

マイクロ波高速還元による CO₂ 排出量低減型重金属回収法に関する研究

林 哲郎、大平 武俊、大津 崇

Recycling of heavy metal with emission-reduction by Microwave Heating

Tetsuro Hayashi, Taketoshi Ohira and Takashi Otsu

マイクロ波還元によって、産業廃棄物から重金属を回収し、安全・軽量のスラグと分別する手法について検討した。めっきスラッジのマイクロ波還元によって回収される金属塊には、スラッジ中に含まれる重金属元素すべてが還元・溶解するが、主たる回収目的金属はニッケル、鉄、クロム合金である。このため還元金属の選択回収を目的として、2.45GHz のマルチモードタイプのマグネトロンを使用し、最大出力 2.5kW、窒素雰囲気下において、複合酸化物試料の炭素によるマイクロ波還元実験を行なった。酸化鉄と酸化鉛の 500°C のマイクロ波加熱では酸化鉄と還元鉛が得られた。ただし、鉛は凝集塊でなく微小な還元鉛が酸化鉄と炭素粉末中に散在する。さらに、酸化ニッケルに酸化錫、リン酸カリウム、酸化鉄または酸化銅を混合し、それぞれの試料についてマイクロ波還元を行い、ニッケルが強磁性であることから還元ニッケルを実験後の複合粉末中から磁石によって回収する実験を行なった。酸化ニッケルと酸化錫を 800°C で還元し、磁選することによって、還元ニッケルと少量のニッケル錫合金が磁石で選別され、酸化錫と少量のニッケル錫合金と分別することができた。リン酸カリウム、酸化鉄、酸化銅との複合粉末の 800°C 近傍での実験も行い、ニッケルの磁選による分別回収の可能性を検討した。

1. はじめに

世界の人口は増え続けており、その営みとともに資源の使用量と二酸化炭素の排出量は増加している。環境に優しいとされる次世代エコ技術は、大量のレアアース、レアメタル材料を必要とするものも多い。いまや資源の動向は環境や世界の景気、さらには各国間の軋轢にかかわる重要な問題となっている。しかし、レアアース・レアメタルの使用量の制限や、リサイクルの推進について、新興国に対して声高に叫んでも、先進材料の製造・加工技術を誇り、都市鉱山の保有量が世界有数の資源国に匹敵する日本の言葉では全く説得力に欠ける。だからこそ、金属のリサイクル技術はわが国が先頭に立って開発し、循環型社会のモデルを構築していくべきであろう。

昨年度までマイクロ波還元手法¹⁻⁴⁾を鍛造スラッジ、酸洗スラッジ、およびめっきスラッジ等の各種産業廃棄物に適用し、重金属を回収する技術について検討してきた⁵⁻⁹⁾。これは、複数の金属酸化物を含有する産業廃棄物に、還元材として炭素を混合しマイクロ波加熱によって非常に短時間で素材の自己発熱を誘起し、酸化物を還元することで鉄、ニッケル、クロムを主とした重金属をすべて回収し、無害かつ軽量のスラグと分別する手法である。このうち備蓄7鉱種に指定されるニッケルは特殊鋼・高級鋼にとって必須の素材であるとともに、需要増から価格が高くなっている。県内企業から頂いた各種スラッジについて分析試験を行なった結果、めっきスラッジでは、その種類にもよるがニッケルの重量比が20~70%と含有量も多かった。めっきスラッジは主に埋め立てられ大量に廃棄されており、スラッジから不純物の少ないニッケルを安価に回収する手法が期待される。そこ

で、これを中心に還元手法の検討を行なうものとした。

めっきスラッジにはニッケルの他に金属元素として、鉄、クロム、銅、亜鉛、錫、鉛、リンなど様々な元素が酸化物・水酸化物等の形で、かつ様々な配合比で含まれている。リサイクルのためには各元素を単独で回収することが望ましいが、実際のめっきスラッジを鉄、ニッケルの有効還元温度で還元すればエリングラム図¹⁰⁾から鉄、ニッケル、クロム以外の、スラッジに含まれる金属元素も還元され合金化して回収されるであろう。マイクロ波還元で回収した金属塊から別工程で個々の金属元素を精錬することは現在の技術では容易であるが、マイクロ波還元工程において不純物の少ない鉄、クロム、ニッケルの合金として回収できればステンレス母材等として再生が容易であり、この手法のメリットもより大きくなるであろう。

そこで、今年度はめっきスラッジを対象として複合酸化物サンプルを作製し、鉄、ニッケルとその他の金属とをマイクロ波還元工程において分別するための基礎データの取得を目的として、2通りの手法について検討する。第一は鉄の融点が高いことから、酸化鉄と酸化鉛の複合酸化物について、マイクロ波還元を鉛の融点以上でかつ酸化鉄が還元しない温度以下でおこない、鉛を液滴として回収する手法である。第二は酸化ニッケルとリン酸カリウム、酸化錫または酸化銅を混合し、低温還元を行い、還元されたニッケルが強磁性をもつことを利用して、磁石によってニッケルのみを選別回収する手法である。あわせて実際のめっきスラッジのマイクロ波還元実験結果を示す。

2. 実験

2. 1 マイクロ波による還元実験

2.45GHz、最大出力 5kW のマルチモードタイプのアナログ制御可能なマグネトロンを用いて、作製した複合酸化物と黒鉛との混合試料の還元実験を行う。

2. 1. 1 実験試料

実験に使用した粉末とその粒度を示す。NiO(7 μ m)、Fe₃O₄(<1 μ m)、Cu₂O(3 μ m)、SnO₂(1 μ m)、PbO(8~12 μ m)、C(5 μ m)、リン酸二水素カリウム(粒度記述なし)。第1の手法である金属の融点の差を利用して選択回収をおこなう実験では、以下のように試料を作製した。1. Fe₃O₄+ PbO (10%)+ C(14%)。Fe₃O₄の10gに対して、PbOはFe₃O₄中のFeの重量に対する重量比で10%のPbを計算し、対応するPbOを加える。還元回収したときの金属の重量を回収率として測定することから金属ベースで重量比計算を行なった。CはFe₃O₄+PbO酸化物総重量に対する重量比で14%を加えて試料とした。他の試料でも重量計算は同様に行なった。第2の手法の、低温で複合酸化物試料を還元し、ニッケル等の強磁性をもつ材料のみを磁石によって選別回収する還元実験では、NiOを10gに対して第1の手法と同様の重量計算を行い、以下のように試料を作製した。2. NiO+ KH₂PO₄ (3%)+ C(12%)。3. NiO+ SnO₂ (10%)+ C(11%)。4. NiO+ Fe₃O₄(50%)+ C(14%)。5. NiO+ Cu₂O (20%)+ C(10%)。これらの粉末に20~25ccの蒸留水を加えスラリー状にしたものをアルミナるつぼ(内径32mm)に流し込み、230℃、4時間乾燥して実験に供する。乾燥機では吸着水をとばすだけでなく、この温度で水酸化ニッケルを脱水して酸化ニッケルとする。水酸化ニッケルはマイクロ波吸収特性がよくないため、乾燥が必要となる。

さらに、実際のめっきスラッジについて還元実験を行なう。めっきスラッジの蛍光X線による定量分析ではNi:Fe:Cr:Zn=68.1:7.9:1.2:0.2(wt%)であった。他に存在する元素としてCa、Si、Al、Sがあげられる。

2. 2. 2 実験方法

アルミナるつぼを炉内中央に設置し、真空引きした後、高純度窒素ガスを大気圧まで充填する。マイクロ波加熱を開始して、目標温度に到達後、マイクロ波出力を制御して目標温度で設定時間分の維持を行った。保持時間については予備実験をおこない、還元が充分進行する時間を任意に設定しているが、マイクロ波還元を10~15分程度の短時間で検討しているため、マイクロ波の総加熱時間を最大でも15分以内としている。

実際のめっきスラッジの還元については目標温度を1370℃に設定し、温度到達後すぐにマイクロ波加熱を停止した。第一の融点差による手法では、1.のFe₃O₄+ PbOに対して500℃に設定した。すべての実験において、還元温度は単独の酸化物で予備還元実験を行なった結果をもとに設定しているが、複合酸化物に対するマイクロ波

加熱挙動は複雑であり、さらに検討が必要であると考えている。実験後は、重量測定をおこない、試料状況を撮影し、るつぼの底部から試料の一部を採取し、電子顕微鏡観察(SEM)と同時にEDS分析を行い、また適宜X線回折試験を行った。第2の磁選回収法では、2. NiO+ KH₂PO₄に関して、700, 800℃を設定した。3. NiO+ SnO₂と4. NiO+ Fe₃O₄に関しては、800℃を設定した。5.のNiO+ Cu₂Oに関しては750, 800℃に設定した。実験後は試料状況を撮影し、るつぼから試料を取り出し、重量測定し、乳鉢内でこまかくすりつぶす。これをサマリウム・コバルト磁石で付着する粉末としない粉末を選別した後、各々の試料の一部を採取し、SEM像の観察、EDS分析を行い、また適宜X線回折試験を行った。

温度測定はレーザー赤外線放射温度計を用い、るつぼ内の試料表面をサンプリング間隔1(sec)で測定する。

3. 結果及び考察

3. 1 めっきスラッジ還元



図1：めっきスラッジ
回収金属

図1に県内企業から提供されためっきスラッジのマイクロ波還元を行ったときの回収された金属塊の写真を示す。設定温度の1370℃に784(sec)で到達し、加熱を停止した。ニッケルと鉄の合金の回収率は蛍光X線分析結果による重量比換算で70%であった。回収率が

比較的低いのは、スラッジが多かったためるつぼ底部での溶融合金の凝集を妨げ、微小な金属塊が多くなり、すべて収集できなかったことや、実際の産廃では分析サンプルの採取箇所によって大きく組成が異なっており、実験試料の組成と一致しているとはいえないことにも起因すると思われる。金属塊はEDS分析によればFe :Ni :Cr :Si :P :S = 13:78:1:3:4:1であった。亜鉛は還元・蒸発したものと考えられる。他に錫、鉛を含有するめっきスラッジの1370℃還元も行なったが、スラッジ中のすべての重金属元素は、回収された合金塊に固溶、偏析していた。重金属がすべて回収され、アルミナ、シリカ等と分別できれば環境的側面からだけならば十分に優れた技術といえる。工業的にはさらにマイクロ波還元の工程中で金属の選択回収が可能なりサイクル手法の確立が期待される。

3. 2 融点と還元温度の差による選択回収実験

3. 2. 1 Fe₃O₄+ PbOの還元実験

Fe₃O₄はほぼ900℃以上でFeOに還元され、さらに、1000℃以上では鉄に還元される¹¹⁾。鉄の融点は炭素が3%程度固溶したとき、1370℃近傍である。一方、PbOは融点が327℃であり、融点近傍で炭素によって還元で

きる。予備実験から目標温度を 500℃と設定し、マイクロ波加熱を行い、30(sec)程度で 500℃に到達し、300(sec)の温度保持をした後、加熱を停止した。本実験の目的は、鉛が還元温度、融点ともに鉄よりもかなり低いことから、低温で鉛を還元させ、その融点以上の温度



図2：実験後試料 Fe₃O₄+PbO

に保持し、試料中から流出させ分離する手法について検討することである。図2にマイクロ波還元したときの実験後のつぼ試料の写真を示す。試料は粉末状で回収されているが、微小な粒状の固形物と一部固形部分が存在する。図3にその粒状の固形物と図4に固形部分の SEM

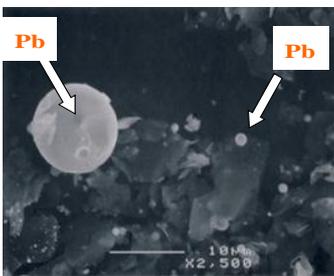


図3：SEM像(鉛) Fe₃O₄+PbO

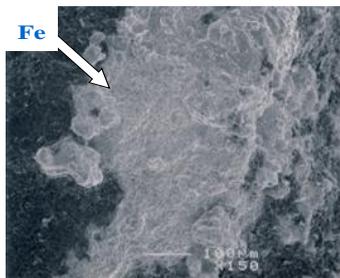


図4：SEM像(固形部分) Fe₃O₄+PbO

像と EDS 分析結果をあわせて示す。図3に見られる球状の固形物は還元鉛である。還元された鉛が溶融し、液滴となり冷却したために球状となったと考えられる。しかし、還元溶融した鉛が少量のため他の粉末に流動性を妨げられ、集約できないことから、鉛は微小な粒状で試料粉末中に散在したままであるが、鉛については低温還元と融点以上での温度保持によって球状の金属鉛の状態にでき、ミクロ的には分離できているといえる。実際のめっきスラッジ中の鉛の成分は数%ほどであることが多く、液滴として流出、除去することは困難であろう。また、鉛だけでなく少量金属成分は同様の可能性を持つ。そこで、低温還元した非磁性金属と、鉄または酸化鉄、ニッケル等の強磁性物質を磁力によって分離する手法について次章で検討する。図4の固形部分は EDS 分析によれば還元鉄であった。マグネタイトは、実験温度の 500℃よりはるかに高い 1000℃以上の場合で鉄に還元されるが、マイクロ波加熱の場合、局所加熱が起きるため 1000℃以上の部分が生じているがマクロ的な測定温度にあらわれていないものと考えられる。

融点と還元温度差による選択回収手法については、酸化鉄と酸化銅の複合酸化物についても実験を行なったが、銅の融点 1084℃では鉄も還元し、還元された銅と鉄の合金塊が回収され、有効な分離手法とするのは困難である。また、融点が 232℃と低く、還元温度も理論的には 700℃近傍であるスズの酸化物 SnO₂ と酸化鉄の複合酸

化物についても実験を行なっているが、スズの有効還元温度が 1000℃を越えるため、やはり還元鉄が生成し、鉄とスズの合金塊が得られ、有効な分離手法というには課題が多い。

3. 3 磁選回収法

スラッジからの分離回収対象は鉄、クロム、ニッケルであるが、主たる目的はニッケル回収である。鉄とニッケルは強磁性であることから回収法として磁選は選択肢の一つであろう。酸化ニッケルは非磁性だが、Fe₃O₄ は強磁性であり、900℃以下でマイクロ波還元を行い、磁選をおこなった場合、ニッケルおよび Fe₃O₄ とその他を選別することができるであろう。高温で還元をおこなうと主成分の鉄やニッケル中に還元されたスラッジ含有元素が固溶または合金化してしまうことから 900℃以下での還元を検討する。

3. 3. 1 NiO+KH₂PO₄ (3%)の還元実験

リンは鉄やニッケルの粒界に偏析し、常温脆性の原因となることから、是非除去したい元素である。酸化ニッケルにリン酸カリウムを 3%混ぜ、マイクロ波還元を行なった。図5に 700℃、600(sec)でマイクロ波加熱保持後、つぼから取り出した試料を乳鉢ですりつぶし、磁石で磁選した粉末の写真を示す。ほぼ全粉末が磁石に付き、回収粉末の金属ニッケルに対する重量換算による回収率は 117%であった。



図5：実験後試料粉末 NiO+KH₂PO₄ 700℃

粉末が緑色であり、回収率が 100%を越えていることから、酸化ニッケルが混在していると考えられるため、磁選粉末の X 線回折試験をおこない、NiO と Ni のピークが検出された。さらに、定量比は NiO:Ni =82:18(wt%)であった。X 線回折装置による定量比は簡易的であり目安程度であることを注記しておく。磁選粉末を SEM で観察すると乳鉢ですりつぶすために、NiO と Ni が密着していた。これは、還元された金属ニッケルが少量でもこれに密着している非磁性粉末まで磁石に付着してしまうと考えているため、実験後試料の粉砕方法はさらなる検討が必要である。700℃においては、加熱時間のより短い 300(sec)のマイクロ波加熱保持実験も行っており、粉末を磁選しても少量しか磁石に付かず、回収率は 37%であった。700℃のマイクロ波還元では時間を長くすれば、ニッケルへの還元は進行するものの、効率的な還元温度とはいえない。



図6：実験後試料粉末 NiO+KH₂PO₄ 800℃

図6に 800℃で、480(sec)マイクロ波還元を行い、磁選した粉末の写真を示す。全粉末が磁石に付き、金属Ni回収率は92(%)であった。少量添加したリン酸カリウムを磁選では分離できなかった。また、磁選粉末のX線回折試験をおこなったが、Niのピークのみが検出された。酸化ニッケルは800℃において短時間で効率的に全量還元される。

図7に、磁選粉末中におけるリンの存在箇所を検索・特定し、その部分のEDSによる面分析を行なった結果を示す。図からO、P、Kが同位置に存在し、還元されたNiと異なる位置に存在しているのがわかる。これは添加したKH₂PO₄が還元されておらず、リンがニッケルに固溶した形ではなく還元されたNiと分離していると考えられる。しかし、700℃のNiO粉末と同様にKH₂PO₄粉末がNi粉末に密着して磁石に付着して磁選はされなかったのであろう。そのため、実験後の試料粉碎の方法が適切であれば、分離できる可能性を示している。すなわち、前処理として、めっきスラッジに炭酸カリウム等を添加して加熱酸化を行い、リンはリン酸カリウムの形にして、低温還元を行うことによってリンを除去すればよい。

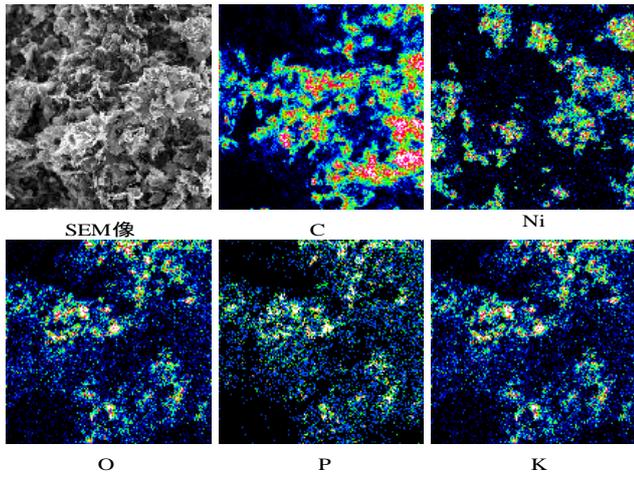


図7:EDSによる面分析結果 NiO+KH₂PO₄ 800℃

3. 3. 2 NiO+SnO₂ (20%)の還元実験

NiO+SnO₂ (10%)+C(11%)の複合粉末試料に対して、800℃で、540(sec)マイクロ波加熱保持実験後、るつぼから取り出した試料を重量測定後、乳鉢ですりつぶし、磁石で試料粉末を磁選した。図8に磁選粉末のSEM像を

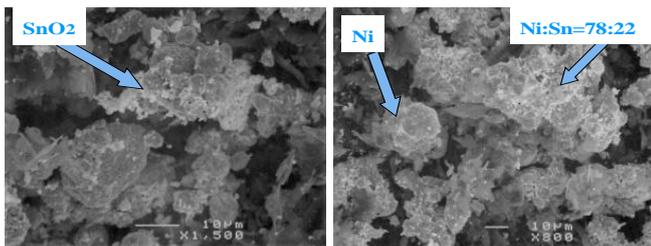


図8:実験後磁選粉末のSEM像とEDS分析結果 NiO+SnO₂ 20%

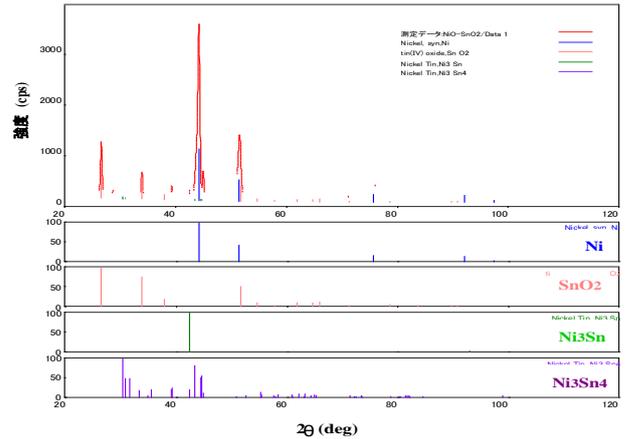


図9:磁選粉末のX線回折試験結果 NiO+SnO₂

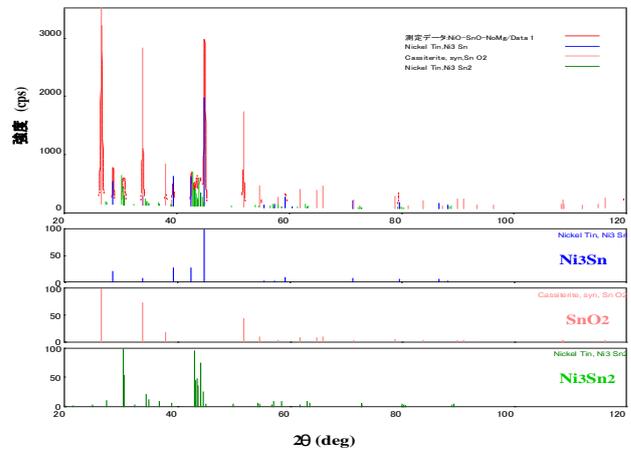


図10:磁選されなかった粉末のX線回折試験結果 NiO+SnO₂

EDS分析結果とあわせて示す。実験に使用した酸化ニッケル中の金属Niの回収率は103(%)であった。図9に磁選粉末のX線回折結果を示す。簡易的な定量分析ではNi:SnO₂:Ni₃Sn+Ni₃Sn₄=86:10:4(wt%)であった。X線回折試験で同定されたNi、SnO₂、Ni₃Snは図8に示すようにSEM像でも観察・分析される。図10に磁選されなかった試料粉末のX線回折試験結果を示す。簡易的な定量分析ではSnO₂:Ni₃Sn+Ni₃Sn₄=33:67(wt%)であった。磁選粉末にSnO₂をまきこんでいる。さらに、NiとSnが合金を形成して、磁選粉末中と、磁選されない粉末中ともに少量であるが存在している。これらの結果は、マイクロ波還元と磁選手法によって、還元ニッケルを分別回収できる可能性を示すものである。

試料粉末を乳鉢内ですりつぶした後に磁選する手法は磁性粉末に非磁性粉末をまきこんでしまう。そこで非磁性粉末をふるいおとすため、磁選した粉末をさらにアセトンに溶かし十分時間をかけて攪拌した後にビーカー内にビニール袋に入れた強力磁石をつるし、粉末を付着させ選別をおこない、その粉末についてX線回折試験を行った。その結果、NiとNi₃Snのピークが同定され、簡易的な定量値はNi:Ni₃Sn=96:4(wt%)であった。SnO₂等の非磁性の粉末を除去することができた。今後は、粉碎機などで細かく粉碎することで磁性をもった還元金属

と非磁性粉末を分離した上で磁選する手法等を検討したい。

3. 3. 3 NiO+ Fe₃O₄ (50%)の還元実験

NiO+ Fe₃O₄(50%)+ C(14%)の複合粉末に対して、800°Cで、540(sec)のマイクロ波加熱保持実験を行なった。るつぼから試料を取り出し、重量測定後、乳鉢ですりつぶし、磁石で試料粉末を磁選する。粉末はほぼすべて磁石に付き、鉄とニッケルの金属回収率は 99%であった。図 1 1 に磁選粉末の SEM 像を EDS 分析結果とあわせて示す。X 線回折試験からは鉄とニッケルのブロードで低いピークと炭素が同定されたのみであった。Fe₃O₄ は 800°Cの場合、他の実験では局所加熱によって部分的に還元されるだけであるが、この系では Ni と合金を形成して全量還元されている。この系については還元・回収の主成分であるために、温度、組成などを変えてさらに実験を行なう必要がある。

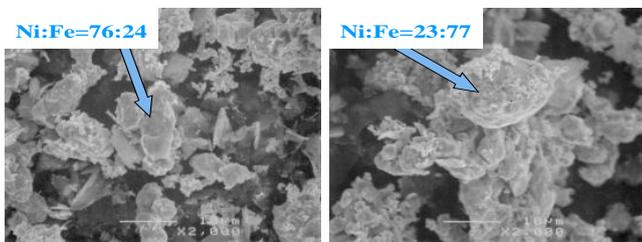


図11:磁選粉末のSEM像とEDS分析結果 NiO+Fe₃O₄

3. 3. 3 NiO+ Cu₂O (20%)の還元実験

NiO+ Cu₂O (20%)+ C(10%)の複合粉末試料に対して、750°C、600(sec)のマイクロ波加熱保持実験後、るつぼから試料を取り出し重量測定後、乳鉢ですりつぶし、磁石で試料粉末を磁選した。図 1 2 に磁選粉末と磁選されなかった粉末の写真を示す。磁選粉末中の Ni の重量に対する回収率は 125%となった。分離された粉末の Cu と仮定した場合の重量回収率は 8.2%であった。磁選粉末



(a)磁選粉末 (b)非磁選粉末
図12:実験後試料粉末写真 NiO+Cu₂O 750°C

には還元に使われなかった炭素と Cu または Cu₂O の非磁性粉末が磁石についてしまっていると考えられる。そこで、磁選粉末の一部を取り出して、X 線回折試験を行なったときの結果を図 1 3 に示す。図から還元ニッケルと炭素のピークは同定されたが他は検出されなかった。X 線回折試験には磁選粉末のうち細かいものを使用した。

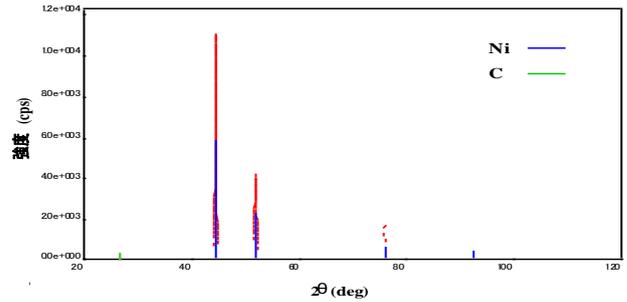


図13:磁選粉末のX線回折試験結果 NiO+Cu₂O 750°C

しかし、図 1 2 (a)で大きな粒が観察されており、約 5mm 程度の金属塊が多数存在する。この金属塊の EDS 分析をおこなった結果 Ni:Cu = 83:17(wt%)であった。図 1 2 (b)の非磁性粒は約 1mm 程度の粒が多く茶色である。

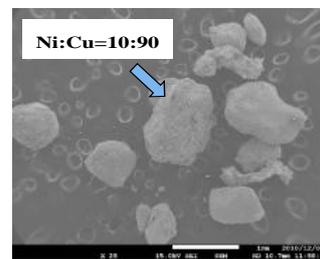


図14:非磁性粒のSEM像 NiO+Cu₂O 750°C

この非磁性の粒の SEM 像と EDS 分析による重量比をあわせて図 1 4 に示す。これらから、750°Cの還元温度で NiO と Cu₂O は還元され、磁選された粉末のうち細かいものは還元ニッケルとそれに付着する炭素であり、大きな金属塊は熔融した還元

銅とそれに溶け込んだニッケルの合金のうち、ニッケルの組成量が多いため磁石に付着したものであろう。銅の組成量が多いものは磁性を持たないため、磁石に付着せず分離される。銅の融点は 1080°Cと設定保持温度より高いが、局所加熱によって熔融したと考えられる。銅とニッケルは全率固溶系であり、熔融還元銅が生成すれば、合金組成を制御することはできない。そこで、できるだけ低温で還元を行いたい、NiO+ KH₂PO₄ (3%)+ C(12%)の項で示したように 700°Cでは NiO の還元が効率的に進行しないことから、750°C以上で還元を行なう必要があると考えられる。従って、マイクロ波の特性である局所加熱によって、750°Cにおいても銅の熔融が生じるのであれば、ニッケルと銅の完全な分離は困難であるかもしれないが、今後も分離の可能性についてさらなる検討を続けたい。



(a)磁選粉末 (b)非磁選粉末
図15:実験後試料粉末写真 NiO+Cu₂O 800°C

NiO+ Cu₂O (20%)+ C(10%)の複合粉末試料に対して、800°C、600(sec)のマイクロ波加熱保持実験を行った。試料は重量測定後、乳鉢ですりつぶし、磁石で試料粉末を磁選した。図15に磁選粉末と分離された粉末の写真を示す。磁選粉末のNiの重量による見かけ上の回収率は126%であり、分離された粉末の見かけのCuの回収率は38%であった。磁選粉末のうち粒度の細かい粉末についてX線回折試験を行なった結果、750°Cの場合と同様にニッケルと炭素のピークのみ同定された。また磁選粉末には約5mm程度の金属塊が存在しており、その

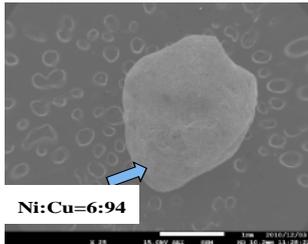


図16:非磁性粉粒のSEM像
NiO+Cu₂O 800°C

EDS分析を行なった結果はNi:Cu = 85:15(wt%)であった。非磁性回収粒は750°Cの場合と比べ還元温度が高いためか、約5mm程度とやや大きい粒のものが多く、回収量も多くなっている。図16に粒のSEM像とEDS分析に

よるニッケルと銅の重量比をあわせて示す。やはり、ニッケルの組成量の多い金属塊は磁石に付着して磁選され、銅の組成量の多いものが分別される。磁選粉末でニッケルとして回収したものに銅が混入することが問題であるが、塊状の合金はふるいをかけることによって分離することは可能であろう。

磁選手法は有効であると考えられるが、合金を形成しても磁性粉末であれば選別されてしまうことや、工業的に選別にどれくらいの時間とコストがかけられるかという課題などが残る。スラッジの乾燥やマイクロ波吸収効率を高めるためには電気炉とマイクロ波炉のハイブリッド化が望ましい。低温還元手法も温度管理の点では、マイクロ波による局所加熱をさげ、電気炉などによる外部加熱で行なうほうが容易である。銅については完全に分離することは難しいと思われるが、電気炉による実験も今後検討していく。マイクロ波プロセスによって、分離できるものとできないものを分類し、できない金属については、めっき液の処理工程で抜いてしまうことも可能であろう。リサイクル関連の新技术の実用化においては、産(めっき、設備、廃棄物処理)学官が一体となって、どの部分のコストをどこが引き受けるかを含め、議論をしていかなければならないと考えられる。

4. まとめ

2.45GHzのマルチモードタイプのマグネトロンを使用し、最大出力2.5kW、窒素雰囲気下において、複合酸化物試料の炭素によるマイクロ波還元実験を行なった。還元金属の選択回収を目的として、次の結果を得た。

- ・Fe₃O₄+ PbO (10%)+ C(14%)に対して500°Cで実験を行ない、Fe₃O₄と微小な粒状の還元鉛を得た。還元鉛は凝集せず、試料粉末中に微小粒として散在する。

- ・NiO+ KH₂PO₄ (3%)+ C(12%)に対して700, 800°Cの実験後、粉末の磁選を行なったが、リン酸カリウムを選別できなかった。リン酸カリウムは還元されず、磁選粉末中に散在する。また、ニッケルは700°Cでは酸化ニッケルが残存するが、800°Cでは速やかに還元された。

- ・NiO+ SnO₂ (10%)+ C(11%)に対して800°Cの実験後、粉末の磁選を行ない、還元ニッケル+少量のニッケル錫合金と酸化錫+少量のニッケル錫合金に分別できた。

- ・NiO+ Fe₃O₄(50%)+ C(14%)に対して800°Cの実験後、粉末の磁選を行ない、900°C以下にもかかわらず還元ニッケルと還元鉄を99%回収することができた。

- ・NiO+ Cu₂O (20%)+ C(10%)に対して750, 800°Cの実験後、粉末の磁選によって、還元ニッケルの粉末+ニッケル銅合金のニッケルが多い組成の塊と、ニッケル銅合金の銅が多い組成の粒状塊とに分別できた。

本研究は大学利用機関法人自然科学研究機構核融合科学研究所と岐阜県機械材料研究所の共同研究である。マイクロ波焼結装置は核融合科学研究所から借用している。

【参考文献】

- 1) K. Nagata et al., ISIJ Int., No.11, Vol.41 (2001), p1316
- 2) 金属鉄の製造方法および装置, 特開2001-342509
- 3) K. Ishizaki et al., ISIJ Int., No.10, Vol.46 (2006), p1403
- 4) 溶鋳炉及びそれを用いた銑鉄の製造方法, 特開2007-205639
- 5) 林ら,岐阜県製品技術研究所研究報告, No.6 (2005), p129
- 6) 林ら,岐阜県機械材料研究所研究報告, No.1 (2008), p29
- 7) 林ら,岐阜県機械材料研究所研究報告, No.2 (2009), p21
- 8) 林, 日本金属学会講演概要, 第145回 (2009), p72
- 9) 林, 第3回日本電磁波エネルギー応用学会ヒンポジウム講演要旨集 (2009), p122
- 10) 金属の高温酸化, 内田老鶴圃, 丸善, (1986)
- 11) 関ら, CAMP-ISIJ, Vol.14(2001), p961