

IV. 結 言

本実験によつて得られた結論について

- (1) 他の製鉄法に比して少額の建設費である。
- (2) 廃ガスを有利に利用できる。
- (3) 粘結炭あるいはコークスを必要としない。
- (4) 電力、電極なども必要としない。
- (5) 鉍石はペレットなどによつて粉鉍石も使用することができる。
- (6) 設備が簡単であるためと、各部の温度が低温度であるため、操業が簡単でありしたがって特殊技術を必要としない。
- (7) いかなる規模にも適する。
- (8) 安価に良質の海绵鉄が得られる。

(30) CO , H_2 および C_3H_8 Cracking Gas による酸化鉄粉の還元

(低温ガス還元法による粉鉄の製造—I)

大阪府立大学工学部

工博 河合正雄・○木村 弘・寺峰禎次

Reduction of Fine Iron Oxide by CO , H_2 and C_3H_8 Cracking Gas.

(On the manufacture of iron powder from iron oxide by gas reduction at low temperature—I)

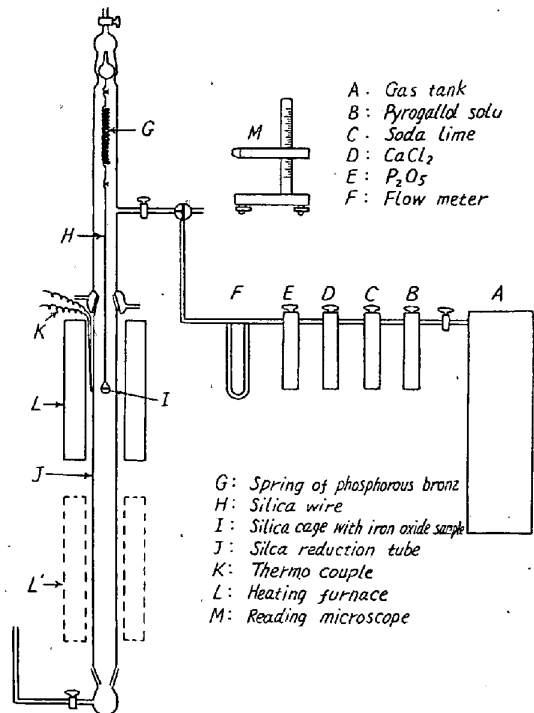
Dr. Masao Kawai, Hiroshi Kimura
and Teiji Teramine.

I. 結 言

近時、粉末冶金用粉鉄需要の増大、良質コークスの不足、スクラップの枯渇とその品質の低下、その反面、鋼の品質に対する要求がますます高度化されてくるなどの諸事情から、直接製鋼法が各国で盛んに研究されていて、その方法も数十種類報告されている。また、その中の三、四のものはすでに工業化されているが、なお特殊条件の下にあるものに限られている。鉍石を用い低温還元した場合は、酸化鉄のみが還元されることからヴェージニティの高い鉄が得られる。また、工場で多量に発生するスケールを使うと、比較的純度の高い鉄粉が得られるので、筆者らは還元ガスによる低温還元により粉鉄を製造する工業的方法を確立すべく、その基礎実験を先年来行なつてきた。

II. 実験装置および方法

還元率は Fig. 1 に示すような熱天秤を用いて測定した。



註: Spring of phosphorous bronz は Spring of phosphor bronze の誤り

Fig. 1. Diagram of CO reduction unit.

まず精秤せる試料を石英製の籠 (I) の中に柔かく置き、これを燐青銅のスプリング (G) より石英棒 (H) を通じ石英反応管 (J) 中に装入する。しかる後、還元ガスの入った貯蔵瓶 (A) より清浄装置をとおして反応管中に導き、反応管内の空気を還元ガスで置換した後、図のごとく反応管の下部でニクロム抵抗炉 (L') を所定温度より約 $30\sim 50^\circ\text{C}$ 高目に加熱し、つぎに炉を引き上げ試料を急速に熱して5分間以内に所定温度になるよう操作した。また温度調節は $\pm 2^\circ\text{C}$ の範囲内にあるようにした。送入ガス量はコックにより行ない、試料の減量は読取顕微鏡 (M) により5分間ごとに記録した。

本実験に供した試料は市販の純酸化第二鉄で、これを粒度 $50\sim 100$ メッシュと $100\sim 150$ メッシュのものとに篩い分け、 $110\sim 120^\circ\text{C}$ に3時間加熱乾燥したのちデシケーター中に保存した。

CO ガスは濃硫酸に蟻酸を滴下して造り、 H_2 ガスはキップ装置で (1:1) の HCl に Zn を加えて造つたものを清浄した。また C_3H_8 cracking gas は Ni 触媒を充填した変成炉を 950°C に加熱し、これに (C_3H_8 : 空気 = 1:7.5) の割合で送り込み C_3H_8 を分解した。還元率の計算は次式によつた。

$$\text{還元率}(\%) = (\text{還元による酸素減量} / \text{還元前の全酸素量}) \times 100$$

$$= \left(\frac{\text{spring収縮量} / \text{springの感度}}{\text{試料中の還元前の全酸素量}} \right) \times 100$$

III. 実験結果および考察

(a) 温度の影響

一般に還元性ガスによる酸化鉄粉の還元は、粒度、分布状態、温度、流量および圧力などの諸条件により異なるが、この実験では粒度 (100~150 mesh)、流量 (70cc/mn)、圧力および酸化鉄試料の入れ方をできるだけ一定にたもち、還元温度の変化による還元率と時間との関係を探った結果が Fig. 2 である。

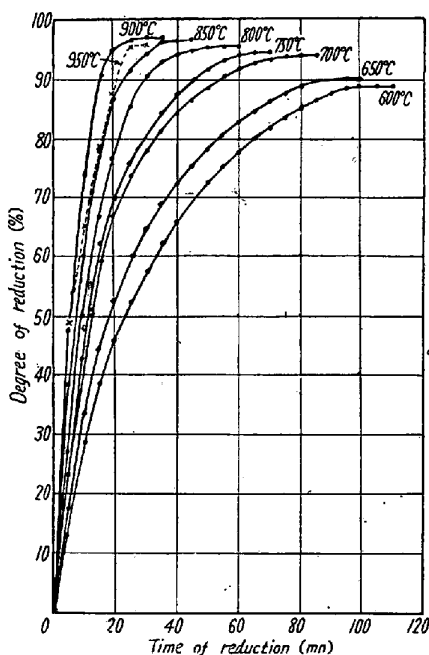


Fig. 2. Effect of temperature on reduction of Fe_2O_3 with CO gas.

このさいに注意

すべきは渗炭による試料の重量増加である。本実験では試料の重量減が認められなくなつてから 15 分間実験を続けることにし、高温で渗炭反応が行なわれて試料の下降が認められたときは実験を中止して正確と推定される還元率が求められるまで実験を繰返した。

Fig. 2 によると、還元温度の高くなるにつれて還元速度は早くなり、いずれの温度のものも初期還元速度は早いが見掛け平衡近くなると非常に遅くなる。900°C までのものの最終還元率 (見掛け平衡における還元率) は温度の高いもの程高い値を示すが、950°C のものは渗炭反応のためか 900°C および 850°C のものより低い最終還元率を示した。また 650°C ~ 700°C 間で還元速度および最終還元率の飛躍的な増大が認められる。

H_2 ガスおよび C_3H_8 -cracking gas による還元のさいの温度の影響 (省略)

(b) 流量の影響

粒度 (100~150 mesh)、温度 (800°C)、ガス圧および分布状態をできるだけ一定にたもちながら、ガス流量を 35cc/mn, 70cc/mn, 150cc/mn, 300cc/mn, 400cc/mn および 500cc/mn に変化させたときの還元速度の変化を Fig. 3 に示す。

Fig. 3 によると 300cc/mn、迄のものは流量の増加につれて、初期還元速度が早くなっている。また 35cc/mn

500cc/mn 以外のものの最終還元率は同一で、見掛け平衡に達するまでの時間は 150cc/mn 以上では同一であり約 35mn である。

流量最大の 500cc/mn のものは、300cc/mn 400cc/mn のものに比べて初期還元速度および最終還元率がわずかに低下しているのがみられる。この理由と

して考えられることは、流速が大なるための試料の冷却効果のためか、あるいは鉄の渗炭による試料の重量増加による見掛け還元率の低下のいずれかで、本実験では前者の理由によるものと推定した。

35cc/mn のものは最終還元率が 93.4% でほかのものより約 2.5% 低い。このことは (c) の実験においても同じ傾向が見られた。

H_2 還元における流量の影響 (省略)

(c) 粒度の影響

還元温度を 800°C 一定として、CO ガス流量を 35cc/mn, 70cc/mn および 150cc/mn と変化し、その各流量について酸化鉄粉の粒度を 50~100 mesh のものと 100~150 mesh のものについて還元速度を調べた結果が Fig. 4 である。

Fig. 4 によると流量 35cc/mn および 70cc/mn のいずれの場合も粒度大なるものは小なるものより還元速度が早い。しかし流量が 150cc/mn になると、この程度の粒度差は還元速度に現われない。最終還元率については細粒で、ガス流量 35cc/mn のもののみが異なり、ほかは同一還元率を示す。細粒のため試料がやや密に装入され、かつ流量小なるため、ガスの試料間に停滞する時間が長く、その部分のガス組成の CO/CO_2 の値がほかより低かつたことか、 $\text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow \text{Wüstite} \rightarrow \text{Fe}$ の還元過程でもつとも遅いと言われる最終段階が粒の表面にできた緻密な金属鉄のため見掛け上、止つたことか、

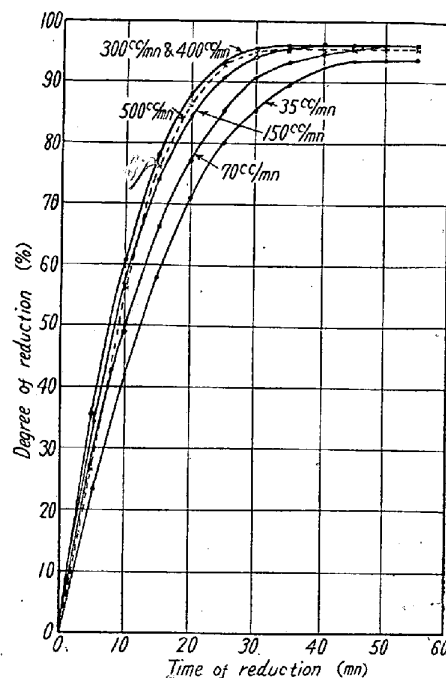


Fig. 3. Effect of gas velocity on rate of reduction of Fe_2O_3 by CO at 800°C.

そのほかの理由か、明らかでない。

IV. 結 言

(1) H_2 ガスの還元速度、最終還元率はほかのガスに比べてよい。

(2) C_3H_8 Cracking gas は主として H_2 および CO の混合ガスよりなりしたがつてその還元的諸性質も H_2 と CO の中間にある。そしてこのガスによる還元単価は比較的安い。

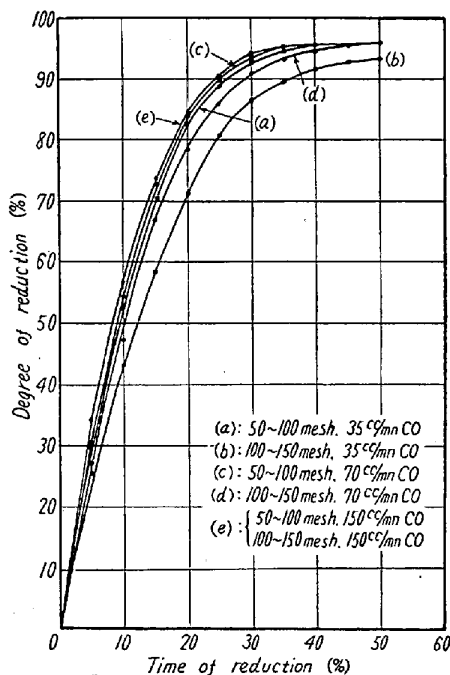


Fig. 4. Effect of grain size of Fe_2O_3 on rate of reduction by CO at $800^\circ C$.

II. 試料と実験方法

実験に用いた試料のうち Fe_2O_3 , SiO_2 , Al_2O_3 , MgO , CaO などは化学純の薬品を使い、コークスは若菜辺のものをを用いた。またこれら原料は自記 X 線で調べたが、そのうちこの化学純の Fe_2O_3 は少量の褐鉄鉱が赤鉄鉱に混じているのが見られた。(Fig. 1)



Fig. 1. X-ray diffraction lines of Fe_2O_3 powder $Cr(V)$, 35KV-6mA, $RT \times 1$.

熔解はクリプトル炉で行ない理研 1 号の黒鉛ルッポを用い、 $1250^\circ C$ で 40 分間製錬し、コークスは Fe_2O_3 に対し約 30% とした。そしてできた鉄あるいは粉鉄をスラグとともにボールミルで砕き、篩別と磁選を行ない、中間物である磁性酸化物とスラグを除いた。

III. 実験結果

Table 1 は実験で得た粉鉄および銑鉄の成分であつて塩基度 0.1 より 0.5 までのおおのの平均値であつて、成分的に見て塩基度によりかなりの差があるが、塩基度が上るにつれしだいに普通銑に近付くことが解る。

Table 1. Chemical analysis of luppe and pig iron.

CaO/SiO ₂	C	Si	S	P	m. Fe	FeO	T. Fe
0.1	2.49	1.79	0.098	0.038	93.48	3.32	95.64
0.2	3.24	1.19	0.096	0.038	91.42	1.98	94.40
0.3	3.24	0.57	0.093	0.032	93.95	2.91	95.65
0.4	3.90	0.32	0.066	0.031	93.81	3.41	95.68
0.5	3.91	0.31	0.069	0.031	93.33	3.44	96.02

つぎにこの結果を塩基度と成分の方面から調べて見ると、炭素は塩基度が上るにつれて増し、塩基度 0.4 の所で普通銑の炭素量となり、またその組織も普通銑に近付く。珪素は逆に塩基度低いときには良く入り、高くなると低くなっている。硫黄は 0.4 までやや高いが 0.5 から低くなってくる。燐も同じ傾向を示している。このような結果から見て塩基度によりかなり元素の相互作用による選択的還元性があることが知られる。

なお Mn についてはこのルッポは Mn 含有量が低いめか判定し得るような結果が得られなかつたので、別個に実験を行なつた。M. Fe は 91~93% で FeO は 1~3% 含んでいるが、T. Fe は 94~96% で高いことか

(31) 塩基度 1 以下の製鉄のさいの元素の選択的還元について

富山大学工学部

工博○森棟隆弘・平沢良介・佐藤恭一

On the Selective Reducibility of the Elements in Manufacturing Iron Metal by a Basicity Degrees Lower than 1.0

Dr. Takahiro Morimune, Ryosuke Hirasawa and Kyoichi Sato.

I. 結 言

塩基度 1~1.2 で製鉄することは広く行なわれ、各種の元素の歩留りも知られているが、1 以下のものについては 0.15~0.25 の範囲はクルップ法で知られているがそれ以外のものについては研究されていない。著者はこれらのことから、数種の元素について塩基度と還元率との関係を調べつつあるので、その報告を行ないたい。本報では C, Si, Mn, Cu, P, S について実験しているが、塩基度の差により選択的還元が見られるようである。