

NATIONAL INSTITUTE FOR FUSION SCIENCE

文部科学省科学研究費補助金

地域連携推進研究費

成果報告書

「マイクロ波による陶磁器焼結法の開発研究」

Research & Developments of Sintering of Ceramics by Microwave

佐藤元泰

Motoyasu Sato

(Received - Feb. 6, 2004)

NIFS-MEMO-45

Mar. 2004

This report was prepared as a preprint of work performed as a collaboration research of the National Institute for Fusion Science (NIFS) of Japan. The views presented here are solely those of the authors. This document is intended for information only and may be published in a journal after some rearrangement of its contents in the future.

Inquiries about copyright should be addressed to the Research Information Center, National Institute for Fusion Science, Oroshi-cho, Toki-shi, Gifu-ken 509-5292 Japan.

E-mail: bunken@nifs.ac.jp

<Notice about photocopying>

In order to photocopy any work from this publication, you or your organization must obtain permission from the following organization which has been delegated for copyright for clearance by the copyright owner of this publication.

Except in the USA

Japan Academic Association for Copyright Clearance (JAACC)

41-6 Akasaka 9-chome, Minato-ku, Tokyo 107-0052 Japan

TEL:81-3-3475-5618 FAX:81-3-3475-5619 E-mail:naka-atsu@muj.biglobe.ne.jp

In the USA

Copyright Clearance Center, Inc.

222 Rosewood Drive, Danvers, MA 01923 USA

Phone: (978) 750-8400 FAX: (978) 750-4744

文部科学省科学研究費補助金

地域連携推進研究費

成果報告書

研究課題名 「マイクロ波による陶磁器焼結法の開発研究」

研究代表者 文部科学省核融合科学研究所

佐藤元泰

機関番号 63902

課題番号 12792016

Research & Developments of Sintering of Ceramics by Microwave

Motoyasu Sato

*National Institute for Fusion Science, Oroshi-cho,
Toki-shi, Gifu 509-5292, Japan*

ABSTRACT

New technology is required in the field of industrial kilns reducing for green house effect and increasing productivity. Microwave sintering methods have been expecting to the merits of energy saving, inhibition of grain growth, higher density, less evaporation for existing material and innovations to new materials by their properties of internal, selective and rapid heating. However, it cannot be extending to the industrial scale from laboratory, as the problems of distortions and cracking did not solved in the systems pricing with compatible to the conventional heating.

The key ward of "stress free sintering" is "the reduction of temperature gradient" in the work piece. The energy flow in the kiln is determined by conduction, convection and infrared radiation. Especially, the infrared radiation is the largest factor at high temperature such as ceramic sintering, as it increases in proportion to fourth power of temperature.

The energy loss or input through the surface of work piece generates the temperature gradient. If the transfer is prevented, the temperature gradient between surface and body is zero. It is principally difficult to expect in the conventional kilns of external heating. On the contrary, microwave can transmit electromagnetic energy and converts to thermal energy in the work piece. The microwave heating can realize the uniform body heating.

Why not? The scientist of microwaves considered that the non-uniformity of electromagnetic fields generate the local heating. The engineers of ceramics bereaved that the cracking was inevitable for the rapid temperature rise by their experiences in the traditional kilns.

The right answer is to cover the work pieces by equal temperature wall.

There will be two methods. The first is the hybrid heating. Heaters in reference to the temperature of work pieces control the wall temperature externally. The other is a self-consistent susceptor wall that has certain dielectric constant and loss-tangent to be heated by microwave in keeping the equal temperatures and equal rising rates with the work pieces. The thermal energy flux balances on the surface of work pieces, i.e. zero in total. Under such an ideal thermal insulation, work pieces get energy only by electric field of microwave and heat themselves uniformly. The stress free system realizes the rapid sintering.

Microwave field distribution in the work piece is another key word for the "stress free sintering". More than two magnetrons are operated simultaneously with mode stirrers (rotating metallic fans). For heating, microwaves from two or more magnetrons are coupled through the ports into the chamber. The magnetrons generate 1.5 or 2.5kW at 2.45GHz. The frequencies of each magnetron are slightly different as a result of the manufacturing process. This allows increasing the number of excited modes. In addition, a microwave scattering fan rotates in the chamber. This prevents a static

field and improves the uniformity of the field distribution in the chamber. Isolators do not apply to the magnetrons. The VSWR changes between 1.4 and 2.7 and the frequencies of magnetrons shift in a few MHz in accordance with the rotation of fans. The beating frequency of microwave is scattered and mode mixing becomes more complicated. The numerical simulations are now trying to, however, as it need very large number of memories in PC's, the calculation with work pieces has not been done yet. The microwave power is continuous waves (CW) and is controlled manually. The 2.45GHz low frequency microwave does not show any non-uniform heating in our experiment and industrial systems.

The application of isothermal wall proved that uniform sintering is realized by magnetrons at low to medium power of a few kW. The prices reduced to the competitive to conventional kilns. The microwave kilns need only 1/2 ~1/5 energy for the unit weight of products.

Now, many industries pay attention and are planning to introduce the microwave kilns into their factories in Japan.

Keywords: Microwave, Kilns, Ceramics , Isothermal Barrier, Rapid Sintering, Stress-free sintering,

Low energy consumption

研究概要

マイクロ波焼結は 焼結時間の短縮・雰囲気制御性に優れており、すぐれた物性値が得られるうえに、焼成時間が在来法の数分の一ないし十分の一で、環境負荷を大きく低減できる。理想の焼結法として、1960年代から研究が続けられている。

研究室レベルの試験片ではすぐれた成果が上がったが、実用化のために大きな寸法で、複雑な形状のサンプルを用いると、割れや変形が頻発した。この問題の解決に取り組んだが成功せず、実用化は困難であるとあきらめられるようになっていた。

この地域連携推進費により、核融合研究で培われた高出力マイクロ波技術およびエネルギー閉じこめ研究と、地域の主要産業であるセラミック技術を融合することにより、この定説を覆す研究がなされ、マイクロ波焼成の実用化へ道が開かれた。

本研究では、産学官の連携が的確に機能し、当初目標を100%満たし、新しい産業の創造に繋がった。産学連携研究の成功事例である。

(1) 「被焼結物を等価なマイクロ波吸収特性を持った壁で囲むならば、焼結物と壁が焼結のはじめから終わりまで同時に同じ温度になるはずである。この様な状態では、焼結物に対してその表面での熱の出入りがない疑似断熱空間が形成されている。焼結物の放射冷却も外部からの熱侵入もゼロである。熱の流れが焼結物の内部にマイクロ波だけで昇温できる方法」を考案した。(特許出願中)

(2) この方式によるマイクロ波焼成装置を開発し、各種陶磁器の焼成試験を行った。使用した試験体はすべて実際に工場で生産されている製品の工程から抜き出した。工場での完成品と比較、短時間で、歪みなく焼成でき、釉薬のとけ方も、在来法に較べて遜色ないことが判明した。マイクロ波焼成を工場規模に拡大するための技術的問題はなく、地元からも実用化の早期実現を要望されている。(特許権成立) マイクロ波連続焼成炉を試作し、大量生産用システムの実用化試験を行った。(特許出願中)

(3) この断熱方法で、アルミナ、炭化珪素などの工業用ファインセラミックスのマイクロ波焼成を試みた。試験体は変形なく所定の密度・強度に短時間で焼結された。陶磁器ばかりでなく全てのセラミックスの生産技術に拡大できることが実証された。

(4) この成果を基に、大規模な産業化・実用化研究に発展した。省エネルギー・高精度焼成技術を確立し、窯業に大きな変革をもたらしている。

(5) 出願中および権利確定した特許は合計7件である。それらの内4件は、民間企業等との間に実施許諾契約を締結した。実施による特許料収入が得られている。

第1章 序論

従来のマイクロ波焼成

窯業は人類最古の工業である。その起源はわからないが、おそらく火の発見とそれほど離れてはいないだろう。物体を火で熱するとより良い物になると云うのは、潜在意識、おそらくは遺伝子の中に組み込まれた善であろう。特に焼き物は、ゆっくり時間をかけるほど、品質が向上すると信じられてきた。マイクロ波焼結は、火を用いず短時間で加熱するというだけで、本能的に胡散臭いと思っている人が大多数であろう。産業界からは、積極的な導入の意志は示されてこなかった。マイクロ波焼成は研究室レベルのものであり、「火に優る物はない。そんなに速く焼こうとしても、無理なのだ」という先入観に支配されていたのではないだろうか。しかしながら近年、マイクロ波焼成は、焼結時間の短縮、雰囲気制御性、ニアネット焼結（変形の小さい）等による生産コストの大幅な削減効果が立証され、環境負荷の低減等の要求に相まって、急速に関心が高まっている。

セラミックスのマイクロ波焼成の研究は1960年代から取り組まれている。セラミックの研究者は、マイクロ波の電磁界の作用による焼成過程、マイクロ波が粒子に与える影響に研究の主眼をおいた。粒成長の抑制効果、曲げ強度の向上など、優れた焼結物の物性が得られてきた。

量産技術に移行させようとする、と、斑焼けや変形・割れと云った欠陥が頻発した。試料内にて熱暴走を引き起こすサーマルランナウェイ現象に代表される焼成の不均一が原因と考えられたが、有効な対策は見いだされなかった。業界は、焼成時間が在来法に比べて、短いからやむを得ないと考えてきた。むしろ、新しい機能材料の開発を優先すべきと考えてきた。

一方、この焼成斑の原因をマイクロ波の技術者達は、「電波の不均一性、つまり熱入力の一不均一に起因する」と考えていた。電子レンジからの連想によって、炉内に定在波が立つため、電磁界が空間的に不均一になっていると推定した。キャビティの寸法が同じならば、波長の3乗に比例してモード数が増加、キャビティ内及び試料内の電磁界の強度分布が一様化される。電子レンジ周波数（2.45GHz）からミリ波（28～84GHz）へとより短波長の電磁波を用いた研究に推移してゆき、均一な焼成に成功した。しかしながら、装置価格の著しい上昇は、処理時間の短縮では補えないレベルになってしまった。

本研究は地域連携推進研究費（文部科学省の科学研究費補助金）により、地場産業である陶磁器焼成研究をメインテーマとして開始された。等温熱障壁という概念のもつ普遍性により、マイクロ波焼成を工業用ファインセラミックス全般に適用出来ることが実証され、急速な進展に繋がった。特に、安価な工業用周波数の2.45GHzを利用できることを実証したことは、事業化にあたり重要なファクターであった。この研究の成果は、NEDO／経済産業省の地域新生コンソーシアムに引き継がれ、実用化炉の建設とプロセスの実用化に向けてさらに大規模な研究開発が推進されている。

本研究の革新的な点「等温熱障壁という概念」

マイクロ波焼結でも、マイクロ波が吸収されて熱エネルギーに変換された後は、通常の熱伝

導方に従うことは当然である。しかしながら、マイクロ波という言葉に幻惑されたかのように、熱の問題を精密に論じた研究はほとんど無い。この研究の原点は、これまで重要視されてこなかった「熱の流れ」について、もう一度考え直してみたことにある。

在来炉は、外部にある熱源から焼結物に熱を与え焼結物の温度を上げる「外部発熱・伝導加熱」である。マイクロ波炉は焼結物がマイクロ波を吸収して自己発熱する「内部発熱・体積加熱」である。焼結物の温度を上げるといふ目的は同じでも、焼結物そのものが熱源になるマイクロ波炉では、逆の発想が必要になる。

これまでのマイクロ波加熱では、焼結物を囲む断熱体にマイクロ波を吸収しない材料を選んでいた。そのために、焼結物を囲む炉壁の温度はマイクロ波で加熱されなかった。焼結物がせっかくマイクロ波で内部から均一に加熱されても、その表面が赤外線放射によって冷却してしまうという矛盾をかかえていた。つまり、マイクロ波の電磁界 $\Rightarrow$ 焼結物の内部発熱 $\Rightarrow$ 焼結物表面 $\Rightarrow$ 赤外線放射 $\Rightarrow$ 炉壁内側表面 $\Rightarrow$ 断熱体内の熱伝導 $\Rightarrow$ 炉外というエネルギーの流れができていた。このうち、焼結物の内部発熱 $\Rightarrow$ 焼結物表面 $\Rightarrow$ 赤外線放射というエネルギーの流れは、必然的に焼結物に温度勾配を作り出す。この温度勾配に起因する熱歪みが変形や割れの原因であり、マイクロ波焼結の実用化を阻んでいた。簡単に言えば、被焼結物に「炉体をも暖める」電気ヒーターの役割も担わせていた訳である。乾燥工程のような、最高温度が200℃を超えないような温度域では、赤外線放射は無視出来るほど小さい。しかし、焼結の起こる1000℃のレベルでは、炉体の昇温に必要なエネルギーは焼結物を昇温する熱量の10倍に達し、大きな熱歪みが発生する。この問題を解決するために、

「焼結物をそれと同一な温度を持った壁で囲んでマイクロ波を印可する方式」を考案した⁽¹⁾⁽²⁾。

方法は2つある。一つは、焼結物の表面温度を計測し、別の熱源を用いて、炉の内壁温度を焼結物に合致するように制御する「ハイブリッド」方式である¹⁾。この方法に関して、平成5年に特許出願し、同9年に成立している。

第2の方式は、「焼結物と同時に同じ程度にマイクロ波を吸収する壁をマイクロ波を吸収しない断熱体で囲み、熱平衡を実現しながらマイクロ波で加熱」する自律的な方法²⁾である。複雑な温度制御が必要ないという特徴があり、平成12年10月、特許出願した。実際には、焼結物と同じ材料は密度が高く断熱性が悪い。壁を薄くしてその外側をマイクロ波吸収が小さく密度の小さい厚い断熱壁で囲んだ2重（多重）断熱構造が必要である。

この方式を「等温熱障壁（Isothermal Barrier）」、自律的等温壁を「2重（多重）断熱壁」と呼ぶことにする。繰り返しになるが、在来炉では「炉壁温度>試料温度」、マイクロ波では「炉壁温度<試料温度」であった。正解は「炉壁温度 = 試料温度」だけである。熱伝導方程式を使った理論的解説を、本文第2章に揚げておく。

この等温熱障壁に加えて、一様な体積発熱、つまり一様なマイクロ波入力が必要である。スターラーといわれる金属製の回転羽と複数のマグネトロンによるビートを活用によって、実用上十分な精度で、一様なマイクロ波入力を実現出来る。2.45GHzで実証実験を行った。在来の窯と比較して小さい歪みで、強度の高い焼成ができた。安価な工業用周波数の2.45GHzを利用できる。

マイクロ波の吸収機構

電磁波が誘電体の中に伝搬し体積的に吸収されることは、誘電損失としてよく知られている。

誘電体中の電気双極子に電界を加えると、電界の方向に分極する。高周波の交番電界では、その周波数に対応して誘電分極の方向が入れ替わる。周波数が高くなってくると、誘電分極の方向の変化が電界の変化に追従できなくなると、位相のずれ（遅れ）が生じるようになる。この位相の遅れを誘電損失角（Loss Tangent Angle）という。

この位相ずれは、分子の運動エネルギーに変換される。

物質によって違いはあるが、セラミックスのような共有結合分子も水も、概ね数百 MHz から、位相の遅れが現れ、周波数と共に遅れが増大する。さらに周波数が高くなると、分子の運動が追従せず誘電分極は起こらない。周波数が低いと、位相遅れが無いので誘電損失は発生せず、マイクロ波と云われる 1 GHz から、300GHz 程度の周波数帯で、誘電損失が顕著に表れる。それで、マイクロ波帯が加熱に適している。注意しておきたいことは、電子レンジの周波数 2.45GHz は水の分子の共振数端数ではない。蒸気周波数範囲にわたって、水の誘電損失は周波数に関する増加関数と考えて良い。室温の水に対して、2.45GHz のマイクロ波は 2 cm 程度の侵入深さになる。

誘電損失と侵入深さの関係は、均一焼成のために重要なファクターである。セラミックスのような材料は、水と比べて、誘電損失が 10～100 桁ほど小さい。言い換えれば、水分を含む場合と比較して、被加熱物内部での吸収が小さい。マイクロ波から見れば、かなり透明に近い。電磁界は被加熱物中を一回通っただけでは、あまり減衰しない。炉の金属壁で繰り返し反射するようになる。炉内のマイクロ波は複雑な多重モードを形成、空間的に殆ど均一な電界強度分布になる。

本研究の成果と実用化

マイクロ波による陶磁器焼結の研究（平成 12 年度 本文第 3、4 章）

陶磁器のマイクロ波焼成の可能性研究を行った。バッチ炉という「窯詰—昇温—冷却—取り出し」を 1 サイクルとする炉を試作した。

全ての陶磁器製品を従来の数分の一の時間で焼成できる事を実証した。趣味の陶芸レベルから伝統的陶磁器、例えば志野、織部という芸術作品、工業的に大量生産される日常の飲食器、電力用の碍子などを試験対象とした。その品質、風合い、歩留まり、寸法精度は、在来の長時間焼成と同等または同等以上であった。

マイクロ波実用炉の開発・地域産業への貢献（平成 12～14 年度 本文第 6、7 章）

この研究の主眼は、実用炉としてのマイクロ波炉の開発・普及にある。大量・廉価な中国製品に対し、地域産業の生き残りは、ユーザーフレンドリーな多品種、少量、即納体制によってのみ可能であると考えられている。マイクロ波焼成炉は、この目的のために最適なシステムである。特に従来の小型炉では、急速昇温すると、炉内温度の斑が大きい。我々の実測例では、昇温時間 8 時間の在来炉では、1200℃の設定に対し、炉内の温度分布は±15℃以上であった。同じ寸法のマイクロ波炉では、昇温が 2 時間で±3℃以内である。焼成歪みが少なく、釉薬の溶けが良好な焼成物が、短時間で、少量ずつ生産出来る。

零細事業でも、導入可能な価格帯までコストを下げる工夫として、発振機の台数を減らし在来のガスバーナーを補助的に使うハイブリッド方式を開発している。炉壁温度を焼結物の表面温度に追従して周囲温度を制御する。超精密な制御には不向きな面があるが、陶磁器程度の製品

では、問題にならないほど小さい。これらの炉の開発を通して、地域産業の復活・活性化に貢献する。

また、家庭や小中学校に於ける陶芸に使用するための電子レンジ程度の大きさのマイクロ窯を、大手電機メーカーと連携して開発した。焼成時間が短く、誰にでも手軽にできる陶芸窯を実現する。理科離れが憂慮される中で、自分の手で成型するばかりでなく、見ている前で赤熱して焼き上がる喜びを肌で体験させる教育効果は大きい。家庭用としては、高齢化社会を向かえて、誰にでもできる陶芸の市場は大きいと考えられる。

ファインセラミックスへの拡大・産業界への貢献（平成13～14年度）

本研究は地域連携推進研究費（文部科学省科学研究費補助金）により、地場産業である陶磁器焼成研究をメインテーマとして開始されたものであるが、等温熱障壁という概念のもつ普遍性により、マイクロ波焼成を工業用ファインセラミックス全般に適用出来ることが実証され、急速な進展を見せている。

一例を挙げて説明する。本研究を基礎として、大型セラミックス構造材のメーカーと「民間等との共同研究」を結び、生産用実用機の開発を進めた。内容積 2 m^3 、マイクロ波出力 90 kW 級のプロトタイプ炉が、平成14年9月に稼働した。順調に運転実績を重ね、生産プロセスに組み入れられている。この炉では、焼結物の物性値は在来法と同等または同等以上であり、重要な二つの成果；

焼成時間の短縮と 焼成寸法精度の向上をもたらした。その相乗的波及効果は極めて大きい。これを数値的に説明する。

製造に要する時間が、焼成だけでなく、後加工でも3分の1に短縮された。焼成の短縮は、エネルギーコストを $1/3$ にした。しかし、焼成時間が $1/3$ になっても、後加工の時間が在来法と同じならば、この工程がネックとなって生産性は実質的に向上しない。速い焼成に対応するためには、高額なNC研削機の台数を3倍にしなければならない。それに伴う維持・消却、人件費を考慮すれば、マイクロ波焼成がもたらす魅力は経営者にとって無いに等しい。

重要な点は、寸法精度の向上、すなわち焼結による変形・歪み量の減少にある。もたらす効果は、焼結時間の短縮よりも大きい。例を挙げて説明する。

構造用セラミック製品には、複雑形状で、数ミクロンオーダーの寸法精度を要求される物が多い。例えば、直径 350 mm のリングに対し 10 ミクロンの仕上がり精度が要求されている。等温熱障壁を設けたマイクロ波焼成炉では、焼結後に真円からの歪みを 0.1 mm 以下にまで追い込むことができた。在来法では 0.3 mm 以下にできなかった。 10 ミクロンの要求精度に入れたため、ダイヤモンドパウダーを用いた精密研削を行う。この加工に要する時間、加工機の維持・消却、人件費を含めたコストが製品に占める割合は、成型・焼成コストより大きい。この結果、マイクロ波炉を導入するだけで、工場の設備、人員は現状のまま、生産性を300%に拡大出来る。この効果がもたらす利益は、日本の産業の対外競争力強化にとって極めて重要であると考えられる。

連続焼成炉の開発（平成13～14年度）

さらに、大規模な工業化に対応するため、この等温熱障壁の考え方を連続焼成炉まで発展させた。バッチ炉では炉壁と焼結物の温度を時間的に同調させたが、連続炉では、流れに添っ

て空間的に同調させるわけである。炉壁の保温材の厚さをトンネルの入り口から奥に向かって徐々に厚くしておくと、奥に行くほど炉壁の温度が高くなる。送り速度とマイクロ波電力を調整することで、焼結物と炉壁の温度の同調を取ることができた。種類の違うセラミックスでも同じ炉で対応できるなど、工業炉としてのメリットはさらに大きい。

第2章 等温熱障壁の理論

2-1 等温断熱のコンセプト

この研究の原点は、これまでの研究で重要視されてこなかった「熱の流れ」について、もう一度考え直してみたことにある。

焼結物がせっかくマイクロ波で内部から発熱しても、その表面は赤外線放射によって冷却してしまう。つまり、焼結物の内部発熱⇒焼結物表面⇒赤外線放射というエネルギーの流れは、必然的に焼結物内部に温度勾配を作り出す。

繰り返しになるが、在来炉では「炉壁温度>試料温度」、マイクロ波では「炉壁温度<試料温度」であった。正解は「炉壁温度 = 試料温度」だけである。

2-2 熱伝導方程式による理論的考察

マイクロ波のような体積発熱型の昇温では、以下の二つの条件が満たされなければならない。

- (1) 被加熱物内部で入熱の一様性。
- (2) 焼結物の表面での熱流の平衡。

第一の条件を満たすためには、マイクロ波の焼結物中での減衰長 (D) が 焼結物の厚さ (L) に比べて十分に長い必要がある。

$$D = 3.22 \times 10^7 / (f \epsilon^{1/2} \tan \delta) \gg L \quad (1)$$

ここで、 f 、 ϵ 、 $\tan \delta$ は 周波数、誘電率、誘電正接である。また、電界は空間的に一様、少なくとも時間平均で一様でなければならない。

第二の条件は、最も重要である。被焼結物 (添え字 1) が適当な距離を置いて、誘電体層の断熱壁で囲まれていると仮定すると、熱伝導方程式は (2)、(3) 式のように書ける。

$$\partial \theta_1 / \partial t = \kappa_1 (\partial^2 \theta_1 / \partial x^2 + \partial^2 \theta_1 / \partial y^2 + \partial^2 \theta_1 / \partial z^2) + \sigma (\theta_2^4 - \theta_1^4) + 2\pi f / (c_1 \rho_1) E^2 \epsilon_0 \epsilon_1 \tan \delta_1 \quad (2),$$

$$\partial \theta_n / \partial t = \kappa_n (\partial^2 \theta_n / \partial x^2 + \partial^2 \theta_n / \partial y^2 + \partial^2 \theta_n / \partial z^2) + \sigma (\theta_1^4 - \theta_n^4) + 2\pi f / (c_n \rho_n) E^2 \epsilon_0 \epsilon_n \tan \delta_n \quad (3).$$

ここで、 θ 、 k 、 c 、 r は温度、温度電導率、比熱、および密度で、添え字 1 は焼結物、 $n=2, 3, \dots$ は多層の断熱壁で、添え字 2 は最内壁を表す。

理想的な断熱状態では、 $\theta_1 = \theta_2$ である。このとき、被焼結物の表面で放射、熱伝導、熱伝達による熱の出入りはゼロ、内部から表面に向かう熱流束が発生しない。焼結物に関する熱伝導方程式 (2) は (2') のように簡略化される。

$$\partial \theta_1 / \partial t = 2\pi f / (c_1 \rho_1) E^2 \epsilon_0 \epsilon_1 \tan \delta_1 = P_{rf} \epsilon_0 \epsilon_1 \tan \delta_1 / (c_1 \rho_1) \quad (2')$$

ここで、 $P_{rf} = 2\pi f E^2 \epsilon_0$ はマイクロ波電力密度である。

次に、断熱壁に関して、等温熱障壁となるマイクロ波吸収の条件を求める。 k 、 c 、 r は、温度 θ に関して変化しないと仮定して、(3) 式を解いてゆく。壁は長方形であるが、簡単のために、 x を厚さ方向 (外側に向かう方向) とする面に関し、十分に広いと仮定して、一次元近似を用いる。

焼結物と等温熱障壁の内側表面で熱平衡が成立しているから、内側表面 ($x = 0$) で境界条件は、

$$\partial \theta_2 / \partial x = 0 \quad (x = 0) \quad (4)$$

$$\partial \theta_2 / \partial t = \partial \theta_1 / \partial t \quad (x = 0) \quad (5)$$

である。

直近の内側から外の向かう (逃げる) 熱流があるから、 $x > 0$ において、

$$\partial \theta_2 / \partial x < 0$$

である。この条件で、(3) 式を積分して温度分布と必要な熱量を計算する。

ここでは、マイクロ波の吸収は焼結物と最内壁だけでマイクロ波の吸収があり、最内壁 (が十分に薄く、その内部で温度勾配が無視出来ると場合について考える。最内壁の条件は、

$$P_{rf} (\epsilon_1 \tan \delta_1) / c_1 \rho_1 = P_{rf} (\epsilon_2 \tan \delta_2) / c_2 \rho_2 - P_{loss} \quad (6)$$

と表すことができる。ここで、 P_{loss} は、最内壁から外側の断熱体に逃げる熱エネルギーである。

P_{loss} が十分小さいならば、

$$(\epsilon_1 \tan \delta_1) / c_1 \rho_1 = (\epsilon_2 \tan \delta_2) / c_2 \rho_2 \quad (6')$$

焼結物を囲む断熱体は、被焼結物と等価なマイクロ波吸収率を持った材料でなければならないことを示している。つまり最も簡な方法は、被焼結物を同じ材料で囲むことである。

焼結物を囲む断熱体の熱損失 $P_{\text{loss}} / P_{\text{rf}} (\epsilon_2 \tan \delta_2)$ が無視できないときは、(6)式に従って、断熱体の誘電損失を損失分だけ大きい材料を選ぶ必要がある。

最内壁は有限な厚さを持ち、 k 、 c 、 r 、 ϵ_2 、 $\tan \delta$ は、温度 θ の関数になっているので、解析解を求めることは困難な場合が多い。計算機による数値積分を行う必要がある。シミュレーションは、市販の熱解析コードで十分対応可能であるが、 k 、 c 、 r 、 ϵ_2 、 $\tan \delta$ の温度依存に関する正確なデータが必要になる。

実際には、データの蓄積を行いつつ、設計を進める必要があった。

2-3 断熱壁の昇温・熱損失（熱放散）特性の熱パルス測定法

近似解で断熱壁の昇温・熱損失（熱放散）特性を求め、実験と比較した。

核融合のエネルギー閉じこめを測定する時に使う、ヒートパルス法を用いた。昇温の途中でマイクロ波を遮断すると、(3)式から、

$$c_n \rho_n \partial \theta_n / \partial t = \kappa_n (\partial^2 \theta_n / \partial x^2) = - P_{\text{loss}} \quad (7)$$

マイクロ波入射を切った直後の炉壁温度の変化率 $\partial \theta_n / \partial t$ を測定すれば、その温度に於ける熱損失を求めることができる。マイクロ波を再び入射すると P_{loss} が変わらなると仮定すれば、炉体に吸収されるマイクロ波のエネルギーは、温度上昇率から、

$$c_n \rho_n \partial \theta_n / \partial t = P_{\text{rf}} - P_{\text{loss}} \quad (7')$$

として、測定可能である。

この方法で得た吸収熱量と熱損失（熱放散）の実測値は、基礎設計を行うには十分な精度である。

アルミナ・シリカ系の軽量ファイバーボードとそと側断熱材、最内壁にムライト系のセメントコートを使用した断熱構造体で直方体の箱を作る。これを、次章に紹介するバッチ炉の内部に置いて、マイクロ波を入射する。内外表面の温度とその時間変化を赤外線放射温度計で計測する。断熱体内部の温度分布を直線と仮定して、(7) (7') 式を x 方向に積分して、断熱壁の昇温・熱損失（熱放散）を求める。ここで、箱のコーナーの影響は無視し、1次元近似とした。結果を図2-1に示す。

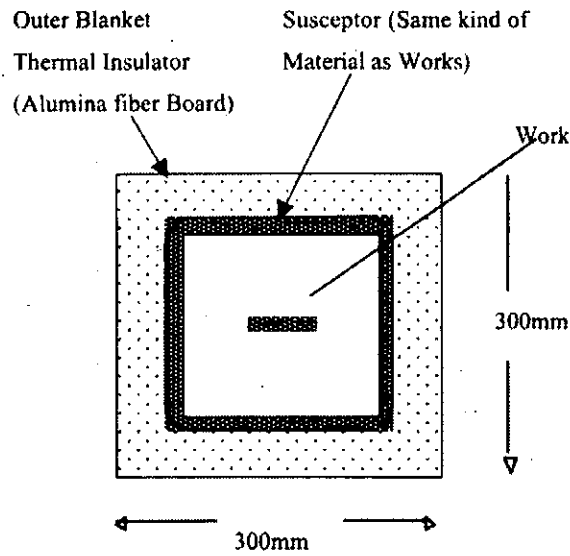


図 2-1 等温断熱壁の昇温
および貫流熱量の測定系模式図

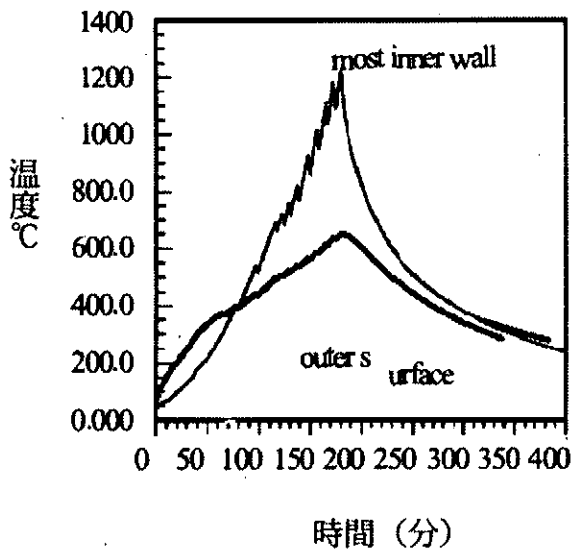


図 2-2 ヒートパルス法
昇温のぎざぎざがパルスの入切に対応

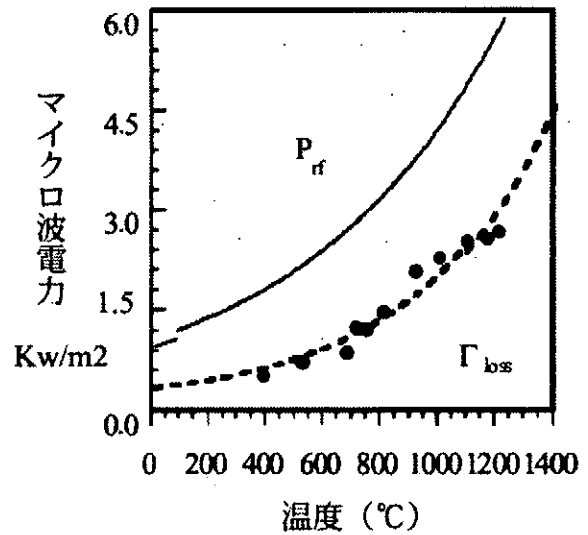


図 2-3 マイクロ波吸収と損失

2-4 等温熱障壁の実験結果

□ 焼結物の表面温度と炉の内側ブランケットの昇温特性を放射温度計で測定した 1 例を示す。サンプルは、次章に示す酸化系の陶磁器である。

図 2-4 に示すように、焼結物は、壁と数度の温度差を保って昇温していることがわかる。

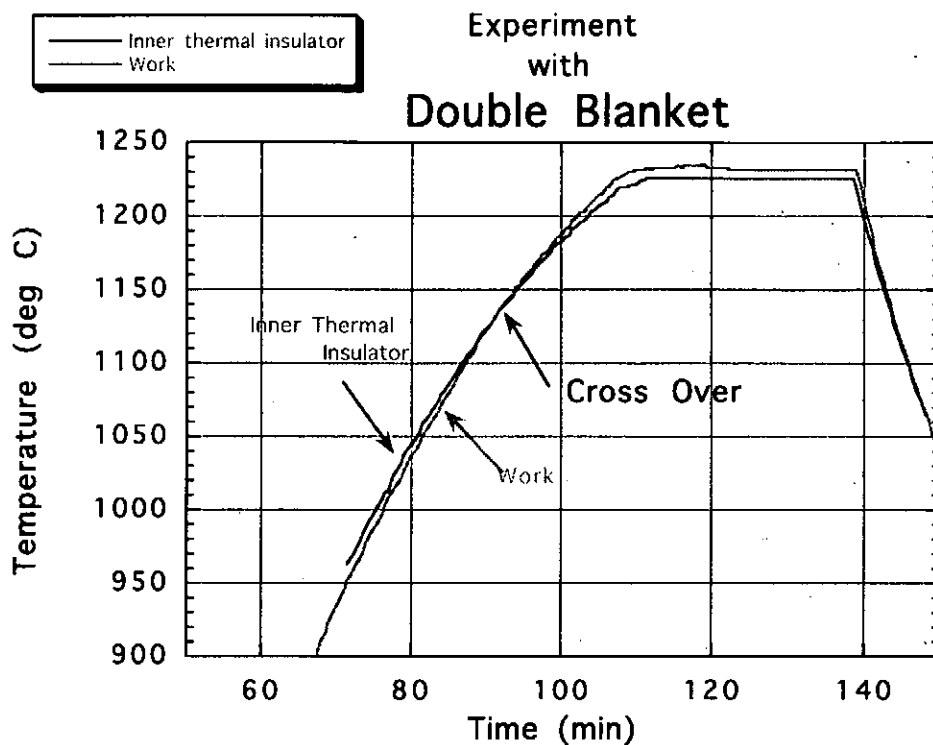


図 2-4 焼結物の表面温度と炉の最内壁（等温熱障壁）の昇温特性

950度において、焼結物は約20度ほど最内壁より低い。1150度で両者は逆転し、焼結温度の1230度で約6-10度の温度差となっている。単純なアルミナファイバーの断熱体で覆っただけの場合、等温熱障壁にならない。このとき、断熱壁の内側の温度は、焼結物より約100℃低い。

第3章 マイクロ波バッチ炉の設計・試作

試作装置の概案

平成12年度には、バッチ式のマイクロ波焼成炉を試作、合わせて、その炉を用いてマイクロ波焼成炉技術開発を進めた。バッチ炉は、図3-1に示すようにマイクロ波を入射し多重反射させて閉じこめる匡体と焼成を行う断熱壁からなる炉体およびマイクロ波発振機で構成されている。本章では、炉体の概要、マイクロ波発振機、断熱体について述べる。

§1 マイクロ波試作炉の概要

内容積0.3立方メートルとする。断熱体は、0.6立方メートルまで大型化できる構造である。内容積0.3立方メートルは、工場で使用されている焼結炉の下限の規模で、実用規模の装置でおこる現象・問題点を把握し、マイクロ波焼結の可能性を実証するために必要かつ最小のサイズである。

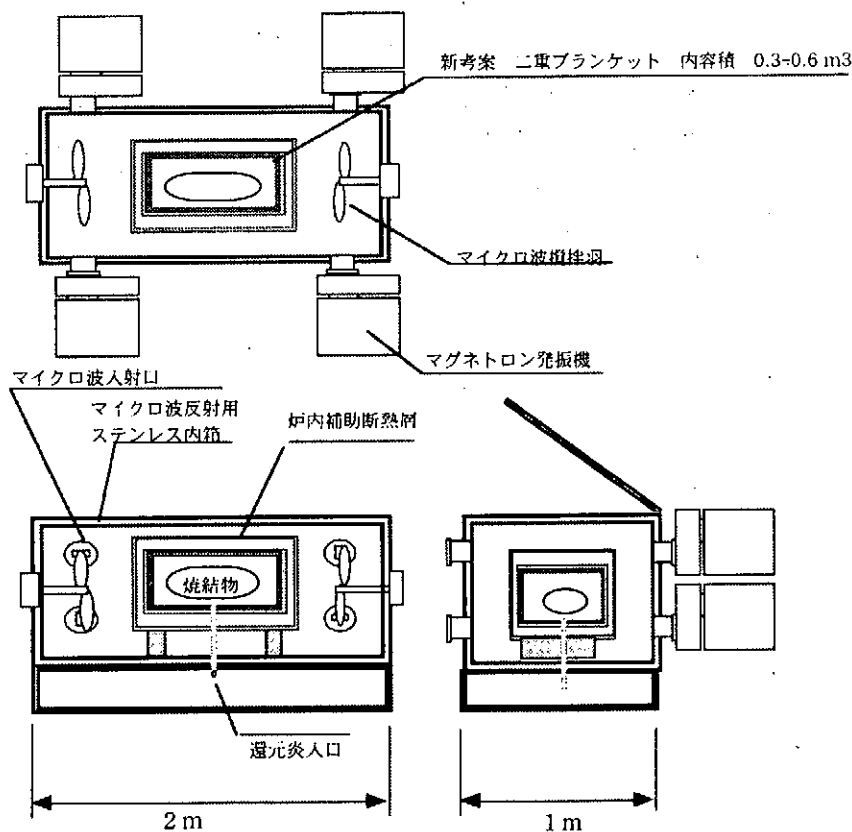


図3-1 マイクロ波炉 概案図（詳細設計図は付録1を参照）

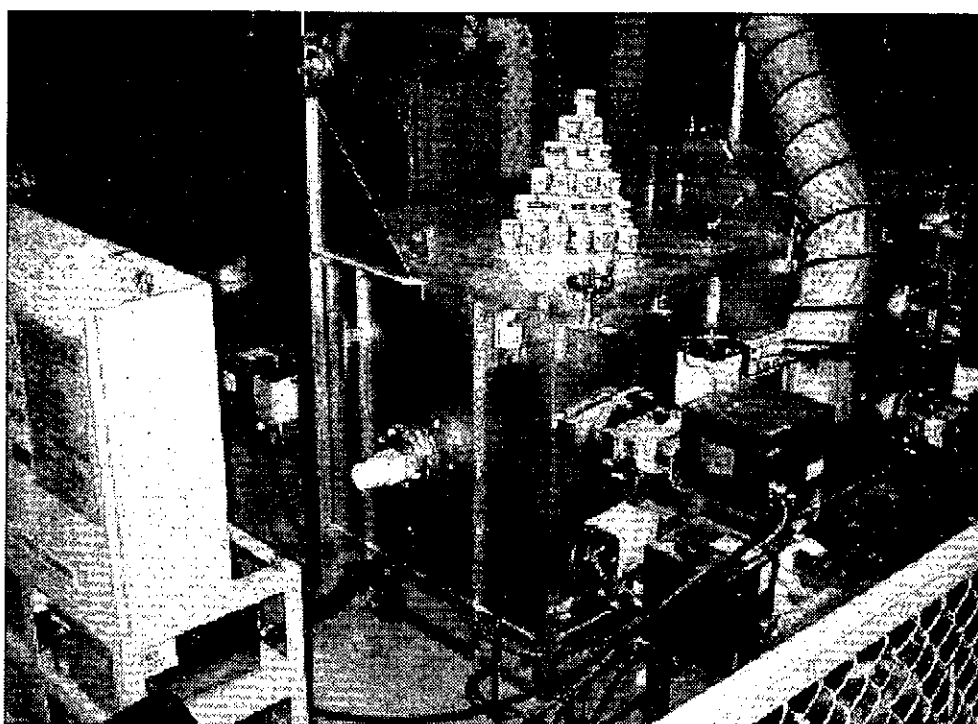


図3-2 装置外観

還元焼成の試験をするために、小型のブンゼンバーナーを装着している。底面に設けたポートから、炉内に一酸化炭素を含む不完全燃焼ガスを導入する。

扉は、上開きを採用した。このサイズの窯になると横扉が標準的であるが、今回は、全面開口の上開きとした。開発試験の進展に伴い内部の熱絶縁体を容易に変更するためである。扉の接触部分にマイクロ波の漏洩を防止する高周波チョーク機構を設けてある。1/4波長に相当するL字型の溝を、扉の内側に設けている。この方法は、1/4波長チョークとよばれ、マイクロ波装置では一般的に採用されている。

§ 2 温熱障壁の設計・試作

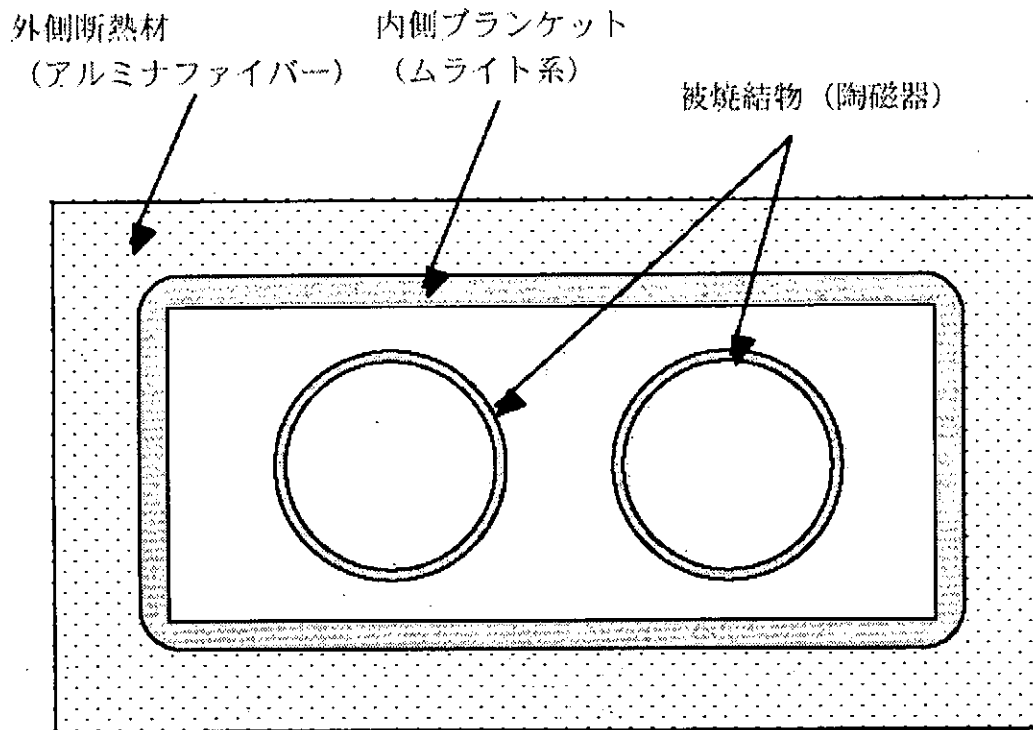


図 3-3 2重ブランケット原理図

	Heat Conductivity (kw/mdegC)	Dielectric Constant	Loss Tangent ($\tan\delta$)	Density (Kg/m ³)	Specific Heat Coefficient (KJ/Kg degC)	Penetration Depth (m)
Mullite (Inner Blanket)	2.1×10^{-3}	6.5	1.5×10^{-3}	1.7×10^3	0.8	3.4
Alumina Fiber Board (Outer Blanket)	0.1×10^{-3}	9.5	$3 \times 10^{-5} *$	0.4×10^3	0.2	150
Typical Traditional Ceramics (work)	$1.18 \sim 1.59 \times 10^{-3}$	6	1.5×10^{-3}	$2 \sim 3 \times 10^3$	0.88	3.5

* 注；真比重（理論密度）3.6 (kg/m³)における誘電損失は 4×10^{-4} 、

比重0.2をかけて $4 \times 10^{-4} \times (0.2/3.6) = 3 \times 10^{-5}$ として算出

表 3-2 ブランケット材料と被焼結物の物性値

断熱構造設計

第2章で説明した等温熱障壁を実現するための断熱構造を試作した。図3-4は断熱層の構成と実測した各層の温度を示す。最内壁はムライト系の厚さ2mmのコート層、断熱炉壁はアルミナ・シリカ系のファイバーボードによる多層構造とした。保温効果を高めた省エネルギー設計である。設計に当たっては、表3-2に示す陶磁器およびブランケット（断熱保温材）の物性値とマイクロ波吸収特性を使用した。アルミナについては、注記したように、高純度緻密焼成体の「データ」を基に、嵩比重、温度特性を考慮して算出した。

ムライト、陶磁器については、本研究所で行った基礎実験の昇温曲線から算出した。

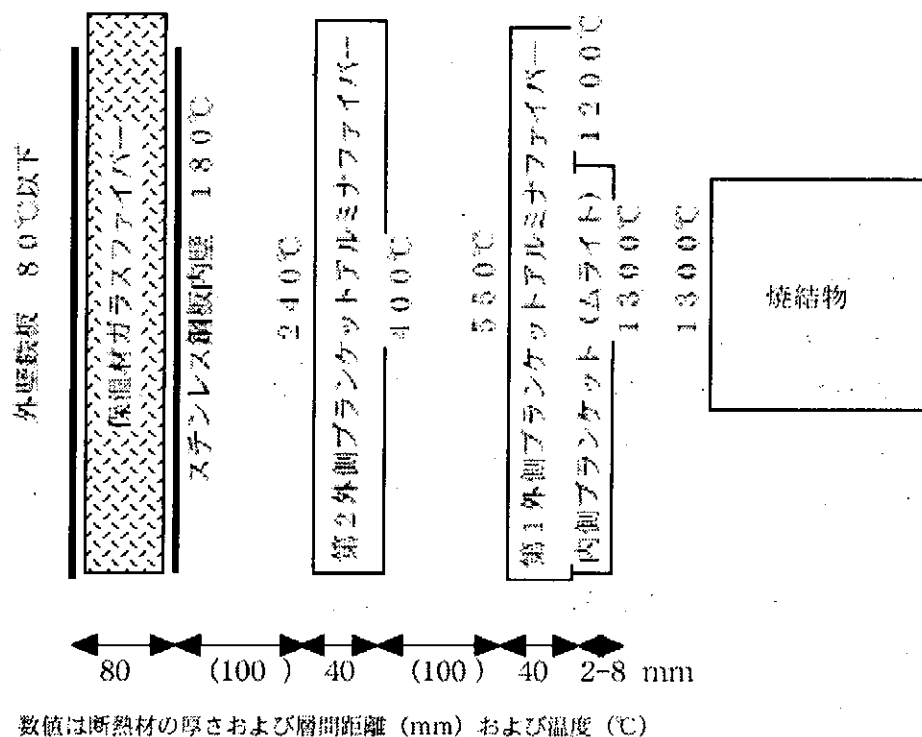


図3-4 断熱層の構成と各層の温度

	重量 (k g)	比熱 (KJ/Kg°C)	平均温度 (°C)	蓄熱量 (K J)
第2外側ブランケット	4 6	0.2	320	2940
第1外側ブランケット	4 0	0.2	875	7000
内側ブランケット	7.6	0.8	1250	9450
焼結物	1 0	0.88	1300	11400
合計	103.6			30790

表 3－3 最高温度 1 3 0 0 °C における蓄熱量

(3) 必要マイクロ波電力・マイクロ波回路設計

マイクロ波電力の算定

マイクロ波電力の見積条件は、

(イ) 室温から焼成温度 1 3 0 0 °C までマイクロ波のみで昇温

(ロ) 昇温速度は、焼結物重量 1 0 k g 投入時に、10°C / 分

(ハ) 最短昇温時間は 2 時間

(ニ) 冷却は自然放熱で、最高温度でパワーを切った直後に 1 5 °C / 分

とする。

図 3－5 の構成において、第 3－3 表のパラメーターを使用し、必要熱源の大きさを求める。

最高温度 1 3 0 0 °C における蓄熱量は表 3－3 の通り。

蓄熱量を Q (k J) としたとき、エネルギーバランスの式は、

$$dQ/dt = Prf - Q_{loss} \quad (5)$$

である。Prf = 0 とおいて、条件 (ニ) を代入して、 $Q_{loss} = 5.92 \text{ kw}$ 、

焼結物の昇温率 10°C / 分から、 $dQ/dt = 3.94 \text{ kw}$ 。

第 2 章図 2－3 から求められる吸収熱量、熱放散から算定される値と、これらの値は、一致する。

よって、正味のマイクロ波電力は、(5) 式から、9.86 kw である。この試作炉には、工業用マグネトロン 2 M 1 4 4 (出力 1.7KW) 6 台、合計 10KW を搭載した。

温度計測装置

赤外線放射温度計を使用し、炉壁を貫通するステンレスパイプを通して、焼結物温度を測定する。のぞき穴の直径 25mm は、2.45GHz の遮断波長に較べて十分に細く、このポートからの漏洩はない。

ステンレス鋼板の壁温度、および外壁鉄板の温度を熱電対温度計で計測する。内部の断熱・保温壁の温度は、焼成試験の途中で炉の扉を開け、断熱材を外側から順に剥いで、赤外線温度計で計測した。

§ 3 マイクロ波発振機の試験

マイクロ波発振機は、ガスバーナーや電気ヒーターに較べて高価であり、マイクロ波焼成普及の障害となっている。安価で信頼性の高いマイクロ波源を開発を目指した。

2.45GHz のマイクロ波発振機は工業用として広く利用されている。発振機は、マグネトロンといわれる 2 極構造の自励型の真空管とその電源部および導波管マウントといわれる結合器で構成されている。それぞれの構成機材のコストを解析し、現在市販されている価格の半分程度の実現を目標とした。

周波数 2.45GHz のマグネトロンは、出力 0.5kw から 20kw クラスまで各種生産されている。1kw 以下のクラスは、家庭用電子レンジに使用されており、生産量が格段に多い。信頼性の高いものが低価格で入手可能である。

家電クラスのマグネトロンを多数並列運転する小型システム方式（廉価 10~12.7 万円/kw）と、2.5kw クラスの工業用マグネトロンを用いる中型システム方式（在来並み価格、20~27 万円/kw）の両方のシステムを製作、両者を比較運用し、長所短所を実験的に検証した。

	小型システム方式 (家電用マグネトロン使用)		中型システム方式 (工業用マグネトロン使用)	
マグネトロン型番	2M244-MI	2M121A	2M144	2M265-MI1
単管最大出力	1.0 kw	1.2kw	1.7 kw	3 kw
常用出力	0.84 kw	1.1 kw	1.5 kw	2.5kw
マイクロ波総電力	5.0 kw	40 kw	9 kw	20 kw
マグネトロン台数	60	40	6	8
制御方式	出力固定	パルス	連続精密制御	パルス
電源	200V 単相	200V 単相	200V 単相	200V 3相
用途	連続炉	アルミナ用	陶磁器/ アルミナ	非酸化物

表 3-1 マイクロ波発振機の仕様

小型システム方式(家電用マグネトロン使用) 図 3-2

電子レンジ用のマグネトロン管を使用する。マグネトロン管は、工業用でも家電クラスでも設計・製造上に特別な違いはない。むしろ、大量につくられる家電クラスの方が製品としての完成度が高く、信頼性に優れていると考えられる。システムとして考えた場合、家庭用電子レンジでは、ほとんどの場合レンジ1台にマグネトロン1本、多くて2本を使用するに過ぎない。コストダウンのために、連続運転時間も数分に限定しているものが多い。電源部、特に昇圧トランスの余裕を切り詰めている。マグネトロンの装着も、電子レンジの壁に簡単な整合部を設けて、直付けしている。これらの工夫と、量産効果により、0.5kw クラスで数千円からの電子レンジが市場に出ているわけである。

セラミックス焼結用の機器では、運転時間が数時間に及ぶので、トランスを始め電源部に連続運転に耐えられるだけの余録を持たせる必要がある。また、多数のマグネトロンを一つの炉体に取り付けることになるので、マグネトロン相互の干渉、特にマイクロ波の引き込み等を防ぐ対策が重要になる。

a. マグネトロン管

マグネトロンは、2M244 (松下電器、最大定格 1.0kw) および 2M121A (日立、最大定格 1.2 kw) を選択した。

マグネトロン管の発振特性、すなわち、印可電圧と電流および VSWR (電圧定在波比) と発振出力の関係は、リーケ線図というグラフで表示される。最大定格は、完全整合状態 (反射がゼロ) で得られる値である。焼結炉では、VSWR=2 程度で運転するので、出力を最大定格の 85~90% 程度に押さえて、安定な運転を実現、マグネトロン長寿命化

を図る。各社の同クラスのマグネトロンの性能データを比較し、発振領域が広く安定した発振が期待できると判断したものが、この2機種である。これらは、生産量も多く、品質も安定していると期待できる。

b. 電源部

コストを下げるために、単相の倍電圧整流回路を採用した。トランスは信頼性を左右するので、コストを切り詰めることなく熱的に十分余裕のある仕様とした。トランスはリーケージ型で、いくつかの巻線を試作し、マグネトロンとの適合性を調べた。コンデンサーとダイオード整流器は一体型となっている市販品を利用した。

c. 制御部

・0.84 kw 型は、温度保護用のサーマルリレーおよびNFB、始動スイッチ・インターロック回路を組み込んだだけのパワー制御無しの最も簡単な構成として、コストを押さえている。

・1.1 kw 型は、最大1 Hz、通常0.3Hz で印可高電圧（B電圧）のオン/オフを行う。発信している時間幅を変えることによって、時間平均のマイクロ波出力を20%～100%の範囲で制御する。この方式をデューティ制御という。

B電圧投入は、トランスの一次側電圧でおこなう。SSR無接点リレーを使用して電源周波数（60Hz）に同期し発振開始しやすい位相で投入するように制御している。また、ヒーター電圧は発振開始後にカットバックする方式である。

d. 導波管マウント

共鳴導波管は、95.3 x 54.6 x 151 mmの標準的寸法を採用した。テーパー導波管を部を設けてWRJ-2 導波管と整合させている。

中型システム方式（工業用マグネトロン使用）

ここで試験に供した1.5kw システムは、マイクロ電子製の市販品である。工業用マイクロ波源のベンチマークとなる機種で、核融合科学研究所、高砂工業等でも、焼成実験に多数使用してきた。マイクロ波出力を、外部からの0-5Vのアナログ電圧信号に比例して0 ～ 1.5 kwの範囲で連続的に制御できる。

2.5 kw システムは、焼結炉用に新たに開発したものである。回路の基本構成は、1.1 kw システムと同一である。ただし、出力が大きいので、単相用トランスを3台デルタ接続した3相倍電圧整流方式である。設計・製造は、松下電子応用機器（株）である。

通電試験結果

上記発振機について、通電試験を行った。結果を下記に示す。

- ・ 発振機を、信頼性の高い無反射終端の水負荷に接続し、冷却水の出入口温度と流量を計測し、出力を算定した。3機種共に、予定性能をクリアーした。
- ・ 各部の温度上昇は設計範囲内であった。
- ・ 相互の干渉、マイクロ波の引き込み等の問題は、現在のところ発生していない(炉体の小さい非酸化物用を除き、アイソレータは取り付けしていない)。
- ・ 平成15年1月のまでに、3500時間の運転を行ったが、性能の劣化は認められない。

第4章 マイクロ波陶磁器焼成法の開発研究

§ 1 陶磁器の焼成機構の考察

粘土は、骨材となる石英と長石およびカオリン（珪酸）の微粒子の混合物である。20%程度の含水で可塑性を有し、任意な形状に成形することができる。この状態では各微粒子の間に結合はない。焼成とは、この混合物を加熱して、「長石およびカオリンを熔融させ、石英粒子の隙間を液相で埋めて昇温過程」と、「この液相をガラス化すると同時に、ムライトというアルミナと珪酸の化合物の針状結晶を析出させる冷却過程」から成り立っている。この昇温過程で石英の粒界が、液相の表面張力によって互いに引き寄せられ、焼結物は収縮する。この収縮を「焼き締め」という。在来法では、昇温に時間をかけるほど変形が少なく十分に焼き締まった作品ができると云われてきた。なぜ時間が必要かという物理的な考察は殆ど行われてこなかった。我々は、この研究で、焼結の良否を支配している基本条件は、時間ではなく焼結物内部での温度勾配の大小であることを明らかにした。

従来加熱法では、熱源が外部にあるので、焼結物の表面を通して熱エネルギーを内部に伝えてゆく必要がある。そのためには、温度勾配の存在が不可欠である。温度勾配は焼結状態の不均一や熱歪みを生じさせる。リスクを最小にして、できるだけ均一に近い状態で焼結を進めるためには、温度勾配を小さくしなければならない。つまり、均一性を向上するために、加熱のための熱伝導に必要な温度勾配を小さくせざるを得ない。そのために「長い焼成時間」か「品質」と云う相反する選択を迫られてきたわけである。

マイクロ波焼結では、焼結物の内部まで直接に電磁波の形でエネルギーを投入し、誘電損失によって熱エネルギーに変換する。必然的に熱伝導は昇温の手段として不要になる。つまり温度勾配の束縛から開放される。

マイクロ波による均一加熱によって、どの程度まで時間を短縮可能か、実験的に追求してゆく。収縮のメカニズム、言い換えれば粒界の運動学的速度に問題が起こらないのかということと等価である。これがマイクロ波焼結研究の最初の課題であった。

§ 2 磁器（ニューボン）の酸化焼成

最初の試験として、酸化焼成を行った。この製品は、通常炉でも比較的短い時間で焼成できる素地と釉薬を使用している。焼成結果を在来焼成と比較する時に、焼結時間の短縮の影響を受けにくいので、焼結に変化が出たならば、マイクロ波による影響である可能性が高い。試験体は、大量生産・市販を目的に地元土岐市下石町にある

工場で生産されている片耳付きのコーヒーマグカップである。素焼き施釉を施した段階で、任意に抜き取った。写真4-1に焼成結果を示す。

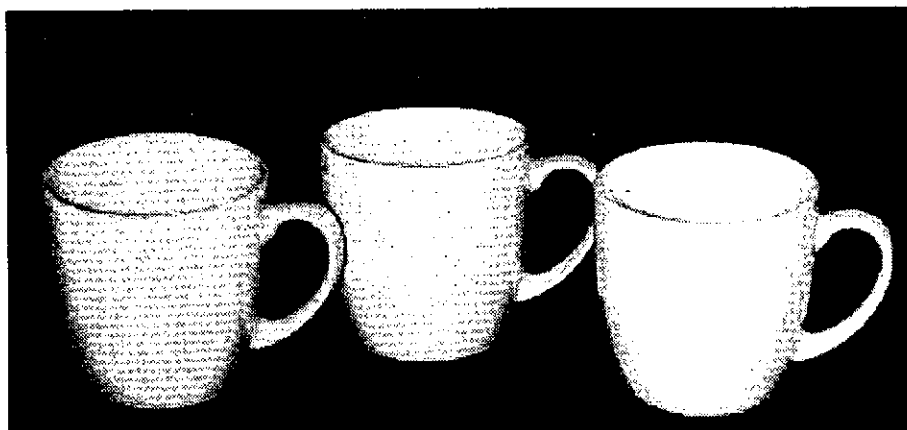


写真4-1 マイクロ波焼成した片耳付きのコーヒーマグカップ

焼成時間・焼成曲線・通常焼成品との比較

昇温曲線は図4-2の通りである。昇温速度は、低温域で $5-7^{\circ}\text{C}/\text{分}$ となっている。低温ではセラミックのマイクロ波吸収が低いためである。 900°C 以上の高温領域では、 $11^{\circ}\text{C}/\text{分}$ である。焼成時間は、室温から焼成温度の 1250°C まで約2時間である。通常焼成では、8時間程度かけている（通常法では、これでも迅速と云われている）。

この通常焼成品との比較を表3-3に示す。良好な焼成結果を示している。焼成結果の比較通常焼成品の状態を100として、マイクロ波焼成品を評価すると、表3-4のようになる。

釉薬の熔け具合、艶、発色は、目視検査により評価した。マイクロ波焼成品と通常焼成品、各4個を無作為に選び、これを混ぜて、ブラインド方式で識別させた。窯業関係者、素人各5人（計10人）の被験者中、正確に両者を選び分けられた者はいなかった。この製品を製作している工場主が、マイクロ波焼結品と判断した4個の内2個は、同工場における通常焼結品であった。

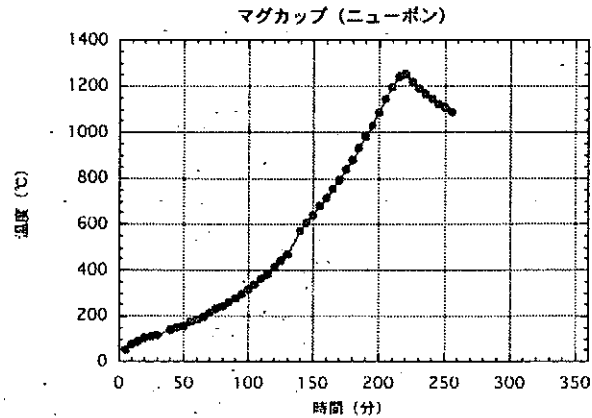


図4-2 酸化焼成の昇温曲線

	マイクロ波焼成品	通常焼成品	評価
焼成時間	20	100	◎
収縮・仕上がり寸法	100以上	100	◎
釉薬の溶け具合 斑	100	100	○
色	100	100	◎
艶	95	100	○

表4-1 マイクロ波と通常焼成品の比較 (◎: 優っている、○同等)

製品の変形度

焼成による変形（ゆがみ）は、製品の歩留まりに直接関係するファクターである。必ず焼結によって収縮するが、成型時と各部の寸法秘が同じ、つまり相似形を保って焼成できるかが重要である。相似度が高いとき「ニアネット(Near Net)」焼成という。

35個のカップを9個の鞘に分けて、3段に積み上げて焼成し、歪みを測定した。変形度は、カップの真円度で評価した。耳の付いた方向をX、直交する方向をYとした。通常のトンネル窯での結果と比較したところ、マイクロ波焼結の方が、変形が小さい。変形度を統計処理した結果は、図4-3の通りである。

通常焼成による変形は、ランダムといえるほどに広がっている。

マイクロ波焼成による製品の変形度の分布は、正規分布に近く、成型による歪みの範囲である。

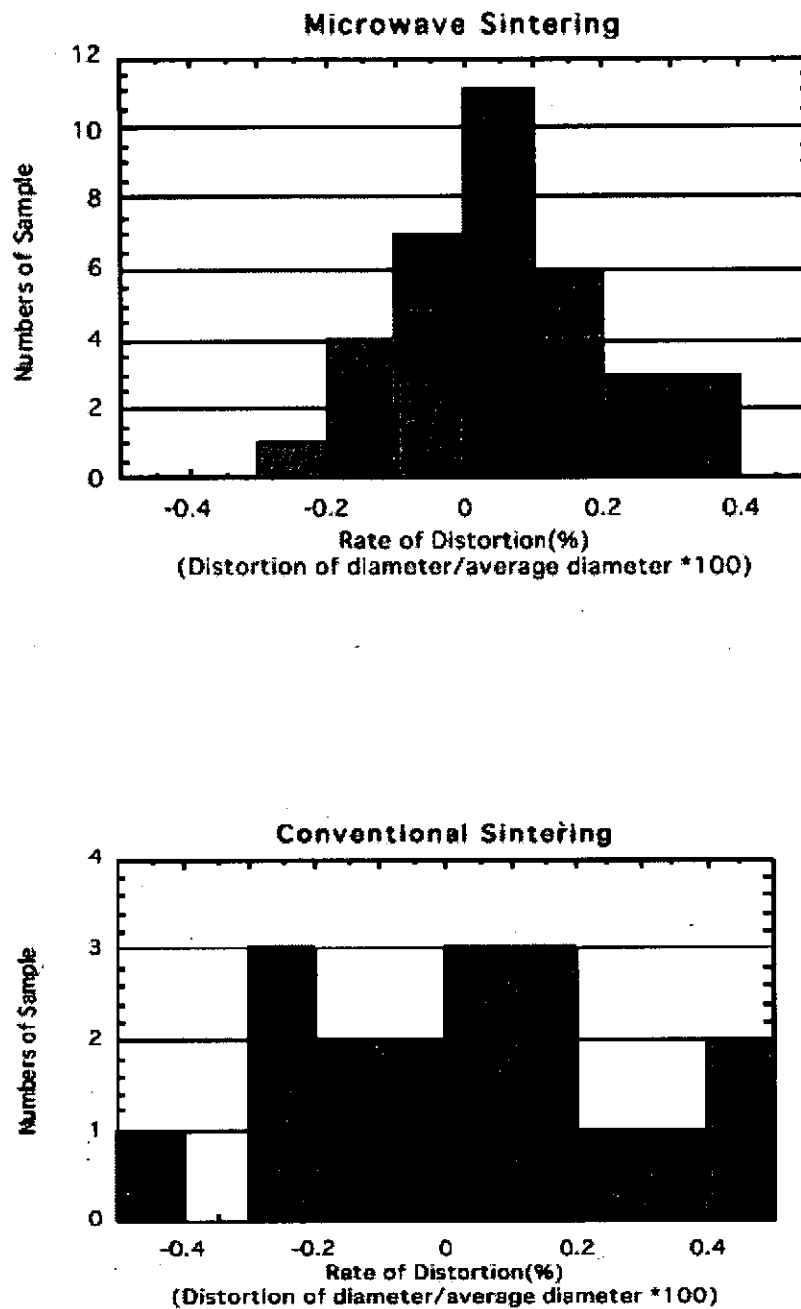


図4-3 焼成による変形の分布（上）マイクロ波焼結 （下）通常焼結

§ 2 白色磁器の還元焼成

陶磁器の素地である天然の粘土は鉄分を含んでいる。この鉄分の含有量が多いと、常滑や備前焼のような茶色の濃い製品となる。含有量が少ない場合は、殆ど白色になるが、酸素の供給が充分ある完全燃焼の焼成では、この微量な鉄分が酸化されて若干

クリーム色の地肌となる。昇温の過程で、長石が熔融を始める温度の前後に、一酸化炭素を含む雰囲気焼成すると、黒色の一酸化鉄(FeO)になる。黒色であるが、微量であるために若干青みを帯びて、純白に見える。このように高温時に還元ガスの雰囲気を導入して白さと密度を増す方法を、還元焼成という。

地元土岐市の窯元で生産している湯飲みを、マイクロ波で還元焼成した。図4-4は焼結物の外観、図4-5昇温曲線を示す。図中の細線は、通常焼結法の昇温曲線である。

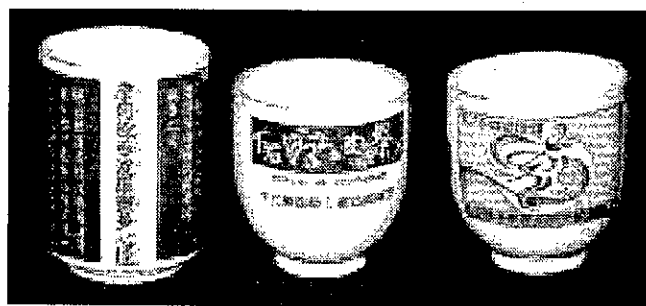


図4-4 還元焼成事例

焼成結果

還元の良い否：

還元をかけるため、不完全燃焼のプロパンガスを 850°C から 1150°C まで導入した。一酸化炭素の濃度は測定していない。測温用の穴から出た火炎の色と濃度から2～4%と考えられる。所要時間は15分間、通常焼成で必要とされる4時間の1/16であった。サンプルを割って断面を調べたところ、4-6図のように、素地は表面から内部まで綺麗な白色で、還元が均一にかかっていることを示している。短時間で、十分な還元がかかることがマイクロ波焼成の特徴である。

素地の焼き締まり：

通常のトンネル窯で12時間かけた焼成品と比較したところ、寸法・緻密度共に同一であった。

発色：

呉須（酸化コバルト系顔料）で下絵を描いて、透明釉薬をかけてある。発色は、彩度・明度共に通常焼結より高く鮮やかな印象が強い。下絵のにじみ（素地への拡散）が少なく、線や文字の輪郭がはっきりしている。新しい芸術表現に利用できる可能性も秘めている。

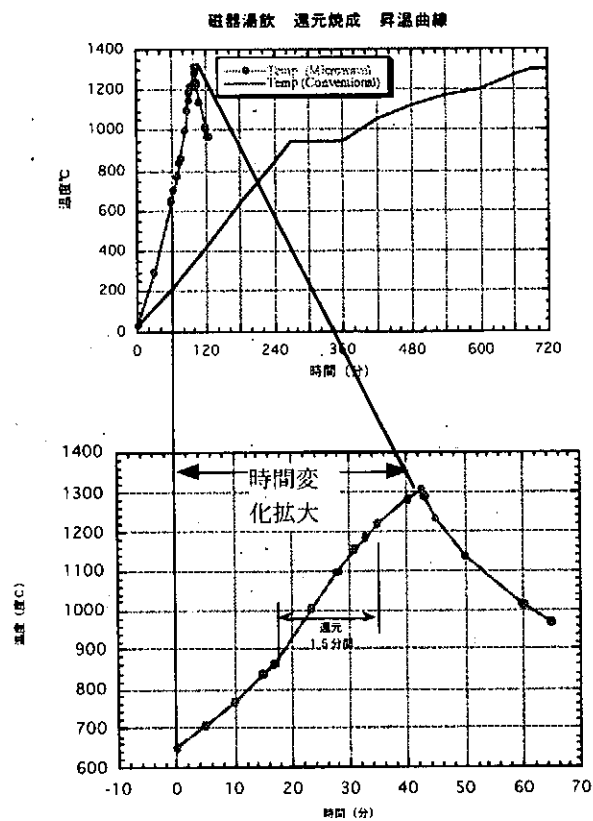


図 4-5 還元焼成の昇温曲線

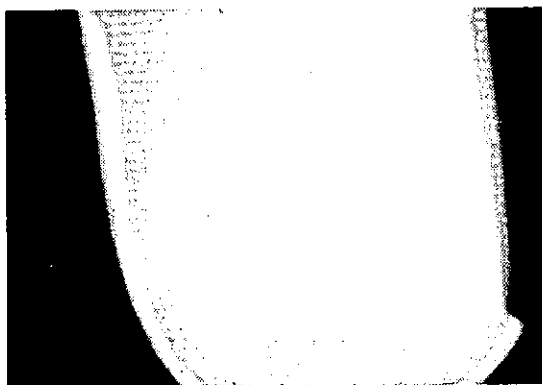


図 4-6 断面還元焼成磁器の破断面

§ 3 伝統的陶磁器の焼成（芸術品）

マイクロ波焼成では製品自身が発熱する。外部から加熱を行う前提で完成されてきた伝統的陶磁器では、風合い、発色、緻密度などが異なることが予想される。そこで、伝統的陶磁器（織部、志野、黄瀬戸等）を種々の温度および雰囲気焼成した後、発色等の製品性状に及ぼす焼成条件の影響について従来のガス炉と比較した。

3-1 黄瀬戸と織部（酸化焼成）

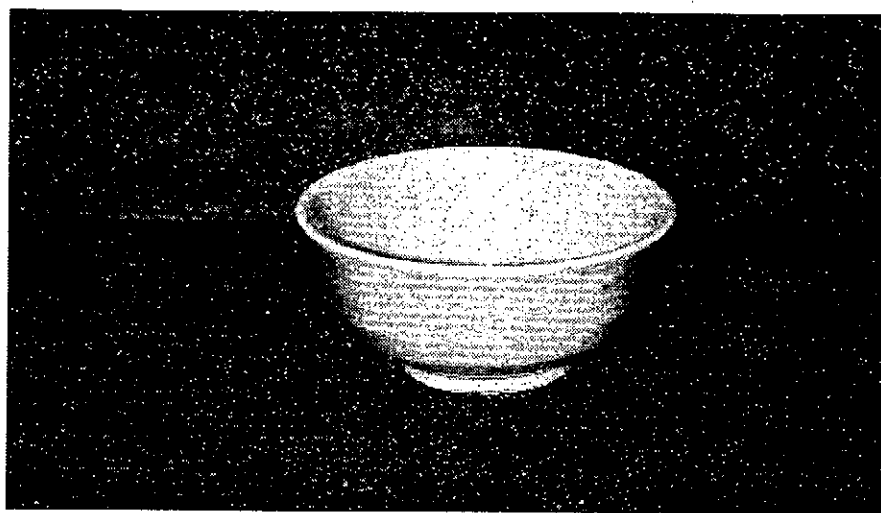


図4-7 黄瀬戸の茶器

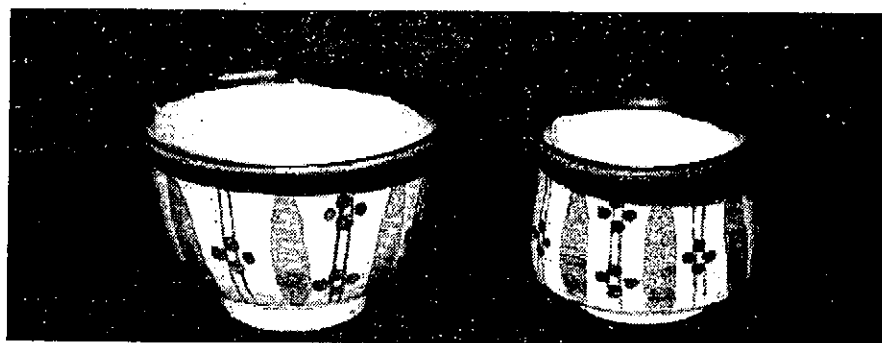


図4-8 マイクロ波焼成した 織部の茶器と猪口

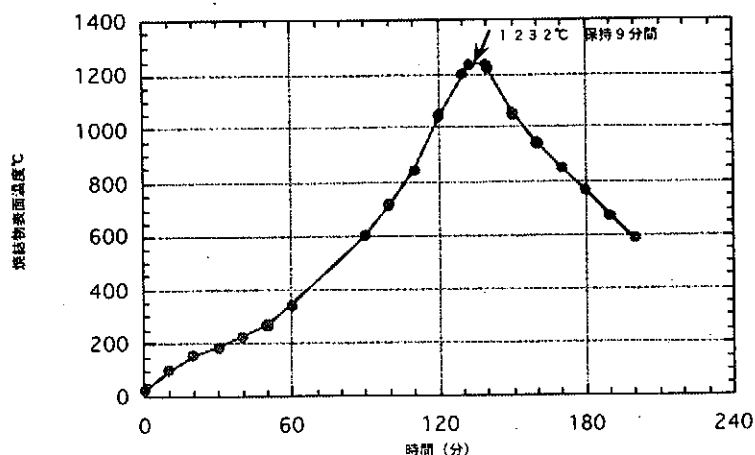


図4-9 黄瀬戸と織部の焼成曲線

焼成結果

釉薬の熔け具合、艶、発色は、焼成温度、焼成雰囲気（空気導入、中性）によって変化する。マイクロ波焼成では、素地の焼き締まりが良いので、短時間でしっかりした感じの焼き物になる。その反面、燃焼用の空気を送り込まないので中性雰囲気になるやすい。柔らかい黄または茶系統を出すには、若干の加熱された空気を導入した方がよい場合がある。

マイクロ波焼成した織部を、現在のプロパン窯の作品及び100年以上前の作品と比較した。予想に反して、マイクロ波焼成物は、どちらかといえば枯れた古風な印象が強い。ガス窯で商業的に成り立つ時間で焼成した製品は、厳密に言えば焼き締まりが不足しているが、感覚的には柔らかい暖かな印象を与える。時代の流れは柔らかい雰囲気を好むかも知れないし、商品性の優劣は、判断の難しい問題である。

3-2 志野（最も難しい還元焼成）

志野は、鉄分を含んだ素地に、長石の含有量の多い熔けにくい半透明の釉薬を用いる。長時間かけて釉薬を溶かし、長時間の還元と後酸化と云われる手法で柔らかい茶褐色を出す。

マイクロ波では、還元が短時間に強くなる反面、釉薬が熔ける時間を確保しにくい。焼成結果は、釉薬の熔けが不十分であり、なおかつ還元がかかり過ぎて、鉄分が全て一酸化鉄（FeO）になり、南部鉄瓶の様な黒錆色になってしまった。このことから、伝統的な志野の

素地と釉薬をそのまま使用しても、マイクロ波では焼けないのではとも考えられた。還元をかける温度域を 1100°C 以下に留め、焼成の最後の過程で弱い酸化（後酸化という）をかける等の工夫をしたところ、芸術性のある作品が得られた。この作品を成形・施釉した作家（吉川修身氏）に、評価を依頼したところ、自分の作品として箱書きを頂くことができた。箱書きには、マイクロ波志野という呼称があった。志野は試行錯誤によるところが多い。科学としての再現性を重視するか、芸術としての蓋然性を重視するか、評価の分かれるところである。

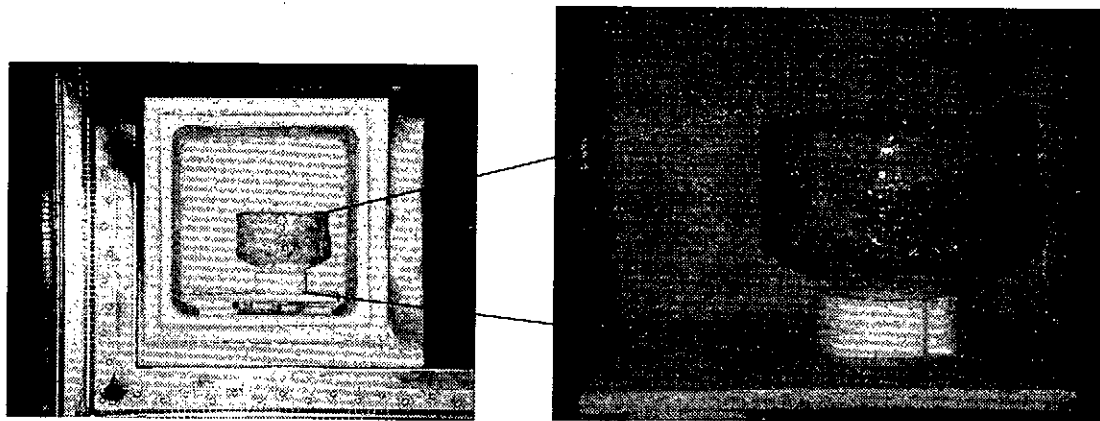


図4-10 志野のマイクロ波焼成

§5 工業用陶磁器材料の焼成試験

工業用陶磁器では、酸化焼成であるタイル・衛生陶器および還元焼成である電気絶縁碍子が代表的製品である。

これらについて、初期的な実験を行った。等温熱障壁の効果が確認され、NEDO／経済産業省が主管する地域新生コンソーシアムに引き継がれ実用か技術開発を推進中である。

衛生陶器（モデル）焼成試験

INAX（当時）によって生産されている洋式トイレの焼成試験を実施した。実験に使用している炉の寸法（第3章参照）では、実物は大きすぎて入らないので、工場に於ける試験焼成に用いられる小型のモデルを使用した。このモデルの焼成条件と結果は、実物と良く一致する。また、タイルについては、第7章の連続炉にて述べる。

図4-11は等温断熱壁構成と焼結物、図4-12は焼結したトイレモデルである。

焼成温度は 1250°C 、焼成は室温から2時間30分、保持時間は0分である。

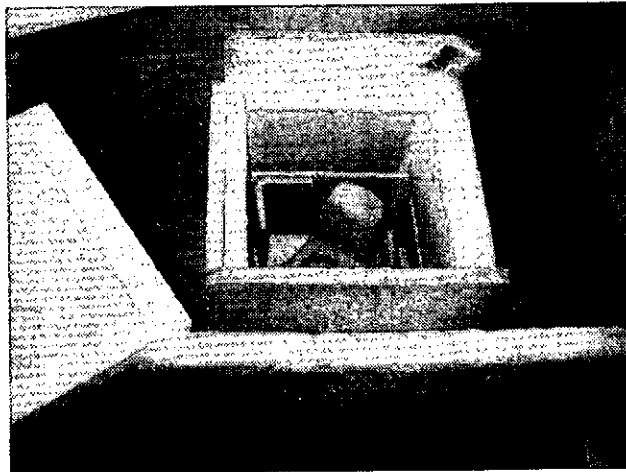


図4-11 等温断熱壁構成と焼結物

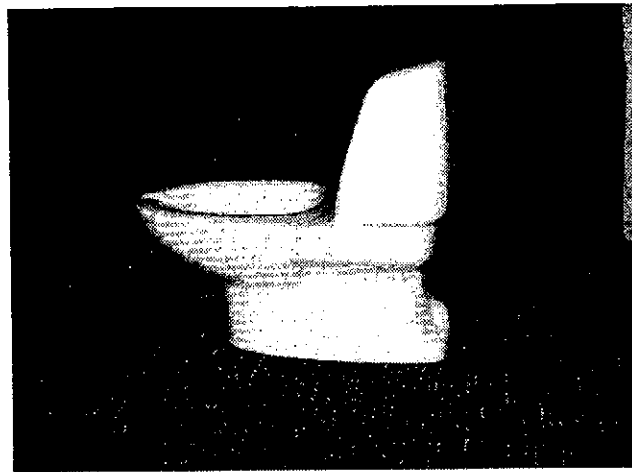


図4-12 取り出したトイレモデル

§6 第4章のまとめ

- (1) 陶磁器のマイクロ波による迅速焼成の可能性をマイクロ波焼成炉を試作して実験的に検証した。
- (2) 酸化焼成、還元焼成共に、在来法による焼成と同じ素地で、迅速に焼成可能であった。
在来法の12時間に対し、2時間～2時間30分、同等か同等以上の焼き締まりが得られた。
- (3) 酸化焼成、還元焼成共に、在来法による焼成と同じ釉薬で焼成した。
在来法に比べて、同等な品質が得られた。ただし、溶けにくい性質の釉薬については、粒度を細かくするか、焼成温度を10～15度高めないと釉肌になることがある。
- (4) 日本の伝統的陶磁器である織部、黄瀬戸、志野、青磁、白磁について焼成を試みた。

素地の焼き締まり、釉薬の溶け方に、本質的な差はない。

ただし、芸術性、偶然性を重視する伝統作品においては、客観的評価が難しい。

- (5) 本研究で、陶磁器のマイクロ波焼成の有効性が実証された。さらに詳しい研究開発が、NEDO／経済産業省の地域新生コンソーシアム事業に引き継がれ、実用化研究が進められている。
- (6) 火を使用しない安全性、迅速性というマイクロ波焼成の特徴は、小中学校の美術教育および家庭における陶芸にも適している。松下電子応用機器との共同研究により電子レンジ型の小型焼成炉が製品化された。発売は、平成15年12月を予定している。

第5章 ファインセラミックス焼成研究

§ 1 緒論

大物アルミナセラミックスを焼成する場合、熱応力による亀裂等の発生を防ぐためには、焼成時の試料内部の温度を均一にすることが不可欠である。従来のマイクロ波焼成においては、表面の放射冷却によって試料中心部から表面へ、通常焼成とは逆の温度勾配が生じる。被焼成体と比較してマイクロ波吸収特性がほぼ同じである材料を焼成室内壁に設置する(以下等温壁と記す)ことによって、被焼成体の放射冷却を抑制、第四章に説明した様に陶磁器の焼成においてはその有効性が実証された¹⁻²⁾。一方、アルミナセラミックスは陶磁器よりも300℃以上高い1600℃での焼成が必要であり、等温壁の材質はもとより温度保持のためのさらに効果的な均熱断熱構造の開発が不可欠である。この研究ために、陶磁器炉の経験を基礎として、小型のアルミナ用実験炉を製作した。

本性の記述は、主として、分担者である岐阜県セラミックス技術研究所の水野・高山が担当した。

平成13年度は断熱層の構成及び等温壁の材質を変えた均熱構造体を作製し、既存の小型マイクロ波焼成炉を用いて、均熱構造体の違いが等温壁の昇温特性に及ぼす影響について検討した。また、アルミナのテストピースをマイクロ波焼成し、この焼成体の特性を通常の電気炉焼成したそれと比較した。

14年度は、昇温速度を変化させた種々の条件でアルミナ仮焼体を焼成し、焼結体の亀裂の有無から昇温速度の最適化条件を検討した。

1・2 ファインセラミックスの焼結メカニズムについて

ファインセラミックス製品は、人工的に生成した純度の高い結晶微粒子を焼結して製造される。アルミナ、窒化珪素といった微粒子を骨材として、微量の焼結助剤を添加し常温で攪拌する。粘性の高い有機溶媒を使用して成形性を与える。(粘土に於ける水分の代わりである)。低い温度で最初にこの有機溶媒を分解し気体として外部に放散させる。この状態では、粒子が機械的に重なり合っているだけで非常にもろい状態である。粒子が互いに結合する機構として、焼結助剤の量と機能によって、液相焼結と固相焼結の2つを考える必要がある。

固相焼結とは、隣接した骨材粒子が相互に拡散して粒界が結合して強固な多結晶体になることを云う。働く機構は、粒子の表面に働いている表面張力と考えられている。

この焼結は、融点の2/3以上、融点以下の温度で進む。

液相焼結とは、融点の低い微量の不純物が含まれていると、粒界が液相で満たされて、その表面張力で骨材が引き寄せられることを云う。骨材と液相の間に化学反応が生じているかについては諸説がある。陶磁器の焼結は、液相の量が多い特別な場合である。

§ 2 アルミナ試験片の焼成方法の開発 (13年度)

2・1 アルミナ用等温熱障壁の開発

a. 均熱構造体の構成

均熱構造体は 40mm のファイバーボード(ファイバーボード 17R ボード、東芝モフラックス製)で焼成室を二重に囲う構成とし、耐火断熱レンガの配置を図 5-1 に示すように変化させた。図に示した LAP-165 はムライト、コランダムからなるかさ密度 0.81g/cm^3 、BAL-99 は結晶相コランダムからなるかさ密度 1.57g/cm^3 の耐火断熱レンガである。焼成室の大きさは $90\times 80\times 115\text{mm}$ であり、等温壁としてかさ密度 3.94g/cm^3 、厚み 2.2mm の緻密なアルミナ焼結板を用いた。

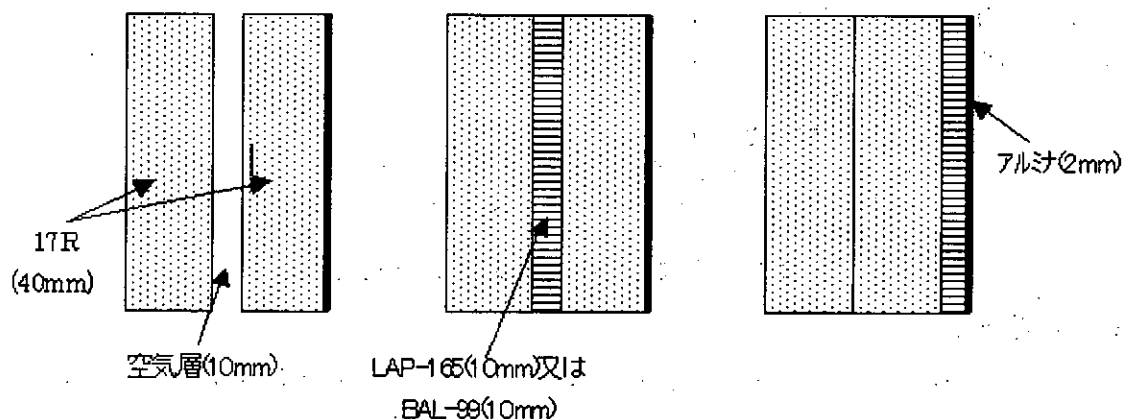


図 5-1 耐火断熱レンガの配置

b. 等温壁の材質

等温壁として、表 5-1 に示す特性及び厚さをもつアルミナ、ムライト質、ジルコニアを用いた。焼成室は、大きさ $180\times 180\times 95\text{mm}$ 、40mm のファイバーボード 17R で囲う構成とした。図 5-2 に二重ブランケットの写真を示す。

	組成 (mass%)	かさ密度 (g/cm ³)	厚み (mm)
アルミナ-1	Al ₂ O ₃ 99.6%	3.94	2.2
アルミナ-2	Al ₂ O ₃ 99.6%	2.46	5
ムライト質	Al ₂ O ₃ 80% SiO ₂ 20%	2.28	5
ジルコニア	ZrO ₂ 96% CaO 4%	4.43	5

表 5-1 等温壁の特性及び厚さ

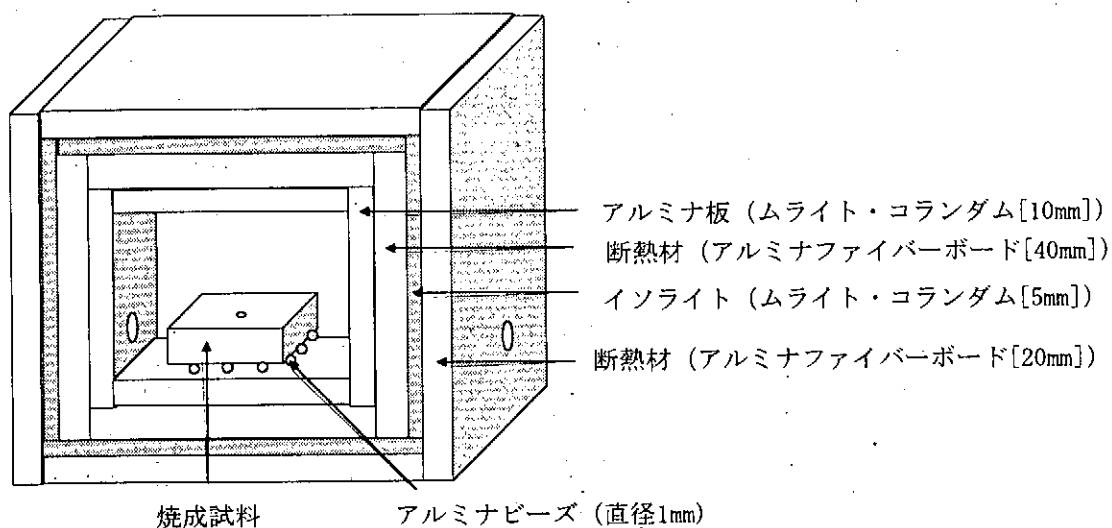


図 5-2 等温断熱壁と焼結物の模式図

c. 昇温試験

小型マイクロ波焼成炉(マイクロ波出力:7kW、炉内寸法:40×40×40cm：共立電気炉製作所製)内に前述した均熱構造体を配置し、マイクロ波出力 100%で昇温試験を行った。温度は図 5-3 に示すように等温壁表面の温度を放射温度計により測定した。

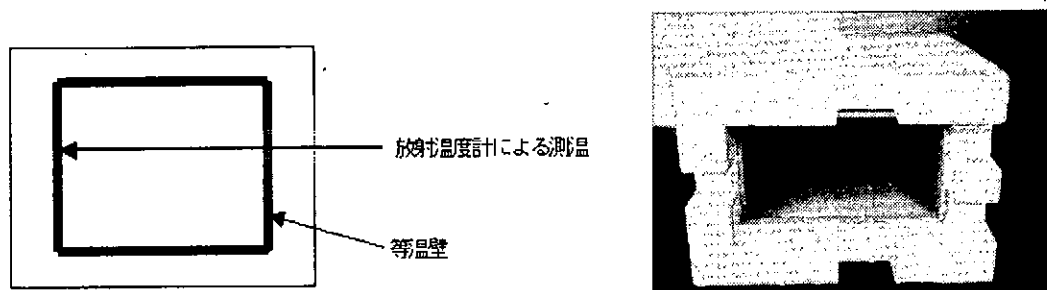


図 5-3 放射温度計による測温位置

d. アルミナの試料作製・焼成

アルミナ原料として AL-160SG-4(平均粒径 $0.6\mu\text{m}$ 、昭和電工製)を用いた。成形はアルミナ粉末、水、適量の分散材(D-305、中京油脂製)及びバインダー(バインドセラム WA310、三井化学製)からなるスラリーを、ボールミル混合によって調整した後、鋳込み成形によって $800\text{mm}\phi\times 30\text{mmT}$ の円盤状の成形体を作製した。通常の電気炉を用いて 1200°C で1時間保持の条件で加熱して得た仮焼体から $50\times 30\times 5\text{mm}$ 及び $50\times 30\times 9\text{mm}$ の大きさに切り出し、焼成用の試料とした。

マイクロ波焼成は、前述した昇温試験時に焼成室内に試料を配置し行った。また、通常の焼成は電気炉を用いて行った。

e. 焼成体の評価

得られた焼成体のかさ密度はアルキメデス法、強度は3点曲げ試験(JIS R-1601)によって行った。微構造は研磨-サーマルエッチング面を SEM によって観察した。

2-2 等温熱障壁の試験結果

a. 等温熱障壁の構成と昇温特性

表 5-2 に焼成開始時の要因と昇温過程での挙動を示す。

均熱構造	前回焼成温度 (°C)	前焼成から の時間	予備加熱	被焼成体	昇温過程での挙動	
a-1	a	1600:b-1	21hr	なし	5mmT 1 枚	630°Cで等温壁と外側断熱材同じ色
a-2	a	1600:b-2	17hr	なし	5mmT 1 枚	外壁断熱材が等温壁より赤い
a-3	a	430:a-2	21hr	なし	5mmT 1 枚	630°Cで等温壁と外側断熱材同じ色
a-4	a	1600:a-3	24hr	なし	9mmT 5 枚	外側断熱材が等温壁より赤い
a-5	a	400:a-4	55hr	100°C加熱後 2hr で開始	9mmT 5 枚	600°C外側断熱材が等温壁より赤い 900°Cほぼ同じ色
a-6	a	1600:a-5	28hr	100°C加熱後 2hr で開始	なし	570°C外側断熱材が等温壁より赤い 800°Cほぼ同じ色
b-1	b	第 1 回焼成	なし	5mmT 1 枚	内、外等温壁の方が外側断熱材よりも赤い 断熱材新品	
b-2	b	900:b-3	18hr	なし	5mmT 1 枚	等温壁の方が外側断熱材よりも赤い
b-3	b	1150:a-2	18hr	なし	5mmT 1 枚	
c-1	c	1600:a-6	40hr	100°C加熱後 2hr で開始	9mmT 5 枚	内側 1600°Cでも外側断熱材赤くならない 断熱材新品
c-2	c	1600:c-1	50hr	350°C加熱後 16hr で開始	なし	等温壁の方が外側断熱材よりも赤い
c-3	c	1600:c-2	23hr	350°C加熱後 16hr で開始	9mmT 5 枚	550°C外側断熱材が等温壁より赤い 750°Cでほぼ同じ色

表 5-2 焼成開始時の要因と昇温過程での挙動

図 5-4～5-6 に均熱構造体を (a)～(c) に変化した場合の等温熱障壁の昇温曲線を示す。同じ均熱構造体の場合でも昇温特性は一定でなく、特に図 5-6(c) の均熱構造の場合、1600°Cまでの昇温時間は速いもので3時間、遅いもので5時間程度と大きな違いがみられた。他の均熱構造についても、大小はあるものの昇温特性に同様な違いがみられた。

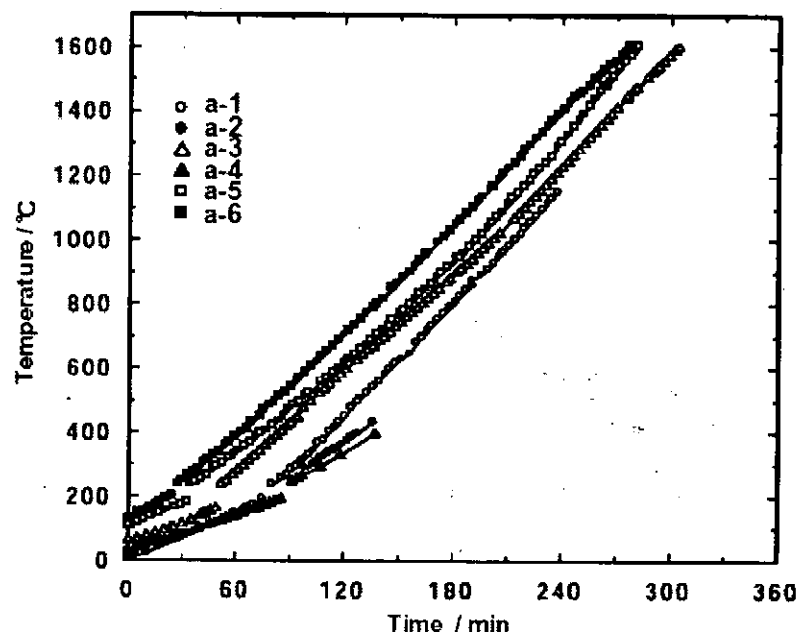


図 5 - 4 等温熱障壁の昇温曲線 (均熱構造 a)

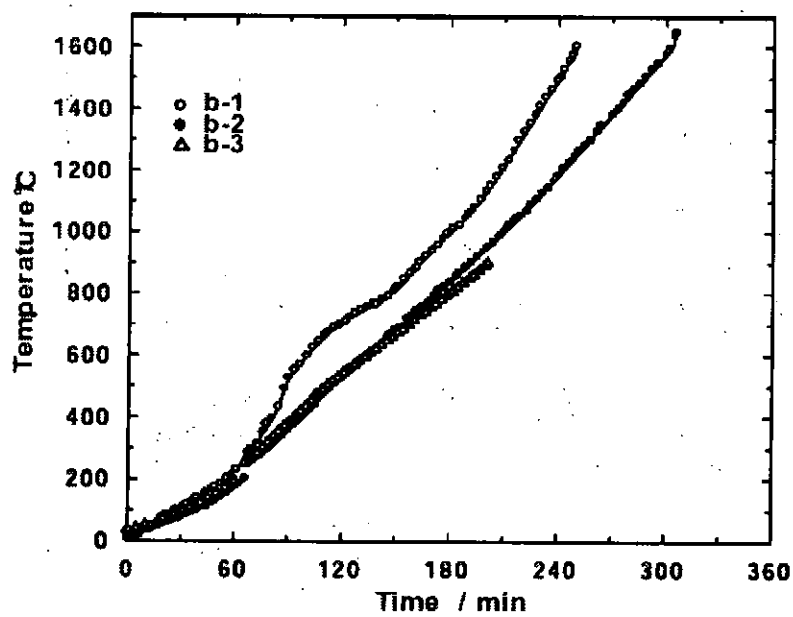


図 5 - 5 等温熱障壁の昇温曲線 (均熱構造 b)

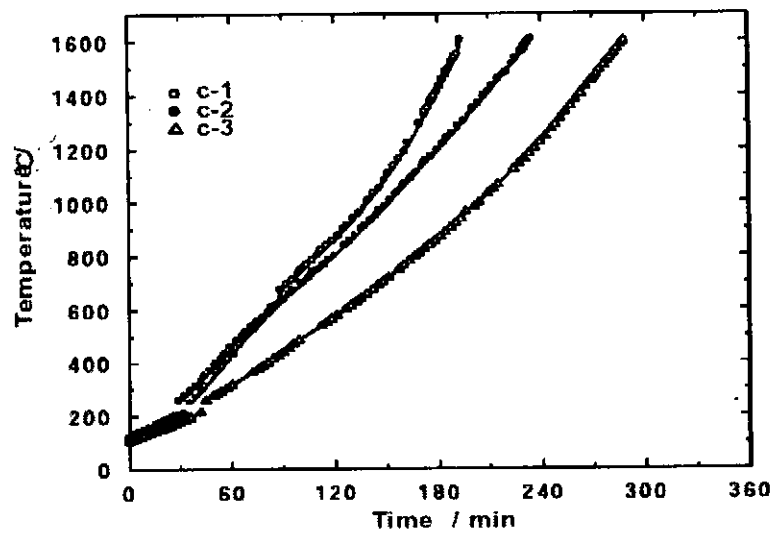


図 5 - 6 等温熱障壁の昇温曲線（均熱構造 C）

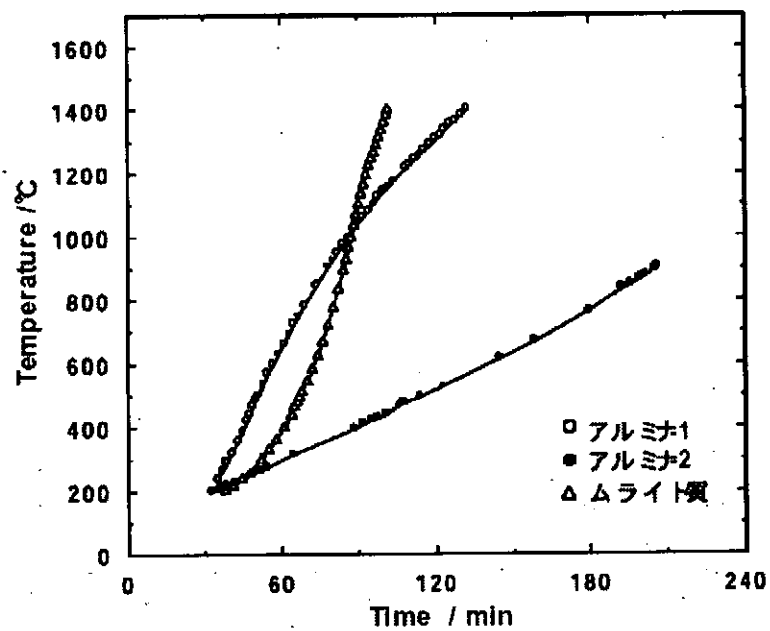


図 5 - 7 昇温特性に及ぼす等温熱障壁材料の影響

§ 3 アルミナ試験片の焼成結果

3・1 マイクロ波及び通常焼成したアルミナ焼成体の比較

表 5-3 に、マイクロ波及び通常焼成の焼成条件と焼成体のかさ密度及び曲げ強度を示す。ここに示す昇温速度は 1200℃ から最高温度までの平均速度である。

マイクロ波焼成の場合、昇温速度 5.7℃/min で 1600℃ 焼成した M1 で、かさ密度 3.91g/cm³ (相対密度 98%) の焼成体を得られた。この焼成体の曲げ強度は、通常条件で電気炉焼成した C1 と比べ 30% 以上強度が増加し、499Mpa の値を示した。更に、昇温速度を 9.7℃/min まで上げてマイクロ波焼成した M2 では、M1 に比べ緻密化の程度は劣るものの、曲げ強度は 546Mpa と高い値を示した。

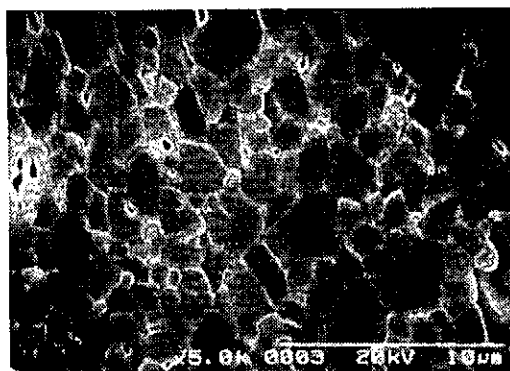
No.	温度 (℃)	保持時間 (min)	昇温速度 (℃/min)	かさ密度 (g/cm ³)	曲げ強度 (MPa)
マイクロ波					
M1	1600	0	5.7	3.91	499
M2	1600	0	9.7	3.82	546
M3	1650	0	6.7	3.92	445
通 常					
C1	1600	60	1.7	3.92	374

表 5-3 マイクロ波及び通常焼成の焼成条件と焼成体のかさ密度及び曲げ強度

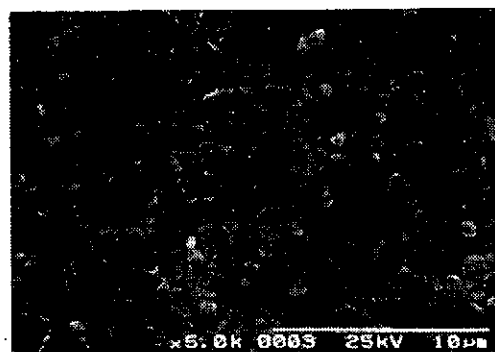
図 5-8 に各焼成体の研磨・サーマルエッチング面の SEM 写真を示す。アルミナの結晶粒径は C1>M3>M1>M2 の順に小さくなっているのが観察される。表 2 の結果から、これら焼結体のかさ密度がほぼ同じであるが、曲げ強度は M2>M1>M3>C1 の順に大きい。アルミナの結晶粒の成長の違いによるものと考えられる。最も曲げ強度が大きい M2 は、粒径の揃ったほとんどが 3μm 以下の微細な粒子からなっている。これは、急速な昇温によって焼結時のアルミナの異常粒成長が抑制され、その結果として曲げ強度が向上したものと考えられる。

図 5-9 に、50×30×9mm の試料を 5 段積みにして 1600℃ (昇温速度 7.0℃/min) でマイクロ波焼成した焼成体の特性と SEM による微構造観察結果を示す。1 段目から 5 段目までかさ密度はほぼ同じ値 3.89g/cm³ を示し、曲げ強度も 405~419MPa の範囲という揃った特性を持つ焼結体を得られた。図には 1、3、5 段目の中心部の微構造を示したが、アルミナ結晶粒子の大きさは同程度であり、厚み方向による不均一性は認められなかった。しかし、これら試料における焼成時の昇温速度は、7℃/min と表 2 に

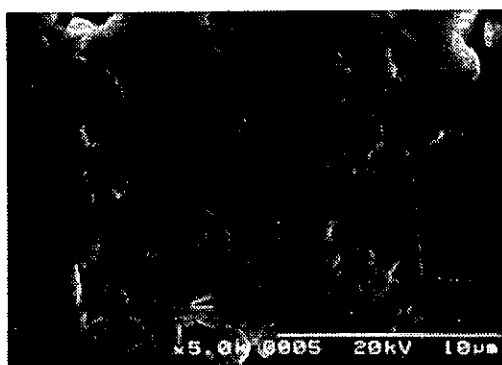
示した M1 の $5.7^{\circ}\text{C}/\text{min}$ よりも速いにもかかわらず、曲げ強度は M1 より小さい値を示した。この理由については、現在検討中である。



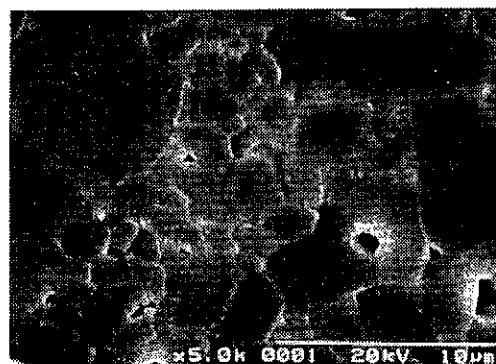
マイクロ波：M1



マイクロ波：M2



マイクロ波：M3



通常：C1

図 5-8 マイクロ波及び通常焼成した焼成体の SEM 写真(サ-マルイッチング面)

マイクロ波によるアルミナ焼成体の曲げ強度は、通常焼成したそれよりも大きい値を示した。これはマイクロ波焼成の場合、昇温速度が大きく、アルミナの異常粒成長が抑制されるため曲げ強度が向上したと考えられる。



上段の数字：かさ密度 (g/cm³)

下段の数字：曲げ強度 (MPa)

3.897	419
3.894	416
3.895	405
3.894	406
3.895	415

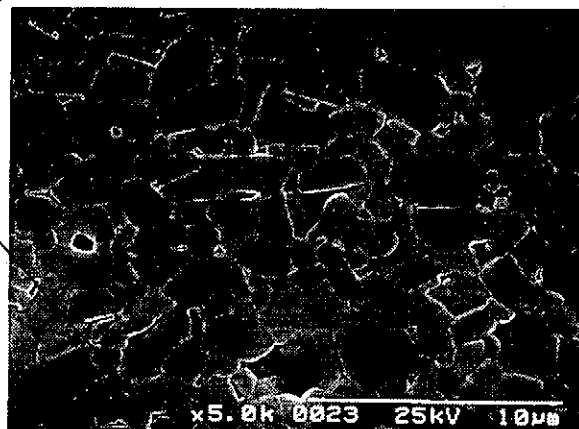
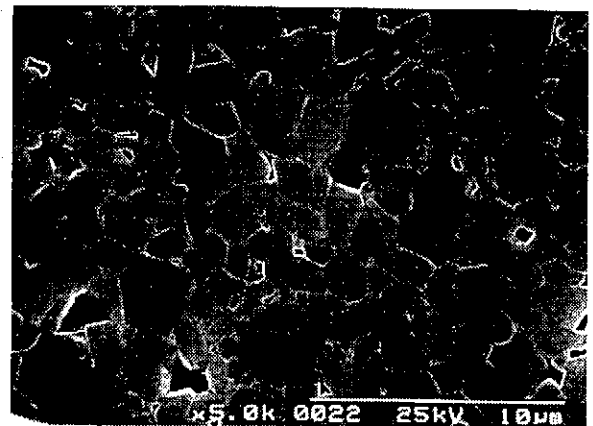


図 5-9 5 段積み重ねてマイクロ波焼成した焼成体の特性と微構造

§3 大物アルミナ製品の焼結法の開発（14年度）

3・1. 大物アルミナ焼成の概要

アルミナセラミックスには、大型の半導体製造装置、精密定盤、液晶製造フレーム、その他耐摩耗、耐熱性が要求される大型構造部材の需要がある。大物になるほど飛躍的に成形や焼成が困難になり、製造コストも非常に高くなる。大物成形には現在 CIP(cold isostatic press)が採用されているが、直径が1 m位の製品を成形するための CIP 装置の価格は1億円以上である。さらに、数十万円以上のゴム型が必要であるため、CIP 成形は安定した受注がないと採算が取れない。また、CIP 成形で平板を成形すると研削量が50%にもなり、研削及び原料コストも無視できない。特に原料が高価になるほどできるだけ研削シロの出ない成形方法が求められる。

一方、筆者らが開発した鋳込み装置の価格は CIP 装置の 1/10 以下であり、直径 1m の円盤用の石膏型は原型代を含めて 20 万円程度と安価である。鋳込み成形では、正確に加工した石膏の鋳型を用いるので、成形体のニアネット性が高い。本焼成後に表面を少し研削すれば良いので、研削及び原料コストは CIP 成形と比較して大幅に低下できる。鋳込み成形では小物は簡単に成形できるが、大物は乾燥あるいは焼成の工程でクラックが入りやすいなど、技術的に困難なため、現状の技術では直径 200mm、厚みが 30mm を超える大きになると成形は容易ではない。乾燥工程については、成形体の水分勾配を可能な限り小さくする乾燥方法の開発が重要である。

大物の焼成では、通常の外部加熱では表面と内部の温度差を小さくするために昇温速度を非常に小さくする必要がある。焼成時間が 100 時間以上、製品によっては窯入れから窯出しに 20 日かかる場合がある。マイクロ波焼成は内部発熱であるので、被焼成体内部の温度ムラを無くすることが可能で、高温が必要なアルミナセラミックスには最適な焼成方法である。

本研究では、大型で肉厚製品の鋳込み成形法とマイクロ波焼成法を組み合わせることにより、生産工程の合理化、省エネルギー、省資源化を推進を推進する。

直径 200mm、厚さ 30mm 円盤、200mm×200mm×30mm の角盤の成形について、鋳込み方法と焼成変形やクラックの関係について研究し、成形条件を確立する。また、その成形体をマイクロ波焼成炉で焼成し、通常の電気炉焼成と比較した。

3・2 焼成実験

表5-4に種々の条件で焼成した試料における亀裂の有無を示す。

- ・ 20mm×20mm×20mm および 30mm×30mm×30mm の試料では、いずれの焼成条件において焼結体に亀裂の発生はなかった。
- ・ 40mm×40mm×40mm の試料では、室温から 1600℃までを 5℃/min. で昇温させたサンプル①、1200～1600℃間を 39℃/min. で急速昇温させたサンプル②では亀裂はない。
- ・ 40mm×40mm×40mm の試料では、500～1200℃間の昇温速度を 7.5℃/min. 以上にして焼成したすべての焼結体に亀裂が発生した。昇温速度が 25℃/min. のサンプル⑤場合には亀裂の発生だけにとどまらず、焼結体は多数に割れてしまった。

これらの結果は、焼結体の亀裂が 1200℃以下の温度域での過度な昇温によって発生したことを示している。

試料内部に生じる温度勾配は、昇温速度、熱伝導率、試料形状および厚みに依存する。従って、20mm×20mm×20mm および 30mm×30mm×30mm の試料では、40mm×40mm×40mm に比べて温度勾配が小さく、それによって生じる熱応力も小さい。そのために、これらの小さい試料では 1200℃以下の温度域における昇温が速いにもかかわらず亀裂が生じなかったと考えられる。

アルミナの焼結が進行する 1200～1600℃の温度域における昇温速度は②～⑤で約 40℃/min. と大きい、40mm×40mm×40mm の試料でも、②の焼成条件で良好な焼結体を得られている。このことは、1200 から 1600℃の温度域においては、内側ブランケットの内表面温度とアルミナとの熱平衡バランスがとれていることを示唆している。

試料サイズ	焼成条件					
	①	②	③	④	⑤	
20mm×20mm×20mm	○	○	○	○	○	○：良好
30mm×30mm×30mm	○	○	○	○	○	×：亀裂発生
40mm×40mm×40mm	○	○	×	×	××	××：多数に分割

表5-4 種々の条件で焼成した焼結体の亀裂の有無

160mm×160mm×30mm の角盤(重量:1884g)を、1200℃までの昇温速度をサンプル②と同じ 5℃/min.、1200～1600℃間の平均昇温速度を 25℃/min. で焼成した。この焼結体の外観写真を図5-10に示す。96%の相対密度をもつ亀裂のない焼結体を得られた。このことから、1200℃以下の昇温に留意すれば、それ以上の温度域を急速昇温しても良好にアルミナが焼成できることが確認された。

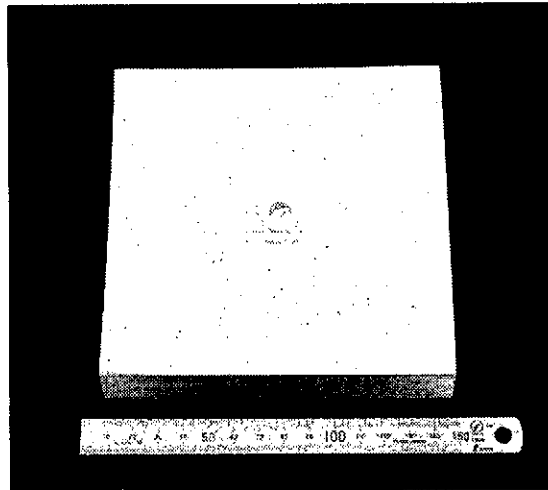


図 5 - 10 1200～1600℃間を昇温速度 25℃/min で焼成したアルミナセラミックス。

d. 大物焼成試験のまとめ

種々の焼成条件でアルミナ仮焼体をマイクロ波焼成し、以下の知見を得た。

- 1) 1200℃以下の温度域における過度の昇温は、焼結体に亀裂を発生させる原因となる。この温度域での昇温速度の限界は試料サイズに依存する。
- 2) アルミナの焼結が進行する 1200～1600℃の温度域を、約 40℃/min. の昇温速度でアルミナ仮焼体を急速昇温しても焼結体に亀裂は生じなかった。このことから、この温度域における内側ブランケットとアルミナの昇温はほぼ同じである。
- 3) 160mm×160mm×30mm のアルミナ角盤を迅速に焼成できた。焼成条件は、1200℃までを 5℃/min.、1200～1600℃間を 25℃/min. であり、在来法と比較して、焼成時間は 1/7 以下、エネルギーコストは 1/30 以下が達成された。

§ 4 マイクロ波および従来焼成した焼結体の特性比較

4・1 機械的特性の比較

等温熱障壁を用いてマイクロ波焼結したアルミナセラミックスの曲げ強度およびヤング率の機械的特性と微構造を、通常の電気炉により焼結させた試料のそれと比較した。

4・2 試験方法

前述した鑄込み成形によって、大型円盤の成形体を作製した。この成形体を通常の電気炉を用いて 1200℃で 1 時間保持の条件で仮焼した。この仮焼体から試験片を 60mm×

30mm×5mm に切り出し、マイクロ波による本焼結用の試料とした。マイクロ波焼成には前項と同じ焼成炉およびブランケット構造を用いた。温度は内側ブランケットの内表面温度を放射温度計によって測定した。

1000℃までを約 90min.、1000℃から最高温度までを 5℃/min. および 30℃/min. で昇温、所定時間(0 および 30min.) 保持した後、そのまま放置して自然に炉冷却させた。

比較のために、電気炉を用いた通常焼結品作成した。昇温条件は、最高温度まで 5℃/min. である。

得られた焼結体の相対密度をアルキメデス法、強度を 3 点曲げ試験(JIS R-1601 に準拠)、ヤング率を超音波パルス法によって測定した。さらに、SEM による焼結体の研磨-サーマルエッチング面の微構造観察を行った。

結果及び考察

1) アルミナの緻密化および焼結体の機械的特性

(1) 保持時間 0 および 30min. のいずれの焼成条件においても、マイクロ波焼成の方が通常焼成よりも低温度で緻密化した。しかし、マイクロ波焼成における緻密化温度の低下は約 50℃であり、ミリ波焼結で報告されている 300℃¹⁾ に比べて小さかった。

(2) 曲げ強度と焼成時間：

- ・ 保持時間が 30min. の場合、マイクロ波焼成では 1400℃で 725MPa、通常焼成では 1500℃で 687MPa の最大曲げ強度に達した後、焼成温度が上昇するに従って曲げ強度は急激に減少した。
- ・ 保持時間が 0min. の場合、焼成温度の上昇とともに曲げ強度は増加し、マイクロ波焼成では 1500℃以上の温度域で約 660MPa、通常焼成では 1500℃以上で約 680MPa のほぼ一定な曲げ強度を示した。

(3) 曲げ強度と相対密度の関係：

- ・ 相対密度 97%以下の場合、曲げ強度と相対密度は、マイクロ波および通常焼結ともに同一の一次回帰直線上にほぼプロットされた。1400℃で 30min. 保持の条件でマイクロ波焼成した試料では、曲げ強度 725MPa) の高強度が得られ、上述の直線からはずれる。
- ・ 相対密度 97%以上の焼結体における曲げ強度は、アルミナ粒子径の違いに支配されている。粒子径は後述(微構造観察)するように焼結条件に起因する。

(4) マイクロ波および通常焼結体のヤング率と相対密度：

マイクロ波および通常焼結体のヤング率と相対密度は、同一の一次回帰直線

上にプロットされ、この相関係数は 0.999 である。相対密度 97%以上をもつ両焼結体のヤング率は、いずれも約 400GPa と同じ値を示した。

2) マイクロ波焼結と通常焼結微構造の比較

(1) 保持時間なし

図 5-11 にマイクロ波(昇温速度: 30°C/min.)および通常焼成(昇温速度: 5°C/min.)したアルミナ焼結体の SEM 写真を示す。焼結温度は 1500°C および 1600°C 保持時間は 0min. である。

- ・ 1500°C では、アルミナ粒子は 1 μ m 以下で、粒径が揃っている。1600°C では 4 μ m 程度まで粒成長した粒子も認められ、1~4 μ m の幅のある粒径分布になった。
- ・ 同じ焼成温度ならばマイクロ波焼成の方が通常焼成よりも、アルミナの粒子が大きくなる傾向を示している。これは前述したようにマイクロ波の方が通常焼成よりも低い温度で緻密化が進行する。そのため、マイクロ波焼成では粒成長が通常焼成よりも低い温度から起こり、その結果として同じ焼成温度ではマイクロ波焼結体のアルミナ粒子の方が通常焼成のそれよりも大きくなったと考えられる。このことは、マイクロ波焼結も通常焼結と同じように、焼結の駆動力が粒成長であることを示唆している。

(2) 保持時間 30 分

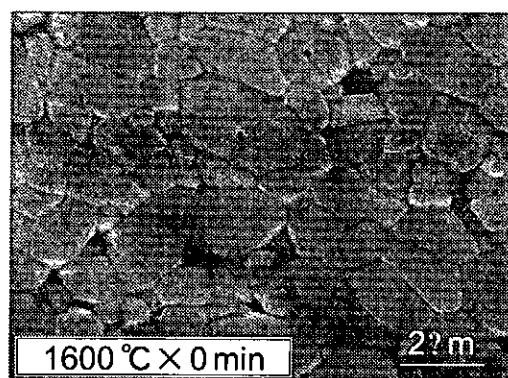
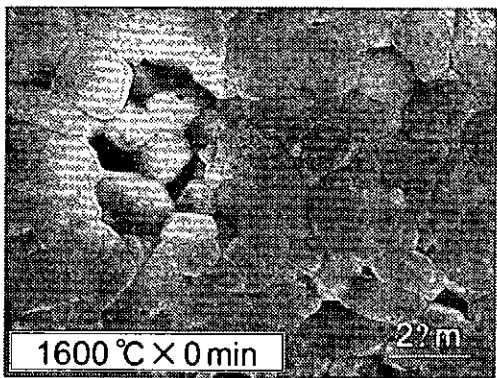
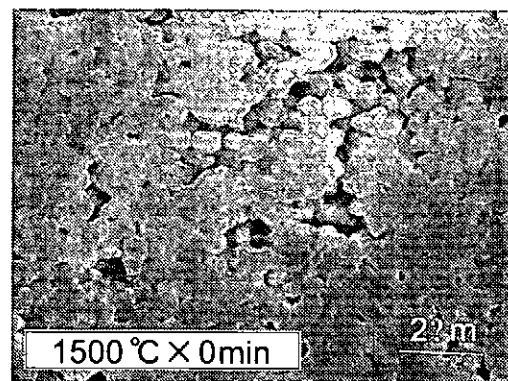
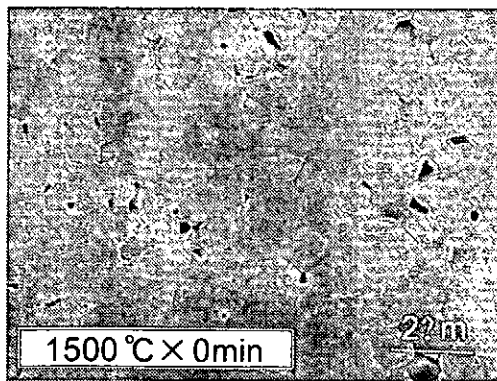
図 5-12 にマイクロ波および通常焼体の SEM 写真を示す。両者共に、昇温速度 5°C/min.、1600°C、保持時間 30min. である。粒子はいずれの焼結体も 1600°C×0min. に比べて著しく粒成長をしており、6 μ m 以上の粗大粒子が観察される。これら焼結体の曲げ強度は、マイクロ波焼成で 502MPa、通常焼成で 509MPa で、誤差の範囲で同一である。。

1600°C×0min. のマイクロ波と通常焼結体の曲げ強度は、それぞれ 653MPa、690MPa である。これら 4 種の焼結体はいずれも 98%以上の相対密度をもつことから、1600°C×30min. で焼成した焼結体の曲げ強度の低下はアルミナの粗大粒子によるものと考えられる。

(3) まとめ

マイクロ波および通常焼成したアルミナ焼結体の特性、微構造を比較、以下の知見を得た。

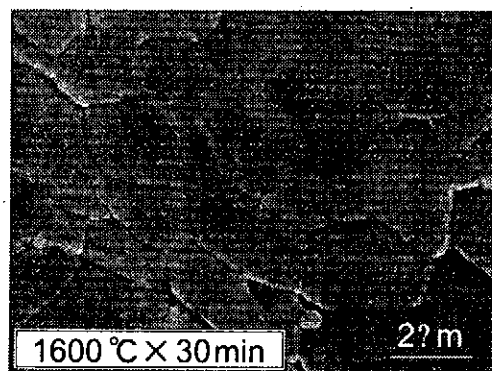
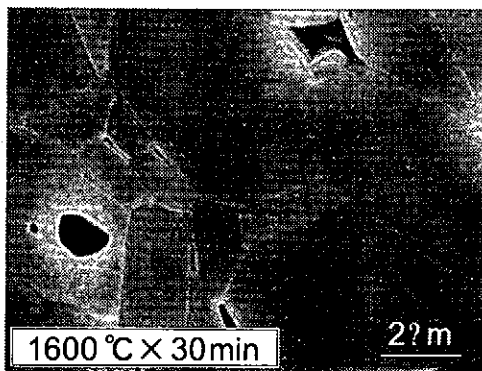
- 1) アルミナの緻密化温度はマイクロ波焼成の方が通常焼成よりも約 50°C 低かった。
- 2) マイクロ波と通常焼成したアルミナ焼結体における相対密度と曲げ強度およびヤング率の関係は、ほぼ同じであった。



マイクロ波焼成

通常焼成

図 5-11 1500°C、1600°C (保持時間 : 0min.) で
マイクロ波および通常焼成したアルミナの SEM 写真



マイクロ波焼成

通常焼成

図 5-12 1600°C (保持時間 : 30min.) で
マイクロ波および通常焼成したアルミナの SEM 写真

【参考文献】 (1) Y. Makino, T. Ueno et al., Jpn. J. Appl. Phys.,
40 (2001), 1080-1082.

第6章マイクロ波炉の熱効率・省エネ効果

マイクロ波焼成は、効率がよいと云われてきた。我々の実験でも、同一重量を焼成するのに必要な総エネルギーは、マイクロ波の方が数分の一であった。これは、マイクロ波の焼成時間が短いことが主な理由である。マイクロ波は被加熱物に集中的に吸収されるので、効率が高いと考えられている。電子レンジなどの低温の炉では、炉体の昇温は無視出来るので、この考え方は正しい。ところが、高温になると、焼結に必要な蓄熱量は、入射した全エネルギーの数%にすぎず、残りは炉体の昇温蓄熱・熱放散および発振機のコレクター損失または燃焼ガスの排気損失として失われる。マイクロ波炉と通常炉において、炉内容積、焼結物、窯道具（棚板その他）を同じ条件に揃えて、必要なエネルギーの厳密な比較を行った。マイクロ波炉でも通常炉でも、マイクロ波焼成の効率を支えているのは、その迅速性である。

本章では、マイクロ波焼成炉の熱収支と効率省エネ効果について説明する。

§1 「マイクロ波焼成炉の熱収支」

図6-1は、マイクロ波炉およびプロパンガス炉の陶磁器焼成曲線である。正確な比較のため、炉の内容積を 0.15m^3 に統一、焼成物および棚板も同一のものにした。焼成時間はマイクロ波が2時間、プロパン炉が7.5時間である。消費エネルギーは、マイクロ波炉が63kW、プロパン炉が335kWである。マイクロ波炉で単位重量を焼成するために必要なエネルギー入力は約 $1/5$ である。発電所の効率までを考慮しても、消費したエネルギーは $1/2$ である。

マイクロ波炉の熱収支の内訳を分析してみる。図6-2はプロパン炉とマイクロ波炉のエネルギー消費配分を示している。

プロパン炉では、全消費エネルギーのわずか1~2%が焼結物を加温するために使われたにすぎない。排気ガスが約半分を持ち去り、残りの大部分も炉壁の昇温と熱放散のために使われている。

マイクロ波炉では、まず入力電力の40~50%が発振機のコレクター損失になる。マイクロ波エネルギーの3~5%が焼結物の昇温に使われる。残りのマイクロ波エネルギーの大部分は、炉体の昇温や貫流熱として失われる。

このように、焼結に必要なエネルギーはプロパン炉でもマイクロ波炉でも全体の数%に過ぎず、エネルギー消費量を決定づける要因とはなり得ない。では、両者のエネルギー消費を決定している要因は何か？

もう一度、6-1を見て頂きたい。マイクロ波焼成炉で消費エネルギーが少ないのは、焼成時間が短いからだ気付くはずである。このマイクロ波焼成の省エネ効果は、その迅速性に強く依存している。粒成長の抑制等の長所も多くをその迅速性によるものと推定されている。

アルミナ等のファインセラミックスでは、この焼結時間の短縮効果は陶磁器よりさらに増大する。

ここで、注意しておきたいことがある。等温熱障壁を使用しなければ、焼結物にマイクロ波を選択的に吸収させられるので、効率が向上する筈、炉体の蓄熱や熱放散は小さいのではいかと云う疑問である。マイクロ波のエネルギーを焼結物に集中的に吸収させたとしても、ひとたび熱エネルギーに変換された後は、通常の熱伝導の法則に従って、温度の低い側に熱が逃げてゆく。つまり、焼結物がヒーターとしての役割をはたして炉体が昇温・蓄熱されるだけである。等温熱障壁は、全体のエネルギーバランスを変えることはない。焼結物は吸収エネルギーから損失を引いた残りのエネルギーを蓄熱してゆく。何度も述べてきたことだが、エネルギーの放散があるときは、焼結物内部に温度勾配ができ、昇温速度が制限される。その結果、単位重量の焼成に必要なエネルギーが増加する。

また、自律的等温熱障壁の代わりにハイブリッド方式の外熱を用いた場合も、エネルギー配分はほとんど相似である。焼成時間の短縮が省エネの決め手であることには変わりはない。

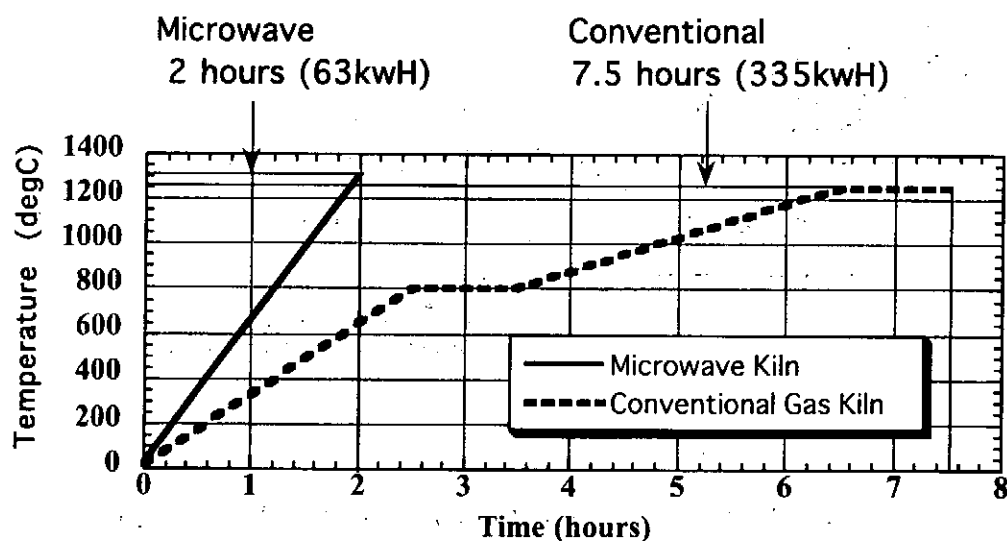
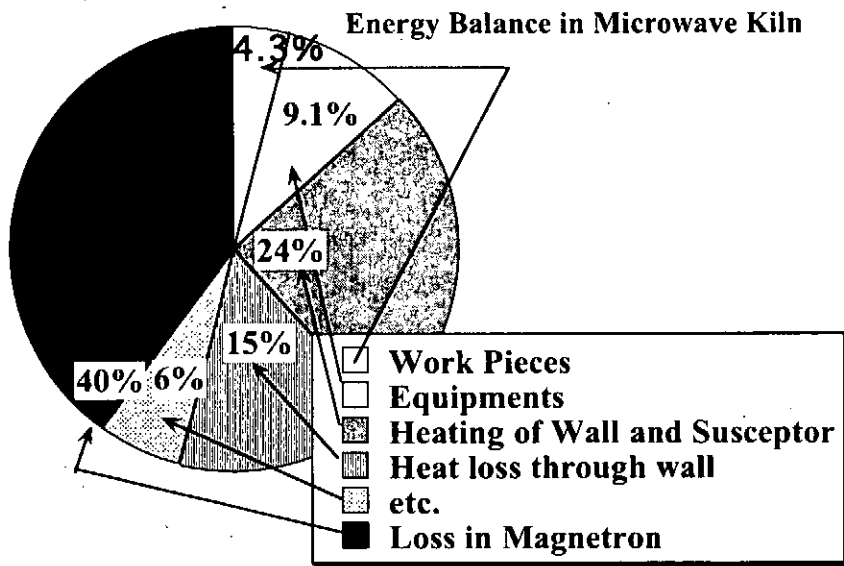
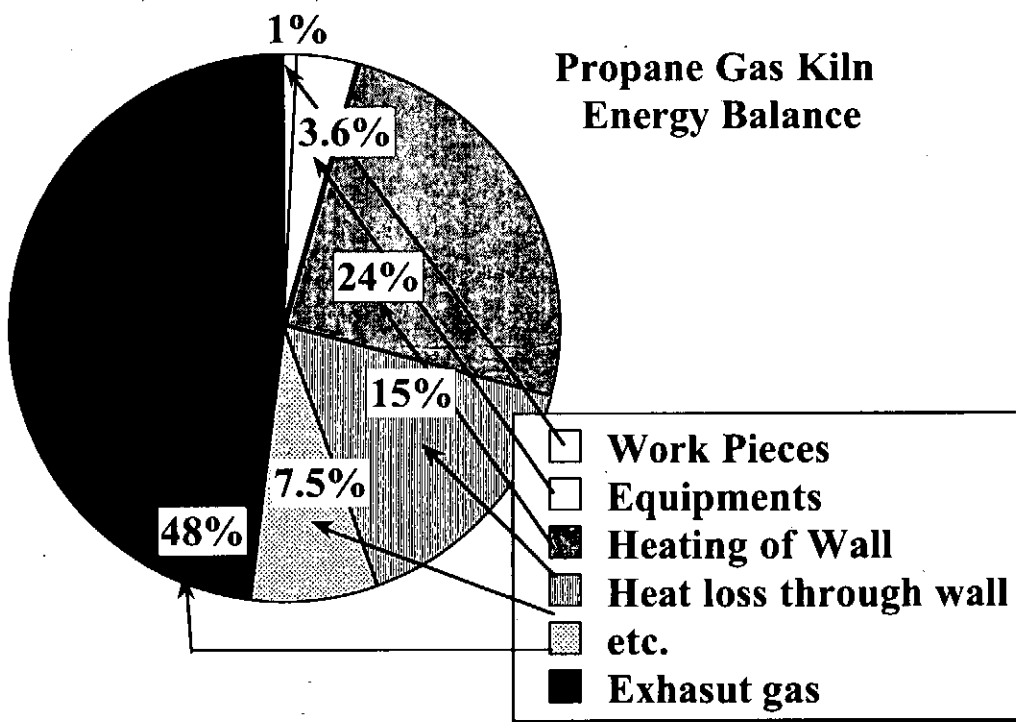


図6-1 プロパン炉とマイクロ波炉の焼成曲線



マイクロ波炉



通常（プロパンガス）炉

図 6-2 プロパン炉とマイクロ波炉のエネルギー消費配分

§ 2 マイクロ波焼結の省エネ効果

表 6 - 1 および表 6 - 2 は陶磁器およびアルミナのマイクロ波焼成に於ける焼成時間、消費エネルギーおよびエネルギーコストを比較したものである。

	Microwave	Conventional	Ratio
Processing Time (Hours)	2	8	1/4
Energy Consumption (kWh)	63	335	1/5
Energy Cost (¥ / Batch)	800¥	1600¥	1/2

表 6 - 1 陶磁器のマイクロ波焼成と通常焼成に於ける
焼成時間、消費エネルギーおよびエネルギーコストを比較

	Microwave	Conventional	Ratio
Processing Time (Hours)	20	96	1/5
Energy Consumption (kWh)	484	5000	1/10
Energy Cost (\$ / Batch)	5000¥	30000¥	1/6

表 6 - 2 工業用アルミナのマイクロ波焼成と通常焼成に於ける
焼成時間、消費エネルギーおよびエネルギーコストを比較

まとめ

マイクロ波炉の成否は、焼成時間の短縮をいかにして実現するかにかかっている。
温度勾配による熱歪みをなくすことが可能な等温熱障壁構造は、昇温時間を短縮出来る唯一の解であると考えられる。

第7章 マイクロ波連続炉の開発

§ 1 純マイクロ波トンネル炉のコンセプト

焼結物と同じマイクロ波発熱壁とその外側の保温壁からなる多重断熱壁で構成されている。多重断熱壁の厚さがトンネルの軸方向に沿って入り口付近から高温部に向かって逐次増やしていく。入口付近は、保温壁が薄いから温度があがらない。温度が低いのでマイクロ波は吸収が少ないので、断熱壁が薄くてもマイクロ波の損失は少ない。

高温部では、断熱壁が厚いので、保温が良く温度が高くなる。マイクロ波の吸収も大きい。結果として、高温になる。

軸方向の熱伝導は、厚さ方向に較べて数十分の1で、無視できる。

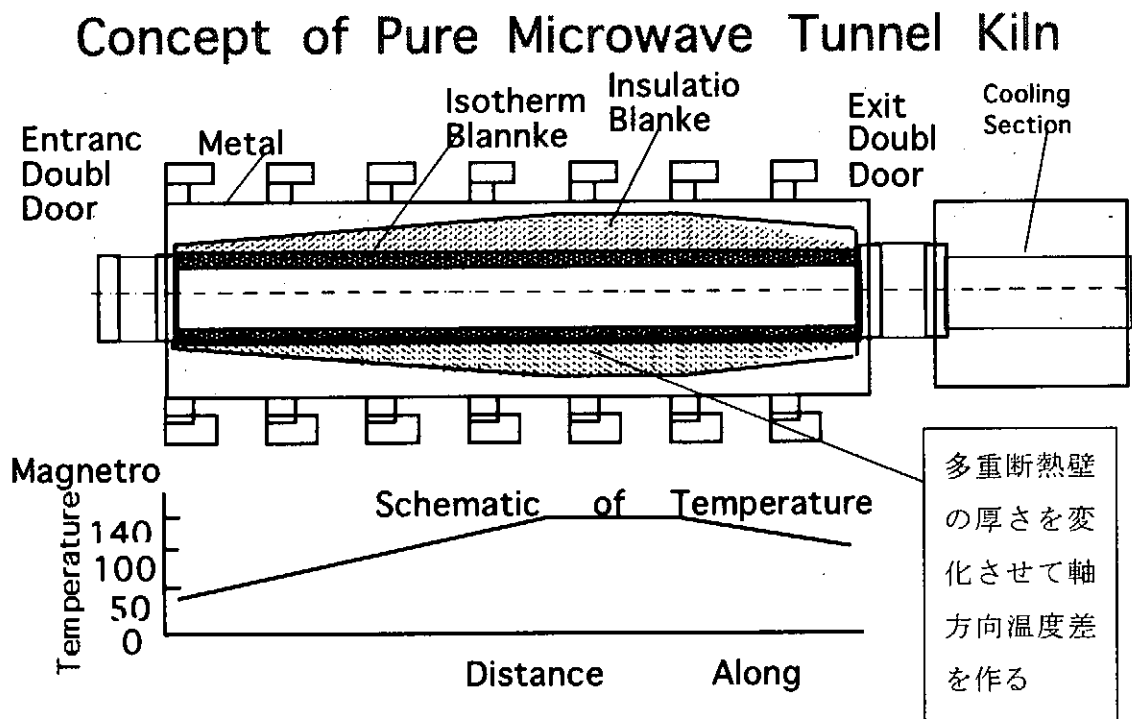


図7-1 トンネル炉のコンセプト

§ 2 連続炉の構造仕様

トンネルの方式 : ローラーハース

処理量 : 毎時 50 kg

焼成時間 : 1 時間以内、(冷却ゾーンを除く)

最高温度 : 1380℃

炉内寸法 : 幅 310 mm、高さ 380 mm (ローラー等含む)

炉内有効寸法 : 幅 270 mm、高さ 300 mm

焼成部トンネル長 : 14 m

焼成部 : 6 m 入り口および出口セクションの外壁に強制空冷

冷却部 : 4.8 m

ゲート 1.2 m x 2 セクション

出入部 0.4 m x 2 セクション

マイクロ波遮蔽 : 出入口、2 重扉方式

連続炉マイクロ波発振機仕様

マイクロ波出力 : 54 kw 連続定格

出力可変範囲 : 0 - 54 kw

発振系統 (1) : マグネトロン管 2M244 (松下)

単相半波倍電圧整流、

発振出力 0.84 kw/台

発振機台数 54 台

発振系統 (2) :

マイクロ電子 1500 型 1.5kw

台数 6 台

炉体との取合 : WR J 2 マイクロ波フランジ、アイソレータなし

マイクロ波の漏洩

マイクロ波の漏洩が懸念される部分は、

ローラーの穴

トンネルの出入口

測温孔

ガス導入孔

送りローラーのシール部の漏洩

ローラーは、ムライト系材料で外径 32 mm を採用した。ローラーの貫通穴には、内径 50 mm のスリーブ（短管）を溶接して、マイクロ波の漏洩を防止している。

短管の長さを決めるためにバッチ炉を使って、漏れを測定した。長さ 60 mm のとき、穴一個あたり 0.1 mW 以下であった。

加熱部分に 55 本のローラーがある。ローラーのピッチは、細かい方が送りがスムーズになるが、穴のピッチによっては、位相の干渉によって特定の方向に強い放射が出る恐れがあるので、波長からはずれた 110 mm とした。

略図を以下に示す。

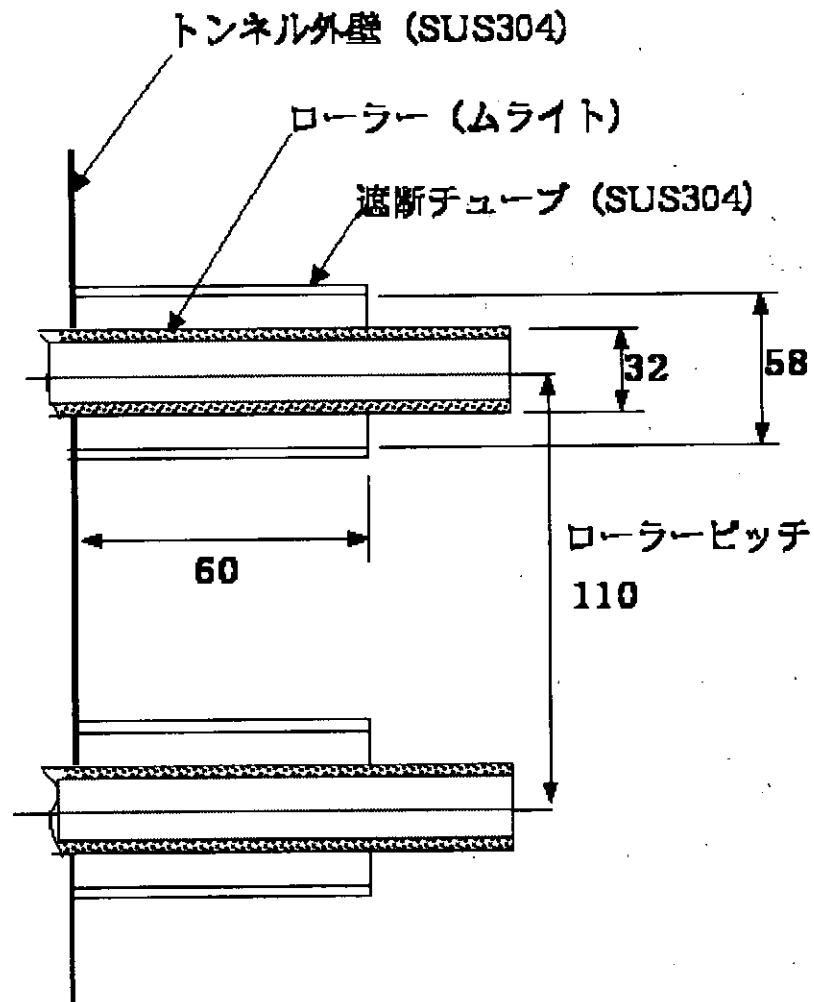


図 7-2 ローラー部の寸法

トンネルの出入口からの漏洩

二重扉として、マイクロ波を停止することなく、漏洩を防止する構造とした。

扉は昇降式、シールは1/4 波長をベースにしたチョーク遮断構造とした。

漏洩量は、

入口側：二つの扉を閉めた状態で、開口部で0.2 mW以下、

一枚を開けた状態で、2 mW以下である。

出口側：開口部で、検出限界0.1mW 以下である。入口と同じ構造であ

るが、長さ5 mの冷却帯で、減衰していると考えられる。

測温孔、ガス導入孔からの漏洩

穴の大きさはいずれも25 mmで、遮断波長以下。長さ60mm のスリーブを用いている。漏れは、0.1mWの測定限界以下である。

§ 3 熱設計

熱バランスの設計と測定

炉壁貫通熱量（熱放散量）の測定、

加熱必要電力と昇温速度、

炉の軸方向の温度分布測定

焼成結果

焼成重量と熱効率の評価

について、以下に示す。

（1）炉壁貫通熱量の測定（貫流熱量と加熱熱量のデータベース）

炉壁と同じ構成の断熱構造の箱を作り、金属製のマイクロ波炉の中に入れる。

炉壁の内側表面と外側表面の温度を赤外線温度計でモニターしながら、マイクロ波を印可する。

壁は、40 mm のアルミナファイバーボード（東芝モノフラックス社 17SR）を2枚重ねて80mmとし、内側にムライト系発熱モルタル2mmを塗布している。

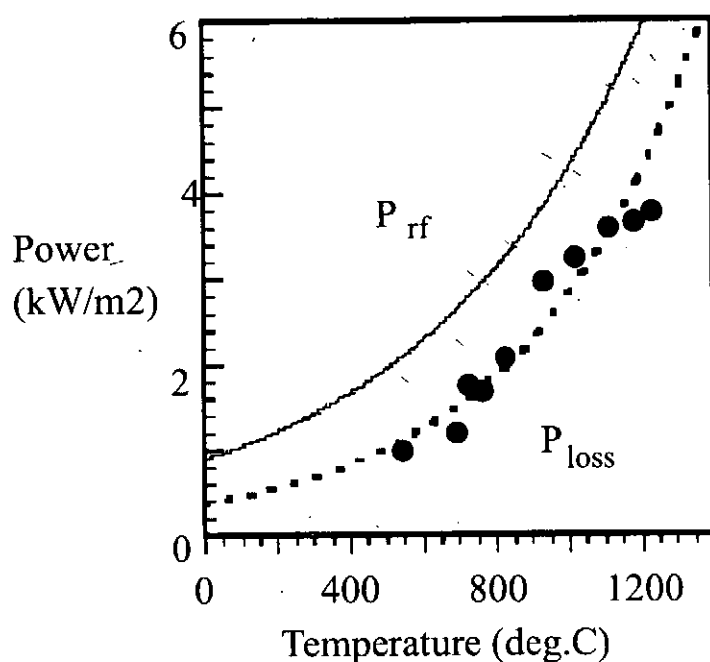


図 7-3 炉壁の吸収総熱量と貫流損失

連続炉の設計の基礎と数値を得るために、貫流熱量 $S \cdot P_{loss}$ と吸収マイクロ波電力 P_r をヒートパルス法で測定した。昇温途中でマイクロ波の入射を切る。切った直後の断熱壁の外側及び内側の温度と降下速度から、線形の温度分布を仮定して、貫流熱量 $S \cdot P_{loss}$ を算出した。また、マイクロ波印可中の温度上昇率から、蓄積熱エネルギーが計算できる。吸収マイクロ波電力 P_{rf} は、両者の和で表される。

図 7-3 に示すように、貫流熱量 P_{loss} は 1200°C で、およそ 3.5kw/m^2 である。第二章に示したように、複数のバッチ炉のデータからも、誤差の範囲で同一な数値を得ており、信頼性が高いと考えられる。

加熱必要電力と昇温速度

炉体の温度分布を図 7-4 のように仮定し、前項のデータベースを用いて計算する。

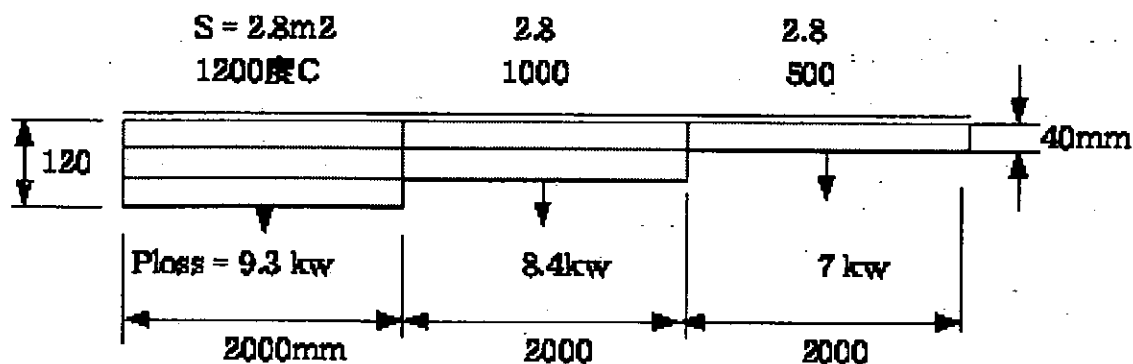


図 7-4 炉体の熱設計

炉体の最高温度 1200°C の時、貫流熱損失は 25.2 kW と予測される。

炉体の昇温に必要なマイクロ波電力を計算する。炉材の比熱、密度を 24kcal/kg°C, 400kg/m³、昇温時間を 2 時間、温度分布を線形と仮定する。13.4 kW と見積もられる。

必要マイクロ波電力 Prf は 両者の和として Prf = 38.6 kW である。

炉体が定常温度に達した後は、必要電力は 貫流熱損失 25.2 kW である。

§ 4 実験結果

4・1 炉の軸方向の温度分布測定

炉を立ち上げて、温度分布を計測した。

入り口付近の温度が、800°C となった。それで、入り口部分の断熱壁の内部に強制空冷用の空気を流し、温度を下げる方法を使った。その結果、第 4 図に示すように、設定の 500°C を得ることができた。

3・2 炉体の熱放散

炉の外部金属壁の温度を計測し、その表面での空気との対流熱伝達損失および放射損失を計算して、炉体の熱放散を実測した。結果を 7-1 表に示す。

集計 入熱	38.6 kW	45台X0.8KW	6時間で1050度
内訳	マイクロ波 加熱	38.6 kW	100.0 %
内訳	炉体加熱 損失	21.7 kW	56.2 %
内訳	炉体加熱 損失	0.1 kW	0.2 %
内訳	炉体加熱 損失	1.8 kW	4.6 %
内訳	炉体加熱 損失	4.0 kW	10.4 %

エレメントNo	4	外気温 °C	25					
	表面温度	Hc	Hr	放散熱量	高さ 幅	長さ	放散熱量	合計
	°C			KJ/m ² ·hr	m	m	KJ/hr	KJ/hr
側壁	131	4.81	6.91	5,200	0.969	1.2	12,093	
ローブ部突起	65	3.77	5.04	1,475	0.20	1.2	708	22,198
ローブ部ローブ	49	3.32	4.66	802	0.09	1.2	164	
大井面	103	6.54	6.06	4,114	0.60	1.2	2,962	kw
M波ボート側面上	92	3.41	5.17	3,304	0.60	1.2	4,758	
M波ボート側面下	87	3.09	5.61	2,258	0.18	1.2	948	
底面	96	3.19	5.86	2,690	0.18	1.2	565	6.17

エレメントNo	5	外気温 °C	25					
	表面温度	Hc	Hr	放散熱量	高さ 幅	長さ	放散熱量	合計
	°C			KJ/m ² ·hr	m	m	KJ/hr	KJ/hr
側壁	106	4.5	6.14	3,608	0.969	1.2	8,391	
ローブ部突起	64	3.75	5.02	1,432	0.20	1.2	687	16,073
ローブ部ローブ	55	3.51	4.80	1,044	0.09	1.2	213	
大井面	73	5.79	5.24	2,216	0.60	1.2	1,596	kw
M波ボート側面上	76	3.25	4.77	2,551	0.60	1.2	3,673	
M波ボート側面下	87	3.09	5.61	2,258	0.18	1.2	948	
底面	96	3.19	5.86	2,690	0.18	1.2	565	4.46

エレメントNo	扉	外気温 °C	25					
	表面温度	Hc	Hr	放散熱量	高さ 幅	長さ	放散熱量	合計
	°C			KJ/m ² ·hr	m	m	KJ/hr	KW
側壁	106	4.5	6.14	3,608	0.969	0.6	4,195	1.17

排気	表面温度	外気温 °C	25					
	°C			放散熱量	高さ 幅	長さ	放散熱量	合計
				KJ/m ² ·hr	m	m	KJ/hr	kw
No.1~No.5大井配	88	4.23	5.64	3,636	0.05	0.1	218	
								0.1
	排気温度	排気流量				排気損失		排気損失
	°C	m ³ /min	0.003m ³ /sec			Kcal/hr		kw
熱回収量 (%)	130	0.04	0.08			63		0.1

エレメントNo	4	外気温 °C	25					
	表面温度	Hc	Hr	放散熱量	高さ 幅	長さ	放散熱量	合計
	°C			KJ/m ² ·hr	m	m	KJ/hr	KJ/hr
側壁	131	4.81	6.91	5,200	0.969	1.2	12,093	
ローブ部突起	65	3.77	5.04	1,475	0.20	1.2	708	22,198
ローブ部ローブ	49	3.32	4.66	802	0.09	1.2	164	
大井面	103	6.54	6.06	4,114	0.60	1.2	2,962	kw
M波ボート側面上	92	3.41	5.17	3,304	0.60	1.2	4,758	
M波ボート側面下	87	3.09	5.61	2,258	0.18	1.2	948	
底面	96	3.19	5.86	2,690	0.18	1.2	565	6.17

エレメントNo	5	外気温 °C	25					
	表面温度	Hc	Hr	放散熱量	高さ 幅	長さ	放散熱量	合計
	°C			KJ/m ² ·hr	m	m	KJ/hr	KJ/hr
側壁	106	4.5	6.14	3,608	0.969	1.2	8,391	
ローブ部突起	64	3.75	5.02	1,432	0.20	1.2	687	16,073
ローブ部ローブ	55	3.51	4.80	1,044	0.09	1.2	213	
大井面	73	5.79	5.24	2,216	0.60	1.2	1,596	kw
M波ボート側面上	76	3.25	4.77	2,551	0.60	1.2	3,673	
M波ボート側面下	87	3.09	5.61	2,258	0.18	1.2	948	
底面	96	3.19	5.86	2,690	0.18	1.2	565	4.46

エレメントNo	扉	外気温 °C	25					
	表面温度	Hc	Hr	放散熱量	高さ 幅	長さ	放散熱量	合計
	°C			KJ/m ² ·hr	m	m	KJ/hr	KW
側壁	106	4.5	6.14	3,608	0.969	0.6	4,195	1.17

排気	表面温度	外気温 °C	25					
	°C			放散熱量	高さ 幅	長さ	放散熱量	合計
				KJ/m ² ·hr	m	m	KJ/hr	kw
No.1~No.5大井配	88	4.23	5.64	3,636	0.05	0.1	218	
								0.1
	排気温度	排気流量				排気損失		排気損失
	°C	m ³ /min	0.003m ³ /sec			Kcal/hr		kw
熱回収量 (%)	130	0.04	0.08			63		0.1

表 7-1 連続炉の放散熱量の測定結果

4・3 連続炉による焼成試験結果

トンネル炉では、送り速度を調整することによって、昇温曲線と炉の軸方向温度分布を整合させることが出来る。

このようにトンネル炉では、炉壁の発熱材を交換することなく、マイクロ波吸収率の異なる焼成物に対応させることが出来る。

焼成試験では、ムライト製の鞘に入れた場合と裸の場合を比較した。焼成物の仕上がりは、鞘に入れた方が良好な場合が多い。

4・3・1 陶磁器系材料の試験焼成

- ・ 飲食器（カップ）、タイル、碁子、モノリス、砥石を試験体を選択した。
- ・ 最高焼成部温度は1258℃、焼成時間2時間に設定した。

飲食器としてカップを使用した。歪みは、通常のマイクロ波パッチ炉の結果と同様、通常炉より小さい。釉薬の熔けも、パッチ炉よりなめらかである。

タイルは、歪みや変形がなく、平らに正確な正方形を保っている。タイル素地は、鉄分が多く発熱が大きい。通常の陶磁器にマッチさせてあるムライトモルタルでは、昇温が不十分でパッチ炉では焼成歪みを起こすことがある。（昇温壁を用いない28GHzの実験でも、大きな変形がでた。）

碁子は、歪み無く焼成可能、厚い陶磁器系生地での焼成が可能であることを実証した。ただし炉の仕様は還元焼成を前提としていないので、商品としての比較はできない。

自動車の排ガス浄化装置の基幹部品である蜂の巣状コージライトセラミックスは、マイクロ焼成に最適な量産品の一つと考えられる。この連続炉を使って試験を行い、この結果をもとに、NEDOの地域新生コンソーシアム事業による本格的な大型炉の開発に進んでいる。

砥石は、良好な焼成結果を示した。強度試験・破壊試験はJIS規格をクリアーした。

4・3・2 連続炉によるファインセラミックスの焼成

アルミナ、ジルコニア、炭化珪素、カーボン、マイカ系、フェライトを焼成した。焼結物は、各企業に呼びかけて試験体の提供を求めた。現在生産中の製品を焼成工程から抜き出しており、在来焼成法と焼結結果を客観的に比較出来るようにした。いずれの材料も、通常焼成法より速い速度で焼成可能であった。

焼結物の特性評価を、それぞれの企業に依頼した。結果は、焼成時間が数分の1に短縮しているにもかかわらず、通常法と同等であった。フェライトでは、通常より優

れた物性が得られる場合があった。マイクロ波の磁界が強磁性材料の加熱に影響を及ぼしていると考えられるが、詳細は今後の研究課題である。

4・3・3 焼成重量と熱効率の評価

最大定格では、実測で電力消費量 98 kWh であった。、最大マイクロ波出力 54 kW を仮定すると、発振効率 55%と見積もられる。

現在、試験は焼成重量 18 kg/h で行っている。消費電力は、62 kW である。発振効率 55%とすると、マイクロ波電力は、34.1kW となる。

単位重量の焼成に必要なマイクロ波電力は、陶磁器素地では、0.336kW/kg と見積もられている。焼成重量 18 kg であるから、有効に焼成に使われたマイクロ波電力は 6kW、貫流損失熱量は $34.1-6=28.1$ kW である。この損失は、設計値 25.4 kW と比較して 10%多い。入り口付近の温度を下げるために強制空冷をかけていることが原因と推定されている。

最大出力 54 kW における有効マイクロ波電力は、 $54-28.1=25.9$ kW、焼成重量は 77kg と見積もられている。

焼成単価は、11円/kWh の場合 14円/kg である。これは、通常のファインセラミックス用の炉に較べると数分の一である。最も効率の良いタイル用の通常型迅速トンネル炉と同等の焼成コストである。

一方、焼成時間が通常炉の数分の一であるので、同一面積における生産性は数倍である。

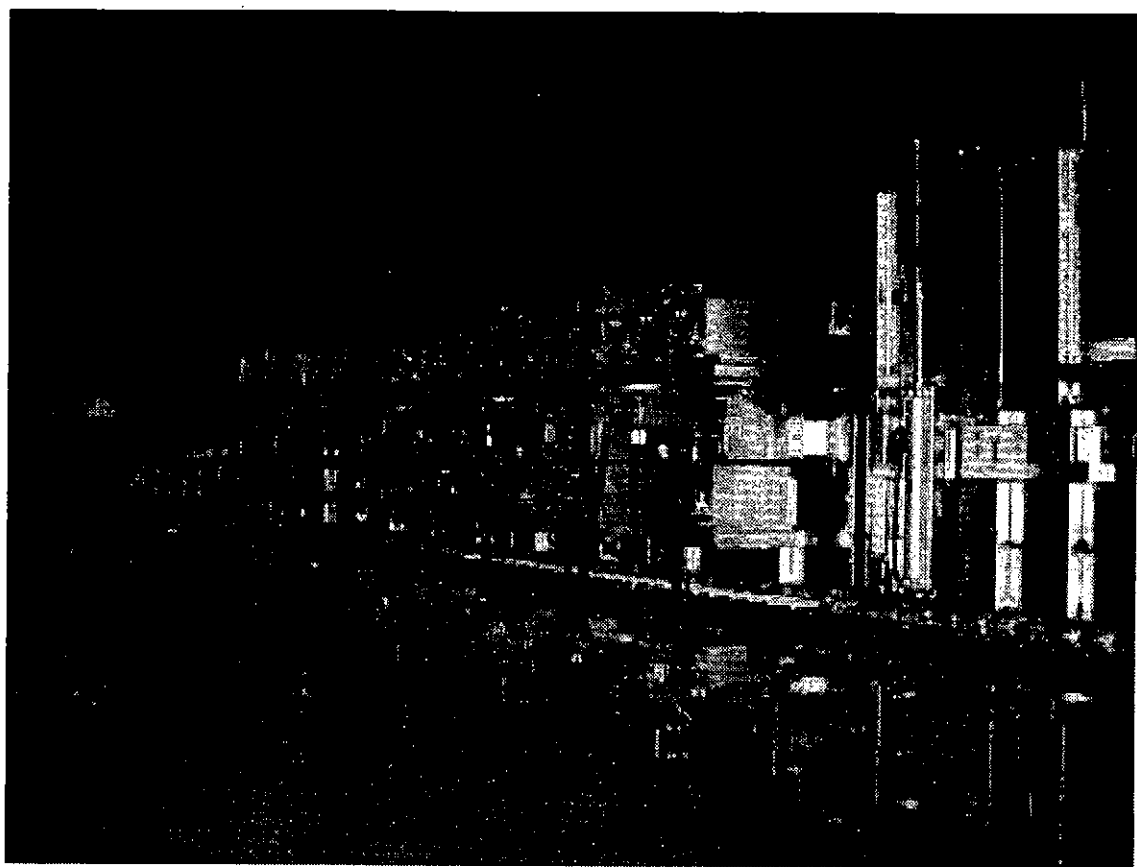


図 7-4 世界最初の純マイクロ波連続焼成炉

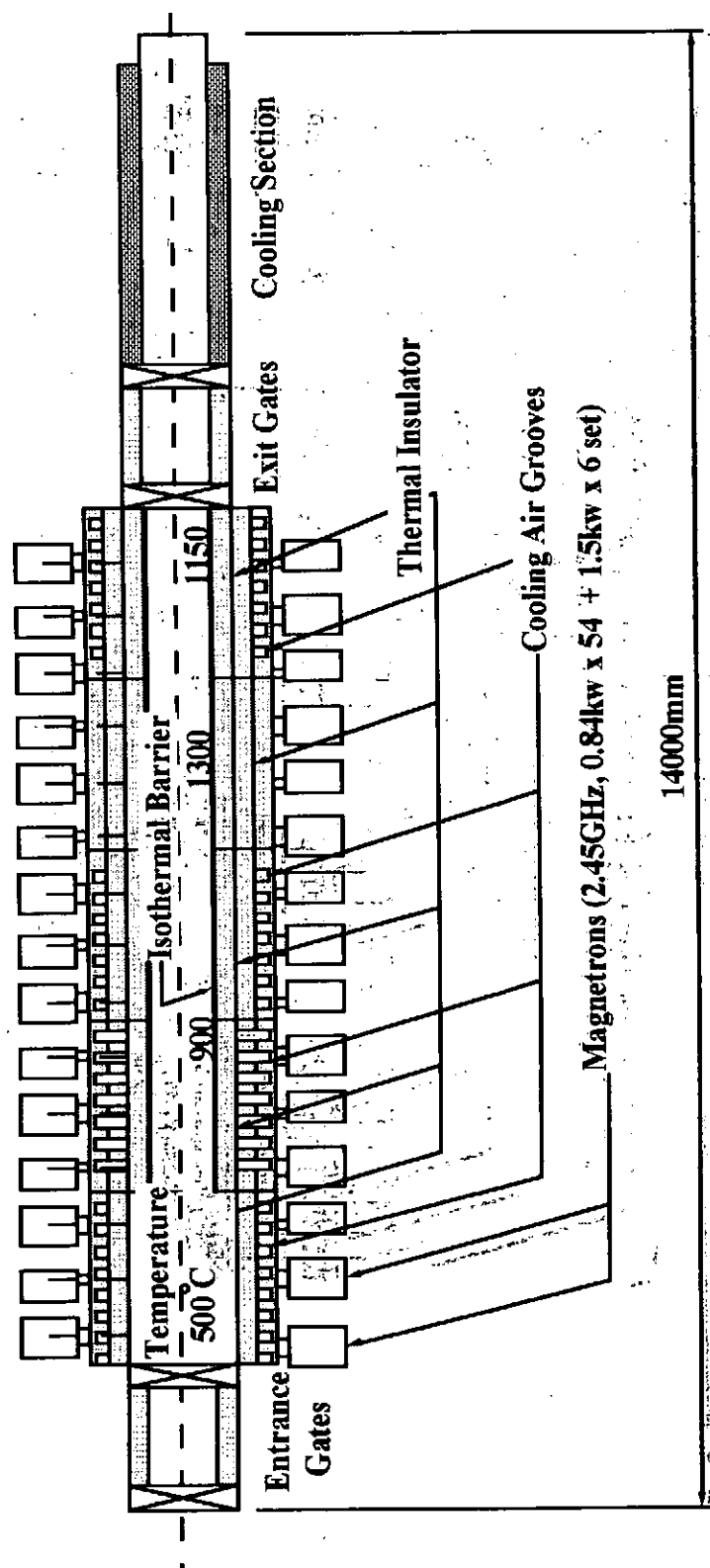


図 7-6 マイクロ波連続焼成炉概念図

第8章 マイクロ波工業炉の実用化試験

§ 1 市販用小型バッチ炉の開発

本研究では、第3章に述べた実験炉をベースとして、発売を目的としたマイクロ波炉を開発した。炉内容積は 400 x 400 x 400 mm、マイクロ波出力 1.5kW のマグネトロン発振機 3 台と 2.5kW 1 台、計 7kW を搭載している。

発熱層となる内側ブランケットにはコランダムとムライトからなるかさ密度: 2.28g/cm^3 の厚さ 5mm の板を、外側ブランケットには厚さ 40mm のファイバー断熱ボードを用いた。温度は焼結物の表面温度を放射温度計により測定し、マイクロ波電源を制御する。制御機器は市販のプログラムコントローラー（横河 UP550 型）を採用した。

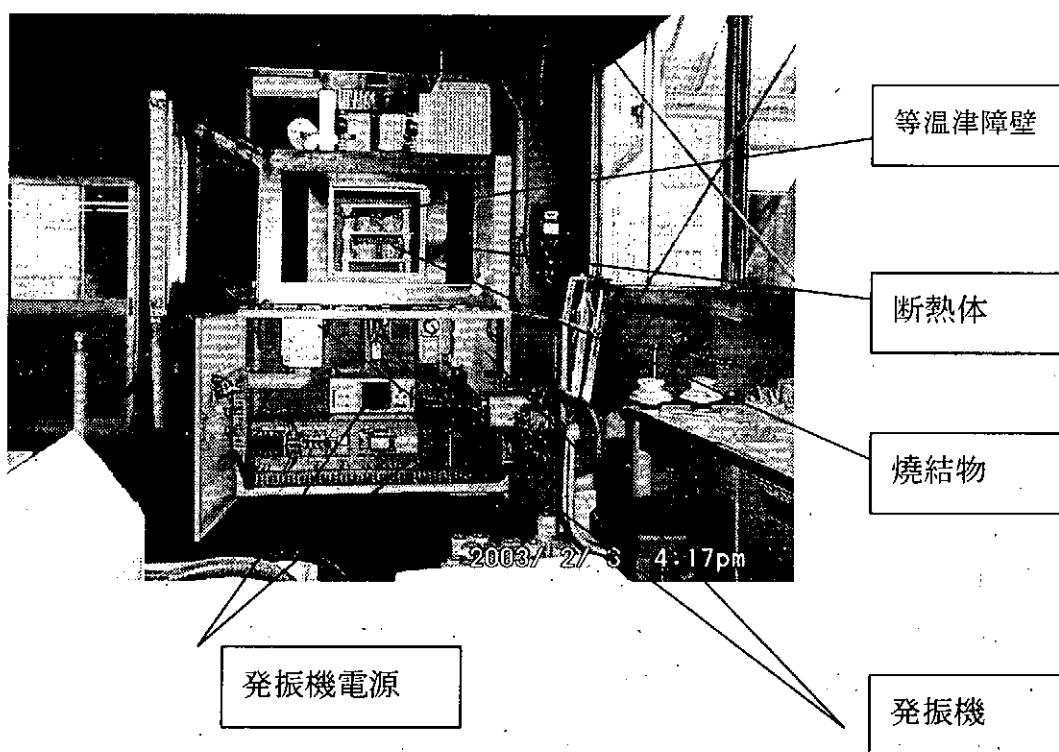


図8-1 マイクロ波小型試験炉（市販用）

この炉は、焼成温度、焼成時間、焼成対象物に応じて、断熱材と最内壁および発振機を選択できるようになっている。企業における試作や研究開発向けとして製品化している。

§ 2 大型工場用実用炉の開発・試験

マイクロ波焼成の成果に注目したセラミックメーカーの一家（日本セラテック）は、前節で述べた小型炉を導入した、さらに、大型試験炉（添付資料に記した NEDO／経済産業省「地域新生コンソーシアム」による試作炉）によって実用規模の大型商品の短時間・ニアネット焼成に成功した。

同社は、自社工場向けに大型炉の導入を決定した。本研究所は、同社との民間等との共同研究契約に基づき、炉の試作・開発を支援した。

炉は、内容積 2 立方メートル、発振機出力 90KW (2.5KW x 36 台) で、工場での生産に直ちに活用することを前提としている。設計・生産は共栄電気炉（株）、発振機は松下電子応用機器（株）が担当した。

平成 14 年 7 月、試作炉を本研究所に仮設置し、マイクロ波発振機・電源の多重運転試験、昇温試験、焼成試験を実施した。

初期的なトラブルの解決、その他を経て実用化の目途が得られたので、同年 8 月末に工場への搬入据え付けを完了した。焼成温度 1600℃、焼成重量 500kg／バッチでアルミナの精密成形品を生産している。

1 年間（平成 15 年 8 月現在）において、200 バッチ、3500 運転時間を記録した。1 年間で 200 バッチは平均 1 日半の炉の回転率である。このクラスのプロパン炉は年間 20～40 バッチが最大であり 200 バッチは驚異的な能率である。

この炉では、焼結物の物性値は在来法と同等または同等以上であり、重要な二つの成果；焼成時間の短縮と 焼成寸法精度の向上をもたらした。その相乗的波及効果は極めて大きい。製造に要する時間が、焼成だけでなく、後加工でも 3 分の 1 に短縮された。焼成の短縮は、エネルギーコストを 1／3 にした。しかし、焼成時間が 1／3 になっても、後加工の時間が在来法と同じならば、この工程がネックとなって生産性は実質的に向上しない。速い焼成に対応するためには、高額な NC 研削機の台数を 3 倍にしなければならない。それに伴う維持・消却、人件費を考慮すれば、マイクロ波焼成がもたらす魅力は経営者にとって無いに等しい。

重要な点は、寸法精度の向上、すなわち焼結による変形・歪み量の減少にある。もたらす効果は、焼結時間の短縮よりも大きい。例を挙げて説明する。

構造用セラミック製品には、複雑形状で、数ミクロンオーダーの寸法精度を要求される物が多い。例えば、直径 350mm のリングに対し 10 ミクロンの仕上がり精度が要求されている。等温熱障壁を設けたマイクロ波焼成炉では、焼結後に真円からの歪みを 0.1mm 以下にまで追い込むことができた。在来法では 0.3mm 以下にできなかった。

10 ミクロンの要求精度に入れたため、ダイヤモンドパウダーを用いた精密研削を行う。

この加工に要する時間、加工機の維持・消却、人件費を含めたコストが製品に占める割合は、成型・焼成コストより大きい。この結果、マイクロ波炉を導入するだけで、工場の設備、人員は現状のまま、生産性を300%に拡大出来る。この効果がもたらす利益は、日本の産業の対外競争力強化にとって極めて重要であると考えられる。

図8-2、図8-3に本研究所で試験中の外観写真を示す。

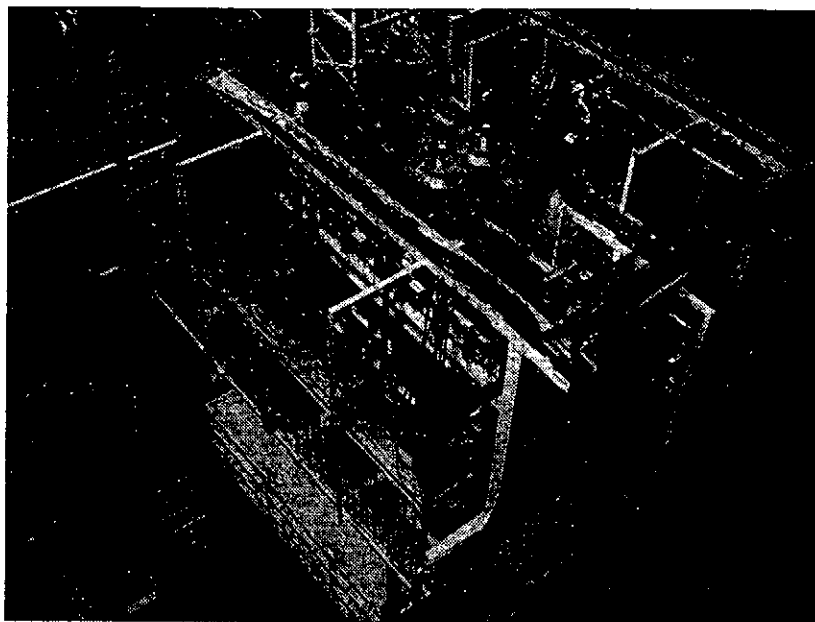


図8-2 工場用実用炉外観 (2m³, 90KW, 1600°C)

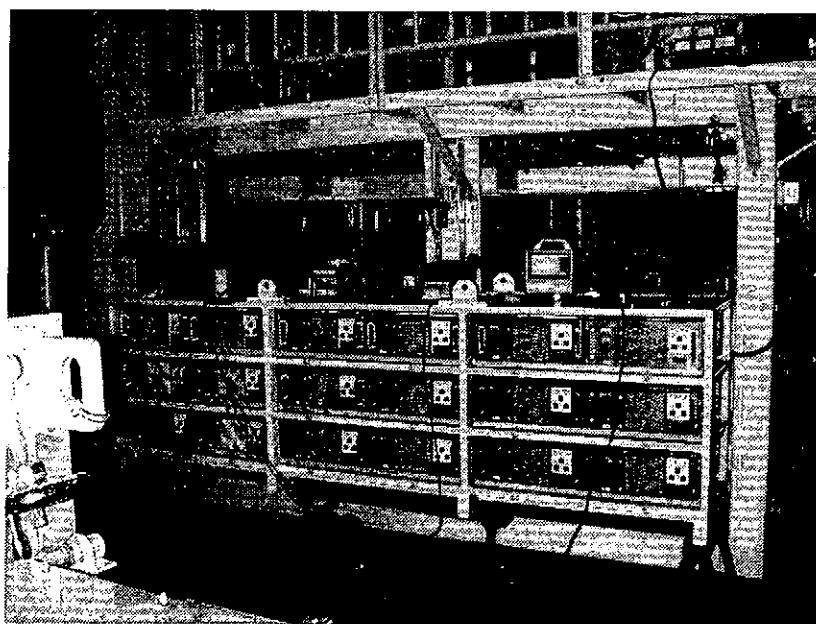


図8-3 マイクロ波電源の立ち上げ試験 (右側18台)

第9章 まとめ「産学連携研究を成功させるために」

本研究は、核融合科学研究所が岐阜県土岐市に建設され、その主力装置であるLHDは、順調な立ち上がりを見せ、目標値を次々とクリアーしていった。このような状況下、LHDという高度な大型装置を造りあげ、実験を遂行していく技術と知識を民生に生かす目的で産学連携研究が開始された。最初のテーマとして、マイクロ波焼結が取り上げられ、これまで3.0年間研究室レベルを出なかったマイクロ波によるセラミックス焼成の実用化に、世界で初めて成功した。典型的な、連携研究の成功例であると自負している。

異分野をただ闇雲につなぐだけでは連携のこうかが上がらないことは、容易に推測される。いろいろな条件がそろっていたから、この産学官連携研究が効果的に推進され成功裏に終了したのである。この条件が何であったのか、分析し本報告の結びとしたい。

図9-1は本研究の相互関係を表している。図の中央には、必要な基盤的条件を書き出してある。

第1の条件は、「あたらしい視点」である。自分の分野から相手分野を見ろといっても良い。熱というこれまでのマイクロ波加熱の研究で軽視されてきた視点から研究を推進したことが、成功の鍵であった。核融合・マイクロ波と、セラミックス産業という異分野が出会ったとき、内部には見えなくなっている当たり前の事象が鮮明に浮上し、新たな発展に繋がった。

第2は、物理現象の共通性である。異分野であっても相互に共通する基礎的物理現象があれば、共通言語としての機能をはたす。本件では、熱という物理現象で、物を熱くするという共通の技術基盤を持っていた。

プラズマは、マイクロ波や電流による内部発熱（加熱）、窯業は火、電熱という外部加熱ではあっても、現象はおなじ物理現象であり同じ熱方程式で表される。

第3の要件は、相互の補完しあえる技術である。本件では、核融合研がマイクロ波関連技術、地域がセラミックス関連技術を有していた。核融合のプラズマ加熱に必要な高出力マイクロ波の技術と熱の閉じこめの研究知識を活用し、地域産業の中核である窯業と結合させて、新技術の創出、地域産業の活性化を図った。

第4の要件は、基幹となる相互の組織の存在である。本件では、文部科学省核融合科学研究所と岐阜県セラミックス技術研究所がその機能を果たした。

第5の要件は、相互の貢献意欲と未知の物に挑戦する気概である。

第6の要件は、社会的ニーズへの整合性である。本件では、新技術による地域産業の活性化が待望されていた。

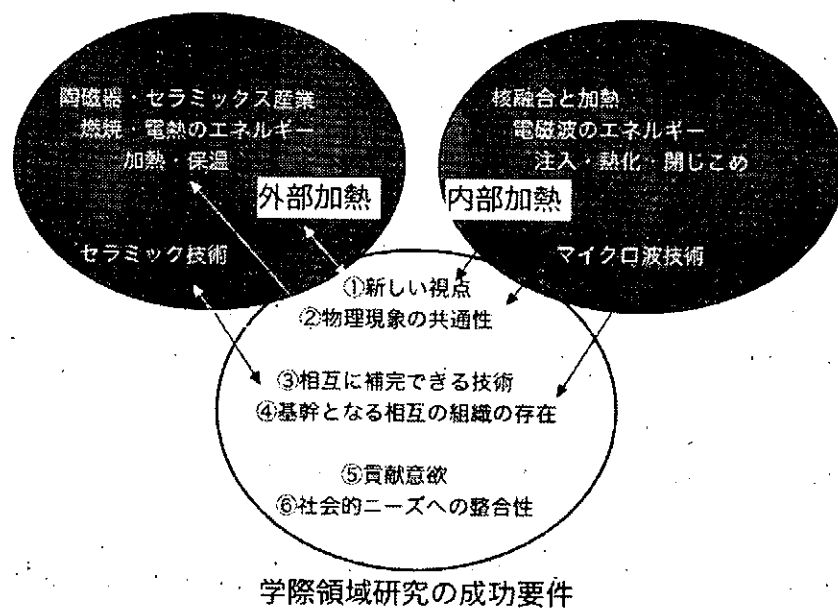


図 9-1 連携研究成功の要件

謝辞

幸運にして、本研究は成功裏に終了し、技術創出を果たすことができました。本研究に当たり、ご協力頂いた研究分担者各位ならびに協力頂きました各位に深甚なる謝意を捧げるものであります。

とくに、岐阜県セラミックス技術研究所 島田 忠所長には、研究組織の立ち上げからご支援頂き、共同研究体制の維持管理、地域産業との橋渡し、外部資金の導入など、本研究の真の原動力として筆舌に尽くせぬご支援を頂いております。

地域の工業炉メーカーとして、研究を分担、ご参加頂きましたところの「高砂工業株式会社、美濃窯業株式会社、株式会社共栄電気炉各位には、自社の研究資金を投入されてまで、多大なご支援ご協力を戴いております。

地元の土岐市立陶磁器試験場は、陶磁器焼成の実用化を推進され、技術的に完成の域に高めて頂きました。

東濃碍子株式会社には碍子の焼成と地域産業への橋渡しなど、多大なご協力を戴きました。

陶磁器産業をはじめとする地元企業の各社には、多くの積極的ご支援を戴きました。

また、地域外ではありますが、実用炉の世界最初の導入を決められた株式会社日本セラテック殿、発振機でご協力頂いた松下電子用機器株式会社殿、有限会社 PS エンジニアリング殿、断熱材の開発にご協力頂いた株式会社サンゴバン TM（旧、東芝モノフラックス）殿をはじめ、研究にご協力頂いた各社に紙面を借りて、御礼申し上げます。

核融合科学研究所本島 修所長、並びに藤原正巳前所長には、本研究の推進に多大なご支援を戴きました。あらためて厚く御礼申し上げます。

NIFS-MEMOシリーズ出版リスト

- NIFS-MEMO-34 岩切宏友、松廣健二郎、廣岡慶彦、山村泰道、PWI一作業会メンバー
 プラズマ壁相互作用関連データ集-1
 「プラズマ対向材料中の水素同位体リテンションと関連する拡散係数・再結合係数データベース」
 Hiroto Iwakiri, Kenjiro Matsuhiro, Yoshi Hirooka, Yasunori Yamamura and PWI-Taskgroup,
 Plasma-Wall Interactions Data Compendium-1
 "Hydrogen Retention Property, Diffusion and Recombination Coefficients Database for Selected Plasma-Facing Materials"
 May 2002 (in Japanese)
- NIFS-MEMO-35 文部科学省 核融合科学研究所 安全管理センター
 「放射線安全管理年報 -2000年度-」
 Safety and Environmental Research Center, National Institute for Fusion Science,
 "Report on Administrative Work at Radiation Safety Center in fiscal year 2000": May. 2002 (In Japanese)
- NIFS-MEMO-36 核融合科学研究所技術部
 「平成13年度核融合科学研究所技術研究会
 日時：2002年3月14日・15日 場所：セラトピア土岐
 "Proceedings of Symposium on Technology in Laboratories by Department of Engineering and Technical Services" June. 2002
 (In Japanese)
- NIFS-MEMO-37 松廣健二郎、岩切宏友、廣岡慶彦、山村泰道、森田健治、PWI一作業会メンバー
 プラズマ壁相互作用関連データ集-2
 「プラズマ対向材料中の水素同位体リテンションと関連する拡散係数・再結合係数データベース」
 Kenjiro Matsuhiro, Hiroto Iwakiri, Yoshi Hirooka, Yasunori Yamamura, Kenji Morita and PWI-Taskgroup,
 Plasma-Wall Interactions Data Compendium-2
 "Hydrogen Retention Property, Diffusion and Recombination Coefficients Database for Selected Plasma-Facing Materials"
 Aug. 2002 (in Japanese)
- NIFS-MEMO-38 江本雅彦、駒田誠司
 実用的テレビ会議システムの構築
 ～研究系ミーティングの利用に耐える2～4地点テレビ会議システムの実現～
 M. Emoto, S. Komada,
 "Development of a Practical Video Conference System:" Nov. 2002 (in Japanese)
- NIFS-MEMO-39 文部科学省 核融合科学研究所 安全管理センター
 「放射線安全管理年報 -2001年度-」
 Safety and Environmental Research Center, National Institute for Fusion Science,
 "Report on Administrative Work at Radiation Safety Center in fiscal year 2001": Feb. 2003 (In Japanese)
- NIFS-MEMO-40 西尾成子、植松英穂、大林治夫、川上一郎、小島知恵子、佐藤浩之助、佐藤徳芳、高岩義信、竹田辰興、寺嶋由之介、難波忠清、藤田順治、若谷誠宏、木村一枝
 Nisio, S., Uematsu, E., Obayashi, H., Kawakami, I., Kojima, C., Sato, K.N., Sato, N., Takaiwa, Y., Takeda, T., Terashima, Y., Namba, C.,
 Fujita, J., Wakatani, M. and Kimura, K.
 「1980年代後半以降の日本の核融合研究開発の経緯 関口忠氏インタビュー記録」
 "An Archival Study on the Nuclear Fusion Researches in Japan Later Half of 1980's. An Interview with SEKIGUCHI Tadashi, Professor
 Emeritus at The University of Tokyo" May 2003 (in Japanese)
- NIFS-MEMO-41 J. Miyazawa, H. Yamada and M. Matsuoka,
 "Gas Flow Velocity of the Direct Gas Puff" Aug. 200335
- NIFS-MEMO-42 石本祐樹、宮本光貴、森本泰臣、吉田肇、松廣健二郎、岩切宏友、廣岡慶彦、山村泰道、森田健治、PWI一作業会メンバー
 プラズマ壁相互作用関連データ集-3
 「プラズマ対向材料中の水素同位体リテンションと関連する拡散係数・再結合係数データベース」
 Yuki Ishimoto, Mitsutaka Miyamoto, Yasutomi Morimoto, Hajime Yoshida, Kenjiro Matsuhiro, Hiroto Iwakiri, Yoshi Hirooka, Yasunori
 Yamamura, Kenji Morita and the PWI-Taskgroup
 Plasma-Wall Interactions Data Compendium-3
 "Hydrogen Retention Property, Diffusion and Recombination Coefficients Database for Selected Plasma-Facing Materials" Jan. 2004 (in Japanese)
- NIFS-MEMO-43 文部科学省 核融合科学研究所 安全管理センター
 「放射線安全管理年報 -2002年度-」
 Safety and Environmental Research Center, National Institute for Fusion Science,
 "Report on Administrative Work at Radiation Safety Center in fiscal year 2002": Feb. 2004 (in Japanese)
- NIFS-MEMO-44 編集責任 田島輝彦、井口春和
 平成14年度 研究・企画情報センター作業会報告
 核融合研究開発の評価－実証炉に向けて－
 (Ed.) T. Tazima and H. Iguchi
 Workshop at Data and Planning Center of NIFS in 2003 "Assesment of Fusion R&D"
 - The Critical Issues of Demonstration Fusion Reactor -: Mar. 2004 (in Japanese)
- NIFS-MEMO-45 佐藤元泰
 文部科学省科学研究費補助金、地域連携推進研究費、成果報告書
 「マイクロ波による陶磁器焼結法の開発研究」
 Motoyasu Sato
 Research & Developments of Sintering of Ceramics by Microwave: Mar. 2004 (in Japanese)