

## 論 文

UDC 622.341.1 : 622.788.36

## 赤鉄鉱の湿式造粒に関する研究\*

下飯坂 潤 三\*\*・坂 本 宏\*\*\*

鴻 巣 彬\*\*・高 橋 信 博\*\*\*\*

## Agglomeration of Hematite from Aqueous Suspensions

Junzo SHIMOIZAKA, Hiroshi SAKAMOTO,  
Akira KONOSU, and Nobuhiro TAKAHASHI

## Synopsis:

The agglomeration of hematite from aqueous suspensions by use of coal tar as a bridging liquid has been studied. It is necessary to treat the hematite with a Na-oleate aqueous solution prior to the agglomeration in order to make the surface of the hematite hydrophobic. The application of this method to the formation of hematite pellets containing coal has also been investigated together with the test of the reducibility of these pellets.

Main results obtained are summarized as follows.

- 1) Finely-divided hematite, which was pretreated with a Na-oleate solution, in aqueous suspensions can be agglomerated by applying suitable agitation in the presence of a small amount of coal tar.
- 2) When the surface of hematite particles is covered by the complete mono molecular film of oleate ions, the agglomeration efficiency becomes maximum.
- 3) With an increase of the amount of coal tar added, the agglomeration efficiency and the pellet size increase but the strength of green pellets becomes weaker; the use of an excessive amount of coal tar results in no agglomerates formation. Thus, the amount of coal tar should be optimized.
- 4) The agglomeration efficiency, determined by the amount of coal tar added to the hematite in aqueous suspensions, is not influenced by the pulp density of suspensions.
- 5) The dry strength of the pellets rises up to 70 kg/cm<sup>2</sup>.
- 6) The agglomeration efficiency is improved and size of pellets becomes large (more spherical) by using coal together with coal tar.
- 7) When the hematite pellets containing 20% coal agglomerates are reduced with 10% coke, the degree of metallization of the pellets is about 90%.

(Received July 5, 1972)

## 1. 緒 言

浮選処理した鉄鉱石は製錬工程に入る前にペレット化することが好ましい。生ペレットを作る際に鉱物表面が疎水性であると強度の高い生ペレットを作りがたいため<sup>1)</sup>、従来、鉱物表面の疎水化を避けるために鉄鉱石を逆浮選\*で回収するのが望ましいと言われており、その際鉄鉱石の抑制剤としてデンプンおよびその誘導体が多く用いられている<sup>2)</sup>。また I. IWASAKI らは脂肪酸で順浮選\*\*をした浮選精鉱から脂肪酸の脱着を試み、その結

果を報告している<sup>3)</sup>。

本報ではオレイン酸が吸着した赤鉄鉱を上述のように脱着することなしに、その疎水性を利用し懸濁液中で直接タールを結合剤として造粒する方法を検討した結果について述べる。この方法は最近選鉱および廃水処理部門において注目されつつある湿式造粒法<sup>4)~6)</sup>で、固液分離とペレタイジングを同時に行なうという新しい試みであ

\* 昭和 46 年 4 月, 昭和 47 年 4 月本会講演大会にて発表

昭和 47 年 7 月 5 日受付

\*\* 東北大学工学部 工博

\*\*\* 東北大学工学部

\*\*\*\* 日鉄鉱業(株)

\* 目的鉱物である鉄鉱石を沈鉱とし、異種鉱物を浮鉱として分離する方法。

\*\* 目的鉱物である鉄鉱石を浮鉱として回収する方法。

Table 1. Specific surface area of grinding products of hematite by ball mill.

Product (Grinding time)	Specific surface area (cm <sup>2</sup> /g)
Feed	1 070
15 min	2 420
30 "	3 940
60 "	5 470
120 "	8 720

る。湿式造粒法には上述の方法とは別に、M. YUSA らが発明した高分子凝集剤を用いる方法もある<sup>7)</sup>。また石炭が天然疎水性であることに着目して石炭内装ペレットについても検討した。

## 2. 試 料

造粒実験に使用した鉄鉱石はブラジル産赤鉄鉱で鉄品位は 58.4% である。試料に赤鉄鉱を選んだのは実用的にもオレイン酸浮選の可能性であるためであり、ブラジル産赤鉄鉱を対象としたのは高純度のものが得やすいためである。試料は塊鉄をジャイレトリクラッシャーで粗粉碎して -10mesh (1.651 mm) にした後、ボールミル (内径 25 cm, 長さ 30 cm, ボール直径 4 cm, 回転数 65rpm) を用いて、粉碎時間を 15 min, 30 min, 60 min, 120 min, と変えて作製した粉末を用いた。各粉碎試料の比表面積は柳本ガスクロマトグラフ G8 比表面積測定装置を用い流通式ガス吸着法によつて求めた。その結果を Table 1 に示した。

造粒するときの結合剤は市販の東京ガス製コールタールを用いた。コールタールの比重は 1.14, 灰分が 0.02% である。110°C までの揮発分は 45% 程度である。赤鉄鉱表面を疎水性にするのに市販の 1 級オレイン酸ナトリウムを用いた。石炭内装法に用いた石炭は太平洋炭産のものを上記のボールミルで粉碎し、-400 mesh (0.037 mm) 40% にしたものである。

## 3. 実験装置ならびに実験方法

二重円筒式横型ペレタイザーを試作して使用した\*。Fig. 1 にその断面の概略を示した。外筒は直径 15 cm, 長さ 30 cm, 内筒は直径 7.5 cm, 長さ 20 cm である。両円筒は独立に可変速な回転を行なうことができるように設計してある。

また円筒は内部を観察できるように透明なプラスチック製にしてある。

浮選実験はまず赤鉄鉱を 120 min 粉碎した試料 (120 min 粉碎試料) を固体量 20% の懸濁液にし、容量 400

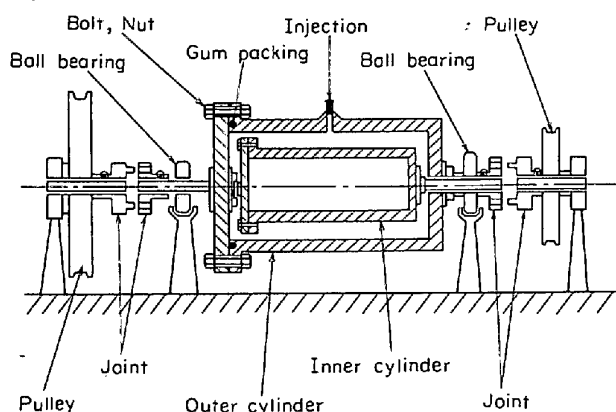


Fig. 1. Pelletizer.

ml の FW-型浮選機に入れオレイン酸ナトリウムを所定量添加して 10 min 翼を回転させ攪拌し、つぎにパインオイルを 1 滴滴下して 1 min 攪拌した後、空気孔を開放して浮遊を開始させる方法で行なつた。浮選時間は 10 min とし、得られた浮遊量を乾燥秤量して浮遊率を求めた。

湿式造粒実験は次の手順で行なつた。まず粉碎されたブラジル産赤鉄鉱を 2.5 kg 計り取り、パルプ濃度 25% の懸濁液を作つた。この懸濁液に所定量のオレイン酸ナトリウムを添加し、ときどき攪拌して 24hr 吸着させた。24hr 後に赤鉄鉱粉末をろ過、洗浄した。こうするとき赤鉄鉱は強い疎水性を持つようになる。つぎに上述のようなオレイン酸ナトリウム処理後の赤鉄鉱を蒸留水に懸濁させ、所定のパルプ濃度にして二重円筒式横型ペレタイザーに入れた後に結合剤としてのコールタールを注射器で注入口から 3 回に分けて入れる。注入法は試料装入後内円筒を回しながら行ないコールタールの分散を計つた。注入後内円筒を止め、ついで外円筒を 3 min 回転する。この操作を合計 3 回繰り返した。造粒時間の開始は最後の 1/3 のコールタールを添加して外円筒を回転させたときとした。つぎに所定の回転時間後、生成したペレットをドラムから取り出し、10mesh (1.651 mm) のフルイを用い湿式でフルイ分けし、105°C ~ 110°C で乾燥させ生成重量を測定した。石炭内装ペレットの生成の場合は、石炭粉末が気液界面に浮遊して造粒がうまくいかないため、石炭粉末に若干量のコールタールをあらかじめ吸着させてから赤鉄鉱試料の懸濁液に加え、さらにコールタールを添加して造粒を行なつた。

強度試験は昭和測器製のペレット強度試験機を用いて行なつた。XY レコーダーに記録された荷重-変位曲線の最大値をペレットの断面積で割つたものを圧壊強度とした。

\* 縦型のペレタイザーに Shell Pelletising Separator がある<sup>8)9)</sup>。

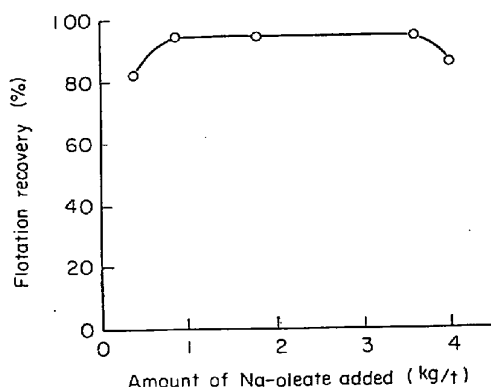


Fig. 2. Relation between flotation recovery and amounts of Na-oleate added.

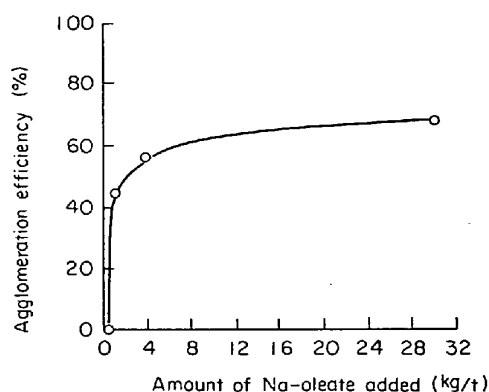


Fig. 3. Effect of the amounts of Na-oleate added on the agglomeration efficiency.

#### 4. 実験結果および考察

##### 4.1 オレイン酸ナトリウムと表面疎水性

緒言でも述べたように、湿式造粒法はオレイン酸浮選した赤鉄鉱の表面が疎水性であることを利用し、コールタールを結合剤として造粒する方法である。したがってオレイン酸ナトリウム処理量と赤鉄鉱の表面状態の関連性について知ることが必要であると考え、予備試験として浮選—湿式造粒試験を行なった。

Fig. 2 は赤鉄鉱の 120 min 粉碎試料のオレイン酸浮選における、オレイン酸ナトリウムの添加量と浮遊率の関係を示したものである。オレイン酸ナトリウムを 900g/t 以上添加すると赤鉄鉱はほとんど浮遊するが、オレイン酸ナトリウムの添加量が 4 kg/t 以上になるとむしろ赤鉄鉱の浮遊率が低下してくることが認められた。この現象はオレイン酸ナトリウム添加量が少ない場合は、赤鉄鉱表面に吸着したオレイン酸イオンにより表面が疎水性となり浮遊するが、オレイン酸ナトリウム添加量が多くなると 2 分子層吸着が起こり、表面が親水性となり浮遊性を減じるものと考えられる<sup>10)</sup>。

Fig. 3 はオレイン酸ナトリウム処理量が造粒効率\* におよぼす影響を調べたものである。実験条件は、結合剤としてのコールタール添加量が赤鉄鉱 100 g に対して 6 cc、パルプ濃度が 10%、ペレタイザーの回転速度が 20 rpm、造粒時間が 30 min である。オレイン酸ナトリウム 500g/t 処理した場合にはペレットはほとんど生成されないが、1 kg/t 処理になると造粒効率が 45% と急激に増加し、4 kg/t 以上の処理では造粒効率の増加の割合が緩慢になつている。このことはオレイン酸ナトリウム 4 kg/t 処理で単分子層吸着がほとんど完成してしまい、それ以上処理量を増加しても洗浄による鉱物表面の

疎水性に変化がなくペレットの生成率が一定になるものと考えられる。したがって造粒効率を最大にするところは鉱物表面の疎水性が最大になるところ、すなわちオレイン酸イオンが最密単分子吸着層となるところであろうことが理解できる。多量のオレイン酸ナトリウム処理を行なつても 2 分子層より多く吸着されず、しかも単分子層は化学吸着で水洗により除去できないが、2 分子層は物理吸着であり水洗により容易に除去できることを著者の 1 人がすでに報告しているが<sup>11)</sup>、この事実は上述の浮選実験並びに造粒実験からも裏づけられる。以上より、造粒効率を最大にするための最密単分子吸着層を形成するにはオレイン酸ナトリウム 4 kg/t で処理すればよいことわかつた。したがって以下の実験はすべてオレイン酸ナトリウム 4 kg/t 処理の赤鉄鉱を用いて行なつた。

##### 4.2 造粒実験

###### 4.2.1 造粒効率

造粒効率は製品の歩留りの面からも、懸濁液の固液分離の面からも 100% に近いことが望ましい。FOGEL は過リン酸石灰の造粒実験において直径 1~4 mm のペレットの収率を造粒効率として表わし<sup>12)</sup>、渡真は微粉炭の造粒において目標粒径の ± 2 mm のペレットの収率を造粒効率として表わしている<sup>13)</sup>。ここでは便宜上 +10 mesh (1.651 mm) をもつてペレットとし、造粒効率は懸濁液中の固体量と添加したコールタールの重量和に対するペレットの乾燥 (105~110°C) 重量の百分率と定義する。ここでコールタール重量も加味したのは、コールタールを結合剤とした場合 110°C で乾燥しても水の場合と違って蒸発してしまわず、添加したコールタールの半分以上がペレット中に残るので、コールタールの重量を加味しないと造粒効率が 100% を越えることがあるからである。造粒効率におよぼす因子としてコールタール添加量、ペレタイザー総回転数、ペレタイザー回転速度

\* 4.2.1 を参照。

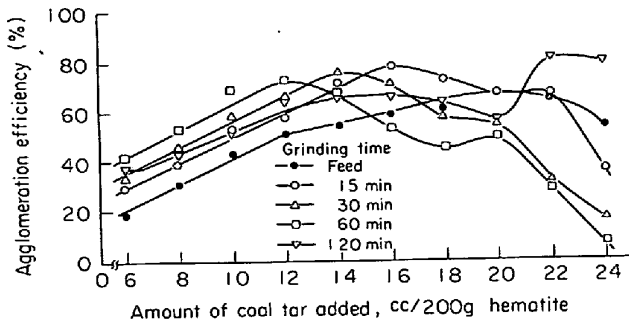


Fig. 4. Relation between the agglomeration efficiency of fine grinded hematite and the amounts of coal tar added.

パルプ濃度などが考えられるので、以下にそれぞれの検討結果について述べる。

Fig. 4 は赤鉄鉱試料のボールミル元鉱および粉碎時間を 15 min, 30 min, 60 min, 120 min と変えて作製した粉碎産物を、オレイン酸ナトリウム処理した懸濁液にコールタールを添加して造粒した場合の造粒効率とコールタール添加量の関係を示している。実験条件はオレイン酸ナトリウム処理量 4 kg/t, パルプ濃度 10%, ペレタイザー回転速度 20rpm, 造粒時間 30 min である。コールタール添加量が少量の範囲では、造粒効率はコールタール添加量の増加とともにいずれも直線的に増加しているが、コールタール添加量がある値以上になると生成したペレットがペレタイザーの内壁に付着しやすくなり、ペレットとしての回収率が低くなっている。さらにコールタール添加量を増していくと生成されるペレットの強度が弱くなり、ついにフルイの上に残らなくなる。これは後述するように生成されるペレットの粒径がコールタール添加量を増加すればするほど大きくなり、ついに流動性をおびた一つの連続したコールタール層を形成し、その中に赤鉄鉱粉末が懸濁している状態となるためである。

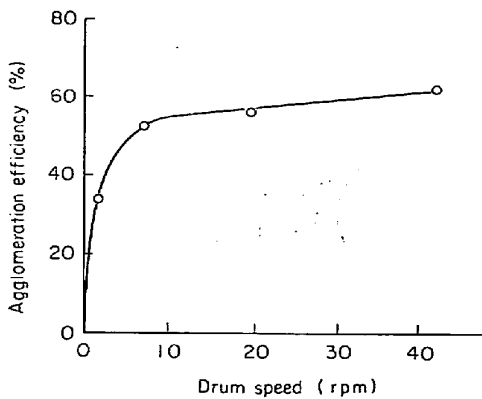


Fig. 5. Influence of the drum rotational speed on the agglomeration efficiency.

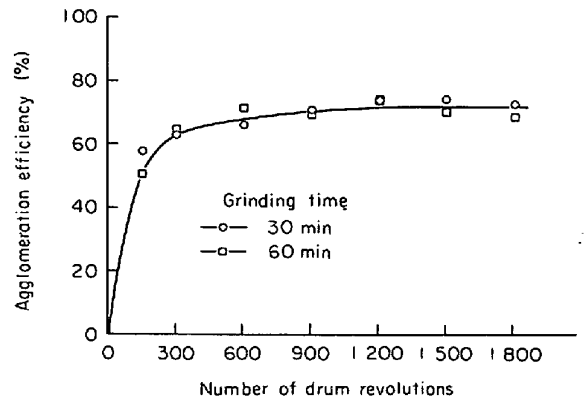


Fig. 6. Influence of the number of drum revolutions on the agglomeration efficiency.

これは通常の空気中での造粒法により、過リン酸石灰を造粒した場合の水分と造粒効率に関する FOGEL の実験結果と類似している<sup>12)</sup>。したがって造粒効率には限界があり、その値は 70~80% であることがわかる。また最大の造粒効率を与えるコールタール量は比表面積によつて異なり微細な粉体ほど少量になつている。

Fig. 5 は造粒効率におよぼすペレタイザー回転速度の影響を示したものである。実験条件はパルプ濃度が 10%, 結合剤のコールタール添加量が赤鉄鉱 100 g に対して 6 cc, 造粒時間が 30 min である。ペレタイザーの回転速度が小さい範囲では造粒効率は速度の増加とともに急激に増大するが、回転速度が 10rpm 以上になるとほぼ一定となつている。回転速度が小さい場合は結合剤と赤鉄鉱の粉末の衝突の確率が小さいため、造粒効率が低いものと考えられる。

したがってペレタイザーの回転速度は造粒効率の面か

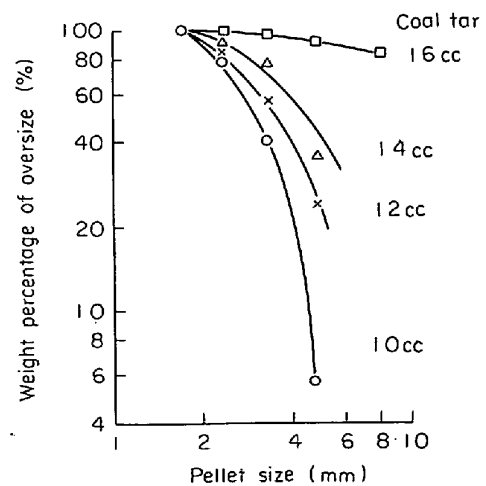


Fig. 7. Effect of the amounts of coal tar added on the size distribution of pellets.

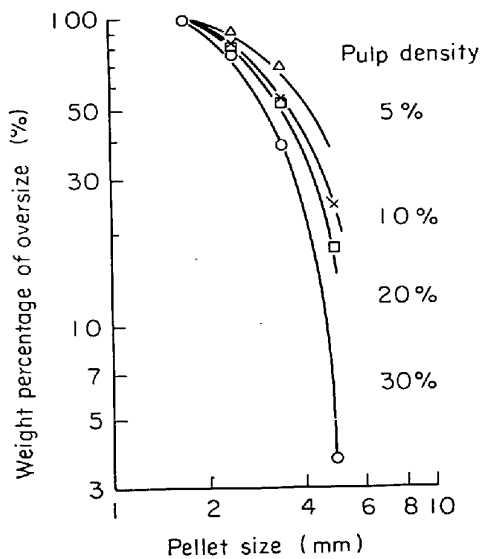


Fig. 8. Effect of pulp density on the size distribution of pellets.

らは 20rpm 程度で十分である。

Fig. 6 は造粒効率におよぼす総回転数の影響を 30 min 粉碎試料と 60 min 粉碎試料について示したものである。実験条件はオレイン酸ナトリウム処理量 4 kg/t、パルプ濃度 10%、ペレタイザー回転速度 20rpm である。造粒効率はペレタイザー総回転数の小さいところから急激に増加し、300 回転あたりからほぼ一定となっている。したがって造粒時間としては 20rpm の場合 15 min 程度で十分である。

またパルプ濃度を 5~30% の範囲に変化させたが、造粒効率はほとんど変化しないことが認められた。

#### 4.2.2 ペレットの粒度

通常鉄鉱石のペレットの粒度は 10~30 mm 程度である<sup>14)</sup>が、本実験では前述のように実験結果の比較検討および歩留りの点から便宜上 +10mesh (1.651 mm) をもって赤鉄鉱がペレットとして回収されるものとした。

Fig. 7 はコールタール添加量が生成するペレットの粒度分布におよぼす影響について示したものである。実験条件は Fig. 4 の実験の場合と全く同じである。コールタールの添加量を増加することにより生成するペレットの平均粒径が大きくなっている。

Fig. 8 はパルプ濃度が生成するペレットの粒度におよぼす影響について示したものである。実験条件は、オレイン酸ナトリウム処理量が 4 kg/t、結合剤のコールタール添加量が赤鉄鉱 100 g に対して 6 cc、ペレタイザーの回転速度が 20rpm、造粒時間は 30 min である。これよりパルプ濃度を増すほど生成されるペレットの平均粒径が小さくなるのがわかる。これはドラム内の仕込み

量が多くなるとペレットの生成量が多くなるため、ペレットに加わる圧力が大きくなることによりペレットが締まるか、あるいは破壊されるためと考えられる。

ペレタイザーの総回転数はペレットの粒度にほとんど影響を与えないことが確かめられた。また、ペレタイザーの回転速度が大きくなればなるほど、ペレットの平均粒径は小さい方に移る傾向にあつた。これはペレタイザーの回転速度が大きくなるとペレットに加わる外力が大きくなり、ペレタイザーの仕込み量が増加したときと同様にペレットが締るかあるいは破壊されることにより、ペレットの平均粒径が小さくなるためと考えられる。以上よりペレットの平均粒径は結合剤のコールタールの添加量によりおもに支配されるが、パルプ濃度、ペレタイザーの回転速度によつて多少変化することが明らかとなつた。

#### 4.2.3 湿式造粒と空気中でのペレット造粒との比較

ここでは転動造粒について比較することにする。

空気中でのペレット造粒機構は次のように考えられている<sup>15)~18)</sup>。湿つた粉体を転動造粒機に投入して造粒を開始した直後、まず、いわゆる核が形成され、つぎに核を中心として転動により粒子成長がおこる。転動運動によりもたらされるトルクによつて粒子の圧密化が進行し、過剰水分が表面に浸出する。この過剰水分がほかのより小さい核、または湿粉体を付着せしめることにより、いわゆる雪だるま式粒子成長がおこるのである。

粒子の成長におよぼす因子は、原料、結合剤液の特性として原料粒子形状、原料粒度、原料粒子比表面積、濡れ付着張力、結合剤液の粘度および表面張力、操業上の操作変量として結合剤の添加量、ペレタイザーの回転速度、ペレタイザーの総回転数、仕込み量などが考えられるが、ここでは操作変量についてのみ比較してみる。

##### (1) 結合剤の添加量

造粒効率におよぼす結合剤添加量の影響に関しては、Fig. 7 と NEWITT らの実験結果を比較すると、両者とも結合剤の添加量を増すことによりペレットの粒径が大きくなるという類似の関係を示すことが認められる。

##### (2) ペレタイザーの回転速度

NEWITT, FUERSTENAU らは空気中でのペレット造粒において、造粒時間が同じ場合はペレタイザーの回転速度が大きいほどペレットの平均粒径は大きくなるが、総回転数で比較すればペレタイザーの回転速度はペレットの平均粒径に影響をおよぼさないことを報告している<sup>17)18)</sup>。

湿式造粒では上述の空気中でのペレット造粒と異なり、回転速度が大きくなればなるほどペレットの平均粒

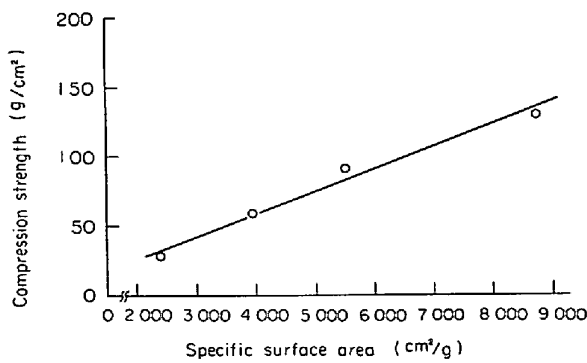


Fig. 9. Relation between specific area of raw materials and strength of green pellets.

径は小さくなる傾向にある。

### (3) ペレタイザーの総回転数

空気中でのペレット造粒ではペレタイザーの総回転数を増せば増すほどペレットの粒径は大きくなるが、湿式造粒ではペレタイザーの総回転数はペレットの粒径にほとんど影響を与えない。

### (4) 仕込み量

NEWITT らは空気中でのペレット造粒においてドラム内の仕込み量を増すとペレットの平均粒径が大きくなることを報告している<sup>17)</sup>。一方 FUERSTENAU らはタコナイトで実験した結果 NEWITT らの実験結果と異なり、仕込み量はペレット平均粒径には影響を与えないことを報告している<sup>18)</sup>。

湿式造粒においては、仕込み量を増すとペレットの粒径は、NEWITT らの結果とは逆に小さくなる。

以上より、湿式造粒の造粒機構は前述の空気中でのペレット造粒とは異なり、雪だるま式の粒子成長過程は認められず、造粒はごく初期の段階で完成するものと推察される。

湿式造粒の造粒機構の詳細に関しては今後の研究に負わなければならない。

### 4.3 ペレットの圧壊強度

生ペレットに要求される品質の1つに機械的な強度がある。これは造粒機から焼成炉に至る運搬時の落下あるいは衝撃に耐える強度としての落下抵抗と、焼成炉での生ペレットの積載荷重に耐える強度としての圧壊強度である。通常添加剤としては、おもにベントナイトが用いられ造粒性、生ペレットの機械的強度を含む物理特性の改善に顕著な効果が認められている<sup>14)</sup>。

Fig. 9 は比表面積と生ペレットの圧壊強度の関係を示している。実験条件はオレイン酸ナトリウム処理量 4 kg/t, パルプ濃度 10%, ペレタイザー回転速度 20rpm, 造粒時間 30 min, コールタール添加量は赤鉄鉱 100 g

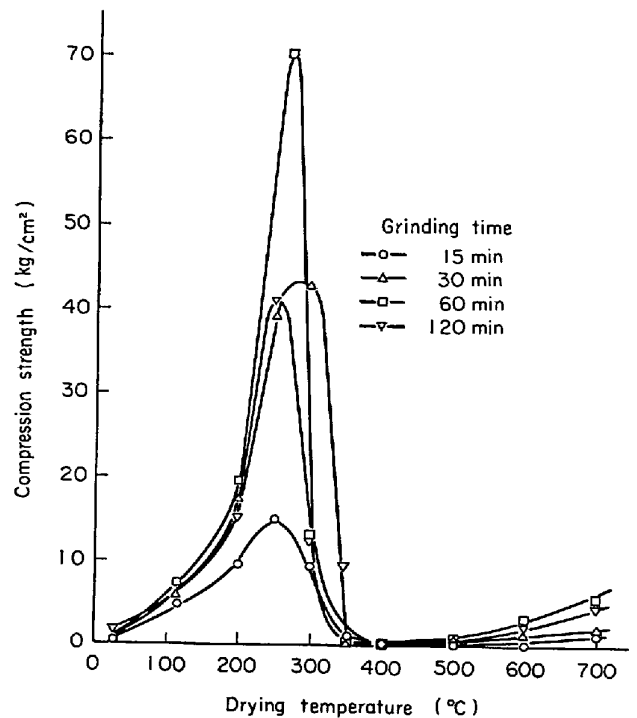


Fig. 10. Effect of drying temperature on the compression strength of dry pellets.

に対して 6 cc である。生ペレットは荷重を加えても変形はするが破壊しない。ペレットが変形するときひび割れが生じ、歪み-荷重曲線が一つの山を示すので、このときの荷重を便宜上生ペレットの強と定義する。比表面積が増加するとともに直線的に強度も増加していることが認められる。生ペレットの強度と粒径あるいは比表面積の関係については、多くの研究者により研究されている。たとえば、pendular state (パサパサ状態)<sup>19)</sup>については NEWITT<sup>17)</sup>, RUMPF<sup>20)</sup>, IINOYA<sup>21)</sup>, AOKI<sup>22)</sup> ら、capillary state (ネバネバ状態) については NEWITT<sup>17)</sup>, RUMPF<sup>20)</sup>, TIGERSCHOLD<sup>23)</sup> らが研究報告しているが、これらはいずれの状態でも

$$\sigma \propto \frac{\gamma}{d} \propto \gamma S$$

という関係が成立することが知られている。ここで  $\sigma$  はペレットの圧壊強度、 $\gamma$  は結合剤の表面張力、 $d$  は粒径、 $S$  は比表面積である。したがって上述の比表面積の増加とともに圧壊強度が増加するのは毛管半径が小さくなるためと考えられる。

Fig. 10 は 700°C までの乾燥温度と乾燥圧壊強度の関係を示している。これは 110°C で 2hr 乾燥したものを、高温でさらに 1 hr 乾燥させたものについての結果である。実験条件はオレイン酸ナトリウム処理量 4kg/t, パルプ濃度 10%, ペレタイザー回転速度 20rpm, 造粒時間 30 min, コールタール添加量が赤鉄鉱 100 g に対

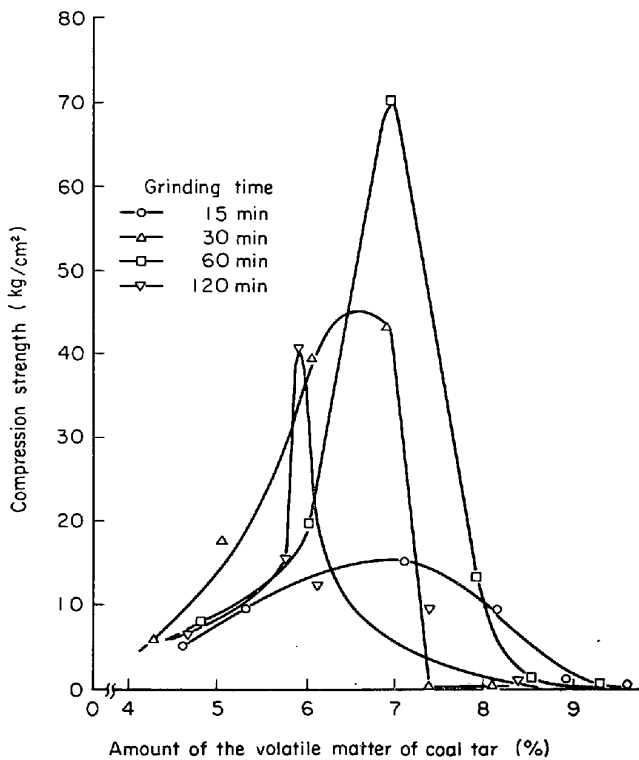


Fig. 11. Relation between compression strength of dry pellets and amounts of the volatile matter of coal tar in pellets.

して 6 cc である。乾燥温度を上げると圧壊強度は大きくなり、乾燥温度 250°C 前後で圧壊強度の最高値を示し、さらに高温になると圧壊強度は逆に小さくなり、400~500°C ではきわめて弱くなっている。

生ペレットを乾燥すると最初 capillary state のものがコールタールを揮発して pendular state になる<sup>24)</sup>。この過程で強度が増大する原因は明らかでなく今後の検討を待たねばならない。高温領域で強度が小さくなるのはコールタールが焼失してしまうためと考えられる。600°C 以上の高温になると強度が再び出てくるのは、鉄鉱石粒子の焼結によるものと考えられる。

Fig. 11 は Fig. 10 の実験結果とそのときのコールタール分の揮発量の関係を示したものである。これより粉砕時間の長いほど、すなわち比表面積の大きいほど圧壊強度は大きくなっていることがわかる。また比表面積が大きいほど山の形がシャープになり、最適条件のコントロールがむずかしいことが認められる。比表面積の大きい 120 min 粉砕試料の圧壊強度が 60 min 粉砕試料のそれより小さくなっているのは、ピークがシャープなため強度の最大値を捕えられなかつたためと考えられる。乾燥強度が最大値を示すのは、生ペレットに含まれている 9~10% のコールタール分の 70~80% が揮発したときである。すなわちペレット中に 2~3% のコールタール

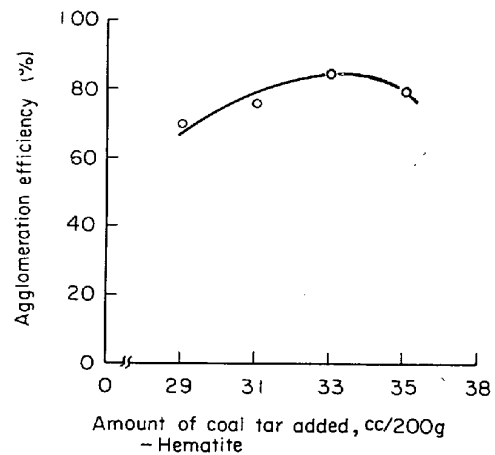


Fig. 12. Effect of the amounts of coal tar added on the agglomeration efficiency.

分が存在するところでペレットの乾燥強度が最大値を示すことになる。

#### 4.4 石炭内装ペレット

Fig. 10, Fig. 11 より明らかなようにコールタールは低温度で焼失してしまい、後述の還元実験ではコールタールは還元にはあまり寄与しないことが明らかとなった。そこで著者らは石炭が天然疎水性であることに着目し、石炭内装ペレットの生成を試みた。石炭は疎水性であることと比重が比較的小さいため、水面に浮きコールタールとの混合が思わしくないため、あらかじめ適当量のコールタールを吸着させてから赤鉄鉱粉末の懸濁液中に添加した。

Fig. 12 は 30 min 粉砕試料 200 g に対して 40 g の石炭（あらかじめ 15cc のコールタールを吸着させたもの）を添加した懸濁液について実験した結果である。実験条件はオレイン酸ナトリウム処理量 4 kg/t、ペレタイザー回転速度 20rpm、造粒時間は 30 min である。

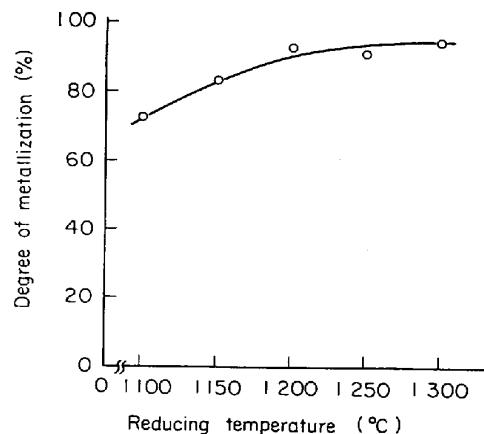


Fig. 13. Effect of reducing temperature on the metallization of pellets.

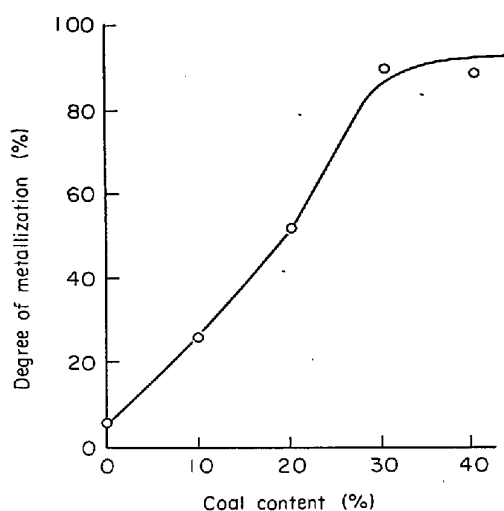


Fig. 14. Relation between metallization and coal content in pellets.

造粒効率がみかけ上 85% 程度となつてはいるが、ここでいう造粒効率は懸濁液中の赤鉄鉱と石炭および添加したコールタールの総量に対して生成した +10mesh (1.651 mm) のペレットを、105~110°C で乾燥したときの重量パーセントで示したものである。コールタールは 105~110°C で 40% 揮発するので、たとえばコールタール添加量 33cc の点では全部回収されたとしてもペレット生成率としては 85% 前後となる。したがって上述の結果は赤鉄鉱のほとんどのものがペレットとして回収されたことになる。実際ペレット生成後の液は澄んでいてほとんど固体は存在しなかつた。

なお石炭内装ペレットの場合粒径が大きくなり、また形状も球形に近づけることができた。造粒効率を上げるためにはコールタール添加量を増加しなければならず、石炭を併用しない場合はコールタールの添加量を増加するとペレットの強度が弱くなり、回収が困難になることは前述のとおりである。石炭併用の場合は石炭がコールタール添加量を増加する役目をして造粒効率を上げ、しかも大きなペレットを作るものと考えられる。

水を結合剤として造粒する石炭内装ペレットは石炭が疎水性であるため水になじみにくく、ペレットの強度が小さいが、本法により生成したペレットは 110°C 乾燥で 7 kg/cm<sup>2</sup> の強度が得られた。

#### 4.5 還元ペレット製造試験

還元ペレットは高炉における出鉄量の増大、コークス比の減少などの利点があり<sup>25)26)</sup>、今後の高炉原料として、また製鋼原料として注目されている。還元ペレットの製造法にはガス還元で酸化ペレットを還元する方法と、還元剤を直接混合内装したペレットを焼成還元する方法の

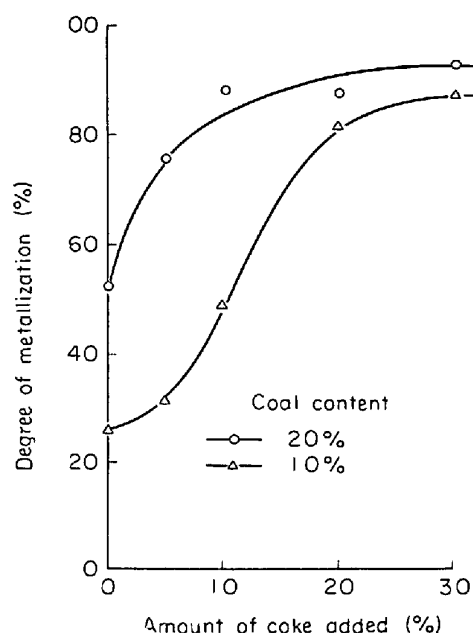


Fig. 15. Relation between metallization and amounts of coke added.

二つある。本実験で生成されたペレットは後者に属する。還元剤を直接混合する方法はこれまで海外で 2, 3 の研究があり<sup>27)28)</sup>、本邦でも大場<sup>29)30)</sup>、館<sup>31)</sup>、著者<sup>32)</sup>らの研究がある。

還元実験は落としふた付きルツボ中に試料を入れ、シリユニット電気炉内を昇温 (5 min) — 保持 (15 min) — 降温 (5 min) と移動することによつて行なつた<sup>32)</sup>。

Fig. 13 は 30 min 粉碎試料に石炭 20% 内装したペレットに対して、コークス 30% を多装した場合の金属化率におよぼす還元温度の影響を示したものである。造粒条件は Fig. 12 の実験条件と全く同じである。還元温度が高くなるにつれてペレットの金属化率は大きくなるが、1200°C で上昇の傾きが小さくなる傾向になつている。したがって還元温度は 1200°C で十分と考え、以下の実験の還元温度を 1200°C とした。

Fig. 14 は 30 min 粉碎試料に石炭内装量を 10, 20, 30, 40% と変えた場合の金属化率の変化を示したものである。石炭を内装していないペレットの金属化率は 5% 程度と低いが、石炭を 30% 内装することにより金属化率が 90% 程度まで向上することが判明した。

石炭を多量に内装することはせつかく選鉱で上げた鉄品位を下げることになるので、できるだけ内装量を下げることが望ましいものと考えられる。したがってつぎに石炭内装法とコークス外装法の併用実験を検討してみた。

Fig. 15 は 30 min 粉碎試料に石炭 20% および 10%



内装したペレットにコークスをそれぞれ5, 10, 20, 30%外装した場合の金属化率を示したものである。金属化率90%以上を得るには石炭20%内装しコークス10%程度外装しなければならないことがわかった。

## 5. 総 括

1) オレイン酸を吸着した赤鉄鉱は少量のコールターールを添加し、適当な回転を与えることにより湿式造粒が可能である。

2) 造粒効率はオレイン酸の単分子層が完成するところで最大となる。また結合剤としてのコールターールの添加量を増せば造粒効率は増大するが、多量に添加すると生ペレットの強度が弱くなるため、コールターール添加量には限界がある。造粒効率はパルプ濃度の影響をほとんど受けず、懸濁液中の固体量に対するコールターール添加量の割合で決定される。またペレタイザーの回転速度、総回転数がある値以上であれば造粒効率はこれらに影響されずほぼ一定である。

3) ペレットの粒径はコールターール添加量を増加すると大きくなるが、過剰に加えるとコールターール層となりペレットが生成しなくなる。また湿式造粒法においては通常の造粒のような雪だるま式のペレット成長過程は認められない。

4) 乾燥ペレットの圧壊強度が大きく数  $10 \text{ kg/cm}^2$  におよぶ。

5) 石炭を併用することにより造粒効率は向上し、生成されるペレットは大きく球形に近くなる。

6) 本法により生成した石炭20%内装ペレットにコークス10%外装することにより90%程度の金属化率を得ることができる。

おわりに、本研究を遂行するにあたり種々ご援助をいただいた日鉄鉱業(株)の関係各位に深く感謝する次第である。

## 文 献

- 1) 和田, 下飯坂, 松岡, 岡田, 鴻巣: 日本鉱業会誌, 81 (1965) 928, p. 928
- 2) 下飯坂, 松岡, 中塚, 向井, 水庭: 日本鉱業会昭和45年秋季大会分科研究会資料 N-5
- 3) I. IWASAKI, J. D. ZETTERSTROM, and E. M. KALAR: Trans, SME/AIME. 238 (1967), p. 304
- 4) A. F. SIRIANNI, C. E. CAPES, and I. E. PUD-DINGTON: The Canadian Journal of Chemical Engineering, 47 (1969), p. 166
- 5) 中村正義: 九州炭磁技術連盟会誌, 22 (1969), p. 167
- 6) 坂本, 下飯坂: 日本鉱業会昭和45年秋季大会分科研究会資料 0-4
- 7) A. M. GAUDIN and M. YUSA: Ceramic Bulletin, 43 (1964), p. 402
- 8) F. J. ZUIDERWEG and N. van LOOKEREN CAMPAGNE: The Chemical Engineer, 77 (1968), p. 224
- 9) Chemical Engineering, 27 (1969), p. 88
- 10) 下飯坂潤三: 東北鉱山, 6 (1959), p. 99
- 11) 佐藤, 下飯坂: 粉体および粉末冶金, 12 (1965) 4, p. 139
- 12) R. FOGEL: J. Appl. Chem., 10 (1960), p. 139
- 13) 工場操作シリーズ No 18, 造粒, (1965), p. 94 [化学工業社]
- 14) 日本鉄鋼協会編: 鉄鋼製造法第1分冊「製鉄・製鋼」(1972), p. 255 [丸善]
- 15) 工場操作シリーズ No 18, 造粒, (1965), p. 10 [化学工業社]
- 16) 国井和扶: 第2回粉体セミナー前刷集(粉体粉末冶金協会)(1966), p. 104
- 17) D. M. NEWITT and J. M. CONWAY-JONES: Trans. Inst. Chem. Eng., 36 (1958), p. 421
- 18) K. V. S. SASTRY and D. W. FUERSTENAU: International Mineral Processing Congress (1970), p. 55
- 19) 工場操作シリーズ No 18, 造粒, (1965), p. 12 [化学工業社]
- 20) KNEPPER: Agglomeration(1962), p. 379, Inter science
- 21) 井伊谷ら: 第6回総合シンポジウム前刷集(化学工学協会)(1967), p. 184
- 22) 綱川 浩, 青木隆一: 化学工学, 36 (1972) 3, p. 281
- 23) M. TIGERSCHOLD and P. A. ILMONI: Blast Furnace, Coke Oven and Raw Materials, 9 (1950), p. 18
- 24) 国井和扶: 第2回粉体セミナー前刷集(粉体粉末冶金協会)(1966), p. 106
- 25) J. A. PEART, et al. J. Metals, 17 (1965), p. 1396
- 26) P. L. WOALT: J. Metals, 18 (1966), p. 243
- 27) J. P. HANSEN, et al. J. Metals, 13 (1961), p. 314
- 28) J. A. LNNES: J. Metals, 15 (1963), p. 294
- 29) 神谷, 大場: 金属材料技術研究所研究報告, 13 (1970) 1, p. 15
- 30) 神谷, 大場: 金属材料技術研究所研究報告, 13 (1970) 2, p. 14
- 31) 李海洙, 館充: 鉄と鋼, 57 (1971) 3, p. 3
- 32) 下飯坂ら: 鉄と鋼, 56 (1970) 4, S 34