

(84) 水素還元における910°C付近の生成鉄層の焼結性

金属材料技術研究所

大場章

清水治郎

1. 緒言 緻密な塊状酸化鉄のガス還元においては、反応後期の還元速度の停滞が著しく、これには還元生成物の形態も影響していると考えられる。また先に筆者らは酸化鉄の加圧水素還元において、900°Cで加圧の効果の停滞する傾向を認めたので、今回は還元生成層の焼結性に着目して、これが還元条件によってどのように変るかについて、とくに還元温度910°Cを中心に検討を試みた。

2. 実験方法 供試材料は試薬特級Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を、所定の条件で圧縮成形後焼成を行った均一な気孔分布をもった円柱状タブレット(10mmφ×8mm<sup>t</sup>, 約3.0g/個)およびディスク状タブレット(11mmφ×1mm<sup>t</sup>, 約0.34g/個)である。還元は加圧式熱天秤により円柱状タブレットでは1個、ディスク状タブレットでは5個を用いた。

還元産物の性状調査は、ガスクロマトグラフを利用した連続流通法による表面積測定装置により試料の内部表面積を、また走査型電子顕微鏡により表面観察を、水銀圧入式ポロシメーターにより試料の細孔分布を測定して行った。

3. 実験結果 円柱状タブレットを用い、所定の条件で還元した試料の表面積、細孔分布の測定結果を表1および図1に示す。すなわち比表面積は900°C還元試料では、1atmより15atmの方が20%ほど小さくなったのに対し、930°C還元では両者に大きな差は認められなかった。また細孔分布を比較してみると、900°Cでは1atmと15atmに1μm程度の孔径で大きな差があるのに対し、930°Cにおけるそれらでは、900°Cにみられるような顕著な差は認められなかった。

Table 1 Surface area of tablets under various condition of hydrogen reduction

Press. / Temp/°C	900	930
1 atm	7.35×10 <sup>-2</sup> m <sup>2</sup> g <sup>-1</sup>	6.96×10 <sup>-2</sup> m <sup>2</sup> g <sup>-1</sup>
15 atm	5.91×10 <sup>-2</sup> m <sup>2</sup> g <sup>-1</sup>	6.77×10 <sup>-2</sup> m <sup>2</sup> g <sup>-1</sup>

Birchenall<sup>1)</sup>およびBuffington<sup>2)</sup>は、αおよびγ鉄の自己拡散定数の測定を行い、910°C付近においてD<sub>α</sub>~10<sup>-11</sup>, D<sub>γ</sub>~10<sup>-13</sup>(cm<sup>2</sup>/sec)を得ており、一般に粉末冶金の場合でもA<sub>3</sub>変態点付近において、α相領域の方が密度の高い金属粒子が得られることは周知の通りであり、前記の焼結の現象は十分肯定できるものと考えられる。

筆者らは酸化鉄の加圧水素還元において、900°Cにおける加圧の効果は、とくに緻密な試料において他の還元温度領域におけるよりも小さいことを報告した。<sup>3)</sup> 本実験からも生成した鉄層の焼結がα相でより大きく小さいことから考え、A<sub>3</sub>変態点直下の温度での加圧還元においては、とくに生成鉄層の焼結が固よりガス拡散抵抗を大きくするものと予想され、加圧の効果も他の温度より減退する原因の一つと考えられる。

さらに酸化鉄の成因や不純物の影響についても報告する。

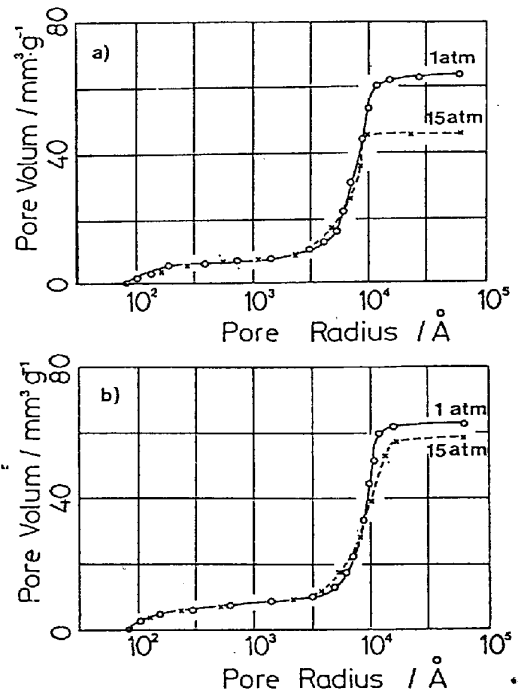


Fig.1 Pore size distribution of reduced tablets a) 900°C b) 930°C

- 1) Trans. AIME, 188 (1950), 144.
- 2) Acta Metallurgica 9 (1961), 434.
- 3) 鉄と鋼 61 (1975), S369.