研究報告

単粒子破碎における寸法効果*

Size Effects of Particle Compressive Strength on
Single Particle Crushing

八 嶋 三 郎** 齋 藤 文 良**
Saburo Yashima Fumio Saito

1. はじめに

一般に強度は材料固有の値と考えられているが、物質は種々の欠陥を有しており、物質の体積が小となると弱い欠陥を含む確率も減少し、現実には強度は試験片の大きさによって異なる値を示すようである。粒径の減少に伴う破壊強度の増大という現象は、ボールミルなどにおいてみられる粉碎に要するエネルギーが粉碎の進行とともに増大し、粉碎効率が低下していく原因の1つと考えられる。また粉碎におけるエネルギー法則あるいは粉碎速度式において、粒径が1つの変数として使用されていることは強度の寸法効果を含んでいることを示唆しているものと考えられる。以上のことから強度の寸法効果は粉碎の研究において1つの重要な研究分野と考えられる。

単粒子破碎の立場から強度の寸法効果について実験的に検討を加えたのは Schönert ら¹⁾と Bergstrom ら²⁾である。Schönert らはガラス質試験片を用い、微粒域

でしかも狭い粒径範囲について実験を行い、また Bergstrom らの実験はケイ石、タコナイト、石灰石についての実験であるが、なお検討の余地があると考えられる。

本報告は、ガラス質試料2種類と天然産試料5種類につき、その粒径範囲が約30 μ から約10cmまでの粒子の粒子圧壊強度の寸法効果について検討を行ったものである。

2. 試料と試験片

使用した試料はセキエイガラス、ホウケイ酸ガラス、ケイ石、チョウ石、石灰石、大理石、セッコウの合計7種類である。これらの試料の性質と試験片個数を Table 1 に掲げた。ガラス質試料の試験片は全実験を通じて球形試験片を使用した。これらのガラス質試験片は十分に焼きなました後、洗浄して使用した。一方天然産試料では、公称直径が0.5~3.0cmの範囲の試験片は球形試験片であるが、これらの試験片の作製方法については既報³⁾に詳しいので、ここでは省略する。公称直径が0.5cm以

Table 1 Properties of samples and number of specimens

Kinds of sample	Mohs' hardness H [—]	Density ρ [g/cm ³]	Young's modulus Y [Kg/cm ²]	Poisson's ratio ν [—]	Number of specimens N [—]
Quartz glass	6.5	2.20	7.50×10^5	0.16	415
Borosilicate glass	6.5	2.33	6.24×10^5	0.21	1633
Quartz	6.5	2.62	8.89×10^5	0.16	1975
Feldspar	6.0	2.55	5.99×10^5	0.26	2576
Limestone	4.0	2.70	6.94×10^5	0.32	2111
Marble	3.0	2.70	5.45×10^5	0.30	1451
Gypsum	2.0	2.30	3.86×10^5	0.32	1593

昭和54年8月7日受理

*米国化学工学協会第70年会にて発表(1977.11.N.Y.)

**東北大学選鉱製錬研究所(〒980 仙台市片平2-1-1) TEL 0222-27-6200

下の試験片は、原試料を細かく粉碎した後、生じた破砕片の中から特に球に近い形状の粒子を選び出して使用した。公称直径が約3 cm以上の試験片は砕石された鉱石そのまゝの不規則形状粒子を用いた。

3. 実験装置と実験方法

2 g から 0.3 Kg の範囲で破壊する細かい粒径範囲の粒子の圧縮試験には、Fig. 1 に示した直流電磁石を利用したたて型圧縮試験機を試作して使用した。また、たて型圧縮試験機の容量を越える荷重を要する粒子の圧縮には、Fig. 2 に示した横型圧縮試験機を試作して使用した。この試験機の容量は 80 Kg であり、そのメカニズムはたて型圧縮試験機と同様である。試験片の荷重はロード

Fig. 1 Vertical type compression testing machine

Fig. 2 Horizontal type compression testing machine

セルにより検出し、また変位は電気マイクロメーターによって検出し、X-Yレコーダに荷重-変位曲線を記録した。公称直径が0.5 cm から 3 cm までの球形試験片の圧縮には最大容量 30 ton の油圧式材料試験機を用いた。また粒径が約 3 cm 以上の不規則形状粒子の圧縮には、最大容量 100 ton のインストロンタイプの材料試験機を使用した。全実験を通じて荷重速度はガラス質試料で 3 ton/min, 天然産試料では 0.3 ton/min の一定とした。

4. 実験結果

Fig. 3 には単粒子の圧縮の状態を模式的に示した。すなわち図(a)は球を平行平板で圧縮するような場合であり、また不規則形状粒子の場合には図(b)に示すように上下それぞれ点接触状態で圧縮されるか、あるいは図(c)に示すように上方 1 点、下方 3 点以上接触した状態で圧縮されるかのいずれかである。平松ら⁹⁾および神田ら⁹⁾によれば図(a), (b), (c)いずれの圧縮の場合にも着力点間の距離 d と破壊荷重 P とを測定することにより、平松の式(1)から粒子の引張強度 S を求めうることを示している。これにより本研究の場合、(1)式より S を求めこれを粒子圧壊強度として表示した。一方試験片の強度と体積との間には、Weibull の式(2)⁹⁾が成立する。

$$S = \frac{2.8 P}{\pi d^2} \quad \dots\dots(1)$$

$$S = S_0 V^{-\frac{1}{m}} \quad \dots\dots(2)$$

ここに強度 S は粒子圧壊強度に相当するものであり、 m は weibull の均一性係数、 S_0 は定数である。また試験片の体積 V は球形試験片の場合には、その直径より $V = \pi d^3/6$ として幾何学的に求め、不規則形状粒子の場合には試験片質量 M と密度 ρ とから $V = M/\rho$ として求めた。

Fig. 3 Schematic diagrams for application of compressive load to a single particle

Fig. 4 Variation of particle compressive strength with volume of specimen in quartz glass

Fig. 5 Variation of particle compressive strength with volume of specimen in borosilicate glass

Fig. 6 Variation of particle compressive strength with volume of specimen in quartz

7種類の試料の試験片について測定される粒子圧壊強度と試験片体積とを両対数紙上にプロットすると、Figs. 4~10となる。図中の直線は最小二乗法で求めたものである。ガラス質試料の場合は、測定結果全体から粒子圧壊強度と試験片体積との関係が1本の直線であらわされるが、天然産試料の場合には、この関係を1本の直線であらわすよりも、異なる傾きを有する2本以上の直線から成る折れ線であらわしたほうが結果をよくあらわして

Fig. 7 Variation of particle compressive strength with volume of specimen in feldspar

Fig. 8 Variation of particle compressive strength with volume of specimen in limestone

Fig. 9 Variation of particle compressive strength with volume of specimen in marble

Fig. 10 Variation of particle compressive strength with volume of specimen in gypsum

Table 2 Relationship between particle compressive strength and volume of specimen based on the Weibull's equation

Kinds of sample	$S=S_0 V^{-(1/m)}$ (2)	Range of particle size d [cm]
Quartz glass	$S=293 V^{-(1/6.16)} \pm 14$ (3)	2.63 $\sim$ 0.056
Borosilicate glass	$S=583 V^{-(1/5.93)} \pm 39$ (4)	3.29 $\sim$ 0.00859
Quartz	$S=143 V^{-(1/4.56)} \pm 1$ (5)	10.2 $\sim$ 2.52
	$S=129 V^{-(1/6.49)} \pm 2$ (6)	2.52 $\sim$ 0.300
	$S=202 V^{-(1/21.3)} \pm 9$ (7)	0.300 $\sim$ 0.0300
	$S=6.73 V^{-(1/2.57)} \pm 29$ (8)	0.0300 $\sim$ 0.00404
Feldspar	$S=108 V^{-(1/5.01)} \pm 1$ (9)	9.33 $\sim$ 0.385
	$S=202 V^{-(1/10.6)} \pm 6$ (10)	0.385 $\sim$ 0.0570
	$S=12.6 V^{-(1/3.21)} \pm 12$ (11)	0.0570 $\sim$ 0.00434
Limestone	$S=52.8 V^{-(1/11.9)} \pm 1$ (12)	10.1 $\sim$ 0.0380
	$S=6.12 V^{-(1/3.26)} \pm 5$ (13)	0.0380 $\sim$ 0.00454
Marble	$S=30.8 V^{-(1/13.2)} \pm 1$ (14)	2.01 $\sim$ 0.368
	$S=29.8 V^{-(1/6.38)} \pm 2$ (15)	0.368 $\sim$ 0.0196
	$S=4.95 V^{-(1/3.20)} \pm 12$ (16)	0.0196 $\sim$ 0.00328
Gypsum	$S=28.0 V^{-(1/24.9)} \pm 1$ (17)	2.01 $\sim$ 0.0380
	$S=0.84 V^{-(1/2.69)} \pm 11$ (18)	0.0380 $\sim$ 0.00454

Table 3 Weibull's coefficient of uniformity and mean grain size of crystal

Kinds of sample	Coefficient of uniformity, m [—] and its size range, d [cm]				Mean grain size of crystal [cm]
Quartz glass	$m=6.16$ $2.63 \geq d \geq 0.056$				—
Borosilicate glass	$m=5.93$ $3.29 \geq d \geq 0.00859$				—
Quartz	$m=4.56$ $10.2 \geq d \geq 2.52$	$m=6.49$ $2.52 \geq d \geq 0.300$	$m=21.3$ $0.300 \geq d \geq 0.0300$	$m=2.57$ $0.0300 \geq d \geq 0.00404$	1.58
Feldspar	$m=5.01$ $9.33 \geq d \geq 0.385$	$m=10.6$ $0.385 \geq d \geq 0.0570$	$m=3.21$ $0.0570 \geq d \geq 0.00434$		about 2.0
Limestone	$m=11.9$ $10.1 \geq d \geq 0.0380$	$m=3.26$ $0.0380 \geq d \geq 0.00454$			0.00163
Marble	$m=13.2$ $2.01 \geq d \geq 0.368$	$m=6.38$ $0.368 \geq d \geq 0.0196$	$m=3.20$ $0.0196 \geq d \geq 0.00328$		0.313
Gypsum	$m=24.9$ $2.01 \geq d \geq 0.0380$	$m=2.69$ $0.0380 \geq d \geq 0.00454$			0.00734

Table 4 Comparison of particle compressive strengths of sizes of 0.0050 cm and 2.0 cm

Kinds of sample	Particle compressive strength		Ratio of strength S_1/S_2 [—]
	0.0050 cm in size S_1 [Kg/cm ²]	2.0 cm in size S_2 [Kg/cm ²]	
Quartz glass	—	230	—
Borosilicate glass	11,000	480	22.9
Quartz	5,000	100	50.0
Feldspar	2,400	70	34.3
Limestone	950	45	21.1
Marble	900	25	36.0
Gypsum	450	27	16.7

いるようである。この場合の折れ線と折点に相当する粒径の決定法は、まず測定値のバラツキの状態から測定結果全体は何本の直線で構成されているかを判断し、つぎに全測定結果を通して確率誤差が最小になるときの直線の式と式の成立する粒径範囲をもって最適な実験式とした。ガラス質試料と天然産試料に関する粒子圧壊強度と試験片体積との関係を Weibull の式を用いてあらわすと Table 2 に掲げられるようになる。Table 2 より、セキエイガラスの均一性係数 m の値はホウケイ酸ガラスのそれに比較してやや大きくなっているが、いずれの m の値も約 6 近傍にあり、構造の均一性はほぼ同程度のものと考えられる。一方天然産試料の場合、試験片の大きさによって m の値は異なる値を示しているが、これは天然産試料に関する特徴の 1 つであって潜在クラックや構造の不均質な性質に起因しているものと考えられる。ここでこれまでに他の研究者らによって測定された試料の m の値と測定方法を簡単に記すと、Davidenkova⁷⁾、鋼鉄(低温ぜい性破壊)、 $m=23.3$ (一軸引張試験の寸法効果)、 $m=25.4$ (曲げ試験の寸法効果)；上野^{8,9)}、大理石、 $m=6.4$ (一軸引張試験の測定値のバラツキ)、 $m=5.7$ (曲げ試験の測定値のバラツキ)、花崗岩、 $m=5.3$ (一軸引張試験の測定値のバラツキ)；西松、花崗岩、 $m=6.5$ (一軸圧縮試験の測定値のバラツキ)などの結果がある。均一性係数と平均結晶粒径を Table 3 に示したが、この表から折点に相当する粒径と平均結晶粒径との間の相関関係

は認められない。また破砕片の破断面の光学顕微鏡と走査電子顕微鏡による観察から、破壊はおもに貫粒型であり、結晶粒界は破壊には直接関与していないようであった。

本実験結果より、たとえば粒径が 50μ と 2 cm の試験片の粒子圧壊強度を比較すると Table 4 のようになるが、この表より粒径 50μ の試験片の粒子圧壊強度は粒径 2 cm の試験片のそれに比較して約 17~50 倍大となることがわかった。

5. む す び

以上の結果を総合すると、ガラス質試料および天然産試料ともに試験片体積の減少に伴い粒子圧壊強度は増大するが、粒子圧壊強度と試験片体積との関係を両対数紙上にプロットすると、ガラス質試料ではほぼ 1 本の直線であらわされるのに対して、天然産試料ではこの関係は試験片の大きさによって異なる傾きを有する 2 本以上の直線から成る折れ線であらわされることがわかった。天然産試料の場合のこのような傾向は、試験片内に存在する潜在クラックや構造の不均質性によるものと考えられる。本実験結果より、たとえば 50μ と 2 cm の粒子の粒子圧壊強度を比較すると、 50μ の粒子の粒子圧壊強度は 2 cm の粒子のその約 17~50 倍大となることがわかった。

使 用 記 号

B_r : ぜい性度	[—]	P : 破壊荷重	[Kg]
d : 試験片粒径	[cm]	S : 粒子圧壊強度	[Kg/cm ²]
H : モース硬度	[—]	S_0 : 定数	
M : 試験片質量	[g]	S_1 : $d=0.0050$ cm の粒子の粒子圧壊強度	[Kg/cm ²]
m : Weibull の均一性係数	[—]	S_2 : $d=2.0$ cm の粒子の粒子圧壊強度	[Kg/cm ²]
N : 試験片個数	[—]	V : 試験片体積	[cm ³]

Y : ヤング率
 ν : ポアソン比

$[Kg/cm^2]$
[—]

ρ : 密度 $[g/cm^3]$

引用文献

- 1) Schönert, K. und H. Rumpf : Symposion Zerkleinern, Hrsg., H. Rumpf, und D. Behrens, Verlag Chemie, Weinheim, S-108 (1962)
- 2) Bergstrom, B.H., D.D. Crabtree and C.L. Sollenberger : *Trans. Soc. of Min. Eng. AIME*, **226**, 433 (1963)
- 3) 八嶋三郎, 諸橋昭一, 栗野 修, 神田良照 : 化学工学, **34**, 210 (1970)
- 4) 平松良雄, 岡 行俊, 木山英郎 : 日本鉱業会誌, **81** 1024 (1965)
- 5) 神田良照, 八嶋三郎, 下飯坂潤三 : 日本鉱業会誌, **86**, 847 (1970)
- 6) Weibull, W. : *Ing. Vetenskap Akad. Handl.*, No. 151 (1939)
- 7) 横堀武夫 : 材料強度学, 技報堂 (1955), 74.
- 8) 上野五郎 : 材料試験, **9**, 423 (1960)
- 9) 上野五郎 : 材料試験, **9**, 428 (1960)
- 10) 山口梅太郎, 西松裕一 : 岩石力学入門, 東京大学出版会 (1967), 102.

質疑応答

井上(東大) : Weibul の均一性係数が6前後であり, かなり均一であると判断されるが, 細粒部分での圧壊強度にむしろ大きなバラツキが認められるというデータの性質はどのように説明できるか。

著者 : 粒径が小さくなると絶対に弱い欠陥を含む確率も小さくなり, 含まれるクラックの数も少なくなることから, 力の作用方向に対して活性化されるクラックの方向がどの方向を向いているかによって強度はかなり変動するものと思われる。この意味では細粒範囲の粒子はかなり不均質なものと見える。セキエイガラス, ホウケイ酸ガラスを除く他の試料の細粒部での m の値が 2.9~3.3 であり, かなり小さい値となっていることからもある程度説明されると思う。ガラス質試料では細粒範囲で多少バラツキが大きくなっているようであるが, 測定範囲全体で平均化されたため, m の値が6前後となったものと思う。

向阪(阪府大) : 1. マクロな破壊のされ方は? 2. 試験片の作成のしかたによる (i) 残留応力および (ii) 表面仕上げの影響は? 3. 球形試験片でなくて円柱形試験片では様子が変わるのでは?

著者 : 1. 球形試験片について, (a) ガラス質試料では載荷点を結ぶ直径を軸とするコアの部分は細かく破碎し, その周辺部分は三日月形の破砕片となる。(b) ケイ石, チョウ石では3~4個の大きな破砕片と小数の小さな破砕片が得られる。(c) 石灰石, 大理石では載荷点を結ぶ直径を含む大円面で真二つに割れる。(d) セッコウでは石灰石, 大理石と同様に破碎するが, 割れ目が入ったことで破碎したことがわかる。2. (i) ガラス質試料は焼きなましているので残留応力はないと考えられる。しかし天然産試

料では実験室に入ってくるまでにもかなり履歴を経ており, また整形する段階である程度の応力に加えられある程度の残留応力を含んだ状態である。2. (ii) ガラスの場合は顕微鏡で観察してもかなり平滑な面である。一方天然産試料の試験片はカーボランダムで表面仕上げをしているが, カーボランダムの粒度を変えても強度にはあまり影響しないようである。しかし表面の状態, すなわち表面に金属を蒸着して表面エネルギーを変えた場合には強度は相当影響を受けるようであった。3. 円柱形試験片では, (a) ガラス質試料では原形をとどめないほど細かく破碎する。(b) ケイ石, チョウ石ではガラスの場合より産物の粒度はあらいが, ガラスと同様に破碎する。(c) 石灰石では荷重方向と平行な多くの破碎面によりたんざく状に破碎する。(d) 大理石, セッコウでは上面の一端から下面の他端にけさがけにクラックが入るようにして割れる。

横山(細川鉄工) : 測定点がかかなりばらつくのは碎料の形状が不定形でこれにかかる荷重が一点で不規則な条件下にあるためではないか。

著者 : 強度は組織敏感量であってたとえ同一寸法の試料を圧縮破碎したとしてもその強度の変動係数は30~40%となっている。これより強度のバラツキは試料の形状の不定形によるばかりでなく材料固有の特性と考えられる。

伊藤(東大) : Weibul 分布において均一性係数が変化する点, すなわち折れ点が存在することの原因は? またこれらの破碎のメカニズムとの関係は?

著者 : 現段階では明確にはわからないが, おそらく試験片内のクラックの分布状態に起因しているのではないかと考えている。

Authors' Abstract

Size Effects of Particle Compressive Strength on Single Particle Crushing

by

Saburo YASHIMA and Fumio SAITO

(The Research Institute of Mineral Dressing and Metallurgy, Tohoku University, SENDAI)

An experimental study of the size effects of particle compressive strength of brittle solids under slow rate of compression was carried out by using spheres made of two kinds of glassy materials and five kinds of natural minerals. The particle diameters of specimens ranged from about 10 cm to 0.0030 cm.

Followings are conclusions of the present experiment. Particle compressive strength of the glassy materials was linearly increased with the decrease of their volumes when the data were plotted on a logarithmic coordinate. Each relationship was simply expressed by the Weibull's equation. On the other hand, particle compressive strength of the minerals was increased along with a warped line with the decrease of their volumes on a logarithmic coordinate. The relationship was expressed by respective refractive lines having different gradients. This warpage may be due to the status of pre-existent cracks in the specimen. Throughout all the processes of experiment, the strength of size of 0.0050 cm is about 17 to 50 times larger than that of 2.0 cm.

ポスターセッション

粉 粒 体 の モ デ ル 化 ?

京都大学工学部 牧 野 和 孝

粉粒体層の挙動はたとえば崩壊、偏折、混合、破碎、堆積などに分類して考えることができる。ところが、よく考えてみるとこれらの各現象は見かけ上では確かに相違したものとしてみとらえることができる。しかしながらはたしてそうであろうか？ という観点からこの問題を眺めてみようというのが著者らの立場である。以下に掲示資料の主旨を列挙する。

- i) 粉体層の静的崩壊現象の解析 (化学工学論文集, 4, 439 (1978))

粉体層の剪断崩壊、圧密崩壊および引張崩壊との間の相互関係を基礎的に検討したものである。

- ii) 粉体層の定移動距離崩壊条件に関する実験的検討 (化学工学論文集, 5, 481 (1979))

i) の報告における粉体層崩壊モデルのなかの定移動距離崩壊条件を実験的に検討したものである。

- iii) 粒子集合体の第1層粒子分布の統計的近似表現 (化学工学論文集, 5 (1979) 掲載予定)

前述の粉体層崩壊モデルのなかの第1層粒子分布を定量的に表現することを検討したものである。

- iv) 均一球形ランダム充てん粒子集合体の配位数に関

する一考察, (化学工学論文集, 掲載予定)

やはり、前述の崩壊モデルにおける相互作用エネルギーの検討に必要な配位数の定量的表現を試みたものである。

- v) 粉体層の圧密状態方程式に関する一考察

粉体層の崩壊現象と層中の粒子破碎のそれとの関係を結びつける研究の端緒として、粉体層の圧密状態方程式を統計力学的に検討したものである。

- vi) 粒子集合体の動径分布関数の波動関数的手法によるモデル化

多成分粒子集合体の粒子配列の定量的モデル表現の第1ステップとして単一成分粒子集合体の粒子配列の波動関数的手法によるモデル化を試みたものである。

なお、著者らは、“粉粒体のモデル化”をいかに系統的行なうかという点を困難なことであるが持続的に今後も検討してゆくという姿勢を示したことは本ポスター・セッションでの大きな収穫の一つであった。最後に、多くの研究者が種々の機会にこのようなポスター・セッションという形で直接その基本的な考え方を示して頂くことを期待したい。