

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.

Table 2. Chemical analysis % of Ni containing clays and compounds.

			Ni	Fe	SiO ₂	S
E F G	Clay	Hirose dewaterite	2.39	1.88	42.00	—
		Naketyl garnierite	14.39	0.48	56.36	—
		Hirose garnierite	6.85	1.73	24.48	—
H I	Oxida	Oxidized Ni-pyrrohotite*	5.78	53.96	3.00	0.03
		Ni ₂ O ₃ (Katayama-kagaku)	70.98	—	—	—
J K	sulphide	Ni-phrrohotite*	5.86	54.51	3.02	38.34
		NiS(Hayashizunyaku)	64.72	—	—	35.28

* Sudbury Ni-pyrrohotite.

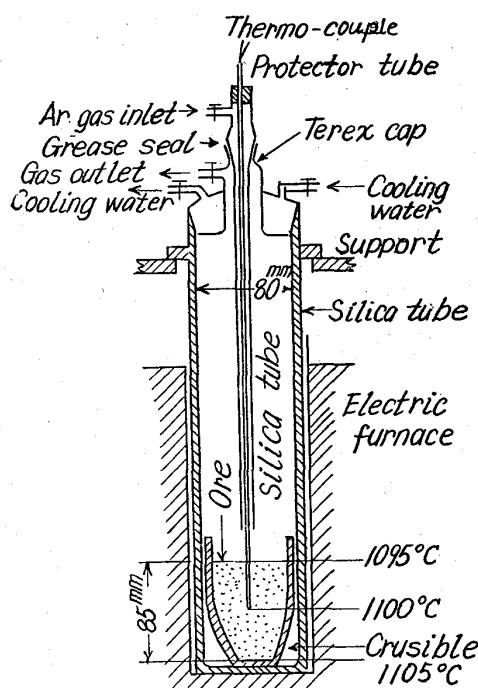


Fig. 1. Apparatus for roasting test 1.

回転筒内に装入固定され、4¹/₂ R. P. M. で回転するので試料はロータリーキルン内の鉱石のように転動しながら焙焼される。焙焼鉱は Davis 磁選機により 2800 Gauss で磁選した。

以上の実験では昇温速度を 20°C/min とし、少量の Ar ガス気流中に試料を所定の焙焼温度で 30min 保持した後焼鉱を冷却し、一定の粉碎方式で 325 mesh 以下に粉碎して磁選した。

III. 実験結果およびその考察

1) 磁選成績

ラテライトに木炭 5% を添加し、1100°C で Test 1 の方法で焙焼した場合の磁選結果は次のような。ピロタイト無添加では、非磁着物である鉄精鉱の Fe 実収率は著しく低く 49% であるが、ピロタイトを 10% 添加して Ni 品位 0.26~0.82% の 3 鋼柄について実験を行なった結果は 87% 以上であった。なお、ピロタイト添加量が 10% と 20% とでは磁選成績に大差のないことがわかつた。

次にラテライト、含 Ni 硫酸鉱、各種含 Ni 酸化鉄

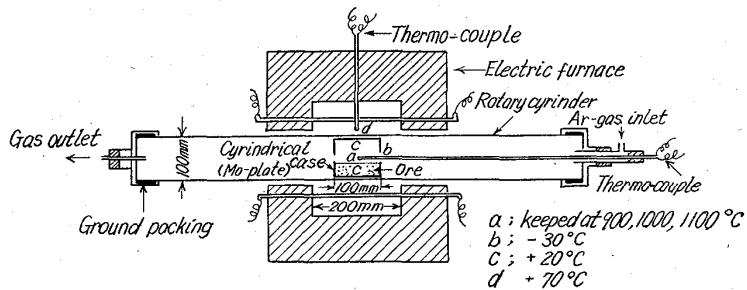


Fig. 2. Apparatus for roasting test 3.

などに対し、上と同じ焙焼条件で Test 2 の方法によつて焙焼したときの磁選結果によれば、ラテライトでは Test 1 のときよりも高い Ni 実収率を示したが、Fe 実収率は 77% でかなり低い。この原因は用いた磁選器が乾式であるためと思われる。また含 Ni 硫酸鉱の磁選成績はラテライトとほぼ同等であつた。次に、0.4~1% の Ni 品位になるよう調製した各種含 Ni 酸化鉄についても、ジユエライト配合の E 試料を除いては、ラテライトとほぼ同等かこれに近い磁選成績を示した。なお、Ni₂O₃ あるいは NiS を配合して酸化鉄の Ni 品位を 1.5% 以上にした試料では、Ni 実収率がかなり低下している。

次に、マニカニ産ラテライトを Test 3 の方法によつて各種条件で焙焼したときの磁選結果から Fig. 3 a) にニッケル精鉱 Ni 実収率、b) に鉄精鉱 Fe 実収率を図示した。Ni 実収率は焙焼条件による影響が少なく、常に 90% 以上で木炭添加が多いほど多少向上している。Fe 実収率は焙焼条件によつて大きく変化し、ピロタイト 10%，木炭 3~1% のとき最も高く 86% 以上であるが、添加量が減少すれば低下している。ピロタイト添加 10% のときは、Table 5(省略)のように木炭添加を十分多くすれば、鉄精鉱の Ni 品位は 0.04~0.05% まで低下し、その Fe 品位は 61~58%，S 品位 2~3% となつてゐる。このときの Fe 実収率は 900~1200°C において 75~91% まで変化し、一方ニッケル精鉱の Ni 品位は 3.8~9.9% で、だいたい焙焼温度が高いほど磁選成績は良好である。

2) 選別成分の形態

Ni を Ni₂O₃ あるいは NiS の形で含有する酸化鉄の焙焼鉱については、Fig. 4 に示すように磁着物の X 線回折線に Fe-Ni (α 型), Ni-Fe (γ 型) 合金のいずれか一方あるいは両方が認められる。その一方のみ存在する

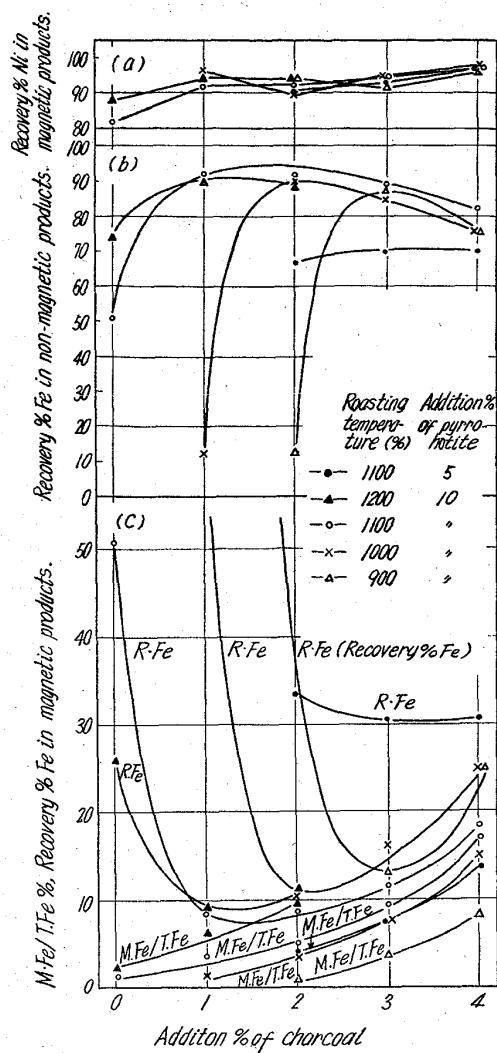


Fig. 3. Relation between charcoal addition % and recovery % Ni or Fe and reduction % (M·Fe/T·Fe).

ときの磁着物中の M·Ni と M·Fe の化学定量から、合金の Ni : Fe の重量比を求めた結果は、 α 型が 1 : 6.5~6.9, γ 型が 1 : 1~1.1 であった。次にラテライトの Test 3 の方法による焙焼鉱中の M·Ni は 0.55~0.8%, M·Fe は 1.9~10.6% であったが、これが全て固溶体をつくつているとみなすと、Ni : Fe は 1 : 3.3~13.3 である。すなわち、木炭添加量が少なくなれば Fe 成分はほぼ直線的に減少したが、それに伴い Ni の硫化物と思われるものの生成が著増し、その一部は磁選のさいに磁着してくることがわかつた。ただし、このような Ni 硫化物の磁着物中での存在は X 線回折では確認されず、化学的検出法によつて認められた。Fig. 5 の X 線回折線中の Fe の線は、前述のごとき固溶体と推測される。

次に、Fig. 3 c) に示したのは M·Fe 生成量と T·Fe 磁着量で、それぞれ焙焼鉱あるいは磁選給鉱中の T·Fe に対する百分率である。すなわち、木炭添加量あるいは焙焼温度が低下すれば M·Fe 生成量は減少し、それに伴つて T·Fe 磁着量も減少している。ところが、木炭がある量以下になると T·Fe 磁着量は著増してい

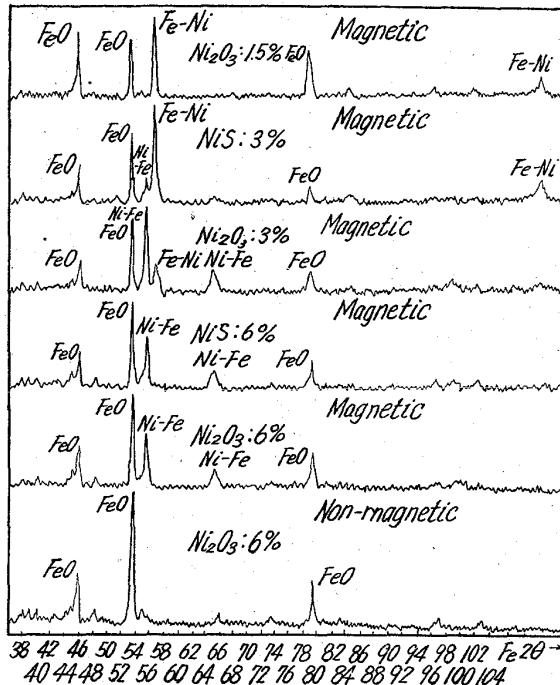


Fig. 4. Results of X-ray analysis of the products separated by test 2.

る。これは Fig. 5 のごとく Fe_3O_4 の磁着に起因している。また、木炭添加が減少すればピロタイトの S 分解量はかなり増大しているのがわかつたが、M·Fe の生成量は Fig. 3 c) のようにむしろ減少している。すなわち、ピロタイトは M·Fe 生成に関与することが少なく、M·Fe 生成量は木炭添加量によつて支配されている。以上のように鉄精鉱について高い Fe 実収率をうるには、まず Fe_3O_4 を生成せしめない必要がある。そのためには、木炭を十分配合すればよいのであるが、このときの焙焼鉱の主成分は Fe^{++} で、ほかに一部 M·Fe を生じ、ピロタイトの S は大部分が残留しているのがわかつた。この Fe^{++} は Fig. 5 のごとく、Wüstite の形で大部分は磁着しないが、一部は磁着している。そして、Fig. 5 で Fe_3O_4 としての磁着が認められない場合は Fig. 3 c) の T·Fe 磁着量と M·Fe 生成量との差を Wüstite としての Fe 磁着量とみてさしつかえないであろう。すなわち、ピロタイト添加量と焙焼温度のいかんによつては、Wüstite の磁着がかなり多くなる場合のあるのがわかる。また、ピロタイトをまつたく添加しない場合は Table 3 のごとく著しく T·Fe 磁着量は多いのであるが、 Fe^{++} の化学分析および X 線回折による調査から、磁着物中に Fe_3O_4 を認めず、ほとんど全部が非磁性の Wüstite であるのがわかつた。このように、非磁性の Wüstite が磁着する原因は第 2 報で明かにする。

IV. 結 言

本法でえられる鉄精鉱の Fe 実収率は木炭添加量、したがつて M·Fe、特に Fe_3O_4 の生成量に大きく影響される。また、ピロタイト添加量と焙焼温度は Wüstite の磁着量を左右するため、Fe 実収率におよぼす影響が大きく、ピロタイト無添加では Fe 実収率が著しく低いことなどが明かとなつた。

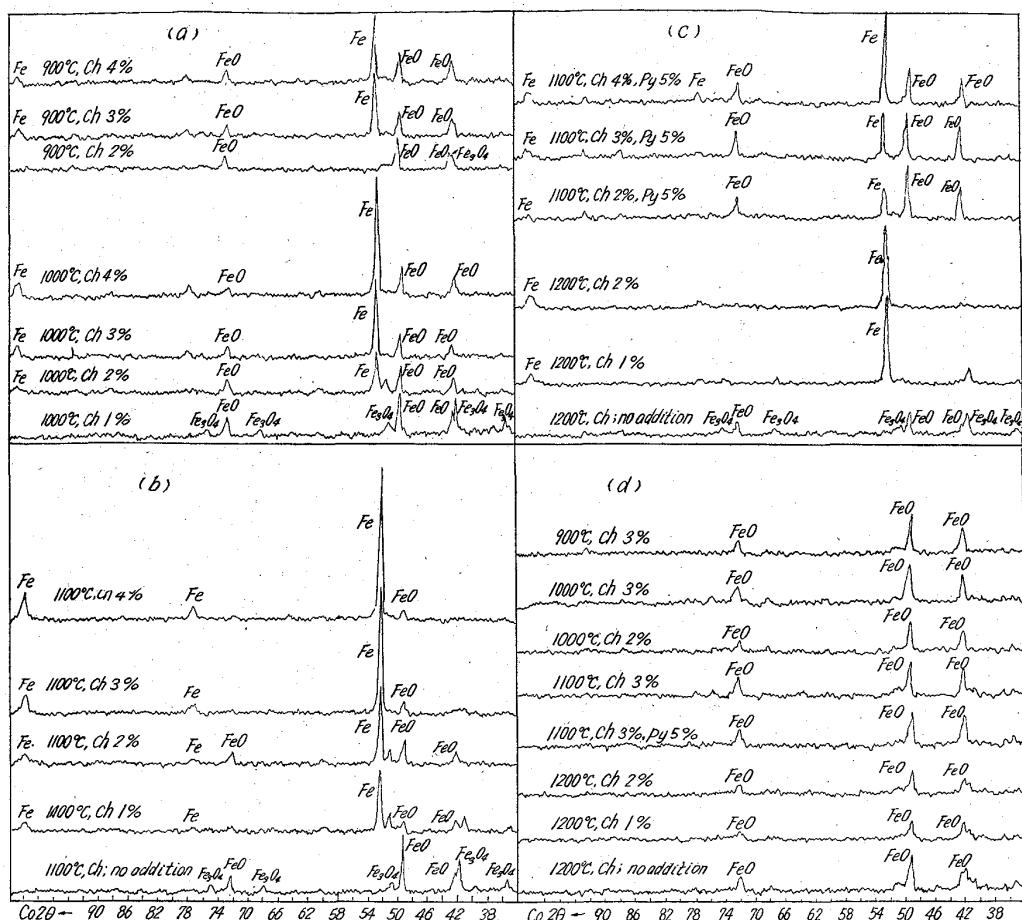


Fig. 5. Results of X-ray analysis of products separated by test 3.

ピロタイト 10% 添加で、木炭を十分添加し 900~1200°C で焙焼すればラテライトから 75~91% の Fe 実収率で 0.04~0.05% の Ni 品位の鉄精鉱がえられた。ただし、これには 2~3% の S が残留している。これが塊成化の工程で除去されるならば製鉄原料として利用しうるであろう。一方、ニッケル精鉱の Ni 品位は 3.8~9.9%，Fe 75~65% でフェロニッケルとともにかなりの量の Wüstite を含有する以外には、不純物がほとんどないから特殊鋼の原料として期待し得るものと考える。

- a) Magnetic products, Pyrrohotite : 10%
- b) Magnetic products, Pyrrohotite : 10%
- c) Magnetic products, Pyrrohotite : 10% or 5%
- d) Non-magnetic products, Pyrrohotite : 10% or 5%

Py: Pyrrohotite addition % Ch: Charcoal addition %

:669.046.423

(42) 含クローム・ニッケル鉄鉱石の選択塩化焙焼について

金属材料技術研究所 No. 64-204

工博 郡司 好喜・○石塚 隆一

On Selective Chlorination of the Iron Ores Containing Chromium and Nickel. pp 1659~1662

Dr. Kōki GUNJI and Ryūichi ISHIZUKA.

I. 緒 言

少量の Cr および Ni を含む、いわゆるラテライト鉱を鉄鉱石として利用しようとする試みは従来数多く行なわれておらず、塩化焙焼による脱ニッケルの研究も 2, 3 見られる^{1,2)}。この方法は Fe および Ni の塩素に対する親和力の差とおのおのの塩化物の蒸気圧の差を利用するものであるが、現在までの研究では Fe の塩化も相当認められ工業的方法としては適宜ではないとされている。

本研究は 2, 3 のラテライトの塩化試験を行なうとともに、Fe の塩化を阻止するための中間焙焼の意味においても 2, 3 の試みを行なつたものである。

Fe および Ni の酸化物から生成する塩化物は $FeCl_2$,