

# 三重県窯業試験場年報

昭和60年度 (Vol. 20)

三重県窯業試験場

# 正 誤 表

## ●目次追加

### 2. 研 究

(7) 耐熱陶器による厨房用品の試作研究……………44

# 目 次

## まえがき

|   |    |
|---|----|
| 1.概 要   | 1  |
| 2.研 究   | 4  |
| (1) 有機質解膠剤を使用したアルミナの泥漿鑄込み試験                       | 1  |
| (2) In situ reaction法による<br>リチアージルコニア系複合セラミックスの合成 | 17 |
| (3) 半磁器坏土の品質管理技術（第2報）陶石の置換試験                      | 21 |
| (4) 耐熱土の還元焼成                                      | 31 |
| (5) 試作研究  | 35 |
| (6) 伊賀焼粘土の性状試験について                                | 40 |
| 3.依頼試験・設備利用                                       | 50 |
| 4.技術指導  | 50 |
| (1) 技術相談指導  | 50 |
| (2) 巡回技術相談指導                                      | 50 |
| (3) 技術アドバイザー指導事業                                  | 51 |
| (4) 技術指導施設費補助事業による指導                              | 51 |
| 5.講習会・講演会等  | 52 |
| (1) 講習会・講演会の開催                                    | 52 |
| (2) 展示会の開催  | 52 |
| 6.研修生の指導  | 52 |
| 7.本年度に設置した試験研究設備                                  | 53 |

# ま え が き

県下の陶磁器業界の景気動向は、ここ数年下向きぎみであったが、昨年秋以降の急激な円高は、輸出依存度の高い萬古焼業界にさまざまな影響を与え、この事態をいかに乗りきることが焦点となっている。

そこで、当試験場としては、新製品開発に積極的に取り組むとともに需要動向を探る組織を確立し、需要構造の変化に鋭敏な商品感覚など、豊かな感性による企業経営を推進するため、先端技術のファインセラミックスについては、原料や製造技術および焼成管理の指導をおこない、また、陶磁器製品の開発については、デザイン技術の一つである印刷製版機器を用いて、プリント実習や装飾技術を中心に人材養成に努めている。

伊賀焼産地については、伝統的工芸品の質的価値を高めるべく、産地原料の品質管理技術と、現代生活に活用したデザイン開発の指導をしております。昭和60年度の研究成果が業界の技術高揚に一助となれば幸いです。

三重県窯業試験場

場 長 林 君 也

# 1. 概 要

## (1) 沿革

- 明治42年4月 津市に三重県工業試験場窯業部として設置  
昭和元年12月 三重県工業試験場四日市分場として、四日市市東阿倉川224番地に開設  
昭和9年4月 三重県窯業試験場として独立  
昭和14年1月 阿山郡阿山村丸柱に伊賀分場開設  
昭和20年6月 戦災により本場建物、設備の全部を焼失  
昭和22年9月 仮庁舎により業務一部開始  
昭和35年3月 旧庁舎完備  
昭和37年3月 国庫補助（技術指導施設費補助金）をうけ機器類設置  
昭和43年2月 四日市市東阿倉川788番地に新庁舎建設着工  
昭和44年3月 新庁舎落成  
昭和44年3月 国庫補助（技術指導施設費補助金）をうけ開放試験室設置（第2回）完了  
昭和45年3月 国庫補助（技術指導施設費補助金）をうけ機器類設置（第3回）完了  
昭和50年3月 国庫補助（技術指導施設費補助金）をうけ機器類設置（第4回）完了  
昭和55年3月 国庫補助（技術指導施設費補助金）をうけ機器類設置（第5回）完了  
昭和59年3月 国庫補助（技術指導施設費補助金）をうけ機器類設置（第6回）完了  
昭和60年3月 国庫補助（技術開発研究費補助金）をうけ機器類設置（第7回）完了

## (2) 敷地と建物

### A 本 場

|     |                       |
|-----|-----------------------|
| 敷 地 | 11,307 m <sup>2</sup> |
| 建 物 | 2,810 m <sup>2</sup>  |

#### [内 訳]

|                        |               |                      |
|------------------------|---------------|----------------------|
| 本 館                    | 鉄筋コンクリート造2階建て | 1,433 m <sup>2</sup> |
| 試 作 棟                  | 鉄骨平屋建         | 413 m <sup>2</sup>   |
| 調 土 棟                  | 鉄骨平屋建         | 455 m <sup>2</sup>   |
| 窯 場                    | 鉄骨平屋建         | 196 m <sup>2</sup>   |
| 原 料 置 場                | 鉄骨平屋建         | 103 m <sup>2</sup>   |
| 変 電 室                  | 鉄骨平屋建         | 59 m <sup>2</sup>    |
| 車 庫                    | 鉄骨平屋建         | 29 m <sup>2</sup>    |
| その他（ボイラー室、プロパン倉庫、渡廊下等） |               | 122 m <sup>2</sup>   |

B 分 場

敷 地.....423 m<sup>2</sup>

建 物.....259 m<sup>2</sup>

[内 訳]

本 館.....鉄骨2階建.....259 m<sup>2</sup>

(3) 組織と業務分担

昭和61年4月1日現在

| 課 名             | 職 名   | 氏 名       | 主 要 担 当 業 務        |
|-----------------|-------|-----------|--------------------|
| 庶 務 課<br>(4人)   | 場 長   | 林 君 也     | 場内総括               |
|                 | 次 長   | 江 藤 稔     | 庶務総括               |
|                 | 主任主事  | 寺 本 きよ子   | 経理、庶務一般            |
|                 | 技 能 員 | 古 市 美智子   | 雑務、事務補助            |
| 試 験 課<br>(4人)   | 試験課長  | 岡 森 良 次   | 試験業務の総括            |
|                 | 主任技師  | 青 島 忠 義   | 熱的試験、基礎研究          |
|                 | 主任技師  | 熊 谷 哉     | 化学分析、機器分析          |
|                 | 技 師   | 稲 垣 順 一   | 物理試験、情報技術          |
| 研 究 室<br>(8人)   | 研究室長  | 熊 野 義 雄   | 研究指導業務の総括          |
|                 | 主 査   | 三 宅 清 路   | デザインの試作研究及び指導      |
|                 | 主任技師  | 国 枝 勝 利   | 人工原料の加工、焼結技術の研究指導  |
|                 | 技 師   | 小 林 康 夫   | 無機質顔料の研究とゼーゲルコーン管理 |
|                 | 技 師   | 伊 濱 啓 一   | 焼成管理技術及び素地、釉薬の研究指導 |
|                 | 技 師   | 服 部 正 明   | 素地、釉薬の研究指導 X線回折分析  |
|                 | 技 師   | 伊 藤 隆     | 人工原料による陶磁器素地の研究    |
|                 | 技 師   | 中 路 洋 子   | デザインの試作研究          |
|                 | 主 査   | 水 谷 了 介   | X線回折分析、研修生の指導      |
| 伊 賀 分 場<br>(3人) | 分 場 長 | 谷 本 藤 四 郎 | 分場総括               |
|                 | 主 査   | 佐 波 平 三 郎 | 素地、釉薬及び焼成管理技術の研究指導 |
|                 | 技 師   | 北 川 幸 治   | デザインと装飾技法の研究指導     |
| そ の 他           | 臨時雇員  | 水 谷 麗 子   | ゼーゲル錐の製作           |

(4) 予 算  
歳 入

(単位：千円)

| 科 目               | 金 額    |
|-------------------|--------|
| 県 費               | 51,952 |
| 使 用 料 及 び 手 数 料 入 | 2,705  |
| 財 産 収 入           | 720    |
| 諸 収 入             | 512    |
| 計                 | 55,889 |

歳 出

(単位：千円)

| 科 目             | 試 験 場 費 |
|-----------------|---------|
| 賃 金             | 710     |
| 報 償 費           | 195     |
| 旅 費             | 1,053   |
| 需 要 費           | 8,713   |
| 役 務 費           | 691     |
| 委 託 量           | 1,111   |
| 使 用 料 及 び 手 数 料 | 500     |
| 工 事 請 負 費       | 5,006   |
| 原 材 料 費         | 1,842   |
| 備 品 購 入 費       | 36,050  |
| 公 課 費           | 18      |
| 計               | 55,889  |

## 2. 研 究

### 有機質解膠剤を使用したアルミナの泥漿鑄込み試験

研究室 国 枝 勝 利

#### 1. 緒 言

アルミナの泥漿鑄込み成形は、塩酸解膠による方法が古くから研究され<sup>1)</sup>、その解膠の機構はWorrall<sup>2)</sup>により明らかにされた。しかし、この方法は石膏型の寿命の短いこと、アルミナの前処理を要す<sup>2)</sup>ること等、問題点が多い。これらを改善するため、現在有機質解膠剤による鑄込み法が注目されている。これに関する研究は、 $\alpha$ -アルミナではFennellyら<sup>4)</sup>が $\beta$ -アルミナではByckaloら<sup>5)</sup>がポリアクリル酸アンモニウム塩で行なっている程度で、報告は少ない。

本実験は解膠剤としてポリカルボン酸のアンモニウム塩（商品名セルナD-305；中京油脂（株）製。以下セルナと略す）を使い、泥漿の流動性質、鑄込み速度及び成形品の嵩比重等を調べたものである。

#### 2. 実験及び考察

##### 2.1 解膠剤の最適添加量の決定

Worrall<sup>2)</sup>は塩酸解膠したアルミナ泥漿で、泥漿を静置しておいた際にできる上澄が最大（最も密に沈積する）時最良の成形品ができるが、見かけ粘度との関連は無いことを示した。

本実験では、まず有機質解膠剤添加量の変化による、泥漿の静置沈降状態と粘性の関連を調べ、過不足なく解膠する（最適添加）量を求めることにした。原料には2種類のアルミナ（AL-160SG, 昭和軽金属（株）製とA-32, 日本軽金属（株）製）を使った。図1にこれらアルミナの粒度分布を

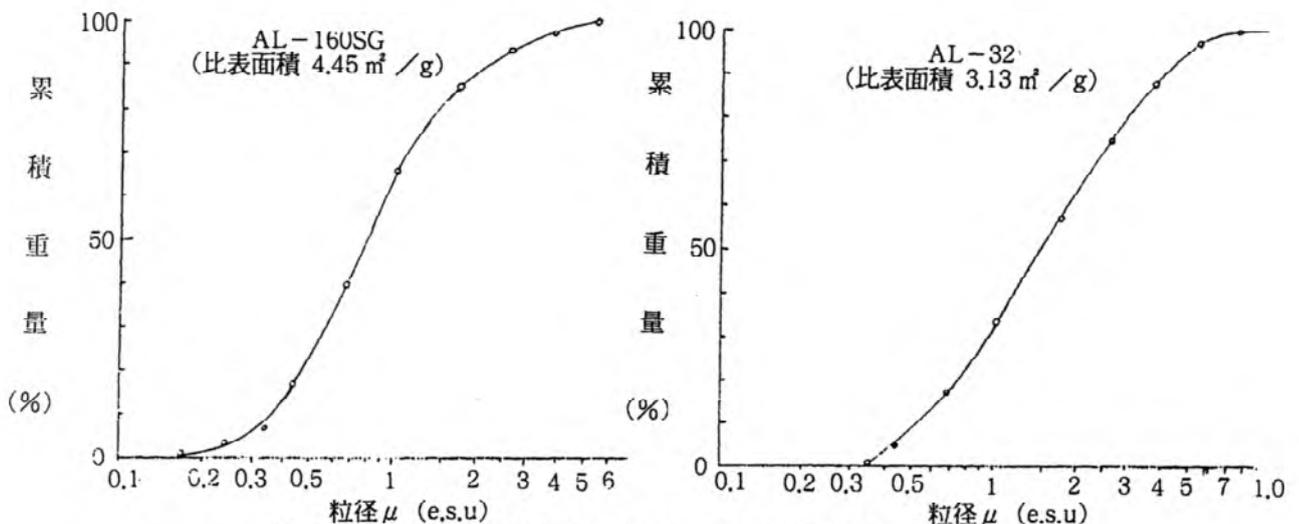


図1 アルミナの粒度分布（マイクロトラック法により測定）

示す。泥漿の含水量は33.3wt%,セルナ添加量はアルミナ重量に対し0.5,0.8,1.0,1.5及び2.0wt%とした。水は蒸留水を使用した。泥漿はポットミルで約4時間混合した。そのうち50ccを内径19mmのガラス円筒に入れ沈降試験を行ない,残りは粘度測定用にした。図2にA-32,図3にAL-160SGの始めの泥漿面から沈降面までの距離(沈降深さ)と,混合から4日後の流動曲線を示した。粘度測定は(株)東京計器製B8M型少量サンプル用H形を使用した。なおAL-160SGにおいてセルナ0.5及び0.8%添加の泥漿は4日後に,また1.0%のものは1週間後に凝集ゲル化していた。

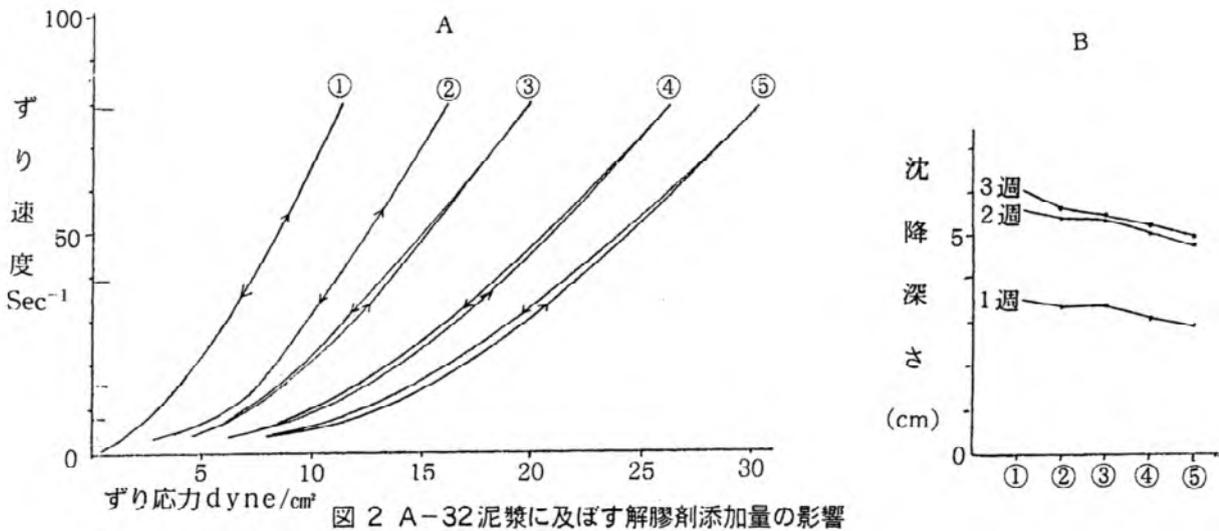


図2 A-32泥漿に及ぼす解膠剤添加量の影響

A. ずり応力-ずり速度曲線  
 B. 泥漿の静置沈降深さ  
 ①セルナ0.5 ②同1.0 ③同1.0 ④同1.5 ⑤同2.0%

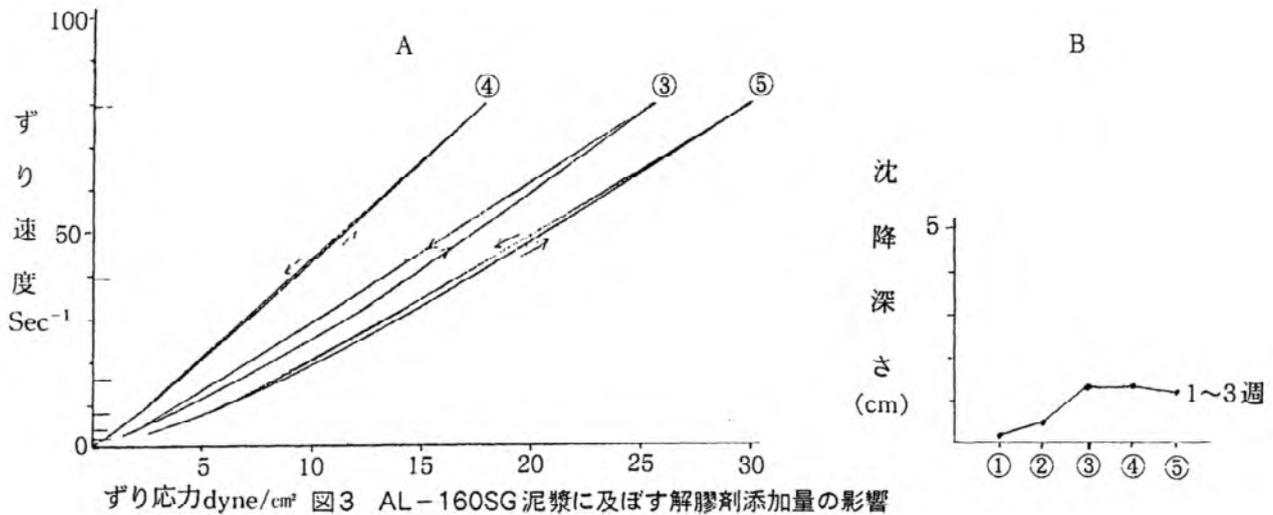


図3 AL-160SG泥漿に及ぼす解膠剤添加量の影響

A. ずり応力-ずり速度曲線  
 B. 泥漿の静置沈降深さ  
 ①セルナ0.5 ②同1.0 ③同1.0 ④同1.5 ⑤同2.0%

図2,3から次のことが言える。

- [1] みかけ粘度が最低となる解膠剤添加量は、沈降深さも最大となる。この添加量が最適と考えられる。この時には泥漿は完全に分散していて、粘性が低くかつ沈積物が最も密に充てんすると思われる。
- [2] 解膠剤添加量に過不足のある場合、みかけ粘度は完全解膠よりも大きく、かつチクソトロピー性が増す。ただ添加量不足の時の方がチクソトロピー性が著しい。
- [3] 最適添加量はアルミナの種類により著しく変わる。
- [4] A-32はAL-160SGより強い塑性流の示し、ずり応力上昇に伴うずり速度の増加が著しい。

## 2.2 泥漿鑄込み試験

鑄込み成形には含水量が低く、流動性が適当な泥漿が必要であるといわれている。<sup>9)</sup> 2.1で作製した泥漿は、含水量が多く、粘性が低すぎる様に思われたので、ここでは含水量20%前後の泥漿を作った。泥漿に使用した原料はAL-160SG 100%,AL-160SG70 : A-32 30%,A-32 100%の3種類である。また鑄込み成形体の生強度を上げるためPVA(分子量500)をアルミナに対し0.3%添加したものについても試験した。泥漿は24時間アルミナ製ポットミルで混合し作成した。表1に泥漿調合を示す。

表 1 鑄込み試験用泥漿の調合

| 泥漿名    | A        | B | C   | D | E   | F | G                     | H | I   | J | K    | L | M    | N | O    | P | Q   | R | C'       | D' | E'  | F' |
|--------|----------|---|-----|---|-----|---|-----------------------|---|-----|---|------|---|------|---|------|---|-----|---|----------|----|-----|----|
| 原料     | AL-160SG |   |     |   |     |   | AL-160SG70<br>A-32 30 |   |     |   |      |   | A-32 |   |      |   |     |   | AL-160SG |    |     |    |
| 含水量    | 19%      |   | 23  |   |     |   | 19                    |   |     |   |      |   | 20   |   |      |   | 19  |   |          |    |     |    |
| セルナ添加量 | 1.5%     |   | 1.0 |   | 2.0 |   | 1.5                   |   | 1.0 |   | 0.75 |   | 0.75 |   | 0.50 |   | 1.0 |   | 1.0      |    | 2.0 |    |
| PVA添加  | -        | ○ | -   | ○ | -   | ○ | -                     | ○ | -   | ○ | -    | ○ | -    | ○ | -    | ○ | -   | ○ | -        | ○  | -   | ○  |

### 2.2.1 泥漿の流動性状

2.1で得られた解膠剤添加量と流動性の関係が、含水量の低い場合に対応するかどうかを確認するため、表1の泥漿の流動性状を調べた。図4に泥漿の混合直後、1日後及び4日後の流動曲線を示した。また図5に混合後1日経過した時のみかけ粘度(ローター3,6rpm)を示す。これらの図から次のことがわかる。

- [1] 解膠剤添加量と泥漿の解膠状態の関係は2.1と同じ結果が得られた。これは解膠剤が凝集～完全解膠の泥漿ではアルミナ粒子にほとんど吸着され、水には存在しないことを示している。
- [2] 解膠剤不足の泥漿(C'D'KL)では、みかけ粘度が時間経過とともに増大していくが、過解膠の泥漿では、粘度は低くなっていく。後者は有機解膠剤のアルミナ粒子への吸着が平衡に達するのに長時間を要することを暗示する。しかし、これら、粘性の経過変化は鑄込み作業を困難にする

ほどの変化ではない。従って、この試験範囲において有機解膠剤使用の泥漿は安定性があるといっ  
てよいであろう。

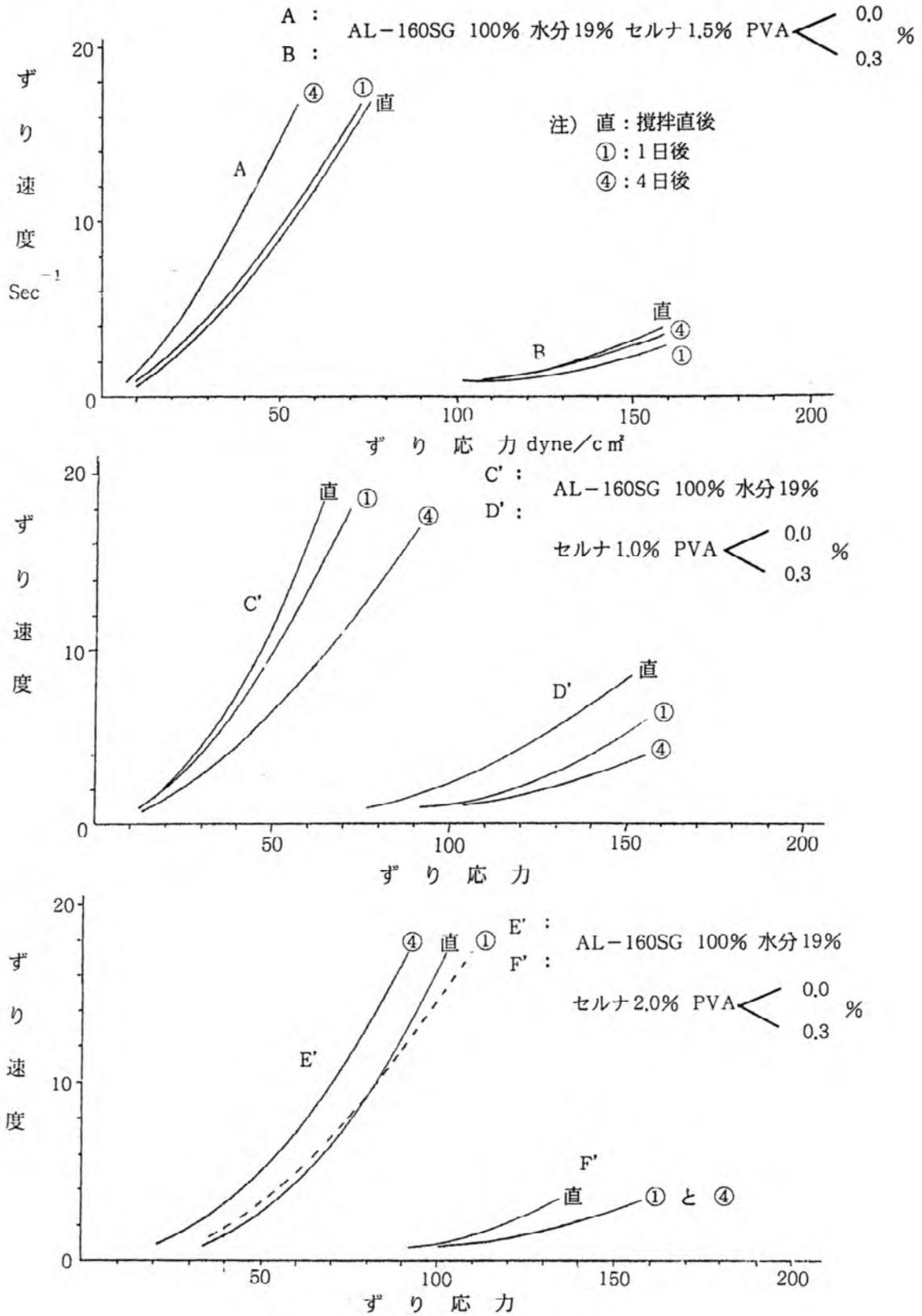


図4A 鑄込み用泥漿の流動曲線

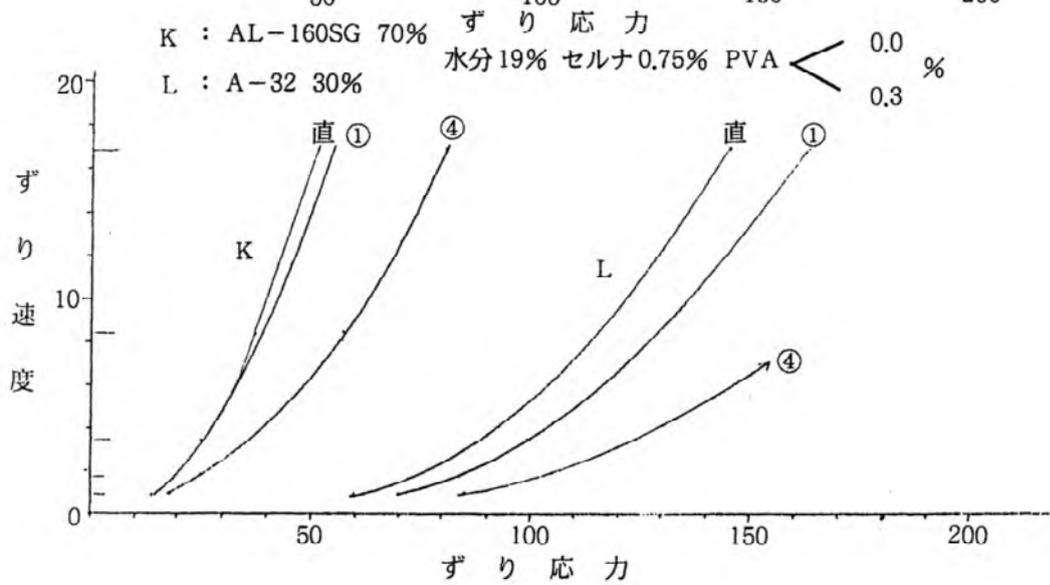
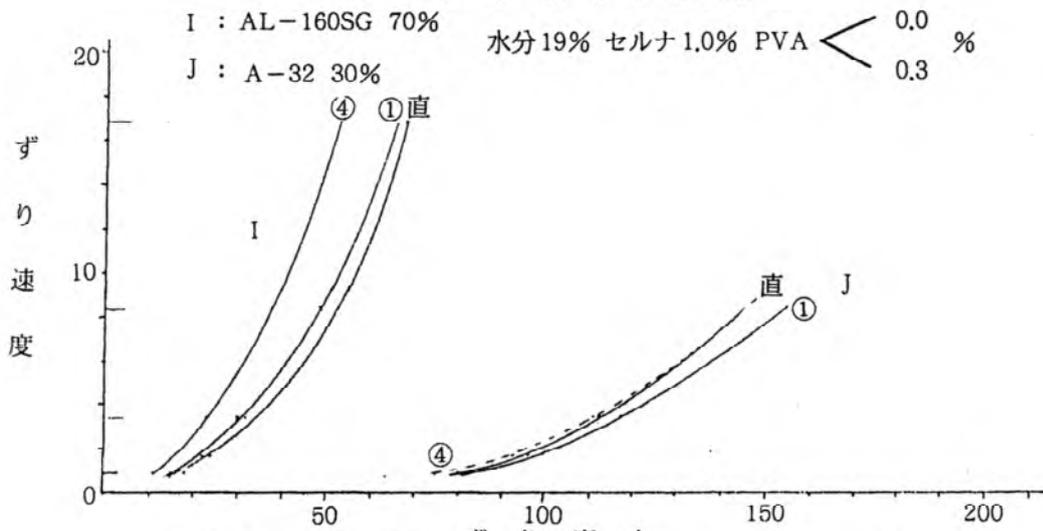
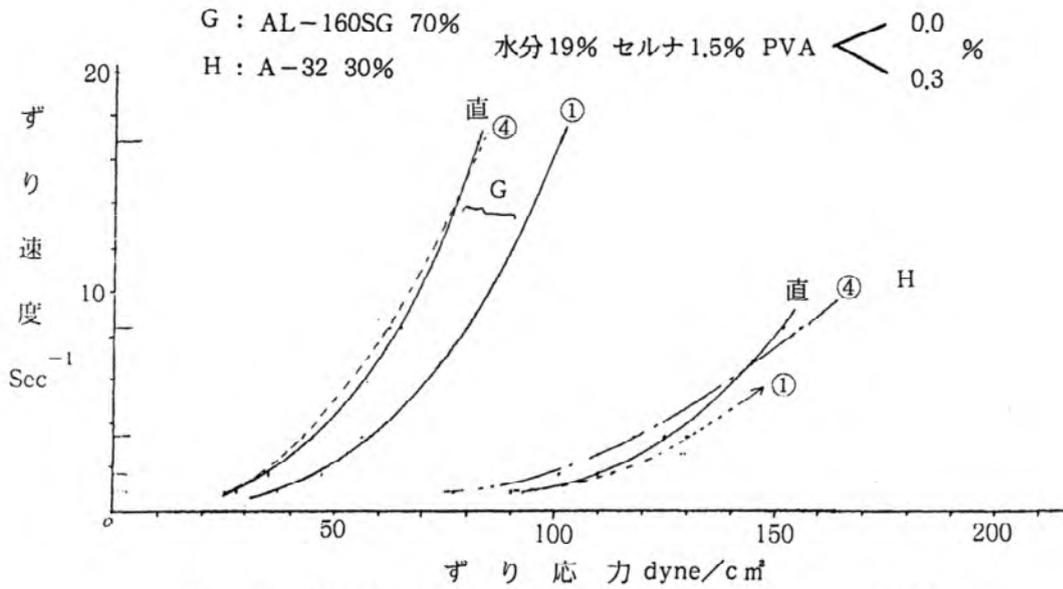


図4B 鑄込み泥漿の流動曲線

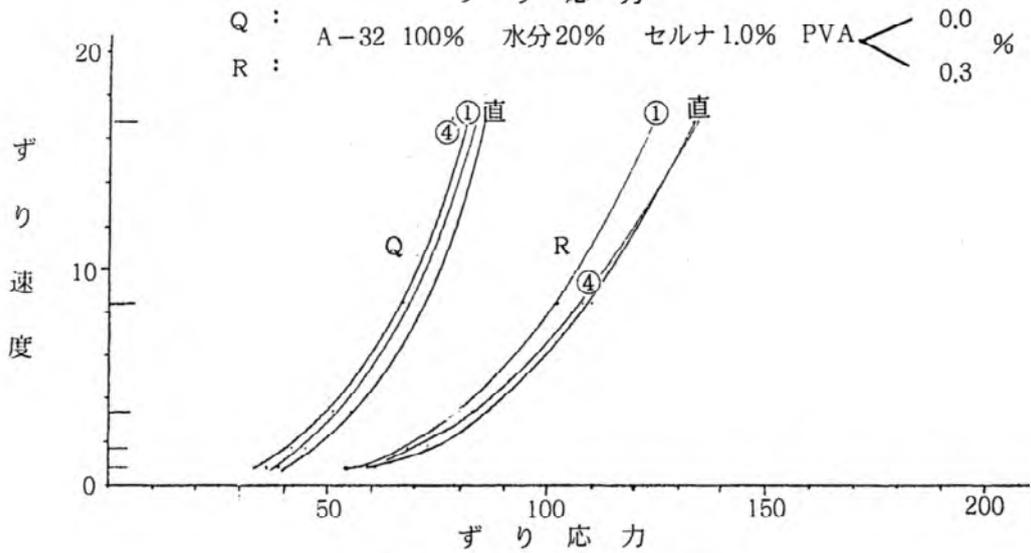
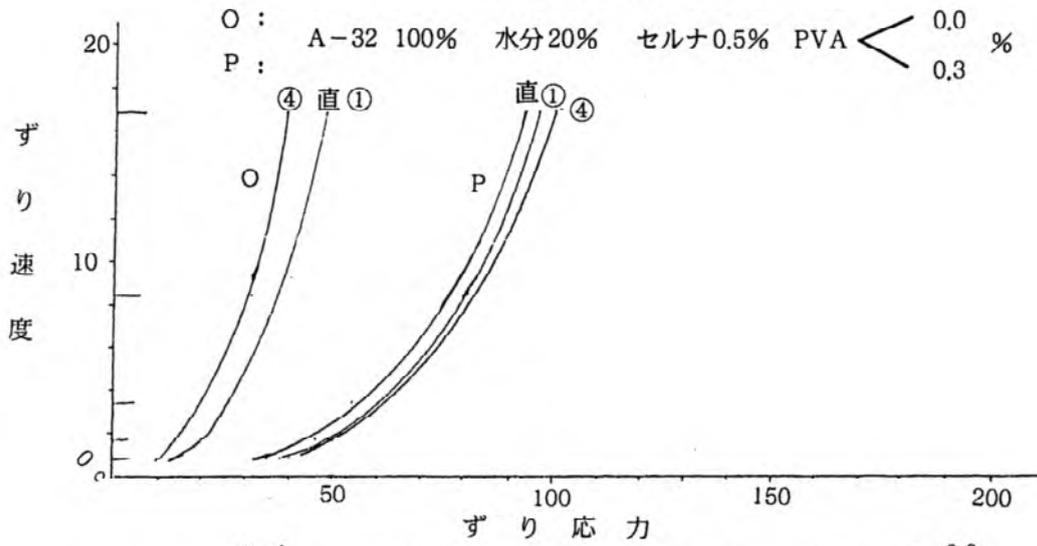
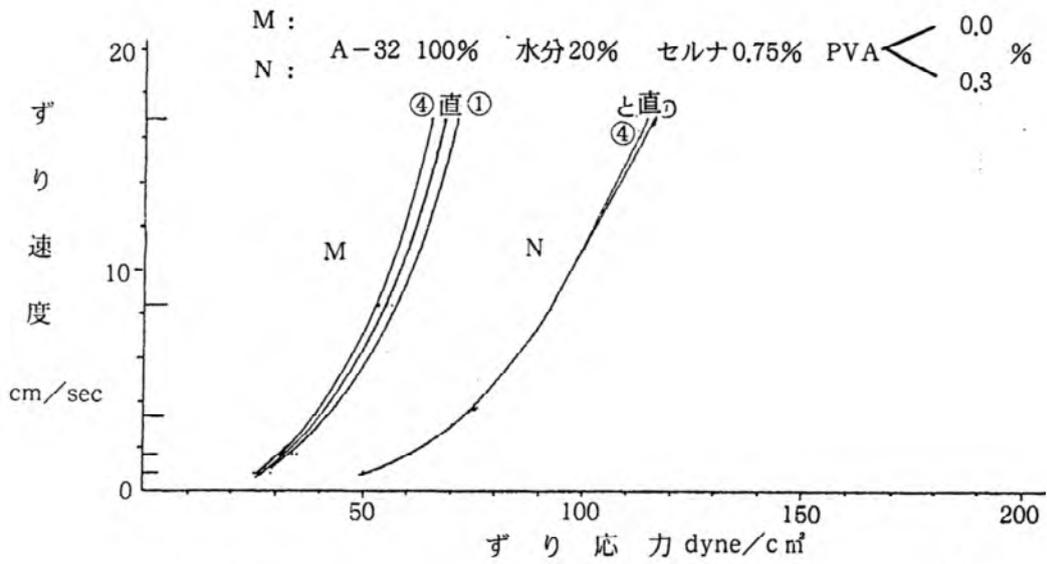


図4C 鑄込み用泥漿の流動曲線

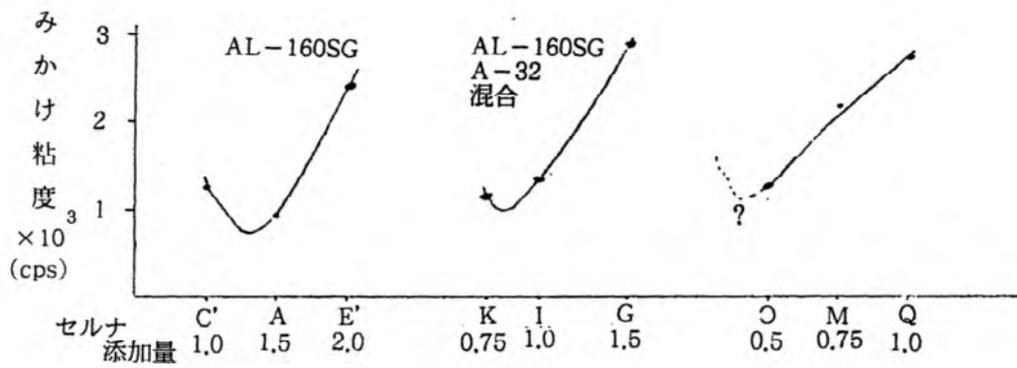


図5 鑄込み用泥漿のみかけ粘度 (混合後1日静置,ローター3.6rpmで測定)

[3] 特にPVA添加の泥漿では過解膠でも,混合直後の粘性が,1日後よりも低いことがある。これは機械的力による粒子間構造の破壊効果が現われているものと推測される。

[4] PVA添加による粘性上昇の度合いは,AL-160SGがA-32より著しい。この原因は不明であるが,泥漿制御の際アルミナ原料の差による影響を考慮する必要のあることを示唆する。

次に泥漿のチクソトロピー測定結果を図6に示す。測定には混合後1日経過した泥漿を用い,粘

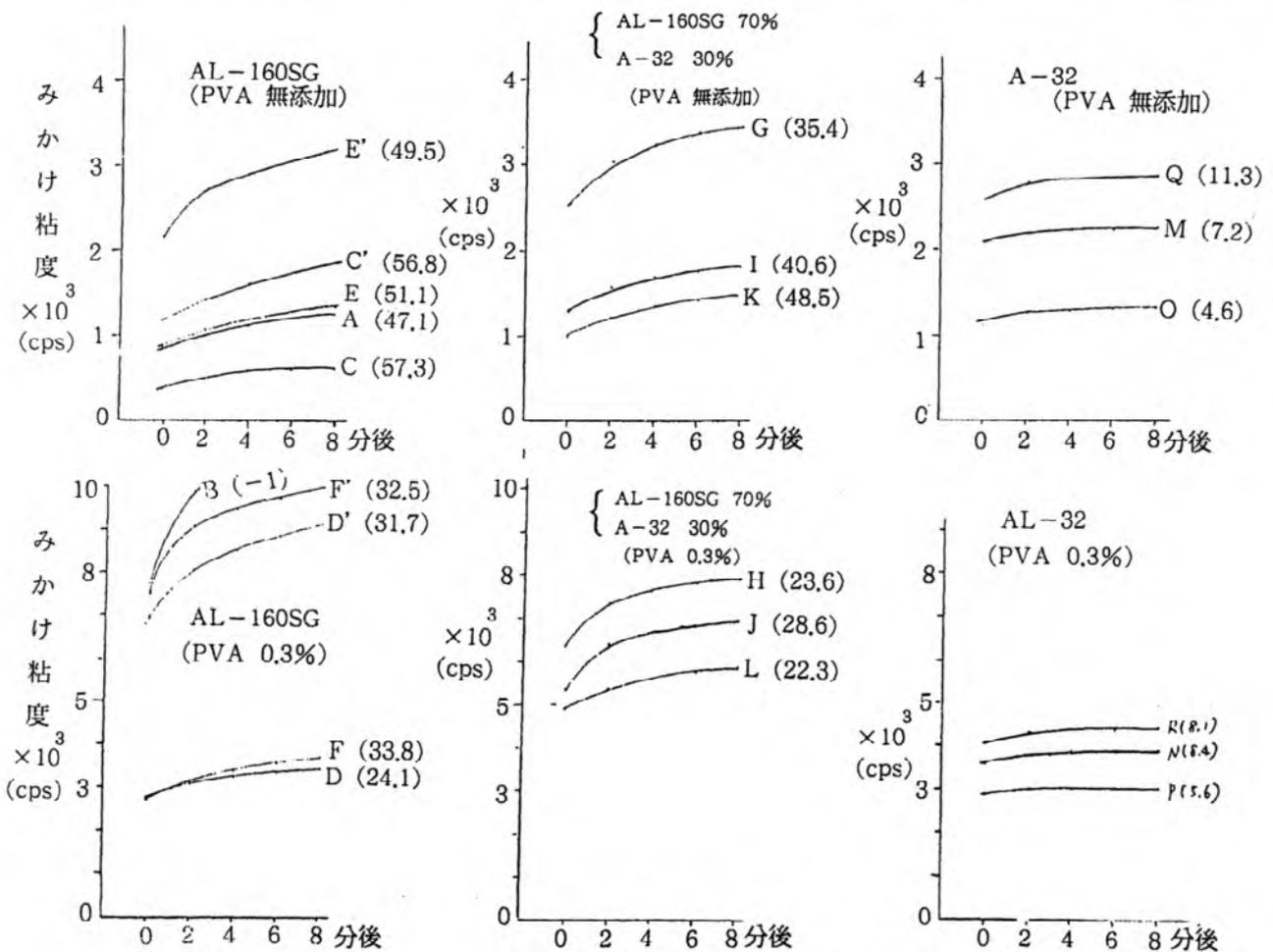


図6 泥漿のチクソトロピーの程度を示した粘性の経時変化

( ) 内数字

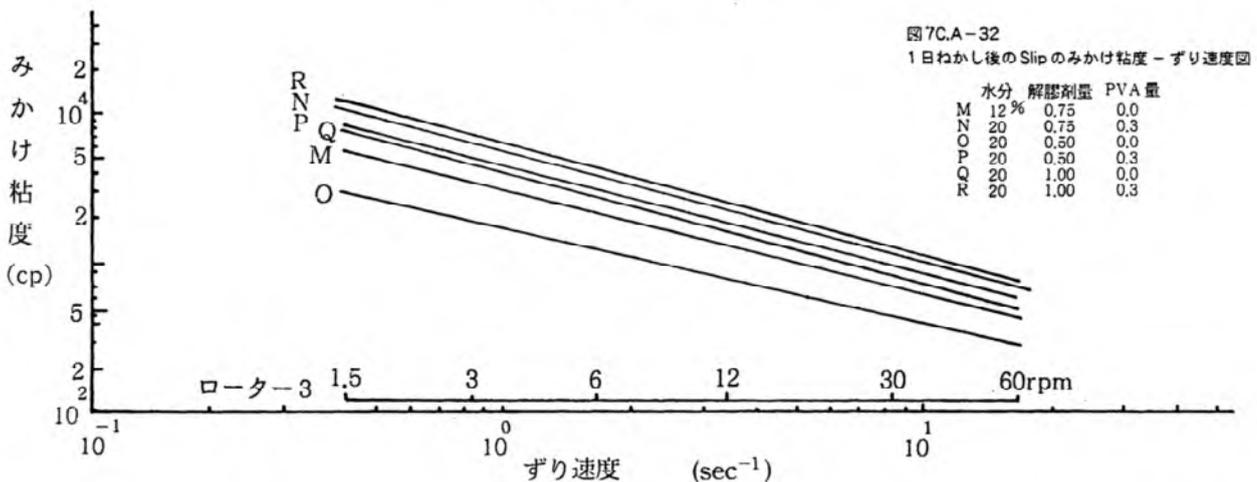
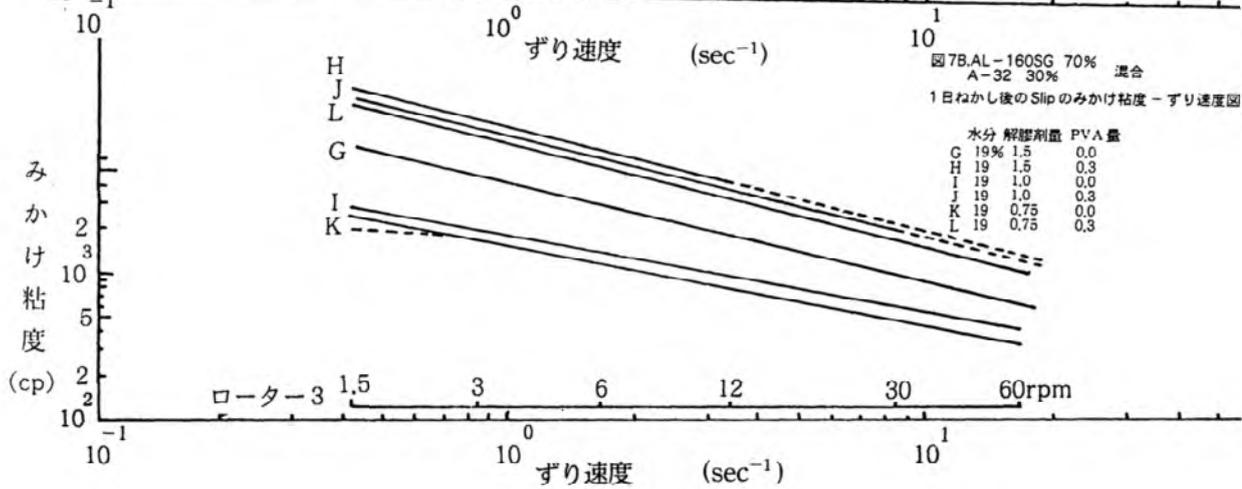
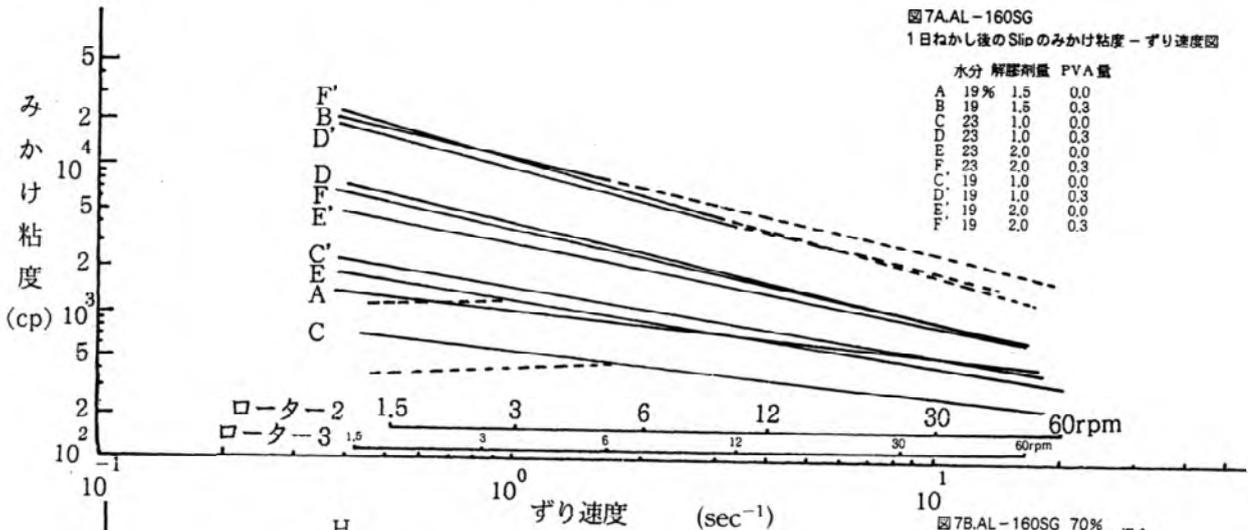
$$\frac{8\text{分後のみかけ粘度} - 0\text{分後のみかけ粘度}}{0\text{分後のみかけ粘度}} \times 100$$

性測定状態にセットして、H形ローター3で60rpm1分間泥漿を攪拌した後、各時間（0～8分）静置後、同ローターで6rpm20秒間回転させた時の値で示した。図6から次のことがわかる。

[1] AL-160SGはチクソトロピー性が著しいが、A-32は少ない。この原因は不明である。この性質の大小が鋳込み成形にどのような影響があるかは、今回の試験では分らなかったが、複雑な形状を鋳込む際には考慮すべきものと思われる。

[2] 解膠剤添加量によるチクソトロピーへの影響は、この範囲では明確な傾向はないようである。

[3] PVA添加はチクソトロピーに影響しないようである。PVAには泥漿の溶液粘性は上げるが、

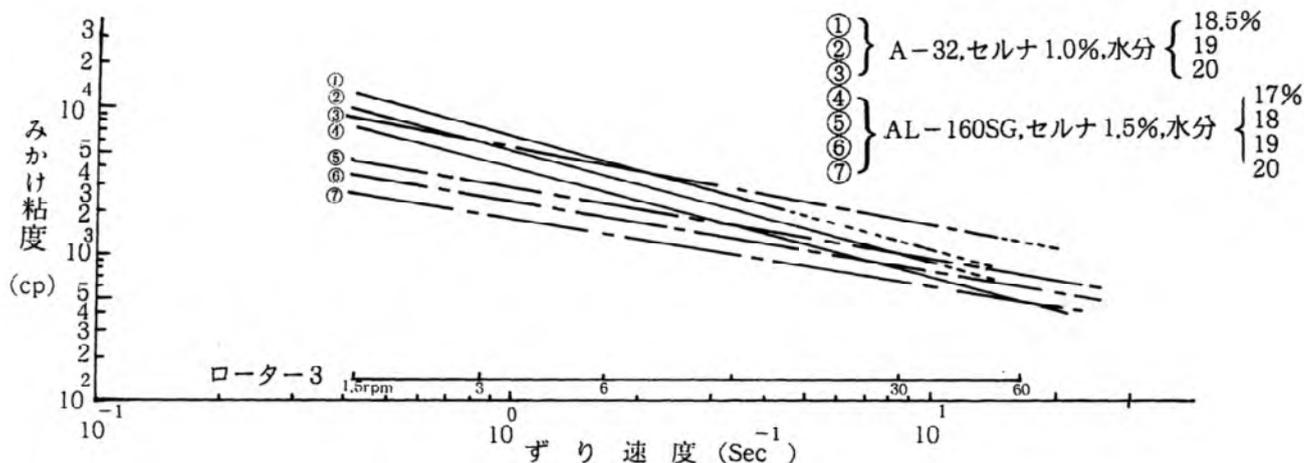


アルミナ粒子間の構造には影響しないことを暗示する。

図7には泥漿の塑性流の程度を示すために、ずり速度 - みかけ粘度図を示す。図中の直線の勾配が大きいほど塑性流の程度が強いとされている。従ってA-32がAL-160SGよりも強い塑性流を示している。また図8には泥漿含水量を変えた場合の図を示す。これから含水量の変化は直線の勾配に影響を与えないことがわかる。

図6ではAL-160SGの方がチクソトロピーが著しいことが示されて入るのに対し、ここではAL-160SGの塑性流が小さいという、一見矛盾する様な結果が得られた。これはおそらく、AL-160SGでは攪拌後迅速に凝集構造を作るが、粒子間の結合力は弱く、低いずり応力で簡単に分散するのに対し、A-32は凝集構造を作らないが、粒子間の摩擦力のようなものが強く、その影響で低いずり応力の範囲では高いみかけ粘度を示すのではなかろうか。

図8 解膠剤量を一定にし、含水量を変化させたときのみかけ粘度-ずり速度図

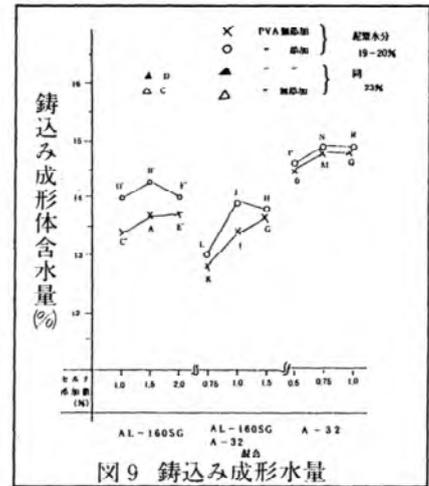


### 2.2.2. 着肉速度と成形体の含水量

石膏板上に内径4.3cmのガラス円筒を置き、その中に泥漿40ccを注ぎ、5分又は20分間着肉後排泥した。乾燥後、成形された円板の厚みを測定した。その結果、C' (AL-160SG, 20分鑄込み) 7.83mm; K (AL-160SG 70%, A-32 30%, 20分鑄込み) 6.40mm; O (A-32, 5分鑄込み) 7.06mmであった。着肉速度定数 ( $\alpha$ ) は  $\alpha = L^2/t$  ( $L$ : 着肉厚さ,  $t$ : 時間) でしめされる。従って $\alpha$ はC'で3.07, Kで2.05, Oで9.97となる。A-32は粒度分布が狭いため、成形体中でのアルミナ粒子の充てんが粗になり透水性が大きくなり、着肉速度が大きくなるのであろう。AL-160SGとA-32を混合した泥漿が最も定数が小さいのは、粒度分布が広がるため充てんが密となり、透水性が低いと思われる。この結果は図9に示す鑄込み成形体の含水量からも理解できる。含水量の測定は(約)  $12 \times 2.5 \times 0.7$ cmの板状試験体を固形鑄込みで成形後、直ちに石膏型からとり出し秤量した値を使い、次式で求めた。

$$\text{鑄込み成形体含水量 (\%)} = \frac{\text{鑄込み終了直後の重量} - \text{乾燥重量}}{\text{鑄込み終了直後の重量}} \times 100$$

図9から着肉速度の大きいほど成形体の含水量が多いことがわかる (O>C'>K)。またPVA添加による泥漿の粘性の著しい泥漿では,無添加の泥漿より含水量増加が顕著であること,泥漿水分が増加すると含水量が著しく増加すること,及び一般的に過解膠の程度が強い泥漿ほど,成形体含水量は高くなることがわかる。この成形体含水量は2.1で求めた泥漿の沈降深さと密接に関係すると思われる。即ち最も沈降深さの大きい(最も密に沈積する)解膠剤添加量の泥漿で,最も充てん密度の大きいいこみ成形体ができる。この結果は Worrall<sup>2)</sup> 示したものと一致する。



### 2.3 鑄込み成形体において乾燥及び焼成中に発生する亀裂

2.2.2で成形した板状試験体の中に,乾燥,1000℃焼成,あるいは1600℃焼成中に亀裂が発生するものがあつた。亀裂はいずれの場合も表面に平行方向に入った。表2に亀裂の有無を(肉眼観察)を記載する。

表2 成形体の亀裂発生の有無

| 泥漿名        | A | B | C | D | E  | F  | G  | H  | I | J | K | L | M | N | O | P | Q | R | C' | D' | E' | F' |   |
|------------|---|---|---|---|----|----|----|----|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|----|----|----|----|---|
| 解膠状態*)     | + | + | 干 | 干 | ++ | ++ | ++ | ++ | + | + | 干 | 干 | + | + | ± | ± | + | + | 干  | 干  | ++ | ++ |   |
| PVA添加の有無   | - | ○ | - | ○ | -  | ○  | -  | ○  | - | ○ | - | ○ | - | ○ | - | ○ | - | ○ | -  | ○  | -  | ○  |   |
| *) 乾燥亀裂の発生 | × | ○ | ○ | ○ | ×  | ×  | ×  | ×  | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○  | ○  | ○  | ×  | × |
| 1000℃中     |   | ○ | ○ | ○ |    |    |    |    | ○ | × | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○  | ○  | ○  |    |   |
| 1600℃中     |   | × | ○ | ○ |    |    |    |    | × |   | ○ | ○ | △ | ○ | × | ○ | × | ○ | ○  | ○  |    |    |   |

\*) 干 解膠剤やや不足~適当, ± 適当~やや過解膠, + やや過~過解膠, ++ かなり強い過解膠  
 \*) × いこみ成形体全数に亀裂発生  
 △ " の一部のものに亀裂発生  
 ○ 亀裂認められず

表2から過解膠の泥漿による成形体は亀裂を生じやすい。PVA添加による生強度の強化でやや改善されるが,十分ではない。亀裂の原因は,過解膠泥漿中では解膠剤は,全部はアルミナ粒子に吸着されず,過剰分は水に溶解しているため,成形体乾燥の際に,表面部分に,この過剰分が濃集し,成形体内部と表面部分に乾燥収縮差を生ずることによるものと思われる。亀裂発生防止には,バインダーの適量添加で可能となると思われるが,バインダーの多量添加は泥漿の粘性を鑄込み成形に不適当なほど高めることが多い。従って過解膠状態でない泥漿を作ることが,鑄込み成形には必要であらう。

## 2.4 焼成かさ比重,閉気孔率及び吸水率

図10に前記板状試験を1000°C1時間焼成した時のかさ比重を示す。1000°C焼成ではアルミナの焼結は,ほとんど進まないことから,このかさ比重は鋳込み成形時のかさ比重と対応すると言えるであろう。従って図10は図9の鋳込み成形体含水量と関係があり,含水量の多い時,かさ比重は小さくなる。

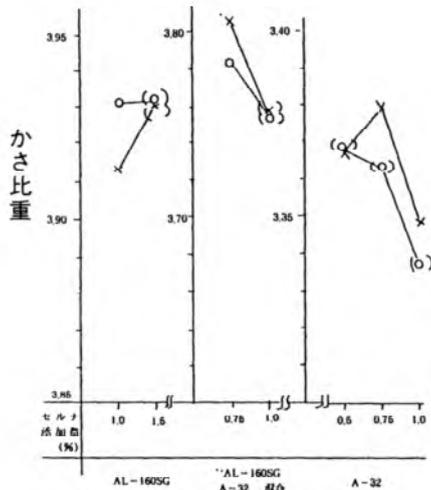


図11 1600°C焼成でのかさ比重 (記号は図9と同じ)

1600°C1時間では,AL-160SG単味の成形体に比較し,焼結が進んでいないかも知れないが,鋳込み成形時に,かなり大きい空隙が多量に形成され,1600°C焼成でもそれから消滅せずに残っているためと考えられる。

1600°C焼成試料の走査電顕の観察により,AL-160SGとA-32混合の成形体はAL-160SG単味の成形体より閉気孔が多い(図13)ことが確認された。また固形鋳込みの際,成形体の中心に沿って,すじ状の構造ができることが従来の陶磁器素地でも見られ,今回の鋳込みの際でも生じた。その部分は走査電顕で観察すると閉気孔の濃集部であり,鋳込み成形の際に粒子が密に充てんしなかった事を示す(図14)。

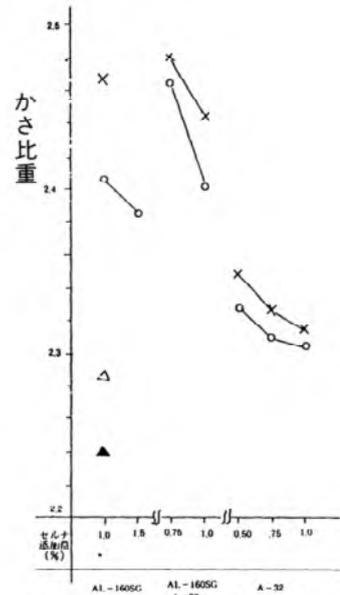


図10 1000°C焼成でのかさ比重 (記号は図9と同じ)

次に1600°C1時間焼成した時のかさ比重を図11に閉気孔率を図12に示す。両図には亀裂が生じた試験についても記載した。なお吸水率はAL-160SGでは0.03%以下,AL-160SG 70%とA-32 30%の混合物は0.06%以下,A-32では4.0%前後であった。図11からは1000°Cでのかさ比重の影響ははっきりわからない。しかし図12から,AL-160SGとA-32の混合の成形体は閉気孔率が高いことが示される。この成形体は鋳込み成形時の含水量が低く(図9),1000°Cのかさ比重が大きい(図10)ものであった。

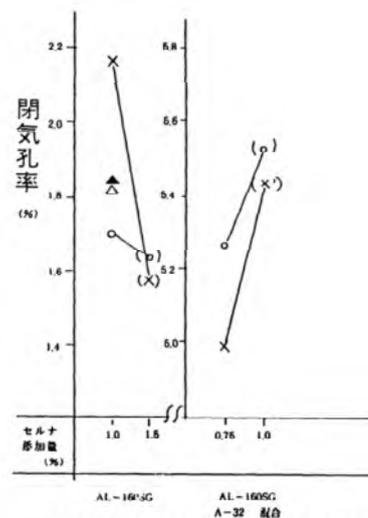


図12 1600°C焼成での閉気孔率 (記号は図9と同じ)

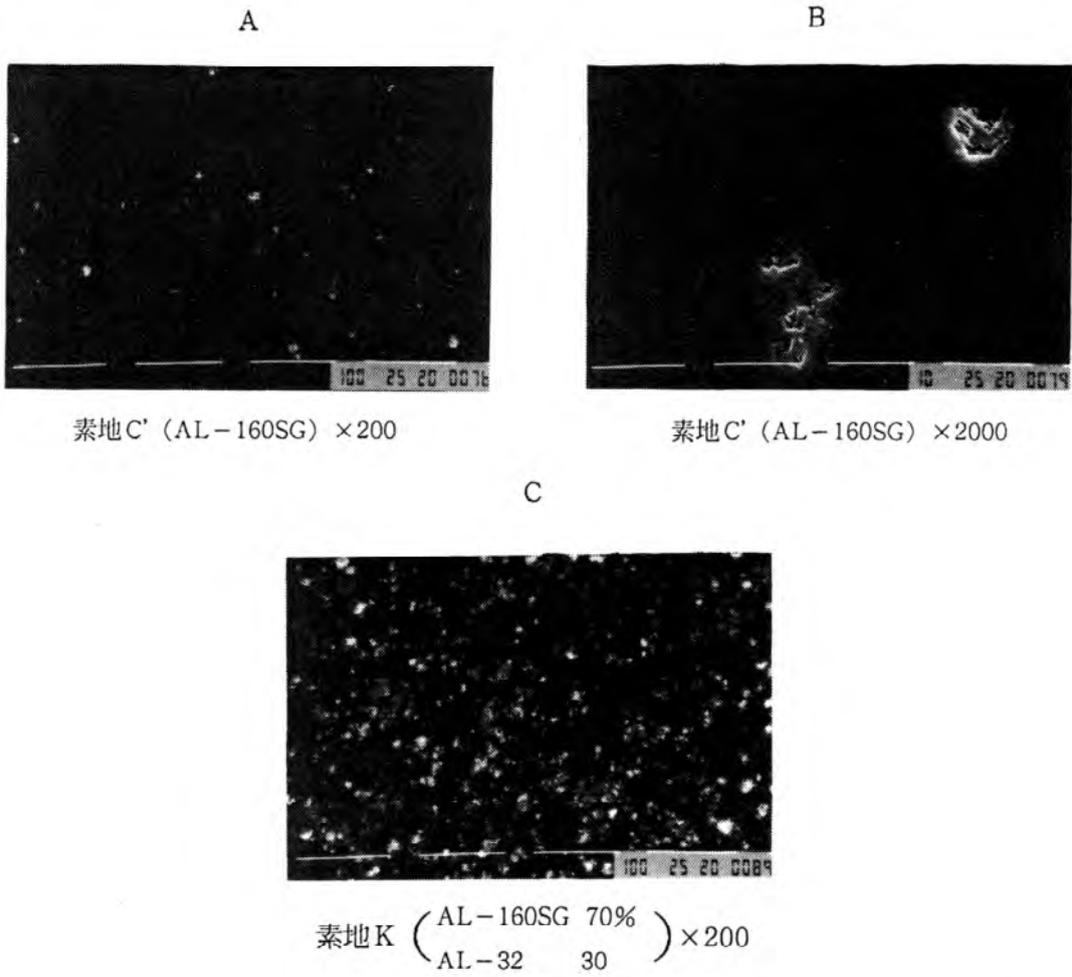


図13 1600℃焼成した鋳込み成形試験体の走査電顕写真（研磨-サーマルエッチング面）

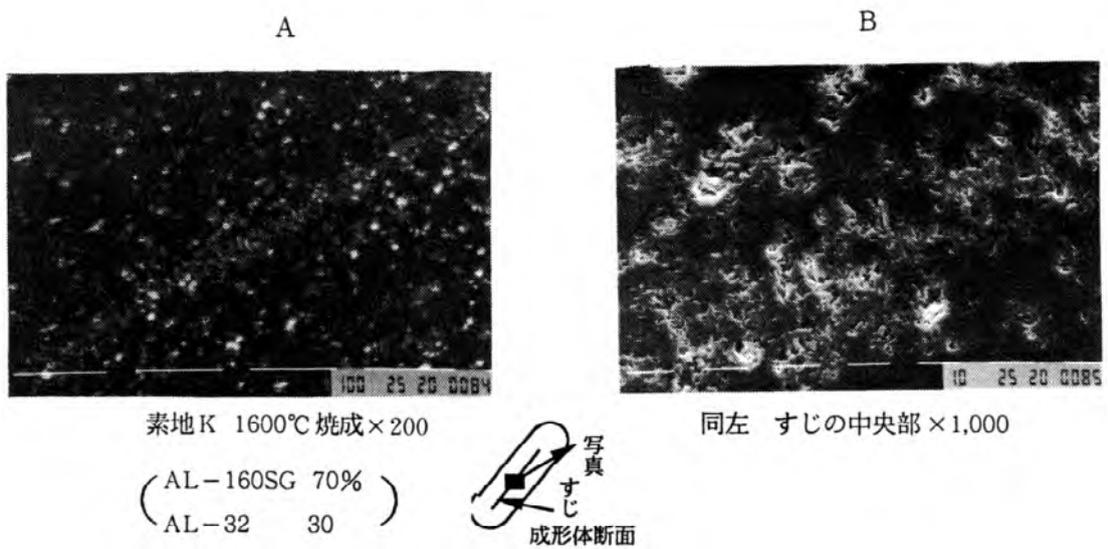


図14 鋳込み成形体中心に沿うすじ状構造の走査電顕写真（研磨-サーマルエッチング面）

### 3. まとめ

本実験では次のことがわかった。

[1] 有機質解膠剤による泥漿の解膠は、過解膠状態でも粘性の急上昇は見られず、鋳込みは可能であるが、後の工程で亀裂を生ずる。従って、最適解膠剤添加量に近い泥漿を作る必要がある。

[2] 最適解膠剤添加量（アルミナに対し）は、同一含水量泥漿で最低の粘性を示す量で、この量は含水量が変化しても変わらない。従って含水量の比較的多い泥漿で、静置による沈降深さの最大の添加量を選んでもよい。

[3] 鋳込み成形時に最も充てんのよいアルミナの種類が、焼結後かさ密度が最も良いとは限らない。鋳込み成形時に形成される大きな気孔が問題となる。

[4] アルミナの種類により必要な解膠剤量は著しく異なる。

#### [謝辞]

本実験を行なうにあたり、名工試セラミックス基礎部材料合成課伊賀武雄主任研究官、及びアダマンド工業（株）和気尚美氏に、御指導と御協力を賜わった。ここに記して深謝いたします。

#### 文 献

- 1) Schwerin, G. B., Ger. Pat. 274039 & 276,244 (1910)
- 2) Worrall, W. E., Trans. Brit. Ceram. Soc., vol. 62, 659~672 (1963)
- 3) Howard, P. et al., ibid., vol. 50, 339~347 (1951)
- 4) Fennelly, T. J. et al., J. Am. Ceram. Soc., vol. 55, 264~268 (1972)
- 5) Byckalo, W. et al., Am. Ceram. Soc. Bull., vol. 55, 286~288 (1976)
- 6) 渡辺信彦, セラミックス, vol. 18, 324~330 (1983)
- 7) 同 上, 同 上, vol. 12, 184~190 (1977)

# In situ reaction法によるリチア-ジルコニア系複合セラミックスの合成

研究室 伊藤 隆

## 1. まえがき

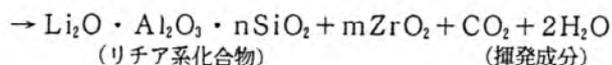
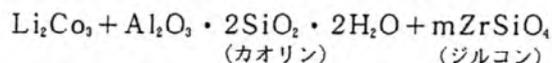
リチア系セラミックスは、熱膨張が非常に小さく、耐熱衝撃性に優れているが、構成する結晶の熱膨張異方性が大きいこと、機械的強度が低いという欠点がある。<sup>1)</sup> これを改善する方法として、ジルコニアを複合させて強化することが考えられ、この方法によって、機械的強度が向上することは既に示したとおりである。<sup>2)</sup>

ジルコニアを複合させる方法の一つに、母体にジルコン (ZrSiO<sub>4</sub>) を混合し、焼成反応によってジルコニアを晶出させる、いわゆる、In situ reaction法<sup>3)</sup>がある。この方法によれば、より簡単で、かつ安価にジルコニアを複合させることができる訳であり、リチア系セラミックスに対してもこの方法を適用できる可能性がある。

本研究は、炭酸リチウム-カオリン-ジルコン系調合物から、In situ reaction法によって、焼結温度巾が広く、優れた物性のリチア-ジルコニア系複合セラミックスを合成することを目的としたものである。

## 2. 実験方法

炭酸リチウム-カオリン-ジルコン系の予想される焼成反応式を次に示す。



(これを反応式1とする。m・nは定数)

表 1. 調合表

単位 wt %

| 原料 | 試料名    | R1   | R2   | R3   | R4   |
|----|--------|------|------|------|------|
|    | 炭酸リチウム | 17.1 | 14.1 | 12.0 | 10.4 |
|    | カオリン   | 61.5 | 50.6 | 43.0 | 37.4 |
|    | ジルコン   | 21.4 | 35.3 | 45.0 | 52.2 |
|    | m      | 0.5  | 1.0  | 1.5  | 2.0  |
|    | n      | 2.55 | 3.06 | 3.57 | 4.07 |

注) m, n は反応式 1 における値

この反応式に従い、表1に示すような調合を行った。なお、炭酸リチウムは日陶産業(株)製、カオリンは共立窯業原料(株)製ダイヤモンドカオリン(DK-7)、ジルコンは金生興業(株)製A-Paxを用いた。

各調合物は、メタノールを媒質としてポットミルで4時間混合し、60°Cで乾燥した後、32メッシュの篩全通まで粉砕し、1000kg/cm<sup>2</sup>の圧力で試験体をプレス成形した。

この試験体をカンタルスーパー電気炉で昇温・冷却速度5°C/分、焼成温度1120~1360°C、所定温度での保持時間1時間として焼成し、焼成体の諸物性を測定した。

### 3. 結果と考察

吸水率とかさ比重の測定結果を図1に示す。測定はアルキメデス法によった。なお、R3、R4は1360°Cで完全に過焼状態となったため、測定結果を示していない。

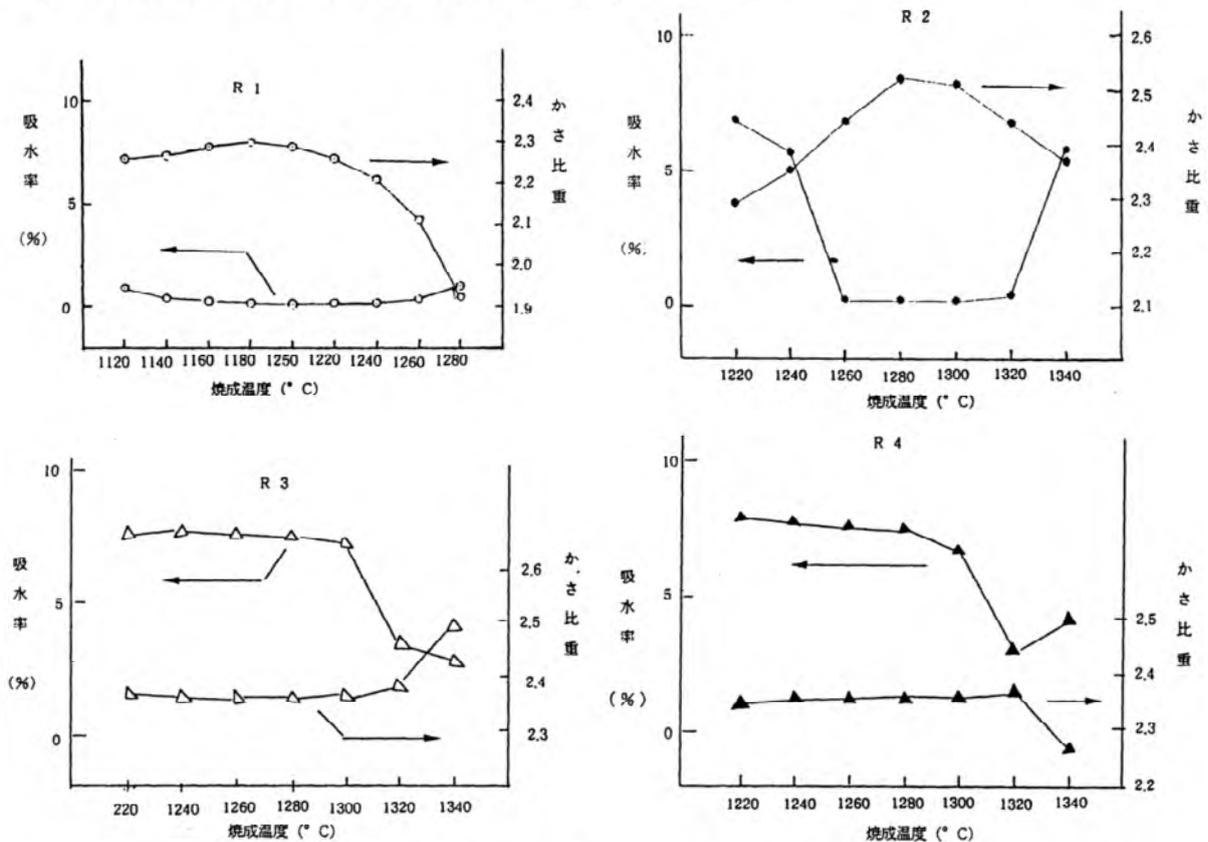


図1 吸水率及びかさ比重測定結果

これから、焼結温度巾は、R1が約80°C、R2が約60°Cで、かなり広く、焼結性が良いが、R3とR4は焼結せず、非常に焼結性が悪いことがわかる。

各種焼成体で、かさ比重が最大のときのX線回折による結晶組成同定結果を表2に示す。

これから、全てにおいてジルコニアの晶出が見られ、ジルコンの分解が生じたことを示しているが、R4だけは、ジルコンが残留しており、分解が完全には進んでいない。

また、R4はβ-ユークリプトタイト固溶体の量が非常に少なくなっており、ジルコンの分解にβ-ユークリプトタイト固溶体が関与していることを伺わせる。

従って、ジルコンを完全に分解させ、リチア-ジルコニア系複合セラミックスを得るためには、反応式1におけるnの値が4より小さいことが望まれる。

表2 かさ比重最大のときの各結晶組成

| 試料名 | 焼成温度(°C) | 結晶組成   |
|-----|----------|--|
| R1  | 1180     | E, m-ZrO <sub>2</sub> , t-ZrO <sub>2</sub>           |
| R2  | 1280     | E, m-ZrO <sub>2</sub> , t-ZrO <sub>2</sub>           |
| R3  | 1340     | S, E, m-ZrO <sub>2</sub> , t-ZrO <sub>2</sub>        |
| R4  | 1320     | S, E(少), m-ZrO <sub>2</sub> , t-ZrO <sub>2</sub> , Z |

注) E: β-ユークリプタイト固溶体, S: β-スポジューメン固溶体, m-ZrO: 単斜晶ジルコニア, t-ZrO: 正方晶ジルコニア, Z: ジルコン, (少)は少量を表わす。

次に、R1とR2の焼結体について、熱膨張と曲げ強度の測定結果を表3及び図2に示す。

表3 熱膨張及び曲げ強度測定結果

| 試料 | 焼成温度(°C) | 熱膨張係数<br>~600°C (/°C) | 曲げ強度<br>(kgf/cm <sup>2</sup> ) |
|----|----------|-----------------------|--------------------------------|
| R1 | 1180     | $1.75 \times 10^{-6}$ | 1081                           |
| R2 | 1280     | $1.74 \times 10^{-6}$ | 976                            |

注) 曲げ強度は、3点曲げ、クロスヘッド速度2mm/分として行い、10試料の平均値を示した。

これから、熱膨張は室温~600°C程度までは、両者とも比較的小さく、良く似た値を示しているが、700°C付近から急激に膨張している。冷却過程では、この急激な膨張率変化は現われず、以前の結果<sup>3)</sup>と同様であり、昇温過程での異常膨張は、リチア系セラミックスとジルコニアとの熱膨張差に起因する組織の破壊と考えられる。

曲げ強度は、R1, R2とも良く似ており、以前、リチア系セラミックス焼結体で得られた値(773Kgf/cm<sup>2</sup>)<sup>2)</sup>より若干強くなっているが、ジルコニア含有量による違いは明確でない。

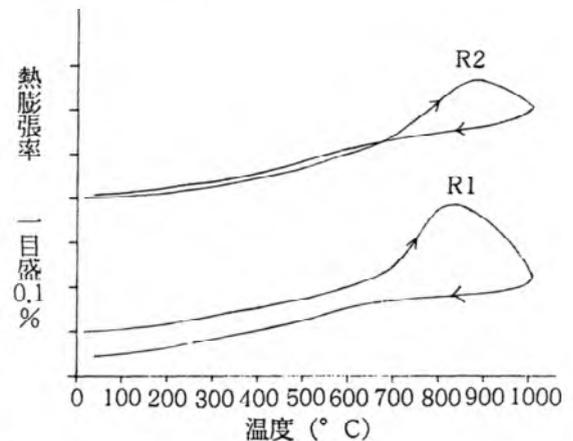


図2 熱膨張測定結果

#### 4. まとめ

炭酸リチウム-カオリーン-ジルコン系調合物から、焼成反応によって、リチア-ジルコニア系複合セラミックスを合成することが可能であり、母体のリチア系セラミックスは、ユークリプタイト組成に近い方が焼結温度巾が広く、ジルコンの分解も完全に行えることがわかった。

従って、この系の複合セラミックスの合成に In situ reaction 法が適用できる訳であるが、熱膨張や機械的強度等の物性の改善がさらに必要である。

文 献

- 1) 宇田川重和,井川博行,セラミックス, **14**, 967-76 (1979)
- 2) 国枝勝利,伊藤隆,三重県窯業試験場年報, **19**, 5-29 (1985)
- 3) E.Di Rupo,E.Gilbart,T.G.Carruthers and R.J.Brook,J.Mat.Sci., **14**, 705-11 (1979)

# 半磁器坏土の品質管理技術

## 第2報 陶石の置換試験

研究室 服部 正明

### 1. まえがき

四日市市では、半磁器製品を主力に生産しており、萬古陶磁器工業協同組合において半磁器坏土を製土し、各メーカーに供給している。

半磁器坏土には大きく分けて2種あり、1つは“特白土”および“並土”とよばれる長石質陶器で、1150℃～1200℃で焼成されている。もう1つは“低火度土”とよばれる石灰長石質陶器で、石灰石を添加することにより水和膨張による経年貫入をおさえた素地で、1080℃～1150℃で焼成されている。

前報<sup>1)</sup>では、特白土および低火度土について、木節粘土の特性と坏土の焼成性状を報告したが、今回は現業素地、特に低火度素地でサメ割れ、釉飛び現象が起きているのを是正するため、陶石の置換試験を行なった。陶石はセリサイト系陶石、パイロフィライト系陶石、カオリン系陶石に大別されるが、これらをどのように組み合わせるのが適切か調べたものである。

目標としては、次の3点をめざした。

- 1) 白色度の高いこと。
- 2) 現在の焼成温度で、適度に焼き締まり、焼巾があること。
- 3) 熱膨張が適切（室温～600℃で熱膨張係数 $8.5 \times 10^{-6}$ 前後）であること。

### 2. 実験

#### 2-1 調合

現在の半磁器坏土の調合は次の通りである。

< 表 1 > 半陶器坏土の配合割合

|     | 特白土 | 低火度土 |
|-----|-----|------|
| 陶石  | 60% | 56%  |
| 木節  | 27  | 27   |
| 長石  | 13  | 8    |
| 石灰石 |     | 9    |

今回の試験では、木節粘土、長石、石灰石の量は一定とし、陶石を変化させた。陶石類はセリサイト系陶石として土橋陶石1級、パイロフィライト系陶石として越知谷ろう石、カオリン系陶石として平木陶石1級を使用した。それぞれの分析値を<表2>に示す。

各陶石の含有鉱物は、土橋陶石が $\alpha$ -石英、セリサイトと少量のパイロフィライト、越知谷ろう石が

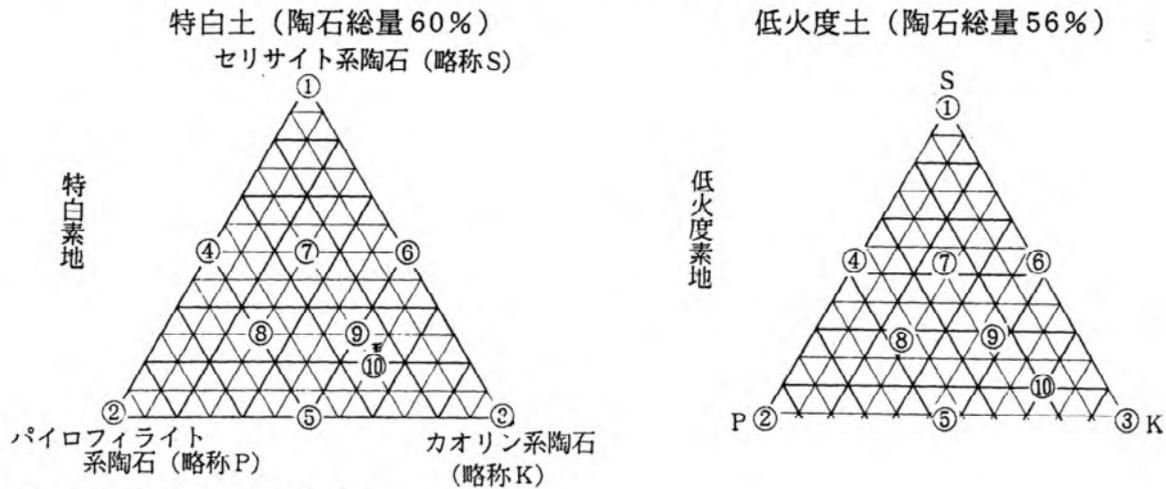
$\alpha$  - 石英,パイロフィライト,平木陶石が $\alpha$  - 石英,カオリナイトである。

<表2> 陶石の化学分析値

|        | SiO <sub>2</sub> | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | TiO <sub>2</sub> | CaO  | MgO  | K <sub>2</sub> O | Na <sub>2</sub> O | Ig.loss |
|--------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|------------------|------|------|------------------|-------------------|---------|
| 土橋陶石1級 | 80.51            | 13.13                          | 0.45                           | 0.06             | tr   | 0.02 | 2.66             | 0.11              | 2.61    |
| 越知谷ろう石 | 83.40            | 13.21                          | 0.39                           | 0.11             | 0.06 | tr   | 0.06             | 0.06              |         |
| 平木陶石1級 | 81.58            | 12.57                          | 0.26                           | 0.06             | 0.02 | tr   | 0.06             | 0.04              | 5.11    |

これらの原料を使用して,図1および表3のように,特白土,低火度土それぞれ10種の坯土を作製した。

<図1>坯土中の陶石の分配図



<表3>坯土中の陶石の分配表

| 特 白 土    |             |            |            | 低 火 度 土  |             |            |            |
|----------|-------------|------------|------------|----------|-------------|------------|------------|
| 陶石<br>No | 土 橋<br>陶石1級 | 越知谷<br>ろう石 | 平 陶<br>木 石 | 陶石<br>No | 土 橋<br>陶石1級 | 越知谷<br>ろう石 | 平 陶<br>木 石 |
| 1        | 60%         |            |            | 1        | 56%         |            |            |
| 2        |             | 60         |            | 2        |             | 56         |            |
| 3        |             |            | 60         | 3        |             |            | 56         |
| 4        | 30          | 30         |            | 4        | 28          | 28         |            |
| 5        |             | 30         | 30         | 5        |             | 28         | 28         |
| 6        | 30          |            | 30         | 6        | 28          |            | 28         |
| 7        | 30          | 15         | 15         | 7        | 28          | 14         | 14         |
| 8        | 15          | 30         | 15         | 8        | 14          | 28         | 14         |
| 9        | 15          | 15         | 30         | 9        | 14          | 14         | 28         |
| *10      | 10          | .15        | 35         | *10      | 6           | 10         | 40         |

\* 調合点はNo10は現在の坯土に使用されている陶石の鉱物量をX線回折から推定したポイントである。

## 2-2 試料の調整,焼成

各原料はあらかじめボールミルで細摩,乾燥したものを用い,1Kg用ポットミルで4時間湿式混合粉碎し,石膏型で半乾燥させ練土とし,各試験体を作製した。作製方法は前報<sup>1)</sup>と同じである。成形後,特白素地は1160℃ (SK6a),1200℃ (SK8),低火度素地は1120℃ (SK3a),1160℃ (SK6a)の各温度で酸化焼成した。なお( )内は三重窯試製ゼーゲルコーンである。

## 2-3 測定

焼成後,焼成収縮,吸水率,白色度,熱膨張,生成鉱物について測定した。

白色度は,スガ試験機(株)製多光源分光測色計(MSC-1型)を用いて,ハンター白度を求めた。

熱膨張は,真空理工(株)製赤外線加熱横型熱膨張計DL-1500Yを用い,7℃/minの昇温速度で測定した。

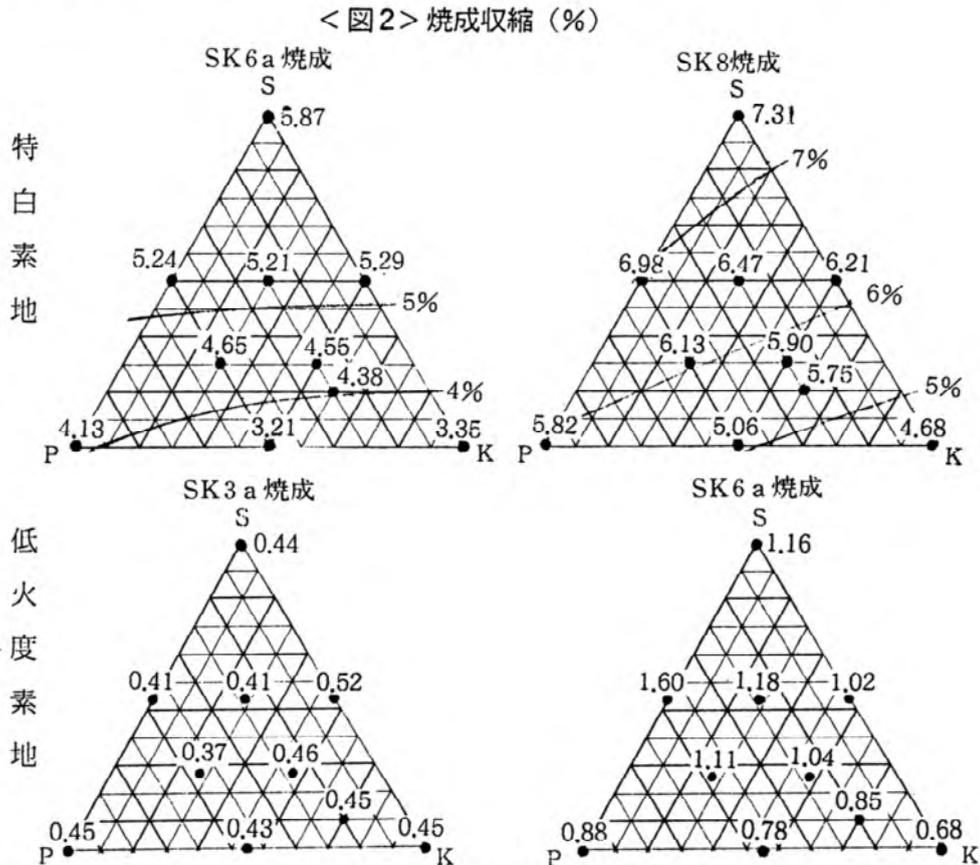
生成鉱物は,理学電機(株)製ガイガーフレックスRAD X線回折装置を使用して調べた。

## 3. 結果と考察

### 3-1 収縮率

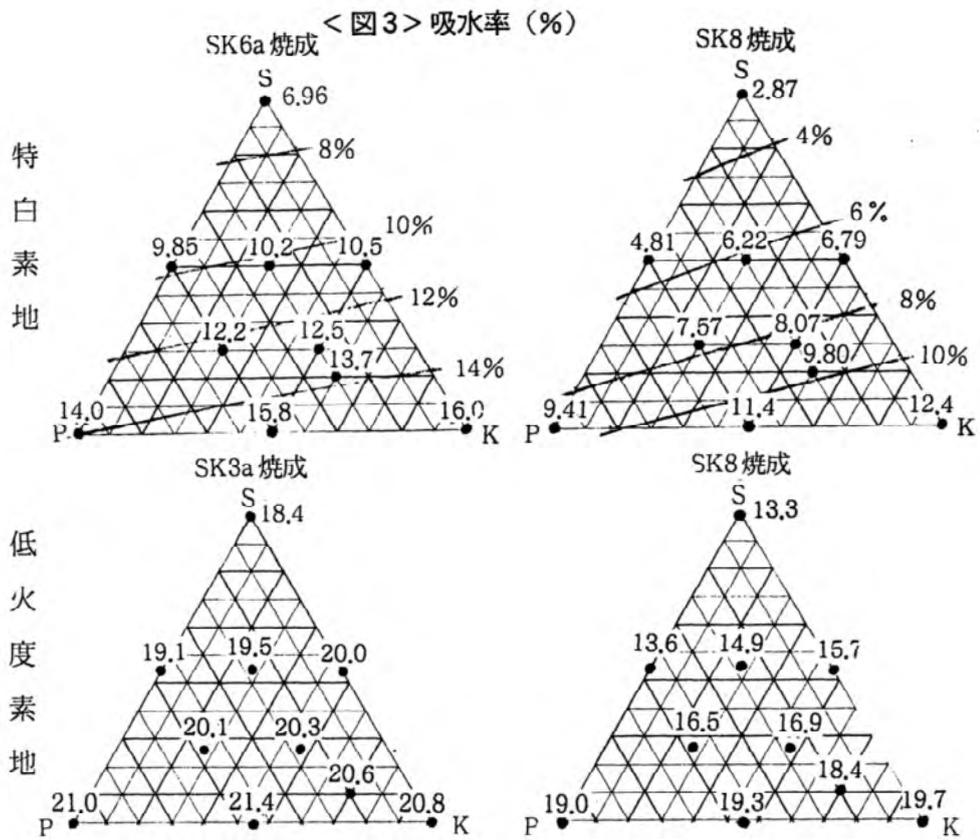
乾燥収縮は,陶石による差は特に認められず,特白,低火度素地とも5~6%であった。

焼成収縮の結果を図2に示す。

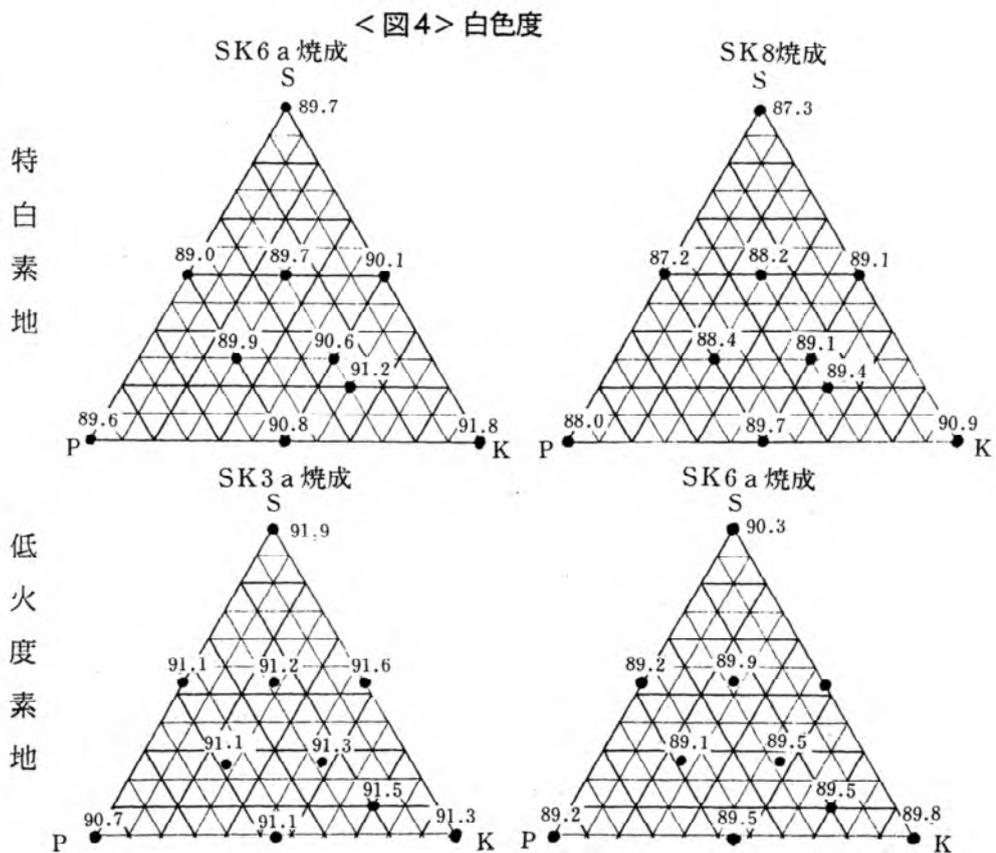


セリサイト系陶石が多いと,焼成収縮率も大きくなるが,低火度素地は特白素地にくらべて,収縮率は小さく,また陶石による差も少ない。

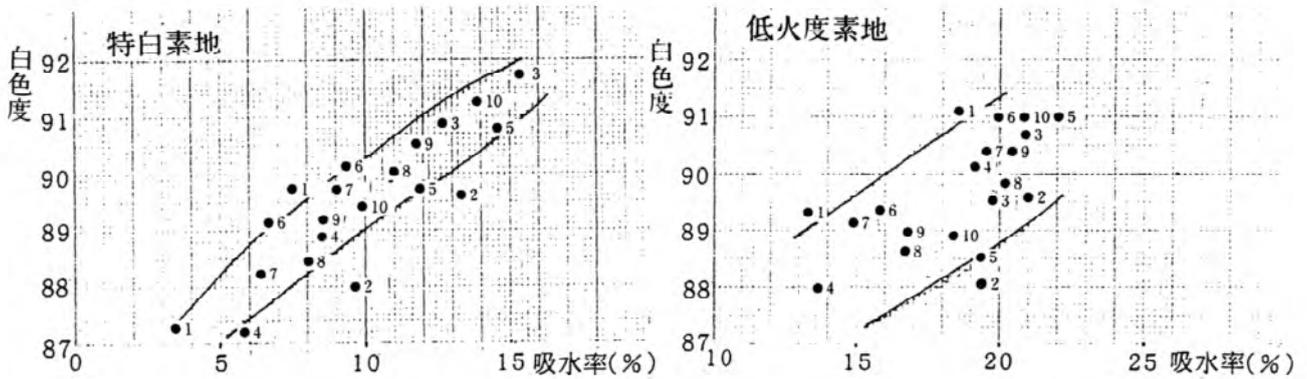
3-2 吸水率



3-3 白色度



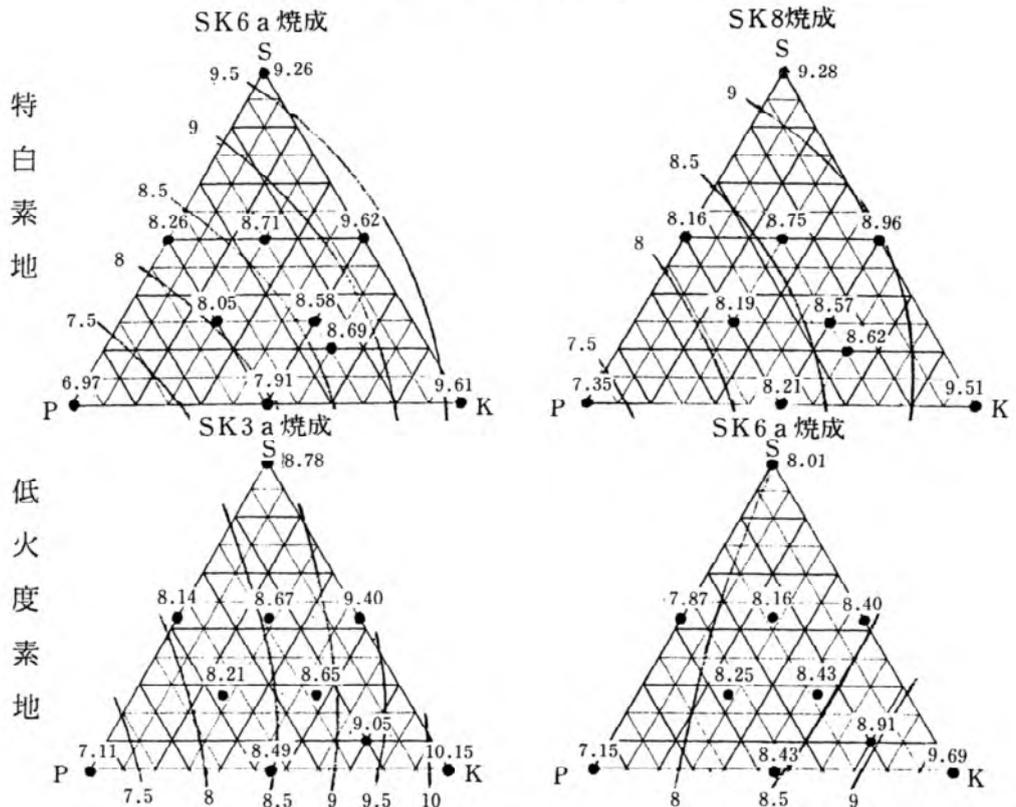
< 図5 > 白色度—吸水率の関係



白色度と吸水率の相関関係は、特白素地が低火度素地より高い。また同吸水率ではセリサイトだての素地は白色度が高く、ろう石だての素地の白色度は低い。

3-4 熱膨張

< 図6 > 熱膨張係数 (室温~600℃)



熱膨張はパイロフィライト系陶石が多いほど小さい。これは陶石中の遊離石英量の差によるものと思われる。<sup>2) 3)</sup>

ろう石は、その中に含まれる粘土鉱物のパイロフィライトが  $A l_2 O_3 \cdot 4 Si O_2 \cdot H_2 O$  の化学組成をもち  $A l_2 O_3 : Si O_2$  のモル比が 1 : 4 であるのに対し、セリサイトとカオリナイトのそれは 1 : 2 であるので同一  $A l_2 O_3$  含有量の陶石を仮定した場合、パイロフィライト系陶石の  $\alpha$  - 石英量が少ない

ことになる。今回使用した3種の陶石の遊離石英量は、化学分析値から推定すると、平木陶石67% > 土橋陶石63% > 越知谷ろう石52%で、熱膨張の結果を裏付けている。

図6をみると、現在の調査点（No10）は特に低火度素地の熱膨張が高過ぎることがわかる。特白素地では、パイロフィライト系陶石の量が一定なら熱膨張も一定であるが、低火度素地のSK6a焼成では、カオリン系陶石の一定のとき熱膨張もほぼ同じという傾向にある。

### 3-5 生成鉱物

<表3> 特白,低火度素地の生成鉱物

#### 特白素地

| 焼成 No | 1      | 2       | 3      | 4      | 5       | 6      | 7      | 8      | 9      | 10     |
|-------|--------|---------|--------|--------|---------|--------|--------|--------|--------|--------|
| SK6a  | Q (53) | Q (56)  | Q (64) | Q (56) | Q (60)  | Q (55) | Q (51) | Q (55) | Q (55) | Q (56) |
|       | M (6)  | M (7)   | M (8)  | M (7)  | M (8)   | M (8)  | M (8)  | M (8)  | M (8)  | M (9)  |
| SK8   | Q (42) | Q (48)  | Q (53) | Q (47) | Q (50)  | Q (52) | Q (44) | Q (49) | Q (46) | Q (47) |
|       | M (7)  | M (10)  | M (9)  | M (8)  | M (9)   | M (8)  | M (8)  | M (9)  | M (10) | M (9)  |
|       |        | Cr (10) | Cr (7) |        | Cr (12) |        |        |        |        |        |

#### 低火度素地

| 焼成 No | 1       | 2       | 3       | 4       | 5       | 6       | 7       | 8       | 9       | 10      |
|-------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| SK3a  | Q (45)  | Q (47)  | Q (45)  | Q (46)  | Q (44)  | Q (46)  | Q (45)  | Q (46)  | Q (49)  | Q (46)  |
|       | An (42) | An (42) | An (43) | An (42) | An (45) | An (40) | An (43) | An (45) | An (44) | An (45) |
|       | M (4)   | M (4)   | M (3)   | M (4)   | M (3)   | M (3)   | M (4)   | M (4)   | M (4)   | M (4)   |
|       | W (tr)  | W (3)   | W (4)   | W (3)   | W (3)   | W (2)   | W (3)   | W (3)   | W (3)   | W (4)   |
|       |         | Cr (2)  | Cr (4)  | Cr (1)  | Cr (2)  | Cr (1)  | Cr (1)  | Cr (2)  | Cr (2)  | Cr (2)  |
| SK6a  | Q (32)  | Q (38)  | Q (40)  | Q (38)  | Q (38)  | Q (35)  | Q (32)  | Q (34)  | Q (36)  | Q (35)  |
|       | An (48) | An (46) | An (44) | An (45) | An (45) | An (40) | An (41) | An (45) | An (41) | An (43) |
|       | M (3)   | M (4)   | M (4)   | M (3)   | M (4)   | M (3)   |
|       |         | Cr (12) | Cr (15) | Cr (3)  | Cr (13) | Cr (2)  | Cr (3)  | Cr (5)  | Cr (15) | Cr (9)  |

Q: α-石英 (20.8°)      M: ムライト (16.4°)      Cr: α-クリストバライト (21.7°)

An: アノーサイト (27.8°)      w: ワラストナイト (30.0°)

表中の ( ) 内の数字はX線回折ピーク高さ

X線使用条件 CuK α線 35KV-15mA FullScale 1×10<sup>4</sup>cps

生成鉱物の特徴は、セリサイト系陶石の量によってクリストバライトの生成が左右されることである。すなわち、特白素地では土橋陶石0%,SK8焼成の場合のみクリストバライトがあらわれる。また低火度素地では、セリサイトだて素地（No1）以外すべてクリストバライトを生成するが、やはりその量は土橋陶石が少ないほど多い。低火度素地において早くからクリストバライトが生成さ

れるのは, CaOの触媒的作用により, 反応が促進されているものと考えられる。1)

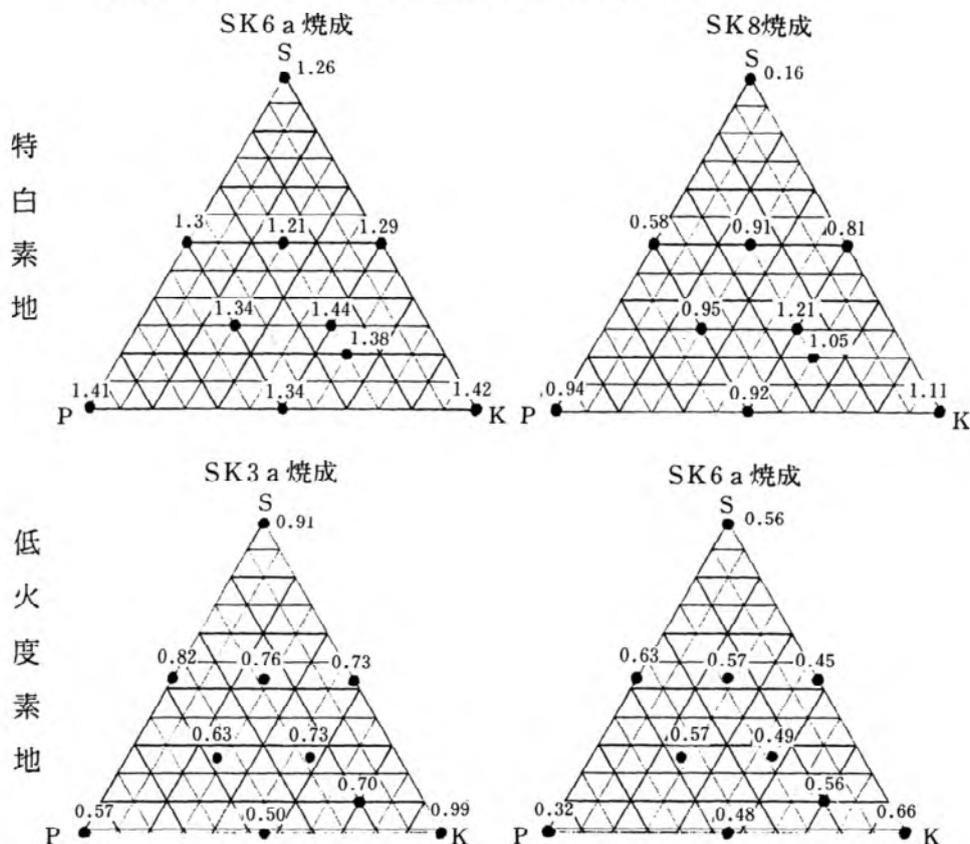
また低火度素地SK3a焼成ではワラストナイトがまだ残っているが, SK6a焼成では消滅する。

### 3-6 水和膨張

オートクレーブ処理前後の600℃における熱膨張係数を測定し, その差をもって水和膨張の目安とした。

焼成温度が高いと吸水率が小さくなり水和膨張も減少する。また低火度素地の方が特白素地より水和膨張が小さい。これは低火度素地が石灰石を含んでいるため結晶相が多く, 無定形分が少ないため, 吸水率は高くとも水和膨張がおさえられるためと思われる。

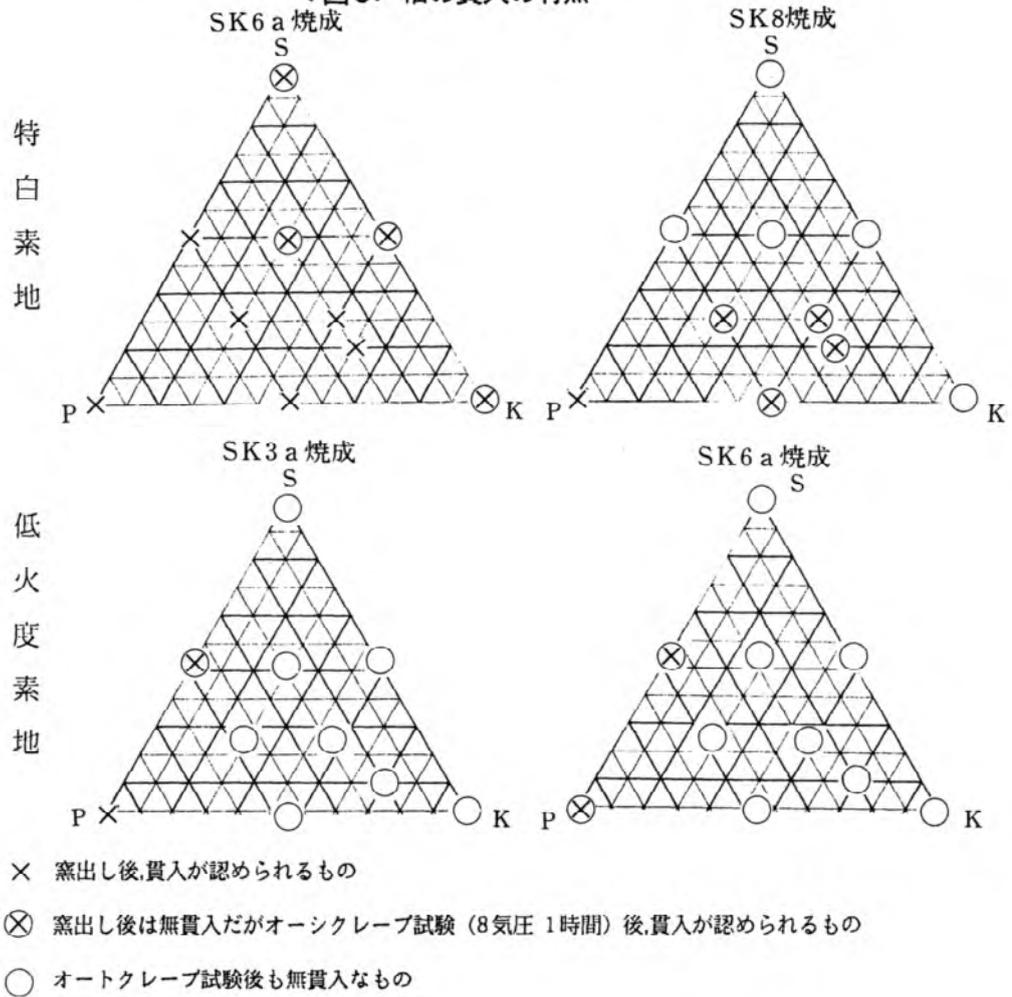
< 図7 > オートクレーブ処理前後の熱膨張係数差



### 3-7 釉試験

特白, 低火度素地試験体に現業で使用されている市販半磁器用釉薬を施釉, 焼成し貫入の有無をみた。特白素地用釉薬は石灰バリウム釉, 低火度素地用釉薬はフリット釉 (フリット量50%) である。図8に結果を示す。

<図8> 釉の貫入の有無



<表4> 半磁器用釉薬の熱膨張係数 (室温~600℃)

|          | 焼成   | 熱膨張係数 |
|----------|------|-------|
| 特白素地用釉薬  | SK6a | 7.63  |
|          | SK8  | 7.02  |
| 低火度素地用釉薬 | SK3a | 7.14  |
|          | SK6a | 7.42  |

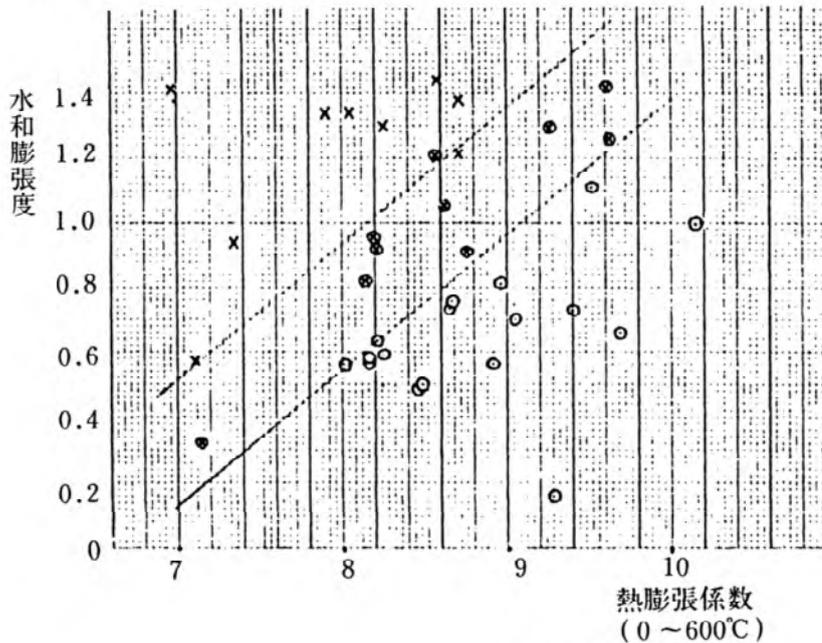
図6および表4をみると,総じて素地の熱膨張が釉のそれより大きい,これが逆転しているポイントでは窯出し後に細かい貫入が入っている。

次に特白素地はSK6aでは焼成不足で,SK8焼成でもセリサイト系陶石の少ない調合で経年貫入の可能性はある。釉薬の選択と同時に一定以上の焼成温度を保持することが重要であろう。

一方,低火度素地は特白素地より吸水率は高いが,No2,No5以外全く貫入がない。これは2-6で述べたように水和膨張度が低いためと考えられる。

さて貫入は素地の熱膨張が釉薬のそれより低いときに発生する。経年貫入は,当初は無貫入でも水和膨張によって,素地の熱膨張が低くなるため発生する。図9に各試験体の熱膨張と水和膨張度の相関をとってみた。

< 図9 > 貫入の有無と熱膨張,水和膨張との関係 (特白、低火度素地)



図中の×, ⊗, ○は図8と同じである。

図9のように熱膨張係数と水和膨張度のグラフ上に,釉の貫入の有無を印した点をプロットしてみると,窯出し後に貫入のあるグループ,オートクレーブ試験後に貫入を生じるグループ,オートクレーブ試験後も無貫入のグループの3つがうまく区分される。熱膨張係数 - 吸水率グラフ上でもこれら3つのグループはある程度区分されるが,特白素地と低火度素地の吸水率は大きく異なるため,同一グラフ上にプロットすることはできない。

さて素地の熱膨張が低い場合,水和膨張をおさえないと(吸水率を小さくする また吸水率があっても低火度素地のように水和膨張の少ない素地にする),釉に貫入がはいるのは避けられない。逆に素地の熱膨張が高いと貫入の危険性は少ないが,別の欠点 - サメ割れ,釉飛びが起きることになる。これらのことから半磁器素地の熱膨張係数は, $8.5 \times 10^{-6}$ 前後(室温~600°C)が適切であると考えられる。

#### 4. まとめ

半磁器坯土2種(特白素地,低火度素地)中の陶石の置換試験を行なって,次の知見を得た。

- 1) セリサイト系陶石の量が焼成収縮と吸水率を左右する。
- 2) 白色度は,特白素地において吸水率と高い相関をもつが,同吸水率ではろう石だて素地の白色度は低い。
- 3) 熱膨張係数は,ろう石系陶石が多いほど小さくなる傾向にある。
- 4) 生成鉱物は,セリサイト系陶石の少ない調合で $\alpha$ -クリストバライトが生成され易い。

5) 釉の貫入の有無は、素地の熱膨張係数と水和膨張の大小によって決定される。半磁器素地の適正な熱膨張係数（室温～600℃）は $8.5 \times 10^{-6}$ 前後である。

これらの結果を総合すると、陶石の適正配合は次のような割合と考えられる。

<表5> 陶石の適正な配合

|            | 特白素地      | 低火度素地     |
|------------|-----------|-----------|
| セリサイト系陶石   | 14% (10%) | 12% (6%)  |
| パイロフィライト系陶 | 18% (15%) | 16% (10%) |
| カオリン系陶石    | 28% (35%) | 28% (40%) |

( )内は現在の調合

#### 附 記

本試験の結果をもとに、萬古陶磁器工業協同組合製の低火度坏土を改良した。改良前は熱膨張係数が高過ぎてサメ割れ、釉飛び等の欠点が生じていたが、改良後これらの欠点は解消した。

#### 文 献

- 1) 服部正明, 伊藤隆, 三重県窯業試験場年報, Vol 18, 21～31 (1983)
- 2) 国枝勝利, 同上, Vol 16, 11～18 (1981)
- 3) 同上, 同上, Vol 18, 5～20 (1983)

# 耐熱土の還元焼成

研究室 水谷了介

## 1. まえがき

萬古陶磁器業界には、還元焼成（SK5a～6a）で、伝統的な茶器（茶褐色の柘器）を製作する赤萬古業者があり、昨今当業者間でも、少量多品種を求める市場動向の対応が考えられている。一方、当産地では、ペタライトを用いた耐熱土で土鍋を、酸化焼成（SK4a～6a）によって生産されており、耐熱性が高く好評となっている。そこで、この特性を赤萬古に取り入れて、赤萬古風耐熱土とした新種製品開発の素材とするため、これについて還元焼成（赤萬古焼成）による焼成性状及び物理性状について検討をした。

## 2. 実験

### 2.1 試験土

つぎの2系とした。

- ① 赤萬古土にペタライトを、30,40,50,の各%を添加した。
- ② 土鍋土（ペタライト＋粘土＋コージェライト質シャモット）と、これに酸化第二鉄を、4,6,8,の各%を単添加し着色した。

上記試験土について、次のように実験し、その項目と結果は次記のとおりである。

### 2.2 試験体と焼成

68×30×10cmの試験体とし、焼成は、現業の焼成条件と同一にするため、業者窯で焼成した。

②の試験土については、SK5aの酸化焼成（電化炉）も行って、双方の焼成性状を比較してみた。この結果を表1に示す。

<表1>

①

| ベタライト添加量 (%) | 0    | 30   | 40   | 50      |
|--------------|------|------|------|---------|
| 項 名          | 茶褐色  | 赤 茶  | 赤 茶  | 赤 茶     |
| 焼成全収縮率 (%)   | 14.3 | 9.2  | 9.2  | 9.4     |
| 吸 収 率 (%)    | 0.08 | 0.08 | 0.05 | 0.07    |
| 焼 成 状 態      | —    | —    | —    | 炉床に一部熔着 |

ii)

| 項目         | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 添加量 (%) |           |          |          |           |          |           |          |
|------------|--|-----------|----------|----------|-----------|----------|-----------|----------|
|            | 0                                      |           | 4        |          | 6         |          | 8         |          |
| 色名         | RF<br>うすだいだい                           | OF<br>黄味茶 | RF<br>茶灰 | OF<br>赤茶 | RF<br>暗茶灰 | OF<br>赤茶 | RF<br>暗茶灰 | OF<br>赤茶 |
| 焼成全収縮率 (%) | 10.5                                   | 10.5      | 10.6     | 10.7     | 10.6      | 10.6     | 10.5      | 10.5     |
| 吸収率 (%)    | 11.50                                  | 11.72     | 3.14     | 9.91     | 1.76      | 9.96     | 1.74      | 8.85     |

備考 色名は [色の標準] と照合

吸収率は2時間沸騰

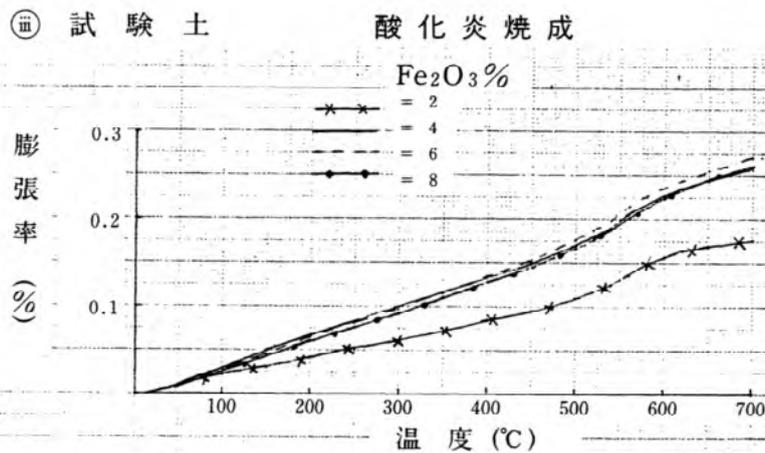
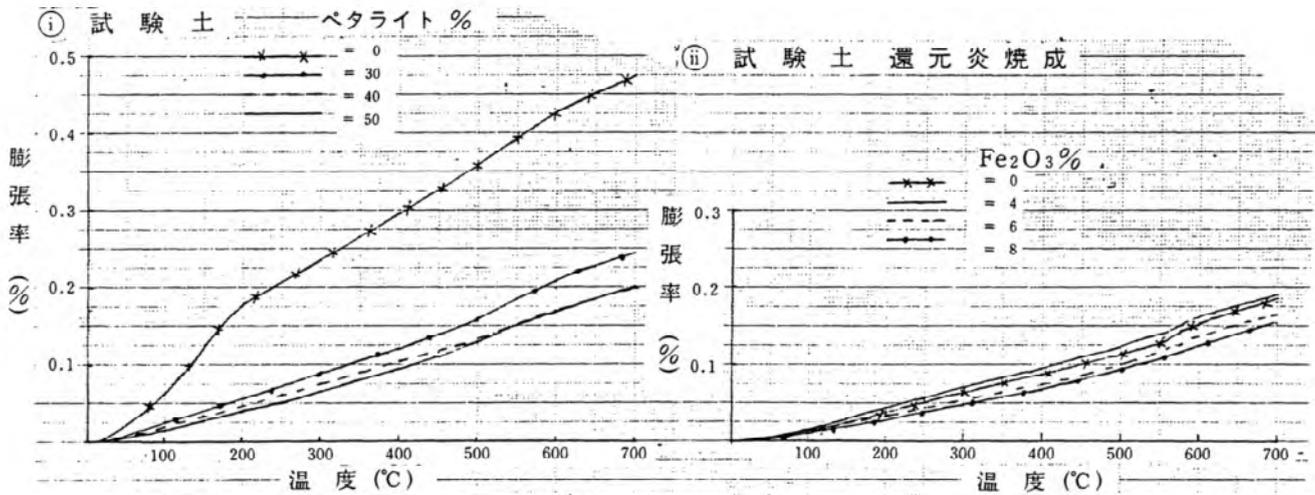
注) 業者の焼成概要

もガス窯 3 m<sup>3</sup> 焼成時間 約36時間

火入<sub>1000</sub> 200℃ 過<sub>1000</sub> 900℃ 過<sub>1200</sub> 1180℃ 終了

Co濃度 7~8%

2.3 熱膨張結果を図1~3に示す。



## 2.4 X線回折

結果を表2に示す。

<表2>

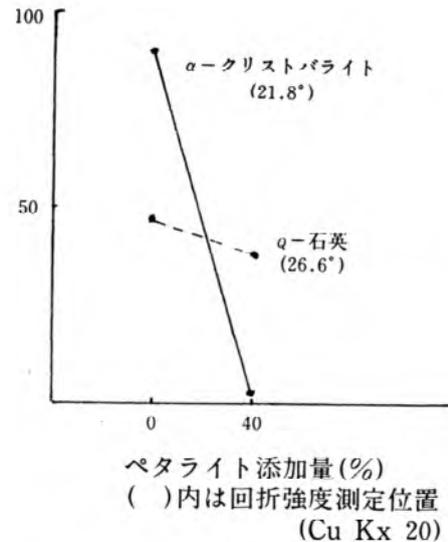
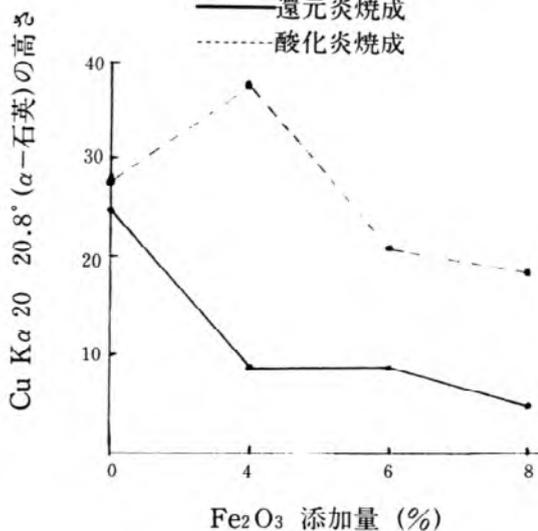
主要条件 CuK  $\alpha$ .35KV.15mA.

|   | 試 験 土  | 焼 成 条 件 | 結 晶 組 成                              |
|---|--|---------|--------------------------------------|
| ① | 赤 萬 古 土  | R F     | Q.M.Cr,Fe-Co                         |
| ② | 赤 + 萬 古 土<br>+ ペタライト40%                          | R F     | Q. $\beta$ -Q.M.Cr. $\beta$ -S.      |
| ① | 土 鍋 土  | R F     | Q. $\beta$ -Q.M.Cr. $\beta$ -S.Co.   |
| ② | 土 + 鍋 土<br>+ Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 4~8% | R F     | Q.M.Cr. $\beta$ -S.Co.               |
| ① | 土 鍋 土  | O F     | Q. $\beta$ -Q.M.Cr. $\beta$ -S.Co.   |
| ② | 土 + 鍋 土<br>+ Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 4~8% | O F     | Q. $\beta$ -Q.M.Cr. $\beta$ -S.Co.H. |

注) Q:  $\alpha$ -石英,  $\beta$ -Q:  $\beta$ 石英, M: ムライト, Cr:  $\alpha$ -クリストパライト,

Co: コージェライト,  $\beta$ -S:  $\beta$ スポジューメン, Fe-Co: 鉄コージェライト, H: ヘマタイト

①はペタライト40%の添加によってFe-Coは認められなくなり, $\beta$ -Q, $\beta$ -S,が晶出した。 $\alpha$ -Qのピーク高さは微減し, $\alpha$ -Crが激減した。これを図4に示す。



②土鍋土のみは、酸化、還元両焼成は同様結果となるが、酸化第二鉄を添加の還元焼成では、これから $\beta$ -QとH,が消失し, $\alpha$ -Qのピーク高さが添加量に従って低くなるのが認められた。これをに図5示す。

### 3. 考 察

①のペタライト30%,40%の添加は赤萬古の趣を幾分保つが50%では,鉄分含有量が少なくなるため,色調がうすくなった。また全体に吸水率が耐熱土としては少なく,過焼結となった。また熱膨張は, $\alpha$ -Crの減少, $\beta$ -Sの晶出等により,現業の土鍋と同等の低膨張となった。

②土鍋土のみの,還元,酸化焼成は,色調以外,各性状において大差はないが,これに酸化第二鉄を添加して,還元焼成すると,急激に吸水率が減少し,熱膨張が低下することを認めた。これは酸化第二鉄が還元によって過激に熔融し,焼結反応が進行して, $\alpha$ -Qの減少によることが,主とした要因と思われる。従って,還元焼成で,酸化第二鉄が焼結に及ぼす影響が注目される。酸化焼成は着色によって,熱膨張が,やや大きくなり,他の性状は還元焼成より変化は少なかった。

### 4. ま と め

赤萬古土に,ペタライトを,30,40,50,の各%を添加し,赤萬古風耐熱土とし,還元焼成した結果,各焼成性状から40%が適量と思われた。

土鍋土と,これに酸化第二鉄を,4,6,8,の各%添加で着色し,還元,酸化の焼成で各焼成性状を調べた結果,酸化第二鉄を添加して還元焼成を行うと,焼結が進行し,吸水率が,急激に減少した。また $\alpha$ -Qも少なくなって,熱膨張が低下すること等が認められた。

### 謝 辞

本実験に関し御協力を頂いた業界の方々に厚く御礼申し上げます。

# 試作研究

研究室 三宅清路

## 1. まえがき

本年度は60年度より継続の着色ペタライト系耐熱陶器,半磁器のほか,新しくリチア系セラミックスなどによる試作研究を行なった。新素材時代といわれるいま,陶磁器業界においても,新しい材質の使用対象,製造技術的対応などは緊急の課題であると思われる。新材質,新技術への対応の如何が業界へおよぼす影響は過去の多くの事例が教示するとおりにだからでもある。

また一方で,今やオールドセラミックスと通称される分野ではそのデザイン要素において,材質,技術とも熟成しており,時代に適合する感覚的要素のみが多くを占める状況になっている。

このような意味で,地場産業のデザイン開発研究として,新材質,旧材質と新技術,旧技術との組み合わせにより,感覚的あるいは機能的展開の可能性をもとめ,試作を行なった。

以下にそのおもな内容をしるす。

## 2. 内容

### 2.1 テーマ 着色ペタライト系耐熱陶器(写真1~5)

#### 2.1.1 目的 ペタライト系耐熱陶器の改良とデザインの応用

2.1.2 経過 昨年度(年報Vol 19参照)より継続のテーマである。年報Vol 19で報告したとおり,現状のペタライト系耐熱陶器は吸水率が6%前後であり,

吸水急冷,急熱という使用法に対しては十分ではない。調理時の汚れとあいまって,これが冷凍から直火へという消費者要求に対応できない原因となっている。それを無釉の器という方向で解決しようとしたのが昨年のテーマであったが,本年度は無釉部分,すなわち素地の改良を検討し,商品化への可能性を高めることを目的とした。内容的には,顔料添加量と素地の研磨である。顔料添加量は褐色から黒系の市販顔料を1~10%の範囲内で混合したもののなかから感覚的に良好と思われるものを選択した。

研磨は焼成前後2回行なった。

素地の研磨は原始土器から現代に至るまで,黒陶や万古焼急須にみられるように実用を兼ねた装飾技法であり,今回はこれを耐熱食器に応用した。

いずれも角を基本にし,使い易さと装飾技法の調和する形態を試みた。

素地 ペタライト系耐熱陶器



写真1

成形 圧力鋳込成形

装飾法 色素地, 研磨

焼成 1200℃, OF, 電気炉

2.1.3 構成 2ℓ両手鍋、1ℓ片手鍋、陶板焼プレート、0.8ℓハーブポット



写真4

写真5

## 2.2 テーマ

半磁器による装飾技法 (写真6~11)



写真6

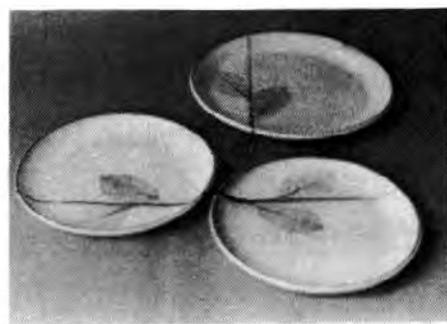


写真7



写真8



写真9

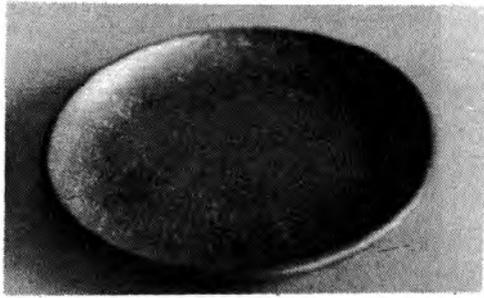


写真10

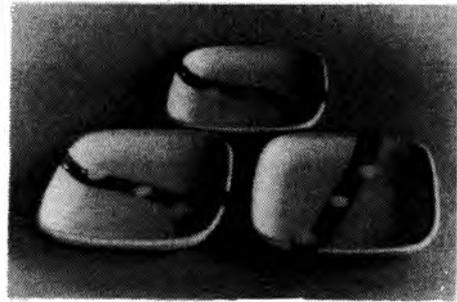


写真11

### 2.2.1 目的

半磁器（工組製並土）による新趣製品の開発試験

### 2.2.2 経過

今回は色釉によるもの、なかでも釉上転写を主にした装飾技法を試みた。釉上転写の技法はすでに古くから行なわれているが、万古焼業界においてはあまり例をみない。現在では釉硬化剤や印刷技術の向上により、容易にできる技法の一つでもある。銅版下絵に透明釉という万古焼半磁器の従来の技法では他材質に比べ感覚的に劣性である。そこで、乳濁釉あるいは色釉の上から印刷を行なうことにより、感覚的な展開の可能性を求めようとした。

系統的な試験ではないが、以下のような試作を行なった。

#### (1) 乳濁釉上スクリーン転写

釉上顔料によるものと、金銀彩上絵転写によるもの

#### (2) 色釉上スクリーン転写

釉上顔料によるものと金銀彩上絵転写によるもの

下釉には釉上の発色が困難と思われる銅系の青マット釉を用いた。

#### (3) 鉄化粧による乳白釉片身替り

これは半磁器に化粧土を応用することにより、陶器の一つの極、手づくり、クラフト生産への方向を求めようとした。

(1),(2)ともモチーフに木の葉を選んだ。商品化への可能性とともに、葉脈の細い線が色釉上でどの程度表現できるかを試験する目的からでもある。

色釉上では、細線は下釉の影響を強く受けるが、乳白釉上では良好な結果が得られた。細い線に比べ、広い面（写真8）では、銅系色釉上でもかなり鮮明な結果が得られ、半磁器の装飾技法として有効な方向であろうと思われる。

素地 半磁器（工組製並土）

成形 たたら成形機による押型成形

装飾法 上記のとおり

焼成 1200℃,OF,750℃上絵,電気炉



写真12

### 2.2.3 構成

22cm 皿,17cm 角皿,40cm 長楕円皿

## 2.3 テーマ

リチアセラミックスによる耐熱製品の成形(写真12)

### 2.3.1 目的

ファインセラミックス系の材質による成形試験と製造対象品種の調査を兼ねて,リチアセラミックスによる耐熱食器を試作する。

### 2.3.2 経過

昨年度,当試においてリチアセラミックスを開発したが(年報 Vol 19 参照),これを使用して耐熱食器の試作を計画した。

試作に関する材質,技術的制約,条件,デザイン要素は,

(1) ここに用いるリチアは熱膨張係数  $0.64 \times 10^{-6}$  と,ベタライト系陶器よりはるかに優れた特性を示す。したがって器の形状も従来の耐熱食器ほど熱的ひずみ吸収を考えなくてよい。

(2) 成形は石膏型を使用した通常の鋳込成形で行なう。これは地場の製造技術で非可塑性材質への移行が容易にできることを条件にしたからである。

(3) 釉薬は,現段階ではこれに適するものの試験を行っていないので,無釉とする。

(4) 焼成は 1220℃,OF とする。これは現在の地場の条件に近く,(2) と同様である。

などである。

とくに無釉という条件から,ここではロースターを考えてみた。

非可塑性材質の鋳込成形では脱型性を十分考慮すべきであろうが,成形技術にも重点をおいた試作であり,やや角ばった形状にした。

可塑剤,離型剤は市販のものを使用し,それらの組合せのなかから良好なものを選択し成形した。成形上の問題は,離型性と脱型時の衝撃に耐えうる素地の湿潤強度であるが,これらは現時点では完全ではなかった。今後の課題として残されたが,より単純な形状であれば,現在の業界の鋳込成形技術で十分対応できるという結果がえられた。

素地 リチアセラミックス

成形 圧力鋳込成形(1.5kG/cm<sup>2</sup>)

焼成 1220℃,OF,電気炉

### 2.3.3 構成

ロースター,2ℓ,単品

### 3. あとがき

以上が本年度の試作研究の概要である。未完に終わった試作品も多く、十分な結果は得られなかったが、今後の課題として継続したい。

これらの試作品は、昭和61年3月20日、当試において展示発表した。なお、これらのうちの一部は第23回陶磁器試験研究機関作品展にも出品した。

# 伊賀焼粘土の性状試験について

伊賀分場 佐波平三郎

## 1. まえがき

伊賀焼の土鍋、耐熱食器等の製造業者が使用している粘土は伊賀焼陶磁器工業協同組合粘土を主に利用している。この粘土は地元で産出する3種類の蛙目粘土を配合し、水箆により製造したものである。この工業組合土は常に均質で安定したものが求められている。今日までは現場での経験によって管理がなされ、その生産実績を上げてきている。今後については原土の採掘場所、地層等の変化に伴ない原土及び製品坯土の品質の変化が心配される。

そこで、当分場では工業組合土を1年間にわたり、毎月ごとに試料を採取し、化学分析と物理的性状について試験を行ってきた。

次にその試験結果を報告する。

## 2. 試験と結果（測定値は年間の平均値をしめす）

### 2.1 化学分析

工業組合土の化学分析値を表-1に示す。

表-1 工業組合土の化学分析値（%）

| SiO <sub>2</sub> | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | TiO  | CaO  | MgO  | K <sub>2</sub> O | Na <sub>2</sub> O | Ig.Loss |
|------------------|--------------------------------|--------------------------------|------|------|------|------------------|-------------------|---------|
| 62.19            | 22.32                          | 1.26                           | 0.56 | 0.24 | 0.18 | 1.33             | 0.17              | 11.2    |

### 2.2 焼成試験体の全収縮率と吸水率及び熱膨張係数の測定

試験体は直径80mm、厚さ7mmの円板を作成し、焼成は還元炎により1250℃で1時間保持し、12時間で焼成を行なった。また、8寸の土鍋の試験体も機械ロクロにて成形し同時に焼成した。

全収縮率 15.4（%） 吸水率 11.6（%）

熱膨張係数  $5.88 \times 10^{-6}$ （室温～700℃）

また、業者が使用している土鍋土の全収縮率と吸水率についても測定した。試験体の焼成温度は1230℃で保持し、ゼーゲルコーンSK8が完倒の約11時間で焼成した。

全収縮率 12.4（%） 吸水率 12.4（%）

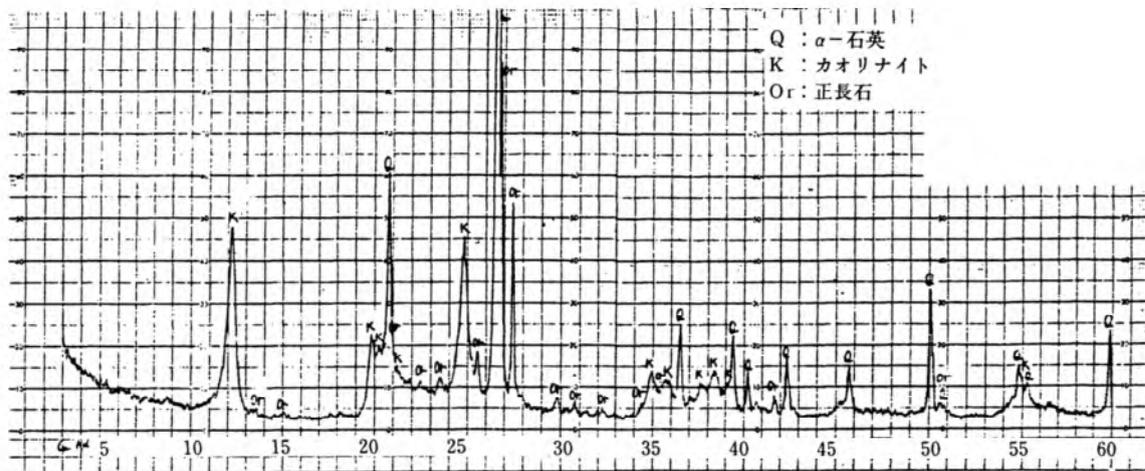
ただし、業者の工業組合土の使用割合は75～40%で、他に粒径が小さく、焼締りの良い土を17～50%、また、粒径の大きいものを含む他の土36～60%を各業者が製品の大、小に合わせて都合の良い配合を行って成形している。

### 2.3 耐火度試験

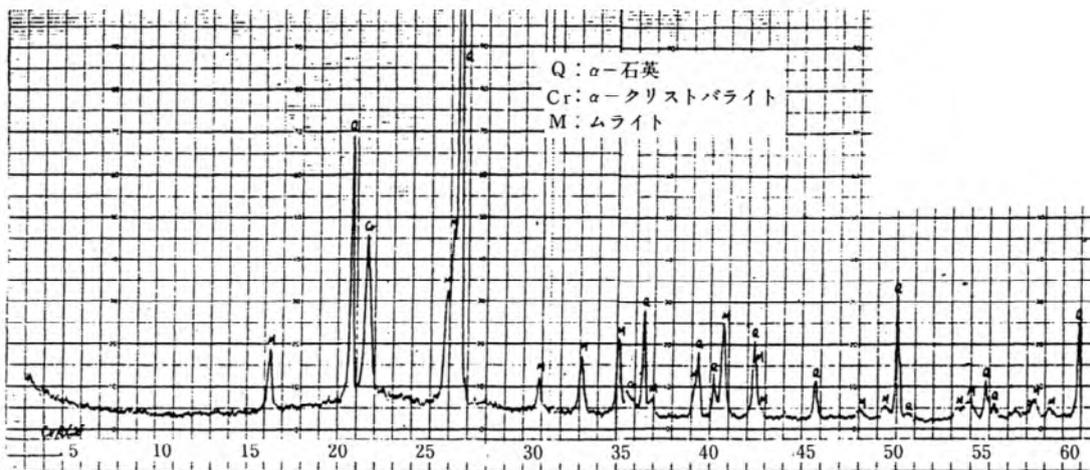
工業組合土の耐火度は年間を通じてSK33で安定していた。

## 2.4 X線回折による鉱物の同定

生素地と焼成素地のX線回折の結果を図-2に示す。X線回折は理学電機製自記X線回折装置RAD-II Aを用い、CuK $\alpha$ 線35KV-15mA、スリット1°-0.15mm-1°、の条件で測定した。



生素地  $\alpha$ -石英、カオリナイト、正長石



焼成素地  $\alpha$ -石英、 $\alpha$ -クリストバライト、ムライト

図-2 素地のX線回折図と主要鉱物

## 2.5 曲げ強さ試験

試験体は直径25mm、長さ120mmの丸棒を作成し、生素地については島津製作所オートグラフP-100を使用し、焼成素地については東京試験機アムスラー型万能材料試験機を使い、支点間距離は80mmとして曲げ強さを測定した。

生素地 61.3 (kg/c m<sup>2</sup>) , 焼成素地 148.0 (kg/c m<sup>2</sup>)

## 2.6 標準網ふるいによる粒度分布

工業組合土の粒度分布と業者が使用している土鍋土の平均値、及び土鍋用に配合している荒目土と細目土の粒度分布を表-2に示す。

表-2 土鍋土の粒度分布

| フルイの目開き     | 工業組合土    | 業者土      | 荒目土      | 細目土      |
|-------------|----------|----------|----------|----------|
| >297 (μ)    | 8.6 (%)  | 12.6 (%) | 18.4 (%) | 9.2 (%)  |
| 297~177 (μ) | 8.3 (%)  | 15.1 (%) | 12.6 (%) | 11.1 (%) |
| 177~105 (μ) | 6.7 (%)  |          |          |          |
| 105~74 (μ)  | 4.4 (%)  | 10.1 (%) | 9.9 (%)  | 10.1 (%) |
| 74~63 (μ)   | 1.9 (%)  |          |          |          |
| 63~44 (μ)   | 3.1 (%)  |          |          |          |
| <44 (μ)     | 67.0 (%) | 62.2 (%) | 59.1 (%) | 69.5 (%) |

## 2.7 粘性試験

BL型粘度計により粘性試験を行った。その条件は500mlのビーカーに乾燥試料300g,水300mlを入れて24時間放置する。次に攪拌機にて1時間攪拌解膠し,また24時間放置した後に粘度計にて測定する。ローターはNO.3を使用した。

測定値 3,690 (CP)

## 2.8 脱鉄試験

脱鉄試験には春田電機(株)製の電磁式の湿式脱鉄機PF-1000型を使用し,その条件は電圧75V,電流13Aで,工業組合土泥漿重量56.1kg,比重1.3を2度通過させて脱鉄を行なった。その結果,電磁石に吸着した鉄粉は乾粉にして39.2gあった。この量は水分25%の工業組合土16kgの重量に含有する鉄分に相当する。

次に,脱鉄した素地と無脱鉄の素地の焼成による鉄粉の発色比較を行った。焼成は還元炎により,1250℃で1時間保持の12時間で行った。その結果は無脱鉄の素地の表面に多数の黒色の斑点が発生した。しかし,脱鉄を行った素地の表面には黒色の斑点が殆ど生じなく,脱鉄の効果が良好であることが判明した。

## 3. まとめ

### (1) 焼成収縮率と吸水率及び耐火度について

工業組合土は土鍋,耐熱食器用に主に使われており,製品の焼締り状態に重要なポイントである焼成収縮率と吸水率が1年間を通してほぼ一定であり,また耐火度についてもSK,33で良好であった。

### (2) 粒度分布と粘性について

工業組合土は40寸目の網目フルイを用いて水篩しており,44(μ)下の粘土分が多く,粘性の測定値もかなりあり,機械ロクロによる成形も良好であった。

### (3) 焼成素地のX線回折について

焼成素地にはα-クリストバライトが存在しているが,現在の土鍋,耐熱食器等の焼締り状態ではほとんど影響していないことが判明した。

#### (4) 脱鉄試験について

脱鉄試験には1kwの電磁式の湿式脱鉄機を使用し、工業組合土の泥漿を2度脱鉄機に通した。次に、脱鉄した素地と無脱鉄素地を還元炎にて焼成して鉄粉の発色比較を行った。その結果は無脱鉄の素地の表面に多数の黒色の斑点が発生した。しかし、脱鉄した素地の表面には斑点が殆どなく、脱鉄の効果が良好であることが判明した。

#### 謝 辞

本試験にあたり、化学分析、X線回折、曲げ試験等で協力願った本場の試験課、研究室の担当者に感謝する。

# 耐熱陶器による厨房用品の試作研究

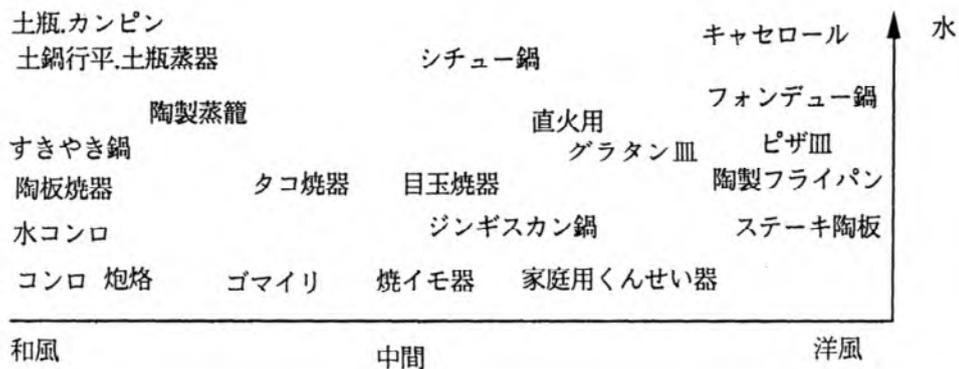
伊賀分場 北川 幸治

## 1.まえがき

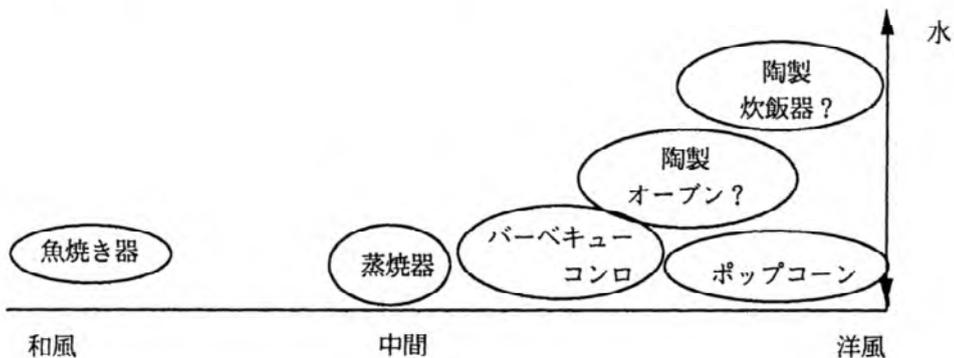
伊賀焼は耐熱陶器の主産地としてこれまで、土鍋、行平、炮烙、土瓶などの厨房用品を主に生産してきた。今もその技術と伝統を受けつぎ、現代の食生活に対応した様々な製品を生産している。情報の高度化社会、価値観の多様化、多元化の今日、私達は驚くほど多くの情報と日用品に囲まれて生活している。そのような中で当分場では、くらしに提案性のあるモノ、消費者のライフスタイルそのものに良い影響を与える商品の開発を目指し、耐熱厨房用品の試作研究を行った。以下に試作研究のプロセスと写真を示す。

### (1) 試作テーマの設定

#### 1-A 耐熱陶器による厨房用品の種類と分析（これまでに市販されているもの）



#### 1-B 今後どのような厨房用品が考えられるか？

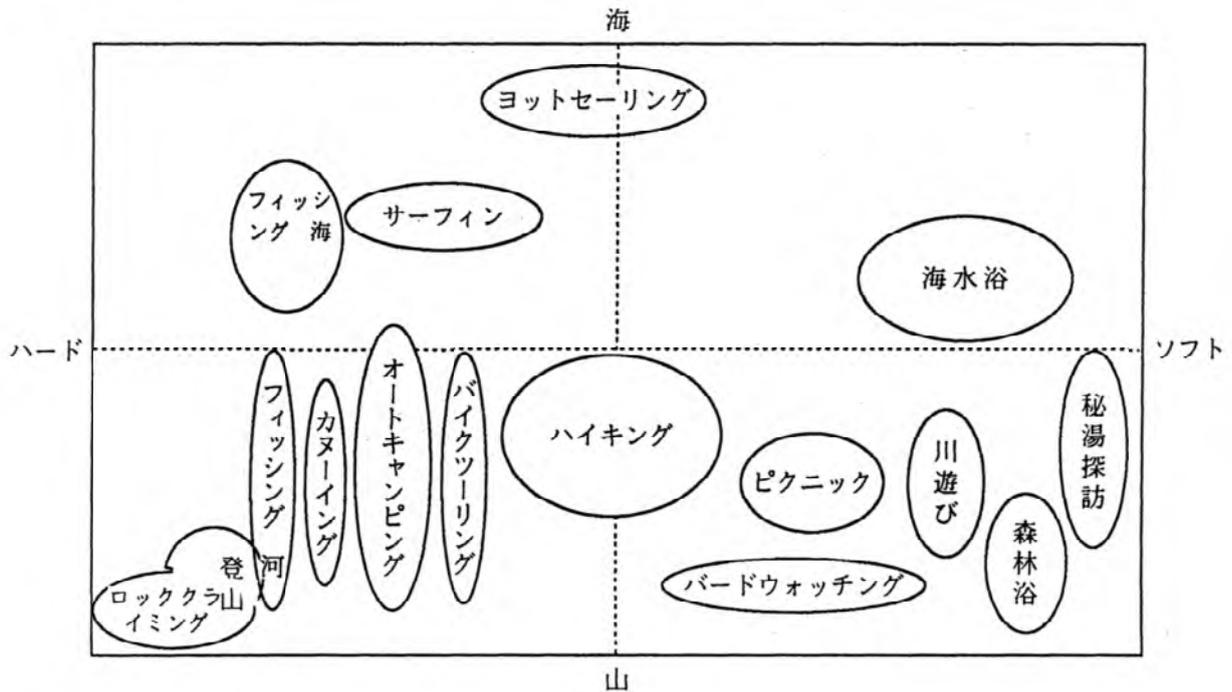


#### 1-C テーマのコンセプト

◎アウトドア (Out door) [野外感覚]

・アウトドアの気分を厨房用品にとり入れる。(アウトドアのための厨房用品ではない)

C-A アウトドアのパターン



C-B イメージによるグループ分類

|   |          |   |
|---|----------|---|
| a | 自然にふれる   | 秘湯探訪、森林浴、川遊び、海水浴、ピクニック、バードウォッチング  |
| b | 自然と一体となる | ピクニック、バードウォッチング、オートキャンピング、川遊び、海水浴、ハイキング、バイクツーリング、ヨットセーリング、サーフィン、カヌーイング、フィッシング |
| c | 自然に挑戦する  | カヌーイング、サーフィン、フィッシング、登山、ロッククライミング  |

1-D テーマ設定の背景

- ・1-Bより魚焼き器とバーベキューのできる厨房用品を考える。
- ・C-Bよりb,cに共通する感覚をとり上げる。  
焚火, テント, 焼肉, 焼魚, カンビール, パーティー, 役割分担, 串焼, バーベキュー, 土, 石, 茶色, 水, 煙, サバイバル, 鳥, 雲, 草, 空, 虫, 自然, ワイワイ
- ・アウトドアの感性を動入することによって、よりインパクトの強い商品が開発出来る、色彩は自然派感覚。

## 2-A 耐熱陶器による調理用品の試作

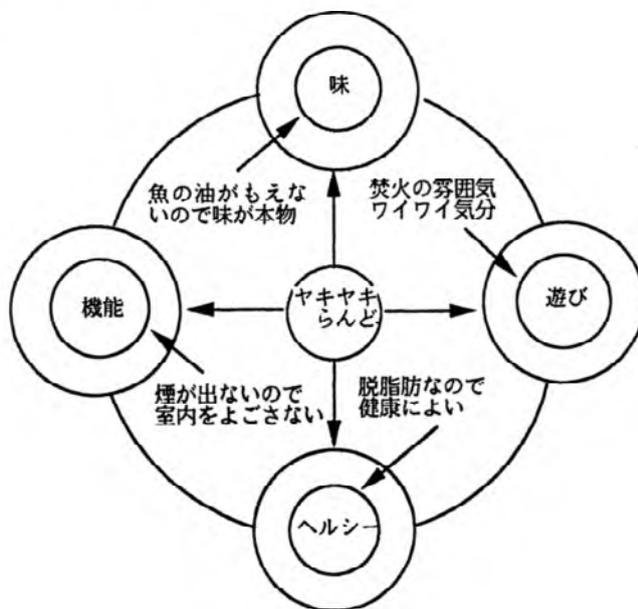


### A-A 試作品のネーミング

「ヤキヤキらんど」

ネーミングは商品のイメージを決定し、商品のデザインングそのものであるといえる。あえて試作品に名前をつけてみるとこのようになった。

### A-B 「ヤキヤキらんど」4つのコンセプト



### A-C 形状の設定

- ・シンプルであること
- ・大らかなフォルム
- ・アウトドアルック, ナチュラルカラーの感覚をもちこむ。

- ・炎のイメージをもたせたパターンをとり入れる。
- ・川魚（鮎）を標準サイズとする。
- ・熱量の平均化を考えたフォルム

A-D

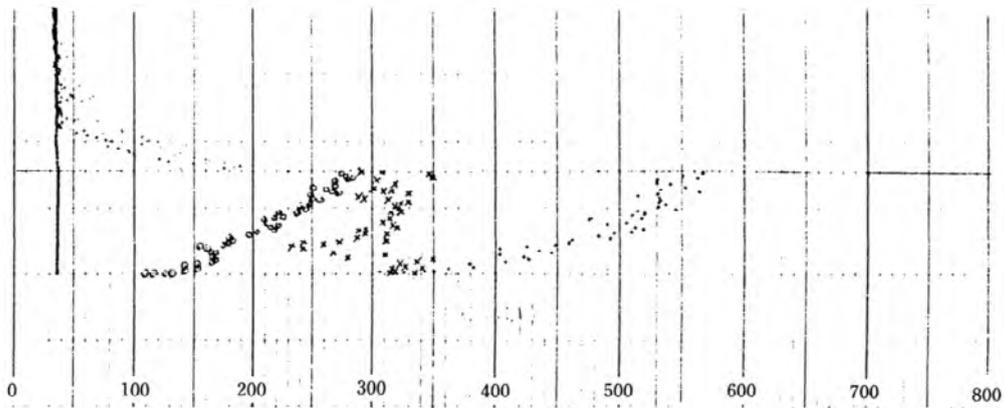
材質-耐熱土（伊賀焼陶磁器工業協同組合土）以下（工組土）と略す。

耐熱土（工組土と赤土の混合による土）

釉薬-透明釉

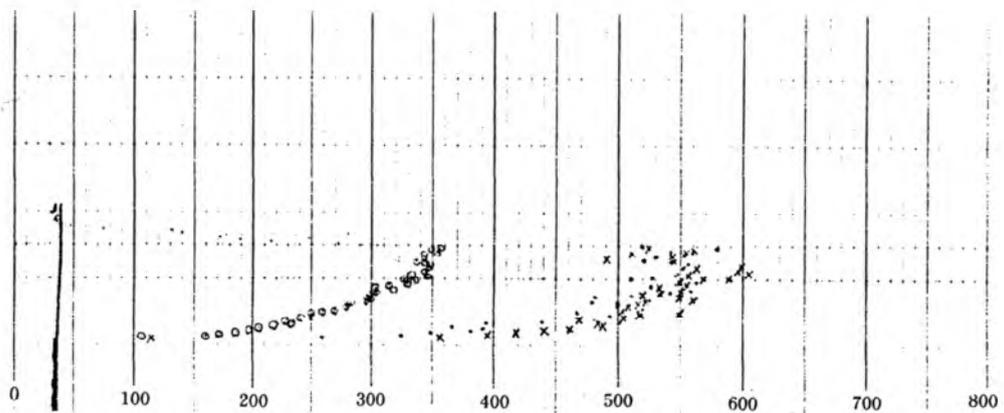
焼成-1030℃ 0F

③試作品の零囲気温度測定



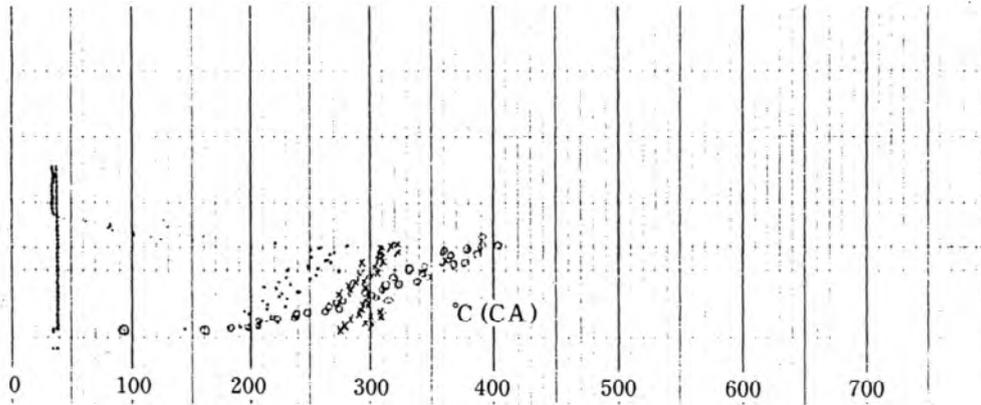
ガス=上野都市ガス株式会社      ガステーブル=2580Kcal/h  
 都市ガス使用                      普通バーナー  
 試験時間=20分

(図1)



ガス=上野都市ガス株式会社      ガステーブル=3447Kcal/h  
 都市ガス使用                      ハイカロリーバーナー  
 試験時間=20分

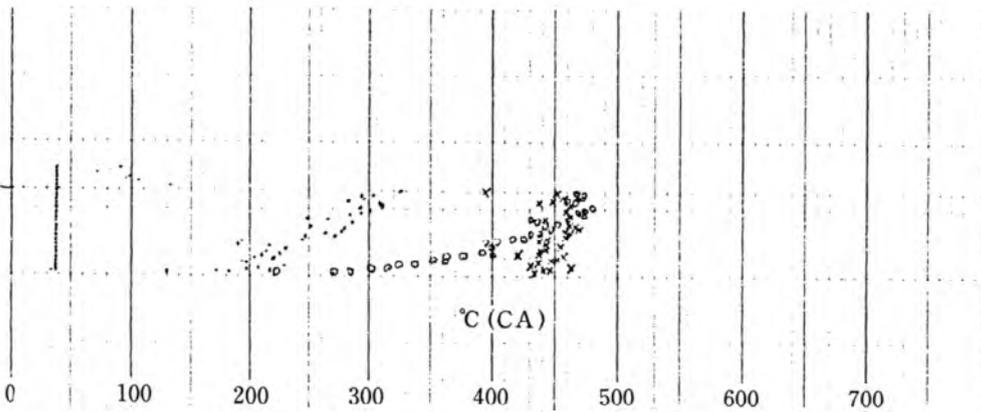
(図2)



(図 3)

ガス = 上野都市ガス株式会社 普通バーナー  
プロパンガス

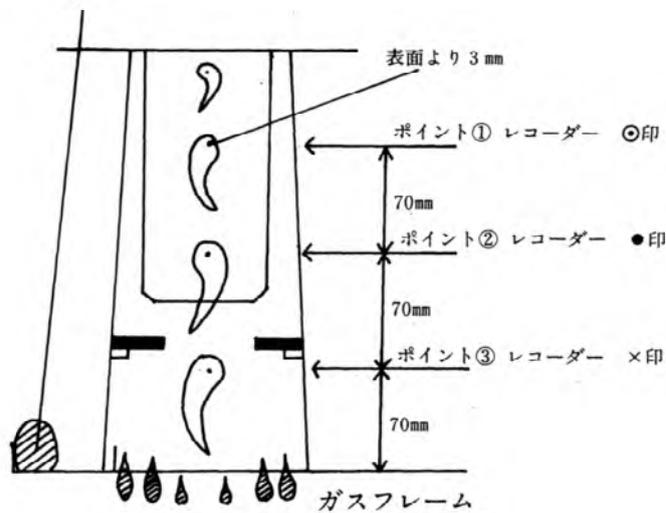
試験時間 = 20分



(図 4)

ガス = 上野都市ガス株式会社 ハイカロリーバーナー  
プロパンガス

試験時間 = 20分



以上4試験を行なった結果、都市ガスとプロパンガスの差、テーブルバーナーの能力の差で零囲気温度に変化があることがわかった。当試では図3の零囲気で川魚（鮎）を使用し、試験を行なった結果、20分で調理出来た。ポディーと金串の距離をコントロールすることによって、ガスバーナー能力の差があっても実用に適すると判断した。今後、県内各企業が本体の厚み、部品の改良を行ない理想的な零囲気湿度の設定を行なってくれることを希望する。この試作研究が商品のデザインのマニュアルとして参考にしていただければ幸である。

最後に試験データの協力をしていただいた上野ガス株式会社に感謝する。

### 3. 依頼試験・設備利用

| 項目    | 件数  | 項目   | 件数    |
|-------|-----|------|-------|
| X線分析  | 264 | 焼成試験 | 109   |
| 化学分析  | 787 | 加工試験 | 76    |
| 化学試験  | 13  | 水質試験 | 12    |
| 物理試験  | 212 | 試料調整 | 124   |
| 顕微鏡試験 | 2   | 設備利用 | 119   |
| 熱的試験  | 271 | 合計   | 1,989 |

### 4. 技術指導

#### 1) 技術相談指導

| 項目      | 内容                                     | 件数  |
|---------|--|-----|
| 原材料     | 窯業原材料（陶石、長石、粘土、金属酸化物等）の選定<br>適正利用法、処理法 | 21  |
| 素地および釉薬 | 素地・釉・顔料の調整法、配合比の調整                     | 394 |
| 製造技術    | 成形、乾燥、窯、炉材、熱量、試作                       | 107 |
| デザイン    | デザイン（パターン、形状、着彩法）装飾技法、試作               | 106 |
| FC      | ニューセラミックス                              | 41  |
| その他     | その他陶磁器に関すること                           | 37  |
| 計       |  | 706 |

#### 2) 巡回技術相談指導

| 対象                      | 巡回件数 | 指導内容  |
|-------------------------|------|---|
| 萬古焼、伊賀焼陶磁器<br>製造業及び瓦製造業 | 90   | 陶磁器原材料の管理技術<br>外国産原料等による陶磁器素材の開発技術<br>原材料、素地、釉薬、製造技術、デザイン、試作等 |

注) 技術指導設備設置事業（昭和 58年度国補）による50回を含む

3) 技術アドバイザー指導事業

| 対 象    | 地 区 名 | 指導企業数 | 指 導 日 数 |     | 指 導 内 容          |
|--------|-------|-------|---------|-----|------------------|
|        |       |       | アドバイザー  | 職 員 |                  |
| 陶磁器製造業 | 北 勢   | 6     | 44      | 12  | 技術開発 1<br>製品開発 5 |
|        | 伊 賀   | 2     | 16      | 6   | 製品開発 2           |
|        | 南 勢   | 1     | 3       | 3   | 技術開発 1           |
| 計      |       | 9     | 63      | 21  | 技術開発 2<br>製品開発 7 |

4) 技術指導施設費補助事業による指導

| テ ー マ 名                      | 項 目    | 件 数 | 備 考 |
|------------------------------|--------|-----|-----|
| 外国産原料等による陶磁器<br>素材の品質管理技術の指導 | 技術相談   | 83  |     |
|                              | 巡回相談   | 50  |     |
|                              | 講習・研修会 | 2   |     |
|                              | 展示会    | 2   |     |
|                              | 技術者の養成 | 45  |     |

## 5. 講習会・講演会等

### 1) 講習会・講演会の開催

| 名 称                  | 年月        | 場 所        | 人員 | 内 容                       |
|----------------------|-----------|------------|----|---------------------------|
| 60年度中小企業短期技術者研修      | 60.7~9    | 阿山町丸柱公民館   | 21 | 窯業課程                      |
| 陶磁器製品開発講習会           | 60.8~61.3 | 窯業試験場      | 21 | デザイン開発技術                  |
| 技術開発研究費補助事業研究成果普及講習会 | 60.10     | 四日市市萬古工業会館 | 79 | ニューセラミックスの生産及び応用に関する研究の現状 |
| 先端技術開発講演会            | 60.11     | 窯業試験場      | 31 | ファインセラミックスの成形技術の現状        |
| 実技講習会                | 61.2      | 〃          | 10 | 曲面印刷技術                    |
| 〃                    | 61.3      | 丸柱公民館      | 20 | 下絵付技法                     |
| 陶磁器技術講習会             | 〃         | 窯業試験場      | 33 | 60年度研究成果発表                |
| デザイン講演会              | 〃         | 〃          | 33 | 萬古焼の過去・現在・未来              |

### 2) 展示会の開催

| 名 称      | 年月   | 場 所      | 来場者 | 内 容           |
|----------|------|----------|-----|---------------|
| 陶磁器デザイン展 | 60.7 | 四日市市文化会館 | 216 | 全国陶磁器試験研究機関作品 |
| 試作品展示会   | 61.3 | 窯業試験場    | 70  | 試作品の発表と指導     |
| 〃        | 〃    | 丸柱公民館    | 33  | 〃             |

## 6. 研修生の指導

| 名 称       | 期 間                       | 人員       | 内 容         | 担 当 者 |
|-----------|---------------------------|----------|-------------|-------|
| 講習生（研修生）  | 60.4~60.9<br>(60.10~61.3) | 3<br>(1) | 釉調合について     | 水谷了介  |
| 海外窯業技術研修生 | 60.9~60.12                | 2        | 釉薬.SP.上絵.下絵 | 稲垣順一  |

## 7. 本年度に設置した試験研究設備

| 品 名                 | 数量 | 仕 様  | 備 考 |
|---------------------|----|--|-----|
| 高温曲げ引張り<br>試験装置     | 1式 | (株) 東京試験機製作所 SC-5C<br>クロスヘッド速度 0.00001~100mm/min<br>高温試験装置 300~1500℃<br>セラミックス用高温曲げ治具付         |     |
| 自動粒度分析装置            | 1式 | (株) 掘場製作所 CAPA-300<br>自然・遠心沈降法による光透過測定方式<br>測定範囲 0.04 μm~300 μm                                |     |
| 熱分析装置               | 1式 | 理学電機 (株) NEW サーモフレックス<br>高温型示差熱天秤、データ解析付<br>加熱範囲 RT~1500℃                                      |     |
| 熱的電気物性測定装置          | 1式 | 理学電機 (株) ETA-8410H<br>温度 RT-1500℃ 炉内寸法 20 φ mm<br>安藤電気 (株) AG-4311                             |     |
| スプレードライヤー           | 1式 | 大川原工機 (株) FL-12CS<br>噴霧式ディスク回転式、熱風温度最高 300℃<br>乾燥室 1200 φ × 1100H (mm)<br>ディスク回転数 5000~1500rpm |     |
| 全自動高温電気炉            | 1式 | (株) 広築 SF-6 常用 1600℃<br>炉内寸法 200×200×300mm<br>温度調節プロコン付  |     |
| プレス成形数              | 1式 | (株) 東京衡機製造所能力 50t<br>自動制御付   |     |
| 特殊曲面印刷機             | 1台 | (株) ミシマ BS-280 能力 6000 個/時<br>印刷最大寸法 280 φ mm  |     |
| 試料作成用小型加圧<br>鋳込装置   | 1式 | (株) 高木製作所 CVP-002H/010H<br>真空脱泡かくはん槽有効容積 2 l / 10 l<br>耐圧 5Kg/cm <sup>2</sup> 、共用制御盤、真空ポンプ付    |     |
| 原子吸光/炎光共用<br>分光分析装置 | 1式 | 日本ジャーレルアッシュ AA-880<br>測光方式 D2 ランプ式<br>水冷式スリットバーナー、高温バーナー付                                      |     |