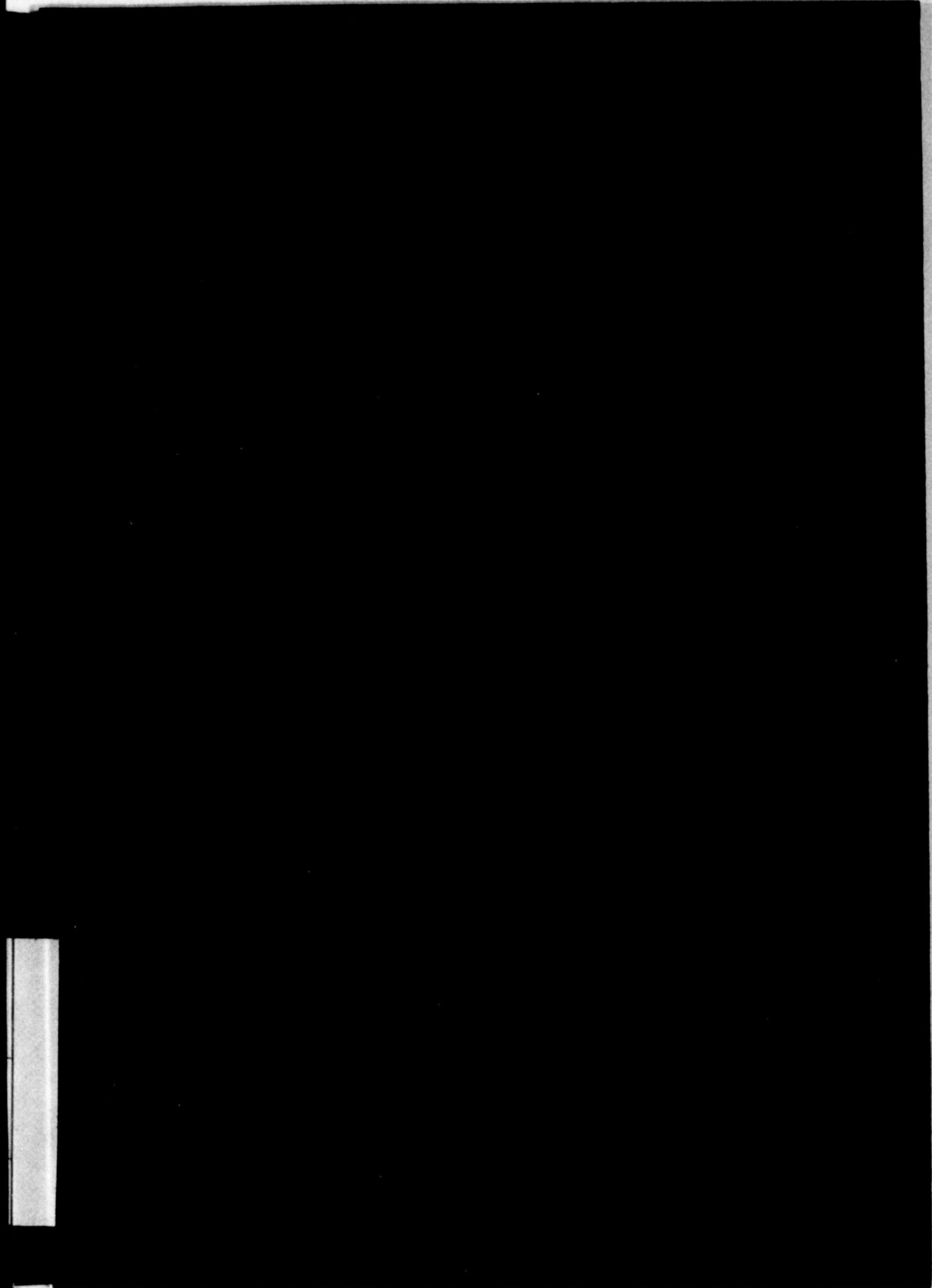




始



1-1-1
2732

バツセー法
回轉爐製銑

科學動員協會編纂

科學主義工業社刊

998
62

564.1
KA16



バツセー法 回轉爐製鉄

科學動員協會編纂

科學主義工業社刊



編纂の辭

今日の戦争は科学戦であり、生産戦であるとは屢々いはれることである。ここに現代戦争がその國の持てる科学技術に一國の總力を結集し、正に生産に直結する科学技術の躍進を求めてやまない因由が存する。

而して現時の戦争が凡ゆる國防生産の根幹をなす鐵量生産に、その輸贏の鍵を委することも、已に周知の事實である。各國の、とくに盟邦獨逸ならびにソ聯が、これの施策に國家總動員を以て對處せしも宜なるかなであらう。

わが國の製鐵史を顧るに、滿洲事變以來それが發展期に入つたと目される製鐵事業はその間僅かに拾餘年とはいへ、研究に政策に逐次の研鑽を積みたる結果、續々優秀なる科学技術力を發揚して、今や刻下第一線の渴仰に應へんとする態勢に突入したと謂ふべきである。然も今日大東亞建設戦に伴ひ、わが國製鐵技術の上に更に絶大なる苦心と努力が拂はるべきは多言を俟たない。

わが科学動員協會が、本書「パッセー法廻轉爐製銑」の周密なる試験資料を編纂、上梓せんとする所以のものも、他方本協會事業としての「移動簡易製鐵法」の促進、「土窯式製鐵法」の實施など、製鐵技術の躍進普及を圖りつつある實情と、軌を一にするものに他ならないのであつて、原資料を提供せられたる關係各位の勞を多とし、特に斯界科学技術關係者の技術研究に資することを得れば幸甚と存するものである。

一言もつて編纂の辭に替うる次第である。

昭和十九年五月八日

財團法人 科学動員協會

専務理事 藤 澤 威 雄

序

パッセー法は1935年佛人パッセー氏に依りて初めて發表せられた回轉爐製銑法で、その特長は鑛滓の成分をポルトランドセメントの成分と一致せしめるやう原料を調整し、銑鐵とポルトランドセメントを同時に製造せんとするにある。本法が工業的規模の下に行はれたのはスペインのモンタナ市に於けるアスランドセメント會社が最初であるが、使用された回轉窯は極く小形であつて、本邦セメント工場で本法に使用されたものに比して殆ど半分位の大きさであり、而もスペインの革命に禍され操業後幾何もなく中止されたやうである。本邦に於ては昭和12年頃、日本製鐵株式會社八幡製鐵所に於て極く小規模の實驗が施行せられたのが最初であり、その後昭和13年に至り秩父セメント株式會社、大阪窯業セメント株式會社及び淺野セメント株式會社が相次で休轉中のセメント回轉窯を用ひ工業實驗を開始した。前記3社に於ける設備はいづれも近代的の裝置を備へたもので、窯の大きさに於てもスペインに於けるものより遙に大かつ優秀である。従つてパッセー法の工業實驗は、本邦に於て初めて本格的に行はれたと云つても過言でないのである。

本書は井村及び小柳が、各々日本製鐵株式會社及び秩父セメント株式會社に取締役技術部長として在任中兩社協力の下に、約一ケ年に亘り施行された試験の正確なる資料を集録せるものにして、試験に際して兩者以外に本書第2章に記載せる如く、日本製鐵社側としては、大原久之技師を初め數人の技術者が参加し、秩父セメント社側にては、山内富之助及び吉井豊藤丸兩氏の他10數人の技術者及び多數の従業員が協力、兩社一體となり衆智を集め不眠不休眞に血塗の努力を傾注して得たる貴重なる記録であつて、これを民間會社の書庫の塵の中に埋れしめて置くには餘りにも惜しく思はれるのである。依つて兩著者は試験参加者の代表となり、本書の編纂を科學動員協會に委嘱し、この貴重なる資料の逸散を防ぐと同時に本邦に於ける回轉爐製鐵技術發達の一助としたいと思ふのである。

セメント工場に於けるパッセー法製銑試験は、不幸にして石炭の不足その他の理由に

依り完全な成功を見ずして中止するの已むなきに至り、世間一般では中止の原因が本法の不採算にあるやうに思はれてゐるが、本法はなほその作業の改善により採算を良好ならしむる餘地は充分にあり、かつその製品たる銑鐵には他の製鐵法による銑に優る未知の特長が多いやうである。最近又一・二の會社に於て再び本法に着目し、その操作の一部を改良して相當の成功を収めてゐることを見ても、本法の將來は決して絶望でないと信するのである。

終に多大の費用と幾多の犠牲を拂ひつつ本試験を取行された日本製鐵株式會社及び秩父セメント株式會社の首脳部に對し滿腔の敬意を表するとともに、直接試験に参加されこの貴重なる資料を残されたる諸君に謝意を表するものである。

昭和十九年七月

著 者 識

目 次

1. 緒 言	1
2. 試験擔當者	3
3. 試験装置及び器具	4
4. 製鐵試験に使用の原料	8
5. 製鍊作業状態	11
第1回製銑試験	11
第2回製銑試験	15
第3回製銑試験	18
第4回製銑試験	23
第5回製銑試験	28
第6回製銑試験	31
第7回製銑試験	32
第8,9回製銑試験	32
第10回製銑試験	33
6. 製品試験	35
7. 結言及び將來に對する見透し	42

附 録

1. パッセー法燒塊の鑛物組成に關する研究	45
1. 緒 言	49
2. X 線的 研究	49
3. 顯微鏡的 研究	56

4. 結 論.....61

2. パッセー直接製銑法焼塊中の金属鐵と酸化鐵の分離定量法63

1. 緒 言.....65

2. 普通昇汞法.....65

3. アルコール溶媒昇汞法.....70

4. タタニウム溶液に対するアルコール及び昇汞の影響71

5. 各種昇汞法の吟味.....72

6. 普通昇汞法の鐵セメント混合物への應用.....73

7. アルコール溶媒昇汞法の鐵・セメント混合物への應用.....74

8. アルコール溶媒昇汞法の鐵・セメント・
 硫化・石灰混合物への影響.....76

9. 酸化鐵残渣から FeO 及び Fe₂O₃ の分離
 定量と硫化石灰の影響.....77

10. アルコール溶媒昇汞法の實際的應用.....79

11. 結 言.....81

附 表

第 1 表 第 1 回製銑試験銑鐵の化學成分.....附表 1 頁

第 2 表 第 2 回製銑試験銑鐵の化學成分.....附表 1 頁

第 3 表 第 3 回製銑試験銑鐵の化學成分.....附表 2 頁

第 4 表 第 4 回製銑試験銑鐵の化學成分.....附表 3 頁

第 5 表 第 5 回製銑試験銑鐵の化學成分.....附表 4 頁

第 6 表 第 7 回製銑試験銑鐵の化學成分.....附表 5 頁

第 7 表 第 8 回製銑試験銑鐵の化學成分.....附表 6 頁

第 8 表 第 9, 10 回製銑試験銑鐵の化學成分.....附表 7 頁

第 9 表 第 1 回製銑試験スラッグの物理的性質及化學成分.....附表 8 頁

第 10 表 第 2 回製銑試験スラッグの物理的性質及化學成分.....附表 8 頁

第 11 表 第 3 回製銑試験スラッグの物理的性質及化學成分.....附表 9 頁

第 12 表 第 4 回製銑試験スラッグの物理的性質及化學成分.....附表 9 頁

第 13 表 第 5 回製銑試験スラッグの物理的性質及化學成分.....附表 10 頁

第 14 表 第 7 回製銑試験スラッグの物理的性質及化學成分.....附表 10 頁

第 15 表 第 8 回製銑試験スラッグの物理的性質及化學成分.....附表 11 頁

第 16 表 第 9, 10 回製銑試験スラッグの物理的性質及化學成分.....附表 11 頁

以 上



1. 緒 言

本書は昭和 13 年 10 月より昭和 16 年 3 月に至る期間に於て日本製鐵株式会社と秩父セメント株式会社との共同により我國鐵鋼問題解決の一助として元商工省並に元企畫院の指示と後援との下に、秩父セメント株式会社秩父工場に於て実施せるバッセー法回轉爐製銑に関する工業的實驗を記録したものであつて、本邦に於けるバッセー法製銑に就て忠實なる科學的資料たる事を期した。

本實驗施行の経緯を按ずるに先般我國に於ける製鋼自給問題が漸く一大關心事に到るや、日本製鐵株式会社及び秩父セメント株式会社はセメント工場の遊休回轉窯を利用し、優良なる銑鐵を製出すべきバッセー法に着眼し、各々これに関する各種の研究並びに實驗に着手したところ、遂に昭和 13 年 8 月日本製鐵株式会社は秩父セメント株式会社に對し、兩社共同の下に秩父工場に於て大規模、且つ徹底的なる工業的實驗を行ふべきことを提案し、兩社間にその合意を見たのであつた。即ち同 8 月 12 日、日鐵社長中井勲作氏、同常務景山齊氏、同澁澤正雄氏、著者井村竹市（當時技術部長）と秩父セメント株式會社社長大友幸助氏並びに常務諸井貫一氏は日鐵本社に於て會見し、大綱方針を定め、次で 8 月 24 日、日鐵景山常務、井村技術部長、大原技師は秩父工場を來訪し現場に就て打合を遂げ兩社各々準備に着手した。

然るにその後企畫院に設置せられたる科學審議會は鐵鋼自給に関する對策としてバッセー法を採擇しセメント會社に對しその研究を慫慂せられたるにより、本試驗もこれと連繋して進行するに決しその後さらに商工省は科學審議會の答申に基いて正式にこれを受理することに到つたので、日鐵社並びに秩父セメント株式會社に對しても製鐵事業法に基き試驗命令を發することとなり、ここに愈々本試驗は本格化するに到つたのである。

かくの如くして日鐵社並びに秩父セメント會社は銳意諸般の準備を進めた結果、愈々昭和 13 年 10 月初旬を以て第 1 回の火入を行ひ爾後 11 回に及ぶ實驗を實施した。この間日鐵社の有する製鐵技術と秩父セメント會社の有するセメント燒成技術と極めて圓滑なる協同により、幾多の技術的困難を克服して、遂にわが邦に於けるバッセー法製銑に

關する科學的記録の完成に成功せるは誠に欣幸に堪えないところである。將來の製鐵技術並びにセメント技術に對して幾多の貴重なる資料を提供するものなることを確く信じて疑はざるところである。

ここに本實驗を記録するに當り日鐵社並びに秩父セメント社の絶大なる盡力並びに共同的精神に敬意を表するとともに、關係者の不屈の努力に對し深く感謝の意を表する次第である。

本製銑試験より得たる製品の試験は毎回多數施行せるも、その結果を一々記録することは繁雜に過ぎるを以て本記録には平均結果を述べるに留め他の試験結果は別表として添付した。

なほ附録として秩父セメント社研究部に於て施行せるバッセー法燒塊の鑛物組成に關する顯微鏡的X光線的研究及びバッセー法燒塊中の金屬鐵と酸化鐵の分離定量法に關する研究を載録した。

2. 試験擔當者

本試験は、日本製鐵株式會社と秩父セメント株式會社との共同試験にして擔當者及び擔任職掌次の如し。

日本製鐵社側

大原久之(責任者)	山根政治(鑄床)
酒井滿三郎(鑄床及び記録)	大場松雄(燒成及び記録)
永沼行雄(燒成)	徳久正秋(鑄床)

秩父セメント社側

小柳勝藏(製銑試験一般)	八木原由郎(製造)
山内富之助(機械一般)	金子金平(製造)
吉井豊藤丸(製造一般)	中山一郎(製造)
磯部純一(電氣一般)	坂本金重郎(修理及び鑄床作用)
佐藤準次(製銑原料及び製品試験)	帆波伊之助(煉瓦捲作業)
笠原實	

以下従業員多數あるが略す。

第四回及び第五回試験には日鐵よりの試験員の参加なく秩父セメント會社側試験員のみにて施行した。

3. 試験装置及び器具

秩父工場に於ける當時の設備にてはセメント製造と製銑試験とを同時に行ふことは輸送設備その他の増設を必要として急の間にあはざるため、當分の休轉期間を利用して製銑試験を行ふことに決し使用回轉窯は多大の困難を豫想されるユナックス型冷却機付の窯を避け回轉冷却機付回轉窯即ち四號窯を選びこれに製鐵に必要な諸設備を施した。

本回轉窯の主要部寸法は次の如し。

回轉窯の全長	60 m
" 内 徑	3.2×3.5 m
" 傾 斜	4.7 %
" 回轉數	0.5~1.0 rPm (第1回試験)
" "	0.3~0.6 rPm (第2回~第5回)

この他附屬設備として使用した主なるものは次の如し。

原料乾燥機	2 基
原料粉砕用コンバウンドチューブミル	2 基
原料配合用ボイドメーター	2 基
粉末原料輸送用エレベーター及びコンベヤー等多數	

これ等設備の配置は第1圖の如し。

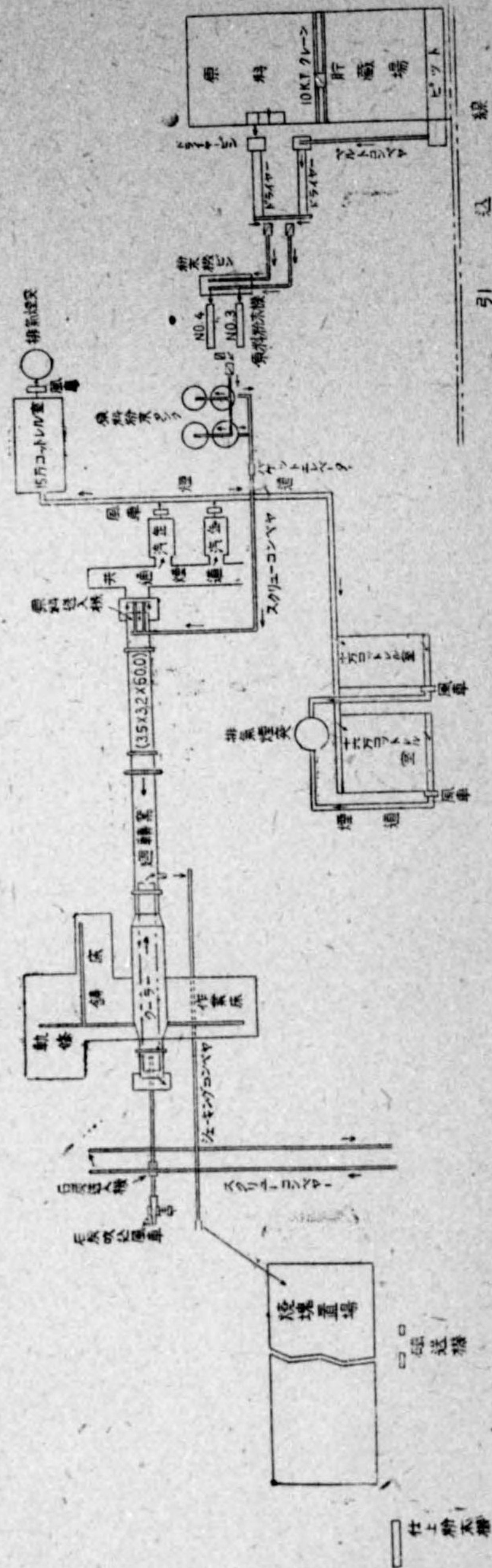
製銑用器具として新調せるものは第1表の如し。

秩父セメント社回轉窯はセメント製造用として製作されあるを以て、これを用ひて製銑試験を行ふには、諸種の設備を施すことを必要とした。またそれ等の物も使用の結果その不備の點が順次に改造され良好なる結果を示すに至つたのである。

第 1 圖

パッセー法による製銑試験工場各機連絡並びに輸送系統圖

昭和14年2月



第1表 製鉄試験用器具

作業用具名	数量	摘要
海鼠型	40本	
溝掘用手鉞	2丁	
ストツパー	6ヶ	
溝均シ	2ヶ	
砂均シ	2ヶ	
サンプル採取用杓子	2ヶ	
湯引棒	100本	50φ×2間
チンチヨ	3組	
横木	4本	100×150mm×10
サンプル木型	3ヶ	
水平器	2ヶ	
流鉄桶	8ヶ	
篩	2ヶ	10mm目
段取鍵	6ヶ	
海鼠	5ヶ	
取鍋移動用丸環付棒	6ヶ	
大ハンマー	2丁	
小ハンマー	4丁	
角スコツブ	10丁	
金棒	5丁	3/4"φ
金棒	5丁	1"φ
天秤棒	5本	
水槽	2ヶ	400×400×250mm
雁爪	6丁	
手柄杓	2本	

4. 製鐵試験に使用の原料

本試験に使用せる原料は粉鐵鑛としては紫鑛を使用した、紫鑛及び還元用コークスは日本製鐵社より供給を受け石灰石及び原料乾燥用炭は秩父セメント社の物を使用することとした。

なほ第4回及び第5回兩度の試験に於ては日本製鐵社より原料の供給間に合はざりしため秩父セメント會社手持の紫鑛及び還元用として無烟炭を使用した、また極めて短時間ではあつたが宇部コーライトを試用した。また第7回及び8回試験には紫鑛の代りに上坡鐵鑛を使用した。原料の調合方法は鐵鑛とコークスをピットよりクレーンにて汲み上げクラッシャーにて粗粹したる後中間に仕切あるタンクの兩室に別々に入れ、タンクの下部よりエプロンフィーダーにて徐々に引出し混合して乾燥機に送入する。

鐵鑛とコークスの調合はタンクの下の差し蓋の開きを調節することにより所定の配合割合となるやう加減した。石灰石はホール横の傾斜コンベヤーにて汲み上げ粗粹後乾燥機にかけたるものをボイドメーターに送る。

ボイドメーターに於ては所定の割合に調合後乾燥された鐵鑛コークスの混合物と石灰石とを正確に秤量してミルに送入り粉碎する。

各種原料の化學成分は第2表の如し。

調合割合は先づ日本製鐵株式會社に於ける試験の際に用ひたる調合割合の略ぼ中間に相當する割合を選び、その後毎回多少の變更を加へて最良の調合割合に到達するやう努めた。調合割合及び調合原料の化學成分は第3表に示す如くである。

第2表 製鐵原料及び燃料

A. 原料成分

種別	灼減	珪酸	礬土	酸化鐵	石灰	苦土	硫黃	磷	銅
石灰石	43.20	0.57		0.81	54.37	0.78	ナシ	—	—
紫鑛	4.50	9.64	3.90	78.41 Fe 54.89	0.30	0.27	2.63	—	—
〃	3.90	7.74	2.32	81.57 Fe 57.10	0.21	0.69	3.07	—	—
〃	4.09	12.21	4.13	74.59 Fe 52.21	1.16	1.02	1.84	—	—
〃	7.10	11.94	4.16	74.41 Fe 52.09	痕跡	0.55	1.83	—	—
〃	3.32	12.28	2.21	77.50 Fe 54.25	1.36	1.14	1.02	0.03	0.71
ジョホール鐵鑛	2.04	6.28	2.36	86.29 Fe 60.40	痕跡	0.42	—	0.014	—
〃	1.75	5.28	2.37	88.11 Fe 61.68	0.33	0.69	0.019	0.12	0.008

B. 還元用炭成分

種別	水分	揮發分	固定炭素	灰分	灰の化學成分						合計
					珪酸	礬土	酸化鐵	石灰	苦土	無水硫酸	
朝鮮無烟炭	4.70	6.85	77.41	11.04	53.13	25.60	12.90	2.72	1.06	0.19	95.60
九粗コークス	1.47	4.81	73.53	20.19	42.10	26.66	16.54	7.30	1.91	3.43	97.94
宇部コーライト	15.40	12.61	35.64	36.35	50.09	19.82	11.27	7.98	—	4.80	97.96

C. 燒成炭成分

種別	水分	揮發分	固定炭素	發熱量	灰分	灰の化學成分					
						珪酸	礬土	酸化鐵	石灰	苦土	無水硫酸
砂川炭	2.13	40.26	45.23	71.73	12.38	47.18	28.15	5.40	9.99	2.33	3.94
塔路炭	2.94	37.76	49.01	73.27	10.29	53.17	30.82	7.96	3.43	1.24	2.24
夕張炭	1.59	37.86	51.01	77.29	9.45	40.59	26.63	5.75	17.02	4.42	4.85
歌志内炭	1.87	38.12	48.24	72.03	11.77	48.70	29.65	5.83	6.72	2.71	3.26

第3表 製鉄試験窯入原料粉末の化学成分

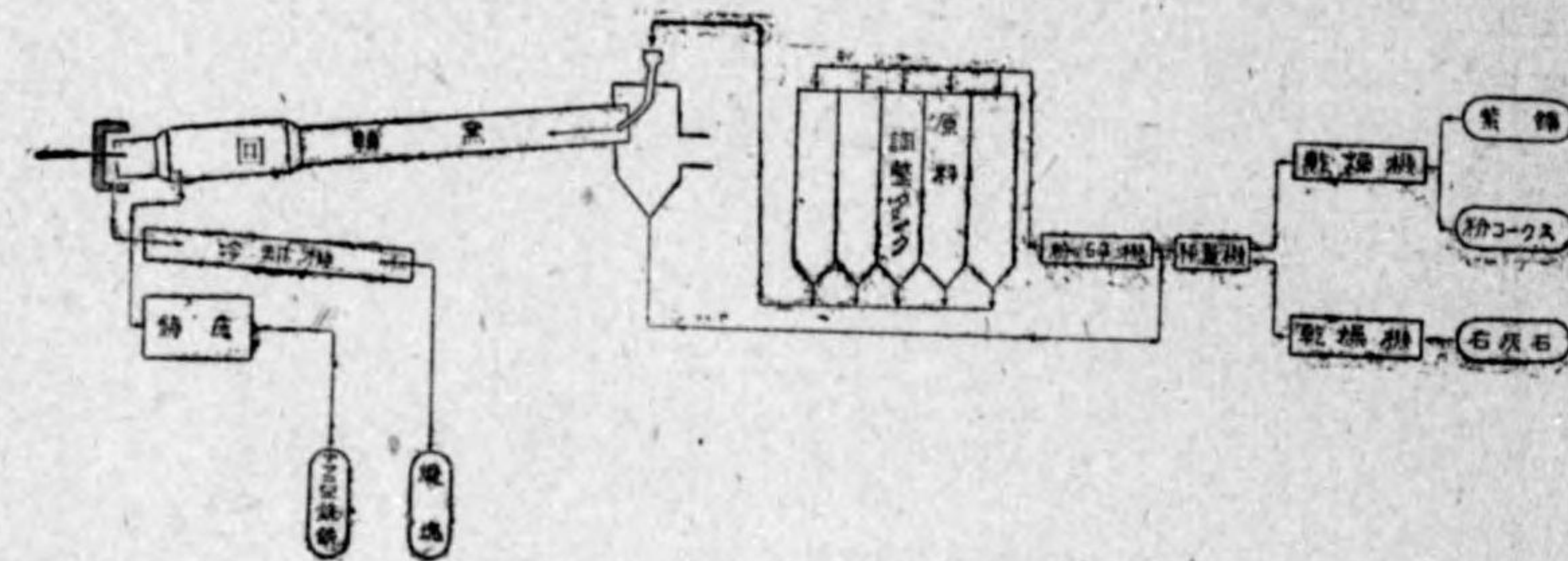
試験	調 合 割 合					粉 末 化 學 成 分 (%)									
	紫 鐵	コークス	石灰石	無煙炭	珪石	灼減	珪酸	礬土	酸化鐵	石灰	苦土	硫黃	合計		
第1回	100		120	60		5.96	34.86	5.77	3.35	28.05	24.44	1.00	0.80	98.81	
第2回	100		120	60		6.48	33.54	5.88	3.51	28.24	24.83	0.94	0.84	97.78	
	100		130	60		6.33	33.91	5.25	3.62	28.19	25.81	0.98	0.91	98.64	
	100		125	60		4.08	35.34	5.27	2.85	27.45	24.69	0.95	0.81	97.37	
第3回	100		125	60		5.97	34.60	5.86	3.05	27.25	24.64	0.97	0.92	97.29	
	100		120	60		4.95	34.12	5.47	2.70	29.60	23.26	1.04	1.19	97.37	
第4回	100		125	60		7.80	37.66	6.06	2.21	25.31	25.75	0.96	0.81	98.76	
	100		127.5	65		7.03	34.23	5.88	3.50	24.88	27.02	0.93	0.88	97.31	
	100		130	80		10.42	37.18	5.91	2.86	24.89	25.02	0.91	0.74	97.68	
	100		265	129		11.43	39.12	6.26	1.18	23.04	26.30	1.02	0.58	97.50	
第5回	100		130	80		17.71	35.25	6.94	3.24	25.56	24.08	0.94	0.59	96.60	
第7回	100		130	80		13.89	33.30	6.98	3.14	26.28	24.60	0.74	0.54	95.58	
	100	100	130	75		16.53	36.58	4.90	2.95	30.36	23.55	0.40	痕跡	98.75	
	100	100	130	80		12.18	37.24	4.84	3.09	30.25	23.05	0.55	0.03	99.04	
第8回	100		130	80		14.47	38.05	5.68	3.11	28.33	24.05	0.76	—	99.98	
	100	100	160	80		5.4	14.15	36.56	6.36	3.40	27.10	25.05	0.67	痕跡	99.14
	100	100	166	85		5.8	10.15	37.72	6.30	3.08	26.36	25.40	0.62	〃	99.48
	100	100	173	90		6.1	11.18	35.76	5.38	3.61	26.69	25.65	0.64	〃	97.73
	100	100	176	98		5.2	11.93	37.56	5.78	3.07	25.05	25.15	0.75	〃	97.36
	100	100	173	94		5.2	12.68	39.82	6.06	2.52	25.04	24.95	0.62	〃	99.01
	100	100	170	88		6.0	12.20	39.80	6.14	2.80	24.96	25.60	0.62	〃	99.92
	100	100	130	80		11.93	31.30	5.24	2.81	29.97	23.40	0.65	〃	98.37	
第9回 第10回	100		134	70		15.17	35.95	6.16	3.63	24.70	25.93	0.94	0.71	98.01	
	100		188	70		16.42	33.91	6.41	3.72	25.05	25.64	0.93	0.75	96.42	

5. 製煉作業状態

昭和13年10月4日第一回製鉄試験開始以來毎月一回月初に約一週間の期間を以て試験を施行した。

試験作業の系統は第2圖に示されてある。毎回試験に於ける主要機械の運轉状態は第4表の如し。

第2圖 製鉄作業系統



第4表によれば最初一二回は故障が非常に多く運轉状態が不良であつたが、回を重ねるに従ひ漸次故障時間が短縮され作業順調となるのを見ることが出来る。以下各回毎にその作業状態を詳述せんとするものである。

第1回製鉄試験 実施期間 自昭和13年10月3日午後5時 至昭和13年10月10日午後3時

昭和13年10月4日午前7時40分より四號窯前に於て修祓式舉行、同11時4號窯關係の封緘はセメント聯合會能力委員横井太郎氏等一行の手によつて解除されたるを以て午後1時各員それぞれ部署につき緊張と待望裡に點火を了つた。

最初は窯上原料タンク中に残存したセメント原料を送入し漸次窯の火度を上げ午後7時50分よりいよいよ製鐵原料を送入した。當初は専ら日鐵側の指導に従ひ原料及び石

第4表 主要機械廻轉狀態

試驗回数	第一回	第二回	第三回	第四回	第五回	第六回	第七回	第八回	第九回	第十回	第十一回
運轉時間	昭和十三年十月	十一月	十二月	昭和十四年一月	二月	三四月	昭和十四年五月	六月	七月	八月	昭和十六年三月
運轉時間	10/3 Pm 5~ 30/10 Pm 3 166H	11/2 Am 6~ 11/10 Pm 1 199H	12/4 Am 8~ 12/12 Am 6 190H	1/6 Am 8~ 1/12 Am 12 143H	2/1 Am 6~ 2/9 Am 12 126H	隔出ノミニ テ實施セズ	4/2 Pm 2~ 4/8 Am 12 142H	6/15 Am 6~ 6/16 Pm 12 90H	7/25 Pm 10~ 7/31 Am 6 132H	8/1 Am 6~ 8/15 Am 9 99H	9/19 Am 5~ 9/15 Am 9 100H
原料ニル No. 3	3543	4900	6810	3210	6310		5820	5330	3745	7100	
原料ニル No. 4	3221	5325	13320	2315	305		2345	2935	10820		
再粉ニル No. 1	—	—	—	850	1410		—	—	—	—	—
廻轉時間 No. 4	4703	9750	15155	12232	9110		9754	9325	10534	9235	9717
仕上ニル No. 2	—	—	—	745	—		—	1400	335	—	—
原料ニル No. 3	606	—	—	—	—		—	—	—	—	—
再粉ニル No. 1	—	055	—	005	—		—	—	—	—	—
廻轉時間 No. 4	4917	7700	1006	158	250		—	—	—	—	—
仕上ニル No. 2	—	—	—	—	—		—	—	—	—	—
原料ニル No. 3	12411	15000	12150	11550	3850		83—40	3630	11415	2800	10000
再粉ニル No. 1	13339	14400	5640	12420	9835		118—15	6025	4340	9900	10000
廻轉時間 No. 4	16590	—	—	13910	8750		14200	9000	15200	9900	10000
仕上ニル No. 2	5140	2410	2430	130	—		4000	—	2500	—	—
原料ニル No. 3	—	—	—	14015	—		14200	7600	14835	9900	10000
再粉ニル No. 1	—	610	610	2230	800		800	600	1500	—	7
廻轉時間 No. 4	—	—	—	—	—		—	—	—	—	—

炭のチャージ量ドラフト等を調整したが鐵鑛の還元といふことを主眼としたためセメント焼成に比してドラフトは非常に悪く、窯内温度は一向に上らずしてボイラー温度のみ上りスーパーヒーターの温度は 500°C 以上に達し危険に瀕したる故やむなく共通煙道下及びスーパーヒーター外廓のドアを開放して空気を入れた。

しかし斯くすることによつて窯のドラフトはますます不良となりエアシールより盛に

第3圖



第1回試験當時に於ける廻轉窯出鉄孔を開けつつある所

第4圖



出鉄孔より熔鉄の進出する状態

火を吹き従つて窯の温度は全く上らずして海綿鐵は盛に出来ながらどうしても鐵がとけざる故ドラフト及び吹込パイプの位置を調整して窯内温度を上げた結果、遂に午後 11 時 30 分に至り初めて處女銑の顔を見、その後引續き出銑あり、當夜は生子にして約 100 本 (1 本約 30 kg) 分に相當する出銑を見たのである。

然るにダムリングの位置が不適當のためその後窯内は次第に變調を來し、所謂ノロが出来、これがクーラー入口に詰り 3 回にて約 8 時間窯を休轉し、そのうちに焼成帯の煉瓦がうすくなつてシェルの一部赤らみ遂に煉瓦捲替のため 5 日午後 10 時 15 分休轉するに至つた、この間に於て出銑したのは僅に 4 日夜のみにて生子にて約 100 本、外に屑鐵若干を得たに過ぎなかつたが、まづ最初の試としては兎にかく鐵の顔を見ることを得たため一同まづまづ安堵したわけである。

なほ出銑孔及びダムリングの位置は第 3 圖の如くにして、第一試験の場合はダムリングの位置が奥すぎて難澁せる故ダムリングを手前によせて第二次試験に臨んだ。

また第一次試験中の原料調合は、鐵粉：コークス：石灰石=100：60：120 (いづれも乾燥物) の調合にて、出銑せざる時のスラッグは全部黑色生燒の塊となり出銑時のものは全部ダスチングを起した。

第二次試験

煉瓦捲替、クーラー入口模様替の石炭及び原料スクリュウ 1 回轉數の調整その他各部の修理が完了せし故、7 日午後 7 時 20 分再び點火した。今回は最初窯に送入すべきセメント原料のなきため直に製鐵原料を送入したがセメント原料にてスタートして後製鐵原料に切替へる方が容易かつ利益であるから、今後は然るべく正式に聯合會の了解を得る必要がある。點火後は慎重を期したため火度の上り方は緩慢であるが、8 日午前 4 時 15 分より出銑し始め次第に順調となり、同日午後 5 時迄に生子にて約 380 本分の出銑を見たのである。

なほ當日午後 3 時頃より商工省關係官吏及び東大吉川教授一行の參觀あり、その時分は最も順調にて 1 回に生子 3 本の出銑を見、豫想以上の好成績を擧げることが出来た。

然るに 4 時頃より出銑孔附近のシェル赤らみ 5 時 17 分休轉し、ここに第 1 回製銑試験は無事終了した。なほ原料調合は第 2 次の場合も第 1 次と同様であつた。次に參考の

ため第 1 回試験中の原料使用量と製品のバランスを表示する。

原料及び製品

實際使用量		計算上の製品數量	
鐵粉	327 ⁹⁰ K. T	$\left. \begin{array}{l} \text{K.T. } \text{ダスト} \text{ K.T.} \\ 848 - 100 = 748 \end{array} \right\} \begin{array}{l} \text{K.T.} \\ 748 \times 0.5 = 374 \end{array} \left\{ \begin{array}{l} \times 0.35 = 130.9 \text{ K. T} \\ \times 0.65 = 243.1 \text{ K. T} \end{array} \right.$	
コークス	173 ⁷⁰ K. T		
石灰石	342 ⁹⁰ K. T		
原料乾燥炭(糞)	15.9 ⁶ K. T	$189 \text{ K. T. } \frac{189}{374} \times 10.00 = 0.5 \text{ kg/K. T. 製品}$	
燒成炭乾燥炭(塔路)	2.9 ¹ K. T		
燒成炭" (")	124.8 ⁸ K. T	$\frac{121.88}{374} \times 1000 = 333.9 \text{ kg/K. T. 製品}$	

實際製品數量

鐵鐵(生子及び生子クダレ)	= 12.1 ⁸ K. T					
" (屑)	= 5.800					
	18.0183					
鐵の分止り :	$\frac{18.0183 \times 100}{130.9} = 13.76\%$	計 337.4 K. T				
クリンカ	<table border="1"> <tr> <td>不良品(原料二回鐵粉代用とす)</td> <td>288.56 K. T</td> </tr> <tr> <td>良品(セメントとす)</td> <td>30.85 "</td> </tr> </table>	不良品(原料二回鐵粉代用とす)	288.56 K. T	良品(セメントとす)	30.85 "	残 374 - 337.4 = 36.6 K. T は減損
不良品(原料二回鐵粉代用とす)	288.56 K. T					
良品(セメントとす)	30.85 "					
	319.41 "					

第 2 回製銑試験

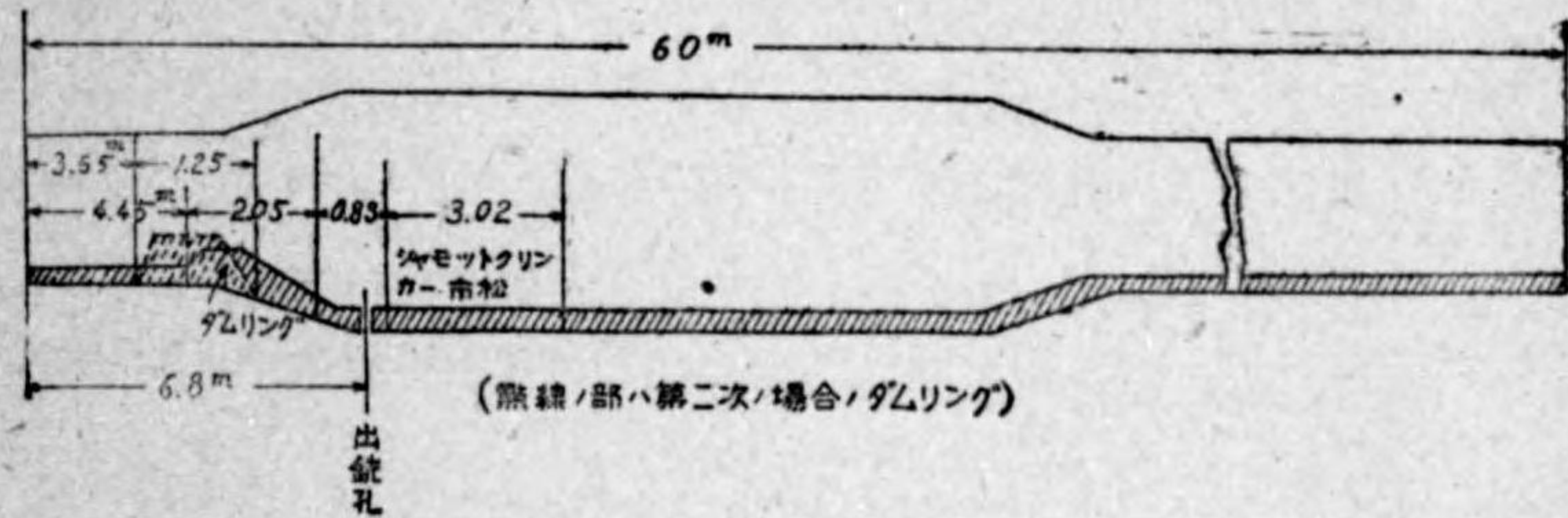
11 月 2 日午前 8 時 30 分點火し、前月同様 4 號回轉窯にて第 2 回製銑試験を開始した。最初約 6 時間は窯を豫熱し、午後 2 時 40 分より製銑原料を窯に送入した。

點火當初と製鐵原料の代り目に少しノロが出たが前回の如く甚しくはない。午後 6 時 5 分より出銑があつたが爐況が順調でないにもかかわらず狼りに吹込炭を切つたりドラフトを變化させたりしたため、かへつてますます爐況を悪化した感がある。午後 9 時過頃は爐況かなり安定し 9 時 35 分より引續き出銑し、翌 3 日午後 2 時迄に生子にて約 650 本分の出銑があり、前回に比して可なりの進境を示した。然るに午後 2 時頃より出銑孔手前テーバー部一帯のシェル赤らみ、遂に午後 3 時火止、窯を空廻しの上、4 時 15

分休轉した。休轉後、窯は直に冷却をはじめ煉瓦捲替準備に取かかった。今後の焼成帯はクリンカ煉瓦のみを用ひ目地はなるべく薄くして入念に鋪裝し、またシエルの赤らんだテーバー部分にも撒水設備をなし、出銑孔を4個に増し6日午後7時30分より再点火し、窯を豫熱して翌7日午前3時40分より製鐵原料を窯に入れ、同7時より爐況は大體安定して引續き下記の如き出銑を見たのである。

然るに8日正午頃より口リングつきこれの除去に難儀したが夕刻頃迄に大體除去を終り、同時にドラフトの調節窯の運轉操法等を従來と變更調整した結果、非常に順調となり、出銑孔は全く開放のまま毎回轉必ず出銑あり、特に9日晝は順調であつたが他のセメント窯の運轉開始が近づきたるため止むを得ず午後3時20分吹込炭を中止し空廻しの上午後4時休轉した。

第5圖 第4號窯煉瓦張略圖



第2回第2次試験出銑狀況

日	附	出 銑 量	累 計
11/7	晝	生子換算 296 本分	296 本分
"	夜	273 "	569 "
8	晝	176 "	745 "
"	夜	310 "	1055 "
9	晝	364 "	1419 "

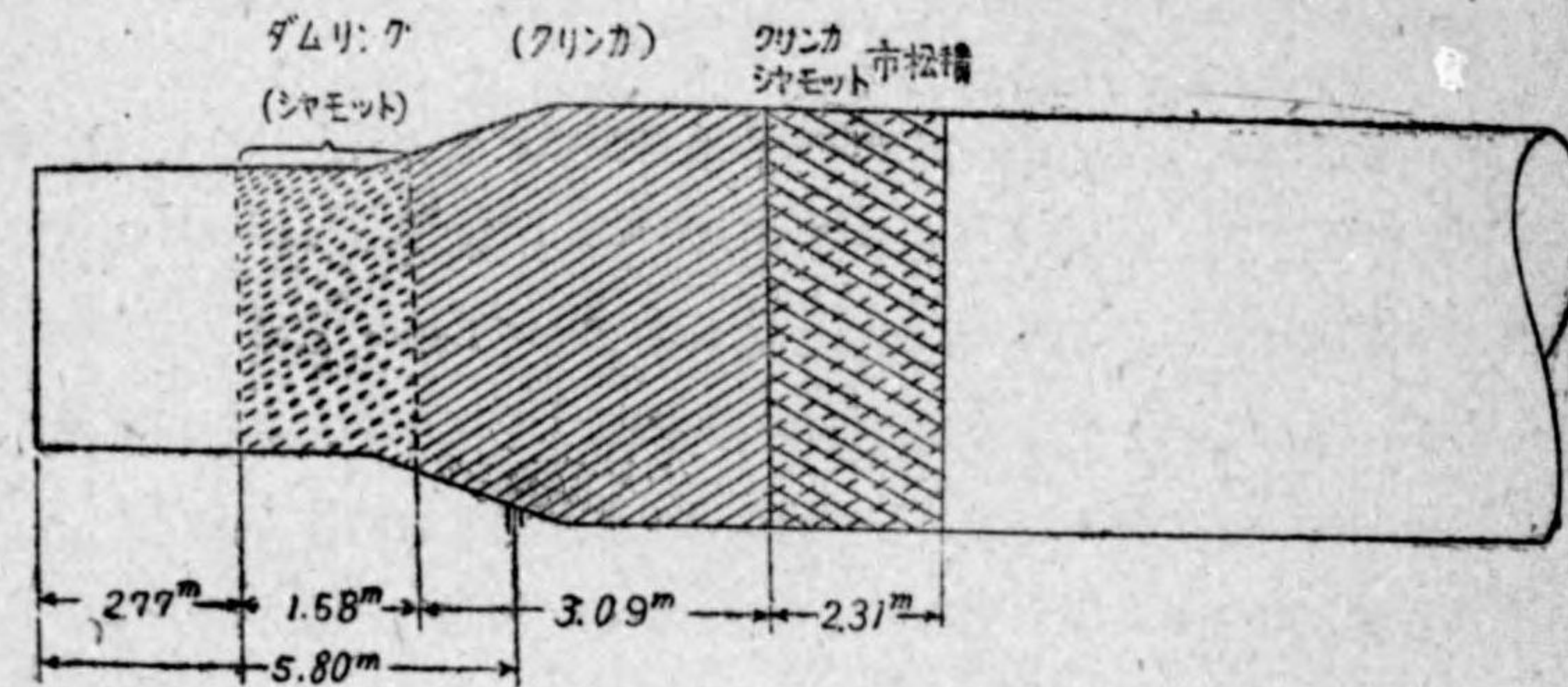
なほ今回の第1次試験に焼成せる原料は第1回のもと同様であるが、第2次試験中に焼成せる原料は 鐵粉：コークス：石灰石=100：60：130 (いづれも乾燥物) のものを主とし、途中試験的に鐵粉：コークス：石灰石=100：60：125 のものを焼成したが、石灰石125前後のものが出銑状態も出来上りクリンカも(殆どダスチングを起さ

す)良好のやうである。また休轉後窯内を調査したが口元のリングも前回と異りダスチングを起さず鐵の附着状態も少く、前回よりも好調なることを物語るものである。

また煉瓦は窯の休轉間近にダムリングに用ひたシャモット煉瓦數枚脱けたがクリンカ煉瓦は殆ど磨耗せず表面がはなはだ緻密になつて非常に有望なることを思はしめた。ただ窯を休轉冷却すればクリンカ煉瓦の特性として表面層のスポーリングを起すことはセメントの窯と同様であつて、この點注意を要するのである。

次に第2回試験に用ひた原料及製品のバランスと第二回第二次試験當初に於ける窯の煉瓦捲状態及び出銑孔の位置等を略記する(第6圖)。

第6圖 第2回第2次煉瓦積略圖



原料及び製品のバランス

品 目	正味使用量 (生 物)	正味使用量 (乾 燥 物)	備 考
石 灰 石	511 ⁹⁰ K. T	511 ⁹⁰ K. T	水分ナシ
紫 鐵	386 ¹⁰ "	324 ³⁰ "	水分 16 %
コ ー ク ス	231 ⁶⁰ "	206 ¹⁰ "	" 11 %
合 計	1119 ⁶⁰ K. T	1032 ³⁰ K. T	
燒 成 炭	176.7 ¹ K. T	内譯 鳳泉無煙炭 35.3 ⁰ K. T 塔路炭 141.4 ¹ "	
石炭乾燥炭	7.7 ⁰ K. T	内譯 鳳泉無煙炭 1.5 ¹ " 塔路炭 6.1 ⁰ "	
原 料 "	28.8 ² K. T	縦 炭	
	213.2 ⁸ K. T		

製品数量

鉄 鐵	實 際 上	計 算 上
A 品(生子)	46.60 K. T	1032.3×0.5=516.2 (K. T)
B 品(生子崩し)	14.95 K. T	内 譯
C 品(鐵屑)	10.76 K. T	鉄 鐵 516.2×0.35=181.67 (K. T)
	72.31 K. T	クリンカ 516.2×0.65=335.53 (K. T)
外に未検査C品	約 3.00 K. T	
	75.31 K. T	
クリンカ良品	406.15 K. T	
〃 不良品	53.64 K. T	
合 計	459.79 K. T	

$$\therefore \text{鉄鐵出來高歩留り} = \frac{75.31 \times 100}{181.67} = 41.68 \% \text{なり}$$

なほこの外に金属鐵としては良品クリンカ中に平均 15 より 20 % 含む見込故 $406.15 \times 15\% = 60.92$ (K. T) となり、(20 % とせば 81.23 K. T) 残部はクリンカ中には主として酸化鐵等として混入せるものと考へられる。これを要するに鐵の歩留りは前回よりは著しく向上したが、なほこれとほぼ等量に近いものが鐵としてクリンカ中に混在することとなり、これを完全に窯で搾り取ることが同時にクリンカを生かすことであり、技術的にも經濟的にも重要なポイントにして、今後の研究の焦點であると信するのである。なほこれと同時に窯に於て熔けた鉄鐵を恐らく全部完全に搾り取るとは至難なので、このクリンカに包含されて逃げる鐵の回収(例へば磁選器による分離等)方法も、併せて考究することもまた急務であると信するのである。

第 3 回 製鉄試験

實施期間

自昭和 13 年 12 月 5 日午前 8 時 30 分

至昭和 13 年 12 月 12 日午前 2 時 10 分

12 月 5 日午前 8 時 30 分點火し最初は普通原料を窯に入れ、同日午後 2 時 40 分より製鉄原料の窯送りをした。

今回の試験目的は大友社長の指示によつて次の 3 點に重點を置いた。

- (1) 可及的長時間連續運轉をなすこと。
- (2) 還元劑として無煙炭(鳳泉炭)の試験をなすこと。
- (3) 製鉄の歩留りをよくすること。

かくて 5 日午後 6 時頃より出鉄し始め大體順調に經過して行つたがその後次第に口土手附着し、8 日夜は非常に悪化し繼續運轉不能の状態に陥つたので、9 日朝 1 時窯を止めて口土手を除去し、漸くにして豫定通り 1 週間の運轉を繼續することを得たのである。同期間中に於ける出鉄状態は次の如くである。

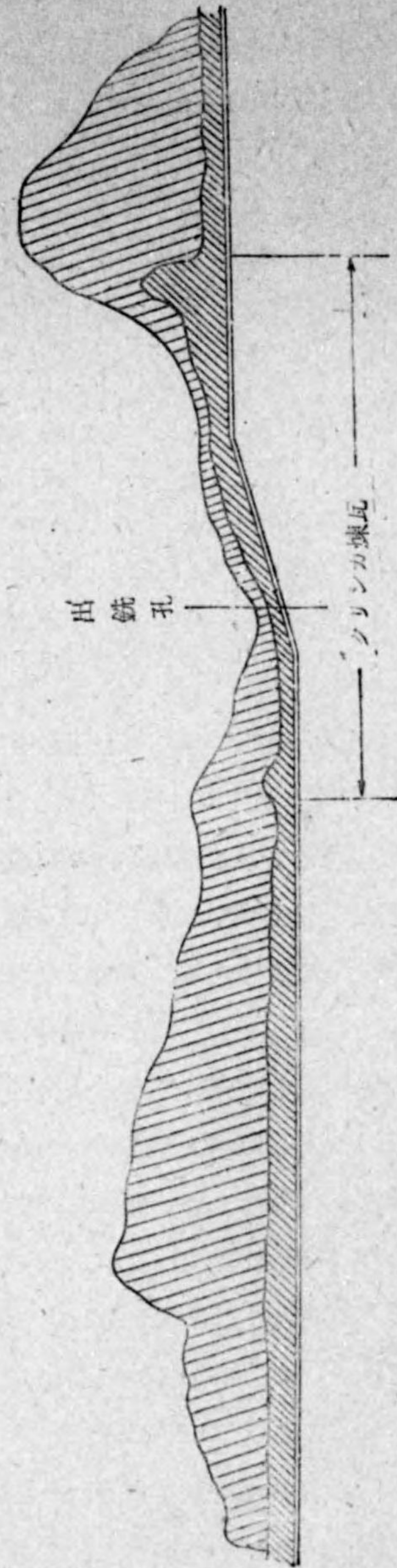
	出鉄量(生子換算)	備 考
5 日 夜	190 本	生子 1 本の重量は約 30 kg
6 日 晝	185 "	
夜	425 "	
7 日 晝	271 "	
夜	456 "	
8 日 晝	489 "	
夜	451 "	
9 日 晝	240 "	窯を止めて口土手落しをなす
夜	262 "	無煙炭を還元劑として試用す
10 日 晝	54 "	外に大塊無煙炭を還元劑として試用す
夜	510 "	
11 日 晝	433 "	
夜	219 "	
合 計	4,185 本	

この間に於いて最も難澁したるは前述の口土手にして、今回は出鉄の際窯を可成り止めたことが、口土手を大きくした一原因と考へられる。9 日晝の出鉄量の少いのはこれを取り除いたためである。また 9 日午後 5 時より 10 日午後 4 時迄は還元劑として無煙炭を使用したけれども、還元不充分にして成績思はしからず、この間の出鉄量は甚だ少く假に出鉄しても半鋼のやうな鉄出であつた。これは無煙炭が始めから微粉であるため原料乾燥機及び回轉窯より多量に飛散するものと考へられる。現に原料乾燥機前後に於いて比較試験した結果は、無煙炭の約 10 % が飛散することを知つた。その他試験中に於ける特殊事項を列記すれば次の如くである。

- (1) 出鉄孔 4 個の内 1 個はクリンカ煉瓦を使用したこと、その結果は良好にしてクリンカ煉瓦も出鉄孔煉瓦として使用可能の見込である。但しカーボンブロックよりも鉄鐵がやや附着し易いやうである。
- (2) 焼成帯内張煉瓦は前回のままにして殆ど捲替へすただ出鉄孔附近の煉瓦を少し入れ歯しただけである。またゴムリングの高さ及び位置、出鉄孔の位置等は

第6圖 製鉄試験後窯内状況

口元ヨリ/距	コーティング厚サ	煉瓦厚サ
1.0 m	250mm(0.35m) 500 (0.85m)	
1.5	700 (1.65m)	
2.0	950	
2.5	950 (2.8m)	130mm 330 (2.8m)
3.0	20	220 (3.2m)
3.5	5~9	80~180
4.0	0	25~30
4.5	8~14	50
5.0	10~18	35
5.5	?	40
6.0	11~19	30~10 (5.8m) 20~30
6.5	220	20~50
7.0	200	50
7.5	300	70 (7.4m)
8.0	400	15~30 (7.5m) (市外) 50~130
8.5	450	
9.0	500	
9.5	?	
10.0	600	
10.5	700	
11.0	700	
11.5	?	
12.0	800	
12.5	350	
13.0	?	90mm
13.5	300	
14.0	200	
14.5	150	
15.0	?	



全く前回と同様である。休轉後の煉瓦のコーティング及び口土手の厚さは第7圖の如くである。

- (3) 口土手を突落すためガイドローラーを取付け土手突パイプを水冷式とした。その結果最初はかなり良好であるが土手の附着状態が嵩して来た場合にこれでは間に合はざる故、さらに研究の餘地がある。
- (4) 7日夜と8日夜に口元より約 13.1 米及び 13.8 米の所のシエルに孔があき、ここから熔銑が漏出した。これは口土手が高くなり原料が窯内に多くなつてゐた所へ、あるチャンスで火が奥にきいた場合に奥のコーティングの薄い部分に溜つてゐた熔銑が煉瓦の目地を通してシエルを熔損せるものと考へられる。
- (5) 回収せるダストを極力處分せんとして窯入れ原料に混入したが、なほ最後に 188 K.T (焼成物) 位のダストを残した。ダストを多量に混入する時は銑鐵の熔けが悪く生子の肌も汚ないやうである。これはダスト中には殆どカーボンが無くなつてゐるからそれだけ還元剤が不足する結果と考へられる。測定の結果は約 18.7 % (生原料に對し) の原料が窯から飛散するやうなる故ダストを多量に混入する場合には原料調合にその分に相當するカーボンだけ餘分に加へる必要があるであらう。なほ飛散原料中カーボン分がより多く飛散することは當然考へられるが、事實無煙炭使用の場合には特にボイラーがねばつたことはこの事實を裏書するものと云ふべきである。次に今回の原料の使用量及び銑鐵並びにスラッグの歩留りを計算すれば次の如くである。

品 目	使 用 量		備 考	
	生 物 K.T	乾燥物 K.T		
直接原料	石灰石	1,145,200	1,090,700	原料使用量は同
	紫 鐵	1,027,900	842,900	收ダストの
	コークス	480,900	428,000	増減を見込たり
	鳳泉炭(無煙炭)	107,000	99,500	
合 計	2,761,000	2,461,100		

間接原料	原料乾燥炭	K. T	52.600			
	燒成炭		354.500			
	塔路			283.600		
		鳳泉			70.900	
	石炭乾燥炭			12.500		
		塔路			10.000	
鳳泉				2.500		
製品						
	銑鐵	K. T	156.480	内	生 子	
				譯	生子崩れ	
					屑	
					良 品	
				内	不 良 品	
				譯		
	副産 スラッグ	K. T	884.740			
合計			1,041.220			

製品量

計算上		K. T	2,461.100 × 0.55 = 1,353.610
内 譯	クリンカ		1,353.610 × 64.70% = 875.79
	銑鐵		1,353.610 × 35.30% = 477.82

故に銑鐵の歩留りは原料に対しては

$$\frac{156.48}{477.82} \times 100 = 32.75\%$$

スラッグの歩留りは

$$\frac{884.74}{875.79} \times 100 = 101\%$$

(スラッグの歩留りが 100% 以上なるは、スラッグ中に鐵が入つて來るためである。)

以上はダストの損失が全くないものと見た場合で實際的でなく實際上の鐵の歩留りは次の如く製品の全量に対して計算することが合理的である。

$$\frac{156.48 \times 100}{1,041.22 \times 35.3\%} = 42.6\%$$

而して本試験中、無煙炭還元剤單味使用の場合は殆ど出銑がなかつたのでこの部分を除けば實際上の鐵の歩留りは

$$\frac{426 \times 149}{149 \times 21.3} = 49.71\%$$

その他の鐵はクリンカ中に混じたものでこれを果してどの程度まで選別し得るかが問

題であるけれども、最大クリンカ量の約 20% 位迄とり得る見込で、これを加算すれば銑鐵の歩留りは約 90% 程度に達し得ることが出来る。

また毎時の窯の燒成量は次の如くである。

使用原料より計算

$$\frac{1,353.61}{126.7} = 10.68 \text{ (K. T)} \quad \begin{matrix} \text{(正味毎時)} \\ \text{即 } 256 \text{ K. T/day} \end{matrix}$$

製品出來高より計算

$$\frac{1,041.22}{126.7} = 8.22 \text{ (K. T)} \quad \begin{matrix} \text{(正味毎時)} \\ 197 \text{ K. T/day} \end{matrix}$$

使用原料と製品の喰ひ違ひはダストの損失その他の減損と残調べの誤差に起因するものである。

第 4 回 製鉄試験 実施期間 自昭和 14 年 1 月 6 日午前 8 時 至昭和 14 年 1 月 12 日午前 10 時 30 分

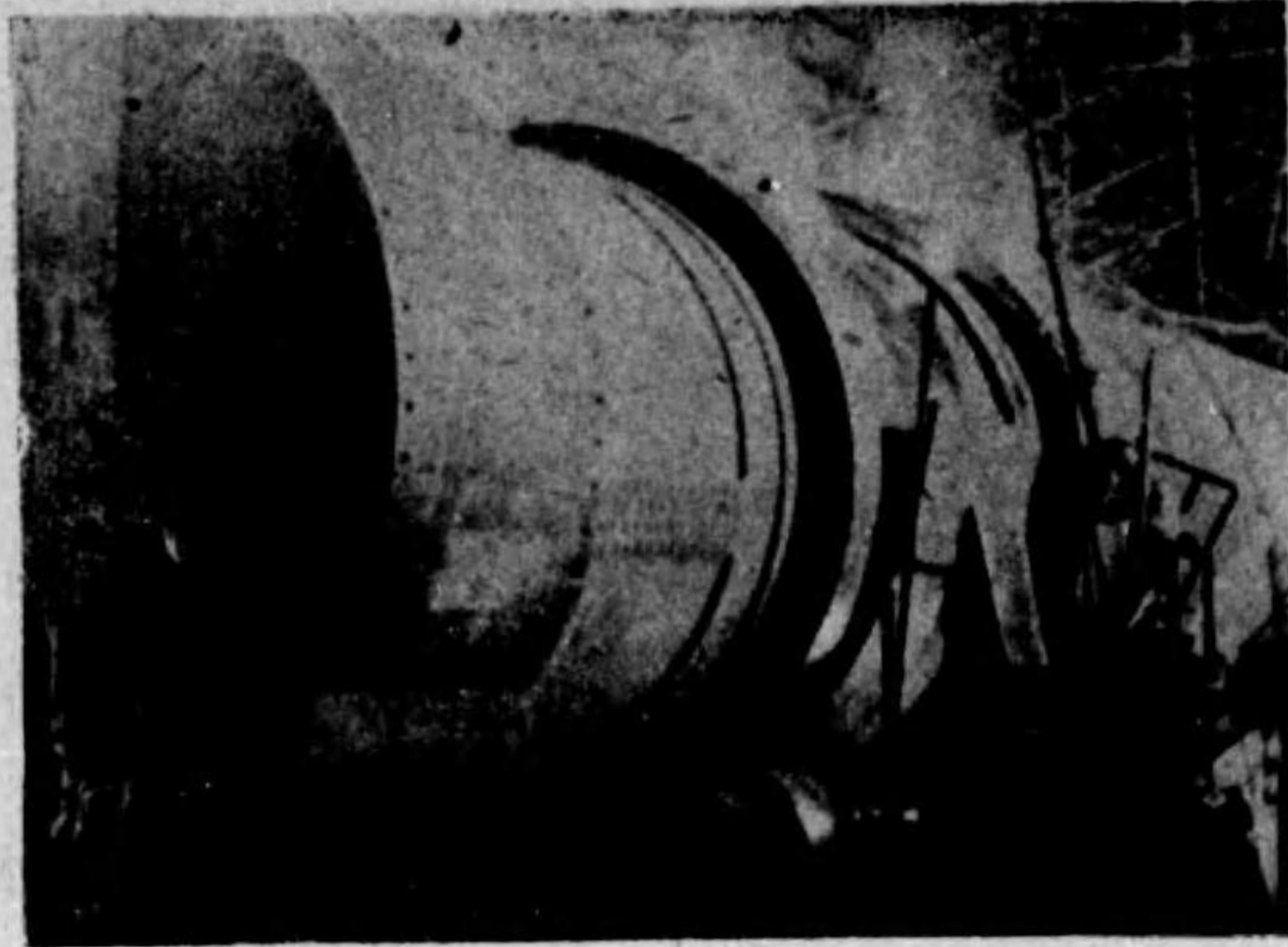
1 月 6 日午前 8 時 4 號窯に點火し當初は専ら窯を豫熱するためセメント原料を送入し、7 日午前 6 時より製鉄原料を窯に送入了。今回の試験は終始秩父セメント會社のみにて行ひ、前回の不成功に終つた、

- (1) 無煙炭を還元剤として使用すること、
- (2) 還元剤としてコーライトを使用すること、
- (3) ダストを全部回収して試験すること、
- (4) リングを附着せしめざることを、等の目的で行つた。

最初の製鉄原料はコークス 70 kg 入れ (鐵粉 100 kg に對し何れも乾燥物) のものと、先月分の残りのコークス 60 kg 入のもの約半々、混合物に約 2 割方のコットレル及び煙道回收製鉄ダストを入れて窯にチャージしたが、その結果は別表の出銑表の如く思はしくないので、7 日夜 8 時 30 分よりダストの混入を中止し、専ら上の兩調合を混合して窯送りをした。その結果非常に調子がつき出銑量は著しく増加した。

かくて 9 日午前 7 時 30 分より無煙炭 80 kg を入れ (鐵粉 100 kg に對して) 窯送りを始めたが益々好調を續け、この日は晝 12 時間に 637 本の出銑あり最高記録を示した。けれども窯の調子の良い時には得てシエルが赤くなり易く、時々は熔銑の減ること

第 8 圖



第4回試験當時の回轉窯の状態（第一回當時の状態と比較すると進歩の跡が見える）

第 9 圖

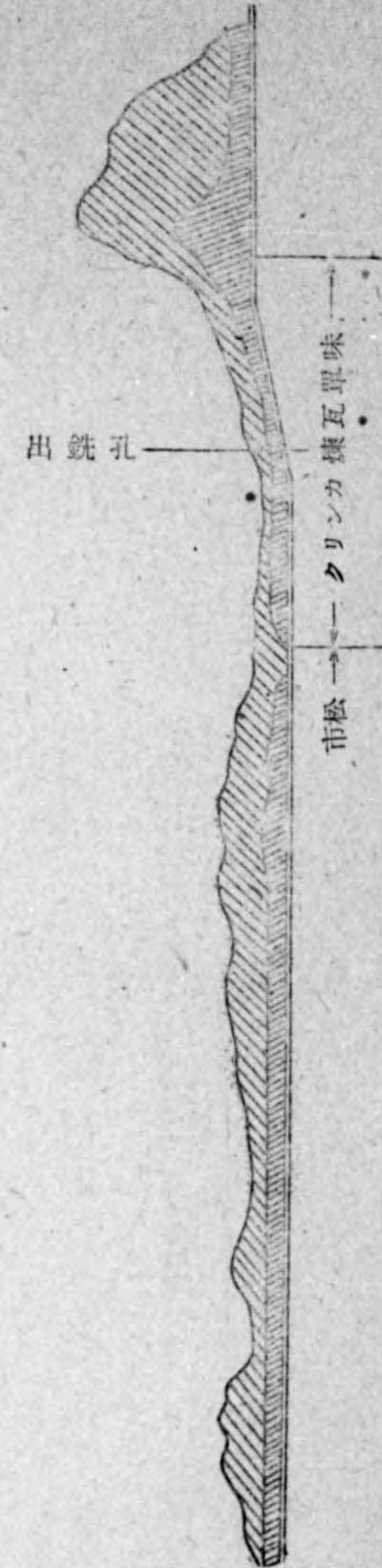


第5回終了當時の鉄鐵の貯蔵の状況

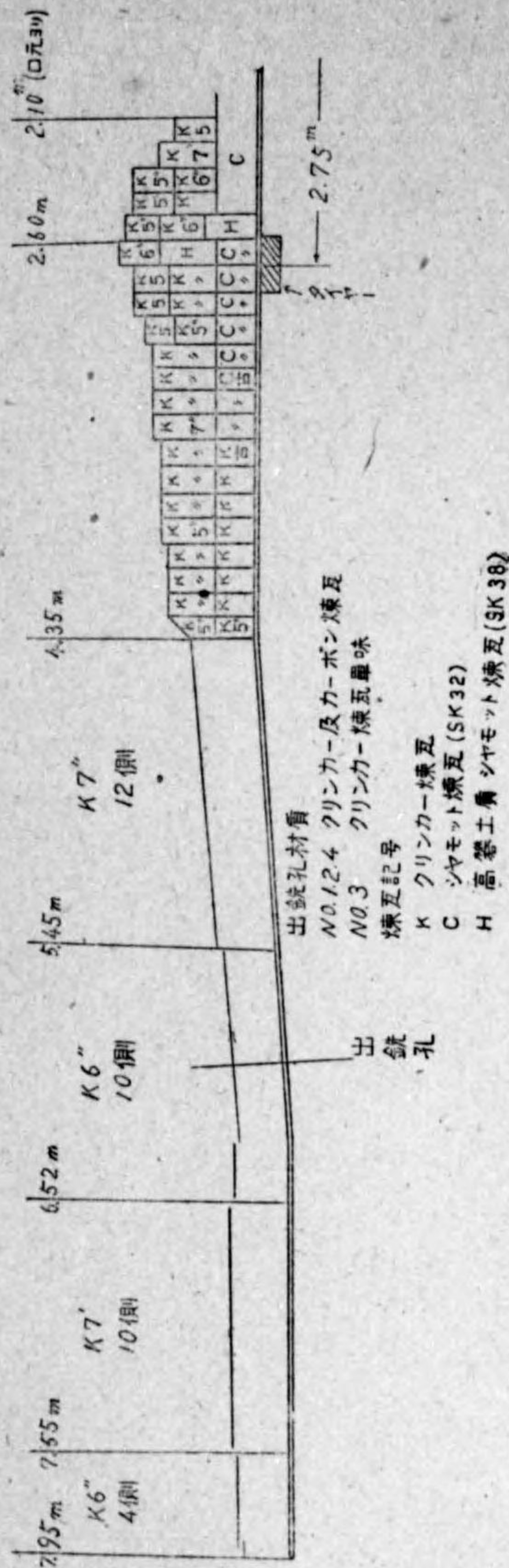
さへある故注意を要する。それ故煉瓦は入念に捲くと同時にシエルには常に十分に撒水しかつ時々出鉄孔をかへることの必要なることを痛感した。今回の試験中も9日夜は焼成部のすぐ奥のシエルに孔あき熔接をなした。リングは今回は最初から氣をつけたため前回よりは成長が緩慢であつたが、9日夜等は出鉄の度毎に大分窯を止めたもののやうで、10日朝の状態は土手がかなり悪化し、その後極力取除きに努めたがリングが次第

第10圖 製鉄試験後窯内状態

口元の距離	コーティング厚サ	煉瓦厚サ
0.35	80 mm	130 mm
0.55	220	〃
0.75	350	〃
1.0	728	〃
1.5	837	〃
2.0	870	〃
2.5	635	430
3.0	160	360
3.5	〃	225
4.0	120	130
4.5	80	65
5.0	70	55
5.5	80	50
6.0	50~0	40
6.5	60	35
7.0	60	25
7.5	80	20
8.0	60	10~0
8.5	50~70	5~0
9.0	210~150	0
9.5	160	20~0
10.0	150	50~0
10.5	210	
11.0	〃	
11.5	〃	
12.0	230	
12.5	250	
13.0	260	
13.5	150	
14.0	120	
14.5	120~0	
15.0	160	
15.5	0	
16.0	0	
16.5	180	
17.0	160	
17.5	180	
18.0	20	
18.5	0	
19.0	20	
19.5	0	
20.0	0	



第11圖 煉瓦捲替略圖



考へるのである。

次に今回試験中の出鉄量の原料のバランス等を示す。煉瓦捲替略圖に第10圖また休轉後の窯内状態は第11圖に示した。

に悪化して最後には運轉に少からず支障を來したのである。なほロリングを突くために造つた突起あるイガラ棒はかなり有効であつたが、中へ差込んで掻出す装置は途中斷水故障のため中絶し、その眞價を發揮することを得なかつた。今後はリングはやはり機械仕掛の鋸やうのものに常に窯口元にて往復運動をなさしむるやうな設備をなすを必要とする。

かくて12日午前2時よりコーライト129kg入(紫鑛100kgに對して)原料を窯送りした結果、良好であつて調合原料48K.T(燒成物)に對し生子約250本を得た。最後に2,3時間セメント原料を入れ12日午前10時半無事目的の試験を終了したのである。

これを要するに今回試験は當初目論見たる無煙炭及びコーライトを還元劑とする試験には成功したが、リングの問題とダストの全回収は未だ解決に至らず、今後なほ研究の餘地があるであらう。但しダストの全回収をなすには、これを原料ミルに加へて充分に還元劑を入れるならば全部使用出来ることは大體見込がついたが寧ろこのやうな煩を避けて、これを全部鐵粉代用とすることが得策であると

出鉄状態

日附	出鉄量(本)	累計(本)	備考
6日	ナシ		(生子1本約30kg)
	ヨル		午前8時-30分點火普通原料入れ
7日	41.5	41.5	午後8時ダスト入中止
	ヨル	185	
8日	432	617	
	ヨル	1247	
9日	637	1884	
	ヨル	2393	
10日	255	2648	
	ヨル	3262	
11日	323	3585	
	ヨル	3949	
12日	267	4216	午前10時30分休轉

原料及び製品バランス

品目	原料使用量 K.T	製品出來高	備考
石灰石	782.000		
紫鑛	784.050		
コークス	367.800	636110	
鳳泉無煙炭	242.200		
コーライト	26.110		
合計	2,202.160		
原料乾燥炭	26.400		
燒成炭	374.300		
塔路	309.400		
鳳泉	64.900		
石炭乾燥炭	13.500		
塔路	10.800		
鳳泉	2.700		
副産品スラツグ	701.440	内譯	上 110 ^{kg} 中 288 ^{kg} 下 222 ^{kg} 其他 80 ^{kg}
鉄	131.060	内譯	生子 98 ^{kg} 生子崩れ 8 ^{kg} 屑 13 ^{kg} 外 = 10 ^{kg}
合計	832.500		

運轉時間	1/6 AM 8 ⁰⁰ ~1/12 AM 10 ³⁰	H 146.30'
故障時間		1.58'
實運轉時間		144.32'
普通品焼成時間		25.15'
製鉄運轉時間		119.17'
毎時正味焼出量	$\frac{832.50}{119.28} = 6.98 \text{ K. T/hr}$	
内 譯	鉄 鐵	$\frac{131.06}{119.28} = 1.099 \text{ K. T/hr}$
	スラッグ	$\frac{701.44}{119.28} = 5.880 \text{ ''}$
燒成炭比使用量	$\frac{374.30}{832.50} = 449.60 \text{ kg/K. T}$	
乾燥炭比使用量	原 料	$\frac{26.40}{832.50} = 31.70 \text{ kg/K. T}$
	燒成炭	$\frac{13.50}{832.50} = 16.20 \text{ ''}$

鉄鐵の歩留りの計算

$$\text{紫 鐵} \quad 784.05 \times (1 - 0.1136) = 694.980 \text{ (K. T)}$$

$$694.98 \times 0.54 = 375.29 \text{ (K. T)}$$

$$\text{鐵の歩留り} \quad \frac{131.06 \times 100}{375.29} = 34.92\% \text{ に當る}$$

然るにこれはダスト回収試験のため出鉄の殆どなかつた場合をも平均したものであつて最も能率のよい8日夜より9日の晝にかけては、この平均能率の約5割増の能率を發揮したので順調な場合には現在のところ先づ35×1.5=52.5%位の歩留りに達するものと考へられる。但しクリンカ中より磁選によつて得られる鐵はこの外である。

第5回製鉄試験

實施期間

自昭和14年2月4日午前8時
至昭和14年2月8日正午

2月4日午前6時4號窯點火、最初普通セメント原料を窯に送入し同日午後2時より製鉄原料を送入し、同日午後6時より出鉄し始める。

今回の試験は主として次の諸項に重點をおいた。

- (1) 口土手をつけないこと。
- (2) 窯をなるべく止めずに平均に運轉し、かねて窯の燒成能力を増すこと。
- (3) 鐵の歩留りをよくすること。
- (4) 沼鐵鑛及び内幌コーライトの試験をなすこと。

(1) に対してはダブルダムリングの設置、リング搔落し棒の改造及び補助吹込パイプを設備したが前の2項で充分目的を達したので、第3項の補助吹込パイプは繼續的に使用するに至らなかつたが、最初試験した結果は甚だ有望なやうである。とにかく今回口土手の生長を防止し得たのは大なる進歩と云ふべきである。

(2) に対して従來のやうに出鉄の際餘り長く窯を止めぬ方針を取り、これに關聯して最後に相對して出鉄孔を2箇開けて運轉したが、非常に工合がよいやうなので今後は漸次出鉄時に窯を止めずに運轉し得るものと思はれる。

(3) の鐵の歩留りは途中に於いて分割粉碎原料燒成試験の際の結果も入れてゐるため、口土手のつかない割合にあまり宜しくない、詳細は後節に譲る。しかしこれは分割粉碎が悪いわけではなく、その實施方法が不適當なためである。改めて研究するを必要とする。

(4) の沼鐵鑛及び内幌コーライト使用試験は原料成分の不調その他のため中止し、徹頭徹尾無煙炭と鐵粉を以て試験を行つた。

次に今回試験中に起つたその他の特殊事項を列記略説しようと思ふ。

(A) 最初石灰石と鐵粉及び無煙炭との分割粉碎試験を行つた。これは窯に於いて無煙炭及び鐵粉がはなはだしく飛散する故、これを防止する目的を以て第一のミルにて石灰石の粉末程度は4900孔篩にて15% (實際出來上りは19.8%)とし、これを第二のミルに通し(ボールは第一室に少量を残すのみ)鐵粉及び無煙炭とともに混合粉碎せるものであつて實際の出來上り粉末程度は58% (4900孔)であつた。しかるにこれを窯に於いて實際に燒成したのに還元用無煙炭が窯で燃え切らず手前に來て燃え、出鉄状態はなはだ不良であつた。けれどもこれは分割粉碎そのものが不適當なのではなくして實施方法に缺陷があつたものと考へられ、今後は是非とも研究すべきものであると信ずるのである。何となれば石灰石、鐵粉、無煙炭の如きそれぞれ窯内に於ける化學變化の機構の差並びに反應の遲速あるものを同程度の粉末度にするといふことは謂はれなきことと考へられるためである。なほ今回の分割粉碎の失敗した原因は粉末程度が粗らすぎたことと原料中の石灰分の標準41.27%に對して實際は35.91%に過ぎなかつたこと及び粉末程度が粗であつたため一定のスクリュエにて窯に送入する場合に窯に多く入り過ぎて火が利かなかつたこと等が考へられる。しかしこれは何れもその都度調節す

ることが出来た試験の結果に順應して迅速に調整すべきものである。

- (B) 焼成部の煉瓦は新規に鋪装したのに拘らず煉瓦の減損が甚はだしく2日目の晩からシエルが赤らんで来た。これの主因は分割粉碎の際水硬率の著しく低い原料が窯に入つたためと考へられ、その當時のクリンカは全部崩壊した。
- (C) 焼成部の煉瓦の鋪装は前回と同様であるがただ口元に前のダムリングと殆ど同高の二重のダムリングを築造した点だけ異なるのである。
- (D) 出銑口の煉瓦はモランダムコルハルトブラック、カーボン及びクリンカ煉瓦は各一個宛使用したが前二者は焼損甚だしくカーボンとクリンカ煉瓦が成績よく大體同程度の壽命を保つもののやうである。
- (E) 原料使用量及び鐵の歩留り計算その他

品 目	原料使用量	製品數量	備 考
石 灰 石	K. T 691.00	内 譯	殘 高 調整タンク内 6.80 K. T 新 " 169.20 " 舊 "(ダスト中) 172.00 "
鐵 粉	809.50 K. T		
鳳泉無煙炭	589.10		
	2089.10		調整タンク内 4.90 " 新 " 105.20 " 舊 "(ダスト中) 62.30 "
原料乾燥炭	46.00		附着水分平均 15.42 %
燒 成 炭	砂川 150.00 K. T 塔路 134.20 鳳泉 54.00		
	338.20		
同 乾 燥 炭 (砂川)	14.20		
製 品 鉄 鐵	119.80 K. T	内 譯	生 子 100.20 K. T 生子崩レ 8.00 " 層 10.50 "
スラッグ	619.80		
	739.60		
許容毎時焼出量			
鉄 鐵	$\frac{119.80}{98.87} = 1.212$ K. T/hr		
スラッグ	$\frac{619.80}{98.87} = 6.269$ "		
合 計		7.481	"

$$\text{石炭比使用量} = \frac{338.20}{739.60} = 457.27 \text{ (kg/K. T 製品)}$$

$$\text{鐵の歩留り}$$

$$\text{鐵 分} = 809.50 \times (100 - 14.00) \times \frac{50.4}{100} = 350.87 \text{ K. T}$$

$$\frac{119.80 \times 100}{350.87} = 34.14 \text{ (\%)}$$

第6回試験は届出のみで施行しなかつた。

第6回製鉄試験

実施期間 自昭和14年4月2日午前6時
至昭和14年4月8日正午

第7回の試験の目的は上坡鑛石を用ひて銅分の少い鐵を造り、出来るだけ歩留りを良くすることにあつた。

原料の調合及び製品の成分性質は第1表の如くである。またこの試験を始める事前に設備及び運轉上改良した點は次の如くである。

- (1) 撒水設備(カバー及びノズル)を完全にする。ただしタップホールの所は水掛らずまたノズルは一本列びとする。
- (2) 焼成帯に厚さ5吋のクリンカ煉瓦を二重に張る。ただしこれはその必要なく一重張と結果は同様であつた。
- (3) 窯の運轉タイムを遅らせ且つ平均にする。

試 験 結 果

約6日間運轉したが途中で煉瓦が減つて約2日間休轉して煉瓦捲替を行つた。上坡鑛石は非常に煉瓦が減り易い。これは成分の關係も多少あるかも知れぬが、鐵分の還元が出来にくくて SiO₂、Fe₂O₃ が多く出来るためと思はれる。それ故にこの鑛石に珪酸分を添加することは良くないと考へる。

鐵のこの期間の生産高は 122 K. T で第2表の如く割合に良く出て、多い日には12時間に生子 842 本約 25 K. T 位出てゐる。出来た鐵中の銅分は 0.067 程度で、最初の目的である上坡鑛石を使用して歩留りを良くして銅分の少い鐵を造るといふことは大體目的を達したが一番困つたことは、煉瓦がもたないといふこと、クラッシャーが損傷すること、還元しにくいいため焼成炭を多く要する従つてボイラーが詰り易かつたといふことである。

ここで参考のため鐵中にある Cu 分の影響に就て文獻を調べた結果を取纏めてみると銅の含有量は普通 1% 以下で、多くなると鐵質を脆弱ならしめるといふことが書いてあるが一方には 1% 迄は強度を増すと云ふことが書かれてゐる。

普通日本のものは 0.3% 以下であるが 1% 以下ならば良いのではないかと思ふ。第 2 表は銑鐵中に含有される物質とその影響を取纏めたものである。なほ今度の試験で氣のついたことは、

- (1) 撒水装置を完全にすること。
- (2) クリンカ煉瓦に就きさらに研究すること。
- (3) ボイラーの詰らぬ様にすること。

等であつた。

第 7 回製銑試験

実施期間

自昭和 14 年 6 月 2 日午前零時
至昭和 14 年 6 月 6 日午前 1 時

今回もやはり上坡鐵石を使用してこれに慣れ同時に煉瓦の壽命をもつと延ばす目的を以て試験をした。その結果は大體銑鐵 1 K.T 當りの所要鐵量も前回より減少し期間が短かいたためでもあるが煉瓦のもちも良かつた。出來たクリンカは非常に良くボイラーにも割合ダストが附着しなかつた。これは調合がセメントに近づいて來たためと考へられる。

第 8, 9 回製銑試験

実施期間

自昭和 14 年 7 月 25 日午前 10 時
至昭和 14 年 8 月 5 日午前 8 時 40 分

今回の原料鐵鑛は紫鑛を使用した。試験の目的は紫鑛を用ひて出来るだけ鐵の歩留りを良くすることと、窯を長期に亘つて連續運轉することであつた。今回は内張煉瓦の下にクリンカのフーチングをやつたためシエルの焼抜け無く非常に好成績であつたが、途中クレーターの故障で約 17 時間止めたこととセメントとパラレルの輸送系統を始めて使用したため、種々連絡が悪く乾燥の不同、原料調合の不同等のために窯に入る原料の成分及び分量が非常に斑らで窯が非常に取扱ひ難かつたがために、手慣れてゐる筈の紫鑛を使用しながら豫期の成績を上げること能はずして、鐵の歩留りは第 3 回及び第 5 回の試験より悪いやうな状態であつたが、その原因は以上の如く判然してゐるから今後は

これ等の諸點を注意すれば良好な結果が得られることと思ふ。次に今回の試験で得た大なる收穫は内張煉瓦はクリンカ、フーチングをやり充分氣をつければクリンカ煉瓦でも相當持ち、少くとも 15 日位は大丈夫であらうとの自信を得たことである。ただし煉瓦は最後迄減らぬのではなく或程度迄は減るが、外側に良く水を掛けてコーチングをつけて行けば保つといふ自信を得た譯である。

第 10 回製銑試験

実施期間

自昭和 16 年 3 月 8 日午後 10 時
至昭和 16 年 3 月 13 日午前 9 時

今回の試験は原料の調合は新規に行はず前回迄の試験に於て原料タンク中に殘存したタンクを使用不能にしてゐる原料を整理する目的を以て施行した。

本試験に於て遭遇せる最大の難關は燒成用石炭が前回迄の石炭に比して品質著しく低下しをるを以て窯内の溫度が上昇せぬことと、石炭の灰分の増加せるためスラッグは殆ど全部冷却に當り崩壊し、作業上少からず難澁せるのみならずスラッグはセメントとして全く使用不可能となつたことである。

窯の取扱その他に關しては前回迄の経験により極めて順調に推移した。第 2 日目は紫鑛單味原料にて窯の調子が良好でなく使用原料の割合に出銑率香しくなかつたが、第 2 日目は紫鑛の大部分に上坡鐵鑛が少量混合した原料で最も調子良く前回迄の最好調時と大差なき出銑を見た。然るにその後次第に還元剤の比較的少き、上坡單味の原料となるにつれ還元不十分になりダムの奥にスラッグが溜り、そのために火の利きが不良となり溫度を上げるためには極端にドラフトを上げ、餘分に石炭をたき無理に銑を熔して出し、數時間毎に柏を出すため空廻しをするの餘儀なき状態となり、従つて出銑する時は相當多量に出るが長續せず時間當りの出銑量は減少し、第 4 日目には益々この傾向が激しくなり相當過剰の石炭を焚かねばならず、従つて發電料が非常に増加したし、これは要するに石炭の品質の不良と原料の調合宜しからざりしによるものと思はれる。ただ全期間を通じ多少なりとも出銑し續けたのを以て使用原料に對する出銑率は相當に良好となつた。

以上第 1 回より第 11 回に至る試験に於て使用原料及び銑鐵及びスラッグ出來高並びに銑鐵の歩留りを示せば第 5 表の如くである。

16-7-22

第5表 製鉄原料使用高及び出鉄高表

摘 要	第1回 13年10月		第2回 11月		第3回 12月		第4回 14年1月		第5回 2月 第6回中止		第7回 4月		第8回 6月		第9回 7.8月		第10回 11月		第11回 16年3月		合 計		
	原料	鐵	鐵	鐵	鐵	鐵	鐵	鐵	鐵	鐵	鐵	鐵	鐵	鐵	鐵	鐵	鐵	鐵	鐵	鐵	鐵	鐵	鐵
原料使用高	327.30	386.10	1,027.90	999.05	809.50	110.00	51.60	1,334.70	128.50	174.20	359.20	564.90	790.60	255.40	3,313.00	1,173.40	5,174.65						
出鉄歩留リ	178.70	231.60	480.90	367.80		648.80	52.40				648.80	52.40	790.60	255.40	3,313.00	1,173.40	5,174.65						
生 産 高	342.00	501.90	1,145.20	782.20	691.00	913.30	637.00	1,456.20	358.70	6,827.50	706.081	116.772	141.130	963.983									
ス ラ ッ グ	12.22	46.60	95.25	98.30	100.70	96.10	81.988	124.623	50.30														
炭 素	5.80	14.95	21.63	8.96	8.60	12.50	13.350	27.982	3.00														
珪 素	11.37	10.76	39.60	23.80	11.70	13.50	11.800	15.400	3.20														
計	29.39	72.31	156.48	131.06	121.00	122.10	107.138	168.005	56.50														
出鉄歩留リ	16.94	35.34	28.72	24.75	28.60	35.85	27.16	23.75	31.16														
ス ラ ッ グ	319.40	462.79	884.74	701.44	619.80	605.47	492.180	1,560.030	340.00														
副 産 量																							
出鉄歩留リ																							
ス ラ ッ グ																							

但し出荷せし分に付9.5% K. T の目減りを生じたり

水分込みの総量に對し紫鐵53% 上鐵鐵 65% と して算定せり

6. 製 品 試 験

製品試験は鉄鐵及び「スラッグ」より製造せられた副生「セメント」について毎回多數施行した。その結果を一々述べることは繁雜に過ぎるから本記録には毎回試験の平均結果を述べることにする。従つて個々の試験の結果については本報告に添附の別表を参照されたい。

イ 鉄 鐵

紫鐵使用の場合は作業が順調な時は大抵白鉄となり、出鉄が順調でない場合には白鉄となる傾がある。第6表は鉄鐵の分析表を示し第1回より第5回迄は紫鐵を原料とする場合の鉄鐵にして第7回及び第8回は上鐵鐵を原料とする場合の鉄鐵である。

「バツセー」法鉄の著しい特徴は珪素の著しく低いに拘はらず炭素を多く含むことで、

第6表 製鉄試験鉄鐵の化學成分

試 験	鐵	回 數	炭 素 C	珪 素 Si	マンガン Mn	磷 P	硫 黄 S	銅 Cu
第1回	紫 鐵	24	3.67	0.08	0.04	0.047	0.129	1.404
第2回	〃	135	4.43	0.05	0.12	0.087	0.013	1.133
第3回	〃	201	4.19	0.06	0.10	0.069	0.010	0.900
第4回	〃	198	4.43	0.05	0.09	0.079	0.009	1.135
第5回	〃	189	4.37	0.08	0.04	0.073	0.005	1.254
第7回	ジヨホール	10	3.74	0.05	0.05	0.049	0.015	0.581
第8回	紫 鐵	44	4.49	0.08	0.05	0.039	0.004	0.621
	紫 鐵 混合	16	4.67	0.04	0.05	0.100	0.003	0.501
	ジヨホール	98	4.44	0.06	0.10	0.142	0.003	0.073
第9回	紫 鐵	265	4.33	0.08	0.07	0.099	0.004	1.124

このことは普通の熔鑛爐では見られない事である。この他「マンガン」燐及び硫黄等いづれも低く殊に硫黄の如きは試験の回を重ねるにつれ益々低下し殆ど痕跡となる。原料が紫鑛の場合はいづれも1%内外の銅を含む。この銅は原料鐵鑛中より潜入するものなので、原鑛が變ればこれを防ぎ得ることは第6表の結果で明らかである。

この他大原技師の研究によれば本法による銑鐵は窒素の含有量が極めて低くその點に於ては最優秀の木炭銑に匹敵する由である。

第 11 圖



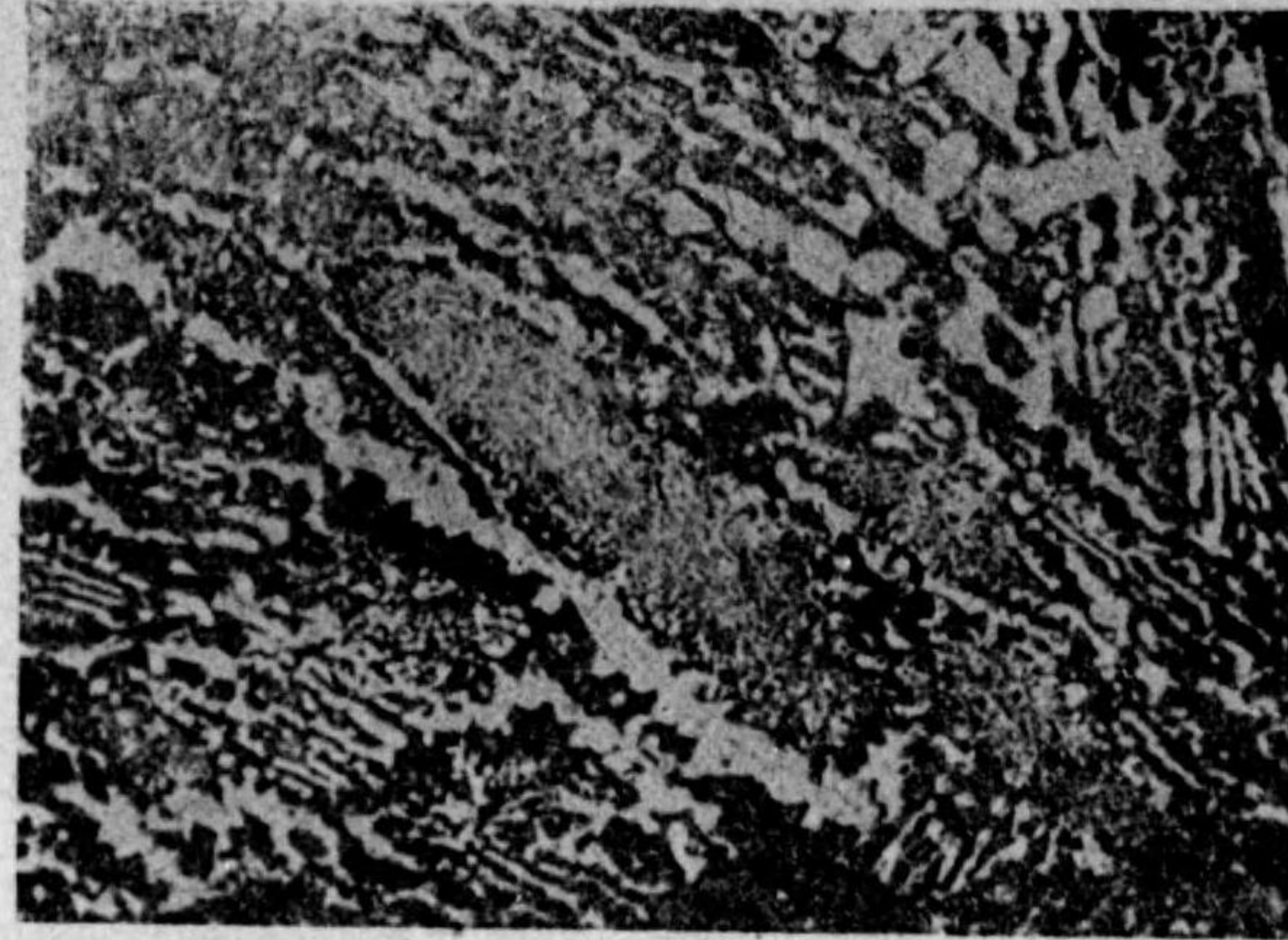
紫鑛使用の場合の鼠銑 (130×) (5% Nital.) でエッチせるもの

第 12 圖



紫鑛使用の場合の鼠銑 (120×) エッチせず

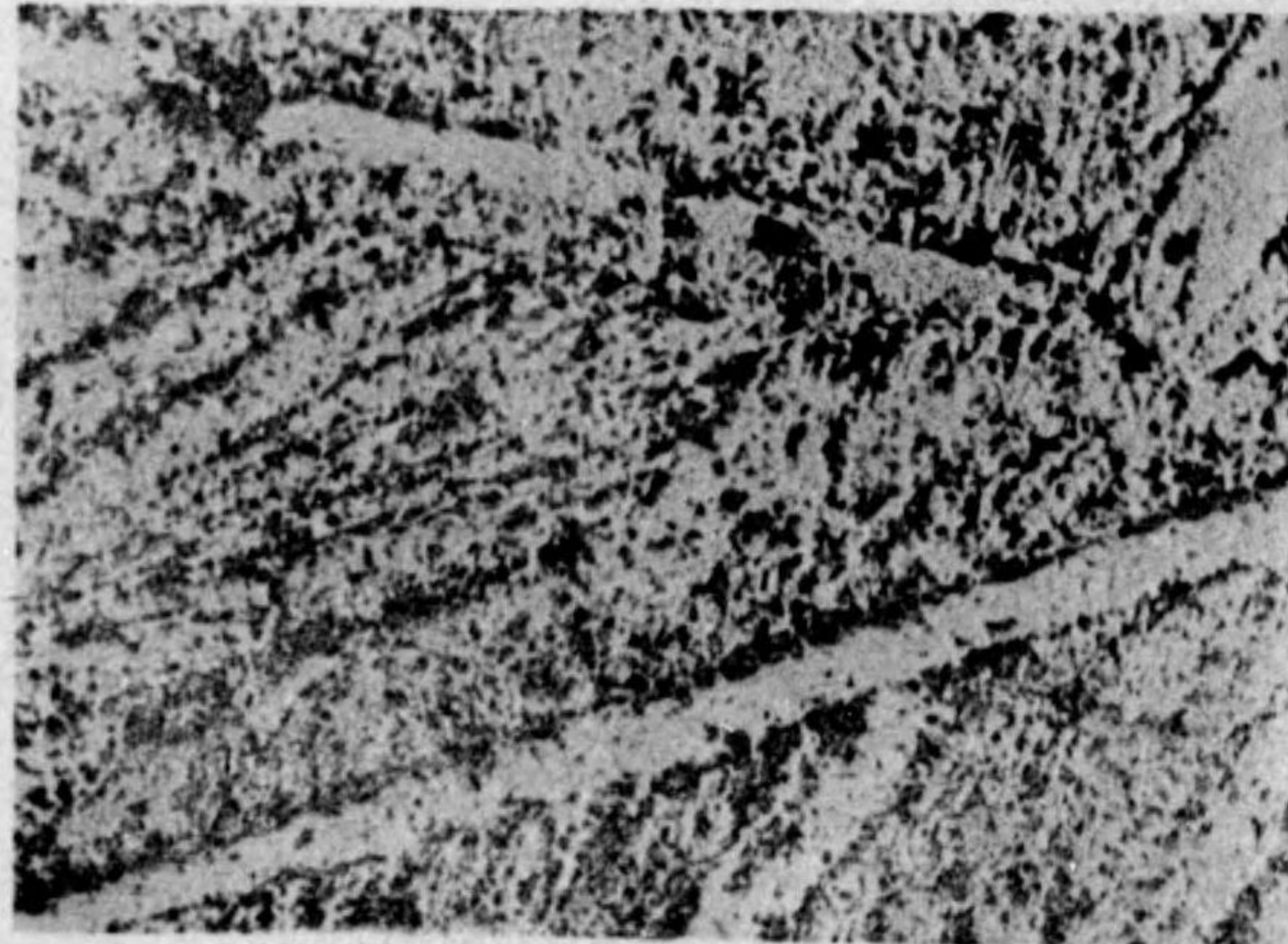
第 13 圖



紫鑛使用の場合の白銑 (180×) (5% Nital) にてエッチす

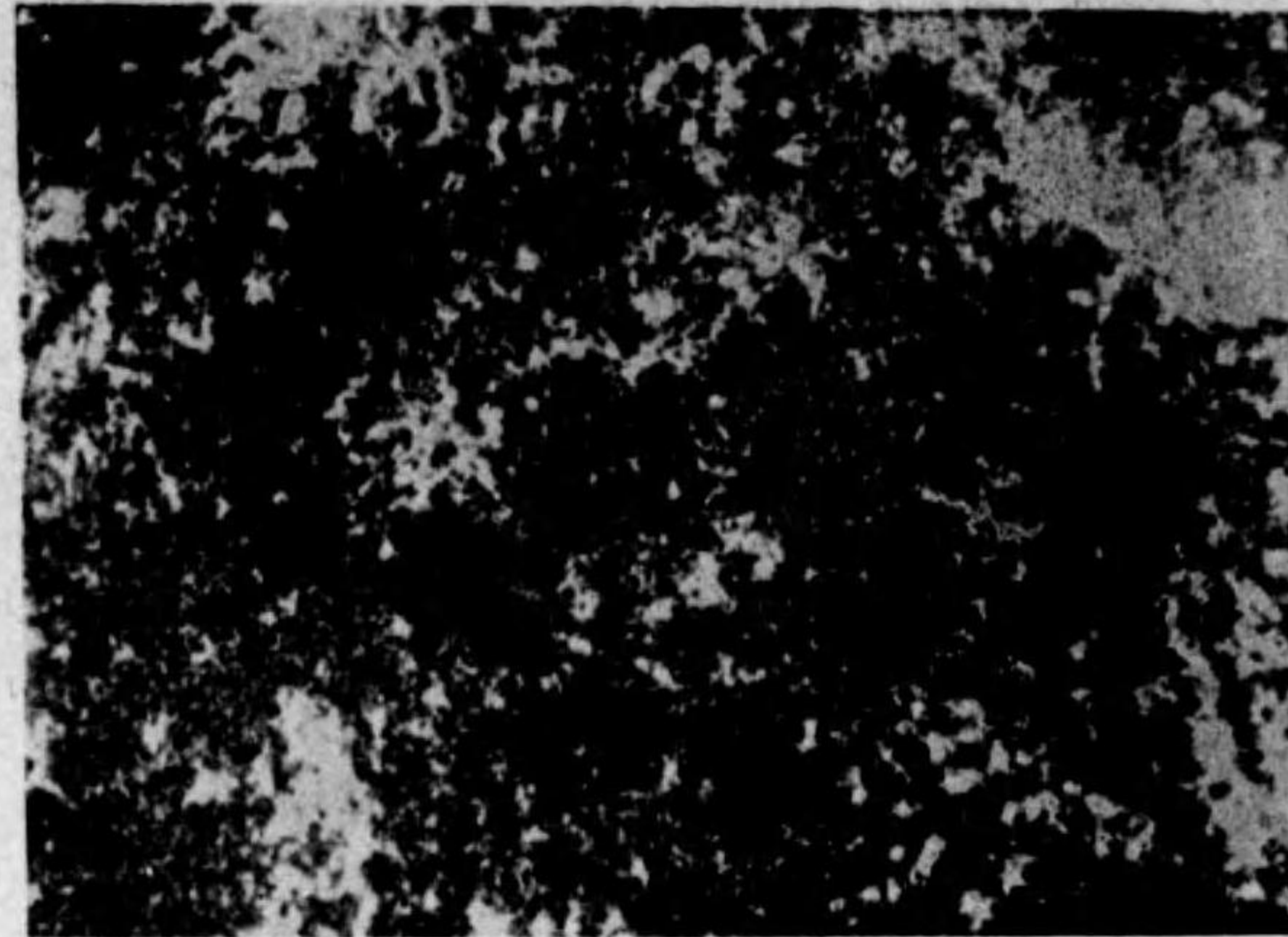
第 11、第 12 及び第 13 圖は紫鑛を原料とせし場合の銑鐵断面の顯微鏡寫眞である。第 14 及び第 15 圖は上坡鐵鑛使用の場合の銑鐵の寫眞にて、この場合は殆ど例外なく型銑の鑄床に半接した下半が非常に結晶の大なる白銑となり、上半は黒味を帯びた鼠銑となる。

第 14 圖



上坡鐵鑛使用の場合の型銑の下半の白銑 (60×)

第 15 圖



上段鐵爐使用の場合の型鉄 鉄の上牛鼠鉄 (60×)

ロ 「スラツグ」より分離された鐵粒

「スラツグ」中には毎回相當多量の鐵粒が含まれこれの分離は本試験に於て最も重要なことの一なり。鐵粒の分離は次の如く三段に行つた。

・ 第一段 「スラツグ」を「クラツシャー」にかけ約 13 耗大に碎き「マグネット」により鐵粒の分離を行つた。

第二段 第一段の分離を行へる「スラツグ」を「ボールミル」にて粗粉碎し「タイラー」8 番篩 (目の開き 2.362 耗) にて篩分け篩上の物につき磁石により第 2 回の分離を行つた。

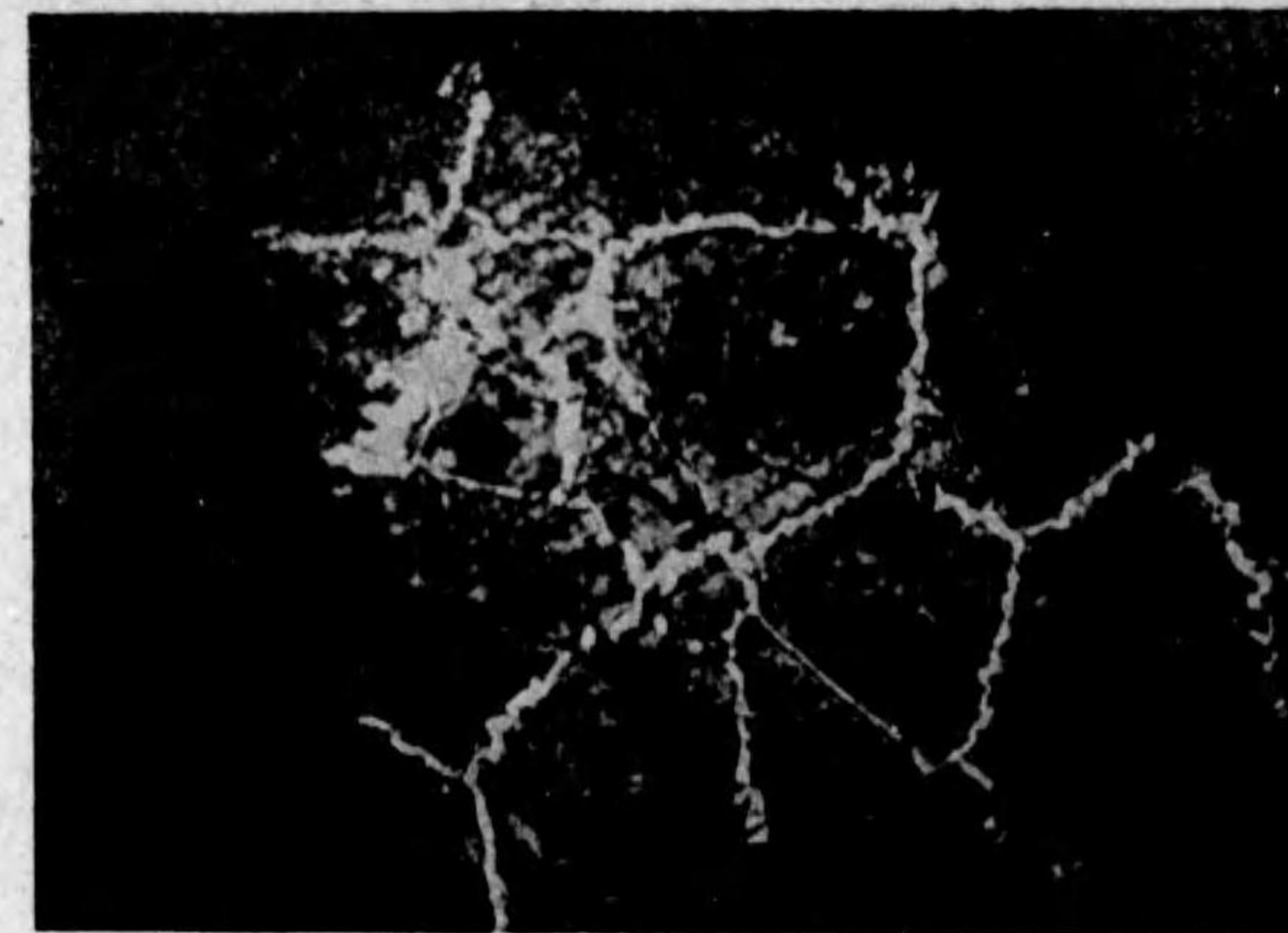
第 7 表 紫鐵使用の場合の鐵粒の分析

鐵粒の粒度 (mesh)	電氣熔解後の%		鋼塊の成分						
	鋼塊	スラツグ	C	Si	Mn	P	S	Cu	
平均	86.4	13.6	0.76	0.03	0.03	0.025	0.080	1.004	
粗粒 5—10 ヲツシ	89.2	10.8	0.58	0.03	0.03	0.020	0.066	1.000	
中粒 10—20 //	86.1	13.9	0.83	0.03	0.03	0.026	0.056	1.004	
細粒 20 ヲツシ以下	75.9	24.1	1.34	0.10	0.03	0.042	0.071	1.004	

第三段 第二段分離に於ける篩上のスラツグは更に粉碎し篩下の物に混合し「マグネットセパレーター」にて第 3 回の鐵分の分離を行つた。

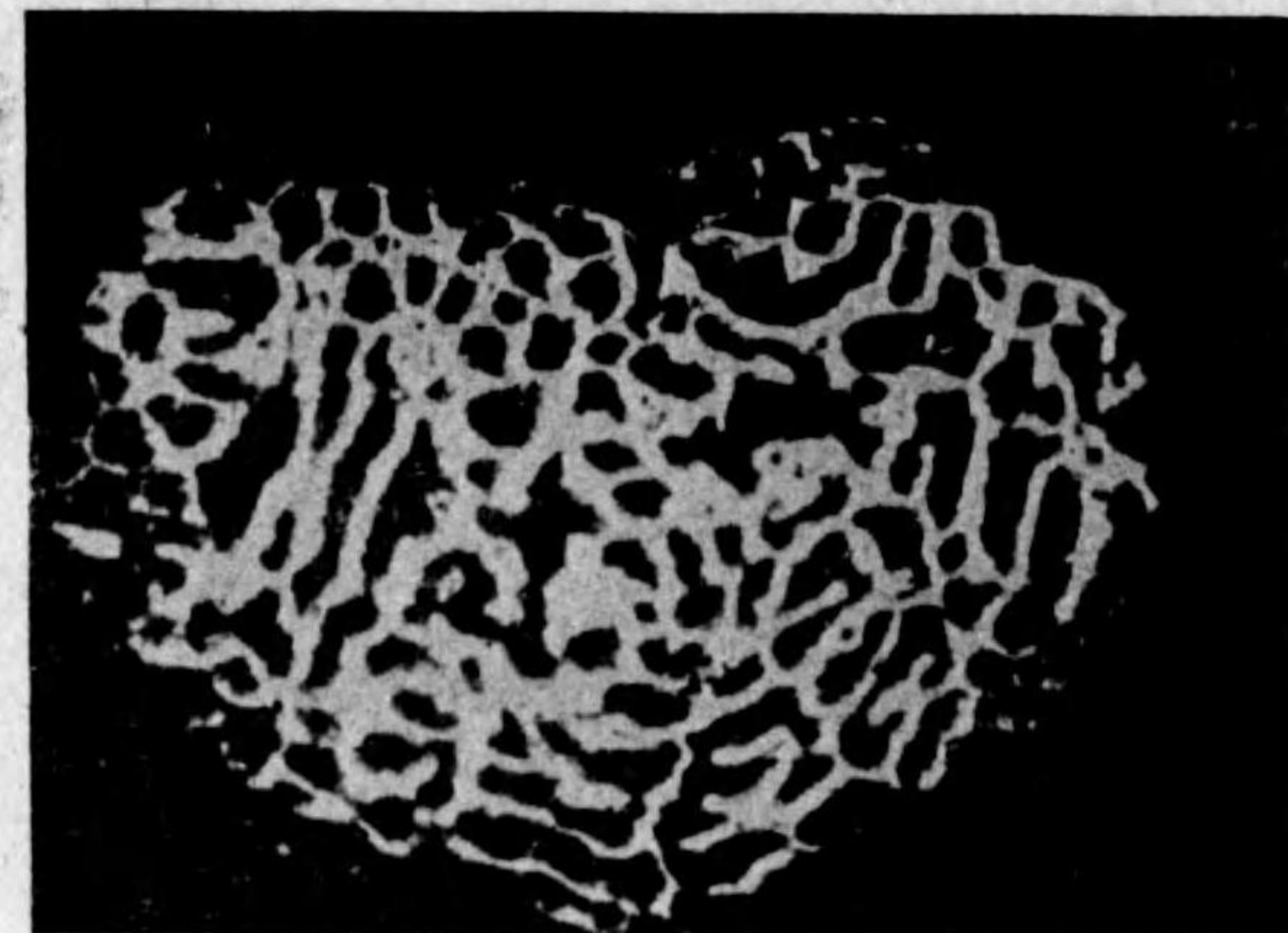
以上分離試験に得られた鐵粒の%は第 8 表中に掲げた。この鐵粒の化學成分は次の第 7 表に示した。これによると鐵粒は型鉄に比べ炭素分が遙に低くむしろ鋼に近いことが知られしかも大粒ほど炭素が低い。炭素以外の成分は型鉄と大差なく幾分低磷である。

第 16 圖



鐵粒の断面 (150×)

第 17 圖



鐵粒の断面 (150×)

第 18 圖



鉄粒の断面 (180×)

第 16 圖乃至第 18 圖は鐵粒の顯微鏡寫眞であつて組成が鋼に近いことが見られる。

ハ スラツグより得られた副生セメントの品質

スラツグより得られた副生セメントの化學成分は原料たる鐵鑛及びヨークスの灰分等により影響されセメントとしては決して理想的成分とは云ひ得ず、従つてその強度も満足とは云ひ得ないがポルトランドセメント試験規格の數字よりは遙に上位にあり、品質に於て世界最優秀を誇つた戦前の本邦ポルトランドセメントには及ばないが、品質悪化の今日に於ては市場にある普通ポルトランドセメントと大差ない状態である。第 8 表は副生セメントの物理的性質及び化學成分を示す。

なほ秩父セメント社研究部に於てはバッセー法によつて得られた燒塊の鑛物組成を顯微鏡及び X 光線を用ひ研究した。また燒塊中の金屬鐵及び酸化鐵の分離定量方法を研究し本燒塊に獨特の新定量法を創始して完全なる定量を可能ならしめた。これらの研究は本報告書の末尾に於て附録として報告する。

第 8 表 製鉄試験スラツグの物理的性質及び化學成分

物 理 的 性 質

試 験	回 数	分離 鐵粒 %	粉末程度		凝結時間		膨脹性 龜裂 沸 煮	1:3 モルタル抗張力			1:3 モルタル耐圧力		
			4.900 孔	10.000 孔	始發	終結		3 日	7 日	28 日	3 日	7 日	28 日
第 1 回	5		2.00	9.73	3.01	4.22	安定	13.2	15.0	26.5	132.0	177.0	293.7
第 2 回	29	22.4	2.00	11.17	3.11	4.33	〃	21.0	22.8	30.6	241.0	309.9	414.2
第 3 回	19	27.8	2.10	11.56	3.29	4.55	〃	20.3	24.6	34.9	203.1	289.6	417.6
第 4 回	27	22.2	1.90	11.88	3.55	5.27	〃	21.6	25.7	33.6	255.8	308.4	425.7
第 5 回	12	24.8	2.00	14.06	3.49	4.33	〃	15.1	18.1	29.0	111.1	166.2	276.5
第 7 回	18	23.1	1.83	9.81	4.02	5.18	〃	25.0	26.9	33.6	206.8	271.8	362.1
第 8 回	18	27.2	1.89	12.08	2.42	3.28	〃	24.7	27.0	34.7	248.6	328.0	450.9
第 9 10 回	18	17.0	2.19	12.24	1.53	2.46	〃	18.3	20.9	34.2	151.4	213.3	363.2

化 學 成 分

試 験	回 数	珪酸	礬土	酸化鐵	石灰	苦土	無水 硫酸	合 計	水硬率	硫酸率	鐵 率
第 1 回	5	20.91	9.07	9.30	58.58	1.77	1.83	101.46	1.49	1.14	0.98
第 2 回	29	18.07	8.52	10.87	60.96	1.75	3.31	103.48	1.63	0.93	0.78
第 3 回	19	19.47	8.33	10.49	60.35	2.03	3.17	103.84	1.58	1.03	0.79
第 4 回	27	20.16	7.81	8.89	61.19	1.78	1.98	101.31	1.68	1.24	0.93
第 5 回	12	22.72	8.09	5.78	60.29	2.01	2.64	101.53	1.65	1.64	1.40
第 7 回	18	20.67	9.13	5.88	62.74	1.50	1.47	101.38	1.76	1.40	1.84
第 8 回	18	21.39	9.09	5.89	62.68	1.54	1.66	102.25	1.73	1.43	1.54
第 9 10 回	18	22.02	9.46	5.72	60.58	1.96	3.06	102.80	1.63	1.45	1.65

7. 結言及び將來に對する見通し

本試験を施行するに當り初期に於ては機械的故障續出のため作業頗る順調をかき銑鐵の出來高も多くなかつたが、回を重ねるに従つて故障の原因も漸次工夫改良により除去された。機械的改良のうち、特記さるべきものは、

1. 取鍋移動用電動式ウインチの設置により廻轉窯より奔出する銑鐵の取鍋操作が容易かつ安全に遂行されるやうになつたこと。
2. 角形水冷式口土手搔落装置（スクレーパー）が完全にその機能を發揮し、一般に本試験の癆と目された口土手問題の解決に曙光を認められたことである。

また作業上に於ける貴重なる經驗としては、

1. クリンカ煉瓦が他の高級耐火煉瓦に劣らざる耐久力を有することが實證されたこと。
2. 窯内の還元に依る銑鐵生成機能が漸次正しく了解されるやうになつたため全然銑鐵の出ない時間を短縮し得るやうになつたこと。
3. ナマコ成型操作に熟練したため人工を節約し得るやうになつたのみならず成型も完全となつたことである。

作業が順調になるにつれ成品たる銑鐵及びスラッグの品質も漸次改良される。

例へば銑鐵中の硫黄及び銅等は回を重ねるにつれ低下の傾向を示した。またスラッグより造つたセメントの安定度及び水硬性等も改善されつつある。けれども本試験に於てなほ將來解決さるべき重要問題が多い。

例へば

1. 銑鐵中にはなほ最低0.9%の銅が含まれてゐること。銅が鐵中に多量に存在する場合には他の諸性質が如何に優良であるとも、最高級の鋼銑鐵とはなし得ず、従つてこの銅の含有量を低下せしめたるために今後大いに研究を要する。それには原料を紫鑛のみに限らず他の紛鑛に對する研究をも進める必要がある。
2. スラッグの處分問題

スラッグ中に含まれる鐵粒（ルツベ）の分離回収は最も重要な問題で、小規模試験によればスラッグ中に存在するルツベの量は殆どナマコとして得られた銑鐵と同量またはそれ以上に達した。従つてこのルツベを工業的に完全に分離するか否かが本試験の鍵であつて、これを有利に解決することは鐵の歩留りを良くすると同時にスラッグのセメントとしての價値を増すこととなる。

スラッグより作られたセメントの強度はスラッグの性質によつて種々異なるが、出銑が良好の際に出たスラッグが最も强度高く、普通セメントに殆ど匹敵するものすら時には作り得られるのである。本セメントの一つの缺點は使用の際に硫化水素の臭氣を伴ふことである。けれども今後燒塊に撒水すること及びセメントの相當長期の貯藏等によつて臭氣の問題も解決されるであらうと思はれる。

3. 廻轉窯内張煉瓦の問題

現在までの試験にてはクリンカ煉瓦を使用することによつて週間は完全に持たせ得ることの確信を得てはゐるが、それ以上どのくらゐ耐へ得るかは不明であるが、これまでの結果にては2週間以上あまり長くは持たせ得ないやうである。このことは製銑が試験の域を脱し實際に經營されるやうになつた際相當困難な問題を惹き起すことと思はれる。

4. 銑鐵の歩留りの問題

現在までの結果では最高の場合にても歩留りが50%に達せず、到底採算が採れざる状態である。然しながらこの歩留り計算にはスラッグ中より回収されるルツベは度外視してあり、従つてルツベの回収問題が有利に解決される暁には歩留りも大いに改善される餘地あれどなほ今後ルツベとして生成される鐵の量を出來るだけ小として銑鐵の量を多くするやう一段の工夫が必要である。

以上報告した如く、本製鐵法はその製品たる銑鐵及び副生セメントの品質並びに銑鐵の歩留り等の點に於てなほ些かの不満の點はあれど、今後の研究によつて必ず有利に解決され得るものと信するのである。

ただ研究當事者としてはなほ残念に堪へないことは兩社研究員が一年有餘精根盡して得た銑鐵が、その處女性その他の性質に於て幾多の知られざる優秀點の豫想されるに拘らずこれが一般消費者に配給された後この適當な用途に就て何等システムチックの研究が行はれたるを聞かず、はなはだしきに至つては銑鐵不足のため窮餘の策として一般

熔鑛爐鉄のうめに使用し去られたと聞くことである。これ一に統制の不備に基くものであつて、政府當局の一考を煩はすものである。

本記録は本邦に於て工業的規模の下に行はれたパッセー法製鉄試験の何等の扮飾を加へざる報告であつて必ずしも成功の記録とは云ひ得ない。然しパッセー法製鉄は其の發明國たる佛國に於ては何等工業的實驗は行はれず僅にスペインの一小セメント工場に於て極めて小規模の下に短期間工業的實驗が行はれたのみで此れの本格的工業實驗は本邦に於て始めて行はれたと云つても過言でない。元來かゝる重大問題が僅少な研究費と短日時とを以て易く解決され得ると考へるのは甚だ短見であつて本邦に於ける熔鑛爐製鉄の初期を回顧し又かの獨乙バジツシアニリン會社の人造藍及バーバーの空中窒素の研究等が巨萬の費用と十數年の時日とを費して始めて完成された事實と比較すればパッセー法製鉄法に本邦三大セメント會社が費した時日と費用は譬へそれらの會社にとつては多大の經濟的犠牲であつたとは言へ九牛の一毛に過ぎないのであつて本法の成否を決するには尙ほ今後相當の期間の實驗を経る必要ある事は言を待たないのである。然るに世間の一部に於てはパッセー法は其の採算的觀點より永久に不成功なる如き觀念が持たれて居るやうであるが此れは科學の研究に對する全くの無理解よる起つた事であつて本法も今後の研究により必ず成功するものと堅く信じて疑はないのである。現に最近本邦の一有力會社が銅鍍を原料としパッセー法の一變形たる方法を用ゐる實驗室的に相當の成功をおさめ更にセメント工場に於ける中規模の實驗にも好成績を挙げ近く大形のセメントキルンを使用し本格的作業に移らんと計畫中なる事を聞く。筆者も此の實驗には最初より關係を保ち居り其の内容を知悉して居るが全くパッセー法の一改良であつて本記録に於ける研究の敷衍に過ぎないのである。斯く觀する時多大の努力と費用を投じて行つた本研究の貴重なる記録を徒に研究室の反故紙と共に暗に葬るに忍びず幸に科學動員協會の助力を得て上梓の運びに至つたのである、本記録が今後盛に起らんとする研究にとつて多少の參考となれば筆者の幸之れに過ぎたるものはないのである。本記録を終るにあたり本試験施行中終始變らず熱心に參與され原料供給は勿論、有益なる助言を惜まれなかつた秩父セメント株式會社、日本製鐵株式會社幹部並びに大原久之前日本製鐵株式會社技師を始め兩社の技術員諸氏に對し滿腔の敬意と謝意を表する次第である。

附 録

1. パッセー法燒塊の鑛物組成に關する研究
2. パッセー法直接製鉄法燒塊中の金屬鐵と酸化鐵の分離定量法

1. バッサー法焼塊の鑛物組成
に関する研究

1. 緒 言

バッセー法製銑の副産物として得られるセメント焼塊の礦物組成に関しては未だその發表を見ないが、これをポルトランドセメントと比較してその礦物組成的差異を明らかにすることは、これがポルトランドセメントとしての使用價值を決定し、その諸性質の向上を計る上に特に重要なことと考へられる。またかかる特殊なるセメントの研究がわれわれのポルトランドセメントの礦物組成に関する研究に或る暗示を與へることが出来れば幸と思ひ次の如き研究を行つたものである。

バッセー法焼塊は、その原料鐵礦の種類及び窯内の還元状態の相異により多少化學成分を異にし、また鐵分がよく分離されたものと、よく分離されないものとあるが、本研究に用ひた焼塊は、特に紫鐵を原料とした場合に得られた硫酸分を多く含有せる鐵分の比較的よく分離されたもので、その破壊面が灰白色の色相を示すものを選んだ故に原料及び還元状態の相異によつてはこのものと多少礦物組成を異にするかも知れない。

これをまづ粗碎して大粒の鐵粒をマグネットを以つて除去し、磁製ボットミルで微粉碎し、1 cm² に 10000 孔を有する篩を通過した部分を取り試料とした。このものの比重は 3.16 で、普通のポルトランドセメント殆ど同様であつた。その化學成分は次に示す如くであり、鐵分及び硫酸分は全部還元されたものとして計算したものである。

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe	CaO	MgO	S	freeCaO
21.81%	8.46%	1.58%	65.60%	1.85%	0.70%	痕跡

またこの焼塊から作つたセメントは安定で、28 日の後 438 kg/cm² の耐壓力及び 35 kg/cm² の抗張力を示した。残滓は 4900/cm² の篩で 2%であつた。

2. X 線 的 研 究

X線試料を得るには既に第1報に報告せる如く、メチレンヨードとアセチレンテトラブロマイドとの調合による高比重液中に焼塊粉末を入れ、遠心分離器により各比重

部分に分離したが、この焼塊は普通ポルトランドセメントと異なり非常に低比重の成分を含むから、それにはさらにエチレンプロマイド比重 2.18 を調合して分離を行つた。

この場合、もし鐵分の含有量多くその破壊面が黒色を示す如き焼塊の粉末を用ふると、焼塊粉末の殆ど大部分は最も重い部分に落ち、鑛物成分の分離濃縮は不可能となつた。これはかくの如き焼塊にありては鐵は殆どコロイド狀に焼塊中に分散し、焼塊を如何に微粉碎するとも鐵と鑛物成分との分離は不可能となるため、鐵の高比重に影響されてセメント鑛物がともに最も重い部分に分離されるためである。本研究に用ひた焼塊を鐵のよく分離されたもの限定した理由はこのためである。

遠心分離された 20 個の部分の比重、化學分析及び收量は第 9 表に示す如くである。

第 9 表

Table with 10 columns: 分離部分 (Separation part), 比重範圍 (Specific gravity range), 化學分析 (Chemical analysis) including SiO2, Al2O3, Fe, CaO, MgO, S, Total, and 分離部分の量 (%) (Quantity of separation part in %).

この焼塊の鐵分及び硫酸分は全部還元された状態にあると考へられるが、その還元程度も不明であり、また焼塊が普通のポルトランドセメントの場合に於けるよりもさらに高温に焼成されてゐるため、さらに多量のガラス部分を含有すると考へられる故に、これらの化學成分からボーク氏の式により鑛物成分を計算することは至當でないと思へられるからこれを行はず、専らX線的研究によつてその鑛物成分を推定することとした。收量の總和が 100% に達しないのは、最も比重の低い部分の外にさらに低比重の少量のグラファイトに富んだ物質を分離したためである。

X線分析は何れも對陰極として鐵を用ひ、試料には約 30% の NaCl を混合して精密測定を行つた。試料の中 Nr 1, Nr 4, Nr 8, Nr 10, Nr 13, Nr 15, Nr 18, Nr 20 の 8 個

第 10 表

Table with 14 columns: 分離部分 (Separation part), 比重範圍 (Specific gravity range), and multiple columns for density (d) and intensity (Int.) for various separation parts (1-20).

第 10 表 (續)

分選部分 番号	20		3CaO. SiO ₂ in P.C.		β-2CaO.SiO ₂		3CaO. Al ₂ O ₃ in P.C.		4CaO. Al ₂ O ₃ . Fe ₂ O ₃		CaS		α-Fe	
	d _{hkl}	Int.	d _{hkl}	Int.	d _{hkl}	Int.	d _{hkl}	Int.	d _{hkl}	Int.	d _{hkl}	Int.	d _{hkl}	Int.
47	-	-	-	-	1.522	M	-	-	-	-	-	-	-	-
48	1.483	s	1.485	u	1.481	M	1.486*	u	1.497	M	-	-	-	-
49	-	-	1.456	M _s	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
50	-	-	-	-	1.444	s	-	-	-	-	-	-	-	-
51	1.431	M	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.431	M
52	-	-	-	-	1.414	s	-	-	-	-	1.420	M	-	-
53	-	-	-	-	1.393	s	-	-	-	-	1.401	M _s	-	-
54	-	-	1.386	s	1.386	s	1.387	s	-	-	△	-	-	-
55	1.369	s _s	1.363	s	1.370	M	-	-	-	-	-	-	-	-
56	-	-	-	-	1.345	s	1.342	M	-	-	-	-	-	-
57	-	-	-	-	1.338	s	-	-	-	-	-	-	-	-
58	-	-	-	-	1.323	s	-	-	-	-	-	-	-	-
59	1.318	s	-	-	1.316	s	-	-	1.318	u	-	-	-	-
60	-	-	-	-	1.302	M _s	-	-	-	-	-	-	-	-
61	1.295	s	-	-	1.293	M _s	-	-	-	-	-	-	1.294	s
62	-	-	-	-	1.281	s	-	-	-	-	1.280	s _s	-	-
63	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.270	s _u	-	-
64	-	-	-	-	1.252	M	-	-	-	-	-	-	-	-
65	-	-	-	-	1.247	M	-	-	-	-	-	-	-	-
66	-	-	-	-	1.238	s	-	-	-	-	-	-	-	-
67	-	-	-	-	1.214	M	-	-	-	-	-	-	-	-
68	-	-	-	-	1.209	s	-	-	1.210	M	-	-	-	-
69	-	-	-	-	-	-	1.201	M	-	-	-	-	-	-
70	-	-	1.193	M	1.195	s	-	-	-	-	-	-	-	-
71	-	-	-	-	1.178	M _s	-	-	-	-	-	-	-	-
72	1.168	u	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.168	u
73	-	-	1.158	M	1.158	M	1.159*	M	-	-	1.160	s _u	-	-
74	-	-	-	-	1.149	M	-	-	-	-	-	-	-	-
75	-	-	-	-	1.140	M	-	-	-	-	-	-	-	-
76	1.132	s _s	1.134	M	1.131	M	-	-	-	-	-	-	-	-
77	-	-	1.122	M	-	-	1.122*	M	-	-	-	-	-	-
78	-	-	-	-	-	-	1.107	s	-	-	1.108	s	-	-
79	-	-	-	-	-	-	1.097	s	-	-	-	-	-	-
80	-	-	1.089	M _u	1.085	M _s	-	-	-	-	-	-	-	-
81	-	-	-	-	1.079	M _s	-	-	-	-	-	-	-	-
82	-	-	-	-	1.071	M _s	-	-	-	-	-	-	-	-
83	-	-	1.063	M	1.059	M _s	-	-	-	-	-	-	-	-
84	-	-	-	-	1.044	s	-	-	-	-	1.045	s	-	-
85	-	-	-	-	1.034	M _s	-	-	-	-	-	-	-	-
86	-	-	-	-	1.027	s	-	-	-	-	-	-	-	-
87	-	-	-	-	1.015	s	1.015	M _s	-	-	-	-	-	-
88	1.012	M _u	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.012	M _u
89	-	-	-	-	1.001	s	-	-	1.002	M	1.004	u	-	-
90	-	-	0.988	M	0.987	M	-	-	-	-	-	-	-	-
91	-	-	-	-	0.983	M	-	-	-	-	-	-	-	-

の部分についてX線分析を行ひ、その dhkl を第 2 表に示した。比較に用ひた 3CaO. SiO₂ の dhkl としては、ポルトランドセメント中の 3CaO. SiO₂ 即ちアリットの dhkl を示し、3CaO. Al₂O₃ とポルトランドセメント中に存在する 3CaO. Al₂O₃ 固溶體の dhkl を示した。3CaO. Al₂O₃ 固溶體はポルトランドセメント中に於てはアリットとともに測定されるから、アリットのスペクトルと重なつて現れたものには * 印を附した。CaS と α-Fe とは各自まで多くの學者によつて研究された結果、即ち α₀=5.68Å 及び α₀=2.861Å から現れ得べき面の dhkl を計算して正確を期した。

化學分析の結果より想像すれば、Nr.1の最も軽い部分には硫化石灰系の化合物を多く含有すると考へられるが、X線的には Ca と S との一原子づつの結合になる CaS として存在することが知れた。このものは等軸晶系に屬する NaCl 型の結晶で、dhkl も NaCl と殆ど同じであり、殆ど同じ位置に同じ強さの同型スペクトルを與へるからその認定は全く容易であつた。CaS は比重の増加とともに減少し Nr.13 まで現れて來てゐるのが見られる。

3CaO. SiO₂ 及び 3CaO. Al₂O₃ は Nr.1~Nr.18 までの全般に涉つて現れてをり、その dhkl はポルトランドセメント中の 3CaO. SiO₂ 固溶體、即ちアリット及び 3CaO. Al₂O₃ 固溶體と全く同じであり、ポルトランドセメント中のそれと全く同じ構造を有することが知れた。3CaO. Al₂O₃ は Nr.4 Nr.8 に最も強く現れてをり、化學分析の結果に一致してゐることが知れる。3CaO. SiO₂ は Nr.10 Nr.13 Nr.15 に強く現れてゐるのが見られるが、化學分析及び收量から Nr.13 Nr.12 に最も多量に分離されてゐることが知れる。

β-2CaO.SiO₂ は Nr.15, Nr.18, Nr.20 に現はれて來てゐる。Nr.18 に於て最も強く、殆ど大部分が β-2CaO. SiO₂ からなることが明らかである。

金屬鐵は α-Fe として Nr.20, Nr.18 に現れてをり、最も重い部分の Nr.20 に最も強く現はれて來てゐる。Fe₃C(セメントイト)の存在も考へられるが、實際には檢出出来なかつた。焼塊中に含まれる鐵粒の顯微鏡的研究によれば、マグネットにて分離し得べき鐵粒に於ては大粒のものほど銹鐵に近く、小粒のものほど炭素含有量の少い鋼からなつてゐることが知れた。即ち焼塊の焼成過程に於て還元された鐵は、その炭素含有量の多く融點の低いもの程早く融合して大粒となり焼塊より分離融出するが、炭素量少く融點の高いもの程小粒となつて焼塊中に残留するものと考へられる。よつてマグネットにて分離出来ない程微粒のものは殆ど α-Fe に近いものからなつてゐるであらうことが想

像される。

A圖に示す顕微鏡寫眞は燒塊中の比較的大きい粒の金屬顯微鏡寫眞で、網狀セメントを有する鋼からなつてゐることが明らかである。

Nr.20にはこの他極微量ながら 4CaO 、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 のスペクトルが現れ、鐵の一部は酸化されて CaO 及び Al_2O_3 と化合して存在することが知れた。 4CaO 、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 の生成は燒塊の表面的酸化によつて起ることが次の顯微鏡的研究で明らかとなつた。

また化學分析の結果に於て、比較的比重の低い部分に MgO が非常に増加してゐるのが見られる。著者は既に第3報に於てセメント中に存在する MgO を約2%迄検出すること

A ■



×50 Ätzmittel HNO_3

が出来たから、この部分に於ける MgO は當然検出出来なければならないが、実際にはそのスペクトルを1本も検出出来なかつた。然しこの部分には低比重のガラス部分に富んだものが多く分離されると考へられるから W.Lerch³⁾ 及び H.Insley und H.F.McMurdie⁴⁾ が主張する如く MgO がガラス部分に多く入り得る可能性があるのではないかと考へられる。

3. 顯微鏡的研究

顯微鏡試験としては、礦物顯微鏡的方法即ち燒塊薄片を透過光線によつて觀察する方法、及び金屬顯微鏡的方法即ち燒塊研磨面を藥品により腐蝕して反射光線を用ひて觀察する方法の二つの方法を併用した。

本研究に於ては金屬顯微鏡的方法に於て大いに効果を認めたが、この方法は最近 Tavasci により非常に系統立てられて以來、セメントの研究に廣く應用されるやうになつた方法であり、著者が用ひたる方法もこの Tavasci⁵⁾の方法によつたもので、研磨面腐蝕液としては主として HNO_3 の1%エチルアルコール溶液を用ひた。

本燒塊はポルトランドセメントと

多くの點に於て異なつた結果を與へたが、なかでも最も著しい相異としては、この燒塊中に 3CaO 、 Al_2O_3 の等方性或は殆ど等方性の完全な四角結晶を多數發見したことである。

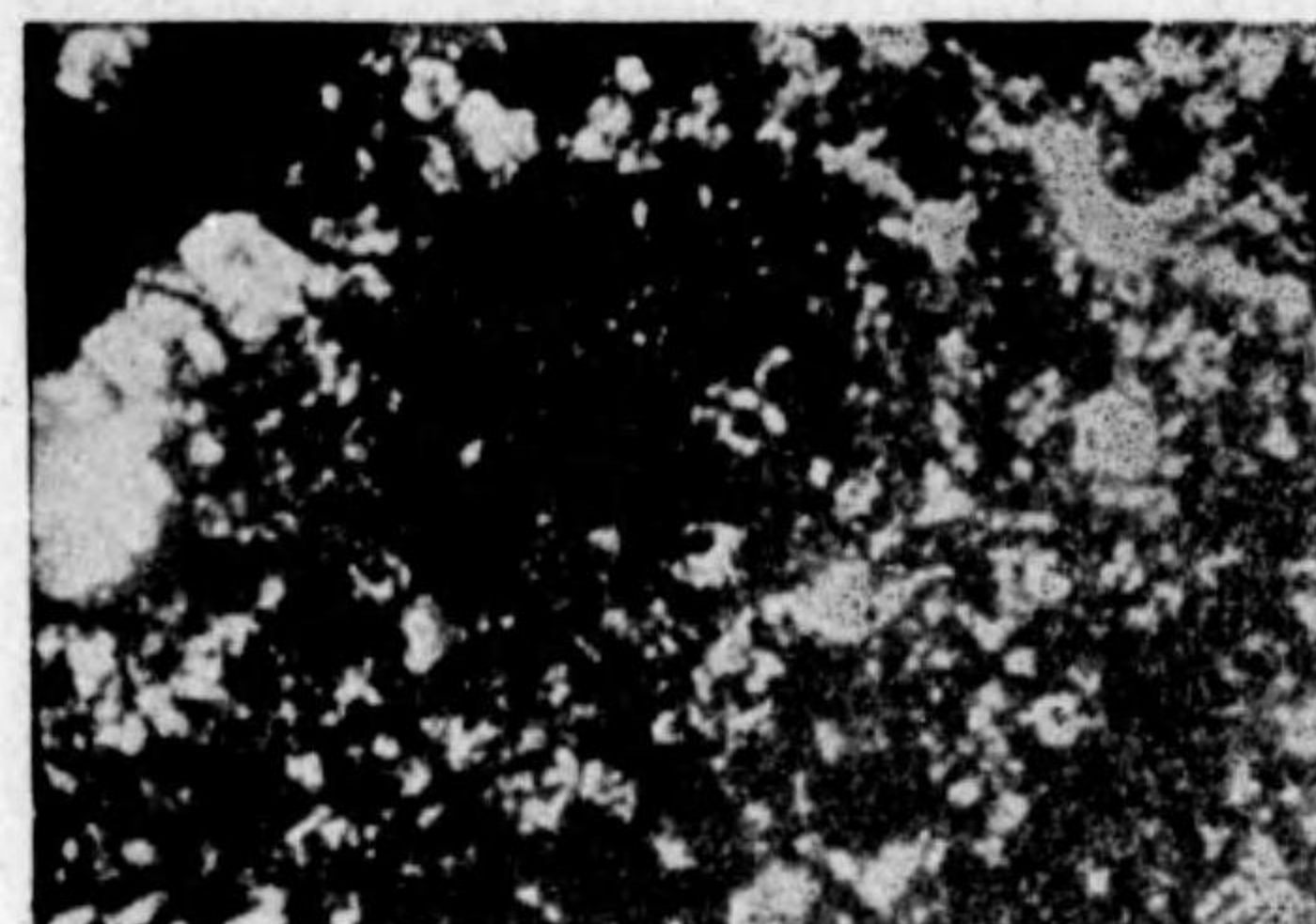
ポルトランドセメント中の 3CaO 、 Al_2O_3 の存在に關しては今まで多くの學者によつて研究されたが、顯微

第1圖



×100 =Nicol

第2圖



×100 +Nicol

鏡的には發見することが困難でありそのポルトランドセメント中に於ける存在は疑問視されてゐる。最近 L. S. Brown⁶⁾ 及び H. Insley und H. F. Mc Murdie が極少數のポルトランドセメント燒塊の間隙充填物質として 3CaO 、 Al_2O_3 の四角形結晶を發見してゐるに過ぎない。

著者が本燒塊中に發見した 3CaO 、

第3圖



×100 Ätzmittel HNO_3

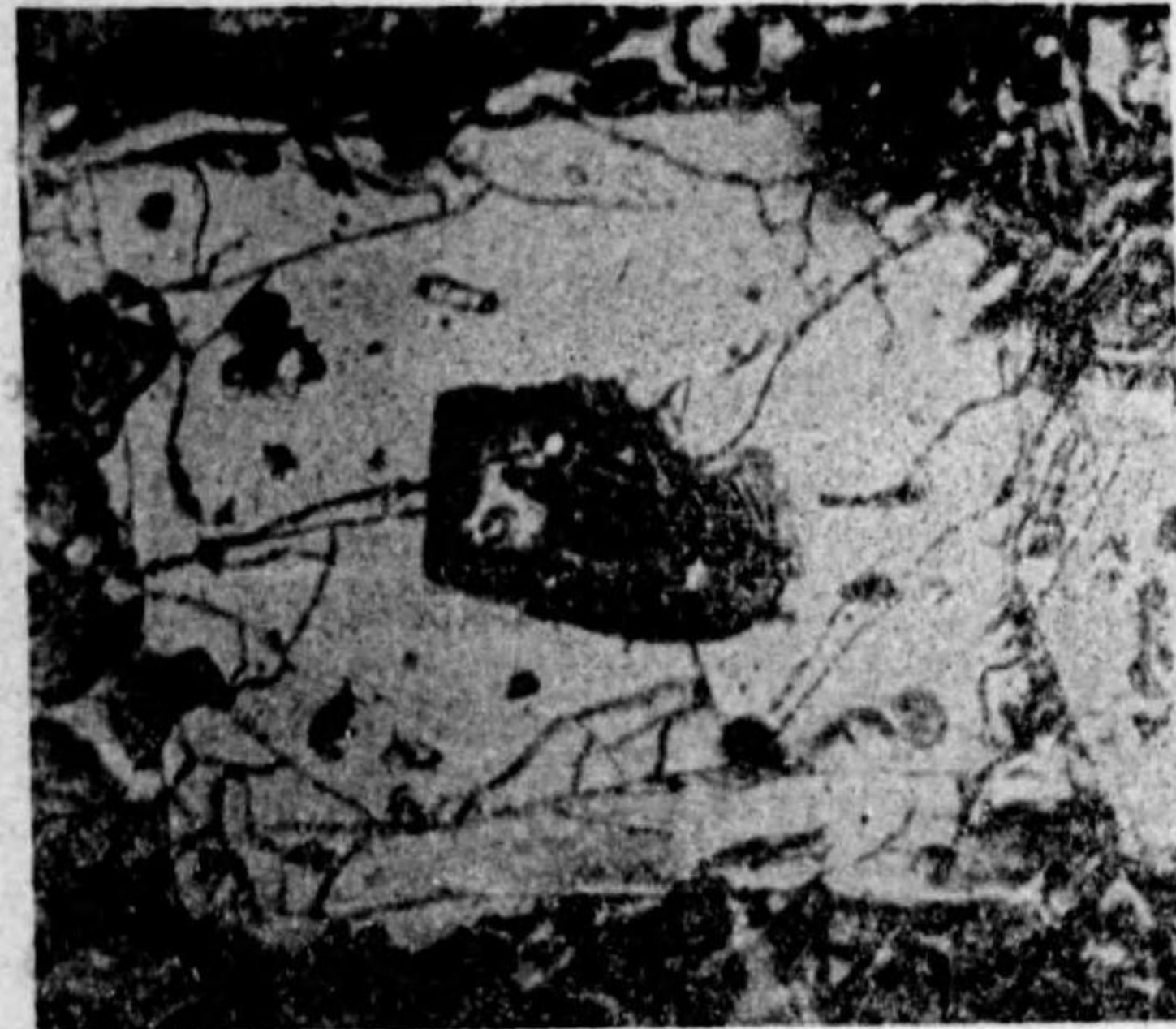
Al_2O_3 の結晶は、等軸晶系に屬する四角結晶で、非常に廣い範圍の大きさを有しその大なるものは500ミクロンに達するものがある。このものは間隙充填物質として考へることの出来ない主結晶として多數發見された。

結晶は裂罅多く、主に細粒狀の 2CaO 、 SiO_2 、 CaS 及び鐵粒を含有して

る。第1圖、第2圖は透過光線による薄片の寫眞であるが、これらが等方性の完全な結晶であることが明らかである。第3圖、第4圖、第5圖は反射光線による研磨腐蝕面の寫眞で、圖中の白色四角形結晶は皆それである。

アリットの結晶も $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$ と同じ程度の大きさの範圍を有し、複

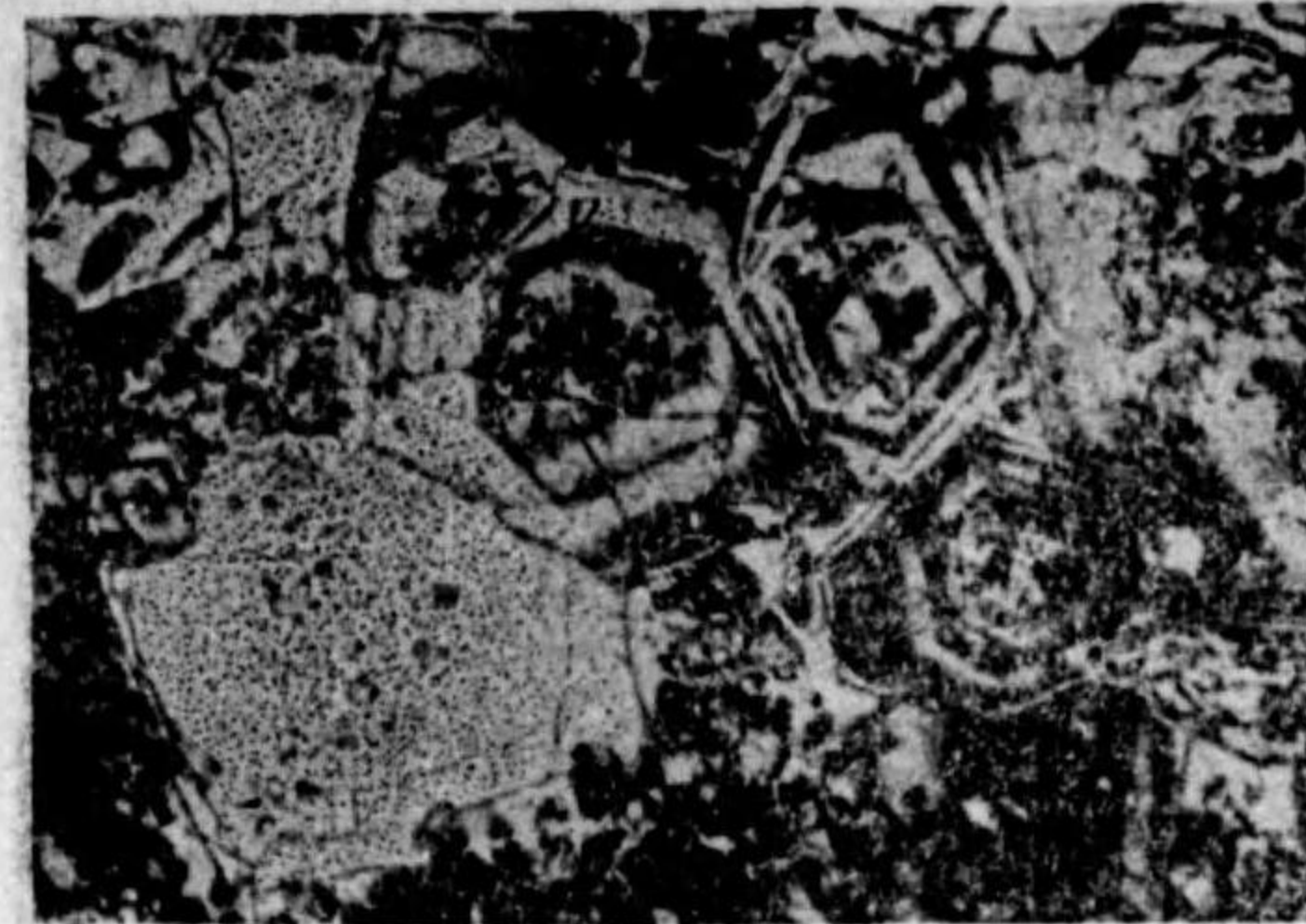
第5圖

×180 Ätzmittel HNO_3

もので、明らかに固溶體の急冷による異帯構造と見ることが出来る。

アリットの異帯構造を示す程度は焼塊によりても腐蝕の度合によりても異なるが、特に結晶の配位によりて著しく影響される。即ち結晶主軸に垂直な面に於てよく發達し主軸に平行な面に於ては比較的弱いか或は

第4圖

×100 Ätzmittel HNO_3

屈折の弱い六角形或はそれに近い結晶で裂罅多く細粒狀の $2\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$ 、 CaS 及び鐵粒を含有してゐる。

このものは反射光線を用ひて檢すると第3圖、第4圖に見られる如く、腐蝕の度合の異なる Zone 或は Band が結晶の外縁に殆ど平行して交互に現れてゐる。この現象は結晶を形成する成分の部分的相異に基く

第6圖



×100 = Nicol

全然現れてゐないものもある。

アリットの異帯構造に関するこれらの觀察は H.Insley, E.P.Flint, E. S. Newman and J.A.Swenson⁷⁾の結果によく一致してゐる。

さらに詳細に研究するとアリットと $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$ との間には密接な關係があることが知れた。即ち第5圖に見られる如く、 $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$ 結晶中にアリットの萌芽を發生し、これが結晶中に擴散してゐるのが見られ第4圖に見られる如くアリットと $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$ が双晶を作り、またアリットが明らかに $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$ 結晶の一部を共有してゐるのが見られる。

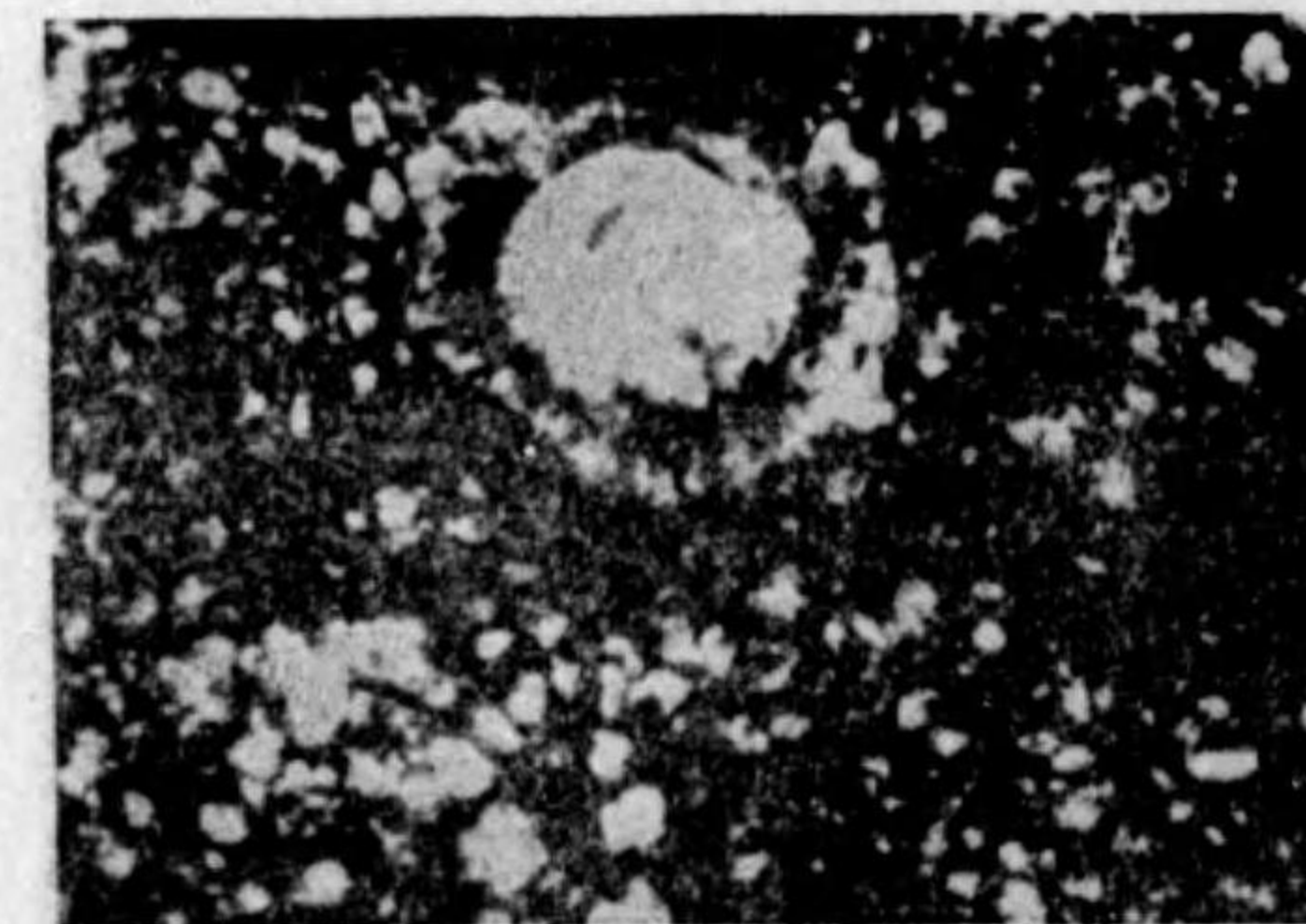
かくの如きことは $3\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$ 固溶體即ちアリットは $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$ を基體として發達し得ることを意味し、同時に $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$ が CaO と $2\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$ との間の反應に觸媒的に關與し、固溶體を形成しつつアリットの結晶を發達せしめ得ることを意味するものと思はれる。

かくの如き兩者の間の密接な關係からしても $3\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$ と $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$ との間の固溶體の生成の可能性は最早疑ふ餘地のないことと思はれる。

透過光線により Cross Nicol の下にアリットの結晶を檢すると、結晶の中央から外部に次第に消光位を變化し所謂波動消光を示してゐるものを發見することが出来る。かかる事實は H. Insley⁷⁾も認めてゐるが單なる双晶によつて起る現象として解することは困難であり、反射光線による焼塊研磨腐蝕面の研究結果と比較して Mikrolithe 形の高對稱性の異帯構造に基因するものと解する方が至當であると思ふ。

第6圖、第7圖は共に透過光線によるアリットの寫眞で、後者は結晶内に不透明輪を有するもので、かくのごときものはこの焼塊中にしばしば認められる結晶である。この不透明輪は多くの微粒子からなり、その粒子の大なるものは $2\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$ と同様な強い複屈折を示すことから、 $2\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$ のコロイド的微粒子からなるものと思はれる。

第7圖



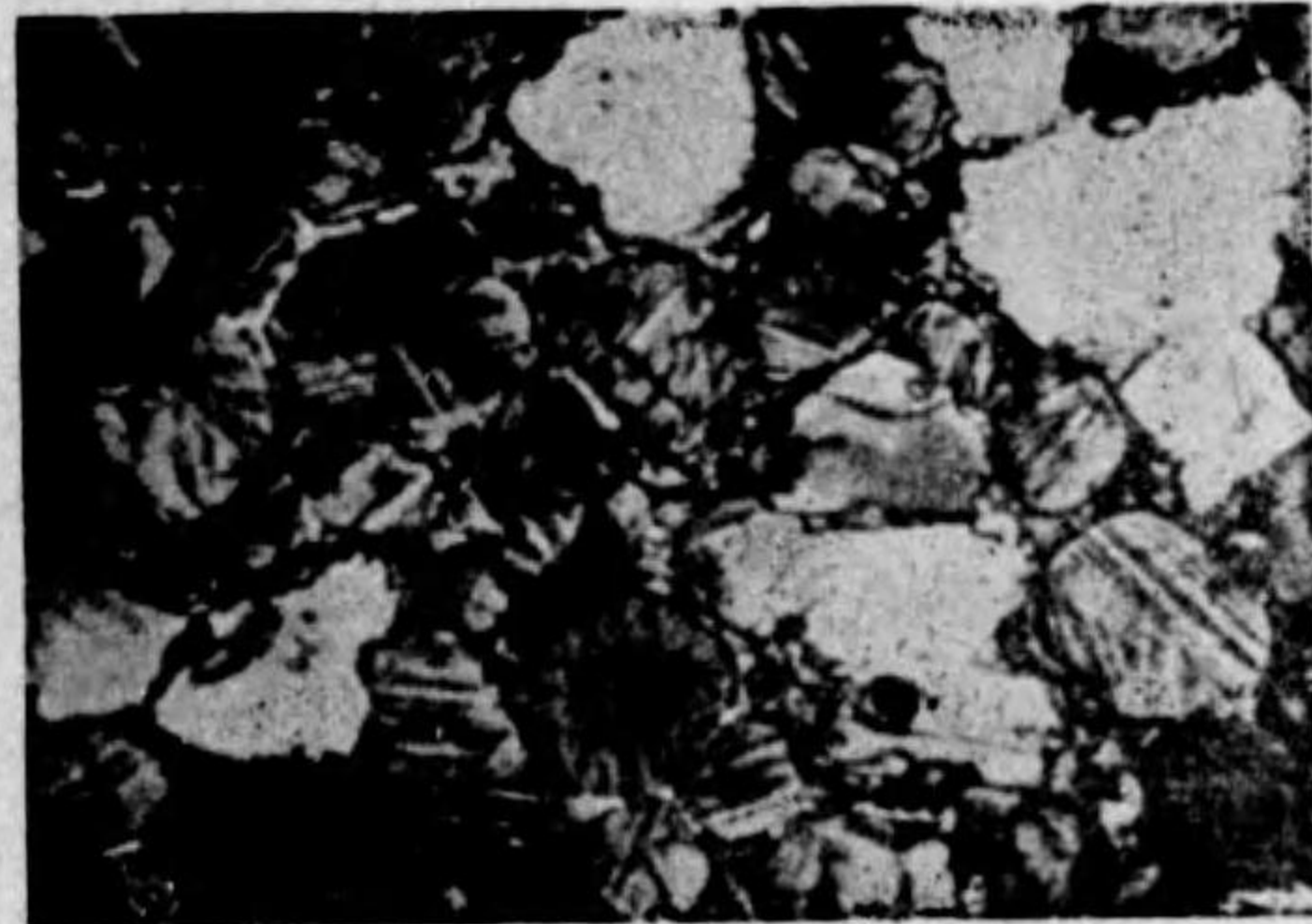
×100 + Nicol

第8圖は非常に多くの $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ を含んだアリットの結晶の反射光線による写真である。

$2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ は複雑なる双晶を有する圓形の結晶として存在する。第9圖はその一例で、互に交錯した Lameller twin (聚片双晶) を有する粒と互に平行なる Lameller twin を有する粒とが存在する。

Sandius⁹⁾は前者を $\alpha\text{-}2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$,

第9圖

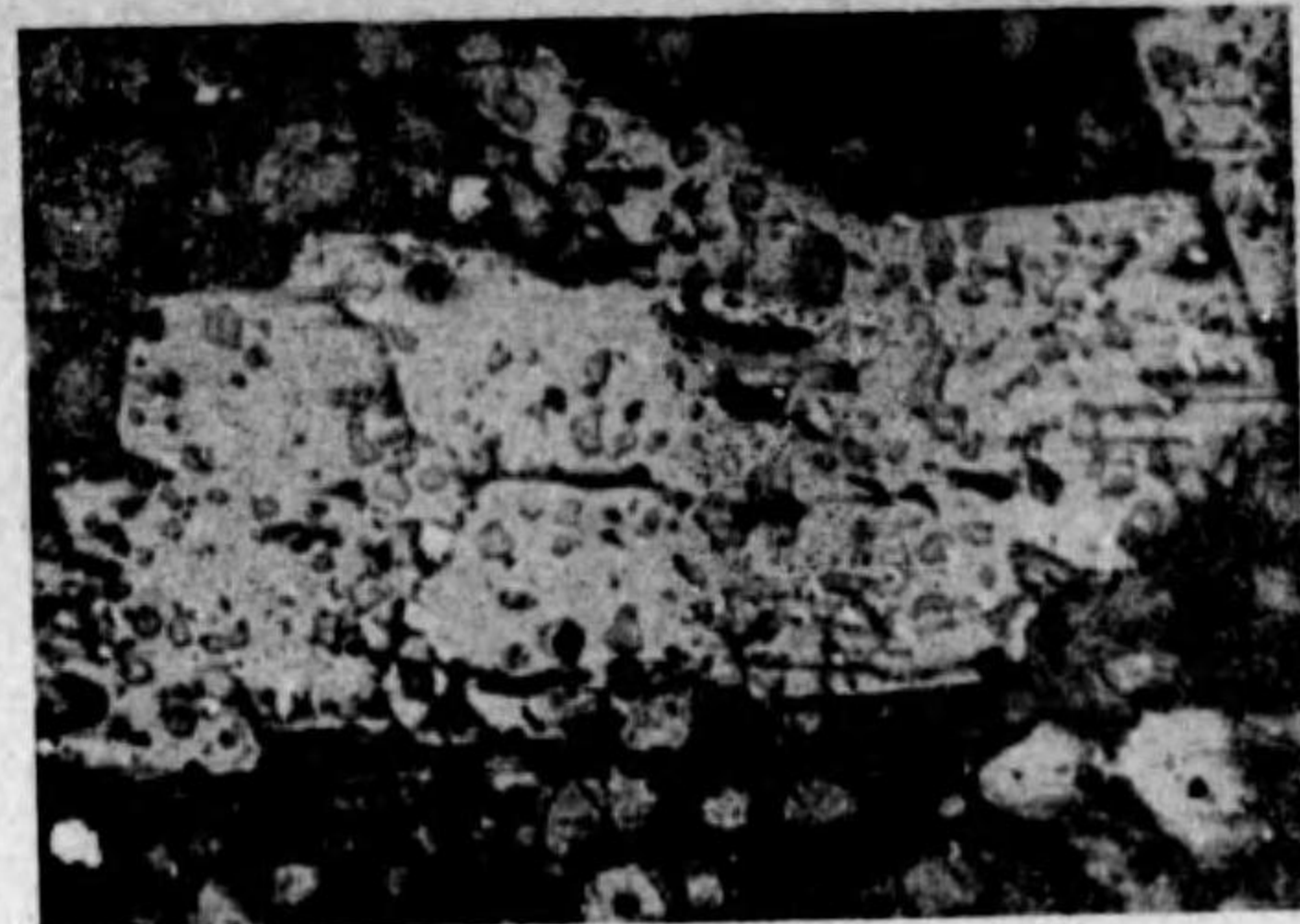
×180 Atzmittel HNO₃

ことによつて得られた比重 3.29 を有するもので、 $\beta\text{-}2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ と考へられるものである。

$2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ の變態に関するこれらの問題に關してはさらに後の機會に研究してみたいと思ふ。

CaS は第10圖に示す如く遊離石灰様の細粒状をなして存在し、 $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ 、アリット及びガラス部分中に

第8圖

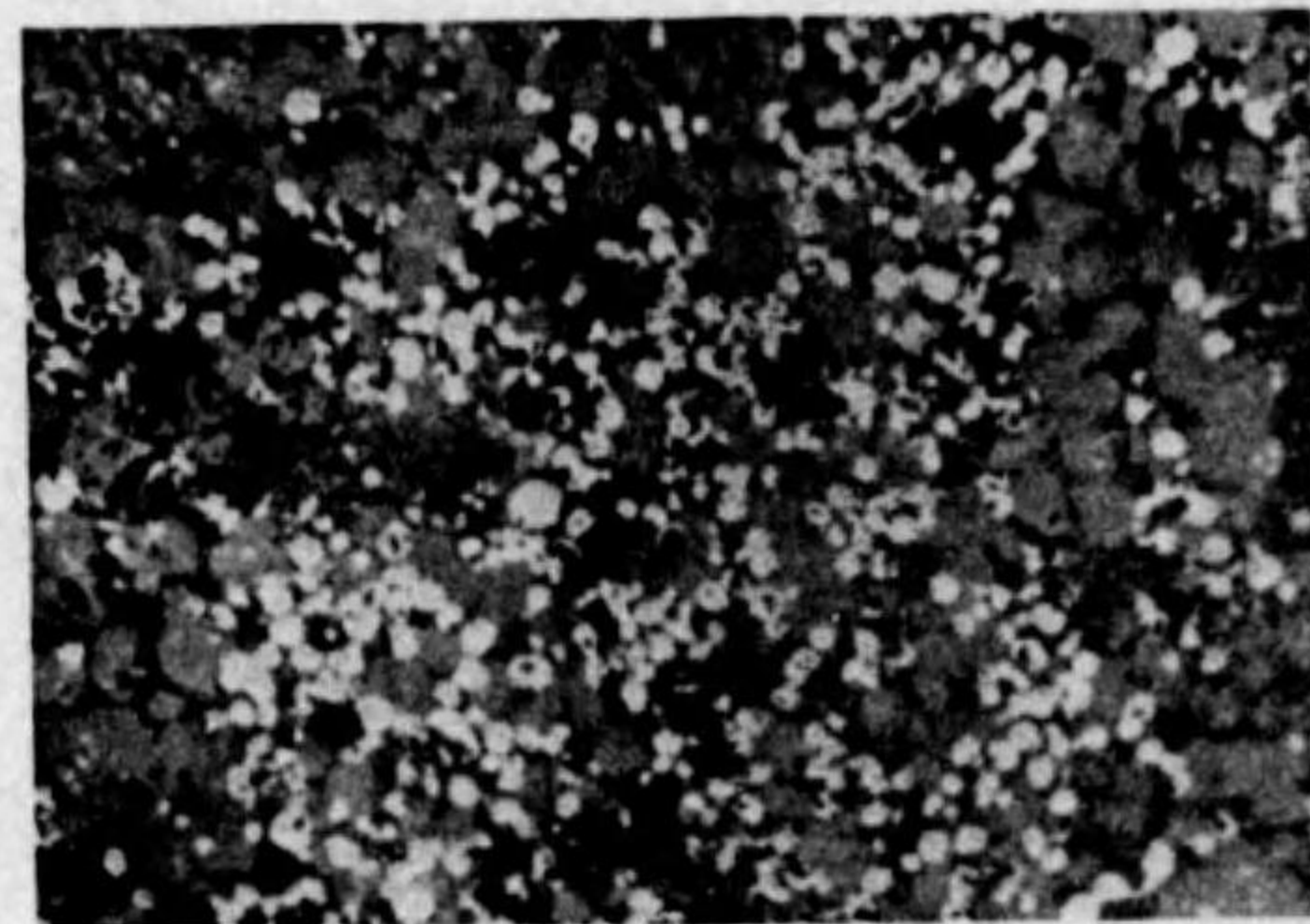


180 Ätzmittel HF

後者を $\beta\text{-}2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ と定義したが、またこの兩者を $\alpha\text{-}2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ とみる人もあり、また $\alpha\text{-}2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ の安定性を否定して兩者を $\beta\text{-}2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ とみる人もあり、その區別はまだ判然としてゐない。

著者は $\beta\text{-}2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ のX線結果を第2表に示したが、このものは $\gamma\text{-}2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ を 1350°C に反復焼成する

第10圖

×100 Ätzmittel H₂O

分散してゐるやや黄色味を帯びた結晶である。この焼塊中には遊離石灰を含まぬこと、及び弗化水素に一番最初に腐蝕されることから遊離石灰でないことが明らかで同時に硫黄分を含まない。この種の焼塊中には存在しないことから CaS なることが知れた。CaS はブレバートを空気に觸れて貯藏すると數時間の後に消失するのを認めた。これは CaS が空気中の CO_2 の存在の下に水分によつて硫化水素と石灰とに分解するためと考へられる。パッセー法焼塊より製造せるセメントは製造直後は幾分硫黄臭を有するが、暫く貯藏すると無臭となるのはこれのためである。

$4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ は焼塊の表面部分に薄層をなして存在してゐるが、これは冷却時に於ける焼塊の表面的酸化による鐵粒の酸化に伴なつて生成されるものと想像される。

4. 結 論

パッセー法焼塊に就てX線的及び顯微鏡的研究を行つた結果次の如き結論を得た。

- (1) $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$, $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$, $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$, 及び $4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ はその結晶格子の構造がポルトランドセメント中に存在するものと全く同一であつた。
- (2) 鐵化合物及び硫黄化合物は殆ど全部還元されて $\alpha\text{-Fe}$ 及び CaS として存在す。これらの還元状態がこのセメントの性質に大なる影響を及ぼす因子となるものと考へられる。
- (3) 顯微鏡的研究によつてアリットが累層構造を有することを發見し、同時に $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ の結晶を發見することが出来た。而して兩者の間の密接なる關係から $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ と $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ との間に固溶體生成の可能性を認めた。

文 獻

- 1) K.Koyanagi, S.Katoh, T.Sudoh : Zement Nr.34 S531 1937
- 2) K.Koyanagi, S.Katoh, T.Sudoh : Zement Nr.50 S785 1938
- 3) W.Lerch : Jour Research NBS RP 1066 S77 1938
- 4) H.Insley und H.F.McMurdie : Jour Research NBS 20 173 1938
- 5) Tavasci : Giorn chim Ind applic 16 S539 1934

- 6) 4) と同じ
- 7) H. Insley : E. P. Flintt, E. S. Newman und J. A. Swenson : Jour Research NBS 21 355 1638
- 8) H. Insley : Jour Research NBS 17 353 1936
- 9) Sandius : Z. Anorg. allgem chem 213 343~352 1933

2. バッセー直接製鉄法焼塊中の 金属鉄と酸化鉄の分離定量法

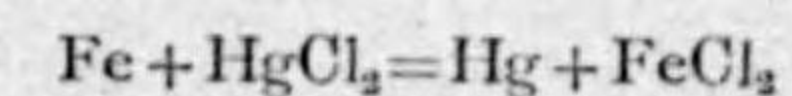
1. 緒 言

パッセー直接製銑法焼塊は常に不分離鐵を含有してゐるが、この鐵分の還元の程度を完全に知ることが出来なければ、このセメントの實際の水硬率を決定することは全く不可能であるばかりでなく、窯の内部の還元状態の適否も知ることが出来ない。この目的のために今まで金屬鐵と酸化鐵の分離定量法として知られてゐる多くの方法の中最も一般的でかつ正確な方法の一つと考へられてゐる昇汞法を直接應用してみたが、パッセー法焼塊のごとき水硬性物質を含む試料は昇汞の水溶液中に於て水酸化石灰を遊離し、そのアルカリ性のために昇汞と金屬鐵の反應によつて出來た鹽化鐵から水酸化鐵を沈澱せしめ、同時に酸化鐵をも沈澱せしめる反應を誘起するために、完全なる定量分析を行ふことが出来なかつた。そこで著者等はパッセー直接製銑法焼塊に應用出來得るところの新定量法の發見に努めたる結果、水の代りにエチルアルコールを溶媒として昇汞法を行ひ、過マンガン酸カリの代りに硫酸第一チタニウムを用ひて測定することによりその目的を達することが出來た。しかしてこれを「アルコール溶媒昇汞法」と命名してここに提唱する次第である。

以下先づこの方法の正確度について普通昇汞法と比較し然かる後實際的應用について研究してみようと思ふ。

2. 普通昇汞法

昇汞法はウイルナー (Wilner, Farm. Tidskrift, 1880, 225.) 及びメルク (Merk. Z. anal., Chem., 1902, 41, 710.) によりて提唱された方法であり、その根本原理は昇汞の中性溶液が、酸化鐵に反應することなく良く金屬鐵とのみ反應し得ることに基く。その反應式は次の如くである。



即ちこの反應によりて得られた鹽化鐵溶液を過マンガン酸カリにて滴定して金屬鐵を

定量する方法である。しかしその分析操作には大體次の二つがある。

A. Wilner & Merk 法

分析操作 試料約 0.5g を 100cc のメスフラスコに秤量し、内部の空気を炭酸瓦斯にて置換したる後昇汞 3g と水 50cc とを加へ、それを小さい焔にて徐々に加熱し、最後に 1 分間煮沸せしめ、それに豫め煮沸された水を加へて標線に合せ、これを 20°C に冷却したる後再び標線に合致せしめて密栓し、よく振盪して沈澱の沈下するまで放置する。次に乾燥せる濾紙を用ひて濾過し、最初の 15cc を捨て、次の 20cc を炭酸瓦斯を充せる三角フラスコに取りて、これに 7N H_2SO_4 20cc 及びラインハルト溶液を加へ、200cc に稀釋後 0.1N $KMnO_4$ にて滴定する。

メルク還元鐵を用ひこの方法によりて分析せる結果は第11表に示す如くであつた。

第 11 表

實驗數	試料 (g)	所 要 $KMnO_4$ (cc)	溶液 100 cc 中の Fe (g)	Met. Fe (%)
1	0.5	24.10	0.48148	96.30
2	0.5	24.10	0.48148	96.30
3	0.5	24.17	0.48288	96.58
4	0.5	24.17	0.48288	96.58
5	0.5	24.15	0.48248	96.50
6	0.5	24.15	0.48248	96.50
7	0.5	24.12	0.48199	96.40
8	0.5	24.17	0.48288	96.58
9	0.5	24.12	0.48199	96.40
10	0.5	24.15	0.48248	96.50
				平均 96.64

備考 規定 $KMnO_4$ 1cc=0.004995g. Fe

所要 $KMnO_4$ は濾液 25cc をとりて滴定せる容量である

この分析操作に於ては反應によつて出來た鹽化鐵溶液は、多量の水銀を含んでゐるままメスフラスコの標線に合せられるから、實際の液量は 100cc よりさらに少い量であり分析結果は常に實際の値より大となつてゐるわけである。従つてこの方法と雖もその正確さに於てまだ充分と云ふことは出來ない。

また殘渣中の酸化鐵から第一鐵と第二鐵を分離定量する必要がある場合にはこの方法に

よることは出來ないから、その場合には沈澱を完全に濾過洗滌して濾液と分離することが必要である。よつてかかる必要のある場合には次の方法が多く用ひられてゐる。

B. 完全濾過法 (假稱)

1. 過マンガン酸カリによる滴定

この方法に關しては日鐵技師田澤敏次郎氏 (八幡製鐵所研究所, 研究報告, Vol. XIII, No.1) の研究があり、鹽化鐵溶液を完全に濾別して、過マンガン酸カリにより滴定し充分な結果を得てゐる。なほ同氏は金屬鐵と酸化鐵の分離定量法として知られる多くの方法について検討し、この昇汞法が最も正確なる結果を與へると述べてゐる。また同時に第一鐵と第二鐵の分離定量に關する從來の方法を改良して、新定量法たる昇汞一沃度法を提案してゐる。今その金屬鐵定量の部分に於ける分析操作を記せば次の如くである。

分析操作 試料 0.3~0.5g を乾燥せる三角フラスコに採取し、結晶鹽化第二水銀 3~5g を加へて能く混合し、水約 70cc を加へ炭酸瓦斯氣流中にて 15~20 分間煮沸する程度に加熱し、冷後硫酸 (比重 1.82) 約 2~3 滴を加へ炭酸瓦斯にて置換せる三角フラスコに濾過し、豫めて煮沸し冷却しおきたる水にて洗滌する。濾液は直ちに規定過マンガン酸カリ溶液にて滴定し金屬鐵を定量す。

この分析操作中に於て疑問に思はれる點は、濾過後の鹽化鐵溶液にラインハルト硫酸マンガン溶液を加へることなく、直ちに過マンガン酸カリにて滴定してゐることである。この硫酸酸性溶液中に於ては當然鹽酸の生成を見るべく、これが過マンガン酸カリにより滴定され實際よりさらに大なる分析結果を得ることは當然である。故に著者等の實驗に於ては常にラインハルト硫酸マンガン溶液を加へて實驗を行つた。

また沈澱を濾過する以前に硫酸を加へることは殘渣中の酸化鐵を溶解する恐れあるため濾過後にこれを加へた。

前と同一な還元鐵を用ひてこの方法により分析せる結果は第2表の如くであつた。

これによつて明らかなる如く、この方法による分析結果は Wilner & Merk 法のそれよりも約 2.5% 程小さく出てゐる。この方法に於ては鹽化鐵溶液を濾過する場合に鹽素イオンの反應がなくなるまで完全に洗滌するには、約 30 分程度の時間を必要とするから、その間にかかりの酸化が起り得るやうに思はれる。濾過にさらに長時間を要する場

第 2 表

実験数	試料 (g)	所 要 KMnO ₄ (cc)	Met. Fe 量 (g)	Met. Fe (%)
1	0.2	37.78	0.18837	94.19
2	0.2	37.72	0.18808	94.04
3	0.2	37.65	0.18772	93.86
4	0.2	37.73	0.18812	94.06
5	0.2	37.75	0.18812	94.11
6	0.2	37.70	0.18797	94.00
				平均 94.04

備考 規定 KMnO₄ 1cc=0.004986g. Fe

合には濾液が黄色に着色することがある。特にその酸化は濾紙及び沈澱の吸着面に於て大なる如く思はれる。要するにこの方法に於ては特殊の濾過装置を用ふるにあらざれば溶液の酸化を完全に防止することは困難であり、その分析結果は理論値より常に低く出る傾向を有する。

2. 三價のチタニウムによる滴定

上記の過マンガン酸カリによる滴定に於ては酸化された部分を定量することは出来な
いが、もし三價のチタニウムの如き還元剤を用ふることが出来れば酸化された部分をも
滴定することが可能であり、真に近い分析値が得られたものと考へられる。よつて著者
等は新に硫酸第一チタニウム溶液を調製して分析を行つたところ、非常に良好なる結果
を得ることが出来た。

チタニウム標準液の調製 メルク製酸化チタニウム約 25g を濃硫酸 250cc 硫酸カリ
180 g とともに加熱溶解し少量の稀硫酸にて稀釋した。その時もし水酸化チタニウムを
析出する場合にはこれを濾別して硫酸に溶解し、原液と合して水を加へ約 1 l となし、
金屬亞鉛により殆ど硫酸が消費され液の色が最早これ以上紫色に變化しなくなるまで還
元し、吸引ロートにより硫酸亞鉛の結晶及び不溶解残渣を速かに濾別し、さらに水を加
へて約 3 l となした。このものは硫酸第一チタニウム溶液に依る第二鐵の定量法として
著名なる Knecht & Hibbert 法 (W. Scott, Standard method of chemical analysis, Fourth
edition Vol. 1, p.258) に準據し酸化を防止するために水素瓦斯を通る滴定装置中の貯藏

瓶に保存した。溶液の標定も同法に従つて行つた。

三價のチタニウム溶液の安定度に就ては岩瀬慶三、小林正美、箕作新六の諸氏 (金屬
の研究, 第 7 卷, 昭 5, 467 頁) が鹽化チタニウム溶液に就て實驗し、滴定装置全體をガ
ラス連結にすれば酸化が起ることなく標準液として使用することが出来、また瓦斯誘導
管の一部をゴム連結にする場合は酸化が行はれ、液の強さは時とともに直線的に變化す
ることを述べてゐる。著者等は後者の方法を用ひたが貯藏瓶を最後まで振盪せずに静止
すれば酸化は液の表面部分にのみ多く進行し、殆ど下半分は大した變化なく安全に使用
することが出来た。勿論その間に毎日その強度を補正して實驗を續けた。

前記同様の還元鐵試料につきこの方法により分析せる結果は第 13 表に示すごとくであ
る。

第 13 表

実験数	試料 (g)	規定 KMnO ₄ 使用			規定 Ti ₂ (SO ₄) ₃ 使用			差 (%)
		所 要 KMnO ₄ (cc)	Met. Fe 量 (g)	Fet. Fe (%)	所 要 Ti ₂ (SO ₄) ₃ (cc)	Met. Fe 量 (g)	Met. Fe (%)	
1	0.2	37.78	0.188068	94.03	53.00	0.189958	94.98	0.95
2	0.2	37.80	0.188168	94.08	53.52	0.189675	94.84	0.76
3	0.2	37.82	0.188267	94.13	53.60	0.189958	94.98	0.85
				平均 94.08	平均 94.93			0.85

備考 規定 KMnO₄ 1cc=0.00497g. Fe.

規定 Ti₂(SO₄)₃ 1cc=0.003544g. Fe.

これにより明らかなる如くチタニウム溶液による滴定結果は常に過マンガン酸カリに
よるよりも大であり。約 0.9% 程度の酸化が分析操作中に起り得ることが知れた。

かくの如く沈澱を完全に濾別して過マンガン酸カリによる滴定分析を行ふためには、
特殊の濾過装置を用ふるにあらざれば鹽化鐵溶液の酸化を完全に防止することは困難で
あり、かかる場合には三價のチタニウム鹽による還元滴定を行ふことが至當であると信
ずる。

なほ酸化チタニウム溶液により共存する昇乗が同時に還元滴定を受ける心配のないこ
とについては前以つて實驗を行つたが、このことについては後の項に述べるつもりであ
る。

3. アルコール溶媒昇汞法

本法は著者等の考案になるものにして、その根本原理は昇汞及び鹽化鐵がアルコールに對して大なる溶解度を有し、且セメントの如き水に可溶性なる物質を含む試料に對しても、これを溶出せしむることなく安全に分析出來得ることに基く。

分析操作 乾燥せる 100cc の三角フラスコに試料約 0.1g を精秤し、昇汞 0.5g を混合し、乾燥せる炭酸瓦斯を通じつつ昇汞が灰色を帯びて來るまで充分攪拌せる後、昇汞のアルコール飽和溶液（再溜アルコール）5cc を添加して密栓し、約 50°C の湯煎上で攪拌しつつ 15 分間加温する。

次に上部より炭酸瓦斯を通じたる吸引濾斗にて速かに濾過し、無水アルコールにて充分洗滌し、濾液は水にて稀釋後硫酸 (1:1) 10 cc 及びライオンハルト硫酸マンガン溶液 20cc を添加し、過マンガン酸カリにて酸化滴定後、その淡紅色の消失するを待ちて硫酸チタニウム標準液にてロダナムモンを内指示薬として還元滴定して金屬鐵を定量す。

分析操作は以上の如くであるが、溶液の濾過に用ふる吸引濾斗は濾過板として濾紙を代用せるグーチ氏の坩堝を用ふると非常に便利である。

上記の方法により還元鐵を用ひて分析せる結果は第14表に示す如くである。

第 14 表

所要数	試料 (g)	所 要 Ti ₂ (SO ₄) ₃ (cc)	Met. Fe 量 (g)	Met. Fe (%)
1	0.1	26.80	0.095381	95.38
2	0.1	26.80	0.095381	98.38
3	0.1	26.78	0.095310	95.31
4	0.1	26.83	0.095488	95.49
5	0.1	26.82	0.095452	95.45
6	0.1	26.80	0.095381	95.38
			平均	95.40

備 考 規定 Ti₂(SO₄)₃ 1cc=0.003559g. Fe.

本表の結果から見るとその分析値は前記完全濾過法（硫酸チタニウムによる滴定）の場合に於けるよりも約 0.5% 程度高く出てゐる。これはアルコール溶媒法に於ける反應

溫度が完全濾過法の煮沸溫度に比較して遙かに低きため、反應中に起る酸化がさらに少く、また濾過に上部より炭酸瓦斯を通ぜる吸引濾斗を用ひたため、濾過時間を短縮することが出來ると同時に酸化を充分防止することが出來、これらの酸化によつて濾紙に残る膠狀沈澱を可及的少くすることが出來たためであるやうに思はれる。

この際アルコールがチタニウム溶液によりて還元滴定されざることに關しては次項に述べる。

4. チタニウム溶液に對するアルコール及び昇汞の影響

鹽化鐵溶液をチタニウム溶液により滴定する場合に共存するアルコール及び昇汞が還元されて、同時に滴定されるや否やはこの方法の成功不成功を左右する大なる因子となるからここに改めて實驗をなし、これらが還元滴定されることなく何等影響を及ぼすことのない事實を確めた。

この目的のため Knecht & Hibbert 法により硫酸第一鐵アムモンを用ひてチタニウム溶液を標定する場合に、これに實際操作に於ける相當量のアルコール及び昇汞を加へてその滴定價が變化するや否やを試験してみた。その結果は第15表の如くであつた。

第 15 表

實驗	所 要 KMnO ₄ (cc)	所 要 Ti ₂ (SO ₄) ₃ (cc)	備 考
A	28.01	24.50	硫酸第一鐵アムモン 1.0g を 200cc の水に溶解し H ₂ SO ₄ (1:1) 10cc を加へ KMnO ₄ にて滴定し次に Ti ₂ (SO ₄) ₃ にて滴定す
	28.06	24.50	
	28.10	24.52	
B	45.50	24.50	A にアルコール 100cc を添加し同様に操作す
	45.36	24.55	
	45.10	24.52	
C	45.00	24.50	B に昇汞 3.0g を添加し同様に操作す
	44.60	24.55	
	44.50	24.50	

これにより明らかなる如く過マンガン酸カリによる最初の酸化滴定に於ては、B及びCの如くアルコールを含有する場合には鐵と同時にアルコールが酸化滴定を受け、過マンガン酸カリの所要量は極度に大となり、然も一定の結果を與へない。しかしてこの酸化はアルコールの直接酸化と鹽化鐵の接觸的酸化に基くものであることも別の方法により知ることが出来た。かくの如きことがアルコール溶媒法に於ける滴定液として過マンガン酸カリを使用することが出来ない理由である。これに反して硫酸チタニウムによる還元滴定の場合にはアルコール及び昇汞を含有する場合と雖も何等滴定値に變化なく、アルコール及び昇汞が何等還元滴定を受ける心配のないことが知れ、このアルコール溶媒法に於ける滴定液としてチタニウム溶液を安全に使用し得ることが明らかとなつた。ただ滴定操作上注意すべきことは、滴定の内指薬として用ふるロダナムモンが昇汞と反應して、ロダム水銀を作り消費されるから適量より多量に使用する必要がある。また滴定の終點近くでロダム水銀の白色澄明結晶を生成するが、その比重高きため速かに沈下して滴定の終點を不明とすることは無いが、液量はなるべく多量とする方が便利である。また滴定の際添加されるラインハルト硫酸マンガン溶液は豫め磷酸を除去したものを用ふれば、ロダム水銀の結晶を充分大とすることが出来、その沈降を促進することが出来る。

5. 各種昇汞法の吟味

以上行つた普通昇汞法及びアルコール溶媒昇汞法による金屬鐵の分析結果を總括して表に示せば第16表の如くである。

第 16 表

昇汞法の種類	滴定液	Met. Fe. (%)
Wilner & Merk 法	KMnO ₄	96.46
完全濾過法	KMnO ₄	94.04
	Ti ₂ (SO ₄) ₃	94.93
アルコール溶媒法	Ti ₂ (SO ₄) ₃	95.40

即ち Wilner & Merk 法が最高の分析値を示し完全濾過法（過マンガン酸カリによる滴定）が最低であり、完全濾過法（チタニウム溶液による滴定）及びアルコール溶媒昇汞法がその中間の値を示してゐる。しかして Wilner & Merk 法は理論値より高き結果を與へ、完全濾過法（過マンガン酸カリによる滴定）は低き結果を與へる傾向を有するを以て、分析操作中に於ける溶液の酸化を考慮に入れて行つたところの完全濾過法（チタニウム溶液による滴定）及びアルコール溶媒昇汞法が最も真に近い結果を與へ得る如く考へ得らる。

以上の如く著者等の創案になるアルコール溶媒昇汞法は金屬鐵と酸化鐵の分離定量法として十分な精度を有する方法と云ふことが出来る。

6. 普通昇汞法の鐵セメント混合物への應用

普通昇汞法がバツセー直接製鉄法燒塊に應用出来ざることについては既に緒言に於て簡単に述べたが、ここに於てはその實際的問題について少しく述べてみたいと思ふ。

バツセー直接製鉄法燒塊は鐵とセメントとの混合物と考へることが出来るから、前記諸實驗に用ひたメルク製還元鐵にセメント物質を調合して分析を行ひ混合しただけの鐵量を定量し得るや否やについて簡単に試験してみた。

その結果は第17表に示す如くである。

第 17 表

セメント物質	混合還元鐵(%)	金屬鐵檢出量(%)
セメント	40	20.56
セメントダスト	40	30.43
セメントクリンカ	40	33.66

即ち如何なる場合にも混合量より遙かに少量だけしか檢出することが出来ない。かくの如く低き結果を來たす原因としては溫度、時間、アルカリ度等多くの因子が入つて

来るやうである。反應中に起る現象を注意して観察すると先づ反應の始めに於て溶液全體に黒綠色の水酸化第一鐵の膠狀沈澱が析出して來るのが見られる。これは明らかに水とセメントとの反應によつて出來た水酸化石灰に原因する現象であることは疑の餘地はない。次にこれが炭酸瓦斯氣流中に於て煮沸されると今度は全體が次第に赤褐色に變化して來るのが見られる。このことは文獻 (J. W. Mellor, Comprehensive treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry, Vo. XIV, 30) によれば、鹽化第一鐵溶液に少量のアルカリ及び粉末狀のカルサイト或はシデライトが加へられて煮沸されると、その濃溶液からはマグネサイト、稀薄溶液からはヘマタイトが沈澱されることが明らかとなつてゐるが、この分析操作中に於てもかかる酸化反應が起り得ることは想像に難くない。

以上の如くこの方法に於ては試料中のセメント物質の水和作用によつて水酸化石灰を生成し、これが昇汞と金屬鐵との反應によつて出來た鹽化鐵溶液から水酸化第一鐵を沈澱する一方炭酸瓦斯氣流中に於て炭酸石灰に變化し、さらにこれが鹽化鐵溶液を酸化して酸化鐵を沈澱せしむるところの反應を起して實驗を全く失敗に導いた。

7. アルコール溶媒昇汞法の鐵・セメント 混合物への應用

上述の如く普通昇汞法は鐵單味の試料に對しては應用出来るが、試料がセメント物質を含有する場合には全々應用することが出来なかつた。これに反してアルコール溶媒昇汞法に於てはセメント物質を含む試料に對して最も安全に操作出來、その中に含まれる金屬鐵分を非常な精密度を以て定量出來得ることは次の實驗によつて明らかである。

前記諸實驗に用ひた還元鐵試料に磁製ボットミルで微粉碎せる高級セメント燒塊を種の割合に配合して分析を行ひ、鐵單味の場合に於ける分析結果と比較してみた。その結果は第8表に示す如く如何なる配合による場合と雖も鐵單味の場合に於けると大差なき結果を得ることが出來た。これによつてこの方法がバッセー直接製鉄法燒塊中の金屬鐵と酸化鐵の分離定量に安全に應用出來得ることが明らかである。

第 18 表

實驗	回数	還元鐵 (g)	セメント (g)	還元鐵混合率 (%)	所 要 $Ti_2(SO_4)_3$ (cc)	Met. Fe. 量 (g)	Met. Fe. (%)	$Ti_2(SO_4)_3$ 1 cc に相當する Fe(量) g
A	1	0.1	—	100	26.80	0.095381	95.38	0.003559
	2	0.1	—	100	26.80	0.095381	95.38	
	3	0.1	—	100	26.80	0.095381	95.38	
						平均	95.38	
B	1	0.1	0.15	40	26.81	0.095283	95.28	0.003554
	2	0.1	0.15	40	26.84	0.095389	95.39	
	3	0.1	0.15	40	26.71	0.094927	94.93	
						平均	95.20	
C	1	0.1	0.2	33	26.82	0.095345	95.35	0.003555
	2	0.1	0.2	33	26.80	0.095274	95.27	
	3	0.1	0.2	33	26.81	0.095309	95.31	
						平均	95.31	
D	1	0.1	0.3	25	26.70	0.094838	94.84	0.003552
	2	0.1	0.3	25	26.72	0.094909	94.91	
	3	0.1	0.3	25	26.71	0.094863	94.86	
						平均	94.87	
E	1	0.1	0.4	20	26.84	0.095316	95.32	0.003555
	2	0.1	0.4	20	26.85	0.095452	95.45	
	3	0.1	0.4	20	26.82	0.095345	95.35	
						平均	95.37	
F	1	0.1	0.6	14	26.82	0.095264	95.26	0.003552
	2	0.1	0.6	14	26.73	0.094944	94.94	
	3	0.1	0.6	14	26.82	0.095264	95.26	
						平均	95.15	
G	1	0.1	0.9	10	26.83	0.095300	95.30	0.003552
	2	0.1	0.9	10	26.85	0.095371	95.37	
	3	0.1	0.9	10	26.81	0.095229	95.23	
						平均	95.30	
H	1	0.1	1.9	5	26.80	0.095193	95.19	0.003552
	2	0.1	1.9	5	26.73	0.094494	94.49	
	3	0.1	1.9	5	26.78	0.095122	95.12	
						平均	94.93	
I	1	—	2.0	0	0.00	—	—	0.003552
	2	—	2.0	0	0.00	—	—	
	3	—	2.0	0	0.00	—	—	
						平均	0.00	

8. アルコール溶媒昇汞法の鐵、セメント、硫化石灰混合物への影響 (硫化石灰の應用)

第 19 表

實驗	回数	還元鐵 (g)	混合比 鐵:CaS:セメント	所要 $Ti_2(SO_4)_3$ (cc)	Met. Fe. 量(g)	Met. Fe. 量(g)	規定 $Ti_2(SO_4)_3$ 1cc に相當する Fe の量 (g)
A	1	0.1	1:1:0	27.30	0.095473	95.47	0.003497
	2	0.1	1:1:0	27.15	0.094949	95.95	
	3	0.1	1:1:0	27.25	0.095299	95.30	
					平均	95.57	
B	1	0.1	1:1:4	27.25	0.095277	95.28	0.003496
	2	0.1	1:1:4	27.20	0.095102	95.01	
	3	0.1	1:1:4	27.30	0.095441	95.44	
					平均	95.57	
C	1	0.1	1:1:9	27.30	0.095429	95.43	0.003496
	2	0.1	1:1:9	37.30	0.095429	95.43	
	3	0.1	1:1:9	27.30	0.095427	95.43	
					平均	95.43	
D	1	0.1	1:2:9	27.30	0.095364	95.36	0.003493
	2	0.1	1:2:9	27.29	0.095329	95.33	
	3	0.1	1:2:9	27.30	0.095364	95.36	
					平均	95.35	
E	1	0.1	1:3:9	27.30	0.095277	95.28	0.003490
	2	0.1	1:3:9	27.30	0.095277	95.28	
	3	0.1	1:3:9	27.32	0.095347	95.35	
					平均	95.30	
F	1	0.1	1:4:9	27.40	0.095626	95.63	0.003490
	2	0.1	1:4:9	27.24	0.095068	95.07	
	3	0.1	1:4:9	27.30	0.095277	95.28	
					平均	95.33	

製鉄原料として紫鏽を用いた場合には、得られた焼塊はごく僅かではあるが硫化石灰を含有してゐる。アルコール溶媒法を行ふ場合に、もし硫化石灰が鹽化鐵と反應して硫化鐵を沈澱するやうなことがあれば、分析結果を低くすることは當然である。よつて果してかくの如きことが起り得るや否やについて次の如き試験を行つてみた。即ち鐵單味及びセメントを含む試料に實際含有量より遙かに多量の硫化石灰を調合して分析を行ひ理論量の金屬鐵を検出出来るか否やを試験してみた。その結果は第9表の如く硫化石灰の存在が何等分析結果に悪影響を及ぼさないことが明らかである。故にアルコール溶媒法は硫化石灰を含む試料に対しても安全に應用出来る。

9. 酸化鐵殘渣から FeO 及び Fe_2O_3 の分離定量と硫化石灰の影響

以上述べた如くアルコール溶媒昇汞法によつてバツセー直接製鉄法焼塊中の金屬鐵と酸化鐵の分離定量が可能なることが知れたが、この焼塊の水硬率を決定するためには更に金屬鐵定量後の酸化鐵殘渣から FeO と Fe_2O_3 を分離定量する必要がある。

普通 FeO と Fe_2O_3 を分離定量するには昇汞法に依り分離した殘渣を炭酸瓦斯氣流中に於て酸を溶解し、過マンガン酸カリにて滴定して FeO を決定すればその目的は達する。然し實際には殘渣中には昇汞と金屬鐵の反應によつて出來た金屬水銀を多量に含んでゐるから、これが酸と反應して水素を發生し Fe_2O_3 を還元して FeO の分析値を高くする。日鐵技師田澤敏次郎氏(前出)はこの悪影響を除去するために、殘渣を酸に溶解する以前に沃度のアルコール溶液を用ひてその中に含まれる水銀を溶出し、その目的を達することが出來た。しかしてこの方法を昇汞-沃度法と命名して提唱してゐる。この部分に於ける著者等の分析は同法に従つてこれを行つた。

ここに一つ問題となることは試料が硫化石灰を含む場合には酸と反應して硫化水素を發生し溶液を還元することである。これが對策としては先づ硫化石灰を前以て溶出しておくことが考へられるが、種々研究してみたが適當なる溶劑を發見することは出來なかつた。

然し第二鐵鹽の硫化水素による還元速度は酸の濃度の増加とともに急速に減少し、

その速度恒数は酸の規定度の對數函數となることが知られてゐるから、酸の濃度を増加することによつて充分還元を防止出来るやうに考へられる。そこでセメント焼塊粉末に硫化石灰を混合した試料を種々の濃度の鹽酸に溶解してセメント中の酸化第二鐵の還元程度を試験してみた結果、第 20 表に示す如く試料を濃鹽酸中に上部より少しづつ添加すれば酸液の水面部分に於て速かに硫化水素瓦斯を發生し去り還元は認められない程度のものであることが知れた。なほこの場合酸として硫酸を用ひた場合には硫化石灰の分解が比較的除々に行はれるため、結果はあまり良好とはいへなかつた。實際的操作に

第 20 表

實驗	回数	セメント混合量 (g)	硫化石灰混合量 (g)	所要 $Ti_2(SO_4)_3$ (cc)	Fe_2O_3 量 (g)	Fe_2O_3 (%)	規定 $Ti_2(SO_4)_3$ 1cc に相當する Fe_2O_3 (g)
A	1	1.0	—	4.35	0.021569	2.16	0.0049585
	2	1.0	—	4.33	0.021470	2.15	
	3	1.0	—	4.35	0.021569	2.16	
	平均					2.16	
B	1	1.0	0.2	3.10	0.015367	1.54	0.0049571
	2	1.0	0.2	3.20	0.015863	1.59	
	3	1.0	0.2	3.25	0.016111	1.61	
	平均					1.58	
C	1	1.0	0.2	4.20	0.020819	2.03	0.0049571
	2	1.0	0.2	4.10	0.020324	2.03	
	3	1.0	0.2	4.10	0.020324	2.05	
	平均					2.05	
D	1	1.0	0.2	4.33	0.021452	2.15	0.0049543
	2	1.0	0.2	4.35	0.021551	2.16	
	3	1.0	0.2	4.32	0.021403	2.14	
	平均					2.15	

A. HCl (1:1) 10cc に溶解し濾過洗滌したる後ロダナムモン溶液を指示薬として規定 $Ti_2(SO_4)_3$ 溶液にて滴定する。

B. 硫化石灰を混合し A 實驗と同様に操作する。

C. HCl (1:1) 10cc を水にて 250cc に稀釋せる中に混合物を徐々に少量づつ添加し溶解せしめ前同様に操作す。

D. Conc HCl 10cc 中に注意して徐々に混合物を少量づつ添加反應を急速に行はしむ。

備考 普通分析方法により試料セメント中の鐵分析の結果 Fe_2O_3 として 2.17% なりき。

於ては以上の如く鹽酸に溶解したものを水で稀釋後、炭酸瓦斯氣流中に煮沸して未だ不溶解の部分を充分溶解するのである。

上記の如く操作すれば硫化石灰を含む試料からも FeO と Fe_2O_3 を完全に分離出来るからここに始めて總ての悪影響を除去することが出来、金屬鐵酸化第一鐵、酸化第二鐵の全分析が可能となつた理である。

10. アルコール溶媒昇汞法の實際的應用

今バッセー直接製鉄法燒塊の分析を實際に行ふに當つて注意すべきことは、この燒塊はその中に相當大きな鐵粒を含んでをり、これを微粉碎して分析試料を得る場合に、セメント部分は容易に微粉碎されるが、鐵粒は容易に粉碎されず、比較的粗粒のまま残るため別の試料から普通のチンメルマンラインハルト法によつて全鐵を分析し、それから昇汞法に依つて得られた金屬鐵と酸化第一鐵を差引いて、酸化第二鐵の量を決定することは非常な誤差を生じ易い。出来得れば同一試料から金屬鐵と酸化第一鐵及び酸化第二鐵を分析することが理想的である。そのためには金屬鐵定量後の殘渣を酸に溶解して、過マンガン酸カリによつて酸化滴定し、酸化第一鐵を定量せる後直ちにこの溶液をチタニウム規定液にて還元滴定し酸化鐵全量を求めることが出来ればその目的が達せられる理である。この方法についてはすでに岩瀬慶三、小林正美、箕作新六の諸氏（前出）がすでに砂鐵分析に應用して成功し、この方法が海綿鐵中の第一鐵と第二鐵の定量にも應用出来ることを發表して居り、その方法は著者等の實驗にも應用出来る理であるから酸化第二鐵の定量はこの方法に従つた。第 11 表はバッセー直接製鉄法燒塊の分析結果の一例であるが、かくの如く分析することが出来ればその酸化第二鐵の量から水硬率の計算が出来ることは勿論である。またこのことから窯の還元の程度も知ることが出来るから製鉄操作の改良がまた望み得る理である。

第 21 表

實 験 数	試 料 (e)	金 屬 鐵			酸 化 第 一 鐵			酸 化 第 二 鐵			規定 Ti_2 (SO_4) ₃ 1 ccに相當 する Fe. (g)
		Met. Fe に要せる 規定 Ti_2 (SO_4) ₃ (cc)	Met. Fe. 量(g)	Met. Fe (%)	残渣中の FeOに要 せる規定 $KMnO_4$ (cc)	FeO 量 (g)	FeO (%)	残渣中の FeOと Fe_2O_3 に 要せる規 定 Ti_2 (S O_4) ₃ (cc)	Fe_2O_3 量 (g)	Fe_2O_3 (%)	
1	1.0	2.80	0.009693	0.97	8.00	0.02944	0.94	11.80	0.02569	2.57	0.0034518
2	1.0	2.70	0.009340	0.93	14.20	0.05226	5.23	13.33	0.00786	0.79	0.0034594
3	1.0	2.85	0.009859	0.99	8.50	0.03129	3.13	12.30	0.02657	2.61	0.0034594
4	1.0	2.75	0.009511	0.95	5.30	0.01951	1.95	7.50	0.01541	1.54	0.0034586
5	1.0	2.60	0.012448	1.24	6.10	0.02245	2.25	7.60	0.01295	1.30	0.0034578
6	1.0	2.60	0.008984	0.90	6.00	0.02208	2.21	7.70	0.01350	1.35	0.0034554
7	1.0	3.00	0.010366	0.14	5.50	0.02024	2.02	7.20	0.01308	1.31	0.0034554

備 考 規定 $KMnO_4$ 1cc=0.00286g. Fe.

11. 結 言

パッセー直接製鉄法焼塊の如き水硬性物質を含む試料から、その中に含有される鐵分を金屬鐵と酸化鐵とに分離定量することは、今まで不可能とされてゐたが、種々研究の結果水の代りにアルコールを溶媒として昇汞法を行ひ、過マンガン酸カリの代りに硫酸第一チタニウムを用ひて滴定を行ふことにより、その分析を完全に遂行することが出来た。しかしてこの方法を「アルコール溶媒昇汞法」と命名してここに提唱した。同時にその精度及び不純物の影響等について検討しこの方法の妥當性を確めた。この方法による分析結果から、パッセー直接製鉄法焼塊の正確な水硬率が決定され、同時に窯の還元程度を知ることが出来ることは注目に値するものと信ずる。

附 表

— パッセー法製鉄試験報告 —

鉄 鐵 の 化 學 成 分

「スラッグ」の物理的性質及び化學成分

第 1 表 第 1 回製鉄試験鉄鐵の化學成分

Table 1: Chemical composition of the first batch of iron. Columns include Test No., Date, Time, Yield, Carbon, Silicon, Phosphorus, Sulfur, and Iron. Data points range from 1 to 13, with a final average row.

第 2 表 第 2 回製鉄試験鉄鐵の化學成分

Table 2: Chemical composition of the second batch of iron. Columns include Test No., Date, Time, Yield, Carbon, Silicon, Phosphorus, Sulfur, and Iron. Data points range from 25 to 92, with a final average row.

第 3 表 第 3 回製銑試験銑鉄の化學成分

Table with 18 columns: 試料番號, 月日, 時間, 出鏡本數, 白銑量, 原料備合, 炭素, マガン, 燐, 硫黄, 銅. The table contains detailed chemical analysis data for various samples, including percentages of carbon, manganese, phosphorus, sulfur, and copper.

第 9 表 第 1 回製鉄試験スラッグの物理的性質及化學成分

Table with 12 columns: 試料番号, 試料時間, 原料割合, 分離率, 粉砕程度, 攪拌時間, 攪拌速度, 3日, 7日, 28日, 1:3モル比, 矽酸, 苦土, 石灰, 合計, 収率.

第 10 表 第 2 回製鉄試験スラッグの物理的性質及化學成分

Table with 12 columns: 試料番号, 試料時間, 原料割合, 分離率, 粉砕程度, 攪拌時間, 攪拌速度, 3日, 7日, 28日, 1:3モル比, 矽酸, 苦土, 石灰, 合計, 収率.

第11表 第3回製錠試験スラッグの物理的性質及化學成分

Table with 15 columns: 試料番号, 試料時間, 原料割合, 分率, 粉水程度, 錠形時間, 1:3モル比, 3日, 7日, 28日, 28日, 3日, 7日, 28日, 硫酸, 礬土, 酸化鉄, 石灰, 苦土, 磷酸, 合計, 水吸率, 乾燥率, 収率.

第12表 第4回製錠試験スラッグの物理的性質及化學成分

Table with 15 columns: 試料番号, 試料時間, 原料割合, 分率, 粉水程度, 錠形時間, 1:3モル比, 3日, 7日, 28日, 28日, 3日, 7日, 28日, 硫酸, 礬土, 酸化鉄, 石灰, 苦土, 磷酸, 合計, 水吸率, 乾燥率, 収率.

第 15 表 第 8 回製錠試験スラッグの物理的性質及化學成分

Table with 16 columns: 試料番号, 試料時間, 原形錠割合, 介核割合, 粉末粒度, 投錠時間, 守核, 1:3モル比抗酸力, 1:3モル比耐圧力, 化 學 成 分 (g), 水合, 乾燥率, 健全率. Rows include sample numbers 544, 548, 549, 552, 558, 461, 465, 571, 574, 576, 588, 589, 595, 602, 608, 620, 622, 626, and an average row.

第 16 表 第 9,10 回製錠試験スラッグの物理的性質及化學成分

Table with 16 columns: 試料番号, 試料時間, 原形錠割合, 介核割合, 粉末粒度, 投錠時間, 守核, 1:3モル比抗酸力, 1:3モル比耐圧力, 化 學 成 分 (g), 水合, 乾燥率, 健全率. Rows include sample numbers 633, 663, 664, 677, 689, 689, 692, 702, 707, 729, 755, 761, 764, 769, 794, 790, 782, 794, and an average row.

出版者承認号 30248 號 • 日本出版者會員番號 330064 號

昭和十九年八月五日 第一版印刷
昭和十九年八月十五日 第一版發行 (3,000部)



パツヒー法回轉爐製鉄

巻定價 3圓50錢 合計金 3圓65錢
特別行爲税相當額15錢

編者 藤澤威雄

東京都小石川區春日町一丁目一番地

發行者 倉本長治

東京都板橋區練馬町一丁目三五三番地

印刷者 小林浩齊
(東京一二五)

東京都神田區淡路町二丁目九番地

配給元 日本出版配給株式會社

發行所 株式會社 科學主義工業社

東京都小石川區春日町一丁目一番地
振替口座東京二五〇六番
電話小石川(85)五五九二~五(直通)

(印刷—株式會社日本印刷局 • 製本—古藏製本)

128-32

Kaib

PS

賣價(税込) ¥3.65

564.1-Ka16ウ



1200500746757

564.1
A16
)

バッセー法

回轉爐製鉄

国立国会図書館

終