室蘭工業大学
学術資源アーカイブ
Muroran Institute of Technology Academic Resources Archive

高圧製団,高温還元焼成併用による粉鉄鉱より高還元度ブリケットの製造に関する研究(第3報) : 砂鉄を原料とした還元焼成ブリケットの組織および耐圧強度に関する考察

メタデータ	言語: Japanese 出版者: 室蘭工業大学 公開日: 2014-06-02 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 田中, 章彦, 片山, 博, 田中, 弘史 メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/10258/3229

高圧製団，高温還元焼成併用による粉鉄鉱より高還元度ブリケットの製造に関する研究 (第3報)

砂鉄を原料とした還元焼成ブリケットの組織および耐圧強度に関する考察

田中章彦・片山　博・田中弘史*

Studies on Production of Highly-reduced Briquettes from Powdered Iron Ore by Means of High-pressure Briquetting following High-temperature Reducing Firing in Succession (3)

Some Considerations on Microscopic Structure and Compressive Strength of Reduced Briquettes from Magnetic Iron Sand.

Akihiko Tanaka, Hiroshi Katayama
and Hiroshi Tanaka

Abstract

The microscopic structure and compressive strength of the briquettes produced by means of high-pressure briquetting and high-temperature reducing firing as described in the previous two reports are examined and considered. The main results obtained are as follows: –

(1) When the briquettes from magnetic iron sand and bituminous coal are fired at above 1250°C., magnetite is reduced into ferrite (austenite) through wüstite very rapidly. Ferrite particles formed in such a way are fused and cohered to one another, and form highly strengthened structure.

(2) Rock-forming materials in magnetic iron sand, ash in coal and fine iron oxide powder are fused partially at high temperature, and form glass. This glass fills the cavities after carbon was consumed.

(3) Reducing reaction begins on the surface of the briquette and proceeds toward its inner part. Reduced layer formed in such a way is dense and prevents the gas formed by reducing reaction from releasing. As the result, the reducing reaction in the inner part is delayed and causes cracks and cavities to form.

(4) The main factors governing the strength of the briquettes are the degree of reduction, fusing and coherence of ferrite formed, presence of cracks and cavities, quantities of residual carbon, firing shrinkage, etc. When bituminous coal is added by about 20 pct., the strength of briquettes has a correlation with the degree of reduction in most cases, while in other percentages of coal added it is influenced by other factors complicatedly, indicates no fixed value.

* 北海道室蘭工業高等学校金属工業科

I. 緒 言

第1, 2報[1,2]において，砂鉄に微粉炭および少量のピッチを配合し，これを高圧粉体団鉱によって圧縮成形して得られた生ブリケットを高温還元焼成することにより，きわめて高還元度，高強度の鉄鋼原料に適する還元ブリケットが得られることを報告した。すなわち，第1報においては原料条件を一定にし，3種の配合比のものについて製団焼成する場合，焼成ブリケットの品質主として還元度におよぼす焼成条件の影響をとりあつかい，さらに第2報においては第1報で得た最適の焼成条件を基礎として，原料の品質粒度が還元ブリケットの品質にいかなる影響をおよぼすかを検討し，2報あわせて高還元ブリケットを得るための原料条件，焼成条件の大略を確立することができた。

この間に，必要な顕微鏡試験，X線回折，耐圧強度の測定も行ない，その結果の一部は第1報，第2報の中で簡単にふれてきたが，上述の高圧粉体製団，高温還元焼成過程は従来のガス還元法，炭素内蔵ペレットの焼成法などの還元進行過程といくぶんその機構を異にする点もあり，ここで再整理しこの方法の還元進行機構について考察を加えることとした。またあらたに新しいいくつかの実験を加え，耐圧強度についての考察を付加した。

したがって，本報告における供試砂鉄，石炭，ピッチの成分，粒度はすべて第1, 2報のものと同一であり，これらの配合，団鉱，焼成法も全然変化はない。

II. 還元焼成による組織の変化とその考察

ペレットのガス還元については，J. Heubler が総括報告[3]しているように，マグネタイト→ウスタイト→オーステナイトの還元変化はペレットの表面層から還元性ガスの滲透と酸素原子の移動により次第に内部にむかって進行する。したがって還元反応進行中のペレットの断面は上記の順に各相が層をなして存在するのが観察される。この場合，表面層から内部にむかう反応の進行を支配する要素は反応に必要な還元性ガスの還元層を通過して内部の反応層への浸透供給であり，同時に反応生成ガスの還元層を通過して外気への逸出放散である。この表面の還元層がきわめて緻密でこれらのガスの通過をゆるさぬ場合ペレットの中核部にむかう還元の進行が停止することは当然考えられるところである。

炭素内蔵ペレットやブリケットの場合は還元剤が内部まで均一に存在し，外気よりの還元性ガスの供給は不必要であるため，一見上記の還元の進行機構と全然趣を異にすることが予想されるが，現象的にはきわめて類似している。これらのペレット，ブリケットにあっても還元反応を支配する熱はブリケットの表面層にまず供給され，次第に内部に伝導する。したがって還元反応もまず表面層にはじまり，次第に内部にむかって進行する。

炭素内蔵ペレットの還元反応は CO を媒介とするいわゆる間接還元反応がその主体をな

すことはすでに一般に認められているところであるが，本法のごとき高温還元においては直接還元反応の可能性も考えられぬでもなく[4]，これを否定する根拠もない。ガスを媒体とする場合，還元反応の進行には CO の供給源としての酸素が必要となり，これが酸化鉄の熱解離より供給され得るとの説もあるが[5]，多くは外気よりの表面還元層を通過しての浸透供給を要するものと考えられる。また酸化鉄の還元反応には CO もしくは CO_2 の生成がともない，反応が継続するためには表面還元層を通過して外気に放出されねばならぬ。すなわち表面層から中核部にむかう還元の進行速度は最初に形成される表面還元層の通気性に支配されることになる。また直接還元反応が起ると想定する場合は外気の内部反応層への浸透はまったく必要としないが，反応生成ガスの外気への逸出は反応の進行に同じく必要条件であり，これがさまたげられるとブリケット内部の CO_2, CO の分圧が高まり，反応は次第に平衡に近づき，ついには還元の進行が停止するに至るはずである。

以上により，本実験のごとき炭素内蔵ブリケットの還元反応の進行は，初期に形成される表面還元層の組織の疎密に影響されるところが大であると考えられる。本実験では石炭，ピッチ中の揮発分が焼成の初期に急激に放出され，つづいて固定炭素の消耗が継続する。この結果，これらの消費されたあとは当然空隙となって残り，内部の還元反応の進行を助ける。しかしながら，焼成温度が高温にすぎると，石炭中の灰分，砂鉄中の造岩成分および酸化鉄の微粉が共融し，高温で半融状のガラスとなり，この還元鉄中の空隙部を充填する。同時に第1，2報で述べたようにブリケット自体が大きな焼成収縮を起し，還元生成鉄は凝集し空隙を押しつぶすように作用する。したがって，1200°C 以上では多くの場合生成した還元鉄層の通気性は失なわれ，中核部にいたる程還元反応は渋滞するものと考えられる。また内部の生成ガス圧が異常に高くなる。

本研究の場合，還元剤として幌内産非粘結性瀝青炭と夕張産粘結性瀝青炭の2種を使用した。前者を使用した場合，他にも原因があると思われるが，上述のブリケット内部の高いガス圧に抵抗する粒子間の結合力に不足があり，弱点にそって深い大きな亀裂が発生し，内部のガスは放出され，ためにかえって中核部まで平均に還元が進行し全体としての還元度も高い値を示した。これに対して夕張炭の場合は粒子の結合力が強く，亀裂を発生することなく，高温のためにいくぶん軟化した還元鉄層は内部のガス圧のために外方に押し出され，円筒型の試料がビール樽型にふくれ，中心にガス孔を残した。したがって，この内部のガス圧のために還元反応は進行せず，試料全体として低い還元度を示した。

つぎにさらに微視的に還元組織を観察することとする。高温還元の場合，マグネタイトはウスタイトをへてオーステナイトに組織が移行する。この経過は還元の途中にある砂鉄の微粒子において観察される。すなわち粒子の表面，換言すれば炭剤との接触面にオーステナイト（冷却試料ではフェライト）のバンドが生成する。このバンドは初期にはあきらかに原砂鉄粒子

の形態をそのまま保有し，この輪郭部をバンドがある厚さをもってとりかこみ，時には鋭い稜角を示すのが見られる。このバンドの内側に還元反応の中間生成相であるウスタイトないしオキシオーステナイトが砂鉄粒中の小結晶粒子に選択的に還元生成し，中核部には未還元の砂鉄を残存している。なおこのような還元による周縁部からのオーステナイトの析出の結果，砂鉄粒子中の造岩成分および還元しにくいイルメナイト等は次第に中核部においやられ，高温ではこれらと酸化鉄が共融してガラスをつくり溶融していることが推察され，冷却試料のあるものはこのガラスからウスタイトないしオキシフェライトが針状または樹枝状の微晶として還元析出しているのが見られる。

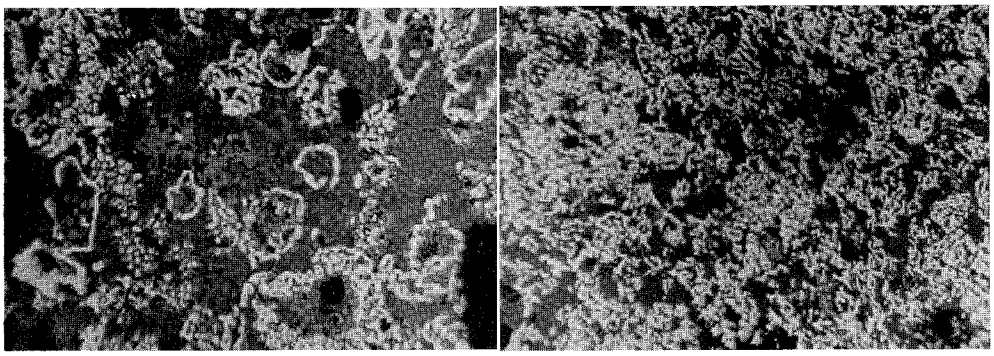
結晶粒間は残留石炭，石炭中の灰分，酸化鉄および造岩成分の微粉によるマトリックスを形成し，低温短時間の還元焼成では顕微鏡下に微結晶の存在が認められる。これは高温長時間になると溶融しガラスとなり，砂鉄粒子中核部と同じく，冷却にあたって針状，樹枝状晶の晶出を見る。この点からガラス中には酸化鉄がきわめて多量に溶存していたことが推定される。また高度に還元された試料よりこのガラス部をぬきだしX線回折を行なった結果，大部分は非晶質であり，わずかに $2CaO \cdot SiO_2$ の析出を認め得た。

なお，このようにして還元の初期に砂鉄粒子の周縁にバンドとして生成したオーステナイトはさらに還元の進行にともない，次第にその領域をまし，各粒子のバンドが相互に連結しあい，全体として網目状の組織を呈するに至る。さらに高温では試料の焼成収縮にともなって，いくぶん軟化したオーステナイトが変形移動し，最初の砂鉄粒の形態は失なわれ，次第に丸味をおびてくる。なおこのように生長した還元鉄を微小硬度計で計測した結果，フェライトの値に近く，炭素を過剰に配合した場合でも炭素の鉄中への溶解は微量であり，また溶解分離して分析した結果，生成鉄中にチタンの溶解はほとんどなく，大部分のチタンはガラス中に含まれていることが推定された。

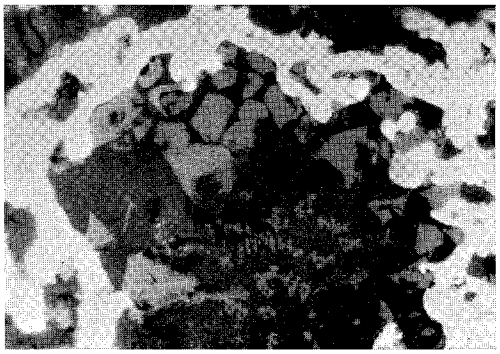
以上，焼成ブリケットの組織についての所見を総括的に述べたが，各原料条件，配合比，焼成条件において，それぞれ組織に特色が観察されたので，次に条件別に観察結果，考察事項を数例の写真によって詳述することにする。

(i) 砂鉄の粒度による変化

図-1 (a), (b) はともに使用石炭は夕張産粘結性炭で砂鉄：石炭：ピッチの配合比は 80 : 20 : 3, 石炭粒度は 100～150 メッシュ， 1300°C で 30 分焼成したブリケットの顕微鏡写真である。(a) は採掘選鉱したままの砂鉄で大体 100～150 メッシュが大半を占める粒度のものであるのに対し，(b) はこれを 200～250 メッシュが大半を占めるように磨砕したものである。第 2 報で述べたごとく化学組成にいくぶんの相違があるが到達還元度に大きな差ができたことはこの図の比較から首肯できる。(a) の未磨砕砂鉄ではフェライトが原砂鉄粒子の輪郭にそってバンドをなして還元生成し，粒子の内部は未還元のままのこされている。また粒子間にもガラスが多く



(a)　未磨砕砂鉄配合　×120　　(b)　磨砕砂鉄配合　×120



(c)　未磨砕砂鉄配合　×480

図—1　砂鉄粒度による組織の変化

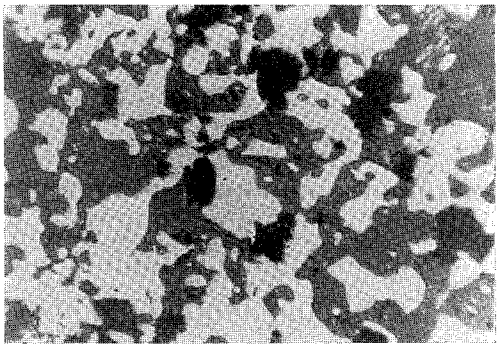
配 合 比；砂鉄 80：夕張炭（100～150 メッシュ）20：ピッチ 3
焼成条件；1300°C，30 分

中間生成物であるウスタイト，オキシフェライトの析出がわずかに認められる程度である。この写真は比較的緻密な部分であるが，全体的にみると空隙も多い。この中の一粒子をさらに拡大してみると (c) に示すごとく，フェライトバンドの内側にオキシフェライト，ウスタイトの選択還元された微結晶がみられ，さらにその内部に未還元砂鉄とガラスがみられる。ガラス中に冷却間に還元生成した針状ないし樹枝状のウスタイトの析出がみられる。この析出晶は比較的還元度が低く 1250°C 以上の高温で焼成したブリケットで共通してみられるものである。(b) はこれに対してフェライトが緻密に多量に生成し，中間還元相はごくわずかしか認められず，空隙も少ない。

(ii)　炭種による変化

図-2 は幌内非粘結性炭を使用した焼成ブリケットの組織で，図-1 (b) の夕張炭を配合したブリケットと使用炭種をのぞく他すべての原料条件，配合比，焼成条件はまったく同一のものである。幌内炭の場合生成したフェライトが二次的に凝集し粗大なフェライト粒子を構成している。この粒度の 2 者の石炭は灰分がいちじるしく異なり，幌内炭が夕張炭にくらべてきわめ

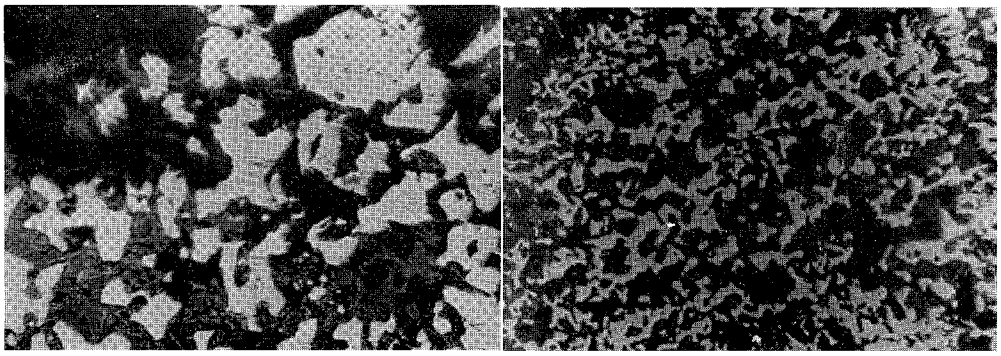
て少ないこともフェライト粒子の凝集結合を容易ならしめたものと考えられる。これらの写真はいずれもブリケットの表面に近い部分であるが，前述のように幌内炭は大部分亀裂を生じ，反応生成ガスの放出が自由に行なわれたため，内部まで均一にフェライトが生成し高い還元度を示すのに対し，夕張炭の場合はガスが逸出せず中核部は多くの未還元相を残し，したがって全体としての還元度は低くなる傾向を示す。



図—2　幌内炭配合の組織　×120
配 合 比；80：20：3
焼成条件；1300°C, 30 分

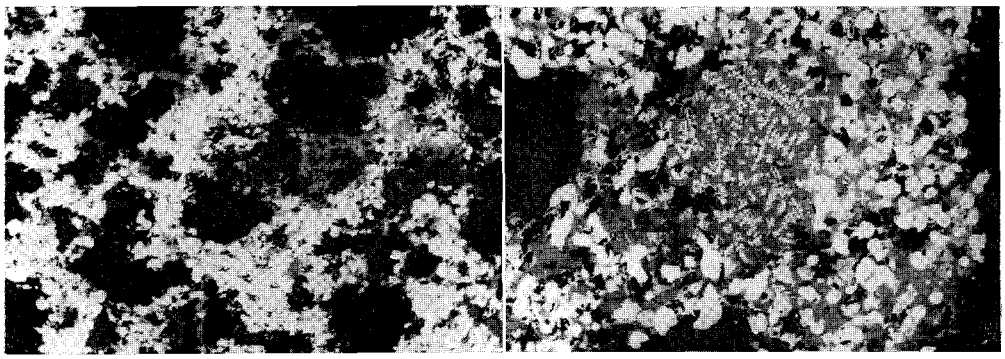
(iii)　石炭粒度による変化

図-3 (a), (b) はともに磨砕砂鉄，幌内炭を使用し配合比は 80：20 でこれにピッチ 3 を加えたもので焼成条件も 1300°C，30 分とまったく同一条件で製造した還元ブリケットの組織を示す写真であるが，使用した石炭の粒度は前者が 48～100 メッシュ，後者が −150 メッシュである。なお前項に引用説明した図-2 も同一条件で，石炭粒度 100～150 メッシュでこの 2 者の中間のものである。使用する石炭が微粒のものほど，比較的早期に表面が溶融し平滑になるとともに図示されるように内部組織も緻密化することが観察された。しかしその反面内部に空洞が生じており，反応生成ガスの逸出がさまたげられたことが推定される。これが第 2 報で述べたような還元度の低下をもたらす原因となったものと思われる。この石炭粒度は鉱石の粒度とも関連があるものと思われるが，磨砕砂鉄の場合，100～150 メッシュが最適であり，これより粗粒であっても微粒であっても還元度その他の性質が劣化することが認められた。



(a)　48～100 メッシュ幌内炭配合　×120　　(b)　−150 メッシュ幌内炭配合　×120

図—3　石炭粒度による組織の変化
配 合 比；磨砕砂鉄 80：幌内炭 20：ピッチ 3
焼成条件；1300°C, 30 分



(a)　1150°C, 30分焼成　×120　　(b)　1300°C, 30分焼成　×120

図—4　石炭10%配合ブリケットの焼成温度による組織の変化

配合原料；磨砕砂鉄，夕張炭100～150メッシュ

(iv)　石炭配合比による変化

砂鉄：石炭：ピッチの配合比70：30：3，80：20：3，90：10：3の3種について試験を行なった。前報で述べたように石炭の配合量はこの方法による還元ブリケット製造の場合ほぼ理論量である80：20：3の場合還元度，強度ともに最高の値を示し過剰の配合は有害無益である。事実，70：30：3配合のブリケットは還元度もいくぶんか低下するが，強度がきわめて低い値を示す。粒子個々は還元されても，炭素消費後の空隙が大き過ぎ，かつ残留炭素も多量で，粒子相互の結合はほとんどなく，研磨し顕微鏡試片を作製することさえ，きわめて困難であった。したがってここでは90：10：3配合の顕微鏡写真を示し，この配合による還元ブリケットの組織の特徴をのべ普通の80：20：3配合のブリケットの組織と比較論述するにとどめることとする。

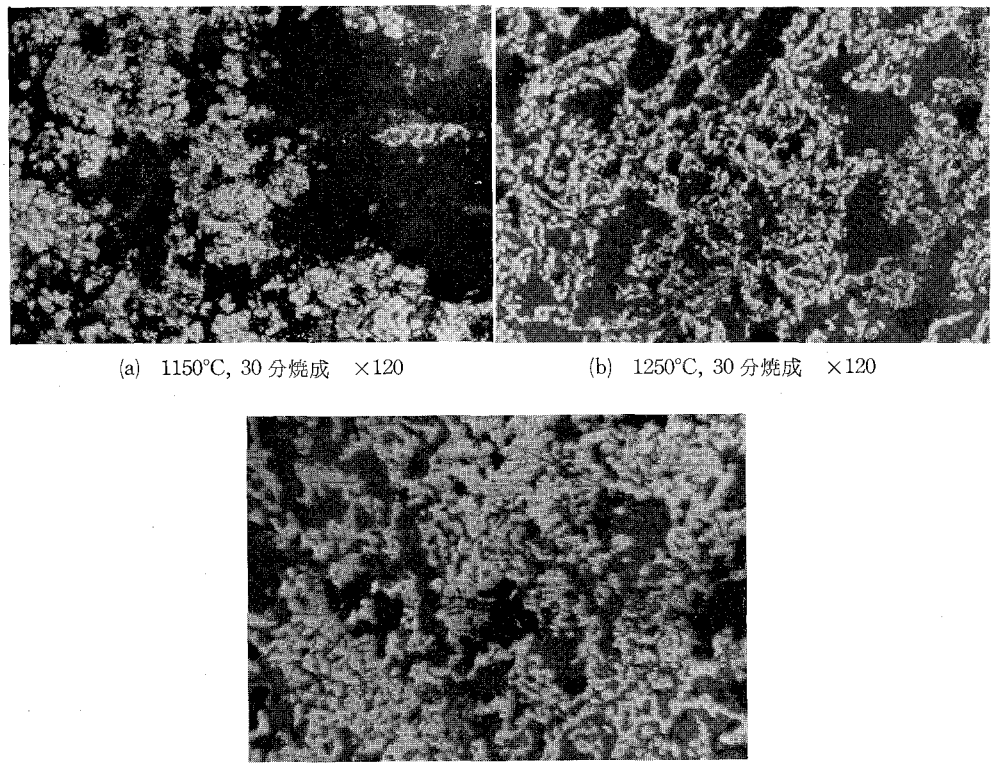
図-4 (a), (b) はともに夕張炭使用磨砕砂鉄のブリケットで共に90：10：3の配合比，石炭粒度は100～150メッシュである。(a) は1150°C，30分焼成，(b) は1300°C，30分焼成であり，前者は表面層にやや近い部分，後者はやや中心に近い部分の組織である。低温で焼成した場合は原形を保ったままよく焼き締り堅硬なブリケットを得るが炭素量の不足のため，還元度は低く，(a) のように多量の未還元組織を含む網目組織を呈する。しかし肉眼でも観察できる多数の空孔が試料の断面全部に散在している。これに対して，高温焼成の場合，最初は収縮し，その後次第に樽型に膨脹し試料はいちじるしい変形を示す。これは石炭量の不足がその消費後の空孔の不足をもたらし還元層が通気性にかけ，生成ガスの逸出が困難であったためと思われる。その顕微鏡組織は (b) に示すごとく特徴あるものでフェライト，ウスタイト，マグネタイトそれぞれ細粒として混在し，還元鉄が相互に全然連絡していない。高温のためすでにガラスが生成し溶融しており，その冷却固化間に生成した樹枝状晶がブリケット内の各所にかたまっているのが観察される。

(v) 焼成条件による変化

80 : 20 : 3 配合の焼成ブリケットにおいては，第1，2報で述べたように，1250°C より急に還元が進行し，いちじるしい焼成収縮をおこす。また焼成時間5～20分程度で外見的にも顕著な金属化が認められる。

図-5 (a), (b), (c) はともに磨砕砂鉄，夕張炭100～150メッシュを使用，配合比は80 : 20 : 3，それぞれ1150, 1250, 1300°C で30分焼成したブリケットの組織を示す。30分の焼成時間をかけているため，それぞれの温度での還元反応は十分完了しており，いずれもフェライトが発達している。ただ到達還元度の差がそのままフェライト量の差としてあらわれ，焼成収縮によりこれが移動凝集した結果，(a) では多くの空隙および未還元物を残し，(b) では組織がやや密になり，(c) ではブリケット全体に平均に緻密にフェライトが発達しかつ相互に連結している。

図-6, 7 は配合比80 : 20 : 3，磨砕砂鉄，夕張炭100～150メッシュを使用し，1250°C で5, 15分焼成したブリケットの顕微鏡写真である。それぞれの図において，(a) は周辺に近い部分，(b) は中心に近い内部の組織である。5分焼成では (a) と (b) との差がいちじるしく，後者はほ

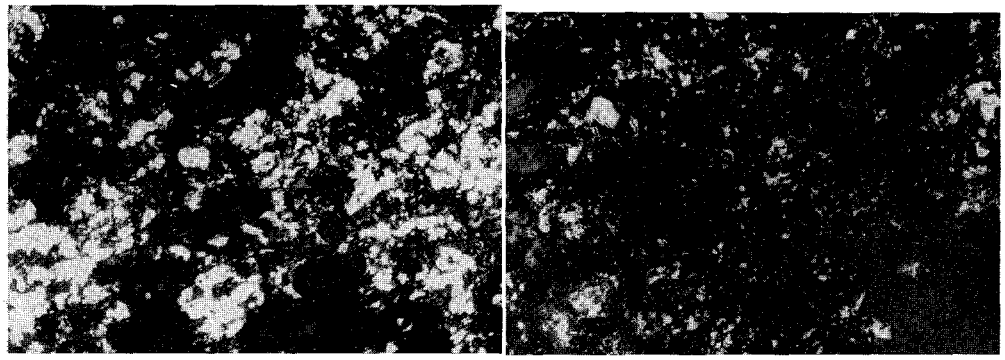


(a)　1150°C, 30分焼成　×120　　(b)　1250°C, 30分焼成　×120

(c)　1300°C, 30分焼成　×120

図—5　焼成温度による組織の変化

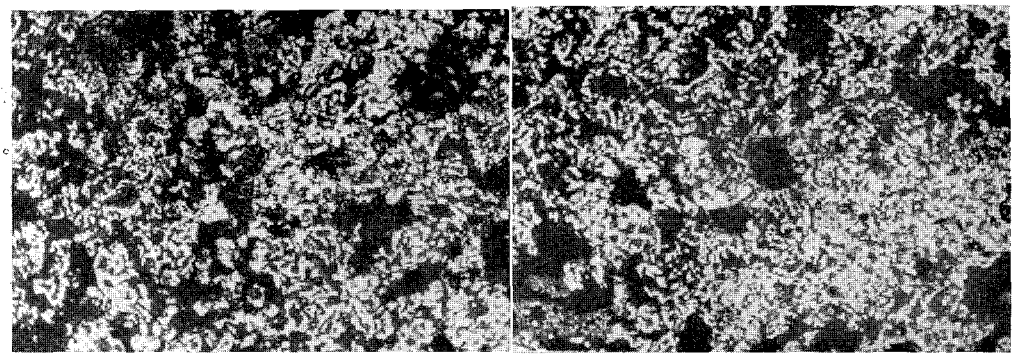
配合比；磨砕砂鉄 80：夕張炭(100～150メッシュ) 20：ピッチ 3



(a) 周 辺 部　×120　　(b) 内　部　×120

図—6　焼成時間による組織の変化 (I)

配 合 比；磨砕砂鉄 80：夕張炭 (100～150 メッシュ) 20：ピッチ 3
焼成条件；1250°C, 5 分



(a) 周 辺 部　×120　　(b) 中 心 部　×120

図—7　焼成時間による組織の変化 (II)

配合比；図-6 と同じ，焼成条件；1250°C, 15 分

とんどフェライトの発達を見ない。この2者の比較により，あきらかに還元反応は表面にはじまり，次第に中核部におよぶことがわかる。図-7 の 15 分焼成のブリケットではすでに中核まで還元反応が進行し (a), (b) の差はほとんどなく同様にフェライトが密に発達している。なおこれが 30 分になると，先に説明した 図-5 (b) の組織となり，フェライトが移動凝集する傾向がみとめられる。

III.　還元ブリケットの強度とその考察

焼成還元ブリケットの強度は工業的生産にあたり，また次の製銑あるいは直接製鋼工程で処理するにあたり，この大なることが絶対に必要条件となる。すなわち焼成間の脆化は，その作業中の粉化量をまし，製品の収率を低下するのみならず，これが焼成炉の耐火物に付着し，耐火物の溶食の原因となり，また回転炉などを使用する場合はリングの生成原因となり，大き

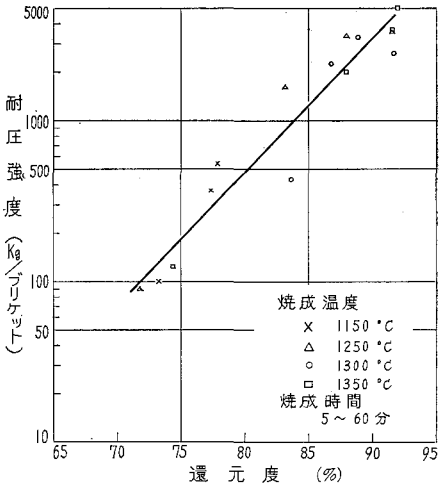
な作業上の障害をもたらすことも考えられる。製品として強度が低ければその貯蔵，運搬，炉への装入にあたり，破壊しとくに製銑高炉の場合などは使用不可能となる。また弱ければ弱いだけ以後の処理に特別な配慮が必要となる。

強度の試験法としては，この場合落下試験，ドラム試験等の実際的試験法の方がより適当であるが，本研究の今の段階では同じ試料を多数に得ることが困難で，上述のごとき試験法は実施し得ない。やむを得ず特殊な方法による落下試験と耐圧試験を行ない，この結果を比較したところ大体2者比例した数値が得られたので今回はとりあえず耐圧試験を行ない一応の強度のめやすとすることとした。

本研究で得られた焼成ブリケットの組織は前述のごとく，還元生成したフェライト，および未還元および半還元生成物であるマグネタイト，ウスタイト，さらに石炭中の灰分，鉱石中の造岩成分，酸化鉄微粉の共融生成したガラス，ガラス中からの析出物，残留炭素，空隙からなり，これらの量比および結合状態が強度にいちじるしく影響をあたえることは言うまでもない。さらにブリケット焼成間に通常50%にもおよぶ容積収縮があり，原料の性質，焼成条件により焼成間に亀裂が生成し，また反応生成ガスのため試料がふくらみ，試料断面の中央に大きな気孔の生成を見ることがある。これらの諸条件は当然直接に強度値に大きな影響をあたえる。

本研究で使用した2炭種のうち幌内炭は亀裂の生成がひどく，そのため測定値に変動がはげしく，これらの値から強度を云々することは無理であった（ただしこの亀裂は生成してものちに焼結して相当の強度を回復し実用上の問題はない。また幌内炭でも未磨砕砂鉄の場合はこの亀裂生成はほとんど見られない）。これに対し夕張炭は内部に大きな空孔を生じている場合が多く，測定値の変動も憂慮されたが，意外に明瞭な傾向を示し，これにより焼成ブリケットの強度に影響を与える因子を考察することが可能であったので，ここでは主として夕張炭の測定値を多く引用し，ブリケットの強度を考察することとする。

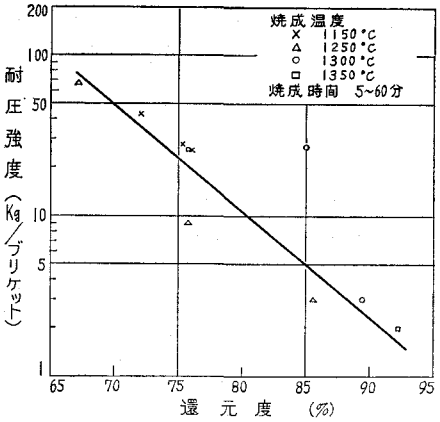
まずブリケットの強度を支配する最大の組成因子と考えられるのは生成鉄量である。未還元酸化鉄はそれ自体に結合力なく，還元生成したフェライトが次第にその量をますにしたがい，隣接フェライトと結合融着し，網目状組織をつくることにより，これが骨格となり強大なブリケットの強度が生ずることが第一に考えられる。したがってブリケットの強度は還元度と密接な相関があるこ



図―8　耐圧強度と還元度の関係 (I)
配合比；磨砕砂鉄80：夕張炭(100～150メッシュ)20：ピッチ3

とが期待され，まずこれを求めてみた。

図-8, 図-9 は強度と還元度の相関を示す曲線で，前者は 80 : 20 : 3 配合，後者は 70 : 30 : 3 配合の場合である。両図とも試片の状態の変動を考慮に入れればまず明白な相関関係を示すものと言えよう。しかしこの関係が両配合比について逆に示されている点にきわめて興味がある。80 : 20 : 3 配合においては還元が進行する程強度が増している。すなわち，還元の進行とともにフェライトが増大し，相互に融着し，これが骨格となり，ブリケットの強度を支配する諸因子中最も強力に影響するとの推定が正しかったことを示すものと言える。70 : 30 : 3 配合においては還元が進行しても全然焼成収縮がなくフェライトは相互間に連結せず，逆に多量の灰分，造岩成分，酸化鉄のガラス中から逐次鉄が還元分離し，ガラス自体を脆弱化するとともに，石炭の消費による空孔が多くなり脆弱化するものと推定される。

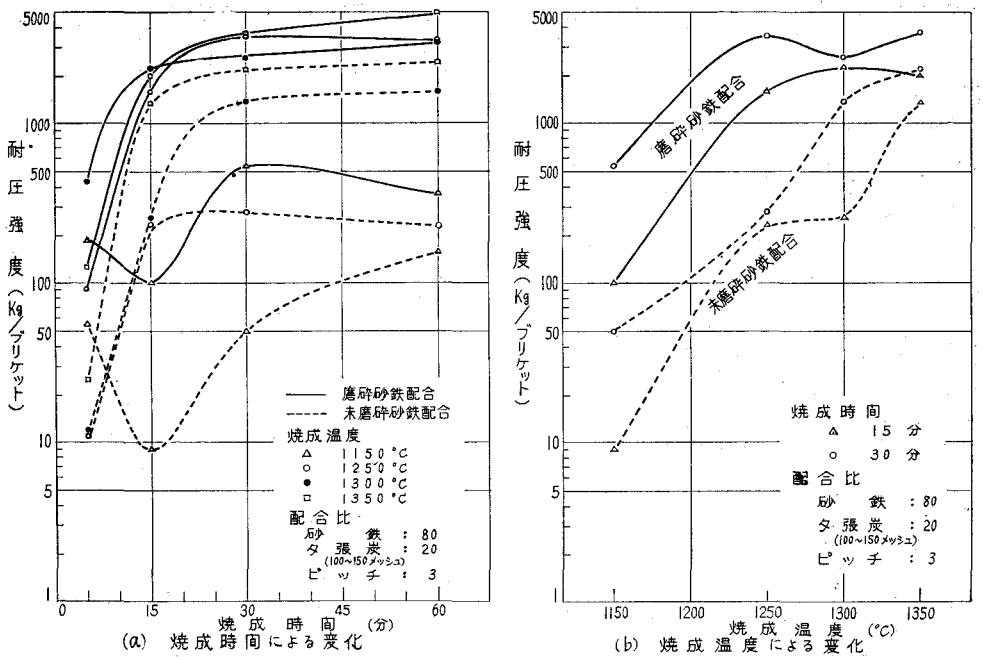


図—9　耐圧強度と還元度の関係 (II)
配合比；磨砕砂鉄 70：夕張炭 (100～150 メッシュ) 30：ピッチ 3

次に原料条件および焼成条件にともなう強度の変化を詳細に検討することとする。

(i)　砂鉄粒度による変化

図-10 (a), (b) は磨砕砂鉄，未磨砕砂鉄の強度の比較を示す。(a) は焼成時間による強度の



(a)　焼成時間による変化　　(b)　焼成温度による変化

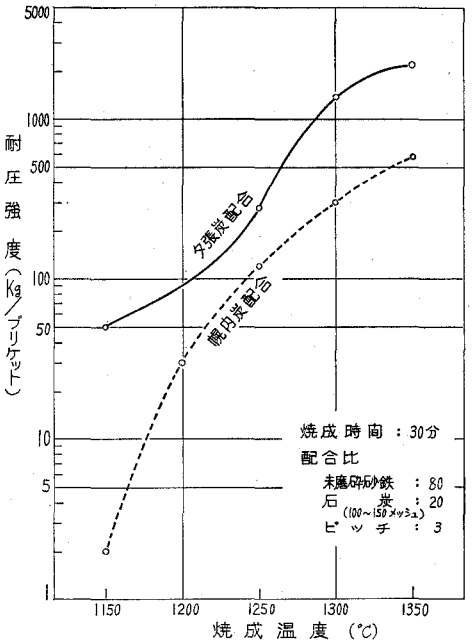
図—10　砂鉄粒度による耐圧強度の変化

変化，(b) は焼成時間を 15，30 分と一定にした場合の焼成温度による強度変化を対数目盛であらわしたものである。いずれの場合も磨砕砂鉄が未磨砕砂鉄よりも同一条件では強度が大であることを示す。また後で詳述する焼成初期の強度低下が未磨砕の場合いちじるしいことも注目される。砂鉄粒度が細かいほど還元度が高く，また生成フェライトが相互に融着し，緻密な網目状組織を作り，空隙も細かく平均に分布していることから当然の結果である。また焼成初期の強度低下は生ブリケットの粘結剤の粘結効果が加熱により失なわれ，かつフェライトやガラスによる高温での融着効果がいまだ不十分な過渡的な現象であり，この場合粒度の大なる方が粘結効果の衰退が空隙の多いために早く起りかつ焼結効果は還元速度がおそいために遅れるためであることは容易に肯ずけることである。

(ii)　炭種および石炭粒度による変化

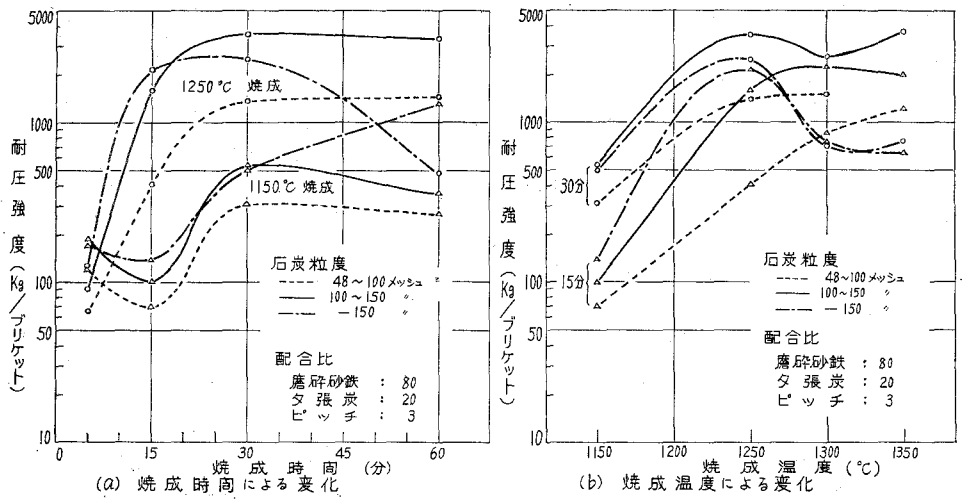
前述のように幌内炭配合のブリケットは磨砕砂鉄の場合すべての条件で亀裂を発生しこれはのちにふたたび融着するが，試料の形状が不定となり正確な強度の測定が困難である。しかし未磨砕砂鉄の場合はほとんど亀裂の発生はなく，したがって，この項目については双方未磨砕砂鉄について試験比較した。

図-11 はこの 2 者の未磨砕砂鉄における耐圧強度を比較したものである。いずれの焼成温度にしても夕張炭が相当高い数値を示している。とくに低温焼成の場合その差が大きい。この原因は磨砕砂鉄の場合のように亀裂を発生せぬまでも，幌内炭の場合生成ガス圧に対する粒子間の結合力が小さく，焼成過程中に欠陥を内在するか，あるいは生成するガラスの性質にもとづくことが考えられる。またこの図ではあらわれぬが，焼成初期の脆化も幌内炭の場合より顕著であった。



図—11　炭種による耐圧強度の変化

次に石炭粒度の強度におよぼす影響を 図-12 (a), (b) に示す。概括的には 100～150 メッシュの中間粒度のものが最も強度が高く，−150 メッシュがこれにつぎ，48～100 メッシュの粗粒のものが最も低い強度を示し，還元度の順位と一致する。すなわち，粗粒のものは還元がおくれ，かつ粗大な炭素消費あとの空隙を示し，微粒のものは還元組織が気密過ぎて，内部の反応生成ガスの逸出をさまたげ，中央部に大きな空孔を残すためと思われる。1150℃ 焼成の初期の各粒度のものの強度低下の理由は前項にしばしばのべた理由にもとづく。この場合低温焼成では還元がおくれ最低位置が長時間側による傾向を示すのは当然である。また微粒，高温焼成の



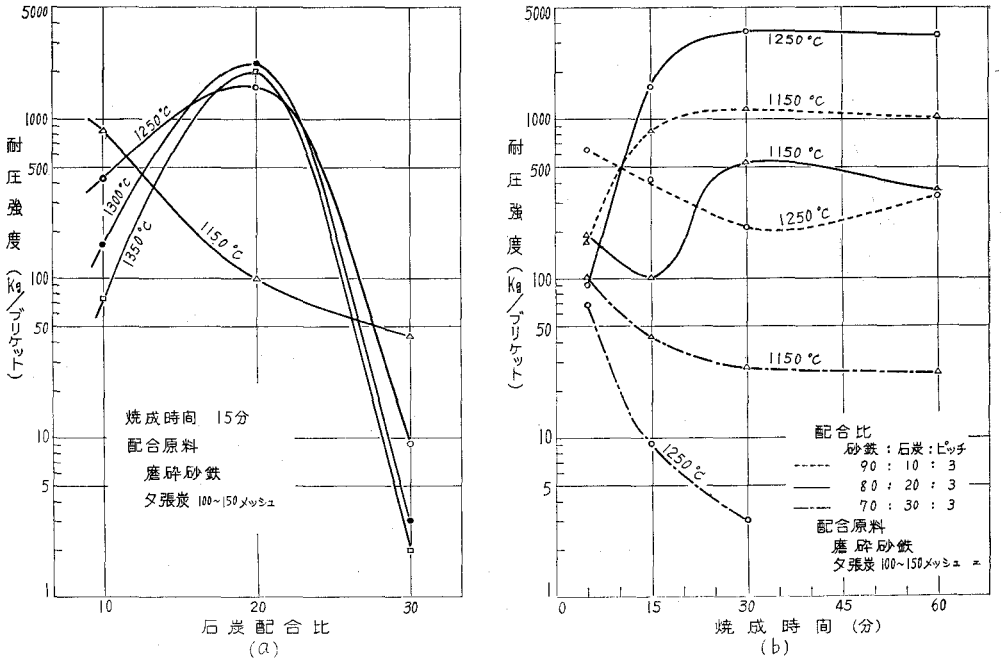
図—12　石炭粒度による耐圧強度の変化

場合，初期の還元が早く強度もいちじるしく増大するが(a)において30分以後急速に降下するのは，試料中央に大きく空洞ができ，しかも長時間になると軟化変形し，冷却後大きな欠陥となり残るためと試料の状態より推測される。(b)においてもこの傾向が15分，30分の各焼成時間について一致して微粉試料において明瞭に示される。また微粉試料においては団鉱にあたり，圧縮方向と直角にいわゆるラミネーションが生じやすく，これが生成ガス圧の影響により，平たく，細長い空洞を生成せしめたことが肉眼的に観察され，これも強度低下の一因をなすことも十分に考えられる。

(iii)　配合比による変化

図-13(a)は磨砕砂鉄，夕張炭100～150メッシュ使用の場合，焼成時間15分として，石炭配合比の変化による強度の変化を示す。1250°C以上では曲線の傾向は等しく，10%配合では還元に必要な炭素の絶対量が不足で，還元度があがらず，したがってフェライトの粒間の結合が生じにくく耐圧強度は低い。また，30%配合では還元度があがっても，残留炭素が多く，また炭素の消費後の空隙が大きすぎ，生成鉄は相互に融着せず，全然焼きしまりがなく，耐圧強度はまったく低い値を示す。1150°Cで焼成した場合は前記3つの温度での焼成の場合と傾向は異なり，20%配合の値が低い。これはこの温度では還元の進行がおそく，フェライトが十分に生成せず，多量の残留炭素をのこすためと考えられ，残留炭素量の少ない10%配合より低い値を示すことも当然と思われる。

次に諸配合のブリケットの還元過程における強度の変化を同じ原料条件のものについて比較したのが図-13(b)である。20%配合では1250°Cでは大体還元の進行にともない耐圧強度も上昇するが，1150°Cでは15分程度に脆化域がある。10%配合では1150°C焼成では還元の



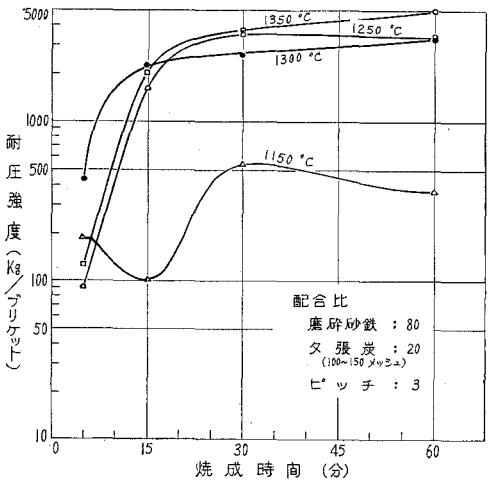
図—13　石炭配合比による耐圧強度の変化

進行，耐圧強度の上昇はあいともなうが，1250°C 焼成では高温のため初期には還元が進行し強度も高い値を示すが，炭素量が不足でここですでに炭素は消耗しつくされ，30 分までは空隙の生成その他で降下し，30 分をこえるとフェライト間のガラスの融着によりわずかの上昇を示す。30% 配合では還元が進行しても炭素消費後の空隙が全然焼きしまらず，高温焼成の場合かえって強度の降下がいちじるしい。

以上各配合毎にまちまちの強度変化の傾向を示すが，強度を支配する因子は還元度，フェライト相互の融着状態，残留炭素もしくはそれの消費後の空隙量，生成ガラスの性質と量，ブリケットの焼成収縮等非常に多く，配合比の変化はそれぞれの因子に大きく影響をあたえるため，各配合独自の強度変化を示すものと考えられる。

(iv)　焼成条件による変化

図-14 は磨砕砂鉄に夕張炭 100～150 メッシュのものを 20% 配合した場合の焼成温度，焼成時間による耐圧強度の変化を示す。



図—14　焼成条件による耐圧強度の変化

この配合では還元度が強度に最も大きな影響をあたえることは図-8からも明らかである。図示するごとく，1250°C 以上ではしたがって大体還元度の進行と同じ傾向を示す。ただ，夕張炭の場合還元層が緻密で還元生成ガスの逸出がさまたげられ，内部のガス圧により試料が樽型にふくらみ，中核部に大きな空洞を残すため，この空洞の生成状態の如何がわずかに各試料の強度測定値に差を生じ，図示するごとく 1250, 1300, 1350°C の各値はその順位がまちまちであるが大体同程度のものと考えてよいと思う。1150°C では図-10，図-12 などにも見られたように 15 分程度にある低強度域がある。これは焼成初期において，石炭中の揮発分の急速な放出による脆化，炭素消費後の空隙の増大によるものと考えられ，のちに焼成収縮しまた生成フェライトが相互融着するにつれて強度を回復するものと考えられる。1250°C 以上の高温ではこの強度回復因子が早くからはたらくためにこの現象が見られぬものと解釈される。この初期の低強度域の存在は焼成粉化の原因ともなるものであり，すべての原料条件，配合，焼成条件の選択にあたりとくに考慮を要する問題である。

IV. 結　　言

第1, 2報において述べた高圧粉体成形，高温還元焼成併用によって得られたブリケットについて，詳細にその組織と耐圧強度をしらべ考察した。得られた結果を総括するとつぎのようである。

1. 炭素内蔵ブリケットは 1250°C 以上の高温で焼成すると，マグネタイトはウスタイトをへてきわめて迅速に還元し，フェライトが生成し，これらが互いに融着し網目状のきわめて強固な組織をつくる。

2. 鉱石中の造岩成分，石炭中の灰分，微細な酸化鉄粉は高温では半溶融し，ガラスをつくり，炭素消費後の空隙を充填する。このガラスより酸化鉄が還元分離し，ウスタイト，オキシフェライトの樹枝状ないし針状晶を生成する。

3. 還元層は収縮し，ガラスの溶融とともに空隙を充填し，緻密な層を形成し，内部の反応生成ガスの逸出をさまたげ，反応の進行を渋滞せしむるとともに，内部に亀裂や空洞の生成の原因となる。

4. 20% 石炭配合のブリケットは 15 分以上の焼成で 1000 kg 以上の荷重に耐えるが，配合炭素量が少ないと未還元組織が当然多く，また炭素量が多すぎると残留炭素が多く，かつ空隙も多く焼成収縮が少なく，生成鉄は融着せず低い耐圧強度を示す。

5. ブリケットの強度を支配する因子は還元度，生成鉄の融着状態，亀裂空洞の有無，ガラスの量および性質，残留炭素量，炭素消費後の空隙の分布と量，焼成収縮等であるが適当な配合すなわち本原料では 20% 前後では還元度に多く支配され，それより多くても少なくても他の要素が複雑に作用し，強度値も一定しなくなる。

6. 低温の焼成では焼成初期の急激な炭素消費による強度低下に対して焼成融着による強度上昇が時期的に遅れ，低強度域が存在し，この現象は原料が粗粒の場合ほど強く起り，焼成間の粉化現象をもたらしやすい。

本研究に協力され援助をいただいた各方面に末筆ながら謝意を表する。

(昭和40年4月30日受理)

文　献

1) 田中章彦・片山 博：室工大研報，本号.
2) 田中章彦・片山 博：同　上.
3) J. Heubler: Iron Ore Reduction, 1962, p. 24.
4) H. U. Ross: Iron Ore Reduction, 1962, p. 57.
5) V. Ya. Miller, L. I. Leont'ev and V. A. Utkov: Stal in English, Feb. 1961, p. 80.