



# 私の論文

今振り返ってみて、行間にこめた思い、エピソード

## 液中の滞留時間に着目した粒子の侵入・浮上挙動の観察と解析\*

Observation and Analysis of Penetration and Flotation Behavior of a Particle Focusing on Detention Time in Liquid

松澤玲洋 日本製鉄(株) 技術開発本部 北日本技術研究部 主幹研究員  
Akihiro Matsuzawa

### 1 はじめに

この度、2021年俵論文賞を受賞させていただいた拙著「粒子の侵入・浮上挙動に及ぼす濡れ性の影響」<sup>1)</sup>について論文執筆に至る経緯などを紹介する機会を得た。本論文は粉体を用いる精錬プロセスの反応効率化に向けた基礎的な検討として、液体中へ侵入する粒子の最大侵入深さや滞留時間に及ぼす濡れ性の影響を解析したものである。

本研究は低硫鋼溶製の効率化ニーズを背景としている。鋼材の高強度化・高機能化に伴い、主にMnSの生成を抑制するため要求S濃度は低く設定されることが多い。二次精錬の脱硫処理には様々な方式があるが、生産性を重視するミルにおいてRHにおける粉体吹き込みや粉体吹き付けは広く用いられている。しかし、RH真空槽内の現象を直接的に観察することは容易でなく、計測手段も限られている。RHを模擬した水モデル装置により可視化実験を行うことで、実プロセスの現象にアプローチできないか。私が当時所属していた研究部の部長であり、本論文の共著者でもある笹井さんの発案により、減圧下におけるガスや粉体(粒子)の挙動を水モデルで観察する研究を始めることになった。しかし、そのような実験装置が元々あった訳ではないので、最初に行ったのは図1<sup>2)</sup>に示す実験装置の設計・製作であった。この装置を立ち上げた後、第1報として粒子侵入速度の影響について検討した<sup>2)</sup>。本論文はそれに続く第2報の位置付けである。さらに口頭発表のみではあるが、雰囲気圧力の影響についても検

討している<sup>3)</sup>。本稿では研究の着眼点と論文の概要を述べた後、実験装置の設計から立ち上げまでの経緯と今後の課題について述べる。

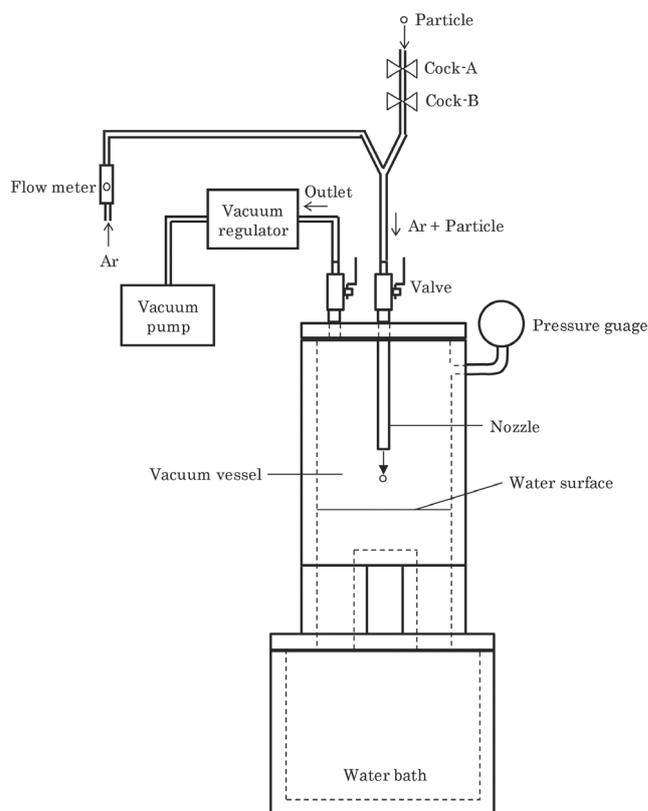


図1 実験装置の模式図

\* [今回の対象論文]

松澤玲洋, 笹井勝浩, 原田 寛, 沼田光裕: 「粒子の侵入・浮上挙動に及ぼす濡れ性の影響」, 鉄と鋼, Vol.106 (2020), No.10, pp.697-707 (第84回俵論文賞受賞)

## 2 研究の着眼点

液体中へ侵入する粉体や粒子の挙動においてポイントとなるのは、①気液界面を通過する際の現象、②最大侵入深さ（最大到達距離）、③液中への分散性や滞留時間、の3点である。これらの項目に対し、従来から様々な研究が行われてきた。手法としては水モデル実験が多く、アプローチとしては、粉体のマクロな挙動を観察する方法<sup>48)</sup>と、1個の粒子（単一球）に絞って現象を詳細に観察する方法<sup>9-13)</sup>の2つがある。前者の粉体のマクロな挙動に関しては侵入挙動、最大侵入深さ、分散性や滞留時間についてそれぞれ知見が報告されており、後者の単一球の観察に関しても侵入挙動や最大侵入深さについて詳細な検討が行われている。しかし、単一球の液中の滞留時間という観点では先行研究が見当たらなかった。そこで筆者らの水モデル実験は「1個の粒子について侵入から浮上までトータルの挙動を観察する」ことを基本的なアプローチとした。

実験に使用する粒子の条件は、①水より密度が小さいこと、②キャリアガスによる吹き付けが可能であること、③観察しやすいサイズであること、の3点である。このため、実験器具のカタログで容易に入手できるポリプロピレン球（密度： $0.91 \text{ g/cm}^3$ ）を使用することにした。粒径はカタログ掲載品で最も小さい3.2 mmとした。本来は粒子径も実験水準として振りたかったが、3.2 mmより上のサイズの粒子は粒子を吹き付けるノズルの上方にあるバルブを通れないため、粒子径は固定とした。

粒子挙動の観察は、まず初めにキャリアガスのAr流量やノズルと水面の距離を変えることで粒子侵入速度を変化させ

た<sup>2)</sup>。その結果、粒子表面に付着した「残留気泡」が粒子の滞留時間を支配する重要なキーであることが分かった。そこで次に、粒子の濡れ性を変えて実験を行い、残留気泡の支配因子を検討したのが本論文の研究である。

## 3 論文の概要

粒子と液体の濡れ性が侵入・分散挙動に対して重要な因子であることは、従来研究で多くの報告例がある。しかしながら、1個の粒子に着目した場合の最大侵入深さや滞留時間に及ぼす濡れ性の影響について先行研究は見当たらなかった。そこで本論文では、ポリプロピレン球（水との接触角 $\theta = 95^\circ$ ）に市販の撥水剤あるいは親水剤を十分に塗布することで濡れ性を変化させた。これにより粒子のサイズと密度を変えることなく $\theta$ を $6^\circ$ から $129^\circ$ まで広く取ることができた。

高速度カメラで撮影した粒子の侵入・浮上挙動の例を図2に示す。粒子の突入により水面が粒子に引っ張られ、気柱が生成した。その後、気柱にくびれが生じて破断し、気柱の一部が粒子表面に残留して気泡（図2では直径4.3 mm）になった。気柱破断後の粒子はある深さに到達したところで侵入が停止し、その後は水面へ浮上した。

撮影した画像から最大侵入深さや残留気泡径などを計測し、濡れ性の影響を解析した。その結果、粒子侵入速度が同じでも濡れ性が低（ $\theta$ が大）の粒子は最大侵入深さが小さくなり、かつ残留気泡径が大きくなるため短時間で水面へ浮上した。一方、濡れ性が高（ $\theta$ が小）の粒子は最大侵入深さが大きくなる傾向にあり、さらに水中で粒子と水の濡れが進行することで残留気泡が粒子から離脱し、滞留時間が長くなっ

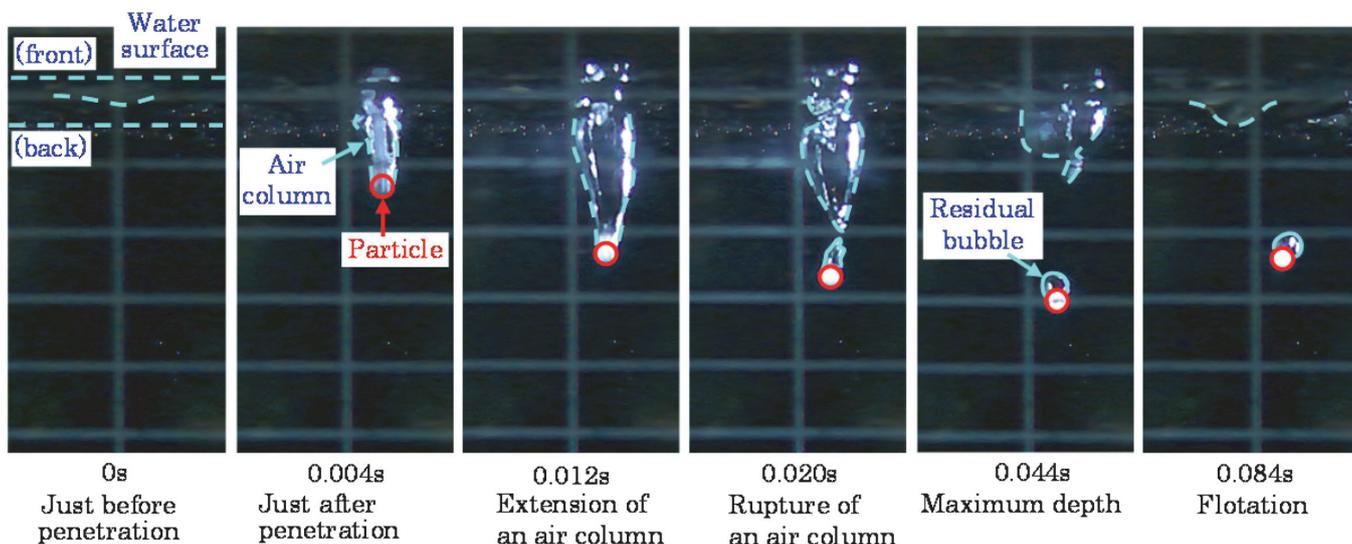


図2 粒子の侵入・浮上挙動の例 ( $\theta = 129^\circ$ ) (Online version in color.)

た。最大侵入深さ  $L_{max}$  と粒子滞留時間  $t_d$  の関係を図3に示す。左側の (a) は  $\theta$  で層別したグラフ、右側の (b) は残留気泡径  $d_B$  で層別したグラフである。実験値は上下2つのグループに分離し、 $\theta$  ではなく  $d_B$  の大小と対応している。つまり、 $t_d$  に対して  $\theta$  ではなく  $d_B$  が直接的に影響していることが分かる。そこで考察では  $d_B$  がどのような因子に支配されているのか、そして  $\theta$  が  $d_B$  の大小に対してどのように関与するのかを検討した。

図2に示したように、粒子侵入に伴って生成した気柱の一部が粒子表面に残ることで残留気泡は生成する。このため、気柱が破断する直前の段階で、粒子表面のどの位置に気柱が付着しているかが重要である。そこで酒井ら<sup>13)</sup>の研究を参考にして、図4に示す気柱剥離角  $\beta_{ave}$  により気柱の付着位置を評価した。その結果、図5に示すように粒子侵入速度や  $\theta$  が

異なる条件であっても  $d_B$  を  $\beta_{ave}$  で統一的に整理することができた。これは、粒子侵入速度や  $\theta$  が大きくなると粒子表面の液膜が進展しにくくなるため気柱の付着位置が粒子の進行方向側へ変化し、気柱の幅が広がるとともに粒子後方の離れた位置で気柱が破断するためであると考えられる。

最大侵入深さに対する  $\theta$  の影響についても  $\beta_{ave}$  で説明することができる。詳細は省略するが、 $\theta$  が大となって気柱の付着位置が粒子の進行方向側へ変化すると粒子が気液界面を通過する際に表面張力から受ける力が増加する。これにより運動エネルギーのロスが増加し、最大侵入深さが小さくなると考えられる。

以上のように、濡れ性によって粒子の最大侵入深さや滞留時間が変わるのは気柱が粒子表面に付着する位置の変化に起因しており、「気柱剥離角」を用いることで説明できることを

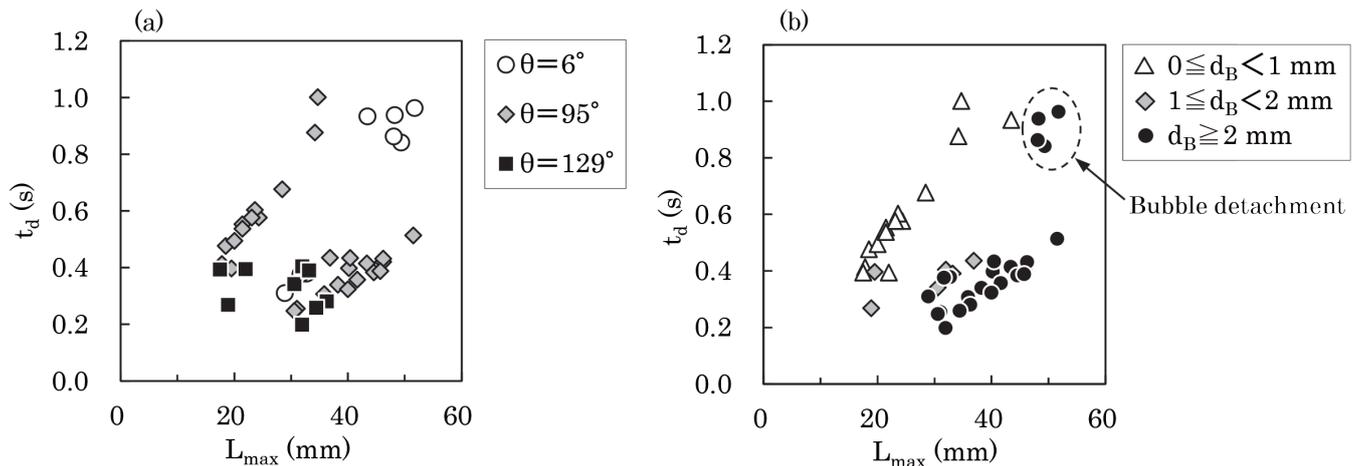


図3 粒子の最大侵入深さと滞留時間の関係

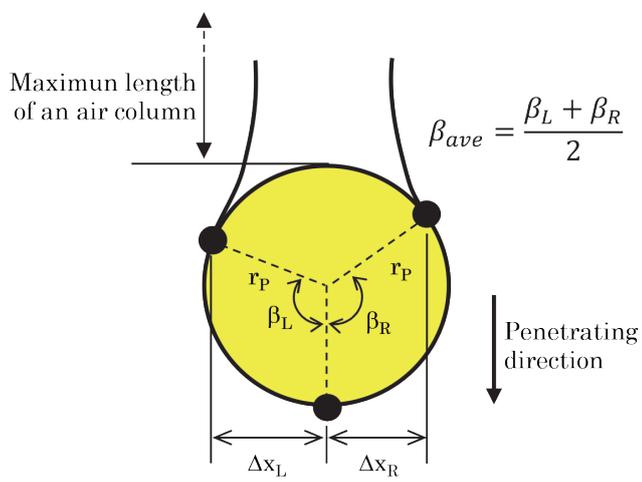


図4 気柱剥離角の定義 (Online version in color.)

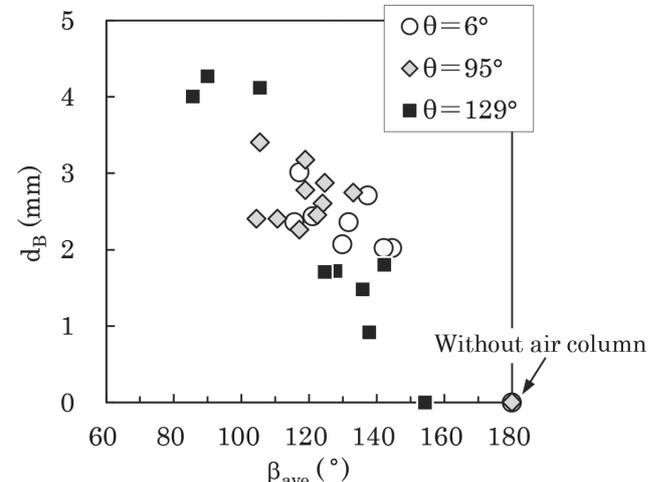


図5 気柱剥離角と残留気泡径の関係

明らかにした。

## 4 水モデル実験装置の設計から 立ち上げまで

冒頭で述べたように、一連の研究は実験装置の設計から始まった。最初から単一球の侵入・浮上にターゲットを絞っていた訳ではなく、「水モデル実験を通じてRHにおける環流挙動や減圧下のガス・粉体挙動をイメージアップする」ことを指向したため、装置の形状はRHをベースとした。ただし、実験の目的に対応して一部をデフォルメした。まず内部を減圧できるように取鍋に相当する水槽部分に上蓋を付け、浸漬管と一体にすることで密閉構造にした。次に、実機のRHは真空槽も浸漬管も円筒状であるが、アクリルでは内部が歪んで見える恐れがあるため矩形とした。したがって装置の外観は直方体が連結したような形状をしている。

装置の形状・寸法の設定や設計図の素案作成は最も苦労した点であった。どの部分を取り外せるようにするか、どの位置にどのサイズのバルブを取り付けるか、真空ポンプやレギュレーターなどの付帯機器は何を使用するのか、装置本体と付帯機器をどのようにセットアップするのか、など決めるべき項目は予想以上に多かった。自分で実験装置を設計・製作するのは大学では当たり前のことであると思うが、筆者にとっては学生時代も含めて初めての経験であり、四苦八苦の毎日であった。装置の製作はプラスチック製の実験機器を製造しているメーカーに依頼し、担当者とやり取りしながら設計図の修正を重ね、検討を始めてから2ヶ月前後で何とか発注に漕ぎつけた。装置納入後は作業手順書の作成、作業安全のリスクアセスメントを行い、実験を立ち上げた。

立ち上げ後は装置の基本特性を把握するため、減圧下でArガスを上吹きして水面の凹み(キャビティ深さ)からガス流速を評価する実験や、浸漬管の部分から環流ガスを吹き込んでトレーサー粒子の挙動から環流流速を評価する実験などを行った。単一球吹き付けの実験に進んだのは立ち上げから約半年後であった。粉体吹き付け実験であれば吹込速度の制御が必要となるが、単一球吹き付けはキャリアガスの流路の途中に粒子を落として合流させれば良いので、実験そのものは容易であった。

単一球の実験を始める前は、粒子の最大侵入深さが大きくなるほど、水面まで浮上する時間も長くなると考えていた。つまり粒子の侵入速度が高くなるほど滞留時間も長くなるという、単純な予想である。しかし実際に観察してみると、侵入速度を高くするほど最大侵入深さは大きくなるが短時間で浮上してしまう結果となり、粒子表面に付着する残留気泡が浮上挙動に大きな影響を及ぼすことが判明した。この次に

行ったのが本論文における濡れ性を変える実験である。

先に述べたように水モデル実験を立ち上げるまでは苦労が多かったが、実験の方法や条件を想定しながら装置を設計するというのは経験として得るものも多かった。また、高温の実プロセスでは観察が困難な現象を、モデル実験により可視化して観察することは、相似則の問題はあるにせよイメージアップの有効な手段であることを実感した。さらに、この実験装置は当初想定していない利点もあった。それはインターン実習生のテーマとしての活用である。RHのように内部が見えにくい装置内の現象をイメージすることは実習生にとって容易ではないが、水モデル実験は実プロセスで起こっていることをイメージするのにうってつけであるし、1回の実験が短時間で済むのでN数も確保しやすい。この実験装置を用いたインターン実習は、筆者以外が指導員になったケースも含めてこれまで4名受け入れた。高速度カメラの画像とにらめっこしながらの解析は大変であったと思うが、「どういうことが起こっているのか」「観察事実をどう解釈するか」と頭を巡らせるには良い題材になったのではないだろうか。「面白かった」と思ってもらえていれば幸いである。

## 5 終わりに

「RH内部の現象を可視化する」というテーマで実験装置の設計・製作・立ち上げからデータ取得・解析、学会発表・論文文化までを一通り経験し、様々なことを学ぶことができた。「もっとこうしておけば良かった」と反省する点もあるが、論文賞という大きな結果に結びついたのは望外の喜びである。

さて、粉体吹き込み・吹き付けの研究における今後の課題は主に2点あると考える。1つは液浴流動の影響である。RH模擬の実験装置を製作したのであるから、当然ながら浸漬管からガスを吹き込み、環流を付与した条件での単一球吹き付け実験も行った。しかしながら、粒子が流動に巻き込まれて不規則な動きをしたり、横方向に流されて水面へ浮上する前に高速度カメラの撮影範囲から外れたりするケースが多く、解析に堪えるようなデータを取得できなかった。これは液体と粒子の密度差が実プロセスより小さいために流動の影響を過剰に受けしてしまうことが原因と考えられる。したがって筆者の実験では環流が粒子の侵入・浮上挙動にどのような影響を及ぼしているかを明らかにできていない。この点に関しては、同僚である久志本惇史氏が水面へ突入する粒子群の挙動を水モデル実験で詳細に観察<sup>14)</sup>しており、水面上の粒子の堆積が侵入のネックになること、環流が速くなるほど水面近傍の粒子が巻き込まれやすくなり侵入効率が向上することを示している。これは非常に興味深い知見である。このように液浴流動が粒子の侵入・分散に及ぼす影響は、今後解明が期待

されるポイントである。

もう1つの課題は多数粒子の侵入・浮上挙動の数値シミュレーションである。単一球の侵入・浮上挙動に関しては3次元の計算<sup>15,16)</sup>が行われているが、多数粒子の条件ではまだ検討例がないように思われる。現状では計算負荷が高すぎるかもしれないが、コンピューターの計算能力が高まっていけば、いずれ可能になるのではないだろうか。水モデル実験で得られた結果を実プロセスへ直接的に活用することは容易ではないものの、数値シミュレーションの条件設定に活用することで、将来的に実プロセスにおける現象の解明に繋がる可能性がある。本論文が少しでも役に立つことを期待したい。

最後に、本論文を執筆するにあたりご協力・ご助言いただいた共著者の笹井勝浩氏、沼田光裕氏、名古屋大学原田先生、装置の設計・製作から立ち上げに際してご指導・ご助言いただいた若生昌光先生（秋田高専名誉教授、現：大谷製鉄）および淵上勝弘氏、日鉄テクノロジー大分事業所を始めとして実験にご協力いただいた全ての皆様に感謝申し上げます。さらに、本論文の内容について種々のご助言をいただいた査読者の方にも、この場を借りて御礼申し上げます。

#### 参考文献

- 1) 松澤玲洋, 笹井勝浩, 原田寛, 沼田光裕: 鉄と鋼, 106 (2020), 697.
- 2) 松澤玲洋, 笹井勝浩, 原田寛, 沼田光裕: 鉄と鋼, 104 (2018), 1.
- 3) 松澤玲洋, 沼田光裕, 笹井勝浩, 原田寛: 材料とプロセス, 30 (2017), 705, CD-ROM.
- 4) T.A. Engh, K. Larsen and K. Venas: Ironmaking Steelmaking, 6 (1979), 268.
- 5) E. Kimura: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., 23 (1983), 522.
- 6) 成田貴一, 牧野武久, 松本洋, 小川兼広: 鉄と鋼, 69 (1983), 392.
- 7) K. Ogawa, T. Makino, H. Matsumoto, T. Onoyo and K. Narita: Trans. Iron Steel Int. Jpn., 25 (1985), 1220.
- 8) 織田剛, 井上健, 星川郁生: 神戸製鋼技報, 56 (2006), 32.
- 9) J. G. Lee and M. Tokuda: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., 28 (1988), 278.
- 10) N. Shimamoto, M. Iguchi, T. Uemura and N. Yonehara: Mater. Trans., 45 (2004), 910.
- 11) 田中正幸, 橋本正治, 辻野良二, 井口学: 実験力学, 8 (2008), 201.
- 12) 田中正幸, 辻野良二, 平塚彰, 井口学: 実験力学, 9 (2009), 265.
- 13) 酒井祐介, 井口学: 鉄と鋼, 98 (2012), 1.
- 14) 久志本惇史, 笠原秀平: 鉄と鋼, 107 (2021), 625.
- 15) M. Nakano and K. Ito: ISIJ Int., 56 (2016), 1537.
- 16) 中田大, 稲室隆二: 第30回流体力学シンポジウム, 日本流体力学会, 東京, (2016), B05-4.

(2022年3月25日受付)