

## 研究ノート

## セラミックス焼結体の表面クラックの可視化手法の検討

加藤裕和\*1、内田貴光\*1、柴田佳孝\*2、野本豊和\*3

## Methods for Visualizing Surface Cracks in Sintered Ceramics

Hirokazu KATO\*1, Takamitsu UCHIDA\*1, Yoshitaka SHIBATA\*2  
and Toyokazu NOMOTO\*3

Research Support Department \*1\*2\*3

セラミックス焼結体の品質管理として重要な、表面の微細なクラックの評価手法について検討した。クラックの入った  $\text{Al}_2\text{O}_3$  を X 線 CT で測定すると、クラック箇所と母材のコントラストが十分ではなく、確認が困難な場合があった。そこで、 $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  飽和水溶液を造影剤として浸漬処理することで X 線 CT により可視化が可能となった。デシケータ真空下において同様の浸漬処理をすることで、同じ浸漬時間でもより明確にクラックを可視化できることが分かった。

## 1. はじめに

セラミックス材料は、機械強度・電気絶縁性・耐摩耗性等で優れた特徴を持ち、様々な工業分野で利用されている。一方で、成形・乾燥等の製造工程で発生する、極めて小さな空隙や表面の微細なクラックが起因となって破壊が起きやすく、もろい性質も持ち合わせている。そのため、製造現場では目視や浸透探傷検査等により表面のクラックの有無を検査し、合格したもののみを出荷するような対応がとられている。しかしながらクラックの内部形状や大きさなどの詳細を知ることは容易にできていない。このようなクラックがどのように伝播しているのかを詳細に評価できれば、工程の改善、品質の向上につながると思われる。X 線 CT による内部構造の観察は、このような評価に適している。しかし、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  のような比較的軽元素からなるセラミックス材料の場合、クラック箇所の空気とセラミックス母材のコントラストが十分ではなく、観察が困難であった。

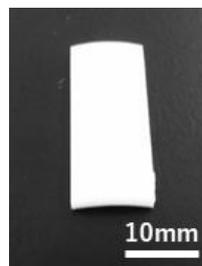
本研究では、セラミックス焼結体表面の割れを X 線 CT で可視化することを目的とした。コントラストに着目し、クラック箇所にセラミックス母材と比較して X 線が透過しにくい重金属成分を造影剤として含浸させ、クラックの可視化を試みた。また、造影剤の浸漬条件について真空デシケータ内での処理との違いを比較した。

## 2. 実験方法

## 2.1 試料及び浸漬条件

試料として、表面にクラックのある  $\text{Al}_2\text{O}_3$  焼結体を使用した。試料外観を図 1 に示す。造影剤は水溶性であり、

試薬として入手が可能な富士フィルム和光純薬(株)製の  $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  を使用した。当該試薬の飽和水溶液を準備し、この水溶液に試料を浸漬した。また、浸漬条件としては未処理、30 分浸漬、デシケータ真空下において 30 分浸漬の 3 条件で実施した。なお、同一の試料に別の浸漬条件を行う前には十分に水で洗浄し、造影剤を除去したうえで行った。

図 1  $\text{Al}_2\text{O}_3$  試料外観

## 2.2 X 線 CT 測定について

各種浸漬条件で処理を行った試料の内部構造を観察するため、(株)島津製作所製 SMX-160LT(以下、マイクロフォーカス X 線 CT)、(株)リガク製 nano3DX(以下、3次元 X 線顕微鏡)の 2 機種を使用した。マイクロフォーカス X 線 CT は比較的大きな試料や、セラミックスのような X 線が透過しにくい材料の測定が得意であるのに対し、3次元 X 線顕微鏡は軽元素材料の高空間分解能な観察が得意である。本研究では、同一試料に対して両機種の X 線 CT 測定を行った。各 X 線 CT 装置での測定条件を表 1 に示す。なお、両機種で近い視野範囲となるよう測定条件を設定した。

\*1 共同研究支援部 計測分析室 \*2 共同研究支援部 シンクロトロン光活用推進室 (現共同研究支援部 計測分析室)

\*3 共同研究支援部 シンクロトロン光活用推進室 (現あいちシンクロトロン光センター)

表 1 X線 CT 装置の測定条件

	マイクロフォーカス X線 CT	3次元 X線顕微鏡
管電圧	60kV	50kV
管電流	75 $\mu$ A	24mA
ターゲット	W	Mo
SOD/ 画素サイズ	SOD30 (観察倍率 $\times$ 40)	画素サイズ 2.16 $\mu$ m/pixel

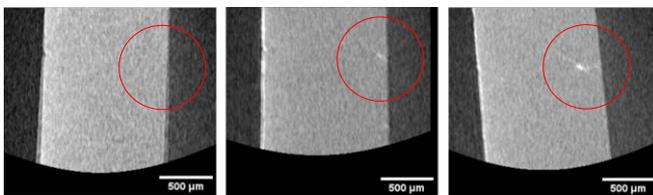
### 2.3 X線 CT 断層像の解析

得られた X 線透過画像について、X 線 CT 装置ソフトウェアにて再構成処理を行い、断層像を取得した。また、画像処理ソフトウェア ImageJ<sup>1)</sup>を用いて、クラックの状況や浸漬処理の影響を確認した。

## 3. 実験結果及び考察

### 3.1 マイクロフォーカス X 線 CT 装置による Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 焼結体の断面観察

マイクロフォーカス X 線 CT 装置による Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 試料の XZ 断面のスライス像を、(a)未処理、(b)30 分浸漬処理、(c)30 分真空浸漬処理として図 2 に示す。未処理の試料ではクラックを確認することはできなかった。一方、30 分浸漬処理を行った試料では試料右側に一部で白い箇所が確認された。クラックに造影剤が入り込んでいると考えられるが、造影剤に用いた Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>・2H<sub>2</sub>O の W は Al と比較して X 線の吸収係数が大きいので X 線が透過しにくく、白く可視化されたと考えられる。また、30 分真空浸漬処理ではより明瞭にクラック箇所が確認できた。真空処理を併用することで浸漬処理を十分に行うことができた。本手法では、未処理では確認できなかった 25 $\mu$ m 程度のクラックを可視化することができた。



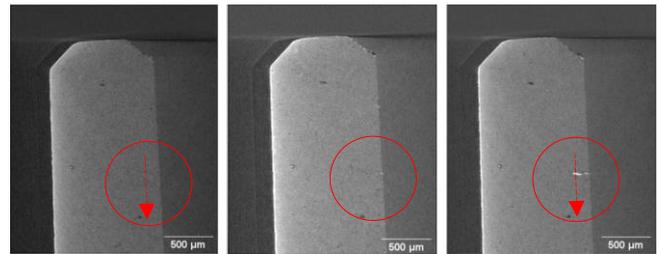
(a) 未処理 (b) 30 分浸漬 (c) 30 分真空浸漬

図 2 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 試料のマイクロフォーカス X 線 CT XZ 断面

### 3.2 3次元 X 線顕微鏡による Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 焼結体の断面観察

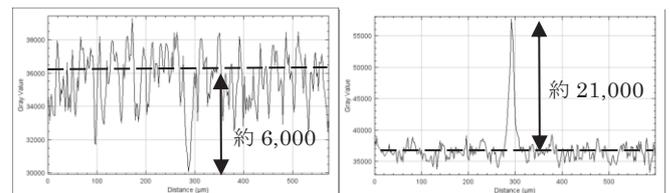
3次元 X 線顕微鏡による Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 試料の XZ 断面のスライス像を(a)未処理、(b)30 分浸漬処理、(c)30 分真空浸漬処理として図 3 に示す。3次元 X 線顕微鏡では、10 $\mu$ m 程度のクラックは未処理でも確認することができたが、図 3 の視野では不明瞭であった。マイクロフォーカス X

線 CT の結果と同じく、30 分浸漬または 30 分真空浸漬処理を行うことでクラックを明確に可視化することができた。本手法では 10 $\mu$ m 程度のクラックを明瞭に可視化することができた。また、(a)未処理と(c)30 分真空浸漬について、破線箇所の矢印方向のラインプロファイル(強度)を図 4 に示す。バックグラウンド・ピークトップ間のピクセル強度差を比較すると、未処理では 6,000 程度であるのに対し、30 分真空浸漬では 21,000 程度と 3.5 倍ほどクラック箇所が明瞭になっていることが分かった。



(a) 未処理 (b) 30 分浸漬 (c) 30 分真空浸漬

図 3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 試料の 3次元 X 線顕微鏡 XZ 断面



(a) 未処理

(c) 30 分真空浸漬

図 4 図 3 中のクラックを縦断する破線箇所におけるラインプロファイル(強度)

## 4. 結び

本研究ではセラミックス焼結体の表面のクラックを X 線 CT によって可視化するための手法を検討した。その結果は以下のとおりである。

- (1) Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>・2H<sub>2</sub>O 飽和水溶液を造影剤としてセラミックス表面のクラックに浸漬することで X 線 CT 装置により明確にクラックを可視化することができた。
- (2) デシケータ真空下で浸漬処理をすることにより、同じ時間でもより広範囲に浸漬させることができた。
- (3) X 線 CT 装置として異なる特徴を持つマイクロフォーカス X 線 CT と 3次元 X 線顕微鏡に本研究で得られた造影剤の浸漬処理を行うことで、複雑なクラックの 3次元状態が把握でき、セラミックス製品の品質向上に寄与できるデータ取得することができた。

## 文献

- 1) Rasband, W.S.: ImageJ, U. S. National Institutes of Health, Bethesda, Maryland, USA, <https://imagej.nih.gov/ij/>, 1997-2012.(2023/08/01)