

粘土の窯業的性状

森 川 泰 年

Ceramic Properties of Clay
by
Hirotoishi MORIKAWA

窯業原料の性質の測定値の統計的分布について検討するのを目標とし、信楽産粘土を用いて、真空（減圧）および常圧下で押し出し成形し、これを110℃で乾燥および1300℃で焼成した。このようにして得られた試験体を各試験についてそれぞれ100個作成し試験した。その結果の概要は次のとおりである。

(1) 乾燥水分 乾燥器内の温度分布が不均一な場合、乾燥試料にも敏感に作用して、蒸発量の分布状態が危険率5%の分散の検定で有意なところがあった。本実験の乾燥器では、器内底部の乾燥が最も悪く、続いて上部、最も良い場所は中央部であった。

(2) 収 縮 焼成試料の場合では、試料の押し出し方向と直角方向の収縮では、常圧下で成形したときの方がバラツキは非常に大きい。また押し出し方向と、直角方向との比をとっても、バラツキは大きく、減圧成形の必要性が充分説明できる。

(3) 曲 げ 強 度 乾燥試料の曲げ強度は、減圧成形した試料の強度の方が、多少弱い。焼成曲げ強度でも、減圧成形した試料の方が多少強度が落ちるが、大差はない。

(4) 圧 縮 強 度 乾燥試料は大差ないが、常圧で成形した方がバラツキが大きい。

1. ま え が き

粘土の基礎的な研究は各方面においてされているが測定値の統計的分布については従来ほとんど検討されなかった。検討されない理由の一つには試験回数が通常の実験に比較して非常に多いことである。普通1つの実験値を出すには数回の試験で済むが、統計的分布を測定する場合、100回とかそれ以上とかの試験をすることがあり、実験時間が多くかかる欠点がある。しかしながら、統計的分布について知ること、測定値のバラツキ等の検討には非常に有用である。品質管理等の強力な武器として活用することも可能であり、多くのデータは、近い将来にコンピューターの導入によって、より簡単に整理ができることも当然考えられる。ここでは試料として信楽産粘土を取り上げ、乾燥、収縮、曲げ強度、圧縮強度等の測定値の統計的分布について検討した。

2. 実 験 方 法

2. 1 基礎試験

基礎試験として、X線分析、電子顕微鏡写真、吸水試験、粒度分析をした。

2. 1. 1 X線分析

試料を1μ以下、1～6μ、6～12μ、12μ以上に分級した。分級には、アントレアゼンピベットを使用した。

2. 1. 2 電子顕微鏡写真

粒度1μ、2μ、4μ、6μの試料を採取して、倍率2000倍、10000倍で撮影した。

2. 1. 3 吸水率

焼成温度を6点として測定した。

2. 2 統計的分布についての試験

2. 2. 1 乾 燥

製土工場で混練した粘土を真空押し出し成形機を使用して、直径20mmの棒状のものを成形し、長さ120mmに切りそろえてものを100個作成した。これを20個づつを1段としてホーロー製バットに入れ5段積として110℃で24時間乾燥（乾燥器の大きさ40cm×40cm×40cm）した。これの測定値について、平均、標準偏差および歪度等について調べ、また検定した。

2. 2. 2 収 縮

乾燥収縮

2.2.1 で作成した試料（直径20mm、長さ120mm）の押し出し方向の長さを測定した。

焼成収縮

粘土を真空土練機で、減圧および常圧成形で、直径20mm、長さ20mmの試料を各々100個づつ作成し、1300℃で焼成し、1時間保持したものの直径方向および長さ方向について測定した。

2. 2. 3 曲 げ 強 度

上記2.2.1と同じ方法で作成し、110℃乾燥および1300℃で焼成した試料を曲げ強度試験機で試験した。

2. 2. 4 圧縮強度

上記2.2.2と同じ方法で作成し、乾燥および焼成した試料をアムスラー式試験機で試験した。

2. 2. 5 針入試験

粘土に水を加えて、成形可能な最大水分から最小水分まで水分の異なった試料を10個作り、立方体に成型した。これを湿潤器に入れて、水分が試料中で均一に分散するよう一昼夜放置した。

試験は図1に示すごとく、先の尖鋭な直径6mmの針を試料に針入させ（針入速度4mm/min）てゆき、5分経過後の抵抗強度を針入強度とした。つぎに試料を110℃で乾燥し、その時の水分とした。測定値は針入強度、水分の対数値を取り最小自乗法で直線を求めた。

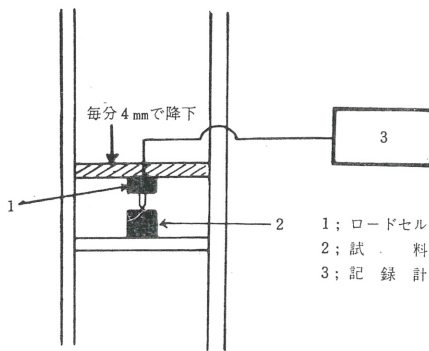


図1 針入試験装置

2. 2. 6 水中崩壊試験

試料を乾燥し、80目の篩で整粒し、これに珪石粉末を0%~80%迄10%おきに混合した試料を作り、適当な水分で混練し、球状に成形した。これを110℃に乾燥した。

試験は図2に示す如く、試料をストレンゲージに吊した網にのせて水中に入れ、試料が水のために崩壊し

て重量が半分になる迄の時間（分）を測定し、次の式から算出した。

$$S = \frac{1}{N-1} \left\{ \sum_{i=1}^n (m_i)^2 - \frac{\left(\sum_{i=1}^n m_i \right)^2}{N} \right\}$$

m_i ; 重量が半分になる迄の時間（分）

N ; 試料数

i ; 試料番号

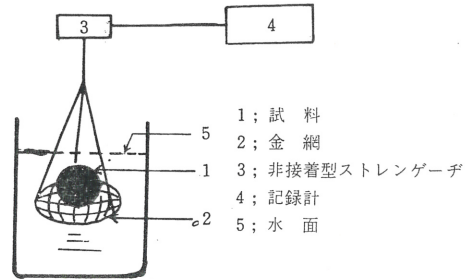


図2 水中崩壊試験装置

3. 実験結果および考察

3. 1 基礎試験

3. 1. 1 X線分析

表1に示すごとき鉱物が観測されるが、結晶化はあまり進んでいないようである。

表1 X線分析結果

粒 径	顕 出 鉱 物
1 μ 以下	粘土鉱物, 石英
1 μ ~ 6 μ	石英, 長石, 粘土鉱物
6 μ ~ 12 μ	石英, 長石, 粘土鉱物
12 μ 以上	石英, 長石

3. 1. 2 電子顕微鏡写真

写真1に示す。はっきりした結晶は見られなかった。

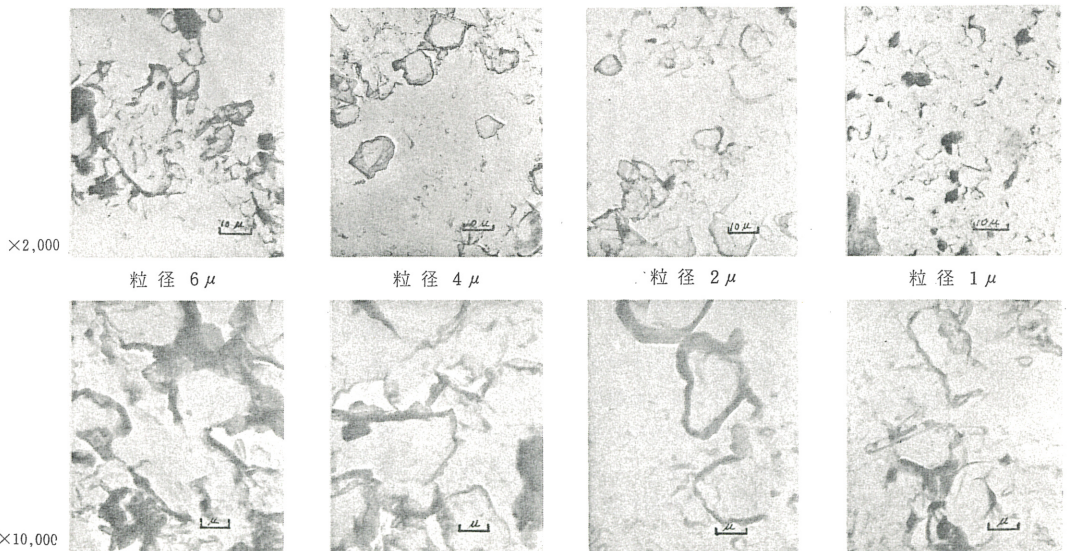


写真1 信楽産粘土の電子顕微鏡写真

3.1.3 吸水率

図3に示すごとく、焼成温度1000℃附近より焼結が始まり1300℃では、ほとんど完全に焼結していると考えられる。

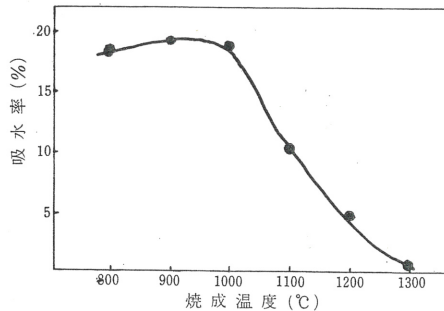


図3 吸水率

3.1.4 粒度分布

図4に示す。

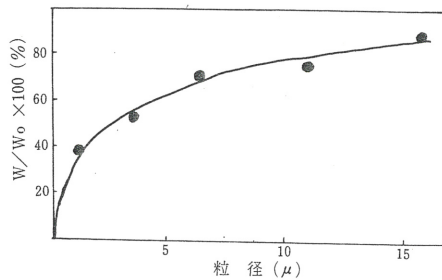


図4 粒度分布図

3.2 統計的分布についての試験

3.2.1 乾燥

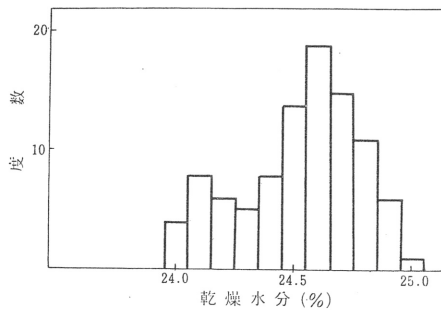


図5-1 乾燥水分ヒストグラム

図5-1に示す如きヒストグラムを得たが、これは正規分布になっていない。原因を究明するために、5段に積んで乾燥したそれぞれの段について分布を調べたら図5-2になった。一段目は蒸発量が少なく、次に5段、

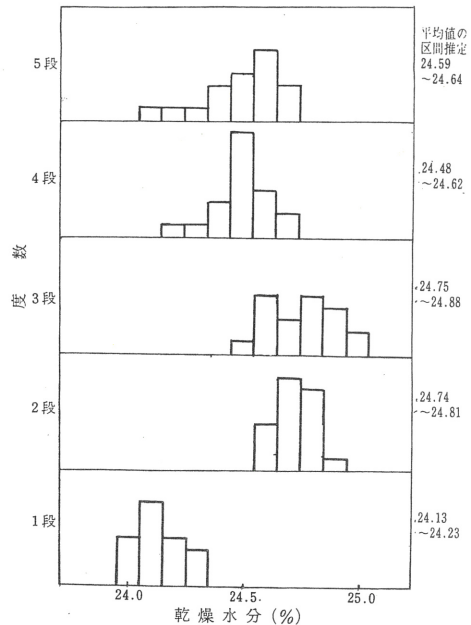


図5-2 乾燥水分ヒストグラム

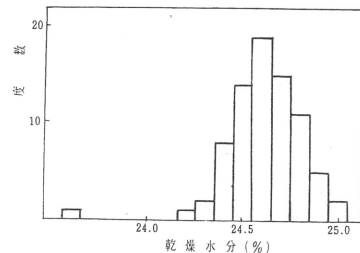


図5-3 乾燥水分ヒストグラム

中央部が一番乾燥していた。以上の結果から一段目の試料を取りのぞいた結果は図5-3になり正規分布を示すことがわかった。このことから、乾燥器内の温度が不均一な場合は乾燥状態にも敏感に差が現われるため乾燥時には充分な注意が必要と考えられる。

$$\bar{x} \text{ (平均値)} = 24.66\%$$

$$S \text{ (標準偏差)} = 0.179$$

3.2.2 収縮

乾燥収縮は押し出し方向について測定したが、結果は図6-1に示すとおりである。

$$\bar{x} = 7.36\% \quad S = 0.5 \quad a_3 \text{ (歪度)} = 2.95$$

焼成収縮

直径方向の収縮は図6-2に示す如く減圧しない場合のバラツキは非常に大きく、製品にした場合焼成時に

亀裂が入る可能性が大きい。

減圧したとき $\bar{x}=11.0\%$ $S=0.64$

減圧しないとき $\bar{x}=10.1\%$ $S=1.87$

分散の検定 (危険率5%) 有意差あり。

押し出し方向の収縮は (図6-3), 直径方向の収縮に比較すればバラツキは小さいが, 減圧した場合に比べやはり大きい。

減圧したとき $\bar{x}=7.2$ $S=0.447$

減圧しないとき $\bar{x}=6.9$ $S=0.583$

分散の検定 (危険率5%) 有意差あり。

押し出し方向の収縮と直径方向の収縮の比を検討したした場合, 減圧したときの値は, 0.55~0.75の範囲で安定しているが, 減圧しないときは1以上になるものもあり, バラツキは大きく不安定である。(図6-4)。

減圧したとき $\bar{x}=0.64$ $S=0.045$

減圧しないとき $\bar{x}=0.72$ $S=0.192$

分散の検定 (危険率5%) 有意差あり。

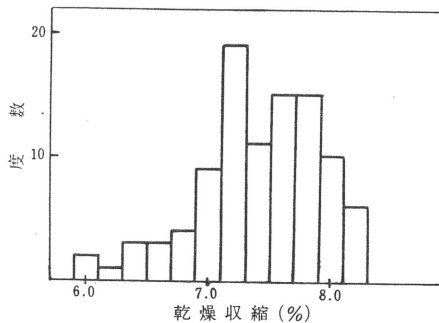


図6-1 乾燥収縮(直径方向)ヒストグラム

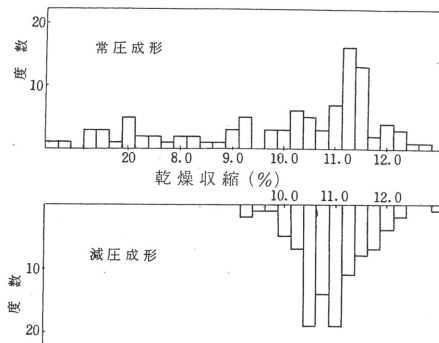


図6-2 乾燥収縮(押し出し方向)ヒストグラム

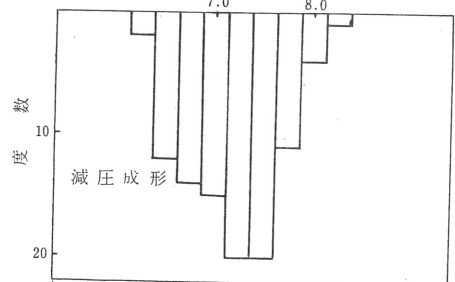
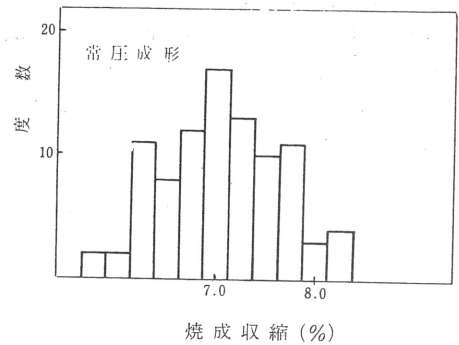


図6-3 焼成収縮(押し出し方向)ヒストグラム

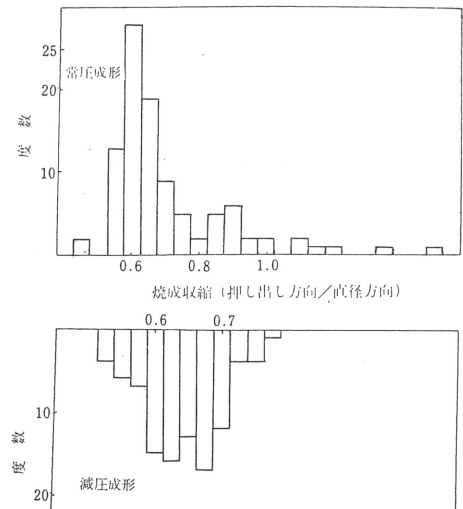


図6-4 焼成収縮(押し出し方向/直径方向)ヒストグラム

3. 2. 3 曲げ強度

乾燥試料の曲げ強度は、減圧しない場合の方が強度が出る。またばらつきも少ない。(図7-1)

減圧したとき $\bar{x}=34.6\text{kg}/\text{cm}$ $S=5.322$

減圧しないとき $\bar{x}=39.4\text{kg}/\text{cm}$ $S=3.436$

分散の検定(危険率5%) 有意差あり。

焼成試料でも、減圧しないときの方が平均値が高かった。(図7-2)。

減圧したとき $\bar{x}=450\text{kg}/\text{cm}^2$ $S=27.35$

減圧しないとき $\bar{x}=483\text{kg}/\text{cm}^2$ $S=25.40$

平均値の差の検定(危険率5%) 有意差あり。

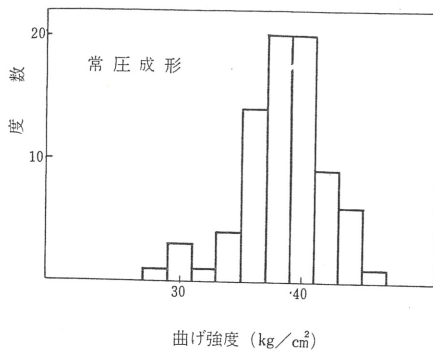


図7-1 乾燥試料曲げ強度ヒストグラム

3. 2. 4 圧縮程度

乾燥試料では、減圧成形の場合多少良好な結果が得られた。(図8-1)

減圧したとき $\bar{x}=61.2\text{kg}/\text{cm}^2$ $S=8.594$

減圧しないとき $\bar{x}=60.4\text{kg}/\text{cm}^2$ $S=8.294$

平均値の差の検定(危険率5%) 有意差なし。

焼成試料も減圧成形の方が温度、バラツキも良好な結果が出ている。(図8-2)

減圧したとき $\bar{x}=1890\text{kg}/\text{cm}^2$ $S=277$

減圧しないとき $\bar{x}=1780\text{kg}/\text{cm}^2$ $S=377$

分散の検定(危険率5%)。 有意差あり

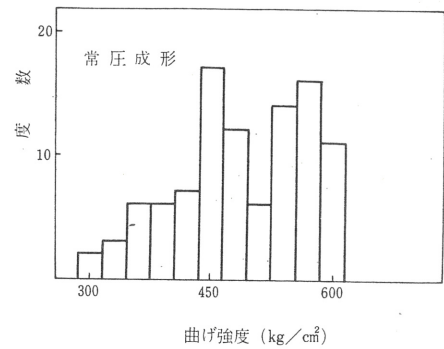


図7-2 焼成試料曲げ強度ヒストグラム

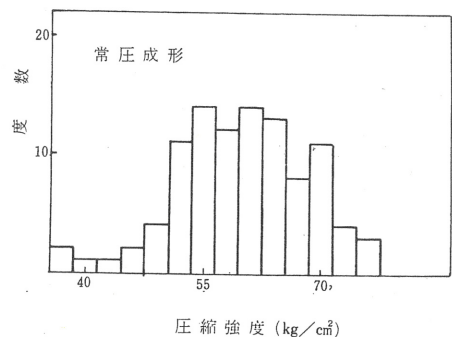
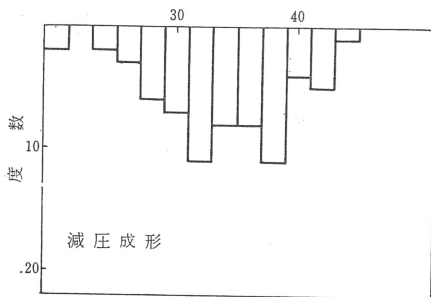


図8-1 乾燥試料圧縮強度ヒストグラム

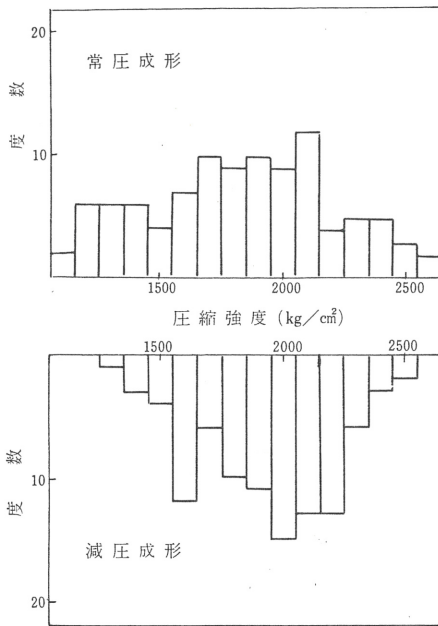


図8-2 焼成試料圧縮強度ヒストグラム

3. 2. 5 針入試験

図9の示すごとき直線が得られた。直線性の検定結果は良好であった。

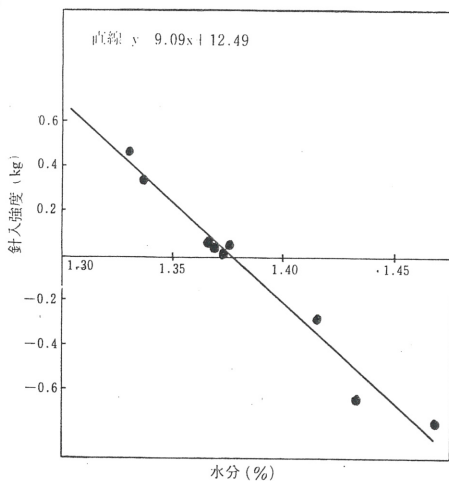


図9 水分と針入強度の関係

3. 2. 6 水中崩壊試験

試験結果は、表2のとおりである。

S=116

調査割合	粘土(%)	100	90	80	70	60	50	40	30	20
	珪石(%)	0	10	20	30	40	50	60	70	80
重量が1/2になるまでの時間(分)		41.6	15.6	16.0	27.5	20.7	20.5	14.8	7.2	3.2

表2 粘土、珪石混合試料の崩壊時間

4. ま と め

減圧成形および平常圧下での成形において、特に差の認められたのは焼成収縮率である。平常圧で成形した試料の直径方向の収縮のバラツキは非常に大きい。又押し出し成形方向においても、平常圧で成形したものの方がバラツキは大きかった。蒸発水分については乾燥室内の温度差等によってバラツキの出る可能性が大きいことがわかった。曲げ強度試験においては、減圧成形試料の方が強度、バラツキも多少悪い結果がでたが、圧縮強度においては、減圧成形のものの方が良い結果になっているが、いずれも大差なかった。

付 記

本研究は名古屋工業技術試験所にて、技術研修中におこなったもので、ご指導いただいた同所第6部第1課主任研究官山本隆一氏に深く感謝します。なお本研究は昭和44年3月本所主催の陶磁器製造技術講習会で発表した。

文 献

- 1) 中井重行, 池沢辰夫, 品質管理と工場統計, P23 (昭. 44), 日本文化興業。
- 2) 佐治, 白根, 横井, 大前, オペレーションズ・リサーチ (理論と実際), P57 (昭. 40), 培風館。
- 3) 未野悌六, 岩生周一, 粘土とその利用, P30 (昭33), 朝倉書店。
- 4) 窯業協会, 窯業工学ハンドブック, P353 (昭. 27), 技報堂。