

Title	On the Strengthening of Laser Powder Bed Fusion Titanium Alloys by Interstitial Carbon
Author(s)	Peterson, Jack Edward
Citation	大阪大学, 2023, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://doi.org/10.18910/92937
rights	
Note	

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

Abstract of Thesis

Name (PETERSON JACK EDWARD)

Title

On the Strengthening of Laser Powder Bed Fusion Titanium Alloys by Interstitial Carbon (侵入型炭素原子によるチタン粉末積層造形合金の固溶強化)

Titanium alloys have low density and excellent corrosion resistance, making them promising candidates for biomedical and aerospace applications. Applications are limited by poor machineability and alloy design. Pure titanium has poor strength. Ti-6Al-4V (Ti64) has high strength but low biocompatibility. In situ alloying by additive manufacturing attempts to resolve these limitations by creating bespoke high strength, biocompatible titanium alloys in a wide range of geometries from readily accessible feedstock material.

Interstitial nitrogen and oxygen are effective at strengthening titanium when composition is carefully controlled. Carbon is another cheap, accessible, and biocompatible interstitial but has low solubility. However, laser powder bed fusion (L-PBF) can induce a stable super saturated carbon solid solution when TiC powder is added. This thesis explores the effect of interstitial carbon on the microstructure, deformation mechanisms, and mechanical performance of various L-PBF titanium alloys.

Adding up to 0.5% TiC to commercially pure titanium leads to simultaneous increases in strength and ductility. With a heat treatment 1 h at 500°C, adding 0.5% TiC led to a 73% increase in yield strength as well as an increase in ductility from 26.3% to 29.0%. Further increases to carbon content continued to improve strength at the cost of ductility. Adding TiC leads to grain refinement by promoting martensitic transformation. A combined Hall-Petch and oxygen equivalence model showed solid solution strengthening and grain refinement both improve mechanical performance. This was further confirmed by heat treating samples for 3 h at 700°C to homogenize grain size. These samples also showed simultaneous increases to yield strength and ductility up to 0.5% TiC.

The addition of carbon into Ti64 also improved mechanical performance. Post-processing optimization showed that the carbon solid solution is stable at high temperatures of up to 1100°C. Heat treatment for 1 h at 500°C led to a monotonic increase in strength at a reasonable ductility trade-off. By heat treating for 3 h at 700°C, the simultaneous increases to yield strength and ductility up to 0.5% TiC were once again observed. Carbon addition led to finer martensitic laths as-printed but promoted grain growth and fusion during heat treatment. The combined strengthening model showed the increase in yield stress was a function of grain refinement and solid solution strengthening. Schmid factor analysis showed that the increase in ductility is due to carbon's preferential pinning of prismatic dislocation slip, which inhibits necking.

Ti-10Mo is a more exotic titanium alloy with high β -phase stability. As commercial Ti-10Mo powder is unavailable, the alloy was produced in-situ by L-PBF. During process parameter optimization, it was discovered that Ti-10Mo exhibits an oriented-to-misoriented transition (OMT) within the printable process parameter range. A procedure for rapidly identifying and quantifying the OMT was developed, and predicted as-printed texture was successfully mapped over a large design space. For mechanical testing, the samples were heat treated for 3 h at 500°C to create a duplex α - β structure. At a constant volumetric energy density, yield stress was more isotropic in the misoriented case due to the β -phase texture. However, strain hardening was more isotropic in the oriented case because the misoriented case evolved an α -phase texture during heat treatment and grain rotation during deformation was suppressed.

Ti-10Mo is mechanically insensitive to carbon addition. As-printed, the sample with 0.5% TiC added was notable for having the only measurable plasticity, although it was less than 1% strain. After heat treatment for 3 h at 700°C, strength and ductility were nearly unchanged by TiC addition of up to 1%. This is attributed to carbon segregating into the α -phase but deformation occurring primarily in the β -phase.

論文審査の結果の要旨及び担当者

氏 名 (PETERSON JACK EDWARD)			
	(職)	氏 名	
論文審査担当者	主 査	教 授	近藤 勝義
	副 査	教 授	中谷 彰宏
	副 査	教 授	林 高弘
	副 査	教 授	梅田 純子
論文審査の結果の要旨			
<p>本論文では、データ駆動型ものづくり技術として近年、急速に普及が進む金属積層造形法の一つであるレーザ粉末床溶融法（以下、L-PBF 法）により作製するチタン積層造形材の結晶組織形成機構と力学特性に及ぼす炭素の挙動解明を主たる目的としている。一般に炭素 C は、チタン Ti における不純物成分の一種であり、その含有量が JIS や ASTM の規定上限値を超えると、チタンとの反応相である炭化チタン TiC が結晶粒界に濃化してチタン材の延性が著しく低下する。このような課題に対して本論文では、L-PBF 法の特徴である局所的な超急速凝固冷却現象により Ti 結晶内での炭素原子の拡散を抑制し、均質な過飽和固溶状態を形成すると同時に、マルテンサイト相変態により結晶粒の微細化を促すことで 3 種類のチタン（Near α、$\alpha+\beta$ 二相、Near β）の全てにおいて高強度と高延性を両立できることを示している。また TiC 粒子を Ti 粉末と機械的に混合した状態でレーザを照射した際、両粉末のその場合合金化反応を促し、TiC 由来の炭素原子が侵入型固溶原子として α-Ti 結晶の八面体孔サイトに最安定な状態で存在することを明らかにしている。さらに炭素固溶チタン材に対する熱処理を通じて、固溶状態を維持しつつ、マルテンサイト結晶粒径の均一化を図り、強度—延性バランスの更なる向上に成功している。これらの結果を通じて、高強度と高延性が調和する高濃度炭素含有チタンの創製に資するレーザ粉末床溶融プロセス設計論を構築している。主要な成果は、以下の通りである。</p> <p>(1) Near α-Ti である純チタン積層造形材においてエピタキシャル成長する粗大な柱状 α 結晶粒は、微量の炭素添加によって針状のマルテンサイト結晶粒からなる微細組織へと変化し、そのラスサイズは炭素固溶量の増加に伴い減少すること、そしてこの微細組織形成挙動が $\alpha+\beta$ 二相合金である Ti-6Al-4V 材においても進行することを確認している。一方で、熱処理後による結晶粒の粗大化は、粒界移動速度の増加によるものではなく、同じ結晶方位を持つ複数のマルテンサイトラスの融合が促進された結果であることを明らかにしている。</p> <p>(2) Near β-Ti である Ti-10%Mo 合金の熱処理前における結晶組織が、レーザ照射時のエネルギー密度とスキャン速度という 2 つの造形条件に強く依存することを発見し、具体的に、積層造形方向に沿って粗大な柱状 β 結晶粒が強い配向性を示す $\{001\}_\beta$ 集合組織から、微細な β 結晶粒からなる配向性の緩和された等軸組織への遷移が、強配向—弱非配向遷移図 (oriented-to-misoriented transition map, OMT マップ) によって良好に表現できることを示している。この OMT マップに基づいて造形条件の適正化を図り、Ti-10%Mo 合金における力学特性の異方性が低減できることを実証している。さらに、$\{001\}_\beta$ 配向を有する柱状結晶においても、熱処理を行えば、再結晶による $\{10-12\}_\alpha$ コロニー、およびマルテンサイト変態による $\{2-1-10\}_\alpha$ ラスの形成に起因して、引張耐力値の配向依存性が大きく低減し、力学特性の等方性を実現できることを見出している。</p> <p>(3) Ti-10%Mo 合金への熱処理においては、Mo の相分離が生じ、脆性な ω 相の生成を抑制することにより、このチタン材の延性は大幅に改善する反面、その炭素固溶量依存性は極めて小さい。これは熱処理過程で β 単相から α 相安定化能が高い炭素原子により α 相の局所生成を伴うことで α-Ti/β-Ti 2 重構造組織を形成し、これにより塑性変形時における β-Ti 相の結晶回転現象が抑制されて β 相の局所変形機構が発動することに起因することを明らかにしている。</p> <p>以上のように、本論文は従来からマイナスに作用する不純物元素と考えられてきた炭素成分を資源的に豊富で安価なユビキタス元素として捉えて、レーザ粉末床溶融法により作製する高濃度炭素含有チタン材において高強度と高延性の両立ならびにその異方性の低減に有効なプロセス設計に係る新規かつ有用な知見を明らかにしている。</p> <p>よって、本論文は博士論文として価値あるものと認める。</p>			