高温で反応中の鉄鉱石ペレットの流動性測定

水上俊一^{*1}, 松倉正和^{*2}, 村田博之^{*3}

The Shear Test of Iron Ore Pellets during Reduction at an Elevated Temperature

by

Shunichi MIZUKAMI,^{†1} Masakazu MATSUKURA^{†2}
and Hiroyuki MURATA^{†3}

A key in design and operation of the direct reduction shaft furnace is to prevent iron ore pellets from clustering. A new rotating type shear tester was developed to measure the shear strength of the pellets during reduction and to relate it to the flow condition. The size of the cell is 144mm O.D. and 80mm I.D., and the pellets in the cell are reduced by using CO gas at the temperature elevated to 980°C. The maximum load on the cell is 3.40kN for consolidation and 0.86kN during shear. The measured shear strength of the reduced pellets was from 40 to 70 kPa, and it was decreased approximately to half by shearing continuously during reduction.

Key Words : Shear Test, Flowability, Shaft Furnace, Iron Ore Pellets, Ring Cell, Yield Strength

1. 緒言

直接還元製鉄のシャフト炉では、鉄鉱石ペレットが炉内を下方に流れて移動しながら、上方に流れるガスと熱交換し、反応して還元鉄となる。この過程でペレット粒子が互いに融着しあってクラスタをつくると、通気抵抗が増してガス流れの分布が変わり炉の性能が低下するだけでなく、棚づりなどを起こして操業に重

大な支障をおよぼす。そのため、炉の形状を適切に設計し、クラスタリングを未然に防止することが望まれている。それには鉄鉱石ペレットの流動物性やクラスタの破壊強度を、温度、還元率、層中の応力やせん断ひずみ速度などの関数として知る必要がある。

高炉でもクラスタリングは重大な問題であるので、鉄鉱石やペレットの鉱物組成と軟化・熔融性の関係を調べるなど、鉱物学的立場から研究¹⁻⁵⁾がなされてきた。しかし、クラスタの力学的物性を炉内と同じ高温・還元雰囲気下で測定する方法は、円筒容器内の試料に一定荷重をかけて収縮を測定する荷重軟化試験⁶⁾だけである。この試験機を用いて金子ら⁷⁾は、直接還元製鉄の鉄鉱石ペレットについてクラスタリング条件を調べたが、生成したクラスタを冷却した後回転容器に入れて破碎し、その残量をクラスタ強度の指標としている。クラスタ強度の直接測定ではなく、温度などが炉内と異なるので、クラスタリングのしやすさの試料間比較には使えても、炉の設計や操業条件の改良に直接的に適用するのは難しい。

そこで、新しく試験機を設計製作し、高温で反応中の鉄鉱石ペレットについてクラスタの強度を直接測定

平成元年3月15日受付

第26回粉体に関する討論会(1988年10月金沢)にて発表

*1(株)神戸製鋼所化学研究所

(〒651 神戸市中央区脇浜町1-3-18)

TEL 078-261-4651

*2コベルコシステム(株)

(〒657 神戸市灘区灘北通8-2-4)

TEL 078-862-7771

*3(株)神戸製鋼所機械研究所

(〒651 神戸市中央区脇浜町1-3-18)

TEL 078-991-5643

†1 Chemical Technology Research Laboratory, Kobe Steel, Ltd., Kobe 651

†2 Kobelco Systems Co., Kobe 657

Mechanical Engineering Research Laboratory, Kobe Steel, Ltd., Kobe 651

し、温度、還元率、層中の応力やせん断ひずみ速度などとの関係を求めることにした。

2. 試験機的设计

粒状体の破壊強度を測定する方式として、せん断試験と三軸圧縮試験の二つが考えられる。今回はクラスタ強度を流れの条件と関係させて測定したいので、試験セル内であらかじめ定常流れの状態をつくり、その上でクラスタ強度を測定する必要がある。これは、ホップの設計に用いる Jenike のせん断試験^{8,9)}と同じ手順であるので、せん断試験の方式をとることにした。しかし高温で反応中の試料をせん断するために、試験機の構造は従来のせん断試験機と異なるものとなった。

まずせん断セルには、Jenikeセルのようにセルの一方方向にせん断するものと、回転によってせん断するリングセルの二つの方式が考えられる。高温で反応中の試料をせん断するためには、セルと計測部の距離をとること、還元ガスがセル内に一様に流れること、ガスのシールが完全であることが必要であり、これらの制約から Fig.1 に示すようなリングセルを採用することとなった。セルの構造は、上下のセルの役割が通常とは逆になっており、上側のセルが機械に固定され、下側のセルが主軸を介して、上下に動いて垂直荷重をかけ、回転によりせん断をあたえる。

セルリングの寸法が外径 144 mm、内径 80 mm と小さいので、試料とする鉄鉱石ペレット粒径も平均 3 mm と小さくした。これは実操業での粒径の約 1/4 であるが、粒状体の応力とひずみの関係を与える長尾¹⁰⁾の式

Fig. 1 Shear cell

によれば、粒径が異なっても応力ひずみ関係は変わらないので、粒径の小さい試料によっても実炉を模した試験ができるものと考えた。

温度が高いほど直接還元製鉄の生産能力が増すので、将来の操業条件も考えて試験温度は最高 980 °C とした。セルは内径 155.2 mm の反応管の中に納められ、還元ガスはセル底板のスリットを通して試料層を通過し、試料を加熱、還元して上方に抜ける。ガスができるだけ均一に試料層を通過するように、セルのすきまとスリットの配置を定めた。

試験機の本体は Fig. 2 のように、せん断セルを中心とした高温部と、垂直荷重やせん断トルクを負荷しその大きさや変化を測定する常温部とに分かれる。高温部は電気炉で囲まれたハウジング内に収められ、下側から供給された還元ガスは、アルミナボールと熱交換して高温になった後、セル内の試料を還元する。

主軸は高温部で太くしてあるが、これは材料の強度が高温で低下するためである。いっぽう常温部では、主軸を細くして軸受の摩擦を小さくし、せん断トルクを精度よく測定できるようにした。セルのせん断変位は、ギヤードモータの回転を歯車に伝え、歯車からトルクアームを介して主軸を回転させることによってあたえ、その回転トルクはトルクアームのひずみゲージで検出する。セルの上下は油圧シリンダでおこない、その変位は差動変圧器で検出し、荷重の大きさはバネに張りつけたひずみゲージで検出するようにした。

セルの荷重条件や測定範囲は、シャフト炉内応力を考え次のように定めた。すなわち、反応帯下部の垂直応力 σ_v を Janssen 式で計算して 125 kPa とした。そして、著者が直径 1 m 高さ約 5 m のモデルビンに平

Fig. 2 Hot shear tester

Table 1 Measuring capacity and sensitivity

	Capacity		Sensitivity
	Compression	Shear	Shear
Normal stress σ [kPa]	300	76	2.4
Load [N]	3400	860	25.0
Shear stress τ [kPa]	—	64	2.0
Torque [N·m]	—	42	1.1

均径 12mm の鉄鉱石ペレットを供給・排出し、壁面および層内の応力を測定した実験の結果から、流れによる圧力変動の上限を σ_v の 2.4 倍とし、試験機の最大垂直応力を $\sigma_{v, \max} = 125 \times 2.4 = 300$ kPa と定めた。この値は試料を静圧縮するときだけに用いるものとし、せん断試験における最大垂直応力 σ_M と最大せん断応力 τ_M は、試料の有効内部摩擦角 ϕ_i を 40° とし、次式で定めた。

$$\begin{aligned}\sigma_M &= \sigma_v / (1 + \sin \phi_i) \\ &= 125 / (1 + \sin 40^\circ) = 76 \text{ kPa} \\ \tau_M &= \sigma_M \tan \phi_i \\ &= 76 \tan 40^\circ = 64 \text{ kPa}\end{aligned}$$

せん断応力の測定最小値は、シャフト炉にできるクラスタのアーチの大きさを考えて、2 kPa とした。これらの値は **Table 1** にまとめて示した。**Table 1** では垂直応力とせん断応力をセルにかかる荷重とトルクとしても表わしており、最大荷重は静圧縮時で 3.40 kN、せん断時で 0.86 kN、最大トルクは 42 N·m である。

シャフト炉で用いる還元ガスの主成分は H_2 と CO であるが、 H_2 ガスは爆発範囲が広く、もれやすいので、試験では CO ガスだけを用いることにした。主軸が回転する部分のガスシールは、摩擦をなくすために非接触の水シールとし、内部の圧力が高すぎて水シールが破れることがないように、還元ガス流量と水シール部の内圧の関係を計算して、水の深さを十分にとった。操作を誤ってもガスもれに直接つながらないようにバルブは二重に配置し、それらの作動順序が安全側になるようシーケンスを組んだ。また万一ガスがもれても、重大事故に至らないような警報システムをつくった。

3. 未還元ペレットを用いた予備試験

以上のように設計製作したせん断試験機で、先ず還元前のペレットをせん断した。リングセルのせん断応力 τ をトルクから求めるとき通常は、せん断面の応力分布が均一として計算する。そこで常温の試料を定常

Fig. 3 Effect of cell and temperature on shear stress

Fig. 4 Effect of temperature on shrinkage

せん断し、ジェニケセルによる結果と比較した。**Fig. 3** に示したように、垂直応力 σ とせん断応力 τ の関係は、同じ垂直応力に対してこの試験機による測定値の方がジェニケセルよりも小さいせん断応力値を示した。しかし、直線的な関係が得られているので、係数を掛けることによってジェニケセルによる測定値との比較、検討も可能であると考えた。

次に、この試験機で未還元の高温 (910°C) 試料を定常せん断した。その結果は **Fig. 3** に併せて示したように常温と比較して、せん断応力はやや大きくなった。この時、ペレット層の収縮率を差動変圧器によって測定すると、**Fig. 4** のように 910°C のほうが常温より大きく、この差が **Fig. 3** のせん断応力値の差となって現れたものと考えられる。

4. 還元条件の設定

鉄鉱石ペレットの物性は、還元反応が進むにしたがって次第に変化していくものと思われるので、還元率を任意に調節して試験したい。**Fig. 5** は、この試験機を用いて還元中の試料の体積変化を連続的に測定した結果である。61.8 kPa の垂直応力をかけた状態で窒素ガスを流しつつ室温から 910°C まで昇温し、その後

Fig. 5 Variation of shrinkage during reduction

Fig. 6 Distribution of reduction ratio

CO ガスに切り換えて還元反応を開始させた。還元開始前の窒素雰囲気では垂直応力により 1 %程度の層圧縮が見られるが、還元反応が始まるとその初期には急激な体積膨張がある。これは $\text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow \text{FeO} \rightarrow \text{Fe}$ の段階を経て進む還元反応の第一段階、すなわち $\text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4$ の反応において結晶構造が六方晶系から立方晶系に変化するためである。この反応段階では反応速度が大きいため、リングセル内試料の還元率を制御することは難しい。しかし今西らの報告によると、この第一段階の反応がペレットの中心部に至るまで完了した時の還元率（還元ペレット中の酸素減少量 / 未還元ペレット中の全酸素量 $\times 100$ ）は約 40 %となっており、それ以上の還元率では反応の途中で還元ガスを窒素ガスに切り換え、反応を停止させて任意の還元率でせん断試験することは可能と考えてよい。

せん断試験のときはセル内で還元率が一樣なことが必要である。還元率の分布の測定結果を Fig. 6 に示した。温度 910 °C における CO ガス供給量を 40 l/min, 還元時間を 60 分としたときの還元率は、平均値が 81.7 %であり、セル内で 72 %から 96 %の間に分布している。しかし、せん断面での分布はこれよりも幅が狭いので、せん断応力の測定上は、セル内の還元率をほぼ一樣と見なすことができる。

5. 還元ペレットの試験結果

還元反応がペレット層の収縮率におよぼす影響を調べるために、垂直荷重をかけたまま 910 °C に保って、CO ガスを 40 l/min で 60 分供給し、還元した試料の収縮率を測定した。その結果を先の未還元試料の収縮率とともに Fig. 7 に示した。還元前に比べて還元後の収縮率はきわめて大きく、ペレット粒子が軟化して、いびつに変形していることも観察された。このことから、還元ペレットは未還元ペレットよりも炉内の流動性に劣るものと考えられ、炉内の状況を種々に模したせん断試験を行うことにした。

実操業での鉄鉱石ペレット層は通常、排出部分を除けばあまりせん断変形することなく炉内を下降して行くと思われるので、先ずこれを模した試験をおこなった。すなわち還元中は、試料をせん断することなく、炉内の応力に相当する垂直応力だけをかけてセル内に静置し、還元が終わってから 10 kPa の垂直応力のもとで、せん断した。Fig. 8 には、還元中の垂直応力を横軸にとり、試料が破壊したときのせん断応力を縦軸

Fig. 7 Effect of reduction on shrinkage

Fig. 8 Shear strength of reduced pellets

にとって、試験結果を○でプロットしてある。せん断時の垂直応力は、いずれも 10 kPa と低い垂直応力であるので、ここで得たせん断応力はクラスタ固有の付着力に近いものと思われ、この値は図から40~70kPaと読みとられる。なお図には未還元ペレット(910℃)のせん断試験結果を破線で示してあり、予想した通りペレットを還元すると、せん断応力がかなり大きくなることがわかった。また同じ条件で還元したペレットを、冷却後にせん断した結果が●でプロットしてあり、高温での測定値の3~5倍の値を示している。この理由は、表面が金属鉄にまで還元されているペレット同士の接触面に存在する拡散焼結部分の強度が冷却によって増したためである。還元したペレットのせん断試験では、温度によってこんなにもせん断応力が異なるので、900℃程度の高温度域を有する直接還元製鉄シャフト炉の内部を想定したせん断試験データをとるには、炉内温度に相当する高い温度で測定することが必要である。

次に、還元中に鉄鉱石ペレットをせん断変形させて、クラスタリングを防止する可能性を調べることにした。これを模した試験として、還元中に毎時一回転程度の低い速度で試料をせん断し、その後垂直応力を変えてせん断し、そのときの σ と τ をFig. 9に●でプロットした。せん断することなく静置したまま還元した試料のせん断力を表わす破線と還元中にせん断した試料のせん断力をくらべると、 τ は後者のほうが1/2程度に小さい。この結果より、シャフト炉内で還元中のペレットに対してせん断変形を与えることが、ペレット同士が同一面で接触し続けることを妨げ、焼結部分の発生を未然に防止するとともに、すでに発生している焼結部分に対してもその強度が小さい間に破壊する効果をもたらすものと思われる。

以上のように還元時のペレットへの荷重条件やせん断条件をかえて試験した結果、シャフト炉の形状を改良して、ペレット同士の焼結・融着が予想される還元領域あるいは高温領域において積極的にペレットにせん断変形を与えることが、クラスタリングを防止する手段として有効であるとの見込みを得た。

今後は、さらに流動物性に関する測定データを蓄積

Fig. 9 Effect of shearing during reduction on shear stress

し、操業的に意図した所でせん断変形を起こし得るよう、炉の設計について検討していく。そのためには、モデルビン実験による炉の構造と粒子流れ・層内応力との関係の把握、さらに炉内のガス流れと熱交換・反応を織り込んだシミュレーション計算によるクラスタ発生部分の予測など、炉の操業に関する総合的な検討が必要となる。この検討結果については機会を改めて報告したい。

6. 結 言

直接還元製鉄シャフト炉でのクラスタリング防止策を検討することを目的として、高温で反応中の鉄鉱石ペレットの流動物性を測定することにした。そのため、炉内の現象を模したせん断試験機を新たに設計製作した。この試験機で未還元ペレットをせん断した結果は、ジュニケセルによる試験結果と一定の相関で関係づけ得るものであった。セル内試料に還元ガスを通過させると、その初期には鉄鉱石ペレットが急速に膨張するなど、還元中の物性変化を明確にとらえることができた。

還元中に試料を静置したときに生成するクラスタのせん断破壊応力は、40~70kPaと測定された。この値に対して、せん断しつつ還元した場合のせん断力は、約1/2に小さくなり、ペレットを炉内でせん断させることがクラスタリングの防止に有効であるとの見通しを得た。

Nomenclature

ϵ : shrinkage ratio
 σ : normal stress

[-]
 [Pa]

τ : shear stress
 ϕ_i : angle of internal friction

[Pa]
 [-]

References

- 1) Imanishi, N., R. Watanabe, T. Tutaya and I. Fujita: *Suiyokwai-shi*, **19**, No. 2, 142 (1979)
- 2) Tsuchiya, O., K. Ohtuki, T. Sugiyama, M. Onoda and I. Fujita: *J. Iron and Steel Inst.*, **66**, 1297 (1980)
- 3) Mori, K., R. Hidaka and Y. Kawai: *ibid.*, **66**, 1287 (1980)
- 4) Narita, K., M. Maekawa and H. Kanayama: *ibid.*, **66**, 1860 (1980)
- 5) Ikeda, T., K. Inoue, T. Uenaka and M. Kanemoto: *ibid.*, **67**, 726 (1981)
- 6) Yamaoka, Y., H. Hotta and S. Majikawa: *ibid.*, **66**, 1850 (1980)
- 7) Kaneko, D., Y. Kimura and M. Onoda: *ibid.*, **64**, 681 (1978)
- 8) Jenike, A. W.: Bulletin of the Uta Engineering Experiment Station, **108** (1961) and **123** (1964)
- 9) Murata, H., M. Wakabayashi and T. Egusa: *J. Soc. Powder Technol., Japan*, **20**, 558 (1983)
- 10) Nagao, T.: *Trans. Japan Soc. Mech. Eng.*, **33**, No. 246, 229 (1967)

正誤表 (Vol. 26 No. 1~No. 6 に掲載分)

本会誌に以下の誤りがありました。著者の申出により、ここに訂正いたします。

誤	正
Vol. 26 No. 6	
＜解説＞「粒径評価に対する二、三の留意点——測定法と得られる代表径について——」 向阪保雄著	
p. 436 式(18)中 $\kappa^{1/2}$	$\kappa^{-1/2}$
式(19)中 $l^{1/2}$	$l^{1/6}$
式(20)中 $d_D^{5/6}$	$d_D^{1/2}$
式(20)の3行↓ $d_D^{5/6}$	$d_D^{1/2}$
p. 438 式(22)中 $n^{1/3}$	$n^{1/6}$

正誤表の掲載について

粉体工学会誌の研究報告、技術資料、総説等の正誤表を下記のように定期的に掲載します。

著者の皆様、よろしくご協力下さい。

No. 1~No. 6 の分は、同じ Vol. の No. 9 に掲載

原稿提出締切 毎年 6 月 30 日

No. 7~No. 12 の分は、次の Vol. の No. 3 に掲載

原稿提出締切 毎年 12 月 28 日

原稿提出先：粉体工学会、編集事務局

〒606 京都市左京区田中関田町 2-7

思文閣会館33号