

 <p style="text-align: center;"><b>MLF Experimental Report</b></p>	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2019PM2006 実験課題名(Title of experiment) Additive manufacturing を用いて作製した Co 基および Ni 基合金のその場中性子回折を用いた塑性変形解析 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 6 月 6, 7 日 2020 年 1 月 20 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.

<p><b>1. 実験目的(Objectives of experiment)</b></p>
<p>近年、Additive manufacturing (AM)技術は金属材料の革新的な製造プロセスとして大きな注目を集めており、航空宇宙分野を中心に部材製造プロセスとしての応用も進みつつある。微小領域における原料粉末の熔融・凝固を伴う金属 AM 技術では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、AM 材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、生体材料や耐熱材料として使用されている Co 基および Ni 基合金を対象に AM を用いて作製した試験片の引張変形挙動をその場中性子回折測定を行い、転位組織や集合組織の観点から組織と塑性変形挙動の関係を明らかにすることを目的とした。</p>

<p><b>2. 試料及び実験方法</b>                  Sample(s), chemical compositions and experimental procedure</p>
<p><b>2.1 試料 (sample(s))</b>                  Powder bed fusion に分類される金属 AM 技術である電子ビーム積層造形(EBM)にを用いて Inconel 718(Ni 基超合金)および ASTM F1537 規格に準拠した生体用 Co-Cr-Mo 合金の丸棒材を造形した。造形には Arcam 社製の EBM 装置(A2X)を用い、各材料について標準的な造形条件にてサンプルを作製した。これらの丸棒材から規定の形状の引張試験片を作製した。また、比較として、熱間加工により作製したサンプルも用意した。</p> <p><b>2.2 実験方法(Experimental procedure)</b>                  iMATERIA/BL20 に既設の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。測定温度は室温および高温(最高 900 °C)とした。また、通常の測定環境にて熱間加工材の組織評価を行った。</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.

EBM を用いて造形して Ni 基超合金の中性子回折測定を行うのに先立ち、熱間加工材を用いた予備実験を行った。

測定に供した Ni 基超合金は主に FCC 構造の  $\gamma$  相と  $\gamma$  相の内部に析出した  $L1_2$  構造の  $\gamma'$  相の複相組織からなり、 $\gamma'$  相の体積分率が比較的高いため、優れた耐熱強度を有している。図 1 に、iMATERIA にて実施した当該合金の中性子回折測定により得られた回折データに対して Rietveld Texture 解析を行って得られた(111)、(200)、(220)極点図を示す。各極点図匂いて紙面垂直方向が熱間加工により作製した丸棒材の長手方向と平行である。Rietveld Texture 解析の結果、 $\gamma$  相の $\langle 111 \rangle$ 方向と $\langle 100 \rangle$ 方向が丸棒材の長手方向と平行に集積しており、FCC 金属・合金において一般的に見られる変形集合組織が確認された。また、一般に  $\gamma'$  相は  $\gamma$  相と整合して析出する。界面構造については別途透過電子顕微鏡を用いた評価が必要であるが、今回の中性子回折を基にした Rietveld Texture 解析の結果から  $\gamma'$  相は  $\gamma$  相と同様の集合組織を有していることが明らかとなり、Cube-on-Cube の結晶方位関係を確認することができた。以上より、 $\gamma/\gamma'$  複相組織を有する Ni 基超合金の熱間加工における集合組織形成において  $\gamma'$  相の変形挙動を含め、知見を蓄積することができた。一方、Rietveld Texture 解析により  $\gamma'$  相の体積分率を決定することにも成功しており、得られた測定値は熱力学計算により得られる値よりも低く、熱間加工ままでは準安定状態であることが示唆された。

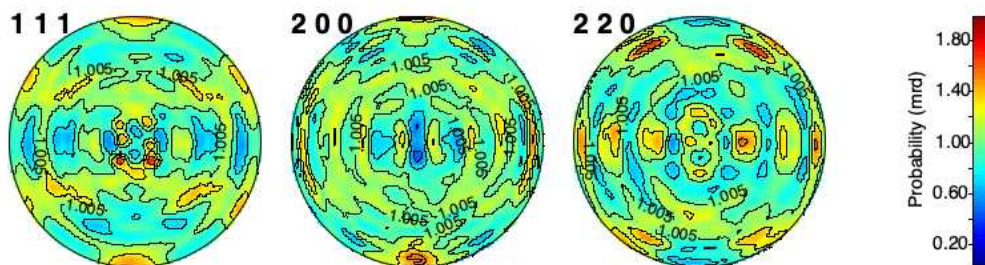


図 1 Rietveld Texture 解析による  $\gamma$  相の集合組織評価

### 4. 結論(Conclusions)

今年度は複相組織を有する Ni 基超合金の中性子回折測定を行い、Rietveld Texture 解析による集合組織・相分率の評価を行い、測定および解析手法について課題の特定とノウハウを蓄積することができた。また、前年度治具の不具合によりうまくいかなかった引張変形中のその場中性子回折測定についても実施することができた。現在、上記の知見を踏まえて解析を進めているところである。