

比べて還元温度が高い割合に還元速度は遅い。ガス流量の如何にかかわらず約 800°C 付近において反応速度の遅延現象を示し、それは流量の増大するほど高温側に移行する傾向が認められる。この遅延現象は H₂ ガスにおける場合と異なり、高温においてあらわれるものでありまた流量によつて移動することから、この遅延は粉状酸化鉄の焼結現象に起因するものと考えられる。

IV. 結 言

以上の実験結果より次のごとく結論される。

- (i) H₂ ガスによる微細な酸化鉄粉の還元の律速段階は H₂ ガスと酸化鉄の化学反応である。
- (ii) 還元過程において Wüstite 相があらわれる時は還元速度が低下する。
- (iii) 被還元体の亀裂は還元速度を速める。
- (iv) H₂ ガスによる酸化鉄粉の還元は 550~560°C の温度範囲を利用するのが有利である。

(v) NH₃ 変成ガスにより酸化鉄粉を還元する場合も純 H₂ ガスとほぼ類似の挙動を示すが、還元速度はかなり遅くなる。

(vi) NH₃ 変成ガスの場合は還元率の前半と後半で還元速度が異なり後半は速くなる。

(vii) C₃H₈ 変成ガスによる酸化鉄粉の還元速度は遅い。

(viii) 800°C 前後の温度で酸化鉄粉の焼結が起るので C₃H₈ 変成ガスによる還元はガス流量をやや多くし 800°C 位で行なうのが良い。

本実験費の一部は文部省科学研究費によるものであることを付記し感謝の意を表す。(昭和37年2月寄稿)

文 献

- 1) J. O. EDSTRÖM: J. Iron & Steel Inst. (U.K.), 175 (1953), p. 299
- 2) W. M. Mckewan: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng. 218 (1960), p. 2

鉄鉱石の流動還元に関する研究*

大蔵明光**・徳田昌則**・松下幸雄***

Study on the Fluidized Bed Reduction of Iron Ores.

Akimitsu ŌKURA, Masanori TOKUDA and Yukio MATSUSHITA

Synopsis:

The fluidized bed reduction of powdery iron ores has become the object of the authors' attention in view of special localized conditions in Japan and making practical use of domestic materials. In this experiment, fluidized bed reduction by hydrogen gas of one sample of hematite and magnetite was carried out on a laboratory scale.

The apparatus was designed so as to fluidize powdery iron ore by flat perforated grids or funnel type grids in a stainless steel pipe. Samples were extracted through a sampling tube at proper time intervals to investigate the effects of various factors on the reduction rate.

The results obtained were as follows:

- (1) The rate of reduction of hematite ore under atmospheric pressure reached 90% in 20 minutes at 600°C, and over 90% in only 10 minutes at 700°C and 800°C.
- (2) In the case of magnetite ore, the rate of reduction under atmospheric pressure reached 80% in 15 minutes at 600°C. Contrary to the former case, it became more difficult to reduce the ore at above 600°C
- (3) No distinct relation between the ore size and the reduction rate was observed.
- (4) When the hydrogen gas amount was slightly over the minimum value enough to complete fluidization, the reduction rate was increased remarkably. But the effect of hydrogen gas amount was a little even when it was more increased.
- (5) Using funnel type grids, the reduction time was shortened, therefore ore-treating

* 昭和34年11月本会講演大会にて発表 ** 東京大学工学部 *** 東京大学工学部 工博

capacities was increased. When the same quantity of ores was reduced, the rate of reduction with those grids reached the same as with flat perforated grids by using nearly one half of hydrogen gas amount.

(6) In fluidized bed reduction under increased pressure, the reduction rate reached nearly twice as much as under atmospheric pressure when a gauge pressure of 2 kg/cm² was adopted at lower temperature.

I. 緒 言

近年における流動層法の進歩にともない、化学工業のみでなく冶金工業にも広く応用され、鉄鋼関係では本邦の特殊事情や国内資源の活用という見地から、とくに直接製鉄の一環として研究されている。本法¹⁾によると粉鉱石に対する伝熱が十分に速やかに温度分布が比較的均一であること、還元ガスと固形物質との接触のよきこと、それによつて化学反応速度が増大することなどの利点がある。本研究はこの原理を応用した水素による流動還元²⁾³⁾で、特に流動層を形成するためのグリッドの形状、鉱石の種類および粒度、還元温度、還元ガスの流量、炉内圧などについての基礎的実験である。なお流動還元⁴⁾の速度論的解析⁵⁾および還元機構⁶⁾の詳細については追つて検討する。

II. 実験装置および方法

装置の製作に当つて、あらかじめセルロイド板の実尺(内径 40mm φ) 模型で実験し、粒子終端速度の約10%に相当する流体速度によつて十分の流動化状態の得られることがわかつた。すなわち、粒子終端速度はレイノルズ数、 $Re = D_p \cdot \rho_F \cdot U_t / \mu_F$ (D_p : 粒子の平均直径, ρ_F : 流体の密度, U_t : 粒子終端速度, μ_F : 流体の粘性係数)によつて支配され、本実験では $D_p = 0.025\text{cm}$ (28~150 mesh), $\rho_s = 5.0\text{g/cm}^3$ であるから、Allen の公式を採用すると最適流体速度は約 20l/mn となる。

本装置は Fig. 1 に示すごとく、18-8 ステンレス鋼管(内径 48mm φ) の内側に同質の鋼管(内径 40mm φ) を下方から挿入し、外側の管のほぼ中間に先端を固定してそこにグリッドを設ける。さらに管の中心部に試料採取管(内径 10mm φ) を貫通させる。粉鉱の加熱には、容量 5kVA のトランス、シリコニット発熱体電気炉を使用する。

温度は A, C, 熱伝対によつて測定し、自動温度調整器を使用する。

実験法はまず窒素ガス (3 l/mn) を流しながら炉内温度を設定値まで上げ粉鉱 (約 50 g) を装入して温度

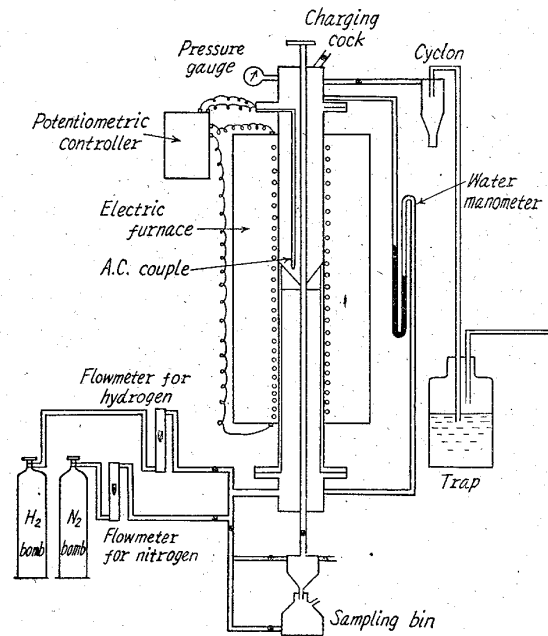


Fig. 1. Schematic sketch of fluidized bed reduction apparatus.

上昇をまち水素ガスに切り替える。試料は切替時より 2 mn, 5mn, 10mn, 15mn, 20mn および 30mn 時に採取し、窒素ガス封入の瓶の中に保存する。還元鉄の分析は J.I.S. 法によつた。

III. 実験試料および結果

試料の化学組成を Table 1 に示す、

この塊鉱を粉碎した後、28, 35, 48, 65, 100 および 150 mesh の篩で級別した。これらを混合する場合は粒度分布ができるだけ正規形になるようにつとめた。水素および窒素はいずれも市販ボンベガスによつた。各種の因子が還元率(酸素の減少比率で示す)または還元速度におよぼす影響は次のごとくである。

Table 1. Chemical composition of iron ores.

Ores	Chemical analyses (%)					
	T.Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	FeO
Hematite(Goa)	64.98	3.35	2.74	0.06	0.08	—
Magnetite(Heizer)	59.24	7.78	2.58	0.77	1.99	17.41

(1) 還元温度

結果は Fig. 2, 3, 4, に示す。

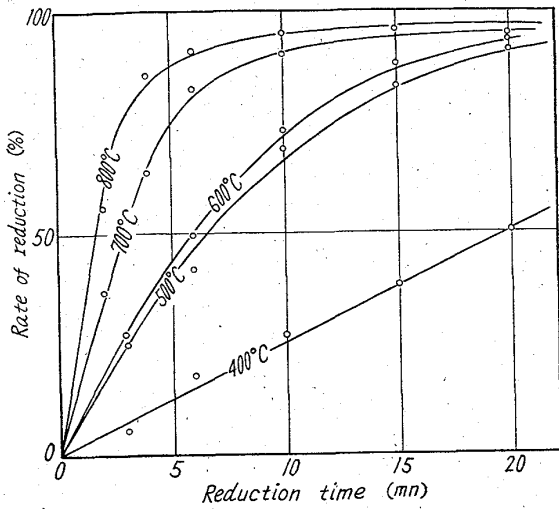


Fig. 2. Effect of temperature on hematite reduction. (Ore size: 28~100 mesh, H₂: 20 l/mn)

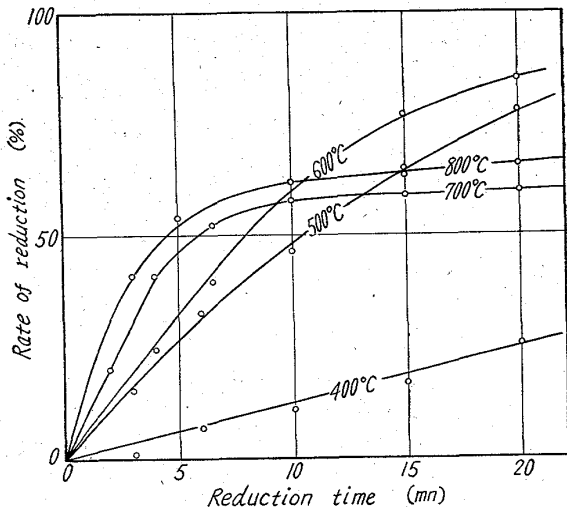


Fig. 3. Effect of temperature on magnetite reduction. (Ore size: 28~100 mesh, H₂: 20 l/mn)

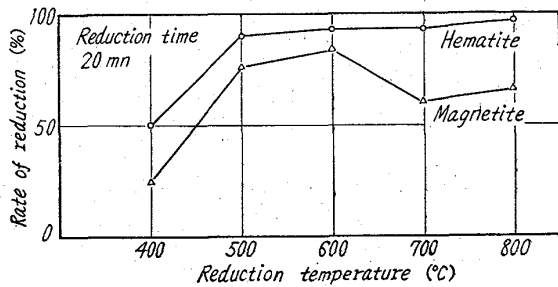


Fig. 4. Effect of temperature on iron ore reduction. (Ore size: 28~100 mesh, H₂: 20 l/mn)

使用したA形グリッドはステンレス鋼製の多孔板（実際には2枚の円板の間に同質の金鋼を挿入する）である。ヘマタイトの場合は Fig. 2 のごとく 600°C の還元率曲線が 500°C のそれにきわめて近く、全体として還元率が予想より低い。マグネタイトの場合は Fig. 3 のごとく 600°C 以下と 700°C 以上とで著しい差がある。すなわち 600°C 以下では温度と共に還元率が增大するが 700°C 以上では初期の還元率は上昇しても 10mn 以後はほとんど飽和する。これらの現象は Fig. 4 でも明らかに認められる。

(2) 鉱石粒度

同一温度, 同一ガス流量の場合は, 当然粒子の細かい方が還元進行が早いと思われるが, ヘマタイトについて Fig. 5 のような結果を得た。

これによると還元速度の大小は必ずしも粒径に依らないようであるが 20mn 後では還元率がほぼ等しい。したがって 28~150 mesh の簡囲では著しい影響はない。

(3) 還元ガス流量

粒度 100~150 mesh につき 500°C で Allen の公式を使用するとガス流量 5 l/mn, 10 l/mn, 15 l/mn, 20 l/mn は粒子終端速度のそれぞれ 3.3%, 6.7%, 10%, 13.3% に相当する。

実験結果は Fig. 7 のごとくで各流量による有意差が認められるが還元時間 20mn ではほとんど差がない。

(4) グリッドの形状

グリッドの形状をB形漏斗状にかえた場合は Fig. 8, 9 のごとくである。ヘマタイト, マグネタイト, いずれ

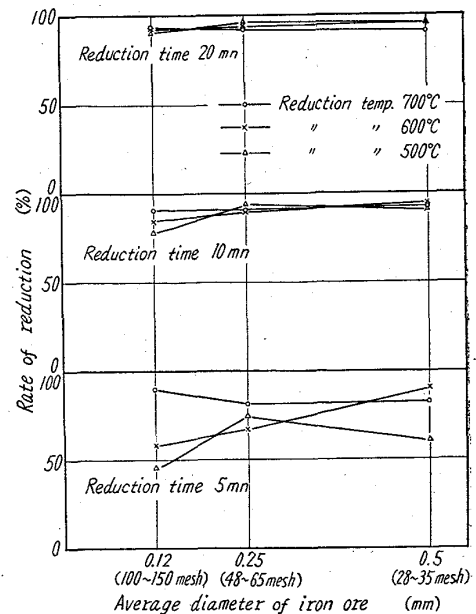


Fig. 5. Effect of ore size on hematite reduction. (H₂: 20 l/mn)

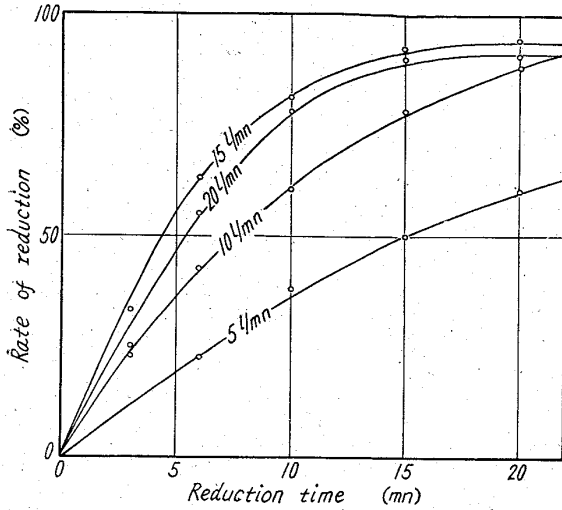


Fig. 6. Effect of hydrogen gas amount on hematite reduction. (Reduction temp.: 500°C, ore size: 100~150 mesh)

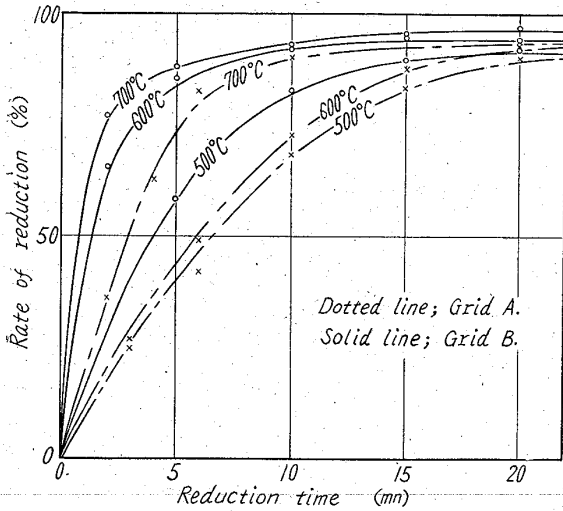


Fig. 7. Effect of grid type on hematite reduction. (Ore size: 28~100 mesh, H₂: 20l/mn)

の場合も還元初期において著しい影響がある。すなわち、600°Cでは5mn後にA形の約2倍、700°Cでは2mn後に同じく2倍の還元率を示す。ただし時間が経過すると次第に接近し20~25mn後にはほとんど差がない。

(5) 圧力

装置が不十分であったためゲージ圧 0~2 kg/cm² のみの簡便であるが、一応所期の結果を得た。ヘマタイトの場合は Fig. 9, マグネタイトでは Fig. 10 のごとしヘマタイトでは比較的低温度の 500°C で影響が大きく、600~700°C では効果がやや減少する。しかし、還元鉄がきわめて酸化されやすく、分析試料の秤量に誤差をまぬがれない。とくに還元率 50~60% の還元鉄では

はげしい発火現象が認められた。マグネタイトの場合は 600°C の場合に著しい効果があり、とくにゲージ圧 0~1 kg/cm² で顕著である。

IV. 考 察

(1) 流動還元による還元速度

上記の実験条件の下で、ヘマタイトの場合は、還元温度 600°C で還元時間 20mn 後に還元率 90%、700°C および 800°C では 10mn 後に 90% を示す。一方マグネタイトの場合は最も高い還元率の得られる 600°C でも 15mn 後に 80%、700°C では 10mn 後に 60% にすぎず、しかも以後はほとんど還元が進行しない。ヘマタイトの場合に粉鉄の静止還元実験と比較するとかなり

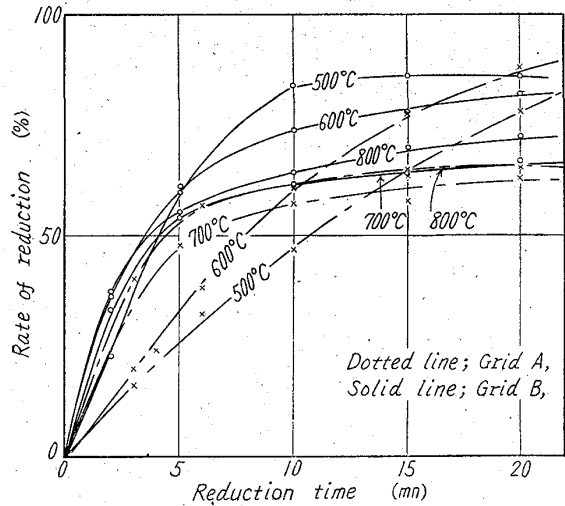


Fig. 8. Effect of grid type on magnetite reduction. (Ore size: 28~100 mesh, H₂: 20l/mn)

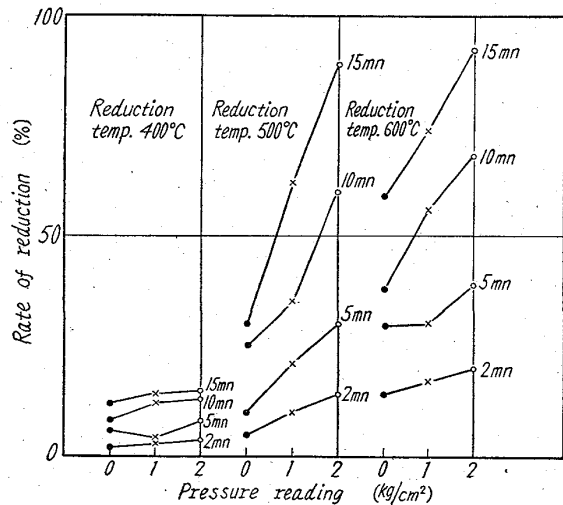


Fig. 9. Effect of pressure on hematite reduction. (Ore size: 28~100 mesh, H₂: 5 l/mn, grid type B)

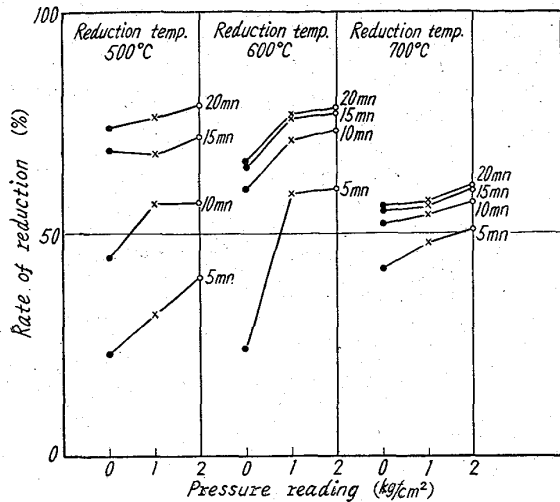


Fig. 10. Effect of pressure on magnetite reduction. (Ore size : 28~100 mesh, H_2 : 10 l/mn, grid type B)

還元速度の大きいことがわかる。マグネタイトの場合は酸化焙焼をほどこさない限り十分な還元速度は得られない。

(2) 還元温度の影響

ヘマタイト、マグネタイトいずれの場合も還元温度が 400°C から 500°C に上昇すると著しく還元速度が増大する。すなわち常圧、高圧、いずれをとわず流動層還元温度の下限が決まる。また粒子の焼結が還元機能をさまざまに流動層反応を不可能にすることが知られているが、還元温度 800°C の試料中にわずかに焼結の生じた粒子も見られ長時間の内には障害を起すおそれもある。さらに 850°C 、 900°C では完全に焼結を生じて流動が停止する。すなわちこの点から流動還元温度の上限が決まる。

マグネタイトの場合に還元速度が 600°C 附近で極大、 700°C 附近で極小を示すのは (Fig. 4 参照) 生成還元鉄と未還元物が融合して酸化鉄の周囲に緻密な膜が形成され、反応生成物の水蒸気の拡散が抑制されるためと思われる。また脈石部分と Wüstite が結合してこの皮膜の作用を促進するともいわれている。

(3) 鉱石粒度の影響

本実験では鉱石粒度と還元速度の間に明瞭な関係はもとめられなかったが、たとえば試料の酸化などの要因によつて交絡したのであろう。しかし塊鉄を粉碎して篩分した場合、微粒と粗粒の間に密度や気孔率などの差が生じて粒径の影響が生ずることも考えられる。なお粒径の対数値と還元速度の間に直線的関係が成立するという報告もある。

(4) ガス流量の影響

本実験では、ただちに結論を導くことは出来ないが一般に流動化開始のガス流量の前後で還元速度が著しく増大し、完全流動化のガス流量以上では、ほとんど効果があらわれないであろう。また還元ガス利用効率の点から一定量以上の流量は不利である。

(5) グリッド形状の影響

ヘマタイトの場合は還元温度 500°C で A 形グリッドによると最高還元率 86.5% に達するために 25mn を必要とするが、B 形グリッドでは 10mn 後に 85% 、 15mn 後に 86% 以上になる。これを化学分析の結果についてみると、A 形グリッドの場合は 20mn まで $M\cdot\text{Fe}$ が直線的に増加し 25mn 後もなお Fe^{2+} 、 Fe^{3+} が存在する。B 形グリッドの場合は 10mn 後に M, Fe が 90% に達し、以後はほとんど変わらない。また Fe^{2+} はきわめて少なく、 Fe^{3+} は 5mn 後ではほとんど存在しない。 600°C 以上でも同様であるが、高温度ほどその差が少なくなる。マグネタイトの場合は 500°C および 600°C で還元率が最も高く、それ以上の高温度、とくに 700°C において最低であるが、これは Fe^{2+} から $M\cdot\text{Fe}$ への還元が律速段階となるためである。すなわち、ヘマタイトとマグネタイトの組織 (たとえばミクロ的空孔率) の差が拡散現象に影響すると思われる。

いずれにしても B 形グリッドでは A 形の場合の約半量のガス流量で十分還元出来る点から流動還元において、グリッドの形状が装置の設計上重要な鍵となる。

(6) 圧力の影響

焼結による流動化の阻止は加圧による低温還元で補えると考えられる。すなわち 300°C および 400°C ではあまり効果がみられないが 500°C では 10mn で常圧に比し、ゲージ圧 $2\text{kg}/\text{cm}^2$ の場合に約 2 倍の還元率を示し 600°C および 700°C でも還元率が增大している。ヘマタイトの場合は化学分析の結果から加圧によつて $\text{Fe}^{2+} \rightarrow M\cdot\text{Fe}$ の反応が一層進行している。これを A. C. TUPAGEV らの高圧下における還元実験と比較した場合に、低温度では化学反応が律速し、高温度では拡散律速と考えられる。とくに流動還元の場合は粒鉄を使用するために拡散よりも化学反応が、還元過程をより律速すると思われ加圧による影響が認められるのであろう。また還元率が高い簡囲では、圧力の影響は比較的少く、 $20\sim 60\%$ の範囲で最も著しい効果がある。

V. 総 括

粉鉄石を水素ガスによつて流動還元するための装置を設計製作し、種々の実験によつて次の様な結果を得た。

(1) 常圧においてヘマタイトの場合は還元温度 600

°C で還元時間 20mn 時に還元率 90%, 700°C および 800°C ではわずか 10mn で 90% 以上に達する。

(2) 常圧においてマグネタイトの場合は還元温度 600°C で、還元時間 15mn 時に還元率が 80% に達する。但し 600°C 以上ではむしろ還元されにくくなる。

(3) 鉱石粒度と還元速度の間には明瞭な関係が得られない。

(4) ガス流量は流動化開始の所要量を越えると還元速度が著しく増大する。しかし、それ以上ガス流量を増加しても効果が少ない。

(5) 漏斗状グリッドを使用すれば、反応時間を短縮することが出来、鉱石処理能力を増すことが出来る。また同一量の鉱石を還元する場合、多孔板グリッドの約半量のガス流量で同一還元率を得ることが出来る。

(6) 加圧下の流動還元では低温度において常圧に比し、ゲージ圧 2 kg/cm² で約 2 倍の還元速度を得ることが出来る。

以上は実験室規模における結果であつて、ただちに工

業化えの基本資料とはならない。

この研究費の一部は、文部省科学研究費交付金によつた。また、本実験に協力した橋本信、林洋一、秋月英美および水野葆祿の諸君の労を多とする。

(昭和37年3月寄稿)

文 献

- 1) M. SITTING: *Chemical Engineering*, 60 (1953) 5, p. 219~231
- 2) H. P. MESSNER, et ali.: *Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng.*, 221 (1961), p. 1221~1225
- 3) A. M. SQUIRES, et ali.: *J. Metals*, 9 (1957) 4, p. 586~590
- 4) J. O. EDSTRÖM: *J. Iron & Steel Inst. (U.K.)*, 175 (1953) 11, p. 289~303
- 5) J. M. QUETS, et ali.: *Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng.*, 218 (1960), p. 545~549
- 6) J. O. EDSTRÖM: *J. Metals*, 7 (1955) 6, p. 760~765

蒸気タービン用軸車の加熱計測試験に現われる A 型 撓 みの 研 究*

吉 田 宏**

Studies on Principally A-Type Deflections Appeared in Steam Turbine Rotors during Heat Indication Test.

Hiroshi YOSHIDA

Synopsis:

In previous studies of other authors, it has been shown that the so-called A-type deflection (as classified by Kaplan) observed in steam-turbine rotors during the heat-indication test (H. YOSHIDA, et ib., Vol. 47 (1961), 591~599) is caused by non-uniformity in heat absorbability of the rotor surface and the heat absorbability is a function of the degree of roughness of the machined surface. Also it has been shown that non-uniformity in the heat absorbability is a result of non-uniformity in heat-treatment of the material, which can be shown by hardness testing.

In the present investigation, by using an apparatus designed by the author, measurements of the heat-absorbability of a Cr-Mo-V steel, a Ni-Mo-V steel and a plain carbon steel tempered under various conditions were carried out to establish a quantitative relationship between the heat-absorbability and the tempering conditions.

The results obtained are as follows:

* 昭和 36 年 10 月本会講演大会にて発表 ** 東京芝浦電気株式会社