

2022 年度（第 18 回）研究助成報告

研究題名	高温場における粉体層のせん断強度測定に向けた挑戦
研究期間	2022 年 4 月 1 日～2023 年 3 月 31 日
研究機関・所属 研究者名	国立研究開発法人 産業技術総合研究所 エネルギープロセス研究部門 堀口 元規

1. 研究成果の概要

<p>石炭やバイオマスの熱化学変換プロセスの内部(600-1000℃)において、灰粒子が付着する現象がよく知られている。灰付着は、伝熱効率の低下や配管の閉塞を引き起こすため、避けなければならない。事前に灰の高温付着性を評価しておくことで、トラブルを防止できる可能性がある。本研究では、灰粒子の高温付着性を「粉体層のせん断強度」として定量評価できないか、検討を行った。</p> <p>装置の基本構造は、神谷らにより開発された引張強度測定装置と同一とした。せん断強度測定のためのセルを新たに設計した。実際にセルを装置に取り付け、JIS 試験用粉体(フライアッシュ)のせん断強度を 700℃ と 900℃ で測定した。せん断強度を再現良く測定することに成功した。温度増加によるせん断強度の増加が確認できたことから、高温付着性の新たな定量手法として利用できる可能性がある。</p>
--

2. 助成期間内での研究成果の概要

<p><u>1. 緒言</u></p> <p>石炭やバイオマスの熱化学変換は、発電や合成ガス製造のための重要なプロセスである。石炭やバイオマスに含まれる無機分は、熱化学変換の過程で灰粒子となる。灰粒子は高温のプラント内部(600-1000℃)で高い付着性を示すことがある。その結果、灰の凝集体が形成し、配管の閉塞や流動層炉での流動不良を引き起こすことがある。また、熱交換器表面に灰が付着すると伝熱効率が低下する。このように、灰の高温付着性によりプラントの運転効率が低下するため、注意が必要である。トラブルを未然に防ぐためには、事前に灰の付着性を評価しておき、深刻な付着が予想される場合には、薬剤の添加等による付着抑制対策を講じておくことが重要である。すなわち、高温付着性を定量的に評価する手法が求められる。</p>

灰付着の主たる要因は、熔融による液架橋力の発生である。灰粒子は様々な成分を含む複雑系だが、その中の融点の低い成分が融けることで粒子表面に液相が形成する。その結果、粒子間に液架橋力と呼ばれる引力が発生し、付着性が増加する。このメカニズムに基づき、灰の融点が付着性の指標として用いられることが多い。融点が高い灰ほど、付着性が高いと予想される。灰の融点測定方法は規格化されており、多くの場所で利用されている。この手法で測定すると、ほとんどの灰の融点は 1000℃ 以上となる。ところが、実際にはさらに低い温度域(600-1000℃)で付着が起こる場合がある。これは、融点測定法では検知できないほどの微量の液相が、付着を誘発しているためと考えられる。1000℃ 以下における付着性の大小を評価できる手法が求められる。神谷らは、粉体層の引張強度を 1000℃ 以下で測定可能な「吊り下げ型高温粉体層強度測定装置」を開発している。2 分割セルを吊り下げ、片方のセルを固定した状態でもう一方のセルを引っ張ることにより、引張強度が測定できる。セルは石英製であり、高温雰囲気下での引張試験を可能にしている。本装置を用いて様々な燃焼灰の高温付着性が評価され、灰の物性によって粉体層強度が異なることを見出している。また、付着抑制のための薬剤開発にも活用され、薬剤の効果を定量評価することに成功している。本装置は、1000℃ 以下の温度域で、微量の液相により誘発される灰の付着性を、定量的に評価可能なシステムであると言える。また、本装置から派生した、金属と粉体層間のせん断強度を測定可能な装置も開発されている。

本研究では、灰付着性の新たな定量手法として、高温雰囲気下における粉体層のせん断強度の測定法を開発することを目的とした。上述した粉体層の引張試験装置を基本構造とし、せん断強度測定が可能な新たなセルを開発し、高温場におけるせん断強度測定の可能性を検証した。

2. 実験

開発したせん断強度測定手法については後述する。サンプルとして JIS 試験用粉体 1 の 5 種(フライアッシュ)を用いた(以下、JIS 灰と表記)。JIS 灰の組成は XRF(Rigaku,)、粒子密度は乾式密度計()により評価した。せん断強度測定結果と比較するために、引張試験も行った。引張試験は神谷らにより開発した手法を用いて実施した。サンプル量や圧密条件、温度条件などは可能な範囲でせん断強度測定条件と揃えた。せん断および引張試験用の円柱セル(直径 d_c)に充填した際の粉体層の高さ h を測定することで、粉体層の空隙率 ε を以下の式から算出した。

$$\varepsilon = 1 - \frac{V_P}{V_B} = 1 - \frac{W_P / \rho_P}{\frac{\pi}{4} d_c^2 h} \quad (1)$$

V_P , W_P , ρ_P はそれぞれ粒子の体積、重量、粒子密度である。また、 V_B は粉体層体積である。

3. 結果

3.1 セン断強度測定手法の開発

測定装置の基本構造は、上述した引張試験装置と同一とした。せん断強度測定法の概略図を、引張試験と比較して図1に示した。圧密した粉体層のせん断強度を、粉体層の下方を固定し、上方を外力によって横滑りさせることで、測定できないかと考えた。この考えに基づき、セルの開発を行った。

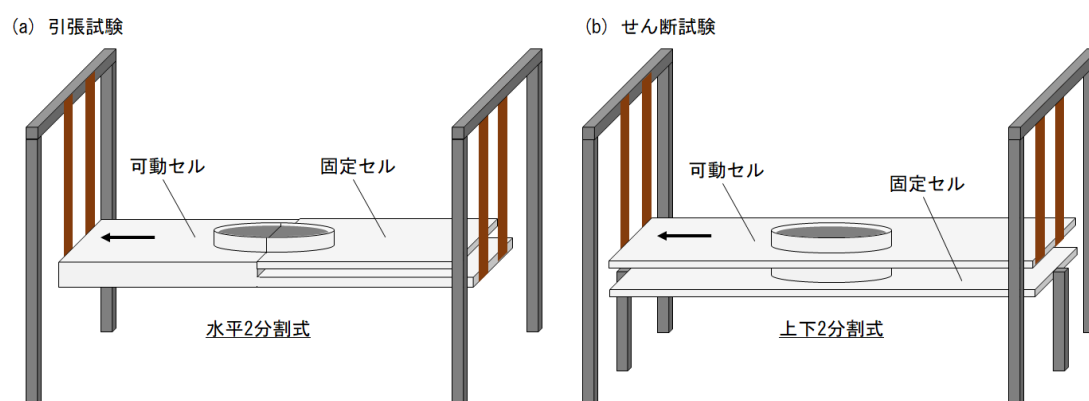


図1 (a) 引張試験と(b)せん断試験の概略図

開発したセルの概略図を図2に示した。すべて石英製とした。下側が固定セル、上側が可動セルである。固定セルには粉体層をセットするための円柱容器(直径 20 mm)を備えた。可動セルには直径 20 mm の円状の穴があいている。2つのセルを装置にセットした際に円柱容器と穴の位置が重なり、ここにサンプルを充填する。この状態で上のセルを動かすことで、せん断強度が測定できる。実際に JIS 灰を充填したところ、問題なく粉体層を形成させることができた。充填時の空隙率は 0.56 であった。

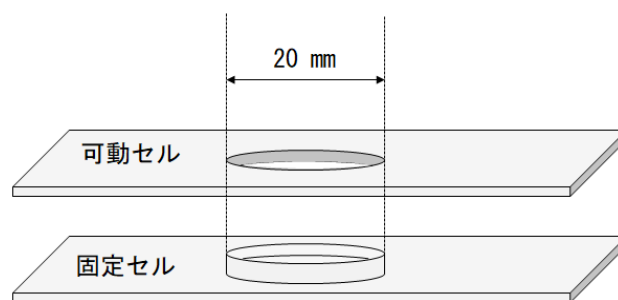


図2 セルの構造

3.2 せん断強度測定

開発した手法を用いて、JIS 灰のせん断強度を 900°C で測定した。測定の前に、用いた JIS 灰の組成分析および粒子密度測定を実施した(表 1)。主要成分は Si と Al だが、微量の Na, K, P を含んでおり、これらが低融点成分を形成し液架橋力による強度増加を引き起こす可能性がある。

表 1 JIS 灰の物性

Chemical composition (wt%)											Particle density
Na	Mg	Al	Si	P	S	K	Ca	Ti	Fe	others	(kg/m ³)
1.05	0.46	17.68	64.16	1.29	0.53	1.70	2.93	1.61	6.60	1.99	2363

せん断試験の測定条件は、引張強度試験で再現良く測定を行えた条件を参考に決定した(表 2)。得られた変位-応力線図を図 3 に示した。同条件で 6 回測定を実施した結果、毎回概ね似た形状の変位-応力線図を得ることに成功した。せん断応力の最大値であるせん断強度の平均値は 9.51±1.87 kPa (6 回測定)であった。誤差率は 20% 以内であり、これは引張強度試験における誤差率と同等であった。今回開発したせん断強度測定システムにより、高温場におけるせん断強度を再現良く測定することに成功した。

表 2 せん断試験の条件

サンプル量	3-4 g
粉体層直径	20 mm
昇温速度	10 °C/min
保持時間	30 min
引張速度	50 μm/s
サンプリング間隔	50 Hz

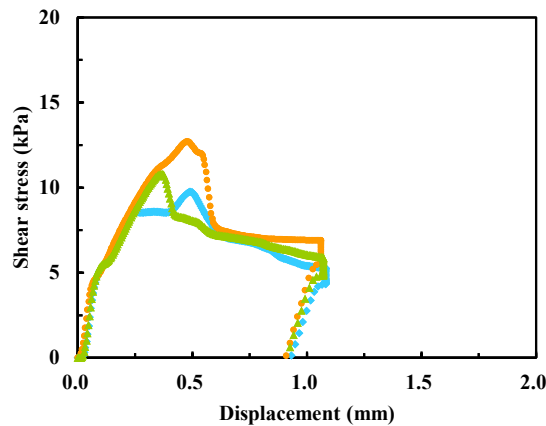


図 3 900°C でのせん断試験で得られた変位-応力線図

同様に室温(20 °C)および 700 °C でせん断強度を測定した。せん断強度の温度依存性を図 4 に示した。700-900 °C の間で急激にせん断強度が増加した。この温度域で液相が発生し始め、液架橋力により強度増加が起きたと考えられる。

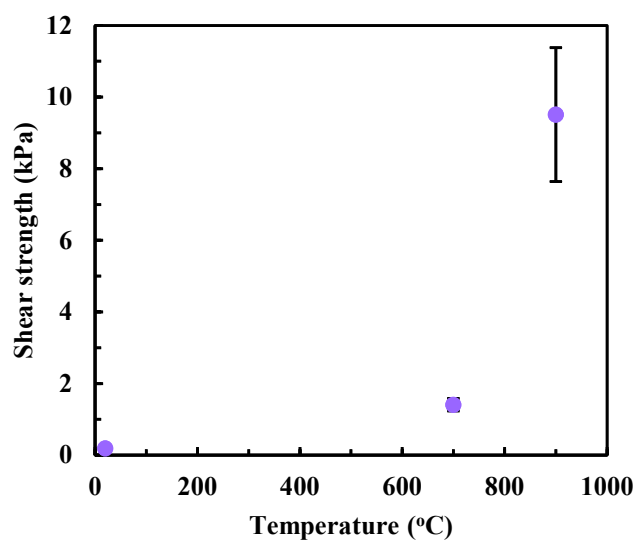


図 4 せん断強度の温度依存性

水平 2 分割式のセルに交換し、引張強度の測定を行った。条件はせん断強度測定と同じ(表 1)とした。引張強度の温度依存性を図 5 に示した。せん断強度と同様、700-900 °C の間で急激に引張強度が増加したが、その値は全体的にせん断強度よりも低かった。

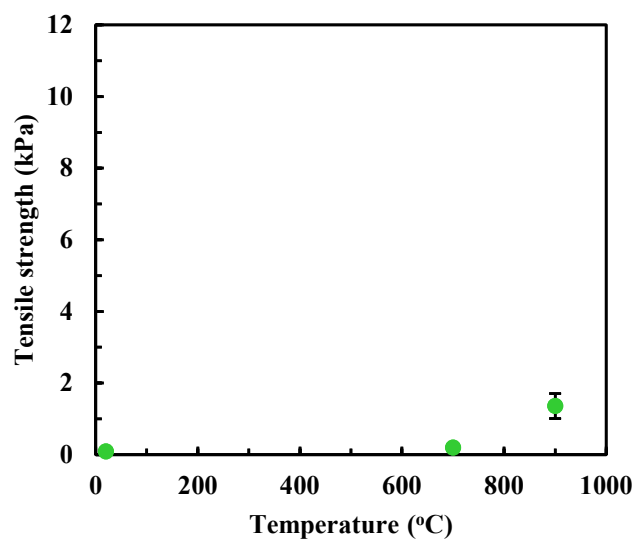


図 5 引張強度の温度依存性

4. 結論

灰の高温付着性を定量評価可能な新たな手法を開発するために、高温場で粉体層のせん断強度を測定可能なシステムを開発した。石英製の上下2分割式のセルを新たに作製し、粉体層のせん断試験を 900 °C 以下の温度域で評価した。せん断強度を再現良く測定することに成功した。同条件で水平2分割式のセルを用いた引張試験を行い、引張強度とせん断強度を比較した。せん断強度は引張強度よりも高い傾向が確認された。本手法は、高温付着性を定量評価するための新たなツールとして利用できる可能性がある。

5. 謝辞

本研究は粉体工学情報センター研究助成(2022 年度)により行われた。関係各位に感謝申し上げます。

3. 研究発表

- ・英語論文執筆中(2024 年中投稿予定)