

と致しまして鞍山製鐵所の爲めに毎年百何十萬圓のネットの損を致して居るのであります、併しながら今之れに前述の 1.1 千萬圓を投じますれば、現在の炭價及び運賃で現在の銑鐵の値段で勘定致しますれば、鞍山製鐵所としては未だ少しく缺損になりますが、會社全體から申しますれば、石炭の利益及び運賃の利益がありますから、會社として考へる時は今迄の缺損がなくなりまして結局經濟もよくなる事になります。

終りに臨みまして鞍山に於て貧鐵處理の研究に着手致しまして以來、多方面から色々の批難攻撃が出まして、其の衝に當つて居りました私共は随分苦しい思を致したのであります、滿鐵幹部の同情ある諒解と、先輩各位の御鞭撻並に鞍山製鐵所上下一致したる援助とが今日の結果を齎らしたものでありまして厚く感謝致す次第であります、之れを以て本講演を終る事に致します。(終)

○會長(河村驥君) 唯今の御講演に就て御質問なり御意見のあります方も定めしありませうと考へますが、時刻も餘程過ぎましたから、それ等の御意見は後刻懇親會の卓上で承ることに致したいと考へます。梅根君は御多用中の所を御繰合せ下さいまして、遠路の所わざわざ御上京下され、我國鐵礦資源の少い關係上、將來我國の鐵鋼國策の樹立上に最も重要な關係を有する所の、滿洲に多量に存在して居る貧鐵處理の方法に就て多年御苦心御研究の結果を、ロースティング、セパレーティング、シンターリング及び熔鐵爐の實際の御使用に亘りまして、極めて適切な御講演を下さいましたことは、時節柄最も有益にして且參考となる資料を我々に御提供下さいましたことと考へます、同君に對し深厚なる敬意を表し、且一同を代表して厚く御禮を申し上げます (拍手)。

硫酸滓焼結に就ての實驗

大 平 一 郎

本稿は著者が當學學士試驗論文として提出せるものなるが或は讀者の御參考ともなり得んかと察し敢て推舉掲載を乞ひたるものである。

大正十四年五月 九州帝國大學工學部冶金學教室にて

金子恭輔

第 一 篇 緒 論

第 一 章 燒 結 の 目 的

鐵粉燒結の目的は製鐵原鐵として具有すべき要素を可及的多數獲得せしめんとするに在り。今諸論文に引用さるゝ該要素を記せば次の如し。

鐵團鐵(燒結鐵)の具有すべき要素 一、運搬、保存、及び製煉の際に崩壊せざる如き機械的諸性質を有すべきこと。即ち抗壓力は 1 平方糎につき 60 疋以上。又 3 乃至 4 米の高所より鐵板上に墜落せしめ、假令破壊することあるも粉鐵を生ぜざること。二、天候的影響に對する抵抗性を有すべきこと。即ち日光雨露等に長く曝露するも崩壊せざること。三、或る一定の長時間水中に浸け置くも軟化崩壊せざること。四、相當の有孔率を有すべきこと。五、熱間に於て尙次の諸性質を有すべきこ

と。

(イ) 攝氏 900 度 (以下溫度は悉く攝氏を用ゆ) 位に熱せらるゝも崩壊せざること。(ロ) 爐頂附近 (200 度乃至 300 度) にて、水蒸氣等の發散により崩壊されざること。(ハ) 1000 度位に至る迄一酸化炭素、炭酸瓦斯の混合瓦斯中にて崩壊されざること。(ニ) 爐内降下の際に受くる壓力と磨擦に抵抗すべきこと。

六、製煉並びに成生物に有害なる不純物を含まざること。

(イ) 爐壁を侵すアルカリー類、鹽素瓦斯等。(ロ) 硫黃及び砒素等。

第二章 實驗の方針

前章記述の要素を念頭におき、先づ水分を加へて固めたる粉鑛を各段溫度に相當時間保ちて生ずる機械的、化學的諸性質の變化を觀察せんと欲したり。更に還元雰囲気内にて燒結せしめ之を酸化雰囲気内に於ける結果に比較せんと期したり。此のために、製團燒結法を採り、爐はニクロム線抵抗型電爐を用ひたり。

第三章 參考書

參考書として特に負ふ所大なりしものは次の如し。

K. Endell; Zur Erforschung des Sintervorganges. (Metal u. Erz. XVIII. Jahrg. Heft 8, 1921)

石田四郎 大弧山精汰鑛團鑛實驗 (鐵と鋼第八年第九號)

W. Mathesius; Die Physikalischen Chemischen Grundlagen des Eisenhüttenwesens.

第二篇 本論

第一章 豫備的考察

次に述ぶる事項に關しては豫備的實驗を要すべきも、時日の都合上單に考察に止め、大體の見當を以て定めたり。

第一節 粒の大きさ 粒の大きさが粉鑛の壓縮並に燒結に對して影響を及ぼすは想像に難からざる所なり。彼の硫化鐵焙燒の際に粒の大小が亞硫酸瓦斯の最初の發生溫度に關係あるはホフマン氏の「一般冶金學」に述べられし所の如し。⁽¹⁾殊に本試料はかなりの硫黃を含めるが故に之に關しては一層考慮すべきものなるも、今は單に「粒を小にして表面積を大にすれば益々速かに反應すべし」との見地より全部百メツシユ以下となせり。

(1) Hofman: General Metallurgy (1913) p. 404.

第二節 水分 水分の役目は唯々團鑛の形狀保持に在りと考へたれば、可及的少量ならん事を欲し、數回試驗の結果、全實驗を通じて其の割合は團鑛の 5% となしたり。但し以上は勿論本實驗用壓縮器にて壓縮し得る範圍に於て擇びたるものなり。

第三節 壓縮 壓縮度を高むるは粒と粒とをより密接せしむる所以なれば固體相互間の作用に於ては壓縮の大なる程便宜なり。但し瓦斯との反應、蒸發等の側より考ふればなるべく表面積の廣きを可

とすべく従て壓縮の餘りに大なるは望ましからず。故に焼結が主として各固體成分間の作用に基くか、瓦斯との反應によりて起るか、或は兩者並起によるかにより夫れ夫れ適宜の壓縮度を想定し得べきものなれど、是れ多くの實驗にまたざるべからず。故に茲にては團鑛製作の便宜より假比重2.411の程度に壓縮して實驗を行はんとす。

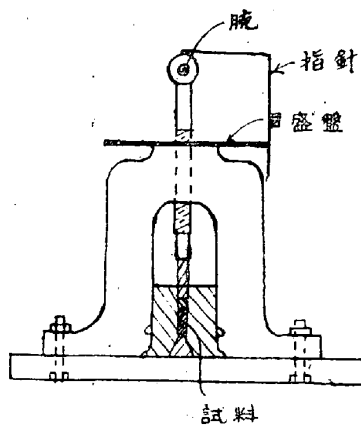
第四節 温度及び時間 本實驗の主要なる目的は温度及び時間を變じて焼結成績を見るに在り。以下主として 1,000 度乃至 1,100 度間を選びたるは、時日の都合上多くの實驗をなし得ざるために、二三文献により自ら見當づけしに他ならず。

第二章 實驗材料、裝置並に焼結經過

第一節 原料 本實驗に用ひたる粉鑛は宮崎縣東臼杵郡恒富村日本窒素肥料會社の惠贈による同所産の硫酸滓にして、其の化學成分の主なるものは次の如し。

第一 鐵	7.94% (酸化物として 10.22%)	硫 黃	2.36%
第二 鐵	53.17% (" 76.02%)		

附 圖 1



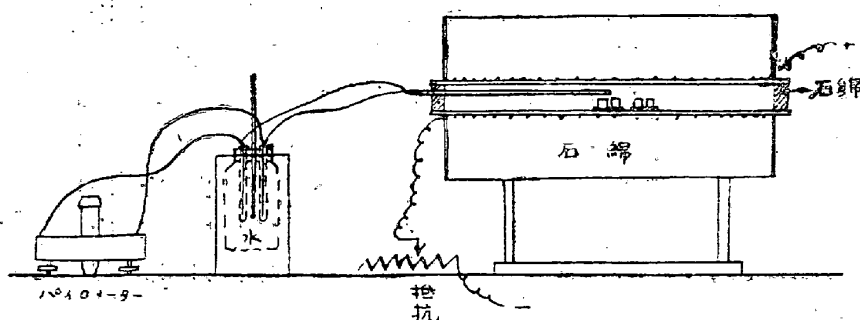
第二節 團鑛の壓結 團鑛の壓結にはカロリメーター用タブレットを製する壓縮器を用ひ、上端に目盛盤を附して指針により、可及的一定の容積を造らんことに努めたり。其の略圖は附圖一の如し。

次に水分に就きては、先づ原鑛試料を 100 度乃至 130 度に約 1 時間加熱して生じたる重量の減少を以て原鑛の水分と爲し、之にピペツトによりて 5% となる如く補充を行ひたり。而して此の原料を正確に 3 瓦とり壓縮にかけた後更に秤量したるに蒸發及び壓縮の際の失ひはかなり大なるものなりき。今團鑛の一例を示せば次の如し。
(僅かに輕き例なり)

No. 152	高さ 1.036 糎	直 徑 1.209 糎	斷面積 1.146 平方糎
	容 積 1.187 立方糎	重 量 2.9564 瓦	假比重 2.411

第三節 裝置 燒結用電氣爐は内徑 30 糎、厚さ 4 糎、長さ 410 糎の陶器圓管の外側にニクローム十八番線約 8.2 米を巻き陶土を以て其の上を塗り之を徑約 190 糎長さ約 400 糎の薄鐵板圓筒の中央部に

附 圖 2



に保ち間に石綿をつめて保温にあてたり。ニクローム線は筒の中央部に於て稍粗に(間隔約 6 糎) 兩端近くに於て稍々密に(間隔約 3 糎) 巻きて一樣の温度を得るに努めたり。電流は 110 ボルトにして

最大7アンペヤを通じ尙ほ抵抗器によりて調節を行ひたり。

溫度測定は白金及び白金ロヂウムの熱電對をシリカチューブの内に封じて圓鑛上の中空に保ち懸垂型ミリボルトメーターによりてなしたり。

第四節 燒結過程 加熱の際は管の兩端を數枚の石綿板を以て蔽ひ、各所要時間毎に軟鋼棒を以て一組宛かき出せり。又爐内冷却とは石綿板をつめたるまゝ電流を經ち冷却せしめしものなり。今加熱過程の一例を示せば次の如し。

(1) 800度 30分 試料番號； 142, 143, 145, 146.

經過時間 分	溫度 °C	摘 要	經過時間 分	溫度 °C	摘 要	經過時間 分	溫度 °C	摘 要	經過時間 分	溫度 °C	摘 要
0	180	電流を通ず	25	800	所要溫度に入る	40	805		55	800	電流をきる
5	420		30	809		45	804		62	700	
15	666		35	800		50	800	冷接點 9.8°	66	650	

補正結果 800度の眞溫度は 813 度なり、
次に各燒結に用ひたる試料番號を示さん。

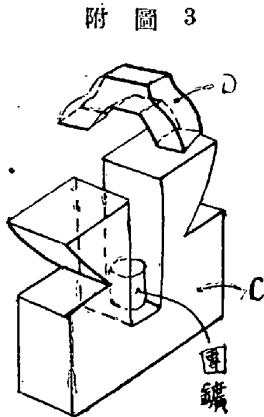
	溫度	燒結時間	試 料 番 號				
(2)	900度	30分	147,	148,	149,	150	(空 中 放 冷)
(3)	1,000度	30分	7,	8,	9,	10	(")
		1時間	11,	12,	13,	14	(")
		2 "	15,	16,	17,	18	(")
		3 "	19,	20,	21,	22	(")
		"	23,	24,	25		(爐 内 冷 却)
(4)	1,030度	30分	26,	31,	36,	41,	45 (空 中 放 冷)
		1時間	27,	32,	37,	42,	46 (")
		2 "	28,	33,	38,	43,	47 (")
		3 "	29,	34,	39,	44,	48 (")
		"	30,	35,	40,		(爐 内 冷 却)
(5)	1,060度	30分	49,	53,	54,	55,	56 (空 中 放 冷)
		1時間	50,	57,	58,	59,	60 (")
		2 "	51,	61,	62,	64,	69 (")
		3 "	52,	66,	67,	68,	65 (")
		"	63,	70,	71,		(爐 内 冷 却)
(6)	1,100度	30分	73,	75,	77,	79,	81 (空 中 放 冷)
		1時間	72,	74,	76,	78,	80 (")
		2 "	82,	85,	88,	91	(")
		3 "	83,	86,	89,	92	94 (")
		"	87,	90			(爐 内 冷 却)
(7)	1,200度	30分	156,	157,	158,		(空 中 放 冷)
		"	159,	160			(爐 内 冷 却)

(本燒結のみは白金抵抗電氣爐を用ひたり)

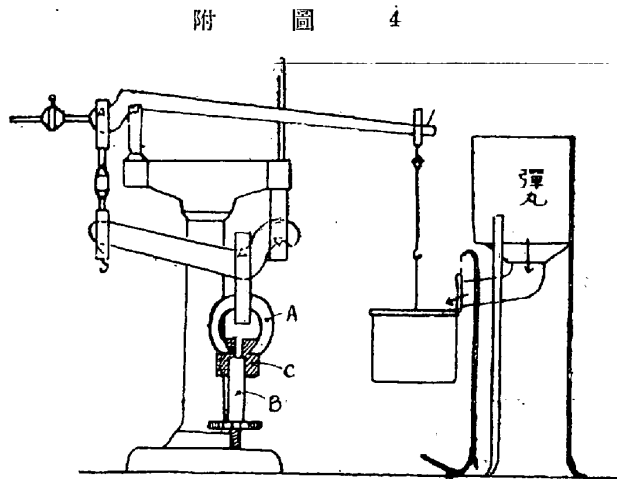
(8)	1,030度	2 時間(豫熱なし)	108,	109,	110,	111,	112 (空 中 放 冷)
		" (豫熱あり)	103,	104,	105,	106,	107 (爐 内 冷 却)
		3 時間	98,	99,	100,	101,	102 (空 中 冷 却)
		"	95,	96,	97		(爐 内 冷 却)

第三章 燒結結果

第一節 機械的性質 第一項 抗壓力 水分、假比重、容積及び形狀を等しうせる生團鑛の、種々の溫度並に一定溫度上昇後、該溫度に保たれたる時間の長短に對して其の機械的性質に如何なる影響を受くるかを知らんために先づ抗壓力を測定したり。此の測定には燒結團鑛其の儘を使用せるが故に各試料間多少の差異あるを免れず。一般には、低溫短時間なる程高さ高く、直徑大なり。然れども以下單に受壓面積のみを計算に入れ、高さを無視したり。是れ概して1糎に極く近く大なる影響なしと思考せる故なり。



D は B に嵌められて團鑛上部を壓す



試驗方法 試驗機はセメント耐伸強度測定に用ひらるゝ二重槓杆式耐伸強度試験機の試片を挟む所に附圖三の如き眞鍮鑄物をはめて耐壓強度を測定し得る如くせるものにして、荷重にはセメントの場合と同様に鉛の彈丸を

落したり。記録せる力は荷重容器の急激に下降する時、即ち團鑛碎けて支持力を失ひたる時をとり、荷重の眞の重さを5倍せるものなり。此の時試料の据付け悪しき場合は斜の壓力を受け易く、又終に際して彈丸の落下過多になり易きため此等の點に充分注意をなしたり。

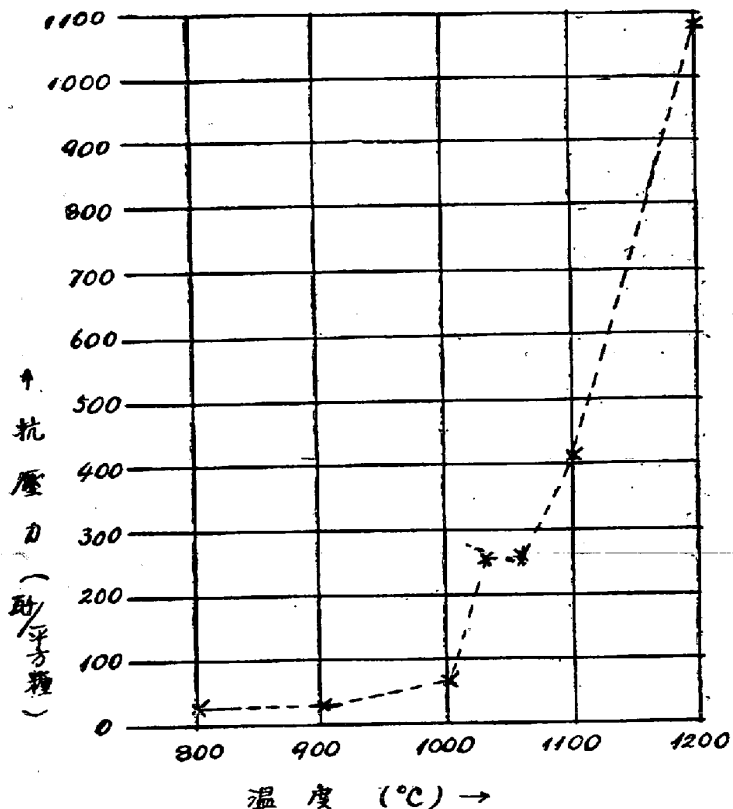
(甲) 一定溫度上昇後該溫度に 30 分間保ちたる試料の抗壓力

試料番號	溫度	破壊荷重 砵	受壓面積 平方糎	抗壓力 砵/平方糎	平均	試料番號	溫度	破壊荷重 砵	受壓面積 平方糎	抗壓力 砵/平方糎	平均
145	800°	28.7	1.154	24.9	24.9	45	1030°	280.0	1.110	252.3	252.3
147	900	31.7	1.144	27.7		51	1060	250.8	1.097	228.6	
148	"	43.7	1.147	38.1		55	"	317.1	1.099	288.5	
149	"	26.6	1.152	23.1		56	"	283.2	1.097	258.1	
150	"	33.6	"	29.2		77	1100	431.5	1.055	409.0	
8	1000	76.9	1.156	66.5	63.4	79	"	440.3	1.059	415.9	412.5
9	"	69.9	1.159	60.3		156	1200	970.7	0.902	1075.7	

圖示すれば附圖五の如し

(乙) 各段溫度に保ちたる時間の長短による抗壓力の變化は次表の如し。試料數個に就て平均値を求めたり。

附圖 5 (時間 30 分)



試料番號	溫度	時間	破壊荷重	受壓面積	抗壓力 kg/平方糎
	1000°	30分	63.4	平方糎	63.4
11, 12, 13	"	1時	99.7	1.152	86.6
16, 17	"	2"	166.0	"	144.1
20, 19	"	3"	157.7	"	138.1
45	1030	30分			252.3
22, 27, 46	"	1時	323.5	1.084	298.3
103, 104, 105	"	2"	474.1	1.062	446.3
99, 100, 101	"	3"	560.8	1.052	533.0
	1060	30分			258.4
57, 53, 59	"	1時	402.2	1.070	376.7
51, 62, 64	"	2"	558.1	1.022	545.8
65, 66, 67	"	3"	728.6	1.011	720.9
	1100	30分			412.5
88, 93	1100	1時	550.3	1.047	525.6
76, 78, 80	"	2"	852.7	0.994	857.8
83, 89, 92	"	3"	933.6	0.993	939.9

(附圖 6 参照)

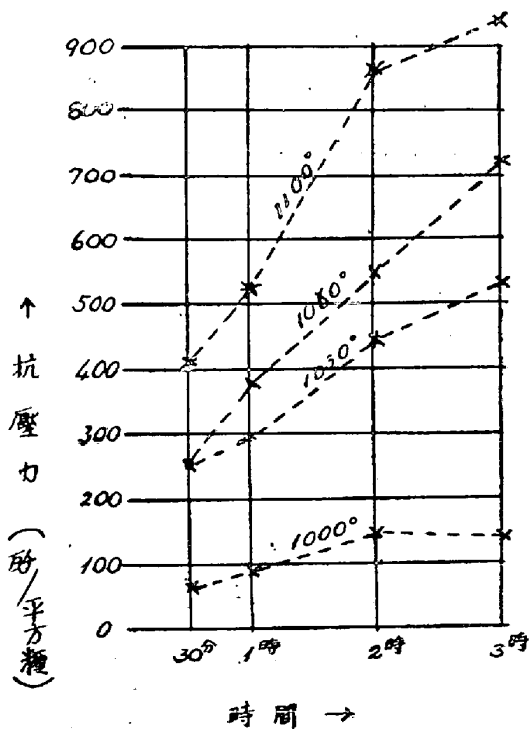
以上二表より知らるゝ如く、各段溫度に 30 分保ちて生ずる抗壓力は 1,000 度迄は極めて徐々に増し、1,000 度より烈しくなり、1,200 度にては驚くべく増大せり。即ち此の過程に於ける抗壓力上昇の臨界點とも稱すべきは約 1,000 度なり。

次に一定溫度に於ては長時間保つ程抗壓力増加せり。但し 1,000 度にては既に 2 時間の分と 3 時間の分の間に大差なきも、他は尙上昇を示し、且つ高溫度程増加の割合大なる傾向を認む。

茲に附記すべきは 1,100 度 3 時間の試料中に未だ充分破壊さるゝに至らず、試験機の都合上荷重を加へ得ざるものありたることなり。従て其の平均値は前表に示せる以上に昇るべきものならん。

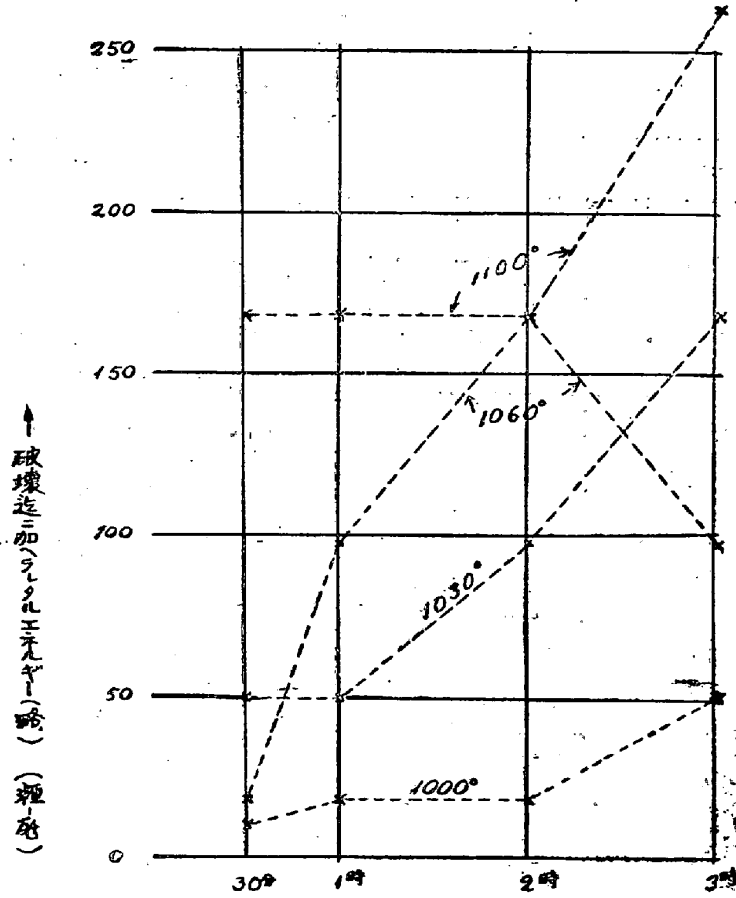
豫熱と抗壓力との關係 1,030 度にて、常溫より加熱せる試料と、該溫度に達したる時に裝入したる試料とを共に 2 時間保ちて比較を行ひたるに次の如

附圖 6



し。前者は約2時間の豫熱時間ありたり。

附 圖 7



	試料番號	破壊荷重 噸	受壓面積 平方糎	抗 壓 力 噸/平方糎	平 均
豫熱せざるもの	108	138.9	1.146	121.2	146.2
	109	195.8	〃	170.8	
	110	167.8	1.148	146.6	
豫熱せるもの	103	469.7	1.059	443.7	446.6
	104	420.7	1.062	396.0	
	105	532.1	1.064	500.0	

即ち豫熱せるもの著しく強固なり。

冷却速度と抗壓力との關係 空中放冷を行ひたる試料と爐内冷却をなせる試料との抗壓力を比較すれば次の如し。

温 度	時 間	空 中 放 冷		爐 内 冷 却	
		試料番號	抗 壓 力 噸/平方糎	試料番號	抗 壓 力 噸/平方糎
1,000°	3時	20, 19	138.1	24, 25	188.9
1,030	〃	99, 100, 101	533.0	96	534.7
1,100	〃	83, 89, 92	939.9	90	1015.0

同上試料の平均直徑及び高さは次の如し。

溫度	空中放冷		爐内冷却		溫度	空中放冷		爐内冷却	
	直徑	高さ	直徑	高さ		直徑	高さ	直徑	高さ
	種	種	種			種	種	種	
1,000°	1.203	1.003	1.188	1.008	1,100	1.110	0.941	1.089	0.930
1,030	1.152	0.908	1.159	0.935					

大體に於て爐内冷却即ち漸冷の方抗壓力大なり。又急冷の方は概して裂傷多し。尙上の實驗は十二月中旬午後七時頃より冷却し始めし故に殊更に急冷されたるものと見做すべき傾向あり。

第二項 衝撃試験結果 試験機としてはモーア、アンド、フェダーハツフ社製十米一呎衝撃試験機を用ひ試料は厚さ約5耗の帶鐵二枚の間に挟み、兩端をしめて試料を落さざる如くし、此の帶鐵上を打たしめたり。先づ錘を5度の角度だけ引き上げて放ちその運動のエネルギーを利用したるものなり。尙破壊せざる時は10度の角度に引き上げて放つ。斯くの如くして次第に5度宛増加し、同方向より繰返へし破壊に至る迄衝撃を加へたり。而して其の最後の最高角度数は次表第四列に示す。

試料番號	溫度	時間	最高角度數	破壊に至る迄に加へられたるエネルギー(略)	試料番號	溫度	時間	最高角度數	破壊に至る迄に加へられたるエネルギー(略)
10	1,000	30分	10°	9.98 種-呎	49	1,060	30分	15°	17.88
14	"	1時	15	17.88	50	"	1時	25	97.66
18	"	2"	"	"	61	1,060	2時	30	168.00 種-呎
22	"	3"	20	49.56	52	"	3"	25	97.66
41	1,030	30分	"	"	73	1,100	0.5"	30	168.00
42	"	1時	"	"	74	"	1"	"	"
106	"	2"	25	97.66	82	"	2"	"	"
111(豫熱なし)	"	"	15	17.88	86	"	3"	35	263.00
118	"	3"	30	168.00					

概して抗壓力に比例す。時間長き程又温度高き程強固なり。

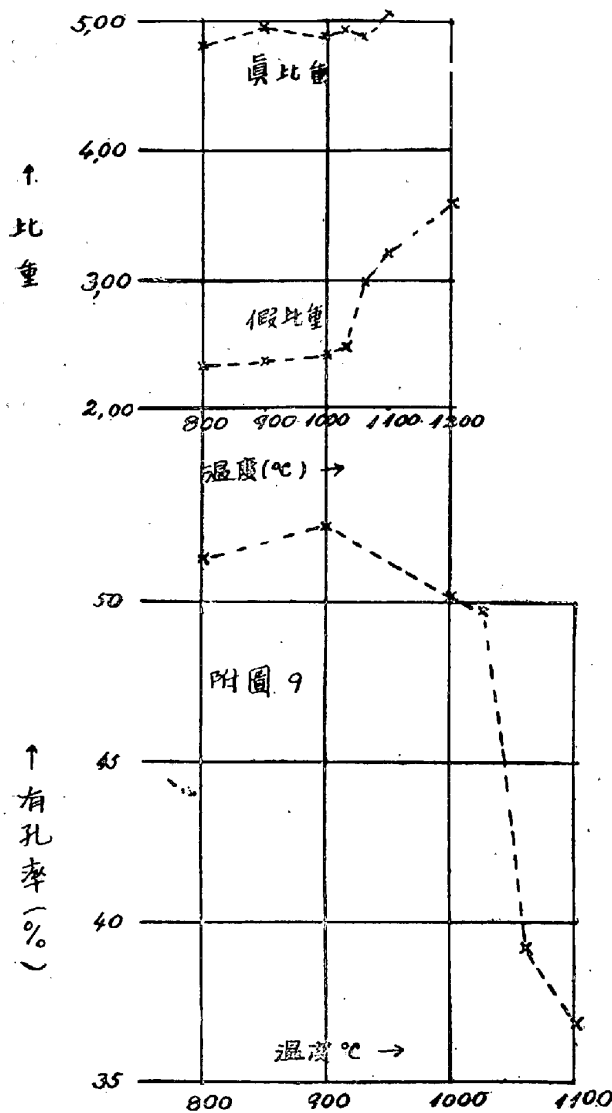
第二節 比重及び有孔率 第一項 測定法 眞比重測定は比重瓶(5立方種容)を用ひて數回行ひ、其の平均の値をとりたり。而して團鑛は燒結後もかなり正しき圓筒形を呈せる故にマイクロメーターによりて、直徑及び高さを測定し假比重を算出したり。マイクロメーターは百分一耗迄目盛されたるものなり。上記の如く假比重を得れば次式により有孔率を計算比較したり。

$$\text{有孔率} = \frac{\text{眞比重} - \text{假比重}}{\text{眞比重}}$$

第二項 結果 各溫度に上昇せし後30分保ちたる場合(附圖八、九参照)

溫度	團鑛重量 瓦	同容積 立方種	假比重	眞比重	眞假比重の差	有孔率
800°	2.8171	1.202	2.343	4.810	2.467	51.29
900	2.8153	1.187	2.359	4.949	2.590	52.33
1,000	2.7959	1.130	2.413	4.885	2.472	50.81
1,030	2.7603	1.113	2.479	4.928	2.449	49.69
1,060	2.7704	0.930	3.978	4.894	1.916	39.15
1,100	2.7995	0.866	3.198	5.064	1.866	36.84
1,200	2.7995	0.781	3.587	—	—	—
原料			2.411	4.825	2.414	50.03

附圖 8



假比重及び真比重は大體に於て温度と共に増加し殊に約 1,000 度以上にて急激なる變化を示す。有孔率の場合特に然りとす。

第三節 化學成分の變化 第一項 鐵分 第一鐵の分析法及び其の結果次の如し。

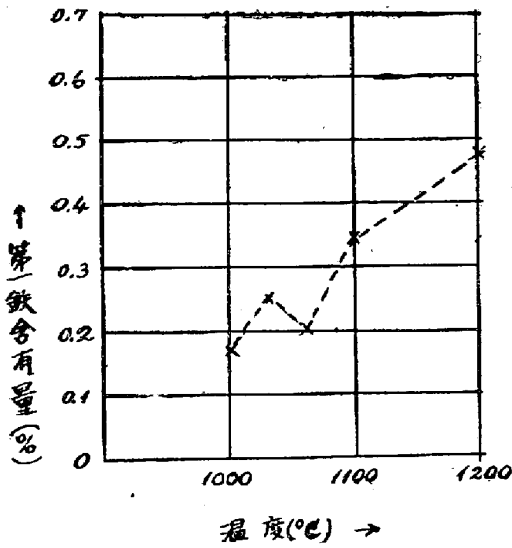
分析手順 250 立方糎容エレンマイヤーフラスコに、モルターにて粉にせる試料を一瓦位秤り入れ、キップの装置に石灰石と鹽酸とを入れて炭酸瓦斯を發生せしめて、一度水をくゞらしめ、之を前のフラスコ中に送り、常に炭酸瓦斯を以て満たす如くす。而して先づ 30 立方糎の鹽酸（比重 1.19）を加へて沸騰せぬ程度に加熱し試料の充分分解するを待ちて装置より取りはづして冷却して水約 1 立を以て薄め、大なる磁器鉢に入れ、硫酸滿俺磷酸溶液 20 立方糎を加へ、豫め純蔞酸ナトリウムにて強さを定めたる過滿俺酸加里溶液によりて滴定したり。

結果（過滿俺酸加里溶液の強さ 0.010071 瓦鐵）

試料の温度及び時間	第一鐵 %	同酸化物として	試料の温度及び時間 時	第一鐵	同酸化物として
原料	7.913		1.060 0.5	0.201	0.259
1,000° 0.5 時	0.1707	0.207	" 1	0.302	0.389
" 1	0.1501	0.193	" 2	0.252	0.324
" 2	0.256	0.329	" 3	0.251	0.323
" 3	0.250	0.322	1.100 0.5	0.312	0.440
1,030 0.5 時	0.251	0.322	" 1	0.351	0.452
" 1	0.271	0.349	" 2	0.352	0.453
" 2	0.251	0.322	" 3	0.251	0.323
" 3	0.351	0.451	1.200 0.5	0.477	0.612

(附圖第十、参照)

附圖 10
(時間 30分)



此の實驗に於て第一鐵含有量は各溫度に保つ時間の長短によりては殆ど變化なし。次に溫度の變化に對しては溫度の上昇と共に其の量は先づ著しく減じ、或溫度以上にては再び増加の傾きあり。

上述の分析結果にては第一鐵少量にして其の變化も不規則なれども、焼結鑛の色は一定溫度にて時間を変じたる時よりも、溫度を変じたる場合の方、色の變化著しき事實あり。乃ちソスマン、ホステター兩氏の説の如く、粉末の色黒味を帶ぶる程酸化第一鐵多しといふことを事實とせば上述の如く第一鐵が變化するものと斷定し得るなり。

(2) Trans. Am. Inst. of Min. & Eng. Vol. LVIII, P.424.

又原鑛に含有されし第一鐵は 7.94% にして、1,000 度に 30 分保ちたる後には其の約 96% を失へり、總鐵分及び第二鐵の分析法及び結果次の如し。

分析手順 試料約半瓦を 250 立方糶容のエレンマイヤーフラスコに入れ 25 立方糶の鹽酸 (比重 1.19) を加へて加熱し充分に分解せる後 25 立方糶の水にて薄む。加熱の際は時計皿を以て蔽ひたり。次に之れに沸騰程度の溫度に於て鹽化錫 (SnCl₂) 溶液を滴下し時々内容をふりて暫らく結果を見、漸次第二鐵を還元し終りて水を以て冷却し常溫に至りて昇汞水を 15 立方糶加へ良くふりませ略半分間靜止せしめたる後約 1 立の水を以て薄め後は第一鐵と同様の方法にて滴定せり。

結果

試料の溫度 及時間	總鐵分 %	第二鐵	第二鐵酸化 物として %	試料の溫度 及時間	總鐵分 %	第二鐵	第二鐵酸化 物として
1,000° 0.5 時	63.18	63.01	90.09	1,000° 0.5 時	63.55	63.35	90.57
" 1 時	63.73	63.53	90.90	" 1 時	63.32	63.12	90.24
" 2 時	63.36	63.10	90.21	" 2 時	63.51	63.26	90.44
" 3 時	63.50	63.25	90.43	" 3 時	63.25	63.00	90.07
1,030 0.5 時	63.14	62.82	88.76	1,100 0.5 時	63.31	62.97	90.03
" 1 時	63.48	63.33	90.54	" 1 時	63.50	63.15	90.69
" 2 時	64.28	64.03	90.11	" 2 時	63.78	63.43	90.29
" 3 時	63.82	63.47	90.74	" 3 時	63.55	63.30	90.50
原 料	61.11	53.17	76.02				

表中の第二鐵分は總鐵分より前第一鐵分を減じて出したるものなり。

此の結果により 1,000 度乃至 1,100 度に於ては 1 時間乃至 3 時間該溫度に保つも總鐵分殆ど變化なきを知り得。

第二項 硫 黄

分析手順 試料約 1.5 瓦を秤量して蒸發皿に入れ、次に鹽酸(比重 1.19) 20 立方糎と硝酸(比重 1.4) 20 立方糎とを混合し稍々加熱して鹽素發生を助けたる後、之を試料に加へ、其の上には時計皿を載せて作用を全からしめたり。之を蒸發乾固せしめ更に鹽酸 15 立方糎を加へて再び蒸發乾固し、更に又鹽酸 15 立方糎を入れて約 5 立方糎に至る迄蒸發し、之を冷却して 50 立方糎の水を加へ、殘滓を濾過し、濾液に水約 200 立方糎を加へて沸騰せしむ。此の場合時として濁沈澱を生じたることあり。恐らく水酸化鐵ならんと考へ、可及的少量の鹽酸を以て之を溶解し、液は弱酸性ならしめたり。是に沸騰程度に保ちたる 10% 鹽化バリウム溶液 40 立方糎を徐々に加へ、終つて之を熱せられたる砂床上に約 3 時間放置し、一晝夜の後フィルターパルプを用ひて濾過し、白金坩堝にて燒きて硫酸バリウムを測定し硫黄を算出せり。

結 果

試料の溫度 及 時 間	硫 黄 分	試料の溫度 及 時 間	硫 黄 分	試料の溫度 及 時 間	硫 黄 分	試料の溫度 及 時 間	硫 黄 分
時	%	時	%	時	%	時	%
1,000° 0.5	0.148	1,000° 2	0.0796	1,060° 0.5	0.1392	1,030° 2	0.0556
〃 1	0.090	〃 3	0.0557	〃 1	0.0756	〃 3	0.0507
1,060° 0.5	0.0839	1,060° 2	0.0511	1,100° 0.5	0.0633	1,100° 2	0.0425
〃 1	0.0553	〃 3	0.0171	〃 1	0.0472	〃 3	0.0623
原 料	2.362						

前表によれば大體高溫度長時間なる程脱硫せらる。尙詳言せば加熱 1 時間迄は著しく低下し以後脱硫緩徐なるものゝ如し。1,100 度 3 時間の試料は恐らく特に硫黄に富める部分ならん。又高温なる程脱硫の効果速かに現はるるも 0.5% 前後に至れば脱硫の割合概して相近く、低き溫度にても長時間(3 時間)に於ては略々相如く値を得。次に豫熱の有無と脱硫との關係を見るために、常溫より約 2 時間を経て 1,030 度に達せし試料と該溫度になりたる時裝入せる試料とを共に 2 時間加熱したるものを比較せしに次の如き結果を得たり。

硫黄含有量 豫熱せるもの 0.056% 豫熱せざるもの 1.491%

乃ち甚しき差異を示せり。仍て脱硫には加熱時間の影響極めて重大なりと思惟す。

第 四 章 石炭瓦斯中の燒結

前章迄の實驗は酸化雰囲気中にて行はれたり。次に還元雰囲気内にて如何なる差異を示すかを實驗比較せん。

第一節 燒結装置及び燒結過程 第一項 装置 前章の實驗に用ひたる爐に上藥塗の陶器製燃焼管を通し、兩端をゴム栓によりて空氣の洩れざる如くし、一方より石炭瓦斯を通入せしめ、ユンケル瓦斯メーター及び壓力調節器によりて、量及び壓力を一様にせんと努めたり。量は可成的少量にし、壓力は水柱 10 乃至 11 耗を示さしめたり。管の兩端は鉛管によりて水冷却を行ひたり。溫度測定は前

章實驗の方法と同じく、試料はポートにのせて管の中央部におきたり。

第二項 燒結過程、一例を示せば次の如し。皆之と同型的に行ひたり。

(1) 800度 0.5時 試料番號 130, 131, 132, 133

瓦斯メーター					瓦斯メーター				
時間	温度	読み	瓦斯壓力	摘要	時間	温度	読み	瓦斯壓力	摘要
時分	°C	立	水柱糶	電流を通ず。	時分	°C	立	水柱糶	
0		10.75	11.5		1 15	800	25.6	11.5	
5	100	11.8	〃		20	〃	26.6	〃	
15	357	13.45	12		23	809	27.25	〃	電流をきる
25	530	15.15	—		25	770	27.68	〃	
40	710	17.75	13		31	715	33.1	—	
51	793	19.44	—		35	665	33.95	11.5	
53	800	—	11.5	所要温度に入る。	40	620	34.7	5	冷却のため瓦斯を十分に 出すも壓変上らず。
58	795	21.9	〃	冷接點 7.50	50	538	36.68	6	
1 2	802	22.9	〃		2 00	485	38.30	6.5	
5	800	23.55	〃		20	400	41.95	—	
10	805	24.49	—						以下常温迄該分圍を保つ。

試料番號を記せば次の如し。

温度	時間	豫熱時間	試料番號	温度	時間	豫熱時間	試料番號
	時	時分			時	時分	
(2) 900°	0.5	1 18	113, 114, 115, 116, 117	(4) 1,100	0.5	2 17	135, 137, 139, 141
(3) 1,000	〃	7 0	134, 136, 138, 140				

第二節 燒結結果

第一項 抗壓力 試驗機は前章と同じ。數字は試料數個の平均値なり。

試料番號	温度	時間	破壊荷重	受壓面積	抗壓力	試料番號	温度	時間	破壊荷重	受壓面積	抗壓力
		分	𣎵	平方糶	𣎵/平方糶			分	𣎵	平方糶	𣎵/平方糶
130, 131, 132	800°	30	27.2	1.188	22.89	136, 138	1000	30	273.55	0.889	308.0
115, 116	900	〃	159.95	1.031	155.2	135, 137	1100	〃	399.3	0.745	535.9

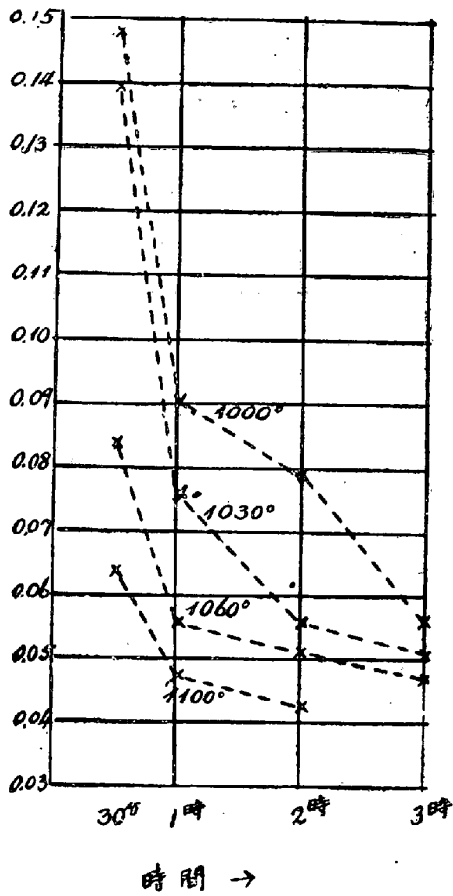
燒結團鑛の平均寸法次の如し。

試料番號	直徑	高さ	容積	試料番號	直徑	高さ	容積
	糶	糶	立方糶		糶	糶	立方糶
130, 131, 132	1.230	1.052	1.250	136, 133	1.064	0.908	0.807
115, 116	1.146	0.979	1.009	135, 137	0.971	0.844	0.633

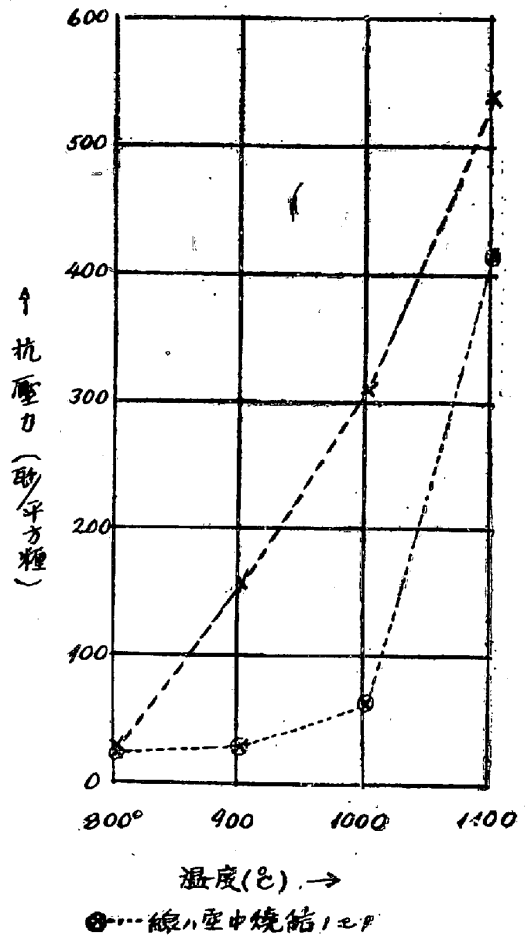
(附圖十一、十二参照)

前表結果より 800 度に 30 分保ちしは極めて脆弱なるも、抗壓力は温度と共に殆ど直線的に、可なり急なる増加率を以て増加するを知る。酸化雰囲気内にて燒結せしものに比すれば一般に強度を増せるが如し。但し此の場合は爐内にて漸冷せる故に直ちに比較し得ざるも前章冷却速度と抗壓力との關係より推してかく結論し得べし。尙ほ充分の比較は諸種條件を考慮に入るべきは論をまたす。最も著

附圖 11



附圖 12



しき差異は温度に伴ふ抗壓力上昇の型なり。兩者殆ど同點より出で一は急に上昇し他は 1,000 度に至りて始めて烈しき上昇を示し、1,100 度にて兩者稍々相近寄るを見る。

第二項 比重及び有孔率 比重測定は前章實驗と同様の方法を取り、假比重も同様に算出した。

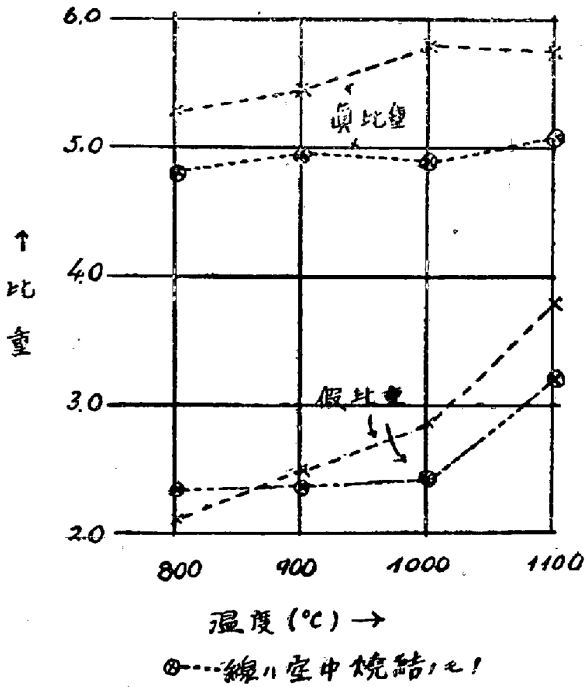
試料の温度 及 時間	真比重	假比重	有孔率	試料の温度 及 時間	真比重	假比重	有孔率
800° 30分	5.292	2.108	60.17	1,000 30分	5.787	2.825	51.18
900 " "	5.451	2.496	54.21	1,100 " "	5.741	3.782	35.84

(附圖十三、十四参照)

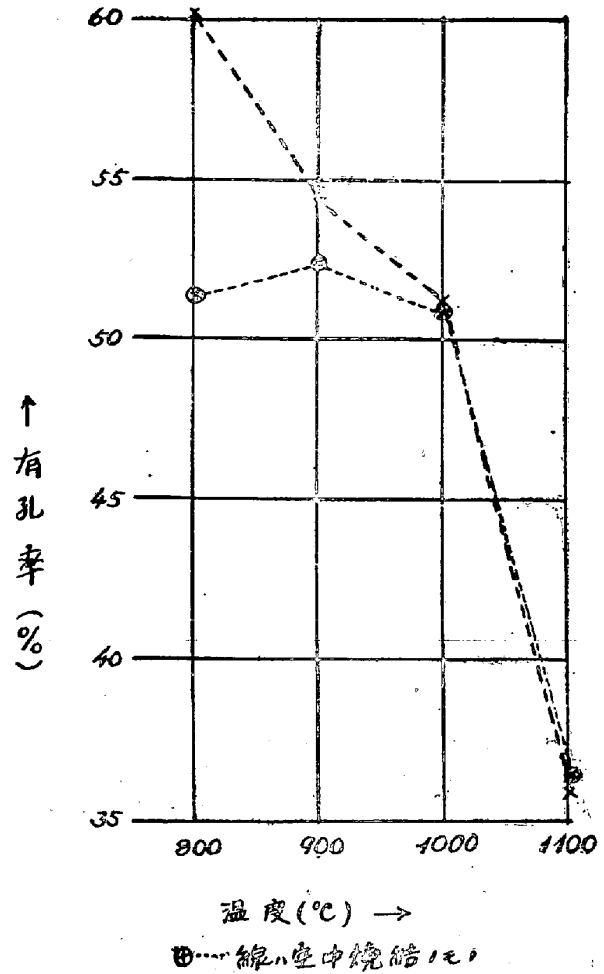
假比重も真比重も温度上昇と共に増大する傾向あり。

有孔率は殆ど直線的の減少を示す。今酸化雰囲気内の實驗結果と比較すれば真比重も假比重も(假比重は 800 度のみ例外)石炭瓦斯中にて焼結せるもの大なるを見る。その温度に對する變化は稍同型なり。但し假比重は 1,000 度以下に於ては空氣中焼結の方の變化極なきに反し石炭瓦斯中のものの變化は引き続き同割合なるを見る。有孔率は 800 度より 900 度の間は附圖十四の如き差異あり。1,000 度以上は先づ一致せり。即ち石炭瓦斯中にて行ひたる焼結は酸化雰囲気内に於けるよりも 800 度若くは 900 度以下に於て甚だ多孔質ならしむるを示す。

附 圖 13



附 圖 14



第五章 顯微鏡的觀察

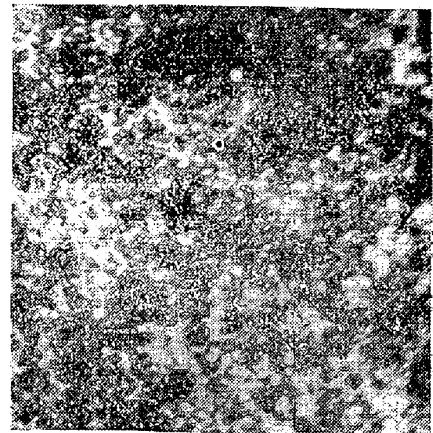
顯微鏡寫真試料は T_2 を除く外 000 の研磨紙を以て磨き、 T_2 は更に紅殻を用いたり。倍率は皆 250 倍なり。

寫真 1 は原團鑛なり。鑛物小粒の集團が凹凸に見え、其の形恰も礫を堆積せるが如し。従て研磨紙に對する抵抗も甚だ脆弱なり。 A_1 (1,000 度 30 分) は 1 の如く、礫様の粒、凹凸に見ゆるも、其の粒の間に新しき緻密なる組織を生ぜり。此の緻密組織は稜角ある微小粒子より成り、其の微小粒子は原鑛に於けるそれと同様なり。 A_2 (1,100 度 30 分) に至ればもはや凹凸の部分なく、全部緻密なる組織より成る。其の緻密組織内に寫真の中央に見る如き白き部分、各所に散在せるを見る。此の白き部分は残りの部分と異りて稜角のとれたる微小粒子より成るが如し。 A_2 (1,200 度 30 分) となれば、白き部分は俄然視野全體に擴がるを見る。余は顯微鏡的觀察より團鑛焼結の作用に二階段に行はるゝものと考えたり。即ち第一は A_1 に於ける如き原鑛の各粒崩けて緻密なる組織となる際に起る結合、第二は白き部分に進む際の結合是れなり。第一及び第二階段に於て如何なる變化起りたるかは知るを得ざりしも、第二階段後には明かに研磨紙に對する抵抗は甚だ大となり、團鑛の容積は躍進的に縮少す。茲

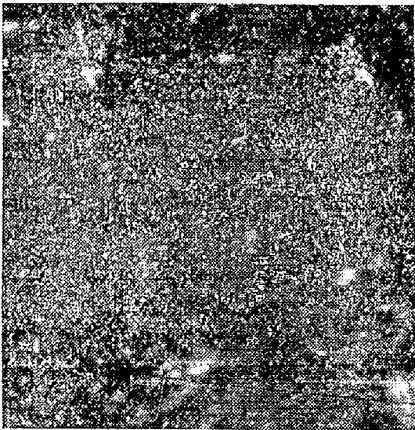
に於て團鑽の各微粒子は互に強く凝集結合しその結果堅硬なる組織を生成するものと考へられ従てかの白色の部分は即ち此の組織に當るとなし得るが如し。



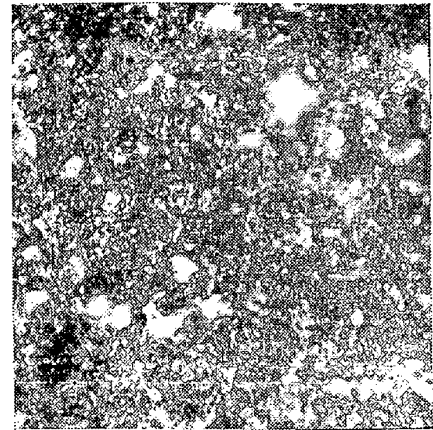
1. 原團鑽、×250



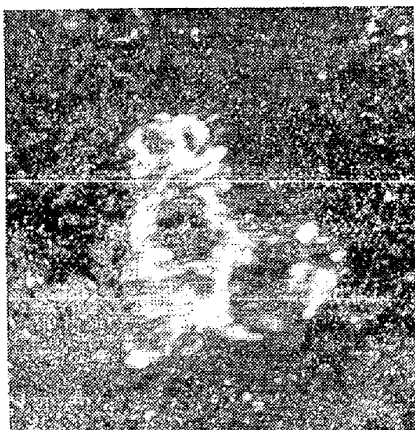
空中焼結 A₃千二百度三十分、×250



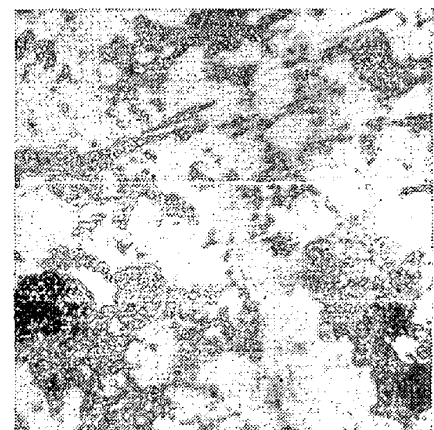
空中焼結 A₁千度三十分、同上



石炭瓦斯中焼結 T₂千度三十分、同上



空中焼結 A₂千二百度三十分、同上



石炭瓦斯中焼結 T₃千二百度三十分、同上

焼結作用を或説には結晶の生長となし、或説には半融解によるとなす。前記事實が如何に説明せらるゝかは未だ詳になし得ざりし所なり。之を抗壓力より見れば 1,100 度に於ては既に顯著なる向上を示し、1,200 度に至りては急激なる上昇を示し、白き部分の増加に比例して抗壓力も増加せり。次に石炭瓦斯中にて焼結せる場合に移らん。

T_2 (1000 度 30 分) は各粒崩れ緻密組織となれるを見る。研磨紙に對しては稍々脆し、 T_3 (1,100 度 30 分) は俄然金屬面を示す。寫眞に白きはそれなり。研磨紙に對しても甚だ硬し。此の場合は還元作用を受け、既に T_2 の際に細かき組織の中には金屬鐵らしきものを認め、 T_3 にては金屬鐵甚だしく現はる。抗壓力は 1,000 度、1,100 度と直線的に増進せり。蓋し還元作用のために粉狀化及び粉の接近従てその結合を促進せられたるものと見るべきが如し。

第三篇 實驗結果總記

一、抗壓力 空氣中燒結の場合は 1,000 度迄は強固ならざるも、1,000 度以上に於て急激なる強度増加を示す。既に 1,000 度に 30 分保ちしもの每平方糎 60 疋の強さを超え、是れ以上溫度を増すも時間を長くするも増大するのみなり。石炭瓦斯中燒結は 800 度に於ては殆ど見るべき力なきも、溫度上昇と共に直線的に増加す。900 度に 30 分保ちしものも既に 150 疋平方糎をこゆ。豫熱は (1,030 度に達する迄の約 2.5 時間) 抗壓力を増加す。急冷 (各溫度 3 時間保ちたる後の實驗) は抗壓力を減す。

二、衝擊に對する耐碎力 是れは略々抗壓力に比例す。

三、比重及び有孔率 眞比重及び假比重は溫度上昇と共に増加する傾向を認む。空氣中瓦斯中燒結共に略同型に 1,000 度迄は緩かに増し 1,000 度乃至 1,100 度に至りて稍急激に上昇す。概して瓦斯中燒結のもの空氣中のそれに比し、眞比重も假比重も共に高し。有孔率は兩燒結共 900 度以上は先づ一致してかなり速かに減少し、900 度と 800 度との間にては空氣中燒結のものに變化殆どなきに反し瓦斯中燒結のものは著しき高値を示す。

四、化學成分 (イ) 鐵 原鑛中の第一鐵は 1,000 度 30 分の際に其の約 96% を失ふ。是れ以上の溫度にては寧ろ増加する傾向あり。1,200 度に至りては稍著しく高率を示せり。而して石炭瓦斯中の燒結に就ては 1,000 度以上にて明かに金屬鐵を認む。殊に 1,100 度にて然りとす。之等は稀硫酸中に泡を出して溶解するを以て確めたり。

(ロ) 硫黃 一定溫度に於ては、時間長き程、一定時間の保持には溫度高き程、脱硫の效果顯著なり。1,000 度 30 分にして 94%、同 3 時間に 98%、1,100 度 2 時間には稍々是れ以上の效果あり。而して注意すべきは各 3 時間保持のものは稍々似よりたる値となることなり。よつて溫度低きも時間長ければ或程度迄は奏效すべし。又既に 300 度附近にて亞硫酸瓦斯を生ずる事實より見れば該硫酸滓中の硫黃もかなりの低溫より酸化し始むるは想像せらるゝ所なり。即ち結果としては豫熱なきものの硫黃は甚だ多く殘存し約 37% の脱硫率あるのみ。然れども、本實驗は何れも殆ど閉鎖されたる陶器管中に熱せしたため充分の酸化脱硫をなし得ざりしに非るかを疑へり。

本實驗に就ては本學講師井村製鐵所技師及谷村助教授の懇篤なる御指導を仰ぎたり。記して衷心より感謝の意を表す。(終)