微小なる粒子の浮游度* (Ⅱ)

——粒子の大きさと浮游度——

正 会 員 向 井 滋**

The Floatability of Fine Particles. (Ⅱ)

——The size of fine particles and their floatability——

Shigeru MUKAI

To make the relation between the fineness of particles and their floatability clear, the experiments have been made by means of the flotation testings and the sizing analyses of the products, carried out with the determination of the particle sizes by micro-photographs.

As₂S₃, Sb₂S₃, galena from Kamioka mine, zincblende from Kamioka mine, pyrite from Wakamatsushima and coal from Shime mine have been used in the experiments as test samples.

From the results of experiments, the relations between the fineness of particles and their floatability are clearly recognized as follows:

The floatabilities of particles are nearly the maximum in the fineness of +15 μ ; decreased a little in the fineness of -15 or 10 μ ; decreased distinctly in the fineness of 5~4 μ ; and become extremely low in the fineness of -0.5 μ .

1. 緒 言

微小なる鉱粒の浮游度に関し、W. Petersen, A. M. Gaudin²⁾、山口教授³⁾等は粒子の大きさが或る限界を超えて微小になれば浮游度が低下することを指摘し、さらに岡田教授⁴⁾、山田教授⁵⁾は 10 μ 以下において浮游度低下を実験的に確めている。

この事実は選別成績を上げるために微細に粉碎せねばならぬことと相反し、実際操業にも重要な関係を有し、一方理論的には Gaudin, Malozemoff; R. M. del Guidice; W. Wark; K. L. Surtherland 等の諸説があり、いずれも微小粒子の浮游率低下に関し 1 因子として作用するものではあるが、この問題の本質的解決はまだ見るに至らない。

微小粒子に関しては界面化学的諸現象が優先的効果をあらわし、それが主要性となり得る限界にあるので、粒子の大きさと浮游度の関係についてもさらに精細に求めることはこの問題を解決に導くために望ましいことである。

筆者は先に人工 As₂S₃¹⁰⁾ および Sb₂S₃ 粒子について膠質粒子の浮游率がほとんど 0 であることを確かめたが、ついで従来とは異なる実験法により微小粒子の粒度と浮游率の関係を求めた。実験に若干の誤差を伴うため厳正を

期すことは困難であるが、比較的精細な結果を得たのでここに報告する。

2. 実 験 法

従来行われた研究は主として水中における沈降速度の差により分粒を行い浮選試験で粒度と浮游率の関係を求めている。しかし分粒を微細な範囲にまで正確に行うことおよび各回の浮選試験を同一条件で行うことが困難であるため、筆者は人工 As₂S₃ および Sb₂S₃ については約 40~0.2 μ 、鉱物粒子については 20~0.1 μ の粒度に関し混合試料を用い浮選試験を行い、Froth と Sink を顕微鏡写真により粒度分析し、粒度と浮游率の関係を求めた。以下実験法を各項について記す。

(1) 試 料

人工 As₂S₃, Sb₂S₃ および天然鉱物として神岡産方鉛鉱、閃亜鉛鉱、若松島産黄鉄鉱、志免産石炭について実験を行った。Sb₂S₃, As₂S₃ は前報告と同様の方法で膠質をつくり次に NaCl (濃度 200 m. mol/l) により凝結を充分進行させたものを試料とし、方鉛鉱、閃亜鉛鉱は小結晶を、黄鉄鉱は純粋と見える部分を、石炭は均一質部特に輝炭部をとり、これ等を更に粉碎し 1~2 mm 粒子について硝子板上で純粋粒子を拾集し、ついで瑪瑙乳鉢で充分磨碎し試料とした。試料の粒子の大きさについては粗大粒子は水中における自由沈降法により、0.2~0.1 μ 以下の極微小粒子は遠心器による強制沈降法で分離し、

* 昭和28年5月22日受理 昭和27年4月春季講演会講演

** 九州大学生産科学研究所助教授

前記粒度のものを浮選試料とした。

(2) 浮選試験

浮選機：MS型，容量 240 cc，イムペラー 2900 rpm

浮選剤： As_2S_3 ， Sb_2S_3 について

加里エチルザンセート 0.5%溶液 2 cc

青化フロート，No. 333 1滴 (0.0149 g)

ヤーマーFパイン油 2滴 (0.0320 g)

天然硫化鉱物について

加里エチルザンセート 0.5%溶液 2 cc

青化フロート，No. 333 1滴 (0.0149 g)

ヤーマーFパイン油 1滴 (0.0160 g)

石炭について

ヤーマーFパイン油 1滴 (0.0160 g)

コンディショニング： 5分

泡沫採取： 10分

浮選試料： As_2S_3 ， Sb_2S_3 ……0.45 g，

鉱物……4.4~2.7 g

pH： As_2S_3 ， Sb_2S_3 ……4.1~5.3

鉱物……5.2~5.6

(3) 顕微鏡による粒度分析

(i) 顕微鏡試料片の作成

極微小粒子について粒度分析を行うものであるから，顕微鏡写真により1,000~2,000倍に拡大せねばならない。拡大率の高い対物レンズは焦点深度が極めて浅いから粒子の位置が完全に平面にあるようにし，かつ粒子が相重り合わぬようにせねばならない。このために種々試みた結果あらかじめ10%ゼラチン溶液をデッキガラス上に薄くぬり，自然乾燥後測定すべき粒子の懸濁液をピペットでとりゼラチン膜上に拡げる。この時水分はゼラチン膜に直ちに吸収される。これを自然乾燥後検鏡に供した。

(ii) 検鏡

顕微鏡写真の撮影の要項は次の如くである。

顕微鏡：オリンパス OA型

対物レンズ：N.A. 1.25，油浸，拡大率×100

N.A. 0.65 拡大率×40

接眼レンズ：拡大率×10，×15

光源：映写用電球，200ワット，2重コイル

写真拡大率：2,000，1,000，500倍

印画紙：オリエンタルレクタグラフペーパー

乾板：富士プロセス

露出：1~10秒

光源は木箱中に閉し，箱の上部に顕微鏡を置く。光源からの光は顕微鏡のコンデンサーに入り供試片を通過し対物レンズを出てプリズムにより直角に曲げられ水平に衝立上の焦点硝子に達す。拡大率はあらかじめライツ製オブジェクト・マイクロメーターにより正確に測定した。

顕微鏡写真は印画紙または乾板に撮影したが，粒度分析の測定に使用したものは直接印画紙撮影のものである。 As_2S_3 ， Sb_2S_3 および石炭は鮮明度の関係で1,000倍，他は2,000倍の写真により粒度分析を行い，かつ500倍の写真を用い特に粗大粒子の分布を補正した。

測定される粒子が小で像の拡大率が大であるから特に顕微鏡の分解能を考慮に入れねばならない。筆者の用いた光源の波長を約0.4~0.8 μ とすれば

$$\begin{aligned}\text{分解能} &= \frac{0.61 \times \lambda}{1.25} (\lambda = \text{光の波長}) \\ &= \frac{0.61 \times 0.6}{1.25} = 0.29 \mu\end{aligned}$$

1 As_2S_3 フロス 2 As_2S_3 シンク
(1,000倍， $\frac{2}{5}$ に縮写)

3 Sb_2S_3 フロス 4 Sb_2S_3 シンク
(1,000倍， $\frac{2}{5}$ に縮写)

5 方鉛鉱 フロス 6 方鉛鉱 シンク
(2,000倍， $\frac{2}{5}$ に縮写)

分解能は約 0.3μ 程度と考えられる。

写真は供試片について任意の個所で撮影し、撮影に際し一部の粒子にかたよらないよう特に注意した。おおよそ1枚の写真に50~200個の粒子が分布していた。顕微鏡写真の一例を写真1~12に示す。

(iii) 粒 度 分 析

粒子の大きさは一般に長径と短径を測定し両者の積を開平したものを粒子の大きさとしている。しかしこの表示では形状により若干の誤差を伴い、かつ粗大粒子は形状の複雑なものが多いため測定にあたり長径、短径をいかに定めるかを迷う場合が少なくなく、測定に困難をきたした故、本実験では粒子の面積を方眼目盛硝子板を使用して測定しこれと同面積の円の直径に換算し粒子の大きさを表わすことにした。この表示は粒子をその投影面積(断面積)と等しい断面積(中心を通る)をもつ球と

7 閃亜鉛鉱フロス 8 閃亜鉛鉱シンク
(2,000倍, $\frac{2}{5}$ に縮写)

9 黄鉄鉱フロス 10 黄鉄鉱シンク
(2,000倍, $\frac{2}{5}$ に縮写)

11 石炭フロス 12 石炭シンク
(1,000倍, $\frac{2}{5}$ に縮写)

して表わしたもので粒子の大きさの測定より各大きさ別の重量を求める際に粒子を球として計算するのに無理がなく、検鏡による粒度分析値の不揃いも比較的免除された。

粒度分析は各試料の浮選試験により得られた Froth と Sink について行い、顕微鏡写真について各鉱粒の大きさを測定し、各大きさ別に集計し重量%を求めた。1 粒度分布を求めるために測定した粒子の数は、1,000~3,000 個、500 倍写真で補正を行つたものは、8,000~12,000 個である。

(4) 浮 游 率

Froth と Sink の粒度分析により求められた重量%から、あらかじめ秤量された Froth と Sink の全重量を各大きさ別に按分し、前報告¹³⁾に示した式を用いて浮游率を計算した。なお Sb_2S_3 については浮選試験と同一条件で処理した Feed についても粒度分析を行い浮游率を求めたが、Froth と Sink について粒度分析を行つた場合とほぼ等しい結果を得た。

3. 測 定 結 果

以上述べた実験法により、 As_2S_3 , Sb_2S_3 , 方鉛鉱, 閃亜鉛鉱, 黄鉄鉱について粒度と浮游率の関係を求めた結果は第 1~6 図に示す。

その結果従来から指摘された如く粒子の大きさが或限界をこえて微小になれば浮游率は低下する。しかして浮游率減少の程度は石炭についての実験結果は第 6 図に示す如くやや異なるが、硫化鉱物については總体的にみて同様な傾向をとる。

浮游率の減少を示す限界は $15 \sim 10 \mu$ でそれ以下において浮游率の減少が認められ始める。この結果は岡田教授¹⁴⁾、山田教授および三好氏の研究の結果とほぼ一致する。しかしこの限界は判然としたものでは無く、鉱物の種類および浮選条件により変化するものと思われる。かつこの範囲のものの浮游率の減少は僅かである。

浮游率の減少は $5 \sim 4 \mu$ で明瞭に認められ、 2μ で顕著となり、 0.5μ でほとんど浮游率は 0 に近づく。すなわち石炭についてはやや異なる結果を得たが、硫化物については鉱粒の大きさと浮游率の関係は 10μ 以下において 0~100% に近い変化を示す結果を得た。しかして石炭についても浮游率減少の傾向は認められる。

以上の微小粒子の浮游率減少の傾向が界面化学性の異なる非硫化鉱物の石鹼浮選においても認められるか否かはまだ明らかで無い。

Gaudin, Malozemoff¹⁶⁾ は微小粒子の浮游率減少は粒子の比表面増大による浮選剤の不足および気泡の不足が原因すると述べている。しかし 1μ の鉱粒について別に行つた実験の結果より、極く僅少の試料についても浮

第1図 As_2S_3 の粒度と浮游率 第2図 Sb_2S_3 の粒度と浮游率

第3図 方鉛鉱の粒度と浮游率

第4図 閃亜鉛鉱の粒度と浮游率

游率の著しい低下が示されている事から、これが浮游率低下の1因子ではあるも本質的理由とは思われない。

Gaudin は Einstein および Smoluchowski の式を用い膠質現象のあらわれる粒度の限界を計算している。この限界と浮游率低下の顕著に認められる粒度がほぼ一致する。

微小粒子の浮游度に関する問題を解決に導くために粒子の界面化学性および気泡と鉱粒の邂逅の機会を考慮に入れることは望ましい。

5. 結 言

As_2S_3 , Sb_2S_3 , 方鉛鉱, 閃亜鉛鉱, 黄鉄鉱, 石炭について浮選試験および顕微鏡による粒度分析を併用して行つた実験の結果粒子の大きさと浮游率の関係が比較的詳細に求められた。

すなわち浮游率減少は $15 \sim 10 \mu$ 以下において認められる。浮游率の減少は $5 \sim 4 \mu$ で明瞭にあらわれ、 2μ で顕著になり、 -0.5μ で浮游率は0に近い。

この結果は硫化物については若干の差はあるも總体的にみて同様な傾向をとる。

石炭についてはやや異なるが -10μ での浮游率低下の傾向は同様に認められる。

第5図 黄鉄鉱の粒度と浮游率

第6図 石炭の粒度と浮游率

研究遂行にあたり御指導を受けた京都大学西原清廉教授、九州大学伊藤尙教授、越山季一教授、大森恭輔教授顕微鏡写真撮影に御教示を受けた和田正雄教授、断えざる激励を受けた大脇策市教授、実験に協力した隈利実研究員に深く感謝の意を表す。

参 考 文 献

- 1) W. Petersen: Schwimmaufbereitung, (1936), 137~141.
- 2) A. M. Gaudin: Principle of Mineral Dressing, (1939) 358~359.
- 3) 山口吉郎: 日本鉱業会誌, 42巻(大正15年), 26~51.
- 4) 岡田丈五郎: 日本鉱業会誌, 55巻(昭和14年) 91~106.
- 5) 山田賀一・三好正治: 水曜会誌, 10巻(昭和14年) 7~20.
- 6) A. M. Gaudin and P. Malozemoff: Trans.

Am. Inst. Min. Met. Eng., 112(1934)(Milling Methods), 303~318.

- 7) R. M. del Guidice: Am. Inst. Min. Met. Eng. Tech. Public. No. 528 (1934), 3~15.
- 8) W. Wark: Principle of Flotation (1938), 295~297.
- 9) K. L. Surtherand: J. phys. Coll. chem., (1949), 394~424.
- 10) 向井滋: 日本鉱業会誌, 68巻(昭和27年), 313~318.
- 11) 向井滋: 10) と同じ
- 12) 岡田丈五郎: 4) と同じ
- 13) 向井滋: 10) と同じ
- 14) 岡田丈五郎: 4) と同じ
- 15) 山田賀一・三好正治: 5) と同じ
- 16) A. M. Gaudin and P. Malozemoff: 6) と同じ
- 17) A. M. Gaudin: Principle of Mineral Dressing, (1939) 326~329.

交換・寄贈及び購入の雑誌・図書

受 入 No.	標 題	受 入 先	巻(年)	号	発行月(年)
1517	鑿岩機操業の理論と実際	白 亜 書 房 (寄)	1	—	6(28)
1518	同 上	同 上	2	—	6(28)
129—3	足 尾 = ュ = ス	古河鉱業 K・K 足尾鉱業所	(53)	3	7
2—17	鑄 物	日本鑄物協会(社・法)	25	5	5
122—5	印 刷 雑 誌	印刷学会出版部	36	5	5
3—12	衛生工業協会誌	衛生工業協会	27	6	6
4—8	科学研究所報告	科学研究所 K・K	29	1	1
5—19	化学と工業	日本化学会(社・法)	6	7	7
128—3	科学図書	技報社 K・K	4	5	6
6—13	学 鑑	丸 善 K・K	50	7	7
7—8, 9	岩石鉱物鉱床学会誌	日本岩石鉱物鉱床学会	37	2, 3	5, 7
9—18, 19	九州鉱山学会誌	九州鉱山学会	21	6, 7	6, 7
11—19	九州炭鉱技術連盟会誌	九州炭鉱技術連盟	6	7	7
121—8	金 属	アグネ出版社	23	7	7
93—12	技術 = ュ = ス	工業技術院名・工・試	—	16	7
13—3, 4	経 済 集 志	日大経済科学研究所	23	1, 2	5, 7
14—14	経 済 情 勢	三菱経済研究所	—	286	7
19—20	工 業 技 術(工業技術院編集)	産業新報社 K・K	3	7	7
24—25	鉱山保安情報	保 安 局	—	41	7
132—2	国際経済統計	外務省経済局	—	5	6
118—7	国 土 開 発	国土開発調査会	2	7	7
137—1	採 鉱 と 保 安	工業技術院資源技術試験所	—	1	6
104—16	産 業 科 学	産業科学協会(財・法)	—	19	7
117—7	産 業 機 械	産業機械協会	—	33	7
98—13	産業タイムス	産業タイムス社	8	7	7
32—5	山陽技術雑誌名簿	山陽技術振興会(社・法)	—	—	6
94—3, 4	資源科学研究所彙報	資源科学諸学会連盟	—	28, 9	12(27), 3(28)