

目次

研究報告

【経常研究】

- 01** 可塑性制御技術の開発
- 06** 3次元シミュレーションを用いた製品開発プロセスの支援技術に関する研究
- 13** 高活性複合型光触媒の開発

ノート

【経常研究】

- 18** 低温反応プロセスを用いた無機系廃棄物からの機能性材料の開発
- 22** 新規な耐熱素材の開発
- 24** 熔融スラグを用いた多孔質材料の開発(産業廃棄物税充当事業)
- 28** 熔融スラグ、廃ガラス等を活用した水熱反応による吸着材の開発(産業廃棄物税充当事業)

【受託研究】

- 30** 新規なリン吸着材を用いて排水から回収したリンの資源化に関する研究(JST)
- 35** 亀山焼の再現による新製品の開発

【分野融合研究会、研究マネジメントFS事業】

- 38** 機械化に対応した野菜種子の団粒化に関する研究会
- 41** 新透光性陶土の製造技術移転とそれを用いた商品化可能性試験

【共同研究】

- 46** 電子レンジ専用蒸し調理器の開発
- 49** 水抜けの良い急須の研究開発

## ■ 研究の概要

### 可塑性制御技術の開発

陶磁器科：吉田英樹

種々の陶磁器用可塑性原料を非可塑性原料に対して配合したときに、成形性を発現する最低の配合割合から可塑性の高さを示す「可塑性指数」を定義するとともに、その可塑性指数を用いて複数原料を用いた配合陶土の粘りを数値化する手法を構築した。

### 3次元シミュレーションを用いた製品開発プロセスの支援技術に関する研究

研究開発科：桐山有司

陶磁器科：依田慎二・山口英次

本研究は、製品開発の省力化、短期化、コストの低減のため、3次元シミュレーションを用いた開発プロセスを構築した結果、システムを利用した多数の企業より、様々な食器が商品化され、プロセスの有効性が確認できた。

### 高活性複合型光触媒の開発

研究開発科：狩野伸自・木須一正

陶磁器科：山口英次・小林孝幸

これまでに開発したチタニア被覆シリカ粉末を用いて転写紙を作製した。この転写紙を板ガラス表面に焼き付けたものを試料とした。試料と紫外線を利用して循環水中のクロロフィルaの減少効果を確認した。

### 低温反応プロセスを用いた無機系廃棄物からの機能性材料の開発

研究開発科：永石雅基・山口典男

県内の溶融スラグを用いたジオポリマー固化体の作製では、フライアッシュを用いた固化体に比べ、約3倍もの高い強度を示すスラグが確認された。また、フライアッシュの水熱合成ではアルカリを添加した系で種々のゼオライトが生成することが確認された。

## ■ 研究の概要

### 新規な耐熱素材の開発

陶磁器科：秋月俊彦・梶原秀志・小林孝幸・山口英次

現在、耐熱用陶磁器製品の主流であるペタライト質素地に代わり、低吸水性・低熱膨張のコーディエライト素地の開発を目的に研究を行った。その結果、目標とした吸水率0.1%以下で、熱膨張係数 $3.09 \times 10^{-6}$ のコーディエライト質焼結体が得られた。

### 溶融スラグを用いた多孔質材料の開発

研究開発科：山口典男

スラグの有効利用促進を目的として、近年注目されているジオポリマー技術を用いた多孔体の開発を行った。発泡剤を用いた多孔体の嵩密度は $0.5\text{g/cm}^3$ 以下と非常に軽く水に浮く材料を作製できた。

### 溶融スラグ、廃ガラス等を活用した水熱反応による吸着材の開発

研究開発科：永石雅基

県内溶融スラグを用いた水熱反応によるゼオライト合成試験では、水酸化カルシウムを添加した系でトバモライトの生成が確認された。一方、アルカリを添加した水熱合成では、フォージャサイト型のゼオライトやトバモライトが生成することが確認された。

### 新規リン吸着材を用いて排水から回収したリンの資源化に関する研究

研究開発科：高松宏行

リン吸着材の実用化に向け、リン脱着条件とリン化合物の晶出・回収条件について検討した。リン吸脱着試験の後に得られたリンを含んだ脱着液より晶出された結晶は、リン酸ナトリウムとリン酸水素ナトリウムが主成分であった。

### 亀山焼の再現による新製品の開発

陶磁器科：依田慎二・山口英次

(有)嘉泉製陶所 金氏一郎

3次元スキャナ、3次元CAD、3次元プリンタを利用した3次元シミュレーション技術と伝統技術の融合により、長崎歴史文化博物館所蔵の現存する亀山焼を精密に再現できた。

## ■ 研究の概要

機械化に対応した野菜種子の団粒化に関する研究会

研究開発科：高松宏行

大規模農地である諫早干拓地において、機械による点播を行なう黒マルチ被覆栽培法に適用させるために野菜種子の団粒化について検討した。その結果、新干拓地のガタ土を原料として播種機に対応できる大きさ、形状の団粒物を得た。

新透光性陶土用いた商品化可能性試験

陶磁器科：河野将明

当センターで開発した透光性に優れた磁器素材を用いて産地企業がテーブルライトを試作した。これらの試作品を陶器まつりに展示し、年齢層や購入価格帯等についてアンケートによる市場調査を行った。その結果、3000円～5000円の価格帯が市場にもっとも受け入れられやすいことがわかった。

電子レンジ専用蒸し器の研究開発

陶磁器科：梶原秀志・依田慎二

研究開発科：桐山有司

(有)光玉陶苑 太田浩司

陶磁器の新しい市場を開拓するため、食器としての機能に加えて、蒸し器としての機能を付加した製品開発を行なった。その結果、電子レンジ専用の蒸し調理器を商品化した。

水抜けの良い急須の研究開発

陶磁器科：梶原秀志

河野生地 河野丈夫

陶磁器製の急須を食器洗浄乾燥器で洗浄した場合、洗浄水が取手の空気孔から浸入してその内部に溜まってしまい、その乾燥に何日もの時間が必要であった。空気孔の形状と位置を検討した結果、短時間で乾燥させることができる「水抜けの良い急須」を開発した。

## — 経常研究 —

# 可塑性制御技術の開発

陶磁器科 吉田英樹

## 要 約

陶磁器や無機材料の成形時に重要な原料の可塑性を制御する技術を確立するため、配合原料において可塑性に影響を及ぼす要因を検討し、可塑性データベースを構築した。本年度は、種々の陶磁器用可塑性原料について行ったクリープ試験の結果から可塑性付与効果を検討し、可塑性指数を定義するとともに、配合計算における可塑性の数値化を試みた。その結果、可塑性原料の可塑性付与効果は、原料により大きく異なり、本研究においては、村上セリサイトがもっとも効果が大きかった。可塑性を示す可塑性原料の最低配合割合から可塑性指数を定義し、その可塑性指数を用いて、複数の粘性原料を用いる配合陶土の可塑性を数値化する手法を構築した。

キーワード：陶磁器原料、陶土、可塑性、成形性、クリープ試験、粘性率、可塑性指数

## 1. はじめに

陶磁器や無機材料を製品化するには、機械ろくろ、ローラーマシン、押出、造粒等、様々な成形方法を用いる必要がある。それらの成形方法に応じた陶土の可塑性が大変重要である。可塑性とは、固体に降伏応力以上の外力を加えると変形し、外力を取り去っても変形後の形状を保持する性質のことで、粘性と弾性の両方の性質を持つ。特に成形時に陶土に変形を与える際の粘性の度合いが、成形歩留まりを大きく左右する。成形性を制御するには、用いる原料の可塑性を把握しておく必要がある。可塑性を考慮しながら複数の原料を配合するには長年の経験に基づく豊富な知識を必要とする。しかし、近年、熟練技術者の減少により、技術の伝承がうまくいかないケースが増加している。経験蓄積型の技術を継承するために、可塑性データの集積と可塑性予測の手段、並びにそのマニュアル化が求められている。

そこで本研究では、陶磁器や無機材料の成形時に重要な原料の可塑性の中でも特に粘性を制御する技術を確立するため、可塑性データベースを構築し、配合原料において可塑性に影響を及ぼす要因を検討した。

昨年度は、可塑性データベースの基本データとな

る可塑性の指標を定めるための可塑性評価方法について検討した。その結果、レオメーターを用いたクリープ試験によって求めた粘性率が、陶磁器原料の可塑性の特徴を示すひとつの指標となりうることを示唆された。

そこで本年度は、種々の陶磁器用可塑性原料について行ったクリープ試験の結果から可塑性付与効果を検討し、可塑性指数を定義するとともに、配合計算における可塑性の数値化を試みた。

## 2. 実験方法

本研究で可塑性評価方法として用いたクリープ試験は、材料の変形時の変位－荷重－時間の関係を直接的に測定する方法のひとつで、物体に一定荷重を負荷したときの変形と時間の関係を求め、試料に一定荷重を負荷したときの変形率を縦軸に、経過時間を横軸にプロットして得られるクリープ曲線から弾性率および粘性率を求めることができるものである。本研究では、可塑性原料単体あるいは可塑性および非可塑性原料の配合物について、配合割合と水添加量を変化させ、可塑性が発現する範囲をクリープ試験により探索した。

可塑性原料として、木節粘土、ニュージーランド



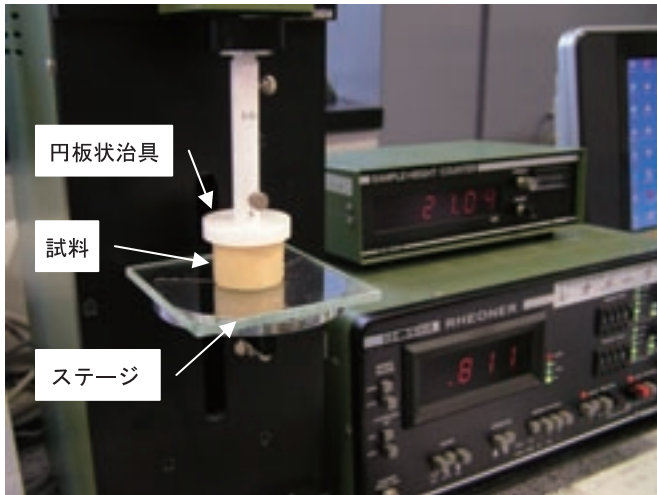


図1 レオメーター

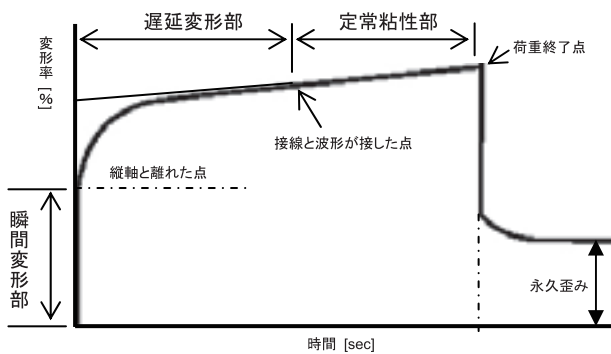


図2 クリープ曲線の模式図

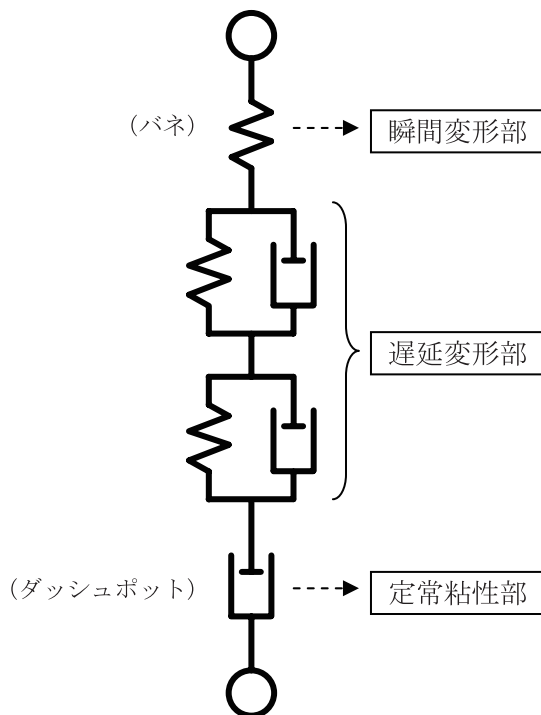


図3 クリープ曲線の6要素モデル

カオリン (以下、NZカオリン)、および村上セリサイトを用い、さらに比較としてロクロ成形用として市販されている天草撰中陶土を用いた。非可塑性原料として平均粒径  $40\mu\text{m}$  のペタライトを用いた。

可塑性原料単体、すなわち可塑性原料配合割合が 100mass% の試料は、乾燥した可塑性原料粉末に水を外割で 30~60mass% 添加して混練した後、ビニール袋に封入して 24 時間養生した。養生した試料を金型により直径 20mm、高さ 20mm の円柱状に成形してクリープ試験用試料とした。比較用の天草撰中陶土は、乾燥したのち水を外割で 20~35mass% 添加し、同様の方法でクリープ試験用試料を作製した。一方、配合物は、非可塑性原料に対して、15~70mass% の可塑性原料を混合し、その混合物に水を外割で 20~57.5mass% 添加して混練した。以後、可塑性原料単体と同様の方法により、クリープ試験用試料を作製した。

クリープ試験は、図 1 に示すレオメーター (RE-3305、山電製) を用いて行った。ステージに乗せた円柱試料を円板状治具で上からはさみ、一定荷重を加えることで試料が次第に潰れて試料高さが減少する過程において、試料の初期高さに対する高さの変化量から試料の変形率を求めた。負荷荷重は 2.94N (300gf) とし、300 秒間荷重した後除荷し、引き続き 300 秒間試料の変形率を測定し回復状態も確認した。

図 2 にクリープ曲線の模式図を示す。横軸が荷重開始からの経過時間、縦軸が試料高さの変形率を示す。クリープ曲線は、図中に示すように瞬間変形に対応する瞬間変形部と、徐々に変形速度が遅くなる遅延変形部と、変形速度が一定となる定常粘性部に分けられる。一例として弾性体要素であるバネと粘性体要素であるダッシュポットの 6 つの組み合わせでクリープ曲線をモデル化した 6 要素モデルを図 3 に示す。瞬間変形部はバネで示したフック弾性体モデルに、遅延変形部はバネとダッシュポットで示した 2 組の並列型フォークト粘弾性体モデルに、定常粘性部はダッシュポットで示したニュートン粘性体モデルにそれぞれ近似的に対応するものとみなせる。この 6 要素モデルを定式化すると式 (1) となり、測定したクリープ曲線に対して近似計算を行うことで試料の弾性率及び粘性率を求めることができる<sup>1)</sup>。

$$\varepsilon(t) = \frac{P_0}{E_0} + \frac{P_0}{E_1} (1 - e^{-\frac{t}{\tau_1}}) + \frac{P_0}{E_2} (1 - e^{-\frac{t}{\tau_2}}) + \frac{P_0}{\eta_N} t \quad (1)$$

ここで、 $\epsilon(t)$ は変形率、 $t$ は経過時間、 $P_0$ は応力、 $E_0$ は瞬間変形部の弾性率、 $E_{1,2}$ は遅延変形部の弾性率、 $\tau_{1,2}$ は遅延時間、 $\eta_N$ は定常粘性部の粘性率を示す。本研究では、陶磁器や無機材料の成形時に重要な原料の可塑性の中でも特に粘性の評価を目的とするため、定常粘性部の粘性率により可塑性を検討した。

### 3. 結果および考察

図4に水を30mass%添加した天草撰中陶土のクリープ曲線を示す。荷重開始から110秒後に变形速度が一定となる定常粘性状態へと移行した。荷重開始300秒後に除荷すると、変形率が低下する挙動を示した。これは変形した試料が回復したことを示している。このクリープ曲線から(1)式により求めた粘性率は $1.2 \times 10^9 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ であった。

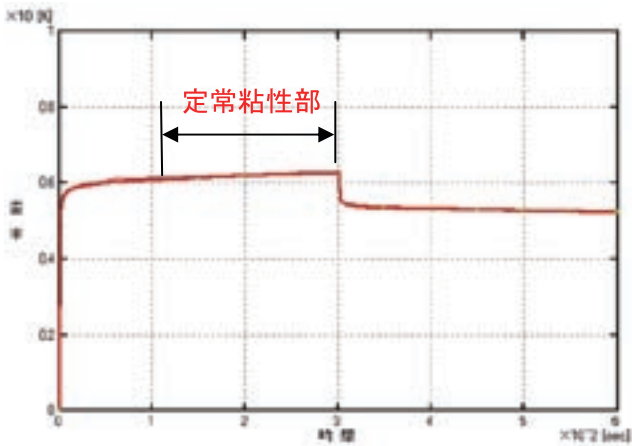


図4 天草撰中陶土(水添加量30mass%)のクリープ曲線

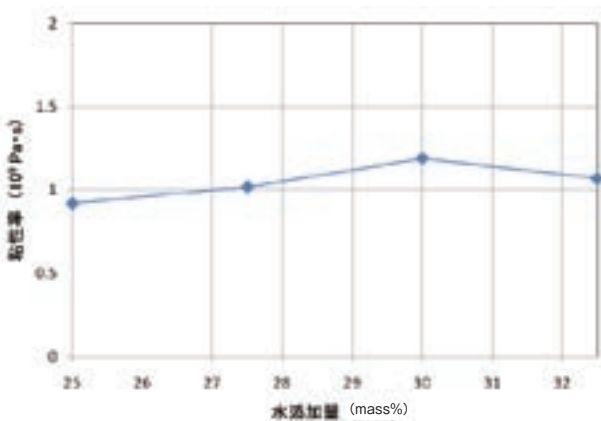


図5 天草撰中陶土の水添加量と粘性率の関係

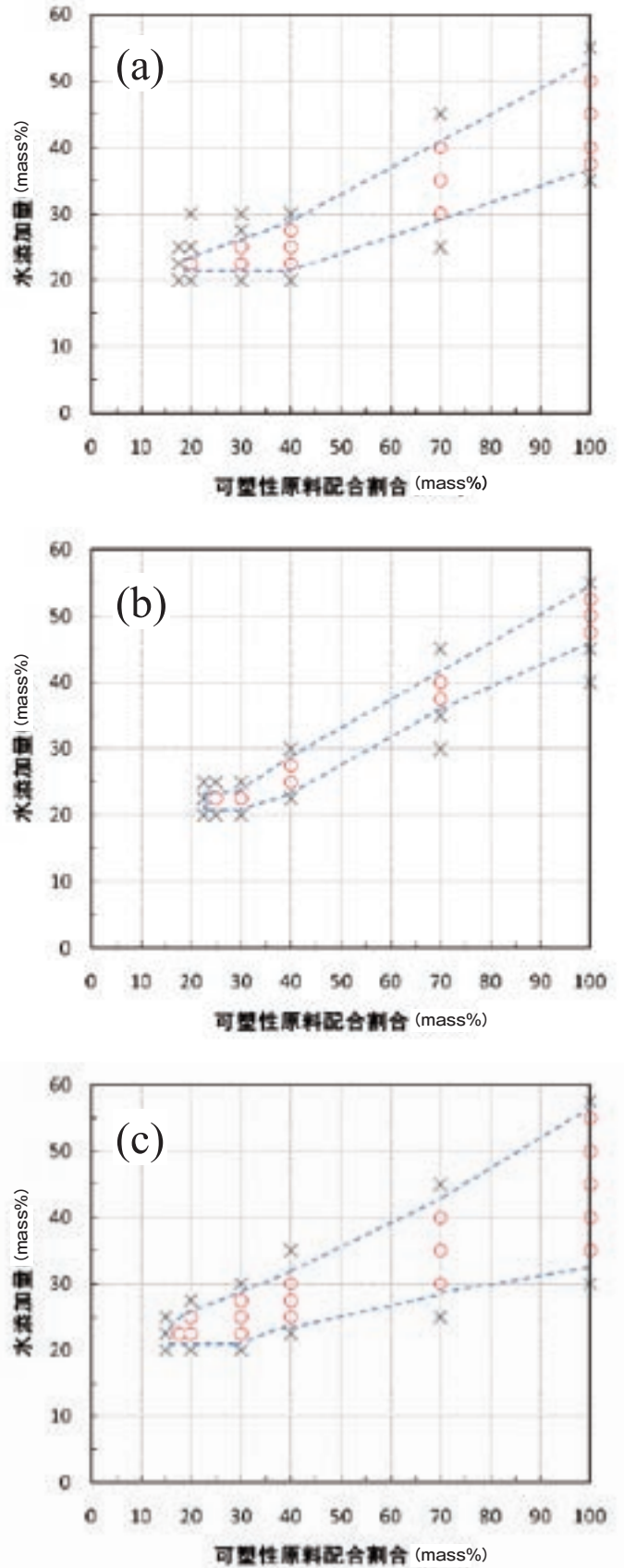


図6 可塑性原料の配合割合と水添加量に対する可塑性発現領域  
 ((a)木節粘土 (b)ニュージーランドカオリン (c)村上セリサイト)

次に天草撰中陶土に対する水添加量と粘性率の関係を図5に示す。天草撰中陶土の粘性率は0.9~1.2×10<sup>9</sup>Pa·sの範囲で、水添加量にほとんど依存していない。すなわち、今回入手した天草撰中陶土においては、機械ロクロやローラーマシン成形などの可塑成形が可能となる粘性率は10<sup>9</sup>Pa·sオーダーであった。なお、図に示す水添加量の範囲以外では、水分不足あるいは水分過剰によりクリープ試験体が作製できなかったため測定していない。

以上の結果から、他の可塑性原料において、単体及び非可塑性原料との配合物についても同様のクリープ試験を実施して粘性率を求め、粘性率が10<sup>9</sup>Pa·sオーダーとなる配合を○、それ以外を×として判定して可塑性の評価を行った。

木節粘土、NZカオリンおよび村上セリサイトについて、ペタライトに対する可塑性原料の配合割合および水添加量の関係を図6に示す。図中の破線は○と×の境界を示し、破線内の○の領域が可塑性を発現した領域となる。図からわかるように、原料によって可塑性発現領域の面積や最低必要な配合割合が大きく異なった。図6(a)の木節粘土は、最低配合割合が20mass%で、配合割合100mass%、すなわち木節粘土単体における水分範囲は約15mass%であった。図6(b)のNZカオリンは、最低配合割合が25mass%で、NZカオリン単体における水分範囲は約5mass%であった。図6(c)の村上セリサイトは、最低配合割合が17.5mass%で、村上セリサイト単体における水分範囲は約20mass%であった。すなわち、NZカオリンは最低配合割合が高く、水分範囲が狭いのに対し、村上セリサイトは最低配合割合が低く、水分範囲が広いことがわかる。木節粘土はそれらの中間的な特性であった。最低配合割合が低い可塑性原料は、少ない配合量で可塑性を与える効果が高いので、今回用いた可塑性原料の中では、村上セリサイトがもっとも可塑性付与効果が高いといえる。

以上のように、可塑性原料の最低配合割合は、可塑性付与効果と密接な関係があることから、最低配合割合を指標として可塑性指数を検討した。なお、可塑性原料単体の結果は、可塑性原料配合割合100mass%として示す。

最初に、可塑性原料及び非可塑性原料それぞれ1種ずつの2元系配合原料の可塑性指数算出方法について検討した。まず、可塑性原料を最低配合割合添加

したときの配合原料の可塑性指数が1となるよう以下のとおり $P_1$ を規格化した。

$$X_{min} \times P_1 = 1 \dots\dots\dots (2)$$

$$P_1 = \frac{1}{X_{min}} \dots\dots\dots (3)$$

ここで、 $X_{min}$ は最低配合割合(mass%)である。上記にしたがい算出した $P_1$ は可塑性原料1mass%あたりの可塑性指数と定義する。木節粘土、NZカオリンおよび村上セリサイトの最低配合割合を上式に代入すると、可塑性指数 $P_1$ はそれぞれ0.050、0.040および0.057となる。さらに、原料100mass%あたり、すなわち原料単体の可塑性指数を $P_{100}$ と定義すると、 $P_{100}$ は次式で求められる。

$$P_{100} = P_1 \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

したがって、木節粘土、NZカオリンおよび村上セリサイト単体の可塑性指数 $P_{100}$ は、それぞれ5.0、4.0および5.7となる。また、同様に求めた天草撰中陶土単体の可塑性指数 $P_{100}$ は1.50であった。

次に、この可塑性指数 $P_1$ を、複数原料を用いた配合計算に適用した。配合原料の可塑性指数は次式により算出する。

$$P_{mix} = \sum_i X_i \times P_{i1} \dots\dots\dots (5)$$

ここで、 $P_{mix}$ は配合原料の可塑性指数、 $X_i$ は原料 $i$ の配合割合、 $P_{i1}$ は原料 $i$ の可塑性指数である。可塑成形が可能な低温焼成磁器の配合例に(5)式を適用した例を表1に示す。ここで使用した原料の可塑性指数 $P_1$ は、上記と同様の方法で最低配合割合から求めたものである。計算の結果、表1の配合原料の可塑性指数は1.52となった。前述したように、天草撰中陶土単体の可塑性指数 $P_{100}$ が1.50であることから、配合陶土の可塑性指数 $P_{mix}$ を1.50程度に調整すれば、可塑成形が可能な陶土の配合割合を迅速に計算可能と考えられる。



表1 低温焼成磁器の配合例

原料	インド長石	KC2 カオリン	NZ カオリン	村上 セリサイト	皿山 低火度陶石	珪石	合計
可塑性指数 ( $P_i$ )	0	0.033	0.040	0.057	0.011	0	
配合割合 ( $X_i$ ) %	21.80	7.07	16.53	3.98	36.68	13.94	100.00
$X_i \times P_i$	0	0.23	0.66	0.23	0.40	0	1.52

#### 4. まとめ

可塑性予測方法の確立を目的として、可塑性データの収集と、可塑性原料添加効果から可塑性指数を定義し、配合計算における可塑性の予測を試み、以下の知見を得た。

- (1) クリープ試験により測定した天草撰中陶土の粘性率は約  $1.0 \times 10^9 \text{ Pa}\cdot\text{s}$  であった。
- (2) 可塑性原料の可塑性付与効果は、原料により大きく異なり、本研究においては、村上セリサイトがもっとも効果が大きかった。
- (3) 可塑性を示す可塑性原料の最低配合割合から可塑性指数を定義した。
- (4) 可塑性指数を用いて、複数の原料を用いた配合陶土の可塑性を数値化する手法を構築した。
- (5) 可塑性指数と各種成形方法との対応を調査することが今後の課題である。

#### 参考文献

- 1) 中江利昭、レオロジー工学とその応用技術、フジ・テクノシステム (2001).

## — 経常研究 —

# 3次元シミュレーションを用いた製品開発プロセスの支援技術に関する研究

研究開発科 桐山 有司  
陶磁器科 依田 慎二・山口 英次

## 要 約

本研究は、陶磁器産業の新製品開発プロセスの省力化、短期化、コストの低減を図るため、3次元シミュレーションを用いた新製品開発プロセスの効率的支援を目的として行った。昨年度は、既設の3次元モデリングマシンでの加工精度に関する予備実験と3次元入出力装置の導入による加工データの精度保持および伝送形式について実験を行い、加工に必要なデータの精度及びファイル形式が確認できた。本年度は、新たに導入した3次元モデリングマシンを含む一連の装置による製品開発プロセスのシステム化と装置運用による実利用の検証を実施した。その結果、製品化が可能なデータ精度を保持したシステムが構築できた。また商品化を目的とした134件(262点)の装置利用があり、3次元シミュレーションを用いた新たな製品開発プロセスとしてのシステムの有効性を確認することができた。

キーワード：陶磁器、石膏型、見本作製、3次元入出力装置、3次元モデリングマシン

## 1. はじめに

本県の主要産業である陶磁器産業は、長引く経済の低迷と市場の二極化により年々製造出荷額が減少している。

これまでの陶磁器製品の製品開発プロセスを図1に示す。まず商社から提示された商品サンプルや図面、スケッチなどをもとに、窯元がデザインを起こして図面や試作品を製作している。次に窯元が製作した図面などをもとに石膏型製造業が製作した原型を用いて、生地製造業や窯元が試作見本を製作している。さらにその試作見本をもとに、商社と窯元で製品化の検討が行われており、形状などの変更があった場合は、再度同様の工程が行われている。そのため企画段階から開発まで多くの時間やコストが掛かっており、開発経費の負担が厳しい昨今では、新規デザインの新製品開発が難しい状況にある。このことは陶磁器産業の大きな課題であり、企業からも低コストおよび短時間でできる製品開発手法の導入への強い要望もあることから、喫緊の対応が必要であるため本研究を実施した。

大手企業や他県でも3次元加工装置を導入した様々な研究がなされている。本研究では、昨年度導

入した3次元スキャナ、3次元CAD、3次元プリンタ及び本年度導入した3次元モデリングマシンからなる3次元のシミュレーション技術を用いた「高精度、低コスト、短時間」の試作見本の作製と、製品開発の高度化、省力化のための製品開発プロセスの最適化を目的としている。

本研究では、データの入力から出力までの設計を重視したデータ管理、実物の立体サンプルを手にとって確認できる試作見本の加工を重視した作製技術と全体の開発プロセスについて検討を行った。

## 2. 方 法

### 2.1 3次元モデリングマシンの導入と効率的な加工条件の検討

新たに導入した3次元モデリングマシン(ローランドDG社製:MDX-540A(図2))の効率的利用のため、加工条件を変えた切削実験を実施した。加工条件の選定については、昨年度に実験したフラット・エンドミル(先端が平らな回転刃)とボール・エンドミル(先端が球状の回転刃)2種類のエンドミルの、先端形状の違いによる切削面の表面観察の結果を用いた<sup>1)</sup>。加工箇所に応じたエンドミルを用い、

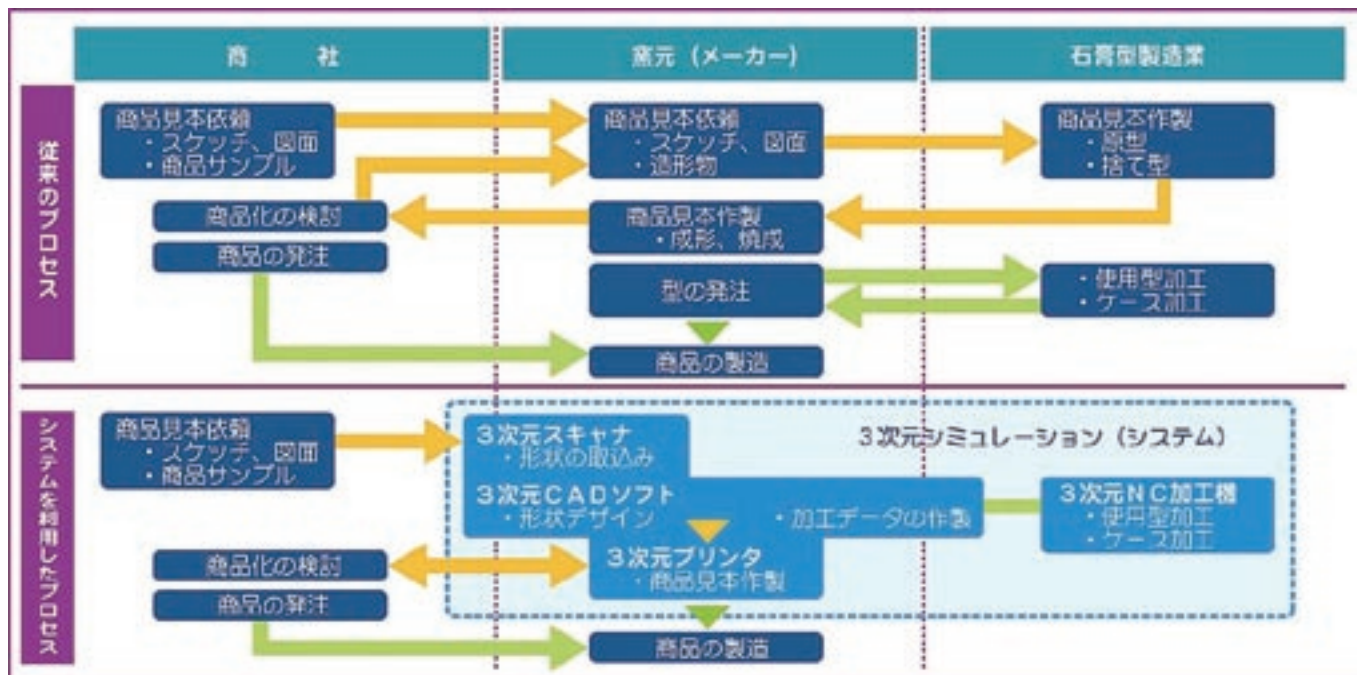


図1 従来のプロセスと新規プロセス

尖端形状の違いと加工ピッチの違いにおける切削実験を行った。実験に用いた両エンドミルは、それぞれφ10mmからφ1mmの径のものを使用した。エンドミルの送りピッチは、XYおよびZ方向ともに5mmから0.1mmの間で行った。切削する対象は、実際に石膏型製造業で使用されている石膏をブロックに加工したものを使用した。加工するデータは、手加工では精度と時間を要する非回転体の形状データを3次元CADで作製したものを使用した。これらのブロックを上記のエンドミルで粗削り、中削り、仕上げ削りの3段階の加工実験を行った。

粗削りは、できるだけ効率良くに切削させるため、削りしろを完成サイズから0.5mm~0mmの間に設定した。エンドミルは土台との境界線のエッジや側面の加工を考慮し、フラット・エンドミルを用い、エンドミルの直径は、φ10mmから順に小さくした。中削りは、フラット・エンドミルとボール・エンドミルの両方を用いて切削した。仕上げ削りでは、曲面を仕上げるためφ3mm~φ1mmのボール・エンドミルを用い、送りピッチは0.1mmから順に検討した。

また、3次元モデリングマシンによる石膏の直接加工について検証した。加工は、フラット・エンドミルとボール・エンドミルの2種類のエンドミルを使用して、原型、使用型、ケース型を加工した。原型の加工および使用型の加工には、160mm×160

mm×60mm(フラット・エンドミルで全面平滑仕上げ加工済み)の原型や使用型の作製に用いられる石膏のブロックを使用した。ケース型の加工には、210mm×210mm×80mm(フラット・エンドミルで全面平滑仕上げ加工済み)のケース型専用の石膏ブロックを使用した。加工実験の結果から、石膏型加工の課題を抽出し、課題の解決と効率的なシステムの運用を検討した。

## 2.2 3次元シミュレーションを用いた製品開発プロセスの検討

3次元スキャナ、3次元CADソフト、3次元プリンタおよび前記3次元モデリングマシンをひとつ

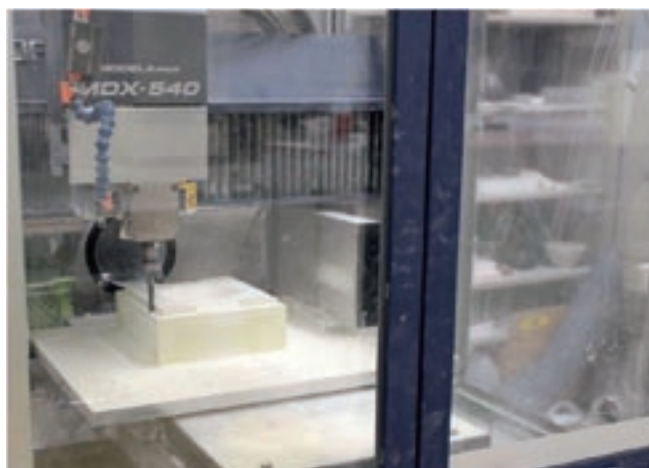


図2 3次元モデリングマシン



のシステムとして、3次元のシミュレーション技術を用いた製品開発プロセスについて検討した。

3次元スキャナ(ローランドDG社製:LPX-600(図3))は、装置内に固定された回転テーブル式の装置である。3次元プリンタ(Zコーポレーション社製:Z printer 310 Plus System(図4))は、装置専用の石膏粉末に接着剤をインクジェット方式で積層造形するものである。3次元CADソフトは、安価で使いやすいライノセラス(Robert McNeil & Associates社製)を採用した。

3次元モデリングマシンを除く装置については、データ伝送の際のファイル・フォーマット及びデータの精度について検討を行った。3次元モデリングマシンについても条件を変えて加工精度の実験を行い、最適精度を抽出した。従来の開発プロセスよりも大幅に効率化できる3次元シミュレーションシステムによる製品開発プロセス(図1)の構築を行った。

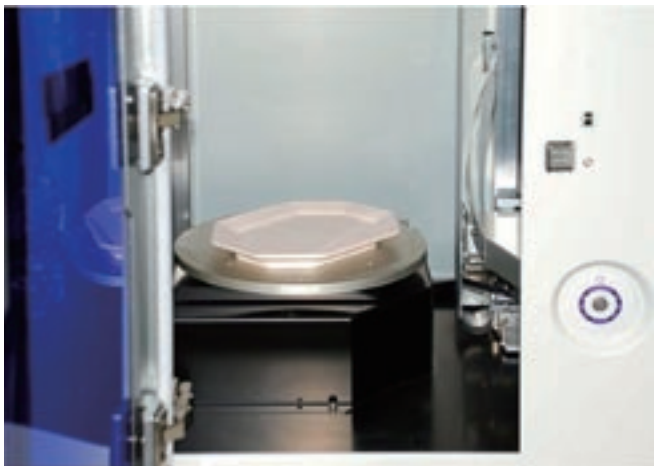


図3 3次元スキャナ

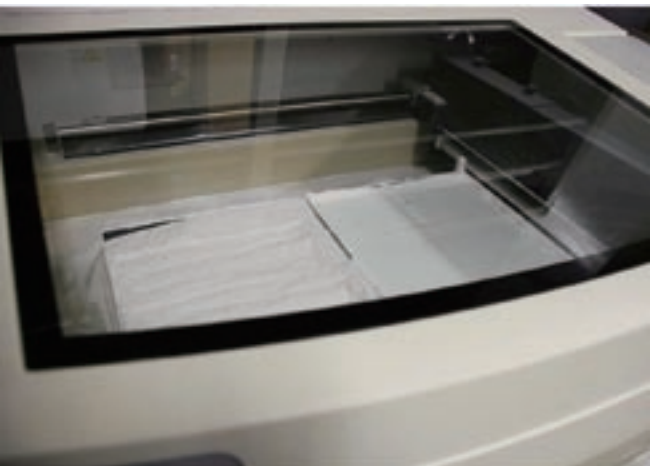


図4 3次元プリンタ

### 3. 結果と考察

#### 3.1 3次元モデリングマシンの導入と効率的な加工条件の検討

フラット・エンドミルとボール・エンドミルの2種類のエンドミル(図5))を使用して、粗削り、中削り、仕上げ削りにおける切削時間および切削精度を、いかに効率化できるかの加工条件を変えた切削実験を実施した。

粗削りでは、2.1で設定した条件に沿って実験をした結果、エンドミルは直径 $\phi$ 10mmのフラット・エンドミル、仕上げしろは0mm、加工ピッチを刃の直径の40%である4.0mmに設定した条件が、加工時間、工程ともに効率的であった。

中削りは、フラット・エンドミルを用いた場合、粗削りの非切削箇所の端面を仕上げしろ0mmの位置まで切削した際に、チッピングが発生したため、ボール・エンドミルを使用した。エンドミルの直径および加工ピッチは、条件を変化させながら加工に最適な条件を検討した。その結果、中削りでは、直径 $\phi$ 6mmのボール・エンドミルで送りピッチがXY及びZ方向ともに2.4mmの条件が、加工時間、工程ともに効率的であった。



図5 使用したエンドミル

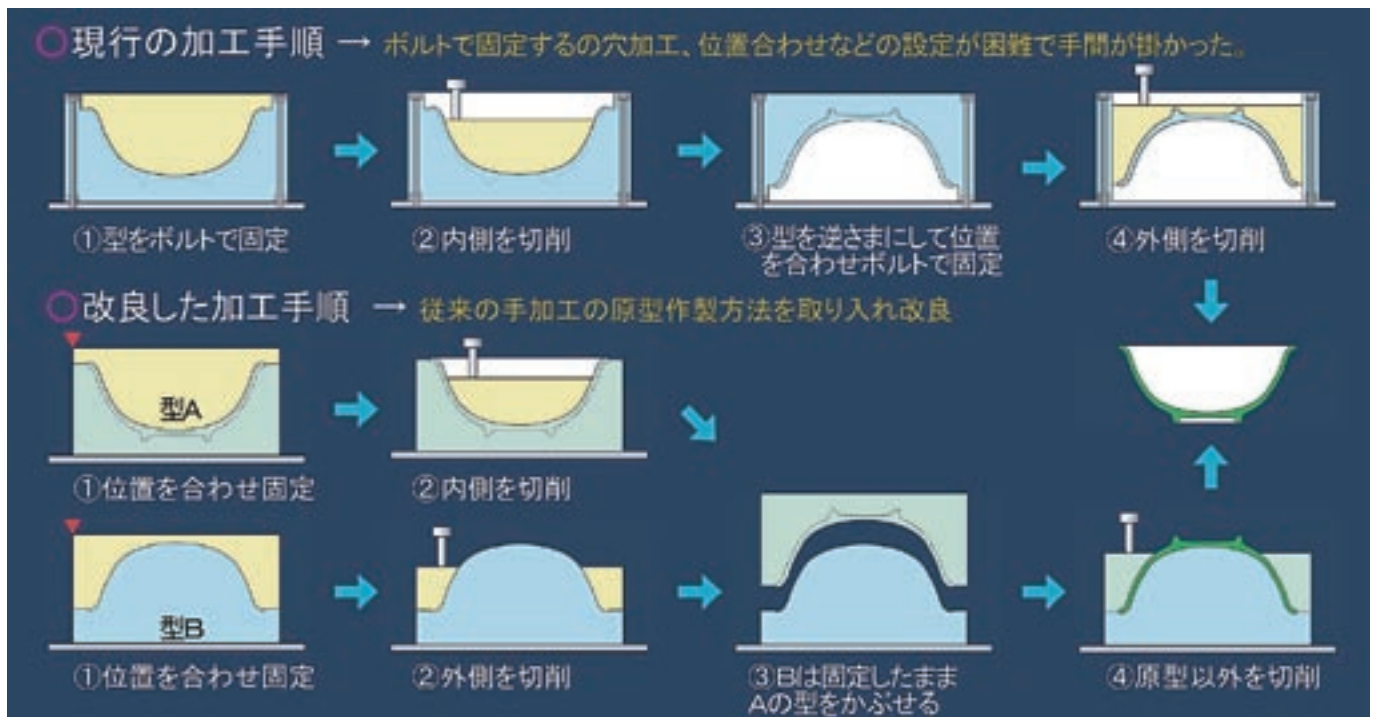


図6 改良した石膏型加工プロセス

仕上げ削りは、できるだけ精細に加工するため、直径 $\phi$  1 mmのボール・エンドミルで、送りピッチ0.1mmから徐々に大きくしながら検討していったが、送りピッチを0.15mmまで大きくしても、成形時および焼成後の表面観察の結果、仕上げ面が従来の手作業による仕上げ加工のものと同等以上の仕上がりが認められた。

今回の結果は、本実験に用いた装置及び設定での効率的な加工条件の目安であり、すべての場合に当てはまるのではなく、切削する装置や形状によっても検討が必要である。

3次元モデリングマシンによる石膏の直接加工については、両面の加工を要する原型の作製工程に課題があった。通常、両面の加工を必要とする場合には、加工するブロックにボルトで位置を固定するための穴を開け原点を合わせるが、石膏のブロックは破損しやすいため、穴を開けたとしても原点を正確に合わせる精度を出すのが難しい。そのため、四方を金属製のブロックで固定し位置を合わせるが、両面の原点を正確に合わせる事が非常に難しかった。この課題に対して、従来の手作業による原型の加工手法を応用して解決を図った。従来手作業では、原型を作製する際に、例えば皿の内側(片側)の型を作り、その上に石膏を固めて原型の部分を残して削り出して作製する。この作業をNC加工機に応用

して、2個の同じブロックを製作し、一方のブロックで皿の原型形状を含めた外側の形状Aを作り、もう一方のブロックでは皿の内側の型Bを作る。Bを固定したままAをかぶせ、Aから原型を削り出すことで、難しい位置合わせをすることなく正確に原型を作製できた。この方法は機械加工のため非回転体の変形物にも対応できるため、これまで加工が難しく多くの時間を要した変形物も、短時間で高精度な加工が可能となった(図6)。

### 3.2 3次元シミュレーションを用いた製品開発プロセスの検討

各装置のデータの加工精度及びデータの互換性については、昨年度に3次元スキャナ、3次元プリンタ、今年度に3次元モデリングマシンについて検討を行い、必要としている仕上がりの精度と一連のファイル形式の互換性について確認できた。昨年度の検討結果から、3次元スキャナの取り込み精度は最高0.2mmであり、この精度は、その後の3次元CADソフトでのデータの加工・修正、3次元プリンタでの出力に適していた。3次元プリンタは最高0.089mmの積層精度で造形できるため、試作見本を立体として確認するには十分に有効であった。また、3次元モデリングマシンは、仕上がりの精度を考慮した一定の条件において、3.1で述べたように



荒削り、中削り、仕上げ削りにおいてエンドミルの種類、エンドミルの径、加工ピッチなど適切な値を得ることができた。

これらの結果から、新製品開発プロセスの省力化、短期化、コストの低減を目的とした3次元シミュレーションを用いた効率的な製品開発プロセスを構築することができた。

### 3.3 3次元スキャナを利用した成果事例

本研究で導入した3次元スキャナを利用して、企業と共同で製品開発を実施した。

図7は、長崎歴史文化博物館に所蔵されている「亀山焼」である。この「亀山焼」の復元品の製作を三川内焼の窯元との共同研究で実施した。この亀山焼は、直接型を取ったり接触して採寸できないため、非接触式の3次元スキャナを使用した。装置を博物館に持ち込んで、復元する「亀山焼」の形状データを取り込み、3次元CADでデータの補完、修正を行った(図8)。それらのデータに成形、焼成の際の収縮、変形を予測した修正を加えて、3次元プリンタで出力し、原形として用いた。これらの工程によって復元された「亀山焼」は製品化された。



図7 長崎歴史文化博物館所蔵 亀山焼

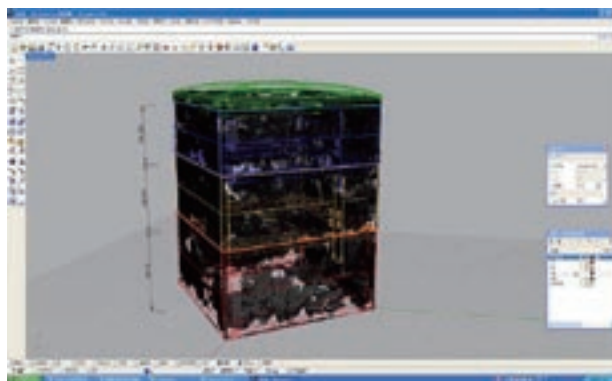


図8 3次元スキャナで取り込んだデータ

### 3.4 3次元プリンタを利用した成果事例

本研究で導入した3次元プリンタを利用して、企業と共同で製品開発を実施した。

波佐見焼の窯元から相談があった「電子レンジに対応した蓋付蒸し調理器」について、機能面や形状を確認するため、3次元CADを用いてシミュレーションを行った(図9)。熱せられた水蒸気や食材から出た油分が、再び食材に付着しないような機能的構造や外観のデザインを繰り返し出力して検討した。これらの工程によって開発した製品は、実用新案を登録し(実用新案登録第3160143号)、「蒸すクック」という商品(図10)として販売している。

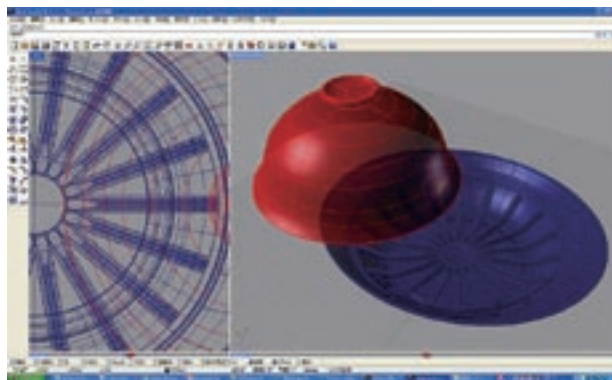


図9 3次元CADで作製したデータ

### 3.5 3次元モデリングマシンを利用した成果事例

石膏型製造業から相談があった非回転体精密形状の製作について、3次元CAD及び3次元モデリングマシンを用いて加工実験を行った。手加工では加工が難しい形状を、3次元CADを用いてデータを作成し(図11)、直接石膏から使用型を切削加工した(図12)。非回転形状で細かな連続した幾何学的



図10 3次元プリンタで出力した試作品と製品

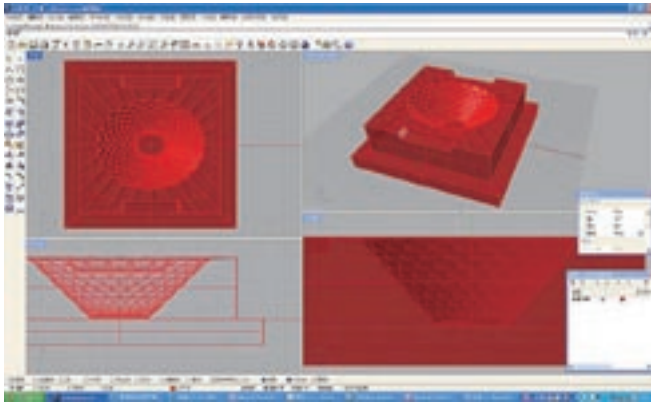


図11 3次元CADで作製した型データ



図12 直接加工した石膏型と製品

造形は、均一に加工することが手加工では非常に難しいため、本システムを用い設計・加工を試みた。実験の結果、従来よりも短時間で均一な造形を設計・加工でき、石膏型製造業における本システムの有効性が確認できた。

#### 4. まとめ

昨年度から、陶磁器関連企業における新製品開発プロセスへの3次元シミュレーションシステムの有効利用のために装置を導入し、具体的な事例も含めて検討した。その結果は下記のとおりである。

(1) NC加工機による石膏型の直接加工を効率的に行うには、粗削り、中削り、仕上げ削りに分けて切削加工することで、加工時間を従来よりも短縮できた。

(2) 粗削りでは、直径 $\phi$ 10mmのフラット・エンドミルで、仕上げしろを0mmにして加工ピッチを直径の40%である4.0mmに設定した場合が効率的であった。

(3) 中削りでは、直径 $\phi$ 6mmのボール・エンドミルで送りピッチがXY及びZ方向ともに2.4mmの条件が適切であった。

(4) 仕上げ削りでは、直径 $\phi$ 1mmのボール・エンドミルで、送りピッチが0.15mmでも、仕上げ面が従来の手作業による仕上げ加工のものと同等の仕上がりが認められた。

(5) 3次元モデリングマシンによる石膏の直接加工については、原型の両面加工の際に、従来の手加工による加工方法を応用することで容易に位置合わせができた。

#### 参考文献

- 1) 久田松学、桐山有司、依田慎二、山口英次、「3次元シミュレーションを用いた製品開発プロセスの支援技術に関する研究」、長崎県窯業技術センター平成20年度研究報告 第56号、pp30~33 (2008) .

## — 経常研究 —

# 高活性複合型光触媒の開発

研究開発科 狩野伸自・木須一正  
陶磁器科 山口英次・小林孝幸

## 要 約

本研究では、県内企業より排出されるシリカ粉末の表面に酸化チタンを被覆した粉末（以下、チタニア被覆シリカ粉末）を調製した。チタニア被覆シリカ粉末の光触媒活性は、メチレンブルーの吸光度変化から算出したメチレンブルー分解率から評価した。チタニア被覆シリカ粉末の調製の際に使用する溶媒を変えると粉体特性が変化した。メタノールで調製したチタニア被覆シリカ粉末は、最も高い光触媒活性を示した。チタニア被覆シリカ粉末を含む転写紙をガラス表面に焼付けて試料とした。その試料と紫外線を利用して、藻類の指標物質であるクロロフィル a を初期濃度の約50%まで減少することができた。紫外線のみでは、初期濃度に近い値を推移した。

キーワード：シリカ、チタニア、光触媒、メタノール、転写紙、クロロフィル a

## 1. はじめに

半導体製造用チラー（以下、冷却水循環装置）の水は、シリコンウェハの加工工程において使用されている。冷却水循環装置は、主に閉鎖空間のクリーンルームに設置されており、循環水の温度を一定に制御している。冷却水循環装置を稼動すると、短期間で藻類等が増殖し、装置配管内部や熱交換器に付着する可能性がある。この結果、循環水の流量が変化し、熱交換効率を低下させて、精密な温度制御ができない状態となる。このことが原因で、半導体製品の歩留まりを低下させている。現在、冷却水中の菌類や藻類の増殖抑制対策としては、冷却水に薬剤を添加して管理している。

近年、地球規模の温暖化や環境変化等により、各種製造メーカーは、環境に配慮した製品開発に取り組んでいる。環境負荷を低減する方法の1つとして光触媒技術も検討されており、光触媒を利用した水質浄化の研究が行われている<sup>1,2)</sup>。

光触媒(酸化チタン)は、光(紫外線)のエネルギーを吸収すると価電子帯にあった電子が励起され、電子は酸素と反応し、電子が抜けた後の正孔(ホール)は水と反応して、それぞれ活性酸素を生成する。光触媒表面に有機物が存在すると、生成した活性酸素

により酸化分解反応が進むことが知られている<sup>3)</sup>。

当センターでは、これまでに県内企業から排出されるシリカ粉末を利用して、チタニア被覆シリカ粉末の開発を行ってきた<sup>4)</sup>。この粉末は、高温焼成しても光触媒機能の高い結晶相(アナターズ)が残存することを確認しており<sup>5)</sup>、メチレンブルーを分解する能力やアセトアルデヒドガスを分解する能力を有している。

本研究ではこれまでに、チタニア被覆シリカ粉末を利用した水質浄化製品を開発するため、循環水中の藻類を減少できる光触媒を県内企業と共同研究で行ってきた。その結果、藻類に対してより高活性な光触媒の開発が必要であることがわかった。

そこで今年度は、以下の項目について検討した。  
(1) 更なる光触媒活性の向上を目的として、チタニウムアルコキシドの加水分解の際に使用する溶媒に着目し、溶媒のみを変えて調製したチタニア被覆シリカ粉末の粉体特性への影響について検討した。  
(2) チタニア被覆シリカ粉末を含む転写紙を利用した試料の作製とその試料と紫外線を利用し、藻類(指標物質：以下、クロロフィル a)の増殖を抑制することを目的とした。



## 2. 実験方法

### 2.1 チタニア被覆シリカ粉末の調製

県内企業から排出される結晶質シリカ(以下、石英)粉末表面に、酸化チタンを被覆した。石英粉末は、それぞれ各種アルコール(和光純薬工業株式会社製試薬特級:メタノール、エタノール、1-プロパノール)と蒸留水に所定量添加した後、チタニウムテトライソプロポキシド溶液(関東化学株式会社製)を添加した。その後、蒸留水を加えて加水分解反応を行った。加水分解反応は、大気中、室温で300 mlの三角フラスコで30分間マグネチックスターラーを用いて攪拌しながら行った。石英粉末の重量は3gで固定し、各種溶媒の容量は100 mlで固定した。チタニウムテトライソプロポキシド溶液の添加量と蒸留水の添加量はそれぞれ11.7 mlと100 mlで固定した。反応後の生成物は遠心分離機を用いて固液分離した。分離した固体分は、室温で48時間乾燥した。乾燥した粉末は、結晶化するため、775°Cで10分間保持した後、降温した。図1に、チタニア被覆シリカ粉末の調製方法を示す。

### 2.2 チタニア被覆シリカ粉末を含む転写紙を利用した試料の作製

室温で48時間乾燥した後の粉末とオイル等を混練してペースト状にした。ポリエステル製のスクリーン上にペーストをのせ、のり剤を塗布した台紙に転写した。転写した部分を固定するため、その上部に、オーバープリントラッカーを被覆して転写紙(以下、チタニア被覆シリカ粉末含有転写紙)を作製した。また、無機顔料粉末と室温で48時間乾燥した後の粉末を所定量混合した転写紙(以下、無機顔料含有転写紙)も同様に作製した。各種転写紙を、所定の大きさに鋏で切り、水に浸し、剥離したフィルムを板ガラス(松波硝子工業株式会社製:縦40mm×横40mm×厚さ1mm)とガラス管表面に貼り付けて50°Cで24時間乾燥した後、750°Cで酸化焼成して試料を得た。

## 2.3 特性評価

### 2.3.1 光触媒活性評価

チタニア被覆シリカ粉末の光触媒活性は、暗所で4時間攪拌後のメチレンブルーの吸着率と紫外線を照射しながら4時間攪拌後のメチレンブルーの減少率から算出したメチレンブルー分解率により評価し

た。

メチレンブルーの吸着率は、調製した50 μMメチレンブルー溶液の吸光度と暗所で4時間攪拌後のメチレンブルー溶液の吸光度から求めた。

メチレンブルーの減少率は、暗所で4時間攪拌後のメチレンブルー溶液の吸光度と紫外線で4時間攪拌後のメチレンブルー溶液の吸光度から求めた。

メチレンブルー溶液の吸光度は、自記分光光度計(Hitachi U-3300)で550 nmから750 nmの範囲を測定し、664 nmの最大ピーク位置を用いた。

20 mgの各種粉末を、300 mlの石英ガラスビーカーに入れ、その後、50 μMのメチレンブルー溶液100 mlを加えた。はじめにメチレンブルーの吸着率を評価する為、調製直後のメチレンブルー溶液を自記分光光度計で測定した。そして暗所で4時間マグネチックスターラーを用いて攪拌した。その後混合物は、遠心分離機にかけた後、メチレンブルー溶液の上澄み液を分取し、自記分光光度計で測定した。次にメチレンブルーの減少率を評価するため、混合物は攪拌しながら紫外線(主波長365 nm:6W×2)を4時間照射した。その後、混合物を遠心分離機にかけた後、メチレンブルー溶液の上澄み液を分取し、自記分光光度計で測定した。

### 2.3.2 粉体特性評価

焼成した粉末の結晶相は、粉末X線回折装置(CuKα, 40kV, 30mA: PANalytical PW1825)

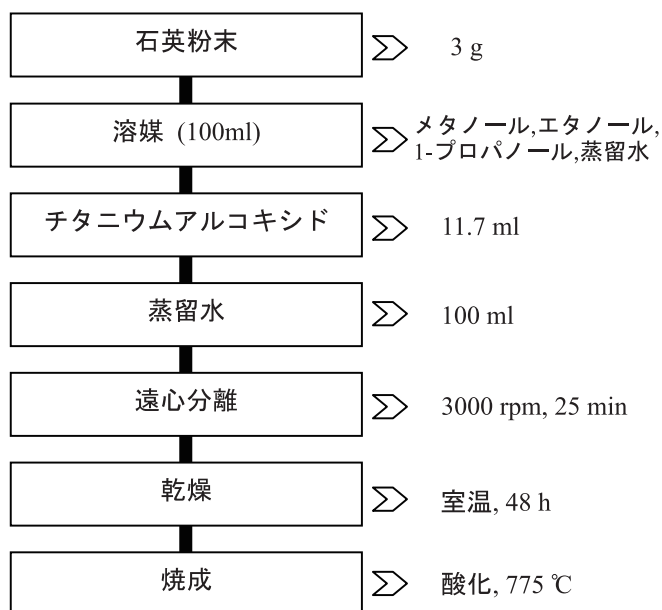


図1 チタニア被覆シリカ粉末の調製方法

を用いて同定した。アナターズ相(101)の結晶子径は、半価幅を利用し、Scherrer式を用いて決定した。チタニア被覆シリカ粉末の酸化チタン含有量を確認するため、蛍光X線分析装置(PANalytical MagiX PRO)を用いてチタンとシリコンを分析し、TiO<sub>2</sub>とSiO<sub>2</sub>含有量を算出した。チタニア被覆シリカ粉末の比表面積は、窒素吸着によるBET法により、全自動ガス吸着測定装置(Quantachrome AUTOSORB-1)を用いて測定した。

### 2.3.3 クロロフィル a の減少能力評価

チタニア被覆シリカ粉末含有転写紙を利用して作製した試料と紫外線(主波長254 nm:6W×1)を利用して、循環水中のクロロフィル a の減少能力を約40日間調査した。図2に循環水槽の水質浄化フローを示す。一定の温度に保持した水を循環した水槽(水温26℃, 循環総水量85 L)に試料と紫外線ライトを設置した。紫外線の照射条件は、1回あたり30分間照射し、1日に4回照射した。紫外線の照射時刻は、6時、12時、18時、24時とした。これと同時に、紫外線ライトのみを設置した水槽を別に作製し、同様な水質浄化フローでクロロフィル a の減少能力も調査した。クロロフィル a 濃度を評価するための循環水は500 ml 分取した。それぞれの循環水中のクロロフィル a 濃度は、90%アセトン水溶液を対照にして、波長750,664,647,630 nmにおける抽出液の吸光度を自記分光光度計(Hitachi U-3300)で測定して求めた。

## 3. 結果及び考察

### 3.1 チタニア被覆シリカ粉末の結晶相

図3は各種溶媒で調製し、酸化焼成したチタニア被覆シリカ粉末のX線回折パターンを示す。アルコールで調製した粉末の酸化チタンの結晶相は、単一のアナターズ相を示した。蒸留水で調製した粉末は、アナターズ相とルチル相の混相を示した。各種チタニア被覆シリカ粉末のアナターズ(101)の半価幅は、メタノール0.21, エタノール0.23, 1-プロパノール0.24, 蒸留水0.21であった。結晶子径はそれぞれ、メタノール43 nm, エタノール39 nm, 1-プロパノール37 nm, 蒸留水43 nmであった。最も大きな結晶子径を示したのは、メタノールと蒸留水で調製した粉末であった。

### 3.2 チタニア被覆シリカ粉末の粉体特性

表1に、各種溶媒で調製したチタニア被覆シリカ粉末の粉体特性を示す。調製した粉末の比表面積は、4.0~16.9 m<sup>2</sup>/gであった。その中で最も小さい比表面積を示したのは、蒸留水を溶媒にした粉末であった。酸化チタンの含有量は、36.6~57.2 mass%であった。特に、蒸留水で調製した粉末は、チタニウムアルコキシドから酸化チタンへの収率が約70%と最も低い値を示した。メチレンブルー分解率は、メタノールで調製した粉末が最も高い分解率を示した。この理由としては、酸化チタンの結晶相のアナターズが単一相を示していることと、結晶子径が大きいことが考えられる。熱処理によって、アナターズの結晶子径が大きくなるにつれて、欠陥の少ない酸化チタンが生成したと考えられる。

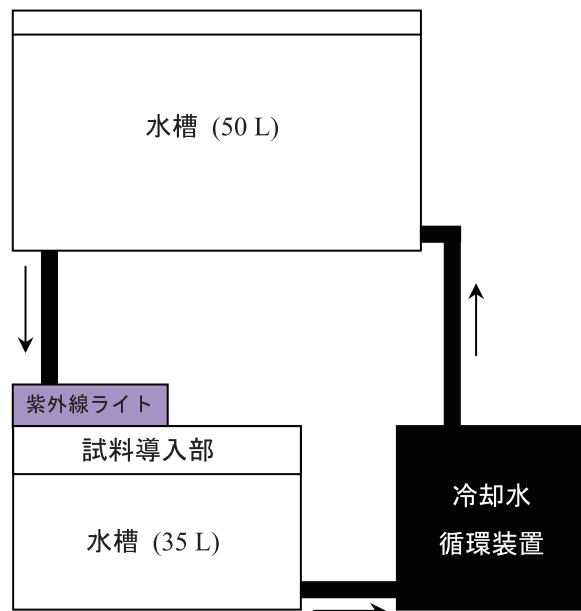


図2 試料と紫外線を利用した水質浄化フロー

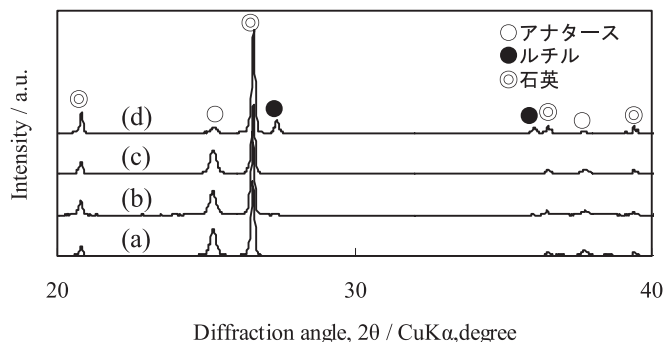


図3 チタニア被覆シリカ粉末のX線回折パターン (a)メタノール,(b)エタノール,(c)1-プロパノール,(d)蒸留水



特に液相中では、酸化チタンの結晶性を高くすることで、電子と正孔(ホール)の再結合が抑制され、光触媒反応の効率が向上した結果、メチレンブルー分解率が向上したと考えられる。

以上のように溶媒を変えるだけで粉体特性が変化することがわかった。これは、チタニウムテトライソプロポキシドの加水分解速度が変化しているため、シリカ粉末上に堆積した酸化チタンの結晶相や光触媒活性が変化していると考えられる。今回使用した溶媒の中で、メタノール中で加水分解したチタニウムテトライソプロポキシドが、最も加水分解速度が遅かったと考えられる。この理由としては、メタノールは、他のアルコールに比べて水に対して最も親和性があると考えられる。そのため、蒸留水が添加された際に、蒸留水の活量(反応性)が低下しているため、加水分解速度が最も遅くなっていると考えられる。

### 3.3 転写紙を利用した試料の作製

無機顔料含有転写紙を平面形状のガラス表面に貼り付けた試料とチタニア被覆シリカ粉末含有転写紙を円筒形状のガラス表面に貼り付けた試料を、酸化焼成後の外観写真を図4に示す。無機顔料の種類を変えることで、5種類の試料を作製することができた。円筒形状のガラス表面にも、均一に膜を焼き付けることができた。全ての試料において、目視では膜の亀裂は見られなかった。

### 3.4 循環水中のクロロフィル a 減少能力評価

チタニア被覆シリカ粉末含有転写紙を利用して作製した試料(縦40mm×横40mm×厚さ1mm:4枚)と紫外線を利用した場合のクロロフィル a 濃度と紫外線のみを利用した場合のクロロフィル a 濃度の経時変化を図5に示す。試料と紫外線を利用した場合、クロロフィル a 濃度は、紫外線照射時間が約40時間で初期濃度の約50%まで減少した。その後は、大きな変化を示さず、一定の濃度を維持したまま推移した。一方、紫外線のみを利用した場合、クロロフィル a 濃度は、大きな減少は見られず、初期濃度に近い値を推移した。この結果から、試料と紫外線を利用する方が、クロロフィル a の減少能力が高いことがわかった。これは、酸化チタンが紫外線に照射されたことで、活性酸素を発生し、藻

表1 各種溶媒で調製したチタニア被覆シリカ粉末の粉体特性

溶媒	比表面積 (m <sup>2</sup> /g)	酸化チタン含有量 (mass %)	メチレンブルー分解率 (%)
メタノール	15.8	57.2	30.2
エタノール	16.9	55.9	27.6
1-プロパノール	14.6	56.2	23.3
蒸留水	4.0	36.6	4.1

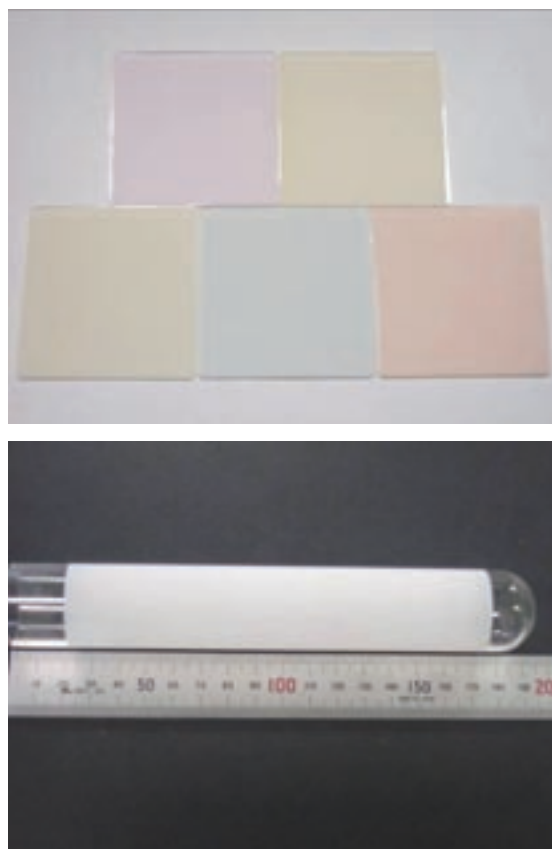


図4 転写紙を利用した試料の試作例 (上段:平面形状, 下段:円筒形状)

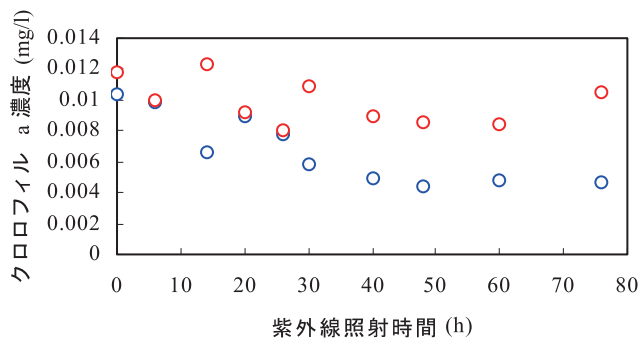


図5 紫外線照射時間とクロロフィルa濃度の経時変化(○:紫外線のみ, ○:試料と紫外線)

類の細胞膜損傷を引き起こしたため、クロロフィル a 濃度の減少に寄与したものと考えられた。しかしながら、ある一定時間を経過すると、クロロフィル a 濃度が一定の値を推移した。

#### 4. まとめ

石英粉末の表面に酸化チタンを被覆した、チタニア被覆シリカ粉末を作製した。調製の際に使用する溶媒を変えると、粉体特性が変化することが分かった。

光触媒能を発現する膜をガラス表面に付加するため、チタニア被覆シリカ粉末含有転写紙を使用して試料を作製し、得られた試料と紫外線を利用して、一定温度に保持した循環水中のクロロフィル a の減少能力評価を行った。以下に、本研究で得られた知見を示す。

(1)チタニア被覆シリカ粉末の調製の際、使用する溶媒を変えることで、比表面積や結晶子径およびメチレンブルー分解率等が変化した。

(2)メタノールを溶媒として使用すると、最もメチレンブルー分解率が向上した。これは、粉末が単一のアナターズ相であることと、アナターズの結晶子径が大きくなっており、欠陥の少ない酸化チタンが生成していると考えられる。一方、蒸留水を溶媒として使用すると、メチレンブルー分解率が最も低くなった。これは、比表面積と酸化チタン含有量が小さいことと、熱処理により、アナターズ相からルチル相への相転移が起こっているためと考えられる。

(3)チタニア被覆シリカ粉末含有転写紙を利用して、平面形状や円筒形状のガラス表面に、光触媒能を発現する膜を形成することができた。無機顔料をチタニア被覆シリカ粉末に添加することで、有色の試料を作製することができた。

(4)チタニア被覆シリカ粉末含有転写紙を利用して作製した試料と紫外線を利用することで、循環水中のクロロフィル a 濃度を減少することができた。一方、紫外線のみでは、おおきな減少傾向を示さず、初期濃度に近い値を示した。

#### 参考文献

- 1) 増山和晃, 金子聡, 前川明弘, 勝又英之, 鈴木透, 太田清久, Seikatsu Eisei, Vol.54, No2, pp146-152 (2010).
- 2) 堀越智, Journal of the Society of

Inorganic Materials, Japan Vol.16, pp251-259 (2009).

- 3) 高橋哲也, 笠井稚子, 近藤哲男, SEN' I GAKKAISHI, Vol.65, No7, pp167-175 (2009).
- 4) 狩野伸自, 阿部久雄, 長崎県窯業技術センター研究報告, No51, pp45-46 (2003).
- 5) 狩野伸自, 阿部久雄, 長崎県窯業技術センター研究報告, No52, pp7-10 (2004).

## — 経常研究 —

# 低温反応プロセスを用いた無機系廃棄物からの 機能性材料の開発

研究開発科 永石雅基・山口典男

## 要 約

県内5箇所の溶融スラグと県内4箇所のフライアッシュの分析結果では、スラグは $\text{SiO}_2\text{-CaO-Al}_2\text{O}_3$ が主成分であり、フライアッシュは $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ が主成分のものと $\text{CaO-Fe}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ が主成分のものが存在していた。溶融スラグを用いたジオポリマー固化体の作製では、フライアッシュを用いた固化体に比べ、約3倍もの高い強度を示すスラグが確認された。フライアッシュの水熱合成では、アルカリ添加でゼオライトが生成することが認められ、特に $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ 比率が低いほどゼオライトが多く生成すること、および処理温度によりゼオライト相が変化することが確認された。

キーワード：スラグ、フライアッシュ、ジオポリマー、水熱合成、ゼオライト

## 1. はじめに

長崎県内の廃棄物処理事業所における一般廃棄物を処理した焼却灰は、減容化等の目的のため溶融処理により溶融スラグとして年間約12,000トンが排出されている。これら溶融スラグのうちアスファルト骨材や路盤材等として利用されているのは65%ほどであり、35%(4,300トン/年)の溶融スラグは利活用されず、年々未利用の溶融スラグの貯留量が増加している。しかも、各事業所から排出される溶融スラグの化学組成や物性等が異なるため、同じ条件による加工や利用も行い難いといった現状である。一方、石炭火力発電所から排出される石炭灰(フライアッシュ)はセメント混和材に等に使用されるが約13%(約10万トン/年)が未利用となっている。さらに、原油高騰による石炭利用の増大からフライアッシュの排出量も増加する傾向である。

このような状況から、環境への負荷が少ない低温、省エネ、低コスト等のプロセスを用い、これら無機系廃棄物の有効活用できる技術開発が県内の廃棄物処理事業所や電力事業所から求められている。当センターでは、ジオポリマー技術を用いて、無機粉末に硬化液(水ガラスと苛性ソーダの混合水溶液)を加えることで、ブロック状の固化体を作製することのできる技術を保有しており、この技術は無機系廃

棄物の有効活用において注目されている。また、水熱合成は、高圧の水蒸気雰囲気中で無機イオンを反応させることで、鉱物を合成する技術であり、無機系廃棄物の処理活用に応用されている。そこで、毎年大量に排出され利活用が進まないスラグおよびフライアッシュを建材、魚礁、吸着材等の新素材として有効活用できる技術を検討した。

本技術を活用し、県内企業等の新製品の製造販売としての環境分野進出を支援する。さらに、スラグおよびフライアッシュの化学組成や物性等のデータ整備も併せて行うことでスラグおよびフライアッシュの利用促進に寄与できると考える。

具体的には、スラグおよびフライアッシュをジオポリマー技術や水熱合成技術により焼成せずに固化・製品化できるプロセスを開発することを目的とした。

## 2. 実験方法

### 2.1 県内無機系廃棄物の収集と分析

県内5箇所の一般廃棄物焼却灰の溶融スラグと県内4箇所の発電所やボイラーなどから排出されるフライアッシュを収集し、蛍光X線分析による化学分析およびX線回折による鉱物相の同定を行った。

## 2.2 ジオポリマー技術を用いたスラグ固化体の作製

長崎県内で排出される一般廃棄物の溶融スラグ(以下、スラグ)がジオポリマー技術により固化が可能であるかを検討するために固化実験を行なった。ボールミルで乾式粉碎し、目開き63 $\mu$ mの篩を通過したスラグ粉末(S)と硬化液(L)をL/S比が0.4となるように混合した。混合物を粘性が出るまで混練し、20 $\times$ 20 $\times$ 80mmの型枠に流し込み、養生温度80 $^{\circ}$ C、相対湿度100%で、3~48h反応させ固化体を作製した。

## 2.3 水熱技術によるフライアッシュからの鉱物(ゼオライト)の合成

出発原料にフライアッシュを用いてゼオライトを合成する条件の検討として、SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>モル比、溶媒(水)へのアルカリ添加、処理温度を変化させた実験をオートクレーブを用いて行った。SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>モル比はアルミニウム源として水酸化アルミニウムを添加することで2.00, 1.00, 0.66の3水準、アルカリ添加は未添加と2N-NaOH水溶液の2水準、および水熱処理温度は180 $^{\circ}$ Cと220 $^{\circ}$ Cの2水準を組み合わせた計12条件で実験を行った。なお圧力は、各温度における自己発生圧とした。水熱処理後の試料の評価では、X線回折による鉱物相同定と電子顕微鏡による形状観察を行った。

## 3. 結果及び考察

### 3.1 県内無機系廃棄物の収集と分析

一般廃棄物焼却灰の溶融スラグの主要構成元素と各施設の溶融方式を表1に示す。酸化鉄の含有量に大きな違いが見られるが、どのスラグもSiO<sub>2</sub>-CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が主要構成成分になっていることが明らかとなった。

また、各施設のスラグの粉末X線回折パターンを図1に示す。一部のスラグで、構成相に石英が少量含まれていることが確認されたが、主要構成相としては、アモルファス相であった。

また、県内4事業所から出るフライアッシュの主要構成元素割合を表2に示す。この表から発電所A,B,Cから出てくるフライアッシュでは多少の含有量の違いは認められるがほぼSiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が主要構成成分であるが、工場DのフライアッシュはCaO-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が主要構成成分で、特に

表1 各スラグの主要構成成分割合と処理物

	施設A	施設B	施設C	施設D	施設E
SiO <sub>2</sub>	37.0	40.5	31.7	33.4	35.7
CaO	24.0	27.7	37.4	33.2	19.0
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	14.0	16.8	13.9	14.2	13.0
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10.9	1.4	4.3	5.3	20.3
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	2.0	2.1	2.7	4.1	2.5
MgO	2.5	2.5	2.6	2.9	2.0
アルカリ*	5.2	5.8	3.4	2.8	4.3

※アルカリは、Na<sub>2</sub>O、K<sub>2</sub>Oを合算した値

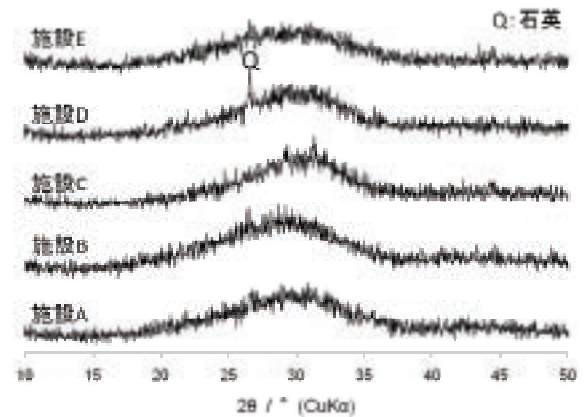


図1 溶融スラグのXRDデータ

表2 各フライアッシュの主要構成成分割合

	発電所 A	発電所 B	発電所 C	工場 D
SiO <sub>2</sub>	67.4	59.4	58.0	20.0
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	24.9	27.8	29.0	10.0
CaO	0.9	2.8	4.8	35.7
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.7	4.8	3.3	20.9
MgO	0.8	0.9	1.3	7.8
アルカリ*	1.8	1.8	1.1	0.4

※アルカリは、Na<sub>2</sub>O、K<sub>2</sub>Oを合算した値

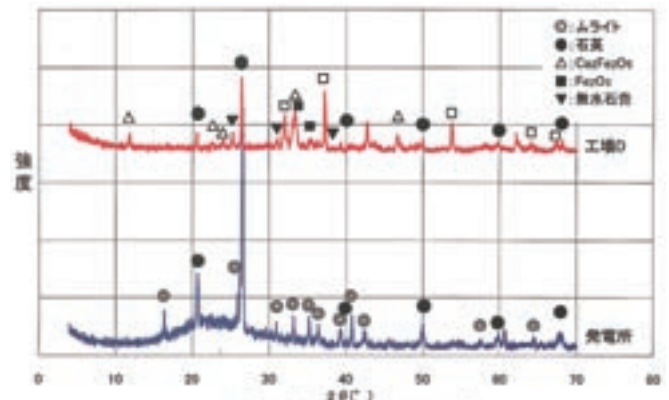


図2 各フライアッシュのXRDデータ



CaOやFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が著しく多いことが明らかになった。これらの違いは図2のX線回折測定でも顕著で、発電所のフライアッシュが結晶相として石英とムライトから構成されているのに対し、工場Dのフライアッシュは石英、CaO、Ca<sub>2</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>および無水石膏など多くの結晶相から構成されていた。

### 3.2 ジオポリマー技術を用いたスラグ固化体の作製

固化までの時間は溶融スラグの種類により異なるが、80℃の条件で概ね20~60分程度であった。各溶融スラグを用いたジオポリマー固化体の3点曲げ強さを表3に示す。最も強度の高い施設Bの溶融スラグを用いた固化体の外観写真を図3に示す。施設A、Dの溶融スラグでは発泡現象を示し、嵩密度の低下により強度が低くなっていた。一方、施設B、C、Eの溶融スラグは発泡現象を示さず、代表的な活性フィラーであるフライアッシュの固化体<sup>1)</sup>と比べ、約2~3倍の強度を示し、ジオポリマー固化体としては、非常に高い強度を有することが確認された。

表3 各溶融スラグジオポリマー固化体の3点曲げ強さ

施設A	施設B	施設C	施設D	施設E	文献値 <sup>1)</sup>
3.7	16.7	10.5	4.4	12.4	5.3

(MPa)

※文献値は、代表的な活性フィラーであるフライアッシュを用いたジオポリマー固化体

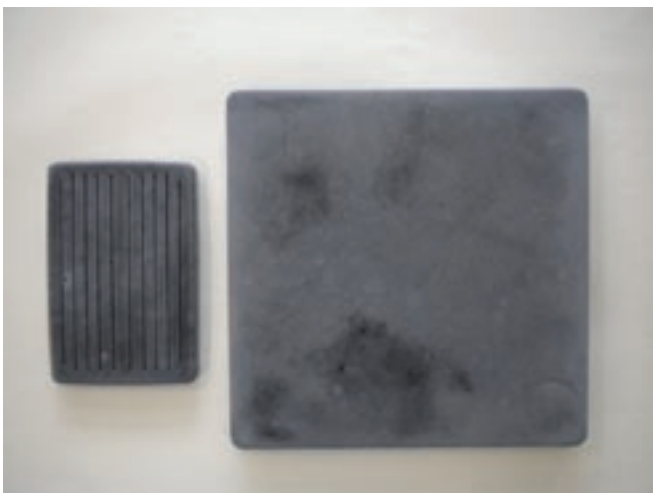


図3 都市ごみ溶融スラグを用いたジオポリマー固化体

### 3.3 水熱技術によるフライアッシュからのゼオライトの合成

フライアッシュを出発原料にした水熱合成条件を表4に示す。これらの条件でフライアッシュを水熱合成することで得られた試料のX線回折測定結果を図4に示す。この図からNaOHを添加した条件ではゼオライトが生成したが、NaOH未添加ではゼオライトは生成せず、水熱処理前と同様に石英、ムライトおよび水酸化アルミニウムのままであった。また、SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>比率が低くなるほど原料中の石

表4 フライアッシュの水熱反応条件

条件	出発原料	溶媒	処理温度	原料の鉱物相
A	FA <sup>※</sup>	水	180℃	ムライト、石英
B	FA <sup>※</sup>	NaOH溶液	180℃	ムライト、石英
C	FA <sup>※</sup> +Al(OH) <sub>3</sub>	NaOH溶液	220℃	ムライト、石英、キブライト

※: F, Aはフライアッシュの種

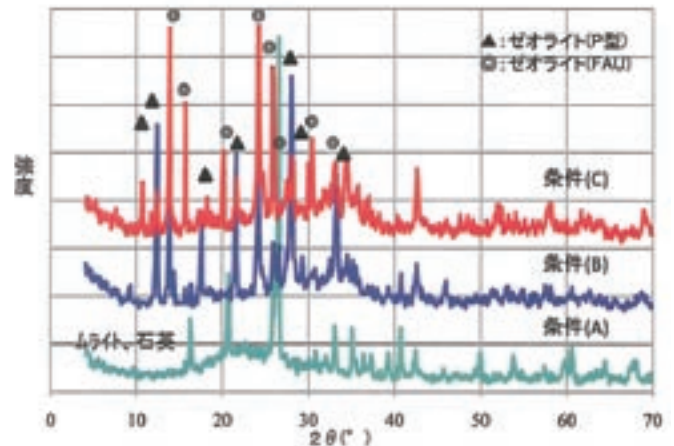


図4 フライアッシュの水熱処理後のX線回折パターン

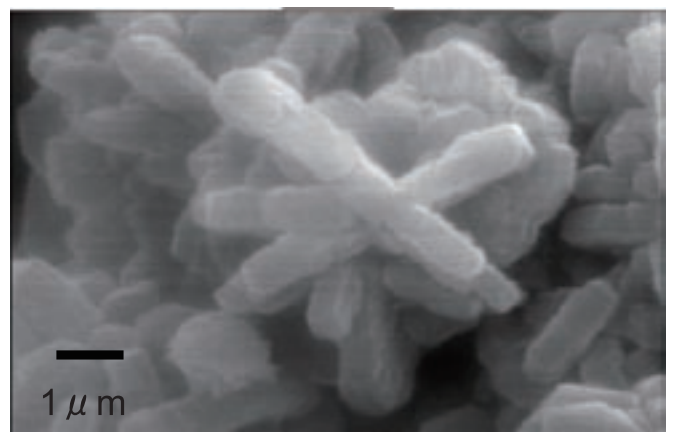


図5 各水熱合成して得られたゼオライト(P型)の電子顕微鏡写真



英やムライトは減少し、ゼオライトの生成量が増加した。処理温度による違いでは、180℃ではP型ゼオライトが主相でフォージャサイト型ゼオライトが含まれる状態であったが、220℃ではフォージャサイト型ゼオライトが主相となりP型ゼオライトがわずかに認められるという状態で相の構成割合が逆転していた。また、形状観察ではブロック状、板状および針状の形態をした結晶構造のものが確認された(図5)。

#### 4. まとめ

- (1) 県内5箇所の溶融スラグと県内4箇所のフライアッシュの分析結果では、スラグは $\text{SiO}_2\text{-CaO-Al}_2\text{O}_3$ が主要構成成分であり、フライアッシュは主要構成成分が $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ 系のもものと $\text{CaO-Fe}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ 系のもものが存在していた。
- (2) 一般廃棄焼却灰の溶融スラグのジオポリマー固化体は、フライアッシュを用いたジオポリマー固化体と比べ、約3倍の強度を示すものが確認された。
- (3) フライアッシュの水熱合成では、NaOHを添加することでゼオライトが生成することが認められた。また、 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 比率が低いほど原料中の石英やムライトが減少し、ゼオライトが多く生成すること、および処理温度が高くなるとゼオライトのP型が主体の構成からフォージャサイト型が主体の構成に変化することが確認された。

#### 参考文献

- 1) 党鋒、三国彰、平野義信、小松隆一、池田攻、「フライアッシュをフィラーとするジオポリマー材料の蒸気養生による調製、特にバインダー物質について」J.Ceram.Soc.Jpn, 113(1)、pp.82-86 (2005).

## — 経常研究 —

## 新規な耐熱素材の開発

陶磁器科 秋月俊彦・梶原秀志  
小林孝幸・山口英次

## 要 約

現在、耐熱性の陶磁器食器はペタライトを主原料に用いたものが主流となっている。しかしペタライト系の耐熱陶器は吸水性があるため汚れやすいことと、近年ペタライト原料の価格が高騰を続けていることが問題となっている。そこで、吸水性のない磁器質で、低コスト原料のタルク（滑石、 $3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）を主原料として用いたコーディエライト（堇青石、 $2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$ ）質の耐熱磁器製品の開発を目的に研究を行った。初年度は、天草磁器と同じSK10還元焼成において、磁器質で、耐熱衝撃性に優れた低い熱膨張係数（目標値として $700^\circ\text{C}$ での熱膨張係数が $3 \times 10^{-6}$ ）と、さらには湾曲度の小さい焼結体を得るため原料配合中の $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ 量の影響について検討を行った。その結果  $\text{SiO}_2:53\text{mass}\%$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3:33\text{mass}\%$ 、 $\text{MgO}:14\text{mass}\%$ の配合領域において、 $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ 量が $1.83\text{mass}\%$ の焼結体が、吸水率 $0.1\%$ 以下の磁器質で、熱膨張係数が $3.09 \times 10^{-6}$ 、湾曲度も天草磁器より小さい目標とする焼結体が得られた。

キーワード：コーディエライト、耐熱磁器、吸水率、湾曲度

## 1. はじめに

現在、電子レンジの普及率は一般家庭において90%を越え、オープンレンジやスチームオープンといった新しい機能が付加されたものも多く市販されている。そのため使用する陶磁器製の食器も、そのような新機能の家電製品に対応できるものが市場から求められている。具体的には、耐熱衝撃性はもちろんのこと、汚れを防止するため吸水性のない磁器質であることが必要である。また、一般的な耐熱陶磁器の主原料であるペタライトの価格が年々高騰していることから、ペタライトに代わる低コスト原料を主原料に用いた耐熱素材であることも必要である。これらの点から今回、これまで報告されている文献<sup>1)</sup>を基に、タルク（滑石、 $3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）を主原料に用いたコーディエライト（堇青石、 $2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$ ）質の耐熱磁器製品の開発を目的に研究を行った。

初年度は、天草磁器と同じSK10還元焼成において、磁器質で耐熱衝撃性に優れた低い熱膨張係数（目標値として $700^\circ\text{C}$ での熱膨張係数が $3 \times 10^{-6}$ ）と、さらには湾曲度の小さい磁器焼結体を得るため、原料中の $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ 量の影響について検討を行った。

## 2. 実験方法

## 2.1 原料調整

原料には焼タルク、アルミナ、ペタライト、本山蛙目、中国セリサイト、SPカオリンを使用し、図1に示す組成領域で、 $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ 量が $2.39\text{mass}\%$  (No.1)、 $1.83\text{mass}\%$  (No.2)、 $1.26\text{mass}\%$  (No.3)  $0.98\text{mass}\%$  (No.4)の4種類の原料配合を行なった。配合した原料をボールミルにより16時間湿式粉碎後、脱水処理したものを試験坯土とした。

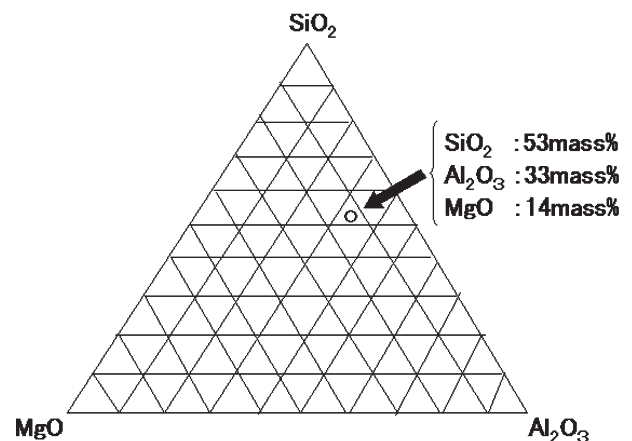


図1 試験坯土の組成領域

## 2.2 試験体作製と焼結体の評価

試験坯土を水と珪酸ソーダで粘度調整を行い泥漿とした後、石膏型に流し込み、試験用の成形体(10mm×70mm×4mm)を作製した。

試験用の成形体は乾燥後、900℃で素焼きを行い、図2に示すように、60°の角度で耐火煉瓦に設置し、焼成前後の傾きから湾曲度を測定した。比較用として、市販の天草陶土でも同様の試験体を作製した後、SK10で還元焼成を行なった。還元焼成後、得られた焼結体について、60°から焼成後の角度を引いた湾曲度の測定と、吸水率、嵩比重の測定、さらに室温から700℃での熱膨張係数の測定を行った。また、X線回折装置を用いて、焼結体の鉱物組成の同定も行った。

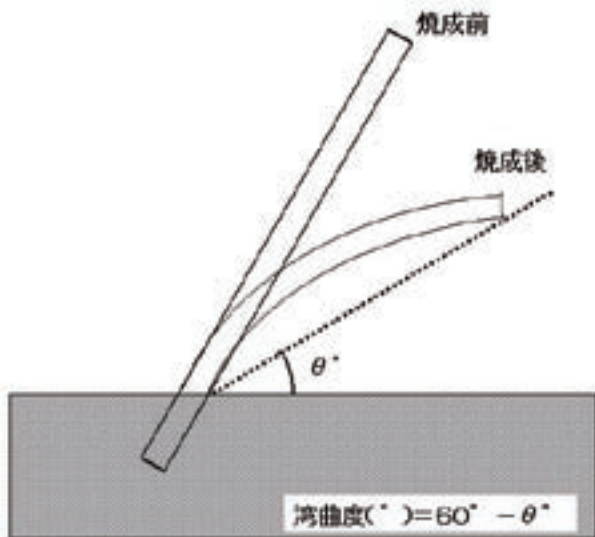


図2 湾曲度の測定方法

## 3. 結果及び考察

### 焼結体特性

還元焼成後、得られた焼結体の湾曲度、吸水率、嵩比重と700℃での熱膨張係数の測定結果を表1に示す。

表1 各種焼結体特性

	No. 1	No. 2	No. 3	No. 4	天草磁器
湾曲度	40°	29°	18.5°	8.5°	37°
吸水率	<0.1%	<0.1%	0.3%	9.9%	<0.1%
嵩比重	2.37	2.33	2.23	2.01	2.36
700℃での熱膨張係数(×10 <sup>-6</sup> )	3.22	3.09	2.96	2.89	7.62

表1より、Na<sub>2</sub>O+K<sub>2</sub>O量が少なくなるほど湾曲度と嵩比重及び熱膨張係数は減少し、吸水率は増加

する傾向を示した。この中で、吸水率が0.1%以下の磁器質であるのはNo.1とNo.2の焼結体であった。さらにその中でも、No.2の焼結体が、湾曲度の値が天草磁器の値より小さいことから、天草磁器に比べ、焼成による変形が小さく、嵩比重は天草磁器とほぼ同等の素材であることが分かった。また、No.2の焼結体は、700℃での熱膨張係数の値も目標とした3×10<sup>-6</sup>に近い値を示し、良好な低熱膨張素材であった。また、今回SK10で焼成を行ったが、No.1配合はさらに低い焼成温度においても磁器化するものと考えられる。

次に、X線回折装置により、No.2焼結体の鉱物組成の同定を行った結果を図3に示す。図3より明らかのように、No.2焼結体はコーディエライト質の焼結体であることが確認できた。

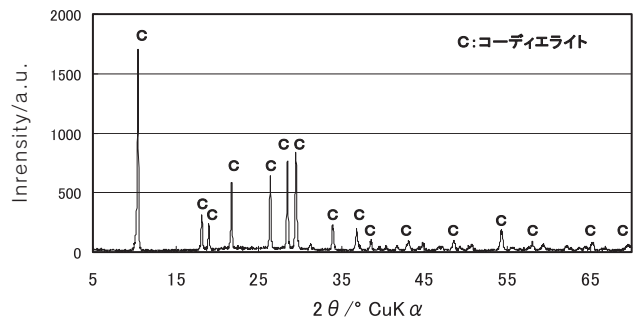


図3 No.2焼結体の鉱物組成

## 4. まとめ

(1) コーディエライトの焼結体特性には、Na<sub>2</sub>O+K<sub>2</sub>O量が大きく影響を及ぼすことが分かった。

(2) SK10還元焼成において、吸水性のない磁器質で、低熱膨張のコーディエライト質焼結体が得られた。

(3) コーディエライト質焼結体は、天草磁器に比べ、湾曲度の値が小さいことから、焼成時の変形が小さく、嵩比重はほぼ同等の素材であることが分かった。

今後は、開発したコーディエライト質焼結体に適合する釉薬の開発を行っていく予定である。

## 参考文献

- 1) 井上元之、特許第599661号。

— 経常研究 —

# 溶融スラグを用いた多孔質材料の開発

研究開発科 山口典男

## 要 約

スラグの有効利用促進を目的として、近年注目されているジオポリマー技術を用いた多孔体の開発を行なった。多孔質化する方法として、中空粒子、起泡剤、発泡剤の利用について検討した結果、金属Siを発泡剤として用いる方法が最も有効であった。また、得られた多孔体の嵩密度は $0.5\text{g/cm}^3$ 以下と非常に軽く、水に浮く固化体を作製できた。また、熱伝導率は $0.1\text{W/mK}$ と低く、セメント系軽量ボードであるALCと同程度の性能を有することが明らかとなった。

キーワード：スラグ、ジオポリマー、多孔体、発泡剤

## 1. はじめに

都市ごみ焼却灰や下水汚泥の減容化・無害化を目的として、それらを高温溶融している。その際、非晶質の「スラグ」が生成されている。長崎県内では、「スラグ」が年間約12千トン排出されており、一部は有効利用されているものの、埋め戻しや埋め立て処分されているスラグが約4千トンあり、約35%が未利用となっている。廃棄場所の延命化および資源の有効活用の観点から、未利用スラグのさらなる有効利用の促進が求められている。

一方、「ジオポリマー技術」は、環境配慮型技術として近年注目されはじめており、スラグなどの無機物質を焼かずに固化する技術である。これまで、著者らは下水処理場から発生する下水汚泥溶融スラグ粉末を用いて、ジオポリマー固化体の作製に成功した<sup>1)</sup>。そこで、スラグのさらなる有効利用法の拡大を目的として、ジオポリマー技術を用いた多孔質材料の開発を行なった。

## 2. 実験方法

ジオポリマー多孔体を作製する上で適切な気孔導入法を検討するために、中空粒子、起泡剤、発泡剤を気孔導入法として取り上げ検討した。多孔体の作製方法のフローを図1に示す。また、硬化液は、水

ガラス水溶液(比重:約1.3)と10N苛性ソーダ水溶液を体積比3:1で混合し調製した。

### 2.1 中空粒子

中空粒子として、シラスバルーンを選択した。本実験で用いたシラスバルーンの性状を表1に示す。予備実験として、下水汚泥溶融スラグ粉末(以下、下水スラグ:S)にシラスバルーンを5~15mass%の比率で混合し、硬化液(L)を加えスラリーの広がりを確認した。このとき、硬化液/下水スラグ(L/S)比は全て0.5とした。また、シラスバルーンWB-601について、表2に示す配合割合で固化体を作製した。硬化液は、混練が可能となる量を加えた。養生条件は、 $80^\circ\text{C}$ 、80%RH、24hとした。

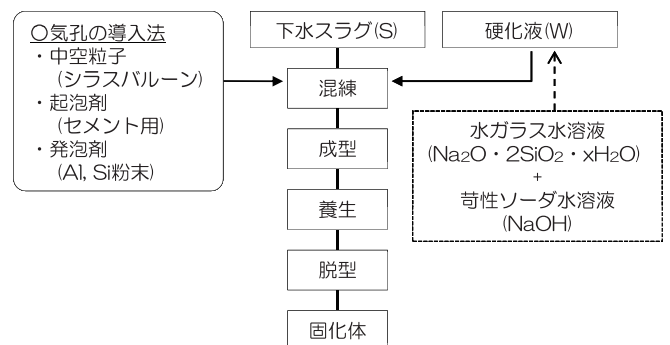


図1 多孔体作製方法のフローシート



表1 シラスバルーンの各種物性値

種類	MSB-301	SC-50	WB-601
嵩比重※	0.18~0.23	0.32~0.38	0.18~0.23
平均粒径※ ( $\mu\text{m}$ )	50	40	180
熱伝導率※ (W/mK)	0.058~ 0.070	0.058~ 0.070	0.093~ 0.105

※カタログ値

表2 シラスバルーン(WB-601)配合多孔体の配合割合と各種物性

サンプルID	WB-0	WB-10	WB-20	WB-30
下水スラグ(mass%)	100	90	80	70
シラスバルーン(mass%)	0	10	20	30
硬化液/下水スラグ	0.4	0.5	0.9	1.4
嵩密度( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	1.70	1.30	0.93	0.74
3点曲げ強さ(MPa)	4.72	5.69	3.45	3.16
熱伝導率(W/mK)	0.411	0.314	0.222	0.172

得られた固化体の曲げ強さ、嵩密度、熱伝導率を測定した。

### 2.2 起泡剤

起泡剤には、セメント系で用いられるマイクロフォームS-3(宝通商(株))を用いた。下水スラグと硬化液をL/S比0.6で混練した後に、起泡剤を下水スラグに対して6mass%加え、泡だて器で攪拌した。

### 2.3 発泡剤

発泡剤に金属AlまたはSi粉末を用い、下水スラグに対して、0.5~5mass%添加し、粉末とよく混合した後、硬化液をL/S比で0.4となるように混合し混練した。養生条件は80℃, 80%RH, 24hとした。また、発泡剤Siを0.5、1.0mass%添加した発泡体において、曲げ強さ、嵩密度、熱伝導率を測定した。

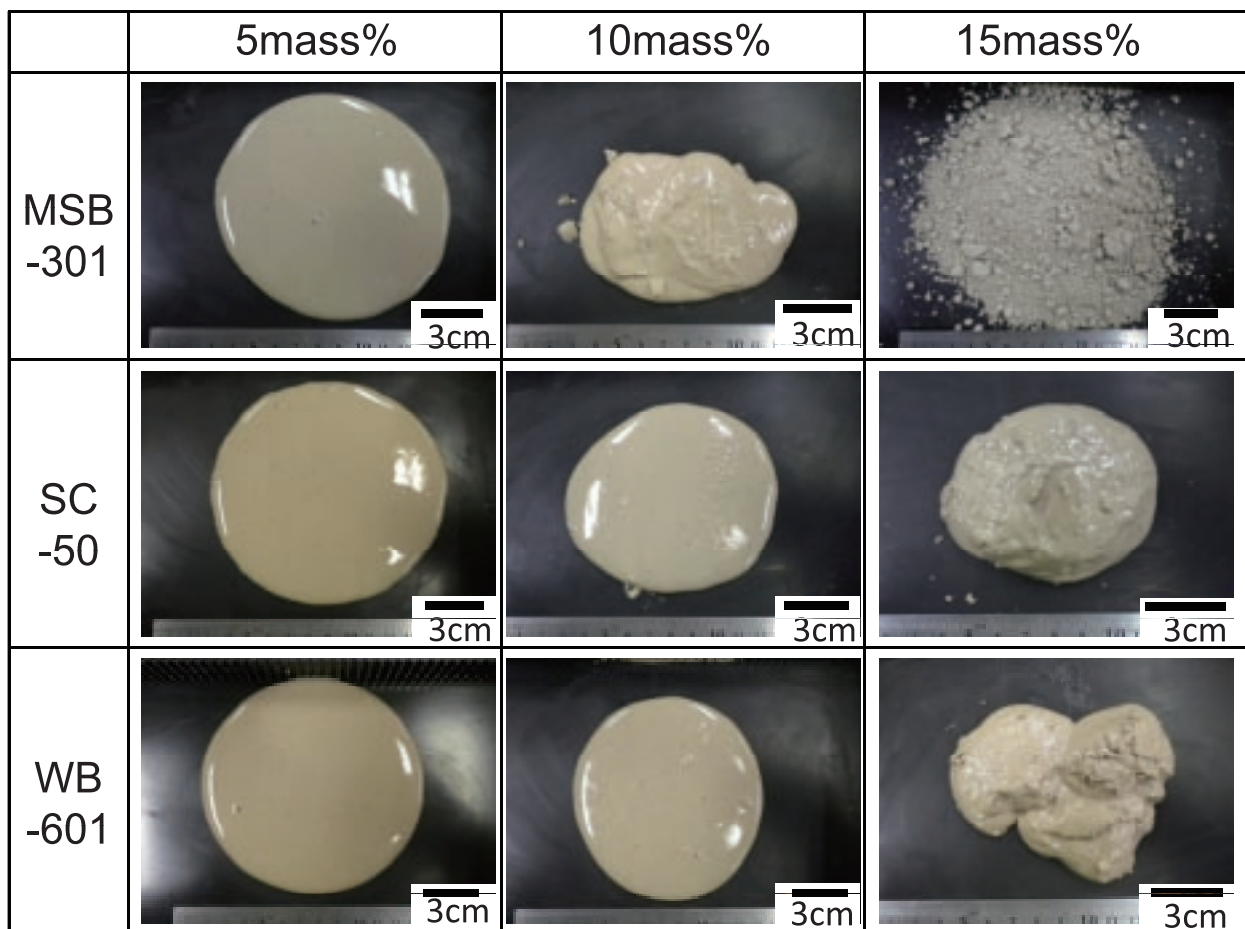


図2 各シラスバルーン配合スラリーの広がりの様子

### 3. 結果及び考察

#### 3.1 中空粒子による多孔体の作製

各種シラスバルーンの配合割合とスラリーの広がり方の様子を図2に示す。MSB-301は、配合割合が高くなると混練しにくくなり、15mass%配合ではスラリー状態にならなかった。一方、WB-601、SC-50ともに15mass%配合でも混練でき、スラリー状となった。WB-601の嵩比重はSC-50の約半分であることから、軽量化により適していると判断し、WB-601を選択し、多孔体の物性評価を行った。

WB-601を配合した多孔体の各種物性を表2に示す。シラスバルーンを20mass%以上配合することで、嵩密度が1g/cm<sup>3</sup>以下となった。強度は、シラスバルーンの配合割合が増加するにつれて、低下する傾向が確認された。また、熱伝導率も、配合

割合が増加するにつれて低下した。シラスバルーンを30mass%混合すると、熱伝導率は0.17 W/mKとなり、セメント系の軽量材であるALC (Autoclaved Lightweight aerated Concrete) の熱伝導率(0.17 W/mK)<sup>2)</sup>と同程度とすることができた。しかしながら、シラスバルーンの混合量が増加するにつれて、混練に必要な硬化液量は著しく増加し、シラスバルーンを混合しない場合と比べ、約3倍の硬化液が必要であった(表2)。硬化液量が多くなるとコストが高くなるため、気孔導入法としてシラスバルーンを用いることは、実用化の観点から適切ではないと判断した。

#### 3.2 起泡剤による多孔体の作製

スラグに硬化液を加え、よく攪拌したスラリーに起泡剤を添加し、ハンドミキサーで泡立てた後の様子を図3に示す。比較として、セメントに適用した様子を併せて示す。図3から分かるように、セメントではクリーム状に泡立っていることが確認されるが、ジオポリマーでは、全く泡立たず多孔体を形成することができなかった。セメントも水と混練するとpHはアルカリ性になるが、ジオポリマーでは硬化液に含まれる苛性ソーダの濃度が10Nと極めて高いために、さらに高いpHを示し、気泡を形成もしくは維持できなかったと推測される。このように、ジオポリマーでは、起泡剤による多孔体作製は難しいことが明らかとなった。

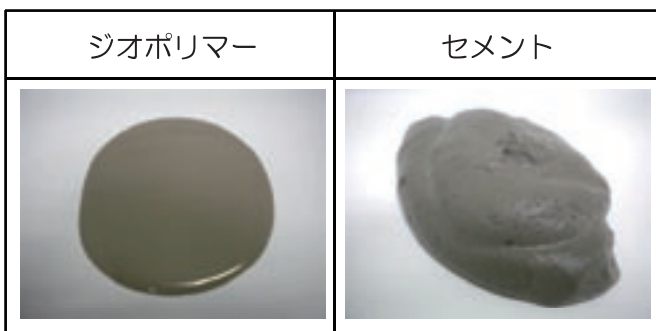


図3 起泡剤を用いたジオポリマーとセメントスラリーの泡立ちの様子

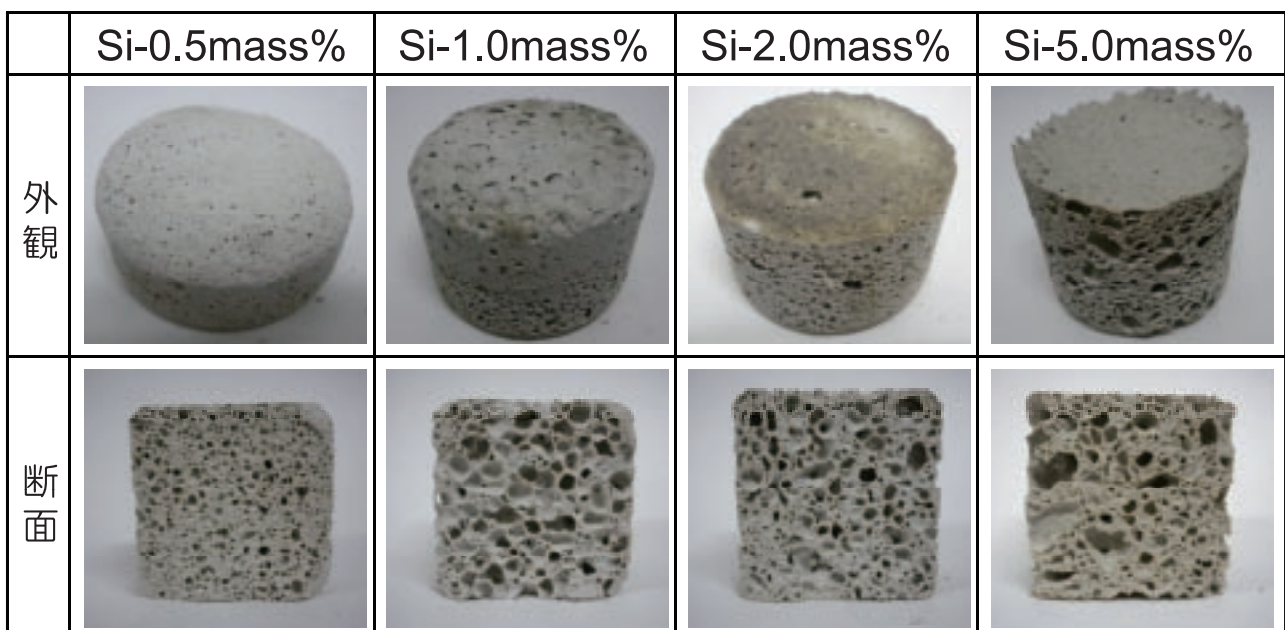


図4 Si発泡剤を用いたジオポリマー多孔体の外観と断面の様子

### 3.3 発泡剤による多孔体の作製

Al粉末を添加したサンプルでは、混練後約1分以内に発泡が始まり、Al粉末の混合量の増加に従い、サンプルは温かくなった。混合量1mass%、2mass%では、Al粉末とアルカリ水溶液の急激な反応により、中央付近から蒸気が噴き出した。特に2mass%では、反応が激しかったために、容器を冷却しながら発泡を行なった。発泡は、約1分以内に収まり気孔を形成した。しかしながら、反応熱の影響により、発泡途中に固化が始まり、混練および鑄込みなどの作業時間を十分に取る事ができず、実用性の観点からジオポリマー多孔体の作製において、Al粉末は発泡剤として適していないことが確認された。

一方、Si粉末を発泡剤として用いた場合の多孔体の外観と断面の様子を図4に示す。Alを発泡剤に用いた場合と比べ、発泡現象はゆっくりと進行し、5分~10分程度かかった。また、反応熱もAl発泡

剤よりも少なく、固化も室温で数時間かけてゆっくりと進行した。Si発泡剤を0.5mass%および1.0mass%添加したサンプルの各種物性を表3に示す。嵩密度は、0.5g/cm<sup>3</sup>以下となり、非常に軽い多孔体を作製できた。また、多孔体は、水に一カ月以上浮くことが確認された(図5)。また、曲げ強さは0.7MPa程度となった。ALCの圧縮強さが3.0MPa以上<sup>3)</sup>である。一般的に、曲げ強さは圧縮強さの1/10~1/5程度になることから、本実験で作製した多孔体は、ALCと同程度の強度を有することが確認された。また、熱伝導率は0.1W/mKと非常に低い値を示し、熱を伝えにくい性質があることが確認された。

以上のようにAl粉末はアルカリとの反応が非常に活発であり、ジオポリマー技術で用いる発泡剤として適していなかった。一方、Si粉末はゆっくりと反応が進むことから、ジオポリマー技術用の発泡剤として適していると判断された。

## 4. まとめ

スラグの有効活用を目的とし、ジオポリマー技術を用いた多孔体の作製および評価を行ない、以下の知見を得た。

(1) ジオポリマー多孔体の作製において、発泡剤の利用が有効であることが分かった。特に、Si粉末は、アルカリとの化学反応がゆっくりと進むことから、ジオポリマー技術における発泡剤として適していることが明らかとなった。

(2) シラスバルーン用いた場合、軽量材を形成することができるものの、硬化液量が多くなり、実用上適切ではないことが確認された。また、起発剤は、硬化液のアルカリ性が非常に高いために、気泡を形成出来なかった。

(3) Si発泡剤を用いたジオポリマー多孔体は、セメント軽量ボードALCと同程度の性能(強度・熱伝導率)を有しており、建材などへの応用の可能性を示すことができた。

## 付 記

本事業は、長崎県産業廃棄物税収活用事業の一環で行なわれた。

## 参考文献

1) N.YAMAGUCHI, K.IKEDA', Preparation

表3 Si発泡多孔体の配合割合と各種物性

サンプルID	Si-0.5	Si-1.0
Si発泡剤(mass%)	0.5	1.0
スラグ/硬化液	0.4	0.4
嵩密度(g/cm <sup>3</sup> )	0.42	0.37
3点曲げ強さ(MPa)	0.72	0.50
熱伝導率(W/mK)	0.13	0.11



図5 Si発泡多孔体が水に浮く様子

of geopolymeric materials from sewage sludge slag with special emphasis to the matrix compositions”、J. Ceram. Soc.

Jpn.、118(2)、pp.107-112(2010).

2) ALC協会ホームページ

([http://www.alc.gr.jp/qa/panel\\_qa.html#1-4](http://www.alc.gr.jp/qa/panel_qa.html#1-4)) .

3) JIS A5416.



## — 経常研究 —

# 溶融スラグ、廃ガラス等を活用した水熱反応による吸着材の開発

研究開発科 永石雅基

## 要 約

県内の溶融スラグを原料に水熱合成技術によるゼオライト合成試験を行った結果、水のみでの水熱合成ではゼオライトの生成は認められず、水酸化カルシウムを添加した系でトバモライトの生成が確認された。一方、アルカリを添加した水熱合成では、ゼオライト(フォージャサイト型)やトバモライトが生成することが認められた。

キーワード：溶融スラグ、水熱合成、ゼオライト

## 1. はじめに

長崎県内の一般廃棄物溶融スラグや廃ガラス等の無機廃棄物はアスファルト骨材や路盤材等として利用されているが、一部は利活用されず、年々未利用の溶融スラグの貯留量が増加している。

このような状況から、環境への負荷が低い方法で、無機系廃棄物を有効利用できる技術開発が県内の事業所から求められている。そこで、毎年大量に排出される無機系廃棄物を新素材に有効活用できる技術を検討することにした。

具体的には、高圧の水蒸気雰囲気中で無機イオンを反応させることで、鉱物を合成する水熱合成技術を用い、溶融スラグからゼオライト等の吸着材を合成する実験を実施した。

## 2. 実験方法

本研究では、県内5箇所(佐世保市西部クリーンセンター、諫早市環境センター、南島原市南有馬衛生センター、佐々クリーンセンター、上五島広域クリーンセンター)から排出される溶融スラグを原料としたゼオライト合成実験を行った。実験は、①生成反応を促進する目的に、溶融スラグに廃ガラス、水酸化アルミニウム、水酸化カルシウムを添加した系と、②陽イオンの溶出と生成反応促進を目的に、溶媒へ NaOH を添加し、5N-NaOH 水溶液とした系を組み合わせ、180℃、24時間の処理条件でオートクレーブを用いた水熱合成実験を行った。な

お、実験における圧力は180℃における水の自己発生圧である10気圧であった。そして、処理試料の評価では、X線回折による鉱物の同定と電子顕微鏡による形状観察を行った。

## 3. 結果及び考察

図1に水のみでの条件で水熱合成した試料のX線回折パターンを示す。

この結果から、溶融スラグのみ及び溶融スラグに廃ガラスを添加した系で、溶媒の水のみでの条件で水熱合成したものは反応物が認められず、出発原料のガラス相のブロードなピークだけであった。

次に、溶融スラグに水酸化アルミを添加し、溶媒の水のみでの条件で水熱合成したのも反応物が認められず、出発原料の溶融スラグからのガラス相のブ

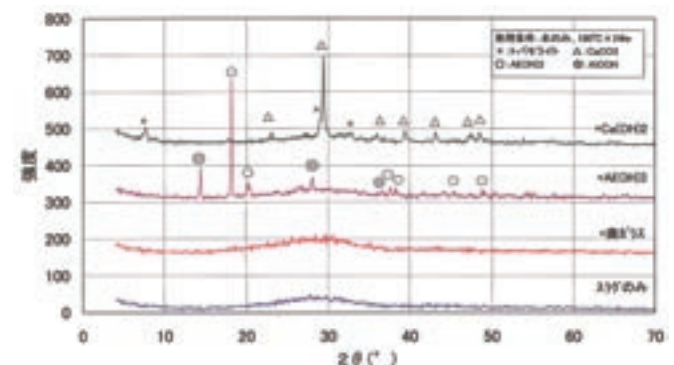


図1 佐世保スラグの水熱処理後(XRDパターン)

ロードなピークと水酸化アルミからと考えられる水酸化アルミ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ )とペーサイト( $\text{AlOOH}$ )だけであった。

溶融スラグに水酸化カルシウムを添加し、溶媒の水のみの条件で水熱合成したものでは、出発原料のピークのほかにわずかにトバモライトとみられる回折ピークが認められた。

次に、図2に水酸化ナトリウム( $\text{NaOH}$ )を添加し、水熱合成した試料のX線回折パターンを示す。

この結果では、全ての条件でゼオライトが生成していた。ここで水酸化アルミニウムを添加していない配合では、ゼオライトに加えケイ酸カルシウム水和物であるトバモライトも生成していた。また、水酸化カルシウムを添加した配合では水酸化カルシウムに由来すると思われる炭酸カルシウムのピークも認められた。

水酸化アルミニウムを添加した配合では、ゼオライトの他にアルミニウム源の水酸化アルミニウムのピークも認められた。

以上の試験結果から、アルカリを添加しない条件でのスラグの水熱合成実験では、ゼオライトの生成が起こらなかった。また、水酸化カルシウムを添加するとスラグから溶出したケイ酸イオンとカルシウムが反応してできたと考えられるケイ酸カルシウム水和物(トバモライト)の生成が認められた。

アルカリ成分である水酸化ナトリウムを添加した条件でのスラグの水熱合成実験では、ケイ酸イオンとアルミン酸イオン等が反応して生成したと考えられるゼオライト(フォージャサイト)<sup>1)</sup>やケイ酸イオンとカルシウムイオン等が反応して生成したと考えられるトバモライトが認められた。

これはアルカリによるスラグやガラス等の溶解が促進されることでケイ酸イオンやアルミン酸イオンの溶出が多くなり、反応しやすい状態が形成されるためと推測される。また、水酸化アルミニウムなどのアルミニウム原料の添加はケイ酸カルシウムの生成を抑制し、ゼオライトの合成反応を促進させたものと考えられる。

また、電子顕微鏡による形状観察では板状および針状の形態をした結晶構造のものが確認された(図3)。

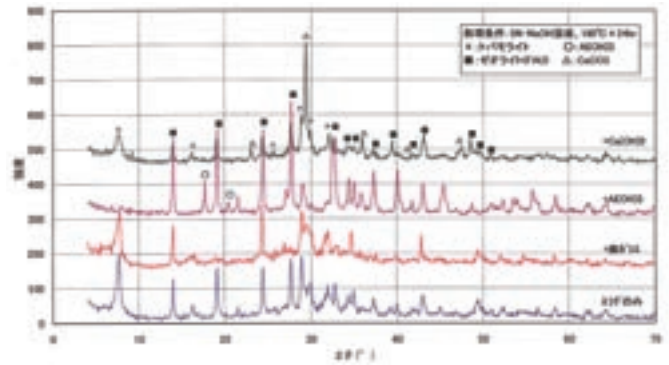


図2 佐世保スラグの水熱処理(XRDパターン)

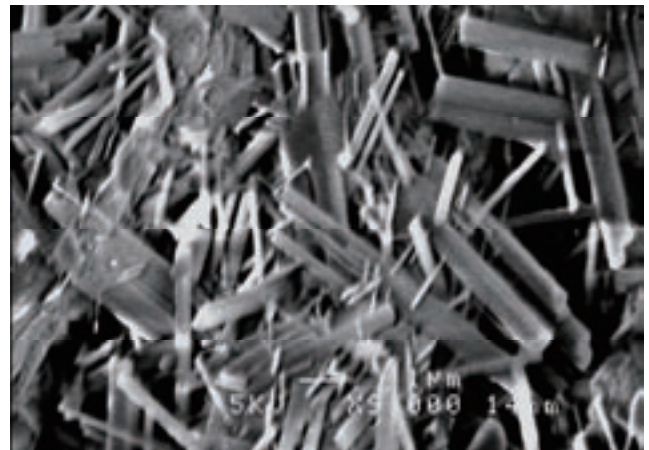


図3 水熱合成した生成物の電子顕微鏡写真

#### 4. まとめ

- (1) 水の水熱合成では、ゼオライトの生成は認められず、水酸化カルシウムを添加した場合においてはトバモライトが生成することが確認された。
- (2) 水酸化ナトリウムを添加した水熱合成では、フォージャサイト型のゼオライトが生成するとともに、トバモライトも生成することが確認された。

#### 付 記

本事業は、長崎県産業廃棄物税収活用事業の一環で行った。

#### 参考文献

- 1) 水熱科学ハンドブック編集委員会編, 「水熱科学ハンドブック」, 技報道出版(1997), pp350-pp372.
- 2) 水熱科学ハンドブック編集委員会編, 「水熱科学ハンドブック」, 技報道出版(1997), pp292-pp318.

## —受託研究—

# 新規リン吸着材を用いて排水から回収したリンの資源化に関する研究

研究開発科 高松宏行

## 要 約

水環境中に溶存しているリンを回収し、再利用するリン吸着材の実用化に向け、本試験では、リン脱着条件およびリン化合物としての晶出・回収条件について検討した。吸着材表面にリンを吸着させるリン吸着試験を実施したところ、吸着量は14.0~18.0mg/gであった。水酸化ナトリウム水溶液によるリン脱着試験を実施したところ、吸着したリンの80%以上を脱着することが明らかとなった。更に、リン脱着試験後の脱着液からリン化合物を回収する晶出試験を実施したところ、針状結晶を得ることができた。得られた針状結晶のX線回折結果より、結晶の主成分はリン酸ナトリウムおよびリン酸水素ナトリウムと推測された。

キーワード：オルトリン酸イオン、吸着、リン資源回収、富栄養化対策技術、排水処理

## 1. はじめに

閉鎖性水域として代表的な本県の大村湾は、海水の出入りが少なく、各種排水、山林や田畑からの流入水に含まれるリン、窒素等が蓄積されやすい。そのため、湾全体の富栄養化が進行し、赤潮や有害藻類の異常発生などが深刻になっている。水産業や周辺県民への影響は大きく、富栄養化を抑制するためにはリンの削減が不可欠である<sup>1,2)</sup>。このようなリン除去を目的とした高度処理は一部の下水処理施設に導入されているだけで、リンの大部分は未処理のまま放流されている。

本研究は、H17~18年度に開発した水環境中のリンを吸着し、尚且つ吸着したリンを脱着することでリン資源として回収可能な金属酸化物系リン吸着材<sup>3,4)</sup>の実用化に向け、吸着材表面に吸着されたリンの脱着条件および脱着液からのリン化合物の晶出・回収条件について検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1 リン脱着プロセスの適正化

#### 2.1.1 リン脱着プロセスの確立

リン脱着試験を実施するにあたり、リン吸着材の作製を行った。吸着材は、塩化コバルト(Ⅱ)六水和物の水溶液をアルミナ多孔質基材に含浸させた

後、水溶液から多孔質基材を引き上げ、80℃で乾燥させたものを550℃で焼成することで作製した。図1にリン吸着材の作製フローを示す。

次に、吸着材表面にリンを吸着させるため、模擬排水を用いてリン吸着試験を実施した。吸着試験のフローを図2に示す。模擬排水は、リン酸二水素カリウム試薬を用いて、リン濃度として100 mg/Lおよび1000 mg/Lに調製した。吸着材重量に対して100倍量の模擬排水に吸着材を接触させ、接

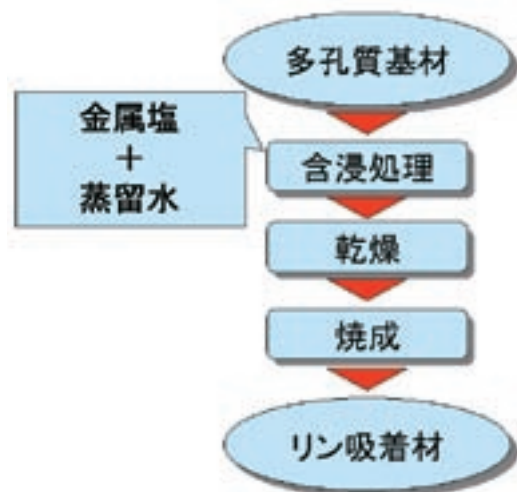


図1 リン吸着材の作製フロー



触後24 h後の模擬排水のリン濃度を測定することで、吸着材に吸着されたリンの量(吸着量)を算出した。

リンを吸着させた吸着材よりリンを効率良く脱着させるための条件を見出すべく、アルカリ水溶液を用いたリン脱着試験を実施した。脱着試験のフローを図3に示す。脱着液に用いたアルカリ試薬は、水酸化ナトリウムおよび水酸化カリウムである。脱着液の各アルカリ試薬濃度を5,7,10mass%として水溶液を調製した。調製した各脱着液にリンを吸着させた吸着材を24h接触させ、脱着液中に溶出したリン濃度を測定した。なお、吸着材に接触させた脱着液の液量は、吸着材重量に対して3,5,7倍とした。

## 2.2 リン固形化プロセスの適正化

### 2.2.1 リンを含んだ脱着液の濃縮

脱着液を目標とするリン濃度5000mg/L以上にまで濃縮するため、真空乾燥機を用いた。脱着液は、リン吸着量14.2mg/gの吸着材を7倍量の10%水酸化ナトリウム水溶液に接触させた脱着液600mL(リン濃度1450mg/L)を用いた。ビーカーに入った脱着液をビーカーごと乾燥機内に入れ、設定温度を60および80℃とし、アスピレーターを用いて真空計の目盛で-0.09MPaまで乾燥機内を減圧した。

### 2.2.2 リン結晶化条件の適正化

濃縮した脱着液を静置し、結晶の晶出があるか否かを確認した。得られた結晶は、デジタルマイクロスコープによる観察およびX線回折による結晶相の同定を行った。

## 3. 結果及び考察

### 3.1 リン脱着プロセスの適正化

#### 3.1.1 リン脱着プロセスの確立

得られた酸化コバルト系リン吸着材を図4に示す。吸着材に模擬排水を24 h接触させた後、模擬排水のリン濃度を測定し、吸着材に吸着されたリンの量(吸着量)を算出したところ、100 mg/Lの模擬排水に接触させた場合、吸着量は5.44mg/g(吸着材1gあたり5.44mgのリンが吸着された)、また1000 mg/Lの模擬排水に接触させた場合、吸着量は14.0~18.0mg/gであった。

次に、脱着液にリンを吸着させた吸着材を24h接触させ、脱着液中に溶出したリン濃度を測定した結果を表1に示す。表1より、吸着量18mg/gの吸着材を水酸化カリウム脱着液に接触させた場合、

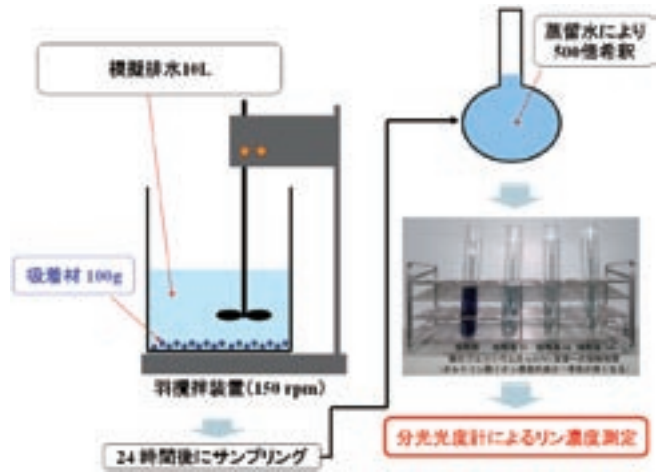


図2 吸着試験フロー

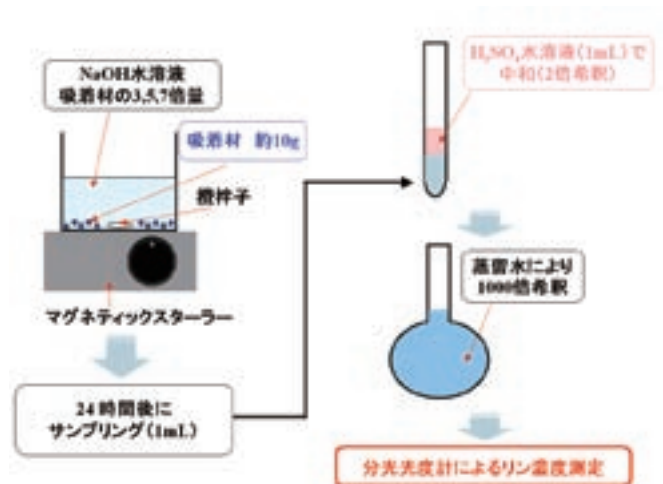


図3 脱着試験フロー

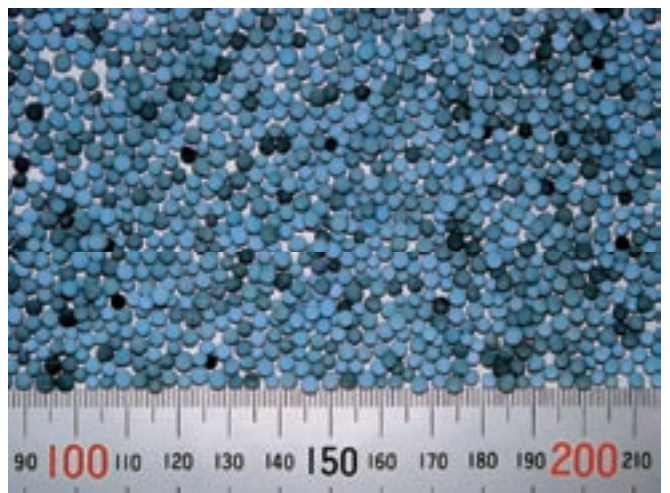


図4 酸化コバルト系リン吸着材



表1 リン脱着試験結果

アルカリ種	吸着量 (mg/g)	アルカリ濃度 (mass%)	脱着液の液量(倍) (対吸着材重量)	100%リンが脱着 された場合の理 論 リン濃度 (mg/L)	24h接触後の脱着 液中のリン濃度 (mg/L)	リン脱着率(%)
KOH	18.0	7	3	6000	2960	49.3
			5	3600	1420	39.4
			7	2571	1380	53.7
		10	3	6000	3520	58.7
			5	3600	2200	61.1
			7	2571	1660	64.6
NaOH	5.44	5	7	777	634	81.6
			7	777	666	85.7
			10	777	696	89.6
	14.0	5	3	4657	4190	90.0
			5	2800	2690	96.1
			7	2000	1990	99.5
7		3	4664	3780	81.0	
		5	2810	2330	82.9	
		7	2007	1620	80.7	
10	3	4664	3600	77.2		
	5	2803	2380	84.9		
	7	2002	1750	87.4		

リン脱着率は39.4~64.6%となり、目標の80%は達成されなかったが、吸着量5.44mg/gおよび14.0mg/gの吸着材を水酸化ナトリウム脱着液に接触させることでリン脱着率は80.7~99.5%となり、目標の80%以上が達成されることがわかった。ただし、吸着量14.0 mg/gの吸着材を3倍量の10%水酸化ナトリウム水溶液に接触させた場合は、リン脱着率77.2%と目標を僅かに下回る結果となった。

### 3.2 リン固形化プロセスの適正化

#### 3.2.1 リンを含んだ脱着液の濃縮

リンを溶解した脱着液がおよそ1/3,1/5の容量(3,5倍濃縮)に達するまでの時間は、設定温度60℃の条件では3倍濃縮に2日、5倍濃縮に4日を要し、設定温度80℃の条件では3倍濃縮に1日、5倍濃縮に2日を要した。さらに、濃縮後の脱着液の液量およびリン濃度を測定したところ、最も高いリン濃度を示したものは、5倍濃縮したもので液量は1/4.9となり、リン濃度は7140mg/Lとなった。これより、短時間で目標とする5000mg/L以上のリン濃度にまで脱着液を濃縮するには、脱着液が突沸しない範囲で設定温度高くし、真空乾燥を行なうと効率的であると云える。

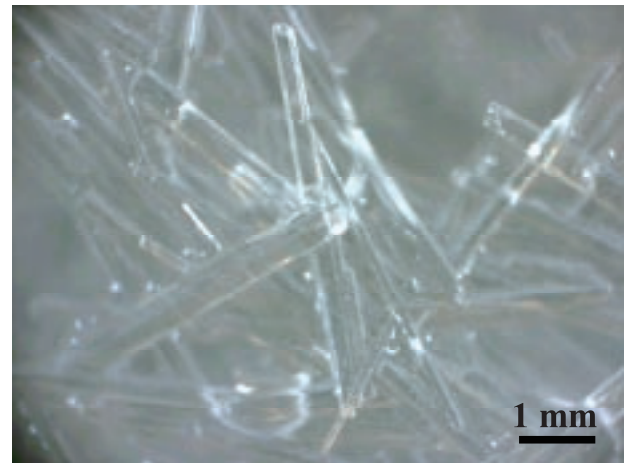


図5 長い針状結晶



図6 短い針状結晶

表2 晶出試験結果およびリン回収率

アルカリ濃度 (mass%)	脱着液の液量(倍) (対吸着材重量)	晶出試験前の	晶出試験後の	リン回収率(%)
		脱着液中の リン濃度 (mg/L)	脱着液中の リン濃度 (mg/L)	
5	3	4190	2520	40.0
	5	2690	1740	35.3
	7	1990	1430	30.9
7	3	3780	1200	68.3
	5	2330	920	60.5
	7	1620	770	52.5
10	3	3600	590	83.6
	5	2380	520	78.2
	7	1750	500	71.4

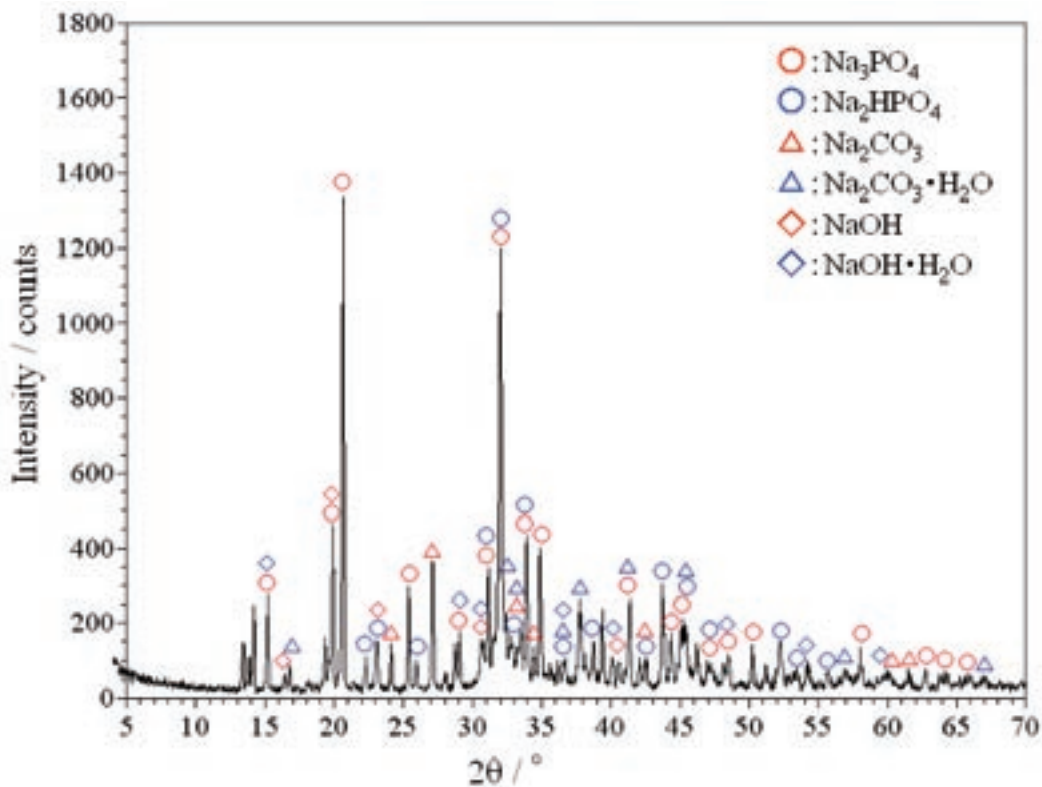


図7 晶出した結晶のX線回折図形

### 3.2.2 リン結晶化条件の適正化

脱着液として水酸化ナトリウム水溶液を用いた場合、リン濃度の高い脱着液より短い針状結晶の晶出が認められた。さらに、リン濃度が低い脱着液では長い針状結晶が得られた。晶出した長い針状結晶の一例として、リン濃度 1750mg/L (水酸化ナトリ

ウム濃度 10%, 液量 7倍) から晶出された針状結晶のデジタルマイクロスコープ画像を図5に示す。

また、晶出した短い結晶の一例として、リン濃度 3600mg/L (水酸化ナトリウム濃度 10%, 液量 3倍) から晶出された針状結晶のデジタルマイクロスコープ画像を図6に示す。

脱着液中のリン濃度の違いで晶出される針状結晶の長さに違いが生じるのは、リン濃度が高い場合、結晶の核が同時多発的に大量に形成され、核生成に溶液中のリンが消費されるためにその後の結晶成長がなされずに短い針状結晶が大量に晶出するのに対し、リン濃度が低い場合は、結晶の核生成が少量であるために溶液中のリンを消費しながら結晶が成長するため長い針状結晶が晶出されると推察される。

結晶晶出後の脱着液中のリン濃度測定結果およびこれより算出したリン回収率を表2に示す。目標値であるリン回収率75%以上を示したものは水酸化ナトリウム濃度10%、液量3倍および5倍の脱着液であり、その値は83.6および78.2%であった。したがって、リン脱着率80%以上であり、かつリン回収率75%以上となる条件は水酸化ナトリウム濃度10%、液量5倍となる。その他の脱着液からのリン回収率は30.9~71.4%の範囲であった。これらの脱着液より晶出した結晶を回収し、脱着液を濃縮したところ、結晶の再晶出が認められ、1回目のリン回収率と合算すると75%以上の回収が可能となることも示唆された。その1例として、水酸化ナトリウム濃度7%、液量3倍では、68.3%のリンが回収され、脱着液のリン濃度が1200mg/Lとなったが、これを約3倍濃縮したところ、リン濃度は3420mg/Lとなった。この脱着液より結晶の晶出が確認され、晶出後の脱着液のリン濃度は1640mg/Lであった。これよりリン回収率を算出したところ、52.0%となった。これより、トータルリン回収率は84.8%となった。

一方、脱着液として水酸化カリウム水溶液を用いた場合、結晶の晶出は認められなかった。また、これを濃縮したものについても、結晶の晶出は認められなかった。

次に、得られた針状結晶のX線回折図形を図7に示す。図7より、針状結晶の主成分は、リン酸ナトリウム、リン酸水素ナトリウムと推測された。

#### 4. まとめ

リン脱着条件およびリン化合物としての晶出・回収条件について検討し、以下の知見を得た。

- (1) 脱着液として、水酸化ナトリウム水溶液を用いた場合、リン脱着率は80.7~99.5%となり、目標の80%以上が達成されることがわかった。
- (2) 脱着液として、水酸化カリウム水溶液を用い

た場合、リン脱着率は39.4~64.6%となり、目標の80%は達成されなかった。

(3) アスピレーターで減圧しながら真空乾燥機でリンの溶解した脱着液を3~5倍濃縮するのに要する時間は、設定温度60℃の条件では3倍濃縮に2日、5倍濃縮に4日を要し、設定温度80℃の条件では3倍濃縮に1日、5倍濃縮に2日を要することがわかった。

(4) 脱着液として水酸化ナトリウム水溶液を用いた場合、リン濃度の高い脱着液からは短い針状結晶が、リン濃度が低い脱着液からは長い針状結晶が晶出された。

(5) 得られた針状結晶のX線回折図形より、結晶の主成分は、リン酸ナトリウム、リン酸水素ナトリウムと推測された。

#### 付 記

本研究は、独立行政法人科学技術振興機構平成21年度「シーズ発掘試験」A(発掘型)に採択され実施したものである。

#### 参考文献

- 1) 稲森悠平、藤本尚志、須藤隆一、用水と廃水、35、pp. 19-26 (1993).
- 2) 稲森悠平、野田尚宏、須藤隆一、資源環境対策、37、pp. 141-146 (2001).
- 3) 高松宏行、阿部久雄、平成17年度長崎県窯業技術センター研究報告、pp. 46-49 (2005).
- 4) 高松宏行、阿部久雄、平成18年度長崎県窯業技術センター研究報告、pp. 6-11 (2006).

## —受託研究—

# 亀山焼の再現による新製品の開発

陶磁器科 依田慎二・山口英次  
(有)嘉泉製陶所 金氏一郎

## 要 約

江戸時代後期に長崎で生産された長崎歴史文化博物館資料の亀山焼を精密に再現し、この製品化により新たな市場を開拓することを目的に、3次元シミュレーション技術と三川内焼が保持する伝統技術を用いて開発を行った。

原型の作製は、3次元スキャナ、3次元CADソフト、3次元プリンタを利用して行い、絵柄についても、グラフィックソフトを利用した画像を基に、伝統的な絵付け技術による加飾を行った。これにより、長崎歴史文化博物館資料の亀山焼7点を忠実に再現することができた。

キーワード：亀山焼、3次元スキャナ、3次元CAD、3次元プリンタ

## 1. はじめに

亀山焼は、江戸時代後期に現在の長崎市内で生産された陶磁器で、開窯期間が約50年間と極めて短期間の生産のため伝世品も少なく、幻のやきものとされている。近年の坂本龍馬や幕末の歴史ブームにより関連商品のニーズも高まっており、これに関連する陶磁器製品も市場から製品化が求められている。

本研究では、長崎歴史文化博物館に所蔵されている亀山焼から「染付雲龍三段重」など、代表的亀山焼7点を、窯業技術センターが保有する3次元シミュレーション技術と三川内焼が保持する伝統技術を用いて精密に再現し、この製品化により新たな市場を開拓することを目的とした。

## 2. 研究方法

### 2.1 3次元CADソフトによる形状データの作成

本研究の事前に3次元スキャナ（ローランドDG社製：LPX-600）を用いて、設定可能な最小単位である0.2mmピッチの精度で取り込んだ長崎歴史文化博物館資料の亀山焼7点の電子データを利用して、3次元CADソフト（Robert McNeel & Associates社製：Rhinoceros 4.0）による形状

データを作成した。

再現品は天草陶土を使用した。天草陶土の乾燥及び本焼成による収縮を考慮して、電子データを3次元CADソフトで拡大して1.14倍の原型データとした。

なお、本研究の電子データ作成に使用した3次元スキャナとは、レーザーを対象物に照射し、対象物からの反射により形状を電子データとしてPCに取り込むことができる装置である。

### 2.2 3次元プリンタによる使用型原型の作製

使用型の原型となるデータを、3次元プリンタを使用して、設定可能な最小単位である積層間隔0.85mmで立体出力し、使用型を作成するための原型を作製した。

なお、3次元プリンタ（Zコーポレーション社製：Z printer 310 Plus System）とは、3次元CADソフトにより作成した形状データを断面データに変換して、薄く敷かれた粉末に液体接着剤を塗布しながら粉末を硬化させ、この積層によって立体物を造形する装置である。



### 2.3 使用型を用いた試作品の作製

3次元プリンタで作製した原型から、使用型を作製し、圧力鋳込み成型の手法により成型し、乾燥、素焼き(900℃)、施釉をして、1300℃で本焼成を行った。

### 2.4 原型の修正

焼成した試作品をノギスと指矩により計測し、3次元スキャナで取り込んだデータと比較して数値に誤差のある個所を、3次元CADデータを修正した。

修正したデータを基に、再度3次元プリンタで原型を製作し、試作品を作製した。

前述の方法で試作品と3次元スキャナで取り込んだデータとを比較して、最終的な原型とした。

### 2.5 絵柄画像データの作製

再現する博物館所蔵品を、多方向からデジタルカメラで撮影して、画像データをグラフィックソフト(Adobe社製:illustrator CS2)で、使用する天草陶土の乾燥及び素焼きによる収縮を考慮した1.12倍に拡大した画像に加工して紙にプリント出力した。このプリント出力した画像を基に、有限会社嘉泉製陶所が伝統的な手作業による絵付けを行った。

なお、呉須の色調については、長崎歴史文化博物館に絵付け本焼成した試作品を持ち込み、比較して目視による評価を行った。

## 3. 結果及び考察

### 3.1 3次元CADソフトによる形状データの作成

3次元スキャナを用いて形状を電子データとして取り込んだ現存する亀山焼の一例として長崎歴史文化博物館所蔵「染付雲龍三段重」の外観を図1に示す。得られた電子データとこのデータを3次元CADソフトで加工した形状データを図2に示す。

3次元スキャナで取り込んだ電子データは、装置の特性上絵付けの色が濃い個所が空白となったり、一部不完全なデータとなったが、3次元CADソフトにより、抽出したエッジから曲線を作成して、作成した曲線で構成された面を作成することにより、完全な形状データを作成することができた。

このことにより、他の博物館や美術館などの所蔵品についても、同様の技術を用いて形状の電子デー



図1 長崎歴史文化博物館所蔵「染付雲龍三段重」

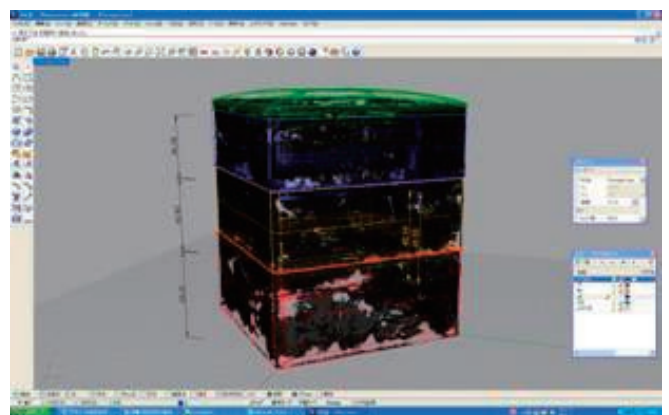


図2 3次元入力装置を用いて取り込んだ「染付雲龍三段重」より作成した3次元CADデータの一例

タを作成することが可能である。

### 3.2 3次元プリンタによる原型の作製

3次元プリンタで作製した原型の外観を図3に示す。本研究では積層の間隔を0.85mmで立体出力

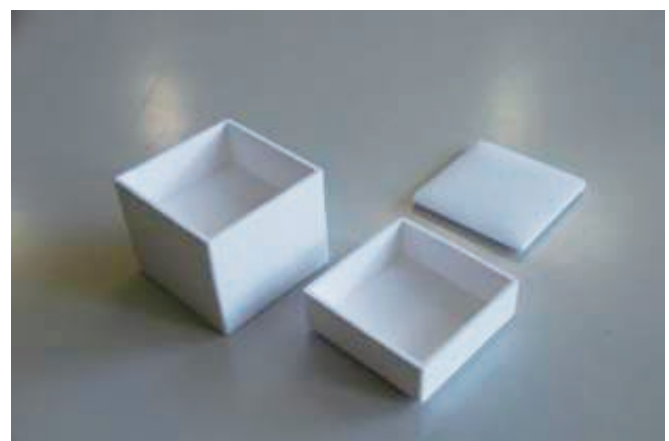


図3 3次元プリンタで作製した使用型の原型

を行い、出力された原型は、材料の特性上、表面に多少の粉が残るが、使用型作成が可能な滑らかな表面を得ることができた。

また、3次元プリンタで作製した原型により、通常の陶磁器型作成に用いられている石膏の原型と同様の作業で、使用型を製作することができた。

### 3.3 使用型を用いた試作品

完成した試作品の寸法をノギスと指矩を用いて±0.5mmの精度で実測し、3次元スキャナを用いて取り込んだ電子データによる計測データと比較したところ、場所によって0.5mmから3mmの誤差が認められた。特に高さ方向について大きな誤差が認められたことから、本焼成時の自重による変形が影響するためと考察される。

### 3.4 修正した原型を用いて作製した再現品

試作品の計測により得られた結果を反映した修正データから、再度3次元プリンタによる出力を行い、原型を製作した。これにより使用型を作成し、再現品の作製を行った。

完成した複製品の寸法をノギスと指矩を用いて±0.5mmの精度で実測したところ、一例とした長崎歴史文化博物館所蔵「染付雲龍三段重」の3次元スキャナにより得られた寸法は幅120.92mm、奥行119.35mm、高さ142.22mmのところ、試作した再現品の寸法は幅121.5mm、奥行120.5mm、高さ142.5mmであり全方向に対して、各方向とも1mm以内の誤差で所蔵品の形状を再現することができた。



図4 「染付雲龍三段重」の再現品

他の6点についても同等の誤差範囲内で再現することができた。

同様の技術を用いることにより、博物館や美術館に所蔵品についても再現品を作製することが可能である。

### 3.5 絵柄画像データを用いた絵付け

完成した再現品の外観を図4に示す。本研究では、絵付けを伝統的な手作業によるものとしたが編集した画像をトレースして作業を行ったため、目視による比較において誤差は認められなかった。

## 4. まとめ

3次元シミュレーション技術と三川内焼が保持する伝統技術を用いて長崎歴史文化博物館所蔵の亀山焼7点の再現を行い、以下の結論を得た。

(1) 原材料の収縮率のみを考慮した原型データの作成だけでは、実際の焼成時に起こる変形を予測できていないため、試作品には、資料と大きな誤差が認められた。

(2) 電子データと試作品を計測による比較を行い、データ修正と試作品の作製を繰り返すことによって、収縮や変形による寸法の誤差を縮めることができた。

(3) 3次元シミュレーション技術を用いて陶磁器製の資料を電子データ化して、再現品を作製できた。

## 謝 辞

本研究の遂行にあたり、所蔵品の形状の取り込みについて、長崎歴史文化博物館の協力をいただいた。

## 付 記

本研究は、(有)嘉泉製陶所の長崎県ふるさと産業振興事業を支援するために実施したものである。

## —分野融合研究会—

# 機械化に対応した野菜種子の団粒化に関する研究会

研究開発科 高松宏行

## 要 約

大規模農地である諫早干拓地の営農スタイルとして環境保全型農業を目指していくことが必要であり、この実現にあたり、除草剤を使用しない黒マルチ被覆栽培に着目した。黒マルチ被覆栽培法を採用し、機械による点播を実現するためには、播種機に対応できる大きさ、形状に野菜種子を団粒化することが必要である。本研究では、播種機に対応するサイズの野菜種子団粒化技術開発に向け、①野菜種子の特性について、②現状の播種技術について、③今後整備すべき播種技術について、④野菜種子団粒化技術について検討を行い、諫早干拓地のガタ土を主原料とした野菜種子団粒物を得た。

## 1. はじめに

現状において、直播栽培を行うニンジン、ダイコン、ゴボウなどの直根性作物では、裸地ですじ播きし、除草剤を散布して雑草の発生を抑えるとともに、発芽後の間引き作業が必要となるため、多くの労力を要しており、新たな播種技術が求められている。一方、除草剤を使用しない環境保全型農業の大規模農地への適用も強く望まれている。

このような背景から、大規模農地である諫早干拓地の営農スタイルとして環境保全型農業を目指していくことが必要であり、この実現にあたり、除草剤を使用しない黒マルチ被覆栽培に着目した。当該栽培法は、規則的に穴を開けたマルチシートを農地に被覆し、露出した穴に点播(1粒播き)するため、発芽およびその後の農作物の生長に必要なスペースのみが露出され太陽光を受けることができることから、必要箇所以外からの雑草の発生抑制が期待できるものである。ただし、黒マルチ被覆栽培法を採用し、機械による点播を実現するためには、播種機に対応できる大きさ、形状に野菜種子を団粒化しなければならないというハードルがある。野菜種子の団粒物については既に商品化されているものが存在するが、団粒サイズが小さすぎるため、現状では播種機に対応することができない。

そこで、野菜種子の発芽試験および栽培実験についてノウハウを有する長崎県農林技術開発センターと粘土等無機物の団粒化技術についてノウハウを有

する当センターにより研究会を設立し、播種機に対応するサイズの野菜種子団粒化技術開発に向け、①野菜種子の特性について、②現状の播種技術について、③今後整備すべき播種技術について、④野菜種子団粒化技術について、分野融合的に意見交換および技術交流を行い、黒マルチ被覆栽培に適用可能な機械播種技術を確立し、諫早干拓地の環境保全型農業化に資することを目的とした。

## 2. 既存造粒技術の調査

ニンジン種子の団粒化を行うにあたって、転動造粒法、押し出し造粒法について検討した。団粒化にあたっての条件として、団粒物1個に対しニンジン種子1個を導入する必要がある。これは、播種後の間引きの手間を省くために必要な条件である。また、大豆用の播種機に対応させるため、団粒物は大豆と同等の大きさに成形しなければならない。更に、量産に対応できる技術であることも実用化にあたり必要な条件となる。

転動造粒法は、回転容器内において原料粉体を転動(ころがし)させながら液(バインダー)を散布し、界面エネルギーを原動力に雪だるま式に凝集を進行させて造粒する方法である<sup>1)</sup>。転動造粒法でニンジン種子団粒物を作製するには、ニンジン種子表面に粘土等の団粒原料が付着するように種子表面を濡らしたり、バインダーをコーティングしたりするなどの前処理が必要であるが、種子にこれらの前処理



を施すことで種子がダメージを受けたり、発芽モードになってしまう懸念があることから、今回の目的からは適切な方法ではないと判断された。

押出し造粒法は、予め可塑性を持たせた原材料をダイ、スクリーンより押し出し、適切なサイズにカットすることで造粒する方法である<sup>1)</sup>。押出し造粒法でニンジン種子団粒物を作製すると、造粒物1個に対し、ニンジン種子を1個入れることが困難であり、今回の目的からは適切な方法ではないと判断された。

以上より、ニンジン種子の団粒化には既存造粒技術を単純に適用することが困難であり、様々な技術を組み合わせたプロセスが必要と考えられた。

### 3. 育苗培土の糊剤や粘土などの団粒化に必要な原材料の選定および団粒化プロセスの検討

#### 【原材料】

様々な物質を添加した場合、種子に対する悪影響や農地への物質の残存などが懸念されるため、原料は、新干拓地のガタ土、可塑性の高い一般的な粘土であるカオリンおよび蛙目粘土、そして粘土に可塑性をもたせるために清水（整水器によって処理した水道水）を選定した。

#### 【団粒化プロセスの検討】

団粒物1個に対しニンジン種子を1個導入でき、尚且つ量産に対応できるプロセスを検討した結果、図1に示すプロセスが適していると結論付けた。

### 4. ニンジン種子の団粒化

#### 【実験方法】

##### (i) 団粒サイズの決定

団粒化にあたり、目標とする団粒サイズとして、実際の大豆のサイズをノギスで測定した。

##### (ii) ニンジン種子団粒物の作製

団粒原料は、ガタ土をベースとし、これにカオリンまたは蛙目粘土をガタ土に対して内割で10、30mass%配合し、攪拌棒を用いて混合した。別途、ガタ土100%のタイプも準備した。なお、ガタ土に関しては、乳鉢で粉碎した後、篩いにより植物の根や枯葉などを除去する前処理を行った。

これら粉末に、清水を外割で30~40mass%添加し、十分な可塑性を示すまで手で混練した。

混練した土より大豆のサイズのおよそ半分のサイ



図1 量産を考慮したニンジン種子団粒化プロセス

ズを分取し、その重量を測定し、以後、同重量に分取した。

分取した大豆の大きさの半分のサイズの土を平らに伸ばし、その中央にニンジン種子を1個置き、更に分取した土を平らに伸ばしたものを重ねることで、ニンジン種子が土の中央に挟まれた状態とした後、手で球形に成形した（大豆と同等の大きさとなる）。

成形した団粒物を室温または冷蔵庫（3℃前後）で風乾させた。

#### 【結果】

団粒サイズとして大豆の大きさを測定したところ、平均的なサイズとして、長さ12.5mm、直径8.5mmであった。作製した団粒物の一覧を表1に示す。また、団粒物の一例として、ガタ土100%の団粒物の写真を図2に示す。団粒物のサイズは大豆の幅と同等とするため、直径約8.5mmとし、団粒物1個に必要な水分を含んだ土の重量は、ガタ土



表1 作製したニンジン種子団粒物一覧

団粒物No.	配合割合(重量%、水分は外割)	乾燥方法
1	ガタ土100%水分30%	室温風乾
2		冷蔵風乾
3	ガタ土90%カオリン10%水分40%	室温風乾
4		冷蔵風乾
5	ガタ土70%カオリン30%水分40%	室温風乾
6		冷蔵風乾
7	ガタ土90%蛙目10%水分40%	室温風乾
8		冷蔵風乾
9	ガタ土70%蛙目30%水分40%	室温風乾
10		冷蔵風乾



図2 ニンジン種子団粒物の一例  
(ガタ土100%水分30%、室温乾燥)



図3 ニンジン種子カプセル封入タイプ試作品

100%のもので0.64g、その他、カオリンや蛙目粘土を混合したものは0.67~0.68gであった。ガタ土100%では、清水の添加量が30%で十分な可塑性が得られたが、その他、カオリンや蛙目粘土を混合したものは30%の水分量では十分な可塑性が得られず、40%の清水の添加が必要であることがわかった。以上の結果より、ガタ土のみで十分な可

塑性が得られたことから、団粒物の強度が播種機による播種に耐えうるものであれば、コスト面や新干拓地に極力他の物質を持ち込まない意味でもガタ土のみで団粒することが望ましい。ただし、ガタ土に含まれる植物の根や枯葉、貝殻や小石などを前処理で除去しておく必要がある。乾燥方法として2通りの風乾(室温、冷蔵庫)を行い、得られた団粒物を1ヶ月間放置したが、団粒物からの発芽は認められなかった。今後、これらを播種し、干拓地で発芽するかを実証する必要がある。

一方、ニンジン種子のカプセル化についても検討した。植物由来の有機物であるヒドロキシプロピルメチルセルロースを主原料とした市販の薬剤用カプセル1錠にニンジン種子1個を封入した。ニンジン種子をカプセルに封入したタイプの試作品を図3に示す。カプセルサイズには規格があるが、今回は大豆の大きさに最も近いものとして5号(長さ11mm、直径5mm)を採用した。カプセル60個入りで600円であるため、コストは高いが、カプセルへの物質の封入などは確立したプロセスであるため、量産・実用化は容易と考えられる。また、植物由来であるため土の中で分解することから新干拓地の土壌に残存しないという利点があるのに加え、安定した強度を示すことが期待される。

### 5. おわりに

今後の展開として、実用化にあたっては、団粒物を数ロット作製し、得られた団粒物を大豆用播種機により播種試験を行うことで団粒物の強度など機械的特性についてデータを蓄積する必要がある。また、団粒物を播種し、正常に発芽するか否か、発芽後の生長は良好か否かを長期的に評価し、団粒化の過程で、種子に悪影響を及ぼさないことを確認することが必要である。

### 付 記

本研究報告は、長崎県農林技術開発センターと共同で実施した分野融合研究会「機械化に対応した野菜種子の団粒化に関する研究会」のうち、窯業技術センター担当の研究項目について述べたものである。

### 参考文献

- 1) 日本粉体工業技術協会編、造粒ハンドブック、pp. 131 (1991).

## —研究マネジメントFS事業—

# 新透光性陶土を用いた商品化可能性試験 —陶磁器製照明具の調査報告—

陶磁器科 河野将明

## 要 約

透光性陶土の開発では、陶土の成形性や焼成後の白さや一定の厚みでの高い透光性がえられるように種々の配合試験を行った。その結果、1300℃還元焼成において、透光性素地は、天草素地より4倍もの高い透光性を示した。この陶土を用いた商品開発を促進するため、参加企業の募集を行い陶土と石膏型を提供して照明具の試作を行った後、3社の試作品を調査の対象として採用した。

採用した試作品の市場性評価は、第52回波佐見陶器まつり会場内の施設に展示し、アンケート調査を行った。調査例として、購入金額の設問では、3000～5000円の価格帯と答えた数が1番多く、2番目は5000～10000円の価格帯でも購入するとの回答であったことから、手ごろ感のあるものから高級なものまで提案できることが示唆された。

キーワード：照明具、透光性、アンケート調査、価格帯

## 1. はじめに

長崎県の陶磁器は主に日用食器を製造している。しかし、近年、陶磁器の販売額も低迷しており新たな製品開発が望まれている。陶磁器の製造技術を利用した食器以外の分野への取組みは少なく、製造技術を利用した新しい製品開発として、透光性陶土の開発とそれを用いた照明具の開発に取り組んだ。

透光性陶土の開発では、技術移転を行うことを前提に、陶土の成形性や焼成後の白さや一定の厚みでの高い透光性がえられるように数十種類の配合試験を行った。その中から、透光性が従来より4倍もの優れた陶土を得た。この陶土の量産化試験は、陶土メーカーの実機で行い商業ベースになることを確認し、技術移転した。この陶土を用いていくつかの試作品例<sup>1-3)</sup>があるが、本格的な商業ベースになったものは少なく、市場に受け入れられる商品を提案することが大きな課題である。

本報告では、開発した新陶土を用いて照明具の商品開発を行い、その市場性について消費者にアンケート調査を行った結果について述べる。

## 2. 調査方法

### 2.1 商品化可能性試験

この試験では、三川内及び波佐見陶磁器工業協同組合、長崎県卸商業協同組合の組合員企業を対象に参加企業を募集した。参加希望の企業に、球形、円柱形の2種類の鑄込み用石膏型および約20Kgの泥しょうを提供した。応募された試作品は、商品として提案できる技術レベル(寸法精度、ピンホールや釉薬のたれ等の欠点の有無、透光性など)に達しているかの技術審査を行った。

### 2.2 アンケート調査方法

技術審査し採用した試作品は、第52回波佐見陶器まつり(平成22年4/29～5/5)にて陶芸の館に展示し、照明具の市場調査は、来場された方にアンケート用紙による調査を行った。

## 3. 結果と考察

### 3.1 商品化可能性試験

開発した透光性陶土を用いた商品開発を促進するため、照明具の商品化可能性試験を実施した。三川内陶磁器工業協同組合及び波佐見陶磁器工業協同組

合、長崎県卸商業組合へ参加企業の募集を行ったところ10社からの応募があった。応募企業には陶土と球状と円柱状の2つの型を提供し試作を依頼した。提出された試作品を寸法精度、成形や焼成時の欠点の有無、透光性、加飾状態の各視点から選考し、最終的に3社の試作品を調査の対象として採用した(図1)。

### 3.2 アンケート調査結果

技術審査し採用した試作品の展示の様子を図2に示す。会場においてアンケート用紙(参考)による市場調査を行い、その実施の概要は、表1のとおりである。なお、アンケートの有効回答数は109であった。



図2 照明具の展示の様子

### 3.3 各項目のアンケート結果

#### 3.3.1 性別について(設問1)

アンケートに回答した性別は、女性が61%と多く、男性は39%であった(図3)。

#### 3.3.2 年齢層について(設問2)

回答者に年齢層についてたずねたところ、50代から60代の年齢層が最も多く、次いで40歳代、19歳以下という結果であった(図4)。この結果から20~30歳代の割合が少なく、これら年齢層を

表1 アンケート実施概要

実施時期	平成22年4月29日~平成22年5月5日
実施会場	陶芸の館
実施方法	会場にてアンケート
様式	選択式、記入式
有効回答数	109

ターゲットとした商品開発を行うことが課題であることが伺える。



図1 選考した3社の照明具試作品

### 3.3.3 展示したやきものの照明具の購買意欲について(設問3)

購買意欲について「買いたいと思う、買いたくないと思う」の2択であるがほとんどの回答者が購買意欲を示した(図5)。

### 3.3.4 購入価格について(設問4)

購入価格については、回答者に「いくらだったら買うか」と具体的に金額を記入してもらった。それらを価格帯としてまとめたものを図6に示す。

どちらの形状のものも3000円~5000円と回答したのが多かった。5000円~1万円、1万円~2万円でも買うと記入した回答があり、これらを5000円~2万円の範囲をみると手ごろな価格帯と高級価格帯に分かれることがわかった。有効回答数から割合で示すと、球状と円柱状のそれぞれでは、3000円~5000円では51%、47%、5000円~2万円では、36%、32%であった。

また、価格帯を男女別で見ると、男性は3000円~5000円、5000円~1万円の価格帯がともに40%であった。一方、女性は、3000円~5000円が23%、5000円~1万円が43%という結果であった。さらに年齢層別に価格帯を見てみると30歳未満では男女とも5000円以下が購入価格帯で、30歳以上では5000~1万円の購入価格帯を示した。これらのことから、今後の商品開発において、市場に提案するときに性別や年齢層によってどのような価格帯に狙うのか参考になるデータが得られた。

## 4. まとめ

陶磁器の新しい商品開発を目指し、照明具への展開を検討した。回答者は女性が6割を示した。陶磁器製の照明具の価格調査結果から、3000円~5000円と5000円~2万円の2極化された価格帯が示され、市場に提案できることが示唆された。

## 付 記

透光性陶土は、(株)長崎陶料(長崎県佐世保市)に技術移転を行い、現在、同社にて市販されている。

## 参考文献

- 1) 長崎県政だより, vol. 88, p.3(2009).
- 2) ながさき夢百景, 第48号, p.10(2009).

3) 広報波佐見, No. 571, September(2010).



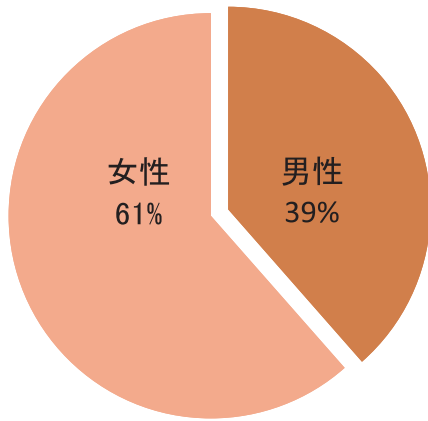


図3 回答者の男女別の割合(n=109)

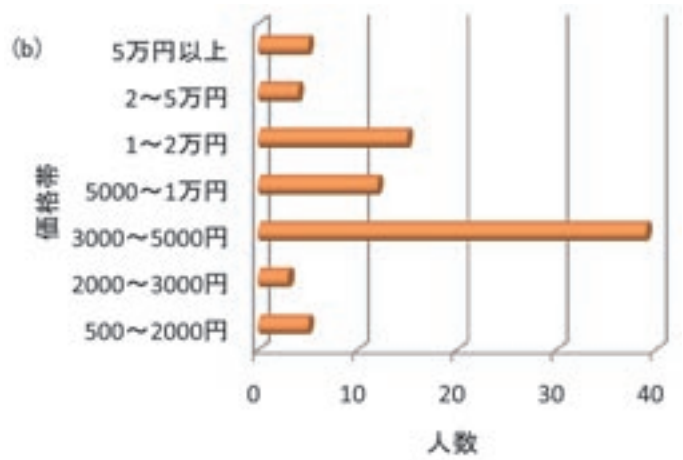
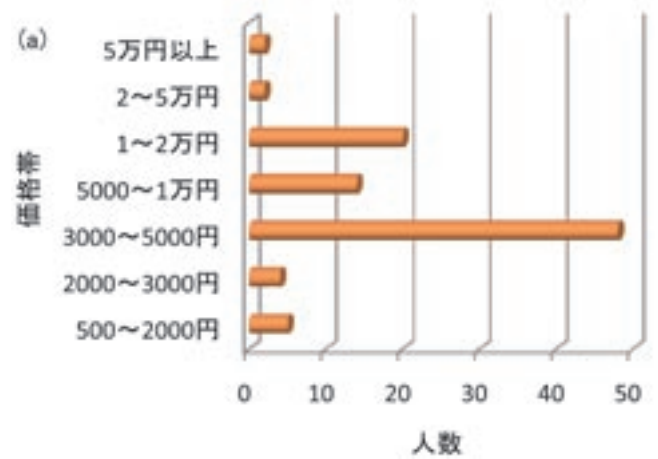


図6 形状別による価格帯の分布  
(a)球状(n=95)、(b)円柱状(n=83)

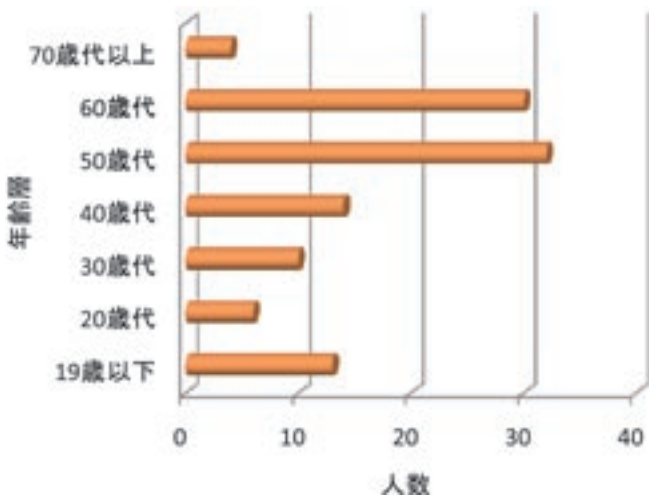


図4 年齢層の分布(n=109)

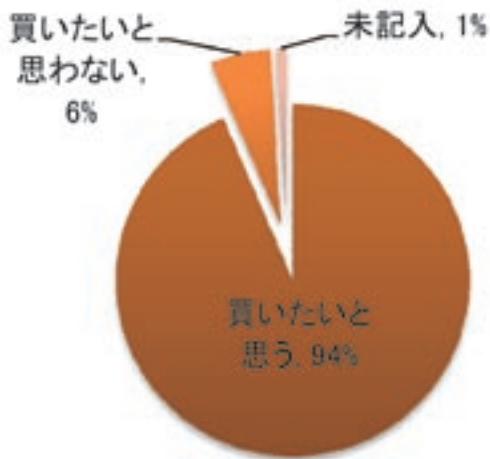


図5 購買意欲について(n=108)

## 「陶磁器製照明具」に関するアンケート

長崎県 科学技術振興局 窯業技術センター

### ■調査目的

長崎県内の波佐見・三川内地域は、全国に陶磁器を出荷している有数の陶磁器産地です。長崎県では、県内の陶磁器を利用いただけるようにPR、販売促進に取り組んでいます。

このたび、窯業技術センターでは、白く透けの良い陶磁器の素材を開発しました。この素材を使って、産地の窯元にご協力いただき、照明具の開発に取り組みました。

今後、陶磁器製照明具の商品化および販路拡大のため、みなさまのご意見を参考にさせていただくために、アンケート調査をおこないます。ご協力おねがいたします。

### ■以下の質問にお答えください。(あてはまるものに○印を記入してください。)

Q1 あなたの性別は？

- ① 男性 ② 女性

Q2 あなたの年齢は？

- ①19歳以下 ② 20歳代 ③ 30歳代 ④ 40歳代 ⑤ 50歳代 ⑥ 60歳代 ⑦ 70歳以上

Q3 やきものの照明具について、購入したいと思いますか。

- ①買いたいと思う ②買いたいとは思わない

Q3で「①買いたいと思う」に○印を付けた方にお尋ねします。

Q4 やきもので作った照明具は価格はいくらだったら購入してよいと思いますか。

球 形：(                      円)

円柱形：(                      円)

Q5 このなかで気に入った照明具はありますか。

球 形：① A ② B ③ C ④ D

円柱形：① E ② F ③ G ④ H

Q6 ご感想、ご意見などご自由にご記入ください。

アンケートは以上です。ご協力ありがとうございました。

★抽選で5名様に記念品を贈呈いたします。ご希望の方は、下記に記念品の送付先をご記入ください。

送付先住所：〒 \_\_\_\_\_ TEL \_\_\_\_\_

宛 名： \_\_\_\_\_

※ご記入された送付先情報は、記念品の発送情報としてのみ利用いたします。

※記念品の海外への発送はお受け致しかねます。

※このアンケートは目的以外に使用することはありません。ご記入いただきました個人情報は、長崎県個人情報保護条例に基づき適正な管理につとめます。

参考 「陶磁器製照明具」に関するアンケート用紙

## —共同研究—

# 電子レンジ専用蒸し器の研究開発

陶磁器科 梶原秀志・依田慎二  
研究開発科 桐山有司  
(有)光玉陶苑 太田浩司

## 要 約

天草陶石を使用した磁器は透明感のある白色の素材であり、これまで食器として様々な商品が提案されてきた。本研究では食器としての機能に加えて、調理容器としての機能を付加した製品開発を目指した。まず、3次元CADと3次元プリンタを活用して、電子レンジで蒸し調理が簡単に出来る調理容器の構造設計を行ない、次に試作してその評価を行なった。その結果、食器として使える調理器を開発することができた。

キーワード：3次元CAD、3次元プリンタ、電子レンジ、蒸し調理

## 1. はじめに

蒸し調理は、水蒸気の熱で食材を過熱するだけの簡単な調理法である。この方法で調理すると、食材の栄養や旨味は逃げ難く、余分な油分を落とすことから、ヘルシーな調理法として非常に重宝されている。この調理に用いられている一般的な蒸し器は、直火で水を沸騰させるための鍋と被調理物を入れるための蒸籠、および蓋から構成されている。

本研究では水を沸騰させたり、被調理物を載せかえるよう煩わしい作業を必要としない調理器であるとともに、従来と同じ美味しさの調理物ができる食器兼用の蒸し器を得ることを目指して、共同研究により電子レンジ専用の蒸し調理容器の開発を行なった。

## 2. 検討内容

従来の蒸し器は水を入れ、それを沸騰させる容器本体および中敷と蓋体で構成されている。このような蒸し器で調理をする際は、予め水を沸騰させる作業や被調理物を中敷の上に置く作業が必要であり、調理終了後には被調理品を器に移し替えるなどの煩わしい作業が必要であった。このような煩わしい作業をなくすことを目的に、電子レンジを用いて短時間で美味しく蒸し調理が出来る製品の開発を目指して以下の検討を行なった。

### 2.1 調理容器の構造に関する検討

煩わしい作業をなくし、電子レンジで蒸し調理が短時間でできるようにするため、開発する調理容器は中敷を用いず容器本体と蓋だけで構成することを前提条件にした。容器本体の構造は、調理する食材から染み出るカロリーが高い肉汁が食材に付着し難くするための検討をして決定した。蓋の構造は、食材がより多く調理できるようにするための検討をして決定した。

### 2.2 調理内容に関する検討

試作した調理容器を用いて、電子レンジ(ナショナル製：NE-S20)で調理試験を行い、短時間で簡単に調理できる内容について検討した。

## 3. 検討結果

### 3.1 調理器容器の構造

調理容器の構造について検討した結果、調理時間の短縮と簡単に洗浄ができるようにするため、調理容器は本体と蓋だけの構成とした。図1と図2に容器全体の断面図と容器本体の平面図を示す。図面を基に試作した調理容器について、図3と図4に調理容器全体と調理容器本体の概観写真を示す。図1と図3が示すように本体は食器としての機能を果たすため、18cmの深皿程度になるよう、横の長さを約20cm、縦の長さを約18cm、高さを約4cmにした。

さらに、周辺部から中央部に向けて傾斜する構造にした。また、図2と図4が示すように、容器本体内側側表面には食材から出る余分な水や旨みを損なう恐れがある肉汁や脂などの流動物が食材と接触することを防止するため、周辺部から中央部に向かって帯状の凸を形成し、さらには内側底面中央部には、流動物を溜めることができる凹み形状にした。蓋は図1と図3が示すように食材をできるだけ多く調理するために、直径が約15cm、高さを約10cmのドーム状にした。

### 3.2 調理の内容

試作した調理容器を用いて、電子レンジの出力をレンジ強(600W)の設定で、各種野菜や白身魚の野菜蒸し、あさり蒸し、ベーコンエッグ、豚肉の野菜蒸しなどの調理試験を行い、短時間で調理が出来ることを確認できた。図5と図6は調理試験で調理した料理の例を写真で示したものである。図5は約200gのあさりを酒大さじ2杯と一緒に5分間加熱した後、万能ねぎをふりかけて出来た調理品(あさり蒸し)の写真である。図6は約50gの豚肉、約80gのもやし、約30gの玉ねぎを3分間加熱して出来た調理品(豚肉の野菜蒸し)の写真である。

### 4. まとめ

蒸し調理容器を試作してその評価を行なった結果、予め水を入れて沸騰させる必要がなく、被調理品を中敷の上に載せたり、調理品を器に移し替えたりするよう煩わしい作業をすることなく、簡単に電子レンジで蒸し調理ができることを確認できた。また、加熱によって食材から出る肉汁や脂などのカロリーが高い流動物が食材に付着することを防止することも確認できた。さらには、豚肉の野菜蒸しで官能試験した結果、美味しく調理することも確認できた。このように食器に調理容器としての機能を付加させた新しい磁器製品を開発することができ、共同で実用新案を登録(実用新案登録第3160143号)した。

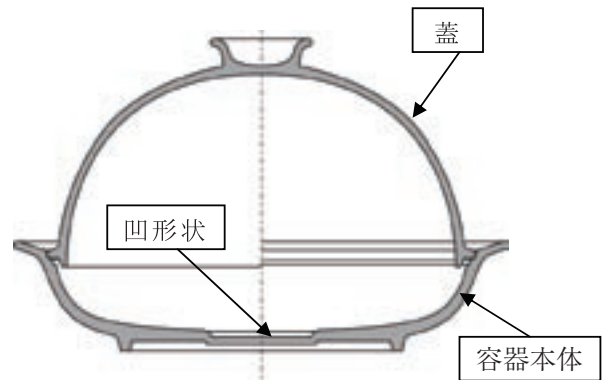


図1 調理容器断面図

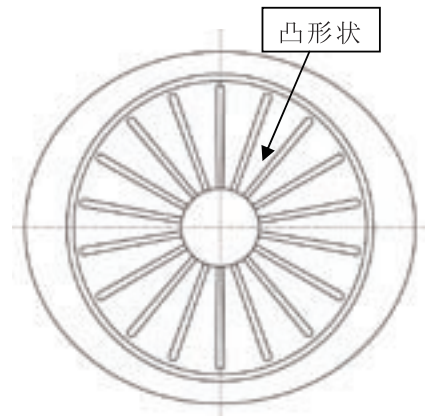


図2 調理容器本体の平面図



図3 調理容器全体の外観



図4 調理容器本体の概観写真





図5 あさり蒸し



図6 豚肉の野菜蒸し

## —共同研究—

## 水抜きの良い急須の研究開発

陶磁器科 梶原秀志  
河野生地 河野丈夫

## 要 約

陶磁器製の一般的な急須を食器洗浄乾燥機で洗浄した場合、水圧が強いために洗浄水が取手の空気孔から浸入してその内部に溜まってしまい、その乾燥に何日もの時間が必要であった。この問題に対して、空気孔の形状と位置を変化させることにより、内部に溜まった水を短時間で排出できるかどうかの検討を行った。その結果、短時間で乾燥させることができる「水抜きの良い急須」を開発した。

キーワード：食器洗浄乾燥機、急須、取手孔

## 1. はじめに

急須は茶を注ぐ道具として、古くから広く使用されている。陶磁器製の一般的な急須の取手は、焼成での垂れ下がり防止のために中空構造であり、その取手には焼成による破裂を防止するために、空気抜き用の孔(空気孔)が設けられている。このような急須を食器洗浄乾燥機で洗浄した場合、洗浄水が取手の孔から浸入して取手の内部に溜まるため、その乾燥に何日もの時間を要するとともに雑菌が繁殖して非衛生的であるといった欠点がある。

著者らはこの欠点を解決する方法を見出すため、共同研究により急須に形成させる空気孔の形状および位置について検討した。

## 2. 実験方法

実験に使用した急須の試験体は図1と図2に示すように容器胴体と注ぎ口部、取手部および蓋で構成されている。実験は空気孔の位置と形状について、以下の条件と方法で行った。

## 2.1 空気孔の位置と形状

## ①空気孔の位置

従来品と同じ位置(図1)と水が溜まると考えられる取手の最下部の位置(図2)で実験した。

## ②空気孔の形状

試験体Aの空気孔形状は従来品と同じように円

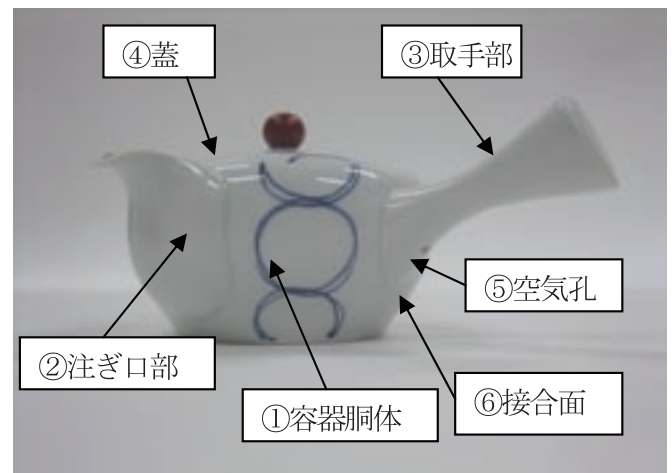


図1 試験体Aの外観写真

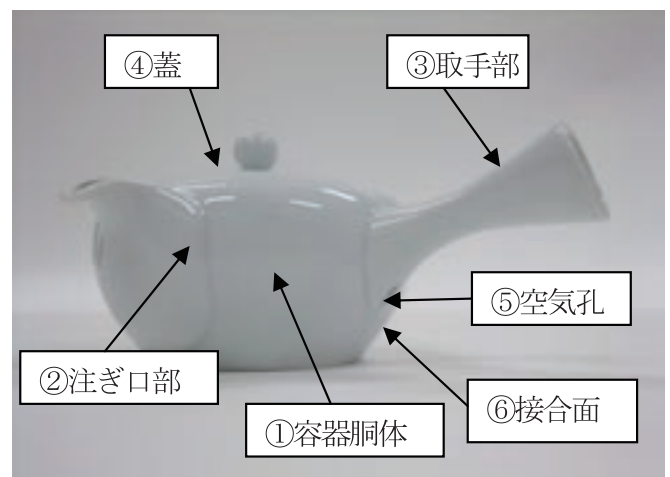


図2 試験体Bの外観写真

形状(図3)にして、Φ1mm、Φ2mm、Φ3mmの3種類で実験を行い、試験体Bの空気孔形状はロケット状(図4)にして、幅が1mmと2mmで長さが1mm、2mm、3mmの組み合わせで6種類実験した。

## 2.2 水抜けの試験方法

試験体は食器洗浄乾燥機を用いて以下の手順で実験を行い、取手の内部に溜まった洗浄水の重量を測定した。

- ① 試験体を110℃で恒量になるまで乾燥後、電子天秤で重量を測定した。
- ② 試験体を食器洗浄乾燥機(Panasonic社製：NP-60SS5)にセットし、標準コースの設定(洗浄とすすぎ時間：70分、乾燥時間：60分)で洗浄および乾燥を行なった。
- ③ 試験体を取り出した後、電子天秤で重量を測定した。

## 3. 結果と考察

試験体を食器洗浄乾燥機で洗浄と乾燥の実験を行ない、取手の内部に溜まった洗浄水の重量を測定した結果は次のとおりである。

### 3.1 試験体Aの実験結果

試験体の取手内部に残存していた水の重量測定結果は表1に示すとおりである。空気孔の大きさがΦ1mm、Φ2mm、Φ3mmと大きくなるほど取手内部に残存する水が増加していた。このことから、孔を大きくしても取手内部に洗浄水が浸入しやすくなるだけで、水の排出効果は期待できないと考えられる。

### 3.2 試験体Bの実験結果

6種類全ての試験体において重量増加は認められず、取手内部には水が溜まっていないことが確認された。このことは取手内部に溜った水が容器本体の壁面に沿ってスムーズに排出されたためと考えられる。

## 4. まとめ

中空の取手を備えた従来の急須を食器洗浄乾燥機で洗浄した場合、洗浄水が取手の空気孔から浸入し、取手の中に溜まってしまい、その乾燥に何日もの時間を要する欠点があり、非衛生的であった。この問



図3 円形状の空気孔



図4 ロケット状の空気孔

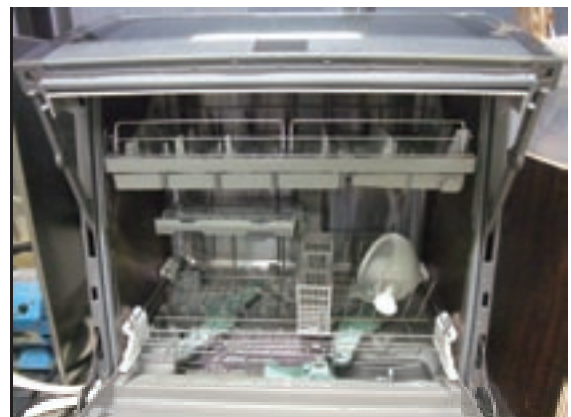


図5 急須をセットした食器洗浄乾燥機の外観写真

表1 取手内部に残存していた水の重量

空気孔の大きさ(mm)	Φ1	Φ2	Φ3
水の重量(g)	6	8	10



題を解決するため、空気孔の位置と大きさを変えて試験体を作製して評価を行なった。その結果、空気孔の位置を急須本体と取手との接合面の最下部に設けて、その空気孔の大きさを幅1mm以上で長さを2mm以上にした試験体は取手内部に溜まった洗浄水を容易に乾燥させることができる急須を開発することができ、共同出で実用新案を出願(実用新案登録第3164618号)した。

長崎県窯業技術センター平成21年度研究報告(第57号)

平成23年2月(2011年)発行

**発行所**

長崎県窯業技術センター

〒859-3726 長崎県東彼杵郡波佐見町稗木場郷605-2

**発行者** 振角俊一

**電話** (0956) 85-3140

**FAX** (0956) 85-6872

**URL** <http://www.pref.nagasaki.jp/yogyo/>

---

**Published by**

Ceramic Research Center of Nagasaki ( **CRCN** )

605-2Hiekoba-go, Hasami-cho, Higashisonogi-gun,

Nagasaki 859-3726, Japan

**TEL** | +81-956-85-3140

**FAX** | +81-956-85-6872

**URL** | <http://www.pref.nagasaki.jp/yogyo/>

**印刷所** 株式会社 つじ印刷