

# 新しい付着抑制表面処理を施した鋼表面への粉体の付着挙動の解析

加藤雅裕<sup>1\*</sup>, 米倉大介<sup>1</sup>, 高橋雅也<sup>2</sup>

## Analysis of Adhesion Behavior of Powder on Polished Steel Plate by New Treatment for Preventing Adhesion

by

Masahiro Katoh, Daisuke Yonekura, Masaya Takahashi

In this paper, we examined the relationship between surface roughness and particle adhesion behavior by a proposed experiment. Five kinds of SiO<sub>2</sub> spherical powders (0.2μm-2.0μm) and stainless steel plates with seven kinds of surface roughness were used for the investigation. The adhesion ratios of SiO<sub>2</sub> powders to polished stainless steel plates were measured. The adhesion ratios depend on the surface roughness and the particle diameters. The adhered particles on the steel plate were observed by SEM in order to examine the adhesion mechanism of SiO<sub>2</sub> particle on the polished stainless plate substrate. As the result, 0.4-1.0 μm particles were easy to adhere independent of surface roughness and nominal powder diameter. The result indicates that adhesion behavior of powder depends on the adhesion force of 0.4-1.0 μm particles that are changed by the surface roughness of the steel plate.

Key words: Adhesion Force, Silica Powder, Stoppage, Hopper, Surface Treatment, Surface Roughness, Polishing.

### 1. まえがき

粉体の貯蔵・輸送・供給などを行う装置では、装置の内部表面に粉体が付着・堆積し、流路をふさぐ閉塞がしばしば問題となる。現在、この閉塞問題を解消する手法

としては、(1)粉体取扱装置の供給部への振動・打撃、(2)装置内部への攪拌装置の設置、(3)装置内部表面をコーティング、などが主に採用されている。しかし、(1)では、打撃による騒音や装置・配管への損傷を引き起こすこと、(2)および(3)では、攪拌装置やコーティング材の摩耗粉が粉体に混入する可能性があることなどが欠点として挙げられる。特に(2)と(3)の問題は、異物混入が嫌われる食品業界や高純度素材産業では忌避される。粉体の付着はファンデルワールス力、液架橋力および静電気力の三つに支配される<sup>(1),(2)</sup>。このうち、液架橋力および静電気力はそれぞれ湿度の低減および接地によって

1 徳島大学大学院ソシオテクノサイエンス研究部

Department of Advanced Materials  
Institute of Technology and Science  
The University of Tokushima

2 徳島大学大学院先端技術科学教育部

Graduate School of Advanced Technology and Science  
The University of Tokushima

\* 連絡先：〒770-8506 徳島市南常三島町 2-1

徳島大学大学院ソシオテクノサイエンス研究部

低減することが可能であるが、ファンデルワールス力は物質間の引力に起因するため、完全に排除することは不可能である。しかし、ファンデルワールス力は物体の表面形状に依存するものであり、表面形状を変えることでその力の大きさが変わる<sup>(3)・(6)</sup>。そこで著者らは、機械的研磨によって鋼板表面に適度な表面粗さを付与し、粉体の付着を抑制することを試みた。その結果、研磨の状態によっては図 1 のように鋼板表面への粉体の付着を著しく抑制できることがわかった<sup>(7)</sup>。しかし、これまでの粉体の付着に関する研究の多くは、板表面の凹凸を単純化して検討したもの<sup>(3)・(5)</sup>や複写機でのトナーの帯電付着挙動を対象としたもの<sup>(8)・(10)</sup>であり、静電気力の小さい環境かつ複雑な凹凸を持つ平板への粒子の付着挙動、および粒子同士の付着の結果生じる粉体の堆積挙動に関する検討はほとんど行われていない。そのため、鋼板表面の研磨による粉体付着抑制機構には、不明な点が残されているのが現状である。本研究では、粉体取り扱い装置に用いられるオーステナイト系ステンレス鋼板および封止用フィルター材・離型材などとして用途が大きく拡大している高純度球状シリカ粉を用い、鋼板の表面粗さが粉体の付着・堆積挙動に与える影響を検討した。

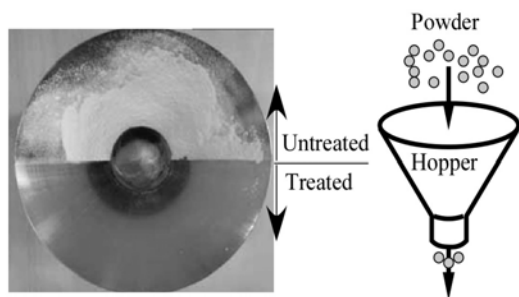


Fig. 1 Effect of surface polishing on powder adhesion behavior (for commercial tempura powder).

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材

本試験では、鋼板としてオーステナイト系ステンレス鋼 JIS SUS304 を用いた。鋼板は 40×40×2mm の大きさに切断した後、その表面を #180～#2000 の耐水研磨紙及び 0.3μm のアルミナ粉を用いた、バフ研磨によって鏡面状態に仕上げた。その後、本研究では簡便に異なる表面粗さを得る手段として、異なる

粒度の研磨材（条件 A～F）を用いて一方向に研磨し、鏡面状態のものとして併せて 7 種類の表面粗さを持つ鋼板を用意した。これらの鋼板の表面粗さは、表面粗さ計（Veeco Instruments 製 Dektak<sup>3</sup>）を用いて測定した。図 2 に研磨条件と各鋼板の表面粗さの関係を示す。

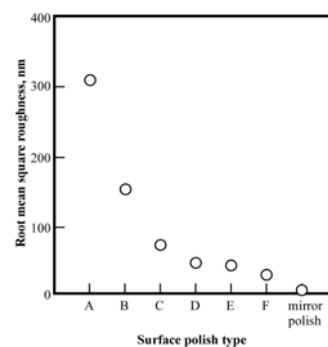


Fig. 2 Surface roughness of steel plate specimens.

付着試験用の粉体には異なる粒度分布を持つ 5 種類の高純度球状シリカ粉（アドマテック社製、呼び粒径：0.2, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0μm）を用いた。その粒径分布を図 3 に示す。粉体は恒温乾燥機（いすゞ製作所製、EPN-111）を用いて 120℃、2 時間乾燥させた後、付着量測定試験に用いた。

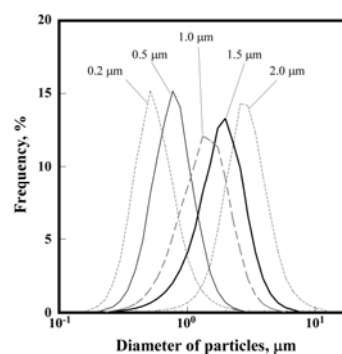


Fig. 3 Particle size distribution.

### 2.2 付着試験

付着試験の模式図を図 4 に示す。試験時には鋼板を水平方向から 45°傾けて、研磨方向が縦方向となるように支持棒に固定した。粉体は 2g となるように電子天秤を用いて調整し、これを目の開き 1mm のふるいに入れた。その後、電磁振動ふるい器（筒井理化学器械、M-2）を用いて、振動数 60Hz、振とう時間二分間、振幅強度一定の条件で鋼板上にふるい落とした。なお、今回の実験では粉体使用量が少なかつたためか、粉体をふるい落とした後に実機で観察されたような鋼板

表面からの粉体の滑落が観察されなかった。そこで、本実験では粉体をふるい落とした後に鋼板を静かに 180°反転させ、落下せずに鋼板上に残った粉体を付着粉体とみなした。粉体の付着性は試験前後の鋼板の質量変化から、次式で表す付着率  $m$  を用いて評価した。

$$m = M_{ad}/M_{net} \quad (1)$$

ここで  $M_{ad}$  は付着試験前後の鋼板の質量変化、 $M_{net}$  はふるい落とした粉体の正味の質量を示す。なお、付着試験は各条件に対してそれぞれ3回ずつ行った。

付着試験後、粉体粒子の付着状態および粒径を調べるために、走査型電子顕微鏡 (SEM, 日立ハイテクノロジー社製, TM-1000) を用いて、付着試験後の鋼板表面の観察を行った。

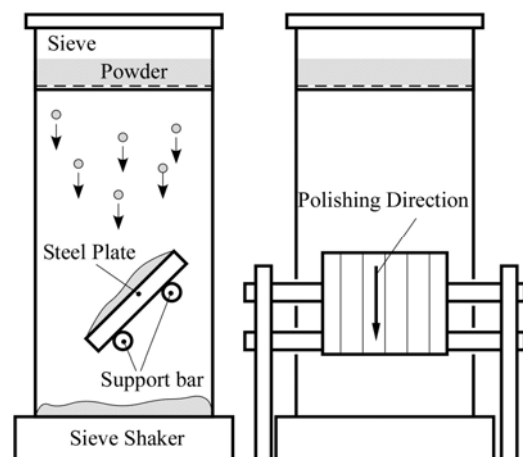


Fig.4 Schematic diagram of adhesion test.

### 3. 結果と考察

#### 3.1 粉体付着率に及ぼす表面粗さの効果

粉体付着量に及ぼす鋼板表面粗さの影響を検討するため、電磁式ふるい震とう機を用いて付着試験を行った。試験後の鋼板表面観察の代表例として、付着状態に大きな差が生じた呼び粒径 1.0 $\mu\text{m}$  の結果を図 5 に示す。

呼び粒径 1.0 $\mu\text{m}$  の粉体は、鋼板表面に非常に付着しやすい粉体であった。研磨条件 A~D および鏡面研磨では 25~28% 程度の付着率を示しており、投入粉体の 1/4 強の粉体が鋼板表面に残存したことになる。また鋼板表面に付着した粉体は厚く堆積しており (図 5)、鋼板を反転させても滑落しなかつ

た。一方、研磨条件 E および F では付着抑制効果が現れ、付着率は 10% 程度以下となった。また、他の条件で見られたような粉体の厚い堆積は観察されず、粉体が鋼板から滑落しやすいことがわかった。

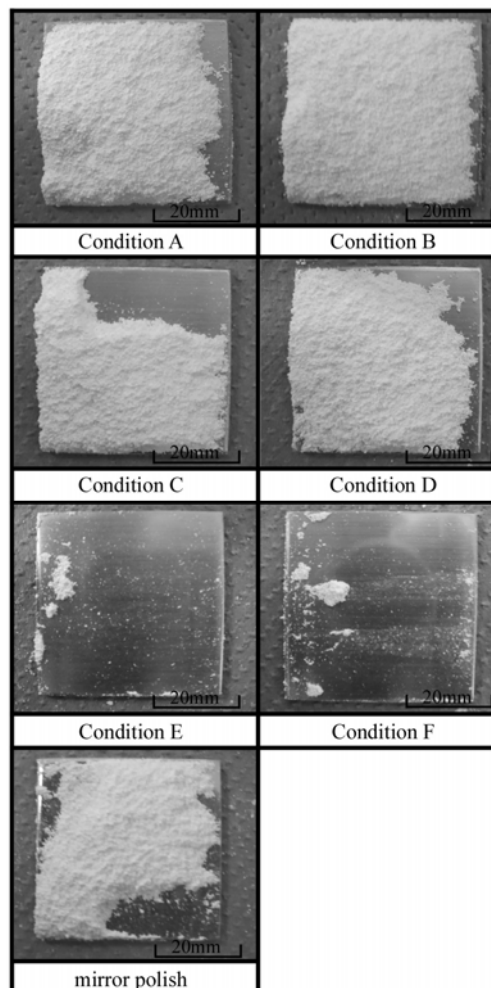


Fig.5 Typical surface images of steel plate after adhesion test. (Nominal particle size: 1.0  $\mu\text{m}$ )

#### 3.2 付着粒子の粒径分布

付着試験の結果、粉体の付着率および表面研磨による付着抑制効果は、ふるい落とす粉体の粒径分布に強い影響を受けることが明らかになった。しかし、呼び粒径 1.0 $\mu\text{m}$  以上で見られたような顕著な粉体の付着が、どのような大きさの粒子によってもたらされたのかについては不明である。そこで、次に付着試験後の試験片表面の SEM 観察を行い、鋼板の研磨状態と付着した粒子の大きさ及び付着状態の関係について検討を加えた。なお、鋼板表面の観察に際しては、試験後に鋼板を反転し、さらに軽い打撃を加えて堆積しているだけ

の余分な粉体を振り落とすことで、鋼板表面に強固に付着した粒子を観察することにした。また、付着がほとんど見られなかった呼び粒径  $0.2 \mu\text{m}$  の粉体については観察を行わなかった。

図6に代表的な観察結果を示す。同図から、反転・打撃後も鋼板表面に粒子が付着している様子がわかる。また、比較的粒径の小さな粒子は単独で鋼板に付着していること（図中実線矢印）、比較的大粒径の粒子は小粒径粒子と付着している様子（図中破線矢印）が観察された。これら鋼板表面に強固に付着していた粒子の粒径の測定を行った。検討に際しては、任意に撮影した六枚の画像を用いて粒径の測定を行い、付着した粒子の粒径分布をもとめた。

図7に付着粒子の粒径分布を示す。図中、破線は付着試験前の粒径分布を表している。同図から、呼び粒径および研磨条件によらず  $0.4 \mu\text{m} \sim 1.0 \mu\text{m}$  程度の粒径を持つ粒子が、鋼板に強固に付着し易いことがわかる。特に付着試験で表面研磨の影響が顕著に表れた呼び粒径  $1.0 \mu\text{m}$  および  $1.5 \mu\text{m}$  の粉体では、試験前の粒径分布に  $1 \mu\text{m}$  以下の粒子があまり含まれていないにもかかわらず、付着試験後には  $0.4 \mu\text{m} \sim 1.0 \mu\text{m}$  程度の粒子が選択的に付着することがわかった。これら付着しやすい粒子は図6のように単体で鋼板に付着しているか、 $1 \mu\text{m}$  程度以上の比較的大きな粒子と付着していた。

一方、呼び粒径  $0.5 \mu\text{m}$  の粉体では、付着試験前後の粒径分布がほとんど一致しているにもかかわらず、図6で示したように付着率は低く、厚い堆積層も生じなかった。これは鋼板上への粉体の堆積に、 $1 \mu\text{m}$  程度以上の比較的大きな粒子の関

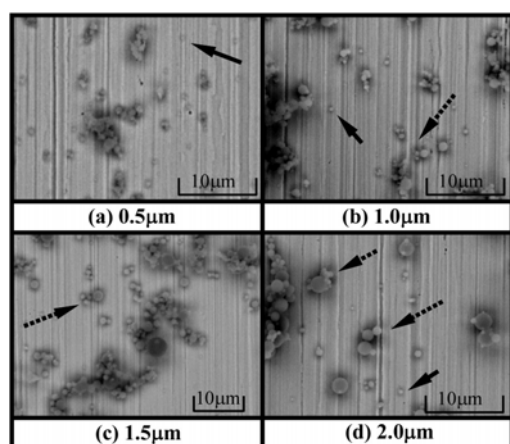


Fig.6 Typical SEM images of steel plate surface after adhesion test. (Polished by condition F)

与が強いことを示している。

以上の結果から、 $0.4 \mu\text{m} \sim 1.0 \mu\text{m}$  程度の粒子は鋼板に付着しやすいもののこれらの粒子同士は付着しづらく、粒子同士の付着による堆積層を形成し難いことがわかった。これに対し、 $1.0 \mu\text{m}$  程度以上の粒子は鋼板に付着し難いが、鋼板に付着した  $0.4 \mu\text{m} \sim 1.0 \mu\text{m}$  程度の粒子を核とした粒子同士の付着を生じやすく、厚い堆積層の形成に関与している可能性が高いことがわかった。

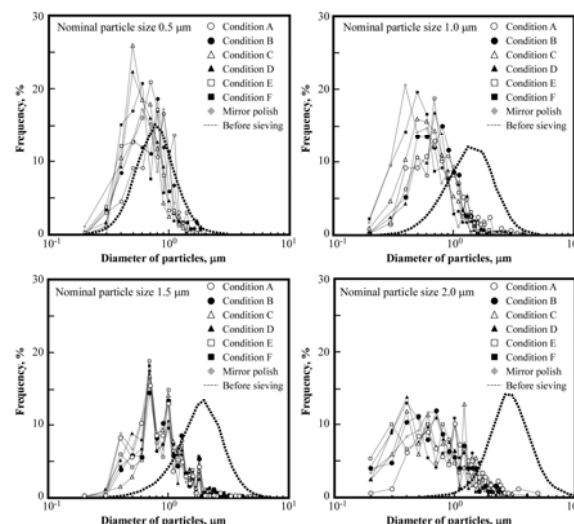


Fig.7 Particle size distribution on the steel plates after adhesion test.

### 3.3 粉体の付着・堆積挙動に与える表面研磨の影響

鋼板上への粉体の付着・堆積は鋼板への粒子の付着および粒子同士の付着の繰り返しによる、堆積層の形成の二つの過程で生じる。まず、鋼板と粒子の付着過程について考える。

凹凸を持つ物体間のファンデルワールス力に関しては様々なモデルが提唱されている。その中で Rabinovic らはファンデルワールス力に与える粒子径および相手材突起形状の影響について、単純化した一突起のモデルでの修正 Rumpf モデルを提案している<sup>(3)</sup>。そのモデルを用いた解析の結果、相手材突起がある程度大きい場合にファンデルワールス力の直接力成分と間接力成分の和が極小となり、付着力が極小となることを示している。今回の付着試験の結果でも、中程度の表面粗さを持つ鋼板は、優先的に付着する  $0.4 \mu\text{m} \sim 1.0 \mu\text{m}$  程度の粒子の付着力を低減し、粒子が鋼板表面から容易に脱離し易くなっていることが推測される。

次に粒子同士の付着の繰り返しによる堆積層の形成過程を考える。この過程では、粒子は直接鋼板に接触しないため、鋼板の表面形状の影響は小さいものと考えられる。そのため、この過程では粒子同士の付着挙動が支配的になる。平滑な表面を持つ二粒子間のファンデルワールス力  $F_v$  は次の式で与えられる<sup>(1)</sup>。

$$F_v = -Ad/12z^2 \quad (2)$$

$$d = \frac{D_{p1}D_{p2}}{D_{p1} + D_{p2}} \quad (3)$$

ここで  $A$  は材料の組み合わせによって決まるハマーカー定数、 $z$  は分離距離 ( $\approx 0.4 \text{ nm}$ )、 $d$  は換算粒径、 $D_{p1}$ 、 $D_{p2}$  はそれぞれの粒子直径を表す。これらの式からわかるように一方の粒子径が同一の場合、二つの粒子の直径差が大きくなるほど換算直径が大きくなり、粒子間に働くファンデルワールス力は大きくなる。そのため、鋼板に付着しやすい  $0.4 \mu\text{m} \sim 1.0 \mu\text{m}$  程度の粒子同士よりも、大きな粒子の方が鋼板に付着した  $0.4 \mu\text{m} \sim 1.0 \mu\text{m}$  程度の粒子に対してより強固に付着することになる。このように小粒子と大粒子が次々と付着・成長することで厚い堆積層が形成されるものと考えられる。

以上の結果をまとめたものを図 8 の模式図に表す。まず、使用した全ての粉体で  $0.4 \mu\text{m} \sim 1.0 \mu\text{m}$  程度の粒子が選択的に鋼板に付着する。これらの粒子と鋼板の付着力は鋼板の表面粗さに依存し、中程度の表面粗さの場合にこれらの粒子と鋼板間のファンデルワールス力が極小値となる。その後は粒子同士の付着・堆積過程に移行する。呼び粒径  $0.2$  および  $0.5 \mu\text{m}$  の粉体では、粒子同士の付着を促進させる比較的大きな粒子が少なかったために、粉体が厚く堆積せず付着率が低くなる。一方、呼び粒径  $1.0$  および  $1.5 \mu\text{m}$  の粉体では大粒径粒子を含むため粒子同士の付着が生じやすく、厚い堆積層が形成されやすい。堆積層がある一定以上の厚さになると、堆積層の自重が  $0.4 \mu\text{m} \sim 1.0 \mu\text{m}$  程度の粒子と鋼板間の付着力を上回ることによって鋼板界面から滑落が生じるため、滑落のしやすさは粒子と鋼板間の付着力、すなわち鋼板の表面粗さに依存して粉体の堆積が生じがたくなる。また、呼び粒径  $2.0 \mu\text{m}$  の粉体では、鋼板の表面研磨による明確な付着率低減効果が認められて

いない。これは、粉体同士の核となる小粒径の粒子量が他の粉体に比べて少ないため、粒子と鋼板間の付着では比較的大きな粒子が主体となっている可能性がある。これについては観察時に打撃で脱落する程度に付着力が低いと推測されるが、粒径が異なるのでファンデルワールス力が極小となる範囲に今回用意した表面粗さが入らず、結果として研磨条件によって付着率がほとんど変わらなかった可能性がある。

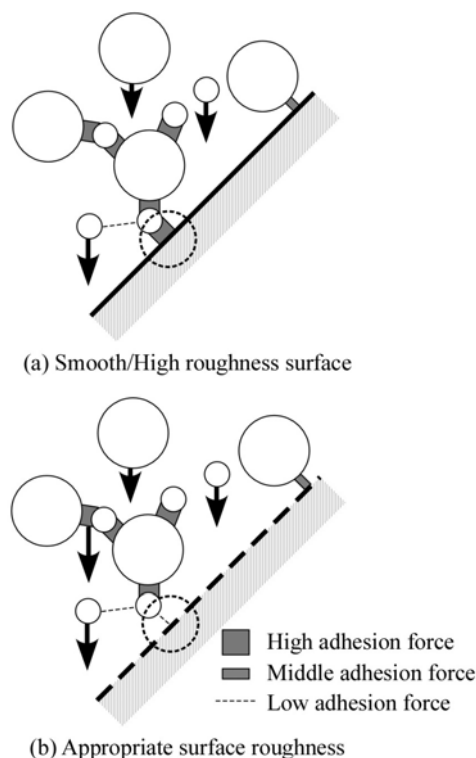


Fig.8 Schematic diagram of adhesion and heap up process of particles.

#### 4. おわりに

本研究では表面研磨処理を施したステンレス鋼板を用い、シリカ粉体の付着・堆積挙動に与える鋼板表面粗さの影響を検討した。以下に得られた結論を示す。

- (1) 付着試験の結果、粉体付着抑制効果が現れるのは、限られた粉体粒径および鋼板の研磨条件の組み合わせであることがわかった。
- (2) 使用する粉体の粒径分布によらず、 $0.4 \mu\text{m} \sim 1.0 \mu\text{m}$  程度の粒子が鋼板表面に強固に付着しやすいことがわかった。

(3) 適切な条件で鋼板表面を研磨することにより、粒径 0.4  $\mu\text{m}$ ~1.0  $\mu\text{m}$  程度の粒子と鋼板間の付着力が低減され、粉体が堆積しても鋼板表面から滑落しやすくなると考えられる。

#### 謝辞

本研究は、平成 20 年度大学院ソシオテクノサイエンス研究部研究プロジェクトによる研究結果の一部をまとめたものです。研究助成を賜りました関係各位に深く感謝の意を表します。

このプロジェクトの一部は、独立行政法人科学技術振興機構地域イノベーション創出総合支援事業「シーズ発掘試験」を受けたものです。ここに深く感謝の意を表します。

#### 参考文献

- 1) Okuyama, K., Masuda, H. and Morooka, S., *Powder Engineering*, (1992), p.32, Ohmsha, (in Japanese).
- 2) Tomas, J., Adhesion of ultra fine particles-A micromechanical approach, *Chemical Engineering Science*, Vol. 62 (2007), pp. 1997-2010.
- 3) Rabinovich, Y. I., Adler, J. J., Ata, A., Singh, R. K. and Moudgil, B. M., Adhesion between Nanoscale Rough Surfaces, I. Role of Asperity Geometry, *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. 232, (2000), pp. 10-16.
- 4) Rabinovich, Y. I., Adler, J. J., Ata, A., Singh, R. K. and Moudgil, B. M., Adhesion between Nanoscale Rough Surfaces, II. Measurement and Comparison with Theory, *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. 232, (2000), pp. 17-24.
- 5) Beach, E. R., Tormoen, G. W., Drelich, J. and Han, R., Pull-off Force Measurements between Rough Surfaces by Atomic Force Microscopy, *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. 247, (2002), pp. 84-99.
- 6) Eichenlaub, S., Gelb, A. and Beaudoin, S., Roughness models for particle adhesion, *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. 280, (2004), pp. 289-298.
- 7) Katoh, M., Yonekura, D. and Ohnishi, K., "Powder Handling Machine and Steel Plate for Powder Handling Machine", Japanese Patent 4064438 (2008).
- 8) Feng, J. Q. and Hays, D. A., Relative importance of electrostatic forces on powder particles, *Powder Technology*, Vol. 135-136, (2003), pp. 65-75.
- 9) Mizes, H., Ott, M., Eklund, E. and Hays, D., Small particle adhesion: measurement and control, *Colloids and Surfaces A*, Vol. 165, (2000), pp. 11-23.
- 10) Takeuchi, M., Adhesion forces of charged particles, *Chemical Engineering Science*, Vol. 61, (2006), pp.2279-2289.