

な型に変化して還元し難くなるが、鉄成分には変化はない。また加熱気を N<sub>2</sub> ガスとしても還元ガスに切替える温度如何では Ni の抽出率は改善される。

酸化焙焼鉱も Ni 抽出には変化なく良好な結果が得られた。

IV. 結 言

以上の結果を要約すればおよそ次のごとくである。

(1) Laterite-type の鉱石は、還元の際して急速加熱を適用しうる。

(2) 加熱の気圏は還元ガスが良いが、中性、弱酸化性ガスでも差支ない。

(3) 酸化焙焼鉱も使用が可能である。

(4) 水素ガスのごとき強還元性ガスによる還元は、Ni の抽出が不良であるが、石炭ガスのごとき弱還元性ガスによる還元は、Ni の抽出が良好である。

(5) (4) 項の理由を実験的に検討して鉄-酸素-水素系平衡図上に最高 Ni 抽出率を示す範囲を求め、還元焙焼の際して金属鉄を作らぬことがアンモニア法の最も重要な点であると論じた。

(6) 還元の際して水蒸気の影響を検討し、石炭ガスに水蒸気を混合すればその量と共に Ni 抽出率を減少することが判る。これによつて、石炭ガスは酸化性、中性ガスを適度に含有し、これ以上の水蒸気の添加の必要はない。

622,341.4:669.243

(52) ラテライトのアンモニア法脱ニッケルの焼鉱冷却について

(ラテライトの完全利用の研究—IV)

熊本大学工学部

62232

工博 松塚 清人・白根義則

Methods of Cooling of Roasted Laterite for Separation of Nickel by Ammonia Leaching.

(Studies on the utilization of laterite—IV)

Dr. Kiyoto MATSUZUKA and Yoshinori SHIRANE.

I. 緒 言

すでに述べたごとく、アンモニア法の第2の問題点は、還元焙焼鉱の冷却法である。還元焙焼鉱は活性がきわ

て強くて、弱酸化気に触れても急速に不活性化として、抽出率を低下する特性がある。したがつて焙焼鉱は、還元終了後直にアンモニア抽出液に投入し、つぎに積極的に空気吹込によつて、液を酸化することが必要である。実験室においては、鉄管中の焼鉱を外部から水冷し、また焼鉱を水中に投入して、急冷することができるが、これを工業的に実施する場合は障害が予想される。

本報告では、かような見地にたつていろいろの処理法を検討するとともに、焼鉱冷却法によつても興味ある結果をえたので、爰に報告する。

II. 実験方法

実験に用いた装置は、第Ⅲ報と同一のものであるが、冷却速度を調節するために、別に移動式加熱炉を整備し千野製電位差計式自動温度調節装置によつて、あらかじめ所定速度にて冷却しつつ、焼鉱をその炉中に引出して冷却する。また急冷の場合は、鉄管の外部から撒水により約 15mn で常温になる。焼鉱の取出に際しての取扱法は第Ⅲ報に準じて行ない、焼鉱が直接空気に触れるのを極力避けるようにした。

III. 実験結果および考察

(1) 冷却法

a. 還元—酸化—再還元法

まづ鉱石を過還元し、次に酸化性ガスをもつて幾分酸化し、最初の還元温度以下の温度で再び還元を行なつて、最初 Ni とともに還元した Fe の相当量を除去するという INCO の特許<sup>3)</sup>を実験検討したが、再還元後は徐冷が可能となるので、焼鉱の冷却が工業的に有利である。しかし焼鉱の酸素吸着による Ni の不働化を防ぐ効果はない。

b. 還元—酸化法

まづ鉱石を還元し、次に酸化性ガスをもつて最初 Ni とともに還元した Fe の大部分を選択的に酸化除去せんとする NICARO の特許<sup>4)</sup>を検討したが、これまた焼鉱の冷却後工業的に有利となるが、酸化の程度および方法に問題がある。

c. 急冷—徐冷法

鉱石を石炭ガスにより還元温度 700°C で 30mn 還元した後、4つの冷却法を試みて Table 1 のごとき結果がえられた。

上の実験結果を考察すると、700°C より 400°C までの温度間に焼鉱の酸化鉄成分の酸化が見られる。これは

Table 1. Cooling methods. (Coal gas at 700°C, 30mn for reduction)

Methods	Constituents of roasted ore (%)				Precipitation of Fe(OH) <sub>3</sub>	Recovery of nickel (%)	Amounts of soluble iron (%)
	T. Fe	M. Fe	Fe <sup>++</sup>	Fe <sup>+++</sup>			
Slow cool to room temperature	64.20	14.38	44.83	5.00	Strong	44.00	2.49
Rapid cool to room temperature	60.34	3.99	29.49	26.86	Weak	94.48	0.10
Slow cool to 400°C, then rapid cool to room temperature	62.59	12.87	43.18	6.54	Strong	59.67	2.03
Rapid cool to 400°C, then slow cool to room temperature	58.45	3.12	28.86	26.40	Weak	91.33	0.15

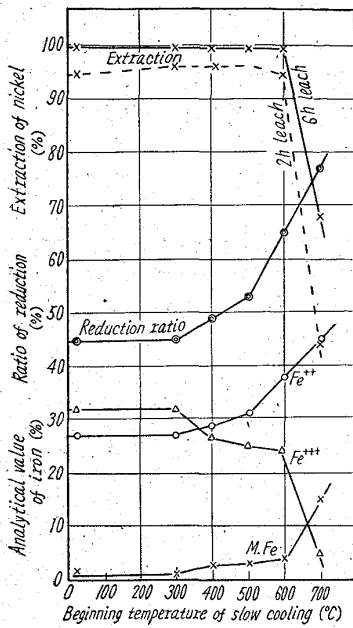


Fig. 1. Effect of rapid and slow cooling.

析出を防止して置けば、以後は徐冷によつて工業的に有利に作業しようと考えられる。この方法は、本研究室において実施せるロータリーキルンによる中間工業化試験に採用して所期の目的を達することができた。

(2) 酸素の吸着

還元焼鉄の特性として、活性がきわめて強く弱酸化鉄に触れても急速に不活性化して、Ni抽出率を低下するが、この点については CARON<sup>2)</sup>が、鉄分高きNi鉄は還元によつて生ずる Fe-Ni alloy に酸素を吸着して不働化すると述べている。本研究の対象とするラテライトは Fe 分高く Ni 分低い原料であるから、この点に関しても注目すべきである。

本実験においては、還元鉄を大気中にとりだす温度を検討したが、焼鉄は急激に高温酸化する現象があり、また所定温度にて大気中にとり出して、比較的緩徐に酸素を吸着して不働化する低温酸化の現象を認めた。

(3) 通気浸漬法

酸素吸着により不働化した焼鉄と、徐冷によりα鉄を析出せる焼鉄を、長時間抽出液に浸漬すれば抽出率を回復する。この理由は明かでないが、CARONは不働化した Fe-Ni alloy の鉄の一部が、第1鉄として溶解し第2鉄に酸化するに際して、溶液と alloy の表面に吸着している酸素を奪つて表面を活性化し、Ni抽出を増加する<sup>2)</sup>と述べている。

浸漬法を考察するに、浸漬液に溶存する酸素を中性ガスまたは還元ガスをもつておだしつつ、浸漬を行なえば、焼鉄に吸着する酸素の離脱を促進すると考えられる。

本実験は、かような見地になつてガス吹込の下に、弱い攪拌によつて浸漬を行なつて、浸漬時間の短縮と抽出率の回復がえられた。

IV. 結 言

以上の実験結果を総括すれば、およそ次のごとくなる。  
(1) 還元-酸化-再還元法と還元-酸化法は、処理

Fe-O 系状態図で良く知られている<sup>5)</sup>。570°C の  $4FeO \rightarrow Fe_3O_4 + Fe$  の共析変態を示すものと思われる。この点について追究すると例えば Fig. 1 は徐冷開始の温度と焼鉄の酸化鉄成分の酸化ならびに Ni 抽出率の関係を表わすものである。

結局ウスタイトの共析変態点である 570°C を徐冷するとき、α鉄を析出して Ni の抽出率を減少するので、この温度附近まで急冷することによつてα鉄の

後徐冷が可能であるのは有利である。

(2) 急冷-徐冷法を案出した。これはウスタイトの共析変態点を利用して、570°C 以下まで急冷してα鉄の析出を防止し、以後は徐冷によつて常温にもたすことができる工業的に有利な処理法である。

(3) 還元焼鉄は、所定温度で大気中にとりだせば低温酸化して抽出率が減退する。

(4) (3) 項における減退した抽出率を、浸漬法によつて恢復することができる。

(5) 浸漬法を追究して通気浸漬法を考案した。

文 献

- 1) G. D. VAN ARSDALE: Hydrometallurgy of Base Metals, 24 (1953)
- 2) N. H. CARON: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 188 (1951), P. 67~90
- 3) Brit. Patent: No. 646,488 (1950) International Nickel Co. of Canada
- 4) U.S.A. Patent: No. 2,473,795 (1949) Nicaro Nickel Co.
- 5) J. O. EDSTRÖM: Iron & Steel Inst., Spec. Rep. (U.K.), No. 53, 10, Mar. (1955)

669,183,4,054,83 = 669,53

(53) 平炉ダスト還元時の亜鉛の挙動について 62233

富士製鉄釜石製鉄所研究所 1304~1307  
庄野四朗・理博 伊藤建三・○大友正美

On the Behavior of the Zinc in Open Hearth Dust during Reducing Process.  
Shirō SHŌNO, Dr. Kenzō ITO and Masami ŌTOMO

I. 緒 言

平炉ダストの脱亜鉛については、これまで幾多の試験りがなされてきたが、いずれも満足すべき結果がえられていない。これは、平炉ダスト中の亜鉛が主としてフランクリナイト ( $ZnFe_2O_3$ ) として存在<sup>2)</sup>し、このフランクリナイトがきわめて安定な上にヘマタイトと密雑に共生しているためである。このため上記脱亜鉛試験の外に高温における直接還元が研究<sup>3)4)5)</sup>されている。

そこで、従来の脱亜鉛法とやや趣を異にした方法を検討する資料として、このダストを低温還元した場合の本鉄物の挙動とこれに対する  $CaCl_2$  添加の影響を調べるため若干の実験を行なつたのでその概要を報告する。

II. 脱亜鉛試験

文献にみられる研究と同様に各種の脱亜鉛試験を行なつた。結果は Table 1 に示すが、前記したダストの鉄物組成から予想されるように、いずれも満足すべきものではない。

III. 低温還元試験

1) 試料と実験方法

実験に供した試料は平炉煙突下より採取した赤褐色の微細な粉末で、ヘマタイトとフランクリナイトを主成分