

日本学術振興会報告

日本学術振興会第 54 委員会報告

焼結鉍標準試験法, 鉄鋼石標準還元試験法の制定について

日本学術振興会製鉄第54委員会

委員長 的 場 幸 雄

日本学術振興会製鉄第 54 委員会は製鉄技術の改善進歩を促進し、生産増強に寄与する目的をもつて昭和 18 年 2 月、故俵国一博士の提唱により設置されたものである。

委員会は製鉄工場の製鉄担当技術者、大学関係の研究者、学識経験者などにより構成され、毎年 3～4 回の委員会を開催して製鉄法に関する基礎的研究、作業研究の全般にわたつて、各委員より提出される研究結果の報告および討議がおこなわれている。しかるに各委員の研究結果を比較し、委員会として取まとめるためには分析法や各種試験法の統一が必要となり、分析法については日本学術振興会第 19 委員会第 1 分科会の協力を得て、すでにいろいろの決定をみており、各種試験法については数年来委員会で審議を重ね、現在までに焼結鉍標準試験法、粒状鉄鉍石標準還元試験法、塊状鉄鉍石標準還元試験法が制定された。これらの標準試験法を制定するにあつてはできるだけ特殊な装置の使用を避け、各作業所で実施しやすいように特に留意したので正確な研究実験法としては不十分な点があるかもしれない。また製鉄工場の現状を勘案の上一応の標準法として決定したもので、今後技術の進歩などによつて不都合を生じた場合はまた改変を加えてゆく方針である。

なお本試験法決定にあつて研究を分担され、その成果の報告、討議せられた関係委員各位に深甚の謝意を表すしだいである。

焼 結 鉍 試 験 法

日本学術振興会製鉄第54委員会

(昭和 27 年 3 月 27 日決定)

第 1 章 総 則

この規格は焼結鉍の試料調整法、粒度試験、落下強度試験、比重および気孔率の試験に適用する。

第 2 章 試料調整法

2.1 要旨

製出された焼結鉍成品から規定の数の焼結鉍をベルトコンベヤ（これに類する輸送設備）上、またはたい積した山から採取し、これを 4 分法によつて約 3kg まで縮分したのち乾燥して分析試料とする。

2.2 試料採取法

最終ふるいを通した直後の焼結鉍から、各工場の採用する平均値の信頼限界に依じて試料を採取する（危険率を 5% とする）。その操作はつぎのとおりとする。

2.2.1 ベルトコンベヤ（これに類する輸送設備）上より採取する場合

ショベルで約 10kg ずつ時間を区切つて採取する。

2.2.2 たい積した山から採取する場合

山の下から全高の 1/3 の高さの所を全周にわたつて全体の 1/3,000 以上の量を採取する。

2.3 縮分

縮分は円錐 4 方法によるものとする。縮分する際にはあらかじめつぎに示す混入塊の最大寸法以下に試料を破碎し、よく混合して均一にしておく。

試料の量	寸法	試料の量	寸法
500 kg 以上	26 mm 以下	20 kg 以上	10 mm 以下
200 kg "	20 mm "	10 kg "	5 mm "
100 kg "	13 mm "	3 kg "	3 mm "

2.4 乾燥

縮分した試料が 3kg 以下となつた時 105～110°C で充分乾燥し、鉄鉍石に準じて分析を行なう。

第 3 章 粒度試験

3.1 要旨

試料を所定のふるいで規定のふるい分け操作を行なつたのち、ふるい上に残存した量の重さをはかり、試料に対する残存量の百分率を求め、粒度分布を決定する。

3.2 試料

2.2 にて採取した試料全部を用い縮分の前に行なう。

3.3 装置

ふるいとしてはつぎのものを使用する。

ふるい目の形状は正方形としその一辺の長さをつぎのように定める。

100, 70, 50, 25, 15, 10mm

3.4 操作

試料は重さをはかつたのち所定のふるいの上に装入す

る。この場合 1 回の装入量はふるい分け操作を終了した場合にふるい上のすべての塊がふるい目と直接接触する程度の量を採る。

ふるい分け操作はふるい上の塊が回転運動をするに必要な程度で水平に振る。ふるい分け操作を完了した時はふるいの上に残留したものおよびふるい目を通じたものをそれぞれ別に集めてその重さをはかり、全量に対する百分率をもつて示す。

第 4 章 落下強度試験

4.1 要旨

試料約 10~30 kg を使用して 2m の高さから指定の回数だけ落下させたのち、指定のふるいでふるい分けその重量を求め、試料に対する百分率をもつて表示する。

4.2 試料

粒度試験の際採取した試料から 10mm 以上の大きさのものを各部分から 10~30 kg 採取したものを使用する。

4.3 装置

本装置には鋼製の巾 420mm、長さ 560mm、深さ 200mm の試料箱を用い、この試料箱は厚さ 5mm の鉄板上に置いた巾 1200mm、長さ 1500mm、深さ 300mm のわくの上 2m (試料箱の底まで) の高さに懸垂される。試料箱の底はちようつがいをつけた 2 枚のとびらとし、止め金具で止め、外部からの衝撃で容易に開いて箱内の試料が一時に鉄板上に落下するような構造とする。また箱は任意の高さに下げて試料を入れることができるようにする。

ふるいは一辺 10mm の角目ふるいを用いる。

4.4 操作

試料はつとめて各大きさのものを含むように 10~30 kg 採取し、その重さをはかつたのち (精度は 10 g までとする)、試料箱に入れその表面をならしてから箱を規定の高さに引き上げる。ついで箱の底を開いて試料を下敷鉄板上に落下させる。この操作は 4 回繰返して行ない、毎回生じた破片は全部大塊とともに再び箱に入れて落下させる。4 回落下を繰返したのち試料は前記のふるいでふるい分ける。ふるい分けにあたっては細長い試料は縦に通過させ、いずれからの方向に通過するものはことごとく通過させるようにする。またふるい分け中に焼結鉍が破砕しないように注意し、ふるい上に残つたものと、これを通過したものとに分け、それぞれの重量をはかり、次式によつて落下強度を算出する。

$$\text{落下強度(\%)} = \frac{10\text{mm以上のものの重量(kg)}}{\text{試料の重量(kg)}} \times 100$$

第 5 章 比重および気孔率試験法

5.1 要旨

試料を水中で煮沸したのちその水中重量 W' をはかりつぎにその乾燥重量 W をはかる。乾燥重量 W と水中重量 W' との差で乾燥重量 W を除した値をもつて真比重とする。またその試料の体積 V をはかり、乾燥重量 W を体積 V をもつて除した値を見掛比重とする。

5.2 真比重測定法

5.2.1 試料

試料は 50~70mm の焼結鉍の塊を採り、なるべく均一に粉碎して 60 メッシュ以下とし、105~110°C で 1 時間乾燥してその約 20 g を使用する。

5.2.2 操作

前記試料を容量 50cc の比重びんに入れ蒸りゆう水をみだし、試料中に含まれた空気を除くためアスピレーターで吸引しつつ湯せん上で 30 分間煮沸する。そのうち比重びんを取り出して室温まで冷却したのち蒸りゆう水をみだし、せんをしてその重さをはかる。真比重は次式によつて算出する。

$$\text{真比重}(d) = \frac{W}{W - (W' - P)}$$

W = 乾燥試料の重量 (g)

W' = 比重びん重量 + 試料重量 + 水重量 (g)

P = 比重びん重量 + 比重びんにみだした水重量 (g)

5.3 見掛比重測定法

5.3.1 試料

試料は 50~70mm の焼結鉍の塊を採り、105°C で 1 時間乾燥したのち重量をはかる。ついで試料の孔の部分の大きなものに綿をつめ、さらに表面によう融パラフィンを塗つて水密としたものを使用する。

5.3.2 操作

試料が充分入る大きさのメスシリンダーに水 300cc を取り、この中に試料を静かに浸して増加した水の量を測定して試料の体積とする。

見掛比重は次式によつて算出する。

$$\text{見掛比重}(d') = \frac{W}{V}$$

W = 乾燥試料の重量 (g)

V = 試料の体積 (cc)

5.4 気孔率測定法

気孔率は次式によつて算出する。

$$\text{気孔率}(P_0) = (1 - d'/d) \times 100\%$$

d = 真比重

d' = 見掛比重

この操作は 3 個以上の試料について行ない、それらの結果の平均値をもつて所要の値とし、小数第 2 位を 4 捨

5入して表示する。

粒状鉄鉱石標準還元試験法解説

日本学術振興会製鉄第54委員会
(昭和 30 年 6 月 30 日制定)

I. 制定の主旨

鉄鉱石や焼結鉱の被還元性の難易の判定などに関連して鉄鉱石の還元試験は数多くおこなわれてきたが、従来の試験においてはその装置、試料ならびに還元条件などが研究者によつてそれぞれ適当と認められるものが採用されたため、いろいろまちまちであり、それらの結果を比較する場合に幾多の不便があつた。

そこで、もしできるならば、製鉄技術者および研究者などが相寄つて実験装置、条件などについてよく検討し、もつともよいと考えられるものを決めて標準還元試験法を制定し、大学、研究所、製鉄所などにおいておこなわれる還元試験の結果を直接比較できれば非常に好都合と考えられる。

さらに標準試験法による結果と、より実際製錬に近い条件において実験した結果との関連性を明らかにして、この試験法の活用をはかるとともに、鉄鉱石や焼結鉱の価値評価、鉄鉱石装入物の粒度調整、実際製鉄作業との関連性を追求して、鉄鉱石還元の問題を解明してゆくことは非常に望ましいことである。

以上の主旨の下に標準還元試験法が制定されたのである。

II. 実験装置および実験条件の決定

昭和 28 年 12 月学振第 54 委員会第 31 回会議において上記の主旨の下に同委員会として標準還元試験法を制定しようとうことが決定された。

爾来大学、研究所、製鉄所においてそれぞれいろいろの装置、試料、還元条件などについての実験を行ない、その後の会議においてそれらの結果を持ちよつて検討を重ねた結果、昭和 30 年 6 月第 36 回会議において一応標準試験法が決定された。

この試験法を制定するにあつては、この試験が大学、研究所、製鉄所のどこにおいても実施できるように、なるべく簡単にして取扱いやすいものとするに特別の留意が払われた。

また一方製鉄技術者の立場からは、なるべく実際に近い条件において試験することが望ましいわけで、その両者の希望を勘案していろいろの予備実験の結果に基づき、つぎのごとく装置および条件が決定された。

(1) 実験方法は従来最も扱い慣れていると考えられる横型反応管を用い、重量法を採用した。

(2) 装置とくに反応管やボートの大きさによつて結果が異なるので、その基準寸法を決定しなるべくそれに近い装置を用いることとした。

(3) 試料は装置の関係から小試料で 5g としその粒度は 4~5 メッシュとした。これは塊状の要素もある程度加味したもので、製鉄技術者の立場からこの程度ならば何とか満足できるというものである。

(4) 還元ガスは CO またはボッシュガスが望ましいが、実験技術の点から今回は水素が採用されその流量も毎分 300cc とした。

(5) 還元温度の影響は褐鉄鉱、赤鉄鉱、磁鉄鉱では趣きを異にするので 900°C を基準とし、700°C、800°C においても必要に応じて実施することにした。

(6) 鉄鉱石試料の有効酸素量は化学分析によつて求めることもできるが、試料中の偏析などの影響を考えて、1000°C で水素還元を行なつて求めることとした。

以上の諸点についていろいろ意見の交換がおこなわれなお検討すべき点も多いと考えられたが、暫定的に鉄鉱石や焼結鉱の被還元性の難易を決定するには上記条件でよからうということになった。したがつて今後実際にこの方法を活用して、その適否を検討されることが望ましい。

粒状鉄鉱石標準還元試験法

日本学術振興会製鉄第54委員会
(昭和 30 年 6 月 30 日 制定)

第1章 総 則

この試験法は少量の粒状試料を用いて、各種鉄鉱石および焼結鉱の還元試験を実施する場合に適用する。

第2章 試料採取法

1 回に用いる試料は粒度 4~5 メッシュのもの 5g とし、50~70mm の塊状のものを破碎してふるい分けする。なお大量の鉱石を代表する試料の採取法については別に定める。

第3章 実験方法および操作

3.1 実験装置

還元ガスは水素を用い、実験装置の詳細は第 1~4 図に示す。窒素は圧力調節管によつて圧力を一定(200mm 水柱)とし、硫酸洗浄管、ソーダライム・シリカゲル洗浄塔、600°C に保持した銅網、アルカリピロガール洗浄管およびシリカゲル洗浄塔をとおし、流量計を経て反応管に導く。水素は硫酸洗浄管、水酸化カリウム洗浄塔、シリカゲル洗浄塔をとおし、圧力調節管によつて圧力を一定(200mm 水柱)とし、シリカゲル洗浄塔を経て、流量計によつて正確に流量を一定として反応管に導

く。反応管およびボートは石英製で、できるだけ第2図および第3図の寸法のものを使用する。

水分秤量用のU字管は、ほぼ第4図に示す寸法とし、2個連結して交互に秤量できるようにする。

反応管とU字管の間はなるべく短かくし、水分の凝縮を防ぐため、ニクロム線で加熱する。

3.2 実験条件

A 試料は破碎、ふるい分けのち、120°Cの空気浴中で2時間加熱して付着水を除去したのち、デシケーター中に保存する。

B 試料は粒度 4~5 メッシュのもの 5g とする。

C 還元温度は 900°C を標準とし、必要によつては 700°C または 800°C においても実施する。

D 水素流量は毎分 300cc とする。

3.3 実験操作

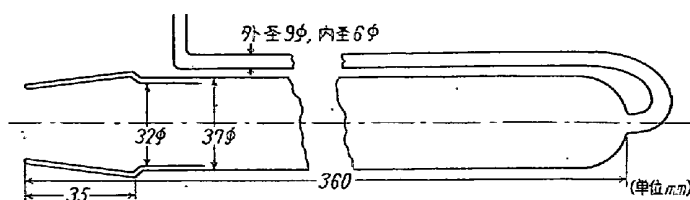
試料を入れたボートを反応管に挿入したのち、窒素を毎分 200cc の割合で流して反応管を窒素で置換し、窒素をとおしながら約1時間で所定温度まで加熱し、そのまま約20分保持したのち、水素に切り換え還元を開始する。秤量用U字管の増量は、最初の1時間は10分ごとに、それ以後は20分ごとに行ない、2時間還元の後、温度を1000°Cに上昇せしめ、空試験値に達するまで30分ごとにU字管の秤量を行なう。

なおU字管の空試験値は10分間の増量 0.001 g 以内とする。

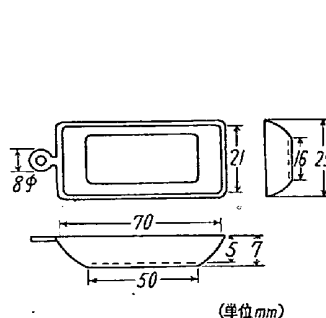
第4章 還元率および被還元性の表示法

4.1 還元率の表示法

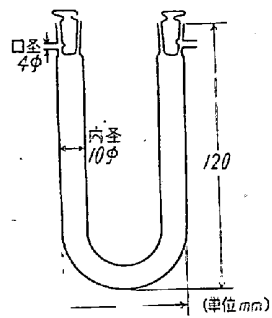
還元完了までの全吸水量より試料中の全酸素量を求めまた任意の時間までの吸水量から還元により除去された酸素量を計算し、つぎのように百分率で表示する。



第2図 反応管



第3図 ボート



第4図 吸水用U字管

$$R(\%) = \frac{\text{還元によつて除去された酸素量(g)}}{\text{試料中の全酸素量(g)}} \times 100$$

4.2 被還元性の表示法

各種鉄鉱石および焼結鉱の被還元性を表示するには、縦軸に還元率(%), 横軸に時間(分)をとつた1対1のグラフに還元曲線を示すことを原則とするが、これを数的に表示する場合は、還元開始後30分、1時間および2時間後の還元率を示すものとする。ただし30分間ですでに95%以上の還元率に達するものは以後の還元率を示す必要はない。

塊状鉄鉱石標準還元試験法

日本学術振興会製鉄第54委員会

(昭和33年12月9日制定)

第1章 総則

この試験法は比較的多量の塊状試料を用いて各種鉄鉱石、および焼結鉱の還元試験を実施する場合に適用する。

第2章 試料採取

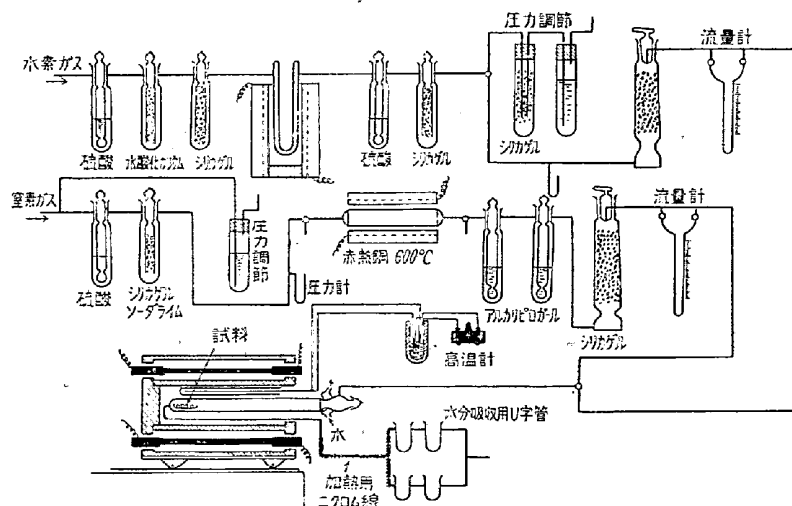
2.1 平均試料の採取法

大量鉱石からの試料採取は JIS 規格 (JIS, M・8105鉄鉱石試料採取法ならびに粒度、水分検定方法) に準じて行なうものとする。

2.2 実験試料の調整

実験試料は平均試料から4分法によつて採取する。また試料の粒度は 20±1 mm を標準とし、必要に応じて適当に変えうるものとする。

なお化学成分、あるいは鉱石組成に変動の大



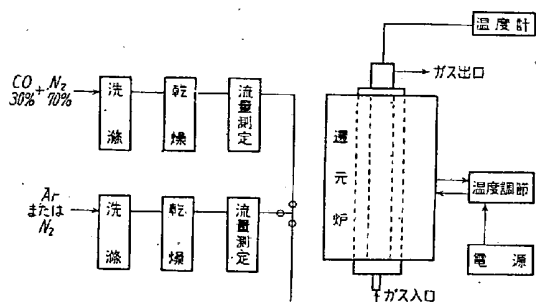
第1図 実験装置

きい鉱石の場合には別に定める方法によつて還元試料を調整する。(註1)

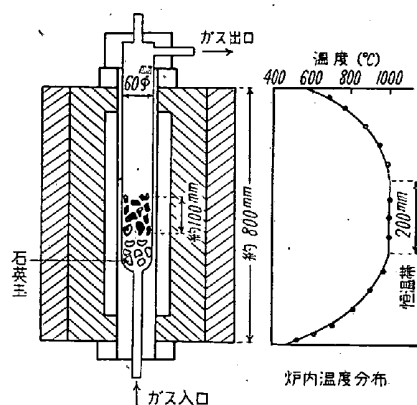
第3章 実験方法および操作

3.1 実験装置

還元ガスは CO 30%, N_2 70% の混合ガスを用い、洗浄および乾燥したのちに反応管に導く。実験装置は第1図および第2図に示す。



第1図 実験装置の図



第2図 還元炉の図

還元開始前の試料加熱期および還元後の試料冷却期は充分酸素を除いた窒素またはアルゴンで乾燥使用する。

3.2 実験条件

- (1) 還元用試料はおのおの空気浴 120°C で3時間乾燥し、付着水を除去してデシケーター中に保存する。
- (2) 試料は各粒度のものをそれぞれ1回に約500gとする。ただし焼結鉱のように比容積の極端に異なるものは試料層の高さがほぼ同一となるように重量を変えることにする。
- (3) 還元温度は 900°C を標準とし、必要に応じて

800°C あるいは 700°C , 1000°C の測定を加える。

(4) 還元時間は180分間を標準とする。

(5) 還元ガスの流量は毎分15lとする。

3.3 実験操作

試料を反応管に充填し、窒素またはアルゴンを通じて反応管内を置換し、窒素またはアルゴンを通じながら約2時間で所定温度まで加熱し、そのまま30分保持したのち、還元ガスに切り替え還元を開始する。

所定時間還元ガスを通過したのちは、ふたたび反応管内を窒素またはアルゴンで置換し、その気流中で 100°C 以下に冷却する。

第4章 被還元性の表示法

4.1 被還元性の表示法

各種鉄鉱石および焼結鉄の被還元性を表示するにはまず粒度および温度を明示し、縦軸に還元率(%), 横軸に時間(分)をとつた1:1のグラフに還元曲線を示すことを原則とする。

被還元性を数的に表示する場合には還元開始後60分, 120分, 180分における還元率にて示すものとする。この場合も粒度および温度を明示しておかねばならない。

また還元率は次式によつて求める。

$$R = \frac{A - B}{A} \times 100$$

R: 還元率%

A: 還元前 Fe 1g あたり結合酸素量

B: 還元後 Fe 1g あたり結合酸素量

註1: 試料調整

1回の実験に用いる試料は500gとし、通常ふるい分け後の試料から還元用試料と原鉄の分析用試料を採取するが、鉄物組成そのほかに変動の大きい鉄石の場合にはつぎのとおり行なう。15mm以下の鉄石については4分法で採り(15mm鉄石は1回に約60~80個)20mm鉄(約20~30個)以上の粒度では鉄石の個々について、肉眼観察と簡単な比重測定用天秤による測定結果から2~3のグループに分類し、各グループに属する鉄石を組合せて採取するが、その際に組合せてえた試料の比重ができるだけ平均値に近い値をとるように留意する。ふるいは角ふるいとし極端に異形の試料は除く。

日本学術振興会第19委員会(第3分科会報告)

鉄および鋼中のヒ素定量方法(容量法)

(塩化第1! スズ還元—ヨウ素滴定法)

(昭和32年12月6日決定)

1. 要旨

試料を硝酸で分解し過塩素酸を用いて硝酸を駆除す