

 <b>茨城県</b> <small>IBARAKI Prefectural Government</small>	<b>MLF Experimental Report</b>	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2020PM2007 実験課題名(Title of experiment) 金属積層造形部材の中性子回折を用いた組織・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)	

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.

<b>1. 実験目的(Objectives of experiment)</b>
<p>金属粉末に高エネルギービームを照射することで 3 次元構造を造形する積層造形 (Additive Manufacturing)技術では極めて高い冷却速度の下で組織形成が起こるため、複雑形状の造形だけでなく組織制御技術としても注目されている。本研究では、2 種類の金属積層造形プロセスにより作製した①Ni 基超合金 (Inconel 718)、②形状記憶合金 (NiTi)、③チタン合金 (Ti-6Al-4V) を対象に、造形組織および室温および高温における塑性変形挙動をその場測定を含む中性子回折により明らかにすることを目的とする。また、得られた結果を基にプロセス間や既存の溶製材との比較を行い、AM 材特有の組織形成と塑性変形メカニズムを材料科学的に解明する。</p>
<b>2. 試料及び実験方法</b>
Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
<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)を用いて Ti-6Al-4V 合金を造形した。造形には Arcam 社製の EBM 装置 (A2X)を用い、メーカーから提供された標準的な原料粉末および造形条件を用いた。作製した丸棒材の一部については 920 °C、2h、100 MPa の条件にて HIP 処理を行った。また、同様の温度、保持時間にて無加圧にて行った熱処理材 (HT)も作製した。本研究で用いた試料は下記文献にて評価した試料と同じものである。                  X. Shui et al., Mater. Sci. Eng. A, 680 (2017) 239-248.</p> <p><b>2.2 実験方法(Experimental procedure)</b>                  iMATERIA/BL20 にて中性子回折測定を行った。測定温度は室温とした。得られた回折プロファイルに対して Rietveld Texture 解析および CMWP 法による転位密度の評価を行った。</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.

測定に供した Ti-6Al-4V 合金は HCP 構造の  $\alpha$  相と BCC 構造の  $\beta$  相からなる  $\alpha + \beta$  型チタン合金である。EBM により作製した試料では一般に  $\beta$  相は微細かつ体積分率が低いため、EBSD を用いた結晶方位解析には限界があった。図 1(A)は、iMATERIA にて実施した当該試料の As-built 材に対して Rietveld Texture 解析により得られた  $\alpha$  相の(100)、(002)、(110)極点図と  $\beta$  相の(110)、(200)、(222)極点図を示す。中性子回折を用いることにより微細  $\beta$  相の極点図を決定することに成功し、マクロなスケールにおいても  $\alpha$  相と  $\beta$  相の間には Burgers の方位関係が存在することを確認することができた。また、HIP と HT を比較すると、集合組織の強度に違いが見られ、加圧による効果が示唆された。一方、図 1(B)に、Rietveld Texture 解析を用いて決定した  $\beta$  相の体積分率を As-built、HIP、HT の各試料に対して示した。 $\beta$  トランザス直下で行ったポストプロセッシングにより  $\beta$  相分率は増加した。また集合組織と同様に  $\beta$  相分率についても HIP と HT の間に差が見られた。また、同一試料において EBSD により得られた  $\beta$  相分率は本研究にて中性子回折により得られた値の半分以下であり、過小評価されることがわかった。これは EBSD ではステップサイズと実際の  $\beta$  相のサイズが同等程度であるため、正確な指数付けができないためである。以上より、中性子回折と Rietveld Texture 解析の優位性と AM におけるポストプロセッシングについて新しい知見を示すことができた。

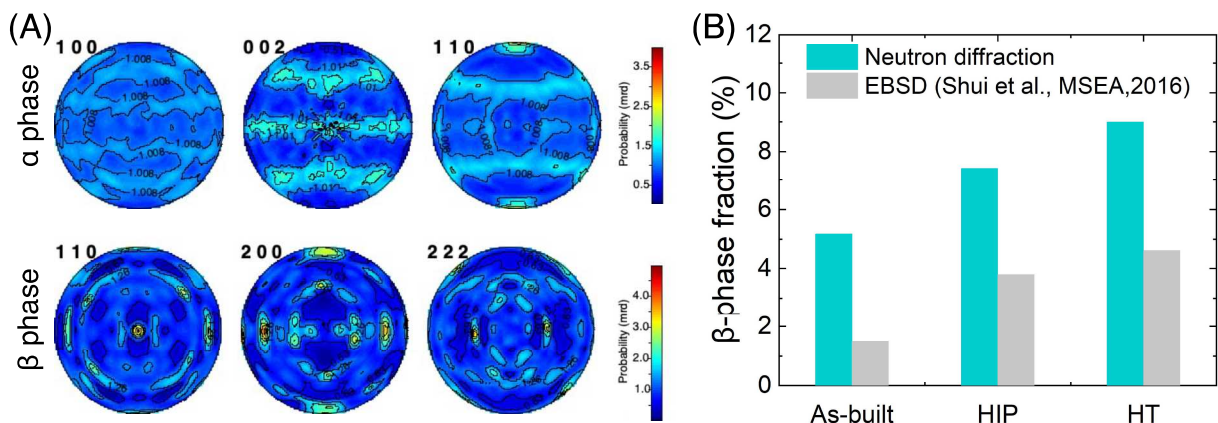


図 1 EBM 造形により得られた Ti-6Al-4V 合金の Rietveld Texture 解析結果: (A) As-built 材の極点図と(B)  $\beta$  相分率

### 4. 結論(Conclusions)

今年度は複相組織を有するチタン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、EBSD との比較により本手法の優位性を示すことができた。また、集合組織と相分率ともに造形後の熱処理における加圧の効果を明らかにすることができた。