

メタルエマルジョンによる高速精錬の基盤研究

研究代表者 東北大学多元物質科学研究所 教授 北村信也

共同研究者 東北大学多元物質科学研究所 助教 丸岡伸洋

1. 緒言

製鋼精錬において反応効率の向上は歩留・原単位や生産性向上だけでなく環境・エネルギー問題への寄与にも直結する大きな課題である。一般に精錬反応速度はスラグ、メタル両相内物質移動の混合律速であり、それを増加させる方策は①反応界面積の増加、②物質移動係数の増加、③スラグ/メタル間分配比の向上である。このうち②や③については多くの研究があるが①についての知見は少ない。反応界面積を増加させる有効な手段にエマルジョンの形成があり、攪拌羽根による機械攪拌や、インジェクションによりフラックス(スラグ)をメタルに懸濁させる技術が用いられている。しかし、溶鉄に懸濁したスラグは容易に浮上分離され、安定したエマルジョンを形成するのは困難である。一方、転炉、溶銑予備処理、溶融還元などではスラグに多くの粒鉄が懸濁している事が良く知られており、非鉄製錬ではスラグに懸濁したスパイス(地鉄)の分離に多大な努力がなされている。つまり、溶融金属粒がスラグへ懸濁した場合は非常に分離され難く、これを反応界面積向上のシーズに利用する事が考えられる。

気泡通過時のメタルのスラグへの懸濁については、いくつかの先駆的実験があり、気泡がメタルを引きずってスラグ相内に入り分裂するとされている。また、メタル粒径や懸濁量の推定式もあるが必ずしも実験結果を説明できるものではない。さらに、溶融金属－スラグ系で反応をも考慮した研究は全く無い。

そこで本研究では、メタル粒子をスラグに効率的に懸濁させる条件を明らかとし、メタルエマルジョン生成能と精錬能を比較した上で最も反応効率が高いスラグ組成を明らかにする事を目的とした。具体的には以下の4つのステップで研究を行う。①文献調査によるエマルジョン生成挙動に対する従来知見のレビューを行う、②エマルジョン生成の起点を把握するため、水－酸素系の実験によりガス攪拌浴における反応界面評価をする、③ガス攪拌された溶融金属－溶融塩スラグ系でスラグ中の懸濁メタル粒子を調査し、メタル粒径や懸濁量の推定式を構築する、④エマルジョン挙動を把握できる系で脱硫試験を行い、エマルジョン生成能を考慮した反応モデルを構築する。本報告書では、研究期間の制約から①、②と③の一部について得られた結果を記載する。

2. 懸濁メタル粒子のスラグ中での安定性と反応への寄与

2.1 エマルジョンの生成に関する従来知見

ガス攪拌浴において、反応速度の攪拌ガス流量依存性があるガス流量で変化しこれがエマルジョン生成の臨界流量に対応するという知見がある¹⁾。浅井らは、メタル浴に対するスラグの巻き込み(以後、スラグエマルジョンと呼ぶ)についてのエネルギーバランスより、臨界流量(V_{min})を(1)式で表し、比重や表面張力を変えた水モデル結果と良く一致する事を示した²⁾。しかし、この式はスラグエマルジョンだけでなく、スラグ浴

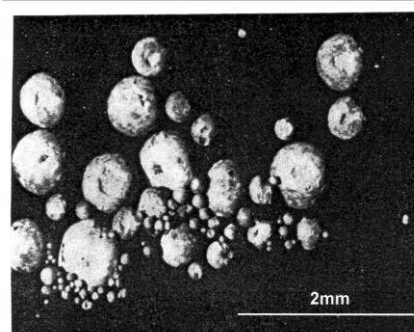


Fig.1 溶融塩中に懸濁した鉛粒子³⁾

に対するメタルの巻き込み(以後、メタルエマルジョンと呼ぶ)にも成立する。ここで、 g は重力加速度(m/s^2)、 ρ_s 、 $\Delta\rho$ はスラグ密度、密度差(kg/m^3)、 σ は界面張力(N/m)である。

$$V_{min} \geq \{48g \cdot \Delta\rho \cdot \sigma / \rho_s^{2/4}\}^{1/4} \dots (1)$$

一方、ガス攪拌浴で生成するメタルエマルジョンについて、Poggiら³⁾は、鉛-水溶性熔融塩系でArを吹き込んだまま熔融塩浴中に分離板を入れ、そのまま急冷する実験を行っている。急冷後、熔融塩を水に溶かし懸濁粒子を観察しているが、Fig.1のように数十 μm から数mmの粒子が見られている。また、銅-スラグ系でも同様な実験を行い、Fig.2のようにガス流量の増加により懸濁量が増加する事を示している。これに対して G.Reiterら^{4,5)}は水-油及び水銀-水系で界面を離脱する気泡の挙動を高速カメラで撮影した結果からメタルエマルジョン粒子の沈降速度、平均サイズ、個数等を表す無次元式を提示した。

2.2 エマルジョンの安定性に関する考察

前述のようにエマルジョン生成条件を示す(1)式はスラグエマルジョンでもメタルエマルジョンでも同一であるが、懸濁したエマルジョン粒子の分離挙動は大きく異なる。

第一相に懸濁した第二相の分離がストークスの法則に従うなら(2)式が成り立つ。

$$u = g \times \Delta\rho \times r^2 / (9\mu) \dots (2)$$

ここで、 u は分離速度(m/s)、 g は重力加速度(m/s^2)、 $\Delta\rho$ は密度差(kg/m^3)、 μ は第一相の粘度($Pa \cdot s$)である。スラグエマルジョンとメタルエマルジョンの違いは粘度の差であり、またスラグの粘度はCaO-SiO₂-Al₂O₃系での測定値では温度や組成により2桁以上も変化する。そこで、スラグ粘度を変化させた計算を行った。結果を Fig.3 に示すが、スラグエマルジョンに比べるとメタルエマルジョンの方がはるかに分離されにくく、特に高粘性スラグの場合ほど安定化できる事がわかる。

2.3 メタルエマルジョンと反応速度に関する考察

一般に粘性の高いスラグは酸性であり精錬能が低い。スラグ/メタル反応をスラグ、メタル両相内物質移動の混合律速とすると(3)式で表される。

$$-d[\%M]/dt = k \cdot (A/V) \cdot ((\%M)/L - [\%M]) \dots (3)$$

ここで、 $[\%M]$ 、 $(\%M)$ は溶鉄中、スラグ中のM元素濃度(mass%)であり、 t は時間(s)、 A は界面積(m^2)、 V は溶鉄量(m^3)、 k は(4)式で定義される総括物質移動係数(m/s)である。

$$(1/k) = 1/(L \cdot k_s) + 1/k_m \dots (4)$$

L は分配比、 k_s 、 k_m はスラグ側、メタル側の物質移動係数(m/s)である。

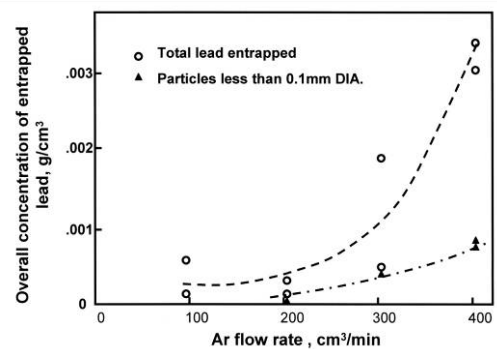


Fig.2 エマルジョン粒子数とガス流量の関係³⁾

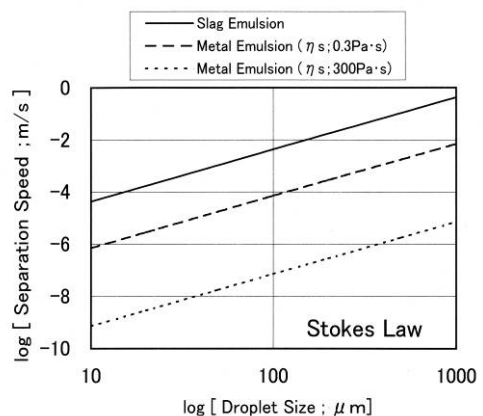


Fig.3 エマルジョン粒子のストークス則による分離速度。

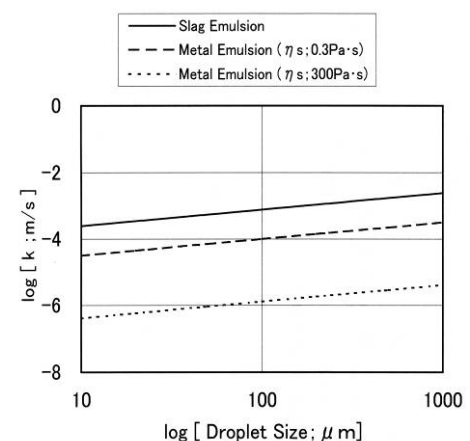


Fig.4 種々の系での粒子径と物質移動係数の関係

今、CaO-SiO₂-Al₂O₃ 系スラグでの溶鋼脱硫を例として考える。CaO 濃度の異なる組成のLをサルファイドキャパシティーから、それぞれ100、5と置いた。k_s、k_m は浸透説より(5)、(6)式で計算した。

$$k_s = 2 \{ D_s \cdot u / (\pi d) \}^{1/2} \dots (5)$$

$$k_m = 2 \{ D_m \cdot u / (\pi d) \}^{1/2} \dots (6)$$

ここで、uは前節で計算した分離速度(m/s)、dはエマルジョン粒子直径(m)、D_s、D_m はスラグ中、溶鉄中の硫黄の拡散係数(m²/s)で 1.88×10⁻¹⁰、1.3×10⁻⁸とした。総括物質移動係数の計算結果を Fig.4 に示すがスラグエマルジョンの方が大きく、またメタルエマルジョンでも粘性の高いスラグの方が小さくなる。しかし、(3)式に従い反応速度を計算し、それに(2)式で分離速度から 10cm の浴を仮定して得られる滞留時間をかけることで、1個のエマルジョン粒子の反応量を計算すると Fig.5 が得られる。ここで、Vは 1m³とし[%S]は 0.03%、(%S)は 0.1%とした。これより、反応量としては逆に粘性の高いスラグでのメタルエマルジョンの方が大きくなる。これらは試算に過ぎないが、メタルエマルジョンの利用が精錬反応の大きな変革シーズになる可能性を示していると考えられる。

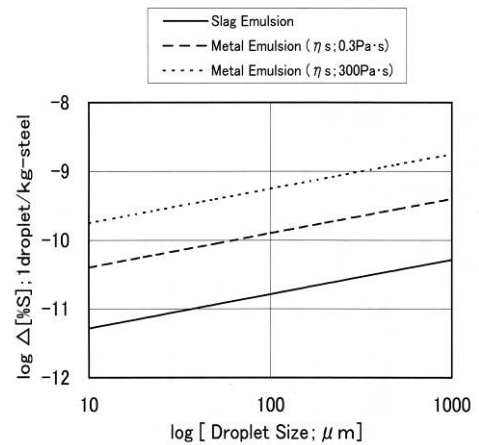


Fig.5 種々の系でのエマルジョン粒子による脱硫反応量と粒子径の関係

2.4 結言

熔融金属粒がスラグへ懸濁したメタルエマルジョンについて安定性と反応性について検討した。その結果、①分離速度はスラグエマルジョンに比べて非常に小さく、特に高粘性スラグが有利である、②メタルエマルジョンの総括物質移動係数は小さく、また高粘性スラグは酸性のためキャパシティーが低いものの滞留時間が長い懸濁粒子の反応量は大きくなる可能性がある。

文献

- (1) 石田二郎, 山口国男, 杉浦三朗, 山野清市, 早川静則, 出向井登: 電気製鋼, 52(1981),2
- (2) 浅井滋生: 第 100,101 回西山記念技術講座, (1984), 65. 日本鉄鋼協会
- (3) Poggi,D.:Minto,R.:Davenport,W.G. : Journal of Metals, .21(1969) ,40
- (4) Reiter,G.:Schwerdtfeger,K. : ISIJ International, 32(1992), 50
- (5) Reiter,G.:Schwerdtfeger,K. : ISIJ International, 32(1992), 57

3. 水モデルによる気/液表面反応速度に対するガス攪拌方法の影響調査

3.1 緒言

ガスをノズルから液体中に吹き込む攪拌方法は、様々な製造プロセスで幅広く利用されており鉄鋼精錬でも重要な役割を果たしている¹⁾。メタルエマルジョンを形成する場合も、ガスバブリングが基本であるが、気泡が持つ浮力のエネルギーを効率的にスラグ/メタル界面積の形成に使う必要がある。そこで、まず気/液反応に単純化した水モデルで、効率的に液体表面での反応面積が形成されるバブリング条件を明らかにした。

3.2 実験方法と測定原理

Fig.6 に水モデルの実験装置の概要を示す。内部観察が可能な円筒透明アクリル容器内に酸素飽和の水を満たし、容器下部ノズルより Ar ガスで攪拌を行ない、水中酸素濃度の変化を測定した。底吹きは Fig.7 に示すノズル配置でおこなった。測定された酸素濃度変化は、吹き込まれた Ar ガス

による反応(気泡反応)と自由表面での反応(表面反応)の合計となる。本研究では表面反応のみを評価したため、同一の Ar バブリング条件で、上部空間を空気雰囲気、及び、Ar 雰囲気とした実験を行ない、以下の原理で気泡反応を分離した^{2),3)}。

気泡反応および表面反応ともに、水中溶存酸素の物質移動律速で反応が進むと仮定した場合、吹き

込まれた Ar ガス気泡による気泡反応速度 $J(B)$ は、酸素濃度を \underline{Q} とすると(7)式で、上部雰囲気が Ar の場合の表面反応速度 $J(S)^{Ar}$ は(8)式で表される。

$$J(B) = K(B) \cdot \{\underline{Q} - \underline{Q}(B)^*\} \quad (7)$$

$$J(S)^{Ar} = K(S) \cdot \{\underline{Q} - \underline{Q}(S)^{Ar*}\} \quad (8)$$

ここで、 K は容量係数(1/s)、上添え字の*は界面での平衡濃度、Ar は上部空間が Ar 雰囲気であることを示す。また、括弧内の S は表面反応を、B は気泡反応を示す。

実際に測定される酸素濃度変化 J^{Ar} は、式(7)と式(8)の和であり、式(9)で表わされる。

$$J^{Ar} = - (d\underline{Q}/dt)^{Ar} = J(B) + J(S)^{Ar} = K(B) \cdot \{\underline{Q} - \underline{Q}(B)^*\} + K(S) \cdot \{\underline{Q} - \underline{Q}(S)^{Ar*}\} \quad (9)$$

一方、上部雰囲気が空気の場合には、気泡反応は式(7)で、表面反応速度 $J(S)^{air}$ は式(10)で表わされる。ここで、上添え字の air は上部空間が空気雰囲気であることを示す。

$$J(S)^{air} = K(S) \cdot \{\underline{Q} - \underline{Q}(S)^{air*}\} \quad (10)$$

実際に測定される酸素濃度変化 J^{air} は、式(7)と式(10)の和であり、式(11)で表わされる。

$$J^{air} = - (d\underline{Q}/dt)^{air} = J(B) + J(S)^{air} = K(B) \cdot \{\underline{Q} - \underline{Q}(B)^*\} + K(S) \cdot \{\underline{Q} - \underline{Q}(S)^{air*}\} \quad (11)$$

同一吹き込み条件下で上部空間を Ar とした場合と空気とした場合とで脱酸素速度を測定し、その差を計算すれば、気泡反応が相殺された表面反応のみを抽出した容量係数 $K(S)$ が得られる。

$$J^{Ar} - J^{air} = K(S) \cdot \{\underline{Q}(S)^{air*} - \underline{Q}(S)^{Ar*}\} \quad (12)$$

$$K(S) = (Ak_L)_s / V \quad (13)$$

ここで、Ar 雰囲気での平衡表面酸素濃度 $\underline{Q}(S)^{Ar*}$ はゼロとし、空気雰囲気での平衡濃度 $\underline{Q}(S)^{air*}$ は実測した飽和酸素濃度を用いた。

ところで、液体中へガス吹き込み時の気液混相流動領域をプルーム領域と呼ぶ。吹き込まれた気泡が液体中を上昇する際にプルームも液体表面に向かって上昇し、やがて液体表面に達したプルームは液体表面を突出し、浴槽内の液体が上部空間と接触する。この領域をプルームアイと呼ぶ。実炉では吹き込みガスが上昇し浴面が盛り上がり、スラグに覆われていないメタルがむきだしの領域を指すが、このプルームアイがスラグ/メタル反応サイトとして重要な役割を果たしていると言われている。そこで、一部の実験では水表面を球状の発泡スチロールで被覆し、プルームアイ以外での表面反応を抑制した実験も実施した。

3.3 実験結果

Fig.8 に実験結果の一例を示す。酸素濃度 $[O]$ と単位時間当たりの酸素濃度低下量 $[d\underline{Q}/dt]$ は良

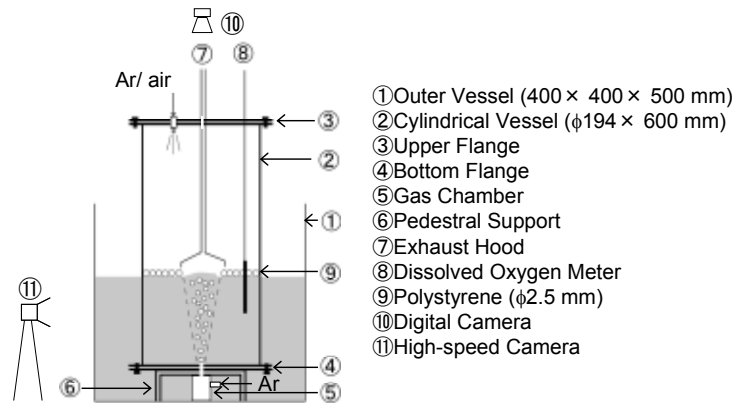


Fig.6 水モデル装置の概略図

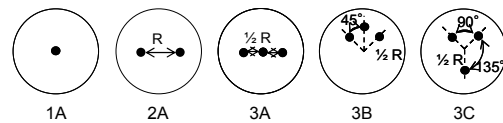


Fig.7 底吹きノズル配置

好な直線関係を示し、反応速度は酸素濃度に対し1次反応で整理できるので、酸素の液側物質移動律速という仮定が成立することを確認した。また、同一のバブリング条件でも、上部空間の雰囲気の違いにより、切片に差が生じた。これは、上部空間がArの場合は水表面からの脱酸素が、空気の場合は水への酸素溶解が起こっているためであり、両者の脱酸素速度の差 $\{(dO/dt)^{air} - (dO/dt)^{Ar}\}$ を求めれば表面反応容量係数 $(Ak_L)_s$ が算出可能である。

Fig.9 に表面反応容量係数 $(Ak_L)_s$ に対する底吹きガス流量の影響を示す。いずれのノズル配置においても $(Ak_L)_s$ は底吹きガス流量の増加とともに増加したが、同じガス流量においてもノズル配置が異なれば表面反応容量係数は異なった。

表面反応容量係数はプルームアイ面積の影響を受けることが予想されるので、水表面に発泡スチロールを浮かべ水面を被覆し、プルームアイ以外の面からの酸素移動を遮断した実験を行った。まず予備実験として、発泡スチロール層による水中の酸素移動の有無を確認するために水表面を発泡スチロールで完全に被覆し、目視観察では全く水面が見えない状態にし、アルゴンガスを底吹きし、水の酸素濃度変化を測定した。その結果、酸素濃度と脱酸素速度は直線関係を示したものの、Ar または空気雰囲気において同一の脱酸素挙動を示しており、上部雰囲気の影響を受けていないことが明らかになった。従って、発泡スチロール層は水と上部空間の酸素の移動を遮断可能であると判断した。

Fig.10 は水表面を発泡スチロールで被覆した場合の各種ノズルにおける容量係数と水面の被覆率を示す。底吹きガス流量 Q は3NL/minとした。ここで水面の被覆率とは発泡スチロールで被覆されていない面積と全面積の比を示す。いずれのノズル配置においても、表面反応容量係数 $(Ak_L)_s$ は被覆面積率が0%の時には比べて、被覆面積率が60%を超えると急激に低下することがわかる。

各ノズル配置における底吹きガス流量とプルームアイ面積の関係を Fig.11 に示す。いずれのノズル配置においても底吹きガス流量の増加とともにプルームアイ面積が大きくなった。これは、ガス流量の増加にともない吹き込み気泡の運動量が大きくなり、液体表面の突出力も当然大きくなるため、より広いプルームアイが形成されたためである。

また、ガス流量が小さい($Q = 1$ NL/min)とき、ノズル配置 1A におけるプルームアイ面積は最も大き

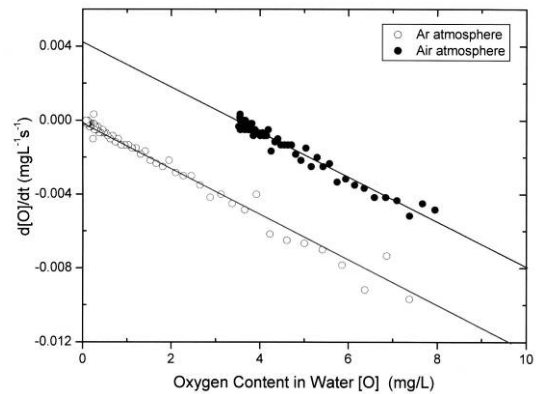


Fig.8 代表的な実験結果

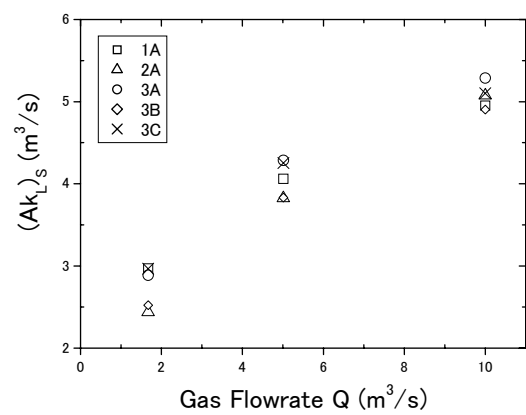


Fig. 9 表面反応容量係数に対する底吹きガス流量、ノズル配置の影響

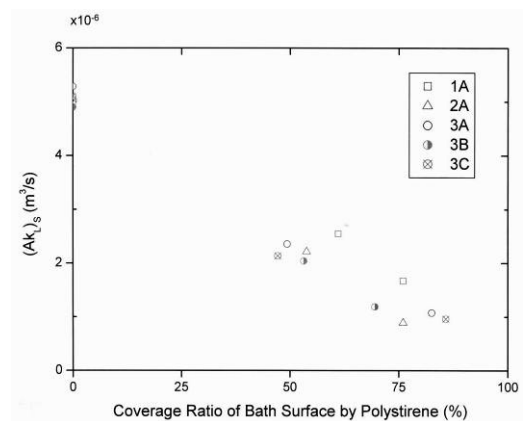


Fig.10 表面反応容量係数に対する表面被覆率の影響

かったが、ノズル個数が増加するにつれて、形成されたプルームアイが小さくなった。これに対し、ガス流量 Q が 6 NL/min に増加させると、ノズル数が多いほど大きなプルームアイ面積が得られた。つまり、ガス流量が小さい場合はノズル個数が増えると、ノズル一つ当たりの吐出流量が小さくなりすぎるため、吹き込みガス運動量が効率よく液体に伝達されないと判断できる。これに対し、ガス流量が大きくなると、各ノズルからの吐出流量が十分に大きいため、ガス吹き込みエネルギーが十分液体に伝達されると考えられる。

次に表面反応容量係数(Ak_L)_s に対する発泡スチロール層厚みの影響を Fig.12 に示す。発泡スチロール層厚みの増加とともにすべてのノズル配置の表面反応容量係数(Ak_L)_s が低下した。発泡スチロール相の厚みが増加することにより水表面に形成されるプルームアイ面積は小さくなることから、表面反応容量係数とプルームアイ面積には密接な関係があると推察される。以上の結果から表面反応にプルームアイが大きく影響を与えることが明らかになった。

3.4 考察

表面反応速度(Ak_L)_s に対する各種要因の影響を定量化するため、プルームアイエリアの自由表面による表面反応速度とプルームアイエリアの周囲の自由表面による表面反応速度とを分離した。つまり、まず、表面に発泡スチロールを浮かべた際の実験結果から、プルームアイエリアにおける容量係数(Ak_L)_p を求め、次いで、この結果と、水の表面に発泡スチロールを浮かべていない実験結果から求めた自由表面の容量係数(Ak_L)_s との差からプルームアイ以外の自由表面の容量係数(Ak_L)_o を求めた。

Fig.13 にプルームアイのみの容量係数とプルームアイ以外の領域の容量係数と流量の関係を示す。底吹きガス流量の増加に伴いプルームアイの容量係数は大きく増加したが、プルームアイ以外の領域の自由表面の容量係数はあまり変化しないことが判明した。

エマルジョンの生成にはプルームアイの容量係数(Ak_L)_p が重要と考えられるため^{4),5)}、その数式化を試みた。プルームアイの容量係数は、プルームアイへの液体供給流束の影響が大きいと予想される。液体供給流束はプルームアイ面積とプルーム領域での液体上昇速度で示され、液体上昇

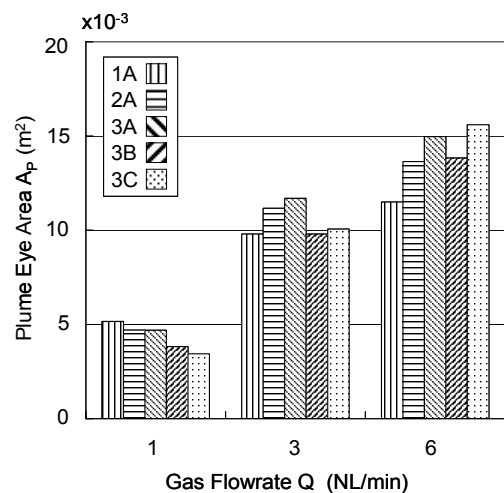


Fig.11 プルームアイ面積に及ぼす底吹きガス流量とノズル配置の影響

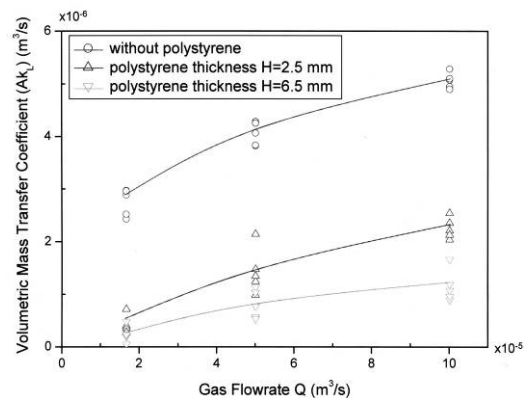


Fig.12 表面反応容量係数に対するプルームアイ面積の影響

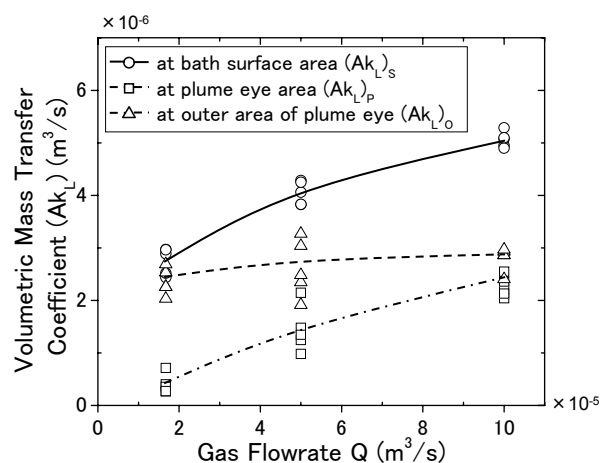


Fig.13 プルームアイとプルームアイ以外の領域の表面反応容量係数

速度として、別途測定した気泡の上昇速度(U_B)を用いると $A_p \times U_B$ で表現できる。このパラメータとプルームアイの容量係数との関係を Fig.14 に示すが、良い対応が得られた。ここで、 $(Ak_L)_p$ はプルームアイにおける表面反応容量係数(m^3/s)、 U_B は単一気泡の平均上昇速度(m/s)、 A_p はプルームアイ面積(m^2)、 α は定数(-)である。本実験で行った Ar-水系の定数 α は 2.78×10^{-4} (-)であった。

$$(Ak_L)_p = \alpha U_B \times A_p \quad (14)$$

3.5 結言

効率的に液体表面での反応面積が形成されるバブリング条件を明らかにするため、水モデル実験を行い、表面反応容量係数を評価した。その結果、底吹きガス流量およびプルームアイ面積が増加するにつれて、表面反応容量係数 $(Ak_L)_s$ が大きくなり、プルームアイにおける表面反応に対し、気泡上昇速度とプルームアイ面積とを考慮した Ar-水系における実験式を得た。

文献

- (1) S. Kitamura, H. Aoki, K. Miyamoto, H. Furuta, K. Yamashita, K. Yonezawa : ISIJ International 40 (2000) No.5, p. 455
- (2) S. Taniguchi, Y. Okada, A. Sakai, A. Kikuchi: Proceedings of the sixth International Iron & Steel Congress, 1990, ISIJ, p. 394-401
- (3) 北村信也、宮本健一郎、辻野良二: 鉄と鋼, 80 (1994), no.2, p.13
- (4) K. Yonezawa, K. Schwerdtfeger : Metall. Trans. B, vol.30 (1999), p.411-418
- (5) Subagyo, G.A. Brooks, G.A. Irons : ISIJ International, vol.43 (2003), no.2, p. 262-263

4. 低融点金属/熔融塩系によるメタルエマルジョンの測定

4.1 いきさつ

2章で示したように、これまでもメタルエマルジョンを測定した例はあるが、エマルジョンの生成条件と懸濁量についての定量的な情報は少ない。そこで、D.Poggi¹⁾らと同様に、鉛-水溶性熔融塩系で Ar を吹き込んだまま熔融塩浴を採取し、急冷後、熔融塩を水に溶かし懸濁粒子を観察することを試みた。

4.2 実験方法

実験装置の概略図を Fig.15 に示す。深さ 440mm、直径 148mm のカンタル製ヒーターモジュールを用いた電気炉で、K 型熱電対で测温し、最大 1000°Cまで PI 制御した。電気炉内部のセラミック製円筒容器内に置いたガラス製攪拌容器(6cm ϕ I.D.)に所定比の水溶性塩化物系試薬(KCl, LiCl, NaCl)を入れ、電気炉で昇温し熔融塩を作製した。鉛と塩化物試薬の質量はそれぞれ 1430g、221g で、攪拌容器内でそれぞれ高さ 50mm 程度である。容器下部より乾燥 Ar-3% H_2

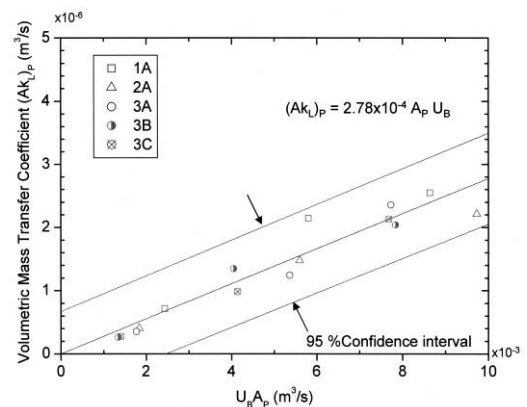


Fig.14 プルームアイの表面反応容量係数に対する支配因子

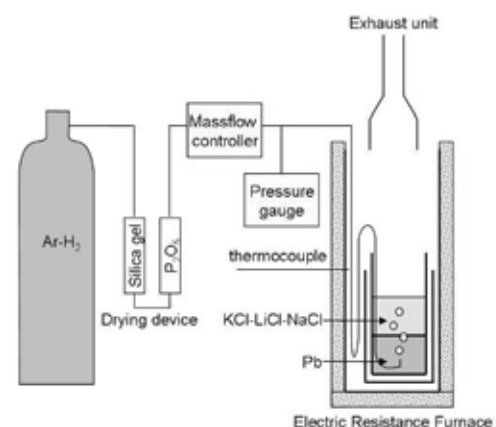


Fig.15 実験装置の概要

ガスを流して攪拌するとともに酸化を防止した。塩化物試薬が完全溶融後、鉛塊を投入し、鉛の完全溶融を確認後 20 分以上保持してから、ただちに溶融塩をサンプリングした。サンプラーは Fig.16 に示したセラミック製の筒 (4mm φ I.D. × 580mm) であり、溶融塩中に挿入後、上部を指で塞ぐことで気圧により内部の溶融塩を保持し、

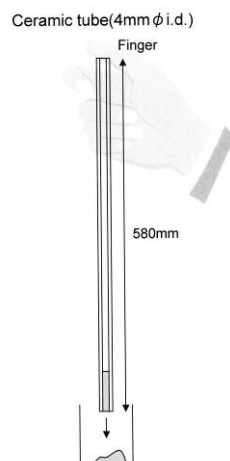


Fig.16 サンプラー

0.8g~0.9g 採取した。得られた試料は Fig.17 に示した吸引ろ過器で、孔径 8.0 μm、直径 25mm(ろ過有効面径は 16mm)のポリカーボネート製のろ紙を用いてろ過を行い、乾燥後、採取した試料は実体顕微鏡、SEM-EDS を用いて評価した。

溶融塩は最も融点が低くなる組成 (Fig.18 の組成①) を用い、450°C で攪拌ガス流量を 100ml/min とし実験を行った。尚、組成②~④は松村ら^{2,3)}の KCl-LiCl-NaCl 系溶融塩の粘性の測定例を参考に選んだ、②は低粘性、③は中粘性、④は高粘性となる組成であり、今後、この条件でも実験を行う。

4.3 実験結果

溶融後の浴内は比重差により溶融塩相と金属相が 2 層分離しており、乾燥 Ar-3%H₂ ガスにより透明な溶融塩と光沢のある金属面が観察された。ガス流量の増加により、金属面及び溶融塩面共に激しく乱れ、攪拌されている様子が観察できた。試料を水で溶解、ろ過した残渣には、Fig.19 に示すように多数の粒子が確認でき SEM-EDS により鉛であることを確認した。Fig.19 に見られるエマルジョン粒子は金属光沢があるため光を当てる方向を変えると反射する方向が変わり、焦点距離を変えると球形であることがわかるため、ろ紙の穴やその他の物質と判別可能である。これらのエマルジョン粒子の半径を顕微鏡付属のソフトで一個ずつ計測し、粒径別頻度を観察した。ろ紙の孔径が直径 8 μm であるため、直系 8 μm 未満の粒子はデータから除外した。

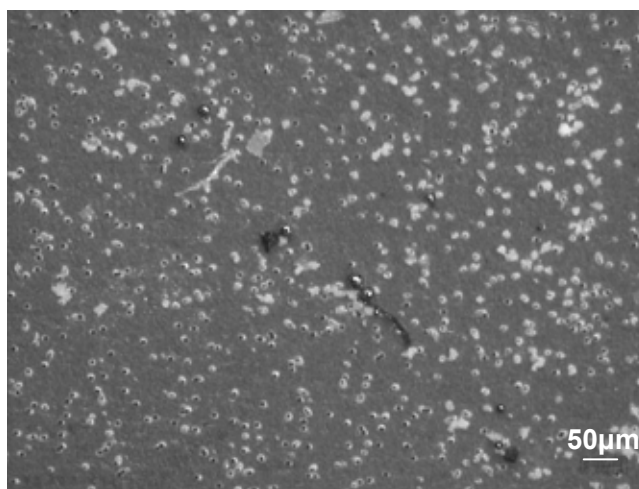


Fig.19 実体顕微鏡による観察結果例

試料中の Pb 粒子の粒度分布の測定結果を Fig.20 に示す。直径 9~10 μm の粒径区分の粒子数が最も多く、粒径区分が大きくなるにつれて粒子数が少なくなる傾向があった。直径 10 数

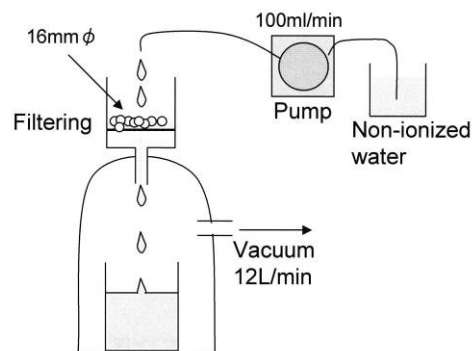


Fig.17 溶融塩から Pb 粒子の抽出方法

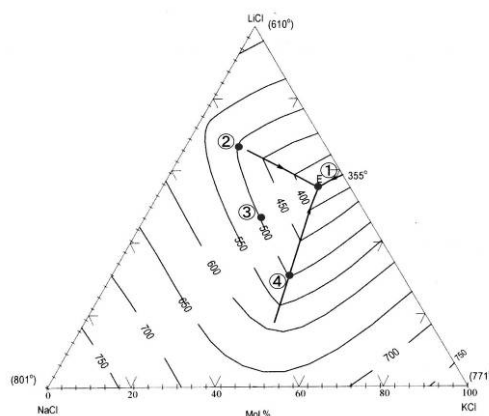


Fig.18 溶融塩の組成

μm の粒子が多数確認でき、D.Poggi ら¹⁾の結果と一致した。粒子径が大きくなるとエマルジョンが生成されにくくなるという結果は、G. Reiter ら²⁾の結果と一致した。ただし、本実験ではろ紙の孔径が $8\mu\text{m}$ で、それ未満の大きさの粒子は採取していないため、区分 $9\sim 10\mu\text{m}$ の粒径の粒子が最多数なのか、それ以下の区分にピークが来ているのかは判別できなかった。

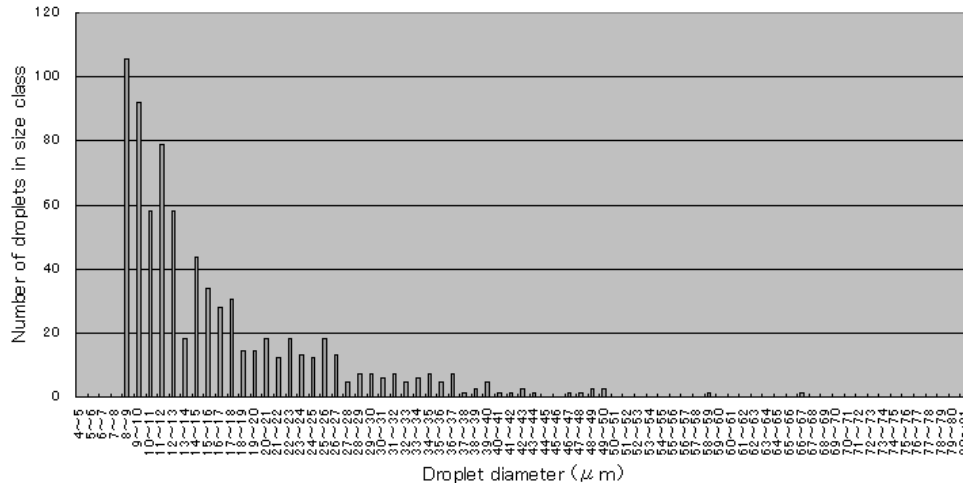


Fig.20 溶融塩に懸濁した鉛粒子の粒度分布

4.4 結言

鉛-水溶性溶融塩系で Ar を吹き込んだまま溶融塩浴を採取し、急冷後、溶融塩を水に溶かし懸濁粒子を観察することを試みた。採取した溶融塩試料を水で溶解、ろ過した残渣には、多数の黒色粒子が確認でき鉛であることを確認した。この粒径別頻度を観察した結果、直径 $10\text{数}\mu\text{m}$ の粒子が多数確認できた。また、粒子径が大きくなるとエマルジョンが生成されにくくなるという結果も得られた。ただし、本実験ではろ紙の孔径が $8\mu\text{m}$ のため、正確な粒度分布は得られなかった。

文献

- (1) Poggi,D.:Minto,R.:Davenport,W.G. : Journal of Metals, .21(1969) ,40
- (2) 松村嘉高、水野政夫、西原清廉:溶接学会誌、35 (1966), p. 421
- (3) 松村嘉高、水野政夫、大西健介、西原清廉:溶接学会誌、36 (1967), p. 1211
- (4) Reiter,G.:Schwerdtfeger,K. : ISIJ International, 32(1992), 50

5. 本研究のまとめと今後の方針

本研究では、まず効率的に液体表面での反応面積が形成されるバブリング条件を明らかにするための水モデル実験を行い、表面反応容量係数を評価し、底吹きガス流量およびプルームアイ面積が増加するにつれて表面反応容量係数(Ak_L)_sが大きくなり、Ar-水系における実験式を得た。次いで、鉛-水溶性溶融塩系で Ar を吹き込んだまま溶融塩浴を採取し、急冷後、溶融塩を水に溶かし懸濁粒子を観察することを試み、直径 $10\text{数}\mu\text{m}$ の粒子が多数確認でき、粒子径が大きくなるとエマルジョンが生成されにくくなるという結果を得た。

今後は、鉛-水溶性溶融塩系で実験条件を種々変更し、メタルエマルジョンの生成条件を定式化し、水モデルで得られた自由表面での反応界面積増大方法との比較を行う。さらに、反応モデルと組み合わせて、反応効率を向上させる方策を検討する。

尚、本研究はJFE21世紀財団の研究助成によるものであり、感謝の意を表す。