平炉ダストの流動化条件について*

田 辺 良 美** 藤 井 京 子**

Yoshimi Tanabe and Kyoko Fujii : On the Fluidized Condition of Open Hearth Dust. In this paper, as the first step of study on the removal of zinc in open hearth dust by chloridizing roasting with a fluidized bed, the possibility of a fluidization of dust was investigated, and then the elutriation velocity constant and the average residence time were measured by means of the batch type fluidized bed. The results obtained were as follows:

- (1) A fluidization of dust occurred by mixing dust with powdered iron ore.
- (2) The elutriation velocity constant was proportional to about 2.5 power of the fluid velocity.
- (3) In the absence of overflow, the average residence time was 7 min at the fluid velocity of 100 cm/sec and 1700 min at the fluid velocity of 10 cm/sec.

(Received June 10, 1964)

I. 緒 言

平炉ダストは多量の鉄分を含み有用な製鉄原料と考えられるが亜鉛を相当量含むものもあり、そのままでは製鉄原料として利用し得ない。そこで該ダストを利用するためにダストの脱亜鉛を考え、連続操作を行ない効果的に脱亜鉛を行ない得るために、反応器の形式として流動層式を用い直接塩素ガスによって塩化し ZnCl_2 として揮散せしめる方法の第一段階としてダストの流動化の可能性を調べた。

粒子自体が変化する連続的流動層装置において流動層から排出される粒子群の全体としての反応率は当然各個の反応を完結するに要する時間と各粒子の流動層内平均滞留時

間とによって表わされる。本実験ではまず第一段階として回分式ガラス製流動管を用いて、(1) ダストのごとき微粒子が流動化し得るかどうかが、(2) 流動化した場合の平均滞留時間はどのくらいかということを調べた。

II. 供 試 ダ ス ト の 性 状

実験に用いたダストはつぎに記すような性状を示した。

1. 分 析

化学分析の結果 Fe 42.6%, Zn 15.3% であるが、X 線分析の結果ダストの大部分は Fe_2O_3 , ZnO , $\text{ZnO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ の形で存在している。また相当量の水分を含み未乾燥のものは 2.3~2.5% の水分を含有する。

2. 粒 径 と そ の 形 状

** 東京都立大学工学部 (Faculty of Engineering, Tokyo Metropolitan University, Tokyo)

* 1962 年 10 月本会広島大会に発表

Wiegner 型沈降筒を用い、分散剤として 0.3% ヘキサメタリン酸ソーダを使用して得たダストの粒径は Fig.1

Fig.1 Size distribution of the used dust.

に示す分布であり、平均粒径 2.3μ である。また電子顕微鏡による観察では、粒子の径は約 $0.01\sim 2\mu$ で形は円形、多角形、針状など種々の形状を呈している。

3. 密度、空間率

密度および空間率を測定した結果、真密度 5.19, 最粗高密度 0.486, 最粗空間率 0.904 である。

III. 実験の方法と結果 および検討

流動化の状態を外部から観察するために Fig.2 に示す

Fig.2 Schematic diagram of the fluidized reactor.

ようなガラス製の装置を使用した。

ダストを未乾燥のまま単独で流動化させると層全体がか

たまりとなり流動化せず、これを上部から攪拌すると上層部に流動化が見られた。これはダストが水分により pellet となり流動化したものであった。

つぎにあらかじめ乾燥したダストを流動化させたところ、層がうすい場合には channelling を、層が厚い場合には slugging を起して流動化しない。また仮に流動化したと仮定しても Stokes の法則によりダストの終端速度が 0.1 cm/sec という低速であるため、高温では焼結を起して連続反応をさせることができないであろう。そこで適当な流速でしかも安定な流動層を得るためには (1) ダストを適当な大きさに造粒して流動化させるか、(2) 比較的大きな他の粒子と混合して行なうかの 2 方法が考えられるが、後者の方法を採用し大きい粒子としては鉄鉱石の粉鉱をえらび、実験を行なった。粉鉱の化学組成はつぎに示すときものである。

鉄鉱石の化学組成 (%)

Fe	SiO ₂	MnO	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	S	P	CuO	C.W.
60.13	3.86	0.18	4.34	0.05	0.07	0.034	0.031	0.25	5.35

この方法では大粒子を流動化させるに要する流速で流体を流すため、当然ダストは終端速度以上の流体に伴って装置外にとび出すが、終端速度以上でも全部の粒子が一度にとび出すことはなく、意外に長い時間を要するものである。

回分式流動層中においては次式が成立することが報告されている⁽¹⁾。すなわち

$$C = C_0 \exp(-kt) \quad (1)$$

ただし C_0 : 流動化させる前の微粒子の濃度 (%)

C : t 分後の微粒子の濃度 (%)

t : 時間 (min)

k : とび出し速度恒数 (1/min)

また連続流動層における粒子の平均滞留時間は次式で表わされる。

$$\theta h = 1/(E/M + k) \quad (2)$$

ただし θh : 平均滞留時間 (min)

E : 溢流割合 (kg/min)

M : 層重量 (kg)

したがって、いま回分式装置により種々の流速におけるとび出し速度恒数 k を求めておけば、(2) 式から連続流動層の場合の平均滞留時間を推定することができる。

1. 粉鉱石の流動化

ダストを流動化させるための予備実験として、ダストに混合すべき 70~100 mesh, 40~70 mesh 粉鉱石を単独で流動化させ、圧力損失と流速の関係から流動化の状態を観察した。まず試料を塔頂から支持布の上に 50 g, 100 g, 200 g, 350 g の各充填量で充填し、粉体を最粗充填状態にするためにかなり大きな流速で流動化させ、徐々に流速を下げて安定させた後、再び順次流速を増してそのときの圧力損失を測定した。あらかじめ空塔での各流速に対する圧力損失

(1) Max Leva: Chem. Eng. Progress, 47(1951), 39.

を求めておき、実測値からこの値を引いて粉体層による圧力損失とした。実験結果は Fig. 3 に示す通りである。

Fig. 3 Pressure drop in fluidized bed.

Table 1 Pressure drop in fluidized bed.

Weight of powdered iron ore in fluidized bed W_s (g)	Pressure drop ΔP (mmAg) (observed)		Pressure drop ΔP (mmAg) (calculated)
	40~70 mesh	70~100 mesh	
50	31	28~30	30
100	54~60	56~57	60
200	—	127	120
350	180~220	—	211

Fig. 3 において流速に比例して ΔP の増加している範囲は固定層であり水平部分は流動層である。流速が増大するにしたがい流動層の高さは増大するが、層の上下端の圧力差は流速に無関係にほぼ粒子の全量とつりあい、流動化中は次式⁽²⁾が成り立つ。

$$\Delta P = W_s / A_T$$

(3)

ただし ΔP : 圧力損失 (kg/m²)

W_s : 充填量 (kg)

A_T : 管断面積 (m²)

実測値と(3)式による計算値とを比較すると Table 1 に示すごとくほぼ近似的な値を示している。また Fig. 3 で比例部分から水平部分に移る点が流動化開始点で、このときの流速の値は実験では粒子の径が同じでも充填量によって多少異なっているが、これは充填量によって空間率が異なるため、直径の大きな装置では粒子の径が同じ場合には充填量の如何に拘らず、一定流速で流動化が始まることが知られている⁽³⁾白井の方法⁽⁴⁾で計算により求めた流動化の始まる流速の値と実測値とを Table 2 に示す。

2. ダストを混合して流動化させた場合のダストのとび出し速度恒数の測定

まず(1)式が実際に成り立つかどうかを調べるため 70~100 mesh の粉鉱石 50 g とあらかじめ 100°C の恒温槽中

Table 2 Minimum fluidization velocity.

Particle size (mesh)	Minimum fluidization velocity (observed) (cm/sec)	Minimum fluidization velocity (calculated) (cm/sec)
40~70	9.9	15~19
70~100	4.1	4.1~4.4

で 24 hr 乾燥したダスト 50 g を軽く混合し 50°C の空気を流速 54 cm/sec で送り流動化させた。一定時間ごとに塔頂の布フィルターを交換して布フィルターの重量増加を測定してその時間内にとび出したダストの量とした。ただしダストと混合する粉鉱石は前もって 50~70 cm/sec の流速

Table 3 State of fluidization by mixing 50 g dust with 50 g powdered iron ore.

Time t (min)	Pressure drop (observed) ΔP (mmAg)	Pressure drop (calculated) ΔP (mmAg)	Height of fluidized bed L (cm)	Height of unfluidized bed L_0 (cm)	Weight of mixture of dust and powdered iron ore in fluidized reactor at time t W (g)	Dust concentration in two component bed at time t C (%)
0				7	96.7	48.3
1	51	53.7			93.6	46.5
3					91.4	45.3
5			6.3		90.0	44.5
10	48	49.5	6.1		86.2	41.9
15			5.5		81.6	38.7
20				3.4	77.6	35.6
25					74.3	32.7
35			4	2.7	68.9	27.4
45	46	37.4	3.5	2.4	65.0	23.1
55				2.2	61.9	17.2
71	41	34.0	3.4		59.1	15.4
80	39	33.1	3	1.9	57.7	13.3
100	38	31.8		1.8	55.4	9.8
120					53.8	7.1

fluid velocity u ; 54 (cm/sec) powdered iron ore size 70~100 (mesh)

(2) 白井: 流動層, (1961), 69.

(3) 白井: 流動層, (1961), 72.

で約 1 hr 流動化させて微粒子を除いておき、布フィルタ

(4) 白井: 流動層, (1961), 76.

Fig.4 Relation between time and concentration of dusts.

Table 4~ Table 12

State of fluidization for various fluid velocity by mixing the dust with powdered iron ore.

t : time (min)

L : height of fluidized bed (cm)

L_0 : height of unfluidized bed (cm)

W : weight of mixture of dust and powdered iron ore at time t (g)

C : dust concentration in two component bed at time t (%)

C_0 : dust concentration in two component bed at time $t=0$ (%)

ΔP : pressure drop (mmAg)

u : fluid velocity (cm/sec)

Table 4 $u=9.6$

t	ΔP observed	ΔP calculated	L	L_0	W	C	C/C_0
0	52	54	4.2	3.6	94.3	15.2	1
30					93.8	14.7	0.97
60					93.6	14.5	0.96
120					93.5	14.4	0.94

Table 5 $u=13.6$

t	ΔP observed	ΔP calculated	L	L_0	W	C	C/C_0
0	54	55			95.6	16.3	1
10			4.5	3.7	95.1	15.9	0.98
30			4.4		94.7	15.5	0.95
60			4.4	3.6	94.3	15.2	0.93

Table 6 $u=19$

t	ΔP observed	ΔP calculated	L	L_0	W	C	C/C_0
0	55	56	5.7		98.6	18.8	1
5			5.3		98.1	18.4	0.98
10			5.1	4.1	97.6	18.0	0.96
20	54	55.6	4.8		96.8	17.4	0.93
30	53	55.3	4.8		96.3	16.9	0.90
40			4.9		95.9	16.6	0.88
50			4.9	3.7	95.6	16.3	0.89

Table 7 $u=24$

t	ΔP observed	ΔP calculated	L	L_0	W	C	C/C_0
0	53	57	6.5		99.0	19.2	1
5	52	54	5.4	4.0	94.1	15.0	0.78
8	50	52.4	5.4		91.3	12.4	0.65
15			4.8	3.25	88.5	9.6	0.50
20	49	49.9	4.7		86.8	7.8	0.41
25				3.0	85.6	6.6	0.34

の増量はすべてダストによるものと見做した。この結果を Table 3, Fig.4 に示す。Fig.4において 120 min までは点はほぼ直線上にあり、少くともダストの濃度が 50% までは (1) 式の関係が成立することを示している。Fig.4において C_0 の値が 50% より小さいのは流動化し始めた直後にダストの一部がガラス管内壁に付着し、この付着量を実験終了後に補正したためである。つぎに粉鉱石 (40~70 mesh, 70~100 mesh) 80 g にダストを加えて種々の流速に対し同様の実験をおこなった。その結果を Table 4~12, Fig.5 に示す。Fig.5 から各流速に対する直線の勾配を求めて、とび出し速度恒数 k を求

Table 8

 $u=30$

t	ΔP observed	ΔP calculated	L	L_0	W	C	C/C_0
0	47	49	4.8		85.2	6.1	1
2					84.5	5.3	0.88
5	48	48			83.6	4.3	0.71
10					82.8	3.4	0.55
20				2.7	82.1	2.6	0.42

Table 9

 $u=43$

t	ΔP observed	ΔP calculated	L	L_0	W	C	C/C_0
0				5.1	98.5	18.8	1
1	45	55	5.5		95.7	14.6	0.78
3					91.4	12.5	0.67
5					88.2	9.3	0.50
7				2.8	86.3	7.3	0.39
10	45	47.7	4.5	2.7	83.0	3.6	0.19
14					82.2	2.8	0.15

Table 10

 $u=54$

t	ΔP observed	ΔP calculated	L	L_0	W	C	C/C_0
0	55	56.2	5.2		97.9	18.3	1
5					97.7	18.1	0.99
15					96.7	17.3	0.95
25	52	55	4.6	3.5	95.9	16.6	0.91
35			4.4		95.3	16.1	0.88
55				3.3	94.0	14.9	0.81
75			4.2	3.25	92.5	13.5	0.74

Table 11

 $u=74$

t	ΔP observed	ΔP calculated	L	L_0	W	C	C/C_0
0	52	53.1	4.4		92.5	13.5	1
10			4.3		90.8	11.9	0.88
20					89.9	11.0	0.82
30			4.2		88.9	10.0	0.74
50	47	50.1	4.0		87.3	8.1	0.60
70			3.7	2.8	85.4	6.3	0.47
100			3.5	2.7	83.9	4.7	0.35

Table 12

 $u=93$

t	ΔP observed	ΔP calculated	L	L_0	W	C	C/C_0
0	46	48.1	3.8	2.7	83.9	4.7	1
10					82.9	3.5	0.66
20					82.3	2.8	0.46
30					82.1	2.6	0.39

めた。また (2) 式において溢流割合 $E=0$ とした場合の平均滞留時間 θh は $\theta h=1/k$ で表わされ、Fig.5 から求めた

なり自由を選ぶ。しかし k の性質から当然層重量、溶媒粒子の径、および密度、反応塔の大きさ、および形状、流体の種類等によつて値は変動すると予想される。またこの結果は 50°C 以下の空気を流体として実験しているため高温での脱亜鉛を流動層反応でおこなう場合にはダストの焼結および管壁への付着の問題などを検討せねばならない。

Fig. 5 Bed concentration changes of dust during elutriation for various fluid velocity.

Table 13 Relation between elutriation velocity-constant and fluid velocity.

Fluid velocity u (cm/sec)	Elutriation velocity constant k (1/min)	$1/k$ (min)
9.6	0.00052	1920
13.6	0.00118	848
19	0.0032	313
54	0.016	62.5

Case of mixing the dust
with 70~100 (mesh) powdered iron ore.

Fluid velocity u (cm/sec)	Elutriation velocity constant k (1/min)	$1/k$ (min)
24	0.0039	256
30	0.0105	95.7
43	0.039	25.7
54	0.048	20.8
76	0.069	14.5
93	0.135	7.4

Case of mixing the dust
with 40~70 (mesh) powdered iron ore.

k を代入して算出した。Table 13, Fig.6 に各流速に対する k および $1/k$ の値を示す。この結果からとび出し速度恒数は流速のほぼ 2.5 乗に比例し、平均滞留時間 $1/k$ は流速 100 cm/sec のとき 7 min, 10 cm/sec のとき 1700 min である。したがって流速を適当に選べば平均滞留時間はか

(1) 粉鉱石との混合による流動層においてダストのとび出し速度恒数 k はほぼ流速の 2.5 乗に比例する。

(2) 溢流割合 $E=0$ の時の平均滞留時間は流速が 100 cm/sec のとき 7 min, 10 cm/sec のとき 1700 min である。

Fig. 6 Relation between elutriation velocity constant and fluid velocity.

したがって流速を適当に変化させれば、平均滞留時間は相当自由に選択できる。