



J. Umeda

レーザー積層造形過程におけるチタン材中の酸素・窒素原子の振舞いに係る包括的理解

梅田 純子*

1. まえがき

チタン(Ti)は、高い比強度、優れた耐腐食性や生体適合性などの特徴を有しており、広い産業分野で利用されている。なかでも、航空機用部材や医療機器では、上記の特徴を活かした Ti 合金の適用ニーズが大きい。一方で、汎用 Ti 合金では、その高強度化のためにバナジウム(V)やジルコニウム(Zr)、モリブデン(Mo)、ニオブ(Nb)といった高価なレアメタルの添加を基本とした合金設計が確立している。但し、バナジウムとジルコニウムの需要・供給は年々増加しており、今後もその傾向が強くなることが予測されており、更なる価格高騰が懸念される。その結果、レアメタルを含むチタン合金の価格上昇を誘発し、チタン製品の利用が限られる可能性がある。ゆえに、近年では Ti 素材の低コスト化による Ti 合金製部材の普及に向けて、添加元素としてレアメタルを一切使用しない新たな Ti 合金の材料・プロセス設計の確立が求められている。

このような課題を解決する新たな合金設計として、酸素、窒素、炭素、シリコン、鉄などのように資源的に豊富で普遍に存在し、安定供給が可能で廉価なユビキタス元素の活用が考えられる。これら元素は α -Ti 相や β -Ti 相の強化に寄与することが報告されているが、その一方で casting Ti 材では、粒界偏析・濃化や金属間化合物相の析出などによりその延性低下を招く。そのため、各成分の含有量の上限値は JIS や ASTM において厳密に管理されている。

上記の問題に対して、本研究ではこれまでの粉末冶金法を基本とする固相焼結プロセスを用いて、比較的速い冷却速度条件下で Ti 焼結合金を作製し、各元素を α/β -Ti 結晶内に均一に固溶する新たな製法を確立した。その結果、上述した JIS や ASTM の規格上限値を越える酸素や窒素を含む場合でも伸び値が 20% を越え、かつ 1000MPa 以上の引張強さを有する純 Ti 焼結材の創製に成功しており^{1,2)}、Ti-6%Al-4%V(Ti64)汎用合金の力学特性を凌駕する高強度と高延性を実現した。

近年、新たなものづくり技術としてレーザーや電子ビームを金属粉末に照射し、局所的な熔融とそれに続く急速な凝固・冷却現象を促して複雑形状部材を作製できる金属積層造形法(Additive Manufacturing, AM)が国内外で注目されている。本研究では金属 AM 法の特徴である超急速凝固冷却現象に着目し、上述した粉末冶金法による Ti 結

晶内への酸素・窒素原子の固溶現象を AM 法に展開した。本研究では、金属 AM 法の一つである選択的レーザー熔融(Selective Laser Melting, SLM)プロセスを用いて高濃度の酸素および窒素が固溶する Ti 積層造形体を試作し、各元素の含有量とそれらの結晶集合組織と力学特性(引張強さ)を調査した上で強化機構に関する定量解析を実施した。

2. 実験方法

酸素の供給源となる TiO_2 粒子(平均粒子径 $d_0 = 1.8 \mu\text{m}$)と母相を構成する球状 Ti 粉末($d_0 = 23.8 \mu\text{m}$, 純度 99.5%)を所定の比率(TiO_2 : 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 mass%)で配合した。各配合粉末についてボールミル装置を用いて乾式混合を施して TiO_2/Ti 混合粉末を準備した。これらを出発原料とし、SLM 法を用いて高濃度の酸素含有 Ti 積層造形体を試作した。本製法では、図 1 に示すように原料粉末を造形ステージ上にリコータブレードで供給し、所定の厚さのもとで粉末をパウダーベッドに均一に敷き詰めた後、レーザーを照射する。SLM 条件として、レーザー出力: 160 W, 走査速度: 535 mm/s, ハッチ幅: 110 μm , 積層厚さ: 20 μm , サポート高さ: 1.5 mm, スポット径: 30 μm , アルゴン(Ar)ガス流入による雰囲気酸素濃度: 100 ppm 以下を設定して各試料を作製した。

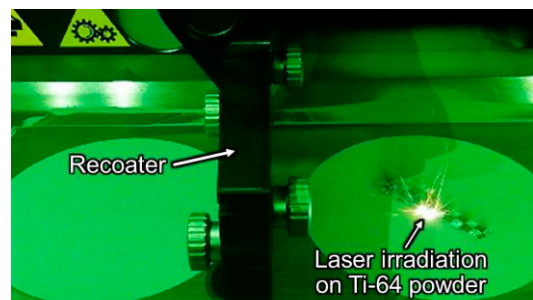


図 1. 本実験で使用した SLM 装置におけるチタン粉末の積層造形過程の一例 (Ti64 合金粉末を用いた実験例)

次に、造形体中の酸素含有量 (EMGA830, (株)堀場製作所製)を測定した。積層造形体の密度はアルキメデスの原理により測定し、純 Ti の密度 (4.51 g/mm^3)に対する相対密度を算出した。組織構造・結晶方位解析には X 線回折装置 XRD, 走査型電子顕微鏡 SEM とそれに併設

*大阪大学 接合科学研究所 接合機構部門 複合化機構学分野 教授

する電子線後方散乱回折装置 EBSD を用い、電子プローブマイクロアナライザ EPMA による元素分析を行った。得られた X 線回折パターンについて Bragg の条件式に基づいて解析することで母相 α -Ti 結晶の格子定数を算出した。Ti 造形体から積層方向に対して垂直な方向に板状引張試験片（平行部幅 2 mm，平行部厚み 1 mm，平行部長さ 10 mm）を 3 本採取し、オートグラフを用いて常温にて歪速度 5.0×10^{-4} /s のもとで引張試験を行い、各 SLM 材の引張強さと破断伸び値を評価した。

3. 実験方法

3.1 Ti 造形材における TiO₂ 粒子の分解と酸素固溶現象

Ti は活性で酸化し易く、SLM 過程での酸化反応が危惧されることから、原料粉末および造形材の酸素含有量を測定した。その分析結果を図 2 に示す。混合粉末および SLM 材の酸素含有量について、例えば、Ti-2.0 mass%TiO₂ ではそれぞれ 0.82 mass%O，0.89 mass%O であり、増分は 0.07 mass%O であった。これは SLM 過程で Ti が SLM チャンバー内の僅かな酸素を取り込んだことによるものと考えられるが、その増分は Ti に添加した TiO₂ 量よりも少なく、力学特性に大きな影響は与えないと考える。

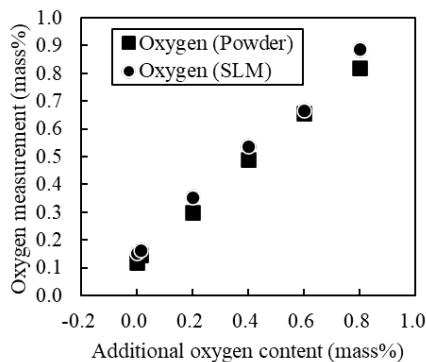


図 2. TiO₂ 粒子添加量が異なる Ti-TiO₂ 混合粉末およびそれを用いて作製した SLM 材の酸素量測定結果

また、積層造形材の力学特性に影響を及ぼす密度について調査するため、各試料の密度を測定した結果、純 Ti 粉末 (TiO₂ 粒子無添加) および Ti-0.5 mass%TiO₂ 混合粉末を用いて作製した SLM 材は最大相対密度 99.3 % を有し、最小でも Ti-2.0 mass%TiO₂ 混合粉末の場合における相対密度は 98.2 % となり、十分な緻密化が確認された。なお、純 Ti 粉末表面に TiO₂ 粒子が付着することで積層過程における粉末充填状態に変化が生じ、TiO₂ 粒子を多く添加した SLM 材では空孔が増加したと考えられる。

次に、各作製工程における TiO₂ 添加粒子の挙動を確認するため、原料粉末の純 Ti 粉末、TiO₂ 粒子、組成 Ti-2.0 mass%TiO₂ で配合した混合粉末、およびそれを用いて作製した SLM 材の XRD 測定結果を図 3 に示す。(a) TiO₂ 粒子および (c) 混合粉末で検出された 27.4° 付近のルチル型構造 TiO₂ の回折ピークは (d) SLM 材では検出されず、

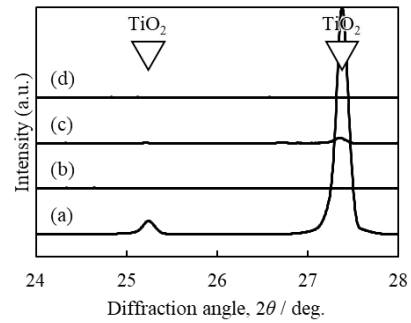


図 3. X 線回折結果:(a)純 Ti 粉末,(b)TiO₂ 粒子,(c) Ti-2.0 mass%TiO₂ 混合粉末,(d) Ti-2.0 mass%TiO₂ 積層造形体

SLM 過程において TiO₂ が還元したことを確認した。

続いて、TiO₂ 粒子の添加量が異なる SLM Ti 材の XRD パターンを図 4 に示す。いずれの試料においても α -Ti のピークのみを検出し、本試料は α -Ti 単相であり β -Ti や他の化合物が生成していないことを確認した。また、 α -Ti {0002}底面に対応する 38.4° 付近のピークは TiO₂ 粒子添加量の増加に伴い低角度側にシフトし、35.1° 付近の {1010}柱面ピーク位置は変化しなかった。これらの結果より、TiO₂ の添加に伴い α -Ti 結晶は c 軸方向にのみ格子が伸長したと考えられる。

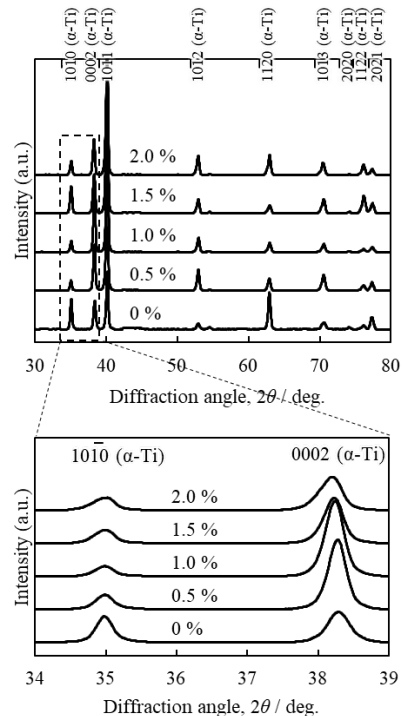


図 4. TiO₂ 粒子の添加量が異なる Ti-SLM 材の X 線回折結果

そこで、酸素原子が Ti 結晶中に固溶したことを検証すべく、XRD 解析結果を用いて α -Ti 結晶の格子定数の酸素添加量依存性を調査した。両者の関係を図 5 に示す。a 軸長はほぼ一定だが、c 軸長は酸素添加量の増加に伴いほぼ

線形に増大した。酸素原子が α -Ti 結晶中に侵入型固溶すると c 軸方向に格子が伸長することから、添加した TiO_2 粒子が SLM 過程で還元分解し、解離した酸素原子が α -Ti 結晶中に固溶したと考える。

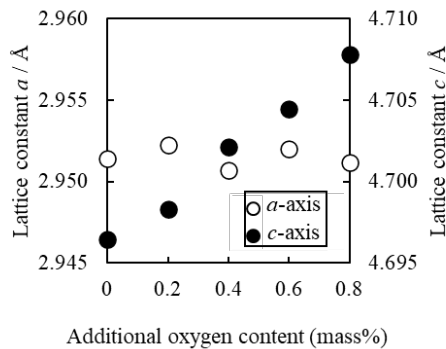


図5. SLM 材における α -Ti 結晶の a 軸, c 軸方向の格子定数の酸素添加量依存性

3.2 酸素含有 Ti 造形材の結晶集合組織

酸素固溶による SLM 材の結晶組織変化を明らかにすべく、SLM 材に対して EBSD 解析を行い、結晶組織とその配向性について調査した。TiO₂ 粒子添加量の異なる SLM 材 Ti- c mass%TiO₂ ($c = 0, 0.03, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0$) について、積層方向に観察した α -Ti の IPF (Inverse Pole Figure) マップ, IQ (Image Quality) マップおよび {0001} 面の極点図を図 6 に示す。全ての組成において、IPF マップ中の破線で示すように、積層方向に同一の結晶方位群を有する集合組織を確認した。この集合組織は、液相からの冷却過程で初相として析出する β 相に対応し、これが Burgers の方位関係にしたがって α 相に相変態したものと考えられる。以後、この集合組織を旧 β 粒と称す。いずれの組成においても旧 β 粒は積層方向にエピタキシャル成長したことを確認した。次に、旧 β 粒内の結晶組織について調査した。(a) Ti-0 mass%TiO₂ および (b) 0.03 mass%TiO₂ の IPF マップおよび {0001} 面の極点図より、積層方向と平行に {0001} 面が向いた約 100 μm の結晶粒径を有する柱状 α 結晶粒の形成を確認した。一方、TiO₂ 粒子の添加量を増やした (c)~(f) では、エピタキシャル成長を伴った旧 β 粒内に 3.6 ~ 4.9 μm の結晶粒径を有する微細な針状結晶粒が形成した。ここで結晶粒径とは、針状結晶粒の面積を用いて等軸結晶粒に変換した際の直径に近似した値である。このような TiO₂ 粒子添加による結晶粒の著しい微細化挙動は、 β 相からの冷却過程で $\alpha+\beta$ 二相共存領域を経由する際に生じるものと考えられる。酸素を多く含む Ti では、 β 単相域からの冷却過程で $\alpha+\beta$ 二相領域を経て初晶 α 粒あるいは α' 粒 (マルテンサイト相) が生成する。さらに降温が進むと、残存した β 相の相変態によって 2 次 α/α' 粒が析出するが、これらが先に析出した初晶 α/α' 粒と接し、その粒成長が妨げられる結果、酸素含有量が増加することで結晶粒径が大幅に減少する。一方、TiO₂ 粒子無添加材では、酸素固溶量が 0.15 mass% と非常に少なく、 $\alpha+\beta$ 二相領域

となる温度範囲が極めて小さいため、初晶 α/α' 粒はほとんど存在しないと考えられる。 β 単相領域から急冷した Ti-0.94 mass%O の固相焼結材においても微細化した針状 α' 粒が確認されている。また 0.5 mass%TiO₂ では {0001} 極点図から中心部、右斜め上から 90° 毎に 4 点の強いピークが確認できる。これらのピークは、視野内の旧 β 粒が互いに 90° の角度を保ちつつエピタキシャル成長したことに対応する。1.0 mass% 以上の TiO₂ 粒子添加材でも同様に、90° に近い間隔のピークが確認でき、それぞれの旧 β 粒は一定の方位関係を有してエピタキシャル成長したことが示唆される。また、{0001} 面の極点図中の最大集積強度 (I_{max} 値) は、Ti-0 mass%TiO₂ では約 45 であるのに対して 0.03 mass%TiO₂ ではその約 4/5, 0.5 mass%TiO₂ ではその約 1/3, さらに 1.0 ~ 2.0 mass%TiO₂ では 1/4 ~ 1/9 程度に減少し、酸素量の増加とともに結晶配向性は低下した。これらの結果より、SLM 材は旧 β 粒のエピタキシャル成長に起因する配向性を有し、また、酸素元素の添加により微細な針状 α/α' 結晶粒を形成することを示した。

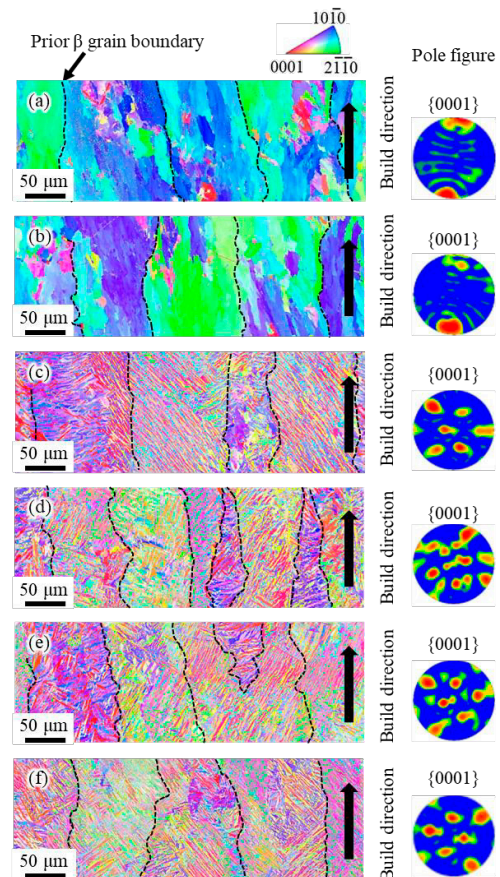


図6. TiO₂ 粒子添加量の異なる Ti-SLM 材における結晶組織および配向性の解析結果 (a) 0 mass%TiO₂, (b) 0.03 mass%TiO₂, (c) 0.5 mass%TiO₂, (d) 1.0 mass%TiO₂, (e) 1.5 mass%TiO₂, (f) 2.0 mass%TiO₂

TiO₂ 由来の酸素成分の固溶状態を調査すべく、最も酸素含有量が多い Ti-2.0 mass%TiO₂ (0.89 mass%O) 混合粉

末を用いた SLM 材の EPMA を実施した. その結果を図 7(a)に示す. (a-3)の酸素分布から確認できるように, SLM 材の酸素原子は均一に分散していることを観察した. 比較として, 既往研究¹⁾における 0.96 mass%O の高濃度酸素固溶 Ti 铸造まま材の EPMA 結果を図 7(b)に示す. (b-1, 3)より, 铸造材は数 100 μm の大きさの板状結晶粒から構成され, 結晶粒内に酸素原子が濃化していることが報告されている. SLM 材と铸造材が同程度の酸素濃度であるにも関わらず結晶組織が大きく異なるのは, 製造過程における凝固速度差に起因すると考える. 铸造法では凝固速度が遅く, 結晶粒が成長し酸素原子の偏析が生じる. 一方, SLM 法では超急冷凝固 ($10^3\sim 10^8$ K/s³⁾) により酸素原子の濃化が抑えられ, 図 7(a-3)に示すように酸素原子が均一に分散する. これらの結果より SLM 材では, 铸造材のような数 100 μm のスケールでの酸素の偏析・濃化領域は確認されず, 酸素は素地全体に均一に固溶していると考えられる.

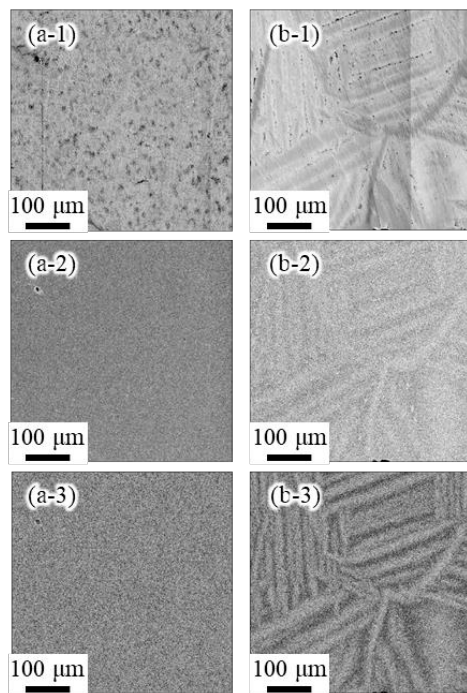


図 7. EPMA 結果比較(a)Ti-2.0 mass%TiO₂ 混合粉末を用いた SLM 材と(b) 0.96 mass%O Ti 铸造まま材

3.3 酸素含有 Ti 造形材の力学特性と強化機構の解析

Ti 造形材の酸素固溶量の変化が引張特性に与える影響を調査するため, SLM Ti-*c* mass%TiO₂ (*c* = 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0)に対して常温で引張試験を行った. 得られた応力-歪み線図を図 8(a)に, 0.2%YS 値, UTS 値, 破断伸び値の酸素含有量依存性を(b)にそれぞれ示す. TiO₂ 粒子無添加材の 0.2%YS は 343 MPa, UTS は 381 MPa であったが, TiO₂ 添加量の増大に伴い引張強度は増加し, 2.0 mass%TiO₂ (0.89 mass%O)では, それぞれ 1075 MPa, 1145 MPa と著しい強化を示した. また, 破断伸び値に関して, 1.0 mass%TiO₂ (0.54 mass%O)までは約 20 %と高

い値を示したが, 2.0 mass% TiO₂ (0.89 mass%O)では 5.6 %まで低下した. 既往研究⁴⁾によると, 酸素含有量が 0.7 mass% O 以上の铸造材は塑性変形を示すことなく, 脆弱破壊を生じることが報告されている. 他方, 酸素固溶 Ti 焼結押出材では, 酸素含有量が 0.93 mass%であっても固相焼結法により酸素が均一に分布したことで, 弾性域で破断することなく 7.5 %の破断伸びが報告されている⁵⁾. 本研究で最も酸素含有量が多い Ti-0.89 mass%O SLM 材 (TiO₂ 添加量: 2.0 mass%) でも破断伸び値は 5.6 %であり, 応力-歪み線図において塑性変形挙動を示した. これは, 図 7(a-3)に示したような巨視的領域での固溶酸素原子の均一分布によるものと考えられる.

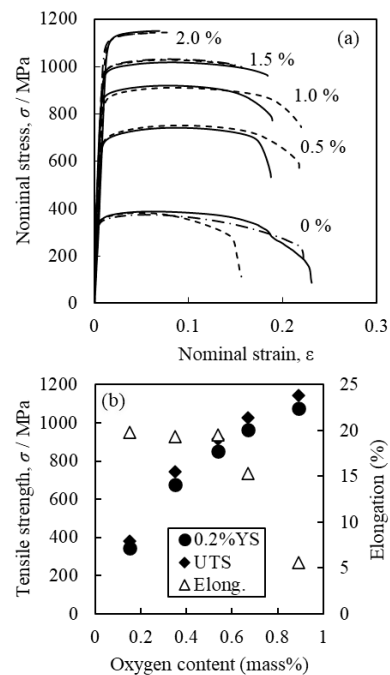


図 8. (a) 酸素固溶 Ti-SLM 材の引張試験結果, (b) 引張試験結果における酸素含有量の関係

次に引張特性と組織学的知見を踏まえて, 本試料における強化機構について考察した. 金属の強化機構として, 固溶強化, 結晶粒微細化強化, 析出強化, 分散強化およびこれらの複合的強化が挙げられる. 本研究で使用する Ti 造形材はすべて α 単相合金であり, 酸素も均一に分布していることから, 酸素原子による固溶強化が作用すると考え, 第二相や析出物および元素の不均一分布による影響は考慮しないこととする. 加えて, 酸素含有量の違いによって結晶組織が変化することから, 結晶粒径の違いが強度に及ぼす影響についても考慮する必要がある. 以上を踏まえて, 本節では固溶強化理論の一つである Labusch モデル⁶⁾による酸素固溶強化量と Hall-Petch の経験則^{7,8)}に基づく結晶粒微細化強化量を算出し, 引張試験結果と比較することで酸素固溶 SLM Ti 材の強化機構を定量的に考察した. まず, SEM-EBSD 解析結果より Ti-*c* mass%TiO₂ (*c* = 0, 0.5,

1.0, 1.5, 2.0) SLM 材の結晶粒径を測定した。その結果、平均結晶粒径はそれぞれ、97.4 μm 、4.9 μm 、4.5 μm 、4.3 μm 、3.6 μm であった。基準となる純 Ti 材 (TiO₂ 粒子無添加) と比べて TiO₂ 添加材の平均結晶粒径は大幅に減少した。この要因として、上述したように 0.5 mass% 以上の TiO₂ 粒子の添加による初晶 α/α' 粒の粗大化が抑制された結果と考える。そこで、Hall-Petch の経験則 (HP 係数として純 Ti と同じ 15.7 MPa mm^{1/2} を採用した) に対して得られた結晶粒径の値を用いて結晶粒微細化による強化量 $\Delta\sigma_{YS[GR]}$ を算出した。Labusch モデルの適用に際して、シュミット因子は EBSD 解析により得られた計測値を利用し、他の材料定数は既往研究⁹⁾での値を採用した。但し、侵入型固溶原子と刃状転位の間に働く相互作用力の最大値 F_m については、既往研究⁹⁾と同様に実験データに基づいて 4.99×10^{-10} N を算出した。

上述した粒界強化量と固溶強化量に関して、TiO₂ 粒子無添加材を基準とした結晶粒微細化強化量 $\Delta\sigma_{YS[GR]}$ 、上記の F_m 値を用いて算出した酸素固溶強化量 $\Delta\sigma_{YS[SS-O]}$ および実際の引張特性を併記した結果を図 9 に示す。理論計算により導出した $\Delta\sigma_{YS[GR]}$ と $\Delta\sigma_{YS[SS-O]}$ の合計は、引張試験で得られた実験値と良い一致を示した。酸素固溶強化量 $\Delta\sigma_{YS[SS-O]}$ は TiO₂ 粒子の添加量に伴い増大したが、結晶粒微細化強化量 $\Delta\sigma_{YS[GR]}$ は TiO₂ 添加材の α -Ti 結晶粒径がほぼ等しく、ほぼ一定の値を示した。結晶粒微細化強化量に対して酸素固溶強化量が最大で約 2.6 倍であり、酸素固溶 SLM Ti 材 Ti- c mass% TiO₂ ($c=0.5, 1.0, 1.5, 2.0$) では、酸素固溶強化が支配的であることを明らかにした。

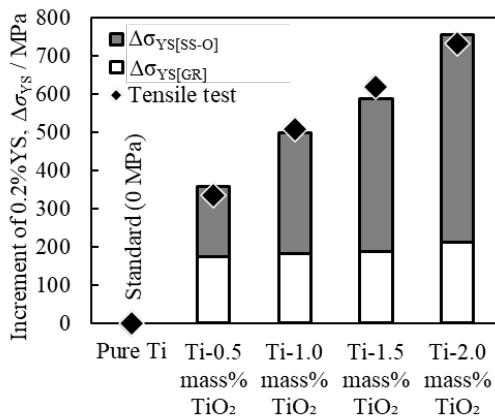


図 9. 酸素固溶 Ti-SLM 材における強化量に関する計算結果と実験値の比較

3.4 窒素含有 Ti 造形材の力学特性と強化機構の解析

窒素固溶 Ti 材の作製に際して、本研究グループで開発した高濃度窒素成分を有する Core-Shell 構造 Ti-N 粉末⁹⁾に前述の球状純 Ti 粉末を配合した混合粉末を出発原料とした。ここでは両粉末の配合比率を変えることで全体の窒素含有量を最大 0.5 wt.% となるように調整した。積層造形においては、先の実験方法で記述の条件を用いた。

まず、高濃度窒素固溶 SLM Ti 材における常温での引張強度特性を調査した。応力-歪み曲線を図 10 に示す。窒素含有量の増加に伴い、引張強さおよび 0.2% 耐力はいずれも増大しており、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た。作製した高濃度窒素含有チタン積層構造体の強化機構に関して、上述の酸素固溶純チタン造形体と同様に、結晶粒微細化と窒素による固溶強化が主たる因子として考えられる。そこで、平均結晶粒径、各試料中の酸素、窒素の含有量、結晶配向性に係るシュミット因子を用いて、結晶粒微細化強化は Hall-Petch 経験式、固溶強化に関しては Labusch モデルによりそれぞれの強化量 ($\Delta\sigma_{y[GR]}$ と $\Delta\sigma_{y[SS]}$) を導出した。各強化量は基準となる純チタン積層造形体の耐力値 (YS) と各試料の YS 値の差とした。各強化量を整理した結果を表 1 に示す。ここで、引張試験結果に基づいて算出した強化量を $\Delta\sigma_{y[E]}$ 、上述した計算結果を $\Delta\sigma_{y[C]}$ とし、両強化量の相関結果を図 11 に示す。窒素と酸素の各固溶量とシュミット因子を考慮した Labusch モデルによる固溶強化量の増加分と結晶粒径の微細化強化量の増分の総計 $\Delta\sigma_{y[C]}$ は、実際の引張試験で得られた耐力の増加量 $\Delta\sigma_{y[E]}$ と良い一致を示した。ゆえに、表 1 に示した各強化因子による計算値を比較すると、窒素固溶強化の寄与度が最も大きく、本材料における主たる強化機構といえる。

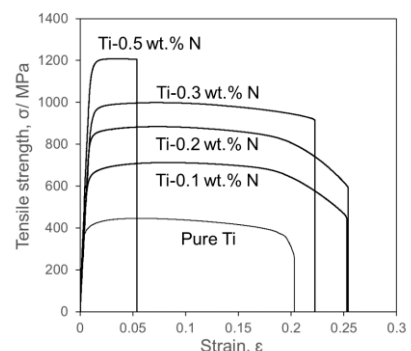


図 10. 固溶窒素量が異なるチタン積層造形体の常温引張試験結果

表 1 各造形試料の元素分析結果、組織因子、引張特性と各強化量に関する計算結果のまとめ

SLM Ti-N specimens	Chemical compositions (at.%)				Mean grain size (μm)	Schmid factor, Sf	YS, σ_y (MPa)	UTS (MPa)	Elongation (%)	Increase in $\sigma_{y[E]}$ (MPa)	Increase in calculated YS (MPa)			
	O	N	H	Ti							$\Delta\sigma_{y[GR]}$	$\Delta\sigma_{y[O-SS]}$	$\Delta\sigma_{y[N-SS]}$	$\Delta\sigma_{y[C]}$
Pure Ti	0.47	0.03	0.09	Bal.	30.22	0.346	350.1 \pm 6.9	398.4 \pm 7.3	18.0 \pm 0.8	—	—	—	—	
Ti-0.1 wt.% N	0.43	0.29	0.09	Bal.	6.06	0.365	602.6 \pm 43.5	709.3 \pm 47.9	26.7 \pm 1.2	253	127.7	-50.5	135.8	213.0
Ti-0.2 wt.% N	0.51	0.73	0.002	Bal.	4.51	0.376	825.8 \pm 2.1	883.2 \pm 5.2	25.0 \pm 1.5	475	164.5	-16.2	287.1	435.4
Ti-0.3 wt.% N	0.51	1.06	0	Bal.	3.93	0.379	904.0 \pm 28.3	976.0 \pm 28.5	21.7 \pm 0.8	554	183.6	-10.4	387.8	560.9
Ti-0.5 wt.% N	0.53	1.76	0	Bal.	2.97	0.377	1148.0 \pm 3.8	1217.7 \pm 7.4	5.2 \pm 1.7	798	226.7	-9.0	548.4	766.1

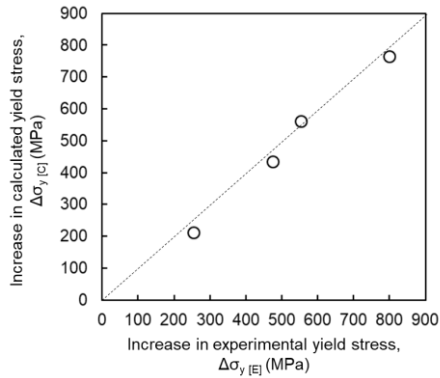


図 11. 結晶粒微細化強化と固溶強化による耐力増加量に関する計算結果

4. 結論

本研究では、選択的レーザー溶融法を用いて酸素および窒素原子の均一固溶により高強度・高延性を両立した Ti 積層造形材の作製と、その強化機構の解明を行った。まず、各試料の結晶集合組織および酸素元素の固溶状態を解析し、酸素原子が Ti 結晶格子内に固溶していることを示した。また、引張試験から得られた最大引張強さおよび 0.2% 耐力の増加に対する主たる因子として、酸素固溶強化と結晶粒微細化強化を取り挙げ、固溶強化理論 (Labusch モデル) と Hall-Petch 経験則に基づいて各強化因子を定量的に解明した。その結果、計算結果と実験値は良い一致を示すと共に、酸素固溶強化が最も支配的であることを明らかにした。さらに、窒素固溶積層造形体における力学特性の窒素量依存性を定量的に解析した。酸素固溶積層造形体と同様に強化機構の定量解析に関して、 α -Ti 結晶粒の微細化による粒界強化と窒素溶質原子による固溶強化に着目し、理論計算によってそれぞれを導出した結果、引張試

験を通じて得られた実験結果と良い一致を確認した。

以上の内容を踏まえると、選択的レーザー溶融法を用いて酸素および窒素が固溶した積層造形材における主たる強化因子は、酸素や窒素が α -Ti 結晶粒内に溶質原子として存在することによる固溶強化機構といえる。

謝 辞

本研究の遂行に際して、公益財団法人天田財団より 2018 年度一般研究開発助成 (AF-2018215) を賜りました。ここに深く感謝申し上げます。

参考文献

- 1) S. Kariya, M. Fukuo, J. Umeda, K. Kondoh: Mater. Trans., **60**-2 (2019) 263-268.
- 2) K. Kondoh, B. Sun, S. Li, H. Imai and J. Umeda: Inter. J Powder Metal., **50**-3 (2014) 35-40.
- 3) B. Wysocki, P. Maj, A. Krawczyńska, K. Roźniatowski, J. Zdunek, K. J. Kurzydłowski, W. Świążzkowski: J. Mater. Process. Technol., **241** (2017) 13-23.
- 4) R. I. Jaffee: Prog. Met. Phys., **7** (1958) 65-163.
- 5) S. Kariya, M. Fukuo, J. Umeda, K. Kondoh: J. Jpn. Soc. Powder Metallurgy, **65** (2018) 407-413.
- 6) R. Labusch: Phys. Status Solidi., **41** (1970) 659-669.
- 7) E. O. Hall: Proc. Phys. Soc. Sect. B, **64** (1951) 742-747.
- 8) N. J. Petch: J. Iron & Steel Int., **173** (1953) 25-28.
- 9) A. Issariyapat, T. Song, P. Visuttipitukul, J. Umeda, M. Qian, K. Kondoh: Advanced Powder Technology, **32** (2021) 2379-2389.