

## (第14回) 2018年度・研究助成報告

研究題名	「微小粉体工学」の確立に向けた新規粉体特性評価技術の開発
研究期間	2018年4月1日～2020年3月31日
研究機関・所属 研究者名	岡山大学大学院・自然科学研究科応用化学専攻 三野 泰志

## 1. 2018 (2019) 年度研究成果の概要

本研究では、マイクロスケール程度の微小粒子から構成される粉体（本研究では微小粉体と定義）が示す非線形的な特性の一つである流動特性の評価技術の開発を試みた。ファンデルワールス力などの粒子間相互作用力の寄与が大きくなる微小粉体の運動においては、粒子の一次特性が凝集体の運動特性を決定し、凝集体の特性が粉体としての挙動を決定するという考えに基づき、簡便かつ汎用性の高い流動性評価技術を考案した。種々の粉体サンプルについて流動性評価を行った結果、非常にシンプルな構成の装置にも関わらず、市販されている流動性評価装置に近い評価精度を有することが確認できた。さらに、凝集体の運動特性の理解を深めるために、微小粉体運動を模擬することのできるシミュレーションモデルを構築した。モデルの妥当性の検証として、一軸圧縮過程における凝集体の崩壊挙動のシミュレーションを行った。本研究によって開発した流動性評価装置とシミュレーションモデルを組み合わせることで検討を進めることにより、微小粉体の流動挙動の詳細な理解が可能になるものと期待できる。

## 2. 助成期間内での研究成果の概要

## 1. はじめに

粒子径が1  $\mu\text{m}$  程度以下の微小粒子から構成される粉体（本研究では微小粉体と定義）を扱う工業プロセスでは、粉体の供給量の変動や、装置壁面への付着、管の閉塞といった粉体の基本的なハンドリングに関するトラブルが頻繁に発生している。このような現状を改善するためには、微小粉体が有する非線形的な特性、特に流動性についての理解を深める必要がある。

ファンデルワールス力などの粒子間相互作用の寄与が大きくなる微小粉体の運動においては、粉体を構成する基本要素として、微小粒子からなる凝集体に着目することが重要である。本研究では、粒子の一次特性が凝集体の運動特性を決定し、

凝集体の特性が粉体としての挙動を決定するという考えに基づき、簡便かつ汎用性の高い流動性評価技術を考案した。さらに、微小粉体運動を模擬することのできるシミュレーションモデルを構築した。モデルの妥当性の検証として、一軸圧縮過程における凝集体の崩壊挙動のシミュレーションを行った。

## 2. 実験

流動性を評価するためのせん断試験装置を作製した。その模式図を Fig. 1 に示す。円筒型容器に粉体試料を充填し、その上に回転ディスクを設置した。ディスク下面と容器底面には、壁面における粉体の滑りを防ぐために凹凸を付けた。実験には、粒子径  $50\ \mu\text{m}$  の球形アルミナビーズ、プロテイン、粉ミルクを用いた。所定の垂直応力を与えながら、ディスクを回転速度  $15\ \text{rpm}$  で回転させたときのトルクを測定した。

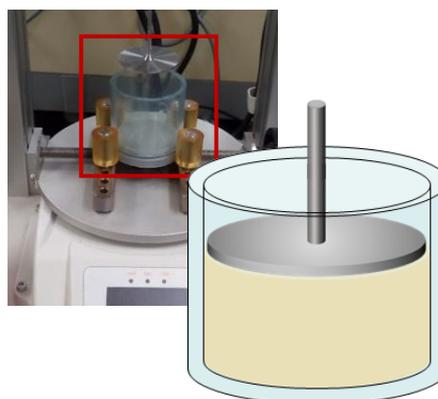


Fig. 1 せん断試験装置

まず、再現性を高めるための操作手順を検討した。初期充填後の構造のばらつきが結果に大きな影響を及ぼすことを明らかにし、これを防ぐための操作手順を以下のように定めた。粉体層に垂直応力  $9\ \text{kPa}$  を与えながら、 $2.5\ \text{rpm}$  の回転速度でせん断を与えた。その後、垂直応力を増加させながらトルクの変化を測定した。得られた結果より、粉体の流動性指標として一般的に用いられる内部摩擦角 ( $21.2^\circ$ )、付着力 ( $0.47\ \text{kPa}$ )、Flow Factor ( $9.05$ ) を算出した。既存の流動性評価装置による結果 ( $19.1^\circ$ ,  $0.44\ \text{kPa}$ ,  $9.17$ ) と比較したところ、3つの指標すべてにおいて良好な一致が見られた。さらに、プロテインや粉ミルクについても同程度の一致が確認できた。以上の結果から、作製した装置が粉体の流動性を測定するために十分な精度を有することが示された。

凝集体の特性が現れるような測定方法を見出すために、測定に用いる粉体量（粉体層厚み）や垂直荷重、含水率について条件を大きく変化させながらトルク変化の測定を行った。中でも、粉体層厚みを減少させた時に変化傾向が異なる可能性が示唆された。しかし、その詳細については明らかにできていない。現在、次に述べるシミュレーションモデルを用いて、せん断過程における粉体層厚みと粉体挙動の関係について検討を行っているところである (Fig. 2)。

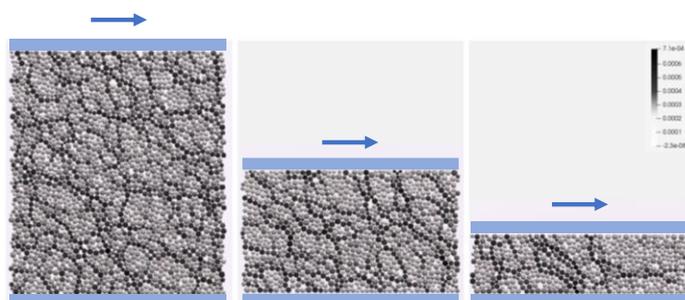


Fig. 2 せん断過程のシミュレーション

### 3. シミュレーション

微小粉体の運動を詳細に理解することを目的にシミュレーションモデルを構築した。本研究では、凝集体特性と粉体としての挙動との関係を解明する第一段階として、一軸圧縮環境下における凝集体の崩壊挙動の解析を行った。粉体運動の計算には離散要素法 (Discrete Element Method, DEM) を用いた。本手法では、粉体を構成する各粒子についての並進運動と回転運動の方程式を逐次計算することで粉体挙動を表現する。粒子間および粒子-壁間の接触力の計算では、弾性力、粘性減衰、摩擦力をそれぞれバネ、ダッシュポット、摩擦スライダーで模擬し、さらに粒子間付着力としてファンデルワールス力を考慮に入れた。計算は平均径  $10\ \mu\text{m}$  の粒子に対して行った。

計算結果の一例として、摩擦係数 0.3、Hamaker 定数  $1.0 \times 10^{-19}\ \text{J}$  の条件における凝集体の崩壊過程のスナップショットを Fig. 3(a), (b) に示す。また、圧縮割合に対する圧縮荷重の変化を Fig. 3(c) に示す (グラフ中の(a), (b) は各スナップショットに対応)。凝集体に壁が接触した点から急激に圧縮荷重が増加し、中心付近の粒子同士が離れ始めた(a)点で最大値 (降伏点) を示した。さらに圧縮した結果、縦方向に亀裂が生じた (b) 点)。降伏点における荷重を崩壊荷重と見なすと、この値は Rumpf の式により粒子間付着力から求められる崩壊荷重に比べて 1/25 程度であった。

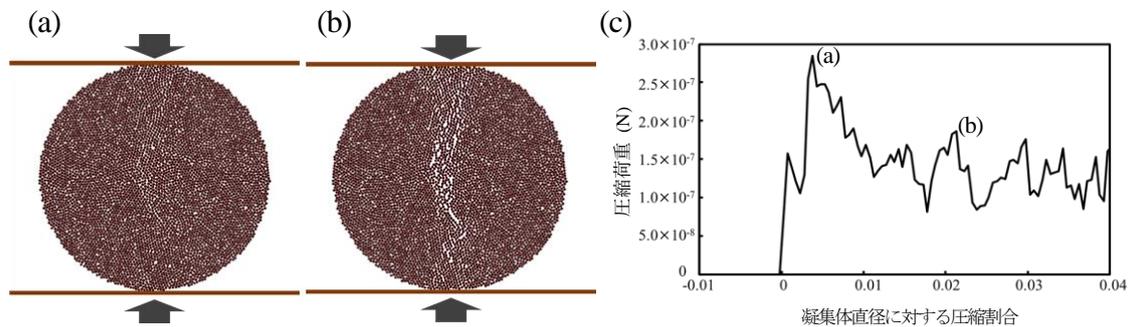


Fig. 3 (a), (b) 凝集体の崩壊過程のスナップショット、(c) 圧縮荷重の変化

凝集体を構成する粒子間の摩擦係数を増加させることで移動性を低下させた場合の崩壊挙動を Fig. 4 に示す。スナップショットより、亀裂の発現および成長の様子が Fig. 3 とは異なることが分かる。さらに、崩壊荷重の大幅な増大が見られた。これは粒子の移動が制限され、圧縮に対する構造の緩和が起こりにくくなった結果、粒子同士が一度に離れるような崩壊が生じたためである。以上のように、一次粒子の物性の違いによって凝集体の崩壊挙動が変化することが明らかとなった。このような崩壊挙動の差は加圧条件下における粉体の流動性に影響を及ぼすものと考えられる。

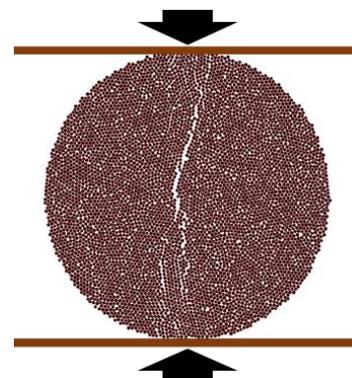


Fig. 4 粒子の移動性が低い場合

粒子の一次特性による凝集体の運動特性の変化を記述できることが確認できたため、次の段階として、凝集体を含む粉体の流動シミュレーションを行う必要がある。今後は、本研究で構築したモデルを用いて、粒子の一次特性によって決定される凝集体の運動特性の違いが粉体流動性に及ぼす影響を明らかにしていく。

#### 4. まとめと今後の展望

本研究では、微小粉体が示す非線形的な特性の一つである流動特性の評価技術の開発を試みた。簡便かつ汎用性の高い流動性評価技術を作製し、種々の粉体サンプルについて流動性評価を行った。さらに、微小粉体挙動を模擬するためのシミュレーションモデルを構築し、一軸圧縮過程における凝集体の崩壊挙動の数値解析を行った。これまでの研究により、微小粉体の流動特性を理解するための実験および数値解析技術が構築できた。流動性評価装置による実際の粉体の流動性評価実験とシミュレーションによる理論的な解析及び可視化とを組み合わせることで、微小粉体の流動挙動の詳細な理解が可能になるものと期待できる。

### 3. 研究発表

#### 論文発表

- [1] Y. Mino and H. Shinto, Lattice Boltzmann method for simulation of wettable particles at fluid-fluid interface under gravity, *Physical Review E* **101**, 033304 (2020)

#### 学会発表

- [1] 代田 奈緒, 三野 泰志, 中曾 浩一, 後藤 邦彰, 離散要素法によるせん断過程における粒子挙動の検討, 第 21 回化学工学会学生発表会 (2019 年 3 月, 京都)
- [2] 吉岡 江利奈, 三野 泰志, 中曾 浩一, 後藤 邦彰, 粉体圧縮過程における粒子層構造の変化, 粉体工学会 2019 年度春期研究発表会 (2019 年 5 月, 東京)
- [3] 新倉 丸也, 三野 泰志, 中曾 浩一, 後藤 邦彰, 粉体攪拌プロセスにおける添加液体の分散挙動に及ぼす粘度の影響, 化学工学会姫路大会 2019 (2019 年 12 月, 姫路)
- [4] 猪原 佑理, 三野 泰志, 中曾 浩一, 後藤 邦彰, 離散要素法を用いた粉体圧縮成形体の破壊シミュレーション, 第 22 回化学工学会学生発表会 (2020 年 3 月, 岡山)