新種光学ガラスの攪拌に関する模型実験

泉谷 徹郎・寺井 良平

(大阪工業技術試験所)

Model Experiments on the Stirring of New Optical Glasses

By Tetsuro IZUMITANI and Ryohei TERAJ

(Osaka Industrial Research Institute)

Abstract

The new optical glasses of borate system containing rare elements are usually melted in a platinum crucible. As the physical properties in molten state as well as the capacity of melting pot of such new glasses are entirely different from those of ordinary optical glasses the method of stirring which gives the maximum efficiency would be quite different from the conventional type. The authors, therefore, carried out a series of model experiments in order to establish the basic principles of the new method of stirring.

The experiments covered the wide range of viscosity using different types of stirring rods and the mechanisms. And as the criterion of satisfying the conditions of similitude were used the Reynolds and Froude numbers.

From the results of measuring the mixing velocity it was found out that the relation between the number of revolution of stirring rod, N , and the time required for complete mixing, θ , may be expressed as, $N^a \cdot \theta = k$, in which the constants a and k increase with increasing viscosity.

For the liquids of the viscosities of $10^0 \sim 10^2$ poises the crank type stirring rod was better by far as compared with the conventional type, propeller type and screw type rods, the fact which was proved also from the results of calculating the mixing energy.

For studying the mixing of the surface and bottom striae the liquids having different densities and surface tensions were put in thin layers to the corresponding points. In this case the crank type rod proved to be most efficient.

Furthermore, the mixing efficiency was improved to some degree by revolving the crucible itself and by changing the depth of immersion of stirring rod.

The conventional method was found to be less efficient for removing the vertical striae standing at the center of the crucible. It was, however, possible to remove rapidly the striae by crank type rod introduced through the furnace top, since this system was possible to increase the number of revolution without rolling up the bubbles.

The results obtained by model experiments were confirmed with success by practical works.

緒 言

光学ガラスは極めて均質であることが要求される。そのために光学ガラスの製造工程では、必ず機械的攪拌による熔融状ガラスの均質化工程が重要な位置を占める。しかしながら、攪拌の方法やそれによる効果については、普通経験的な判断にもとづいて行なわれることが多く、それらについての明確な、定量的な報告には不足している。

特に最近、硼酸塩系の新種光学ガラスの熔融に当っては、一般に小型白金坩堝が使用されており、そのため従来の攪拌方式をそのまま小型化しただけでは不充分であるように思われる。

従来の攪拌方式は粘土質坩堝に適合した方式であっ

て、その攪拌の目的の一つに、粘土質坩堝から混入して来る汚れを出来るだけ均質な中心部に巻込まないように、坩堝壁の方へ脈理を攪拌棒によって押しつける役割があった。従って回転速度も遅く、棒の形状にも自ら限界があり、強力な機械的攪拌を充分に行なうことが出来ない。一方、小型白金坩堝でガラスを熔融する場合は、坩堝の侵蝕による不均質部分の混入ということは起り得ないので強力な攪拌を行ない、バッチ反応直後の不均質部分の拡散を強制的に助長し、表面揮発によって生じた不均質部分を出来るだけ速かに消失させるようにすればよい。さらに硼酸塩ガラスにおいて発生する最も消失し難い脈理は、一般に珪酸塩ガラス中に発生する脈理とその物理的性質を異にしてい

る¹²⁾。従って攪拌をより効果的に行なうためには、脈理の物理的性質をも充分考慮した攪拌方式を採用する必要がある。

そこで小型白金坩堝によって稀元素を含む硼酸塩ガラスを熔融する場合に最も適した攪拌方式を確立するために、模型実験によって種々の攪拌条件を検討し、装置、棒の形状、攪拌スケジュールを求めようとした。

液体の混合(攪拌)については、低粘稠液の均一液混合を H. Kramers³⁾, J.G. van de Vusse⁴⁾ の人々が手がけており、高粘稠液の均一液混合については、永田⁵⁾らの研究があるが、これらの研究を手がかりとして、以下の実験を行なった。

I. 実験方法

1) 攪拌装置 実際のガラス熔融に用いるために製作した攪拌装置は、一つは従来の攪拌機をそのまま小型化したものであるが、もう一つは、炉の天井に孔を設け、電気炉上に取付けた攪拌機自体を昇降させることによって、炉の天井から水冷管式攪拌棒を挿入出来るようにしたものである(図-1)。

Fig. 1. Stirring machines used for optical glass melting; (a) conventional method, (b) "top insertion" method.

ただし模型実験に際しては、前者はそのまま実験に転用したが、後者は同一機構のものを別に作って使用した。なおガラス熔融に用いる電気炉は、炉床回転も行ない得るので、模型の場合にもその機構を再現するようにした。

2) 容器、攪拌棒の形状 模型実験に用いた攪拌容器は内径 10 cm, 高さ 9.2 cm, 内容約 700 cc のガラス容器で、これは著者らが実際にガラス熔融に使用している小型白金坩堝と同一形状、寸法のものである。

用いた攪拌棒の形状と寸法は図-2に示す通りである。

(a) は白金・ロジウム合金。従来の方式の攪拌機に附属するもので、(b) は天井挿入式攪拌機用として特に製作したもので白金・ロジウム合金である。便宜

Fig. 2. Form and dimensions in mm of stirring rods; (a) conventional rod, (b) crank-type, (c) propeller-type, (d) paddle-type, (e) screw-type.

上クランク型と名づける。(c) は通常の液体混合に最もよく用いられるもので横櫓形翼(プロペラ型)(d) は低粘性液の攪拌に用いられる縦櫓形翼、(e) は永田らの報告によって高粘性液の混合に最も能率的なものとして推奨されている螺旋型である。(e) は本来これに案内円筒が附属するが、著者らの場合は攪拌容器が

小さいので特にそれを用いなかった。なお(c)(d)(e)は模型実験のために製作したもので、鉄製であって、ニッケル・メッキが施してある。

3) 熔融状ガラスの性質と攪拌の相似条件 熔融状態にある硼酸塩ガラスの物理的性質の内、高温の比重、表面張力などは実際に測定したが、粘性については改めて測定はしなかった。しかし M. Volarovich⁶⁾らの実験結果や、実際の熔融状ガラ

ス(硼酸塩)の挙動からみて、その粘性は $10^0 \sim 10^2$ ポアズ附近と予想される。特に清澄直後の攪拌時には約 10^1 ポアズと考えられる。表-1には、二三の硼酸塩ガラスの熔融状態における物理的性質を示している。

Table 1. Physical properties of some borate glasses

Glass No.	Composition (mole)			Surface tension* σ (dyne/cm)	Density* ρ
	B ₂ O ₃	CdO	La ₂ O ₃		
BCL 1	1.1	1.0	0.25	297.9	4.456
BCL 2	1.1	1.0	0.29	312.8	4.489
BCL 3	1.1	0.9	0.29	299.8	4.430
BCL 5	1.2	1.0	0.29	289.4	4.398
BCL 6	1.1	1.1	0.29	318.1	4.583

* These values were measured at 1100°C

以上の物理的性質を基礎として、熔融状ガラスを攪拌する時の R_e 数(レイノルズ数)を計算してみると表-2に示す値が得られる。 R_e 数の計算は、

$$R_e = \frac{Du\rho}{\mu}$$

で行なったが、 D は容器の直径、 u は搅拌棒の線速度、 ρ は比重、 μ は粘性を示す。ただし表-2 の値は、高温比重 4.4 の熔融状ガラスについて計算したものである。

Table 2. Reynolds and Froude numbers for the given values of viscosity and the numbers of revolution

r.p.m.	30	60	100	150	200
Viscosity					
10^6 poise	317.8	635.5	1059.2	1589.0	2118.4
R_e { 10^1	31.8	63.6	105.9	158.9	211.8
10^2	3.2	6.4	10.6	15.9	21.2
F_r	0.96×10^{-3}	1.92×10^{-3}	3.2×10^{-3}	4.8×10^{-3}	6.4×10^{-3}

ところが模型液は熔融状ガラスよりも比重 (ρ) が相当小さいので、実際と模型との相似条件を満足させるためには、その比重差に相当するだけ回転数 (N) か粘性 (μ) を変えなければならない。しかるに、この模型液と実際のガラスのいずれの搅拌においても、それぞれの搅拌容器は自由表面をもつから F_r 数 (フロード数) を考慮に入れなければならない。 F_r 数は

$$F_r = \frac{u^2}{Dg}$$

で与えられる。ここに g は重力の加速度である。相似条件として F_r を一定とするためには、 D が既に一定であるから当然回転速度も一定に保たねばならなくなる。従って相似条件によって R_e , F_r を一定とするためには、その粘性を変えるしかない。粘性と比重の関係は、 R_e 数の中から $\rho_1/\mu_1 = \rho_2/\mu_2$ で与えられるから、模型液の比重 (ρ_2) が実際のガラスのそれよりも小さければ、当然その比率だけ模型液の粘性 (μ_2) を小さくしなければならない。例えば模型液に濃グリセリン ($\rho_2 = 1.26$, $\mu_2 \div 10^1$ ポアズ) を選ぶ時、 $\rho_1 = 4.4$ の硼酸塩ガラスの粘性 (μ_1) は 3.5×10^1 ポアズとなつて、濃グリセリンは、その粘性の 3.5 倍の粘性を示す熔融状ガラスに相当することになる。この場合、搅拌棒は坩堝内の熱的対流が問題にならない程非常に早く移動するから、 P_r 数 (プラントル数) や G_r 数 (ガラスホッフ数) は特に考慮に入れなかった。

ところで、清澄時以降、いったん均質になったガラス融液に表面揮発によってあらたに不均質が発生する。これは一般に B_2O_3 の揮発によるものであるから、その不均質部分は B_2O_3 欠乏の状態にあり、当然そのマトリックスをなす部分と比べて比重、屈折率、表面張力とも大である¹³⁾。この種の不均質部分は非常に消失しにくい性質のものである。その不均質部分がマトリックス部分の物理的性質からどの程度ずれているかということは、ガラスによって相当のちがいはあるが、大体比重差は 0.005 前後、表面張力は 10~20 dyne/cm 程度と考えてよいであろう。逆に酸化ト

リウムなどを含むガラスは熔融中に ThO_2 過剰の部分が底に沈降堆積する場合があるが、これらの沈降不均質部分もやはりマトリックス部分に比べて、比重、表面張力ともに大きいと推察される。この場合のずれの程度も先の場合にほぼ等しいと思われる。

このような不均質部分を模型液に再現するには、次節で述べる各種の模型液を適当に組合わせればよいが、その際

$$F_r' = \frac{Dg}{u^2} \left(\frac{\rho_1 - \rho_2}{\rho_1} \right)$$

で表わされる浮力の F_r 数を考慮に入れなければならない。しかしガラス中のマトリックスと不均質部分との比重差は非常に少なく、その程度の比重差を模型液に再現した場合、肝心の脈理の消失を左右する表面張力の差が正しく再現出来ないで、著者らの実験では比重差よりもむしろ表面張力差の方に重点をおいた。

4) 模型液の調製と搅拌効果の判定 模型液には水、グリセリン、水あめなどを用いたが、それらの物理的性質を一括して表-3 に示す。

Table 3. Properties of model liquids (at 20°C)

Model liquid	Density	Viscosity (poise)	Surface tension (dyne/cm)
Water	1.00	10^{-2}	70
Glycerin (dil.)	1.23	0.15×10^1	59
Glycerin (conc.)	1.26	1.0×10^1	54
Millet-jelly (dil.)	1.36	1.5×10^1	73
Millet-jelly (conc.)	1.43	2.0×10^2	79

なおこれらの性質は、比重は浮量計、粘性はB型回転粘度計、表面張力は浸筒法によって測定した。

均一液混合の場合、一定量のハイポ ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) を溶かした液に、それと当量の沃度 (I_2) で着色した同一性質の液の一定量 (5 cc) を注射器によって回転軸近辺に注入し、ハイポによる沃度の還元脱色に要する時間を測定してそれを混合完了時間とした。

表面脈理に対しては、濃水あめを淡水あめ上に一定量 (2 cc) 浮べることにより、また沈降脈理に対しては濃水あめを事前に淡水あめの底に沈めておくことによって調製したが、不均質部分に相当するものの方に沃度を溶かして着色しておいた。これ以外にも、淡グリセリン上に水を浮べた場合 (脈理の比重は小さく、表面張力は大きい) および淡グリセリン中に濃グリセリンを沈めた場合 (脈理の比重大きく、表面張力小さい) についても実験を行なった。

II. 実験結果

1) 均一液混合について

(a) 水: - 各種の搅拌棒について、その回転数を变化させた場合の混合完了時間の測定結果が図-3 に示されている。この図の横軸には回転数 (N) の対数を取り、縦軸には混合完了時間 (θ) の対数をとった。どの搅拌棒とも、それらの関係はそれぞれ一直線で表

わされ、

$$N^a \cdot \theta = k \dots \dots \dots (1)$$

の式になることを示している。ただし a, k は棒の種類、模型液によって異なった値をとる。

Fig. 3. $N-\theta$ diagram for water.

$N-\theta$ 曲線からわかることは、水のような低粘性の液の混合に対しては、どの形状の棒を用いても能率の上に大きな差が出て来ないということである。

水の攪拌混合における R_θ 数は極めて大きく、事実上これに相対する実際の熔融状ガラスは存在しないと考えられる。

(b) 淡グリセリン：-各種の攪拌棒によって得られた $N-\theta$ 曲線を 図-4 に示す。この場合も大体 (1) 式の関係が成立する。

Fig. 4. $N-\theta$ diagram for glycerin (dil.).

この程度の粘性になると、棒の形状による能率の差が生じて来る。まずクランク型は、高速では大変能率的であるけれども、低速になる程表面近辺に未混合部分が残る、そのため $N-\theta$ 曲線が立上った形となる。螺旋型は、その曲線が大変ゆるやかになる特徴をもつが、縦撹型翼のものは曲線の勾配極めて大きく、最も能率が悪い。これはこの型の翼では、液の上下流動がほとんど生じないためであろうと思われる。

この模型液の粘性に相当する熔融状ガラスの値は、 $4 \sim 5 \times 10^9$ ポアズ附近であって、硼砂ガラスの熔融状態の粘性に近い。

(c) 濃グリセリン：-この模型液によって得られた $N-\theta$ 線図は 図-5 に示す。

Fig. 5. $N-\theta$ diagram for glycerin (conc.).

粘性が増加すると各棒の特性が顕著になって来る。クランク型とプロペラ型とは近接した曲線を与えていて、高速側では能率がよいが、縦撹型翼のものは非常に立上った線図を与えて、まず攪拌効果の点からは失格とみなされる。一方螺旋型は、その勾配がさらに小さくなり、高粘度液の混合に対しては極めて有効なものであることを示しているが、高速側では余り能率的とはいえない。しかしいずれの場合にも各攪拌棒は (1) 式を満足する。ただし a, k の値は粘性の増加に従って相当大きくなっている。

この模型液の粘性は、ちょうど実際のガラスの攪拌過程に大体相似するものと考えられる。

ところで従来の形式の攪拌棒によって、攪拌を行なった場合、低速側のクランク型の線図に近いものが得られるが、液の流動形態は相当異なっている。その違いを 図-6 に示す。

Fig. 6. Flow patterns produced by (a) conventional rod and (b) crank-type rod at 60 r.p.m.

上図の (a) は従来の攪拌様式に対応するものであるが、その場合表面中心に注入された着色グリセリンは、棒の運動によって周囲に押しやられ、周壁を伝わって底に到達し、中心部より立上って上昇して来る。そして最後までこの中心部に脈理として残る。一方 (b) に示すクランク型で攪拌する場合、軸に沿って内部に着色グリセリンは引込まれ、棒の曲げ部分のところで周囲にはじきとばされて、消失して行く。従って脈理は底に達するまでに強制的に拡散させられるから、中心部に立上った脈理が生じない。むしろ表面の軸近辺に残る傾向があるが、これは回転数の少ない場合であって、高速回転を行えば表面に脈理の残ることはほとんどない。なおついでにプロペラ型と螺旋型の流動形態（混合機構）をも図示すると図-7 の通りである。

Fig. 7. Flow patterns produced by (a) propeller type, and (b) screw type rods at 60 r.p.m.

プロペラ型はクランク型に似て、軸から下方に着色グリセリンが引込まれ、翼で強制拡散させられるが、表面軸近辺に脈理として残る傾向がある。螺旋型は着色グリセリンを表面から周壁を伝わって引込み、下部に達したものを螺旋翼によって次第にすくい上げて、ぐるぐる回転しながら全体に拡散させる。液の粘性が変化しても余りこの混合機構に変化のないのが特徴である。

(d) 薄い水あめ：- $N-\theta$ 線図は、濃い水あめの結果と共に図-9 に示す。いずれの場合でも (1) 式は大体成立するが、粘性が増すとクランク型の攪拌効果が劣って来る。それでも高速側では最も能率的なものに属する。しかしさらに粘性が増加して来ると、クランク型による全体の流動形態が変化するようである。低

粘性側では、クランク型の示す流動形態は図-8 (1) のようになることは、図-6 の (b) に示した通りである。しかし粘性が非常に増加すると、その流動形態は (2) のようになることが観察される。この場合は粘性が大きいために、棒の回転につれて液表面が相当凹凸

Fig. 8. Variation of flow by changing viscosity of model liquid; (1) 10 poise, (2) 100 poise.

を生じ、そのため表面の着色グリセリンが軸近辺から内部に引込まれずに、逆に外周の方へ移動し、側壁を伝って下部に沈降し、その後底から中心部に立上った脈理となって相当長時間残存することになる。この臨界点に相当する粘性は大体 50 ポアズであるが、これに相当する熔融状ガラスの粘性は 150~200 ポアズ程度であるから、硼酸塩ガラスの熔融状態における攪拌を問題にする場合には、一応除外してもよい領域に属するものと考えられる。

(e) 濃い水あめ：- この $N-\theta$ 線図は図-9 に示す。この模型液の粘性に相当する熔融ガラスの粘性は硼酸塩よりもむしろ珪酸塩に近いであろう。この場合混合には非常に時間を要するが、それでも大体 (1) 式を満足する。このような高粘稠液になると螺旋型のすぐれていることがわかる。

Fig. 9. $N-\theta$ diagram for millet-jelly.

2) 表面脈理, 底脈理の混合について

(a) 表面脈理: - 比重と表面張力の異なる 2 液を搅拌混合するのであるが, 模型液としては, マトリックス・ガラスに相当するものとして淡い水あめ ($\rho = 1.36$, $\sigma = 73$ dyne/cm), 表面に発生する脈理部分として濃い水あめ ($\rho = 1.43$ $\sigma = 79$ dyne/cm) を選んだ. そして淡い水あめの表面に 2 cc の濃い着色水あめを一面に撒布して, その消失時間を測った. 結果は図-10に示す. クランク型は高速側では良好であるが, 低速側では最も悪い. これは表面軸近辺に長く脈理が残ることに原因しているが, これを防ぐにはクランク型の棒の曲げ部分を液面の高さまで引上げるとよい (図-10(b') 線). プロペラ型はクランク型に類似し, 螺旋型はやはり勾配のゆるい線図を与える.

この場合の脈理 (濃い水あめ) の消失機構は, 先に述べた混合の機構とほとんど変りはないが, 脈理の表面張力が大きいために, それはマトリックス中を粒状となって分散流動し, 次第に消失して行く.

また表面脈理として, アルカリ成分の揮発やシリカ成分の混入分離が考えられる場合に適応するものとして, 表面脈理がマトリックスよりも比重小さく, 表面張力大である模型液を作った. 脈理には水を用い, マトリックスには淡グリセリンを用いたが, その N - θ 線図は 図-11 に示す.

Fig. 10. N - θ diagram for surface striae (millet-jelly).

Fig. 11. N - θ diagram for surface striae (glycerin).

この場合, 軸から表面脈理を引込むクランク型. プロペラ型は大体類似した線図を与え, 脈理も比較的簡単に消失しているが, 他の型のものは表面脈理を外周に押しやるために, そこに長く残存して消失が遅れている.

以上の表面脈理の消失混合についても, その回転数と消失時間との間には, やはり大体において $N^a \cdot \theta = k$ の関係が成立するようである.

(b) 底脈理: - 濃着色水あめ ($\rho = 1.43$, $\sigma = 779$ dyne/cm) を淡い水あめ ($\rho = 1.36$, $\sigma = 73$ dyne/cm) の底に 2 cc 沈降させておき, これを回転して混合消失さ

Fig. 12. N - θ diagram for bottom striae (millet-jelly).

Fig. 13. N - θ diagram for bottom striae (glycerin).

せる場合の N - θ 線図を 図-12 に示す. 一般にどの搅拌棒とも近接した線図を与えるが, 大体高速, 低速のいずれの場合でもクランク型が良好なようである. プロペラ型, 螺旋型とも高速側ではクランク型と大差ないが, 低速では非常な長時間を要し, その線図に一つ

の屈曲点を与える。従ってクランク型は、底脈理の巻上げ力の相当大きいことがわかる。

淡いグリセリン ($\rho=1.23$, $\sigma=59$ dyne/cm) の底に濃いグリセリン ($\rho=1.26$, $\sigma=54$ dyne/cm) の脈理をあらかじめ底に沈めておいて回転混合する場合の $N-\theta$ 線図を図-13 に示す。

この線図における特徴は、一つはクランク型が総合的に有効であるということ、二つにはいずれの $N-\theta$ 線図ともある点において屈曲点を示していることである。この屈曲点は、底脈理を巻上げて消失するのに、ある程度以上の回転速度を与えなければ効果的でない。ということを示す。

3) 上下回転の影響 坩堝自体を回転する場合、ガラスの均質化に対してどれ程の効果があるか明らかではないが、Tooley⁷⁾らの報告によると、坩堝を少し傾斜させて回転する時にガラスの均質化が相当改良し得ることを示している。しかし模型容器で、これを確かめてみても上からの搅拌棒挿入による搅拌効果は極めて大きい。容器のみが回転する時は、その内部の液も容器と同じように回転して、内部に流れの乱れを生じないため一般に搅拌効果はないといってよい。しかし、上からの搅拌棒による搅拌をより効果的にする、いわゆる補助的役割は存在するように思われる。

(a) 淡グリセリンの均一液混合：淡グリセリンの表面に、同じ物理的性質の着色グリセリンを 5 cc 注入する。上の搅拌棒はクランク型に限定し、それを 60, 90, 180 r.p.m. で回転させる。おのおのの回転数に対して下の回転数を、上の回転と同方向に 30, 20 r.p.m. および静止、上とは逆方向に 20, 30 r.p.m. で回転する。その時の混合時間は図-14(a) に示されている。この結果は、搅拌効果がほとんど上の棒の回転によって決定されていて、下の回転は有効でないこ

とを示す。特に上下同方向に回転する時は、液全体の流れが定常化し、混合能率が低下する。

(b) 底脈理混合：淡グリセリン中に 2 cc の濃グリセリンを沈降させた底脈理に対して得られた結果を図-14 (b) に示す。この場合には、底の脈理は下の回転に従属して消失混合に時間を要するが、特に上下を逆方向に回転する時は、上下の回転の効果が相殺されて脈理巻上げ流が生ぜず、長く脈理を底に残すことになる。その場合底脈理は平たく底一面に散る傾向がある。しかし上下同方向に回転させると脈理を巻上げる流れが生じ、底中心部に脈理が集められて、次第に消失して行く。この場合でも下の回転の効果は余り見られない。

(c) 表面脈理混合：淡グリセリン上に着色水が 2 cc 散布されている場合、その回転数と混合完了時間の関係は図-15 に示す通りとなる。この場合、クランク型の搅拌棒の曲げ部分を液中に完了挿入する場合と

Opposite direction $\leftrightarrow$ Same direction with rod
Fig. 15. Effect of the revolution of crucible on the mixing of liquid involving surface striae.

Fig. 14. Effect of the revolution of crucible on the mixing; (a) two different liquids, (b) liquid involving bottom striae.

液面よりも高く引上げる場合とでは全く逆の効果が現われる。前者の場合、下を逆方向に回転させると、上の搅拌棒の脈理引込みの流れを妨害する結果となって能率が著しく低下する。同方向の場合は、上の搅拌棒による脈理引込みの流れを長くさせるので比較的良好であるが、下の静止の場合と余り変わらない。後者の場合では上下を同方向に回転させると、表面脈理は周囲に押しやられて余り効果的な混合は行なわれないが、下を逆方向に回転させると非常に短時間に表面脈理は消失する。

4) 泡の巻込みと回転数の関係 高速度回転を行なう程混合能率は著

しく増加するけれども、粘稠液を高速度で搅拌すると、表面の躍動が激しくなって液の容器からの溢出や泡の巻込み等の障害が生ずる。特に泡の巻込みは光学ガラスの重大な欠陥となるから厳重に警戒しなければならない。そのために従来の搅拌方式（熔融状ガラスに挿入された棒を横から回転運動させる）とクランク型棒を炉の天井より挿入して上から回転させる方法について、その泡巻込みの限界速度を各種粘性の模型液について求めた。その結果は図-16に示す。この結果からわかるように、従来の方式に比べて、天井挿入の

Fig. 16. Relation between the viscosity and the number of the revolution of stirrers under the limiting condition of rolling in the bubbles.

クランク型搅拌方式では相当高速まで泡の巻込みを伴わずに回転することが出来る。回転速度の相当な増加が可能であるから、混合能率も著しく増加することがわかる。もちろんプロペラ型、螺旋型なども、その翼が液中に没していれば泡の巻込みは、クランク型同様少ないものと思われる。なお図-16に示した縦軸の粘性は模型液のものであるから、これに相当する実際のガラスの粘性は、その2液の比重の比率だけ大きくなる。

III. 考 察

1) 搅拌速度と混合時間について 実験結果は、棒の回転数と混合完了時間との間に、

$$N^a \cdot \theta = k$$

の関係が一般に成立つことを示しているが、これについては永田⁹⁾らが次のように説明を与えている。すなわち液の流動速度(v)は搅拌速度(n)に比例し、循環時間(τ)は $\tau = L/v$ (L は循環径路の長さ)であって、同一の容器にあって L は一定と考えると、 $\tau = kn^{-1}$ で表わせる。一方混合完了時間は、液が m 回循環して混合が完了したとすれば、 $\theta = m\tau$ となつて、これらから $\theta = mkn^{-1}$ となり、書きかえて

$$n\theta = mk = k'$$

の関係が得られるというのである。

しかしながら、著者らの場合 n の指数は a となつたが、これは棒の形状、液の特性等によって液の混合機構が複雑化したことによると思われる。しかし一般に、 $N^a \cdot \theta = k$ の a および k の値が小さい程搅拌能率は大きいと考えられるから、先の実験で得られた各種条件における搅拌棒の a および $\log k$ の値を表-4に示す。 a と k の値から見ると螺旋型のものが最も良い

Table 4. The values of a and $\log k$ of various stirring rods.

	Crank-type	Propeller-type	Paddle-type	Screw-type
Water	a 1.2 $\log k$ 3.9	1.0 3.5	1.4 4.5	1.3 4.0
Glycerin (dil.)	a 1.8 $\log k$ 5.5	1.4 4.9	3.9 10.9	1.2 4.4
Glycerin (conc.)	a 2.3 $\log k$ 6.8	2.3 7.0	3.6 10.6	0.7 3.8
Millet-jelly (dil.)	a 2.1 $\log k$ 6.3	1.9 6.0	— —	0.9 3.9
Surface striae (Millet-jelly)	a 3.3 $\log k$ 9.1 (1.6)* (5.4)*	1.7 6.0	— —	1.5 5.4
Surface striae (Glycerin)	a 2.0 $\log k$ 6.3	4.2 11.4	— —	— —
Bottom striae (Millet-jelly)	a 2.1 $\log k$ 6.2	2.4 7.1	— —	2.2 6.9
Bottom striae (Glycerin)	a 1.6 $\log k$ 4.5	3.3 8.6	7.7 18.8	0.6 2.6

* In the case of half steeping of rod.

ことになるが、クランク型も総合的に判断すれば有用なものと思われる。しかしながら、 a の値が大きいことは、逆に高速回転を行えば急速に混合が進むということを意味するから、 $\log k$ の値が適当に小さければ、 a の値は大きくてもよい。このことを利用すると、クランク型は他の型のものに比べて著しく搅拌能率を高めることとなり、最も有効な搅拌棒であるということが出来る。

2) 混合エネルギーについて 搅拌に要する混合エネルギーの計算からも棒の搅拌効果の優劣を論ずることが出来るが、普通混合エネルギーは

$$E = P \cdot \theta$$

で与えられる。ここに P は所要動力であるが、これには $Re \geq 10 \sim 10^2$ の場合、永田⁹⁾らの与えた所要動力の計算式 $P = c \cdot \mu \cdot n^2 d^3$ を仮に適用することにする。ここに c は常数であつて特に棒の形状、容器の大きさによって異なるが、いまの場合一定値をとると仮定する。 μ (粘性)、 d (搅拌翼の回転直径)もそれぞれ一定とすれば、 $P = c'n^2$ となるから

$$E = P\theta = c'n^2\theta$$

いま、濃グリセリンの $N-\theta$ 線図の混合完了時間(θ)とその回転数から $n^2\theta$ を計算し、図示すれば図-17のようになる。この結果からみると、クランク型の混合エネルギーが最も少なく、従つて最も能率的であると考えることが出来る。

3) 高速度搅拌について 前述したように、従来の搅拌棒を横から挿入する方式のものは、液面に棒を立てるために回転速度に限界があった。図-16からもわかる通り200ポアズの模型液で回転数が60 r.p.m.を越せば泡が巻込まれる。これと共に液面の動揺も激しく、坩堝外への溢出の危険性さえ存在する。従つて高速度搅拌が出来ないために、どうしても中心部に立上った脈理を効果的に拡散させることが困難になって

Fig. 17. Mixing energy required for various type of rods.

来る。しかしクランク型の搅拌棒は曲げ部分を液中に挿入する時は、相当高速まで泡の巻込みや液の溢出の危険性がなく、その上実験結果からも明らかなように、高速側におけるクランク型搅拌棒の混合能率は他のものに比べて非常に良好である。従って中心脈理を消失せしめ、飛躍的に均質化速度を向上させることが出来る。

4) 実際への適用について 実際のガラス熔融に用いる搅拌棒としては、高熱作業に耐え、ガラスとは反応しないことが要求されるから、当然材料には白金合金が用いられるべきである。しかし白金は熱間における機械的強度がはなはだしく弱いの、僅かな応力によっても簡単に変形する。それでたとえばプロペラ型が能率的であるとしても、あるいは高粘稠液に螺旋型が適当であるとしても、このような形状の搅拌翼を実際のガラス熔融に使用することは困難である。しかしクランク型の場合は管状であるから比較的機械的強度も大きく、その白金による製作も容易である。従って実用化の観点からすればクランク型が適当であるといえる。クランク型の搅拌棒の採用は、当然搅拌棒の挿入を炉の天井から行なう方式に変更せしめたが、この方式は構造簡単で、製作も容易安価であり、搅拌操作も楽である。その上もっと複雑な搅拌棒に取換えることも可能である。

ところで、著者らはこの方式によって実際に硼酸塩系のガラスを熔融したが、今までの方式では消失させることが困難であった中心脈理も容易に消え、鋳込み後のブロックについてのシュリーレン検査で、ほとんど脈理を検出することが無い程ガラスの均質化は向上

し、ブロックからの収率はほとんど 100 %に近い状態であった。

結 論

(1) 小型白金坩堝によって稀元素を含む硼酸塩光学ガラスを熔融する場合に、いかなる搅拌方式を用いれぱよいかという問題を検討するために、模型実験によって各種形状の搅拌棒、各種粘性の模型液を用いて搅拌速度を測定した。その場合、実験結果は R_e 数、 F_r 数によって整理して、実際のガラス熔融に適用するようにした。

(2) 各種形状の搅拌棒により、各種粘性の混合速度を求めたが、この回転数 (N) と混合完了時間 (θ) との間には、一般に

$$N^a \cdot \theta = k$$

の関係が成立することを認めた。そしてプロペラ型、螺旋型などの搅拌棒に比して、著者らの問題とする粘性範囲の搅拌に対しては、クランク型搅拌棒が最も有効であった。このことは混合エネルギーの計算によっても裏付けることができた。

(3) 表面脈理、底脈理に対応する異質の 2 液の混合についても、クランク型搅拌棒が良好であった。特に坩堝自体の回転、および搅拌棒の挿入深度の変更によって、さらに混合が効果的に行なわれた。

(4) 従来の方式では、泡巻込みによる回転数の制限や棒の形状に対する制限があって、充分強力な搅拌を行なうことが出来ず、そのため坩堝中心部に立上る脈理を消すのに余り効果的ではなかったが、炉天井より搅拌棒を挿入して搅拌する方式では、クランク型搅拌棒の使用と高速回転が可能となったことによって、中心脈理を有効に取除くことが出来た。このことは実際のガラスの熔融の際にも立証された。

参 考 文 献

- 1) 泉谷, 寺井, 小川. 大阪工試季報, **10**, 164 (1959)
- 2) 泉谷, 小川. 大阪工試季報, **10**, 173 (1959)
- 3) H. Kramers et al. *Chem. Eng. Sci.*, **2**, 35 (1953)
- 4) J.G. van de Vusse. *Chem. Eng. Sci.*, **4**, 178, 209 (1955)
- 5) S. Nagata et al. *Chem. Eng. (Japan)*, **21**, 278 (1957)
- 6) M. Volarovich. *J. Soc. Glass Tech.*, **18**, 201, 209 (1934)
- 7) F.V. Tooley, R.L. Tiede. *J. Am. Ceram. Soc.*, **29**, 197 (1946)
- 8) S. Nagata et al. *Chem. Eng. (Japan)*, **20**, 582 (1956)

(9/29/59 受付)