

(討4) 小型シャフト炉における焼結鉱、ペレットの高温性状

住友金属 中央技術研究所 中谷文忠 渡辺正次郎
○吉永真弓 中村文夫

1. 緒言

鉱石装入物が高炉内高温下でどのような性状変化をするかを解明するには、実際高炉使用が実証的なことは言を俟たないが、試験高炉でさえ直接的な炉内試料採取・冷却後内容物の検討は容易でない。

そこで、著者らは一般に用いられる高温性状試験法よりもある面では実炉に類似する小型シャフト炉を製作し、焼結鉱とペレットの初期のスラグ形成までの還元過程における性状変化を調査検討する目的で、10数時間余に及ぶシャフト炉操業を数回実施してきた。

前半3回の操業における焼結鉱とペレットの炉内各レベルでの性状を以下比較してみた。

2. 実験方法

使用シャフト炉は図1に示すように、シャフト・中段・炉床からなり、試料採取口(A~D)、温度測定孔(T)、圧力測定孔(P)、ガス採取孔(G)および出鉄滓口を有し、内容積約30ℓで、15°傾斜したステンレス羽口(12mmφ×4)を持ち、炉床底を加熱するためのエレマ発熱体が挿入されている。

焼結鉱、①ペレットの操業に使用したシャフトは図1のそれよりαが小さくやや小容量だが、中段以下は大差ない。

実験に使用した焼結鉱、両ペレットの粒度および基礎性状を表1に示した。

コークスは粒度10~15mm, F.C.: 88.54%, Ash: 10.85%, 石灰石は5~10mmにし、CaO: 53.58%, MgO: 1.36%, SiO₂: 0.47%のもので、ほかに木炭と生石灰を初期に使用。

送風量は500ℓ/min, 熱風温度500~600℃である。

シャフト炉操業方法は、築造炉体を乾燥して木炭填充後通風を開始し、次第に木炭とコークスを置換しコークス単味とし、それに伴い増鉱してO/Cが1.0となり一定常状態に達した時点(操業10時間以上)で送風を停止し、即刻N₂ガス吹込により強制的に冷却する。

このように反応をある程度凍結させた炉内容物を主体に、肉眼および顕微鏡観察・化学分析・強度試験などによって検討を行ない、操業中に採取口から得たシャフト部試料も随時参考に供することができるようにした。

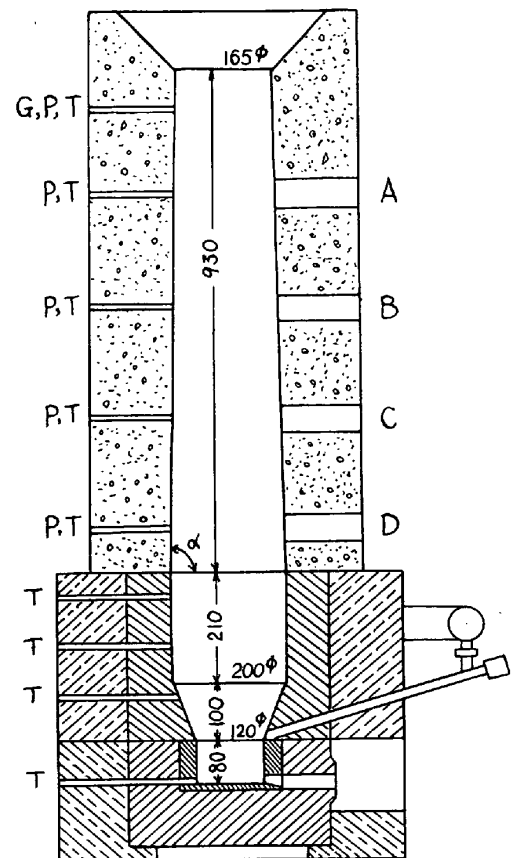


図1 小型シャフト炉プロフィール

表1 供与試料の粒度と諸性状

試料名	装入粒度 (mm)	落下強度 +10mm(%)	タンブラー強度		耐圧強度 (Kg/P)	還元率 (%)	還元後回転強度		ふるり指数 (%)
			+5mm(%)	-mm(%)			+3mm(%)	+mm(%)	
焼結鉱	10~15	83.5	—	—	—	63	98.7	99.5	—
①ペレット	6~16	—	94.8	4.5	184	79	90.5	95.6	11.7
②ペレット	10~15	—	90.4	7.2	202	38 (40min)	49.8	50.3	測定不能

3. シャフト部における焼結鉍、ペレットの性状変化

3.1 焼結鉍の還元粉化

焼結鉍の還元粉化現象については500℃における定温還元・荷重下における還元などで実験的検討を行ない、400～600℃で明らかに還元強度が最低となり、崩壊粉化を伴うことを既に認めている¹⁾が、実炉に近いシャフト炉で焼結鉍による操業を実施してこの点に因する検討を行なった。

操業後の焼結鉍につきシャフト各部別に篩分して粉化状況を調査し、さらに回転試験(リンダー反応管中常温で30 r.p.m 900回転, 試料300 g)を行なった粒度分布の結果を表2に示す。

表1からシャフト中部以下において明瞭な崩壊粉化現象が認められる。学振反応管で1時間還元した実験に比べると粉化度は小さいが、シャフト炉では還元粉化の活発な500～600℃域の滞留時間が短いことおよびガス組成の相違がその原因として考えられる。

崩壊粉化状況を操業中に採取した焼結鉍の顕微鏡下で観察すると、 $T_4=590^\circ\text{C}$ に対応するC試料および低温領域を既に通過したD試料では多数の亀裂の発生が認められた。

操業後ないし操業中採取した焼結鉍の化学分析結果によれば、還元粉化は還元率約10%で著しいこと、シャフト上部から下部に向かってS%が著増することが特記される。

温度上昇と還元の進行に伴い焼結鉍のSが増加するのは中段Iで0.9%にも達したが、別途操業によるシャフト下部試料中、周縁部に沿って *pyrrhotite* (FeS_{1+x}) の生成が認められた。

3.2 ペレットの強度低下

2銘柄のペレット、すなわち還元性状の正常な④、異常膨脹を示す⑤を選定して、操業後期に各ペレットを装入することにより比較検討してみた。

まず④ペレットにつき速べると、帯別各試料につき耐圧強度試験を行なった結果、平均強度はS₁～S₄でそれぞれ107, 25, 22, 25 Kg/pとシャフト中下部で著減し、中段I(M₁)では61 Kg/pと金属鉄の生成に伴う焼結効果が明瞭であり、平均粒径の推移もペレットの熱膨脹によく対応する。

耐圧よりも実情に即した強度と推定される回転試験結果を表3とし、概算の還元率も併示してみた。

表3によれば、供試④ペレットでは破碎した割合が僅少である。

該ペレットの組織観察により、耐圧強度の低下するシャフト中部で *magnetite* が主体であり、還元率も *hematite* → *magnetite* の還元終了時期によく対応する。

化学成分上の特徴としては1)焼結鉍と同様にS濃化現象が認められ、中段Iで1%含有されること、2)シャフト上部でSiO₂%が高い(棚吊時の試料には白色昇華物SiO₂らしきものが認められる←羽口先理論燃焼温度は2000℃, 実測値1800℃)ことである。

次に⑤ペレット操業後の耐圧強度試験によると、平均強度はS₁～S₅でそれぞれ133, 104, 77, 20, 19 Kg/p, 中段Iで60 Kg/pとなり、やはり平均強度はシャフト下部の *hematite* → *magnetite* 終期に対応する区域で急激に低下することが明らかである。

表2 焼結鉍の還元粉化検討結果

帯別	項目	篩目(mm)	粒度分布(%)	回転強度(%)	操業時期温度
シャフト上部		+10	78.98	76.12	200～300℃
		+5	99.90	99.34	
シャフト中部		+10	37.10	22.36	300～600℃
		+5	79.70	57.72	
シャフト下部		+10	60.69	27.12	600～900℃
		+5	96.03	82.87	
中段I		+10	47.00	31.34	900～1100℃
		+5	88.00	78.02	

表3 ④ペレットの回転強度

(試料500g, 30 r.p.m, 900回転)

帯別	篩目	+5mm	-1mm	概算還元率
シャフト上		97.8%	1.2%	3%
シャフト中		97.2%	1.8%	10%
シャフト下		96.0%	2.6%	30%
中段I, II		99.0%	0.4%	45%

回転強度試験結果を表4に掲げるが、どの指数で見てもシャフト下部に向ってペレット強度が極端に低下し、中段での焼結効果も軽微で耐圧強度のような回復は認められない。

⑥ペレットの異常膨脹の原因は繊維状金属鉄の発生に帰因すると報告²⁾してきたが、今回装入した結果一部に繊維状鉄を顕微鏡下で認めはしても特に異常膨脹と称するほどではなく、炉内ガス圧力の上昇・炉内温度低下などが操業上の変化としてもたらされた。

当シャフト炉で特に膨脹しなかった主因は、炉内ガス組成の差よりも800~1000℃域の滞留時間が20分位と短かいためと解釈される。

化学分析値からの問題点としては、④と同様にS濃化現象とシャフト上部におけるSiO₂%の高いことを挙げるができる。

4. 初期溶解帯における焼結鉍、ペレットの性状変化

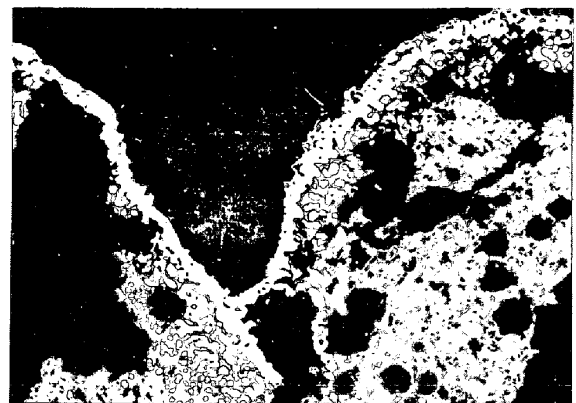
4.1 焼結鉍

中段Ⅰ(0~10cm)では本来の焼結鉍の姿を止めているが、中段Ⅱ(10~20cm)になると初期スラグ(FeO:30%, CaO:12%)が生成し、コークスの外側を包む皮殻状の金属鉄とスラグが分離した物質に焼結鉍は変化してしまうので、その一例を写真1a)に示す。

a)の組織から、焼結鉍はコークスと接触して直接還元され、金属鉄が連続して焼結による皮殻を形成し、その内側に向ってスラグが分離しており、高温帯に移行するほど金属鉄の皮殻は厚くなる。

さらに詳細に観察すると、wustiteは存在せず、スラグにも3種類あって金属鉄の生成するスラグは限定されるので、それがFeO richなスラグに該当するものであろう。

皮殻状物質と初期スラグの検討により、小型シャフト炉における焼結鉍の最終還元段階は、造滓成分が多く溶融履歴を持つので、wustiteの大部分がいったんFeO contentの高い初期スラグを形成しこれが炉の下部に至って直接還元によりlig.Feを析出しスラグ相はFe分の少ないものに移行すると考えられる。



C: コークス, F: 金属鉄, W: wustite, S: スラグ

a) 焼結鉍の皮殻 (×100)

b) ④ペレットの中空鉄殻 (×40)

写真1 溶解帯上限における焼結鉍とペレットのミクロ組織

4.2 ペレット

便宜上④ペレットを例にとれば、中段Ⅰでは亀裂が観察される程度だが、Ⅱになるとペレット相互の融着も始まり中空鉄殻³⁾が明らかに認められ、初期スラグ(FeO : 2%, CaO : 50%)が生成している。

写真16)に示したものは溶解帯上限と考えられるペレットの接合部であり、外側に金属鉄殻、その内側に *wustite* が存在し、*wustite* 粒間にスラグがあつて、内部は中空である。さらに金属鉄殻に内在するスラグは FeO rich と考えられ、他のスラグとは反射度が異なっているが、絶対量は僅少である。

以上の検討により、造滓量の少ないペレットの最終的還元形式を推定すると、*wustite* $\rightarrow$ Fe の反応が最後まで主流で、 Fe-silicate の形成は極少と考えられる。ただしこの場合でも、鉄殻の溶断時期と還元状況如何によつては、当シャフト炉で FeO rich なスラグが流出することもあり得る。

酸化鉄の最終還元段階を装入物の相違により本質的に2つの形式に分類してみたが、たとえこの仮定が高炉で適用されても、高温反応に大きな差異を生じなくても棚吊などと関連する面もあるので、溶解帯上部の性状を明確にする必要性はあろう。

5. 結言

内容積30ℓ程度の小型シャフト炉を操業して、焼結鉱とペレットのシャフト部から初期溶解帯までの一貫した性状変化を追跡し、次のような検討結果を得ることができた。

焼結鉱:

- (1) シャフト部および中段上部における還元粉化に関する検討を行ない、シャフト中部以下における明瞭な崩壊粉化現象を認めた。この低温領域は *hematite* $\rightarrow$ *magnetite* の還元段階に対応する。
- (2) シャフト下部・中段上部で焼結鉱中の $\text{S}\%$ は増加し、その形態は *pyrrhotite* である。
- (3) 中段Ⅱになると皮殻状金属鉄とスラグがコークスを取り巻き、 FeO 30%程度の初期スラグになる。
- (4) 最終還元段階は $\text{Fe-silicate} \rightarrow \text{Fe}$ の形式と推定される。

ペレット:

- (1) シャフト部における強度低下につき検討し、④・⑤両ペレット共通に中下部における耐圧強度は急激に低下するが、回転強度は④では無視できる程度だが、⑤は極端に低下した。これらペレットの強度低下域は焼結鉱の還元粉化に対応する *hematite* $\rightarrow$ *magnetite* の還元段階と同じである。
- (2) 両ペレットともに、焼結鉱同様に温度上昇と還元進行に伴い S 濃化現象が認められ、シャフト上部試料に $\text{SiO}_2\%$ が高い (SiO_2 の昇華付着物)。
- (3) 中段Ⅱでは相互の融着が始まり中空鉄殻となり、 FeO 数%以下の初期スラグも形成される。
- (4) 最終的還元段階は *wustite* $\rightarrow$ Fe の形式と推定。
- (5) ⑤ペレット装入による操業では、 $800 \sim 1000^\circ\text{C}$ 域の滞留時間が短かいため特に膨脹しなかった。しかしながら、炉内ガス圧力の上昇や炉内温度の低下などが認められている。

以上のシャフト炉による検討結果は、直ちに高炉にスケール・アップできない点はあるが、高温性状試験の一方法として、高炉装入物評価上の参考資料を提供できるものと考ええる。

< 参 考 文 献 >

- 1) 渡辺, 吉永: 鉄と鋼, 52 (1966), 3, P. 488
- 2) 渡辺, 吉永: 鉄と鋼, 51 (1965), 4, P. 583
- 3) 雀部, 江本, 吉越, 福永: 鉄と鋼, 50 (1964), 11, P. 1629