

(18) 加圧硫酸化焙焼法によるラテライトの Ni 抽出について

資源技術試験所

○森川 薫 淳・奥山 連 勝

On Extraction of Ni from Laterite Ores by Sulphate Roasting Method under High Pressures.

Masakiyo MORIKAWA and Masakatsu OKUYAMA.

1. 緒 言

ラテライト鉱の Ni 分離法に関しては、近年各種の方法が報告され、そのうち選択硫酸化焙焼によつて Ni を硫酸塩とし、水あるいは弱酸性水溶液で抽出分離する方法についても、すでにいくつかの研究報告が発表されている(1-6)。

筆者らもさきに、焙焼雰囲気に加圧によつて Ni の硫酸化を促進することを試み、ラテライトに磁鉄鉱石を混合し、加圧空気を炉内に送入焙焼する実験の結果として、加圧焙焼法が Ni 抽出に効果が大きいこと、なおこの際酸素富化加圧空気をを用いると、富化の程度に応じて低圧でも同程度の効果が得られることを報告した(7)。

その後引き続き SO₂ 混合空気による加圧硫酸化焙焼実験を行ない、ポर्ट試験につづき小型流動炉および小型回転炉を用いて同様に加圧の効果を調査したが、本報告ではポर्टによる基礎実験結果について述べる。

2. 実験方法

供試ラテライトは、B 鉱石 (Ni 0.57%, Fe 38.46%) および C 鉱石 (Ni 0.72%, Fe 46.66%) の 2 種類で、いずれも -48 メッシュに粉碎し 100~110°C で乾燥後使用した。

実験装置および実験方法も前回のとおりで、ラテライト 2g を磁製ポर्टに精秤して、ステンレスパイプ製炉心管(内径 30 mm, 長さ 600 mm) に挿入し、電気炉で加熱する。空気はあらかじめ SO₂ ガスを規定濃度に混合してボンベに充填し、炉心管入口側、出口側の 2 個の調整弁で、管内の圧力および流量を一定に保持しつつ送入焙焼する。

焙焼試料は冷却後、150 cc の蒸留水 (100°C) を用いて 60 min 攪拌浸出後炉別し、炉液を分析して Ni 抽出率および Fe 溶解率を求める。

本実験においては、焙焼時の炉心管内圧力のほか、焙焼温度、焙焼時間、単位時間当たり空気流量、空気中の酸素濃度、おなじく SO₂ 濃度が Ni 抽出率、Fe 溶解率などにおよぼす影響についてもあわせて調査した。

3. 実験結果

3.1 焙焼時間と諸条件との関係

SO₂ 混合空気を送入して焙焼を開始すると、当初は Ni 抽出率、Fe 溶解率ともかなり急激に上昇するが、しだいにゆるやかになってくる。そして Ni 抽出率は、ある時間経過後は、ほぼコンスタントな値を示すようになり、それ以上の焙焼はほとんど意味がない。Fe 溶解率は一般に、Ni 抽出率が一定になつたのちも、なおしばらくはきわめてゆるやかながら上昇をつづける。異なる焙焼条件におけるこれらの変化状況を Fig. 1, 2 に示す。

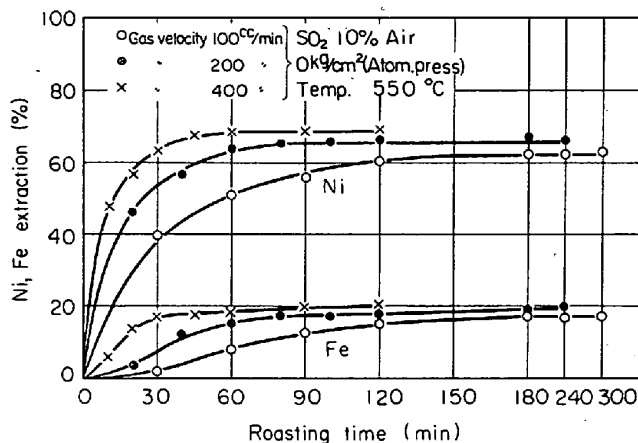


Fig. 1. Effect of roasting time on Ni and Fe extraction.

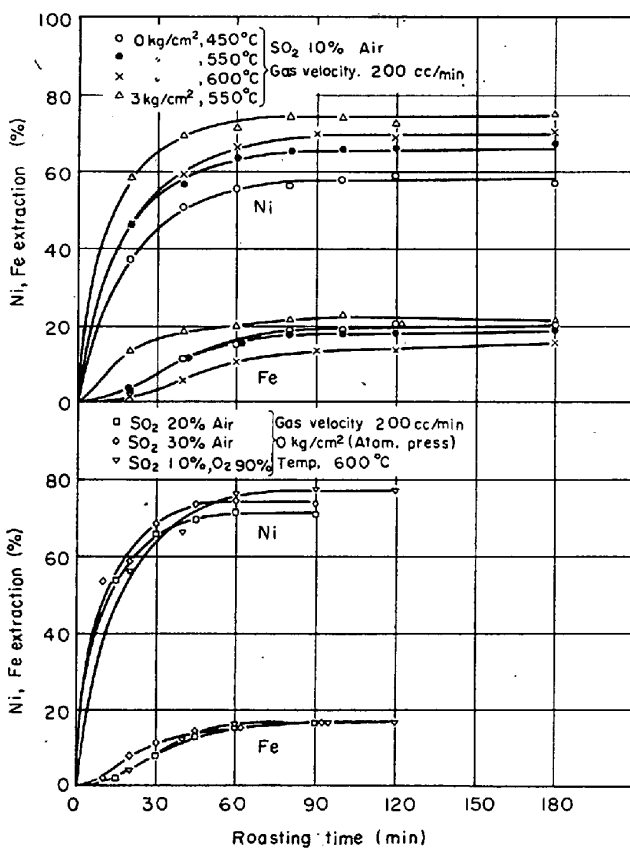


Fig. 2. Effect of roasting time on Ni and Fe extraction.

3.1.1 通気量の影響

まず SO₂ 10% 混合空気を基準として用い、大気圧、550°C において通気量 100, 200, 400 cc/min の場合の状態を比較すると、この範囲では通気量を増すほど反応は速やかに進行して、Ni 抽出率が一定になるまでの所要時間は短くなり、鉱石処理量の増加に有効である。しかし一方、鉱石 1g 当り SO₂ 必要量は 100 cc/min の場合には 800 cc, 200 cc/min では 1000 cc, 400 cc/min では 1200 cc 前後と増加するようであり、得失両面を有するので、通気量は状況に応じて適当に選択する。

ことが必要と思われる。

なお Ni 抽出率, Fe 溶解率は通気量の増加によつて幾分ながら高くなる傾向が見られる。

3.1.2 焙焼温度の影響

次に, 通気量は 200 cc/min に一定し, 焙焼温度を変えると, 初期の硫酸化速度は温度によつて若干の差があるが, 焙焼所要時間はいずれの場合もほぼ 90~100 min の範囲にあり, 鉱石 1g 当たり SO₂ 必要量には変化がない。

3.1.3 圧力の影響

一例として圧力 3 kg/cm², 温度 550°C の曲線を, 大気圧, 550°C のそれと比較すると, 焙焼所要時間はやや短かく 80 min くらいであり, 後にも述べるように Ni 抽出にも効果がある。すなわち加圧焙焼は硫酸化の促進とともに, 鉱石処理量, SO₂ 利用率をも向上させ得る利点がある。

焙焼初期の Fe 溶解率の変化を見ると, 加圧した場合は SO₂ 送入力量が同一であるにもかかわらず急激に増加し, 硫酸化雰囲気が強いかを示している。これは酸素および SO₂ 分圧の増加により SO₃ 生成反応が促進されるためであつて, かような雰囲気の高さが, これらの利点をもたらすものと考えられる。

3.1.4 酸素濃度の影響

SO₂ 混合空気中の酸素量を多くすると, 焙焼所要時間はわずかながら短くなり, また Ni 抽出率もかなり増加して, 加圧した場合によく似た傾向が見られる。

3.1.5 SO₂ 濃度の影響

通気量が同じであれば, 混合空気中の SO₂ 濃度が高いほど所要時間は短くなり, Fig. 2 の例では SO₂ 20% で約 60 min, SO₂ 30% では約 50 min となる。しかし 鉱石 1g 当たり SO₂ 必要量は増加する。これらの傾向は単位時間当たり通気量を大にした場合に似ているようである。

3.2 圧力, 温度の影響

焙焼時の圧力および温度による Ni 抽出率, Fe 溶解率の変化は, もとよりラテライトの銘柄によつて多少異なるが, 本実験に用いた 2 試料においては, 硫酸化の難易の差はあるが, その傾向に大きな差異は認められなかつた。

Fig. 3 は SO₂ 10% 混合空気, 通気量 200 cc/min, 焙焼時間 100 min の条件で, C 鉱石についての実験結果である。先述のように, Ni 抽出率は炉内圧力の増加にしたがつて高くなる。しかし磁硫鉄鉱法においても認められたように, 圧力の効果が顕著なのは 3~5 kg/cm² までであつて, それ以上では圧力増加の割には Ni 抽出率は高くなるようである。磁硫鉄鉱法との比較を Fig. 4 に示す。

なお各圧力において最高抽出率を示す温度は, 加圧するほどやや高温側へ移るようである。しかし Ni 抽出率より見た焙焼適温は, 実験範囲の加圧焙焼においては 600~650°C であり, 大気圧下の適温と大差はない。

Fe 溶解率も Ni 抽出率とほぼ同様な傾向を示すが, 各圧力で最高溶解率を示す温度は, Ni のそれと比較するとやや低温である。

3.3 酸素濃度, SO₂ 濃度の影響

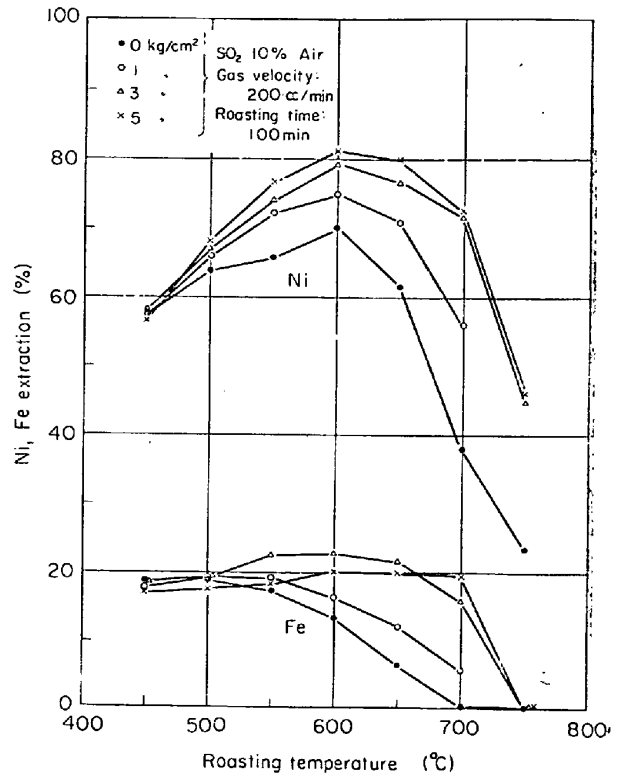


Fig. 3. Effect of roasting temperature and pressure on Ni and Fe extraction.

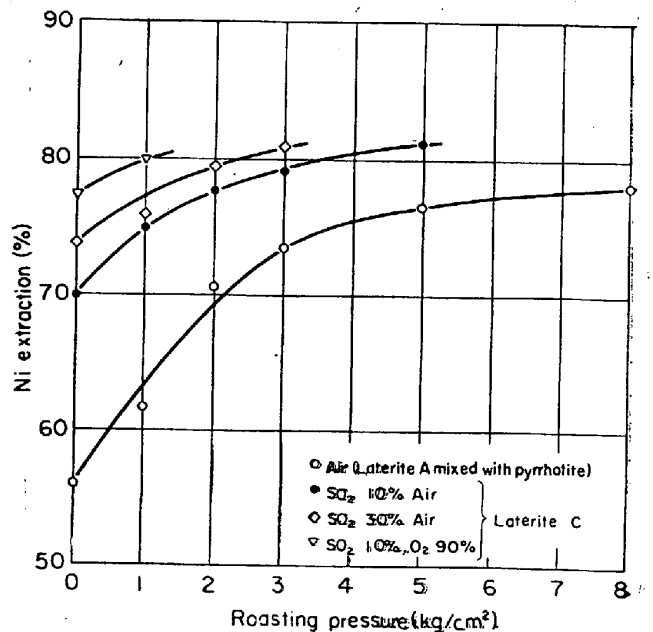


Fig. 4. Relation between Ni extraction and roasting pressure.

空気中の酸素濃度あるいは SO₂ 濃度を高くして加圧焙焼した結果をも Fig. 4 に示す。

酸素あるいは SO₂ の富化は Ni 抽出にかなり効果があり, 低圧でも高い抽出率が得られる。これは加圧の場合と同じく, これらのガス分圧の増加が SO₃ 生成反応を促進するためと考えられる。もとより圧力の影響と同様に, ガス分圧がかなり高い範囲においては, その増加の

割には Ni 抽出率の増加は少ない。

これらの結果より, Ni 抽出率はおもに焙焼雰囲気
の酸素分圧および SO₂ 分圧によつて左右されると考えら
れ, 酸素または SO₂ の富化により, あるいは加圧によ
つて, これらのガス分圧を高くすると, 相応の高い Ni 抽
出率が得られるようである。

4. 結 言

SO₂ 混合空気によるラテライトの選択硫酸化焙焼法に
関して, 焙焼条件の検討を行なつた結果を要約すると,

(1) Ni 抽出率に影響が大きいのは, 焙焼雰囲気
中の酸素および SO₂ 分圧であり, 送入空気の酸素または
SO₂ の富化により, あるいは加圧によつてこれらのガス
分圧を大にすると, 高い抽出率が得られる。しかしガス
分圧がかなり高い範囲においては, その増加の割には Ni
抽出率の増加は少なく, たとえば SO₂ 10% 混合空気
において加圧の効果が顕著なのは 3 kg/cm² くらいまで
である。

(2) 焙焼所要時間の短縮には, SO₂ 濃度と通気量, す
なわち単位時間当たり SO₂ 送入量の増加が有効である。

(3) 鉱石 1g 当たり SO₂ 必要量はおよそ 1000 cc
前後であるが, この量は加圧, 酸素富化により, また SO₂
送入量を小にすると少なくなる傾向がある。

(4) 焙焼適温は 加圧焙焼の場合を含めて 600~650
°C の範囲にある。

文 献

- 1) 田中, 永野: 鉄と鋼, 45 (1959) 3, p. 175
- 2) 谷村, 他: 鉄と鋼, 48 (1962) 4, p. 434
- 3) 伊藤, 他: 九州鉱山学会誌, 32 (1964), p. 12, 29
- 4) 古井, 諺訪: 鉄と鋼, 50 (1964) 3, p. 305
- 5) 盛, 下里: 鉄と鋼, 51 (1965) 4, p. 764
- 6) N. ZUBRYCKYJ, et al.: J. Metals, 17 (1965) 5, p. 478
- 7) 森川, 田中: 鉄と鋼, 48 (1962) 4, p. 421
- 8) 森川, 田中: 鉄と鋼, 50 (1964) 3, p. 307

(22) Fe₂O₃ ペレットの被還元性におよぼす気孔率の影響

九州大学, 工学部

工博 八木貞之助・工博 小野 陽一
○桑野 恵二

Effects of Porosity on the Reducibility of Fe₂O₃ Pellets.

Dr. Teinosuke YAGI, Dr. Yōichi ONO
and Keiji KUWANO.

1. 結 言

近年ペレットは溶鉱炉原料として, 焼結鉱とならんで
ますます大量に使用される傾向にあり, その製法ならび
に性状に関して活発な研究が行なわれている。ペレット
の特徴の一つにその気孔率が天然の鉱石にくらべて大き
く, そのため被還元性がすぐれていることが挙げられて
いる。しかし, 気孔率と被還元性との関係に関して詳細な

研究はあまり行なわれていない。そこで筆者らはこの点
を調べるために, 0.6~50% の広い範囲で気孔率の異な
つた Fe₂O₃ ペレットについて, CO ならびに H₂ による
還元実験を行なつたので, その結果について報告する。

2. 実験方法

試料は試薬特級酸化第 2 鉄 (99.8% Fe₂O₃) を用いて
次のようにして作製した。すなわち 200 mesh 以下に粉
砕した Fe₂O₃ 粉に 13~15% の水分を加え, その適量
をとつて金型に入れ, 10 mm φ × 10 mm の円柱形に加
圧成型し, 1100~1300°C の各種温度で自然通風のもと
で焼成した。

気孔率は試料の乾燥重量 (W₁), 水中重量 (W₂), 飽水
重量 (W₃) を測定し

気孔率 (%) = [(W₃ - W₁) / (W₃ - W₂)] × 100
によつて求めた。

還元は島津自記熱天秤を使用し, 20 mm φ × 20 mm の
網状石英坩堝に試料を入れて, CO (流量 400 N ml / min,
温度 800, 900, 1000°C) ならびに H₂ (流量 700 N ml /
min, 温度 900°C) で行なつた。昇温, 冷却は N₂ 気
流中に行なつた。なお, N₂ および H₂ は市販のポンペ
入りのもを使用し, CO は熱硫酸にギ酸を滴下して作
つた。これらのガスはいずれもピロガロールの KOH 溶
液で洗浄し, 珪酸ゲルおよび P₂O₅ で乾燥して使つた。

熱天秤による試料の重量減から求めた還元率と化学分
析から求めたそれとは 1% 以内で一致した。

3. 実験結果

まず 900°C における測定結果から代表的な例につい
て還元率・時間曲線を示すと Fig. 1 のようになる。こ
れより, H₂ 還元の場合は試料の気孔率の変化はその被
還元性にほとんど影響を与えないが, CO 還元の場合に
は気孔率の増加にともなつて被還元性が著しく向上する
ことがわかる。

次に CO 還元の場合の気孔率の影響をさらに詳しく調
べるため, 還元率・時間曲線の勾配から還元速度 dR/dt
を求めて, これを還元率を助変数として気孔率に対して

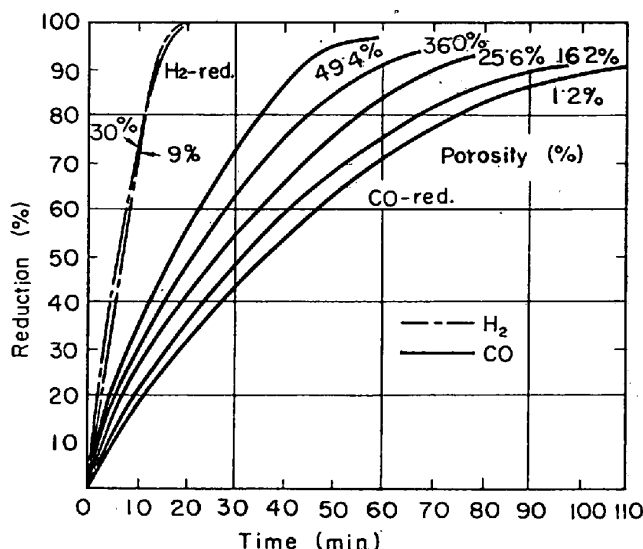


Fig. 1. Reduction of Fe₂O₃ pellets with CO and H₂ at 900°C.