

目 次

研究報告

1 . CFRP 加工用複合砥粒の作製 (第 2 報)	・ ・ ・ ・	1
2 . マイクロ波を用いたアルミニウム鑄造用部材の短時間焼成	・ ・ ・ ・	5
3 . ベーマイト-セリア系複合粒子の作製とその研磨特性	・ ・ ・ ・	8
4 . 短時間・低温焼成による環境負荷低減型陶磁器の開発	・ ・ ・ ・	13
5 . 陶磁器製品のブランド化研究 (第 3 報)	・ ・ ・ ・	17
6 . 人に優しい陶磁器製品の開発とその評価技術 (第 2 報)	・ ・ ・ ・	20
7 . 陶磁器製造プロセスの短縮化に関する研究	・ ・ ・ ・	23
8 . 低熱膨張材料の高機能化とその製品化	・ ・ ・ ・	25
9 . 機能性に優れた陶磁器質タイルの開発	・ ・ ・ ・	29
10 . 陶磁器製造工程における作業改善の研究	・ ・ ・ ・	32
カラー写真	・ ・ ・ ・	36

CFRP 加工用複合砥粒の作製 (第2報)

倉知一正・横山久範・安達直己・茨木靖浩・柘植英明*・佐藤丈士*

Preparation of Composite Abrasive for Machining CFRP()

Kazumasa KURACHI, Hisanori YOKOYAMA, Naoki ADACHI, Yasuhiro IBARAKI,
Hideaki TSUGE and Johji SATO

一般的に使用されている安価な SiC 砥粒表面に微粒なダイヤモンドを固着させ、疑似ダイヤモンド砥粒化させる粒子複合化技術について検討した。SiC 砥粒-ダイヤモンド砥粒-ボンド材系における複合砥粒の作製には、複合化方式とそれに適したボンド材の選択が重要であることが分かった。また、複合砥粒を用いて作製した SPS 砥石の CFRP 加工実験では、CFRP の加工面粗さでダイヤモンド砥粒と同等の結果が得られた。

1. 緒言

近年の原油高騰の影響により、CFRP は航空機産業を中心とした輸送機産業で注目されている素材であるが、複合材料であるため穴開けなどの加工が非常に難しい。従来の CFRP 穴開け加工は超硬エンドミルにより行われているが、耐久性が低く、加工により発生するバリ等を取り除く二次加工も必要となり、より安価で加工安定性に優れた工具や加工技術が求められている。そこで、2008 年度より「東海広域ナノテクものづくりクラスター」において名古屋工業大学、岐阜県機械材料研究所(現、工業技術研究所)と共同で CFRP の加工用砥石と加工技術の開発に着手した。

昨年度は安価で高性能な砥粒開発を目的に、SiC 砥粒とナノダイヤをホソカワミクロン(株)製メカノフュージョンを使い複合化させた複合砥粒の作製条件等の検討を行った¹⁾。その結果、SiC 砥粒だけを使ったメタルボンド砥石よりも複合砥粒を使ったメタルボンド砥石の方が、加工後の CFRP 加工面粗さに優れることが分かった。また、用いたボンド材の違いにより、複合粒子表面のボンド材の分散性やダイヤモンド保持力に大きな差が生じることも分かった。

本年度は、メカノフュージョンよりもナノ粒子の複合化に適したホソカワミクロン(株)製ノビルタを使い、ボンド材とダイヤモンド径を変え、CFRP 加工への影響を調べた。

2. 実験方法

昨年度の複合化実験で得られたボンド材による影響(分散性、保持力)を明らかにするために、種々なボンド材を用いてノビルタによる粒子複合化実験を行った。SiC 砥粒は昭和電工(株)製 GC#100を、ダイヤモンド砥粒はトーメイダイヤ(株)製で0~1/4および2~4 μmの粒子径をもつ2種類の砥粒を用いた。ボンド材は表1に示す(株)トクヤマ製の3種類のトクシールとファインシール X37、および(株)龍森のフューズフラックスを用いた(いずれも非晶質シリカ化合物)。複合化はノビルタを用いて、SiC 砥粒 300g、ダイヤモンド砥粒 6.92g、ボンド材 6.92gの調合で、回転負荷が3kWとなるように回転速度を設定し、3分間の処理時間で行った。比較のため、ダイヤモンド砥粒を使用しないSiC砥粒とボンド材だけの同様な実験も行った。これ以後、SiC砥粒-ダイヤモンド砥粒-ボンド材系の複合砥粒をSDB複合砥粒と、SiC砥粒-ボンド材系をSB複合砥粒と呼ぶ。SDB複合砥粒は、SiC砥粒にダイヤモンド砥粒を固定化するために、蓋付きアルミナルツポに入れ、そのルツポを炭素中に埋め込んで1200および1300 で焼成(強還元雰囲気)した。SB複合粒子は1200 の大気中で焼成した。いずれも最高温度での保持時間は1時間である。

粒子の分散性はSEM(JED-2300:日本電子製)により評価を行った。SiC砥粒に対するダイヤモンド砥粒およびボンド材の保持力は、複合砥粒10gと蒸留水100mlを入れたポリエチレン製ビーカーを超

* : 岐阜県機械材料研究所

表1 ボンド材の物性

	トクシール			ファインシールX37
	NP	PR	GU	
外観	粉末	顆粒	粉末	粉末
比表面積 (m ² /g)	195	200	120	275
見掛け比重 (g/cm ³)	0.16	0.23	0.27	1.4
嵩比重 (g/cm ³)	0.06	0.2	0.14	
平均凝集粒子径 (μm)	11	100	15	2.6

超音波洗浄機により30分間振動させ、その前後の複合粒子のBET比表面積(ユアサイオニクス(株)製NOVA4200e)を比較することで評価した。

砥石の作製は名古屋工業大学において放電プラズマ焼結(SPS)により行った。それをを用い、岐阜県機械材料研究所において、ジャイロ式加工機によりCFRPの穴開け加工実験を行った。

3. 結果及び考察

3.1 複合粒子の性状

図1にボンド材にトクシールNPおよびPRを用いたSB複合砥粒のSEM写真を示す。左図のPRを使用した複合砥粒では、SiC砥粒とは異なる球状粒子が所々にみられる。これはトクシールPRが元々顆粒状の凝集粒子であるため、ノビルタによる複合化処理によっても解砕されずに残ったものと思われる。一方、粉末状のトクシールNPを用いた右図の複合砥粒ではそのような顆粒はみられず、NPはSiC砥粒表面に分散して付着していた。他の粉末状のボンド材を用いた場合でも、NPと同様な観察結果であり、分散性の良いことが示された。しかし、今回のノビルタによる粒子複合化では、SiC砥粒表面の一部の面においてボンド材が付着していない

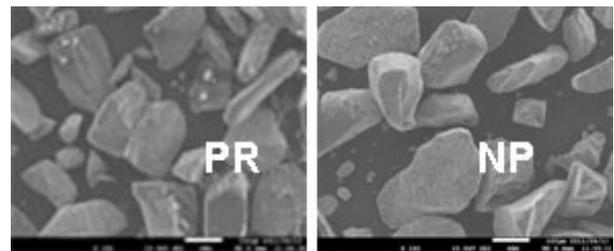


図1 複合砥粒のSEM写真

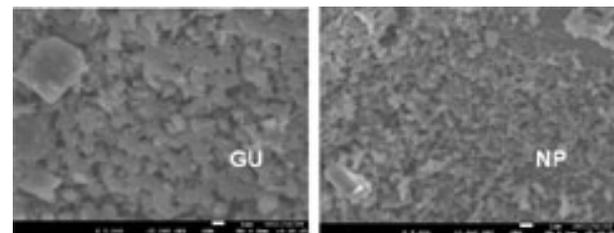


図2 焼成後の複合砥粒のSEM写真

様子が観察され、昨年度に行ったメカノフュージョンの結果とは異なる複合化状態であった。ノビルタはローターの回転による衝撃、圧縮、剪断の力を利用して粒子複合化を行う方式である。粒子はローターの回転に対して一方向だけを向いて運動し、粒子自身の回転が起こり難いため、複合粒子表面に不均一が生じたためと考えられる。

表2に焼成後のSBおよびSDB複合砥粒とそれらを超音波洗浄処理したものの比表面積を示す。なお、SB複合砥粒については焼成前の比表面積も記した。焼成前のSB複合粒子は、いずれのボンド材の場合も1m²/g以上の比表面積であるのに対し、1200℃焼成後の複合粒子では0.2~0.3m²/gにまで比表面積が減少した。この減少は、焼成によって、ボンド材のSiC砥粒表面における付着状態が点接

表2 種々なボンド材を用いて作製した複合粒子の比表面積

(m²/g)

ボンド材	ダイヤモンドなし 砥粒GC#100 300g ボンド材 7g				ダイヤモンド入り 砥粒GC#100 300g ボンド材 7g ダイヤモンド0-1/4 7g					
	焼成前	1200℃ 焼成	1200℃ 焼成後 超音波	増加率 (%)	1200℃ 焼成	1200℃ 焼成後 超音波	増加率 (%)	1300℃ 焼成	1300℃ 焼成後 超音波	増加率 (%)
トクシールNP	1.273	0.248	0.263	6.048	0.570	0.723	26.842	0.618	0.808	30.744
トクシールPR	1.488	0.224	0.221	-1.339	0.540	0.648	20.000	0.672	0.721	7.292
トクシールGU	1.538	0.261	0.303	16.092						
ファインシールX-37	1.817	0.195	0.191	-2.051	0.571	0.720	26.095	0.639	0.752	17.684
フェースフラックス	1.117	0.261	0.262	0.383	0.673	0.797	18.425	0.631	0.812	28.685

触から面接触に移行したためか、あるいはボンド材の焼結による粒成長に起因すると考えられる。1200 焼成したSB複合粒子の超音波洗浄後の比表面積は、トクシールGUで洗浄前に比べて約16%増加したが、それ以外は洗浄前とほぼ同じであった。比表面積の増加は前報でも述べたように、超音波洗浄によって複合化された粒子(この場合はボンド材)の離脱によって起こるため、増加量が多いものほど保持力が弱いことを意味する。図2に1200 焼成後の複合砥粒のSEM写真を示す。左図がボンド材GUを、右図がNPを用いた複合粒子の写真である。左図のGUでは個々の粒子が大きく、焼結によって粒成長している様子が観察される。右図のNPの粒子は焼成前とほぼ同じ大きさであり、他のボンド材についても同様な観察結果であった。このような複合粒子表面の状態(ボンド材の状態)の違いが、SiC砥粒との保持力(比表面積の増加率)に違いを生じさせたものと考えられる。

次に、ダイヤモンド(0~1/4 μm)入りのSDB複合砥粒を1200 焼成した場合、いずれも比表面積はSB複合粒子に比べて2倍以上の値を示している。これは微細なダイヤモンド砥粒をボンド材と同量加えて複合化したためである。SDB複合砥粒の超

音波洗浄後の比表面積は、いずれも20%前後の増加率を示した。1300 焼成では、PRで増加率が約7%まで低下した以外は、1200 と同様の増加率を示した。本年度の実験で使用した超音波洗浄機は昨年度のメカノフュージョンによる複合砥粒の離脱率実験¹⁾で使用した物よりも出力が大きいいため、昨年度の結果と比較をすることはできないが、トクシールGUの様に焼結により大きく粒成長しない非晶質シリカであれば、保持力に大きな差が出ないのではないかと考える。

3 2 CFRPの穴開け加工

図3は銅を基材とし、種々なSDB複合砥粒により作製したSPS砥石のCFRP加工実験の結果である。縦軸は加工穴径と加工面の表面粗さを示す。横軸の加工長は実験に使用したCFRPの厚さが5mmであるため、加工穴数に対応した長さとなっている。SPS砥石はダイヤモンド砥粒の粒度およびボンド材を変えた4種類(T1,T2,T3,T4)を使用した。昨年度に行った加工後の砥石径の評価において、砥石径はほとんど変化しない結果であったが、本実験において加工穴径を測定したところ、加工長(穴数)の増加に伴って加工穴径が小さくなることが分かった。砥石T3の実験で、加工長35mm

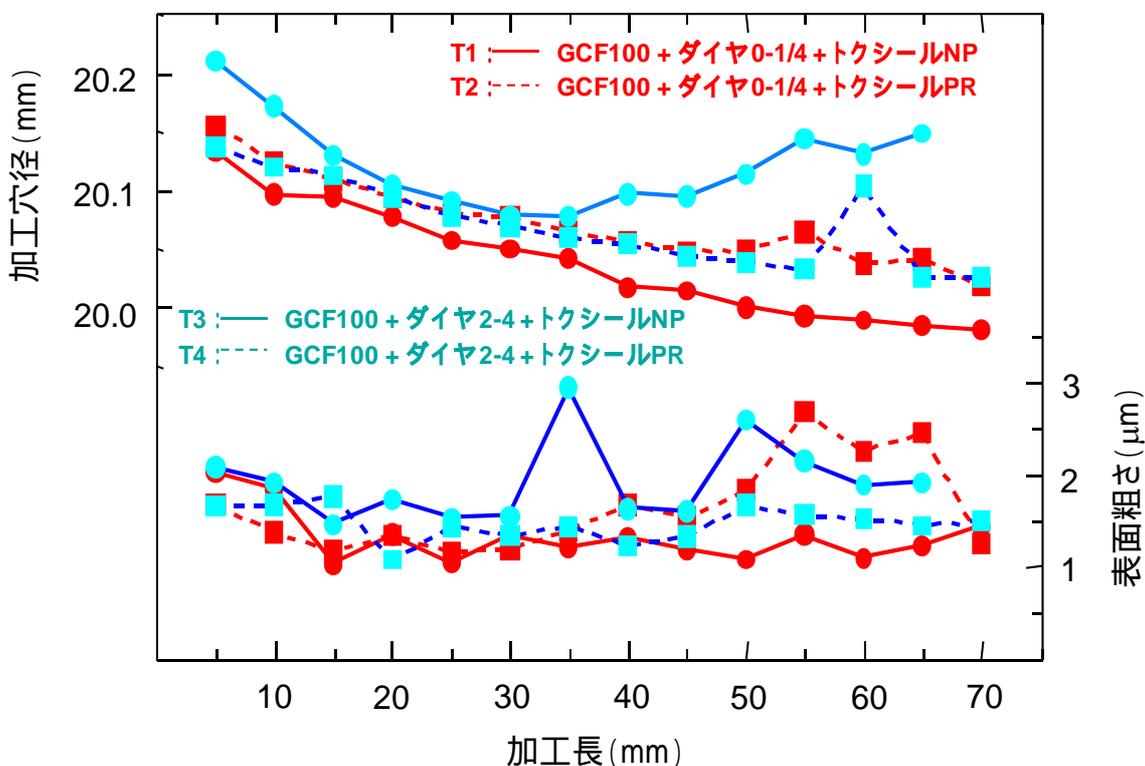


図3 加工穴径と表面粗さの変化

を境にして加工穴径が徐々に大きくなっているが、これは加工実験に使用したジャイロ加工機のヘッド部分(砥石に回転を伝達するギア)のベアリングが破損し、回転のブレが起こったためである。砥石T2の加工長55mmにも穴径がわずかに大きくなっており、この段階でベアリングのブレが起こっているものと思われる。表面粗さでは、航空機の品質評価基準である $Ra=3.2\mu m$ を満たしている。表面粗さも加工穴径と同様にベアリング破損の影響を受けている。それ以外の結果では、昨年行ったメカノフュージョンでの複合砥粒と比べ良い結果となっており、目標とした粒子径 $150\mu m$ ダイヤを使ったSPS砥石と同等の結果であった。ボンド材の種類やダイヤモンド砥粒の粒度による加工性能は、加工穴径の変化および加工面の表面粗さともに顕著な差はみられなかった。加工穴数を増やした実験を行う必要があるが、現時点では、少量で

広く砥粒表面に複合化できる粒径の小さなダイヤを使用することが有効ではないかと考えている。

4.まとめ

CFRP加工用砥石の作製のため、安価で高性能な砥粒開発を目的に粒子複合化を行った。ボンド材の検討ではノビルタでの複合化実験において、粒子面によって複合化しない面が存在するなど、粒子複合化には最適な複合化方式とそれに合ったボンド材の選択が必要であることが分かった。

CFRPの加工実験では、加工穴径の変化が大きかったが、加工面の状態はダイヤモンド砥粒の場合とほぼ同等であった。

【参考文献】

- 1) 倉知一正ら, 岐阜県セラミックス研究所研究報告, p8-10(2011)

マイクロ波を用いたアルミニウム鋳造用部材の短時間焼成

茨木靖浩・横山久範・安達直己

Fabrication of Large-scale Components for Die-casting by Microwave Sintering Technique

Yasuhiro IBARAKI, Hisanori YOKOYAMA and Naoki ADACHI

チタン酸アルミニウム Al_2TiO_5 のラドル（直径 170mm × 高さ 170mm）を鋳込みによって成形した。アルミナとベータアルミナからなる発熱壁を用いてラドルのマイクロ波焼成を行った結果、従来の焼成時間を約半分に短縮することができた。

1. 緒言

環境意識の高まりを背景に輸送機器（自動車・飛行機）の燃費向上のため、部品の軽量化が積極的に進められている。特にアルミニウム合金の使用率は年々増加している。アルミニウム合金部品の多くは鋳造によって製造されているが、鋳造用部材、特にアルミニウム溶湯を保持・運搬するための部材には熱衝撃に強く、アルミニウム溶湯に腐食されにくいという特性が要求される。従来は鋳造用部材として鑄鉄やサイアロンなどが利用されていたが、コストやメンテナンス頻度の点で課題を有しており、これらに替わる材質が求められている¹⁾。 Al_2TiO_5 (AT) は負の熱膨張特性に起因した耐熱衝撃性を有することから、アルミニウム鋳造部材として応用できる。アルミニウム使用量の増加に伴い鋳造部材の需要もますます増大していくことが予想されており、チタン酸アルミニウム製鋳造部材を短時間で製造するプロセスの開発が必要である。本研究は Al_2TiO_5 製鋳造部材（ラドル）をマイクロ波炉で急速焼成することを目的とした。

2. 実験方法

2-1 ラドルの成形

ラドルの形状は直径約 170 mm、高さ約 170 mm であり（実用上のサイズ）、アルミニウム溶湯を流すための湯口がついた形状である。この成形には圧力鋳込み成形を用いた。AT 原料には丸ス軸薬製の高純度品(WTA)を用いた。AT 粉末に Y_2O_3 を 2.5mol% 添加し、水 14mass% と分散剤 (D-305 : 中京油脂製) 0.6mass% によってスラリーを調製し

た。 Y_2O_3 の添加量は低熱膨張と強度がバランスする添加量として 2.5mol% を選定した²⁾。スラリーにバインダー（バインドセラム WA310 : 三井化学製）を 1.5% 添加し、1.5 気圧でスラリーを石膏型に注入した。1~3 時間経過後、脱型し、自然乾燥させた。

2-2 ラドルのマイクロ波焼成

マイクロ波焼成は昨年度と同様に等温発熱壁の概念を用いて行った²⁾。図 1 に実際のマイクロ波炉内の構造を示す。発熱壁はアルミナに 0.25mol% の炭酸ナトリウムを添加した焼成体を使用した。マイクロ波出力を制御しながら 1500 °C まで昇温し、15 分保持して炉冷した。

得られたラドルの熱膨張率を測定した。

2-3 ラドルの腐食試験

焼成したラドルのアルミニウム溶湯に対する耐腐食性を評価するために、アルミニウム溶湯保持炉に 3 カ月間浸漬した。浸漬後のラドルの結晶構造、元素分布を測定した。

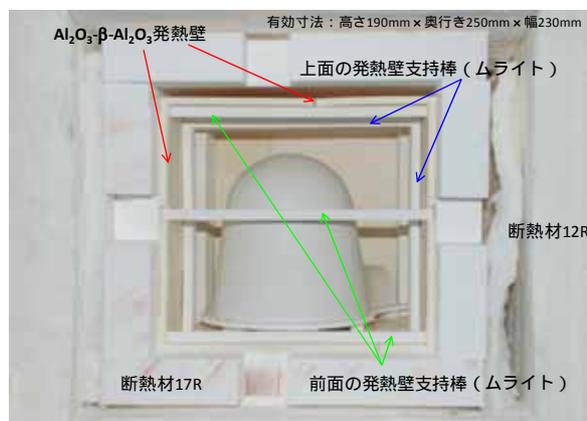


図 1 等温発熱壁を用いたマイクロ波焼成

3. 結果及び考察

3-1 ラドルの成形

約1~2.5時間着肉させることによって成形を行った。クラックや変形のない成形体を得ることができた着肉時間は1.5時間程度であり、これよりも短くしても、長くしても湯口付近にクラックが発生した。ラドルの成形には着肉時間の見極めが大変重要であることが分かった。

3-2 ラドルのマイクロ波焼成

図2に約230°C/hの昇温速度でマイクロ波焼成した場合の温度と出力の関係を示す。出力を段階的に上昇させ、目的の昇温速度になるように調節し、1500°Cまで昇温させた。焼成開始の温度が200と表示されているが、これは温度測定用に用いている放射温度計の測定範囲が200以上であるためである。

図3は焼成後のラドルの様子である。クラックや変形を伴わない良好な焼成体を得ることができた。また、図4はラドルから切り出した試験片の熱膨張特性である。比較のために、電気炉で焼成した場合の特性も示す。室温から900まで温度を上昇させると膨張率が減少した。また、900から温度を下降させるとさらに膨張率が減少し、600以下では逆に膨張率が増加するというヒステリシスが観測された。電気炉とマイクロ波焼成とを比較すると若干の違いがあるもののほぼ同等の優れた低熱膨張特性を示した。

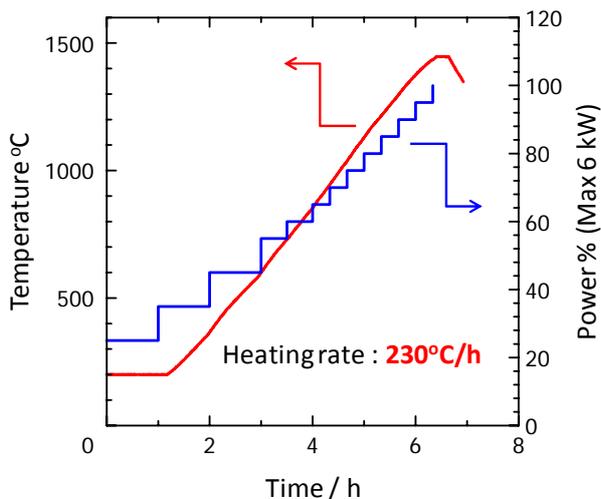


図2 焼成のプロファイル



図3 焼成したラドル

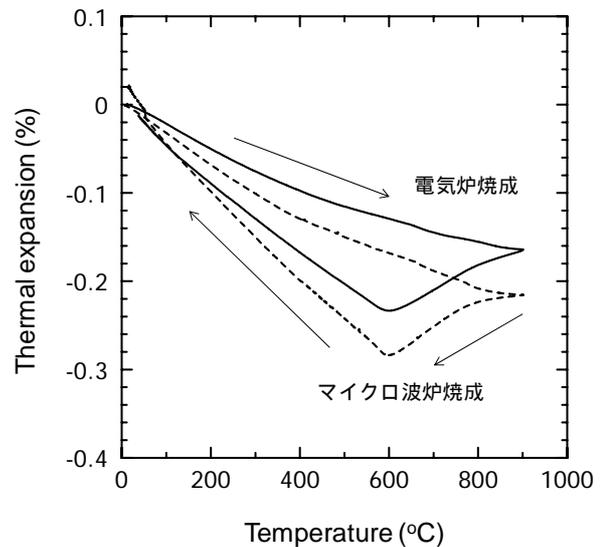


図4 電気炉およびマイクロ波で焼成したラドルの熱膨張特性

3-3 ラドルの腐食試験

図5は3カ月間アルミニウム溶湯に浸漬させた後のラドルの様子である。アルミニウムが付着していたが手で触ると容易に剥がせる状態であり、ラドル本体と反応している様子はなかった。

図6はラドルとアルミニウム溶湯の接触部分を拡大したときの元素分布である。図6(a)の右の部分がアルミニウム合金側、左がラドル側である。(b)、(c)はこのときのAl、Tiの元素分布をそれぞれ示している。図6(b)から、アルミニウム成分はラドルとアルミニウム合金との境界で明確な分布の違いを示した。このことからラドル内部はアルミニウム溶湯に浸食されていないと推察できる。このことは、ラドルに付着したアルミニウム合金が容易に剥離することと関係していると考えられる。



図5 溶解炉に浸漬させたラドル

4.まとめ

アルミナ-ベータアルミナを等温発熱壁に用いてチタン酸アルミニウムラドルのマイクロ波焼成を行った結果、焼成時間を従来の方法の約半分に短縮することができた。また、電気炉で焼成した場合と同様の低熱膨張特性を有していた。ラドルのアルミニウム溶湯に対する腐食性試験を行った結果、アルミニウムに腐食されている様子はなかった。

【謝辞】本研究は財団法人科学技術交流財団が文部科学省との間に契約した地域イノベーション創成事業（グローバル型）に関わる委託契約に基づく研究開発の一部として行ったものである。

【参考文献】

- 1) 大矢豊、浜野健也、中川善兵衛、窯業協会誌、94、665-670 (1986).
- 2) 茨木靖浩、横山久範、安達直己、岐阜県セラミックス研究所研究報告、p11-13 (2011)

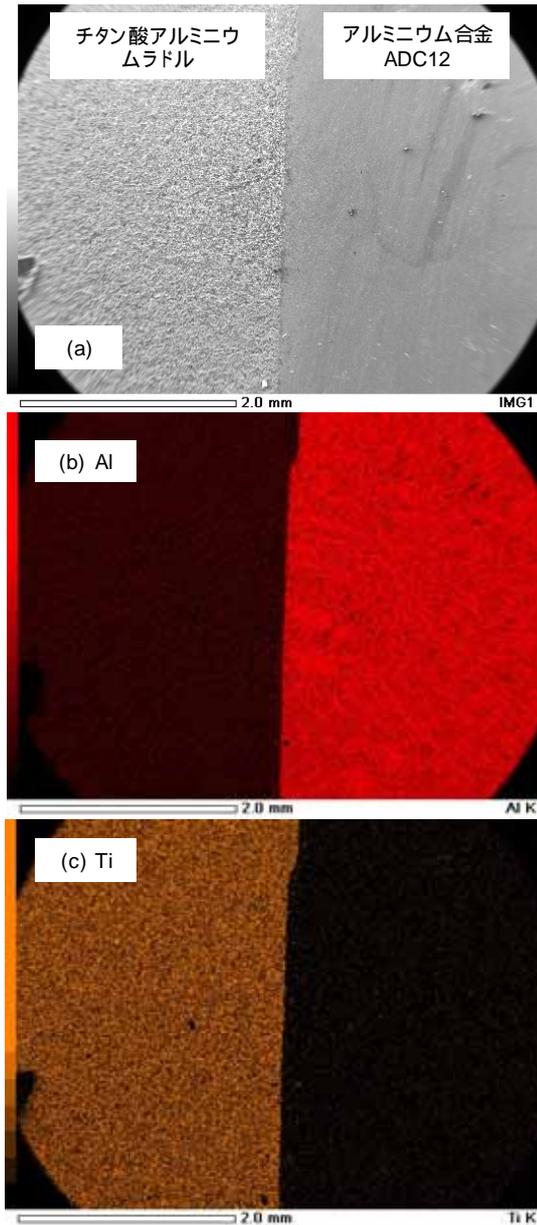


図6 ラドルとアルミニウム合金境界における元素分布

ベーマイト-セリア系複合粒子の作製とその研磨特性

菅原吉規・横山久範・富田次朗*

Preparation and Polishing Characteristic of Composite Particles in Boehmite - Ceria System

Yoshiki SUGAHARA, Hisanori YOKOYAMA and Jiro TOMITA

水熱合成による湿式法および機械的複合化による乾式法を用いて、板状ベーマイト表面にセリアを担持させた複合粒子を作製した。水熱合成による粒子複合化では、表面改質のために添加した Ti 濃度がセリアの生成に影響すること、出発原料の板状ベーマイトの前処理方法(水洗)が担体となるベーマイトの形態に影響を及ぼすことがわかった。圧縮・せん断を処理方式とする機械的複合化では、板状ベーマイト表面にセリアが均一に分布した複合粒子が作製できた。これらの複合粒子の研磨特性については、測定データのバラツキが大きく系統的な評価までには至らなかった。

1. 緒言

ハードディスク基板やフラットパネルディスプレイなどには凹凸のないガラスが使われており、この需要は今後も高まっていくと予想される。従来、ガラスの研磨材には弁柄(Fe_2O_3)が使われてきたが、セリア(CeO_2)を使用すると平滑性の高い研磨が早く得られるということから、ガラスの研磨面にはセリアが不可欠な材料になっている。しかし、セリアを産出する地域が世界的にも極めて偏っており、その価格は上昇傾向にある。また、将来的に安定供給されるかどうか懸念されている。そのため、研磨材に使われるセリアの使用量低減と代替材料の開発が急務となっている。

当所では、これまでに Fe_2O_3 - ZrO_2 系^{1,2)}、 Fe_2O_3 - ZrSiO_4 系^{1,2)}、 CoAl_2O_4 ^{3,4)}、 ZrO_2 -V⁵⁾などのナノ顔料粒子を水熱合成してきた。平成 20~22 年度には化粧品やプラスチック等への利用を目的として、紫外線遮蔽材料であるセリアのナノ粒子を板状ベーマイト($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)に担持させた複合粒子を水熱合成し⁶⁻⁸⁾、少ないセリア添加量でも十分な紫外線遮蔽性能を示すことを明らかにした⁸⁾。また、乾式による機械的粒子複合化についても、砥粒(SiC , ダイヤモンド)-金属粒子系^{9,10)}、ダイヤモンド砥粒-SiC 砥粒系¹¹⁾、ベーマイト-セリア系¹²⁾等における粒子複合化の研究を行ってきた。

本研究は、セリア量を低減させたガラス等の仕

上げ研磨用研磨材について、微細なセリア粒子と他の材料粒子を複合化させ、少量のセリアでも効率的な研磨特性が発現する複合粒子を開発しようとするものである。本年度は、粒子複合化によって良好な結果(前述の紫外線遮蔽特性)が得られたベーマイト-セリア系複合粒子を対象にして、この複合粒子を湿式法(水熱合成法)および乾式法(機械的複合化法)で作製し、作製条件と粒子形態等の関係について検討した。一部の複合粒子については、研磨試験を行った。

2. 実験方法

2.1 湿式法(水熱合成)による複合粒子の作製

ベーマイト表面にセリアを水溶液中で直接担持させた場合、ベーマイトの等電点(pH9)とセリアの等電点(pH9.5)がほぼ一致するため両者の結合力は弱い。その改善策として、等電点が pH4-6 の酸化チタンを仲介層とすることでセリアを強固に結合させる方法が提案されている⁷⁾。そこで、本実験では担体となるベーマイトに酸化チタン、セリアが順次担持した複合粒子の作製を行った。ベーマイト-酸化チタン-セリアの複合粒子を作製する方法として、出発原料に水溶性アルミニウム化合物、水溶性チタニウム化合物、水溶性セリウム化合物を用いて、担体となるベーマイトとそれに担持する酸化チタン、セリアを同時に水熱合成する方法もあるが、本実験では市販のベーマイト粉末を出発原料に用いて実験を行った。

*平成 23 年度研究開発推進専門職

出発原料として、水熱合成法で作られた河合石灰工業(株)製の BMF(メディアン径 3.9 μm)と BMT-2(メディアン径 2.6 μm)の2種類のベーマイトを用いた。Ti 源としては硫酸チタニル、Ce 源は硝酸セリウムを用いた。総量 0.03mol、Al:Ti:Ce=80:10:10 のモル比で、次の手順で試料調整を行った。容量 50ml のテフロン容器にベーマイトを 1.46g 入れ、イオン交換水 24ml を注入した。これをスターラーで攪拌しながら、1M の硫酸チタニル水溶液を 3ml 添加した後、1 時間の攪拌を行った。次に、2M の硝酸水溶液 1.5ml を徐々に添加し、更に 15 分間攪拌した後 10M の水酸化ナトリウム水溶液を徐々に添加し 30 分間攪拌した。その後、テフロン容器を耐圧性金属容器内に入れ、所定温度の乾燥機内で所定時間水熱処理した。加熱温度と時間は 160 (5,10,27 時間)、180 (5,10 時間)、190 (5,20 時間)、220 (5,20 時間)とした。放冷後、内容物を吸引濾過、洗浄し、170 で乾燥した。得られた粉体は目視による色調および SEM(日本電子(株) JSM-7001GC)による粒子形態の観察を行った。また、粉末 X 線回折法により結晶相の同定を行った。

2 2 乾式法による複合粒子の作製

ベーマイトとセリアの粉体を用いて、機械的複合化をホソカワミクロン(株)製ノビルタ NOB-130 を用いて行った。

ベーマイトは 2-1 の湿式法と同じ BMF と BMT-2 を用いた。セリアは、昭和電工(株)製のメディアン径 0.34 μm の粉体をビーズミル(アシザワ・ファインテック製 LMZ015)で湿式粉碎(スラリー濃度 20wt%)した後、乾燥して得たメディアン径 0.10 μm のセリア(以下、Ce-01 と記す)および 0.07 μm のセリア(以下、Ce-007 と記す)を用いた。粉碎後のスラリーの乾燥は通常乾燥(乾燥機使用)、噴霧乾燥、凍結真空乾燥で行った。原料配合はセリアの割合を 5、10、20、30wt% と変化させた。所定配合したベーマイトとセリアの粉体を手攪拌で予備混合した後、ノビルタにより回転速度 4000rpm の条件で 5 分 30 秒間処理した。得られた粉体の観察を SEM により行った。

2 3 複合粒子を用いた加工特性評価

シリコンウエハーを 10~15mm \times 10~15mm 程度の大きさに切断し、切断片の周縁をサンドペーパーで丸めて加工用試料とした。試料をアルミニウム製円盤の 3 個所に貼り付け、MUSASHINO 電子製

研磨試験機 MA300 を用いて研磨試験を行った。試験条件は研磨パット回転数 1r/s(30Hz)、噴霧量 1s/min、スラリー濃度 1.0wt%、pH 約 11(水酸化ナトリウム水溶液を添加し調整)とした。研磨量は 10 分毎に試料(シリコンウエハー)の高さを Nikon DIGIMICRO MU501-B で数箇所測定し、研磨前の高さの差から算出した。また、研磨面の光沢度合を目視により観察した。

3 . 結果及び考察

2 1 湿式法(水熱合成)で作製複合粒子

図 1 に BMF、BMT-2 のベーマイトを用いて、160 (5 時間)および 180 (10 時間)で水熱合成した複合粒子の X 線回折図形を示す。いずれの合成条件においても、出発原料に用いたベーマイトのシャープなピークと生成したセリアのピークがみられる。セリアのピーク強度は 160、180 どちらの温度でも BMT-2 の方が BMF よりも大きい。他の条件で水熱合成した複合粒子においてもこの傾向は同様であり、BMT-2 を用いた方がセリアの生成を促進させることがわかった。チタン化合物のピークは BMF ベーマイトでは 220 (20 時間)、BMT-2 では 190 (20 時間)の水熱処理でアナターゼ(TiO_2)のピークが若干みられた以外は認められなかった。これは尾畑らが報告⁸⁾したように、チタンは非晶質の酸化チタンの形で存在し、また一部はセリアに固溶しているものと思われる。図 2-(a)

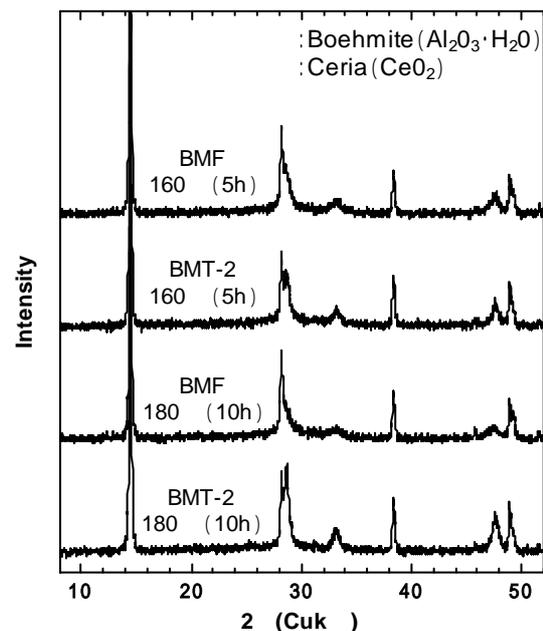


図1 種々な温度、時間で水熱合成した複合粒子の X 線回折図形 (モル比 Al:Ti:Ce=80:10:10)

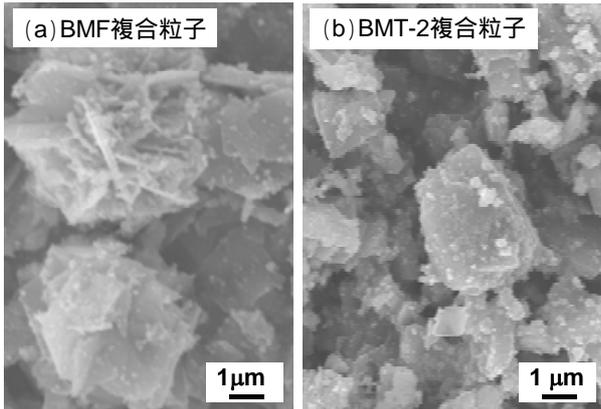


図2 160 (5h)水熱合成した複合粒子のSEM写真
(モル比 Al:Ti:Ce=80:10:10)

に 160 (5 時間) で水熱合成した BMF 複合粒子、図 2- (b) に BMT-2 複合粒子の SEM 写真を示す。(a) の BMF 複合粒子では 5 μ m 程度の板状ベーマイトの凝集体に微粒なセリアが担持している様子が観察される。一方、BMT-2 複合粒子ではベーマイトは板状よりも塊状に近く、その表面には BMF の場合よりも多くの微粒セリアが観察される。この結果は X 線回折の結果とも一致する。合成した粉体の呈色はセリアの生成量が増加するほど白色になり、セリアの生成が悪い場合には黄色になる傾向にあったが、いずれも呈色は不揃いであった。

出発原料に用いたベーマイトの違いが、他の配合割合でも生じるのかを調べるために、総量を 0.03 mol に固定し、Al:Ti:Ce のモル比を 80:5:15 に変化させた条件で合成を行った。前述 (2-1) の作

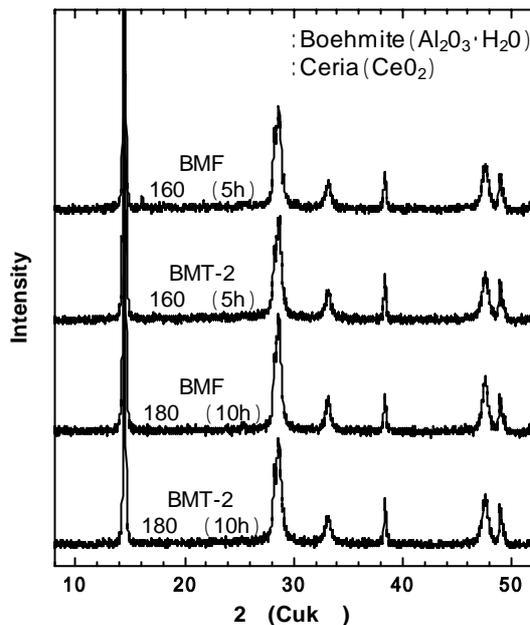


図3 種々な温度、時間で水熱合成した複合粒子の X線回折図形 (モル比 Al:Ti:Ce=80:5:15)

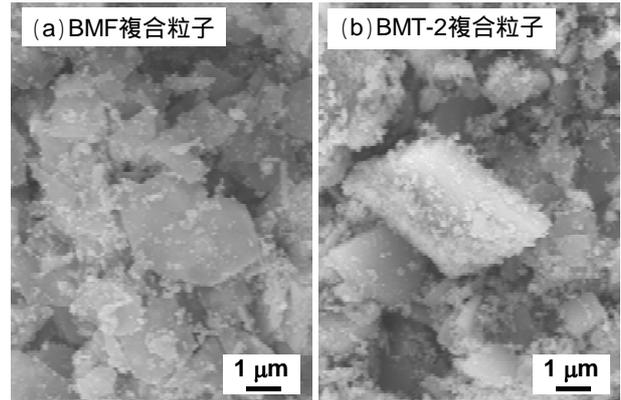


図4 160 (5h)水熱合成した複合粒子のSEM写真
(モル比 Al:Ti:Ce=80:5:15)

製手順のうち、1M の硫酸チタニル水溶液を 1.5ml、2M の硝酸セリウム水溶液を 2.25ml にした他は、モル比 80:10:10 の時と同様にした。水熱処理条件は 160 (5,20 時間)、190 (5,20 時間) である。図 3 に 160 (5 時間)、190 (20 時間) の温度で合成した BMF および BMT-2 複合粒子の X 線回折図形を示す。いずれもセリアのピーク強度がモル比 80:10:10 の場合に比べて大きくなり、セリアの生成量が増加しているのがわかる。BMF と BMT-2 におけるセリアのピーク強度はいずれも同程度であり、モル比 80:10:10 とは異なり、セリアの生成にベーマイトの違いは影響しなかった。図 3 に示した 4 種類の複合粒子は異なる水熱条件で作製したにもかかわらず、いずれにおいてもセリアのピーク強度はほぼ同じであり、80:5:15 のモル比の方がセリアは安定生成することがわかった。図 4-(a) に 160 (5 時間) で水熱合成した BMF 複合粒子、図 4-(b) に BMT-2 複合粒子の SEM 写真を示す。BMF 複合粒子ではモル比 80:10:10 の時(図 2 -(a))に観察された板状ベーマイトの凝集体はほとんどみられない。一方、BMT-2 複合粒子のベーマイトはモル

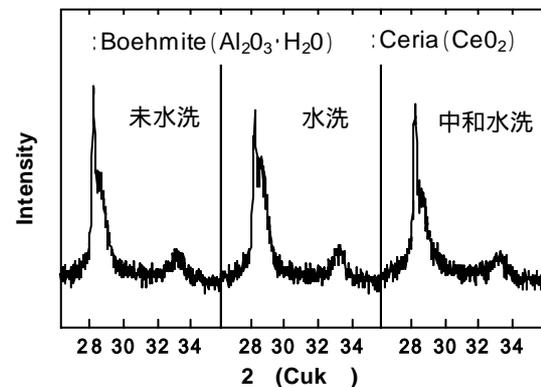


図5 異なる処理をしたBMFベーマイトを用いて160 (5h)水熱合成した複合粒子のX線回折図形

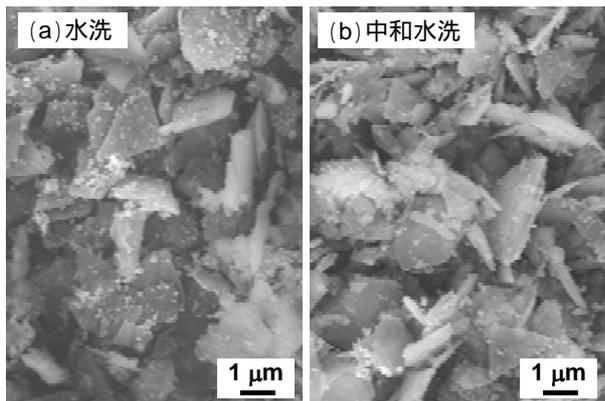


図6 異なる前処理をしたベーマイトで160 (5h)の水熱合成した複合粒子のSEM写真 (Al:Ti:Ce=80:10:10)

比 80:10:10 の時(図 2 -(b))とほぼ同じ形態をしている。ベーマイト表面へのセリアの分布状態、担持量はいずれも良好であるが、所々に遊離したセリアが凝集体を形成している様子が観察された。これは、Ce のモル比を 10% から 15% にしたためにセリアの生成量は多くなったが、逆に Ti のモル比が 10% から 5% に減少したために、ベーマイト-酸化チタン-セリアの結合に寄与しないセリアが増加し、凝集体を形成したものと考えられる。これらの合成粉体はいずれも白色であった。

そこで、Al:Ti:Ce=80:10:10 のモル比における水熱合成条件を再考した。出発原料のベーマイトは水熱合成で作られているため、BMF と BMT-2 では表面状態が異なる可能性がある。その影響を排除するために、イオン交換水で数回洗った水洗 BMF ベーマイト、および 1M 硝酸で水洗スラリーの pH を中性にして洗浄した中和水洗 BMF ベーマイトを用いて実験を行った。前記と同様な手順で試料調整後、160 (5,20 時間)で水熱処理を行った。図 5 に水洗および中和水洗 BMF ベーマイトを用いて、保持時間 5 時間で水熱合成した複合粒子の X 線回

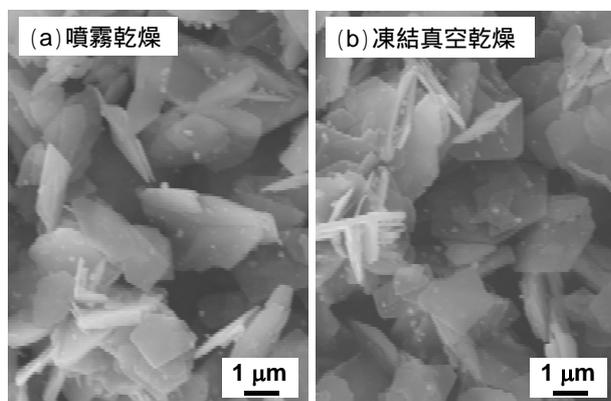


図7 異なる乾燥ベーマイトを用いて、ノビルタで作製した複合粒子のSEM写真 (ベーマイト:セリア=95:5)

折図形を示す。比較のため、BMF ベーマイト(無洗浄)の場合の図形も併せて示した。セリアのピークに大きな違いは認められない。これは保持時間が 20 時間でも同様であり、ベーマイトの洗浄はセリアの生成量には影響を及ぼさなかった。しかし、図 6 の SEM 写真に示すように、(a)水洗および(b)中和水洗のいずれも図 2-(a)でみられた板状ベーマイトの凝集体は少なく、担体となるベーマイトを分散化させる効果が認められた。

以上のように、種々条件を変えて水熱合成を行った結果、ベーマイト-セリア複合粒子の制御因子のいくつかは把握できたが、最適な複合状態(単分散のベーマイトに単分散のセリアが担持した状態)を得るための合成条件を見出すまでには至っておらず、次年度の課題となった。

3 2 乾式法によって作製した複合粒子

図 7-(a)に BMF ベーマイトと Ce-01 の噴霧乾燥セリア、図 7-(b)に Ce-01 の凍結真空乾燥セリアを用いて、ベーマイト:セリア=95:5(重量比)で複合化(ノビルタ使用)させた粒子の SEM 写真を示す。いずれの場合も担体となるベーマイトは、水熱合成の場合と類似(図 2-(a))な数μm 程度の板状粒子の凝集体となっており、ノビルタによる処理では凝集体が解砕できなかったことを示している。しかし、セリアのベーマイト表面への担持状態は均一であり、セリアの凝集や偏析もみられない。図 8-(a)に BMF ベーマイトと Ce-007 の凍結真空乾燥セリア、図 8-(b)に BMT-2 ベーマイトと Ce-007 の凍結真空セリアを用いて、ベーマイト:セリア=80:20 の条件で複合化させた粒子の SEM 写真を示す。どちらも 0.1μm 以下のセリアがベーマイトに分散して担持した様子が観察される。また、セリアの凝集や偏析はみられない。一方、通常のセリ

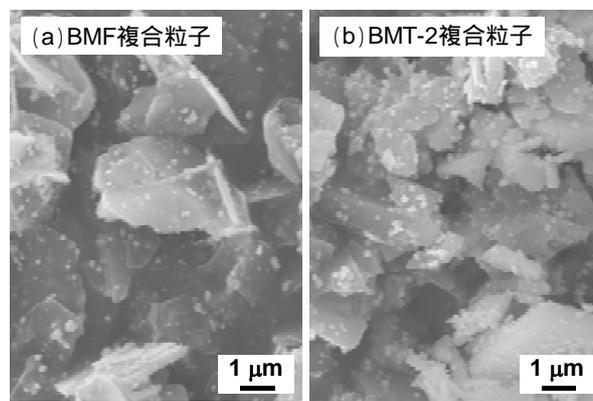


図8 BMFおよびBMT-2ベーマイトを用いてノビルタで作製した複合粒子のSEM写真 (ベーマイト:セリア=80:20)

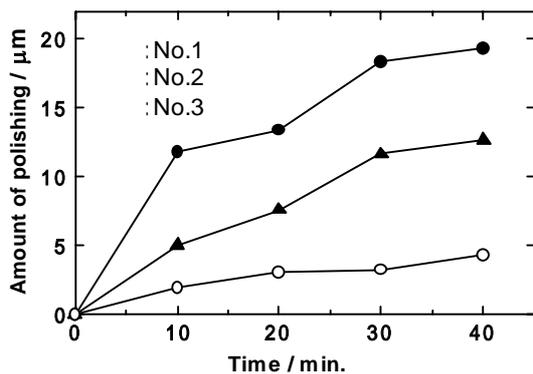


図9 複合粒子の研磨時間と研磨量の関係

乾燥粉を用いた場合には、種々な条件で作製したが、すべてにセリアの凝集と偏析がみられた。また、ペーサイト表面へのセリアの担持もみられなかった。

このように、ノビルタを用いた機械的複合化において、噴霧乾燥あるいは凍結真空乾燥したセリアを用いれば良好なペーサイト-セリア複合粒子が作製できることがわかった。

2.3 複合粒子の加工特性

水熱合成した種々なペーサイト-セリア複合粒子を用いて研磨試験を行ったが、測定データの再現性が非常に悪く、系統立てたデータを取るまでには至らなかった。例えば、図9は同一の水熱合成複合粒子を用いて行った加工実験の結果である。No.1は研磨用試料を貼った円盤に773gの荷重をかけて研磨した結果であり、No.2は荷重3,095gの場合の結果、No.3はNo.1と同じ条件であるが、種々な研磨実験の最後に再試験を行った結果である。No.2は荷重を増加させたにもかかわらず、研磨量は減少し、No.3は単なる繰り返し試験であるにもかかわらず、研磨量は大幅に減少している。研磨後における試料表面の目視観察では、いずれの研磨試料も光沢の強い平滑な鏡面が得られており、研磨量の測定結果とは異なる結果となった。

このように、今回の試験方法では正確に研磨特性を評価できなかった。次年度には研磨時間だけでなく、研磨パットの目詰まりや研磨荷重の影響等を考慮した研磨試験を系統的に行う予定である。

4.まとめ

水熱合成による湿式法および機械的複合化による乾式法を用いて、種々な条件でペーサイト-セリア複合粒子の作製を行い、以下の知見を得た。

(1) 水熱合成法による粒子複合化の場合、セリ

アの生成は $\text{Al}:\text{Ti}:\text{Ce}=80:5:15$ (モル比)の方が $80:10:10$ よりも促進され、また加熱温度や保持時間が変わっても安定していることがわかった。これは、表面改質のために添加したTiの影響であると考えられた。

(2) 出発原料である板状ペーサイトの表面状態の違いが、作製した複合粒子の形態(セリアの生成状態はほぼ同じであったが、担体となるペーサイトの形態が著しく変化)に影響することがわかった。

(3) ノビルタを使った機械的粒子複合化では、板状ペーサイト表面にセリアが均一に分布した複合粒子が作製できた。これは、噴霧乾燥または凍結真空乾燥したセリアを出発原料に用いた効果であった。

(4) 作製した複合粒子の研磨特性は、データのバラツキが大きく、系統的なデータ採取ができなかった。次年度の課題として、再現性のある評価方法の検討が課題として残った。

【参考文献】

- 1) 細野幸太 他, 岐阜県セラミックス技術研究所研究報告, p17-20 (2005)
- 2) 細野幸太 他, 岐阜県セラミックス研究所研究報告, p27-29 (2006)
- 3) 尾畑成造 他, 岐阜県セラミックス研究所研究報告, P5-10 (2007)
- 4) S. Obata et al., J. Ceram. Soc. Jpn., 119, p208-213 (2011)
- 5) 尾畑成造 他, 岐阜県セラミックス研究所研究報告, p12-15 (2008)
- 6) 尾畑成造 他, 日セラ協会東海支部第40回東海若手セラミスト講話会予稿集, p13 (2010)
- 7) 尾畑成造 他, 日セラ協会東海支部第42回東海若手セラミスト講話会予稿集, p20 (2011)
- 8) 尾畑成造 他, 日セラ協会東海支部学術研究会講演要旨集, p33 (2011)
- 9) 横山久範 他, 岐阜県セラミックス研究所研究報告, p8-11 (2009)
- 10) 倉知一正 他, 岐阜県セラミックス研究所研究報告, p7-9 (2010)
- 11) 倉知一正 他, 岐阜県セラミックス研究所研究報告, p8-10 (2011)
- 12) 尾畑成造 他, 日セラ協会東海支部学術研究会講演要旨集, p28 (2009)

短時間・低温焼成による環境負荷低減型陶磁器の開発

立石 賢司・加藤 弘二・長谷川 善一・水野 正敏

Development of the Ecology Tableware by Rapid and Low Temperature Sintering

Kenji TATEISHI, Koji KATO, Yoshikazu HASEGAWA and Masatoshi MIZUNO

本研究では、マイクロ波による焼成技術（選択加熱）により、低温焼成リサイクル食器における釉の熔融促進について検討した。その結果、マイクロ波を照射することでガス焼成の場合に比べて釉の熔融状態が約 20°C 高い状態に加熱されていることが分かった。またマイクロ波の照射により焼成中における炉内上下の温度差が 8°C から 3.3°C に低減され、均質焼成に応用できる可能性を見出した。

1. 緒言

近年の地球環境保全に対する意識の高まりに伴い、CO₂ 排出量の削減等に向けた取り組みが求められている。陶磁器産業は、焼成に多量の化石燃料を使用するエネルギー多消費型産業である。また、昨今の燃料コストの高騰により、使用エネルギーの低減化に向けた研究開発が切望されている。

陶磁器の製造工程におけるエネルギーの大半は焼成工程で消費されている。焼成工程における省エネルギー化には、焼成時間の短縮、焼成温度の低減、焼成プロセスの短縮が考えられる。焼成時間の短縮については、マイクロ波ガス複合炉の実証事業、焼成温度の低減については、低温焼成リサイクル食器の開発が行われている^{1,4)}。

マイクロ波により単位体積あたりに吸収されるマイクロ波電力は

$$P = \frac{1}{2}\sigma|E|^2 + pf\varepsilon_0\varepsilon_r''|E|^2 + pf\mu_0\mu_r''|H|^2 \cdot \cdot \cdot (1)$$

で表わされる⁵⁾。ここで、 σ は電気伝導度、 f は周波数[1/sec]、 ε_0 は真空の誘電率[F/m]、 ε_r'' は物質の誘電損失、 μ_0 は真空中の透磁率[H/m]、 μ_r'' は物質の磁気損失、 $|E|$ は電場[V/m]、 $|H|$ は磁場[H/m]である。釉に使われるアルカリイオンを含むガラスの電気伝導度は温度に依存し、高温であるほど電気伝導度は増加する⁶⁾。また釉の誘電損失は 500°C で約 0.1、750°C で約 0.9 と 9 倍に増加する。一方、素地の誘電損失はいずれの温度でも約 0.05 で温度による影響を受けにくい¹⁾。これらを考慮すると、式(1)よりマイクロ波の照射により、釉の熔融温度以上では、融液が選択的に加熱され、釉の熔融状態が改善されると期待できる。

本研究では、マイクロ波ガス複合炉の活用法として釉の熔融促進について検討し、リサイクル食器の更なる環境負荷低減を目指す。

2. 実験方法

組成の異なる 6 種類の釉薬について、試料 4g を直径 20mm に荷重 10t で一軸加圧成形し、ボタンテスト用の試料とした（成形体の高さ約 7mm）。

マイクロ波ガス複合炉を用いて、①ガス燃焼のみ、②マイクロ波（12kW）照射+ガス燃焼の 2 種の方法で 1150°C~1250°C に加熱し、ボタンの幅および高さにより釉の熔融状態を評価した。棚板にはコーディエライト質の棚板 42 枚を用いた。

測温については、①熱電対（炉内の雰囲気温度制御用）、②放射温度計による棚板の表面温度測定、③リファサーモによる試料周辺温度の測定により行った（図 1）。

選択加熱の効果の検証として、試料表面からの放熱の影響を小さくするため、図 2 に示すように試料の周りを温度測定試料と同じ材質で囲み、試料表面からの放熱の影響を小さくした状態で雰囲気温度を 600°C または 1150°C に保持し、マイクロ波を照射前後の温度変化を観測した。

3. 結果及び考察

ガス燃焼のみおよびマイクロ波照射+ガス燃焼時におけるコーディエライト質棚板の表面温度を図 3 に示す。どちらの場合も棚板表面温度に大きな違いは観測されない。このことから、全焼成工

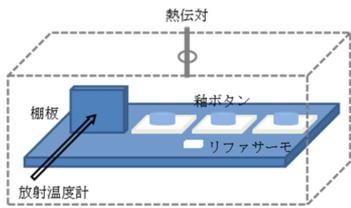


図1 測温方法の概略図

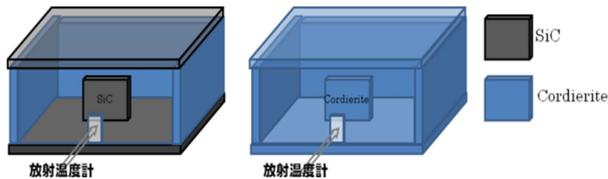


図2 選択加熱効果の検証実験

程にわたってマイクロ波照射により棚板が顕著に発熱しない（棚板の発熱により釉が加熱されること）ことを確認した。

ボタンテストに使用した釉薬の化学組成を表1に、ボタンテストの結果を表2および3に示す。

1150℃焼成における釉のボタンテストの結果を見るとガス焼成の場合、最も熔けが良かった釉薬Dについて幅23.5mm、高さ5.2mmであった。マイクロ波+ガス焼成の場合には、それぞれ23.7mm、4.9mmであり、熔融促進が観測されていた。リファサーモの指示温度はそれぞれ1138℃、1144℃であった。リファサーモの指示温度に対してボタンの高さをプロットして図4に示す。図4から分かるように、釉薬Dはマイクロ波照射により約20℃高い温度の熔融状態に加熱されていることが分かった。釉組成の異なる釉薬A～Cにも同様の傾向が観測された。

ソーダガラス・ムライト・珪石のマイクロ波加熱では、ムライト・珪石系素地に比べてソーダガラスが約300℃高い温度まで選択加熱されることが報告されている¹⁾。本実験において、選択加熱が約20℃と低い理由として、①マイクロ波の出力不足、②表面からの熱損失、③温度上昇に伴う炉材のマイクロ波吸収量の増加による影響などが考えられる。

①について全焼成工程における投入エネルギー量から検討した。マイクロ波+ガス焼成において、ボタンガス使用量は17.59kg、マイクロ波(12kW)の照射時間は4.27時間であり、エネルギーに換算すると、それぞれ211,069kcal、44,032kcalである。

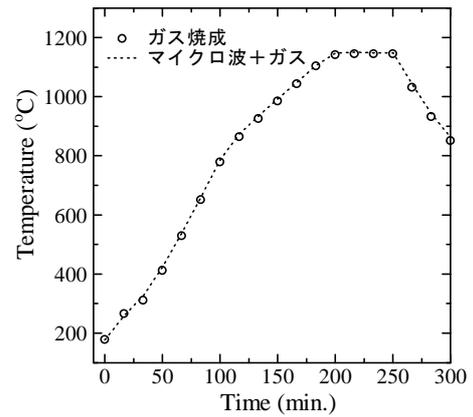


図3 焼成工程におけるコーディエライト質棚板の表面温度

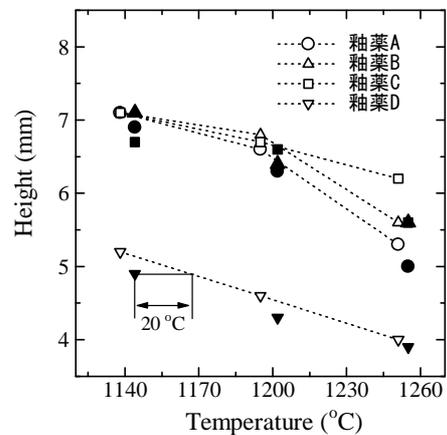


図4 釉のボタンテストの結果（白抜きはガス焼成、黒塗りはマイクロ波+ガス焼成）

全エネルギー量に占めるマイクロ波エネルギーは17%であった。

②の表面からの熱損失の影響を調べるために、図2のように放熱の影響を出来るだけする少なくした形での選択加熱効果を検証した。図5に示すように、雰囲気（熱電対）温度を600℃に保持した状態で、マイクロ波を照射したところ照射前後でSiC棚板の温度は48℃上昇した。一方、雰囲気温度が1150℃の場合の温度上昇は10℃であった（図6）。

対流による放熱量は

$$P = Ah(T_s - T_g) \dots (2)$$

で表わされる。ここでAは表面積[m²]、hは熱伝達率、T_sは試料温度[K]、T_gは気体温度[K]である。

固体間の放射による放熱量は

表1 釉薬の化学組成

(単位 : mass%)

釉薬	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	ZnO	BaO	ZrO	SrO	Ig Loss
A	67.8	6.9	0.06	-	1.27	0.24	1.65	3.20	0.05	3.80	0.03	0.15	1.72
B	67.6	6.2	0.06	-	1.27	0.27	0.58	2.97	0.07	4.44	0.29	0.01	2.13
C	62.0	12.3	0.17	0.11	7.23	0.32	1.42	1.37	6.46	-	-	0.04	2.48
D	45.6	11.4	0.13	0.06	9.95	0.72	1.15	1.74	8.58	0.45	11.7	0.02	5.36
E	60.4	16.8	0.09	-	5.61	1.73	0.31	0.14	-	0.87	-	0.73	0.15
F	62.2	17.3	0.02	0.02	7.73	1.38	0.00	0.10	-	-	-	0.40	0.14

表2 ガス焼成における釉のボタンテストの結果

(単位 : mm)

温度 (°C)	釉薬 A		釉薬 B		釉薬 C		釉薬 D		釉薬 E		釉薬 F	
	幅	高さ										
1138	20.7	7.1	20.3	7.1	20.9	7.1	23.5	5.2	19.3	7.5	19.4	7.5
1195	21.8	6.6	21.0	6.8	21.5	6.7	25.6	4.6	19.7	7.5	19.4	7.6
1251	25.3	5.3	24.6	5.6	23.3	6.2	27.0	4.0	20.5	7.0	19.5	7.4

表3 マイクロ波+ガス焼成における釉のボタンテストの結果

(単位 : mm)

温度 (°C)	釉薬 A		釉薬 B		釉薬 C		釉薬 D		釉薬 E		釉薬 F	
	幅	高さ										
1144	21.3	6.9	20.4	7.1	21.0	6.7	23.7	4.9	19.2	7.4	19.5	7.5
1202	22.3	6.3	22.3	6.4	21.9	6.6	26.0	4.3	19.2	7.5	19.4	7.6
1255	25.6	5.0	25.0	5.6	24.6	5.6	27.2	3.9	20.4	7.1	19.9	7.3

$$P = A\sigma\varepsilon(T_{s1}^4 - T_{s2}^4) \dots (3)$$

で表わされる。ここで σ はステファン=ボルツマン定数[W/m²K⁴]、 ε は放射率、 T_{s1} 、 T_{s2} は各固体の温度[K]である。式(2)と式(3)から明らかなように、温度が高くなるほど、放射による熱損失の影響が大きい。物体(釉)に吸収されるマイクロ波電力は式(1)で表わされ、セラミックス材料の場合、誘電損失は温度の上昇に伴い増加するため、マイクロ波の吸収量も増加するが、1150°Cの温度域においては吸収量の増加による発熱よりも、放射による熱損失の影響が大きいことが考えられる。

③温度上昇に伴う炉材のマイクロ波吸収量の増加については、SiC およびコーディエライト棚板のマイクロ波の吸収特性により検討した。600°C保持下でのマイクロ波照射前後の温度上昇を比較するとSiCで48°C、コーディエライトで28°Cである。これは600°Cでのマイクロ波吸収量がSiCの方が多いことを示している。一方、1150°C保持下では

いずれも上昇温度が約10°C上昇しており、吸収量に大きな違いが見られない。これらのことから、棚板として使用しているコーディエライトのマイクロ波吸収量が1150°Cで増加し、釉を加熱するのに十分なマイクロ波量が得られない可能性が考えられる。

一般にセラミックスの誘電損失は温度の上昇に伴い増加するため、マイクロ波による加熱において被焼成体内に温度差が生じると、その温度差は広がる。マイクロ波ガス複合炉においても、マイクロ波照射により炉内温度差が広がることが予想されたが、異なる結果が得られた。図7に炉内上部と下部の温度プロファイルを示す。ガス焼成の場合、1150°Cで1時間保持した時の上下の温度差は8°Cであるのに対し、マイクロ波を照射した場合には3.3°Cまで温度差が減少した。同様な結果は1200°Cおよび1250°C焼成でも見られた。本結果により、マイクロ波の照射により炉内温度分布を低減させた焼成方法が可能であることが分かった。

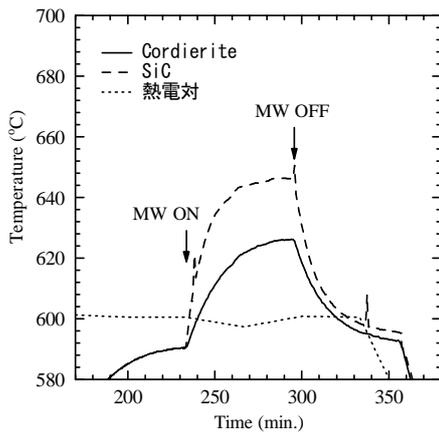


図5 マイクロ波の照射が棚板の発熱に与える影響

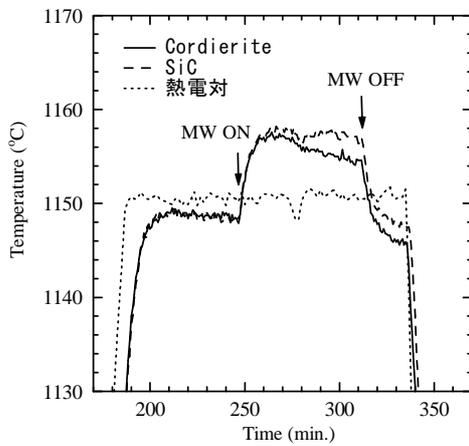


図6 マイクロ波の照射が棚板の発熱に与える影響

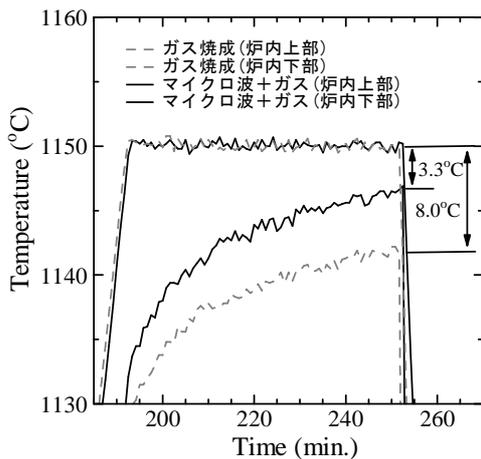


図7 焼成工程における炉内温度

4. まとめ

本研究では、釉のボタテストを用いて、マイクロ波の選択加熱により、釉の熔融促進について検討した。その結果、マイクロ波を照射することでガス焼成の場合に比べて釉の熔融状態が約20°C高い状態に加熱されていることが分かった。

またマイクロ波の照射により焼成中における炉内上下の温度差が8°Cから3.3°Cに低減され、均質焼成に応用できる可能性を見出した。

【参考文献】

- 1) 核融合科学研究所, 土岐市立陶磁器試験場, 土岐市陶磁器工業協同組合連絡協議会, 一般共同研究報告書「マイクロ波陶磁器焼成装置の実用化試験」(2011)
- 2) 加藤弘二ら, 岐阜県セラミックス研究所研究報告, p5 (2009)
- 3) 立石賢司ら, 岐阜県セラミックス研究所研究報告, p1 (2010)
- 4) 立石賢司ら, 岐阜県セラミックス研究所研究報告, p1 (2011)
- 5) 柳田祥三ら, マイクロ波の新しい工業利用技術, NTS, p5 (2003)
- 6) 山根正之ら, ガラス工学ハンドブック, 朝倉書店, p209 (1999)

陶磁器製品のブランド化研究 (第3報)

- LOW FLOWER VESSEL(低い花器)の開発 -

小稲彩人

Development of Artistic Ceramic Designs for New Mino Brand ()

-Trial manufacture of Low Flower Vessel-

Ayato KOINE

美濃焼の長引く不景気を改善するためには、新製品での新たな需要の発掘が期待されており、製造技術の向上とともに、デザインに新しい価値を加える工夫が必須である。

今年度は、新しい花の表現が可能な卓上配置の花器の検討を行い製品開発や試作を行った。

1. 緒言

昨年度は、新たな花器の購買を促すために、ナイフスタンド+花器、表札+花器、ブックスタンド+花器など、従来然としていない場所での使用を念頭においた花器のデザイン提案を行った。

今年度も新規性のある花器の開発を目指して、新しい花の装飾方法や食卓を華やかに演出できる花器の提案・試作を行った。

2. 開発コンセプト

不況により大手百貨店での売上も減少し、更に食器売場を含むリビング用品は概ね縮小傾向にある。しかし、百貨店は付加価値商品の売場として依然として魅力あるところであり、作り手(生産者)側としては商品を置きたい場所である。売場において消費者に受け入れられるためには、品質や値頃感は当然であるが、時勢を汲んだ商品づくりが必要である。

最近の食生活に関しては、外食産業の低迷が示すように「内食」が増加傾向にあり、就業時間以外を主に家庭内で過ごす人が多くなってきている。そのため、消費傾向は「家族」の単位で思考されるなどライフスタイルに変化の兆しを感じられる。

一方、販売されている花器に目を移すと、多くは袋状で形状的に特徴が少なく、設置場所も玄関、卓上、本棚、お手洗いと概念化されており、新規性に乏しい。

このように、景気低迷による消費力の低下やライフスタイルの変化、さらに現状の花器形状に見られる同一化に対処するため、新規性や意外性を

有する製品(花器)の開発を行った。以下のコンセプトに基づいたアイデア構築を行い、製品提案を具現化するために試作品を作製した。

既存製品では見かけない形状を有している。

新しい花の飾り方を提案できる。

食器にあわせたレイアウトができる。

現代の居住空間で違和感のないインテリア性を持っている。

3. 試作

3-1 LOW FLOWER VESSEL(低い花器)の提案

花を飾る位置を可能な限りテーブル面に近づけることで、小さな花や葉を挿すと、卓上に小さな花畑があるような華やかな雰囲気演出できる製品の提案を行った。食器の高さに近く、一般の花瓶の様に対面を遮らないので、食器と並べて卓上装飾として使える。ダイニングテーブルの他、窓際に置くことも可能である。

台形を水平方向に伸ばし、上面に等間隔で開けた穴に花を挿せる構造となっており、水の出し入れもできる。素材は磁器を対象に、成形は排泥鑄込み成形、釉は透明釉とした。還元雰囲気1250で焼成した。

試作品の形状として、以下に示す3種類を検討した。一つ目の試作品は品名Straight Lineとした。長さ49cm、高さ4cm直線形状の花器で、その外観を図1に、図面を図2に示す。二つ目の試作品はSemi circleとした。直径15cm、高さ4cmの半円形状の花器で、その外観を図3に、図面を図4に示す。三つ目の試作品はRight angleとした。一辺12cmの直角

形状の花器で外観を図5に、図面を図6に示す。この3種類の形状の花器を、食器の配置やランチョマットなどの配置に合わせて設置すれば、食卓の雰囲気を変えて楽しむことが可能である。Straight lineの配置例を図7に、Semi circleの配置例を図8に示す。またRight angleの配置例を図9に示す。それぞれの配置例が示すように異なる形状を組み合わせることで、バリエーション豊富な配置が可能となる。なお、これらは長くて袋状の形状であるが、焼成変形も少なく製品化も容易であると思われる。

美濃焼の新しいブランドの創出は、食器生産を行いつつ、新規陶磁器製品を提案することにより、需要を喚起するために必要である。今回の提案は展示会での反響を参考にしながら、さらに検討を行う予定である。



図1 Straight line (外観)



図3 Semi circle (外観)

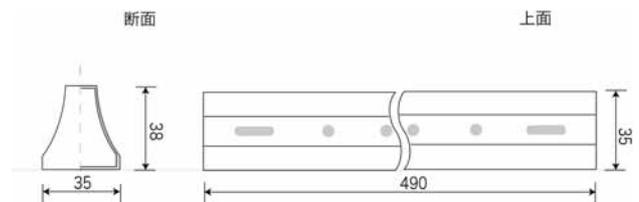


図2 Straight line (図面)

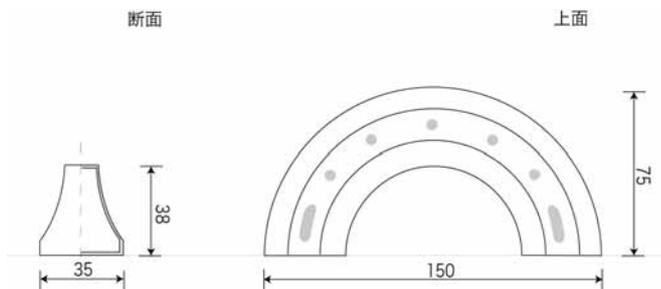


図4 Semi circle (図面)



図5 Right angle (外観)

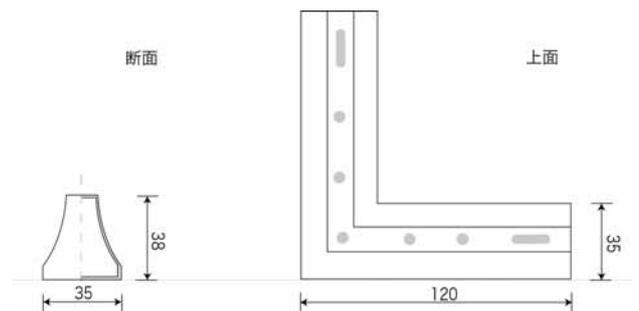


図6 Right angle (図面)



図7 Straight line設置例



図9 Right angle設置例

4.まとめ

新しい花器ブランドを創出するために、従来然とした花器からの脱却を目指し新しい花器を提案した。背の低い花器形状を活かして、花畑が卓上にある様な華やかな装飾を可能とする試作品が出来た。



図8 Semi circle設置例

人に優しい陶磁器製品の開発とその評価技術（第2報）

伊藤正剛・横山貴広・小稲彩人・横山哲也*

Development and Evaluation of the Friendly Pottery ()

Sadataka ITO, Takahiro YOKOYAMA, Ayato KOINE and Tetsuya YOKOYAMA*

高齢化社会を迎える中、高齢者の感覚や身体特性を考慮した人に優しい陶磁器製品の開発を目指し、本年度は、これまでに見出した割れ誘導線の縦方向本数が12本のモデルについて、衝撃試験における打点位置の違いが割れに及ぼす影響や、CAEソフトを用いた落下シミュレーションによる応力分布について検討した。その結果、落下シミュレーションにおける割れ誘導線12本モデルは、割れ誘導線の無いモデルと比較して、割れ誘導線近辺で応力が増加することを確認できた。

1. 緒言

2012年3月に発表された総務省統計調査結果では65歳以上の高齢者人口は2975万人、総人口に占める割合は23.3%と5人に1人は高齢者という状況となっている。これを前年と比べても、人口、割合とも過去最高を更新し続けている。

このように高齢化社会が進む状況にあっても、一般の家庭で使用されている食器はデザインの変遷はあるものの、基本的には大きな変化がない。そのため、高齢者の感覚や身体特性を考慮した高齢者に使い勝手の良い陶磁器製品が求められている。

特に、断熱性や軽量化の要望が多く、他にも、運びやすさ、持ちやすさ、滑りにくさ、そして、デザインに関するものまで、素材のみならず人間工学的な視点も求められている。

昨年度までの研究において、割れても後片付けしやすい食器の開発を目的に、試作した飯碗の落下試験を行った結果、ある程度割れを制御できる割れ誘導線を見出した¹⁾。

そこで、本年度は良好な結果が得られた中から、飯碗の割れ誘導線12本モデルについて、衝撃試験における打点位置を変えた場合の衝撃強度等に及ぼす影響や、CAEソフトを用いた飯碗の落下シミュレーションについて検討を行った。

2. 実験方法

2-1 試作品作製

圧力鑄込みで成形した飯碗の成形体を素焼きした後石灰釉を施釉し、昇温速度100/hにて、1250で30分間保持の酸化焼成を行った。ただし、割れ誘導線の部分は無釉とした。

2-2 衝撃試験

衝撃試験機(リサーチアシスト(有)製RA-112型)を用いて、衝撃強度を測定した。

2-3 落下シミュレーション

図1に割れ誘導線12本モデルの飯碗の形状を示す。飯碗の材料物性値は、密度2.45g/cm³、ヤング率77GPa、ポアソン比0.174とした。

飯碗を高さ70cmの位置から、剛体の床に落下させる条件とした。この時、飯碗の縁が床での打点となるように45°の傾斜をつけ、落下打点が割れ誘導線間となるように飯碗の姿勢を決めた。

使用した商用CAEソフトはSolidWorks Simulation 2010で、有限要素法を用いて飯碗の動的特性を計算した。飯碗の変形は微小であることから、線形の有限要素法を利用し、有限要素は2次の4面体としてメッシュ形状が計算結果に与える影響を抑えた。解析時間は飯碗が床に衝突してから1msecの間とした。

3. 結果及び考察

3-1 試作品の衝撃試験

割れ誘導線12本モデルの飯碗について、縁部の

* 岐阜県情報技術研究所



図 1 割れ誘導線 12 本モデルの CAD 表示画面

衝撃試験を行った。この時、試験体の打点が割れ誘導線と割れ誘導線のちょうど中間になるように設置した。その結果、平均衝撃強度は 0.05J であった。図 2 に、衝撃試験による代表的な割れ方の写真を示す。平成 22 年度に行った 12 本モデルの飯碗縁部の衝撃試験で、打点が割れ誘導線上になるように設置した場合の平均衝撃強度は 0.07J であったことから、縁部の打点位置によらず衝撃強度はほぼ同じであることがわかった。また、いずれの場合も誘導線に沿ってきれいに割れており、小破片は発生しなかった。衝撃試験においても、実際の落下試験と同様に割れ誘導線は効果的に作用することが確認できた。



図 2 衝撃試験後の割れ状況

3 - 2 シミュレーションによる応力解析

割れ誘導線 12 モデルと割れ誘導線の無いモデル（割れ誘導線 0 本モデル）について、飯碗の同一位置での最大主応力の比較を行った。比較は、割れ誘導線が無い内側とし、落下打点位置から 15° 間隔で、縁部頂点から 5mm 下の位置で行った。図 3 に割れ誘導線の間内側にある 0°、30°、60° の位置での最大主応力を、図 4 に割れ誘導線上の内側にある 15°、45°、75° の位置での最大主応力を示す。ここで、図の縦軸が示す応力は引張り応力である。図 3 の割れ誘導線間のグラフでは、12 モデルと 0 本モデルでの応力の差はないが、図 4 に示す割れ誘導線上では、割れ誘導線がある

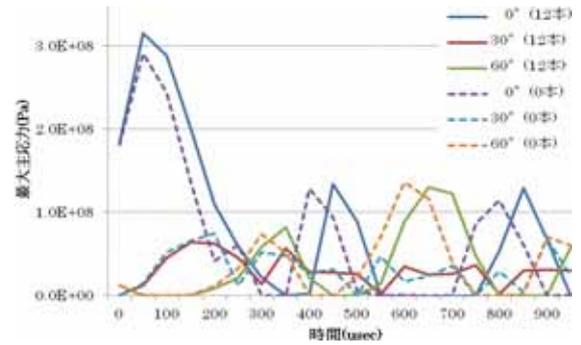


図 3 割れ誘導線間(0, 30, 60°)の最大主応力

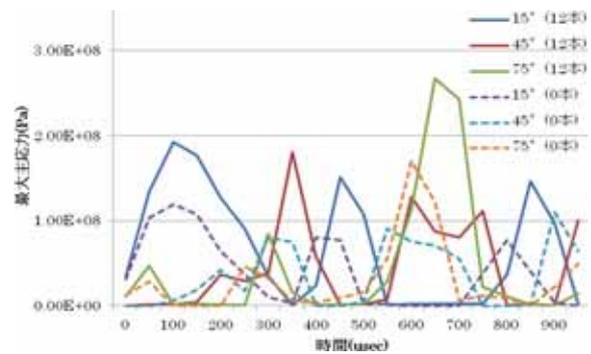


図 4 割れ誘導線裏(15, 45, 75°)の最大主応力

ことによって応力の増加が認められる。なお、縁部頂点から 5mm 下の位置では割れ誘導線上の内側すべてで応力は増加していた。

割れ誘導線 12 モデルにおける落下シミュレーションの最大応力分布図（衝突後 200 μ sec）を図 5 に示す。応力の大きさをグレースケールで表示し、応力が高くなると色が濃くなる。図 5 から、打点位置とその近くの割れ誘導線、及び打点位置から 135° にある割れ誘導線近辺の応力が高いことが確認できた。135° の応力が高くなるのは、飯



図 5 落下時の応力分布(衝突後 200 μ sec)

碗の形状に関係があるものと推測される。

4. ま と め

縦方向の割れ誘導線の本数を 12 本にしたモデルについて、打点位置を変えた衝撃試験を行った。その結果、飯碗縁部の打点位置が割れ誘導線間であっても、割れ誘導線上の打点と同様に誘導線に沿ってきれいに割れることが確認できた。

割れ誘導線 12 本モデルにおける落下シミュレーションを行った結果、割れ誘導線の無いモデルと比較して、割れ誘導線近辺で引張り応力が増加することが確認できた。

【参考文献】

- 1) 伊藤正剛, 小稲彩人, 岐阜県セラミックス研究所研究報告, p18-20(2011)

陶磁器製造プロセスの短縮化に関する研究

林亜希美・横山久範

A Study of Shortening of the Porcelain Manufacturing Process

Akemi HAYASHI and Hisanori YOKOYAMA

マイクロ波による成形体の加熱実験をマイクロ波焼成炉(6kW)及び電子レンジ(700W)を用いて行った。SiC 棚板に成形体を載せて 5~15 分間マイクロ波加熱することによって強度が向上することが確認できた。また成形体を SiC 棚板に挟んでマイクロ波加熱した方が成形体の温度を上昇させる点では効果的であり、特にマイクロ波炉を用いた場合には 15 分間で 900 に達し、強度向上も大きかった。

1. 緒言

エネルギー多消費型の陶磁器業界は、近年の原油価格の高騰により重油・ガス等の燃料代が上昇し、非常に厳しい状況を迎えている。これに対処するために、低温焼成素地の開発や焼成炉の熱効率の向上に関する研究等も一つの手段であると考えられる。一方では、従来の陶磁器製造プロセスを根本から見直し、消費エネルギーが大きく削減できる新しい製造プロセスを造り上げる転換期に来ていると言える。

そこで、飲食器製造の焼成プロセス等の省エネルギー化及び短縮化を図るために、成形素焼き(下絵付け)施釉焼成(上絵付け、イングレース)の飲食器製造プロセスにおいて、素焼き工程の短縮化に関する研究を行った。その方法としてマイクロ波を用いて工程を短時間で行う可能性について検討を行った。

2. 実験方法

リサイクル素地、普通磁器素地を用いて試験片を作製した。市販電子レンジ、マイクロ波焼成炉を用いて 0~15 分加熱試験を行った。市販電子レンジの出力は 700W、マイクロ波焼成炉は 6kW である。図 1 に示すように、1 つは試験片を SiC 棚板にのせ、もう 1 つは SiC 棚板で挟んだ。

加熱前後の曲げ強度をオリエンテック製 UCT-5T にて測定を行った。加熱直後の試料温度を NECAvio 赤外線テクノロジー製サーモグラフィ TVS-500 EXZ を用いて測定した。

3. 結果及び考察

図 2 に電子レンジを用いて加熱した場合の加熱時間と曲げ強度の関係を示す。電子レンジによる加熱では 15 分加熱しても 3MPa 程度にしかならず、強度向上は小さい。しかし、図 3 に示すようにマイクロ波焼成炉を用いた場合は、5MPa 以上の曲げ強度を 15 分の加熱試料で示した。特に棚板 2 枚で挟んでマイクロ波加熱した場合には 9MPa に強度が増加した。

図 4 に電子レンジによる加熱、図 5 にマイクロ波焼成炉で加熱を行った場合の加熱直後の試料及び SiC 棚板のサーモグラフィによる温度測定結果を示す。試験片を SiC 棚板 2 枚で挟んだ場合には、電子レンジ及びマイクロ波焼成炉から取り出した直後に上部の SiC 棚板を取り除き温度を測定した。図 4 から電子レンジによる加熱では約 500 まで加熱されている。これに対して、図 5 のマイクロ波炉では約 900 まで加熱されていた。また電子レンジ、マイクロ波炉ともに SiC 棚板 2 枚で挟んだ方がより加熱されていることがわかる。

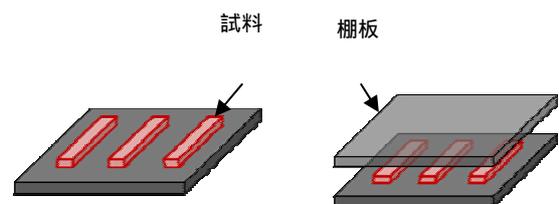


図 1 試料及び棚板模式図

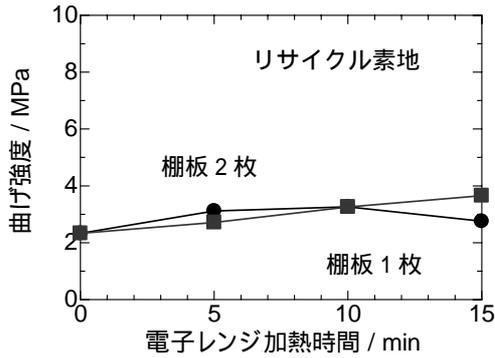


図2 電子レンジ加熱における加熱時間と曲げ強度の関係

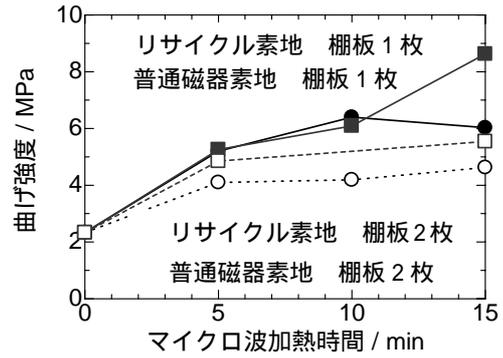


図3 マイクロ波焼成炉加熱における加熱時間と曲げ強度の関係

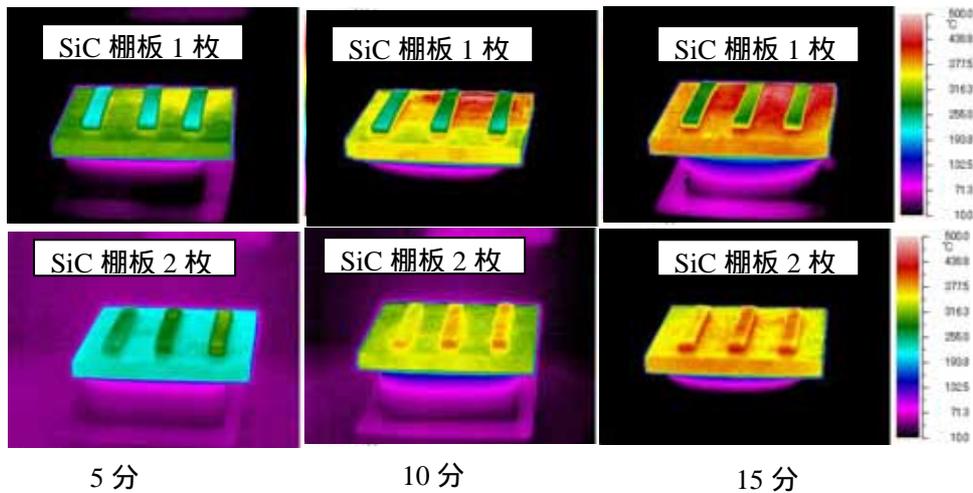


図4 電子レンジで加熱直後の試料及び SiC 温度

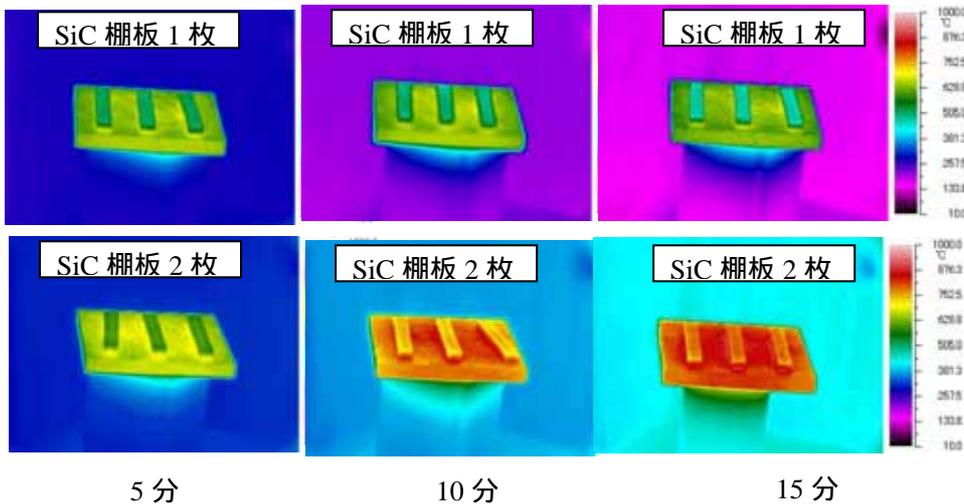


図5 マイクロ波焼成炉で加熱直後の試料及び SiC 温度

4. まとめ

マイクロ波による成形体の加熱実験をマイクロ波炉(6kW)及び電子レンジ(700W)を用いて行った。どちらの場合も SiC 棚板に成形体を載せて 5~15 分間マイクロ波加熱することによって強度

が向上することが確認できた。また成形体を SiC 棚板に挟んでマイクロ波加熱の方が成形体の温度を上昇させる点では効果的であり、特にマイクロ波焼成炉を用いた場合には 15 分間で 900 に達し、強度向上も大きかった。

低熱膨張材料の高機能化とその製品化

安達 直己・加藤 弘二・尾石 友弘

Development of High-Value-Added Product by Low-Thermal Expansion Ceramics

Naoki ADACHI, Koji KATO and Tomohiro OISHI

平均粒径 2.1 μm まで粉砕したリサイクルコーディエライトと本山木節粘土を用いて、新規な低熱膨張材料の作製を試みた。コーディエライトと木節粘土の割合を 60:40 から 90:10 まで変化させ、鑄込成形にて成形体を作製し、1250 $^{\circ}\text{C}$ で焼成して焼成体を作製した。その結果、コーディエライトの割合が 70 wt%以上の時に $2.5 \times 10^{-6} / ^{\circ}\text{C}$ 以下の線熱膨張係数を示す焼成体を作製することができた。また、コーディエライトの割合が 80 wt%以上になると焼成体にクラックの発生が確認された。以上のことから、コーディエライトの割合が 70 wt%のときに最適な低熱膨張な素地を得た。

1. 緒言

平成 19 年度に、輸入品の土鍋から煮沸後に鉛の溶出が確認され、自主回収の事態を引き起こして以来、安全面から国内産の土鍋が注目され売り上げを伸ばしてきた。一方で、土鍋で使用されている低熱膨張材料の主成分は、リチウム酸化物のペタライトであり¹⁾、この原料は燃料電池等で用いられるリチウム原料(コバルト酸リチウム・ニッケル酸リチウム・マンガン酸リチウム等)の影響を受けて高騰している。

そこで本研究では、ペタライトに代わる材料として低熱膨張材料であるコーディエライトに着目し、製品化の可能性を図ることを目的とした。コーディエライトは、各結晶軸方向で異なる熱膨張係数を有する特異的な性質を持ち、a 軸方向が $2.9 \times 10^{-6} / ^{\circ}\text{C}$ のであるのに対して、c 軸方向では $-1.1 \times 10^{-6} / ^{\circ}\text{C}$ と負の値を示すことが知られている²⁾。このような性質から、コーディエライトは耐熱衝撃性に優れており、セラミックス材料の中では比較的軽量でコスト的にも比較的安定しているといった利点からディーゼルエンジン車用排ガスフィルター(DPF)に使用されている³⁾。この DPF は、環境負荷低減の観点から日本国内に留まらずヨーロッパやアメリカなどへ盛んに輸出されている。コーディエライト製 DPF の製造中に発生した不良品や半端品、破砕品などは、一部を除いて廃棄処分されている。廃棄処理品コーディエライトは DPF の特性を保持するため高純度である。本年度

は、この廃棄処理されていたコーディエライト(以下、リサイクルコーディエライト)と木節粘土との調合試験を行いその焼成体の特性を評価した。目標とする素地の線熱膨張係数は、市販されている一般的なペタライト素地の土鍋と同じ $2.5 \times 10^{-6} / ^{\circ}\text{C}$ とした。この耐熱コーディエライト素地を開発することで、資源の有効利用および原料の低価格化および安定供給が期待できる。

2. 実験方法

提供されたリサイクルコーディエライト(線熱膨張係数 $1.6 \times 10^{-6} / ^{\circ}\text{C}$ (25-700 $^{\circ}\text{C}$))は、形状、粒径が不均一であるためボールミリングを行い、平均粒径 D_{50} が 2.1 μm になるまで粉砕した。このコーディエライトの化学組成は表 1 に示すとおり、鉄分が 0.19 wt%と少なく、きれいな白色の原料である。粘土質原料として本山木節粘土を用いて素地の調合を行った。本山木節粘土の成分分析値は表 2 のとおりである。コーディエライトと木節粘土の割合を 60:40 から 90:10 の割合で配合し、分散剤として SN ディスパーサント 5040(サンプロ株式会社製)を粉体重量に対して 0.6 wt%添加し、泥漿濃度が 75%となるように水分を添加して、24 時間ボールミリングし泥漿を調製した。この泥漿を真空脱泡した後、石膏型に流し込み縦 50 mm \times 横 50 mm \times 厚 6 mm の大きさとなるように成形体を作製した。作製した成形体は電気炉にて昇温速度 100 $^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 、1250 $^{\circ}\text{C}$ で 2 時間保持した条件で焼

表1 コーディエライトの成分分析値

(wt%)								
SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	LOI
47.9	37.7	0.19	0.10	0.07	13.8	0.08	0.08	0.01

表2 木節粘土の成分分析値

(wt%)								
SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	LOI
52.0	32.0	1.14	0.66	0.12	0.28	1.47	0.17	11.56

成し、線収縮率、吸水率、3点曲げ強度、線熱膨張係数を測定した。また、電子顕微鏡を使用して、各割合で調合した素地の研磨面を観察した。

3. 結果及び考察

リサイクルコーディエライトと本山木節粘土の割合を 60:40 から 90:10 まで変化させた成形体はいずれもクラック等が入ることはなかった。これら成形体を焼成して得られた各焼成体の外観写真を図1に示す。いずれも白色の素地を得ることができた。

作製した焼成体の線収縮率を測定した結果を図2に示す。コーディエライトの割合が、70 wt%までは、約6%程度の収縮が見られ、それ以上にコーディエライトが増えると徐々に線収縮が大きくなる傾向となった。特に、コーディエライトの割合が90 wt%以上になると約9%の収縮率となった。

次に、同じ焼成体の吸水率の測定結果を図3に示す。60 wt%のときに、約8%の吸水率であり、コーディエライトの割合が80 wt%となるまでは、わずかに吸水率が高くなる傾向となったが、逆にコーディエライトの割合が90 wt%では、吸水率が低下した。

焼成体の3点曲げ強度の結果を図4に示す。3点曲げ強度の測定に関しては、各割合の焼成体から切り出した5本のサンプルを用いた。図4に示す曲げ強度の測定結果は、平均した曲げ強度の結果である。コーディエライトの割合が60 wt%のとき、108 MPaの高い曲げ強度を示した。コーディエライトの添加が増えるに従って、曲げ強度は低下し70 wt%のときに94 MPa、80 wt%のときに76 MPaであった。また、コーディエライトが90 wt%

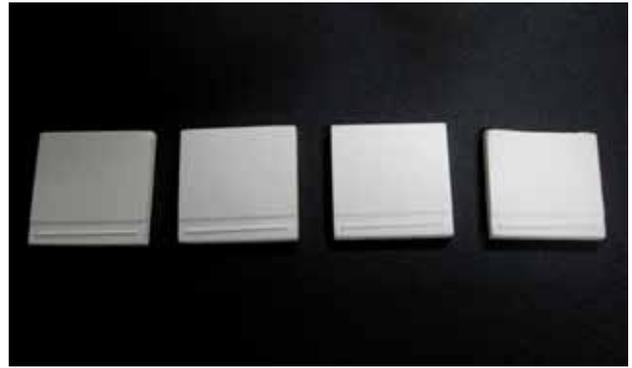


図1 各割合で作製した焼成体

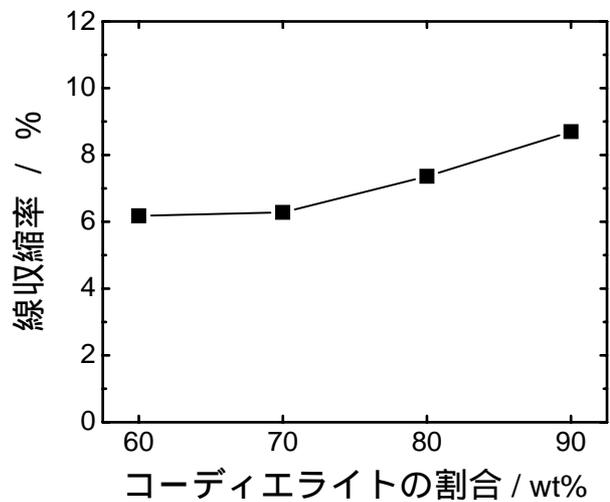


図2 各割合で作製した焼成体の線収縮率

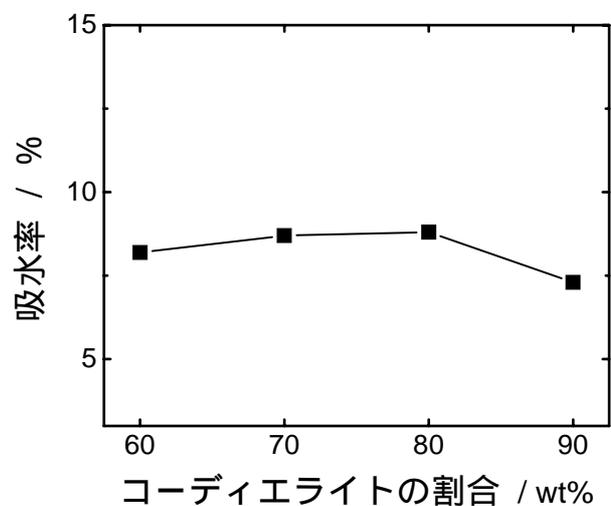


図3 各割合で作製した焼成体の吸水率

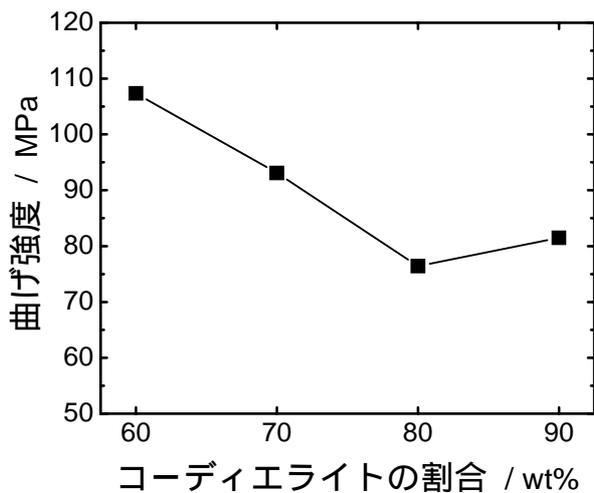


図4 各割合で作製した焼成体の曲げ強度

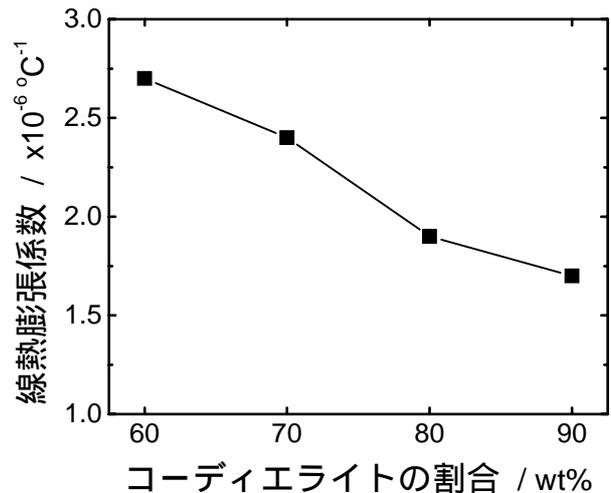


図5 各割合で作製した焼成体の線熱膨張係数

のときは 81 MPa とコーディエライトの割合が 80 wt%と比較して若干高い結果となった。

次に、各割合で作製した焼成体の線熱膨張係数を測定した結果を図5に示す。各線熱膨張係数の結果は、25 °C から 700 °C の温度範囲での結果である。コーディエライトの割合が増えるに従い、線熱膨張係数は低くなった。コーディエライトの割合が 60 wt%のときは、 $2.7 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ であり、目標である線熱膨張係数が $2.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ 以下を達成することができなかったが、コーディエライトの割合が 70 wt%のときに $2.4 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ の線熱膨張係数であり、目標を達成する値となった。また、コーディエライトの割合が 80 wt%のときは、 $2.0 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ 以下の非常に低い線熱膨張係数であった。

各割合で作製した焼成体の研磨面を電子顕微鏡により微細構造観察を行った。図6には、5000倍で観察した結果を示す。コーディエライトの割合が 60 wt%に着目すると、粗大なコーディエライトの粒子間に微細な木節粘土から生成したムライト結晶が充填した緻密な構造となっている。このようなコーディエライト粒子をムライト結晶がうまくネッキングする構造によって、高い曲げ強度が発現したと思われる。また、70 wt%、80 wt%に関しても同様な構造であるが、一部 60 wt%のときよりも粗大なコーディエライトが観察された。木節粘土の割合が少なくなるにつれて、成形時にコーディエライト粒子間に十分に木節粘土が充填できなくなるために、コーディエライト同士が接触し粒成長につながったと考えられる。この粒成長に

よるコーディエライト粒子の粗大化が強度低下および焼成収縮の増大になったと思われる。コーディエライトの割合が 90 wt%のときは、微構造がほかの割合と大きく異なり、コーディエライト粒子がほとんど粒成長することなく緻密化した組織となっている。このような構造のため、吸水率が低く、曲げ強度も 80 wt%より高い結果となったと思われるが、90 wt%がなぜこのような構造となったのかは現在検討中である。

以上の結果から、コーディエライトの割合が 70 wt%以上で目標の線熱膨張係数の素地が得られることが明らかとなったが、コーディエライトの割合が 80 wt%以上の焼成体で図7に示すように、焼成体の側面にクラックが観察された。これは、木節粘土の添加量が少ないために生じた現象であると思われる。焼成体にクラックが生じることなく、目標の線熱膨張係数 $2.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ 以下を可能とするコーディエライト 70 wt%の割合が素地として活用できると考えられる。この素地の曲げ強度は 94 MPa と高く、また白色の素地として広い範囲での使用が期待できる。

4. まとめ

リサイクルコーディエライトの再資源化を目的として耐熱材料の開発を行った。コーディエライトと木節粘土を 70:30 の割合で調合した素地は、白色であり曲げ強度 94 MPa と高い強度でかつ線熱膨張係数 $2.4 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ と低い熱膨張を示した。

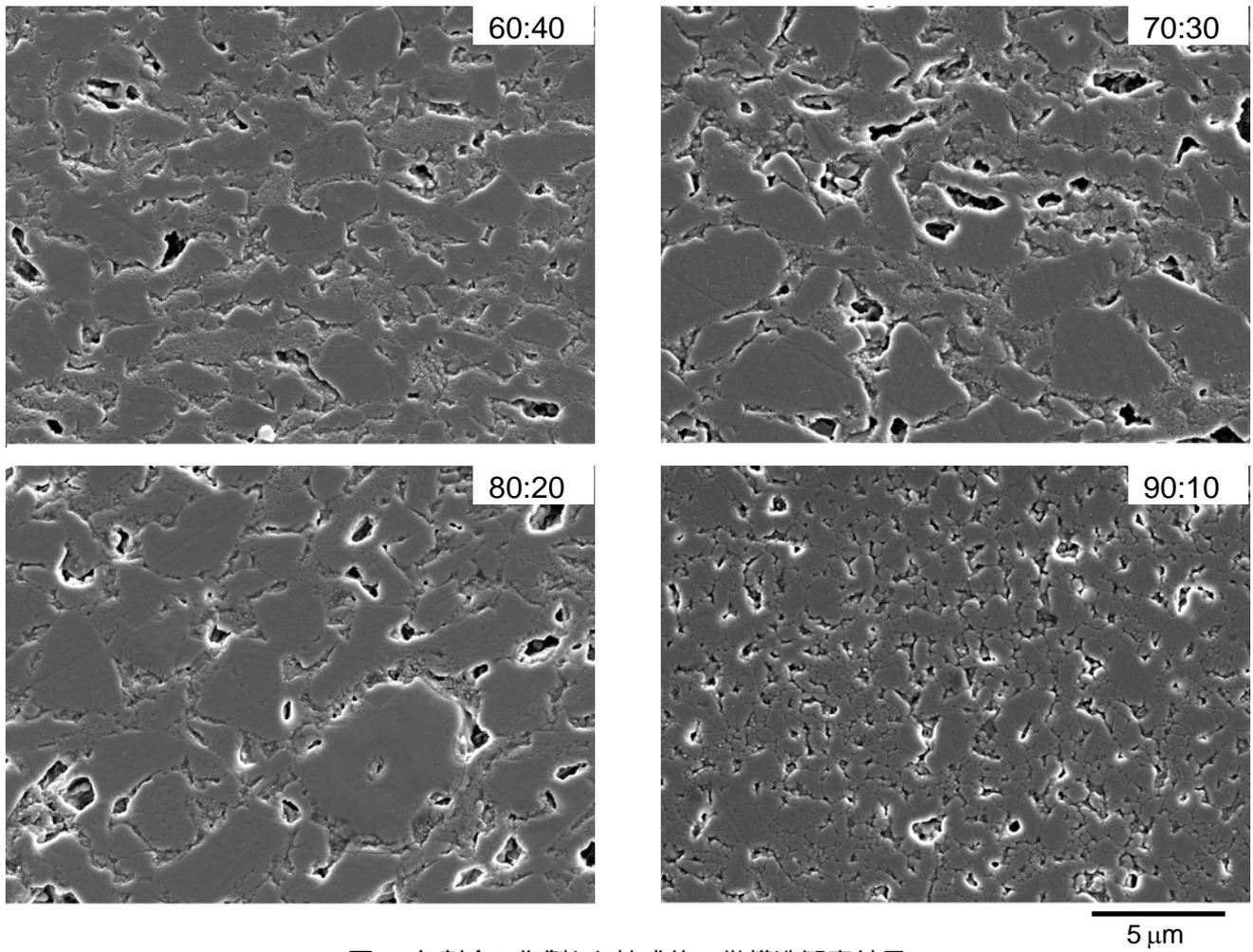


図6 各割合で作製した焼成体の微構造観察結果



図7 焼成体で観察されたクラック

【参考文献】

- 1)国枝勝利, *セラミックス*, **29**, 571-572 (1994)
- 2)G. A. Rankin et al, *Am. J. Sci.*, **45**, 301-325 (1918)
- 3)宇田川重和ら, *セラミックス*, **14**, 967-976 (1979)

機能性に優れた陶磁器質タイルの開発

加藤弘二、小稲彩人

Development of Functionally Superior Ceramic Tile

Koji KATO and Ayato KOINE

『防汚及び防滑に優れたタイル』の開発の指針とするために、汚れ、滑りそれぞれについて基本的な特性を調査・実験を行った。その結果、汚れの原因は、タイル表面の湾曲ではなく、表面の溶融状態（凹凸状態）及び亀裂などの微少な表面状態に影響されることがわかった。一方、滑りについては、タイル表面の湾曲の度合いに影響されることがわかった。

1. 緒言

近年のコスト競争の中で陶磁器業界は、新たな機能を付与した製品づくりやユーザー志向による商品開発など他製品との差別化が求められている。

タイル業界においては、住宅着工件数の減少、サイディングなどの利用増などにより、低迷状態が続いている。こうした中であって、軽量化、断熱性、吸音性など様々な機能を持つタイル製品が市販されているが、大きく需要を喚起するまでには至っていない。

当所では、平成22年に、ユーザーがどのようなタイルを望んでいるのか、タイル販売店、施工業者、ユーザーによる聞き取り調査を行った。その結果、国内向けでは防汚に対するユーザーの要求が強く、国外向けでは、防滑性を重視した床タイルの要求が強かった。

そこで、本研究では、『防汚及び防滑に優れたタイル』の開発の指針とするために、汚れ、滑りについて基本的な特性を調査・実験により検討し、両方を兼ね備えた機能的なタイルの可能性について検討した。

2. 実験方法

2-1 試験品

表面の凹凸形状の異なる無釉磁器質タイル4種（図1）を選定し、試験品とした。

2-2 表面及び断面観察

タイル表面の形状を調べるために、その断面をマイクロSCOPE（オムロン（株）製VCR800）により観察した。また表面の微少な凹凸や亀裂の状態を走査型電子顕微鏡（（株）日立製作所製S-2400）により観察した。

2-3 汚れ模擬試験

蛍光浸透液（マークテック（株）製スーパーグロ-OD-2800）をタイル表面に塗布し、10分後、水洗と拭き取りを行い、ブラックライトを照射し、タイル表面の目視観察を行った。

2-4 滑り抵抗試験

滑り抵抗測定装置（英国式振り子試験機）を用い、ASTM E303により乾燥状態及び湿潤状態における滑り抵抗を測定した。

3. 結果及び考察

3-1 タイル表面及び断面観察

市販の4種の磁器質タイルを用いて、タイルの表面状態等を観察した。図2にマイクロSCOPEによるタイル断面の観察結果を、図3に電子顕微鏡により表面と断面を同時に観察した結果を示す。

図2から、A以外の3種は緩やかな湾曲を示し、湾曲の度合いはB→D→Cの順で大きくなる。

図3から、汚れの原因は表面の凹凸及び亀裂によるものと想定し、その状態を観察した。その結果、Dが最も溶融が進んだ状態にあり、C→A→Bの順で溶融状態は低下している。それに従って、表面の微少な凹凸もD→C→A→Bの順に小さく

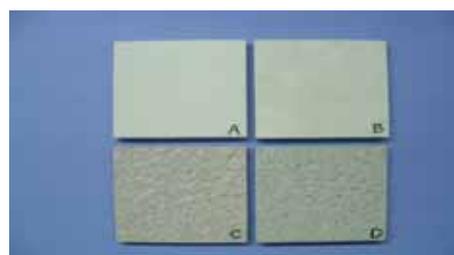


図1 表面の凹凸形状の異なる無釉磁器質タイル

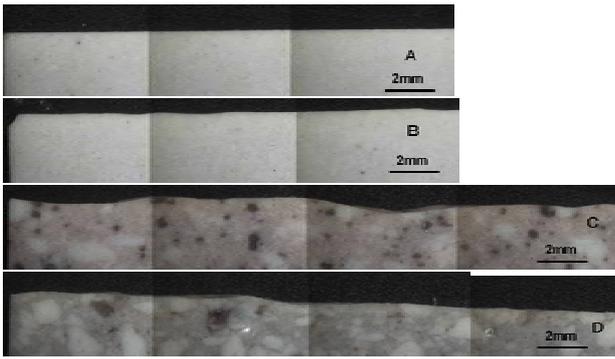


図2 マイクロスコープによる断面観察

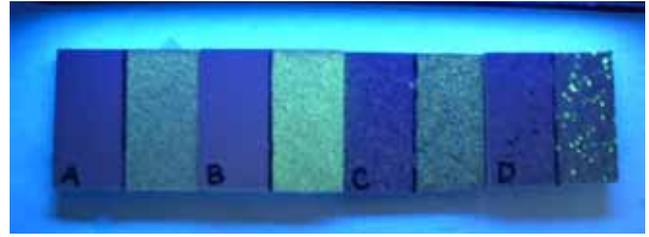


図4 蛍光浸透液を用いた汚れ模擬試験

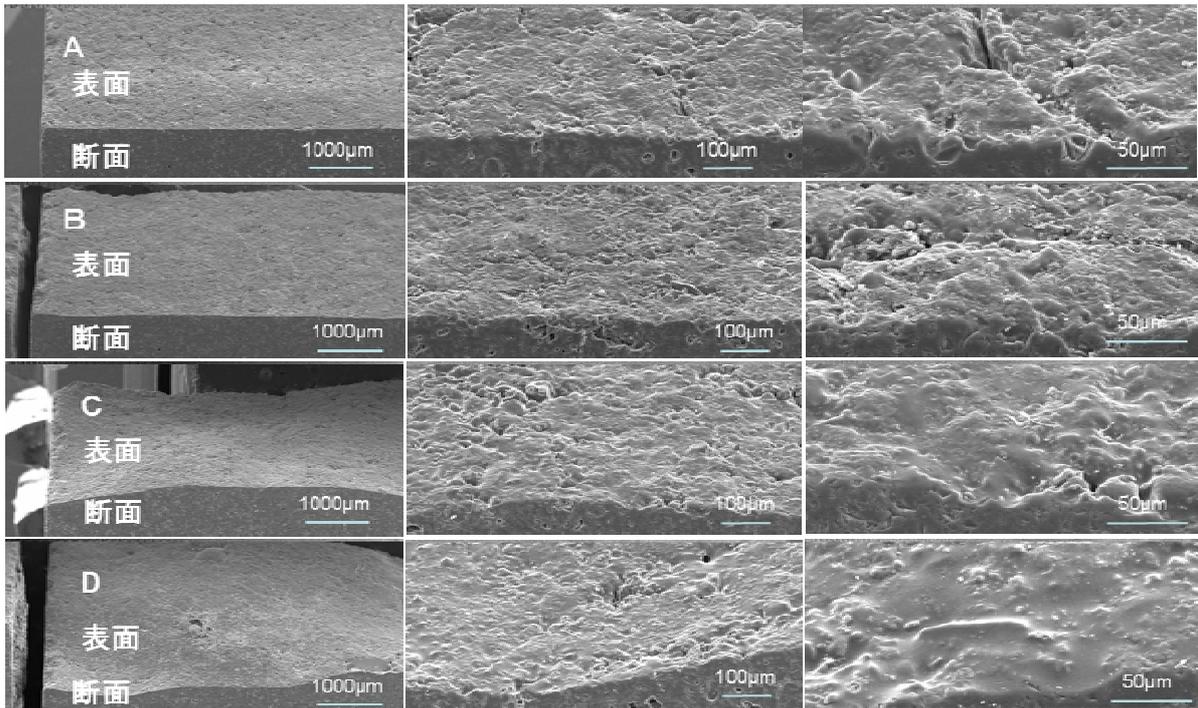


図3 電子顕微鏡観察による表面及び断面観察

なる。しかし、Dにおいては大きくぼみが観察された。亀裂については、いずれのタイル試験品にも大小の亀裂が存在しているが、Dに比べ小さかった。

3 - 2 汚れ模擬試験

図4に蛍光浸透液を用いた汚れ模擬試験の結果（ブラックライト照射状態）を示す。材料表面の開口した傷等に入った蛍光浸透液を汚れと見なし評価を行った。

溶融状態及び亀裂に着目して観察すると、溶融状態の一番進んでいるDの場合、汚れが全体的に汚れは少ないが、汚れが集中した部分が所々に点在している。Dの表面の大部分は溶融部分（平滑面）であり、そこには汚れが付着しにくい。また、Dの表面には前述したように大きくぼみ（亀裂）

が所々にあり、そこには汚れが付着しやすい。従ってタイルDでは、汚れに対する両極端な組織が混在しているために、図4のような明暗がはっきりとした状態になったと考えられる。A、B、Cについては、一つ一つの汚れ部分の大きさはDよりも小さいが、その分布はタイル表面の全面にわたってほぼ均一である。特に、図3から微少な凹凸が多く観察されるタイルCが顕著である。このことから、A、B、Cにおける汚れの原因は、タイル表面の凹凸によるものと推察される。

これらのことから、汚れは表面の湾曲ではなく、表面の溶融状態（凹凸状態）及び亀裂などの微少な表面状態に影響されることがわかった。

3 - 3 滑り抵抗試験

表1に英国式振り子試験機を用い、乾燥状態及

表1 滑り抵抗試験結果

(BPN)

	乾燥状態	湿潤状態
A	21～30	9～15
B	23～39	19～24
C	57～67	30～36
D	60～68	34～42

び試料面に水を散布した状態（湿潤状態）における滑り抵抗試験の結果「単位はBPN（British Pendulum Number）」を示す。インターロッキングブロック舗装設計施工要領¹⁾において、地方公共団体で使用される場合は「基準値は湿潤状態で40BPN以上」と規定されている。

滑り抵抗は、値が小さいAとB、値が大きいCとDに分けられる。数値が大きい方が滑り難い状態にある。CとDは図2に示すように、AとBに比べ

て大きく湾曲した表面になっており、これが滑り抵抗を大きくしている要因であると考えられる。また、表面の微少な凹凸によっても滑り抵抗は変化すると思われるが、今回の実験においては明確な傾向は見いだせなかった。

4.まとめ

『防汚及び防滑に優れたタイル』開発の指針とするために、汚れ、滑りそれぞれについて基本的な特性を調査・実験を行った。

汚れの付着は、表面の溶融状態（凹凸状態）及び亀裂の存在に左右される。溶融が進み、なおかつ亀裂がない平滑面であれば、汚れは付着しにくい。滑りは、主に表面の湾曲度合いに影響される。

【参考文献】

- 1) 一般社団法人インターロッキングブロック舗装技術協会による平成19年改訂版

陶磁器製造工程における作業改善の研究

横山貴広

The Research of Working Efficiency with Ceramics Manufacturing Process

Takahiro YOKOYAMA

陶磁器の製造工程は工場労働者による反復継続作業を要する工程が数多く存在する。この作業を減らしコスト競争力を強化するためには機械による自動化が最適である。しかし、近年の経済状況や人間の手作業でしか達成できない製品に求められる品質などの影響から、陶磁器業界にはその実現が困難である。さらに、無理や無駄のない手作業の最適化（ストレスを感じさせない作業の効率化）は高度な分析技術と長期間の技術教育が必要になる問題が生じている。

本研究は生産工学の非専門家でも作業改善を行うことが出来るように、手作業の最適化（作業改善）に必要な情報（動作の分類、標準作業時間）を与えるシステムを検討した。さらに、この情報の取得が複数の視覚センサーによって可能かどうかの予備試験を実施した。その結果、ハレーション現象の回避や作業環境の最適化など、安定した情報を取得するには様々な問題点があることを確認した。

1. 緒言

陶磁器業界を含めた製造業は自動化ができない工程が数多く存在し、その多くは反復継続して行う手作業である。この手作業は主に工場労働者の経験に依存し、客観的な視点から作業を捉えていない。そのため、現場の工場労働者は通常実施している作業が無理・無駄のない作業かどうかは検討がつかず、これ以上の作業改善が行えるのかどうか分からない状況にある。さらに、これらの手作業は作業改善や能率を向上させることが求められているが、作業改善に必要な理論や測定が煩雑であり、工場労働者の労働強化に繋がる恐れがあるために改善そのものが精神的に忌避されるなど、様々な理由からほとんどの中小企業は手作業における作業改善を実施していない。

本研究は主に陶磁器業界に焦点を合わせて、工場労働者がストレスを感じずに達成できる作業改善のツールを簡易に作成できることを目的としている。生産工学の非専門家でも行える作業改善は一般的に、作業に関連する動作を自動的に分類し、動作に対応した標準作業時間を簡易に算定できるシステムが必要になる。そのため複数の視覚センサーを利用して、前記のシステムを構築することができるかどうかを検討した。

2. 理論

2-1 非工学的分野からのアプローチ

工場労働者が行う手作業の能率は労働者個人の経験・技能・能力だけに依存するものではない。現実的には周囲との人間関係、企業組織、仕事の成果と賃金の関係、経営管理手法、労働者個人の欲求の程度、意思決定の仕方など、様々な影響を受けている。

言い換えると、作業改善を達成するには非工学的分野（哲学、経営学、心理学など）と工学的分野（主に生産工学など）を有機的に結合させて理

表1 作業改善に関する思考のアプローチの仕方と代表的な考案者

アプローチの仕方		代表的な考案者
人間	客観	科学的管理法 (動作研究) テラー ギルプレス
	主観	人間関係 メイヨー・レスリスパーガー
		欲求・功利主義 ベンサム・ミル・マズロー
企業	組織 バーナード・マグレガー	
	経営管理 ファヨール	
	意思決定 サイモン	

論や試験方法などを構築することが求められる。

このように、作業改善を含む経営の効率化には現在までに約1世紀強の理論の蓄積がなされている。これに関する主な思考のアプローチの仕方や理論の代表的な考案者を表1に示す。

経営の効率化は、主に人間を主体にした理論と企業や組織を主体にした理論の2つに分かれ、また人間を客観面が主観面から捉えるかで理論を細分化することができる(筆者が分類)。

まず、人間の客観面から経営の効率化を考案した代表的な先駆者はテラーである。テラーは労働者の作業を能率化するために、作業の標準化、課業管理、組織の在り方などを含めた「科学的管理法」(テラーシステム)を考案した。科学的管理法はフォードの生産工程(フォードシステム)に多大な貢献をしたが、労働者を機械と同視して労働強化の拡大に繋がったため、労働者から敵視されるシステムになるなどの問題が生じた。

次に、人間の主観面からアプローチをしたメイヨーやレスリスバーガーはホーソン実験を通じて、労働者相互間の人間関係や職場環境など、非公式な組織が工場労働者の作業の能率化に大きく貢献していることを導いた。また、ベンサムは人間の物理的欲求が行動にインセンティブを与えることを唱え、ミルは精神的欲求と物理的欲求を比較し、精神的欲求の方が上位の階層に位置することを示した。それを発展させたマズローは人間の欲求に階層が存在し、安全・生理的欲求などの基本的欲求から、高次の階層である自己実現の欲求へと人間の行動が動機付けられるとした。すなわち、これは労働者に対するその作業に対しての精神的欲求(高次の欲求)の程度が高いかどうか作業の能率に影響を与えることを示唆している。

3つ目に、企業組織の観点から経営の効率化についてアプローチをした理論として、バーナードは組織のシステムを定義し、経営者の役割やリーダーシップに着目した理論を構築した。また、マクレガーは組織の人的側面に着目し、「アメとムチ」の経営手法や労働者の自主性を尊重する経営手法などを理論化した。

さらに、企業の経営活動を6つに分類して14の管理の原理を示すことで、管理が最も重要であると指摘した理論(ファヨールの経営管理論)や、意思決定のプロセス(サイモンの意思決定論)に着目して企業経営の効率化(作業の能率化)を考

案した理論も存在する。

このように、工場労働者の作業改善には様々なアプローチ方法が存在する。

2-2 工学的分野からのアプローチ

本研究は人間の客観的動作を中心に作業の能率化を考える。工学的分野(生産工学を中心)からアプローチをした作業改善に関する理論の1つに、ギルブレスが考案した手法(サブリック分析)が存在する。サブリック分析とは人間の動作を18種類に分類(必要な動作、動作を遅れさせる要素、不必要な動作に大きく分類できる)して動作に含まれる要素を把握し、を減らすことで作業改善を行う方法である。

また、一般的に標準作業時間の計算はPTS法(Predetermined Time Standards)が主流であり、WF法(Work Factor)とMTM法(Methods Time Measurement)に分類することができる。WF法はMTM法より精確に測定できるが、動作の分類が細かく、専門家でないとその分析は非常に難しい。他方のMTM法はWF法と比較して、精度は粗いがサブリック分析に対応した方法であり、WF法より簡易な分析方法を採用している。

本研究は生産工学からのアプローチを中心としたこのようなサブリック分析を基本理論としている。さらに、生産工学の非専門家である工場の管理者が作業改善を検討するに際し、サブリック分析から導き出された必要な情報である、動作の分類、標準作業時間の計算を複数の視覚センサーを用いて検出し、作業改善にかかる時間の短縮化と簡易化の実現を目的に予備試験を実施した。

しかし、作業改善に関連する理論はその他にも数多く存在し、工学的な分野だけを捉えて研究を行うことは効果が薄く、人間の心理、賃金体系や企業組織の形態などと組み合わせて検討するべきとの批判があることも事実である。

3. 試験方法

3-1 試験内容

本試験は陶磁器製造業において実際に行われている手作業を想定している。人間とワークの状態を把握するために、図1のような作業環境と装置で人間やワークの状態を示す情報が得られるかどうかについて試験を実施した。この試験は陶磁器の素焼きのカップ(ワーク)に線を描く作業(左手に素焼きのカップを持ち、右手に筆を持ってカ

作業環境



システムPC



図1 試験の作業環境と装置

ップに円周上に線を描く)を念頭に作業環境を構築した。ワークの状態と人間の両腕の位置・動作を把握するために、2つの視覚センサーをそれぞれ左方と上方に設置した。また、ワークの状態の把握には複数のマーキングを付着させ、視覚センサーが捉えたマーキングの重心座標の位置情報を100sec 前後のサンプリング速度で収集した。

動作の分類方法や標準作業時間の算出には、実際に工場労働者の作業改善の経験があり、長年製造業に携わったことがある実務経験者とともに、実用性に関する検討を実施した。

3 - 2 試験結果

3 - 2 - 1 ハレーション現象

ハレーション現象とはワークに張り付けたマーキングが照明の反射により、視覚センサーでは認識できない現象を示す。図2がハレーション現象の代表例である。ハレーション現象が生じても人間の目ではマーキングの色や状態を認識できるが、視覚センサーでは認識できない。よって、データの収集過程でこの現象が発生すると、ワークの状態を把握する情報に欠落が生じることになる。

ハレーション現象が生じる人の左手の位置やワークの位置・姿勢が特定できれば、作業の際にその状態を避ければハレーションを防ぐことができる。しかし、実際には労働者の作業の制約が生じる問題がある。

試験を実施した結果、現時点でこれらの条件が定まっていないため、今後の課題としてハレーションが生じる条件を探索することが必要であることが分かった。

3 - 2 - 2 作業環境の影響について

作業をする空間の範囲内は周囲の物や人間の存在によって必ず影が発生する。人体の位置や姿勢



図2 ハレーション現象

次第でその影が視覚センサーに影響を与えると、センサーがマーキングの座標を認識しないため、ワークの状態が把握できないことになる。この影響を調べるために予備試験を実施した。その結果、ワークが作業空間に静止した状態を前提として、人間の影の影響がない場合にはマーキングの座標を認識できるが、人間が近づきワークの周囲に影が広まると座標が認識できない問題点があることが分かった(図3)。この対策として、左方のスポット照明の調整でワークや把持する人の影の方向を調整する、上方のスポット照明をカメラの横に併設することで作業中の人の影をほぼ真下に映るように工夫をする(図4)、カメラのゲイン



図3 作業環境の影の影響



図4 スポット照明と影の影響

を調整するなどの方法で対処した。

また、視覚センサーの特性を大きく活かすには作業環境の照度の影響が重要となる。そのため、作業環境の照明は照明の色（白色灯、橙色灯）や形状（スポット照明、棒状蛍光灯、円形蛍光灯など）などを検討する必要がある。今回は影の方向の制御や増設の容易性からスポット照明を利用し、ワークの色を考慮して白色灯を中心に使用した。今後、これらの問題点に対して様々な特徴を有する照明を利用して予備試験を実施し、視覚センサーへの影響を考慮する必要がある。

最後に、作業環境全体の状態を詳細に把握するには解像度の高いセンサーが必要であることも分かった。なぜなら、人間の目ではマーキングの状態が把握できても、解像度の低いセンサーではマーキングを検出する画素数が少ないため検出が曖昧となり、安定した検出ができない結果となったからである。

3-3 動作の分類・標準作業時間の算出

前記のように動作の分類に関してはサーブリック分析、標準作業時間の算出にはPTS法の一つであるMTM法を提案した。

まず動作の分類に関して実務経験者から、製造業における作業改善は単位作業を前提としており、作業の詳細を調査するには要素作業を組み合わせる分析が一般的である。サーブリック分析はアメリカで発達した理論であり、分類の内容が細かすぎて実用的な作業改善は困難である、という指摘を受けた。

次に標準作業時間の算出に関して、MTM法はサーブリック分析が前提であり、さらに複雑な換算表が必要となるため長時間の技術教育が必要になる。また、他の方法としてレーティングと呼ばれる手法も存在するが、同様に算出が難しい。そ

のため、簡易な方法として1/4選択法が最も有力な候補として挙げられた。ただし、1/4選択法は標準作業時間を算出するサンプリング数が少ないと正確性に欠けるという問題点が存在する。しかし、この手法は人の動作時間のばらつきがt分布若しくは正規分布に従うと仮定すると、統計解析を組み合わせれば標準作業時間の算出に有効な方法になるのではないかと考えられる。

このように、動作の分類や標準作業時間の算出方法にも様々な形態があり、それぞれ一長一短である。実用化を目指すには動作の分類は単位作業、標準作業時間の算出には1/4選択法を中心に検討すれば、生産工学の非専門家でも行える簡易な方法であることが分かった。今後、予備試験を通じて最適な手法を模索することが必要である。

4. まとめ

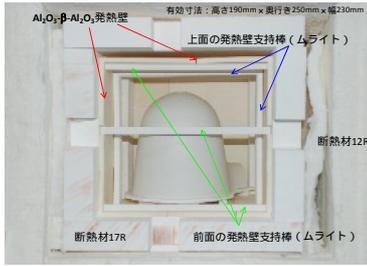
このように、作業改善を実施するには非工学的アプローチと工学的アプローチが混在しているが、本研究では工学的な視点から検討を行った。

その結果、作業を把握するために複数の視覚センサーを利用した予備試験や動作の分類・標準作業時間の算出に関して検討をしたところ、主に下記のような問題点が浮かびあがった。

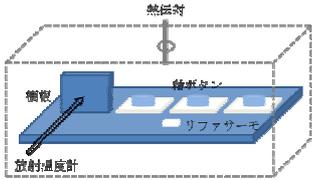
- (1) マーキングは照明光の反射によりハレーション現象が生じ、この現象が起きる条件を模索する必要がある
- (2) 人間や物の影の影響が視覚センサーに影響を与えるため、安定的な情報を得るには最適な作業環境の構築が重要である
- (3) サーブリック分析やMTM法が非専門家を基準として実用的かどうかをさらに検討する必要がある

当面は上記の問題が解決できるかどうかを見極めることが必要である。また生産する製品の種類や企業が抱える問題毎に、作業改善に要求されるニーズが異なる。今後、陶磁器業界のニーズを把握するとともに、それに対応した作業改善が可能かどうかを検討することが求められる。

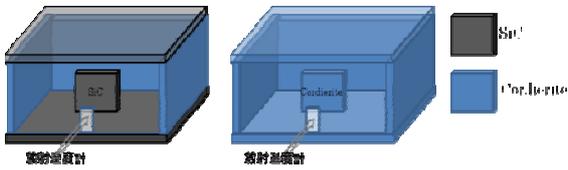
謝辞：本研究は文部科学省の研究成果最適支援プログラム（A-STEP）「製造業における動作分析のシステム化に関する研究」の一環として行ったものである。



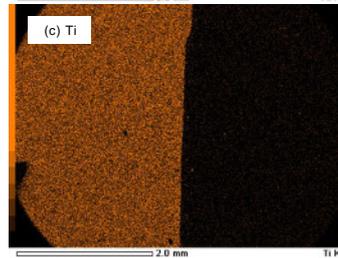
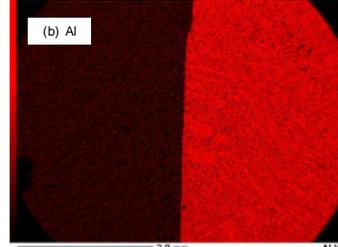
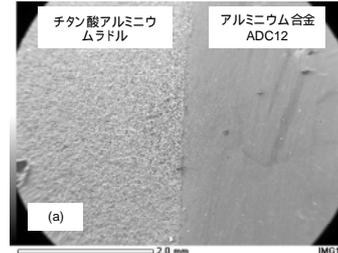
P5 図1 等温発熱壁を用いたマイクロ波焼成



P14 図1 測温方法の概略図



P14 図2 選択加熱効果の検証実験



P7 図6 ラドルとアルミニウム合金境界における元素分析



P18 図1 Straight line (外観)



P18 図3 Semi circle (外観)



P18 図5 Right angle (外観)



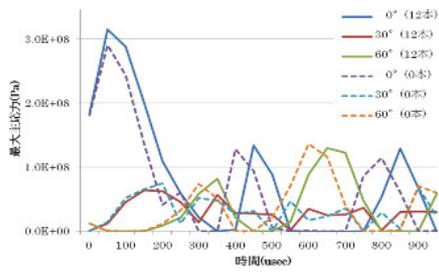
P19 図7 Straight line 設置例



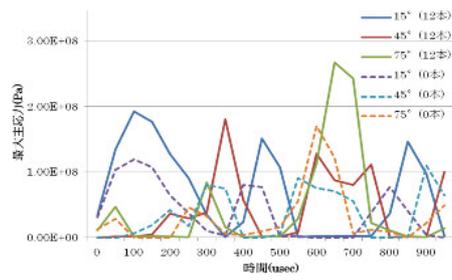
P19 図8 Semi circle 設置例



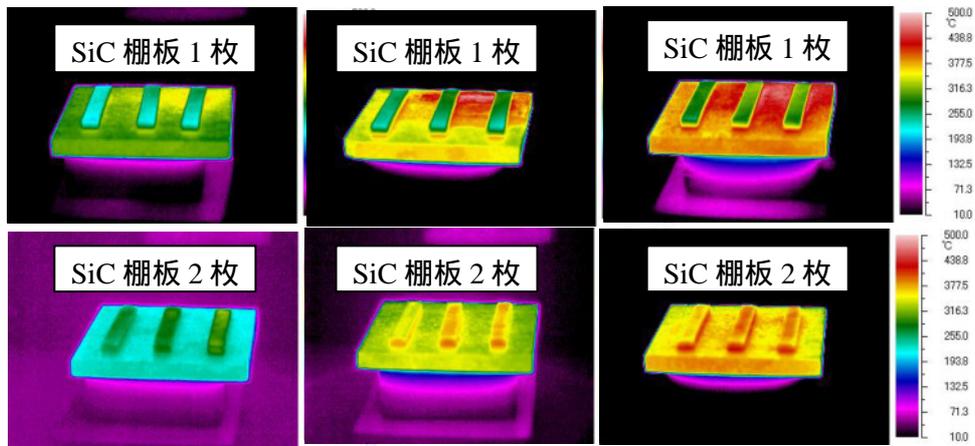
P19 図9 Right angle 設置例



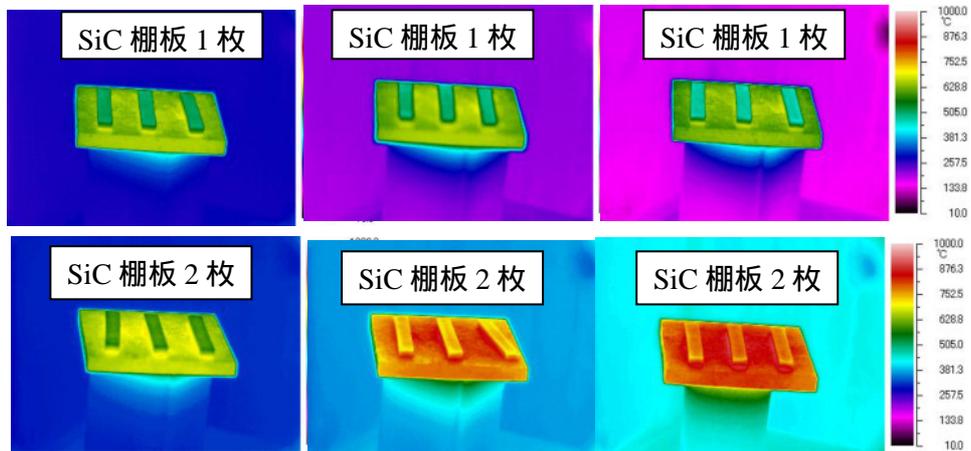
P21 図3 割れ誘導線間(0,30,60°)の最大主応力



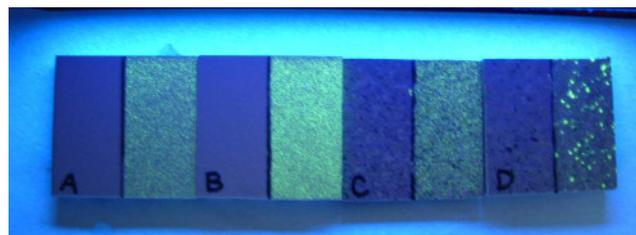
P21 図4 割れ誘導線裏(15,45,75°)の最大主応力



P24 図4 電子レンジで加熱直後の試料及び SiC 温度



P24 図5 マイクロ波焼成で加熱直後の試料及び SiC 温度



P30 図4 蛍光浸透液を用いた汚れ模擬試験