

Fig. 6. Relation between reduction degree at 400°C and degradation of sinter.
 a) 250kg experimental sintering pan.
 b) Commercial DL sintering plant at Tobata Works.

4. 結 言

- (1) 焼結鉱は 400~600°C の範囲で CO ガスによつて還元すると崩壊しやすい。
- (2) 還元後の平均粒度を 7 mm 以上にするには FeO およびスラグ量に限界線が存在する。その値はおよそ次の通りである。

FeO 12%	CaO+SiO ₂ 13.5%
" 11"	" 14.5"
" 10"	" 15.5"

- (3) 還元粉化におよぼす塩基度の影響はスラグ量に比較して小さい。
- (4) 還元粉化と被還元性は密接な関係があり、FeO の上昇、CaO+SiO₂ の増加により還元粉化が防止できるのは低温 (400~600°C) における被還元性を低下するためであると思われる。

文 献

1) 八木, 他: 鉄と鋼, 47 (1961) 3, p. 271

(討-5) 焼結鉱の還元時における粉化機構について

八幡製鉄, 技術研究所

工博○小菅 高・工博 石光章利
菅原 欣一・佐藤 勝彦

Mechanism of Degradation of Sinter in the Course of Reduction.

Dr. Takashi KOSUGE, Dr. Akitoshi ISHIMITSU,
Kin-ichi SUGAHARA and Katsuhiko SATOH.

1. 結 言

焼結鉱を還元する際、ある種のものには低温域において著しい粉化現象を示し、溶鉱炉操業の障害となるおそれのあることが指摘されている。この現象に関しては従来から種々の検討が重ねられ^{1)~5)}、化学性状との関係についてはかなりの点まで解明されてきているが、機構については現在までのところ明確にはされていない。著しい

粉化現象を起こす焼結鉱も常温では特異な点が認められず、したがつてこのような還元粉化機構を解明することは、常温性状と熱間性状との関連を明らかにする上にも重要であり、さらに焼結鉱製造の際の有効なアクションに結びつくものと考えられる。本報ではこのような観点から CO ガスによる還元時に焼結鉱中に現われる組織変化を観察し、粉化に到るクラックの挙動を調査するとともに、この粉化を引き起こす鉱物相を検討して、還元粉化に対する考察を行なつた。

2. 実験装置および方法

2.1 還元時の組織変化

還元は管状電気炉を使用して行なつた。還元条件は次の通りである。

還元ガス組成	30% CO-70% N ₂
還元ガス流量	500 cc/min
還元温度	表面層観察 400°C
	内部観察 400°C, 500°C, 700°C, 800°C

表面層の観察を行なう場合は、試料を 30 min 還元したのち、N₂ ガス中で常温まで冷却し、炉外に取り出して検鏡する。その後、さらに炉内で N₂ ガスを通しながら 400°C まで昇温した後、還元を行なうという方法を取つた。内部組織観察の場合は、還元終了後 N₂ ガスで常温まで冷却し、樹脂に埋込んでから研磨した。

2.2 熱処理の影響

試料の熱処理を行なうためには高温を必要とするのでタンマン炉を用いた。処理条件は次の通りである。

最高処理温度	1400°C, 1000°C
炉外取出温度	1000°C, 700°C, 500°C 常温
冷却雰囲気	N ₂ , Air

以上の各条件で処理した焼結鉱の還元粉化性を次のような試験で検討した。この場合にも管状電気炉を使用した。

還元温度	400°C
還元ガス成分	30% CO-70% N ₂
還元ガス流量	500 cc/min
還元時間	180 min
試料粒度	13±1 mm
試料量	3 g

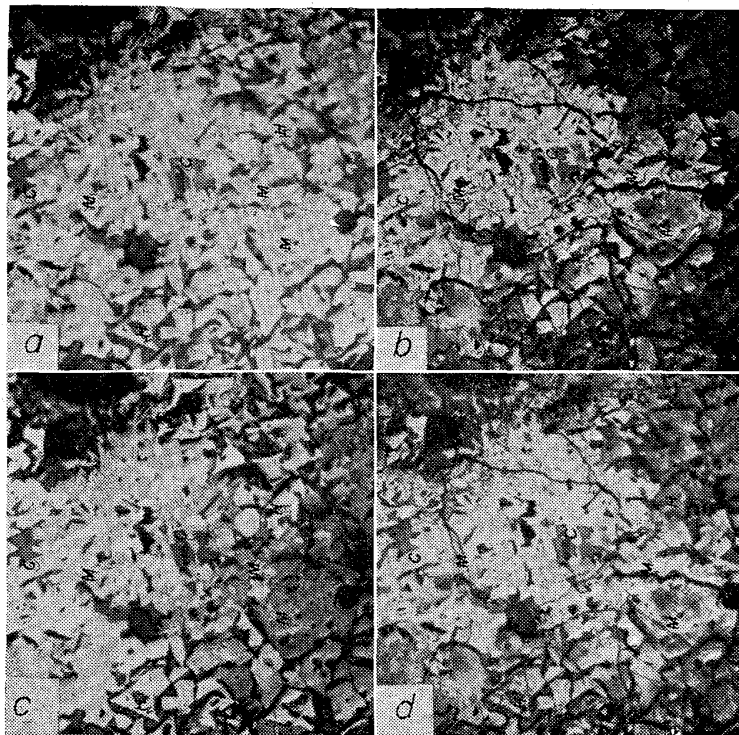
還元粉化性は試験後試料の平均粒度で表示することとした。試料はいずれの場合も戸畑 DL 焼結工場昭和 38 年 12 月製造の焼結鉱を使用した。

3. 実験結果

3.1 還元時の組織変化

3.1.1 表面層組織

実験結果を Photo. 1 に示す。これは石灰焼結鉱に特有なカルシウム・フェライトが豊富に現われ、酸化鉄鉱物粒子を結合させている部分である。その他にスラグも散在している、このような組織は従来から研究の対象となり、特にライムを固溶したカルシウム・フェライトは通常のマグネタイトに比して還元速度が早くなることが報告されている。本実験においても 30 min 還元の場合に表面がおかされ、明らかに還元を受けた様子



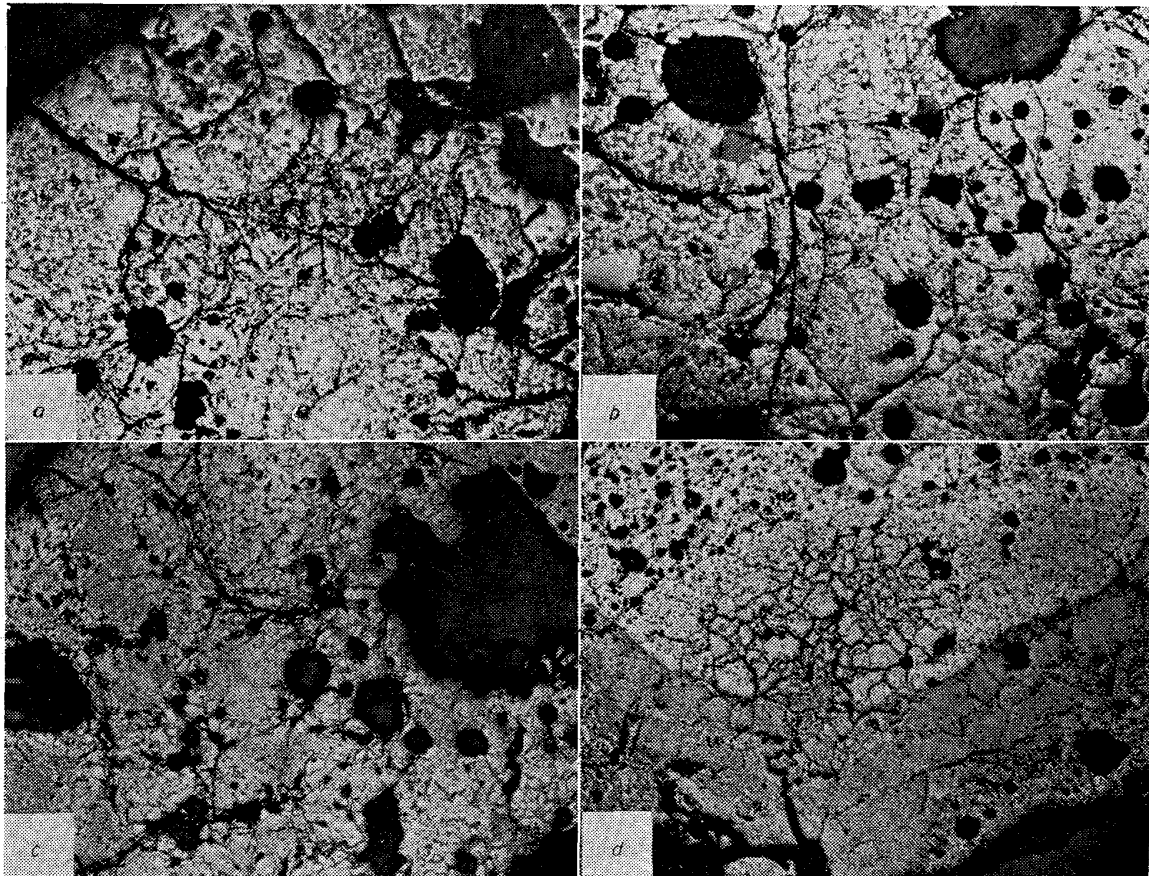
a: 30min reduction, b: 60min reduction
c: 90 " " d: 120 " "

Photo. 1. The development of microcracks.

見られるマグネタイトが存在した。この時期にはヘマタイトはまだ還元された様子は見られず、顕微鏡的にも粉化の徴候は見られなかった。60 min還元を行なうとヘマタイト結晶粒子中の一部が還元され始めるとともに組織中に微細なクラックが発生している。その後還元が進行するにつれてこのクラックが大きく成長し、さらに数多くのクラックの発生を見ている。これは還元粉化のミクロ的な現われであつて、還元時間で30 min~60 minのかなり早期にその芽生えが見られることになる。またこのクラックは組織鉱物に対する選択性が認められず、クラック発生時の応力がかなり大きかつたことが推察される。このような現象はスラグ結合を主体とした組織中にも認められた。

3.1.2 内部組織

内部組織の観察結果を Photo. 2 に示す。内部組織にも表面層と同様に、400°C還元の場合はかなり早期にクラックの発生が認められる。しかしこの場合、内部といつても還元ガスから完全に遮断されたものではなく、還元ガスが容易に浸透し得る開気孔から成長したクラックであり、その発生の機構は表面層の場合と同様のものであろうと推定される。このように焼結鉱の場合、内部にもミクロ的に考えた場合には、表面層とまったく同じ条件を備えている開気孔が数多く存在するた



a: 400°C, 90min reduction, b: 500°C, 30min reduction, c: 700°C, 30min reduction, d: 800°C, 30min reduction.

Photo. 2. Behaviour of microcracks during reductions.

め、粉化の原因となるクラックは単に表面層から内部へ成長して行くものばかりでなく、内部の開気孔から表面層および気孔の存在しない部分へ成長して行くものが数多く存在するものと考えられる。還元温度 700°C の場合にはクラックの形態はかなり異なつたものとなる。すなわちクラックの数は相当量認められるが、短かいものが多く、微細な結晶粒子を取りまく結晶粒界クラックに移行していく様子がうかがわれる。還元温度が 800°C になるとこの傾向はさらに大きくなり、また還元帯中にクラックが少ないことから、還元生成物の焼結が始まつてクラックが消失して行くものと考えられる。

3.2 熱処理の影響

3.2.1 熱処理温度の影響

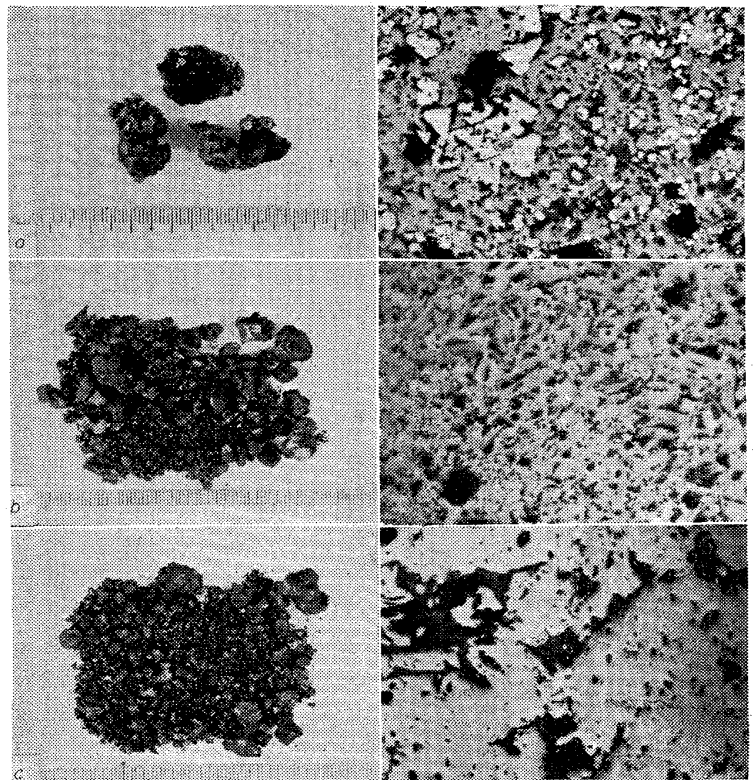
熱処理最高温度の影響を Table 1 および Photo. 3 に示した。これは熱処理温度が高い程還元粉化を防止するのに有効であることを示しているが、この処理後の焼結鉄は組織的にかなり異なつている。これは高温におけるヘマタイトのマグネタイトへの転換のためであり、還元粉化阻止の効果が鉄物相の差によるものか、または温度履歴の差によるものかを明らかにすることはできなかった。

3.2.2 取出温度の影響

温度履歴の効果を検討するため、所定温度で炉から取り出し大気中で急冷させた。結果を Table 1 および Photo. 4 に示す。これを見ると温度履歴はかなり変化しているにもかかわらず、熱処理したものはほとんど同様の結果を示し、熱処理しなかつたものに比してかなり粉化防止の効果をあげている。このようなことから粉化におよぼす急冷の影響はさほど大きくないものと考えられる。

3.2.3 冷却雰囲気の影響

炉内雰囲気をも N₂ から Air に変えて実験を行ない、その結果を Table 1 および Photo. 5 に示した。熱処理を酸化性雰囲気のもとで行なうと異常な還元粉化を引き起こすことが認められ、組織的には再酸化ヘマタイトが多量に現われている。このようなことから焼結鉄の還元粉化現象の主因は再酸化ヘマタイトにあるものと考えられる。



a: 1400°C, b: 1000°C, c: No treatment.

Photo. 3. Effects of temperature of heat treatment.

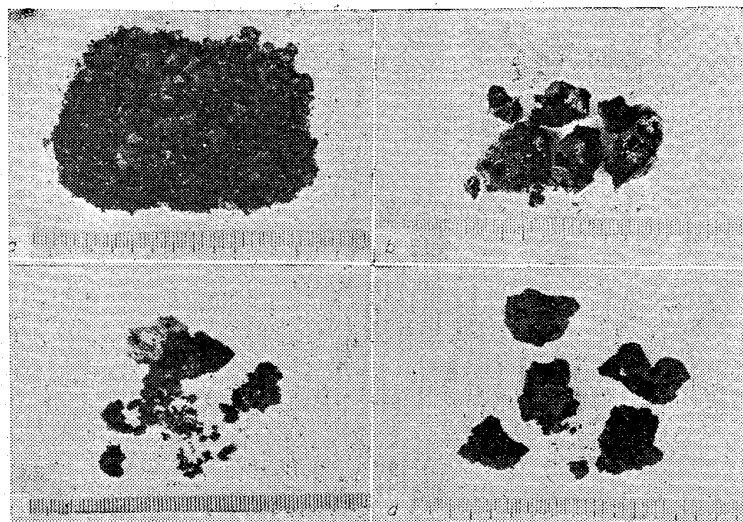
4. 考 察

本報での実験結果から、焼結鉄の低温域での還元粉化機構について次のようなことが考えられる。まず、低温還元の場合かなり早期に焼結鉄中に大きい応力の集中があり、これによつてクラックが発生する。この応力は還元反応によつて引き起こされるものと考えられる、これはヘマタイト粒子の還元が始まる時期に相当する。このとき焼結鉄試料は、表面ばかりでなく、開気孔を中心として内部にも表面で観察されたものと同様のクラックが発生している。このクラックは還元の進行とともに成長し、焼結鉄試料は遂には粉化に到る。還元温度が高くなると、発生するクラックは結晶粒界を走るものとなり大きくは成長せず、また還元生成物の焼結のために消失してしまう。

このような還元時の応力発生之源となる鉄物は再酸化

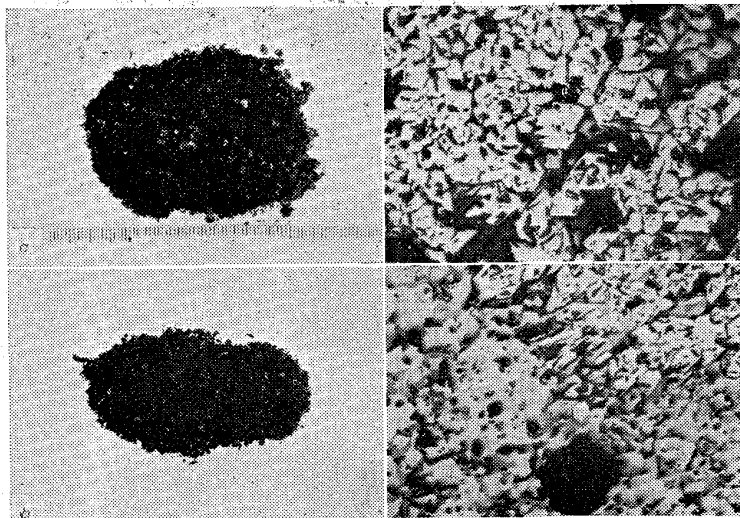
Table 1. Results of heat treatment experiments and degradation test.

Heat treatment conditions	Heat treatment temperature (°C)		No treatment	1000	1400	1400	1400	1400	1400	1400
	Temperature of taking out (°C)			R. T.	R. T.	1000	700	500	R. T.	1000
	Atmosphere of furnace			N ₂	N ₂	N ₂	N ₂	N ₂	Air	Air
Results of degradation test	Size distribution (%)	+10 mm	0%	42.3%	100	82.9	73.6	98.3	0	0
		7~10	0	10.3	0	6.0	0	0	0	0
		5~7	15.0	15.9	0	0	9.4	0	0	9.2
		3~5	13.3	8.7	0	4.5	4.3	1.5	10.0	17.0
		1~3	29.6	13.1	0	4.3	3.3	0.1	31.9	28.2
Mean size			2.2 mm	7.4	13.0	10.3	9.8	11.4	1.3	2.0



a: No treatment, b: 1000°C taking out,
c: 700°C taking out, d: 500°C taking out.

Photo. 4. Effects of temperature of taking out.



a) Cooled in furnace down to room temperature in air
b) Cooled in furnace down to 1000°C

Photo. 5. Effects of cooling atmosphere.

ヘマタイトであり、この量によつて粉化の程度が左右されているものと考えられる。この再酸化ヘマタイトの応力発生機構については本報の範囲では不明であり、今後の興味ある研究対象となる。

5. 結 言

(1) 還元粉化はミクロ的には微細なクラックの発生に始まる。これは還元初期に生じヘマタイト粒子に還元が始まる時期に当る。

(2) 焼結鉄内部にも開気孔を通じて還元ガスが浸透するので表面と同様のクラックが発生する。

(3) このクラックは還元の進行と共に成長を続け遂には粉化に到る。

(4) 温度が高くなるとクラックは結晶粒界を走るものになりさらに還元生成物の焼結によつて消失する。

(5) クラック発生の主因となる鉄物相は再酸化ヘマタイトであり本報のような実験では冷却速度の影響は小さかつた。

以上、還元粉化機構について一連の実験結果を報告したが、再酸化ヘマタイトの還元時の挙動等、今後解明すべき興味ある問題が残されている。しかし還元粉化の機構の検討範囲はかなりせばめ得たものと考えられる。

文 献

- 1) 住金・中研: 学振 54 委-805
- 2) 富士・中研: " -794
- 3) 鋼管・技研: " -806
- 4) B. O. HOLLAND: Proceeding AIME, (1962)
- 5) 児玉, 他: 鉄と鋼, 49(1963) 1