

# 輝水鉛鉬の浮選に関する研究

和田正美\* 真島 宏\* 武田亮輔\*\*  
竹下清逸\*\* 広瀬 恪二\*\*

Studies on the Flotation of Molybdenite. By Masayoshi WADA, Hiroshi MAJIMA, Ryosuke TAKEDA, Seiitsu TAKESHITA and Kakuji HIROSE.

Some points to be considered in the flotation of molybdenite containing clayey gangue were investigated, and based on the results obtained, the method of flotation operation was examined at the Daito mine, Shimane Prefecture.

In the rougher flotation of molybdenite ore, high concentrate grade and recovery can be obtained by selecting the proper ratio of silica to soda and suitable concentration of sodium silicate to be added. Sodium silicate having the ratio of silica to soda 2 : 1 shows the most effective depressing action on gangue minerals. The minimum content of  $\text{SiO}_2$  in the froth product is obtained when the conditioning time after adding sodium silicate is 10—20 minutes. It is preferable to use sodium hydroxide instead of lime to regulate the pH value of pulp containing much primary slime. On the contrary, lime is effective for the flotation of molybdenite ore containing no primary slime.

Though it is usual to use oily collectors as collecting agents for molybdenite, quantities to be added to obtain good flotation results are unexpectedly large. In some cases molybdenite can be recovered with high recoveries by using xanthate with oily collector, but we should be cautious of using much xanthate. However, a good flotation result cannot be expected with xanthate only.

At the Daito mine, the flotation results have been improved by modifications of flotation methods as follows: slime is treated by a separate flotation circuit and the froths are returned to the main circuit. Sodium hydroxide is used to regulate the pH value of the pulp. Thus, no difficulty has been experienced in producing a molybdenite concentrate assaying 86.3—87.4%  $\text{MoS}_2$  with a recovery of 95.5—97.9% from a flotation feed assaying 1.06—1.13%  $\text{MoS}_2$ .

(Received Nov. 6, 1961)

## 1. 緒 言

輝水鉛鉬は非常に浮き易い鉬物として知られ、この鉬物の浮選に関する研究は殆んど銅、鉛またはビスマスなどの硫化物との優先分離に限られていたようである。しかし輝水鉛鉬精鉬は市場の要求から精鉬品位  $\text{MoS}_2$  85% 以上であることが必要条件とされている。Climax 鉬山では  $\text{MoS}_2$  品位90%以上の精鉬を実收率98.5%  $\text{MoS}_2$  で回収してをり<sup>1) 2)</sup>、また Knaben 鉬山では  $\text{MoS}_2$  品位96~97%の精鉬を実收率90%で回収している<sup>3)</sup>が、このように大規模な選鉬設備を駆使しうる鉬山は別として、我国のように小規模な鉬床しか存在しないところでは、十分な選鉬設備を用いることが不可能なため良好な成績が得られないことがしばしばある。また随伴する脈石

選鉬製錬研究所報告 第 361 号

\* 東北大学選鉬製錬研究所

\*\* 太陽鉬工株式会社

1) Duggan, E. J. : Am. Inst. Mining Met. Engrs., Tech. Publ. No. 1456 (1942), 1.

2) Mining Eng. 7 (1955), 742.

3) Associate Prof. M. Digre による。

や有用鉬物の種類や含量によつては輝水鉛鉬を十分に富化せしめることが困難な場合もあるのであつて、輝水鉛鉬の浮選に関する基礎資料の蓄積が必要となる。

島根県大原郡を流れる阿用川の上流附近は我国のモリブデン鉬の豊庫として知られている地帯である。大東鉬山(太陽鉬工株式会社)は阿用川の上流約4kmの所に位置する我国でも最も大きい輝水鉛鉬産出鉬山の一つであるが、それでも精鉬産出量は月産18~20tに過ぎず、大規模な設備を施すことは困難である。この鉬山では従来本坑産の1.3%程度の給鉬を浮選処理し88%  $\text{MoS}_2$  の精鉬を実収率約96%  $\text{MoS}_2$  で採取していたのであるが、本坑産の鉬石と粘土質の火の谷坑産の鉬石を混合処理するようになつて精鉬品位82%  $\text{MoS}_2$ 、実収率80%  $\text{MoS}_2$  以下というような成績しか得られず、市場限界品位の85%  $\text{MoS}_2$  を確保することが出来なくなつた。

このような問題を解決すると共に今後の輝水鉛鉬の浮選法の発展に資するため、大東鉬山産の鉬石について粗選を主とした研究を行い、得られた結果を基にして大東鉬山における浮選法の改善を行つて所期の成績が得られるようになつたので、ここに取纏めて報告する。

## 2. 供 試 鉬 石

浮選の研究に供した輝水鉛鉬鉬石は大東鉬山火の谷坑産の粘土質原鉬である。鉬石は採掘の時期を異にする2種類(A)および(B)があつてい

第1表 供試鉬石(A)の分析結果

成 分	品 位 (%)
$\text{MoS}_2$	1.37
$\text{SiO}_2$	65.03
Fe	6.46
Cu	0.024
$\text{Al}_2\text{O}_3$	12.15
CaO	0.67
MgO	0.54
P	0.026
S	3.74

第2表 供試鉬石(A)の粉碎産物の粒度分布

粒 度 (mesh)	重 量 (%)
+65	1.8
65~100	16.6
100~150	14.7
150~200	8.7
200~270	18.6
270~325	6.4
-325	33.2

ずれも風乾後プレーキクラッシャーおよびロールジョウクラッシャーによつて-4 mesh に破碎した。破碎産物はサンプリングを行い、小型ボールミルによつて山元での操業条件(-100 mesh 80%)に合致させるように粉碎を行つた。

鉬石(A)の分析結果ならびに粉碎産物の粒度分布を示せばそれぞれ第1, 2表のごとくである。本研究においては通常鉬石(A)を用いて実験を行つたが、鉬石(B)を使用した実験ではその旨を附記しておいた。その品位は  $\text{MoS}_2$  1.45%, Fe 6.22%,  $\text{SiO}_2$  76.30%のものである。

本鉬石中の輝水鉛鉬の存在状態は比較的単純で粒の大きさも可成り大きいものが多いが部分的には10 $\mu$ 程度のものも見受けられる。輝水鉛鉬以外の鉬石鉬物としては黄鉄鉬と極く少量の黄銅鉬が認められただけである。

## 3. 浮 選 試 験

### (1) 回分浮選試験

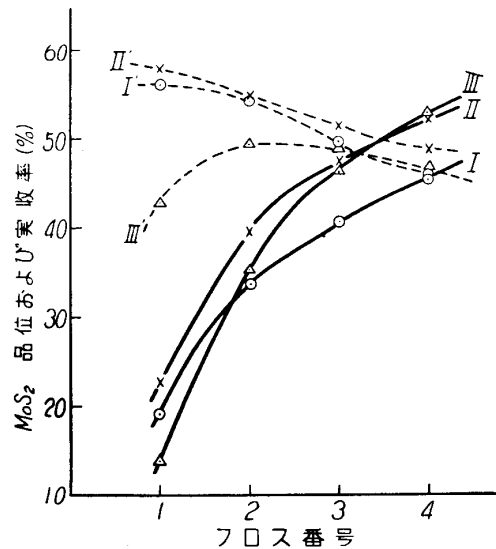
大東鉬山では一部火の谷坑産の鉬石を混入した鉬石を処理するのに鉬液濃度20~23%固体で、試薬としては消石灰 2kg/t, 日香 No. 120 浮鉬油と日香パイン油 No. 5 の1:1混合油 350~450g/t, 珪酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2=1/1$ ) 50g/t を用いて浮選を行い混合油は段階的に添

加されている。本浮選試験に際しては、その点をも考慮して京大式 150g M-S 浮選試験機を用いて（以下の浮選試験はすべてこの浮選機を使用した）鋳液濃度20%固体，生石灰 2 kg/t，珪酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2=1/2$ ) 50g/t，日香選鋳油 No. 125 と日香バイン油 No. 5 の混合油（重量比 1:1）400g/t（各フロス毎 100 g/t ずつ段階添加）を加えて行つた浮選試験の結果を分離成績の判定基準とした。鋳液はパルプ濃度20%固体として 5 min 予備攪拌し，生石灰を添加して 15 min，さらに珪酸ナトリウムを加えて 5 min 条件付けを行つた。鋳液の pH は生石灰添加 10 min 後，ならびに浮選終了後の鋳液を遠心分離し，その上澄液について測定した。条件付けが終了すれば混合油を 100g/t ずつ段階添加して各フロスを採取した。浮選時間は各フロス毎 10 min とした。フロス産物の搔取りは 30 sec 毎に 1 回の割合である。温度測定は生石灰添加後 5 min と浮選終了時に行つた。このようにして行つた基準浮選試験の結果は，pH 9.2～8.2，液温 13.0°～21.5°C，第1～第4フロスの平均品位 45.78%  $\text{MoS}_2$ ，4.06% Fe，26.48%  $\text{SiO}_2$  であり， $\text{MoS}_2$  実収率 50.23%（逆算），尾鋳品位 0.82%  $\text{MoS}_2$  であつた（第1図曲線 I，I' 参照）。

## （2）珪酸ナトリウムの組成の影響

珪酸ナトリウムの組成は  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  が 1/1 から 1/3.75 の間で変化するが，従来浮選における分散剤として用いられたものは  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2=1/1$  である。近年 Sollenberger らは灰重石，鏡鉄鋳，ウラン鋳の浮選の際に脈石分散剤として適当な組成の珪酸ナトリウム（例えば  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2=1/2.4$  または  $1/2.9$ ）を用いることによつて浮選成績が著しく改善されることを述べ<sup>4)</sup>，注目を浴びた。

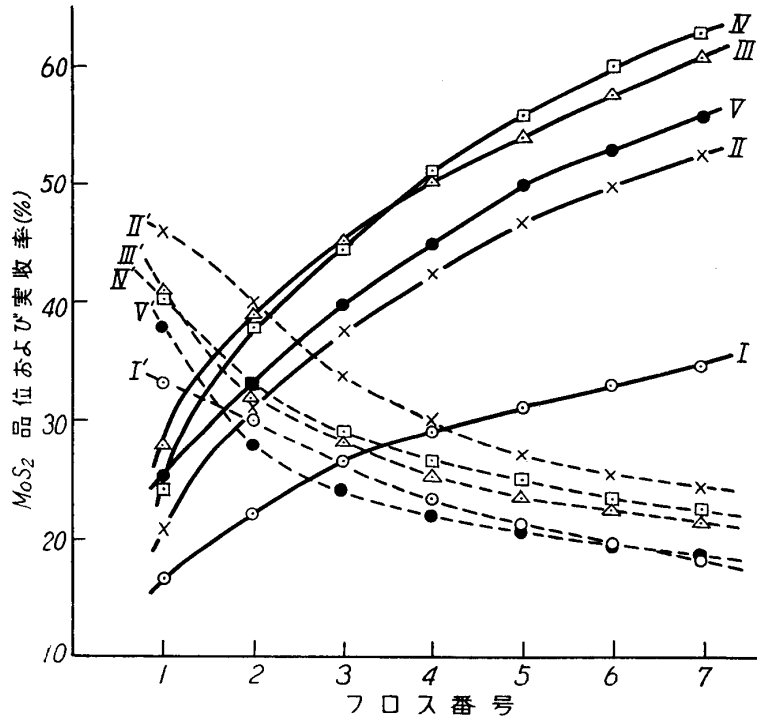
（1）に述べたように本鋳石が，現場操業においても回分浮選試験においても品位が上昇しないのは，精鋳中に脈石が混入するためと考えられるので本研究においても，組成の異つた珪酸ナトリウムの分散効果について実験を行つた。用いた珪酸ナトリウムは宇部曹達附属研究所製で，その組成はそれぞれ  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2=1/1, 1/2, 1/3$  のもので，実験結果は第1図に示すごとくである。すなわち  $\text{MoS}_2$  品位についてみれば  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2=1/2$  の組成の珪酸ナトリウムを用いた場合が最も良好であり， $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2=1/1, 1/3$  の順で低くなるが，第1～第4フロスまでの積算品位についてみれば後2者の間には殆んど差違は認められない。第1～第4フロスの積算  $\text{MoS}_2$  実収率は  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2=1/2$  および  $1/3$  の場合はほぼ同じ値を示すが， $1/1$  の場合は前2者に比して約7%低い値を示す。これらの結果から  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2=1/2$  の組成のものが脈石の分散効果が最も顕著であると考えられるので，以後の実験では分散剤とし



第1図 珪酸ナトリウムの組成の影響  
I, II, III:  $\text{MoS}_2$  積算実収率(%) (以下同じ)  
I', II', III':  $\text{MoS}_2$  積算品位(%) (以下同じ)  
珪酸ナトリウムの組成  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ : I, I' 1/1; II, II' 1/2; III, III' 1/3  
浮選条件: パルプ濃度20%; 予備攪拌 5min; 生石灰 2kg/t, 珪酸ナトリウム 50g/t, 条件付け時間各 5 min; 日香油 (No. 5: No. 125=1:1) 各フロス毎 100g/t, 浮選時間各フロス毎 10min; pH 9.6～8.2; 温度11.5～23.5°C

4) Sollenberger, C. L. and R. B. Greenwalt : Mining Eng. 10 (1958), 691,

てこの組成の珪酸ナトリウムを使用することにした(以下本報文では  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2=1/2$  の組成の珪酸ナトリウムを単に珪酸ナトリウムと呼称する)。



第2図 珪酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2=1/2$ ) 添加量の影響(その1)  
珪酸ナトリウム添加量: I, I' 0; II, II' 50g/t; III, III' 100g/t;  
IV, IV' 200g/t; V, V' 400g/t  
浮選条件: パルプ濃度20%, 予備攪拌 10 min; 珪酸ナトリウム添加後条件付け時間 20min; 日香混合油各フロス毎 100g/t, 浮選時間各フロス毎 10min; pH 4.9~6.2; 温度 11.5~27.0°C

積算実収率は約53%にすぎない。珪酸ナトリウムを 200g/t 添加した場合には  $\text{MoS}_2$  品位は 50 g/t 添加の場合に比してやや低いですが、第1~第7フロスの積算実収率は62.5%と約2割程度増加し、珪酸ナトリウム無添加の場合の約2倍の値を示す。珪酸ナトリウムの添加量が0から200 g/t の範囲では  $\text{MoS}_2$  実収率が規則正しく増加する傾向が認められるが、添加量がそれより増えると実収率は逆に低下する。以上の結果から分散剤としての珪酸ナトリウムの効果は顕著であるが、適量以上の使用は浮選成績に悪影響を与えるものであることがいえよう。

輝水鉛鉱の浮選では通常捕収剤としてゼンセートを使用する例は少ないが、実収率を高めるためにはゼンセートを用いることも一つの方法と考えられる。次に述べる実験ではエチルゼンセートカリウム 100g/t と混合油を併用して浮選を行った。ただしこの場合には黄鉄鉱の抑制のため生石灰 2 kg/t を加えて pH を 9.7~9.6 に調節した。実験は珪酸ナトリウムの添加量を 100, 200 および 400g/t に変化させて行った。第3図は実験結果を示し、200g/t 添加の場合が他の場合に比してフロス産物の  $\text{MoS}_2$  品位および実収率はともに高い。すなわちゼンセートと混合油を併用した場合にも珪酸ナトリウムの脈石分散効果は顕著であるが、適量以上の珪酸ナトリウムの使用は厳につつしむべきことが明らかになった。ゼンセートと混合油を併用すると予期されるように  $\text{MoS}_2$  実収率は明らかに増大するが、フロス産物の  $\text{MoS}_2$  品位は混合油のみによる浮選の場合に比して著しく低下することが認められる。

### (3) 珪酸ナトリウム添加量の影響

(2) に述べたように本供試鉱石に対しては  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2=1/2$  の組成の珪酸ナトリウムが分散剤として効果的であることが明らかになったので、次にその添加量の影響を知るために、捕収剤として混合油のみを使用した場合ならびにエチルゼンセートカリウムと混合油を併用した場合の両者について実験を行った。最初に混合油のみを用いた場合についてみれば、第2図に示すような結果が得られた。浮選条件は図の下に附記したごとくである。フロス産物の  $\text{MoS}_2$  品位についてみれば 50 g/t 添加の場合が最もよく、100g/t または 200g/t 添加の場合がこれにつづくが、50g/t 添加の場合には実収率が良好でなく、第1~第7フロスの  $\text{MoS}_2$

## (4) 珪酸ナトリウムの条件付け時間の影響

珪酸ナトリウムを脈石の分散剤として使用した場合、条件付け時間の長短によつて浮選成績が可成りの影響を受けるであろうことは容易に考えられる。第4図は鋳石(B)について珪酸ナトリウムを200g/t添加した後の条件付け時間を0~40minの範囲で変化させた場合の実験結果を示す。

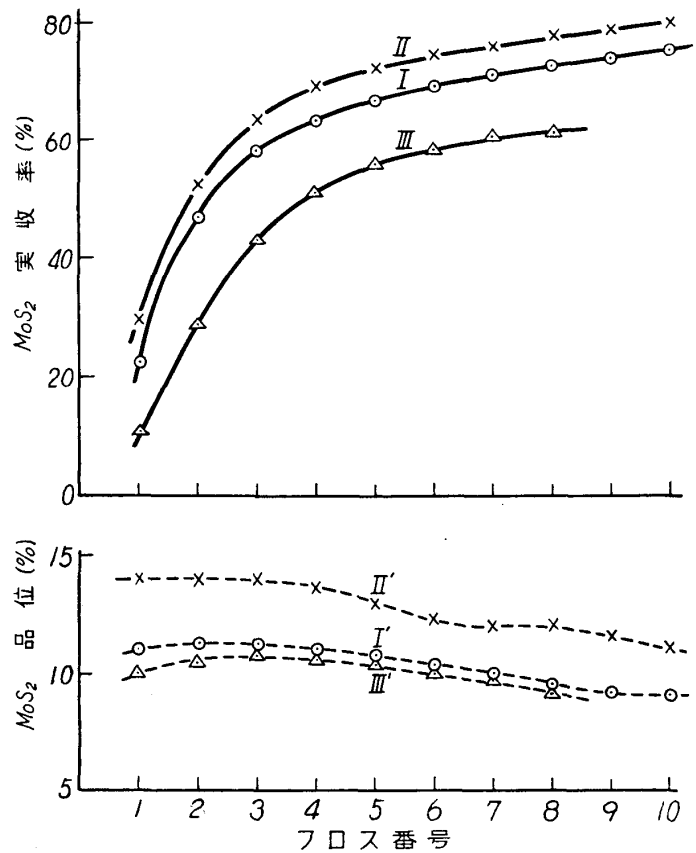
フロス産物の  $\text{MoS}_2$  品位は条件付け時間0のときが最もよく他の場合は余り相違がないが、実収率は条件付け時間の増加とともに低下することが認められる。しかし一方脈石の分散効果を直接に示す値として  $\text{SiO}_2$  の分析値についてみれば、第3表に示すように第1フロス、第2フロス共条件付け時間0のときが最も高く、条件付け時間の増加と共に  $\text{SiO}_2$  品位は低下するが、更に長時間条件付けするようになると今度は逆にフロス産物中の  $\text{SiO}_2$  品位が高くなることが明らかに認められる。

フロス産物の  $\text{MoS}_2$  品位は条件付け時間によつて大きな影響を受けず実収率が規則的に条件付け時間の増加と共に低下するが、このことは、見方を変えれば混合油の量ならびに浮選時間を増加することによつても解決しうる問題とも考えられる。したがつて脈石の分散効果という点からは矢張り10~20min程度の条件付け時間は必要なものと思われる。

## (5) 生石灰添加の影響

本鋳石中には黄鉄鋳が存在するが、一般に黄鉄鋳は石灰を用いて抑制される場合が多く、大東鋳山でも従来 pH 調節剤として石灰を使用して来たのであるが、一方粘土質の脈石は石灰により鋳液の pH 値を高くすることによつて浮選に悪影響を与える場合もしばしばある。さらに輝水鉛鋳は石灰によつて抑制されることが知られている<sup>5),6)</sup>。

以上のような諸点から考えれば石灰の使用は更めて検討の要があると思われる。実験は混合油のみを用いた場合、ゼンセートと混合油を併用した場合、ゼンセートを段階添加し起泡剤としてパイン油を用いた場合の3者について行つた。

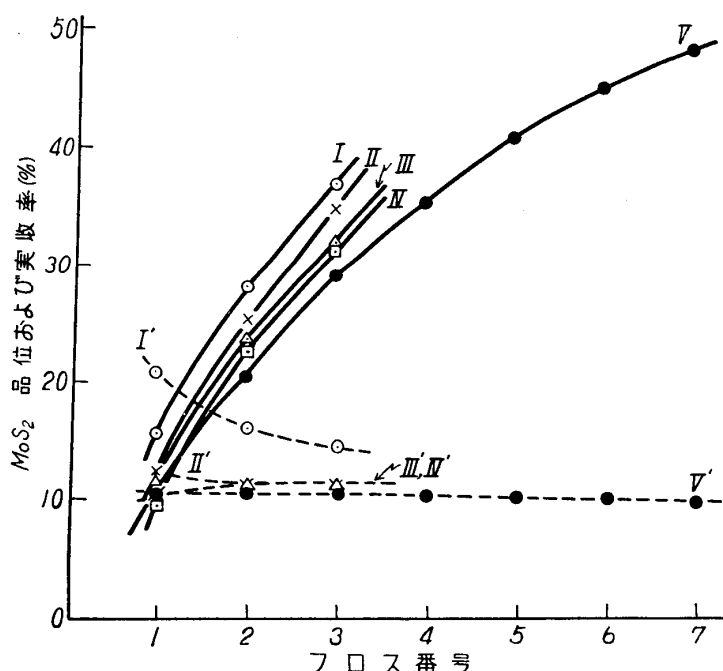


第3図 珪酸ナトリウム添加量の影響(その2)  
珪酸ナトリウム添加量: I 100g/t, II 200g/t, III 400g/t  
浮選条件: パルプ濃度20%, 予備攪拌 5min; 生石灰 2kg/t,  
珪酸ナトリウム上記指示量, エチルゼンセート  
カリウム 100g/t, 条件付け時間各 5min; 日香  
混合油各フロス毎 100g/t, 浮選時間各フロス毎  
10min; pH 9.7~9.6; 温度 16.8~27.9°C

5) 金沢一雄: 水曜, 13 (1956), 159.

6) 大場 章: 東北大学大学院工学研究科修士論文. (1955).

まず混合油のみを使用して浮選を行つた結果は第5図の如くで、第1～第10フロス産物の



第4図 珪酸ナトリウム添加後条件付け時間の影響  
珪酸ナトリウム添加後条件付け時間 (min): I, I' 0; II, II' 5; III, III' 10; IV, IV' 20; V, V' 40  
浮選条件: パルプ濃度 20%; 予備攪拌 5 min; 珪酸ナトリウム 200g/t; H香混合油各フロス毎 100g/t; 浮選時間各フロス毎 10 min; pH 4.0~4.9; 温度 20.0~30.6°C

MoS<sub>2</sub> 積算実収率は pH を調節しない場合も生石灰 2 kg/t を添加した場合も殆んど相違が認められないのに反し, MoS<sub>2</sub> 品位は生石灰を添加した場合の方がはるかに良くなつてゐることが判る. 第1～第10フロス産物の平均 Fe 品位は生石灰添加量 0 の場合 18.90% であるのに対し 2 kg/t の場合は 5.58% と大巾に低下していることから, 生石灰の添加によつて黄鉄鉱が抑制作用をうけたことは明らかであると考えられる. 一方フロス産物中の SiO<sub>2</sub> は生石灰の使用のため却つて増大し, 前者の場合の 24.04% に対して, 後者の場合には 37.74% となつてゐる. この SiO<sub>2</sub> の増加量は黄鉄鉱の除去に伴つて必然的に惹起する増加よりも大きいものであつて, 生石灰の使用による脈石の凝集, 活性化な

どが大きい原因ではないかと推定される.

次にエチルザンセートカリウムと混合油を併用した結果を第6図に示す. MoS<sub>2</sub> 品位は生石灰

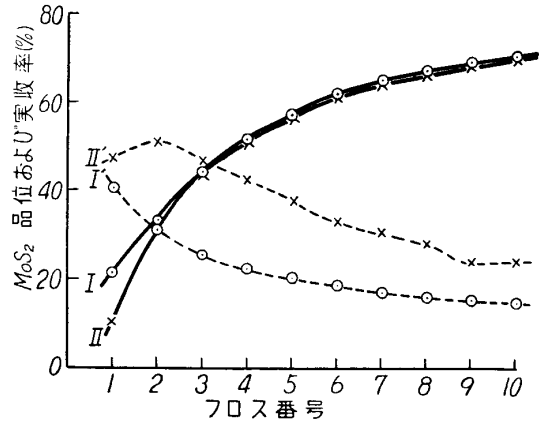
第3表 珪酸ナトリウム添加後の条件付け時間によるフロス産物中の SiO<sub>2</sub> 品位の変動

条件付け時間 (min)	第 1 フ ロ ス		第 2 フ ロ ス	
	重 量 (%)	SiO <sub>2</sub> (%)	重 量 (%)	SiO <sub>2</sub> (%)
0	1.34	39.64	1.76	39.24
5	1.82	19.20	2.10	28.07
10	2.04	12.43	1.77	26.04
20	1.69	12.44	1.76	27.17
40	1.76	15.97	1.84	29.92

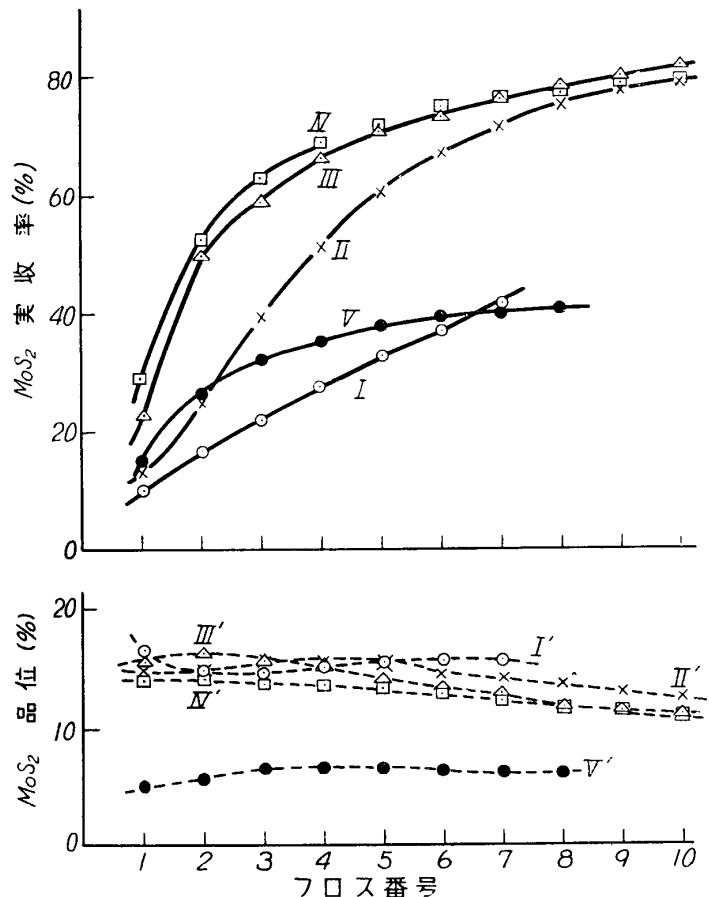
の添加量の増加にともなつてわずかずつ低下するが, 生石灰の添加量が 4 kg/t (浮選後 pH 9.3) になると急激に低下する. MoS<sub>2</sub> 積算実収率についてみれば生石灰添加量の増加に伴つて漸次増加するが, 生石灰添加量 1 kg/t と 2 kg/t の両者の間には殆んど差異が認められなくなり, さらに生石灰添加量が増して 4 kg/t になると今度は逆に実収率は著しく低下する. フロス

産物中の Fe, SiO<sub>2</sub> の積算品位は第4表に示す. すなわち Fe 品位は生石灰添加量の増加と共に増加し, 一方 SiO<sub>2</sub> 品位は減少する. この傾向は混合油のみを用いた場合と全く相反するものである. 後述するように捕收剤としてザンセートのみを用いた場合はこの傾向は更に強くなることから考えて, 混合油とザンセートを併用した場合は混合油のみを用いた場合およびザンセートのみを用いた場合の中間的な現われと考えれば納得しうる.

最後にザンセートを段階添加した浮選の際の生石灰添加の実験結果を第7図に示す. 第1~7フロスについてみれば, MoS<sub>2</sub> の積算品位は生石灰を 2 kg/t 添加しても, 全く添加しなくても大きな相違はないが, 積算実収率は生石灰を用いた方が10%程度増加している. しかし混合油のみによる浮選, 混合油とザンセートを併用した浮選に比してザンセートの段階添加による浮選の方が MoS<sub>2</sub> 実収率が低いことは注意を要する. 第1~第7混合フロス産物中の Fe および SiO<sub>2</sub> 品位は, 生石灰を加えない場合にそれぞれ 22.68%, 22.07%であるのに対し, 生石灰を 2 kg/t 添加した場合にそれぞれ30.44%, 14.71%であつて, 生石灰を添加した場合の方が生石灰を用いない場合に比して Fe 品位は高く, また SiO<sub>2</sub> 品位は低くなつている. これは混合油のみを用いて浮選した場合とは全く逆の傾向である. 一般に黄鉄鋳単味のザンセート浮選では生石灰は抑制剤として作用することは良く知られた事柄であつて, 本鋳石の浮選の際に生石灰の存在によつて Fe が高くなつたことは輝水鉛鋳の存在によるものか, 粘土質脈石の存在によるものか, あるいはその他の原因があるのかは判然としないが, 前述の混合油とザ



第5図 生石灰添加の影響(その1)  
 生石灰添加量: I, I' 0 (pH 4.8~5.4); II, II' 2 kg/t (pH 9.8~8.6)  
 浮選条件: パルプ濃度20%; 予備攪拌 5min; 生石灰上記指定量, 珪酸ナトリウム 200g/t, 条件付け時間各 15min; 日香混合油各フロス毎 100g/t, 浮選時間各フロス毎 10min; 温度 16.6~25.8°C



第6図 生石灰添加の影響(その2)  
 生石灰添加量 (kg/t): I, I' 0 (pH 4.8~5.5); II, II' 0.5 (pH 6.3~5.9); III, III' 1 (pH 7.4~7.3); IV, IV' 2 (pH 9.7~8.6); V, V' 4 (pH 10.9~9.3)  
 浮選条件: パルプ濃度 20%; 予備攪拌 5min; 生石灰上記指定量, 珪酸ナトリウム 200g/t, エチルザンセートカリウム 100g/t, 条件付け時間各 15min; 日香混合油各フロス毎 100g/t, 浮選時間各フロス毎 10min; 温度 12.2~29.5°C

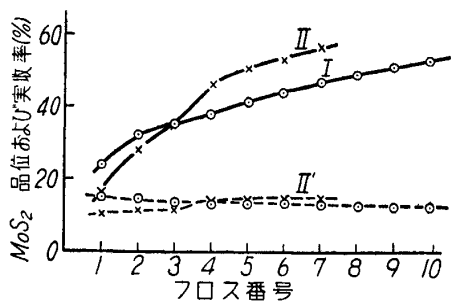
ンセートを併用した中間的傾向を示す場合の存在から考えても, かかる傾向のあることは当然考えねばならないことであつて, 今後の問題として興味深いものである.

第4表 第1~第7フロス産物中の Fe, SiO<sub>2</sub> 積算品位

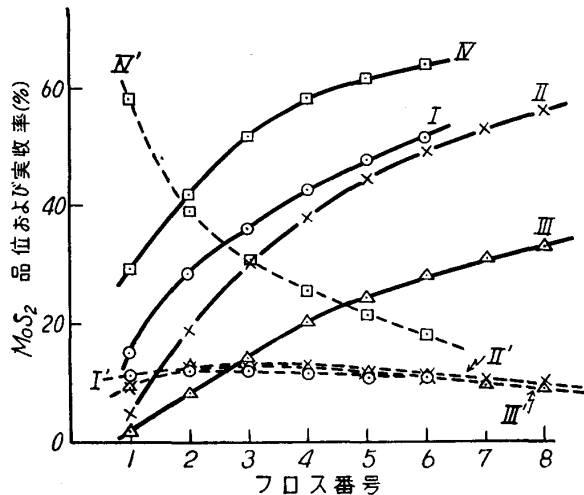
生石灰添加量 (kg/t)	品 位 (%)	
	Fe	SiO <sub>2</sub>
0	19.07	23.92
0.5	20.18	23.77
1	23.44	21.97
2	26.19	19.99
4	28.59	20.55

(6) 水酸化ナトリウム添加の影響

石英粒子は石灰の存在によつて凝集を起すが, 水酸化ナトリウムの存在のみでは凝集しないことが知られており<sup>7)</sup>, 本鉬石の浮選に際しても石灰を使用した場合とは異つた結果が得られる可能性が考えられる. 第8図は混合油を用いて浮選を行つた際の水酸化ナトリウムの影響を示したものである. すなわち 0.5~2 kg/t 程度の水酸化ナトリウムの添加ではフロス産物中の MoS<sub>2</sub> 品位は殆んど変化せず実収率は水酸化ナトリウム添加量の増加とともに可成り目立つて低下するが, 4 kg/t の添加では品位, 実収率とも急激に上昇することが認められる. 生石灰を 2 kg/t 添加したときの混合油浮選では浮選前 pH 9.8 であり, 水酸化ナトリウム 4 kg/t 添加の場合のそれは 8.5 であるので直接の比較は困難であるが, フロス産物の MoS<sub>2</sub> 品位は第1フロスを除いて前者の方が高く, 実収率では逆に後者の方が前者のそれを上回つている. 第5表は第1~6フロス産物中の Fe, SiO<sub>2</sub> 品位におよぼす水酸化ナトリウムの添加量の影響を示した. すなわち水酸化ナトリウムの添加によつて Fe の含量は著しく低下するが, その反面 SiO<sub>2</sub> 換言すれば珪酸質脈石の混入は, 生石灰を用いた場合に比して遙かに大であることが判つた.



第7図 生石灰添加の影響 (その3)  
生石灰添加量: I, I' 0 (pH 6.2~4.9); II, II' 2 kg/t (pH 9.5~9.0)  
添加試薬: 生石灰上記指定量, 珪酸ナトリウム 200g/t, エチルザンセートカリウム各フロス毎 50g/t; 日香油 No.5 50g/t (初回のみ)  
その他浮選条件は第5図と同じ



第8図 水酸化ナトリウム添加の影響 (その1)  
水酸化ナトリウム添加量: I, I' 0.5kg/t (pH 5.0~4.7); II, II' 1kg/t (pH 5.8~5.7); III, III' 2 kg/t (pH 7.5~7.2); IV, IV' 4 kg/t (pH 8.5~7.5)  
浮選条件: パルプ濃度20%; 予備攪拌 10min; 水酸化ナトリウム上記指示量, 珪酸ナトリウム 200g/t, 条件付け時間 10min; 日香混合油各フロス毎 100 g/t; 浮選時間各フロス毎 10min, 温度 24.4~31.0°C

収率は可成り大巾に上昇している. また相対応する生石灰 1 kg/t 使用の場合と水酸化ナトリウ

7) 大山正, 臼井進之助: 日鉱, 73 (1957), 551.



ム 2 kg/t 使用の場合とでは、後者の方が前者に比しフロスの  $\text{MoS}_2$  品位はわずかに低く実收率も可成り下回っていることが認められた。このように水酸化ナトリウムは生石灰に比して本鋳石に対しとくによい影響を与えるという結果は得られなかつたのであるが、スライム質の鋳石の浮選に対しては顕著な効果をあらわすことがある。このことについては(10)に後述する。

(8) ザンセート添加の影響

先に著者らは、ザンセートと混合油を併用して浮選を行えばフロス産物の  $\text{MoS}_2$  品位は混合油のみを用いた場合に比して低下するが、実收率は却つて増大することを明らかにした。しかしかかる結果はザンセート添加量が適当である場合にのみ得られるものと考えられる。したがつてザンセートの添加量を種々変化させて浮選を行つた。第10図は生石灰による pH 調節を行わない場合の実験結果を示し、また第11図は生石灰 2 kg/t を加えて pH 調節を行つた場合の実験結果を示す。第10図においては  $\text{MoS}_2$  品位はザンセート添加量の増加とともに低下するが、実收率はザンセート添加量が 200g/t のときが最大で、それより多くても、また少くても低下することが認められる。生石灰を加えて pH 調節した場合は第11図に示すようにザンセート添加量 100g/t の場合の方が 200g/t の場合よりもフロス産物の  $\text{MoS}_2$  品位および実收率ともに良好な値を与える。

以上の実験はザンセートとしてエチルザンセートを用いた場合であるが、これをアミルザンセートに置換えて行つた浮選でも殆んど差異が認められなかつた。

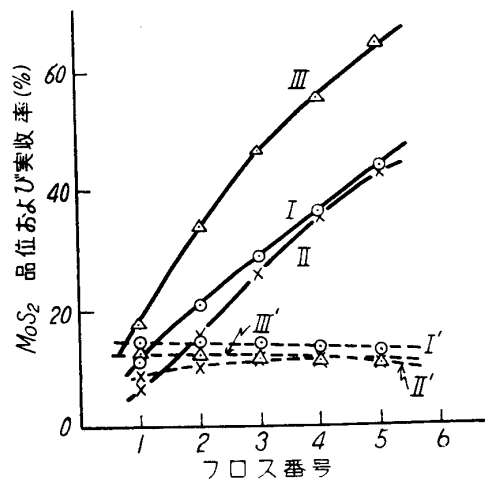
(9) 混合油添加量の影響

今まで述べてきた浮選では混合油はすべて 100g/t ずつを添加したが、この量をかえれば異つた成績が得られるであろうことは想像にかたくない。実操業の場合には浮選過程で中間産物の繰返しが行われるので、この実験で得られた混合油添加量の最適条件が直ちに適用されるとは考えられないが、輝水鉛鋳浮選の基礎資料としては興味深いものである。

第12図は鋳石(B)について各フロス毎に日香混合油をそれぞれ 100, 200, 400, 800g/t の割合で添加した場合の実験結果を示す。図から明らかなように 400g/t ずつ段階添加した場合がフロス産物の  $\text{MoS}_2$  品位、実收率ともに最良で、それより混合油の添加量を多くしても品位、

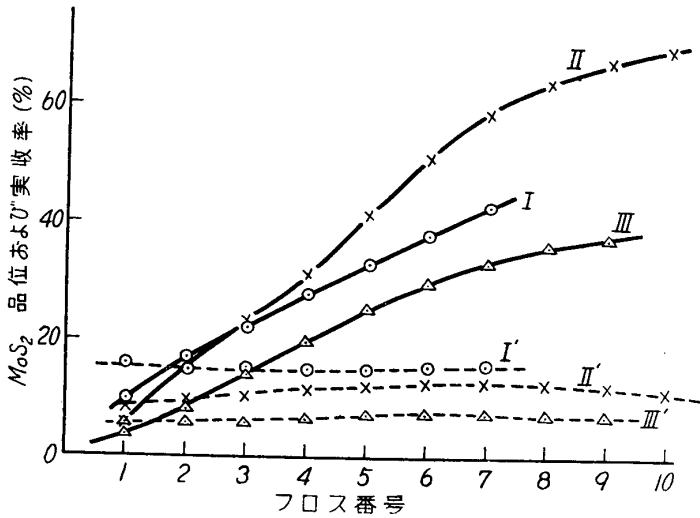
第5表 水酸化ナトリウムを用いた混合油浮選における第1~第6フロス産物中の Fe および  $\text{SiO}_2$  品位

水酸化ナトリウム 添加量 (kg/t)	品 位 (%)	
	Fe	$\text{SiO}_2$
0.5	18.02	34.07
1	13.28	43.46
2	12.38	48.85
4	4.16	60.20

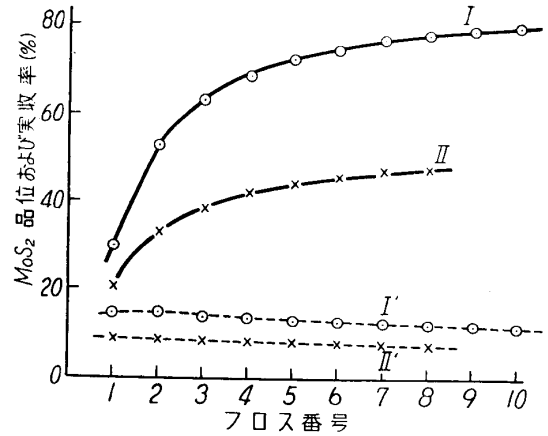


第9図 水酸化ナトリウム添加量の影響(その2)  
水酸化ナトリウム添加量: I, I' 0.5kg/t (pH 5.0~4.7); II, II' 1kg/t (pH 5.8~5.7); III, III' 2kg/t (pH 7.3~7.2)  
浮選条件: パルプ濃度 20%; 予備攪拌 5min; 水酸化ナトリウム 上記指示量, 珪酸ナトリウム 200g/t, エチルザンセートカリウム 100g/t, 条件付け時間各 15min; 日香混合油各フロス毎 100g/t, 浮選時間 各フロス毎 10min; 温度 21.9~31.6°C

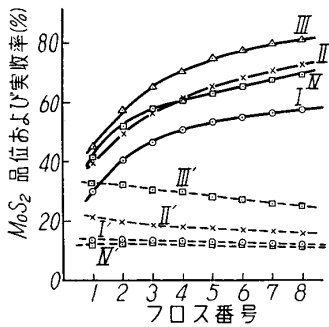
実収率ともに低下する。第6表は第1～第8フロス産物中の  $\text{MoS}_2$ , Fe,  $\text{SiO}_2$  品位を示したも



第10図 エチルザンセートカリウム添加量の影響(その1)  
 ザンセート添加量: I, I' 100g/t; II, II' 200g/t;  
 III, III' 400g/t  
 浮選条件: パルプ濃度20%; 予備攪拌 10min; 珪酸ナトリウム 200g/t, エチルザンセートカリウム上記指示量, 条件付け時間各 10min; 日香混合油各フロス毎100g/t, 浮選時間各フロス毎 10min; pH 6.0~4.6; 温度 11.0~25.8°C



第11図 エチルザンセートカリウム添加量の影響(その2)  
 ザンセート添加量: I, I' 100g/t; II, II' 200g/t  
 浮選条件: 生石灰 2kg/t を加えて条件付け 10min (pH 9.7~8.6) の他は第10図と同じ



第12図 日香混合油添加量の影響  
 日香混合油添加量各フロス毎(g/t): I, I' 100;  
 II, II' 200; III, III' 400; IV, IV' 800  
 浮選条件: パルプ濃度20%; 予備攪拌 15min;  
 珪酸ナトリウム 200g/t, 条件付け時間 5min;  
 日香混合油上記指示量, 浮選時間各フロス毎 10min

第6表 混合油浮選第1～第8フロス産物中の  $\text{MoS}_2$ , Fe,  $\text{SiO}_2$  品位

混合油添加量 積算値(kg/t)	品位 (%)		
	$\text{MoS}_2$	Fe	$\text{SiO}_2$
0.8	11.68	20.66	31.00
1.6	15.72	13.35	37.95
3.2	25.03	5.90	48.38
6.4	11.08	22.12	34.24

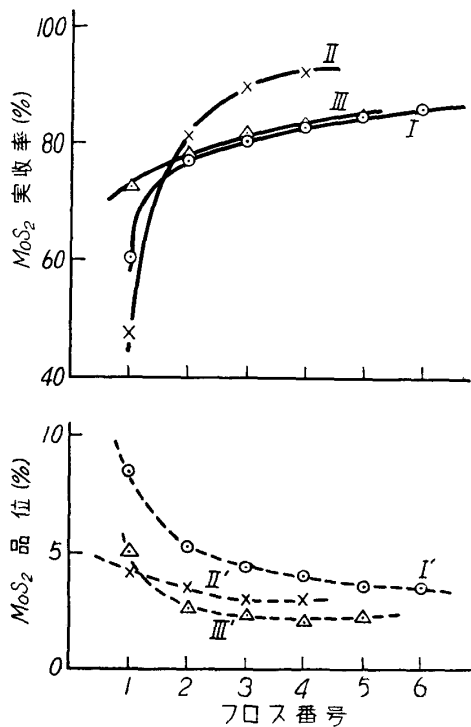
のであるが,  $\text{MoS}_2$  品位の高い産物中の Fe 品位は低く,  $\text{SiO}_2$  含量は多いことが明らかに認められる。

(10) 初生スライムを含む粒度部分と含まない粒度部分の浮遊性の比較

本鉱石中に含まれる初生スライムの浮選における挙動を把握するためプレーキクラッシャーおよびロールジョウクラッシャーで -4 mesh に調製した供試鉱石 1kg をファガーグレン浮選試

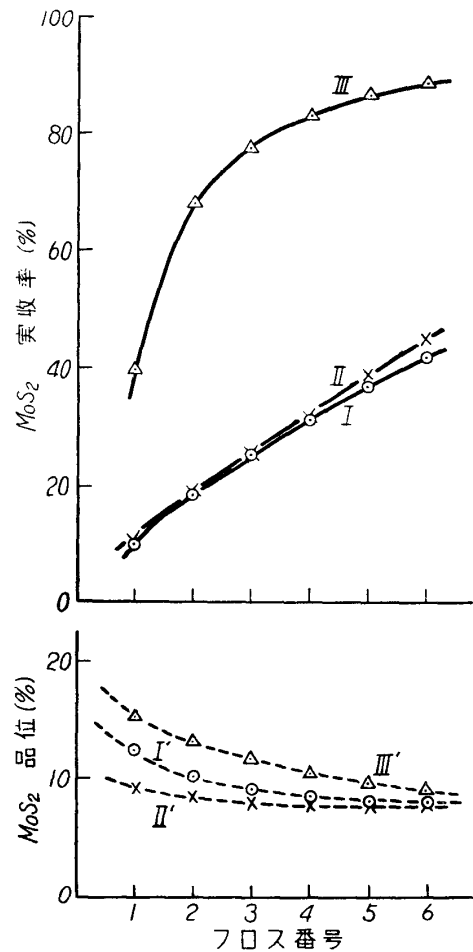
験機に装入し、パルプ濃度25%固体で 30min 攪拌後 65mesh の篩によつて湿式篩分けを行い、篩下産物 (MoS<sub>2</sub> 2.2%) はそのまま、篩上産物 (MoS<sub>2</sub> 0.2%) は磁製ボールミルで -65 mesh に粉砕して浮選実験に供した。

浮選はそれぞれの試料について (i) 混合油のみを用いて pH 調節を行わない場合, (ii) 消石灰 1 kg/t で pH 調節してザンセートと混合油を併用した場合, (iii) 水酸化ナトリウム 4 kg/t で pH 調節してザンセートと混合油を併用した場合の3者について行つた。第13図は 65 mesh 篩上産物を再粉砕して浮選した結果を、第14図は 65 mesh 篩下産物の浮選成績を示す。+65



第13図 +65mesh 産物再粉砕試料の浮選  
 浮選条件: パルプ濃度20%, 予備攪拌 10min,  
 珪酸ナトリウム 200g/t, 条件付け時間  
 各5min, 浮選時間各フロス毎 10min,  
 温度 19.8~30.1°C

- I, I': 日香混合油各フロス毎 100g/t, pH 6.8~5.8
- II, II': 消石灰 1 kg/t, エチルザンセートカリウム 100g/t, 日香混合油各フロス毎 100g/t, pH 8.8~7.4
- III, III': 水酸化ナトリウム 4 kg/t, エチルザンセートカリウム 100g/t, 日香混合油各フロス毎 100g/t, pH 11.6~10.7



第14図 -65mesh 試料の浮選  
 浮選条件: pH の他は第13図と同じ  
 pH: I, I' 3.9~4.1; II, II' 6.1~5.7;  
 III, III' 9.3~8.1

mesh 産物再粉砕試料については上記3者の浮選ではフロス産物の MoS<sub>2</sub> 品位の点からいえば (i) の場合が最もよく, (ii), (iii) の順で低下しているもののいずれの場合も富鋳比は大きい値を示している。しかし実収率の点からいえば (ii) の場合が最もよく, (i), (iii) はそれより幾分低いが, それでも第4フロスですでに実収率80%に達している。この試料では給鋳の MoS<sub>2</sub> 品位は 0.2% 程度の低いものであるが, 尾鋳中のそれは (ii) の場合には第1~第4フロスを採取した後ですでに0.02%と極めて低くなつており, (iii), (i) の順で尾鋳品位が増大する。

一方 -65mesh 試料についてみるとフロス産物の MoS<sub>2</sub> 品位は(iii), (i), (ii) の順に低下し

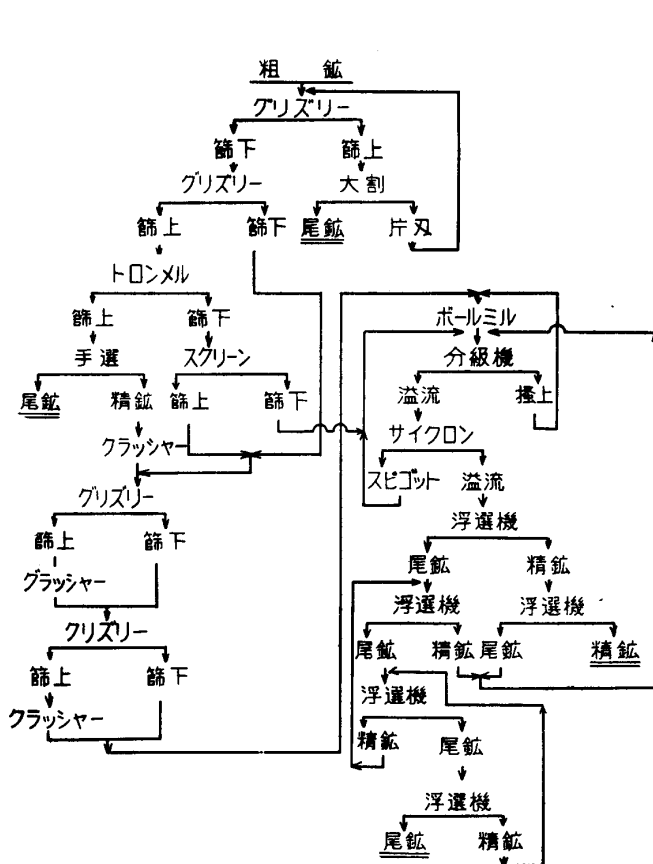
ている.  $\text{MoS}_2$  実収率は第1~第6フロスを積算して (i), (ii) の場合には40%程度のものが (iii) の場合には約90%と著しく向上している. 第1~第6フロスを採取した尾鉱中の  $\text{MoS}_2$  品位は, (i), (ii) の場合いずれも約1.4%であるのに対し (iii) の場合は0.3%まで低下し, 水酸化ナトリウムの効果はつきり表われている. 以上のことから初生スライムを含まない鉱石に対しては pH 調節剤としては消石灰がよいが, 初生スライムを含む鉱石に対しては水酸化ナトリウムを用いれば尾鉱の  $\text{MoS}_2$  品位の低下, 換言すれば実収率の上昇が著しいことがいえよう.

本研究では実験の都合上 65 mesh で篩別けしたのであるが, 実際の操業ではさらに細かい粒度で分粒し, 量を減ずればその部分だけを別処理することの可能性が生れるわけである.

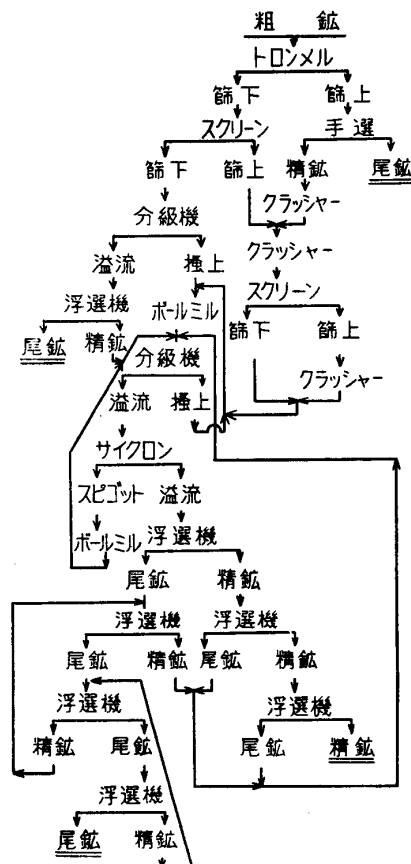
#### 4. 大東鉱山における浮選方式の改善について

大東鉱山では従来第15図に示すような浮選系統で, 既に 3.(1) において述べたような浮選条件によつて輝水鉛鉱精鉱の採取を行つていたのであるが, 火の谷坑産の粘土質鉱石を混合処理するようになって, 精鉱品位および実収率に著しい悪影響を来し, 改めて浮選方式を検討する必要にせまられた.

3. において詳述した実験室における浮選試験の結果にもとづけば, 浮選系統をそのままにして単に試薬条件などを変更することによつてのみでは成績は確実に向上するにしても一挙に問題を解決することは困難と思われる. 例えば  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2=1/2$  の珪酸ナトリウムや水酸化ナトリウ



第 15 図 大東鉱山操業改良前浮選系統



第 16 図 大東鉱山操業改良後浮選系統

ムの使用は確かに現場操業においても効果の認められたものであるがそれだけでは不十分である. 基礎実験の結果他に考えられる一つの方法は浮選における挙動が異つているスライムを別処

理することである。しかし緒言においても述べたように選鋳設備の増設には大きな制約がつくのでスライムを全く別系統で処理するだけの余裕はない。したがってスライムを別系統で浮選し、浮鋳中に混入してくる粘土質分を出来るだけ少くし、本系統の浮選におよぼす悪影響を出来るだけ除去したのち、浮鋳は本系統に入れて混合処理することが考えられる。このような考え方から現場においても種々検討の結果第16図に示すような浮選系統の変更を行つた。すなわちトロンメル、ローヘッドスクリーンの水洗篩下産物はドラッグ分級機で分級し、その溢流をフアーレンワルド型 No. 18 SP 浮選機（2区）によつて浮選し、その精鋳はドル分級機に繰返すという単純なスライム別処理系統を採用した。また浮選の際の pH 調節は水酸化ナトリウムでこれを行い粗選の際の pH は 8.5 に保ち、本系統の粗選ではシアン化ナトリウム 6.4g/t、日香 No. 120-T 選鋳油 340g/t、精選ではシアン化ナトリウム 6g/t、清掃選では日香 No. 120-T 選鋳油：日香パイン油 No. 5（1：1）混合油 190g/t を段階添加し、スライム浮選では日香 No. 120-T 選鋳油 36g/t を用いた。

このように浮選方式を改善したことによつて本系統は順調な操業を続け得るようになった。すなわち浮選全体の成績は昭和36年1月～6月についてみれば  $\text{MoS}_2$  の給鋳品位 1.06～1.13%，精鋳品位 86.3～87.4%，尾鋳品位 0.03%～0.05%，実収率 95.5～97.9%であつて充分目的は達成された。参考までにスライム系のみ浮選成績は  $\text{MoS}_2$  の給鋳品位 2.58%，精鋳品位 39.37%，尾鋳品位 0.08%，実収率 97%である。

## 6. 総 括

粘土質脈石を伴う輝水鉛鋳を浮選処理することを目的として基礎的研究を行い、得られた結果にもとづき粘土質脈石の存在により輝水鉛鋳精鋳の品位および実収率の点で大きい問題をもつていた大東鋳山における浮選方式を検討し、改善を行つた。本研究によつて明らかにされた諸点は、大略次のごとくである。

(1) 適量の珪酸ナトリウムは粘土質脈石の分散剤として効果がある。とくに  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2=1/2$  の組成の珪酸ナトリウムは  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2=1/1$  または  $1/3$  のものに比して効果が大きい。

(2) 珪酸ナトリウムの過剰量の添加は輝水鉛鋳の浮遊性を著しく害する。

(3) 珪酸ナトリウム添加後の条件づけ時間は 10～20 min 程度のときフロス産物中の  $\text{SiO}_2$  品位が最小になる。

(4) pH 調節剤としては、生石灰は初生スライムの多い鋳石に対しては不適當であり、水酸化ナトリウムの方が好ましい。初生スライムを含まない粒度部分に対しては生石灰も充分効果的である。

(5) 輝水鉛鋳の浮選において捕收剤としては通常油質捕收剤が用いられるが、これの浮選に必要とされる量は一般の硫化鋳に対するザンセートの必要量に比して格段に大きいものである。油質捕收剤とザンセートを併用すると油質捕收剤のみを使用する場合よりも実収率を高め得る場合があるが、ザンセートの過剰の使用は  $\text{MoS}_2$  品位、実収率に対し悪影響を与える。またザンセートのみの使用では良好な浮選成績は期待し得ない。

(6) 大東鋳山では鋳石中に含まれるスライムを別系統で処理しその浮鋳のみを本系統にかえて混合処理を行うように浮選系統を変更し、鋳液の pH 調節に水酸化ナトリウムを用いるよう

になつてから1.06~1.13%  $\text{MoS}_2$  の浮選給鉱から 86.3~87.4%  $\text{MoS}_2$  の精鉱を実収率 95.5~97.9%で採收しうるようになり, 順調な操業が可能になつた.

本研究を遂行するに当り, 種々御援助御鞭撻を賜つた太陽鉱工株式会社専務取締役橋本隆正氏, 同社仙台工場長浅野貞次郎氏, 同社大東鉱業所選鉱係長戸田正作氏, 実験に協力された同社関直之氏, 阿部信夫氏, 東北大学選鉱製錬研究所佐々木恒子嬢, 菊田慶子嬢に深甚の謝意を表する.