蛍光塗料浸透法によるセラミックスの巨視的き裂観察

松尾陽太郎・小笠原俊夫・北林徹夫・安田榮一*・木村脩七

(東京工業大学 工学部 無機材料工学科)
(*東京工業大学 工業材料研究所)

(1985年7月16日受付)

Observations of Macro-Cracks by Fluorescent Dye Penetration

Yohtaro MATSUO, Toshio OGASAWARA, Tetsuo KITABAYASHI,

Eiichi YASUDA* and Shiushichi KIMURA

(Department of Inorganic Materials, Faculty of Engineering,
Tokyo Institute of Technology
12-1, Ookayama 2-chome, Meguro-ku, Tokyo 152
*Research Laboratory of Engineering Materials,
Tokyo Institute of Technology)

[Received July 16, 1985]

Key-words: Fluorescent dye, Macroscopic crack, Alumina, 4-point bending test, Vickers indentation, Uni-axial compression

蛍光塗料をセラミックスの巨視的な表面き裂に浸透させ、これに紫外線を照射すると、き裂中に浸透した蛍光塗料が蛍光を発し、き裂進展の様子を比較的容易に観察することができる¹⁾。この方法を用いて4点曲げ試験後の破断試料、ビッカース圧子圧入後の圧痕形態並びに圧縮試験後の試料に進展した巨視的き裂の観察を行った結果、破面観察が比較的困難であるアルミナ試料についても破壊源の推定並びにき裂進展の様子が推定可能となったので、その結果を報告する。

実験に用いた蛍光塗料は日本油脂製ケイコーチェック N-5 P であり、約 360 nm の紫外線源を用いて発光させた。4点曲げ試験及びビッカース圧子圧入の試料としては日本化学陶業製アルミナ SSA-S(A) (平均粒径 2 μm , 最大粒径 10 μm , かき密度 3.83, 純度 99.56 %) を用い、試料形状は 50×10×3 (mm) の短冊型とした。また圧縮試験には千葉セラミックス工業製アルミナ (平均粒径 4 μm , 最大粒径 10 μm , 最大気孔径 30 μm , かき密度 3.55, 純度 96 %) を 8×8×17 (mm) の角柱に切り出して用いた。

1. 4点曲げ試験後の破断試料の観察

曲げ試験はすべて4点曲げ試験法で行い、試験機には島津製作所製オートグラフ DSS-25 T を用いた。また上部スパン、下部スパンをそれぞれ 13.3 mm, 40.0 mm,

クロスヘッドスピード 0.2 mm/min として試験を行った。曲げ試験後の試料は直接蛍光塗料に浸した後、余分な塗料を落とすため水洗してから、紫外線を照射してき裂の観察を行った。肉眼並びに光学顕微鏡観察による大部分の試験片の破断面は一つないしは二つであって、ほかにき裂は見られないが、蛍光観察によると破断した試料中には破壊源を起点とした複数のき裂が2本ずつ樹枝状に分岐しながら進展していることが分った。このようなき裂の分岐を観察することにより、おおよその破壊源の位置を推定することが可能である。例えば図1(a)は試料のほぼ中央から、図1(b)はコーナーから破壊したことが推定できる。また図1(c)は図1(a)の破断面を見たもので、これより破壊源が材料の表面付近であることが推定できる。これらの観察データ(破壊原因データ)を用いることにより、データ解析の精度を飛躍的に向上させることが可能である。

2. ビッカース圧子圧入後の圧痕の観察

試料は表面を # 1000 のダイヤモンドホイールで研削した後、1 μm のダイヤモンドペーストでラッピングを行った。オートグラフを用いてビッカース圧子を、試料片中央付近にクロスヘッドスピード 0.05 mm/min, 最大荷重 30 kgf, 印加時間 30 秒で圧入した。このとき、あらかじめ圧子の先端に蛍光塗料をつけておき、き裂に

Fig. 1. Photographs of alumina specimens fractured after 4-point bending test. Specimens were immersed in fluorescent dye and observed under U.V. light. Observed fracture origins are :

(a) At the center, (b) At the edge, (c) At the surface

塗料が浸透するようにした。圧子圧入後試料を水洗し、反射顕微鏡を用いて紫外線下でのき裂観察を行った結果、メジアン／ラジアルき裂がかなりはっきりと観察可能であることが分った (図 2 (a))。

次にこの圧子圧入した試料の 4 点曲げ試験を行い (IIF 法)、反射顕微鏡を用いて破断面 (圧子圧入痕) の観察を行った (図 2 (b))。同図よりメジアン／ラジアルき裂が材料中に深く導入されていることに加えて、蛍光塗料の浸透により、プロセスゾーンのおおよその大きさと形状も観察することができた。

Fig. 2. Optical micrographs of alumina specimens.
(a) Median/radial crack systems by Vickers indentation,
(b) Fractured surface by 4-point bending test after 30 kgf Vickers indentation load

Fig. 3. Cracks parallel to the loading axis induced by uni-axial compression.

3. 圧縮試験後のき裂観察

試料の上下面にビニールはく (箔) を介して WC 板により圧縮試験を行った。クロスヘッドスピードは 0.1 $\mu\text{m}/\text{min}$ とし、WC 板に取りつけた AE トランスデュー

サーにより試料からの AE を検知した直後に負荷を中断した。この試料に減圧下で蛍光塗料を浸透させ、紫外線光源を付けた反射顕微鏡によりき裂を観察した。図 3 に示すように試料中央に圧縮軸に平行なき裂が観察された。

このように蛍光塗料浸透によるセラミックスの表面き裂の観察方法は、操作が極めて簡便であり、巨視的な

き裂（数百ミクロン以上）を直接観察することができるため、多数の試料や比較的大きな材料の破壊源を推定するときに有効であろう。

謝 辞 蛍光塗料を提供して頂きました日本油脂(株)の鶴岡和男、容崎邦寛、中野幹夫の各氏に深く感謝致します。

文 献

- 1) 例えば, K.T. Faber, M.D. Huang and A.G. Evans, *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**, 296-301 (1981).

訂 正

窯業協会誌 93 [8] 467-74 (1985) 掲載の、青木繁樹・木曾正光・荒井康夫“製紙スラッジ-硫酸-高炉水砕スラグ-水酸化カルシウム系の凝結硬化とアルミン酸ナトリウム添加の影響”の 470 ページ左段図 4 のキャプションは下線の個所を訂正致します。

Fig. 4. X-ray diffraction patterns of solid phases during setting in paper sludge 200 g-15 % H_2SO_4 , 200 ml-slag 100 g- $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 50 g. P : Paper sludge, G : $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, E : Ettringite, L : $\text{Ca}(\text{OH})_2$