令和５年度　ILM共同利用・共同研究報告書

2024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　　　　（　　　65,558　　円） | | | 消耗品　　　　（　　　234,442　　　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に及ぼす酸素添加効果」  　アーク溶解炉を用いてTi-(13,15,17)Nb (at%)合金及びTi-13Nb-(0~3)O(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、光学顕微鏡観察及びX線回折測定(XRD)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50 ℃/minでAr雰囲気中における示差熱分析(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-13Nb-(0, 3)O合金を室温から600℃までDTA測定した結果、Ti-13Nbは470 ℃付近から吸熱反応を示し、500℃付近から発熱反応に転じて、530 ℃付近に大きな発熱反応を示した。一方、酸素を添加したTi-13Nb-3Oにおいては、酸素添加によって吸熱反応が抑制され、500℃付近から徐々に発熱反応が現れた。以上より、酸素を添加することによって吸熱反応が抑制されたことが明らかとなったが、その吸熱反応がどのような結晶構造変化に対応するかは、明確ではない。過去の文献調査の結果からは、その吸熱反応はα”→β変態に対応していると考えられるが、詳細は明らかではない。そこで次に、加熱時の各温度におけるin-situ XRDを行った。Ti-13Nb合金の390℃等温保持中の高温X線測定結果には、5本のα”相の回折ピークが確認されたが、室温の測定結果と比較して、(110)、(002)、(111)回折ピークは低角度側にシフトし、(020)と(021)の回折ピークは高角度側にシフトした。昇温による格子熱膨張に伴う回折ピークは全て低角度側にシフトすることを考慮すると、(020)面及び(021)面の高角度側へのピークシフトは、α”相の結晶構造がβ相の構造に向かって変化しようとしている状態にあることを示している。しかしながら、吸熱ピーク終了温度においても、α"→β変態は完了していなかった。高温側の発熱ピークでは、α相の析出が生じて最終的にはβ＋α組織が形成されていった。今回、α"→β変態が昇温に伴い完了しなかった理由は、Ti-13NbではNb添加量が少ないためβ相安定化度合いが低くかったためといえる。Ti-13Nb-3Oにおいて、吸熱ピークが観察されなかった理由は、侵入型元素である酸素が、合金中の格子歪を増大させ、α”→βに向かう結晶構造変化に必要な原子面シャッフリングを阻害したためと考えられる。  【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が抑制されることが明らかとなったが、α”→β相への構造変化の不完全性について、Ti-Nb 2元系だけでなく酸素添加したTi-Nb-O 3元系において、合金のβ相安定化度合いによって、昇温過程における相変態がどのように異なるかを明らかにする。それにより、α”→β相変態に及ぼす酸素添加効果を解明する。  【具体的な成果】  　●学会発表  2023年5月14日　軽金属学会　第１４４回春期大会  　「酸素含有Ti-12Nb合金の昇温過程における α”相の結晶構造変化」  　　　愛媛大　〇大澤史哉、小林千悟、岡野　聡  　「チタンのα→β変態に伴う組織形成に及ぼす酸素・窒素添加効果」  　　　愛媛大　〇小林千悟、重松　司、岡野　聡  2023年5月14日　日本金属学会　第１７３回秋期大会  「Ti-1Mo-3O 合金の時効処理に伴う組織変化と酸素分配」  　　　愛媛大　〇(M１)芝田翔真、小林千悟、岡野　聡  2023年１２月14日　日本金属学会　第139回 金属物性研究会ならびに軽金属学会支部研究会  「Ti-4Mo合金の時効後期過程における相変態挙動に及ぼす酸素添加効果」  　　　愛媛大　〇(M2)江森希望、小林千悟、岡野　聡  「Ti-Mo-O合金の機械的特性に及ぼす組織形成ならびに組成分配の影響」  　　　愛媛大　〇(M1)芝田翔真、小林千悟、岡野　聡 | | | | | |
| **注意事項**  ・成果報告書はこの様式を用いて作成し、2024年5月10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。 | | | | | |