令和６年度　ILM共同利用・共同研究報告書

2025年　5　月　16　日

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 研究代表者 | | 所属機関 | 愛媛大学大学院　理工学研究科 | | |
| 職名 | 教授 | | |
| 氏名 | 小林千悟 | | |
| 共同研究者  （対応者） | | 所属機関 | 熊本大学　先進軽金属材料国際研究機構 | | |
| 職名 | 教授 | | |
| 氏名 | 木口賢紀 | | |
| 研究課題 | | 生体用Ti-Nb合金のα”相の相変態に及ぼす酸素添加効果 | | | |
| 共同研究テーマ  ※該当するものに✓をつけてください。 | | ☑全国共同利用・共同研究助成  □国際共同利用・共同研究助成  □共通試料提供・共同研究助成  □試料分析評価受託・共同研究助成 | | | □重点テーマ  □輸送機器材料開発  ☑生体材料開発  □橋梁・建築用材料開発  □キンク強化  □自由テーマ |
| 使用設備名  （ILM保有のもの） | | O, N 組成分析装置 | | | |
| 配当額 | 旅費　　　　（　　　212,510　　円） | | | 消耗品　　　　（　　60,000　　円） | |
| **研究成果内容**　**※「研究成果」、「展望」、「具体的な成果」について、簡潔に記述してください。**  【主な研究成果】  「Ti-Nb合金の昇温過程における結晶構造変化に及ぼす酸素添加効果」  　令和５年度　ILM共同利用・共同研究助成を受けて、Ti-(13, 15, 17)Nb (at%)合金及びTi-13Nb-(0~3)O(at%)合金のα”→β相変態に及ぼす酸素添加効果について調査した結果、酸素添加によって、α”相からβ相に向かう結晶構造変化が抑制されることが明らかとなった。しかし、Ti-Nb合金のα”→β相への変態における結晶構造変化、つまり、直方晶のα”相から立方晶のβ相に結晶構造が変化する変遷過程がいかなるものかは明確となっていない。また、酸素添加効果もα”→β相変態を抑制することは明らかとなったが、どのように酸素は変態を抑制しているかは明確となっていない。そこで、令和６年度　ILM共同利用・共同研究においては、それら未解明の2点の事項に注目して研究を進めた。  　まず、アーク溶解炉を用いてTi-(12～17)Nb (at%)合金及びTi-(12, 15, 17)Nb-3O(at%)合金を作製した。それらの試料を石英管内で真空引きしつつ、1200 ℃で3.6 ksの均質化処理を行い氷塩水中に焼入れた。均質化した試料を850 ℃で熱間圧延を行い、厚さ 1.5 mm の板状試料にした。その後、流動Ar下において1100 ℃で0.6 ksの溶体化処理(SST)を施し、氷塩水中に焼入れた。得られた試料に対して、光学顕微鏡(OM)観察及びX線回折(XRD)測定による組織・結晶構造の評価を行った。また、溶体化処理後の試料を直径約4 mmの円盤状に研磨し、昇温速度10～50 ℃/minでAr雰囲気中における熱分析(DSC, DTA測定)を行った。さらに、昇温過程における結晶構造変化を解析するために、He雰囲気中における高温X線回折によるその場測定(in-situ XRD)を行った。実験は、室温から昇温速度20, 50 ℃/minで加熱した後、目的の温度で等温保持を行い繰り返し測定した。  　溶体化処理後のTi-12Nb-(0, 3)O合金は、XRD測定の結果、α”相で構成されており、OM観察の結果、試料全面がα”相のラスに覆われいることが明らかとなった。それらの試料を、室温から600℃まで熱分析測定した結果、Ti-12Nbは500℃付近に吸熱反応を示したが、酸素を添加したTi-12Nb-3Oにおいては、その吸熱反応が抑制された。酸素を添加することによって吸熱反応が抑制されたが、その吸熱反応がどのような結晶構造変化に対応するかを明確にするために、吸熱反応付近の温度においてin-situ XRDを行った。その結果、回折角2θ=33～42°付近に現れる5本の直方晶構造に起因する回折ピークが確認され、立方晶への変化は生じていなかった。つまり、立方晶であるβ相への結晶格子変化は吸熱ピークにおいて確認されなかった。α”→β相変態には、2種類の原子変位が必要とされ、一つは結晶格子を直方晶から立方晶へと変える格子定数を変化させる原子変位、もう一つは、原子面のシャフリングに伴う原子変位である。それら原子変位に関するエンタルピー変化を考察した結果、熱分析でとらえられた吸熱ピークは、シャフリングに伴う原子変位に起因していることが明らかとなり、つまり、酸素は原子面シャフリングを抑制していることが明らかとなった。一方、格子定数変化、すなわち直方晶から立方晶への格子変化に対する原子変位に対し、酸素がいかなる作用を及ぼすかを解析するために、形状回復試験を実施した。結晶格子変化を引き起こす原子変位は、形状回復試験において間接的に調査することができる。Ti-12Nb合金の形状回復試験の結果、形状回復は吸熱ピークよりもさらに高温側で生じることが確認された。また、酸素添加試料の形状回復試験結果を詳細に検討した結果、酸素は直方晶から立方晶への格子変化を抑制していることが明らかとなった。以上の結果と、さらにTi-15Nb-(0, 3)とTi-17Nb-(0, 3)合金の結果も勘案すると、α"→β変態には直接的に直方晶のα"から立方晶のβへと変態する場合と、α”相から一度原子面シャフリングがβ相構造に近づくS相（申請者が提案中の構造）と呼ぶ相へと変化した後、β相へと変態する場合があることが明らかとなった。これまでに、α”相からO’相を経由してβ相へと変態するパスについては報告があるが、今回新たな変態パスが見つかったといえる。  【今後の展望】  　酸素添加によって、α”相からβ相に向かう結晶構造変化に必要な2つの原子変位の双方を酸素は抑制することを見出したが、酸素添加量を減らした際に、それら2つの原子変位抑制効果が異なる可能性があるため、今後さらに酸素添加量を変化させて、α”→β相変態に酸素がいかなる影響を及ぼすかを調査して、α”→β相変態の変態パスをNb添加量と酸素添加量の調整によって制御する技術の構築を目指す。  【具体的な成果】  　●学会発表  2024年8月19日　日本金属学会・日本鉄鋼協会 中国四国支部 日本金属学会第６４回・日本鉄鋼協会第６７回講演大会  　「Ti-Nb-Al合金の昇温 過程におけるα"相結晶 構造変化その場XRD解析」  　　　愛媛大　〇中江友哉, 小林千悟, 岡野聡  2024年9月18日　日本金属学会 第175回秋期講演大会  「Ti合金α"相の昇温時に検出される変態潜熱はβ相逆変態に対応しているか？」  　　　愛媛大　〇中江友哉, 小林千悟, 岡野聡  2024年10月19日　第16回 軽金属学会 中国四国支部 講演大会  「Ti-17Nb-3Al形状記憶合金の昇温に伴う吸熱反応における結晶構造変化」  　　　愛媛大　〇中江友哉, 小林千悟, 岡野聡  2024年12月7日　第７回 ⽇本⾦属学会 第７分野講演会  「Ti-1Mo-3O合金の時効処理に伴う酸素分配と結晶構造の関係」  　　　愛媛大　〇芝田翔真、小林千悟、岡野　聡  2025年3月10日　日本金属学会 第176回春期講演大会  「Ti-17Nb-3Al合金の昇温に伴う形状変化時の結晶構造変化」  愛媛大　〇中江友哉, 小林千悟, 岡野聡  　●国際会議発表  2024年12月12日　ICNME 2024 (The 11th International Conference on Nanomaterials and Materials Engineering)  「Effect of Inhomogeneous Oxygen Distribution on Martensitic Transformation of β Phase in  Ti-15at%Nb-1at%O Alloy」  Ehime University 〇Sengo Kobayashi, Mai Kobayashi, Tomoya Nakae, Satoshi Okano | | | | | |
| **注意事項**  ・成果報告書はこの様式を用いて作成し、2025年5月16日（金）までにメール記載の専用URLよりアップロードください。  ・提出いただいた共同研究報告書は、先進軽金属材料国際研究機構共同研究報告（年報）を発行し、上記ホームページに掲載いたしますので、公表できる範囲において作成してください。  　・記載欄が不足する場合は，適宜ページを追加してください。 | | | | | |