

ではこの 2 次流が特に烈しくなるためと考えられる。 D_0/L が小さくなるにしたがつて噴出量が減少するのも、 D_0/L が小さくなるにつれて、2 次流の動きが激しくなるものと考えられる。

5. 緒 言

- 噴出機構と脱炭反応に相似条件の重点をおいたこの模型実験は LD 転炉とかなり相似性があると考えられる。
- 模型実験の結果、噴出量、吹鍊時間と、ノズル形状、炉体プロフィルなどの諸要因との関係を見出すことができた。
- multi hole nozzle が single hole nozzle にくらべて噴出量が少ない理由を明らかにすことができた。
- 今後実際操業との対比において、相似条件の検討模型実験の結果の修正の必要がある。

文 献

- S. G. AFANAS'EV, M. M. SHUMOU and M. P. KVITKO: Stal, (1960) 10, p. 719

(69) 1600°Cまでの高温における含ニッケルクロム鉄鉱石還元の際の選択還元および鉄と脈石の分離について

(鉄鉱石の還元に関する研究—Ⅱ)

東京大学生産技術研究所

工博 雀部 高雄・○江本 房利
吉越 英之・福永 弘一

The Selective Reduction and the Separation of Iron and Gangue Materials during Ni-Cr-Bearing Iron Ore Reduction at High Temperatures up to 1600°C.

(Studies on reduction of iron ore—Ⅰ)

Dr. Takao SASABE, Fusatoshi EMOTO,
Hideyuki YOSHIKOSHI and Kōichi FUKUNAGA.

1. 緒 言

鉄鉱石の還元に関する研究のうち、1300°C以上の高温における還元機構の研究は比較的少ない^{1)~3)}。著者らは前報⁴⁾において1300°C以上の温度域における鉄鉱石還元の際に認められる中空鉄殻の形成に関する研究報告を行なつた。その際に、鉄鉱石が還元し中空鉄殻を形成する場合に、鉄鉱石中の鉄分が鉄殻となり、脈石は中空鉄殻の内壁に分離凝集し、鉄と脈石の分離が行なわれることを報告した。また鉄鉱石の還元温度が1300°C以上の高温においては還元が急速に進行することを明らかにした。

W. BAUKLOH & G. HENKE の研究⁵⁾によれば、1000°C以上の高温における同一還元温度において、酸化クロムの還元は鉄の還元に比較して相当長時間を必要とすることが知られている。含Ni-Cr鉄鉱石を1300°C以

上の高温で還元し、中空鉄殻を形成し、脈石を中空鉄殻の内側に凝集させ、鉄と脈石を分離する際に、鉱石中のCrが鉄と脈石との間に如何に分配されるかに関する研究は見当らない。本報告においてはこの点に関する研究を行なつた。さらに還元して得られる中空鉄殻をそのままさらには高い温度1500°C~1600°C附近におくと、鉄と脈石が溶融分離して、中空でない塊状鉄塊が得られる。この際の鉄塊中の非鉄成分の挙動についての研究も同時に行なつた。

2. 実験装置および実験方法

実験は前報同様20kVA堅型タンマン炉を使用した。鉱石は60メッシュ以下に篩分したものを水で固め乾燥した生ペレットを用いた。このペレットを黒鉛坩堝中のコークス中で加熱して還元した。使用した鉱石はTable 1に示した。

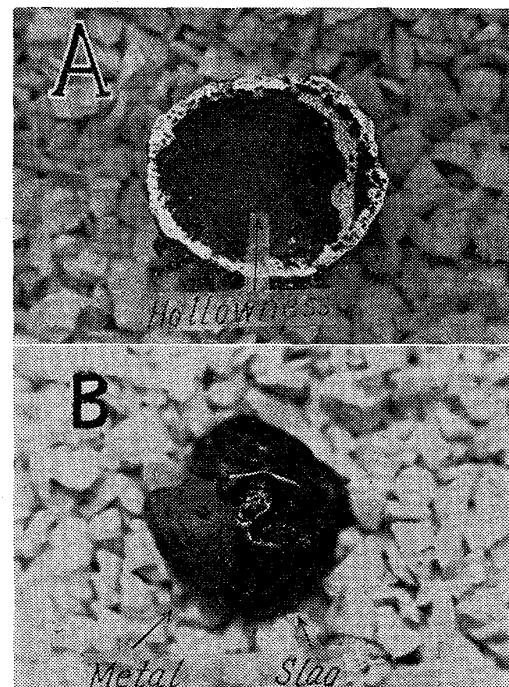
3. 実験結果および考察

3.1 中空鉄球の鉄殻中のCrについて

前報に示したように、あらかじめ高温にしてある炉の中にペレットの入った黒鉛坩堝を挿入して一定の昇温曲

Table 1. Chemical composition of iron ore containing Ni and Cr.

| T·Fe | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | CaO | MnO | P |
|-------|------------------|--------------------------------|-------|------|-------|
| 50·85 | 1·50 | 4·19 | <0·0 | 0·39 | 0·012 |
| S | TiO ₂ | Cr | Ni | FeO | MgO |
| 0·174 | 0·14 | 3·24 | 0·681 | <0·1 | |



A) The iron shell with hollowness, reduced at 1420°C, 60 min.

B) Separation of metal and slag, at 1500°C

Photo. 1. The iron shell with hollowness and separation of metal and slag. (2/3)

線(前報 Fig. 1 に示す曲線)に沿つて温度を上昇させてゆき、 1400°C に達して 30 min~60 min の還元を行なつて試料をとり出すと、含 Ni-Cr 鉱でも前回の報告と同様に Photo. 1 (a) に示すような中空鉄球が得られる。

このようにして得られた含 Ni-Cr 鉱の中空鉄球の鉄殻、すなわち写真のオワン状の鉄殻に相当する部分の還元鉄中の Cr 分析値を調べると、Cr がきわめて低いことが明らかになつた。

Table 2 は 10 g 程度(20~25 mm ϕ)の含 Ni-Cr 鉱のペレットを 1420°C ($\pm 10^{\circ}\text{C}$)で 45 min~75 min 還元を行なつて得られた中空鉄球の鉄殻中の Cr を示したものである。得られた中空鉄球の鉄殻を板状または粉碎して磁選を行ない、脉石をできるだけ除去して分析した。この場合中空鉄球の鉄殻を $(1+4)\text{H}_2\text{SO}_4$ に溶解したとき、Cr 濃度のきわめて高い磁性のない不溶解残渣を認めた。

Cr は上記の溶解鉄そのものの中には trace または小数第 2 位のオーダーでしか入つていないことが明らかになつた。鉄殻 1 g 中の酸不溶解残渣の割合は、0.05 g 程度であり、その量は中空鉄球のつくり方の優劣で変動する。

Fig. 1 は中空鉄殻形成後の還元時間と還元鉄中の Cr 含有量の関係を示したものである。このように中空鉄球の還元鉄中の Cr は実験範囲内では還元時間の長さに強い影響をうけないことが明らかになつた。

Table 2. Acid treatment residue of iron shell and Cr content in reduced iron.

| Sample No. | Sampling | Sample wt (g) | H_2SO_4 residue (g) | Cr in reduced iron (%) | Cr in H_2SO_4 residue (%) |
|------------|----------|---------------|-------------------------------------|------------------------|---|
| 1 | A + B | 1.1488 | 0.0432 | 0.045 | 17.77 |
| 2 | B | 0.9634 | 0.0464 | 0.103 | 17.52 |
| 3 | A + B | 0.9445 | 0.0645 | 0.046 | 18.60 |
| 4 | A + B | 1.5607 | 0.1069 | 0.026 | 17.89 |

Sampling

A: The iron shell was flattened and removed of gangue materials.

B: The iron shell was crushed and treated by magnetic separation.

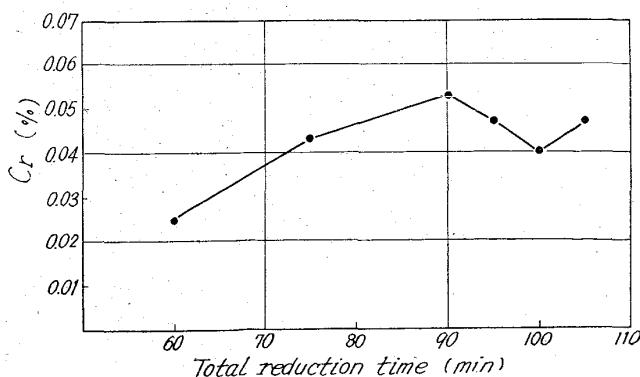


Fig. 1. Relation between Cr content in reduced iron shell with hollowness and the total reduction time.

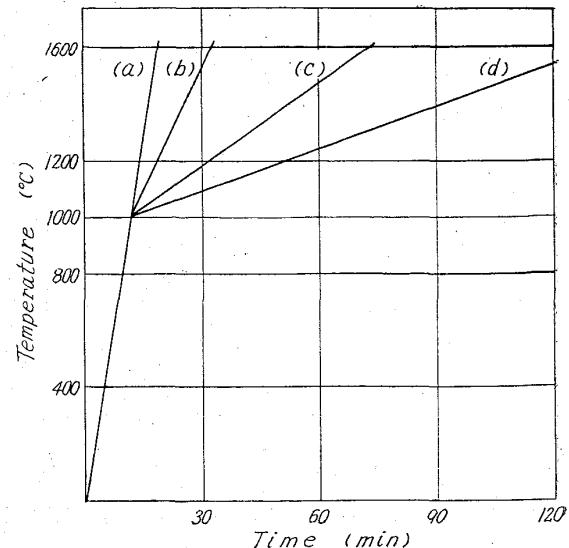


Fig. 2. Time/Temperature curve for reduction.

3.2 還元温度をさらに高くした場合の鉄と脉石の分離

次に還元温度をさらに $1500^{\circ}\text{C} \sim 1600^{\circ}\text{C}$ にあげて実験を行なつた。このとき前報で報告した通り、含 Ni-Cr 鉱でも、一旦形成された中空鉄球は溶融して中空でない鉄塊と脉石に分離する(Photo. 1 (b))。この場合には中空鉄殻形成の場合とことなり、鉄塊と脉石がほとんど完全に分離しているので、両者の分離がきわめて容易である。このように鉄と脉石が分離する際の Cr の挙動を調べるために Fig. 2 に示す a, b, c, d の加熱曲線を設定し、この曲線にしたがつて昇温してペレットの還元を調べた。実験は、各々の加熱曲線にそつて昇温し、温度が 1500°C , 1550°C , 1600°C になったときに還元を中止して試料をとり出した場合と、所定温度になつてからその温度に所定時間だけ保持した後実験を中止して試料をとり出した場合について調べた。

その結果いずれの加熱曲線について実験を行なつても還元温度が 1500°C 以上になると、還元鉄は溶融して鉄と脉石に分離してくることが確かめられた。この場合鉄と脉石が分離する温度や保持時間は、ペレットの大きさや加熱曲線の種類によって変動するが、10 g 程度のペレットではどの加熱曲線でも 1500°C に 0 min~15 min 間保持するだけで鉄塊と脉石が分離する。実験結果によれば傾斜の急な曲線 a では最高温度 1600°C まで、全還元所要時間は 20 min で上昇してペレットをとり出すとすでに鉄と脉石に分離している。また加熱曲線の傾斜のゆるい c, d にしたがつて昇温した場合には最高温度が 1500°C に達して試料をとり出すとすでに鉄塊が分離している。また 1500°C で鉄と脉石の分離を起させるための保持時間は傾斜の急な加熱曲線で還元した場合は、傾斜のゆるい曲線で還元したものより長い保持時間を要することが明らかになつた。

3.3 溶融鉄塊中の Cr について

次に以上のようにして得られた溶融鉄塊について Cr が還元鉄中にに入る量を調べた。

その結果溶融鉄塊中の Cr は、中空鉄殻の還元鉄中に

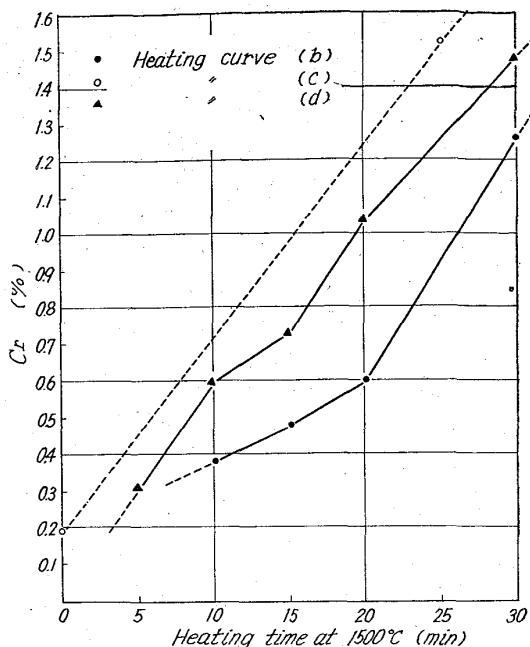


Fig. 3. Cr content in the lump iron for the various reduction time at 1500°C.

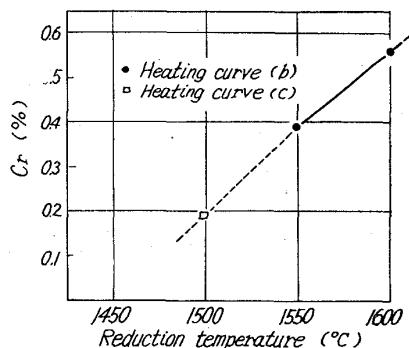


Fig. 4. Cr content in the molten lump iron obtained at the various maximum reduction temperatures.

入っていた量より多くなっていることが明らかになった。

Fig. 3 は b, c, d のそれぞれの加熱曲線で還元を行ない 1500°C に達してから、この温度における保持時間と鉄塊中の Cr 量との関係を示したものである。また Fig. 4 は加熱曲線 b について実験し 1550°C, 1600°C でそれぞれ実験を中止して試料を取り出したときの最高還元温度と鉄塊中の Cr 量の関係を示したものである。

これら実験結果からも明かなごとく、1400°C 前後で形成された中空鉄殻の還元鉄中には Cr はきわめて僅かしか入っていないが、還元温度が 1500°C 以上になつて鉄と脉石が溶融分離するようになると、還元鉄中の Cr 含有量が高くなつてくることが認められる。

このように溶融分離した鉄塊の Cr 含有量は、分離後の加熱時間の経過、還元最高温度が高くなるにしたがつて、また加熱曲線の傾斜がゆるくなるにしたがつて増加する。実験結果によれば、加熱曲線 d で 1500°C まで昇温し 5 min 間保持して得た溶融鉄塊中の Cr は 0.3% 前後であり、同一温度で 30 min 間保持すると 1.5%

前後に増加する。また還元の最高温度が高くなると同様に溶融鉄中の Cr は増加する傾向を示す。次に加熱曲線による影響は、傾斜のゆるいものについて行なつたものほど溶融鉄塊中の Cr は増加する。

次にまた、このときに得た溶融鉄塊中の Ni も調べた。その結果 Ni はいずれの加熱曲線で得た鉄塊にも 1% 前後入っていることが明らかになつた。

また同様に溶融鉄塊中の炭素は溶融分離後の保持時間の 0 min の試料で 0.12%~0.73% であつた。この場合鉄中の炭素量は鉄と脉石が溶融分離後の加熱時間の経過につれて、急速に増加することが認められた。

3.4 還元鉄中に Cr が入ることについての考察

以上いろいろの実験結果から含 Ni-Cr 鉱についてその還元鉄中に Cr が還元されて入つてくる状態を明らかにすることができた。緒言でも述べたごとく酸化クロムの還元は同一温度では酸化鉄にくらべて遅いことが知られている。このことは著者らの実験結果と合致している。すなわち 1420°C (±10°C) で 75 min の還元を行なつて得た中空鉄球の鉄殻中の Cr を調べると、この段階では Cr は還元鉄そのものの中にはきわめて僅かしか入っていない。しかしこのとき未還元酸化クロムの一部は還元鉄殻の裏側に微粒となつて付着したり、還元鉄の間に巻き込まれた状態にあり、このような未還元の Cr は $(1+4)H_2SO_4$ 溶解では不溶解残渣として残る。

1500°C 以上の温度で、溶融して鉄塊と脉石を分離すれば、鉄塊と脉石の分離はきわめて良好であるが、その場合には Cr の一部が還元して鉄中に入り、鉄の Cr 含有量が 0.2%~0.4% になる。

4. 結 言

含 Ni-Cr 鉱について 1600°C までの高温における還元実験を行なつた結果、次のことを明らかにすることことができた。

(i) 含 Ni-Cr 鉱は、1300°C 以上の高温で酸化鉄の還元が非常に早く進行するが、酸化クロムの還元は比較的おそく、1300°C~1600°C においても、鉄と Cr を容易に選択還元で分離することができる。

(ii) 含 Ni-Cr 鉱についても前報同様に、1300°C 以上では中空鉄殻が形成され、1500°C 以上では鉄塊と脉石の分離がきわめて良好に行なわれる。

(iii) 1300°C 以上で得られる中空鉄殻の還元鉄中の Cr 分析値は、本実験の範囲内では trace~小数第 2 位のオーダーである。

(iv) 還元温度が 1500°C 以上で鉄と脉石が分離して得られる鉄塊中には、Cr は 1500°C で 0.2%~0.4% 位入り、温度がさらに高い場合および還元保持時間が長い場合には Cr 含有量がさらに高くなる。

文 献

- 1) H. L. SAUNDERS, H. T. TRESS: J. Iron & Steel Inst. (U. K.), 157 (1947), Oct. p. 215
- 2) T. E. DANCY: J. Iron & Steel Inst. (U. K.), 169 (1951), Sept. p. 17
- 3) 下川他: 鉄と鋼, 49 (1963), 3, p. 319
- 4) 鉄と鋼, 50 (1964), 11, p. 1629
- 5) Z. Anorganische u. Allgemeine Chemie, 234 (1937), S. 307