

# セラミックス材料の非破壊評価

## Study of non-destructive evaluation for ceramics materials

産業技術総合研究所 西村 良弘 Yoshihiro NISHIMURA  
産業技術総合研究所 近藤 直樹 Naoki KONDO  
産業技術総合研究所 北 英紀 Hideki KITA  
産業技術総合研究所 鈴木 隆之 Takayuki SUZUKI Member

Abstract (Times New Roman 11pt) Appx.150 words.

Ceramics materials are superior to metal materials in their thermal stabilities and in their stiffness. However, the behavior sin their destructure are often too sudden and sharp to prevent. It is important to detect flaws before making use of them. The probabilities that structural material has at lease a fatal flaw in portion to cubic volume of them. It is difficult to detect flaws in a large scale of material. We proposed the method to assemble a large structural part of many small units whose qualities are guaranteed by adhering them together. We measured flaws in ceramics materials using X-ray CT and Ultrasonic Testing.

**Keywords:** Ceramics materials, X-ray CT, UT, Silicon niteride, 5-10key words, Times New Roman 10PT

### 1. 緒言

セラミックス部材はその剛性と耐熱性において金属材料くらべ有利である。しかし、その破壊過程は脆性的であり金属材料のそれと比べ急峻である。破壊が始まってからではその進行を止めたり遅らせたりすることはできない。そのため製造直後の欠陥検査が重要である。部材中の欠陥存在確率はその体積に比例するので、フリーの大型部材を作成することは非常に困難である。また、大きな部材の欠陥検査を行うことも容易ではない。この対策として欠陥の少ないことが確認された小型部材を接着組み合わせることで欠陥の少ない大型部材を作成するということが考えられる。この場合、小型部材の欠陥制御技術の確立と接着部分の欠陥評価が課題となる。本研究では窒化珪素の小型部材とその接合部評価について検討を行った。

### 2. 接合部の評価

Fig.1 のようにシリコンスラリーを隙間に充填、焼結することで作成した窒化セラミックスの試験片と Fig.2 のようにシリコンテープを挟み込み焼結することで作成した窒化セラミックスの試験片についてマイクロ X 線 CT (コムスキャンテクノ (株) 製 Scan X mate-A100S40) を用いて評価を行った。シリコンスラリー、シリコンテープの厚みはそれぞれ 2mm 程度及び 60  $\mu\text{m}$  程度で、その材質は被接合剤と同じチ

ッカ珪素である。

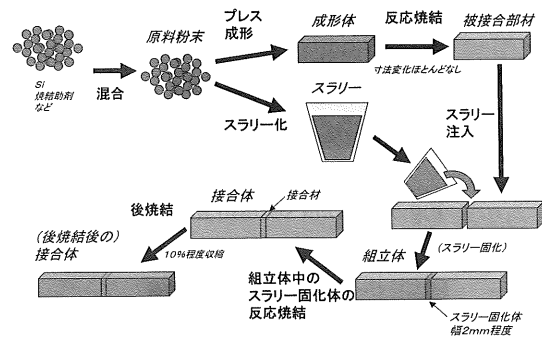


Fig.1 Ceramics joint with silicon slurry

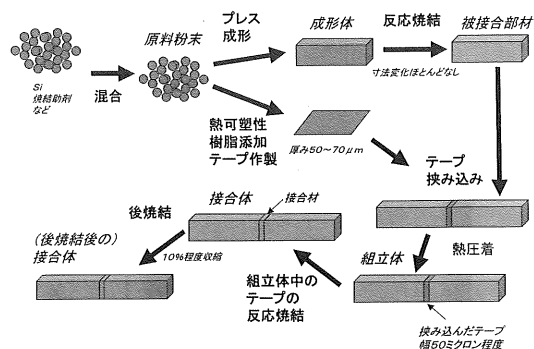


Fig.2 Ceramics joint with silicon tape

連絡先: 西村良弘, 〒305-8564 つくば市並木  
1-2-1,(独)産業技術総合研究所, 電話:  
029-861-9315,E-mail:nishimura.yoshihiro@aist.go.jp

試料形状は 7.5mmx5mmx20mm 程度で、Fig.3 に示すように長手方向の中央部に接合部が来るように切出した。

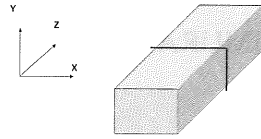


Fig.3 Sample' s geometry

一般に超音波検査は亀裂の発見が得意であり、X線 CT は空洞や異物の発見が得意であるといわれている。本研究では X 線 CT の適用可能性について調べた。

シリコンスラリーによる接合部のマイクロ X 線 CT 像を Fig.3 に示す。640x640x480 のマトリクスから切り出した画像であり、10.2  $\mu\text{m}$ /ピクセルである。

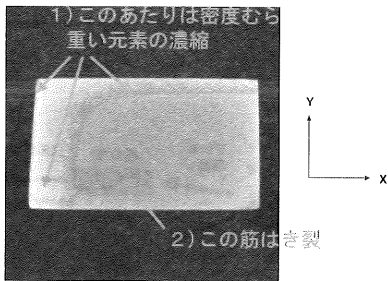


Fig.3(a) Joint section image XY

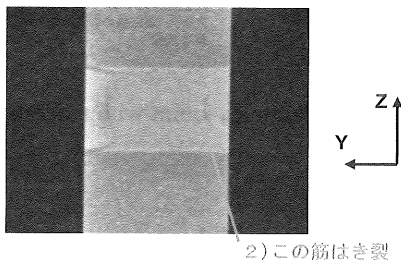


Fig.3(b) Joint section image YZ

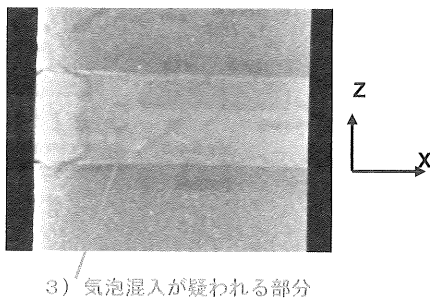


Fig.3 (c) Joint section image XZ

Fig.3(a)では重い元素が左側に偏析している様子が白っぽく見えている。Fig.3(b)では焼結過程の収縮で生じたと思われる亀裂までもが観察された、Fig.3(c)では気泡の混入が疑われる陰影が見られた。次に、シリコンテープによる接合部のマイクロ X 線 CT 像を Fig.4 に示す。

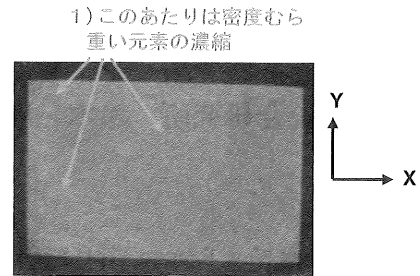


Fig.4(a) Joint section image XY

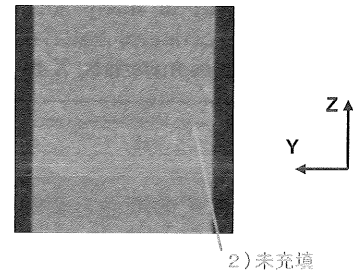


Fig.4(b) Joint section image YZ

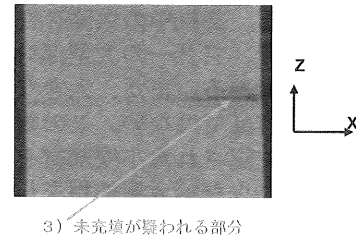


Fig.4(C) Joint section image XZ

Fig4(a) ではやはり偏析の様子が観察され、Fig.4(b),(c)では剥離、未充填の様子が観察された。

### 3. 人工欠陥の評価

一般の市販製品の欠陥サイズは 200  $\mu\text{m}$  以下であると考えられるので、接合部の欠陥も 200  $\mu\text{m}$  以下に制御されるのが望ましい。そこで Fig.5 に示すように、厚さ 50  $\mu\text{m}$  程度のシリコンテープに 400  $\mu\text{m}$  の穴を開けチッカ珪素で挟み込み、焼結し参照用の人工欠陥入り試験片の作成を行った。マイクロ X 線 CT で観察した画像を Fig.6 に示す。Fig.6 は接合部中層の断面およびこの人工欠陥の直径方向に切断した断面図となっている。

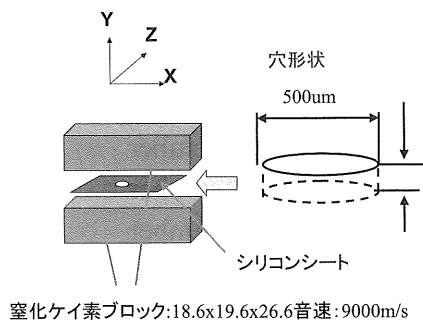


Fig.5 Making an artificial flaw

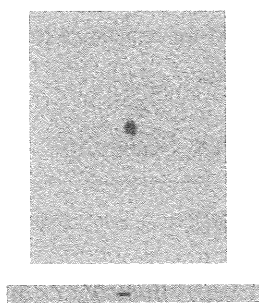


Fig.6 Inter section of artificial

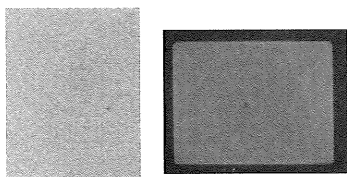


Fig.7 Non-artificial flaw found outside of joint

Fig.6 に示すようにマイクロ X 線 CT において試料中央に直径  $400 \mu\text{m}$  程度厚み  $50 \mu\text{m}$  の人工欠陥欠陥が見つかった。また接合部以外に  $160 \mu\text{m}$  程度の大きさの空洞欠陥が見つかった。

#### 4. 結言

偏析の様子がシリコンテープ接合、シリコンスラリー接合どちらの場合にも観察された。また X 線 CT で難しいといわれる亀裂、剥離も共に観察された。

空洞欠陥以外にもマイクロ X 線 CT の有用性が確認された。

また、 $400 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$  の人工欠陥も観察された。このとき  $160 \mu\text{m}$  の欠陥も別途観察されたので超音波計測などを適用した場合、信号波形で区別できない恐れがある。参照用試験片としての難しさを感じた

#### 謝辞

X 線 CT 像撮影のため、コムスキャンテクノ (株) にご協力いただいた。また、本研究の一部は、新エネルギー・産業技術総合開発機構からの委託を受けた、「革新的省エネセラミックス製造技術開発プロジェクト」の一環として実施されたものである。

#### 参考文献

- [1] 藤井正司、マイクロ CT、非破壊検査、54(5)、2005、pp.228-232..
- [2] 塩田忠弘、マイクロフォーカス X 線 CT とその応用、計測技術、35(2)、2007、pp.13-17.
- [3] Y.Ikeda、Y.Mizuta、M.Mizuno、Y.Touma、H.Ohgushi and T.Nakamura、High resolution X-ray CT for porous ceramic biomaterials、Proc.、Far East Conf.,NDT、2002、pp.583-588.
- [4] 藤井正司、X 線透過法と CT による内部検査、検査技術、検査技術、12(10)、2007、pp.62-68