先進ポーラス材料のミクロ構造の 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], 上杉健太朗[b], 大垣智巳[a], 安政柱[a], 小林正和[a], 森田繁樹[a], 牧野隼人[a], 山本信[a]

Hiroyuki Toda[a], Kentaro Uesugi[b], Tomomi Ohgaki[a], JeongJu Ahn[a], Masakazu Kobayashi[a], Shigeki Morita[a],Hayato Makino[a], Shin Yamamoto[a]

[a] 豊橋技術科学大学, [b] 高輝度光科学研究センター

[a]Toyohashi University of Technology, [b]JASRI

材料内部のミクロ構造と変形・破壊挙動の関係評価ため、大型放射光施設 SPring-8 の BL47XU を使って、CT 専用特殊小型試験機を利用した 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ある。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ミクロ組織変化の三次元定量評価を試みた。

The relations between microstructural features, and deformation and fracture behaviors in materials were investigated by in situ X-ray CT at the BL47XU in the SPring-8. 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 during the compression tests 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[1,2]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、ミクロ組織・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変形してしまい、従来の断面観察が適用できない。近年、各種構造材料のミクロ組織・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、材料のミクロ構造と変形・破壊挙動の関係を材料内部で三次元的に調べることができ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。さらに、開発した特殊小型材料試験機を用いて、発泡材料圧縮時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）を用いることにより、試料径がサブミリに制約される高分解能ビームラインにおける in-situ 破壊試験の実現可能性を追求した[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（浜松フォトニクス製、C4880-10-14A:1000×1018pixel, 12 μ m×12 μ m）、光学レンズ（×10）およびシンチレーター（Lu_2SiO_5: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 1 μ m^3 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、三次元画像を作成して評価した。試料は、発泡アルミニウム合金（図２）である。表１に試料の化学組成を示す。

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。

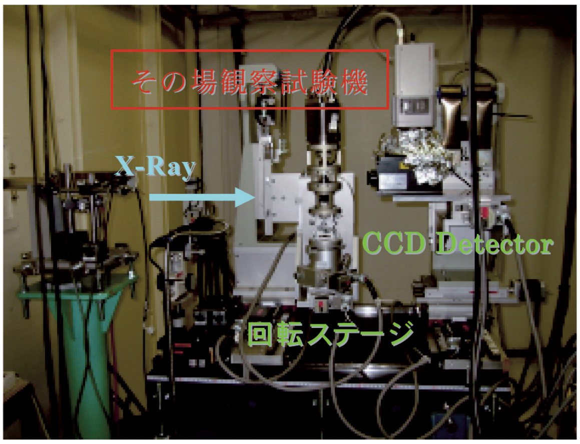

Fig.1. Set-up for the X-ray microtomography in the experimental hutch of BL47XU.

Table 1. Chemical compositions of the aluminum foams.

(mass%)

Material	Zn	Ca	Ti	Fe	Mg	Al
AlZnMg	10	1.5	1.5	0.1	0.3	bal.

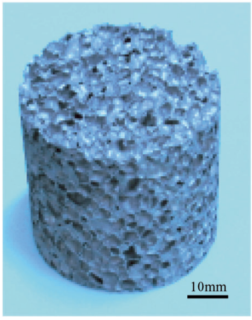

Fig.2. Appearance of an aluminum foam.

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の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。

2) 関心領域撮像法（ローカルトモグラフィー）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 AlZnMg 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 400 μ m、500 μ m の圧縮荷重を加え、CT 撮像を行った。ここで、試験片内の 6 箇所の関心領域を CT 撮像した。図 4 は、圧縮時の関心領域約 $1mm^3$ の

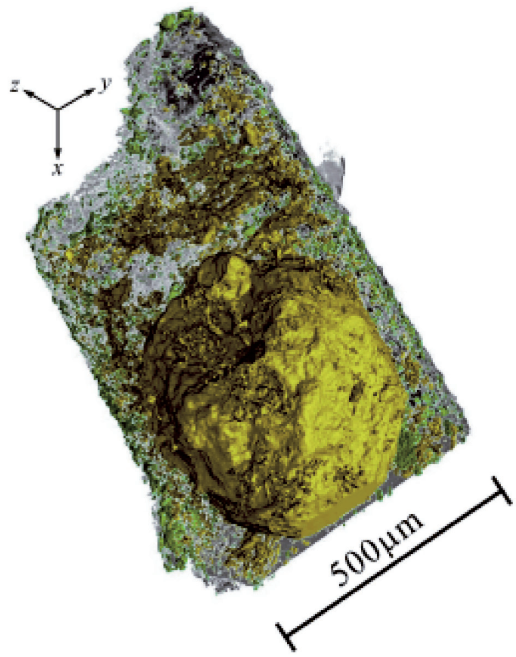

Fig.3. 3D reconstructed volume and orrespondingmicropore and particle distribution (highlighted in yellow and green, respectively).

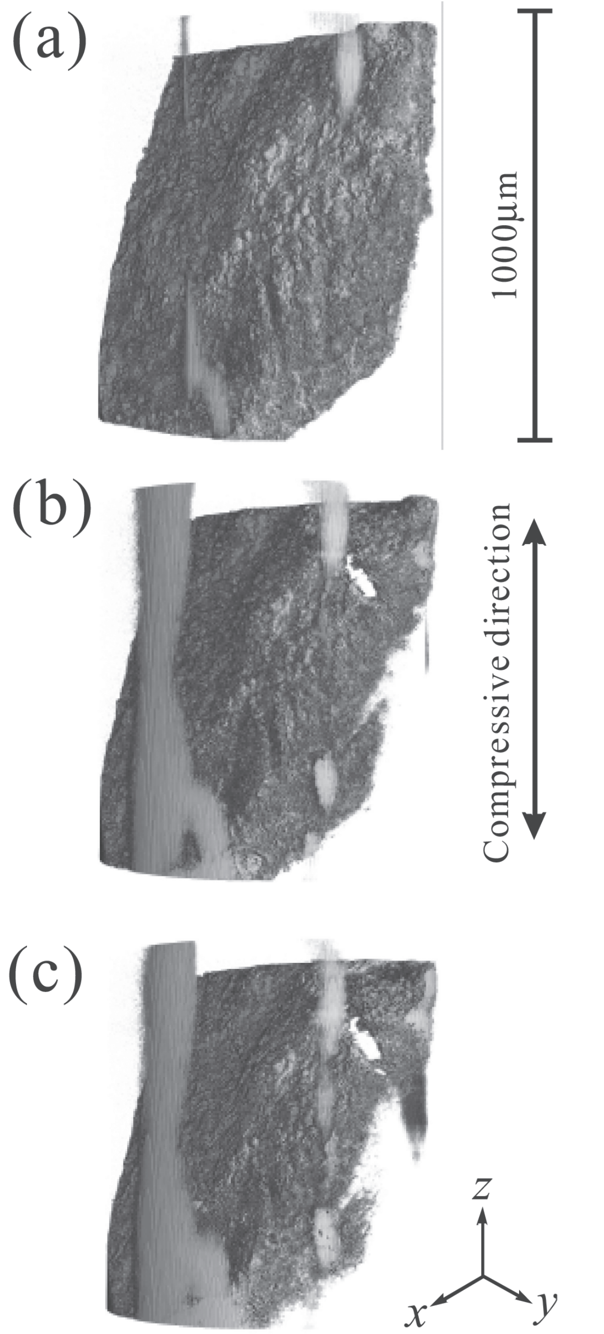

Fig.4. 3D reconstructed volumes captured in the compression test at the displacements under three loads,(a) 0 μ m, (b) 400 μ m, and (c) 500 μ m, respectively.

セル壁の三次元再構成像を示す。上部右側にマクロなき裂が発生していることがわかる。また、圧縮により、セル壁の重心位置が降下しているのがわかる。試験片内の 6 箇所のセル壁の破壊挙動を比較することにより、セル壁内部のミクロンオーダーのミクロ構造と変形・破壊挙動のみならず試験片全体の評価が可能になった。

今後の課題

圧縮試験において、CT 撮像時に特殊小型材料試験機のアクチュエータが、数μm 程度変動することがあった。変動を微小にするように改良すると共に、最適な試験機制御パラメターを調査する必要がある。また、ローカルトモグラフィー法のアルゴリズムの開発をおこなった結果、精度をより高めることも今後の課題である。

参考文献

1) M.F.Ashby *et al.*, Metal Foams: Design Guide Butterworth-Heinemann, Woburn, MA, USA,2000.
2) T.Miyoshi, Doctoral Thesis (Osaka Prefecture University) (2002).
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)大会講演概要、pp.65,66.

[2] 戸田裕之他、軽金属学会、第 106 会春期大会講演概要、pp.138-139.

[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）

[5] 戸田裕之他、日本金属学会、2004 年秋期(第135 回)大会（2 件口頭発表予定）

[6] H.Toda *et al.*, 4th International Conference on MetFoam 2005, Kyoto, 2005（2 件口頭発表予定）

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

・関心領域撮像法（ローカルトモグラフィー）

大径物体の中心部の関心領域のみを 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。