

技術報告

UDC 669.173.22.001.4

鉄鉱石の小型高圧流動還元実験装置

西川 泰則*・佐藤 享司*・植田 芳信*
 鈴木 良和*・佐山 惣吾*²・佐藤 俊夫*³

Small Experimental Apparatus for High Pressure Fluidized
 Bed Reduction of Pulverized Iron Ore

Yasunori NISHIKAWA Kyōji SATŌ, Yoshinobu UEDA,
 Yoshikazu SUZUKI, Sōgo SAYAMA, and Toshio SATŌ

Synopsis :

An experimental apparatus with a batch type fluidized bed reactor of 60 mm I.D. for iron ore reduction was developed. The maximum reduction temperature and H₂ pressure were 900°C and 40 kg/cm². Experiments revealed that there were many operational problems to be solved and successive improvements were made. Findings obtained during the development of the apparatus are as follows :

(1) In order to keep the gas flow and pressure constant at the reduction, the performance of inlet pressure regulators was the most important and it was better to install two independent regulators for high and low pressure ranges.

(2) In order to decrease the pressure change brought by switching the gas flow from N₂ to H₂ at the start of the reduction, it was effective to install two independent outlet pressure regulators for N₂ and H₂.

(3) When pressurized Ar was introduced to the space in the electric furnace of external heating type to get the pressure balance with the reactor, heating efficiency of the furnace was found to decrease seriously because of enhanced heat leakage.

(4) Sufficient gas preheating was very effective for fine control of the reduction temperature in the fluidized bed and also for prevention of the sintering trouble of the reduced iron powder at higher reduction temperature.

1. 緒 言

最近、原子力エネルギーを利用した直接製鉄法の実用化をめざして高温・高圧のガスを用いる還元装置の開発が急速に進められつつある¹⁾。しかし、高温・高圧下における鉄鉱石のガス還元機構に関する基礎的検討は十分とは言えず、特に 10 kg/cm² (絶対圧) 以上の高圧流動還元に関する情報²⁾ は皆無に近い状況である。

この原因は高圧流動還元実験ではペレット還元実験のように研究室規模の実験装置を容易に製作できず、実験操作にも熟練とかなりの人数を必要とするからである。従つて回分式流動還元の報告でさえも、我が国では新日鉄基礎研²⁾、尾沢³⁾と大蔵ら⁴⁾しか見当たらず、連続式では市嶋ら⁵⁾と森中ら⁶⁾の報告があるのみでいずれも 8

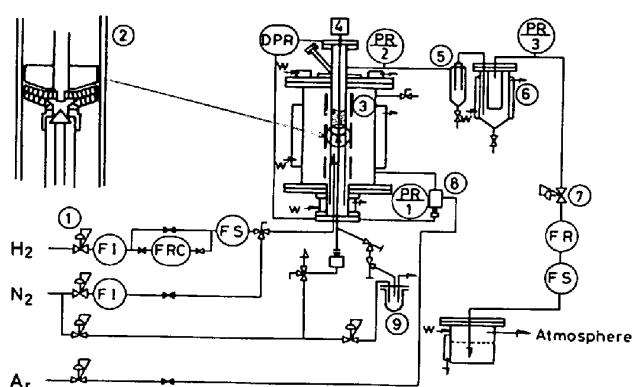
kg/cm², 以下の実験結果しか報告されていない。

そこで、通常の実験室でも収容でき、2~3人で 900 °C, 40 kg/cm² までの実験ができる回分式高圧流動還元実験装置の製作に着手した。試作-実験-改造の繰り返しを経て最終的に再現性のある還元データが得られるまでに数年の歳月を要した。試作当初はできるだけ自動化と安全を図ることで計測-制御機器類を種々取り付けたが、実験-改造の過程でそのような機器類が故障の原因になることもあつて、しだいに取り除かれ、最終的には簡素な装置になつた。

本報告では、本実験装置製作の過程で遭遇した困難な問題点と得られた知見及び実施した対策処置について報告する。

昭和 55 年 9 月 10 日受付 (Received Sept. 10, 1980)

- * 北海道工業開発試験所 (The Government Industrial Development Laboratory, Hokkaido, 17-2-1 Higashi 2-jo Tsukisamu Toyohira-ku Sapporo 061-01)
- *² 北海道工業開発試験所 工博 (The Government Industrial Development Laboratory, Hokkaido)
- *³ 北海道工業開発試験所 理博 (The Government Industrial Development Laboratory, Hokkaido)



1. Pressure regulator.
2. Detail of perforated plate.
3. Fluidization.
4. Agitator.
5. Cyclone.
6. Filter.
7. Pressure controller.
8. Pressure balancer.

9. Sample holder.
FI Rotameter.
FS Gas meter.
FR Thermal flow meter.
FRC Thermal flow controller.
PR Pressure recorder.
DPR Diff. press. recorder.
W Cooling water.

Fig. 1. A schematic diagram of high pressure fluidized apparatus for reduction.

2. 実験装置の概要と実験方法

2.1 装置の概要

Fig. 1 に初めに試作した実験装置の概要を示した。装置全体は耐圧 50 kg/cm^2 としたが測定機器によつてはより低圧でしか使えないものもあつた。流動層本体反応管は材質スープーサーム、内径 60 mm 、肉厚 16 mm 、長さ 1 m とした。この反応管のみで常用 1000°C , $40 \text{ kg}/\text{cm}^2$ の使用に耐えられるが、安全のため電気炉も耐圧 $100 \text{ kg}/\text{cm}^2$ 、外径 560 mm の外筒容器内に入れ、外筒容器の外壁と上部フランジは冷却水で冷却した。この外筒容器内の圧力は反応管内圧と $\pm 1 \text{ kg}/\text{cm}^2$ の範囲で等しくなるように圧力バランサー⑧を設けて外筒容器内を常時アルゴンガスで封入した。

電気炉はカントル線 4 kW の熱板、上・中・下の 3 組からなり、所定温度を維持できるように 3 組の PID 温度コントローラーにより制御した。

流動層多孔板は Fig. 1 の詳細図 ② に示したように 2 枚から成り、円錐形で直径 1 mm の穴を 40 個あけ、多孔板と多孔板の間に 200 mesh と 300 mesh の金網を 5~6 枚はさんでビス止めした。多孔板下のサンプリング管の中心に丸棒を通し、丸棒の先端と多孔板下部はトップ弁のスピンドルとシートの役割を果たす。

実験中、サンプリングする時には棒が上下して、試料の一部を下部のサンプリングホルダー⑨に噴出できるようにした。流動層上部より装入した攪拌棒の先端に幅 10 mm の攪拌羽を取り付け、棒の先端は上側の多孔板の中心孔を支持棒として 40 r. p. m で回転して多孔板直上

部の焼結を防ぐようにした。

流動層上部より飛び出す微粉末はサイクロン⑤と内部に 325 mesh フィルターを設けた除塵器⑥で除去するようにした。

配管ラインの各所にブルドン管式圧力計を取り付けて圧力監視をすると同時に流動層入口と出口及び除塵器出口に圧力変換器を設置し、圧力変化を連続的に記録した。

Fig. 1 では繁雑さをさけるために省略したが、安全対策として H_2 入口、流動層下部から直接水封タンクへ行くパイプ入口、別ラインから流動層下部と上部に入る N_2 パイプ入口の各位置にガス圧作動緊急弁を配置し、さらに流動層下部に圧力スイッチを取り付けた。流動層下部が規定圧以上になると圧力スイッチが作動し、別室に設置した電磁弁が開閉して、おののの緊急弁用の配管ラインのガス圧が変化し、流動層下部の緊急弁が開いて本体内のガスは水封タンクに直接流出する。同時に H_2 入口の緊急弁が閉じて H_2 の流入が止まり、別ラインの N_2 入口緊急弁が開いて流動層下部と上部に N_2 が直接流入する。また同時に操作盤のメイン電源が切断する処置を講じた。

2.2 実験方法

初めに装置内の空気を N_2 で置換したのち H_2 を流して所定の圧力と流量が維持できるように入口の減圧弁①とサーマルマスフローコントロール弁 FRC ($10 \text{ kg}/\text{cm}^2$ 以上の場合にはニードル弁) と出口の圧力保持弁⑦を設定した。次に N_2 で H_2 を置換したのち流動層上部技管より試料を装入した。 N_2 を流して加圧後、所定の圧力、流量で流動層内温度が一定温度を維持できるまで待ち、 N_2 から H_2 に切り換えて還元実験を開始した。流動還元中の試料の一部、約 20 g を一定時間ごとにサンプリングし、 N_2 を 3 min 間流して冷却した。あらかじめ N_2 で満たしておいた三角フラスコ内に移し替えて密閉保存し、実験終了後再酸化法により還元率の測定を行つた。

実験終了後、ガスを H_2 から N_2 に切り換える、本体内の圧力を $5 \sim 10 \text{ kg}/\text{cm}^2$ に下げてからサンプリングホルダーを取り外し、別に用意した 20 l 缶内に流動層内の試料全部をサンプリング管を通していきおいよく噴出させた。

2.3 使用鉱石の性質と流動化状態の観察

内径 35 mm の常圧流動層により、リオドセ、デンボ、マウントニューマン三種類の赤鉄鉱について H_2 による還元実験を行い、焼結性と還元速度について検討した。その結果、焼結性も還元速度も中間のデンボ鉱石を選定、粉碎し、粒径 $0.15 \sim 0.25 \text{ mm}$ の試料を使用し

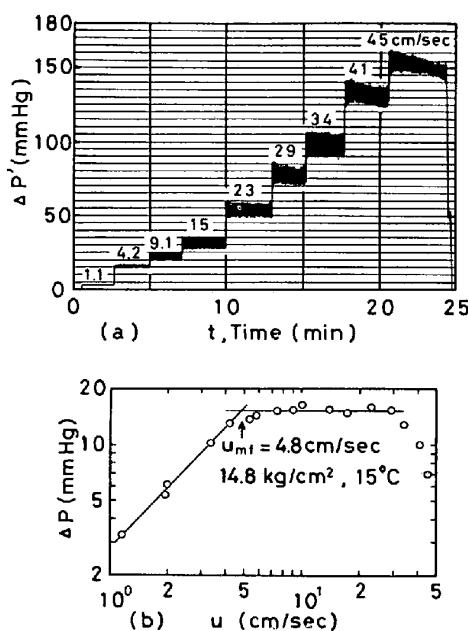


Fig. 2. Pressure drop versus gas velocity for pulverized iron ore (0.15~0.25 mm).

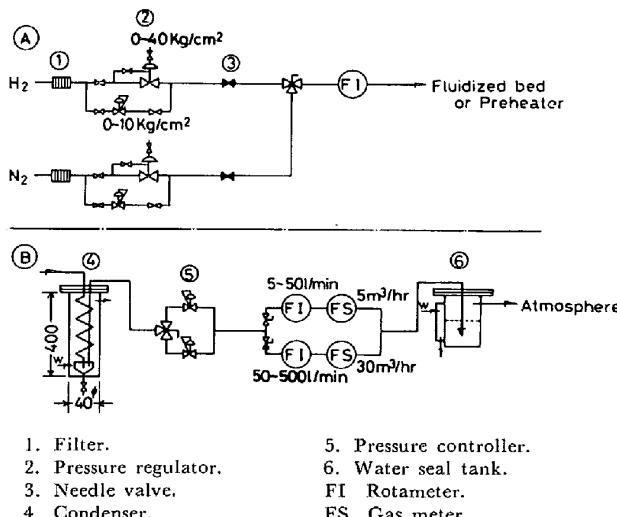


Fig. 3. Outline of inlet and outlet parts for controlling pressure and flow rate.

た。この試料を流動層上部技管から高温の反応管内に装入すると、試料中の水分が蒸発して後から入る試料がぬれて入らなくなるので、700°C 1 h 空気中で焼成した。

焼成試料の化学分析結果では Fe_2O_3 89.9%, FeO 1.0 %, 脂石分 9.1% であつた。見掛密度は 3.89 g/cm^3 , 積層時の空隙率は 0.55 であつた。実験は塔径の 2 倍になる高さの試料量 630 g を基準に行つた。

Fig. 2 に本装置内に試料 630 g を入れた時の 15°C , 14.8 kg/cm^2 における N_2 の流速と圧力損失の測定結果を示した。Fig. 2(a) は流速 u を増加していく時の差圧の変化を差圧変換器記録計の記録紙から直接転写したもので、差圧 $\Delta P'$ は多孔板の圧損を含む。Fig. 2(b) に

は得られた見かけ上の圧損 $\Delta P'$ から多孔板の圧損を差し引いた流動層のみの差圧を N_2 の流速 u , についてプロットした。このプロットから流動化開始速度 u_{mf} と飛び出しの始まる N_2 の流速が得られた。(a) の差圧計の記録は流動層の状態をよく反映しており、流動化が始まると 4.2 cm/s ではわざかに振動し、飛び出しが始まる 41 cm/s では差圧の絶対量が時間と共に減少の傾向を見せ始めている。この差圧変換器指針の記録は高温、高圧下でも同様な現象を示し、 u_{mf} の測定のみでなく、実際の高圧流動層還元実験でも流動化状態の異状を知るのに有効であつた。例えば、焼結が起こると差圧記録計指針の振動が停止し、差圧の絶対値が減少した。

3. 実験逐行中に生じた問題点と対策処置

3.1 定圧・定流量の維持

回分式流動層では還元時間は短く、本装置で使用した $0.15\sim0.25 \text{ mm}$ のデンポ鉱石 630 g では 900°C , 21 kg/cm^2 , 流速 = $6 u_{mf} = 205 \text{ l/min}$ では約 10 min, $6 \text{ kg}/\text{cm}^2$ でも約 30 min で還元率は 95% に達する。従つて N_2 から H_2 に切り換えた瞬間から定圧・定流量の条件の確立されることが望ましい。実験を逐行するに伴い、入口・出口のバルブと流量計の性能と配置に問題のあることが明らかになつた。

その第一は入口減圧弁の性能と出口圧力保持弁であつた。本体内の圧力は入口減圧弁の 2 次圧設定とニードル弁のしづりによる流量設定と出口圧力保持弁の設定で決まるが、最も重要なのは入口減圧弁の性能であつた。初めに設置した減圧弁は設定圧力を変えると弁シートが痛みやすい構造をもつていたため、圧変動が起り、特に $10 \text{ kg}/\text{cm}^2$ 以下では激しく、正常な実験が行えなかつた。

そこで、Fig. 3(A) に示したように高性能のガス圧設定方式の減圧弁に代え、 $10 \text{ kg}/\text{cm}^2$ 以下では範用のボンベ直結用減圧弁に切り換えることにした。次に圧力保持弁であるが、 H_2 と N_2 では圧力損失が異なるので、例えば N_2 で $20 \text{ kg}/\text{cm}^2$ を保持していても同一流量の H_2 に切り換えると $18 \text{ kg}/\text{cm}^2$ 近くまで本体内の圧力は減少した。同一圧力を維持するためには、あらかじめ所定圧力・流量の H_2 に相当する N_2 流量を決めておかなければならなかつた。そのような関係を考慮して操作しても、実際の還元実験では入つていく H_2 が H_2O に変化して凝縮するので更に困難になつた。そこで、(B) に示したように圧力保持弁を 2 台設置して、入口側で N_2 から H_2 に切り換えると同時に圧力保持弁も切り換えることにより N_2 と H_2 の圧力損失の差を補つた。

第2は入口のフローコントロール弁も含む流量測定系の問題であつた。コントロール弁はサーマルマスフローメータの電圧信号を得て設定流量になるよう電気的にコントロールする弁であるが、わずかのゴミと水分によつてフローメータは異状を生じ、コントロール弁が運動して異常流量をもたらした。その上、一次圧が 10 kg/cm^2 しか使えなかつた。この一次圧は本体圧よりも 3 kg/cm^2 は高くしなければ必要流量を得られないので、使える本体圧の範囲は 6 kg/cm^2 までであつた。高圧用積算流量計も 20 kg/cm^2 までしか使用できず、さらに流量測定規準圧力が 10 kg/cm^2 で、他の圧力で使用する時は圧力換算表が必要であつた。また出口サーマルマスフローメータも流動層から随伴してくる微粉末と水分のために故障を起こした。

鉄鉱石の還元速度におよぼす圧力の影響を検討するためにはガスの線速度を一定にして圧力を増加する実験が必要になる。そのような実験では、圧力を40倍にすれば常圧換算の体積速度も40倍にしなければならない。本装置の実験ではガス流速を6倍の u_{mf} に条件を設定しており、要求される流量幅は $5 \sim 500 \text{ l/min}$ と広範囲であり、一種類のロータメータと積算流量計では使用範囲をこえてしまつた。

更に、本装置を試作する時、還元率の測定を入口と出口の流量の差から求めようとしたので入口側の流量監視にかなりの厳密性を要求した。しかし、 N_2 から H_2 への切り換え時には一時的な圧力と流量の変動が生じ前述の処置を行つたのちも避けられないことがわかつた。連続流動層であれば測定が可能であるが、回分式流動層では不可能であると判断した。

そこで、入口側の流量は大略把握するにとどめ、出口側の流量を正確に測定することに主眼点を置いて流量計ラインを変更した。Fig. 3④で示したように、入口側は N_2 30 kg/cm^2 基準で 30 l/min の流量範囲の高圧用ロータメータ1基FIのみを H_2 と N_2 共用で使うことにしは。また、ニードル弁も広範囲の流量調節のできる高性能のものに H_2 と N_2 の両ラインとも代えた。そして、入口側の弁類を守るために高圧側メインパイプに 5μ のフィルターを設置した。出口側は④に示したように、 N_2 基準で $5 \sim 50 \text{ l/min}$ のロータメータと $5 \text{ m}^3/\text{h}$ の積算流量計ラインと $50 \sim 500 \text{ l/min}$ のロータメータと $30 \text{ m}^3/\text{h}$ の積算流量計ラインの両者を使うことにした。

第3は流動層出口から排出される微粉末と水分がサイクロンと除塵器で除ききれずに出口水封タンクまで随伴してくることであつた。そのため、出口サーマルマスフローメータは故障し、圧力保持弁とロータメータはたび

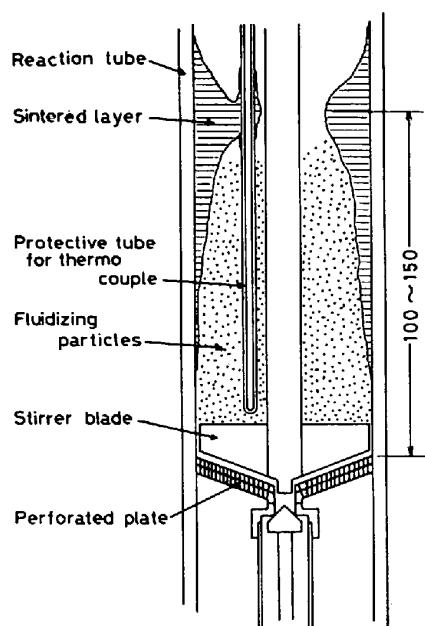


Fig. 4. Sintered layer in fluidized bed during reduction.

たび分解掃除をする必要があつた。そこでFig. 3④に示した水冷凝縮器を除塵器の出口側に設置した。しかし、それでもなお、微粉末と水分はロータメータにまで随伴してきて、後述の凝縮法による還元率の測定方法を採用するまで解決しなかつた。

3.2 本体電気炉の加熱能力と気体の予熱

初めに本装置に予熱炉を設けなかつたのは簡単な熱収支の計算により、還元実験に必要な温度が得られると判断したからであつた。しかし、実際に反応管内と電気炉外筒容器内を 21 kg/cm^2 に加圧して昇温させると反応管内にガスを流さなくとも 900°C を維持するのが困難であつた。容器圧を 5 kg/cm^2 以下にして初めて反応管内の温度を 900°C にすることが可能になつた。この原因は外筒に封入したArの熱容量が加圧すると大きくなり、電熱線の熱を対流により上部フランジと外筒壁に逃してしまうからであると考えられた。そこで外筒容器内に $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ ウール断熱材をできるだけ空隙のないように詰め、多筒容器圧を 3 kg/cm^2 以下で使用することにした。しかし、それでも 21 kg/cm^2 、 $6 u_{mf} = 205 \text{ l/min}$ の実験で流動層内の温度を 900°C に維持するためには電気炉温度を 1000°C 以上にしなければならなかつた。このような状態で還元実験を開始すると差圧変換器の指針の指示が焼結現象を示した。反応を中断し、内部を調べるとFig. 4に示したように、多孔板直上部には焼結は見られないが多孔板よりおよそ $100 \sim 150 \text{ mm}$ 上部にかけて、反応管の内壁にそつて円筒状に焼結しているのが確かめられた。この現象は流動層温度が 800°C で

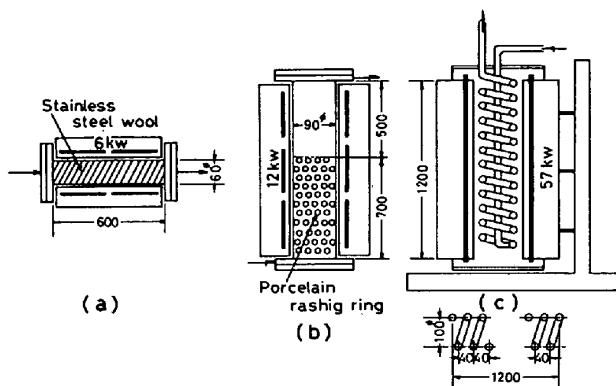


Fig. 5. Three types of preheating furnace used for reduction test.

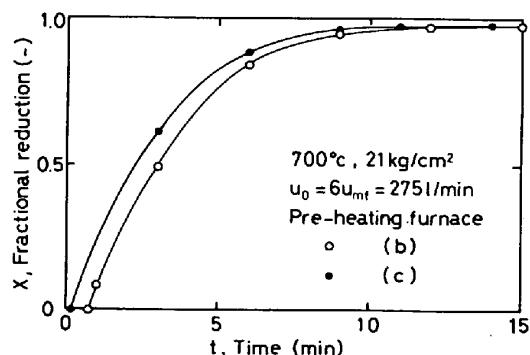


Fig. 6. Effect of preheating furnace on reduction of pulverized hematite ore.

も流量を $6 u_{mf}$, 圧力を $21 \text{ kg}/\text{cm}^2$ 以上にすると生じた。この原因は反応管内壁温度が流動層内部温度よりも、多孔板から上部へ行くほど高くなり、還元鉄粉が 1000°C 以上の管壁に触れて焼結するものと考えられた。

この現象を取除くためには流動層内に入る気体を予熱する必要があつた。そこで初めに Fig. 5 の (a) に示した横型の予熱炉を設けた。この予熱管は耐圧性の面から 400°C 以上に加熱できなかつた。この予熱炉を使つた場合でも 900°C , $21 \text{ kg}/\text{cm}^2$ の実験で焼結が起つて、予熱不足があつた。次に (b) に示した内径 90 mm , 肉厚 20 mm , 長さ 1.2 m , 材質は流動層反応管と同じスーパーサームの予熱管を用いた。内部には底から 700 mm の高さまで磁製ラッシヒーリングを充填した。電気炉は 12 kW カソタル線セータで縦型の炉を使用した。 900°C , $21 \text{ kg}/\text{cm}^2$, $6 u_{mf}$ の実験で焼結を起さずに還元率 100% 近くまで流動化状態を維持できた。予熱炉 (b) によりガスの予熱と焼結の問題は解決したが、予熱管の管径と体積が大きくなつたために別の問題が派生した。それは N_2 から H_2 に切り換えてから H_2 が流動層内に入るまでの時間的遅れと、 N_2 と H_2 の混合による還元開始時点の不明瞭さであつた。

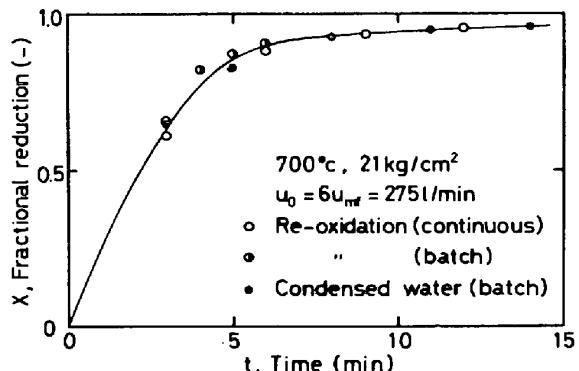


Fig. 7. Reduction curve of pulverized hematite ore by the different measuring method.

そこで、更に予熱炉 (c) を製作した。予熱管は内径 10 mm , 外径 15 mm , 長さ 10 m , SUS 310S のパイプを巻径 100 mm の蛇巻にして図のように電気炉内に吊した。電気炉は 9.5 kW 炭化珪素発熱体 6 本を組み込んだ縦型電気炉を使用した。この予熱炉 (c) を使用した実験では (b) と同様に流動層多孔板下 60 mm の温度を反応温度にまで昇温させることができ、焼結現象を起さなかつた。Fig. 6 に予熱炉 (b) と (c) を使つた場合の還元率曲線を示した。還元率ゼロにおける○印はピストンフローを仮定した場合の N_2 から H_2 への切り換え時点からの遅れをプロットしたものである。(b) の曲線は (c) の曲線より 30 s 以上遅れており、予熱炉 (c) を使うことにより遅れは 10 s ですみ、 H_2 と N_2 の混合時間も少ないと考えられ、気体予熱の問題は大略解決した。

3.3 還元率の測定

還元途中に試料の一部をサンプリングし再酸化法により還元率を求める方法にもサンプリングのための幾つかの困難な問題が起つた。

第 1 は Fig. 1② の詳細図に示したサンプリング棒が下部のガス圧力を抜いても下に落ちず、試料が出なくなることであつた。原因は前回の実験で排出し切れなかつた試料の一部が多孔板下の空隙に附着して残り、次の実験でサンプリング棒と焼結してしまうからであつた。この対策は実験終了後の試料排出を完全にすることと、時々、多孔板ごとサンプリング管を引き抜いて分解掃除する以外に方法がなかつた。

第 2 は流動層下部の 2 つのサンプリングバルブのネジに粉体がまぎれこみ、ネジが噛んでハンドルが動かなくなり、二度と使えなくなることであつた。スピンドルのネジよりも先端側と後部にテフロンパッキンをはめ込むことにより粉体がネジの部分に入つてくるのを防いだ。

第 3 はサンプリングの繰り返しにより、流動層内の試料量が減少し、還元曲線に影響をおよぼす心配であつ

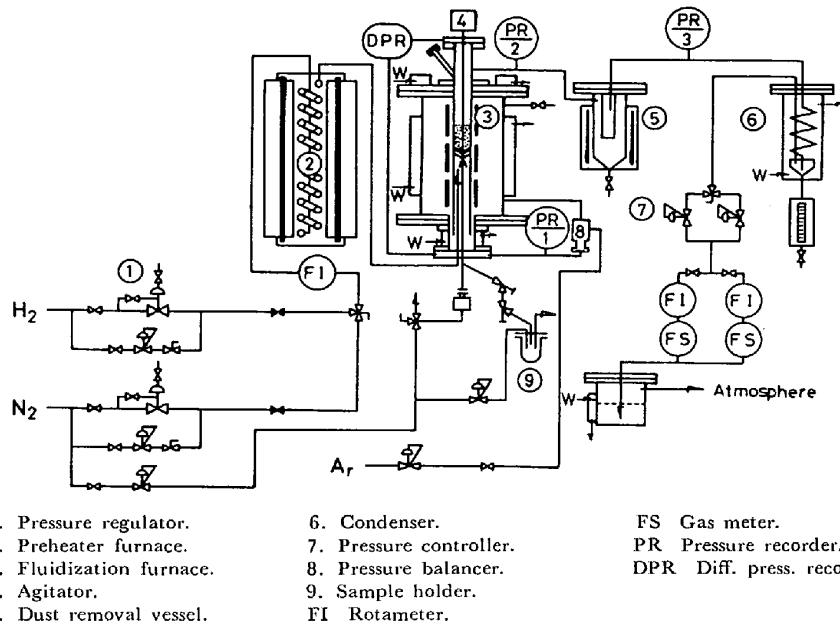


Fig. 8. A schematic diagram of improved high pressure fluidized bed apparatus for reduction.

た。Fig. 7 の○印は1回の実験で4回サンプリングした還元率で、●印は1回の実験で1回しかサンプリングせず、同一条件で何回か実験を繰り返した結果である。いずれの方法でも還元曲線はデータのばらつきの範囲内で一致しており、1回の実験でサンプリングを3回以下にとどめ、さらに1回のサンプリング量を20 g以下にとどめれば問題ないことがわかつた。

還元率測定におけるサンプリングに基づく問題点を除くために、生成する水蒸気を凝縮して、水の体積を測定する凝縮法について検討した。Fig. 8 に先に述べた配管ラインの変更と蛇巻式予熱炉の取付も含めて最終的に改造したフローシートを示した。Fig. 1 のサイクロン⑥と除塵器⑤及び Fig. 3(B) の凝縮器④のすべてを取り除き、新たに除塵器⑤と凝縮器⑥を取り付けた。除塵器⑤はガス入口部はサイクロンになつておらず、外径165 mm、肉厚11 mm、深さ400 mm、材質310Sのサイクロン型円筒容器の中に外径100 mm、長さ300 mmの円筒型5 μの多孔質磁製フィルターを内蔵している。この容器をカントリ線6 kWの電気炉内に埋め込み、400°Cに維持した。

凝縮器⑥は外径12 mm、肉厚2 mm、長さ7 m、材質SUS 304のパイプを巻径200 mmの蛇巻にして内径300 mm、高さ1 mの冷却タンクに納めてある。パイプ内に凝縮した水はガスとともに下部先端の小サイクロンに達し、総量500 mlの目盛付容器内に落下する。目盛付容器内に凝縮した水の体積を肉眼で読みとることにより反応生成する水分量を測定して還元率を計算した。

初めに 630 g, 700°C, 6 μ_{mf} の条件で 6~21 kg/

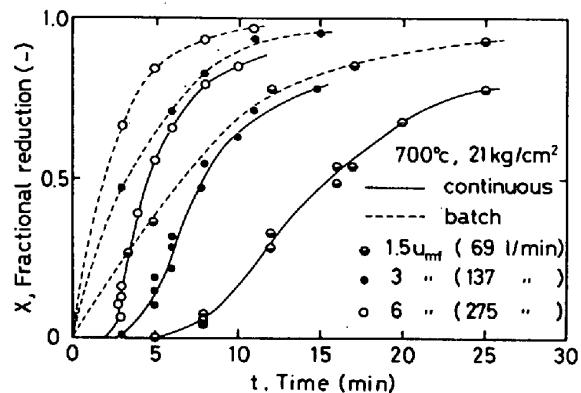


Fig. 9. Comparison with continuous and batch condensed water method for the measurement of fractional reduction.

cm^2 の圧力範囲で圧力を変えた実験を6回行い、1回の実験で得られた水の総量と化学分析値から化学量論的に得られる値との比較を行つた。±3%の誤差範囲で両者が一致することを確めた。

次に1回の実験で一定時間後、 H_2 から N_2 に切り換える、 N_2 を同一条件で20~30 min間流してそれ以上時間をかけても水量が増加しなくなる量を読みとつた。その後、同一条件で実験を繰り返し、1回の実験で1点だけ得る方法で還元率の変化を測定した。Fig. 7 に上記のようにして得られた還元率の変化をプロットし再酸化法との比較を示した。実験データのばらつきの範囲で両者の還元率曲線は一致しており、水凝縮法の妥当性を示している。

Fig. 9 に上記のように測定した回分法と水量を連続

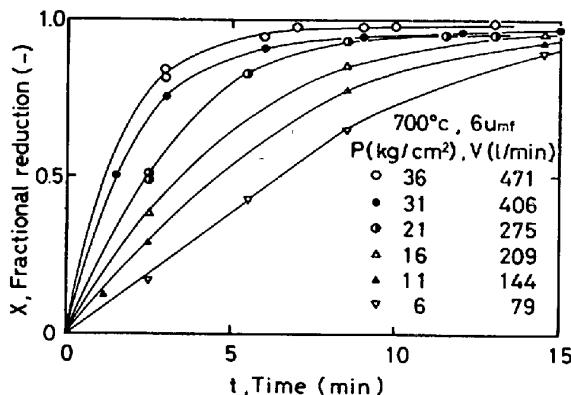


Fig. 10. Effect of pressure on the reduction rate of pulverized hematite ore in H_2 .

的に読みとつた場合の比較を示した。実線で示した連続法の結果は点線で示した回分法と較べて時間遅れがあり、還元の進行と共にその差は著しい。両者の間には定量的関係がなく、連続式データを補正して正確な還元率曲線を得ることは不可能であつた。

以上のように水蒸気凝縮法による還元率測定は1回の実験で1点を測定する回分式で行えば妥当な方法であることを確かめたので、再酸化法と併用して使うことにした。

この凝縮法の採用によるもう一つの大きな利点はこれまで解決されなかつた流動層出口から排出される微粉末と水分がこの凝縮法のために設置した除塵器と凝縮器により完全に捕捉され、出口の圧力保持弁まで随伴してなくなることであつた。

3.4 緊急弁によるトラブル

安全対策として設置した緊急弁類が実験逐行中に様々な異状をもたらし、非常に危険な装置であることを示した。その第1は N_2 から H_2 に切り換えた時、 H_2 が入らないことがあつた。原因は電磁弁のガスもれで緊急弁に除々にガス圧がかかつて H_2 緊急弁が閉つたからであつた。第2は流動層下部から直接水封タンクへ行く緊急弁がたびたびガスもれして実験の進行を妨げた。その他、多数の危険なトラブルを引き起こしたので、すべての緊急弁の配管類を除去し、代わりに流動層入口と出口に安

全弁を取り付けた。

3.5 実験結果

Fig. 10 に試料量 630 g, 700°C, 6 μ_{mf} において圧力を 6 ~ 36 kg/cm^2 まで変えた場合の還元率曲線を示した。この結果から圧力が高くなる程、還元速度は増加し、31 kg/cm^2 でも、なお増加の傾向を示していることがわかる。

4. 結 言

1) 定圧・定流量を維持するためには、入口減圧弁の性能が最も重要であり、高圧用と低圧用のおのおの専用の減圧弁を設置することが望ましい。

2) N_2 から H_2 の切り換え時における圧力変動を小さくするためには、 N_2 と H_2 各自専用の出口圧力保持弁を設置すると効果的である。

3) 反応管内部の圧力と等しくなるように電気炉を Ar で加圧すると、電気炉の加熱能力は著しく減少した。

4) 流動層内の安定な温度制御と焼結防止のために気体の十分な予熱が必要である。

5) 本装置は2つの方法により還元率の測定ができるよう製作した。1つはサンプリングした還元試料を再酸化して求める方法で、もう1つは生成する水蒸気の凝縮量を直接測定する方法である。

本装置を製作するにあたり、東大生産技術研究所の大藏明光助教授に御指導をいただき、実験にも参加いただきました。記して感謝致します。

文 献

- 1) 工業技術院、原子力製鉄技術研究組合：高温還元ガス利用による直接製鉄技術の研究開発、(1975)
- 2) 日本鉄鋼協会編：流動層法による直接製鉄技術の現状および将来性に関する調査報告書、(1974)
- 3) 尾沢正也：博士論文、東大工学部、(1979)，p. 57
- 4) 大藏明光、徳田昌則、松下幸雄：鉄と鋼、48 (1962), p. 1039
- 5) 市嶋 勲、近藤真一、松本龍太郎、須賀田正泰、石川英毅、中沢孝夫：鉄と鋼、51(1965), p. 649
- 6) 森中 功、神谷昂司、櫻谷和之、北原宣泰、尾沢正也、田中 稔：鉄と鋼、65 (1980), p. 185