

固形燃料の加熱時における含有物質分解調査のための 実験装置製作

金沢工業大学 工学部 機械工学科
加藤・小橋研究室
飯野浩典

1. 背景

固形燃料は精製過程において加熱されてしまう。そのため、加熱時に精製される物質を把握することが重要である。従来の加熱方法では、加熱時の温度が安定しないため、温度の変化が含有物質へおよぼす影響を調べることができなかった。そこで本実験では、安定した温度で固形燃料の加熱を行うことができる装置を製作する。

2. 実験装置

固形燃料の加熱実験を行うにあたり、加熱し保温が可能な実験装置を製作する。図1に実験装置の構成を示す。固形燃料を丸底フラスコに入れ加熱を行い、リービッヒ冷却器で冷却し、蒸留液を捕集する。マントルヒータの温度制御には株式会社八光電機製作所製「ログサーモ DGL0100」を使用する。温度測定には制御用センサを用い、マ

ントルヒータと丸底フラスコの間に取り付け、マントルヒータ温度を自動調節する。また、測定用センサを用いて、固形燃料の温度とマントルヒータの表面温度を記録する。当初は温度の制御と記録はそれぞれ株式会社八光電機製作所製「デジタルファインサーモ DG2N」、KEYENCE 社製データロガー「NR-600」で行っていたが、ログサーモを使用することで装置の簡略化が可能となった。図2のように、固形燃料は温度センサ先端に取り付けられた容器に入れ、加熱中でも出し入れ可能となっている。また、フラスコ上部で結露した水分がセンサや固形燃料に付着することを防ぐため、笠が取り付けられている。固形燃料を入れるための燃料ホルダーにより、加熱中でも固形燃料の出し入れを可能とした。作製した燃料ホルダーを図3に示す。シェードとメッシュポットは、シェードにあけた穴にワイヤーを通し固定した。

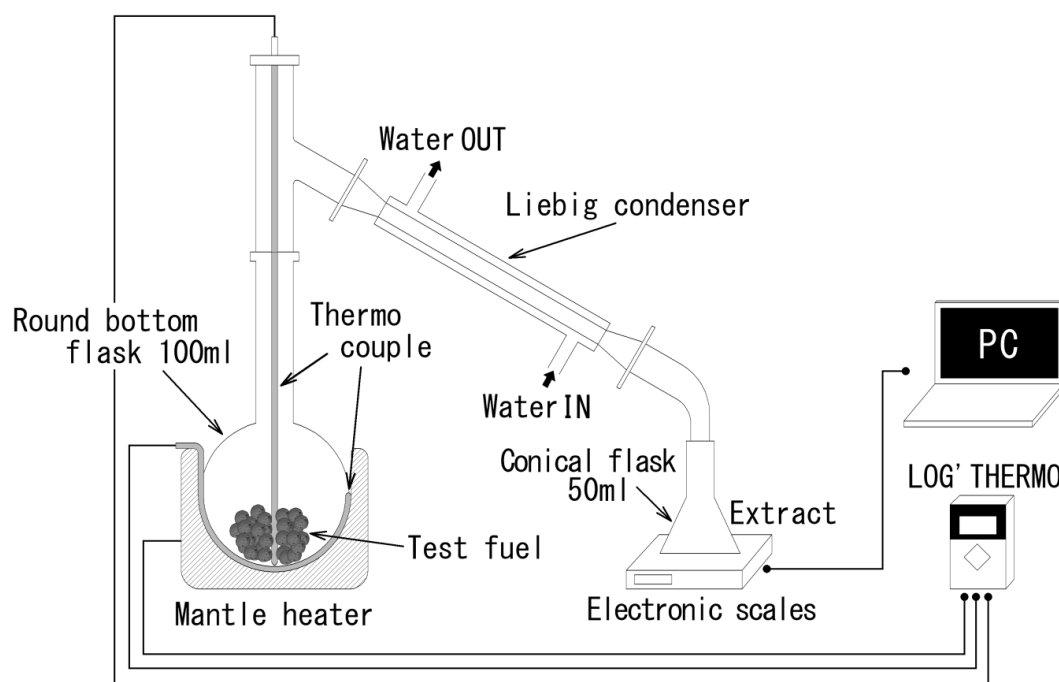


Fig. 1 実験装置の構成

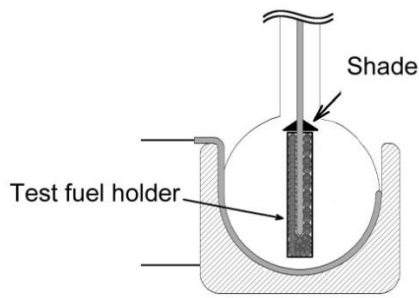


Fig. 2 フラスコ内断面図

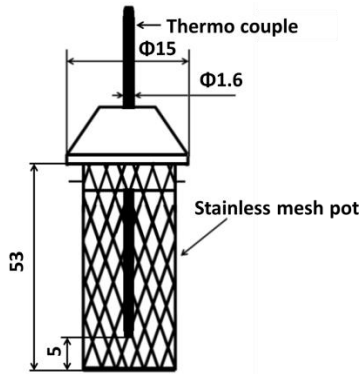


Fig. 3 燃料ホルダー

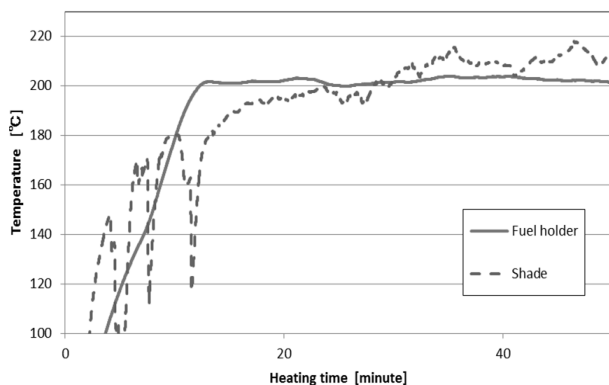


Fig. 4 フラスコ内部の温度履歴

3. 実験方法

固形燃料は水分を取り除くため、あらかじめシャーレに入れてデシケータで 24 時間以上乾燥させておく。その際、燃料ホルダーに入る大きさに砕く。空の燃料ホルダーを熱電対に取り付けた状態で組み立て、燃料ホルダーの底がフラスコから 5mm 程度離れた位置で固定できるように、熱電対の長さを調節する。マントルヒータに丸底フラスコを取り付け、設定温度まで加熱する。実験条件温度まで加熱した後、先端に取り付けられたシェードに燃料を入れた燃料ホルダーを取り付け、フラスコ内に挿入し加熱する。リービッヒ冷却管、曲管、三角フラスコを取り付け、一定時間加熱させ、蒸留液および固体燃料を取り出す。加熱方法

を検証するために行った予備実験の結果を以下に示す。

3.1. 温度保持実験

固形燃料を加熱するにあたり、加熱中の温度を安定させることは重要な要素である。そこで、保持温度のばらつきを見るために、シェードおよび燃料ホルダーとシェードのみの 2 種類を、設定温度を 200°C として加熱実験をした。シェードのみには 10g、燃料ホルダーには 3g の燃料を入れて実験した。

3.1.1. 実験結果および考察

図 4 に実験結果を示す。グラフより、シェードのみの場合は温度変化が激しく安定しにくいことが分かる。これは一度気化した物質が結露し、液体に戻り熱電対の測定箇所に触れるため、測定温度が変動したと考えられる。シェードのみの場合では熱電対を加熱中、温度上昇に異常な低下が起きたため、熱電対を取り出し状況を確認した。その結果、結露した液体はシェードの面では蒸発するが、シェードより下の部分で再び結露していることを確認することができた。この時結露した液体には、内部温度が 100°C を大幅に超えていることから判断して固体燃料内の油が含まれていると考えられる。

燃料ホルダーを取り付けた実験の場合、加熱開始時の立ち上がりは遅かったが、設定温度到達は早かった。温度保持期間における温度のばらつきは $\pm 4^\circ\text{C}$ に収まり、シェードのみに比べ安定している。立ち上がりが遅いことは、シェードのみと違い熱電対が直接空気に接していないことが原因であると考えられる。設定温度到達が早いことや、温度保持が安定していることは、熱電対の周りを固形燃料で完全に塞いでいることや、金属製のシェードとホルダーが結露した液体を蒸発させることで、熱電対に気化する液滴がつかないことが原因であると考えられる。しかし、燃料ホルダーの場合、フラスコやトの字管内部に液滴が結露したが、リービッヒ管以降には液滴は現れなかった。これは加熱した燃料が少なかった、もしくはホルダー内で温度差が大きく温度が上がりきっていないことが考えられる。

シェードのみを熱電対に取り付けた場合では、測定位置に結露した液滴が付着することを防ぐことができないことが分かった。しかし、温度の変動を抑えられることが確認できた。

3.2. 測定位置確認実験

ホルダー内の温度差を調べるため、図5に示す(A)、(B)の測定箇所を熱電対を設置し計測した。また、前実験で固体燃料量が少ないという可能性が挙げられたため、図6に示すように燃料ホルダーの大きさをフラスコに入る最大の大きさに変更した。図7に大きさを比較した図を載せる。大きくしたことで、ホルダーに入る燃料が3gから5gまで入れることが可能となった。

3.2.1. 実験結果および考察

図8, 9に各測定箇所のホルダー内温度履歴を示す。(A)、(B)の位置では安定した温度履歴を得ることができた。

200°Cまでの加熱時間はどちらの条件も20分程度と近い値を示した。また、時間は違うが加熱中に温度上昇率が上がり、ヒーター温度を下げていることが共通している。これは、200°C付近で燃料に含まれる液体の蒸発潜熱と均衡していた燃料温度が、蒸発し終わったことで燃料の温度が上昇したためだと考えられる。

フラスコ表面温度の差が30°Cほど開いている。このことから(B)の実験時にホルダー下部では、燃料の温度が200°Cを超えていると推測される。

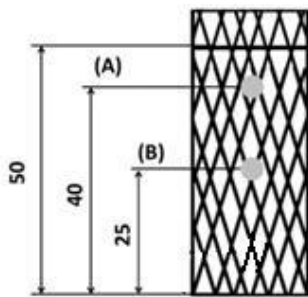


Fig. 5 温度測定箇所

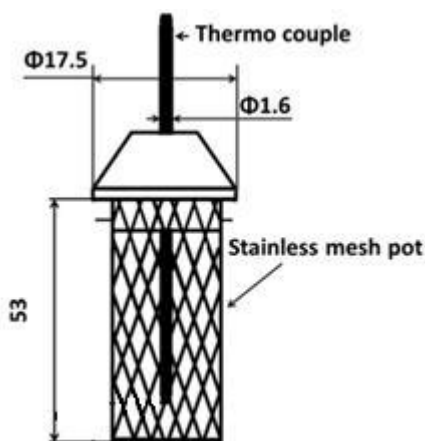


Fig. 6 改良した燃料ホルダー

この実験より、フラスコの上下方向では温度差が大きいことが分かった。なお、本実験においても蒸留液は採取できなかった。燃料の投入量が少なく均等な加熱が難しかったため、抽出液を取り出すことができなかったと考えられる。

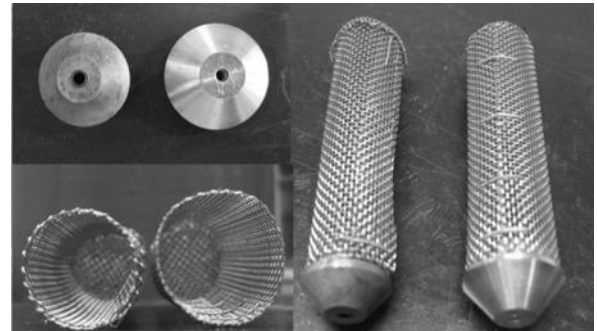


Fig. 7 燃料ホルダー (左から改善前, 改善後)

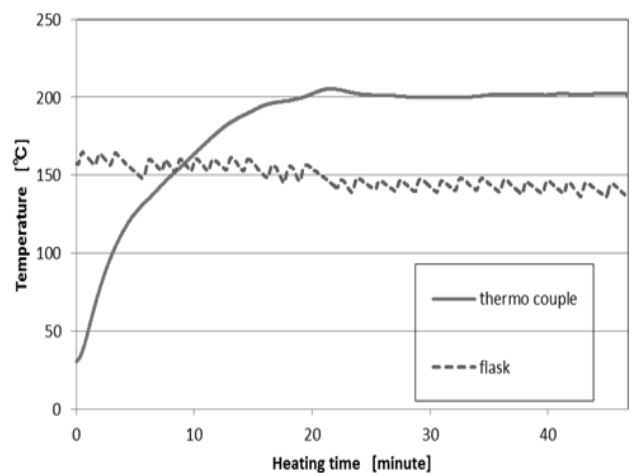


Fig. 8 (A)での温度履歴

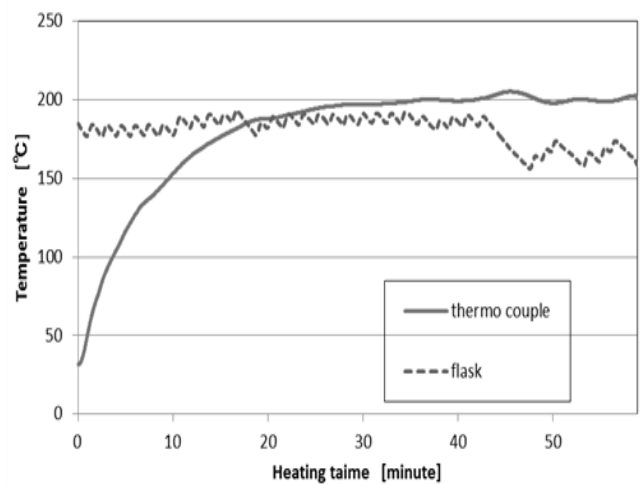


Fig. 9 (B)での温度履歴

3.3. フラスコ内部の温度勾配調査実験

燃料ホルダーの位置により生じている温度差を調査するため、フラスコ表面を 200℃ に加熱した状態でのフラスコ内部の温度分布を調査した。温度測定位置を図 10 に示す。測定は、フラスコ底面から 5～45mm までを 10mm 間隔で行った。

3.3.1. 実験結果および考察

図 11 に各測定箇所における温度を示す。5mm 部分と 45mm 部分では約 20℃ の差が生じており、フラスコ上部へ向けて温度差が大きくなる傾向を示した。つまり、燃料ホルダーを使用した場合、ホルダー上部と下部で 20℃ 以上の温度差が発生していると考えられ、安定した加熱は不可能である。固形燃料を安定して加熱するには、フラスコ底面から 15mm 以内の位置で加熱を行うべきであると考えられる。燃料ホルダーの高さを 15mm に設定した場合、固形燃料の投入量は 1.5g 程度となってしまう、蒸溜液の採取は不可能である。そこで、燃料ホルダーは使用不可能と判断した。

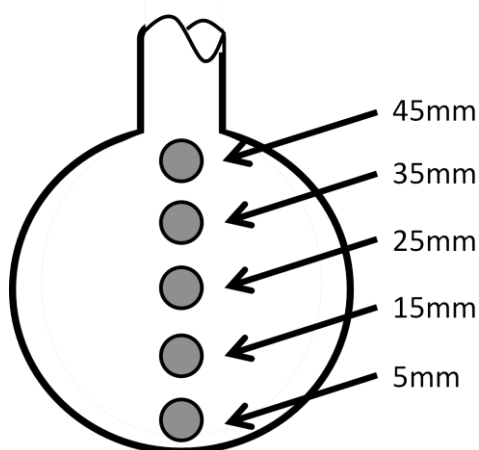


Fig. 10 温度測定箇所

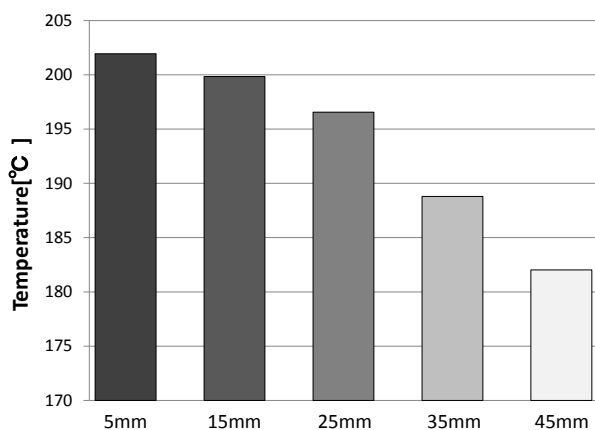


Fig. 11 測定箇所における温度



Fig. 12 実験装置



Fig. 13 固形燃料

4. 製作した実験装置および実験方法

予備実験の結果を踏まえ、製作した実験装置を図 12, 13 に示す。フラスコ内部の温度測定用熱電対の先端部への結露を防ぐため、シェードを取り付けていたが、結露を防ぐことはできなかったため、取り外すこととした。加熱時間は 15, 30, 45, 60 分に設定し、加熱温度は、フラスコ底面から 15mm の位置で測定し、表面温度内部温度を共に 200℃ とする。フラスコ内部の温度を 200℃ で安定させるため、燃料を投入する前に 10 分以上予熱を行う。燃料ホルダーは加熱できる燃料の量が少ないこと、上部と下部で温度差が大きく、均一な加熱が行えないことから、使用せず、フラスコ内に直接投入する方法を採用した。蒸溜液を確実に採取するため、燃料は可能な限り多く投入したい。そこで、温度が安定しているフラスコ底面からの高さが 15mm 以内に燃料が収まるよう、投入量は 10g とした。

5. 結果

図 14 に加熱前と 15 分間加熱した固形燃料を示す。加熱前は、大きさも大きく色は濃い茶色である。対して加熱後は全体的に大きさが小さくなり、色も黒く濃くなっている。色にむらがないことから全体的に加熱できていることが分かる。すべての条件において、蒸溜液も採取された。いずれも分析可能な量であった。図 15 に 15 分間加熱時に採取した蒸溜液を示す。加熱実験中の温度履歴を 図 16~19 に示す。すべての条件において、190~205℃に収まっており、安定した温度で加熱されているといえる。

6. 結論

- フラスコ内部では、燃料から水分と油分が蒸発し、結露してしまうため熱電対は配置できないが、フラスコ底面近傍の温度はフラスコ表面から測定できる。
- 投入する固形燃料を増加させることで、蒸溜液は採取可能である。
- フラスコ内では上下方向の温度勾配が大きく、底面から 15mm 以内で加熱することで、一定温度で加熱できる。
- 15 分間の加熱で、投入した燃料を確実に加熱できた。

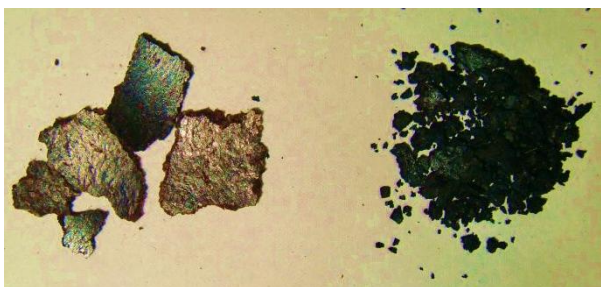


Fig. 14 固形燃料（左から加熱前，加熱後）



Fig. 15 蒸溜液

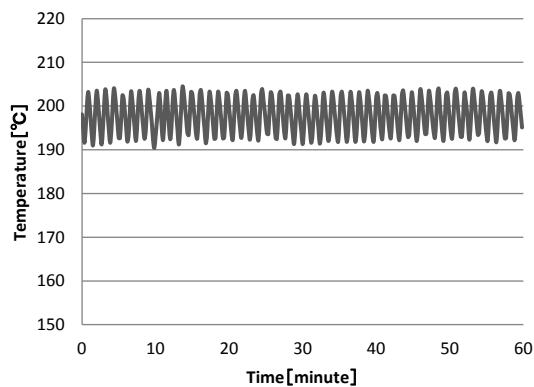


Fig. 16 温度履歴（60分）

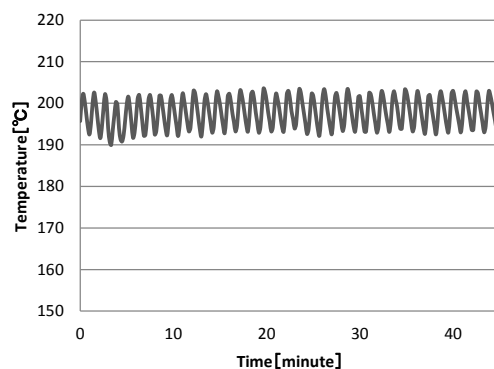


Fig. 17 温度履歴（45分）

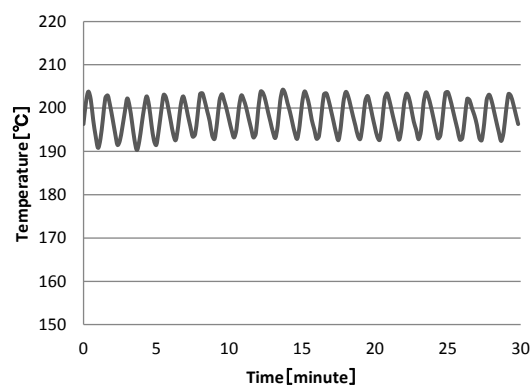


Fig. 18 温度履歴（30分）

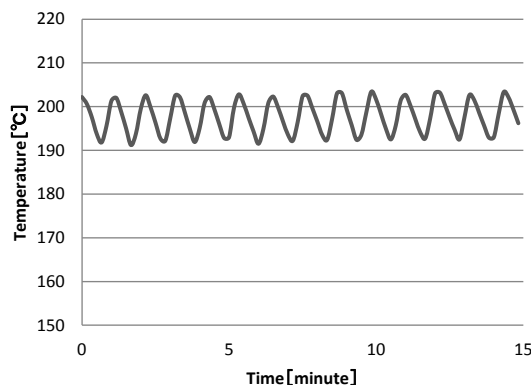


Fig. 19 温度履歴（15分）

謝辞

熱の実験コンテストに参加するにあたり、株式会社八光電機製作所より助成を賜りました。助成金は実験装置製作費として使用いたしました。また、進呈していただきましたログサーモ DGL0100 は実験装置として使用いたしました。温度制御機能、記録チャンネル数、データの出力形式など、本実験を行うにあたり必要な機能が集約されており、実験装置の簡略化ができました。さらに汎用性を高めるため、電源のスイッチの搭載、ログデータの分割（ロギングを停止後、再開する場合に別ファイルで保存）できる機能、ロギング時のサンプリング周期を 1msec 程度まで短縮可能であるとよいと感じました。最後に、このような機会を与えていただきましたことを心より感謝申し上げます。