

(51)

鉄鉱石還元とコークスガス化同時反応(第1報)

—四重極質量分析計を用いた実験装置の開発—

北海道大学工学部

○秋山 友宏 石村 孝太郎
石井 邦宜 近藤 真一

1. 緒言 鉄鉱石還元と石炭ガス化並列プロセスの基礎実験として、 H_2-CO_2-Ar 混合ガスを鉄鉱石-コークス混合層に流し、 $900\sim 1000^\circ C$ で反応させた。反応過程を *in situ* に追跡するためには多種のガス成分を単時間内に精度よく分析する必要があり、質量分析計を用いた装置を開発したので報告する。

2. 方法 本実験では、反応ガスは $H_2, CO, H_2O, CO_2, CH_4$ の5種と稀釈ガス Ar を分析する必要がある。このため分析計は高速走査が可能で、動作圧力が高く(約 $10^{-4} Torr$)、かつ低分子量のガスに高い感度を有する四重極型質量分析計(QMS)とした。装置の概要を Fig.1 に示す。今回、6成分のうち H_2O は、適当な標準ガスがないため、QMSに導入前に CaC_2 と反応 ($CaC_2 + 2H_2O = Ca(OH)_2 + C_2H_2$) させ、 C_2H_2 として測定した。各成分の主質量数は、 $H_2(2), CH_4(16), C_2H_2(26), CO(28), Ar(40), CO_2(44)$ であるが、 $m/e=16$ には他成分のフラグメントイオンが重なるためメタンの分析は $m/e=15$ で行った。なお、 m/e の指定、ピーク位置の検出、データの集録には、既存のマイクロコンピュータを使用した。

3. 結果 濃度既知の $Ar-X$ 2元系ガスについて、濃度とピーク強度の関係を Fig.2 に示した。ピーク強度は濃度に比例せず高濃度側で直線から偏奇する。この現象は、濃度によって分析管内のイオン全圧が変化することから、濃度によるイオン化率の変化に起因すると思われる。この影響を補正するため、分解反応によるフラグメントイオンを生成しない Ar の強度に対する各成分の強度比 (I_x/I_{40}) をデータとして用いることとした。濃度既知の混合ガスについて、構成比と強度比の関係を示したものが Fig.3 である。両者は良好な直線性を示し、検量線として充分使用可能なことがわかる。

前記のガス成分のうち、 $m/e=28$ の CO の強度には、 CO_2 の分解によるフラグメントイオンも重畳されてくる。これを分離するために CO_2 についてのパターン係数 ($B_8 = I_{28}/I_{44}$) を測定して求め、 CO の強度比を $I_{28}/I_{40} - B_8 \times I_{44}/I_{40}$ と計算して補正したところ精度よく CO ガスを定量できることがわかった。

高濃度(10%以上)の H_2O を含むとき、 CaC_2 による C_2H_2 への転換効率が低下し、 H_2O の分析値に大きな誤差を生じた。このような場合、 H_2O を凝縮除去して測定し、 H_2 バランスから、 H_2O 量を求めても大きな誤差は生じなかった。

4. 結言 以上のような方法により、最短約3秒間隔、精度2%以内で反応を追跡できることがわかった。

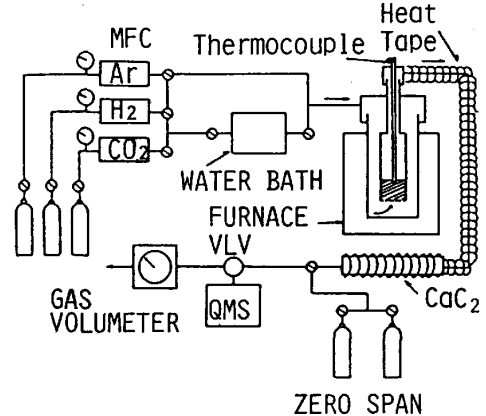


Fig. 1 Scheme of Apparatus

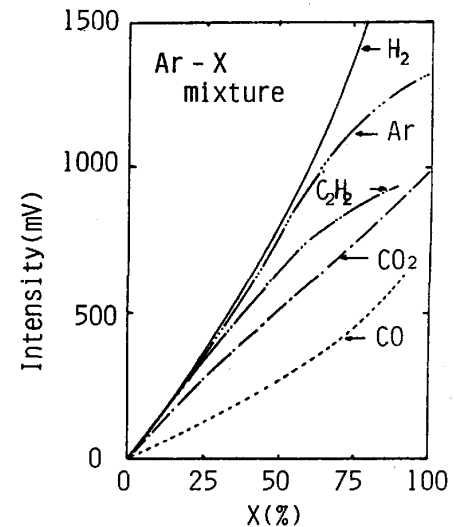


Fig. 2 Intensity vs Concentration.

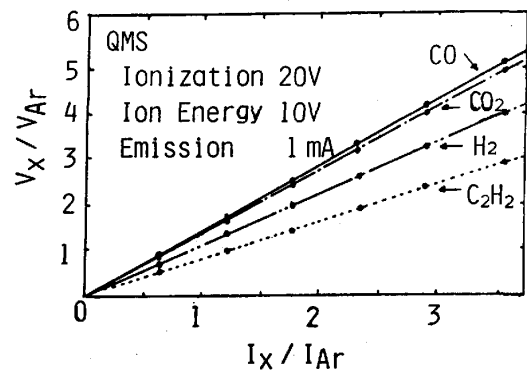


Fig. 3 V_x/V_{Ar} vs I_x/I_{Ar} .