

X線顕微鏡を中心とした航空機材料の機能マッピング

木村正雄^{1,2)}、渡邊稔樹¹⁾、武市泰男^{1,2)}、丹羽博¹⁾、
君島堅一^{1,2)}、内山智貴³⁾、内本喜晴³⁾



¹⁾KEK-物構研・PF, ²⁾総研大, ³⁾京大

概要

航空機材料は、劣化や破壊が生じると甚大な影響を与えるため、チャンピオンデータだけでなく、使用環境で長期にわたり機能を維持する信頼性が重要となる。そのためには、**材料の階層構造や不均一性をマルチスケールで評価**することが不可欠である。本課題では、航空機の機体用の**構造材料**、**金属材料**、**電池材料**について**X線顕微鏡**を中心として、特性発現を決めている材料の機能マッピングを行い、マクロ特性との関連性を解明するため以下の三点で取り組んだ。

- (1) 機体の翼や胴体の構造材料として用いられている**炭素繊維強化プラスチック(CFRP)**の、**応力印加下でのき裂の起点と進展メカニズム**
- (2) **車輪軸やリベット等の金属材料**の、**破壊メカニズムおよび機械的特性制御のための構造相転移挙動の解明**
- (3) **リチウムイオン電池**の、**充放電サイクルにおける金属元素の化学状態の不均一性(heterogeneity)の変化と特性の関連性解明**

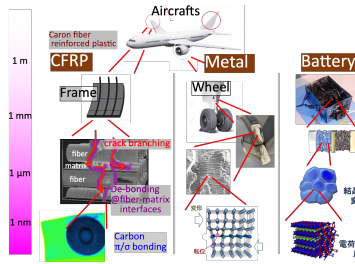


図 航空機用の構造材料の開発に必要なマルチスケール階層構造[1, 2]

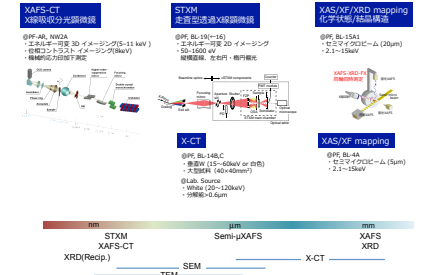
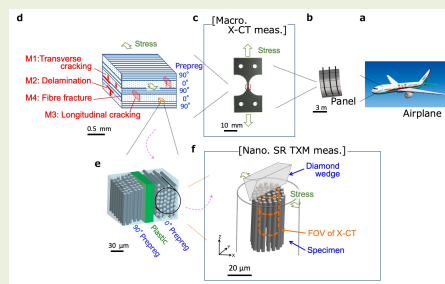


図 整備を進めた主なX線顕微鏡[3-7]

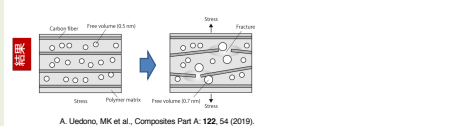
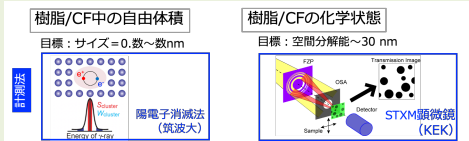
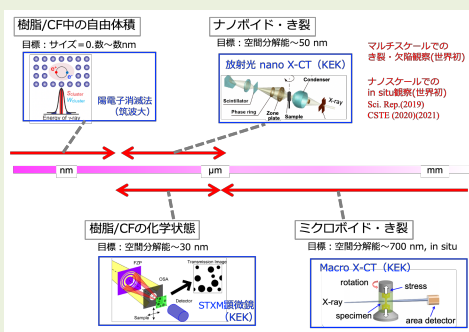
(1) 炭素繊維強化プラスチック(CFRP)での進捗

[8-14]

CFRPの階層構造とマルチスケール観察



欠陥・き裂のマルチスケール観察



→ (a)炭素繊維/樹脂界面 および(b)樹脂内でのき裂発生モードという二つのメカニズムが判明し、応力印加状態や炭素繊維の配列が支配因子であることが明らかになった。

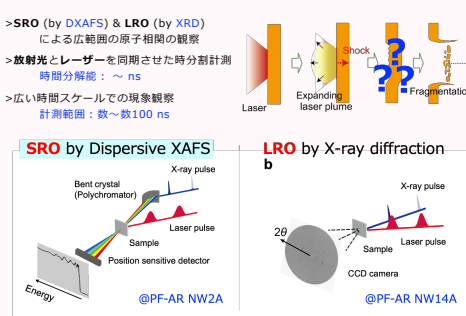
繊維強化複合材(CFRP)

応力下でのナノスケール顕微鏡観察により**機械的強度(機能)の劣化起点(trigger sites)を特定することに成功**

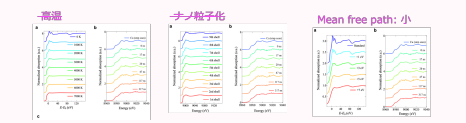
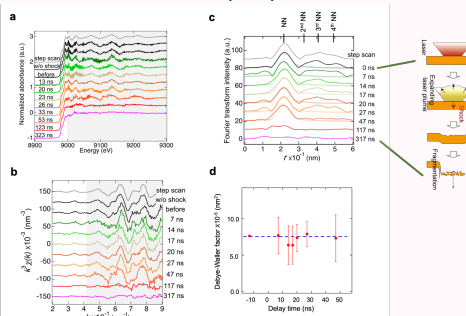
(2) 金属での進捗

[15-18]

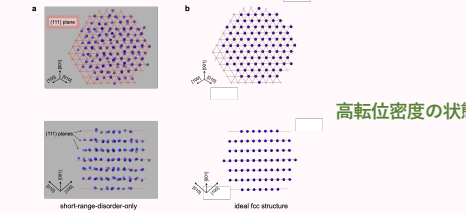
レーザー照射による金属破壊とのマルチスケール観察



レーザー照射後のナノ構造(SRO)の変化



不思議な構造: "short-range-disorder-only" state



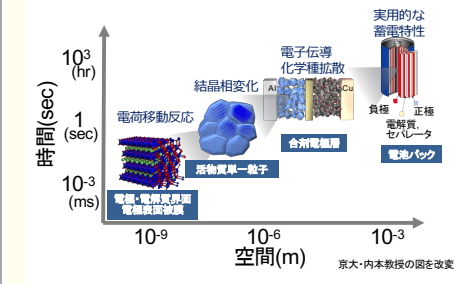
金属材料

ns~100nsの SRO+LRO構造変化から破壊直前に「SRO:無, LRO:有のユニークな状態」が出現することを解明、破壊のtrigger sitesの特定に成功

(2) リチウムイオン電池での進捗

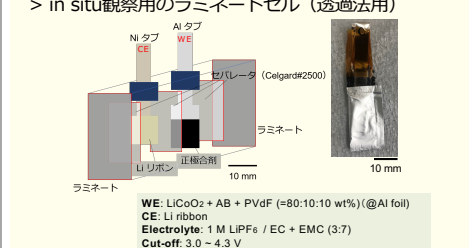
[19, 20]

リチウム電池の階層構造とマルチスケール観察

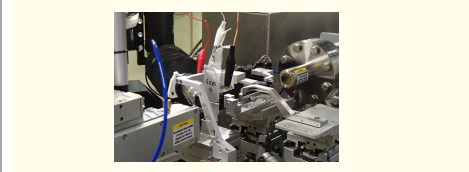


オペランド観察法の検討

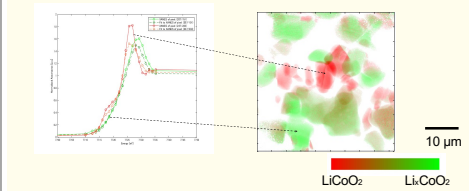
> in situ観察用のラミネートセル(透過法用)



> XAFS-CT顕微鏡に設置した様子



充放電サイクル(1C)中での観察例



→種々の充放電サイクルでの観察を実施中

リチウムイオン電池

専用のラミネートセルを用いることにより、**充放電サイクル中でのCoの化学状態の不均一性を数10nmの空間分解能で観察することに成功**

reference

[1] <http://www.jst.go.jp/sip/k03/smd4/index.html>, [2] M. Kimura, Synch. Rad. News 30, 23(2017), [3] Y. Niwa et al., AIP Conf. Proc., 2054, 050003 (2019), [4] M. Kimura et al., The Chemical Record, 19, 1462 (2019), [5] PF 研究会「XAFS-X線顕微鏡分光分析分野でのIMSS, PF 戦略的利用に関する研究会」(2019), [6] 木村ら, MRM Forum (2020), [7] 木村ら, 第75回日本物理学会 (2020), [8] T. Watanabe et al., Microsc. Microanal. 24, 432 (2018), [9] 渡邊ら, 第22回日本XAFS討論会(2019), [10] M. Kimura et al., Sci. Rep., 9, 19300, (2019), [11] T. Watanabe et al., Comp. Sci. Tech., 197, 108244 (2020), [12] 木村ら, 検査技術, 26, 56 (2020), [13] 木村, 表面と真空, 64, 556 (2021), [14] M. Kimura et al., Comp. Sci. Tech., (accepted) (2022),

[金屋] [15] 丹羽ら, 第34回日本放射光学学会年会(2021), [16] Y. Niwa et al., Mater. Sci. Eng. A, 831, 142199 (2022), [17] Niwa et al., Mat. Trans., 2, 155 (2021), [18] 木村, 表面と真空, 64, 206 (2021), [LIB] [19] 武市ら, 第22回日本XAFS討論会(2019), [20] Y. Takeichi et al., Microsc. Microanal. 24, 484 (2018), [21] K. Kimijima et al., Radiat. Phys. Chem. 175, 108153 (2020), [22] M. Kimura et al., Sci. Rep. 8, 3553 (2018),

謝辞

研究の放射光実験は、課題番号:2019S2-002で実施しました。研究の一部は、内閣府 戦略的イノベーション創造プログラム(SIP) 革新的構造材で進めた研究・整備した設備を使って実施しました。