

目次 Contents

- 01 研究の概要
- 03 ●戦略プロジェクト研究  
全体課題：ワイドギャップ半導体パワーデバイス導入による  
高効率かつ小型・軽量の電力変換装置の開発  
①分担課題：熱輻射活用型放熱部材の開発
- 11 ●経常研究（報告）  
②機械ろくろ成形技術の開発  
③高齢者のQOLを向上させる自助食器の開発  
④ジオポリマーコンクリート製造技術の開発  
⑤環境機能材料のものづくり高度化支援プロセスの開発
- 35 ●経常研究（短報）  
⑥3Dデータを活用した緻密な陶磁器製造技術の開発
- 38 ●研究マネジメントFS（短報）  
⑦水質浄化装置のモジュール化に関する可能性調査
- 42 ●新製品・新技術共同開発事業（短報）  
⑧抗菌効果をもつセラミックス製保存容器の開発

# 研究の概要（報告）

## 戦略プロジェクト研究

### ①ワイドギャップ半導体パワーデバイス導入による高効率かつ小型・軽量の電力変換装置の開発

ー 熱輻射活用型放熱部材の開発 ー（平成25～27年度）

環境・機能材料科 山口 典男、永石 雅基

電力変換装置の小型軽量化を目的として、熱伝導、対流に加え、輻射により放熱する部材を開発し、元の金属より表面温度を20℃低くするとともに、輻射熱の戻りが少ない構造を見出した。

## 経常研究（報告）

### ②機械ろくろ成形技術の開発（平成26～27年度）

陶磁器科 梶原秀志、小林孝幸

長年の経験がなくても歩留まりよく生地を製造できる機械ロクロ成形装置を開発した。本装置により歪のない飯碗、湯飲および5寸皿の成形ができた。

### ③高齢者のQOLを向上させる自助食器の開発（平成26～27年度）

戦略・デザイン科 桐山 有司、中原 真希

高齢者の食器への要望や課題を把握するため、既存の福祉食器の評価を行い、試作品の製作、評価、改良により、企業と共同で製品化を行った結果、高齢者のニーズに対応したQOLを向上させる食器を開発することができた。

### ④ジオポリマーコンクリート製造技術の開発（平成25～27年度）

環境・機能材料科 山口 典男、永石 雅基、木須 一正

火力発電所のフライアッシュと都市ごみ溶融スラグを原料に、ジオポリマーコンクリートを作製した。圧縮強度とスランプ特性から決定した、最適配合の試料は26.7MPaの圧縮強度を示し、セメントコンクリートよりも塩酸に対する耐久性が著しく高いことが分かった。

### ⑤環境機能材料のものづくり高度化支援プロセスの開発（平成25～27年度）

環境・機能材料科 狩野 伸自、永石 雅基

木須 一正、増元 秀子

吸着、触媒、抗菌などの機能をもつ材料を配合した各種多孔体の製造技術について検討した。材料の機能性を損なわない低温成形技術を確立し、泡状多孔体などの各種多孔体を作製した。

## 研究の概要（報告）

---

### 経常研究（短報）

#### ⑥3Dデータを活用した緻密な陶磁器製造技術の開発（平成27～29年度）

環境・機能材料科 永石 雅基、戦略・デザイン科 依田 慎二

陶磁器材料を3Dデータにより直接加工し、複雑で精密な装飾品、ホビー製品を開発することを目的として、天草陶土へのバインダー添加条件を調べ、ヒビ、欠けなどの欠点が生じにくい加工条件を見出した。

### 研究マネジメントFS（短報）

#### ⑦水質浄化装置のモジュール化に関する可能性調査（平成27年度）

環境・機能材料科 狩野 伸自、永石 雅基

ゼオライト及び光触媒を活用した水質浄化モジュールの開発を目的として、(1)転動造粒によりろう石表面へゼオライト(フォージャサイト)を形成、(2)クリストバライト表面に光触媒を形成し、水質浄化能力等の評価を実施した。

### 新製品・新技術共同開発事業（共同研究・短報）

#### ⑧抗菌効果をもつセラミックス製保存容器の開発（平成26～27年度）

研究企画課 阿部 久雄、環境・機能材料科 増元 秀子

食品保存に用いられる多孔性陶器の釉薬に、粘土鉱物系抗菌剤を添加し、大腸菌、黄色ブドウ球菌に対する十分な抗菌力を確認した。多孔性陶器と食品間の水分移動は釉表面にある気孔を介して起こるため、製品の信頼性・安心感を高めることができた。

## —戦略プロジェクト研究—

# ワイドギャップ半導体パワーデバイス導入による 高効率かつ小型・軽量な電力変換装置の開発 —熱輻射活用型放熱部材の開発—

環境・機能材料科 山口典男・永石雅基  
(連携機関) 長崎県工業技術センター

## 要 約

炭化ケイ素を用いた電力変換用パワーモジュールの小型軽量化に貢献できる輻射を活用した放熱部材の開発を目的に、表面処理技術、放熱特性および放熱部材のマクロ構造と熱抵抗の関係などについて検討した。アルミニウム合金の中で汎用性の高い5052材およびフィンなどで使用される6063材に対し、輻射率が約90%となる処理条件を確立した。その放熱特性は約15Wの発熱量に対し、未処理のものより約20℃、アルマイトより3~6℃温度を下げる事ができた。放熱部材の構造において、対流熱抵抗は表面積に比例し低下するが、輻射熱抵抗は輻射熱の戻りが少ない構造を選択することで表面積あたりの放熱効果が高まることが分かった。

キーワード：放熱、熱輻射、対流、熱抵抗、表面処理、パワーデバイス

## 1. はじめに

近年の環境・エネルギー問題意識の高まりの中で、再生可能エネルギーを有効利用するための電力変換装置の高効率化が重要となってきている。電力変換素子の半導体として、変換効率の高い炭化ケイ素(SiC)が注目されている<sup>1, 2)</sup>。また、SiCは既存の半導体であるシリコン(Si)よりも高温動作が可能、電力変換装置の小型化が可能であるといった特長などもある。

一方、電力変換時の損失は装置の発熱に繋がり、過度な発熱は装置の安定的な動作を阻害するため、放熱フィンや冷却用ファンにより冷却が行われる。熱が移動する機構は熱伝導、対流、熱輻射の3つがある。一般的な放熱フィン、素材として熱伝導の高いアルミニウム(Al)が用いられ、対流による熱移動を促進するため大型化し、空気との接触面積を大きくするなどの工夫がされている。さらには、空気の強制的な移動を行なうファンの併用も行われている。しかしながら、フィンやファンなどを装備することで、装置の体積は

大きくなり、既存の放熱手段では小型・軽量化には限界がある。これまで積極的に利用されてこなかった熱移動機構の「熱輻射」も利用することで放熱効率を改善でき<sup>3, 4)</sup>、装置の小型・軽量化に貢献できると期待される。

アルミニウムは金属であるため輻射率は低く<sup>5)</sup>、そのままでは輻射による放熱が十分ではない。そこで、本研究ではアルミニウム表面をセラミックス化することで高輻射材とした。輻射を最大限活用した新規な放熱部材の開発を目的とし、各種アルミニウム合金の表面処理、輻射放熱処理を行なった放熱部材のマクロ構造、実装を想定した模擬電源における放熱特性などについて検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1 表面処理

純アルミニウムの1050材、汎用性が高いアルミニウム合金5052材(Al-Mg系)および押し出し加工が可

能なアルミニウム合金6063材(Al-Mg-Si系)を専用処理液に浸漬し表面処理した。処理温度等の条件を変更し最適な処理条件を検討した。膜厚は、渦電流式膜厚計(サンコウ製、SWT-9000)を用い、放射率は分光放射率測定装置(日本電子製、JIR-E500)を用い評価した。なお、放射率は波長3.33~20  $\mu\text{m}$  の積分値(積分放射率)とした。表面の生成物は、X線回折装置(PHILIPS製、PW3710)により同定し、走査型電子顕微鏡(日本電子製、JSM-7100F)により表面構造を観察した。

## 2.2 放射表面処理放熱板の放熱特性

放射表面処理した放熱板の放熱特性を図1に示す試作したアクリル製の放熱評価装置を用いて評価した。発熱源にはシリコンラバーヒーターを用い、後方からの放熱を防ぐために断熱材で覆った。シリコンラバーヒーターに直流安定化電源で15.44Wの電力を投入し、ヒーター( $T_h$ )および放熱部材( $T_s$ )の温度変化を測定した。なお、放熱特性の検討には、雰囲気温度( $T_a$ )と各部位( $T_h$ または $T_s$ )の温度差( $T_{h-a}$ または $T_{s-a}$ )を用いた。比較として、未処理のアルミニウムと市販の黒色アルマイト、白色アルマイトについても測定した。

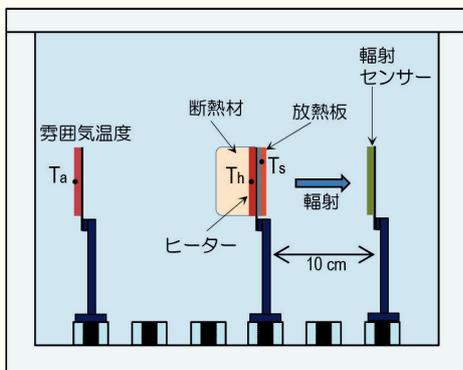


図1 放熱特性評価装置の概略図

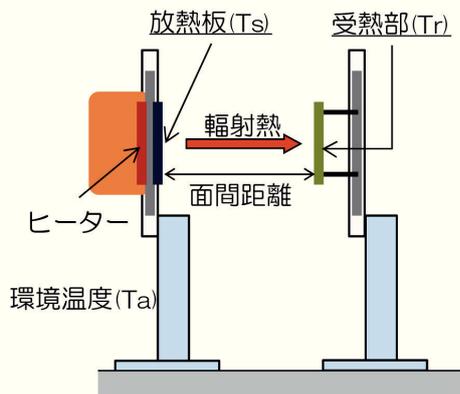


図2 受熱測定における放熱部・受熱部の配置概略図

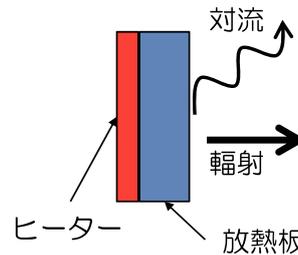
## 2.3 放射熱の周囲への影響

放射された熱が周囲に与える影響を検討するため、2.2で用いた放熱特性評価装置内に、図2に示すような治具を設置し、放熱板および受熱部の温度変化を測定した。このとき、放熱板および受熱部には、放射率が約90%(高)、約50%(中)、約3%(低)の3種類をそれぞれ用い、放熱部-受熱部の面間距離を0~10cmまで変化させた。なお、この時の投入電力は、11.7Wとした。

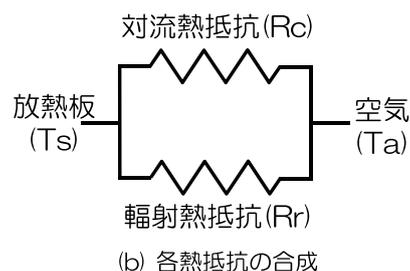
## 2.4 対流および放射熱抵抗の評価

対流および放射の熱抵抗を算定するために、放射率の異なる平板サンプルを2.2で用いた放熱評価装置を用い、大気圧下および減圧下(約1030 Pa)における熱抵抗を求めた。各熱抵抗は、投入電力に対する温度上昇の勾配より算出した。なお、投入電力は、大気圧下では1.4W, 3.7W, 7.3W、減圧下では0.6W, 1.8W, 3.0Wとした。温度上昇は評価装置内の雰囲気温度( $T_a$ )とサンプル温度( $T_s$ )の差( $T_{s-a}$ )とした。また、各温度は平衡となった際の5分間の平均温度とした。

大気圧下および減圧下でのサンプル表面からの放熱は、図3に示すように対流および放射により行われる。そこで、雰囲気圧力が対流の熱抵抗に反比例すると仮定すると、大気中( $R_a$ )および減圧中( $R_v$ )での熱抵抗は(1)式および(2)式のように示される。大気中および減圧中の実測データから、(1)式および(2)式を用いて、対流熱抵抗と放射熱抵抗を算出した。



(a) 放熱板表面からの熱移動



(b) 各熱抵抗の合成

図3 対流・放射熱抵抗の分離

$$R_a = \frac{R_r R_c}{R_r + R_c} \quad (1)$$

$$R_v = \frac{100 R_c R_r}{(R_r + 100 R_c)} \quad (2)$$

ここで、 $R_a$ は大気中での実測熱抵抗、 $R_v$ は減圧(約1030Pa)での実測熱抵抗、 $R_c$ は大気中での対流熱抵抗、 $R_r$ は輻射熱抵抗である。

### 2.5 放熱部材のマクロ構造と放熱特性

放熱部材のマクロな構造と放熱特性の関係を検討するために、図4に示すような種々の構造のサンプル(1050材)を作製し、輻射表面処理を行ない放熱特性の評価を行なった。放熱部材の大きさは、50×70×6mmで、中央の50×50mmに各種形状を加工した。放熱特性については、2.4で示したように大気中および減圧中での測定を行ない、対流および輻射の熱抵抗を算定した。

また、フィン構造におけるフィンの深さの影響について検討するために、フィンの深さが、最大38mmとなるサンプルについて、同様な測定を実施した。なお、フィンの間隔は4.5mm、フィンの厚みは2mmとした。比較として輻射表面処理を行っていないサンプルについても測定した。

### 2.6 模擬電源における放熱評価

本プロジェクトで想定している電力変換装置は500Wクラスであり、約10%が電力損失とした場合、発熱量は約50Wとなる。そこで、発熱量が50Wに対応できる放熱手段と輻射表面処理の効果について、図5に示す模擬電源を用いて評価した。発熱源となる半導体素子として、図6(c)に示すセラミックヒーターを

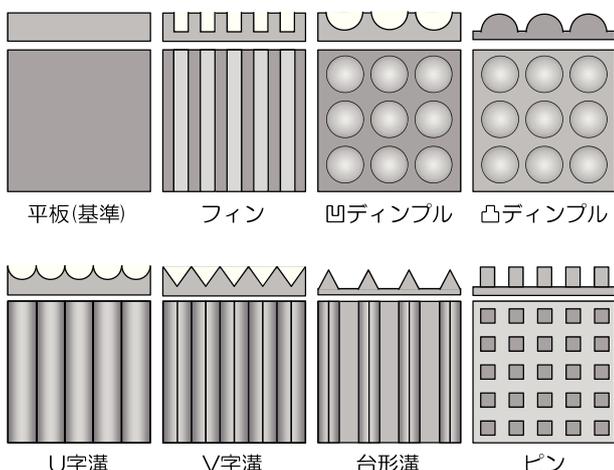


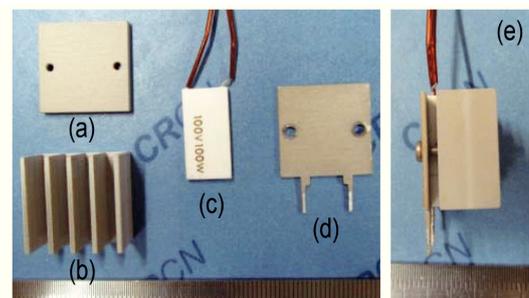
図4 マクロ構造の評価に用いた形状イメージ



1, 2 : 発熱部 7, 8 : 発熱部近傍筐体  
3, 4 : 発熱部周辺 9 : 筐体内部  
5, 6 : 発熱部対面 10 : 筐体外

### 図5 模擬電源による放熱測定

(a)模擬電源を設置したアクリルボックス  
(b)模擬電源基板と測温箇所



### 図6 模擬電源の発熱部と放熱部材

(a)放熱部材(平板) (b)放熱部材(フィン)  
(c)セラミックヒーター (d)支持板  
(e)部品b, c, dを組んだ放熱部

代用した。放熱部材には、表面処理を行なった平板(図6(a))または、深さ13mmのフィン(図6(b))を用いた。発熱部は、図5の①および②の位置に設置、①および②付近の筐体に直接固定(⑦および⑧の位置)の2条件について比較検討した。また、筐体の輻射表面処理の有無についても比較した。

## 3. 結果と考察

### 3. 1 輻射表面処理被膜の特性

各アルミニウムの表面処理前後の分光輻射率曲線を図7に示す。未処理の状態では10%以下と非常に低いですが、輻射表面処理することで、どのアルミニウム材においても、輻射率の著しい増加が確認され、積分輻射率は約90%となった。

5052材の表面に生成した被膜のX線回折パターンを図8に、SEM写真を図9に示す。生成物は、水酸化アルミニウム(Gibbsite、Bayerite)であった。太さ

約1 $\mu$ m、長さ約10 $\mu$ mの柱状結晶が表面全体を覆っており、それが入り組んだ多孔質状の組織を形成していた。

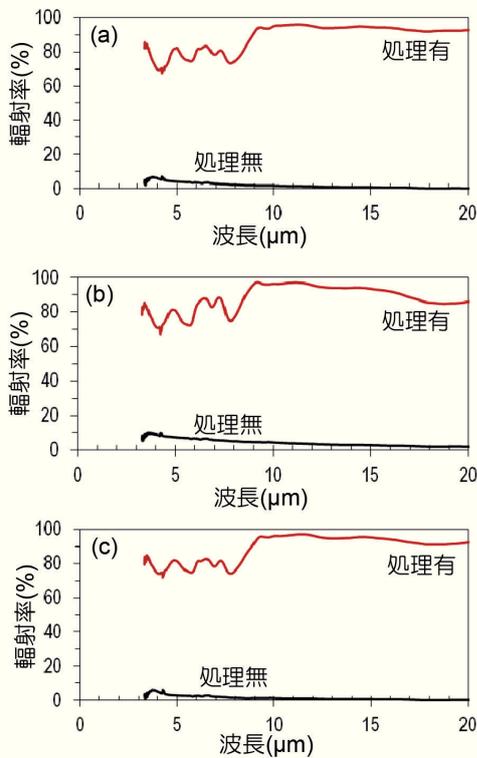


図7 表面処理されたアルミニウム合金の輻射率分光曲線  
(a)1050材 (b)5052材 (c)6063材

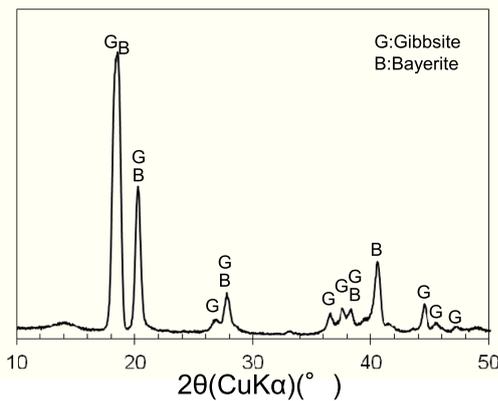


図8 表面処理された5052材のXRDパターン

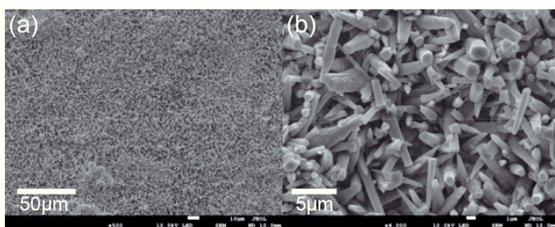


図9 5052材の表面処理皮膜のSEM写真  
(a)表面組織の外観 (b)生成物の結晶形態

### 3.2 輻射表面処理材の放熱特性

シリコンラバーヒーターの加熱に伴うヒーター部の温度変化( $T_{h-a}$ )の例を図10に示す。また、温度が平衡に達した時点でのヒーター部および放熱部材の温度上昇の値を表1に示す。未処理サンプルでは輻射率が低いため、ヒーター部の温度上昇は188 $^{\circ}$ Cとなった。一方、輻射表面処理したサンプルは約168 $^{\circ}$ Cであり、表面処理することで、約20 $^{\circ}$ C温度を下げるのが可能となった。また、類似技術であるアルマイトと比べた場合、アルマイト(黒)より約3 $^{\circ}$ C、アルマイト(白)より約6 $^{\circ}$ C下げることが可能であり、輻射による放熱に優れる表面状態であることが確認された。また、放熱部材( $T_{s-a}$ )の温度低下についても、ヒーター部とほぼ同じ傾向となった。

### 3.3 輻射熱の周囲への影響

放熱板と受熱部の距離に対する放熱板の温度変化を図11に示す。放熱板の温度低下は受熱部の輻射率にかかわらず、放熱板の輻射率に最も影響されており、輻射率が高いものほど放熱しやすい傾向が示された。さらに、放熱板の輻射率が高い条件において、輻射率の高い受熱部との組み合わせ(グラフ中の青丸)が、放

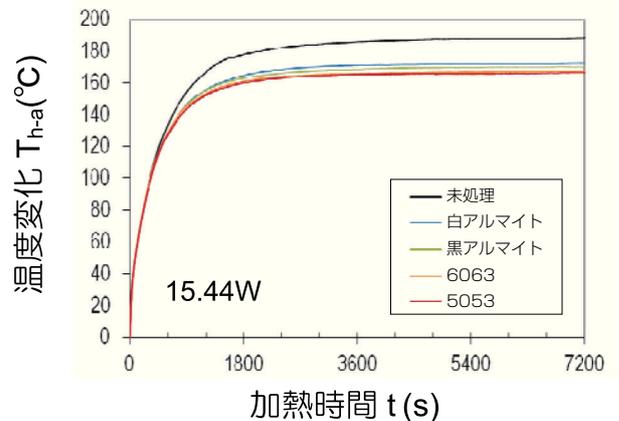


図10 各種材料の放熱試験における温度変化の一例

表1 各種部材の輻射率と放熱試験結果

サンプル	輻射率※ (%)	膜厚 ( $\mu$ m)	$T_{h-a}$ ( $^{\circ}$ C)	$T_{s-a}$ ( $^{\circ}$ C)
開発品				
5052材(処理有)	88	18.1	167.8	130.3
6063材(処理有)	88	16.7	167.9	131.4
市販品				
アルマイト(黒)	82	19.3	171.0	134.4
アルマイト(白)	72	7.4	173.8	137.3
比較				
未処理	3	-	188.1	152.5

※簡易型放射率計により測定

熱板の温度低下に最も効果的であった。輻射率と吸収率は等しいことから、輻射率の高い受熱部が、輻射熱を効率的に吸収したためであると考えられる。

また、放熱板の輻射率が低い(グラフ中の三角印)場合、受熱部の輻射率にかかわらず、放熱板と受熱部の間隔が狭い条件で温度が下がりやすく、離れるにしたがい温度が高くなる傾向が示された。輻射がほとんど起きない条件では、熱移動の主体が対流となるため、間隔が近い場合受熱部への熱移動が起きやすいが、離れることにより対流による受熱部への熱移動が起きにくくなったためであると推察された。

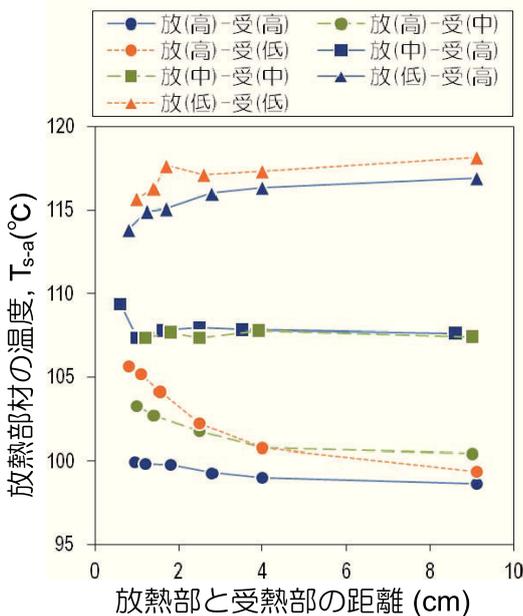


図11 受熱部との距離に対する放熱部材の温度変化

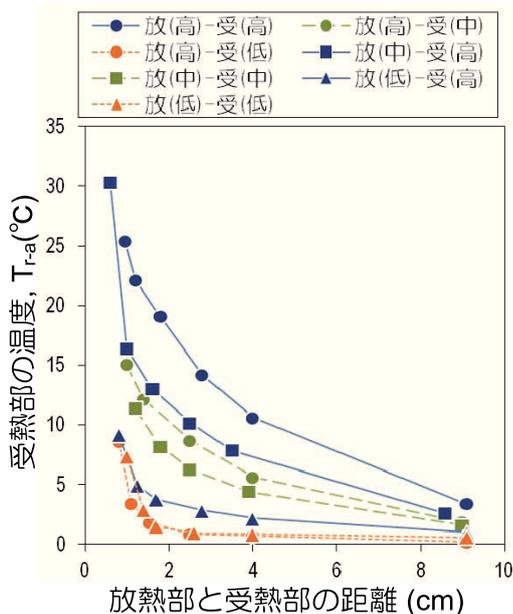


図12 放熱部からの距離に対する受熱部材の温度変化

次に、受熱部側の温度変化を図12に示す。どの組み合わせにおいても、放熱部と受熱部の距離が広くなるにつれて受熱部の温度は低下した。放熱部または受熱部のどちらか一方の輻射率が低い場合、受熱部の温度は上がりにくい傾向となった。どちらかの輻射率が低いことで、輻射熱の授受が起きにくい状態となっていることがわかった。また、両方ともに輻射率が高い場合、熱輻射の授受が大きく受熱部の温度が上昇する結果となった。

以上のことから、放熱部の温度は放熱部のみの輻射率に依存するが、受熱部の温度は、放熱部または受熱部の輻射率の小さい方に依存する傾向があることが明らかとなった。

### 3.4 対流および輻射熱抵抗の分離

輻射率の異なる平板サンプルの大気中および減圧中での熱抵抗およびそれらを基に算出した対流熱抵抗と輻射熱抵抗を表2に示す。また、対流・輻射熱抵抗の輻射率依存性を図13に示す。大気中および減圧中ともに輻射率の増加にしたがい、熱抵抗が減少し、放熱しやすくなっていることがわかる。輻射熱抵抗は輻射率に比例して減少しているが、対流熱抵抗は輻射率に関係なくほぼ一定の値となることが確認された。このことから、輻射表面処理による放熱特性の改善は、輻射によるものであると考えられた。

### 3.5 放熱部材のマクロ構造と放熱特性

各種マクロ構造における各熱抵抗を表3に、表面積比に対する対流熱抵抗と輻射熱抵抗を図14に示す。ディンプル(凹・凸)構造は、表面積が増加しているにもかかわらず、平板よりも大気中の熱抵抗が高くなり放熱特性が低下した。ディンプル構造の輻射熱抵抗は

表2 輻射率の異なる平板試料での各種熱抵抗

輻射率 (%)	膜厚 (μm)	熱抵抗 (°C/W)			
		大気	減圧 <sup>※1</sup>	対流 <sup>※2</sup>	輻射 <sup>※2</sup>
3	0	10.48	28.67	16.35	29.18
10	0	9.85	26.49	15.51	26.95
48	4	9.35	23.03	15.57	23.38
88	15	8.82	19.94	15.66	20.19
90	21	8.72	19.72	15.48	19.97
92	34	8.74	19.34	15.79	19.57
93	54	8.61	19.13	15.48	19.37

※1 雰囲気圧が約1030Paで測定

※2 大気中および減圧中で測定したデータを基に算出

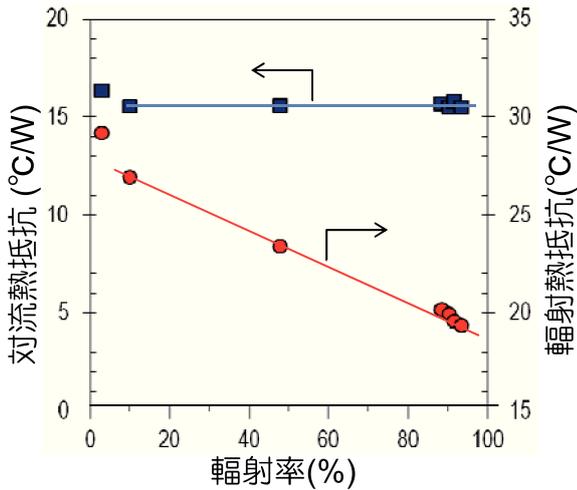


図13 放射率に対する対流および放射熱抵抗

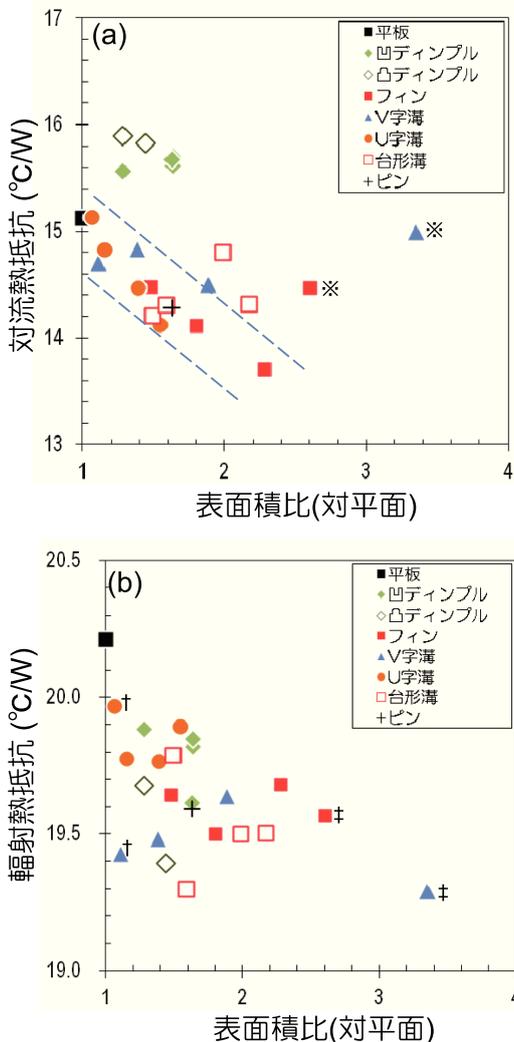


図14 放熱部材の表面積比に対する  
(a)対流熱抵抗と (b)放射熱抵抗

平板よりも低下しているものの、対流熱抵抗が平板よりも高くなっていることが原因であることが示唆された(図14)。ディンプル構造は、ディンプル面の垂直

方向に熱放射し、放射熱の戻りも少なく、放射型放熱部材に有効であると当初考えたが、対流に対して不利な構造であることから、大気中での放熱部材としてディンプル構造は不相当であると判断された。

対流熱抵抗において、表面積比が約2.4付近までは、表面積比に比例し熱抵抗が下がり、ディンプル構造を除き、構造の形態によらず表面積を増やすことで、放熱特性を上げることが可能であることがわかった。ただし、フィン間隔等が極端に狭くなるような条件(図14(a)の※印を付した点)では、反対に対流による放熱特性が低下することも確認された。

放射熱抵抗において、単純に表面積比に比例するといった傾向は確認されない。しかしながら、†印を付した点では、わずかな表面積比の増加にもかかわらず放射熱抵抗の低下が大きい。すなわち、単位表面積あたりの放射熱抵抗減少率が大きい。このような†印を付した構造は、図15に示すような緩やかな構造であり、放射熱の戻りが非常に少ないと推察された。一方、‡印を付したフィンやV字溝は、図16に示すようにそ

表3 各種マクロ構造の熱抵抗

構造	形状	表面積 (cm <sup>2</sup> )	熱抵抗(°C/W)			
			大気	減圧 <sup>※1</sup>	対流 <sup>※2</sup>	放射 <sup>※2</sup>
平板	平板	2500	8.65	19.94	15.12	20.21
	凹φ2.5-(18*18)	4090	8.73	19.57	15.61	19.82
	凹φ2.5-(12*12)	3207	8.73	19.63	15.57	19.88
	凹φ5-(9*9)	4090	8.77	19.60	15.70	19.85
ディンプル	凹φ10-(5*4)	4071	8.71	19.37	15.67	19.61
	凸φ2.5-(12*12)	3207	8.79	19.44	15.90	19.68
ディンプル	凸φ2.5-(15*15)	3604	8.72	19.16	15.83	19.39
	F-2-2-4	3700	8.33	19.38	14.48	19.64
フィン	F-4-2-4	4500	8.19	19.23	14.11	19.50
	F-7-2-4	5700	8.08	19.40	13.70	19.68
	F-9-2-4	6500	8.32	19.31	14.47	19.57
	V-4-25.6	2772	8.37	19.18	14.70	19.43
V字溝	V-4-43.8	3465	8.42	19.23	14.83	19.48
	V-4-58.0	4717	8.34	19.38	14.50	19.64
	V-4-72.6	8382	8.44	19.05	14.99	19.29
	U-2-24.6	2668	8.61	19.71	15.13	19.97
U字溝	U-3-16	2882	8.47	19.52	14.82	19.78
	U-5-9.8	3476	8.35	19.50	14.47	19.77
	U-6-8	3870	8.26	19.62	14.12	19.89
台形溝	T-10-5-1	4972	8.41	19.24	14.80	19.50
	T-5-10-6	3736	8.27	19.52	14.20	19.79
	T-10-5-2.5	5441	8.25	19.24	14.31	19.50
	T-5-10-7.5	3970	8.22	19.04	14.30	19.30
ピン	P-7-2-8	4068	8.26	19.33	14.28	19.59

※1 雰囲気圧が約1030Paで測定

※2 大気中および減圧中で測定したデータを基に算出

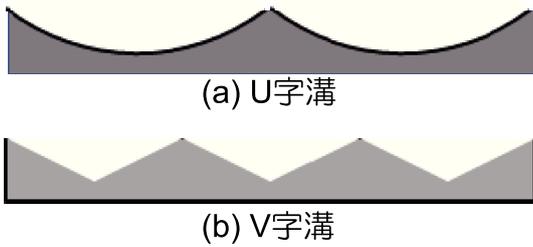


図15 図14の+を付した緩やかで輻射熱の戻りが少ない構造の例

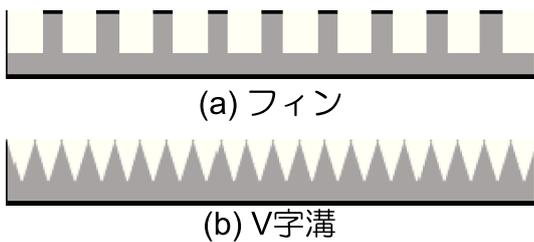


図16 図14の+した溝幅が狭く輻射熱の戻りが大きい構造の例

の溝の幅が狭く、輻射熱の戻りが大きかったため、表面積の増加に対する輻射熱抵抗の低下が十分ではなかったと推察された。

フィンの深さと輻射放熱特性について図17に示す。大気中での熱抵抗は、フィンの深さが18mm以上で表面処理の有無にかかわらずほぼ同じ値となった。深くなることで輻射熱が自己吸収されやすくなり、効率的な輻射放熱ができなかったためであると考えられた。

### 3.6 模擬電源における放熱評価

半導体素子を模擬したヒーターを基板上に設置した場合と筐体に密着させた場合のヒーターの温度上昇を図18に示す。基板上に設置した場合には、20Wで約200℃温度が上昇する。一方、筐体に密着させた場合には、約50Wでも140℃しか温度が上昇しないことが分かった。このことから、想定している50Wの発熱に対しては、筐体などの熱容量の大きな物を利用し、熱伝導により熱を逃がす必要があることが分かった。また、筐体の表面処理の有無における筐体内温度を図19に示す。筐体を表面処理することで、筐体からの輻射放熱が起き、筐体内部の温度を約7℃低下させることができた。このように、電源などにおける輻射放熱においては、放熱フィンだけでなく、筐体まで含めた輻射表面処理が有効であることが分かった。

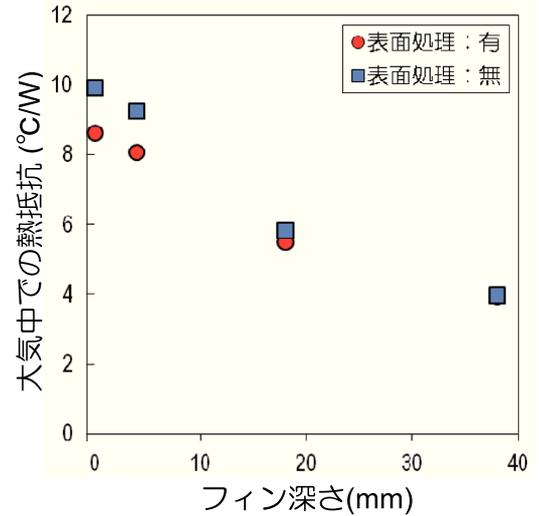


図17 フィンの深さに対する熱抵抗の変化

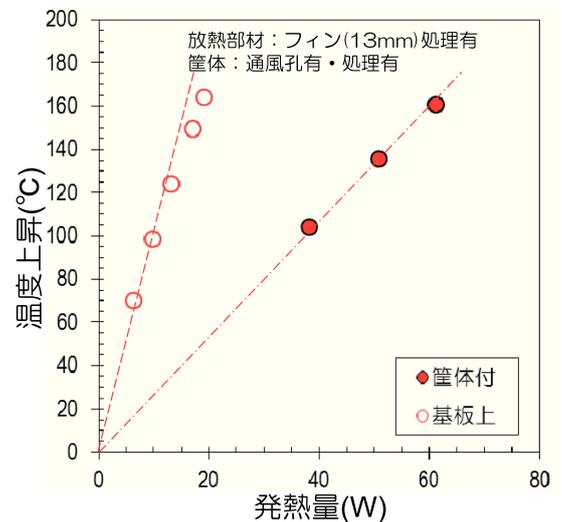


図18 発熱体の設置場所の違いによる発熱量に対するヒーターの温度変化

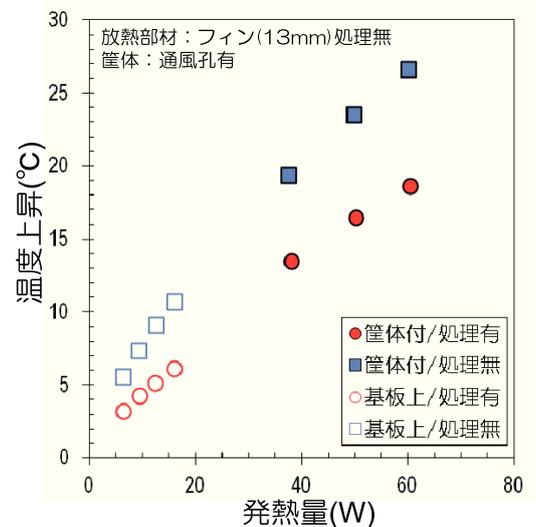


図19 筐体の表面処理の有無による筐体内の温度変化

## 4. まとめ

熱の移動手段における輻射に注目し、アルミニウム材の輻射表面処理、放熱特性、放熱部材のマクロ構造、模擬電源における放熱について検討し、以下のことが明らかとなった。

- (1) 純アルミニウム1050材、アルミニウム合金5052材、6063材に対して輻射表面処理を行なうことで、柱状の水酸化アルミニウムが生成し輻射率が処理前よりも著しく高くなった。また、投入電力約15Wにおいて、未処理よりも約20℃の温度を下げる事ができた。また、類似技術であるアルマイトよりも3~6℃温度を下げる事ができた。
- (2) 放熱部材の温度低下は、主に放熱部材の輻射率に依存し、輻射率が高いものほど温度を下げる事ができる。また、放熱部材の輻射率が高い場合においても、受熱側の輻射率が高い方がより放熱効果が高まる事が分かった。
- (3) 大気中および減圧下での熱抵抗を基に、対流と輻射の熱抵抗に分離することが可能であった。放熱部材のマクロ構造の対流熱抵抗は、平板に対する表面積比が約2.5付近までは、それに比例し低下することが分かった。ただし、ディンプル構造は、対流熱抵抗が増加することが分かった。一方、輻射熱抵抗は、どの構造においても低下

することが分かったが、輻射熱が戻りやすい構造においては、表面積が増加しても輻射熱抵抗の低下はわずかであった。

- (4) 模擬電源による評価より、50W程度の発熱に対しては、発熱部を筐体などに直接固定するなどの対策が必要であることが確認された。また、筐体に対しても輻射表面処理を行なうことで、筐体内の温度を低下することができた。

## 文 献

- 1) 四戸孝、SiCパワーデバイス、東芝レビュー、59(2)、49-53 (2004).
- 2) 荒井和雄、SiC半導体のパワーデバイス開発と実用化への戦略、シンセシオロジー、3(4)、259-271 (2010).
- 3) 特許第5083578号、遠赤外線高放射皮膜により冷却効果を高めたアルミニウム基材及びその製造法(2012).
- 4) 三浦拓巳、石田信行、西村元延、熱放射を利用した高放射率アルミナセラミックス平板ヒートシンク、エレクトロニクス実装学術講演大会講演論文集、26、200-202(2012).
- 5) 山口典男、各種素材の遠赤外線放射率の特徴、長崎県窯業技術センター研究報告、61、37-39(2014).

# 機械ろくろ成形技術の開発

陶磁器科 梶原秀志、小林孝幸

## 要 約

機械ろくろ成形法により、陶磁器の肉薄生地を長年の経験がなくても歩留まりよく製造できる技術の開発を行うため、平成26年度に開発した機械ろくろ成形装置を用いて食器と土鍋生地の成形試験を行った。その結果、飯碗や湯呑および5寸皿の生地を歪がない状態で肉薄に成形でき、生地表面には皺や傷などの欠点が発生しない技術を開発することができた。また、大型の土鍋生地についても同様の技術を開発することができた。

キーワード：機械ろくろ成形法、陶磁器、生地

## 1. はじめに

長崎県の陶磁器製造は、長年、製土業、石膏型成型業、生地製造業、窯元、上絵付け業の分業体制で行われてきており、生地製造業には機械ろくろ成形業、ローラーマシン成形業、圧力鋳込み成形業、排泥鋳込み成形業の4部門がある。この中で機械ろくろ成形法は、回転体の形状をもつ生地を多品種少量で生産する手段として低コスト化できる最適な方法である。

また、近年、陶磁器製品の受注量が小ロット化の傾向にあることから、この成形法は、今後ますます重要になると考えられる。しかしながら、長崎県内に20数社ある機械ろくろ成形の専業業者（以下「生地業者」）は、従事する熟練者の平均年齢が65歳を越えており、さらに後継者がいない業者が大半を占めていることから、産地の生産体制を維持していくうえで深刻な問題となっている。

本研究開発では、市場の要求が高まっている肉薄の生地製造を、長年の経験がなくても歩留まり良く生産できる技術を開発し、産地の生産体制の維持発展に貢献することを目的としている。本年度は、平成26年度に開発した機械ろくろ成形装置を用いて、食器と土

鍋生地を傷や歪みなどの欠点がない状態で成形する技術の確立を行った。

## 2. 試験方法

### 2.1 成形試験装置と成形手順

成形試験に用いた機械ろくろ成形装置を図1に示す。この装置は、ダボ<sup>(注1)</sup>の芯振れ<sup>(注2)</sup>が5/100以下の精度で容易に取付けることができ、その回転数をインバータ制御により任意に設定できるのが特徴である。5寸皿の成形は、外側をダボにセットした石膏型で行い、内側をハンドルに取付けた「へら」で行う。石膏型に陶土を仕込んだ後、「へら」を手で下降させるとダボが回転し、それと共にダボ内部が排気されて真空状態になる。「へら」を予め設定したストッパーの位置まで下降させると、「へら」に圧された陶土が外側に伸展し、5寸皿を成形することができる。「へら」は、2度下降させるが、1度目の下降後に「へら」と当木（あてぎ）<sup>(注3)</sup>に付着した陶土を手で取除き、2度目の下降時に縁にはみ出した余分の陶土（「ばり」）を「木へら」を用いて取除き、5寸皿を成形した。成形手順を図2に示す。

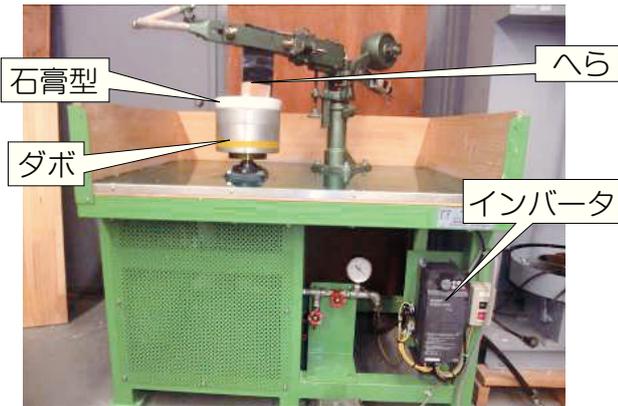


図1 機械ろくろ成形装置

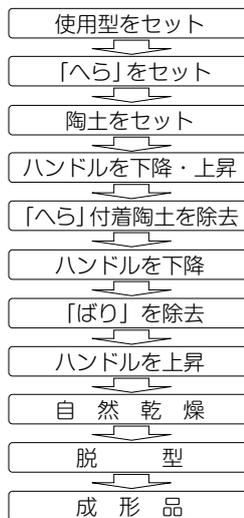


図2 5寸皿の成形手順

## 2.2 成形試験用陶土

陶土は、機械ろくろ成形用として市販されている含水率が24.5%と25.1%の2種類の天草撰上真空土練土を使用した。陶土の径は、8cm、10cm及び12cmの3種類で成形試験を行った。

## 2.3 成形試験用「へら」

「へら」は、厚さ4.5mmの鉄板を5寸皿の内側形状に合わせて切断した後、「へら」の刃先角度を30度、45度、60度の3種類に加工し(図3)、成形試験を行った。



図3 成形試験用の3種類の「へら」



図4 成形試験用「へら」に当木を装着した様子

## 2.4 「へら」の当木

図4に示す形状で「へら」の当木の厚みを約14mmにした場合と約26mmにした場合および当木をしない場合の3種類で成形試験を行った。

## 2.5 陶土の仕込み量

陶土径がφ8cm、φ10cm、φ12cmの3種類を用い、陶土の仕込み重量を285gから310gの範囲で変化させ成形試験を行った。

## 2.6 ダボの回転数

ダボの回転速度は、インバータの周波数を10Hz、15Hz、20Hz、25Hzに設定し、4種類の条件で成形試験を行った。インバータ周波数の設定値とダボ回転速度の関係は表1に示すとおりであった。

表1 インバータ周波数の設定値とダボの回転速度の関係

インバータ周波数 (Hz)	15	10	20	25
ダボの回転速度(rpm)	110	72	150	167

## 2.7 乾燥・脱型

成形終了後に石膏型をダボから外し、直射日光が当たらない場所で乾燥させ、成形体と石膏型との間に隙間が出るのを確認した後、成形体を型から取出した。

## 2.8 成形体の評価

成形体の評価は、表面の皺や傷を目視で観察し、欠点の有無を確認した。

## 2.9 焼成体の評価

成形体は水拭き仕上げを行い、850℃で素焼した後、石灰釉を施釉し、ガス窯を用いて1300℃で還元焼成を行った。焼成体の評価は、表面の皺や傷、凹凸および歪みを目視で観察し、欠点の有無を確認した。

### 3. 結果および考察

#### 3.1 陶土の含水率および陶土径と成形性の関係

5寸皿の成形試験を機械ろくろ成形用として市販されている含水率が25.1%で、径が12cmの天草撰上真空土練土を用いて行った結果、陶土が皿の縁までスムーズに伸展し、生地表面には皺や傷などの欠点が発生しない状態で成形できた。

含水率が24.5%の陶土でも欠点がない状態で成形できたが、25.1%の方が皿の縁まで陶土が伸展する時間が短く、成形体表面も滑らかであった。25.1%の陶土に水を添加し、柔らかくした場合、陶土が手に付着しやすくなり、「へら」や「当木」に付着した余分な陶土の除去作業をスムーズに行うことが困難になった。このことから、皿を成形する陶土の含水率は25.1%以下にする必要があることがわかった。一方、陶土を乾かし含水率を24.5%より小さくした場合、成形中に皿の縁部が飛び散り、成形できなかった。

陶土径がφ8cmとφ10cmの条件で行った場合、図5と図6に示すように、高台部表面と皿の外側上方部に無数の皺が発生した。高台部に皺が発生したのは、直径が9.8cmある石膏型の高台部を陶土で十分に覆い被せることができなかつたことにより、陶土が渦を巻くように高台部に充填されたことが原因と考えられる。一方、縁部に皺が発生したのは、陶土が皿の縁まで伸びる時間が長くなり、陶土が渦を巻くように皿の縁まで伸びたことが原因と考えられる。これらのことから、陶土の径は成形用石膏型の高台径より大きくする必要があったことが分った。

また、陶土を石膏型に載せただけで成形した場合、下降させた「へら」が陶土に接触した瞬間に陶土が型の中心から外れ、陶土が皿の縁部まで全周に渡り伸展せず、成形できなかった。このことから、型への陶土の仕込み作業は図7に示す状態で、陶土を型の中央に載せた後、拳で陶土を上から軽く叩いて、型に密着させる必要があることが分った。

#### 3.2 「へら」先角度と成形性の関係

刃先角度を30度、45度、60度の3種類で成形試験を行った結果、60度では、皺や凹凸などの欠点がない状態で成形できた。30度と45度は、陶土の仕込み量が多く必要となり、縁まで陶土が伸びる時間は長くなった。その結果、陶土が不足したり、皿の縁部が成形不足になったり、外側縁部に皺が発生した。この



図5 皿の高台部に発生した皺



図6 皿の外側縁部に発生した皺



図7 陶土を上から叩いて型に密着させる

ことは、刃先角度が小さくなるほど、陶土と「へら」の接触面積が小さくなるため、陶土が圧延し難い状態になり、「へら」へ付着する陶土の量が増加し、皿の縁まで移動する陶土量が減少したことが原因と考えられる。これらのことから、「へら」の刃先角度は60度で問題がないことが確認できた。

#### 3.3 「へら」の当木と成形性の関係

厚さ約14mmの当木を使用した場合、当木からはみ出してきた陶土を指で押えることにより、短時間で陶土を縁まで伸ばすことができ、成形体表面に皺や傷および凹凸などの欠点がない状態で成形することができた(図8)。「へら」に当木をしない場合は、型に仕込んだ陶土が「へら」で削り取られた後、「へら」に付着し、型の縁まで陶土が伸展せず、皿を成形することができなかった(図9)。厚さ約26mmの当木を使用



図8 当木厚さ14mmによる成形



図9 当木なしによる成形



図10 当木厚さ26mmによる成形

した場合、当木に付着する陶土の量が増加し、成形体の周辺部が型から剥がれて成形不良となった(図10)。

### 3.4 陶土の仕込み量と成形性の関係

陶土径が12cmでその仕込み重量を290gの設定で5寸皿を成形した結果、表面に皺や傷および凹凸などの欠点がない状態で成形することができた。この時の成形体重量は252gで、余分な陶土重量は38gであった。285gより少ない設定で成形した場合、陶土不足により5寸皿の縁の一部が成形できない状態になった(図11)。一方、陶土重量を310g以上で成形した場合、5寸皿内側の上部に傷が多発した(図12)。このことは、陶土の仕込み量を多くした分、当木に付着する余分な陶土の量が増加し、余分な陶土が成形体表面に擦りつけられることにより、成形体表面に傷がついたと考えられる。



図11 陶土重量が285g未満で図成形した皿



図12 陶土重量が310g以上で成形した皿(倍率5倍)

### 3.5 ダボの回転数と成形性の関係

径が12cmの陶土を用い、ダボの回転数を110rpmと150rpmに設定した条件で5寸皿を成形した場合、「へら」を下降開始してから10秒以内で陶土が皿の縁まで伸展し、欠点がない状態で成形することができた。72rpmに設定した条件では、陶土を皿の縁まで延ばすのに30秒以上の長い時間が必要となり、その結果、皿外側縁部に無数の皺が発生した。167rpmに設定した条件では、「へら」を下降開始してから僅か数秒で陶土が「へら」に付着し、指で押えて伸展させる時間がなく、皿の外側周辺部が成形できなかった(図13)。

### 3.6 焼成体の評価結果

5寸皿、飯碗、湯呑、21cm土鍋について、最適条件で成形した生地を施釉した後、1300℃で焼成した製品を図14に示す。不良品の対象となるような欠点の有無を目視で観察した結果、傷や歪みなどの欠点がない状態であることが確認できた。次に焼成品を図15に示す形状で切断し、製品の肉厚を測定した結果、皿は2.5mm、飯碗は3.0mm、湯呑は2.6mmであり、肉薄形状の製品を歪みがない状態で製作することが確認できた。



図13 ダボの回転数167rpm

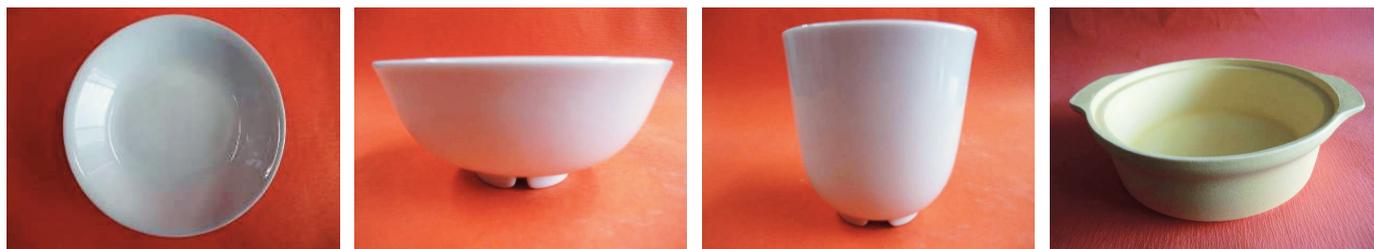


図14 最適条件で成形した生地を施釉した後、1300℃で焼成した製品



図15 図14に示した製品の断面写真

#### 4. まとめ

平成26年度に開発した機械ろくろ成形装置を用いて食器と土鍋生地の成形試験を行った。その結果、飯碗や湯呑および5寸皿の生地を歪がない状態で肉薄に成形でき、生地表面には皺、傷などの欠点が発生しない技術を確立することができた。また、大型の土鍋生地についても同様の技術を確立することができた。確立した上記の技術を表2にまとめて示す。これらの条件で成形することにより、単純形状の食器や土鍋を、長年の経験がなくても成形できることが確認できた。

受け台のことであり、石膏型の径に対応する大きさの「ダボ」を機械ろくろ装置に固定して使用する。

- (2) 「ダボ」の芯振れとは、「ダボ」の水平方向の変位量のことであり、「ダボ」の外周部にダイヤルゲージを当てて測定する。
- (3) 当木(あてぎ)とは、整形用の「へら」に取付けた木のことである。当木がない場合、「へら」の刃先が陶土と線接触するだけなので、陶土は型の外側へほとんど移動せず、「へら」に削り取られてしまう。当木を取付けると、陶土と当木が面接触するので、陶土を圧延し、型の縁まで移動させることができる。

#### 注

(1) 「ダボ」とは、成形に用いる石膏型をセットするための

表2 機械ろくろ成形装置による5寸皿、飯碗、湯呑み、土鍋の成形条件

	設定項目	5寸皿	飯碗	湯呑	土鍋
1	成形体の乾燥重量	180g	200g	約130g	約790g
2	へら先角度	約60度	約60度	約60度	約80度
3	当て木の厚み	約14mm	約14mm	約26mm	約45mm
4	陶土の径	約12cm	約8cm	約8cm <sup>※1</sup>	約15cm
5	陶土の重量	約290g	200g	約200g	約1300g
6	陶土の含水率	25.1%	25.1%	25.1%	20.1% <sup>※2</sup>
7	陶土の叩き	必要	必要	必要	必要
8	ダボの回転速度	110rpm ~140rpm	140rpm ~170rpm	140rpm ~170rpm	40rpm ~0rpm
9	へらの下降速度	10秒以下	10秒以下	10秒以下	60秒以下

※1 市販されている陶土径は最小が8cmであり、湯呑整形用石膏型の内径は8cmより小さい。この状態では、陶土を型の中にセットできないので、8cm径の陶土を200gに切断した後、手の平で球形に丸め、陶土径を小さくして使用した。

※2 市販の土鍋用ペタライト配合陶土を使用

# 高齢者のQOLを向上させる自助食器の開発

戦略・デザイン科 桐山 有司、中原 真希

## 要 約

高齢化率が急速に上昇する我が国において、高齢者の生活環境の改善と向上は最も重要な課題であり、高齢者の生活機能における自立性を維持することは重要なテーマとなっている。一方で、食器全体の市場も縮小し喫緊の対応が求められる中、高齢者市場の重要性もますます高まると考えられる。今後、一般市場に限らず、高齢者市場への商品開発には、高齢者の好みを把握し、使い勝手や使い心地に配慮した商品開発が必要となっている。

本研究では、高齢者の潜在的ニーズを把握し、QOLを向上させる食器を開発するために、今年度は、試作品の評価と改良、改良品の評価を実施し、企業と共同で製品化を行った。開発した製品については、ホームページを設置し紹介した。本研究により、既存の福祉食器に対する高齢者の課題や要望を把握でき、高齢者のニーズにマッチしたQOLを向上させる食器を開発することができた。

キーワード：高齢者、QOL、ユーザー調査、高齢者食、ユニバーサルデザイン

## 1. はじめに

内閣府の「高齢社会白書」<sup>1)</sup>では、2014年の日本の総人口は1億2千708万人で、その内65歳以上の高齢者人口は3千300万人で26.0%となっている。高齢者の人口及び総人口に占める割合も過去最高となっており、急速に高齢化率が高まっている。人口の減少とともに、市場全体も縮小する中で、今後は特に高齢者をターゲットとした高齢者市場が最も重要になると考えられている。病院等でも「加齢に抵抗する」から「上手に年を取る」という「アンチ・エイジング」から「ウェル・エイジング」の考え方へと展開しており、介護の現場でも、自宅介護が重視され、自宅での生活の質を向上させることが重要となっている。高齢者向けの生活用具も、「区別」から「配慮」への変化が必要と言われており、ユニバーサルデザインにおいても、ユーザビリティからユーザーエクスペリエンス・デザインへと発展し、使い易さに加え、満足、喜びを提供するデザインへと発展している。

しかしながら現状では、高齢者の潜在的なニーズは十分に把握されておらず、既存の介護食器を含む福祉食器は機能が優先されているため、一般の食器とは見た目も売場も「区別」され、高齢者の要望を満たすまでに至っていないと思われる。これらの現状を解決するためには、高齢者のニーズを把握し、使い勝手や使い心地に配慮したQOLを向上させる食器を開発することが求められている。

本研究では、①市販されている既存の福祉食器について、高齢者の被験者に使用してもらい、使用時の不満や課題、要望等を把握する。②評価結果をもとに試作品を製作し評価する。③試作品の評価と改良により食器を開発する。④開発品を企業と共同で製品化する。⑤開発した製品を紹介するホームページを制作し、店頭における試用評価を実施する。

これらのプロセスにより、高齢者のニーズを把握し、高齢者のQOLを向上させる自助食器を開発することを目的とした。



●素材・機能がことなる4種類の茶碗類

●素材・機能がことなる4種類の湯呑（コップ）類

●素材・機能がことなる4種類の鉢（ボール）類

図1 評価した既存の福祉食器

## 2. 方法

### 2.1 試作品の作製と評価

本年度は、昨年度、既存の福祉食器（図1）の評価結果をもとに製作した試作品について、高齢者を対象にアンケートによる評価を実施した。

昨年度の評価において、碗類、鉢類、湯呑類の3つのアイテムについての形状や素材、機能などへの回答結果をもとに、茶碗、ボウル、コップの3つのアイテムについて、試作品を製作した。また、高齢者からの鉢類についての回答の中で、同じような機能を持つ皿類も欲しいとの回答があったことから、試作品の製作過程で皿類の試作も追加し、4つのアイテムを試作した。

試作品のサイズについては、既存の福祉食器及び一般食器のサイズを計測し、開発するアイテムのサイズを決定した。鉢と皿のサイズについては、調査した既存の食器の寸法や、食器としての用途と使い勝手などを考慮し、ボウルが直径150mm、皿が直径210mmとした。また、すくいやすさを考慮し、生産時の製造工程において、成形可能な範囲でできるだけすくいやすい縁形状とした。茶碗のサイズは、(社)人間生活工学研究センターの「日本人の手の寸法データ2010」<sup>2)</sup>及び同所の「日本人の人体寸法データブック2004-

2006」<sup>3)</sup>をもとに、高齢者の手の寸法を検討し、直径115mm（従来の3.8寸碗と同等）とした。また、コップについては、首の可動に制限がある方や、誤嚥（食物等を誤って気道に飲込む）など嚥下に問題がある方を考慮し、首を傾けずに飲めるよう二重構造とした。

決定したサイズをもとに3DCADソフト（AppliCraft製 Rhinoceros）を用いて図面化し、当センター保有の3Dプリンタ（Z Corporation製 ZPrinter 310 Plus）で立体形状を作製し評価を行った。

評価の対象は、昨年度と同様に、長崎リハビリテーション病院の通所の高齢者の協力のもと食器の評価を実施した。評価者については、前回の高齢者の中から、継続して評価の実施が可能な、男女それぞれ2名の対象を抽出し評価を行った。評価方法については、SD（Semantic Differential）法を用いてアンケート形式の評価を実施した。

### 2.2 試作品（陶磁器製）の作製と評価

3Dプリンタで出力した試作品についての評価で得られた意見をもとに、サイズやフォルムなどのデータを改良した。改良したデータを用い4つのアイテムについて、試作のための石膏型を作製し、陶磁器製の改良品（図3）を製作した。今回は製作個数が少ないため、皿、ボウル、茶碗、コップの4つのアイテムは



●プリントした210mm皿

●プリントした150mmボール

●プリントした115mm茶碗

●プリントした二重構造コップ

図2 3Dプリンタで試作したアイテム



図3 改良した陶磁器製の試作食器

全て機械ロクロ成形で試作を行った。

改良した陶磁器製の試作品についても、同一の被験者に対して、改良後の使用感の比較を含め、サイズ、形状、機能などについての評価を行った。

### 2.3 製品化とホームページの作成

改良品の評価で得られた意見も踏まえ、市場導入を目標に、県内企業（波佐見焼の窯元及び商社）と共同で製品化を行った。

同時に、開発品を紹介するホームページを当センターのホームページの階層下に設置し、関係機関、協力機関等へのPRを実施した。

## 3. 結果と考察

### 3.1 試作品の作製と評価

試作した4つのアイテムについて、高齢者を対象にサイズなどを確認するため、実際に手にとってもらい、大きさ、持ちやすさ、フィット感などについてアンケー

ト評価を実施した。今回の試作品は、形状やフォルム、機能などについて評価するために製作したもので、石膏粉に樹脂を噴出し積層させた素材であるため、手触りや重量などについては、実際の食器と異なるものである。茶碗、コップについては、手のサイズを考慮しながら、大きさ、持ちやすさなどを回答してもらった。皿、ボウルについては、大きさ、持ちやすさなどに加え、スプーンを使用しすくいやすさを回答してもらった。また、コップについては、中に水を入れ、水が流れる角度についても検討した。飯碗についてもおかゆや汁碗としての対応も考慮し、すくいやすさについても検討した。

評価の結果、皿及びボウルについては、両者すくいやすい形状であるとの評価を得た。縁のそり返しやそれぞれの深さについても良好であったが、リムの形状については、幅や厚みなどについて改善点の指摘があった。茶碗については、径や深さについて良好な結果を得ることができ、持ちやすさについても良い評価を得た。また、内側の着色についても高評価であった。



図4 企業と製品化した食器(2タイプの柄)



図5 試作品の評価風景

コップについても、二重構造の機能や傾ける角度について良い評価を得た。

これらの評価をもとに、サイズや形状に改良を加えデータを修正し、試作のための石膏型を作製した。

### 3.2 試作品（陶磁器製）の作製と評価

3Dプリンタで出力した試作品についての評価で得られた意見をもとに、製作した陶磁器製の改良品を用い、改良点を中心にサイズ、形状、機能などについての評価を行った。

長崎リハビリテーション病院で月に一度開催されている給食会の場に食器を持ち込み、そこで調理された料理を盛り付け、実際に食事を取りながら評価を行った。今回の試作品は、実際の食器と同等の陶磁器製の試作品であったため、食器の重量も含めた、持ちやすさなどの機能や、食材を用いた、飲みやすさやすすきやすさなどの評価を行うことができた。皿やボウルについては、一般の食器よりも若干重く製作しているため、片麻痺などで片手のみで食事をする場合など、適度な食器の重量で片手でも食器が動きにくいとの評価を得た。ただし、持ち運びなどを考慮し最終的な重量については検討が必要だとの意見も得た。茶碗については、米粒などの内容物が見やすいように内側に着色を施したが、被験者からも最後まで残さず食べやすいとの評価を得た。コップについては、二重構造で首を傾けなくても水などが飲める機能について、高い評価を得たが、麻痺や把持力の低下がある被験者からは、磁器の表面が滑りやすいため、滑り止めなどの落とさないための配慮が必要との意見を得た。また、口当たりについても改善の指摘があった。



図6 最終製品の評価風景

### 3.3 製品化とホームページの作成

県内企業（波佐見焼の窯元及び商社）と共同で製品化を行った開発品については、改良品を製作した石膏型や機械ロクロ用のへうについて形状などの修正を加え、価格なども想定した絵柄の検討も行い、絵付を施した最終型の製品（図4）を製作した。また、当センターのホームページの階層下に「高齢者に配慮した食器」のページを設置し、協力を得た長崎リハビリテーション病院や福祉用具販売店をはじめ、協力機関、関係機関などへ開発品を紹介した。

## まとめ

今回の研究開発のまとめとして、以下の3点の成果を得られた。

1. 今回調査した鉢類、碗類、湯呑類の3つのアイテムの既存の福祉食器について、高齢者の要望、改善点などを把握することができた。
2. 調査の結果、鉢類、碗類、湯呑類に、アイテムとして皿を追加し、個々の形状や付加機能を検討した結果、高齢者のQOL向上させる一般食器に近いしつらえの食器を開発できた。

3. 企業と共同で高齢者向けの食器を製品化することができ、開発した製品を紹介するホームページを開設し検討した。

今後は商品化を図り、販売を担う企業（波佐見焼の商社）や福祉用具販売店のホームページ上で商品に対する意見などを集約し、商品の改善や更なる情報発信に繋げる予定である。開発品についても、現在、福祉用具販売店の店頭での試用評価を実施しており、来店する利用者や店舗従業員などから開発品に対する意見を集約している。

また、今年度より開始した研究テーマにおいて、引き続き、高齢者向け食器についても新たなアイテムの開発を通し、高齢者への配慮点、開発のノウハウ等を整理し、今後重要となる高齢者市場へ向けた商品開発の強化を図る。

### 参考文献等

- 1) 平成27年版 高齢社会白書. 内閣府, 2015
- 2) 日本人の手の寸法データ2010, 社団法人 人間生活工学研究センター, 2010
- 3) 日本人の人体寸法データブック2004~2006, 社団法人 人間生活工学研究センター, 2011

### 謝 辞

本研究を実施するにあたりご支援、ご協力をいただいた長崎リハビリテーション病院の淡野先生、人間生活工学研究センターの畠中様他、長崎県すこやか長寿財団の関係課職員の皆様、調査に協力して下さった高齢者の皆様、並びに関係者の皆様に厚く感謝いたします。



図7 開発品を紹介するホームページの画像

# ジオポリマーコンクリート製造技術の開発

環境・機能材料科 山口典男, 永石雅基, 木須一正

## 要 約

火力発電所から排出されるフライアッシュ(FA)と都市ごみ溶融スラグ(スラグ)を原料とし、ジオポリマー(GP)コンクリートの作製条件を検討した。圧縮強度と流動性を示すスランプ特性により最適な配合組成を決定した。単位水量が $190\text{kg}/\text{m}^3$ 、硬化液/(FA+スラグ)が0.7、スラグ/(FA+スラグ)が25%の条件で作製した試料の圧縮強度は $26.7\text{MPa}$ 、スランプは16cmであった。GPコンクリートの特長としてセメントコンクリートよりも塩酸に対する耐久性が著しく高いことを確認した。また、工場において鉄筋・無筋GPコンクリートを試作し、強度不足などの課題があったが、形状を維持した試作品を得ることができた。

キーワード：ジオポリマーコンクリート、フライアッシュ、スラグ、圧縮強度、スランプ、耐久性

## 1. はじめに

長崎県内においては、火力発電所から石炭灰(フライアッシュ)が、また各自治体などからは都市ごみ溶融スラグが排出されている。これら無機廃棄物を資源として有効利用することへの期待は大きいが、利活用がほとんど進んでいないのが現状である。

一方、ジオポリマー技術は、無機粉末を $100^\circ\text{C}$ 以下の低温で固化する技術であり、セメントの代替技術として注目され始めている。ジオポリマーは、水ガラス水溶液を主成分とする専用の硬化液を用い、粉末から溶出するイオンを架橋イオンとしケイ酸イオンの縮重合反応で硬化すると考えられている<sup>1)</sup>。このように、セメントを使用しない硬化法であることから、二酸化炭素の排出もセメントに対し、最大80%削減できるとの試算もある<sup>2)</sup>。筆者らはこれまでフライアッシュや都市ごみ溶融スラグを対象にジオポリマー技術の適用について検討し、フライアッシュ等の無機廃棄物の有効利用が可能であることを示してきた<sup>3)</sup>。そこで、本研究では廃棄物の地産地消をコンセプトとし、県内で発生するフライアッシュおよび都市ごみ溶融スラグ

を用いたジオポリマーコンクリートの製造条件を選定し、得られる硬化体の特性を評価した。また、コンクリート2次製品製造工場にてジオポリマーコンクリートを試作し課題等を抽出した。

## 2. 実験方法

### 2.1 ジオポリマーコンクリートの作製

長崎県内で発生するフライアッシュ(Ⅱ種; JIS A6201)と佐世保市の都市ごみ溶融スラグ(以下、スラグ)を原料として用い、ジオポリマーコンクリート(以下、GPコンクリート)を作製した。スラグは、ポットミルにて粉砕し $63\ \mu\text{m}$ 以下に分級した粉を用いた。フライアッシュおよびスラグの化学組成を表1に、粒度分布を図1にそれぞれ示す。また、コンクリートの骨材となる砂および砂利の粒径分布を図2に示す。硬化液は、1号水ガラスを原料とした希釈水ガラスと、 $10\text{N-NaOH}$ 水溶液を3:1の体積比で混合したものを使用した。なお、希釈水ガラスは、1号水ガラスと水を1:1.13の重量比で混合・溶解したものとした。

まず、粉体としてフライアッシュのみを用いた配合

表1 粉体原料の化学組成

	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	TiO <sub>2</sub>	SO <sub>3</sub>
フライアッシュ	59.49	24.82	5.73	1.31	0.47	1.61	4.28	0.45	1.08	0.26
都市ごみスラグ	38.30	16.05	28.63	2.79	3.19	1.48	2.74	2.18	1.89	1.06

(wt%)

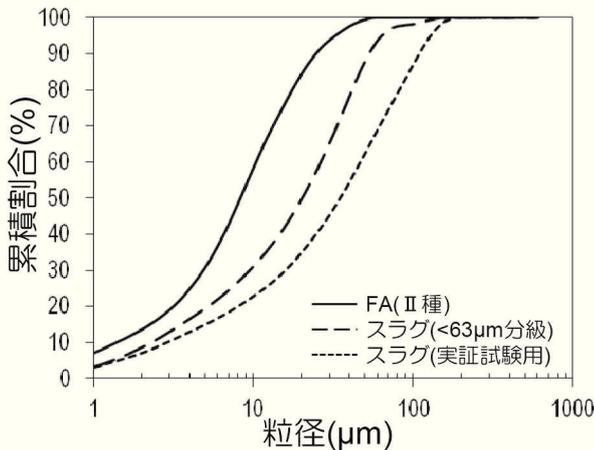


図1 各粉体の累積粒径分布

試験を行なった。硬化液・粉体・骨材を表2に示す組成で配合した。作製手順は図3に示すように、フライアッシュと砂を乾式混合し、そこに硬化液を投入しモルタルミキサーにて混練した。得られたモルタルをプラスチック製容器に移し、砂利を投入して鍬で均一となるまで混練しコンクリートを調製した。混練物をスランプ試験の型枠に突き棒で充填しスランプ試験を実施した。コーンを引き抜いた後、ゆっくりと変形するものについては、動きが止まった高さをスランプ値として読み取った。次に、スランプ試験後の混練物をφ100×高さ200mmのプラスチック型枠に充填し、圧縮試験片を作製した。充填した型枠ごと恒温恒湿器に入れ、温度80℃、相対湿度80%で24h養生した。養生後型枠から取り出した試験片は約7day室内に放置した後、圧縮試験を行なった。なお、条件ごとに3本ずつ圧縮強度を測定した。

次に、上記の試験で選定した配合組成(単位水量190kg/m<sup>3</sup>、硬化液/粉末比0.70)を基に、フライアッシュの一部をスラグ粉末に置き換え同様の試験を実施した(表3)。スラグの置換量を0~75wt%とした。スラグを含む試験片の強度試験には、硬化体の上下にアンボンキャッピングをはめ、上下の平坦性ができるだけ確保される条件で実施した。

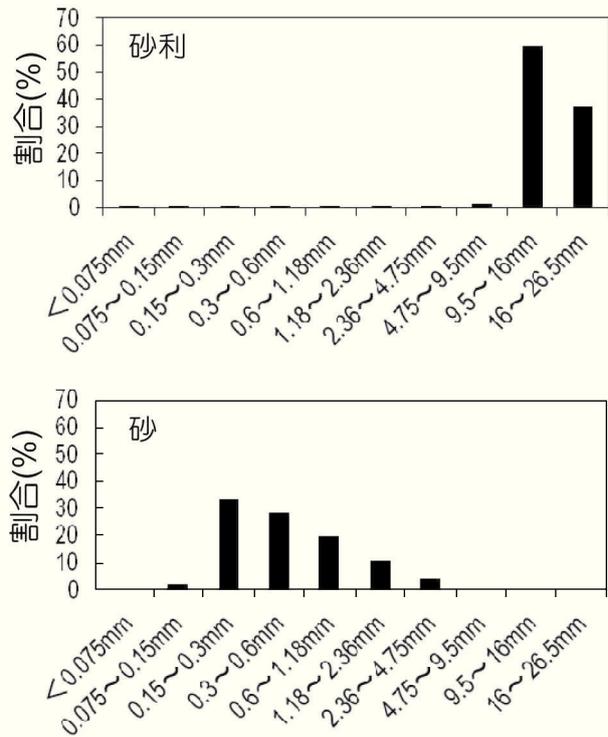


図2 骨材(砂利・砂)の粒度分布

表2 フライアッシュ系ジオポリマー配合組成

単位水量 (kg/m <sup>3</sup> )	秤量重量(kg)				
	Liq.	硬化液	FA	細骨材	粗骨材
150	0.90	1.203	1.335	7.171	8.761
170	0.60	1.360	2.274	6.532	7.982
170	0.70	1.362	1.941	6.701	8.191
170	0.90	1.362	1.512	6.931	8.474
180	0.60	1.444	2.405	6.381	7.802
180	0.70	1.443	2.061	6.560	8.019
180	0.80	1.442	1.800	6.701	8.190
190	0.50	1.521	3.041	5.970	7.290
190	0.60	1.524	2.533	6.240	7.622
190	0.70	1.521	2.173	6.433	7.858
190	0.90	1.521	1.692	6.690	8.172
200	0.60	1.601	2.670	6.091	7.454

※ Liq.:硬化液, FA;フライアッシュ

表3 フライアッシュ-スラグ系ジオポリマー配合組成

単位水量 (kg/m <sup>3</sup> )	Liq. (FA+SLG)	SLG (FA+SLG)	秤量重量(kg)				
			硬化液	FA	スラグ	細骨材	粗骨材
190	0.70	0.00	1.520	2.172	0.000	6.518	7.966
190	0.70	0.25	1.521	1.629	0.543	6.560	8.015
190	0.70	0.50	1.520	1.088	1.086	6.599	8.065
190	0.70	0.75	1.524	0.543	1.629	6.641	8.115

※ Liq.: 硬化液, FA; フライアッシュ, SLG; スラグ

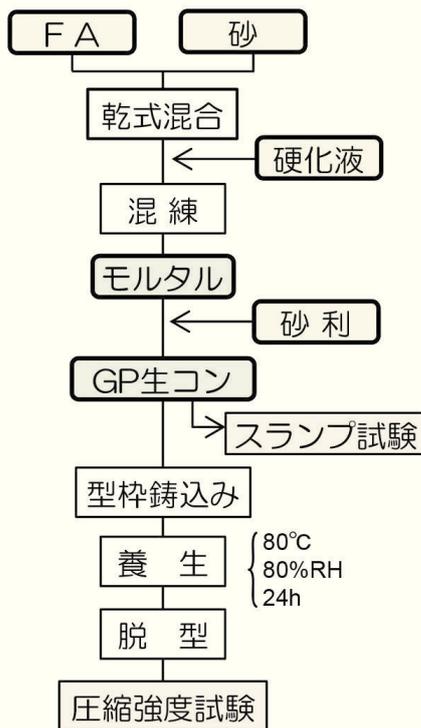


図3 作製フロー

## 2.2 耐久性評価

耐久性試験は、1)乾燥収縮、2)中性化、3)アルカリ骨材、4)耐酸性、5)凍結融解、6)耐熱性の各試験を実施した。比較として、60°C、90%RH、24h養生したセメントコンクリートについても試験を実施した。また、以下の説明において、GPコンクリート試験体はスラグの置換量により表示する。すなわち、フライアッシュのみを用いた試験片を「SLG0%」、スラグを25%使用したものを「SLG25%」と表示する。

1)乾燥収縮：100×100×400mmの試験片を相対湿度約60%のデシケータ内に設置し、室温にて放置した。定期的に取り出し、コンパレータ(西日本試験機製)にて長さを計測した。また、併せて重量変化も測定した。

2)中性化：約100×100×100mmの試験片において、

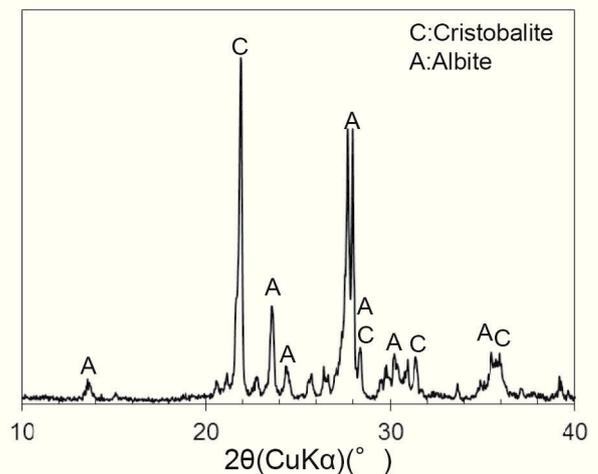


図4 アルカリ骨材試験で使用した砂利のXRDパターン

4面をアルミテープにてマスキングし、炭酸ガスが触れる面を向かい合う2面だけとした。そのサンプルをアクリルボックス内に設置し、そこに5%-CO<sub>2</sub>を流量50ml/minで導入した。CO<sub>2</sub>に所定日数さらした試料は、中性化を行なった面に垂直に切断し、その面にフェノールフタレインを霧吹きにて塗布し変色を確認した。

3)アルカリ骨材：クリストバライトを含む骨材(図4)を用い、各サンプルを作製した。反応を促進させる目的でサンプルを60°C、相対湿度90%の恒温恒湿器に設置した。長さ変化はサンプルを取り出し、室温まで冷却した後コンパレータにて計測した。

4)耐酸性：φ100×高さ200mmの円筒形のサンプルを高さが半分となるように切断し用いた。各サンプルを5%塩酸3Lに浸漬し、所定日数後に取り出し、サンプル重量を測定した。なお、サンプルを塩酸に浸漬する前、サンプル内部への塩酸の吸収を抑制するためにサンプルに水を十分に含ませてから使用した。

5)凍結融解：φ100×高さ200mmの円筒形のサンプルを-40°Cに設定した冷凍機に入れ、ダミー試料の内部温度が-20°C以下になった時点で取り出し室温に放置した。作製したサンプルをそのまま冷凍機に投入

する条件A以外に、サンプルを含水させた後にポリ袋に入れ、凍結融解時に水の蒸発を防いだ条件Bの2通りの方法で実施した。なお、凍結と融解の繰り返しを最大20回とし、その後圧縮強度試験を行なった。

6)耐熱性：φ100×高さ200mmのサンプルを電気炉に入れ、昇温速度100℃/hで加熱し、所定温度で5h保持した後炉内徐冷した。冷却後圧縮強度試験を行なった。

### 2.3 ジオポリマーコンクリートの試作

実験室で選定した配合条件を基に、コンクリート2次製品製造工場にて、実際の製造設備を利用して鉄筋および無筋GPコンクリートを試作した(図5)。試作品は、長さ600mmのU型側溝(鉄筋)、長さ600mmの境界ブロック(無筋)である。なお、実証試験で用いたスラグは、図1に示した粒径分布をもつ粉体を使用した。試作したU型側溝および境界ブロックを用い、曲げ試験を行なった(図6)。

## 3. 結果および考察

### 3.1 ジオポリマーコンクリートの作製条件

粉体にフライアッシュのみを用いた配合におけるスランプの値を表4に示す。図7に示すように単位水量が増えるにしたがいスランプが大きく流動性が高くなる傾向があるが、同じ単位水量において、硬化液/FAの比率を高くしてもスランプはあまり改善されなかった。スランプを15cm以上とした場合、単位水量が180kg/m<sup>3</sup>以上のとき、硬化液/FA比は0.6~0.7付近が適当であることが分かった。次に、各配合における圧縮強度を表5に示す。また、代表的な硬化体とその圧縮試験後の様子を図8に示す。硬化液/FAが0.9と高い場合には、圧縮強度はあまり高くなり、0.6~0.7程度で比較的強度が高くなる傾向が見られた。スランプと圧縮強度の結果から、粉体にフライアッシュのみ

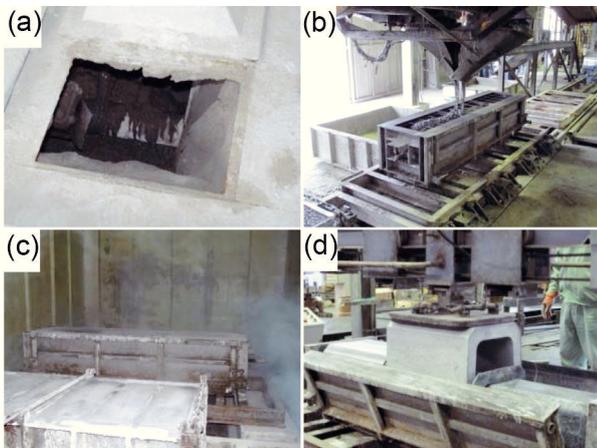


図5 工場での試作風景  
(a)混練 (b)鑄込み (c)養生 (d)脱型

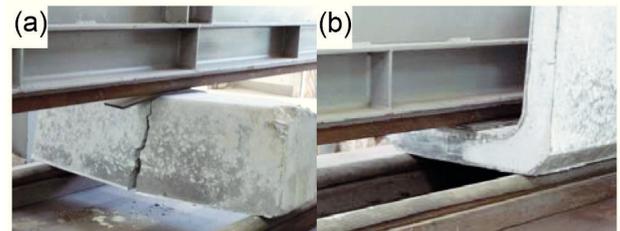


図6 試作品の曲げ試験風景  
(a)境界ブロック (b)U型側溝

表4 フライアッシュ系ジオポリマーのスランプ (cm)

単位水量 (kg/m <sup>3</sup> )	Liq./FA				
	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
150	—	—	—	—	0.0
170	—	3.5	6.5	—	5.0
180	—	13.0	17.0	8.0	—
190	×	18.5	21.0	—	17.0
200	—	21.0	—	—	—

×：型枠から抜けなかったため測定不能。  
—：未実施



図7 フライアッシュ系ジオポリマーのスランプ試験後の様子。(硬化液/FA=0.7)



図8 フライアッシュ系ジオポリマーコンクリート(左)と圧縮試験後(右)の様子の一例  
配合組成：単位水量=190kg/m<sup>3</sup>, 硬化液/FA=0.7

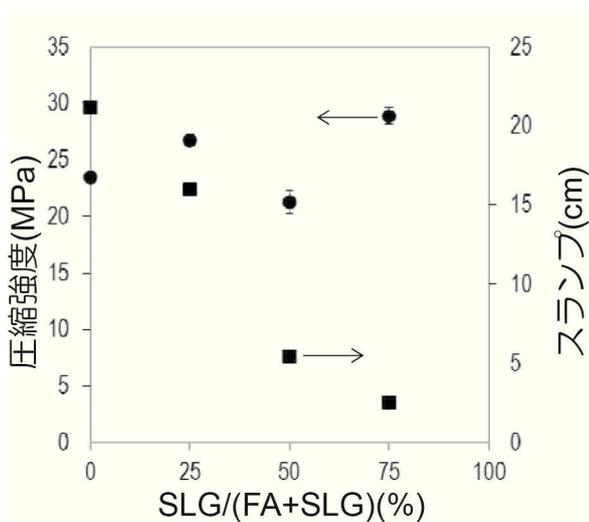


図9 フライアッシュ-スラグ系ジオポリマーの圧縮強度とスランブ特性

を用いた系の最適な配合は、単位水量190kg/m<sup>3</sup>、硬化液/FA0.7の配合であると判断した。

最適と判断した配合において、フライアッシュの一部をスラグ粉末で置き換えたサンプルのスランブとその硬化体の圧縮強度を図9に示す。スラグの配合が増えるにしたがいスランブは著しく低下し流動性の低下が確認された。また、スラグ置換率50%において圧縮強度が低下する原因は不明であるが、スラグの配合量の増加に伴い圧縮強度は概ね高くなる傾向であった。スランブと圧縮強度の結果から、フライアッシュのスラグ粉末による置換は最大で25%と判断した。

### 3.2 ジオポリマーコンクリートの特性評価

1) 乾燥収縮：各試験体の長さ変化率と重量変化を図10と図11にそれぞれ示す。セメントコンクリートに比べ、GPコンクリートはどの配合においても収縮しにくいことが分かった。一方、重量変化に関しては、

表5 フライアッシュ系ジオポリマーの圧縮強度

単位水量 (kg/m <sup>3</sup> )	Liq./FA				
	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
150	—	—	—	—	12.4
170	—	17.8	18.3	—	13.2
180	—	18.3	16.5	15.6	—
190	13.8	18.3	18.8	—	15.4
200	—	18.6	—	—	—

—：未実施

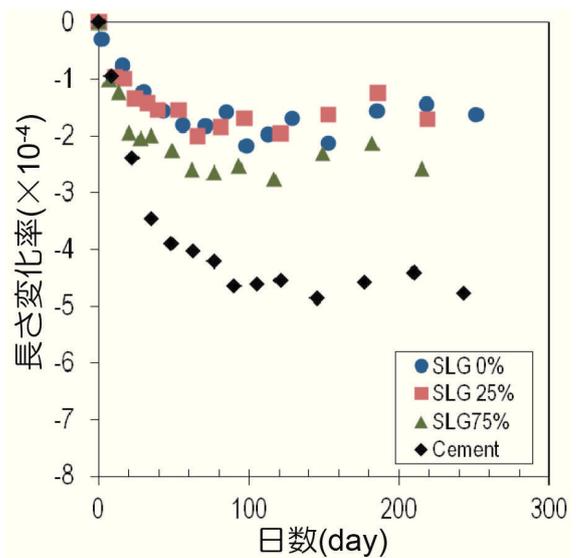


図10 各試料の長さ変化率

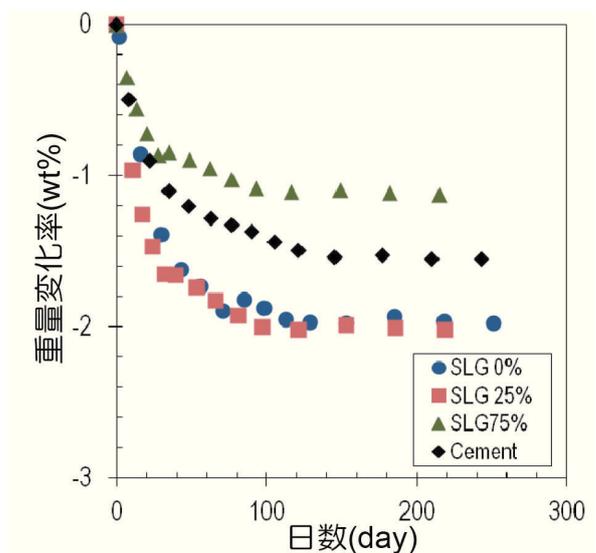


図11 各試料の重量変化率

SLG0%, SLG25%の試験体は重量減少がセメントコンクリートよりも大きくなった。ジオポリマーはシリケートイオンの脱水を伴う重縮合反応により硬化する

ため、脱水した水分が蒸散したためと推察された。そこで、重量変化に対する長さ変化率を図12に示す。スラグの配合が少ないグループ(SLG0%、SLG25%)と、スラグの配合量が多いもの(SLG75%)では傾向が異なり、SLG75%はセメントと類似の傾向を示した。フライアッシュのCaOは約6%と少ないのに対しスラグは約29%と多く、スラグを多く配合した供試体はセメントと類似の反応も起きている可能性が示唆された。

2)中性化：スラグ配合量の少ないジオポリマーにおいては、フェノールフタレインの塗布後、時間の経過とともに変色した部分と変色しない部分の境界が曖昧になる傾向が見受けられた。そのため、フェノールフタレイン塗布直後の状態で中性化領域を判断した。中性化2週後のサンプルの変色状態を図13に示す。写真の左右方向が、CO<sub>2</sub>との接触面である。セメントコンクリートでは、全体が赤に変色し中性化領域はほとんどわからない。一方、GPコンクリートでは、変色していない領域が明らかに確認され中性化が進行した。中性化深さの経時変化を図14に示す。セメントコンクリートは36週後でも約10mmまでしか中性化していないが、SLG0%では、26週で既に50mmまで達しており、サンプルの中心部まで中性化が進行した。また、スラグの配合量が多くなることで、中性化速度が遅くなる傾向が確認された。このようにGPコンクリートはセメントコンクリートよりも中性化しやすい傾向があり、鉄筋使用の際には注意が必要であると考えられる。

3)アルカリ骨材：60℃での加温日数に対する長さ変化率を図15に示す。セメントコンクリート、GPコンクリートともに収縮する傾向が確認された。項目1)の乾燥収縮とサンプルの保管状態が異なるため明確な判断はできないが、GPコンクリート(SLG25%)の場合、乾燥による長さ変化率は約 $-1.5 \times 10^{-4}$ であり、アルカリ骨材反応の条件下でも約 $-1 \times 10^{-4}$ と同程度である。一方、セメントでは、乾燥での長さ変化率が $-4.5 \times 10^{-4}$ であるのに対し、アルカリ骨材反応の条件下では、約 $-2.5 \times 10^{-4}$ とわずかではあるが乾燥条件よりも膨張傾向にあることが確認された。

4)耐酸性：5%塩酸に浸漬した際の重量変化を図16に示す。また、浸漬141日後のサンプルの外観を図17に示す。セメントコンクリートが浸漬直後から急激に重量減少を示しており、70日後で30%近い重量減少が確認され、骨材がむき出しの状態となった。なお、70日後と141日後の重量減少がほぼ同じであった理由

として、塩酸水溶液を交換することなく浸漬し続けたためであると考えられた。一方、GPコンクリートにおいては、141日後でも重量減少は約3%程度であり、形状もそのまま維持していた。また、141日後の塩酸水溶液のpHは、セメントコンクリートでは2.1であったのに対し、GPコンクリートでは0.6と低いpHを維持していた。このように、GPコンクリートは厳しい条件が維持された条件であってもセメントコンクリートよりも著しく高い耐久性を示すことが明らかとなった。

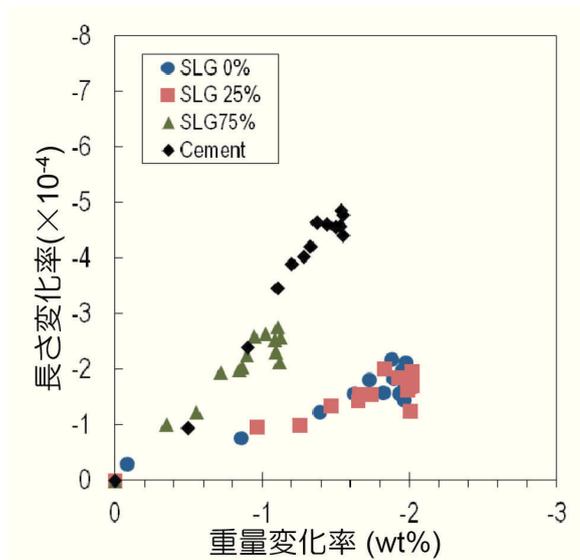


図12 重量変化率と長さ変化率の関係

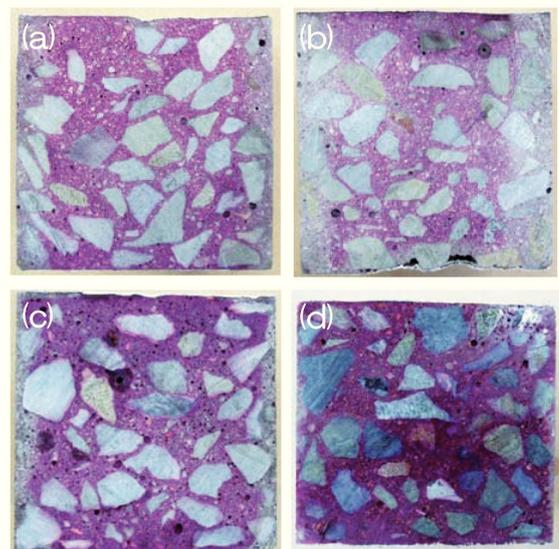


図13 中性化2週間後のフェノールフタレインによる変色の様子  
(a)SLG0% (b)SLG25%  
(c)SLG75% (d)セメント

5)凍結融解：凍結融解試験前後の圧縮強度を表6に示す。条件Aでは、作製したサンプルをそのままの状態ですべて凍結融解試験に使用した。一方、条件Bでは、作製したサンプルを水に浸漬し水分を含ませ、さらに凍結時の水の昇華による乾燥を防ぐためにビニール袋にサンプルを入れて凍結融解試験に使用した。SLG25%のサンプルにおいて、条件A,Bともにわずかな強度低下が確認されたが、GPコンクリートは凍結融解前の強度と概ね同じであった。一方、セメントコンクリートでは、条件A,Bともに凍結融解前の強度よりも低下しており、最大35%の強度低下が確認された。このようにGPコンクリートは凍結融解に対する耐久性が高いと考えられた。

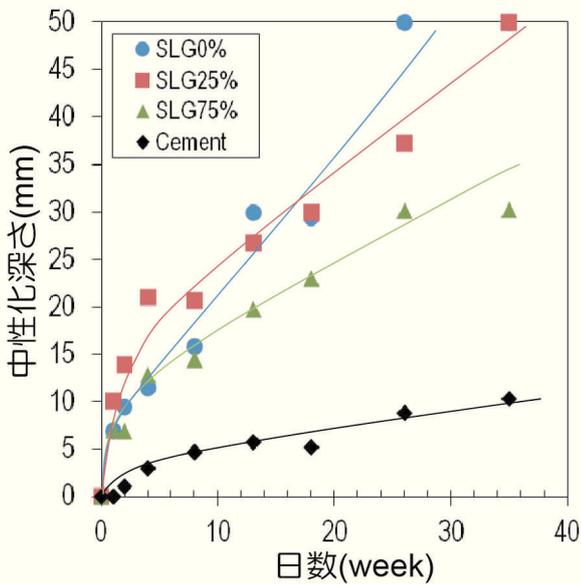


図14 中性化深さの経時変化

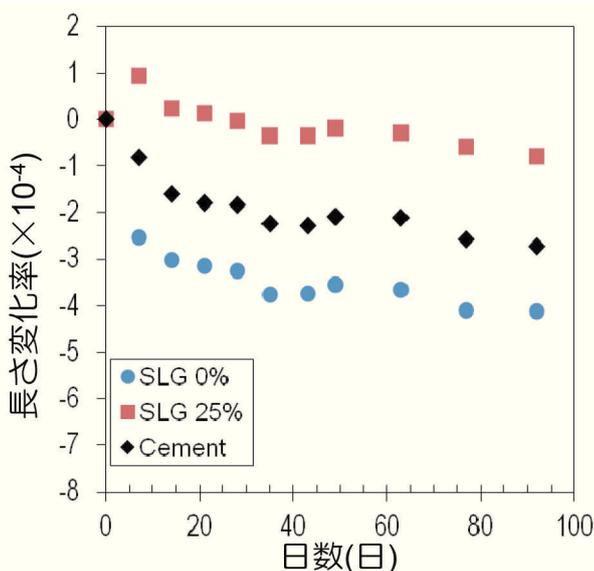


図15 アルカリ骨材反応における試料の長さ変化率

6)耐熱性：各温度で焼成したサンプルの圧縮強度を図18に示す。セメントコンクリートは、500℃の焼成で強度が約11MPaまで下がるが、GPコンクリートは約17MPaあり、強度の低下が緩やかであった。さらに1000℃まで加熱すると両者ともに2~3MPaまで強度は低下した。このように、1000℃付近の高温においては優位な差は確認できなかったが、セメントの水和物が分解する500℃付近では、GPコンクリートが有利である可能性が示唆された。

### 3.3 ジオポリマーコンクリートの試作

試作したU型側溝(鉄筋)と境界ブロック(無筋)を図19に示す。両試作品ともに脱型・運搬などの作業において、自重による破損等は起きなかった。しかしながら、それぞれの曲げ試験(表7)において、基準となる破壊荷重よりも低い値で破壊した。この原因として原料として用いた砂に水分が約3.4%含まれており、硬化液の濃度が希釈されたためと推測された。そこで、実験室において、砂の含水率を変え試験片を作製し、

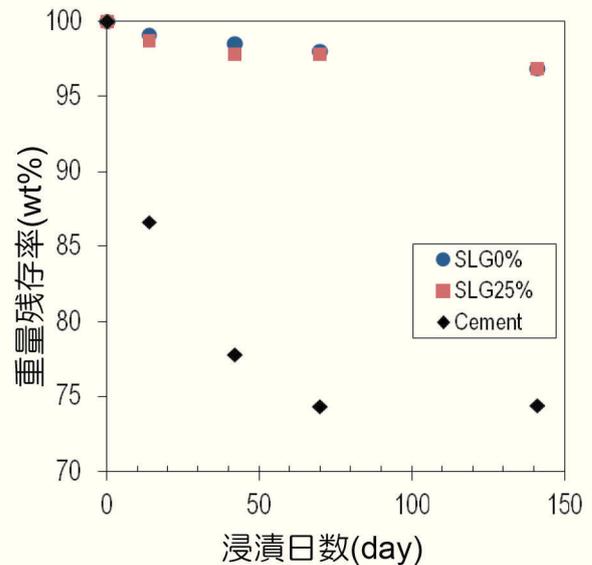


図16 5%塩酸に浸漬した際の重量残存率

表6 凍結融解試験前後での圧縮強度

		(MPa)			
		SLG 0%	SLG 25%	セメント	
凍結融解前		23.4	26.7	24.2	
凍結融解後	条件A	10回	25.3	23.5	17.7
		20回	25.7	24.8	15.9
	条件B	20回	24.5	23.3	18.6

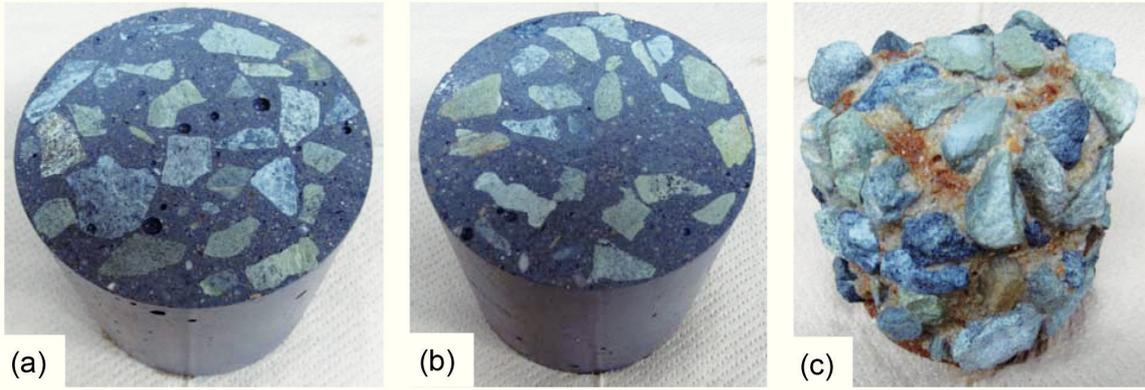


図17 5%塩酸に141日浸漬後の試験体の外観 (a) SLG 0% (b) SLG 25% (c) セメント

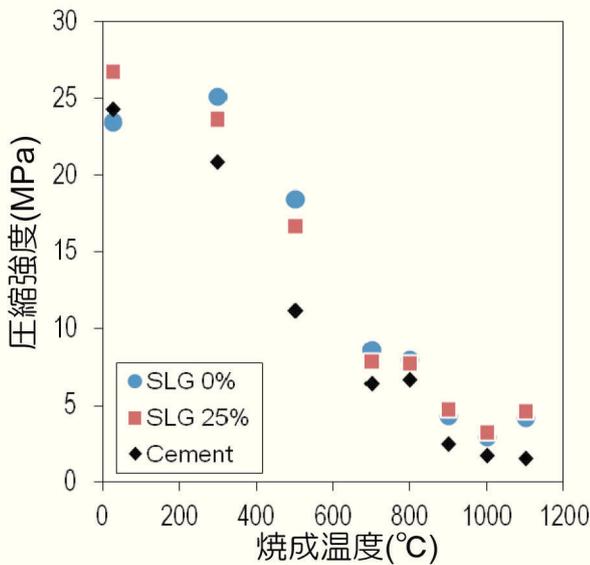


図18 熱処理後の圧縮強度

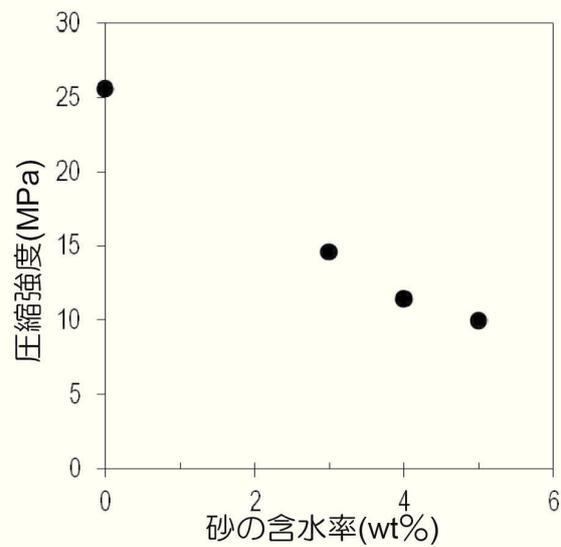


図20 砂の含水率と圧縮強度の関係

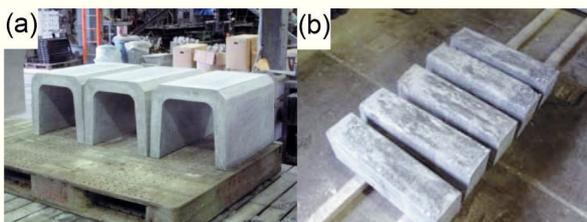


図19 ジオポリマーコンクリート試作品  
(a) U型側溝 (b)境界ブロック

表7 試作品の曲げ強度

試験体	破壊荷重 (kN)	基準
境界ブロック (無筋)	10.4	23kNでクラック無し
U型側溝 (有筋)	11.3	17kN以上

圧縮強度を測定した(図20)。砂の含水率が高くなるにつれ、圧縮強度は直線的に低下し、約4%の時には、含水率が0%の半分以下の強度である約10MPaまで低

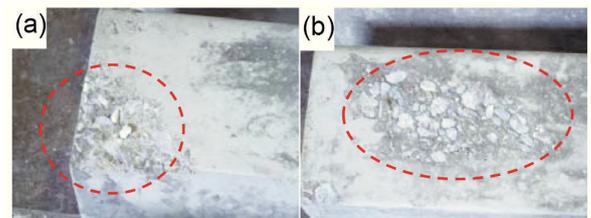


図21 試作品の欠点の例  
(a) 欠け (b)剥離

下した。このように、砂の含水率を考慮した硬化液濃度の最適化が必要であることが分かった。また、試作品の表面には、剥離や欠けが確認された(図21)。このような欠点が発生した部分は、GPコンクリート混練物を型枠に casting する際に、混練物が型枠に直接ぶつかり衝撃を与える部分に集中していた。このことから、事前に塗布していた離型剤が混練物の接触により剥ぎ取られ、離型剤としての機能が失われたためであると考えられた。このような欠点は、離型剤の塗布の仕方や

乾燥方法、鑄込む方法の最適化を行なうことで解決できると考えられた。

#### 4. まとめ

長崎県内で発生するフライアッシュ、都市ごみ溶融スラグを用い、GPコンクリートの作製条件や特徴について評価し、コンクリート2次製品工場にて試作を行ない、以下のことが明らかとなった。

- 1) フライアッシュと都市ごみ溶融スラグ粉末の両方を利用したGPコンクリートの最適配合は、単位水量 $190\text{kg/m}^3$ 、硬化液/粉末が0.7、スラグの置換率25wt%であり、スランプ16cm、圧縮強度約27MPaとなった。
- 2) GPコンクリートの最大の特長として、セメントコンクリートよりも塩酸に対する耐久性が著しく高いことが確認された。乾燥収縮はセメントよりも小さく良好であった。また、凍結融解による強度

低下もGPコンクリートはセメントコンクリートよりも少ないことが確認された。

- 3) コンクリート2次製品工場にて、鉄筋および無筋のGPコンクリートの試作を行ない、強度低下などの課題が確認されたものの形状を維持した試作品を得ることができた。

#### 文 献

- 1) 池田攻、ジオポリマーバインダーによる鉱物質粉体の常温固化と材料化、資源と素材、114、497-500(1998).
- 2) 相原直樹、辻村太郎、上原元樹、土屋広志、鉄道用材料のLCAによる環境評価、鉄道総研報告、23(6)、5-10(2009).
- 3) 永石雅基、山口典男、木須一正、池田攻、中邑義則、低温反応プロセスを用いた無機廃棄物からの機能性材料の開発、長崎県窯業技術センター研究報告、58、1-6(2010).

# 環境機能材料のものづくり高度化支援プロセスの開発

環境・機能材料科 狩野伸自・永石雅基  
木須一正・増元秀子

## 要 約

吸着、触媒、抗菌などの機能性を持つ材料を利用して、各種多孔体の製造方法を検討した。材料が持つ機能性を損なわないようにするための、低温成形技術について検討を行った。骨材となる種々のアルミナ粉末と機能性材料等を混合し、熱処理して多孔体を作製した。この他、押出成形体や泡状多孔体等の作製方法も検討し、種々の多孔体を作製した。

キーワード：多孔体 機能性材料、押出成形、鋳込成形、過熱水蒸気

## 1. はじめに

当センターには、県内企業等よりさまざまな機能性材料を用いた製品開発の相談が多く寄せられている。その際、持ち込まれた機能性材料に応じた加工方法により、製品試作の支援を行ってきた。しかしながら、それぞれの機能性材料にあったものづくりプロセスが十分に活かされていないため、製品化に至る例は少なかった。一般に、機能性材料の能力は、加工される過程において、損なわれることが多い。材料設計やものづくりの要素技術<sup>1)</sup>は多く研究されているが、これらの要素技術を、適正に組み合わせた一連のものづくりプロセスとして整備されていない状況である。したがって、本研究では、材料から製品化に至るものづくりプロセスを開発<sup>2)</sup>し、県内企業等への製品開発および新事業の創出を進めるため、機能性材料の低温成形について検討を行った。

## 2. 実験方法

### 2-1 原材料

各種アルミナ多孔体の作製にあたり、骨材としての原材料に、99.7%以上の純度を有したアルミナ粉末(不二製作所製：フジランダム WA-36, WA-120, WA-3000)

を選定した。結合剤としては、日硝マテリアル製 N ガラス粉末を用いた。可塑性原料としては、ユケン工業製 セラランダーYB-80W-2 や旭化成ケミカルズ製 セオラス FD-301、ニュージーランドカオリンを用いた。機能性材料として、シリカ表面に酸化チタンを被覆した粉末(以後、機能性素材)を用いた。

### 2-2 粒子径の異なるアルミナを用いた成形体の作製

フジランダム(WA-36：425 μm~500 μm, WA-120：90 μm~106 μm, WA-3000：4 μm)と結合剤のNガラス粉末及び可塑性原料のセラランダーやセオラスを所定量混合した。表1に白色成形体作製のための配合を示す。各粉末を混合後、蒸留水を添加し、スラリー状態にした後、50 mm角のバランスディッシュにスラリーを流し込んだ。その後、乾燥機中75℃、60 min 乾燥した。得られた試料は電気炉に入れ、750℃、10 min 酸化焼成を行った。

表1 粒子径の異なるアルミナを用いた配合

試料	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (g)	ガラス (g)	セオラス (g)	蒸留水 (ml)
WA-36	90	10	0.5	20
WA-120	60	40	0.5	30
WA-3000	45	55	0.5	35

### 2-3 押出成形機を利用した成形体の作製

機能性素材と結合剤の N ガラス粉末および可塑性原料として、ニュージーランドカオリン粉末を所定量混合した。その後、蒸留水を添加して混練し、押出成形用の試料を得た。表 2 に成形体作製のための配合を示す。試料は、押出成形機 (imperica SP-150) のローラー部分に入れて、シート状の試料を作製した。得られたシート状の試料は、カット幅を調整して 2 mm、5 mm 幅とした。調製した試料は、乾燥機中 50 °C、24 hr 乾燥後、電気炉にて 750 °C、10 min 酸化焼成を行った。

表 2 押出成形用試料の配合

試料	機能性素材 (g)	ガラス (g)	NZカオリン (g)	蒸留水 (ml)
No1	45	55	10	30
No2	45	55	20	30
No3	45	55	30	40

### 2-4 鋳込成形法による泡状多孔体の作製

機能性素材と結合剤の N ガラス粉末および可塑性原料としてニュージーランドカオリン粉末を混合し、その後、寒天を添加した。さらに、蒸留水を添加し、80 °C、5 min 湯煎し、起泡剤 (エヌエムビー製: ファインフォーム707) や分散剤 (日本製紙製: パルブ KCフロック) を添加して、試料が泡立つまで、ハンドミキサーで混合した。混合した試料は、プラスチック製の型に流し込み、室温で 48 hr 乾燥した。乾燥した試料は、電気炉にて 750 °C、10 min 酸化焼成を行った。表 3 に鋳込成形用試料の配合を示す。

### 2-5 過熱水蒸気処理による針状結晶を有した試料の作製

機能性素材と普通ポルトランドセメント粉末 (太平洋セメント製) を所定量混合した後、起泡剤と蒸留水を添加してハンドミキサーで混合し、スラリー状の試料

を得た。その試料を、50 mm 角バランスディッシュ内に流し込み、室温で 24 hr 乾燥した。その後得られた試料 2.5 g を、50 ml のガラス容器に移し替え、テフロン製容器に蒸留水が 30 ml 入った容器内に置いた。その後、鉄製容器に入れた状態で乾燥機に入れて 200 °C、5 hr、24 hr、48 hr 熱処理を行った。表 4 に過熱水蒸気処理試料の配合等を示す。

### 2-6 成形体の特性評価

2-2 と 2-5 で作製した試料の破断面の微細構造は、走査型電子顕微鏡 (日本電子製: JSM-6300F) で観察した。また、2-2 で作製した試料の細孔径分布を確認するため、全自動細孔径分布測定装置 (ユアサイオニクス製: PoreMaster-60GT) で測定した。2-5 で作製した試料の結晶相を確認するため、X 線回折装置 (PANalytical 製: Empyrean) で測定を行った。

## 3. 結果及び考察

### 3-1 粒子径の異なるアルミナを利用して作製した成形体

表 1 の配合で作製した各種成形体を図 1 に示す。すべての試料において、大きなクラックもなく、白色の

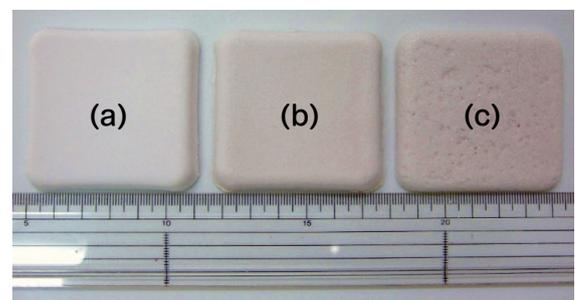


図 1 粒子径の異なるアルミナを利用して作製した試料  
(a) 4  $\mu\text{m}$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  (b) 90~106  $\mu\text{m}$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$   
(c) 425~500  $\mu\text{m}$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$

表 3 鋳込成形用試料の配合

試料	機能性素材 (g)	ガラス (g)	NZカオリン (g)	起泡剤 (g)	寒天 (g)	分散剤 (g)	蒸留水 (ml)
No1	22.5	27.5	15	0.77	0.5	-	30
No2	22.5	27.5	15	0.77	0.5	-	30
No3	22.5	27.5	15	0.77	0.5	0.24	40

表 4 過熱水蒸気処理用試料の配合等

試料	機能性素材 (g)	普通ポルトランドセメント (g)	起泡剤 (g)	蒸留水 (ml)	時間 (h)
No1	45	55	0.77	60	5
No2	45	55	0.77	60	24
No3	45	55	0.77	60	48

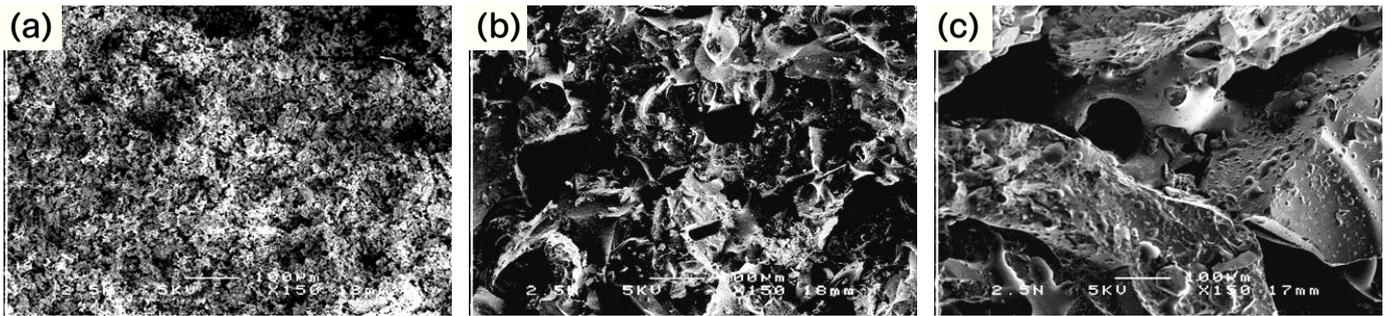


図2 粒子径の異なるアルミナを利用して作製した試料(破断面)の電子顕微鏡写真  
(a) 4  $\mu\text{m}$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  (b) 90~106  $\mu\text{m}$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  (c) 425~500  $\mu\text{m}$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$

成形体が得られた。しかしながら、最も大きな粒子径のアルミナ粉末を利用して作製すると、十分に焼結していない部分が一部観察された。これは、結合剤として添加したガラスの量が、骨材粒子(アルミナ)と比較して少なかったためと考えられた。

可塑剤としてセラムダーを添加して酸化焼成すると、すべての試料で黒色の成形体が得られた。これは、焼成後に残存したセラムダーに起因する有機物であると考えられた。一方、セオラスについては、セラムダーと比較して燃焼しやすい成分であったため、白色の成形体が得られたと考えられた。

粒子径の異なるアルミナを利用して作製した試料(破断面)の走査型電子顕微鏡写真を図2に示す。試料(a)は、最も細かい粒子径を持つアルミナを利用して成形し、酸化焼成後の試料で微細な細孔が観察された。一方、試料(c)は、試料(a)に比べて、焼成によって溶解したガラスと思われる部分とアルミナによって形成された大きな細孔が観察された。試料(b)は、他の試料に比べて、細孔が少なく、緻密な破断面であることがわかった。

各種アルミナ成形体の細孔径分布を図3に示す。(a)の試料は、10  $\mu\text{m}$  位までの細孔径分布を持ち、およそ3  $\mu\text{m}$ と7  $\mu\text{m}$ にピークの山が観察され、最も多い細孔径はおよそ3  $\mu\text{m}$ であることがわかった。全細孔容積は、0.237 cc/gを示した。(b)の試料は、10  $\mu\text{m}$  位までの細孔径分布を持ち、およそ5  $\mu\text{m}$ にピークの山が観察された。全細孔容積は、最も少ない0.002 cc/gを示し、他の試料よりも細孔容積の少ない成形体になっていることがわかった。(c)は、300  $\mu\text{m}$ 位までの細孔径分布を持ち、およそ100  $\mu\text{m}$ にピークの山が観察された。全細孔容積は、0.13 cc/gを示した。

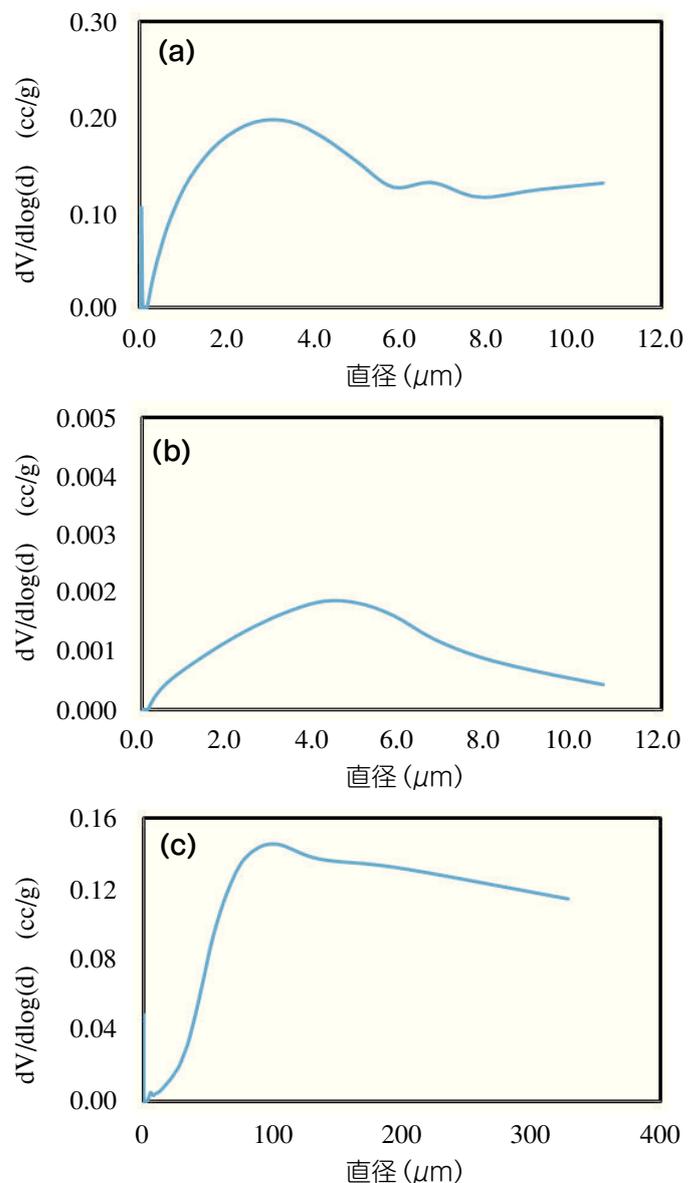


図3 粒子径の異なるアルミナを利用して作製した試料の細孔径分布  
(a) 4  $\mu\text{m}$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  (b) 90~106  $\mu\text{m}$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  (c) 425~500  $\mu\text{m}$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$

今回作製した条件では、大きな粒子径のアルミナを用いると、大きな細孔径をピークに持つ成形体が得られることがわかった。逆に小さな粒子径を持ったアルミナを用いると小さな細孔径をピークに持つ成形体が得られることがわかった。アルミナの粒子径が90~106 $\mu\text{m}$ を用いると全細孔容積が最も小さくなることもわかった。

### 3-2 押出成形法を利用して作製した成形体

押出成形法で作製し、酸化焼成した試料を図4に示す。得られた成形体は、白色で直方体の形をしていた。シート出口幅を2mmで調製した試料は、一部変形した部分が見られたが、シート出口幅を5mmに調製した試料では、変形や割れのない試料が得られた。今回の作製条件では、試料(表2:No2)が最も作業性が良いこともわかった。

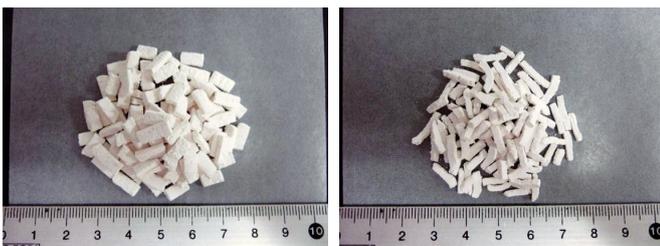


図4 押出成形法を利用して作製し、酸化焼成後の試料(左:5mm幅,右:2mm幅)

### 3-3 鋳込成形法を利用して作製した成形体

表3で配合した試料のうち、No3の成形体を図5に示す。分散剤を添加したことで、試料表面に、より均一な泡が形成され、その状態を維持したままで固化することがわかった。No1とNo2の試料も酸化焼成後には、大きな亀裂もなく乾燥直後の形状を保持したままの状態が得られた。

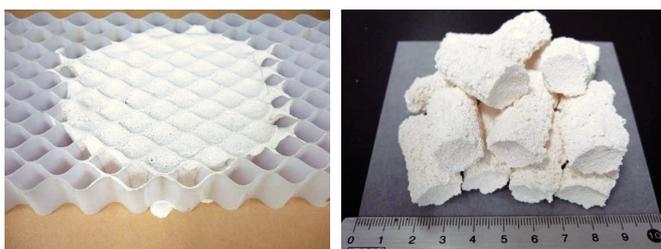


図5 鋳込み成形法を利用して作製した試料(左:鋳込み直後,右:焼成後)

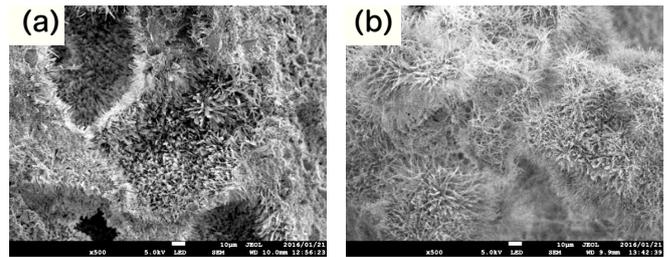


図6 乾燥機を利用して熱処理した試料の電子顕微鏡写真(a)24h熱処理 (b)48h熱処理

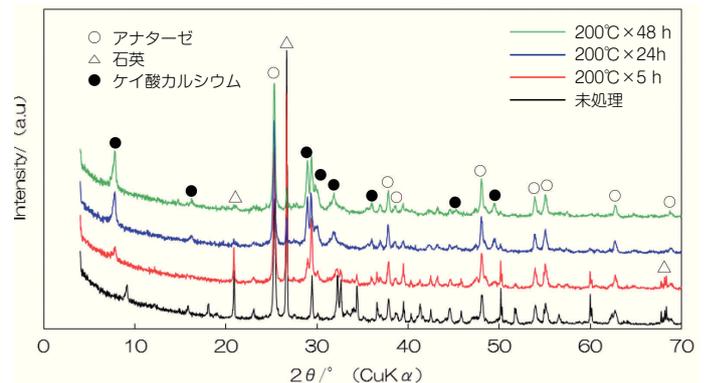


図7 未処理と過熱水蒸気処理した試料のXRDパターン

### 3-4 過熱水蒸気を利用して作製した成形体

表4で配合した試料のうち、No2とNo3の電子顕微鏡写真を図6に示す。2つの試料表面には、針状や板状の結晶が生成していることを確認した。生成している結晶相を特定するため、未処理の試料と過熱水蒸気処理した試料のX線回折測定を行った。その結果を図7に示す。未処理の試料を過熱水蒸気処理することで、新たにケイ酸カルシウムの結晶相が生成していることがわかった。

## 4. まとめ

機能性材料を利用した多孔体の低温成形を行い、種々の成形方法について検討を行った。結果をまとめると次のとおりである。

- (1) 粒子径の異なるアルミナに対して、それぞれ結合剤と可塑性原料および蒸留水を所定量添加することで、亀裂の無い白色の成形体を得られた。また、可塑性原料のセラダールを使用すると黒色の成形体を得られた。
- (2) 粒子径が4 $\mu\text{m}$ のアルミナを利用すると、10 $\mu\text{m}$ 以下の細孔径分布を持つ成形体を得られた。一方、粒子径が425~500 $\mu\text{m}$ のアルミナを利用すると、300 $\mu\text{m}$ 以下の細孔径分布を持つ成形体を得ら

れた。90~106  $\mu\text{m}$  のアルミナを利用すると他の試料と比べて細孔容積の少ない成形体を得られた。

- (3) 押出成形法や鋳込成形法を利用して作製した成形体は、亀裂のない白色であった。
- (4) 200°Cで過熱水蒸気処理した試料表面には、針状又は板状のケイ酸カルシウムが生成することがわかった。

## 参考文献

- 1) セラミックス基礎工学研究センター (2005)  
Vol.5, p33-40
- 2) 長崎県窯業技術センター 平成25年度業務報告  
No.61, p22

# 3Dデータを活用した精密な陶磁器製品製造技術の開発

環境・機能材料科 永石雅基

戦略・デザイン科 依田慎二

## 要 約

陶磁器材料を3Dデータどおりに直接切削加工する新しい陶磁器製造技術を確立できれば、型を利用した既存の製造技術では難しい装飾品やホビー製品など精密で複雑な形状の製品を加工することができるとともに、オーダーメイド製品の効率的な製造にも対応可能である。このような目的を達成するため、本研究では、市販の天草撰上陶土を使用した陶磁器素材の検討と最適な切削条件を設定した加工試験を行い、ヒビや欠けなど大きな欠点が発生せず加工ができた。また、加工後の取扱いにおいても適切な強度を得る素材であることを確認できた。

キーワード：3Dデータ、モデリング、精密陶磁器、切削加工素材

## 1. はじめに

陶磁器製食器の市場は減少しており、今後も社会環境などの要因から市場は厳しい状況である。このことから、県内の陶磁器産業は高付加価値製品の開発による新規市場開拓が重要となる。高付加価値製品の創出には、伝統的資源の活用や既存製造技術に加えて、新しい発想や製造技術に注目した製品開発が必要である。

本県の陶磁器業界では3D技術を活用した新しい製品開発に取り組んでいる企業が多くなってきており、デザイナーからも3Dデータで製品化の依頼も増加するなど、3Dデータを扱うことのできる産地としての認知度が向上している。しかし、製品の製造は既存の型を利用した陶磁器製造技術に依存することから、緻密すぎて形状の再現ができないものや割り型が複雑で作製できない形状など3Dデータによる製品化の要望には対応することができないものもある。より多くの製品化の要望に対応するためには、3Dデータどおりに直接素材を加工して再現できる新しい陶磁器製造技術の確立が必要である。現在、多くの産業で採用されているNC加工機で直接材料を切削加工する技術は、型の製作が難しい製品やオーダーメイド、小ロットの

製造に対して有効であり、製品精度においても優れている。本県の陶磁器産地の持っている伝統的な資源である陶土を基本原料としてNC加工機で切削可能な素材を開発して、精度よく加工することができるよう技術開発を行うことで、新たな製造技術による高付加価値製品の開発が可能になる。

したがって、本研究では、3Dデータどおりに陶磁器材料を直接切削加工する新しい陶磁器素材と切削加工技術について検討を行った。

## 2. 実験方法

### 2-1 天草陶土を原料とした切削素材の検討

切削素材の開発にあたり、原料は焼成後に磁器となることを前提に天草陶土(香田陶土撰上)を用い、切削時のヒビや欠けを防止するために樹脂の添加を試みた。添加する樹脂としては、ジャパンコーティングレジジン製 リカボンド(SA-203, SA-204)とユケン工業製 セランダーYB-80W-2を用いた。まず、陶土乾粉に対し各樹脂を固形分として3%, 6%, 9%添加し、水を陶土に対して30%添加して、混練性と発泡状態等の泥漿調整具合を検討した。その後、最適と思われる

樹脂種類と添加率を定めて泥漿の調整後、石膏型に鋳込み切削加工用ワークを成形・乾燥させた。

## 2-2 樹脂添加天草陶土素材による切削加工条件の検討

切削加工試験に用いる形状は、幅1mm、2mm、3mm、4mm、5mm、高さ5mmの壁、大きさ6mm、深さ1mmの文字レリーフの凹と凸、直径4の半球を54mm×54mmの平面上に配置した3Dデータを作成した。(画像1)

切削による欠けやヒビなどの欠点が発生しないことを考慮して、回転数、送り速度、切削ピッチを、硬質樹脂切削に対応した加工条件の数値を基準に設定した。

## 3. 結果及び考察

### 3-1 天草陶土を原料とした切削素材

天草陶土に各種樹脂を添加して泥漿を作製した結果を表1に示す。この図から、セランダーとリカボンドSA-204は、天草陶土に添加すると粘性が高くなりすぎて今回の樹脂添加範囲では鋳込み成形に使用できる泥漿ができないことが分かった。また、リカボンドSA-203でも樹脂添加率が6%以上となると泥漿粘性が高くなりすぎるが、3%添加では鋳込み成形に使用できる程度の粘性の泥漿が得られることが分かった。

表1 天草陶土に各種樹脂を添加した場合における泥漿調整状態

樹脂種類 \ 樹脂添加率	3%	6%	9%
セランダー	× 粘性高すぎ、泥漿とならず	× 粘性高すぎ、泥漿とならず	× 粘性高すぎ、泥漿とならず
リカボンドSA-203	○ 粘性は高いが、泥漿はOK	△ 粘性高く、気泡多数発生	× 粘性高すぎ、泥漿とならず
リカボンドSA-204	△ 粘性高く、気泡多数発生	× 粘性高すぎ、泥漿とならず	× 粘性高すぎ、泥漿とならず

これらの結果を踏まえて、リカボンドSA-203を3%添加した泥漿を石膏型に鋳込み成形した後に乾燥したブロックで仮加工を行った結果、少し硬すぎて逆に欠けが起り易いという意見であった。このため、実際の切削加工試験に使用する天草陶土のワークは、樹脂添加量1%の泥漿を調整し、石膏型に鋳込み成形したブロックを80℃の乾燥機で1週間乾燥させたワークを作製し、切削加工を試みた。

### 3-2 樹脂添加天草陶土素材による切削加工試験

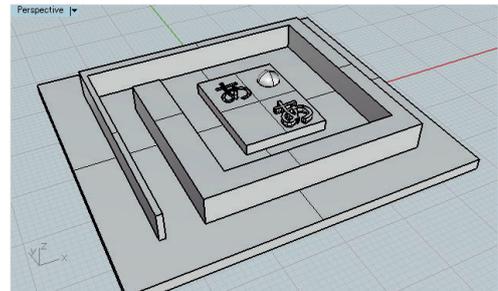
切削加工試験は、CAMソフトにC&Gシステムズ製 Craft MILL、加工機は佛岩間工業所製モデリングマシンMM1000を使用した。

ワークのサイズは約60mm×60mm高さ10mmで、切削加工は①直径4mmのフラットエンドミルを使用した荒削り加工、②直径1mmのボールエンドミルを使用した平面上の等高線仕上げ加工、③直径3mmのフラットエンドミルを使用した等高線仕上げ加工の3行程で行い、合計加工時間は42分を必要とした。

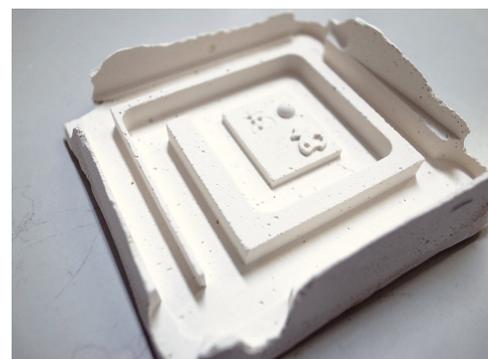
それぞれの加工条件は以下のとおりである。

- ①仕上げ代0.5mm、刃物回転数9000rpm、送り速度1200mm/min、平面方向ピッチ1.6mm、垂直方向ピッチ1mm
- ②刃物回転数10000rpm、送り速度600mm/min、平面方向ピッチ0.12mm、垂直方向ピッチ0.14mm
- ③刃物回転数9500rpm、送り速度1200mm/min、平面方向ピッチ0.25mm、垂直方向ピッチ0.6mm

加工試験の結果、欠けやヒビなどの欠点も無く3Dデータどおりに試作品を作製することができた。また、加工後の取扱いについても繊細な形状が壊れることなく扱える強度を持つことを確認できた。(画像2)



(画像1) 切削加工試験に用いた3D形状データ



(画像2) 加工試験をした試作品

## 4. まとめ

天草陶土を用いた切削素材の検討と最適な切削条件を設定した加工試験を行った結果をまとめると次のとおりである。

- (1) NC加工機の精密な切削加工に適合する強度を得るため、市販の天草撰上陶土を原料に3種類の樹脂とその添加率を変えた試験の結果、リカボ

ンドSA-203を1%添加した泥漿が鋳込成形に適していることが分かった。また、この条件で鋳込成形・乾燥した樹脂添加陶磁器素材を切削加工試験用ワークとして作製することができた。

- (2) 作製した樹脂添加陶磁器素材のワークに対して、ヒビや欠けなど大きな欠点の発生が無い最適な切削条件で切削加工することができた。また、加工後の取扱いにおいても適切な強度を得る素材であることを確認できた。

# 水質浄化装置のモジュール化に関する可能性調査

環境・機能材料科 狩野伸自・永石雅基

## 要 約

ゼオライトと光触媒を活用して、水質浄化能力の向上を図り、各水処理に適用可能な水質浄化モジュールの応用展開の可能性について調査を行った。水中に含有する有害物質を吸着・除去するゼオライト吸着剤と有機物を分解・処理する光触媒転写材（以下、成形体）を活用した水質浄化サンプルを作製し、その結晶構造や活性酸素生成能力および光触媒膜の基材に対する密着性評価を実施した。

ゼオライトに関しては、転動造粒により、ろう石粒子表面へゼオライト層を形成した。X線回折測定の結果、フォージャサイト型であることがわかった。また、光触媒に関しては、600℃で焼成した成形体が最も多く活性酸素（ヒドロキシルラジカル）を生成することがわかった。循環水中に静置した成形体の膜の剥離特性を調査した結果、700℃以上で焼成した成形体は大きな膜の剥離が見られなかった。

キーワード：ゼオライト、フォージャサイト型、光触媒、活性酸素、転写紙、水質浄化

## 1. はじめに

生簀や活魚水槽等の水質浄化分野において、生物から排出されるアンモニアや有機物質は物理濾過槽、生物濾過槽、活性炭槽など多くの槽を組み合わせて浄化するため、装置が大型でメンテナンス頻度が高い状況となっており、装置の小型化や処理効率の高い水質浄化装置が求められている。

本研究では、当センターが開発してきた要素技術を具現化するため、水中に含有する有害物質を吸着・除去するゼオライト吸着剤と有機物を分解・処理する成形体を活用した水質浄化サンプルを作製した。ゼオライト吸着剤については、量産に対応可能な製造プロセスの検討やゼオライトの同定等を行った。光触媒については、活性酸素生成能力や基材への膜の密着性評価を行った。

## 2. 実験方法

### 2-1 ろう石粒子表面へのゼオライトの作製方法

五島から産出されるろう石（BET比表面積：0.5 m<sup>2</sup>/g、主要鉱物組成：ダイアスポア（AlO(OH)）、石英（SiO<sub>2</sub>））をコア材として、その表面にゼオライトを合成することを試みた。五島ろう石は粒子径が3～4 mmのものを使用した。図1に示すように、五島ろう石25 gを丸い回転台に入れ、フライアッシュ100 g、ジオポリマー硬化液（1号珪酸ソーダ水溶液3に対し10規定苛性ソーダ水溶液を1加えたもの）50 g、水12 g、およびバインダー（リカボンドSA-203）2.8 gを添加してフライアッシュスラリーを調製した。フライアッシュスラリーは、五島ろう石を回転させながら垂らし掛け、五島ろう石表面に均等にコーティングするように処理した。このサンプルを温風で乾燥させながら表面にフライアッシュスラリーを固着させ、80℃、80%湿度、24 hrの硬化処理後、3規定の水酸化ナトリウム水溶液中、90℃、24 hrの水熱処理を行うことで、表面にゼオライトを生成させた吸着材を作製した。

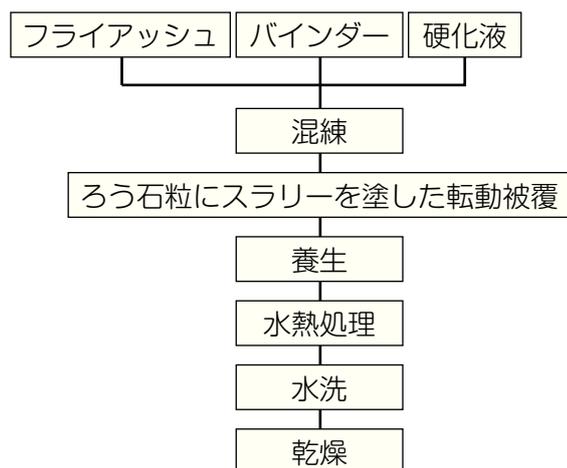


図1 吸着材の作製方法

## 2-2 表面ゼオライト吸着材の粉体特性評価

作製した表面ゼオライト吸着材の生成相の同定は、フィリップス社製の粉末 X 線回折装置(XRD)を用いて鉱物相の測定を行った。また、作製した表面ゼオライト吸着材の比表面積は、カンタクロム社製の全自動ガス吸着量測定装置(オートソープ1)を用いた窒素吸着法にて測定した。

## 2-3 成形体の活性酸素生成能力評価

クリストバライト粉末表面に酸化チタンを被覆した酸化チタン被覆シリカ粉末(以下、光触媒)を調製した。光触媒は県内の転写紙メーカーへ提供し、A4版の転写紙(100 mm 角×2)に加工された。光触媒等を含む転写紙は、100 mm×100 mm×1.1 mm(厚さ)のソーダ硝子板(平岡特殊硝子製作製)上へ貼付けた後、50℃、24 hr 乾燥してから550～825℃で酸化焼成した成形体を作製した。図2のような試験装置に10 ppmのジメチルスルホキシド水溶液を500 ml/minの流速で500 ml循環させた。その中に成形体を浸し、成形体上部から紫外線(三共電気製; 主波長 352 nm, 20 W×2)を照射した。照射後、5 hr 後に10 ml 採水してイオンクロマトグラフ装置(横河アナリティカルシステムズ製, IC7000E 型)で測定した。光触媒反応によって、ジメチルスルホキシド水溶液からメタンスルホン酸(以下、MSA)が活性酸素と等モルで生成するため、イオンクロマトグラフ装置を用いてMSAを定量した。試験方法は、JISR1704(ファインセラミックス-活性酸素生成能力測定による光触媒材料の水質浄化性能試験方法)に準

拠した。

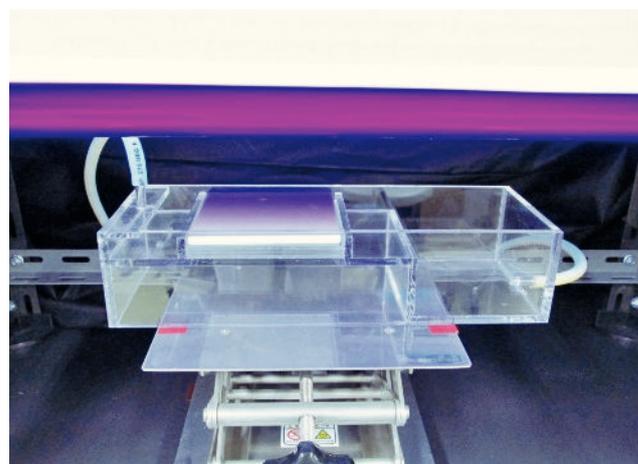


図2 ジメチルスルホキシド分解試験

## 2-4 循環水を利用した成形体の剥離特性評価

2-3と同様な条件で作製した50 mm×50 mm×(厚さ)1.1 mm 角の成形体(焼成温度:550, 600, 650, 700, 750, 800)をそれぞれ、図3に示す循環水槽(ジェックス製; マリーナ水槽 450, 水容量 35 L)の上部(コトブキ工芸製; スーパーターボゼット・プラス 450, 吐出流速:480 L/hr)内へ4 day 静置して成形体の外観変化を確認した。

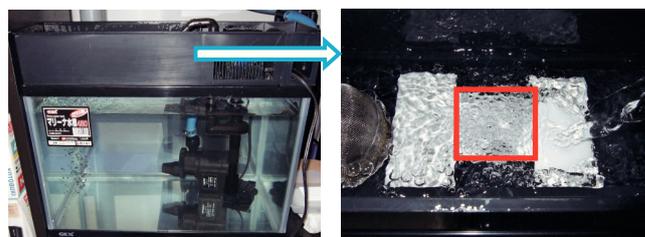


図3 循環水槽(外観) 水槽上部(赤枠が光触媒転写材)

## 3. 結果及び考察

### 3-1 ろう石粒子表面へのゼオライトの作製

フライアッシュスラリーのコーティング試験の結果、バインダーを添加しない系では表面層が剥がれ、良好なゼオライト表面層を得ることができなかった。一方、バインダーを添加した系では、図4に見られるように剥離も起こらず良好な表面ゼオライト粒子を得ることができた。



図 4 作製した吸着材の外観

### 3-2 表面ゼオライト吸着材の特性結果

図 5 に XRD 測定を行った結果を示す。この図からフライアッシュの鉱物相である石英とムライトの他に、水熱合成によるフォージャーサイト型ゼオライトのピークが認められ、五島ろう石の表面にゼオライトが生成していることを確認した。

また、作製した表面ゼオライト吸着材の比表面積を測定した結果、9.0 m<sup>2</sup>/g と原料に比べ約 20 倍の高比表面積となっていた。

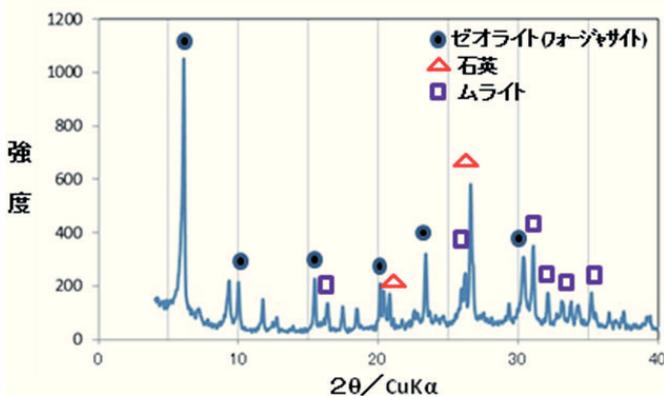


図 5 吸着材の XRD 測定結果

### 3-3 成形体のMSA生成量測定結果

各温度で焼成した成形体の MSA 生成量測定結果を図 6 に示す。紫外線照射 5 hr 後に、MSA 生成量が最も多かった成形体は、600 °C で焼成したものであ

った。600 °C よりも高い温度で焼成したものは、次第にMSAの生成量が減少した。825 °C で焼成しても、MSA (=活性酸素) の生成が確認された。焼成温度が 700 °C を超えると、MSA の生成量が大きく低下し始めた。この理由としては、熱処理温度が高くなるにしたがって、光触媒がソーダガラス内へ埋没する量が増加したため、MSA 生成量が減少したものと考えられた。

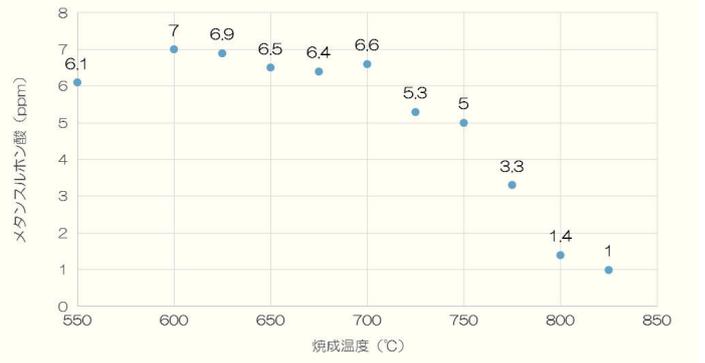


図 6 紫外線照射 5 hr 後のメタンスルホン酸生成量と焼成温度依存性

### 3-4 成形体の剥離特性

循環水槽の上部に 4 day 静置した成形体の外観変化を調査した。その結果を図 7 に示す。550 °C と 600 °C で焼成した成形体の表面は、光触媒等の膜が剥離しており、基材として使用した板硝子の透明部分が観察された。また、650 °C で焼成した成形体については、光触媒等の膜の大きな剥離は見られなかったが、基材の透明板硝子部分が点状に観察された。700 °C 以上で焼成した成形体については、大きな外観変化は見られなかった。

今回の結果から、600 °C までは、光触媒等の膜が基材に対して十分に固定されないことがわかった。650 °C から 700 °C までの成形体は、徐々に光触媒等が基材に固定され始めていると考えられた。700 °C より高い温度で焼成した成形体は、ソーダガラスの軟化点に近いため、基材に光触媒等が埋没している割合が高くなり、大きな変化が見られなかったと考えられた。

#### 4. まとめ

以上の結果から、ゼオライトについては、簡易的な作製方法により、ろう石粒子表面にフォージャサイト型ゼオライトを形成することができた。作製した試料の比表面積を測定した結果、 $9.0 \text{ m}^2/\text{g}$  と原料に比べ約

20 倍の高比表面積となることがわかった。

光触媒については、焼成温度を変えることで活性酸素生成量が変化することがわかった。また、 $700^\circ\text{C}$ 以上で焼成した成形体については、大きな膜の剥離が観察されなかったため、今回の試験条件よりも流速が小さい環境でモジュール化した場合、循環水中に含まれる有機物を継続して分解する可能性が示唆された。

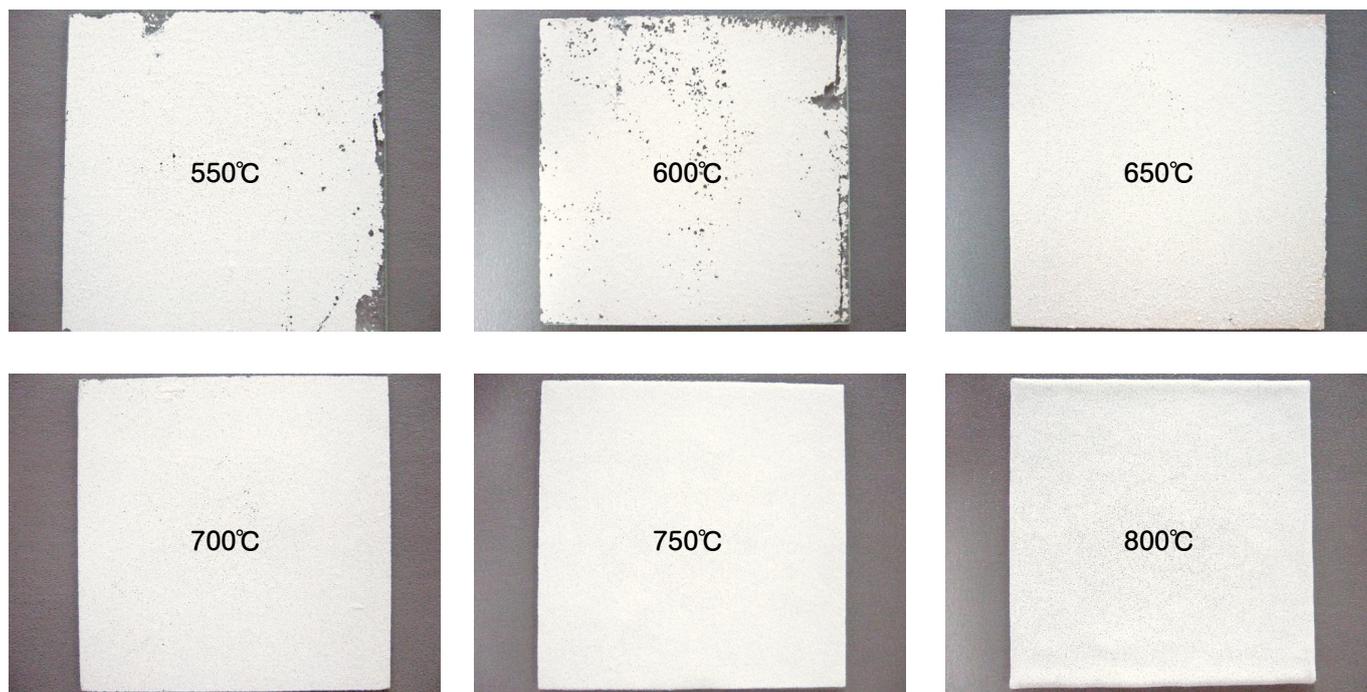


図 7 循環水中に 4day 静置後の成形体の外観

# 「抗菌効果をもつセラミックス製保存容器の開発」

研究企画課 阿部久雄、環境・機能材料科 増元 秀子  
東彼セラミックス 坪木 和也、樋口 芳次

## 要旨

銀錯体をモンモリロナイトの層間に導入して得られる粘土鉱物系抗菌剤は、銀錯体がモンモリロナイトの四面体シートによって挟まれた構造のため耐熱性を有しており、陶磁器の釉（うわぐすり）や上絵具に添加すると、陶磁器製品の表面に抗菌性をもたらすことが知られている。この抗菌剤を添加した釉を多孔性陶器の食品保存容器に施した結果、釉表面のフィルム密着法による抗菌力（対数増減値差、mg/L）は、大腸菌に対して2.9、黄色ブドウ球菌に対して2.7となり、いずれも抗菌力陽性であった。食品保存容器は開気孔率が約22%で、4 $\mu$ m及び0.3 $\mu$ mの中心気孔径をもつ2元性多孔体であった。食品の鮮度維持のための水分移動は釉表面にある0.3 $\mu$ mの気孔を介して起こることから、釉表面への抗菌力付与により製品の信頼性・安心感を高めることができた。

キーワード：銀錯体、モンモリロナイト、抗菌剤、釉、食品保存容器

## 1. はじめに

粘土鉱物系抗菌剤（以下抗菌剤）は長崎県の研究機関、産業技術総合研究所、大学などの共同研究により開発された<sup>1)~3)</sup>。この抗菌剤は粘土鉱物のモンモリロナイト（以下粘土）の層間に有機銀錯体などの抗菌活性をもつ成分を導入して作られ、水中での長期徐放性や安定した抗菌力を示し、大腸菌や黄色ブドウ球菌など一般細菌の他に、冷却塔や浴場施設など循環水中で増殖するレジオネラ属菌の抑制にも顕著な効果が確認されている<sup>4)</sup>。また、この抗菌剤は抗菌活性をもつ有機銀錯体等が、粘土の層間に規則正しく挟まれた構造であるため耐熱性を有しており、陶磁器の釉（うわぐすり）や上絵具に添加すると、陶磁器製品の表面に抗菌性をもたらすことが知られている<sup>5)</sup>。そこで、今回、ネギなどの鮮度維持に用いる多孔質陶器製の保存容器に、この抗菌剤を添加した釉を施し、製品表面への抗菌性付与を試みたので報告する。

## 2. 実験方法

### 2-1 抗菌剤の作製

硝酸銀水溶液にカフェインを加え、カフェイン銀錯体を合成した後、これをモンモリロナイト(以下粘土)の水懸濁液に加えて攪拌し、カフェイン銀錯体を粘土の層間にインターカレーションによって導入し、カフェイン銀錯体/粘土複合材料を作製した。同複合材料の水懸濁液を吸引濾過により脱水し、105℃で乾燥した後、乳鉢で解砕し、供試の抗菌剤とした。

### 2-2 試料の作製と評価

本研究では多孔質な陶器として、ペタライト素地（東彼セラミックス社製、商品名Toceram）を用いた。また、抗菌剤を添加する釉として、ペタライトを主成分とする基礎釉（同社製）を用いた。この基礎釉に対し2wt%の抗菌剤を添加し、ポットミルで4h混合した後、抗菌力評価用の試験片素焼（ペタライト素地。焼成後の寸法50mm×50mm×10mmH）へ施釉し、1250℃で酸化焼成したものを供試料(抗菌加工試料)

とした。抗菌剤及び試験片の、大腸菌及び黄色ブドウ球菌に対する抗菌力については、最小発育阻止濃度(MIC)及びJIS Z 2801「抗菌性試験(フィルム密着法)」によりそれぞれ評価した。

また、陶器製保存容器の組織評価として、真比重、見掛け密度、吸水率及び気孔径分布(水銀圧入法)を測定したほか、電子顕微鏡(SEM)観察を行った。

### 3. 結果及び考察

#### 3-1 抗菌剤及び抗菌加工試料の抗菌力

表1に抗菌剤試料のMIC値を示す。抗菌剤試料のMIC値は大腸菌、黄色ブドウ球菌に対し、いずれも25mg/Lであった。表1には参考値として、抗菌剤と同様に評価したカフェイン、カフェイン/粘土複合試料、銀/粘土複合試料のMIC値を示したが、カフェインと粘土に抗菌活性は認められず、また、抗菌活性をもつ銀/粘土のMIC値は抗菌剤試料の16~20倍であった。このことから、カフェイン銀と粘土の複合化が、銀イオンと粘土の複合化に比べて、抗菌力をより安定化させていることが分る。

次に抗菌剤添加釉を施した抗菌加工試料の抗菌力評価の結果を図2に示す。抗菌加工試料における細菌の

表1 供試抗菌剤の抗菌力(最小発育阻止濃度: MIC)

試料名	供試菌株	大腸菌	黄色ブドウ球菌
		MIC(mg/L)	MIC(mg/L)
供試抗菌剤 カフェイン銀錯体/粘土		25	25
(以下参考値)			
カフェイン/粘土		>8000	>8000
カフェイン		4000	4000
銀/粘土		400	500

増殖は、無加工品のそれと比べると明らかに抑制されており、細菌数(対数値、cfu/cm<sup>2</sup>)は無加工品が3.0(大腸菌)、2.7(黄色ブドウ球菌)であったのに対し、抗菌加工試料ではいずれも<0.1であり、細菌数の対數位差から抗菌加工試料の抗菌力は陽性(対数増減値差が2.0以上のとき陽性)となった。

#### 3-2 抗菌加工試料の気孔組織

抗菌加工試料の素材は、元々、土鍋などの耐熱調理器に用いられているもので、ペタライトを主原料として作られた多孔質素材である。組織評価の結果、試料の真比重は2.50、吸水率は11.3%、見掛け密度は2.44g/cm<sup>3</sup>であった。これらの結果を基に、試料の気孔率を求めると、開気孔率21.6%、閉気孔率2.4%、全気孔率24.0%となった。

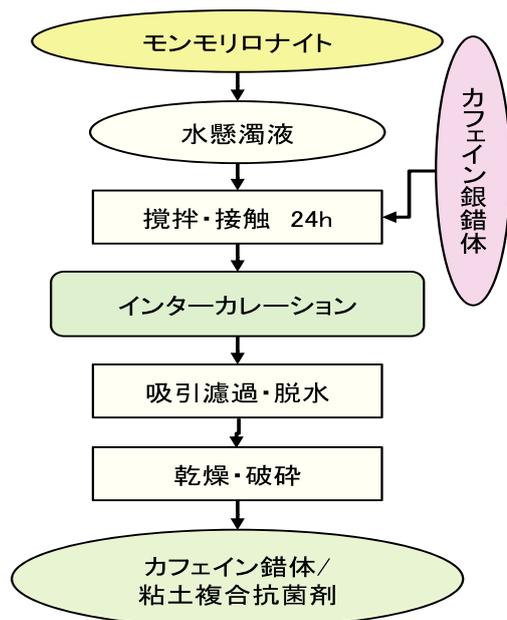
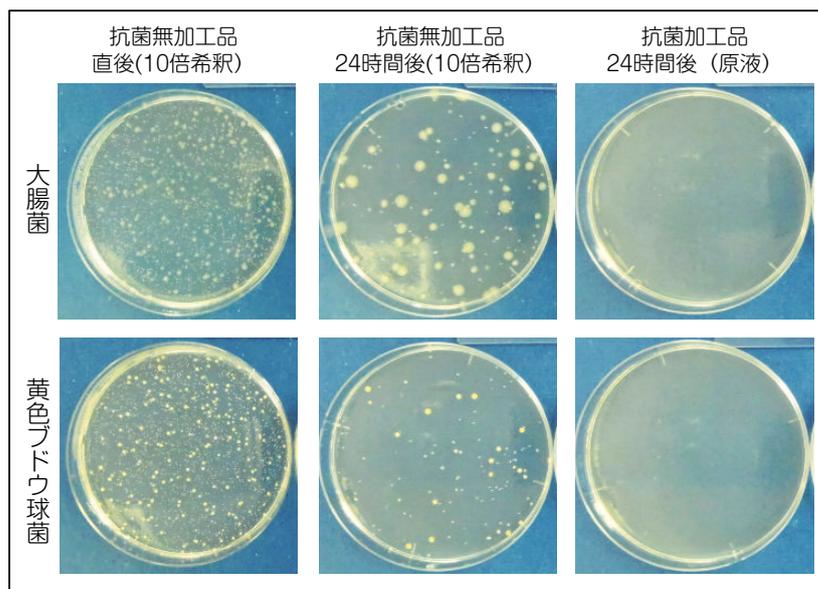


図1 銀錯体/粘土鉱物系抗菌剤の作製



(抗菌剤2wt%添加、1250℃酸化焼成)

図2 抗菌加工試料の細菌抑制(フィルム密着法)

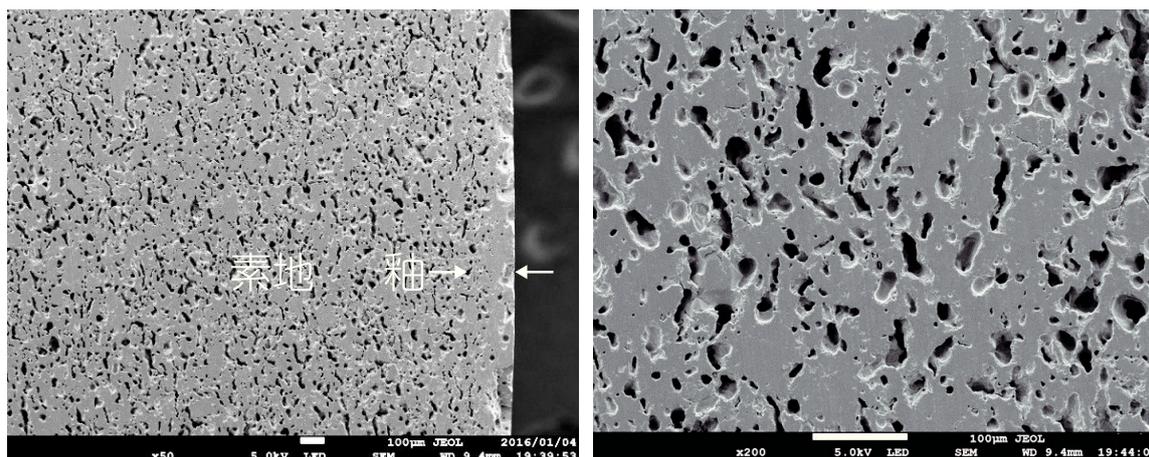


図3 抗菌加工された陶器製保存容器の組織 (a)素地と釉、(b)素地の拡大

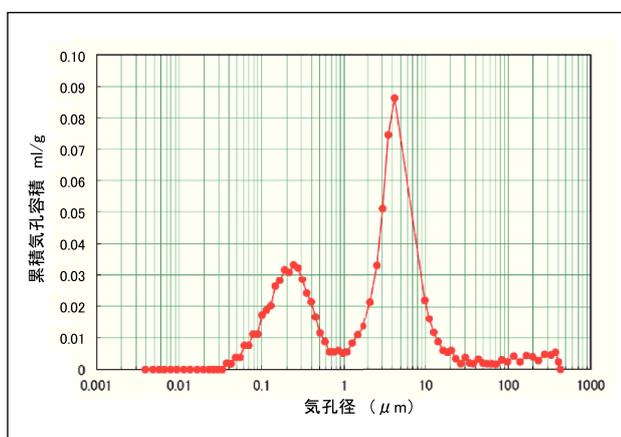


図4 抗菌加工試料の気孔径分布

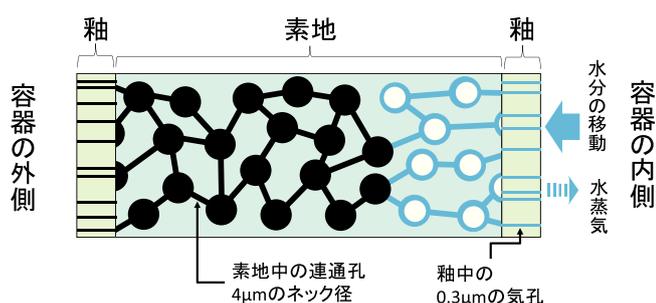


図5 抗菌保存容器の組織の模式図

試料断面の電子顕微鏡写真を図3に、気孔径分布を図4に示す。試料断面には大きさが数 $\mu\text{m}$ ~数 $10\mu\text{m}$ の気孔が無数に存在するが、よく観察すると、これらの気孔が断面の手前及び奥に連結する様子が見てとれる。また、試料の気孔径分布は $4\mu\text{m}$ 付近と $0.3\mu\text{m}$ 付近に中心径をもつ、二元性の分布になっている。試料断面に見られる気孔は前者で、中心径 $4\mu\text{m}$ は気孔間

の連結部のネック(くびれ部)径と考えられる。また、後者の $0.3\mu\text{m}$ の気孔は、電子顕微鏡観察の結果、試料の釉表面に存在することが分かった。

以上の結果に基づいて作成した抗菌性保存容器の組織のモデルを図5に示す。容器内の水分は、まず $0.3\mu\text{m}$ の気孔を通して容器の釉へ吸収され、その後素地中の $4\mu\text{m}$ の気孔へと移動するものと考えられる。水分が液体として気孔に吸収されるとき吸引力は次式によって計算することができる。 $0.3\mu\text{m}$ の気孔の吸引力は水柱高さで $100\text{m}$ ( $98\text{kPa}$ 、 $0.97\text{atm}$ )となる。

$$h = 2 \gamma \cos \theta / r \rho g$$

$$\left[ \begin{array}{l} h: \text{吸引高さ}, r: \text{気孔半径}, \gamma: \text{水の表面張力}, \\ \theta: \text{接触角}, \rho: \text{水の密度}, g: \text{重力の加速度} \end{array} \right]$$

本研究の保存容器は野菜を対象としたものであるが、植物の細胞膜の浸透圧は $5\text{atm}$ 程度と言われており、この値は保存容器表面の気孔による吸引力よりも十分に大きい。従って、植物に付着した水分は容器表面の気孔によって速やかに吸収されるものの、接触した野菜の組織から水分を奪うことのない、穏やかな吸引力と考えることができる。なお、容器釉葉の気孔から容器内部への水分移動は水蒸気の状態で起こるものと考えられる。

以上のように本研究の素材はネギなど軟弱な野菜の付着水分を容器表面の気孔が吸収し、その後は容器内を適度な湿度に保つ機能を有している。容器内との水分移動は釉表面にある $0.3\mu\text{m}$ の気孔を介して起こることから、釉表面への抗菌力付与により製品の信頼性・安心感を高めることができた(図6は製品の一例)。



図6 抗菌加工を施した陶磁器製保存容器

#### 4. まとめ

- (1) 粘土鉱物のモンモリロナイトの層間にカフェイン銀錯体を導入して得られる粘土鉱物系抗菌剤を釉薬へ添加し、多孔性陶器の食品保存容器に施すと、釉表面の抗菌力（フィルム密着法による対数増減値差、mg/L）は、2.9（大腸菌）、2.7（黄色ブドウ球菌）となり、いずれも抗菌力は陽性であった。
- (2) 食品保存容器は開気孔率が約22%で、4 $\mu$ m及び

0.3 $\mu$ mの中心気孔径をもつ2元性多孔体であった。0.3 $\mu$ mの気孔の水吸引力を計算すると0.97atmと大きく、野菜の付着水分を直ちに吸引し、その後は容器内を適度な湿度に保つものと考えられる。

#### 謝 辞

本研究では多孔体の気孔径分布測定を佐賀県窯業技術センター古田氏のご好意により実施しました。ここに深く感謝の意を表します。

#### 文 献

- 1) 陶磁器製品用抗菌剤、特許第3579636号.
- 2) 生理活性機能をもつ粘土鉱物系複合材料の製造方法、特許第4759662号.
- 3) 粘土鉱物系抗微生物材料、特許第5299750号.
- 4) 阿部久雄、木須一正、増元秀子、田栗敏紹、平成22年度長崎県窯業技術センター報告、23-27(2011).
- 5) 阿部久雄、福永昭雄、田栗利紹、上田成一、平成11年度長崎県窯業技術センター研究報告、68-83(2000).