

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

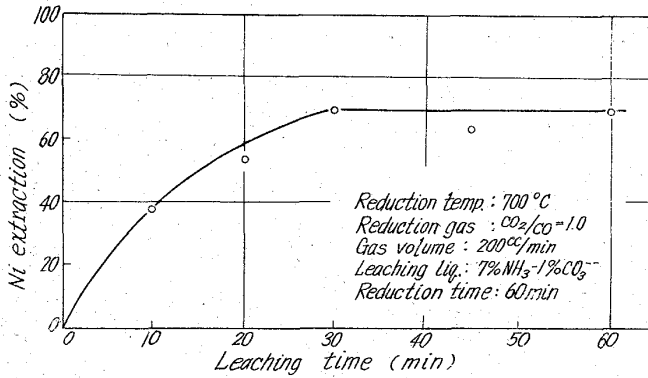


Fig. 5. Relation between leaching time and Ni extraction.

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った。

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った結果、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% をうる事がわかった。

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

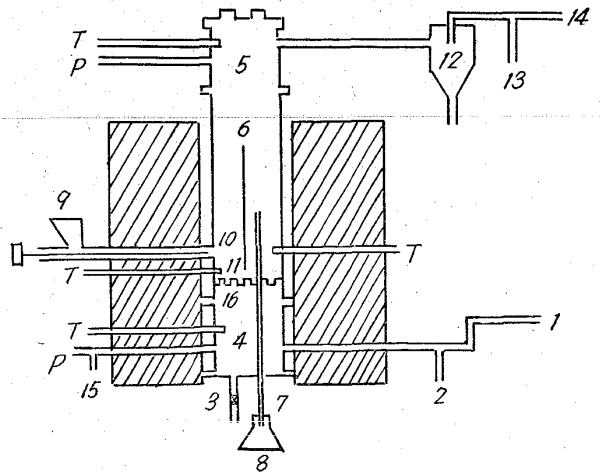
第1報のボート実験によつてインドネシア産ラテライト中の Ni は弱還元性ガス ($\text{CO}_2/\text{CO}=1.0$) による弱還元後、アンモニア・炭酸アンモン浸出液 ($7\% \text{NH}_3-1\% \text{CO}_3^{--}$) による抽出によつて 70% 程度回収できることが明らかとなつた。

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.

を使用した。

粒度分布そのほかは第 1 報と全く同一である。

3. 実験装置および方法

実験装置の概略を Fig. 1 に示す。流動炉は直径 200 mm, 高さ 1000mm でステンレス製である。空気, 水性ガスが一定量づつ送入され燃焼室で不完全燃焼をする。不完全燃焼によつて発生した弱還元性ガスはグレートをとおつて給鉱装置から入る鉱石を還元すると同時に加熱する。排ガスはサイクロンを経て排出される。炉の中央には隔壁を設けて給鉱された鉱石が直接に溢流管を経て排出されるのを防止した。

まずバッチ試験を行なつた。このときは鉱石 5.0 kg を充填しておき, ガスと空気を調節して完全燃焼を行ない急速に流動層温度を所定温度まで昇温した。そののち, しだいに空気量を減少させて還元を開始した。一定時間ごとに溢流管をさげて鉱石サンプルを採取し, 7%NH₃-1%CO₂ 浸出液で Ni を抽出した。

連続実験においてはバッチ試験のときと同じく所定温度まで昇温したのち, 空気, ガスを調節して還元ガスとしこのまま約 60min 還元を行ない, そののち給鉱を開始した。還元ガス, 排ガスの組成の変化がなくなり, はじめ充填した鉱石が全部排出され

るに十分な時間が経つたのち, 鉱石およびガスサンプルを採取した。還元鉱は直ちに攪拌, 浸出, 濾過し残渣および濾液を分析して Ni 抽出率を求めた。

4. 実験結果および考察

4.1 バッチ実験

燃焼ガスとして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。その組成は CO₂ 2.1%, O₂ 0.4%, CO 29.6%, H₂ 42.0% でこれを 8 m³/hr に対し空気 7 m³/hr を送入すると, CO₂ 8.5%, CO

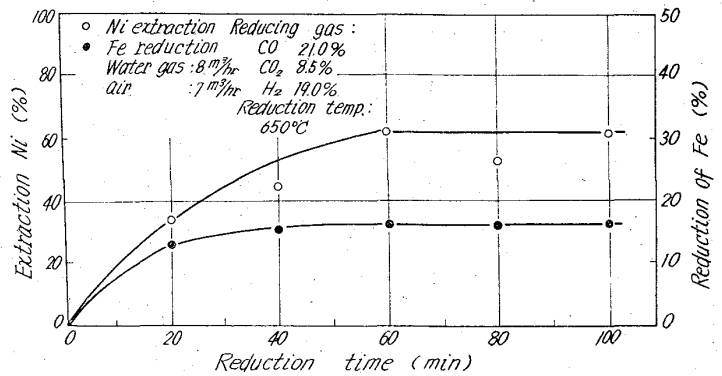


Fig. 2. Effect of reduction time on extraction of Ni and reduction of Fe.

Table 1. Results of continuous reduction.

No. of experiment		1	2	3	4	5	6	7
Temperature(°C)	Combustion chamber	655	700	755	690	690	845	900
	Feed side	580	616	585	590	600	630	645
	Overflow side	600	650	655	650	650	700	700
Weight of feed	(kg/hr)	10.0	10.0	5.0	3.0	3.0	5.2	8.0
Height of fluidizing bed	(mm)	300	300	300	300	300	300	300
Ore weight in bed	(kg)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
Separated wall		not used	not used	holed at lower side	holed at lower side	holed at lower side	holed at upper side	holed at upper side
Discharge(kg/hr)	Carryover	1.53	1.60	0.78	0.39	0.43	0.93	1.48
	Overflow	5.70	6.30	3.05	1.70	1.64	3.65	5.57
Volume of gas (m ³ /hr)	Water gas	7.0	7.0	8.0	8.0	8.0	9.0	9.6
	Air	8.0	8.0	7.0	7.0	7.0	8.0	8.4
Composition of water gas (%)	CO ₂	1.6	2.1	3.9	3.9	3.9	1.4	1.4
	O ₂	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	1.5	1.5
	CO	34.4	29.6	36.8	36.8	36.8	37.2	37.2
	H ₂	40.0	42.0	41.1	41.1	41.1	38.0	38.0
Composition of Reduction gas (%)	CO ₂	11.3	13.0	8.3	4.9	8.2	7.2	7.5
	CO	13.7	10.9	19.3	24.8	22.3	22.2	22.6
	H ₂	—	—	19.5	19.0	20.6	14.6	14.5
Reduction degree of Fe (%)	Carryover	11.2	12.2	12.0	13.0	13.1	13.3	—
	Overflow	12.0	12.3	13.7	17.4	17.2	15.4	14.7
	Bed (Feed side)	—	—	13.1	16.6	—	13.4	11.9
Extraction of Ni (%)	Carryover	13.7	13.1	28.3	39.3	39.4	37.6	21.7
	Overflow	21.0	28.1	54.3	65.7	62.9	65.3	61.2
	Bed (Feed side)	—	—	36.2	63.6	—	51.1	44.2

21.0%, H₂ 19.0% の還元ガスを生成した。はじめ 5.0 kg の鉱石を充填しておき還元温度 650°C で 100min 還元した。この結果を Fig. 2 に示す。この図からわかるごとく Fe 還元率は 20min で約 13% となり、還元時間が長くてもだいたい還元率 15% 程度にとどまる。Ni 抽出率は還元時間とともに高くなり、だいたい 60min で抽出率約 60% となり、以後時間がたつても同じであつた。ポートによる実験に比して還元の進行のおそいのは鉱石当りのガス量の少ないこと、還元ガス中に含有される水蒸気が原因であると思われた。以上のバッチ実験の結果、水性ガス 8 m³/hr, 空気 7 m³/hr で Ni 抽出率約 60% がえられ、還元温度 650°C を保つために外熱は全然必要なく、むしろ炉を開いて冷却しなければならなかつた。つぎにこの結果にもとづいて連続実験を行なつた。

4.2 連続実験

実験結果を Table 1 に示す。

4.2.1 隔壁を使用しない場合。

まず No. 1 は還元温度 600°C, 炉内充填鉱石量 10 kg, 給鉱量 10 kg/hr 隔壁を使用せずに実験を行なつた。この結果 Fe の還元率は溢流鉱で 12.0%, 飛出し鉱で 11.2% で Ni 抽出率も溢流鉱で 21.0% と悪かつた。これは還元温度が低かつたことに原因すると考えられたので還元温度 650°C の実験 No. 2 を行なつた。その結果 Fe 還元率は溢流鉱で 12.3%, 飛出し鉱で 12.2% とわずかにあがり、Ni 抽出率も溢流鉱で 28.1% とわずかがあつたがなお低い値を示した。

4.2.2 隔壁の開孔位置がグレートの直上にある場合。

以上の実験の結果 Ni 抽出率が低いのは還元温度の影響とともに還元ガス中の CO 含有量の低いこと、給鉱量が多いために炉内滞留時間が短いことなどに原因していると考えられたので隔壁を用いて未還元鉱の排出を少なくするための実験を行なつた。なお隔壁の開孔はグレートの直上に横 100mm, 縦 25mm の短形状にあけた。まず還元温度 650°C, 給鉱量 5.0 kg/hr, また水性ガスを 8.0 m³/hr, 空気を減少させて 7.0 m³/hr として生成ガスの H₂, CO 含有量を大にして No. 3 の実験を行なつた。この結果 Fe 還元率は溢流鉱で 13.7%, 飛出し鉱で 12.1% を示し、Ni 抽出率も溢流鉱で 54.3% と No. 2 で行なつた実験より高い値を示した。そこでさらに Fe 還元率を高くし Ni 抽出率を高くするため給鉱量を 3.0 kg/hr として No. 4 の実験を行なつた。この結果、Fe 還元率は溢流鉱で 17.4%, 飛出し鉱で 13.0% となり、Ni 抽出率はそれぞれ 65.7%, 39.3% となつた。つぎに No. 4 の実験の結果、目的に近い Ni 抽出率がえられたので No. 5 の実験を行なつた。No. 5 の実験は給鉱量 3.0 kg/hr の実験 No. 4 と条件を全く同じにして還元鉱を 6~7kg 大量処理して金属ニッケルおよびニッケル抽出残渣をうるために実験したものである。したがつて実験結果も No. 4 とほとんど変化はない。

4.2.3 隔壁の開孔位置が流動層と同じ高さにある場合。

以上の No. 3, No. 4 の実験の結果、給鉱側と排出鉱側の Fe 還元率を比較すると Table 1 からわかるこ

とくその差は非常に少ない。これは開孔面積と開孔の位置が不適當であつたために隔壁の効果が十分でなかつたためであると思われたので、未還元鉱排出防止のため開孔位置が流動層と同じ高さにある直径 14mm の孔を隔壁にあげ、また水性ガスを 9.0 m³/hr, 空気を 8.0 m³/hr とし、給鉱量 5.2 kg/hr, 還元温度 700°C で No. 6 の実験を行なつた。この結果 Fe 還元率は溢流鉱で 15.4%, 飛出し鉱で 13.3% となり、Ni 抽出率はそれぞれ 65.3%, 37.6% となつた。また給鉱側と排出鉱側の Fe 還元率もそれぞれ 13.4%, 15.4% で差を示した。さらに給鉱量を 8.0 kg/hr にまし、水性ガス 9.6 m³/hr, 空気 8.4 m³/hr で No. 7 の実験を行なつた。この結果 Fe 還元率は溢流鉱で 14.7%, 飛出し鉱で 11.9% となり、Ni 抽出率はそれぞれ 61.2%, 21.7% であり、充填量 10kg の場合給鉱量 8.0 kg/hr 程度までは増加できることがわかつた。しかしガス量、空気量をあまり増加すると、飛出し鉱がかなりふえることに注意しなければならない。なお連続実験ではガスの燃焼のみでは熱量が不足したため電気炉で加熱した。バッチのときは熱量が十分であつたのに連続実験で不足したのは、排出鉱の持去る熱量が大きいためであるが、炉の保温をよくし排ガスの利用などによつて電力を不要とすることは可能と考えられる。

つぎに No. 5 の連続実験によつてえた還元鉱 6.61 kg を 26.4 l の浸出液 (7% NH₃-1% CO₃²⁻) で攪拌、浸出した結果、Ni 抽出率約 60% で炭酸ニッケルをえた。抽出残渣の化学組成は、T. Fe 58.26%, Fe⁺⁺ 23.12%, Ni 0.10%, Cr 1.79% であつた。

5. 結 言

以上内熱式流動還元炉による実験の結果、水性ガスを不完全燃焼することによつてラテライト中の Ni を抽出するための還元とそれに必要な加熱を行なうことがわかつた。ただ水素の燃焼によつて生成する H₂O が還元進行をおそくするので、使用ガス中には CO の多いこと、また CH₄ などを含有するものがよいと思われる。なお充填鉱石量、給鉱量、ガスおよび空気使用量などの関係については検討の余地はあると考えられる。

(73) ラテライト鉱石の脱ニッケルの研究

京都大学工学部 工博 盛 利 貞
三菱重工業、広島研究所〇下 里 省 夫

Investigation of Nickel Leaching from Laterite Ores.

Dr. Toshisada MORI and Yoshio SHIMOZATO.

1. 緒 言

ラテライトを鉄鉱石資源として利用する一方法として、Ni を分離回収するいろいろの方法が考えられている。その中で硫酸化焙焼-水抽出法はコスト的に有望と考えられ、すでに本学会でも田中¹⁾、谷村²⁾ などから発表されている。

一般的に本方法では Ni の抽出率の高いときは Fe 抽