

2(10/11)  
吉  
3-96(12)  
183(2)  
法  
9-26(7)  
298(3)  
秀  
3-62(5)  
度  
5-53(1)  
7-34(1)  
3-98(8)  
666(7)  
293(3)  
468(5)  
1-92(7)  
3-87(12)  
7-82(12)  
1-35(4)  
381(4)

# 第29年 第1號 鐵と鋼 昭和18年1月

## 論 説

### 含ニッケルクロム鐵礦の處理に関する研究(I)

#### (高溫高壓液化法の研究)

向山幹夫\*

ON THE TREATMENT OF IRON ORE, CONTAINING NICKEL AND CHROMIUM (I)

Mikio Mukaiyama, Kôgakuhakushi

*SYNOPSIS:*—The iron ore, which contains nickel, cobalt, chromium etc. in considerable amount, may be taken as resources of the metals contained as well as of iron. In view of extracting nickel, cobalt and others in the form of their salts or oxides from the ore, a wet method was adopted which used dilute sulphuric acid under high pressure. The mechanism of the process were explained, referring to the laboratory researches and some experiments on an industrial scale.

#### 目 次

##### 緒 言

##### I. 研究工程の説明

1. 工程の大要
2. 浸出に關する考察
3. 高溫高壓處理の化學反應

##### III. 基礎實驗

1. 使用礦石
2. ニウカレドニア礦石による基礎實驗
3. 大島礦石による基礎實驗

##### IV. 工業化試験

1. 試験系統の説明
2. 加壓窯に於ける分解試験
3. 實驗結果と主要事項の考察

##### V. 総 括

#### I. 緒 言

我國策途行上最も緊要なる問題の一が鐵鋼の增産にある事は今更これを述ぶるの要なし、而してこの鐵鋼——特に優良資材の製造に不可缺なる問題はニッケル、コバルト、クロム等の供給なり。由來我舊勢力範圍に於ては不幸にしてこれ等ニッケル、コバルト等の金屬資源に乏しく從つて其製鍊は容易に企劃せられざりしなり。然れども近年——文字通り近年に至り機械工業、化學工業等の進歩につれてこれ等金屬は急激に需用を増大せり。さればその原料礦石

を遠くニウカレドニア、アフリカ等に求めて製鍊を企劃するに至れり。又他方國內資源主として蛇紋岩又は其の風化礦石を原料とする製鍊事業を企劃實施するありてこれ等は偶々大東亞戰の勃發前に當り爾來非常なる技術的經濟的困難を克服し其の成果を得つゝある等はまことに邦家のため慶賀に堪えざるなり。

而して上記企業原料として特に蛇紋岩系統よりの風化礦たる含ニッケル-クロム鐵礦も亦注目せらるゝに至れり。この種礦石は大體粉土状にして鐵の品位低きもニッケル、コバルト、クロム、マンガン等を幾何量か含有し莫大なる埋藏量を有するを特徴とし、汎く南洋及我國に分布す(キューバ其他にもあり)、其の賦存量はよく一礦床數百千萬tに及ぶと云ふ。

従つてこれを原料として各種金屬を抽出分離し、同時に良好なる製鐵原料を作るを得ば大東亞共榮圈確立にあたりて資する所蓋し大なるものあるべし。

この含ニッケル、クロム鐵礦を利用するにあたりてこれを單に熔鑄爐原料とするも(1)團塊とするの要ある事、(2)クロム、アルミナ等高きため熔滓組成を適當とし優良なる銑を得やすからざる事、(3)鐵鋼の還元後精鍊に複雑さを加ふる事等の缺點ありて今日迄熔鑄爐には殆んど使用せられざるなり。

將に英、米國等鐵礦、ニッケル礦等に品質優良にして豊富なるもの多量に賦存するに於ては敢て困難なる礦石處理

を試むる必要なかりしならん。

## II. 研究工程の説明

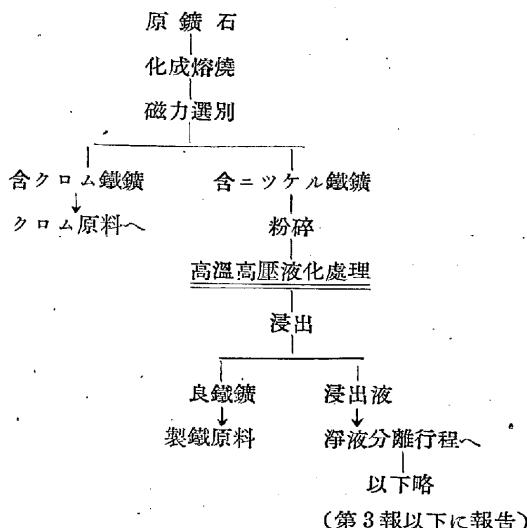
### 1. 工程の大要

この種含ニッケル・クロム鐵礦は既に知られたる如く紅土とも稱せられ風化二次生成礦なりと云ふ。其の分布は汎くニウカレドニア、モルツカ諸島、セレベス、ボルネオ、フィリピン及我國に涉り其の埋藏量は實に大きく全く無盡藏なりと云ふ。產地によりて組成に相當の變化あれどもニッケル、クロム及コバルトの少量を含有するものにして鐵 35~50% ニッケル 0.3~1.5%, クロム 1~7% を含み不純分として礫土多く珪酸が比較的少なきを特長とす。結合水は 10~15% 程度なれども粉土状なるため吸着せる水分は相當多く一見乾きたる如き場合も 20% 以上となり往々 40~50% に達す。

筆者等はこの種鐵礦よりニッケル、コバルト、クロム等を分離抽出し同時に製鐵原料を得るために次の如き工程表に従ふて操作を進むる事を工夫せり。而してここにはこの工程表中高溫高壓を用ふる濕式浸出法とこれに關する從屬操作に就いて報告せんとす。

### 2. 浸出に關する考察

この種鐵礦よりニッケル、コバルト等を得るために先づ工程表に示せる如く一部又は全部の化成焙燒によりてクロム分をクロム鐵礦として分離す。クロムはクロマイト状な



るため磷酸を用ひて處理するも稀薄なる酸溶液には殆んど犯さるゝ事なきを以つて含ニッケル鐵(精鐵)中のクロムは殆んど溶解する事なし。而して磷酸を以て處理する場合は鐵、ニッケル、コバルト、礫土等いづれもよく溶解する事は周知の如し。特に常壓の下にて磷酸と共に加熱すれば鐵

の溶解著しく(後に實驗證明あり)浸出液中に至るニッケル、コバルト等との分離頗る困難なり。

故にこの種鐵礦を磷酸を以て處理する場合にニッケル等のみを液となし鐵、礫土等と殘留せしめ得ば理想的なり。この理想を實現すべき可能性ある方法は乾式法に於ては硫酸化焙燒法(別紙報文に報告す)にして濕式法にてはここに述ぶる筆者の高溫高壓液化處理法なり。

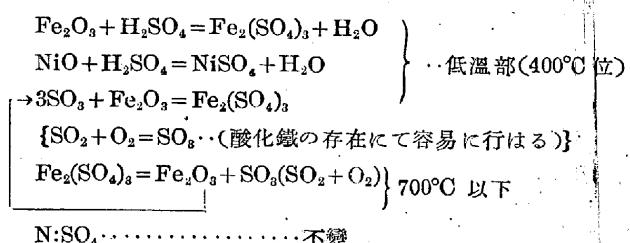
次にこの兩様式の要領を記述して参考に供せむ。

	方 式	乾 式 法	濕 式 法
工 程			
常 用 壓 力	大體大氣壓	大氣壓以上~數 10 氣壓	
反 應 溫 度	700°C 内外	160~200°C	
反 應 時 間	2~3 h	2~3 h	
加 热 方 法	變容加熱	恒容加熱	
硫 酸 化 方 式	迴轉補充	每回補充	

更に特長を檢するにいづれも可及的小量の硫酸を以て浸出の目的を達せんとするものにして過剰なる硫酸による硫酸鐵の生成と煙其他となりて損失する量を極限せんとするは相似たり。

この問題を解決するために乾式法にては高溫度にて一旦生成せる硫酸鐵を熱分解せしめて揮散する硫酸又は亞硫酸を低溫部にて吸收回収せしむるか、外にこれ等を捕捉する装置を備ふるを要す。

即ち



なる反應に依りて硫酸化焙燒は進行するものならん。この低温部に於ける吸收と高溫度部に於ける發散とを同一の迴轉爐にて行はしむるには爐形並に溫度分布、用材料、加熱方法等に於て十二分に研究する必要あり、特に加熱方式とガスの種類には相當重大なる關係ありてこの點重要にして未解決なる問題なり。

一般にかかる反應を化學的に良く進行せしむるには間接加熱を良好なりとするもかかる場合特に使用資材と加熱方法とに工夫を要するなり。

依つて筆者は右と相似の反應を濕式にて行ふ事を着想しこれが研究を行ひたり。即ち高溫高壓液化法を工夫せるなり。

この高溫高壓液化法に依る時はよく鐵を溶液中に至らし

むる事なしニツケル、コバルト、マンガン等を液化するを得ると共に硫酸の消費量を適當に減少し得るなり。

即ち高溫高壓を用ふる事に依りて

- (1) 反應速度を著しく増大せしめ得
- (2) 加水分解作用を惹起せしめ、これを促進し得るために溶解反應は殆んど右邊に進行し鐵として液相内に存在する量を極少ならしめ得。
- (3) 共存するニツケル、コバルト等は加水分解をせず硫酸鹽(又は他の鐵酸鹽)として存在せしむ。
- (4) 加水分解によりて生成せりと考へらる。水酸化鐵は高溫高壓なるために一部脱水して非膠状となりこれに吸着するニツケル、コバルト鹽等を減少し且つ濁別を容易ならしむ。
- (5) 恒容加熱なるため熱効率大にして連續作業に適する等の特長を發揮し得らるべし。

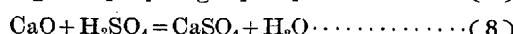
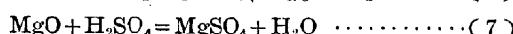
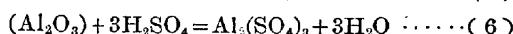
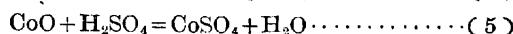
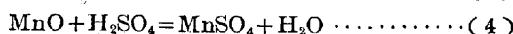
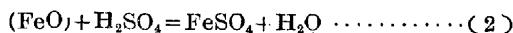
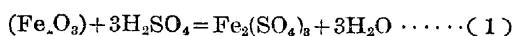
以上の事實は基礎的實驗を通して得たる發見なり。更にこれを大規模に應用して濕式法として進むべき一つの道を確實にするを得たり。

(4) に示す加水分解は第一鐵鹽にては容易におこらざるを以てこれは反應中適當に酸化するか或は裝入前可及的第一鐵を第二鐵に變化しおく事を必要條件とす。このクロム分離行程の報文にし報告する化成焙燒の必要なる一理由なり。

### 3. 高溫高壓處理法の化學反應

高溫高壓液化法處理の特性に就きては前節にこれを説明せるを以て進んで高壓反應槽内に起る反應に就きて考察せんとす。次に述ぶる化學反應は大體記載の順序に従ふて行はるるものと想像せらるれども或は槽内にて殆んど同時に生成するやも知れざるなり。

#### (1) 溶解反應



これ等諸反應の進行によりて硫酸量に應じて硫酸鹽を形成す。この硫酸鹽中必要なるは勿論  $NiSO_4$ ,  $CoSO_4$  にして他は可及的僅少なるを要し、特に  $Fe_2(SO_4)_3$ ,  $FeSO_4$ ,  $Al_2(SO_4)_3$  等は少しも溶出せざるも可なり。

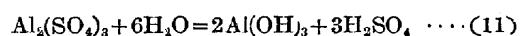
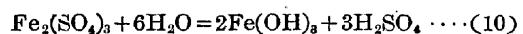
#### (2) 酸化反應



(9) なる反應は高溫高壓なれば比較的速かに進行するなり。

これは全く次に述べる加水分解を促進せしむるが爲なり、(たゞ多量にニツケル鹽の存在する時は酸化容易に進行せずこの點なほ究明するを要す)

#### (3) 加水分解反應

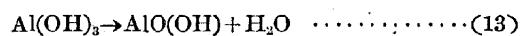
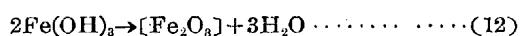


この加水分解は(10)の方(11)より進行し易し、即ち  $pH$  1~2 以上となれば高溫高壓にては(10)の反應は進行す。又  $pH$  3 以上となれば(11)の反應も進行する事は實驗の示すところなり。

この如き場合に於ても溫度  $160^{\circ}C$  以上を好適とするものの如し。 $pH$  大となりて加水分解をなし(10), (11)等の反應を生ずるに至ればこの際生ずる  $H_2SO_4$  は  $Fe_2O_3$  又は  $Al_2O_3$  とよりも加水分解を容易にせざる  $NiSO_4$ ,  $CoSO_4$ ,  $MnSO_4$  等に夫々の酸化物等より變化する事も亦合理的に考へらるるところなり。

#### (4) 脱水反應

高溫高壓化にては珪酸  $Si(OH)_4$  の如きも單に酸性加熱をなすのみにて一部脱水し、膠状質を變して易濁過性となる事はよく知られたる所なり。この脱水機構に就ては未だ定かなる意見あらざるやうに思はるるもこの場合にも同様の脱水作用あるなり。



(1)~(14) 式中 [ ] 及 ( ) を附したるものは同一化學記號なれども其の状態を異にする事を示す。例へば  $Fe_2O_3$  について  $(Fe_2O_3)$  は黃赤色の粉なれども  $[Fe_2O_3]$  は辨柄色となるが如し。

更に進んで以上の反應を考察するに(1)~(8)の溶解反應は常壓にても十分に起り得べく、この研究に使用せる鐵鎳にありては添加せる硫酸の大部分は鐵を溶解すべく鐵は溶解しやすきを以て最少限鐵とニツケルとの賦存比に從ふて溶解進行するものと考へらるゝを以てなり。特にニツケルが珪酸鹽等となる場合は一層ニツケルの溶解は減少すべし。而してこれは實際常壓にては唯一の事なり。

次に溶解反應はいづれの場合も當初に於て大にして漸次

減少し遂に平衡に到達す。この反応速度は温度高き程大なれば常圧より遙かに高き温度を使用する本研究工程の方大なるべきは當然なり。特に最少量の硫酸を以て浸出するものとせば可及的反応を速かに終結し反応液の PH を 1~2 以上となすを要す。

(2) の酸化反応は又高溫度なる程有效適切に進行し得るなり。

(3) の加水分解反応は常圧にても PH を大となせば除々に進行すれども、(4) の脱水反応と共に高溫高壓なれば更に進行し易き事説明を要せざるなり。特に加水分解にて生じたる硫酸は稀薄なるを以て高溫高壓以外にては殆んど原礦石を浸蝕せざるなり。

以上の如き理由に依りてこの種鐵礦石よりニッケル、コバルト等を有效適切に抽出するには最も適當せる方式の一つなりと信ず。

### III. 基礎實驗

前章記載の理論を立證するために次の如き基礎的實驗を行へり。高壓反応には電氣にて加熱する實驗用 1 立加壓窯を用ゐ其他は通常の如くせり。以下これに就きて修録せむ。

#### 1. 使用原礦

この研究に用ゐたる原礦石は南洋産及若狭大島産含ニッケル、クロム鐵礦を主とし、これを或は化成焙燒せるもの或は生礦の儘使用せり。其の組成及性状は既述の範囲にあり。實驗の進行と共に其時々のものを記載すべし。

たゞこれが粉土礦なるため一般的概念を得るために天然のものを規定乾燥せる試料につき粒度と組成との關係を例示すべし。

第 1 表 含ニッケル-クロム鐵礦組成例表

#### (イ) 大島礦の一例

粒度	+10	10~30	30~60	60~100	-100
組成 重量%	76.10	14.75	4.05	3.00	2.10
Ni	0.59	0.59	0.59	0.62	0.59
Cr	2.23	2.01	1.08	0.62	0.01
Fe	38.52	38.88	39.75	40.55	40.55
Mn	0.72	0.73	0.72	—	—

#### (ロ) 南洋産鐵石の一例

重量%	64.35	23.30	7.20	4.10	1.05
Ni	0.93	0.93	0.96	0.92	0.92
Cr	2.76	2.66	2.47	1.45	0.26
Fe	50.66	50.88	51.42	51.24	52.74
Mn	0.51	0.52	0.51	0.51	—

上記は一例にして各部に依りて相當の開きあり。且つ碎きたる後は大いに粉末を増し粒度變化著しきものなれども亦以つて天然の儘に於ける各組成分の分布を窺ふに足るべし。

クロムはクロム鐵礦として混入するを以つて、ある程度以上の大さの方分離し易く Ni は均一に分布するを以つて混合法其他の適當なる方法を選まざれば分離し得ざるなり。

化成焙燒を施し選別すればその内にクロマイトは混入するもの少なし。これ等化成礦及び生礦を用ひて原料とせり。

#### 2. 南洋産含ニッケルクロム鐵石による基礎實驗

濕式法適用に關する基礎的研究には第一に南洋産化成礦を使用せり。其の組成は次の如し。

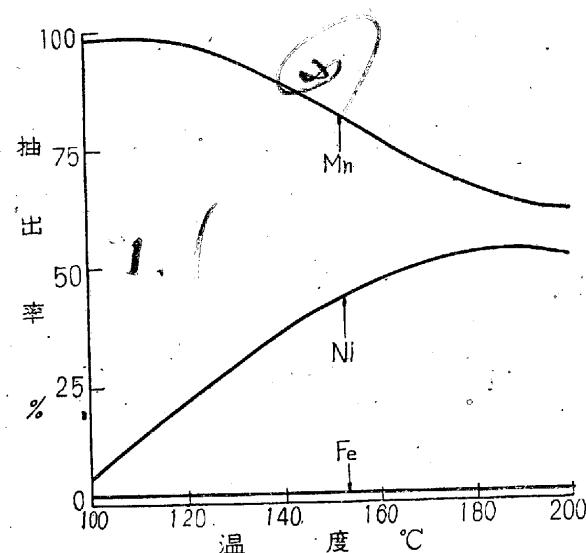
第 2 表 南洋産鐵石化成組成と硫酸量

元素名	Ni	Co	Mn	CaO	MgO	Fe	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
同含有率	0.82	0.21	0.62	0.8	0.8	52.7	0.9	2.8
硫酸量	1.37	0.35	1.11	1.40	1.94	不要	不要	不要

硫酸は大體 5% 溶液として鐵石に加へたり。

#### i) 加熱溫度と抽出液

加熱溫度高ければ窯内の壓力はこれに比例するを以て反應の進行又相對的に變化す。次表は試料 -45M のもの 20g づつをとりて加熱せる場合の浸出液組成と抽出率との關係なり。加熱時間は所定溫度に於て 1h とし酸素初氣壓を 6 atm にて裝入せり。第 1 圖はこの結果を圖示せるもの



第 1 圖 加熱溫度と抽出率

(定條件下ニウカレドニア粉鐵)

り。これより 160°C をこせば相當に溶解進行するを知る。

第 3 表はこれを示す詳細なる結果表なり。

第3表 加熱温度と抽出率

温 度°C	100°		120		140		160		180		200	
全圧力 atm	6.8		8.8		13.2		15.0		17.8		19.8+x	
PH(反応後)	2.2		2.4		2.6~2.8		3.2~3.4		3.6~3.8		3.8	
浸出液	Ni Mn Fe <sup>++</sup> Fet	0.00043g/l 0.00601g/l 多量 多量	5.5% 97.0% 0.0062 0.0012	16.6% 100.0 0.0065 0.24	0.0025g/l 80.6 0.00053 0.0011	30.0% 71.0 0.1 0.2	0.0040 0.0048 0.00053 0.00053	48.5% 67.2 0.05 0.1	0.0042 0.0042 0.00026 0.00041	50.5% 63.0 0.05 0.08	0.0042 0.0039 0.0003 0.0003	51.0% 63.0 0.05 0.05
Ni:Fe <sup>+</sup>	—		23.2%		15%		13%		10%		10%	

溶出せるニッケルと鐵との比は上の數字の如く甚少さく高溫度となれば殆んど鐵は溶解せざる事を示すなり。

更にこれを常壓下に於ける場合を比較すればニッケルの鐵に對する比は常壓下が甚だ大きく容易にニッケルを溶出せず又鐵鹽も加水分解せざるを示す。

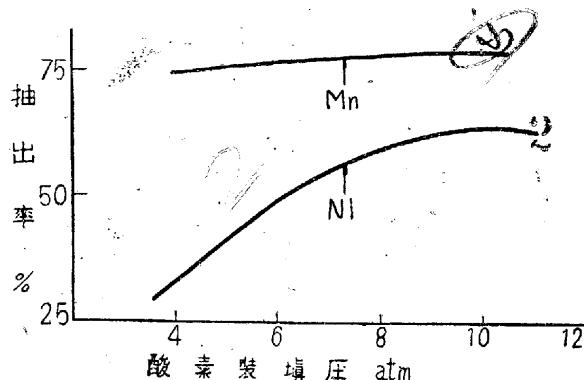
第4表 常壓下に於ける温度と抽出率(硫酸量計算の2倍)

温 度°C	25° 1h		煮沸約100°C10mn	" 100°C 1h			
	PH	1 以下	1.2	1.8			
浸出液	Ni Mn Fe <sup>++</sup> Fet	痕跡 g/l 0.00143 0.0010 0.0058	0% 23.0 0.2 1.18	0.0010 0.0034 0.0049 0.0133	12.0% 54.7 0.94 2.38	0.0032 0.0042 — 0.0573	37.1% 67.2 — 10.3
Ni:Fe <sup>t</sup>	∞		1:14	1:15.5			

この場合沸湯の高さを定めつねに湯を注ぎ可及的液量を一定に保ちたり、第3~4の兩表を比較すれば如何にこの高溫高壓處理が有效なるべきかを知る。

#### (ii) 酸素壓の影響

加壓窓内に加ふる酸化剤は種々あれども壓搾酸素亦その一つなり。これは液中には壓に比例して溶解し、その量に應じて酸化進行すべきものなればこの影響を検出するため



第2圖 酸素壓と抽出率

にこの實驗を行ひたり。加熱溫度 160°C が熱時間とし、試料はすべて(i)と同様にし酸素初壓のみを變化せり。

第5表 酸素壓と抽出率(1)

酸素壓 atm	4		6		8		10		
全圧力 atm	10.8		13.0		15.8		17.~		
PH	2.8~3.0		3.2~3.4		3.4~		3.6~		
浸出液	Ni Mn Fe <sup>++</sup> Fet	0.00271 0.0050 0.00074 0.00074	g/l 73.1 78.2 0.14 0.14	% 0.0040 0.0044 0.0005 0.0005	48.56 71.30 0.1 0.1	0.0050 0.0048 0.0011 0.0021	61.0 78.0 0.2 0.4	0.0052 0.0050 0.0021 0.0032	62.9 80.0 0.4 0.6
Ni:Fe <sup>t</sup>	27.3%		13.0%		41.0%		61.0%		

これによれば酸素壓は餘り大となすともそれに應ずる效果なく 5~8atm 程度にて可なる事を示す。更に第6表は 170°C 6atm に於て同様酸素壓を變化せしめたる例なり。これ等によりて酸素壓は上記の壓にて又溫度は高き程可なるを知る。但しこの場合は加熱時間 1.5 h 硫酸量は 1.5 當量としこれを 10% 濃度にて處理せり。

第6表 酸素壓と抽出率(2)

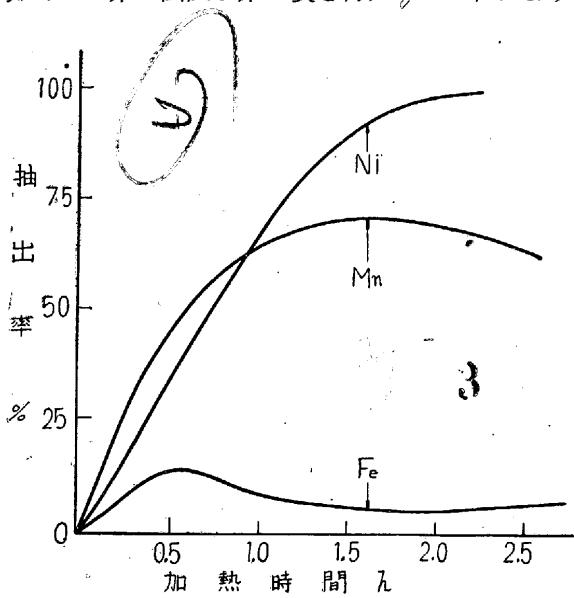
酸素壓 atm	0 蒸氣壓	1atm 空氣を初めに入る	O <sub>2</sub> 1atm	O <sub>2</sub> 2atm					
全圧力 "	6.1	7.5	7.4	8.3					
PH(反応後)	1.2	1.6	1.8	2.4					
浸出液	Ni Mn Fe <sup>++</sup> Fet	0.0034 0.0057 0.003 0.0034	g/l 48% 92 0.56 0.64	0.0045 0.0055 0.0026 0.0032	56% 89 0.5 0.6	0.0056 0.0055 0.0014 0.0031	68.0 88.6 0.3 0.6	0.0058 0.0055 0.0011 0.003	72.0 88.6 0.2 0.6
Ni:Fe <sup>t</sup>	1:0.84		1:0.70		1:0.55		1:0.50		

これより溫度高ければ酸素壓は減ずるも效果に變化なし。

#### (iii) 加熱時間の決定

抽出(溶解及加水分解等を含む)反応に於ては反応は平衡に到達し PH は 3 以上ともなるを要す。特に加水分解を行はしむる時に生ずべき再溶解反応等を考慮する時は反応は可及的迅速に平衡に到達せしむべきなり。今 2 當量の硫

酸5% 溶液にて處理する場合の反応進行状況を検出するに次の如くこの第3圖及び第7表を得たり。これによりて反



第3圖 加熱時間と抽出率(定條件下ニウカレドニア鐵鑛)

應は大體2h位にて平衡に到達するを知る。勿論この時間は濃度によりて異れども固相液相間反応なればこれと相似のものたるべき事明かなり。

この表は溫度160°C 酸素壓6atmにて得たる結果なり。

第7表 加熱時間の決定表 (5% 硫酸)

時 間 h	0.5	1.0	1.5	2.0	
全壓力 atm	13.0	13.0	13.0	13.4	
pH(反應後)	1.2	1.6	1.8~2.0	2.0	
浸出液	Ni 0.0030 g/l 34.0 % Mn 0.0031 g/l 49.0 % Fe <sup>++</sup> — — Fe <sup>t</sup> 0.0081 g/l 1.5 %	Ni 0.0053 g/l 64.5 % Mn 0.0042 g/l 65.1 % Fe <sup>++</sup> 0.0027 g/l 0.5 % Fe <sup>t</sup> 0.0042 g/l 0.8 %	Ni 0.0077 g/l 93.4 % Mn 0.0048 g/l 74.3 % Fe <sup>++</sup> 0.0021 g/l 0.4 % Fe <sup>t</sup> 0.0037 g/l 0.7 %	Ni 0.0078 g/l 95.0 % Mn 0.0038 g/l 60.5 % Fe <sup>++</sup> 0.0016 g/l 0.3 % Fe <sup>t</sup> 0.0038 g/l 0.7 %	Ni 0.0078 g/l 95.0 % Mn 0.0038 g/l 60.5 % Fe <sup>++</sup> 0.0016 g/l 0.3 % Fe <sup>t</sup> 0.0038 g/l 0.7 %
Ni:Fe <sup>t</sup>	290%	80%	48.4%	48.4%	

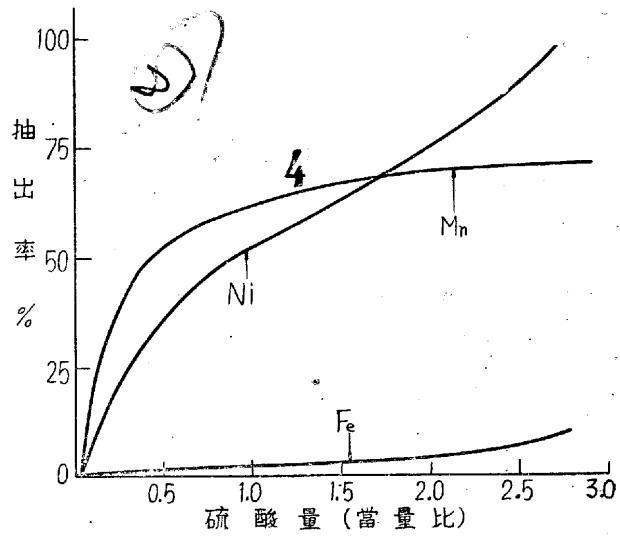
#### iv.) 酸量と濃度との決定

可溶性礫土、苦土多きため硫酸量はつねにこれ等に吸收されやすし、依つてこの試料について添加すべき硫酸量が

第8表 硫酸量と抽出率

硫 酸 量	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	
全 壓 力 atm	13	13	13	13	13	
pH(反應後)	3.6	3.2	2.8	1.4	1.2	
浸出液	Ni 0.0036 g/l 44% Mn 0.0034 g/l 55 % Fe <sup>++</sup> 0.0003 g/l 0.1 % Fe <sup>t</sup> 0.0003 g/l 0.1 %	Ni 0.004 g/l 48.5 % Mn 0.004 g/l 63 % Fe <sup>++</sup> 0.005 g/l 0.15 % Fe <sup>t</sup> 0.005 g/l 0.65 %	Ni 0.0053 g/l 64.5 % Mn 0.0042 g/l 65.08 % Fe <sup>++</sup> 0.0027 g/l 0.5 % Fe <sup>t</sup> 0.0042 g/l 1.8 %	Ni 0.0063 g/l 74.5 % Mn 0.0046 g/l 72 % Fe <sup>++</sup> 0.0032 g/l 0.6 % Fe <sup>t</sup> 0.0124 g/l 2.3 %	Ni 0.0077 g/l 95.2 % Mn 0.0046 g/l 71.5 % Fe <sup>++</sup> 0.0037 g/l 0.7 % Fe <sup>t</sup> 0.0286 g/l 5.4 %	Ni 0.0077 g/l 95.2 % Mn 0.0046 g/l 71.5 % Fe <sup>++</sup> 0.0037 g/l 0.7 % Fe <sup>t</sup> 0.0286 g/l 5.4 %
Ni:Fe <sup>t</sup>	11%	13%	80%	198%	371.3%	

如何なる變化をなすや、又一定量の硫酸にて濃度が如何なる影響を及ぼすやを検出せり。前者は溫度160°C 酸素壓6atm 加熱時間1hとす。短時間に於けるヒンケルの溶解は硫酸量多き程大とはなるも同時に鐵の溶解も急激に増進す。第4圖にその狀を圖示せり。かくの如くなれば適當な



第4圖 硫酸量と抽出率(定條件下ニウカレドニア鐵鑛)

る酸量及濃度にてやゝ高溫度にて長時間加熱する方浸出及び後續する淨液工程より考ふれば得策なり。恒容加熱なるを以つて加熱時間長く且溫度高くとも熱損失は比較的小なり。又同時に酸の濃度(これはパルプ濃度と相互的關係あり)

第9表 酸の濃度と抽出率との關係

硫酸濃度 %	2.5%	5%	10%	15
全 壓 力	13.2	13.4	13.4	13.8
pH(反應後)	3.6	3.2~3.4	2.8	2.0
浸出液	Ni 0.0036 g/l 44.0 % Mn 0.0034 g/l 55.0 % Fe <sup>++</sup> 0.00033 g/l 0.06 % Fe <sup>t</sup> 0.00033 g/l 0.06 %	Ni 0.0058 g/l 68.5 % Mn 0.0044 g/l 70.0 % Fe <sup>++</sup> 0.00053 g/l 0.01 % Fe <sup>t</sup> 0.00053 g/l 0.01 %	Ni 0.0060 g/l 73.0 % Mn 0.0046 g/l 74.0 % Fe <sup>++</sup> 0.0011 g/l 0.2 % Fe <sup>t</sup> 0.0013 g/l 0.24 %	Ni 0.0067 g/l 81.0 % Mn 0.0052 g/l 88.0 % Fe <sup>++</sup> 0.0008 g/l 0.10 % Fe <sup>t</sup> 0.0052 g/l 0.96 %
Ni:Fe <sup>t</sup>	11%	10%	21%	80%

り)も亦影響あり。今この濃度と抽出との關係を前者と同一の條件にて得たる結果は次の如し。たゞ酸量は2當量を使用す。

これも前と同様鐵とニツケルとの相關的溶出量によつて硫酸濃度を定むべきなるを示す。

### 3. 大島鑛石に依る基礎 實驗

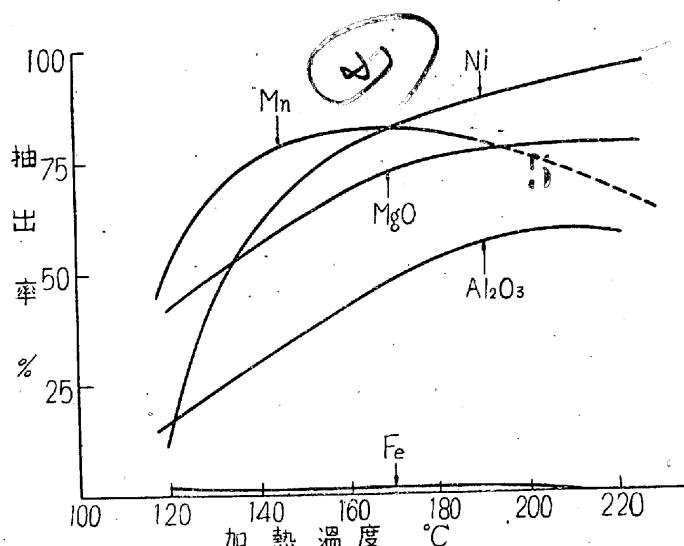
第11表 加熱温度と抽出率

温 度°C	120		140		160		180		200		220		
全圧力atm	8.1		10.2		12.2		14.3		16.5		18.8		
P <sub>H</sub> (反応後)	1.4~1.6		2.0~2.2		2.8~3.0		3.0~3.2		3.6~3.8		3.8		
浸出液	Ni	0.0009g/l	12%	0.0047	65.8%	0.0052	72.3	0.0063	89.1	0.0065	91.2	0.0065	95.0
	Mn	0.0034	53	0.0053	83.0	0.0045	84.5	0.0051	8.0	—	—	—	—
	Fe <sup>++</sup>	0.0113	2.2	0.0042	0.81	0.0023	0.44	0.0024	0.46	—	—	—	—
	Fe <sup>t</sup>	0.0123	2.3	0.0055	1.10	0.0032	0.61	0.0029	0.24	—	—	—	—
	Al	0.0067	20.6	0.0076	23.2	0.0145	44.8	0.0153	6.1	0.0184	57.7	0.0184	59.0
	Mg	0.0091	44.3	0.0117	56.4	0.0135	68.0	0.0161	77.9	0.0164	79.2	0.0164	79.0
Ni:Fe <sup>t</sup>		1:1.4		1:1.18		1:0.61		1:0.45		—		—	

南洋産鑛石によつて得たる基礎的根據は又大島鑛石にも適用し得べき筈なり。たゞこの場合鑛石の組成及び状態を異にするを以つて幾分の調節を必要とするならん。

即ち大島鑛石は鐵、ニッケル、コバルト共に少く苦土及び礬土遙かに大なり。次にこの化成鑛の組成と硫酸量との関係を示さん。(2.3.共にCoはNiと合同す) i) 加熱温度酸量の決定先づニウカレドニア鑛に做ひて硫酸量 17% (10% 減計算量 27%) とし酸素 6 atm 温度を變じ、加熱時間 1.5h の場合を求めたり。

即ちこの鑛石に於ても温度の關係は殆んどニウカレドニア鑛と同様なり、MgO 及 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 多きもこれも大體 Ni が殆んど大部分溶解する場合 50~60% 量が溶液中に至る。たゞ實際にはこれ等不純分が溶液中に於ける Ni との比は相當大となるを以つてその淨液工程にはより工夫を要する。



第5圖 加熱温度と抽出率(定条件下大島鑛石)

事となる理なり。

故に添加すべき酸量と不純分との關係で十分に定めてこれが對策を樹立するに非ざれば後の精錬は複雑となり且つ経費を多額に要する事となる。

今工業實驗に具ふるために添加すべき酸量と抽出率との關係を酸素氣壓 6 atm 加熱時間 1.5 h, 温度 180°C にて求めたるに第11表を得たりこれによれば酸量の増加と共にニッケルの抽出率はやゝ増加すれども Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO 及 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の溶解急激に増加し、前記の淨液上の諸困難を招來するに至るなり。従つていかかる量に於て浸出すべきは他の諸條件と照合して決定すべきものなるべし。

第12表 大島鑛石に於ける硫酸量と抽出率

試料への H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> %	13.5%		17%		20.5%	
	P <sub>H</sub> (反応後)	3.4~3.6	3.0~3.2	1.2~1.4		
Ni	0.00477g/l	68.0%	0.00631	89.1	0.00667	95.1
Mn	0.00503	78.5	0.00513	80.0	0.00584	91.0
Fe <sup>++</sup>	0.00084	0.12	0.00235	0.46	0.00623	1.22
Fe <sup>t</sup>	0.00191	0.13	0.00286	0.24	0.00727	1.42
Al	0.00478	21.2	0.01025	46.1	0.01828	82.0
Ca <sup>t</sup>	0.00426	75.8	0.00493	88.1	0.00556	99.3
Mg	0.01372	62.0	0.01716	77.9	0.01848	83.5

前述の諸實驗結果を通じて P<sub>H</sub> が 3.4~3.6 以上を示すに至れば殆んど浸出液中に自由硫酸なくまづ全部が金屬の溶解に費さるゝと云へ得べし。たゞ比較的溶解し易き Mg 等の溶出は或程度避け得ざるなり。

ii) 大島鑛化成焙燒溫度に就て 一般に含ニッケル、クロム鑛を處理して各種成分を抽出分離するに化成焙燒が效果ある事は既に記載する所に依りて明かなり。然れどもこの化成焙燒に於て還元溫度の高下は第II報磁氣分離に記載せる所よりも後續する諸作業に重大なる關係ある事明か

なり、こゝには大島礦石に對してこの化成焙燒に於ける還元溫度が浸出率に如何なる影響あるやを検出する事とせり。但しこの場合は傾向を定むるものなれば常壓に於て3%硫酸を用ひその量を礦石の25%として湯藍上にて1hづゝ焼成物を浸出せる結果なり。

第13表 化成焙燒溫度と抽出狀況

還元溫度 (各1h)	酸化溫度 (徐々に冷却)	Ni%	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	MgO%
400°C	320 以下	35.0	9.0	
500	〃 〃	43.5	8.8	16.0
600	300 〃	46.5	9.0	19.5
700	〃 〃	42.5	9.5	23.0
800	〃 〃	35.5	9.0	25.0
1000	〃 〃	33.0	2.5	16.0

これによりて諸成分金屬浸出のためには還元溫度は500~700°C 大體600°Cを中心とする事の可なるを示す。

### iii) 生礦石を直接處理する研究

含ニツケル、クロム鐵礦を原料として各種成分を抽出するに化成焙燒を施せば種々なる利點ある事はすでに述べたる所より明かなり。然れども化成焙燒には相當量の燃料を必要とするを以て、クロム分離の程度又は次工程の都合によりてはその實施に慎重なる考慮を要するなり。

若し焙燒を行はざる場合如何なる影響を浸出工程に及ぼすかを豫め研究するは亦重要な事柄なり。次に大島礦等に就きて直接處理せる場合を記述すべし。

### iv) 加熱溫度の決定

化成焙燒礦の處理に依りて得たる結果より略推定し得る所なれどもその化學的物理的性質は劃然と相違するを以てその實際を明かにするを要す。

この試験に使用せる大島產生礦石の規定乾燥後に於ける組成は Fe 2.27, Ni 0.61%, Mn 0.41%, Co 0.1%, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 9.19%, MgO 3.37%, CaO 0.7% なり。この礦石重量100に對して硫酸 16% を加へパルプ密度 50% (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 約 8%

第14表 加熱溫度と抽出率

溫度°C	120		140		160		180		200			
	全壓力 atm		8.0		10.0		12.0		14.0			
	PH 反應後		1.2		1.4		2~2.2		2.8~3.0			
Ni	g/l	%	0.00252	41.4	0.00324	53.1	0.004	64.7	0.0047	76.5	0.0048	78.5
Mn	—	—	—	—	0.0034	78.0	0.0037	86.0	0.0042	97.5	0.004	91.2
Fe <sup>t</sup>	—	—	0.0068	1.90	0.0078	2.20	0.0013	0.33	0.0013	0.33	—	—
Mg	0.0061	28.3	0.0087	40.2	0.0095	43.5	0.0110	51.2	0.0112	52.2	—	—
Al	0.0100	20.0	0.0110	21.7	0.0141	28.8	0.0167	32.2	0.030	55.0	—	—

濃度), 加熱時間 1.5 h 酸素初壓 6 atm とす。

大島礦石に於ては殆んど化成鐵と同様に浸出するを得るを以つてクロムの分離にある程度の見透し立たじその儘處理して抽出後クロム多き部分のみ化成焙燒して分離するも一方法なる事を知る,

## IV. 工業化試験

### 1. 試験系統の説明

含ニツケル、クロム鐵礦の濕式處理に高溫高壓法を探れる例を見ざるを以てこれが實施にありては、裝置、燃料加熱方式、資材特に高溫耐酸剤に涉りて重要にして未知なるもの多し。加ふるに工人にての經驗者もあらざればその困難さは頗る大なるものあり。従つてここに述べる試験結果も不満足の點多し。たゞこれを通して工業實施の可能性確實なるを知るを得んか。

この種礦石の處理に於て最も重大なる點は鐵の溶解して液中に至るを如何にして阻止するかにあり。而てこの點こそは從來知られたる濕式處理法の解決し得ざりしものなれども、この高溫高壓法に依りて初めて解決するを得べく、これを前節迄に記載せる理論に基き大規模なる試験に於て實證するを得たり。以下此の大要に就きて記述せむ。

本研究の試験系統に就きては既に記述せるあり。こゝには更に進みてこれと關聯して使用せる用器等に就きて併せて記載すべし。

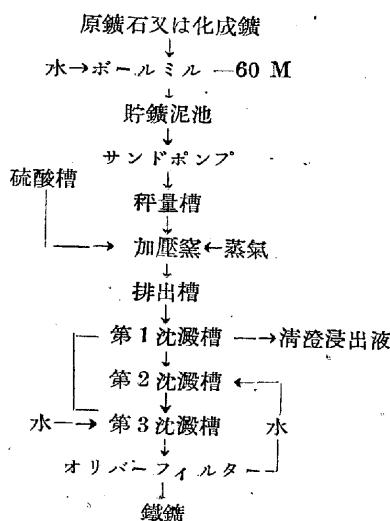
處理法の大要を述ぶれば、先づ原礦石又は化成精鐵をボールミルにて細粉とし適量の硫酸と共に一定量を加壓窯に送り蒸氣を以て外より所定溫度となる迄加熱す。實驗上は少くとも 180°C 内外の加熱溫度を要すれども實際は汽罐壓力常用 10 atm ならざるため (160°C 程度) 十分満足すべき速度を以つて所要溫度迄上昇保持するを得ざりき。この事は本研究實施上の重大なる缺陷なれども設備の關係上已むを得ず。甘受するの外なかりき。

加壓窯 (autoclave) には堅型と横型との 2 者を使用したり、前者は內容積 1m<sup>3</sup>、後者は 3m<sup>3</sup> にして鉛裏付 (ホモゲン) をなし攪拌装置を附す。

いづれも常用 8~10 atm 程度にて使用すべきものなり。次に浸出に關する運轉系統を圖示すべし。亦この運轉系統に從ふて運轉操作を説明せん。先に述べたる如くボールミルにて大體 60~100 M 以下にパルプ濃度 40% 程度に碎き、貯鐵槽に湛へてこれよりサンドポンプにて秤量タンクに送る。濃厚鐵泥の一定量に對し一定量の濃硫酸を加へ

鑛泥密度を加壓窯内にて大體 50% とし攪拌しつゝ加熱す  
裝填終了後酸素ポンベより酸素を送り加壓窯氣相壓力  
5 atm に至れば停止す。漸次溫度上昇し最高 160~170°C  
に至れば其の儘約 1~1.5 h 放置し、次いで加熱力を減じ漸  
次冷却せしむ。溫度 120°C 程度に至れば瓣を開き排出槽  
に噴出せしめたり。排出槽よりの處理液と鑛泥とは交互に  
2 列にならべたる沈澱槽に逐次送られ、こゝにて液と鑛泥

表 15 加熱運動系統表



とを分離し最後にオリバー濾過機によつて脱水せり。浸出液は第1沈澱槽より淨液工程に送らるゝなり。(この淨液工程につきては別の報文にて報告すべし)。

## 2. 加壓窯に於ける分解試験

加壓窯に於ける分解試験は當初容易に順調に進行せず、  
工人の修熟する迄全く困難を極めたり。これら困難なる諸

表 16 加壓窯に於ける實驗例(横型)

(精鑛 Ni 0.8, Fe. 52 酸素初氣壓 5)

裝入 鑛kg	硫酸 量%	最高 溫度 °C	反應 時間 h	浸出液		Ni に關する量		
				Ni g/100cc	Fe <sup>2+</sup> "/"	Fe <sup>3+</sup> "/"	pH	全量 kg
1600	14%	168	9.0	0.776	0.201	0.775	1.3	12.8
	"	169	10.0	1.026	0.227	0.087	1.3	16.0
1800	"	169	10.0	0.785	0.187	0.307	1.2	14.4
1700	"	168	16.0	0.475	0.160	0.121	1.2	13.6
1670	"	154	20.0	0.327	0.217	0.140	1.2	17.4
1600	"	171	17.0	0.732	0.625	0.204	1.2	12.8
1780	12	175	10.0	0.738	0.089	0.057	1.4	14.2
1760	"	169	10.0	0.667	0.441	0.280	1.3	14.1
1500	"	172	18.0	0.280	0.108	0.236	1.4	12.0
1860	"	172	12.0	0.510	0.160	0.406	1.4	14.9
1500	"	172	9.0	0.439	0.128	0.191	1.4	12.0
1700	"	170	10.0	0.854	0.077	0.474	1.3	18.6
2100	"	171	12.0	0.596	0.742	0.448	1.2	16.8
1900	"	168	14.0	0.915	0.966	0.213	1.3	15.2
190	"	166	13.0	0.788	0.584	0.172	1.3	15.2
計								9.2
平均				128	169.9	13.0		61.0

76.0

點中主要なるものを列記すれば次の如し。

1. パツキングの取付け及補修
2. 瓣の調節と補給
3. 鑛泥運動狀況の検索
4. 加熱により反應槽よりの導管の變化と補修
5. 排出及裝入の方式
6. 反應進行の検索

等にして項目は數項なれどもいづれも作業に修熟するにあらざれば満足なる結果は得られず。

この浸出に依りて得たる殘渣内の Ni 0.2~0.3 Fe 53~57% 程度なるも今原鑛石浸出液殘渣の組成にわたる一連の結果を例示すれば第 17 表の如し。

表 17 各組成平衡例表

(鑛石 2000 kg, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 840 kg, パルプ 45% 酸素 6 atm)

成分	項目		原鑛石		抽出液 kg/m <sup>3</sup>		抽出率 %		残査組成	
	(1)	(2)	(1)	(2)	(1)	(2)	(1)	(2)	(1)	(2)
NiO	1.18	1.18	1.0	1.05	88.5	89.0	0.18	0.18		
(Ni)	0.89	0.89	0.78	0.79	88.5	89.0	0.12	0.12		
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	81.00	81.00	2.15	1.90	2.70	2.50	82.88	82.88		
(Fe)	56.8	56.8	—	—	—	—	—	—		
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7.40	7.40	3.08	2.96	44.70	44.0	—	—	2.68	
MnO <sub>2</sub>	3.62	3.62	1.32	1.53	34.0	37.5	2.10	2.10		
MgO	1.05	1.05	0.66	0.68	63.0	64.0	1.80	1.68		
CaO	0.41	0.41	0.11	—	48.8	—	0.56	—		
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.51	4.51	0.02	0.01	0.7	0.7	6.04	—		
SiO <sub>2</sub>	1.68	1.68	—	—	—	—	1.88	1.68		

大體 2 回の平均價は相似たり。

次に若狭大島鑛石に就き化成熔燒精鑛をこれと同様の條件にて處理せる場合の 1 例を示せば第 18 表の如し。これによれば大島鑛石も容易に溶出する事を得れどもその含有する Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO 等大なる事は淨液工程に影響すべきは勿論この浸出操作にも變化を與ふるところ大なり。特に生原鑛石を取扱ひ得る點に於ては更にこの感を深からしむるなり。

表 18 大島化成精鑛處理例表(横型)

裝入鑛 kg	硫酸量 原鑛%	反應 時間	最高 溫度	ニッケル 量kg	同溶解量 kg	同溶解 率%
2000	14	8	168	13.4	10.6	79
1800	14	8	168	11.9	8.72	73
2100	15	9	170	14.1	10.41	74
1400	15	9	170	9.0	6.81	76
1600	15	8	168	10.75	9.04	84
1800	16	8	168	11.9	10.80	90
1800	16	8	168	11.9	7.11	59
1600	18	8	168	10.75	8.89	78
1700	18	8	169	11.30	9.22	81
1600	18	8	170	10.75	9.04	72

先に述べたる所により大島鑛石は化成鑛も生鑛も殆んど

第19表 大島生鐵石處理例

處理番號	鑄石量 kg	硫酸量原礦%	最高溫度 °C	時間 h	浸出液組成 g/100cc					抽出率 (%)					硫酸利用率 (%)											
					Ni	Fe <sup>2</sup>	Fe <sup>3</sup>	Co	Mn	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Ni	Co	Mn	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Ni	Fe <sup>2</sup>	Fe <sup>3</sup>	Co	Mn	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO			
122	130	14	180	6	0.209	0.265	0.012	0.039	0.154	0.376	0.724	76.5	86.6	81.1	14.0	50.7	8.1	10.4	7.0	1.5	6.0	23.0	41.0			
123	135	15	183	8	0.168	0.393	0.023	0.029	0.213	0.728	1.268	87.3	82.1	93.1	28.5	101.2	4.2	6.8	1.6	0.8	5.1	30.0	32.0			
124	133	15	182	8	0.175	0.369	0.093	0.029	0.177	0.645	1.014	78.4	64.0	83.3	26.5	86.1	3.8	8.9	0.8	0.6	5.0	27.2	24.2			
125	177	18	180	10	0.310	0.646	0.187	0.050	0.445	0.845	1.182	98.5	66.9	106.1	22.7	44.8	9.8	15.3	6.7	1.1	10.3	20.2	36.6			
126	195	18	181	10	0.312	0.889	0.017	0.059	0.445	0.699	1.201	97.6	58.5	110.6	20.6	50.0	8.6	17.4	3.7	1.1	9.2	27.5	32.5			
127	140	16	180	10	0.185	0.244	0.012	0.038	0.161	0.266	1.904	61.1	76.3	76.6	14.0	90.3	5.1	6.9	5.1	1.0	4.7	19.7	57.5			
128	170	16	180	12	0.175	0.811	0.034	0.037	0.114	0.802	1.671	53.7	56.9	10.9	16.7	91.0	4.1	8.2	1.4	0.9	3.1	11.6	70.4			
129	150	20	180	12	0.264	0.462	0.138	0.046	0.468	0.962	1.538	93.0	68.7	93.7	32.9	72.1	6.7	8.7	3.9	0.8	8.9	29.4	41.5			
130	150	20	180	5	0.227	0.789	0.184	0.037	0.468	0.882	1.067	80.5	51.4	84.6	29.2	50.0	6.8	14.8	5.5	0.7	9.6	29.3	36.6			
131	100	28	182	5	0.175	0.369	0.098	0.029	0.177	0.645	1.014	106.6	92.8	109.4	33.8	99.9	4.2	9.2	3.5	0.6	4.5	27.0	19.2			
計 1480 平均					18.1	8.5	0.220	0.468	0.090	0.035	0.282	0.685	1.258	83.3	70.3	88.4	23.8	73.6	6.9	10.7	3.9	0.91	6.6	24.8	39.2	
(上は堅型の結果なり)																										
1-20 1800					14	170	10	0.248	0.983	0.404	0.023	0.389	2.364	1.110	61.8	22.5	80.0	54.8	36.3	8.0	12.8	8.0	0.3	5.1	51.0	20.2
1-21 1850					16	170	12	0.337	1.017	0.277	0.100	0.443	1.795	0.811	75.9	86.6	80.6	40.1	23.5	4.7	15.0	6.1	1.4	6.2	48.9	16.7
1-22 1820					18	170	12	0.368	0.889	0.342	0.040	0.402	2.315	0.814	88.6	37.6	78.2	50.8	25.2	4.9	12.4	7.2	0.5	5.7	53.4	15.9
1-23 1200					16	170	12	0.238	0.800	0.801	—	—	—	—	83.0	—	—	—	—	4.3	8.2	3.4	—	—	—	—
1-24 975					16	170	22	0.243	0.485	0.173	—	—	—	—	95.0	—	—	—	—	6.0	1.2	5.7	—	—	—	—
1-25 832					18	170	20	0.248	0.554	0.070	—	—	—	—	88.0	—	—	—	—	4.9	1.1	2.1	—	—	—	—
1-38 845					20	171	20	0.200	0.542	0.128	0.026	0.230	1.592	1.351	90.7	65.6	96.7	56.9	95.7	3.7	1.3	8.1	0.5	4.1	50.5	20.0
1-39 726					25	170	18	0.190	0.785	0.089	0.045	0.273	0.812	0.746	96.3	109.0	107.1	32.4	55.9	3.9	0.6	0.8	0.8	4.5	28.5	9.6
1-40 458					25	170	18	0.121	0.162	0.046	0.046	—	—	—	104.7	—	—	—	—	4.1	2.3	0.8	—	—	—	—
1-41 1000					20	168	18	0.210	0.555	0.071	—	—	—	—	71.7	—	—	—	—	2.9	8.1	0.5	—	—	—	—
平均					18.8	170	16.2	0.239	0.677	0.284	0.047	0.398	1.770	0.965	85.6	65.0	88.5	47.0	47.5	4.2	6.8	3.7	0.7	5.3	45.5	16.3
(上は横型の結果なり)																										

溶出さるゝ、程度を異にせるを以つて生鐵を大量に處理する研究を行ひたり。これを例示すれば第19表となる。

抽出分離鐵鑄の組成中硫黃分は洗滌の良否と原料中の石灰量によりて移動あり。これ等は附着硫酸鹽又は石膏となりて存在するを以つて一部は燒結によりて硫黃分を除去し得れども、一部は容易に飛散せず從つて殘留する部分は熔融製鍊の際熔滓化する以外には處理法なからべく、鐵鑄の組成如何に依りては考ふべき問題の一つなり。

酸處理を實施するために磷分は殆んど完全に溶液化する外殘留する割合も少なきを以て問題となすに足らざるなり。多く0.00臺なり。原鐵鑄石中の礬土及苦土は上記の諸表よりも明知せらるゝ如く大部分溶液中に至るを以つてこの鐵鑄中には原鐵鑄石より遙かに少量となり。爲に鐵品位の

上昇大となるなり。次にこの殘渣鐵鑄の代表例を示さむ。

以上によりて高溫高壓處理の工業化試験の大要を知るを得べし。この實驗を通じて心付きたる主要なる事項について記述べし。

### 3. 實驗結果と重要事項の考察

設備、操法其他に尙ほ種々工夫すべき問題を多々残せどもこの高溫高壓液化法こそ濕式法に於ける抽出の大道の一つたる事は實驗結果より明かなり。

今抽出率80%以上を目標とする場合如何なる事項に最も注意すべきか順次これ等を考察せんとす。

1. 加熱装置 200°C以下の溫度に於てはホモゲン裏付けて十分なり。特に管壁にありては鐵泥の堅牢なるもの裏付材料と結合して一種の耐熱耐酸裏付けを成し殆んど犯さるゝことなし。攪拌裝置は陶製の如き絶體的耐酸性物を外皮とするかこれと巧みなる軸との組み合はせをなす工夫をなせば一層可なるべし。

加熱器の容量増加の工夫を要す。出來得べくんは數個の組み合せにて連續作業の可能なるが如くなし。又は連續的に化學變化を移行させ得る如き裝置を工夫するを要す。

第20表 鐵鑄(抽出残査)組成表

成分	水分	Fe	Ni	Co	Cr	Mn	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	S.	P.
ニウカレ ドニア	57.14	0.10	0.06	2.02	1.70	4.33	4.44	0.60	0.01	
〃	25-30	54.36	0.16	0.06	2.06	—	4.26	1.23	0.01	
〃	59.00	0.23	—	1.53	—	5.02	3.20	0.70	0.01	
大島鑄	25-30	42-53	0.1-0.3	—	1.9-2.0	0.9	2-4	8.04	—	0.01

從來の型式の加壓窯は餘りに幼稚なり、廻轉式も可ならん。

高壓用瓣の構造は鑛泥による摩擦を考慮し強度（又は硬度）大にして耐熱耐酸材よりなすを要す。最も工夫すべき一點なり。

加熱方式は蒸氣加熱を可とすべくこれは直接加熱による局部過熱をさけ得るなり。たゞ加熱管の配置を工夫すべし。

**2. 沈澱分離** 浸出せる鑛泥は前章記載の如く裝入鑛石とは其の性質全く異り後に説明する化學膠泥とも稱すべき一種特異な性質あり。従つてこれを沈澱せしむべき沈澱及洗滌槽は從來の選鑛等に使用せる濃縮裝置 (thickner system) はこれを其儘用ゐるも十分なる效果なし。主として加水混合の困難なると沈澱速度の極小なるに依る。この點本研究にては未だ解決の初步にすぎず、今後更に研究せざれば不可なり。

濃縮せるものの濾過裝置も鑛山用オリバーフィルターは上記の理由によりて適當なりとは稱し難し。更に強壓力にて壓縮脱水し得る如き濾別裝置の工夫が肝要なり。フィルタープレスはやゝ效果大なれども連續作業をなし得ざるが故に數 10 萬 t の如き處理をなさんがためには全く不適當なるを免れず。

沈澱槽は浸出後の液の pH 2 以下の如き場合はコンクリートのみにては浸蝕されやすし。攪拌瓣又は羽根と共にある程度の耐酸質なる事を要す。自由酸の完全なる除去はむづかしきを以てこの邊も十分用意するを要す。

ポンプ及導管等は沈澱槽と同様の注意を要し軟鐵、鑛鐵のみよりも耐酸質をとるべし。

**3. 加熱及酸素方式** 加熱に對する蒸氣及酸素につきて考ふるに數個又は一連の加熱裝置を循環して使用すべく熱交換の理を兩者に就いて應用する工夫をなすべし。單獨なるは經濟的及操業進行上より採らざるなり。

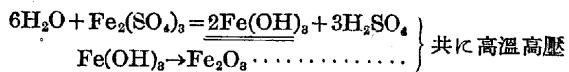
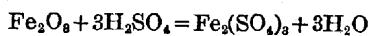
以上は浸出實驗中より得たる利害得失に對する改良的意見なり。而してこれらを充足するに非んばこの方式も完全なる成果を擧げ得ざるならん。

次に操業上に必要なる事項につきて考察せんとす。

**4. パルプ密度と攪拌** 化學反應を行はしむるために鑛石粉と硫酸液との重量比を云ふ。實驗上 -100M 80% 以上の如き細粒にては 50% 濃度にて幾分有利別狀となり反應に好適なり。粒度大なればこの密度大なるも粘土は増加せざれども反應度減少するを以て徒らに大となし得ず。又

この密度は攪拌の方式と攪拌頻度とに關係す。實驗によれば 20~30 rev/mn 程度を最適となすべし。但しこの頻度は鑛石粒度にて相違す。

**5. 化學的パルプ** 化學的パルプとは鑛石等が一旦溶液となりこれより析出せる半膠狀沈澱物と溶液との混合物を云ふ。この物は生成の條件によりて種々性質を異にする。例へば



=を附したるもの混合體の如きをさす。これは膠着性ありて自然鑛石の水簸物に似たれどもこれよりも沈降し難し。今この  $\underline{\text{Fe}_2\text{O}_3}$  と  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  とを比較すれば前者は辨柄色にして後者は赤黃色なる外見上の著しき相違もあり。これが沈降の状況は次の如し。

(一定なる大きさと量の試料を一定量の水と混じ一定の攪拌をなし放置する場合の沈降の高さ mm にて表はす)。

第 21 表 沈降速度測定の 1 例(大島鑛)

時間 mn	5	10	15	20	30	40
自然鑛パルプ	14.5	22.5	34.0	28.0	47.0	55.0
化學的パルプ	10.0	18.0	27.0	32.5	42.0	47.5

**6. 硫酸量と其の消費分布** 硫酸量は前出の諸表より明かるる如くニツケルよりも寧ろ  $\text{MgO}$  及  $\text{Al}_2\text{O}_3$  に費さるゝなり。 $\text{MgO}$  は其の溶解を阻止する事困難にて原鑛の性質にては已むを得ざるも  $\text{Al}_2\text{O}_3$  は  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  と同じく加熱溫度と硫酸量にて調節し得る事明かなり。これには第一に比較的廣範囲の溫度調節可能なるを要す。更に淨液工程に於ける事情とを酸代價、燃料費等より適當なる抽出量との關係を求むべきなり。

**7. 溫度と反應時間** これは相互的關係ありて溫度高ければ他はこれを短縮し得るなり。これも設備、燃料等の支配するところ大なり。以上の諸點は更に進んで研究闡明する事を要するものなり。

## V. 総括

1. 此種鑛石の處理に於て選擇的抽出を行ひてよく其の目的を達成するを得て抽出率も 90% 内外となす事を得たり。

2. この反應の機構を示し、これを實驗的及工業的に立證せり。

3. 原鑛の種類に據じて前處理(化成燃燒)はこれを省略するを得べし。

4. 抽出用加熱裝置、分離裝置等に關する必要にして十分なる條件に探求しこれを指示するを得たり。これは工業實施上頗る重要な事項なり。

5. この濕式法による溶液其他の性質を明かにし工業實施上に於ける準備に資するを得たり。