

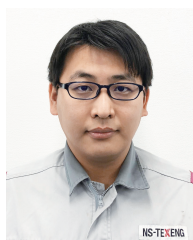


Nb添加溶接材適用による キルン長寿命化の取組み

Extending Kiln Lifespan Through Nb-Added Welding Material Application

活性炭製造において、吸着能力を作り込む上で最も重要な設備である賦活キルンにおいて、亀裂が確認されたため溶接補修を行ったが、その後も亀裂の再発が絶えなかった。亀裂・溶接補修の繰返しにより、母材の脆化促進、ひいては設備自体の寿命短縮を招くため、補修方案の改善が急務であった。設備構造上、補修手法に制約を受けることから、材質変更による補修方案を検討した。熱負荷を受ける設備において一般的な強度低下要因である「粒径粗大化」や「鋭敏化」を抑制するために、Nbを含有するTG347を用いることによる改善を試みた。また、母材と異なる材料を用いることで、熱膨張率の差による歪みの蓄積・強度低下も懸念されることから、それらの影響について、オフライン試験を通して検証し改善に取り組んだ。以下に本取組みについて報告する。

In activated carbon manufacturing, cracks were identified in the activation kiln, the most critical equipment for developing absorption capacity. Although welding repairs were performed, cracks continued to recur. The repeated cycle of cracking and welding repair led to base material embrittlement and shortened equipment lifespan, making repair method improvement an urgent matter. Given that structural constraints on equipment limit repair methods, we investigated material modification approaches. To suppress common strength reduction factors in heat-loaded equipment, such as “grain coarsening” and “sensitization,” we attempted improvements using TG347 containing Nb. Additionally, due to concerns about strain accumulation and strength reduction from thermal expansion rate differences when using materials different from the base material, we verified the effects through offline testing and made improvements. This paper reports on these initiatives.



土居 直樹
DOI Naoki
活性炭事業部
企画管理部
生産技術課



谷口 広行
TANIGUCHI Hiroyuki
機械事業本部
整備事業部
広畑機械整備部
機械保全技術グループ



立石 勇人
TATEISHI Isato
機械事業本部
整備事業部
広畑機械整備部
機械保全技術グループ



荒川 延弘
ARAKAWA Nobuhiro
機械事業本部
整備事業部
広畑機械整備部
機械保全技術グループ

1 はじめに

当社活性炭事業部では鉄鋼や火力発電プラントなどの大規模排ガス浄化処理設備用途の活性コークス（以下活性炭）を製造販売している。活性炭は排ガス中のSOx, NOx等の有害物質を除去する吸着材として使用されている。当社活性炭は、高い吸着能力と高強度を併せ持ち、排ガス処理設備にて長期間使用出来ることで、地球環境負荷軽減に貢献している。

活性炭製造において、最も重要なプロセス・設備の一つである賦活キルンでは、温度やガス濃度を調整することにより、活性炭性能を作り込むための賦活反応を最適に制御して製造している。

本設備において、材料を搬送するレトルトを貫通する亀裂が確認された。当該箇所は、Airの侵入を引き起こし、各操業因子の変動要因となり、また、亀裂が伸展するとレトルトが破断する恐れがあるため、その都度、溶接補修を行ってきた。しかし、キルンの構造上、レトルトの溶接はレトルト内部からしか実施することが出来ず、完全な補修が困難で短期間で亀裂が再発生することがある。この再亀裂と溶接補修の繰返しにより、母材の脆化促進、ひいては設備自体の寿命短縮を招くため、再亀裂を抑制するための補修方案の改善に取り組んだ。

当社は総合エンジニアリング企業として、優れた保全技術と経験を有しており、活性炭事業部と機械整備事業部の共同にて本取組みを実施した。その取組みの成果について報告する。

2 設備の説明と課題

当社の活性炭製造では、石炭を原料に用いている。製造において、図1に示す通り、4つの主要な工程を経ることで、石炭から活性炭へと変化していく。

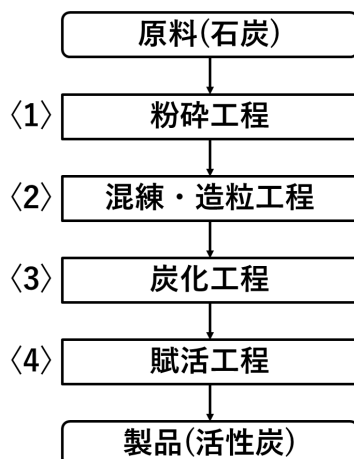


図1: 活性炭製造フロー

〈1〉粉碎工程

石炭は粉碎機にて凡そ一定粒度以下に粉碎する。

〈2〉混練・造粒工程

石炭粉にバインダー等を加えて混練機・造粒機を経て混練・造粒することで造粒炭となる。

〈3〉炭化工程

造粒炭を低酸素濃度雰囲気下かつ一定温度以上で加熱することで炭化する。

〈4〉賦活工程

賦活キルンという設備の中で、炭化された造粒炭を更に一定温度以上で加熱しながら、高温蒸気と向流で接触させる。それにより、造粒炭内の炭素分と水分が反応しH₂やCOとなってガス化すること（水性ガス化反応）から、造粒炭表面上に炭素を奪われることによる穴（以下細孔）が空く。この現象を賦活と言う。

賦活工程で出来た細孔が、排ガス中のSOx, NOx等の有害物質を吸着・無害化する特性を示す。この活性炭の吸着能力の品質を一定に保つために、製造時の加熱温度や蒸気濃度等を調節して、反応を制御する必要がある。そのため、賦活キルンの健全性を保つことは、活性炭品質安定化のために非常に重要な要件である。

賦活キルンの概要を図2に示す。材料を搬送しながら賦活するレトルトという円筒とそのレトルトを加熱するための外被炉で構成されている。レトルトは単筒部と多筒部に分かれているが、図内左方の材料の投入部と図内右方の排出部は単筒部となっており、その間の大半部が多筒部となっている。多筒部は6～9本の円筒がレボルバー状に配列されており、これらの単筒部と多筒部が一体となって周方向に回転している。キルンは傾斜が付いており、回転することで内部の材料を搬送することが出来る。そのため、図内の左方から右方に向かって造粒炭を搬送し、賦活に用いる蒸気は逆の右方から左方に向かって流している。また、レトルトは外被炉に覆われており、外被炉内部に燃焼排ガスを通風することでレトルト内の材料を間接的に加熱している。

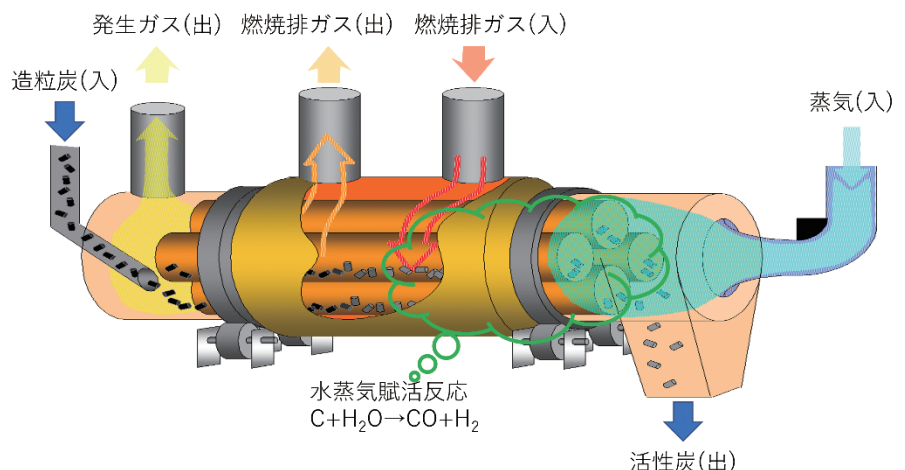


図2: 賦活キルン概要図

本取り組みで対象となる部位は、レトルトの排出側単筒部と多筒部、それを仕切る板（端面板）の溶接部である。多筒レトルトは周方向に並んでいることから、レトルト同士の間隔が非常に狭隘であり、溶接作業の手が届かないため、円筒内部から溶接補修をしている。しかし、2～4ヶ月程で再亀裂が発生してしまう状況となっているため、再亀裂を抑制する手法を確立する検討を行った。また、本取り組みは改善手法の検討やオフライン試験、実機への適用等において、整備部門と共同で実施した。

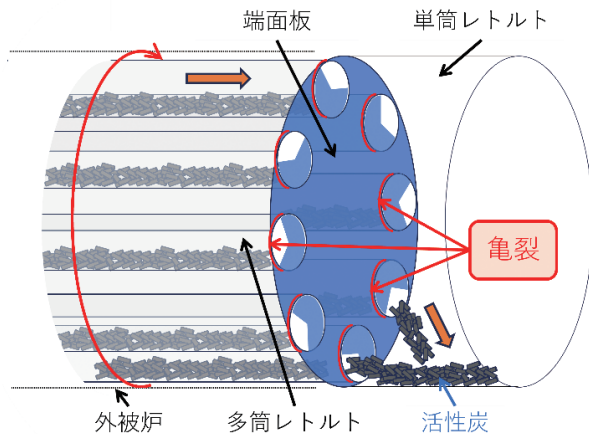


図3: 賦活キルンレトルト概要図

3 改善手法の検討

3.1 要因調査

多筒レトルト-端面板間の亀裂要因を整理した。

(1) 応力集中

レトルトの自重、運転中の熱応力を加味した応力解析を行ったところ、多筒レトルト端面板を接合する溶接部に応力集中することが判明した。そのため、溶接部に亀裂が入りやすいことが確認された。

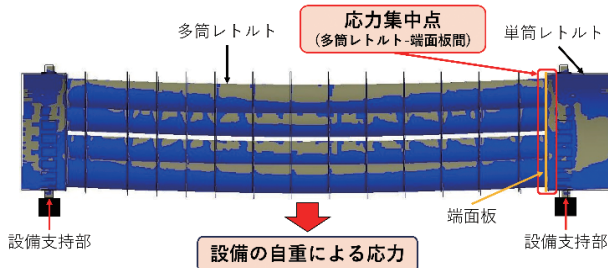


図4: 賦活レトルトの応力イメージ図

(2) 残留亀裂・溶接酸化部

前述の通り、多筒レトルトはレトルト同士の間隔が非常に狭隘であり、溶接作業の手が届かないため、円筒内部からしか溶接補修が出来ない。そのため、溶接手法として、裏面に酸化を発生させないために若干厚みを残して開先を取り亀裂を残留させる手法か、貫通して開先を取

て亀裂を完全に除去させるが、裏面は酸化させる手法を取っていた。そのため、残留亀裂や酸化部が再亀裂の起点となったと推定される。

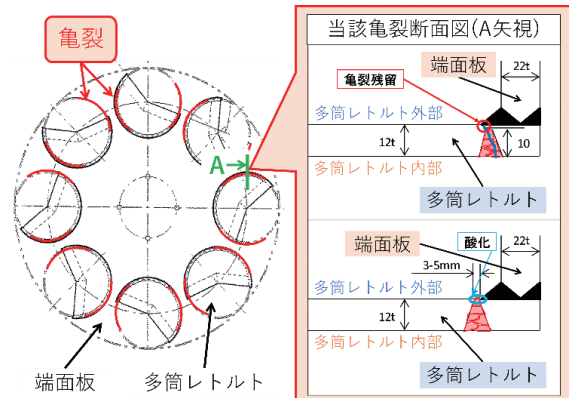


図5: 多筒レトルト配置・亀裂補修イメージ

以上より、対策として従来の溶接補修部の強度向上が必要であると考えた。当該設備は前述の通り高温に曝される設備であることから、材料金属の粒径粗大化や粒界析出、鋭敏化等が起こりやすいため、溶接部でのそれらの改善を検討した。

3.2 対策検討

(1) 粒径粗大化抑制

金属の結晶粒は熱影響を受けることで、経時的に粒径が成長する。粒径が大きくなるにつれて、降伏応力が低下する。

降伏応力=初期応力+強化係数/平均粒径^{1/2}（ホール・ペッチの法則）

粒径の粗大化を抑制する手法の一つとして、析出効果がある。粒内に固溶した析出物が、粒径が粗大化する際に、ピン止めの効果を果たし、粒径の成長を阻害する。析出強化が期待される元素としては、Ti、W、Nb等がある。

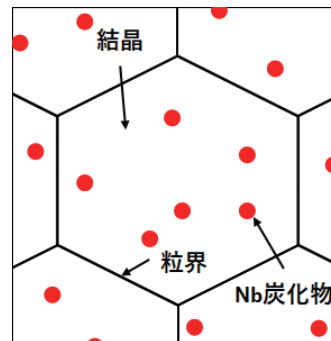


図6: 析出効果イメージ

(2) 鋭敏化抑制

金属結晶同士の界面である粒界は、析出物が偏析しやすく、特にステンレスにおいては、一定温度域内で加熱されることでCrを主成分とするM₂₃C₆が析出しやすい。不動

態被膜として形成されていたCr酸化物が炭素と反応してCr炭化物となることで、Cr欠乏層が形成されて粒界腐食が進行し、強度低下を招く。

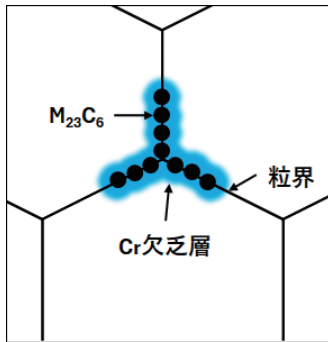


図7: 鋭敏化イメージ

鋭敏化を抑制する手法の一つとして、Crよりも優先的に炭素と反応しやすい元素を添加する方法がある。これらも(1)と同様に、Ti、W、Nbが該当する。

3.3 実機への補修案

上記、粒径粗大化、鋭敏化を抑制する元素が添加されたTG347(Nbを含有)を選定した。また、母材であるSUS310と異材溶接となるため、割れが生じないかをシェフラーの組織図(希釈率50%)で確認した。TG347は数%のフェライト相を形成するが、レトルト内部温度が700℃以上あるため、当該溶接部位はσ脆化が促進され強度低下を招く恐れがある。そこで、亀裂の起点となっているレトルト外面鉄皮温度を測定した所、σ脆化が起こる温度(650℃相当)以下の500～600℃程度であった。よって、亀裂の起点部の最底面(レトルト外面)の1層のみをTG347で溶接を行い、残りの層をTG310で溶接する対策とした。

4 調査課題

これまでの検討を踏まえ、溶接部の強度向上のための補修案の探索として、以下の2点を課題としてオフライン試験を行い、良否の評価を行った。

(1) TG347使用による溶接部強度向上の効果確認

→ 粒径粗大化・鋭敏化抑制・強度向上の有無を調査

(2) TG347の実機相当環境下での影響確認

→ 母材SUS310との膨張率の差での歪み蓄積による強度低下の有無を調査

4.1 TG347使用による溶接部強度向上の効果確認

(1) 試験・評価手法

サンプル製作手法は以下の通りである。

母材：SUS310、溶接材：TG310・TG347

溶接手法：TIG溶接

SUS板の端面を従来の開先と同等の60°に調整し、それを2枚合わせることで開先を再現した。

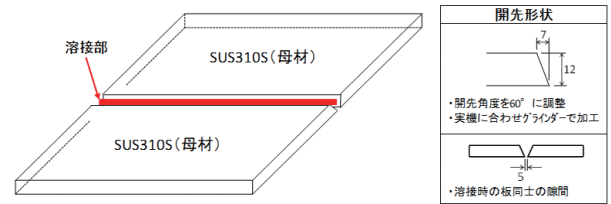


図8: 溶接サンプル製作イメージ図

上記の開先に対し、従来手法と改善手法の2水準で溶接し、比較評価する。

試験水準は以下の通りである。

表1: 試験I水準表

水準	溶接棒	溶接イメージ	溶接概要
水準① (310)	TG310	TIG溶接 TG310 SUS板 表側に酸化部が発生	・基準材料 ・溶接棒はTG310のみ
水準② (347)	TG347 TG310	TIG溶接 TG310 TG347 SUS板 表側に酸化部が発生	・1層目にTG347を使用 ・残りの層はTG310を使用 ・他条件は水準①と同様

上記のサンプルを使って試験を実施し、以下の手法で評価する。

- 1) SEM (Scanning Electron Microscope: 走査型顕微鏡) で粒径粗大化と鋭敏化の抑制効果を評価
- 2) 引張強度試験にて強度を評価

(2) 試験結果

1) 粒径粗大化抑制の確認

SEMでの観察結果を以下に示す。

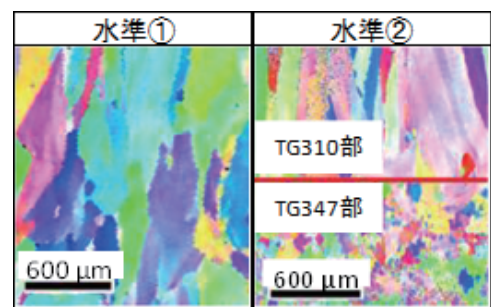


図9: 試験IIPF (Inverse Pole Figure: 逆極点図) マップ

表2: 試験I平均粒径

水準	TG310部		TG347部	
	粒径 (μm)	降伏応力 ※(MPa)	粒径 (μm)	降伏応力 ※(MPa)
水準① (TG310)	335.8	182.2	-	-
水準② (TG347)	371.9	180.6	56.3	227.4

SEMにて撮影したIPFマップより、水準①は溶接部が平均で300μm以上に粗大化していた。一方で、水準②

では、TG310部では粒径が水準①と同等以上に粗大化していたのに対し、TG347部では平均粒径が50 μ m程度の粒径となっており、粒径粗大化抑制の効果を確認出来た。

2) 鋭敏化抑制の確認

1) 同様にSEMでの観察結果を以下に示す。

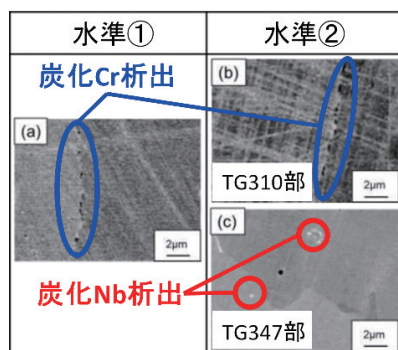


図10:試験ISEM像

SEM像の観察の結果から、水準①と水準②のTG310部において、粒界に黒い粒子が偏析していることが確認された。これがCr炭化物であり、水準②のTG347部では粒界にほとんど確認されなかった。一方でTG347部ではNb炭化物である白い粒子が粒界や粒内に確認された。

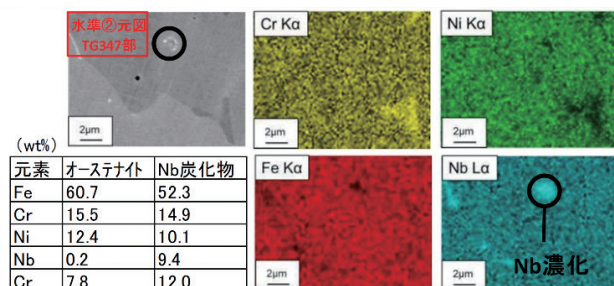


図11:試験IEDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy : エネルギー分散型X線分析) 解析結果

EDSの結果では、白く色づいている部分はその元素が濃化していることを示すが、水準②のTG347部では粒界上のCrの濃化は少なく、粒内の白色粒子部ではNbの濃化が確認された。以上より、鋭敏化の抑制の効果を確認出来た。

3) 強度向上の確認

引張強度試験の結果を以下に示す。

表3:試験I引張強度試験結果

水準	引張強度 (N/mm ²)
水準① (TG310)	548
水準② (TG347)	572

試験の結果より、水準②の方が、強度が高いことが確認された。また、1)の粒径の結果から、ホール・ペッチの法則どおり、水準②は水準①よりも高い降伏応力を示すことが分かる。

以上の結果を通じて、TG310のみの従来手法の溶接よりTG347を用いた改善手法での溶接の方が強度向上につながる事が分かった。

4.2 TG347の実機相当環境下での影響確認

4.1にてTG347の優位性が確認されたのだが、TG310とTG347を併用することで、それぞれの膨張率の差により、材料間の界面に歪みが発生する可能性がある。特に当該設備は1～2ヶ月に1回の修繕期間のために稼働・停止 (=加熱・冷却) を行うことから、その都度膨張収縮を繰り返すため、歪み蓄積により材料間の界面で新たな亀裂が発生する懸念がある。実機に影響を与えるレベルの歪みが蓄積しないこと確認するため、実機相当の環境をオフラインで再現し、調査を行った。

(1) 試験・評価手法

試験サンプルは、4.1と同様の手法で作製した。

試験環境としては溶接板サンプルをオフラインにて炉内に投入し、実機相当の温度条件にて加熱・冷却を行うことで昇降温を再現した。試験水準は、昇降温回数をBase条件の0回を含めて3～4条件に設定して比較・評価を行った。

〔昇降温試験方法〕

- 1) オフラインの炉にサンプルを投入し、600℃まで100℃/hにて昇温
 - 2) 600℃到達後、約2時間保持し、その後降温 (自然冷却)
 - 3) 常温まで降温後、炉からサンプル取り出し
- 1)～3)までを所定の回数繰返し実行

表4:試験II水準表

水準	溶接棒	昇降温回数
水準① (310・Base)	TG310	0回
水準② (310・3回)	TG310	3回
水準③ (310・6回)	TG310	6回
水準④ (347・Base)	TG347	0回
水準⑤ (347・3回)	TG347	3回
水準⑥ (347・6回)	TG347	6回
水準⑦ (347・12回)	TG347	12回

上記のサンプルを使って試験を実施し、以下の手法で評価する。

- 1) 引張強度試験にて強度を評価

(2) 試験結果

- 1) 強度の確認

引張強度試験の結果を以下に示す。

表5:試験Ⅱ引張強度試験結果

水準	最大荷重	平均値	破断位置
	N/mm ²	N/mm ²	
水準① (310・Base)	579	580	溶接部
	581		溶接部
水準② (310・3回)	587	586	溶接部
	586		溶接部
水準③ (310・6回)	588	588	母材
	588		溶接部
水準④ (347・Base)	580	574	母材
	568		溶接部
水準⑤ (347・3回)	587	586	母材
	585		母材
水準⑥ (347・6回)	575	580	母材
	585		溶接部
水準⑦ (347・12回)	572	581	母材
	590		母材

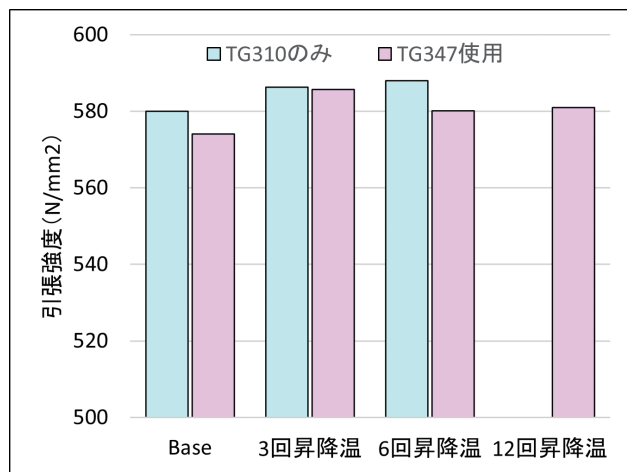


図12:試験Ⅱ引張強度試験結果グラフ

試験の結果より、TG310とTG347を併せた使用水準④～⑦において、強度の低下は確認されず、全水準でほぼ同等の高い強度を示した。

また、同水準では溶接部でなく母材で破断しているサンプルがTG310のみのサンプルよりも明らかに多いことから、母材相当ないしTG310のみのときより高強度であると推定される。

5 取組みの結果

以上までの結果より、材質変更による溶接部の強度向上を達成し、溶接部の再亀裂抑制の効果があることを確認した。本条件の試験結果より、実機での再亀裂抑制も期待される。

6 本研究の今後の展開

- 本補修方案の実機適用効果確認
(目標2年：現在約10ヶ月で再亀裂無し)
- 同様の設備への横展開を検討

7 活性炭事業部の取組み

今回の取り組みによるキルン安定稼働を通じて、お客様への安定供給を実現すると共に、今後も地球環境改善へ貢献していく。

また、総合エンジニアリング企業である当社は要素技術を極めた「複合力」の強みを持ち、今回のように社内の生産部門と整備部門で連携して解決に当たることができた。この当社の強みを更に高めてお客様や社会の期待に応えていきたい。

8 謝辞

本研究への取組みにあたり、ご指導・ご協力を賜りました九州大学 大学院工学研究院 材料工学部門 金子賢治教授に心より感謝申し上げます。

お問い合わせ先

活性炭事業部

TEL. 052-689-1481

【メールの場合】:

more_information-ac@tex.nipponsteel.com