容

このプロジェクトの国際共同研究先であるミズーリ・ローラ大学 材料研究センターを訪問して、表敬、お互いの研究紹介、研究室見学、特別セミナーでの講演など忙しいスケジュールをこなした。

午前中は副学長のDr. Gajda教授とセラミック工学科長Huebner教授を表敬訪問して、大学及びセラミック工学科の紹介を受けた。Day 教授、Ray 教授、Brow 教授からの研究紹介と研究室の見学とを併せて概観できたことは、セラミック工学系では電子材料や固体燃料電池などのいわゆるニューセラミックスの研究と、ガラスに関してはガラスの核生成と結晶化、ガラス構造・物性、物質の表面・界面など基礎科学的な研究をベースに踏まえて、ガラスパッケージやシーリング、光スイッチなどフォトリソ材料、医療用ガラスなど先端材料の開発研究が行われていることである。特に、NASA から委託されている微小重力環境を利用したガラスの生成に関するプロジェクトは、本研究開発と密接に関係しており、今後とも情報交換は有意義である。

午後は材料研究センター主催の特別セミナーが開催され、教職員、研究生など十数名の参加者があり、日本側から3件のプレゼンテーションを行った。

共同研究相手方の機関概要、提供を受けた文献、資料等、詳細について、また、翌日（11月9日）、MO-SCI Corp. で開催された共同研究に関する打ち合わせの記録については、第1章 1. 3に記述されている。

3. MO-SCI Corporation

日 時 11月9日（火）
場 所 4000 Enterprise Drive, P.O.Box 2, Rolla, MO 65402-0002
Phone: (573)364-2338 Fax: (573)364-9589
会見者 Mr. Ted Day Vice President

内 容

MO-SCI は従業員数20名余りの開発型ベンチャー企業で、各種用途の球状ガラス、医療用ガラスファイバーなどを主として生産しており、その他、新しいガラスの開発も手掛けている。開発、試験等はミズーリ・ローラ大学の支援を得て進めている。

見学させて頂いたが、品質を商品の一つとして売り物にしているだけあって、大変クリーンに保たれた工場や試験室の随所にキーポイントとなる生産環境の配慮が伺われた。

球状ガラスの作製は火炎吹き上げ法が採用されており、無容器・浮遊状態でガラスが再熔融されていた。

（2）国際会議

渡航目的 調査

期 間 平成11年10月3日～平成11年10月8日

出張者 大阪府立大学 東 久雄 教授

IAF（International Astronautical Federation、国際宇宙航行会議）は世界最大の宇宙に関する国際会議で、毎年開催され、世界各国の宇宙開発、研究関係者が千人以上参加する。今回はその50回目、オランダ国アムステルダム市で開催された。会議は盛会で登録料を払った正式な参加者は1300人と言われている。展示を行った会社等は200社あまりである。筆者は2004年か5年に大阪でこの会議を開催するための調査も行った。総予算は2億円を超えており、その内訳に付いてはIAF事務局でも説明できず、後日送ってもらうこととなった。うわさでは、2004年以降大阪で開催される公算が大となった。

研究発表内容はあらゆる分野に渡っているが、筆者は Symposium of Microgravity Sciences and Processes に出席した。以下に一週間のIAFでの出席を示す。

10月3日（日）Microgravity Sciences and Processes Committee に出席、今回の会議および来年度の会議について打ち合わせを行った。会議は主として Microgravity Sciences and Processes Symposium に出席した。出席したシムポジウムの内容は以下の通り。

10月4日（月）開会式。オランダ王室プリンス列席のもと、五代会長等の挨拶。Gravity and Fundamental Physics

10月5日（火）Microgravity Engineering Sciences

10月6日（水）Results of Microgravity Experiments

10月7日（木）Scientific Results from Ground-Based Experiments （ラポターを勤める）

10月8日（金）Facilities and Operations in Microgravity

会議は微小重力環境下での実験、そのための地上実験等のアカデミックな発表を中心として行われ、おおいに得るところがあった。

研究者との交流では、本プロジェクトと関連のある、電磁浮揚 TEMPUS の研究を DLR で担当している、A. Diefenbach 女史と交流の機会を得ることが出来た。今後の交流も可能となった。その他、以下の収穫を得た。カナダ宇宙機関の Dr Herring から、カナダがスペースシャトル STS116 で行う、MIM（微小重力振動防止装置）を用いた重力揺らぎに関する実験に参加するよう要請された。今後詰めていくことになった。

2. 研究推進会議

研究開発の内容を深め、効率的に研究開発を進めるため、随時、研究推進会議を開催し、研究開発の進捗状況の相互確認、スケジュールの設定等に関し話合を行った。

開催日、及び開催場所は下記の通りである。

第1回：平成11年8月20日	日本山村硝子株式会社
第2回：平成11年9月20日	大阪府立大学
第3回：平成11年10月18日	日本山村硝子株式会社
第4回：平成11年12月9日	大阪工業技術研究所
第5回：平成12年2月9日	NEDO北海道支部
第6回：平成12年3月10日	大阪府立大学
第7回：平成12年3月17日	大阪府立大学

以下、各会議の概要を記す。

第1回研究推進会議

日時：平成11年8月20日 14:00～18:00

場所：日本山村硝子株式会社 ニューガラス研究所

出席者：

大阪府立大学 東教授、比江島助手、

日本山村硝子（株）ニューガラス研究所 若林所長、小西研究グループリーダー、
森研究員、窯業技術部 鳥居課長。

内容

(1)実施計画書の説明

- 1) 常圧でのガラス表面張力測定に関する質疑応答
測定方法：リング法等。
- 2) スケジュールの説明
平成11年度は周辺を固める。

小型溶融炉は、日本山村硝子(株) 尼崎工場敷地へ設置。

炉の改造、計測は、来年、再来年に実施予定。

3) 実施計画書文面についての説明

4) 費用についての説明

(2)微小重力実験についての打合せ

1)実施計画について、

2)ガラス種について

(3)模型実験についての報告、打合せ

1)模型材料、サイズについて

2)流れ、温度計測法について

三次元計測法、速度算出法。

温度、温度分布計測法。

(4)ガラス流れ関連文献検索（1970 年以降）結果の報告

模型実験、計算機実験、実炉実験に分類できる。

計算機実験：最も多い。

実炉実験：少ない。

計算機実験、模型実験、実炉実験を組み合わせた実験は、今回が初めて。

(5)小型溶融炉構想についての報告

計算機実験、模型実験との対応の付け易さに主眼を置く。

ホットスポット作製法案。

ガラス溶融槽のサイズ、引上げ。

ガラス溶融熱源。

(6)計算機実験についての報告、打合せ

コンピュータプログラム作成進行中。

必要なデータ値。

(7)微小重力実験炉の仕様についての打合せ

溶融ガラス球の振動計測法、計測位置。

ガラス温度計測法。

ガラス体積、ガラスを置く台。

ヒーター、温度範囲、サイズ。

使用しうる電源容量。

第2回研究推進会議

日時：平成11年9月20日 14:00～18:00

場所：大阪府立大学工学部 航空宇宙工学科

出席者：

大阪工業技術研究所 牧原室長、

大阪府立大学 東教授、比江島助手

日本山村硝子(株)：ニューガラス研究所 若林所長、小西研究グループリーダー
橋間主任研究員、山田研究員、森研究員。

内容

(1)実施契約についての報告

(2)進捗状況についての報告、打合せ

1)日本山村硝子(株)

①小型溶融炉仕様

サイズ：ほぼ実炉に相似。

熱源：電気。

加熱方式：直接通電加熱方式と間接加熱方式の二方式併用。

電極材料：モリブデン。

②電気炉の文献を紹介。

2)大阪府立大学

①模型実験

装置材料購入状況。

装置構想：流体、トレーサー、ヒーター。

②微小重力実験

外枠組立状況。

(3)微小重力実験についての打合せ

ガラスの径の目標。

微小重力実験に使える電力、時間。

第3回研究推進会議

日時：平成11年10月18日 13:00～16:00

場所：日本山村硝子(株)播磨工場

出席者：

大阪工業技術研究所 牧原室長、

大阪府立大学 東教授

ミズーリ・ローラ大学 Ray 教授

日本山村硝子(株)：ニューガラス研究所 若林所長

内容

ガラス溶融炉の見学。意見交換。

第4回研究推進会議

日時：平成11年12月9日 13:30～18:00

場所：大阪工業技術研究所

参加者：

大阪府立大学 東教授、津丸氏

大阪工業技術研究所 牧原室長

日本山村硝子(株) ニューガラス研究所 若林所長、小西 研究グループリーダー、
橋間主任研究員、窯業技術部 鳥居課長。

内容

(1)進捗状況についての報告、打合せ

1)微小重力実験

電気炉使用現況、電源。

微小重力実験現況。

2)ガス流浮遊実験（アメリカ CRI）

実験装置、溶融びんガラス（白、茶、黒）球の浮遊振動。

3)模型実験

予備検討用模型。

実験現況、今後。

4)小型溶融炉

炉図面、表面流れ観察法。

5)国際研究協力

ミズーリ・ローラ大学との研究協力内容に関する報告。

(2)スケジュールの打合せ

1)微小重力実験、小型溶融炉実験。

2)平成12年度。

(3)評価委員会についての報告、打合せ

1)評価委員メンバー。

2)スケジュール、分担、提出資料。

(4)成果報告書についての打合せ

目次、内容、執筆分担、フォーマット、量、図表、締切日。

第5回研究推進会議

日時：平成12年2月9日 9:45～11:15

場所：NEDO 北海道支部

出席者：

NEDO 石川主査、

大阪工業技術研究所 牧原室長、

大阪府立大学 東教授、

日本山村硝子(株) ニューガラス研究所 若林所長、小西 研究グループリーダー。

内容

(1)評価委員会についての報告、打合せ

アンケート受領状況、委員の意見、対応。

(2)成果報告書についての打合せ。

記載要領について。

(2)進捗状況についての報告、打合せ

1)微小重力実験

現況報告、対応策。

2)対流シミュレーション

2次元コード作成完了。

3次元コード作成予定。

3)小型溶融炉

①実験現況及び問題点

構築、加熱、ガラス溶融。

温度制御、温度計測、表面流観測、ホットスポット作製等。

(3)平成12年度スケジュールについての打合せ

計画内容まとめ～契約迄のスケジュール及び海外調査先の検討。

(4)成果報告書についての打合せ

スケジュール等検討。

第 6 回研究推進会議

日時：平成 12 年 3 月 10 日 13:00～16:00

場所：大阪府立大学

出席者：

大阪府立大学 東教授、

日本山村硝子(株) ニューガラス研究所 若林所長、小西副参事、橋間主任研究員、
山田研究員、森研究員。

平成 11 年度成果、平成 12 年度計画に関し意見交換。

(1) 微小重力実験

平成 11 年度

装置完成、実験。

平成 12 年度

カプセル内雰囲気、ガラス搭載台材質、地上浮遊実験等検討。

(2) コンピューターシミュレーション

平成 11 年度

二次元のコード完成。

平成 12 年度

三次元のコード作成。ヒータ輻射熱、ガラスの流入流出考慮。

(3) 模型実験

平成 11 年度

流れの写真撮影。

平成 12 年度

大きな流れ、ガラスの流入流出条件での三次元流れ、流速観察。

(4) 小型溶融炉

平成 11 年度

炉構築。炉中心部のガラス温度測定、ホットスポット作製、表面流れ観察。

平成 12 年度

計測容易化等のため上部構造修理予定。

(5) 高温物性測定

平成 11 年度

粘度、電気伝導度測定。

平成 12 年度

表面張力測定。

第7回研究推進会議

日時：平成12年3月17日 10:00～13:30

場所：大阪府立大学

出席者：

大阪府立大学 東教授、比江島助手、

大阪工業技術研究所 牧原室長、

日本山村硝子(株) ニューガラス研究所 若林所長、小西副参事、橋間主任研究員、

山田研究員、森研究員。

内容

(1) 模型実験についての報告

サーモグラフィーで温度分布測定。熱電対で温度チェック。

(2) 成果報告書についての打合せ

章建て、分担、書式、図、図番、ページ、原稿提出期限等。

(3) 平成12年度年度計画についての報告、打合せ

予算、委託説明書（基本計画）変更内容等。

(4) 特許化の検討

(5) 他

以上

3. 評 価 委 員 会

(1) 評価委員会の設置について

プロジェクトの立ち上げ時から評価を実施するという工業技術院の方針に基づき、本プロジェクトについて日本山村硝子株式会社内に評価委員会を設置し、本年度は委員会を1回開催した。なお、評価委員は、ガラスの無重力溶融、融体物性、流体の各専門家をお願いした。

今回は最初的评价委員会であるので、評価委員会の設置趣旨の説明、プロジェクトの基本計画と研究開発内容の概要説明を行った後、評価委員会は実施計画内容の評価、評価項目・評価基準の審議、及び評価方法の検討を行った。

(2) 評価委員

委員長	近畿大学 理工学部 経営工学科	小見山 亨 教授
委員	九州大学大学院 総合理工学学研究所	森永 健次 教授
委員	東京理科大学 理工学部 機械工学科	河村 洋 教授

(3) 評価委員会の開催

日 時 : 平成12年1月21日(金) 14:00～17:30

場 所 : 日本山村硝子(株) テクニカルセンター4階 役員会議室

1) 議事次第

- ・評価委員会設置趣旨について
- ・評価委員の選出、委員会名称、運営方法
- ・委員会出席者紹介
- ・基本計画及び平成11年度実施方針について

[評価委員長 司会：小見山教授]

- ・研究開発実施計画及び体制の説明
- ・研究進捗状況報告(評価対象外)
- ・評価項目・評価基準の審議
- ・質疑応答、コメント等

2) 見学会

実験用小型炉見学 (尼崎工場へ移動)

3) 内容

- ・ N E D O より委員会設置趣旨について説明を行った。
- ・ 日本山村硝子(株)より委員会運営方法について提案があり、承認された。
- ・ N E D O より基本計画及び平成11年度実施方針について説明を行った。
- ・ 日本山村硝子(株)より研究開発実施計画及び体制について説明を行った。
- ・ N E D O より評価項目、評価基準(案)について説明を行い、アンケート形式による評価・コメントの提出が承認された。

[評価項目と評価・コメントは以下の通り]

(評価項目)

A. プロジェクトの設計・運営に関するもの

1. 目的・意義

- (1) 意義・目的の明確性、的確性
- (2) 問題解決、実用化の見通しの明確性
- (3) 関連技術動向把握の正確性
- (4) プロジェクトの緊急性
- (5) 総合評価

2. 目標

- (1) プロジェクトの性格等の明確性
- (2) 目標設定の妥当性
- (3) 目標水準の妥当性
- (4) 総合評価

3. 国のプロジェクトであることの妥当性

4. 研究開発体制

- (1) 実施体制選択の妥当性
- (2) 総合評価

5. 計画内容

- (1) 計画内容の具体性、妥当性
- (2) 実用化へのシナリオの妥当性
- (3) 総合評価

6. 今年度の進捗状況

(評価結果)

下記のコメントを除き、いずれも妥当である旨の評価をいただいた。

コメントは、関連技術動向把握の正確性に関し、「ガラス融液内の対流を支配する、ガラス融液の密度特性・粘性特性等、表面張力以外の因子について、十分把握すべきである」、また計画内容の具体性、妥当性に関し、「ガラス融液内部の速度分布の測定方法を具体的にすべきである」、さらに実用化へのシナリオの妥当性に関し、「融液対流の制御指針を明確にすべきである」というものである。これらについては、日本山村硝子(株)より、考え方と今後の研究開発の中で明らかにして行く旨の説明があり、了承された。

以上

禁無断転載

「微小重力環境を利用したガラス融液内対流制御技術の研究開発」

平成11年度 成果報告書

発行：平成12年3月

新エネルギー・産業技術総合開発機構

〒170-6028 東京都豊島区東池袋3-1-1

電話：03-3987-9357

日本山村硝子株式会社

〒662-8586 兵庫県西宮市浜松原町2-2-1

電話：0798-32-2300