

Fig. 4. Effect of reaction pressure
Red. condition; 500°C, 10% -H₂O/H₂O + H₂ 1hr.
Carbonyl reaction; 85°C, 2hr.

Fig. 4 に脱ニッケル率の反応圧変化による影響を示した。なお、高圧の実験は装置を異にしたため、常圧での値が Fig. 2 のものと同一でない。また平衡は試料表面に吸着している一酸化炭素ガスと反応生成物であるカルボニルとの平衡であり、流通しているガスとの平衡ではないように思われる。

4. 結 言

ラテライト鉱石をまず予備還元し、鉱石中のニッケルを選択的に金属ニッケルとなし、ついで一酸化炭素との反応でカルボニル化合物として揮散回収する実験を行ない、反応条件の厳密な選択により鉄損失を1%内外に抑えながら、80%程度の脱ニッケルが可能であることを見出した。

文 献

- 1) U. S. PAT: 855, 544
- 2) R. M. LEWIS et ali.: J. Metals, 10 (1958), p. 419
- 3) J. E. SPICE et ali.: J. Am. Chem. Soc., 77 (1955), p. 100

(29) 水性ガスによるラテライトの流動還元について

金属材料技術研究所 工博 田 中 稔
資源技術試験所

森川薫淳・○浜田善久・奥山連勝

On the Reduction of Laterite by Water Gas in a Fluidized Bed.

Dr. Minoru TANAKA, Masakiyo MORIKAWA,
Yoshihisa HAMADA and Masakatsu OKUYAMA.

1. 緒 言

近年、直接製鉄法の発展にともない鉄鉱石を H₂ ガス、コークス炉ガス、天然ガスを変成したガスなどにより各

種の還元炉を使用して還元を行なった多くの報告があり、また一方、ラテライトを製鉄資源として利用するための処理法についても各種の方法が報告されている。

本研究においては、ラテライト利用法の一つの試みとして、インドネシア産ラテライトを当所試作の2段流動還元炉によつて水性ガスにて還元し、海綿鉄を製造する実験を行なったので、その結果について報告する。

なお2段流動炉の試作にあつては、筆者らの硫酸滓の流動実験において問題となつた下段のダストによる上段目皿の閉塞、また上段溢流管の鉱石による閉塞の問題をとくに考慮し、ブローアを用いて下段のガスをひき、排ガス中のダストをサイクロンで除去し、目皿の閉塞を防止すると同時に上段・下段の圧力差を少なくすることによつて溢流管の鉱石による閉塞を防止した。

2. 実験試料

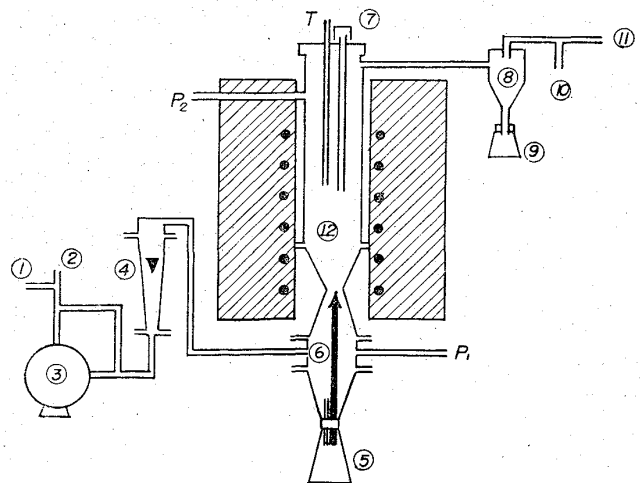
実験試料はインドネシア産ラテライトで、多孔質・茶褐色の塊鉄を -20 mesh に粉碎し、110±5°C で乾燥して使用した。その粒度分布および化学組成、粒度別の Fe の分析結果は Table 1 に示すとおりである。

Table 1. Size distribution and chemical composition.

Mesh	20~35	35~48	48~100	100~150	150~200	200~250	-250
%	36.93	11.89	18.67	13.92	5.32	6.17	7.11

Composition	T. Fe	Ni	Cr	SiO ₂	Al ₂ O ₃
%	50.46	0.22	1.54	1.84	9.68

Mesh	20~35	35~48	48~100	100~150	150~250	-250
T. Fe %	51.07	51.43	49.50	50.51	49.80	49.10



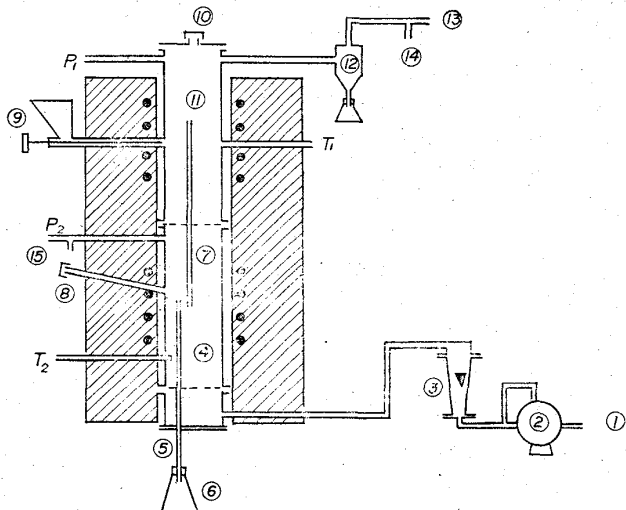
① Inlet of gas ② Sampling hole of waste gas ③ Blower
④ Rotameter ⑤ Sampler ⑥ Stopper ⑦ Inlet of ore
⑧ Cyclone ⑨ Dust Sampler ⑩ Sampling hole of waste gas ⑪ Outlet of waste gas ⑫ Reduction bed
T: Thermocouple P: Manometer

Fig. 1. Experimental apparatus used for batch operation.

3. 実験装置および方法

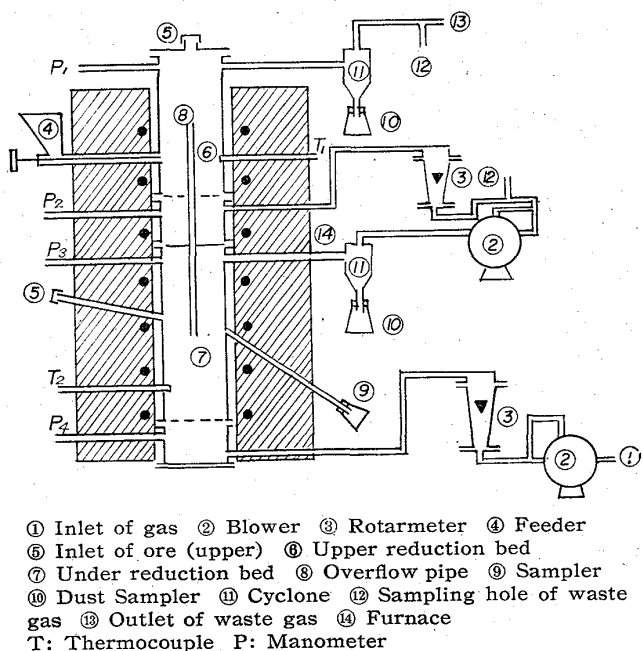
3.1 バッチ実験

実験装置の概略を Fig. 1 に示す。実験に用いた水性ガスは当所にあるターリ式ガス発生炉によつて製造した水性ガスを使用した。流動炉は内径 90mm, 高さ 1,000 mm のステンレス製で、グレートはなく図のごとく頂角 30 度の円錐である。まず 12 の還元層にラテライトを装



① Inlet of gas ② Blower ③ Rotarmeter ④ Under reduction bed ⑤ Overflow pipe (under) ⑥ Sampler ⑦ Overflow pipe (upper) ⑧ Inlet of ore (under) ⑨ Feeder ⑩ Inlet of ore (upper) ⑪ Upper reduction bed ⑫ Cyclone ⑬ Outlet of waste gas ⑭ Sampling hole of upper waste gas ⑮ Sampling hole of under waste gas T: Thermocouple P: Manometer

Fig. 2. Experimental apparatus used for reduction of pyrite cinder (upper grid of this roaster was blocked by blown up particles from under bed).



① Inlet of gas ② Blower ③ Rotarmeter ④ Feeder ⑤ Inlet of ore (upper) ⑥ Upper reduction bed ⑦ Under reduction bed ⑧ Overflow pipe ⑨ Sampler ⑩ Dust Sampler ⑪ Cyclone ⑫ Sampling hole of waste gas ⑬ Outlet of waste gas ⑭ Furnace T: Thermocouple P: Manometer

Fig. 3. Experimental apparatus used for continuous operation.

入し、 N_2 を流しながら所定温度まで昇温した後、水性ガスに切替えて還元を開始する。一定時間ごとに6のストッパーを下げて試料を5の試料瓶に採取した。還元鉄は酸化法によつて還元率を求めた。

3.2 連続還元実験

連続実験装置においては目皿の閉塞、溢流管の鉱石の閉塞を考慮した。すなわち硫酸滓の流動実験に用いた Fig. 2 の装置においては下段還元層のダストが上段還元層の目皿を閉塞し、かつ上段・下段の圧力差が増大して溢流管の鉱石の閉塞をおこし流動が円滑に行なわれなかつたのでブローアを用いて下段のガスをひき出しこれらの問題点を防止した。実験装置の概略を Fig. 3 に示す。流動炉は直径 100mm, 高さ 1,400mm の外熱式 2 段流動炉である。ラテライトは4の給鉱装置によつて6の上段還元層に入り、一定時間還元された後、8の溢流管を経て、7の下段還元に落下し、さらに還元されて、最後に9の試料瓶に排出される。水性ガスは1から入り、まず下段の鉱石を還元し、一度炉外に出てから再びブローアによつて6の上段還元層に送入され、サイクロンをとつて排出される。このブローアの使用によつて上段目皿の閉塞を防止すると同時に上段・下段の圧力差を約水柱 2 cm にして溢流管 8 の鉱石による閉塞を防止した。

実験方法はまず上段、下段に一定量の鉱石を充填して N_2 によつて流動させつつ所定温度まで昇温させる。その後水性ガスに切り替えて還元を開始し、給鉱する。下段排ガス、上段排ガスの組成に変動がなくなり、はじめ充填した鉱石が全部排出されたと思われた後、試料を採取し還元率をバッチ実験と同じく酸化法によつて求めた。なお流動層高さは下段は一定にし上段のみ 15cm ~ 25cm とした。

4. 実験結果および考察

4.1 バッチ実験

まずラテライトの還元性をみるためバッチ試験を行ない還元率と還元時間の関係を検討した。なお筆者らはすでに砂鉄の小型流動炉による還元実験で $V/W=2.0$, 4.0 にしたとき急速に還元速度が大になる結果¹⁾²⁾をえたので、本バッチ実験では $V/W=2.0$, 炉内ガス流速 40.0 cm/sec の条件で実験を行なつた。(V: ガス流量

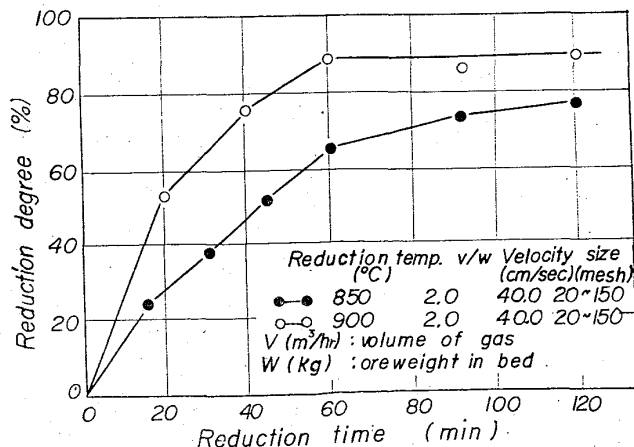


Fig. 4. Relation between reduction degree and reduction time.

(m^3/hr), W: 充填鉱石量 (kg)) また鉱石は飛出しを考慮して 20~150 mesh のものを使用した。

その結果を Fig. 4 に示す。使用した水性ガス組成は CO_2 3.1%, O_2 0.8%, CO 37.0%, H_2 42.3% であつた。この図からわかるごとく 850°C 還元では還元時間 120min で還元率 75.40%, T. Fe 72.56% であつたが、900°C 還元では還元時間 60min で還元率 89.95% に達した。このときの T. Fe は 73.16%, 金属鉄は 59.15% であつた。また還元率は 90% 近くになつても流動を阻害する焼結現象はみられなかつた。これは単位鉱石に対するガス流量が十分であつたこと、使用鉱石が 20~150 mesh で比較的微粉を含有しなかつたこと、ラテライト中に含有されるアルミナが焼結防止に役立つているためと思われる。

4.2 連続還元実験

つぎに 2 段流動還元炉を使用して連続実験を行なつた。連続実験においては下段還元温度 900°C にて行なつた実験では焼結現象がみられた。これは使用鉱石が -20 mesh で微粉を含有すること、グレートの相異なるためと思われる。その結果連続実験においては上段、下段の還元層の温度を 850°C にして還元率と流動層高さ、給鉱量、ガス流速との関係を調べる実験を行なつた。実験結果を Table 2 に示す。

4.2.1 上段流動層高さ と還元率

給鉱量、ガス流速をおのおの一定にした時上段流動層高さ と還元率との関係を見ると、給鉱量 2000 g/hr, ガス流速 50 cm/sec にて流動層高さ 175mm にした実験 No. 1 では還元率は溢流鉱で 70.16% の値を示し、流動層高さを 150mm にした実験 No. 3 で 68.43% とわ

ずかに還元率の低下をみた。同様に給鉱量 1800 g/hr, ガス流速 60 cm/sec にて流動層高さ 250mm にした実験 No. 8 では還元率は溢流鉱で 81.19%, 流動層高さ 150mm の実験 No. 9 では 78.29% とわずかに低下し、また給鉱量 1500 g/hr, ガス流速 50 cm/sec にて流動層高さ 200mm にして行なつた実験 No. 7 では還元率は溢流鉱で 87.76% の値を示し、流動層高さ 150 mm の実験 No. 5 では 88.08% とほとんど変わらなかつた。これらの実験の結果、給鉱量、ガス流速をおのおの一定にした時、上段流動層高さは高い方がわずかに良い結果を得られるが著しくは還元率に影響しないことがわかつた。これはバッチ実験の結果 (Fig. 4) からわかるごとく還元率 70% 以上になると還元速度が低下するためと思われる。

4.2.2 ガス流速 と還元率

つぎに給鉱量、流動層高さを一定にしたときガス流速 と還元率との関係は、給鉱量 2000 g/hr, 流動層高さ 150 mm にて、ガス流速 80 cm/sec にした時の実験 No. 2 では還元率は溢流鉱で 85.64% の値を示すが、ガス流速 50 cm/sec の No. 3 の実験では 68.43% と著しく還元率は低下し、また給鉱量 1500 g/hr, 流動層高さ 150mm にてガス流速 60 cm/sec の実験 No. 5 では還元率は溢流鉱で 88.08% の値を示したが、ガス流速 55 cm/sec の No. 6 の実験では 84.34% の値を示し、さらにガス流速を 50 cm/sec に減少した No. 4 の実験では 80.03% と低い値を示した。以上の実験から給鉱量、流動層高さを一定にした時ガス流速は還元率に著しい影響をあたえ、ガス流量を増すほど高い還元率のものが得られることがわかつた。

Table 2. Results of continuous reduction.

No. of experiment		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Temperature (°C)	Upper bed	850	850	850	850	850	850	850	850	850	850
	Under bed	850	850	850	850	850	850	850	850	850	850
Ore weight in bed (g)	Upper bed	1480	950	1500	2200	1220	1260	1550	2200	—	1030
	Under bed	1820	1900	2650	2350	1570	1920	1820	1850	—	2280
Height of fluidizing bed (mm)	Upper bed	175	150	150	150	150	150	200	250	150	150
	Under bed	250	250	250	250	250	250	250	250	250	250
Weight of feed (g/hr)		2000	2000	2000	1500	1500	1500	1500	1800	1800	1200
Average holding time (min)	Upper bed	52	33	52	103	57	59	72	85	—	60
	Under bed	76	97	111	123	97	115	112	92	—	219
Discharge (g/hr)	Upper cyclone	280	520	280	140	300	280	310	320	220	236
	Over flow	1200	850	1200	1010	840	820	730	850	920	600
Velocity of gas (cm/sec)		50	80	50	50	60	55	60	60	60	50
Reduction degree (%)	Upper cyclone	10.29	19.00	15.50	—	30.73	19.26	26.43	21.26	13.75	45.50
	Over flow	70.16	85.64	68.43	80.03	88.08	84.34	87.76	81.19	78.29	87.84
	Upper bed	40.87	49.90	41.95	—	58.67	33.79	57.00	32.63	20.73	75.72
Composition of water gas (%)	CO_2	2.5	2.5	2.5	2.5	0.7	0.7	2.2	2.2	2.2	3.1
	O_2	0.4	0.4	0.4	0.4	0.2	0.2	0.8	0.8	0.8	0.8
	CO	38.3	38.3	38.3	38.3	37.8	37.8	40.7	40.7	40.7	37.0
	H_2	36.3	36.3	36.3	36.3	37.2	37.2	34.0	34.0	34.0	42.3

4.2.3 給鉄量と還元率

またガス流速、流動層高さをそれぞれ一定にして給鉄量のみを変えた時の給鉄量と還元率との関係は、ガス流速 50 cm/sec, 流動層高さ 150mm にて給鉄量を 2000 g/hr にした時の実験 No. 3 では還元率が溢流鉄で 68.43% の低い値に対して、給鉄量を 1500 g/hr にした No. 4 の実験では 80.03%, さらに給鉄量を 1200 g/hr に減少した時の実験 No. 10 では 87.74% と還元率が上昇した。またガス流速 60 cm/sec, 流動層高さ 150mm にて給鉄量 1800 g/hr の No. 9 の実験では還元率は溢流鉄で 78.29%, 給鉄量を 1500 g/hr に減少した実験 No. 5 では 88.08% と上昇した。これらの実験の結果ガス流速、流動層高さをおのおの一定にした時給鉄量は還元率に著しい影響をあたえ、給鉄量が増加すると還元率は大きく低下することがわかった。

以上のように、連続還元においては、ガス流量、給鉄量が成品の還元率に与える影響は大きく、流動層高さの影響は実験範囲内の変化ではわずかであったが、一応ガス流速を 60 cm/sec とすると、この流動炉においては給鉄量 1.5~1.6 kg/hr 程度までは還元率 85% 以上の海綿鉄を支障なく連続的に得られることがわかった。なお、これらの実験では飛出し鉄はかなり大量であり、還元率も低いのでくりかえし還元するか、微粉用の流動炉によつて還元を行なわせる必要があると思われる。また連続実験においても還元温度 850°C では流動を阻害する焼結現象はみられなかった。

5. 結 言

以上インドネシア産ラテライトを内径 100mm, 高さ 1400mm の 2 段流動還元炉を使用し、水性ガスにて強還元して海綿鉄を製造する実験を行なつた結果、給鉄量、ガス流量は還元率に大きな影響を有すること、またこの炉ではガス流速 60 cm/sec にて給鉄量 1.5~1.6 kg/hr 程度までは還元率 85% 以上の海綿鉄を連続的に得ることができることがわかった。

また還元温度 850°C では流動を阻害する焼結現象はみられなかった。

文 献

- 1) 田中, 永野: 鉄と鋼, 48 (1962) 13, p. 1641
- 2) 田中, 森川: 鉄と鋼, 49 (1963) 1, p. 16

(30) 種子島砂鉄原砂についての検討

(砂鉄の熱磁選に関する基礎研究—II)

八幡製鉄所, 技術研究所 工博 石 光 章 利
菅原欣一・○仲田泰三

Studies for Sandy Iron Ore from Tanegashima.

(Studies on the thermo-magnetic separation for iron sand—II)

Dr. Akitoshi ISHIMITSU, Kinichi SUGAWARA and Taizō NAKATA.

1. 緒 言

砂鉄の脱 Ti 法として開発され、すでに中間工業規模

の試験においても効果の確認されている方法に砂鉄を熱間で磁選する熱磁選法がある。前回にも報告した通り、熱磁選法は砂鉄を構成する組成および磁性の全く異なつた 2 種の強磁性砂鉄の分離を行なうもので、2 種の強磁性砂鉄とは、 Fe_3O_4 系の砂鉄と、 $FeO \cdot TiO_2 - \alpha Fe_2O_3$ 系の砂鉄である。両者はそれぞれ TiO_2 を選択的に固溶することが知られており、しかも両砂鉄は比較的単体の形で混在する。両者は常温では共に強磁性を示し、常温での磁選分離は困難視されているが、温度上昇に伴う磁気特性、すなわちキューリー点が相異し、200~300°C に熱せられた状態での磁選分離は可能である。

前回の報告では、九州地方 4 銘柄の砂鉄の性状を種々の基礎試験によつて定性的に検討し、熱磁選での砂鉄の脱 Ti 機構の一端を明らかにした。

今回の報告では、種子島砂鉄原砂を種々の選鉄処理によつて順次分離し、各分離産物の性状を定量的に把握する目的で試験を行なつた。またそのような試験の過程から、砂鉄の 2 種の強磁性砂鉄の生成の機構を検討し、熱磁選での脱 Ti 処理における効果と限界をさらに詳しく検討した。

2. 試験方法

試験は Fig. 1 に示す手順にしたがつて行なつた。まず種子島砂鉄原砂をウィルフレーテーブルにかけ、比重差を利用して鉄精鉄と砂分を分離した。次に鉄精鉄を 1790 ガウスまでの磁束密度範囲で 6 段階に磁選分離した。さらにそれら 6 種類の分離産物を 100°, 200°C で熱磁選を行ない、着磁物、非着磁物に分離した。以上の磁選産物については、いずれも重量分離率、粒度分布、化学分析、磁気分析、X線回折などの試験を行ない、それらの性状を検討した。

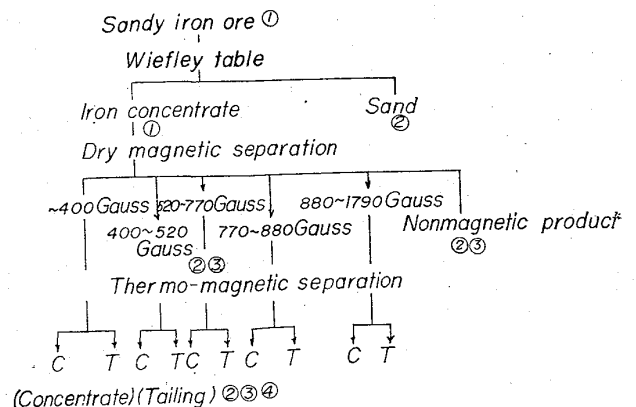
3. 試験結果

3.1 砂鉄原砂

本試験に用いた砂鉄は種子島砂鉄原砂である。試料の化学分析値を Table 1 に示す。

3.2 ウィルフレーテーブル選鉄処理

種子島砂鉄原砂をウィルフレーテーブルで選鉄し、原砂を鉄精鉄と砂分に分離した。ウィルフレーテーブル選鉄後の鉄精鉄および砂分の分離率、化学分析値を Table 1 に示す。鉄精鉄の T. Fe は約 40% TiO_2 は約 11% であつて回収率は 10% 強である。この結果で注目され



① Sieve analysis ② Chemical analysis ③ Magnetic balance method ④ X-ray analysis

Fig. 1. Flow sheet of experiment.