

シンターケーキの気孔構造定量化法の開発と通気性解析への応用

笠間 俊次*・稲角 忠弘*²・中安 勤*³

Development of an Evaluation Method for the Pore Structure of Sinter Cake and Its Application to the Permeability Analysis

Shunji KASAMA, Tadahiro INAZUMI and Tsutomu NAKAYASU

Synopsis:

Pore structure of sinter cake was observed three-dimensional with high energy X-ray computerized tomography. Most of pores of 5 μm or more in two-dimensional size were three-dimensional stem pores composing a complicated network linked with each other.

A new analysis method employing the X-ray computerized tomography has been developed for evaluating the sinter cake pore structure, based on a network model. This method has successfully made it possible to quantify the complexities of the pore network and pore thickness.

Applying this method to the analysis of the sinter cakes having the different permeability, importance of pore branch structure for the permeability was elucidated. Promoting the coalescence of iron ore particles securing stem pores improves the permeability of sinter cake because of producing a permeable pore network.

Key words: iron ore sintering; X-ray computerized tomography; three-dimensional image; analysis of sinter cake; pore structure; network model; evaluation of permeability.

1. 緒 言

焼結プロセスの通気的重要性については従来から多くの研究がなされており¹⁾、マクロには Ergun 式で評価できることが知られている²⁾³⁾。しかしながら、熔融帯やシンターケーキはきわめて複雑な形状の多孔体であるため Ergun 式の適応性は十分ではない⁴⁾。したがって焼結ベッドの通気性を正確に評価するためには気孔構造の解明が重要な課題である。

またシンターケーキの気孔構造は焼結ベッドの通気性に影響を及ぼすだけでなく、焼結時の燃焼帯へ空気を分配する流路として焼結反応にも間接的に影響を及ぼす。焼けむらなどの不均一な燃焼帯の降下現象を解明するためには、シンターケーキ内のガス流れ分布を理解することが重要であり、そのためにも気孔構造の定量化が必要である。

本報告では実態に即した気孔構造評価法の開発とその通気性解明への応用を目的として、ネットワークモデル⁵⁾の概念を導入した気孔形態の解析法(ネットワーク解析)を開発した。このネットワーク解析を適用して実機および焼結鍋で得られた代表的なシンターケーキの気孔構造解析を行い、通気性との関係について考察した。

2. シンターケーキ気孔構造の定量化法の開発

2.1 X線断層撮影

シンターケーキの断層撮影には、田口ら⁵⁾が開発した高エネルギー X 線断層撮影装置(CT と略す)を用いた。この CT は 420 kV の X 線管を使用しており、鉄鉱石のような高密度の物体を 0.25 mm の分解能で断層撮影できる⁶⁾。

CT 解析用のシンターケーキは開気孔部にパラフィン注入して固化させ、一辺が 40 mm の立方体ブロック

平成 3 年 11 月 7 日受付 平成 4 年 4 月 10 日受理 (Received on Nov. 7, 1991; Accepted on Apr. 10, 1992)

* 新日本製鉄(株)プロセス技術研究所 (Process Technology Research Laboratories, Nippon Steel Corp., 20-1 Shintomi Futtsu 299-12)

*² 新日本製鉄(株)プロセス技術研究所 工博 (Process Technology Research Laboratories, Nippon Steel Corp.)

*³ 新日本製鉄(株)君津製鉄所 (Kimitsu Works, Nippon Steel Corp.)

に切断分割したのち、CTによってブロックの中心部の垂直断面を撮影した。

2.2 シンターケーキ内の気孔径分布

気孔構造の特徴を理解するために、CT画像よりシンターケーキ中の気孔径分布を計測した。その結果をFig. 1に示す。この結果より、気孔率と気孔径の間には明確な相関が認められる。すなわち、全気孔率の高い箇所では5mm以上の粗大気孔(+5mm気孔)の構成比率が高く、逆に気孔率の低い箇所では5mm以下の気孔(-5mm気孔)の構成比率が高い。

このような気孔径分布の法則性から、5mm近傍を境にして気孔の形態が全く異なることが予想された。この点を解明するためにシンターケーキ内の気孔構造を3次元的に観察した。

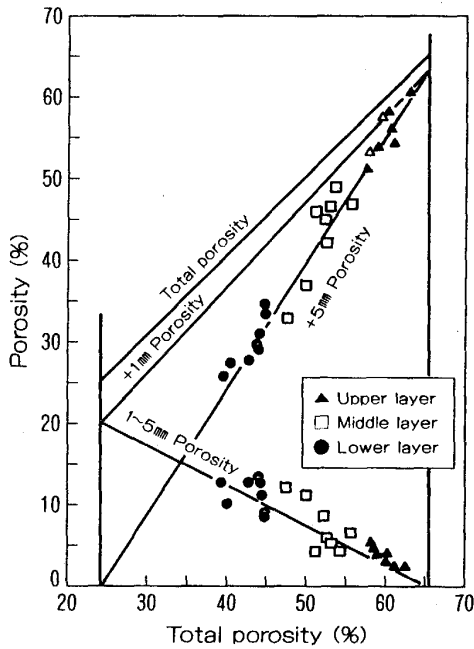


Fig. 1. Relationship between total porosity and porosity classified by pore size.

2.3 気孔の3次元構造の観察

シンターケーキ内の気孔の実態を理解するために、同一試料の水平断面を1mm間隔で連続的に断層撮影し、計算機処理によってPhoto. 1に示すような3次元画像を再構成した。

この方法により、2次元断面だけでは把握しにくい気孔の3次元的な形態や気孔どうしの連結性などを容易に判定できる。その結果、2次元画像上の-5mm気孔は球状の閉気孔であるのに対し、+5mm気孔のほとんどは3次元的に相互に連結した貫通気孔を形成していることがわかった。

この貫通気孔はきわめて複雑なネットワークを構成しており、真円度などの形状評価指数ではその形態を十分には定量化できない。このような貫通気孔の分岐形態をうまく定量化するために、Dullienが提案しているネットワークモデル⁷⁾の考え方を導入し、次節に述べる新しい画像解析法を開発した。

2.4 気孔の分岐形態の定量化法(ネットワーク解析)

気孔のネットワーク解析の手順をFig. 2に示す。ま

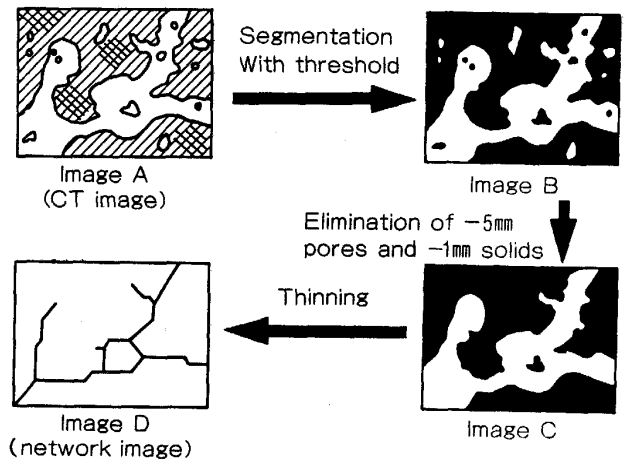


Fig. 2. The image processing sequence of "network analysis".

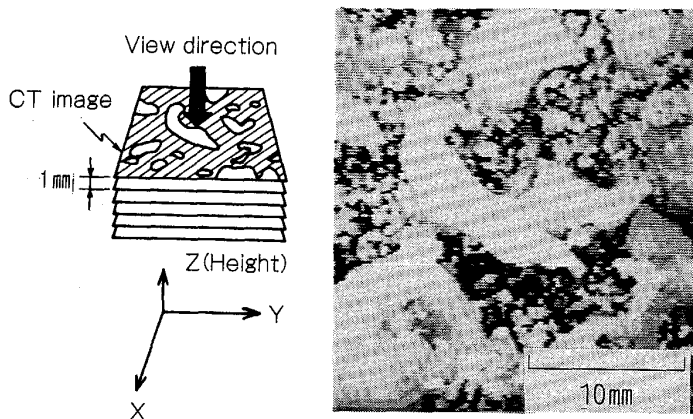


Photo. 1. Three-dimensional pore image composed of six CT images (Pores are described in white. Solids are described transparently).

ず 512 階調のグレイレベルで表示される CT 画像を 2 値化し気孔を抽出した。このとき、-5 mm 気孔は固体組織の一部とみなし画像より取り除いた。また、画像上のノイズを除去するために、1 mm 以下の固体粒子を取り除いた。次に、細線化処理によって全画像が線分（1 画素幅）に到達するまで収縮操作を繰り返した。この処理によって生成した線画像を気孔のネットワークと定義し、その形態を(1)式および(2)式に示したブランチ密度 D_b とブランチ幅 W_b の 2 つの指数で表すこととした。

ブランチ密度 D_b はネットワークを構成する個々の線分の本数 (Fig. 2 の例では 12 本となる) 密度に相当し、分岐の複雑さを表す指数である。ブランチ幅 W_b は線分と直角方向の気孔の平均的な太さを表す指数であり、気孔の面積 A_p をネットワークの全長 L_{bt} でわることにより求められる。

$$D_b = N_b / A_f \dots\dots\dots(1)$$

$$W_b = A_p / L_{bt} \dots\dots\dots(2)$$

3. サンプルおよび実験方法

ネットワーク解析の応用例として、以下に示す 3 種類のシンターケーキを調製し、気孔分岐構造を解析した。

3.1 実機焼結機のシンターケーキサンプリング

実機の代表サンプルとして、八幡製鉄所若松焼結機で微粉鉱石の多量配合試験を実施したときのシンターケーキを採取した⁹⁾。後述するとおり、この試料は未焼結部から過熔融部に至るまでの多様な構造を有しており、気孔構造のキャラクターゼーションに最適と思われた。なお、この試験中の操業成績は、通常操業に比べ歩留が約 2% も低い状態であった。

3.2 通気性の異なるシンターケーキの作製

通気性の異なる代表的なシンターケーキを作製するために、以下の 2 種類の鍋試験を行った。それぞれの試験条件を Table 1 に示す。

3.2.1 原料充填構造の変更試験

当社の平均的な配合原料を用い、直径 0.3 m の鍋で

約 60 kg の原料を焼成した。CASE-A のベース条件に対して、装入時の落差の低減 (CASE-B)、生石灰の添加 (CASE-C) および原料の粗粒化 (CASE-D) の 3 方法で原料層の通気性を変えた鍋試験を実施した。

それぞれの実験条件に対して 2 本のシンターケーキを焼成した。1 本目はシャッター試験機を使って 2 m の高さから 5 回の落下破碎を行い、歩留や強度などの一般的な焼結特性を測定した。2 本目の焼成実験においては焼成前の原料層と焼成後のシンターケーキについて通気度の評価を行ったのち、CT 解析に供した。通気度の評価はガスの空塔速度を 1.5 m/s 以下の範囲で変えたときの圧力損失を測定した。

3.2.2 アルミナ配合率の変更試験

最近の川口らの報告⁹⁾では、原料中のアルミナの配合率がシンターケーキ構造にきわめて大きな影響を及ぼすことが明らかにされている。ここではアルミナ配合率が 1% と 4% のシンターケーキを焼成し、前項と同じ方法

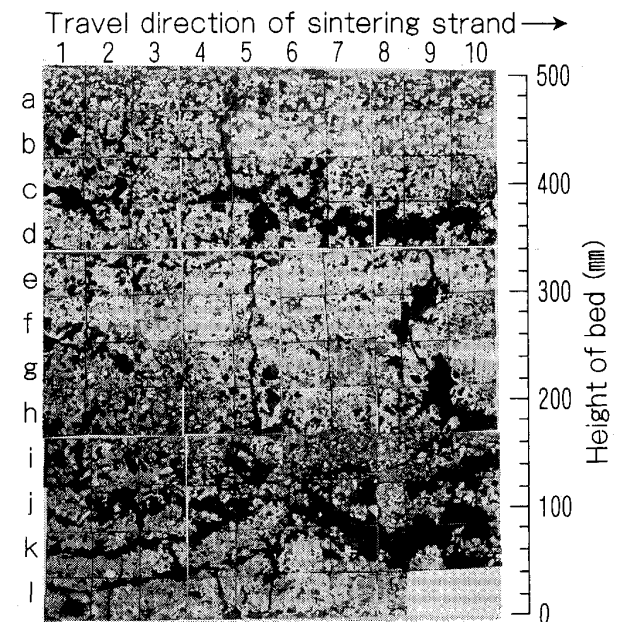


Photo. 2. CT image of longitudinal section through sinter cake on Wakamatsu sintering machine.

Table 1. Experimental conditions of the sinter pot tests.

Items	CASE-A	CASE-B	CASE-C	CASE-D	Low Al ₂ O ₃	High Al ₂ O ₃
SiO ₂ (% in mix)	5.09	5.09	4.99	4.88	5.2	5.2
Al ₂ O ₃ (% in mix)	1.72	1.72	1.69	1.73	1.25	4.00
C/S (-)	1.61	1.61	1.99	1.67	1.72	1.72
Mean size (mm)	1.75	1.76	1.87	2.08	1.76	1.65
Quicklime (%)	—	—	2.0	—	3.0	3.0
Coke (%)	3.5	3.5	3.5	3.5	4.0	4.0
Drop height of mix (m)	1.8	0.6	1.8	1.8	0.6	0.6
Bed height (m)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Suction pressure (kPa)	12.7	12.7	12.7	12.7	9.8	9.8

で通気度測定および CT 解析を行った。

4. 結 言

4.1 気孔の分岐構造のキャラクタリゼーション

実機シンターケーキの CT 画像を Photo. 2 に示す。画像からわかるとおり、このシンターケーキの特徴は中層部に気孔率の低い過溶融部が発達し通気障害によってその直下に未焼結部が残留している点にある。

40 mm × 40 mm の視野を単位としてシンターケーキ内のすべての箇所について、気孔のブランチ密度とブランチ幅を計測した。解析結果を Fig. 3 に示す。これより、表層部などの焼結の不十分な箇所においてはブランチ密度が高くブランチ幅が小さいことがわかる。

ブランチ密度とブランチ幅の関係を Fig. 4 に示す。ここでは横軸にブランチ密度を、縦軸にブランチ幅をプ

ロットした。このプロット上で +5 mm 気孔率とその分岐構造指数を同時に読み取るために、(3)式で算出した +5 mm 気孔率の理論値を図中に点線で示した。なお、この計算ではブランチ長さ L_b をブランチ幅の 2.18 倍 (実測値の平均値) と仮定した。

$$P = W_b \cdot L_b \cdot D_b \dots\dots\dots (3)$$

この結果より、気孔率が同じであっても分岐形態はさまざまであり、その形態は固体部分の焼結進行度と密接に関連していることがわかる。Fig. 4 では固体部の構造を既報⁸⁾の方法にしたがって CT 値で分類した。すなわち低密度固体部の比率 (CTL) が 24% 以上のものを未焼結状態とみなし、高密度固体部の比率 (CTH) が 25% 以上のものを過剰焼結状態と判定した。

未焼結状態に相当する箇所はブランチ密度が高くブランチ幅が小さい。これは原料粒子間の空隙部に相当する

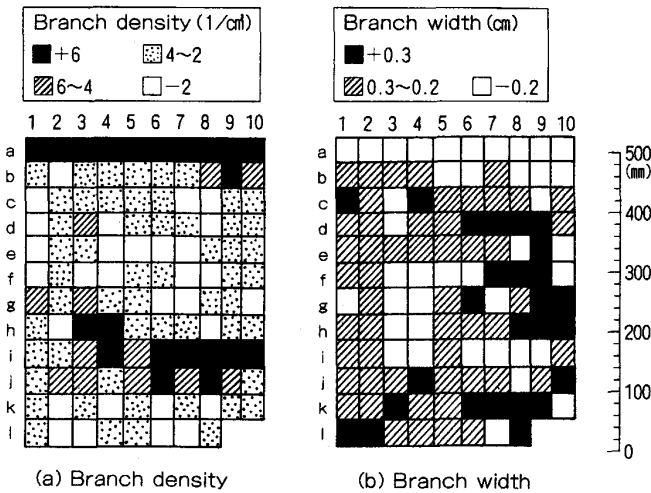


Fig. 3. Pore branch structures of longitudinal section through sinter cake on Wakamatsu sintering machine.

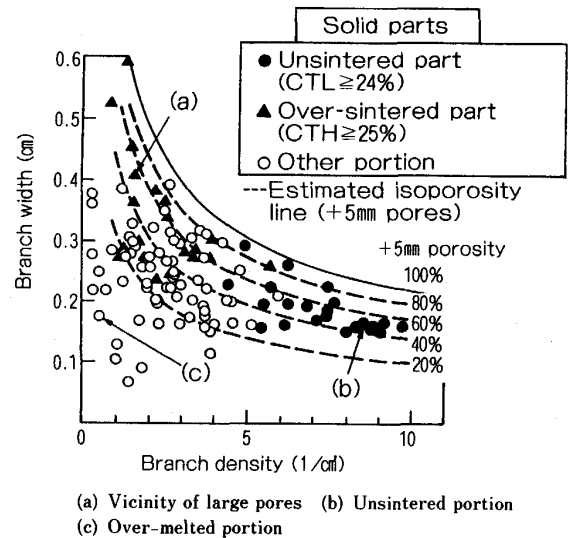


Fig. 4. Relationship between branch density, branch width and +5 mm porosity.



Photo. 3. Pore branch structures of sintering machine (Three-dimensional pore images (a)~(c) are composed by the same method as shown in Photo. 1).

Table 2. Experimental results of the sinter pot tests.

Items	CASE-A	CASE-B	CASE-C	CASE-D	Low Al ₂ O ₃	High Al ₂ O ₃
Bulk density (10 ³ kg/m ³)	1.93	1.80	1.87	2.00	1.87	1.84
Flame front speed (mm/min)	10.6	13.8	13.8	11.7	18.1	15.2
Product yield (+5 mm%)	69.0	73.5	73.7	75.0	83.0	76.8
Productivity (t/h/m ²)	0.86	1.17	1.11	1.04	1.57	1.25
JIS-Shatter Index (+10 mm%)	78.3	78.7	75.7	83.3	96.2	91.3
Shrinkage of bed (%)	4.7	17.2	5.5	5.7	12.4	12.9

形態であり、気孔壁の薄いネット状の貫通気孔となっている (Photo. 3(b)).

焼結の進行にともなってブランチ密度は減少しブランチ幅が増大する傾向がみられる。Photo. 3(a)に示す過剰焼結部ではブランチ幅が非常に大きくなり、太い気孔が互いに結合した連続体を形成している。ただしこの部分では閉気孔の比率は極めて少ない。このほかに気孔率の極めて低い箇所も存在する。ここでは貫通気孔がほとんどなく球状の形態をした ~ 5 mm 気孔が非常に多いのが特徴である (Photo. 3(c)). これは過剰な融液生成に

よって貫通気孔が閉塞した構造と考えられ、このため下層への通気阻害が起こりその直下に未焼結部が発生したものである。

以上のように、焼結のような鉱石の溶融同化によって気孔が再編成される現象においては、気孔構造の特徴を気孔率だけでなく気孔の分岐構造としてとらえることが重要である。

4.2 原料充填構造の影響

4.2.1 焼結性および通気性

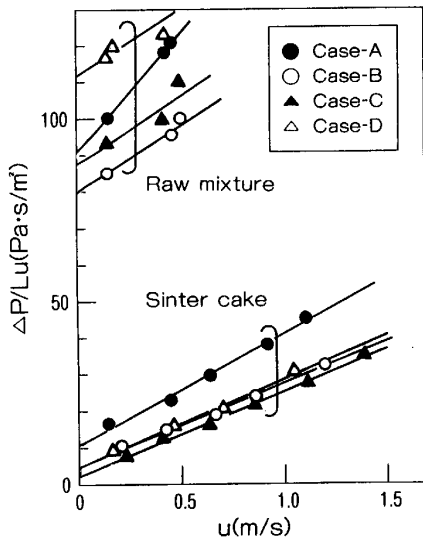


Fig. 5. Comparison of permeability of sintering bed before and after sintering.

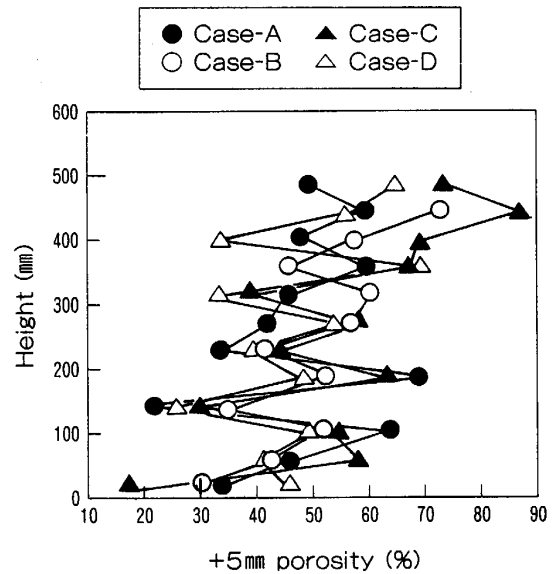


Fig. 6. Comparison of distribution of +5 mm porosity in height direction.

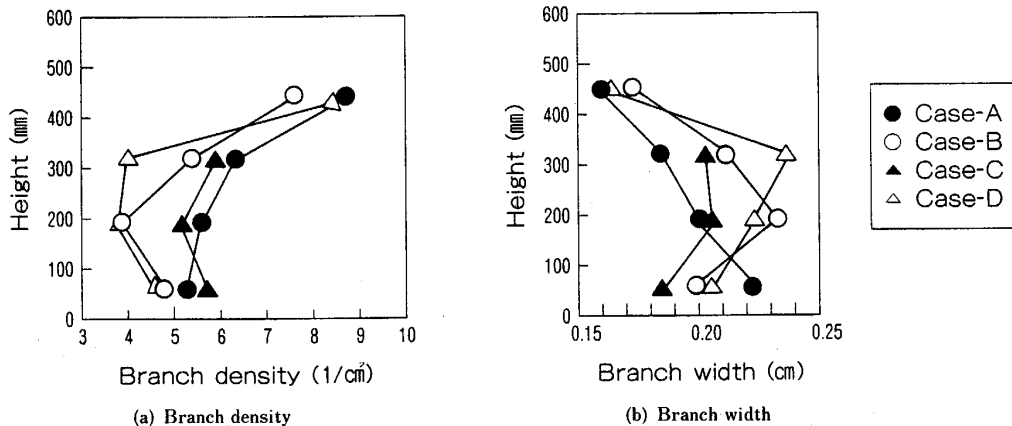


Fig. 7. Comparison of distribution of branch indices in height direction.

焼結鍋試験の結果を Table 2 に示す. 装入時の落差の低減, 生石灰の添加および原料の粗粒化のいずれの方法によっても焼結速度は向上した.

原料層とシンターケーキの圧損の測定結果を Fig. 5 に示す. ここでは横軸に空塔ガスを流速, 縦軸に圧力損失をガス流速で除した指数をとって整理した. シンターケーキの通気性の優劣は原料層のそれと必ずしも対応しておらず, 溶融による気孔構造の変化が強く影響していることがわかる.

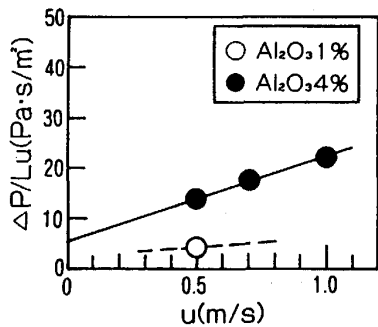


Fig. 8. Effect of the gas velocity on the pressure drop of sinter cake.

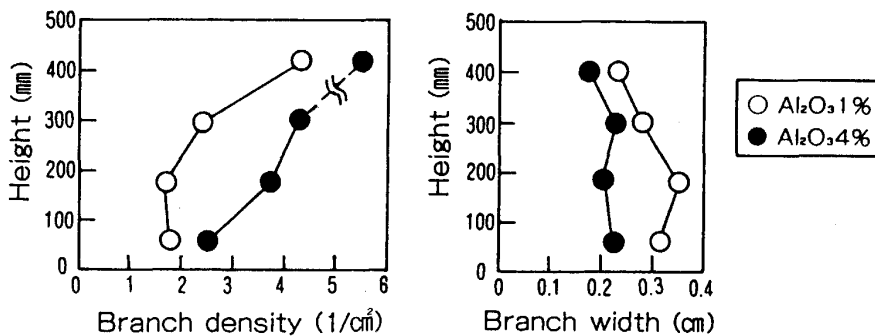


Fig. 9. Comparison of distribution of branch indices in height direction.

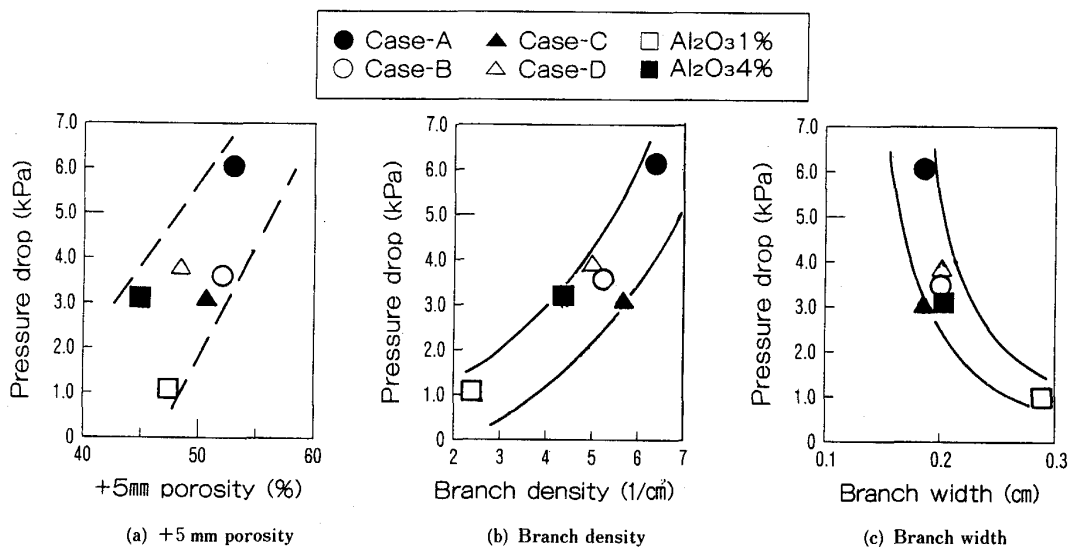


Fig. 10. Relationship between total pressure drops and pore branch structures in sinter cake (gas velocity is 0.5 m/s).

4.2.2 シンターケーキの気孔構造

+5 mm 気孔率とブランチ指数の高さ方向分布を Fig. 6 および Fig. 7 に示す. 気孔率では明確な差がみられないが, ブランチ指数で比較すると各条件ごとに大きな違いがみられる. CASE-A はブランチの多い複雑なネットワークとなっている. 逆に装入密度の低い CASE-B および粗粒の CASE-D は, 気孔の統合が進んだ単純なネットワークが構築されている.

4.3 アルミナ配合率の影響

アルミナ配合率を 1% から 4% に変えたときの通気性と気孔構造の変化を Fig. 8 および Fig. 9 に示す. アルミナの影響は極めて大きく, アルミナを 3% 上げることによって気孔の分岐構造が著しく複雑化し圧損は約 3 倍に上昇した.

5. 考 察

5.1 気孔の分岐形態と通気性の関係

シンターケーキ内の気孔が複雑なネットワークであることから, その中のガス流れも極めて複雑であると推測される. ここでは, 気孔構造と通気性の関係を解析し,

通気にとっての最適気孔構造について考察した。

0.5 m/s の一定ガス流速下におけるシンターケーキの圧損と気孔構造との関係を Fig. 10 に示す。+5 mm 気孔率を見ると気孔率が高いほど通気性が悪いという結果になっており、今回の実験結果は一般常識と明らかに矛盾する。一方、ブランチ指数はシンターケーキの圧損と良い相関を示しており、気孔のネットワークが単純化するほどシンターケーキの通気性は向上する。すなわち鉱石の熔融同化によって気孔の合体統合が進むほど、ガスの流路が広がり通気抵抗は減少する。したがって焼結ベッドの通気性を改善させる1つの手段として、熔融反応を促進させ単純なガス流路を造り込むことが有効と考えられる。

5.2 シンターケーキ内のガス流れ

気孔構造の単純化により通気性が改善するメカニズムを考察するために、Ergun 式を使ってマクロなガス流れ状態を検討した。Fig. 5 のプロットの切片と傾きより(5)式および(6)式の抵抗係数 a および b を求め、ガス流速を 0.5 m/s と仮定したときの(4)式の各項の大きさを計算した。

$$\Delta P/L = a \cdot \eta \cdot u + b \cdot \rho \cdot u^2 \dots \dots \dots (4)$$

ここで

$$a = 150 \cdot \frac{(1 - \epsilon)^2}{dp^2 \cdot \epsilon^3} \dots \dots \dots (5)$$

$$b = 1.75 \cdot \frac{(1 - \epsilon)}{dp \cdot \epsilon^3} \dots \dots \dots (6)$$

計算結果を Table 3 に示す。この結果によれば層流抵抗よりも乱流抵抗の寄与が相対的に大きく、シンターケーキの通気性に対しては固体表面での流体摩擦というよりも、むしろガス流路の分岐・合流や拡大・縮小にともなう圧力損失が大きく影響していると考えられる。葛西ら⁴⁾も指摘しているように、Ergun 式ではこのような現象が考慮されていないため、気孔径 d_p を実質上のフィッティングパラメータとして取り扱わざるをえない。

シンターケーキのような不定形多孔体の通気性を正しく評価するためには、従来の Ergun 式では不十分であり、ネットワークモデルの考え方に基づいてガス流路の本数、太さおよびそれらの連結性を考慮できるガス流れ

モデルを開発していく必要がある。

5.3 通気性からみたシンターケーキの最適気孔構造

シンターケーキの気孔分岐構造を表すマップ上にシンターケーキの圧損値をプロットして Fig. 11 に示す。このマップの通気性の最適範囲は等気孔率線に沿って左上へと向かった方向に位置する。この変化は原料の熔融を促進させる方向と一致するもので、通気改善のためには十分に熔融同化を進めブランチ幅の広い気孔ネットワークを造り込むことがのぞましい。

また実機のシンターケーキの解析結果では、過熔融によって気孔率の著しく低い箇所が形成した場合には下層へのガスの供給が阻害され下層での焼結反応に悪影響を及ぼすことが確かめられた。このような気孔条件はマップ上の左下の気孔率の低い範囲に相当する。これを避けるためには熔融を進めつつも必要最小限の貫通気孔を維持することが重要である。

以上の知見から、シンターケーキの通気性にとって最適な気孔構造は Fig. 12 に示した範囲内に存在する。このシンターケーキの最適気孔構造は、単に焼結完了層の通気だけでなく、同様の物理構造を持つ熔融帯についても大きく影響すると考えられ、焼結ベッド全体の通気性に対してもその影響は無視できない。最適な気孔構造を造り込むためには、焼結ベッドの高さ方向での投入熱

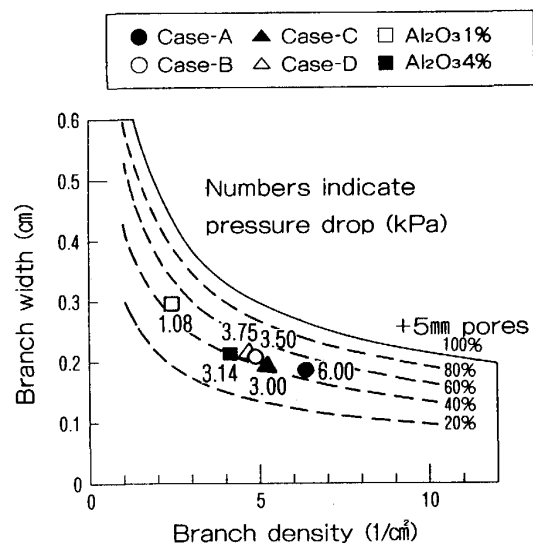


Fig. 11. Relationship between total pressure drops and pore branch structures.

Table 3. Comparison between viscous resistance and inertial resistance at a constant gas velocity ($u = 0.5$ m/s) in sinter cake.

Terms	CASE-A	CASE-B	CASE-C	CASE-D	Al ₂ O ₃ 1%	Al ₂ O ₃ 4%
Pressure drop : $\Delta P/L$ (kPa/m)	12.0	7.0	6.0	7.5	2.2	6.3
Viscous : $a \cdot \eta \cdot u$ (kPa/m)	4.8	1.8	0.8	2.0	No data	1.7
Inertial : $b \cdot \rho \cdot u^2$ (kPa/m)	7.2	5.2	5.2	5.5	No data	4.6

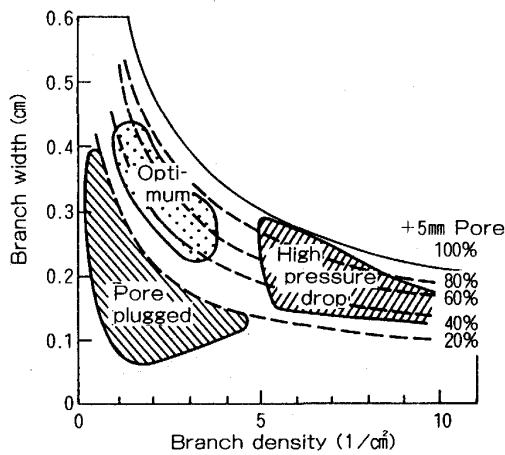


Fig. 12. Classification of pore branch structure by the indices of network analysis.

量, 原料粒度および成分などを適正に制御する技術を開発することが今後の重要な課題となると考えられる。

また, 鉱物組織や微細気孔などの固体部の構造⁸⁾まで考慮した場合には, Fig. 12 の最適気孔構造の生成条件は必ずしも適正な焼成条件とは言えない。両者の最適条件を同時に満たせる制御技術を開発するためには, 焼結の溶融同化過程における形態変化を詳細に解析していく必要がある。

6. 結 言

X 線 CT を用いたシンターケーキの気孔構造の解析により, +5 mm 気孔は相互に連結した貫通気孔であり, 複雑なネットワークが形成されていることを確認した。

複雑な気孔分岐構造の新しい解析法として, ネットワークモデルの概念を導入した形態解析法を開発した。これにより不定形連続体である気孔のネットワークの複雑さやガス流路の太さを定量的に評価することが可能となった。

この解析法をシンターケーキの通気性評価に応用した

結果, 通気性の支配要因として気孔率だけでなく気孔の分岐構造が重要であることがわかった。通気性を改善するためには, 鉱石の合体統合を促進させることでガスの流路となる気孔のネットワークも単純化し, 小ブランチの少ない気孔ネットワークを造り込むことが望ましい。

おわりに CT 画像の 3 次元構成に御協力いただいた (株) 富士通研究所白石 博氏, 柿本正憲氏および稲野聡氏に感謝の意を表します。

記 号

- D_b : ブランチ密度 ($1/\text{cm}^2$)
- A_f : 視野面積 (cm^2)
- W_b : ブランチ幅 (cm)
- A_p : 気孔の面積 (cm^2)
- N_b : ブランチの本数 (-)
- L_{bt} : 視野内のブランチの全長 (cm)
- ΔP : 焼結ベッドの圧力損失 (Pa)
- L : 層高 (m)
- u : 空塔ガス流速 (m/s)
- ρ : ガス密度 (kg/m^3)
- η : ガスの粘度 ($\text{Pa}\cdot\text{s}$)
- d_p : 比表面積平均径 (m)
- a : 粘性抵抗係数
- b : 慣性抵抗係数

文 献

- 1) 例えば E. W. Voice, S. H. Brooks and P. K. Gledhill: J. Iron Steel Inst., **174** (1953), p. 136
- 2) 吉永眞弓, 久保敏彦: 住友金属, **29** (1977), p. 383
- 3) 柴田充蔵, 和島正己, 相馬英明, 松岡 宏: 鉄と鋼, **70** (1984), p. 178
- 4) E. Kasai, B. Batcaihan, Y. Omori, N. Sakamoto and A. Kumasaka: ISIJ Int., **31** (1991), p. 1286
- 5) 田口 勇, 中村滋男: 鉄と鋼, **71** (1985), p. 1685
- 6) 田口 勇, 田中幸基: 鉄と鋼, **72** (1986), p. 1629
- 7) F. A. L. Dullien: Porous Media (1979), p. 90 [Academic Press]
- 8) T. Inazumi, S. Kasama, K. Sato, M. Sasaki and T. Tanaka: Proc. 5th Int. Symp. Agglomeration, Brighton, (1989), p. 559
- 9) 奥野嘉男, 川口卓也, 稲角忠弘: 学振 54 委-No. 1938 (平成 3 年 7 月)