

先進ポーラス材料のマイクロ構造の X 線 CT による可視化

Visualization of microstructure in advanced porous materials by X-ray CT

戸田裕之^a, 上杉健太郎^b, 大垣智巳^a, 安政柱^a, 森田繁樹^a, 向山友彦^a, 黒田直行^a,
後出治彦^a

Hiroyuki Toda^a, Kentaro Uesugi^b, Tomomi Ohgaki^a, JeongJu Ahn^a, Shigeki Morita^a,
Tomohiko Mukaiyama^a, Naoyuki Kuroda^a, Haruhiko Ushirode^a

^a 豊橋技術科学大学, ^b 高輝度光科学研究センター

^aToyohashi University of Technology, ^bJASRI

材料内部の微小ポア、粒子、結晶粒界といったマイクロ組織・構造の可視化ならびに定量評価のため、大型放射光施設 SPring-8 の BL47XU を使って、X 線 CT のその場観察を行った。試料は発泡アルミニウムで、結晶粒界の可視化のため液体金属ドーピング法を用いた。さらに、CT 専用特殊小型試験機を設計・試作し、発泡金属の CT その場圧縮試験を行った。関心領域撮像法により、発泡金属圧縮時におけるセル壁内部のマイクロ組織変化の三次元定量評価を試みた。

The microstructural features, such as micropores, particles, and grain boundaries in materials, were visualized and investigated by in situ x-ray CT at the BL47XU in the SPring-8. Grain boundaries have been visualized by enhancing X-ray absorption by immersing aluminum foam samples into a suitable liquid metal. A material test rig was specially designed and the aluminum foams were compression tested with capturing tomographic image. The three-dimensional quantitative analysis of the microstructures in the cell walls has been performed using the method of local tomography.

背景と研究目的

先進構造材料である発泡アルミニウム[1]は極めて複雑な形状をしており、機械的性質向上のためには、マイクロ組織・構造を三次元的に評価する必要がある。また、そのセル壁は切断などで簡単に变形してしまい、従来の断面観察が適用できない。近年、各種構造材料のマイクロ組織・構造を高分解能 X 線 CT で観察することが精力的に行われている。特に、高分解能 X 線 CT を

用いたその場材料試験は、材料のマイクロ構造と変形・破壊挙動の関係を材料内部まで行える唯一の手法である。本研究では、屈折コントラスト・イメージング法を活用し高分解能 CT 撮像を行い、発泡 Al 内部の微細構造を調査した。また、微細組織・構造（結晶粒界）の可視化のため、液体金属ドーピングを試みた[2]。これは、CT 像の Voxel サイズ（約 $1\mu\text{m}^3$ ）より小さな微細構造を、三次元的に、かつ広領域にわたり可視化する

るもので、この技法の確立によりナノレベルミクロ組織の可視化が可能となる。さらに、特殊小型材料試験機を設計・試作して発泡材料のセル壁の破壊挙動についてその場観察した。ここで、関心領域撮像法（ローカルトモグラフィー）を用いた[3]。このような技術の開発・蓄積により、先進ナノ材料の高性能化に貢献できるナノ計測・分析技術の構築を目指す。

実験

実験は、BL47XU の高分解能 X 線 CT 撮像装置を用いて行った。CT 撮像装置は、高精度のサンプルステージと高分解能検出装置から成り立っている（図 1）。検出装置は、CCD カメラ（浜松フोटニクス製、C4880-10-14A:1000×1018pixel, 12μm×12μm）、光学レンズ（×10）およびシンチレータ（Lu₂SiO₅:Ce 単結晶）で構成されている。CCD カメラとレンズの組み合わせから Voxel サイズ 1μm³ となる。また、CCD カメラの画素数から視野は約 1mm×1mm となる。X 線はモノクロメーターにより単色化されたエネルギー 20keV のもので、屈折コントラストが利用できるセッティングとした。CT 走査は 180°、750 の投影数で、約 90 分かけて行った。高分解能 CT で撮像した画像は、Convolution back projection 法により再構成され、VGStudioMax（Volume Graphics 社）を用いて三次元画像を作成し、評価した。試料は、純アルミニウム系発泡金属“アルポラス”（図 2）と発泡アルミニウム合金二種類を用いた。表 1 に三つの試料の化学組成を示す。発泡アルミニウム合金では、AlZnMg2 材の方が AlZnMg1 材に比べて、鋳造時の炉が小さく急冷されている。

図 1 に設計・試作した特殊小型材料試験機を示す。これは、アクチュエータに空気圧シリン

ダと空気サーボ弁を使用した、最大圧縮 2kN、引張 1kN の SPring-8 での CT 専用高精度材料試験機である。本体フレームにポリマー筒を利用することにより、CT 撮像が可能となった。また、高精度のサンプルステージに設置のために重量は約 6kg と軽量化がはかられている。この試験機を BL47XU に設置し、発泡金属の圧縮試験を行った。

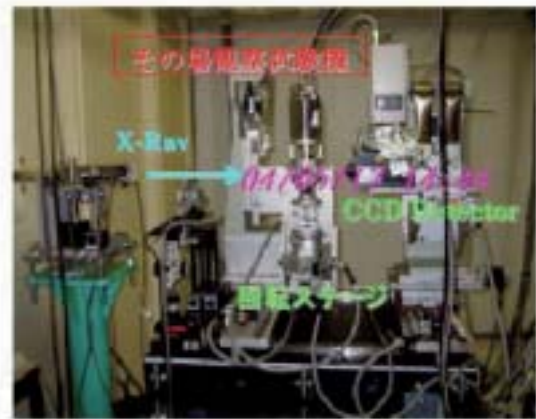


Fig.1. Setup of X-ray microtomography in the experimental hutch of BL47XU.

Table 1. Chemical compositions of the aluminum foams, (mass%)

Material	Zn	Cu	Ti	Fe	Mg	Al
Pure Al	-	1.5	1.5	0.2	-	bal.
AlZnMg1	10	1.5	1.5	0.1	0.3	bal.
AlZnMg2	10	1.5	2.0	0.1	0.3	bal.



Fig.2. Appearance of the pure aluminum foam.

結果および考察

1) ミクロポアと分散粒子の定量解析： 図3に発泡金属セルの三次元再構成像を示す。ミクロポアや金属間化合物などセル壁内部のミクロンオーダーの組織・構造が可視化された。ミクロポアの三次元定量解析から、AlZnMg1材は純Al材と比較してミクロポアの体積率、平均直径ともに高いことがわかった（表2）。一方、AlZnMg1材では、破壊の起点となりやすい粗大なポアが配列した部分も見られた。AlZnMg2材

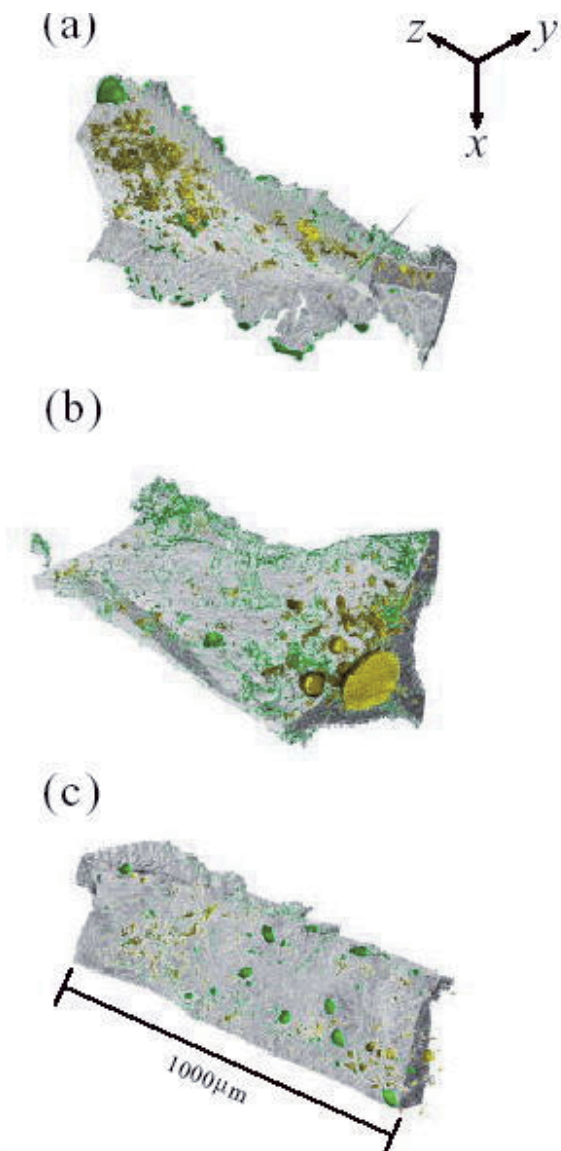


Fig.3. 3D reconstructed volumes and corresponding micropore and particle distribution (highlighted in yellow and green, respectively) in samples (a) Pure Al, (b) AlZnMg1, and (c) AlZnMg2

では粗大な未発泡 TiH₂ 粒子が多数観察された。

2) 液体金属ドーピングによる結晶粒界の CT 撮像： 図4に、Zn,Sn を含む合金をドーピングした純 Al 発泡材の z 軸に垂直な方向の二次元スライスを示す。白いコントラストが結晶粒界に拡散した Zn などの元素である。また、Ga ドーピング材の EDX 分析では、Ca の偏析した所への Ga の優先的な集合が認められたが、CT ではこの偏析は確認できなかった。

3) 関心領域撮像法（ローカルトモグラフィ）による圧縮挙動の観察： 試験片には、直径 7mm、高さ 7mm の円筒型の AlZnMg2 材を用いた。特殊小型材料試験機を用いて、試験片に無負荷、z 軸変位 90μm、160μm の圧縮荷重を加え、

Table 2. Results of three-dimensional analyses of micropores in the reconstructed volumes. Cell wall and junction regions are specified by (c) and (j), respectively.

Materials	Porosity (%)	Mean diameter (μm)	No. of micropores (10 ¹³ counts/μm ³)
Pure Al ^(c)	1.4	5.2	5.1
Pure Al ^(c)	0.8	4.9	3.0
AlZnMg1 ^(j)	4.0	8.7	7.0
AlZnMg1 ^(c)	2.2	6.4	2.4
AlZnMg2 ^(c)	0.63	3.8	7.7

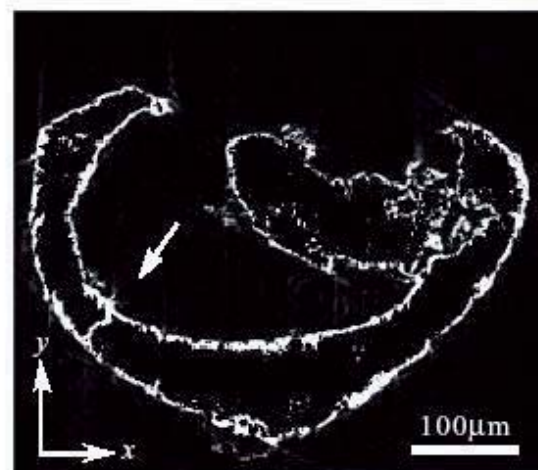


Fig.4. 2D reconstructed slice representing grain boundary enhanced by doping with an Al-11%Si-1.0%Mg-0.8%-Fe-0.1%Mn alloy.

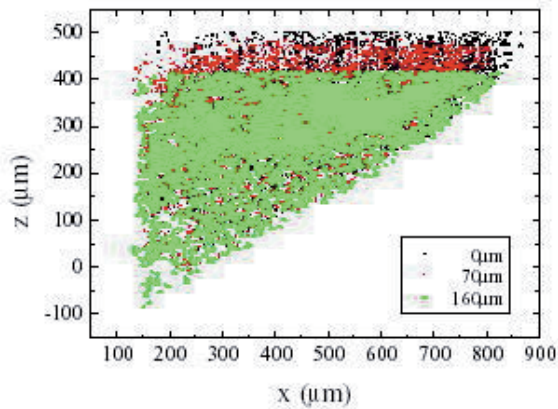


Fig.5. The center of gravity distributions of micropores under three loads, stacked up after registration.

CT 撮像を行った。図 5 は、再構成データから抽出した関心領域約 1mm³ 内の約 7000 個のマイクロポアの重心位置の xz 分布である。圧縮により、マイクロポアの重心位置が降下しているのがわかる。これにより、セル壁内部のミクロンオーダーの組織・構造と共に精密な歪み測定が可能になった。

今後の課題

ドーピングに関しては、粒界構造、ナノレベルの組織構造を現出できる条件を見つけれなかった。2004A 以降の実験でドーピング条件調査を行う。圧縮試験では、ローカルトモグラフィ法のアルゴリズムを検討し、精度をより高めることも今後の課題である。また、多数の粒子をトラッキングし、局所的な応力・歪の分布を高精度に求めることも最終的な目標とする。

参考文献

- 1) T.Miyoshi, Doctoral Thesis (Osaka Prefecture University) (2002).
- 2) W.Ludwig, B.Bellet, Mater. Sci. and Eng. A **281** (2000) 198.
- 3) A.Faridani *et al.*, The IMA Volumes in Mathematics and Its Applications Vol.23 (1990)

241-255.

論文発表状況・特許状況

- [1] 戸田裕之他、日本金属学会、2004 年春期(第 134 回)大会 (口頭発表予定)
- [2] 戸田裕之他、軽金属学会、第 106 会春期大会 (口頭発表予定)
- [3] H.Toda *et al.*, Asian Pacific Conference for Fracture and Strength '04, Korea, 2004 (口頭発表予定)
- [4] H.Toda *at al.*, 3D Material Science Symposium, TMS Fall meeting, New Orleans, 2004 (口頭発表予定)

謝辞

本研究は、経済産業省からの委託事業「自動車軽量化アルミニウム合金高度加工・形成技術開発」による。ここに、深く感謝する。

キーワード

・液体金属ドーピング

X 線吸収係数の異なる元素を含む合金融液に被撮像対象を浸漬してその結晶粒界等に合金元素を偏析させ、CT の分解能以下の可視化を行うこと。

・関心領域撮像法 (ローカルトモグラフィ) 大径物体の中心部の関心小領域のみを CT 撮像して再構成する手法。撮像領域がサブミリに制約される高分解能ビームラインにおいて有効である。また、撮像時間や再構成時間も短縮できる。