

1000°C以上の高炉高温領域における焼結鉍の還元性、通気性に及ぼす微細気孔の影響

山口 一良*・樋口 謙一*・細谷 陽三*・大塩 昭義*²・笠間 俊次*²

Influence of Micro Pore on Reducibility and Permeability of Sinter above 1000°C in Blast Furnace

Kazuyoshi YAMAGUCHI, Ken-ichi HIGUCHI, Yohzoh HOSOTANI, Akiyoshi OHSHIO and Shunji KASAMA

Synopsis : In order to clarify the influence of micro pore in sinter on the reducibility and permeability of actual blast furnace, the properties of actual sinter sample above 1000°C were measured by use of the apparatus reported in the past¹⁵⁾ and the micro pore volume distributions under 400 μm were measured by the mercury porosimeter.

The properties of 10 kinds of actual sinter sample with almost the same chemical compositions were measured and the relation between the sinter properties and the operation results of blast furnace at which the sinter was used by 80% in burden was examined concerning the reducibility and permeability.

As a result of these analyses, the mean diameter of micro pore under 400 μm (MDMP) was derived as the controlling factor affected on the reducibility and permeability of blast furnace.

As the micro pore under 1 μm is generated abundantly in the sinter with small MDMP during reduction, the reduction is accelerated above 1000°C, especially above 1200°C and the FeO contained melt is also reduced. As the FeO contained melt is difficult to enter into the micro pore under 1 μm, the reduced metal with abundant micro pore under 1 μm is generated and suppresses the metal agglomeration.

The technology to reduce MDMP in sinter is expected to be developed from now on.

Key words: ironmaking; blast furnace process; sinter; reduction; permeation and micro pore.

1. 緒言

高炉装入原料の大部分を占める焼結鉍の性状が、高炉操業、とくに還元性、通気性に及ぼす影響は非常に大きい。また、高炉解体調査の結果、融着帯の存在が確認され、1000~1400°C程度の温度領域に存在する融着帯が高炉操業の還元性、通気性に大きな影響を及ぼすことが明確になって以来、1000°C以上の高温領域における焼結鉍の性状(高温性状)、とくに還元性、通気性を表わす焼結鉍指標が注目されてきた。そしてこれらの指標を改善するために、実機で低SiO₂焼結鉍の製造が実施されてきている¹⁻³⁾。最近、微粉炭多量吹込み操業が普遍化するにつれて、高温領域における還元性、通気性を表わす焼結鉍指標はますます重要と認識され、4.0 mass%台の低SiO₂焼結鉍製造の試みも実機でなされている^{4,5)}。

ところで、1000°C以上の高温領域における焼結鉍の還元性、通気性を表わす焼結鉍指標に影響を及ぼす因子に関しては、高炉内反応をシミュレートしたモデル実験による多くの研究が報告されており⁶⁾、直近の微粉炭多量吹込み操業に対応する低SiO₂焼結鉍についての研究もみられる⁷⁾。しかしながら、焼結鉍指標が高炉操業に及ぼす影響に関しては、調査方法の困難さもあって研究例は少な

く^{1,8-11)}、とくに微粉炭多量吹込み操業を対象とした研究はみられない。

さらに、高炉原燃料条件の制約から、通常操業では実機焼結鉍はその化学組成がほぼ一定に維持されるため、1000°C以上の高温領域における焼結鉍の還元性、通気性を表わす指標に及ぼす化学組成の影響は、実炉では検出が困難であると思われ、むしろ気孔に関する因子(気孔量、気孔量分布等)の影響が大きく関与すると考えられる。したがって、気孔に関する因子が焼結鉍の還元性、通気性を表わす指標に及ぼす影響についての研究が重要となるが、その研究例は少ない¹²⁻¹⁴⁾。

今後、微粉炭多量吹込み操業に対応した、1000°C以上の高温領域における焼結鉍の還元性、通気性を表わす指標の改善はますます重要になるとと思われる。とくに実炉に適用するためには、制御可能と考えられる焼結鉍中の気孔に関する因子に注目した改善が極めて有効である。

本論文では、化学組成がほぼ一定である実機焼結鉍を用いて、1000°C以上の高温性状をモデル実験で測定するとともに、高炉操業における還元性、通気性を調査することにより、高炉の高温領域における還元性、通気性に影響を及ぼす焼結鉍指標を導出するとともに、導出された焼結鉍指標を支配している気孔に関する因子を明確化することを

平成10年3月25日受付 平成10年6月17日受理 (Received on Mar. 25, 1998; Accepted on June 17, 1998)

* 新日本製鐵(株) プロセス技術研究所 (Process Technology Research Laboratories, Nippon Steel Corp., 20-1 Shintomi Futsu 293-8511)

*2 新日本製鐵(株) 大分製鐵所 (Oita Works, Nippon Steel Corp.)

試みた。

2. 実験、調査、解析方法

実機焼結鉄の配合原料の1ブレンディングパイルは約7日間であるが、1パイルの初期と末期はパイルの端を使用するため配合原料の混合が不十分であり、焼結鉄の化学組成のバラツキが大きい。このためパイルのほぼ中間日の化学組成が安定した焼結鉄を採取して、10~15mmを篩分け、縮分することにより試料を得た。この操作を連続した10パイル分実施した。既報¹⁵⁾の断熱制御が可能な測定装置を用いて、これらの焼結鉄の高温性状を測定した。一方、この焼結鉄を全量使用（装入原料中配合率約80mass%）している高炉において、焼結鉄を採取した当日を含むその後の3日間の操業データを採取し、焼結鉄の高温性状および気孔に関する因子と高炉の還元性、通気性を示す操業指標との対応を調査、解析した。

これらの期間の焼結鉄の化学組成、還元性状、強度および高炉操業条件をTable 1~2に示す。なお気孔に関する因子を検討するために、実験に供する前の焼結鉄（粒径2~3mm、約4g）について、水銀圧入式ポロシメーター（アミンゴ社製AUTOSCAN-33）により、圧入の圧力 4.6×10^{-3} ~219MPaの範囲で、400 μm 以下の微細気孔量分布の測定を行った。測定された気孔径と水銀が侵入する気孔量との関係を用いると、微細気孔の平均粒径、被表面積等が算出され、それらのデータも解析に使用した。なお本論文における微細気孔とは、粒径400 μm 以下の気孔と定義した。

また一部の焼結鉄に関して、1000°C以上における還元を1200~1250°Cで中断した試料の水銀圧入式ポロシメーターによる微細気孔量分布測定および顕微鏡による断面組織観察を行った。

Table 1. Properties of actual sinter.

SiO ₂ (mass%)	Al ₂ O ₃ (mass%)	MgO (mass%)	FeO (mass%)	CaO/SiO ₂ (-)	JIS-RI (%)	RDI (%)	Cold strength(TI) (%)
5.2-5.5	1.8-1.9	1.3-1.7	4.6-6.6	1.75-1.87	62-68	33-38	78-79

Table 2. Actual blast furnace operating conditions.

Pulverized coal rate (kg/t-pig)	Fuel rate (kg/t-pig)	Productivity {t/(d·m ³)}	Sinter ratio (mass%)
134-158	483-496	2.2-2.3	80-81

Table 3. Production test result of actual sinter.

Remark	SiO ₂ (mass%)	CaO/SiO ₂ (-)	Mean diameter of micro pore under 400 μm (μm)	S value ($\times 98\text{kPa}\cdot\text{min}$)
Original	5.5	1.67	0.14	9.5
Test	4.8	1.74	0.11	8.1

3. 焼結鉄指標と高炉操業との関係の解析

3.1 高炉の通気性に影響を及ぼす焼結鉄指標

高炉操業の通気性を評価する指標として、通常実高炉の操業解析に使用されている炉下部通気抵抗指数（以降下部K値と称する）を採用した。下部K値は、送風圧力(P_b , g/cm²-abs.), 羽口中心より高さ方向で11.9m上の炉腹部における炉内圧力(P_i , g/cm²-abs.), ポッシュガス量(V_B , Nm³/min)の値を用いて、 $(P_b^2 - P_i^2)/V_B^{1.7}$ の式で算出した。操業指標として下部K値を採用したのは、微粉炭多量吹込み操業試験にみられるように、鉄石とコークスの装入比率(O/C)の高い操業においては、高炉の通気性変動は下部K値の変動に現われ、下部K値で通気性を検出できたことによる¹⁶⁾。

これに対応する焼結鉄指標は、モデル実験において焼結鉄で形成される融着層の通気性を表わす性状であると考えられるから、既報¹⁵⁾で提示した最大圧損値(ΔP_{max}), 圧損1.96kPa以上の温度幅(ΔT)のほか、本測定結果である時間-圧損曲線において圧損1.96kPa以上の面積として算出されるS値¹⁷⁾を取り上げた。モデル実験における昇温速度は概略一定であるから、S値は望月らが提唱している温度-圧損曲線を基に算出した高温部通気抵抗指数(KS)¹⁰⁾と同じ傾向を示す指標である。そしてKSは高炉炉下部の圧損と良好な正の相関傾向をもっており¹⁰⁾、焼結鉄で形成される融着層の通気性を表わす指標となりうる。

ΔP_{max} , ΔT , S値と下部K値との関係を単相関係数で比較すると、それぞれ0.255, 0.373, 0.765となり、S値と下部K値との相関係数をもっとも高い結果となった。両者の関係をFig. 1(a)に示す。なおこれらの解析に際して、下部K値に及ぼすそのほかの要因（例えば装入物分布等）の影響をほぼ一定にするため、採取した10組のデータからそのほかの要因の影響が大きいデータをあらかじめ削除した。

以上の解析結果から、高炉の下部K値に影響を及ぼす焼結鉄指標として、モデル実験において焼結鉄で形成される融着層の通気性を表わすS値を採用することができ、S値の低い焼結鉄が望ましい。

3.2 高炉の還元性に影響を及ぼす焼結鉄指標

高炉操業の還元性を評価する指標として、やはり通常実高炉の操業解析に使用されている炉頂COガス利用率（以降 η_{CO} と称する）を採用した。なお炉頂H₂ガス利用率(η_{H_2})も操業指標となりうるが、今回取り上げた高炉操業データ群の中では、 η_{CO} に対して η_{H_2} はややバラツキが大きいもののほぼ一定値を示していたので、変化している η_{CO} のほうを採用した。

1000°C以上の高温領域では、焼結鉄のCO還元により生成したCO₂が、ソリューションロス反応によりCOに再生され還元ガス量が増加すると、とくにO/Cの高い操業においては還元がさらに進行し、高炉の η_{CO} が向上する。すなわ

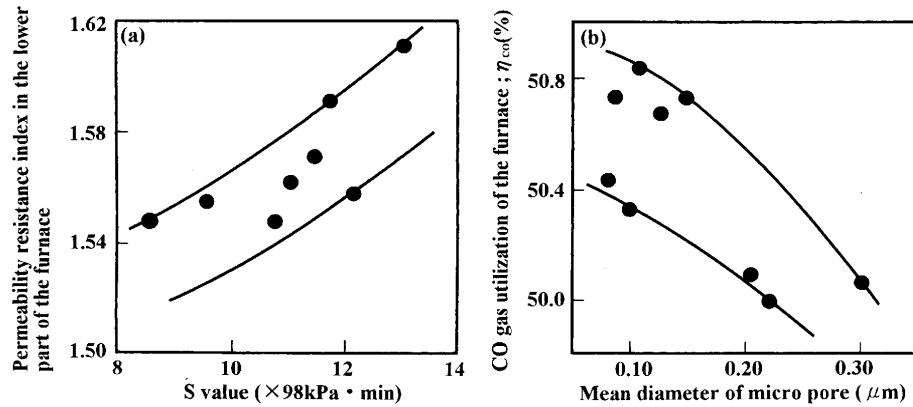


Fig. 1. Relation among permeability, reduction efficiency and sinter properties in actual blast furnace.

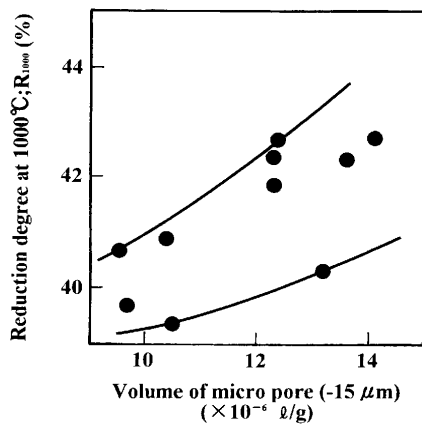


Fig. 2. Relation between volume of micro pore and reduction degree at 1000°C .

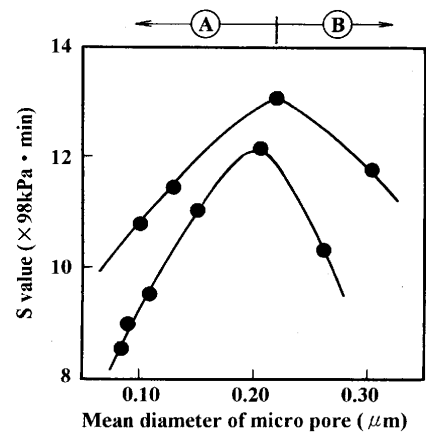


Fig. 3. Relation between mean diameter of micro pore and S value.

ち η_{CO} は 1000°C 以上の高温領域を含む高炉の還元性を示す指標と考えてよい。

これに対応する焼結鉱指標は被還元性であり、従来の知見¹⁾から、 900°C で測定される JIS 還元率 (JIS-RI)、および本測定結果である 1000 、 1200°C における到達還元率 (R_{1000} 、 R_{1200}) が挙げられる。

JIS-RI、 R_{1000} 、 R_{1200} と気孔量との関係を調査すると、例えば Fig. 2 に示すように、 $15 \mu\text{m}$ 以下の気孔量が多いほど R_{1000} が高くなる結果が得られ、これらに良好な正の相関傾向が存在することは従来の知見^{1,2)} と同じである。しかし、JIS-RI、 R_{1000} 、 R_{1200} と η_{CO} との関係を単相関係数で比較すると、それぞれ 0.011 、 -0.563 、 -0.632 となり、JIS-RI は相関係数が小さく、 R_{1000} 、 R_{1200} は逆に負の相関傾向を示した。そこで、 η_{CO} に及ぼすそのほかの指標との関係を調査した結果、Fig. 1(b) に示すように $400 \mu\text{m}$ 以下の微細気孔の平均粒径 (Mean diameter of micro pore、以降 MDMP と称する) との間に良好な負の相関傾向が認められ (単相関係数 $= -0.722$)、MDMP の小さいほうが η_{CO} は高くなっている。これらの解析に際しても、 η_{CO} に及ぼすそのほかの要因の影響をほぼ一定にするため、採取した 10 組のデータからそのほかの要因の影響の大きいデータはあらかじめ削

除した。

以上の解析結果から、高炉の η_{CO} に影響を及ぼす焼結鉱指標として、気孔に関する因子である MDMP を採用することができ、MDMP の小さい焼結鉱が望ましい。

3.3 S 値に影響を及ぼす焼結鉱の気孔に関する因子

前述したように、高炉の還元性、通気性に影響を及ぼす焼結鉱指標として、S 値と MDMP が導出された。この節では、S 値に影響を及ぼす気孔に関する因子について検討した。

Fig. 3 に MDMP と S 値との関係を示す。S 値は MDMP = $0.2 \mu\text{m}$ 付近に極大値を持ち、MDMP がこの値より大きくても小さくても S 値は低下している。MDMP が極大値より大きい範囲 (B 部) では、MDMP が大きいほど $400 \mu\text{m}$ 以下の微細気孔量が多くなっていることから (Fig. 4)、 1100°C 付近より焼結鉱中に生成する FeO 含有融液¹³⁾ の侵入する空隙が多いことにより、焼結鉱で形成される融着層の圧損が上昇せず、S 値が低下したものと考えられる。

一方、Fig. 3 において MDMP が極大値より小さい範囲 (A 部) では、MDMP が小さくなると $15 \mu\text{m}$ 以下の気孔量は減少するが (Fig. 5(a))、 $15 \mu\text{m}$ 以下の気孔量が減少しても $15 \sim 0.1 \mu\text{m}$ の気孔の数はほぼ一定であり (Fig. 5(b))、

15 μm 以下の中でもさらに小さい気孔量（例えば1 μm 以下）が相対的に多いことを示しており、微細気孔の被表面積は増大している（水銀圧入式ポロシメーの測定結果によると、MDMP=0.30, 0.15, 0.084 μm の試料の被表面積は、それぞれ0.39, 0.78, 0.84 m^2/g である）。このため焼結鉄の還元促進、および焼結鉄中FeO残留量低下によるFeO含有融液量減少が期待され、焼結鉄で形成される融着層の圧損が上昇せず、S値が低下したものと考えられる。ただし400 μm 以下の微細気孔量が少なく(Fig. 4)、融液量が減少しても圧損上昇をもたらす可能性があり、この点に関しては後述する。

Fig. 5(b)の縦軸に示す15~0.1 μm の気孔の数は、水銀圧入式ポロシメーターによる400 μm 以下の微細気孔量分布の測定データにおいて、気孔径と水銀が侵入する気孔量の関係を用いて、気孔を球と仮定して算出した。Fig. 5(b)において、15~0.1 μm の気孔数は約 $200 \times 10^{10}/\text{g}$ とほぼ一定であるが、粒度範囲を変えて気孔数を算出しても、15~0.05 μm では約 $100 \times 10^{11}/\text{g}$ 、15~0.01 μm では約 $80 \times 10^{12}/\text{g}$ といずれもほぼ一定となり、15 μm 以下の中でもさらに小さい気孔量が相対的に多い結果に変わりはない。

なおFig. 3の㊸部においてMDMPが大きい場合、S値が

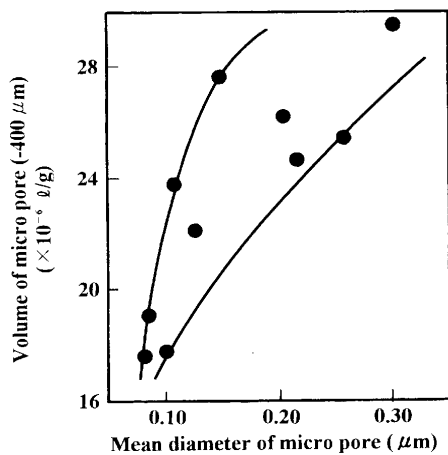


Fig. 4. Relation between mean diameter and volume of micro pore in sinter.

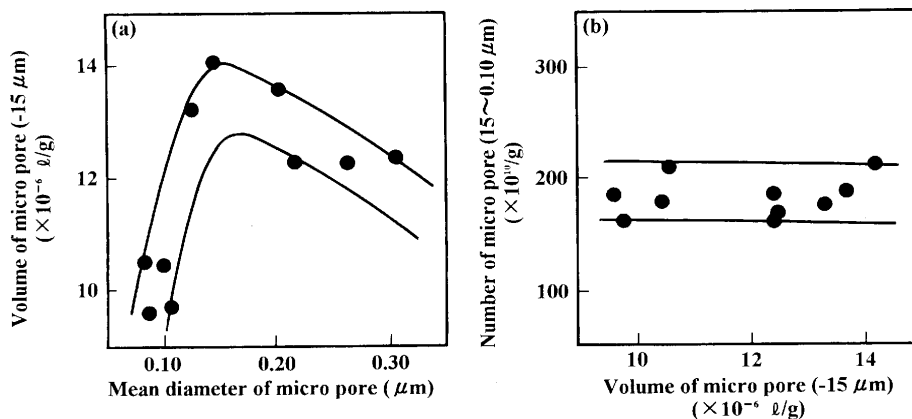


Fig. 5. Relation among properties of micro pore in sinter.

低下するためFig. 1(a)に示すように高炉の下部K値は改善されるが、Fig. 1(b)に示すように高炉の η_{CO} は悪化するため、還元性、通気性の両方を改善するためには、Fig. 3の㊸部のようにMDMPの小さいことが望ましい。

実機焼結鉄は化学組成がほぼ一定であるが、今回取り上げた焼結鉄中の有効CaO量($\text{CaO}-1.2\text{SiO}_2$)も3.0~3.5 mass%とほぼ一定であり、有効CaO量で概略決まるカルシウムフェライトの量¹⁸⁾もほぼ一定と思われる。また投入熱量で左右される焼結鉄中FeO量は4.6~6.6 mass%と変動しており(Table 1)、FeOをすべて Fe_3O_4 とみなした Fe_3O_4 量は15~20 mass%、 Fe_2O_3 量は60~65 mass%と変化しており、未焼結部分(残留元鉄)の量も変化している。今回取り上げたデータ群の中では、残留元鉄の量と η_{CO} 、焼結鉄中FeOの量と η_{CO} との間に良好な相関傾向はみられなかった(単相関係数=-0.431, 0.115)。また焼結鉄の平均粒径は高炉の還元性を支配する指標となりうるが、今回取り上げたデータ群の中で平均粒径はほぼ一定であった。

以上の解析、検討の結果から、焼結鉄の化学組成がほぼ一定である場合、高炉操業の還元性、通気性は、焼結鉄中の気孔に関する因子であるMDMPによってほぼ一義的に決まると考えることができ、MDMPの小さな焼結鉄が望ましいと推定される。

本実験で取り上げた期間の焼結操業においては、MDMPを意識してアクションを取っていないが、MDMPと焼結操業因子との対応を調査、解析した結果、通気度、コークス燃焼性(排ガス η_{CO})、配合原料中微粉量(-0.25 mm mass%)との間に良好な相関傾向がみられた(単相関係数=0.418, -0.678, -0.515)。今後MDMPを制御するための詳細な検討が必要である。

3・4 MDMPが η_{CO} の支配要因となる理由

Fig. 3に示す10試料のうち、S値のもっとも低い試料(S値=8.5 $\times 98 \text{ kPa} \cdot \text{min}$, MDMP=0.084 μm)と、もっとも高い試料(S値=13.1 $\times 98 \text{ kPa} \cdot \text{min}$, MDMP=0.22 μm)を取り上げ、1000°C以上の高温領域における両試料の還元速度、圧損を比較することにより、MDMPが η_{CO} の支配要因となる理

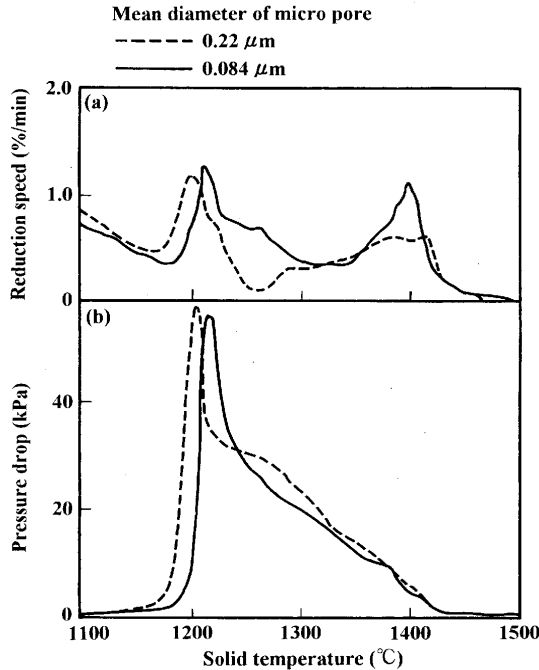


Fig. 6. Reducibility and permeability of sinter with large mean diameter of micro pore and small one at temperatures above 1100°C.

由について検討した。

Fig. 6に、2章のモデル実験によって得られた試料温度に対する焼結鉍層の還元速度(%/min)と圧損を示す。1100°C付近より焼結鉍中にFeO含有融液が生成し¹³⁾、温度上昇とともに融液量が増加して焼結鉍中の空隙を埋めていくため、1200°C付近より焼結鉍層の圧損が急上昇し、その後還元速度が低下する。速度は低下するものの還元は進行し焼結鉍中FeO残留量が減少していくため、FeO含有融液量も減少し、圧損は極大値を経て徐々に低下する。

FeO含有融液の還元により生成したメタルは1200~1300°Cの温度範囲では固相であり、かつ酸素が抜けた分だけ気孔を含有しているため、FeO含有融液に比較して通気性は良好と考えられる。メタルが焼結鉍層の上下に装入されたコークス層と接触して浸炭、溶融するのは、メタル滴下開始(1420~1425°C)直前であると考えられる。したがって圧損は主としてFeO含有融液量に依存する。

MDMPが大きい試料(破線)はMDMPの小さい試料(実線)に比較して、焼結鉍層の圧損上昇開始温度はほぼ同じであるが圧損上昇に至るまでの還元速度は大きく、15 μm以下の気孔量が多い{Fig. 5(a)}ことに対応する。しかし、極大値に達した後の1200~1300°Cにおける還元速度は小さく、圧損が低下しにくい傾向を示す。すなわち、S値を決定する圧損の低下傾向は、1200~1300°Cにおける還元速度によって支配されていると考えられ、この温度領域において還元ガスが侵入する気孔量と、気孔を閉塞する融液量が問題となる。

従来、1000°C以上の高温領域における高炉の還元性の

指標とされてきたJIS-RI, R_{1000} , R_{1200} と η_{CO} の間に、良好な相関傾向がみられなかったことは、15 μm以下の気孔量等で支配される固層還元の結果が、1200~1300°Cにおける融液を伴う還元に及ぼす影響が小さいことを意味する。つまり R_{1200} で決定される焼結鉍中FeO残留量(FeO含有融液量)に対して、その時点で融液が侵入する気孔の量は十分存在していることが示唆される。ただしMDMPが小さい焼結鉍中の気孔量は少ないから(Fig. 4)、還元ガスの侵入を保証しているのは、前述した1 μm以下の微細気孔量であると考えられる。次節で、1 μm以下の微細気孔量の影響に関して考察を行った。

4. 考察

4.1 気孔中へのガスおよび融液の侵入の検討

文献¹⁹⁾によると、CO-CO₂混合ガスの1000°C以上における平均自由行程は0.5 μm程度であり、1 μm以下の気孔の平均半径0.3 μmとほぼ同程度であることから、分子拡散とKnudsen拡散の遷移領域ではあるものの、還元ガスは1 μm以下の気孔に拡散、侵入すると考えられる。したがって、1 μm以下の気孔量が多いMDMPが小さい試料は、気孔の被表面積が大きいことから、1000°C以上の高温領域における還元促進が期待される。

また既報¹²⁾において、還元した焼結鉍をN₂雰囲気中で1100~1300°Cまで昇温してFeO含有融液を生成させた後、冷却して微細気孔量分布を測定した結果によると、1300°Cまで昇温した試料中に1 μm以下の気孔が存在している。これは、FeO含有融液が1 μm以下の気孔中に侵入しにくいことを示しているものと思われる。

毛管吸引力の式 $\Delta P = 2\sigma \cos \theta / r$ (ΔP : 毛管吸引力(Pa), σ : 表面張力(N/m), θ : 接触角(deg), r : 毛細管半径(m))²⁰⁾に、FeO含有融液の物性測定値 $\sigma = 0.43$, $\theta = 8^{\circ}$ ²¹⁾を代入すると、1 μm以下の気孔($r = 0.3 \mu\text{m}$)の場合には $\Delta P = 2.8 \text{ MPa}$ となり、より大きい15~1 μmの気孔($r = 4.0 \mu\text{m}$)の場合の $\Delta P = 0.21 \text{ MPa}$ に比べて1桁大きい。 ΔP を超える圧力がかからないと融液の移動速度は極めて遅いと考えられるから、1 μm以下の気孔中に融液が侵入しにくいことを示唆する。

さらに、焼結鉍中構成鉍物の軟化粘度を測定した文献^{22,23)}によると、溶融して作成した気孔をほとんど含まない凝固メタルに比べて、焼結鉍還元により生成したメタル(微細気孔を含有する)の軟化粘度は1.35倍程度大きく、気孔を含有するメタルの軟化、凝集が遅れることを示している。

以上述べた検討結果から、1 μm以下の気孔中に還元ガスは侵入するがFeO含有融液は侵入しにくいと考えられる。MDMPの小さい焼結鉍中には1 μm以下の気孔が多く存在し、還元促進により生成融液が減少するとともに、

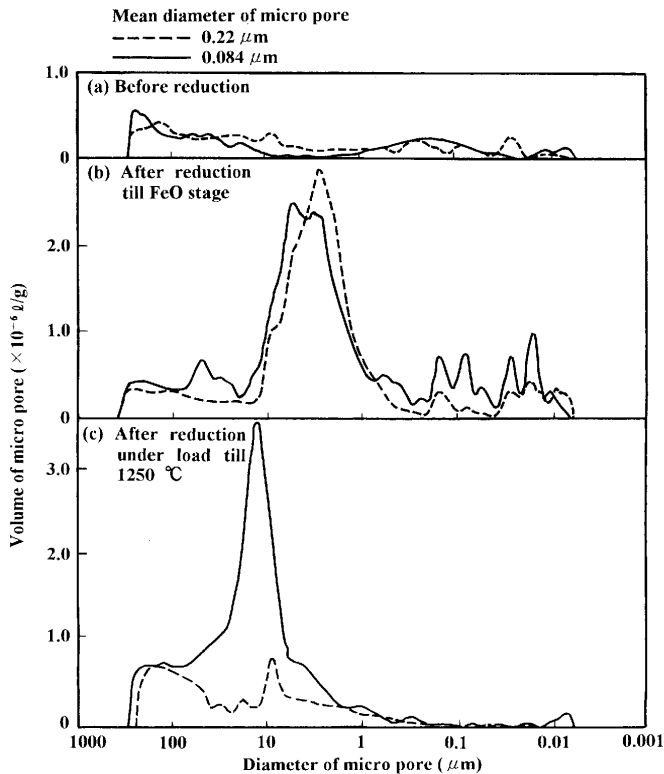


Fig. 7. Micro pore volume distributions before and after reduction of sinter with large mean diameter of micro pore and small one.

1 μm 以下の気孔が残存するため、その気孔が抵抗となり生成したメタルの軟化、凝集を抑制するものと推定される。

次節で、Fig. 6に示す2つの試料を用いて、上述した検討結果の妥当性を評価した。

4・2 気孔量分布の比較

Fig. 7(a), (b)に、還元前およびFeO段階まで予備還元した後の、焼結鉍中の400 μm 以下の微細気孔量分布を示す。予備還元後の試料は、CO-CO₂が50-50 vol%の混合ガスを用いて、1000°Cで3~4時間還元して作成した。高炉内において1000°Cでの還元率は30~35%でありほぼFeOとなっている¹²⁾。高炉における還元状態を段階的に評価するために、上述した予備還元操作を行った。Fig. 7(a), (b)を比較すると、1 μm 以下の気孔に還元ガスが侵入して脱酸素が起こることにより、1 μm 以下の気孔とともに15~1 μm の気孔が大幅に増加しており、この傾向は既報^{12,13)}と同じである。

Fig. 7(a)によると、還元前のMDMPが小さい試料(実線)では、1 μm 以下の気孔量に対して、より大きい15~1 μm の気孔量が少なく、MDMPが大きい試料(破線)での15~1 μm の気孔量が多いことと対称的である。そしてMDMPが小さい試料では、FeO段階まで還元した後1 μm 以下の気孔量が大幅に増加している{Fig. 7(b)}。この理由については、Swann²⁴⁾らによる700°C以下でヘマタイトから微細マグネタイトが生成しそれがFeO段階まで持ち越さ

れる現象とは異なり(還元温度が1000°C)、MDMPが小さい還元前の試料には15~1 μm の気孔量が少ないため、相対的に多い1 μm 以下の気孔に還元ガスが侵入したことによると推定した。

すなわち、1 μm 以下の気孔量が相対的に多いMDMPが小さい試料では、還元途中で1 μm 以下の気孔を多量に生成し、微細気孔の被表面積が大きいことから、1000°C以上の高温領域における還元促進が期待される。

またFeO段階まで予備還元した試料を用いて、1000°C以上での荷重下還元を行い1250°Cで中断、冷却した焼結鉍中の、400 μm 以下の微細気孔量分布をFig. 7(c)示す。この荷重下還元の実験条件は2章で述べたものと同じであるが、急速冷却を行うために炉径を44 mmとした。Fig. 7(b), (c)を比較すると、焼結鉍中に生成したFeO含有融液が1 μm 以下の気孔にも侵入して気孔量を減少させるが、MDMPが小さい試料では、1.0~0.2 μm , 0.02 μm 以下の気孔の残存量が多い。すなわち、MDMPが小さい試料では1000°C以上、とくに1200°C以上での還元が促進されFeO含有融液量が少なく、かつ1 μm 以下の気孔量が多いため、1 μm 以下の気孔が残存したものと考えられる。

4・3 還元中断による組織の比較

4・2で実施したFeO段階まで予備還元した試料を用いて、1000°C以上での荷重下還元を行い1200°Cで中断、冷却した焼結鉍の、粒子表面付近の顕微鏡による断面組織観察写真をFig. 8に示す。MDMPの大きい試料は粒子表面から800 μm 程度の内部までしか還元が進行していないのに対して{Fig. 8(a)}、MDMPの小さい試料ではこれを超えてさらに内部まで還元が進行している{Fig. 8(b)}。また、生成したメタルの形状を比較すると、MDMPの大きい試料ではメタル粒子が結合しているのに対して{Fig. 8(c)}、MDMPの小さい試料では細かいメタル粒子が分散しており、しかもその量が多い{Fig. 8(d)}。これは前述した還元促進および生成メタル凝集抑制を裏付けている。

以上の検討結果から、塊中に存在する400 μm 以下の微細気孔の平均粒径が小さい焼結鉍では、還元途中で被表面積の大きい1 μm 以下の気孔を数多く生成するため、1000°C以上、とくに1200°C以上の高温領域における還元を促進し焼結鉍中に生成するFeO含有融液を減少させるとともに、融液の侵入しにくい多量の1 μm 以下の気孔の存在が生成メタルの軟化、凝集を抑制するため、焼結鉍層の還元性向上、通気性改善がはかられ、この焼結鉍を使用した高炉の還元性、通気性が良好になると推定される。

5. 微細気孔の平均粒径を制御する焼結鉍製造方法

MDMPを小さくする焼結鉍製造技術の開発は今後の研究課題であるが、既報¹⁴⁾で述べたように、焼結配合原料中

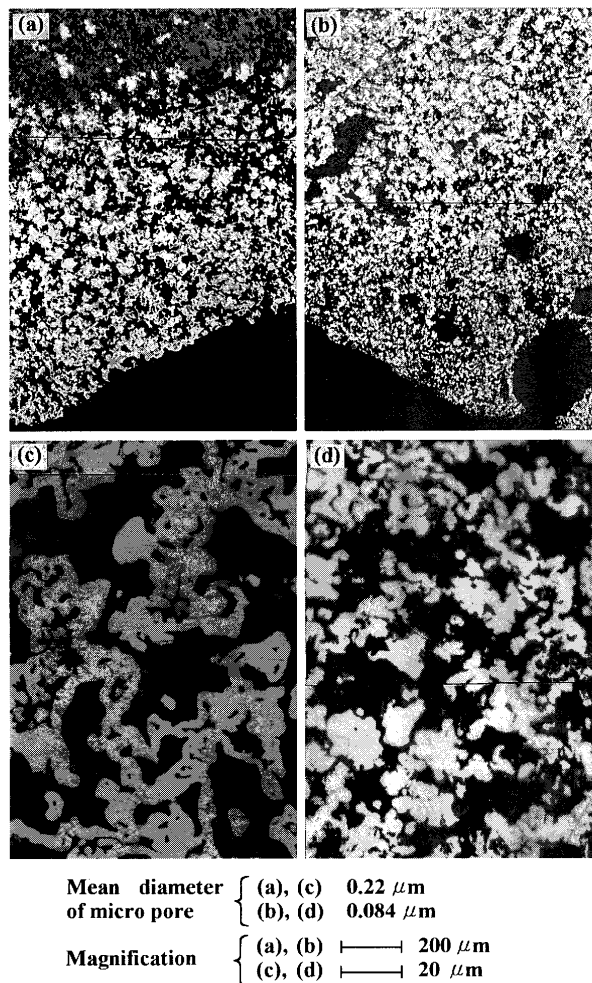


Fig. 8. Microscopic observations of sinter structure with large mean diameter of micro pore and small one.

の石灰石および粉コークスの微粉部分(-0.5~-1 mm)を除去して焼成した焼結鉱中には小さい気孔が増加しており、還元により生成したメタルも細かく分散していた。この理由として、焼結層内温度分布の拡大抑制により、小気孔が集合して大気孔になるのを防止しているためと推定されているが¹⁴⁾、詳細は今後の課題である。

また実機で試験的に製造した低SiO₂焼結鉱の性状を測定した結果では、Table 3に示すようにMDMPが小さくS値が低くなっており、本論文では触れなかった焼結鉱化学組成の変更による気孔に関する因子への影響研究も今後の大きな課題である。

6. 結言

化学組成がほぼ一定である実機焼結鉱を用いて、1000°C以上の高温性状をモデル実験で測定し、その焼結鉱を使用した実高炉操業との対応を調査することにより、高炉の還元性、通気性に影響を及ぼす焼結鉱指標の導出、

および導出された指標の支配要因(気孔に関する因子)を明確化する検討を行い、次の結論を得た。

1) 高炉の還元性、通気性を良好に維持する焼結鉱指標として、焼結鉱中に存在する400 μm以下の微細気孔の平均粒径を導出した。平均粒径が小さいほど高炉の還元性、通気性は良好となる。

2) 400 μm以下の微細気孔の平均粒径が小さい焼結鉱では、還元途中で被表面積の大きい1 μm以下の気孔を数多く生成するため、1000°C以上、とくに1200°C以上の高温領域における還元を促進し、焼結鉱中に生成するFeO含有融液を減少させるとともに、融液の侵入しにくい多量の1 μm以下の気孔の存在が生成メタルの軟化、凝集を抑制するため、焼結鉱層の還元性向上、通気性改善がはかられることを実証した。

文 献

- 1) 梶川脩二, 塩原勝明, 堤一夫, 山岡洋次郎: 鉄と鋼, 69 (1983), A9.
- 2) 坂本 登, 野田英俊, 岩田嘉人, 斎藤 汎, 宮下恒雄: 鉄と鋼, 73 (1987), 1504.
- 3) 明田 莞, 高見満矩, 志垣一郎, 星野剛一: 鉄と鋼, 73 (1987), 2076.
- 4) 渡辺隆志, 牧 章, 浜屋正司, 佐藤秀明, 坂本 登, 野田英俊, 市川孝一: 材料とプロセス, 10 (1997), 193.
- 5) 片山賢治, 伊東弘嗣, 松村 勝, 小池厚則, 星 雅彦: 材料とプロセス, 10 (1997), 873.
- 6) 例えば, 西田信直, 重見彰利, 斧 勝也, 山口一良: 日本学術振興会製鉄第54委員会資料(本委-1376, 物測小委-5010, 化工小委-78), (1976).
- 7) 星 雅彦, 川口尊三: 材料とプロセス, 9 (1996), 813.
- 8) 加瀬正司, 梅津善徳, 山口一良, 飯田孝司, 斎藤元治, 石橋和人: 鉄と鋼, 67 (1981), S716.
- 9) 増田和夫, 高田耕三, 高橋万明, 佐藤 駿, 岩永祐治, 畠山恵存: 鉄と鋼, 69 (1983), A5.
- 10) 望月 顕, 村井達典, 川口善澄, 岩永祐治: 鉄と鋼, 72 (1986), 1855.
- 11) R.Bergstrand: Proc. of 55th Ironmaking Conf., AIME, New York, (1996), 493.
- 12) 須賀田正泰, 林 洋一, 内藤誠章, 岡本 晃, 山口一良, 斧勝也: 日本学術振興会製鉄第54委員会資料(本委-1802), (1986).
- 13) 内藤誠章: 材料とプロセス, 10 (1997), 743.
- 14) Y.Hosotani, N.Konno, K.Yamaguchi, T.Orimoto and T.Inazumi: ISIJ Int., 36 (1996), 1439.
- 15) 細谷陽三, 山口一良, 折本 隆, 樋口謙一, 川口卓也, 後藤秀明: 鉄と鋼, 83 (1997), 97.
- 16) K.Yamaguchi, H.Ueno, S.Matsunaga, K.Kakiuchi and S.Amano: ISIJ Int., 35 (1995), 148.
- 17) A.Tayama, Y.Shimomura, K.Kushima, T.Nakata and K.Fujita: Proc. of 39th Ironmaking Conf., AIME, New York, (1980), 390.
- 18) 岡崎 潤, 肥田行博: 材料とプロセス, 1 (1988), 1055.
- 19) L.von Bogdandy and H.-J.Engell 著, 森山 昭, 森 滋勝, 荒木一男共訳: 鉄鉱石の還元—その科学と工学, 養賢堂, 東京, (1975), 49.
- 20) 改訂五版化学工学便覧, 化学工学協会編, 丸善, 東京, (1988), 134.
- 21) M.Hino, T.Nagasaka, A.Katsumata, K.Higuchi, K.Yamaguchi and N.Konno: Metall. Mater. Trans. Bに投稿中.
- 22) 深水勝義, 嶋村鉄郎, 宮崎伸吉: 鉄と鋼, 59 (1973), S34.
- 23) 岩永祐治: 鉄と鋼, 68 (1982), 2223.
- 24) P.R.Swann and N.J.Tighe: Metall. Trans. B, 8B (1977), 479.