ステレオロジーによる海綿状金属の幾何学的構造の解析*

遠藤 茂寿**, 山口 賢治***
Shigehisa ENDOH, Kenji YAMAGUCHI

1. 緒 言

金属多孔体の一種である海綿状金属を工業用材料として用いる場合、空隙や充填物の形状と大きさ等の幾何学的な構造に関する情報が必要である^{1,2)}。海綿状金属をはじめとする多孔体の組織構造はステレオロジーにより推定することができる^{3,4,5)}。すなわち、ステレオロジーは多孔体、金属および細胞組織の断面における幾何学的な諸量(二次元情報)から、体積分率、個数、大きさ、表面積あるいは界面曲率等の三次元的な情報を推定する方法であり、また、ステレオロジーによれば、幾何学的情報を簡単な計数により容易に得ることができる。本報では、海綿状金属の幾何学的構造をステレオロジーにより推定する。

2. 海綿状金属のステレオロジー

海綿状金属は、いわば球形粒子充填層の間隙を骨格とし、粒子を取り去った部分を空隙とする構造の多孔体である。その写真を図1に示す。図のように、海綿

図1 海綿状金属

昭和60年7月5日受付

* 第21回粉体工学会夏期シンポジウムにて発表(1985.7.函南)

** 理化学研究所(〒351 埼玉県和光市広沢町2-1)

TEL 0484-62-1111 内 3133

*** 北海道大学工学部(〒060 北海道札幌市北区北13条西8丁目)

TEL 011-711-2111

状金属の空間率は高く、気泡の連通性も高い。従って、海綿状金属の気泡径を直接に測定することは困難であり、むしろ、ステレオロジーにより求めた界面曲率を用いた推定が有効であろう。

2.1 空間率および比表面積の推定

図2に示す組織を任意の面で切断すると、図3の試験面が得られる。斜線で示す部分が着目相で、ここでは

図2 三次元組織の切断

図3 試験面

骨格断面である。試験面上の $L \times L$ の測定領域内に任意の方向をもつ長さ L の試験線を引いた場合を考える。海綿状金属の骨格の体積分率 V_V は、試験面内における骨格断面の面積分率 A_A および、単位長さの試験線が骨格断面と交わってつくる切片長の平均 $\bar{L}_L$ と以下のステレオロジ-的關係にある^{4,5)}。なお、以下で添字 L 、 A および V はそれぞれ単位試験線、単位試験面および単位試験体積を、また上添の $-$ は平均を示す。

$$V_V = \bar{A}_A = \bar{L}_L \quad (1)$$

$$A_A = \sum a_i / L^2 \quad (2)$$

$$L_L = \sum l_i / L \quad (3)$$

比表面積 S_V は試験線と交わった骨格断面数 N_L から与えられる。すなわち

$$\begin{aligned} dN_L &= dS / L^3 \\ \therefore S_V &= N_L \end{aligned} \quad (4)$$

また、骨格断面プロフィールの周長 λ_A は

$$\begin{aligned} dP_L (= dN_L / 2) &= 2d\lambda / \pi L^2 \\ \therefore \lambda_A &= \pi P_L / 2 = \pi S_V / 4 \end{aligned} \quad (5)$$

となる。ここで、 P_L は試験線と断面輪郭の交点数である。以上、式(1)～(5)の關係より、海綿状金属の空間率、比表面積および断面の周長は、試験面内における任意の試験線と骨格断面との交わりに関する計測から簡便に推定できる。

2.2 気泡径の推定

まず、断面における界面曲率の推定法について述べる。図4(a)のように試験面を試験線が掃く時に試験線が弧 $d\lambda$ に接する確率は図4(a)より $d\psi/\pi$ である。従って、単位面積の骨格輪郭との接点数 T_A は、全ての輪郭(境界)にわたる接線を考えることにより、

$$T_A = \int d\psi / \pi L^2 = \psi_A / \pi \quad (6)$$

と与えられる。 ψ_A は試験面内における曲線の方向変化の代数和であり、閉曲線では正負相殺されて 2π となる。他方、閉曲線 λ 上の任意の点における局所的な曲率 k は次式

$$k = d\psi / d\lambda (= 1/\rho) \quad (7)$$

で定義される。ここで ρ は曲率半径である。試験面内にある全周長 λ_A にわたる平均の曲率 $\bar{k}$ は次式で与えられる。

$$\bar{k} = \int \lambda_A k d\lambda / \int \lambda_A d\lambda = \int \lambda_A d\psi / \lambda_A \quad (8)$$

図4(b)のように、一般の曲線には凸部と凹部が混在する。そこで、凸部、すなわち、輪郭の法線方向が骨格断面外部に向かう部分では k を正(+あるいは k^+ で示す)、凹部では k を負(-あるいは k^- で示す)と区別する。海綿状金属内部の気泡-骨格界面の曲率を考えると、凹部のみに着目すればよく、凹弧の平均の曲率 $\bar{k}^-$ は式(8)と類似な關係

$$\bar{k}^- = \psi_A^- / \lambda_A \quad (9)$$

により与えられる。また凹弧に関する接点数 T_A^- は式(6)の關係から次式で与えられる。

$$T_A^- = \psi_A^- / \pi \quad (10)$$

従って、式(5)、(9)および(10)から $\bar{k}^-$ は

$$\bar{k}^- = 2 T_A^- / P_L \quad (11)$$

となる。

次に、気泡径の推定について述べる。三次元的な曲率は、二つの主法曲率 k_1^- および k_2^- により定義される平均曲率(mean curvature) H^-

$$H^- = k_1^- + k_2^- \quad (12)$$

で特徴づけられる。先述の様に凹曲面の表面積 S_V^- を全表面積 S_V で置き換えることができるので、 H^- の海綿状金属組織全体にわたる平均値 $\bar{H}^-$ は

図4 骨格表面曲率の計測

$$\bar{H}^- = \int_{S_V^-} H^- dS / \int_{S_V^-} dS \rightarrow \int_{S_V} H^- dS / S_V \quad (13)$$

で求められる。ところで、海綿状金属断面で観測される骨格輪郭の平均の曲率 $\bar{k}^-$ は H^- と次式の関係にある⁵⁾

$$\bar{k}^- = 2 \int_{S_V} H^- dS / \pi S_V \quad (14)$$

ことから、式 (13) より上式は

$$\bar{k}^- = 2 \bar{H}^- / \pi \quad (15)$$

となる。ゆえに、式 (11) および (15) を用いることにより、断面における (－) 接点の計数から海綿状金属の気泡曲率、あるいは気泡径がステレオロジー的に推定できる。

3. 海綿状金属断面の計測

図 5 は、海綿状金属断面の一例である。断面は、海綿状金属中にカナダバルサムを注入・固化した後、研磨して作製したり。図の黒い部分が金属の骨格、白い部分が気泡(空孔)である。図のように気泡部分は独立した状態ではなく、連通性が高いことがわかる。測定に用いた海綿状金属は、気泡径の異なる 3 種類であり、約 7 倍に拡大した断面写真を測定対象にした。測定は、8 cm × 8 cm の領域にある 30 ～ 205 個の骨格断面について行った。 L_L , P_L の計測は、1 mm 間隔の平行な試験線群により行った。また、曲率の測定では、図 4 (b) のように任意の傾斜の試験線により測定領域を掃く際に試験線との接点を、凸部 (+)、凹部 (－) とわけて計数した。ステレオロジー的な測定と比較するため、

図 5 海綿状金属の断面

デジタイザーを用いて測定した骨格プロフィールの座標より周長および断面積を求めた。なお、読み取り精度の関係からプロフィールに細かな凹凸が含まれ、周長の算出時での誤差の原因になる⁶⁾。そこで、連続した 3 点の重心を新しい点列とするプロフィールの平滑化⁷⁾を行った。各骨格断面積 a_j ($j = 1 \sim N$) は、図 5 のように、その輪郭について一連の 2 次元座標 (x_{ji}, y_{ji}) ($i = 1 \sim M$) を読み取り、次式により求めた。

$$a_j = \sum_{i=1}^M \{ (x_{ji} - x_{ji+1}) (y_{ji} + y_{ji+1}) / 2 \} \quad (16)$$

ここで N は測定した総骨格断面数である。断面の面積充填率 A_A は、その断面において面積 A (8 cm × 8 cm) の測定領域を仕切り、領域内の骨格断面積の合計 (斜線部分) より、次式から算出した。

$$A_A = 1 - \varepsilon = \sum_{j=1}^M a_j / A \quad (17)$$

ただし、領域の仕切り線と交わる骨格については外側の部分の面積を除外した。本実験では、 $N = 50 \sim 200$, $M = 50 \sim 1,000$ であり、最小の読み取り精度は 0.1 mm である。

4. 測定結果と考察

骨格断面プロフィールの座標点列から算出した海綿状金属の λ_A , A_A を表 1 に、また、ステレオロジーにより推定した λ_A , L_L , S_V を表 2 に示す。表 1 における M は測定領域内に含まれる断面の数、 D_n は公称の気泡径¹⁾である。プロフィールの周長である λ_A の両測定法による結果はほぼ一致しているが、いずれの海綿状金属の場合もプロフィール座標値からの測定値は大きい。これは前述のように、プロフィールの離散化に

表 1 海綿状金属の幾何学的構造 (輪郭からの測定)

	M [—]	λ_A [cm/cm ²]	A_A [cm ² /cm ²]	D_n [cm]
No. 1	30	12.54	0.049	0.3
No. 2	63	18.58	0.030	0.25
No. 3	133	29.03	0.044	0.2

表 2 ステレオロジーによる海綿状金属の幾何学的構造の推定

	P_A [1/cm ²]	λ_A [cm/cm ²]	L_L [cm/cm]	S_V [cm ² /cm ³]
No. 1	5.88	12.74	0.076	11.75
No. 2	6.95	15.06	0.053	13.9
No. 3	8.79	21.76	0.060	17.58

表3 海綿状金属内の気泡の曲率

	T_A^- [1/cm ²]	$\bar{\kappa}^-$ [1/cm]	$\bar{H}^-$ [1/cm]	$4/\bar{H}^-$ [cm]	S_V [cm ² /cm ³]	λ_A [cm/cm ²]
No.1	27.5	9.37	14.71	0.272	20.96	17.80
No.2	42.0	12.08	18.97	0.211	27.58	23.42
No.3	68.4	14.43	22.66	0.176	32.59	27.68

より周長が増大し、さらに、気泡径が小さくなるにつれて相対的にその差が増大するためと考えられる。面積分率 A_A 、切片長分率 L_L は、 D_n により傾向的に変化しない。また、両者の間には、若干の差があり、 A_A が大きな値を示している。

表3に気泡曲率の測定値を示す。 D_n が減少するにつれ、 $\bar{\kappa}^-$ 、 $\bar{H}^-$ は大きくなっている。ところで、海綿状金属の気泡が等径 D の球であるとする、二つの主法曲率 k_1 および k_2 は等しく、また曲率半径との関係は次の様に考えることができる。

$$k_1 = k_2 = 1/\rho = 2/D \quad (18)$$

したがって、平均曲率 $\bar{H}$ は、その定義と上の関係より

$$\bar{H} = 4/D \quad (19)$$

となる。同表における $4/\bar{H}^-$ は、上のように考えた場合の気泡径に対応する。この場合の比表面積および周長 λ_A はそれぞれ次式で与えられる。

$$S_V = n_V (\pi D^2) = 6(1 - V_V)D \quad (20)$$

$$\lambda_A = n_A (\pi \bar{D}) = 4(1 - A_A)\bar{D} \quad (21)$$

ここで、 n_V は気泡数、 n_A は気泡断面数そして $\bar{D}$ は直径 D なる気泡が任意に切断されて得られる円の直径の平均値で

$$\bar{D} = \pi D/4 \quad (22)$$

である³⁾。そこで、海綿状金属の気泡径 D として $4/\bar{H}^-$ を用い、式(20)~(22)を用いて、 S_V および λ_A を算出すると表3に示す値を得る。表中の $4/\bar{H}^-$ は表1の公称気泡径 D_n (表1)とほぼ近い値を示しており、海綿状金属の気泡径として $4/\bar{H}^-$ を用いてよいと考えられる。また、表1、2および3を比較すると、曲率より求めた S_V および λ_A はいずれの測定値より大きな値を示している。これは、海綿状金属中の気泡が独立した気泡でなく連通しているため、骨格一気泡界面が減少することが原因であると考えられる。

5. 結 言

以上の様に、海綿状金属の幾何学的構造、例えば、骨格の体積分率、表面積、気泡径の推定においてステレオロジー的な方法が有力な手法である。また、ステレオロジーにより推定した気泡の曲率は、公称の気泡径をもつ様な気泡充填層と海綿状金属を考えた場合の曲率とほぼ一致し、気泡は等径球と考えてよいことを得た。また海綿状金属の気泡はかなり連通性に富むことが明らかになった。

引 用 文 献

- 1) 遠藤茂寿, 山口賢治, 岡本祥一: 化学工学論文集, **5**, 39 (1979)
- 2) 岡本幸道, 山口賢治: 同上, **6**, 89 (1980)
- 3) Underwood, E.E.: "Quantitative Stereology", Addison-Wesley Pub. Co. (1967)
- 4) DeHoff, R.T. and F.N. Rhines (Ed): "Quantitative Microscopy", Mc Graw-Hill (1968)
- 5) (牧島邦夫監訳: "計量形態学, 内田老鶴圃新社 (1972))
- 6) 諏訪紀夫: "定量形態学", 岩波書店 (1977)
- 7) 空閑良寿, 遠藤茂寿, 古閑二郎, 山口賢治: 粉体工学会誌, **19**, 171 (1982)
- 7) 遠藤茂寿, 山口賢治: 理研報告, **56**, 70 (1980)