

Fig. 4. Gas curtain method of bushing insulator.

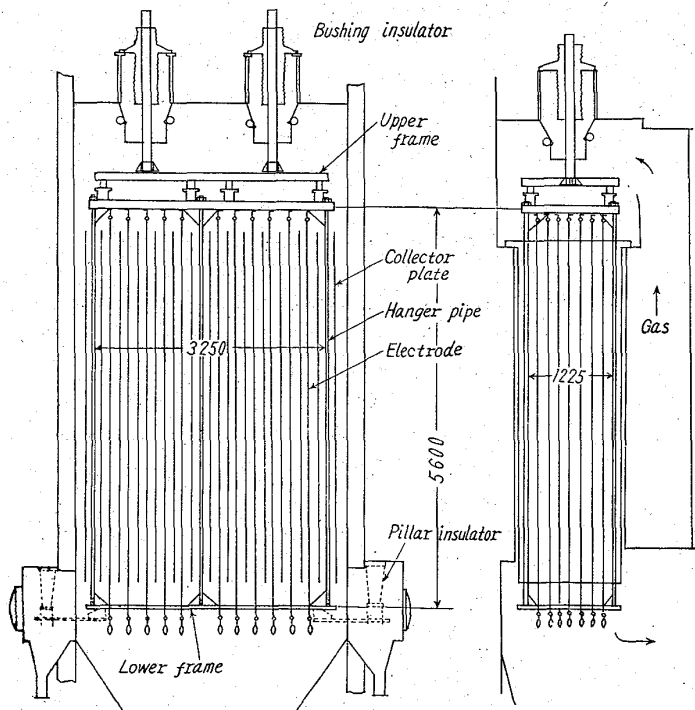


Fig. 5. General view of electric precipitator.

以上の改造を3月～4月にかけて施行した結果、放電極碍子破損は、平常と大差なきよう減少したとともに、振止碍子はなくなり、稼働率も上昇した。

荷電状態の安定とともに、ガス清浄は元に戻した。

IV. 結 言

(1) 重油ノズル改良によるアトマイズの改善により重油の不完全燃焼により生ずる遊離カーボンをいちじるしく減少させることができた。

(2) 乾式電気収塵装置の改造により、碍子破損が減少し、稼働率が上昇、荷電状態が良くなるとともにガス

清浄度も良好となった。

以上により、重油吹込操業を継続実施できた、

549,731,13:542,941:620,186

(16) マグネタイト単結晶の還元組織について 62/196

(鉄鉱石の還元に関する研究—I)

東京大学工学部

1235~1236

○徳田昌則・工博 松下幸雄

On the Microstructure of Magnetite Single Crystal Reduced at Several Temperatures.

(Studies on the reduction of iron ores—I)

Masanori TOKUDA

and Dr. Yukio MATSUSHITA.

I. 緒 言

酸化鉄の還元に関しては、従来より、数多くの研究がなされており、近年は、還元速度式もいろいろの形で提出されているが、還元試料の粒度が大きくなると、還元過程は、反応の進行に伴って生ずるクラックないしポアの影響を大きく受け、特に、天然鉱石は、その性状がいろいろ雑多で、これらの影響も複雑なため、反応機構の詳細な把握を困難にしている。

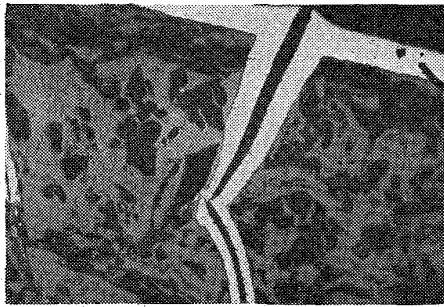
本研究は、人工の酸化鉄単結晶を用いて、塊状酸化鉄の還元機構を究明しようとするもので、はじめに、還元温度が、還元試片のマイクロ組織におよぼす影響を調べたので、ここに、単結晶の製作方法とあわせて報告する。

II. 酸化鉄単結晶の製作

Hematite(Fe_2O_3)は、 $p_{O_2}=1$ 気圧の下でも、 $1457^{\circ}C$ で magnetite (Fe_3O_4)と酸素に解離してしまい、溶融して単結晶を製作するには、非常に大きな技術的困難が伴うので、溶融状態では大気中でも安定な magnetiteの単結晶を製作することからはじめた。

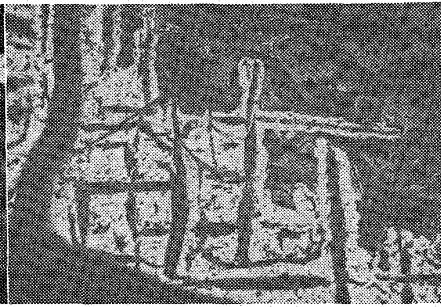
製法は、るつぼ中で溶融して、徐々に降下させつつ、凝固させるという Bridgeman 法によつた。加熱炉は、SiC を発熱体とする外部抵抗電気炉と、30% Rh 入りの白金線を、長さ 80mm にわたつて、直接、半溶アルミナ製炉心管(内径26mm)に巻きつけた内部炉とからなつている。このように、2重加熱炉とすることにより、容易に、 $1600^{\circ}C$ 以上の高温を得、かつ、単結晶の製作に必要な大きな温度勾配を作ることができた。

化学薬品用 hematite 粉を熱処理して得た magnetite 粉をプレスして固め、15mmφ、長さ 70mm のペンシル形白金ルツボに装入し、加熱炉内の所定の位置に吊り下げたあと、試料全体を $1600^{\circ}C$ 以上に加熱する。外部炉を $1500^{\circ}C \pm 3^{\circ}C$ に自動調節し、内部炉には、常に 40V×16A を供給する。上記の状態でも1時間保持したあと、ルツボを 6~8mm/h の速度で降下させる。凝固点附近の温度勾配は約 $20^{\circ}C/cm$ である。凝固後は、



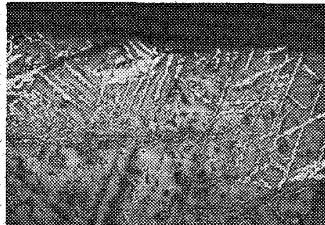
Reduced at 420°C, 130mn. unetched.
×60 (2/3)

Photo. 1. Magnetite crystal showing bright metallic iron phase, dark magnetite phase, black crack and pore parts: (Outer part of specimen).



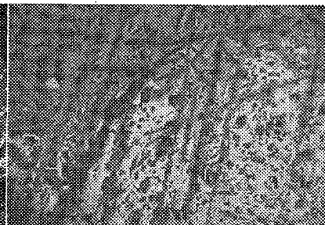
510°C, 100mn. unetched.
×60 (2/3)

Photo. 2. Magnetite crystal showing metallic iron, magnetite and large cracks: (Outer part of specimens).



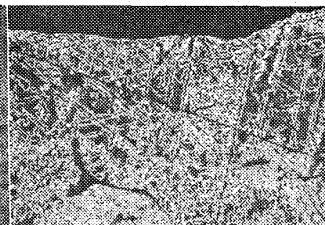
890°C, 10mn. unetched.
×60(1/2)

Photo. 3. Magnetite crystal showing metallic iron and oxide phase: (Outer part of specimen).



880°C, 10mn. etched in 3% Nital solution. ×60(1/2)

Photo. 4. Magnetite crystal showing metallic iron, wüstite and magnetite phases: (Corresponding to Photo. 3).



810°C, 90mn. unetched.
×120(1/2)

Photo. 5. Magnetite crystal showing metallic iron and wüstite phase: (Outer part of specimen).

元の進行に伴って、試片の外周に平行に、緻密な金属鉄相がその厚みを増して行く。この金属鉄相には、酸化物相は認められない。所々に、大きなクラックが、外周部から試片の内部に向け、深く入っており、このクラックに沿って、やはり緻密な金属鉄相が生成している。

2) 500~550°C の場合。

(Photo. 2)

試片の外周に沿う金属鉄相中には、やはり、酸化物相は認められない。しかし、(1)の場合と異なり、無数のかなり大きなクラックが、この外周部金属鉄相中に縦横に入っている。また、還元温度 500°C では、

400°C の場合に比べ、還元速度は 3~4 倍も大きい。

3) 700°C 以上の場合。

(Photo. 3, 4 および 5)。

還元初期には、金属鉄は細かなクラックに沿って、網目状に生成し、外周部で金属鉄と酸化物とが混在している (Photo. 3)。しかし、3% Nital 溶液で腐食してみると、wüstite 相と magnetite 相が区別され、外周部の既還元相 (もしくは、還元が進行している部

120°C/h で約 1000°C 迄、アルゴン気流中で冷却し、後炉冷する。とりだした試片は、15mm φ、長さ約 35 mm で、普通、数個の結晶粒を含んでいた。

粉末に砕いた試片の X 線による回折結果は、magnetite のみを示した。えられた試片の密度は、平均 5.11 g/cm³ で、理論値 5.21 g/cm³ の 98.2%。格子定数は 8.37 Å に対し、平均 8.39 Å であつた。これらの結果と、ラウエスポットの形から、えられた試片が、実験の目的に充分に適合すると判定し、還元試料として用いた。

III. 酸化鉄単結晶の還元

実際には、2~3 個の結晶粒を含む試片を還元に供した。還元を用いた加熱炉は、容易に移動、取外しができるので、所定の時間還元したあと、1~4mn 後には、300°C 以下に冷却することができた。還元ガスには、市販水素ガスを清浄系統を通して用い、流量は、380~400 cc/mn とした。400°C~900°C のいろいろの温度で、40分~2 時間還元して得た試料の所望の断面を研磨し、そのマイクロ組織を観察した。

IV. 還元実験結果

いろいろの温度で還元した試料の、マイクロ組織の特徴は次のようであつた。すなわち、還元温度で分類すればつきのごとくである。

1) 約 450°C 以下の場合。(Photo. 1)

外部金属鉄相と内部酸化物相の境界は明瞭であり、還

元が進行している部分) と、内部の未還元相との境界が、かなりはつきり識別される (Photo. 4)。還元がかなり進んだ段階では、内部の未還元相 (magnetite 相) はほとんどなくなり、試片の全断面にわたって、金属鉄相と wüstite 相とが混在している (Photo. 5)。低温 (550°C 以下) 還元でみられるような大きなクラックは認められず、細かなクラックないしポアがこれに代わっている。

なお、還元温度 600°C 前後の場合には、低温還元の組織に近い特徴をもつようであるが、ときに(3)の高温還元の組織をも示す。このようなマイクロ組織のばらつきは、この温度が、wüstite 相の生成温度の近傍であることに関連し、実験条件のより厳密な制御を要するものと考えられるので、今後、機会を改めて、検討するつもりである。

V. 総括

Magnetite の単結晶を製作し、いろいろの温度で還元して、そのマイクロ組織を観察した。

還元温度が低温 (550°C 以下) と高温 (700°C 以上) とでは、マイクロ組織にいちじるしい相違が認められた。

低温還元では、試片外周の既還元部はほとんど金属鉄相のみから成り、太いクラックに沿い内部へ還元が進行する。高温還元では、試片外周部は金属鉄と wüstite 相から成り、細かいクラックないしポアに沿って、還元が進行する。