 茨城県 IBARAKI Prefectural Government MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2018PM0010 実験課題名(Title of experiment) 電子ビーム積層造形を用いて作製した Ni 基超合金の高温変形挙動のその場中性子回折 実験責任者名(Name of principal investigator) 山中 謙太 所属(Affiliation) 東北大学	装置責任者(Name of responsible person) 石垣 徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) iMATERIA: BL20 実施日(Date of Experiment) 2019 年 3 月 13-14 日

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 実験目的(Objectives of experiment)
<p>電子ビーム積層造形(EBM)は近年大きな注目を集めている Additive Manufacturing(AM)技術の一つであり、航空宇宙分野を中心に部材製造プロセスへの応用も進みつつある。EBM では複雑な熱履歴に起因して通常の製造プロセスとは大きく異なる組織形成が起こるため、造形物の組織と塑性変形挙動の関係を明らかにすることは基礎・応用の両面から重要である。本研究では、代表的な Ni 基超合金の一つで、ジェットエンジンのディスク等に用いられている Inconel 718 を対象に、EBM を用いて作製した試験片の室温および高温における引張変形挙動をその場中性子回折測定により転位組織や集合組織の観点から明らかにすることを目的とした。</p>
2. 試料及び実験方法
Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
2.1 試料 (sample(s))
<p>Arcam 社の EBM 装置を用いて Inconel 718 の丸棒材(φ12×80 mm)をメーカーから提供された標準条件にて造形した。引張試験片は造形方向と引張方向が平行となるように作製した。また、同様に EBM 装置を用いて造形した Ti-6Al-4V 合金について、as-built 材、920 °C、100 MPa の条件にて 2 h の HIP 処理と無加圧で同じ温度・保持時間にて無加圧熱処理を行った試験片の計 3 種類を作製した。</p>
2.2 実験方法(Experimental procedure)
<p>iMATERIA/BL20 にてビームラインに設置された引張試験装置を用いて単軸引張変形におけるその場中性子回折測定を行った。また、通常の測定環境にて Ti-6Al-4V 合金試料の測定を行った。得られた中性子回折データに対して、Convolutional Multiple Whole Profile (CMWP)法による転位組織解析と Rietveld Texture 解析による集合組織・相分率の評価を行った。</p>

3. 実験結果及び考察（実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。）

Experimental results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

ビームラインに新たに導入された引張試験装置を用いて Inconel 718 の引張変形中のその場中性子測定を行った。測定後、ビームが試験片を固定する治具に当たっていたことが判明し、組織解析が可能な回折パターンを得ることができなかった。この結果を踏まえ、試験片形状や治具の再検討し、次年度再測定を行うこととした。

一方、Ti-6Al-4V 合金試料について、測定データを基に CMWP 法による転位組織解析を行ったところ、as-built 材において $7 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ という転位密度が得られた。この値は SPring-8 にて実施した放射光 X 線回折測定と CMWP 法により得られた同じ試験片に対する転位密度 ($7.5 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$) とよく一致した。また、EBM では造形中にマルテンサイト変態が起こることが知られているが、Rietveld Texture 解析により求めた極点図(図1)では、マトリックスであるラス状の α 相 (hcp 構造) と、ラス界面に形成した微細な β 相 (bcc 構造) の間に、次式で表される Burgers の方位関係が成り立つことを確認した。

$$(110)_{\beta} // (0001)_{\alpha}, [\bar{1}11]_{\beta} // [11\bar{2}0]_{\alpha}$$

また、as-built 材における β 相分率は 5.2 vol.% であり、電子線後方散乱回折 (EBSD) 法に求めた値よりも高い値が得られた。したがって、EBSD ではステップサイズ等の制約により正確に β 相を検出できていないと考えられ、中性子回折と Rietveld Texture 解析を組み合わせた本手法の有用性が示唆された。一方、HIP 処理により β 相分率はわずかに増加した。

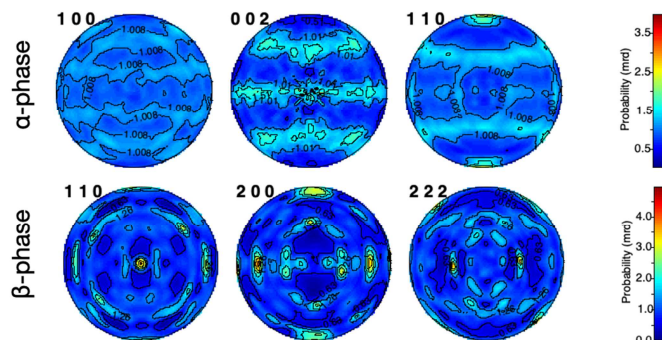


図1 Rietveld Texture 解析により得られた極点図

4. 結論(Conclusions)

今年度実施した引張変形中のその場中性子回折測定については解析可能なデータを取得することができなかった。抽出した課題を踏まえて次年度以降の測定に向けた試験片および治具の形状を検討した。

一方、チタン合金を対象に行った中性子回折測定では、得られたプロファイルを用いて CMWP 法による転位組織評価と Rietveld Texture 解析による結晶方位分布・相分率の同時評価に成功した。本成果を通して、今後の実験・解析の基盤となる知見を蓄積することができた。