プラスチックボール充てん体のせん断特性*

梅 屋 薫** 磯 田 武 信**
原 隆 一** 菊 田 潤 一***

The Shearing Properties of Plastic Ball Compacts

by

Kaoru UMEYA, Takenobu ISODA, Ryuichi HARA and Junichi KIKUTA

(Faculty of Engineering, Tohoku University, Sendai)

The angle of internal friction is one of the most important properties of powder and is often used to characterize powdered materials. The angle of internal friction has been generally determined from the slope of yield locus in the previous works. However, it has been reported also in many papers that the shape of yield locus is affected by the external conditions and the properties of the powder particles. Thus the angle of internal friction has not been determined precisely. On account of this reason, it is necessary to consider the shape of yield locus before everything. In this paper, the shape of yield locus was studied to know its dependence on some factors by analysing the mechanisms of the shear test.

The shear test was performed using plastic balls of amorphous polystyrene as the powder, of which viscoelastic property changes with temperature continuously. The yield loci were determined at several temperatures and preconsolidation pressures. The results obtained show that the values of shear index determined from the yield loci, which is the reciprocal of the shear index in Warren Spring's equation, change with temperature and preconsolidation pressure. Furthermore it is seen that the influence of preconsolidation pressure can be substituted by the influence of temperature. As the results, the master curve of shear index *vs.* preconsolidation pressure could be constructed.

On the other hand, it is considered that the shearing property is affected by the state of packing, which is dividable into the four parts—plastic deformation, elastic deformation, reversible rearrangement and irreversible rearrangement. It can be concluded that the change of shear index is determined by the values of these four contributions.

(Received Mar. 12, 1974)

1 緒 言

粉体の力学現象を扱う場合には、粉体集合体としての物性値を角特性 (Angular property) としてとらえることがなされている。その一つとして、内部摩擦角は材料強度の面からしばしば用いられてきた。この内部摩擦角は、直接せん断試験あるいは三軸圧縮試験を行ない、破壊包絡線を求め、このこう配から求められる。しかし、粉体の場合、破壊包絡線自体直線で表わされない場合が多く、内部摩擦角を一義的に定めることができない。

梅屋らは、破壊包絡線の式として次式を提出した。¹⁾

$$\tau = k(\sigma + \sigma_0)^n \quad (1)$$

ここで、 τ : せん断応力、 σ : 圧縮応力、 σ_0, k, n : 定数である。 n が曲線の形状を決定するせん断指数である。 n は外的条件 (予圧密圧, 成形圧) や粒子物性によって変化するといわれている。

本研究においては、温度を変化させることによって、粒子自体の粘弾性的挙動が変わるプラスチックボールを用いることにより、せん断特性に寄与する粒子物性の変化の影響ならびに外的条件の影響などについて解明を行ない、 n との関連を求めることができたのでここに報告する。

2 粉体のせん断機構

* 原稿受理 昭和49年3月12日

** 正 会 員 東北大学工学部 仙台市荒港字青葉

*** 東北大学工学部 仙台市荒港字青葉

*1 (1)式のせん断指数 n は、Warren Spring の式 $(\tau/c)^n = \sigma/T + 1$ におけるせん断指数 n の逆数である。

粉体層をせん断する場合のせん断応力は、粉体層をせん断する以前の履歴（予圧密圧・圧縮圧）によってつくられる充てん状態によって規定される。たとえば、粒子間で強い結合があったり、充てん構造が密な場合にはせん断応力が大きくなる。したがって、せん断特性を明らかにすることは、充てん状態を明確にすることに還元される。さらにこの充てん状態は、外的条件・粒子物性によって変わるものである。

予圧密圧ならびに圧縮応力によって粉体層がひずんだ量を V^* とする。 V^* は次式によって定義する。

$$V^* = \frac{\Delta V}{V_0 - V_\infty} \quad (2)$$

ここで、 V_0 ：初期充てん体積、 V_∞ ：固体体積、 ΔV ：圧縮によって減少した体積である。 V^* を分解すると、 V_{pd}^* （粒子の塑性変形によってひずんだ量）、 V_{ed}^* （粒子の弾性変形によってひずんだ量）、 V_{pr}^* （粒子の回復不可能な再配列によってひずんだ量）、 V_{er}^* （粒子の回復可能な再配列によってひずんだ量）の内容が考えられ、

$$V^* = V_{pd}^* + V_{ed}^* + V_{pr}^* + V_{er}^* \quad (3)$$

として表わされる。 V_{pd}^* と V_{ed}^* は粒子間の接触状態を表わし、 V_{pd}^* が大きいことは塑性変形の寄与が大きいこと、すなわち粒子間の結合の強いことを意味する。 V_{pr}^* と V_{er}^* は充てん構造のそれぞれ密な構造と疎な構造の寄与の大きさを示す。せん断応力は次式で表わすことができる。

$$\tau = f_1(V_{pd}^*) + f_2(V_{ed}^*) + f_3(V_{pr}^*) + f_4(V_{er}^*) \quad (4)$$

Cooper は、粉体の圧縮過程を、粉体層内の大きな空げきを埋める過程（再配列）と小さな空げきを埋める過程（粒子変形）の二つに分けて、圧縮式として次式を提出した²⁾。

$$V^* = a_r \exp\left(-\frac{k_r}{\sigma}\right) + a_d \exp\left(-\frac{k_d}{\sigma}\right) \quad (5)$$

ここで、 σ ：圧縮応力、 a_r, a_d, k_r, k_d ：定数であり、右辺第一項は再配列によってひずんだ量、第二項は粒子変形によってひずんだ量である。

この考えに基づき、(3)式より表わされる V^* は、

$$\begin{aligned} V^* &= V_{pd}^* + V_{ed}^* + V_{pr}^* + V_{er}^* \\ &= a_{pd} \exp\left(-\frac{k_{pd}}{E_p}\right) + a_{ed} \exp\left(-\frac{k_{ed}}{E_e}\right) \\ &\quad + a_{pr} \exp\left(-\frac{k_{pr}}{E_p}\right) + a_{er} \exp\left(-\frac{k_{er}}{E_e}\right) \end{aligned} \quad (6)$$

と表わすことができると考えた。ここで、 E_p, E_e はそれぞれ塑性的加圧エネルギー、弾性的加圧エネルギーである。Fig. 1 に、圧縮曲線によってこれらの定義を示した。せん断前の圧縮の過程を図中に矢印で示してある。O→A：予圧密圧 σ_p を加える過程、A→B：予圧密圧 σ_p を除く過程、B→C：圧縮応力 σ を加える過程である。 E_p, E_e はそれぞれ面積（OAB）、面積

Fig. 1. Schematic diagram of the preconsolidation procedure.

(BCD) で定義する。^{*2}したがって、 σ_p, σ を定めて、実験的に E_p, E_e 、それに(6)式における係数を求めることによって、 $V_{pd}^*, V_{ed}^*, V_{pr}^*, V_{er}^*$ を求めることができる。

さらに、 V_{pd}^* の値より個々の接点での塑性接触面積を求めることができる。Fig. 2 のように、圧縮によって隣接二粒子の中心が、 O_{II} から O_{II}' へ移った場合を想定する（ただし圧縮方向のみの移動）。粒子中心間の距離の変化を δ とすると、

$$\delta = \overline{O_I O_{II}} - \overline{O_I O_{II}'} \quad (7)$$

$$\overline{O_{II} O_{II}'} = (2r \cos \theta) \frac{V_0 - V_\infty}{V_0} V_{pd}^* \quad (8)$$

したがって、(7)、(8)式より

$$\delta = (2r \cos^2 \theta) \frac{V_0 - V_\infty}{V_0} V_{pd}^* \quad (9)$$

接触面積を A とすると

Fig. 2. Relation between two particles in contact.

*2 一般に、AB 曲線と BC 曲線は一致せずにヒステリシスループを描くことが多いが、本研究においては、履歴面積が小さく、これを無視してもさしつかえなかった。

$$A = (2\pi r^2 \cos^2 \theta) \frac{V_0 - V_\infty}{V_0} V_{pd}^* \quad (10)$$

となる。

3 試料および測定法

粉体試料として用いたものは、日本ポリスチレン工業製の無定形ポリスチレンでできたプラスチックボールで、平均粒径 0.425 mm (−32〜+42 mesh)、比重 1.04、軟化点 100℃のものである。プラスチックボールは球形であり、温度を変化させることによって粒子の粘弾性的性質を連続的に変化させることができるという利点がある。

実験としては直接一面せん断試験を行なった。装置（岩本製作所製マイクロメリテックススタ）の概略を Fig. 3 に示した。金型の内径は 35 mmφ で、内面は焼入研磨してある。実験の順序は、まず金型内に試料 30 g を入れ（初充てん高さ 51.5 mm）、金型壁内に埋めたヒータによって一定温度になるまで加熱する。この温度に約 2 時間保持した後、予圧密圧 σ_p を加える。 σ_p を除いた後、一定圧縮応力 σ を加え、可動金型を水平方向に一定速度 0.052 (mm/sec) でずらすことによってせん断を行なった。せん断中の体積変化は変位計により、圧縮応力、せん断応力はロードセルにより測定した。なお、せん断面はせん断時に粉体層の中央にくるように高さを調節した。せん断応力-せん断変位曲線における最大せん断応力を求め、破壊包絡線を描いた。

Fig. 3. Schematic diagram of nucromeritics tester.

4 結果および考察

Fig. 4 に、温度 25℃、90℃における破壊包絡線の一例を示した。温度、予圧密圧により破壊包絡線の形状に違いのあることがわかる。この関係を両対数にプロットすることによって、せん断指数 n の値を求めることができるわけである。25℃の場合を両対数にプロットしたものが Fig. 5 である。直線は高圧部の 2、3 点を結んだものである。Fig. 5 をみると、プロットが低圧領域で直線からはずれていることがわかる。これは、

Fig. 4. Example of obtained yield loci.

Fig. 5. Obtained yield loci before correction.

(1)式において σ_0 の項があるため、直線に乗せるためには圧縮応力方向に σ_0 だけ移行する必要があることを示している。Fig. 6 は Fig. 5 にこのような操作を施したものであり、プロットが直線に乗っていることから(1)式が成立していることがわかる。Fig. 6 の直線のこう配がせん断指数 n であるので、これより n を求め予圧密圧に対して示したのが Fig. 7 である。Fig. 7 より、予圧密圧が大きくなるほど、温度が高くなるほどせん断指数 n の値が小さくなることがわかる。これらの変化は、せん断機構の変化と関連するものと推測される。

Fig. 8 に、せん断指数 n の値のほぼ等しい温度 25℃、

Fig. 6. Obtained yield loci after correction.

Fig. 7. Change of shear index with preconsolidation pressure.

予圧密圧 150 kg/cm² と 90°C, 50 kg/cm², さらに, n の値の大きい 25°C, 50 kg/cm² と n の値の小さい 90°C, 150 kg/cm² におけるせん断変位-せん断応力ならびに体積増加量の関係を示した. 圧縮応力は 10 kg/cm² である. これをみると, n の値のほぼ等しい二つの曲線は大体一致していることから, n の値はせん断の機構を表わすことがわかる. n の値が大きい場合には, 粒子間の結合が強く, 粉体層がせん断されると粒

Fig. 8. Obtained shear displacement-shear stress, volume dilation diagram under $\sigma=10$ kg/cm².

子の乗り越えによる体積増加の仕事が最大せん断応力となって現われている. n の値が小さい場合には, 粒子間の結合が強くなるため, 粒子の乗り越えのまゝにせん断によって結合を切る仕事は最大せん断応力となって現われている. したがって最大値の位置は, せん断変位の小さいところに出ている.

以上のことをまとめて Table I に示した. すなわち, 破壊包絡線の形状の変化は, せん断機構の変化に対応していることを示している. Table I からわかるように, 温度を 25°C から 90°C に上げることが, 予圧密圧 σ_p を大きくすることに対応している. そこで, レオロジーにおける時間-温度換算則に習い, 予圧密圧-温度換算を行ない, その結果を Fig. 9 に示した. 各温度におけるプロットを, 横軸 $a_T \sigma_p$ の a_T を適当に与

Table I. Change of shear index with mechanisms of the shearing.

Shear index		$n > 1$	$n = 1$	$n < 1$
Preconsolidation Pressure σ_p (kg/cm ²)	25°C	50	120	150
	90°C		10	50
Mechanisms of the shearing	Deformation	Elastic ← —→ Plastic		
	Rearrangement	Remarkable ← —→ Not remarkable

Fig. 9. Change of shear index with shifted preconsolidation pressure.

えてやることによりマスターカーブとして表わすことができた。ここで、 a_T は換算係数 (shift factor) で、温度によって変化していることから、この値は粒子物性となんらかの関連性をもつものと推測される。

Fig. 10 に、粒子接点にかかる荷重-摩擦力の関係を示した。この関係の求め方は、図中に定性的に示してある。Fig. 10 をみると、各温度において、摩擦力 F が 10 g 付近を境として直線の傾きが変化していることがわかる。これらの直線の傾きより、粒子の弾性変形の部分と塑性変形の部分とに分けられ、折点が降伏点であると解釈することができる。これより摩擦後の塑性接触面積を測定し、降伏応力を求めた結果、温度 25°C では 60 kg/cm²、90°C で 50 kg/cm²、120°C で 20 kg/cm² であったが残念ながら a_T との相関ははっきりしない。Fig. 9 における n の変化はせん断機構の変化を示しているのであるから、粒子変形に加えて充てん構造の変化の兼ね合いとして考えなければならぬだろう。

Fig. 10. Obtained results of polystyrene friction test (load-friction force relation).

Table II に(6)式の計算結果を示した。これより、温度が高くなるほど、予圧密圧が大きくなるほど、塑性的な部分の寄与が大きくなることがわかる。Fig. 8 に示した結果とよい対応がみられる。Fig. 11 に、試料の状態を顕微鏡写真にとったものの一例を示したが、これより粒子の塑性接触面積を測定した。一方、(10)式による計算を行ない、比較した結果、傾向としてよい対応をみることができた。

以上のように、2における考えが妥当なものであると考えられる。

Table II. Obtained values of $V_{pa}^* V_{pr}^* V_{ed}^* V_{er}^*$.

Temp. (°C)	σ_p (kg/cm ²)	σ (kg/cm ²)	V_{pa}^* (-)	V_{pr}^* (-)	V_{ed}^* (-)	V_{er}^* (-)
25	50	10	0	0.089	0	0.012
25	150	10	0.084	0.134	0	0.005
90	50	10	0.030	0.157	0	0.005
90	150	10	0.321	0.177	0	0
120	150	10	0.472	0.275	0	0

Fig. 11. State of plastic balls, (a) non-loading, (b) after shear with $\sigma = 150$ kg/cm² temperature 120°C.

5 結 言

破壊包絡線の形状に影響を及ぼす因子として、外的条件、粒子物性が考えられてきたが、当研究においては、予圧密の影響と粒子の粘弾性的挙動の変化の影響をとりあげて調べることができた。

粉体層内部の粒子の挙動から、充てん状態を粒子変形 (弾性変形・塑性変形) の部分と再配列 (回復可能・回復不可能) の部分とにわけた。計算によって出し

これらの量とせん断特性との間により対応をみる
ことができた。

また、温度と予圧密圧との間に換算則が成立し、広
い範囲におけるせん断指数 n の値を求めることがで
きた。

(昭和48年10月5日 第11回粉体に関する討論会にて講演)

参 考 文 献

- 1) 梅屋 薫, 北森信之, *et al.*, 材料, **15**, 166 (1966).
- 2) Cooper, A.R., and L.E. Eaton, J. Amer. Ceram.
Soc., **45**, 97 (1962).

要 旨 ABSTRACTS

摩砕と液相吸着に関する実験的検討*

諸 橋 昭 一 大 家 隆 義 沢 昌 恭
(富山大学工学部)

固体の新生表面への吸着に及ぼす摩砕時のふん囲気の影響を検討するため、相馬砂を試料とする乳鉢摩砕に関
して次のような実験を行なった。

すなわち、水を用いる湿式摩砕後ただちにメチレンブルーを吸着させる Wet (H_2O) 方式およびメチレンブ
ルー溶液中における摩砕と吸着の同時操作を行なわせる Wet (M.B.) 方式の結果を乾式摩砕後ただちにメチレン
ブルーを吸着させる Dry 方式と比較するものである。

これらの実験結果から

- (1) メチレンブルーが吸着平衡に達する時間は約30分であり、常温付近における実験範囲内では媒液温度の影
響はほとんど認められなかった。
- (2) 同一平衡濃度に対するメチレンブルーの吸着量は Dry>Wet (M.B.)>Wet (H_2O) の順になり、この
場合、吸着の態様はほぼ B.E.T. 型で近似できる。
- (3) 比表面積と吸着量との関係を検討した結果からは、単位生成比表面積当たりの吸着量は Wet (M.B.)>
Wet (H_2O)>Dry の順に大きくなり、摩砕時のふん囲気は破壊の瞬間において生成する新生表面に大きく
影響する。

などの知見が知られた。相馬砂やメチレンブルー以外の試料、色素を使用した場合については現在検討中である。

(昭和48年10月3日 第11回粉体に関する討論会にて講演)

* 原稿受理 昭和49年2月22日