

第 2 会 場 (鉍石・還元操業)

669.046.464 : 669.096.5 : 669.181.423

(26) 内径 12 cm 流動層による鉄鉍石の水素還元

(鉄鉍石の流動還元に関する研究—I)

八幡製鉄, 東京研究所

理博 市嶋 勲・理博 近藤真一

○松本龍太郎・須賀田正泰・中沢孝夫

Reduction of Iron Ore by Hydrogen with Fluidized-Bed Reactor of 12 cm Diameter.

(Study on fluidized reduction of iron ore—I)

Dr. Isao ICHIJIMA, Dr. Shinichi KONDŌ,  
Ryūtarō MATSUMOTO, Masayasu SUGATA  
and Takao NAKAZAWA.

1. 緒 言

直接製鉄の一方法として鉄鉍石の流動還元法は国内ならびに諸外国においてもかなり研究が行なわれているが、筆者らは昭和 34 年より流動還元法の研究を行なってきた。小型回分流動層、固定層などによる偵察実験、基礎実験に引き続き、内径 12 cm 多段連続流動層を製作し、水素による流動還元を行ない種々検討を重ね、工業化に関する知見をえた。本報告においては内径 12 cm 多段連続流動層の運転経過について述べる。

2. 実験装置および方法

2.1 実験装置

実験装置の概要を Fig. 1 に示す。水封式ガスホルダー(内容積 5 m<sup>3</sup>)に満たされた H<sub>2</sub> はブローア-によつて送られ、油分離器、オリフィス、流量調節バルブ、乾式ガスメーターを経て反応管に入る。反応管はステンレス製で内径 12 cm 長さ 80 cm のものを 3 段に重ねた。各段にはそれぞれ温度計ノズル、検圧ノズルなどが取付けてある。各段はフランジにて接続しこのフランジの間に目皿をはさんで中段および上段を流動層として用い

た。一段反応の場合は上段の目皿を取りはずし、上段は空塔のまま用い、三段反応の場合は更にもう一箇の反応管を上部に取付けた。下段はガス予熱器として使用し熱伝達をよくするために、直径約 1 cm の鋼球を充填した。各反応管は 10 kw のシリコニット発熱体で外熱され所定温度に保つた。反応管下部より吹込まれた H<sub>2</sub> は下段の予熱器で約 700°C に加熱され、中上段で鉍石を流動しつつ還元し反応管上部より出る。反応管を出たガスはサイクロン、水洗塔によつて脱塵および冷却され、再びガスホルダーに帰り循環使用される。還元消費された H<sub>2</sub> は水となつて冷却過程で除かれるためガスホルダーを一定の高さに保つようにポンプより自動的に補給される。鉍石はテーブルフィーダーおよびスクリーフィーダーにて定量かつ連続的に反応管上段に供給され、各段で流動しつつ還元されたのち反応管下部の製品貯鉍ビンに貯えられる。

2.2 実験条件

小型回分流動層による偵察実験の結果をもとにして、実験条件を次のごとく定めた。

- a) 鉍石および鉍石粒度 鉍石としては代表的なヘマタイトとして不純物の少ないブラジル鉍石を用いた。最初は 50~150 mesh に整粒していたが、内部構造を改良することによつて 30 mesh 以下に粉碎したものをそのまま用いるようになった。原料鉍石の粒度分布および分析値の一例を Table 1 および Table 2 に示す。
- b) 還元ガス 昭和電工の電解水素をポンプに充填したものを用いた。不純物としては O<sub>2</sub> 約 0.02%, 露点 -50°C 位のものである。
- c) 反応温度および圧力 反応温度はすべて 550°C とした。反応圧力は装置の関係上すべて常圧で行なつた。
- d) 還元ガス流速 550°C における空塔線速度を約 40, 60, 80 cm/sec とした。
- e) 鉍石供給量 約 1, 2, 3 kg/hr.

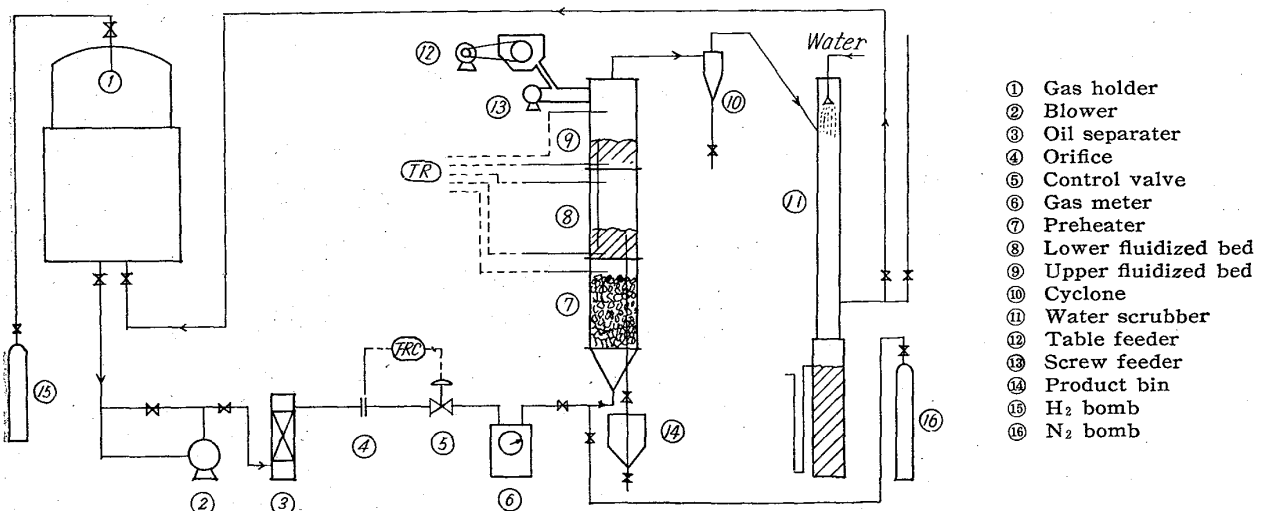


Fig. 1. Flow sheet of experimental apparatus.

Table 1. Size distribution of the used ore.

| Mesh | ~48  | 48~100 | 100~150 | 150~200 | 200~270 | 270~325 | 325~ |
|------|------|--------|---------|---------|---------|---------|------|
| %    | 18.8 | 16.5   | 11.6    | 9.1     | 3.8     | 7.7     | 32.5 |

Table 2. Chemical composition of the used ore (%).

| T. Fe | SiO <sub>2</sub> | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | MgO  | CaO  | S     | P     | C. W. |
|-------|------------------|--------------------------------|------|------|-------|-------|-------|
| 68.76 | 0.60             | 0.67                           | 0.05 | 0.01 | 0.003 | 0.024 | 0.5   |

f) 鉱石滞留量 鉱石滞留量は溢流管高さ、ガス流速、鉱石供給量によつて変化し一義的に定めることはできないが、溢流管高さを 6, 12, 18, 24, 34, 42, 50 cm に変化せしめた。実際の鉱石滞留量は流動層の差圧より計算して求めた。

g) 鉱石滞留時間 鉱石滞留量、鉱石供給量によつて変化するが、15~300 min の範囲である。

h) 流動層段数 1, 2, 3 段

### 2.3 実験方法

反応管に N<sub>2</sub> を僅かに通しながら昇温し、500°C 位になればブローアを起動して H<sub>2</sub> に切換え、同時に鉱石の供給を開始する。反応管出口ガスを分析し N<sub>2</sub> が 1% 以下になるまで出口ガスを放棄し、1% 以下になればバルブを切換えて H<sub>2</sub> の循環を行なう。流動層温度を 550°C に制御して反応を続け 30 min ごとにガス流量、還元鉱石量、還元率、流動層差圧などを測定し、これらの

値が定常になつてから更に 2~3 時間同一条件で実験を継続しこの間の平均値を採用した。

### 3. 実験結果

実験結果を Table 3 に示す。Exp. No. における A, B, C の記号はそれぞれ 1, 2, 3 段で還元を行なつたことを示す。なお Table 3 における諸項目は次のごとき方法で求めた。

還元ガス線速度 還元ガスが 1 気圧 550°C における空塔内線速度。

鉱石滞留量 流動層内に滞留している鉱石量で、流動層の差圧より求めた。

滞留時間 滞留鉱石量 ÷ 還元鉱石量

還元率 還元鉱石の T. Fe を分析し、原鉱石の脈石量、結合水、などの値より簡易式を導いて計算した。

H<sub>2</sub> 反応率 還元鉱石量、還元率などより求めた消費水素量と送入水素量の比。

Table 3. Experimental results.

| No.  | Superficial gas velocity<br>cm/sec | Hold up of ore<br>g | Residence time of ore<br>min | Weight of product<br>g/30min | T. Fe of product<br>% | Reduction degree<br>% | Feed rate of ore<br>g/30min | Reacted H <sub>2</sub><br>% | Height of over flow pipe |                  |                 |
|------|------------------------------------|---------------------|------------------------------|------------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------------|-----------------------------|--------------------------|------------------|-----------------|
|      |                                    |                     |                              |                              |                       |                       |                             |                             | Upper bed<br>cm          | Middle bed<br>cm | Lower bed<br>cm |
| A-1  | 65.7                               | 512                 | 30                           | 511                          | 91.51                 | 81.52                 | 678                         | 5.31                        | —                        | —                | 6               |
| A-2  | 85.8                               | 479                 | 23                           | 619                          | 92.08                 | 83.09                 | 826                         | 5.05                        | —                        | —                | 6               |
| A-3  | 65.8                               | 1060                | 33                           | 966                          | 87.09                 | 67.45                 | 1216                        | 7.91                        | —                        | —                | 12              |
| A-4  | 83.8                               | 854                 | 48                           | 540                          | 93.95                 | 86.96                 | 733                         | 4.82                        | —                        | —                | 12              |
| A-5  | 42.3                               | 1404                | 91                           | 462                          | 90.66                 | 79.82                 | 609                         | 7.24                        | —                        | —                | 18              |
| A-6  | 83.3                               | 1079                | 76                           | 425                          | 95.03                 | 91.62                 | 586                         | 4.06                        | —                        | —                | 18              |
| A-7  | 43.4                               | 1547                | 217                          | 214                          | 95.55                 | 92.95                 | 297                         | 4.01                        | —                        | —                | 24              |
| A-8  | 64.2                               | 1560                | 99                           | 471                          | 94.56                 | 90.40                 | 647                         | 5.75                        | —                        | —                | 24              |
| A-9  | 85.4                               | 1290                | 90                           | 429                          | 95.34                 | 92.42                 | 594                         | 4.05                        | —                        | —                | 24              |
| A-10 | 64.7                               | 2530                | 164                          | 464                          | 95.89                 | 93.13                 | 646                         | 5.87                        | —                        | —                | 34              |
| A-11 | 87.4                               | 3345                | 145                          | 692                          | 95.68                 | 92.61                 | 960                         | 6.42                        | —                        | —                | 42              |
| A-12 | 63.2                               | 4587                | 205                          | 672                          | 92.04                 | 82.98                 | 897                         | 7.44                        | —                        | —                | 50              |
| B-1  | 64.2                               | 2951                | 153                          | 566                          | 96.99                 | 95.35                 | 795                         | 7.46                        | 24                       | —                | 12              |
| B-2  | 43.7                               | 4670                | 243                          | 577                          | 96.86                 | 95.03                 | 809                         | 11.13                       | 24                       | —                | 24              |
| B-3  | 62.4                               | 4011                | 233                          | 517                          | 97.17                 | 95.80                 | 727                         | 7.07                        | 24                       | —                | 24              |
| B-4  | 86.1                               | 2959                | 90                           | 930                          | 95.17                 | 90.76                 | 1282                        | 8.54                        | 12                       | —                | 12              |
| B-5  | 85.9                               | 3015                | 95                           | 922                          | 95.72                 | 92.17                 | 1277                        | 8.66                        | 12                       | —                | 24              |
| B-6  | 88.0                               | 8435                | 230                          | 1068                         | 96.35                 | 93.76                 | 1490                        | 10.05                       | 24                       | —                | 50              |
| B-7  | 64.7                               | 4695                | 150                          | 936                          | 93.77                 | 87.11                 | 1271                        | 10.67                       | 24                       | —                | 24              |
| C-1  | 80.6                               | 5736                | 238                          | 723                          | 95.79                 | 92.35                 | 1003                        | 6.41                        | 12                       | 24               | 24              |
| C-2  | 61.4                               | 4778                | 132                          | 1086                         | 89.30                 | 74.74                 | 1404                        | 9.69                        | 12                       | 24               | 24              |
| C-3  | 61.1                               | 7900                | 153                          | 1549                         | 84.99                 | 61.47                 | 1906                        | 10.82                       | 12                       | 30               | 50              |
| C-4  | 61.0                               | 6492                | 269                          | 724                          | 95.75                 | 92.15                 | 1003                        | 8.54                        | 12                       | 30               | 50              |

## 4. 結 論

内径 12 cm の多段連続流動層を用いてブラジル鉄石の水素による還元を行なった結果、諸要因が還元率におよぼす影響を考察して次の結論を得た。

- 1) 滞留時間を大にすれば還元率は上昇する。
- 2) 同一滞留時間であればガス線速度を大にする程還元率は上昇する。
- 3) 鉄石滞留量を増加せしめれば滞留時間を増加する結果となり還元率は上昇するが、滞留時間を一定にすれば還元率は鉄石滞留量の多いほど低下する。
- 4) 流動層段数を増加させると、鉄石と還元ガスの向流性がよくなり、還元ガスの利用率は向上し、還元能力も増力する。

を行ない、還元条件をいろいろ変化せしめて反応面におけるスケールアップの資料をうるとともに、内部構造、操業面においても、いろいろの知見をうることができた。さらに昭和 38 年 10, 11 月に 2 箇月間の長期連続運転を行ない安定に操業することができた。本報告においては内径 30 cm 多段連続流動層の運転経過について述べる。

## 2. 実験装置

実験装置のフローシートを Fig. 1 に示す。還元ガスとしてはボンベに充填した  $H_2$  を用い、減圧して  $H_2$  タンクに送入し、 $H_2$  タンクを出た  $H_2$  はレシーヴタンクを経てコンプレッサーにて  $3 \sim 3.5 \text{ kg/cm}^2 \text{ G}$  に圧縮され、冷却後サージドラムに入り脈動を除くと同時にサージドラムの圧力を一定に保つようコントロールバルブ (CV-2) にて調節され、過剰の  $H_2$  はレシーヴタンクへ戻される。サージドラムを出た  $H_2$  は更にフロン冷却器にて  $5^\circ\text{C}$  位まで冷却除湿された後一部は鉄石供給系へ送られ、一部は CV-3 にて流量を所定量に調節されて熱交換器、加熱炉を経て反応管下部より吹込まれる。反応管はステンレス製内径 30 cm 4 段で各フランジの間に目皿をはさんで流動層とした。ただし最上段は空塔として用いた。反応管下部より吹込まれた  $H_2$  は各段で鉄石を流動しつつ還元した後反応管上部より出て、サイクロンにて脱塵され、熱交換器にて入口ガスに熱を与え、更に水洗塔、ベンチュリースクラバー充填冷却塔、グラスフィルターにより脱塵および冷却されてレシーヴタンクに込り循環使用される。反応に消費された  $H_2$  は  $H_2O$  として冷却過程で除去されるため、レシーヴタンクの圧力を一定に保つように CV-1 により  $H_2$  タンクより自動的に補給される。鉄石は鉄石ホッパーより計量してフラクソタンクに移した後  $N_2$  にて鉄石タンクに圧送し、更に中間圧力ホッパーに入り雰囲気  $H_2$  に置換し、反応管圧力と釣合う圧力をかけスクリュウフィーダーにて定量かつ連続的に供給され鉄石供給パイプ内を  $H_2$  にて吹き上げられ反応管上段に吹き込まれる。反応管に入った鉄石は流動しながら逐次下の段へ溢流管を通って移動し、同時に還元されて反応器下部の製品ホッパーに入り、一定時間毎に  $H_2$  によつて製品容器に取り出され、 $N_2$  雰囲気貯蔵される。

## 3. 実験方法および結果

還元率を支配する要因はいろいろ考えられるが、本実験においては次のごとく設定した。

反応温度  $550^\circ\text{C}$  流動層内温度を熱電対にて測定し、外壁に取付けたニクロム電気炉により自動調節せしめ

669.046.464:669.073:669  
(27) 内径 30 cm 流動層による鉄鉄石の水素還元

(鉄鉄石の流動還元に関する研究—II)

八幡製鉄, 東京研究所

理博 市嶋 勲・理博 近藤真一

○松本龍太郎・須賀田正泰

石川 英毅・中沢 孝夫

## Reduction of Iron Ore by Hydrogen with Fluidized-Bed Reactor of 30 cm Diameter.

(Study on fluidized reduction of iron ore—II)

Dr. Isao ICHIJIMA, Dr. Shinichi KONDŌ,

Ryūtarō MATSUMOTO, Hideki ISIKAWA,

Masayasu SUGATA and Takao NAKAZAWA.

## 1. 緒 言

流動層による鉄鉄石の水素還元に関し、当研究所では昭和 34 年研究に着手し偵察実験、基礎実験に引続き内径 12 cm の多段連続流動還元装置によつて実験を行ない、スケールアップへの見通しを得たので、更に工業化への一段階として内径 30 cm の多段連続流動還元設備を建設し、これによる連続運転を行なった。すなわち昭和 36 年 8 月建設に着手し、昭和 37 年 3 月完成。4 月より水素によるブラジル鉄石の還元実験を開始した。運転は昭和 37 年 4, 6, 8, 10 月、昭和 38 年 1, 3 月と前後 6 回にわたつて約 2 週間づつの連続運転

Table 1. Size distribution of the used ore.

| Mesh | 30~48 | 48~100 | 100~150 | 150~200 | 200~270 | 270~325 | ~325 |
|------|-------|--------|---------|---------|---------|---------|------|
| %    | 22.4  | 13.9   | 4.7     | 5.3     | 8.3     | 10.4    | 36.0 |

Table 2. Chemical composition of the used ore (%).

| T. Fe | SiO <sub>2</sub> | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | MgO  | CaO  | S     | P     | C. W |
|-------|------------------|--------------------------------|------|------|-------|-------|------|
| 68.83 | 0.63             | 0.61                           | 0.04 | 0.01 | 0.002 | 0.024 | 0.4  |