

除鉄装置における棒磁石構造が
シリカ粉体中の磁性粒子除去率に及ぼす影響

2024年3月

大西 賢治

徳島大学大学院先端技術科学教育部
知的力学システム工学専攻
機械創造システム工学コース

目次

第1章 序論	
1.1 研究の背景	1
1.2 金属異物とは	4
1.3 除鉄装置について	
1.3.1 棒磁石を組込んだ除鉄装置	5
1.3.2 棒磁石の構造と磁束密度	6
1.4 粉体中に混入した磁性物除去に関する従来の研究	7
1.5 研究目的	8
参考文献	10
第2章 粉体の特性	
2.1 緒言	13
2.2 供試材および実験方法	
2.2.1 供試材	13
2.2.2 実験方法	14
2.3 実験結果及び考察	
2.3.1 粉体の平均粒径・安息角・せん断付着力	19
2.4 SUS304摩耗粉の磁性について	22
2.5 結言	24
参考文献	25
第3章 除鉄性能に及ぼす磁束密度・磁極数と粉体の流動性の影響	
3.1 緒言	26
3.2 実験方法	
3.2.1 試験装置	26
3.2.2 除鉄試験方法	27
3.3 実験結果および考察	29
3.4 結言	33
参考文献	34
第4章 除鉄性能に及ぼす棒磁石の傾斜角度の影響	
4.1 緒言	35
4.2 供試材および実験方法	36
4.3 実験結果および考察	37
4.4 結言	41
参考文献	43

第5章	粉体堆積防止プレートの除鉄性能におよぼす影響	
5.1	緒言	4 4
5.2	供試材および実験方法	4 5
5.3	実験結果および考察	4 6
5.4	結言	4 9
	参考文献	5 0
第6章	磁束密度と捕捉磁性粒子径の関係	
6.1	緒言	5 1
6.2	供試材および実験方法	5 1
6.3	実験結果および考察	5 4
6.4	結言	5 8
	参考文献	6 0
第7章	結論	6 1

第1章 序論

1.1 研究の背景

世界の半導体市場は、新型コロナの影響で需要と供給のバランスが崩れ、世界的な半導体不足が発生した。しかし、2022年半ばごろからパソコンやモバイル需要が減少した影響で半導体の在庫調整時期に入り、逆にその需要が低迷している。特に、米国で中国向けの先端半導体製品や半導体製造装置の輸出管理が強化された2022年後半から、日本企業も自ら輸出や中国企業向け販売を抑制し、対中輸出戦略の見直しが迫られている。一方、日本国内では、台湾積体回路製造（TSMC）を熊本に誘致するなど新型コロナ明けの半導体不足に向けての対応が行われている。

半導体とは、導体と絶縁体の中間の機能を備えた物質のことで IOT・テレワーク・PC・スマホや自動車の自動運転には欠かせないものである。半導体集積回路は、Fig.1-1 に示すように熱や水分などから配線を保護するために、封止材と呼ばれる絶縁性樹脂コンパウンドで回路表面が被覆されている。一般的な封止材は、熱可塑性樹脂であるエポキシ樹脂にシリカ粒子を混ぜて硬化させたものが広く用いられている [1-3]。特に半導体チップの封止材用フィラーには、主に球状のシリカ粒子が使用されている。

半導体集積回路における問題の一つは、封止材に混入した導電性の磁性金属粒子による回路間の短絡である。半導体集積回路は、ひとつのシリコン半導体基板の上に、トランジスタ、抵抗、コンデンサなどの機能を持つ素子を多数作り、その電子回路を一枚の基板上に実装したものである。このため、封止材中に混入した磁性金属粒子の大きさが、集積回路の配線間隔を超えると回路に短絡が生じて不良品が発生する可能性が高くなる。一方、集積回路の集積度が近年益々高くなっている超 LSI では、封止材原料からの除去が望まれる金属粒子のサイズがこの十年で 50 μm 以上から 10~20 μm 以上へと急激に小さくなって

いる [4,5]. 特に、記憶に新しい世界的な半導体不足を経験した業界では、不良品発生率を抑えることは半導体集積回路の製造業界にとって重要な課題となっている。また、配線間隔数 nm の「小型化」と「省電力化」を目標とした半導体微細化競争においては、封止材の品質確保は重要な課題である。

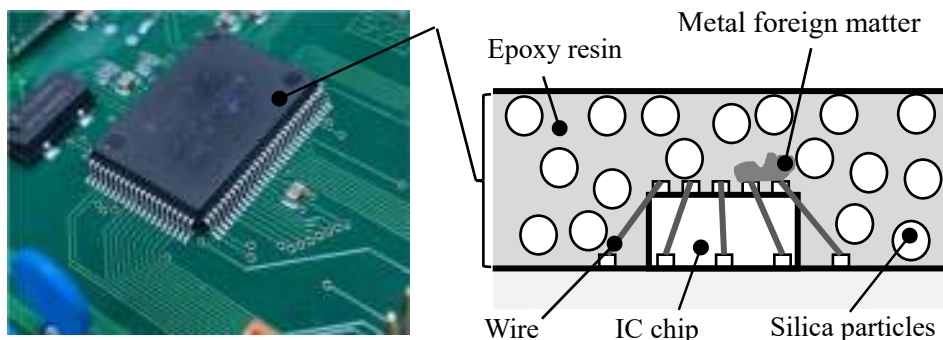


Fig.1-1 LSI Semiconductor

一方、半導体産業以外の業界，例えば食品や医薬産業では内容表示以外の物は異物として定義されている。特に，O157の発症で制度化された HACCP では，人体に危害を与えるものとして化学物質を含む微生物と異物があり，金属は異物として定義されている。しかし，金属異物の大きさは定義されていないが，検査装置の性能から主に目視で確認できる大きさ， $\phi 100\mu\text{m}$ 程度以上が目安となっており，機能的に許されない絶縁材料とは大きく異なっている。

粉体に混入する金属粒子は，主に粉体がホッパーなどの粉体取扱装置を構成する金属と接触する際の摩耗によって生じる。その金属粒子は，主に鉄を主成分とした導電性磁性粒子である。このような導電性磁性粒子の混入経路は幾つかあり，代表的なものとして粉体製造工程の機器およびホッパー壁や輸送配管の内面が摩耗することによって混入する経路である。例えば，粉体・粉末原料の粒子をさらに細かく砕く粉砕機のボールとライナの摩耗や混合機のブレードとスクレーパが摩耗する現象などが広く知られており，摩耗による

磁性金属粒子の混入を避けることは容易でない [6-8].

これらの製造機器に使用される金属材料として、腐食の関係からオーステナイト系ステンレス鋼が使用されることが多い。オーステナイト系ステンレス鋼は非磁性体であり、一般的に磁石に引き付けられない鋼種として知られている。しかし、その摩耗粉の形成過程で加工誘起マルテンサイト変態が生じ、磁性を有するようになる [9-13]。このため、通常は非磁性体であるオーステナイト系ステンレス鋼であっても、磁束密度の大きい磁石を利用することでその摩耗粉を除去することが可能となる。これを利用したものが磁石を用いた、いわゆる除鉄装置である。

現在、粉体中の異物検出・除去方法としては、磁石を用いた除鉄装置以外に、粒子の大きさの違いによるふるい分け、色の違いによる画像処理、電磁波を利用した金属検知などがある。しかし、ふるい分けでは、原料となる粉体粒子径以下の異物除去は困難であること、画像処理による異物検出や磁気センサーによる金属検知は、あくまでも異物を検出する手法であって異物を除去することは出来ない [14-16]。また、その金属の検出精度は、現在球状で $\phi 100\mu\text{m}$ 程度が限界であり、ここ十年の間、その性能は大きく進歩していない。一方、 $50\mu\text{m}$ 以下の磁性金属粒子を除去できる方法として棒磁石を用いた捕捉法と酸を用いた溶解法がある。このうち、溶解法は処理時間が長く、大量の処理には不向きであり [17]、製造プロセスへの適用が困難である。

これに対し、磁石を用いた除鉄装置は大量生産に適しており、磁性粒子の大きさに関わらずこれを捕捉することができる。しかし、これまでの試験経験から、その除去性能は粉体の流動性や粉体の嵩密度などの条件に依存し、供給方法によっても除去性能が異なってくる事が判っている。さらに、従来の除鉄装置では、集積回路の配線間隔ほど小さな磁性粒子を除去することはできない [18-22]。おそらく、磁性金属微粒子の除去性能が低い要

因として粉体粒子の流動性 [23,24] が大きく関係していると考えられる。また、除鉄装置の除去性能に与えるこれらの要因の影響について調査した研究はわずかであり、その殆どの設計は設計者の個人的な経験に基づいて実施されている。

一方、除鉄装置は、除去だけではなく捕捉できる磁性物の種類やその捕捉量の変化を視覚で確認することができる。このように、除鉄装置は製造プロセスの異常を察知できる役割も有している。特に、微小金属粒子は金属検出器では検知出来ない領域であるため、除鉄装置の役割は重要である。

1.2 金属異物とは

金属異物とその大きさについて、各業界からの聞き取り情報を元にその目安をまとめたものを Table1-1 に示す。金属異物とは、食品・医薬業界では人体に危害を及ぼす物として内容表示以外の物が異物として定義されているが、その異物の形状や大きさについては法的基準がないのが現状である。一方、半導体や二次電池では、導電性である金属は絶縁材料への混入が機能的に許されない異物である。例えば、二次電池においては、金属がセパレーターを介して負極・正極を短絡させる事故、即ち電池の火災は導電性金属の混入が原因の一つとなっている。

Table 1-1 Definition of metal foreign matter and its size standard.

業界	異物対象	トラブル内容	異物の大きさ基準	
食品	内容表示以外のモノ	危害発生	目視可能・食感サイズ	50～100μm以上
医薬品	内容表示以外の物質	薬に対する信頼性低下	目視可能サイズ	50～100μm以上
半導体	導電性金属	回路の短絡(ショート)	回路の配線間隔以上	20～45μm以上
電池材料	導電性金属	発火	正負間のセパレータを突き抜けないもの	
樹脂	材料表記以外のもの	機能的に不可(絶縁性)	発見できる金属全て	50～100μm以上
		成型品の価値低下	目視可能サイズ	100μm以上
		成型品の強度不足	目視可能サイズ	100μm以上

金属異物は、品質管理上で目視や検査装置（金属検知器や X 線検査装置）によって発見されるものと不良品の発生で機能的に許されないものに大別される。本研究対象である半導体の封止材は、電子基板でよく目にする Fig.1-1 の黒い部分である。金属異物は、既使用する原材料に含まれている場合と製造工程中で発生し混入する場合の 2 ケースがある。前者は、原材料を粉体に微粒子化する粉砕工程において装置の摩耗によって発生する金属粉の他、搬送用のコンテナ容器やフレコンバックの底に付着したものが原料を投入する際に混入する場合も含まれる。後者は、滑りや転がりの相対運動による二つの固体間の摩擦損傷により発生する摩耗粉。具体的には、駆動部を有する装置の回転軸や滑動部の研削摩耗によるもので製造装置のトラブルを起因とするものである。また、粉体搬送工程で粉体の衝突による摩耗の他、酸化を伴う腐食によって発生する錆の腐食摩耗などが摩耗粉発生の主流である。

1.3 除鉄装置について

1.3.1 棒磁石を組込んだ除去装置の構造

除鉄装置は、粉体輸送配管や定量供給装置の粉体が自然落下で供給される場所に設置され、棒磁石はステンレス容器の中に格子状の棒磁石として組まれる。組み込まれた棒磁石の設置方向で水平に配置されたものを水平型除鉄装置 (Fig.1-2)、棒磁石を粉体の流れ方向に傾斜させたものを斜型除鉄装置 (Fig.1-3) と呼んでいる。棒磁石を傾斜させることで粉体の流動性が良くなり、棒磁石上面への粉体堆積を起因とする閉塞を改善できる。本研究では、この斜型除鉄装置の棒磁石の傾斜角度の変化が除去性能に与える影響について検討を実施した。

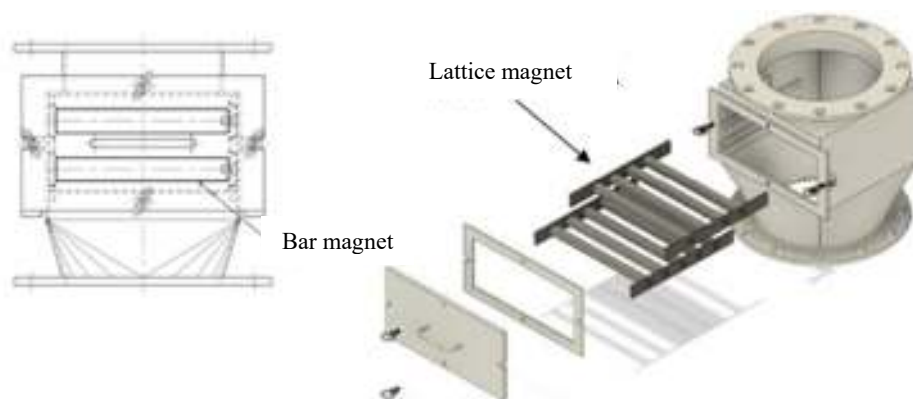


Fig.1-2 Horizontal type magnetic separator.

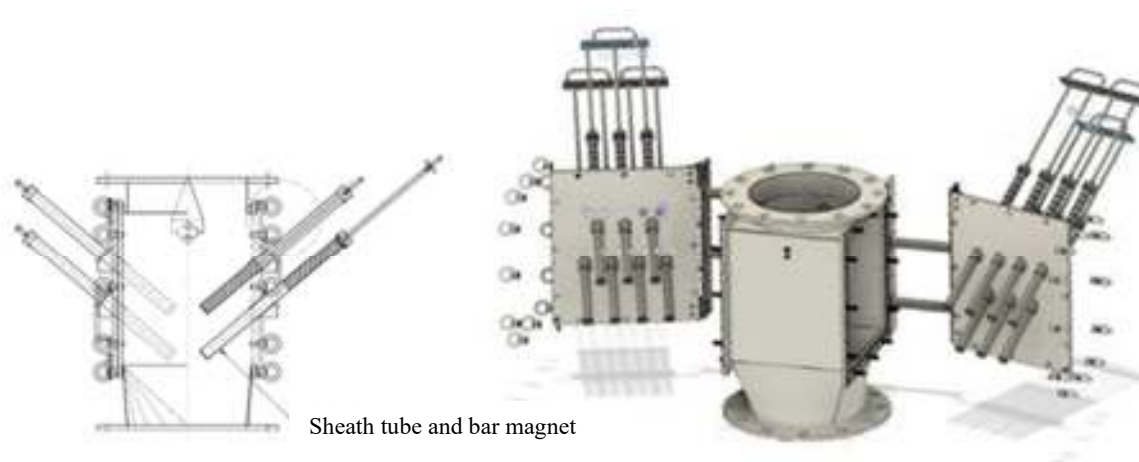


Fig.1-3 Tilt type magnetic separator.

1.3.2 棒磁石の構造と磁束密度

棒磁石の構造は、筒となるオーステナイト系 SUS304 パイプの中に円柱状の磁石とヨーク（磁極）を交互に組合せることで多極の棒状磁石を形成する（Fig.1-4）。棒磁石表面の最大磁束密度は、棒磁石両端の2極において最大値の約60%となり、磁石のグレードと直径、長さ、磁極の間隔、磁極の厚さ、SUS304 パイプの板厚によって調整できるが、磁石の温度特性や棒磁石を形成する際の組立加工精度、また、商品としての量産などを加味して決められている。特に、棒磁石径については、SUS304 パイプの量産規格と需要の関係から $\phi 20\sim 25$ が

多い。例えば、棒磁石径 $\phi 25$ についての磁極間隔と最大磁束密度の事例を Fig.1-5 に示す。なお、同図では磁極位置をわかりやすくするため、磁性粒子を捕捉させている。

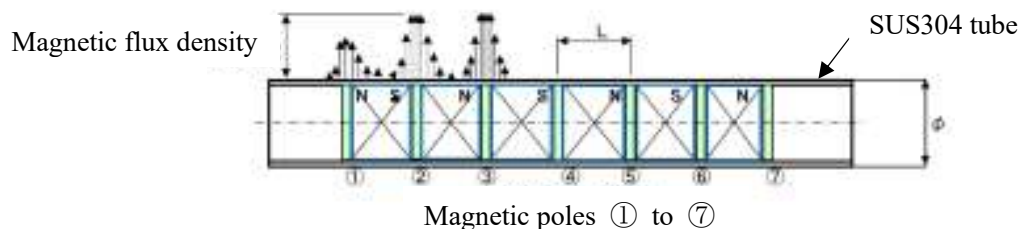


Fig.1-4 Structure of a bar magnet.



Fig.1-5 Examples of magnetic pole spacing and magnetic flux density of bar magnets.

1.4 粉体中に混入した磁性金属異物の除去に関する従来の研究

磁石を使用した除鉄装置は、磁性物の大きさに左右されないでこれを捕捉できるという特長を有する。1894年日本において発明された焼結合金のネオジウム磁石は、現在も世界最強の永久磁石としてスピーカやモーターの小型化に大きく寄与しており、除鉄用の磁石にも活用されている。磁石にはN極とS極しか存在しないため、一般にN極またはS極のどちらか一方を吸着面としての活用が多かった。除鉄（磁性物の除去）に使用される棒磁石は、筒となるオーステナイト系 SUS304 パイプの中に円柱状の磁石とヨーク（磁極）を交互に組合せることで棒状の長さ方向に多極の棒状磁石を形成する。棒磁石を用いた除鉄のプロセスは、

一般に磁性物を磁化させることでこれを引き寄せて捕捉するという認識である。しかし、磁性物が十分小さく、粉体と同じような粒径になると、粉体の流動性や定量供給の方法による粉体密度の違いなどの条件によって除去性能に影響することが経験的にわかっている。特に、従来の除去装置では集積回路の配線間隔まで小さい金属粒子を完全に除去する性能を有していない。その要因として、粉体微粒子の流動性や除鉄装置に組込まれる棒磁石の磁束密度の大きさ等が関係している。しかし、まだこれらの影響度合いについて詳細に検討した報告は見当たらず、除鉄装置の設計は個々の経験を元に行われているのが現状である。そこで、粉体微粒子の流動性や磁束密度の大きさ及び除鉄装置の構造の影響を明らかにすることは除鉄装置の性能を向上させるために重要な要素であると考えられる。

1.5 研究目的

著者らはこれまでに、除鉄装置の除去性能を評価するために、シリカ粉末に SUS304 摩耗粉を混合させて数多くの除鉄試験を実施し、磁束密度の大きさによって除去性能が異なってくることを経験してきた。しかし、棒磁石の磁束密度の大きさは、磁極間の磁石体積に依存しており、同径の棒磁石であれば磁束密度を大きくすると磁極数が少なくなってしまう。そこで本研究は、半導体回路の封止材として用いられるシリカ粉体に注目し、その磁性粒子の除去率に及ぼす除鉄装置の棒磁石構造の影響を明らかにすることを目的とした。検討に際しては、まず、除去性能におよぼす棒磁石の磁束密度の大きさと磁極数の影響及び粉体の流動性の影響を明らかにするために、疑似摩耗粉を使用した除鉄試験を行い、各要因について基礎的な検討を行った。また、更なる除去性能の向上を目的として、粉体の流動性に対応した棒磁石の傾斜角度及び棒磁石上面の粉体堆積防止プレートの影響についても検討した。さらに、捕捉粒子径に及ぼす磁束密度の影響を明らかにすることを目的とし、単極棒磁石を用い

た試験を実施し、捕捉された磁性金属粒子の粒径分布と磁束密度の大きさとの関係について検討を行った。

参考文献

- [1] P. S. Peercy, Trends in semiconductor equipment, materials, and processing technology, IEDM, (1998) 14–17. <https://doi.org/10.1109/IEDM.1998.746236>
- [2] S. Komori, Y. Sakamoto, Materials for advanced packaging (development trend of epoxy molding compound for encapsulating semiconductor chips), Springer, Boston, MA, 2009
- [3] H. Sasajima, I. Watanabe, M. Takamoto, K. Dakede, S. Itoh, Y. Nishitani, J. Tabei, T. Mori, Materials for advanced packaging (new development trend of epoxy molding compound for encapsulating semiconductor chips), Springer, Boston, MA, 2016
- [4] T. Nakamura, LSI Interconnect technology and surface science, J. Surf. Sci. Soc. Jpn. 35 (2014) 236–243. <https://doi.org/10.1380/jsssj.35.236>
- [5] B. Li, T.D. Sullivan, T.C. Lee, D. Badami, Reliability of damascene copper interconnects, Microelectron. Reliab. 44 (2004) 365–380. <https://doi.org/10.1016/j.microrel.2003.11.004>
- [6] M. Lindqvist, C.M. Evertsson, Liner wear in jaw crushers, Miner. Eng. 16 (2003) 1–12. [https://doi.org/10.1016/S0892-6875\(02\)00179-6](https://doi.org/10.1016/S0892-6875(02)00179-6)
- [7] T. Kayaba, K. Hokkirigawa, K. Kato, Analysis of the abrasive wear mechanism by successive observations of wear processes in a scanning electron microscope, Wear. 110 (1986) 419–430. [https://doi.org/10.1016/0043-1648\(86\)90115-8](https://doi.org/10.1016/0043-1648(86)90115-8)
- [8] K. Hokkirigawa, K. Kato, An experimental and theoretical investigation of ploughing, cutting and wedge formation during abrasive wear, Tribol. Int. 21 (1988) 51–57. [https://doi.org/10.1016/0301-679X\(88\)90128-4](https://doi.org/10.1016/0301-679X(88)90128-4)
- [9] J.H. Yang, C.M. Wayman, Self-accommodation and shape memory mechanism of ϵ -martensite—II. Theoretical considerations, Mater. Charact. 28 (1992) 37–47. [https://doi.org/10.1016/1044-5803\(92\)90026-E](https://doi.org/10.1016/1044-5803(92)90026-E)
- [10] A. Sato, E. Chishima, K. Soma, T. Mori, Shape memory effect in $\gamma \rightleftharpoons \epsilon$ transformation in Fe-30Mn-

1Si alloy single crystals, *Acta Metall.* **30** (1982) 1177–1183. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(82\)90011-6](https://doi.org/10.1016/0001-6160(82)90011-6)

- [11] H. Nakatsu, T. Miyata, S. Takaki, Effect of austenite grain size on the deformation induced by $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitic transformation and mechanical properties in an Fe-27 mass% Mn Alloy, *J. Jpn. Inst. Metals.* **60** (1996) 936–943. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.140972>
- [12] K. Kanetani, T. Moronaga, T. Hara, K. Ushioda, Deformation-induced martensitic transformation behavior of retained austenite during rolling contact, *ISIJ Int.* **106** (2020) 953–960. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2021-107>
- [13] F. Gao, Z. Gao, Q. Zhu, F. Yu, Z. Liu, Deformation behavior of retained austenite and its effect on plasticity based on in-situ EBSD analysis for transformable ferritic stainless steel, *J. Mater. Res. Technol.* **20** (2022) 1976–1992. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.07.160>
- [14] [S. Yamazaki](#), [H. Nakane](#), [A. Tanaka](#), Basic analysis of a metal detector, *IEEE Trans. Instrum. Meas.* **51** (2002) 810–814. <https://doi.org/10.1109/TIM.2002.803397>
- [15] J. Lenz, Magnetic sensors and their applications, *IEEE Sens. J.* **6** (2006) 631–649. <https://doi.org/10.1109/JSEN.2006.874493>
- [16] S. Satake, [T. Fukumori](#), Development of high-performance color sorter, *J. Brew. Soc. Jpn.* **66** (2004) 91–97. <https://doi.org/10.6013/JBREWSOCJAPAN1988.96.688>
- [17] D. Feng et al., Iron removal from ultra-fine silicon carbide powders with ultrasound-assisted and its kinetics, *Material Chemistry and Phys.* **247** (2020), 122860. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2020.122860>
- [18] R. K. Dwari, D. S. Rao, P. S. R. Reddy, Magnetic separation studies for a low grade siliceous iron ore sample, *Int. J. Min. Sci. Technol.* **23** (2013) 1–5. <https://doi.org/10.1016/j.ijmst.2013.01.001>
- [19] V. Singh, S. Nag, S. K. Tripathy, Particle flow modeling of dry induced roll magnetic separate, *Powder Technol.* **244** (2013) 85–92. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2013.03.053>
- [20] Z. Yuan, M. Zhou, B. Wei, L. Li, J. Liu, J. Zhang, Q. Zhang, X. Zhang, Development and

performance of a permanent magnet pulsating separator, Powder Technol. 394 (2021) 371–382.

<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2021.08.055>

[21] H. Xue, C. Han, M. Chen, H. Xing, G. Fan, J. Zhou, Capture effect of dry magnetic separator on biotite in fine aggregates: Experimental results and numerical simulations, Powder Technol. 410 (2022) 117862. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2022.117862>

[22] K. Haga, M. C. Siame, A. Shibayama, Removal of silica and alumina as impurities from low-grade iron ore using wet high-intensity magnetic separation and reverse flotation, J. Miner. Mater. Charact. Eng. 06 (2018), 382–394. <https://doi.org/10.4236/jmmce.2018.63027>

[23] S. Matsusaka, Flowability tests for powders, J. Soc. Powder Technol. Jpn. 47 (2010) 545–553. <https://doi.org/10.4164/sptj.47.545>

[24] G. Lumay, [F. Boschini](#), K. Traina, S. Bontempi, J. Remy, R. Cloots, N. Vandewalle. Measuring the flowing properties of powders and grains, Powder Technol. [224](#), (2012) 19–27. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2012.02.015>

第2章 粉体の特性

2.1 緒言

除鉄装置による除鉄率は、磁性粒子が混入する製品原料である粉体の材質や粒径によって変わることが経験的に知られている。特に棒磁石上への堆積が生じやすい、いわゆる流動性の低い粉体では、棒磁石と磁性粒子の接近が阻害されやすい。そのため、除鉄率の評価に際しては粉体の基本的な特性、特に流動性に関する特性を把握する必要があるが、一般的には安息角による評価しか行われていない。

そこで本章では、流動性に関わる粉体特性を評価し得る手法として直接一面せん断試験により、粉体粒子間のせん断付着力を求め、除鉄試験に使用する粉体の評価を行った。

2.2 供試材及び実験方法

2.2.1 供試材

本研究では、平均粒径 D_{50} の値が異なる3種類の球状シリカ（デンカ社製、公称径：5, 10, 15 μm ）を用いた。Fig.2-1に本研究で使用した球状シリカ粉末の粒子形状を示す。以後、これらの球状シリカ粉を公称粒径の小さい順にシリカS, M及びLと称する。一方、粉体に混合させる磁性粉体には、市販のSUS304粉砕物ではその磁性にバラつきがあることから、本研究では金属ヤスリ掛けで作製したステンレス鋼SUS304摩耗粉を疑似的な磁性金属粒子とし

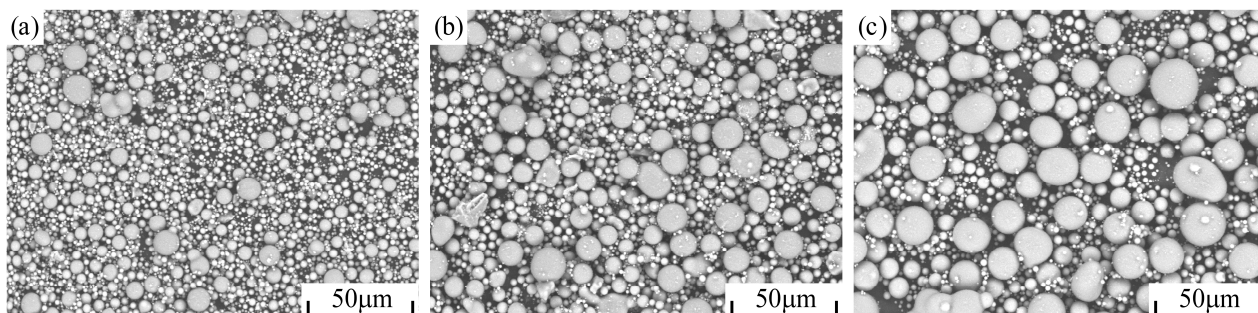


Fig.2-1 SEM images of Silica powder. S : $D_{50} = 5\mu\text{m}$, M: $D_{50} = 10\mu\text{m}$, L : $D_{50} = 15\mu\text{m}$.

て使用した。Fig.2-2 にヤスリ掛けによって作製した SUS304 磁性摩耗粉の形状を示す。

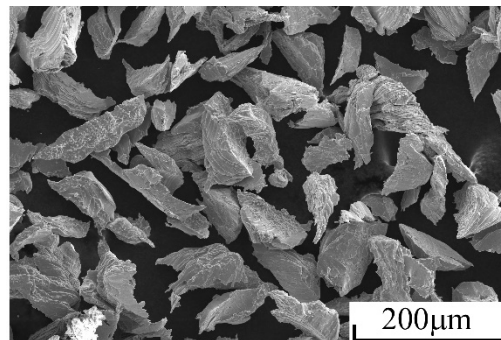


Fig.2-2 SEM images of SUS304 abrasion powder.

2.2.2 実験方法

2.2.2.1 安息角の測定方法

粉体の流動性を評価するための目安として、3種類のシリカについて安息角を測定した。試験装置を Fig. 2-3 に示す。測定方法は平坦な板上にロートで粉体を落下させて堆積させる注入法を採用した[1]。安息角は、堆積したときにできる山の裾斜面の角度を市販の分度器から目視により測定した。

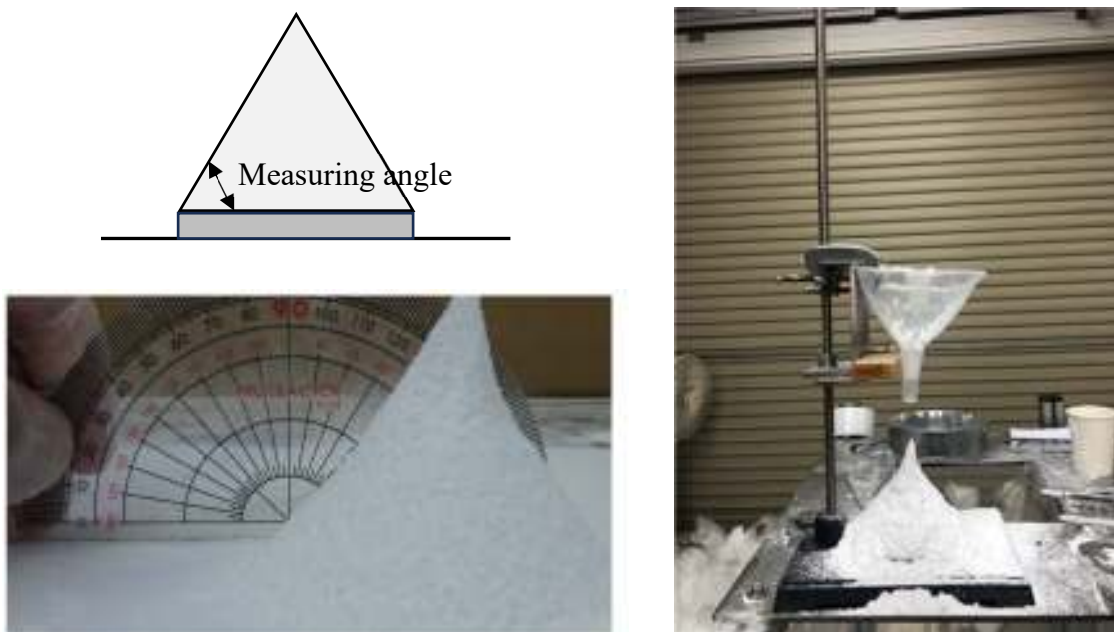


Fig.2-3 Angle of repose measuring device.

2.2.2.2 一面せん断試験方法

1) 試験条件

粉体の一面せん断試験日本粉体工業技術協会規格 (H25.3.19) を基本に試験を実施した。測定方法は、ジェニケセル法 (上部セル直動法) とし、定荷重せん断試験よりせん断応力をもとめた [2-5]。

ジェニケセル法は、1960年代に A. W. Jenke らにより開発された測定法で、下部セルを固定して上部セルを水平方向に直線移動させてせん断特性を評価する方法である。垂直応力に対するせん断応力を測定し、各垂直応力での最大せん断応力をプロットして求められる近似直線をクーロンの破壊包絡線とするものである。

本試験では、コンパクト電動シリンダーのせん断推力によって粉体層を水平方向に横滑りさせた時に発生するせん断面の粉体粒子間における摩擦抵抗力としてせん断応力 τ (Fig.2-4) を測定した。そして、測定した値から容器の摩擦抵抗力を控除した値を縦軸にせん断応力、付加する垂直応力を横軸とするグラフにプロットし、これに近似線を設けることでクーロンの破壊包絡線 (Fig.2-5) が得られる。シリカ粉体のせん断特性は、クーロンの破壊包絡線よりその傾斜角度をせん断抵抗角、垂直応力が 0 の時のせん断応力をせん断付着力として求められる [6]。

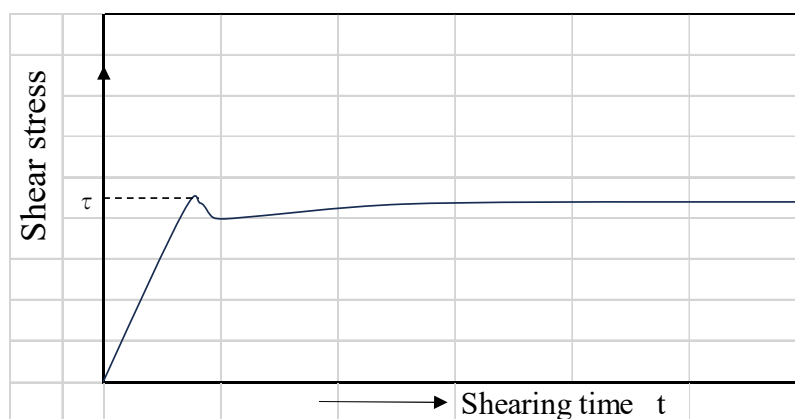


Fig.2-4 Shear stress diagram from direct shear test.

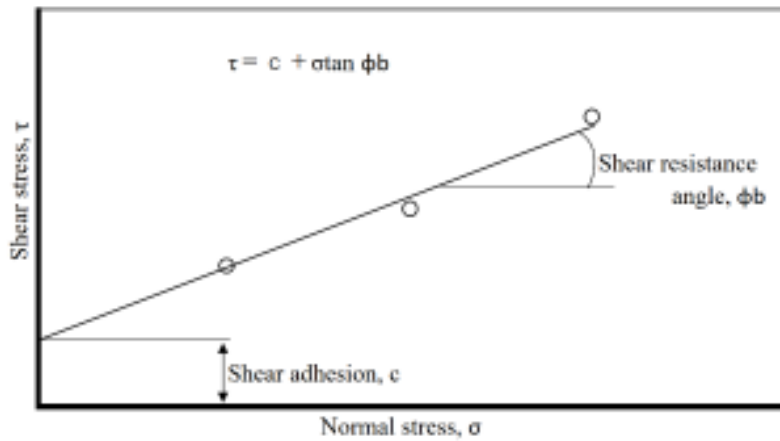


Fig.2-5 Coulomb failure stress.

試験装置を Fig.2-6 と Fig.2-7 に示す。試験粉体の測定セルへの充填方法は、透明袋に入れた粉体を上下に 10 回シャッフルした後、スコップを使って試験容器に充填した後、所定の予圧密を行った。その予圧密条件は、予圧時間を概ね 5~10 分とし、予圧密応力を 20kPa とし

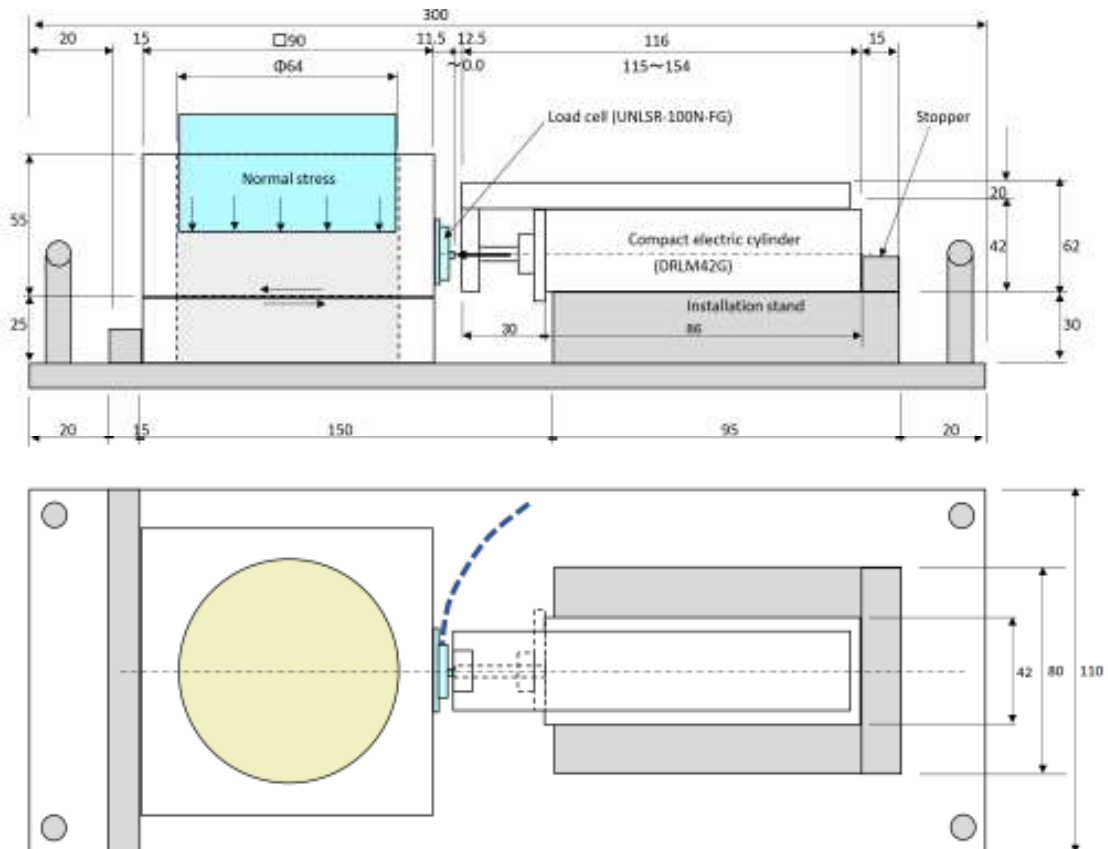


Fig.2-6 Direct shear test device

た. また, せん断応力を測定する垂直応力 σ は, 5, 7.5, 10, 15, 20kPa の 5 点とし, そのせん断速度は, 100~500 $\mu\text{m}/\text{秒}$ の目安から, 200 $\mu\text{m}/\text{秒}$ とした. せん断応力の測定回数は 3 回とし, その平均値を採用した. 一方, セル容器は, 自重が小さく摩擦係数の小さい檜材を使って角材 $\square 90\text{ mm}$ に内径 $64\text{ mm}\pm 0.1\text{ mm}$ の穴を切削して製作した.

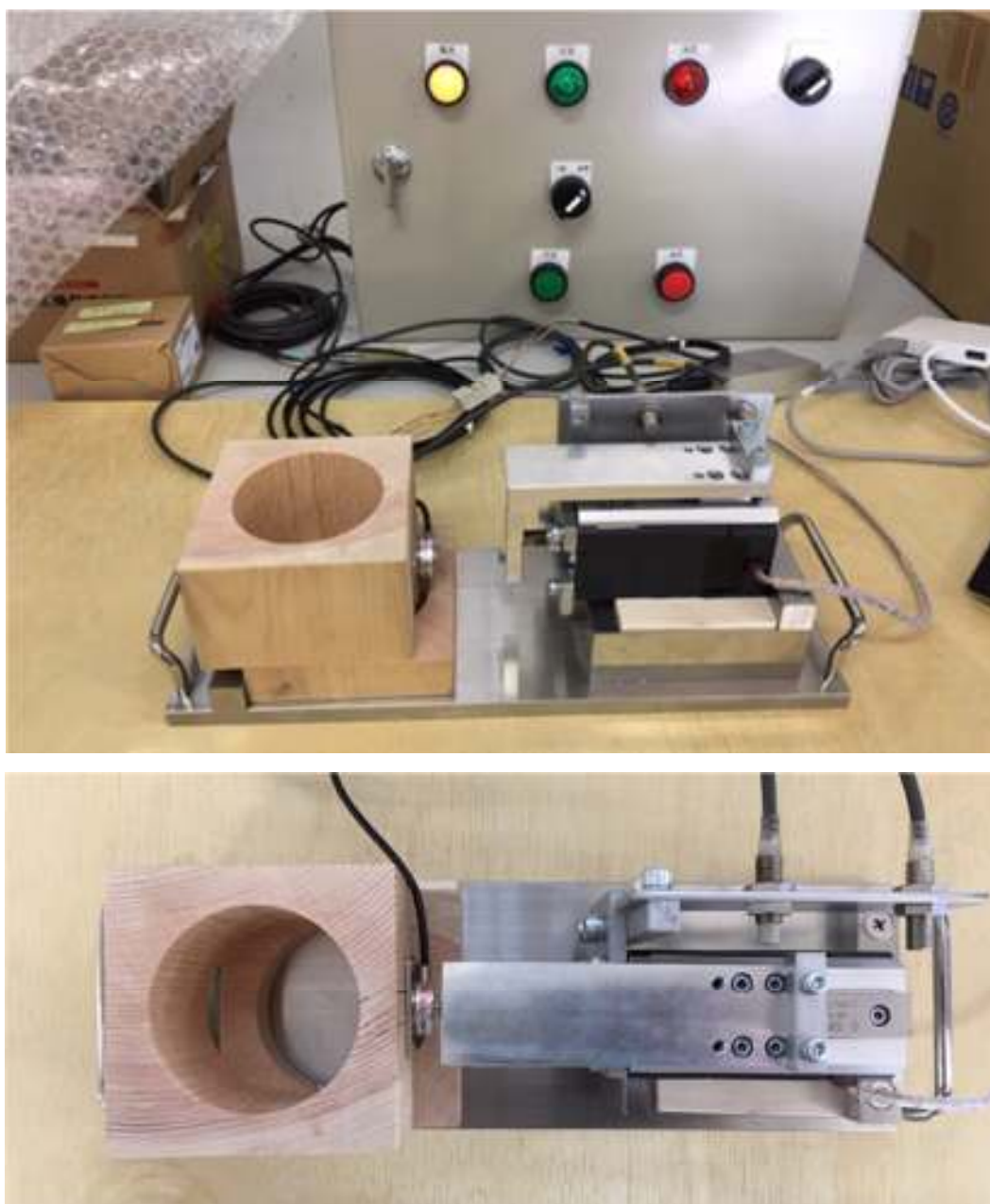


Fig.2-7 Direct shear test equipment and control panel.

2) せん断試験を行うための装置の選定

粉体が充填された試験装置のセル容器をせん断させるために必要とする推力から、コンパクト電動シリンダーの機種（能力）を選定しなければならない。その推力は、せん断抵抗応力 τ × セル面積 A で算定され、せん断抵抗応力 τ はクーロンの破壊基準から下式より求められる。

$$\tau = C + \sigma \tan \phi_b \quad (2-1)$$

ここで、 C はせん断付着力（非常に柔らかい粘土相当として $C=12\text{kPa}$ ）、 σ は垂直応力（予圧密力： 20kPa ）、 ϕ_b はせん断抵抗角で 30° と仮定した。セル内径面積は、 $\phi 64\text{ mm}$ から $A=0.003217\text{m}^2$ となり、上式 (2-1) より $\tau = 23.5\text{kN/m}^2$ を得る。これにより、試験に必要とするせん断推力 P は、 $P = A \cdot \tau$ より 76N となり試験装置の仕様は下記機器を選定した。

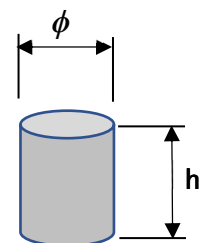
小型圧縮型ロードセル： UNLRS-100N-FG（UNIPULSE 製）

コンパクト電動シリンダー： DRLM42G 推力=100N（オリエンタルモーター製）

また、垂直応力を加えるためのウェイト（重し）は、円柱状の材質 SUS304 ステンレスを採用し、圧密応力に応じた体積を求め、その形状を Table 2-1 に示す。

Table 2-1 Normal stress and weight shape.

Consolidation stress	Weight diameter, ϕ	Weight	Weight height, h
20kPa (preload)	64mm	63.43N(6.56kgf)	257mm
5kPa	64mm	16.08N(1.64kgf)	64mm
7.5kPa	64mm	24.12N(2.46kgf)	96mm
10kPa	64mm	32.17N(3.28kgf)	129mm
15kPa	64mm	48.25N(4.92kgf)	193mm



2.3 実験結果及び考察

2.3.1 粉体の平均粒径・安息角・せん断付着力

シリカ粉体の平均粒径 D_{50} は、デンカ社出荷時の DF 試験成績書の測定値を採用し、その値を Table 2-2 に示す。Table 2-3 に、注入法による堆積試験から求めたシリカ粉体の安息角を示す。また、Fig.2-8 及び Table 2-3 に 3 種類のシリカの直接一面せん断試験結果を示す。Table 2-4 にこれら粒径、安息角、せん断付着力及びせん断抵抗角をシリカ粉体の種類ごとにまとめた。これらの結果から、平均粒径が小さくなるにつれて安息角はやや増加するが、その変化は小さいことがわかる。一方、粒子間のせん断付着力も平均粒径の減少と共に大きくなるが、その増加率は大きい。これは、安息角を測定する際に、せん断付着力の違いが傾斜角度の変化で現れたものと考えられる。小さい平均粒径のシリカ粉体において粉体の堆積過程で傾斜角度が途中で変化し、自立[6]する傾向が伺えた。このことから、粉体の流動性は、一般に安息角から判断されることが多いが、流動性を安息角だけで評価することは容易でないことがわかった。

Table 2-2 Average particle size of silica powder.

NO.	Powder name	Product name	D_{50} (μm)
1	Fused silica 【Denka Co.Ltd.】	FB-5D (2.2)	5
2		FB-8S (2.4)	10
3		FB-15S (1.3)	15

NO.	Product name	Powder amount	Drop height	Number of times	Angle of repose	Weather	Temperature Humidity
Silica	FB-5D (2.2)	200 g	100mm	1	43°	Sunny	27°C 52%
				2	41°		
				3	41°		
				average	42°		
	FB-8S (2.4)	200 g	100mm	1	39°	Sunny	24.3°C 54%
				2	40°		
				3	40°		
				average	40°		
	FB-15S (1.3)	200 g	100mm	1	36°	Sunny	22.3°C 60%
				2	38°		
				3	40°		
				average	38°		

Table 2-3 Characteristic values of powder containing three types of silica powder.

Powder name	Particle size	Angle of repose,	Shear adhesion	Shear resistance
	D50, μm	degree	C, N/cm^2	angle, degree
S	5	42	0.20	35.6
M	10	40	0.07	49.1
L	15	38	0.04	51.7

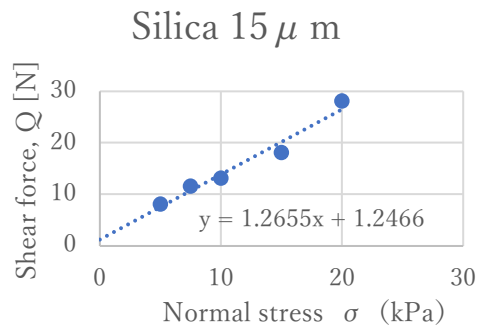
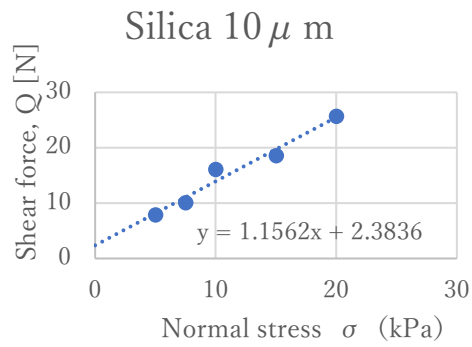
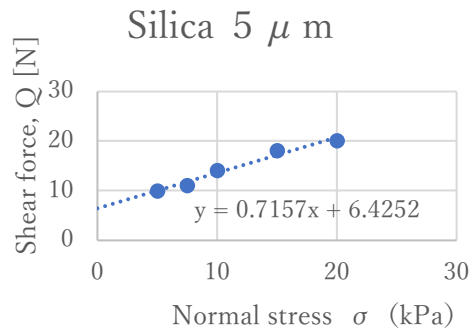


Fig.2-8 Coulomb failure criteria from direct shear test results.

Table 2-9 Shear properties of silica powder obtained from the Coulomb failure criterion.

Silica powder		Shear adhesion	Cell area	Shear adhesion	Shear resistance angle
		$Q_{\sigma=0}$ [N]	A [mm ²]	C [N/cm ²]	ϕ_b [°]
Silica	5 μ m	6.425	3,217	0.20	35.6
	10 μ m	2.384	3,217	0.07	49.1
	15 μ m	1.247	3,217	0.04	51.7

2.4 SUS304 摩耗粉の磁性について

1.2 において金属摩耗粉の発生要因について述べたが、製造工程において粉体が接触する装置の材料は、腐食の関係からその殆どはオーステナイト系のステンレス鋼 SUS304 が採用されている。強磁性である通常の鋼が使用される部分は、硬度を必要とする焼き入れ材料のみである。

このため、除去の対象となる磁性異物は SUS304 由来のものが多くなっている。オーステナイト系ステンレスは、冷間での塑性加工によって硬化しやすい特性を持つと同時に、常温で塑性加工（曲げ・絞り・研削等）を施すと容易にマルテンサイト組織を誘起して、加工硬化するとともに磁性を持つようになる（加工誘起マルテンサイト変態）[7,8]。そのため、SUS304 の摩耗粉の一部は磁性を有することになる。ただ、その磁性の大きさは摩耗粉の形成状況によってばらつきが生じるため、磁石による除去を難しくしている。特に、その摩耗粉は、通常の鉄鋼材料由来の摩耗粉と同じように磁石に捕捉されるため、目視では強磁性体摩耗粉との違いが把握し難く、通常の鉄鋼材料由来の摩耗粉の場合と同じ除鉄効果が得られると誤解され易い。そこで、通常の鉄鋼材料由来の摩耗粉と SUS304 由来の摩耗粉の磁性の違いについて、D センサー（ダイカ株式会社製）を使って比較を行った。D センサーの構造を Fig.2-10 に示す。この装置は、薄肉ステンレス管の中に配置された棒磁石が小型モーターによって回転する構造である。磁性物が薄肉ステンレス管を介して磁極部に捕捉される際、棒磁石の回転によって捕捉された磁性物と薄肉ステンレス管表面に摩擦抵抗が発生し、これがモーターの負荷となる。この負荷はモーターの電流値として測定されることになるので、負荷の大きさ、すなわち磁性の大きさ（量）を把握することができる。ただし、D センサーの製作精度から個々の測定器間に正確な互換性を有していない。Fig2-11 は、SS400 の摩耗粉(50 μ m 以下)を使った測定事例である。同図から、捕捉された金属粒子量の増加と共に検出される

電流値が増加することがわかる．これを踏まえ，SS400 の摩耗粉と SUS304 の摩耗粉を用いた測定を行った．その結果を Fig.2-12 に示す．摩耗粉 40mg と 60mg を捕捉させた時の摩擦抵抗力を電流値で表した結果，その磁性の差は D センサー測定値で約 4 倍の差を確認できた．この結果から，SUS304 摩耗粉は磁性を有するが，通常の鉄鋼材料 SS400 よりは弱い磁性を有することが明らかとなった．一見，両方の摩耗粉は棒磁石に捕捉される同じ磁性体ではあるが，この結果は，摩耗粉のもととなる材質によって除鉄試験の除去率に差がでてくることを示唆している．

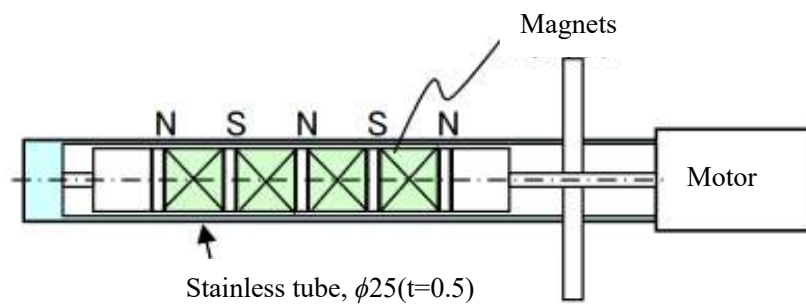


Fig.2-10 D-sensor structure.

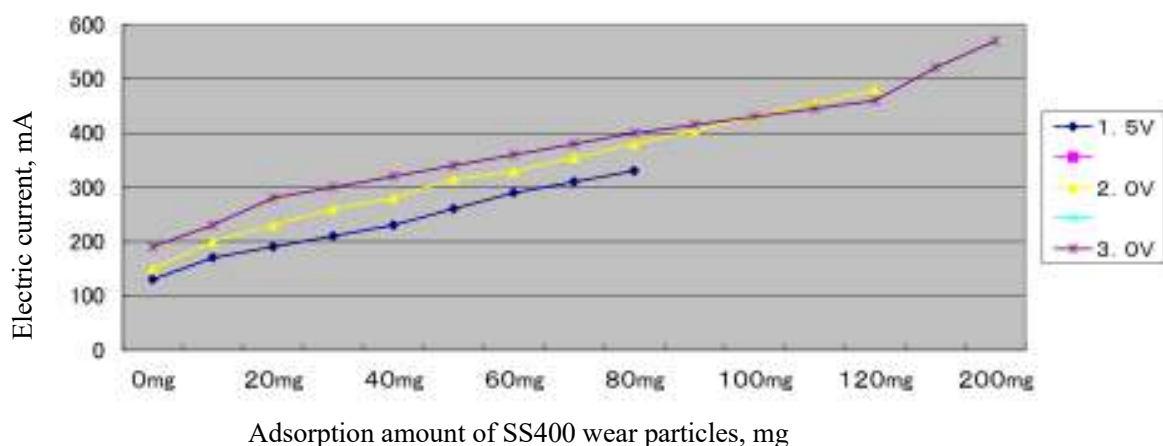


Fig.2-11 Relationship between amount of captured SS400 wear particles and current value.

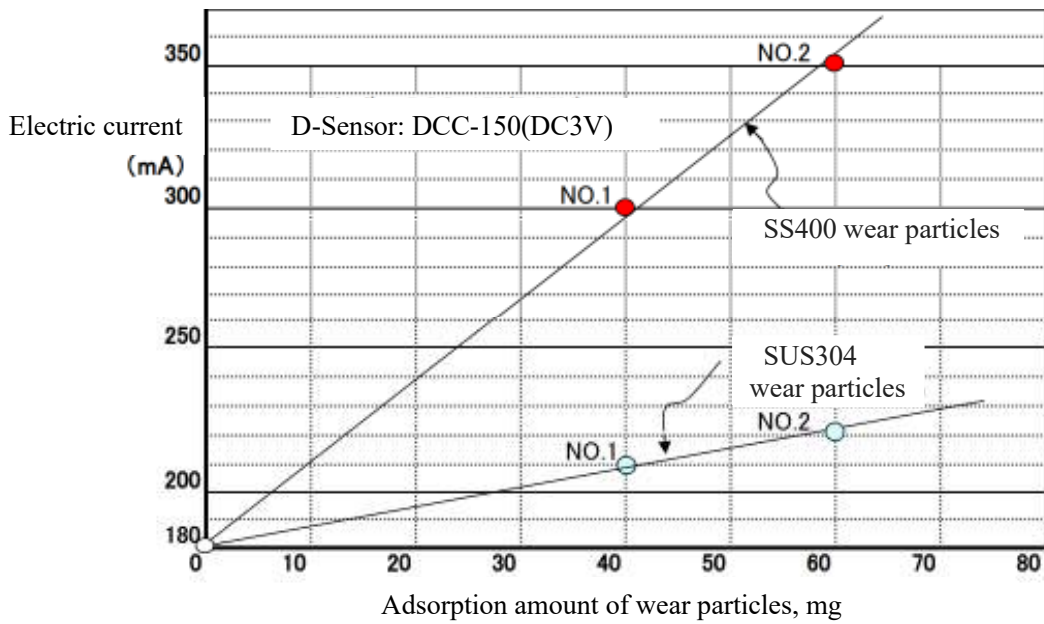


Fig.2-12 Magnetic comparison between SS400 and SUS304.

2.5 結言

本章では、除鉄試験に使用するシリカ粉体の基本的な特性、特に流動性に関わる特性を詳細に検討するために直接一面せん断試験を実施した。その結果、シリカ粒子径が小さくなると共に安息角及びせん断付着力が大きくなったが、安息角の変化に比べせん断付着力の値は大きく変化した。したがって、粉体の流動性を一律に安息角から推定することは適切ではないことが判った。一方、SUS304 摩耗粉は加工誘起マルテンサイト変態により磁石で捕捉できるものの、通常の鋼由来の摩耗粉よりも磁性が小さいことは経験的に判っていた。そこで、棒磁石と摩耗粉の間に生じる磁性の強さを巨視的に評価したところ、SUS304 由来の摩耗粉は、磁極部で捕捉できるものの、鋼由来の摩耗粉よりも大幅に磁性が弱いことを確認できた。この結果から、粉体中からの SUS 摩耗粉を除去することは容易でないことが改めて確認できた。

参考文献

- [1] 青木隆一，粉体の安息角および内部摩擦角の測定法：粉体工学研究会誌，
Vol.6,No.1,(1969),pp.3-8.
- [2] 島田泰拓，波多野重信，松坂修二，定容積せん断試験装置を用いた粉体流動性の新しい評価法：粉体工学学会誌， Vol.54,No.2(2017),pp.90-96.
- [3] 金岡千嘉男，遠藤茂寿，江見準，河合清一，道井啓右，付着性粉体のせん断強度と一接触点付着力：粉体工学学会誌， Vol.16,No.12(1979),pp.13-18.
- [4] 網川浩，青木隆一，粉粒体の直接せん断試験：粉体工学研究会誌， Vol.11,No.5(1974),pp.263-268.
- [5] 寺下敬次郎，宮南啓，矢野武夫，山本宜之，[粉粒体の内部摩擦係数の一面せん断試験による正当な測定法](#)：粉体工学学会誌， Vol.15,No.10(1978),pp.583-593.
- [6] 網川浩，粉体の流動性におよぼす影響：粉体工学学会誌， Vol.27,No.1(1990),pp.4-10.
- [7] 青木孝史朗，福澤将宣，オーステナイト系ステンレスの磁気特性による非破壊硬度評価：精密工学会学術講演会講演論文集， (2008),pp.267-268.
- [8] 青木孝史朗，福澤将宣，オーステナイト系ステンレスの磁気特性による微小領域の非破壊硬度評価：精密工学会学術講演会講演論文集， (2010),pp.427-428.

第3章 除鉄性能に及ぼす磁束密度・磁極数と粉体の流動性の影響

3.1 緒言

一般に磁束密度の大きさが除鉄装置における磁性粒子の除去性能を左右するという認識が強く、除鉄装置の除去性能向上に対しては高磁束密度化が求められることが多い。しかし、棒磁石の磁束密度の大きさは、磁極間の磁石体積に依存する。そのため、棒磁石を構成するそれぞれの磁石径および粉体と接触する鞘管長さが一定の場合、磁束密度を優先すると磁極の間隔が広くなり、磁極数は減少することになる。磁極数の減少は捕捉箇所の減少となり、除鉄性能を低下させる要因となり得るが、これまでの棒磁石を用いた除鉄装置ではあまり磁極数への拘りが持たれていないのが現状である。そこで、本章では3種類の粒子サイズの異なる球状シリカ粉を使用して、これに混合した SUS304 磁性摩耗粉粒子の除去性能に及ぼす磁束密度・磁極数・粉体の流動性の影響について検討を行った。

3.2 実験方法

3.2.1 試験装置

製造過程で実際に用いられている除鉄装置では、棒磁石直径の2倍を中心間隔とした格子状に棒磁石を配置し、その棒磁石の間を通過できる粉体量から処理能力が決定される。また、全ての粉体が棒磁石に接触するように上下2段の千鳥格子配置が基準となっている。これに対し、本研究では Fig.3-1 に示すような棒磁石の直径と同じ吐出幅を持つホッパーシュートの下に単一の棒磁石を置いて、ホッパーシュートから排出される粉体の全てが棒磁石に当たるようにした除鉄試験装置を作製し、評価に用いた。一方、除鉄試験に使用する棒磁石は、磁束密度と磁極間隔が異なる3種類の棒磁石を用いた。Fig.3-1の(b)-(d)は、試験で使用した棒磁石の構造を示しており、直径25mmのSUS304ステンレス管（鍔付き鞘管）に挿入された永

久磁石と磁極で構成されている。棒磁石の磁束密度は、電子磁気工業（株）製ガウスメータ GM-4002(T402)を用いて鞘管表面の磁極近傍のピーク値を測定した。その結果、両端磁極を除く磁束密度は、Fig.3-1(b)の棒磁石では 11 kG（両端除く磁極数 25）、(c)では 14 kG（両端除く磁極数 9）、(d)では 16 kG（両端除く磁極数 7）であった。

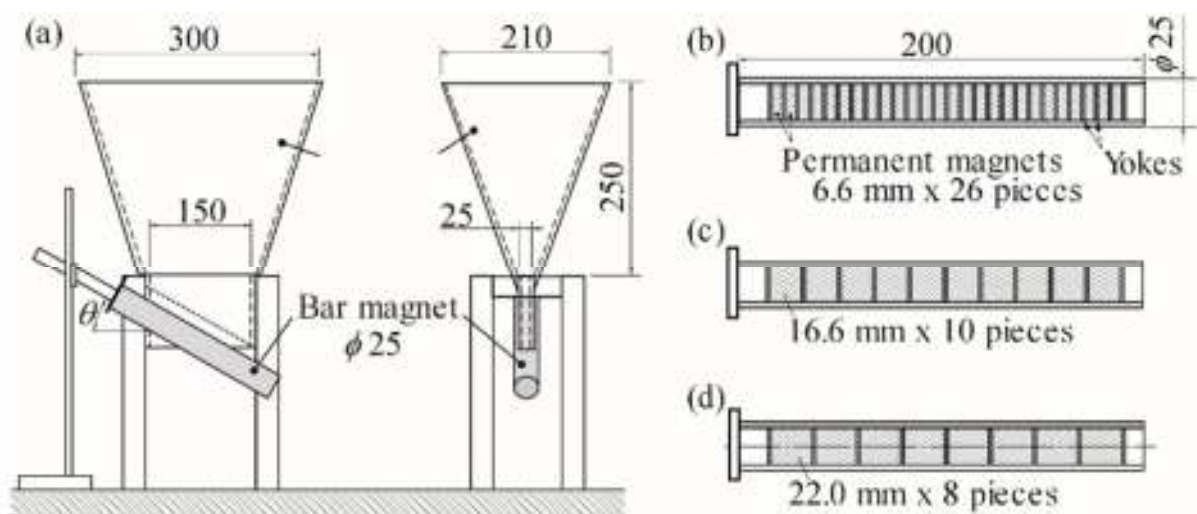


Fig.3-1 Iron removal test equipment:(a) setup, (b) 11 kG, (c) 14 kG and (d) 16 kG.

3.2.2 除鉄試験方法

試験に用いる粉体には、粒径の異なる 3 種類のシリカ粉体と SUS304 摩耗粉の混合粉を用いた。混合粉は、透明ナイロン袋に計量したシリカ粉 500g に SUS304 0.05g（100 ppm）を投入し、手作業で粉を解すような攪拌方法でその混合を 30 回実施し、供試状態とした。

除鉄試験は、まず Fig.3-2 に示すように、ふるいによる手作業で混合したシリカ粉をホッパーシュートに 30kg/h の速度で投入した。全混合粉体を投入後、鍔付き鞘管から棒磁石を引き抜くことで棒磁石表面に捕捉された磁性物を回収トレイに落下させ、回収した (Fig.3-3)。回収した磁性物の重量は、1/1000g 精度の計量器で測定した。除去性能を評価する除去率は、棒

磁石によって捕捉された磁性粒子の重量に対するシリカ粉体と混合した SUS304 摩耗粉の重量との比である次式で算出した。

$$\alpha = w_{capt}/w_{initial}, \quad (3-1)$$

α は除去率であり， w_{capt} は棒磁石で捕捉した磁性粒子の重量，また， $w_{initial}$ は粉体中に混合した SUS304 摩耗粉の重量である．なお，Fig.3-3 で示したように，棒磁石に捕捉された粒子は巨視的に白色であり，シリカ粒子も含まれている．この詳細については後述するが，棒磁



Fig.3-2 Inserting silica powder by hand sieving.



Fig.3-3 Magnetic particles captured by a bar magnet.

石に捕捉された磁性粒子は、シリカ粒子と磁性粒子が互いに凝集してクラスターを形成しており、これから捕捉されたシリカ粒子のみを除外しなければならない。そこで、鍔付き鞘管を固定した状態で棒磁石のみを前後させた。これによって、磁性粒子間の摩擦でシリカ粒子の大部分が回収トレイに落下し、棒磁石に残った磁性粒子と少量のシリカ粒子のみを別途トレイに回収できた。しかし、一部の磁性粒子も落下するため、落下したトレイ中のシリカ粉から再度磁性粒子を棒磁石で回収し、この作業を3回繰り返すことでトレイに落ちた磁性粒子を回収できた。

3.3 実験結果および考察

3種類の異なる磁束密度の棒磁石を用いた試験によって得られた粒子径の異なる3種類のシリカ粉中の磁性物の除去率を Fig.3-4 に示す。除去率は、全ての条件で40%~90%の範囲にあることがわかる。また、シリカ粉の公称粒径によって除去率に明確な差が生じ、小粒径のシリカ粉ほど除去率が低くなっていることがわかる。

シリカ粉は公称粒径によって棒磁石表面上での流動性が異なる。シリカ粉の流動性は、ふり落とされた粉体の棒磁石上面への堆積状況から評価することができ、シリカ粒子径が小

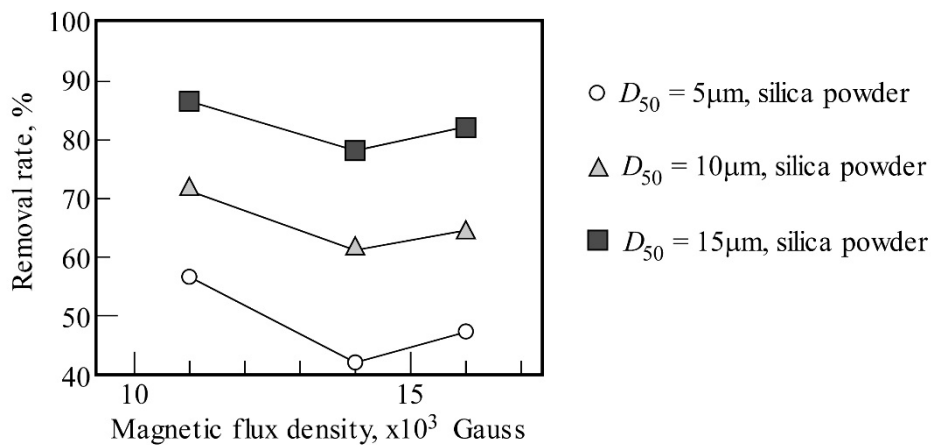


Fig.3-4 Result of iron removal tests.

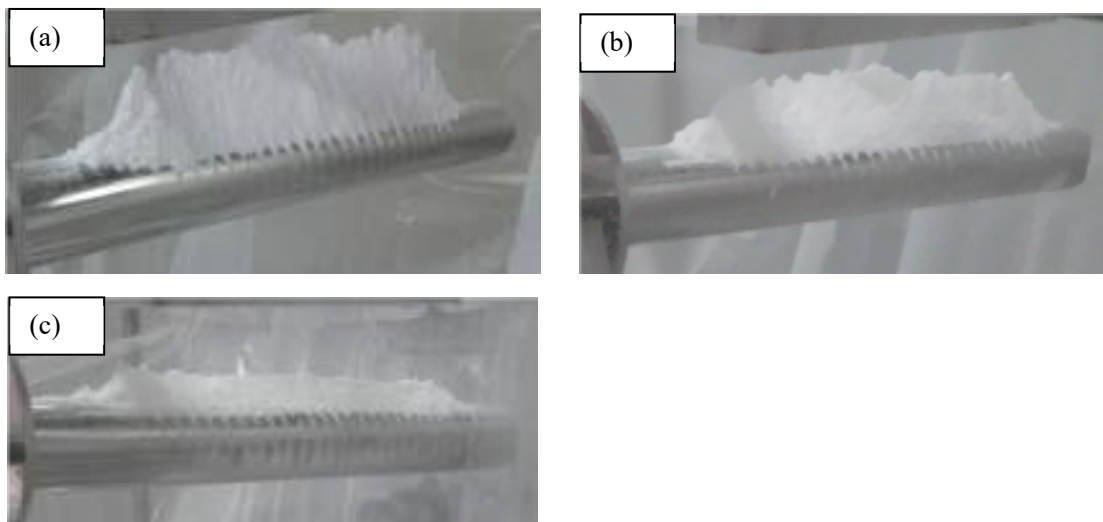


Fig.3-5 Deposition of powder on the top surface of a bar magnet.
(a) Silica S, (b) Silica M, (c) Silica L.

さいほど、流動性が低く、堆積量が多くなる (Fig.3-5)。そのため、流動性の悪い小粒径シリカ粉体を用いた場合には、除去率が低くなったと考えられる。一方、磁束密度の影響に注目すると、全てのシリカ粉体で最も磁束密度の低い 11 kG の棒磁石を用いた際に除去率が最も高くなっていることがわかる。14 kG および 16 kG の棒磁石は、磁束密度が大きいにもかかわらず、除去率が低下していることがわかる。この理由を明らかにするため、除鉄試験後の棒磁石表面での磁性物の捕捉状態について比較観察を実施した。

除鉄試験後の粉体の堆積状態及び磁性物の捕捉状態の代表的な観察結果を Fig.3-6 に示す。同図は公称粒径 $5\mu\text{m}$ のシリカ S を用い、11kG(両端除く磁極数 25)と 16kG(両端除く磁極数 7)

の棒磁石を用いた場合の除鉄試験後の観察結果である。同図から、磁性物はいずれの場合も棒磁石の側面から下面に分布している様子がわかる。また、磁束密度が低く、磁極数の多い 11kG の棒磁石では、多数の磁極で多くの磁性物を捕捉できていることがわかる。一方、磁束密度が高く、磁極数の少ない 16kG の棒磁石では、捕捉粒子が環状にはっきりと観察できるが、各磁極での捕捉量は 11kG と明確な差が無いことがわかる。さらに 16kG では磁極数が少ないため、総捕捉量を多くできないことがわかる。このように 11 kG の棒磁石は、磁性物を捕捉できる磁極数が多いため、最も高い除去率を示したと考えられる。

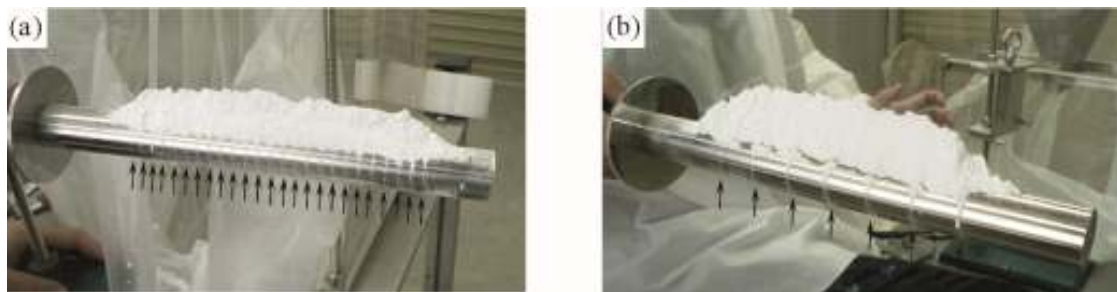


Fig.3-6 Macro image of magnet bars after Silica S iron removal tests. (a)11 kG, 25 poles, (b) 16 kG, 7 poles.

粉体の流動性は一般に平板上で測定される安息角 ϕ_{rep} を用いて評価される。しかしながら、第2章の Table2-1 に示したように、本研究で使用したシリカ粉末は粒径が異なっても安息角がそれほど大きくは変わっていない。それにもかかわらず、除鉄試験における円柱状の棒磁石上への粉体の堆積挙動は異なっていた。したがって、安息角は、棒磁石を用いた除鉄試験で粉体の流動性を評価するには適していないと考えられる。これに対し、一面せん断試験で得られたせん断付着力 C はシリカ粉体の粒径に対して大きく変化しており、除鉄試験における粉体の堆積挙動と比較的良好な相関がある。したがって、粉体の流動性の評価には、安息角よりも粒子間のせん断付着力による評価が適していると考えられる。

一方、前述のように一部の捕捉粒子は巨視的に白色を呈している。この部分を詳細に観察すると、磁性粒子とシリカ粒子の両方が同時に捕捉されている様子が観察された (Fig.3-7)。

このような部分は、シリカ粒子と磁性粒子が互いに凝集してクラスターを形成したことを示している。このようなクラスター内の磁性粒子は非磁性体であるシリカ粒子で覆われるため [1-3]、磁性粒子と磁極との距離が広がり、磁石に引き付けられづらくなる。そのため、裸の磁性粒子の場合よりも捕捉が難しくなることになる。16 kG の高磁束密度の場合、14 kG の相対的に弱い磁束密度では捕捉が困難であった厚いシリカ粒子に覆われた大きなクラスターも捕捉できるため、除去率がやや改善されたと考えられる。

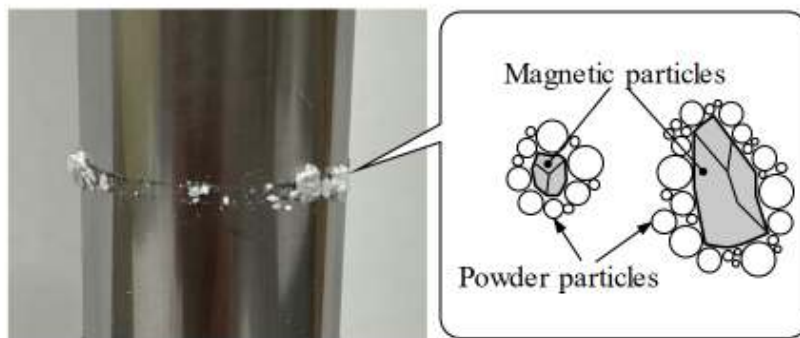


Fig. 3-7 Captured magnetic particles surrounded by silica particles.

以上のことから、棒磁石を用いた除鉄処理では、流動性の良い粉体の場合に除鉄率が高くなることがわかった。また、棒磁石の構造の影響としては、磁極数と磁束密度の両者のバランスによって除鉄性能が決まり、磁極数が多いほど捕捉量が増加すること、磁束密度が高いほどシリカ粒子に覆われた大きなクラスターを捕捉できるが除鉄率への影響は相対的に小さいことがわかった。

なお、今回の試験では 11kG が最も低い磁束密度であるが、磁性物を十分に捕捉できる下限の磁束密度があることは容易に推測できる。今回の結果は、除鉄率を向上させる際には単に磁束密度を挙げるのではなく、むしろ磁性粒子を捕捉できる下限の磁束密度で磁極数を増加させることが有効であることを示唆している。

3.4 結言

本章では、シリカ粉体に混入させた SUS304 摩耗粉の除去性能に及ぼす棒磁石の構造要因と粉体の流動性の影響を検討した。以下に本章で得られた内容を要約する。

- (1) 本研究の試験条件では、磁束密度を増加させるよりも磁極数を増加させた方が除鉄性能に効果的である。
- (2) 磁性粒子は、シリカ粒子との凝集体として磁極に捕捉されるため、磁束密度を高くすることで、除鉄率をやや改善できる。
- (3) 粒径の異なるシリカ粉体を使用した場合、シリカ粉体の流動性が除鉄性能に影響を与え、流動性の高い粉体ほど除鉄性能が向上する。

参考文献

- [1] 荒川正文, 粒子の付着・凝集性と粉体の性質: 粉体工学研究会誌, Vol.7, No.3, (1970), pp.209-219.
- [2] 荒川正文, 粒子の付着・凝集と粉体の充てん: 材料, 16, 164 (1967), pp.319-321.
- [3] A. Balakrishnan, P. Pizette, C.L.Martin, S.V. Joshi, B.P. Saha, Effect of particle size in aggregated and agglomerated ceramic powders, Acta Materialia, 58,3, (2010), pp. 802-812.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.09.058>

第4章 除鉄性能に及ぼす棒磁石の傾斜角度の影響

4.1 緒言

除鉄装置において、棒磁石を水平に配置すると、Fig.4-1のように粉体が棒磁石上に堆積する。堆積した粉体は、外部の力が作用しない限り棒磁石に堆積したままの状態が維持される。これによって、棒磁石上に粉体が堆積した後に続いて飛来する磁性物は、棒磁石の側面から下面でしか捕捉できないことになる。また、棒磁石の磁極は、その長手方向にNS極が交互に一定の間隔で配置されるため、磁極に接触しない磁性粒子を捕捉できないという弱点がある。この弱点を克服する一つの手段として、棒磁石を傾斜させて除鉄装置内に配置する方法がある。これは棒磁石を傾斜させることで粉体が棒磁石上面を滑り落ちやすくなり、粉体の堆積が抑制されること、また、磁性粒子を含む粉体が棒磁石傾斜方向に流下しながら棒磁石軸方向に長い距離を移動することで磁性物と磁極との接触機会が増大することなどの理由から、除去性能が向上するものである[1]。しかし、除鉄性能に及ぼす傾斜角度の影響については系統的な検討が行われておらず、不明な点が多く残されている。そこで本章では、除鉄性能向上を目的とし、除去性能に及ぼす棒磁石の傾斜角の影響について、粉体の堆積・滑落挙動とあわせて検討を行った。



Fig.4-1 State of powder deposited on the upper surface of the bar magnet.

4.2 供試材および実験方法

Fig.4-2 および 4-3 に試験装置及び使用した棒磁石を示す．本章で検討に用いた棒磁石は，傾斜角度の効果を明確にする目的から磁極間隔は除鉄装置において標準的な 18 mm とした．これは第 3 章の除鉄試験における磁束密度 14 kG (両端除く磁極数 9) の棒磁石である．また，試験装置は，一本の棒磁石をその直径と同じ排出幅を有するホッパーシュートの下に設置し，傾斜角度 θ を 0° から 25° ， 30° ， 35° および 40° に変化させて試験を実施した．試験では，3 種類の公称粒径の異なるシリカ粉 500 g に重量比 100 ppm となる磁性摩耗粉量 0.05 g を予め混合し，各実験を 3 回ずつ行った．また，この粉体をホッパーシュートの上部からふるいを使った手作業で約 30 kg/h の速度で投入した．除去性能は，3 章と同様，混合した磁性摩耗粉重量と棒磁石で捕捉した磁性粒子の重量比から，式 (3-1) を用いて算出した．

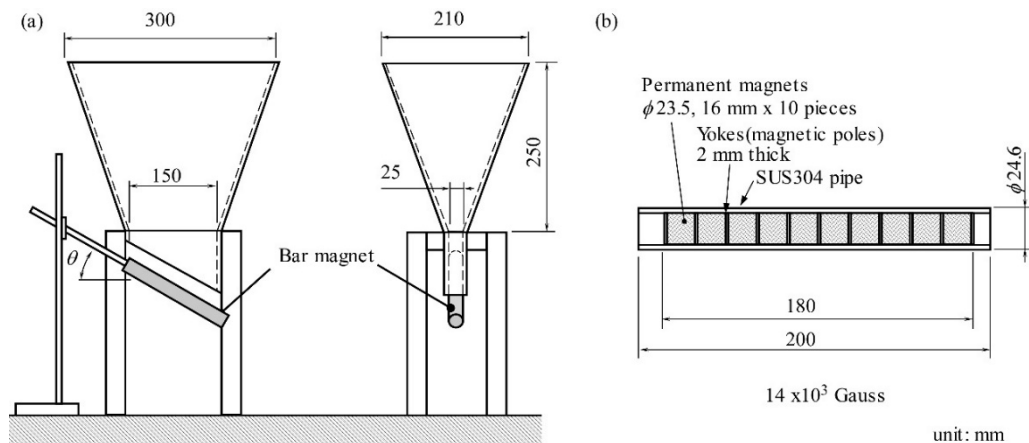


Fig.4-2 Schematic of magnetic particle-removal test apparatus and bar magnet of 14kG, 9poles.



Fig.4-3 Bar magnet tilt angle testing equipment.

4.3 実験結果および考察

Fig.4-4 に、実験によって得られた棒磁石傾斜角度と除去率の関係を示す。同図より、公称粒子サイズが大きい粉体ほど最大除去率が高くなることがわかる。また、シリカ S の傾斜角度 25° のデータを除き、いずれのシリカ粉体も一定の角度までは傾斜角度の増大と共に除去率が增大すること、及びシリカ M と L では、傾斜角が 35° を超えると除去率が急激に低下することもわかる。第 2 章で示したシリカ M と L の平均安息角はそれぞれ 40° と 38° であることから、安息角よりもやや低い角度で現象が変わることを示唆している。一方、シリカ S は平均安息角が 42° であり、今回の実験における最大の傾斜角度よりも安息角の方が大きい、流動性の悪い粉体である。今回の実験装置では、 40° を超えた傾斜角度とすると、棒磁石の水平面への投影長さがホッパーの吐出口長さよりも短くなり、棒磁石に全く接触しない粉体が生じる。そのため、今回は 40° を超えた傾斜角度で試験を見送ったが、シリカ S の場合でも安息角付近の傾斜角度で除鉄率が急激に減少することが予想される。以上の結果から、除去性能を向上させる最適な傾斜角は、安息角よりやや低めの角度と考えられる。なお、シリカ S の傾斜角度 25° のデータについては追加の試験も実施したが、除去率に大きな変化が無

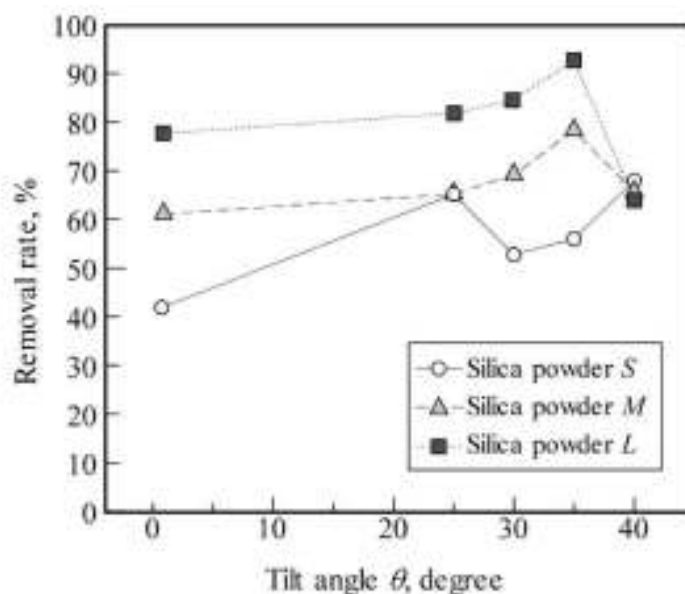
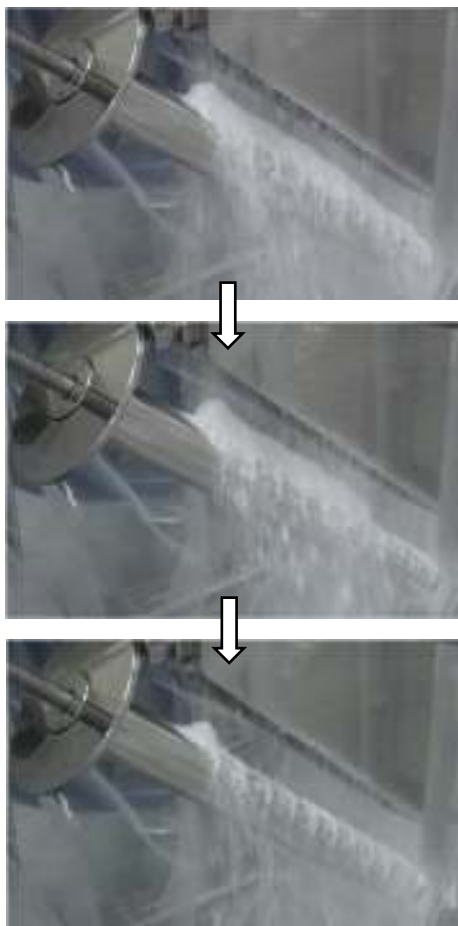


Fig.4-4 Effect of bar magnet tilt angle on removal rate.

かった。また、粉体の堆積挙動等の観察でも明確な特徴は現れておらず、この条件のみ除去率が特異的に増加した理由については現時点で不明である。

このような傾斜角度と除去率の関係となった要因を詳細に検討するため、実験時の粉体の堆積・滑落挙動を詳細に観察した。その結果、棒磁石を傾斜させることによって、粉体は初め棒磁石上に堆積するが、ある一定量まで溜まっては落ちるといった形態を断続的に繰り返す様子が観察された(Fig.4-5)。棒磁石の傾斜角度の除去性能への影響は、この堆積・滑落過程に現れた。



(1) Sifted powder is deposited on top surface of bar magnet.

(2) When the amount of deposition exceeds a certain level, the deposition layer collapses.

(3) Deposition layer slides down except for the areas where less powder is supplied.

Fig.4-5 Deposition/sliding behavior of silica S powder ($\theta=35^\circ$)

水平 ($\theta=0^\circ$) の場合、棒磁石上に堆積した粉体は最後まで残存し、試験終了後まで磁極上面を覆い続けた(Fig.4-6)。堆積層の形成後にふるい落とされた粉は堆積層によって棒磁石表

面との直接接触が阻害され、粉体中の磁性粒子の除去が阻害されることになる。一方、棒磁石を傾斜させると、前述のように粉体は棒磁石上に堆積を生じるものの、堆積した粉体は後続の粉体との衝突によって棒磁石上で断続的にゆっくりと崩壊・移動・滑落し、棒磁石表面が断続的に露出する挙動を示した(Fig.4-5)。このような場合、堆積層が棒磁石上面の磁極を覆うことによる除去阻害効果が減少すると共に、粉体と棒磁石磁極とが近づく機会が増えることになり、磁性粒子が磁極で捕捉されやすくなる。そのため、棒磁石を傾斜させることで除鉄率が向上したものと考えられる。



Fig.4-6 Powder (Silica S) that continues to cover the top surface of the bar magnet ($\theta = 0^\circ$)

しかし、前述のようにシリカ M と L では、安息角を超えるような傾斜角が過大になると除去率が急激に低下する。この場合、棒磁石上での堆積は全く生じないが、同時にふるい落とされた粉体と棒磁石との衝突による粉体の減速が生じにくく、棒磁石表面との接触時間が極めて短くなる様子が観察された。この粉体の接触時間の短さ及び棒磁石との接触の際の減速の小ささによって磁性粒子の捕捉が困難となり、除去率の急減をもたらしたものと考えられる。この結果は、流動性の低い粉体にはより大きな傾斜角が必要であることを示しており、粉体の安息角だけでなく傾斜棒磁石上面と粉体接触面とのせん断抵抗に関するせん断付着力も考慮した傾斜角度を選定すべきと考えられる。

次に粉体粒径の影響について考察する。Fig.4-4 に示したように、傾斜角度が一定以下である場合に流動性の高い粉体を用いた時に高い除去率が得られる。この原因の一つは、流動性

の高い粉体では厚い堆積層が形成されづらく、傾斜角度の影響と同様に、堆積層による除去阻害効果が現れにくいことであると考えられる。もう一つの原因として、磁性粒子とシリカ粉体の付着のしやすさ、すなわち凝集クラスターの形成されやすさが考えられる。粉体の流動性は、粉体のせん断付着力 C の大きさと負の相関があり、せん断付着力による粉体粒子間の付着は、前章 Fig.3-7 で示したような磁性粒子との結合のし易さも意味している[2,3]。磁性粒子の周囲にシリカ粉体粒子の付着が少ない方が磁極に引き付けられやすくなることから、流動性の高い粉体、言い換えればせん断付着力の小さい粉体の場合、凝集クラスターが形成されにくくなるため、粉体に混入した磁性粒子を除去することはより容易となる[4]。以上のように、粉体の粒径の影響は、棒磁石上での堆積層の形成のされやすさと磁性粒子とシリカ粒子の結合のしやすさに現れ、流動性が高く、せん断付着力の小さい大粒径粉体ほど除去率が高くなるものと考えられる。

なお、本試験と実際の製造工程中に設置された除鉄装置内では粉体の堆積・滑落挙動がやや異なった。Fig.4-7 にその模式図を示す。同図(a)は磁性摩耗粉の混入量が少ない実際の製造工程の場合の堆積・滑落挙動の模式図である。この場合、新たに落下してきた粉は堆積層の滑落によって露出した棒磁石表面上で磁極を斜めに横切ることになり、複数の磁極と接触する機会が多くなる。さらに、磁極で捕捉された磁性摩耗粉は、後続の粉体によって磁極の上面から側面および下面に移動しつつ、磁極部上に保持される。これに対し、磁性摩耗粉の混入量が多い本試験の場合の堆積・滑落挙動を Fig.4-7 (b)に示す。磁性摩耗粉の混入量が多い場合、粉体投入直後から棒磁石上面の磁極に磁性摩耗粉が捕捉されはじめ、これが棒磁石側面へ移動する間、一時的に堰となって粉体の棒磁石長手方向への滑落を阻害している様子が観察された。これは、磁性物の混入量の違いによって生じた違いである。実際の製造工程における磁性物混入量[5]が粉体との重量比で数 ppm~10 ppm であるのに対し、本研究では、

捕捉した磁性摩耗粉の重量測定時の精度を得るために磁性摩耗粉の混合比を 100 ppm まで高くした混合粉を用いて試験を行った。そのため、過大な磁性物によって堰が形成されてしまった。実際の製造工程では磁性物の堰が形成されないため、滑らかかつ断続的な滑落が生じる。したがって、実際の製造工程では本実験の結果よりももう少し小さな傾斜角で同じ効果を得られた可能性がある。特に、流動性の良いシリカ L ではその影響を受けやすいと推察される。

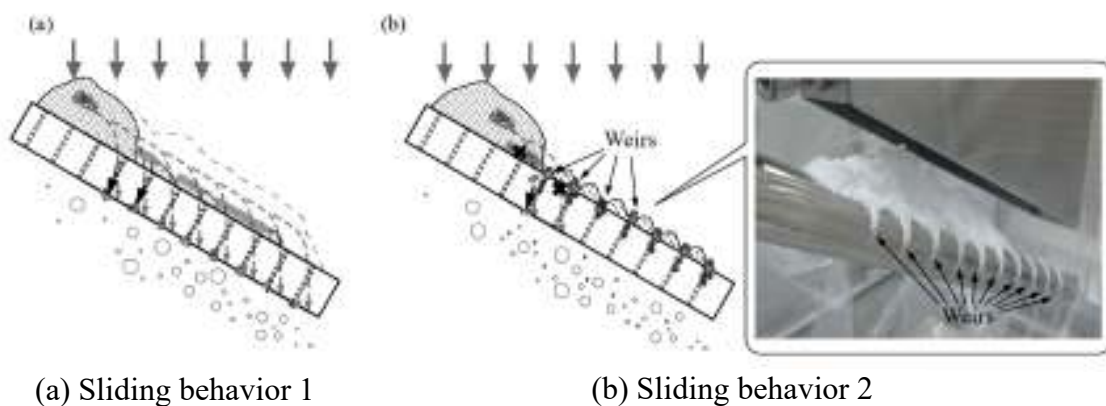


Fig.4-7 Sliding behavior of powder deposited on top surface of inclined bar magnet.

4.4 結言

本章では、シリカ粉体に混入した磁性物である SUS304 摩耗粉の除去性能に及ぼす棒磁石の傾斜角度の影響について検討した。以下に本章で得られた内容を要約する。

- (1) 棒磁石を水平に設置した場合、最初に堆積した粉体は外部からの負荷を受けない限り、そのまま残存する。一方、粉体の流動性に応じた棒磁石の傾斜角を選定すれば、堆積した粉体は新しく到来する粉体によって棒磁石上面で断続的に移動・滑落が発生し、新しい粉体に入れ替わる。その傾向は、粉体の流動性による影響が大きい。
- (2) 捕捉された磁性粒子は、そのほとんどが棒磁石の側面から下側に移動して捕捉される。
- (3) 棒磁石を水平に設置するよりも傾斜角度を有する方が除去性能に優れる。また、棒磁石の

傾斜角度の増加とともに除去率は直線的に増加し、粉体の流動性が高くなると除去率も向上する。しかし、傾斜角度が安息角付近を超えると除去率は低下する。

参考文献

- [1] K. Ohnishi, Iron remover, Japanese Patent 4237119 (2004).
- [2] 早川宗八郎, 微粒子・粉体の物性と応用：応用物理, 51,10,(1982), pp.1173-1177.
- [3] 紀本和男, 微粒子の構造と物性：日本結晶学会誌, 14,119,(1972), pp.119-132.
- [4] [小林 敏夫](#), [宮川 清](#), 粉体の磁着と磁気凝集：粉体工学研究会誌, 9,1,(1972), pp.17-23.
- [5] 春田正幸, 異物の混入を考える：粉体工学会誌, Vol.39,No.6,(2002), pp.433-440.

第5章 粉体堆積防止プレートの除鉄性能におよぼす影響

5.1 緒言

粉体の流動性が低く、棒磁石上面に多くの粉体が堆積する場合、Fig.5-1のように棒磁石間で粉体の架橋が発生し、製造工程の運転をストップさせるような閉塞トラブルが発生する[1,2]。閉塞トラブルは、除鉄装置の下段に配置された棒磁石上面に形成された堆積層傾斜面に後続の粉体が衝突することで粉体の流下速度が減少し、速度の減少と共に堆積層の成長が助長されることで流下のための空間面積が減少することがその発生要因と言われている。閉塞対策として、除鉄装置容器の壁面に衝撃を与えるノッカーや容器全体を振動させるバイブレータの設置がしばしば行われる[3]。この対策は、堆積した粉体を崩したり、架橋部を壊すことで閉塞を回避するもので粉体を流す目的としては有効な手段である。しかし、第4章で述べた粉体粒子と結合した磁性粒子は磁極に引き付けられづらくなる事に加え、磁極に捕捉できたとしても振動や衝撃による負荷によって落下し、除鉄率を低下させてしまう恐れがある。

このような背景から、棒磁石上への粉体の堆積を抑制するため、丸型棒磁石の上面を山型に尖らせた形状の棒磁石が採用されることがある。このような棒磁石は雫型と呼ばれている。この雫型の断面形状は、棒磁石上面に粉体が堆積し棒磁石間に粉の架橋及び閉塞が発生しないように考案されたもので、その他に菱型や三角形の断面形状を有するものがある。このような、製造プロセスでのトラブル回避を目的とした雫型は、製造現場担当者に好まれ、採用

事例も増えてきている。本研究では、丸型棒磁石の上面に粉体堆積防止山型プレートを乗せたものを零型断面形状と呼び、その山型プレートが除去性能に与える影響を検証した。



Fig.5-1 Powder bridge between bar magnets.

5.2 供試材および実験方法

Fig.5-2 に 2 種類の棒磁石の断面形状を示す。以後、Fig.5-2(a)の断面形状を丸形、Fig.5-2(b)の断面を零型と称する。本実験では、捕捉された磁性粒子の殆どが棒磁石の側面から下側に移動して最終的に捕捉される事実から、棒磁石上面の粉体堆積形状に近い三角形の非磁性材料である SUS304 の山型プレートを棒磁石上面に設けた。なお、山型プレートの材質から、棒磁石の磁場に与える影響は小さいと考えられる。その山形プレートの形状は、最も流動性の低いシリカ S をふるいによって平板上に粉体を堆積させた際の角度の測定結果 (Fig.5-3) から曲げ角度を 60° とした正三角形形状を採用した。実験装置は、第 4 章棒磁石の傾斜角度の変化と同じ装置 Fig.4-2 を使用し、傾斜角 θ を 0° (水平) として棒磁石の磁束密度を 14 kG (両端除く磁極数 9) とした。三種類の公称粒径の異なるシリカ粉 500 g に重量比 100 ppm となる磁性摩耗粉量 0.05 g を予め混合し、この粉末をホッパーシュートの上部からふるいを使った手作業で約 30 kg/h (60 秒) の速度で投入した。また、混合した磁性摩耗粉重量と棒磁石で捕捉した磁性粒子の重量比で除去性能を評価した。

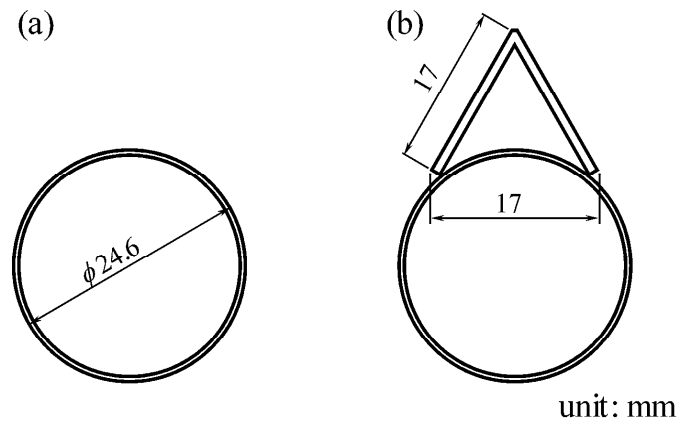


Fig.5-2 Cross-sectional shape of bar magnets.

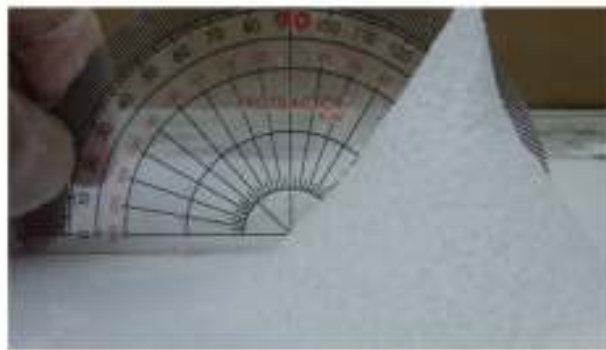


Fig.5-3 Angle of repose of Silica S.

5.3 実験結果および考察

Fig.5-4 に最も流動性の低いシリカ S を用いた場合の，丸型及び雫型断面を有する棒磁石上

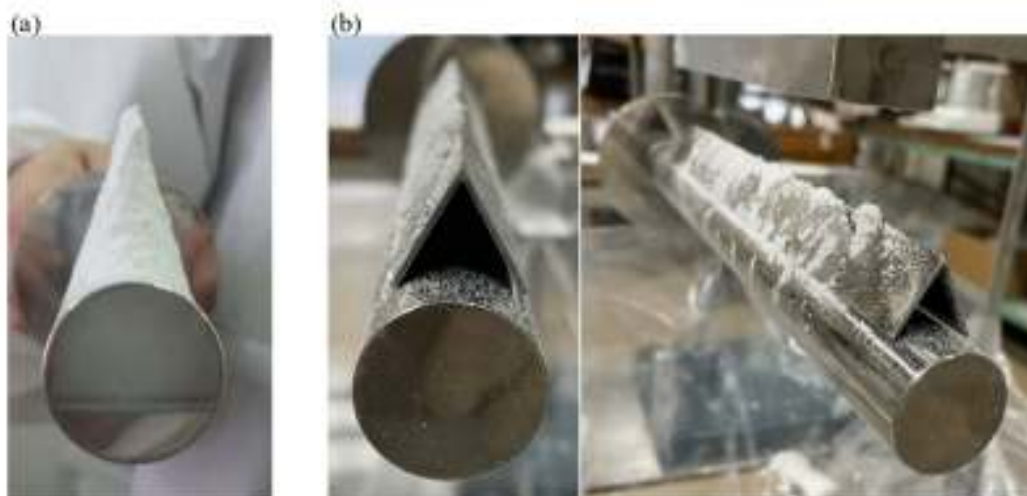


Fig.5-4 Use of magnets with various cross-sectional shapes for powder deposition.

での粉体堆積状況を示す。雫型断面形状では、シリカ S が棒磁石上面に堆積する形状を山型プレートで再現しているため、雫型の上面には粉体の堆積が発生していない。堆積角度は約 60°であり、堆積層の上部ではせん断付着力によると思われる自立性で若干角度が急傾斜に変わっている。

Fig.5-5 に丸型及び雫型断面の棒磁石を用いた場合の除鉄率の比較を示す。同図から、いずれのシリカ粉体の場合でも、棒磁石上面への粉の堆積を抑制できない丸形断面の方が高い除去率を示すことがわかる。また、流動性の高いシリカ粉体ほど断面形状の影響が大きく現れ、流動性の良いシリカ L で両断面形状間の除去率の差が大きくなった。すなわち、断面形状によらずシリカ S, M, L と流動性の増加にともなって除去率も上昇するのであるが、雫型断面形状は丸型に比べて除去率の上昇度合いが小さいことがわかった。これは、粉体の流動性が関係しており、断面形状によって粉体が棒磁石と衝突した際の減速挙動が全く異なることが一因と推測される。丸型断面の場合、落下した粉体と棒磁石との衝突角度が大きく、衝突による粉体の落下速度が減速しやすい。一方、雫型断面は、その上方が山型形状のために粉体

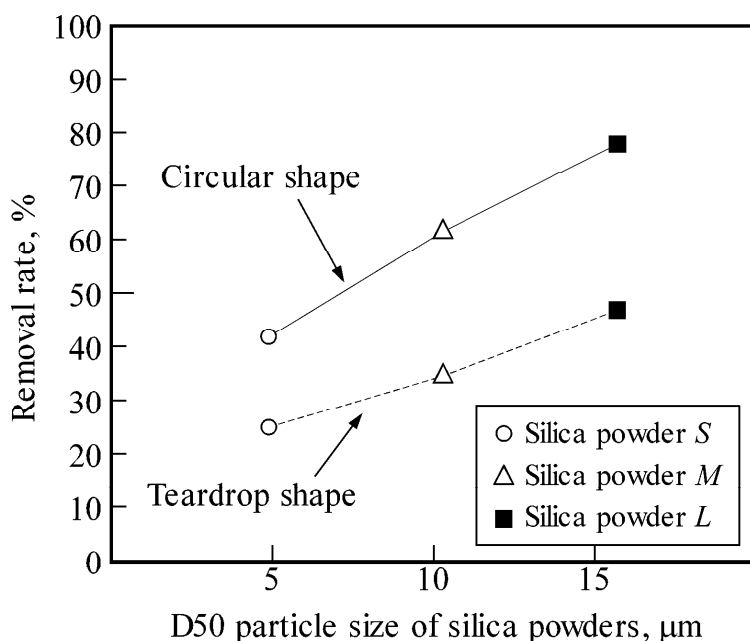


Fig. 5-5 Comparison of removal rates for different bar magnet cross-sectional shapes.

との衝突角度が浅くなる．そのため，衝突による粉体の減速が生じにくく，ステンレス鋼板傾斜面や棒磁石側面を粉体が流下する速度が丸型よりも速くなる．このことは，磁性摩耗粉と磁極との接触時間が短くなることを示す．

このような粉体の流下挙動を確認するため，シリカ粉をふるい落としした際の観察を行った．その結果を Fig.5-6 に示す．粉体の流下形態は，棒磁石に落下粉体が接触した後の広がり幅 B1 と B2 の比較からも明らかに異なり，丸型は棒磁石側面と粉体との接触が確認できるが，雫型は上部の山型傾斜面部分でしか接触せず，磁性物粒子が最も捕捉されやすい側面での接触が少ないことがわかる．

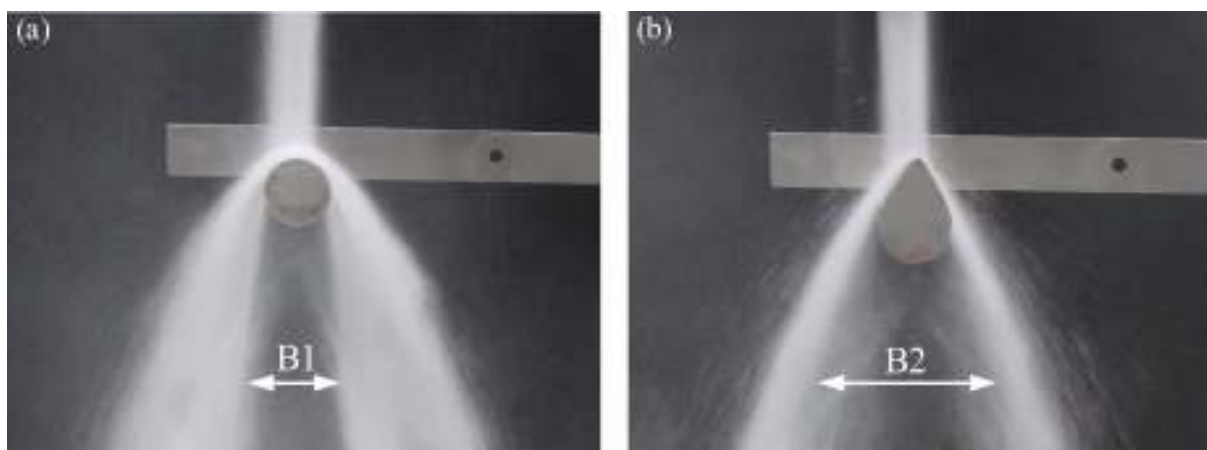


Fig.5-6 Powder flow behavior for (a) circular- and (b) teardrop-shaped particles.

前述のように，雫型断面の場合，シリカ粉体の粒径の増加，すなわち流動性の増加に伴う除去率の増加勾配は，丸型断面の場合と比較して緩くなっている．これは，丸形断面に比べ，雫型断面の棒磁石の捕捉効率が粉体の流動性が高くなるほど悪くなることを意味している．これと棒磁石との接触後の粉体の挙動を併せて考えると，流動性の高い粉体ほど棒磁石との接触後に粉体が広がりやすくなり，磁性物と磁極との距離が大きくなりやすくなった結果，除去率が丸形断面ほどには増加しなかったものと思われる．

以上の結果より，雫型断面の棒磁石は棒磁石上面での堆積を抑制し，閉塞を抑制する手段

としては有効であるが、除鉄性能という点では丸形断面に劣ることがわかった。今回の結果は雫型の採用を否定するものではないが、粉体を堆積させない傾斜角度を選定し、粉体の流動性に合わせ、棒磁石側面にも粉体が十分接触するような山型部傾斜角度の設計が必要と思われる。

5.4 結言

本章では、棒磁石上面に粉体が堆積し棒磁石間に粉の架橋（閉塞）が発生しないように考案された雫型の棒磁石について、除去性能の検証を行った。以下に本章で得られた内容を要約する。

- (1) 雫型の除去性能は、丸型よりも明確に低くなる。特に、粉体の流動性が良い場合、その傾向は顕著となる。
- (2) 雫型断面は丸型と比べて粉体の堆積が少なく、閉塞トラブルに対する対策として有効である。ただし、落下した粉体が棒磁石に衝突した時の衝突角度の違いから、粉体落下スピード大きくなり、磁性摩耗粉と磁極との接触時間が短くなり、除去性能が低下する。
- (3) 粉体の流下形態において、雫型の場合は粉体との衝突角度が浅いため、衝突による粉体の減速が小さく、棒磁石と接触した後の粉体の広がり幅が大きくなる。このため、丸型は棒磁石側面との接触が確認できるが、雫型は山型プレートの傾斜面しか接触せず、磁性物を捕捉しづらくなる。

参考文献

- [1] 網川浩, 青木隆一, 小島健二, 松島弘輝, インサートによるホッパーの閉塞防止: 粉体工学会誌, Vol.15, No.10, (1978)594-600.
- [2] 青木隆一, ホッパー内における粉体の架橋について: 化学工学, 25,4, (1961)281-286.
- [3] 横山藤平, 架橋現象とその防止策の実例紹介: 粉体工学研究会誌, Vol.4, No.1, (1967)677-684.

第6章磁束密度と捕捉磁性粒子径の関係

6.1 緒言

除鉄装置の除去性能を向上させようとする場合、棒磁石を構成する個々の磁石の磁束密度を増加させることが有効であろう、という認識が一般的である。しかし、第3章で実施した磁束密度・磁極数と粉体の流動性の影響の研究において、一定以上の磁束密度であるのならば、除去性能は磁束密度よりも磁極数の方が有効であることが明らかとなった。したがって、一定以上の磁束密度で磁極数の多い棒磁石の採用が除鉄性能の向上に有効と考えられる。しかし、3章で示したように、シリカ粉体に混入した磁性粒子の一部はシリカ粒子に覆われることで磁性粒子と磁極との距離が広がり、磁性粒子単体の場合よりも磁石で捕捉しづらくなる。このようなシリカ粒子に覆われた磁性物であっても、高い磁束密度であれば捕捉できる可能性がある。また、磁束密度を増加させることで、小さな磁性粒子も捕捉し易くなる可能性は十分にある。そこで、本章では磁極数を固定し、磁束密度の大きさにのみ着目した試験を行うことで、捕捉される磁性粒子の大きさに及ぼす磁束密度の影響を明らかにすることを目的とした。

6.2 供試材および実験方法

磁束密度の大きさは磁極間の個々の磁石の体積に依存する。棒磁石の直径と全長が同じ場合、磁極間隔を広げて磁石の体積を大きくすることで、一磁極あたりの磁束密度を高めることができる。しかし、棒磁石の全長が一定の場合、磁極間隔が広がると磁極数は減少する。そこで、磁極数の影響を無くすため、磁極数を一つとして統一した磁束密度の異なる棒磁石（単極棒磁石）で除去試験を実施した。以下、この試験を単極試験と称する。本試験では、Fig.6-1 に示すように磁束密度の異なる3種類の単極棒磁石(11 kG, 14 kG, 16 kG)を使用した。また、実験に使用した磁性摩耗粉は、Fig.6-2 に示すように、試験に用いた磁石の磁束密度よ

り大幅に低い 4kG の低い磁束密度で捕捉されることを確認し、試験に用いる磁束密度が十分大きいことを事前に確かめた。

本試験で使用する混合粉体は、0.20 g の磁性摩耗粒子を 40 g のシリカ M に混合し、5000 ppm とした。これは前章までの検討よりも高い混合比である。詳細については後述するが、この濃度を選択した理由は二つある。一つ目の理由は、単極試験では磁極部付近にのみ混合粉体を落下させるため、ホッパーシュートの吐出口径が小さくする必要がある。そのため、

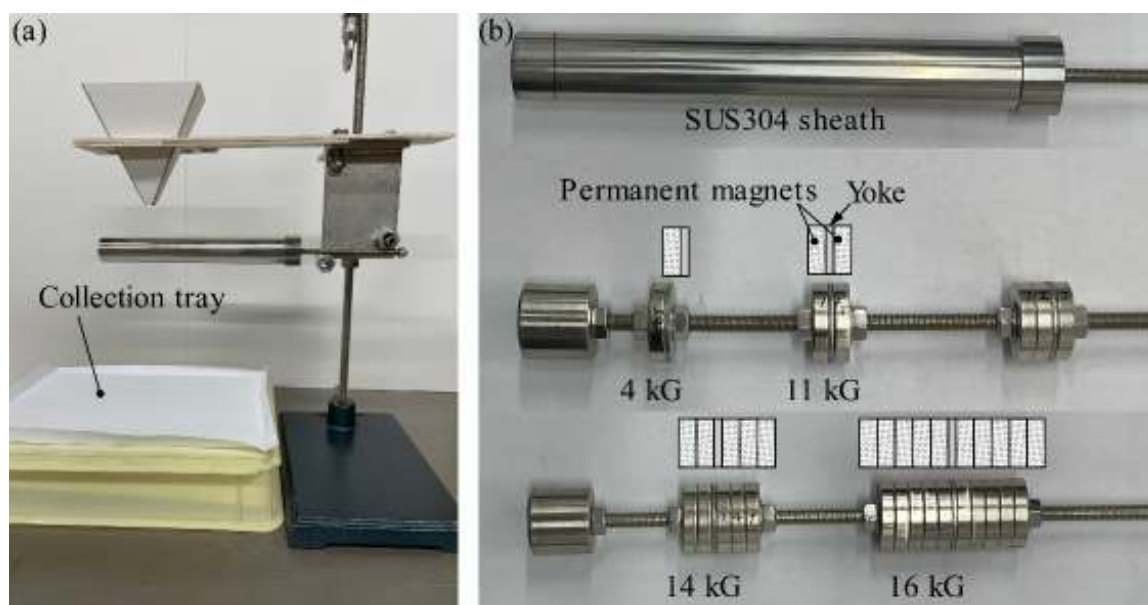


Fig.6-1 Single-pole magnetic powder-removal test apparatus and magnet configurations.



Fig.6-2 0.2g of SUS wear powder is all absorbed by 4kG.

大量の粉体を使用すると閉塞が生じるため、投入量に上限があることである。二つ目の理由はレーザー回折散乱法による粒子径測定に必要な捕捉粒子量を得るためである。単極試験では除去率が低く、前章までと同じ混合比で少量の混合粉を用いた試験を行うと、粒子径測定に十分な量の捕捉磁性物を得られない。これらの理由から混合比を高くして検討を行った。

単極試験は、三種類の異なる棒磁石を用い、傾斜角 $\theta=0^\circ$ の条件でそれぞれ三回ずつ実施した。しかし、一回の試験によって棒磁石で捕捉できた磁性粒子の捕集量は微量で、その重量では除去性能を評価できなかった。そこで、試験終了後に棒磁石を通過し回収箱に落下した粉体中から、16 kG の棒磁石で磁性摩耗粉を収集した。これにより、除去率の評価は、その磁性摩耗粉の重量（捕捉できなかった磁性摩耗粉の重量）を用いた修正除去率 α_1 とした。修正除去率 α_1 は、下式(6-1)により算出される。

$$\alpha_1 = (w_{initial} - w_{pass}) / w_{initial} \quad (6-1)$$

ここで、 α_1 は修正除去率、 $w_{initial}$ は試験前の粉末に混合された磁性摩耗粒子の重量、 w_{pass} は試験装置を通過し捕捉できなかった磁性粒子の重量である。磁性粒子の粒度分布は、レーザー回折散乱法（HORIBA, LA-920）により測定し、除去試験前後の測定値で比較した[1,2]。しかし、棒磁石を通過した粉体中から採取した磁性粒子の量も少なく、レーザー回折散乱法で粒度分布を測定できなかった。そこで、本研究では、単極試験 3 回分の採取磁性粒子を合わせて測定に供し、得られた粒度分布を通過粒子の粒度分布として評価を行った。その際、特に棒磁石を通過した粒径 50 μm 未満の磁性粒子に着目した[3]。その微小磁性粒子の重量は、除去試験前で測定した粒度分布の粒子サイズ毎の頻度を適用してその重量を推定した。

6.3 実験結果および考察

Fig.6-3 に示す実験装置のホッパーシュートは、単一の磁極部にふるい落とされた粉体が集中する形状で設計したが、粉体の堆積により粉体の多くは磁極から離れた領域を通過してしまつた。したがって、磁極から離れた領域を通過した磁粉除去性能の評価に寄与しない粉体の影響を低減する必要がある。そこでまず、単極試験前の磁性粒子の粒度分布と、各棒磁石を通過した粉体中に含まれる磁性粒子の粒度分布の検討を行った。

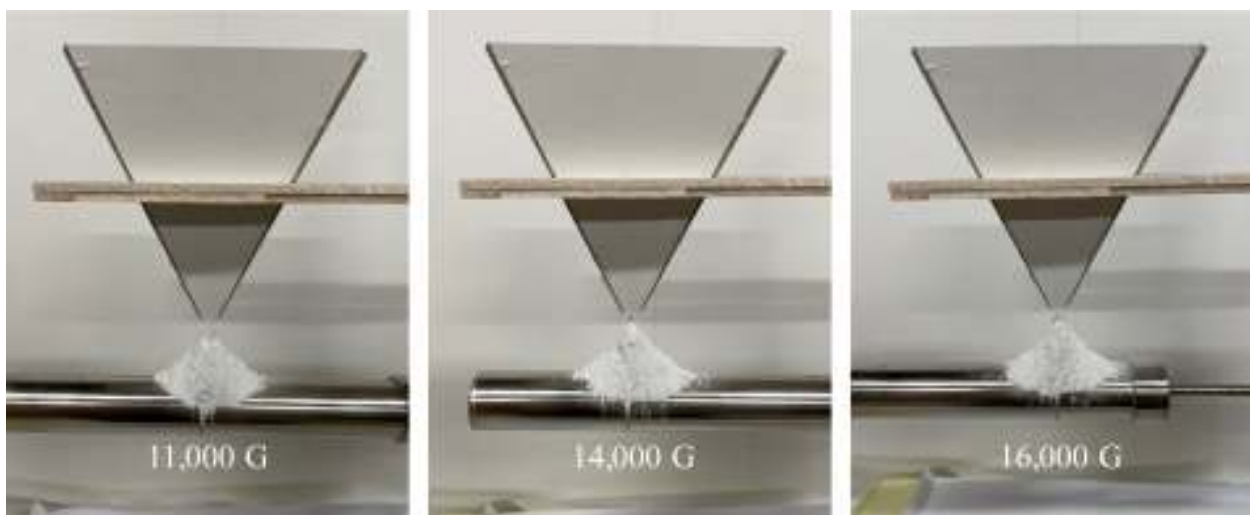


Fig. 6-3 Deposition behavior of silica powder for single-pole magnetic powder-removal test.

その結果を Fig.6-4 に示す。同図(a)は粉体中に混ぜ込んだ磁性粒子の粒度分布であり、同図(b)-(d)は、それぞれ 11 kG, 14 kG, 16 kG の単極棒磁石を通過し回収箱に落下した粉体中から、16 kG の棒磁石使って収集した磁性摩耗粉の粒度分布である。同図から、磁性粒子径は 8 ~ 500 μm の範囲に分布し、磁性粒子除去試験前の粒度分布図では、 $\phi 20 \mu\text{m}$ と 115 μm の二つのピークを示した。一方、除去試験で棒磁石を通過した磁性摩耗粒子の粒度分布は、除去試験前に比べ $\phi 100 \mu\text{m}$ 以上の磁性粒子の頻度が相対的に減少していることがわかる。これは、大きな磁性粒子は棒磁石によって容易に捕捉され、棒磁石を通過した粉体中では少なくなっていることを示している。

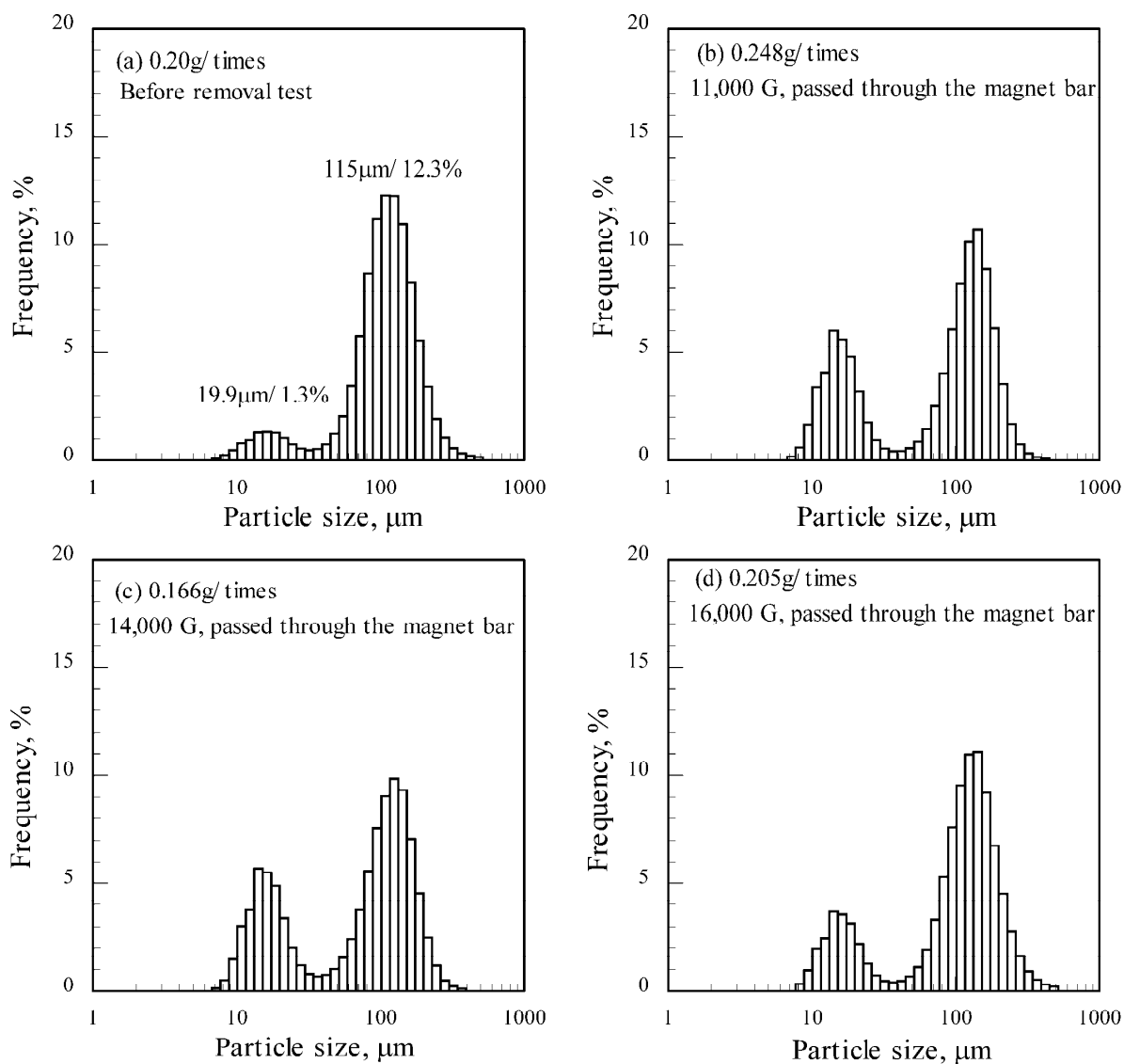


Fig.6-4 Particle size distribution of SUS wear particles (a) before test and (b)–(d) after passing through the single-pole magnetic powder-removal test apparatus.

次に、これらの傾向を明らかにするため、棒磁石を通過した粉体中に含まれる磁性摩耗粒子の頻度に着目した。検討に際しては、棒磁石を通過した磁性粒子の全粒子重量から算出した修正除去率は前述の α_1 と同時に、除去試験前の粒度分布の寸法階級とそれぞれの頻度をもとに算出した直径 $\phi 50 \mu\text{m}$ 未満の磁性粒子の除去率として修正除去率 α_2 を新たに用いた。この修正除去率 α_2 は次式(6-2)により計算した。

$$\alpha_2 = (\mu_1 w_{initial} - \mu_2 w_{pass}) / \mu_1 w_{initial} \quad (6-2)$$

ここで、 μ_1 は除去試験前に測定された磁性粒子粒度分布における 50 μm 未満の磁性粒子の相対頻度、 μ_2 は除去試験において棒磁石を通過した粉末から採取された磁性粒子の相対頻度、 μ_2 は除去試験において棒磁石を通過した粉末から採取された磁性粒子の相対頻度である。Table 6-1 に微小磁性粒子として粒子径 50 μm 未満の頻度の測定結果を示す。 μ_1 と μ_2 は、Table6-1 において、捕捉できなかつた 50 μm 未満の磁性粒子重量 (A \times 頻度) と除鉄前の 50 μm 未満の磁性粒子重量 0.092 g との比で算出できる。

Table 6-1 Frequency for magnetic particles in powder passed through bar magnet.

磁束密度	11,000G	14,000G	16,000G	除鉄前
残存粉重量 A(g)	0.248	0.166	0.205	0.200 \times 3回
粒子径 (μm)	頻度 (%)	頻度 (%)	頻度 (%)	頻度 (%)
6.720	0.000	0.000	0.000	0.000
7.697	0.176	0.143	0.000	0.000
8.816	0.621	0.525	0.347	0.280
10.097	1.687	1.465	0.961	0.660
11.565	3.404	3.032	1.978	1.234
13.246	4.092	3.759	2.446	1.524
15.172	6.016	5.677	3.683	2.215
17.377	5.603	5.498	3.556	2.239
19.904	4.801	4.872	3.146	2.101
22.797	3.208	3.395	2.178	1.598
26.111	1.782	2.016	1.273	1.052
29.907	0.953	1.193	0.739	0.698
34.255	0.561	0.794	0.485	0.525
39.234	0.424	0.679	0.416	0.516
44.938	0.443	0.766	0.482	0.674
51.471	0.583	1.033	0.689	1.048
58.953	0.888	1.533	1.112	1.739
67.523	1.481	2.403	1.919	2.960
50 μm 未満頻度	33.8%	33.8%	21.7%	15.3%
50 μm 未満重量 A \times 頻度 (g)	0.084	0.056	0.044	0.092

この α_1 と α_2 もとついて、単極試験の除去率に及ぼす磁束密度及び磁性粒子の粒径の影響について検討を行った。Fig.6-5 にその結果を示す。同図より、全粒子径に対する除去率である修正除去率 α_1 は、磁束密度 11 kG で 58.7 %、14 kG で 72.3 % また、16 kG で 65.8 % であり、除去率は磁束密度の増加に伴ってわずかに増加する傾向が見られるが、ほぼ同程度の除去率といえる。これは、全粒子径を対象とした場合、除去性能に及ぼす磁束密度の影響が小さい

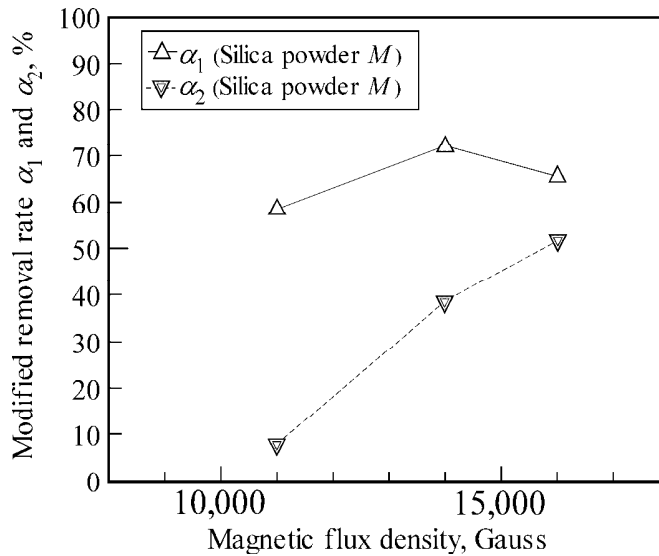


Fig.6-5 Effect of magnetic flux density on the removal of magnetic microparticles.

ことを示している。一方、 $50\ \mu\text{m}$ 以下の磁性粒子の修正除去率 α_2 は磁束密度の増加とともに明らかに増加し、その変化率は α_1 の場合よりも急であることがわかる。特に、最も磁束密度の低い11 kGの棒磁石では小さな磁性粒子を8.8%しか捕捉できず、小さな磁性粒子をほとんど捕捉できていない。これに対し、16 kGの棒磁石では51.7%の小さな磁性粒子が捕捉できていることがわかる。これらの結果は、小さな磁性粒子の除去性能は磁束密度の大きさに敏感であり、磁束密度の大きさに応じて小粒子径に限定した修正除去率 α_2 が明らかに増加するのは、棒磁石によって捕捉される小さな磁性粒子の量が増加していることを意味している。これは、磁化させたコロイド状微粒子磁性体間に働く引力が磁性微粒子を通る磁束の自乗に比例するという報告[4]と同様の傾向であり、より高い磁束密度の棒磁石が小さな磁性粒子の捕捉に有利である可能性を示唆している。しかし、前述の通り高い磁束密度ほど小さな磁性粒子が多く除去されているにも係わらず、全体の粒子径を対象とした除去率 α_1 では磁束密度の除去率への影響度が低い。すなわち、捕捉した磁性粒子の重量で除去率を評価する場合、小さな磁性粒子を多く捕捉したとしても除去性能に現れにくいことが判った。このことから、重量による除去性能の評価方法は、主に粒子サイズ $50\ \mu\text{m}$ 以上の磁性粒子の除去性能を評価

していると判断される。このことは、従来実施されていた除鉄試験は、比較的大きい磁性粒子に対する除去性能を求めていたことが判った。

以上の結果から、小さな微小磁性粒子の除去に対しては、高い磁束密度ほど有効であることがわかった。このことは、半導体業界で要求されているような微小磁性粒子を高効率で除去するには、より高い磁束密度を有する棒磁石が必要であることを示唆している。また、広い寸法範囲の磁性粒子を除去するには、磁束密度は低い磁極数が多い棒磁石と磁極数は少ない磁束密度が高い棒磁石の両方を組み合わせることが効果的と考えられる。その際、それらの磁束密度の組合せは、除去を対象とする磁性粒子寸法に対応した磁束密度を選定することが重要と考えられる。さらに、今回の結果を踏まえると、粒子サイズ 100 μm 以上の目視できる金属異物が問題となる食品や医薬業界では、磁束密度の大きさよりも磁極数を優先するような棒磁石を採用することが効果的と考えられる。

6.4 結言

本章では、磁極数の要素を無くした 1 磁極の棒磁石を使用し、磁束密度の大きさとその磁束密度で捕捉される磁性粒子の大きさについて検討を行った。以下に本章で得られた内容を要約する。

- (1) 全粒子径を対象とした除去率は、磁束密度の増大とともにわずかに向上するが、その影響は小さかった。
- (2) 除鉄試験を行う前後で磁性粒子の粒度分布を比較した結果、大きい磁性粒子は除去されやすく、その除去率は磁束密度の影響を受けにくいことがわかった。
- (3) 除鉄試験前の磁性粒子の粒度分布から、100 μm 以上の磁性粒子が総重量に占める割合は、70～80%であった。

(4) 除去率を捕捉した磁性粒子の重量で評価する場合、捕捉重量は大きい磁性粒子の占める割合が大きい。このため、一般的な除鉄試験では大きい磁性粒子の除去性能を評価していることになる。

(5) 50 μm 未満の捕捉された磁性粒子に着目すると、除去率は明らかに磁束密度の影響を受けており、磁束密度を大きくすることで除去性能が向上する。すなわち、微小磁性粒子の除去を目的とする場合、高い磁束密度ほど有効である。

(6) 除鉄装置の棒磁石について、磁束密度は低い磁極数が多い棒磁石と磁極数は少ないが磁束密度が高い棒磁石の両方を組み合わせることで除鉄装置の除去性能はさらに向上すると考えられる。また、その磁束密度の組合せも、除去を対象とする磁性粒子サイズの粒度分布を把握し、磁束密度を選定することが重要と考えられる。

参考文献

- [1] 高野正雄, 粉体粒度分布測定技術 : 日本画像学会誌, 46,6(2007),pp.459-464.
- [2] 椿淳一郎, 粒度測定技術の現状と今後の方向 : 粉体工学会誌, Vol.27,No.6(1990),pp.423-428.
- [3] 荒川正文, 粉体の性質と粒度 : 色材, 57,6,(1984),pp.324-333.
- [4] 小林敏夫, 宮川清, 粉体の磁着と磁気凝集 : 粉体工学研究会誌, Vol.9,No.1,(1972),pp.17-23.

第7章 結論

粉体中に混入した磁性物の除去に関する産業界からの要求は、近年、ますます厳しくなっている。特に半導体の封止材に用いられる絶縁材料においては、除去が求められる磁性物粒子の寸法が、年々、小さくなってきている。このような要求を受け、磁性粒子を除去する除鉄装置にもより高い性能が望まれるようになってきている。しかし、除鉄装置の分野では設計の方向性を示すような指針が未だ存在せず、経済性を優先するあまり、本来の目的である除鉄性能を考慮しない設計がしばしば見受けられる。そこで、本研究では、除去装置の設計の際の目安となるように、粉体の特性、棒磁石の構造的な要素、磁束密度の大きさ及び磁性粒子などの設計要素を整理し、それらの設計要素が有する特性及び除鉄性能に及ぼす影響を除鉄試験によって検証した。今回の検討の結果、以下のような結論を得た。

- (1) 本研究では、粉体の流動性の評価のために、安息角の測定に加え、一面せん断試験法を用いてシリカ粉体のせん断付着力を評価した。その結果、シリカ粒子径が小さくなると安息角は大きくなるが、それ以上に粒子径の減少によって粉体粒子間のせん断付着力が大きくなり、粉体の流動性を低下させることがわかった。また、除鉄試験の結果、粉体の流動性は除鉄性能に影響を及ぼし、流動性の低い粉体ほど除鉄性能が低下することがわかった。これらの結果から、粉体の流動性は除鉄性能に影響し、その流動性は安息角の数値だけでは判断できないこと、及び、一面せん断試験で得たせん断付着力を含めた流動性の評価は有効であることが明らかになった。
- (2) 本研究の試験条件では、磁束密度の大きさよりも磁極数の方が除鉄性能に対して影響が大きかった。棒磁石の各磁極に捕捉された磁性粒子を観察すると、磁性粒子とシリカ粒子が凝集し、集合体として捕捉されていた。この集合体は、シリカ粒子が磁性粒子を覆うように結合していたため、磁性粒子単体よりも磁極に引き付けられづらくなっており、粉体

中から磁性粒子の除去を難しくしている要因であると考えられる。

(3) 従来の除鉄装置で広く採用されている棒磁石を水平に設置した構造では、棒磁石上面にふるい落とされた粉体が堆積して棒磁石上面の磁極を覆うため、除鉄性能が低くなることがわかった。一方、棒磁石を傾斜させると、堆積した粉体が断続的に移動しながら磁極を横切って滑落を繰り返し、棒磁石の表面が頻繁に露出するようになった。これによって、磁性粒子と磁極の接触頻度が増加し、除鉄性能が向上した。また、粉体の流動性が高くなると同じ傾斜角度でも除去率が向上することがわかった。除去率は、棒磁石の傾斜角度の増加とともに直線的に増加するが、傾斜角が安息角付近になると除去率が急激に低下することがわかった。これは、過大な傾斜角度の場合、粉体の堆積は生じなくなるが、ふるい落とされた粉体と棒磁石との衝突による粉体の減速が生じにくく、棒磁石表面との接触時間が極めて短くなることが原因と考えられる。これらのことから、除去性能を向上させる最適な角度は、安息角付近であることが明らかになった。この結果は、流動性の低い粉体にはより大きな傾斜角が必要であることを示しており、粉体の安息角だけでなく傾斜棒磁石上面と粉体接触面とのせん断抵抗に関係するせん断付着力も考慮した傾斜角度を選定すべきと考えられる。

(4) 粉体の堆積防止鋼板を設けた棒磁石（雫型断面形状）は、棒磁石上面への粉体堆積が抑制され、閉塞トラブルに対する対策として有効であることが確認された。しかし、丸型の棒磁石に比べた場合、雫型断面形状の棒磁石では棒磁石との衝突による粉体の減速が小さく、さらに衝突後の粉体が棒磁石側面から離れるような広がりを持った落下形態を示すことがわかった。これらの挙動から、雫型の断面形状の棒磁石の場合、除去性能が丸型よりも低くなり、磁性粒子の除去率の点で不利であることが明らかになった。

(5) 磁性粒子の粒度分布について、単極棒磁石の除鉄試験を通じて除鉄試験前後の比較を行っ

た。その結果、磁束密度の高い棒磁石は、シリカ粉体中の微小な磁性粒子、特に 50 μm 未満の磁性粒子の除去に有効であることがわかった。全粒子径における除去率は、磁束密度の増大とともにわずかに向上するが、磁束密度の影響は小さかった。また、粒度分布から除鉄前において磁性粒子の総重量に占める 100 μm 以上の割合は、70~80%であった。捕捉された磁性粒子の重量の殆どは、粒子径 100~200 μm の比較的大きい粒子によるものであったことがわかった。これまでの除鉄試験では、除鉄前の磁性粒子重量と除鉄後の捕捉した磁性粒子重量との比較によって除鉄性能を評価していたが、これによって得られる除鉄率は比較的大きい磁性粒子の除去に関する結果であることが判明した。一方、50 μm 未満の磁性粒子の除去については、高い磁束密度が必須であることが明らかになった。

(6)金属異物は、目視できるサイズ (ϕ 100 μm 以上) と絶縁材料のように機能的に許されないサイズに大別される。したがって、目視できるサイズの金属異物が問題となる食品や医薬業界では、磁束密度の大きさよりも磁極数を優先するような棒磁石を採用することが効果的と考えられる。一方、目視できない小さな微小磁性粒子に対しての除去性能は、高い磁束密度ほど有効である。これらのことから、広い寸法範囲の磁性粒子を除去するには、磁束密度は低い磁極数が多い棒磁石と磁極数は少ない磁束密度が高い棒磁石の両方を組み合わせることが効果的と考えられる。また、その磁束密度の組合せも、除去を対象とする磁性粒子寸法に対応した磁束密度を選定することも重要と考えられる。したがって、半導体業界で要求されているような微小磁性粒子を高効率で除去するには、より高い磁束密度を有する棒磁石が必要であることを示唆している。

謝辞

本論文の執筆にあたり，多くの方々にご支援を賜りました。

徳島大学大学院 社会産業理工学研究部 主指導教員である米倉大介教授には，研究の着想から，試験方法，論文執筆，また，雑誌掲載論文の投稿や国際会議発表まで数多くのご指導とご支援を賜りました。心から感謝申し上げます。

また，本研究のための試験材料や装置の手配にあたり，ご協力いただきました各企業のみなさまに心から感謝いたします。

最後に，所属するダイカテック株式会社のみなさまには，試験の際に多くのご支援をいただきました。お礼申し上げます。