

(49) 高压流通式示差熱分析法による粉鉄鉱石の還元試験

北用試 北大工* ○佐山惣吾 植田芽信 西川泰則
上田 成 横山慎一 石井忠雄* 牧野和夫*

1. 実験装置および実験試料

実験に用いたDTA装置の反応容器の断面を図1に示した。還元ガスは容器下部の焼結体(目皿)を通して容器内に入り、粉鉄石層内を通り上部の焼結体より抜ける。試料側熱電対は容器内に突き出た位置にあり鉄石層内の温度を検知する。標準側熱電対は容器下部焼結体に接した位置にある。この装置は40atm 800°Cまでの還元反応の測定が可能である。

供試料は赤鉄鉱3種(マウントニューマン、リオドセ、デンボ)および磁鉄鉱ロメラルである。鉄石粒度は32~60 mesh でH₂で還元を行なった。

2. 実験条件の決定

サンプル量: 試料1gでは反応ピークが小さいため、サンプル量は2gとした。試料2gのときは、反応容器内の試料層は約20mmの高さとなり、試料側熱電対の高さとほぼ一致している。

H₂ガス流量: ガスの圧力は装置入口の減圧弁で調節され、ガスの流量は装置出口ローノードル弁で調節される。ガスの流量は出口弁のあと常圧下において測定される。マウントニューマン2gを試料とし、10, 20 および 30%/hr のH₂流量で常圧で還元を行なった。5°C/minで昇温した場合のDTAの吸熱ピークを才二図に示めた。この結果より20および30%/hrの場合にはピーク頂上温度はほとんど変化しないため、実験のガス流量は25%/hr(常圧において)とした。

3. 還元した試料のX線回折

図2 20%/hrの実験において吸熱ピークおよびその前後において加熱を中断し、H₂ガスとN₂ガスに切り替えて冷却した試料のX線回折を行ない鉱物の同定をした。ピーク前①ではFe₂O₃とFe₃O₄が、②ではFe₂O₃・Fe₃O₄とFeが、③ではFe₃O₄とFeが、④ではFeが観察された。なおFeOは観察されなかった。このようにDTAのピークは1本のみ見られ、このピークはFe₂O₃とFe₃O₄がFeに還元されるときの吸熱ピークが示めされている。

4. 各種鉄鉱石のDTA曲線

図3にH₂15atm 昇温速度5°C/minの場合のDTA曲線を示めた。赤鉄鉱ではデンボが還元され易く、磁鉄鉱のロメラルは還元され難いことがわかる。この傾向はH₂40atmの場合も同じである。

5. 昇温速度の影響

マウントニューマンを試料とし2°, 5°および10°C/minの昇温速度でDTAを行った。H₂15atmの場合のピーク頂上温度は2°C/minのとき438°C, 5°Cのとき508°C, 10°Cのときは553°Cであり、昇温速度の影響が大きいことがわかる。

6. 等温還元試験

H₂気流中で所定温度まで昇温し、H₂15atmのガスに切り替えて吸熱反応が終了するまでの時間を測定した。この結果500°Cでは31.5分、600°Cでは17.0分、700°Cでは8.3分、800°Cでは2.5分であった。

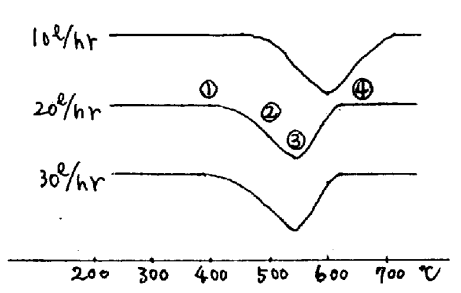
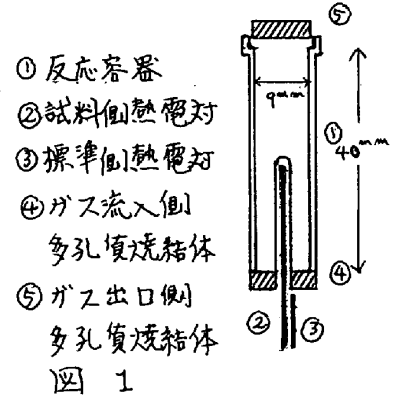


図2 DTAへのH₂流量の影響

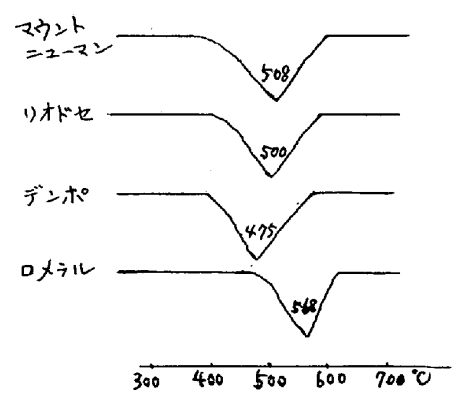


図3 各種鉄鉱石のDTA曲線