

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2016年4月14日(14.04.2016)



(10) 国際公開番号

WO 2016/056331 A1

(51) 国際特許分類:
C10B 57/04 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2015/074939

(22) 国際出願日: 2015年9月2日(02.09.2015)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2014-206767 2014年10月7日(07.10.2014) JP

(71) 出願人: 株式会社神戸製鋼所(KABUSHIKI KAISHA KOBE SEIKO SHO (KOBELCO STEEL, LTD.))
[JP/JP]; 〒6518585 兵庫県神戸市中央区脇浜海岸通二丁目2番4号 Hyogo (JP).

(72) 発明者: 濱口 眞基(HAMAGUCHI, Maki), 和田祥平(WADA, Shohei), 西端 裕子(NISHIBATA, Yuko); 6600095 兵庫県尼崎市大浜町2丁目30番地 関西熱化学株式会社 研究開発センター内 Hyogo (JP). 石田 一秀(ISHIDA, Kazuhide); 6600095 兵庫県尼崎市大浜町2丁目30番地 関西熱化学株式会社 研究開発センター内 Hyogo (JP). 矢野 貴洋(SHISHIDO, Takahiro); 6600095 兵庫県尼崎市大浜町2丁目30番地 関西熱化学株式会社 研究開発センター内 Hyogo (JP).

(74) 代理人: 鮫島 睦, 外(SAMEJIMA, Mutsumi et al.); 〒5300017 大阪府大阪市北区角田町8番1号梅

田阪急ビルオフィスタワー青山特許事務所
Osaka (JP).

(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, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, 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, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第21条(3))

(54) Title: METHOD FOR DECIDING BLENDING AMOUNT OF ASH-FREE COAL, AND PROCESS FOR PRODUCING COKE FOR BLAST FURNACE

(54) 発明の名称: 無灰炭配合量決定方法及び高炉用コークスの製造方法

(57) Abstract: The purpose of the present invention is to provide: an efficient method for deciding the blending amount of ash-free coal when producing a coke for blast furnaces; and a process for producing a coke for blast furnaces using said decision method. This method is for deciding the blending amount of ash-free coal obtained by solvent extraction of coal, when producing a coke for blast furnaces which comprises feed coal and the ash-free coal. The method comprises: calculating a reference value W [mass%] from the porosity index P_v [vol%] of the feed coal, the expansibility index D [vol%] of the ash-free coal, and the true specific gravity ρ of the ash-free coal using the following equation (1); and deciding the blending amount of the ash-free coal with respect to the blend coal on the basis of the reference value W. The blending amount of the ash-free coal with respect to the blend coal is preferably 0.29W-1.00W [mass%]. $W = (P_v / D) \times \rho \times 100$ (1)

(57) 要約: 高炉用コークスの製造の際の効率的な無灰炭配合量決定方法とこの決定方法を用いた高炉用コークスの製造方法との提供を目的とする。本発明は、石炭の溶剤抽出処理により得られる無灰炭と原料石炭とを含む高炉用コークスの製造の際の無灰炭配合量決定方法であって、上記原料石炭の空隙率指数 P_v [体積%]、上記無灰炭の膨張性指数 D [体積%] 及び上記無灰炭の真比重 ρ を用いて下記式 (1) で算出される基準値 W [質量%] により、上記配合炭に対する上記無灰炭の配合量を決定する。上記配合炭に対する上記無灰炭の配合量としては、0.29W [質量%] 以上 1.00W [質量%] 以下が好ましい。 $W = (P_v / D) \times \rho \times 100$ (1)

WO 2016/056331 A1

明 細 書

発明の名称：

無灰炭配合量決定方法及び高炉用コークスの製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、無灰炭配合量決定方法及び高炉用コークスの製造方法に関する。

背景技術

[0002] 高炉での製鉄で使用されるコークスには、鉄鉱石（酸化鉄）の還元材としての機能、熱源（燃料）としての機能、及びコークス自体と鉄鉱石との荷重に耐えて炉内の通気性を確保するための充填材としての機能の大きくは3つの機能が期待される。これらの機能を果たすため、上記コークスには一定の強度と反応性（還元性及び燃焼性）とが求められる。

[0003] 一般に、コークスは石炭を1000℃ないしそれ以上の高温で蒸し焼きにする（以下、「乾留する」ということがある。）ことにより製造される。強度の高いコークスを得る場合、粘結性の高い、いわゆる強粘結炭が使用されるが、このような強粘結炭は比較的高価である。そのため、コークスの製造コストの低減を目的として、強粘結炭よりも粘結性の低い弱粘結炭に加え、粘結性に乏しい微粘結炭または粘結性のほとんどない非粘結炭（以下、微粘結炭と非粘結炭とをあわせて「非微粘結炭」ということがある。）もコークス原料として一定量配合される。高強度のコークスが生成するメカニズムはかなりの程度明らかになっており、高強度コークスを効率的に得るための方法が種々提案されている（例えば、国際公開第2010/103828号公報参照）。

[0004] ここで、乾留過程での石炭粒子の変化について説明する。図1Aはこの変化を模式的に表現した図であり、左側が乾留前の石炭粒子（強粘結炭粒子1及び非微粘結炭粒子2）が炉体10の中に存在する状態を示し、右側が乾留後に強粘結炭粒子1が膨張して形成された連続相1aと非微粘結炭粒子2の

変質成分 2 a とが存在する状態を示す。強粘結炭粒子 1 は乾留過程で熔融し、発生するガスを内包して膨張し、隣接する強粘結炭粒子 1 と結合することで気泡 A を含む連続相 1 a を形成する。強粘結炭の割合が一定以上で非微粘結炭の割合が小さい場合には、非微粘結炭粒子 2 は上記連続相形成過程で強粘結炭に取り込まれるため、欠陥は生じにくい。ところが、図 1 A のように非微粘結炭の割合が高い場合、強粘結炭粒子 1 同士の接着が阻害され、内部に粗大欠陥 B を持つ強度の低いコークスが生成する。

[0005] これに対し、コークスの強度を高める方策の一つとして、石炭の溶剤抽出処理により得られる無灰炭を粘結性補填材として利用する方法が知られている（例えば、特開 2014-43583 号公報参照）。この方法では、図 1 B に示すように無灰炭粒子 4 を原料石炭粒子（強粘結炭粒子 1 及び非微粘結炭粒子 2）に分散配合することで、コークスの強度を改善する。具体的には、コークス炉内で無灰炭粒子 4 が原料石炭粒子よりも低い温度で流動し始め、温度上昇の遅いコークス炉中心部も含めて無灰炭粒子 4 に由来する連続相 4 a が略均一に形成される。これにより、強粘結炭粒子 1 に由来する連続相 1 a 及び非微粘結炭粒子 2 の変質成分 2 a が連結され、粒子間の空隙が充填される。さらに無灰炭は膨張性が強粘結炭よりも高いために、無灰炭粒子 4 が膨張することで石炭粒子が連結し粒子間の空隙が充填され、高強度コークスが生成できる。

[0006] ところが、無灰炭の性状は、原料とする石炭の種類や無灰炭の製造条件に依存するため、無灰炭の好適な配合量は小規模の乾留試験を行い、試行錯誤を繰り返すことによって決定されている。このため、無灰炭の好適な配合量決定には時間を要しており、その効率化が望まれている。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：国際公開第 2010/103828 号公報

特許文献2：特開 2014-43583 号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] 本発明は、上述のような事情に基づいてなされたものであり、高炉用コークスの製造の際の効率的な無灰炭配合量決定方法とこの決定方法を用いた高炉用コークスの製造方法との提供を目的とする。

[0009] 本発明者らは、鋭意検討した結果、原料石炭の空隙量、無灰炭の膨張性及び無灰炭の真比重によって、高炉用コークスの製造の際の好適な無灰炭配合量を決定できることを見出し、本発明を完成させた。

[0010] すなわち、上記課題を解決するためになされた発明は、石炭の溶剤抽出処理により得られる無灰炭と原料石炭とを含む高炉用コークスの製造の際の無灰炭配合量決定方法であって、上記原料石炭の空隙率指数 P_v [体積%]、上記無灰炭の膨張性指数 D [体積%] 及び上記無灰炭の真比重 ρ を用いて下記式(1)で算出される基準値 W [質量%] により、上記配合炭に対する上記無灰炭の配合量を決定することを特徴とする。

$$W = (P_v / D) \times \rho \times 100 \cdots (1)$$

[0011] 当該無灰炭配合量決定方法は、原料石炭の空隙量、無灰炭の膨張性及び無灰炭の真比重を予め計測することで、高炉用コークスの製造の際の無灰炭の好適な配合量を算出することができる。このため、当該無灰炭配合量決定方法は、乾留試験による試行錯誤を繰り返すことなく効率的に配合炭に対する無灰炭の配合量を決定することができる。その結果、当該無灰炭配合量決定方法を用いることで、高強度コークスを容易かつ確実に生成することができる。

[0012] 上記配合炭に対する上記無灰炭の配合量としては、 $0.29W$ [質量%] 以上 $1.00W$ [質量%] 以下が好ましい。このように上記配合炭に対する上記無灰炭の配合量を上記範囲内とすることで、石炭粒子間の空隙を無駄なくかつ確実に無灰炭で充填できる。

[0013] 本発明は、石炭の溶剤抽出処理により得られる無灰炭を原料石炭に配合する工程、及び上記配合炭を乾留する工程を備える高炉用コークスの製造方法であって、上記配合工程において、当該無灰炭配合量決定方法を用いて、上

記配合炭に対する上記無灰炭の配合量を決定することを特徴とする高炉用コークスの製造方法を含む。当該高炉用コークスの製造方法は、当該無灰炭配合量決定方法を用いて無灰炭の配合量を効率よく決定するので、製造コストを低減しつつ、高強度コークスを容易かつ確実に生成できる。

[0014] なお、「無灰炭の真比重 ρ 」は、JIS-Z8807:2012に準拠して測定される値である。また、「空隙率指数 P_v [体積%]」とは、コークス炉内の原料石炭の充填嵩密度（乾燥炭換算質量基準）を d [kg/m³]、原料石炭の真比重を ρ_c とするとき、下記式（2）により計算される値である。なお、無灰炭の真比重 ρ はその原料石炭（すなわち、無灰炭を得るための石炭）種や製造条件によって若干異なり、原料石炭の真比重 ρ_c はその採炭地によって若干異なるが、実施上の簡便さを考慮して近似的に無灰炭の真比重 ρ 及び原料石炭の真比重 ρ_c は1.3とできる（燃料分析試験法、南江堂、p.130参照）。

$$P_v = \{1 - (d / 1000) / \rho_c\} \times 100 \cdots (2)$$

[0015] 「無灰炭の膨張性指数 D [体積%]」は、以下の方法で測定される値である。まず、内径15mmの石英試験管に、粒径2mm以下に粉砕した無煙炭1.8gと粒径200 μ m以下に粉砕した無灰炭0.2gとを詰め、3℃/minで500℃まで加熱処理し、加熱前の試料の高さに対する加熱後の試料の高さの比から膨張率 $V_{10\%}$ [体積%]を求める。つぎに、同じく内径15mmの石英試験管に、粒径2mm以下に粉砕した無煙炭1.6gと、粒径200 μ m以下に粉砕した無灰炭0.4gとを詰め、3℃/minで500℃まで加熱処理し、加熱前の試料の高さに対する加熱後の試料の高さの比から膨張率 $V_{20\%}$ [体積%]を求める。無灰炭の膨張性指数 D [体積%]は下記式（3）で求められる。

$$D = (V_{20\%} - V_{10\%}) / (20 - 10) \times 100 \text{ [体積\%]} \cdots (3)$$

[0016] ここで無灰炭の膨張性指数 D をJIS-M8801:2004の膨張性試験法に準拠して測定しない理由は、無灰炭は溶融状態での流動性が通常の石

炭に比べて著しく高いため、JIS法による膨張率測定が適用できないためである。また、上記測定方法で無煙炭を使用する理由は以下による。無煙炭は、石炭のうちでも石炭化度がもっとも高い部類のものであり、製鉄コークス製造用原料石炭の一部としてしばしば使用されるが、粘結性や流動性を全く持たない。上記測定方法で無煙炭を使用するのはまさにそれが理由であり、すなわち、無煙炭は乾留過程で溶融したり、膨張したりすることがないため、無煙炭が石炭粒子と混合されて乾留される過程での膨張率をより高い精度で推定できると期待されるからである。

発明の効果

[0017] 以上説明したように、本発明の無煙炭配合量決定方法は高炉用コークスの製造の際の無煙炭の配合量を効率よく決定できるので、この無煙炭配合量決定方法を用いた高炉用コークスの製法は、製造コストを低減しつつ高強度コークスを容易かつ確実に製造できる。

図面の簡単な説明

[0018] [図1A]従来のコークスの製造方法における石炭の乾留前後の状態を説明する模式図で、無煙炭を用いない場合である。

[図1B]従来のコークスの製造方法における石炭の乾留前後の状態を説明する模式図で、無煙炭を用いる場合である。

発明を実施するための形態

[0019] 以下、本発明に係る無煙炭配合量決定方法を用いた高炉用コークスの製造方法の実施形態について説明する。

[0020] 当該高炉用コークスの製造方法は、石炭の溶剤抽出処理により得られる無煙炭を原料石炭に配合する工程（配合工程）、及び上記配合炭を乾留する工程（乾留工程）を備える。

[0021] <配合工程>

配合工程において、無煙炭をコークスの原料である原料石炭に配合し、配合炭を得る。

[0022] （原料石炭）

当該高炉用コークスの製造方法でコークスの原料として用いる原料石炭は特に限定されず、強粘結炭、準強粘結炭、弱粘結炭、微粘結炭、非粘結炭等を乾留により石炭全体の融着が可能となる適度な割合で組み合わせて用いることができる。特に、原料石炭は強粘結炭及び非微粘結炭を含むことが好ましい。

[0023] 原料石炭における強粘結炭の割合の下限としては、20質量%が好ましく、30質量%がより好ましい。また、原料石炭における強粘結炭の割合の上限としては、より安価に高品質のコークスを製造する観点から、50質量%が好ましく、40質量%がより好ましい。強粘結炭の割合が上記下限未満の場合、得られるコークスの強度が不十分となるおそれがある。一方、強粘結炭の割合が上記上限を超える場合、コークスの製造コストが増大するおそれがある。

[0024] 原料石炭は、微細に粉碎された粒子状とすることが好ましい。原料石炭を粒子状とする場合、原料石炭の平均粒子径D₂₀としては3mm以下が好ましい。平均粒子径D₂₀が上記上限を超える場合、無灰炭との混合性や、得られるコークスの強度が不十分となるおそれがある。なお、「平均粒子径D₂₀」とは、全粒子をJIS-Z8801-1:2006に規定される金属製網篩で目の大きな篩から順に篩分けした際に、篩の上に残った粒子の累積体積が全粒子の体積の20%になったときの篩の目の大きさを意味する。

[0025] なお、原料石炭は、風乾等により乾燥炭としてもよいが、水分を含んだ状態のものを用いてもよい。

[0026] (無灰炭)

無灰炭(ハイパーコール、HPC)は、石炭を改質した改質炭の一種であり、溶剤を用いて石炭から灰分と非溶解性成分とを可能な限り除去した改質炭である。しかしながら、無灰炭の流動性や膨張性を著しく損ねない範囲で、無灰炭は灰分を含んでもよい。一般に石炭は7質量%以上20質量%以下の灰分を含むが、当該高炉用コークスの製造方法に用いる無灰炭においては2%程度、場合によっては5%程度の灰分を含んでもよい。なお、「灰分」

とは、J I S - M 8 8 1 2 : 2 0 0 4 に準拠して測定される値を意味する。

[0027] このような無灰炭は、石炭をこの石炭と親和性の高い溶剤に混合し、灰分等の溶剤に不溶な成分を分離した抽出液を得て、この抽出液から溶剤を除去する溶剤抽出処理により得ることができる。溶剤抽出処理の具体的な方法としては、例えば特許第4 0 4 5 2 2 9 号公報に開示された方法を用いることができる。このような溶剤抽出処理で得られる無灰炭は、実質的に灰分を含まず、溶剤に可溶で軟化溶解性を示す有機物を多く含有し、構造的には縮合芳香環が2 又は3 環の比較的低分子量の成分から縮合芳香環が5 又は6 環程度の高分子量の成分まで広い分子量分布を有する。そのため、無灰炭は、加熱下で高い流動性を示し、その原料とした石炭の品質に関わらず一般的に1 5 0 °C 以上3 0 0 °C 以下で熔融する。加えて、無灰炭は、3 0 0 °C 以上5 0 0 °C 以下程度の乾留初期過程で多量の揮発分を生成しながら膨張する。また、無灰炭は、石炭と溶剤との混合物（スラリー）の脱水を経て得られるため、水分が0. 2 質量% 以上3 質量% 以下程度であり、発熱量を十分に有する。

[0028] 当該高炉用コークスの製造方法に用いる無灰炭の原料となる石炭については、特に品質を問わない。また、無灰炭は分散性を高めコークスの強度を大きくする観点から粒径の小さい粒子状であることが好ましい。無灰炭粒子の最大径の上限としては、1 m m が好ましい。無灰炭粒子の最大径が上記上限を超える場合、上述した石炭粒子の連結効果が十分得られず、コークスの強度が不十分となるおそれがある。なお、無灰炭粒子の最大径とは、例えば電子顕微鏡等で撮影した無灰炭粒子の外形の最大長さ（2 点間の最大距離）を意味する。

[0029] （無灰炭の配合量）

配合炭（原料石炭と無灰炭との合計）に対する無灰炭の配合量は、上記原料石炭の空隙率指数 P_v [体積%]、上記無灰炭の膨張性指数 D [体積%] 及び上記無灰炭の真比重 ρ を用いて下記式（1）で算出される基準値 W [質量%] により決定する。

$$W = (P_v / D) \times \rho \times 100 \cdots (1)$$

[0030] ここで、原料石炭の空隙率指数 P_v 、無灰炭の膨張性指数 D 及び無灰炭の真比重 ρ は、いずれも原料石炭及び無灰炭の種類や乾留条件によって決まる量であると考えられるので、予め算出しておくことが可能である。従って、当該無灰炭配合量決定方法に用いる基準値 W は乾留試験による試行錯誤を繰り返すことなく算出することができる。

[0031] 上記配合炭に対する上記無灰炭の配合量の下限としては、 $0.29W$ [質量%] が好ましく、 $0.31W$ [質量%] がより好ましく、 $0.45W$ [質量%] がさらに好ましい。また、上記配合炭に対する上記無灰炭の配合量の上限としては、 $1.00W$ [質量%] が好ましく、 $0.80W$ [質量%] がより好ましい。後述する乾留工程で無灰炭はガスを内包して膨張し、温度の上昇及び乾留の進行と共に潰れて、石炭粒子間に接着層を形成する。上記配合炭に対する上記無灰炭の配合量が上記下限未満の場合、石炭粒子間の空隙の無灰炭による充填が不足し、十分な接着力が得られないおそれがある。一方、上記配合炭に対する上記無灰炭の配合量が上記上限を超える場合、接着層が厚くなるのみで空隙の充填に寄与しない無灰炭が増加し、コークスの製造コストが増大するおそれがある。また、過剰に膨張した無灰炭が欠陥となるため、コークスの強度が低下するおそれがある。さらに、基準値 W の算出に用いる原料石炭の空隙率指数 P_v 、無灰炭の膨張性指数 D 及び無灰炭の真比重 ρ には測定誤差が含まれ得ることを加味すると、無灰炭の配合量を上記範囲内とすることで、石炭間の空隙を無灰炭で過不足なく充填することができ、コークスの強度を高めることができる。

[0032] ここで基準値 W [質量%] を用いて配合炭に対する無灰炭の配合量を決定できることを説明する。まず、基準値 W において原料石炭の空隙率指数 P_v [体積%] を無灰炭の膨張性指数 D [体積%] で除した値 $P_v / D \times 100$ [体積%] は、原料石炭の空隙を埋めるために必要な無灰炭の体積量を表すと考えられる。無灰炭粒子は加熱した際の流動性が高く原料石炭の空隙を略均一に埋めることができることから、原料石炭の空隙を埋めるために必要な

体積量の無灰炭を原料石炭に配合することで、石炭粒子間の空隙を無灰炭で効率的に充填することができると考えられる。従って、この $P_v / D \times 100$ に無灰炭の真比重 ρ を乗じたものを、無灰炭の配合量〔質量%〕を決定する基準値とすることができる。

[0033] (配合炭)

原料石炭に無灰炭を配合した配合炭の最高流動度の対数 ($\log MF$) の下限としては、1.8が好ましく、2がより好ましく、2.1がさらに好ましい。一方、配合炭の $\log MF$ の上限としては、3が好ましく、2.5がより好ましく、2.3がさらに好ましい。配合炭の $\log MF$ が上記下限未満の場合、配合炭の流動度が不足し、得られるコークスの強度が不十分となるおそれがある。逆に、配合炭の $\log MF$ が上記上限を超える場合、流動度が過剰となってコークス内に気泡が発生し易くなるおそれがある。なお、最高流動度 MF は熱流動性の大きさを主に示し、配合炭の $\log MF$ は、原料石炭に含まれる全石炭及び無灰炭の $\log MF$ を加重平均した値を意味する。

[0034] 配合炭の平均最大反射率 R_o の下限としては、0.95が好ましく、1がより好ましい。一方、配合炭の平均最大反射率 R_o の上限としては、1.3が好ましく、1.2がより好ましい。配合炭の平均最大反射率 R_o が上記下限未満の場合、配合炭の石炭化度の低さに起因して原料石炭又は無灰炭の膨張及び融着が不十分となり、得られるコークスの強度が不十分となるおそれがある。逆に、配合炭の平均最大反射率 R_o が上記上限を超える場合、膨張率が高くなり過ぎ炉体に影響を与えるおそれがある。なお、平均最大反射率 R_o は石炭化度を主に示し、配合炭の R_o は、原料石炭に含まれる全石炭及び無灰炭の R_o を加重平均した値を意味する。

[0035] 原料石炭への無灰炭の配合方法は、特に限定されず、例えば公知のミキサーに原料石炭及び無灰炭をそれぞれホッパーから投入して、常法で粉砕しながら攪拌する方法を用いることができる。この方法を用いることで、無灰炭が凝集した二次粒子を粉砕すると共に、原料石炭を粒子状に粉砕することが

できる。また、予め粉砕した原料石炭及び無灰炭を混合してもよい。

[0036] また、原料石炭に無灰炭以外の粘結剤を添加してもよいが、当該コークスの製造方法では上述のように無灰炭によって石炭粒子が連結されるため、粘結剤を入れる必要性がない。そのため、コスト低減の観点から配合炭が無灰炭以外の粘結剤を含まないことが好ましい。

[0037] <乾留工程>

乾留工程において、上記配合炭をコークス炉に装入し乾留することでコークスを得る。このコークス炉としては例えば1門あたり30ton程度を装入可能な炉体を有するものを用いることができる。

[0038] 配合炭のコークス炉への装入時の充填嵩密度dの下限としては、720kg/m³が好ましく、730kg/m³がより好ましい。また、上記充填嵩密度dの上限としては、850kg/m³が好ましく、800kg/m³がより好ましい。上記充填嵩密度dが上記下限未満の場合、コークスの強度が不十分となるおそれがある。一方、上記充填嵩密度dが上記上限を超える場合、炉体に加わる圧力が高くなり炉体を損傷するおそれや、配合炭の充填密度を向上させる作業によりコークスの製造コストが上昇するおそれがある。

[0039] 配合炭の乾留温度の下限としては、950℃が好ましく、1000℃がより好ましい。また、乾留温度の上限としては、1200℃が好ましく、1050℃がより好ましい。乾留温度が上記下限未満の場合、石炭の溶融が不十分となりコークスの強度が低下するおそれがある。一方、乾留温度が上記上限を超える場合、炉体の耐熱性や燃料消費の観点から製造コストが上昇するおそれがある。

[0040] 配合炭の乾留時間の下限としては、8時間が好ましく、10時間がより好ましい。また、乾留時間の上限としては、24時間が好ましく、20時間がより好ましい。乾留時間が上記下限未満の場合、石炭の溶融が不十分となりコークスの強度が低下するおそれがある。一方、乾留時間が上記上限を超える場合、燃料消費の観点から製造コストが上昇するおそれがある。

[0041] <利点>

当該無灰炭配合量決定方法は、原料石炭の空隙量、無灰炭の膨張性及び無灰炭の真比重を予め計測することで、高炉用コークスの製造の際の無灰炭の好適な配合量を算出することができる。このため、当該無灰炭配合量決定方法は、乾留試験による試行錯誤を繰り返すことなく効率的に配合炭に対する無灰炭の配合量を決定することができる。その結果、当該無灰炭配合量決定方法を用いることで、高強度コークスを容易かつ確実に生成することができる。

実施例

[0042] 以下、実施例によって本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

[0043] ハイパーコール連続製造設備（Bench Scale Unit）を用い、以下の方法により無灰炭を製造した。まず、オーストラリア産瀝青炭を無灰炭の原料石炭（すなわち、無灰炭を得るための石炭）とし、この原料石炭（すなわち、無灰炭を得るための石炭）5 kg（乾燥炭換算質量）と、溶剤としての4倍量（20 kg）の1-メチルナフタレン（新日鉄住金化学社製）とを混合して、スラリーを調製した。このスラリーを内容積30 Lのバッチ式オートクレーブ中に入れ窒素を導入して1.2 MPaに加圧し、370℃で1時間加熱した。このスラリーを上述の温度及び圧力を維持した重力沈降槽内で上澄液と固形分濃縮液とに分離し、上澄液から蒸留法で溶剤を分離及び回収して、2.7 kgの無灰炭Xを得た。得られた無灰炭Xの灰分及び膨張性指数Dは、表1に示す通りであった。この無灰炭Xをその全て（100質量%）が最大径3 mm以下になるように粉砕した。

[0044] 重力沈降時間を変えた以外は、上述の無灰炭Xを得た方法と同様にして3.2 kgの無灰炭Yを得た。また、上記無灰炭X及び無灰炭Yを得た際の重力沈降時間とは異なる重力沈降時間とした以外は、上述の無灰炭Xを得た方法と同様にして4.5 kgの無灰炭Zを得た。得られた無灰炭Y、Zの灰分及び膨張性指数Dは、表1に示す通りであった。この無灰炭Y、Zをその全て（100質量%）が最大径3 mm以下になるように粉砕した。

[0045] [表1]

	灰分	膨張性 指数D
	(質量%)	(%)
無灰炭X	0.2	550
無灰炭Y	3.6	320
無灰炭Z	6.0	170

[0046] <実施例1～5>

上述のように製造した無灰炭のうち無灰炭Xを用いて、以下の手順で実施例1～5の高炉用コークスを製造した。

[0047] (配合工程)

原料石炭として表2に示す特性の各種原料石炭A～Eをそれぞれ水分7.5質量%に調整し、乾燥炭基準で表2に示す混合比条件1の配合にて混合した。このとき、原料石炭はその全て(100質量%)が最大径3mm以下になるように粉碎したものをを用いた。なお、表2に示す原料石炭及び無灰炭の最高流動度MF [dppm] は、JIS-M8801:2004に準拠しギーセラープラストメータ法にて測定した。また、平均最大反射率R_o [%] は、JIS-M8816:1992に準拠して測定し、膨張率[体積%] は、JIS-M8801:2004に準拠して測定した。

[0048] この原料石炭の充填嵩密度を740kg/m³としたときのこの原料石炭の無灰炭Xに対する基準値Wは、10.2質量%であった。ここで原料石炭及び無灰炭の真比重は1.3とした。この基準値Wを元に配合炭に対する無灰炭の配合量V [質量%] を表3のように決定し、原料石炭と無灰炭Xとを混合し配合炭を得た。

[0049] (乾留工程)

上記配合炭を鋼製のレトルトに並べて入れて、このレトルトに振動を与え充填嵩密度を740kg/m³に調整した後、両面加熱式電気炉に入れ、窒素気流中で乾留した。乾留条件は、3℃/分で昇温した後、1000℃で2

0分間加熱するものとした。乾留後、レトルトを電気炉から取り出して自然放冷し、高炉用コークスを得た。

[0050] <実施例 6～8>

用いた無灰炭を表 1 の無灰炭 Y とした以外は実施例 1～5 と同様の手順で表 3 に示す配合量で原料石炭と無灰炭 Y とを配合し、この配合炭を乾留することで実施例 6～8 の高炉用コークスを得た。上記原料石炭の無灰炭 Y に対する基準値 W は、17.5 質量%であった。

[0051] <実施例 9、10>

用いた無灰炭を表 1 の無灰炭 Z とした以外は実施例 1～5 と同様の手順で表 3 に示す配合量で原料石炭と無灰炭 Z とを配合し、この配合炭を乾留することで実施例 9、10 の高炉用コークスを得た。上記原料石炭の無灰炭 Z に対する基準値 W は、32.9 質量%であった。

[0052] <比較例 1>

原料石炭として表 2 に示す特性の各種原料石炭 A～E をそれぞれ水分 7.5 質量%に調整し、乾燥炭基準で表 2 に示す混合比条件 2 の配合にて混合し、原料石炭を準備した。このとき、原料石炭はその全て（100 質量%）が最大径 3 mm 以下になるように粉砕したものを用いた。次に、無灰炭を混合せず、この原料石炭のみを実施例 1～5 と同様の条件で乾留することで比較例 1 の高炉用コークスを得た。

[0053] <比較例 2>

実施例 1～5 と同様の原料石炭に無灰炭を混合せず、原料石炭のみを実施例 1～5 と同様の条件で乾留することで比較例 2 の高炉用コークスを得た。

[0054]

[表2]

	logMF	Ro	配合比条件	
			1	2
	—	(%)	(質量%)	(質量%)
強粘結炭 A	1.7	1.5	20	20
強粘結炭 B	2.8	1.4	20	30
準強粘結炭 C	3.5	1.1	20	20
弱粘結炭 D	1.6	1.1	25	25
非微粘結炭 E	0.6	0.9	15	5

[0055] <評価>

上記実施例 1 ～ 10 及び比較例 1、2 の高炉用コークスについて、ドラム強度指数 DI を測定した。具体的には、JIS-K2151：2004 に準拠し、高炉用コークスをドラムで 150 回転させた後に JIS-Z8801-2：2000 に規定される目開き 15 mm の金属板篩で選別し、篩上に残存した高炉用コークスの質量比（DI150 15）を求めた。また、この強度について以下の基準で判定を行った。

A：DI > 84.5% で、強度が極めて優れる。

B：DI > 83.3% で、強度が優れる。

C：DI ≤ 83.3% で、強度が劣る。

[0056] さらに、上記実施例 1 ～ 10 及び比較例 1、2 の高炉用コークスの製造コストについて、以下の基準で判定を行った。

A：非微粘結炭 E の配合量が 10% 以上あり、製造コストが低い。

B：非微粘結炭 E の配合量が 10% 未満であり、製造コストが高い。

これらの結果を表 3 に示す。

[0057]

[表3]

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6
配合炭	原料石炭配合比条件	1	1	1	1	1
	原料石炭量(質量%)	96	95	90	89	95
	原料石炭の充填嵩密度(kg/m ³)	740	740	740	740	740
	無灰炭種類	X	X	X	X	Y
	基準値W(質量%)	10.2	10.2	10.2	10.2	17.5
	無灰炭配合量V(質量%)	4	5	10	11	5
コークス	V/W	0.39	0.49	0.79	1.08	0.29
	D I (%)	84.8	85.2	85.9	83.4	84.2
	強度評価	A	A	A	B	B
	製造コスト評価	A	A	A	A	A
配合炭	原料石炭配合比条件	1	1	1	2	1
	原料石炭量(質量%)	94	90	80	100	100
	原料石炭の充填嵩密度(kg/m ³)	740	740	740	740	740
	無灰炭種類	Y	Y	Z	—	—
	基準値W(質量%)	17.5	17.5	32.9	—	—
	無灰炭配合量V(質量%)	6	10	10	0	0
コークス	V/W	0.34	0.57	0.30	—	—
	D I (%)	84.7	85.3	84.1	85.5	83.2
	強度評価	A	A	B	A	C
	製造コスト評価	A	A	A	B	A

[0058] 表3から、基準値Wを用いて配合炭に対する無灰炭の配合量を決定した実施例1～10は、無灰炭が配合されておらず基準値Wを用いていない比較例2より無灰炭の種類によらずコークスの強度が高められており、非微粘結炭

Eの配合量が少ない比較例1よりも製造コストが低い。従って、当該高炉用コークスの製造方法は、当該無灰炭配合量決定方法を用いることで製造コストを低減しつつ高強度コークスを容易かつ確実に生成できることが分かる。

[0059] また、表3から、基準値Wを用いて配合炭に対する無灰炭の配合量を $0.29W$ 〔質量%〕以上 $1.00W$ 〔質量%〕以下とした実施例1～4、実施例6～7、実施例8～10は、無灰炭を配合しない比較例2、無灰炭の配合量が $1.00W$ 〔質量%〕を超える実施例5に比較して得られたコークスの強度が高い。このことから、上記無灰炭の配合量としては、 $0.29W$ 〔質量%〕以上 $1.00W$ 〔質量%〕以下が好ましいことが分かる。

[0060] 特に無灰炭の配合量が $0.31W$ 〔質量%〕以上 $0.80W$ 〔質量%〕以下である実施例1～3、実施例7、実施例8及び実施例10は、同じ無灰炭を用いた他の実施例よりもコークスの強度が高く、非微粘結炭の配合量が少ない比較例1と同等の強度を持つ。このことから、無灰炭の配合量を上記範囲内とすることで、さらにコークスの強度が高められることが分かる。

[0061] 本発明は、以下の態様を含む。

態様1：

石炭の溶剤抽出処理により得られる無灰炭と原料石炭とを含む高炉用コークスの製造の際の無灰炭配合量決定方法であって、

上記原料石炭の空隙率指数 P_v 〔体積%〕、上記無灰炭の膨張性指数 D 〔体積%〕及び上記無灰炭の真比重 ρ を用いて下記式(1)で算出される基準値 W 〔質量%〕により、上記配合炭に対する上記無灰炭の配合量を決定することを特徴とする無灰炭配合量決定方法。

$$W = (P_v / D) \times \rho \times 100 \quad \cdots (1)$$

態様2：

上記配合炭に対する上記無灰炭の配合量を $0.29W$ 〔質量%〕以上 $1.00W$ 〔質量%〕以下とする態様1に記載の無灰炭配合量決定方法。

態様3：

石炭の溶剤抽出処理により得られる無灰炭を原料石炭に配合する工程、及

び

上記配合炭を乾留する工程

を備える高炉用コークスの製造方法であって、

上記配合工程において、態様 1 又は態様 2 に記載の無灰炭配合量決定方法を用いて、上記配合炭に対する上記無灰炭の配合量を決定することを特徴とする高炉用コークスの製造方法。

[0062] 本出願は、出願日が 2014 年 10 月 7 日である日本国特許出願、特願第 2014-206767 号を基礎出願とする優先権主張に伴う。特願第 2014-206767 号は参照することにより本明細書に取り込まれる。

産業上の利用可能性

[0063] 以上説明したように、本発明の無灰炭配合量決定方法は高炉用コークスの製造の際の無灰炭の配合量を効率よく決定できるので、この無灰炭配合量決定方法を用いた高炉用コークスの製法は、製造コストを低減しつつ高強度コークスを容易かつ確実に製造できる。

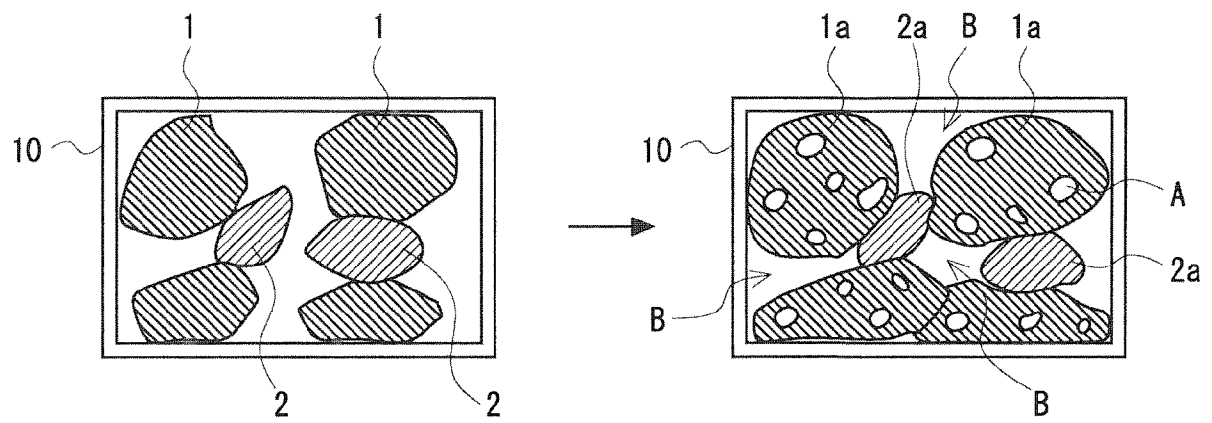
符号の説明

[0064] 1 強粘結炭粒子
1 a 連続相
2 非微粘結炭粒子
2 a 変質成分
4 無灰炭粒子
4 a 連続相
10 炉体
A 気泡
B 粗大欠陥

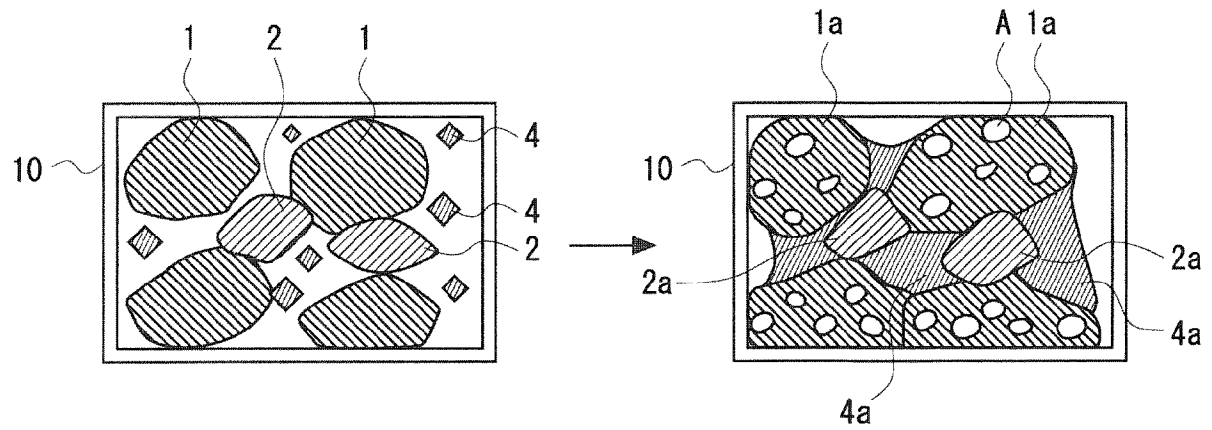
請求の範囲

- [請求項1] 石炭の溶剤抽出処理により得られる無灰炭と原料石炭とを含む高炉用コークスの製造の際の無灰炭配合量決定方法であって、
上記原料石炭の空隙率指数 P_v [体積%]、上記無灰炭の膨張性指数 D [体積%] 及び上記無灰炭の真比重 ρ を用いて下記式 (1) で算出される基準値 W [質量%] により、上記配合炭に対する上記無灰炭の配合量を決定することを特徴とする無灰炭配合量決定方法。
- $$W = (P_v / D) \times \rho \times 100 \cdots (1)$$
- [請求項2] 上記配合炭に対する上記無灰炭の配合量を $0.29W$ [質量%] 以上 $1.00W$ [質量%] 以下とする請求項1に記載の無灰炭配合量決定方法。
- [請求項3] 石炭の溶剤抽出処理により得られる無灰炭を原料石炭に配合する工程、及び
上記配合炭を乾留する工程
を備える高炉用コークスの製造方法であって、
上記配合工程において、請求項1に記載の無灰炭配合量決定方法を用いて、上記配合炭に対する上記無灰炭の配合量を決定することを特徴とする高炉用コークスの製造方法。

[図1A]



[図1B]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/074939

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C10B57/04(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

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	1996-2015
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2015	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2015

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.
A	JP 2014-15502 A (Kobe Steel, Ltd.), 30 January 2014 (30.01.2014), & WO 2014/007184 A1 & EP 2871226 A1 & TW 201418445 A & CN 104428398 A & KR 10-2015-0021543 A	1-3
A	JP 2008-174592 A (Kobe Steel, Ltd.), 31 July 2008 (31.07.2008), (Family: none)	1-3

☐ 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
14 October 2015 (14.10.15)

Date of mailing of the international search report
27 October 2015 (27.10.15)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

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

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

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	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 5 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 5 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 5 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 請求項の番号
A	JP 2014-15502 A（株式会社神戸製鋼所）2014.01.30 & WO 2014/007184 A1 & EP 2871226 A1 & TW 201418445 A & CN 104428398 A & KR 10-2015-0021543 A	1 - 3
A	JP 2008-174592 A（株式会社神戸製鋼所）2008.07.31 （ファミリーなし）	1 - 3

☐ 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

の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

1 4 . 1 0 . 2 0 1 5

国際調査報告の発送日

2 7 . 1 0 . 2 0 1 5

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）

森 健一

電話番号 03-3581-1101 内線 3483

4 V

9 2 6 3