

(1)

FeCl<sub>2</sub> の水素還元実験

東大工学部大学院 林明夫 〇妹尾義和  
 東大工学部 斎藤宏 吉沢昭宜

1. 緒言 微粉鉄の製造方法として、FeCl<sub>3</sub> のH<sub>2</sub>還元反応を考えた。FeCl<sub>3</sub>+½H<sub>2</sub>→FeCl<sub>2</sub>+HCl, FeCl<sub>2</sub>+H<sub>2</sub>→Fe+2HCl, の2段の反応で、この実験では、後半の反応を取り上げた。現在まで、FeCl<sub>2</sub>ペレットのH<sub>2</sub>還元で、二三の文献が出されているが、結果の解釈については、まだ統一されていない。<sup>1)2)3)</sup>この実験では、融点以下の温度で、ペレットの還元を行い、見かけの活性化エネルギーを求め(実験I)、融点以上の温度で、FeCl<sub>2</sub>を蒸気輸送してH<sub>2</sub>還元し、微粉鉄を製造した(実験II)。

2. 実験I 試薬のFeCl<sub>2</sub>・4H<sub>2</sub>Oを脱水してできた粉末を、ラバープレス法で加圧成型して、球状ペレットを作り、試料とした。ペレットの粒径は、4.6mm, 7.5mm, 9.5mmの3種で、見かけ密度は、2.59~3.01g/cm<sup>3</sup>であった。(table 1)還元反応の追跡は、自動記録式の熱天秤で行った。実験のパラメータとしては、粒径、温度を取った。

3. 実験Iの結果 還元反応を、トポケミカル反応として、各律速過程を評価した結果、化学反応律速に対する、生成物層内拡散抵抗、ガス境界膜拡散抵抗の効果は、それぞれ、1/10, 1/20程度と見積ることができた。そこで、反応を化学反応律速として、反応速度を求め、Arrhenius Plot を行って、見かけの活性化エネルギー、16.0 kcal/moleを得た。(図1)なお問題点として、McKewan Plot を行った際の、後半の立ち上がりはどう解釈すればよいか、という点と、反応終了ペレットの切断面に、Shell状にDepositした鉄層の生成条件を説明することが残されている。

4. 実験II 微粉鉄を製造する為に、700~750℃の範囲で、FeCl<sub>2</sub>をN<sub>2</sub>carrierに蒸気輸送させて、H<sub>2</sub>と混合し、反応させ、微粉鉄の収率を向上させる実験条件の確立を目指した。具体的には、パラメータとして、FeCl<sub>2</sub>供給量、H<sub>2</sub>流量、滞留時間、反応温度、混合状態を変化させることができる。(図2)

5. 実験IIの結果と方針 採集した微粉鉄を、電顕、或いは走査電顕で観察した結果、1μ程度の立方体状の単一粒子が多数見られた。今後は、気-気反応による、鉄核の生成、成長の機構の解明を中心にして、微粉鉄製造の最適条件を見い出してみたいという方針で、現在実験を進行させている。

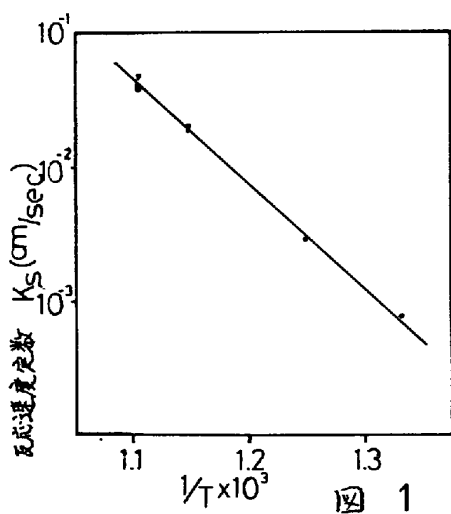


図 1

m.p.(°C)	v.p.(°C)	真密度(g/cm <sup>3</sup> )
672	1023	2.99

Table 1 FeCl<sub>2</sub>の物性値

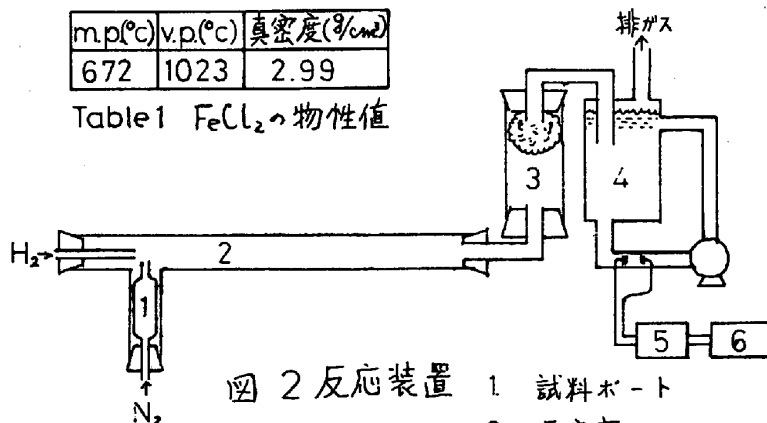


図 2 反応装置

- 1 試料ポート
- 2 反応部
- 3 固体粉末採集管
- 4 循環式HCl吸収タンク
- 5 電導度計
- 6 記録計

文献 1) T. Rigg ; Can. J. Chem. Eng. Vol. 42 (1964)  
 2) J.C. Yannopoulos et al ; Ibid Vol. 43 (1965)  
 3) V.R.R. Miriyala et al ; Ibid Vol. 49 (1971)