

常滑産頁岩粘土の製造工程上の二、三の問題

山 本 紀 一*

Some Problems of TOKONAME Shale-Clay in the Manufacturing Process

by

Kiichi YAMAMOTO

シャモット添加量(0~20%), シャモット粒度(20目/寸以下(約16メッシュ)~40目/寸以下(約32メッシュ)), 木節ハネ土添加量(0~25%), 乾燥温度(20~60°C), 焼成温度(1130~1230°C), および炉内位置(上段, 中段, 下段)の計6因子をそれぞれ3水準にとりL₂₇直交表にわりつけ実験室的に実験した。測定性状として乾燥収縮率, 焼成収縮率, 全収縮率, 吸水率(24時間吸水, 減圧吸水), 曲げ強さ, 見掛気孔率, 見掛比重, かさ比重について測定し, 各要因がそれぞれの性状に与える影響について検討した。その結果, (1)シャモットの添加は曲げ強さを増大させる。(2)シャモット粒度は有意ではない。(3)木節ハネ土添加量は曲げ強さの増大となる。(4)乾燥温度を高くすると乾燥収縮率は減少し, 吸水率は増大し, 曲げ強さは減少する。(5)焼成温度は1180°C附近が最適である。(6)炉内位置は下段が加熱効果が大きい。(7)木節ハネ土添加量とシャモット粒度の交互作用が曲げ強さについてあらわれた。木節ハネ土添加量によりシャモット粒度をかえて曲げ強さが増大できる。

1. ま え が き

常滑地方に産出する頁岩粘土を主原料としている陶磁器製品には, 陶管をはじめとして, クリンカータイル, セラミックブロック等いろいろあるが, 直径 300 mm, 長さ 660 mm の厚陶管は30日前後の乾燥日数をかけており, また, 15 cm 角のクリンカータイルについても25日前後の乾燥日数をかけているのが実状のようである。このように長期間の乾燥日数を必要とすることに加えて, 設備不足も手伝い, 乾燥の進行程度に従って乾燥場所を移動させているのが一般であり, 多いところでは4~5回にもなっている。このため乾燥面積が非常に広く必要であるばかりでなく, 人件費も多くなり, コストにおよぼす影響の大きさは容易に想像されよう。そこで, シャモット添加量と粒度, 乾燥条件をはじめの2, 3の製造条件が素地の性状にどのような影響をおよぼすか検討するため実験的に実験し, その利害得失について検討した。

2. 実 験 方 法

2. 1 使用原料

使用した原料は, 陶管組合で使用している常滑市長

峰産頁岩粘土, 多治見産木節ハネ土で, 両粘土とも天日乾燥した後, 30目/寸(約24メッシュ)に粉碎した。

シャモットは陶管の不良品を各粒度に粉碎した。木節ハネ土は木節粘土を採取するときに上層部の比較的不純物の多い粘土分をいう。頁岩粘土と比べて木節ハネ土の方が可塑性は大きい。表1に化学分析値を示す。

2. 2 因子と水準

頁岩粘土については歴史的, 経済的, 立地的にこれをベースとして使用し, その粒度は現場条件を考慮して30目/寸(約24メッシュ)を全通するまで粉碎した。

(1)シャモット添加量(A); 一般に10%前後添加している。あまり少ないと効果が期待出来ないし, 多すぎると肌が荒れて商品価値が低下する。そこで因子Aとし, つぎのように水準をとった。A₁: 0%, A₂: 10%, A₃: 20%。

(2)シャモット粒度(B); 一般に20目/寸以下(約16メッシュ)~30目/寸以下(約24メッシュ)が使用されている。あまり細かいと効果が期待出来ないし, 粗すぎると肌が荒れて商品価値が低下する。そこで因子Bとし, つぎのように水準をとった。B₁: 20目/寸以下(約16メッシュ), B₂: 30目/寸以下(約24メッシュ),

表1 化 学 分 析 値

種 類	性 分	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	K ₂ O	Na ₂ O	Ig-loss	To. ra
頁 岩		64.14	20.62	3.80	0.98	0.28	1.22	1.50	7.33	99.87
木 節 ハ ネ 土		73.15	17.05	1.97	0.45	0.06	0.09	0.84	6.02	99.62

* 試験研究課

B₃: 40目/寸以下 (約32メッシュ)。以後それぞれ20>, 30>, 40>として表わす。

(3)木節ハネ土 (C); 一般に15%前後が添加されている。あまり多くするとコストに影響をおよぼす。そこで因子Cとし、つぎのように水準をとった。C₁: 0%, C₂: 12.5%, C₃: 25.0%。

(4)乾燥温度 (D); まだ行なわれている自然乾燥も行なう意味で常温 (実験時は約20℃であった。以下20℃と記す) も行なった。あまり高温乾燥すると乾燥亀裂等の欠点ができる。そこで因子Dとし、つぎのように水準をとった。D₁: 20℃, D₂: 40℃, D₃: 60℃。

(5)焼成温度 (E); 調合により多少の差異があるが1100℃付近で焼成されている。予備実験の結果から因子Eとし、つぎのように水準をとった。E₁: 1130℃, E₂: 1180℃, E₃: 1230℃。

(6)炉内位置 (F); 使用した電気炉の温度ムラが予想された。そこで因子Eとし、つぎのように水準をとった。F₁: 上段, F₂: 中段, F₃: 下段。

以上のような理由により取り上げた因子と水準を表2に示す。

表2 因子と水準

因 子	水 準		
	1	2	3
A; シャモット添加量	0%	10%	20%
B; シャモット粒度	20>	30>	40>
C; 木節ハネ土添加量	0	12.5	25.0
D; 乾燥温度	20℃	40℃	60℃
E; 焼成温度	1130℃	1180℃	1230℃
F; 炉内位置	上段	中段	下段

表2に示す因子と水準をL₂₇直交表にわりつけ、表3に示す。

表3 わりつけ表

列	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
因子	A	B	A×B	A×B	C	A×C	A×C	B×C	D	e	B×C	E	e

2. 3 試験体の調整

表3わりつけ表に示すようにわりつけた試料27種類について、成形水を加えてから水になじませるためビニールで包み1日放置する。水分を均一にするため、押出成形機 (1/2HP, 132r.p.m., 金型直径2.33mmφ) を通してから菊ねりをした坯土を押出成形により素地を成形した。所定の温度に保持した熱風循環式乾燥器 (風速約 0.3m/sec) に入れ乾燥した。焼成は16KW エレマ電気炉に棚積し、1時間当り 200℃の昇温速度で所定の温度になってから2時間保持した後自然放冷した。

2. 4 測定方法

(1)乾燥収縮率・焼成収縮率・全収縮率; 測定点距離10cmで、押出方向に測定した。ノギスの精度は1/10mmのものを用いた。

(2)吸水率; 曲げ強度を測定した後の2つの断片を清水中へ24時間浸したものと、減圧吸水させたものと二方法行ない、それぞれ平均値をとった。感量 0.1mg, 秤量160gの直示天秤を用いた。

(3)見掛気孔率・見掛比重・かさ比重; 減圧吸水させたもののみ測定した。その他は吸水率と同様である。

(4)曲げ強さ; 万能引張試験機を用い、クロスヘッド速度は5mm/minで、スパン長さ7.97cmで行なった。

3. 実験結果および考察

各性状について分散分析を行った。その一例として表4に曲げ強さの分散分析表を示す。

表4 曲げ強さの分散分析表

要 因	平方和	自由度	不変分散	分散比	検 定
A	70,932	2	35,466	12.55	☆☆☆
B	10,445	2	5,223	1.85	
C	39,339	2	19,670	6.96	☆☆☆
D	165,399	2	82,700	29.28	☆☆☆
E	59,809	2	29,905	10.59	☆☆☆
A×B	9,398	4	2,350	0.83	
A×C	10,203	4	2,551	0.90	
B×C	35,842	4	8,961	3.17	☆
e ₁	20,431	4	5,109		
S _T '	421,798	26			
F	7,995	2	3,998	1.42	
e ₂	134,929	51	2,646		
T	564,722	79			
(e')	(155,360)	(55)	(2,825)		

表5 各要因と性状のF検定の結果

性 状	要 因						
	A	B	C	D	E	F	B×C
乾燥収縮率(乾燥基準)	—	—	10	10	×	×	—
焼成収縮率(焼成基準)	—	—	—	—	5	5	—
全収縮率(ナマ基準)	—	—	5	—	5	—	—
吸水率(大気圧)	—	—	—	1	1	1	—
〃 (減 圧)	—	—	—	—	5	—	—
曲げ強さ	0.5	—	0.5	0.5	0.5	—	5
見掛気孔率	—	—	—	—	5	—	—
見掛比重	—	—	—	—	0.5	0.5	—
かさ比重	—	—	—	—	5	5	—

注) 表中10は危険率10%で有意であることを示し、一印は有意でないことを示す。

これよりA; シャモット添加量, C; 木節ハネ土添加量, D; 乾燥温度, E; 焼成温度がそれぞれ危険率0.5%で, また, 交互作用B×C, すなわち, シャモット粒度と木節ハネ土添加量が危険率5%で有意である。このように測定したすべての性状について分散分析を行なった結果をF検定し, 有意になった性状を要因を表5に示す。

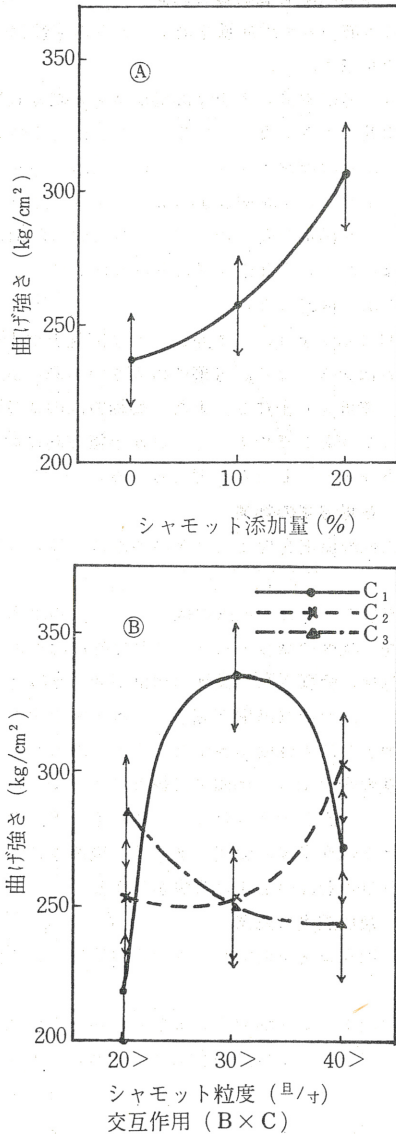


図1 曲げ強さに与えるシャモット添加量と交互作用(B×C)の効果

3. 1 曲げ強さに与える要因

図1にシャモット添加量と交互作用B×C(即ちシャモット粒度と木節添加量)の効果を示す。図1Aよりシャモット添加量が増加するに従い曲げ強さが増加している。これは微細な粘土粒子にシャモットを加え

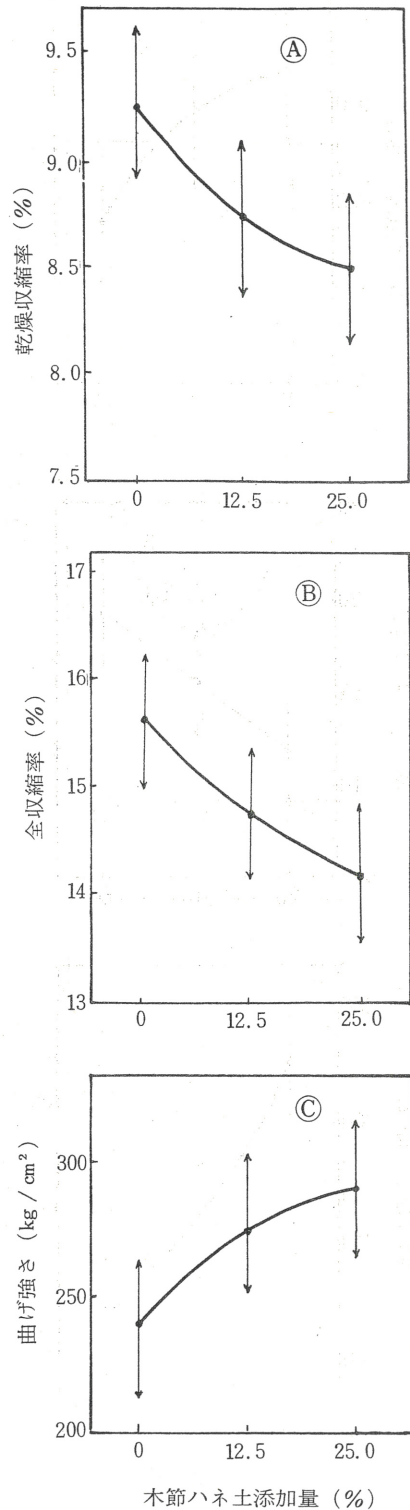


図2 諸性状に与える木節ハネ土の効果

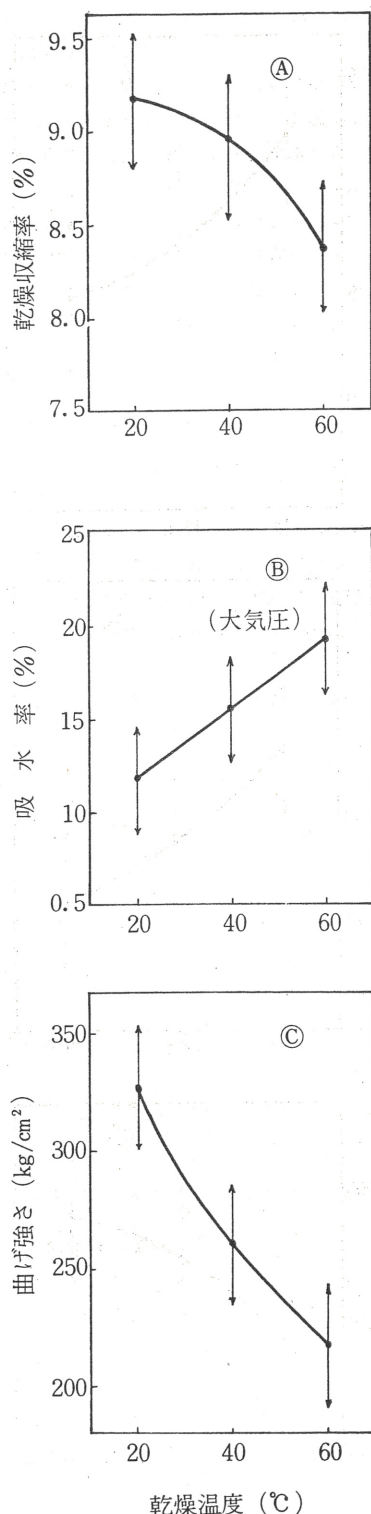


図3 諸性状に与える乾燥温度の効果

た場合、10%程度ではあまり大きな効果がないが20%程度入れると粘結材と骨材が理想状態に近づき曲げ強さが増加するものと思われる。図1 Bは木節ハネ土を添加するときは添加量によりシャモット粒度を考慮することにより曲げ強さが増加することを示している。これは、木節ハネ土添加量により理想状態になるシャモット粒度が異なるためと思われる。

3.2 木節ハネ土添加量の効果

図2に木節ハネ土添加量を変えたときの各性状に与える効果を示す。

図2 A, Bで木節ハネ土添加量が増すと乾燥収縮率、全収縮率共に小さくなっている。“これは可塑性の大きい粘土ほど収縮率が大きい”という常識の逆を示している。木節ハネ土を添加することにより、オリエンテーションが軸線方向におこり、軸線方向の収縮がしにくくなったという理由が考えられるがこれについては後ほどよく検討したい。

図2 Cに示すように、木節ハネ土添加量を増すほど曲げ強さは大きくなる。可塑性の大きい木節ハネ土の添加が、素地をち密にし、また、軸線方向のオリエンテーションがおこりやすく、これが半径方向に対する曲げ強さを大きくしたとも考えられる。

3.3 乾燥温度の効果

図3に乾燥温度を変えたときの各性状に与える効果を示す。

乾燥温度の上昇は、乾燥収縮が減少し、吸水率が増加し、曲げ強度の減少となる。これは乾燥温度の上昇により急速に乾燥され、素地の組織が開いた構造になり、従って、乾燥収縮率が減少し、吸水率が大きくなり、素地としての強度が弱くなるものと思われる。また、急速乾燥により、肉眼では観察できなかったが亀裂の発生も一因と考えられる。いずれにしろ、製造工程における乾燥温度の変化（または乾燥速度の変化）はかなり最終製品の品質に影響を与える。

3.4 焼成温度の効果

図4に焼成温度を変えたときの各性状に与える効果を示す。

焼成収縮率、全収縮率、および曲げ強さが1180°Cを頂点として上にトツの傾向を示す。(図4-1 A B C) 1130°Cでは焼結が十分でなく、1230°Cでは焼け過ぎによる発泡のため収縮率が小さくなり、曲げ強さが弱くなるものと思われる。大気圧下での吸水率(図4-1 C)は収縮から考えて、1180°Cを頂点として下にトツの傾向を示すと考えられるが、結果が異なったので減圧吸水させた。その結果を(図4-1 D)に示す。この結果から、発泡はしているが密閉気孔か、あるいは、開放気孔にしても非常に小さい気孔であろう。これは見

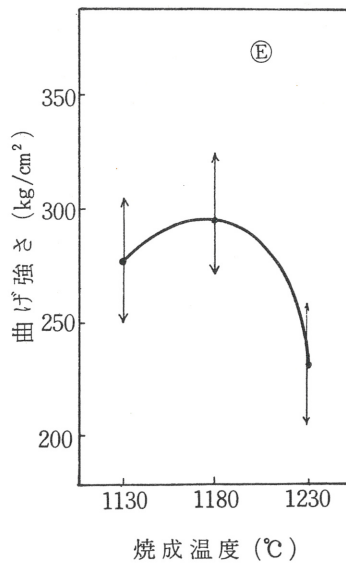
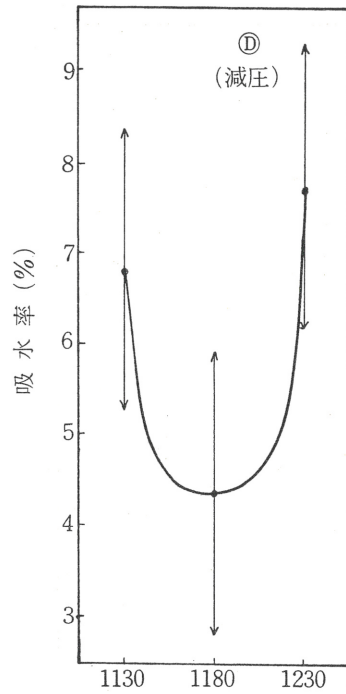
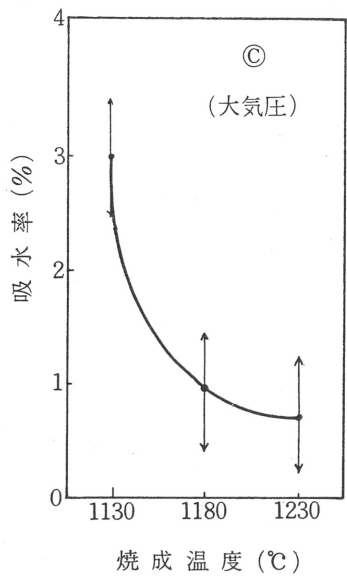
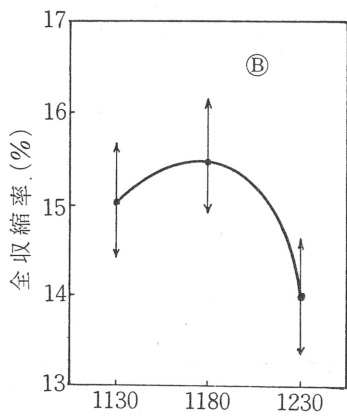
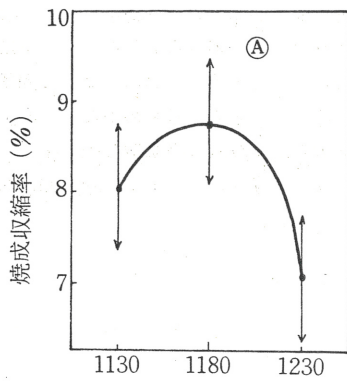
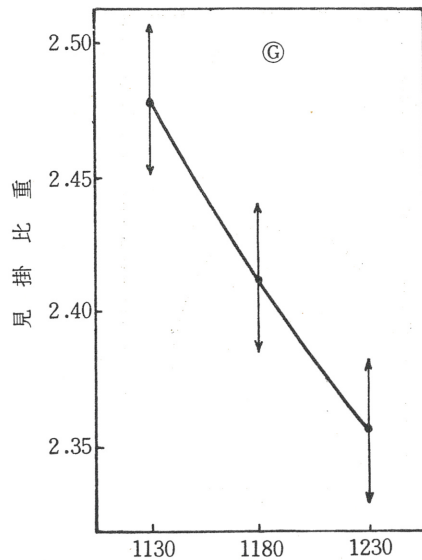
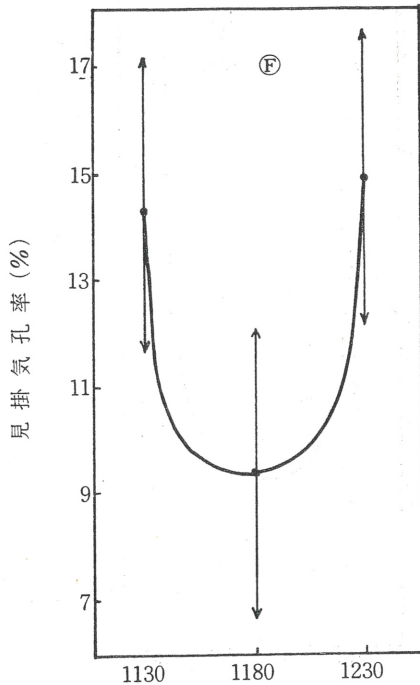


図4-1 諸性状に与える焼成温度の効果

掛気孔率(図4-2⑥)、見掛比重(図4-2⑦)、かさ比重(図4-2⑧)からも裏付けされる。

3. 5 炉内位置の効果

図5に炉内位置を上段、中段、下段と棚積みしたときの位置差による効果を示す。

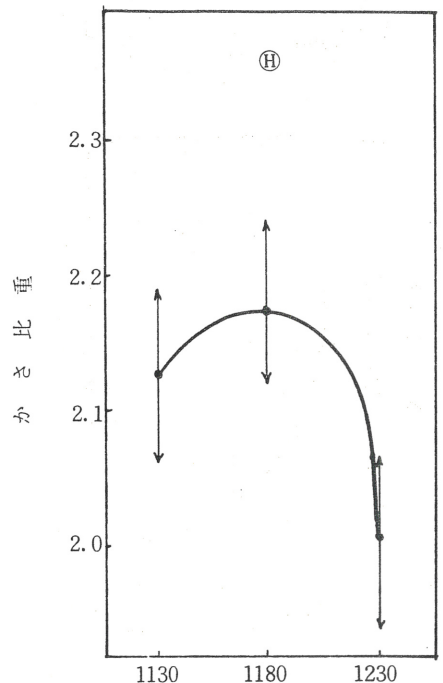


焼成温度 (°C)

いずれの図からも、下段が最も熟効果が大きい事を示している。上段と中段の差はあまりないが、中段が焼成状態が良好ようである。これは、2.2因子と水準(6)でも述べたように炉内位置を因子として取上げる事により分散分析した場合に誤差項を小さくし、より効果的なF検定を行なうためであり、現場的に直接は情報をもたらさない。

4. ま と め

(1)シャモットの添加(0~20%)は曲げ強さに影響を与え、添加量が増すほど曲げ強さは増大する。



焼成温度 (°C)

図4-2 諸性状に与える焼成温度の効果

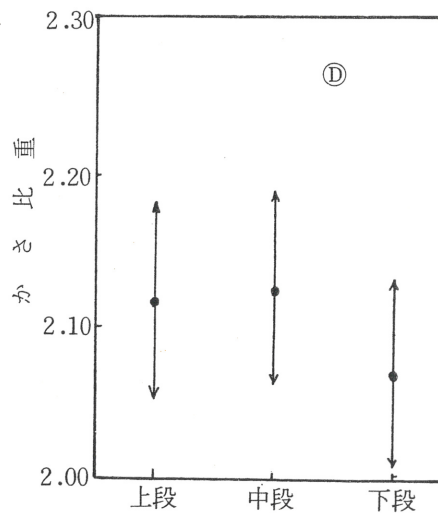
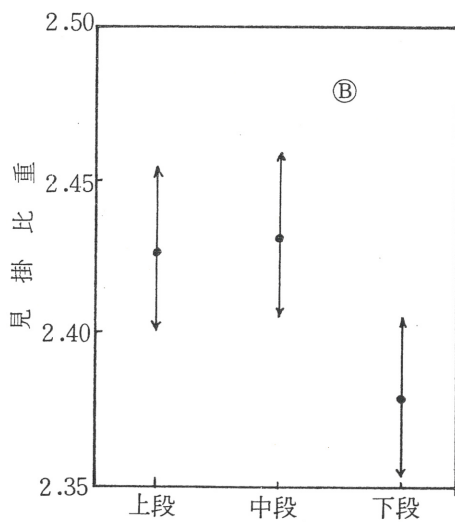
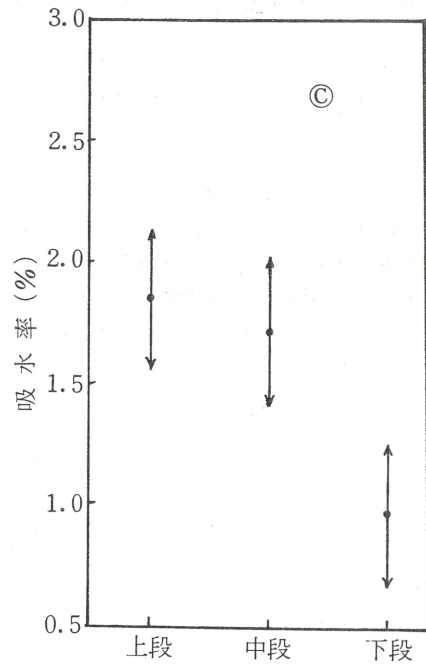
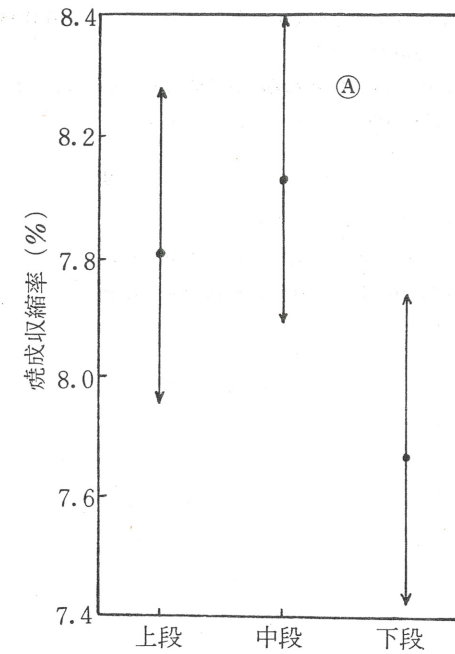
(2)シャモット粒度(20~40目/寸以下)は有意な結果を示さない。

(3)木節ハネ土添加量(0~25%)は乾燥収縮率、全収縮率、曲げ強さに影響を与え、添加量を増加させると両収縮率は減少し、曲げ強さは強くなる。

(4)乾燥温度は乾燥収縮率、吸水率、曲げ強さに影響

を与え、温度を高くするほど乾燥収縮率は減少し、吸水率は増大し、曲げ強さは減少する。

(5)焼成温度はすべての性状、すなわち、乾燥収縮率、焼成収縮率、全収縮率、吸水率(大気圧、減圧)、曲げ強さ、見掛気孔率、見掛比重、かさ比重に影響を与える。1180℃附近が最も良好な性状を示している。



炉内位置

炉内位置

図5 諸性状に与える炉内位置の効果

(6)炉内位置(上段, 中段, 下段)は下段の方が熱効果大きいが現場的に直接の情報をもたらさない。

(7)木節ハネ土添加量とシャモット粒度が曲げ強さに対して交互作用があった。木節ハネ土添加量により表6のようにシャモット粒度をかえる必要がある。

表6 木節ハネ土添加量とシャモット粒度との関係

木節ハネ土添加量	シャモット粒度
0%	30目/寸 以下
12.5%	40目/寸 以下
25.0%	20目/寸 以下

以上の結論を得たが今後の問題として、頁岩粘土の粒度とシャモット粒度およびシャモットの粒度配合、乾燥温度のみでなく、湿度、風速も因子として取上げ、乾燥速度の面から追求し、また、生素地の性状についても測定する等の実験をする必要があると考える。

付 記

本研究は中小企業技術指導員養成課程研修生として工業技術院名古屋工業技術試験所において昭和44年9月から3か月間にわたり行なったものである。終始ご親切な御指導をして下さいました第6部主任研究官山本隆一氏に厚くお礼申し上げます。また有意義な研修を受ける機会を与えて下さいました中小企業振興事業団に感謝致します。

また、昭和45年窯業協会年会(昭. 45. 4. 22. 於大阪科学技術センター)に於て発表した。

文 献

- 1) 田口玄一, 実験計画法(新版)上, 下 丸善.
- 2) 田口玄一, 実験計画数値表 丸善.
- 3) 田口玄一, 直交表と線点図 丸善.