粉末磁鉄鉱の磁気測定における反磁場の研究**

正 会 員 八 嶋 三 郎***

Study on the Demagnetizing Field on Measurement of Ferromagnetism of Magnetite by Means of Powder Method

Saburo YASHIMA

As a convenient measurement of ferromagnetism the powder method have been used for valuations of various magnetic minerals.

In the method total magnetic flux is measured by ballistic galvanometer using filled powder in nonmagnetic cylindrical tube instead of usual bar shaped specimen. However in the method as the demagnetizing factor have never been solved, magnetization curve, i. e. variation of intensity of magnetization against effective magnetic field can not be obtained, only shared curve, i. e. variation of intensity of magnetization against external magnetic field is obtained on the supposition that the demagnetizing factor equals to zero.

In order to extend the method so as to be able to obtain magnetization curve directly from this measurement, the author experimentally decided the demagnetizing factor by using bar shaped and powdered magnetite.

The results obtained are summarized as follows:

- (1) In the region of initial permeability the demagnetizing factor takes the value of about 0.9
- (2) It seems to take the values of ranging from 0.92 0.95 to in the region of reversal process.
- (3) In the region of continuous rotation it gradually decreases with the increase of intensity of magnetization.

These results may have fundamental importance in utilization of the above method.

1. 緒 論

磁選産物は一般に粉末状でえられることが多いので、いわゆる粉末法によつて磁性の測定を行つている。鉱物の磁性の測定もこの粉末法による場合が多い。大山と岡村と著者とはこの方法についてすでに数次にわたり研究結果を述べて来た^{1,2)}がこの粉末法の特徴は外部磁場に対する磁化の強さが求められ、試料相互の磁性の相対的な比較を行いうることにあつて、棒状試料を用いて測定するときのように鉱物試片を所定の形状に切削研摩する手数が不要できわめて簡便であり、しかも粉末を使用するので試料の平均の磁性が測定できるという利点があつた。しかし鉱物の磁性の研究、あるいは磁力選鉱の研究では試料の磁化の強さの相対的比較だけでなく粉末法で観測された結果から空げきのない状態の試料で測定するときに求められる磁化の強さの絶対値を類推することが必要となる場合があり、一方また粉末法を使用するに当つても、観測される値が同一物質で空げきのない試料で測定するときに求められる磁化の強さとどのような関係

にあるかを知つておくのはきわめて好都合なことを考えられるのでこの問題を実験的に検討してみた。以下にその結果を報告する。

2. 実 験 方 法

まず弾動電流計法を用い逆転法によつて磁性を測定する場合について考える。測定回路はよく知られているもの³⁾であるが説明の都合上簡単に示すと第1図のようである。図の磁化コイルCの中央均一磁界内にサーチコイルSを巻いた棒状試料Pを収め、サーチコイルの両端を弾動電流計Gに接続しておく。弾動電流計の回路を閉じておいて磁化コイルに通ずる電流を抵抗Rで加減してからスイッチKで急激に逆転すると磁化コイルの磁界の方向が逆転するのでサーチコイルには起電力が誘起され、それに比例して弾動電流計がふるえるからその値を尺度付望遠鏡Tで読みとるのである。図のMは標準コイルである。この操作をサーチコイル中に試料を入れなくて空気だけとした場合と試料をそう入した場合について繰り返すのであるが、このようにすると磁化の強さは次式(1)で与えられることになる⁴⁾。

$$J = \frac{Mi_0(\theta - \theta_1)}{n\theta_0} \dots \dots \dots (1)$$

$$4\pi q - NA$$

* 昭和35年6月10日受理

昭和35年度日本鉱業会春季大会における講演

** 本報告をもつて「磁選法の研究(第7報)」とする。

*** 工博, 東北大学助教授 鉱山工学教室

第1図 測定回路

ここに J は磁化の強さ (単位体積当りの磁気能率), M は標準コイルの相互誘導係数, θ_0 は標準コイルの一次側に電流 i_0 を通じておいてこれを急激に逆転したときの弾動電流計のふれ, q は試料の断面積, A はサーチコイルの断面積, θ_1 はサーチコイル中に試料をそう入しないで磁化コイルの励磁電流を逆転したときの弾動電流計のふれ, θ はサーチコイルの中に試料をそう入して同様の操作を行つたときの弾動電流計のふれ, N は試料の反磁場係数である。

いま第2図 (a) のように棒状の試料に外部から磁場 H_{ex} が作用すると試料はこれと逆向きに磁化されるので試料の内部には印加した磁場と逆向きの磁場が誘起される。これを反磁場 H_a と称するが磁化に有効に作用する磁場は両者の差で与えられることになり

$$\left. \begin{aligned} H_{eff} &= H_{ex} - H_a \\ H_a &= NJ \end{aligned} \right\} \dots\dots\dots (2)$$

と表わされこれを有効磁場 H_{eff} と称している。反磁場 H_a は式 (2) と第2図に示したようにある程度までそのときの磁化の強さ J に比例するとされており, その比例の常数 N が反磁場係数である。 N は第一義的には試料の形状によつて決まる値であるから N の値が既知の形状の試料を用いれば式 (1) と (2) とを用いて有効磁場に対する磁化の強さの変化すなわち磁化曲線を求めることができるわけである⁴⁾。粉末法では N の値がまだ求められていないから通常は式 (1) と (2) で $N=0$ と仮定し外

a) $N=0$ の状態で測定出来れば好都合であり, そのためには環状の試料を作ればよいが, このような形状に鉱物を加工することは相当に困難なので棒状試料を用いて測定を行い, 通常は B. Shudde-magen が各寸法比ごとに実験的に求めた N の値を用いて J と H_{eff} を計算している。

b) 粉末法では第3図(a)のようにサーチコイルを巻いたガラス管等の非磁性管に粉末を充て込んで測定を行うが式(1)と(2)で $N=0$ と仮定することは充て込んだ粉末の空けきの部分およびガラス管の肉厚の部分を外部磁場が通過するものと考えることになる。このことは式(1)を誘導する過程を検討すれば明らかである。

第2図
有効磁場, 外部
磁場と反磁場 第3図
粉末法におけ
る試料の充て
ん

部磁場に対する磁化曲線を求めているのであるが, 粉末法で観測された値から磁性の絶対値を類推することは取りも直さず粉末法における N の値を求めることに帰着する問題であり, それには同一試料について棒状試料で測定した結果とこれを粉碎して粉末法で測定した結果とが一致するような N の値をさがせばよいわけである。実験は塊鉱から試片を削り出し, 研磨して所定の寸法に仕上げたものについてまず磁化曲線を求め, 次にこれを粉碎し, 測定に差支がない程度に脱磁したのち粉末法によつて再び磁性測定を行つた。ただし粉末法では第3図 (a) のように試料をガラス管等の非磁性管に充て込んで測定するが前報⁵⁾と同様粉末の重量 m と比重 ρ と充てん長さ l とから有効断面積を

$$q = \frac{m}{\rho l} \dots\dots\dots (3)$$

と求めて式 (1) に代入し, また式 (1) と (2) の N に試みに種々の値を用いて粉碎しない前の棒状試料による測定結果と粉末法による測定結果とが良好な一致を示すよ

第1表 試料の性質

試料	要目	重量 g	比重	断面積 cm ²	長さ cm	寸法比	反磁場 係 数	分 析 成 分 %										FeO		粒 度 分 布 %				
								Fe	SiO ₂	Mn	P	S	Cu	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	FeO	Fe ₂ O ₃	+60 mesh	+100 mesh	+150 mesh	+200 mesh	-200 mesh	
A		3.9554	4.73	0.176	4.84	10.2	0.20668.11	2.40	0.018	0.020	0.004	0.030	1.25	0.469	0.501	28.87	0.9393	3.8	20.8	22.7	14.0	38.7		
B		3.9759	4.70	0.180	4.84	10.1	0.20961.63	7.02	0.055	0.050	0.192	0.156	1.75	3.55	1.04	26.29	0.9483	1.7	20.2	33.2	12.4	32.5		
C		3.8541	4.69	0.168	4.90	10.6	0.19361.43	7.30	0.124	0.029	0.176	0.133	1.54	4.42	0.803	25.78	0.9254	0.7	14.9	34.8	6.9	42.7		
D		2.0251	4.91	0.115	3.58	9.35	0.27061.83	7.13	0.044	0.096	0.049	0.032	1.49	3.48	1.55	26.55	0.9578	0.5	5.7	23.6	9.9	60.3		
E		1.2948	4.71	0.0881	3.25	9.71	0.21563.31	7.03	0.022	0.121	0.017	0.022	1.84	2.03	0.769	26.81	0.9378	0.9	16.1	29.2	10.3	43.5		

うな N の値を試行錯誤法によって求める方法をとつた。

3. 試料

使用した試料は釜石鉱山産の磁鉄鉱である。理論値に近い組成のものをうることは非常に困難なので、できるだけ純度の高いものを選んで使用した。第1表に研磨成形した試料の重量、比重、断面積、長さ、寸法比、反磁場係数、分析成分および粉碎後の粒度分布を掲げた。断面積はマイクロメータによる寸法の測定値から求め、長さはカセットメータで測定した。試料の形状は角棒であるから断面の等価直径と長さから寸法比を計算し、さらにこれと前述の B. Shuddemagen の値とから反磁場係数を決定した。

4. 実験結果

4.1 充てん外形の影響

粉末法における反磁場は粉末を充てんした外形に由来するものと試料が粉末であるために生ずるものと二つに分けて考えることができる。まず充てんした外形に由来する反磁場を調べる目的で第3図(a)に示すように円筒状ガラス管に粉末試料を充てんし、充てん長さを2.4 cm から 12.0 cm まで極端に変えて測定を行つてみたところ結果は第4図に示すように充てん長さによる変化がほとんど認められなかつた。さらにこの点を確認するために第3図(b)のように大きさを異にする2個の環状ガラス管を作り、これに粉末を充てんして再度測定を行つたところ第4図に示すように円筒状ガラス管に充てんしたときと同じ結果をえた。これらのことから粉末法では試料を充てんした外形に由来する反磁場は無視しうる程度のものであり、試料が粉末であるために生ずる反磁場の方が支配的であることが分かる。

4.2 粉末法の反磁場

つぎに棒状試料で測定した磁化曲線と、これを粉末とし粉末法による測定結果から N に種々の値を用いて求めた磁化曲線との比較を行つたがその一例を第5図に示した。横軸は磁場の強さ、縦軸は磁化の強さであつて、図の実線で示したのは粉碎する前の棒状試料による磁化曲線であり、鎖線で示した曲線群が粉末法による測定結果で、それぞれ $N=0.500, 0.750, 0.800, 0.850, 0.900, 0.950, 1.00$ のときの磁化曲線を示したものである。この二つの

測定結果を比較すると、磁化の強さの弱い範囲を除き、磁化の強さの強い部分では特定の N の値において粉末法の磁化曲線と棒状試料による磁化曲線とが完全に一致するということは認められない。このことは磁化の強さの強い範囲では反磁場 H_a と磁化の強さ J との間に式(2)のような比例関係が成立しなくなることを物語っているものであろう。しかし図の粉末法によつて求められた曲線群と棒状試料によつて測定された磁化曲線との交点を求めれば、各点は磁化の強さとそれに相当する反磁場係数との関係を与えるものと考えることができるので、あらためて横軸に反磁場係数 N をとり、磁化の強さ J と N との関係を調べてみると図の N vs J 曲線のようになつて N は磁化の強さ J の弱い範囲では J の値に関係なくほぼ一定に近い値を保つように見られるが磁化の強さが強くなると次第に小となる傾向が認められた。第5図は試料Aについてであるが他の試料についても同様の結果を得たのでこれらは省略し、 N と J との関係だけを一括して示したのが第9図であつて N と J との関係は J の強い部分では試料によつて多少ばらつきを見せ、かつ N は次第に減少する傾向にあるが J が弱くなるとほぼ0.9程度の値に一致して来るのが認められる。

さて、第5図ではある程度磁化の強さが強い連続磁化範囲の部分しか明確でなく磁化の強さの弱い範囲がはつきりしないのでさらに弱い磁場での測定を行つてみる必要がある。弱磁場での測定結果の一例として試料Dの場合を示したのが第6図である。図は初導磁率範囲から不連続磁化範囲に移行する部分を示したものであつて、 $N \approx 0.9$ において粉末法による測定結果が棒状試料による磁化曲線にほぼ一致するように見られるが、しかしな

第4図 粉末充てん長さの測定結果におよぼす影響

第5図 棒状試料による磁化曲線と粉末法による磁化曲線の比較
(試料A)

第6図 初導磁率範囲から不連続磁化範囲に移行する部分における測定結果の一例。 $N=0.920$, 0.900 については図が複雑となるので初導磁率範囲の測点を一部省略した(試料D)

お初導磁率範囲を検討する必要があると考えられるのでさらに弱磁場における測定を続行してみた。試料DとEについての初導磁率範囲の測定結果を示したのが第7, 8図である。第7図の試料Dでは $N=0.875$, 第8図の試料Eでは $N=0.900$ で両者がよく一致するのが認められた。いまこの二つの場合について棒状試料の磁化曲線に対する粉末試料の磁化曲線の確率誤差を計算してみると試料Dでは $\epsilon_m = \pm 0.0144$, 試料Eでは $\epsilon_m = \pm 0.00276$ であつて、本実験では試料DとEとでそれぞれ $N=0.875$ および $N=0.900$ とするとこの程度の誤差で両者が一致したことになる。

これらの測定結果を総括したのが第9図と第10図である。第9図は反

磁場係数と磁化の強さの関係を示したものであり、第10図には式(2)の $H_a = NJ$ を用いて反磁場と磁化の強さの関係を示した。磁化の強さの弱い範囲では N はほぼ 0.9 の一定値を保ち、磁化の強さに比例して反磁場が増大するが磁場の強さが大となり、磁化の強さが強くなるにつれて反磁場は次第に減少する傾向にあり、また $J=150$ gauss では $H_a=145$ oe 程度の反磁場が作用しているのが認められた。

4.3 充てん率の影響

以上の測定において注意すべき点

は試料の充てん率によつて反磁場がどのように変化するかであろう。この問題を検討するために試料Aの粉末を用い、これと非磁性の石英粉末とを適宜混合して充てん率を変え試料を通過する全磁束の変化を各磁場の強さごとに調べてみた。石英の磁性は 1,000 oe 程度の磁界では全く無視しうから、磁鉄鉱粉末に石英粉末を混合すると充てん試料中の磁鉄鉱の粒子間隔を適宜調節して測定することが出来るわけである。測定結果は第11図のようである。図の横軸には充てん率をとり、縦軸には試料を通過する全磁束に比例する値として弾動電流計のふれ θ を目盛つた。図から明らかなように充てん率29%付近までは磁束は充てん率に比例して増大するが、充てん率がこれ以上大となると磁束は急激に増加しさらに充てん率が増大すると磁束の増加は次第に緩慢となり、やがて空

第7図 初導磁率範囲における測定結果(試料D)

第8図 初導磁率範囲における測定結果(試料E)

第9図 磁化の強さと反磁場係数の関係

第10図 磁化の強さと反磁場の関係

第11図 粉末の充てん率と磁束との関係

げきのない試料の磁束に到達する。この曲線群で充てん率29%付近から磁束が急に増加するのは充てん率が増大するにつれて隣接粒子の相互作用が表われはじめ各粒子は磁化されるときに相隣る粒子の影響をうけるようになるために反磁場が減少するためであろうと考えられる。通常粉末を充てんすると充てん率60%程度までは比較的容易に充てんできるがこれ以上は困難となるので本実験では充てん率を62.0%の一定に保った状態で反磁場を吟味した。

5. 結 語

磁鉄鉱につき粉末法の反磁場係数を実験的に求めたところ第7図～第9図のように磁化の強さの小さい初導磁率範囲では反磁場は磁化の強さに比例し、反磁場係数は約0.9の一定値を保つが、磁場が強くなり、磁化の強さの大きい連続磁化範囲では反磁場係数は次第に減少し、また試料の組成によって多少ばらつくのが認められた。これらの中間で磁化の強さが急激に大となる不連続磁化

範囲における反磁場係数の測定は実験技術上も仲々むずかしい点があるが N は0.9よりも大きく0.92～0.95の値をとるように観測された。

粉末法で磁性測定を行う際に測定結果に影響する重要な因子の一つとして粉末の粒度が考えられる。強磁性体では一般に粒度が細くなるにつれて磁化しにくくなる傾向が認められるが、本実験に使用した試料は前述のように各試料とも約4gに過ぎず、同一試料を用いて粒度別の測定を行うことはできなかつたので第1表のような粒度分布を有する試料について実験を行った結果について述べた。なお粒度の問題は微粉磁鉄鉱の磁選と関連する重大な問題と考えられるので今後別の機会に検討を行いたい。

本研究を遂行するに当り御指導を賜わった東北大学鈴木教授、ならびに岩手大学大山教授に深く謝意を表する次第である。

文 献

- 1) 岡村俊彦・八嶋三郎：東北鉱山，第3巻（昭25）90。
- 2) Saburo YASHIMA & Tadashi OHYAMA：Tech. Rep. Tohoku Univ. Vol. XX, No. 2. (1956) 197.
- 3) 茅誠司：物理実験学第7巻，（昭15）272，河出書房，東京。
- 4) 前出 3) 279.
- 5) 前出 1) と 2)

c) 充てん率の実験は試料Aを用いて行つた。試料Aは第1表に示すような粒度分布を有するが、ごく整粒状態にある-90, +130 meshの磁鉄鉱を用いて充てん率の実験を行つたところやはり第11図と同様の結果をえた。