造粒物強度の試験法と評価

Test Methods for Evaluating the Strength of Granules and Agglomerates

関 口 勲*
Isao SEKIGUCHI

Key Words : Granule, Agglomerate, Strength Test Method, Tumbler Strength, Crushing Strength, Shatter Strength

1. はじめに

造粒物の機械的強度試験は造粒操作を取り扱う多様な産業分野で実施されており、この強度試験法は原料から造粒製品、そしてその用途目的に至るまでの工程や品質の管理にとって重要な材料試験法の意義をもっている。特に、造粒操作では、その目的に対応させた原料調製を経て最適な形状、大きさ、構造、組成などの造粒物をつくるため、このような造粒物の材料力学的な性質を一義的に決めることは難しい点が多い^{1,2)}。すなわち、原料の種類あるいは物性が異なれば、同一の造粒装置・操作における造粒品の強度は当然のことながら変わる。また、同一の原料でも装置の種類と操作条件が異なれば、製造された造粒品の強度は変動するのが通例である。基本的に造粒プロセスは、造粒目的→原料調製→造粒プロセス→造粒品の評価という一連の過程からなり、最後の造粒品の評価の部分は形態制御としての造粒効果を判断するうえで圧壊、衝撃および摩耗の各強度、これらに付随して見掛け密度、かさ密度、流動度などのハンドリングに関連した特性の測定評価が実施される。もちろん、この他には業種特有の造粒品の使用目的に対応した具体的な評価の方法もあるが、上述のような造粒品の評価がまず先決的な事項となる。

すでに(社)日本粉体工業技術協会編「粉体工業関連規格集(第1集)」³⁾には、造粒物関連として5件の協会規格が掲載されており、このうちの造粒物強度につい

ては日本工業規格(JIS)⁴⁾に制定されている。そこで、本稿では造粒物関連の強度試験と評価の方法、ならびにその周辺の紹介と解説を試みることにした。

2. 意義と分類

外見上、造粒物強度の測定そのものは簡単のようであるが、その目的や評価については多様な問題が介在している。図1は造粒物の各種機械的強度を中心として関連する事項の相関関係を表わす。基本的には造粒目的→原料処理→造粒装置・操作→後処理→目的のサイクルがあつて、それぞれには常に造粒物の形態保持(適切な保形)に必要な強度問題が密接な結び付きをもっている。ここでは少なくとも次の三つの事項が深くかかわる。

(1)多数の造粒物を対象にしたサンプリングの方法と試験数、ならびに測定値の統計的評価法について。

(2)強度試験機の構造と選択、これに付随する精度と測定方法について。

(3)造粒物の強度試験結果の評価に関する効果的な

図1 造粒物の機械的強度とその周辺の相互関係

1994年 8月 4日受付

* 中央大学理工学部応用学科(〒112 文京区春日 1-13-27)
TEL. 03-3817-1913

適用方法について。

しかし、承知のように造粒物は、食品、飼料、肥料、医薬、農薬、触媒、セラミックス、鉱業、その他の工業薬品などの業種特有の中間製品ないしは最終製品として製造され、それらの大きさ、形状、構造、組成、強度などは業種に対応して使用の目的や条件に最適であることが要求される。こうなると、(1)～(3)の事項についてはそれぞれの業種、あるいは造粒物の種類(特に、材質)によって多様な対応の仕方がでてくる。

2.1 試験前の留意点

特に、上記の(1)と(3)の内容は異質の業種においても普遍的な意義を認めうるが、かなり異なった手法が用いられる。(1)に関連して、サンプリングについてはQC(品質管理)の進歩によって多くの分野で採用されている問題であるが、例えば粉・粒・塊状物質に関するサンプリングはすでにJIS M 8100⁵⁾によりコサイメントからの特性の平均値を決定する一般の事項が規定されている。造粒物についてはこの種の規格が中心的な役割を果たすか、あるいは準用されうる。通常、コサイメントを構成するロット(またはサブロット)のサンプリングが対象とされるから、このロットの中身は一樣であるという前提条件がある。ゆえに、これから得られる試料は統計学的に信頼性が高く、そのための無作為な採取で、かつ試料の数が多くなる。この試料の数は後記の圧壊強度試験において造粒物1個を対象にすると(通常、単位体という)、その試料の単位が個数となる。ただし、層状(または堆積)造粒物に対する荷重時の圧壊問題では試料単位を質量とするであろう。同様に、ほかの摩耗強度ないしは衝撃強度の場合には多数個(通常、集合体とみなす)、すなわちその単位量として質量を用いることが一般であるが、たとえば錠剤のように造粒物1個を対象(単位体)にするときには試料の単位を個数とする場合がある。要するに、単位体または集合体とするかは造粒物の種類や試験目的によって根本的に異なるが、サンプリングの統計的意義については何ら変わることがなく、インクリメント(サンプリングにおいて採取した単位量)の大きさの選び方はその動作間のバラツキを少ないように工夫する必要がある。個々のサンプリングの種類や精度の詳細については省略するが、特に平均の区間推定におけるサンプリングの精度計算には信頼度95%とするのが標準的であって、これによってインクリメントが決まってくる。もちろん、この精度は造粒物の強度試験法あるいは品種によって異なる場合があるから、サンプリング方法は業種特有のものとして確立し

ておく必要がある。さらにサンプリングとしては造粒物の製造時から輸送、供給、包装など、それに商品としての受渡しに至るまでが対象となる。

2.2 強度試験法の分類

造粒物の種類とその取扱い方は業種によって多様であるから、造粒物の強度試験は業種ないしは業界特有の方法で実施されている。それらを総括すると、典型的な強度試験法は図2のような例が挙げられる。図中の各強度試験法は、①から⑧までの静的強度試験法(圧縮/(引張), 引張), ならびに⑨から⑳までの動的強度試験法(衝撃, 摩耗, 衝撃/摩耗)のように大きく分類される。この他には、例えば輸送、貯蔵、供給、計量、包装などにおいて造粒物強度の耐久性を調べる観点から、これらの諸機能を備えた小規模実験装置をつくり、実際に近い造粒物の強度試験を実施する場合もある。

静的強度における最も代表的な試験法は、2平面間の球状造粒物を対象とする①(a)の圧壊試験法(圧壊強度表示)であり、これにより引張強度を間接的に調べることがある。②(a)の点荷重法は不規則形状の造粒物に用いられる場合もあるが、この方法はむしろ岩石(鉱石)類の強度試験⁶⁾に用いられる。造粒物の集合体に対しては、③のように壁面摩擦抵抗を省略しう程度の浅い層を圧縮して造粒物の崩壊状況を調べたり⁷⁾、あるいは④のように積載時の袋詰造粒物群の崩壊(または付着)を予測するための試験法が挙げられる。引張試験法では、⑤のように造粒物を削って治具に接着したり、あるいは分割セル内に挿入する⑥の方法があるが、これらは余り用いられない。治具に接着しない簡便さから、⑦または⑧の圧裂引張強度試験法^{8,9)}(別名ではBrazilian testともいう)が多用されているが、理論的に純粋な引張状態ではないことに留意する必要がある。

動的強度については衝撃、摩耗およびその両機構(衝撃/摩耗)のように分けられる。衝撃試験法で最も使用頻度の高い落下強度試験方法は⑨の例であり、すでに鉄鉱石焼結鉱¹⁰⁾、コークス類¹¹⁾などで採用されている。衝撃波形分析による例では、⑩の振子式ハンマーによる錠剤衝撃強度測定¹²⁾、あるいは⑪の落下重錘もあるが、これらは通常の強度試験法というよりも試験研究用の特殊型に属する。⑪のリフター付回転ドラムでは造粒物試料を多く用いると摩耗と衝撃の区別が不明瞭になる。摩耗強度の観点では、⑬の回転ドラム型、あるいはそのドラム内の造粒物試料のカスケード流れに近い挙動のもとで造粒物の摩耗を調べる⑭の管

(A)

圧縮 / (引張)	平面荷重	点荷重	圧密荷重	積荷荷重
	① 	② 	③ 	④
引張	接着グリップ	分割セル	圧裂荷重(垂直)	圧裂荷重(水平)
	⑤ 	⑥ 	⑦ 	⑧
衝撃	落下シャッター	振子ハンマー	回転ドラム-1	落下重錘
	⑨ 	⑩ 	⑪ 	⑫
摩擦	回転ドラム-2	管タンブラー	流動層	噴流層
	⑬ 	⑭ 	⑮ 	⑯
衝撃 / 摩擦	回転ドラム-3	ボームミル	垂直振動	回転角容器
	⑰ 	⑱ 	⑲ 	⑳

図 2 造粒物の各種強度試験法の分類

(B)

備	考
<p>①: (a)は球状造粒物を対象とし、圧壊試験法としては最も使用頻度が高い。</p> <p>(b)は円柱状造粒物であるが、これを水平に置いて試験することがある。</p> <p>②: 非球状(不規則形状)の造粒物は①(a)と同様に試験をすることもあるが、この場合には点荷重(P)と載荷点間隔(d)により$S_t \propto P/d^2$とする(圧裂法)。</p> <p>③: 特に、造粒物の充填層(壁面摩擦抵抗を省略できる浅い層)に圧縮応力が徐々に加えられる時、層内造粒物の崩壊する現象が調べられる。</p> <p>④: 積載時に袋詰造粒物は荷重により崩壊することがある。この試験法には一袋に荷重をかけたり、あるいは複数の袋を重ねて試験が行なわれる。</p>	
<p>⑤: 造粒物は引張試験用固定治具に接着しやすいようにカット加工し、この造粒物は2個の固定治具間に接着して引張試験が行なわれる。接着剤は造粒物内に深く侵入しないものを選ぶ。</p> <p>⑥: この方法はほとんど造粒物の引張強度試験に用いられないが、セル内壁には円柱状にカットした造粒物(成形物)を接着固定の必要がある。</p> <p>⑦: 円板形の造粒物(典型例:錠剤)を対象として直径方向から載荷する。この試験法は圧裂引張試験法(別名:Brazilian test)という。</p> <p>⑧: ⑦と同様であるが、円板形造粒物は直径方向を水平にして置く。</p>	
<p>⑨: 一定重量の造粒物群を、底板が観音開きになるように作られた容器に入れ、所定の高さから鋼板上に落下させた後、ふるい分析を行なう。</p> <p>⑩: アンビル・造粒物に対して振子式ハンマーで衝撃を与え、この時の衝撃波形の分析が必要である。基本的には破壊時の最大衝撃力を用いる。</p> <p>⑪: ここでは衝撃用に分類してあるが、ドラム内壁に固定してある掻上板(リフター、フライト、羽根)1枚から造粒物が放出され、この飛行造粒物がドラム内壁面へ衝突することを原理とする。</p> <p>⑫: 重錘をアンビル上の造粒物に落下衝突させ、この時の衝撃波形の情報から⑩と同様の方法で衝撃強度に関するデータが得られる。</p>	
<p>⑬: 一定重量の造粒物をドラムに入れ、かつ所定の回転速度のもとでドラムを回転させ、所定の試験時間の後、試料はドラムから完全に排出し、ふるい分析により粉化率を決める。回転速度/臨界回転速度は0.40~0.55程度である。</p> <p>⑭: 例えば、一定の造粒物をガラス管(複数もある)に入れ、管の両端口をゴム栓(材質で衝撃状況が異なる)でふさぐ。試験方法は⑬と同様である。</p> <p>⑮: 所定のガス流速のもとで、一定重量の造粒物(触媒の場合が多い)を流動化させ、時間の経過とともに造粒物の粉化率の変化が調べられる。</p> <p>⑯: この場合は⑮と同様であるが、噴流層特有の循環流を伴うときの造粒物の粉化率が得られる。</p>	
<p>⑰: 一定重量の造粒物をドラムに入れ、この掻上板付回転ドラムによって粉化率が測定される。試験法は⑬とほぼ同様であるが、掻上板から放出される造粒物の衝撃現象が介在しやすい。</p> <p>⑱: 試験法は⑬、⑰と同様であるが、3個以上のボールによる破碎や摩耗の現象が介在する。</p> <p>⑲: 一定重量の造粒物は特定の振動のもとで相互の衝撃や摩耗が発生し、粉化率と時間の関係が得られ、これには容器の形状や材質の影響もありうる。</p> <p>⑳: 掻上板付回転ドラムと同様であるが、ドラムの代わりに角形容器が用いられ、容器内壁には通常、1枚の掻上板が付設される。</p>	

タンブラー型¹³⁾がある。通気による造粒物の摩耗強度試験には、主として触媒粒の摩耗試験(Attrition testともいう)に用いられていた⑮の例¹⁴⁾、または噴流と循環流を伴う⑯の噴流層型も見受けられる¹⁵⁾。衝撃と摩耗の両機構が混在するか、またはその判別が不明である例としては⑰のリフター付回転ドラムや⑱のボールミルの方法がある。前者は⑬の場合と似ているが、このリフター付では造粒物の降下衝突による崩壊現象に注意を要する。この点は造粒物の材質に依存すると推定される。この種のリフターによる造粒物の降下が摩耗試験に影響しなければ、⑰の試験法はほぼ転動作用による造粒物の摩耗試験に属する。⑬の試験法では造粒物がドラム内壁面に沿って不規則な滑り現象を生じやすいので、一般には⑰の回転ドラムによる摩耗試験を実施する場合が多い。全農法と称しているボールミル⑱¹⁶⁾は顆粒状の農薬に用いられ、あるいは回転角容器(別名:耐久性指数測定器)⑲¹⁶⁾はペレット状飼料を対象にした特殊用途の試験法である。⑲の垂直振動の方法は、一般に容器内造粒物の振動による衝撃と摩耗の試験用であって、特に輸送時における造粒物の崩壊状態を調べるのに便利である。

3. 典型的な造粒物強度試験法と評価法

造粒物の静的または動的な強度試験法は、前述のように多様な目的に沿って、それぞれに特徴的な試験法が挙げられる。これらの一部はすでにJIS、団体または社内の規格になっていたり、あるいは慣習的に実施されている場合もある。したがって、同一の種類に属する強度試験であっても試験装置の構造、寸法、材質、操作などの点、あるいは試験結果の評価とその表示法については異なることがある。静的強度試験の場合には多くの試験例において著しい相違点はないのであるが、動的強度試験では衝撃と摩耗の境界が不明確であったり、あるいは意図してその両者を含めたような試験法がある。さらにこの種の試験法での評価には、多少の破壊を伴う造粒物があったとしても、主として摩耗による粉末化を厳しく判断したり、あるいはその逆の現象である粉末生成よりも衝撃破壊(1個の造粒物が数個の破片に分裂または亀裂)を重視することがある。これらの判断基準は造粒物の種類ないしは業種特有のものであるから、このような立場では普遍的な造粒物強度試験法の確立は難しくなる。そこで、以下には造粒物強度の評価基準を別の問題として、造粒物にかかわる一般的な強度試験法の概要を紹介する。

3. 1 静的強度試験法

この試験法は、一般に2評面間の造粒物1個に対して静的に力を加えてゆき、その造粒物に亀裂を生じさせたときの力が強度値の表示となる。この強度値の名称には硬度、圧縮強度、圧潰強度、圧壊強度などが挙げられるが、ここではJIS⁴⁾と対応させて圧壊強度の名称を用いる。この圧壊強度は単純な現象のようであるが、強度値に内材する特性要因は図3で示すように複雑である。図の上の部分は試験法にかかわる試験機の精度や試験条件である。その下部に示してある造粒物は粉体凝集体の顆粒やペレットのような例であるが、それらの材質は原料調製・造粒装置・操作・後処理の方式によって構造、形状、組成などの点で多様な影響を受けており、この他のブリル、ピーズなどの単一体状の造粒物も同様である。要するに、この種の試験法は造粒物の強度的な品質を管理するのではなく、むしろその試験によって使用条件に適合した造粒物の生産工程を管理することが主要な目的と考えられよう。

圧壊強度試験機における荷重の伝達方式には、ばね式、てこ式、電動式、油圧回路式などがあって、それぞれに特徴があるものの精度の観点では荷重の指示機構を含めて検討しておくことが重要である。この精度にはサンプリング、機器、測定者、雰囲気などの誤差を含むが、ここでの精度とは測定機器に限定してみる。図4は、(a)ばね式硬度計と(b)油圧回路式圧壊強度試験機(ロードセル型検出器、増幅器、記録計を含む)を用いて焼成ゼオライト凝集造粒物(球状)の圧壊強度を測定した例を示す。ばね式の方は簡便に測定できる点で有利であるが、圧壊強度値($4P/(\pi x^2)$, P :破壊荷重, x :造粒物直径)のパラツキは(b)の場合に比べて(a)の方が大きい。これはばね機構による造粒物の破壊点の指示が難しいためと推定される。やはり

図3 造粒物の圧壊強度に関する特性要因

図4 (a)ばね式と(b)油圧回路式の両試験機を用いて球状ゼオライト(バインダーで凝集造粒後に焼成)の圧壊強度を測定した例

図5 圧壊強度試験機の構成例(JIS Z 8841-1993)

造粒物の破壊は亀裂を生じるところが基本であるから、図5で例示するように圧壊強度試験機は、造粒物試料1個を圧壊する機構の荷重部、ならびに荷重の指示記録を行なう指示部から構成されることが最も標準的である。荷重部ではその荷重伝達方式として一定の加圧盤速度に制御しうるものとし、それに荷重検出器(例、ロードセル)を備えておく。荷重の方向は垂直または水平でもよいが、後者では水評試料台の上に造粒物をのせ、水平方向から両加圧盤により圧壊させる方法である。この後者の場合には造粒物の接触変形が大きくなると、接触面の拡大に伴う半径方向(接触円)の摩擦抵抗が生じやすく、特にこれと同時に造粒物の変形が大きいようであれば、このような変形の大きい造粒物では両加圧盤のみならず水平試料台表面からも圧縮力を受ける点に注意を要する。指示部では荷重と変位との関係を時間の経過とともに指示記録できる機器(例：増幅器と記録計)があればよい。以上の諸点に留意して圧壊強度試験機の総合精度*1)としては、一般に

*1) この場合の総合精度 σ_T は、荷重検出器の精度： $\sigma_1 = \pm a(\%)$ F.S., 電気計器の精度： $\sigma_2 = \pm b(\%)$ F.S., 記録計の精度： $\sigma_3 = \pm c(\%)$ F.S. とすれば、 $\sigma_T = (\sigma_1^2 + \sigma_2^2 + \sigma_3^2)^{1/2}$ のように表わされる。一般に荷重検出器、電気計器、記録計などには、仕様に非直線性、出力、電源変化、温度変化、時間変化などに対する精度表示があるので、これらから総合的な精度の検討が必要な場合もある。しかし、通常の機器類および環境条件では $\pm 1.00\%$ 以内での総合精度をほぼ満足できる状況である。この他、定格容量(例：ロードセル検出器)に対する測定値の比、感度(例：記録計)とフルスケールの関係などの設定方法が測定結果の確かさに影響することに留意されたい。

図6 球状造粒物の圧壊強度における典型的な加圧盤速度の影響(造粒物：図4の試料と同様)

市販されているロードセル検出器、電気計器(例：増幅器)および記録計の各精度から $\pm 1.00\%$ 以内にするのが望ましい。なお、加圧盤速度と圧壊強度との関係は、例えば図6のように変動しやすい場合がある。加圧盤速度が遅いときには、特に両加圧盤との接触面で球状造粒物の一部破壊によって応力分散を生じ、強度が高めに記録されたり、あるいは応力の速い伝播速度に起因して強度が低めに記録されることがある⁴⁾(図中のデータにはない)。しかし、加圧盤速度が極端に速いときには、図で示すように圧壊強度は造粒物への負荷速度が速いために試験機の応答速度が追従できなくなり、低めの強度を示す場合がある。したがって、加圧盤速度は強度の一定値を与える範囲内が適当であり、特に造粒物の圧壊特性や試験機の特性を考慮して決められる。加圧盤速度は一般に $0.15 \sim 0.30 \text{ mm/s}$ の場合が多いのであるが、実際には造粒物の材質や試験機の特性に対応した加圧盤速度を予備試験で調べておくといよい。

圧壊強度の表示は、多様な形状や材質の造粒物を対象とするために試験の条件や経過を明示し、まず記録計から確認された最大荷重(力)が用いられる。造粒物1個は加圧盤間において試験されるので、球状以外の造粒物は荷重の伝達方向を決めておく必要がある。通常、厚い円板状の造粒物(例：錠剤)では圧裂引張強度試験法に準拠して造粒物の直径方向に荷重(圧縮応力)を伝達するようし、円柱状造粒物(例：飼料ペレット)も同様の形式をとることが多い。造粒物の大きさの次元は当然、強度に対して影響を与えるので、例えば直径 x の球状造粒物の圧壊強度 S_c では破壊荷重を P として $S_c = 4P / (\pi x^2)$ とする。この破壊機構は球中心線での破断面(二つの半球状に破壊)を仮定すると引張強度を表わすことになる¹⁷⁾。これと対比する意味で岩石類の球形試験については理論式 $S_c = 2.8P / (\pi x^2)$ の例⁶⁾

図7 球状造粒物の圧壊強度(S_c)と引張強度(S_t)の関係

があり、これは引張強度 S_t でもある。しかし、多様な材質からなる造粒物では、ぜい性度からみて $B_r = S_c / S_t = 1$ になることは稀であって、例えば図7のように $S_c / S_t \geq 1$ の傾向になりやすい。いずれにしても、球状造粒物では一般に材質上の力学的特性(材料力学的定数)、加圧盤接触時の変形(接触円)などによる破壊機構が不明であるため、寸法効果を含めた破壊荷重 P と直径 x との関係は、 $P = kx^n$ ($n=1\sim 2.5$)とし、通常では $n=2$ になることが多く、 k は強度係数として表わす方法がある。また、圧裂引張強度試験法では、両加圧盤から圧縮すると、円板の内部に中心線に沿って左右に引張応力が生じ、ついに引張破壊が起きる。このときの応力、すなわち引張強度 S_t は荷重 P で、厚み l の円板の直径を x として $S_t = 2P / (\pi l x)$ である。この円板内の応力状態の解析⁸⁾によれば、この種の試験法では純粹な引張強度とはならないが、この方法は簡便な引張強度試験法として用いられる。結局、多様な形状と材質の造粒物を対象とした典型的な静的強度試験法における圧壊強度の表示は、個々の荷重の伝達方式を明らかにし、そして単に破壊荷重(力)を用いることが普遍的で、かつ標準的である。しかし、上述のように造粒物に関して寸法効果、あるいは破壊機構が特定できるようであれば、破壊面積(クラック)当たりの力として表わすことは何ら差し支えない。なお、完全塑性体(例：理想粘土球)に近い造粒物は圧壊強度の対象ではなく、新しく塑性変形度のような定義が必要になる。

3.2 動的強度試験法

この試験法は、造粒物が衝撃、摩耗、あるいはその両作用を受けるときの耐久性(Durability)を調べるのが大きな目的であり、しかも実際面の条件(工程、輸送、供給、用途など)のもとで強度試験を実施することが最も理想的である。しかし、造粒物の品質管理に

かかわる普段の動的強度試験法としては、小容量のサンプルを用いて実際の造粒物のハンドリングに近い試験機による動的強度の評価が適切である。この観点では、例えば小規模ハンドリング・システムとしてスクリーンコンベア、バケットエレベーター、およびビンへのスライドと落下の諸機能を備えたYoung式ペレット強度評価システム(飼料の粉化)¹⁸⁾が挙げられる(サンプル量：約4.5kg, 試験時間：10min)。あるいはスターダスト'80、都市ごみ(無機物)における人工軽量骨材製造の例¹⁹⁾では、造粒・乾燥・焼成工程の輸送に必要な乾燥造粒物の強度を図8で示す二つの方法、(a)塩ビ管による転がり落下法、(b)コンクリート面への直接落下法)で実験し、これによる非破壊率(造粒物試料個数：20)と圧壊強度との関係は図9で示す。この種の試験結果で約 $2 \times 10^5 \text{ N} \cdot \text{m}^{-2}$ 以上の圧壊強度になれば輸送に耐えるとしている点はそれなりに有益な試験といえるが、プラントでの厳しい条件を想定した場合には当事者による実際の経験的な判断に依存する。その他の流動層分散板上のガスジェットによるFCC触媒の摩耗試験¹⁵⁾、焼成目的による移動層内の骨材造粒物の破壊試験¹³⁾などのように、造粒物の動的強度試験は実際面に対応した多様な方法で実施される。これらは特殊試験法とすれば、より広く一般化した造粒物の動的強度試験としてはやはり標準化であって、すでに圧壊強度試験法と一体で制度化(JIS⁴⁾)されている。この規格に当たっては、先行の鉄鋼関連のJIS規格^{10,11,20~22)}が

図8 人工軽量骨材(乾燥造粒物)の(a)転がり落下試験法と(b)直接落下法¹⁹⁾

図9 図8の両試験における非破壊率に及ぼす圧壊強度の影響¹⁹⁾

参考になっているが、試験機類は規格として適正な条件をつけ、これによる試験結果には多様な造粒物に対応しやすい表示方式を決めている。

衝撃強度試験のうち、ショア、シャルピーなどの試験機に類するものは、衝撃波形の分析により最大衝撃力(F_m)の特定が必要である。あるいは空気圧差(噴流)で粒子を加速(衝突速度測定)させてからアンビルへ衝突させる場合には、ヘルツの接触理論から最大衝撃力を求めるにしても²³⁾、造粒物の材料力学定数(ポアソン比、ヤング率)が不明では計算不可能である。そこで、多数個の造粒物を一定の高さから繰り返し落下させ、ふるい分析を行なう落下強度試験法(通常、落下高さ:2m前後)については、典型的な衝撃強度の試験法として広く採用されている。JIS⁴⁾による落下強度試験機では、図10で示すような基本構造になっている。特に、試料容器の底板は例えばシャッター形式で瞬間的に造粒物を落下させるようにし、鋼製の落下受容器は厚さ12mmの底板になっている。いわゆるアンビルに該当する受容器の底板は造粒物の衝撃時における応力波の反射に留意するところであるが、この材質と厚さは経験的に決めている。試験による落下強度 S は、まず試料容器(約400cm³)中の造粒物質量 m_0 を5回繰り返し落下させた後、目的に沿った粒度のふるい上残留試料質量 m から $s=(m/m_0) \times 100$ で表示する。一般に、ある粒径 x に着目し、 N 回落下にあけるフルイ上累積質量分率 $R_N(x)$ と $R_0(x)$ ($N=0$)の比は、図11で示すように落下回数の増加とともに減少する。図中の P_i は粒径 x における破壊率を表わし^{*2)}、このデータでは力積の関係から大きい造粒物ほど破壊される。これは落下回数による球状造粒物の破壊率過程を示す。また、9mesh以下に破壊される造粒物の落下強度 S としては図12のように形状によって著しい違いを示すことがある。JIS⁴⁾では標準的に落下回数を5回に定めているが、この落下強度試験法は多面的に応用すると興味深い結果が得られる。

摩耗強度試験において最も典型的な回転ドラムを用いる方法については、まずドラム直径、ドラム内壁面

図 10 落下強度試験機の構成例(JIS Z 8841-1993)

図 11 落下前と N 回落下後のフルイ上累積質量分率の比に対する落下回数と造粒物粒度の影響(試料:ペントナイト・糖蜜系の乾燥球状造粒物)

図 12 形状の異なるペントナイト・糖蜜系造粒物(乾燥)の落下強度における落下回数の影響

*2) ある試料について N 回の落下における粒径 x の造粒物の破壊率 P_N は次式のように定義する。

$$P_N = [D_N(x) - D_{N-1}(x)] / R_{N-1}(x)$$

ただし、 $D(x)$ と $R(x)$ はふるい下とふるい上の累積質量分率である。また、落下ごとの P_N が等しいとき、落下前と N 回落下後のふるい上累積質量分率である $R_0(x)$ と $R_N(x)$ の比は、次式のように表わされる。

$$R_N(x) / R_0(x) = (1 - P_i)^N$$

以上の詳細とデータについては別報⁷⁾を参照されたい。

図 13 回転強度試験機の構成例(JIS Z 8841-1993)

図 14 各種形状のベントナイト-糖蜜系造粒物の回転強度とドラム積算回転数の関係

の仕上げ、造粒物の滑り防止、試料の出し入れなどの構造と寸法、ならびに回転速度の設定が重要な事項となる。JIS⁴⁾による回転ドラム試験機では、落下強度試験法と同様に造粒物試料のかさ体積400cm³を基準とすると、図13で示す回転ドラム(内径:350mm、長さ:175mm)において約2.5%の保有率である。このドラム内壁面には2枚の鋼板製リフター(高さ:10mm、厚さ:6mm)が取り付けられている。駆動装置は回転ドラムの回転速度を39±1rpmに設定できるものとしている。以上から本試験機による造粒物の摩耗試験では、基本的に造粒物相互間のこすり作用、ならびにドラム内壁面と造粒物との間の転動または滑りによるこすり作用が、主な破壊力となる状態でドラムを回転させることにしてある。積算回転数200回における結果の表示は、造粒物試料の試験前後の質量を m_0 と m (所定の目開きのフルイ上残留質量)として回転強度 R を R

$= (m/m_0) \times 100$ とする。ただし、ある造粒物の回転強度の評価が難しい場合には積算回転数の増減によって試験を行ない、その旨を付記しておけばよい。図14は形状と大きさの異なる造粒物を積算回転数2400まで試験したときの回転強度を示す。特に試験中に破断するような円柱状の造粒物は、著しく摩耗して粉化しやすいことがある。基本的に摩耗が継続されれば、すべての造粒物は最終的に消滅して粉末状になる筈である^{*)}。一般に、粉体の凝集による造粒物表面は小さな凹凸ないしは突起部があり、この凸の部分は試験の初期に摩耗損失の現象が起きやすい。

4. あとがき

対象の造粒物は業種特有の品種があるため、その原料、製造、輸送、供給などから用途に至るまでの品質の管理は多様である。それらの中にあって造粒物評価の一つである強度試験法は、基本的に造粒物の最適な保形能力を測ることにあるが、そこから得られた情報はむしろ造粒物の製造プロセスや適正用途に還元されなければならない点に試験法の存在意義がある。ここでは紙数の関係上、そのための造粒物強度にかかわる材質の要因分析、ないしは機構を取り上げず、強度試験法とその特徴のみに集約していることを了解願いたい。なお、造粒物強度試験法の標準化(圧壊強度、回転強度、落下強度)に関する詳細はJIS規格⁴⁾を参照されたい。

最後に、このJIS規格制度化の作業には、山下憲一氏(日本粉体工業技術協会規格検討委員)、それに溝口忠一氏(大塚鉄工(株))をはじめとして多くの方々の献身的なご協力があったことに心から謝意を表します。

*3) 球状造粒物の摩耗速度(質量基準)はその造粒物の表面積($\phi_s x^2$)に比例するとすれば、摩耗中の造粒物径 x と時間 θ の関係は x_0 を造粒物初期直径、比表面積形状係数を $\phi (= \phi_s / \phi_v)$ 、 k を摩耗係数、 ρ_0 を造粒物のみかけ密度として $x = x_0 - (k\phi / 3\rho_0) \cdot \theta$ のように表わされる。この関係による粉化率 $X (= m/m_0)$ と時間 θ の関係は次式となる⁷⁾。

$$(1-X)^{1/3} = 1 - (2k\phi / \rho_0 x_0) \cdot \theta$$

ただし、回転ドラムによる場合は X を回転強度 R (分率)に該当し、時間 θ は積算回転数 Z_d とすればよい。

参考文献

- 1) 関口 勲: 粉体と工業, 8, 49(1976)
- 2) 中田宏志, 関口 勲, 東畑平一郎: 粉体と工業, 10, 23(1978)
- 3) 日本粉体工業技術協会編: “粉体工業関連規格集(第1集)”, 広信社・総合工学出版会(1990)
- 4) JIS Z 8841-1993 「造粒物-強度試験方法」
- 5) JIS M 8100-1984 「粉塊混合物のサンプリング方法 通則」
- 6) 平松良雄, 岡 行俊, 木山英郎: 日本鉱業会誌, 81, 1024(1965)

- 7) 関口勲, 中田宏志: 粉碎, No. 29号, 28(1985)
- 8) Timoshenko, S. and J. N. Goodier: Theory of Elasticity, 2nd ed., p. 108, McGraw-Hill(1951)
- 9) Shinohara, K.: *Powder Techn.*, 32, 163(1982)
- 10) JIS M 8711-1987 「鉄鉱石焼結石の落下強度試験法」
- 11) ISO 616-1977, Coke-Determination of Shatter indices
- 12) 誠訪 要: 粉体工学会誌, 18, 199(1981)
- 13) 外山茂樹, 千賀 博: 粉体工学研究会誌, 4, 899(1967)
- 14) Forsythe, W. L. and W. R. Hertwig: *Ind. Eng. Chem.*, 41, 1200(1949)
- 15) Werther, J. and W. Xi: *Powder Techn.*, 76, 39 (1993)
- 16) 高山幸英: 日本粉体工業技術協会編, “造粒ハンドブック”, p.606 「飼料工業における造粒」, オーム社 (1991)
- 17) Kapur, P. C. and D. W. Fuerstenau: *J. Am. Ceram. Soc.*, 50, 14(1967)
- 18) Young, L. R. and H. B. Pfoest: *Feedstuffs*, 34, 36(1962)
- 19) 内田邦夫, 大竹 武, 富沢 敏, 神谷国男, 伊ヶ崎文和, 河村光隆: 粉体工学会誌, 19, 350(1982)
- 20) JIS K 2151-1977 「コークス類の試験方法」
- 21) JIS M 8712-1987 「鉄鉱石の回転強度試験方法」
- 22) ISO 3271-1985, Iron ores-Determination of tumbler strength
- 23) Knight, C. G., M. V. Swain and M. M. Chaudhri: *J. Mater. Sci.*, 12, 1573(1977)

<書 評>

微 粒 子 工 学 — 分 散 の 基 礎 と 応 用 —

日本粉体工業技術協会 編

(B 5 版 275 ページ 7004円 朝倉書店 1994年発行)

本書は(社)日本粉体工業技術協会・サブミクロン分科会(コーディネータ・向阪保雄・阪府大教授)が中心となり企画されたものである。

これまでも「微粒子」を含む成書が幾つか刊行されているが、本書では微粒子と分散に焦点をあてている。粉体を取り扱う際に単なる固体では済まなく、そのために粉体工学が発展して来たように、微粒子になるとこれまでの粉体としての取扱いでは不十分となる例が現れる。その一つに微粒子の分散・付着・凝集があり、特に材料製造プロセスでは原料の微細化に伴い緊急性が高い課題である。

本書は、微粒子の分散、これと表裏一体である付着・凝集が以下に紹介する各章で論じられている。

1. 微粒子の分散の難しさ
2. 微粒子間にどのような力が働くのだろうか
3. 微粒子の分散をどのように考えるか

4. 凝集・分散はこう評価する
5. 解砕における分散技術
6. 分級における分散技術
7. 実プロセスにおける分散技術
8. トピックス

凝集の「原理と基礎」は? 凝集の「評価」は? 如何なる「対策」があるのか? 実プロセスでの「事例」は? 「新しい応用」は? と言った具合に、基礎→応用→トピックスが明快に展開されている。また、章題からは、新しくかつ困難な問題をできるだけ平易に解説する意志が感じられる。実際、固/固、固/気及び固/液系にわたる多様な分野からの一流の研究者・技術者による執筆内容はこの方針に応えたものである。微粒子に限らず、粉体全般を見直すためにも有益である。粉体・微粒子プロセスに携わる者に是非一読を薦めたい。

(名古屋工業大学・高橋 実)