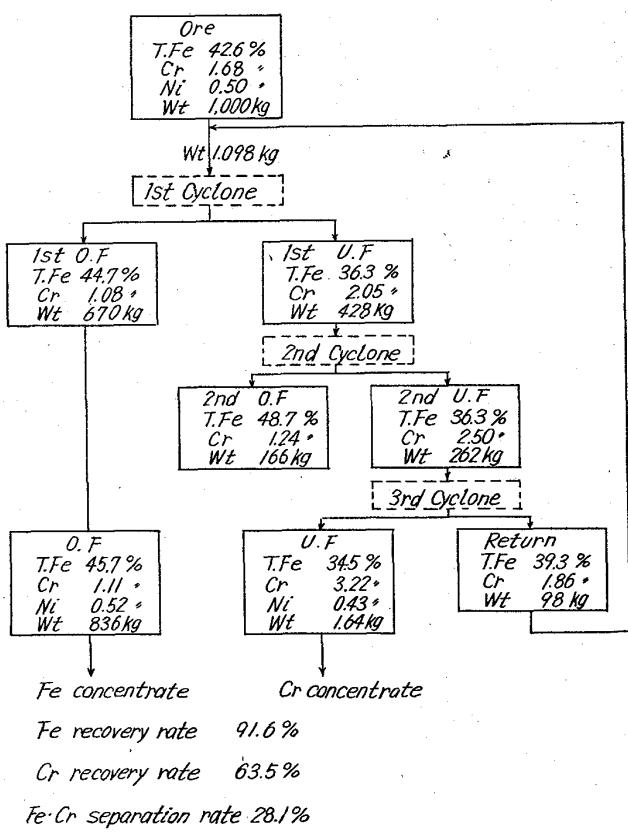


Table. 1. Chemical analysis of overflow and underflow ores.

Ore	T. Fe	FeO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	MnO	Cr	Ni	Co	C. W	Rate of Fe-Cr separation (%)
M <sub>I</sub> O·F " U·F	54.22 43.25	0.48 0.48	2.76 3.55	4.63 6.46	0.08 0.06	0.40 1.75	1.09 1.80	1.38 8.08	1.05 0.54	0.078 0.145	12.51 9.13	38.0
M <sub>II</sub> O·F " U·F	49.28 46.52	n. d. n. d.	1.62 2.30	9.79 9.88	n. d. n. d.	n. d. n. d.	n. d. n. d.	1.123 7.850	0.747 0.668	n. d. n. d.	n. d. n. d.	36.3
H O·F " U·F	45.41 35.99	0.48 4.60	7.94 13.28	7.19 7.86	1.15 2.54	1.15 2.54	1.46 2.92	1.05 2.78	0.52 0.43	n. d. n. d.	13.10 7.79	28.1
S O·F " U·F	46.67 51.76	0.30 1.64	3.79 2.04	4.19 4.07	0.20 0.11	0.38 0.83	1.66 1.17	1.06 3.71	0.088 0.295	14.52 8.14	19.2	



## 4 結言

ラテライトから Cr 含有量の少ない製鉄原料を得る目的で各地産ラテライトの湿式サイクロンによる Cr 分離に関する研究を行ない、銘柄別に適当と考えられる選鉱方式を求めた。

## 文 献

- 1) 小川, 村越: 特許公報 昭34-2453
- 2) 石光, 古井, 戸村: 鉄と鋼, 49 (1963) 3, p. 376~378

622.341.1: 669.243

## (40) 硫化還元焙焼された含ニッケル鉄鉱石の鉱物組成について

八幡製鉄所, 技術研究所 工博 谷 村 澪  
八幡製鉄所, 技術研究所 ○酒井 進

Mineral Components of the Sulphidizing and Reducing Roasted Nickel Containing Iron Ore. 1/3, 640-02

Dr. Hiromu TANIMURA and Susumu SAKAI.

## I. 緒 言

前報<sup>1)</sup>では木炭と硫化鉄と一緒に還元焙焼すれば含ニッケル酸化鉄の鉄分の多くが非磁性の Wüstite となり、磁選の結果鉄精鉱となるのであるが、一方磁着物として含ニッケル金属鉄が得られ、ニッケル分離ができるのを報告した。また、この焙焼にあたつてピロタイト添加量、焙焼温度のいかんにより Wüstite の磁着が多くなるため磁選効果が低下することを知つた。本報告では各種条件で焙焼したものと、顕微鏡観察と X 線回折で調べ、粉碎による Wüstite, M·Fe などの分離状態につきさらに研究を重ねたのでその結果を報告する。

## II. 單位分離

Table 1 にラテライトをピロタイト添加あるいは無添加で前報 Test 1 の方法によつて 1100°C で焙焼した場合、およびピロタイトを添加し前報 Test 3 の方法によつて各種温度で焙焼した場合などの磁選産物の粒度分布を示した。ピロタイト 10% 添加の場合の磁着物は、Table 1 のごとく全部が粗粒で、その X 線回折線は Fig. 1 や Fig. 2 に示すごとく M·Fe 単体粒子であることを示し、これは顕微鏡観察でも確認された。ま

査したところ、いわゆる黒色残渣が全く認められないことから、Chromite のもつ比重差を利用して得る限界に近いものと見てよく、これらの結果は一応サイクロン操業における限界の成績であろう。なお H 鉱と S 鉱の順位が篩分試験の結果から予想したものと異なつてゐるが、S 鉱と他 3 銘柄との本質的の差は O·F と U·F との Fe 品位の差に明瞭に現われ、S 鉱のみが U·F の Fe 品位が高い。したがつて O·F の Fe 収率は低く、% も減少する。

O·F を製鉄原料として利用するには O·F は Fe 品位が原鉱よりも高く、また収率も大なることが望ましく、一方 Cr の面では収率とともにその品位が低いことが望ましい。したがつて S 鉱は湿式サイクロンによる選別効果がほかに比較して薄いことになる。

Table 1. Sizing analysis of the products separated by Test 1 and Test 3.

RT °C	Py %	Sizing		Chemical composition %			
		products	weight %	Fe	Ni	S	
Test 1 (Homonhon laterite)	1100	T	+20 μ 20~10 μ -10	2·21 35·67	52·10 56·71	0·21 0·11	trace "
		C	+20 μ 20~10 μ -10	23·01 25·98 13·13	63·90 65·34 67·93	1·07 1·50 2·65	trace " "
		T	+20 μ 20~10 μ -10	28·73 27·00 34·11	63·10 58·91 51·09	0·03 0·03 0·09	0·97 1·85 6·76
	1000	C	+20 μ	10·10	79·62	9·02	0·40
		T	+20 μ 20~10 μ -10	21·02 25·06 42·70	61·28 56·93 51·54	0·02 0·03 0·04	0·86 1·23 4·03
		C	+20 μ 20~10 μ	7·87 3·35	80·89 78·03	5·75 5·80	1·32 1·21
Test 3 (Manicani laterite)	1100	T	+20 μ 20~10 μ -10	10·53 23·72 47·75	57·60 57·90 51·97	0·07 0·06 0·04	2·65 2·48 2·97
		C	+20 μ 20~10 μ	6·78 11·22	69·95 76·41	2·33 4·90	2·42 1·50
		T	+20 μ 20~10 μ -10	16·71 19·35 41·64	57·56 56·70 55·55	0·07 0·05 0·06	2·68 2·52 2·41
	900	C	+20 μ 20~10 μ -10	10·76 9·00 2·54	65·29 69·15 71·90	1·63 3·63 4·69	2·79 1·99 1·64
		T	+20 μ 20~10 μ -10	16·71 19·35 41·64	57·56 56·70 55·55	0·07 0·05 0·06	2·68 2·52 2·41
		C	+20 μ 20~10 μ -10	10·76 9·00 2·54	65·29 69·15 71·90	1·63 3·63 4·69	2·79 1·99 1·64

T°C: roasting temperature Py: pyrohotite addition T: non-magnetic C: magnetic

た、ピロタイト無添加の場合の磁着物は、Table 1 に示すように細粒も多い。そのX線回折線 Fig. 1 は M·Fe と Wüstite が広い粒度範囲で共存し、片刃粒子であることを示している。そして顕微鏡観察からわかつた。

これら片刃は全て 5 μ 以下の M·Fe が Wüstite 中に散在した形態をとり、M·Fe 単体粒子はほとんど存在しないことがわかつた。また、ピロタイトを 10% 添加した場合でも、焙焼温度を 1100°C から 1000°C, 900°C と低下すれば、Table 1 のごとく磁着物に細いものが多くなっている。また、粗粒は大部分が片刃粒子で、M·Fe 単体粒子は細かいものほど多くなっていることが顕微鏡観察からわかつた。その一例を Photo. 1 a), b) に示した。Fig. 2 で、Wüstite に対する M·Fe の X 線相対強度が細粒のものほど大きくなっているのは、このような片刃粒子と単体粒子の量的差異があらわれているであろう。なお、粗粒の片刃粒子の M·Fe の部分は 1100°C にくらべ 1000°C では

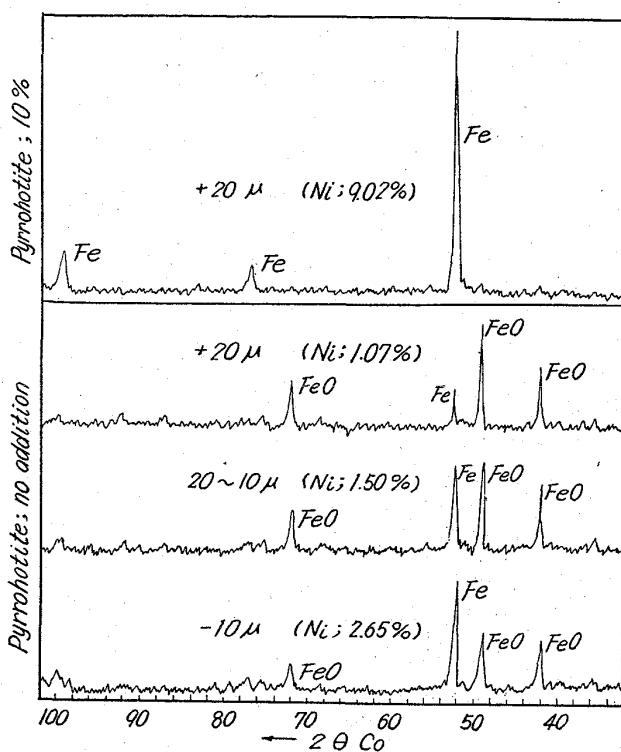


Fig. 1. Results of X-ray analysis of sized magnetic products separated by test 1.

小さいものが多く、Photo. 1 a) のごとくその周辺に遊離不十分な Wüstite が結合している。また、900°C の粗粒は M·Fe が非常に細かく、前述のピロタイトを全く添加しない場合に近い形態の片刃となつていて。

以上、Wüstite と M·Fe の単体分離におよぼす焙焼条件の影響について次のごとく結論することができる。

(1) ピロタイト無添加では M·Fe が全て 5 μ 以下であるため、極度の微粉砕をしないかぎり単体分離は望めない。

(2) ピロタイト 10% 添加では、M·Fe は一般に 20 μ 以上の粗粒が多く、1100°C では 325 Mesh 以下の粉砕でほぼ完全に単体分離する。

(3) ピロタイトを添加しても、焙焼温度が低くければ M·Fe は 20 μ より小さいものが多くなるから、粉砕

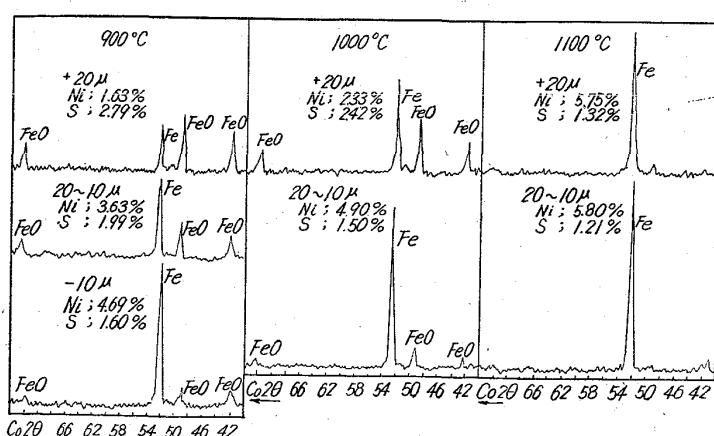
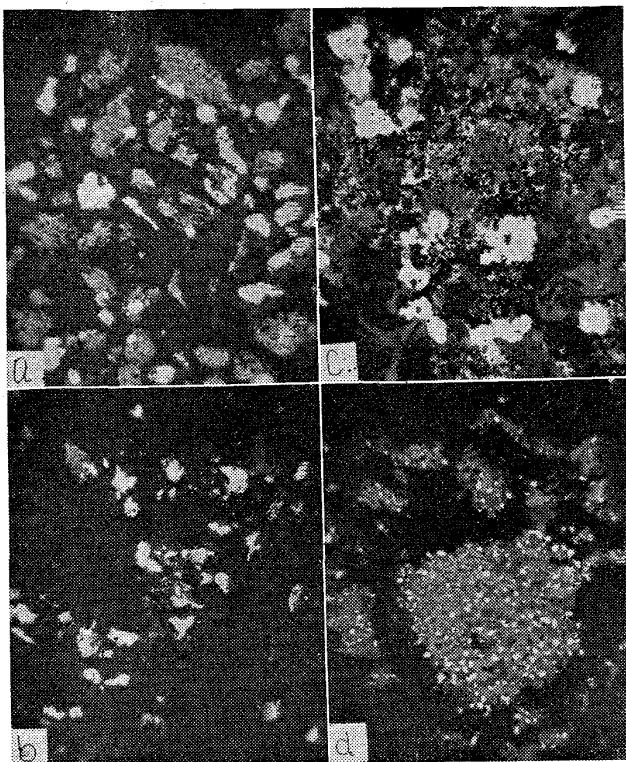


Fig. 2. Results of X-ray analysis of sized magnetic products separated by test 3.



White: metal Grey: wüstite Dark: pore  
 a) Magnetic (+20 $\mu$ ) c) Roasted ore  
 Temperature: 1000°C Pyrohotite: 10% Charcoal: 4%  
 b) Magnetic (20~10 $\mu$ ) d) Roasted ore  
 Temperature: 1000°C Pyrohotite: 10% Charcoal: 4%  
 Photo. 1. Micrographics of sized magnetic product and roasted ore.  $\times 500$ (2/5)

度もあげなければ単体分離はむずかしい。特に、900°C では 5  $\mu$  以下の M·Fe がかなり多く、この部分は極度の微粉碎をしないかぎり単体分離は望めない。

### III. 選別原理

Ni の酸化物は、かなり低温で FeS によって優先硫化されることが知られている。また、Ni の硫化物と FeS, M·Fe と FeS との液相線は Fig. 3 に示される。したがつて、これらが共存すれば Fe-Ni-S 系融体を生ずるはずである。ところで、Ni 0.82% のラテライトに 10% のピロタイトを添加したとき焙焼鉱中の残留 FeS に対し、M·Fe およびニッケルが全て溶解したと仮定すると、前報の実験範囲内では FeS 10 g に対し Ni は一定で約 1 g, M·Fe は 1 g と 4 g 以上が溶解する場合とに 2 大別される。Fig. 4 はピロタイト 10 g に市販の  $\text{Ni}_2\text{O}_3$  と純鉄粉を上述の割合で配合し、木炭無添加で前報の Test 2 の方法で加熱せる試料の X 線回折線である。同図のごとく M·Fe 添加が少ない場合は  $(\text{FeNi})_9\text{S}_8$ 、添加が多くなれば Fe-Ni( $\alpha$ 型) 固溶体を析出している。ただし、M·Fe 添加が少ない場合でも化学分析では M·Ni, M·Fe が多少認められたから Ni-Fe ( $\gamma$ 型) 固溶体が一部存在すると推定される。前報のように硫化一還元焙焼一磁選法で分離された磁着物中に、Ni の硫化物がかなり存在する場合のあることが化学的検出法で知られている。これは、以

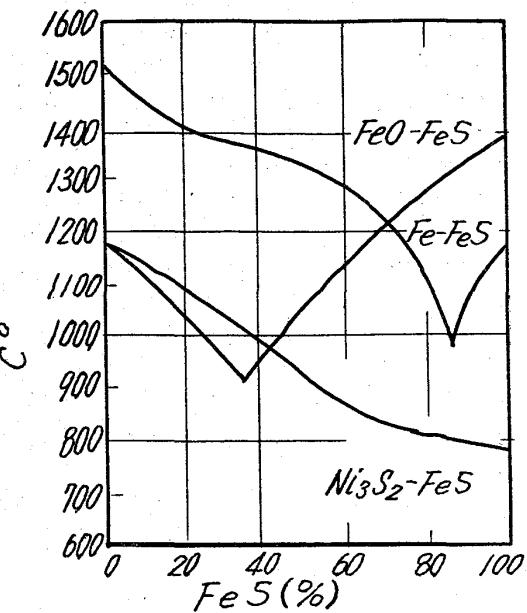


Fig. 3. Liquid phase diagrams of  $\text{Ni}_3\text{S}_2$ -FeS, Fe-FeS, FeO-FeS.

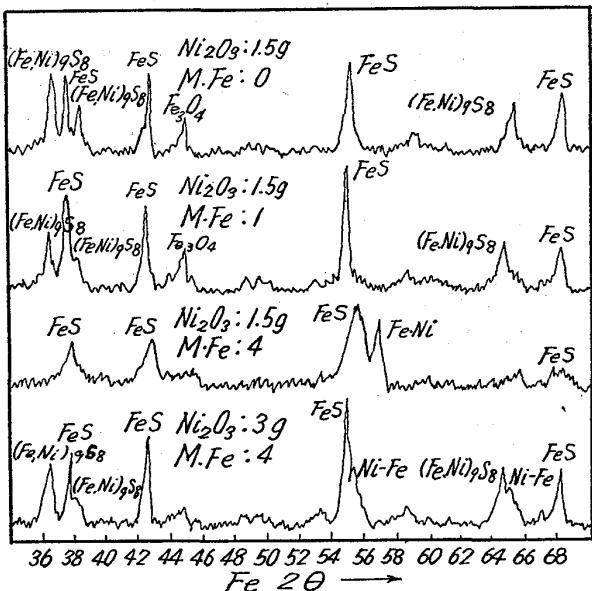


Fig. 4. Results of X-ray analysis of Ni-oxide roasted with iron and pyrohotite.

上の実験結果から  $(\text{FeNi})_9\text{S}_8$  と思われる。 $(\text{FeNi})_9\text{S}_8$ 、すなわち非磁性のペントランダイトが磁着するのは、一部 Ni-Fe 固溶体と遊離しがたい組織をなしているためであろう<sup>3)</sup>。要するに、本方法では木炭で還元されて生ずる M·Fe およびニッケルが添加したピロタイトに溶解し、Fe-Ni-S 系融体を生ずるのは明かである。

次に Photo. 1 c), d) に、ピロタイト 10% 添加あるいは無添加でラテライトを前報 Test 2 の方法によって焙焼した場合の顕微鏡写真の一例を示した。すなわち、M·Fe はいずれも Wüstite にとりまかれて生成しているが、ピロタイトを添加した場合はよく粗粒化しているのがわかる。この粗粒化の主因は、さきに説明した Fe-Ni-S 系融体の生成にあるのはいうまでもない。

669,046,424

669,243,622,341,14,622,778

(41) 含ニッケル酸化鉄の硫化還元焙焼法によるニッケル磁力選鉱について  
No. 64023

八幡製鉄所、技術研究所 工博 谷 村 澪

" " ○酒 井 進

PP 1156 ~ 1657

Magnetic Separation of Nickel from Nickel Containing Iron Ore, Treated by Sulphidizing and Reducing Roasting.

Dr. Hiromu TANIMURA and Susumu SAKAI.

## I. 緒 言

世界各地に龐大な存在が知られているラテライトは、将来の鉄鉱資源のみならずニッケル資源としても注目されている。筆者は、これを製鉄原料として活用する目的で、還元焙焼の後に磁力選鉱することによつて、ニッケルを分離する方法を研究した。すなわち、ラテライトを木炭で還元することによつて Fe を非磁性に近い Wüstite の形とし、一方ニッケルは強磁性の金属ニッケルとすることができたが、両者の磁選は因難であつた。ところが、少量の硫化鉄存在のもとに木炭で還元する硫化還元焙焼によれば、Ni の磁選がまことに効果的に行なわれるのを発見した。この方法はラテライトのみならず、含 Ni 硫酸焼鉱や各種含 Ni 粘土、Ni の酸化物あるいは硫化物などいろいろな形で Ni を含有する酸化鉄にも適用し得る。

本報告では以上の焙焼条件、焙焼鉱中の成分の形態およびその磁選における挙動などを観察した結果を報告する。

## II. 実験試料、装置および方法

Table 1 の化学成分のラテライト、あるいは含 Ni 硫酸焼鉱に、還元剤として市販の木炭、添加剤として棚原産ピロタイト ( $Fe: 55\cdot8\%$ ,  $S: 28\%$ ,  $Ni < 0\cdot005\%$ ) をいろいろな割合で配合して焙焼した。また、Table 2 に化学成分を示した各種含 Ni 粘土、Ni 酸化物、Ni 硫化物などを、それぞれ市販の純  $Fe_2O_3$  に配合し、Ni が  $0\cdot4 \sim 4\%$  含まれる程度に調製したものをラテライトの場合と同様に焙焼した。

Test 1 では試料約 100g を径 70mm, 高さ 85mm のマグネシャ培塙に入水、Fig. 1 の装置で焙焼し Davis 磁選機により 2800 Gauss で磁選した。Test 3 では試料約 8g を磁製ボートにとり管状電気炉で焙焼し、HF 型磁選器（日本磁力 KK 製）を用い 2800 Gauss で磁選した。Test 3 では焙焼装置として Fig. 2 の外熱式回転炉を使用した。試料約 100g を径 90mm, 長さ 100mm の円筒型モリブデンケースに入る。ケースは

## 文 献

- 1) 谷村 澪、酒井 進: 鉄と鋼, 50 (1964) 10
- 2) 宮崎行蔵: 金属の研究, 4 (1927), p.198~204  
久島亥三郎、浅野楨一郎: 日本鉱業会誌 99 (1953) 782, p.297~300
- 3) 板谷康男、島田一、安藤淳平: 日本鉱業会誌, 74 (1958) 845, p.927~933
- 4) P. OBERHOFER: Das technische Eisen.  
3 Aufl (1936), p.106

Table 1. Chemical analysis % of laterite ores and Ni-pyrrohotite cinder.

	Fe	Ni	Cr	$SiO_2$	$Al_2O_3$	S	$H_2O$	Mois.
A	Newcaledonia laterite	53·60	0·26	2·79	1·14	4·52	0·09	9·65
B	Homonhon laterite	43·25	0·42	1·72	1·66	10·85	0·19	12·77
C	Manicani laterite	48·02	0·82	3·02	4·72	6·00	0·74	10·86
D	Ni-pyrrohotite cinder*	65·31	0·20	—	4·24	—	0·81	—

\* Chōsen Ni-pyrrohotite roasted at 800°C.