

■キーワード

CADアシスト 3+1D ラマン分光法 品質管理 *in toto*In totoにおける複雑形状の試料に対する分光学的分析
CADアシスト3+1Dラマン分光法

■研究の概要

分光学的分析の過程では、試料表面全体をカバーする座標(直行、円筒、極)を設定することが必要となります。(参照:図1)

まずは、解像度と測定時間を調整するために座標の各要素を最適化し、そうすることで、ラマンスペクトルと光学レーザー画像の両方またはその一方が得られます。さらに、レーザー焦点を調整することによって、試料の深さ方向のスペクトルを取得することもでき、より詳細なラマンプロファイルを作ることができます。

また、試料表面に照射するレーザーを調整する際には、手動で試料を動かすだけでなく、自動ステージを使用することもできます。

ここで取得されたラマンスペクトルは、専用ソフトウェアによってデコンボリューションされた後、それぞれのバンド、位置、幅、強度が記録され、さらにその材料の特性に応じて、各バンドのパラメーターが処理され、化学組成、相、残留応力、結晶性、さらに温度についての情報が得られます。

次に、それらのスペクトルから得られた試料の情報が後処理ソフトウェアに転送され、2D及び3Dマップが作成されます。そのマップを試料表面の3D CADモデルと組み合わせることで、試料表面の形状と化学・物理的な情報を一度に確認することができます。(参照:図2および図3)

■研究・技術のプロセス/研究事例

3D+1Dラマン解析法は、ジルコニア強化アルミナ(ZTA)製大腿骨頭のin vivoにおける時間経過ごとの、使用後の評価に用いられています(参照:図1)。

大腿骨頭のサンプルは、外側の極座標面(参照:図1b)と内側の円筒面(参照:図1c)に二分され、試料位置が自動ステージによって制御されることで、全領域からラマンスペクトルが得られます。各スペクトルには $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ の化学組成、六方晶/単斜晶 ZrO_2 の結晶構造、残留応力といった情報が含まれています。これらの情報から、試料表面の単斜晶ジルコニアの量を示すCADアシスト3Dモデルが作成されます(参照:図2)。この技術を用いた解析により、大腿骨頭上の荷重が最も大きくかかる部分において、単斜晶ジルコニアの量が多くなっていることが確認されました。

さらに、試料内部へのレーザーのデフォーカスにより、試料の深さ状態を連続的な3Dプロファイルとして表示することができます(参照:図3)。この方法では、ジルコニアの六方晶から単斜晶への変化量は試料外側の表面で最大になり、バルクに行くにつれて減少していくことが確認されました。

また、大腿骨頭内側の円筒表面でも、単斜晶ジルコニアの量が多いという同様の結果が確認されました。

■セールスポイント

複雑な表面に対する3D+1(深さ方向)スキャンを可能にするだけでなく、結晶性や残留応力といった、分光法によって得られる組成上の違いを同時測定できます。これにより、複雑形状の試料を非破壊、非接触かつ高解像度で分析することができます。

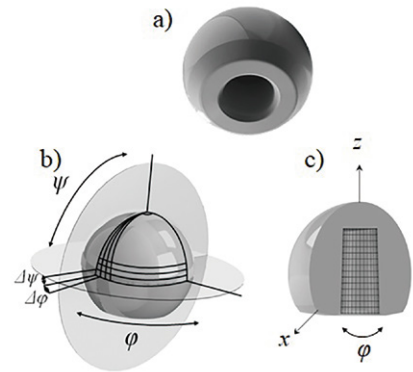


図1. セラミック大腿骨頭の解析:
(a)試料、(b)外部座標及び(c)内部座標

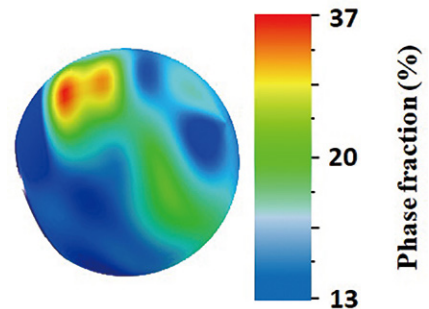


図2. 3D-CAD式材料表面マッピングの例

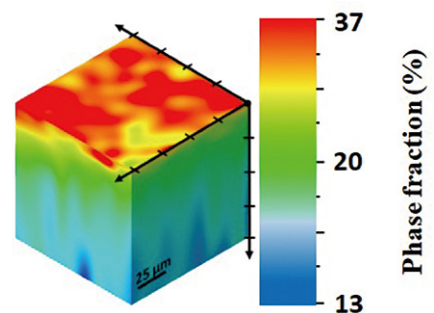


図3. CAD式深さ方向に対する材料プロファイル