研究報告

グリーンペレットの圧かい強度における乾燥速度の影響*

The Effect of Drying Rate on the Crushing Strength of Green Pellets

大塚 教夫**

Michio Otsuka

1. 緒 言

製鉄用原料の事前処理法として、現在工業的に粉鉱石のペレタイジング法が磨鉱の程度を管理するために 325 メッシュ以下に磨鉱された微粉鉱の比表面積によるブレインインデックスで操業管理されているが、多くは経験的に操業される場合が多い。グリーンペレットの強度は焼成後の成品ペレットの品質、とくに冷間や還元後の圧か強度に密接な作用を及ぼすために、グリーンペレットの強度を向上させるためには原料を十分に磨鉱すると同時に粉鉱石の含水率を調整することが重要である。そのためには使用粉鉱石の特性に合わせて磨鉱の粒度、含水率、造粒機の運転条件を正確に調整する必要がある。グリーンペレットの圧かい強度に関する従来の研究は、鉱石粒子の形状^{1,5,10)}粒度分布²⁻⁴⁾水分添加量との関係についてしらべたものがある^{1,4,6,7,9)}。たとえば、Tigershiold はペレット内の液体の毛管力がグリーンペレットの強度

の生成機構に関与していると述べている⁸⁾。Newitt らはグリーンペレット強度を支配する因子は結合液による毛管力であると述べている¹¹⁾。このようにペレット内に共存する液体が作用していることがいわれているが、水分の蒸発と関連して強度の発生機構は作用因子が複雑なために明らかにされているとはいえない。本研究は、グリーンペレットを形成する粒子の空孔（開空孔）を考慮して粉体層から形成する毛細管現象に着目し、粉体粒子表面より浸透した液体が粉体粒子の開空孔から離脱してゆく現象に対するグリーンペレットの圧かい強度の関係について調べた。

2. 実験装置および実験方法

実験に供した試料は、赤鉄鉱系としてイタビラ、ハマスレイ、ズングン、磁鉄鉱系としてアルガロボの各銘柄であり、ほかに転炉ダスト、電解鉄粉、ガラス粉末の3種を比較試料とした。これら試料の化学組成を Table 1

Table 1 各種試料の化学組成

Composition (%)	T. Fe	FeO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	S
Samples							
Itabira	64.15	0.14	5.75	1.24	0.32	0.05	0.007
Zungun	62.48	4.45	1.86	1.96	0.04	0.26	0.170
Hamasley	66.36	0.29	2.40	1.51	0.09	0.10	0.006
Alugarobo	59.41	18.23	7.81	1.74	1.45	1.47	0.159

Composition (%)	T. Fe	FeO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	S	Na ₂ O	Si	P	Mn	Cu	C
Samples													
LD Dust	62.41	3.30	1.41	0.39	1.19	—	0.41	—	—	—	1.27	0.029	—
Iron powder	99.9	—	—	—	—	—	0.002	—	0.003	0.003	0.005	Tr	0.007
Glass powder	—	—	72	1.0	9	3.0	—	15	—	—	—	—	—

昭和53年12月22日受付

*鉄鋼協会昭和50年秋期講演会にて発表（1975.10北海道）

**千葉工業大学金属工科学（〒275 習志野市津田沼2-17-1）

TEL 0474-75-2111

に示した。乾燥後の試料は標準ふるい（タイラーメッシュ）により、 $-250/+270$ 、 $-270/+325$ 、 -325 メッシュの粒度範囲に調整した。各試料の真比重はピクノメーター比重ビン（ 25cm^3 ）を用いて測定し、比表面積は恒圧通気式比表面積測定装置（SS-100）を用いそれぞれ3回の平均値より算出した。粒度分布の測定は自動液相沈降法（島津製）を用い -250 メッシュ粒子について測定した。ペレットの製造は粒度調整した乾燥試料約6 gmに所定量の水分を添加し $15\text{mm}\phi$ 、高さ約 15mm の円柱状にハンドプレス成形機により成形圧約 $100\text{kg}/\text{cm}^2$ で成形した。圧力強度の測定はオートグラフ試験機（島津製）と卓上型強度計（木屋式）を用い卓上型強度計はスプリング方式のもので荷重は手動方式による。この圧力強度の値はオートグラフ試験機によって測定した波形のみだれがペレットの表面にクラック現象が発生の確認と卓上型試験機によるペレットの表面にクラックの発生した時点がほぼ近い値を示していることを確認したことから卓上型強度計を用いて測定を行なって3個の平均値より算出した。ペレットの水分量は赤外線水分計（Kett 製）を用いて3回の平均値より求めた。ペレット内に含有した水分の乾燥速度の測定は熱天秤（感量 $1/1000\text{ gm}$ ）を用いて、ペレットの加熱温度は $105\pm 3^\circ\text{C}$ にて雰囲気は大気中でペレット内に添加した水分量が99%以上の減少水分量まで測定した。またペレットを構成する粒子の観察は走査型電子顕微鏡を用い 250 メッシュ以下の粒子を対象に観察した。ペレットの破面は 325 メッシュ以下の鉄粉粒子 1 gm に結合液を添加せず $3\text{ ton}/\text{cm}^2$ で加圧成形し円柱状の成形体を2つ割りの破面を $20,000$ 倍まで観察した。

3. 実験結果および考案

3.1 各試料の諸特性と圧力強度について

各試料のグリーンペレットの作製を 325 メッシュ以下の粒子で成形し添加水分量と圧力強度の関係は Fig. 1 に示した。この結果、グリーンペレットの強度変化は水分の添加量により強度は増大し、やがて最大値を示したのちに再び減少してゆくという研究報告や経験則と傾向的に一致した結果が示された。そこで代表的な試料について最大圧力強度を有する添加水分量で成形したペレットをオートグラフ試験機を用いて荷重—時間の関係を測定し Fig. 2 に示した。この結果を Fig. 1 と Fig. 2 の測定値を比較するとオートグラフ試験機で測定したところペレットの表面にクラックの発生と同時に最初に発生する波形のみだれが生じ

Fig. 1 添加水分と圧力強度の関係

ていることがわかった。またクラックの発生した荷重は卓上型強度計で測定した場合にもクラックの発生した荷重とほぼ対応していることからこのクラックの発生時の荷重により各ペレットについて比較した。Fig. 1 に示されているようにペレット内の添加水分量が多くなると圧力強度が上昇と降下現象を示すことはペレットを形成する粉体粒子間の液体と粒子の吸着力を意味している。そこで粒度差の影響をしらべるために、 $-250/+270$ 、 $-270/+325$ メッシュの粒度範囲の試料について同様の実験を行なったところ鉄粉、ガラス粉末を除いて $-250/+270$ と $-270/+325$ メッシュのあらい試料は最大圧力強度が小さくなる傾向にあることが認められた。この結果を Table 2 に示した。この結果から各試料の粒度差から生ずる比表面積の大小が圧力強度に影響していることも判明した。しかし Fig. 1 に示したように各試料において圧力強度の最大値は3つのグループにわかれハマ

Fig. 2 圧縮荷重と変形時間の関係

Table 2 各種試料の最大圧かい強度

Samples. Grain Size (Mesh)	Alugarobo	Hamasley	Itabira	Zungun	LD Dust	Glass Powder	Iron Powder
-250/+270	0.05	1.60	0.15	3.10			
-270/+325	0.15	3.25					
-325	3.80	5.50	1.10	4.50	5.80	0.50	0.15

ースレイ, ズングン, およびアルガロボの各鉱石の1系列が添加水分量6~10%付近で最大圧かい強度4~5.5kg/cm²を呈するのに対してイタバ鉱石の最大圧かい強度は1.5kg/cm²の低い値にとどまった。また比較試料の転炉ダストは添加水分量20%付近で最大圧かい強度5.8kg/cm²を示して鉄鉱石試料とはこの最大値に相当する添加水分量に差がみられる。鉄粉およびガラス粉末では圧かい強度がそれぞれ0.2および0.5kg/cm²程度の非常に小さい値であり, 水分添加量による圧かい強度の変化はほとんどみられなかった。このようにペレットを形成する粒子の粒度構成と液体の含有割合は粉体の造粒性に大きく作用をおよぼしていることは従来いわれている。たとえば, Rumpfはペレットを構成する場合の凝集体の引張強さ σ と構成粒子 d の関係を(1)式のように示している⁷⁾。すなわち, ペレットの引張強度は空隙率の減少に比例し粒子の大きさに逆比例の関係にあることがRumpfの式からも示されているように, 粒子の大きさの変化は比表面積に関連性を示すことから, 粒子の形状と表面状態も重要な因子として考えられる。

$$\bar{\sigma} = \alpha \cdot \frac{1-\varepsilon}{\varepsilon} \cdot \frac{1}{d} f(\cos \theta) \cdot \varphi(\psi) \dots (1)$$

σ : 引張強さ α : 結合液の表面張力

ε : ペレットの空隙率 θ : 粒子と液の接触角

ψ : 液体の充満度 d : 粒子の大きさ

そこで最大圧かい強度の生成現象を考察するために各試料(325メッシュ以下の粒度)の物性値と性状を測定

Fig. 3 圧かい強度と空隙および比表面積の関係

し Table 3 および Table 4 に示した。この結果より最大圧かい強度値が3つのグループに分かれている。すなわち各試料の圧かい強度を比表面積と空隙率に対応させて考えると比表面積の値が大きくなると強度も高くなり, 空隙率は相関がみられないことが Fig. 3 より明らかになった。このように粒子の性状から考えると粒子表面状態が粗面を有する試料と稠密性の角板状の試料に大きく分かれていることがわかり, しかも粒子表面は粗面を示し35 μ m以下の粒子の含有量が多い程最大圧かい強

Table 3 各種試料の物性値(-325メッシュ)

Physical Properties Samples	True Density (g/cm ³)	Specific Surface Area (cm ² /g)	Water Content at maximum crushing strength (%)	Maximum Crushing Strength. (kg/cm ²)	Packing Volume (cm ³)	Void of Pellets (%)
Alugarobo	4.05	2,210	8.0	3.8	1.48	48
Zungun	4.20	2,850	9.5	4.5	1.42	40
Hamasley	4.89	2,530	10	5.5	1.22	39
Itabira	4.68	2,240	8.0	1.1	1.28	36
Iron Powder	7.07	560	4.5	0.2	0.84	75
Glass Powder	2.46	565	14	0.5	2.43	77
LD Dust	4.69	18,910	20	5.8	1.27	37

Table 4 各種試料の物性

Samples	Alugarobo (Magnetite Ore)	Hamasley (Hematite Ore)	Zungun (Hematite Ore)	Itabira (Specular Iron)	LD Dust	Iron powder	Glass powder
Surface structure	Rough	Rough	Rough	Flat	Rough	Flat	Flat
Mean of particle size	Middle	Small	Small	Large	Small	Middle	Middle
Volume fraction less than 10 μ m in particle size	Small	Large	Large	Small	Large	Middle	Middle
Shape	Lump	Lump	Lump	Square Plate	Coagret	Square Plate	Square Plate

Fig. 4 各種試料の粒度分布

度が高くなることも判明した。さらに粒度構成をしらべるために代表的な例としてイタビラ、アルガロボ、ハマスレイ、鉄粉の各試料における粒度分布を Fig. 4 に示した。この粒度構成はハマスレイは 25 μ m 以下で細かく、イタビラと鉄粉は 45 μ m を中心に 25~70 μ m の範囲にあり、アルガロボは 35 μ m を中心に 20~50 μ m の範囲に分布を示していることが明らかになった。

3.2 粉体層内の水分状態と乾燥特性曲線

各銘柄の粉体をフルイ分けによって調整後成形体の最大圧かけ強度と添加水分量の関係は Fig. 1 に示したように 5% から 20% の範囲に変化している。このようにフルイ分け後の各試料の最大圧かけ強度を示す添加水分量が一定値を示さないことは各試料の粒子特有の性状も影響しているものと考えられる。梅屋らは粉体充てん層中の液体の共存状態を固、液、気相の体積割合を示している⁴⁾。グリーンペレットが最大圧かけ強度を生成するた

Fig. 5 水分の減少割合と時間の関係

めのフェニキュラ域Ⅱでは 60% の液分で液相は粒子の接点を含む面で閉じて空気の相は不連続となる。キャピラリ域では 80% の液分で水の量が多いと独立泡状の空気はしだいにその大きさが減少してついに容積 0 となって固液 2 相のみが連続構造をとるという 2 つの充てん構造が混在しているものと考えたほうが実際面に適応しているものと考えられる。Fig. 1 からペレット内の添加水分の含有量と最大圧かけ強度の関係は明らかに鉄粉とガラス粉を除いて水分含有量が多くなると最大圧かけ強度が高くなる傾向を示している。この現象は成形された粉体層内に共存されている液体と粒子の状態がキャピラリ域に移行する傾向を示しているものと思われる。また圧かけ強度については粒子の表面物性と表面水膜の構造の関係も重要な因子と思われるが、ここでは定量的に示すことはできない。粒子表面の水膜と凝集性の関係も追究していきたいと考えている。このように粒子層内の液体は粒子表面状態が作用しているものと考え Fig. 1 に示されているように、最大圧かけ強度を生成する添加水分量で各試料のペレットを形成し、その水分の蒸発経過を測定して Fig. 5 のように示すといずれもペレット中の添加水

(1) Zungun ore

(2) Hamasley ore

(3) Itabira ore

(4) Alugarobo ore

(5) LD dust

(6) Iron powder

Fig. 6 各種試料の表面観察写真

分は加熱温度 $105 \pm 3^\circ\text{C}$ の範囲で蒸発傾向は銘柄別に最大圧力強度を生成する添加水分の減少割合が80%以上になると傾向的に減少割合が小さくなる傾向を示している。

ここで、減少率 (Decrease ratio) = (蒸発減少量/ペレットに添加した水分量) $\times 100$ と定義する。恒率乾燥区間はペレットを構成する粒子間に存在する水分が粒子の表面上を付着している場合で、減率乾燥状態は水分が

多孔性粒子の細孔内に浸漬された水分が蒸発する過程と考えられる。すなわち、減率乾燥速度はグリーンペレットを構成する固体粒子の表面から生ずる水分の離脱性を示しているものと考えられる。したがって減率乾燥区間におかれている時間が長いことは充てんされた粒子間の空隙と粒子表面状態に差があるために生じたものと考えられる。そこで各試料については粒子の表面状態を調べるために走査型電子顕微鏡を用いて観察した。Fig. 6 (1)

Fig. 7 圧かい強度と乾燥時間の関係

～(5)に粒子の表面状態を示し(6)は空隙の状態である。つぎにこの粒子の表面状態とペレットに添加した水分の減少曲線に対応して考えると、減率乾燥状態に長く保持されている状態の粒子の表面状態は開空孔が多く比表面積の大きい粒子であり、短時間の場合は粒子表面が開空孔が少なく比表面積が小さい粒子であることを示していることを明らかにした。

3.3 最大圧かい強度と乾燥特性値の関係

最大圧かい強度値と乾燥特性曲線からペレット内の水分の減少割合が80%に達するまでの時間を各試料について測定し圧かい強度値と減少時間の関係を各試料について比較したところ、圧かい強度の大きい順に減率乾燥状態におかれている時間が長くなっていることが判明した。つぎに、各試料の最大圧かい強度とペレット内の水分減少量が80%以上の乾燥時間を各試料ごとに対応させたところ Fig. 7 に示したように最大圧かい強度は減率乾燥時間に比例して増加する傾向が認められた。すなわち減率乾燥時間が長い程圧かい強度が高くなる現象が認

められ、かつ圧かい強度の値が2つのグループに分かれていることも判明した。Aグループに属する試料は鉄粉、ガラス粉末、イタビラの各試料でいずれも減率乾燥状態の所要時間は短かく、10～20分であり、粒子表面状態は稠密性を示し、Bグループに属する試料はアルガロポ、ズングン、ハマスレイ、転炉ダストの試料で減率乾燥状態の所要時間は長く20～30分である。これらの試料は表面状態が粗面を示していることが写真観察した結果から明らかになっていることから、この現象は各試料の粒子形状および粒子表面状態の相異にあるものと考えられる。すなわち圧かい強度と乾燥減少量に相関があるものと考えられる。このように圧かい強度と乾燥速度に相関があることから粒子形状や粒子表面状態がグリーンペレットの最大圧かい強度を支配する作用因子であることが、ペレット内に含有した水分の乾燥速度を測定することによって明らかになった。

4. 結 言

各種試料から成形したグリーンペレットの最大圧かい強度の形成に関して、ペレット内含有水分の蒸発傾向を調べることによってつぎのことがわかった。

1. グリーンペレットの最大圧かい強度はペレット内の添加含有水分の乾燥速度を測定することにより推定できる。
2. グリーンペレット中の添加水分の乾燥速度はペレットを構成する粒子の表面状態に影響される。
3. 圧かい強度の大きいグリーンペレットの製造原料としては微粒子でしかも粒子は多孔質である粒子が効果的である。

(謝 辞)

本論文を作成にあたり御助言をいただきました、名城大学大塚昭信先生、東京大学菅沼彰先生に深く感謝致します。

引 用 文 献

- 1) 高橋愛和, 岩崎敏, 加畑長: 鉄と鋼, 49, 28(1963)
- 2) 森永孝三, 池野輝夫, 岩崎敏: 鉄と鋼, 50, 743 (1964)
- 3) 和田正美, 下飯坂潤三, 松岡功, 鴻巣彬: 日本鉱業会誌, 81, 675 (1965)
- 4) 梅屋薫: 化学と工業, 18, 250 (1965)
- 5) 鴻巣彬, 下飯坂潤三: 日本鉱業会誌, 83, 1005 (1967)
- 6) 近藤真一, 松本竜太郎, 桜田泰生: 鉄と鋼, 53,

- 186 (1967)
- 7) Wipietsch, H. Rumpf: *Chem.-Ing.-Tech.*, 39, 885 (1967)
- 8) 三輪茂雄: 粉粒体工学, 朝倉書店 (1972)
- 9) 日本粉体工業協会編: 造粒便覧, オーム社 (1975)
- 10) 大塚教夫, 岡田厚正, 菊池浩介: 鉄と鋼, 61, 427 (1975)
- 11) Newitt, D. M., J. M. Conway-Jones: *Trans. Inst. Chem. Engrs.*, 36, 422 (1958)

Author's Abstract

The Effect of Drying Rate on the Crushing Strength of Green Pellets

by

Michio OTSUKA

(Department of Metallurgical Engineering, Chiba Institute of Technology.)

To investigate the maximum crushing strength of green pellets, the evaporation tendency of water contained in the pellets was examined.

The results obtained are as follows.

1. The crushing strength of green pellet is presumed by the measurement of drying rate of water from the pellets.
2. The crushing strength of green pellets depends not only on the size distribution pattern of fine particles but also on the surface structure of the particles.
3. Fine particles with rough surface are effective to produce strong green pellets.

List of Figures and Tables

Table 1 Chemical composition of powders used in experiments.

Table 2 Maximum crushing strength of green compacts.

Table 3 Physical properties of powders tested. (−325 Mesh)

Table 4 Properties of the various specimens.

Fig. 1 Relation between the crushing strength of the green pellets and the amount of water added.

Fig. 2 Relation between crushing strength and time.

Fig. 3 Effect of specific surface area and porosity on maximum crushing strength of green pellets.

Fig. 4 Particle size distribution of powder tested.

Fig. 5 Relationship between the amount of the decrease ratio and time.

Fig. 6 Typical fractographs obtained by SEM.

Fig. 7 Relation maximum crushing strength and drying time in falling rate drying range.

「粒子のサンプリングと測定における進歩」と題するアメリカ環境庁主催のシンポジウム

一昨年5月15日から17日までノースカロライナ州の山の中、アッシュビルのリゾートホテルで開かれた上記シンポジウムは17の招待講演が午前と夜に3つないし4つ行なわれた小じんまりした会合であった。イギリスから、Davies、カナダから Gnyp が発表した、先きのシカゴやミネアポリスあるいはAPCAの会合で旧知の連中が多く、食堂や午後の自由時間での懇談が一つの目的のようであった。それでも参加者は会社関係を中心に300人ほどで、アメリカ政府の金銭的援助があるとはいえ、この分野での層の厚さには感心した。内容はすでにEPA | 600/7-79-065のプロシーディングとして出たが、講演

では簡単なアブストラクトだけで、スライド説明が主となるから十分な理解は困難であった。

ソ連からも通訳付きで3人参加したが、発表はなかった。ダストの粒度と濃度の測定およびデータ処理上の問題点と各種集塵機の性能評価までを含み実用を主とした講演が多いのは当然であった。本シンポジウムの主役は一昨年来日したSRIのSmith博士と、EPAのHarris氏であるが、細かい所にまで気をつけてくれて、たのしくかつなつかしい3日間であった。なお昨年も10月にフロリダで第2回が開催され、申込み講演が多くて困った由である。(井伊谷)