

669.181.4:622.391.1  
 669.046.46:536.416  
 420 鉄と鋼 第48年(1962)第4号

1062048

(49) 海綿鉄製造の際の鉄石の容積変化について F.420~421

富山大学工学部

工博 森棟 隆弘・〇佐藤 恭一

On the Volume Changes of Iron Ores in Reducing Sponge Iron.

Dr. Takahiro MORIMUNE and Kyōichi SATO.

I. 緒 言

鉄鋼製品の品質管理については色々改良する点はあるが、良い原料を使はねばならぬことが、微量元素の研究から判つて来て、純良な鉄を多量生産で得たいという気持が強くなつてきた。海綿鉄は高品位の鉄石を低温で還元するために純度が高く鋼および特殊鋼の原料、あるいは品質を高めるための添加原料として注目されている。また粉末冶金の進歩とともにその需要も増している。最近わが国においても、再び海綿鉄が製造され、また研究されているようなことから、著者らは流動還元並びにシャフト炉における焼結が海綿鉄製造に障害をおよぼすので、この基本的研究として鉄石のガス還元の際の容積変化を調べた。

流動還元では次のような文献がある。H<sub>2</sub> ガス還元によるものとしては、T. F. READ, J. C. AGARWAL, E. H. SHIPLEY<sup>1)</sup>らによる Nu-Iron 法では、温度が上がると還元速度が上がるが、還元鉄が壁に附着するだけでなく、互に焼結して流動を妨げるといつている。また R.A. LUBKER, K. W. BRULAND<sup>2)</sup>等によると、H-Iron 法では、焼結を避けるために還元温度 537°C 以下で、ガス圧力 500 psi で行なつている。またソ連のエス、イ、プリバロフ・ヴェ、エヌ、チイモフイフ氏等<sup>3)</sup>は 750~950°C で、H<sub>2</sub> と CO の混合ガスで行なつている。塩素蒸発を併用せるものとしては、J. H. OXLEY, I. E. CAMPBELL<sup>4)</sup>等が研究をしている。塊鉄をシャフト炉で還元する上島式<sup>5)</sup>でも焼結現象が見られる恐れがある。

II. 実験試料

実験に使用した鉄石は、インド赤鉄鉱である。

Table 1. Chemical compositions of Indian iron ore.

Fe	C. W.	FeO	SiO <sub>2</sub>	CaO	MgO
67.68	1.02	0.90	1.35	0.08	0.08
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	S	P	Cu	
1.06	0.03	0.004	0.031	0.005	

III. 実験結果

1. 還元実験

試料を粉砕し、14~28 mesh に整粒したものを、空気浴中で 120°C で 3h 乾燥し、デシゲーター中に保存して用いた。これを 2g 秤ると共に顕微鏡のマイクロメーターで、縦横の寸法を測定した 10 粒の試料を、同じ磁製ポートに入れ炉中に装入し、ガス流量 70cc/mn で初め N<sub>2</sub> ガスを通しながら昇温し、所定温度になつてか

Table 2. Expansion and contraction of reduced iron ores in CO gas atmosphere.

Reducing temp. °C	Time mn	Expansion	M. Fe %	Sintering
900	60	0.992	42.94	Strong
〃	120	0.968	84.48	〃
〃	180	0.934	88.94	〃
850	60	0.965	63.48	Strong
〃	120	0.990	82.96	〃
〃	180	1.007	88.15	〃
800	60	1.017	20.91	Weak
〃	120	1.071	61.36	〃
〃	180	1.085	87.31	〃
700	60	1.041	16.28	None
〃	120	1.088	61.36	〃
〃	180	1.529	82.46	〃

Table 3. Expansion and contraction of reduced iron ores in hydrogen gas atmosphere.

Reducing temp. °C	Time mn	Contraction	M. Fe %	Sintering
900	30	0.940	88.17	Strong
〃	60	0.964	90.68	〃
800	30	0.955	83.35	Weak
〃	60	0.973	88.12	〃
700	30	0.931	56.13	None
〃	120	0.964	87.62	〃
600	60	0.998	58.29	〃
〃	120	0.978	82.26	〃

ら 20mn 保持した後、還元ガスに切換え所定時間後、再び N<sub>2</sub> ガスに切換え冷却し、100°C 以下になつてから試料を取り出し、焼結の有無、強弱を見るとともに、検鏡試料とした。また 10 粒の方は寸法をマイクロメーターで測定して、還元前を 1 とした時の膨張収縮率を調べた。その結果を Table 2, Table 3 に示す。

CO ガス還元の場合、900°C においては還元前に比して全部収縮しており、還元時間が長くなるとともに収縮が大となる。850°C においては 60mn, 120mn では、還元前に比し収縮していて、180mn ではほぼ還元前と等しくなり、膨張の傾向が見られる。900°C, 850°C とともに焼結は相当に強い。800°C, 700°C では全般に膨張していて、還元時間が長くなるにしたがつて膨張の傾向が見られる。800°C では一部に弱い焼結が見られ、700°C では焼結は見られない。

H<sub>2</sub> ガス還元の場合、全般に収縮しているが、900°C では還元時間が長くなるにしたがつて、膨張の傾向が見られ、焼結は相当に強く、CO ガス還元による 900°C の場合と同程度である。800°C でも同じく膨張の傾向が見られ、一部に弱い焼結が見られたが CO ガス還元による 800°C の場合より幾分弱い。700°C でも同じ膨張の傾向が見られるが、焼結は見られない。600°C では、逆に還元時間が長くなるにしたがつて、収縮しており焼結は見られない。

2. 海綿鉄の外形

外觀および検鏡の試験によると CO ガスで還元して出来た海綿鉄は、全般的に気孔並びに大小の亀裂も多く多

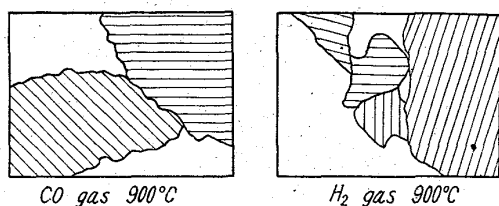


Fig. 1. Mode of sintering.

Table 4. Chemical analysis of total carbon and deposit carbon.

Sample	T. C %	Deposit. C %	Other. C %
No. 1	1.25	1.21	0.04
No. 2	1.22	1.16	0.06
No. 3	1.22	1.21	0.01
No. 4	1.41	1.35	0.06
No. 5	1.28	1.27	0.01

孔質で、特徴としては、表面の凹凸も大きく、凹凸部は比較的丸味を帯びている。H<sub>2</sub> ガスで還元して出来た海綿鉄は、CO ガスで還元した場合と比べて見て、細かい気孔および亀裂が見られ、緻密で表面の凹凸部は、尖った形をしているのが見られた。

3. 析出炭素の定量

炭素分析は乾式燃焼法を用い、酸素気流中で、加熱し得られた CO<sub>2</sub> の容積から定量した。試料は前報<sup>7)</sup>と同じものを用いた。その結果を Table 4 に示す。

すなわち Table 4 に見ることく、海綿鉄の全炭素は 1.22~1.41% の間であり、析出炭素は 1.16~1.35% であつて、0.01~0.06% だけ何れも全炭素量を下廻っている。このことは極く少量の化合炭素があることを示しているとも考へて良いようにも思えるが、なお研究を要する。

IV. 実験に対する考察

焼結の問題は、非常に複雑な要素を含んでおり、各方面からの研究を必要とするが、本実験から見た場合、次のことがその主因と考へられる。CO ガス還元の場合は 700°C、800°C でいちじるしく膨張し、900°C では収縮することから、互に膨張して接触面で押合つて入り込み温度が上つて収縮するにつれて、さらに強く結合しているようである。また組織的には気孔いちじるしく拡大し表面の凹凸がコブ状であることが、H<sub>2</sub> ガス還元より焼結を容易にする要素であるようにも思はれる。H<sub>2</sub> ガス還元の場合は、全般に収縮しているが、表面の凹凸部は尖った形をしており、接触面で互に噛み合はさつたような形となつている。還元温度 900°C 以下における焼結は機械的結合をしているものと考えられる。海綿鉄の炭素は、初め一部滲炭と云うことも考えられたので、顕微鏡によつても調べて見たが、滲炭組織は見られず、やはり carbon deposition の反応により、鉄鉱石や金属鉄が触媒となり、気孔や亀裂の中に炭素が析出しているのが見られた。しかしどの分析の場合にも全炭素と析出炭素の間に差のあることから、表面だけでも滲炭していると考えられないことはない。また鉄の表面に滲炭すればその部の融点が下がることも有り得るし、外側についている析出炭素は、微粉だから、還元不十分な海綿鉄が相

互に接触すれば、その間に炭素がはさまれ、その部分の温度が上ることもあり得よう。しかし今迄の実験では顕微鏡的には特に表われなかつた。

V. 結 言

海綿鉄製造の際の鉱石の容積変化の実験を行なつて次の結論を得た。

- (1) CO ガスで還元すると 800°C 迄は膨張し、それ以上は収縮する。
- (2) H<sub>2</sub> ガス還元は全部収縮する。
- (3) CO ガス還元のもの外形はコブ状になり、H<sub>2</sub> ガス還元のは外側に多くの尖つたものを持つている。
- (4) CO ガス還元の方が H<sub>2</sub> ガス還元の場合より、焼結しやすいのは膨張、収縮と外形にも影響あると思はれる。
- (5) 析出炭素と全炭素の間には、極く微量の差があるが、焼結に対する影響は明らかでない。

文 献

- 1) T. F. READ, J. C. AGARWAL, and E. H. SHIPLEY: J. Metals, (1960), 317
- 2) R. A. LUBKER, K. W. BRULAND: J. Metals, (1960) 321~324
- 3) G. G. KARIAN: Blast Furn. & Steel Plant, (1960) 276~281
- 4) エス, イ, ブリパロフ・ヴェ, エヌ, チイモフイフ・ベ, ア, ボコビイコフ: Stal (1960) 5~14
- 5) J. H. OXLEY, I. E. CAMPBELL: J. Metals, (1959) vol. II 135
- 6) 上島大助, 鉄と鋼, 46 (1960), 1128~1130
- 7) 森棟, 平沢, 佐藤: 鉄と鋼, 47 (1961), 288~290

667243: 667046. 422

P. 421 ~ 423

(50) 加圧空気による硫酸化焙焼について

(加圧硫酸化焙焼法による磁硫鉄鉱石と混合した含 Ni-Cr 鉄鉱石中の Ni の抽出に関する研究—I)

資源技術試験所

○森川 薫淳・田中 稔

On Sulphate Roasting by Compressed Air.

(Studies on extraction of Ni from Ni-Cr-containing iron ores mixed with pyrrhotite by sulphate roasting method under high pressures—I)

Masakiyo MORIKAWA and Minoru TANAKA.

I. 結 言

含 Ni-Cr 鉄鉱石中の Ni 除去法のうち、大気圧下における硫酸化焙焼—水抽出法については、すでに 2, 3 の実験結果が発表されている。含 Ni-Cr 鉄鉱石中の Ni の硫酸化は非常に困難であり、硫酸化を促進するためには焙焼雰囲気中の SO<sub>3</sub> 分圧を高めることが必要であるが、著者は雰囲気全体を加圧することによつて Ni の硫