

# マイクロ X 線 CT によるセラミックスの欠陥検査

## Study of inspection for ceramics materials using X-CT

産業技術総合研究所	西村 良弘	Yoshihiro NISHIMURA
産業技術総合研究所	笹本 明	SASAMOTO Akira
産業技術総合研究所	鈴木 隆之	Takayuki SUZUKI Member
産業技術総合研究所	北 英紀	Hideki KITA
産業技術総合研究所	平尾 喜代司	Kiyoshi HIRAO

Recently, ceramics materials have become used in many industrial fields because of their thermally stability and stiffness. But they have not been employed to manufacture structure parts larger than one meter. The fracture pattern of ceramics materials is usually more instantaneous than that of ordinary materials, such as steel. Conventionally, inspections for improving the qualities of ceramics parts were often done with sampled products, not all products, by optical microscope and/or SEM. In this study, SEM and SAM were applied to two grades of silicon nitride ceramics which were purified and the distribution differences of defects on sample surfaces and those under surfaces were shown. X-ray CT was applied to alumina ceramics including fishing string inside and the CT images before annealing and after annealing were shown.

**Keywords:** Alumina, Silicon nitride, X-ray CT, SAM

### 1. 緒言

セラミックス材料は半導体産業や金属産業、自動車産業などにおいて、耐高温性、耐腐食性のために利用されてきている。また、最近ではその高い剛性に期待した構造材料としての用途も、(例えば大型液晶パネル製造装置の定盤、金属溶湯用パイプ、容器など)、期待されている。従来、セラミックス部材の製造では品質性能を確保するため、セラミックス原料の精製調整、型入、焼結の各工程をコントロールによってそれを行ってきた。上流の原料評価の部分では従来品と改良品について焼結体試料の断面を光学顕微鏡で比較したり、抜き取りや部分検査が一般的であり、最終製品に近い段階での全体検査や全数検査は行われてこなかった。本研究では窒化珪素部材の研磨断面の光学顕微鏡検査と超音波検査を行い、表面欠陥と内部欠陥の比較を行った。また太さの異なるナイロン糸をアルミナ成形体に混ぜ込み焼結することで人工欠陥とした。これをマイクロ X 線 CT により評価した。[1,2,3,4]

### 2. 理論

X 線は試料を透過すると減衰する。透過前の X 線の強度を  $I_0$ 、試料を透過後の強度を  $I$  とするとき、部材  $i = 1 \cdots n$  を通過し、各部材の透過率を  $\mu_1 \cdots \mu_n$  とする

と全体としての透過率  $I/I_0$  は式(1)のように書ける。

$$\frac{I}{I_0} = \mu_1 \mu_2 \cdots \mu_n \quad (1)$$

ここで、 $\mu_i = \ln g_i$  とすると、 $\ln(I/I_0)$  は式(2)のように書ける。

$$\ln \frac{I}{I_0} = \sum_{i=1}^n g_i \quad (2)$$

Fig.1 に X 線 CT を X 線の光軸に垂直な回転半径の方向から見た様子を示す。X 線 CT では、ステージ上の試料を回転させ 180 度以上の方向から透過像を求め、これから立体像の計算を行う。Fig.2 に示すように X 線ビームはステージの回転軸情報から見ると管球から放射されひろがるファンビーム状であるが、適当な並べ替えを行うと平行ビームによる透過データと等価なもの得られる。

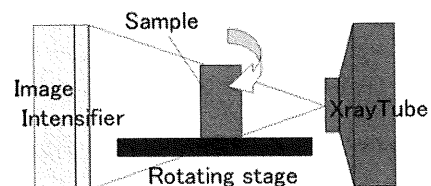


Fig.1 Principles of X-ray-CT

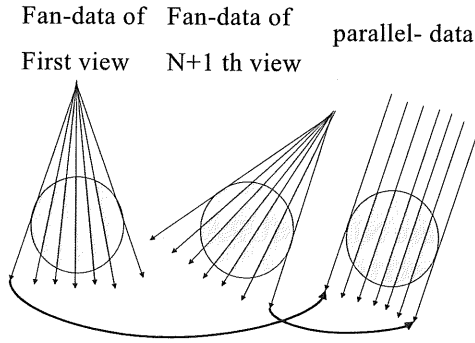


Fig.2 Translation from Fan-beam to Parallel-beam

一度、平行ビームに並べ替えられてしまえば、座標軸  $x$  から角度  $\theta$  傾いた座標軸  $t$  への透過  $X$  線の投影データ  $p(t, \theta)$  は Fig.3 からわかるように透過率の分布  $g(x, y)$  を  $s$  軸方向に積分したものである。

$$\begin{pmatrix} x \\ y \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \cos \theta & -\sin \theta \\ \sin \theta & \cos \theta \end{pmatrix} \begin{pmatrix} t \\ s \end{pmatrix} \quad (3)$$

$$p(t, \theta) = \int_{-\infty}^{+\infty} g(t \cdot \cos \theta - s \cdot \sin \theta, t \cdot \sin \theta + s \cdot \cos \theta) ds \quad (4)$$

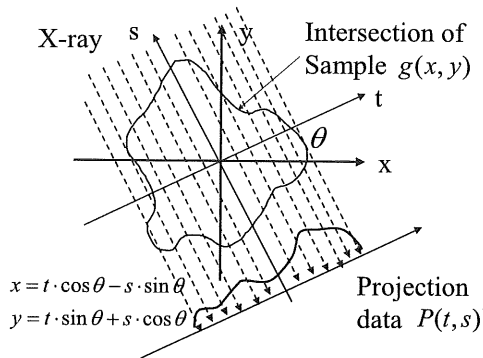


Fig.3 Sample and Projection data

空間領域の  $g(x, y)$  をフーリエ変換したものを  $G(u, v)$  とし、 $u = k \cdot \cos \theta$ 、 $y = k \cdot \sin \theta$  とすると、式(4)から式(5)が導ける。ただし、通常と異なり  $k$  の範囲は  $-\infty$  から  $+\infty$ 、 $\theta$  の範囲は  $0$  から  $\pi$  とする。このようにしても一般性は失われない。

$$\begin{aligned} G(u, v) &= G(k \cdot \cos \theta, k \cdot \sin \theta) \\ &= \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} g(x, y) \cdot \exp(-i(x \cdot u + y \cdot v)) dx dy \\ &= \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} g(t \cdot \cos \theta - s \cdot \sin \theta, t \cdot \sin \theta + s \cdot \cos \theta) \cdot \\ &\exp(-ikt) dt = \int_{-\infty}^{+\infty} p(t, \theta) \cdot \exp(-ikt) dt \quad (5) \end{aligned}$$

以上から投影像  $p(t, \theta)$  を  $t$  でフーリエ変換したものが透過率の分布  $g(x, y)$  のフーリエ変換であることがわかる。この  $G(u, v)$  の逆フーリエ変換を行うと試料内の透過率の分布  $g(x, y)$  が得られる。

$G(u, v)$  は極座標の格子で与えられているので  $u, v$  による 2D-FFT は用いず、式(6)に示すように極座標変換し  $k$  と  $\theta$  による積分とする。

$$\begin{aligned} g(x, y) &= \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} G(u, v) \cdot \exp(-ik(x \cdot u + y \cdot v)) du dv \\ &= \int_0^{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} G(k \cdot \cos \theta, k \cdot \sin \theta) \cdot k \cdot \\ &\exp(ik(x \cdot \cos \theta + y \cdot \sin \theta)) dk d\theta \\ &= \int_0^{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} G(k \cdot \cos \theta, k \cdot \sin \theta) \cdot |k| \cdot \\ &\exp(ik(x \cdot \cos \theta + y \cdot \sin \theta)) dk d\theta \quad (6) \end{aligned}$$

式(6)は投影像  $p(t, \theta)$  の  $t$  によるフーリエ変換  $G(x \cdot \cos \theta, y \cdot \sin \theta)$  に周波数空間で  $|k|$  を乗じて逆フーリエ変換したものが  $g(x, y)$  であると言っている。

式(5)をさらに代入すれば式(7)を得られる

$t$  の分割数を  $n_t$  個 ( $=k$  の分割数  $n_k$ )、 $\theta$  の分割数を  $n_\theta$  個とすると  $G(k \cdot \cos \theta, k \cdot \sin \theta)$  を求めるための乗算の個数は  $n_\theta \times n_t \ln n_t$  個、さらに  $|k|$  の乗算が  $n_\theta \times n_t$  個、逆フーリエ変換と  $\theta$  についての積和計算で  $n_\theta \times n_t \ln n_t$  個となる。

$$\begin{aligned} g(x, y) &= \int_0^{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} p(t, \theta) \cdot \exp(-ikt) dt \cdot |k| \cdot \\ &\exp(ik(x \cdot \cos \theta + y \cdot \sin \theta)) dk d\theta \\ &= \int_0^{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} |k| \cdot \exp(ik(x \cdot \cos \theta + y \cdot \sin \theta - t)) dk \cdot \\ &p(t, \theta) dt d\theta \quad (7) \end{aligned}$$

式(7)によると透過率の分布  $g(x, y)$  は投影像  $p(t, \theta)$  に  $|k|$  の逆フーリエ変換を乗じて投影方向に積分し  $2\pi$  に重ねあわせたものとして得られる。

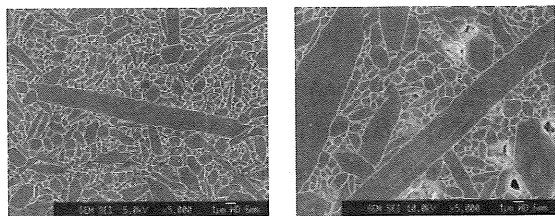
この場合、 $|k|$  の逆フーリエ変換は計算済みと考えられるので  $p(t, \theta)$  との乗算は  $n_t \times n_\theta$  個だけで計算結果が出ると考えられる。

### 3. 計測結果

#### 3. 1 超音波顕微鏡による結果

まず、セラミックス部材に対する通常の検査である (JEOL 製 FE-SEM JSM6330F) SEM 像と超音波顕微鏡 (HKFT 製 Fine SATII) による内部観察像 SAM 像の比

較を行った。Fig.4 に示すのは精密部品の製作に用いられている窒化珪素について2つのグレード(共に産総研調製の(a)上級グレードものと(b)標準グレードのもの)のSEM像を比較したものである。(b)に比べ(a)の方が組織が微細化していることがわかる。このSEM観察では,(a)の空孔率は2%以下、(b)の空孔率は4%以上と判定された。

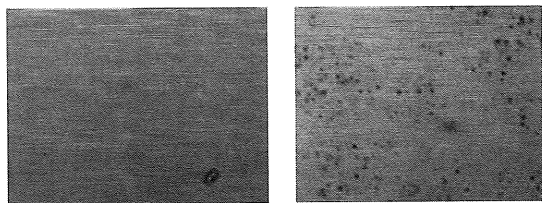


(a) (b)

Fig.4. SEM image ( $50\mu\text{m} \times 30\mu\text{m}$ ) of  $\text{Si}_3\text{N}_4$ :

(a) AIST grade (b) Standard grade

同試料を超音波顕微鏡で100MHzにて撮影した画像をFig.5に示す。ポイントフォーカスレンズでしかも100MHzという高周波数の測定では、あまり深いところまで内部像を観察できないが、(b)では(a)に比べ少し大きな欠陥が多数観察された。また、(a),(b)ともに $20\mu\text{m}$ 以上と思われる大きな空洞欠陥像が観察される。



(a) (b)

Fig.5. SAM image ( $400\mu\text{m} \times 300\mu\text{m}$ ) of  $\text{Si}_3\text{N}_4$

(a) AIST grade (b) Standard grade

このように、セラミックス材料ではひとつの表面像観察から想像される内部イメージと実際超音波で得られる内部像との間には相当ギャップがある。

### 3. 2 X線CTの利用

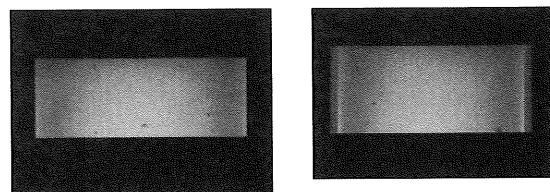
X線CTでは超音波顕微鏡に比べかなり深いところの内部像を観察することができる。また、セラミックス部材の場合、欠陥は焼結前の段階から存在し、焼結による収縮とともに消滅するのか、そのまま残るのか、それとも変形するのか興味あるところである。

今回使用したX線CT装置はコムスキヤンテクノ

(株)製 Scan X mate-A100S40である。本機の出力電圧は100KeV 最大電流 $200\mu\text{A}$  最大出力は8Wである。

セラミックス試料の計測には電圧100KeV、電流 $20\mu\text{A}$ とした。セラミックス材料はX線が透過しにくいので試料周辺の空気層の透過率と差が大きすぎる。このため電流を大きくしすぎるとセラミックス部分の画像が飽和して真っ白になってしまう。そのため適当な電流値を選んだ。今回試験したセラミックスはアルミナである。直径30mm 高さ10mm程度の円柱状アルミナ成形体を5個作成し、成形過程において内部に太さの異なるナイロン釣り糸(糸径 $0.128\text{mm}$ ,  $0.205\text{mm}$ ,  $0.31\text{mm}$ ,  $0.47\text{mm}$  および釣り糸なし)を混入させた。焼結前後にX線CTによる撮影を行い比較を行った。得られた画像の解像度は $512 \times 512$ である。

Fig.6に焼結前の成形体のX線CT像を示す。(a)は糸径 $0.31\text{mm}$ の釣り糸混入試料のX線CT画像例である。 $0.128\text{mm}$ - $0.47\text{mm}$ まですべての糸径において釣り糸混入試料中の釣り糸が識別可能であった。釣り糸は細長いので断層像をアニメーション化してみると細長い虫が移動していくように見えることで判断できる。(b)には釣り糸を混入していない試料のX線CT像を示すが成形時に混入した気泡状の空孔欠陥が多数観察される釣り糸とは大きさ形状、移動の有無によって明らかに区別される。



(a) (b)

Fig.6 CT images of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  samples before annealing:

(a)String's diameter 0.31mm (b)No string

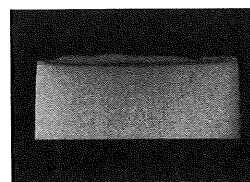


Fig.7 CT image of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sample after annealing

String's diameter 0.31mm

Fig.7には、糸径 $0.31\text{mm}$ の釣り糸混入試料の焼結後のX線CT画像を示す。 $0.128\text{mm}$ - $0.31\text{mm}$ まですべての糸径において釣り糸混入試料中の釣り糸による空孔欠陥が識別可能であった。この程度の細さの空孔欠

陥では焼結により消滅することはないことが確認できた。糸径 0.47mm の試料については焼結の過程で割れてしまった。構造の不均一さが焼結収縮の過程で応力集中を生み破壊したと考えられる。

#### 4. 結言

- 1) 窒化珪素のグレードの異なる 2 種類の試料について SEM 観察および超音波顕微鏡の観察を行い、どちらの場合も表面観察像から予想される欠陥分布と内部情報から予想される欠陥分布にかなり差があることを示した。
- 2) 糸径 0.128mm から 0.41mm まで太さの異なる鈎糸混入アルミナ試料を 5 種類各 1 個作成し、焼結前後に X 線 CT 観察を行った。この範囲の細さの糸径では焼結前後に欠陥が消滅することがないことを確認できた。

#### 謝辞

X 線 CT 像の撮影のため、コムスキャンテクノ(株)に協力をいただいた。

#### 参考文献

- [1] 藤井正司、マイクロ CT、非破壊検査、54(5)、2005、pp.228-232..
- [2] 塩田忠弘、マイクロフォーカス X 線 CT とその応用、計測技術、35(2)、2007、pp.13-17.
- [3] Y.Ikeda, Y.Mizuta, M.Mizuno, Y.Touma, H.Ohgushi and T.Nakamura, High resolution X-ray CT for porous ceramic biomaterials, Proc., Far East Conf., NDT, 2002, pp.583-588.
- [4] 藤井正司、X 線透過法と CT による内部検査、検査技術、検査技術、12(10)、2007、pp.62-68.

