

# 冶金用コークスの破壊強度—材料力学的評価—

逆井 基次\*・西村 亮\*・西村 勝\*<sup>2</sup>・福田 耕一\*<sup>3</sup>

Failure Strength of Metallurgical Coke—An Approach from Materials Mechanics—

Mototsugu SAKAI, Ryo NISHIMURA, Masaru NISHIMURA and Kouichi FUKUDA

**Synopsis :** The failure strength of metallurgical coke is examined on the basis of materials mechanics and fracture mechanics. A novel concept of the “rule of scaling” is addressed for the macro-, meso-, and the micro/nano-structures of coke that comprises complex pores and cracks embedded in a carbonaceous matrix. It is emphasized that the failure strength of coke grains having the dimension of meso-scale (scale from about 5 to about 30 mm) is essential for mechanically qualifying the grade of metallurgical coke.

Through instrumented spherical indentation testing, the mechanical characterization in mm-scale is conducted for the cokes made from various types of coals encompassing from caking to non-caking coals (strongly coking to poorly coking coals). The indentation test results confirm that the discrepancy in the mechanical properties (elastic modulus, yielding strength, and work-of-indentation) of these cokes in mm-scale is insignificant, whereas there exists a crucial discrepancy in the values of their drum indices (DI). The Weibull statistic is applied to the compressive failure load of coke grains with mm-scales (6 to 15 mm grains and 15 to 25 mm grains). The results of Weibull statistics for the compressive failure loads are successfully related in a quantitative manner to the DI-values.

**Key words :** metallurgical coke; texture of pore/crack system; failure strength; mechanical properties; Weibull statistics.

## 1. 緒言

高炉で使用されるコークスの力学物性向上と、これを目的としたコークス炉操業条件の確立には、コークスの力学物性評価解析法の確立、ならびにこれに基づく最適力学物性を有するコークスの材料設計が不可欠である。コークスに関する従前の力学物性慣用評価手法の多く（例えばドラムインデックス（以下DIと略記））は、コークスの実使用条件に類似した力学条件下での物性評価に重点が置かれている。これらの慣用評価手法によって実用上有用となる各種のパラメータを得ることが出来る。しかし、反面、一般的な材料力学・材料科学で定義される汎用的力学物性（例えば、引き張り／圧縮強度、破壊靱性値等）とこれら慣用評価手法で評価されたパラメータとの間に存在するであろう材料科学・力学的な関連性については未だ定量的な理解が得られていない。

コークス化過程で生じる複雑形状を有する気孔、ならびに3次元に発達した微視・巨視き裂の存在がコークスの力学性状定量化を阻んできた。コークスの材料力学的強度を定義することも、破壊力学的に強度を論じることも、現状、至難と言っても過言ではない。

高炉用コークスの製造に携わる、あるいは高炉で実使用に携わる技術者、研究者個々の専門科学・工学分野が化学、

物理、金属、機械等々、多岐に渡っていることも、「コークス強度の評価とその材料設計」そのものの捉え方や考え方に大きな乖離を生じさせている原因となっている。コークス化過程での原子・分子オーダー、あるいは、炭素微視構造に焦点を当てた化学ベースの開発研究で想定される「強度」の概念、巨視的き裂寸法に基づき材料力学・破壊力学で定義される強度、更には実操業で重要視されているDIとの間には、相互理解を阻む大きな溝が存在している。高性能高炉用コークスの研究開発は、この意味において、極めて学際的かつ境界領域的色彩の強いものであると同時に、これらに起因する多くの問題・課題を抱えている。

材料力学・破壊力学的視点から高炉コークスの強度を定量的に解析・評価することが本研究の目的である。

## 2. コークス構造の微視的・巨視的スケーリング

微視から巨視に渡る極めて複雑な階層構造を有するコークスの力学物性を定量的に把握するためには、先ず、その階層構造をスケーリングしておくことが不可欠と考える。コークスの力学的全体像の理解には、各階層構造における微構造の特長とこれに由来する力学物性の定量化が重要となる。

平成17年6月13日受付 平成17年7月21日受理 (Received on June 13, 2005; Accepted on July 21, 2005)

\* 豊橋技術科学大学物質工学系 (Department of Materials Science, Toyohashi University of Technology, Hibarigaoka 1-1 Tempaku-cho Toyohashi 441-8580)

\*<sup>2</sup> 関西熱化学(株) 研究開発センター (Research and Development Center, The Kansai Coke and Chemicals Co., Ltd.)

\*<sup>3</sup> 新日本製鐵(株) 製鉄研究開発部 (Ironmaking R&D Division, Nippon Steel Co.)

複雑形状の「気孔」の存在がコークス性状の本質を与えていると想定し、寸法が0.5~1mm程度のミリオーダー気孔を「平均気孔径（代表気孔径）」として「定義」する。本研究では、簡単のため、この平均気孔を一個含み、かつ一辺の寸法が1mm程度の立方体からなる構造体を基本構造体と定義し、これをコークス階層構造スケーリングにおける基本目盛とする。この基本構造体寸法以下の微小階層構造を、一括して、「マイクロ・ナノ構造（微視的構造）」としてスケーリングする。この領域では、主に、平均気孔間に存在する気孔壁部炭素構造（平均気孔より小さな微視気孔等（マイクロ・ナノ気孔）を含む炭素構造）がマイクロ・ナノ構造体の強度、弾性率等を左右する。

一辺に上記の平均気孔を10ヶ程度含む立方体を次に考える。先に定義した基本構造体寸法を1mmのオーダーと想定しているため、この立方体寸法は10mm（≒1cm）のオーダーとなる。この立方体寸法に準ずるコークス構造を「ミリ構造（メソ構造）」としてスケーリングする。ミリ構造は先に定義した平均気孔を1000個のオーダーで含むため、コークス塊の均質的基材部の代表的（平均的）力学物性を良く表わすものと考えられる。

さらに、上記のミリ構造体を一辺あたり10個程度含む立方体を考える。この立方体は一辺が10cm程度となり、その中には約1000個程度の上記ミリ構造体を含有している。この立方体を含み、これよりも大きな寸法からなるコークス構造を一括して「センチ構造（マクロ構造）」としてスケーリングする。「マイクロ・ナノ構造体（微視的構造体）」、「ミリ構造体（メソ構造体）」、ならびに「センチ構造体（マクロ構造体）」の基本概念は文献に詳述されている<sup>1)</sup>。

### 3. 各階層構造における「き裂」の定義と強度の推算

力学的強度は上記で定義した各階層構造体を構成する基質（マトリックス）の破壊靱性値と内在する最大き裂寸法により規定される。強度が各階層構造体で意味を持つためには、内在き裂の特性寸法は注目する階層構造体の特性寸法（例えば、上記の各階層構造を表す立方体稜寸法）の少なくともオーダー的に50%以下である必要がある。さもないと、この階層構造体の強度は限りなく小さくなり、構造体として機能しなくなる。従って、「マイクロ・ナノ構造体」における内在き裂寸法上限は約500 $\mu\text{m}$ 程度、「ミリ構造体」の上限き裂寸法は約5mm程度と考えられる。一方、「センチ構造体」においては約5cm程度を特性き裂寸法としたコークス塊が想定できる。これら各階層構造体を構成する各「基質」の材料科学的定義が明確に出来れば、個々の基質固有の破壊靱性値をオーダー的に想定することができ、さらには各構造体の引き張り強度（Griffith換算強度）

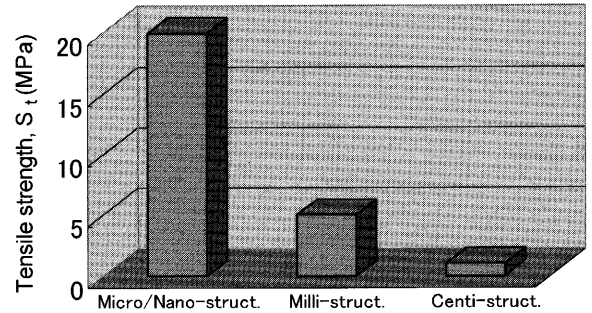


Fig. 1. Tensile strengths of cokes estimated for the micro/nano-, milli-, and the centi-structures.

を推算することも出来る。

マイクロ・ナノ構造体は、上記の定義より、微視気孔を含む炭素質からなる。この炭素質の嵩比重を約1.5~1.8( $\text{g}/\text{cm}^3$ )程度と仮定すると、均質等方体仮定の基で、そのヤング率として8~10GPa、破壊靱性値( $K_{Ic}$ )として1.0~1.2 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 程度をこの階層構造体基質の力学物性として想定できる<sup>2-6)</sup>。これらの想定物性値を基にしたマイクロ・ナノ構造体の引き張り強度推算値は、き裂長さを構造体寸法の半長程度としたGriffithき裂と想定することにより、約20MPa程度のオーダーになると考えられる。

一方、ミリ構造体は比較的小粒径（5~10mm程度）の均質コークス塊を代表する構造体であり、この平均気孔率は約0.4~0.5と仮定出来る。気孔が上記マイクロ・ナノ構造体中に均質に分散していると想定すると、注目するミリ構造体のヤング率を約1~2GPa程度、破壊靱性値を0.5 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 程度と推定できる。これらの推測値を基にして推算したミリ構造体の引き張り強度（き裂長さを構造体寸法の半長程度と想定して計算したGriffith換算強度）は約5MPa程度のオーダーになる。

同様の考察を拡張し、センチ構造体については、その基質力学物性等をミリ構造体と同じとして扱い、強度支配内在き裂寸法をセンチ構造体の寸法（10cm）の半長程度と想定することにより、引き張り強度の推算値として約1MPa程度を得る。このようにして推算した各構造体の引き張り強度をFig. 1に示す。破壊力学的幾何相似性により構造体の強度が構造体の寸法の増大と共に減少することをFig. 1は良く表している。

### 4. 基質力学物性の定量

前節の階層構造体に関する考察を基に、本節では「基質」の定義、その力学物性量の実験的計測法、ならびに計測結果について述べる<sup>7)</sup>。

#### 4.1 コークス基質の定義

前節のコークス階層構造に関する考察から明らかなように、高炉操業において本質的な役割を担うコークス粒塊の基質構造は「ミリ構造体（特性き裂を除外）」によって表

Table 1. Characteristic properties of the standard cokes tested.

Cokes	Proximate analysis (mass%)		Ultimate analysis (mass%)					Drum index
	Ash	Volatile matter	C	H	N	S	O	D <sup>150</sup> <sub>15</sub>
Goonyella	10.8	0.6	86.9	0.2	1.5	0.4	0.2	79.6
Enshū	12.5	0.7	86.9	0.2	1.0	0.4	11.5	51.7

すことができると考えられる。本研究では5~10mm程度のコークス粒塊中の均質な基材部位（ミリ構造体中のサブミリ気孔を含む均質炭素基材）を、「コークス基質」と定義する。この基質部の力学物性を実験的に計測評価する方法について以下詳述する。

## 4.2 基質の力学物性定量評価

### 4.2.1 多孔性基質への圧子力学の適用と問題点

ピッカース圧子に代表されるピラミッド圧子あるいはブリネル圧子に代表される球形圧子の材料表面への押し込み過程（負荷過程）ならびに押し込み後の除荷過程における押し込み荷重 $P$ と押し込み深さ $h$ の関係（ $P$ - $h$ 履歴曲線）には、注目している材料の全ての力学挙動（弾性、塑性、弾塑性、粘弾性、破壊損傷挙動等）に関する情報が含まれている<sup>8-13</sup>。従って、実測された $P$ - $h$ 履歴曲線の定量評価と解析から力学物性に関する多くの重要な情報を得ることが出来る。圧子を用いた力学物性の評価試験は、(1)機械加工に困難を伴う多孔性材料の試験片調製、(2)ミリオーダーの局所領域における力学物性評価、(3)圧縮モードで試験を行うことが出来るため、高温試験や真空・腐食性ガス雰囲気中での試験等が容易にできる長所を有している。

一方、多孔性コークス基質への圧子力学の適用においては、(1)圧子寸法と基質微構造寸法（気孔寸法、不均質尺度）との間に存在するスケール則、ならびに(2)表面変形と体積変形との間にあるスケール則に留意することが本質的に重要となる。換言すると、(1)のスケール則では用いる圧子の寸法が評価の対象となる多孔体の気孔寸法と同一のレベルにある場合、実測値に著しい変動（バラツキ）が観測されるようになる。(2)のスケール則においては圧子力学により評価される力学物性量が表面変形に由来するものであるため、圧子力学に則ったアプローチには、体積変形由来の材料物性を論じる際に間違った情報を提供してしまう危険性をはらんでいる。以下に示す実験的研究においても、これらの問題点を留意しておく必要がある。

### 4.2.2 圧子力学試験

#### (1) 試料コークス

コークス種の相違が基質力学物性に及ぼす影響を明らかにするために、粘結炭の代表としてGoonyella炭コークス、非微粘結炭の代表としてEnshū炭コークスを試料として用いた。それぞれのコークス特性をTable 1にまとめて示す。これら2種類のコークスは日本鉄鋼協会劣質炭対応型コークス化技術研究会（平成14年~16年；三浦孝一教授（主

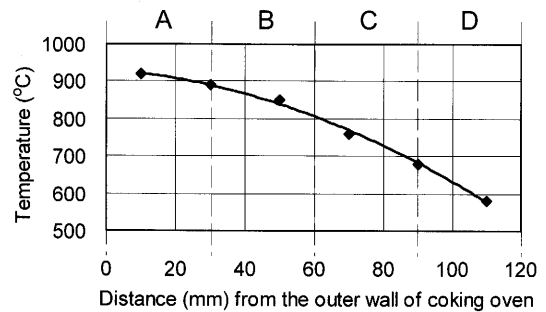


Fig. 2. Profile of the temperature of the coke before rapid quenching (Goonyella coke).

査、京大))の標準試験体である<sup>7)</sup>。

上記コークス標準試料（以下、標準試料と略記）とは別にGoonyella炭およびEnshū炭をドラム型乾留試験炉（炉直径240mm）で焼成し、外部加熱壁面温度が約950°C（炉心部温度が約500°C）に到達した時点で焼成体を急冷した試料（以下、急冷試料と略記）についても圧子力学試験を行った。Goonyella炭コークスを例に、炉内での最終到達温度分布を炉壁からの位置を変数としてFig. 2に示す（Enshū炭コークスの炉内乾留温度分布もGoonyella炭コークスの分布とほぼ同一であった。急冷コークスをAからDの4部位に切断し（Fig. 2参照）、それぞれの部位から下記に示す方法で試験片を作製した。部位A, B, C, Dの平均乾留温度は、それぞれ、920°C, 850°C, 770°C, 580°Cである。

#### (2) 圧子力学試験

寸法を異にする2種類のブリネル鋼球圧子（半径 $R=1.59$ mm, 6.35mm）を変位制御型慣用材料試験機に装着し、球圧子の圧入過程での $P$ - $h$ 履歴曲線を求めた。ロードセル（東京測器（株）；TCLZ-100KA）を用い圧入荷重 $P$ を $\pm 10$ mNの精度で、静電容量型非接触変位計（小野測器（株）；Displacement sensor VE-222）を用い圧入深さ $h$ を $\pm 0.4$  $\mu$ mの精度で計測した。全ての圧子力学試験において、圧子の圧入/除荷速度を0.01mm/minに制御した。 $P$ - $h$ 計測データは全てデジタル処理された後、解析に供された。圧入深さ $h$ の計測においては、試験装置ならびに用いた試験ジグの弾性変形（装置コンプライアンス）ならびに試験系の機械的接触部位でのクリアランスの影響を排除するため、圧子と試験片との相対変位を計測するように試験系が設計されている。試験装置の詳細は文献に報告されている<sup>7-9)</sup>。

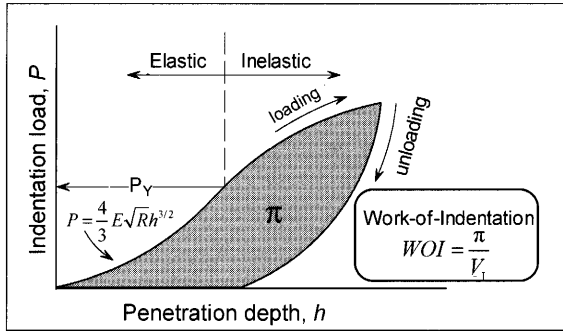


Fig. 3. Schematic  $P$ - $h$  hysteresis curve for spherical indentation.

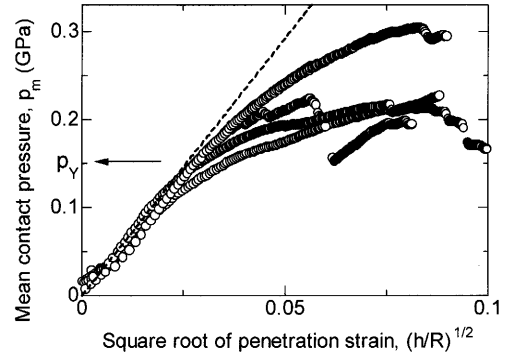


Fig. 4. Elastic Hertzian plot for Goonyella coke.

圧子力学試験片の加工にはダイヤモンド切断機/平面研削盤を用いた。各コークス塊から平板状試験片(5 cm×5 cm×5 mm)を切断加工し、5 mm厚さを有する高さ方位の両面は平面研削盤により平行面加工し、その一面を3 μm粒度のダイヤモンドコンパウンドにより研磨し、圧子圧入面とした。なお、試験片加工・研磨においては圧子圧入面の法線方向が乾留ドラム軸方向となるように規定した。

本研究では半径( $R$ )の異なる2種類の球形圧子により試験を行ったが、両圧子とも類似した試験結果を与えたため、試験結果への圧子の寸法依存性はないと結論した。以下においては、小球圧子( $R=1.59$  mm)についてのみ、その試験結果の詳述と考察を行う。

球圧子の $P$ - $h$ 履歴曲線の模式図をFig. 3に示す。小規模押し込み領域(弾性域)及び大規模押し込み領域(非弾性域)での $P$ - $h$ 履歴曲線を用いたヤング率 $E$ 、降伏荷重 $P_Y$ 、圧入仕事 $WOI$ の計測と定量に関する概要が示されている。

(3) 小規模押し込みによるヤング率、降伏強度の計測

球形圧子の押し込み量が小さい場合(小規模押し込み)、その $P$ - $h$ 負荷曲線は弾性変形に支配される。従って小規模押し込み領域で得られる計測データから試片の弾性率(ヤング率)、ならびに、弾性終端域での圧入応力から降伏強度を見積もることが可能となる。Hertzの弾性論より球形圧子の平均接触応力 $p_m$ と押し込み深さ $h$ の間には以下の関係式が存在する<sup>14)</sup>：

$$p_m = E' (4/3\pi) (h/R)^{1/2} \dots \dots \dots (1)$$

(1)式において、弾性率 $E'$ はヤング率 $E$ ならびにポアソン比 $\nu$ を用い $E' = E / (1 - \nu^2)$ により定義される。 $R$ は用いた球形圧子の半径を表している。球形圧子と材料表面間に形成される接触円の半径を $a_c$ とすると、平均接触圧力 $p_m$ は $p_m = P / (\pi a_c^2)$ で与えられる。接触円の半径 $a_c$ の実測は極めて難しい。本研究では、Hertz理論により与えられる弾性表面変形に対する関係式、 $a_c = \sqrt{hR}$ 、を用い、実測量である押し込み深さ $h$ からの推算により $a_c$ 求めた。

標準試料について代表的な $p_m$ と $(h/R)^{1/2}$ の関係をGoonyellaコークスを例としてFig. 4に示す。用いた球形圧子径(直

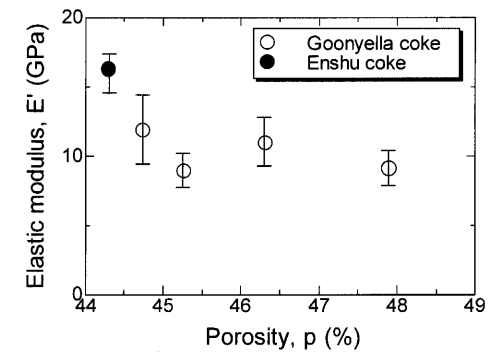


Fig. 5. Dependence of elastic modulus on porosity.

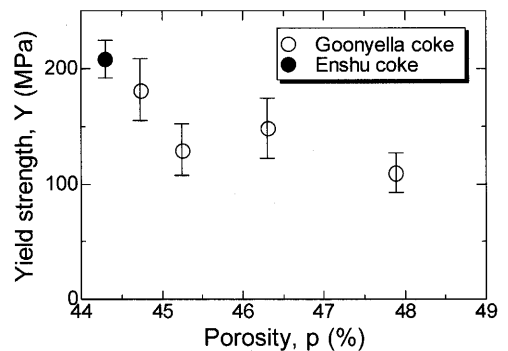


Fig. 6. Dependence of yield strength on porosity.

径 $2R=3.18$  mm)とコークス試験片の局所的非均質性尺度(気孔径等の寸法)がオーダー的に近接しており実測の $p_m$ と $(h/R)^{1/2}$ との関係における再現性が良好でないため、これらの図には、多数の実測データを重ね合わせて示す。図中の破線は初期の線形領域(弾性域)を示したもので、その勾配 $[E'(4/3\pi)]$ から弾性率 $E'$ を求めることができる。また、 $p_m$ - $(h/R)^{1/2}$ 関係がこの線形域から逸脱を開始する平均接触圧力 $p_Y$ は試験体の降伏応力 $Y$ を表している。このようにして求めた標準試料の弾性率 $E'$ ならびに降伏応力 $Y$ を試験体の気孔率 $p$ に対してプロットしたものをFig. 5およびFig. 6に示す。ここで気孔率 $p$ はJIS K 2151の「少量法」に準拠し、試験体コークスの見掛比重と真比重より算出した<sup>15)</sup>。

これらの図から明らかなように、粘結炭の代表としてのGoonyella炭コークスと非微粘結炭の代表としてのEnshu炭

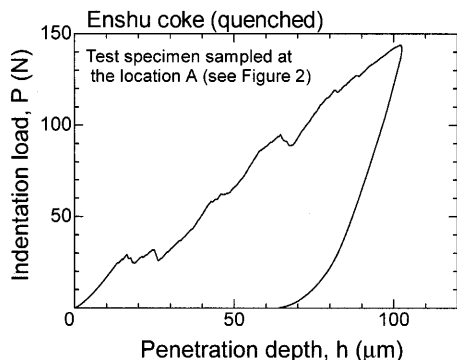


Fig. 7. An example of the  $P-h$  hysteresis curve of the quenched Enshu-coke sampled at the location of A (see Fig. 2).

コークスとの間にはこれらのDIに見られる顕著な相違 (Table 1 参照) が  $E'$  および  $\gamma$  に対しては認められない。すなわちこれら2種のコークスにおいて、それぞれの基質部力学物性 (弾性率, 降伏応力) には特筆すべき差異を認めることが出来ない。

(4) 大規模押し込みによる Work-of-Indentation (圧入仕事量) の計測

前節の小規模押し込み試験での圧子押し込み量は高々  $15 \mu\text{m}$  であった。これに比し、 $100 \mu\text{m}$  に及ぶ大規模な押し込みを行い、それに伴う局所的な屈服破壊を誘起せしめ、これに要する圧入仕事量 (WOI; Work-of-Indentation) を見積もり、「基質部の局所破壊強度 (破壊抵抗性)」の指標とした。Fig. 7 に Enshu 炭コークス (急冷試料; 試料採取部位 A) を例に  $100 \mu\text{m}$  までの大規模押し込みの際の  $P-h$  履歴曲線を示す。Fig. 3 に示すように履歴曲線で囲まれる面積は押し込み過程に伴い外部から投入された仕事量 ( $\Pi$ ) を表しており、これを、最大押し込み深さで形成された圧痕体積 ( $V_f$ ) で除することにより WOI (圧入仕事) を定義することができる<sup>8,13</sup> :

$$WOI = \Pi / V_f \dots\dots\dots (2)$$

標準試料の WOI についてその気孔率依存性を Fig. 8 に、また、急冷試料の WOI を試料採取部位 (乾留炉内位置 A~D; Fig. 2 参照) との関連で Fig. 9 に示す。標準試料については Goonyella 炭, Enshu 炭の両コークスとも気孔率をパラメータとして比較すると WOI 値は同一のレベルにある。一方、急冷試料については、試料採取部位に関係なく、非微粘結炭である Enshu 炭コークス (低 DI コークス) の方が粘結炭である Goonyella 炭コークス (高 DI コークス) よりも常に大きな WOI 値を示している。

5. コークス強度の定量

DI はコークスの耐塊砕・耐粉化性能を表わすインデックスであり、コークス強度を「陽」に表わすものではない。

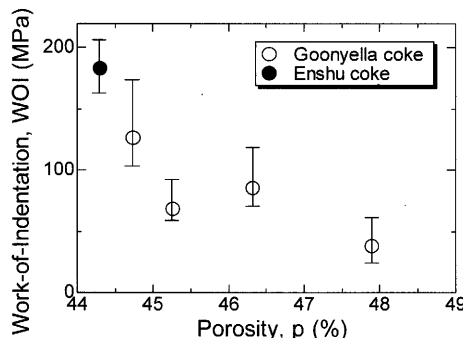


Fig. 8. Dependence of WOI on the porosity of Goonyella and Enshu cokes.

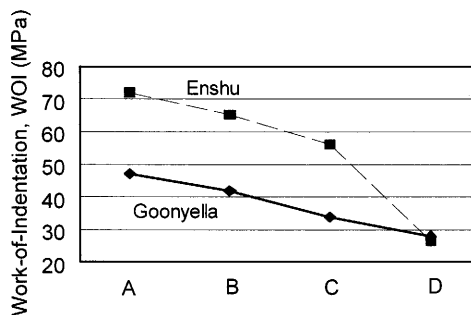


Fig. 9. Work-of-indentation of the quenched coke specimens sampled at the locations of A to D (see Fig. 2).

先に考察した階層構造体強度の推算結果に基づくと、構造体寸法の最も大きなセンチ構造体 (巨視的構造体) の強度は最も小さい。従って、ドラム試験ではこの巨視的構造体が先ず破壊塊化する。これより下位の (寸法的に小さな) 階層にあるミリ構造体 (寸法が  $10 \text{mm}$  オーダーのコークス塊) がドラム試験に対して、充分の強度を有している場合には、ドラム試験によりセンチ構造体はミリ構造体に塊化するが、更なる粒化・粉化は進行しない。換言すると、巨視的オーダー (cm オーダー) のき裂が巨視的オーダー (cm オーダー) の間隔で分散しており、かつ、これに準ずる下部階層構造体 (ミリ構造体 (メソ構造体)) が充分の「強度」を有しているコークス DI 値は大きくなる。

上記の考察より、「ミリ構造体」 ( $5 \text{mm}$  程度から  $30 \text{mm}$  程度に至るコークス粒) の「強度」は高炉操業に有意なパラメータである DI 値と密接な関係を有すると考えられる。本節においてはミリ構造体の圧壊強度試験について考察する。

5.1 コークス粒強度の定量評価

5.1.1 圧壊試験

(1) コークス試料

実用指標である DI との関連性を明確にするため DI を異にする4種類のコークス (粘結炭として Malan 炭および Goonyella 炭, 非微粘結炭として NCBC 炭 (New Castle Blending Coal), Camberwell 炭) を試料とした。各コークスの  $DI_{6}^{150}$ ,  $DI_{15}^{150}$  値等を Table 2 に示す。これらのコーク

Table 2. Characteristic properties of the coke samples used in compressive failure test.

	Proximate analysis (mass%)		Moisture in coal (mass%)	Bulk density of coal at charging (t/m <sup>3</sup> , dry)	DI <sup>150</sup> <sub>15</sub>	DI <sup>150</sup> <sub>6</sub>
	Ash	Volatile matter				
Malan	10.0	24.9	3	0.8	86.1	88.7
Goonyella	10.8	0.6	3.6	0.8	84.5	86.8
NCBC	8.9	34.9	8	0.7	65.5	81.9
Camberwell	8.8	35.9	7	0.7	62.2	83.2

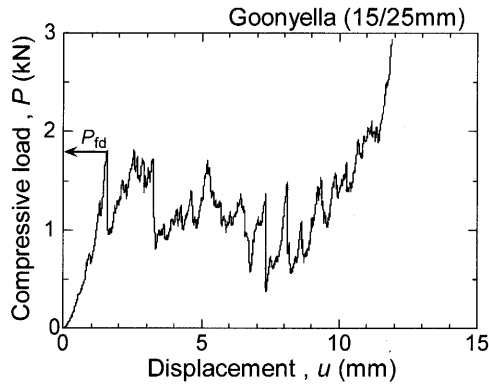


Fig. 10. An example of the  $P-u$  curve in the compressive failure test for Goonyella coke (15/25 mm grain).

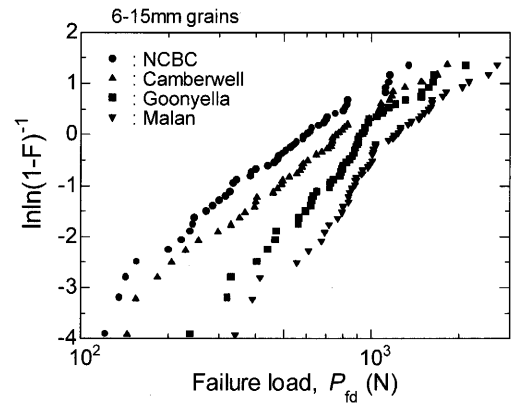


Fig. 11. Weibull plots of the cokes with 6/15-grains.

スに対して DI<sup>150</sup> 試験を行い、生じた粉・粒体から 6~15mm 粒 (以下、6/15 粒と略記) と 15~25mm 粒 (以下、15/25 粒と略記) を篩分けにより選別し、以下に示す圧壊試験を行った。

(2) 圧壊強度試験

それぞれのコークス種、それぞれの粒度について 50 個の粒を無作為にサンプリングし、変位制御型慣用材料試験機により圧縮荷重を負荷した際の負荷荷重  $P$  とクロスヘッド変位  $u$  の関係を計測した。

(3) 結果

Goonyella 炭コークスを例に、その圧壊試験結果 ( $P-u$  曲線) の一例を Fig.10 に示す。容易に推測できることであるが、計測される  $P-u$  曲線は個々のコークス粒において著しいバラツキを示す。また、Fig.10 に示すように  $P-u$  曲線には数多くの不規則なノコギリ状のピークが見られる。本研究では、負荷初期に見られる最初の明確なピークの荷重  $P_{fd}$  (first degradation) をコークス粒の「破壊荷重」と定義した。計測値  $P_{fd}$  に極めて大きなバラツキを有するため、得られたデータの解析においては統計手法の適用が不可欠となる。次節では、実測破壊荷重  $P_{fd}$  に関するワイブル統計解析を行った結果を示す。

(4) ワイブル統計

一例として 6/15 粒の  $P_{fd}$  に関するワイブルプロットを Fig.11 に示す。累積破壊確率  $F$  は平均ランク法により算出された。これらのワイブルプロットは各コークス種の DI 値の大小関係を明確かつ定量的に反映している。高 DI コークスのワイブルプロットは常に高  $P_{fd}$  側に位置し、か

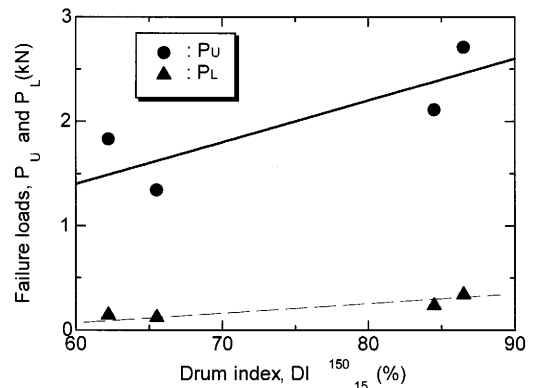


Fig. 12. Correlations between the failure loads (the upper load  $P_U$  and the lower load  $P_L$ ) and  $DI^{150}_{15}$  for the 6/15-grains.

つその勾配 (ワイブル形状母数,  $m$ ) が大きくなる傾向にある。換言すると、高 DI コークス種は平均的な  $P_{fd}$  が大きく、かつ小さな  $P_{fd}$  を有するコークス粒の存在が少ないといえる。6/15 粒について、破壊荷重の最大値  $P_U$  および最小値  $P_L$  と各コークス種の DI 値との相関プロットを Fig.12 に示す。これら特性破壊荷重と DI との間にも強い相関関係が存在している。

圧壊試験の結果から以下の結論を得る：篩い分けにより採取した「ミリ構造 (メソ構造)」を有するコークス粒に対する圧壊荷重  $P_{fd}$  のワイブルプロットはコークス種の破壊挙動に見られる相違を極めて定量的に表現 (再現) しており、しかも、実用指数である DI 値と定量的な相関を持つ。

上述のワイブルプロットは実用指数である DI よりも材

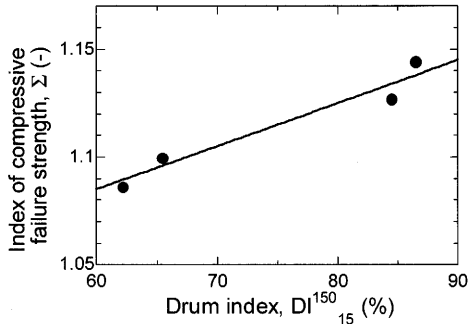


Fig. 13. Correlation of the index of compressive failure strength  $\Sigma$  and DI for the 6/15-grains.

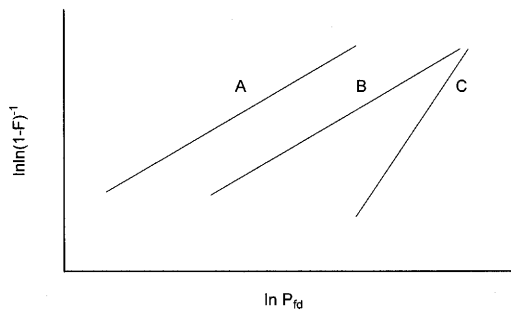


Fig. 14. Schematic Weibull plots of the model cokes (A, B, C) with different failure characteristics.

材料学的に明確なコークスの「強度（圧縮応力場における破壊抵抗性）」を表現している。しかし、ワイブルプロットによるコークスの強度評価は単一指数として慣用されているDIに比べ実用的でない。そこで本研究では、実用・簡便かつ単一指数である「コークス圧壊強度指数、 $\Sigma$ 」を次式で定義する。

$$\Sigma = \frac{P_U}{P_U - P_L} \dots \dots \dots (3)$$

$P_U$  が大きいほど、また  $P_U - P_L$  が小さい（ワイブル形状母数  $m$  が大きい）ほど、(3)式で定義される強度指数  $\Sigma$  は大きくなる。本研究における6/15粒について求めた  $\Sigma$  と  $DI_{15}^{150}$  との相関を Fig.13 に示す。極めて優れた相関のあることが分かる。

Fig.14に3種類の仮想コークス (A, B, C) のワイブルプロットを模式的に示す。この図において

- (1)  $P_U$ ,  $P_L$  共に大きなこと (AよりB) が重要なのか、
- (2)  $P_L$  の向上 (ワイブル形状母数  $m$  の向上、すなわちBよりCであること) が、より本質となるのか、
- (3) DI試験で生じた粉粒の篩い分けにより原料コークス中の脆弱部分が除去されたコークス粒を圧壊試験に供していること、換言すると、低強度部位を除去した「保証試験済みコークス粒」のワイブルプロット解析を行っていることに由来するであろう問題点、

等々、

圧縮破壊荷重ワイブルプロットの解析・解釈においては、今後、高品位コークス設計に向けて残された課題も多い。

## 6. 結語

材料力学・破壊力学の視点から冶金用コークスの強度を論じた。コークス特有の複雑な微構造を階層構造として捉え、巨視から微視に至る階層構造を表現し得る新規なスケリング則を提案した。実用指数であるドラムインデックス(DI)との関連で各階層構造の強度を破壊力学的に論じ、ミリ構造（メソ構造；約5mmから約30mmの寸法を有するコークス粒）の強度を定量評価することの重要性を明らかにした。

各種粘結炭および非微粘結炭由来コークスを試料とし、そのミリ構造に着目した圧子力学試験および圧壊試験を行い、各種力学物性（弾性率、降伏強度、圧入仕事）の定量と圧壊強度のワイブル統計解析を行った。ミリ構造コークス基質部の力学物性には粘結炭と非微粘結炭との間で有意差を認めることが出来なかった。しかし圧壊強度およびそのワイブル統計処理から得られた結果とDI値との間に極めて強い定量的相関が認められた。この結果を基に、コークス強度を材料学的に評価できる新規な強度指数として、「圧壊強度指数、 $\Sigma$ 」を提案した。

本研究は劣質炭対応型コークス化技術研究会（平成14年～16年）（日本鉄鋼協会；三浦孝一教授（主査，京大））における研究成果をまとめたものである。

## 文 献

- 1) M.Sakai: *CAMP-ISIJ*, **17** (2004), 614.
- 2) 逆井基次：新・炭素材料入門、炭素材料学会編、リアライズ社、東京、(1996)、53.
- 3) M.Nishimura, S.Asada and N.Uemura: *Coke Circular*, **42** (1993), 164.
- 4) M.Sakai, K.Urushima and M.Inagaki: *J. Am. Ceram. Soc.*, **66** (1983), 868.
- 5) M.Sakai, R.C.Bradt and D.B.Fischbach: *J. Mater. Sci.*, **21** (1986), 1491.
- 6) M.Sakai, J.Yoshimura, Y.Goto and M.Inagaki: *J. Am. Ceram. Soc.*, **71** (1988), 609.
- 7) M.Sakai, M.Nishimura and K.Fukuda: *CAMP-ISIJ*, **16** (2003), 720.
- 8) M.Sakai: *Acta Metall. Mater.*, **41** (1993), 1751.
- 9) M.Sakai, S.Shimizu and T.Ishikawa: *J. Mater. Res.*, **14** (1999), 1471.
- 10) M.Sakai: *J. Mater. Res.*, **14** (1999), 3630.
- 11) M.Sakai, S.Shimizu, N.Miyajima, Y.Tanabe and E.Yasuda: *Carbon*, **39** (2001), 605.
- 12) M.Sakai, Y.Nakano and S.Shimizu: *J. Am. Ceram. Soc.*, **85** (2002), 1522.
- 13) M.Sakai: *Carbon Alloys*, Elsevier, Oxford, (2003), 351.
- 14) K.L.Johnson: *Contact Mechanics*, Cambridge University Press, Cambridge, (1985), Chap. 4.
- 15) JIS K 2151, 日本規格協会、東京、(1993).