高勾配磁選機によるビリトンカオリンの精選

陣 内 和 彦*・石 橋 修*
河 口 純 一**・岸 川 忠 弘***
徳 久 嘉 信****

Purification of Belitung-Kaolin by High Gradient Magnetic Separator

Kazuhiko JINNAI, Osamu ISHIBASHI
Junichi KAWAGUCHI, Tadahiro KISHIKAWA
and Yoshinobu TOKUHISA

To utilize the kaolin-clay produced in Belitung Island of Republic of Indonesia as blending material of "white porcelain", purification of the clay by decreasing iron and titanium content through High Gradient Magnetic Separator was investigated. The results obtained were summarized as follow ;

- (1) Titanium content was easier to be removed by HGMS than iron content from the clay. The purified product, which can be used as a raw material of white porcelain, could be obtained under the yield of more than 80% by some treating conditions determined.
- (2) Double pass treatment, that is a repeat treatment of concentrate of the first one, was more effective than the single pass treatment to remove the titanium content under the same condition of matrix loading.
- (3) The target of purification could be reached only by the matrix FW. And comparing the small diameter of matrix ($1\frac{1}{2}$ "), large dia. ($3\frac{1}{2}$ ") could obtain rather highly purified product under a little lower yield.
- (4) The slurry density of sample affects slightly the result, however, higher density has tendency to give higher yield and higher iron content.
- (5) The HGMS treatment after ball mill grinding of the clay gave more highly purified product under rather higher yield than the one before mill grinding.

1. は じ め に

有田焼をはじめとする佐賀・長崎県下の肥前陶磁器業界では、天草陶石を主材料として和食器を生産している。然るに一方では、最近の洋食器の需要増加に対処するため、耐火度の高い、いわゆる高火度坏土の開発が進められている¹⁾。そのためには配合原料の一つとしてカオリン系粘土を必要とするが、ここで取上げたインドネシア共和国ビリトン島に産するカオリン粘土（以下、ビリトンカオリンと略称）は、そのままでは鉄・チタン分の含有率が大きいので白磁器用原料としては使用できない。

* 九州工業技術試験所

** 佐賀県窯業試験場

*** (有) 岸川絵具店

**** 佐賀県陶磁器原料(株)

昭和59年8月13日受理

本報では、ビリトンカオリンの白磁器用坏土配合原料としての利用を目的として高勾配磁選機(以下、HGMSと略す)による脱鉄・脱チタンを試み、各種選別要因の影響と効果について調べた。特に本報では、実用的な見地から、処理目標値を「精鉱歩留80%以上、品位 Fe_2O_3 0.70%、 TiO_2 0.11%以下」に設定し、そのための処理条件を追求し、併せて、精鉱の高歩留化・高品位化対策についても若干検討を加えた。

2. 試料及び装置

ビリトンカオリンは、ビリトン島北西部を覆う黒雲母花崗岩露頭の上層部の熱帯性風化生成物であり、層厚3.5～4.5mで巾4～5 km、長さ約30 km にわたって賦存する²⁾。この地域では古くから多数のカオリン鉱山があり、放水露天採掘、水ひ選別が行なわれ、島全体の生産量は

Table 1 Chemical composition (%) and SK of the raw feed

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO
45.94	38.02	0.80	0.25	tr.
MgO	Na ₂ O	K ₂ O	Ig. loss	SK
0.06	0.04	0.67	14.07	35以上

年間10万トン程度と推定される²⁾。

今回用いた試料は、現地で解膠・水ひ・脱水乾燥して製造され、タイル・衛生陶器用原料として出荷されているカオリン製品（銘柄：F）である³⁾。化学成分を表1に、粒度分布と粒度別鉄・チタン含有率を表2に示す。これらの結果から、乾燥試料の色は純白に近いが全体としての鉄・チタン含有率がかなり大きく、また、粒度別に見ると鉄分は粗粒から細粒まで平均して含まれるのに対し、チタン分は粗粒側に多く含まれることが分かる。なお、鉱物組成はX線回折によれば、カオリナイトを主成分とし、他にセリサイト、ギブサイト、石英を含有する。（図1）

試料はスラリー濃度20重量%で、0.4%水ガラス液^{a)}に溶解し、高速ミキサーで解膠分散させた後、目開き44 μ mのふるいを通過した部分を実験に供した。磁選処理後、脱水・乾燥・秤量して精鉱歩留を求め、さらに湿式化学分析により鉄・チタン含有量を測定した。

装置はSALA-HGMS[®]サイクリックタイプ（10-15-20型）³⁾であり、マグネット内径10cm、マトリックス厚15cm（径1 $\frac{1}{2}$ ''及び3 $\frac{1}{2}$ ''）、最大定格磁場強度20KGである。なお、電源タップ（記号#）、磁場強度（KG）と消費電力（KW）との関係は表3に示すとおりである。マトリックスの種類は今回は線径が最も細いFWを中心に、比較のため、線径の大きなMW、CWを用いた。

Table 2 Particle size distribution and Fe₂O₃, TiO₂ content (%) of the raw feed

Size (μ m)	Particle size distri.		Content ³⁾	
	Micro sieve ¹⁾	Sp. balance ²⁾	Fe ₂ O ₃	TiO ₂
+45	1.3		0.87	0.44
45-20	10.5	3.0	0.93	0.45
20-10	15.6	16.8	0.86	0.32
10-5	16.0	20.2	0.83	0.23
5-1	56.6	26.6	0.72	0.19
-1		33.4	0.59	0.14

1) Dispersing condition : Na-HMP 0.1% solution

2) " : Na-PP 0.2% solution

3) Data from the samples of -1.0 μ m by decantation and of the other sizes by micro sieve screen

a) B型粘度計によりスラリーの粘度測定を行い、最低粘度を与える水ガラス濃度を最適分散条件とした。

(2)

Fig. 1 X-ray powder diffraction of raw sample**Table 3** Relation between tap (#, intensity of magnetic field) and electric power consumption (KW)

# (KG)	5(7)	6(9)	7(14)	8(21)
KW	9.8	18.5	41.1	106.3

3. 結果と考察

HGMSによる主な選別要因としては、①磁場強度（電源タップ）、②磁化されるマトリックスの種類、③1サイクル当りにマトリックスを通過する試料の量（マトリックスローディング、 $l=1$ パス 試料重量/1キャニスタ

Fig. 2 Comparison between single and double pass treatment (FW 1 $\frac{2}{1}$ '' #7, LV=40 m/h)

—^{b)} 容積 (g/cc), ④試料スラリーのマトリックス通過速度 (LV, m/h), ⑤パルプ濃度などがある。ここでは, 精鉱の歩留と品位を満足し, 且つ経済性を考慮した処理条件を見出すため, 限られた条件下ではあるが, これらの選別要因の効果について調べた。

3.1 マトリックスローディングの影響

まず, マトリックスローディング (以下, l 値) の決定を目的として, 予備テストの結果に基づき, マトリックスは FW $1\frac{1}{2}$ を選び, LV=40 m/h, #7 として, l 値を 0.1~0.7 の範囲で変化させて処理実験を行った。結果を図 2 に点綴で示す。これによれば, l 値が大きくなるほど精鉱歩留は向上するが, 品位は低下することが分かる。なお, 別系統の実験で, l 値を 40~50 と極端に大きくした場合でも歩留と品位について同様の傾向が認められ, 明確な破過点 (break through point) は現われなかった。これは処理初期では微粒且つ弱磁性物まで着磁できるが, 引続き試料が供給されると, その中の着磁し易い粗粒且つ強磁性粒子によって次第に置換されるためと考えられる⁹⁾。

ここでは, 歩留は目標値の 80% よりやや低いが, 精鉱品位, 特に TiO₂ を重視して⁴⁾, $l=0.4$ と設定し, 以下の実験を行うこととした。

3.2 マトリックスの種類と径の影響

つぎに, マトリックスの種類の影響について調べた結果を表 4 に示す。これによれば, 精鉱歩留はほとんど同じであるが, MW, CW になると鉄・チタン分が増し, 特に FW 以外では TiO₂ を 0.11% 以下に低下できないことが分かる。つまり, マトリックス線径は細い方が効果的である。

Table 4 The effect of the kind of matrix

Tap	#8			#7		
Matrix	FW	MW	CW	FW	MW	CW
Yield	71.6	71.2	71.1	78.1	77.2	78.6
Fe ₂ O ₃	0.66	0.68	0.69	0.67	0.69	0.71
TiO ₂	0.10	0.12	0.13	0.10	0.12	0.13

LV=40 m/h, $l=0.4$ (constant)

zero field trap (%)…FW: 4.5, MW: 4.1, CW: 3.3

^{b)} マトリックスの収納容器

^{c)} 磁場内におかれた磁性物粒子に作用する磁気吸引力 (F_M) は次式で表わされる。 $F_M = V\rho\chi H \frac{dH}{dx}$ ここで V, ρ, χ は各々, 粒子の容積, 密度, 帯磁率, H は磁場強度, $\frac{dH}{dx}$ は磁場勾配である。³⁾⁴⁾

^{d)} 磁器の Fe₂O₃ による発色は, 還元焼成である程度抑えられるが, TiO₂ による暗灰化は防止できないので, 鉄分よりチタン分が問題である。

Table 5 The effect of the dia. of matrix

Diameter		$1\frac{1}{2}$	$3\frac{1}{2}$
Cond.			
LV=40 m/h	Yield	78.1%	77.5%
	Fe ₂ O ₃	0.67	0.66
	TiO ₂	0.10	0.08
#7	Yield	84.7	81.7
	Fe ₂ O ₃	0.68	0.67
	TiO ₂	0.11	0.09
LV=80 m/h	Yield	82.4	80.4
	Fe ₂ O ₃	0.70	0.66
	TiO ₂	0.11	0.08

Matrix: FW, $l=0.04$ g/cc

一方, HGMS のスケールアップは, マトリックス単位面積当りの処理量が決まれば, その倍数で以て容易に可能であると言われている。ここで, 直径 $1\frac{1}{2}$ (マトリックス充填率 4.7% (w)) と $3\frac{1}{2}$ (同 5.0%) の 2 種のマトリックスを用いて, 他を同一条件 (FW $1\frac{1}{2}$ で目標を達成する処理条件) として比較試験を行った。結果は表 5 のとおり, $1\frac{1}{2}$ と $3\frac{1}{2}$ の間には単純な相似則は認められず, 断面積が大きくなると精鉱歩留はやや低下するが, 品位の向上, 特にチタン分の低下が認められた。従って, 小規模実験装置よりも実用装置の方が高品位精鉱が得られるものと考えられる。このようなマトリックス断面積による差異は, 本報で用いた 2 種のマトリックスの充填率の大小にもよるが, それ以外に, 壁効果, つまり小径マトリックスでは単位断面積当りの磁選に有効に作用しない管壁周長の比率が大きくなることも一因であると考えられる。

3.3 磁場強度とスラリー流速の影響

磁場強度とスラリー流速 (以下, LV) による精鉱の歩留と品位の変化を調べた結果が図 3 である。この場合, 全体として高磁場になるに従って歩留が低下するが, Fe₂O₃, TiO₂ 含有率も減少して高品位化することが分かる。また, LV は小さいほど歩留は低下し, 同時に品位も向上する。これは, 粒子の着磁・非着磁が磁場内におかれた磁性物粒子に作用する磁気吸引力とスラリー流れによって生ずる流体抗力の大小によって決まることから, 当然のことと言える。従って, 歩留のみに着目してこれを大きくするには, LV を大きくするのも一つの方法である。

以上の結果から, 目標値を達成する条件としては, マトリックス FW, $l=0.4$ の場合, #6, LV=40m/h, または, #7, LV=60 m/h であることが分った。

Fig. 3. The effect of LV and Tap (FW $1\frac{1''}{2}$, $l=0.4$)

3.4 スラリー濃度の影響

1 サイクル当りの処理時間が一定であれば、試料スラリー濃度が高い程処理量は向上する。マトリックス、 l 値等を同一条件としてスラリー濃度の影響について調べた結果を表 6 に示す。これから、濃度の影響は顕著ではないが、濃度が増すとわずかに精鉱歩留が良くなる一方、鉄分がこれもわずかに高くなる傾向があることが分かる。このような傾向はスラリーの高濃度化により、マトリックスへの磁性粒子の着磁が妨げられることや、一度着磁した粒子が剝離作用を受けること等によるものと推定される。

3.5 ダブルパス処理の効果

精鉱品位の一層の向上を目的として前記3.1における l 値決定のためのシングルパス実験と同一条件で、つまり l 値を 2 倍にとって、精鉱の再処理を行うダブルパス実験を行い、その効果を調べた。実験結果を図 2 に実線で示す。同図中には、ダブルパスの第 1 回目処理の精鉱の歩留と品位を計算で求め、図示している。この場合、シングルパスとダブルパスの第 1 回目とは同一実験を意味するのに連続した一本の曲線になっていないのは、各々別系統の実験として行ったので、条件設定、特に LV の

Table 6 The effect of slurry density

Slurry density	5(%)	10(%)	20(%)	30(%)
Yield (%)	76.2	76.8	77.5	78.5
Fe ₂ O ₃ (%)	0.66	0.67	0.67	0.68
TiO ₂ (%)	0.10	0.10	0.10	0.10

Matrix FW $1\frac{1''}{2}$, #7, $l=0.4$, LV=40 m/h

(4)

Table 7 The effect of the Tap and LV at double pass test (%)

LV (m/h)		40	60
Tap			
#6	Yield	83.25(90.39)	
	Fe ₂ O ₃	0.68(0.72)	—
	TiO ₂	0.09(0.12)	
#7	Yield	77.86(87.25)	83.11(90.41)
	Fe ₂ O ₃	0.67(0.71)	0.68(0.72)
	TiO ₂	0.09 (0.12)	0.09(0.12)
#8	Yield		78.20(87.78)
	Fe ₂ O ₃	—	0.66(0.70)
	TiO ₂		0.08(0.11)

Matrix: FW $1\frac{1''}{2}$, $l=0.75(0.375)$ g/cc

() : Calculated value for single pass test.

設定精度が良くないためと思われる。

同図によれば、3.1で述べたように全体として l 値が大きくなるほど精鉱歩留は大きくなるが、鉄・チタン分が増し品位は低下する傾向にあることが分かる。同一 l 値でシングルパスとダブルパスを比べると、歩留と鉄分はほとんど同じであるが、チタン分は l が 0.3 以上で著しく低下していることが分かる。この場合、シングルパスとダブルパスの差異は、後者では 1 回目処理で磁着物を除去しているため、2 回目処理ではシングルパス相当より l 値がやや小さくなっていること、および第 1 回目処理のリンス水が加わるため、第 2 回目の試料はスラリー濃度がやや低くなること等が考えられる。また、鉄分とチタン分の磁選挙動の違いは含鉄および含チタン試料粒子の磁選除去の難易を示しているものと考えられる。後述のように、ビリトンカオリンでは鉄分は除去され難く、チタン分は除去され易い。従って、チタン分の方がダブルパスによる除去効果が大きいものと考えられる。

また、精鉱歩留を上げて処理目標値を実現するため、磁場強度を低くし、あるいは LV を大きくしてダブルパス処理を行った結果が表 7 である。これから、精鉱品位は各条件で差がなく、#6, LV=40 m/h, 又は #7, LV=60 m/h の条件で十分に目標達成可能であることが分かる。

3.6 試料のボールミル粉砕の効果

表 2 に示すようにマイクロシブふるい分けによれば、ビリトンカオリン原鉱中には、20 μ m 以上の粒子が約 12 %含まれている。ここでは、精鉱歩留の向上を目的として、試料をさらに微粉砕して HGMS で処理した。粉砕は内径 23cm の磁製ボットミルに試料 3 kg, 水(水ガラス 0.4%溶液) 2.5 kg, ボール 2.5 kg を装入し、56~60 rpm

Table 8 Comparison of the yield and quality of the concentrate between before and after mill grinding (%)

LV (m/h)	Tap	#8		#7		#6	
		Before	After	Before	After	Before	After
40	Yield	71.6	74.3	78.1	80.7	84.3	84.9
	Fe ₂ O ₃	0.66	0.61	0.67	0.62	0.68	0.63
	TiO ₂	0.10	0.08	0.10	0.09	0.11	0.10
60	Yield	79.5	80.8	84.7	85.3	88.5	88.7
	Fe ₂ O ₃	0.67	0.62	0.68	0.63	0.69	0.64
	TiO ₂	0.10	0.07	0.11	0.10	0.12	0.11
80	Yield	82.4	83.6	86.2	87.8	89.8	90.8
	Fe ₂ O ₃	0.70	0.63	0.71	0.64	0.72	0.65
	TiO ₂	0.11	0.10	0.12	0.11	0.13	0.12

1) HGMS Condition : Matrix FW $1\frac{1''}{2}$, $l=0.4$ g/cc

2) Grinding condition : The pot-mill of 23 cm inside dia., charged sample 3 kg, water (0.4 Na-silicate sol.) 2.5 kg and ball 2.5 kg was rotated for 24 hrs by 56-60 rpm.

3) Yield of the feed for HGMS from the raw ore by 44 μ m sieving (-44μ m wt %): Before grinding 94.5%, After grinding 96.7%

で24時間回転させて行った。その結果、HGMS に用いる 44 μ m 以下の試料重量割合が未粉碎の 94.5% から 96.7%へと増加した。一方、HGMS 処理条件は、マトリックス FW $1\frac{1''}{2}$, $l=0.4$ g/cc とし、磁場強度をタップ6～8, LV を 40～80 m/h と変化させた。

実験結果を表8に示す。これから、粉碎処理によって、精鉱歩留がやや向上するだけでなく、鉄・チタン分も低下し、良好な結果が得られることが分かる。このような傾向は、微粉碎によって含鉄・チタン鉱物の一部が単体としてカオリン粒子から分離されたためと考えられる。さらに、#6の条件で LV=40 m/h の時に、歩留 84.9%, Fe₂O₃ 0.63%, TiO₂ 0.10%, また同じく #6で LV=60 m/h の時に歩留 88.7%, Fe₂O₃ 0.64%, TiO₂ 0.11%という結果が得られ、電力消費量の少ない経済的な条件で処理できることは注目に値する。

3.7 鉄・チタン分の除去の難易について

以上述べた各種処理条件によって行なわれた磁選試験結果を、精鉱歩留と鉄・チタン分との関係で見ると、図4に実線で示すようになり、処理条件にかかわらず一定の関係にあることが分かる。同図には、精鉱歩留と原鉱に対する鉄・チタン分の低下率を、右たて軸によって点線で示している。

これによれば、鉄・チタン分の低下量は、共に0.15%程度ではほぼ等しいが、原鉱品位に対する低下率で見るとチタン分の方が3倍程大きく、除去され易いことが分かる。このような磁選の難易は、試料中の鉄あるいはチタン分の含有形態によるものであり、その結果として生ず

る磁場内での磁気吸引力の大小によるものであると考えられる。表2に示す粒度別試料の Fe₂O₃, TiO₂ 含有率からもわかるように、Fe₂O₃ は粒度に関係なくほぼ同様に含まれており、特に 5 μ m 以下の微粒部にもかなり含まれている。このことは、鉄分がゲル状の水酸化鉄などとしてカオリン粘土粒子を汚染する形で存在することも考えられる。一方、TiO₂ は表2によれば粗粒部の方に多く含まれている。これはビリトンカオリンが花崗岩源であることから、ルチールやイルメナイト等の単体粒子で存在する含チタン鉱物として含有されているものと推察

Fig. 4. The relation between yield and reduction of Fe₂O₃, TiO₂ content

される。しかも、前述のように磁場内に置かれた磁性物粒子に作用する磁気吸引力は粒子容積つまり、粒度の3乗に比例するので、粗粒ほどマトリックスに着磁し易いと言える。

さらに、鉄分とチタン分の分離除去の難易について、

Fig. 5. Relation between the yield and the Newtonian process efficiency of Fe_2O_3 , TiO_2 (FW $1\frac{1}{2}$)

... after mill grinding

○ $l=0.4$ (SS: 20% LV: 20–100 m/h, #: 8–2)

△ $l=0.1-0.7$ (SS: 20%, LV: 40, #: 7)

□ different matrixes

× different SS

Fig. 6. Relation between the yield and the reduction rate (E) of Fe_2O_3 , TiO_2 (matrix: FW $1\frac{1}{2}$)

精鉱歩留に対するニュートン分離効率(η)及び除去率(E)によって表わしたのが図5及び図6である。図中にはボールミル粉碎処理物の結果もそれぞれ点線で示している。図5によれば、全体として鉄分よりチタン分の方が大きく、特に歩留80%前後に最大値を有することが分かる。又、ボールミル粉碎により鉄・チタン分共にηが向上している。一方、図6によれば、全体として精鉱歩留を低くする程鉄・チタンは次第に除去されていくこと、鉄分よりチタン分の方が除去率大であることが分かり、ボールミル粉碎の効果も同様に認められる。

なお、本報の試験範囲における脱鉄・脱チタン限界は Fe_2O_3 0.58%, TiO_2 0.08%であった。

4. む す び

インドネシア共和国ビリトン島産のカオリン粘土を高勾配磁選機により脱鉄・脱チタン処理試験を行い、次のような結果を得た。

(1) 鉄分よりチタン分の方が容易に除去された。処理条件はマトリックス FW でマトリックスローディング 0.4 g/cc とした場合、タップ6 (磁場強度 8.6 KG) スラリー流速 40 m/h, またはタップ7 (同 13.2 KG), スラリー流速 60 m/h とすれば、精鉱歩留84%で、白磁器坯土用配合原料としての目標値に達するカオリン精鉱が得られた。

(2) 磁選処理精鉱を繰返し処理するダブルパス処理を行えば、同一 l 相当値におけるシングルパス処理に比べて、特にチタン分の低下が顕著である。

(3) マトリックスの種類に関しては、FW のみによって精鉱目標品位 (特にチタン分) が達成できた。また、マトリックス径については、FW では $1\frac{1}{2}$ よりも $3\frac{1}{2}$ の方が精鉱歩留はやや低下するが、特にチタン分が低下し、高品位化する。

(4) 試料スラリー濃度は、処理結果にそれ程顕著な影響は及ぼさないが、高濃度側でわずかながら精鉱歩留が大きく、鉄分が多い傾向にある。

(5) 試料をボールミル粉碎した後で HGMS 処理したところ、精鉱歩留がやや大きくなり、脱鉄・脱チタンが促進されかなり品位が向上した。従って、ミル粉碎の後、FW $3\frac{1}{2}$ のマトリックスでダブルパス処理を行えば、さらに良好な結果が得られるものと推察される。

〔謝 辞〕

本研究を行うにあたり、試料を提供していただいた大有田焼振興協同組合に謝意を表します。

〔参 考 文 献〕

- 1) 大有田焼振興 (協): 昭和55年度新商品開発能力育

成事業報告書 (1980)

- 2) 上野：地質ニュース NO. 258, 39～54 (1976)
- 3) 日鉄鉱業㈱カタログ (1980)
- 4) 例えば, 蓮田他：日本鉱業会誌, 97 (1125), 1181～1186 (1981)

〔付 記〕

本文は, 日本鉱業会昭和57年度春季研究業績発表講演会 (東京, 57. 4. 3) および日本鉱業会昭和57年度九州支部秋季例会 (熊本57. 11. 20) において発表したものを取りまとめたものである。