

Fig. 1. Mode of sintering.

Table 4. Chemical analysis of total carbon and deposit carbon.

Sample	T. C %	Deposit. C %	Other. C %
No. 1	1.25	1.21	0.04
No. 2	1.22	1.16	0.06
No. 3	1.22	1.21	0.01
No. 4	1.41	1.35	0.06
No. 5	1.28	1.27	0.01

孔質で、特徴としては、表面の凹凸も大きく、凹凸部は比較的丸味を帯びている。H₂ガスで還元して出来た海綿鉄は、COガスで還元した場合と比べて見て、細かい気孔および亀裂が見られ、緻密で表面の凹凸部は、尖った形をしているのが見られた。

3. 析出炭素の定量

炭素分析は乾式燃焼法を用い、酸素気流中で、加熱し得られた CO₂ の容積から定量した。試料は前報¹⁾と同じものを用いた。その結果を Table 4 に示す。

すなわち Table 4 に見るように、海綿鉄の全炭素は 1.22~1.41% の間であり、析出炭素は 1.16~1.35% であつて、0.01~0.06% だけ何れも全炭素量を下廻っている。このことは極く少量の化合炭素があることを示しているとも考へて良いように思われるが、なお研究を要する。

IV. 実験に対する考察

焼結の問題は、非常に複雑な要素を含んでおり、各方面からの研究を必要とするが、本実験から見た場合、次のことがその主因と考へられる。COガス還元の場合は 700°C, 800°C でいちじるしく膨張し、900°C では収縮することから、互に膨張して接触面で押合つて入り込み温度が上つて収縮するにつれて、さらに強く結合しているようである。また組織的には気孔いちじるしく拡大し表面の凹凸がコブ状であることが、H₂ガス還元より焼結を容易にする要素であるように思はれる。H₂ガス還元の場合は、全般に収縮しているが、表面の凹凸部は尖った形をしており、接触面で互いに噛み合はさつたような形となつてゐる。還元温度 900°C 以下における焼結は機械的結合をしているものと考えられる。海綿鉄の炭素は、初め一部滲炭と云ふことも考えられたので、顕微鏡によつても調べて見たが、滲炭組織は見られず、やはり carbon deposition の反応により、鉄鉱石や金属鉄が触媒となり、気孔や亀裂の中に炭素が析出しているのが見られた。しかしどの分析の場合にも全炭素と析出炭素の間に差のあることから、表面だけでも滲炭していると考えられないことはない。また鉄の表面に滲炭すればその部の融点が下ることも有り得るし、外側についている析出炭素は、微粉だから、還元不充分な海綿鉄が相

互に接触すれば、その間に炭素がはさまれ、その部分の温度が上ることもあり得よう。しかし今迄の実験では顕微鏡的には特に表われなかつた。

V. 結 言

海綿鉄製造の際の鉱石の容積変化の実験を行なつて次の結論を得た。

(1) CO ガスで還元すると 800°C 迂は膨張し、それ以上は収縮する。

(2) H₂ ガス還元は全部収縮する。

(3) CO ガス還元のものの外形はコブ状になり、H₂ ガス還元のものは外側に多くの尖つたものを持つてゐる。

(4) CO ガス還元の方が H₂ ガス還元の場合より、焼結しやすいのは膨張、収縮と外形にも影響あると思われる。

(5) 析出炭素と全炭素の間には、極く微量の差があるが、焼結に対する影響は明らかでない。

文 献

- 1) T. F. READ, J. C. AGARWAL, and E. H. SHIPLEY: J. Metals, (1960), 317
- 2) R. A. LUBKER, K. W. BRULAND: J. Metals, (1960) 321~324
- 3) G. G. KARIAN: Blast Furn. & Steel Plant, (1960) 276~281
- 4) エス, イ, ブリバロフ・ヴエ, エヌ, チイモフイフ・ベ, ア, ボコビイコフ: Stal (1960) 5~14
- 5) J. H. OXLEY, I. E. CAMPBELL: J. Metals, (1959) vol. II 135
- 6) 上島大助, 鉄と鋼, 46 (1960), 1128~1130
- 7) 森棟, 平沢, 佐藤: 鉄と鋼, 47 (1961), 288~290

667.243: 669.046. 422

P. 421 ~ 423

(50) 加圧空気による硫酸化焙焼について

(加圧硫酸化焙焼法による磁硫鉄鉱石と混合した含 Ni-Cr 鉄鉱石中の Ni の抽出に関する研究—I)

資源技術試験所

○森川 薫淳・田中 稔
On Sulphate Roasting by Compressed Air.

(Studies on extraction of Ni from Ni-Cr-containing iron ores mixed with pyrrhotite by sulphate roasting method under high pressures—I)

Masakiyo MORIKAWA and Minoru TANAKA.

I. 緒 言

含 Ni-Cr 鉄鉱石中の Ni 除去法のうち、大気圧下における硫酸化焙焼—水抽出法については、すでに 2, 3 の実験結果が発表されている。含 Ni-Cr 鉄鉱石中の Ni の硫酸化は非常に困難であり、硫酸化を促進するためには焙焼雰囲気中の SO₂ 分圧を高めることが必要であるが、著者は雰囲気全体を加圧することによって Ni の硫

酸化を促進させることを試み、そのためにラテライトを磁硫鉄鉱石と混合し、加圧空気を用いて硫酸化焙焼する実験を行なつたのでその結果について報告する。

II. 試 料

南方産のA,B 2種類のラテライトを用い、いずれも-48メッシュに粉碎し、100~110°Cで約2h乾燥後使用に供した。磁硫鉄鉱石は、柵原鉱山のものを粉碎、篩分し、そのうち65~100メッシュおよび-200メッシュの2種を用いた。これらの化学成分および粒度分布はTable 1, 2の通りである。

III. 実験装置および実験方法

実験装置はFig. 1のごとく、ボンベに圧縮充填された空気は、圧力調整弁、ロータメーターを経て、ステンレスパイプ製の炉心管（内径3cm、長さ60cm）に入り、炉内反応にあづかつた後、出口側の簡易調整弁を経て排出される。試料ラテライトは適量の磁硫鉄鉱石粉末と混合して磁製ポートに入れ、炉心管中に装入して装置を連結し、規定圧力をした後、予め所定焙焼温度に加熱してある炉中に入る。約8~10mnで所定温度に達した後、2個の調整弁で圧力および通気量を一定に保持しつつ規定時間焙焼する。焙焼後、底を沸騰水中に浸漬した300cm³のコニカルビーカーに、150cm³の薄溜水および焙焼試料を入れ、ガラス製攪拌棒で1h攪拌し、可溶成分を浸出した後炉過し、浸出液および残渣中のNi, Fe, Sなどを分析して検討した。炉温は炉心管のすぐ

Table 1. Chemical Composition of laterite and pyrrhotite.

Ores	Fe	Ni	Cr	S	Cu	Ignition loss	H ₂ O at 100°C
Laterite A	49.20	0.98	2.83	—	0.02	12.86	2.29
Laterite B	38.46	0.57	2.77	—	0.02	16.04	1.87
Pyrrotite 65~100 mesh	53.50	—	—	35.12	0.41	—	0.06
Pyrrotite =200 mesh	54.08	—	—	34.93	0.40	—	0.06

Table 2. Size analysis of laterite.

Ores	48~65	65~100	100~150	150~200	200~250	-250
Laterite A	37.7	14.7	15.8	10.0	3.5	18.3
Laterite B	16.5	18.1	20.7	7.5	11.5	25.7

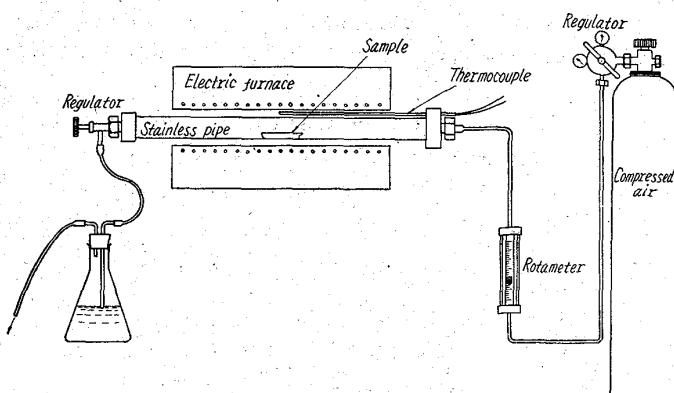


Fig. 1. Experimental apparatus.

外側に熱電対を挿入して測定した。

Ni抽出率に影響する因子は種々考えられるが、今回は焙焼炉内の圧力の影響に重点をおき、焙焼温度、焙焼時間、磁硫鉄鉱石の混合量、粒度の影響などを調査した。

IV. 実験結果概要

B鉱石2gに対して磁硫鉄鉱(-200メッシュ)6gを混合し、炉内圧力をゲージ圧力で0(大気圧), 1, 3, 5, 8, 12kg/cm²とし、焙焼温度を変化させてNi抽出率およびFe溶解率を調べた結果をFig. 2に示す。図のごとく大気圧でのNi最高抽出率は450°Cで40.5%程度であるが、圧力を増すにつれて最高抽出率は漸次増加する。しかし5kg/cm²以上では比較的増加が少い。また最高抽出率を得る温度は、圧力とともに漸次高くなる。Fe溶解率は、ほぼNi抽出率とともに増減するが最高溶解率を示す温度は大気圧では450°C附近であつて、Niの最高抽出率を得る温度とほぼ一致するのに対し、圧力を高めるほど、Ni最高抽出率を得る温度との差が大きくなり、NiとFeの分離がしやすくなることを示している。このことは加圧の一つの特長と考えられる。

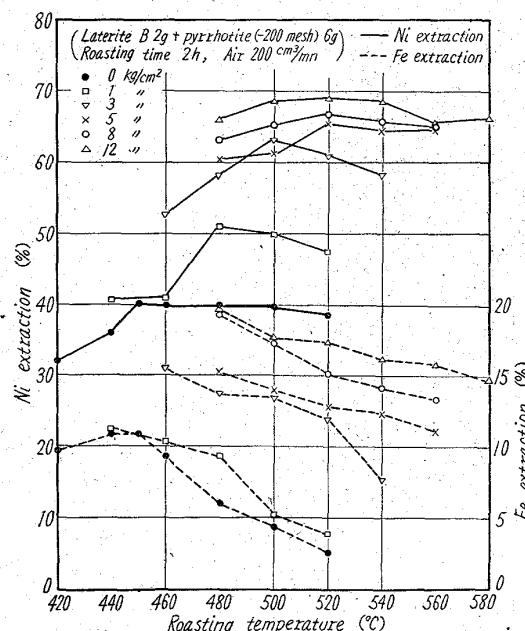


Fig. 2. Effect of pressure and roasting temperature on Ni and Fe extraction.

この図のごとく5kg/cm²以上の圧力はNi抽出に大して効果があらわれず、また焙焼温度は520°Cが適当であると認められたので、つぎに5kg/cm², 520°C, 通気量200cm³/mnの条件で焙焼時間を変えて行なつた実験結果をFig. 3に示す。図のごとく磁硫鉄鉱1gの場合は約45mn, 4gの場合は約80mnでNi抽出率は一定値に達し、Fe溶解率はある時間までは上昇し、その後次第に減少する。磁硫鉄鉱混合量が多い場合にNi抽出率が一定値になるまで多くの時間を必要とするのは、必要空気量の送入に時間を要することとともに、試料の層が厚いことも影響していると考えられる。

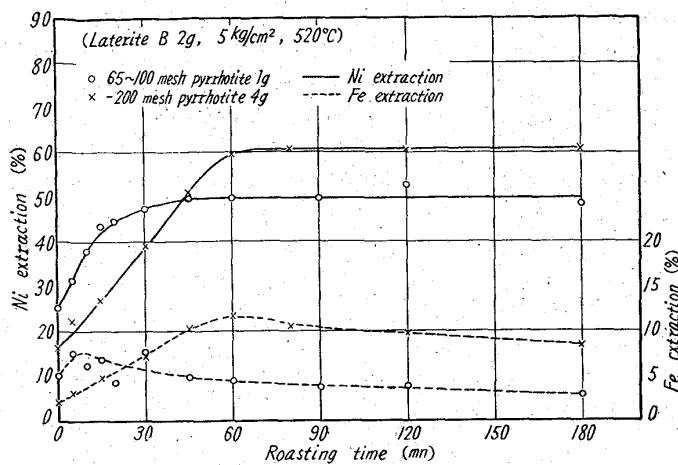


Fig. 3. Effect of roasting time on Ni and Fe extraction.

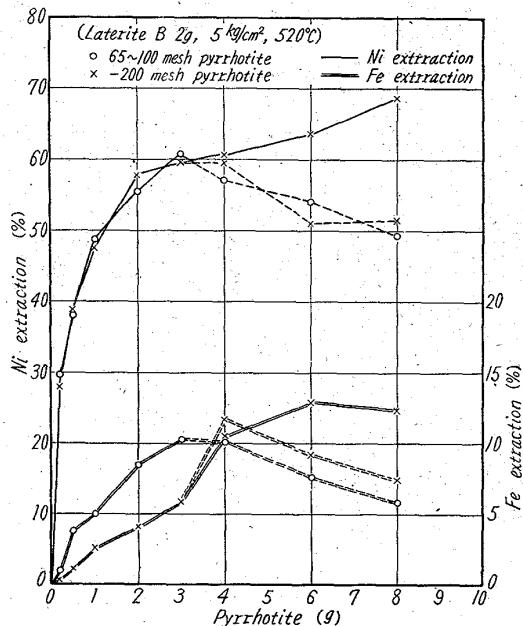


Fig. 4. Effect of quantity of pyrrhotite on Ni and Fe extraction.

つぎに同じ条件で、B 鉱石 2g に対し磁硫鉄鉱混合量を変えたときの実験結果が Fig. 4 である。磁硫鉄鉱混合量は Ni 抽出率に非常に影響し、実用的な面は別として、その量を増すほど抽出率はよくなる。点線の部分は焼成時間を 60min としたための空気量不足による低下と考えられるが、Fig. 3 の結果より 4g の場合 90min, 6g で 120min, 8g で 180min 焼成した結果、実線で示したごとく抽出率は上昇した。

A 鉱石は B 鉱石に比すれば Ni 抽出は容易であり、最高抽出率は、磁硫鉄鉱 2g 混合の場合でも、大気圧で 54%, 5kg/cm² で 76%, 8kg/cm² で 78%, 12kg/cm² で 80% 程度となる。圧力や温度の影響は、B 鉱石に対する影響とほぼ同様な傾向を示すが、これについては、Ni を抽出した鉱石中の Cu, S 量の変化とともになお実験中であるので講演の際報告する。

V. 結 言

含 Ni-Cr 鉄鉱石中の Ni 抽出を目的として、磁硫鉄

鉱石を混合し、加圧空気による硫酸化焙燒実験を行なった結果、加圧によって Ni 抽出率を上げるためにには相当量の磁流鉄鉱が必要であり、Fe の溶解率もそれにつれ高くなること、また残渣中の Cu, S の品位も高くなることなど検討すべき点はあるが、加圧によつて、Ni 抽出率は大気圧における硫酸化焙燒に比して相当高くなり、Fe との分離は、焙燒温度、圧力の選択によつてある程度良好にできることが認められた。

10.6.2051

669.181.4:669.041.57
P-423 ~ 425

(51) 積動ロータリーキルンの諸測定について

(ロータリーキルンによる砂鉄予備還元の検討—I)
東北電化工業大間々工場

伊与田隆蔵・○荒川秀雄
On the Measurements Concerning a Rotary Kiln in Operation.

(Study on the pre-reduction of iron sand with a rotary kiln—I)

Ryūzo IYODA and Hideo ARAKAWA.

I. 緒 言

近来高炉によらざる所謂直接製鉄法は高炉の大型化、操業法の改良発達にも拘わらず漸時盛になりつつある。ロータリーキルンを使用する直接還元法は古くから各種の方式で行なわれ発達を遂げてきた。当工場においても早くから電炉製鉄用原料の事前処理法として、砂鉄原料をロータリーキルンで処理し半還元海綿鉄の製造を行なってきた。今回工業生産的な試験機として 46m 長のキルンが設置されたのを機会に、若干の測定設備を施し稼働状態のキルンの解析を試みた。従来生産規模のロータリーキルンの諸実績については数多くの報告^{1)~3)}がなされているが、運転中の炉内の状態を調査した例は少い。

吾々は上の試験機について数次にわたる動的測定結果を整理検討し、若干の結論をえたので、砂鉄原鉱の半還元海綿鉄の製造処理を中心として以下数報にわたり報告する。

II. 測定法概要

(1) 測定対称ロータリーキルン諸元

キルン全長	46m
管体鉄皮外径	2.3m
内張煉瓦厚	20cm
管体傾斜	40 : 1
廻転数	0.2~1.2 rpm
加熱バーナー(重油焚)	600 l/h 最大
クーラー(シャワー水冷式)	5×1.7m
給鉱設備	ホッパー、メリック、コンスタントファイ