

実 技 編

実技課題1. セラミックス製造時の物性評価

ここではセラミックス製造時における下記の物性評価を行う。

- I. 成形体の物性測定
- II. 焼結体の物性測定
 - ・密度、収縮率の測定
 - ・そりの測定
 - ・割れ、表面状態の観察

I 成形体の物性測定

1. 作業準備

器工具等：天秤、ノギス、サンプル

2. 測定

- (1) 金型プレスで板状のセラミックス成形体を作る。成形後10分程度放置する。

(注1)

セラミックス微粉末は一般に加圧した後、圧力を開放すると若干、もとに戻る。これをグリーンバックと呼ぶ。そこで、10分放置してやる。又セラミックス成形体は一般に非常にもろく欠けやすい。取り扱いには十分な注意が必要。ノズキの角があたるとかけるおそれもある。あまり力を入れないこと。

- (2) 成形体の重量を1/100gまで測定する W_1 gとする。
- (3) 成形体の寸法を注意深く測定する。
たて： a_1 cm、よこ b_1 cm、
厚さ C_1 cm

(注2)

たて、横の長さは金型の長さで良いが先きのグリーンバックより厳密に言えば若干大きくなっている。

- (4) 成形体の密度 ρ は次式の様になる。

$$\rho_1 = W_1 / a_1 \times b_1 \times c_1$$

- (5) できれば成形時の圧力 (X kg/cm²) を種々変え密度の関連を見る。

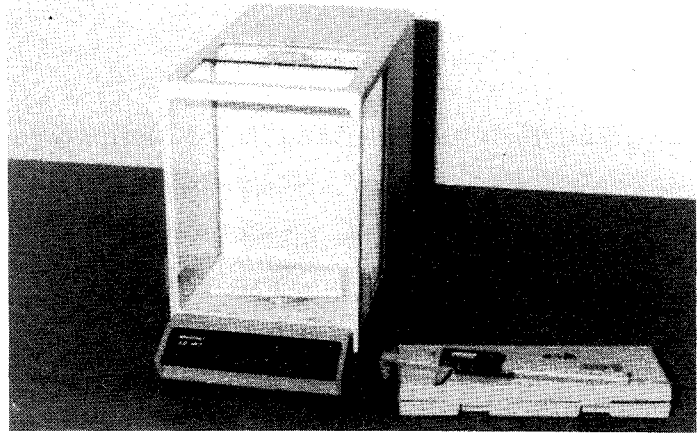
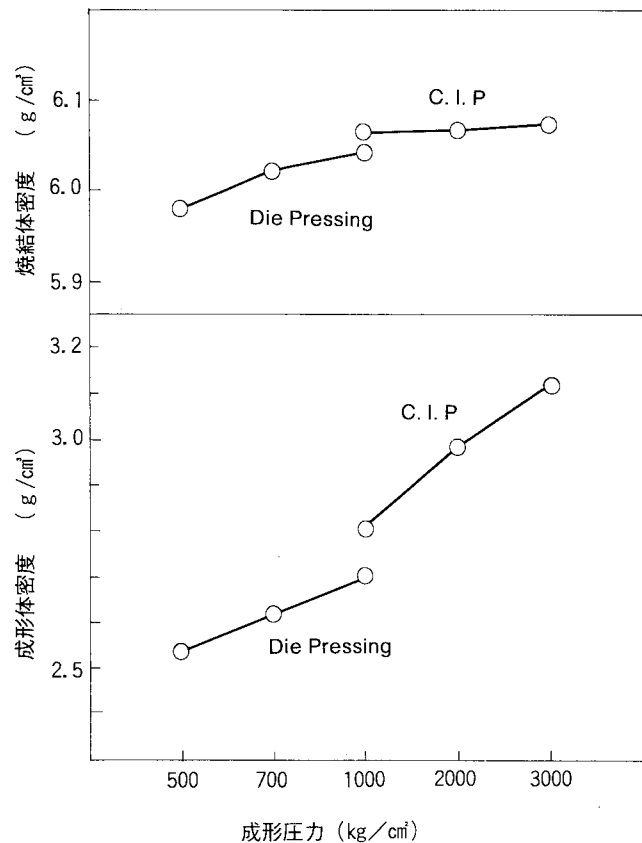


図1-1 器工具等

表1-1 ZnO₂ 粉末の成形圧と密度の関係

出典 東ソ株技術データ集



II 焼結体の物性測定

密度、収縮率の測定

1. 作業準備

器具等：ノギス、ビーカー、細い銅線、サンプル（成形時に測定したもの）

2. 測定

(1) 焼結体の寸法をノギスにて測定する。

たて a_2 cm、横 b_2 cm、厚さ c_2 cm

(2) 成形後測定した同一サンプルの寸法を a_1 、 b_1 、 c_1 とすると、各々の収縮率は以下の様になる。

たて収縮率 = $a_2/a_1 \times 100(\%)$

横収縮率 = $b_2/b_1 \times 100(\%)$

(少数1位まで求める)

厚さ収縮率 = $c_2/c_1 \times 100(\%)$

注) 三者は一致するはずだが若干異なる。これは厚み方向では金型プレスでは圧力が良くかかっており、若干収縮率は小さくなるのが一般的である。

(3) 焼結体をビーカー中に入れ、煮沸する。

(4) 冷却後、サンプルを細い銅線で吊るし、水中に吊したままで重量を測定する。 W_2 g とする。

(5) サンプルを水より取り出し、表面の水分を良くふきとった後重量を測定する。 W_3 g

(6) サンプルの当比重は

$$\text{当比重} = \frac{W_3}{W_3 - W_2}$$

(少数1位まで求める)

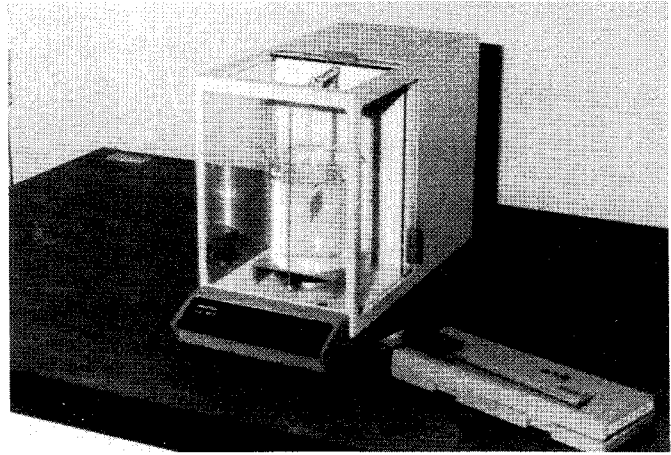


図1-2 器具等

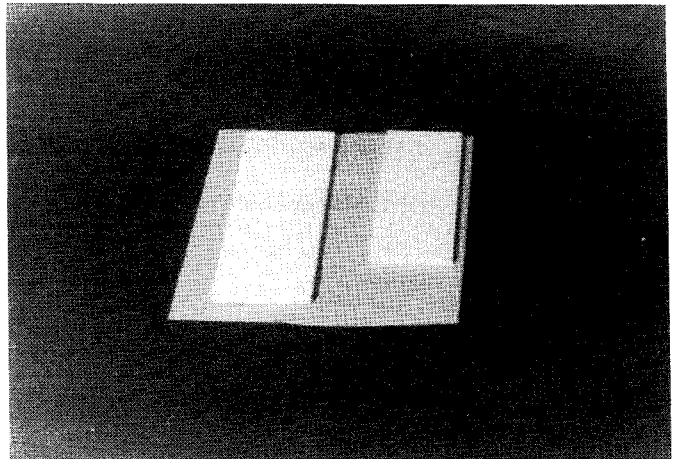


図1-3 右が焼結体 左が成形体

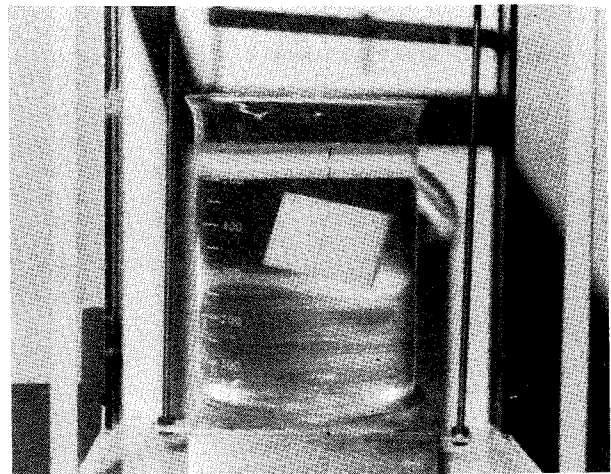


図1-4 サンプルの水中での重量測定

そりの測定

1. 準備作業

器工具等：定盤、すきまゲージ、サンプル（焼結体）

2. 測定

- (1) 定盤の上に板状の焼結体サンプルを置く。
- (2) サンプルの位置を変え、歪の大きいところを目視する。
- (3) すきまにすきまゲージをあて、そりの程度を測定する。

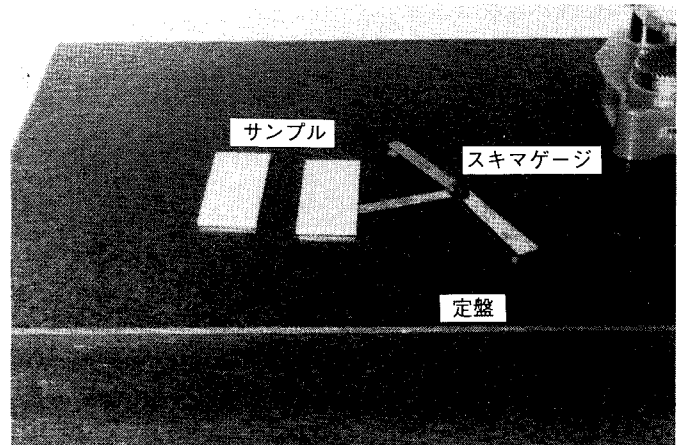


図1-5 器工具等

要点：今回のサンプルでは問題ないが、そり歪が大きいと、実際の使用部品では使用不可能になることがある。

そり、歪は成形時の均一性、焼結時の温度上昇等が大きな要因であり、厳密にコントロールされねばならない。

割れ、表面状態の観察

割れ等、表面を良く観察する。

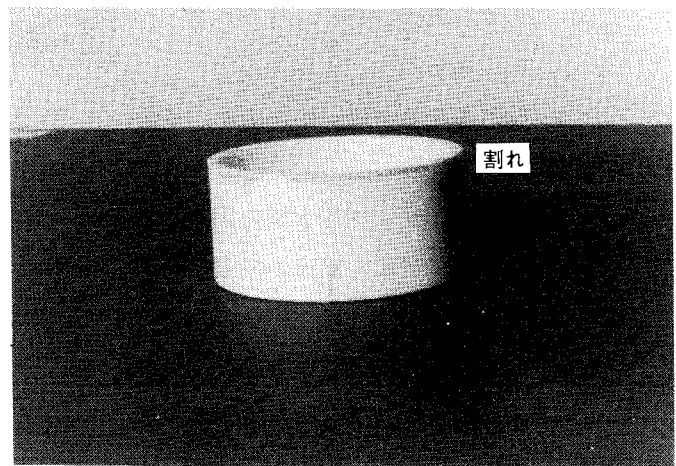


図1-6 割れ、表面状態の観察

実技課題 2. 走査型電子顕微鏡による微構造の観察

ここでは走査型電子顕微鏡の操作、試料づくり、および微構造の観察をおこなう。

1. 作業準備

器工具等：走査型電子顕微鏡、蒸着装置、サンプル（一応準備された試料を観察する。）

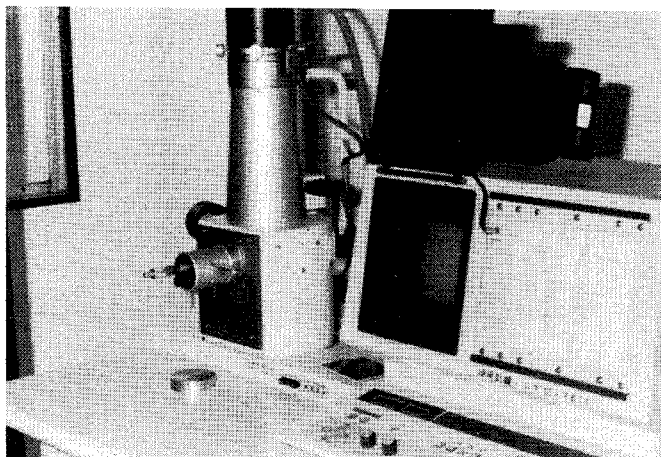


図2-1 走査型電子顕微鏡

2. 測定準備

走査型電子顕微鏡の操作マニュアルを良く読み、スイッチをONにしておく。

今回は一応準備された試料を見ることにするが、試料づくりにもなれておくため以下簡単に説明する。

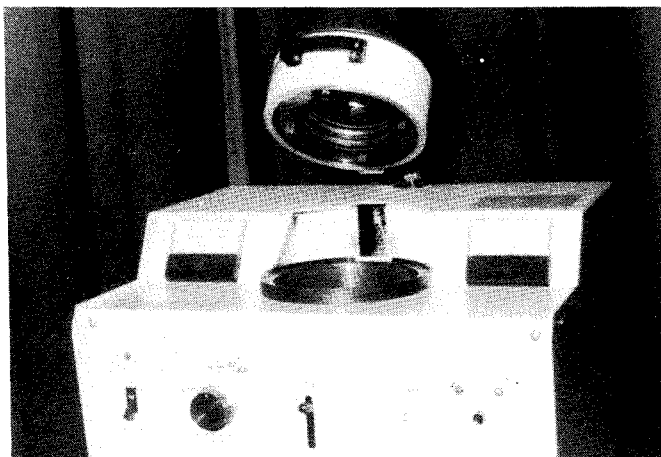


図2-2 蒸着装置

3 試料づくり

- (1) 蒸着装置のスイッチを入れておく。(高真空に保つ必要あり)
- (2) セラミックスの小片、1 cm角を用意する。
- (3) 小片を電子顕微鏡に附属する試料台の上に両面テープではりつける。
- (4) 蒸着装置内に置き、セラミックス表面に金等の薄膜をつける。
- (5) 試料表面と試料台の間を銀ペーストで短絡しておく。

※ 短絡しないと電子が飽和してしまい、顕微鏡観察が出来ないことがある。

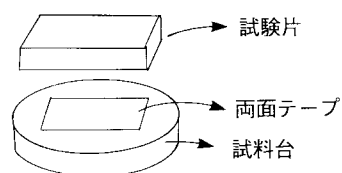
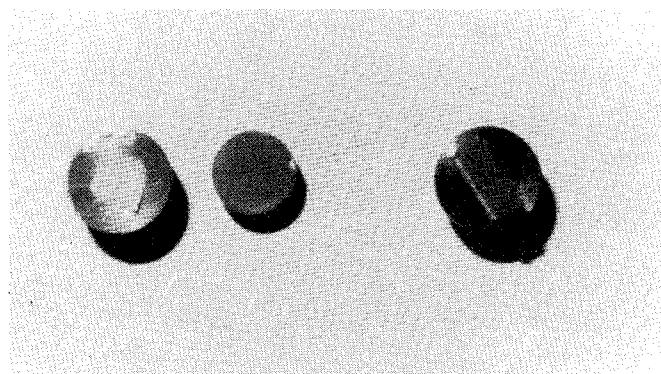


図2-3 試験片の取り付け

4. 測定

- (1) 走査型電子顕微鏡が高真空になり、使用可能状態になったことを確認する。
- (2) 試料操作台を抜き出し、その中に試料台を置く。
- (3) 電子顕微鏡のマニュアルを良く読み低倍率から高倍率へと上げてゆく。
- (4) 焦点を良く合わせ、粒径、粒界、き裂、ポアを観察する。
- (5) 写真撮影装置を取りつけ、ポラロイドフィルム等にて撮影、現象する。
- (6) (2)~(6)を繰り返して種々のサンプルを見る。

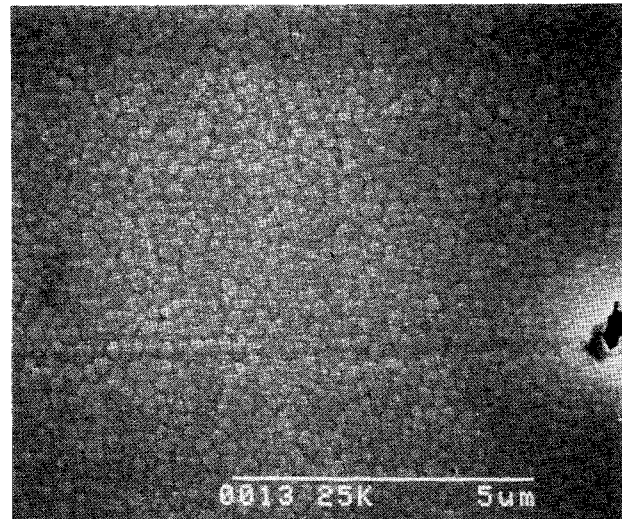


図2-4 電子顕微鏡による観察(1)

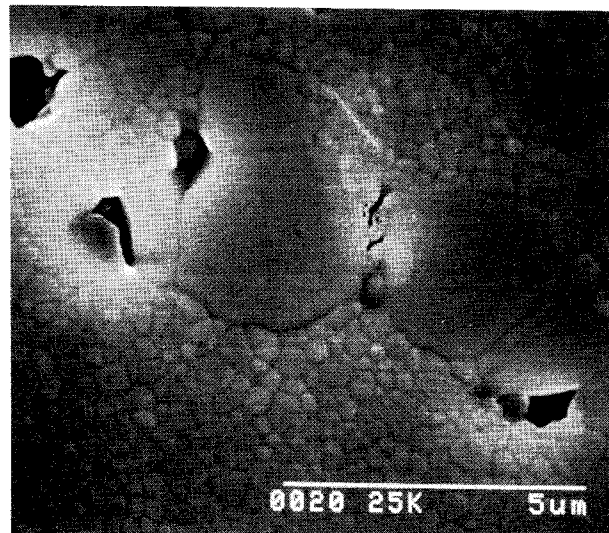


図2-5 電子顕微鏡による観察(2)

実技課題3. セラミックスの機械的性質の評価

ここではセラミックスの機械的性質をしらべるため、次の試験をおこなう。

- I. 曲げ強さ試験
- II. ビッカース硬さ試験
- III. 表面あらさ試験
- IV. 摩耗性試験

I 曲げ強さ試験

今回はセラミックスの抗折試験では一般的な3点曲げ強さを測る。3点曲げ強さは、試験片を一定距離に配置された、2支点上におき、支点間の中央の1点から荷重を加えて折れた時の最大曲げ応力を言う。

1. 作業準備

器工具等：試験機（例オートグラフ）、支持具、マイクロメーター、ノギス、
試験片（1人5本程度）

注) 試験片について

- i. 試験片の形状及び寸法は図3-1の通りとする。
- ii. 試験片りょうの丸め又は面取りは右図3-2の通り。
- iii. 面あらさは $0.8S'$ 以下

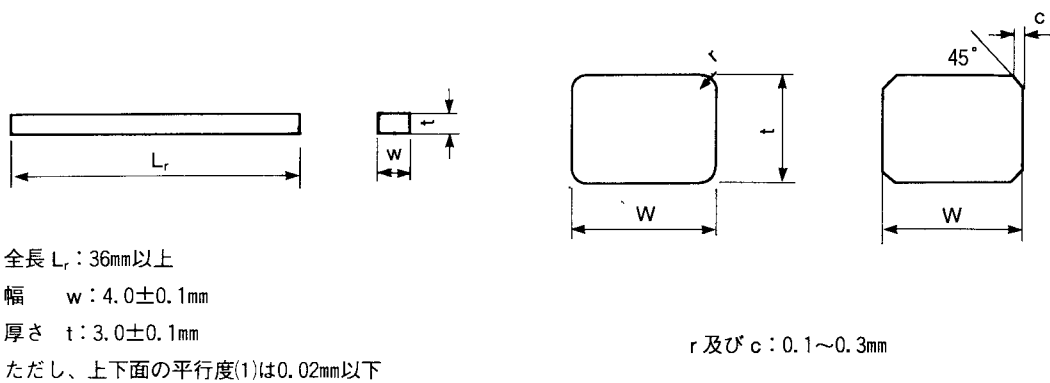


図3-1 試験片

図3-2 試験片のりょう

2. 測定

(1) 試験片の幅、厚さの測定

各テストピース毎にマイクロメーターを用いて、幅、厚さを測定する。

(2) 支点間距離及び荷重点間距離

支点間距離、荷重点間距離は図3-3の通りとし、予めノギスを用いて測定する。

(3) 試験片荷重点にクロスヘッド速度

0.5mm/min の荷重を加え、テストピースが破壊するまでの最大荷重を測定する。

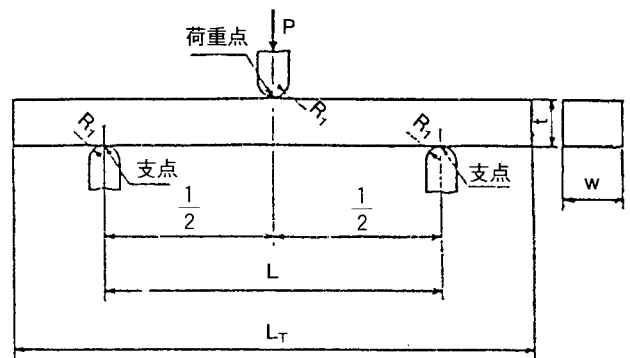


図3-3 3点曲げ

3. 計算

(1) 曲げ強さの計算は、個々の試験片の測定値から次の式によって算出する。

3点曲げ強さは

$$\sigma_{b3} = \frac{3PL}{2wt^2}$$

σ_{b3} : 3点曲げ強さ (kg f/mm²)

P : 試験片が破壊した時の最大荷重 (kg f)

L : 下部支点間距離 (mm)

W : 試験片の幅 (mm)

t : 試験片の厚さ (mm)

(2) 標準偏差の計算 有効数字2桁

$$S = \frac{\{\sum x^2 - (\sum x)^2/n\}^{1/2}}{n-1}$$

S : 標準偏差 (kg f/mm²)

n : 測定数

x : 試験片の個々の曲げ強さ計算値 (kg f/mm²)

注) 標準偏差を求める場合は最低10個以上試験片が必要

4. 報告

(1) 試験条件 (3点曲げ、その他)

(2) 試験片の個数

(3) 曲げ強さ

注) なお正式には試験片の表面あらさ、標準偏差のデータも必要となる。

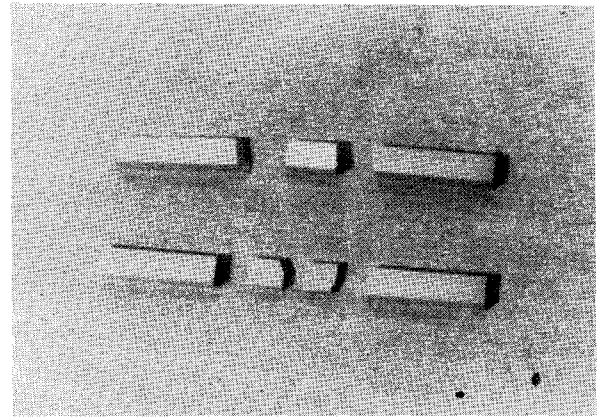


図3-4 折れた試験片

II ビッカース硬さ試験

1. 作業準備

器工具等：ビッカース硬度計

(JIS B 7725に適合していること)、

サンプル (1 - 2 本)

注) サンプルの性状

- i. サンプルの試験面は原則として平面とする。
- ii. サンプルは十分な厚さのものであって、原則としてくぼみが生じたために裏面に変化が認められてはならない。
- iii. 試験面は、硬さ値に影響しないように仕上げに注意する(加工層の除去)
- iv. 試験面は油や酸化物などによる汚れを除去せねばならない。

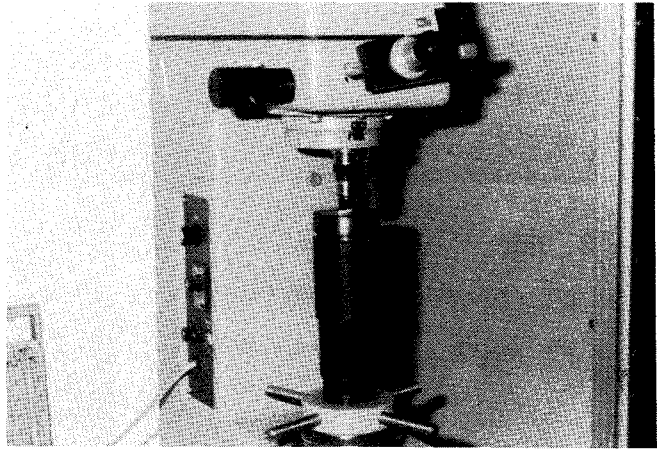


図3-5 ビッカース硬度計

2. 測定

(1) 試験荷重を選ぶ(割れが発生しない荷重)

例 { ジルコニア 20-50kg }
 { アルミナ 10-20kg f }

- (2) 荷重は衝撃を与えないよう、5～10秒とゆっくりかける様にする。
- (3) 荷重の保持時間は原則として10～15秒とする。
- (4) くぼみの対角線の長さは、くぼみの2方向の長さの平均値をとる。
(単位ミクロン)

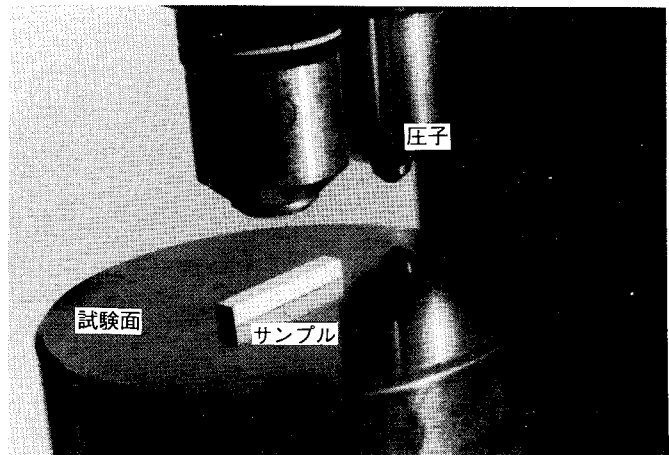


図3-6 測定

3. 計算

ビッカース硬さ Hv (単位なし) は

$$Hv = \frac{F}{S} = 1.8544 \frac{F}{d^2}$$

F：試験荷重 (kg f)

S：くぼみの表面積 (mm²) d：くぼみの対角線の長さの平均 (mm)

4. 表示

ビッカース硬さは、硬さの記号 Hv、硬さ値の順に表示。ただし試験荷重を明らかにする時は(S)に荷重 kg f/mm² を記す。

Hv(10)250 10kg f/mm² 荷重250の硬さ

Ⅲ 表面あらさ試験 JIS - B0601

1. 作業準備

器具等：触針式表面あらさ測定器
(JIS B 0651に適合していること。)
サンプル (数種)

2. 測定

- (1) サンプルを所定台の上に置く。
- (2) 触針をサンプルの上に置く。
- (3) たて倍率、測定長さを選定する。

測定長さは後述のカットオフの値の3倍以上を選ぶ。

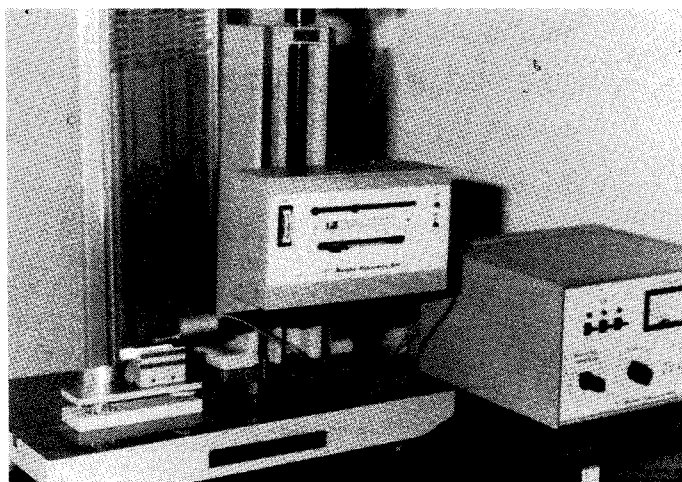


図3-7 触針式表面あらさ測定器

表3-1

中心線平均のあらさ	カットオフ(mm)
12.5 μm Ra 以下	0.8
12.5~100 μm Ra	2.5

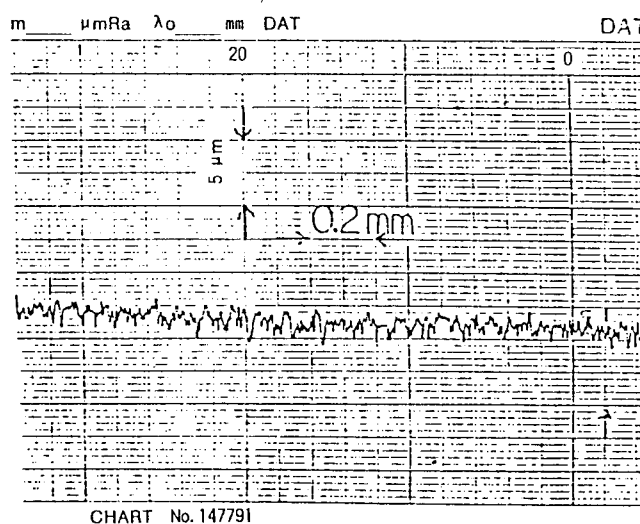


図3-8 測定例

- (4) カットオフ値を選定する。
選定の基準は表3-1の通りとする。
- (5) 測定を開始
Raをメーター及び記録紙より読みとる。

3. 表示

中心線平均あらさの表示、呼び方は以下の通り
中心線平均あらさ (R_a) — μm
カットオフ値 (λ_c) — mm
測定長さ (l) — mm

IV 摩耗性試験

セラミックスの耐度耗性の因子として粒度、硬度、結晶の大きさ、気孔率、あるいは結合剤の組成等がある。

実際にはこれらの因子が総合されたものを相対的に判断せねばならない。

セラミックスでは JIS に制定された測定法はまだない。今回は簡易型の摩耗感触テストを行なう。

1. 作業準備

器工具等：サンドペーパー、

サンプル

- ・金属（銅、鉄）、
- ・マシナブルセラミックス
- ・セラミックス
（アルミナ、 Si_3N_4 、 SiC ）

マイクロメータ

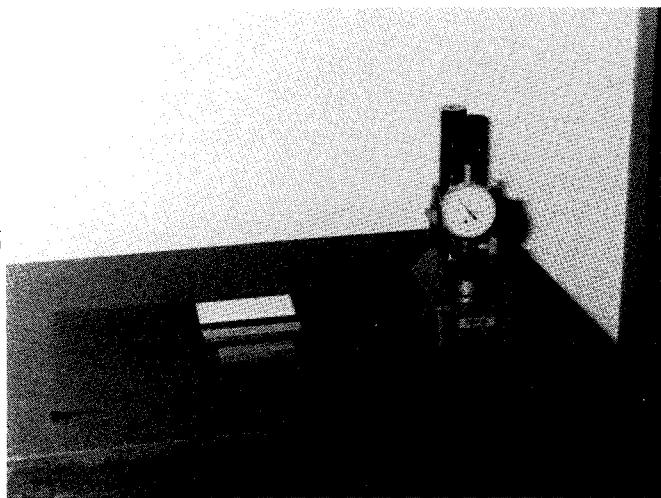


図 3-9 器工具等

2. 測定

- (1) 机の上にサンドペーパーを置く。
- (2) サンプルの厚みをマイクロメータで測る。
- (3) サンプルを1分間サンドペーパーに強くおしあて、擦る。
- (4) テスト後のサンプルの厚みを測る。
- (5) 前後の比較をし、表にまとめる。

実技課題 4. セラミックスの電気的性質の評価

ここでは、測定の容易な電気伝導性を測かる。

なお、絶縁抵抗は、厳密には、体積固有抵抗、表面固有抵抗と分離されるが今回は各々の分割は行なわず簡易的にテスターを用いて全体の抵抗を感触的に見ることにする。

1. 作業準備

器工具等：テスター

サンプル

・金属（鉄、銅、アルミニウム）、2種類以上

・セラミックス { 酸化物（アルミナ、ジルコニア）
非酸化物（炭化ケイ素、窒化ケイ素）、2種類以上

注）サンプルは測定の前に予めアルコール、ワイパー等できれいに表面をふいておく（前述の表面抵抗がえいきょうする）

2. 測定

(1) テスターを準備する

注）テスターは使用注意を良く読んでおくこと。

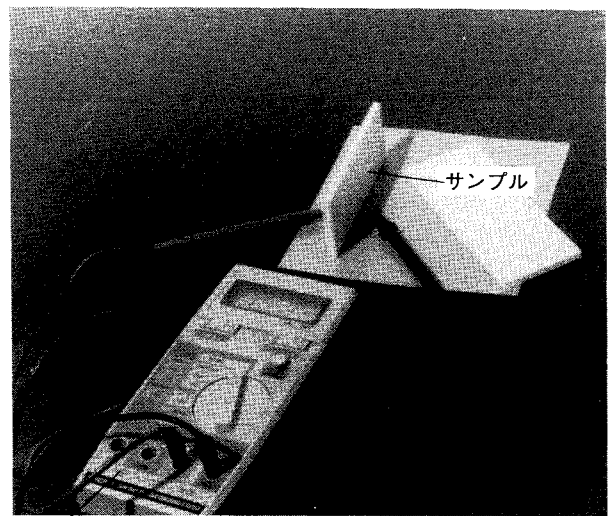
(2) テスターの設定を抵抗の最大目盛におく。

(3) 良くふいたサンプルの両面にテスターの両方の針をつよく押しつける。

(4) 抵抗値を読みとる。

抵抗値が大なれば、テスターの目盛を順次下げてゆく。

(5) 金属とセラミックスのサンプル全てを測定する。



テスター

図4-1 抵抗の測定

実技課題 5. セラミックスの熱的性質の評価

熱的性質の測定も種々あり、各々特定の機器を必要とするため、全体の熱的性質を把握するこちらは難しい。そこで今回の作業は其中でもセラミックスの特性を示し、又熱膨張率、熱伝導率、機械的強度に密接に関係する熱衝撃抵抗性を測定し熱的性質の全般を把握することを目標とする。

1. 作業準備

器工具等：管状電気炉（1000℃以上上昇可能）、敷板（アルミナ板）、サンプル（各人5本程度）、金属製小型バケツ（20ℓ）、カラーチェック液、サンプルつかみ（トング）

注）サンプルは高純度アルミナ品で抗折強度測定と同じ、3×4×40の試験片を使用。

2. 測定準備

管状電気炉を予め（400+水温）℃に設定しておく。

3. 測定

- (1) 敷板の上にサンプルを並らべ、予め加熱された電気炉中に急速に挿入する。
- (2) 10分間同一温度内で保持しておく。
- (3) 金属性バケツに水をはっておく。
- (4) 10分経過後、敷板を引き出し、板上のサンプルを水中におとす。
- (5) 2-3分経過後、サンプルを水中より取り出し、附着した水をふきとる。
- (6) サンプルにカラーチェック液をかけ破損、亀裂を確認する。

注）参照

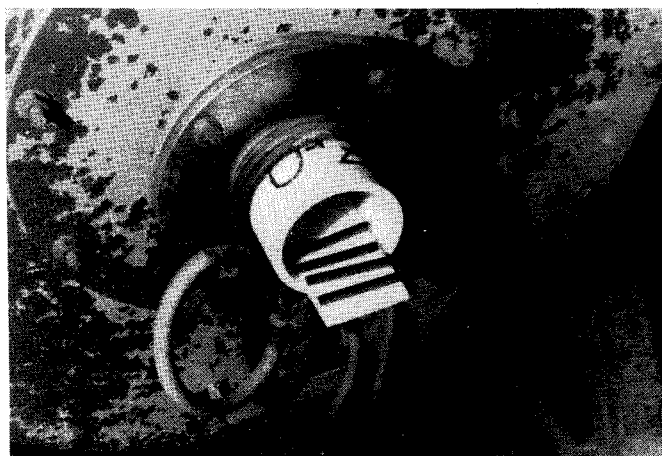


図5-1 電気炉への挿入



図5-2 サンプルの取り出し、水冷

(7) 一般には電気炉内の温度 (T_1 °C) と水温 (T_2 °C) とすると T_1 の温度を種々変えて、割れ、機械的強度の変化を図示する。(右図参照)

例えば機械的強度が急激に低下する温度 $\Delta T'$ を耐熱衝撃性を表わす。1つの数値となり、 $\Delta T'$ の大小で耐熱スポーリング性が比較される。

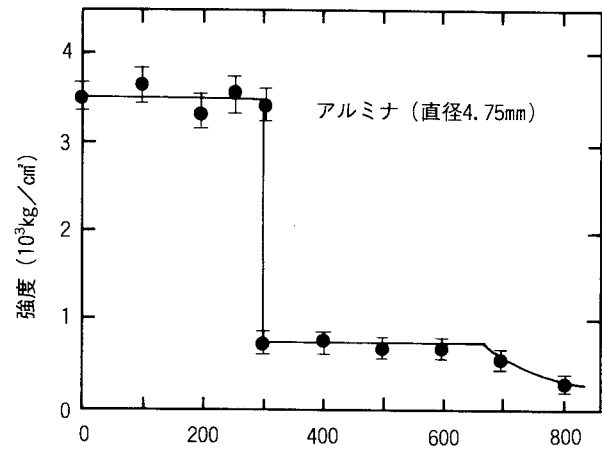


図5-3 急冷強度測定法によるデータの例

注) カラーチェック液の使い方

- i. サンプルの水を良くふきとる。
- ii. サンプルに浸透液1をふきつける。
- iii. 良く浸透液をふきとり、着色液をふきつける。
- iv. しばらく放置した後、洗滌液をふきつけ、良く吹きとる。
- v. 発色液をふきつけ、白色上に赤色がういてくるのを確認する。

注) 今回は亀裂、劣化の程度の検出としては、カラーチェック法によったが、その他

- ・ フクシン浸漬方法
- ・ 弾性率測定方法
- ・ 機械的強度測定法

等がある。また、今回のテストは水中に1回のみおとしたテストを行なったが、繰り返し水中に落下し大きな亀裂がはいるか、破損するまでの回数を見るテスト法もある。

その他空冷法として、炉内より取り出し耐熱耐火板上で放冷する方法もある。

実技課題 6. 浸透探傷検査

ここでは浸透探傷検査として次の2種類の浸透探傷検査をおこなう。

- I 染色浸透探傷検査
- II 蛍光浸透探傷検査

I 染色浸透探傷検査

1. 作業準備

- (1) 設備 水道
- (2) 用具 水洗用容器（ビーカー、洗面器のようなもの）
- (3) 材料 試験片（染色浸透液が通常赤色なので白色系の試験片を選ぶ）、水洗性染色浸透液（例えば(株)マークテック製、染色浸透探傷剤 P-G Ⅲ、450型エアゾール）、現像液（例えば(株)マークテック製、現像液 D-ST、450型エアゾール）、有機溶剤、古新聞紙等

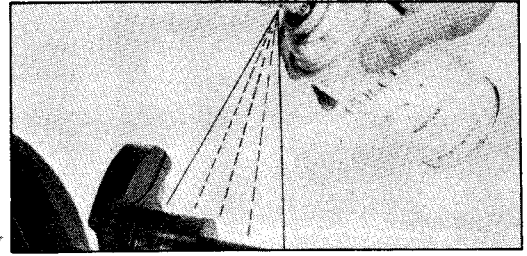
2. 探傷

(1) 前処理

もしも、試験片が油で汚れていたら、有機溶剤などで洗浄する。洗浄後十分に乾燥させる。

1

前
処
理

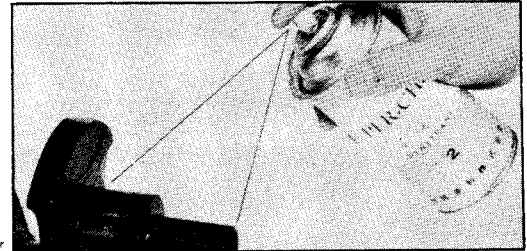


(2) 浸透

床または机の上に古新聞紙などを敷いて、その上に試験片をおく。これに浸透液を吹きつけ、約5分間静置する。

2

浸
透
処
理

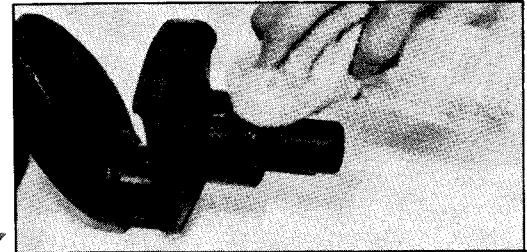


(3) 水洗・乾燥

試験片に附着している浸透液をふきとる。試験片の表面が粗面であれば簡単に水洗後、乾かす。ヘアードライヤーで乾かしてもよい。

3

洗
浄
処
理



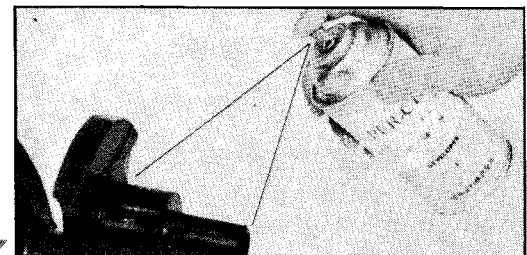
比較的大きな欠陥の場合はこの段階で欠陥の観察ができる。その場合は次の現像処理を省略する。

(4) 現像

試験片を古新聞紙などの上に置いて、現像液をふきつける。

4

現
像
処
理



(5) 観察

吹きつけられた現像剤が乾燥すると同時に、浸透液が浸み出して欠陥像が見えてくる。

5

観
察



(6) 後処理

現像剤をふきとり、水洗する。

6

後
処
理

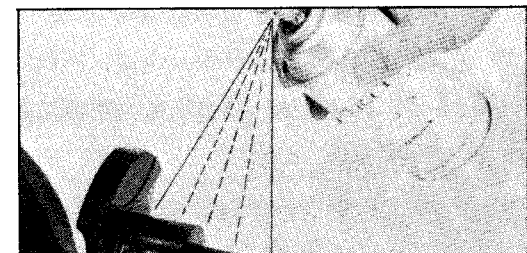


図6-1 探傷の手順

II 蛍光浸透探傷検査

1. 作業準備

(1) 設備

暗室（写真用暗室が最もよいが、黒いカーテン等で外光を遮断できる程度の部屋でよい）、水道

(2) 機器

紫外線探傷灯（例えば㈱マークテック製、スーパーライト紫外線探傷灯 C-10 A Ⅲ形）

(3) 用具

ビーカー（試験片が入る程度の大きさ）、シャーレ（試験片が入る程度の大きさ）、（やゝ大きいもの、試験片の洗浄に使う）、ピンセット、ヘヤードライヤ

(4) 材料

試験片、水洗性蛍光浸透液（例えば㈱マークテック製蛍光浸透液 OD-2800 Ⅱ）、現像剤（例えば㈱マークテック製現像剤 DN-600P）、有機溶剤、古新聞紙など

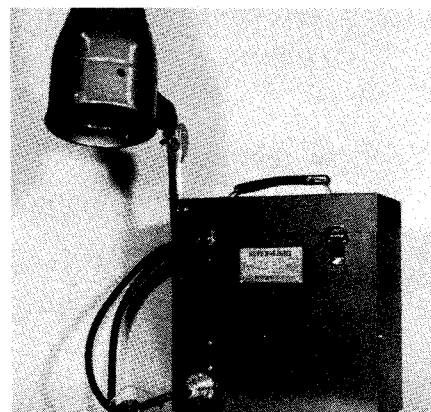


図 6-2 紫外線探傷灯

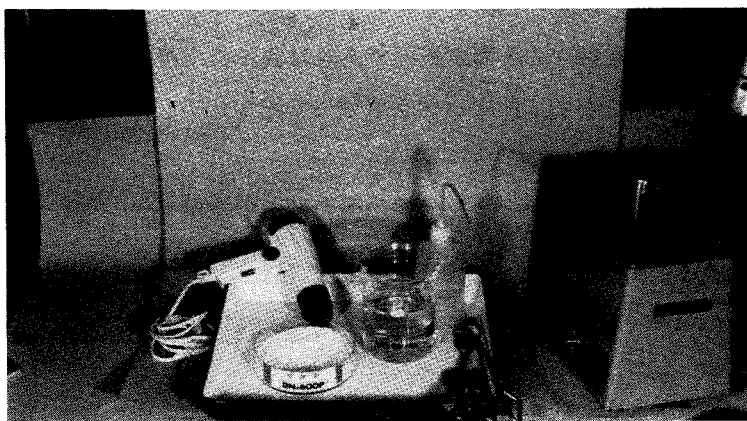


図 6-3 蛍光浸透探傷検査の用具

2. 探傷

(1) 前処理

もしも試験片が油などで汚れていたら、有機溶剤で洗浄する。洗浄後十分に乾燥させる。

(2) 浸透

浸透液が例えば㈱マークテックからは2通りの容器で販売されている。450型エアゾール缶入りと18ℓ缶入りである。

i. エアゾール缶入りを使用するときは、床または机上に古新聞などを敷いた上に、試験片をおきこれに浸透液を吹きつけ、5分位静置する。

ii. 18ℓ缶入りのときは、被検体の探傷面が浸透液に浸漬できる程度の量の浸透液をビーカーに分ける。探傷面を浸透液に約5分間浸漬する。

(3) 水洗、乾燥

試験片に付着している浸透液を水道水で洗い流す。次にヘヤードライヤで乾燥させるか、あるいは放置して乾燥するのを待つ。

(4) 現像

比較的大きな欠陥の場合は現像処理を省略してもよい。

少量の現像剤をシャーレにとり、そこに試験片の探傷面を下にして入れるか、あるいは探傷面に現像剤をよくふりかける。約5分経過したら現像剤の中から試験片をとり出し現像剤を払い落とす。

(5) 観察

暗室で試験片に紫外線を照射する。紫外線探傷灯の取扱いはその取扱い説明書によること、欠陥があれば、紫外線の照射によって欠陥部が黄緑色に発光する。

(6) 後処理

試験片をよく水洗後、乾燥させておく。

実技課題 7. X線透過検査

ここでは X 線透過検査をおこない、写真撮影、写真の現像について習得する。

1. 作業準備

材料

試験片、X線用写真フィルム（フジFR）、現像剤（フジレンドール2ℓ用粉末）、停止液（富士酢酸）、停止剤（レンフィックス2ℓ用粉末）、水洗促進剤（富士QW）、富士ドライウェル

2. 写真撮影

(1) 準備

試験片の厚さと、X線管にかける管電圧、管電流、露出時間の関係を図示した露出線図は、鉄、アルミニウムなどの試験片については、X線装置のメーカーから提供されるが、セラミックスについてはデータが充分でないと思われるので、これら先づ自分で作製する必要がある。

(2) 撮影

①. X線フィルムをカセットに装置する。

②. 試験片とカセットを所定の位置におく。

X線源とフィルムまでの距離は、欠陥像の鮮映度に影響する。知識編、図10、式6、4によって、必要とする鮮映度から距離を計算する。

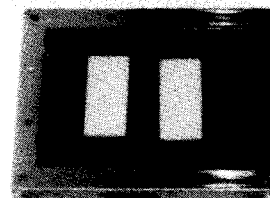


図7-1 カセットの上に置かれた試験片

③. 撮影条件の決定

X線管の電圧、電流、露出時間を露出線図により決定するかぎり低い方がよい。

④. X線照射

X線装置の使用説明書による。

3. 写真の現像

(1) 現像液、停止液、定着液、水洗促進液、水切液の調整、水洗促進液、水切液、現像液、定着液については、それぞれの容器（袋）に調整法が書いてある。

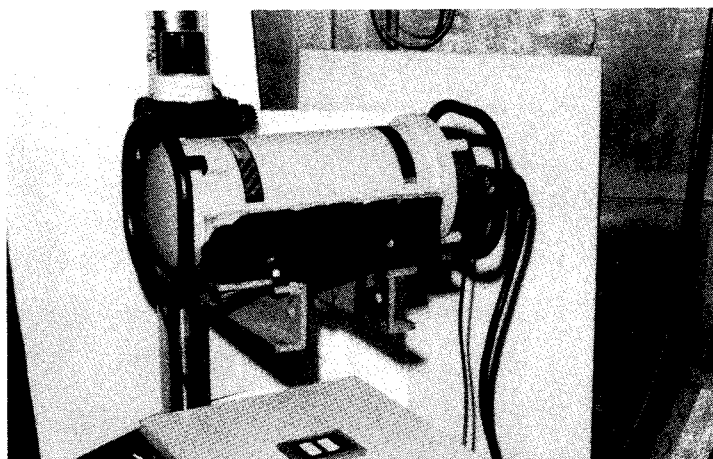


図7-2 X線の照射

停止液は富士酢酸を20倍に水で薄めて作る。

(2) 現像液、停止液、定着液、水洗促進液、水槽（流水槽）、水切液を、おのおのX線フィルムがゆったりと入るバットに入れて、なるべくこの順序に並べる。水槽だけは水道蛇口の下においてX線フィルムを水洗するときは、水道水を流し放しにする。原則としておのおのバットに1コのピンセットを用意する。現像液は20℃に保つため更に大きな容器の中に入れる。

(3) 安全光

未現像のX線フィルムは絶対に明るい光に露出してはならない。極く暗い赤色の安全光の照明だけが許される。100V 20Wの白熱電球の光を富士フィルタ SLG 5を通して安全光とする。

(4) 現像

現像用温度計を現像液の中に入れ、現像バットを温水バットの中に入れて、時々温水バットに温水または冷水を補給して現像液の温度を20℃に保つ。

現像～定着までの課程は安全光の下で行う。カセットからX線フィルムを出して、現像液に浸す。現像液に浸す場合はすばやく現像液がフィルム全面をぬらすようにする。現像液に入れた後時々、フィルムの端をピンセットで持ち、ゆっくり液中で動かす。

現像時間は4～5分とする。

(5) 停止

現像後、約30秒、停止液に浸漬する。停止液中でもピンセットでX線フィルムをゆっくりと動すのがよい。現像用のピンセットと停止液用ピンセットを混用しないこと。

(6) 定着

停止液から定着液にX線フィルムを移す。停止液に入れるとX線フィルムは次第に透明になってくる。定着時間は完全に透明になるに要した時間の2倍とする。定着終了後は明るい照明の下で作業してもよい。

(7) 水洗

1. 水洗促進剤を用いないときは、流水で50分以上（20℃のとき）水洗する。
2. 水洗促進剤を用いるときは、先づ流水で30秒間洗い、水洗促進剤富士 QW に1～2分浸した後、流水で5分間水洗する。

(8) 乾燥

水洗を終了したフィルムは、水切り剤富士ドライウェルに30秒間浸したあと、自然乾燥させるか、乾燥機の中に入れて乾燥させる。

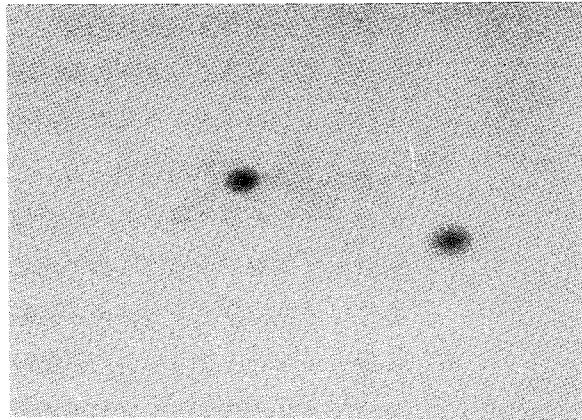


図7-3 ジルコニアの板(4mm厚)の中の空孔のX線透過写真

- ・ X線管電圧100kV・管電流 5 mA
- ・ 露出時間 7分・フィルム：フジ#50
- ・ 鉛箔増感紙0.03mm厚さをフィルムの両面に密着
- ・ X線源—フィルム間距離630mm
- ・ 写真の引伸倍率3.2X