

新型回転ドラム侵食試験装置の開発とその適用

Development and Application of New Drum Type Rotary Slag Testing Apparatus

内 田 茂 樹^{*1}

Shigeki UCHIDA

中 務 正 幸^{*2}

Masayuki NAKATSUKASA

黒 住 直 輝^{*3}

Naoki KUROZUMI

Abstract

A drum type rotary slag testing apparatus has been used to evaluate the slag erosion resistance of refractories. This apparatus has some problems such as the change in slag chemical composition caused by the dissolution of specimen components into slag during testing, difficult control of testing temperature, and operation under sever working conditions such as high heat emission, slag gas attack and dust air pollution. In order to resolve these problems, a new apparatus with an automatic slag feeding/draining system and an automatic temperature controller was developed. The operator's burden was lightened and accurate evaluation of high slag resistance refractories which had been difficult with the conventional method was made possible.

1. 緒 言

近年、我が国では、都市ごみ、産業廃棄物などの無害化及び減容化処理を目的とした新しい窯炉「灰溶融炉」及び「ガス化溶融炉」が急速に普及しつつあり、これら新しい窯炉用耐火物の開発が重要な課題の一つとなっている。一般に、回転ドラム侵食試験法は、これら新しい窯炉用耐火物の開発における方向性を見極めるための試験に、また、開発された耐火物の実炉を想定した評価試験に広く用いられている^{1), 2)}。この回転ドラム侵食試験法の大きな特徴は、同一のドラム内に組みこんだ多数の試験片（例えば、当社の場合、10又は12試料）相互の比較評価ができる点にある。本試験法で重要なことは、より実炉に近い条件を取り入れて試験を行うことである。また、高温下での試験である本試験法には、スラグの投入・排出及び温度制御などの作業環境にも配慮が求められる。しかし、従来の当社装置³⁾は、必ずしもこれら条件を満足するものとは言えなかった。

そこで、我々は、これら問題を解決するために新しい回転ドラム侵食装置の製作に取り組み、今回自動スラグ投入排出機構及び自動温度制御機構を備えた新型装置を開発した。本報では、今回開発した新型装置の概要と、

1. Introduction

Recently, in order to change ash into harmless sub-stances and decrease the ash volume of city garbage, industrial waste and so on, a lot of new ash melting and gasification melting furnaces have been built in Japan. New refractories must be developed for these furnaces. The drum type rotary slag testing apparatus is widely used to simulate actual furnace conditions during development.^{1), 2)} This apparatus can carry out relative comparison evaluation of many test pieces in the same drum ; e.g., in the case of our apparatus, 10 or 12 specimens is possible. Testing conditions similar to actual furnace conditions are required of this apparatus. Since it is used at high temperatures for testing, working conditions must also be considered, such as slag feeding, slag draining and temperature control. However, our conventional apparatus³⁾ does not necessarily satisfy these requirements.

In order to resolve these problems we have

*1 試験センター センター長 工学博士 Dr. Eng., Senior Manager, Testing & Evaluation Center

*2 試験センター Testing & Evaluation Center

*3 試験センター Testing & Evaluation Center

その適用例について報告する。

2. 装置の開発

2.1 従来装置の概要

Fig. 1 に当社で使用している酸素-プロパン加熱方式の回転ドラム侵食装置の概略図を示す。この装置は、Fig. 2 に示すような試験片をFig. 3 の様に内張りして用いられている。当社の装置では、12角形のドラムを標準としているが、Fig. 2 の試験片寸法を変えることによって6, 8, 10角形などのドラムを組むこともできる。この装置の特徴は、Fig. 1 及びFig. 3 に示すように、12枚の試験片の一つ（評価外）に穴を開け排滓口を設け、侵食剤の投入及び排出を行う点である。

標準的な試験条件は、例えば、1650℃に昇温後、回転速度 3 rpm のドラムの回転を止め侵食剤（例えば、1.2 kg）を投入し、1 時間回転させた後、排滓する。通常、侵食剤の投入及び排出は 5 回繰り返される。この装置では、ドラムを止めて、この排滓孔の開閉を、人手によって行わなければならない。その間、以下の高温作業が必要になる。すなわち、1) 投入—排滓孔が上になるよう

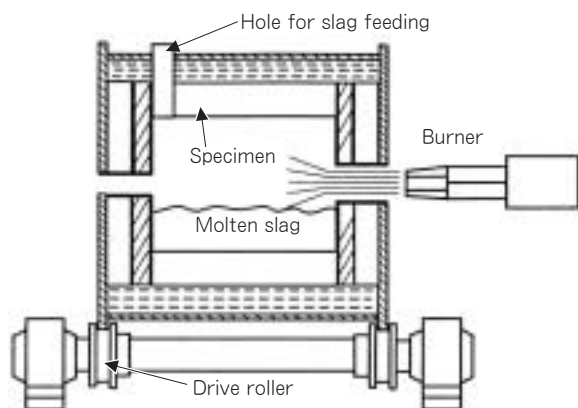


Fig. 1 Schematic diagram of conventional apparatus at Shinagawa Refractories.

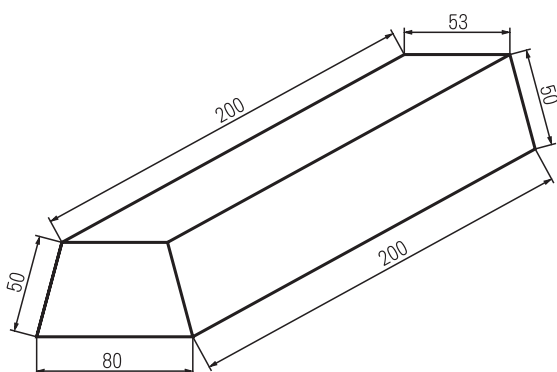


Fig. 2 Dimension of specimen used in 12 test specimens drum.

developed a new drum type rotary slag testing apparatus which is equipped with an automatic slag feeder-drainer and automatic temperature controller.

2. Drum Type Rotary Slag Testing Apparatus

2.1 Our conventional apparatus

A schematic diagram of our conventional apparatus with oxygen-propane gas burner is shown in Fig.1. A cross section of the 12 test specimen drum and specimen dimensions used in this drum are shown in Fig.2 and Fig.3, respectively. The 12 test specimen drum is the standard apparatus used at our company. However, regular 6, 8, and 10 test specimen polygon drums can also be constructed easily by changing the specimen dimensions in Fig.3. In order to feed and drain slag, this apparatus has a hole which passes through one of the specimens (which is not evaluated) to the drum frame as shown in Figs.1 and 3.

The following is an example of test conditions; test temperature : 1650℃, drum rotation speed : 3 rpm, slag feeding : 1.2kg/h, slag feeding and draining interval : 1h/charge, slag feeding repetitions : 5 charges/test. The rotary drum must be stopped for slag feeding and draining, and meanwhile, the operator must also carry out manual procedures

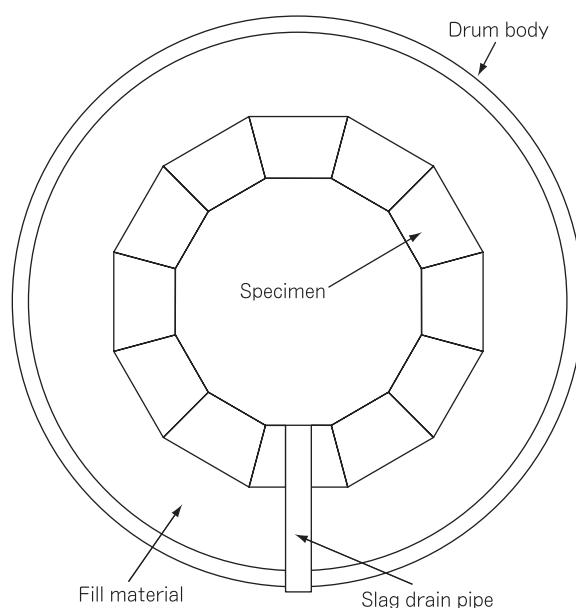


Fig. 3 Schematic diagram of 12 test specimens drum.

にドラムを回転させ、2) 黒鉛製ストッパーをその孔から引き出し、3) 次に、孔が下になるようにドラムを回転させ、4) スラグを孔から排出し、5) 再び、孔が上になるようにドラムを回転させ、6) 新たなスラグを孔に投入し、7) 孔を塞ぐスラグをドリル等により押し込み、8) 再度、黒鉛製ストッパーを孔に詰める。以上の1)～8)の操作に5～7分かかり、その間、テストはストップすることになる。この操作の煩雑さのため、必然的に侵食剤の投入間隔も1時間のように長くなってしまふ。その結果、本試験では、試料成分がスラグ組成中に溶け込み、試験中のスラグ成分が変動してしまう。さらに、温度制御が困難であり、作業者は、高熱、スラグガス、粉塵を受ける苛酷な環境下で注意して試験をせざるを得ないのが実情である。

2. 2 新型回転ドラム侵食装置

新装置は、従来と同じ酸素-プロパン加熱方式で、同じ形状の試料を用いて試験できるものとするが、ドラム枠とバーナーの制御系は変えることとした。装置開発に当たって、新装置の目指す方向を次の点に置いた。

- (1) 侵食剤が自動で連続に近い状態で供給及び排出できる。
- (2) 自動化され作業者の負担が小さい。
- (3) 試験条件を自由に設定して実験ができる。

このようなコンセプトの基に開発された装置の概要をFig. 4に、また、その仕様をTable 1に示す。新装置は、以下の3点で、従来装置とまったく異なっている。すなわち、回転ドラムを止めずにスラグの供給と排出が可能であること（ベルト供給方式の採用により、自動供給が可能になった）、ベルト供給装置及び自動温度制御装置

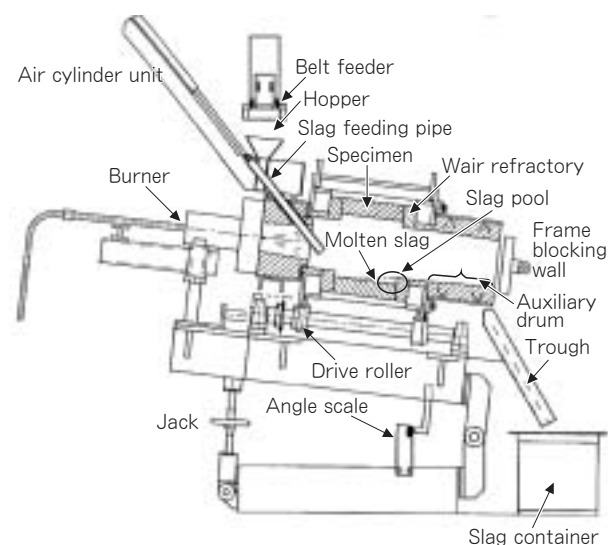


Fig. 4 Schematic diagram of newly developed apparatus.

under hot working conditions as follows; 1) the drum is rotated so the hole faces up, 2) a graphite stopper is pull out from the hole, 3) the drum is rotated so the hole faces downward, 4) the molten slag is drained from the hole, 5) the drum is rotated so the hole faces up, 6) the new slag is fed into the hole, 7) the slag in the hole is remove by drill and so on, 8) the graphite stopper is placed in the hole, and the test must be stopped during 1)–8). These procedures take no less than 5 to 7 minutes per feeding. The slag feeding to draining interval takes a long time, such as 1 hour, because the above operation is complicated. And so the slag chemical components caused by the dissolution of specimen components into slag may change during testing. In addition, the control of testing temperature is difficult. An experimenter must carefully operate under sever working conditions such as high heat emission, slag gas attack and dust air pollution.

2. 2 Developed new apparatus

We decided to develop a new apparatus similar to the conventional one both in specimen dimensions and oxygen-propane gas burner heating, however, changed the drum frame and burner control system. Development targets were as follows.

- (1) Slag feeds and drains automatically, intermittently or continuously.
- (2) Automation to reduce labor.
- (3) Experiments possible under many test conditions.

The schematic diagram of the new apparatus is shown in Fig.4, and the specifications are shown in

Table 1 Main specifications of new apparatus

Item	Content
Furnace body	- Furnace is composed of following three drums. - Burner chamber drum (non-rotary) : $\phi 230 \times 145$ - Test drum (rotary) : $\phi 340 \times 380$ - Auxiliary drum (rotary) : $\phi 267 \times 212$ - Drums can be rotated at 0-20 rpm. - Furnace body can be tilted 0-6° with jack.
Heating system	- Automatic temperature control with linking system for radiation thermometer, oxygen/propane gas controller and program controller - Maximum 1800°C test temperature possible
Slag feeding system	- Automatic feeding with linking system for belt feeder, air cylinder device and timer - Capacity of slag storage for belt feeder : 10 liters

により、作業者の負担が軽減されていること、装置の自動化と高性能化により、実験時間を任意に選択できることである。

3. 実験

3.1 試料

実験に供した試料は、酸化クロム含有率が0、10及び20mass%の当社キャストブルA-0、A-10及びA-20である。鑄込み型でFig. 2の形状の試料を鑄込んだ。Fig. 5に示すように、各試料を3つの層に分けたライニングを用いてスラグ試験を行った。

3.2 新旧装置による侵食試験

新装置での試験は、次のように実施した。炉体を、3°傾け、2 rpmで回転させた。温度は、手動モードで950℃まで昇温させ、放射温度計が950℃を検知した時点で、プログラムコントローラーを自動モードに切り替え、試験温度の1650℃まで10℃/minで自動昇温させた後、試験が終了するまで1650℃に保持した。測温は、バーナー蓋に設けた孔を通してドラムの中心の試料面に放射温度計を当てて行った。用いた侵食剤の組成をTable 2に示す。侵食剤は以下のようにして、プログラム制御によるベルト供給装置にて炉内に供給される。すなわち、スラグ投入シリンダーが炉内に挿入されると同時にベルトコンベヤーが一定時間駆動（5秒間駆動し、その間400gを投入）して、侵食剤を投入ホッパー内に落とし、スラグ投入シリンダーの穴を経て炉内に投入される。このような侵食剤の投入間隔は、5分毎である。

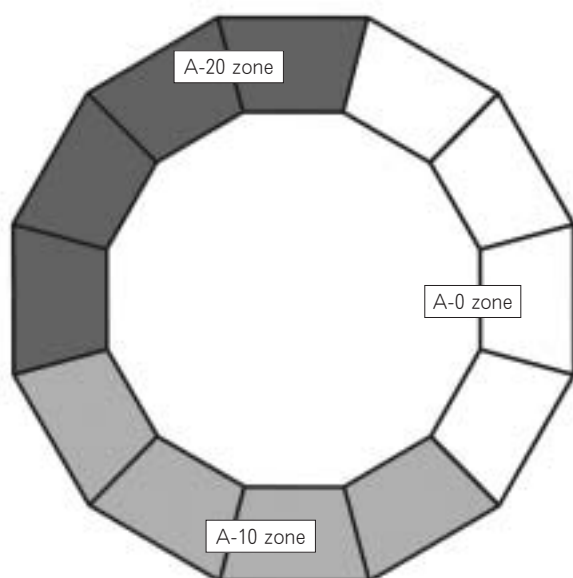


Fig. 5 Cross section of assembled lining showing four specimens of each sample in each zone of drum.

Table 1.

The new apparatus is completely different from the conventional one in the following three points. The new furnace body structure makes slag feeding/draining possible without stopping drum rotation. The change to a belt feeder system makes automatic feeding, intermittently or nearly continuously possible. The change to a temperature controller and belt feeder system lightens the operator's burden. Automation and a higher performance/flexibility of the apparatus permits more experiments to be carried out in a given time span.

3. Experimental Methods

3.1 Samples

Three castables with different chromium (III) oxide (hereafter referred to as chrome) contents which are presently our company's products, were used for the experiment. They will hereafter be referred to as samples A-0 (chrome 0%), A-10 (chrome 10%) and A-20 (chrome 20%). Four specimens of the shape shown in Fig.2 were cast using casting molds. Our slag test used a lining consisting of three independent sample zones as shown in Fig.5.

3.2 Slag tests with new and conventional apparatuses

The new test apparatus functions as follows. During operation, the drum is tilted to 3° and rotated at 2 rpm. The temperature is raised in the manual mode to 950℃, and after 950℃, temperature control is changed to the automatic mode with the program controller. It is raised automatically to 1650℃ at 10℃/min, and held at 1650℃ until the test is completed. Temperature is measured on the specimen wall at the center of the test drum from a hole in the burner cover with a radiation thermometer. The composition of the tested slag is

Table 2 Average composition of incinerator slag used in tests

unit : mass%

LOI	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O
-2.5	33.2	15.4	11.0	35.0	5.1	0.3

最初、バーナー側堰近傍に投下された侵食剤は、ドラムの回転にも関わらずバーナー側付近に滞留しているが、徐々に融解して反対側のスラグ溜まりに流れ込んで行く。スラグ溜まりに溜まったスラグは、次に来る新しいスラグによって徐々に堰から補助ドラムに押し出され、常に新鮮なスラグが維持されるようになっている。スラグ溜まりから溢れ出したスラグは、補助ドラムを流れ、ドラム端から樋を通して排滓受けに排出される。このような試験が5時間連続で行われた。排出されたスラグを、1時間ごとに採取した。

従来の装置での試験は、2.1項の方法にて行われ、侵食剤の投入間隔及び投入量は1時間及び1,200g/回とした。

4. 実験結果

4.1 供試キャストブルの侵食試験結果

Fig. 6 にA-20試料の新旧装置による侵食試験後試料の切断面写真を示す。また、Fig. 7 に新旧装置の侵食量を示す。新装置による侵食量は、従来装置に比し2～5倍も大きく現れている。また、従来装置では、試料A-10とA-20の侵食量はいずれも2.1mmであり、試料間に差が現れていない。しかし、新装置では、A-10で9.5mm、A-20で7.5mmであり、明確な差が生じている。新装置による評価結果は、実炉での使用結果とよく一致する傾向を示している。

4.2 試験後スラグ化学組成

供試スラグの化学成分分析は蛍光X線装置を用いて行っ

shown in Table 2.

Slag is fed in the furnace by belt feeder system with program controller as follows ; a slag feeding pipe with air cylinder device is inserted into the furnace, at the same time, a conveyor belt is driven for 5 s/charge(in this case, 400 g/charge), this slag is dropped into a hopper and fed into a furnace through a feeding pipe. These procedures are repeated at a 5-minute interval.

At first, slag is near the burner side in a stationary state in spite of drum rotation. However, it dissolves gradually and flows into a slag pool. The molten slag in the slag pool is gradually pushed out of the weir to an auxiliary drum by new molten slag. There is a constant inflow of new molten slag. The outflow slag from the slag pool flows through the auxiliary drum, drained from the drum end, and poured into a slag container through a trough. The test is carried out continuously for 5 hours and the drained slag is collected at 1-hour intervals.

The conventional apparatus is operated under the conditions shown in sub-clause 2.1.

4. Experimental Results

4.1 Corrosion results of tested castables

As an example of corrosion results after slag test

	New	Conventional
Cut face		
Corrosion depth	7.5mm	2.1mm

Fig. 6 Cut face of Sample A-20 (Chrome 20%) after slag test.

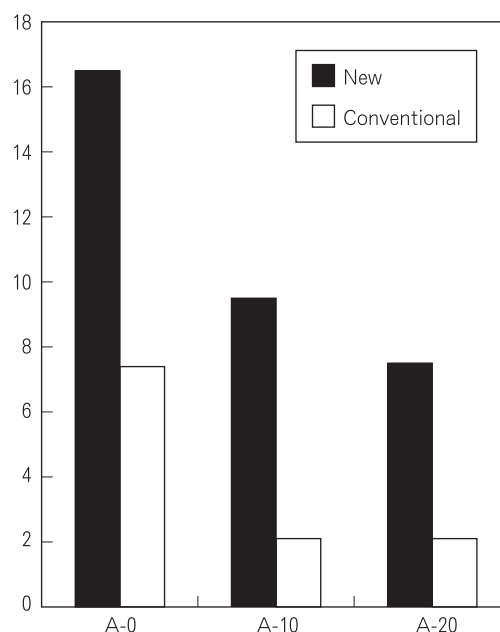


Fig. 7 Comparison of corrosion depth between new and conventional methods.

Table 3 Change in slag composition

unit : mass%

Slag sample		Al ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃
Original slag		15.4	0.1
Slag samples tested by new apparatus	after 1h	33.7	2.1
	after 3h	32.6	2.2
	after 5h	33.0	2.0
Slag samples tested by conventional apparatus	after 1h	49.5	2.0
	after 3h	48.0	1.9
	after 5h	48.8	1.9

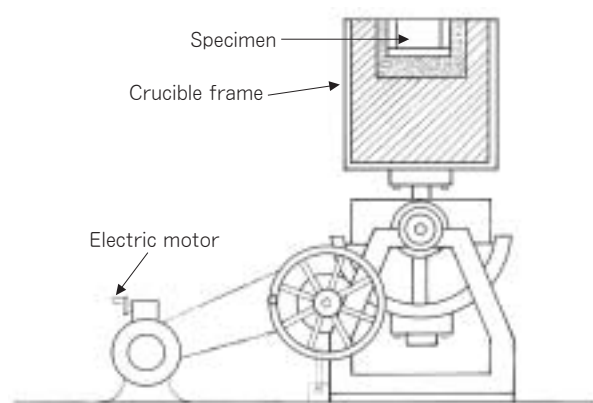


Fig. 8 Schematic diagram of rotary crucible apparatus.
(The crucible is tilted 45° and rotated at 8 rpm.)

た。Table 3 に新旧装置の採取スラグの分析値の一部を示す。新旧両装置から採取されたスラグ中の成分を比較すると、Cr₂O₃が約 2 mass%と略同程度であるのに対して、新装置によって得られるAl₂O₃値は旧装置よりも約 16%大きかった。

5. 考 察

熔融炉における溶損は、式 (1) のNoyes-Nernstの式に従う拡散律速溶解反応と考えることができる¹⁾。

$$dC/dt = DA(C_0 - C)/\delta \quad (1)$$

新旧装置の侵食試験結果をこの溶損模型によって評価すると、新旧装置共にスラグの溶解直後の溶解速度 dC/dt は、拡散係数 D 、耐火物表面積 A 、スラグ中の耐火物成分飽和濃度 C_0 、スラグ中の耐火物成分濃度 C 、境界層の厚み δ 、が共に共通のため同じはずである。ところが、実験結果において両者の間に大きな侵食値の差が現れている。この差を見極めるために、簡易的に評価のできる回転るつば侵食装置でA-0を内張りして、スラグを換えることなく1650℃で5時間侵食試験してAl₂O₃のスラグ中の量を求めた。使用した回転るつば侵食装置をFig. 8に示す。また、同様にして、A-20を内張りして、Cr₂O₃

by new and conventional apparatuses, the cut faces of A-20 samples are shown in Fig.6. Comparison of corrosion depth between two apparatuses is shown in Fig.7. The corrosion depth for the new apparatus generally shows values 2-5 times as much as the results by the conventional apparatus. There was no clear difference between A-10 and A-20, both showing corrosion depths of 2.1 mm, with the conventional apparatus. However the new apparatus showed a clear difference with the corrosion depth of A-20 being 7.5 mm and that of A-10 being 5.5 mm. The test results of the new apparatus are similar to the real service environment.

4. 2 Chemical compositions of tested slags

Each component of the tested slag samples was analyzed by X-ray fluorescence spectrometry. The analysis results of the slag samples are shown in Table 3. We would like to emphasize that Cr₂O₃ values of each slag sample are all about 2%, but the Al₂O₃ values obtained with the new apparatus are higher by about 16% than those obtained with the conventional one.

5. Discussion

Wear in the melting furnace can be considered to be a diffusion controlled dissolution reaction according to Noyes-Nernst's formula (1)¹⁾.

$$dC/dt = DA(C_0 - C)/\delta \quad (1)$$

From the standpoint of this wear model, the theoretical reaction rate of the corrosion test can be expressed as a function of test sample component dissolution into molten slag as follows;
 dC/dt : dissolution rate, D : diffusion coefficient, A : surface area of sample, C_0 : saturation concentration in slag, C : concentration in slag, δ : thickness of boundary layer.

When slag is dissolved immediately, these functions have the same values for both new and conventional apparatuses. However, in the test results, there is a clear difference in the corrosion depth values between the methods. In order to investigate this difference, we carried out a slag test with sample A-0 lining in the rotary crucible apparatus which is smaller than the drum apparatus. Without changing slag (initial addition : 500g), the corrosion

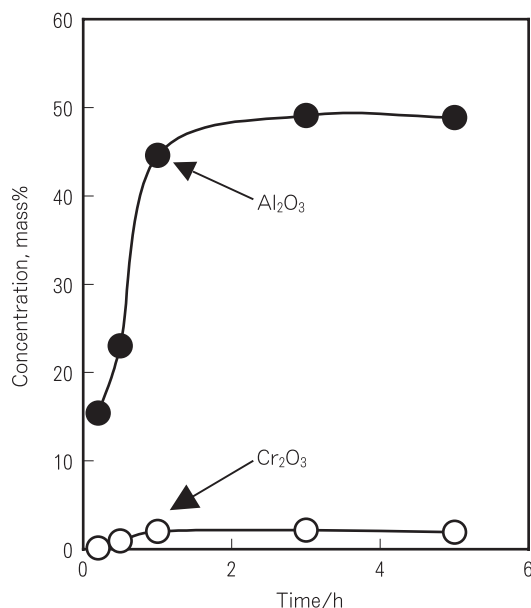


Fig. 9 Changes in Al_2O_3 and Cr_2O_3 contents in molten slag during rotary crucible test.

のスラグ中の量を求めた。Fig. 9 に各々の成分について、時間経過に対するスラグ中の濃度変化を示す。Fig. 9 から、 Al_2O_3 の飽和濃度 C_0 は、49 mass%， Cr_2O_3 の C_0 は、2 mass% 程度である。なお、回転するば侵食装置の耐火物表面積 A は、回転ドラム侵食装置に比し著しく小さいので、回転するば侵食装置での飽和に到る時間は Fig. 9 の結果よりも長くなっていると考えられる。

式 (1) から分かるように、 dC/dt は $(C_0 - C)$ に比例しているので、 $(C_0 - C)$ が小さくなると、溶解速度 dC/dt も小さくなる。新旧装置の Table 3 に示したスラグ中の Al_2O_3 及び Cr_2O_3 の成分量を調べると、試験前濃度 15 mass% の Al_2O_3 量が、新装置の場合、試験後で 33 mass% となり、 $(C_0 - C)$ が 16 mass% とまだ十分な溶解余力を残している。一方、旧装置の場合、試験後で、既に 48 mass% にもなっており、殆ど溶解余力が残っていない。

次に、スラグ中の Cr_2O_3 濃度と飽和濃度 C_0 は、新旧両装置共に略同等の 2 mass% になっている。即ち、スラグ投入初期に耐火物中の Cr_2O_3 がわずかに溶解されるが、 Cr_2O_3 は、 Al_2O_3 と異なり、 C_0 が Al_2O_3 の 1/25 と小さいため早期に飽和状態になり、それ以上溶解が進まないものと推察される。

新旧装置の全スラグ投入量は、24 kg と 6 kg であるから、これらを基に、耐火物成分のスラグへの溶解量を試算すると、新装置で Al_2O_3 と Cr_2O_3 の溶解量は、それぞれ 4320 g と 480 g、旧装置では、1980 g と 120 g である。新装置での Al_2O_3 の溶解量は、旧装置の 2 倍以上、 Cr_2O_3 では

test was run at 1650°C for 5 hours, and the Al_2O_3 content in the collected slag samples was analyzed. The schematic diagram of the rotary crucible apparatus is shown in Fig. 8. The Cr_2O_3 content in the tested slag samples was similarly measured using an A-20 lined crucible. The changes in the Al_2O_3 and Cr_2O_3 content in the slag of each crucible are shown in Fig. 9.

According to the Al_2O_3 and Cr_2O_3 saturation concentration (C_0) results the slag compositions were 49 and 2 mass%, respectively. The time required for saturation in Fig. 9 is thought to be longer than that in the rotary drum, because surface area A of the rotary crucible is markedly smaller than that of the rotary drum.

The smaller the value of the concentration difference ($C_0 - C$) becomes, the slower the dissolution rate (dC/dt) becomes, because the dC/dt is proportional to the $(C_0 - C)$ according to formula (1).

The Al_2O_3 and Cr_2O_3 contents of slag samples tested by the new and conventional apparatuses in Table 3 were investigated. The 15 mass% Al_2O_3 content in the original slag changed to 33 mass% in the slag tested by the new apparatus. The slag had sufficient Al_2O_3 dissolution function remaining ($C_0 - C$) = 16 mass%. The Al_2O_3 content of the slag tested by the conventional apparatus reached 48 mass% and almost no dissolution function ($C_0 - C$) remained.

The Cr_2O_3 content in each slag sample from the new and conventional apparatuses reached 2 mass% saturation concentration C_0 . One can see from these results that the Cr_2O_3 in the specimens was dissolved in the molten slag at an early period after slag feeding, Cr_2O_3 content in the molten slag reached saturation concentration (C_0), because the amount of C_0 in Cr_2O_3 is as small as 1/25 that of the C_0 in Al_2O_3 .

Since the total slag feeding weights of the new and conventional apparatuses are 24 kg and 6 kg, respectively, the dissolution weights of the slag specimen components were calculated to be as follows; in the case of the new apparatus, 4320 g and 480 g of Al_2O_3 and Cr_2O_3 were dissolved respectively, in case of the conventional apparatus, 1980 g and 120 g of Al_2O_3 and Cr_2O_3 were dissolved respectively.

4倍になっている。4.1項で示した新旧装置間の侵食量の明白な差は、これらの試算からも説明できる。Fig.7に示したように、旧装置でA-10とA-20に差が現れなかったのに対し、新装置で明白な差が現れた理由として、 Cr_2O_3 の溶解量に4倍もの差があることが挙げられる。

最後に、我々が開発した新装置の外観写真をFig.10に示す。

6. 結 言

我々は、自動で連続的にスラグの投入と排出ができ、自動温度制御可能な新型回転ドラム侵食装置を開発した。これにより、労働負荷軽減が図られただけでなく、従来装置では困難であった高耐侵食性材料の評価が可能になった。今後、本装置を種々の場面で有効に活用して行きたい。



Fig.10 Newly developed apparatus.

The Al_2O_3 and Cr_2O_3 dissolution weights with the new apparatus were about double (in the case of Al_2O_3) and quadruple (in the case of Cr_2O_3) respectively, compared with the conventional apparatus. The results of these trial calculations show a clear difference in corrosion depths between the new and conventional apparatuses shown in sub-clause 4.1. As shown in Fig.7, the difference between A-10 and A-20 in the new apparatus became much higher than that in the conventional one, because dissolution weights of the slag specimen components in the former was four times as much as that in the latter.

Finally, the photograph of the new apparatus is shown in Fig.10.

6. Conclusion

We have been developing a new rotary slag testing apparatus which is equipped with an automatic slag feeder-drainer and automatic temperature controller. The new apparatus reduced severe working conditions and made an evaluation of the higher slag resistance refractories possible which was difficult with the conventional one.

We would like to use this apparatus effectively for many tests.

References

- 1) K. Okamoto ; Taikabutsu, **55** [4], 168 (2003)
- 2) J. Haraguchi, Z. Wang, M. Hayashi and K. Ariyoshi ; Taikabutsu **55** [4], 174 (2003)
- 3) K. Tabata, T. Fujiwara and H. Omori ; Shinagawa Technical Report **16**, 21 (1970)