

ガラス細管先端部加熱による液体の連続微粒化

Thermal Atomization Using a Capillary Glass Tube with Heating a Tip Part

高島 武雄

Takeo TAKASHIMA

A simple new method of atomization is proposed. A capillary glass tube is used for nozzle to atomize liquid. Water and kerosene are used for the liquid. A heater is set at top part of the glass tube. It was heated by electrical heating of 0.5 - 2.5W. The water is superheated and boiling by spontaneous nucleation. A high pressure vapor bubble is made in liquid column and grow rapidly. The liquid jets from the glass tube and breakup to fine particles. The water supplies from upper and water flow does not occur by a stop valve. The liquid jets several times per 1 second. The atomization process was observed by a high speed video camera. The liquid jet temperature is predicted by energy conservation equation. One of method for the atomization of a liquid was applied thermal energy. The spray flashing and the thermal jet are in need of pressurized or decompressed device and a control system for heating. The new method for the atomization of a liquid was developed using superheat phenomenon of liquid by heating local area of a capillary glass tube. The super-heated liquid jet boils in the atmosphere and atomization was observed several times per one second by this method. This research investigated the spray behavior of water and the behavior of a vapor bubble generated by spontaneous nucleation in a capillary glass tube. It is shown that this atomization continues for long time from this experiment.

Keywords: Atomization, Superheat, Cavitation, Capillary Tube, Spontaneous Nucleation, Flash Boiling Spray, Micro Scale Heat Transfer, Bubble Jet, Spray, Micro Scale Heat Transfer

1. はじめに

液体の微粒化技術は、噴霧燃焼をはじめ、製薬、医療など多くの分野で利用されている重要かつ基本的な技術のひとつである。液体を微粒化するということは、その表面積を増加させることである。そのために、総面積を増加させるのに必要なエネルギーを加える必要がある。微粒化法は、エネルギーの加え方によって、大きく、流体力学的方法と熱的方法に分類される⁽¹⁾。

熱エネルギーを利用した液体の微粒化法である熱的方法には、スプレーフラッシュ法（減圧沸騰）とサーマルジェット法（バブルジェット法）などがある。スプレーフラッシュ法は、加熱した大気圧程度の液体を常温の減圧容器に噴射するか、常温で加圧した液体を微小径ノズルから高压で大気圧容器に噴射するかのどちらかの条件で行われるが、いずれもノズル内のキャビテーション蒸気泡の発生と、射出後に蒸気泡が成長・崩壊することを利用して噴出液を微粒化する方法である^(2, 3)。サーマルジェット法（バブルジ

ェット法）は、液体を飽和温度以上になるように急速に加熱することで、突沸を生じさせる。このとき発生する蒸気泡の膨脹によって、液体を微小径ノズルから吐出させるもので、液体の過熱現象を微粒化へ利用したものといえる⁽⁴⁾。

流体力学的方法はせん断力を用いるもので、たとえば、回転円盤上に液膜を形成して遠心力を利用して大気中に放出して微粒化させる。このほか、超音波による微粒化法が行われている。

本稿で報告する方法は、熱エネルギーを利用した微粒化の手法に含まれるが、液体を過熱し過熱現象を利用した微粒化法である。すなわち、ノズルに相当するガラス製キャピラリー管の先端部を局所的に加熱にすることで、供給される液体は過熱限界温度まで過熱され、液体と高温ガラス管壁面間で自発核生成によると思われる沸騰を生じさせ、蒸気泡の急成長によって液体を噴射し微粒化するものである。出口付近の液体はジェットとなって噴出する。このため、本方法は、スプレーフラッシュ法、サーマルジェット法などの従来の方法とは異なる熱エネルギー

ーを利用した新しい微粒化法である。つまり液体の微粒化は自発核生成によって起こる。極めて細い内径のガラス管を用いることで、液体は先端部まで供給され、高温ガラス管壁面に接触して、加熱部のもっとも高温部分で自発核生成を生じ、発泡点より前方に存在する液体を、ガラス管から押しだし、液体はジェットとして噴出する。噴出した過熱液体は大気圧に減圧されるため、発生した多数の蒸気泡の急成長で微粒化を生じる。さらに、ガラス管内で発生した蒸気泡も膨脹して液体の後方から飛び出して、後方から液体を微粒化させる。この際、破裂音を生じる。

スプレーフラッシュによる微粒化法は、等温場における減圧沸騰を利用するのに対して、本方法はキャピラリー管とその先端部の局所加熱による自発核生成とそれによるキャビテーションを利用したものと考えている。

この方法の最大の特長は、局所の加熱で過圧かつ過熱液体を形成するもので、高压噴射のための動力を必要とせず、マイクロ伝熱のプロセスの活用したものである。さらに加熱部分がノズル先端部のみであるために、エネルギー損失が極めて少なく、装置の断熱も必要としない省エネルギー仕様となっている。

本方法の特徴と利点と特徴をまとめると以下ようになる。

- ①サーマルジェット法に比べて多量の液体を噴射・微粒化することができる。
- ②瞬間的なパルス加熱のための制御装置は必要としない。
- ③スプレーフラッシュ法に不可欠な加圧、減圧装置も必要としない。液体全体を加熱する必要もないので極めて簡単な装置によって微粒化を連続的に行うことができる。

この結果、①装置が簡単となる。また②瞬時に微粒化が可能であり、③従来の熱的微粒化法より使用エネルギーが少なく済み、さらに、④吐出ノズルを増やすことで、微粒化量の増加が可能となる。

液体が燃料の場合は、パルス状の爆発的な燃焼になると思われるため、想定される用途としては、ひとつは、燃焼器のスタータへの適用で、①短時間での微粒化による着火までの待ち時間の削

減が可能で、②着火のための他の微粒化法に較べて、コストの削減が期待できる。

他の用途には、エマルジョン液体製造への適用、さらに、高粘性流体の微粒化への適用が考えられる。

本方法は、従来の熱エネルギーを利用した方法に較べて、極めて簡単な装置によって微粒化を連続的に行うことを可能にした方法であり、新しい微粒化法と考え特許を出願した⁽⁵⁾。たいへん興味深い現象を観察できたので、本方法の有効性も考慮して報告する。

なお、熱的方法のうちのスプレーフラッシュ法に関しては、ノズル内のキャビテーションに関する研究⁽⁶⁾⁽⁷⁾が、おもに混相流学分野で活発に行われている。

今回の報告は、極細ガラス管による実験の結果であるが、今後さらに0.2mm程度の狭い隙間で隔てた平行ガラス平板間で同様の現象を起こすことが可能かなどの実験も、計画している。このような体系は、現象観察や温度測定が、より容易になるほか、微粒化装置としての応用も飛躍的に広がる可能性がある。また、供給する液体を連続的に流出させるだけでなく、電磁弁など用いて（パルス状に）間欠的に噴出させてみることも考えている。今後、再現性のある制御された微粒化をいかにして実現していくかを目的に、その実現をめざす予定である。

2. 微粒化の機構

本方法において微粒化に至る過程を、圧力-温度線図（P-T線図）を用いて説明する。

図1に水のP-T線図を示す。図中の①は加熱される前の水の状態、すなわち加熱部分に供給される状態を示す。これを初期状態とする。圧力は大気圧、温度は常温（25℃）である。この状態の水を加熱する。ガラス管内で加熱された水は、発泡核がない場合は、沸騰することなく液体の状態②の状態まで昇温され過熱状態となる。②で自発核生成による沸騰が生じると、発生した蒸気泡は理想的には③の飽和状態となる。③の状態の圧力は、②の状態の温度に対応した圧力となるので高压となる。このあと水は大気中に放出され、蒸気泡の急成長によって微粒化し

て蒸気と液滴に別れ、それぞれ常温常圧に近づいていく。

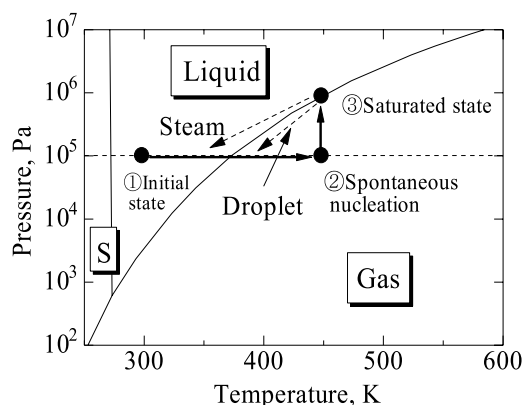


Fig.1 Expression of phase change process on phase diagram of water

3. 実験装置と方法

図2に実験装置を示す。本実験では、ノズルに相当する部分に、キャピラリーガラス管を垂直下向きまたは水平に設置した。内径、外径がそれぞれ①0.14mm, 0.565mm, ②0.2 mm, 0.7 mm, ③0.29mm, 1.1mmの3種類のガラス細管を用いた。先端部に0.1mmのヒーター線を巻いて加熱領域とする。ヒータの抵抗は約10 Ωとする。加熱領域の長さは約5mm。ヒータには直流で0.5～2.5W程度の電力を供給する。ヒータ線はセラミックス接着剤で固定被覆してある。

ガラス細管の長さは、単発の微粒化であれば特に関係はないが連続微粒化の場合は、20mmとした。長さは現象の再現に影響があると考えられるが、その影響の評価は今後の課題である。また外径が1.0mm、内径が0.5mmのセラミックス管による同様の実験も行ったが、微粒化現象を実現することはできなかった。セラミックス管では、通常の沸騰が生じ、自発核生成による沸騰が起こりにくいためであろうと思われる。

供試液体は常温の水道水と灯油を用いた。単発の現象の観察の際は、水を保持したガラス細管を水平に配置して加熱した。連続微粒化を観察する際は、重力を利用して水または灯油の液槽液面とノズル先端のヘッド差によって適量供給した。

逆止弁は、出口付近のガラス細管内で突沸してその圧力で、蒸気泡上部の液体が、供給側に

急激に逆流するのを防ぐ目的で設けたものである。ただし、下流側への液体の供給が絶たれることはなく、安定的に液体が先端部に常時流れるように製作した。

現象の観察は、250Wハロゲンランプの透過光による高速度ビデオカメラ（フォトロンファストカムNEO）やビデオカメラを用いて撮影して行った。撮影速度は最大毎秒32,000コマ、シャッター速度は最小1/272,000 s（シャッター開放時間3.66 μs）である。

ガラス管内の蒸気泡の挙動を観察する目的で、図3に示した、加熱方法を高温部で上下から挟む形の装置を別に用いた。観察はこの装置によって行った。すなわちガラス管の上下方向から加熱をすることで内部の様相の観察が可能になるように工夫したものである。

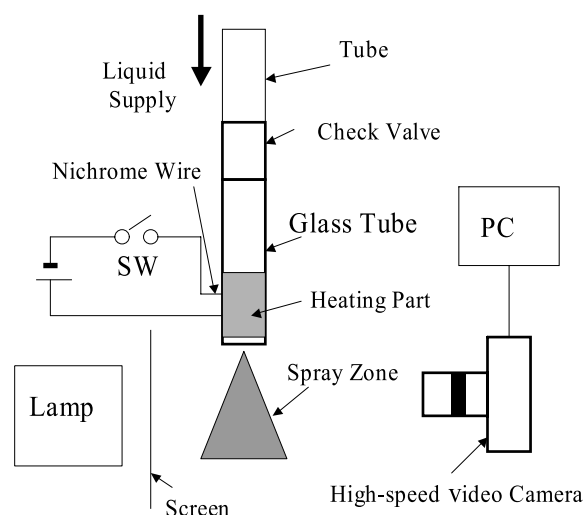


Fig.2 Schematic diagram of experimental apparatus.

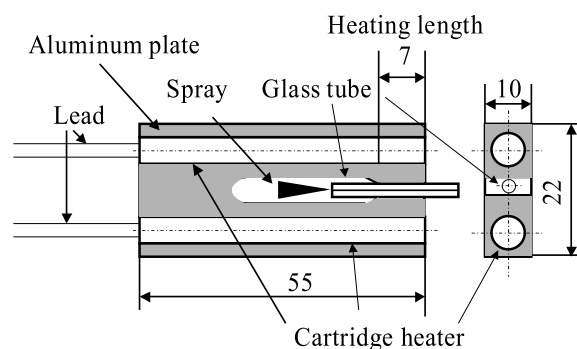


Fig.3 Detail of experimental apparatus for observation vapor bubble behavior in glass tube

4. 実験結果

4.1 単発噴出微粒化 水平に設置したガラス細管に水を満たして保持する。ヒーターの電圧、電流を所定の値にセットしてスイッチをonにする。数秒から数十秒で「パチッ」という音を発生する。肉眼では現象を観察することはできない。ただ、ガラス細管先端部分の水が消失している事実は確認できる。そこで、再度水を満たし、ビデオカメラの準備をして同様の操作を行う。このようにして撮影されたのが図4、5である。

図4は単発のジェットの高速度ビデオ写真の1例である。撮影速度は16000fps、シャッター速度は $1/273,000$ s (シャッター開放時間 3.66μ s)、先端から1.5mm程度上方を加熱しており、加熱電力 Q は0.34W、吐出量：約 0.094 mm^3 (94nl, 94μ g)である。ただし、 Q には大気中に移動する分も含む。

水平に設置したガラス細管は内径が $\phi 0.2 \text{ mm}$ 、外径 0.7 mm のものを用いた。吐出量は約 0.12 mm^3 、(0.12 mg)である。液体がガラス管から出てくる時間をゼロとした。

噴出した液柱は球形の先端部と内径より大きい円柱部、ほぼ内径に等しい円柱部から形成される。 $t=0.625 \text{ ms}$ (フレーム番号12)までは液体のジェットの形状を維持しているが、次の 0.688 ms のコマ(13)ではガラス管出口から微粒化が開始している。 0.938 ms のコマ(17)では大部分の液体が微粒化しているが、このときの加熱量では加熱されなかったと思われる先端部分は液塊として残存する傾向がある。

噴出した水は 0.625 ms までは液体であり、ガラス管内に残存しているのも液体である。 0.688 ms ではガラス管の写真から管内が水蒸気となっていることが分かる。また、大気中の拡がり状の噴流部分も水蒸気と推定される。

図5は図4と同じガラス細管を用いて、加熱電力をさらに大きくした場合の撮影結果を示す。 $Q=2.47 \text{ W}$ とした。噴出開始から 0.4375 ms という短時間で瞬時に微粒化する様子を示したものである。撮影速度は32,000fps、シャッター速度は $1/272,000 \text{ s}$ (シャッター開放時間 3.66μ s)である。図4の場合と異なり、液体噴出直後(18)から微粒化が開始され、約 0.2 ms (22)まで先端部の球状の形状を維持している。フレーム番号20までガ

ラス管内は液体になっている。NO.21では上流から蒸気泡が成長してきている様子が撮影されており、その速度は液体先端の速度を上回る。

約 3.7μ s間の露出時間でも微粒化の瞬間には撮影することができないことから、より短時間の露出時間での観察が望まれる。

図6は図4のジェットの先端位置と、位置の変化から算出した噴出速度の時間変化を示す。

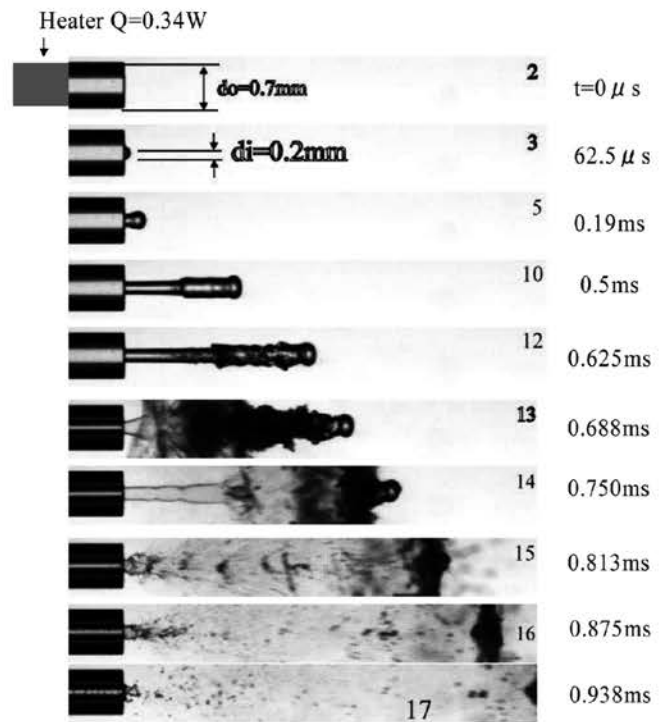


Fig.4 High-speed photos of liquid jet and atomization ($Q=0.34 \text{ W}$)

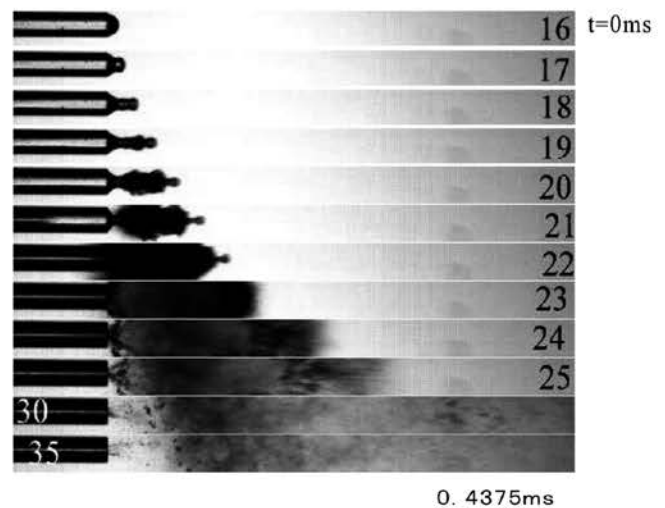


Fig.5 High-speed photos of a liquid jet and atomization ($Q=2.47 \text{ W}$)

徐々に加速して、確認できた状態では、速度が約15m/sまで達することが分かる。加速度一定と見なせる。この結果を用いて、液柱の運動を解析してみる。

運動方程式は

$$m \frac{d^2 x}{dt^2} = (P_v - P_a) A \quad (1)$$

ここで、 P_v は蒸気泡圧力、 P_a は大気圧、 m は液柱質量、 A は管断面積で、液柱の長さを l 、密度を ρ とすると、それぞれ以下のようになる

$$m = \frac{\pi d^2}{4} \rho l, \quad A = \frac{\pi d^2}{4} \quad (2), (3)$$

式(2),(3)を式(1)に代入すると式(4)となる。

$$\frac{d^2 x}{dt^2} = \frac{1}{\rho l} (P_v - P_a) \quad (4)$$

加速度を $21.6 \times 10^3 \text{ m/s}^2$ 一定として数値を代入して、蒸気泡圧力は0.21MPaと計算することができる。

図7はガラス管内の蒸気泡の挙動を観察するために、ヒーターを上下からはさむ方法で加熱したときの蒸気泡と液体ジェットの高速度写真である。加熱区間は7.5mm。ガラス管内の1ヶ所で蒸気泡が発生して成長し、ジェットを吐出するのが分かる。

図8は液浸法によって、ノズル出口から12mmの位置で採取した微粒子群の顕微鏡写真の1例である。粒子が球形になっているのがわかる。

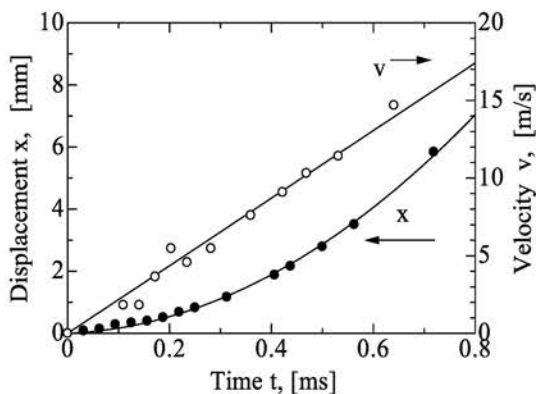


Fig.6 Displacement and velocity of liquid jet

加熱量は1.0Wの時の例である。

図9はこのときの個数基準の粒径分布を求めた結果である。ザウタ平均粒径は $41 \mu\text{m}$ となる。

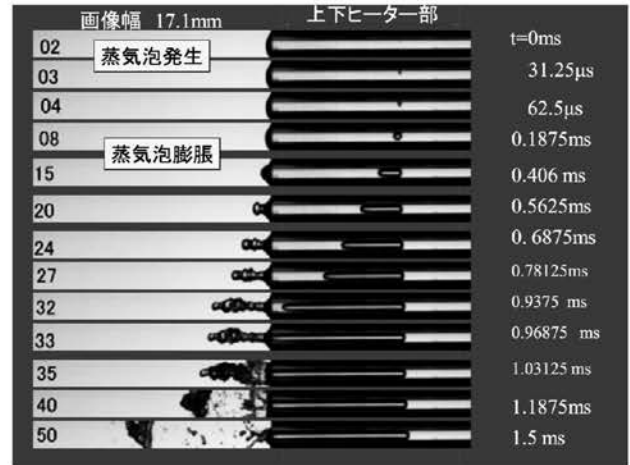


Fig.7 Liquid jet and vapor bubble in a glass tube (Single injection Water 32,000 fps)

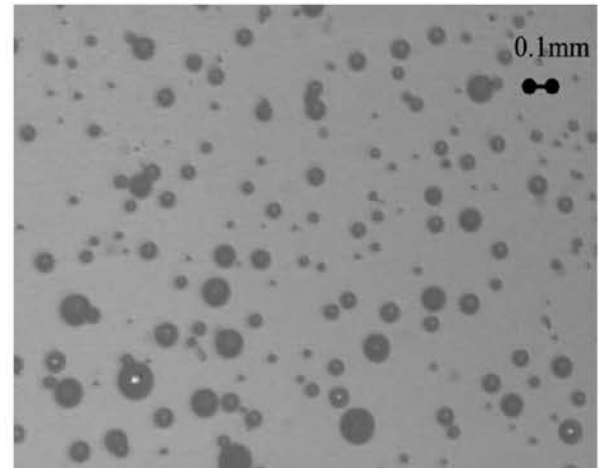


Fig.8 Photomicrograph of droplets (Water, $Q=1.0 \text{ W}$)

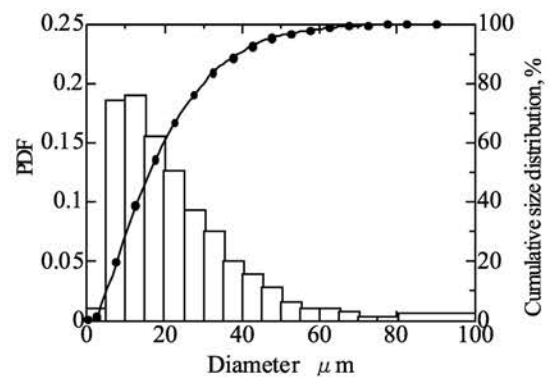


Fig.9 Droplet size distribution (Water $Q=1.0 \text{ W}$)

4.2 パルスの連続噴出微粒化 図10は連続噴出微粒化の様子を毎秒2000コマの比較的遅い速

度で撮影した結果を示す。シャッター速度は $1/272,000\text{s}$ である。両脇の矢印は写真の順番を示す。

内径 0.29mm 、外径 1.1mm のガラス細管は、写真では水平となっているが、実験の際は下向き垂直に配置して撮影した。加熱量 Q は 1.1W である。

この撮影時間内では、9回の微粒化が撮影記録された。9回の噴出した瞬間のコマのみを左上から順番に並べてある。写真中の数字は、通し番号を表している。再現性のある現象であることが確認できる。これらの写真から、噴出時間間隔 Δt は平均 0.1925s (最大で 0.2115s 、最小で 0.1805s) となる。規則的に噴出、微粒化が連続的に実現していることが示された。噴出周波数は 5.26Hz となる。

図11に加熱量 Q と周波数 f の関係を示した。加熱量を増やすことで周波数が増加する傾向は確認できるが、実験点が少ないこととデータがばらついていることから法則性を導くまでには至っていない。ただ、 Q を液体の供給量と連動させて制御することによって周波数または微粒化速度を制御することが可能となることを示唆している。

図12は水が連続して噴出微粒化されるときの様子を、光源を側面に置いて、毎秒30コマの比較的遅い速度で撮影した結果の1コマを示す。

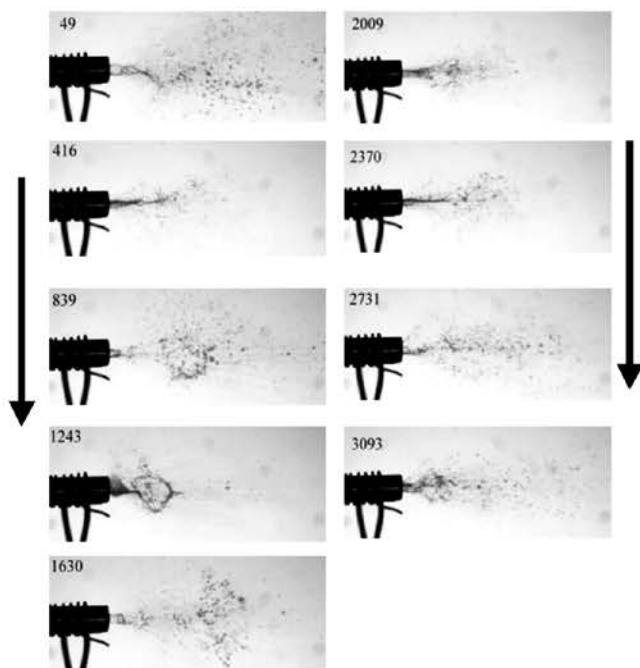


Fig.10 High-speed photos when liquid is atomized continuously

加熱量は 1.64W で、微粒化周期は約 3Hz である。

図13は連続してパルス状に微粒化する様子を高速撮影した結果の1部を時間経過に沿って選んだものである。本撮影時間内では4回の微粒化が撮影できた。最初の蒸気泡発生時(フレーム番号F.No.1211。○部分に蒸気泡が認められる)を時間ゼロとすると、2回目以降(F.No.11708, 22142, 32611)の蒸気泡発生時の時間は、 0.328ms , 0.654ms , 0.981ms となり、周波数は 3.05Hz となる。発生した蒸気泡は管端方向に成長し(F.No.1231, 22161, 32821)、大気に解放される(F.No.1243, 11751, 22181)。水が供給され、管を満たす($t=0.146\text{s}$, F.No.5889, 0.476s , F.No.16444, 0.802s , F.No.26873)。管は加熱されているので再び同じ位置から蒸気泡が発生する(F.No.11708)。この過程が繰り返されて連続噴出となる。

本報告ではとりあえず1回あたりの加熱量から噴出液体の温度の推算を行った。噴出する液体温度の推算を以下のように行った。ガラス管の内径から、加熱される液体の質量 m を求めると $3.3 \times 10^{-7}\text{kg}$ ほどになる。実際1回に噴出するのはこの半分で $1.65 \times 10^{-7}\text{kg}$ (165ナノリットル) 程度である。加熱量 $Q=1.1\text{W}$ では、噴出時間間隔 Δt は 0.19s 程度となる。初期液体温度 T_i を 25°C とすると、噴出時の液体ジェット温度 T_j は式(5)から 175°C と見積もられる。

$$T_j = T_i + \frac{Q\Delta t}{mc_p} \quad (5)$$

ここで、 c_p は液体の比熱で $4.2 \times 10^3\text{J}/(\text{kgK})$

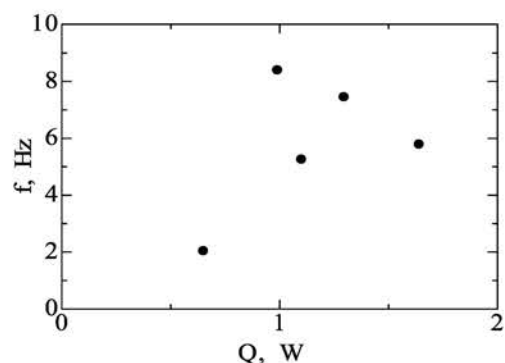


Fig.11 Jet cycle to heating rate

とした。

大気への熱損失を補正していないので、実際は少し低い温度になると思われる。このときの飽和圧力は約0.9MPaとなる。瞬時に微粒化が生じるのは、この飽和圧力と大気圧との圧力差が駆動力となる。式(4)から求めた値と大きく異なる結果となった。式(4)の結果は、噴出後0.2ms以降の加速度を用いたが、蒸気泡発生初期の蒸気泡圧力の推定には無理があると推定される。初期の段階では、液体の圧縮性を考慮することで、より高い圧力を示していることが予想される。

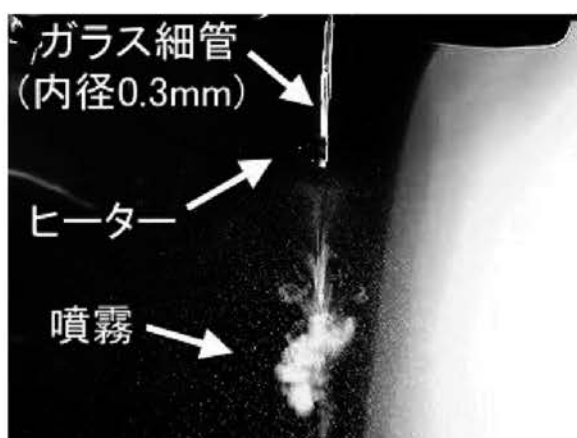


Fig.12 Photograph of continuous injection (Water, $Q=1.64W$, 30fps)

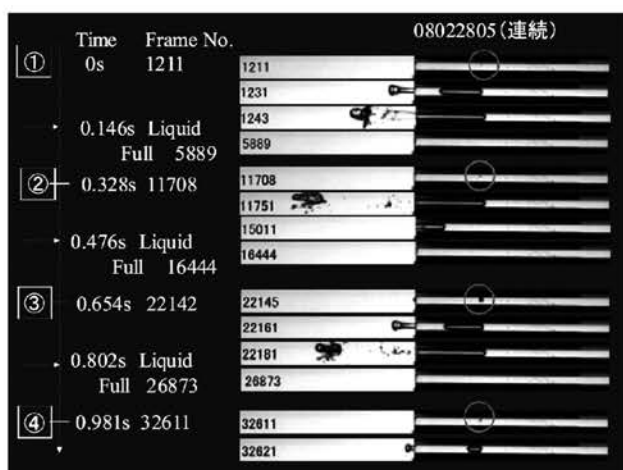


Fig.13 Sequences of photographs showing water jet and vapor bubble

5. まとめ

極めて細い内径のガラス管を用いることで、極めて簡単な装置によって微粒化を連続的に行う方法を考案し実験を行った。その結果、以下

の点を明らかにした。

(1)単発の微粒化実験では約0.4msの極めて短時間に微粒化する様子を高速ビデオ写真で明らかにした。

(2)特別な液体を高圧として噴射するための装置を必要としない本方法で、液体を連続してパルス的にしかも瞬時に微粒化が可能であることを実験的に明らかにした。

(3)本方法によってあらかじめ必要とする微量 ($\mu l \sim nl$ オーダー)の液体を瞬時 (1ms以下)に微粒化することができることを実証した。

今後、加熱部の内面の温度が過熱限界温度に達しているか、あるいは越えているかなどに着目して実験を度を計測し、この温度とヒータ供給電力から内表面温度を推算する方法を検討している。時間平均温度しか進めたいと考えている。

具体的には、キャピラリー管外面に金属薄膜を蒸着し、抵抗温度変化法で外表面温測定できないが、測定してみる価値あると考えている。

(4)ガラス管内の1ヶ所で蒸気泡が発生して成長し、ジェットを吐出する。

(5)単発時の微粒化の粒径分布の測定から平均粒径が $40 \mu m$ 程度となる。

(6)液体を供給しながらノズルであるガラスの先端部を加熱することで、数Hzの周期で連続的に微粒化する。

(7)連続的に微粒化する場合の蒸気泡と液体ジェットの挙動を明らかにした。

今後実用化に向けてはクリアすべき課題が多々あると思われるが、微粒化の基本的なメカニズムは明らかにできたと考えている。

謝辞：粒径分布の測定は卒研生の上野浩平君による。記して謝意を表する。

参考文献

- (1) 化学工学会編, 化学工学便覧 改訂第6版, 丸善,(1999), 312-313.
- (2)例えば, 須磨誓, 小泉睦男: 減圧沸騰による液体の微粒化, 日本機械学会論文集 (第2部) 43-376 (1977), 4608-4621.
- (3)例えば, 瀧本昭・ほか2名: 減圧場における過熱水のスプレーフラッシュと微粒化の機構, 日本機械学会論文集 (B編) 61-584 (1995),

1560－1566.

(4)浅井朗：バブルジェットプリンタの開発，ながれ24（2005），603-608.

(5)公開番号：2009-136774,出願番号:2007-315967

(6)例えば，玉木伸茂・ほか2名：ノズル噴光孔内キャビテーションによる高粘度液体噴流の微粒化，日本機械学会論文集（B編）71-702（2005），632－640.

(7)宋明良・ほか4名：2次元内キャビテーションと液体噴流の微粒化（第1報，超高速カメラによる可視化），機論（B編）72-714（2006），513－520.

小山工業高等専門学校 機械工学科

E-mail : takasima@oyama-ct.ac.jp

「受理年月日2009年9月24日」