

(385) 鉄剥離工程の基礎的検討 (ステンレス鋼酸洗廃液からの酸および鉄の回収技術-5)

川崎製鉄㈱ 鉄鋼研究所 ○内野和博 山本 公

井 莞爾

千葉製鉄所 星野 實 渡辺敏夫

1. 緒 言: 溶媒抽出法による硝ふっ酸や鉄の回収プロセスの工業化過程で重要となった鉄剥離工程について実験室的な検討を行い、実設備の操業条件の最適化と剥離液の濃度管理技術の確立を図った。

2. 実験の概要

(NH₄)₃FeF₆ の溶解度: 溶液中の Fe³⁺ 分析により、NH₄HF₂-HF 系水溶液に対する (NH₄)₃FeF₆ の溶解度を測定した。
 剥離液の濃度・組成の測定方法: 剥離液の T. NH₄F、T. HF の定量方法を検討した。
 加温による溶媒の劣化: 20℃ の有機溶媒 (30% D2EHPA+70% n-パラフィン; Fe³⁺ ≧ 15g/l) を 20~60℃ の 125g/l NH₄HF₂ 水溶液と O/A = 1/3 で回分的に 1h 混合接触させた後、HCl 溶液で溶媒中の抽出剤を NH₄⁺ 型から H⁺ 型に変換し、続いて硝ふっ酸廃液 (Fe³⁺ = 3.22g/l, HF = 4.5g/l) 中の Fe³⁺ 抽出を O/A = 1.5 で行い、Fe³⁺ 抽出率を求めた。

3. 実験結果と考察

溶解度曲線 (Fig.1): Fe³⁺ 剥離反応の進行に伴い溶液中の NH₄HF₂ が減少し HF が増加すると、(NH₄)₃FeF₆ の溶解度および溶解度曲線の温度勾配が著しく増大し、結晶の析出条件に影響を与えるので、剥離液や有機溶媒の温度および濃度の管理が必要となる。

剥離液の測定: 剥離液は NH₄F-HF 系溶液とも考えることができるので、その NH₄HF₂ および HF 濃度は、(a) 中和滴定法 (Fig.2) または (b) 溶液の等導電率曲線 (Fig.3) と T. F 分析値により求まる T. NH₄F、T. HF 値より次式で求めることができる。

$$[NH_4HF_2] = T. NH_4F \quad (1)$$

$$[HF] = T. HF - T. NH_4F \quad (2)$$

溶媒劣化 (Fig.4): 剥離時における 2 相の混合温度が高すぎると Fe³⁺ 抽出率が低下するので、剥離液温度の上限を定めて管理する必要がある。

4. 結 言: 以上のような結果に基づいて、晶析装置を主体とする鉄剥離設備の最適操業条件を求めることができた。

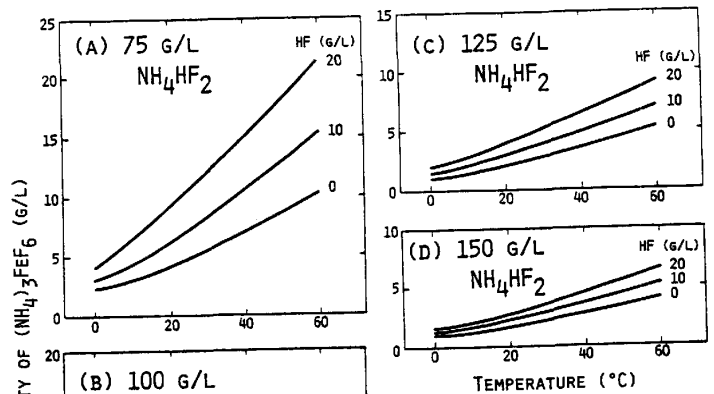


FIG. 1 SOLUBILITY CURVES OF (NH₄)₃FeF₆ FOR NH₄HF₂-HF SOLUTION

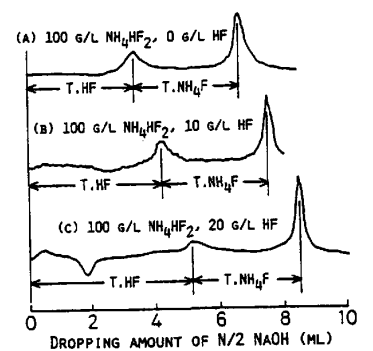


FIG. 2 NEUTRALIZATION TITRATION CURVES (DIFFERENTIAL TYPE) OF 1 ML OF SOLN.

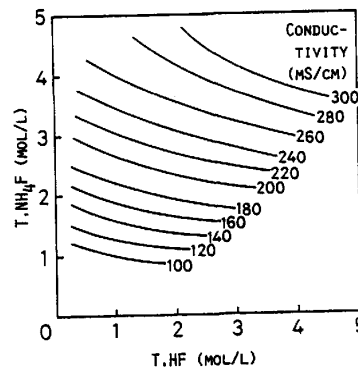


FIG. 3 ELECTRIC CONDUCTIVITY DIAGRAM FOR NH₄F-HF SOLUTION (30°C)

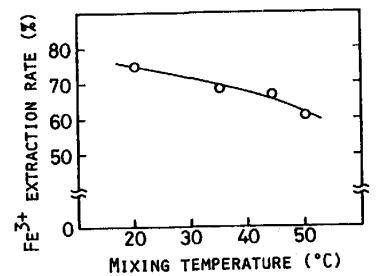


FIG. 4 LIQUID TEMPERATURE ON MIXING VS. Fe³⁺ EXTRACTION RATE AFTER STRIPPING