

(82) 硫酸滓等の流動還元

Reduction of Pyrite-cinder and Iron ore in Fluidized Bed.

T. Koizumi, et alius.

資源技術試験所 工 清 康平・工〇小泉忠義

I. 緒 言

粉鉄の焙焼に流動反応炉を利用する方法が合理的であることは、この数年来の硫化鉄の焙焼操業の結果からもうかがわれるところであるが、最近では鉄鉱石を還元して直接金属鉄粉を造るとか、製鋼原料として有利な状態とする予備処理といった意味で例えば H-鉄というようなものを製造することなどが、注目されるようになってきた。この報告は、流動還元法の特性をしらべその設計の基礎資料を得る目的で、まず反応性が良好であると考えられる硫酸滓につき主として反応速度におよぼすガス成分と温度の影響を検討するために行なつた試験の結果である。

II. 装置および試料分析法

反応炉は内径 50 mm, 全長 850 mm のステンレス円筒で、炭化珪素発熱体で反応層部分約 300 mm を加熱する。試料はスクリー給鉄機により反応層内に装入し、溢流焼鉄は炉の中心軸を上下に移動できる溢流管を通じて密封試料壘に排出される。飛鉄はサイクロンで回収する。還元ガスは木炭発生炉ガス (CO: 25~28%, CO₂: 3~4%) を用い、オリフイスにて計量後 150 mesh ステンレス網をはさんだ多孔板ロストルを通して反応層内に送入する。(炉内には二次空気、水素等も添加できる。)

鉄石は還元の進行につれて Fe₂O₃, Fe₃O₄, FeO, Me. Fe の各成分を含むようになるが、3 成分以上の共存する試料については化学分析で Fe⁺⁺, Fe⁺⁺⁺, Me. Fe を知り得ただけでは、各成分を決定し得ない。本実験では、Fe₃O₄ および Me. Fe の強磁性に着目して

試料の初導磁率を測定し Fe₃O₄ および Me. Fe を定量する方法を用いて、化学分析値 Fe⁺⁺ の Fe₃O₄, FeO 成分への配分を決定した。初導磁率の測定は、一次コイルに直流を流してつくつた磁場中におかれた二次コイル中に一定量の試料を垂下させ、二次コイルに誘起する電流変化を弾動検流計で測定し、磁場の強さを変化させた場合の測定値より外挿する方法で行なつた。定量はあらかじめ調製した試料について初導磁率—成分量の関係を決定しておき、これと比較することにより行なつた。本法の精度は以下の実験に差支えないものと考えられた。

III. 実験方法および結果

はじめ 50 g の試料を一定時間還元した後吸引採取し、ただちに水冷および空冷する回分法により、次に 150 g の試料で反応層をつくり、この中から一定時間ごとに逐次ガス封した試料容器に溢流管から採取し冷却する方法で行なつた。結果の一例を Table 1 に示す。なお使用した試料 (硫酸滓: T. Fe 53.03, Fe⁺⁺ 304) は、28~100 mesh に篩別し、還元ガスは二次空気を加えて一部を反応層内で燃焼させ CO 濃度を調節した。

IV. 考 察

Fig. 1 は還元過程を示す diagram の一例である。縦軸に試料中の鉄分の還元程度を total Fe に対する百分率であらわした。この例では硫酸滓はかなり早く金属鉄にまで還元されることがわかる。

Fig. 2 は CO ガス (濃度 25%) 還元における温度の影響を示したものである。CO ガス還元により金属鉄を得るには 800°C 程度の高温を必要とすることがわかる。還元ガスに H₂ ガスを加えると還元温度はかなり低下する。

流動法では、所要ガス量は化学量論および流動化条件の 2 つの要素におのおの独立に支配される。したがって両者により決定される各ガス必要量がいちじるしくことなる場合には material balance からみると不利な状態となることはまぬがれない。例えば FeO→Me. Fe の

Table 1. Experimental results of reduction of pyrite-cinder in fluidized bed.

Symbol	Temp. of fluidized bed (°C)	Reducing gas		Percentage of each molecular component to total Fe															
		CO conc. (%)	Velocity (cm/s)	Time (mm) 10				30				60				90			
				Fe ₂ O ₃	Fe ₃ O ₄	FeO	M. Fe	Fe ₂ O ₃	Fe ₃ O ₄	FeO	M. Fe	Fe ₂ O ₃	Fe ₃ O ₄	FeO	M. Fe	Fe ₂ O ₃	Fe ₃ O ₄	FeO	M. Fe
BD	650	6~9	43.8	59.0	38.0	3.0	—	45.0	51.5	4.5	—	37.5	57.5	5.0	—	37.0	58.0	5.0	—
BE	800	5~8	50.9	29.0	65.0	6.0	—	10.0	64.5	25.5	—	10.0	33.0	57.0	—	—	—	—	—
BF	500	24~26	31.3	54.0	36.0	10.0	—	20.0	57.5	22.5	—	—	50.0	45.0	5.0	—	28.0	63.5	8.5
BG	650	"	26.2	22.5	58.5	19.0	—	6.0	21.0	73.0	—	—	—	90.0	10.0	—	—	80.0	20.0
BH	800	"	26.7	11.0	43.0	46.0	—	—	—	87.5	12.5	—	—	58.0	42.0	—	—	21.0	79.0
BI	500	—	35.8	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
BJ	650	8~10	40.2	60.0	34.5	5.5	—	38.0	53.0	9.0	—	31.0	61.0	8.0	—	31.0	61.0	8.0	—
BK	"	12~16	38.3	54.0	42.0	4.0	—	24.0	63.0	13.0	—	15.0	69.0	16.0	—	15.0	68.0	17.0	—
BL	800	8~10	46.3	15.0	59.0	26.0	—	15.0	17.5	67.5	—	14.0	10.0	76.0	—	14.0	8.0	78.0	—
BM	900	24~26	26.6	10.0	45.5	44.5	—	—	—	87.0	13.0	—	—	34.0	66.0	—	—	13.0	87.0

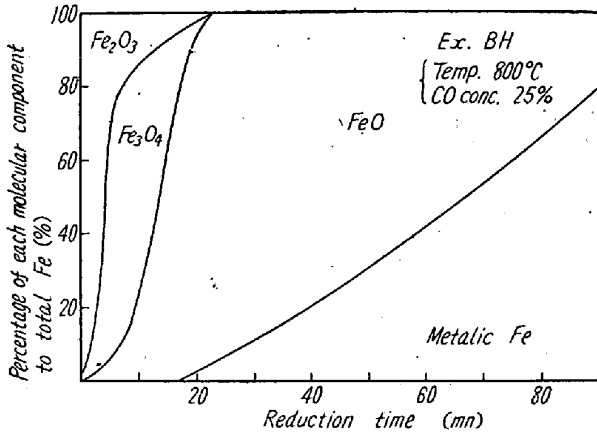


Fig. 1. Diagram illustrating composition of pyrite-cinder reduced by producer gas.

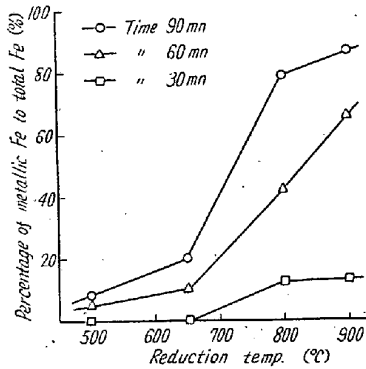


Fig. 2. The effects of reduction temp. on yield of metallic Fe (CO conc. 25%)

還元を進行させるためには層内の CO/CO+CO₂ 値を高く保つ必要があり、かつこの反応は遅いために層内滞留時間が長くなり、一方流動化に必要なガス量は試料の粒径に応じて一定であるから、ガス過剰率はいちじるしく大きくなる。還元温度 850°C, CO 濃度 25% の場合、Fe₃O₄ 80%, FeO 20% まで還元する時のガス過剰率 1.5, Fe₃O₄ 10%, FeO 90% の時の過剰率 1.7, FeO 60% Me. Fe 40% の時の過剰率 7.4 に対し FeO 10%, Me. Fe 90% とするための過剰率は 15 を必要とした。

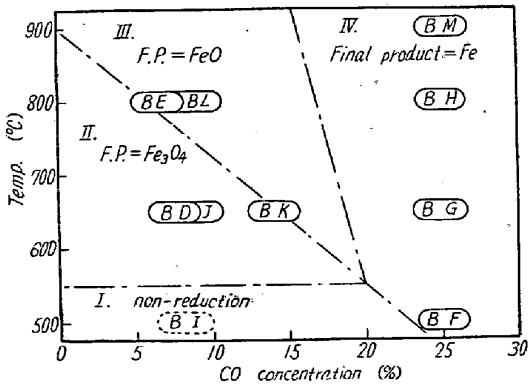


Fig. 3. Relation of operating conditions with final products.

CO ガスによる酸化鉄の間接還元については、その平衡図にしたがつて最終生成物の組成が決まる。Fig. 3 は本実験について流動反応における最終生成物と還元温度、CO 濃度の関係を示す。Ⅳ区域では FeO, Me. Fe, Ⅲ区域では Fe₃O₄, FeO の共存がみられ、Ⅱ区域では FeO の生成はごく僅かで、反応の進行は Fe₃O₄ までの還元でとまっていることを示している。Ⅰ区域では温度が低いため、二次空気が燃焼にあずからず残留するため還元は行われぬ。

磁化焙焼は低品位の非磁性酸化鉄鉱を磁鉄鉱にまで還元して磁選により精鉱を得る方法であるが、この際には Fe₃O₄ 以上の還元をさけることが有利であるから、Fig. 3 のⅡ区域の条件で焙焼を行うのがよい。和賀仙人鉱山の雲母鉄鉱 (Fe 28.44%) を用いて温度 730°C, CO 濃度 13% で流動焙焼した場合の磁選結果は、Fe 品位を 43% まで高めた時、実収率 94.05% であった。

(83) 鉄ミヨバン石の利用に関する研究

(カリの回収について)

A Study on the Utilization of Jarosite (On the Recovery of K₂SO₄)

Y. Kanamori, et alius.

道立工業試験場 理○金森 祥一・寺谷 茂雄

I. 緒言

鉄ミヨバン石は本邦各地に相当量賦存し、わが国に乏しい K ならびに Fe の資源としてその利用が注目されている。北海道においても知床半島に多量の未利用褐鉄鉱と脈層をなして埋蔵されているので、本地区の開発には鉄ミヨバン石の利用が大きな意義をもっている。われわれはこれを K および Fe の資源に利用することを試験しているが、こゝではカリ肥料 (K₂SO₄) の製造試験結果について報告する。

II. 実験および結果

使用鉱石は斜里町日邦鉱山産の鉄ミヨバン石で供試原鉱の品位を Table 1 に示した。なほ随伴する褐鉄鉱についても併記した。

実験は K を水溶性にするための半工業的焼成試験と、変性した K₂SO₄ を熱湯で抽出後酸化鉄残渣と分離し蒸発晶出するビーカー・テストとにわかれる。

(1) 焼成試験：これについては鈴木氏等により、