

— 経常研究 —

高輝度蓄光製品の量産製造技術の確立

陶磁器科 吉田英樹

要 約

蓄光セラミックスの市場拡大に対応できる量産体制の構築を目的に、製造設備のスケールアップによる蓄光製品の品質への影響因子の把握と、QC工程表および作業標準書の策定を行った。その結果、製品寸法精度 $39.3\text{mm} \pm 0.3\text{mm}$ を保証できることが確認できた。また励起光照射60分後の輝度が $100\text{mcd}/\text{m}^2$ 以上、吸水率が0.1%以下という目標性能を満足できた。本研究の量産製造における最終的な歩留まりは83%であった。今回検討した製造設備のスケールアップにより、従来は月産2千個程度であった生産能力を月産5万個まで拡大できる量産技術が確立できた。

キーワード：高輝度蓄光製品、量産製造、品質管理、QC工程表、作業標準書

1. はじめに

図1に示す高輝度蓄光セラミックス製品「エコほたる」は、20時間以上の残光特性と耐候性を有することから、夜間に災害が発生した場合の避難所までの道標としての活用が期待されており、実際に利用する場合は、道路や岸壁などに1千個あるいは1万個単位での需要が見込まれる。しかし、図2に示す現状のエコほたるの成形設備では手作業により1個ずつ製造するため、月産2千個程度が限界であり、そのような大量受注には対応が困難である。

そこで、本研究では蓄光セラミックスの市場拡大に対応できる量産体制の構築を目的として、製造設備のスケールアップによる品質への影響因子の把握、量産時の品質管理に不可欠なQC工程表および作業標準書の策定を行い、量産製造技術の確立を目指した。

2. 実験方法

蓄光材には、 $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ の組成を有する市販のルミノーバ（根本特殊化学(株)製）を用いた。



図1 高耐候性・高輝度蓄光製品「エコほたる」
(左：明視野像、右：暗視野像)

蓄光材との複合化に用いたガラス粉末の組成およびルミノーバとガラス粉末の混合割合は、既報¹⁾にて最も輝度が高くなった条件のものを用いた。試料の成形は、大型油圧プレス機（HYPER-250S、(株)後藤鉄工所製）を用い、図2に示す当センターで開発した直径45mmの円板状試料を12個同時にプレス可能な金型を取り付けて行った。プレス圧300MPaにてプレス成形して直径45mm、高さ約10mmの円板状の成形品を得た。成形品を目視により外観検査するとともにノギスを用いて寸法（直径、厚さ）計測を行った。

焼成には炉内寸法が縦67cm、横88cm、奥行51cmの大型電気炉を用い、高さ約10cm間隔で棚を組んで試料を並べ、780℃で30分間焼成した。焼



図2 手動油圧プレス機と金型



図3 大型油圧プレス機に取り付けた12個取り金型

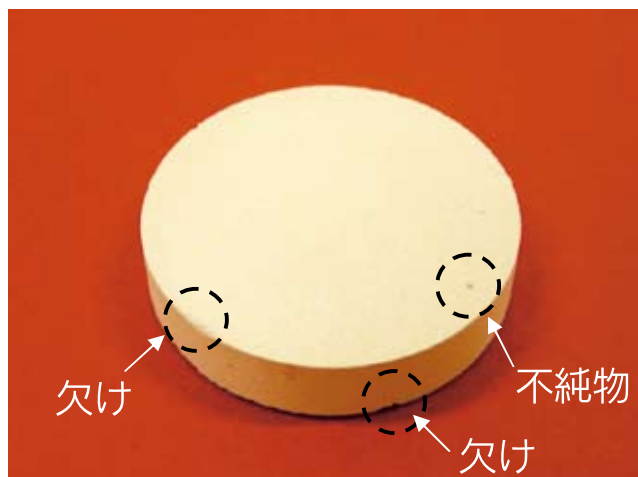


図4 成形体の欠点発生の一例

成品の外観検査および寸法計測も成形品同様に行った。

焼成体の輝度および吸水率は、全数ではなく各棚からのサンプリングにより評価した。それぞれの測定は、既報と同様の方法で行った。

量産型工コはたるの各品質（外観、寸法、輝度、吸水率）の目標値は、以下のとおりとした。

- <外 観> 割れ、欠け、汚れ、不純物がないこと
- <寸 法> （実機による寸法精度を確認）
- <輝 度> 励起光照射60分後に100mcd/m²以上
- <吸水率> 0.1%以下

3. 結果および考察

3-1 成形品の外観および寸法

成形品に発生した欠点の例を図4に示す。欠点としては、不純物の混入および角部分の欠けがほとんどである。不純物の混入経路としては、①原料受入および保管時、②混合機を用いた原料混合時、③大型油圧プレス機による成形時、④それらの工程間の運搬時、などが推測される。したがって、不純物の混入を防ぐためには、まず原料受入および保管時に各原料の目視検査を実施し、保管場所の清掃を実施するとともに、原料使用前にも改めて目視検査を実施する必要がある。

また、混合時の不純物は、混合機からの混入が考えられるため、混合機の始業前、終業後の清掃を実施するとともに、攪拌翼の接続部などを中心とした定期的な腐食状況のチェックが必要である。

成形時の不純物は、大型油圧プレス機のホッパー

表 1 成形品の直径及び厚さ

	直径(mm)	厚さ(mm)
平均	45.17	9.72
標準偏差	0.02	0.08
最大値	45.20	9.80
最小値	45.15	9.55
最大最小の差	0.05	0.25

や金型のサビ等の混入によるものがほとんどであったため、混合機同様、プレス機の清掃や腐食状況のチェックが必要である。

一方、欠けは、成形品を金型から手で取り出して所定の場所まで運搬・配置する間に発生するケースがほとんどで、特に握り方、持ち方によって角をつぶしてしまうことが多かった。したがって、欠けの発生を防止する対策としては、成形品の取り出しおよび運搬時に吸引器など専用の治具の使用を検討する必要がある。

3-2 成形品の寸法

成形品の直径及び厚さを測定し、まとめた結果を表1に示す。

量産製造時の品質管理では、製品の品質特性値、例えば直径を考えた場合、そのバラツキは正規分布に従い、分布の中心にある平均を μ 、標準偏差を σ とすると、 $\mu \pm 1\sigma$ には全体の68%、 $\mu \pm 2\sigma$ には95%、 $\mu \pm 3\sigma$ には99.7%が入る。すなわち、本研究の結果から、成形品の直径は 45.17 ± 0.06 に99.7%が入り、高精度であることがわかる。一方、厚さは $\pm 3\sigma$ で 9.72 ± 0.24 とややバラツキが大き

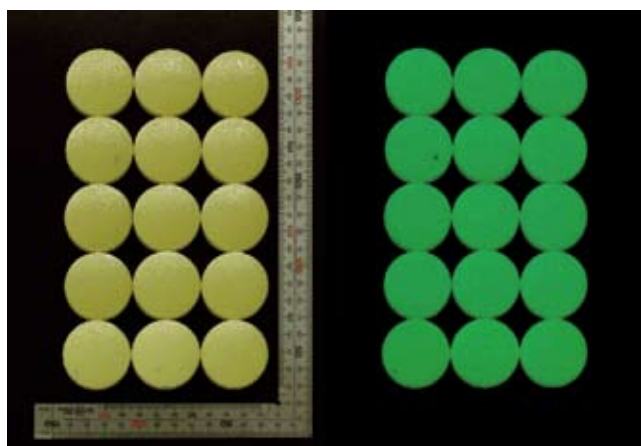


図5 焼成品の外観写真
(左：明視野像、右：暗視野像)

いことがわかった。これはホッパーから金型への供給量が一定していないことが原因と考えられる。この対策としては、原料を造粒することにより流動性を高めることが必要である。

以上の成形段階において正常品の歩留まりは87%であった。

3-3 焼成品の外観および寸法

図5に焼成品の外観写真を示す。写真左の明視野像において不純物および欠けが確認された。これらは成形段階では確認できず、焼成により顕在化したものである。この不純物については、ふたつの原因が考えられる。ひとつは、表面よりもわずかに内部にあったもので、成形品検査では見つからず、焼成によりガラスフリットが溶けて透明化したことで顕在化したと思われる。もうひとつは、焼成炉内で何らかの不純物が試料表面に落下、付着した可能性がある。内部にある不純物は、成形段階での発見は困難なため、前述の不純物混入防止対策を徹底することで解決を図る必要がある。一方、焼成炉内での付着は、炉内の清掃、棚板両面の清掃を実施することで不純物混入の防止が可能である。

また、外光で試料を励起したのち、暗室にて確認した図5右の暗視野像では主に輝度のバラツキを目視で確認する。本研究では、目視レベルでの輝度のバラツキは認められなかった。

3-4 焼成品の寸法

表2に焼成品のサンプリング場所と直径の関係を示す。なお、1段目が最下段である。

表2 焼成品のサンプリング場所と直径の関係

(単位：mm)

棚積み	左手前	左奥	中央	右手前	右奥
5段目	-	39.45	39.43	39.17	-
4段目	39.55	-	39.24	-	39.03
3段目	-	39.48	39.11	39.55	-
2段目	39.22	-	39.24	-	39.22
1段目	-	39.48	39.54	39.36	-

表3 焼成品の直径

	直径(mm)
平均	39.34
標準偏差	0.17
最大値	39.55
最小値	39.03
最大最小の差	0.52

焼成炉内の温度分布は、大型になるほど上下の温度差が大きくなる傾向にある。焼成温度が変わると焼結状態が変わるため、温度分布が寸法のバラツキを発生させかねないが、本研究においては、炉内温度のバラツキを最小限に止める措置を講じたため、試料の配置場所と直径には特に相関は見られなかった。焼成品の直径についてまとめた結果を表3に示す。

成形品と同様に $\pm 3\sigma$ で検討すると、 $39.34 \pm 0.51\text{mm}$ となり成形品に比べてバラツキが大きくなった。これは成形品の充填密度が異なることに起因すると考えられる。すなわちこの現象もプレス機においてホッパーから金型への原料供給量のバラツキによるもので前述と同様の対策により解決は可能と思われる。

以上の焼成プロセスを検討した結果、大型油圧プレス機および大型電気炉を用いて「エコはたる」を生産した場合、 $39.3 \pm 0.3\text{mm}$ の寸法精度を保証できることを確認した。また、焼成までの全プロセスを通した歩留まりは83%であった。

3-5 焼成品の輝度および吸水率

表4に焼成品のサンプリング場所と輝度の関係を示す。

輝度に関しても焼成温度の影響を受けやすい性質があるが、焼成品の直径と同様に配置場所との相関は見られなかった。輝度についてまとめた結果を表5に示す。±3σで検討すると、 $119.7 \pm 8.1 \text{ mcd/m}^2$ となり、目標値である 100 mcd/m^2 以上をほぼ全数が十分に満足する結果となった。

吸水率も同様にサンプリングして測定したが、いずれも0.01~0.02と非常に低い値となり、目標値の0.1%を十分に満足した。

3-6 品質への影響因子

原料の受入から焼成に至るまでのプロセスを検討し、各工程において品質に影響を及ぼす因子をまとめたものを表6に示す。

一定品質の製品を安定に生産するためには、これらの因子を管理項目として標準化し、その管理方法と品質目標を明確にする必要がある。

表4 焼成品のサンプリング場所と励起光照射停止60分後の輝度の関係

(単位: mcd/m^2)

棚積み	左手前	左奥	中央	右手前	右奥
5段目	-	122	120	119	-
4段目	118	-	115	-	119
3段目	-	120	118	114	-
2段目	121	-	122	-	120
1段目	-	122	124	121	-

そのため、多くの企業で用いられているのがQC工程表である。本研究でも試験の結果を反映させたQC工程表の策定を行った。その一部を抜粋したものを図6に示す。

3-7 歩留まりへの影響因子

各製造工程において歩留まりに影響する因子とし

表5 焼成品の輝度

	輝度(mcd/m^2)
平均	119.7
標準偏差	2.7
最大値	124
最小値	114
最大最小の差	10

表6 各工程における品質への影響因子

工 程	影響因子
①原料	
蓄光材	色、化学組成、粒度分布、輝度特性
ガラス	色、化学組成、粒度分布、熱特性
②混合	処理量、回転数、混合時間
③成形	金型の寸法精度、仕込量 プレス圧、プレス速度
④焼成	窯詰め数量、昇温速度、最高温度 キープ時間、冷却速度

QC 工程表		製品名	エコはたる (埋込式)	製品 No.	TF-42D15H	
No.	工程名	管理点		管理方法		
		管理項目	品質特性	製造基準	検査方式	記録様式
10	原料受入 (蓄光材)		色 異物 化学組成 粒度分布 残光輝度	作業標準書 No. EH-TF-01-10	目視	受入記録表
20	原料受入 (ガラスフリット)		色 異物 化学組成 粒度分布 熱分析	作業標準書 No. EH-TF-01-20	目視	受入記録表
30	原料保管	湿度		作業標準書 No. EH-TF-01-30	目視	入庫記録表
40	混合	回転数 混合時間 水添加量		作業標準書 No. EH-TF-01-40		製造記録表
50	成形	プレス圧 プレス時間	外観 重量 寸法	作業標準書 No. EH-TF-01-50	目視 n=5 電子天秤 n=5 ノギス n=5	
60	焼成	窯詰め数量 昇温速度 最高温度 キープ時間 冷却速度		作業標準書 No. EH-TF-01-60		

図6 QC工程表 (一部抜粋)

作業標準書	
<製品名> エコはたる (埋込式)	<製品番号> TF-42D15H
<工程番号> 70	<工程名> 製品検査
<使用原料・部品> 蓄光材・ガラスフリット焼成品	<使用機械・治工具> 標準光源 Des、照度計、色彩輝度計 真空デシケータ、電子天秤
作業手順	主なポイント
1. 残光輝度の検査	JIS Z 9107:2008 の 6.3.2 の測定方法に準拠
1-1 光に当てないように電気炉から取り出し	
1-2 暗室にて標準光源 Des 200lx で 20 分間照射	
1-3 照射停止後 10、20、60 分後の残光輝度を測定	各経過時間の輝度が以下であること 10 分後: $\geq 800 \text{ mcd/m}^2$ 20 分後: $\geq 350 \text{ mcd/m}^2$ 60 分後: $\geq 110 \text{ mcd/m}^2$
2. 吸水率の検査	
2-1 電気炉から取り出してすぐに乾燥質量を計量	
2-2 真空デシケータ内に静置して 15 分間真空引き	
2-3 真空引きのまま試料が完全に浸るまで水を注入	
2-4 大気圧に戻し、30 分間静置	

図7 製品検査工程の作業標準書 (一部抜粋)

表 7 歩留まりへの影響因子とその対策

工 程	欠 点	発 生 要 因	対 策
原料受入	不純物	納入時にすでに混入 保管時に混入	受入時および使用前に十分な目視検査実施
混 合 成 形	不均一性	混合条件のバラツキ	混合量と混合方法、時間等を常に一定にする。
	欠 け	取り出し、運搬時に発生	取り出し、運搬方法の改善（専用治具の検討）
	不純物	原料から混入	原料の再確認
		混合時に混入 プレス機から混入	混合機の十分な始業前清掃 プレス機、金型の十分な始業前清掃
焼 成	欠 け	棚積み時に発生	棚への移し替え方法の改善（専用治具の検討）
	不純物	事前工程で混入 炉内で付着	従前の対策を徹底する。 炉壁、棚板の十分な始業前清掃

て実験で認められた欠点とその要因および対策を表7に示す。

表中の対策は、歩留まりを向上させるために必要となる標準化すべき作業内容ということになる。これらの対策を反映させた作業標準書の策定を行った。例として一部抜粋した製品検査工程の作業標準書を図7に示す。

4. まとめ

蓄光セラミックスの市場拡大に対応できる量産体制の構築を目的に、製造設備のスケールアップによる蓄光製品の品質への影響因子の把握とQC工程表および作業標準書の策定を行った。その結果、

- (1) 製品直径の寸法精度 $39.3\text{mm} \pm 0.3\text{mm}$ を保証できることが確認できた。
- (2) 励起光照射60分後の輝度が 100mcd/m^2 以上、吸水率が0.1%以下という目標性能を満足できた。
- (3) 最終的な歩留まりは83%であった。
今回検討した製造設備のスケールアップにより、従来は月産2千個程度であった生産能力を月産5万個まで拡大できる量産技術が確立できた。

参考文献

- 1) 吉田英樹、藤野茂、梶原稔尚、福田太一、福田友和、長崎県窯業技術センター研究報告、No.58、pp.17-22(2010)。