わずかな密度差を利用した固気流動層による 珪石とろう石の比重分離

Separation of Silicastone and Pyrophyllite by Gas-Solid Fluidized Bed Utilizing Slight Difference in Density

押谷 潤^a, 近藤 松次郎^b, 西 博之^a, 田中 善之助^a

Jun Oshitani, Matsujiro Kondo, Hiroyuki Nishi, Zennosuke Tanaka

Separation of silicastone and pyrophyllite due to density difference with a gas-solid fluidized bed is investigated. We employ mixtures of glass beads and steel shots with various mixing ratios as a fluidizing medium to obtain fluidized beds of various bulk densities. Floating and sinking of the ores in the fluidized bed are examined by changing the bulk density and superficial velocity. It is found that the separation of two ores with slight density difference is possible at a high separation efficiency by careful adjustment of the mixing ratio. The separation efficiency depends on the superficial velocity because it alters the flow patterns of particles and bubbles in the fluidized bed, which affect the floating and sinking of ores.

Key Words : Separation, Fluidized bed, Silicastone, Pyrophyllite, Glass beads, Steel shots

1. 緒 言

鉾石は、我々の日常生活を豊かにし、現代の産業活動を維持するための重要な資源の一つであるが、長年にわたる採掘により、その埋蔵量は減少の一途をたっている。特に、良質な鉾石量の減少に伴う貧鉾化が問題となっており、多成分の混合鉾石から有用鉾石を高効率かつ低コストで分離可能な選鉾技術の開発が望まれている。従来、選鉾技術として浮遊選鉾法や重液選鉾法が主に用いられている^{1, 2)}。しかし、浮遊選鉾法では、高い分離効率を得るために捕集剤や起泡剤、活性剤など多種多様な添加剤を必要とし、重液選鉾法では、比重差が1を下回る場合では高効率の分離が困難であると言われている。いずれの方法も液体を用いる湿式法であり、廃液処理を必要とするほか、鉾毒水などの鉾害を招く恐れもある。また、人による目視選別も一般的に行われており、低い分離効率や高い人件

費が問題となっている。

そこで本研究では、上述の問題を抱えない“固気流動層による乾式比重分離の原理”を選鉾技術に応用利用することを試みた。粉体を下部からの送風で流動化させた固気流動層は、密度や粘度などの液体に類似した性質を持つことが一般的に知られている^{3, 4)}。従って、固気流動層のかさ密度よりも軽い物体は層内で浮揚し、重い物体は沈降する。著者らは、これまでに同原理を利用して低品位炭から良質石炭を連続的かつ高効率で分離回収可能な技術開発に成功しており⁵⁾、現在、実用化に向けた試験段階にある。本研究では、分離対象物として珪石とろう石を用いた。珪石とは、 SiO_2 分を多く含む工業的に利用される珪酸質原料の総称であり、ガラス用、鉄鋼用、耐火材用などが主な用途である⁶⁾。ろう石とは、葉ろう石($\text{Al}_2(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2$)を主に含む鉾石であり、耐火煉瓦や陶磁器原料、紙や織物の充填剤、ゴム増強剤などに用いられる^{6, 7)}。長年の採掘及び埋蔵量の減少に伴う貧鉾化から、現在、珪石とろう石の混合石が主に採掘されており、これらを分離する技術が求められている。珪石とろう石の分離に適したかさ密度を実現するために、ガラスビーズとスチールショットの混合粉体を分離媒体として用い、様々な密度を持つ球の浮沈により流動化状態でのかさ密度を求めた。珪石とろう石

2000年7月27日受付

^a 岡山大学工学部物質応用化学科

(〒700-8530 岡山市津島中3-1-1) TEL 086-251-8086

Department of Applied Chemistry, Okayama University

(3-1-1, Tsushima-naka, Okayama 700-8530)

^b 株式会社大平

(〒705-0131 岡山県備前市野谷443-1) TEL 0869-62-0531

Ohira Co. Ltd.

(443-1, Nodani, Bizen-shi, Okayama 705-0131)

Table 1 Characteristics of powders employed

	Particle diameter (μm)	True density (kg/m^3)	Bulk density (kg/m^3)
Glass beads	180-250	2500	1500
Steel shots	45-106	7600	4300

の密度差は約 $250 \text{ kg}/\text{m}^3$ とわずかであり、しかも層内の粒子や気泡の流れが鉱石の浮沈に与える影響も大きく、両鉱石の分離は困難なことが予想される。従って、粉体の混合割合や分離を行う際の空塔速度、及び鉱石投入後の流動化時間など実験条件を様々に変化させ、どの程度高い分離効率が得られるのかを検討した。

2. 実験

2.1 鉱石と流動化粉体

鉱石として、珪石とろう石を20個ずつ用いた。**Fig. 1**に、それらの密度分布と球相当径を示す。珪石は $2300 \sim 2550 \text{ kg}/\text{m}^3$ の広範囲に分布し、 $2500 \text{ kg}/\text{m}^3$ にピークを持つ。一方、ろう石は $2650 \sim 2750 \text{ kg}/\text{m}^3$ の狭い範囲に分布し、 $2700 \text{ kg}/\text{m}^3$ にピークを持つ。球相当径は共に $10 \sim 50 \text{ mm}$ の範囲にあり、珪石は $30.5 \pm 8.6 \text{ mm}$ 、ろう石は $30.3 \pm 8.1 \text{ mm}$ である。

流動化粉体として、**Table 1**に示す粒径、真密度、かさ密度を持つガラスビーズ (G.B.) とスチールショット (S.S.) を用いた。これらを混合して流動化させた場合、珪石とろう石の密度の間にかさ密度を調整することが可能である。偏析が生じることなく両粉体を混合させるため、後の結果に示すように最小流動化速度が比較的近くなるように G.B. と S.S. の粒径を決定した。

2.2 実験装置

Fig. 2に実験装置の概略図を示す。流動層は厚さ 5 mm のアクリル円筒管からなり、内径 20.5 cm 、高さ 48 cm である。層底部には、穴径 3 mm 、ピッチ 6 mm 、開孔率 22.67% のステンレス多孔板2枚で厚さ 1 mm のフェルト布地を挟んだ空気分散板を設けた。流動層内に G.B. と S.S. を所定のかさ体積割合で混合したものを高さ 15 cm となるように仕込み、ブロワーにより空気を送り込んでモーターバルブの開閉により空塔速度を微調整した。オリフィス流量計の圧力及び流動層底部と大気間の圧力差を圧力センサーにより電圧値として読み取り、あらかじめ得られている電圧-空塔速度及び電圧-圧力損失の関係式を用いて

Fig. 1 Density and diameter distributions of silicastone and pyrophyllite (black : silicastone, white : pyrophyllite)

空塔速度と圧力損失を求めた。

2.3 流動化状態でのかさ密度の測定

$1700 \sim 3600 \text{ kg}/\text{m}^3$ の範囲で $10 \text{ kg}/\text{m}^3$ 毎に密度調整した直径 37.5 mm の球 (ピンポン球に S.S. を詰めしたもの) を用意した。粉体層を流動化させて最上層の中心部に球を投入し、5分後に送風を止め、層底部からの球の重心位置 h_{sp} を測定した。測定は各実験条件下で3回行った。球の密度が流動層のかさ密度より小さければ球は浮揚し、同程度の場合には中層に位置し、大きければ沈降する。各密度の球について h_{sp} を求め、中層に位置する球の密度範囲を平均して流動層のかさ密度とした。

2.4 鉱石の浮沈及び分離評価法

粉体層を流動化させて最上層の中心部に鉱石1個を投入し、所定時間放置した後に送風を止め、層底部からの鉱石の重心位置を測定した。全ての鉱石について重心位置を求め、各位置 i に存在する鉱石の個数割合

Fig. 2 Schematic drawing of the experimental apparatus

Fig. 3 Dependence of pressure drop on superficial velocity ($V_{s.s.} = 0.50$ for mixture)

x_i を求めた。 i は層底部から1cm毎の高さを表し、例えば5cm～6cmの場合 $i=6$ とする。鉱石の浮沈を表すパラメーターとして、Eg. (1) で定義される浮沈係数 x_{f-s} を、珪石とろう石のそれぞれについて求めた。

$$x_{f-s} = \sum_{i=2}^{15} \frac{i-2}{13} \cdot x_i \quad (1)$$

ここで、鉱石の球相当径は約30mmであり、鉱石が完全に沈降する場合は鉱石の重心が $i=2$ に位置したため、 i の最小値として2を用いた。浮沈係数は、浮揚する鉱石の割合が多いほど1.0に近づき、沈降する割合が多いほど0.0に近づくように定義されている。 $x_{f-s}=0.5$ は様々な浮沈状態を表すが、本研究では高さ方向でのほぼ一様な鉱石の分布を表す結果となっている。また、珪石とろう石の分離を評価するパラメーターとして、Eq. (2) で定義される浮沈係数差

Fig. 4 Dependence of position of sphere from bottom on density for various superficial velocities ($V_{s.s.} = 0.45$)

Δx_{f-s} を求めた。この値が1.0に近いほど、両鉱石の分離効率が高いことを示す。

Fig. 5 Dependence of position of sphere from bottom on density for various bulk volume fractions of S.S. ($u_0=4\text{cm/s}$)

$$\Delta x_{f-s} = |x_{f-s}(\text{silicstone}) - x_{f-s}(\text{pyrophyllite})| \quad (2)$$

鉱石の浮沈実験を各実験条件下で3回行い、珪石とろう石の x_{f-s} 及び Δx_{f-s} の平均値と標準偏差をそれぞれ求めた。

3. 結果と考察

3.1 空塔速度と圧力損失

流動層内に G.B. もしくは S.S. の単成分を高さ 7.5 cm 仕込んだ場合、及び G.B. と S.S. の 2 成分を S.S. のかさ体積混合割合 $V_{s.s.}=0.50$ で混合したものを高さ 15cm 仕込んだ場合について、空塔速度 u_0 を変化させて圧力損失 ΔP を測定した。測定は、粉体層を $u_0 \approx 8\text{cm/s}$ で数分間激しく流動化させた後に、 u_0 を徐々に減少させる過程で行った。Fig. 3 に結果を示す。 u_0 が大きい場合では ΔP が一定であり、粉体層が流動化していることを示している。最小流動化速度以下では ΔP が直線的に減少しており、粉体層が固定化していることを示している。いずれの場合の最小流動化速度も 2~3cm/s とほぼ同様の値を示している。2 成分系では、偏析する場合によく見られる最小流動化速度付近での圧力損失変化の湾曲⁸⁾が見られず、 $u_0 \geq 3\text{cm/s}$ では、偏析することなく G.B. と S.S. が混合していることが目視によっても確認されている。

3.2 流動化状態でのかさ密度

S.S. のかさ体積混合割合 $V_{s.s.}=0.45$ で 2 成分を混合した流動層について、空塔速度 u_0 を変化させて 2400~2650kg/m³ の球の浮沈実験を行った。Fig. 4 に各 u_0 における球の密度 ρ_{sp} に対する球の位置 h_{sp} を示す。 $u_0=4\text{cm/s}$ では、2400~2470kg/m³ の球はほぼ完全に浮揚し、2530~2650kg/m³ の球はほぼ完全に沈降した。2480~2520kg/m³ の球は中層に位置し、流動化状態でのかさ密度としてそれらの平

Fig. 6 Dependence of bulk density of fluidized bed on bulk volume fraction of S.S. and fitted straight line ($u_0=4\text{cm/s}$)

均値である 2500kg/m³ が得られた。 $u_0=3\text{cm/s}$ では、 $u_0=4\text{cm/s}$ の場合と比較して密度の大きな球が沈降しにくい結果となった。これは空塔速度が小さく粉体層の流動性が低いためであると考えられる。 $u_0=5\text{cm/s}$ では、密度の小さな球が浮揚しにくくなり、 $u_0=6\text{cm/s}$ では、いずれの球も層内で不安定な挙動を示した。これは空塔速度が大きくなるに連れて粉体層の流動化が激しくなるためであると考えられる。

$V_{s.s.}$ を変化させ、流動化状態のかさ密度を比較的求めやすい $u_0=4\text{cm/s}$ において球の浮沈実験を行った。Fig. 5 に各 $V_{s.s.}$ における球の密度 ρ_{sp} に対する球の位置 h_{sp} を示す。 $V_{s.s.}$ が小さい場合及び大きい場合では、原因は不明であるが、浮揚する球と沈降する球の境を成す密度幅が大きい結果となった。一方、G.B. と S.S. がほぼ同かさ体積混合している場合では、その密度幅が小さくなった。Fig. 6 に $V_{s.s.}$ に対する流動化状態のかさ密度 ρ_b を示す。 $V_{s.s.}$ の増加に伴い ρ_b は直線的に増加しており、Eq. (3) で示される近似式が得られた。ただし、上で述べたように $V_{s.s.}$

Fig. 7 Number ratio of silicastone and pyrophyllite at each step for various bulk densities (black : silicastone, white : pyrophyllite, $u_0 = 4\text{cm/s}$, $t = 60\text{s}$)

が小さい場合及び大きい場合では、球が中層に位置する密度範囲が広いために ρ_{fb} の値の精度は低くなる。

$$\rho_{fb} \approx 2500V_{s.s.} + 1380 \quad (3)$$

3. 3 鉱石浮沈

$0.35 \leq V_{s.s.} \leq 0.55$ の範囲で S.S. のかさ体積混合割合 $V_{s.s.}$ を変化させ、Eq. (3) より求まる様々なかさ密度 ρ_{fb} で珪石とろう石の浮沈実験を行った。Fig. 7 に各 ρ_{fb} における位置 i に存在する鉱石の個数割合 x_i を示す。珪石とろう石の密度よりも小さな $\rho_{fb} = 2260\text{kg/m}^3$ では、いずれの鉱石とも沈降しやすい結果となった。 $\rho_{fb} = 2380\text{kg/m}^3$ では、浮揚する珪石の割合が多くなり、 $\rho_{fb} = 2500\text{kg/m}^3$ では、上下層に珪石とろう石が完全に分離する結果となった。 $\rho_{fb} = 2630\text{kg/m}^3$ では、ろう石が各位置にほぼ一様に分布し、珪石とろう石の密度よりも大きな $\rho_{fb} = 2760\text{kg/m}^3$ では、いずれの鉱石とも浮揚しやすい結果となった。Fig. 8 にかさ密度 ρ_{fb} に対する珪石とろう石の浮沈係数 x_{f-s} 及び浮沈係数差 Δx_{f-s} を示す。珪石の x_{f-s} は ρ_{fb} が大きくなるに連れて増加し、 $\rho_{fb} \geq 2500\text{kg/m}^3$ で $x_{f-s} \approx 1.0$ となりほぼ完全に浮揚した。一方、ろう石の x_{f-s} は ρ_{fb} が小さくなるに連れて減少し、 $\rho_{fb} \leq 2500\text{kg/m}^3$ で $x_{f-s} \approx 0.0$ となりほぼ完全に沈降した。 Δx_{f-s} は $\rho_{fb} = 2500\text{kg/m}^3$ で最大値 0.95 ± 0.01 となり、珪石とろう石の平均密度の差が約 250kg/m^3 とわずかであるにもかかわらず、両者を上下層に高効率で分離することが可能な興味深い結果となった。

Fig. 1 に示されるように、珪石とろう石を密度差を利用して分離するには、 $\rho_{fb} \approx 2600\text{kg/m}^3$ が適すると考えられる。しかし、 $\rho_{fb} = 2630\text{kg/m}^3$ では $\Delta x_{f-s} = 0.51 \pm 0.01$ となり、しかも Δx_{f-s} が最大値を示す

Fig. 8 Dependence of float-sink coefficient of silicastone and pyrophyllite and difference of float-sink coefficient on bulk density of fluidized bed ($u_0 = 4\text{cm/s}$, $t = 60\text{s}$)

$\rho_{fb} = 2500\text{kg/m}^3$ は珪石の密度分布の範囲内に存在する。従って、以上の結果は密度差通りの鉱石浮沈から得られたとは言い難い。このような結果が得られた理由として、次のように考えられる。固気流動層内には粒子や気泡の流れが存在するため、層内に投入された物体の浮沈は密度差のみで決定されるのではなく、層内流れの物体への影響にも左右されると考えられる。この影響は物体の大きさや形に依存すると考えられ、密度が同じでもより小さく軽い物体の方が層内流れの影響を受けやすいと推察される。上で示されている ρ_{fb} の値は直径 37.5mm の球の浮沈より得られたものであり、それとは大きさや形の異なる鉱石には球とは異なる層内流れの影響が及ぶため、同じ密度を持つ球と鉱石で浮沈に違いが見られたのではないかと考えられる。

珪石とろう石を高効率で分離可能な $\rho_{fb} = 2500\text{kg/m}^3$ において、各空塔速度で鉱石を投入した後の流動化時間を変化させた。Fig. 9 に各空塔速度での流動化

Fig. 9 Dependence of float-sink coefficient of silicastone and pyrophyllite and difference of float-sink coefficient on fluidizing time for various superficial velocities ($\rho_b = 2500 \text{ kg/m}^3$)

時間 t に対する珪石とろう石の浮沈係数 x_{f-s} 及び浮沈係数差 Δx_{f-s} を示す。珪石では、流動化時間を変化させてもその浮沈傾向にほとんど違いは見られないが、空塔速度が大きくなるに連れて浮揚しにくい結果となった。これは空塔速度の増加に伴い層内流れが激しくなり、珪石がその流れに巻き込まれるためであると考えられる。一方、ろう石では、いずれの空塔速度においても沈降するのにある程度の時間を必要とする結果となった。 $u_0 = 3 \text{ cm/s}$ の場合の方が $u_0 = 4 \text{ cm/s}$ の場合よりも沈降するのに長い時間を必要とするのは、上で述べたように空塔速度が小さい場合には粉体層の流動性が低いためであると考えられる。 $u_0 = 5 \text{ cm/s}$ 及び $u_0 = 6 \text{ cm/s}$ では、珪石と同様に層内の激しい流れにろう石が巻き込まれるために沈降しにくい結果になったと考えられる。浮沈係数差は、いずれの空塔速度においても流動化時間と共に増加し、ある時間でほぼ一定値を示した。これは、時間が経過するに連れてろう石が沈降するためである。 $u_0 = 3 \text{ cm/s}$ では流動化時間をさらに長くするとろう石がより沈降すると見込

まれ、浮沈係数差が1.0に近づくと考えられる。しかし、短時間で珪石とろう石を分離するためには、これまでの実験で採用されてきた $u_0 = 4 \text{ cm/s}$, $t = 60 \text{ s}$ が本装置での最適な条件と言える。

4. 結 言

固気流動層による乾式比重分離の原理を利用し、G.B. と S.S. の混合粉体を用いて密度差のわずかな珪石とろう石の分離を試み、以下の結論を得た。

- 1) G.B. と S.S. の混合割合を変化させ、かさ密度を精度良くコントロールすることで、密度差が約 250 kg/m^3 とわずかであるにもかかわらず、珪石とろう石を分離することが可能となった。
- 2) 鉍石の浮沈は、密度差以外にも層内の粒子や気泡の流れ、及び粉体層の流動性に依存しており、高い分離効率を得るためには、最適な空塔速度や鉍石投入後の流動化時間などを検討する必要があることが明らかとなった。

Nomenclature

D : equivalent volume diameter of silicastone and pyrophyllite (m)	$x_{f-s}(\text{silicastone})$: float-sink coefficient of silicastone (—)
h_{sp} : position of sphere from bottom (m)	$x_{f-s}(\text{pyrophyllite})$: float-sink coefficient of pyrophyllite (—)
i : step number (—)	Δx_{f-s} : difference of float-sink coefficient (—)
P : density probability ($-/50 \text{ kg m}^{-3}$)	ΔP : pressure drop (kPa)
u_0 : superficial velocity (m/s)	ρ : density of silicastone and pyrophyllite (kg/m^3)
$V_{s.s.}$: bulk volume fraction of S.S. (—)	ρ_b : bulk density of fluidized bed (kg/m^3)
x_i : number ratio (—)	ρ_{sp} : density of sphere (kg/m^3)
x_{f-s} : float-sink coefficient (—)	

References

- 1) The Society of Powder Technology, Japan, Ed. :
"Terminology Dictionary of Powder Technology, 2nd
Edition", Nikkan Kougyou Shinbunsha (2000)
- 2) Wills, B. A. : "Mineral Processing Technology, 2nd
Edition", Pergamon Press (1981)
- 3) Association of Powder Process Industry & Engi-
neering, Japan, Ed. : "Fluidization Handbook", pp.
57-59, Baifuhkan (1999)
- 4) Bakhtiyarov, S. I. and R. A. Overfelt : "Fluidized Bed
Viscosity Measurements in Reduced Gravity", *Powder
Technology.*, **99**, 53-59 (1998)
- 5) Tanaka, Z., J. Oshitani, T. Nakamura, T. Syouji and
A. Horiuchi : "Development of Technology for Sepa-
rating Low Grade Coals from Raw Coals by Fluid-
ized Bed of Dry Heavy Medium", *Kagaku Kogaku
Ronbunshu.*, **26**, 327-330 (2000)
- 6) Tominaga, H. : "Shigen Handbook", pp. 419-423,
Maruzen (1989)
- 7) Makino, K. : "Encyclopedia of Minerals", p. 207,
Nikkan Kougyou Shinbunsha (1998)
- 8) Chiba, S., T. Chiba, A. W. Nienow and H. Kobayashi :
"The Minimum Fluidization Velocity, Bed Expansion
and Pressure-Drop Profile of Binary Particle Mixture",
Powder Technology., **22**, 255-269 (1979)