

## 論文

UDC 622.341.1-188.32 : 669.141.7 : 621.785

## 粉状還元鉱を用いた冷間および熱間成形ブリケットの性状\*

神谷昂司\*\*・田中稔\*\*\*

## Properties of Cold and Hot Pressed Briquets Made of Reduced Ore Powder

Kōji KAMIYA and Minoru TANAKA

## Synopsis:

The reduced ore powder for sample was prepared by reducing Hamersley hematite ore with pressurized hydrogen gas at about 900°C in a pilot plant for fluidized bed reduction. The cold and hot pressed briquets were produced from the reduced ore powder using a die at various temperatures.

The influences of compacting load at various temperatures on the crushing strength, density, and rate of reoxidation with a mixture of oxygen and nitrogen gas at 250°C to 800°C were investigated.

The following results were obtained.

- 1) To obtain the briquets of high crushing strength and high density, it was desirable to use reduced ore powder above the reduction degree of about 90%.
- 2) The maximum rate of reoxidation of briquets was observed at about 400°C, and the reason for this became evident.
- 3) Hot pressing at 500°C to 600°C under lower compacting load than that of cold pressing was effective for obtaining high crushing strength of briquets.
- 4) The reoxidation rate of briquets was controlled by a parabolic law and decreased with increased density of briquets.
- 5) Sintering of briquets at temperatures of 800°C to 1100°C for 4 hrs was not effective for the increase in density.

## 1. 緒 言

現在、稼動している直接還元法においては、製造される還元鉱は、ほとんどペレット状、または塊状である。

しかし一方有力な直接還元法として考えられている HIB<sup>1)</sup>, FIOR 法<sup>2)</sup>などに代表される流動還元法においては還元鉱は粉状であるために、これをブリケットとする方法が取られている。その理由は粉状還元鉱をそのまま製鋼工程において直接溶解を行うことはダストの飛散、再酸化などの問題があるからである。したがつて粉状還元鉱はブリケットとして、輸送、貯蔵時における耐酸化性の向上をはかるとともに、溶解前に粉化しない十分な強度を持たせる必要がある。

還元鉄ブリケットは、既に、FIOR 法、HIB 法、Purofer 法<sup>3)</sup>で製造されているが、ブリケットの製造条件との関連で、ブリケット性状を検討した報告はまだない。また、貯蔵、輸送などで問題となる、還元鉄の再酸

化性に関しては、井口、井上ら<sup>4)5)</sup>が、粉状還元鉄に対して、還元温度と再酸化性につき検討を行い、初期酸化は、ガス側の拡散過程が律則であり、後期酸化は、対数則に従うと報告しているほか、BROWN<sup>2)</sup>らは数ヶ月の暴露テストを FIOR ブリケットにつき行い、その耐候性は、実用上問題ないとしている報告があるが、ブリケットの性状が、耐再酸化性にどのような影響を及ぼすかは、まだ報告されていない。

本報告においては、約 3 t/d の流動還元ペイロットプラント<sup>6)</sup>により、ハマスレー赤鉄鉱を約 900°C で、加圧水素気流中で還元して得られた、還元鉄粉を用いて、冷間および熱間で、種々の成形圧力で、圧縮成形したブリケットの成形圧力、密度、圧潰強度、および再酸化性との間の関係につき検討を行つた。

## 2. 試 料

試料鉄鉱石としては、オーストラリア産ハマスレー赤

\* 昭和 51 年、52 年 4 月 本会講演大会にて発表 昭和 53 年 11 月 13 日受付 (Received Nov. 13, 1978)

\*\* 金属材料技術研究所 (National Research Institute for Metals, 2-3-12 Nakameguro Meguro-ku 153)

\*\*\* 金属材料技術研究所 工博 (National Research Institute for Metals)

Table 1. Chemical composition of Hamersley ore (%)

T.Fe	FeO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	P	S
65.07	0.64	3.42	2.04	0.056	0.008

Table 3. Chemical composition of reduced ore powder (%)

T.Fe	M.Fe	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	P	S
90.80	88.04	4.18	2.09	0.036	0.007

Table 2. Size distribution of reduced ore powder.

JIS mesh.	+16	16~24	24~32	32~60	60~80	80~100	100~115	-115
Wt (%)	0.61	32.16	18.76	27.40	7.41	5.38	2.71	5.57

Harmonic mean diameter = 0.395mm

鉄鉱を用いた。この鉱石の化学分析値は Table 1 に示す。

この鉄鉱石をローラーミルにて 16~115 mesh に粉碎、整粒し、これを内径 25.0 cm  $\phi$  の二段連続流動還元炉を用い、900°C, 7 kg/cm<sup>2</sup>G の加圧水素下で流動還元した。この還元鉱粉の還元率は、再酸化法<sup>7)</sup>による測定結果、97.17% であった。また、粒度分布は Table 2 に示すような平均径 0.039 cm のものである。なお、還元鉱粉の化学分析値は、Table 3 に示す。

### 3. 実験装置および方法

#### 3.1 ブリケットの成形装置および方法

ブリケットの成形方法としては、二段ロールによる製造とか、金型を用いるプレス成形など種々の方法があるが、本研究においては、寸法精度および正確な圧縮荷重の測定を考慮し金型による静圧成形法を採用した。

##### 3.1.1 冷間成形

冷間成形においては、前述の還元鉱粉 5 g を秤量し、金型ダイスを用いて、アムスラー試験機にて圧縮成形した。ブリケットの横断面積は 1 cm<sup>2</sup>、高さは、圧縮荷重が均等に加わるよう、直径の 1.5 倍以内、すなわち、1.1~1.4 cm の円柱状ブリケットとした。成形に際して、上、下ポンチにより圧縮が同時に加わるよう、フリーダイスの形で所定の圧力で加圧した。なお、金型およびポンチ材として SKD 4 を用いた。その形状は、Fig. 1 に示される。加圧時間は 1 min と一定にした。また、ブリケットの金型よりの抜けをよくするため潤滑剤として、ステアリン酸亜鉛のアルコール溶液を金型に塗布した。

##### 3.1.2 熱間成形

熱間成形においても冷間成形と同じく還元鉱粉 5 g を同一寸法の金型を用いて成形し、冷間成形の場合との比較検討を容易にした。加圧装置としては、35 t 油圧プレスを用いアンビル上に Fig. 2 のようなニクロム炉を置

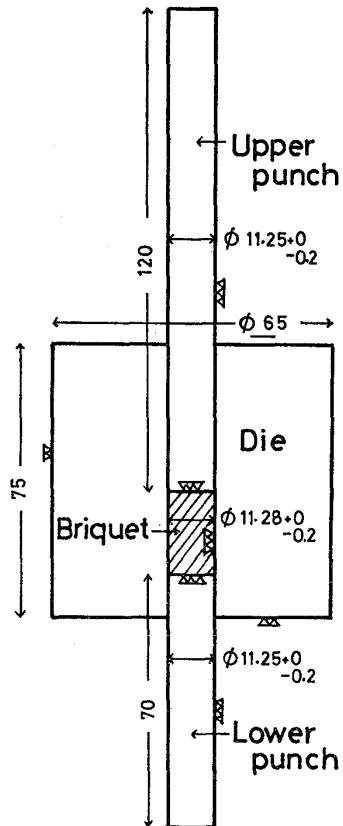


Fig. 1. Schematic diagram of die and punches.

き、炉中に金型をセットし上下面より N<sub>2</sub> ガスを流し、N<sub>2</sub> 霧囲気中で加熱し、金型成形面より 0.1 cm 外側に取り付けた熱電対が所定温度に達した後、還元鉱粉を所定量、汎斗で投入し、温度が回復した後、5 min 保持し、均一温度になった後、所定圧力で冷間成形の場合と同じく 1 min 保持し成形した。成形の際、金型がフリーとなるよう、金型をカオウール・ブランケット上にセットした。ブリケットは加圧後、金型下部に置かれた、円筒内に落され N<sub>2</sub> ガス中で常温まで冷却される。熱間成形においては、金型およびポンチ材質には十分な考慮が

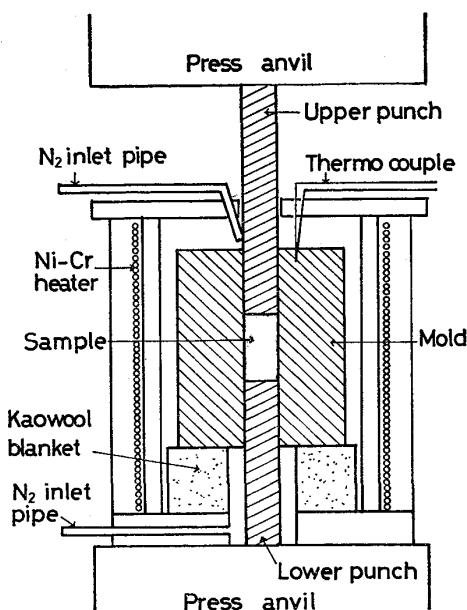


Fig. 2. Schematic cross section of hot pressing apparatus.

必要で、浅枝<sup>8)</sup>らは、黒鉛型およびポンチ材としてS816のCo合金を用いて、1150°Cで1t/cm<sup>2</sup>の成形圧力をかけているが、本実験では、実際に流動炉より取り出される温度に近い700°C以下での成形を目的とし、成形圧力は最高2t/cm<sup>2</sup>、圧縮時間も短いことを考慮して、金型およびポンチ材としてSKD4を用いた。金型およびポンチ材の寸法はFig. 1と同一寸法である。なお、塗型剤として鍛造用離型剤を使用した。

### 3.2 ブリケットの圧潰強度測定

ブリケットの強度測定としては、粉末冶金で行われるラトラ試験、または、実用的なタンブラー試験などの方法のように多量の試料を用いることが好ましいが、本実験においては、試料数が少ないため3～5個のブリケットの圧潰強度の平均値をとり比較した。

圧粉体の圧潰強度は、その成形時の圧縮方向と、それと直角な方向では著しく異なるので、最も弱い方向と考えられる成形時の圧縮方向に対して直角な方向のブリケット圧潰強度をアムスラー試験機にて測定した。

### 3.3 再酸化測定装置および方法

本来ブリケットの再酸化は室温に近い自然環境下で、その再酸化率を求めるべきものであるが、これには長時間を要し、また、空気中の湿度の相違や試験環境などの因子が大きく影響し、ばらつきが大きいため再現性のよい、一定酸素濃度の乾燥N<sub>2</sub>中で所定温度における再酸化率を求ることとした。

再酸化装置としては、Fig. 3のような装置を使用した。反応管は内径約3.4cm、長さ25cmの石英管で、

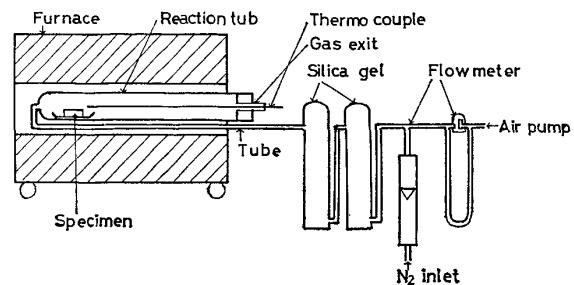


Fig. 3. Schematic diagram of reoxidizing apparatus.

下部に内径約0.8cmのガス導入管をもつてある。化学天秤で正確に秤量したブリケット1個を石英ポート上に乗せ反応管中に挿入し、N<sub>2</sub>ガスで十分置換した後、あらかじめ所定温度に加熱してあるシリコニット炉中に反応管を入れ、試料ブリケットに接した熱電対が所定温度に達した後に、所定酸素濃度ガスに切換え、所定時間再酸化させた後、反応管を炉より取り出すと同時にN<sub>2</sub>ガスに切換え、冷却し、室温となつた後、試料重量の酸化による増加を化学天秤で測定した。

この再酸化率としては、還元率が異なる試料においても、その再酸化の比較ができるよう、次式にしたがつて算出した。

$$\text{再酸化率}(\%) = \frac{c - b}{b - a} \times 100 \quad \dots \dots \dots (1)$$

$$\frac{(1 - eR)}{e}$$

R: 還元ブリケットの還元分率 (-)

a: 石英ポート重量 (g)

b: 石英ポート重量+還元ブリケット重量 (g)

c: 石英ポート重量+再酸化ブリケット重量 (g)

e: 酸化鉱1g中の酸素重量 (g)

次に、本実験においては、再酸化はトポケミカルに進行すること。また、3.1.1に述べたように横断面積1cm<sup>2</sup>の円柱状ブリケットを使用しているが、成形圧力によつてブリケット高さが変化するため、成形圧力の異なるブリケットの再酸化速度を比較する場合、表面積の相違を考慮する必要がある。

今、円柱状ブリケットの半径r<sub>0</sub>(cm)

ブリケット高さ 2αr<sub>0</sub>(cm)

t時間再酸化の未酸化部の半径r(cm)

とすれば、t時間再酸化後のブリケット高さは、2αr<sub>0</sub>-2(r<sub>0</sub>-r)となる。この時の再酸化率をO(-)とすれば(2)式で示される。

$$O = 1 - \frac{r^2(\alpha r_0 - r_0 + r)}{\alpha \cdot r_0^3} \quad \dots \dots \dots (2)$$

(r<sub>0</sub>-r)/r<sub>0</sub>=fとすれば(3)式を得る。

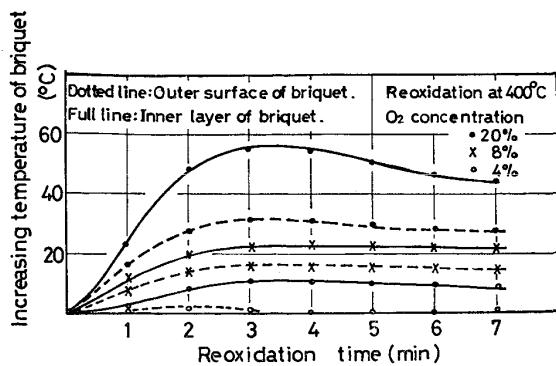


Fig. 4. Increasing temperature of briquet during reoxidizing at various oxygen concentrations. (Degree of reduction : 97.17%, Hamersley reduced powder)

$$O = 1 - \frac{(1-f)^2(\alpha-f)}{\alpha} \dots \dots \dots \quad (3)$$

(3)式は成形圧力の異なる円柱状プリケットの単位表面積当たりの反応割合と反応率との関係を示す。(3)式を用いて、成形圧力の異なるプリケットの $f$ を求め、 $f$ と再酸化時間 $t$ との関係を検討した。

次に、酸化反応は大きな発熱を伴う反応であるため、この再酸化温度を一定に保つことが必要である。このため、 $3\text{ t}/\text{cm}^2$  で冷間圧縮したブリケットの表面と表面より約  $0.2\text{ cm}$  内部の温度を測定し、再酸化によるブリケットの温度上昇をしらべた。実験条件としては、予備実験の結果、再酸化速度の最も大きいことが知れた  $400^\circ\text{C}$ 、 $\text{N}_2\text{-O}_2$  混合ガスで、流量  $500\text{ ml}/\text{min}$  で行つた。このガス流量は、 $500\text{ ml}/\text{min}$ 、 $1\,000\text{ ml}/\text{min}$  の混合ガス( $\text{N}_2\text{-O}_2$ )による予備実験の結果、再酸化速度に影響がないことが明らかとなつたので、本実験では  $500\text{ ml}/\text{min}$  とした。

この結果を Fig. 4 に示す。図から明らかなようにプリケット表面温度は内部温度より高く、再酸化が表面からおこることを示している。また、酸素濃度 20% では、プリケット表面温度は再酸化温度より、55°C、内部温度は約 30°C 高くなるが、酸素濃度 4% では表面温度は、再酸化温度より +10°C 以内、内部温度 +1~2°C 以内であることが明らかとなつた。これらの結果から、以後の実験では 4%O<sub>2</sub>, 96%N<sub>2</sub> 混合ガス、ガス流量 500ml/min で実験を行つた。

#### 4. 実験結果および考察

#### 4.1 ブリケットの密度と成形圧力の関係

一般的にブリッケティングの圧粉機構は、還元鉱粉表面の凝着と粒子同志の機械的なからみ合いによるものといわれている。この際、さらに、強い成形圧力を加えれば

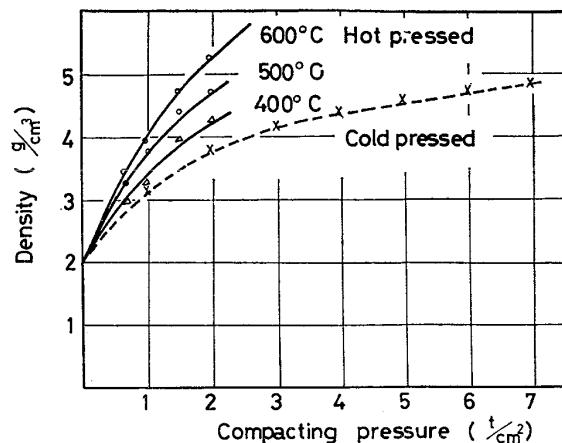


Fig. 5. Relation between density of briquets and compacting pressure at various pressing temperatures. (Degree of reduction : 97.17%, Hamersley reduced powder)

ば、すべり変化が生じ、強い凝着を生ずると同時に、粒子表面に不純物や酸化皮膜が存在しても、これらを破壊して強い凝着が生ずるとされている<sup>9)</sup>。

以上のことから、ブリケットの強度および密度を高めるには、成形圧力を増加させるのが第1であるが、成形圧力は、金型やポンチの材質により制約され、通常の冷間圧縮では  $10\sim15 \text{ t/cm}^2$  が限度である<sup>10)</sup>。また、熱間圧縮においても黒鉛型では  $1 \text{ t/cm}^2$  以下である<sup>8)</sup>。また、そのほか成形圧力の増大による金型への溶着、型摩耗の増大などが著しくなるなど問題点があり、適切な成形圧力によりブリケッティングを行わなければならない。

前述の試料の還元鉱粉を用いて、冷間および熱間成形を行つた結果、Fig. 5 に示すような結果が得られた。図中破線は冷間成形における成形圧力とプリケット密度との関係であるが、成形圧力の増加とともに、プリケット密度は大きくなり  $3 \text{ t/cm}^2$  約  $4.2 \text{ g/cm}^3$ 、 $5 \text{ t/cm}^2$  で  $4.5 \text{ g/cm}^3$  程度となつてゐるが、 $3 \text{ t/cm}^2$  以上の成形圧力では密度上昇は、ゆるやかな傾向を示した。

次に、さらに密度の大きい、圧潰強度の高いブリケットを得るために、熱間成形を行つた場合の結果は、図中に実線で示されている。図に見られるように熱間成形では成形温度の上昇とともに密度上昇に及ぼす成形圧力の影響は大きく、冷間成形では $7 \text{ t/cm}^2$ で密度 $5 \text{ g/cm}^3$ 程度であるのに対し、熱間成形では成形温度、 $600^\circ\text{C}$ では $2 \text{ t/cm}^2$ で $5 \text{ g/cm}^3$ 以上の密度のブリケットが容易に得られることが知れる。

## 4.2 ブリケットの圧潰強度

プリケットの圧潰強度は成形圧力により大きく影響されるものであるが、そのほかに粒子の性状、特に塑性変形の難易、形状、粒度分布など、個々の粒子の特性によ

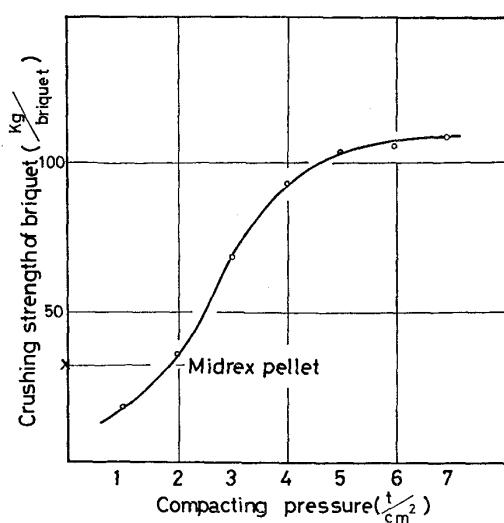


Fig. 6. Effect of compacting pressure on crushing strength of cold briquets. (Degree of reduction : 97.17%, Hamersley reduced powder)

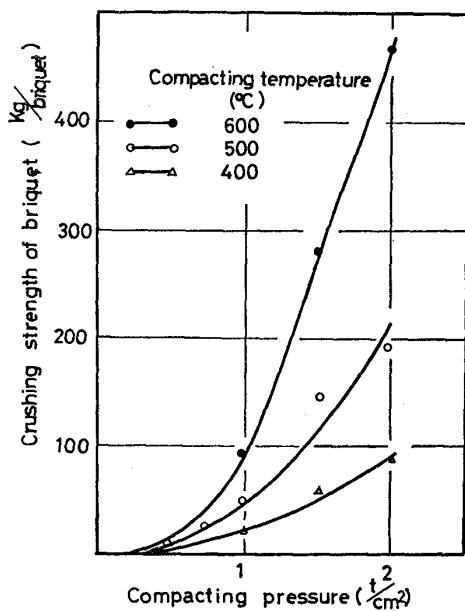
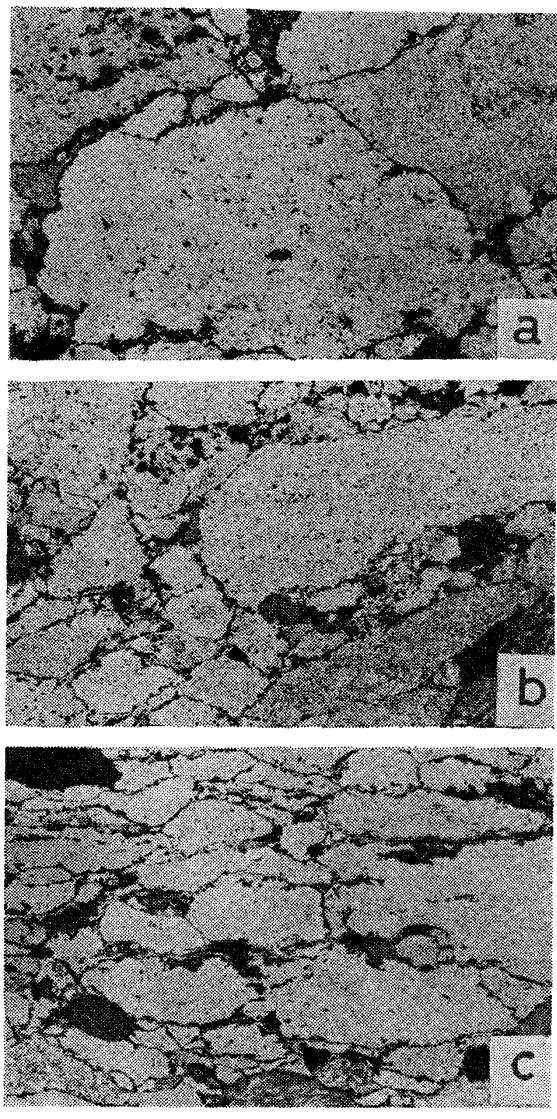


Fig. 7. Effect of compacting pressure on crushing strength of hot briquets. (Degree of reduction : 97.17%, Hamersley reduced powder)

り大きく変化するが、ここでは塑性変形の影響をみるために、同一性状の還元鉱粉を用いて、熱間成形と冷間成形を行い、ブリケットの圧潰強度の測定を行つた。

まず、冷間成形したブリケットの圧潰強度は Fig. 6 のように、5  $t/cm^2$  の成形圧力までは、比較的に成形圧力とともに強度も上昇するが、5  $t/cm^2$  以上になるとブリケットの圧潰強度の増加は少なくなる。また、図中に実用ペレットである midrex ペレットの強度も示してあるが、約 32 kg/pellet であり、ブリケットの冷間成形



a) Compacting pressure at 1  $t/cm^2$ .  $\times 70$  (6/7)  
 b) Compacting pressure at 1.5  $t/cm^2$ .  
 c) Compacting pressure at 2  $t/cm^2$ .

Photo. 1. Effect of compacting pressure on deformation of ore particles at 600°C hot pressing.

では 2  $t/cm^2$  の成形圧力に相当しており、かなり弱いものであつた。

これに対し、熱間成形した場合のブリケットの圧潰強度は Fig. 7 のように成形温度の上昇につれ、急速に強くなることが知れる。熱間成形の場合は、冷間の場合より低い成形圧力で高い強度のブリケットが得られる。

600°C で、熱間成形したブリケットの鉱石粒子の圧縮状態の顕微鏡写真を Photo. 1 に示す。この写真はブリケットの縦断面を示しており、圧力の増加とともに、粒子も細かく、また変形量も大きくなつていくようすが見られる。

以上は、還元率が 97.17% の還元鉱の場合のブリケット圧潰強度であるが、圧潰強度に及ぼす還元率の影響

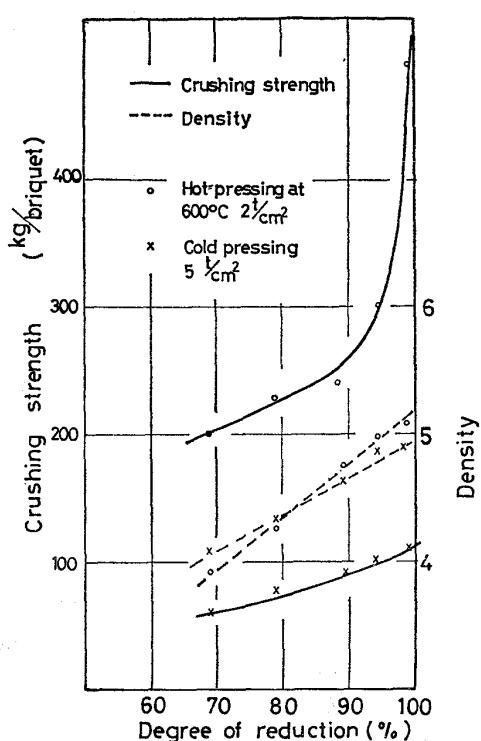


Fig. 8. Effect of degree of reduction on crushing strength and density of briquets. Hamersley reduced powder.

を、密度がほぼ等しくなるようなブリケットの成形条件、すなわち、冷間成形  $5 \text{ t}/\text{cm}^2$  と熱間成形  $600^\circ\text{C}$ ,  $2 \text{ t}/\text{cm}^2$  の場合につき比較した結果を Fig. 8 に示す。冷間成形では圧潰強度は、還元鉱の還元率の増加とほぼ比例して増加しているのに対し、熱間成形では還元率が90%以上より急激に上昇することが知れる。これは還元率の向上により粒子の金属鉄部分が増加し、低い還元率粒子の塑性変形に対し、抵抗となつていていた部分が小さくなり、金属鉄粒子の塑性変形が十分に行われたためと考えられる。このことから高還元率鉱の利用がブリケット圧潰強度上昇に非常に有効であることが知れる。図中には、還元率のブリケット密度への影響も破線で示しているが、ほぼ直線的関係にあり、熱間成形では成形圧力が  $2 \text{ t}/\text{cm}^2$  と低いにもかかわらず、還元率約 80% 以上では、密度は冷間成形より高くなっている。

#### 4・3 ブリケットの再酸化挙動

3・3において述べたように、ブリケットの再酸化性は自然環境下で、比較検討することが好ましいが、このような実験においては再酸化挙動を適切につかむことは、困難であるため、再酸化挙動を適確に把握でき、しかも、再現性のよい再酸化試験方法として、本実験においては  $200^\circ\text{C} \sim 800^\circ\text{C}$  における低酸素濃度の乾燥  $\text{N}_2-\text{O}_2$  混合ガスによる再酸化を行つた。

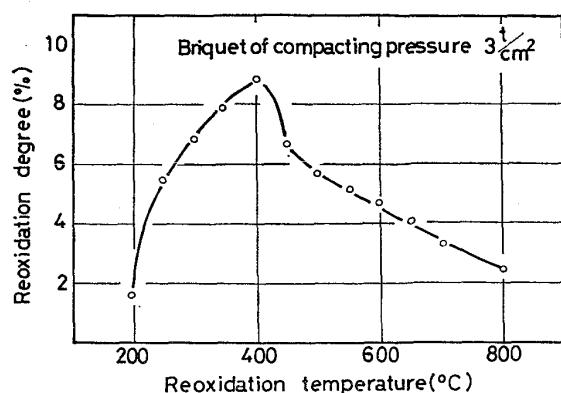


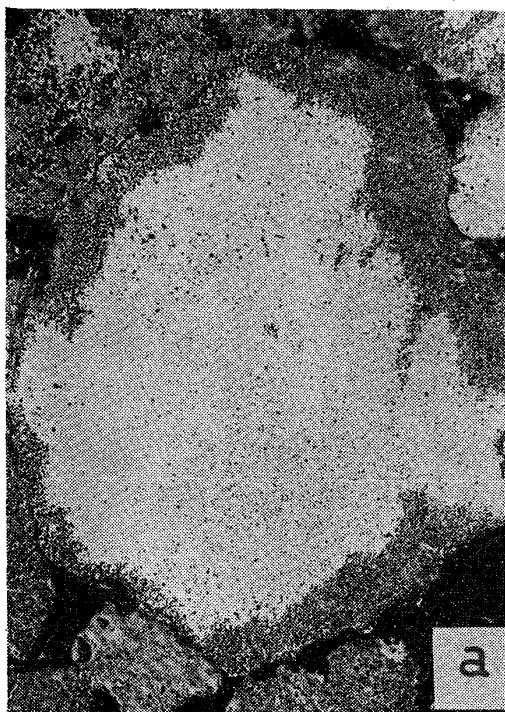
Fig. 9. Effect of reoxidation temperature on reoxidation degree of cold briquets. (Degree of reduction: 97.17%, Hamersley reduced powder)

#### 4・3・1 冷間成形ブリケットの再酸化

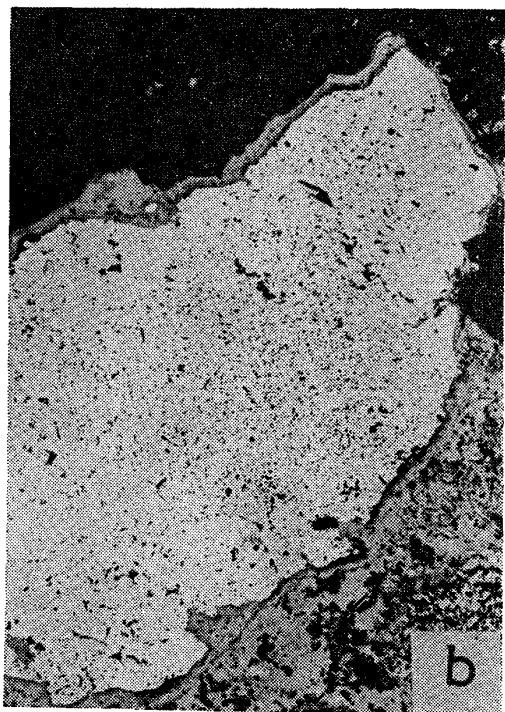
冷間成形で圧縮圧力  $3 \text{ t}/\text{cm}^2$  のブリケットを  $\text{O}_2 4\%$ ,  $\text{N}_2 96\%$  の雰囲気中で  $200^\circ\text{C}$  より  $800^\circ\text{C}$  まで再酸化温度を変化させた場合の、1 h 後の再酸化率を示すと Fig. 9 のようになる。この図から再酸化温度  $400^\circ\text{C}$  で再酸化率は極大値をとり、この温度より高くても低くても再酸化率は低下することが明らかとなつた。このように再酸化率に極大値が存在することは井口、井上ら<sup>4)</sup>、および笠岡ら<sup>11)</sup>の還元鉄粉の再酸化についての報告でも認められている。

一般に鋼材の空気中における酸化においては酸化温度の上昇とともに酸化は大となるのが普通であるが、このように特定の温度 ( $400^\circ\text{C}$ ) で再酸化率が極大値が生ずることは、恐らく粉体、あるいは、これを用いたブリケットの気孔率や表面積が再酸化中に再酸化温度によつて変化するものと考えられる。この原因を知るために、 $400^\circ\text{C}$  および  $600^\circ\text{C}$  で再酸化した、ほぼ同一再酸化率(約 10%)の試料の顕微鏡写真を Photo. 2 に示す。

$400^\circ\text{C}$  再酸化の場合は、局部的に粒子内部まで酸化が比較的深く進行しており、粒子の表面は特に緻密な酸化膜で覆われていないのに対し、 $600^\circ\text{C}$  の場合はX線回折の結果粒子の全表面が  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  および薄い緻密な  $\text{FeO}$  層で覆われ、本間<sup>12)</sup>が示しているように粘性の高い  $\text{FeO}$  により、酸化層の緻密性が増しその粒子内部が保護されるような状態となつていることがわかつた。また、これらの現象を再酸化温度と再酸化速度との関係から検討するため、再酸化の過程において再酸化温度を  $400^\circ\text{C}$  と  $600^\circ\text{C}$  に変化させて実験を行つた。この結果を Fig. 10 に示す。使用したブリケットは  $3 \text{ t}/\text{cm}^2$  の成形圧力のもので、まず、再酸化温度  $400^\circ\text{C}$  で 60 min,  $\text{O}_2 4\%$ ,  $\text{N}_2 96\%$  の再酸化気流中で再酸化した後に、再酸化温度



a



b

a) Reoxidation with O<sub>2</sub> 4% - N<sub>2</sub> 96% mixed gas at 400°C. × 100(11/12)  
b) Reoxidation with O<sub>2</sub> 4% - N<sub>2</sub> 96% mixed gas at 600°C.

Photo. 2. Microphotographs of reoxidized ore particles.

を 600°C に上昇させ同一組成の気流中で再酸化を行つた場合が図中の①に示す再酸化曲線である。図に見られるように再酸化温度の変化の影響は再酸化曲線には、ほとんど見られず再酸化温度 400°C の再酸化曲線とほぼ同一となり、再酸化速度に大きな変化は認められなかつた。次に、再酸化温度 600°C で 60 min 再酸化した後、

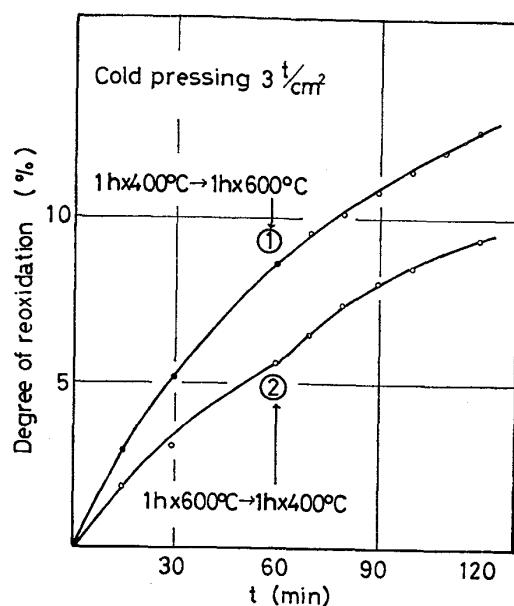


Fig. 10. Effect of heating patterns on reoxidation curves.

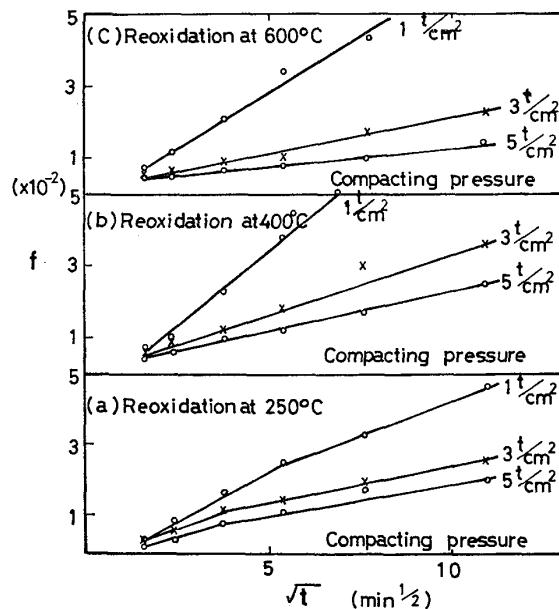


Fig. 11. Relation between square root of reoxidizing time and thickness of reoxidized film of cold pressing briquets.

再酸化温度を 400°C に低下させ、その後同一組成気流中で再酸化を行つた結果を図中の②に示す。この場合は 400°C に再酸化温度を変化すると再酸化速度は増加した。このことは、帽山ら<sup>13)</sup>が示しているように 400°C 附近では FeO の分解がおこり 600°C の再酸化により生成した粒子表面の FeO 層が分解し表面の保護作用がなくなつたものと考えられる。

次に、冷間で、1~5 t/cm<sup>2</sup> の成形圧力で成形した各ブリケットを 250°C, 400°C, 600°C の再酸化温度で、

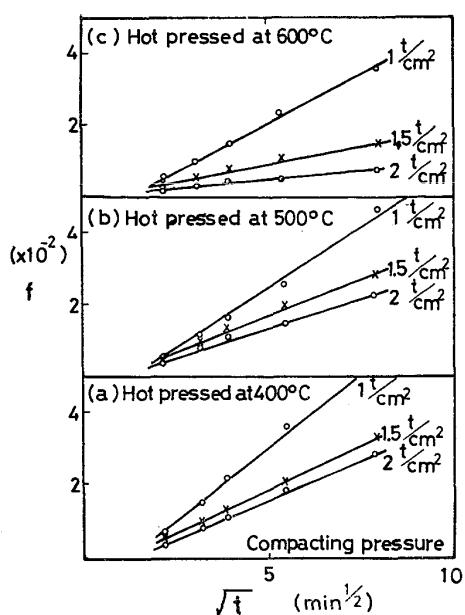


Fig. 12. Relation between square root of reoxidizing time and thickness of reoxidized film of hot pressing briquets.

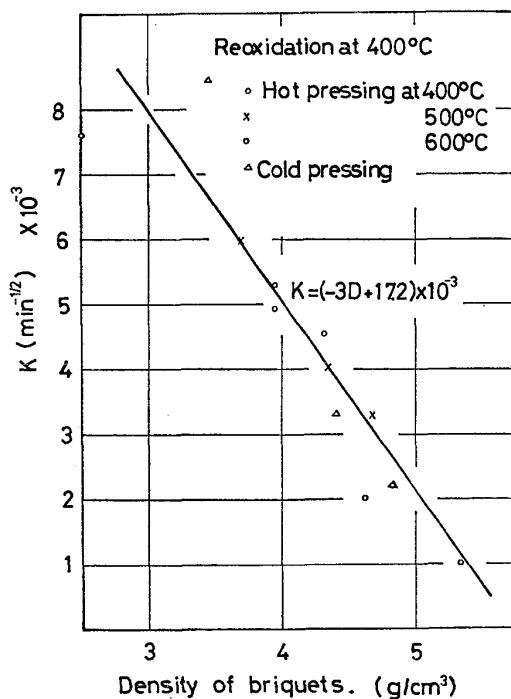


Fig. 13. Relation between rate constant of reoxidation and density of briquets. (Degree of reduction : 97.17%, Hamersley reduced powder)

$\text{O}_2 4\%$ ,  $\text{N}_2 96\%$  の気流中で再酸化し、ブリケットの酸化膜厚さ  $f$  と再酸化時間の  $\sqrt{t}$  との関係を示すと、Fig. 11a, b, c の関係が得られ、ほぼ直線的関係が認められ、反応速度は放物線則に従うものと考えられる。250°C の場合は、再酸化速度が途中で低下する現象が見られた。

いずれの再酸化温度においても、成形圧力の増加とともに再酸化速度は低下することが知れる。

#### 4・3・2 熱間成形ブリケットの再酸化

冷間成形ブリケットの再酸化において、400°C の再酸化温度で再酸化速度が最大であることが明らかとなつたので、熱間成形ブリケットの再酸化温度として、この再酸化の著しい400°C で冷間成形の場合と同一再酸化ガス組成で再酸化実験を行つた。

成形温度としては、400°C, 500°C, 600°C とした。これら再酸化結果を Fig. 12 a, b, c に示す。各図とも  $f$  は再酸化時間の  $\sqrt{t}$  に対して直線性が認められ、放物線則に従うことが知れる。これらの直線の勾配より、この再酸化速度定数 ( $K$ ) を求め、ブリケット密度との関係を示すと、Fig. 13 のごとく、 $K = (-3D + 17.2) \times 10^{-3}$  のほぼ直線関係が得られ、再酸化速度がブリケットの緻密性に比例することが知れる。図中には冷間成形  $3 \text{ t}/\text{cm}^2$ , 400°C 再酸化温度のブリケットの場合も示してあるが、冷間成形、熱間成形に関係なく、再酸化速度はブリケット密度に比例することがわかつた。また、この図から  $D = 5.7$  (理論密度約 7.4) で再酸化はほとんどしなくなることも推察される。また、FIOR ブリケットの密度は約 5.0<sup>14</sup> であり、その耐酸化性が、きわめて良好であるといわれているが、この図からもその理由は明らかである。

#### 4・4 焼結によるブリケット密度の上昇効果について

ブリケット密度上昇が再酸化防止に有効な手段であることが明らかとなつたが、焼結による密度上昇の効果を知るため、ほぼ初期密度が等しい、熱間 600°C, 1.5  $\text{t}/\text{cm}^2$  成形ブリケットと冷間成形  $3 \text{ t}/\text{cm}^2$  のブリケットを用いて、850°C, 950°C, 1100°C の温度で各 4 h,  $\text{N}_2$  気流中で焼結を行つた結果を Fig. 14 に示す。図によると、850°C ではほとんど密度変化なく、950°C でわずかに上昇を示し、1100°C で約 8% の密度上昇が得られたが、一般に冷間成形したブリケットの方が密度上昇が

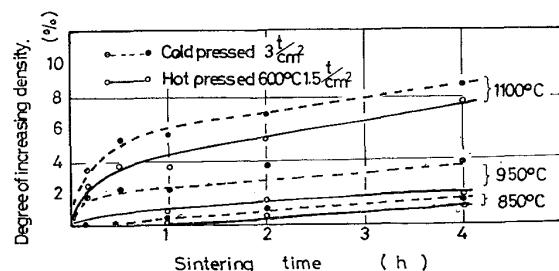


Fig. 14. Effect of sintering time on degree of increasing density of briquets at various temperatures. (Degree of reduction : 97.17%, Hamersley reduced powder)

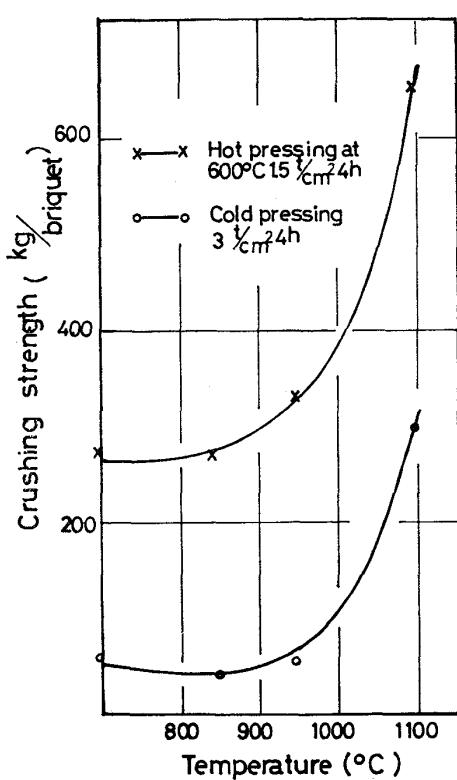


Fig. 15. Effect of sintering temperatures on crushing strength of briquets. (Degree of reduction: 97.17%, Hamersley reduced powder)

やや高く、熱間成形ブリケットでは、すでに塑性変形により高密度化に達しているため密度上昇が低かつた。

Fig. 15 は、これら焼結したブリケットの圧潰強度であるが、焼結温度 950°C 以上において、ブリケット強度は急速に増大した。

以上の結果、ブリケットの焼結法による密度、強度の上昇は高温と時間を要するため有効でなかつた。

## 5. 結 言

流動還元パイロット・プラントでハマスレー赤鉄鉱を 900°C で水素気流中で 7 kg/cm²G の加圧下で還元して得られた還元鉱粉を用いて、冷間および熱間成形して、ブリケットを作り、ブリケット製造条件として、成形圧力および還元率を変化した場合のブリケット密度および圧潰強度への影響、および再酸化挙動等につき検討した

結果、次のことが明らかとなつた。

- (1) 還元鉱粉の還元率はブリケットの強度および密度上昇の点より 90% 以上のものを使用することが望ましい。
- (2) ブリケットの再酸化温度に再酸化速度が極大となるところが存在する。
- (3) 熱間成形は、ブリケットの密度上昇および再酸化を減少するために有効な手段である。
- (4) 再酸化速度は冷間成形および熱間成形の場合でも放物線則に従い、密度の増大に比例して減少する。
- (5) 热間成形ブリケットでは焼結による密度上昇はあまり望めない。

## 文 献

- 1) T. F. REED, J. C. AGARWAL, and E. H. SHIPLEY: J. Metals, 12 (1960) 4, p. 317
- 2) J. W. BROWN, D. L. CAMPBELL, A. L. SAXTON, and J. W. CARR, Jr: J. Metals 18 (1966) 2, p. 237
- 3) H.-D. PANTKE and G. H. LANGE: Ironmaking Proceedings, 36(1977), p. 422
- 4) 井口義章, 井上道雄: 鉄と鋼, 56 (1970) 5, p. 507
- 5) 井口義章, 井上道雄: 鉄と鋼, 56 (1970) 6, p. 671
- 6) 森中 功, 神谷昂司, 櫻谷和之, 北原宜泰, 尾澤正也, 田中 稔: 鉄と鋼, 65 (1979) 2, p. 185
- 7) 尾澤正也, 千葉 実, 田中 稔: 鉄と鋼, 53 (1967) 7, p. 849
- 8) 浅枝敏夫, 吉川昌範, 神崎修三: 精密機械, 41 (1975) 10, p. 1001
- 9) 粉末冶金技術協会編: 粉末冶金総説, 焼結機構, (1964), p. 31 [日刊工業新聞社]
- 10) 日本鉄鋼協会, 日本金属学会編: 鉄鋼材料便覧, p. 375 [丸善]
- 11) 笠岡成光, 村田義夫: 工業化学雑誌, 64 (1961) 6, p. 978
- 12) 本間禎一: 防食技術, 25 (1976) 4, p. 251
- 13) 梶山正孝: 金属材料の加熱と酸化, (1955), p. 61 [誠文堂新光社]
- 14) R. J. OEHLMER, D. C. VIOLETTA, W. H. TUTTLE: Technical Paper for Presentation to Instituto Latino Americano del Fierro y el Acero. Porto Alegre. Brazil. May 5 (1975)