

研究課題名・研究番号 = 研磨スラッジ産業廃棄物の再資源化及び利用技術に関する研究

国庫補助金精算書要額（円） = 52,551,000 円

研究期間（西暦） = 2003-2006

研究年度（西暦） = 2003-2005

代表研究者名 = 松崎邦男（産業技術総合研究所）

共同研究者名 = 花田幸太郎（産業技術総合研究所）、初鹿野寛一（産業技術総合研究所）、清水透（産業技術総合研究所）、鳥阪泰憲（産業技術総合研究所）、加藤正仁（産業技術総合研究所）

研究目的 = 本研究開発は、ステンレス系研磨スラッジについて、プレスレス精製処理技術、プラズマ溶射法による粉体化技術、再溶解技術の開発を行い、有効な再資源化技術の確立を図るものである。また、粉末成形法及び粉末射出成形法による研磨スラッジの成形技術の開発を行うとともに、金型部品等の試作・試験を行い、研磨スラッジの利用技術の確立を図る。

研究方法 = 1. 研磨スラッジの再資源化技術【研磨スラッジのプレスレス精製処理技術】研磨スラッジ形状や研削液含有量を評価するとともに、洗浄処理法の検討を行った。また、加熱による研削液の気化分離を目的とした研磨スラッジのTG-DTA分析を行い、研削液の分離条件について検討した。さらに、比重選別、磁選、浮選により研磨スラッジ中に含まれる不純物（各種鋼種、研磨砥粒など）の除去を試み、ステンレス鋼品位について検討した。【プラズマ溶射法による粉体化技術】研磨スラッジの流動性、焼結性等の向上を図る目的で、プラズマ溶射法を利用した研磨スラッジ球状化装置を試作し、洗浄・乾燥処理した研磨スラッジの球状化処理をプラズマ電流 300～450A、粉末送り速度 6～245g/minの条件で行った。得られた粉末は、粉末形状、粒度、材料組成、粉体流動特性等について調べ、最適条件を検討した。また、研磨スラッジを水素粉砕して微細粉末にし、それを球状化処理することによってナノ粉末の作製を試みた。さらに、LCA解析を行い、本技術の有効性について環境負荷、コストの面から検討した。【再溶解技術】研磨スラッジを再溶解して再び鑄造凝固あるいは鍛造等の加工により部品形状に成形する目的で高周波誘導加熱及びアーク溶解により研磨スラッジを再溶解した。溶解した研磨スラッジは、材料組織、機械的強度等について調べた。2. 研磨スラッジの利用技術【粉末成形及び金型利用】熱間圧延による研磨スラッジの固化成形を行い、圧延条件、ポスト熱処理条件、添加元素（Cr、Ni）が圧延材の機械的特性、内部組織に及ぼす影響について検討した。また、簡易金型として再利用する目的で、高速ボールミルによる強加工（400rpm×72時間）を加えてアモルファス化した粉末、研磨スラッジ、及びこれを球状化処理（350A、245g/min）磁気選別したリサイクル粉末を放電プラズマ焼結により焼結温度 800℃、焼結時間 3min、加圧力 2000 kNの条件で固化成形し、穴径 10mmの打抜き金型をそれぞれ作製した。そして、毎分ストローク数 100spmで純アルミニウムを打抜き、簡易金型の性能評価を行った。【金属粉末射出成形】研磨スラッジの金属粉末射出成形（MIM）を試みた。実験には、研磨スラッジ、プラズマ処理した球状粉末とこれに磁気選別して砥粒を除去し

たりサイクル粉末、さらに浮選 - プラズマ処理 - 磁力選鉱によって得られたりサイクル粉末とこの粉末を酸洗することにより表面酸化物を除去した粉末を使用した。コンパウンドは、粉末：バインダー = 1：1（体積比）の割合で配合し、120℃で1時間混練して作製した。これを射出温度 110℃、射出圧力 30MPa の条件で射出成形し、55℃、20MPa、2.5 時間の条件で超臨界 CO<sub>2</sub> による脱脂を行った。脱脂した全ての成形体は 1200～1400℃、1 時間の条件で真空焼結を行い、密度、機械的特性等について評価した。【発泡金属】研磨スラッジから発泡金属製品の作製を試みた。前駆体は高分子水溶液に発泡剤を添加したバインダーと研磨スラッジを配合した原料粉末でスラリーを調製し、80℃で発泡させ乾燥して作製した。これを真空中にて 1050℃で焼結し、密度、気孔率について評価した。

**結果と考察 = 1. 研磨スラッジの再資源化技術【研磨スラッジのプレスレス精製処理技術】**乾燥した研磨スラッジには水溶性研削液が 22.6 重量%含有していた。洗浄法を検討した結果、水洗浄が最も有効であり、研削液含有量 0.8 重量%を達成した。洗浄・乾燥後の研磨スラッジの形状はリボン状、扁平状をしており、加工誘起されたマルテンサイト相を含む強磁性体であることがわかった。また、砥粒は研磨スラッジに凝着、内包しており、洗浄による砥粒の分離は不可能であることを明らかにした。次に、研磨スラッジの TG-DTA 分析により 100℃付近で水分の蒸発、250℃以上で研削液の気化が明らかとなり、これを応用して 250℃以上で真空排気しながら研磨スラッジを処理することによって研削液を完全に除去、かつ気化した研削液を回収することが可能となった。さらに、比重選別、磁選、浮選により研磨スラッジ中に含まれる不純物の除去を試みた結果、エタノール比重選別法は砥粒の分別に非常に有効であること、磁選では不純物を分離できないこと、浮選は研磨スラッジ中のステンレス鋼を抽出するのに有効であることを明らかにした。特に浮選では、ステンレス鋼品位を約 50%から 75%に向上させることに成功した。【プラズマ溶射法による粉体化技術】研磨スラッジ球状化処理装置を試作し、これを用いて研磨スラッジの球状化に成功、さらに処理条件の最適化を図ることで平均粒径 20～30 μm の球状粉末を 1 時間当たり最大 15kg 製造することを可能にした。また、これに磁力選別を施すことによって砥粒含有量を 0.3 重量%以下にすることに成功し、流動性に優れた球状りサイクル粉末の作製が可能となった（特願 2003-388927）。球状化処理前の研磨スラッジの粒度を粉碎処理することによってナノ粉末を含む超微細りサイクル粉末（80nm～10 μm）の作製が可能となり、より付加価値の高い粉末製品としてりサイクルが期待できる。また、LCA 解析の結果、本技術は従来技術に比べ、環境負荷、コストの面で優れていることが明らかとなった。【再溶融技術】研磨スラッジは微細な粉末であるため高周波誘導加熱による溶解は不可能であること、さらに高出力の高周波加熱カルツポによる間接的な加熱手法の検討が必要であること、アーク溶解は研磨スラッジから金属と砥粒を容易に分離することができることを明らかにした。得られたステンレス溶製材の強度は 320HV であった。

**2. 研磨スラッジの利用技術の開発【粉末成形及び金型利用】**研磨スラッジを 1100℃の熱間圧延により固化成形した試料は、熱処理条件によって相変態が生じ機械的特性も変化することを明らかにした。1100℃で熱処理した場合、延性は 2 倍向上し、900℃で熱処理すると硬さは 450HV から 550HV まで増大した。また、研磨スラッジに Cr と Ni を適量添加し固化成形することで、ほぼ fcc 相単相が得られ、機械的特性を制御することができた。これによってりサイクル材の組織、機械的特性の安定化を実現できる可能性を見出した。さらに、高速ボールミル処理で得られたアモルファス粉末を 800℃で固化した緻密な成形体の機械的強度は、市販 SUS304 粉末の固化成形体（313HV）に比べ著しく高く 520HV であった。次に、アモルファス粉末、研磨スラッジ、及びこれを球状化処理、磁力選別したりサイクル粉末を固化成形して作製した穴径 10mm の打抜き金型を使って、純アルミニウム板の打抜きを行った。その結果、これら金型は良好なブランク性能、金型寿命を示し、簡易金型として十分利用できるものであった。【金属粉末射出成形】研磨スラッジの MIM を行った結果、成形に必要な流動性を確保するための

バインダー添加量は従来の 20%増であり、焼結体密度、機械的強度も著しく低かった。同様に、球状粉末においてもバインダー添加量は従来に比べ 10%程多く、密度、強度も著しく低い結果であった。一方、磁力選別して砥粒を除去したリサイクル粉末は、バインダー添加量は他の粉末の場合と同様に多いが、焼結体密度は 90%程度と高く、優れた強度（焼結温度 1400 で 588MPa）を示した。これは市販 SUS304 粉末の MIM 焼結体（522MPa）よりも高い強度であり、リサイクル粉末が MIM 用粉末として再利用できる可能性を示している。さらに、浮選 - プラズマ処理 - 磁力選鉱によりステンレス鋼品位を 80%程度に高めたリサイクル粉末を同条件で MIM 成形し、機械的特性を調べた結果、極めて小さかった伸びは改善し 5-10%程度の値を示した。また、酸洗浄により MIM 成形前の粉末表面の酸化物を取り除くことによって焼結後の MIM 製品表面品位は向上した。【発泡金属】研磨スラッジを用いて発泡金属の作製を試みた結果、研磨スラッジの配合比が多いほど発泡金属の気孔率は下がるが、最低でも 90%以上の気孔率を確保できるため建材、フィルター、緩衝材等として利用することは十分可能であった。（特願 2004-76979）

**結論** = ステンレス系研磨スラッジについて、再資源化を目的としたプレス精製技術、粉体化技術、再溶解技術の開発、及び粉末製品、金型等への利用を目的とした粉末成形技術の開発を行った。その結果、開発目標値をすべて達成し、研磨スラッジを付加価値の高い原料粉末、簡易金型や発泡材料等の粉末製品にリサイクルする可能性を見出した。