#### 資源利用プロセス学分野 / 資源分離・処理プロセス学分野

**Process Engineering for Advanced Resources Utilization** / Resource Processing and Recovery Engineering

# 資源の高度利用・環境保全のためのプロセス研究

**Process Engineering Research for Advanced Resource Utilization** and Environmental Conservation



教授 葛西 栄輝 Eiki Kasai

本研究室では、社会的インパクトが大きい基幹素材の製造やリサイクルプロセスに対して、高効率化と低環境負荷化を同時達成可能な革新的 技術原理の探索を目的としている。特に高温反応が関与する製銑プロセス (Fig.1) において、基礎から実機レベルに至る幅広いテーマについて 研究を推進している。例えば、低品位化、劣質化する製鉄原料への対応技術や、製鉄プロセスのカーボンニュートラル化およびゼロカーボン化 に関する研究を行っている。さらに、多孔質鉄材料の酸化還元反応を用いた水素製造や自己治癒セラミックス等に関する研究開発も行っている。

The laboratory aims to develop innovative technological principles leading to simultaneous achievements of higher process efficiency and lower environmental load in the manufacturing and recycling processes of base materials, which will have a significant influence on our future society. The laboratory investigates a wide range of research from fundamental to practical levels of the ironmaking process (Fig.1), such as efficient utilization of low-grade iron ore resources and carbon-neutral and zero-carbon ironmaking technologies. Further, the laboratory performed research and development related to self-healing ceramics and the fabrication of hydrogen by redox reaction using porous iron materials.

# 次世代水素富化高炉におけるペレットの 低温還元粉化挙動の解明

鉄鋼業は日本全体の CO2 排出量の約14% を占める。なかでも高 炉は CO<sub>2</sub> 排出量が最も多く、その削減が与える影響は大きい。その ため、水素ガスを還元材として利用する革新的な技術開発が進めら れている。水素濃度の上昇による高炉操業上の懸念の一つとして、 低温還元粉化現象の助長が考えられる。低温還元粉化は、400~ 700℃の低温領域において鉱石の還元によりき裂が生じ、高炉内の 衝撃や荷重により粉化する現象である。本年は、ペレットの還元粉 化挙動に及ぼすガス組成の影響を調査し、粉化機構を明らかにする ことを目的とした。

ペレットの還元は、Fig.2 に示す装置内に設置し、 $500^{\circ}$ C, 60 min の条件で行った。還元ガス組成は N<sub>2</sub>-20% CO-20% CO<sub>2</sub> (0%H<sub>2</sub>) および N<sub>2</sub>-12% CO-8% H<sub>2</sub>-17.7% CO<sub>2</sub>-2.3% H<sub>2</sub>O (8% H<sub>2</sub>) の2 条 件とした。 還元試料は転動ドラム内で30min 回転した後、篩分する ことにより、粒度分布を求めた。

Fig.3 に実験試料の粒度分布を示す。両条件ともに 8.0 mm 以 上の粗粒と 0.5 mm 以下の微粉の割合が高いが、8%H<sub>2</sub> 条件が 0%H<sub>2</sub>よりも還元粉化が進行することが分かる。前者の条件で還 元したペレットの表面付近には、多くの微細き裂の発生が認められ、 このことが還元粉化進行の要因になったものと考えられる。

### **Investigation of Low Temperature Reduction** Disintegration Behaviors of Iron Ore Pellet in a Next-generation High-hydrogen Blast Furnace

The iron and steel industry accounts for about 14% of the total CO<sub>2</sub> emissions of Japan. The emissions from blast furnaces are especially large, and therefore, reducing emissions is an urgent issue. Therefore, innovative technologies utilizing hydrogen gas as a major reductant are being developed. One of the concerns regarding blast furnace operations caused by the increase in hydrogen concentration is that "low-temperature reduction disintegration" phenomena become remarkable. Lowtemperature reduction disintegration occurs between 400 and 700°C by crack formation due to reduction of hematite to magnetite, and fine particles are generated by the impact and load in the blast furnace. In this year, we have examined the behaviors of iron ore pellet under simulated blast furnace conditions with high hydrogen gas concentration.

Pellet samples were put in the experimental apparatus shown in Fig.2, and reduced at 500 °C for 60 min. The gas composition is N2-20%CO- $20\%CO_2$  (0%H<sub>2</sub>) or N<sub>2</sub>-12%CO-8%H<sub>2</sub>-17.7%CO<sub>2</sub>-2.3%H<sub>2</sub>O (8%H<sub>2</sub>). Disintegration test was conducted for the reduced samples by using tumbling drum for 30 min, and then the samples were sieved to obtain their particle size distribution.

Fig.3 shows particle size distribution of the samples after the disintegration test. In both conditions, the weight ratios of coarse grains larger than 8.0 mm and fine grains smaller than 0.5 mm are high,

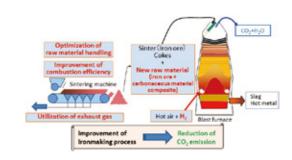


Fig.1 Strategy to reduce CO2 emissions from the ironmaking processes.

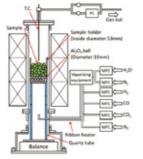


Fig.2 Schematic diagram for reduction experiment apparatus.

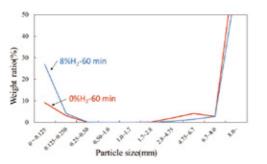


Fig.3 Particle size distribution of the pellet sample after reduction disintegration test.



准教授 村上太一 Associate Professo Taichi Murakami



助教 丸岡 大佑 Assistant Professo Daisuke Maruoka

# パックセメンテーション法を用いたアルミナイジン グによる耐高温酸化性鉄基蓄熱体の開発

化石燃料由来の CO<sub>2</sub> 排出量削減のため、一貫製鉄所などの大規 模工場から排出される未利用排熱を利用した新規バイオマス炭化改 質プロセスを提案し、要素技術について検討を行っている。

排熱は金属球蓄熱体との熱交換により回収し、バイオマスと共に 金属球を回転炉に装入することにより、炭化と粉砕が同時に進行す る。蓄熱体としては、蓄熱容量、強度および耐熱性などから、磁気 変態点での潜熱利用が期待できる Fe-Mn-C 系合金が有望である が、耐酸化性は十分とは言えない。AI 添加はこの合金系の耐酸化 性向上に有効であるが、合金組成の変化は潜熱量の減少をもたらす 可能性がある。そこで Fig.4 に示すようなパックセメンテーション 法により、AICI3 ガスを使用して合金表面へ AI を拡散浸透 (アルミ ナイジング) させる手法を検討している。本年は Fe-Mn-C 合金の アルミナイジングによる高温耐酸化性に対するアルミナイジング条 件の影響について検討した。

Fe-Mn-C 合金試料を98mass%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-1%NH<sub>3</sub>Cl-1%Al 混合 粉末とともにアルミナるつぼ内に密封し、還元性雰囲気中、700-900℃、3-12 h のアルミナイジング処理を行った。その後、得られ た試料を1000℃、大気条件で熱処理した。Fig.5 に示すように、 800 及び 900℃のアルミナイジングにより極めて良好な耐高温酸化 性が得られた。アルミナイジング処理後の試料断面観察 (Fig.6) に おいて、700°C.12hでは観察されないが、900°C.6hの条件では FeAl₂ 層が認められる。900°C.6h の条件でアルミナイジング処理 した試料において、1000°Cの熱処理後に厚さ 200μm 程度の緻密 な Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 層が観察され、これが酸素の拡散を抑制したものと考えら れる。現在は、蓄熱性と耐高温酸化性の両立を目指した合金の開発 を進めている。

although the reduction disintegration proceeded further under the condition of 8%H<sub>2</sub> than it did under that of 0%H<sub>2</sub>. Formation of many fine cracks was observed at the vicinity of the surface to be reduced under the former condition, and it seems to cause its significant reduction disintegration.

# Development of High-Temperature, Oxidation-Resistant, Iron-Based Heat Storage Materials by Aluminizing Using the Pack Cementation Method

To reduce CO<sub>2</sub> emissions from fossil fuels, an innovative carbonization/ reformation process of utilizing biomass waste heat discharged by largescale factories has been proposed and its elemental technologies were

Waste heat is recovered by heat exchange using metallic balls of heat storage material (HSM). They are charged into a rotary furnace with biomass and then simultaneous carbonization and pulverization of biomass proceeds. Fe-Mn-C is a promising alloy system as HSM, considering its strength and heat storage properties, because utilization of the latent heat of magnetic transformation can be expected. However, its oxidation resistance is not sufficient. Therefore, the treatment of diffusion penetration (aluminizing) of Al into the alloy surface using AlCl<sub>3</sub> gas by a pack cementation method as shown in Fig.4 is proposed. In this year, the effect of aluminizing conditions on the high-temperature oxidation resistance of Fe-Mn-C alloys has been examined.

Fe-Mn-C alloy samples were charged with powder mixture of 98mass%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-1%NH<sub>4</sub>Cl-1%Al into a sealed alumina crucible, and aluminizing treatment was performed in a reducing atmosphere ranging from 700 to 900°C for 3-12 h. Obtained samples were heat-treated at 1000°C in air. Extremely good high-temperature oxidation resistance is obtained by samples aluminized at 800 and 900°C as shown in Fig.5. In the cross-sectional observation of the sample after aluminizing treatment, as shown in Fig. 6, the FeAl<sub>2</sub> layer is observed at 900°C for 6 h, whereas it is not observed at 700°C for 12 h. In the sample aluminized at 900°C for 6 h, the formation of a dense Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> layer 200-μm thick is observed after heat treatment at 1000°C and the dense Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> layer suppresses the diffusion of oxygen. Currently, we continue to develop the alloys that combine both high heat storage property and high-temperature oxidation resistance.

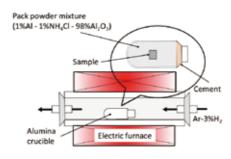


Fig.4 Schematic illustration of aluminizing applying pack cementation method.

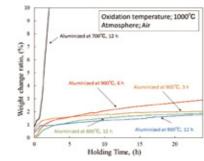


Fig.5 TG profiles of samples after ing under different conditions

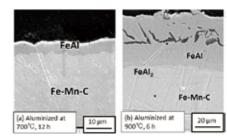


Fig.6 Cross sectional SEM images of samples after aluminizing at (a) 700°C for 12 h and (b) 900°C for 6 h.

38 Coexistence Activity Report 2022