九州大学学術情報リポジトリ
Kyushu University Institutional Repository

X 線マイクロトモグラフィーによるポーラス金属の破壊挙動解析

戸田, 裕之
豊橋技術科学大学

小林, 正和
豊橋技術科学大学

https://hdl.handle.net/2324/1812258

出版情報：Materia Japan. 47 (4), pp.191-195 , 2008-04-01
バージョン：
権利関係：

KYUSHU UNIVERSITY

ミニ特集

ポーラス金属の現状と展望

X線マイクロトモグラフィーによるポーラス金属の破壊挙動解析

戸田裕之* 小林正和**

1. ポーラス金属に3D観察を適用する意義

鋳造法で作られるポーラス金属は，自動車の衝撃吸収部材などとして実用に近づいている．我が国でも，自動車軽量化に関するNEDOプロジェクト(H14～18年度)が「高信頼性ポーラスアルミニウム材料の開発」を主要な開発項目の一つとして，つい2年前に終了したばかりである[1]．そこでは，基地アルミニウムを合金化することで大幅な衝撃吸収特性改善が達成されている[1]．この種の材料は，発泡助剤の高温での分解に伴う水素ガスの生成を利用しており，セル壁と呼ばれる金属薄膜で囲まれたクローズドセル構造をしている．これまで，ポーラス金属の力学的性質の評価は，数mmオーダとなるこのセル構造を対象とするものがほとんどであった[2]．しかし，上記の様な生産技術開発が進んだ今，セル構造はかなり微細均一化している．そのため，慣用金属材料でそうであるように，セル壁を構成する薄膜の金属組織，特にその不均一な空間的分布が鍵となるというのが筆者らの視点である．

図1[3]は，同プロジェクトで開発されたAl-10%Zn-0.2%Mg合金ポーラス材料中の分散粒子とミクロポアを，また図2[4]は，結晶粒界を示している．いずれの観察も，後で述べるX線マイクロトモグラフィーによるものである．粒子は最大で10 μmほどであり，図1からわかる様に不均一な分布をしている．また，ミクロポアの分布も不均一で，最大で100 μm程度のものが気孔率で合計3.1%も含まれている．このように，一般的な構造用材料と比べてポーラス金属のセル壁には非常に欠陥が多く，粗大な粒子も高密度に存在する．加えて，結晶粒界はセル壁を貫通しており，単結晶パッチが継ぎはぎのように連結してセル壁を構成している．この材料では，セル壁の薄いところが数十μm程度の厚みになっており，構造体と内部ミクロ組織のサイズが近く，ミクロ組織やポアなど欠陥の影響が極端に強調されて現れることは予想に難くない．

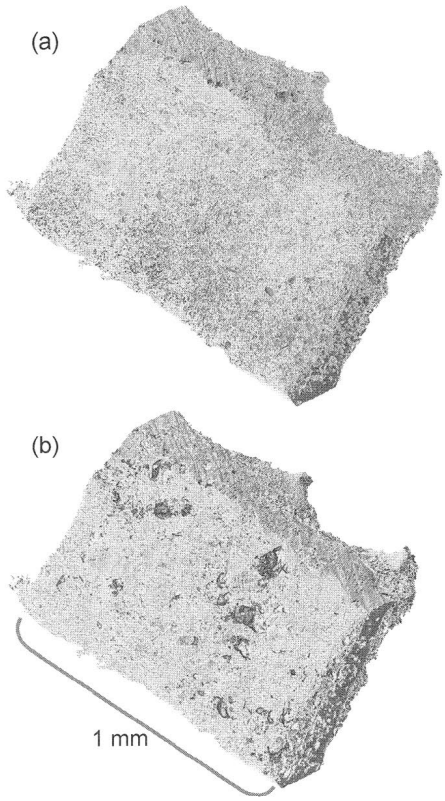


図1 セル壁内の(a)粒子および(b)ミクロポアの3D分布．両者とも凝固プロセスに起因した偏在が見られ，同じような配列パターンを呈している．

* 豊橋技術科学大学教授；生産システム工学系(〒441-8580 豊橋市天伯町雲雀ヶ丘1-1)
** 豊橋技術科学大学講師；生産システム工学系
Assessment of Fracture Behaviors in Porous Metals via X-ray Micro-tomography; Hiroyuki Toda*, Masakazu Kobayashi** (Department of Production Systems Engineering, Toyohashi University of Technology, Toyohashi)
Keywords: *porous metals, aluminum, synchrotron radiation, x-ray, tomography, substraction imaging, in-situ, 3-D*
2007年11月8日受理

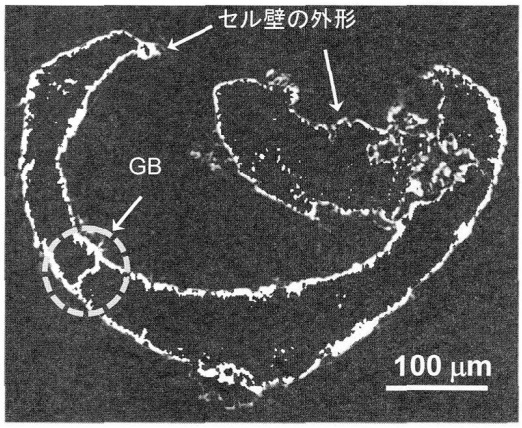


図2　トモグラフィーによるポーラスアルミニウムセル壁の2D仮想断面．閉じた白線はセル壁の外形を示す．セル壁を横切る白線(波線円内)は，Al-Si-Zn-Sn合金を用いて現出させた結晶粒界である．

このように不均質な材料に対し，全体のごく一部分だけをサンプリングする従来の表面・断面観察，薄膜の透過像観察は無力であり，また単純化したモデルによる各種解析によってもその特性を予測できないことは，容易に理解できる．我々は，ESRFやSPring-8といった第三世代の大型放射光施設でX線マイクロトモグラフィー法を用いた実験を行い，材料のミクロ組織と変形・損傷・破壊挙動の関係を調べてきた[5]-[10]．その分解能は，2001年頃に1 μm程度に，そして2005年頃には0.1 μmレベルに達し，いまや材料のミクロ組織観察に十分堪えるレベルにある．試験片全体を3Dでイメージングし，かつその外乱下の経時変化をその場観察できるこの手法は，実用ポーラス金属の様にミクロ・メゾレベルの欠陥が多い材料には好適と言える．むしろ我々は，ポーラスアルミニウムをモデル材料に用いて各種応用技法，解析手法を発展させるとともに，その威力を試してきたとも言える．

2.　セル壁中のミクロポアの影響

(1)　変形・破壊挙動のその場観察

図3にセル壁破壊のその場観察の様子を示す[3]．ε_{app}は試験片に与えたマクロな圧縮歪である．図3(a)に示す純アルミニウム基のポーラス金属ではセル壁が内部のミクロ構造に鈍感な延性的座屈・曲げを呈するのに対し，これにZnやMgを合金化した図3(b)の場合，き裂が粗大なミクロポアなどの欠陥を縫う様にして走る脆性的な破壊となる．これは，特性向上を狙って基材を合金化することで，セル壁内部のミクロ・メゾレベルの組織や欠陥に格段に敏感になるとともに，粒子数やサイズの増加によりその組織自体も複雑になるという二重の効果による．同じような観察は，セル壁の疲労破壊の場合にも見られており，ミクロポアによる疲労き裂伝播の局所的な加・減速として定量的に捉えられている[11]．

このようなその場観察は[12]，比較的大きな試験片をそのまま3-DイメージングできるX線マイクロトモグラフィーならではの成果と言える．ただし，試験片サイズと3D画像の分解能はトレードオフの関係にある．これを克服するため

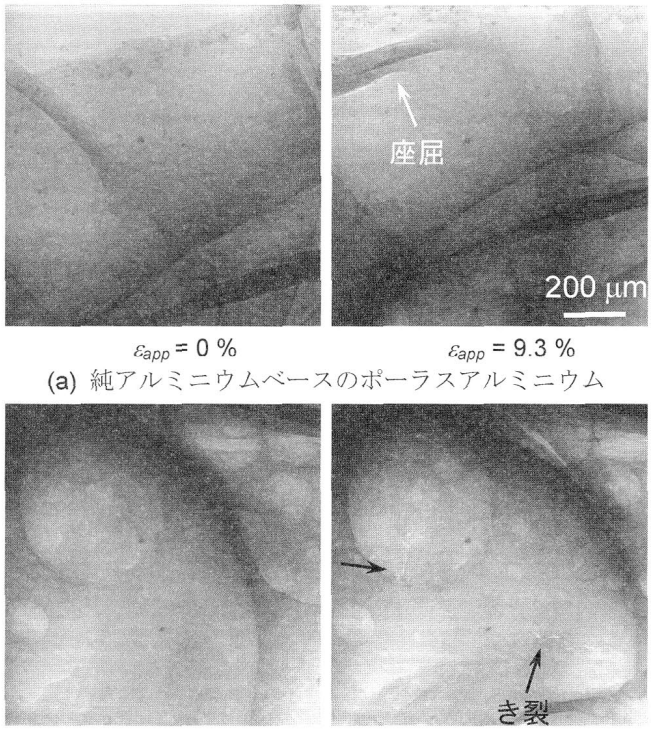


図3　ポーラスアルミニウムセル壁の変形・破壊挙動．純アルミニウム材は延性的な座屈が見られるのに対し，合金化したものは比較的大きなミクロポアから微小き裂が発生し，これが合体・伝播する．

に，大径試料内部の関心領域を高分解能観察するための3D画像再構成アルゴリズムを開発した[13]．一般に，ポーラス金属ではセルが粗大で妥当な材料試験に大きな試験片を要するので，その破壊の評価には必要な技法と言える．

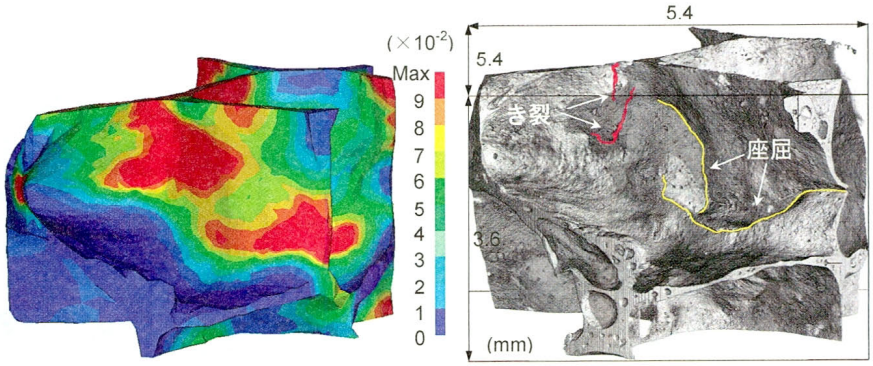
(2)　変形・破壊挙動の実験および数値解析による定量評価

X線マイクロトモグラフィーでは，連続的に撮影した1セットの3D画像の解析により様々な情報が得られるほか，3D画像を用いたイメージベース数値解析なども可能となる．**図4**は，後者の一例である．放射光下でポーラス金属試験片の損傷・破壊挙動をその場観察した例を図4(b)に示す．この試験片の負荷前の3D画像(外形および内部ミクロポアの情報)を用いて解析モデルを作製し，弾塑性有限要素法解析を行った結果が図4(a)である．これらの比較から，実験でセル壁の座屈や亀裂発生が見られた所は，マクロ的に歪な形状をしているか，内部に粗大なミクロポアを含むかのいずれかとわかった．5.4 mm角の小さな試験片中に直径5 μm以上のミクロポアは約12,000個も含まれているが，この計算では直径100 μm以上の32個，および1.9×1.65 mmの関心領域内の20 μm以上のミクロポアをモデルに取り入れている．

図5は，セル壁中のミクロポアを歪み計測用のマーカーとして用い，ポーラス金属の圧壊中にマーカー点を追跡[15]することでセル壁内部の歪みを3Dマッピングした例である[3]．粗大なミクロポアの周囲に歪みが局在化しており，こ

れらが破壊の起点になることを明示している．実際，圧縮試験を繰り返し20万個のミクロポア(平均直径3.6 μm)の挙動を3D観察した結果，微小き裂を発生するのはその内わずか81個のミクロポアに過ぎず，その平均直径は70.6 μmにもなることが確かめられている[11]．また，**図6**に示すイメージベース数値解析結果[14]が示す様に，比較的小さなミクロポアでも配列している場合には大きな効果を有する．このように関心のある特定のミクロ構造の影響を抽出して解析できるのがイメージベース数値解析の利点である．図6では，配列したミクロポアに歪みが局在化するだけではなく，少し離れた粗大なミクロポアの周囲の歪み集中を促進する効果も認められる．実際，図1に示したミクロポアと粒子は特徴的な配列パターンを呈している．これは図2に示した結晶粒界の位置とも関連し，セル壁の特徴的な凝固プロセスにより最終凝固部にミクロポアや粒子が配列することによる．一連の検討結果は，ポーラス金属製造プロセス条件の制御により材料の破壊抵抗を改善できる可能性を示唆している．

最後に，動的負荷の影響に関しても触れる．**図7**は，図4と同じイメージベースモデルを用い，陽解法による非線形動的構造解析を行ったものである[14]．動的変形下ではより広い領域が高い応力にさらされるため，損傷・破壊挙動も静的負荷下とは大きく異なる．これが，基地金属の強度などの内生的な歪み速度依存性と重畳するため，緻密材料と比べ，見かけの歪み速度依存性が強く出るなど複雑となる．



(a) 相当組成歪み分布の数値解析結果　　(b) 変形後の試験片形状

図4　動的負荷を6.67%まで一軸負荷(上下方向)するポーラスアルミニウムのイメージベース数値解析の計算結果と，同条件で実験を行った試験片の試験後の3D画像の比較．同じ試験片を用いて計算と実験観察を行ったもの．

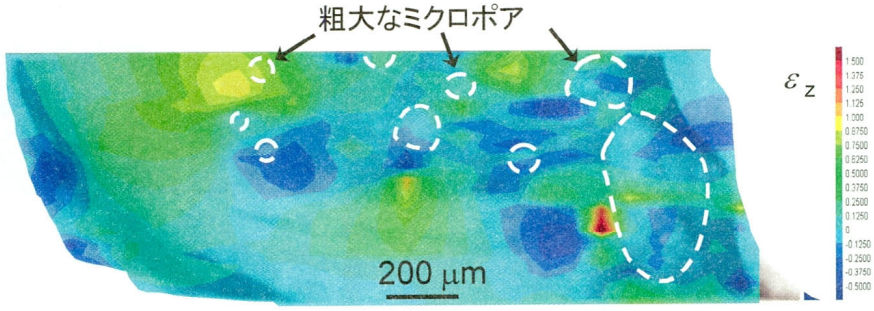


図5　セル壁中の歪み3D計測結果．内部ミクロポアを歪み計測用のマーカーとして用い追跡することで計測したもの．セル壁の透過画像と重ね，内部の粗大なポア(白線)との位置関係を示している．

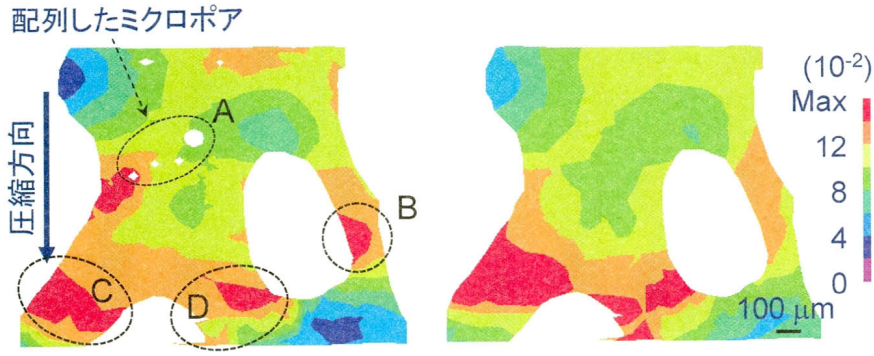


図6　イメージベース数値解析によるポーラスアルミニウム中の相当塑性歪み分布の計算結果．A部のミクロポアの配列により，A部だけではなく少し離れたB～Dでも歪み分布の変化が見られる．

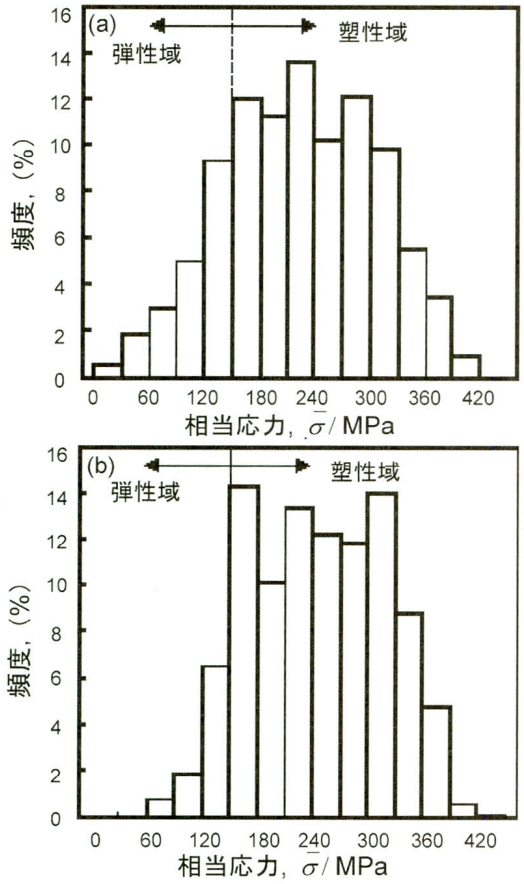


図7　イメージベース数値解析によるポーラスアルミニウム中の相当応力分布の全節点解のヒストグラム．(a)は静的，(b)は動的負荷下の解を示す．

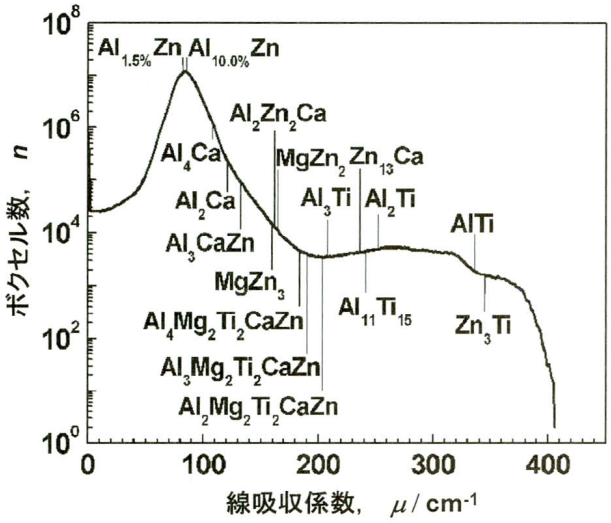


図8　9.61 keV で撮像したポーラスアルミニウム(Al-Zn-Mg 合金ベース)の X 線線吸収係数の頻度図．Al 固溶体のピークを中心に，非常にブロードな分布を呈する．

3.　セル壁中の分散粒子の影響

図 8 は，ポーラス金属の 3D 画像から X 線線吸収係数のヒストグラムを求めたものである[16]．この場合の X 線エネルギーは，9.61 keV である．材料は，Al-Zn-Mg 合金基ポーラス金属であるが，実際には，発泡助剤に起因する Ti，増粘剤に起因する Ca がそれぞれ1.5%ほど含まれる．図中には，存在が予想される金属間化合物とその線吸収係数を示している．図 8 より，この材料では高濃度の合金元素と特異な凝固形態に起因して種々雑多な相が含まれており，かつセル壁中の合金元素濃度，析出物の空間的分布も均一ではないことがわかる．これは，マクロなセル構造のレベルで溶質原子の偏在が生じるため，通常の溶体化処理条件では十分な溶体化が得られないこと，それに優れた断熱効果の裏返しとして，溶体化処理後の水冷時に十分な冷却速度が得られない

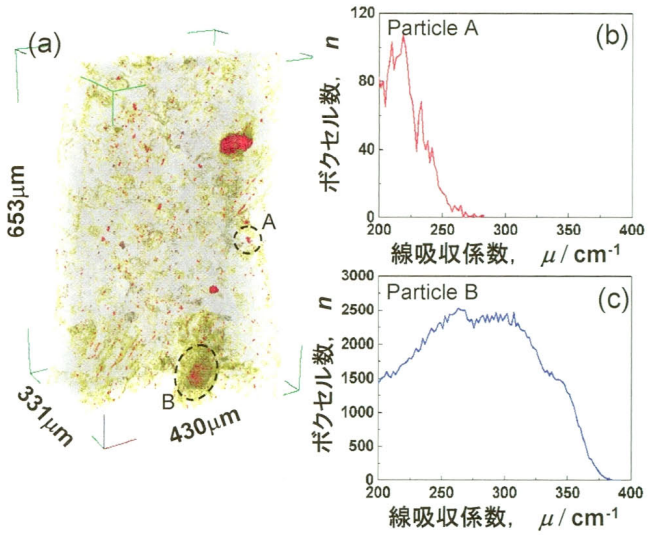


図9　9.71 keV で撮像したポーラスアルミニウム(Al-Zn-Mg 合金ベース)の 3D 粒子分布(黄色は線吸収係数で100～150 cm^{-1} で主に Ca リッチ相，赤は同じく150 cm^{-1} 以上の Ti を含む相)．(a)には，(b)と(c)にその線吸収係数の分布を示す 2 個の粒子を示した．

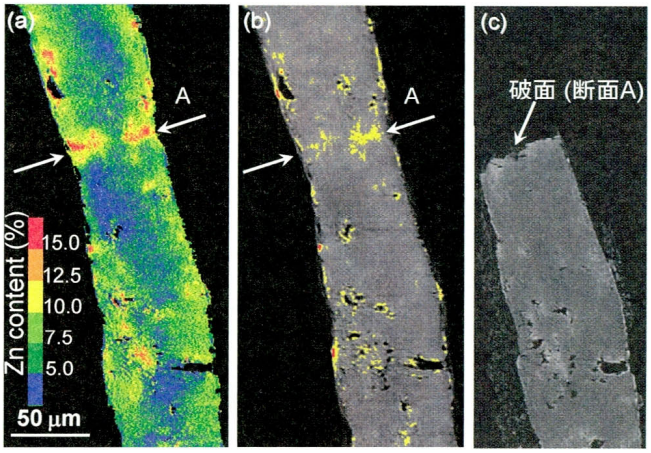


図10　破壊をその場観察したポーラスアルミニウムセル壁(Al-Zn-Mg 合金ベース)の(a)Zn 分布，(b)Ca および Ti リッチ相の分布(黄：Ca，赤：Ti)．破壊後の破断面位置を20 keV 画像で(c)に示す．いずれも，3D データを仮想断面として 2D で示している．

ことなどによる．

これをもう少し局所的に評価するため，**図9**ではX線の吸収端前後での差分をとってZn濃度分布を算出し，さらにこれを元データから引き去った後の吸収係数分布を用いてCa, Tiを含む相の空間的分布を可視化している．図9(b), (c)では，(a)に示す特定の粒子2個のX線線吸収係数を示す．このエネルギーでの線吸収係数(1/cm)は，Al_3Ti：203, $Al_{11}Ti_5$：234, Al_2Ti：245, AlTi：326, $AlTi_3$：445, TiH_2：560である．したがって，粒子は単相ではなくAl：Ti比の異なるいくつかのAlTi金属間化合物が複合していることがわかる．また，粒子周囲にはCaの偏析も見られ，非常に不均一なミクロ組織を呈する．

このポーラス金属を破壊させ，破壊経路との関係を見たものが**図10**である．Znを含む金属間化合物粒子に沿って破壊していることが(a)よりわかる．さらに，この仮想断面上でいくつか見られるZnを含む金属間化合物粒子の内，(b)に示すCa偏析が生じている領域で破壊している．おそらく，ここには結晶粒界が存在すると判断される．

このように，組成的，形態的に複雑な実用ポーラス金属のミクロ組織とその力学的挙動との関係を，時にはその局所的な化学組成などをも検討しながら3Dで調べることで，有害なものは少量であっても除去し，無害なものは多く存在していても許容するといった効率的なプロセス制御が可能となる．

4. 最　後　に

ポーラス金属の微視的な損傷・破壊挙動の研究成果のいくつかを紹介した．この材料が実用に供され，実社会で広く利用されるためには，既存の工業材料と同様の材料設計，製造プロセスの制御，品質保証，信頼性の確保が必要となる．これまでの同材料に対する比較的マクロなアプローチや慣用評価手法である断面，表面，薄膜観察に代わり，同材料では3D/4D観察が有力な武器となり得ることを紹介した．X線マイクロトモグラフィーは，現在では第三世代放射光によるしかない特殊な技術ではなく，高分解能な実験室レベルの装置によっても可能である．ここで紹介した様なアプローチが学術的な研究だけではなく，産業利用までつながり広まったときに，さらに大きな効果が現れることを期待したい．

X線マイクロトモグラフィーは，マクロサイズの試験片中の微視的形態の3D内部観察，各種局所定量評価，その場観察，化学組成同定など様々な特徴を有する．最近，これに3D-X線回折を組み合わせ，局所的な結晶方位分布などを追加できる，よりロバストな手法も開発されている[17]．ポーラス金属の破壊挙動解析には，このような手法も大きな威力を発揮すると期待される．

本研究の内容は，SPring-8の課題(2003B0293-NM-np-Na, 2005A0417-ND1c-upなど)である．また，NEDOからの委託事業「自動車軽量のためのアルミニウム合金高度加工・形成技術開発事業」プロジェクト，科研費基盤(B)：17360340，軽金属奨学会助成金のサポートを記して感謝する．

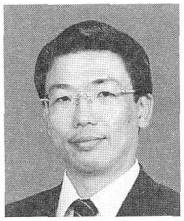
文　献

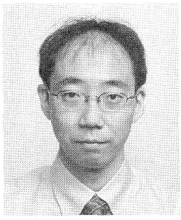
(1) K. Ito and H. Kobayashi: Proc. MetFoam 2005, ed. by H. Nakajima and N. Kanetake., Kyoto, Japan, (2006), 13–20.
(2) L. J. Gibson and M. F. Ashby: Cellular Solids Structure and Properties, Second Edition, Cambridge University Press, Cambridge, U. K., (1997).
(3) H. Toda, T. Ohgaki, K. Uesugi, M. Kobayashi, N. Kuroda, T. Kobayashi, M. Niinomi, T. Akahori, K. Makii and Y. Aruga: Metall. Mater. Trans. A, **37A**(2006), 1211–1220.
(4) H. Toda, T. Ohgaki, K. Uesugi, K. Makii, Y. Aruga, A. Toshikazu, M. Niinomi and T. Kobayashi: Key Engng. Mater., **297–300**(2005), 1189–1195.
(5) H. Toda, I. Sinclair, J. -Y. Buffiere, E. Maire, T. Connolley, M. Joyce, K. H. Khor and P. Gregson: Philos. Mag. A., **83**(2003), 2429–2448.
(6) H. Toda, I. Sinclair, J. -Y. Buffiere, E. Maire, K. H. Khor, P. Gregson and T. Kobayashi: Acta Mater., **52**(2004), 1305–1317.
(7) L. Qian, H. Toda, K. Uesugi, T. Kobayashi, T. Ohgaki and M. Kobayashi: Appl. Phys. Lett., **87**(2005), 241907.
(8) T. Ohgaki, H. Toda, M. Kobayashi, K. Uesugi M. Niinomi, T. Akahori, T. Kobayashi, K. Makii and Y. Aruga: Philos. Mag. A, **86**(2006), 4417–4438.
(9) H. Toda, K. Uesugi, A. Takeuchi, K. Minami, M. Kobayashi and T. Kobayashi: Appl. Phys. Lett., **89**(2006), 143112.
(10) M. Kobayashi, H. Toda, K. Uesugi, T. Ohgaki, T. Kobayashi, Y. Takayama, B. -G. Ahn: Philos. Mag. A, **86**(2006), 4351–4366.
(11) T. Ohgaki, H. Toda, M. Kobayashi, K. Uesugi, T. Kobayashi, M. Niinomi, T. Akahori, K. Makii and Y. Aruga : Proc. MetFoam 2005, ed. by H. Nakajima and N. Kanetake., Kyoto, Japan, (2006), 565–570.
(12) 戸田裕之，小林俊郎，大垣智巳：材料試験技術，**48**(2004), 5–10.
(13) L. Li, H. Toda, T. Ohgaki, M. Kobayashi, T. Kobayashi, K. Uesugi and Y. Suzuki : Proc. MS&T '07.,Detroit, U. S. A., (2007), 163–174.
(14) H. Toda, M. Takata, T. Ohgaki, M. Kobayashi, T. Kobayashi, K. Uesugi, K. Makii and Y. Aruga: Adv. Engng. Mater., **8**(2006), 459–467.
(15) 小林正和，戸田裕之，川井祐児，小林俊郎，上杉健太朗，D. S. Wilkinson，E. Maire，青木義満：日本金属学会誌，**71**(2007), 181–186.
(16) H. Toda, Y. Takami, M. Kobayashi, T. Kobayashi, Y. Aruga, T. Takagi, Y. Suzuki and K. Uesugi: Proc. MetFoam2007, Montreal, Canada, (2007), in press.
(17) D. J Jensen, E. M. Lauridsen, L. Margulies, H. F. Poulsen, S. Schmidt, H. O. Sorensen and G. B. M. Vaughan: materialstoday, **9**(2006), 18–25.

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

戸田裕之
1987年3月　京都大学工学部冶金学科卒業
　同年4月　鈴木自動車工業㈱材料研究所
1997年1月　豊橋技術科学大学講師，1998年10月同助教授
2006年4月　現職
専門分野：力学特性，破壊と疲労
最近は，放射光を用いたトモグラフィーによる観察とその応用技術を開発・適用することに注力している

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★


戸田裕之


小林正和