

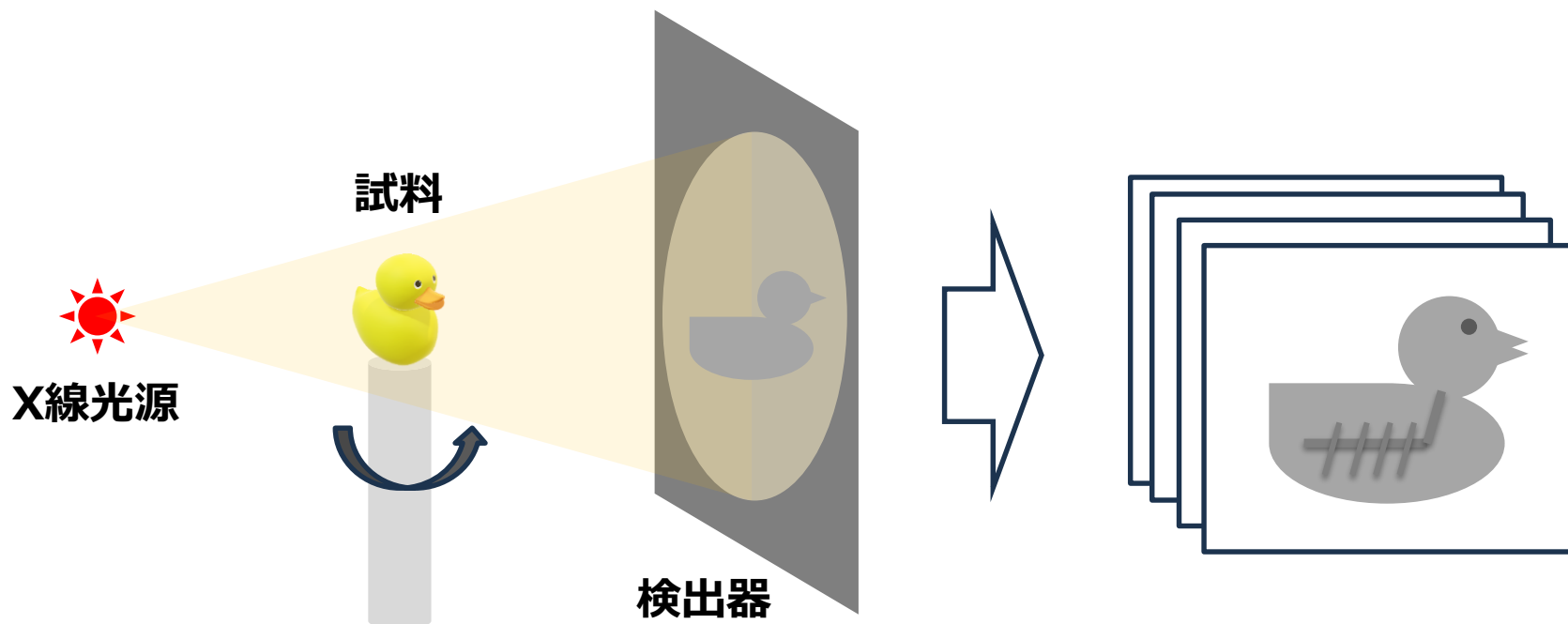
放射光の特性を生かした 三次元物性イメージングの研究

材料開発・分析技術部
機能材料開発班

伊藤 桂介、遠藤崇正、内海宏和、曽根宏

X-ray Computed Tomography (X線CT)

**X線を用いて、物体の内部を非破壊かつ三次元で観察する手法。
産業のあらゆる分野で活用されている分析技術。**



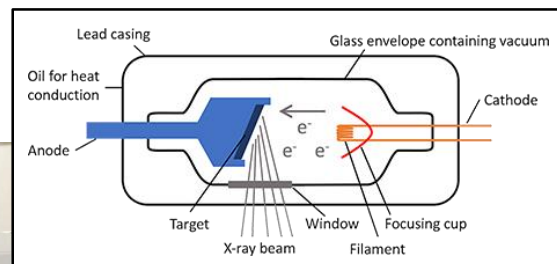
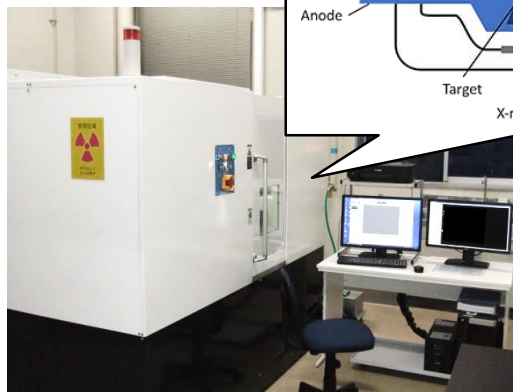
実験室でも放射光施設でも、同じ測定原理で実施可能。
ただし、得意なこと・できることに違いがある。

実験室光源と放射光のちがい

実験室光源（X線管球）

電子線を金属に当てたときに発生するX線を利用

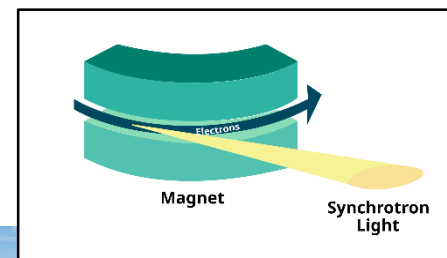
- ・ 指向性が低い
- ・ 基本的に白色光
- ・ 硬X線が出しやすい



放射光

電子の軌道が磁場により曲げられたときに放射されるX線を利用

- ・ 輝度が非常に高い
- ・ 単色化しやすい
- ・ 光の性質（偏光、コヒーレンス等）を最大限に活用できる



※特徴はあくまでもごく一般論です

実験室光源と放射光のちがい

実験室光源（X線管球）

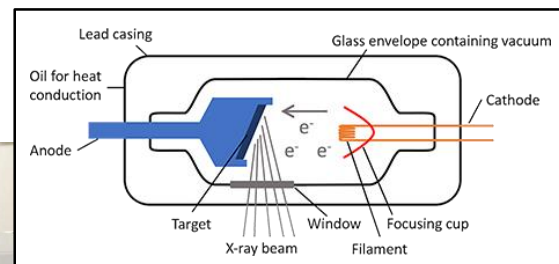
電子線を金属に当てたときに発生するX線を利用

- ・ 指向性が低い
- ・ 基本的に白色光
- ・ 硬X線が出しやすい

放射光

電子の軌道が磁場により曲げられたときに放射されるX線を利用

- ・ 輝度が非常に高い
- ・ 単色化しやすい
- ・ 光の性質（偏光、コヒーレンス等）を最大限に活用できる



X線CT実験を行う上で、とても大雑把な使い分けとしては…

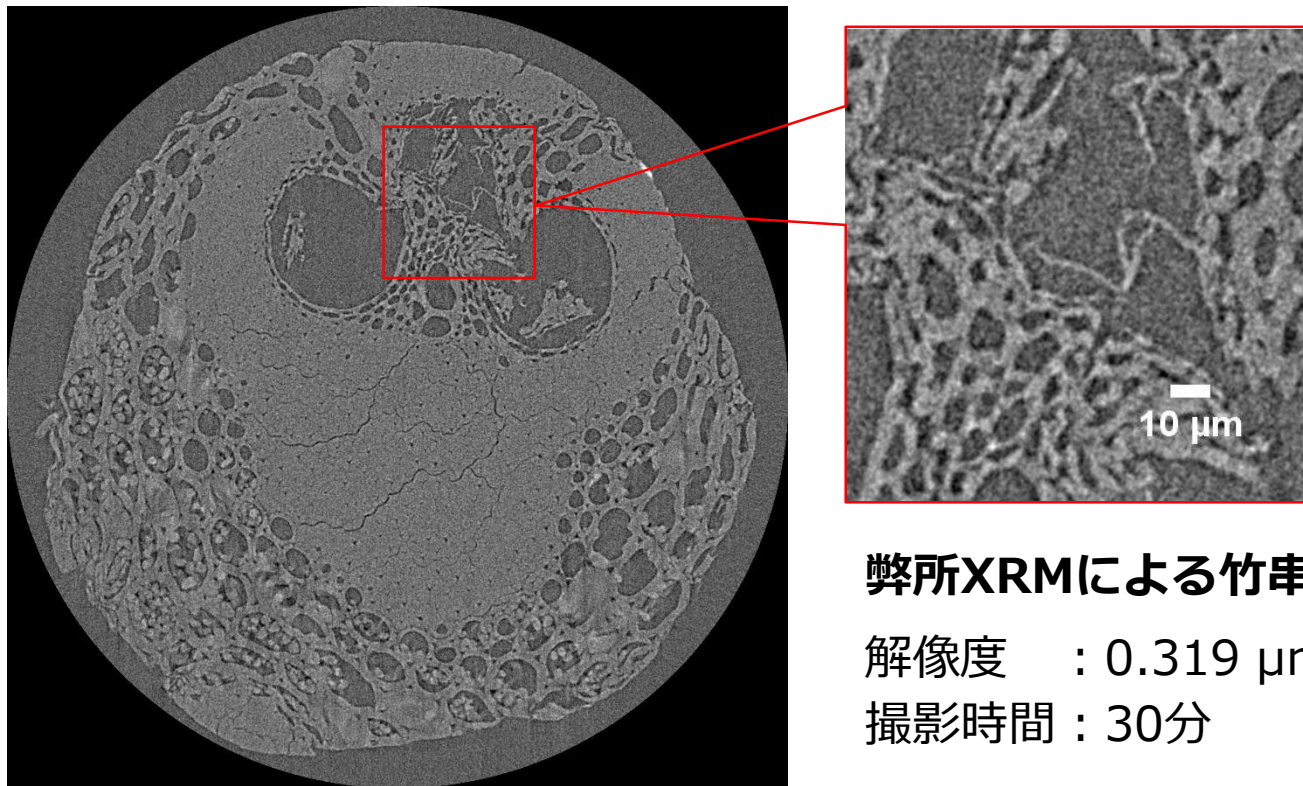
- ・ 広い視野（cm以上）が必要なときや金属材料は、ラボ機が便利
- ・ 高解像度が欲しいとき、高S/Nが必要なとき、高速測定等の特殊測定がしたいときには放射光実験が有利



※特徴はあくまでもごく一般論です

ラボ機X線CTと放射光X線CT

実験室装置の進化により、ラボでも良好な画像が取れるようになりつつある



弊所XRMによる竹串の撮影例

解像度 : 0.319 $\mu\text{m}/\text{pix}$

撮影時間 : 30分

単純な非破壊での3D観察 (over 1 μm) ならば、ラボ機でもかなりのことが可能。
企業ニーズとして「放射光でしかできないこと」への期待が高まっている。

放射光の利点を生かすと何ができる？

- ・ **明るさを生かす**

→ 高速現象の測定が可能。

- ・ **単色、エネルギー可変性を生かす**

→ X線吸収量の定量性が高い。

高コントラスト

特定の元素に着目した撮影が可能。

- ・ **実験装置の自由度を生かす**

→ ほかのX線分析（回折、蛍光など）との組み合わせが可能。

本フィジビリティースタディーの目的：

非破壊・三次元の「形状観察」に留まらない、

非破壊・三次元での「材料分析」の可能性を調査する

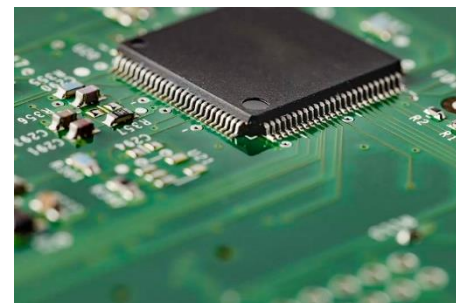
すずめっき

耐食性向上・防食性向上・装飾性付与など、あらゆる産業分野で広範に活用



すずめっき層の厚さ・界面状態は、接着強度やめっき膜の特性（強度、耐熱性、耐食性、…）に多大な影響を及ぼす

→ 性能向上・不良調査において必須の分析事項

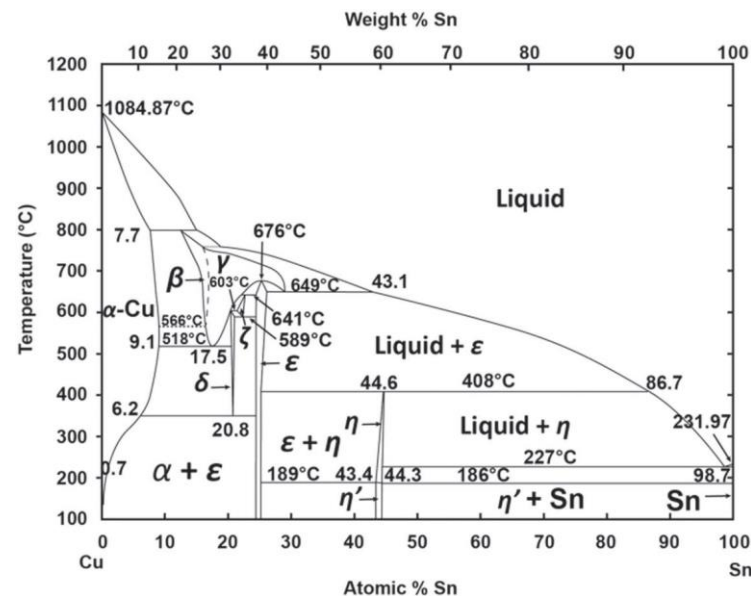


通常・・・

切断 → 研磨 → 電子顕微鏡で観察

ものすごく大変…かつ試料は破壊される。

非破壊・三次元での観察ができれば非常に有用



本FSの実施内容

すずめつき接合部（母材金属は銅とする）の三次元観察をテーマとして、放射光X線CTの有用性を調査する

- ・単色・高輝度X線によるCT撮影で、どこまでの可視化ができるか実際にデータを取得して検討する。
- ・放射光のエネルギー可変性を生かし、スズの吸収端に着目した測定を行うことにより、高コントラストでの非破壊・三次元組成イメージングの可能性を探る。

利用した施設と主な実験条件

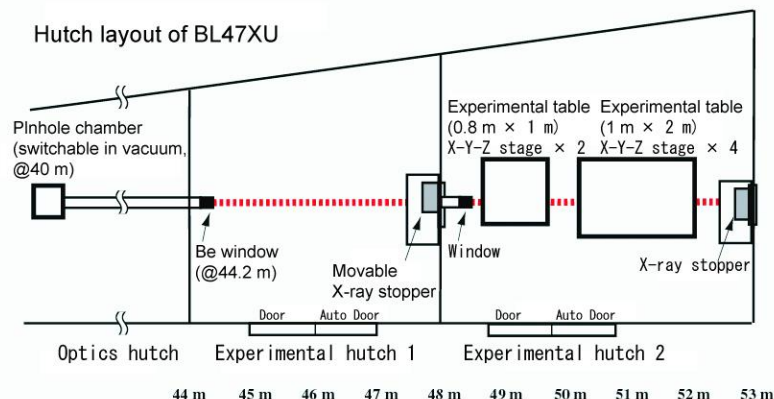
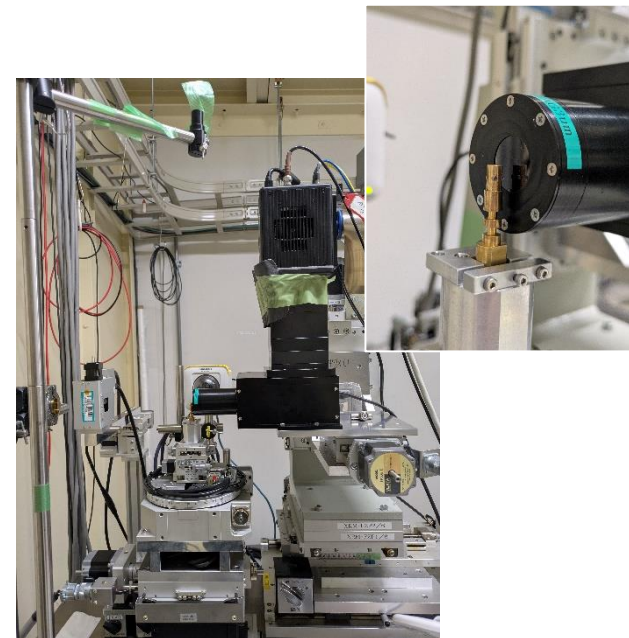
SPring-8 BL47XU 投影型X線CT

X線エネルギー 29 keV、37.7 keV

シンチレーター LuAG 3 μm

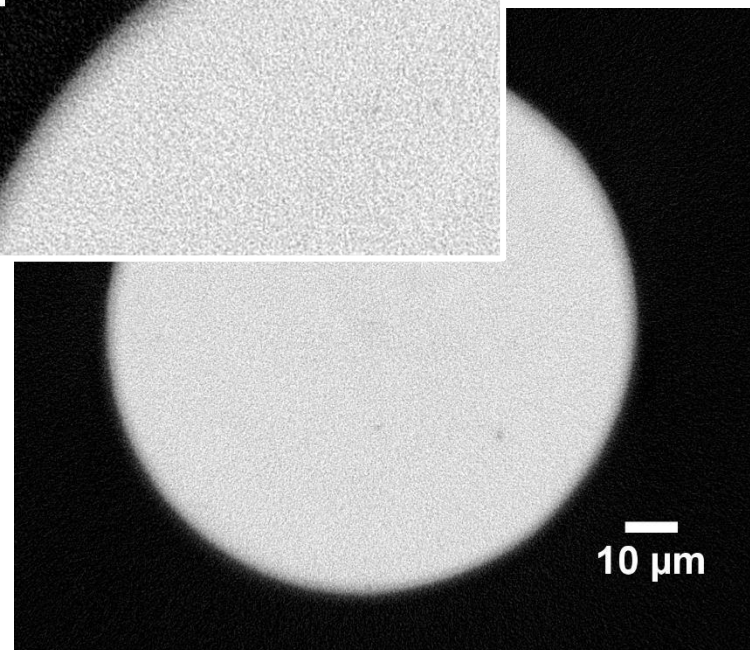
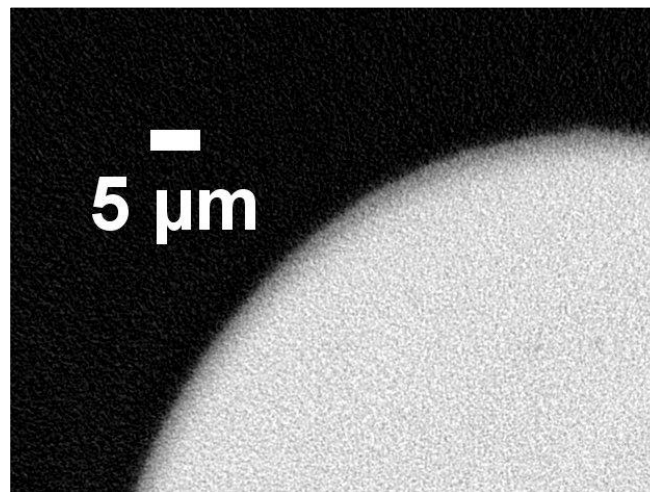
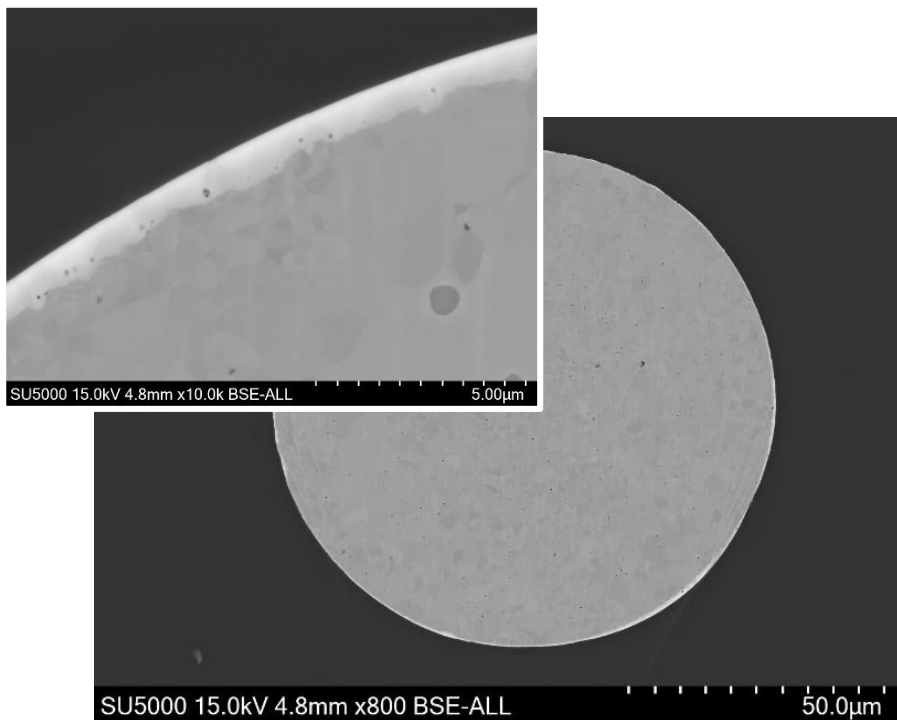
解像度 0.256 $\mu\text{m}/\text{pix}$ (x20 lens)
0.103 $\mu\text{m}/\text{pix}$ (x50 lens)

視野サイズ $\Phi \sim 400 \mu\text{m}$



高解像度観察

Φ100 μm銅線+すず電解めっき



SEMほどの解像度は出ないが、<5 μmのめっき層を解析可能なクオリティ。

SEM観察は、破壊・一断面のみの観察。

非破壊・三次元で見えることは非常に有用。

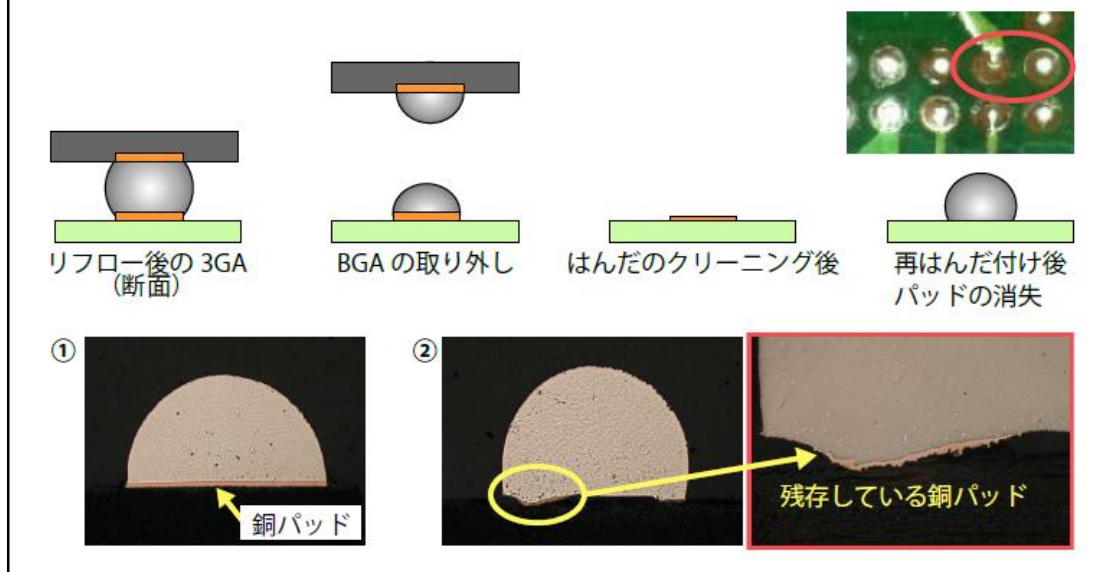
銅食われの観察

銅食われ：銅がすずに溶けて減肉する現象。

鉛フリーはんだの大敵

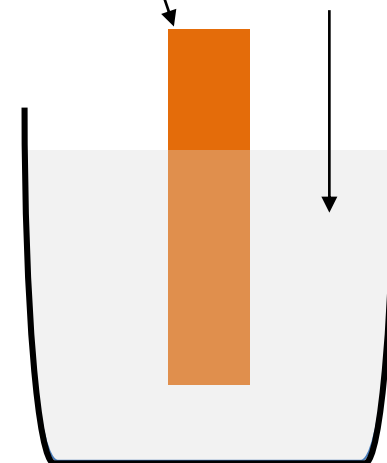
(例)再はんだ時の銅パッド消失

引用：イプロス 鉛フリーはんだ付けの基礎知識3



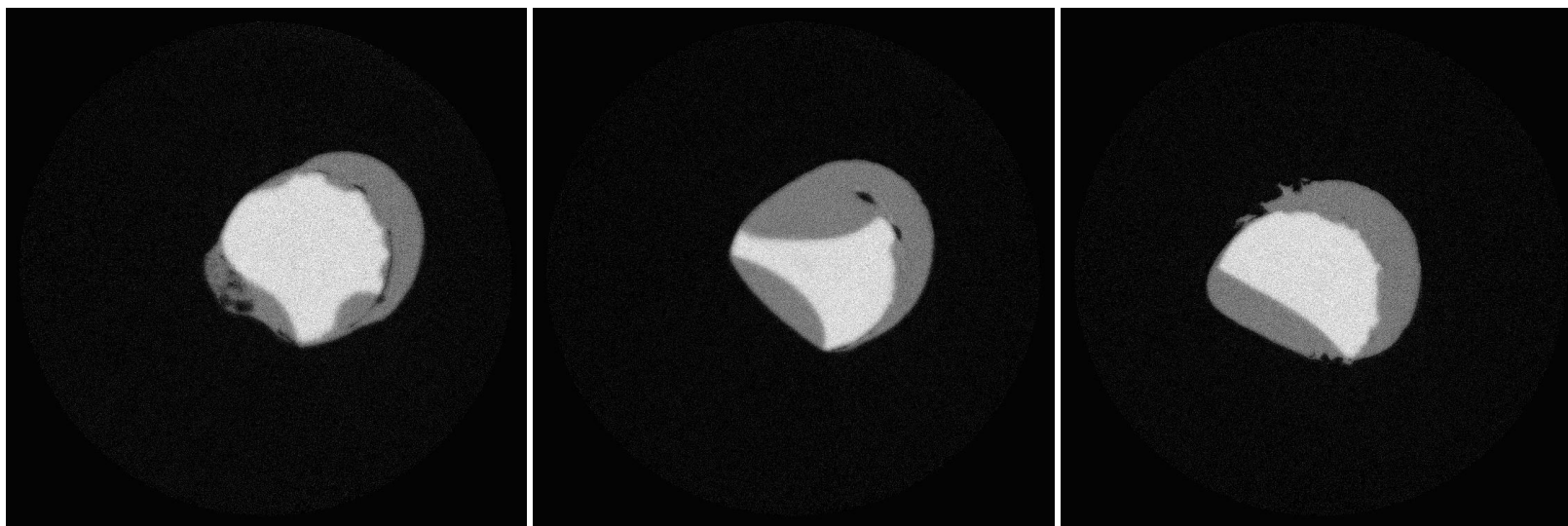
銅線

すず浴

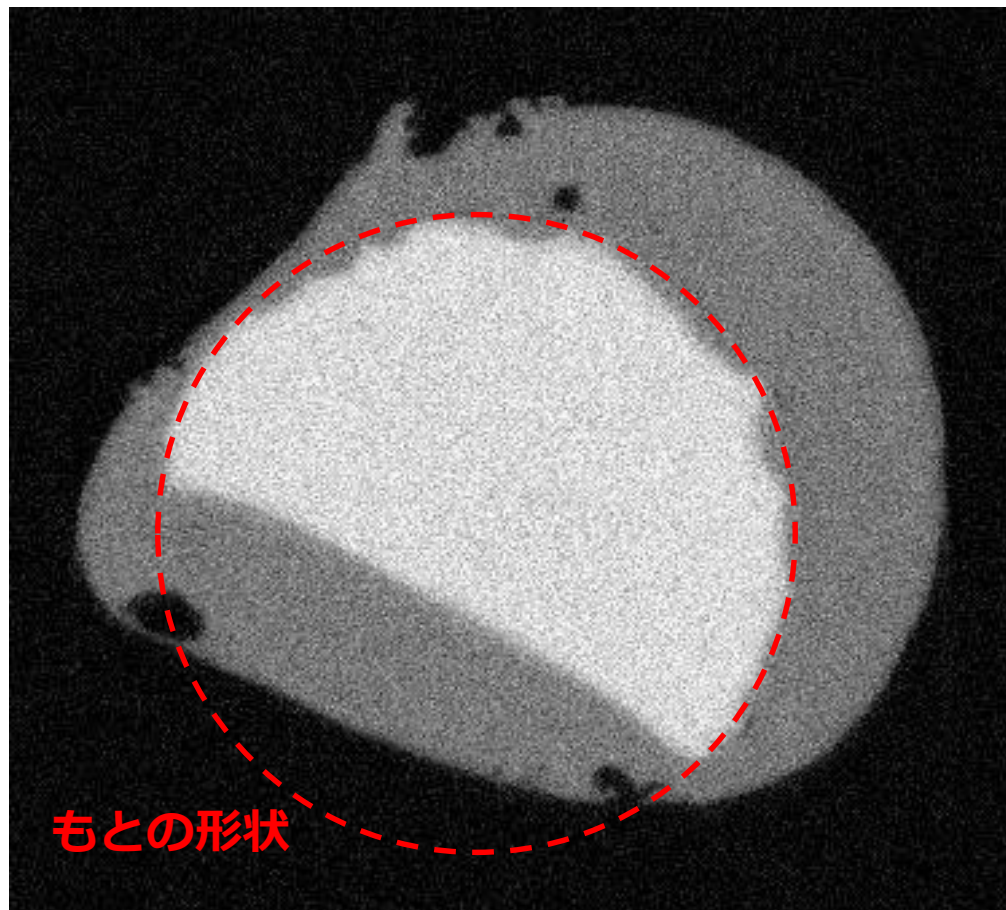


溶融すずめっき試料を作成・測定したところ、
銅が食われていく過程の三次元観察ができた。

銅食われの観察

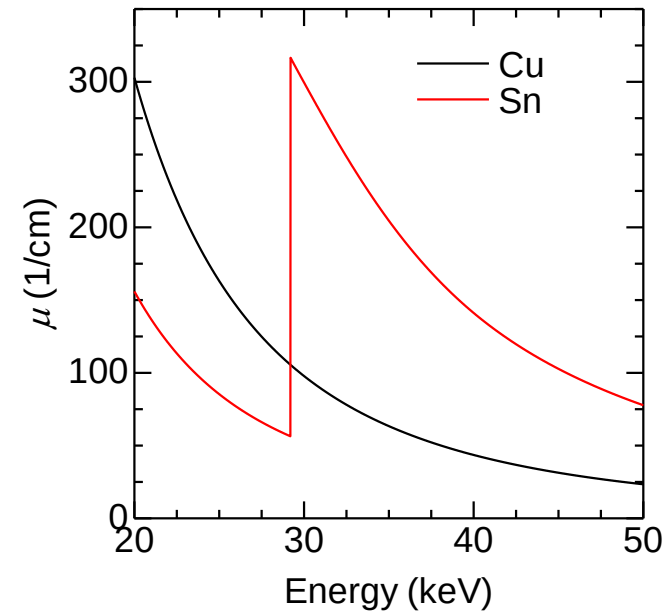
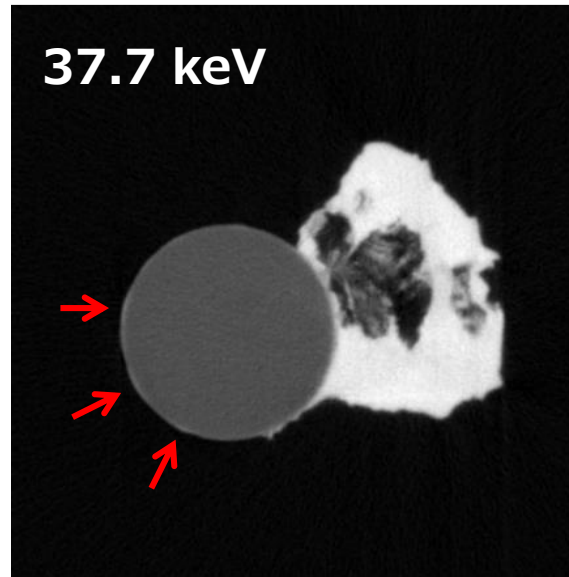
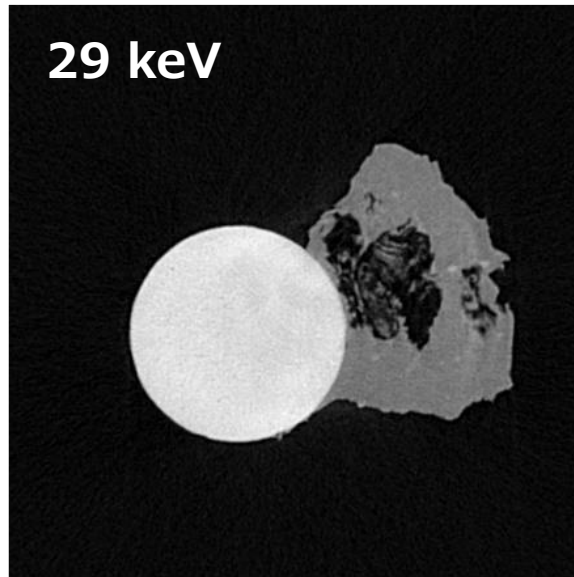


銅食われの観察



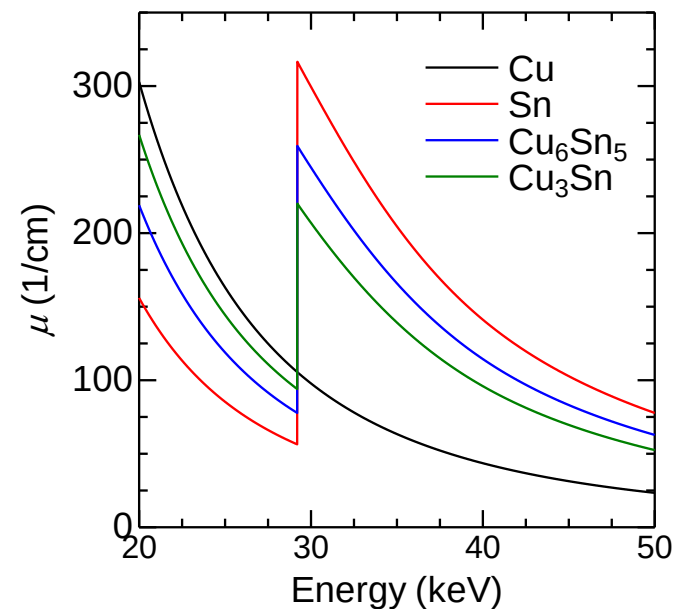
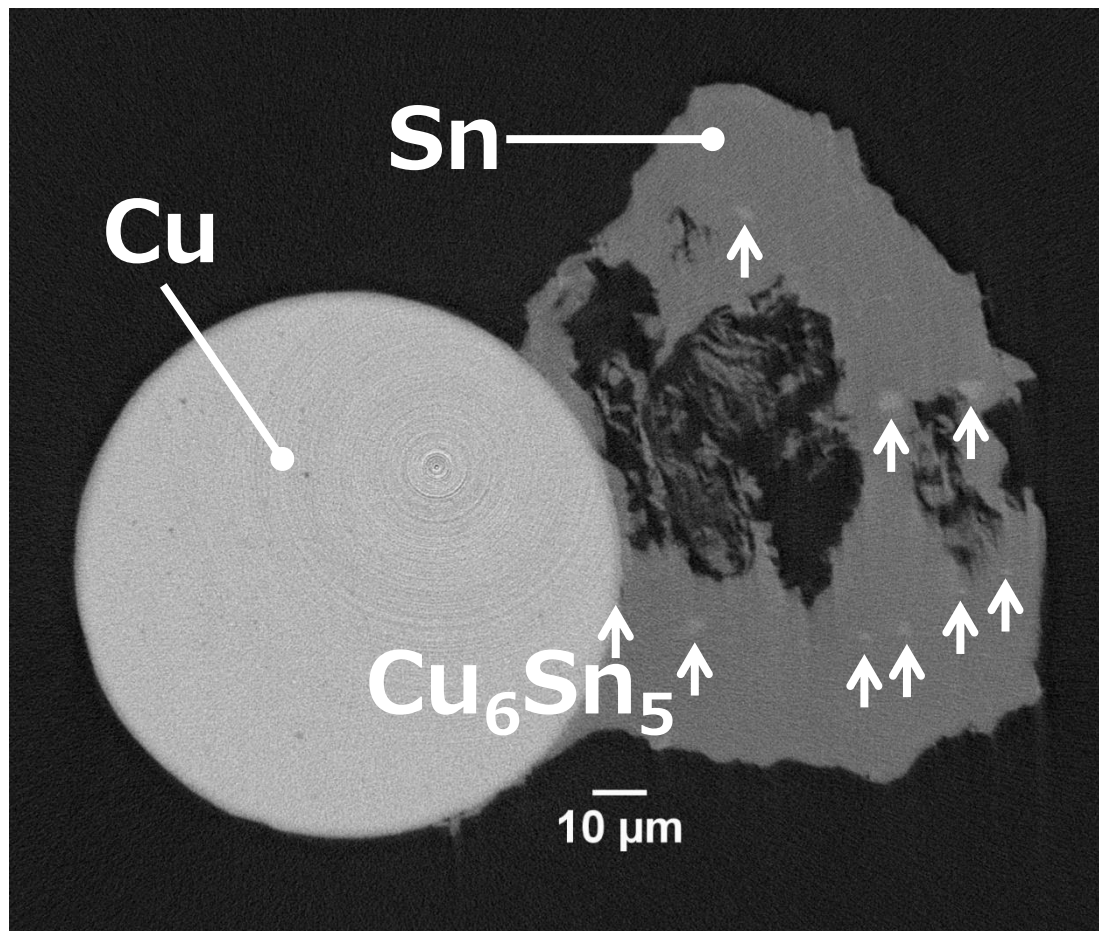
将来的には、放射光測定の実験自由度・高速性を生かした
In-situでの動的な観察も？

エネルギー選択によるコントラスト向上



すず吸収端の前後では、銅とのコントラストが逆転。
37.7 keVの撮影では、すずの存在を明瞭に捉えられている。
他方、37.7 keVでは解像感が劣化。蛍光X線の影響？

金属間化合物の分布解析



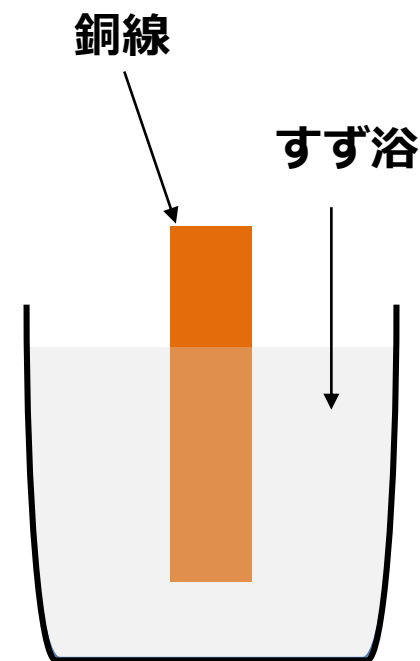
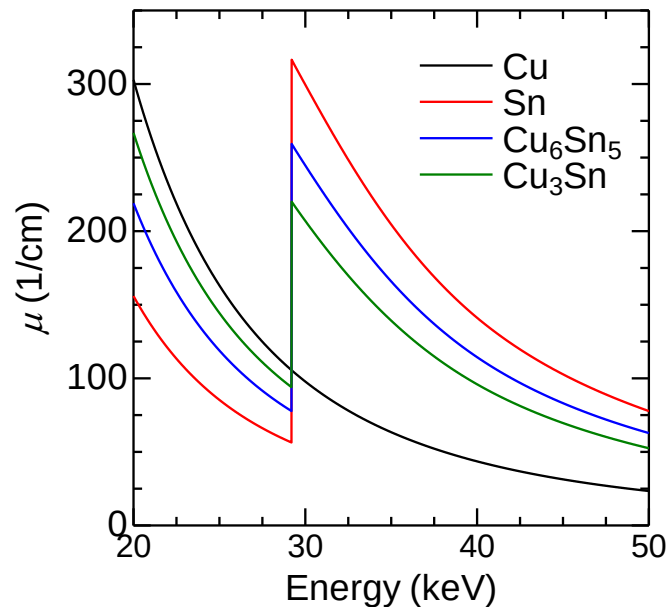
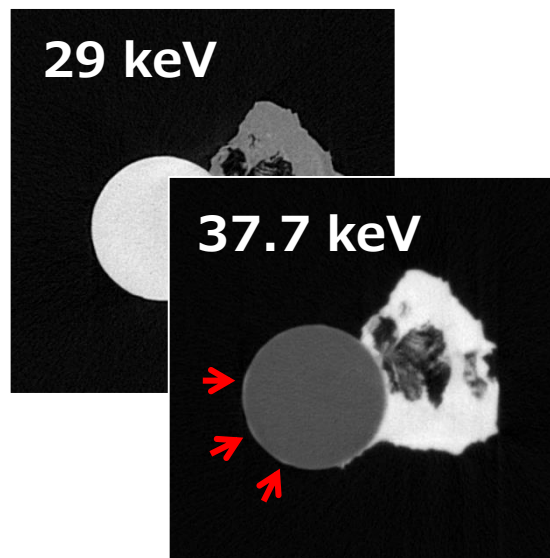
吸収係数の違いを検討することで、Cu₆Sn₅相の同定に至った。

まとめ

すずめっき接合部の観察をテーマとして、放射光X線CTの有用性を調査した。

- ・放射光X線CTにより、すずめっき層の観察が可能であることがわかった。
SEM観察は、破壊・一断面のみの観察。
非破壊・三次元で見える手段として、産業上非常に有用と思われる。
- ・エネルギーを自由に選べることで、銅とスズのコントラストを変えられる。
将来的に、吸収係数の定量的な分析により、金属間化合物の組成分析に期待が持たれる。
- ・銅食われの様子を、高精度に観察できた。
将来的に、放射光の高速性と実験自由度を生かすことで、In-situ観察の期待が持たれる。

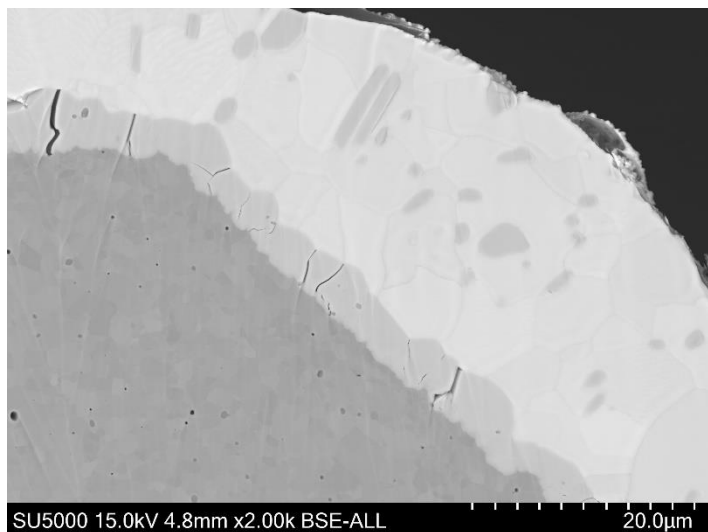
今後の展開



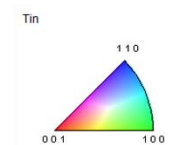
高分解能測定（結像型CT）と線吸収係数の定量解析による
金属間化合物の分布測定

銅食われ過程のIn-situ観察

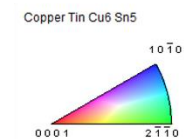
来年度の実施計画（予定）



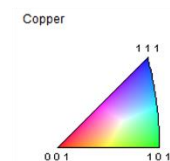
	EBSD	EBSD+EDS
Sn		
Cu6Sn5		
Cu		



Tetragonal (D4h) [4/mmm]



Hexagonal (D6h) [6/mmm]



Cubic (Oh) [m3m]

高分解能測定（結像型CT）と線吸収係数の定量解析による
金属間化合物の分布測定

謝辞

SPring-8でのX線CT実験を遂行するにあたり、下記の皆様に多大なるご協力・ご支援を賜りました。深く御礼申し上げます。

JASRI/Spring-8 上杉健太郎 主席研究員
星野真人 主幹研究員
安武 正展 研究員



宮城県産業技術総合センター

INDUSTRIAL TECHNOLOGY INSTITUTE. MIYAGI PREFECTURAL GOVERNMENT



〒981-3206

宮城県仙台市泉区明通 2 丁目 2 番地

TEL 022-377-8700 FAX 022-377-8712

Web www.mit.pref.miyagi.jp



・仙台駅より車で 40 分 / 東北自動車道 泉 I.C. より 15 分

・地下鉄泉中央駅より路線バスで約 25 分

3 番乗り場 ▶ 「宮城大学前経由 泉パークタウン車庫」行き
「宮城大学・仙台保健福祉専門学校前」下車徒歩 3 分

・仙台駅より路線バスで約 40 分

バスプール 2 番乗り場 ▶ 「宮城大学・仙台保健福祉専門学校前」行き
「宮城大学・仙台保健福祉専門学校前」下車徒歩 3 分