

## 塑性変形を受けた Ni 基超合金中に存在する内部応力の 放射光による測定

### Measurement of Internal Stress in Plastically Deformed Ni Super Alloy with using Synchrotron Radiation X-ray

森 勉<sup>a</sup>, 三浦 信祐<sup>b</sup>, 近藤 義宏<sup>b</sup>, 宮澤 知孝<sup>c</sup>  
Tsutomu Mori<sup>a</sup>, Nobuhiro Miura<sup>b</sup>, Yoshihiro Kondo<sup>b</sup>, Tomotaka Miyazawa<sup>c</sup>

<sup>a</sup>東京工業大学, <sup>b</sup>防衛大学, <sup>c</sup>(公財)高輝度光科学研究センター

<sup>a</sup>Tokyo Institute of Technology, <sup>b</sup>National Defense Academy, <sup>c</sup>JASRI

クリープ変形によって塑性変形を受けた Ni 基超合金中に存在する異方的な内部応力の評価を目指し、BL19B2 にて 2 次元検出器を用いたその場 X 線回折測定法の開発に取り組んだ。構築した測定系での試験評価としてクリープ変形によって種々の塑性歪みを付加した CMSX-4 単結晶試料の測定を行った結果、(200)回折の測定はできたが高次回折や $\gamma'$  相の超格子反射が検出できず、測定手法の再検討が必要であることが明らかとなった。

**キーワード：** Ni 基超合金、マイクロメカニクス、クリープ変形、ラフト、  
高エネルギー X 線回折

#### 背景と研究目的：

飛行機のジェットエンジンや火力発電所の発電用タービンに使用されている Ni 基超合金は、高い耐熱性と強度を持つ実用合金材料である。ジェットエンジン、発電用タービンは共に動作温度が高温になるほど高出力、高効率となるため、エネルギー戦略材料として Ni 基超合金はより高い耐熱性と強度を実現するための研究が重ねられてきた。タービンプレードのように高温中で高速回転をする部材の場合、材料には高い温度と持続的な負荷という 2 つの因子が複合的に作用するため、高温環境下特有の変形現象であるクリープ変形が発生する。クリープ変形は時間の経過に伴い変形量が増加し、最終的には破壊に至る。Ni 基超合金ではこのクリープ変形に対する強度と耐熱性を向上させるために材料の単結晶化や強化相である $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ )相の規則配列等の組織制御によって高性能化が図られている。しかし、実際のクリープ変形では規則配列していた $\gamma'$  相が連結し板状になるラフト化が発生し、組織変化と変形が重なるためその変形現象の理解は困難である。このような問題に対し、我々は Ni 基超合金のクリープ変形挙動を解明するために、クリープ変形中その場応力測定とマイクロメカニクスによる内部応力分析手法を考案した。

同手法では、透過力の高い放射光 X 線を使用したその場 X 線回折測定によって材料の変形中の内部応力(ひずみ)を測定し、マイクロメカニクスにて内部応力を定量的に評価することで、材料の力学的特性におよぼす影響を実験と理論の両面から検討していく。そこで本研究では、Ni 基超合金の高温クリープ変形における特性の本質的理解と現象解明を目指し、放射光 X 線によるその場 X 線回折測定法を開発する。特に本研究で開発する測定法では、単結晶 Ni 基超合金の変形に伴う内部応力の異方性を捉えられるように回折線を 2 次元で検出する。本課題では、その場測定法開発の第 1 段階として 2 次元検出器を用いたその場 X 線回折測定に取り組む。また、測定法の性能評価としてクリープ変形によってひずみを付加した CMSX-4 単結晶の内部応力の試験測定を行った。

#### 実験：

その場 X 線回折測定法の開発は BL19B2 にて実施した。同ビームライン第 2 ハッチに設置されている Huber 回折計に 2 次元検出器を取り付け、測定系を構築した。X 線のエネルギーは透過回折測定を行うため 72 keV である。検出器にはフラットパネルセンサー(C10900D、浜松ホトニクス)と CCD カメラ(C9300-124、浜松ホトニクス)の 2 つの 2 次元検出器を用意した。試料は回折計の回転中心に設置し、フラットパネルセンサーは試料後方に垂直に設置した。カメラ長は約 300 mm

に設定し、複数の回折スポットを同時に検出することで試験片の方位を見積もり、試料の傾きを調整した。回折スポットの撮影には、回折計の  $2\theta$  アームに取り付けた CCD カメラを使用した。CCD カメラのカメラ長は 738.8 mm とし、撮影された回折スポット像と  $2\theta$  アーム角より回折パターンを取得した。

試験測定に供した合金は、CMSX-4 の単結晶で  $\gamma'$  相の体積比が約 70% である。この単結晶試料を、1000°C でクリープ変形させ、中心より直径 2 mm の棒状試料を切り出し、X 線回折測定に用いた。試料長手方向と歪み付加方向(負荷方向)は共に [001] 方向である。回折実験には、歪みなしと、0.5%、1.0% の歪みを加えた、3 種類の試料を用意した。

### 結果および考察：

2 次元検出器を用いたその場 X 線回折測定の測定系を構築し、CMSX-4 の試験測定を実施した結果、 $\gamma$ (Ni)相と  $\gamma'$  相の(200)の回折パターンの測定に成功したが、高角側の(400)回折、さらには  $\gamma$  相の超格子反射(100)及び(300)を測定することができなかった。これは、光源と検出器の問題と考えられる。本実験で試験測定に用いた試料は直径 2 mm の Ni 基超合金であり、十分な透過能が得られるよう 72 keV と高いエネルギーの X 線を使用した。しかし、BL19B2 は偏向電磁石タイプであり、72 keV の X 線の輝度は非常に低くなる。また、検出器として用いた CCD カメラおよびフラットパネルセンサーは検出器自体のバックグラウンドが高く、S/N 比が小さい測定には向かない。そのため、強度の弱い超格子反射や高角の回折は、ほとんど検出できなかったと考えられる。今後の実験として想定される高温クリープ中その場応力測定を実施するには測定手法の再検討が必要であると結論づけられる。

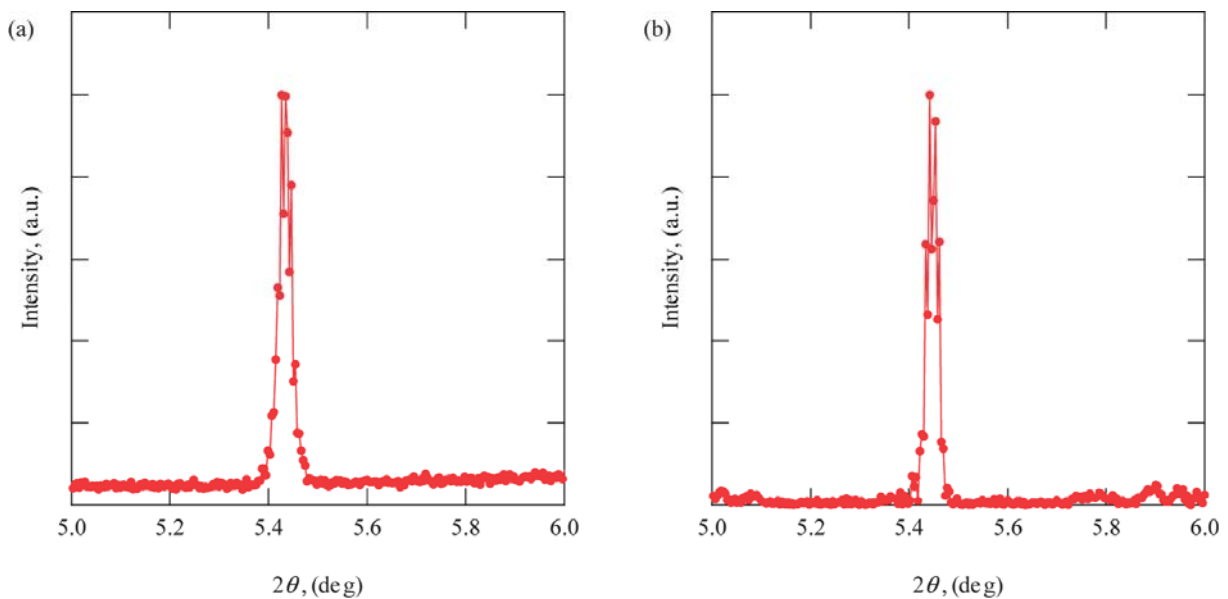


Fig.1. 無歪み試料の回折パターン。(a)は(200)、(b)は(002)回折。

次に測定した(200)、(002)それぞれの回折パターンを示す。Fig. 1 は、未変形試料の回折パターンである。 $\gamma$  相と  $\gamma'$  相はどちらも fcc 構造を持ち、格子定数の差はわずかである。そのため(200)、(002)それぞれの回折ピークには、 $\gamma$  相と  $\gamma'$  相のピークが混在している。

Fig. 2 は、付加したクリープ歪みが 0.5% と 1.0% の試料の回折パターンを示す。比較のため、未変形試料の回折パターンを赤線で一緒に示してある。引張り方向に平行な(200)面からの回折ピークに着目すると塑性変形を加えた試料では、あきらかに未変形試料より、高回折角側に回折ピークがシフトしている。しかし、クリープ歪みが 0.5% から 1.0% に増加したときの回折ピークのシフトは非常に小さい。同様に引張り方向に垂直な(002)面からの回折ピークでも塑性変形を加えた試料では、未変形試料より高回折角側に回折ピークがシフトしており、クリープ歪みの 0.5% から 1.0% の増加に伴う回折ピークのシフトが小さいという傾向も同じだった。

今回試験測定に用いた合金は、一辺約 0.5  $\mu\text{m}$  の cuboid 状  $\gamma'$  粒子が、ほぼ規則的に  $\langle 001 \rangle$  方向に

配列した組織を持つ。 $\gamma'$ 相は $\gamma$ 相に対して負のミスフィットを持ち、強度が大きい。塑性ひずみが小さい場合は、 $\gamma$ 相にのみ塑性ひずみが入る。この塑性ひずみの入る領域は、負のミスフィットの場合、[001]方向への引っ張り負荷応力のもとでは、(001)面に平行ないわゆる(001)チャンネルである。マイクロメカニクスによる解析[1]では、この時発生する内部応力は、

$$\langle \sigma_{11} \rangle_{001} = \langle \sigma_{22} \rangle_{001} = (1 - F_3) \frac{(C_{11} + 2C_{12})(C_{11} - C_{12})}{2C_{11}} \varepsilon_p \quad (1)$$

$$\langle \sigma_{11} \rangle_{D-001} = \langle \sigma_{22} \rangle_{D-001} = -F_3 \frac{(C_{11} + 2C_{12})(C_{11} - C_{12})}{2C_{11}} \varepsilon_p \quad (2)$$

$$\sigma_{33} = 0 \quad (3)$$

であり、これらに対応した格子の弾性的歪みが存在する[1,2]。 $\langle \rangle_{001}$ は(001)チャンネル中の値、また $\langle \rangle_{D-001}$ はそれ以外の領域の値を意味する。 $C_{ij}$ は弾性係数、 $F_3$ は(001)チャンネルとそれ以外の領域の体積比(約0.1)、 $\varepsilon_p$ は(001)チャンネル中に生じる塑性歪みである。

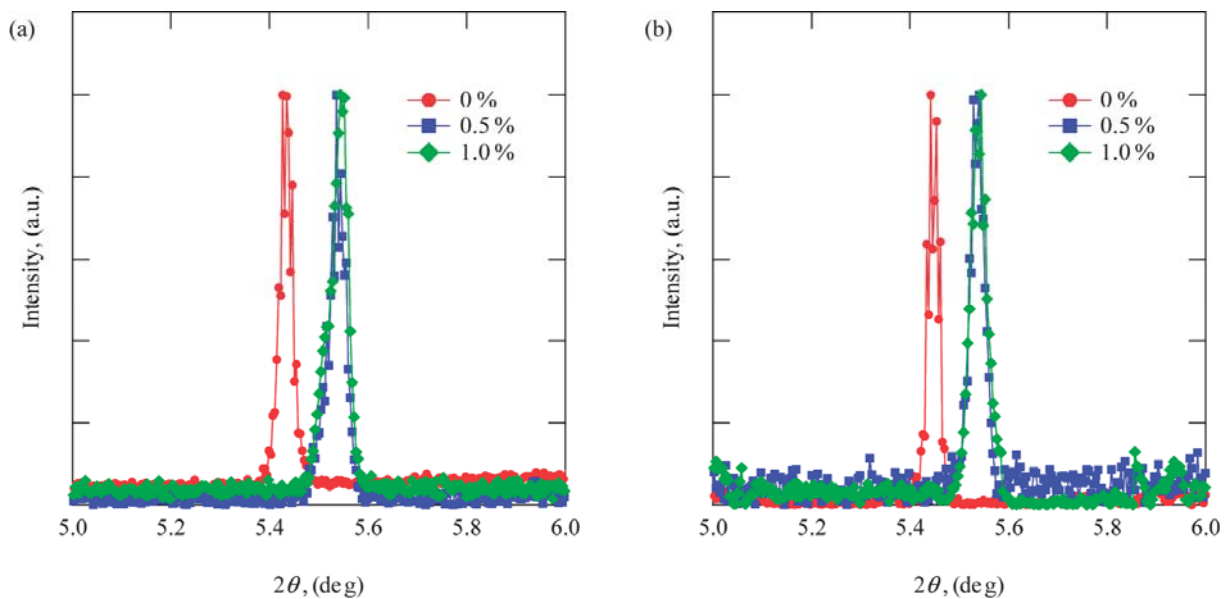


Fig.2. 0.5%および1.0%塑性歪みを与えた試料の回折パターン。

(a)は(200)、(b)は(002)回折。

これらを踏まえ、測定結果について議論する。回折パターンより得られた結果では、(200)面の格子面間隔が塑性変形によって小さくなっていることを示していた。(001)チャンネルの体積はそれ以外の領域の体積より明らかに小さいことから、測定した回折ピークは大部分が、 $\gamma'$ 相の(200)、(020)面と、 $\gamma$ 相の(200)チャンネルまたは(020)チャンネルからの回折によるものと考えられる。これらの面は、(2)式より(001)チャンネルの塑性変形により圧縮変形を受けるため、格子面間隔が小さくなっていると理解できる。しかし、(002)回折でも、塑性変形によって格子定数の減少が起こっていることは理解が困難である。(001)チャンネル以外の領域が[100]、[010]方向に弾性的に縮むとき、一種のポアソン比に従った変形の効果によって[001]方向に伸びる弾性変形をすることは明白である。(002)回折のピークシフトは低角側となるはずであるが、高角側へシフトしており、説明がつかない。この点は、回折測定の結果と力学解析をつき合わせて、さらに検討を加えなければならない。

#### 今後の課題：

今回の実験で構築したその場X線回折測定系は今後想定している高温クリープ中その場応力測定には適用できないことがわかった。光源を含め、ビームラインや検出器の選定から再検討をしなければならない。また、CMSX-4単結晶の測定結果についても単純な解析を行うことはできな

かった。一つには、回折パターンを十分に取れなかったことが原因である。 $\gamma'$  相のみの回折、例えば(001), (003)回折を測定し、これで決められる $\gamma'$  相の格子定数の変化を付加歪みの関数として測定する方が得策かもしれない。(001), (003)の回折を生じる $\gamma'$  相だけの格子定数の変化を追い、 $\gamma$  相の影響を除く方が単純な議論ができる可能性がある。

**参考文献：**

[1] N. Ratel, P. Bastie, T. Mori and P. J. Withers, *Mater. Sci. Eng. A*, **505**, 41 (2009).

[2] N. Ratel, M. Kawauchi, T. Mori, I. Saiki, P. J. Withers and T. Iwakuma, *Mech. Mater.*, **42**, 237 (2010).