

未来社会創造事業 探索加速型
「地球規模課題である低炭素社会の実現」領域
終了報告書(探索研究)

令和2年度
終了報告書

平成29年度採択研究開発代表者

[研究開発代表者名：近藤 勝義]

[国立大学法人大阪大学 接合科学研究所・教授]

[研究開発課題名：酸素・窒素を活用したチタン積層造形体の高強靱化]

実施期間：平成29年11月1日～令和3年3月31日

§ 1. 研究実施体制

(1)「酸素・窒素を活用したチタン積層造形体の高強靱化」グループ(国立大学法人大阪大学)

① 研究開発代表者:近藤 勝義 (大阪大学接合科学研究所, 教授)

② 研究項目

- ・高窒素・酸素含有チタン粉末の試作および各元素の含有量の制御性
- ・レーザー照射積層造形(SLM)法を用いた高酸素・窒素含有チタン粉末積層造形体の試作・評価
- ・積層造形時における溶融・超急凝固過程での α -Ti結晶内での窒素原子の挙動解明
- ・窒素原子の粒界偏析・濃化現象の抑制・解消に向けた熱処理条件の適正化
- ・固溶窒素成分を利用したチタン積層造形体の力学異方性向上

§ 2. 研究実施の概要

金属積層造形材において、製造過程で混入する不純物、特に「酸素や窒素」による著しい延性低下はその信頼性を損なう。なかでも活性なチタン (Ti) では、既往研究での実験値として酸素量を約 0.35wt% 以下に抑えるべく、装置やプロセスの管理・工夫がなされている。特に、造形チャンバー内へのアルゴンガス流入や真空引きなど、加工雰囲気中の酸素分圧を如何に低減するか？が重要課題である。そこで本提案では、チタン積層造形体において、JIS 規格の上限値を大幅に超えるような多量の窒素や酸素が含まれた場合でも延性が低下せず、しかも強度や硬度などがさらに向上するといった新たな積層造形チタン合金設計と加工熱処理プロセス設計を提案し、その実用化に関する概念実証を試みる。特に Ti 結晶への窒素や酸素の原子固溶現象を利用した高強度と高延性の同時発現といった既往研究内容を覆す革新的な金属積層造形技術の構築（粉末・製法の開発）に挑戦する。その結果、従来の金属部材の製法（溶解・ casting, 熱間圧延・鍛造加工, 切削加工など）に対して大幅な工程短縮による省エネ化と CO₂ ガス排出量削減が期待される金属積層造形プロセスの低コスト化と造形体の品質向上を目指す。

先ず、窒素ガス雰囲気中で純チタン球状粉末を熱処理することで粉末表面が Ti₂N/TiN 被膜で覆われたコア-シェル構造 Ti(N)粉末を作製し、これを出発原料として選択的レーザー溶融 (Selective Laser Melting, SLM) 法を用いて窒素含有チタン積層造形体を試作した。造形過程で溶融した Ti 粉末が凝固する過程において上記の窒化被膜は分解し、解離した窒素成分は α -Ti 結晶粒内に固溶することで主に c 軸方向への結晶格子の拡張を促した。引張試験の結果、窒素固溶量が 0.3 wt.% では UTS 976 MPa, 伸び値 22% といった高強度と高延性の両立を実現し、従前の固相焼結法で作製した窒素固溶チタン焼結材と同等の力学特性を示した。他方、0.5~0.7 wt.% の高濃度窒素成分を含む Ti 積層造形体では、局所的な窒素成分の濃化により伸び値は 1~5% に減少した。これはレーザー照射後の急速凝固過程において、高濃度の窒素が十分に拡散せず、局部的に α -Ti 結晶粒界や粒内に濃化・偏析したことが脆性挙動を誘発することを明らかにした。そこで、 $\alpha+\beta$ 相温度域での熱処理と急速冷却の組合せによる窒素成分の再配分を行い、固溶窒素成分の濃淡領域（ヘテロ構造）の形成を試みた。具体的には、高濃度の窒素が固溶する初析 α 粒は強化相として作用し、窒素成分が希薄な旧 β 粒が相変態した後の 2 次 α 粒内も低濃度窒素ゆえに高い変形能を有する。その結果、急冷熱処理後の高濃度窒素含有チタン積層造形体において、伸び値は 0%→6% (Ti-0.7 wt.% N 材), 5%→19% (Ti-0.5 wt.% N 材) にそれぞれ回復することを実証した。また、酸素固溶純チタン造形体の作製において、レーザー照射時の入熱量を制御して凝固速度を調整したところ、入熱量の増加に伴い針状マルテンサイト相のアスペクト比が減少し、一部で等軸粒を形成すると共に、結晶配向性の緩和が進んだ。その結果、引張強さは顕著に変化することなく、破断伸び値が約 18% から 29% に大幅に増大した。加えて、金属積層造形体の特性上の課題の一つである、結晶異方性に起因する力学特性の異方性が挙げられるが、窒素含有量の増加に伴い、エピタキシャル成長した柱状 α -Ti 結晶粒内に微細な針状 α 粒が密に生成し、それぞれの結晶成長を抑制することで結晶方位の無秩序化が進行することを確認した。そこで、この現象を積極的に活用することで試料内でのシュミット因子の異方性を低減し、高強度かつ高延性を同時に発現する新たな材料設計指針を構築した。なお、本事業で得られた研究成果に関する主要な学術論文は次の通りである。

[1] A. Issariyapat et al., Additive Manufacturing, 36 (2020) 101537.

[2] K. Kondoh et al., Materials Science and Engineering A 795 (2020) 139983.

[3] K. Kondoh et al., Materials Science & Engineering A 790 (2020) 139641.