振動粉体の流動挙動と粒子特性*

荒 川 正 文**

Fluidity and Other Characteristics of Powders in a Vibrating Field

by

Masafumi ARAKAWA

(Institute for Chemical Research, Kyoto University, Uji)

The flow properties of various powders in a vibrating field have been measured by a rotating cylinder fluidity meter. The shear stress-rate of strain diagram obtained by the fluidity meter exhibits typical three types corresponding to the powder characteristics. These diagram have been discussed on the bases of the particle size, the interparticle force and the agglomeration phenomena of particles under fluidization. The interparticle force of the agglomerate was obtained by an apparatus for direct compressive strength measurement.

In a low amplitude region, the fluidity of powders is influenced by their packing structure. But, at high amplitudes, especially the fine powders begin to aggregate, giving rise to a decrease in the number of particles in the fluidized bed. Therefore, the fluidity of the powder increases in this region and exhibits a hysteresis on the shear stress-rate of strain diagram.

(Received Feb. 13, 1982)

キー・ワード：粉体，流動性，粒子特性，振動粉体

1 結 言

流動性は粉体材料の重要な特性の一つである。著者

らは粉体の流動性とその基礎的性質の関係をj知るために幾つかの実験をjここなっているが，jの中で，粉体j充てんj構造のj空けjの効果を明らかにするために一定条件の振動を与えた粉体の流動性を回転二重円筒形流

* 原稿受理 昭和57年2月13日

** 正 会 員 京都大学化学研究所 宇治市五ヶ庄

Table I. Characteristics of sample powders.

	Sample	ρ_p	D_p (μm)	Bulk density		$\frac{\rho_{\max}}{\rho_{\min}}$	Angle of repose
				$\rho_{\min}$	$\rho_{\max}$		
Glass beads	GB-705-K	2.52	230	1.464	1.552	1.060	22
	GB-733-110	2.43	110	1.436	1.497	1.042	23
	GB-733-80	2.43	80	1.401	1.497	1.069	24
	GB-733-S	2.41	70	1.418	1.511	1.066	22.5
	GB-M-550	2.43	37	1.336	1.480	1.108	25.5
	GB-M-986	2.37	17	1.105	1.435	1.298	41
Calcite	Ca-250	2.70	250	1.339	1.550	1.158	35.5
	Ca-180	2.70	180	1.399	1.591	1.137	34
	Ca-160	2.70	158	1.396	1.637	1.173	34.5
	Ca-130	2.70	130	1.284	1.613	1.256	32.5
	Ca-90	2.70	90	1.181	1.668	1.412	35
Graphite	Gr-450	2.12	450	0.859	0.937	1.091	39.5
	Gr-230	2.06	230	0.953	1.064	1.116	38
	Gr-180	2.04	180	0.881	1.059	1.202	34.5
	Gr-130	2.22	130	0.819	1.035	1.264	36.5
	Gr-90	2.23	90	0.691	0.954	1.381	39
Bronze	Bronze-300	8.85	300	—	—	—	—
	Bronze-120	8.85	120	—	—	—	—
	Bronze-60	8.85	60	—	—	—	—

動度計で測定することを試みた。⁴⁾ この方法で得られる円筒回転速度とかく拌応力の関係（以下流動曲線⁵⁾という）は試料粉体の特性により特徴的な挙動を示すが、これらの流動挙動と粉体の基礎的性質の関係は充分には説明されていない。本報では先に報告した代表的な3種の流動曲線を与える試料の粒度、付着・凝集性などからその動的挙動を検討した。

2 実 験

粉体の流動曲線はすでに報告してある回転二重円筒形粉体流動度計によるものを用いた。加えた振動周波数は60 Hzである。

粉体の粒度は、粗粉体では JIS 試験用ふるい、数10 μ m以下の微粉体は光学顕微鏡で測定した個数基準分布から計算した重量基準分布の算術平均径で示した。比較的粒度のそろった試料なのでこれらの値を代表径として差支えない。

見かけ密度を、約40 mlの試料を50 mlのメシリンダーにガラスロートを通してゆっくり投入したときの体積と、それを60 Hzで全体が流動化するまで垂直振動を与えた後きわめてゆっくり振幅を下げて静止したときの見かけの体積から測定し、はじめのゆるい見かけ密度 $\rho_{\min}$ とあとの密充てん時の見かけ密度 $\rho_{\max}$ を求めた。この値の比 $\rho_{\max}/\rho_{\min}$ をかさばり度と定義し、粉体の付着・凝集性の目安とした。

これら粉体試料はすでに報告したものであるが、その記号と特性を Table I に示しておく。

3 結 果

粉体の流動曲線は粉体特性や測定雰囲気によって形が変わるが、大別すると Fig. 1 に示した3種に分類できる。なお、図中の数字は加えた振動の振幅 (mm) である。

(a)は比較的粗粒子からなるガラスビーズでビンガム流動である。振幅の増加につれて内筒にかかるトルクが減少し一定値に近づく。同じように流動性のよい球状青銅粉（ブロンズ）も同様の流動曲線となる。(b)は石灰石粉砕物で少し凝集性である。振幅が小さく流動化が不十分な領域では、ある回転速度以上で粉体層の連続せん断が生じてトルクが一定となる。しかし振動が強くなるとビンガム流動に近くなり、またヒステリシスを生じる。(c)は付着・凝集性の強い微細なガラスビーズで、振幅の増加につれてトルクは減少し流動曲線に極大を示す。また、特異なヒステリシスとなる。

これらの流動曲線をビンガム流動性と見なし、Fig. 1 (a)の破線のように直線部を延長して求めた降伏値は振動強度により変化する。振幅から計算して求めた振動の加速度と降伏値の関係は Fig. 2 のようになり、ガラスビーズ GB-733-110 やブロンズは加速度が大きいほど降伏値は小さくなる。しかし、凝集性のある炭

(a) Glass beads powder (coarse).

(b) Calcite powder

(c) Glass beads powder (fine).

Fig. 1. Typical flow curves for various powders under the vibration. Numerals show the amplitude of vibration (mm).

Fig. 2. Relation between the acceleration of vibration and the yield value of various powders.

酸カルシウムやガラスビーズ GB-M-986 では降伏値が急に变化する加速度があり粉体層の凝集構造が破壊されることがわかる。図において振動加速度は粉体層の流動化が認められる最小加速度に対する相対値である。

これらの流動曲線について、その特異性があり顕著でない、振幅の小さい低回転速度領域 20 rpm でのトルクと試料粒度の関係は Fig. 3 のとおりで、同一物質については粒度が大きいほどトルクは小さく流動性がよい。しかし、ガラスビーズ GB-M-986 のように、とくに微細な粉体では逆にトルクが増加し流動性が悪いことを示している。

Fig. 3. Relation between the particle size and the torque (20 rpm) at low amplitudes.

Fig. 4. Relation between the degree of volume reduction $\rho_{\max}/\rho_{\min}$ and the torque (20 rpm) at low amplitudes.

また、一般に粉体の付着・凝集性の一つの目安となるかさぶり度 $\rho_{\max}/\rho_{\min}$ とトルクの間には Fig. 4 のように相関性があり、この場合にも GB-M-986 はその挙動が異っている。

粉体層に与える振動の強い領域では逆に粒子径が大きいほどトルクも大きい。各試料の代表径に相当する 1 個粒子の質量 m_p とトルクの関係は Fig. 5 のように m_p が大きいほどトルクが増すが、この場合も微粒子側のガラスビーズでは違った傾向を示している。

Fig. 5. Variation in the torque of powder bed at 20 rpm with amplitude.

4 考 察

すでに報告したように振動強度によって粉体の流動性は Fig. 6 のように変化する。ここで領域 A は粉体の安定な充てん構造が保たれている領域、B は粒子の充てん構造が破壊され個々の粒子は振動しているがその加速度は重力より小さい領域、C は振動強度が 1 g を超え、平均的に個々の粒子が自由に運動している領域に対応すると考えられる。回転円筒形流動度計ではこれに内筒のかく拌力に加わるからその範囲は振幅の小さい方に移るが本質的な差異はない。

Fig. 2 において、炭酸カルシウムや GB-M-986 のような付着・凝集性粉体（かさぶり度が大きい）が振動加速度によって急に降伏値が変化する領域があることは粒子の凝集構造がそこで破壊されることを示している。また、Fig. 3 のように振動の弱い領域での一定回転速度におけるトルクがかさぶり度の大きい試料ほど大きい結果とあわせて、A、B の領域では粒子の集合構造が流動性に対して支配的であることを示している。これらの図において GB-M-986 が特異な挙動をするのは後述するように凝集粒子が運動単位として作用するためと考えられる。

これに対して振幅が大きく個々の粒子が自由に運動している領域 C での流動性は粒子同士の衝突や摩擦によるエネルギー消費に関係するであろう。各試料の個々の粒子の質量 m_p とトルクの関係は Fig. 7 のように

Fig. 6. Relation between the density of particle or number of particles and the torque of powder bed (20 rpm) at high amplitudes.

Fig. 7. Relation between the mass of single particle and the torque (20 rpm) at high amplitudes.

相関性のあることを示すが、この図から $m_p = 10^{-5}g$ に対応する各試料のトルクを求め、それと粒子真密度 ρ_p 、および単位体積中に含まれる粒子数の関係を見ると Fig. 7 のようになり、この領域での流動性は主として粒子の衝突などの相互作用によるエネルギー消費に基づくと考えてよいようである。

ブロンズ、GB-110 など粗粒子で流動性のよい粉体では Fig. 1 (a) のように振動の弱い領域 A では粉体層のせん断、B 領域では可逆的なビンガム流動を示すが、付着・凝集性の強い GB-M-986 の流動曲線は Fig. 1 (c) のように複雑である。この解釈のために次のような実験を試みた。流動度計の内筒を除き、試料粉体 GB-M-986 を入れて振動と回転をおこなうと粉体層の流動につれて粒子が凝集し、流動造粒されて直径 5~10

mm の球形またはそれに近い回転円体粒子となる。内筒が存在するときにはこのような大きい凝集粒子は形成されないから、内筒にかかるトルクはこのような粒子の凝集成長を妨げる力に対応すると考えられる。このような凝集粒子の形成にあたって個々の粒子の間に作用する付着・凝集力を測定した。

Fig. 8 のような小形の造粒子圧壊強度測定器を前に報告した電子てんびんによる粉体付着力測定器（島津 ED-2000 CH）に取付け、25個の凝集粒子についてその圧壊強度を測定した。これらの凝集粒子はほとんど縦割りに破壊され、そのときの垂直荷重は 1.2~3.2 g/cm² とかなりばらつくが、これを円筒形成形体の引張圧縮式によって引張応力に換算して平均すると 2.4 g/cm² を得た。また、各凝集粒子の直径と重さを実測して求めた粒子の空げき率は平均 0.613 であった。こ

Fig. 8. Schematic diagram of the apparatus for measurement of compressive strength of agglomerate.

これらの値から Rumpf の式を用いて粒子一接点あたりの力を計算すると重さで約 $1 \times 10^{-5}g$ となり、この試料 GB-M-986 粒子一個の平均重量 $6 \times 10^{-9}g$ よりはるかに大きいから当然粒子の凝集成長がおこる。内筒と外筒の間でのせん断力はこの凝集粒子の成長を妨げるがこの間隔は粒子径に対して充分大きいから、粉体層の振動、回転、かく拌によって粒子が衝突し、ある程度の凝集粒子に成長するであろう。しかし、そのために運動単位 of 粒子は大きくなり系内の粒子数は減少することになる。こうして流動曲線はある回転数においてトルク最大となる。形成された球形凝集粒子間の接触もその表面に存在する一次粒子の接触であるから、先に求めた粒子一接点あたりの付着・凝集力で支持し得る集団以上に成長しないとすると空げき率を考慮して約 100 μm 程度で平衡状態となり、しかも系内でかなり安定に存在できるであろう。したがって、回転速度を下げていく過程でもその大きさに変化がなく Fig. 2 (c) のようなヒステリシスを生じると考えられる。このような流動曲線はその過程で安定な凝集粒子を形成

し、見かけ上流動性のよい粗粒子として挙動しながらその逆の過程ではもとの一次粒子に戻ることがない系に特有の形としても、前に報告した熱処理による焼結をともなう粉体の流動曲線に対する考察と矛盾しない。なお、Fig. 5 においてガラスビーズの微粒子域がトルクの大きい方に外れるのも、凝集粒子が運動単位として作用しているためと考えられる。

このように凝集性粉体の流動曲線の形は運動単位の粒子（凝集粒子）の成長と消滅の関係でさまようのである。

Fig. 2 (b)の炭酸カルシウムの流動曲線は振動の弱い領域では粉体層のせん断、B領域以上では凝集構造が振動により破壊されて降伏値が急に低くなる。しかし振幅と回転速度の増加にともない粒子の衝突などによる再凝集がおこるが、個々の粒子が比較的大きいので強い凝集粒子を形成せず(a)と(c)の中間的な挙動を示すと考えられる。

5 結 言

回転円筒形流動度計による振動粉体の流動曲線は粉体の基礎特性や動的挙動によりいろいろの形を示す。その代表的な3種の流動曲線を解析し、粉体の粒度、

振動強度による粒子の動的挙動などとの関係を考察した。この方法による粉体の流動は、振動の弱い領域では粉体層の集合構造に、強い領域では粒子の衝突など相互作用によるエネルギー消費が流動性を支配すると思われる。付着・凝集性の少ない粗粉体は振動の強い領域でビンガム流動を示すが、凝集性の強い粉体では流動曲線に最大値を生じたりヒステリシスなど特異な動的挙動を示す。これらの現象は振動や回転に伴う試料粉体の造粒現象と関連して説明できる。

(昭和56年10月29日 第19回粉体に関する討論会にて講演)

参 考 文 献

- 1) 荒川正文, 西野 操, 水渡英二, 材料, **17**, 545 (1968).
- 2) 荒川正文, 西野 操, 材料, **19**, 554 (1970).
- 3) 西野 操, 荒川正文, 大和功二, 材料, **28**, 778 (1979).
- 4) 荒川正文, 西野 操, 材料, **20**, 776 (1971).
- 5) 荒川正文, 西野 操, 材料, **24**, 654 (1975).
- 6) 荒川正文, 材料, **29**, 881 (1980).
- 7) 荒川正文, 材料, **30**, 878 (1981).
- 8) 高橋 実, 加藤昌宏, 鈴木 傑, 小林種雄, 材料, **28**, 819 (1979).