

Creation of Materials by Super-Thermal Field

www.mat.eng.osaka-u.ac.jp/super3dp/



超温度場材料創成学

文部科学省 科学研究費補助金 学術変革領域研究 (A) 令和3~7年

vol.3

代表者 小泉 雄一郎（大阪大学大学院工学研究科）
 分担者 奥川 将行（大阪大学大学院工学研究科）
 協力者 澁田 靖（東京大学大学院工学系研究科）
 協力者 大野 宗一（北海道大学大学院工学研究院）
 協力者 市川 修平（大阪大学超高压電子顕微鏡センター）
 協力者 畑中 修平（大阪大学超高压電子顕微鏡センター）
 協力者 柳 玉恒（大阪大学大学院工学研究科）

はじめに

約10年前に第三次ブームが起こった3Dプリンターは、単なるブームに終わらず製造業に革命を起こす付加製造（Additive Manufacturing: AM）技術として発展しています。中でも金属AMとして普及が進んでいる粉末床熔融結合法（Powder-Bed Fusion: PBF）型AMは、材質制御技術としても注目されます。PBFでは薄い粉末層（粉末床）へのレーザービーム（LB）や電子ビーム（EB）の照射、金属粉末の熔融・凝固を繰り返して部材が作製されます。その材質を支配する組織形成過程を計算あるいは実験のみでの解明することは困難です。

本計画班では、PBFプロセスにて発生する超温度場での熔融・凝固をプロセスモニタリングや組織観察およびそれと整合した熱流体力学計算、さらにその計算結果を境界条件に反映したフェーズフィールド計算により解析し、PBFプロセスのデジタルツイン科学[1]の構築を進めています（図1）。具体的には、微細組織形成への超温度場の影響を、最大1000万 K/m以上の急峻な温度勾配での結晶成長、液相表面での温度勾配に由来したマランゴニ流など、超温度場特有の熔融・流動・凝固現象を解析しています。その結果を金属AMプロセスの最適化に役立てるとともに、超温度場での材料創成の基礎としての体系化を目指しています。

超温度場における逆柱状・等軸遷移 [2]

PBFプロセスでは、形状を自在に制御するだけでなく、プロセス条件の制御によって部材内での微細組織の制御することに注目した研究が盛んに行われています。金属のPBFプロセスで得られる組織は凝固組織であり、凝固組織は一般に、固液界面での温度勾配 G と凝固速度 R の組み合わせにより決定されると考えられています。したがってその制御指針として、図1に示すような、Huntの柱状・等軸遷移

（Columnar-Equiaxed Transition: CET）クライテリアに基づく凝固マップを構築し、それを指針として組織を予測あるいは所望の組織が得られる条件を導出することが提案されています。一方、PBFプロセスでの凝固時の冷却速度は 10^6 K s^{-1} 以上と一般的な鑄造の冷却速度 10^0 – 10^3 K s^{-1} と比べて3桁以上高い冷却速度での急速凝固が進行します。そのため、CETクライテリア適用の可否は明らかではありません。当計画班では、PBFプロセスでの凝固条件と微細組織との相関に注目して研究を進めてきました。その際、PBFプロセスでの固液界面における凝固条件の実測は現状不可能であるため、微細組織の実験的解析と整合した熱流体力学（Computational thermal-Fluid Dynamics: CtFD）シミュレーションと連携するデジタルツイン解析によってその関係を明らかとしました。

ここでは、領域の共通試料としている316Lステンレス鋼への電子ビーム照射実験とCtFDシミュレーションを行い（図2(a)）、形成された結晶粒のアスペクト比と凝固条件の関係を調べました（図2(b)）。各領域は高 G (10^5 – 10^8 K m^{-1}) および高 R (10^{-3} – 10^0 m s^{-1}) の条件で凝固していることが示されました。中で

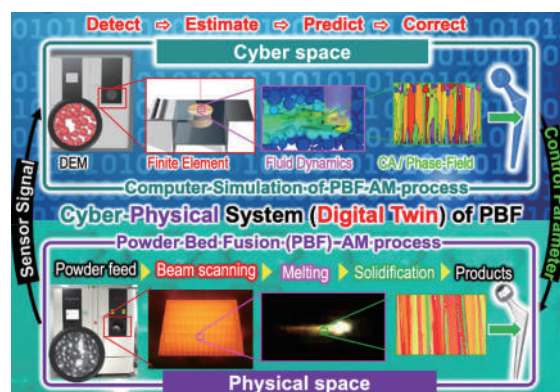


図1. PBF型AMでのデジタルツインのコンセプト図

（出典：材料設計・計算工学領域webページ、
<http://www.mat.eng.osaka-u.ac.jp/msp3/>）。

も特にGの高い領域で等軸粒が多く、一般的なCETとは逆の傾向となることを見出しました。PBFで形成される溶融池では、凝固界面移動方向のGだけでなく、溶融池表面に沿ったGも大きく、表面張力勾配が大きくなります。その表面張力勾配はマランゴニ効果による流動を生じます。PBFプロセスではGが大きく図2(c)に示すように溶融池内部に最大流速300 mm s⁻¹程度の流動が生じるため、警え凝固条件が柱状晶形成範囲内にあっても、高速流動によるデンドライトの溶断やその移流によって等軸晶形成が生じることが示唆されます。

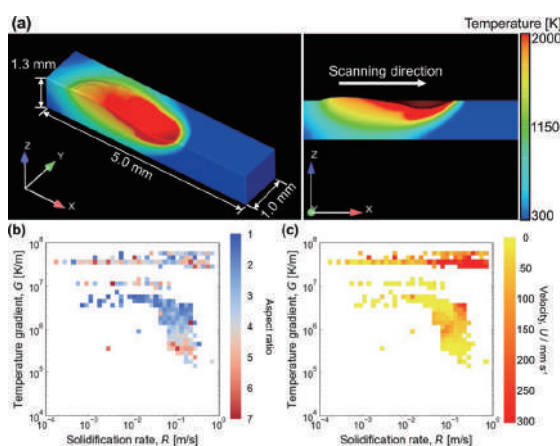


図2. (a) 316Lステンレス鋼への電子ビーム照射CtFDシミュレーションのスナップショット。(b) 316Lステンレス鋼の凝固マップ。CtFD計算で推定した凝固条件の点をアスペクト比により色付けしている。高G領域で等軸晶が形成されており、CETクライテリアと逆の傾向を示す。(c) 凝固時の流速分布。金属AMでは最大流速300 mm s⁻¹程度の流動が生じている。

超温度場を利用した単結晶育成とインプロセスモニタリング [3]

最近では、PBF-EBIにおいて、図3(a)に示すように従来の単結晶育成法であるセレクト法を模倣した単結晶育成が提案されています。しかしながら、PBFプロセスで得られる造形体の内部には、欠陥やstray grainが生じることがあります。これらの結晶成長の異常を、フォトダイオードなどによるリアルタイム計測で検出できれば、造形した単結晶の品質向上処理さらには造形中での欠陥修復処理へとつなげることが可能と期待されます。本研究班では、PBFプロセスにおける単結晶材料育成過程を、インプロセスモニタリングシステムを用いて調べました。図3(b)に、レーザ光軸上および光軸外のフォトダイオードによる検出シグナルを示します。μ-Helixスキャン法では、熱源走査方向とラスター方向の異なる、+Xラスター、+Yラスター、-Yラスター、-Xラスターが層毎に順番に

繰り返して造形が行われます。レーザ光軸上および光軸外のどちらのフォトダイオードにおいても顕著な違いが検出され、±Yスキャンでの検出シグナルが±Xスキャンでの検出シグナルと比べて低くなっています。これまでに、同レーザ PBF装置を用いた場合には、装置内でのガスフローによって移動するプルームまたはヒュームの影響を受けて、±Y方向スキャンのレーザ強度が相対的に小さくなることを見出されています。本研究でのインプロセスモニタリングでは、ガスフローによるレーザ強度の低下をリアルタイムに検出できたと考えられます。インプロセスモニタリング結果を解析することで結晶成長の異常を検出することができ、さらには、リアルタイムでの欠陥箇所の修復が可能であることが期待されます。

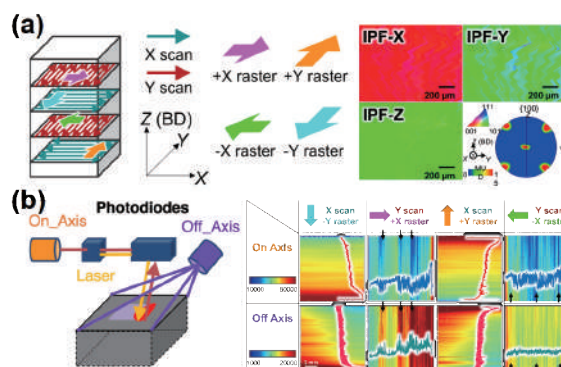


図3. (a) μ-HelixスキャンPBF-LBの模式図と同手法で造形された単結晶のEBSD-IPF方位マップ。(b) そのインプロセスモニタリングで得られたフォトダイオード検出光強度の分布。LB走査中のビーム照射状況の溶融・凝固条件の変化を捉えることができたと期待される。

【参考文献】

- [1] Y. Koizumi, M. Okugawa, Digital Twin Science of Metal Powder Bed Fusion Additive Manufacturing: A Selective Review of Simulations for Integrated Computational Materials Engineering and Science, ISIJ Int., **62** (2022), 2183–2196.
- [2] Y. Miyata, M. Okugawa, Y. Koizumi, T. Nakano, Inverse columnar-equiaxed transition (CET) in 304 and 316L stainless steels melt by electron beam for additive manufacturing (AM), Crystals, **11**, (2021) 856.
- [3] Y. Liu, K. Nose, M. Okugawa, Y. Koizumi, T. Nakano, Fabrication and Process Monitoring of 316L Stainless Steel by Laser Powder Bed Fusion with μ-Helix Scanning Strategy and Narrow Scanning Line Intervals, Mater. Trans., **64** (Special Issue: Creation of Materials by Superthermal Field), in press.

A01

超温度場材料インフォマティクス： ビッグデータからの法則発見と最適化予測

b班

代表者 足立 吉隆（名古屋大学大学院工学研究科）
 分担者 山中 晃徳（東京農工大学大学院工学研究院）
 分担者 小川 登志男（名古屋大学大学院工学研究科）
 協力者 中田 伸生（東京工業大学物質理工学院）
 協力者 鈴木 飛鳥（名古屋大学物質プロセス工学科）
 協力者 孫 飛（名古屋大学大学院工学研究科）
 公募研究者 刈屋 翔太（大阪大学接合科学研究所）

はじめに

データ駆動により超温度場における組織形成機構の理解、材質制御プロセスの最適化を目指すことが本研究班A01bの目的です。本年度は、SUS316Lの共通試料を対象として、機械学習に inputs するターゲットなる組織の階層性を詳細に解析（A02b班と連携）するとともに、組織の三次元構造を数枚の二次元構造から推定するアルゴリズムの構築、非平衡フェーズフィールド法による急速冷却時の固液界面における組成分配と組織生成状況の再現に取り組みました。

スケールブリッジング解析

熔融地境界間に生成する針状のデンドライト組織を様々な透過型電子顕微鏡手法を駆使して解析し、①一方向の変調構造が存在すること、②その変調構造は様々なバーガスベクトルの転位による弾性ひずみ場に起因すること、隣接するデンドライト境界には高密度の転位が存在し溶質元素が偏析していることを見出しました（図1）[1]。

（足立、小川、孫）

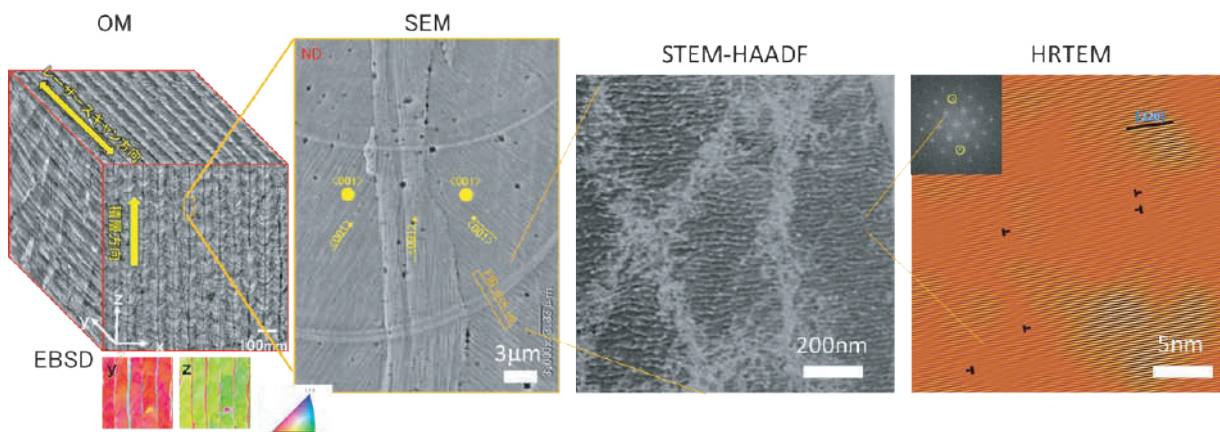


図1. スケールブリッジング解析による積層造形SUS316Lの組織特徴量の抽出

高効率バーチャル三次元像生成アルゴリズムの構築

複雑な急冷凝固組織形態の全体像を把握するためには、三次元内部組織像の可視化が重要ですが、シリアルセクションング像などの従来手法では特殊な装置を要し、また作業に長時間を要します。そこで、垂直な3枚の断面二次元像のみから三次元像を推定する深層学習の敵対的生成ネットワークの派生種としてsliceGANアルゴリズムを構築し、超効率的三次元可視化手法を確立しました（図2）[2]。

（足立、小川、孫）

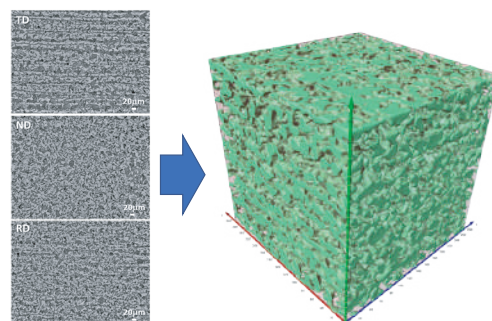


図2. SliceGAN三次元像（二相組織）

急凝固時の非平衡フェーズフィールドシミュレーション

急速冷却時の固液界面における溶質原子の分配挙動と組織発達挙動を再現する非平衡フェーズフィールドモデルによる凝固組織シミュレーション手法を構築しました。本年度は、凝固組織シミュレーションのボトルネックとなっている熱力学データ計算をニューラルネットワークで回帰式として近似し、凝固組織シミュレーションの速度を各段に改善する取り組みにも着手しました（図3）[3]。

（山中）

他合金系への展開

低熱膨張インバー合金の積層造形組織の解析に着手した。その他、関連する公募研究ではAl合金、Ti合金の積層造形材組織の解析にも着手した。

（中田、鈴木、刈谷）

【参考文献】

- [1] F. Sun, T. Ogawa, Y. Adachi, K. Sato, S. Takagi, G. Miyamoto, A. Suzuki, A. Yamanaka, N. Nakada, T. Ishimoto, T. Nakano, Y. Koizumi, Mater. Trans., 2023, in print.
- [2] K. Sugiura, T. Ogawa, Y. Adachi, Adv. Theory Simul., 2022, **5** (7), 2200132.
- [3] M. Segawa, A. Yamanaka, Mater. Trans., 2023, in print.

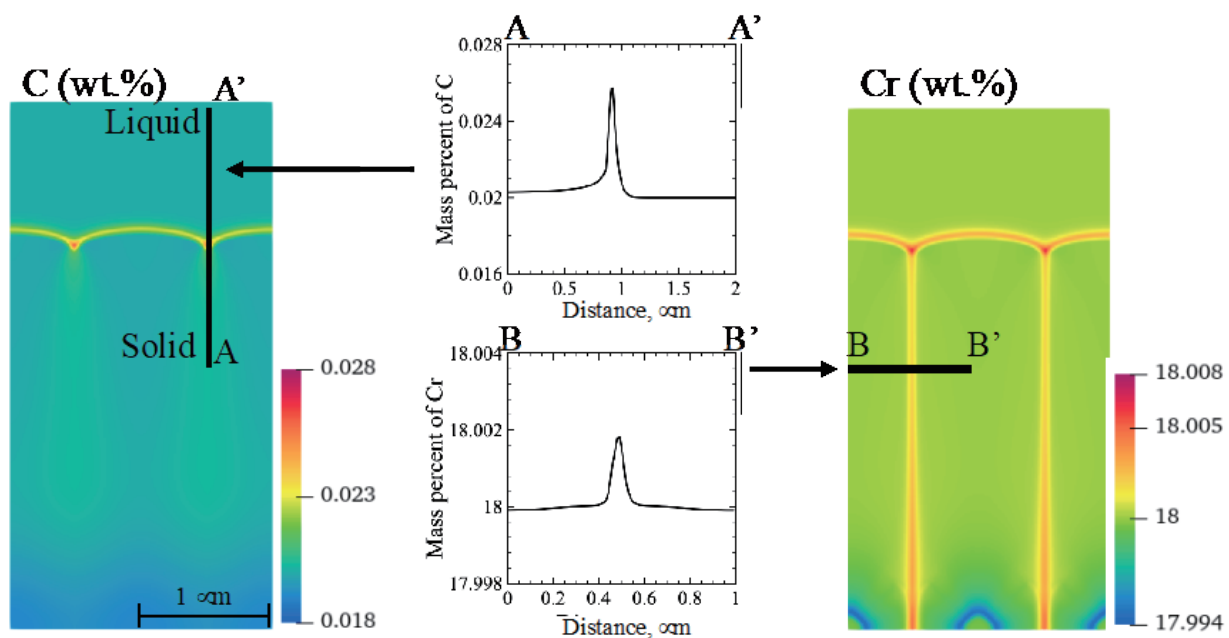


図3. 非平衡フェーズフィールドモデルを用いたSUS316Lの2次元凝固組織シミュレーション³⁾

A02

超温度場結晶成長マイクロダイナミクス：
透過X線その場観察

a班

代表者 森下 浩平（九州大学大学院工学研究院）
 協力者 上杉 健太郎（高輝度光科学研究センター）
 協力者 安田 秀幸（京都大学大学院工学研究科）

はじめに

金属3Dプリントにて生じる局所的かつ極めて急速な溶解・結晶化過程を放射光X線イメージングを用いて μ オーダーの時間・空間分解能でのその場観察します。熔融池内での凝固速度やその変化、成長方向、マランゴニ流をはじめとした液相流動とそれによる溶質輸送等の定量性のある観測・計測データを獲得するだけでなく、既造形組織と熔融池、熔融池と金属粉体の相互作用等、周辺環境も含めた「超温度場結晶成長マイクロダイナミクス」を実証的に明らかにしていきます。これらをA01班「デジタルツイン科学・材料インフォマティクス」に提供することで相補的に超温度場下での結晶成長の描像を明らかにすることを目指します。これまでの観察結果についていくつか紹介します。その場観察は全て大型放射光施設Spring-8のBL47XUにて実施しました。

金属3Dプリントにおける凝固モデル構築を目指して

レーザー照射による急速凝固現象においては、結晶の成長速度によっては固液界面における溶質分配がいわゆる平衡分配係数の関係からずれていきます。従来は定常成長するデンドライトの成長モデルと溶質分配のモデルとで議論されてきました。金属3Dプリントにおける変化する成長速度と溶質分配との関係を明らかにするために、典型的な共晶合金であるAl-Cu合金を用いて熔融池境界から始まる結晶成長の速度とその変化をその場観察により“実測”しました。厚さ100 μm のAlの板材にレーザーを走査させずにスポットで照射し、熔融池が形成された後、レーザー照射を停止した時間を0 sとしたときの時間変化を1秒間に2万枚の撮影速度で記録したその場観察像の一例を図に示します。0.75、1.50 msと

時間が経過するにつれて熔融地は小さく、すなわち結晶成長が進んでいる様子がわかります。2.25 ms後には完全に液相がなくなり、凝固が完了しました。その場観察によって得られた固液界面の位置の変化から、成長速度を実測することができます。2、5、10、15、33 wt%のCuを含むAl-Cu合金に対しても様々なレーザー出力・照射時間での急速溶解・急速凝固現象を観察することで成長速度と凝固組織との関係が得られつつあります。いずれの組成・条件であっても熔融池境界からの結晶成長速度は最終凝固に向けて加速しつづけ、金属3Dプリントで形成されるような100 μm 幅の熔融地においては定常成長とはなりません。現在凝固組織との比較を進めているところです。また、熔融池境界には α -Al+Al₂Cuの共晶組織が優先的に溶解し、初晶である α -Alが遅れて溶けていくような固液共存域が形成されており、相平衡温度の違いによる溶解のタイミングのズレは幾層にも造形した微細組織での溶解においては溶断へとつながることが予想され、今後は造形体の急速溶解・急速凝固現象を見ていく必要があります。

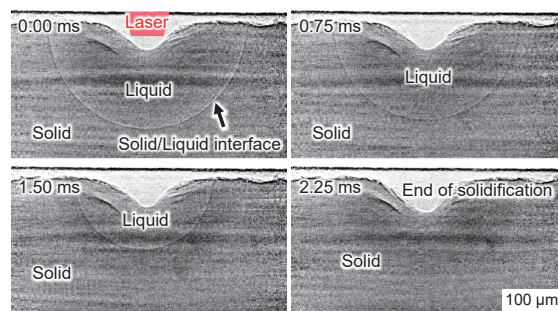


図1. Alへのレーザー照射停止後の急速凝固による固液界面の位置の変化。

Ni基超合金の溶融池における液相流動と溶質拡散

レーザー溶融によって形成された溶融池内においては表面張力差に起因する液相流動（マランゴニ対流）が生じており、従来シミュレーションにより対流速度や温度勾配について議論されてきました。一方、実証的な流動の議論はマイクロスケールでの観察の困難さから少ないのが現状です。そこでNi基超合金を対象にレーザー照射により生じる溶融池スケールでの液相流動をその場観察することを試みました。レーザー照射（出力：40 W、照射時間：0.7 s）により試料の溶解が進行し、溶融池が半楕円形状に形成した様子を図2に示します。溶解過程においては溶融池中央部に柱状の白色領域が形成されました。すなわち、溶解前組織の濃度不均一（ミクロ偏析）を溶融池の淵に沿って掻き集めるような液相流動が観察され、濃度不均一がマクロ偏析帯として凝固後にも保存されることが明らかとなりました。このマクロ偏析帯がいずれの合金元素の濃化領域であるかをSEM-EDXにより分析した結果、溶質元素の中で比較的軽いTiとCrが濃化している一方で、その他の元素は溶融池内で均一に分布していました。マクロ偏析帯を発生させる液相流動を観察するため、TaC粒子がトレーサーとなるように試料上部に敷き詰めてレーザーを照射した結果、試料の溶解とともにTaC粒子は溶融池に取り込まれ対流とともに移動しました。溶融池中央部ではTaC粒子が入らない、すなわち流動が絶縁されている領域が存在しており、このことがマクロ偏析帯の形成に寄与していると考えられます。したがって元々の組織、金属3Dプリントであれば既存造形層の組織における溶質分布がその後の造形層に影響を及ぼすと考えられます。

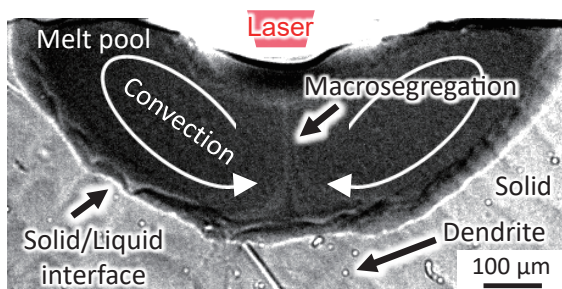


図2. Ni基超合金 (CMSX-4相当組成) のレーザースポット照射中に見られる液相流動に起因するマクロ偏析帯 (軽元素濃化領域) の形成。

Ti合金にみられる溶融地表面の揺動現象とスパッタ発生挙動

レーザー粉末床溶融結合法 (L-PBF) によるTi合金の造形体では欠陥に起因する低い疲労強度が問題となっています。欠陥の形成機構には、粉末や溶融物の飛散 (スパッタ) によるものや溶融不足、キーホールが残存などが考えられています。その中でもスパッタに着目しますとその大きさは10-100 μm 程度と微小であり、かつ高速で移動するスパッタそのものや溶融池の観察が困難であったことから、その発生機構は必ずしも明らかではありません。そこで、Ti-6Al-4V合金のレーザー照射による溶解過程において溶融池表面形状の変化とスパッタの発生との関係についてその場観察により検討を進めました。図3にレーザー照射（出力：65 W）による溶解過程におけるスパッタ発生直前(a)(b)およびスパッタ発生時(c)の透過像を示します。図中においてはレーザーを上部から照射しており、照射開始からの経過時間を t としています。形成された溶融池は時間とともに拡大しますが、その過程において溶融地表面は常に凹んだ形状をしており、かつ激しく揺動していることが明らかとなりました。図2(b)では、図2(a)からの0.05 ms間で70 μm ほど急激 (1.4 mm/s) に溶融池が凹み、これにより行き場を失った液相が押し上げられることで一部が試料上端よりも上に跳ね上げられました。この液相が表面張力によりそれぞれが液滴化し、飛散 (図2(c)) しました。従来レーザー溶融時には蒸発に伴う反跳力により表面が凹むこと、凹んだ表面における多重反射によりレーザー吸収率が上昇することが知られています。したがって溶融池表面形状の不安定化とそれによる瞬間的なレーザー吸収率の増加が、蒸発量の増加とそれに伴う蒸発反跳力の増大を生じさせ、瞬間的な凹みと液相の跳ね上げにより結果としてスパッタを形成したものと考えられます。

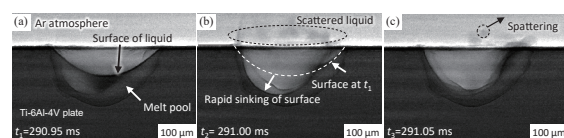


図3. Ti-6Al-4V合金のレーザースポット照射による溶解過程とスパッタの発生。

A02 超温度場格子欠陥アナリシス：先端分析材料科学

b班

代表者 佐藤 和久（大阪大学超高压電子顕微鏡センター）

分担者 趙 研（大阪大学大学院工学研究科）

分担者 水野 正隆（大阪大学大学院工学研究科）

協力者 安田 弘行（大阪大学大学院工学研究科）

協力者 高木 空（大阪大学超高压電子顕微鏡センター）

協力者 市川 聡（大阪大学超高压電子顕微鏡センター）

はじめに

3Dプリントでは、従来の熔融・凝固プロセスにはない巨大な温度勾配が生じるなど、その結晶成長には未解明な点があります。本計画班では、先端分析手法（超高压電子顕微鏡法、中性子回折法、陽電子消滅法）を駆使した「形態、歪、空孔」の複合的・統一的解析（超温度場格子欠陥アナリシス）を行うことにより、粉末床熔融結合法（PBF）により形成される合金の3次元組織・組成、応力場・歪場、格子欠陥を明らかにして、3Dプリントプロセスの体系化に資する材料組織学を構築します。本年度は、透過電子顕微鏡を用いた熔融池境界近傍での微細組織と溶質偏析の解析、中性子回折法による内部在留応力の3次元分布の評価、陽電子消滅法による格子欠陥の解析を行いました。

SUS316L鋼PBF材の微細組織と溶質偏析の電子線構造解析

共通試料であるSUS316L鋼LPBF材 [1, 2]のYZ面（レーザ走査方向をX、造形方向をZとする）から、集束イオンビーム加工（Thermo Fisher Scientific Scios2）により平面透過電子顕微鏡（TEM）観察用試料を作製しました。本試料は、阪大AMセンターの研究グループによるスキャンストラテジーの制御により、結晶配向制御（Crystallographic Lamellar Microstructure: CLM）が実現されています。微細組織観察には200 kV TEM（JEOL JEM-ARM 200F）を、元素分析にはTEMに搭載したエネルギー分散X線分光装置（EDS; JEOL JED-2300）を用いました。STEM-EDS元素分析結果を図1に示します。熔融池内部のセル境界（主層と副層の間のラメラ境界ならびに転位セル壁）にCr、Moが濃化（Cr: ~1 wt%、Mo: 1~2 wt%）していること、熔融池境界底部（矢印）においてCr、Mo濃度が低下（~0.5

wt%）していることが判明しました。これらラメラ境界ならびに転位セル壁に沿って、粒径約10~15 nmサイズの球状のMn-Si-O介在物が分布しています。介在物のサイズは一般的なステンレス鋼に含まれるものと比較して極めて小さく（10~15 nm）、LPBFでの超急冷効果による成長抑制効果の結果であると考えられます。Feマップ（図1（b））を詳細に解析すると、熔融池底部においてセル間隔が広がっている箇所が観察されました。これは冷却速度の低下に起因すると考えられます。さらに、熔融池境界直上にセル状組織のない領域が存在することが判明しました。冷却速度の低下により、熔融池境界直上において平滑界面成長が生じたと推察されます[3]。このように、熔融池形状に着目したTEM試料作製により、凝固プロセスを反映した微細組織・組成分布を明らかにすることができました。

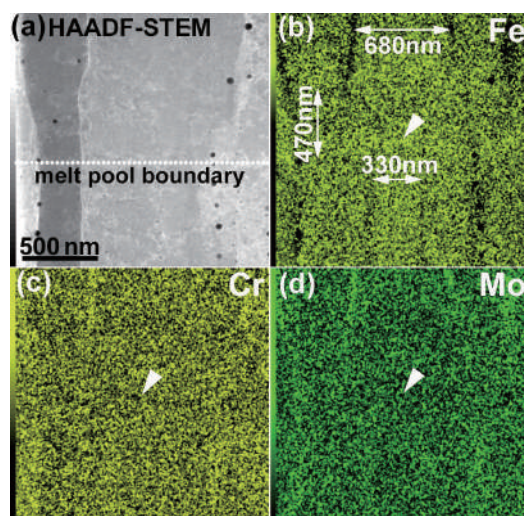


図1. STEM-EDS元素マッピング結果（YZ面）. (a) HAADF-STEM像, (b) Feマップ, (c) Crマップ, (d) Moマップ (wt%).

SUS316L鋼PBF材の中性子回折法による内部残留応力評価

LPBF法で作製した多結晶組織を有するSUS316L鋼の角柱造形体 (14 x 14 x 20 mm) について、内部残留応力の三次元分布を中性子回折法により評価しました。中性子回折実験は、J-PARC BL19に設置された工学材料回折装置「TAKUMI」にて実施しました (図2 (a))。TAKUMIでは、白色パルス中性子ビームを試料に入射し、その回折を対面する一対の検出器にて測定します。直行する二方向の回折プロファイルと同時に取得できるため、三つのひずみ成分 (ε_x , ε_y , ε_z) のうち二方向の格子ひずみを同時に測定することができます。さらに、オイラークレードルにより試料を90度回転することで三つの方向の格子ひずみも測定し、三方向の応力成分 (σ_x , σ_y , σ_z) を解析しました。図2 (b) に各応力成分のZ方向 (造形方向) 分布を示します。角柱材の内部には、数100 MPaもの圧縮残留応力が形成されていることが明らかとなりました。凝固した溶融部が急速な冷却にともなって収縮する際、溶融部には引張、その周囲には圧縮の残留応力がそれぞれ形成されます。PBF材の内部残留応力の形成には、溶融部の引張残留応力ではなく、その周囲の圧縮残留応力の積算が影響していると考えられます。さらに、三つの応力成分のうち σ_x と σ_y は同程度の大きさであるものの、 σ_z はそれらに比べて顕著に大きく、本合金の降伏応力に迫ることがわかりました。この残留応力の異方性は、LPBF法特有の深い溶融池形状に由来するものと考えられます。以上のように、中性子回折法を用いることで、X線回折法などでは解明が困難なPBF材内部の残留応力分布とその形成メカニズムを明らかにすることができました。

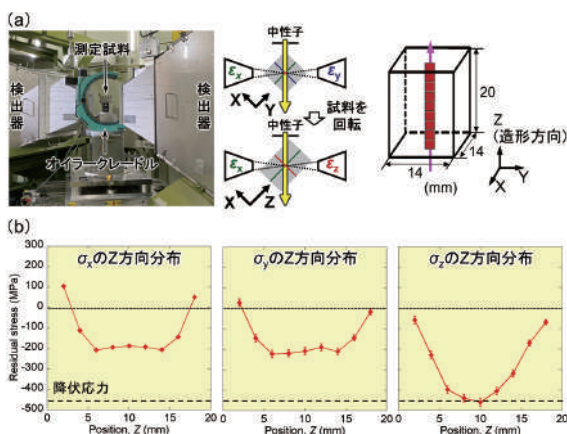


図2. (a) TAKUMIにおける残留応力の測定, (b) 各応力成分のZ方向 (造形方向) 分布。

SUS316L鋼およびTi-15Mo-5Zr-3Al PBF材の陽電子消滅法による格子欠陥の解析

LPBF法で作製したSUS316L鋼およびTi-15Mo-5Zr3Alについて陽電子消滅法により格子欠陥の解析を行いました。陽電子消滅法は陽電子が電子と出会って消滅するまでの時間を測定します。陽電子はプラスの電荷を持っているため原子核から反発力を受けます。原子空孔などの格子欠陥では原子核からの反発を受けないため陽電子は格子欠陥に局在化する性質があり、格子欠陥は電子密度が低いため、陽電子の寿命が長くなることにより格子欠陥の存在を知ることができます。陽電子が消滅する時刻は消滅時に放出される γ 線を検出して測定します。図3は積層造形時の走査速度に対する陽電子寿命の変化を示しています。SUS316L鋼では格子欠陥が存在しない場合の陽電子寿命値107 psよりも50 ps程度長く、走査速度が速くなると陽電子寿命が長くなりますが、Ti-15Mo-5Zr-3Alでは格子欠陥が存在しない場合の陽電子寿命値143 psと同程度です。この結果はSUS316L鋼では格子欠陥が導入されており、走査速度が速いほど格子欠陥の量も多くなりますが、Ti-15Mo-5Zr-3Alでは格子欠陥がほとんど導入されないことを示しています。今後、より詳細な解析を行い、SUS316L鋼にどのような格子欠陥が導入されるのかを調べていきます。

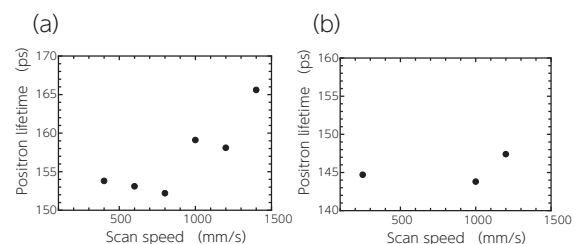


図3. (a) SUS316L鋼 (b) Ti-15Mo-5Zr-3Alにおける陽電子寿命と走査速度の関係。

【参考文献】

- [1] S. H. Sun, T. Ishimoto, K. Hagihara, Y. Tsutsumi, T. Hanawa, T. Nakano: Scr. Mater. **159** (2019) 89.
- [2] T. Ishimoto, S. Wu, Y. Ito, S.-H. Sun, H. Amano, T. Nakano: ISIJ International **60** (2020) 1758.
- [3] K. Sato, S. Takagi, S. Ichikawa, T. Ishimoto, T. Nakano: Materials **16** (2023) 218.

代表者 戸田 佳明 (物質・材料研究機構構造材料研究拠点)
 分担者 松永 哲也 (宇宙航空研究開発機構宇宙科学研究所)
 分担者 御手洗 容子 (東京大学大学院新領域創成科学研究科)
 分担者 中野 貴由 (大阪大学大学院工学研究科)
 協力者 小笹 良輔 (大阪大学大学院工学研究科)

はじめに

ジェットエンジンの一部には、優れた比強度を活かして耐熱チタン合金が使われています。チタン合金の適用温度範囲を広げ、エンジンのエネルギー効率をさらに向上させるためには、 β 相（体心立方構造）と α 相（六方最密構造）の二相の組織形態を制御し、チタン合金の高温特性を改善する必要があります。従来の鍛造後、熱処理プロセスでは、等軸 α 相組織あるいは α 相/ β 相の層状組織が形成されます。前者は疲労特性、後者はクリープ特性の改善に効果的ですが、疲労特性とクリープ特性の両方を向上させるのは困難です。実機に使用されている耐熱チタン合金は、両方の組織が混在したbimodal組織で特性のバランスを保持していますが、従来の鍛造プロセスによる耐熱チタン合金の組織制御と高温特性向上は限界に達しています。それに対し、粉末床熔融結合法による積層造形では、超温度場での非常に高い温度勾配と冷却速度を利用して、従来のプロセスでは形成不可能な、結晶方位を制御した β 相過飽和固溶体や、 α 相の析出形態を制御した微細組織を創成できる可能性があり、それに応じて高温特性の向上が期待できます。

まずは、耐酸化性に優れた耐熱チタン合金として開発されたTi-6Al-4Nb-4Zr (mass%) 合金 [1]の積層造型材を作製し、鍛造材と比較することで、積層造形特有の微細組織が高温特性に及ぼす影響について調査しました。また、チタン合金の高温特性は β 相中の α 相の析出形態に大きく依存します。そのため、チタ

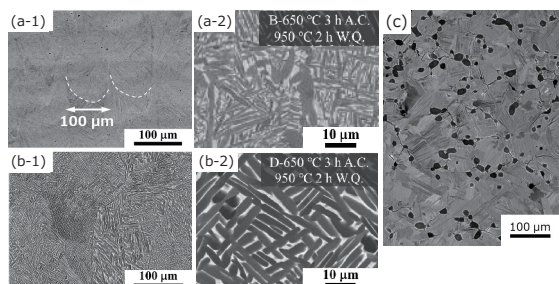


図1. Ti-6Al-4Zr-4Nb合金の(a-1)冷却速度が速い条件で積層した試料、(a-2)それを熱処理した試料、(b-1)冷却速度が遅い条件で積層した試料、(b-2)それを熱処理した試料、(c)鍛造した試料のSEM写真

ン合金の析出挙動を計算により予測することができれば、高温特性向上に最適な析出形態を作り出すための合金組成・積層条件・熱処理条件を効率的に探索できる可能性があります。そこで、最小限の入力パラメータで容易に迅速に析出挙動を計算できる組織自由エネルギー法の有用性を確かめるために、実用多元系チタン合金の β 母相中の α 相と第三相の等温析出開始線を予測してみました。

Ti-6Al-4Nb-4Zr合金積層造形体の組織と高温強度 [2][3]

平均粉末粒径30 μm のTi-6Al-4Nb-4Zr合金粉末を用いて、選択的レーザー粉末床熔融結合法により、レーザー出力とピッチ幅を変え、冷却速度を変化させた積層造形体を作製しました。図1 (a-1)はレーザー出力300 W・ピッチ幅0.1 mm、(b-1)はレーザー出力360 W・ピッチ幅0.03 mmで、共にレーザー走査速度1200 m/sで造形した試料の走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真です。冷却速度が速いと、(a-1)のようにピッチ幅程度の鱗状パターンを有する α' マルテンサイト組織が形成され、冷却速度が遅いと、(b-1)のように粒径300 μm 程度の α 相/ β 相層状組織が形成されました。耐熱チタン合金を鍛造すると図1 (c)のようなbimodal組織が形成され、黒のコントラストで観察される等軸 α 粒が高温特性向上の阻害要因となります。

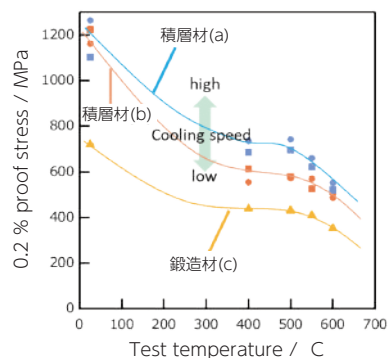


図2. Ti-6Al-4Zr-4Nb合金を冷却速度の異なる積層条件で造形したままの試料 (●(a-1)、●(b-1))、それらを熱処理した試料 (■(a-2)、■(b-2)) と鍛造材 (▲(c)) の0.2%耐力の温度依存性

が、積層造形体ではいずれの冷却速度でも等軸 α 粒の形成が抑制されていました。

次に残留応力除去と組織制御のために、図1 (a-1)と(b-1)の試料を650 °Cで3 h熱処理後空冷し、さらに950 °Cで2 h熱処理後水冷しました。(a-1)の試料の熱処理組織は(a-2)のように、 α' マルテンサイト組織が分解し α 相/ β 相層状組織になっていました。粒径は100 μm 程度で、溶融池境界の一部に等軸 α 粒が観察されました。一方、(b-1)試料は熱処理しても(b-2)のように α 相/ β 相層状組織のままですが、各相の幅が大きくなっていました。

図1に示した冷却速度の異なる積層条件で造形したままの試料 (●(a-1)、●(b-1))、それらを熱処理した試料 (■(a-2)、■(b-2))、および鍛造材 (▲(c)) を、室温と400 ~ 600 °C、ひずみ速度 3.0×10^{-4} /sで圧縮し、0.2 %耐力の温度依存性を評価した結果を図2に示します。積層まま材と熱処理材は、bi-modal組織の鍛造材よりも室温および高温の圧縮強度が向上しました。積層造形体材の中では冷却速度の速い試料の方が、より強度が高くなりました。

また、積層造型体を熱処理した試料と鍛造材を、試験温度600 °C、負荷応力137 MPaでクリープ試験した結果を図3に示します。試料(a-2)のクリープ破断寿命は鍛造材の2倍に、試料(b-2)は7倍程度に延長しました。超温度場による従来の鍛造プロセスよりも高い冷却速度と適切な積層条件・熱処理条件により、等軸 α 相の形成を抑制し、100~300 μm の最適な結晶粒径の α 相/ β 相層状組織を制御することで、室温・高温圧縮強度とクリープ特性を向上させることができました。積層造形によりチタン合金の α 相と β 相の析出形態を制御できることが示され、超温度場を活用することにより、高温特性のより優れた耐熱チタン合金の創成が期待できます。

組織自由エネルギー法による迅速な析出予測 [4]

この予測法では、計算に必要な入力パラメータを少なくし計算を容易にするため、エネルギーの平均場近似を仮定し、析出物だけでなく、それらが析出する前のエンブリオ（析出核）も、時効時間の経過に伴いある速度論に従って一様に成長すると仮定しました。そして、過飽和固溶体のエネルギーや、平衡状態に

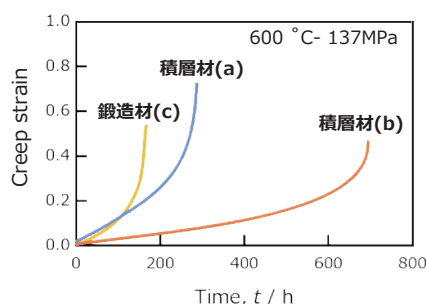


図3. Ti-6Al-4Zr-4Nb合金の積層造形体を熱処理した試料と鍛造材の600°C-137MPaにおけるクリープ曲線

至るまでに現れうる母相と析出相（あるいは析出前のエンブリオ）が共存状態にある系全体のエネルギー（組織自由エネルギー）を、時間を変化させて比較し、エネルギー最急降下パスの仮定により析出開始を予測します。組織自由エネルギーは、複数相共存の化学的自由エネルギーと、母相と析出相の界面の存在に起因する界面エネルギーの和で表しました。実用チタン合金Ti-13V-11Cr-3Al (mass%) における β 相過飽和固溶体中の α 相とTiCr₂金属間化合物の析出開始線を予測してみました。

図4 (a)には873 Kで等温時効したときの、① β 相過飽和固溶体、② β 母相中に棒状回転楕円体の α 相が析出した二相共存組織、③ β 母相中に α 相と板状回転楕円体のTiCr₂相が析出した三相共存組織の、組織自由エネルギーの時間変化を、それぞれ G_1 :黒線、 G_2 :赤線、 G_3 :青線で示しています。エネルギー最急降下パスを経て析出過程が出現すると仮定すれば、短時間では G_1 が最も低く β 単相のままですが、時効時間が 9.77×10^3 sで G_2 の方が低くなるため、この時間で β 相中から α 相が析出し、 1.26×10^5 sで G_3 がさらに低くなるため、この時間から β 相中に α 相の他にTiCr₂相も析出して三相共存になると予測できます。異なる温度で同じ計算を行い、各組織自由エネルギー曲線の交点の時間を温度に対する軌跡として描けば、 α 相とTiCr₂相の等温析出開始線が図4 (b)のように予測できました。●と●がそれぞれ計算より予測した α 相とTiCr₂相の析出開始線、赤と青の実線はそれぞれ実験より求められた α 相とTiCr₂相の析出開始線です。計算で予測した両相のTTP線は、実験結果を概ね再現できました。今後は、この方法をさらに発展させて、積層造形に伴うチタン合金の析出挙動を予測できるようにします。

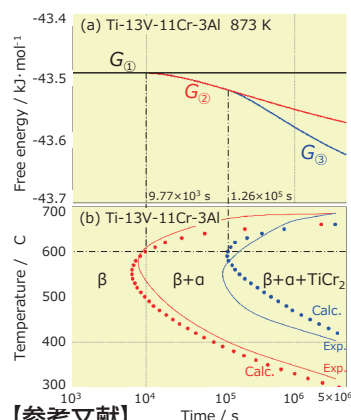


図4. Ti-13V-11Cr-3Al合金の(a)873Kにおける3組織の組織自由エネルギー変化、(b)計算および実験より求められた α 相とTiCr₂相の等温析出開始線

【参考文献】

- [1] H. Masuyama, Y. Y.-Mitarai et al.: Mater. Sci. Eng A, **821** (2021) 141589.
- [2] T. Kuroda, Y. Y.-Mitarai et al.: Mater. Trans., **64** (2023) 95-103.
- [3] Y. Y.-Mitarai et al.: Mater. Trans., **64** (2023), accepted.
- [4] 戸田佳明: 熱処理, **62** (2022) 224-228.

代表者 石本 卓也（富山大学都市デザイン学系）
 分担者 上田 正人（関西大学化学生命工学部）
 分担者 松垣 あいら（大阪大学大学院工学研究科）

はじめに

本計画班では、3Dプリントによる超温度場下での金属材料の溶融・凝固現象、組織形成機構を明らかにするための取り組みを進めるとともに、3Dプリントによる超温度場を用いた高機能バイオマテリアルの創成を目指して研究を推進しています。バイオマテリアルは、生体組織との相互作用の中において機能発現すべきデバイスです。本研究では、『バルク』と『表面』の両側面から生体組織への働きかけを可能とする仕組みを、超温度場を駆使して金属材料、とりわけチタン系合金の中に導入することを目指しています。

超温度場による「バルク」創成に向けた温度場解析と結晶集合組織の造形条件依存性

3Dプリントにおけるレーザ照射時の急峻な温度変化に基づく溶融・凝固挙動を可視化し理解するため、有限要素法による温度場シミュレーションを実施しました。3Dプリントにおいては、レーザの出力、走査速度、ハッチ間隔といった種々の造形パラメータに依存して温度変化挙動が変化し、結果としてバイオマテリアルのバルク特性に重要な結晶配向性が変化します。こうした超温度場に依存した温度変化挙動解析のため、レーザによる入熱を、以下のガウシアン関数に基づく数式で表現される熱源関数としてモデリングし、造形体への熱伝導、外部への熱伝達を解くことで、溶融池形成と溶融池内での凝固挙動を解析しました（図1）。

$$Q_0 = \frac{4\alpha P}{\pi r_0^2 z_0} \exp\left(-\frac{2r^2}{r_0^2}\right) \times \left(1 - \frac{z}{z_0}\right) \quad (z < z_0)$$

ここで、 r_0 はレーザのスポット半径（50 μm ）、 r は深さに依存したレーザ半径、 z_0 はレーザの熱が影響する深さ、 z は表面からの深さ、 P は実際に造形した際のレーザの出力、 α はレーザの吸収率を示します。

β 型チタン合金に対し、造形パラメータを変化す

ることで、図2右下のIPFマップに示すように、顕著に異なる結晶集合組織が形成されました。高エネルギー条件では強く配向化した単結晶様組織、低エネルギー条件ではより無秩序に配向化した多結晶組織が形成されました。こうした配向化は、ヤング率の異方性／等方性を生み、高配向化した場合には特定方向に低ヤング率を示すことから、生体骨への応力遮蔽を抑制するバイオマテリアルが期待されます。

こうした組織形成挙動の違いは、温度場シミュレーションに基づき、固液界面での温度勾配 G と凝固速度 R を算出することで解析が可能となりました。図2には、異なる2条件での温度勾配と凝固速度の分布をプロットしており、Ti-6Al-4V合金の柱状一等軸遷移（Columnar-Equiaxed Transition: CET）線を参考のため併記しています。低 G ・高 R の条件は組成的過冷が生じず平滑界面が安定であり単結晶様組織の形成に適しており、一方、低 G ・高 R の条件では組

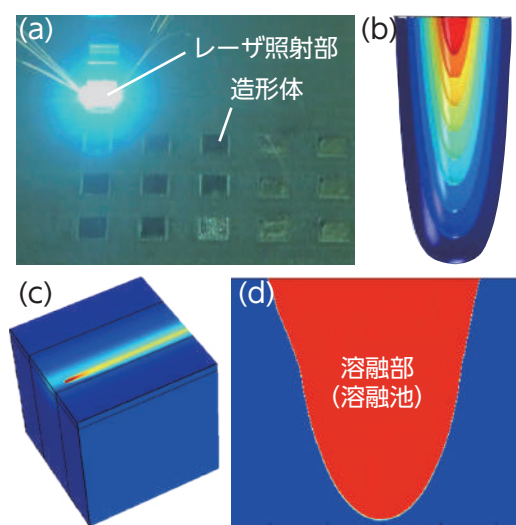


図1. (a) 3Dプリント（レーザ粉末床溶融結合）による造形の様子、(b) ガウシアン関数により記述された熱源形状、(c) 実際のレーザの出力、走査速度、ハッチ間隔といった造形パラメータにて熱源を走査した場合の温度分布、(d) レーザ走査方向に垂直な断面での温度分布。(b)-(d)の色は温度を表す。

成的過冷が大きくなり核生成頻度が上昇し等軸組織が得られやすくなります。低エネルギー密度条件でのG、Rの分布は、高エネルギー密度条件でのそれより相対的に右側（高R側）に位置し、形成された結晶集合組織との対応関係が明確です。このように、温度場シミュレーションにより、造形パラメータと、実測が極めて困難な超温度場下での凝固挙動（G・R）の関連性を構築することができ、結晶集合組織の形成を予測することが可能となります。

さらに、layer-by-layerでの造形により繰り返しの熱影響を受けることが不可避な3Dプリントにおいては、超温度場下での相安定性が集合組織形成に重要となります。たとえば、冷却時にβ相からα相への相変態をともなうTi-6Al-4Vでは、相変態時にBurgersの方位関係で示される両相間での特定の結晶方位対応があるものの、12の等価なバリエーションの選択性により単結晶化ができません。単結晶化のためには繰り返しの熱履歴に対するβ相の安定性が不可欠であり、こうした観点から、3Dプリントでの結晶集合組織制御に適した合金組成の探索にも取り組んでいます。

超温度場による「表面」創成と生体細胞制御

バイオマテリアル表面は、生体との界面を形成し、直接的に生体組織への働きかけを担う部分と言えます

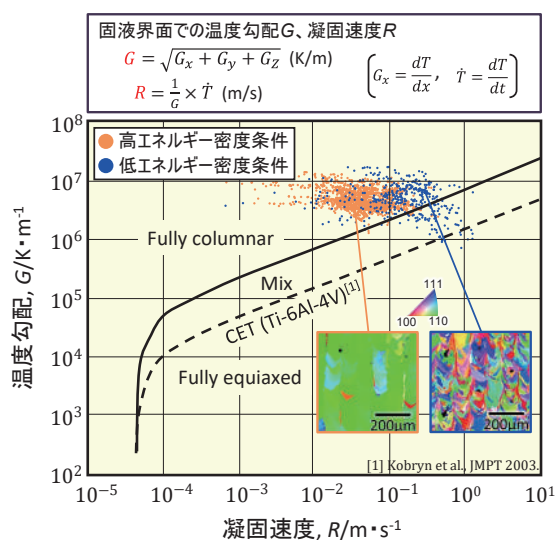


図2. β型チタン合金における2種の造形条件に対する固液界面での温度勾配と凝固速度の分布と、対応する造形方向に投影した結晶方位マップ。参考のため、Ti-6Al-4V合金の柱状-等軸遷移(CET)線を併記。

す。3Dプリントの超温度場は、表面の創成にも寄与します。今回は、形態的な表面による生体細胞の制御について紹介します。

間葉系幹細胞 (Mesenchymal Stem Cells: MSCs) は多分化能を有する体性幹細胞であり、骨・軟骨・脂肪・神経・筋肉など多様な組織に分化可能です。バイオマテリアルによるMSCs機能化制御は組織再生の要であり、超温度場バイオマテリアルの機能性評価には不可欠です。

こうしたMSCs機能が、超温度場を利用した表面形状形成によって制御可能であることが分かってきました。図3(a)に示す、チタン合金表面に形成した、生体骨の異方性を模倣した細胞サイズオーダーの精緻な周期微細構造は、MSCsを、その周期構造に沿って高配列化させました (図3(b))。これは、特有の表面起伏がMSCsの特異的接着を促し、ストレスファイバー伸展方向を制御したことによるものと示唆されます。さらに興味深いことに、MSCsが骨に分化していることを示す蛍光発色が認められました (図3(c))。すなわち、超温度場により形成された周期微細構造は、MSCsの形態・配列異方性による配向化骨形成のみならず、その分化運命決定制御にとっても重要であることが示唆されました。

このように本計画班では、超温度場により、生体組織への働きかけを可能とする仕組みを導入することに成功しつつあります。

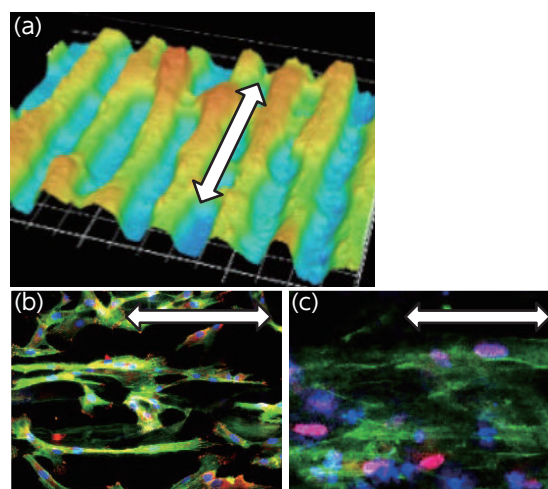


図3. (a) チタン合金表面に形成した精緻な周期微細構造のレーザ顕微鏡画像、(b) 周期構造上でのMSCsの高配列化、(c) MSCsの骨分化 (赤色の発色)。

代表者 木村 禎一（ファインセラミックスセンター材料技術研究所）
 分担者 吉川 健（東京大学生産技術研究所）
 分担者 篠田 健太郎（産業技術総合研究所製造技術研究部門）
 分担者 伊藤 暁彦（横浜国立大学大学院環境情報研究院）

はじめに

高強度レーザー照射下で部材内部や表面に生じる超温度場を利用した新たなセラミックス部材製造プロセスの創出を目的として、セラミックスの超温度場プロセス現象の基礎科学的理解を進めています。「超温度場焼結」では、原料セラミックス粒子の界面近傍に生じる局所加熱場での粒子結合および結晶成長に着目し、「超温度場結晶成長モニタリング」を用いたその場観察手法と組み合わせることによって、素過程の理解を進めています。「超温度場CVD」では、気相からの固相析出過程に直接エネルギーを供給することで得られる特異構造コーティングの形成メカニズム解明を進めており、「超温度場微粒子スプレーコーティング」では、局所的エネルギー供給下での異種材料界面現象の理解と実用コーティングプロセスへの展開を進めています。本報告では、「超温度場CVD」のうち、「高速エピタキシャル成長」および「特異構造コーティングの形成」に関する成果について報告します。

超温度場CVDの概要

CVD（chemical vapor deposition; 化学気相析出）法は、気相からの析出反応により機能性材料や硬質材料の結晶成長や基材被覆を行うプロセスです。超温度場CVDでは、レーザー照射によって気相-膜界面へ直接エネルギーを投入できます（図1a）。これは従来の熱平衡温度場を利用した熱CVD法では到達できない活性な結晶成長の場であり、我々はこれまでに（i）エピタキシャル成長速度に関して、従来の熱CVDや一般的な気相成長法と比べて、数十～数百倍に高速化できること、（ii）セラミックス共晶系の気相析出において規則構造の形成が起こるこ

と、を見出しています。これらの点を活かして、マイクロメートル厚の透明セラミックス結晶を高効率に製造したり、規則構造を持つ機能性材料やセラミックスコーティングを設計したりすることができます。

超温度場CVDによる高速エピタキシャル成長

産業用や医療用の非破壊検査装置の高機能化に向けたキーマテリアルとして、マイクロメートル厚のシンチレータ結晶があります。現在は2000℃以上の超高温の原料融液から育成した大型の単結晶インゴットを切断し、マイクロメートル厚まで精密研磨することで薄片化していますが、製造コストや材料廃棄物の発生が課題です。マイクロメートル厚のシンチレータ結晶を直接製造できる可能性がある方法として、気

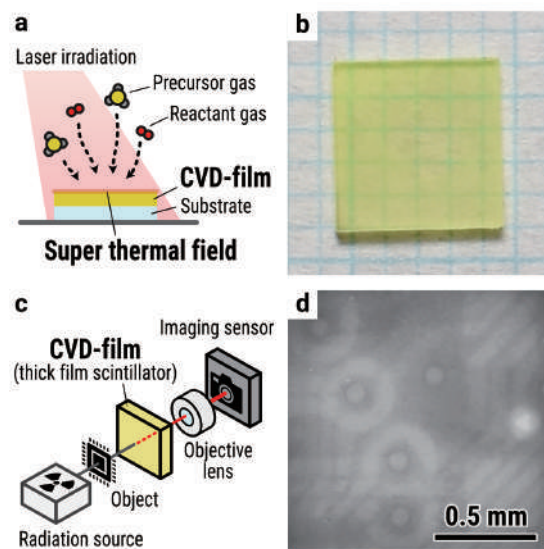


図1 (a) 超温度場CVDの模式図, (b) $\text{Ce}^{3+}:\text{LuAG}$ シンチレータ厚膜結晶の外観写真, (c) X線撮像の模式図, (d) microCTカード内部のX線透過撮像デモ。

相法におけるエピタキシャル成長技術がありますが、一般的にはナノメートル厚の薄膜を数時間かけてゆっくりと結晶成長させる技術でした。そこで超温度場CVDでは、本技術をマイクロメートル厚のシンチレータ結晶育成に適用する研究を進めています。

Ce³⁺イオンを微量添加したLuAGシンチレータ結晶を製造したところ、1～25マイクロメートル厚の透明なシンチレータ結晶をわずか1～30分で製造できました(図1b) [1]。これは一般的な気相成長法の数十～数百倍の高速な結晶成長プロセスであり、これまで製造に月単位の納期を要していたマイクロメートル厚のシンチレータ結晶の製造コストを大幅に短縮する技術です。

Ce³⁺:LuAG結晶の厚みを変えてα線照射に対するシンチレーション発光収率を調べたところ、15マイクロメートルの厚みを持つ結晶が最も高い発光収率(31000 photons per 5.5 MeV)を示し、市販のCe³⁺:LuAG単結晶の発光収率を凌駕することから、本技術により高品質シンチレータ結晶の製造が可能であることを示しています。高発光収率の理由を検討した論文は、近日中に投稿予定です。このCVD結晶をシンチレーションスクリーンとして用いた高分解能X線撮像試験を行うことで、例えばmicroSDカード内部の電子回路の明瞭な透過像を得ることができました(図1c, 1d)。現在は、本プロセスを実用材料 [2]や準安定相に展開し、これまで蛍光体として結晶育成や特性評価が十分に行われてこなかった系での材料探索を進めています。

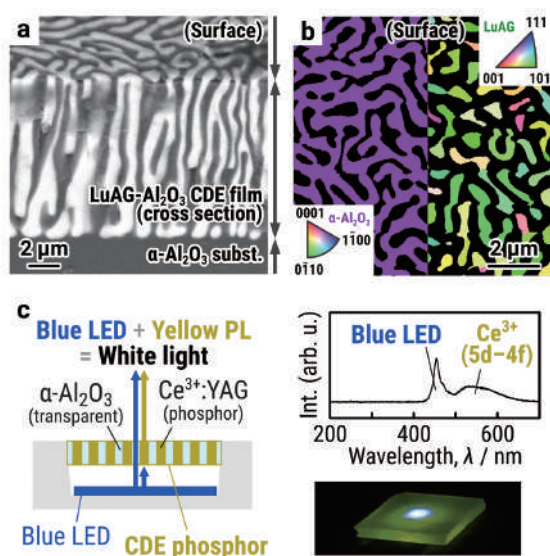


図2 (a, b) LuAG-Al₂O₃系の気相析出共晶体の俯瞰SEM像と表面EBSD像。 (c, d) 白色LED応用の概念図と白色発光デモ。

超温度場CVDによる特異構造コーティングの形成

超温度場CVDを用いて、単結晶厚膜の高速成長だけでなく、結晶内にナノレベルの秩序構造を有する「特異構造コーティングの形成」に関する研究も進めています。共晶合金や共晶セラミックスの熔融凝固においては、液相から二相が秩序構造を持って析出することが知られており、複数の構成相が同時に成長する高次ナノ構造は、優れた物性応答を示します。しかし、セラミックス共晶体の合成は、2000°C以上の超高温融液からの凝固が必須であり、対象材料や用途展開が限定的でした。もしセラミックス共晶体を気相から直接合成できれば、セラミックスコーティングへの適用や付加製造技術における材料開発や組織設計の自由度が格段に高まります。

LuAG-Al₂O₃系において、LuAG相ラメラ構造とα-Al₂O₃母相が同時析出した規則構造を形成できました(図2a) [3]。電子線後方散乱回折 (SEM-EBSD) や透過型電子顕微鏡 (TEM) 観察を通じて、LuAG相は、α-Al₂O₃相と界面整合性を維持しながら、ある一定の範囲の面方位を取り得ることを明らかにしました(図2b)。このガーネット相の成長方位の自由度の高さが、従来の熔融凝固法においてガーネット共晶系の規則構造が得られにくい理由の一因であると推察されます。

一方、YAG-Al₂O₃系においては、適切なサファイア単結晶基板を選択することで、YAGロッド相がアルミナ母相に分散したナノ複合膜の合成に成功しました [4]。熔融凝固法を用いたYAG-Al₂O₃共晶系の研究は多くありますが、YAGロッド相の形成報告は初めてです。さらに、組成を共晶組成からYAG側に振ることで、YAG母相中にα-Al₂O₃ロッド相を分散させることにも成功しました。

今後は、気相析出過程における規則構造の形成メカニズムの解明とともに、気相析出共晶体の蛍光体材料や構造材料への応用研究を進めていきます(図2c, 2d)。

【参考文献】

- [1] S. Matsumoto, A. Ito: Sci. Rep. **12** (2022) 19319.
- [2] Y. Mitsuhashi, S. Matsumoto, A. Ito: Mater. Trans. (2023) in press.
- [3] S. Matsumoto, S. Kurosawa, D. Yokoe, T. Kimura, A. Ito: Opt. Mater. accepted.
- [4] Y. Mitsuhashi, S. Matsumoto, A. Ito: submitted.

本号(超温度場3DPニュースレターVol.3)では、
各計画研究班の研究成果の一部を紹介しました。
本年度の本領域の活動の記録と概要と、次年度の
主なシンポジウム・会議の予定を示しております。

2022年度 活動記録

- 5月26日 ディスカッションミーティング A01-a班
- 6月30日 ディスカッションミーティング A01-b班
- 7月29日 ディスカッションミーティング A02-a班
- 8月10日 第一期公募研究キックオフミーティング
大阪大学 吹田キャンパス 銀杏会館
- 8月17-19日 超温度場夏の学校 電子顕微鏡スクール
大阪大学 超高压電子顕微鏡センター(参加者6名)
- 8月26日 ディスカッションミーティング A02-b班
- 9月 5-7日 超温度場夏の学校 データ科学スクール
名古屋大学 東山キャンパス(参加者31名)
- 9月21-23日 日本金属学会 秋期講演大会 公募シンポジウム
「Additive Manufacturingの材料科学」 福岡工業大学
- 9月30日 ディスカッションミーティング A03-a班
- 10月26日 超温度場材料創成学 公開シンポジウム
(オンライン 参加者約180名)
- 10月28日 ディスカッションミーティング A03-b班
- 11月25-26日 第16回物性科学領域横断研究会
- 11月25日 ディスカッションミーティング A03-c班
- 3月21-22日 年度末報告会 富山県民会館

総括班 定期ミーティング

- 4月 6日(臨時)、12日、26日 5月24日
- 6月14日、28日 7月12日、26日 8月 9日、23日
- 9月13日、27日 10月11日、21日(臨時)
- 11月 1日、8日 12月13日、27日 1月10日、24日
- 2月15日、28日 3月15日、28日

今後の予定

【2023年】

- 9月21-23日 日本金属学会 秋期講演大会 公募シンポジウム
「Additive Manufacturingの材料科学II:超温度場材料創成学」
富山大学
- 11月15-17日 1st International Conference on
Creation of Materials by Superthermal Field 2023
Life Science Center Bld., Toyonaka, Osaka, Japan



超温度場材料創成学

「超温度場3DP」領域事務局

大阪大学 大学院工学研究科 マテリアル生産科学専攻
〒565-0871 大阪府吹田市山田丘2-1
E-mail s3dp@mat.eng.osaka-u.ac.jp



<http://www.mat.eng.osaka-u.ac.jp/super3dp/>