J042032

IP ラウエカメラを用いた超音波測定用 Ni 基単結晶超合金材料の調整法

桜井 裕^{*1}, 竹村 理恵^{*2}, 佐野 さやか^{*3}溝口 憲治^{*4}, 坂本 浩一^{*5}

Preparation method of Ultrasonic measurement specimen with Ni-based single crystal superalloy using IP Laue camera

Yutaka SAKURAI^{*1}, Rie TAKEMURA^{*2}, Sayaka SANO^{*3}Kenji MIZOGUTI^{*4}, Kouichi sakamoto^{*5}^{*1} AGNE GIJUTSU CENTER

minamiaoyama 5-1-25, minato-ku, Tokyo, 107-0062 Japan

Investigated the accuracy improvement for specimen preparation of Ni-based single-crystal superalloys of elastic property measurement by using IP laue camera. After determining the crystal orientation by IP Laue camera, the specimen and cross goniometer head moved to cutting machine together. Performing the reinforcement of the cross goniometer head stage, also adjusting the granularity of the abrasive the cutting blade, so it was improved the cutting speed and angle accuracy. Prepared specimen in such procedure verified the accuracy of crystal orientation using by X-ray, ultrasonic and resonance method.

Key Words : Laue camera、Ni-based single crystal superalloy、Ultrasonic method、Resonance method

1. 結 言

各種材料を用いて工業製品を設計する際、パラメータの1つとしてヤング率がしばしば測定され、測定法として超音波法、共振法等が用いられてきた。Ni 基単結晶超合金は立方晶系金属であり、超音波法で音速を測定し機械特性を解析するには、正確な結晶方位が出た試料を作成する必要がある。異方性材料（単結晶、集合組織）は測定方向によりヤング率が大きく異なる為、作成試料の方位誤差が測定結果の誤差に繋がる。また単結晶材料のヤング率を算出する際、超音波法では複数の方位で測定を行い弾性定数を求める必要がある為、目的に沿った方位の試料を正確に作成する事が当面の課題となっていた。

IP ラウエカメラを用いて Ni 基単結晶超合金の結晶方位を特定・切断する手段として、従来は方位決定後エポキシ樹脂などでステージに再接着する必要があったため、試料作成時間や方位の維持などに問題が生じていた。

今回は方位を保持したままゴニオ台ごと専用の切断機に移動・切断する事で、より簡便で短時間に試料作成を行う事が可能となった。また、[100] [011] [111] の各方位試料を作成し、方位誤差について超音波法・共振法にて検証を行った。

^{*1} 正員, (株)アグネ技術センター (〒107-0062 東京都港区青山 5-1-25) E-mail: sakurai@agne.co.jp

^{*2} (株)アグネ技術センター (同上)

^{*3} (株)アグネ技術センター (同上) ^{*3}

^{*4} 首都大学東京

^{*5} 首都大学東京

2. 供試材

供試材は石川島精密鑄造（株）製 Ni 基単結晶超合金 CMSX4 サイズ 16mm 角×100mm の角棒を用いた。組成を表 1 に示す。この材料に次に示す熱処理を行い γ' 相を固溶させた。

溶体化処理 1280℃×2h r → 1290℃×2h r → 1320℃×2h r

Table 1 Nominal composition of the experimental alloy(mass%)

Cr	Co	W	Ta	Al	Ti	Hf	Ni
6.4	9.6	6.4	6.6	5.6	1.0	0.1	Bal.

背面ラウエ画像を撮影するにあたり供試材端面を 1000 番のエミリー紙にて研磨した。

3. 試験片作成

3・1 方位決定

供試材を素焼き板にロウ材で接着後、3 軸ゴニオ台にセットし TRYSE 社製 X 線回折測定用 IP 背面ラウエカメラ TRY-IPX-LC にて背面ラウエ画像を撮影した。（図 1）

Fig 1 Laue Camera 「TRY-IPX-LC」

Fig 2 Laue Figure of [100] direction with CMSX4

X 線照射ターゲットには Co 管球を用い、電圧 40kv 電流 30mA、コリメータサイズ 1.0mm、露光時間 240 秒、IP 画像サイズ 80×120mm 解像度 100 μ m、試料とフィルム間の距離 50mm の条件にて撮影し、付属ソフト TryConverter にて画像解析を行い、[100] と中心方位とのずれを計算した。ラウエカメラで得られた画像（図 2）に Greninger チャートを重ねて、 γ （緯度）と δ （経度）の角度を読み取り、それを Wulff ネットに転記していくと、点が連続しているように見える場所が出来る。それを結ぶと曲線が何本か引けるようになり、それらの線が交差する部分が出る。立方晶面間角度表¹⁾より、この交差部分と中心点との緯度の差からそれぞれの点の方位を推測して割り出すことが出来る。今回はさらに各方位の標準投影データから中心方位を計算できるソフト（ノルム工学製）を用いて、方位結果の検証も同時に実施した。3 軸ゴニオにて角度を調整し、求める方位とのずれが 1° 以内になるまで再撮影、角度調整を繰返し行った。

3・2 試料切断

背面ラウエ画像にて方位が決定できた供試材を 3 軸ゴニオに乗せたまま、ムサシノ電子社製結晶方位切断機 CU-01 に図 3 のように取り付けダイヤモンドブレードで切断した。[100] [110] 方位は厚さ 5mm×16mm 角、[111] 方位は厚さ 2mm×幅 10mm×長さ 60mm の大きさに試料調整した。また金属試料を短時間に切断するためブレードの粒度を調整し、切断時間を短縮した。

Fig.3 Precision cutting machine 「MPS130」 with cross goni head sample holder

4. 実験方法

切断した各試料を次に示す実験により、方位精度の検証を行った。

[100] 方位：背面ラウエ画像・超音波法によるヤング率，[110] 方位：超音波法によるヤング率測定，[111] 方位：共振法によるヤング率測定

4・1 背面ラウエ画像

試料をX線照射角と垂直になるよう3軸ゴニオに取り付け、電圧40kv 電流30mA、コリメータサイズ1.0mm、露光時間240秒、IP画像サイズ80×120mm 解像度100μm、試料とフィルム間の距離50mmの条件にて背面ラウエ画像を撮影し、TryConverterソフト、Greningerチャート、ノルム工学製ソフトにて画像解析を行った。

4・2 超音波法による音速・弾性定数測定

JIS Z2280「金属材料の高温ヤング率試験方法」超音波法に準拠した

測定機器はRITEC社製RAM-5000を使用した、室温、大気中の条件下でパルスエコーオーバーラップ法により[100]，[110]各方位の縦波・横波音速測定を行った。今回の供試材であるCMSX-4は立方晶系単結晶である。

[100]，[110]縦波・横波音速よりフックの法則から弾性定数 S_{11} ， S_{12} ， S_{44} を算出し、次の式よりヤング率を求めた²⁾³⁾。

$$\frac{1}{E} = S_{11} - 2(S_{11} - S_{12} - \frac{1}{2}S_{44})(\alpha^2\beta^2 + \beta^2\gamma^2 + \gamma^2\alpha^2) \quad (1)$$

E：ヤング率 (N/m²)

α ， β ， γ ：応力軸が立方体の3軸に対する方向余弦

4・3 共振法によるヤング率測定

JIS Z2280「金属材料の高温ヤング率試験方法」横共振法に準拠した

測定機器は日本テクノプラス社製JE-RTを使用し、室温、大気中の条件下で測定を行い[111]方位のヤング率を求めた。

5. 実験結果

5・1 背面ラウエ画像

[100]方位試料について背面画像をTryConverterソフト、ノルム工学製ソフトで解析したところ、方位のずれが1°以内であると計算できた。

5・2 超音波法によるヤング率測定結果

表2，3に実験結果を示す。またCMSX-4の文献値も合わせて併記した。

Table 2 Elastic constants S_{11} ， S_{44} and S_{12} for CMSX-4

	$S_{11} \cdot 10^{-12} \text{ N/m}^2$	$S_{44} \cdot 10^{-12} \text{ N/m}^2$	$S_{12} \cdot 10^{-12} \text{ N/m}^2$
CMSX-4	7.7	7.7	-3.0
reference data ⁴⁾	8	7	-3

Table 3 Elastic modulus for three different monocrystalline specimens of CMSX-4

	Elastic modulus 10^{10} N/m^2		Elastic modulus 10^{10} N/m^2
CMSX-4 [100]	13.1	reference data [100] ⁴⁾	12.6
CMSX-4 [110]	23.4	reference data [110] ⁴⁾	23.0
CMSX-4 [111]	31.9	reference data [111] ⁴⁾	32.0

5・3 共振法によるヤング率測定結果

表 4 に実験結果を示す。また CMSX-4 の文献値も合わせて併記した。

Table 4 Elastic modulus of the [111] direction for CMSX-4

	Elastic modulus 10^{10} N/m^2
CMSX-4 [111]	30.1
reference data [111] ⁴⁾	32.0

6. 考 察

従来、単結晶系金属の方位出しは大掛かりな設備を必要とし、また熟練した技術が必要であった。今回導入したシステムはスペースのない研究室でも場所を取らず、簡易でコンパクトなものになった。(図 4)

Fig.4 Comparison of the size of the old and new Laue Camera

当初の問題点はゴニオ台を切断機に装着する際、ゴニオ台の重量から試料回りに大きな負荷が生じる事、プレートが金属の切断に適した砥石粒度になっていないため切断に時間がかかる事などであった。これはゴニオ台を補強改善し砥石粒度を大きくする事により改善し、当初より 3 倍近い速度で安定した切断を行う事が可能になった。

方位の精度について、ラウエ画像解析では方位ずれは 1° 以内であり、超音波法では弾性定数・ヤング率ともに文献値と整合性がある結果となった。また、立方晶系試料の [100] 純粋モード軸の横波音速は 1 種となる²⁾が、純粋モード軸からずれた試料では横波が 2 種測定される。今回の測定では横波音速が 1 種のみ測定されたので、[100] 純粋モード軸とのずれは少ないものと推測できる。共振法でのヤング率結果は若干ずれが見られるものの、ほぼ一致した。

7. 結 語

1. IP ラウエカメラと専用カッターを使用し [100] [110] [111] すべての方角, 円柱・角柱 (超音波法用)・平板 (共振法) のサンプルを精度よく作成できた.

2. 今までにないコンパクトなシステムが構築できた.

今後の展望として, 結晶方位解析ソフトやゴニオ台, 切断カッターの更なる開発を行い, 立方晶以外の単結晶, 鉱物単結晶, 集合組織などさまざまな材質の試料作成への応用が考えられる.

謝 辞

本研究開発は, 平成 22 年度東京都港区「新技術開発支援事業」の助成を受け実施したものです. 実施に当たり多くの関係各位のご厚誼に対し, 深く感謝の意を表します.

文 献

- (1) 松村源太郎訳 “新版 X 線回折要論” アグネ (1980) p69
- (2) 根岸勝雄, 高木堅志郎, “超音波技術”, 東京大学出版社, (1984) pp. 168-171.
- (3) 長嶋晋一, “集合組織” 丸善 (1984), pp. 259-262.
- (4) W.Hermann, H.G.Sockel, J.Han, and A.Bertam, “superalloys”, The metals.Materials Society, (1996) pp. 229-238.