

京大・工 正員 寺島 泰
 " 正員 ○尾崎 博明
 神戸製鋼 野村 勉

1. はじめに 粒子に強大な磁気力を作用させてフィルターに分離する高勾配磁気分離処理(HGMS)により非磁性物質(粒子)を除去する場合、通常まず磁気シード法とよばれる前処理を施す。この方法は非磁性物質を含む液中に強磁性体と必要に応じて少量の凝集剤とを添加して磁性沈殿を生成させる手法であり、溶解性物質についても凝集操作後適用可能である。強磁性体としては通常マグネタイト(Fe_3O_4)が用いられるが、コスト低下と生成汚泥量減少のため磁性沈殿を含む逆洗スラリーからこれを回収する必要がある。回収方法としては逆洗スラリーを再度HGMS装置に高流速で通水し、フィルターに強磁性体のみを捕捉する方法が考えられる。本研究では非磁性物質として各種条件下でも安定なカオリンを用い、できるだけ純粋なマグネタイトを回収するためにマグネタイトに付着したカオリンを脱着させるのに有利な化学的条件とHGMSへの通水条件(磁場強度、流速)について実験的に検討した。

2. 磁気シード法における磁性沈殿生成の最適条件

参考のために磁気シード法の操作手順を図-1に、また種々のpH下におけるHGMSによるカオリンの固液分離結果を図-2に示す。用いたHGMS装置は4章に示すものと同じである。 Fe^{3+} 無添加の場合、カオリン除去率は図-3に示すように粒子の ζ 電位に依存している。一方 Fe^{3+} を添加した場合はpH7以上におけるカオリン除去率の改善がみられる。

3. 付着粒子の脱着条件 3-1. 実験方法

脱着に有利な化学的条件(pH等)を明らかにするために、前記の操作手順A(pH6.5)、操作手順B(pH7.0)と同様の操作により得た磁性沈殿を用いて、カオリンの脱着実験を図-4に示す操作手順C、D、Eに従って行った。なお操作手順A、Bの操作によりAでは平均95.5%、Bでは99.5%のカオリンが除去された。操作手順Dでは分散剤として100mg/lの(NaPO_3)₆を加えている。実験は1lビーカー中で行い翼式攪拌機により強攪拌した。約15分経過後スターラーにより攪拌しながら市販磁石により磁気分離を行い、上澄水の濁度を測定した。濁度計の読みはカオリン粒子の性状(大きさなど)による影響をうけるため種々の条件下で濁度値を検定して測定値の補正を行い、この値を用いて次式より脱着率を算出した。

$$\text{脱着率}(\%) = \{(R-Q)/(P-Q)\} \times 100 \quad \dots (1)$$

ここに、P,R;吸着前、吸着後のカオリン濃度(mg/l)、Q;吸着しなかったカオリン濃度、である。

3-2. 実験結果と考察 上記操作手順C~Eで処理した場合の脱着率のpH依存性を図-5に示す。 Fe^{3+} を添加しないで得た磁性沈殿(操作手順C)では、pH7以上で脱着率は急激に増加し、pH9.5で脱着率は85%に達する。これは図-2の除去率の結果とは逆の傾向を示し、pHの上昇とともに粒子間の反発力が増加し、せん断力の効果も加わってマグネタイトとカオリンの粒子が分散しやすくなるとともに、いったん分離した粒子の再付着が妨げられることによると考えられる。分散剤を添加した場合はpH値にかかわらずほぼ100%の脱着率が得られたが、マグネタイト自身が微細化することもあり回収マグネタイトの再使用にとって問題が多い。磁性沈殿生成時に

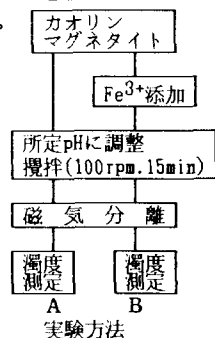


図-1. 磁気シード法の操作手順

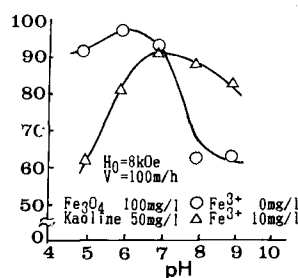


図-2. カオリン除去率のpH依存性

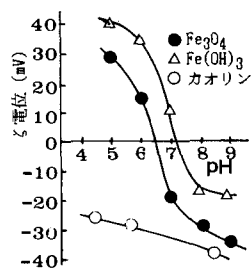


図-3. 粒子と電位のpH依存性

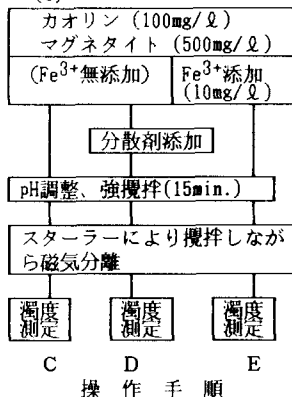


図-4. マグネタイト回収実験の手順

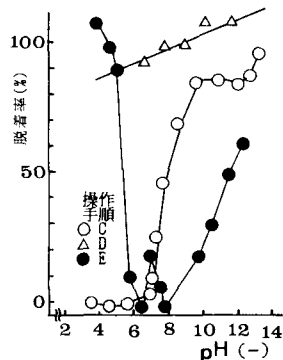


図-5. 脱着率のpH依存性

Fe^{3+} を添加した場合、pHを上昇させるより低下させた方が脱着には有利であることが明らかになった。添加 Fe^{3+} が少量の場合は、カオリンとマグネタイトは Fe のヒドロキシ化合物の架橋作用により結合していると考えられ、低pH下ではこのヒドロキシ化合物とマグネタイト表面の一部の溶解により架橋作用がなくなるためと考えられる。

4. HGMSを用いたマグネタイトの回収とその条件 4-1 実験方法

カオリン (100mg/ℓ)、マグネタイト (500mg/ℓ) を図-1、4の操作手順AとC (脱着pH約11.5)、あるいは操作手順BとE (脱着pH約3.7)と同様の手順で処理したあと、市販磁石によりマグネタイトを回収するのではなく、スラリーを図-6に示すHGMS装置に上向流で高速通水し、高純度のマグネタイトを高率に回収できるようなHGMSの操作条件について検討した。HGMSのフィルター部にはSUS430製の網 (細線径 300 μm , 目開き24メッシュ) を145枚重ねて層高さ150 mmにしたものを用いた。実験は、流速を1511, 1067, 761m/hrの3段階、磁場を1, 3, 5kOeの3段階に設定し、これらを組合せた条件下でマグネタイト流入量が単位フィルター体積あたり約7gに達するまで続け、その間の流出水をサンプリングした。カオリン濃度は前章と同様に補正した濁度値よりもとめた。本章ではマグネタイトの回収率 (R)、カオリンの脱着率 (D) を次式によりそれぞれ定義した。

$$R(\%) = \{(M_{\text{in}} - M_{\text{out}}) / M_{\text{in}}\} \times 100 \quad \dots (2)$$

$$D(\%) = (K_d / K_{\text{in}}) \times 100 \quad \dots (3)$$

ここに、 M_{in} : 流入マグネタイト量 (mg/ℓ)、 M_{out} : 流出マグネタイト量 (mg/ℓ)、 K_d : 脱着カオリン量 (mg/ℓ)、 K_{in} : マグネタイトに付着してフィルターに流入したカオリン量 (mg/ℓ)、である。また通水実験終了後フィルターの逆洗を行ってマグネタイトを回収し、次式で定義した純度 (P) をもとめた。ただし純度の評価は (5) 式の純度上昇率 (F) によった。

$$P(\%) = \{(M_r / M_r + K_r)\} \times 100 \quad \dots (4)$$

$$F(\%) = \{(P_r - P_i) / (100 - P_i)\} \times 100 \quad \dots (5)$$

ここに、 M_r : (逆洗スラリー中の) マグネタイト濃度 (mg/ℓ)、 K_r : マグネタイトに付着したカオリン濃度 (mg/ℓ)、 P_r : 回収マグネタイトの純度 (%), P_i : 通水スラリーの磁性沈殿中のマグネタイトの割合 (%) である。

4-2. 実験結果と考察 流入量の増加に伴うカオリン脱着率およびマグネタイトの回収率の変化の例を図-7, 8 (処理手順C) に示す。また各流速、磁場下における凝集剤を添加して得た磁性沈殿からのマグネタイトの回収 (処理手順E) に関する同様の結果を図-9 ($H_0=3\text{kOe}$)、図-10 ($H_0=1\text{kOe}$) に示す。なお凝集剤無添加 (処理手順C) でも同様の傾向を示した。これらの結果より、低流速あるいは磁場が高いほうがマグネタイトの回収率が高く、磁場が高ければ流速の変化による回収率の変動が少ない傾向がみられた。なお磁場が5kOeの場合は3kOeの結果とほぼ同様の結果となった。これは3kOeでマグネタイトの磁化がかなり飽和に達するためと考えられる。カオリン脱着率あるいは純度についてはHGMSの操作条件に対する依存性はあまりみられなかった。凝集剤無添加の磁性沈殿では回収マグネタイトの純度は平均 98.3%、純度上昇率平均 81.3%、また凝集剤添加の場合、純度の平均 98.1%、純度上昇率の平均 79.1%であった。なおマグネタイトとカオリンの比が約 2:1の逆洗スラリーを用いた同様のマグネタイト回収実験においても上記と同様の結果を得ている。

5. おわりに 以上の結果より、凝集剤無添加で得た磁性沈殿ではpHを11以上に、凝集剤を添加して得た磁性沈殿ではpHを4以下とし、印加磁場3kOe、700 ~ 1500m/hrの高流速でHGMS装置に通水するとマグネタイトを回収率80~100%、純度上昇率 80%程度で回収できることが明らかになった。今後はさらにマグネタイトの純度上昇率高める方法について検討する必要がある。

〔引用文献〕1) 寺島, 尾崎, 川那辺; 京都大学環境衛生工学研究会第4回シンポジウム講演論文集, 143(1982)

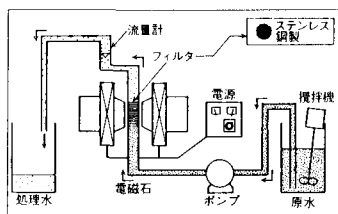


図-6. HGMS装置

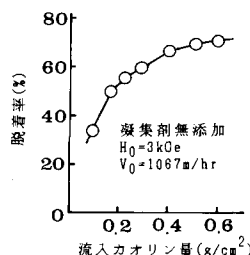


図-7. カオリン脱着率の変化

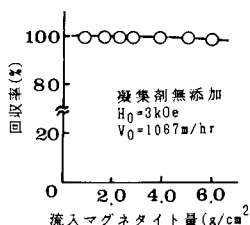


図-8. マグネタイト脱着率の変化

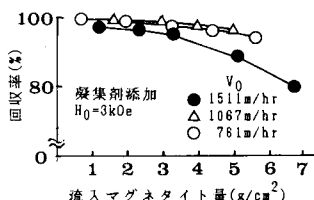


図-9. マグネタイト回収率と流速 ($H_0=3\text{kOe}$)

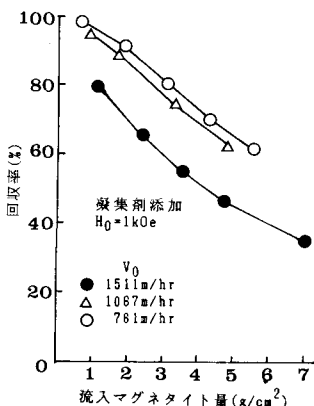


図-10. マグネタイト回収率と流速 ($H_0=1\text{kOe}$)