

新開発の微粒子圧縮試験測定装置の紹介

Development of a Fine Particle Compression Testing Device

平 貴幸 Takayuki Hira (素材・プロセス開発部 測定器開発課/係長)

要旨

本稿では弊社の機械部門の技術の粋を結集して開発した「微粒子圧縮試験装置(MHT)」を紹介する。はじめに、本機開発の動機に触れ、その上で、旧機の測定における課題を技術的に改善し、本機の最大の特徴である自己判断・自動計測を可能とし、多数個の粒子の破壊荷重などの力学特性を正確に計測可能にした点を紹介する。具体的な測定例として顆粒体の荷重 - 変位線図を計測し、微小粒子領域での強度の寸法効果が認められるという驚異的な結果を提示した。この結果はこれまでに報告されていなかった事実であり、今後の製品開発における性能向上に大きく貢献するデータに成りうる。本機は、正確な強度表示、粒子径の自動計測、測定可能粒子の自己判断、荷重方向と直行する方角からの画像計測による粒子径表示などは特筆すべき特徴である。本機の力学的計測項目は強度試験に止まらず、硬度試験なども包含する。よって、本機が単一粒子はもちろん、造粒～成型工程の製品の性能向上を目指す技術的課題解明の一助になるものと確信する。

Keywords: 圧縮試験機、自動測定、力学特性、荷重変位、強度、硬度、微粒子、顆粒、造粒

1. はじめに

身の回りの多くの製品製造工程では、粉体という形態をとる場合が多い。粉体にするメリットは、流動性、混合性、反応性などの向上にある。もちろん、マイナス面としては、飛散性、付着・凝集性など、粉体ハンドリングが困難になる場合もある。粉体とする理由はそれら負の要素を超えるに足るメリットがあるからである。

粉体を適切に取り扱うことが最終製品の性能向上には必須である。今に始まったことではないが、原料の特性に無頓着なまま、途中の製造工程をいくら吟味・注意を払っても良い製品は得られないことを歴史が教えてくれる。その改善の歴史が、今日の我が国の高性能製品あるいは高品位製造プロセスを生み出した結果である。故に、粉体を取り扱う企業の製品製造工程では、その基になる粉体の原料から各製造工程での粉体特性・品質管理の最適化が強く求められている所以である。

粉体特性の一つに、強度や硬度、韌性、見かけ密度、圧縮性・変形性、付着・凝縮性、流動性、飛散性、成形性などが挙げられる。それら特性の中で、最も基本的に重要な要素の一つは、構成粒子の強度とその変形特性であり、これまでにも多くの測定データがある。それらは最終製品性能と密接に関連し、その性能向上に寄与している。その最たる例は、医薬品やセラミックス品での構成粒子強度・造粒体の力学特性と製品の力学的特性の相関性などからも理解できる^{1,4)}。最近では、

粉体構成粒子径もミクロンからナノサイズへと微細化しており、それらの粒子サイズでの特性値の最適化にも注目が集まっている。そこでは多数個の粒子を測定対象として材料力学に則った手法で正確にかつ迅速に力学的特性値を取得できる装置が必要になっている。

2. 弊社開発の微粒子圧縮試験装置 (MHT)



図1 弊社の技術の粋を結集して開発した微粒子圧縮試験機(MHT)

図1は、弊社の技術の粋を結集して開発した微粒子圧縮試験機(以下、“本機”と略記する)の全景である。

本機についての特長、機能、測定例などを以下の紹介する

2.1 本機の特徴～粒子画像の取得

本機(図1)は、受圧板(ステージ)上に散布された数十～数百 μm の微小な単一粒子・顆粒体を、荷重方向と直行する方角から画像でとらえて粒子径(着力点間距離)を計測し、かつ、粒子の重なりが無い状況を自己判断して上方から加圧端子を下して粒子を圧縮できる機能を具備している。

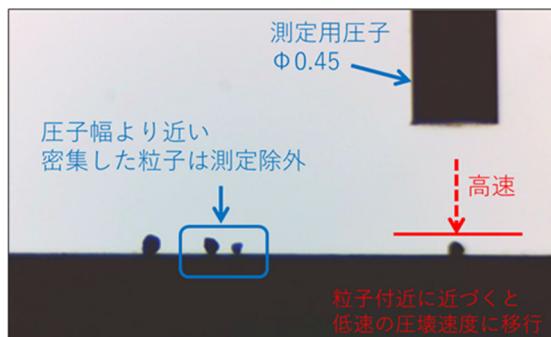


図2 受圧板上の粒子とその上方にある加圧板の画像

図2には、受圧板上の粒子を画像でとらえた状況を示す。本機の操作は、微粒子を供給するフィーダーのトラフ上へとサンプルを投入、測定条件の入力を除き、全自动であり人為的操作は皆無である。荷重方向(鉛直方向)と直行する方向(水平方向)からの粒子の画像取得を採用したのは、後に説明する強度式((1)式)の粒子径 d が着力点間距離であるからである。類似の装置開発機の多くが、荷重方向(粒子の鉛直上方)からの粒子画像から粒子径 d' を計測しているが、これでは着力点間距離 d にはなりえない($d \neq d'$)し、強度式((1)式)での正しい値(材料力学的値)は得られない。

2.2 圧縮粒子の選択判定基準

本機の特色の一つである“粒子が散布されている受圧板の幅が狭い”点である。そのメリットは、受圧板上の粒子を横から画像として捉える際、奥行き方向の粒子の重なりを可能な限り排除でき、画像でとらえた2次元面での粒子の重なりが無いことを確認することに集中できる点である。この本機の持つ画像による自己判断機能により、粒子が受圧板上に単独に存在し、圧縮試験に供するに足る状況を確認して粒子の圧縮を実施できる。これによって分散している多数の粒子の圧縮試験を短時間で完了することが可能である。ちなみに、熟練技術者でさえ、従来は20個の粒子の計測に約1時間拘束されていたが、本機によれば数分で自動測定を開始できる。これにより、今まで多くの時間と労力が費やされていた粒子の圧縮試験を短時間で完

了でき、FA(Factory Automation)による省力化を通じてSDGsが掲げる目標に貢献できる装置ともいえよう。

凹凸 0.9～1 単一粒子

μm : 81.0
円形: 0.78
凹凸: 0.95

凹凸 0.7～0.8 不定形粒子

μm : 194.2
円形: 0.50
凹凸: 0.86

凹凸～0.7 凝集粒子

μm : 319.1
円形: 0.29
凹凸: 0.65

図3 粒子形状の凹凸度による圧縮可能粒子の判定

本機の持つ画像処理能力のもう一つのメリットは、圧縮可能粒子の判別基準として、画像として捉えた粒子自身の外形を基に、測定可能粒子を判断できる点である。すなわち、微粒子・顆粒体では、多くの場合、形状が不定形で、凹凸があり、とても粒子圧縮に供せないものもある。そのような場合、画像を基に、粒子の凹凸度、アスペクト比(縦横比)を瞬時にデータ化し、測定可能粒子を判別して圧縮する機能を持っている。一般には、粒子が球形の場合は問題なく圧縮可能と判断できるが、図3に示すように、不定形粒子の場合は、凹凸度の程度によっては、粒子圧縮に適しているか否かの判断が必要であり、その判断は試験者に依存することもできるが、本機は、粒子形状の画像から、凹凸度を数値化し、一定の範囲内にある粒子を自己判断して圧縮できる機能を備えている。この点の具体例は、5項の表1, 2の微粒子の圧縮試験判定条件を参照願います。

また、単一粒子(顆粒体を含む)の圧縮試験では、複数の粒子が一か所に集合した凝集粒子群を圧縮することは避けなければならない。本機は自動測定機能を備しており、集合した凝集粒子群と単独に存在する粒子・顆粒を瞬時に判定し、後者の粒子を選択的に圧縮できるような機能とデータ解析用ソフトアルゴリズムを備えている。この機能の具体例を図4に示すが、図より、受圧板上の複数粒子の間隔を画像でとらえ複数の粒子間の距離>圧子径の(1/2)の場合にのみ、粒子の

圧縮を可能にしている。

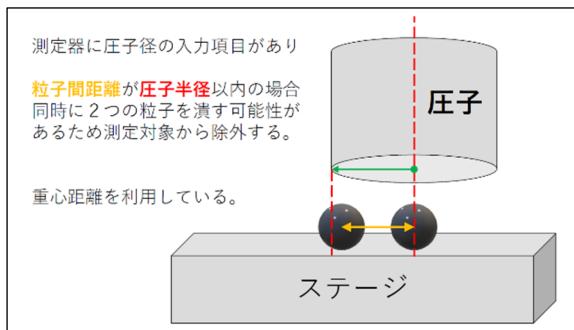


図4 測定対象粒子の選別基準

- ・粒子間距離>(圧子半径の(1/2))
- ・密集粒子を除外

2.3 本機の荷重-変位線図の測定原理

本機による粒子圧縮の測定原理を以下に記す。図5は、受圧板と圧子間での微粒子の圧縮のイメージである。なお、圧子は種々の径のオプションが用意されており、測定対象粒子径に合わせて適切な径の圧子を用いることになる。粒子の圧縮試験に際し、まず、受圧板上に微粒子を散布し、次に、本機は、自動で測定可能な粒子を探し、上方から圧子が降下して粒子を挟み込んだ時点から荷重と変位が自動記録される。

図6は、微粒子の圧縮における荷重-変位線図（モデル）である。

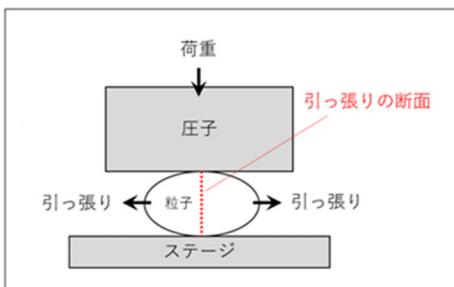


図5 受圧板と圧子間での微小粒子の圧縮のイメージ

図より、圧子が粒子を圧縮すると荷重が増加し、それと共に変形量が増し、やがて、粒子の強度以上の力が作用すると粒子は破壊する。本機には粒子を圧縮する圧子の荷重（変位）速度を測定前に設定可能であり、一定速度で負荷する機能を持っている。

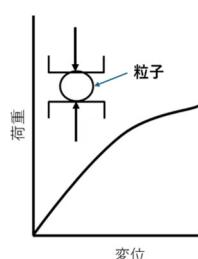


図6 微粒子の圧縮における荷重-変位線図（モデル）

2.4 微粒子の荷重-変位線図と強度および破壊エネルギー

微粒子の荷重-変位線図（図6）から、幾つかの力学的特性値が得られる。まず、図の最高荷重は破壊点であり、これより、破壊荷重（ F_0 値(N)）が読み取れる。一方、図2に示した水平方向からの粒子画像より、粒子の載荷点間距離（受圧板と圧子間の距離）が計測できる。この値は粒子の荷重方向での着力点間距離 d であり、下記する平松の式(1)式⁵⁾の $d(m)$ に相当する。この d は、粒子形状が非球形の場合は代表径 $d(m)$ を用いることになる。この F_0 と d の値から、(1)式⁵⁾（=JIS Z 8844 の破壊強度⁶⁾）を用いて、粒子強度 $S_t(Pa)$ が算出できる。

$$\text{平松の式} : S_t = 1.4 \frac{F_0}{\pi d^2} \quad (1)$$

この S_t と d のデータを基にすると、強度の寸法効果を表す Weibull の式が (2)式 得られる⁷⁾。

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

ここに、 S_0 は強度の単位を持つ定数、 V は $(\pi d_r^3/6)$ で算出される粒子体積、 $m(-)$ は Weibull の均一性係数である。なお、 m は材料の構造上の均一の度合いを表しており、大であるほど均一である。 m 値は金属では数十の値をとる一方、岩石やガラスでは一桁の数値である。ちなみに $m=\infty$ の場合は、材料は完全に均一（無傷）となるが、そのような材料はこの世にはない。

図6の荷重-変位線図と変位軸で囲まれる面積は、粒子の破壊までに蓄えられたひずみエネルギー $E(J)$ である。この面積は、粒子の破壊に必要なエネルギーであり、(3)式で示されるように、強度と一定の相関関係にある。

$$E = 0.897 \pi^{2/3} V \left(\frac{1 - \nu_1^2}{Y_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{Y_2} \right)^{2/3} S_t^{5/3} \quad (3)$$

ここに、 $Y(Pa)$ やヤング率、 $\nu(-)$ はポアソン比であり、添え字1は粒子、2は加圧板を表す。したがって、粒子の強度が分かるとその粒子を破壊するエネルギーも計算できる。なお、本稿では破壊エネルギーについての詳細は文献⁸⁾を参照いただくとして割愛する。

3. 本機による代表的な試料 2 種類の微粒子の圧縮試験

本機による代表的な試料 2 種類の微粒子の圧縮試験結果を紹介する。その粒子は、水酸化アルミニウム(Al(OH)_3)微粒子と小麦顆粒である。表 1 および表 2 にはこれら 2 種類の試料の圧縮試験に用いた本機の設定条件と微粒子の圧縮試験判定条件を示す。なお、小麦顆粒では、顆粒のみを測定したいために手篩(目開き 75 μm)で微粉末を除去した。

表 1 Al(OH)_3 微粒子とその圧縮試験に供した本機の設定条件

ステージ幅	300 μm
最大荷重	50 g f
ロードセル	3 N
圧子降下速度	1 $\mu\text{m}/\text{sec}$
ピーク検知	90% を下回る
圧子径	$\phi 450 \mu\text{m}$
Al(OH)_3 粒子圧縮試験判定条件	粒子径 15~400 μm
	凹凸度 0.6 以上
	アスペクト比 2.0 以下
	粒子間距離 450 μm 以上

表 2 小麦顆粒とその圧縮試験に供した本機の設定条件

ステージ幅	300 μm
最大荷重	20 g f
ロードセル	3 N
圧子降下速度	2 $\mu\text{m}/\text{sec}$
ピーク検知	80% を下回る
圧子径	$\phi 450 \mu\text{m}$
顆粒小麦粉粒子圧縮試験判定条件	粒子径 35~400 μm
	凹凸度 0.6 以上
	アスペクト比 2.0 以下
	粒子間距離 450 μm 以上

3.1 Al(OH)_3 粒子の荷重-変位測定試験結果

図 7 は、代表的な Al(OH)_3 粒子の荷重-変位線図である。

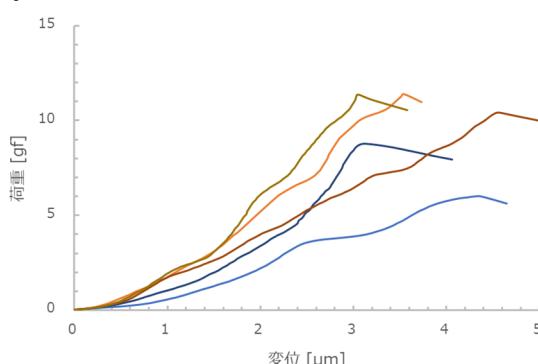


図 7 Al(OH)_3 粒子の荷重-変位線図

図 7 より、線図は、荷重の増加と共に変位が増加し、その変化の様子は、やや波打つように推移し、最高荷重(破壊荷重)に達し、その後は荷重が低下する。

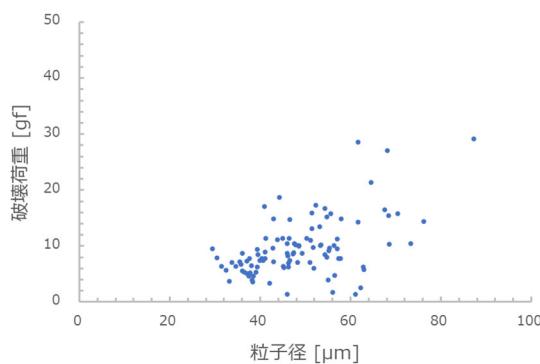
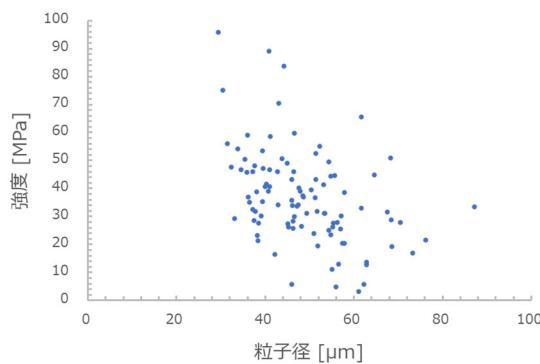
この荷重-変位線図を Al(OH)_3 粒子 100 個について計測した際に求めた粒子径、破壊荷重、強度の平均値を表 3 に示す。

表 3 Al(OH)_3 粒子 100 個の試験結果平均値

	粒子径 [μm]	破壊荷重 [gf]	強度 [MPa]
平均値	48.7	9.64	37.0
標準偏差	11.0	5.18	16.9

図 8 は、 Al(OH)_3 粒子 100 個の粒子径 d と破壊荷重 F の関係である。また、図 9 は Al(OH)_3 粒子 100 個の粒子径と強度の関係である。まず、図 8 より、破壊荷重は同一の粒子径で比較すると荷重軸に沿って大きくバラついている。これはすべての材料に当てはまるることであり、材料内のクラック(破壊の起点になりうる欠陥)は様々な方向を向いており、荷重に対してクラックの方向や大きさが破壊に敏感になっていることを示している。これより、破壊荷重や強度は、このような破壊の起点になるクラックの大きさ、その分布に敏感であることから、これら物性値は“組織敏感量”と云われている。これを踏まえて改めて図 8 の結果を見ると、破壊荷重は、粒子径が大になるほど大きくなる傾向にある。これは、粒子径 d は体積 V と $V \propto d^3$ の相関関係にあり、小粒子ほど破壊は小さい荷重(力)で達成されるからである。

一方、図 9 は、強度の粒子径依存性(強度の寸法効果)を示している。この図は、図 8 で述べた荷重の粒子径依存性と逆になっている。すなわち、強度は、粒子径が小さいほど大になる傾向にある。これは、粒子内の破壊に寄与する欠陥(クラック)の数は、粒子径が小さい(体積が小さい)程少くなるからである。ここに示した 2 つの図はともに重要であるが、特に、図 9 の結果は、特筆すべきで、この粒子径範囲での強度の寸法効果を実測した例は極めて少ないからであり、学術的にも興味深い。なお、図 9 の結果は、微粉碎では粉碎限界があり、一定粒子以下の微粒子を粉碎で得ることが難しくなる現象があるが、その理由は、まさにこの図の結果が示してくれており、貴重なデータである。

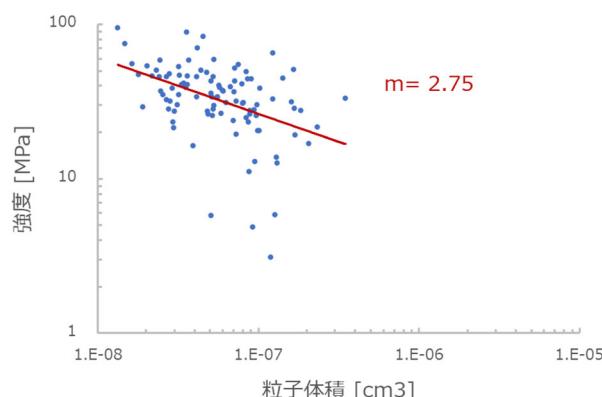
図8 Al(OH)₃粒子 100 個の粒子径と破壊荷重の関係図9 Al(OH)₃粒子 100 個の粒子径と強度の関係

次に、Al(OH)₃粒子 100 個の粒子径と破壊強度の関係に連して、Weibull の式で評価することを試みた。図 10 は Al(OH)₃粒子の強度の寸法効果として強度と試験片体積の関係である。

図中の直線はデータの最小二乗法による結果であり、以下の実験式が得られた。

$$S = 7.55 \times 10^{-2} V^{-0.363} \quad (4)$$

これより $1/m = 0.363$ より、 $m=2.75$ となる。この $m=2.75$ はバルク体での文献値⁹⁾ とほぼ一致しており、妥当な数値と思われる。

図10 Al(OH)₃粒子 100 個の粒子体積と強度の関係

3.2 顆粒小麦粉粒子の荷重-変位測定試験結果

図 11 は、代表的な顆粒小麦粉粒子の荷重-変位線図である。

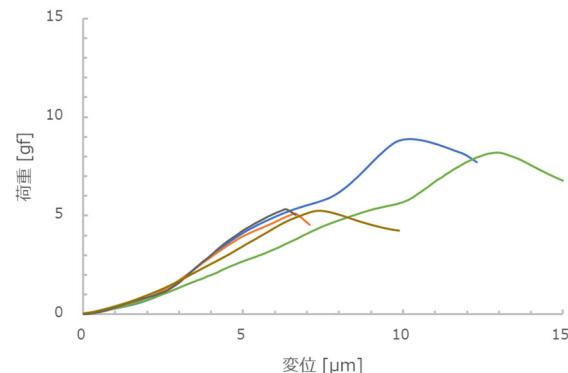


図11 顆粒小麦粉の荷重-変位線図

図 11 の線図も、図 7 の線図より緩やかな波状に変化する線図となっている。これは、粒子が顆粒であり、圧子による荷重で顆粒表面が剥がれ落ちながら変形していくようになるからと推察される。この図においても荷重の最高値は破壊荷重であり、明確に読み取れる。

顆粒小麦粉 100 粒を圧縮試験し、荷重 - 変位線図より、顆粒の粒子径、破壊荷重、強度の平均値を求めた結果を表 4 に示す。

表4 顆粒小麦粉粒子の粒子径、破壊荷重、強度の平均値

集計	粒子径 [μm]	破壊荷重 [gf]	強度 [MPa]
平均値	86.3	7.34	9.10
標準偏差	31.3	6.24	7.59

図 12 は、小麦顆粒粒子 100 個の粒子径と破壊荷重の関係である。また、図 13 は小麦顆粒粒子 100 個の粒子径と強度の関係である。まず、図 12 より、小麦顆粒の場合も図 8 に示した Al(OH)₃粒子の結果と類似の傾向にあり、粒子径が小さくなるほど破壊荷重は小さい。また、図 13 の結果も Al(OH)₃粒子の結果と同様の傾向を示し、粒子径が小さくなるほど強度は増大する。いずれも妥当な結果・傾向にあり、他の材料の測定結果の傾向とも一致している²⁾。

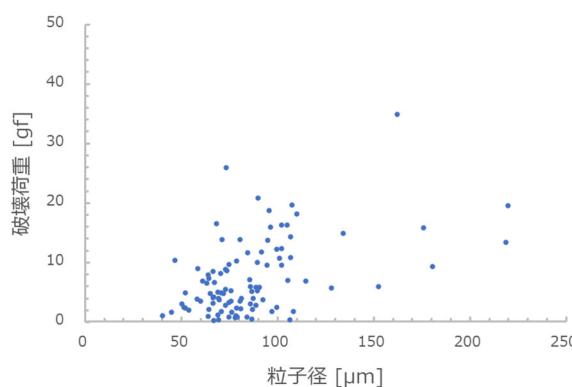


図 12 顆粒小麦粉の粒子径と破壊荷重の関係

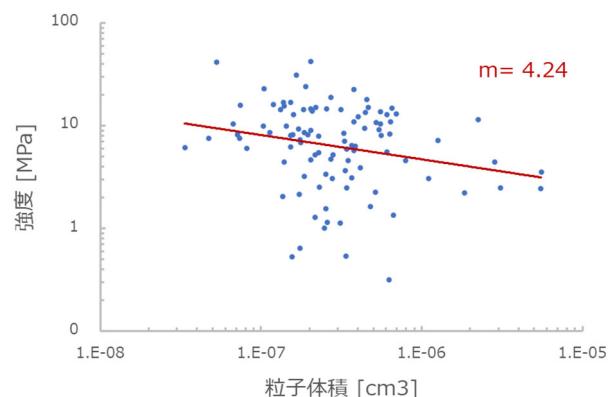


図 14 小麦粉粒子 100 個の粒子体積と強度の関係

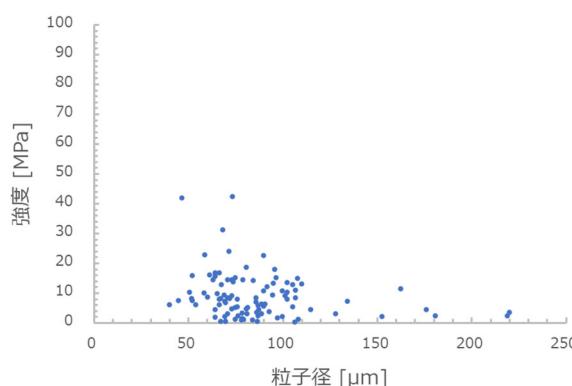


図 13 顆粒小麦粉の粒子径と強度の関係

図 13 に示す小麦粉顆粒のデータを用い、Weibull の式で評価してみると図 14 が得られる。図中の直線はデータの最小二乗法による結果であり、以下の実験式が得られた。

$$S = 0.180V^{-0.236} \quad (4)$$

$m = 4.24$

小麦粉顆粒の $m=4.24$ の値の妥当性についての検証は残念ながら文献値を見つけられず、出来なかった。

今後、本機を活用し、データの充実がなされることを願うばかりである。なお、本件での結果は、他の材料の結果の傾向と一致している²⁾。その意味で、測定データは信頼できるといえる。

なお、図 10 と図 14 の結果より、材料は異なるが、単純に m の値で Al(OH)_3 粒子と小麦粉顆粒の均質性を評価すると、前者が $m=2.75$ 、後者が $m=4.24$ となり、「顆粒小麦粉 > Al(OH)_3 粒子」となって、小麦粉顆粒の方がより強度的には体積依存性は小さい材料であると評価される。

4. 本機の持つその他の機能

開発した MHT は専用の圧縮端子を用い、材料の硬度を計測する機能も具備している。

5. むすび

本稿では弊社が開発した MHT について紹介した。本機の基本となる技術は自動化と微粒子のサンプリング技術、測定対象粒子の選別判断技術である。これにより、今まで測定数を確保するのに多大な労力と時間を要していたが、本機の使用により多数個の粒子の力学的特性値を短時間でかつ正確に取得できる。弊社では本機をセラミックス、医薬品、食品の分野のみならず様々な粉体の力学的特性値の正確な計測を目指し、測定オプションの拡大を進めている。

今後、本機による微粒子粉体の力学特性の評価が製品性能の向上に貢献できるものと確信しております。なお、本機に関するお問い合わせは大歓迎です。引き続きご愛顧のほどよろしくお願ひいたします。

<参考文献>

- 1) 横堀武夫：材料強度学, 岩波全書, 1.2 章, 5 章 (1964)
- 2) 斎藤文良, 堀田浩充, 八嶋三郎 : 単粒子破碎における寸法効果, 粉体工学会誌, 16 卷(12) (1979) 714-720
- 3) 葛西栄輝, 柳 鎬鎮, 斎藤文良 : 無機脆性材料単粒子の強度と破碎性, 東北大学選研彙報, 47 (1991) 168-179
- 4) 小林英男 : 破壊力学, 共立出版, 1 章, 3.3 章 (1993)
- 5) 平松良雄, 岡 行俊, 木山英郎 : 非整形試験片による岩石の引張り強さの迅速試験, 日本鉱業会誌, 81 (1965) 1024-1030
- 6) 微小粒子の破壊強度及び変形強度の測定方法, 日本工業規格, JIS Z 8844 (2019)
- 7) Weibull, W.:Ing. Vetenskap Akad. Handle, No. 151 (1939)
- 8) 斎藤文良, 粉砕の実務, p.27-52, 情報機構(2017.3.27)
- 9) 笹木一憲, 元家勝彦, 川崎正, 繰り返し応力下で接合したアルミナ接合体の強度, J. Cer. Soc. Japan., 101(2)(1993)159-163

問い合わせ先 :

(株) セイシン企業

素材・プロセス開発部 測定器開発課 平 貴幸

Email : info@betterseishin.co.jp

内容の一部あるいは全部をいかなる方法によっても無断で複写・複製することをご遠慮ください。