

# 真空包装を利用した焼結鉱の気孔率測定方法の開発とその焼結鉱品質評価への応用

笠間 俊次\*・芳我 徹三\*・稲角 忠弘\*<sup>2</sup>・佐藤 勝彦\*<sup>3</sup>

Development of a Method for Measuring Sinter Porosity by Applying a Vacuum Packing Technology and Its Application to the Evaluation of Sinter Property

Shunji KASAMA, Tetsuzo HAGA, Tadahiro INAZUMI and Katsuhiko SATO

**Synopsis :** PAC method, a new method measuring the porosity with concave in iron ore sinter, has been developed by applying a vacuum packing technology. PAC method is applicable to measure the total porosity of porous objects with an irregular shape such as iron ore sinter or sinter lump with a size of 10 to 100 mm. Porosity of commercial plant sinter measured by PAC method shows strong relativity to the reducibility (JIS-RI). Evaluation of total porosity by PAC method suggests directions for controlling the sinter reducibility. Furthermore, change of sinter porosity in handling process is detectable by PAC method. Porosity of sinter lump decreases proportionally to handling times along the process flow from sintering machine to blast furnace. PAC method provides significant data for process analysis and control.

**Key words :** sintering process ; sinter ; porosity ; vacuum packing ; evaluation method ; reducibility.

## 1. 緒言

焼結鉱の気孔率は、その強度および還元性に大きく影響を及ぼす。最近のX線CT<sup>1)</sup>を応用したシンターケーキ破碎過程の研究<sup>2-4)</sup>においては、焼結鉱表面の凹凸まで含めた全気孔率(入江率)が表面破碎に大きく寄与することが報告されている。一方、焼結鉱の還元研究<sup>5,6)</sup>においては、高温還元時の還元速度に及ぼす粗大気孔の重要性が指摘されている。

しかしながら焼結鉱のような不定形の多孔体に対しては、粗大気孔まで含めた全気孔率を測定できる標準測定法がないのが現状である。焼結鉱の気孔率は、鉄鉱石類の気孔率測定法<sup>7)</sup>を準用した水銀法やコークスの気孔率測定法<sup>8)</sup>を準用した水法などで測定されることが多い。しかしながら、これらの方法では焼結鉱の表面に多く存在する1mm以上の入り江状開気孔は測定できない。

全気孔率を測定する簡便法として、パラフィン法<sup>9)</sup>やプラスチック法(粘土被覆法)<sup>10)</sup>などが試みられてきたが、いずれも測定作業の煩雑さや測定精度の低さなどに問題があり、広く普及するまでには至っていない。またX線CTを用いれば、気孔径別の気孔率測定が可能であるが<sup>2-4)</sup>、装置が極めて高価であることを考えると、日常の操業管理という面での測定には適用しにくい。

そこで著者らは、焼結鉱の全気孔率の測定法について検討を行い、真空包装器を利用した気孔率測定法(PAC法: Pore And Concave法)を新たに開発した。さらにPAC法を用いた実機焼結鉱の気孔率解析を行い、焼結鉱の被還元性ならびに焼結塊の破碎性に及ぼす気孔率の重要性について評価した。

## 2. 気孔率測定における真空包装の応用原理

不定形の多孔体の気孔率測定においては、どこまでを外形とみなすかが常に問題となる。PAC法においては、不透水性のフィルムで真空包装することによって、焼結鉱の外形を明確に決定する点に特徴がある。

水法およびプラスチック法とPAC法との外形決定機構の比較をFig. 1に示す。水法は、水中で真空脱泡(あるいは煮沸脱泡)した試料の表面水だけをズボンジで取り除き、その見掛体積を測定する方法である。したがって、水の表面張力とスポンジの吸水力のバランスによってその外形が決定される。一方、プラスチック法は、粘土を被覆した試料の体積を浮力測定により求め、粘土の体積分を補正して試料の見掛体積を求める方法である。ただし、粘土の被覆作業は手作業であり、再現性の高い外形決定は困難である。PAC

平成8年8月12日受付 平成8年11月12日受理 (Received on Aug. 12, 1996; Accepted on Nov. 12, 1996)

\* 新日本製鐵(株)大分製鐵所 (Oita Works, Nippon Steel Corp., 1 Oaza Nishinosu Oita 870)

\* 2 海外製鉄原料委員会 (Committee for Overseas Iron and Steel Raw Materials)

\* 3 日本磁力選鉱(株) (Nippon Magnetic Dressing Co., Ltd.)

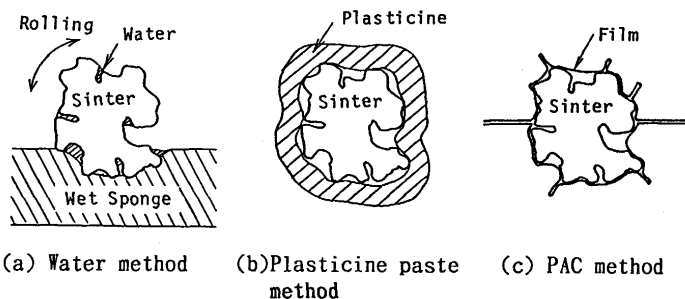


Fig. 1. Comparison of outer-shape determination mechanisms for porosity measurements of iron ore sinter among water method, plasticine paste method and PAC method.

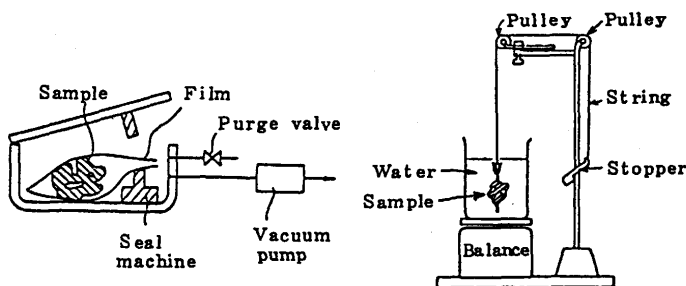


Fig. 2. Schematic figures of a vacuum packing machine and apparatus for measuring buoyancy.

Table 1. Specification of a vacuum packing machine.

Machine size	440mm(W)×580mm(L) ×320mm(H)
Weight	35kg
Chamber size	350mm(W)×380mm(L) ×140mm(D)
Sealing wire	350mm(L)×6mm(W)
Power consumption	3phase, 200V, 50/60Hz
Vacuum pump	0.3m <sup>3</sup> /min(0.75kW)

法においては大気圧とフィルムの表面張力のバランスを利用して外形を決定するために、常に同一条件での見掛体積の測定が可能である。

### 3. 実験装置および方法

#### 3.1 真空包装

焼結鉱の真空包装には、(株)新醜醐鉄工所製のP-140型卓上真空包装器を使用した。装置構成をFig. 2に、仕様をTable 1に示す。真空包装の手順としては、まず袋状のフィルムに入れた焼結鉱を真空包装器内にセットし、所定の減圧条件下でフィルム開口部を熱線シールする。その後、真空包装器内の圧力を常圧に戻す過程でフィルムが焼結鉱に収縮密着し包装が完了する。

#### 3.2 真空包装用のフィルム

鋭利な突起をもつ焼結鉱の真空包装においては、フィルムの破損が問題となる。そこで事前に代表的なフィルムに

Table 2. Specification of laminate film used for vacuum packing of sinter.

Film	Laminate Type(*)	Thickness(δ)	Strength(S)	S/δ
A	BN15μm/BP25μm	40μm	1.64 Kg	41.0 Kg/mm
B	BN25μm/BP40μm	65	2.09	32.2
C	N 25μm/P 80μm	105	1.74	16.6
D	N 15μm/PP70μm	85	1.04	12.2

(\*)Type of film BN: Bi-axial rolling nylon  
BP: Bi-axial rolling linear low density polyethylene  
N: Nylon  
P: Linear low density polyethylene  
PP: Polypropylene

ついてJASの突き刺し強度試験<sup>10)</sup>を行った。その結果をTable 2に示す。この結果より、本測定においては、単位厚さあたりの強度に優れた2軸延伸型低密度ポリエチレンと2軸延伸型ナイロンのラミネートフィルム(フィルムAおよびフィルムB)を使用することとした。

#### 3.3 見掛比重の測定および気孔率の算出方法

本実験で使用した浮力測定装置をFig. 2に示す。試料を水中へ浸漬したときの水面上昇による重量の増分から試料の見掛体積Vaを求め、見掛比重Daおよび気孔率Pをそれぞれ(1)式および(2)式により算出した。

$$Da = Ws / (Va - Wf / \rho_f) / \rho_o \dots\dots\dots (1)$$

$$P = 100(1 - Da / Ds) \dots\dots\dots (2)$$

ここで、Ds: 試料の真比重(-)

Ws: 試料の乾重量(g)

Wf: フィルムの重量(g)

$\rho_f$ : フィルムの密度(g/cm<sup>3</sup>)

$\rho_o$ : 4°Cにおける水の密度=1.000(g/cm<sup>3</sup>)

#### 3.4 気孔率測定法としてのPAC法の標準化検討

##### 3.4.1 最適な真空包装圧力の検討

真空包装時の圧力条件を決めるために、設定圧力水準を0.07~26kPaの範囲内で変えて気孔率を測定した。各圧力水準において、20mmと40mmの2個の焼結鉱をそれぞれ10回ずつフィルムAで真空包装し、真空包装圧力と測定される気孔率の関係を求めた。

##### 3.4.2 PAC法における気孔径の測定上限の検討

PAC法で測定可能な気孔径の上限を確認するために、気孔径の明確なモデル試料をフィルムBで真空包装して、気孔上に形成するフィルム膜の形状を観察した。モデル試料は、50mmφ×56mmHの亚克力製円柱の軸中心に3mm, 5mm, 7mm, 15mmおよび25mmφの孔をキリ加工して作製した。

##### 3.4.3 フィルム破損対策の検討

粒度20~70mmの焼結鉱についてフィルムの破損率(20個の異なる試料をフィルムBで真空包装したときの包装不良品

の発生比率)を求めた。さらに、破損対策としてフィルムと焼結鈹の間にフィルムBと同じ仕様のフィルム片を内装して多重フィルム構造とした場合についても同様に破損率を測定した。

#### 3.4.4 他の気孔率測定法との比較

異なる測定法で同一の焼結鈹の気孔率を測定し、各測定法間の気孔率レベル比較を行った。水銀法<sup>7)</sup>、水銀脱気法<sup>9)</sup>については15~20mmの焼結鈹を使用し、水法<sup>8)</sup>、PAC法およびプラスチック法については10~100mmの焼結鈹を使用した。さらに、ペレットについても水法、水銀法およびプラスチック法間の気孔率比較を行った。なおPAC法での測定においては、30mm未満の焼結鈹およびペレットについてはフィルムAを、30mm以上の焼結鈹についてはフィルムBを使用した。

## 4. 結果

### 4.1 フィルムの密着性に及ぼす真空圧力の影響

真空包装時の設定圧力と気孔率の関係をFig. 3に示す。真空包装時の圧力が低いほど試料とフィルムの密着性は増し、気孔率は低下する。同時に繰り返し精度は向上し、標準偏差で0.1%以内に収斂する。1.4kPa以下の圧力では、焼結鈹とフィルムが十分に密着し、気孔率は圧力によらず一定値となる。この結果より、以降の試験における真空包装圧力は0.8kPaとした。

真空包装前後のフィルム内の圧力の変化は、次式のボイルの法則で記述できる。

$$\pi_1 \cdot (V_p + V_r + V_c) = \pi_2 \cdot (V_p + V_c) \quad \dots\dots\dots (3)$$

ここで、 $\pi_1$ ：真空包装時の真空室内の圧力

$\pi_2$ ：収縮後のフィルム内の圧力

$V_p$ ：焼結鈹の気孔体積

$V_r$ ：フィルムの収縮により消失する空間の体積

$V_c$ ：収縮後のフィルムのシワに残る空間の体積

真空包装完了後のフィルム内の圧力は(4)式で表される。

$$\pi_2 = \pi_1 \cdot \{1 + V_r / (V_p + V_c)\} \quad \dots\dots\dots (4)$$

フィルムが十分に密着した条件では、(4)式中の $V_c$ は $V_p$ に比べ小さいため、フィルム内圧 $\pi_2$ は $V_r$ と $V_p$ の比に左右される。すなわち、大きなフィルムで小さな試料を包装した場合や、気孔率が著しく低い試料を対象とした場合には、 $\pi_2$ が高くなり試料とフィルムの密着性は低下しやすい。ただし体積測定誤差となる $V_c$ は、無気孔の条件でも約1~2%程度であり、測定上の問題にはならない。

### 4.2 PAC法で測定可能な気孔径の上限

気孔モデル試料の気孔径と気孔内へのフィルムの侵入深さの関係をFig. 4に示す。15mm以下の気孔径では、気孔径とフィルム侵入深さはほぼ直線関係にあり、気孔入り口に形成するフィルム膜曲面の形状が相似であることを示している。気孔径が15mmを越えるとフィルムは気孔の深部まで侵入する傾向を示す。このとき、フィルム膜は曲面形状を維持できず、フィルム膜上に不規則なシワが複数発生したいびつな形状となる。したがって、PAC法において安定的に定量化できる限界気孔径は、約15mm程度と推察される。

### 4.3 フィルムの破損防止対策

フィルムの破損率の測定結果をFig. 5に示す。破損率は試料サイズが大きいくほど高くなるが、フィルム片を多重に内装すれば実用上問題のないレベルまで低減できる。

フィルムを多重化した場合の気孔率の変化をFig. 6に示す。このときの気孔率は1重の真空包装に比べ、2重化で約2%、3重化で約3%高くなる。これは前節で述べたフィルムのシワの増加に起因する。したがって、破損対策としてフィルムを多重化する場合には、測定値をこの気孔率の増分だけ計算補正する必要がある。

### 4.4 他の気孔率測定法との測定値比較

プラスチック法を基準として、PAC法およびその他の従来法の気孔率比較を行った。その結果をFig. 7に示す。プラスチック法以外の従来法は、原理的に粗大気孔を定量化できないため、気孔率としては低い値となる。PAC法はプラスチック法と同程度の気孔径を定量化できており、両者の気孔率レベルにほとんど差がない。

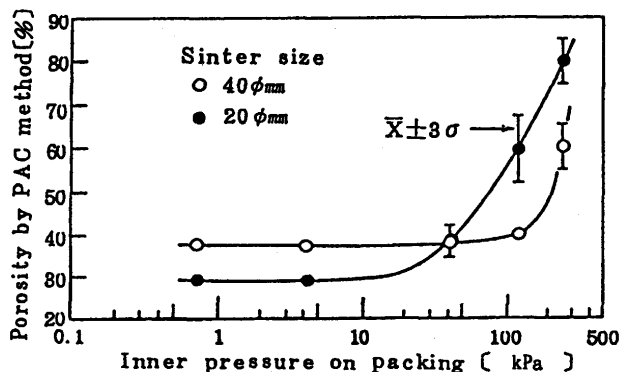


Fig. 3. Relation between inner pressure of vacuum packing and porosity measured.

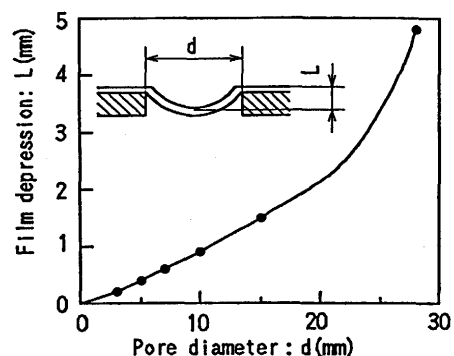


Fig. 4. Relation between pore diameter and depression of a film wrapping up the pore.

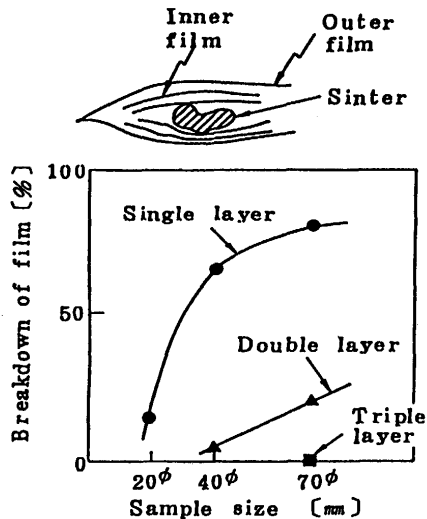


Fig. 5. Relation between sinter size and the percentage of film breakdown by number of films.

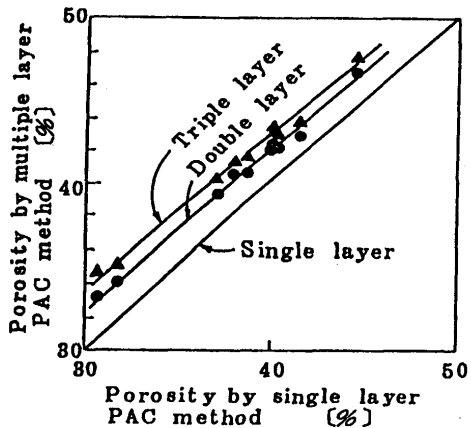


Fig. 6. Effect of multiple layer vacuum packing on porosity measured by PAC method.

また従来法では、20mm前後の焼結鉱を測定対象としているために、40mm以上の大塊焼結鉱は測定しにくい。PAC法では試料粒度を10~100mmと広くとれるため、1次破碎直後の焼結塊から成品焼結鉱までを測定対象とすることができ

る。次に、代表的なペレットについて求めたPAC法、水銀法および水法の各気孔率間の比較をFig. 8に示す。標準測定法である水銀法に比べ、水法は約1%低い気孔率を示す。一方、PAC法は水銀法とほぼ同等の気孔率を示す。これは、ペレット表面に粗大気孔が存在しないためである。

PAC法の測定の容易さと同一試料の繰り返し測定が可能なる点を考えれば、PAC法はペレットの気孔率測定にも十分適用できる測定法である。

## 5. 実機焼結鉱の気孔率解析への適用

### 5.1 焼結鉱の被還元性の評価

大分製鉄所の第1焼結機および第2焼結機においては平

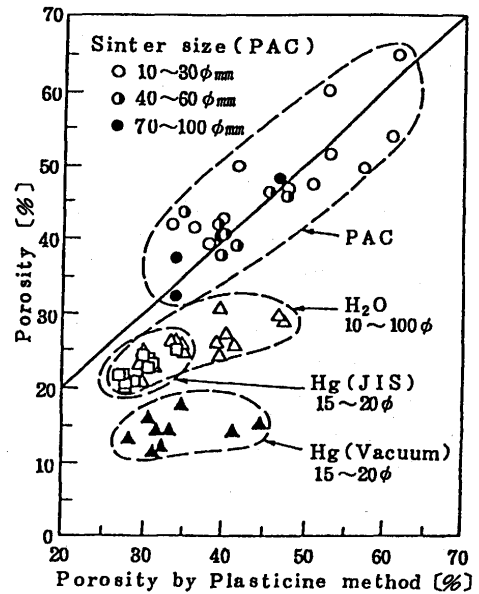


Fig. 7. Comparison of porosities in sinter and sinter lump between different measurement methods.

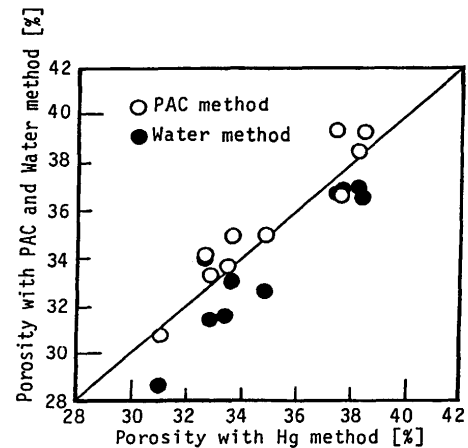


Fig. 8. Comparison of porosities in commercial iron ore pellets among Hg method<sup>7)</sup>, water method<sup>8)</sup> and PAC method.

成2年4月よりPAC法を導入し、成品焼結鉱の気孔率傾向管理(粒度:19~21mm, サンプル数:各焼結機とも1日10個)を実施している。焼結鉱は粒子毎の気孔率の標準偏差が大きい(約3.0%)ため、実用面ではパイル単位で集約した平均値(7~9日分)を用いて傾向管理を行っている。なお、測定作業の標準化にあたっては、フィルム破損の観点から、厚手のフィルムBを使用することとした。さらに、PAC法以外の気孔率評価を行うために、パイル毎に5個の顕微鏡試料を採取し、画像解析装置(ニレコ社製LUZEX-5000)を用いて焼結鉱組織中の全気孔率と640μm未満の微細気孔率を測定した。

実機焼結鉱の被還元性(JIS-RI)の解析例をFig. 9に示す。期間中の原料および操業条件が一定でないため、JIS-RIへの影響因子と一般的に言われているFeOや塩基度には

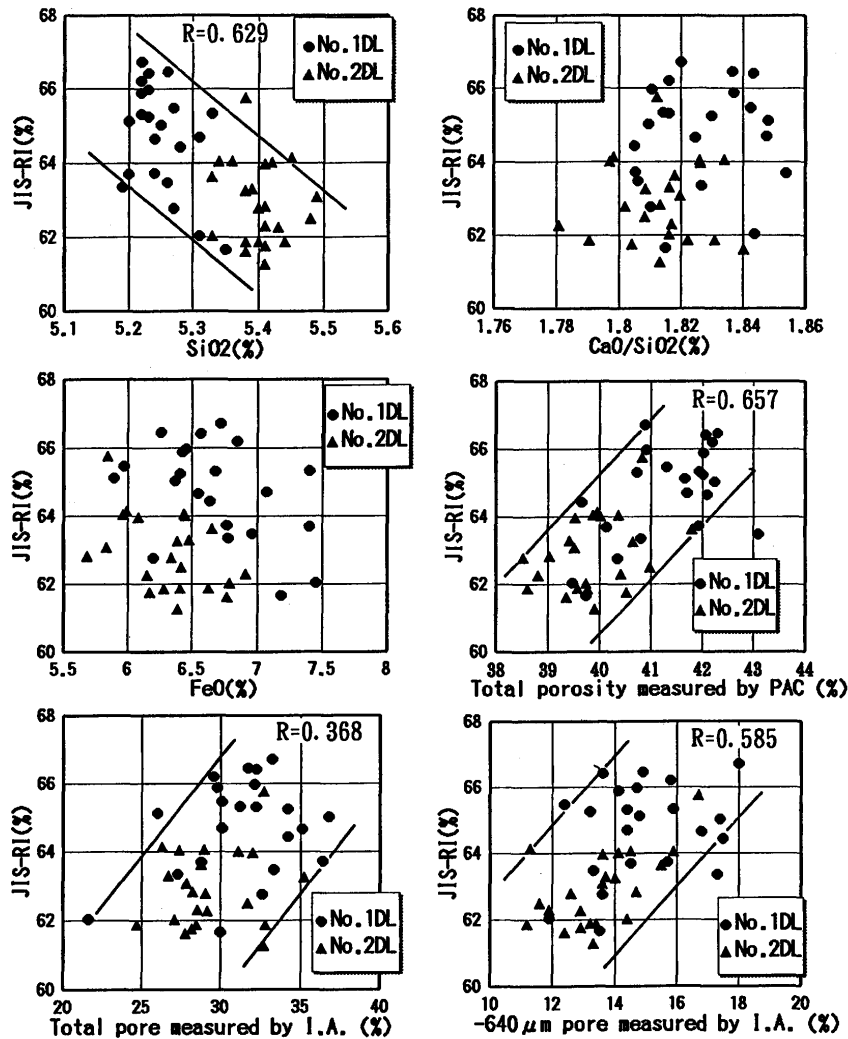


Fig. 9. Relation between JIS-RI and the other sinter properties ; chemical composition, PAC porosity and porosities measured by an image analyzer (R : correlation coefficient).

相関が見られない。SiO<sub>2</sub>には相関が見られるが、焼結機別にみると必ずしも明確な関係とは言えない。しかしながら、JIS-RIをPAC法気孔率で整理すると、データ全体で見ても焼結機別に見ても相関が認められる。また、画像処理により求めた全気孔率と640 $\mu$ m未満の微細気孔率については、いずれもJIS-RIとの相関は弱い。

PAC法気孔率と顕微鏡組織中の気孔率との関係をFig.10に示す。PAC法気孔率は画像解析により求めた全気孔率と相関が見られ、640 $\mu$ m未満の微細気孔率とはあまり相関が見られない。すなわちPAC法の気孔率は顕微鏡組織中の640 $\mu$ m以上の気孔率と対応するものであり、焼結鈮中の粗大気孔の量を反映した気孔率となっている。

これまでの焼結鈮の還元研究においては、焼結鈮組織の影響に関する報告<sup>9,11)</sup>が多くなされており、ウスタイト還元段階における微細気孔の役割はよく知られている。しかしながら、粗大気孔に関しては、その重要性を指摘した報告<sup>6,12)</sup>はあるものの、定量的な解析例が少なく、微細気孔との比較における影響度が評価されていないのが現状である。PAC

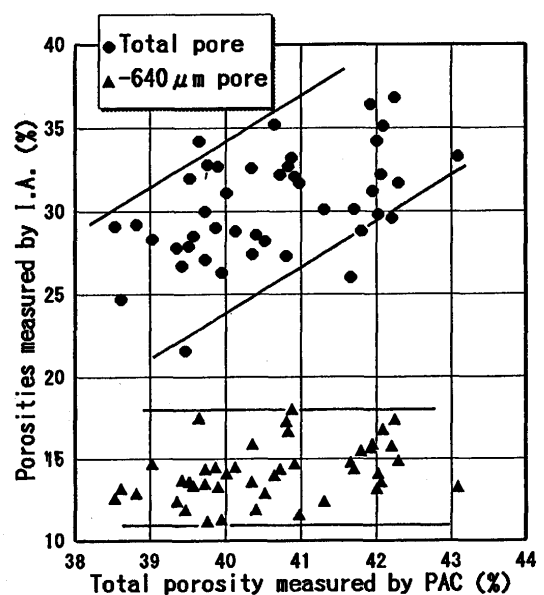


Fig. 10. Comparison between porosity measured by PAC method and porosities measured by an image analyzer.

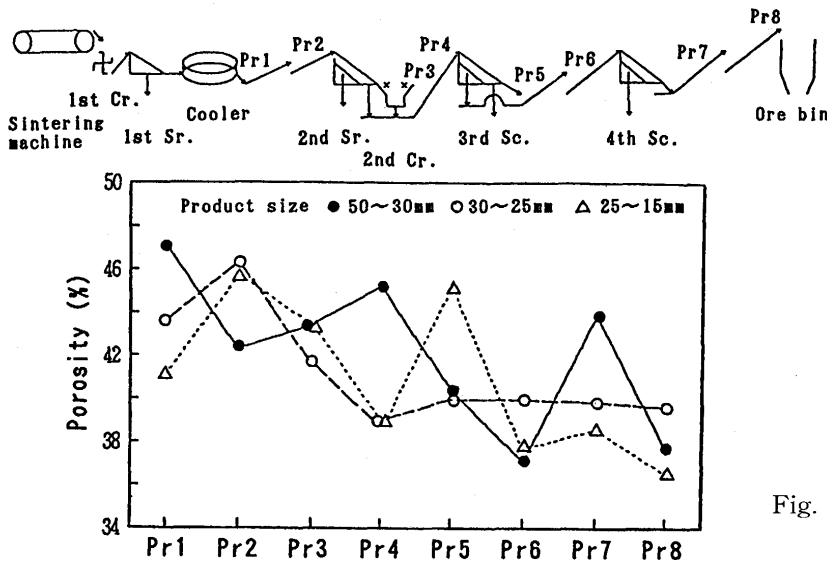


Fig. 11. Change of sinter lump porosity along with the sinter transport flow (Hirohata No.2 sintering plant).

法気孔率が焼結鉱表面の凹凸まで含めた全気孔率であることを考えると、今回の実機焼結鉱の解析結果は、被還元性に及ぼす粗大気孔の重要性を示唆していると言える。

本来、JIS-RIの測定において、 $20 \pm 1$  mmという厳しい粒度範囲が要求されるのは、還元に対して焼結鉱の表面積や固体肉厚が強く影響するためと考えられる。表面凹凸の多い高気孔率焼結鉱は、表面積と固体肉厚の点で粒度の小さい焼結鉱と同等であるため、高い被還元性を示すものと思われる。還元反応における焼結鉱の粗大気孔の役割は、還元ガスの拡散促進というよりも、バルクの還元ガスの導入経路としての寄与が大きいと考える。

以上のように、焼結鉱の被還元性に対する全気孔率の影響は、従来論じられてきた焼結鉱組織の寄与よりも大きい可能性がある。焼結鉱の全気孔率については、工程管理に耐え得る標準的な測定法がこれまでなかったため実機データに基づく議論を行いにくかったが、今後はPAC法の適用により、気孔の影響について定量的な解析アプローチが期待できる。

5・2 焼結鉱の粉化過程の評価

広畑製鉄所第2焼結機(現在は既に休止)において実施した成品処理工程での気孔率解析結果<sup>13)</sup>をFig.11に示す。焼結鉱の気孔率は成品処理工程の流れに沿って低下する傾向が見られる。同様の結果はオフラインのCT解析<sup>3,4)</sup>でも確認されているが、PAC法の適用により、実機データでその妥当性を検証することができた。このようにPAC法を適用すれば、中間成品である焼結塊の気孔率を容易に定量化できるため、気孔率という観点から破碎機構を捉えることが可能となる。

6. 結言

焼結鉱の全気孔率を精度よく測定できる方法として、真

空包装器を利用した焼結鉱の気孔率測定方法(PAC法)を開発した。このPAC法の特徴は次の4点である。

- (1) 焼結鉱表面の凹部のような粗大開気孔と閉気孔を合わせた全気孔率を測定できる。
- (2) 試料粒度を10~100mmと広く選べるため、一次破碎後の焼結塊から成品焼結鉱までを測定対象とできる。
- (3) 簡単かつ迅速な測定作業により、極めて高精度の気孔率測定が可能である。
- (4) 焼結鉱に限らず、ペレットを含む一般的な多孔体についても適用可能である。

PAC法を適用した実機焼結鉱の気孔率解析結果により、被還元性に及ぼす粗大気孔の影響の大きさを再認識できた。またPAC法の適用により、焼結塊の破碎過程を気孔率という観点から評価することも可能となった。今後は、高炉内での還元研究や焼結鉱の破碎過程の研究において、基本的な物理特性である気孔率の影響を定量的に評価し、新たな制御手段の開発へ結びつけることが重要と考える。

文 献

- 1) 田口 勇, 田中幸基: 鉄と鋼, 72 (1986), 1629.
- 2) 佐々木三千夫, 小西 勝, 原藤正一, 田口 勇, 稲角忠弘: 鉄と鋼, 72 (1986), S92.
- 3) 川上秀樹, 佐々木望, 稲角忠弘, 佐藤勝彦, 佐々木三千夫: 鉄と鋼, 72 (1986), S804.
- 4) 笠間俊次, 稲角忠弘, 佐藤勝彦, 佐々木三千夫: 鉄と鋼, 73 (1987), S98.
- 5) 内藤誠章, 山口一良, 林 洋一: 材料とプロセス, 1 (1988), 1040.
- 6) 内藤誠章, 村山武昭, 碓井建夫: 鉄と鋼, 80 (1994), 581.
- 7) JIS M8716.
- 8) JIS K2151.
- 9) 佐藤勝彦, 鈴木 悟, 沢村靖昌, 斧 勝也: 鉄と鋼, 68 (1982), 2215.
- 10) JAS 1019.
- 11) 例えば, 井口義章, 林 昭二: 鉄と鋼, 79 (1993), 431.
- 12) 松尾紀之, 前田敬之, 小野陽一: 材料とプロセス, 4 (1991), 1081.
- 13) 川本敬雄ら: 私信