



(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD,

SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

法は、石炭をコークス炉炭化室に装入して、乾留するコークス製造方法において、装入炭として、原料炭100質量部に対して、灰分を実質的に含有しない石炭を1質量部以下添加したものを使用することを特徴とする。本発明の銑鉄の製造方法は、前記製造方法により得られたコークスを使用するところに特徴を有する。

明 細 書

コークスの製造方法、及び、銑鉄の製造方法

技術分野

- [0001] 本発明は、コークスの製造技術、及び、該技術を利用する銑鉄の製造技術に関するものであり、より詳細には、強度が向上したコークスの製造技術、或は、得られるコークスの強度を実質的に低下させることなく、調湿工程を簡略化できるコークスの製造技術、並びに、これを利用した銑鉄の製造技術に関するものである。

背景技術

- [0002] コークスの製造において、得られるコークスの強度を高めるためには、炭化室に装入する装入炭の充填密度を高めることが知られている。装入炭の充填密度を高めるためには、原料炭を調湿して、水分量を低下させたり、或は、装入炭を炭化室に装入する際に機械的に押し固める操作が行われている。しかしながら、コークスの製造現場において、原料炭は、通常、ベルトコンベアにて搬送させているが、原料炭の水分量を約7%未満に低下させると、石炭の微粉が飛散しやすくなるので、環境上好ましくない。一方、装入炭を炭化室に装入する際に機械的に押し固める操作を行うことも、作業が煩雑になる。
- [0003] 例えば、特開平9-31469号公報には、コークスの強度を確実に、しかも安定して向上することのできるコークス炉装入石炭の事前処理方法を提供することを目的として、乾燥石炭を粗粉石炭と微粉石炭に分離し、微粉石炭に重質油5～40%と水を添加して水スラリーを生成した後、湿式造粒により分離点超の粒径を有する造粒石炭に造粒し、次いで脱水処理を施して粗粉石炭と混合することを特徴とするコークス炉装入石炭の事前処理方法が開示されている。また、特開2003-226879号公報には、冶金用コークスを製造する際、高嵩密度を得るために、強粘結炭、粘結炭、非微粘結炭等のコークス炉装入用石炭を最適な粒度分布状態に調整する方法が開示されている。
- [0004] さらに、特許第3566834号公報には、高炉用コークスの製造コストを低減するために安価な方法で高強度のコークスを製造する方法を提示することを目的とし、原料炭

の軟化開始温度よりも50℃低い温度以上の沸点を有する成分を80wt%以上含むタール重質留分を該原料炭に添加して乾留し、高強度のコークスを製造するコークス製造方法が開示されている。また、特開平3-7796号公報には、強度も生産性も向上するコークスの製造方法として、配合炭を粉砕、混合した装入炭をコークス炉で乾留してコークスを製造するコークスの製造方法において、配合炭の粒度を細かくし、配合炭に界面活性剤を配合してコークスを製造することを特徴とするコークスの製造方法が開示されている。

発明の開示

- [0005] 上述したように、使用する原料炭の水分量を低下させて、炭化室への充填密度を高める方法は、石炭の微粉が飛散しやすくなるので、水分量を約7%未満に低下させることが困難であるという制約がある。一方、装入炭を炭化室に装入する際に機械的に押し固める操作を行うことも、作業が煩雑になる。
- [0006] 本発明は、上記事情に鑑みてなされたものであり、得られるコークスの強度を向上するコークス製造方法、或は、得られるコークスの強度を実質的に低下させることなく、調湿工程を簡略化できる方法、並びに、該製法によって得られたコークスを利用する銑鉄の製造方法を提供することを目的とする。
- [0007] 上記課題を解決することのできた本発明のコークス製造方法とは、石炭を、コークス炉炭化室に装入して、乾留するコークスの製造方法において、装入炭として、原料炭100質量部に対して、灰分を実質的に含有しない石炭を1質量部以下添加したものを使用することを特徴とする。すなわち、本発明は、装入炭として、原料炭100質量部に対して、灰分を実質的に含有しない石炭を1質量部以下添加したものを使用すれば、得られるコークスの強度が向上することを見出した点、さらに、得られるコークスの強度が向上するということを利用して、コークスの強度に影響を及ぼす製造工程（例えば、調湿工程）を簡略化する点に要旨がある。例えば、前記装入炭と、灰分を実質的に含有しない石炭が無添加の原料炭を調湿し、それを乾留して得られるコークスの強度が、略同程度であることから、調湿工程を簡略してコークスを製造することができる。
- [0008] 前記灰分を実質的に含有しない石炭としては、炭素含有率(d. a. f.)が60%以上

95%未満の石炭から有機溶媒を用いて抽出して得られる可溶成分を用いることが好ましい。また、前記有機溶媒として好ましいのは、2環芳香族化合物を主成分とする有機溶媒を挙げることができる。本発明には、前記コークスの製造方法により得られるコークスを用いることを特徴とする銑鉄の製造方法が含まれる。

[0009] 尚、「石炭」は、一般に無煙炭、強粘結炭、粘結炭、弱粘結炭、非粘結炭、褐炭、泥炭などに分類されているが、その定義は必ずしも明確ではない。粘結炭の一部を粘着炭という場合もある。そこで、本発明では、無煙炭、強粘結炭、粘結炭、弱粘結炭、非粘結炭などを炭素含有率(d. a. f.)で分類するものとし、無煙炭を炭素含有率(d. a. f.)91%超の石炭、強粘結炭を炭素含有率(d. a. f.)が85%以上91%以下の石炭、粘結炭を炭素含有率(d. a. f.)が83%以上85%未満の石炭、弱粘結炭を炭素含有率(d. a. f.)が80%以上83%未満の石炭、非粘結炭を炭素含有率(d. a. f.)が78%以上80%未満の石炭とし、褐炭を炭素含有率(d. a. f.)が70%以上78%未満の石炭とし、及び、泥炭を炭素含有率(d. a. f.)が70%未満の石炭とする。ここで、炭素含有率(d. a. f. = dry ash free)は、石炭の水分と灰分を除いた有機質(C、H、O、S、N)の炭素の含有率(質量%)をいい、JIS M8819に準じて測定することができる。以下、炭素含有率(d. a. f.)が85%以上91%以下の石炭を単に「強粘結炭」と称し、炭素含有率(d. a. f.)が60%以上85%未満の石炭を単に「非粘結炭等」と称する場合がある。

[0010] 本発明のコークスの製造方法によれば、強度が向上したコークスが得られる。また、得られるコークスの強度が実質的に低下しない範囲で、調湿工程を簡略化することができる。

[0011] 本発明のコークス製造方法により得られたコークスは、高炉における銑鉄の製造に好適に利用できる。

図面の簡単な説明

[0012] [図1]本発明で使用する無灰炭を製造する装置およびプロセスを例示する説明図。
発明を実施するための最良の形態

[0013] 本発明のコークスの製造方法は、石炭をコークス炉炭化室に装入して、乾留するコークス製造方法において、装入炭として、原料炭100質量部に対して、灰分を実質

的に含有しない石炭を1質量部以下添加したものを使用することを特徴とする。

[0014] (1)無灰炭について

まず、本発明で使用する灰分を実質的に含有しない石炭(以下、「無灰炭」と称する場合がある)について説明する。前記無灰炭は、灰分を実質的に含まない石炭であればよいが、微量の灰分を含有してもよい。斯かる場合の灰分の含有率は、5,000ppm以下であることが好ましく、2,000ppm以下であることがより好ましい。尚、灰分は、石炭を815℃で加熱して灰化したときの残留無機物であり、例えば、ケイ酸、アルミナ、酸化鉄、石灰、マグネシア、アルカリ金属などから成る。

[0015] 本発明では、前記無灰炭として、炭素含有率(d. a. f.)が60%以上95%未満(より好ましくは60%以上85%未満)の石炭から有機溶媒で抽出して得られる可溶成分を用いることが好ましい。非粘結炭等を出発原料として有効に利用する態様は、枯渇のおそれがあり原料単価の高い強粘結炭を使用しなくて済むので好ましい態様である。さらに好ましい態様では、有機溶媒で抽出する石炭としては、炭素含有率(d. a. f.)が70%以上83%未満の弱粘結炭、非粘結炭、及び、褐炭、又は、これらの混合物を使用する。

[0016] 具体的には、前記無灰炭は、炭素含有率(d. a. f.)が60%以上95%未満(より好ましくは60%以上85%未満)の石炭と有機溶媒とを混合してスラリーを調製し、前記スラリーを加熱し熟成して前記有機溶媒中に可溶成分を抽出させ、得られたスラリーを上澄み液と固相成分が濃縮された濃縮液とに分離し、前記上澄み液を濾過して有機溶媒を蒸発除去することにより無灰炭を得ることができる。図1は、無灰炭を製造する装置およびプロセスを例示する説明図である。タンク1において、炭素含有率(d. a. f.)が60%以上95%未満の石炭と有機溶媒とを混合し、スラリーを生成する。得られたスラリーは、ポンプ2によって抽出処理を行う抽出槽4に供給される。その際、スラリーは、予熱器3によって所定の温度に加温される。抽出槽4において、スラリーを攪拌機10を用いて攪拌しながら可溶成分を有機溶媒中に抽出させた後、得られたスラリーは、重力沈降槽5に供給される。重力沈降槽5では、重力沈降を行って固相成分を沈降させて(矢印11)、スラリーを上澄み液と固相成分が濃縮された液とに分離する。得られた上澄み液は、フィルターユニット8に供給され、重力沈降槽5内で沈降し

た固相成分濃縮液は、固相成分濃縮液受け器6に回収される。上澄み液は、フィルターユニット8のフィルター部材7で濾過され、得られた濾液は、上澄み液を回収する上澄み液受け器9に回収される。次いで、回収された上澄み液から有機溶媒を蒸発除去することによって無灰炭を得ることができる。上澄み液から有機溶媒を蒸発除去する方法としては、例えば、スプレードライ法、蒸留法、真空乾燥法など、一般的な乾燥方法を適用できる。

[0017] 前記スラリー中の石炭濃度は、10～35質量%とすることが適切であり、前記スラリーを加熱し熟成して有機溶媒中に可溶成分を抽出させる条件としては、例えば、前記スラリーを300℃～420℃で5～120分間保持し、石炭中の可溶成分を可溶化させる。300℃より低い温度では、石炭を構成する分子間の結合を弱めるには不十分であり、石炭から抽出できる可溶成分の割合が低下するからである。一方、420℃より高い温度では、石炭の熱分解反応が活発になり、生成した熱分解ラジカルの再結合が起こるため、やはり抽出される可溶成分の割合が低下する。一方、300～420℃の温度では、石炭を構成する分子間の結合が緩み、穏和な熱分解が起こり石炭から抽出される可溶成分の割合が高くなる。この際、石炭の穏和な熱分解により、主に平均沸点(Tb50:50%留出温度)が200～300℃にある芳香族が豊富な成分が生成し、有機溶媒の一部として有効に利用できる。

[0018] 得られたスラリーを重力沈降により上澄み液と固相成分濃縮液とに分離する温度は、300℃以上420℃以下が好ましい。300℃未満では、液相成分に溶解している成分の一部が析出し、無灰炭の収率が低下する場合があるからである。

[0019] 前記有機溶媒としては、石炭の溶解力が高い溶媒が好ましく、石炭構造単位に近似した2環芳香族化合物を主成分とする有機溶媒が好ましい。また、前記有機溶媒としては、その沸点が180℃～330℃のものが好適である。沸点が180℃より低い場合には、上澄み液から蒸発除去させた有機溶媒の回収率が低下する場合がある。一方、沸点が330℃を超えると、石炭と有機溶媒との分離が困難となり、やはり有機溶媒の回収率が低下する場合がある。前記2環芳香族化合物の具体例としては、例えば、ナフタレン(沸点:218℃);メチルナフタレン(沸点:241～242℃)、ジメチルナフタレン(沸点:261～272℃)、トリメチルナフタレンなどの脂肪族側鎖をもつナフタレン

類;ビフェニル;脂肪族側鎖若しくは芳香族置換基を有するビフェニル類、或いは、これらの混合物などを挙げることができる。

- [0020] 無灰炭を作製するために出発原料として使用する炭素含有率(d. a. f.)が60%以上95%未満の石炭(非粘結炭等)としては、例えば、以下の特性を有するものを使用するのが好ましい。前記非粘結炭等の揮発分は、好ましくは30%以上、より好ましくは32%以上であり、好ましくは40%以下、より好ましくは36%以下である。前記非粘結炭等の平均反射率は、好ましくは0.6以上、より好ましくは0.8以上であり、好ましくは1.0以下、より好ましくは0.9以下である。前記非粘結炭等のトータルイナータは、好ましくは5%以上、より好ましくは15%以上であり、好ましくは35%以下、より好ましくは20%以下である。前記非粘結炭等のギーセラー最高流動度(logMFD)は、好ましくは3.0(logddpm)以上、より好ましくは3.3(logddpm)以上であり、好ましくは4.5(logddpm)以下、より好ましくは3.6(logddpm)以下である。揮発分は、JIS M8812に規定された方法、平均反射率は、JIS M8816に規定された方法、ギーセラー最高流動度(logMFD)は、JIS M8801に規定されたギーセラープラストメータ法によって測定できる。また、トータルイナータ(TI)は、JIS M8816の石炭微細組織成分(マセラル)の分析値のうち、セミフジニットの割合および微細組織成分群(マセラル・グループ)の割合を用いて、下記式にて算出することができる。

- [0021] [数1]

$$\text{トータルイナータ(TI)} = \frac{(100 - \text{MM}) \times \text{補正イナーチニット}}{100} + \text{MM}$$

$$\text{MM} = \frac{100(1.08A + 0.55S)/2.8}{[100 - (1.08A + 0.55S)]/1.35 + (1.08A + 0.55S)/2.8}$$

$$\text{補正イナーチニット} = \text{イナーチニット\%} - \text{セミフジニット\%} \times 1/3$$

式中、MM(ミネラルマター)は鉱物質を、Aは灰分(無水ベース、JIS M8812にて測定)を、Sは全硫黄分(無水ベース、JIS M8813にて測定)を意味する。

- [0022] (2)原料炭について

次に、本発明において使用する原料炭について説明する。本発明では、装入炭として、原料炭100質量部に対して、1質量部以下、より好ましくは0.7質量部以下、さらに好ましくは0.5質量部以下の前記無灰炭を添加したものを使用することが好ましい。無灰炭の含有量の下限は、特に限定されるものではないが、0.2質量部以上であることが好ましい。

[0023] 無灰炭を0.2質量部以上含有させることによって、得られるコークスの強度について実質的に有意な向上が認められる。特に、無灰炭の含有量が0.5質量部の場合には、得られるコークスの強度が最高値を有する。一方、無灰炭の含有量が0.5質量部を超えて1質量部以下の場合、無灰炭が無添加の場合に比べてコークス強度は優れているが、無灰炭の含有量を増加させるにつれて、得られるコークス強度は無灰炭を無添加にした場合の強度に近づく。そして、1質量部を超えると、無灰炭を無添加の場合に比べて、コークス強度が却って低下する。

[0024] 前記原料炭としては、例えば、単一の種類や銘柄の石炭、或は、複数の種類や銘柄の石炭を配合したものを使用することができるが、複数の種類や銘柄の石炭を配合した配合炭を使用することが好ましい。また、石炭の種類や銘柄によっては、粒度が異なるので、貯炭場の石炭を粉砕機へと搬送し、粒径が所定のものになるように粉砕することが好ましい。

[0025] 前記配合炭としては、例えば、炭素含有率(d. a. f.)が85%以上91%以下の石炭と、炭素含有率(d. a. f.)が60%以上85%未満の石炭とを含有する配合炭が好適である。前記炭素含有率(d. a. f.)が60%以上85%未満の石炭として、より好ましいものとしては、炭素含有率(d. a. f.)が78%以上83%未満の弱粘結炭、非粘結炭、又は、これらの混合物を挙げることができる。炭素含有率(d. a. f.)が85%以上91%以下の石炭と、炭素含有率(d. a. f.)が60%以上85%未満の石炭との組合せとしては、例えば、強粘結炭と弱粘結炭とからなる態様、強粘結炭と非粘結炭とからなる態様、強粘結炭と弱粘結炭と非粘結炭とからなる態様などを挙げることができる。

[0026] 配合炭中の前記炭素含有率(d. a. f.)が85%以上91%以下の石炭(強粘結炭)は、得られるコークス強度を高めるために配合されるものであり、その配合量は、配合

炭全体を100質量部としたときに、10質量部以上が好ましく、40質量部以上がより好ましい。強粘結炭の配合量が10質量部未満であると、粘結性成分が不足しすぎるために、配合炭100質量部に対して無灰炭を1質量部以下添加したとしても、所望のコークス強度が得られない場合がある。一方、強粘結炭の配合量の上限は、特に限定されるものではないが、100質量部が好ましく、90質量部がより好ましく、60質量部がさらに好ましい。強粘結炭の配合量が多くなり過ぎると、コークス製造時の原料コストが上昇するからである。一方、炭素含有率(d. a. f.)が60%以上85%未満の石炭(非粘結炭等)は、強粘結炭との合計配合量が100質量部になるように配合されることが好ましい。

[0027] 本発明において、強粘結炭と、非粘結炭等とを配合して得られる配合炭は、以下の特性を有することが好ましい。前記配合炭の揮発分は、好ましくは15%以上、より好ましくは26%以上であり、好ましくは35%以下、より好ましくは29%以下である。前記配合炭の平均反射率は、好ましくは0.65以上、より好ましくは1.00以上であり、好ましくは1.60以下、より好ましくは1.10以下である。前記配合炭のトータルイナータは、好ましくは15%以上、より好ましくは20%以上であり、好ましくは35%以下、より好ましくは23%以下である。前記配合炭のギーセラー最高流動度(logMFD)は、好ましくは0.7(logddpm)以上、より好ましくは2.0(logddpm)以上であり、好ましくは3.5(logddpm)以下、より好ましくは2.3(logddpm)以下である。前記配合炭の粒度構成は、3mm以下のものが、好ましくは50%以上、より好ましくは75%以上であり、好ましくは90%以下、より好ましくは85%以下である。前記各特性の広い数値範囲は、高炉用コークスの原料として使用し得る好適な範囲であり、前記各特性をより狭い数値範囲内とすることによって、実質的に強度に問題のない程度のコークスが得られる。

[0028] (3)コークス製造工程について

本発明のコークスの製造方法は、装入炭として、前記原料炭100質量部に対して、前記無灰炭を1質量部以下添加したものを、コークス炉炭化室に装入して、乾留する。

[0029] 一般に、コークスの製造においては、装入炭として、原料炭を調湿し、水分量を調

節したものを使用する。装入炭の水分量が多すぎると、乾留時に過剰の熱量が必要となり不経済になるばかりでなく、品質のばらつきの原因にもなるからである。本発明によれば、原料炭に無灰炭を添加することによって、得られるコークスの強度が向上するので、得られるコークス強度に影響を及ぼす調湿工程を以下のように変形することができる。

[0030] 前記装入炭として、調湿されたものを使用する。すなわち、前記装入炭として、調湿されたものを使用すれば、無灰炭が無添加の原料炭を同程度に調湿したものを使用して得られるコークスの強度と比べて、強度が向上したコークスが得られる。

[0031] 例えば、水分量を7%～9%に調湿した原料炭であっても、前記無灰炭を添加することによって得られるコークスの強度が向上して、水分量が約5%～7%の原料炭(無配炭無添加)を乾留して得られるコークスとほぼ同じ強度のコークスが得られる。上述したように、水分量が約5%～7%の原料炭を使用すると、石炭の微粉の飛散の問題が生じることになるが、本発明によれば、水分量が7%～9%程度の原料炭を使用することによって、水分量が約5%～7%の原料炭を乾留して得られるコークスと実質的に同程度の強度のコークスが得られる。

[0032] 水分量が比較的高い7%～9%の原料炭であっても、前記無灰炭を添加することによって、水分量が約5%～7%の原料炭を乾留して得られるコークスとほぼ同じ強度のコークスが得られるので、原料炭の水分量(7～9%)をわざわざ調湿する必要がない。また、調湿の程度を軽減してもよい。調湿工程は、熱エネルギーにより水分を除去するので、調湿工程を実質的に省略することは、経済的に極めて有利な製造方法になる。

[0033] 本発明では、原料炭100質量部に対して無灰炭を1質量部以下添加した装入炭をコークス炉炭化室に装入し、乾留する。前記石炭を炭化室に装入する際の充填密度は、特に限定されないが、例えば、 $600\text{kg}/\text{m}^3$ 以上が好ましく、 $650\text{kg}/\text{m}^3$ 以上がより好ましく、 $1000\text{kg}/\text{m}^3$ 以下が好ましく、 $850\text{kg}/\text{m}^3$ 以下がより好ましい。充填密度が $600\text{kg}/\text{m}^3$ 未満の場合には、石炭自体の重みで粉体層の空隙が満たされ、この値未満にすることは実質的に困難であり、充填密度が $1000\text{kg}/\text{m}^3$ 超の場合には、粉体層の空隙をこの値以上に満たし圧密することが実質的に困難だからである。

[0034] なお、装入炭の充填密度は、機械的に押し固める操作を行わない場合には、上述した水分量と関連するものであり、一般に、水分量が低い装入炭を使用するほど、炭化室への充填密度を高めることができ、例えば、水分量が約7%の石炭を使用した場合のコークス炉炭化室への充填密度は、通常、約720kg/m³程度である。

[0035] 前記装入炭を乾留する条件は、特に限定されるものではなく、コークス炉を使用するコークス製造における通常の乾留条件を採用でき、例えば、950℃以上、より好ましくは1000℃以上であって、1200℃以下、より好ましくは1050℃以下の温度で、8時間以上、より好ましくは10時間以上、より好ましくは24時間以下、より好ましくは20時間以下乾留することが好ましい。

[0036] (4) 銑鉄の製造方法

本発明には、本発明のコークスの製造方法により得られるコークスを用いることを特徴とする銑鉄の製造方法が含まれる。本発明の製造方法により得られるコークスは、強度に優れるので、高炉における銑鉄の製造に好適に使用できる。すなわち、本発明の製造方法により得られるコークスを使用すれば、高炉における銑鉄製造時のガス通気性が向上する。また、調湿工程を省略、或は、調湿の程度を低減した態様では、割安のコークスが得られる。尚、高炉における銑鉄の製造方法は、公知の方法を採用すればよく、例えば、高炉に鉄鉱石とコークスとをそれぞれ層状に交互に積層させて、高炉の下部より熱風、必要に応じて微粉炭を吹き込む方法を挙げることができる。

実施例

[0037] 以下、本発明を実施例によって詳細に説明するが、本発明は、下記実施例によって限定されるものではなく、本発明の趣旨を逸脱しない範囲の変更、実施の態様は、いずれも本発明の範囲内に含まれる。

[0038] 表1及び表2に示すように、配合炭に無灰炭を添加して装入炭を調製した。無灰炭としては、オーストラリア産粘結炭(炭素含有率(d. a. f.)84%)から1-メチルナフタレンを用いて抽出した可溶成分(灰分600ppm)を用いた。尚、無灰炭は、図1の装置を用いて、以下の方法により調製した。オーストラリア産粘結炭(炭素含有率(d. a. f.)84%)と1-メチルナフタレンをタンク1内で混合して(オーストラリア産粘結炭:1

ーメチルタフタレン＝20質量％:80質量％)スラリーを調製した。得られたスラリーを予熱器3で370℃に加温して、抽出槽4内でオーストラリア産粘結炭から可溶成分を抽出した。抽出処理後のスラリーを流量15kg/hで重力沈降槽5に供給し、重力沈降を行って、上澄み液と固相成分濃縮液とに分離し、上澄み液を3kg/hの流量でフィルターユニット8に供給し、固相成分濃縮液を、12kg/hの流量で重力沈降槽5の底部から固相成分濃縮液受け器6に排出した。上澄み液をフィルターユニット8で濾過した後、上澄み液受け器9に回収し、スプレードライ法により回収液から有機溶媒を蒸発除去して、無灰炭(灰分600ppm)を得た。

- [0039] 前記装入炭を、幅378mm×長さ121mm×高さ114mmの大きさの缶容器に、所望の充填密度となるように充填した。この缶容器4個をさらに鋼製のレトルト(大きさ:幅380mm×長さ430mm×高さ350mm)に並べて入れて、この缶容器を幅方向に加熱できる両面加熱式電気炉に前記レトルトを入れて、装入炭を乾留した。乾留は、1000℃で10時間の条件で行い、その後、レトルトを電気炉から取り出して約16時間かけて自然放冷した。
- [0040] 冷却したレトルトから4個の缶容器を取り出し、幅方向の半分に相当する189mm部分のコークスを切り出した。両面加熱を行った場合、幅方向の真中に当たる場所は、炭芯と呼ばれ、加熱面から炭芯までの焼成されたコークスは加熱面に近い所からヘッド、ボディー、テールと呼ばれており、ヘッド、ボディー、テールの加熱時の昇温速度の差で強度に差が生じることが知られている。そのため、幅方向の半分に相当する189mm部分のコークスのヘッド、ボディー、テールの部分に相当する約60mmに分割したそれぞれの部位から、ほぼ直方体(一辺:約20mm±1mm)に切り出し、整粒されたコークスを得た。この整粒されたコークスを、蒸留水で洗浄して、整粒時(切り出し時に)に付着したコークスの微粉を取り除き、150℃±2℃の乾燥機で乾燥した。
- [0041] 得られた強度測定用サンプルを用いて、I型強度を測定した。I型強度試験に用いる装置として、SUS材で作られた円筒状の容器(長さ720mm、円の底面直径132mm)を用い、この容器に前記サンプル200gを入れて、1分間に20回の回転速度で30分間回転させて、合計600回の回転運動による衝撃を加えた。この円筒の回転は、円筒の長さ720mmの真中に当たる360mmのところに回転軸を設け、この回転軸を

中心に円筒を回転させて、円筒の底面が直径720mmの円を描くように行った。規定の600回転の回転による衝撃を加えた後、この円筒状の容器からサンプルを取り出し、9.5mmの篩目の篩で分けて篩上の質量を測った。この際、篩に引っかかったものも篩上として質量を測定した。I型強度指数は、以下のようにして算出し、算出した結果を表1及び表2に示した。

[0042] I型強度指数 $I_{9.5}^{600} = 100 \times 9.5\text{mm篩上質量(単位:g)} / 200\text{g}$

[0043] 尚、一般にコークスの回転強度は、コークス塊が大きな塊として割れていく体積破壊を評価するものと、表面の摩耗による表面破壊を評価するものとに区別されるが、本発明で用いたI型強度指数 $I_{9.5}^{600}$ は、表面破壊を評価するのに用いる指標として解釈される。

[0044] [表1]

コークスNo.			1	2	3	4	5	6	7
装 入 炭	原料炭	ロシア産強粘結炭(90.4%)	15	←	←	←	←	←	←
		カナダ産強粘結炭(89.3%)	25	←	←	←	←	←	←
		オーストラリア産粘結炭(84.5%)	35	←	←	←	←	←	←
		オーストラリア産弱粘結炭(82.6%)	25	←	←	←	←	←	←
	添加成分	無灰炭	0	0.2	0.5	0.7	1	3	5
	装入炭充填密度(kg/m ³)		780	←	←	←	←	←	←
	装入炭水分(質量%)		7	←	←	←	←	←	←
コークス強度	I ⁶⁰⁰ _{9.5}	85.1	85.2	85.6	85.4	85.1	84.5	83.6	

配合:質量部、配合炭:カッコ内は炭素含有率(d.a.f)

[0045] 表1の結果より、コークスNo. 1からNo. 7を比較すると、配合炭100質量部に対して無灰炭を1質量部以下添加することによって、得られるコークス強度が向上することが分かる。特に、配合炭100質量部に対して、無灰炭を0.5質量部添加したときに得られるコークス強度が最も大きくなった。また、コークスNo. 6及びNo. 7の結果から、無灰炭の添加量が配合炭100質量部に対して1質量部を超えるとコークス強度が却って低下することが分かる。

[0046] [表2]

コークスNo.			8	9	10	11	12
装 入 炭	原料炭	ロシア産強粘結炭(90.4%)	15	←	←	←	←
		カナダ産強粘結炭(89.3%)	25	←	←	←	←
		オーストラリア産粘結炭(84.5%)	35	←	←	←	←
		オーストラリア産弱粘結炭(82.6%)	25	←	←	←	←
	装入炭充填密度(kg／m ³)		720	740	745	760	780
無灰炭0.5質量部添加した場合			84.0	84.5	84.7	85.1	85.6
無灰炭無添加の場合			83.2	83.8	84.0	84.5	85.1

配合:質量部、配合炭:カッコ内は炭素含有率(d.a.f)

[0047] 表2の結果より、無灰炭を0.5質量部添加した装入炭であって、装入炭充填密度を720、740kg/m³に調整したものを使用して得られるコークスの強度(コークスNo. 8、9)はそれぞれ、無灰炭を無添加の場合の装入炭であって、装入炭充填密度を745、760kg/m³に調整したものを使用して得られるコークス強度(コークスNo. 10、11)に等しいことが分かる。また、無灰炭を無添加の場合と無灰炭を0.5質量部添加した場合とを比べると、無灰炭を0.5質量部添加した装入炭を使用して得られるコークス強度が高いことが分かる。

[0048] これらの結果より、装入炭として、調湿されたものを使用すれば、無灰炭が無添加の原料炭を同程度に調湿したものを使用して得られるコークスの強度と比べて、強度が向上したコークスが得られていることが確認できる。また、無灰炭が無添加の原料炭を通常通りに調湿したものを使用して得られるコークスの強度と略同程度の強度を有するコークスを製造するのであれば、前記装入炭として、実質的に調湿することなく、或は、調湿の程度を軽減したもの使用すれば良いことが分かる。

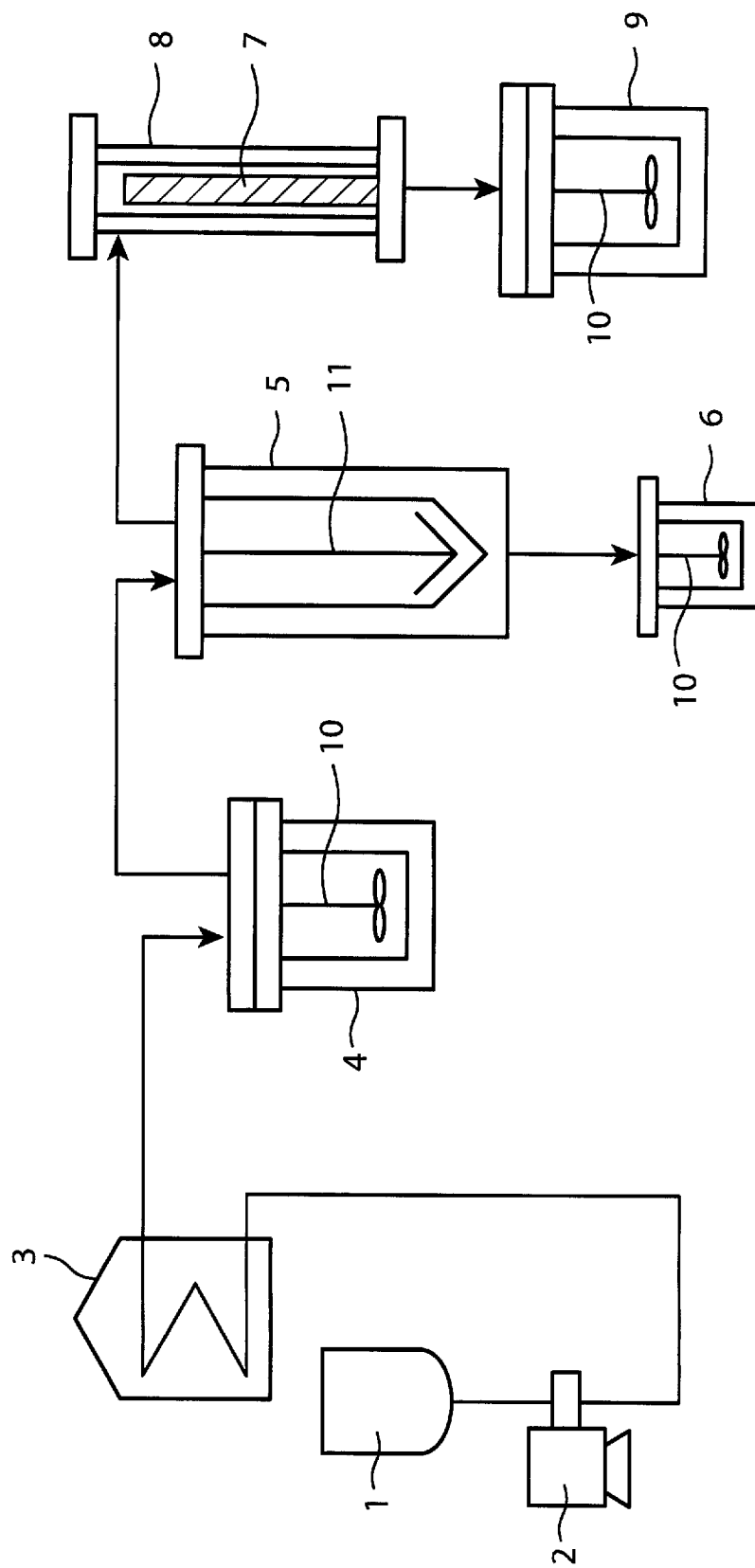
産業上の利用可能性

[0049] 本発明は、コークスの製造、及び、銑鉄の製造に好適に適用できる。

請求の範囲

- [1] 石炭をコークス炉炭化室に装入して、乾留するコークス製造方法において、装入炭として、原料炭100質量部に対して、灰分を実質的に含有しない石炭を1質量部以下添加したものを使用することを特徴とするコークスの製造方法。
- [2] 前記装入炭として、実質的に調湿されることなく、若しくは、調湿の程度が軽減されたものを使用する請求項1に記載のコークスの製造方法。
- [3] 前記灰分を実質的に含有しない石炭として、炭素含有率(d. a. f.)が60%以上95%未満の石炭から有機溶媒を用いて抽出して得られる可溶成分を用いる請求項1または2に記載のコークスの製造方法。
- [4] 前記有機溶媒は、2環芳香族化合物を主成分とする有機溶媒である請求項3に記載のコークスの製造方法。
- [5] 請求項1～4のいずれかに記載のコークスの製造方法により得られるコークスを用いることを特徴とする銑鉄の製造方法。

[図1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2007/054822

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C10B57/04(2006.01) i, C21B5/00(2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C10B57/04, C21B5/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2007

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2007 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2007

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 5-287279 A (Nippon Steel Corp.), 02 November, 1993 (02.11.93), Par. Nos. [0003] to [0011] (Family: none)	1-4
X	JP 54-48802 A (Kawasaki Steel Corp.), 17 April, 1979 (17.04.79), Page 3, lower left column, line 9 to page 4, lower left column, line 1 (Family: none)	1, 3-5
Y	JP 55-75485 A (Mitsui Cokes Kogyo Kabushiki Kaisha), 06 June, 1980 (06.06.80), Page 2, lower right column, line 2 to page 3, upper left column, line 9 (Family: none)	1-5

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
15 May, 2007 (15.05.07)

Date of mailing of the international search report
29 May, 2007 (29.05.07)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2007/054822

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2003-55667 A (Sumitomo Metal Industries, Ltd.), 26 February, 2003 (26.02.03), Par. Nos. [0031] to [0035] (Family: none)	1-5
Y	JP 6-116565 A (Nippon Steel Corp.), 26 April, 1994 (26.04.94), Par. Nos. [0004] to [0008] (Family: none)	1-5
P, X	WO 2007/010674 A1 (The Kansai Coke and Chemicals Co., Ltd.), 25 January, 2007 (25.01.07), Claims & JP 2007-23190 A	1-5

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C）） Int.Cl. C10B57/04(2006.01)i, C21B5/00(2006.01)i			
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C）） Int.Cl. C10B57/04, C21B5/00			
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2007年 日本国実用新案登録公報 1996-2007年 日本国登録実用新案公報 1994-2007年			
国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）			
C. 関連すると認められる文献			
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号	
X	J P 5-287279 A（新日本製鐵株式会社） 1993. 11. 02, 段落【0003】-【0011】 （ファミリーなし）	1-4	
X	J P 54-48802 A（川崎製鐵株式会社） 1979. 04. 17, 第3頁左下欄第9行-第4頁左下欄第1行 （ファミリーなし）	1, 3-5	
☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。 ☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。			
* 引用文献のカテゴリー 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す） 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」同一パテントファミリー文献			
国際調査を完了した日 15. 05. 2007		国際調査報告の発送日 29. 05. 2007	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（I S A / J P） 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官（権限のある職員） 木村 敏康 電話番号 03-3581-1101 内線 3483	4 V 8910

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	J P 5 5 - 7 5 4 8 5 A (三井コークス工業株式会社) 1 9 8 0 . 0 6 . 0 6 , 第 2 頁右下欄第 2 行 - 第 3 頁左上欄第 9 行 (ファミリーなし)	1 - 5
Y	J P 2 0 0 3 - 5 5 6 6 7 A (住友金属工業株式会社) 2 0 0 3 . 0 2 . 2 6 , 段落【0 0 3 1】 - 【0 0 3 5】 (ファミリーなし)	1 - 5
Y	J P 6 - 1 1 6 5 6 5 A (新日本製鐵株式会社) 1 9 9 4 . 0 4 . 2 6 , 段落【0 0 0 4】 - 【0 0 0 8】 (ファミリーなし)	1 - 5
P, X	WO 2 0 0 7 / 0 1 0 6 7 4 A 1 (関西熱化学株式会社) 2 0 0 7 . 0 1 . 2 5 , 請求の範囲 & J P 2 0 0 7 - 2 3 1 9 0 A	1 - 5