

(第11回) 2015年度・研究助成報告

研究題名	圧縮粉体層内における粒子崩壊現象に関する基礎研究
研究期間	2015年4月1日～2016(2017)年3月31日
研究機関・所属 研究者名	兵庫県立大学・大学院工学研究科化学工学専攻 佐藤根大士

1. 2015(2016)年度研究成果の概要

粉体の成型に代表される粉体層の圧縮プロセスにおいて、粉体層内の粒子は様々な方向から力を受けて崩壊する。このようなプロセスをより高精度に制御するには、基礎となる単一粒子の崩壊現象、特に多軸圧縮下での単一粒子崩壊現象の解析が重要となる。そこで基礎研究として、多軸圧縮下における粒子の崩壊現象について、実験とシミュレーションの両面から解析を行った。本研究では中実粒子だけでなく、近年様々なプロセスで利用され始めた中空粒子も研究の対象とした。その結果、中実・中空および単軸・多軸によらず、圧縮された粒子内部の最大せん断応力があるしきい値に達すると粒子が崩壊することを発見した。単軸と多軸を比較すると、中実粒子の場合は、単軸よりも多軸圧縮の方が弱い力で崩壊するのに対し、中空粒子の場合は、多軸よりも単軸圧縮の方が弱い力で崩壊するという真逆の結果が得られた。これは、中実粒子の場合は、二軸圧縮下では変形の方法が力の加わっていない一方向に限定されるのに対し、中空粒子では内部の空間に変形の余地があることが原因と考えられ、中空粒子特有の興味深い現象を見いだした。得られた結果をもとに、崩壊を伴う粒子層圧縮シミュレーションへの展開が期待できる。

2. 助成期間内での研究成果の概要

1. はじめに

粒子層圧縮過程における層内粒子の崩壊はセラミックスの乾式成形や錠剤の打錠成型など、様々な工業プロセスで見られる現象である。このようなプロセスをより高精度に制御するには、基礎となる単一粒子の崩壊現象の解析が不可欠であるが、過去に行われている研究のほとんどは単軸圧縮という限定的な荷重条件のもとでしか検討されておらず、層内の大半の粒子が受けていると推測される多軸圧縮下での粒子崩壊現象を取り扱った研究はほとんどない。このため、現場ではいまだに熟練技術者の経験と勘に頼っており、原材料の変更や新規製品の製造などに素早く対応できないのが現状である。

そこで本研究では、圧縮粉体層内における粒子崩壊現象に関する基礎研究として、単軸および多軸圧縮下における単一粒子の崩壊現象について、中実粒子だけでなく中空粒子も研究対象とし、単粒子圧縮試験と有限要素法を用いた粒子内部の応力解析という、実験とシミュレーションの両面から解析することで、粒子の崩壊挙動のモデル化を試みた。

2. 実験方法

2-1 試料粒子

試料粒子の作製にはアルギン酸ナトリウムのゲル化反応を応用した。試料粒子はコア物質にスラリーを塗り重ねて作製した。塗り重ねるスラリーは、易焼結アルミナ粒子（AES-11E、住友化学株式会社製）とアルギン酸ナトリウム水溶液（1wt%）を粒子濃度60wt%になるように混合して調製した。コア物質には、中実粒子は塗り重ねるものと同一素材となるように、スラリーを塩化カルシウム水溶液（2wt%）に滴下しゲル化させたものを、中空粒子については焼結後にコアが分解して内部が空洞となるよう、発泡ポリスチレン球をそれぞれ用いた。目的の大きさになるまで塗り重ね、塩化カルシウム水溶液でゲル化させた後、室温で24時間乾燥後、1150℃で5時間焼成することで粒子を得た。焼成後、X線マイクロCT装置を用いて断面画像を撮影し、粒子径および内径を測定した。粒子のX線断面画像の一例をFig.1および2に示す。中実粒子はクラック等が存在しない均質なものであり、中空粒子は目的どおりに内部に球形の空間が存在していることが確認できる。

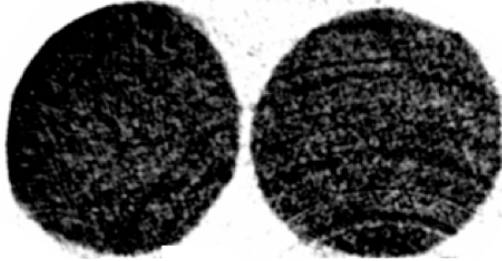


Fig.1 X-ray cross-sectional image
of solid particles

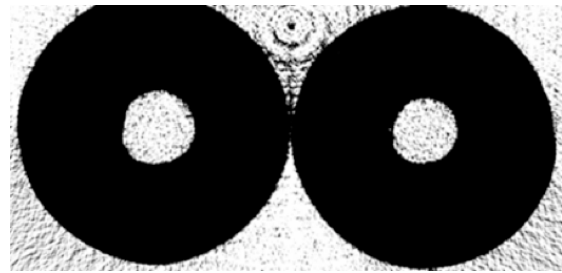


Fig.2 X-ray cross-sectional image
of hollow particles

2-2 単粒子圧縮試験

本研究のために作製した2軸圧縮試験機の概略図をFig.3に示す。装置はステッピングモータ付XYステージ（中央精機株式会社製，ALS-904-H1PC），ロードセル（共和電業株式会社製，LUR-A-100NSA1；許容荷重100N），アンプ，圧子によって構成されている。試料台および圧縮板はステンレス製である。試料台は直方体の1つの頂点付近を立方体状に切り取った形状であり，圧子の先端は円柱状である。圧子はXYステージ上に固定されたロードセルに取り付けられており，X軸およびY軸方向に独立して移動することができる。圧子の圧縮面直径は3mmと，粒子径よりは小さいが，その後の実験にて，接触平面は圧子の圧縮面よりも十分に小さいことが確認できている。試料粒子を，Z軸方向には試料台底面と接触していない状態で，試料台の壁と圧子によってX軸とY軸方向から固定した後，圧縮試験を開始する。圧縮条件は，コントローラーに接続されたコンピュータで圧縮変位速度を4.6~290 $\mu\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$ の範囲で所定の値に設定し，各軸で速度を制御することで，二荷重の大きさの比をおおまかに設定しておき，圧縮開始後，粒子が崩壊するまで一定速度で粒子を圧縮し，崩壊時の二荷重の大きさを測定することで，正確な荷重比を算出した。

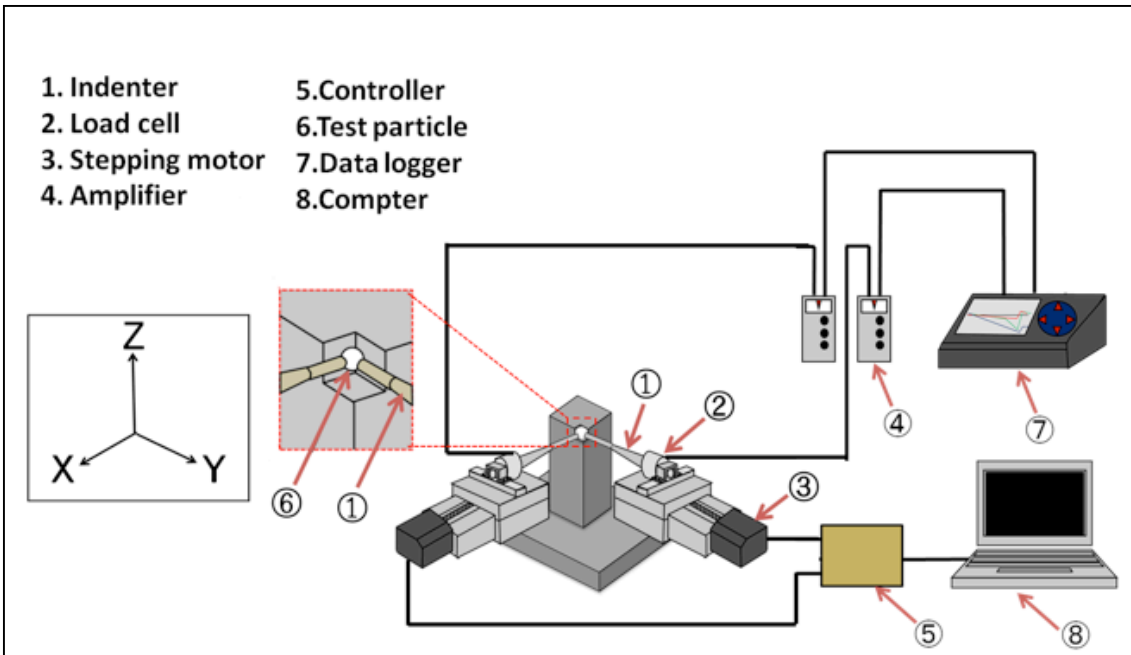


Fig.3 Schematic illustration of biaxial particle compression tester

2-3 有限要素法シミュレーション

崩壊現象の解析には圧縮を受ける粒子内部の応力状態を解析することが不可欠である。そこで、有限要素法解析ソフト ANSYS (ANSYS, Inc.) を使用し、圧縮過程における粒子の内部応力状態の変化を解析した。作成した中実粒子解析モデルの概略図を Fig.4 に、中空粒子解析モデルの概略図を Fig.5 にそれぞれ示す。解析精度向上のため面対称条件の 1/8 部分のみの解析を行うものとした。また、粒子の圧縮については、先述の単粒子圧縮試験を模擬するために、平板で粒子を圧縮するものとした。粒子の物性値は、同一の材料で円柱を作製し圧縮試験により実測定したものであり、圧縮板の物性値はステンレスの文献値を用いた。粒子は弾塑性体とし、ヤング率 5400 MPa, ポアソン比 0.273, 降伏応力 33 MPa, 接線係数 275 MPa, 平板は弾性体で、ヤング率 1000 GPa, ポアソン比 0.1 とした。

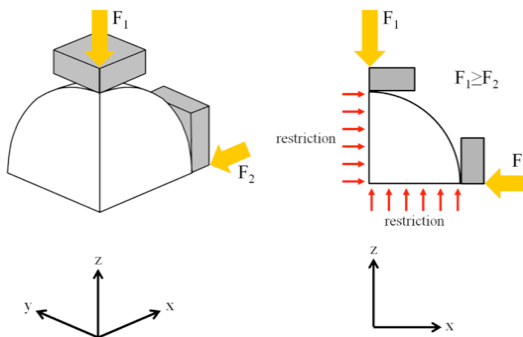


Fig.4 Schematic illustration of solid particle analysis model

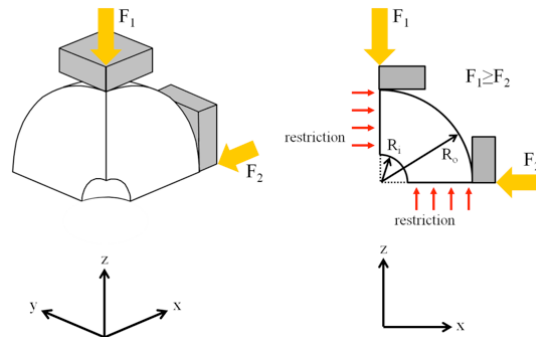


Fig.5 Schematic illustration of hollow particle analysis model

3. 結果および考察

3-1 崩壊条件

粒子径を 4mm に固定し、内径を変化させた場合の粒径比（内径 d_{in} 、外径 d_{out} の比）と崩壊荷重の関係を Fig.6 に示す。粒径比が大きくなる、すなわちシェル厚みが薄いほど小さな荷重で崩壊するという当然の結果が得られた。本研究の目的は、崩壊現象をモデル化することであり、このためには、粒子の材質が共通であれば、形状によらずある値に達すれば崩壊となる「しきい値」または「強度」といえるものを見つける必要がある。この考えのもとでは、同一の材質でありながら形状により異なった値を示す崩壊荷重はこれを満たさない。

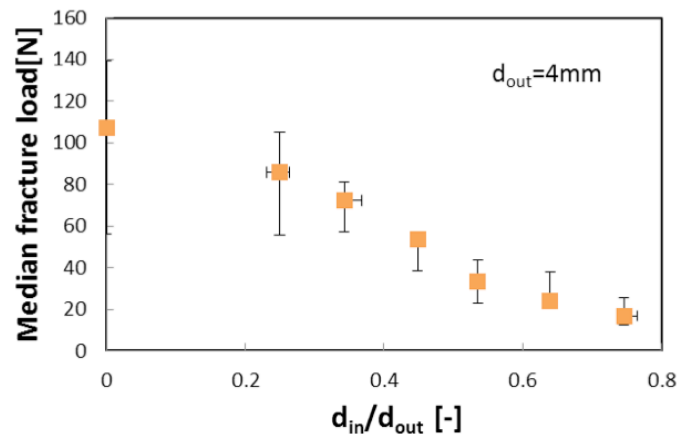


Fig.6 Relationship between ratio of d_{in} / d_{out} and median fracture load

そこで、崩壊時の粒子内部の応力を解析することで、形状によらず共通の崩壊応力となるものを探索した。粒子の崩壊に関与する応力としては、引張またはせん断応力があるため、それぞれの解析を行った。有限要素法シミュレーション結果の一例として、中空粒子内部の応力分布を Fig.7 に示す。最大引張応力は荷重軸上中空内表面に、最大せん断応力は圧子と粒子の接触円近傍の粒子内部にそれぞれ生じており、崩壊時のこの点の値で解析を行った。

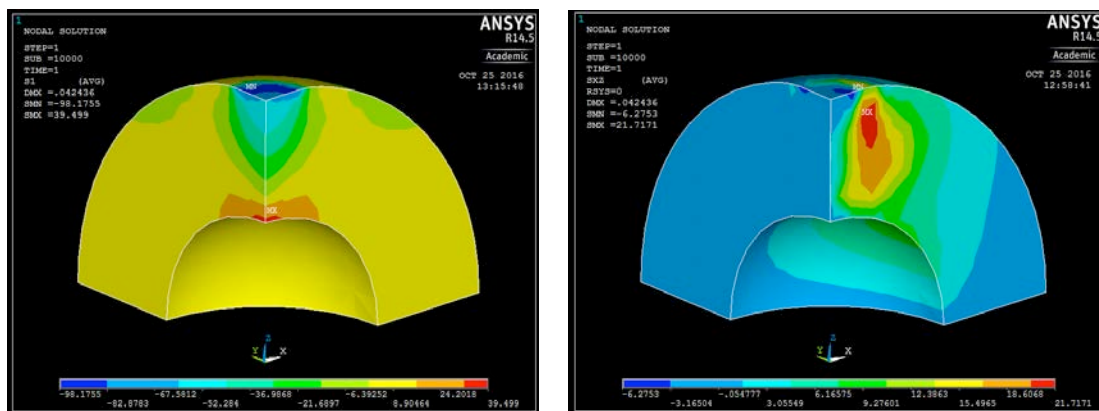


Fig.7 Stress distribution of inside of particle

得られた解析結果を Fig.8 に示す. 荷重軸上中空内表面の引張応力は, 粒径比によって異なっているのに対し, 粒子内部の最大せん断応力は粒径比によらず一定という結果が得られた. この結果は, 粒子内部の最大せん断応力があるしきい値を超えると粒子が崩壊するということを示しており, このしきい値こそが材料固有の強度であるといえる. 本研究で作製した粒子の場合, しきい値は約 24MPa となった.

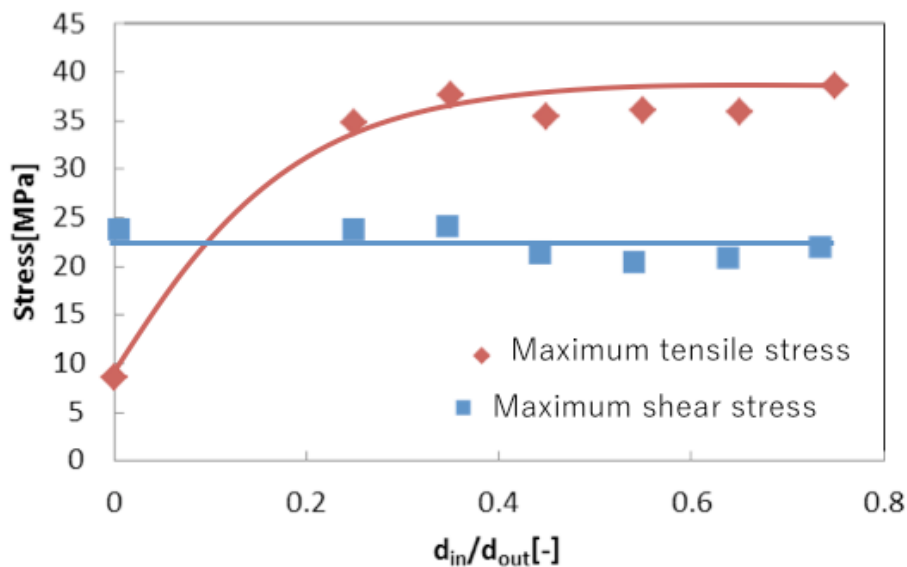


Fig.8 Relationship between ratio of d_{in} / d_{out} and stress from FEM analysis

この考えが実現象を表現可能なか妥当性を確認するため, 多軸圧縮の最も単純な条件である二軸圧縮について, 様々な二荷重の組み合わせを用いて粒子を二軸圧縮し, 粒子内部の最大せん断応力が上述のしきい値となる圧縮条件をシミュレーションから抽出し, 二軸圧縮試験結果との比較を行った. 得られた結果を Fig.9 に示す.

結果の整理には, 二荷重のベクトルの合力が荷重 F_1 となす角 θ ($0^\circ \leq \theta \leq 45^\circ$) を定義した. Fig.10 に模式図を示す. ここで, $\theta = 0^\circ$ は単軸圧縮, $\theta = 45^\circ$ は等方二軸圧縮となる. Fig.9 中の直線はシミュレーション結果であるが, 得られた結果は, 中実粒子の場合は単軸圧縮から等方二軸圧縮条件になるほどより小さな力で崩壊するのに対し, 中空粒子の場合は単軸圧縮から等方二軸圧縮条件になるほどより大きな力を印加しなければ崩壊しないという, 中実と中空で全く逆の傾向を示した. Fig.9 中のプロット点は, Fig.3 の実験装置で行った多軸圧縮試験の結果であるが, 中実, 中空ともにシミュレーション結果と良い相関性を示しており, 粒子内部の最大せん断応力を崩壊のしきい値とすることで, 粒子の崩壊現象を表現, 予測できるといえる.

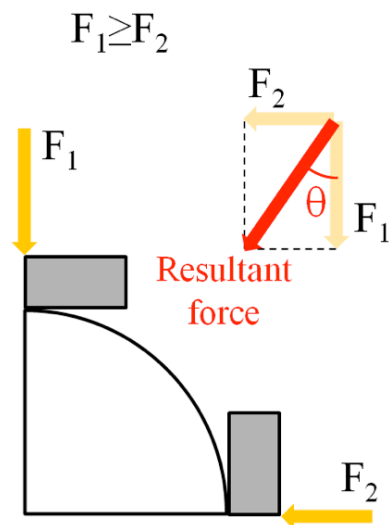
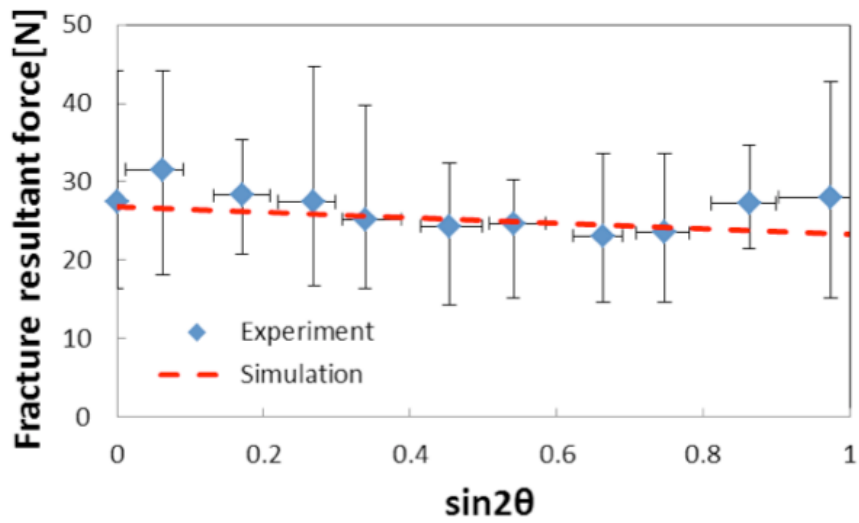
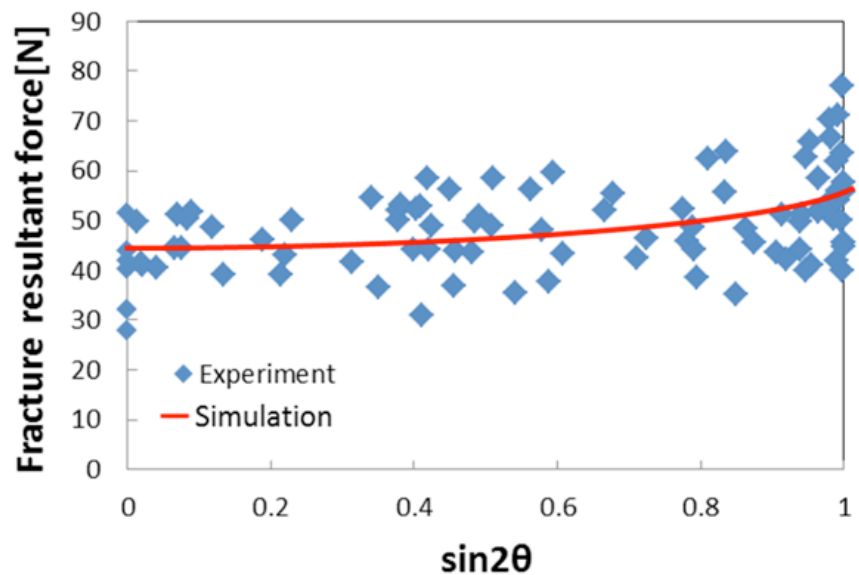


Fig. 10 Definition of angle θ



(a) solid particle



(b) hollow particle

Fig.9 Comparison of experimental result with simulation one

二軸圧縮下において、中実粒子と中空粒子で傾向が逆になった原因としては、以下のように考えている。中実粒子の場合は、二軸圧縮下では変形の方法が力の加わっていない一方向に限定されるため、粒子はラグビーボール状に変形してより小さな力で崩壊することになる。一方で中空粒子の場合は、粒子内部に空間が存する。このため二軸圧縮下では、力の加わっていない一方向以外に、粒子内部に変形する余地があることから、崩壊に参与する縦方向の変形を抑制できることになり、単軸圧縮よりもより大きな力を加えなければ粒子が崩壊しなくなるのではないかと考えられる。この結果は、内部に空間を有する中空粒子独自の現象であり、非常に興味深い現象を見出したといえる。

4. おわりに

本研究では、層内粒子の崩壊を伴う粉体層の圧縮プロセスをより高精度に制御する基礎研究として、単一粒子の崩壊現象、特に多軸圧縮下での単一粒子崩壊現象を明らかにするため、専用の多軸圧縮装置を作製して行った単粒子多軸圧縮試験と、有限要素法解析を用いた粒子内部の応力解析を行った。

その結果、中実・中空および単軸・多軸によらず、圧縮された粒子内部の最大せん断応力があるしきい値に達すると粒子が崩壊することを発見した。単軸と多軸を比較すると、中実粒子の場合は、単軸よりも多軸圧縮の方が弱い力で崩壊するのに対し、中空粒子の場合は、多軸よりも単軸圧縮の方が弱い力で崩壊するという真逆の結果が得られた。これは、中実粒子の場合は、二軸圧縮下では変形の方法が力の加わっていない一方向に限定されるのに対し、中空粒子では内部の空間に変形の余地があることが原因と考えられ、中空粒子特有の興味深い現象を見いだした。本研究で得られた知見から、単軸・二軸圧縮時の粒子崩壊現象を高精度に再現できることから、得られた結果をもとに、崩壊を伴う粒子層圧縮シミュレーションへの展開が期待できる。

最後に、本研究に対し助成を頂きました、粉体工学情報センターの関係各位に心より感謝申し上げます。

3. 研究発表

学会発表

H. Satone, K. Iimura, M. Suzuki, "Analysis of the Fracture Mechanism of Granule under Multi-axial Compression", 2015 Asian Aerosol Conference (AAC2015), B115, Kanazawa, Japan, USB Memory (2015.6.24)

西脇 雅之, 佐藤根 大士, 飯村 健次, 鈴木 道隆, “中空粒子圧縮時の崩壊挙動解析”, 粉体工学会 2016 年度秋期研究発表会, BP-18, 東京, 講演要旨集 p.78-79 (2016.11.29)