

ポリマー水溶液－白金球系強制対流下の膜沸騰極小熱流束と限界熱流束

島岡 三義 中村 篤人

Minimum Heat Flux on Film Boiling and Critical Heat Flux in Forced Convection of Polymer Aqueous Solution - Platinum Small Ball System

Mitsuyoshi SHIMAOKA and Shigeto NAKAMURA

In this paper, optimal test conditions for evaluating the cooling characteristics of aqueous polymer solutions have been investigated and discussed. In the case where the vapor film collapses far before stopping the rotation of the arm, or in the case where the arm stops far behind after the collapse of the vapor film, the MHF (Minimum Heat Flux) point showed a boiling curve clearly distinguishable. And it was found that the characteristic temperature obtained by the tangential intersection method shows good agreement with the MHF point temperature. For the concentration of 5 to 30 vol.%, the influence of the tangential velocity and the arm rotation stop angle on the MHF point and CHF (Critical Heat Flux) point has investigated. Because their dependence differed depending on the concentration of the polymer aqueous solution, the optimum test conditions for evaluating the cooling characteristics were could not obtained. From the observation of the vapor film collapse process using a high speed video camera, it has been revealed that the starting point of collapse is the laser welded part of the Pt pipe and the disintegration time is about 60 ms.

1. はじめに

金属材料は焼入れや焼戻しをはじめ、さまざまな熱処理によって、合金組成をそのままにして機械的性質を変化または向上させることができる。熱処理においては金属材料の冷却過程の制御が重要になる。空中放冷では、金属材料はほぼニュートン冷却になるが、液体中での冷却過程は単純ではない。冷却剤の冷却特性（膜沸騰終了後の急冷開始温度（特性温度）、急冷開始後の冷却速度など）の把握も重要であり、JIS K 2242-2012 に熱処理油剤の冷却性能試験法が規格化されている⁽¹⁾。しかしながら、試験体は直径 10 mm、長さが 30 mm の銀棒体で、銀棒長手方向中央部の円筒表面部に、銀棒内部側からアルメル線を接触させて銀－アルメル熱電対を形成させる必要があること、加熱・冷却試験によって酸化した試験体表面を浸漬急冷試験のたびに研磨しなければならぬ煩わしさがある。筆者らはこの問題を解決し、さらには冷却剤の冷却特性（冷却（温度－時間）曲線、冷却速度（温度－冷却速度）曲線、熱伝達率（温度－熱伝達率）曲線、熱流束（温度－熱流束）曲線、JIS K 2242 での特性温度（急冷開始温度で蒸気膜崩壊温度に相当）を簡便に把握でき、その特性の変化を敏感に判断できる、しかもコンパクトな試験システムの開発に取り組んできている^{(2)～(6)}。試作した最新のシステムは、回転

アームの先端に取り付けられた直径 4 mm の白金球体（温度測定プローブ）を、およそ 850°C に加熱した後に所定のプローブ回転移動周速度で冷却剤に浸漬して、Pt 球中心部に挿入したシース径 0.25 mm の K 型熱電対で温度履歴を測定し、温度履歴から冷却特性（蒸気膜段階から沸騰段階へ変化する温度（特性温度）、臨界区域や危険区域での冷却速度など）を調べるものである。この試験システムは、従来の試験システム⁽⁷⁾を参考にしている。筆者らは熱処理現場での使用を意識して、冷却曲線から冷却速度や熱伝達率などを計算、図示化する機能を有し、装置もコンパクト化しているが、熱処理冷却剤の冷却特性を評価するに当たって、プローブ回転移動周速度などの最適試験条件の確立までには至っていない。

そこで本研究では、熱処理冷却剤としても使用されるポリマー水溶液の冷却特性を調べるのに最適な試験条件を明らかにするための知見を得ることを目的として、特に、膜沸騰極小熱流束（Minimum Heat Flux : MHF）と限界（最大）熱流束（Critical Heat Flux : CHF）に着目して、ポリマー水溶液の濃度、プローブ回転移動周速度、回転アーム停止角度の影響を調べた。また、高速度ビデオカメラによる蒸気膜形成や蒸気膜の崩壊過程の観察結果についても報告する。

2. 実験装置および実験方法

Pt (純度 99.95wt%) 小球プローブ (直径 4 mm) 支持体 (アーム) の構造を Fig. 1 に, Pt 小球を Fig. 2 に示す。Pt 小球の温度測定用 K 型シース熱電対 (シース外径 0.25 mm) を Pt 小球中心部まで挿入した。K 型熱電対の熱的保護と曲げ剛性付与のため, 外径 0.5 mm, 内径 0.3 mm の Pt パイプを Pt 小球中心部まで挿入して, 付け根部をレーザー溶接し, Fig. 2 に示すように, 小球とパイプが滑らかに接続するようにした。冷却剤の Pt パイプ内への進入を阻止するために, Fig. 1 に示すようにいくつかのステンレス製金具で密封, 保持した。試験システムを Fig. 3 に示すが,

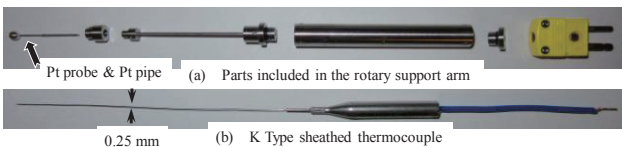


Fig. 1 Platinum probe, K type sheathed thermocouple and the parts of the support arm.

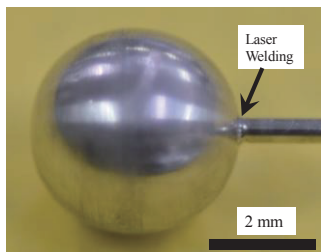


Fig. 2 Platinum ball laser welded platinum pipe.

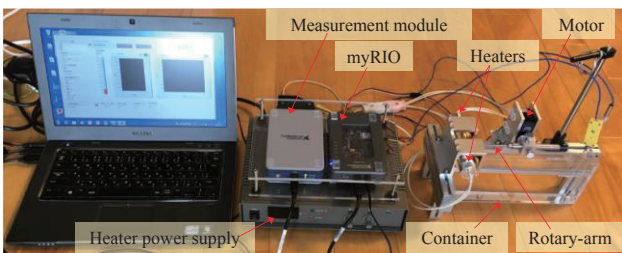


Fig. 3 Photograph of the developed test equipment.

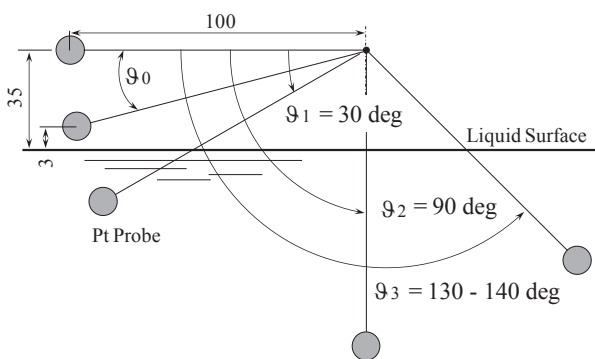


Fig. 4 Rotation angle of the rotary support arm with platinum small ball probe.

回転アーム長は 100 mm である。Pt プローブの加熱源であるハロゲンランプヒーター電源の ON, OFF, アーム回転, プローブ温度計測などの一連の制御, 冷却曲線, 冷却速度曲線, 熱伝達率曲線および熱流束曲線などの作図データ生成等は日本 NI 製 LabVIEW によって自動化した。Fig. 3 に示したように, 対向設置したハロゲンランプヒーターの焦点に Pt プローブを設置し, 850°C に加熱後, Fig. 4 に示すように, プローブ中心が冷却液体表面から 3 mm の位置までプローブ中心の回転周速度 (以後, 「接線速度」と記す), $V_0 = 140 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ の接線速度で回転させた後, 所定の回転角度 ($\theta_1 = 30^\circ, \theta_2 = 90^\circ, \theta_3 = 130 \sim 140^\circ$) まで所定の接線速度, $V = 30 \sim 105 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ で回転させ, 容器内の冷却液体 (640cc) 中に浸漬, 急冷した。

冷却液体としてポリマー水溶液 (大同化学工業製, ソリュブルクエンチ TY-300A, 濃度 5 ~ 30vol.%, 動粘度 $87 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$; 原液 at 40°C, $1.6 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$; 濃度 10vol.% at 40°C) を用いた。白金プローブの温度は 10ms のサンプリング周期で測定し, Pt プローブの定圧比熱と密度には温度依存性⁽⁸⁾を持たせ, 集中熱容量近似してプローブの冷却速度, プローブ表面での熱伝達率および表面熱流束を求めた。また, 高速度ビデオカメラ (フレームレート: 250fps, シャッター開放時間 1/1000 秒) でプローブまわりの蒸気膜形成状況や崩壊状況の観察を行った。

3. 実験結果と考察

3.1 ポリマー水溶液中での急冷時の冷却曲線

Fig. 5 に冷却曲線のポリマー水溶液の濃度依存性を示す。濃度が 5 ~ 15vol.% においては冷却曲線に著しい違いはないが, 30vol.% の場合は冷却が極端に遅くなっていることがわかる。また, 急冷開始温度も 15vol.% 以下の場合より 150°C 以上も低くなっている。鋼の焼入れ性を高めるには, マルテンサイト変態開始温度まで急冷され, その後マルテンサイト変態終了温度まではゆっくり冷却される必要があり, 濃度が 30vol.% の場合はこの条件とは逆の冷却過程になっていることがわかる。

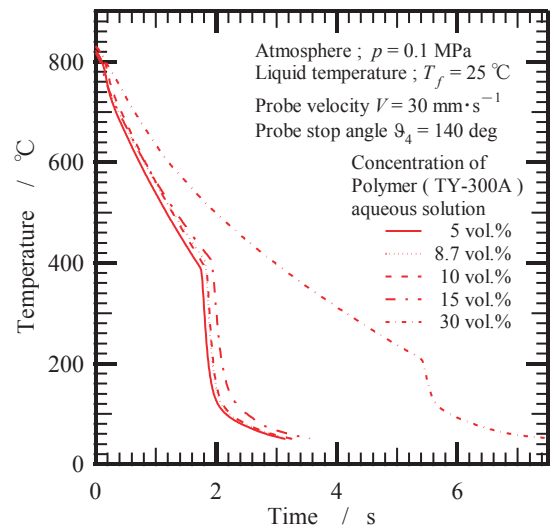


Fig. 5 Effect of the concentration of the polymer water solution on the cooling curve.

次に、接線速度による冷却曲線の変化を Fig. 6 に示す。いずれもアーム回転停止角度は $\theta_1 = 30^\circ$ である。接線速度の増大に伴って θ_1 に到達する時間が短くなり、その間は接線速度が大きいほど冷却が速くなるので、少しわかりづらいが Fig. 6 から認められる。当然のことながら θ_1 で停止した以降の冷却過程は同じになるはずであるが、接線速度が大きいほど停止するまでの減速度が大きくなり、停止時の衝撃によりプローブまわりの蒸気膜の乱れなどの影響により、特に、濃度が 30vol.% の場合は、急冷開始温度に違いが表れている。

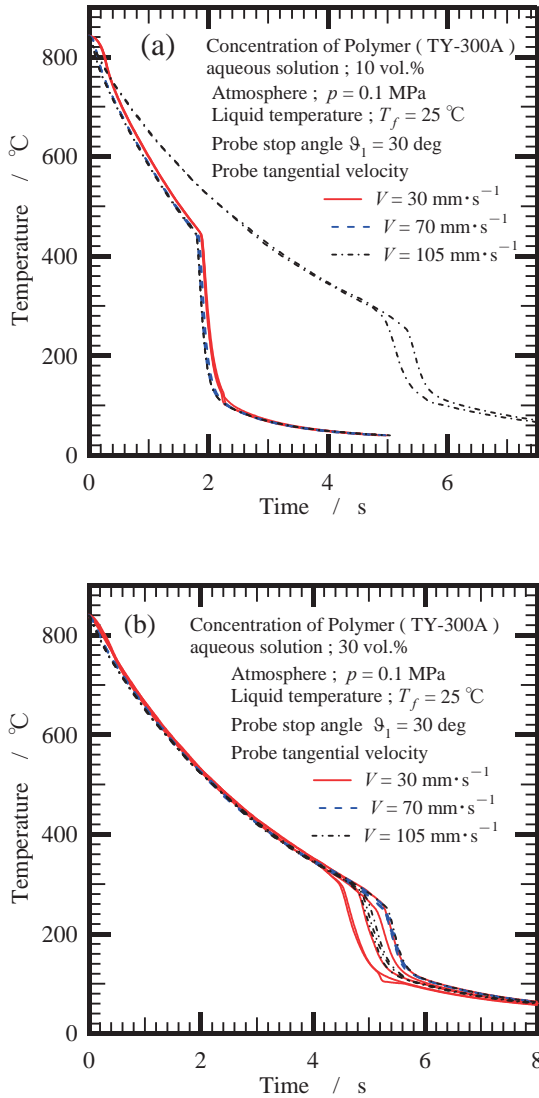


Fig. 6 Effect of the tangential velocity of Pt probe on the cooling curve.

接線速度が $V = 105 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ におけるアーム回転停止角による冷却曲線の変化を Fig. 7 に示す。濃度が 10vol.% では、アーム回転停止角度が $\theta_3 = 140^\circ$ で蒸気膜段階が終了しているが、30vol.% ではアームの回転が停止しても蒸気膜段階である。冷却剤の冷却特性を評価する場合は、冷却条件が同じである必要があるため、接線速度が $V = 105 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ の場合には、Fig. 7(a) $\theta_3 = 140^\circ$ の条件での冷却実験は避けるべきである。

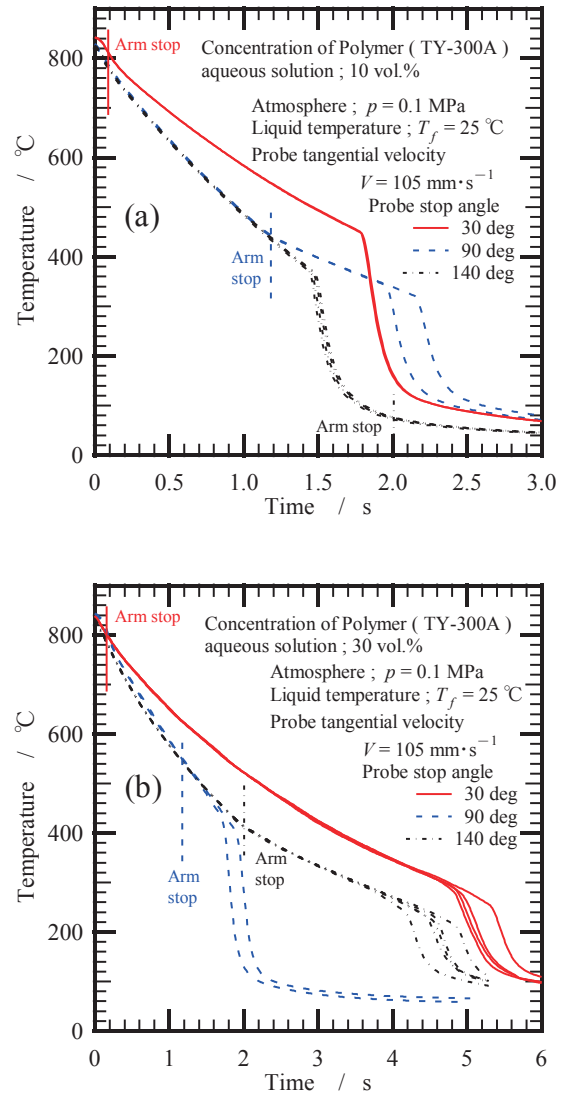


Fig. 7 Effect of the stop angle of the rotary arm with Pt probe on the cooling curve.

3.2 水とポリマー水溶液中での急冷時の沸騰曲線と蒸気膜崩壊様相

アーム回転停止角度が $\theta_3 = 140^\circ$ における水とポリマー水溶液 (濃度 8.7vol.%) の沸騰曲線を Fig. 8 に示す。水 (約 15 分煮沸) の場合では、高温から冷却される過程での膜沸騰域での熱流束がほぼ一定となる温度域が存在するが、ポリマー水溶液では温度の低下に伴って減少している。また、Fig. 9 からわかるように、ポリマー水溶液では膜沸騰極小点が水より明確に判定でき、遷移沸騰域の熱流束が急激に増大している。

Fig. 10 と Fig.11 に水とポリマー水溶液の蒸気膜崩壊様相を示す。アームの回転停止角度を $\theta_2 = 90^\circ$ とした場合で、蒸気膜崩壊開始を $t = 0$ にしている。フレーレートを 250fps にしているため、0.004sec 毎の画像である。蒸気膜崩壊の起点は Pt パイプの溶接部であるが、水の場合は崩壊の起点から底部に向かって伝搬的に崩壊していて、その所要時間は 80msec 程度ある。一方、ポリマー水溶液では蒸気膜崩壊のスピードが速く、およそ 60msec で水より速

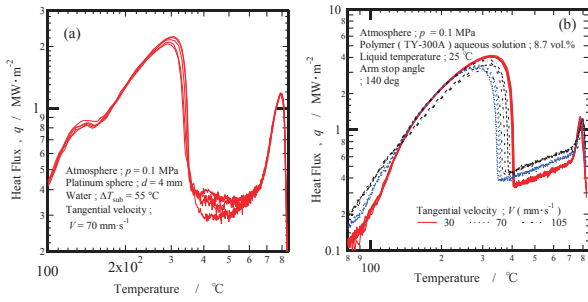


Fig. 8 Boiling curves in water(a) and in polymer aqueous solution with the concentration of 8.7vol.%(b).

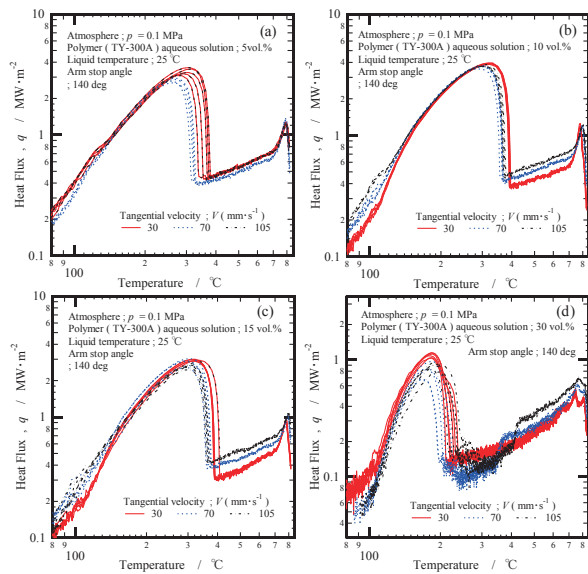


Fig. 9 Effects of tangential velocity on boiling curve in polymer aqueous solution with the concentration of 5, 10, 15 and 30 vol.%.

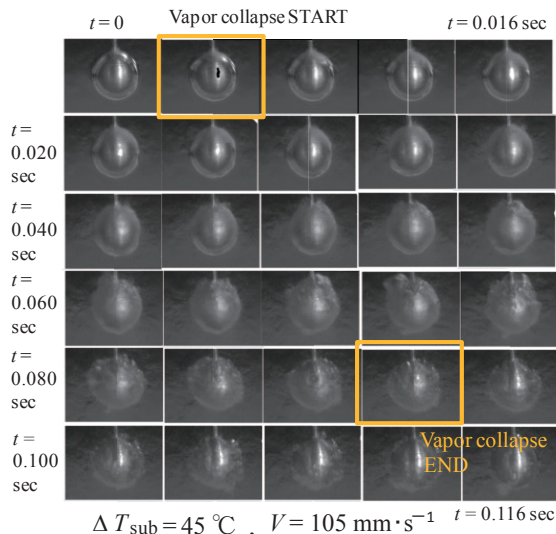


Fig. 10 Time series high speed video image of vapor collapse process during water quenching.

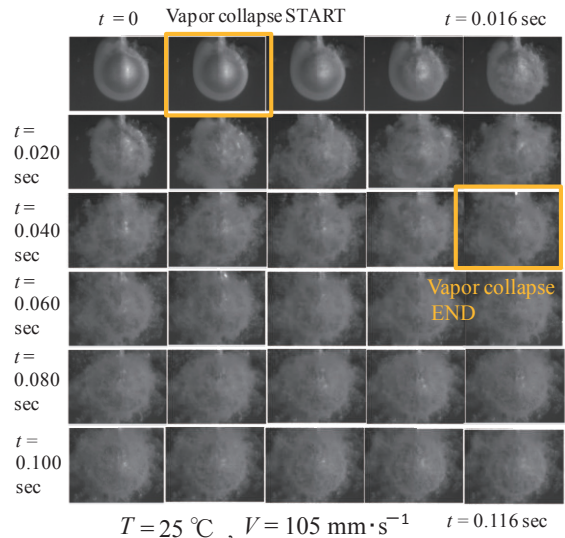


Fig. 11 Time series high speed video image of vapor collapse process during quenching into polymer aqueous solution in concentration of 10 vol.%.

いし、本格的な崩壊時間は水よりさらに短く、瞬時的な崩壊様相である。このような崩壊様相、崩壊時間の違いが、膜沸騰から遷移沸騰、核沸騰への移行時の沸騰曲線の違いとして現れているものと考えられる。

沸騰曲線におよぼすアーム回転停止角度の影響を Fig. 12 に示す。接線速度は $105 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ である。Fig. 12(a) の 10vol.% の場合は、蒸気膜崩壊前にアームが停止している (Fig. 7(a)) が、アーム回転停止角度が 90° の時に、蒸気膜崩壊開始の少し前にアームが停止しているので、アームの停止による強制対流の効果がなくなって熱流束が急減することが明瞭に現れている。Fig. 12(b) の 30vol.% の場合は 10vol.% より冷却が遅いために、アーム回転停止角度が 140° では蒸気膜崩壊の少し前にアームが停止しているので (Fig. 7(b))、この場合も、強制対流の効果がなくなって熱流束が急減することが明瞭に現れている。アーム停止角が 30° の場合は、初期の蒸気膜段階でアームが停止しているために、いずれの濃度においても沸騰曲線上で熱流束の急減現象は見られなかった。

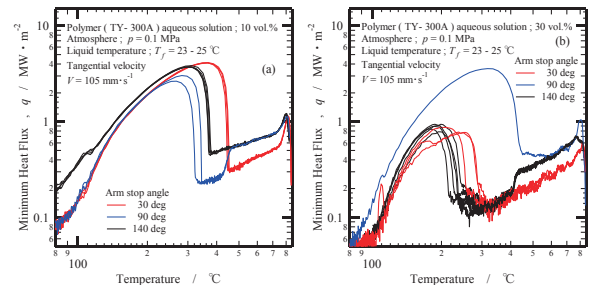


Fig. 12 Effect of the arm stop angle on the boiling curve.

3.3 ポリマー水溶液中での急冷時の MHF, MHF 点温度, CHF および CHF 点温度

接線速度が $105 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ の場合で、濃度が 10vol.% と 30vol.% について、MHF, MHF 点温度, CHF および CHF 点温度を Fig. 13 と Fig. 14 に示す。MHF はいずれの濃度

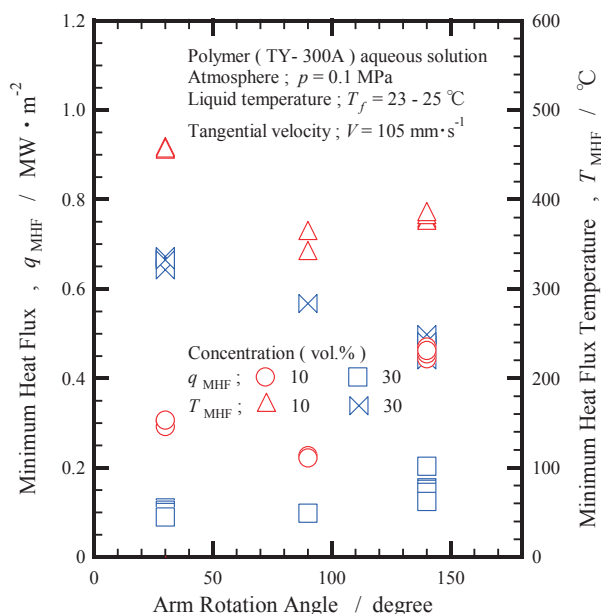


Fig. 13 Effects of the arm stop angle on the minimum heat flux and the minimum heat flux point temperature.

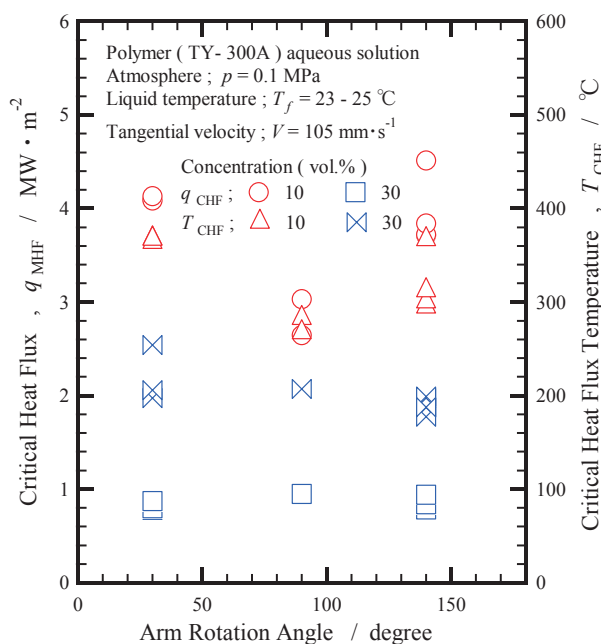


Fig. 14 Effects of the arm stop angle on the maximum(critical) heat flux and the critical heat flux point temperature.

においてもアーム回転停止角度が 90° で最低値を示し、 140° で最大となり、濃度が 10vol.% でその傾向が顕著である。MHF 点温度は濃度が 10vol.% で MHF と同様の傾向を示すが、30vol.% ではアーム回転停止角度の増大に伴って単調に減少している。CHF と CHF 点温度については、10vol.% においてアーム回転停止角度が 90° で最低値を示し、 140° で最大となった。30vol.% の場合は、CHF にアーム回転停止角度の依存性は見られないものの、CHF 点温度はアーム回転停止角度の増大に伴って単調に減少している。冷却剤の冷却特性を評価するにあたって MHF 点と CHF 点に着目したが、ポリマー水溶液の濃度によってア

ーム回転停止角度の依存性が大きい場合があることがわかった。

3.4 特性温度と沸騰曲線の対応

JIS K2242 で急冷開始温度である特性温度の求め方の一例として「接線交差法」を呈示している。接線交差法で求まる特性温度と沸騰曲線上の MHF 点温度との対応関係を Fig. 15 と Fig. 16 に示す。Fig. 15 に示した、水の場合では、Pt プローブの温度サンプリング周期が関係して MHF 点のはっきりしないので、接線交差法で求めた特性温度と MHF 点温度に若干のずれが生じている。しかし、Fig. 16 のポリマー水溶液では MHF 点 が明瞭に判別できており、

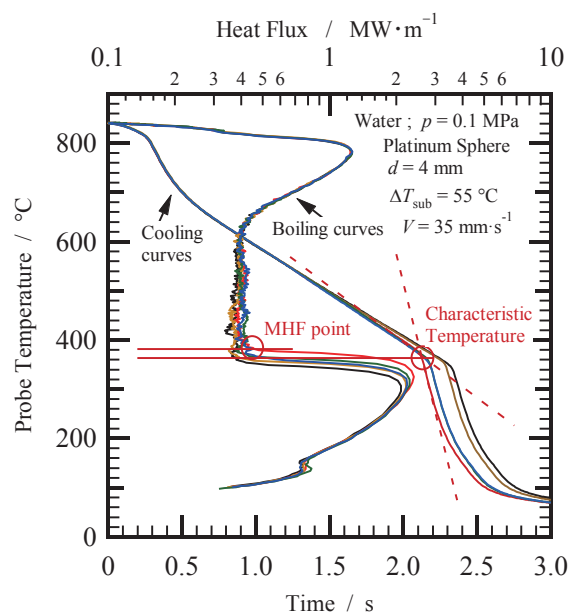


Fig. 15 Correspondence relation between the characteristic temperature and the minimum heat flux point temperature in water.

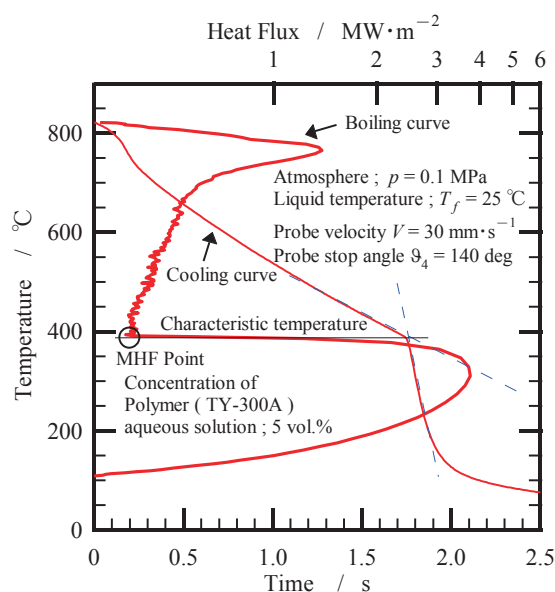


Fig. 16 Correspondence relation between the characteristic temperature and the minimum heat flux point temperature in polymer aqueous solution.

接線交差法で求めた特性温度とも良く一致するので、沸騰曲線から特性温度を求めやすい冷却剤と言える。ただし、アーム回転停止角度や接線速度によってはMHF点がかきりしない場合もあるので、MHF点温度と接線交差法で求めた特性温度が完全に一致するかは検討の余地がある。

4. おわりに

熱処理冷却剤としても使用されるポリマー水溶液の冷却特性を調べるのに最適な試験条件を明らかにするための知見を得ることを目的として、特に、膜沸騰極小熱流束 (Minimum Heat Flux : MHF) と限界熱流束 (Critical Heat Flux : CHF) に着目して、ポリマー水溶液の濃度、プローブ回転移動周速度、回転アーム停止角度の影響を調べた結果、以下のことがわかった。

- (1) ソリュブルクエンチ, TY-300A は、アーム回転停止のはるか手前で蒸気膜が崩壊する、あるいはまた、蒸気膜崩壊後のはるか後方でアームが停止する場合には、MHF点 が明瞭に判別できる沸騰曲線を示し、冷却曲線上で接線交差法によって求められる特性温度とMHF点温度が良い一致を示すことがわかった。
- (2) 濃度が5～30vol.%について、MHF点とCHF点におよぼす接線速度とアーム回転停止角度の影響を調べたが、濃度によってそれらの依存性が異なり、冷却特性を評価するための最適試験条件までは絞り込めなかった。
- (3) 高速度ビデオカメラにより、蒸気膜の崩壊の起点はPtパイプ溶接部であることが明確に観測できた。蒸気膜崩壊速度は60msec程度であり、瞬時に崩壊すると解釈できる速さであった。

冷却剤の冷却特性をより正確に把握するための試験条件の探索と、蒸気膜崩壊挙動の観察による伝熱工学的な新たな知見の獲得などが今後の課題である。

最後に、本研究は(有)アリモテック代表、有本享三

氏および高周波熱錬(株)、生田文昭氏に多大なご助言をいただき、実験においては本校電子制御工学科卒業研究生、東 優稀君のご協力を得た。また、大同化学工業(株)、辰己和夫氏にはポリマー水溶液をご提供いただいた。なお、本研究は、平成28年度科学研究費基盤研究(C)16K06139の補助を受けて行った。以上、ここに記して深甚の謝意を表す。

参考文献

- (1) 日本規格協会：熱処理油剤, JIS K 2242(2012).
- (2) 有本享三：熱処理冷却剤に対する小型球プローブ・回転アーム式冷却特性試験システムの試作, 熱処理, 55-1, pp. 20-29, 2015.
- (3) K. Arimoto, F. Ikuta and H. Yokota : First Prototype of Rotary-Arm Type Test System Using a Small Ball Probe for Determination of Cooling Characteristics of Quenchants, ASTM International, 3-4, 2014.
- (4) K. Arimoto, M. Shimaoka and F. Ikuta : Developing Rotary-Arm Type Test System with a Small Platinum Ball Probe for Determination of Cooling Characteristics of Quenchants, Proceedings of the 29th ASM Heat Treating Society Conference, October 24-26, 2017, Columbus, Ohio, USA.
- (5) 島岡三義, 中村篤人：高温微小球の水中急冷時の沸騰熱伝達, 第54回日本伝熱シンポジウム講演論文集, No. 1840 (2017-5).
- (6) 島岡三義, 吉田大志, 生田文昭, 中村篤人：高温微小白金球の液体急冷時の冷却過程第55回日本伝熱シンポジウム講演論文集, No. 2234 (2018-5).
- (7) 俵 信次：焼入用冷却剤の冷却能力に関する研究 (第1報), 鉄と鋼, 27-8(1941), 583.
- (8) 日本機械学会：伝熱工学資料 (改訂第4版), 養賢堂 (1986), 315.