

他方アンダーフローは品位 T. Fe 44~46%, Cr 6~8%, クロム収率 46~51%, 鉄収率 14~17% である。

以上の結果, 鉄収率の点から本サイクロン条件による分級点は 20~30 $\mu$  程度であろう。しかもこの分級点でアンダーフローのクロム品位および鉄-クロム分離率(32~37%) が推測値よりもかなり高いのは, サイクロンによる選鉱は粒径による分級だけでなく, クロマイト系クロム鉱物とゲーサイト系鉄鉱物の比重差の影響が非常に大きい効果を占めているといえる。

なお, 次報にて分級条件として主にサイクロン出口面積比を要因とした分級試験結果について報告する。

5. 結 言

ラテライトの湿式粉砕にゴムライニングボールミル(内径 1,830 mm  $\phi$ ) を用いた粉砕 および分級試験の結果, 次の結論をえた。

1. 粉砕産物の代表粒径はボール量の増加または給鉱量の減少により小さくなり, 粒度分布を R-R-B 線図にて表示した場合の  $n$  と  $d_0$  に相関関係がみとめられた。
2. 粉砕産物の篩分け試験結果による金属分布率および積算品位によれば ボール 装 入 率 0~2.2 kg/kg/hr で鉄-クロム分離率は良好である。
3. 内径 75 mm のサイクロンによる分級結果によれば粉砕条件はボール装入率が小さいほどサイクロンアンダーフローのクロム品位は高く, 鉄-クロム分離率も良好となり, それぞれ Cr 6~8%, 32~37% であつた。
4. サイクロンによる分級結果は篩分け試験結果による推測値よりもクロム品位, クロム収率ともに成績が向上した。クロマイトとゲーサイトの比重差の影響が非常に大きい効果を占めているといえる。

文 献

- 1) 古井, 三井田: 鉄と鋼, 51 (1965), p. 758
- 2) 古井, 首藤: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 1651
- 3) 久保他編: 粉体, p. 431

622,341.14 : 669,046  
: 622,778 : 669

(25) ラテライトの選択還元磁選法について

富士製鉄, 中央研究所

工博 高橋 愛和・工博 西田 信直

○永野恭一・岸 忠男・高木勝博

Selective Reduction-Magnetic Separation on Laterite.

Dr. Yoshikazu TAKAHASHI, Dr. Nobunao NISHIDA,  
Kyōichi NAGANO, Tadao KISHI  
and Katsuhiro TAKAGI.

1. 結 言

前報<sup>1)</sup>ではラテライト中に比較的粗粒の状態で存在するクロマイトを湿式サイクロンなどによる分級操作によつて分離し, Cr の 64~70% を除去できることを報告したが, これによつて得られた鉄精鉱中にはなお 1% 前後の Cr が残存しており, また Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> も除去されていないので高炉原料として利用することは難しい。そこで

本報告では脱 Cr 精鉱を還元焙焼して磁選し, Cr および Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を除去する方法について報告する。

2. ラテライトの還元平衡について

ラテライト中の Cr は主としてクロマイト, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> は主としてギブサイトあるいはカオリナイトの状態が存在している鉄分から分離するには, 還元焙焼によつて褐鉄鉱を磁鉄鉱あるいは金属鉄に変えて磁選すればよいわけであるが, この際にクロマイト FeO(Al, Cr)<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 中の FeO が金属鉄に還元されると磁選による分離が行なわれなくなると考えられる。そこで還元化学平衡について検討した。Fig. 1 に鉄-酸素-炭素系平衡図を示すが, クロマイトについては FeO(Al, Cr)<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の生成熱が不明であるので FeO·Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の生成熱<sup>2)</sup>より求めた平衡値を示す。図においてAおよびBの各領域に相当する温度およびガス組成で還元すれば, 磁選によつて次のような分離の可能性が考えられる。すなわち, A領域ではクロマイトは磁鉄鉱, 金属ニッケルおよび金属コバルトから分離され, B領域ではクロマイトは金属状の鉄, ニッケルおよびコバルトから分離される可能性がある。なおアルミナ分はいずれの領域でも分離の可能性はある。そこでAおよびB領域に相当する還元条件すなわち温度およびガス組成を選んで還元焙焼を行ない, さらに粒子を成長させて分離を容易にするため, 高温に加熱処理後に磁選して Cr および Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を除去する方法について実験した。

3. 供試々料および実験方法

供試々料はオモンホン, 若狭および宮川産のラテライトである。湿式サイクロンによる脱 Cr 実験の装置および方法は前報<sup>1)</sup>と同じである。湿式サイクロンのオーバーフローすなわち鉄精鉱はデカンテーション後乾燥し固結したものを, 鉄乳鉢で 3~5 mm に破碎し, 電気マッフル炉で酸化雰囲気中で 1150°C で煅焼し還元焙焼に供した。還元焙焼は学振制定の塊状鉄鉱石標準還元試験法の装置を使用し, 試料 200~300 g を反応管に充填し, N<sub>2</sub> 気流中で約 2hr で 1000°C に昇温し還元ガス 3 l/min を流しながら所定時間還元後 N<sub>2</sub> 気流中で常温まで冷却して取り出す。還元した試料は粒子を成長させるためにタンマンるつばに充填してマッフル炉で N<sub>2</sub> 気流中で所

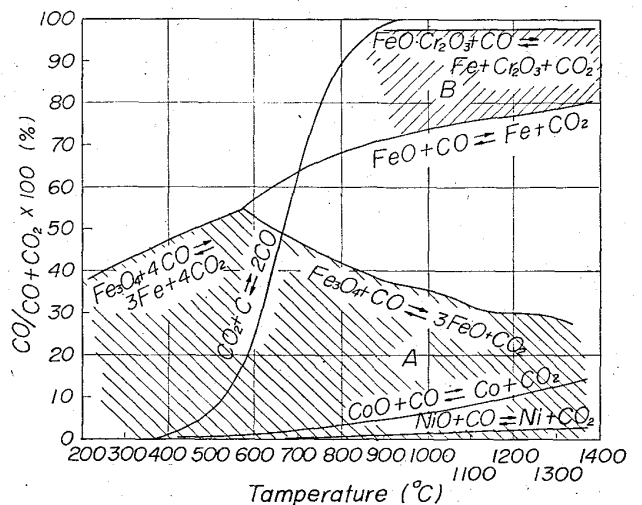


Fig. 1. Equilibrium of iron-oxygen-carbon system at 1 atm.

Table 1. Results of Cr removal by hydraulic cyclone.

Samples	Feed ore chem. comp. (%)		Over flow				Under flow			
	T. Fe	Cr	wt (%)	chem. comp. (%)		wt (%)	chem. comp. (%)			
				T. Fe	Cr		T. Fe	Cr		
Homonhon	43.85	4.15	65.8	49.66	1.07	34.2	34.79	10.09		
Wakasa	46.46	2.89	70.0	47.01	0.79	30.0	45.20	7.79		
Miyagawa	46.29	3.48	59.3	47.12	1.03	40.7	44.98	7.04		

Samples	Yield in over flow (%)				Yield in under flow (%)			
	T. Fe	Cr	Ni	Co	T. Fe	Cr	Ni	Co
Homonhon	73.3	16.9	77.2	58.4	26.7	83.1	22.8	41.6
Wakasa	70.7	19.1	62.2	38.8	29.3	80.9	37.8	61.2
Miyagawa	60.4	17.6	67.0	41.9	39.6	82.4	33.0	58.1

Table 2. Chemical composition of calcined over flow ores.

Samples	T. Fe	FeO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Cr	Ni	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>
Homonhon	57.67	0.96	81.39	1.37	1.15	7.71	2.78
Wakasa	54.35	0.44	77.23	1.26	0.50	8.14	7.40
Miyagawa	54.01	0.44	76.74	0.95	0.94	3.54	11.56

定温度まで 10°C/min で昇温し、所定温度に 1hr 保持した後室温まで冷却し、磁選に供した。還元試料 50~100g を内法 200mm φ × 200min の鉄製バッチ式ボールミルに装入し、パルプ濃度 70%、回転数 60 r.p.m. で、試料の過粉碎を避けるために stage grinding によつて -100 mesh および -325 mesh に磨鉱した。すなわち 3min 間磨鉱したら試料をボールミルより取出し 100 mesh あるいは 325 mesh の篩で篩分けて篩上は再びボールミルに装入して 3min 間磨鉱し、試料全量か篩を通過するまでこの操作を繰返して磨鉱した。磨鉱試料は SALA 社製の実験室用ドラム型湿式磁選機によつて湿式磁選を行ない精鉱と尾鉱の重量歩留および化学分析値より各成分についての重量バランスを算出し除去率あるいは歩留を求めた。なおこの磁選機の磁極は永久磁石であり、磁束密度の実測値はドラム表面で約 1,000 ガウスである。

4. 実験結果

4.1 湿式サイクロンによる脱 Cr

試料ラテライトを湿式サイクロンによつて分級して脱 Cr した結果を Table 1 に示す。オーバーフローすなわち鉄精鉱中の Cr は 0.8~1.1% であり原鉱中の 81~83% が除去されている。また Ni は 23~38%、Co は 42~61% が除去されている。なお Fe の歩留は 60~73% でやや低い。還元焙焼の際に試料の結合水のために還元装置の透明石英製反応管が破損するので、オーバーフローをマッフル炉で煨焼した後還元焙焼に供したが、Table 2 にこの煨焼試料の化学組成を示した。

4.2 磁鉄鉱領域で還元して磁選する方法による脱 Cr および脱 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

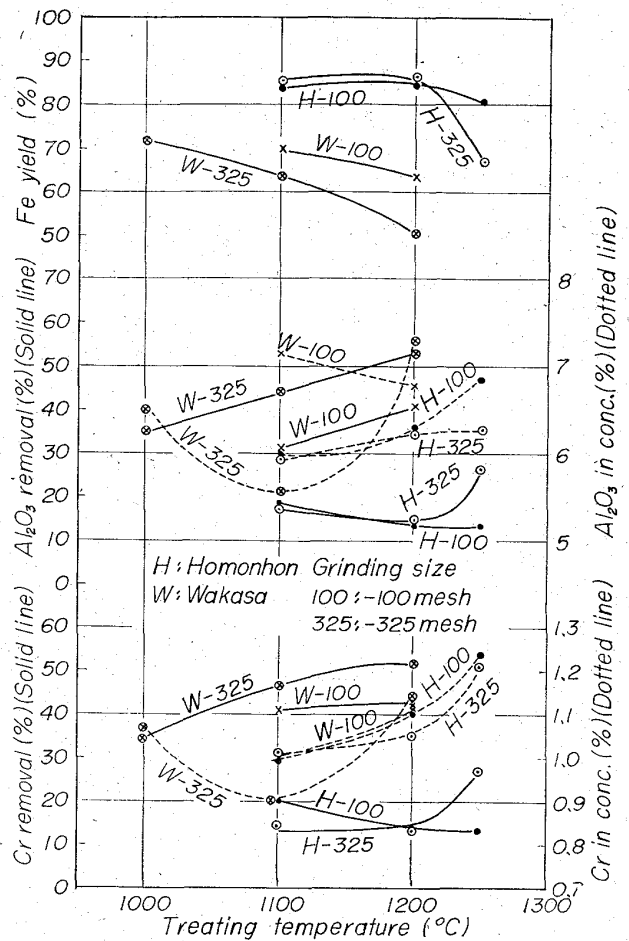


Fig. 2. Relations between treating temperature and Cr and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> removal.

Fig. 1 の A 領域すなわち Fe が磁鉄鉱として存在する領域の還元条件として、還元温度を 800°C、還元ガス組成を CO 30%、CO<sub>2</sub> 70% にして 1~1.5hr 還元し、1100~1250°C で粒子成長させて後、磁選した結果を Fig. 2 に示した。粒子成長処理温度の高い程 Cr および Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の除去率は向上し、Fe 歩留は低下する傾向を示すが、除去率はどれも 50% 以下であり、精鉱中には 0.9~1.2% の Cr および 5.5~7.3% の Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> が残っており良好な結果ではない。磨鉱粒度は -100 mesh よりも -325 mesh の方が除去率が高く、さらに微粉砕すればよいようにみられるが、微粉の磁選は脈石の巻込みの影響もあつて必ずしも除去率が向上するとは考えられない。ラテライトの性状が、産地によつてかなり相異なることはよく知られているが、ここでもそれが現われておりオモンホンよりも若狭の方が除去率が高い。

向山<sup>3)</sup>、三橋<sup>4)</sup>等は Fe を磁鉄鉱あるいは γ-ヘマタイトにして磁選して脱 Cr する方法について報告しているが、上記の結果はこれらとも大差がない除去率であり、粒子成長の効果あまりないことが明らかである。

4.3 金属鉄領域で還元して磁選する方法による脱 Cr および脱 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Fig. 1 の B 領域すなわち Fe が金属鉄として存在する領域の還元条件として還元温度を 1,000°C、還元ガス組成を CO 90%、CO<sub>2</sub> 10% にして 4~6hr 還元し、その

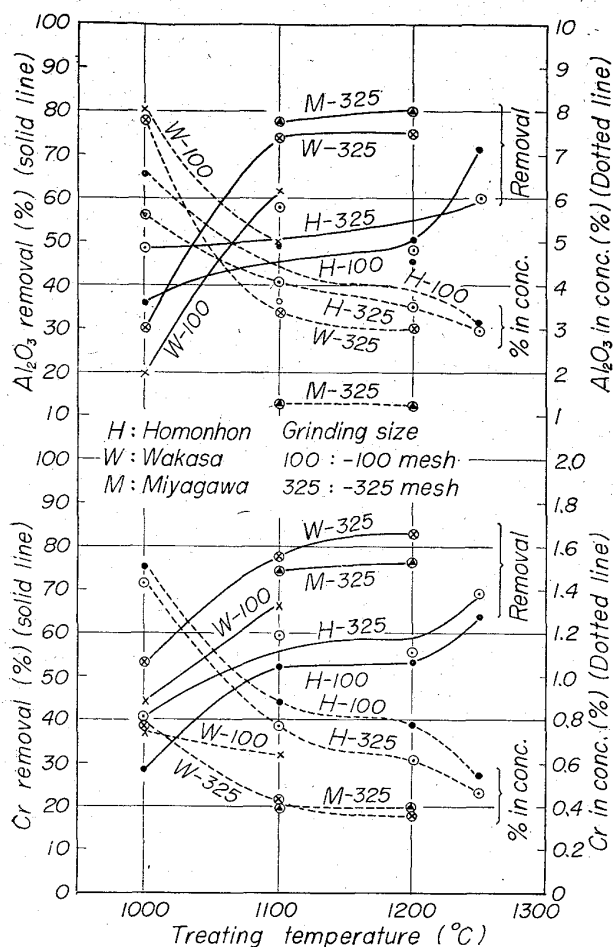


Fig. 3. Relation between treating temperature and Cr and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> removal.

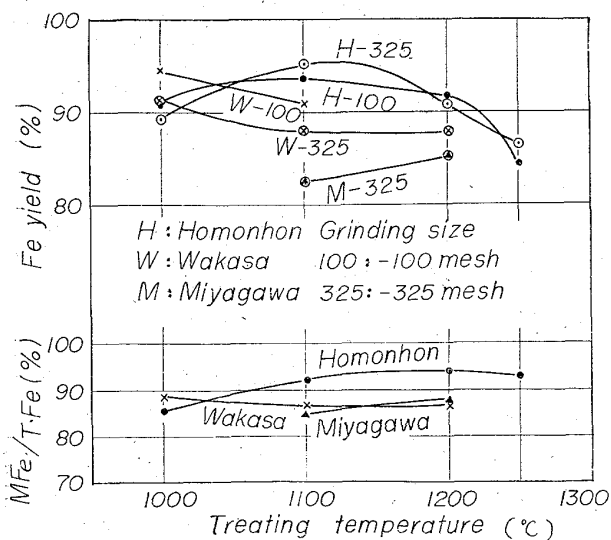


Fig. 4. Relation between treating temperature, iron yield and metallization ratio.

ままあるいは 1,100~1200°C で粒子成長させて後、磁選した結果を Fig. 3 に示す。Cr の除去率は粒子成長処理温度が高くなる程向上し、磨鉢粒度は -100 mesh よりも -325 mesh のほうが除去率が高い。

Table 3. Results of magnetic separation after reduction.

		Homonhon		Wakasa		Miyagawa	
		Conc.	Tail.	Conc.	Tail.	Conc.	Tail.
wt (%)		74.8	25.2	69.7	30.3	65.2	34.8
Chem. comp. (%)	T. Fe	88.62	41.49	89.34	28.16	89.43	28.64
	Cr	0.46	3.05	0.36	3.88	0.40	2.41
	Ni	1.79	0.05	0.85	0.08	1.62	0.06
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.99	13.12	2.99	20.37	1.23	9.35
	SiO <sub>2</sub>	1.50	10.82	2.04	24.12	3.14	33.90
	P	0.014	—	0.019	—	0.016	—
S	0.014	—	0.007	—	0.004	—	
Yield (%)	Fe	86.4	13.6	87.9	12.1	85.4	14.6
	Ni	99.3	0.7	96.7	3.3	98.1	1.9
	Cr	30.6	69.4	17.5	82.5	23.6	76.4
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	40.4	59.6	25.2	74.8	19.8	80.2
	SiO <sub>2</sub>	29.1	70.9	16.3	83.7	14.7	85.3

Cr 除去率の最高値は湿式サイクロンによる脱 Cr も含めてオモンホン 94.8% (精鉱 Cr 0.40%), 若狭 96.9% (精鉱 Cr 0.36%), 宮川 95.5% (精鉱 Cr 0.40%) であり、精鉱中 Cr が 0.5% 以下になる処理温度はオモンホンでは 1250°C, 若狭および宮川では 1200°C であり、国内産のラテライトの方が Cr の除去が容易である。これは国内産のほうが南方産のものよりも風化の度が低く、クロマイトが粗粒であるためではないかと推定される。Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 除去率は処理温度が高くなるほど向上し、磨鉢粒度は -100 mesh よりも -325 mesh の方が除去率が高い。また Cr と同様にオモンホンよりも国内産のラテライトのほうが Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の除去は容易であり精鉱中 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> が 3% 以下になる処理温度はオモンホンでは 1250°C, 国内産では 1200°C であり、最高除去率はオモンホン 71.1% (精鉱 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 3.14%), 若狭 74.8% (精鉱 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2.99%), 宮川 80.2% (精鉱 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1.23%) である。金属鉄領域還元の場合の Fe 歩留および金属化率は Fig. 4 に示すとおりであり、Fe 歩留は処理温度が高くなると若干低下し Cr および Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の除去率とは逆の傾向を示している。Fig. 4 の金属化率は粒子成長処理をほどこした磁選前の試料の値であり、85~90% 程度の金属化率であるが、国内産よりもオモンホンの方が金属化率が高い。これは Table 2 の化学組成から明らかなように国内産は SiO<sub>2</sub> が高く、したがって還元過程で難還元の fayalite の生成量が多く、金属化率が低いものと考えられ、このために Fe 歩留もオモンホンよりも低くなっており、Fe 歩留と金属化率とが正相関の関係にあることが示されている。

次に上記の実験で Cr および Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の除去率が最も高かった場合、すなわち粒子生長処理温度がオモンホンでは 1250°C, 若狭および宮川では 1200°C, 磁選粒度が -325 mesh の場合の他の成分の挙動については Table 3 に示すとおりである。Fig. 1 から推定されるように Ni は 97~99% が精鉱中に回収されており、この方法では Ni は除去されない。また SiO<sub>2</sub> は Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> よりも除去率が高く、71~85% 除去され精鉱中には 1.5~3.1%

が残留している程度である。PおよびSは元来原鉱中に少ないので精鉱中の含有量も少ない。

上述の実験では還元装置の昇温限界が1000°Cであつたために還元試料を粒子成長のためにさらに高温に加熱する2段処理を行なつたが、工業的には還元を行ないながら加熱処理する一段処理の方法が有利であろうと考えられる。

5. 結 言

1) ラテライトを湿式サイクロンによつて脱Cr処理した後に磁鉄鉱の状態に還元し高温で処理して粒子成長させて磁選する方法ではCrおよびAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の除去率は50%以下であり、脱Crおよび脱Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>ともに困難である。

2) ラテライトを湿式サイクロンによつて脱Cr処理した後にクロマイトを還元しない還元条件で金属鉄の状態に還元し、1200~1250°Cで加熱処理して粒子成長させて磁選するとCrの95~97%、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の60~80%、SiO<sub>2</sub>の71~85%が除去され、T. Fe 88~89%、Cr 0.4~0.5%、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1.2~3.0%、SiO<sub>2</sub> 1.5~3.1%の精鉱が得られる。

3) 上記の処理法による除去率は南方産のオモンホンラテライトよりも国内産の若狭および宮川ラテライトの方が高い。

文 献

- 1) 高橋他: 鉄と鋼, 51 (1965) 10, p. 102
- 2) O. KUBASCHEWSKI: Metallurgical Thermochemistry, p. 336
- 3) 向山: 鉄と鋼, 29 (1943) 2, p. 153
- 4) 三橋, 他: 機械試験所報, 8 (1952), p. 211

622,341.14 : 669,046.46 : 622.765  
: 669.243

(26) セグレーション焙焼—浮選処理によるラテライトからのニッケルの回収について

富士製鉄, 中央研究所

工博○高橋 愛和・工博 岩崎 巖  
加畑 長・小口 哲夫

On Extraction of Nickel from Iron Laterites by Segregation Roasting-Flotation Process.

Dr. Yoshikazu TAKAHASHI, Dr. Iwao IWASAKI,  
Hisashi KAHATA and Tetsuo OGUCHI.

1. 緒 言

最近の世界的な鉄鉱資源の発見や開発は鉄鉱石としてのラテライトの魅力の失なわせてしまったように見える。しかしながらラテライトはFeのみならず、Ni, Cr, Al, Coなどを含有しており、それらを有効に金属の形として回収できれば、おのおの鉄に匹敵する有価物となるので、ラテライトの今後の研究はそれらの有効利用とあわせて鉄を利用して行く方向に指向されよう。これら随伴元素の中で最も魅力的なものはNiであろう。われわれの研究室においてもラテライトを完全利用の観点から研究を進め、Crについては先に報告したごとく<sup>2)</sup>、Cr 30%以上のクロマイト精鉱として回収できることを

見出し、また脱Cr精鉱を選択還元-磁選処理によつてCrを0.5%以下にAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を3%以下に低下し得ることも見出した<sup>3)</sup>。本報告においては銅鉱石の処理法として開発されつつあるセグレーション (Segregation)-浮選処理によつて、ラテライト中のNiを80~90%以上の回収率で回収できる方法を見出したので、その処理方法の概要を報告し、かつラテライトから有効にNi, Cr, Feを回収する方法についても報告する。

2. 供試試料および実験方法

供試試料としては、フィリッピンのおモンホン (Homomonhon) と国内の若狭および宮川の鉱石を対象として、それらを湿式サイクロンを用いて約35μで分級し、そのオーバーフロー (O. F.) を乾燥後48 mesh以下に粉碎して使用した。その化学分析値をTable 1に示す。

-48 meshの鉱石に予定した配合割合で-48 meshのコークス (固定炭素85.14%) と塩化物 (CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>Oなど) とを加えてV型混合器で混合し、石炭坩堝 (内径35 mm, 深さ400 mm) に装入し密閉炉の中でN<sub>2</sub>ガスを通しながら加熱し、所定温度に1hr保持して焙焼、炉中で冷却して取り出した。

3. アンモニア浸出試験

ラテライトの中のNiに対するセグレーション焙焼の諸条件、すなわち焙焼温度、塩化物およびコークス配合量・粒度、塩化物の種類、焙焼保持時間などを予備的に調査するため、アンモニア浸出試験を行なつた<sup>4)</sup>。

Table 1. Chemical composition of laterites (cyclone overflow).

Laterite (O. F.)	T. Fe	Ni	Co	Cr	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>
Homonhon	50.01	1.13	0.08	1.11	6.46	2.24
Wakasa	47.90	0.44	0.10	0.90	7.09	6.36
Miyagawa	47.55	0.85	0.06	0.84	2.78	9.68

Table 2. Results of ammonia leach tests on roasted products of Homomonhon laterite overflow.

Test No.	Amount of additives*		Roast temp. °C	Ni Conc. of leach liq. mg/l			% Ni in residue	% Extraction
	CaCl <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O	Coke		1hr.	2hrs.	3hrs.		
1	8 g	5 g	800	426	454	474	0.76	42.8
3	8	10	800	674	714	727	0.35	71.5
2	8	15	800	650	674	715	0.33	71.6
3	8	10	800	674	714	727	0.35	71.5
4	16	10	800	370	417	434	0.57	47.8
5	32	10	800	236	250	240	0.69	29.4
24	4	10	900	740	790	—	0.26	90.5
23	8	10	900	706	770	—	0.29	76.3
8	16	10	900	900	866	943	0.09	92.8
28	24	10	900	607	610	—	0.46	61.4
6	16	10	600	20	13	23	1.11	2.5
7	16	10	700	23	23	37	1.08	3.9
4	16	10	800	370	417	434	0.57	47.8
8	16	10	900	900	866	943	0.09	92.8
21	16	10	950	638	670	700	0.41	66.7
22	16	10	1000	446	490	—	0.59	50.0

\* Amount of additives per 155 g of laterite overflow.