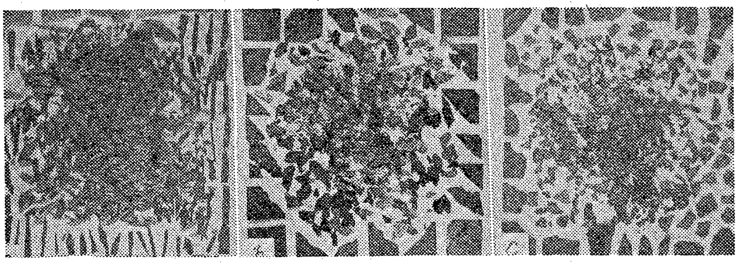

Photo. 2. Flakes of heated sampls

織に特有な現象であり，かつ，上記の顕微鏡観察によつて亀裂の直線性が確認されていることから，亀裂つまり，熱間粉化の原因を次のように推論する．

すなわち，層状組織に特徴的に見られるようなヘマタイト結晶面が同一の平面内に整然とならぶことにより，加熱による膨張がこの面内にまとまつた型で現われ，面間，つまり粒間の剝離を起すものと考える．

したがつて，不規則組織のごとくこうした結晶の面列性の少ないものは，それに伴い剝離の可能性も減少することになるのであろう．また Photo. 2 に示す粉化後の破片の形状の差つまり粉化の差も上記のごとき結晶の面列性の差によつて説明がつく．

したがつて，もしこの推論が正しければ，イタビラ鉱石の熱間粉化は鉱石性状に伴う本質的なものであり，普通の手段では避け得ないと考えられるので，いわゆる層状組織と不規則組織のものとを区別して考える必要があるように思う．なお今後は上記の推論を裏付けるための高温顕微鏡観察および還元との関係などの検討を続けて行きたい．

（8） 砂鉄の団鉱に関する研究

九州大学工学部　工博　八木貞之助
小野陽一・○坂田武彦

Study on Agglomeration of Iron Sand.

Dr. Teinosuke YAGI, *Yōichi* ONO and *Takehiko* SAKATA.

I. 緒　　言

砂鉄製錬の生産性を向上させるためには合理的な事前処理法の確立が急務であり，従来いろいろの方法[1]が研究されまた実施されている．われわれは砂鉄と鉄粉とを少量の水で混和して放置すると塊状化することを偶然の機会に発見し，この現象を砂鉄ならびに粉鉄鉱石の団鉱の製造に利用できるかどうか，その可能性を現在実験的に検討している．まず団鉱製造のために二三の条件について検討したので，その結果について報告する．

II. 実 験 方 法

有明海砂鉄の磁選精鉱（−32〜＋100 mesh）に市販の還元鉄粉その他を加えて水で混和し，金型にて 15mmϕ×15mm の円柱に加圧成型後，下記の処理を施した後一定時間ごとに油圧式万能試験機により団鉱の圧縮強度を測定した．

III. 実 験 結 果

まず砂鉄に 3〜5% の還元鉄を加えて 300g としさらに澱粉 1g と水10ml を配合してよく混和し，そのうち適量をとつて金型に入れて加圧成型後大気中に放置すると，Fig. 1 に示すように 3〜4 日で団鉱の圧縮強度はほぼ一定になつた．また還元鉄添加量の増加にともなつて強度は増大している．次に成型後 4 日間経過した団鉱を水に浸した後電気定温乾燥器中で 70°C に 5 時間保つたところ，図にみるようにその強度は著しく増大した．このことは団鉱硬化の際に温度ならびに湿度が重要な因子であることを示唆しているものと思われる．

次に砂鉄に 3〜5% の還元鉄を加えて 300g としこ

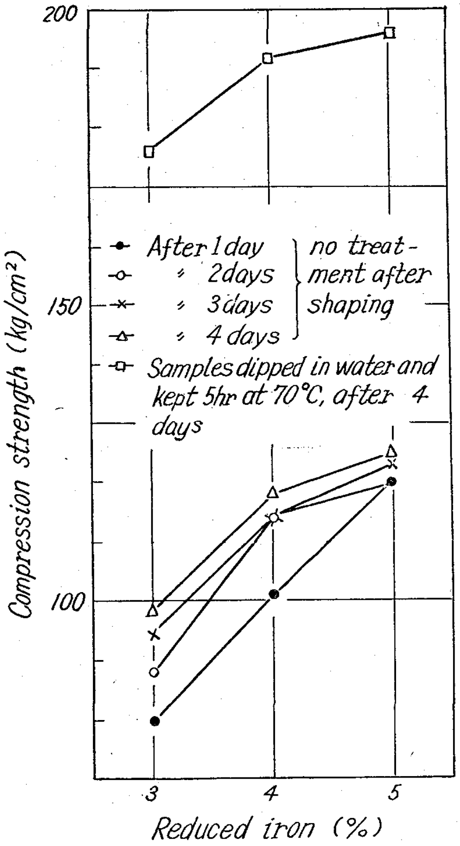

Fig. 1. Compression strength of the briquettes.

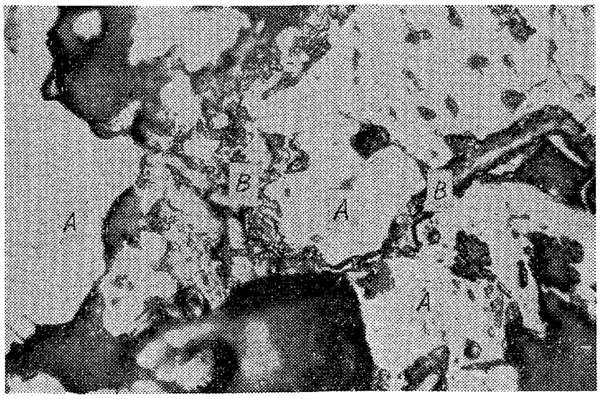

Photo. 1. Microscopic structure of a briquette. A＝Iron sand, B＝Iron oxide binder. ×600(1/2)

れを水 9 ml で混和して，その一部をとつて加圧成型後乾燥器に入れ，乾燥器内の湿度を十分高く保つためにその下段に水を入れた容器をおいて，50°C に一昼夜保つた後圧縮強度を測定して Fig. 2 を得た．Fig. 1 に示した成型後そのまま大気中に放置した試料にくらべて高い強度が得られた．もつともこの場合還元鉄添加量が 4 % を越えると団鉱の強度が低下しているが，その原因は不明である．ただこの場合団鉱の表面に水酸化鉄らしきものが著しく析出していた．したがつて乾燥器内の湿度が幾分高すぎたのではないかと思われる．

そこで前回と同じ配合割合で成型した試料を乾燥器に入れ，今回は水の容器は入れないで 40°C に 30 分間保ち乾燥器より取り出して団鉱の湿分が急激に散逸するのを防ぐため広口瓶に充填して栓をしないで放置した．その結果 Fig. 3 に示すように短期間で約 200 kg/cm² の強度が得られた．7 日間経過した団鉱の表面を研磨して反射顕微鏡にて観察すると，写真にその一例を示すように砂鉄の粒子間に金属鉄の酸化生成物が認められ，しかも砂鉄表面のくぼみに深く侵入しており，これが砂鉄粒子相互を強固に結びつけているものと思われる．

さて使用した砂鉄は粒度がかなり大きいために加圧成型の際の取り扱いに多少の困難を感じる．そこでこれを解決するために砂鉄に還元鉄の外に 100 mesh 以下に粉砕したブラジル産赤鉄鉱を 20% 配合して加圧成型したところ，成型時の締りがよくなり，成型後のぼろつきも少なくなつて取り扱い易くなつた．また Fig. 4 に示すようにその圧縮強度も先の実験と同程度の値を得た．

次に砂鉄に 4～6% の還元鉄とズングン産粉鉄鉱石 20% を加え，水の代りに 1 % 食塩水を固形配合物 100 g に対して 4 ml 加えて混和し，その一部をとつて加圧成型したところ Fig. 4 に示すように 250～300 kg/cm² の高い強度を示した．

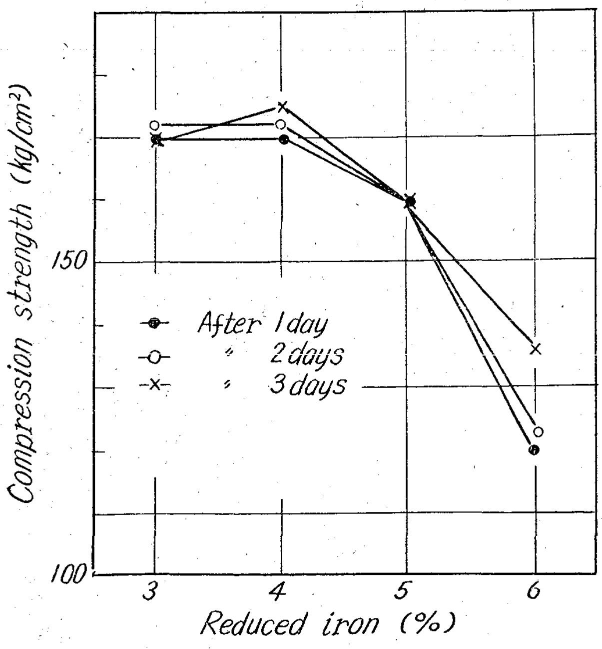

Fig. 2. Briquettes treated 24 hr at 50°C under water vapor saturated atmosphere.

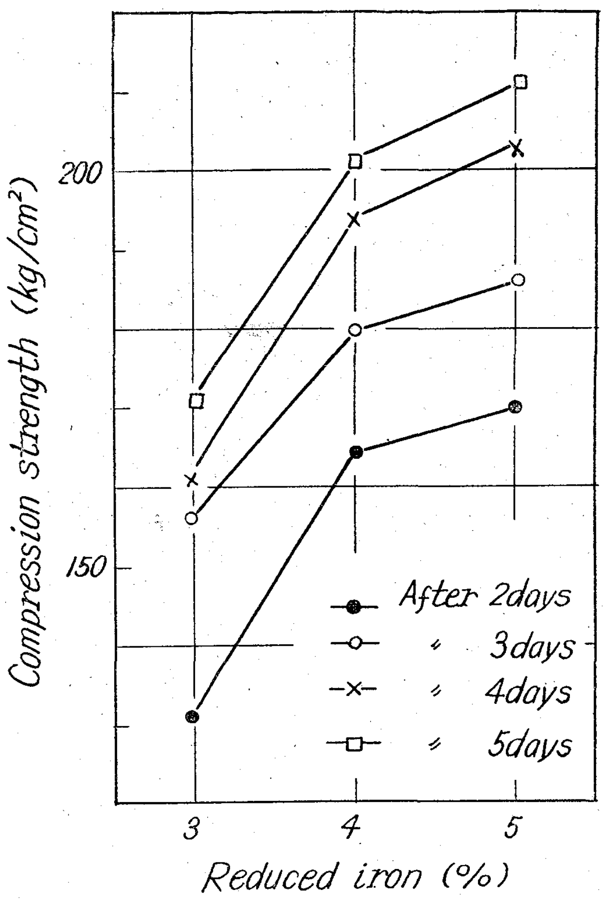

Fig. 3. Briquettes treated 30min at 40°C.

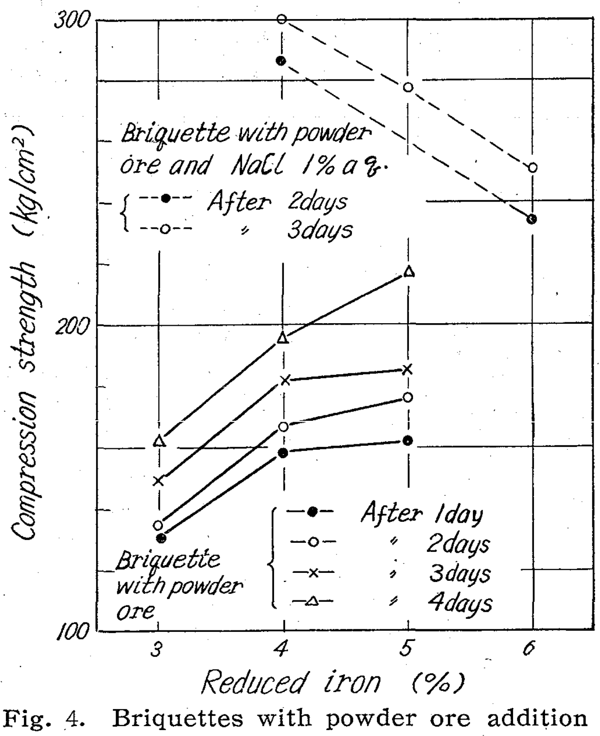

Fig. 4. Briquettes with powder ore addition and briquettes with powder ore and NaCl aq. addition.

IV. 結　　言

砂鉄に還元鉄粉を加えて水で混和し加圧成型して団鉱を製造する際の二三の条件について実験した結果，団鉱製造時の湿度ならびに温度が重要な因子であることがわかつた．還元鉄添加量はわずか 4～5% で十分な強度が得られる．また砂鉄の一部を粉鉄鉱石でおきかえることによつて成型時の操作が非常に容易になる．希薄な食塩水で混和すると著るしく強度が増大することがわかつた．なお今後の課題として還元鉄の代りに半還元粉鉄鉱を使用すること，団鉱の高温における，特に還元時の強度などについて研究を進める所存である．

文　　献

1) 長谷川熊彦:「砂鉄」(1963.5.15.)

(9) 砂鉄の酸化および還元過程について

(砂鉄中の Ti 分離に関する研究—II)

秋田大学，鉱山学部　．佐藤良蔵・○田口　昇

On the Process of Oxidation or Reduction of Iron Sand.

(Study on the separation of Titan in iron sand—II)

Ryozo SATO and *Noboru* TAGUCHI.

I. 緒　　言

前報で[1]，東北地方産出の砂鉄について，酸化あるいは還元処理を行ない，磁選による Ti 分離試験を行なつた結果，予想された実用範囲までの分離が困難なことを報告した．この原因の追究において，供試砂鉄の性状を知ることが重要なので，本試験には主要構成物たる酸化鉄とTiO_2 について，酸化，還元処理過程でのそれぞれの挙動の追究を取り上げた．

II. 実 験 方 法

まず供試砂鉄について，化学組成，顕微鏡試験およびX線回析試験によつて，その鉱物的構成状態を調査し，ついで酸化および還元試験を行なつて，温度や酸化，還元率と組織との関係，あるいは組織とX線回析試験結果との関係を求めた．また基礎資料作製のため，合成イルメナイトを人工的に作り，その酸化，還元過程についても同様な方法で試験し，それらの結果を比較検討して各酸化物の挙動を追究し，処理鉱石の Ti 分離に関する考察を行なつた．

供試砂鉄および人工イルメナイトの化学組成をTable 1 に示す．各粒度による Fe, TiO_2 含有率の変化はほとんどなく，試験には高率の分布を示す 65～100 mesh のものを供した．酸化，還元試料は空気中および H_2 気流中で，所定温度，所定時間に保持処理して作製し，顕微鏡組織は試料をリゴラックに封入し，エメリー紙，油砥石およびバフ研磨で仕上げ後，濃 HCl で腐食し，顕鏡した． X線回析は島津製X線装置を使用し，試料を 200 mesh 以下に粉砕し，粉末法によつた．

III. 実験結果および考察

1. 人工イルメナイト

試料の線回析の結果，ほとんどが $FeTiO_3$ で，ごく少量の Fe_2TiO_5 が認められる程度で，他の構成物は全く検出されなかつた．化学成分の点からも極めて高純度の $FeTiO_3$ であることが確認され，感磁性も 0 で，実験目的から，試料として満足すべきものといえる．

1) 酸　化　過　程

測定結果からは，$FeTiO_3$ の酸化は 550°C 付近から認められ，X線回析によつて Fe_2TiO_5 の生成が確認できた．700°C で酸化率が 50% 程度のものには Fe_2TiO_5 のほかに，TiO_2 が現われている．さらに酸化率が上昇するとともに $FeTiO_3$ は低下し，反面 Fe_2TiO_5, TiO_2 は増加して行く．一方感磁性は 50% くらいの酸化率でピークを示し，それ以上の酸化の進行によつて急激な減少を示している (Fig. 1 参照)．これらの結果から，$FeTiO_3$ の酸化処理によつて生成する化合物は，高酸化率の下では Fe_2O_3, Fe_2TiO_5 および TiO_2 となり，

$$4\,Fe_3O_4+O_2=6\,Fe_2O_3$$

$$4\,FeTiO_3+O_2=2\,Fe_2TiO_5+2\,TiO_2$$

の反応経過で解説している平社など[2] の報告と一致した．

2) 還 元 過 程

$FeTiO_3$ の還元生成物としては金属鉄および TiO_2 が認められ，還元の進行にともなつて，これらの生成物も増加している．その他の構成物は検出されていない．したがつて，この場合の反応は

$$FeTiO_3+H_2=Fe+TiO_2+H_2O$$

と考えることができる．

2. 砂 鉄 精 鉱

i) 原鉱の組織とX線回析結果

組織の一例を Photo. 1 に示す．濃 HCl で腐食すると，完全に腐食された均質組織を示すもの(磁鉄鉱粒)，ほとんど腐食されないもの (高チタン鉱粒) および磁鉄鉱に格子状あるいは緻密な不規則交叉状の組織を示すもの (チタン共生鉱粒) の 3 種類に分類され，中にはこれらが片刃状を呈するものも認められる．

このX線回析結果を Fig. 2 に示したが，ほとんど Fe_3O_4 のみが認められ，高チタン鉱粒にもとずく Fe

Table 1. Chemical Analyses of synthesized illumenite and iron sand.

%	T. Fe	M. Fe	Fe^{2+}	Fe^{3+}	TiO_2
Synthesized Illumenite	36·46 ～37·00	0·28 ～0·58	36·15 ～36·43	—	52·43 ～52·50
Iron Sand	60·13 ～60·73	—	24·27	35·86 ～36·46	10·00 ～10·37