

622.341.14:669.243.7:669.094.7
 :669.096.5

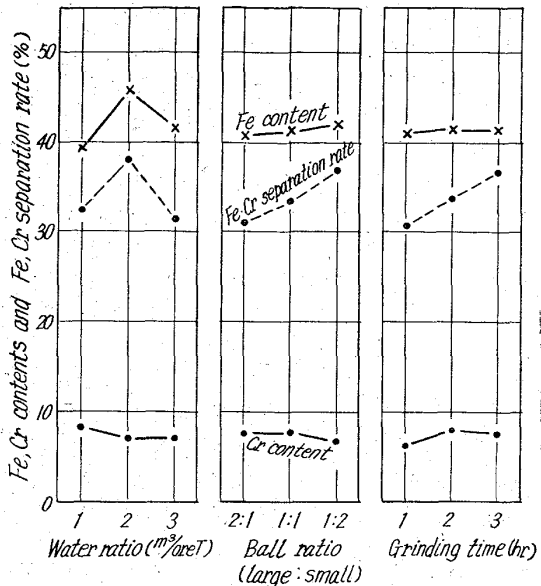


Fig. 4. Relation between Fe, Cr separation rate, Fe, Cr contents and factors.

(n)がゴムライニングボールミルの方がチューブミルよりも広い範囲(粗粒側に)にわたっていることを示し、鉄クロム分離率の違いはこの粒度分布の違いによるものと思われる。

統計的解析を用いてゴムライニングボールミルとチューブミルの場合をも検定すると、各条件の鉄クロム分離率は非常に高度の有意差が検出され、前述の推論の通りゴムライニングボールミルの有利性がみとめられる。

3.3 ゴムライニングボールミルについて

以上の結果から選択粉砕に最も効果的であると考えられるゴムライニングボールミルについて、(添加水量)/(給鉱量)、装入ボール個数比および粉砕時間の各要因別に粗粒部の鉄クロム分離率、クロム品位、鉄品位との関係を Fig. 4 に示した。ゴムライニングボールミルによる粉砕産物の粗粒部のクロム品位、鉄品位は各粉砕条件で大きな差がみとめられないのに対し、鉄クロム分離率では(水の添加量)/(給鉱量)が 2 m³/t、装入ボール個数比が大:小=1:2、粉砕時間が3時間の場合がそれぞれ他の水準よりも好結果であることがみとめられ、このとき粗粒部のクロム品位は 6.6~7.7%、鉄品位は 41.6~43.3%、鉄クロム分離率は 36.7~37.7% というかなり高い成績がえられた。

4. 結 言

ラテライトの脱クロムの手段として分級法を用いる場合の湿式粉砕条件を検討した結果、

1. 用いた粉砕機種の中では、従来のボールミルのミル内壁およびボール外皮をゴムライニングしたボールミルによる粉砕が他の、過粉砕の傾向をみせたロッドミルや粗粒部の歩留が少ないチューブミルなどよりも有利であることがみとめられた。
2. 粉砕産物の粒度分布の微粒生成量(-1μ)には差がみとめられないが、粗粒生成量(+10μ)はロッドミルやチューブミルよりもゴムライニングボールミルが明らかに多く、粗粒側に粒度分布が広がっていることを示している。

3. 原鉱石と粉砕産物の粗粒部分の鉄品位、クロム品位を比較すると、ゴムライニングボールミルの場合にはクロム鉱物をあまり粉砕せず、鉄鉱物その他を粉砕する傾向がみとめられる。

4. ゴムライニングボールミルの湿式粉砕は粉砕時間を長くし、水の配合割合は 2 m³/(装入鉱石 t)、装入ボールは大きなボールより小さなボールを多くする場合の粉砕産物が、分級に適する傾向がみとめられる。

(71) ラテライトのアンモニア浸出法による脱ニッケルについて

(流動還元とアンモニア浸出の併用法によるラテライトの利用に関する研究-I)

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 Separation of Nickel from Laterite by Ammonia Leaching Method.

(Studies on the utilization of laterite by fluidized bed reduction and ammonia leaching-I)

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各種のガスを使用して還元を行なった多くの報告がある。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こころみとして流動還元とアンモニア浸出の併用法をとりあげ、ラテライトを直径 200mm の内熱式 2 段流動還元炉で弱還元し、ラテライト中の Ni を優先還元し、さらにこれをアンモニア・炭酸アンモン水溶液で処理して Ni を抽出し製鉄資源として利用するための処理法について実験を行なった。

本報は Ni 抽出に関する基礎実験として CO₂-CO 混合ガスによる弱還元後、アンモニア・炭酸アンモン水溶液による抽出実験を行ない、Ni 抽出率と還元温度、還元ガス組成、還元時間、浸出液濃度、浸出時間などとの関係を調べた。

なお筆者らはすでに Ni 含有率 0.6~1.0% の南方産ラテライトを使用して Ni 回収のための実験を行ない報告^{1)~5)}してきたが、本報告においては Ni 約 0.2% の低含有率のインドネシア産ラテライトについて実験を行なったのでその結果について報告する。

2. 実験試料

試料はインドネシア産ラテライトで、多孔質・茶褐色の塊鉱を -20 mesh に粉砕し、110±5°C で乾燥して使用した。粒度分布および化学組成、粒度別の Fe, Ni の分析結果は Table 1~2 に示すとおりである。

表は Fe, Ni は粒度によつてほとんど変化のないことすなわち粒度によつて物理的に Ni を Fe から分離することの困難性を示す。

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 |
| Compo- sition | T·Fe | Ni | Cr | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | | |
| % | 51.46 | 0.22 | 1.54 | 1.84 | 9.68 | | |

Table 2. Chemical composition of each size.

| Mesh | C | T·Fe | Ni | Mesh | C | T·Fe | Ni |
|--------|---|-------|------|---------|---|-------|------|
| 20~35 | | 51.07 | 0.19 | 100~150 | | 50.51 | 0.22 |
| 35~48 | | 51.43 | 0.20 | 150~250 | | 49.80 | 0.20 |
| 48~100 | | 49.50 | 0.21 | -250 | | 49.10 | 0.20 |

C: Composition.

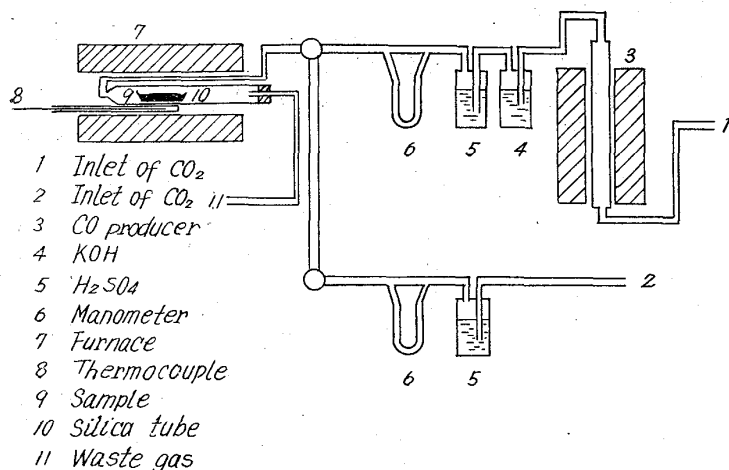


Fig. 1. Experimental apparatus.

3. 実験装置および方法

実験装置の概略を Fig. 1 に示す。実験に用いた CO ガスは木炭粒を約 1000°C に加熱した変成炉に CO₂ をと おして製造し、これを KOH, H₂SO₄ で洗滌して使用した。CO, CO₂ は流量計によつて一定量づつ流し混合して還元炉に送った。還元炉はニクロム線で加熱し、所定温度に昇温したのち、試料 2g の入った図のごとき石英管を炉に装入して還元を開始した。一定時間還元終了後は石英管を炉外にだし、水で冷却した。十分冷却後ポートを引きだしたばかりに 50 cc の浸出液中に還元鉍を投入、攪拌浸出した。浸出終了後炉過して濾液中の Ni を分析し Ni の抽出率を算出した。

4. 実験結果および考察

4.1 Ni 抽出率と還元温度との関係

還元ガスは CO₂/CO=1.0 の組成のものを 200 cc/min 流し、500~750°C で 60 分間還元して 60 分間室温で浸出した。この結果を Fig. 2 に示す。Ni 抽出率は浸出液の NH₃ 濃度が高いほどよく、還元温度は 650~700°C が最もよいことを示す。

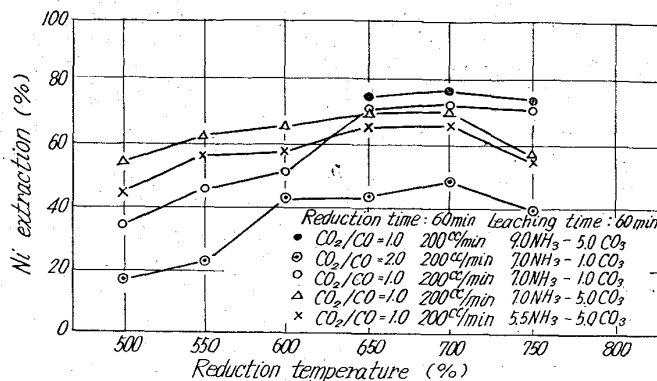


Fig. 2. Effect of reduction temperature and gas ratio on Ni extraction.

4.2 Ni 抽出率と還元ガスとの関係

還元ガス組成を CO₂/CO=1.0 または 2.0 にしたとき Ni 抽出率におよぼす影響をも Fig. 2 に示す。これによると CO₂/CO=2.0 のとき 700°C 還元で Ni 抽出率は最高 50% にすぎない。したがって還元ガスは CO₂/CO=1.0 が必要であることがわかった。

4.3 Ni 抽出率と還元時間との関係

以上の実験の結果 Ni 抽出率 70% をえるための還元温度、還元ガスについて知りえたが、つぎに Ni 抽出率と還元時間との関係を Fig. 3 に示す。これによると還元温度 700°C では還元時間 15 分ですでに抽出率は 60% 以上となるが、時間とともに少しずつ抽出率は高くなる傾向を示すため、還元時間は 60 分間が必要であると考えられる。

4.4 Ni 抽出率と浸出液中の CO₃²⁻ との関係

以上の実験の結果、Ni 抽出率 70% をうるためには還元温度 650~700°C、還元ガス組成 C₂O/CO=1.0、還元時間 60 分の条件がよいことがわかった。つぎに浸出液中の CO₃²⁻ 濃度の Ni 抽出率との関係につき実験した。この結果を Fig. 4 に示す。CO₃²⁻ 濃度は 1.0% まで低下しても抽出率は低下しないことを示すので浸出液濃度は 7% NH₃-1% CO₃²⁻ がよいと考えられる。

4.5 Ni 抽出率と浸出時間との関係

最後に Ni 抽出率と浸出時間との関係を Fig. 5 に示す

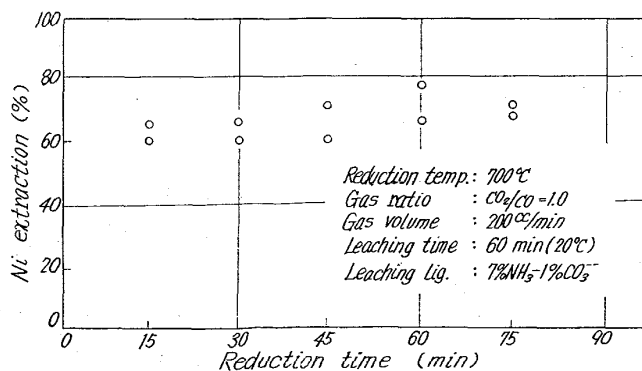


Fig. 3. Relation between reduction time and Ni extraction.

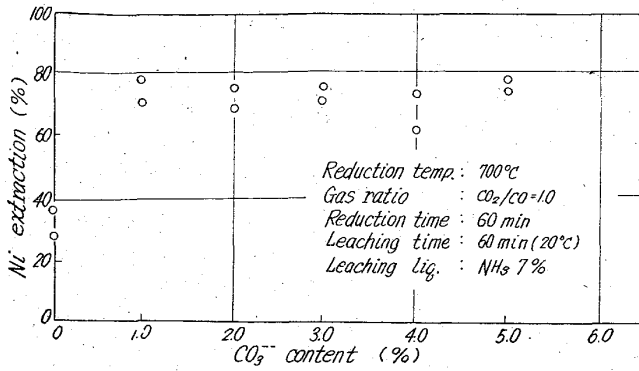


Fig. 4. Relation between CO_3^{--} content of leaching liq and Ni extraction.

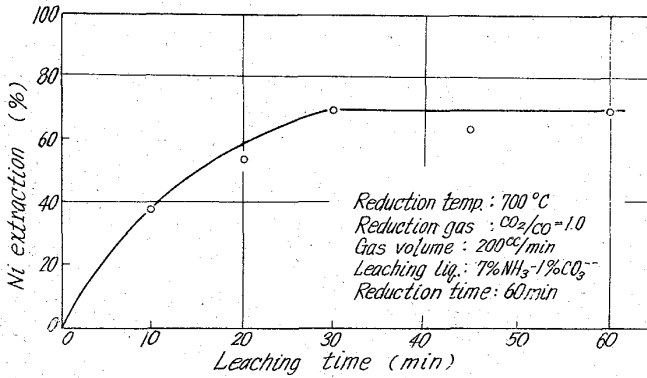


Fig. 5. Relation between leaching time and Ni extraction.

した。浸出は 30 分で大体完了し、浸出時間を長くしても Ni 抽出率は高くならなかつた。

5. 結 言

以上ボートによる小規模実験において CO_2 - CO 混合ガスによる弱還元-アンモニア浸出を行なつた結果、還元温度 $650\sim 700^\circ\text{C}$ 、還元ガス $\text{CO}_2/\text{CO}=1.0$ 、還元時間 60 分、浸出液濃度 $7\% \text{NH}_3-1\% \text{CO}_3^{--}$ 、浸出時間 30 分、浸出液温度 20°C 、浸出液量/鉱石量 = $50 \text{ cc}/2 \text{ g}$ で Ni 抽出を行なえば Ni 抽出率約 70% をうる事がわかつた。

文 献

- 1) 田中: 鉄と鋼, 43 (1957), p. 269
- 2) 田中, 永野: 鉄と鋼, 44 (1958), p. 281
- 3) 田中, 永野: 鉄と鋼, 45 (1959), p. 175
- 4) 森川, 田中: 鉄と鋼, 48 (1962), p. 421
- 5) 森川, 田中: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 307

(72) 内熱式流動炉によるラテライトの脱ニッケルについて

(流動還元とアンモニア浸出の併用法によるラテライトの利用に関する研究-Ⅱ)

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 Separation of Nickel by Inner Combustion Fluidized Bed for Laterite.

(Studies on the utilization of laterite by fluidized bed reduction and ammonia leaching-Ⅱ)

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

1. 緒 言

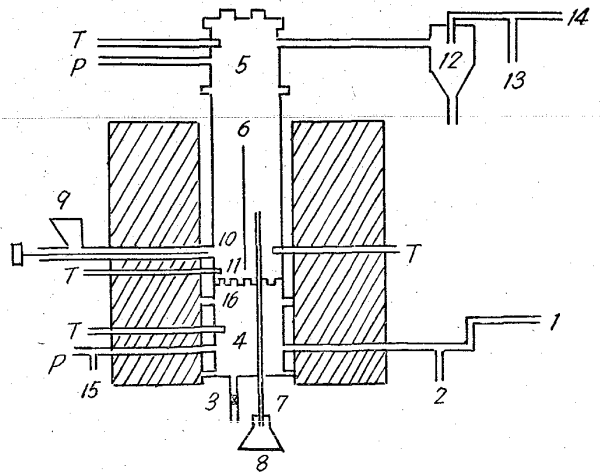
第1報のボート実験によつてインドネシア産ラテライト中の Ni は弱還元性ガス ($\text{CO}_2/\text{CO}=1.0$) による弱還元後、アンモニア・炭酸アンモン浸出液 ($7\% \text{NH}_3-1\% \text{CO}_3^{--}$) による抽出によつて 70% 程度回収できることが明らかとなつた。

これらの結果にもとづき、本報においては弱還元工程における燃料を少なくするため、水性ガスの不完全燃焼による内熱式2段流動還元炉を使用することとし、直径 200mm の流動炉を試作して実験を行なつたのでこれらの結果について報告する。

なお流動還元法は当所においては以前より砂鉄、硫酸滓、そのほかの鉄鉱石について実験を続けており、その利点の多いことが明らかとなつている。

2. 実験試料

実験試料は第1報に用いたインドネシア産ラテライト



- | | |
|---------------------------------|-----------------------------------|
| ① Inlet of air | ⑪ Inlet of second reducing ore |
| ② Inlet of water gas | ⑫ Cyclone |
| ③ Ignition point | ⑬ Sampling hole of waste gas |
| ④ Combustion chamber | ⑭ Outlet of waste gas |
| ⑤ Reduction chamber | ⑮ Sampling hole of combustion gas |
| ⑥ Separate wall | ⑯ Grate |
| ⑦ Discharge pipe of reduced ore | T: Thermocouple |
| ⑧ Sampler | P: Manometer |
| ⑨ Feeder | |
| ⑩ Inlet of first reducing ore | |

Fig. 1. Experimental apparatus.