



# 鐵 と 鋼 第二十四年 第十二號

昭和十三年十二月二十五日發行

## 論 說

### 海綿鐵製造の基礎研究

日 下 和 治\*

INVESTIGATIONS RELATING TO THE SPONGE IRON PROCESS.

Kazuji Kusaka.

SYNOPSIS:—The present Paper refers to the fundamental research in manufacturing sponge iron from iron ore in Manchukuo.

The experiments were made under about 1,000°C. using a small fixed tube furnace, rotary furnace and semi-industrial rotary kiln with respect to the following problems:—

- 1) Size and form of ore
- 2) Preliminary roasting of ore
- 3) Nature of reducing gases
- 4) Quantity of gas flow
- 5) Temperature of reducing ore
- 6) Effect of catalytic reagents

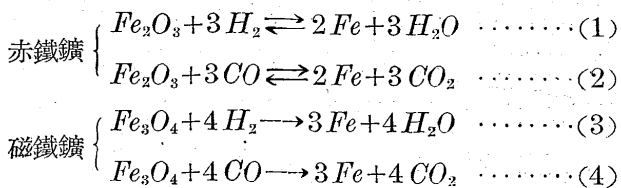
From the results obtained, some new conceptions regarding to the manufacture sponge iron in an industrial scale are explained.

#### 目 次

I 緒 言	V 管狀廻轉爐によるガス還元
II 使用鑛石及還元鐵粒決定法	VI 石炭還元による豫備實驗
III 固定式爐による H <sub>2</sub> 還元	VII 半工業的廻轉爐による實驗
IV 固定式爐による CO 還元	VIII 總 括

#### 1. 緒 言

海綿鐵は鐵鑛中の酸素を 1,000°C 内外の比較的低温度に於て、單一還元性ガス又は固體より發生するガスに依り之を還元して得た金屬鐵を主成分とするものであつて、其可逆反應方程式は次式の如く示し得る。



之等反應は何れの場合も、鐵鑛、還元ガス、還元鐵及び生成ガスの4成分となるが 反應方程式左右兩項のガス容積は同一であるから、容積の差に依て受ける壓力の影響は

ない。然し反應を左から右に進める爲には、換言すれば完全に目的を達する爲には、成生ガスは原ガスにより稀釋される事となる、即ち平衡に達して反應は停止する。

今還元ガスの濃度を  $c_1$ 、成生ガスの濃度を  $c_2$  とすれば此平衡限界は次式で示される。

$$c_2/c_1 = K$$

茲に  $K$  は温度常數で實驗に依て定まる。之を先輩の業績に就て調べるに<sup>1)</sup> 第1圖及び<sup>2)</sup> 第2圖の如く  $K$  を加へた限界曲線が發表されてゐる。但し圖表第2圖の2は著者が圖表化したものである。

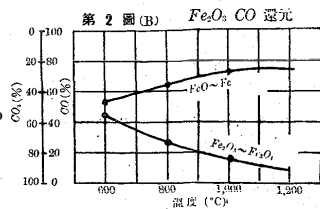
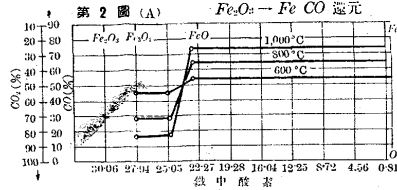
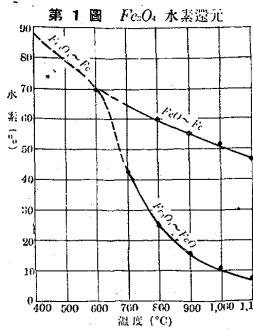
之に關し還元を幾何で行ふかゞ問題であるが、一般に還元速度は低温では緩徐で、高温になるに従ひ急速なる事が、化學反應の通有性であるから、與へられた條件に應じて經濟的溫度を決定するを要する。

第1圖及び第2圖説明 第1圖は磁鐵鑛を  $\text{H}_2$  により還元したる場合、還元溫度と水素との關係を圖示したるも

<sup>1)</sup> Eastmann (Jour. Am. Chem. Soc., Vol. 46, 1924, pp. 888-903)

<sup>2)</sup> Schenk, Dingmann (Zeit. anorg. u. Allg. Chem. 1927, Vol. 166, p. 113)

\* 滿鐵撫順製鐵工場建設事務所長



ので、横軸に温度を採り、縦軸に  $H_2$  を採て  $Fe_3O_4$  から  $FeO$  に進行する行程、並に  $FeO$  から  $Fe$  に進行する行程の二段階に關して、兩者の關係を比較したものである。

第2圖は赤鐵鑛を  $CO$  還元した場合で、横軸に鐵中に含む酸素量を採り、縦軸に  $CO$  を採て  $Fe_3O_4$  から  $Fe$  に進行する行程に於いて、送た  $CO$  と鑛石中の酸素の除去される状態とを還元温度別に示したものである。

第2圖の2は著者が更に圖表化したもので、赤鐵鑛を  $CO$  還元した場合、赤鐵鑛から純鐵を作るまでの進行々程に於ける還元温度と  $CO$  の送り方を圖表したものである。

今假に  $1,000^\circ C$  に於て  $CO$  にて還元し  $Fe$  に達せしむるには前記圖表により  $K = 27/73 \approx 0.37$  となるが故に此以下に保たしむる如く  $CO$  を送り而も生成ガスを排除すれば反應は迅速に進行する事となる。0.37 に於て平衡し  $Fe$  に移り得る點より見れば反應系中ガス 100 分中  $CO_2$  は 27 以上に昇り得ぬ事となる。

$H_2$  還元に於ても同様に  $K = 47/53 \approx 0.89$  となる。即前掲反應式 1~4 に於ては過剰の還元ガスを必要せらるゝもので理論的ガス量は平衡圖より計算される。

本報告は滿洲產富鐵鑛を原料とし固定式並に廻轉式爐により  $1,000^\circ C$  内外の比較的低温度により海綿鐵製造を目的とする基礎的實驗結果であつて、研究の範圍は鑛石の種類、形狀、豫備焙燒、還元ガスの性質及び流量、反應温度、還元促進等に互て居る。尙ほ實驗結果を要約すると次の如きものとなる。

還元率即ち金屬鐵歩留りを測る方法として、熔接機を用ゐる簡易弧光により海綿鐵より瞬時に鐵粒を作り重量を測た。之により上述多種の實驗の還元率を比較的簡單に見出し得た。又鑛石は赤鐵鑛が磁鐵鑛に比し還元容易なる事、更に豫備焙燒をすれば更に良好な事を明にした。次に還元促進劑としては燒石灰約 4% を添加する事が良好なる事、

更に鑛石の大きさは  $3 \sim 15 mm$  が全ての作業に都合よき新事實、又還元劑に石炭を用ゐる事も最も安價にして工業化確實なる事、並に之が廻轉爐中に於ける還元作用等を明にした。之等の新事實に基き工業的規模により製造せられ得る應用方面に就きて一言した。

## 2 使用鐵鑛石及び還元鐵粒決定法

鐵鑛石は滿洲鞍山の櫻桃園及び弓張嶺の2種を使用した。數個の分析平均値は次表で示す通りである。

產地	鑛種	分析%				
		$SiO_2$	Fe	Mn	P	S
櫻桃園	赤鐵鑛	4.53	66.03	0.111	0.023	0.0066
弓張嶺	磁鐵鑛	1.16	70.86	0.027	0.004	0.018

之等の鑛石に共存する  $CaO$ ,  $MgO$ ,  $Al_2O_3$ ,  $TiO_2$  等は僅少乃至痕跡に屬する程度に過ぎないが、唯珪酸の若干が存在してゐるのは已むを得ない。

普通基礎的研究には實際的に後の實驗に役立つしむる爲に、之等鑛石を其儘取扱た。

還元鐵粒決定法は海綿鐵を炭素板の凹部に挿入し、約 7 mm 徑の炭素電極を以て、直流熔接機で瞬時に熔落する。海綿鐵中の金屬鐵は鐵粒となり、珪酸又は未還元酸化鐵は鑛滓となり、容易に鐵粒表面に浮び上る故、鈍にて鑛滓を去り金屬鐵を採り出して秤量すると云ふ新しい方法を採用した。此方法に依れば瞬時に  $3,000^\circ C$  で熔す爲、酸化又は還元等と云ふ事なく、寧ろ複雑な濕式分析より誤差少い事を認める。

鐵粒歩留り計算は次式に依る。但し使用鑛石及鐵粒は各秤量するものとす。

$$\text{鐵粒/鑛石} \times 100 / Fe = \text{歩留り\%}$$

但し Fe の値は次の通りに採る

赤鐵鑛	65%
磁鐵鑛	70%

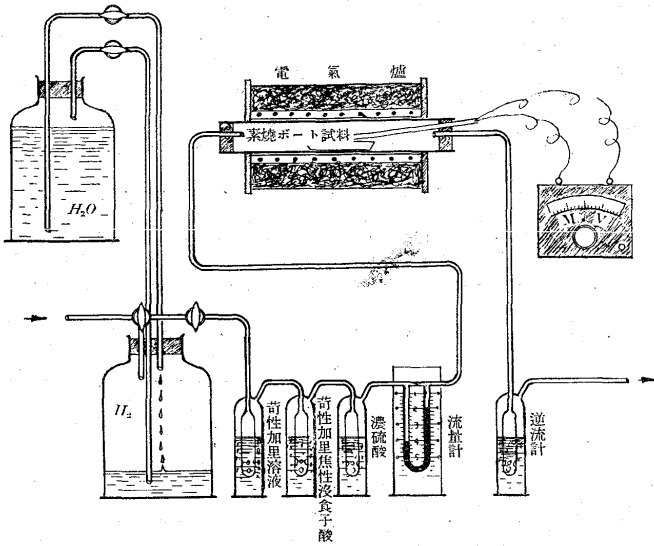
## 3 固定式爐に依る水素還元

實驗裝置は第3圖に示すニクロム線電氣爐内に挿入する還元用燃焼管は磁器製を用ゐ、又還元ポート上に配置する電熱對に依り温度を読み、所定温度の調節保持は變壓器に依る。所定水素量は爐直前の流量計と共に水滴落下量で調節する。尙最後の排出口は水を入れた洗滌瓶に挿入して逆流を防止する。

實驗は先づ鑛石を素燒ポート中に 5g 採り、爐内燃焼管内に入れ電流を通じ、所定温度に達すると水素を通す。實

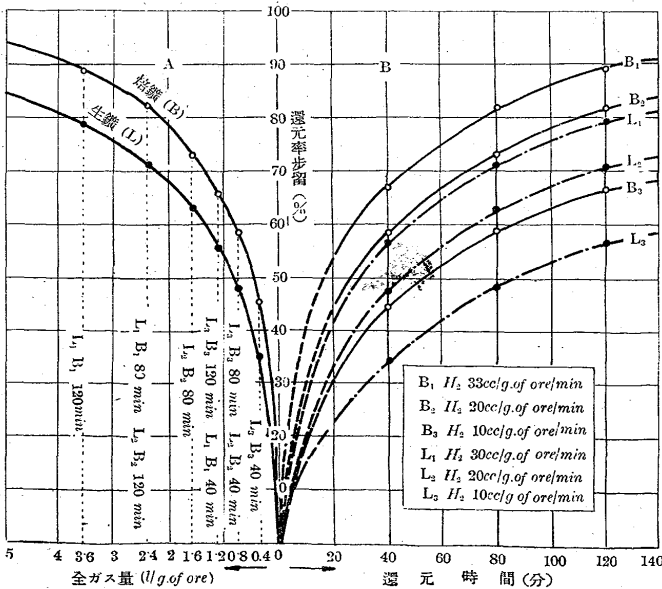
驗終了後電源を切り、末端護謨管を閉塞して外氣との接觸を絶ち、常温となつてからボートの儘取出す。斯くて得た海綿鐵は炭素板上の凹部に入れて、熔接機で電弧熔解したる後鑛滓を除く。鐵の歩留りに關しては前項の式に依り  $H_2$  還元の場合は次の諸項に就て個々に研究した。

第3圖  $H_2$  還元實驗裝置

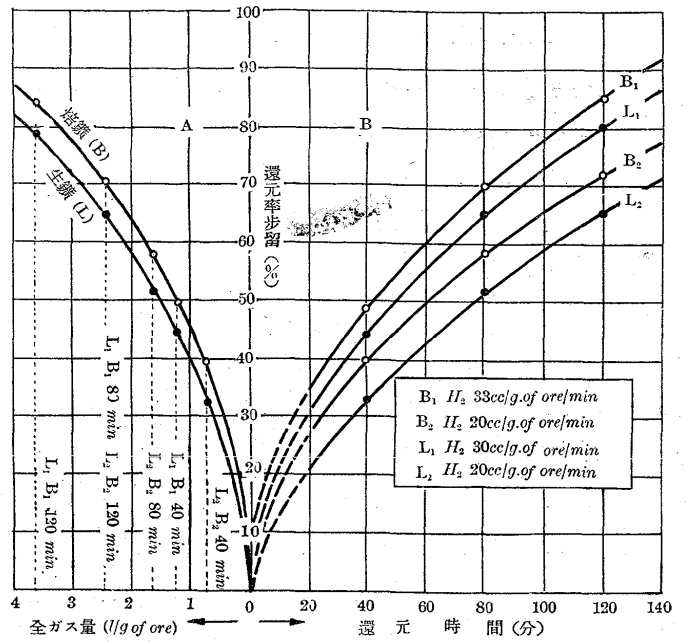


- ① 鑛石を生鑛の儘使用した場合と  $1,000^\circ C$  で1時間酸化焙焼したものを使用した場合の2種の還元に就き比較
- ②  $H_2$  量は1分間の流量  $150cc$   $100cc$   $50cc$  の3種類に互り、還元には鑛石  $1g$  當り  $30cc$   $20cc$  及び  $10cc$  の流量に對する實驗。
- ③ 還元時間と還元率との研究
- ④ 還元促進劑の影響

第4圖 赤鐵鑛 固定爐に依る  $H_2$  還元  
還元温度  $950^\circ C$  試料の大小  $3\sim 4\text{ mesh}$



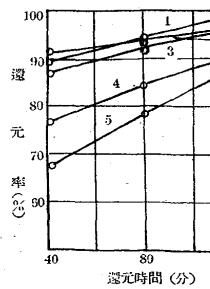
第5圖 固定爐に依る磁鐵鑛  $H_2$  還元  
還元温度  $1,050^\circ C$  試料の大小  $3\sim 4\text{ mesh}$



- ⑤ 試料の形狀及び大きさの影響
  - ⑥ 還元温度の影響
  - ⑦ 赤鐵鑛及磁鐵鑛の還元比較
- 之等の結果は第4~8圖に示す通りになる。

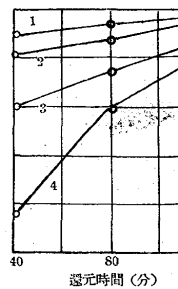
第4~8圖説明 第4~8圖は何れも固定爐に依る  $H_2$  還元の實驗結果を圖表化したものである。就中第4及び5圖Aは、全ガス量 (g/l) と還元率 (歩留り) の關係を、又

第6圖 赤鐵鑛 還元促進劑



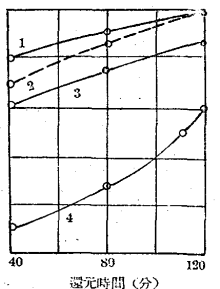
- |                                |
|--------------------------------|
| $H_2$ ..... 30cc/m/g           |
| 反應 ..... $1,000^\circ C$       |
| 大小 ..... $3\sim 4\text{ mesh}$ |
| (1) $CaO$ 4%                   |
| (2) $CaF_2$ 4%                 |
| (3) $MgO$ 4%                   |
| (4) ドロマイト 4%                   |
| (5) 焙燒鑛のみ                      |

第7圖 赤鐵鑛 還元試料の大小



- |                                 |
|---------------------------------|
| $H_2$ ..... 30cc/m/g            |
| 反應 ..... $900^\circ C$          |
| 鑛石焙燒 + $CaO$ 4%                 |
| 大小                              |
| (1) ..... $6\sim 7\text{ mesh}$ |
| (2) ..... $4\sim 5$             |
| (3) ..... $3\sim 4$             |
| (4) ..... $1\sim 2$             |

第8圖 赤鐵鑛 還元温度の影響



- |                                   |
|-----------------------------------|
| $H_2$ ..... 30cc/m/g              |
| 反應                                |
| (1) ..... $1,000^\circ C$ $Ca$ 4% |
| (2) ..... $950^\circ C$ $Ca$ 4%   |
| (3) ..... $900^\circ C$ $Ca$ 4%   |
| (4) ..... $800^\circ C$ $Ca$ 4%   |
| 大小 ..... $3\sim 4\text{ mesh}$    |

第4及び第5圖Bは、還元時間と還元率との關係を示したものであるが、第4圖は赤鐵鑛第5圖は磁鐵鑛に關するもので、共に稍詳細なる説明を要するから、順次項を追ふて第4圖より説明する事にする。



第4圖は次の2項目を實驗闡明したものである。

- (1) 同じく赤鐵鑛を使用するが、之を焙燒したものと、生鑛の儘のものとの2種類として、還元劑  $H_2$  の流量並に還元時間に一定限度を與へたる場合に兩者の間に幾何程度の間を生ずるか
- (2) 最高還元率を得る爲には  $H_2$  量は所定時間に幾何量 ( $l/g$ ) を送るが適當であるか

數に 1 項の結果を闡明する爲には、焙燒鑛と生鑛との  $H_2$  流量は等しく、2項に就て實驗すればよいが、2項の結果を闡明する爲には  $H_2$  流量を變へて行ふ必要がある。其處で  $H_2$  流量は鑛石 1g 當り毎分 30cc 20cc 及び 10cc 3 様に採た。

還元率の測定は實驗開始後 40 分、80 分及び 120 分間隔に實施し、120 分で實驗を終了した。

第4圖 A の説明。先づ横線に全ガス量 ( $l/g$ ) を採り、縦線に還元率を採た。而して各試驗測定時間迄に送た全  $H_2$  量を實驗別 ( $B_1 B_2 B_3$  又は  $L_1 L_2 L_3$  の如く) に計算して、其點に相當する還元率を植點して、平均曲線傾向を求め。之が第4圖 A 圖表で焙燒鑛と生鑛との 2 曲線が成立する。

本圖表の見方 (1) — 全ガス量  $4l/g$  を送た場合の焙燒鑛と生鑛との還元率及び其差幾何

此場合全ガス量  $4l$  の縦線を辿りて生鑛の曲線との交叉點を讀むと 80.5% で、續いて焙燒鑛の曲線との交叉點を讀むと 90.5% である事が判る。故に  $90.5 - 80.5 = 10\%$  の隙が認められる。

本圖表の見方 (2) — 還元時間 40 分に於けるガス流量 30cc 20cc 及び 10cc の場合の全ガス量幾何

此場合は圖表中點線で示す  $L_1 B_1 L_2 B_2$  及び  $L_3 B_3$  40min を探求すれば判明する。其値は次の如くなる。

$H_2$  30cc の場合 1.2l,  $H_2$  20cc の場合 0.8l,  $H_2$  10cc の場合 0.4l,

本圖表の見方 (3) — 全ガス量と還元率との關係如何。

全ガス量が多くなれば還元率は段々良くなるが、先づ  $4l$  で略最高還元率を發揮し得る事が認められる。

第4圖 B の説明 — 横軸に還元時間を採り縦軸に還元率を採たもので、第4圖 A の曲線が完成した後、之を基準として作成するのである。先づ其曲線を辿て各實驗別 (例へば  $B_1 B_2 B_3$  又は  $L_1 L_2 L_3$  の如く) に還元率測定時の全ガス量の點に相當する還元率を轉植する。(例へば測定時 40 分の場合の  $B_1 B_2 B_3$  の實驗の還元率の如く)

斯くて 1 實驗 3 植點を連接する曲線傾向を求めたのが本圖である。

本圖表の見方 (1) — 焙燒鑛と生鑛で鑛石 1g 當り毎分  $H_2$  30cc のガスを送た場合、還元時間 120 分に於ける還元率及び其差如何

此場合還元時間 120 分の縦線に沿ふて上り、 $L_1$  及び  $B_1$  曲線と交叉する點の還元率を讀むと

焙燒鑛で 30cc のものは 89.0%

生鑛で 30cc のものは 79.0%

となり、兩者間に 10% の隙を生ずる事が判る。

本圖表の見方 (2) — 還元率と還元時間の關係如何

$H_2$  量が一定であれば略 120 分で最高還元率に達し、それ以上の時間を經過するとも、其効果は殆ど無いと看做し得る。之は B 圖の諸曲線傾向から推知し得る。又還元時間を短縮せんとすれば全ガス量 ( $l/g$ ) を若干増加する事に依て實現し得る事が判る。

第5圖の説明 — 第4圖と同様であるから省略する。

第5圖は磁鐵鑛の實驗に屬し、第4圖赤鐵鑛の分と比較すると、還元速度が著しく遅れてゐる事が認められる。之を第4圖及び第5圖 A 焙燒鑛の兩曲線で比較すると、磁鐵鑛の全ガス量 ( $l/g$ ) 3.6 に相當する還元率は 84% で、此還元率に相當する赤鐵鑛の全ガス量を求めると  $7l/g$  であるから、約 0.9  $l/g$  の差がある。他方 B 圖に於て還元時間を比較すれば、磁鐵鑛で還元時間 120 分の時の還元率は 84% で、此還元率に相當する赤鐵鑛の還元時間は 84 分であるから、其間に 36 分の差を生ずる。

結局磁鐵鑛の還元速度を高めやうとすれば、全ガス量 ( $l/g$ ) を増加しなければならぬ。全ガス量を一定とする場合には、還元時間を約 10 分延長するを要する事が判る。

第 6~8 圖説明 — 第 6~8 圖は共に  $H_2$  還元に於ける還元時間と還元率との關係を示したものであるが、研究目的は何れも異り、還元促進劑、鑛粒の大きさ、並に還元溫度等の効果並に影響を判然たらしめたものである。

第6圖は還元促進劑として使用する物質の優劣を吟味する爲に施行した實驗結果であつて、焙燒鑛に  $CaO$ ,  $CaF_2$ ,  $MgO$  ドロマイトを各 4% 加へたものに就て其成績を比較したものである。此場合の鑛粒は 3~4 mesh で、反應溫度は 1,000°C であつた。實驗結果は還元促進劑の効果の顯著なるを表はしてゐる。

第7圖は鑛粒の大きさが還元率に及ぼす影響を調査する爲



に行た實驗結果で、粒形は 6~7 mesh 4~5 mesh 3~4 mesh 及び 1~2 mesh の 4 様に變へ、且各使用鑛石は焙燒した上に還元促進劑として CaO 4% を加へ反應溫度 900°C で實驗した。

其結果は鑛粒が太くなる程成績が低下する事が判明した。

第 8 圖は還元溫度が還元率に及ぼす影響を調査する爲に施行した實驗結果で、鑛粒の大きさは 3~4 mesh のものを用ひ、反應溫度は 800 900 950 1,000°C の 4 様に變へて實驗した。其結果は 1,000°C の成績が優良で、逐次溫度の低下するに從て、成績も低下する傾向が看取さるる。

以上諸實驗の結果は次の各項の如く約言し得る。

(i) 還元は高溫度となる程良好なるも 950~1,000°C 附近で充分目的を達せらるゝ。

(ii) 鑛石の大きさは 6~7 mesh 位のものが還元率は甚しく良いが 3~5 mesh でも充分行ひ得る。

(iii) 鑛石を豫備焙燒したものは、生鑛に比して還元速度が早い。

(iii) 赤鐵鑛は磁鐵鑛に比して、還元速度が若干速い。磁鐵鑛の場合赤鐵鑛と同様な結果を得る爲には還元溫度を多少上昇せしめる事に依て目的を達する。

(v) 還元促進劑としては CaO 4% 程度加ふれば可成り良結果を得る。

(vi) 本實驗の結果使用ガス量、即 10~30 cc/gr. ore 量では稍々過量である。Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 當量に對し 3H<sub>2</sub> とすれば Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 160g に對し H<sub>2</sub> 67.2l となるが故に、基本的に考察すると Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1g 當り H<sub>2</sub> 量は 67.2/160=0.42l である。更に平衡論を加へる時は 0.42×100/47=0.9 となるに反し實際ガス使用量は第 4~8 圖に示す如く 3.6l となるから、過剩度は 3.6/0.9=4 倍となる。

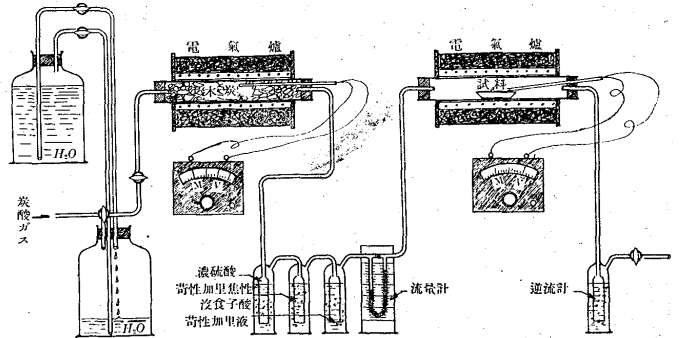
而して如斯場合の還元率は、使用ガス量に比例し、又初期には還元時間にも比例するが、嚴密に検討すると 2 時間半位で反應を進める程度が適當であると云ふ事に要約される。

### 4. 固定式爐による CO 還元

實驗裝置は H<sub>2</sub> 還元の場合と大差なく第 9 圖に示す通りである。

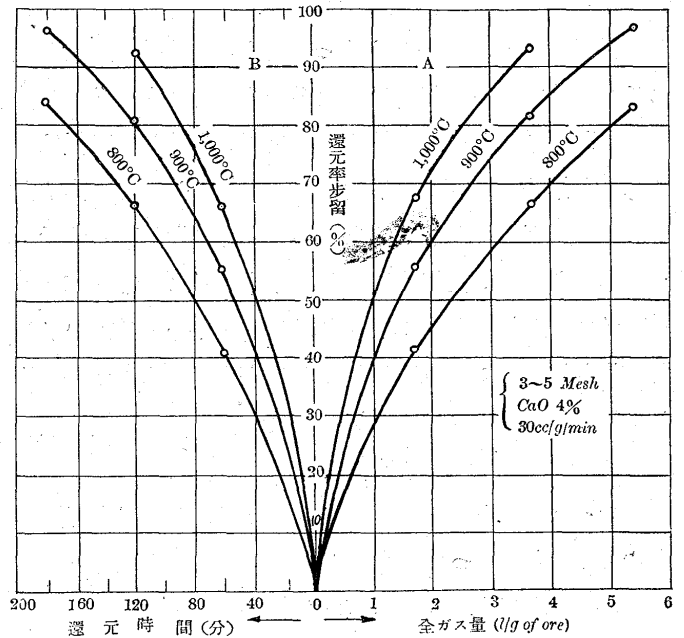
一般には CO 還元は H<sub>2</sub> 還元に比して稍々還元率が悪

第 9 圖 CO 還元實驗裝置



い。故に H<sub>2</sub> 還元と同様な結果を得る爲には、結局、還元促進劑を用ゐるか、ガス量を多量に使用せねばならぬ。第 10 圖は、還元溫度が 800 900 及び 1,000°C で實驗

第 10 圖 赤鐵鑛 CO 還元



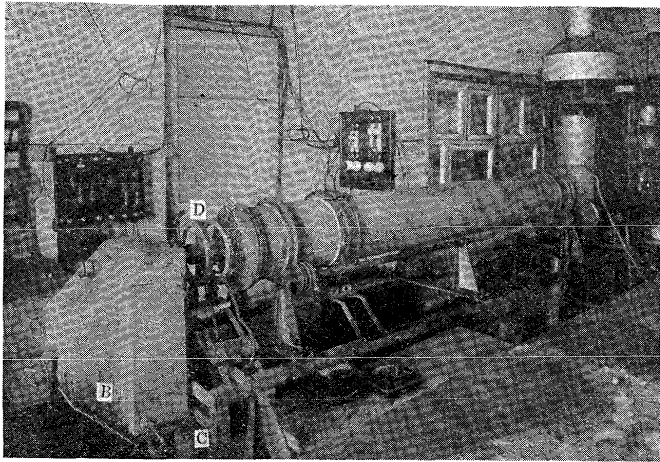
した場合の結果で、還元促進劑としては CaO 4% 加へた事柄が H<sub>2</sub> 還元の圖表と異なる。第 10 圖に於て A は、溫度全ガス量及び還元率との關係、B は溫度、還元時間及び還元率の相互關係を示す。各溫度の實驗は何れもガス流量を毎 1g 鑛石に對し毎分 30cc に限定した。

從て第 10 圖は全ガス量が一定の場合に限り溫度を 1,000°C 附近迄上昇せしむる事に依て還元率を高め得る事を示して居る。

### 5. 迴轉爐に依るガス還元

特殊な連續式迴轉管狀爐を考案して、實驗に供した。其の概要を第 11 圖(寫眞)にて示せば①は裝入口②は海綿鐵貯藏室、③はガス流入口④は電熱供給裝置で、反應管は直徑 6cm の鋼管を使用した。

第 11 圖 連續式 1 號爐

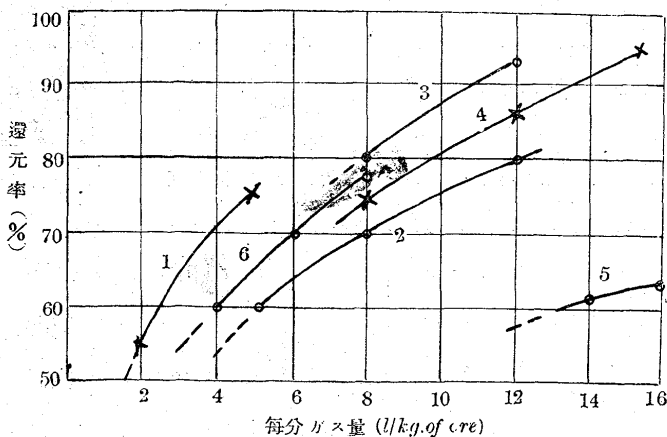


實驗は  $H_2$ , タウンガス,  $H_2$  + 木炭及びタウンガス+木炭の 4 種を用ひ、赤鐵鑛 60 mesh 及び 3 mesh のものに就き、溫度 750~950°C にわたつて行た。其結果は第 12 圖に示す通りである。但し反應は 90 分に行たものである。

本實驗結果を要約して見ると、先づ最も著しい特徴は、廻轉爐を毎分 5 廻轉して不斷に還元の新らしい面を作るために、使用ガス量が前 2 項固定爐の場合に比し著しく低減した事である。今曲線 4 に就いて吟味するに  $Fe_2O_3$  1 kg 當り全ガス使用量は  $16l \times 90 = 1,440l$  で充分なる事を示し之に基本量 900l との比を求めると  $1,440 \div 900 = 1.6$  倍となり、前記固定式爐の 4 倍に比較すると、其成績は顯著なるものがある。次に挙げ得るのは

(1) 8 mesh 以上の大きい粒狀鑛石でない、反應管内に附着する傾向があつて、之れが爲連續作業を困難ならしめ

第 12 圖 回轉爐による赤鐵鑛のガス還元



- |                    |                 |
|--------------------|-----------------|
| (1) $H_2$ + 15% 木炭 | } 750°C 60 mesh |
| (2) $H_2$          |                 |
| (3) $H_2$ + C 5%   | } 950°C 3 mesh  |
| (4) $H_2$          |                 |
| (5) タウンガス          | } 950°C 3 mesh  |
| (6) タウンガス + 20%    |                 |

る事及び

(2) 固體還元劑とガス混合物が意外に良成績を示した事で、之は最も重要な意義を持って居る。

尙 12 圖に就て説明すると

第 12 圖説明 第 12 圖は反應溫度及び鑛粒の大きさを一定にして、ガス還元劑單獨の場合とガス還元劑に木炭を添加した場合の比較實驗を施行した結果を圖表化したものである。此 1 組の 2 實驗結果の比較に依てガス還元劑に木炭を配合したものは、使用ガス量が少い上に還元速度が増進して居る事を認める。之を具體的に述べると曲線 No. 1 及び 2 とでは木炭を配合した No. 1 の方が、使用ガス量も少く還元速度も速い。又 No. 3 及び No. 4 曲線でも No. 3 曲線の方が還元速度が著しく速い。No. 6 及び No. 5 曲線では木炭 20% を添加する No. 6 曲線の方が同様に使用ガス量を低減した上に還元速度が速い。此事實は若干%の固體還元劑をガス還元劑に加へるのが、最も有效である事を證するものである。

本圖表は叙上の比較の外に、ガス還元劑の種類に依る效果並に鑛粒の大きさ、還元溫度等の関係をも究明し得る。例へば諸條件の一致する曲線 No. 4 及び No. 5 より  $H_2$  ガスとタウンガスとの優劣を判定し得る。即ちタウンガス單獨のものは多量のガスを要し、然も其效果は  $H_2$  に比して著しく劣る事を認める。

曲線 No. 1 及び 2 は鑛粒微細である關係上 750°C の低温で相當の成績を示して居る。之は還元ガスが鑛石内部に滲透し易い爲であるが、更に成績を良くする爲溫度を騰げると、今度は海綿鐵が反應管壁に附着する傾向を助長する缺點が現はれて来る。此事實は連續作業を行ふ爲には最も忌む事となる。

## 6. 石炭還元による豫備實驗

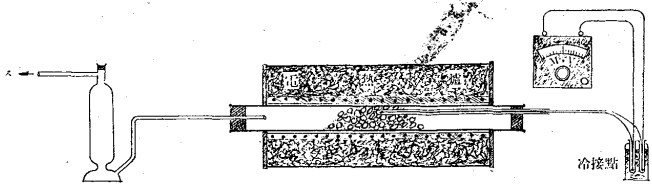
廻轉爐に依るガス還元は甚だ良好な結果を得るが、工業的に行ふ爲には  $H_2$  乃至  $CO$  ガスが高價で、經濟的に均衡を失する嫌ひがある。仍て石炭、木炭又は骸炭を用ふる所謂固體及び發生ガス共存に依る直接還元法を採用すべく、先づ豫備實驗研究を爲す事とした。豫備實驗裝置並に實驗結果に就ては次に述べる。

實驗裝置は第 13 圖に示す如きもので、實驗は所定溫度に達してから 3 時間一定溫度を維持し、後電源を切り末端を閉塞し、常溫となつてから取出し、全部電弧熔解し歩留



りを測定した後硫黄を分析した。實驗結果に依れば石炭還元でも充分期待し得る成績が得られるし、又硫黄も海綿鐵中に僅かに0.1%内外に止め得る事、且又此硫黄は次いで海綿鐵を熔解する場合に容易に除去し得る事を確めた。

第13圖 石炭還元豫備實驗裝置



第14圖は木炭、石炭及び骸炭を用いた場合の還元温度と還元率との關係を示したものである。

圖中木炭還元の場合には還元温度 1,050°C にて、最大還元率 92% を發揮した。又石炭還元の場合には 1,200°C にて最大還元率 79% を發揮し、それ以上の温度では略一定値を持続する状態を示した。

更に骸炭還元の場合には 1,300°C にて最大還元率を發揮する等、敍上3還元劑に對する有效温度が判然と示されるに至た。

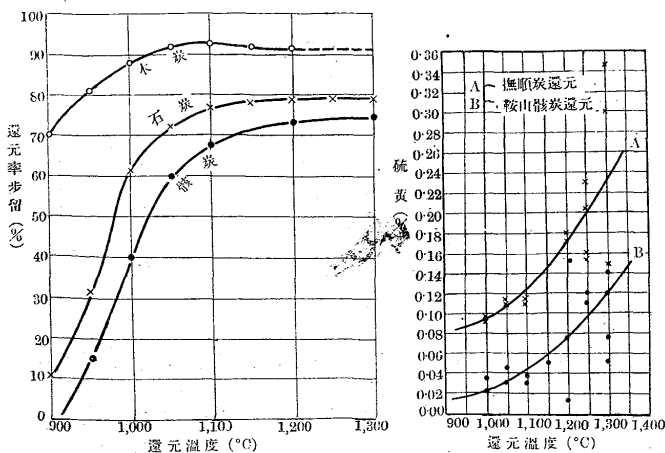
第15圖は撫順炭及び鞍山骸炭を使用した場合の還元温度と海綿鐵中に含有する硫黄増加率との關係を示す。

本實驗は 950~1,300°C 迄の間で施行し、其結果を植點して各別に曲線傾向を求めたのであるが、硫黄は還元温度に比例して増大する事が認められる。

此傾向は撫順炭を使用する場合も、鞍山骸炭を使用する場合も同様であるが、前者の硫黄含有量は概して高く成績不良である。然し撫順炭を使用する場合でも 1,000°C 附近の低温還元を行へば 0.1% 以下となる事が認められる。特に鞍山骸炭を使用して同一温度で還元すれば 0.02% と

第15圖 還元温度と海綿鐵中硫黄量との關係

第14圖 温度-還元劑-歩留關係



云ふ好成绩となる事も注目し得る。この海綿鐵生産費を極めて安くする上からは、矢張り石炭に一籌を輸する。

### 7. 半工業的迴轉爐に依る實驗

(イ) 裝置及び方法概略説明 内徑 70cm 外徑 100cm の耐火煉瓦張り迴轉爐で、長さ 8m 傾斜約 1.8° 迴轉は 0.7, 1.2 及び 1.7 r.p.m. の 3 様に變へ得る如く設計した。

鑛石及び燃料は裝入口よりバケツトコンベヤー及びシュートで裝入する。

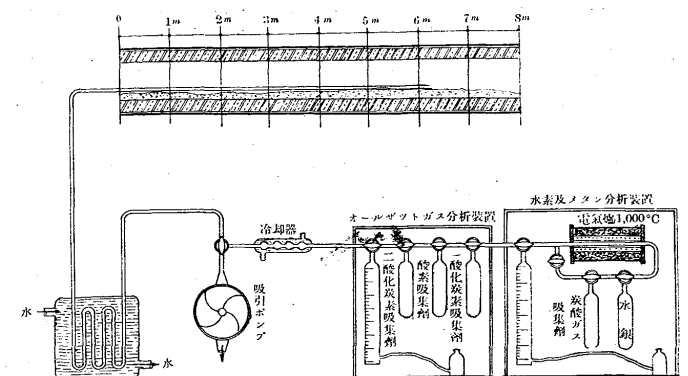
製品は下端より冷却器を通して、適當に取出され、磁力選鑛機を経て、燃料残渣と分別する裝置とした。

爐一端からは豫熱空氣、又は微粉炭及び冷風、若くは重油及び冷風の何れかを送入して燃焼する。之に依て裝入中の固體燃料を不完全燃焼し、以て還元反應に所要なる温度を得る一方、固體燃料より發生するガスに依り鑛石を還元する裝置である。

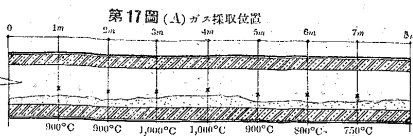
裝入物は燃料及び鑛石の比を重量にて 1:1 とし鑛石の大きさは、大體 3~15mm の範圍のものを使用する。燃料又は還元劑としては石炭、木炭又は骸炭を、又反應促進劑としては石灰を使用した。本裝置に依る海綿鐵の生産能力は 1日 1.5 吨 (Fe 還元率 60~93%) で優に工業化し得る事が明かとなつたが、本篇では主として還元反應に興味あるガス分布に就て報告する。又記述を簡單にする爲に、石炭と鑛石との裝入比が單に 1:1 で、重油と冷風とを爐尾より送入して燃焼した場合に限定する。

(ロ) 分析方法及び同裝置 爐内ガス分析裝置は第16圖の如く、還元鑛石出口より 1m 間隔毎に、合計 7 位置に對し各ガス分析試料採取管を取付けた。採取管の末端には

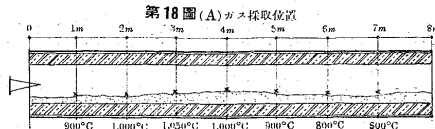
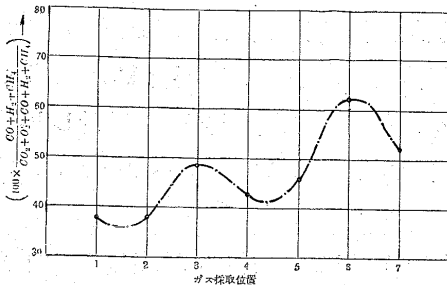
第16圖 迴轉爐ガス採集方法及分析裝置



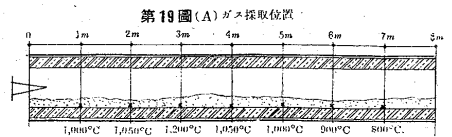
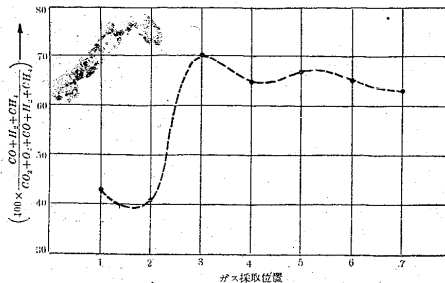
多數の小孔を穿ち、ロータリーポンプの迴轉に依て吸ひ出されたガスは、途中でオールザットガス分析器に吸入して CO<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO ガスを分析する。然る後空氣を混じ 1,000°C



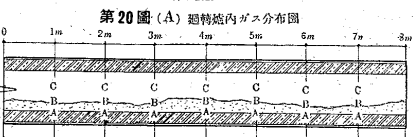
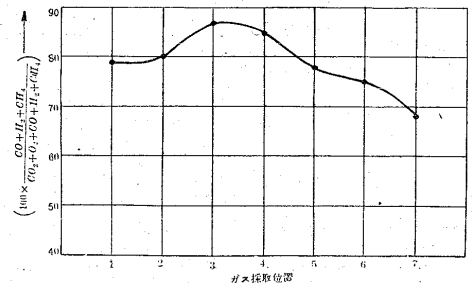
第17圖(B)



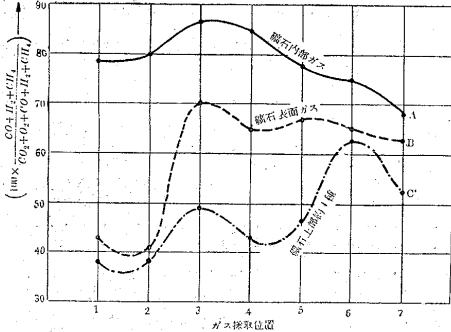
第18圖(B)



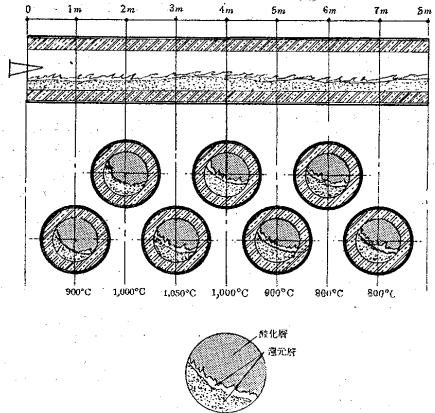
第19圖(B)



第20圖(B)



第21圖



即横軸にはガス分析試料採取位置を採り、縦軸に還元ガスの百分率を採る。爐内測定位置7ヶ所に於ける關係點を連結する曲線傾向を按ずるに、頗る不規則的であるが、大體ガス出口に向ふに従ひ濃度が増加する傾向が明瞭に看取し得る。尙ガス生成に關して、密接なる關係を有する温度に就ては、A圖下方に示す如くNo.3及び4が最も高く、ガス出口

に向ふに従ひ漸次低落するを認める。

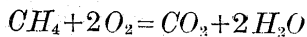
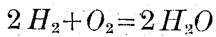
第2表は叙上爐内7ヶ所で測定した鑛石表面直上のガス分析の結果で、前表と比較すると各測定位置とも、濃度を増加する傾向を認める。

第18圖Bは之を圖表化したもので、矢張り測定位置No.3附近から急激に濃度を増加し、其後は第17圖表とは反對に出口に向ふに従ひ漸減傾向を辿る。

測定各位置の温度も概して前圖表よりは高く、測定位置に依る高低は同様な傾向を辿る。

第3表は鑛石内部に於けるガス分析の結果である。第19

に熱した小管内に通して



の如く完全燃焼せしめ、容量法に依り  $CH_4$  及び  $H$  を分析した。

第1表は第17圖Aに示す通り、鑛石面上約4cmの位置より採取したガス分析である。但しガス採取の際は廻轉爐は運轉を止める。尙本表に示す分析結果は多數の平均値であるが、其時の條件に依り個々の場合は若干の相違がある。

第1表

採取位置	CO <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	N <sub>2</sub> %
No. 1	12.6	0.4	3.4	3.4	1.1	79.1
2	13.4	0.8	4.2	2.1	2.6	76.9
3	12.6	0.4	4.4	2.1	6.4	70.0
4	17.4	1.4	7.2	0.8	6.2	67.0
5	8.4	0.6	3.0	2.9	1.5	83.6
6	7.0	0.8	6.8	4.4	0.6	81.4
7	5.8	4.9	2.0	4.8	4.9	77.6

第2表

採取位置	CO <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	CN <sub>4</sub>	N <sub>2</sub> %
No. 1	4.2	10.8	6.0	3.4	2.4	73.6
2	4.0	8.4	16.0	4.0	7.0	79.8
3	4.0	8.0	20.4	5.6	6.4	53.6
4	7.4	7.0	16.4	5.8	5.0	58.4
5	5.4	8.2	14.8	8.2	3.8	59.6
6	11.0	2.0	9.4	6.7	8.0	62.9
7	12.0	0.8	10.1	2.4	8.8	65.9

上記分析結果中  $CO+H_2+CH_4$  を還元ガスとし不活性ガス  $N_2$  を除去した残存ガスを100として、還元ガスの百分率を求めたガス分布状態は第17圖Bの通り。

圖Bは還元作業上最も重要な還元層内のガス分析状態を示したものであるが、各測定位置とも既述の第17及18圖に比し、著しく濃度を増してゐる。鑛石層内は爐壁が保





有する熱並に表面より加へられる熱の爲に、ガスの遊離が迅速である。特に測定位置 No.3 附近が著しく高いのが注目される。

酸化層、鑛石表面直上、及び還元層のガス分布状態の 3 曲線を一葉に比較したものが第 20 圖である。之に依ると 3 曲線とも測定位置 No.3 附近から、強烈なるガス反應作用を生ずるを認める。此位置は第 17, 18 及び 19 圖各 A 圖下方に示す各測定位置の温度比較に見る如く、他の位置に比して著しく高温で、最も重油燃焼器の熾烈な火力の影響を受ける部分である。従て此位置迄は酸化帯にして、此位置以降が還元帯に屬することとなり。此還元帯に於て還元作用を促進するものと看做される。

尙各測定位置の温度は、前記第 17~19 圖 A の下方に示す如く、水平位置に就て見れば、測定位置 No.3 附近が最高を示し、装入口及びガス出口に向て段々低下する。之を水平軸に直角に酸化層、鑛石表面上及び還元層に就て比較すると、還元層が最高で、鑛石表面直上、酸化層の順序に低下してゐる。

第 4 表

採取位置	CO <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	N <sub>2</sub> %
No. 1	3.4	3.4	20.8	1.0	4.2	67.8
2	4.3	2.0	21.3	0.8	3.2	63.4
3	3.0	2.4	22.8	1.2	2.0	68.6
4	2.8	2.0	24.5	0.4	2.0	68.3
5	4.4	3.8	20.4	3.0	4.0	64.4
6	6.2	3.0	18.4	2.0	6.0	64.4
7	8.4	2.4	14.0	1.2	4.8	69.2

第 21 圖は爐内に於ける鑛石還元状態を縦及び横の断面圖を以て示したもので之に依て各測定位置の酸化層、還元層の状態並に還元焔の發生状態も容易に知る事が出来る。

還元焔の發生状態は測定位置 No. 1 及び 2 は極めて少く No.3 より正常状態の發生を爲すのを認める。

實際作業に當て製品質の良否並に生産能率の如何は、爐内温度に影響されるのは勿論であるが、之は常に測定するものではない關係上、還元焔の状態に深甚なる注意を拂ふと共に、火色、粘結性塊状の有無乃至其大きさに注意しつつ、温度を推知し、以て重油燃焼器に依る火力の調節、装入物の加減等を爲す必要がある。

火色は明赤色の一部に黑色の尾を伴ひ、鑛石表面上に還元焔を發生するを可とし、粘結性大塊は温度が高い場合に出来るから直に調節を要する。

### 8. 總 括

本報告は鑛石の酸化焙焼、粒形、還元ガス及び其流量、

還元時間、反應促進劑、温度及び硫黄等廣汎な範圍に互り、固定式爐及び廻轉式爐に就いて基礎的研究を行たものであるが總括として其工業的應用に言及する。

上記基礎研究は要之するに安價に且大量生産に適する海綿鐵製造法を考察する事を目的としたものであるが完全な海綿鐵を少量生産することは極めて容易である。例へば赤鐵鑛乃至磁鐵鑛の高品質のものを選び CaO を 4% も加へて 1,100°C で CO 又は H<sub>2</sub> ガス還元を行へば、僅かに 3~4 時間で反應を進める事になり、海綿鐵自體としては完全なものが得られる。然し上記の如く多量のガスを要し、決して安價には出来ない。

反之木炭、石炭乃至骸炭の不完全燃焼に依り反應温度を得、又還元を行ふ事は比較的容易であり、特に廻轉爐を使用する場合には連続式に且大量生産を行ふ事が可能である。此際 CaO 等を若干加へれば還元促進が行はれる。

但し粉鑛を使用する事、高温に失する事、石灰添加の過剩等は爐内壁に附着せる物質を増加し、連續運轉に支障を來たすのみならず、磁力選鑛機に依る海綿鐵と燃料残渣との分別を困難にする爲、熔融に困難となる。

之等の諸點は本研究に依て明瞭となつた事柄であり、又工業化に極めて重要な事柄である。

次に還元劑としては木炭が最も適當であるが、高價であり且供給困難の爲に、寧ろ石炭の方が適當であると言ひ得る。石炭を使用するとも海綿鐵中に入る硫黄分は少く且此程度の硫黄は次いで精鍊の際容易に除去し得る。

最後に鑛石に就て一言すれば高位の鐵鑛は滿洲、南洋及び印度方面に相當多量に産するが必ずしも高品質でなくとも珪酸、アルミナ等少く、CaO、Mn 多きものがある。例へば滿洲東邊道大栗子溝鐵鑛の如きは直接還元にも最も適當なものであつて全富鑛量 26,000,000t 平均 Fe% 62.48, SiO<sub>2</sub>% 3.78, Mn% 0.38, CaO% 1.14, P% 0.024, S% 0.014 位である。之に介在する CaO の如きは自然に還元劑となるのみならず、熔融時に自家融劑となり、珪酸の鑛滓化を行ふ利がある。

以上の實驗は著者が滿鐵中央試驗所丸澤博士並に旅順工大長谷川博士の御指導に俟つ點多く、又石黒、芦田、富田、岡野、小録氏等の撫順製鐵工場員の勞に依る事多し、記して感謝する次第なり。

(以上)