

# 陶磁器製品の漏れ原因と検査に関する研究

桑原田聡\*, 西 和枝\*, 瀬戸口正和\*, 仮屋一昭\*\*

## The Study on Cause of Water Leakage and method for testing of Pottery

Satoru KUWAHARADA, Kazue NISHI, Masakazu SETOYUCHI and Kazuaki KARIYA

食品関連の業界において、外国産の陶器製品の使用中に中身が漏れ出す問題が発生している。この漏れの原因を究明し、原因となる欠陥の検出方法や検出を容易にするための欠陥を促進させる手法等について検討した。

その結果、主な漏れの原因としては、時間の経過とともに釉薬層に発生したヒビ割れ（貫入）であることが分かった。試料の物性評価や負荷試験等から、煮沸法による吸水率を測定することで貫入の発生しやすい試料の予測および貫入を促進させる効果があることを見出した。またカメラ等を用いた表面撮影と画像処理によって貫入を検出できるため、人手で行っていた外観検査を省力化する可能性が示唆された。

**Keyword** : 陶磁器, 漏れ, 貫入, 吸水率, 画像処理

### 1. 緒言

一般的な陶器は吸水性のある素地に釉薬を施したもので、釉薬層のヒビ割れ（貫入）やピンホールなどの欠陥によって液体の内容物が漏れ出すことが見受けられる<sup>1) 2)</sup>。吸水性のほとんどない磁器では、貫入やピンホール等によって中身が漏れ出す可能性は少ないが、陶器と比較して素地を緻密にするために高温で半熔融状態まで焼成することから、歪みが生じやすいという製造上の難しさがある<sup>3)</sup>。このため比較的大型の製品については、主に陶器製であることが多い。

一方、鹿児島県内では、黒酢を熟成する酢甕、焼酎の保管もしくは販売用の甕など、比較的大型の陶器製容器に焼酎や黒酢等の液体製品を保管・販売する企業が多く、中身が減ることや漏れ出すことへの対処に苦慮している。これらの問題は、特に外国産の比較的安価な製品に多く発生する傾向があり、納入時や出荷前に目視検査を行っているが、解決するに至っていないのが現状である。

そこで今回、焼酎の販売用に用いている陶器製の甕について、その漏れ原因と物性等の影響を究明し、漏れの原因となる欠陥等の検出方法や欠陥を促進させる手法等について検討した。

## 2. 実験

### 2.1 試料

実験に用いた試料は、酒造メーカーや輸入販売業者の協力を得て、国内および外国で製造されている1升入りの陶器製甕を入手し比較検討した。

### 2.2 漏れ原因の調査

漏れの発生した試料（外国産）について、浸透リーク試験を実施した。浸透液はメチレンブルー溶液を用いて陶磁器の内外面に塗布し、漏れの箇所および原因を調査した。

### 2.3 物性評価

国産および外国産の各試料の物性評価として、耐貫入性試験、耐熱衝撃性試験および吸水率の測定を実施した。測定は、JIS A 1509（陶磁器質タイル試験方法）に準拠した。ただし吸水率の測定方法については、同規定の煮沸法、真空法およびJIS R1250（普通れんが）に規定される自然吸水法による測定も併せて行った。

### 2.4 打音検査による陶磁器の評価

陶磁器の打音検査は、外観検査では判断できない素地内部の亀裂や焼成温度が低いことによる素地の緻密化不足などを判断する簡易的な検査方法として、製造現場で用いられている検査の1つである<sup>4)</sup>。しかしながら、微妙な音の違いを聞き分ける経験が必要であることや定量的な評価が難しいことから、音の評価としてFFTアナライザーを用いた固有振動数解析を行った。

打音計測として、試料をプラスチックハンマーで叩いて発生した打音をパソコンのマイク端子に接続したマイクロホン（(株)オーディオテクニカ製AT-VD6）で収録し、FFT解析ソフトウェア（WaveSpectra, elf製）により解析した。

### 2.5 画像処理による欠陥箇所の検出

現状、酒造メーカーにおける陶磁器の検査方法として、目視による外観検査を行っている。しかしながら、出荷数の増加により人手による外観検査も負担となってきたため、カメラ撮影による外観検査の自動化を目的として、画像処理による貫入の検出方法を検討した。

欠陥箇所の表面観察は、デジタルマイクロスコープ((株)

\*生産技術部

\*\*研究主幹（現 県大島支庁総務企画部）

キーエンス製VH-8000C)を用いた。観察で得られた画像データは、画像解析ソフトウェア (WinROOF, 三谷商事(株)製)を用いた画像処理を行い、欠陥箇所の効果的な検出ができる処理条件を検討した。

### 3. 結果と考察

#### 3. 1 漏れ原因の検討

協力を得た酒造メーカーへの聞き取り調査では、国内産の甕に漏れが発生することは少なく、外国産の甕に多く見受けられるという結果であった。そこで漏れの発生した外国産の甕について、外観からの目視検査および浸透リーク試験を行ったところ、製品自体に割れやピンホール等の欠陥は無く、釉薬に発生している貫入が原因であることがわかった。メチレンブルー浸透液で貫入を着色した甕の写真を図1に示す。

また、外観検査で欠陥の発生していない国内産および外国産の甕について耐貫入性試験を行った結果、国内産の甕では貫入が全く見られなかったが、外国産ではすべての甕で貫入が発生した。このように耐貫入性試験で貫入が発生する現象は、一般的に陶磁器素地が吸湿によって膨張(水和膨張)して、釉薬に引っ張り応力が発生し、弾性限界を越えた結果によるものと考えられる<sup>5)</sup>。そこで両者の吸水率を測定し、吸湿性の違いを検討した。ここで吸水率は、ある材料を水に浸して十分に水を吸わせ、その吸水量を乾燥重量に対して表した比率で(1)式により算出される。

$$E = (m_2 - m_1) / m_1 \times 100 \quad (1)$$

ここで、E:吸水率(%),  $m_1$ :乾燥時の質量(g),  $m_2$ :吸水時の質量(g)である。

吸水率の測定結果を図2に示す。同図では国内産が0.6~1.1%(平均値0.9%)とすべて1%前後の吸水率であったのに対し、外国産では2.2~7.4%(平均値5.1%)までのばらつきがありながら全体的に高い値であった。したがって吸水率の高い試料は吸湿量も多く、水和膨張による貫入を発生しやすい傾向があると考えられる。

以上の結果から、出荷前の外観検査では欠陥の無い外国



図1 貫入の発生状況

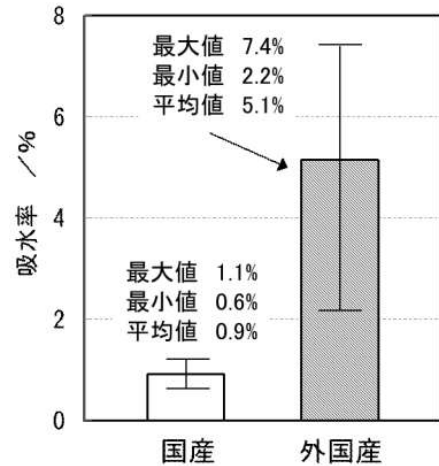


図2 国内産および外国産甕の吸水率

産の甕が、時間の経過とともに水和膨張によって貫入を引き起こしている。この貫入は経年貫入ともいわれ、吸水性のある陶磁器素地に水分等が浸透して膨張する水和膨張が原因であり、吸水率と相関があることがわかった。

#### 3. 2 欠陥の検出方法の検討

##### 3. 2. 1 促進試験

酒造メーカーへの聞き取り調査では、製品を出荷した後漏れが発生する場合は特に大きな問題へ発展するため、出荷する前に貫入等の欠陥が発生していれば目視検査で除くことが可能であるということであった。このため、最初から製品自体に負荷をかけることによって貫入を促進させる方法を検討した。

貫入を促進させる方法の一つとしてオートクレーブを用いた耐貫入性試験が挙げられるが、10気圧に耐えられる圧力容器を準備する必要があること、試験の準備や終了後の取り出しなどで多くの時間を要することから、実用的でないことが予想される。

そこで新たな負荷を与える方法として熱衝撃試験を検討した。これは本来、直火加熱などの局所的な熱衝撃への耐性を調べる目的の試験である。操作は所定の温度に加熱した試料を水に投入して、欠陥の有無を目視で確認するものである。このときの温度差が高いほど、製品への負荷も大きくなる。100℃から50℃刻みで熱衝撃の負荷を増大させた結果、貫入が発生する前に温度差300℃で製品自体に割れを生じた。このことから熱衝撃試験が貫入を促進させる試験としては適さないことがわかった。

##### 3. 2. 2 吸水率の測定

漏れ原因の調査結果から、耐貫入試験において経年貫入が発生していない国内産の甕は、吸水率が1%前後であったことや貫入が発生した外国産は約2.2~7.4%であったこと等から吸水率を評価することで、貫入の発生を予測できるのではないかと仮定した。そこで外観上で欠陥の無い外

国産の甕について、煮沸法による吸水率の測定を5回繰り返した。図3に測定結果を示す。測定回数が増える毎に吸水率が増加しており、2～4回目の測定で貫入を生じていた。これは吸水率の測定を重ねる毎に、試料の乾燥および吸水が繰り返されることで、素地の水和膨張が促進されて貫入が発生したものと考えられる。

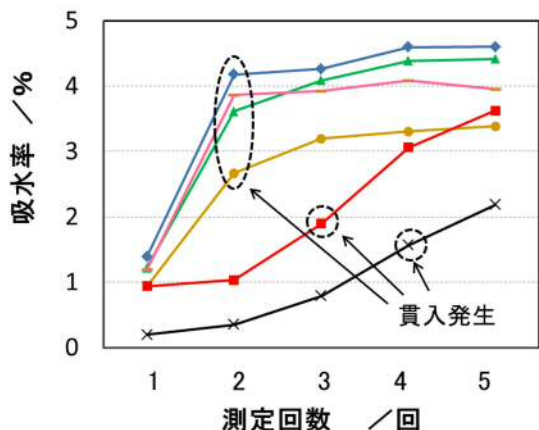


図3 煮沸法による外国産甕の吸水率測定結果

また測定回数が増える毎に吸水率が増加する理由としては、測定した試料の吸水する箇所が、図4に示した底面の釉薬がない部分のみであるため、貫入の無い場合には規定の煮沸時間で水が十分に浸透していない。



図4 甕試料の吸水部分

しかし2回目以降の測定で新たに貫入が発生すると水の浸透する箇所が増えるために、吸水率が増加したものと考えられる。

そこで規定の方法で吸水率の測定をした試料を壊して破片状とした後に再度、吸水率を測定した。壊す前の1回目の吸水率と破片試料の吸水率の比較を図5に示す。ここで破片試料の吸水率は、複数回の測定において測定結果が大きく変化しないことを確認しているため、吸水率の基準結果と考えられる。図5の結果から、甕の状態では全体的に吸水率が低く評価されることがわかった。仮に両者の測定結果が同じであれば、破線上に分布するが、実際の測定結果は約0.5～2.5%程度低い結果となった。

同様に甕の状態の吸水率と破片形状での評価比較を真空法と自然吸水法について比較した。図6に真空法での比較を示す。また自然吸水法における1～90日までの吸水率の変化を図7に、破片試料と1、10、45日後の吸水率との比

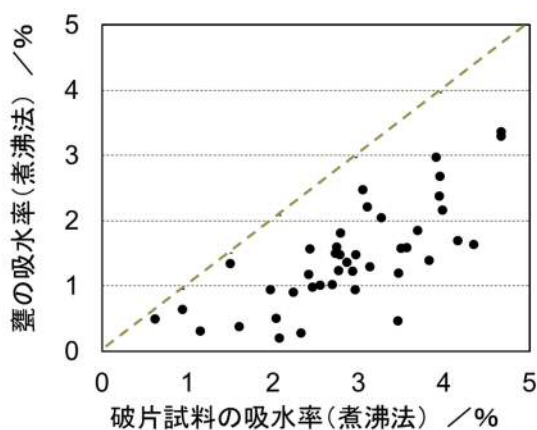


図5 甕と破片試料の吸水率の比較（煮沸法）

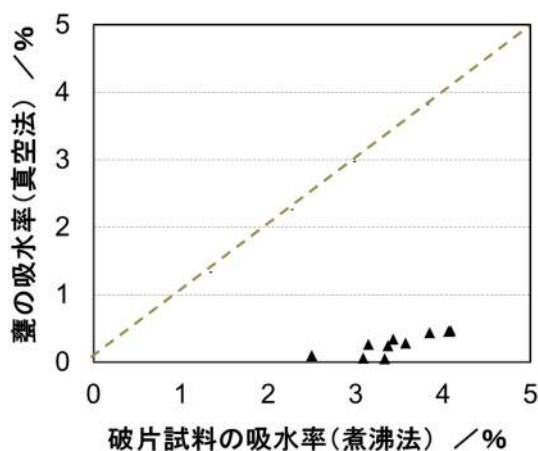


図6 甕と破片試料の吸水率の比較（真空法）

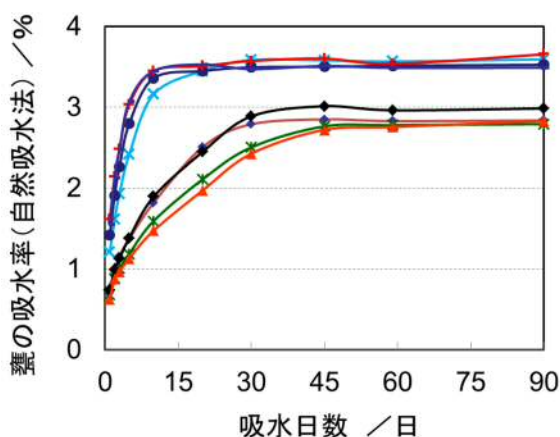


図7 吸水日数と吸水率の関係（自然吸水法）

較を図8に示す。図6の真空法での結果は、破片試料との差が煮沸法よりも大きく、約2.5～3.5%の違いであった。図7では、吸水日数が少ないうちは1%程度の吸水率となっており、他の方法と同様に破片試料より、かなり低い値である。図8から、吸水日数が10日と45日程度で平衡状態となる2つのグループがあり、この平衡状態の吸水率は、破片試料の吸水率測定結果と比較的に近い値を示していた。また今回、測定した甕のように吸水部分が極端に少な

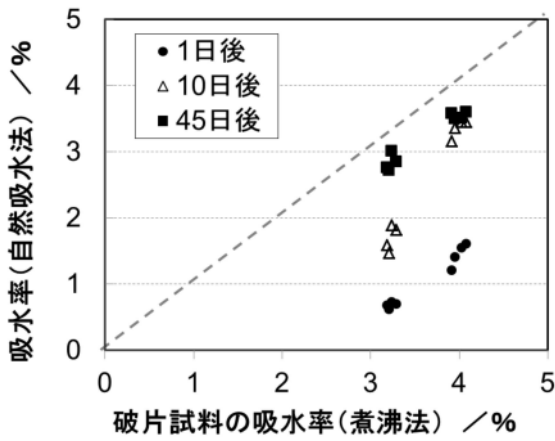


図8 甕と破片試料の吸水率の比較(自然吸水法)

い試料では、規定の日数以上の時間をかける必要がある。  
 以上の結果から、吸水率を測定することで将来的に発生する経年貫入を予測することは可能である。しかし正確な吸水率の評価は難しく、時間を要することがわかった。吸水率を測定する過程で、陶磁器素地への吸水と乾燥を繰り返すことによって水和膨張が短時間で発生し、貫入の促進効果があることを見出した。

### 3. 2. 3 打音計測

試料の打音計測には、FFT解析ソフトウェア (WaveSpectra) を用いた。図9に操作画面を示す。図9中の上半分のウィンドウは時間と音量の関係を示し、下半分はそのデータをフーリエ解析して得られた打撃音の周波数と音量の関係を示している。本計測では、打音を測定することによって得られる周波数と音量との関係から、対象物の固有振動数を測定した。また予備試験により甕の叩く位置や強さを変えて計測した結果、固有振動数に大きな差が見られないため、試料中央部を打撃位置とした。

図2で調べた外国産および国内産甕の吸水率と打音計測によって求めた固有振動数の関係を図10に示す。この結果では国内産および外国産の甕において、打音による固有振

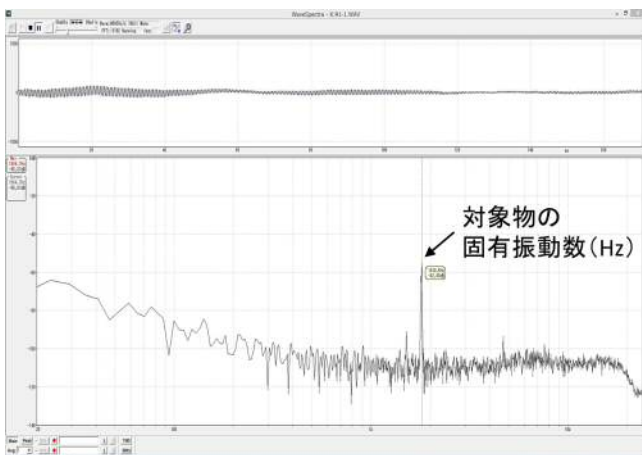


図9 解析ソフト (WaveSpectra) の操作画面

動数の分布領域が大きく異なっていた。これは両者の寸法形状の違いによる影響と考えられる。また、国内産の甕では吸水率および固有振動数のバラツキが小さく、固有振動数は1400~1480Hzの範囲内であった。外国産の甕では、吸水率のバラツキは大きい、固有振動数の範囲は約1750~1880Hzであった。

図5~8で吸水率を求めた外国産の甕についても固有振動数の計測を行った。甕の打音計測は破片試料へ壊す前に行った。このときの破片試料における吸水率と固有振動数の関係を図11に示す。この結果、吸水率が高くなるほど低

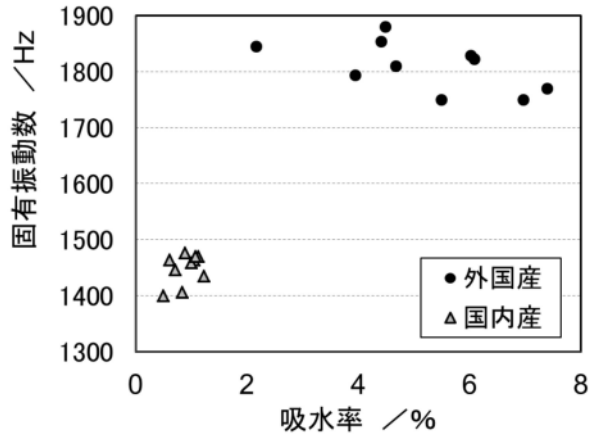


図10 国内産および外国産甕の吸水率と固有振動数の関係

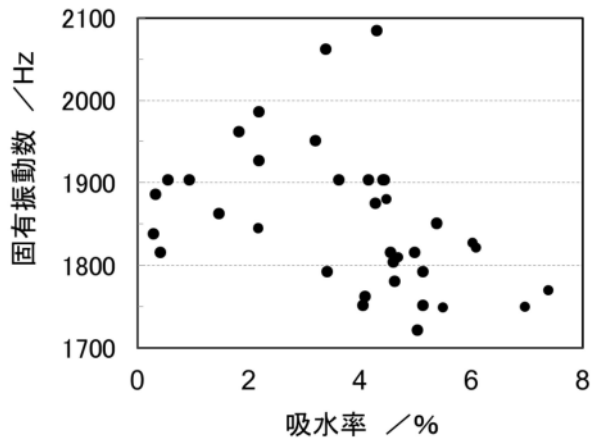


図11 外国産甕の吸水率と固有振動数の関係

い固有振動数を示す傾向であったが、全体的にバラツキが大きいことがわかった。このため、試料形状の違いを考慮する目的で、図12に示した試料高さ(①)と試料幅(②)を求め、平均値からの偏差と固有振動数の関係を求めた結果を図13に示

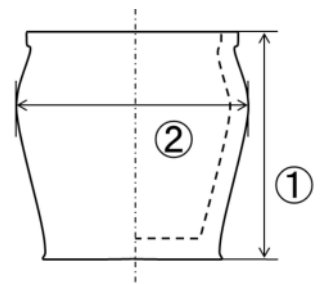


図12 甕の試料形状と測定箇所



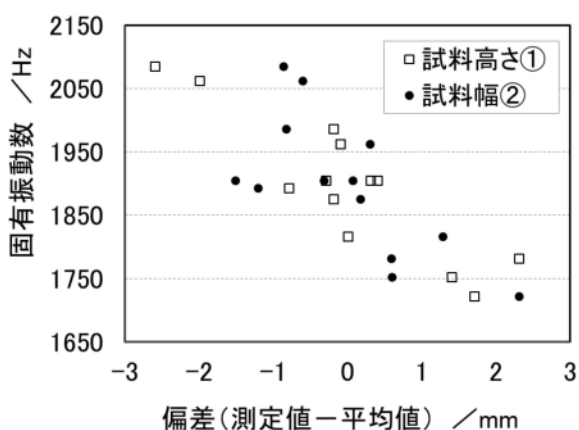


図13 試料形状の偏差と固有振動数の関係

す。図13の結果では、平均より試料高さが高いか、もしくは試料幅が大きいほど固有振動数が低くなる傾向であった。したがって各試料の固有振動数の値は、対象物の吸水率だけでなく寸法の違いによる要因が複合的に影響しているために、打音計測による欠陥検出が難しいといえる。

### 3. 3 画像処理による欠陥の検出

貫入が発生した甕を用いて表面の画像を取得し、画像処理による貫入の検出を検討した。

マイクロスコープを用いた表面観察では、撮影する際の照明の方向によって貫入の見え方が異なっていた。特に貫入に対して直交方向から照明を当てること、貫入に影が出来て、より貫入が強調される。

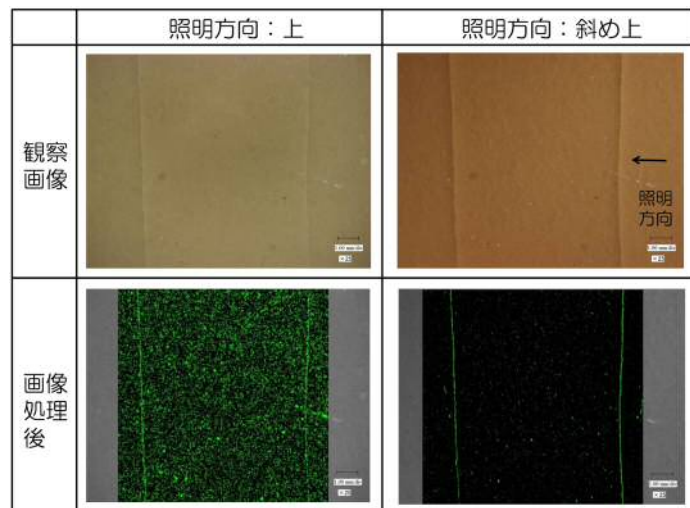


図14 照明方向の違いによる観察画像と画像処理結果

また画像処理については、ソフトウェアで処理できる各手法（平滑化、エッジの検出・強調、演算処理等）を検討した結果、勾配ベクトルによるエッジ処理によって貫入がより顕著に検出できることがわかった。照明方向の違いによる観察画像および画像処理結果を図14に示す。同図の画像処理後の結果では、貫入と直交方向から照明を当てた画像が貫入をはっきり識別できることを確認した。

### 4. 結 言

外国産の陶磁器製品にみられる漏れの問題を解消する目的で、その原因把握と原因となる欠陥等の検出方法や欠陥を促進させる手法等について検討した結果、以下の知見が得られた。

- (1) 外国産の陶磁器製甕の漏れの原因は、釉薬層のヒビ割れ（貫入）であり、時間経過に伴う素地の水和膨張によって発生している。
- (2) 素地の水和膨張で経年貫入を発生する試料は、吸水率が高く、逆に国産の甕のように低吸水率（1%以下）の試料では貫入が発生しない。
- (3) 吸水率を測定することで、貫入の発生を予測することが可能であることや吸水率を測定する操作（素地への吸水→乾燥）で貫入を促進させる効果がある。
- (4) 漏れの予測方法として外観検査では判断できない素地内部の欠陥を検出できる打音計測を検討したが、試料の寸法の違いなども複雑に影響しているため、本研究の目的とする試験に適用するのは困難である。
- (5) 貫入の発生した試料を適切な照明の方向で撮影し、画像処理を行うことによって、貫入を識別することが可能となる。

### 参 考 文 献

- 1) 寺尾剛，神野好孝，川原キクエ，藺田徳幸：鹿児島県工業技術センター研究報告，5，31-36（1991）
- 2) 桑原田聡，澤崎ひとみ，寺尾剛：鹿児島県工業技術センター研究報告，18，39-43（2004）
- 3) 宮川愛太郎：“陶磁器”，共立出版社（1959）p. 6-8
- 4) 吉田英樹：セラミックス，38，104-106（2003）
- 5) 高嶋廣夫：“陶磁器釉の科学”，内田老鶴圃（1994）p. 146-148