

(97) 走査電顕を用いた焼結反応過程の動的解析手法

(焼結反応過程の動的解析-I)

新日本製鐵(株)第三技術研究所
日本電子(株) E O 技術本部

○肥田行博, 伊藤 薫
岡崎 潤, 佐々木 稔
中川清一, 江藤輝一

I 緒 言 : 粉鉱石の焼結は 2, 3 min の短時間で完了する速い反応であり, 融液が介在する。焼結鉱の品質を制御するには, この間の複雑な焼結反応を熟知する必要がある。しかし, 焼結過程の解析には, 加熱途中で段階ごとに急冷する方法があるにすぎない。そこで, 鉱物相の動的変化が直接観察できる, ガス吹き込み可能の加熱ステージ付走査電顕(ダイナミックSEMと称)を使った焼結過程の動的解析手法を開発することにした。

II ダイナミックSEMの特徴 : 加熱ステージ付走査電顕は, 酸化物の還元⁽¹⁾あるいは板状金属の酸化⁽²⁾過程の解析に用いられている。しかし, 焼結実験で試料の観察面にガスを吹き付けながら直接観察を行なった例はない。本装置(Fig.1)は以下の如く, 酸化性雰囲気下での急速加熱と連続観察ができる。

- ①試料の導電処理(真空蒸着): 不要
- ②ガス吹き込み: 最大10cc/minで組成はプログラム制御
- ③加熱及び冷却: 加熱は最大1000°C/minで1500°Cまで, 冷却は最大300°C/minまでの事前設定
- ④元素分析: EDX(冷却後)
- ⑤画像解析: VTR録画後解析処理可能
- ⑥その他: 熱電子およびヒュームの2次電子検出器シンチレーター直撃防止構造

III 高真空下での焼結実験方法 : 電顕内部は原理的に $10^{-3} \sim 10^{-4}$ Torrの高真空に保つ必要がある。そのままでは, Fe₂O₃などの酸化物試料は還元雰囲気下に置かれることになる。例えば1250°Cでは, 安定なFe₃O₄に変わり, カルシウムフェライト(CF)は生成できなくなる⁽³⁾。このように, 焼結での重要な反応には酸化性雰囲気が欠かせない。高真空下での局所的酸化性雰囲気形成が最大の課題となり, 試料表面をO₂ガスを包むことによって解決した。酸化の確認は, Cu, Fe, Fe₃O₄粒子などを加熱しながら行なった。

IV 新解析手法の適用例 : 針状CF生成機構の解明に活用した例を述べる。針状CFの生成しやすい鉱石⁽⁴⁾の表面にCaOを付着させ, O₂ガスを10cc/min吹き付けながら5°C/sで加熱した。VTR像の変化をPhoto.1に示す。まず, Fe₂O₃-CaO系融液が生成する。それと鉄鉱石中のFe₂O₃が反応して, いわゆる固-液反応で針状CFは融液中で生長することがわかった。

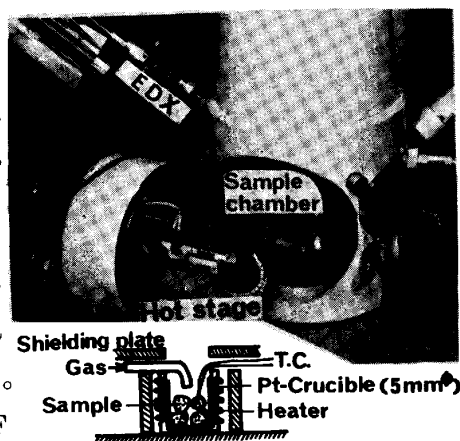


Fig.1 Schema of Dynamic SEM

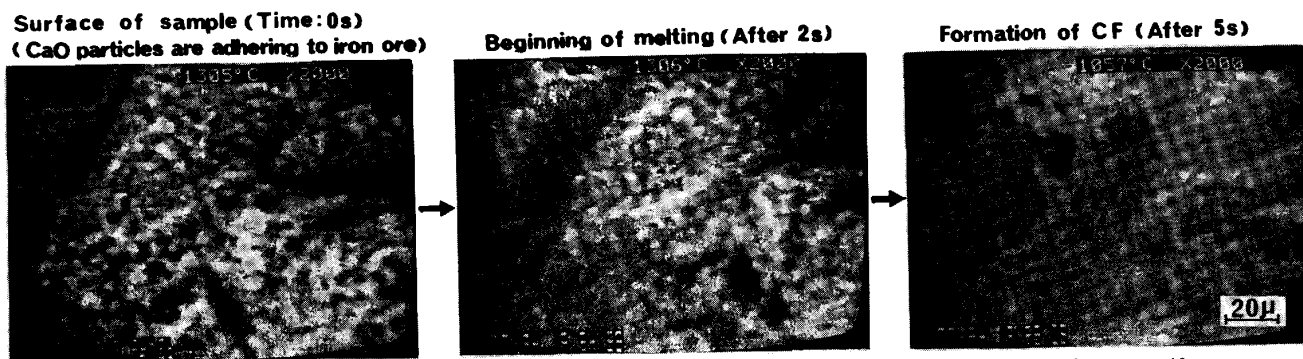


Photo.1 Direct observation of acicular calcium ferrite formation during heating

参考文献 (1) 例えば, H. W. Gudenauら: 鉄と鋼, '80-S609 (2) J. E. Castleら: Corros. Sci. 16 (1976), p. 137

(3) 肥田ら: 鉄と鋼, '84-S81 (4) 伊藤ら: 鉄と鋼, '83-S124