

II-455

下水汚泥溶融スラグの強度発現と結晶化機構に関する研究

明石市

長岡技術科学大学

正 森本康平

正 桃井清至 正 原田秀樹

正 滝沢 智 松下和正

1. はじめに

現在大量に発生する下水汚泥の処分方法は、埋め立て処分として約76%、有効利用として約16%であるが、埋め立て適地の減少や自然環境保護の立場から有効利用技術の開発が期待されている。有効利用は緑地還元が中心で、有効利用量に占める建設資材の利用割合は約9%と少ないが、都市圏においては建設資材としての利用要求が今後高まるものと思われる。下水汚泥中の無機成分は主としてアルミニウム、シリカ、カルシウムおよび鉄分等であり、この灰分を溶融し、スラグとしての利用が実用化されつつある。この溶融スラグは冷却方法によって(1)水冷スラグ、(2)空冷スラグ、(3)結晶化スラグに大別されるが、(1)、(2)のスラグはガラス質であり強度は弱いがこれらを熱処理によって結晶質にし、骨材としての強度を発現させる事ができる。この結晶化に伴う強度の発現因子、機構は不明であるが、筆者らはこの強度の発現は、①結晶鉱物の種類、②結晶の粒径（体積分率）、③スラグの空隙率であると想定し、実験的検討を進めてきたが、これまで得られた知見を報告する。

2. 実験試量及び方法

実験試量としてT県に設置されている溶融炉の水冷スラグ（溶融温度1350℃）を使用した。試量の性状を表-1に示す。汚泥中の無機成分は溶融温度結晶化温度、粘性等の諸性質に直接影響を及ぼす重要な要素であるが、本試量は塩基度（ CaO/SiO_2 ）は0.11であり、高分子凝集剤を使用した汚泥では一般的な値の範囲内であった。図-1にこの水冷スラグの示差熱分析結果を示す。980℃から1200℃の温度範囲で吸熱、発熱の熱的变化が観察された。通常のガラスセラミックスではガラス点移転が500～900℃であるが、下水汚泥のように多くの化合物を含むスラグは高温で反応する特性を有するといえる。この熱的特性の結果、実験条件を表-2のように設定した。試量の水冷スラグを電気炉で1400℃で1時間溶融し、その後設定温度（900、1000、1100、1200℃）まで炉冷し、設定温度で熱処理時間1時間と3時間の二とおりで保持した後、室温まで炉冷したものをそれぞれサンプルとした。また、設定温度で一定時間

表-1 水冷スラグの成分

Item	Results
水分 (%)	2.49
SiO_2 (%)	45.54
Al_2O_3 (%)	15.74
CaO (%)	5.00
Fe_2O_3 (%)	10.32
Na_2O (%)	1.36
K_2O (%)	2.55
MgO (%)	3.47
P_2O_5 (%)	9.99
SO_2 (%)	0.05
MnO (%)	0.15
Cu_2O (%)	0.17
合計 (%)	96.84

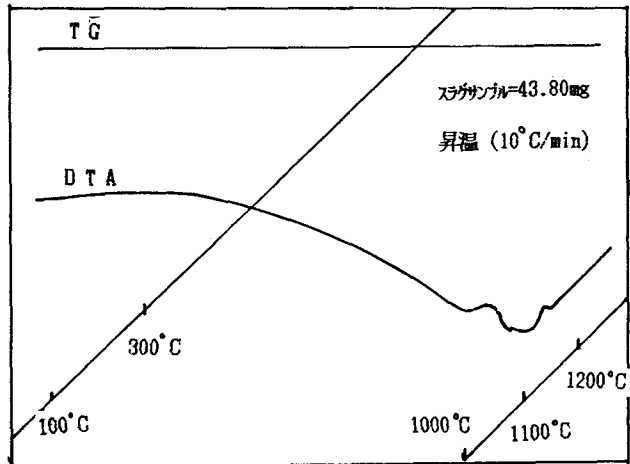


図-1 示差熱分析図

表-2 溶融・熱処理条件

	1	2	3	4	5
スラグ名	炉冷	熱処理	熱処理	熱処理	熱処理
溶融温度 (°C)	1400	1400	1400	1400	1400
溶融時間 (hr)	1	1	1	1	1
熱処理温度 (°C)		1200	1100	1000	900
熱処理時間 (hr)		1, 3	1, 3	1, 3	1, 3

熱処理しないで1400℃から室温まで炉冷したものを炉冷スラグとした。各々のスラグの曲げ強度試験はJIS R160「ファインセラミックスの曲げ強さ試験方法」に基づいて試験片を作成し行い、ビッカース硬度試験には曲げ強度試験で破壊した試験片を用いて行った。また結晶鉱物の種類、結晶の性状についてはX線回折分析および顕微鏡写真観察で行った。

3. 実験結果と考察

図-2に炉冷スラグと各温度で熱処理したスラグのX線回折分析の結果を示す。炉冷スラグと900℃で熱処理したスラグでは同じ回折角に回折X線が現れているが、1000℃では減少し、1100℃、1200℃では異なる回折角にピークが出現し、違った結晶鉱物が生成されたことが推定される。同定の結果、主として900℃のスラグでは Fe_2O_3 の析出が、1100℃のスラグでは $Fe_3(PO_4)_2$ の結晶が析出していることが判明した。写真-1に900℃と1100℃のスラグの顕微鏡写真を示す。900℃では表面にのみ結晶が析出し、1100℃では一様に内部まで結晶が成長している事が観察された。

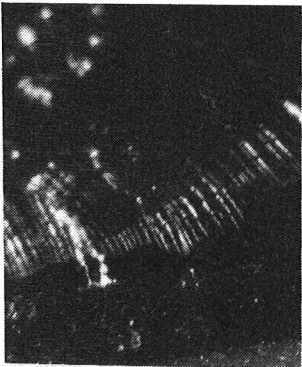
表-3に各温度で熱処理したスラグの曲げ強度とビッカース硬度試験結果を示す。炉冷から1200℃までの範囲で、曲げ強度、ビッカース硬度の値には余り有意差はないと思われるが、炉冷と900℃のスラグに比べ、1100℃、1200℃のスラグの強度はわずかに減少し、ビッカース硬度は逆に増大する傾向が観察される。これは、今回の試験では1400℃で熔融後、熱処理温度まで炉冷したためと思われる。すなわち核生成速度に及ぼす最適温度と結晶成長速度の最適温度では、後者の方が高い温度域にあるため1100℃以上では大きな結晶が生成し、結晶粒子間に亀裂が生じやすくなったためと思われる。熔融冷却後、徐々に加温し熱処理した方が結晶核も生成し密に結晶が生成し強度も増大すると推定される。しかしながら、今回の実験では表面で結晶が生じた900℃のスラグと、結晶が内部まで生成したスラグの曲げ強度値には有意差はあまり生じなかった事より、結晶化した方が良いかガラス転移転移下の非晶質が良いか、さらに検討する必要があると思われる。

4. おわりに

今回の実験では示差熱分析と電気路での熱処理操作での温度負荷条件は同一とはいえず、加熱によってガラス質から結晶が生成しさらに結晶の組成がどのように変化して行くのか、また結晶の粒径と強度の発現について今後詳細な実験が必要と思われる。

<参考文献>

1. 清水治：表面熔融法による下水汚泥の熔融システム，環境技術，Vol.17，1988；2. 松下和正：ガラス結晶化過程の速度論的研究，京都大学学位論文



900℃(x40)



1100℃(x18)

写真-1 顕微鏡写真

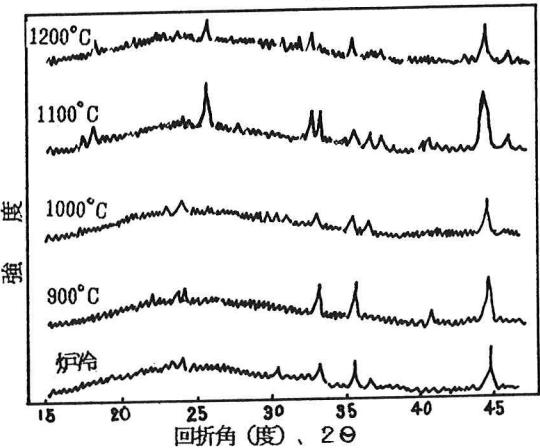


図-2 X線回折パターン

表-3 曲げ強度試験及びビッカース硬度試験結果

熱処理温度 (℃)	曲げ強度 (kgf/mm ²)	ビッカース硬度 (kgf/mm ²)
炉冷	10.05	—
900	8.84~11.66	658
1100	8.58~9.45	681
1200	7.50~8.49	699