粉体のレオロジー (II)*

種谷 真一** 曾根 敏磨**

Rheology of Powder (II)

by

Shinichi TANEYA and Toshimaro SONE

(Research Laboratory, Snow Brand Milk Products Co., Ltd., Kita-ku, Tokyo)

In the previous paper we reported that the internal friction of powder is related to the variation of void during tapping or the powder constant of Nutting's equation. And it was seen that the shearing stress increases pulsatively with the increase of shearing displacement and saturates gradually.

In this study we carried out determination of pulsative vibration of the shearing stress during flowing of powder by the use of modified Green's rotational cylindrical viscometer. The stress of inner cylinder in response to the shearing stress of powder due to the rotation of outer cylinder represented pulsative vibration at early period and got to the constant of amplitude at the later period of rotating time.

From the results of the recording of pulsative flow patterns obtained employing various kinds of powder, it was found that the amplitude of vibration is related inverse proportionally to the cohesive property of powder.

From the analysis of flow pattern could be derived two types of mechanism of flow properties, i.e. the random flowing of each particles and the flowing of the block of powder. Both types of flowing of particles are attributed to the variation of void during flowing.

An empirical dependence of the mean torque on the duration of the experiment can be satisfactorily represented by the relation;

$$|(T - T_{\infty}) / (T_{\infty} - T_0)| = \exp KN$$

where T is the mean torque at any time, T_0 the torque at the initial time of the experiment and T_{∞} the equilibrium torque after long time. N is the number of rotation and K is a constant relating to the speed of rotation and depending on the packing rate of powder. Subsequently the above equation agree to Roller's equation which was obtained from the relation between the variation of density of powder due to tapping and the number of tapping.

(Received Jan. 16, 1963)

1. ま え が き

¹⁾ 前報では粉体の圧縮および tapping 特性などの物理定数と内部摩擦係数(角)の関係につき報告した。内部摩擦係数は一面せん断法で測定し、せん断箱のずりの増加につれてせん断抵抗は振動模様をえがき、振動の振幅は最初小さく、しだいに増加し漸次また減少する傾向を示した。²⁾ この機構は粉体の空間率の減少に伴う粉体粒子相互の摩擦から、粉体の流動には運動しうる最小の空間率が必要であるとして考察した。この流動模様の解析に今回は二重円筒粘度計を用いて行なった。粉体に粘度計を利用した例としては、まず fluidized powder につき、空気流速および粒子径に対するトル

クの測定を行ない Newtonian flow の性質を示すと結論した Matheson ³⁾ らの研究がある。この粘度計は stomer viscometer である。また最近 Benarie は乾燥砂と油脂の薄膜をもつ砂につき Couette viscometer を用い付着力の測定を行ない理論的に解明している。砂についてはその他小野ら⁵⁾の実験があり、トルクは微振動し、トルクの値は必ずしも安息角に比例しないと述べている。著者らは数種の付着性粉体および粒体を用い、二重円筒粘度計でトルクの測定を行なったが、粘度計は粉体の流動を研究する上に最も適していると思われる Green 粘度計を一部改良したもので、ここではトルクの時間的変化およびトルクの振動模様と粉体の付着性との関係を報告する。

2. 試 料

* 原稿受付 昭和38年1月16日

** 雪印乳業(株)技術研究所

粉体としては比較的付着性のあるココア、市販砂糖、全脂粉乳、でんぷん、流動性のよい脱脂粉乳、インスタント脱脂粉乳の6種類を用いた。Table 1 に各種粉体の物理的性質を示す。

3. 実験装置および方法

実験装置の全景および内、外筒を Photo. 1 に示した。Fig. 1 にはその略図を示したものである。シンク

Table 1 Physical properties of various powder

Powder	Mean dia.	Density at loose packing	Cohesive property
Cocoa	30 μ	—	122°
Sugar	400	0.660	157
Whole milk powder	60	0.589	104
Starch	55	0.810	97
Skim milk powder	50	0.689	63
Instant S.M. powder	300	0.284	75

Photo. 1 Photograph of modified Green's viscometer

Fig. 1 Schematic diagram of modified Green's viscometer

ロナス・モーターに連動してある Gear box により、外筒の回転数を 1, 3, 5, 7, 10 r.p.m. に変えられる。トルクの検出には 3.0~3.6 mm ϕ のピアノ線をを用い、その側面に 60 Ω の paper gauge を張り付け、2 gauge 法または 4 gauge 法で、ブリッジ回路を作り出力増幅により記録した。内、外筒は写真で明らかなように、内筒側面および外筒内面に高さ 3 mm のぎざみを入れてある。このぎざみは金属(真ちゅう製)と粉体の摩擦抵抗を最大限にする目的のためで、このくぼみに粉体は入れられ、内筒と外筒間の同心円筒面でずりが起こる。内筒の有効直径(ぎざみの高さを入れる)は 44 mm で、外筒の有効直径は 54 mm である。すなわち内、外筒間けきは 5 mm である。粉体の場合、ずり速度こう配はこの間けきで直線的でなく、非常に限られた面にのみ生ずると考えられる。また、内筒の高さは 150 mm で、その上部 20 mm まで粉体が詰まる。粉体の充てん法は緩密度充てんであり、内筒をピアノ線の付いたまま(上部のピアノ線の固定ねじからはずす)外筒とも取りはずし、粉体充てん後粉体にずりを与えないように内、外筒を固定する。固定後内筒を 5 mm 上部に上げる。各種粉体の充てん時の緩密度は Table 1 に示したとおりである。

4. 実験結果および考察

(I) 流動模様と付着性

内筒に作用するトルクは振動するのが普通である。回転初期のトルクは粉体の充てんによる影響で各場所では空間率が異なるため非常に大きな値を示す場合があるが、ある時間経過するとほぼ一定の振幅となり漸次振幅は小さくなる。Photo. 2 はほぼ一定の振幅になったとき、それぞれ gain を上げて流動模様を観察したもので、いずれも 1 r.p.m. における流動を示す。この 6 種類の粉体中砂糖、ココア、全脂粉乳、でんぷんは回転時間の経過とともにトルクは減少する。これに反して脱脂粉乳、インスタント脱脂粉乳は増加する。一般にトルクの増減は粉体の付着力に関係があり、また振幅の高さもこれに影響するものである。回転数の変化(1~10 r.p.m.) による流動模様はあまり変わらず、

Photo. 2 Flow pattern of various powder

一定の模様になる時間がずれるだけである。付着性の測定には付着力の相対的値を示す流動性のよい粒体を各種粉体に混合して、すべり角の測定を行なった。この実験では0.5 mmのガラス球を乾燥し混合したもので、Fig. 2の横軸はガラス球の混合容積(v_g)に対する各種粉体の混合容積(v)の割合で容積混合率で表わしている。縦軸はその混合率における各種粉体のすべり角である。すべり角90°以上の場合は実際には測定できないが、直線の関係から各種粉体100%における混合率に外挿してすべり角を推定し、その粉体の付着性を表わした。この結果をTable 1にも示してある。さて、付着性と振幅の関係はどのような挙動を示すであろう。Fig. 3にこの関係を示した。振幅の高さはトルク(g-m)にて表示してある。付着性の高いほど振幅は小さく、流動性のよい粉体ほど振幅の高さは増加する。この現象を流動模様から考察してみると、砂糖、ココアはほぼ直線性であるに反し、でんぷんは小さな微振動模様をえがき、全脂粉乳は微振動とともに大き

Fig. 2 Relation between sliding angle (θ) and volume mixing ratio (v/v_g)

Fig. 3 Relation between sliding angle (θ) and torque (T)

な振動があり、この傾向は流動性のよい粉体ほど二つの振動が顕著に現われる傾向を示す。インスタント脱脂粉乳の場合には非常に複雑な様相を呈し、これは造粒粒子のため粒度分布が広く、粒子径によって分離される流動のためと考えられる。以上のように流動模様の解析から二つの流動機構を観察でき、粉体の流動は粒子個々が流動する場合と粒子同士が付着力によりあるかたまりになって流動するblock流動に大別され得る。砂糖、ココアは完全なblock流動であり、でんぷんは小さなblockとして流動している。全脂粉乳では小さなblock流動のほかに粒子個々が多少流動する。脱脂粉乳はblock流動は非常に弱く、粒子の流動がかなり大きい要素を占めている。

(II) 回転時間経過によるトルクの全体的挙動

回転初期の振動の平均トルク T_0 、トルクの飽和する値を T_∞ 、任意の時間に対するトルクの値を T とし、 $(T-T_0)/(T_\infty-T_0)$ の値と時間の関係をFig. 4に示

Fig. 4 Relation between $(T-T_0)/(T_\infty-T_0)$ and time of rotation

Fig. 5 Relation between $|\log(T-T_0)/(T_\infty-T_0)|$ and number of rotation (N)

した。縦軸の正に相当する曲線は block 流動を行なう全脂粉乳でトルクは減少する。これに反して負に相当する曲線は脱脂粉体およびインスタント脱脂粉乳を示し、いずれもトルクの増加の傾向を示し、流動機構はおもに粒子個々の流動である。Fig. 4 の傾向を回転回数 (N) に対して $|\log(T-T_\infty)/(T_\infty-T_0)|$ の関係にて表示すれば Fig. 5 のようになり、直線関係が得られる。すなわち (1) 式が成立する。

$$|(T-T_\infty)/(T_\infty-T_0)| = \exp KN \quad (1)$$

ただし、トルクは振動の平均値であり、 K は回転数に依存する定数である。この式はまったく Roller⁶⁾ のガラス球を充てんし、衝撃落下して最密充てんにするときの密度変化と落下回数⁶⁾の関係式 (2 式) に相当するものである。

$$(\rho_f - \rho_n)/(\rho_f - \rho_0) = \exp(-kn) \quad (2)$$

ρ_f , ρ_0 , ρ_n はそれぞれ最終見かけ密度、最初の見かけ密度、 n 回落下時の見かけ密度を表わしている。トルクの測定はこの式から明らかのように、粉体の密度変化を示すもので、回転による粉体のずりでの密度変化も粉体を衝撃落下して詰める場合でも同じような挙動を示すことになる。そしてトルクの振動は粉体が流動する局所的空間率の変化を表わし、砂糖、ココアのような微振動の現われない粉体は大きなかたまりがくずれ落ちる破壊現象として取り扱うべきであろう。この局所的空間率については Blown⁷⁾ の実験があり、パンカーからガラス球を流動するとき、流動口のわずから上部で 20~40% の空間率の変化を観察していて、この値からでも流動しやすい粒体は大きな局所的空間率を示すものと考えられ、トルクの振動による振幅も

増加するものといえる。(1) 式の K の値は粉体が充てんされるときの充てん速度を意味する。Fig. 6 に K と回転数の関係を示したが、明らかに回転数の増加につれて減少する。すなわち、粉体の充てん速度は速くなる傾向を示す。全脂粉乳のようなトルクの減少を示すものは相当ばらつきもあり、回転数の増加につれて速く block が形成されるものと考えられる。

5. 結 論

粉体の流動に関し、Green 粘度計を一部改良し、内筒に作用するトルクの振動を検出した。振動は普通回転を与えてから、ある時間ではば一定になり漸次小さくなる。この振動模様は粉体の付着性と関係し、付着力の大きいほど振幅は小さく、流動性のよい粉体は大きくなる。振動模様の観察から粉体の流動に関し二つの流動機構を見いだした。つまり粉体粒子個々による流動と粒子同士の付着によって block を生じ、この block が流動に関与する機構である。粉体によってはこの二つの性質をかね備えた流動を起こす場合もある。トルクのこのような振動は粉体の局所的空間率に基づくもので、粉体が流動するに必要とされる空間率を間接的に表わすものと考えられる。

回転最期のトルクの振動の平均値 T_0 、振動トルクの飽和する平均値 T_∞ 、任意の回転時間における振動トルクの平均値を T とすれば次の関係式が成立する。

$$|(T-T_\infty)/(T_\infty-T_0)| = \exp KN$$

ただし、 N : 回転回数、 K は回転数に關係する定数で、粉体の充てん速度を意味する。この式は全く衝撃による粉体の充てん方式の挙動と一致し、回転によるずりとしての充てんも衝撃による充てんも、同一挙動を示すように考えられる。

最後に本実験にご協力をいただいた千葉大米本雅男君、投稿を許可していただいた当研究所長今村正男氏に深く感謝いたします。

参 考 文 献

- 1) 種谷, 曾根, 材料試験(レオロジー特集号), **11**, 104, 289 (1962)
- 2) 種谷, 曾根, 応用物理, **31**-4, 286 (1962)
- 3) Matheson, Herbst and Holt, I.E.C., **41**, 1 099 (1949)
- 4) Benarie, British J. Applied Phys., **12**-9, 514 (1961)
- 5) 小野, 種谷, 粉体および粉末冶金, 投稿中
- 6) Roller, I.E.C., **22**, 1 206 (1930)
- 7) Blown, Nature, **191**, 458 (1961)

Fig. 6 Relation between K and speed of rotation