

窒化物セラミックスを使った酸化鉄還元反応その場観察

In-situ analysis of iron-oxide-reduction with nitride ceramics

物材機構¹、日本電子² °石川 信博¹、三井 正¹、木村 隆²、竹口 雅樹¹、三石 和貴¹

NIMS¹, JEOL Ltd².

°Nobuhiro Ishikawa¹, Tadashi Mitsui¹, Takashi Kimura², Masaki Taleguchi¹ and Kazutaka Mitsuishi¹

E-mail: ISHIKAWA.Nobuhiro@nims.go.jp

【目的】現在の製鉄法の主流である高炉製鉄は鉄鉱石の還元剤に石炭を使うため日本の CO₂ 総排出量の 10%以上を鉄鋼業界が占めている。一方で 2050 年までの CO₂ 実質排出ゼロが必要となり、革新的な製鉄法の開発が求められている。筆者らは炭素を含まない窒化物セラミックスが鉄鉱石の主成分である酸化鉄を容易に還元することを見いだした。Fig.1 は直径 10mm の窒化ホウ素 (BN) ロッド上にヘマタイト (Fe₂O₃) を乗せたもので a) は加熱前、b) は Ar 雰囲気中 1375°C で約 1 時間保持したものを断面分析用に樹脂包埋したものである。この写真のように Fe₂O₃ は金属に変化し、EPMA 分析により鉄になったことを確認した。実際おおむね 1150°C 以上に加熱すればいくらかでも鉄はできるが、バルクでは鉄の生成過程を見ることができないので TEM 内その場観察で鉄生成の再現を試みた結果を報告する。

【方法】その場観察用には BN を Fe₂O₃ 上に膜付けした試料から断面観察用の TEM 試料を FIB ピックアップ法で作製し、Protochip 社製 Fusion500 ホルダーを使って JEM2100F 内で加熱その場観察を行った。

【結果】Fig. 2 は BN を膜付けした試料を 750°C で約 30 分保持した TEM 写真である。このように BN 内に丸い析出物がいくつか発生し、これが EDS により鉄であることを確認した。また Fe₂O₃ から直接鉄が析出することではなく、析出は全て BN 内部から起こり、鉄の析出には BN への鉄原子の拡散が必要なことが判明した。鉄の成長過程は VTR にも収めたのでより詳細な解析結果を報告する。また窒化ケイ素 (Si₃N₄) を使っても類似の反応が認められた。

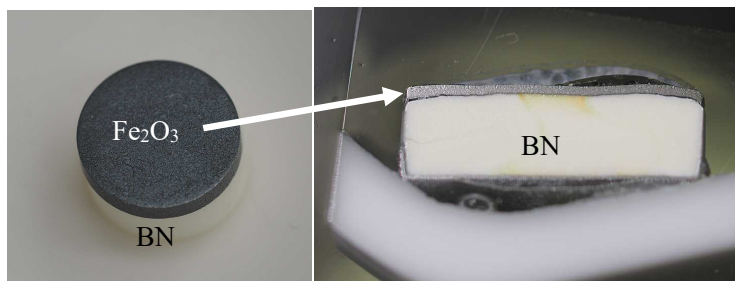


Fig.1 Change of Stacked hematite and boron-nitride kept at 1375°C for 1h. a) before heating, b) cross-section-specimen after heating.

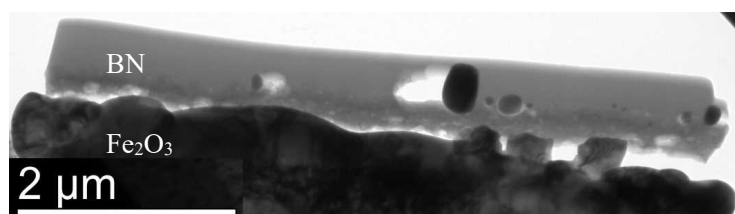


Fig.2 TEM micrograph of precipitated Fe in coated BN on hematite after 750°C for 1h.