

一般研究課題 アレルギーフリー超弾性材料の開発と生体への応用
助成研究者 豊橋技術科学大学 赤堀 俊和



アレルギーフリー超弾性材料の開発と生体への応用 赤堀 俊和 (豊橋技術科学大学)

Development of allergy free super elastic material for biomedical applications

Toshikazu Akahori
(Toyohashi University of Technology)

Tensile and fatigue properties are important mechanical properties of drawn wires for biomedical and dental applications because of the credibility against the monotonic loading fracture or fatigue failure. The mechanical properties and deformation behavior of drawn wires of Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr with diameters of 1.0mm and 0.3mm (designated as TNTZ_{d1.0} and TNTZ_{d0.3}) were investigated to know a potential for biomedical and dental applications in this paper.

The microstructure of forged Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr subjected to a solution treatment at 1063K (TNTZ_{ST}) comprises a single phase with an average diameter of 25 μm. While that of TNTZ_{d1.0} comprises a needle-like single phase elongated parallel to the drawing direction. Tensile strengths of TNTZ_{d1.0} and TNTZ_{d0.3} are approximately 740 MPa and 800 MPa, respectively. While both elongations are nearly equal to each other (approximately 5.0%). The elastic modulus of TNTZ_{d1.0} is approximately 50 GPa and that slightly smaller than approximately 55 GPa of TNTZ_{d0.3}. The notch-fatigue limit of TNTZ_{d1.0} is 250 MPa. TNTZ_{ST} exhibits the maximum elastic strain of approximately 1.4%. And the stress-strain curve shows a single gradient during elastic deformation region. The stress-strain curves of TNTZ_{d1.0} and TNTZ_{d0.3} in the elastic deformation region show two gradients, and the values of the maximum elastic strains in both wires are approximately 2.9% and 2.8%, respectively.

キーワード: 線引き加工, 機械的性質, 疲労特性, 弾性率, 弾性変形特性, 超弾性

1. はじめに

生体に対して良好な生体親和性を示すとされている元素のNb, TaおよびZrから構成されたTi-29Nb-13Ta-4.6Zr (TNTZ) 合金¹⁻⁵⁾は, 溶体化処理時に約60GPaの弾性率(ヤング率)を示し, 純チタンのそれと比較して1/2程度の低弾性率を有する. また, TNTZ合金の引張強さは, 加工熱処理条件により600MPa~1200MPa程度となり, 最適な加工熱処理を選択することにより, 既存の生体用チタン合金であるTi-6Al-4V ELI合金およびTi-6Al-7Nb合金の機械的性質とほぼ同等とすることが可能である. そのため, 本合金は次世代の硬組織代替材料として注目されている.

現在, 整形外科インプラントの胸骨ワイヤー等には, 主に強度および操作性の点からステンレス鋼(SUS316L)が用いられている. しかし, ステンレス鋼の構成元素であるNiは, その溶出による高アレルギー感作率が問題となっている^{6,7)}. また, 機能性ワイヤーとしてTiNi形状記憶合金が挙げられ, 歯科矯正ワイヤー, ステント, カテーテルガイドワイヤー等への適用で注目されているが, 同合金も構成元素としてNiを含有しているため, その生体や歯科用としての使用に対する信頼性が疑問視されている. 現在, 細田らはNiを含まない新しいTi系形状記憶合金の研究開発を行っており, Ti-Nb-Al系およびTi-Mo-Ga系合金においてTiNi形状記憶合金の代替材料に成り得る可能性が高いことを報告している⁸⁻¹⁰⁾.

生体材料に要求される諸特性をほぼ満たすTNTZ合金を線材加工して用いることができれば, その上記のような生体および歯科用としての使用に対する信頼性が向上すると考えられる. また, 近年開発された多機能性チタン合金であるGum Metal^{10, 11)}の構成元素は, TNTZ合金の構成元素と類似しており, 本合金においてもGum Metalで現れる特異な性質を示す可能性が示唆されている¹²⁾. 高力学特性を有するTNTZ合金に対して, 線引き加工を施した場合においても超弾性特性あるいは形状記憶効果等の機能が認められれば, 医療分野のみならず幅広い用途に対応できる多機能チタン合金の一つとして幅広く用いられると考えられる.

そこで, 本研究では, 加工熱処理を施したTNTZ合金線引き材の力学的特性および引張荷重下における変形挙動を調査・検討した.

2. 実験方法

2.1 供試材

供試材には, 20mmのTi-29Nb-13Ta-4.6Zr合金(Nb: 28.8, Ta: 12.3, Zr: 4.70, O: 0.08, C: 0.01, Ti: bal. mass %; 以後TNTZ合金と称す)鍛造丸棒材を用いた. TNTZ合金鍛造丸棒材に真空中で1063Kにて3.6ks保持後, 水冷の溶体化処理を施した(以後TNTZ_{ST}合金と称す). TNTZ_{ST}合金に対して冷間圧延を数回繰り返し10mm×10mmの角材とした. 得られたTNTZ合金の角材に対してFig.1に示すような冷間線引き加工を含む加工熱処理(最終熱処理として1073Kで0.3ks保持後水冷を施す)により, それぞれ1.0mmおよび0.3mmのTNTZ合金線引き材(以後TNTZ_{d1.0}合金およびTNTZ_{d0.3}合金と称す)とした. ここでTNTZ_{d0.3}合金は, TNTZ_{d1.0}合金に冷間線引き加工のみを施した供試材である. 溶体化処理を除く全ての加工熱処理は室温の大気中にて行った.

また, 力学的特性の比較材として, 市販のPure Ti((株)ニラコ製; 二種), Ti-Ni合金(大同特殊鋼(株)製; KIOKALLOY)およびSUS316Lステンレス鋼((株)ニラコ製)の線材(1.0mm)を用いた. この場合, 全ての比較材において, 受け入れまま状態において各力学的特性試

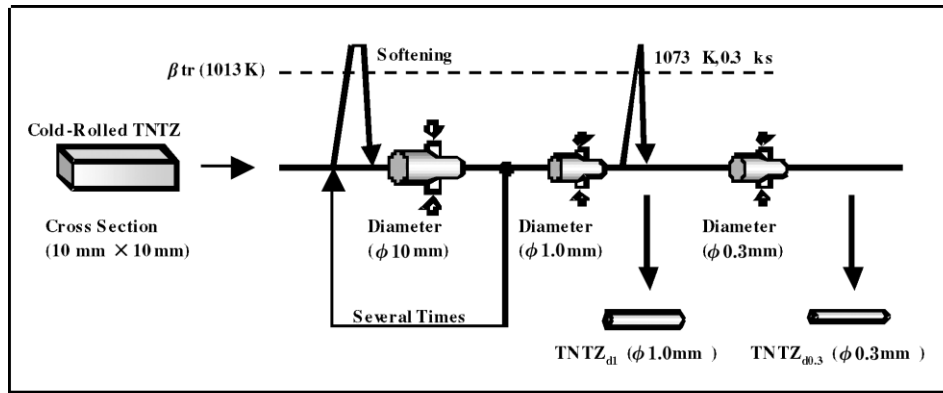


Fig.1 Schematic drawing of thermomechanical processing for Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr (TNTZ),

験に供した。また、Ti-Ni合金では、本力学的特性試験温度が形状回復温度以上の温度領域に位置していたため、超弾性挙動が発現すると考えられる。

2.2 ミクロ組織評価

光学顕微鏡観察試料としてTNTZ_{d1.0}合金およびTNTZ_{d0.3}合金から機械加工により長さ20mm程度の線材を切り出し、硬化性ポリエチレン樹脂によりその切断面（T断面）および側面（L断面）が観察面になるように樹脂埋めした。樹脂埋めした各線材のT断面およびL断面を1500までのエメリー紙による湿式研磨ならびに0.3μmまでのアルミナ粉末および二酸化シリコン懸濁液(OP-S)を用いてバフ研磨を施し、鏡面に仕上げた。鏡面に仕上げた各観察面に5%フッ酸水溶液を用いて腐食し、その面を光学顕微鏡により観察した。

透過型電子顕微鏡（TEM）観察用試料としてTNTZ_{ST}合金から放電加工機により、直径3.0mmおよび厚さ0.3mmのディスク状試料を作製した後、1500までの湿式研磨にて厚さ0.2mmに調整し、電解研磨により同観察用薄膜を作製した。TNTZ_{d1.0}合金から機械加工により長さ約10mmの線材を数本切り出した。切り出した線材を熱硬化性樹脂により並列に固定した後、機械加工により直径3.0mmの円盤状の試料を切り出し、1500までの湿式研磨にて厚さ0.2mmに調整した。その後、円盤状試料に精密イオン研磨機を用いてイオン研磨を施し、同観察用の薄膜試料とした。TEM観察では、200kVの加速電圧を用いた。

X線回折用試料として無負荷（0%）のTNTZ_{d1.0}合金および後述する引張試験にて4.0%のひずみ（弾性ひずみに加え、1%程度の塑性ひずみを含む）を加え、その後除荷したTNTZ_{d1.0}合金から、機械加工により長さ20mm程度の線材を10数本切り出し、市販の接着材により束状に固定し、同試料を5本用意した。この場合、4.0%のひずみを与えた試料において局所くびれあるいは塑性変形による試料表面の荒れ等は確認されなかった。切断面の表面粗さを1500までのエメリー紙による湿式研磨により一定とし、X線回折分析に供した。X線回折条件として、管球CuK α 、管電圧40kV、管電流30mAおよび走査角度（2 θ ）30°から80°を用いた。

示差走査熱分析用試料としてTNTZ_{d1.0}合金から機械加工により長さ5.0mm程度の線材を切り出した後、1500までのエメリー紙による湿式研磨により表面粗さを一定とし、示差熱分析に供した。示差熱分析には、示差走査熱量計を用い、分析条件として昇温および降温速度10K/min、および測定温度範囲223K～423Kとした。

2.3 引張試験

各供試材から、機械加工により長さ800mmの線材³⁾を切り出した後、表面を 1500までのエメリー紙による湿式研磨により表面粗さを一定とし、引張試験に供した。引張試験機には、インストロン型引張試験機（容量19.6N）を用い、線材の引張試験規格に従いクロスヘッド速度 8.33×10^{-6} mmにて室温の大気中で行った。

2.4 弾性率測定

各供試材から機械加工により長さ20mm程度の線材を切り出し、硬化性ポリエチレン樹脂により切断面が測定面になるように樹脂埋めした。樹脂埋めした各線材の切断面を 1500までのエメリー紙による湿式研磨ならびに $0.3\mu\text{m}$ までのアルミナ粉末および二酸化シリコン懸濁液を用いてパフ研磨を施し鏡面に仕上げ、弾性率測定試験に供した。弾性率測定には、島津ダイナミック超微小硬度計を用い、押込負荷 9.8×10^{-2} Nの保持時間15sにて室温の大気中で行った。測定数は各10点とし、その最小、最大および平均値を評価した。

2.5 疲労試験

各供試材から機械加工により長さ80mmの線材を切り出し、 1500までのエメリー紙による湿式研磨により表面粗さを一定とした後、機械加工により切欠き疲労試験片（切欠き半径 $r:0.15$ mm, 切欠き深さ $d:0.2$ mm）とした。切欠きの応力集中係数は2.15である。疲労試験機には、電気・油圧式疲労試験機（容量：9.8kN）を用い、周波数10Hzの正弦波および応力比 $R=0.1$ の引張・引張条件にて室温（295K）の大気中で行った。本研究における疲労試験は、低サイクル疲労寿命領域（繰り返し数が 10^6 以下）および高サイクル疲労寿命領域（繰り返し数が 10^6 以上）で、それぞれ数本ずつ破断させ、S-N曲線を評価した。なお、本研究では、繰り返し応力を 10^7 回以上かけても破断しない応力を疲労限とした。

2.6 引張変形特性試験

各供試材から機械加工により長さ100mmの線材を切り出した後、 1500までのエメリー紙による湿式研磨により表面粗さを一定とし、得られた線材にて引張変形特性試験および繰り返し負荷・除荷試験に供した。同試験では、引張試験時の変形挙動を調査するため、0.5%のひずみを累積的に負荷・除荷し、X-Yレコーダーを用いて応力・ひずみ曲線を記録した。また、TNTZ_{d1.0}合金において2.0%および4.0%の一定ひずみを連続的（ $n=10$ ）に負荷・除荷した場合における変形挙動の変化も同時に調査した。負荷・除荷試験には、インストロン型引張試験機（容量：19.6N）を用い、クロスヘッド速度 8.33×10^{-6} mmにて室温の大気中で行った。

3. 実験結果および考察

3.1 ミクロ組織

Fig.2にTNTZ_{ST}合金、TNTZ_{d1.0}合金およびTNTZ_{d0.3}合金の光学顕微鏡によるミクロ組織観察結果を示す。

TNTZ_{ST}合金のT方向におけるミクロ組織（Fig.2(a)）は、平均結晶粒直径 $25\mu\text{m}$ の等軸 単相を呈している。この場合、TNTZ_{ST}合金のL方向におけるミクロ組織はT方向のそれとほぼ同様であった。TNTZ_{d1.0}合金およびTNTZ_{d0.3}合金のT断面のミクロ組織（Fig.2(b)および(c)）は、冷間線引き加工により、いずれも粒界を確認することが困難であり、ミクロ組織全体が不定形な加工組織

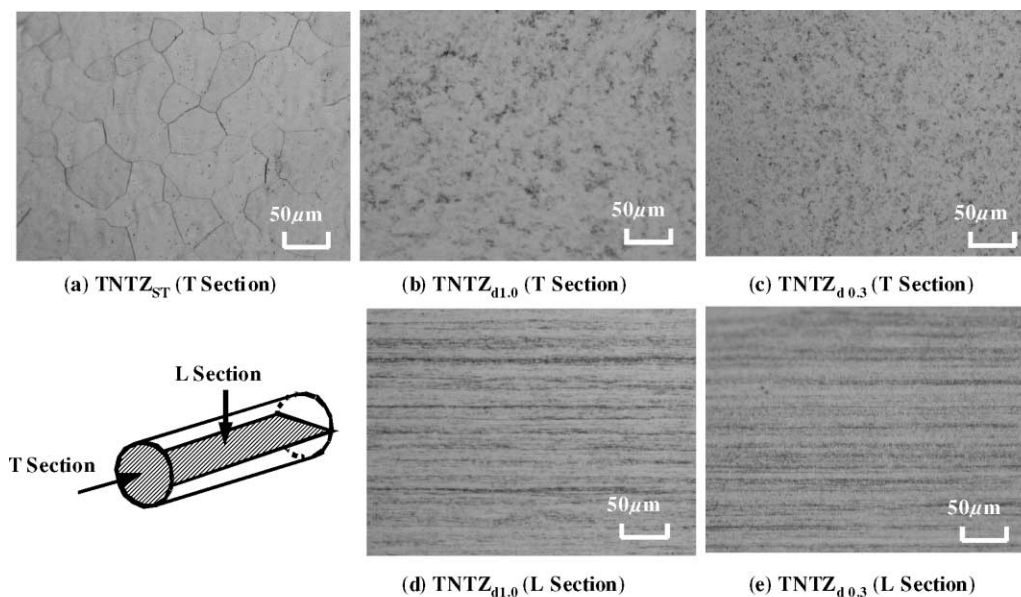


Fig.2 Optical micrographs of TNTZ_{ST}, TNTZ_{d1.0} and TNTZ_{d0.3}.
 (a), (b) and (c) : T section.
 (d) and (e) : L section

を有している。また、TNTZ_{d1.0}合金およびTNTZ_{d0.3}合金のL断面のミクロ組織は、線引き加工方向に平行な数μm間隔の筋状の加工組織を呈している。TNTZ_{d0.3}合金のTおよびL断面のミクロ組織はTNTZ_{d1.0}合金のそれらと比較して、さらなる冷間線引き加工により全体的にL断面の不定形形状が顕著化し、T断面の筋間隔が減少している。

Fig.3にTEMによるTNTZ_{ST}合金の明視野像 (BF)、制限視野回折 (SADP)、Fig.4にTEMによるTNTZ_{d1.0}合金の明視野像 (BF)、制限視野回折 (SADP)、Key Diagram (KD) および暗視野像 (DF) をそれぞれ示す。

TNTZ_{ST}合金のBF (Fig.3(a)) およびSADP (Fig.3(b)) より、上述の光学顕微鏡写真の結果と同様に同合金のミクロ組織は 単相を有する。TNTZ_{d1.0}合金のBFおよびDFによるミクロ組織 (Fig.4(a), (d)および(e)) は、線引き方向に伸長した 結晶粒からなるミクロ組織を呈している。

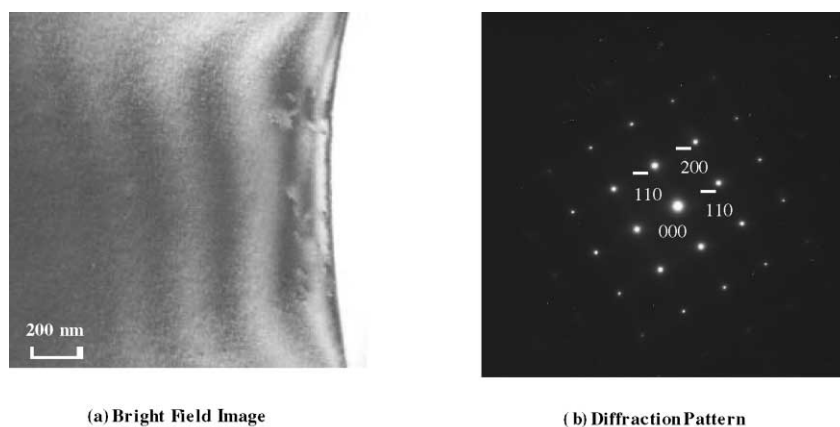


Fig.3 TEM micrograph and diffraction pattern of TNTZ_{ST}.
 (a) Bright field image and (b) Diffraction pattern.

結晶粒のサイズは、短軸200 nm程度の針状相である。SADPおよびKD (Fig.4(b)および(c)) より、ミクロ組織は 単相であり、他の相の析出は認められない。

3.2 引張特性

Fig.5に、TNTZ_{d1.0}合金、TNTZ_{d0.3}合金、Pure Ti、Ti-Ni合金およびSUS316Lの各線材の引張試験より得られた引張強さ、0.2%耐力および伸びを示す。

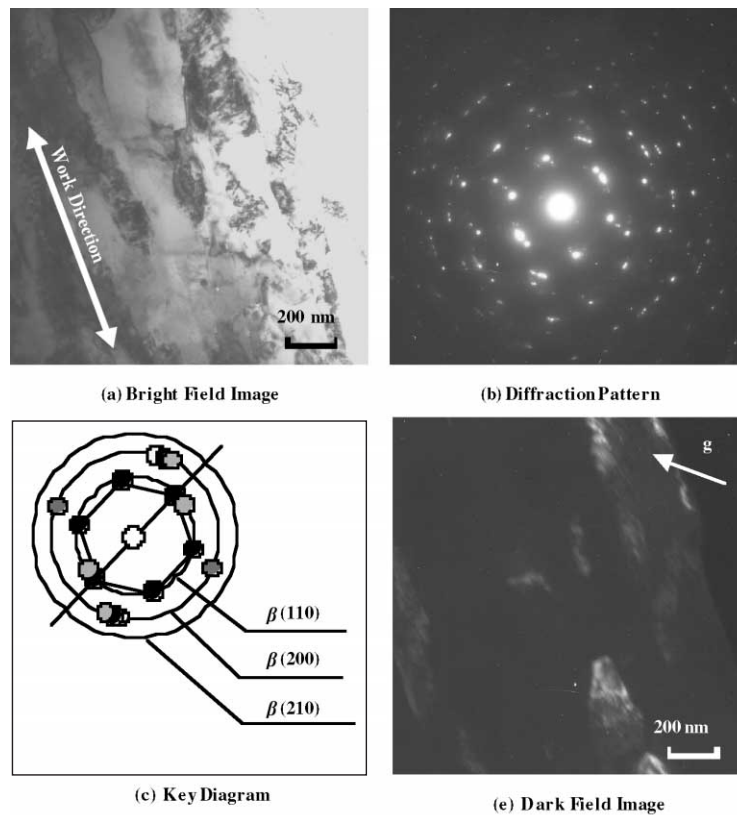


Fig.4 TEM micrographs, diffraction pattern and key diagram of TNTZ_{d1.0}.
(a) Bright field image, (b) Diffraction pattern
(c) Key diagram, and (d) and (e) Dark field image

TNTZ_{d1.0}合金およびTNTZ_{d0.3}合金の引張強さおよび0.2%耐力は、それぞれ740MPaおよび490MPa、800MPaおよび410MPaであり、SUS316Lのそれら（660MPaおよび320MPa）と比較して、いずれも高い値を示している。しかし、TNTZ_{d1.0}合金およびTNTZ_{d0.3}合金の伸びはそれぞれ5%程度であるのに対して、SUS316Lの伸びは、29%と最も大きい値を示している。また、TNTZ_{d1.0}合金に対して、さらに冷間線引き加工を施したTNTZ_{d0.3}合金の引張強さは、TNTZ_{d1.0}合金のそれと比較して若干高いが、0.2%耐力および伸びは逆に若干低い。

Ti-Ni合金の引張強さおよび応力誘起マルテンサイト応力値（この場合、0.2%耐力の値とほぼ同等と考えられる）は、それぞれ1300MPaおよび880MPaであり、伸びは14%である。Pure Tiの引張強さおよび0.2%耐力は、それぞれ300MPaおよび200MPaであり、伸びは8.0%である。

TNTZ_{d1.0}合金の引張破断後の試験片は、Pure Ti、Ti-Ni合金およびSUS316Lのそれと同様に顕著

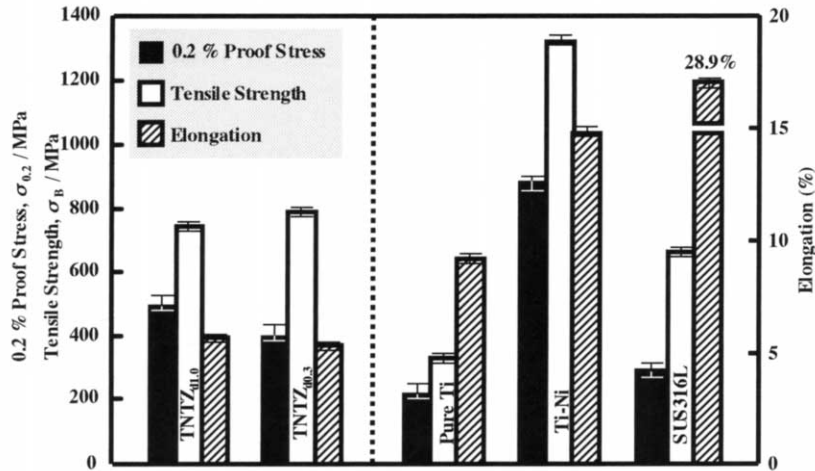


Fig.5 Tensile strength, 0.2% proof stress and elongation of TNTZ_{d1.0} and TNTZ_{d0.3} and pure Ti-Ni and SUS316L stainless steel wires.

なくびれを生じた。TNTZ_{d1.0}合金の断面減少率は47%程度であり、Pure Ti、Ti-Ni合金およびSUS316Lのそれとほぼ同等であった。しかし、TNTZ_{d0.3}合金の引張破断後の試験片は、TNTZ_{d1.0}合金のそれと比較してくびれが小さく、やや脆性的な破壊形態を呈していた。TNTZ_{d0.3}合金の断面減少率は28%であった。TNTZ_{d0.3}合金はTNTZ_{d1.0}合金をさらに冷間線引き加工したため、特に試料表面において加工効果の影響を強く受けた結果、TNTZ_{d1.0}合金のそれと比較してやや脆化したと考えられる。

3.3 弾性率

Fig.6にTNTZ_{ST}合金、TNTZ_{d1.0}合金、TNTZ_{d0.3}合金、Pure Ti、Ti-Ni合金およびSUS316Lの微小硬度計から算出した弾性率を示す。

TNTZ_{d1.0}合金およびTNTZ_{d0.3}合金の弾性率はそれぞれ約50GPaおよび55GPaを示し、TNTZ_{ST}合金(約64GPa)と比較して低い。これは、TNTZ合金を再結晶温度以下の温度にて強加工を施すこと

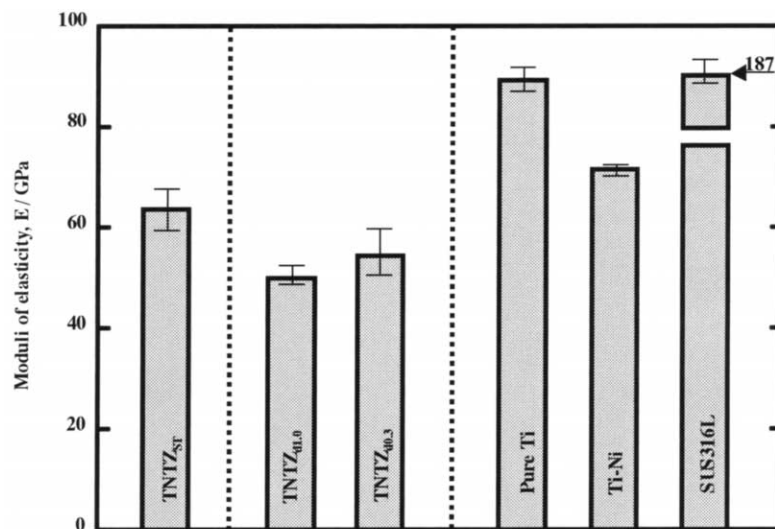


Fig.6 Moduli of elasticity of TNTZ_{ST}, TNTZ_{d1.0}, TNTZ_{d0.3}, pure Ti, Ti-Ni and SUS316L stainless steel.

により，結晶中に多数の転位および原子空孔が不規則に導入され，その後熱処理を施すことにより，それらが再配列および消滅すると考えられるが，短時間溶体化を施したTNTZ_{d1.0}合金および冷間加工状態であるTNTZ_{d0.3}合金では，ミクロ組織の異方性が残留するため，それらの弾性率は，TNTZ_{ST}合金のそれよりやや低下したと考えられるが，今後更なる調査が必要である．また，TNTZ_{d1.0}合金およびTNTZ_{d0.3}合金の弾性率はPure Ti，Ti-Ni合金およびSUS316Lのその約1/2，2/3および1/4である．

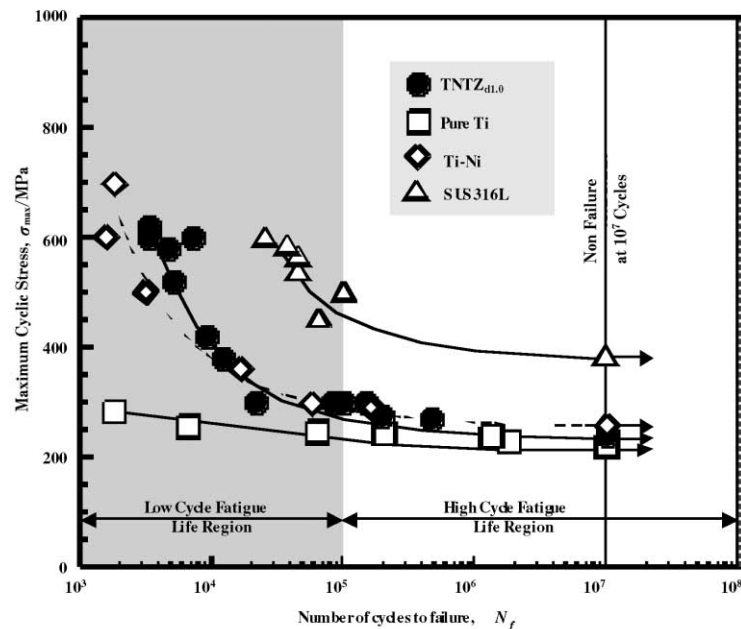


Fig.7 S-N curves of TNTZ_{d1.0} and pure Ti, Ti-Ni and SUS316L stainless steel wires obtained from notch-fatigue tests.

3.4 疲労特性

Fig.7にTNTZ_{d1.0}合金，TNTZ_{d0.3}合金，Pure Ti，Ti-Ni合金およびSUS316Lの切欠き疲労試験より得られたS-N曲線を示す．

低サイクル疲労寿命領域において，TNTZ_{d1.0}合金の疲労強度はPure Tiのそれと比較して高い．低サイクル寿命および高サイクル疲労寿命領域におけるPure Tiの疲労強度の差は数十MPaと非常に小さい．低サイクル疲労寿命領域におけるTNTZ_{d1.0}合金の疲労強度はTi-Ni合金と比較して同等あるいは若干高い．しかし，TNTZ_{d1.0}合金の疲労限は，250MPaであり，Pure TiおよびTi-Ni合金のそれ（それぞれ220MPaおよび270MPa）とほぼ同等の値を示す．一方，SUS316Lの疲労強度は最も高く，その疲労限は380MPaである．一般に，チタン合金は，切欠き感受性が高いとされている^{14, 15}．また，チタン合金の疲労き裂発生寿命は全疲労寿命の50%を有するとされている．このことから，TNTZ_{d1.0}合金およびTi-Ni合金において切欠き導入により，その寿命が減少した結果，き裂進展抵抗に寄与する延性が高いSUS316Lと比較して疲労強度が低下したと考えられる．

低サイクル疲労および高サイクル疲労寿命領域におけるTNTZ_{d1.0}合金の疲労き裂発生サイトは，いずれも応力集中部であるノッチ底部の中心部近傍であった．また，両サイクル寿命領域にお

る安定き裂進展領域では，同程度の数 μm のストライエーションが明瞭に観察できる (Fig.8)．

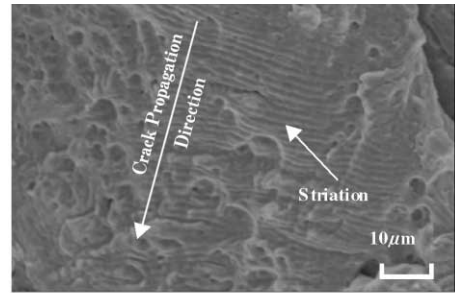
3.5 引張変形特性

Fig.9からFig.11にTNTZ_{ST}合金，TNTZ_{d1.0}合金およびTNTZ_{d0.3}合金の負荷・除荷曲線をそれぞれ示す．また，各図中に，それぞれの負荷・除荷曲線より得られた最大弾性ひずみ量も並記する．

TNTZ_{ST}合金の負荷・除荷曲線 (Fig.9) では，最大弾性ひずみ量が約1.4%を示しており，弾性変形領域において一つの勾配を示す．この付加・除荷曲線はPure TiおよびSUS316Lのそれとほぼ同様な形状であったが，それらの最大弾性ひずみはTNTZ_{ST}合金の2割程度であった．

TNTZ_{d1.0}合金およびTNTZ_{d0.3}合金の負荷・除荷曲線 (Fig.10およびFig.11) は，いずれも見かけの降伏後においても弾性変形領域が存在する特異な変形挙動 (超弾性挙動) を示しており，TNTZ_{ST}合金のそれとは明らかに異なっている．TNTZ_{d1.0}合金およびTNTZ_{d0.3}合金の最大弾性ひずみ量は，それぞれ2.8%および2.9%であり，いずれもTNTZ_{ST}合金そのものの2倍程度の値を示している．Fig.12に示すようにTi-Ni合金の応力誘起変態によるひずみを含む最大弾性ひずみ量 (6.7%) と比較した場合，TNTZ_{d1.0}合金およびTNTZ_{d0.3}合金の同値は半分程度である．また，TNTZ_{d1.0}合金およびTNTZ_{d0.3}合金の負荷・除荷曲線は，ほぼ同様な変形挙動および弾性ひずみ量を有することから，TNTZ_{d1.0}合金に冷間線引き加工を施したことによる変形挙動および弾性ひずみ量への影響は少ないと言える．

Fig.13にTNTZ_{d1.0}合金における2.0%および4.0%での一定ひずみにおける繰り返し負荷・除荷曲線を示す．



Stable Crack Propagation Area

Fig.8 SEM fractograph of stable crack propagation area of TNTZ_{d1.0} at $\sigma_{max} = 260\text{MPa}$ (high cycle fatigue life region) obtained from notch-fatigue test

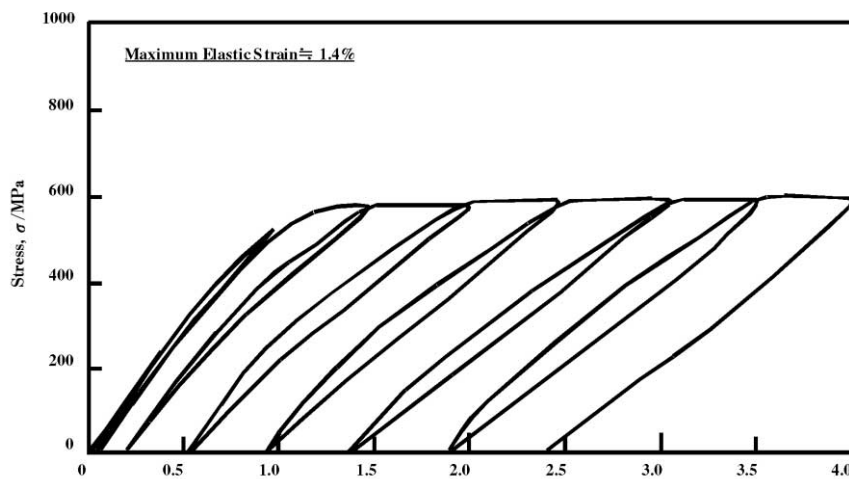


Fig.9 Tensile loading-unloading stress-strain curves of TNTZ_{ST}

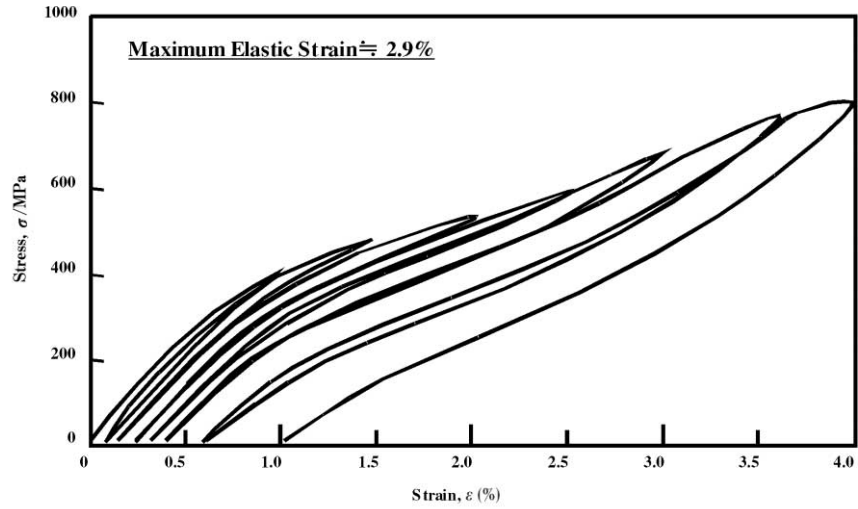


Fig.10 Tensile loading-unloading stress-strain curves of TNTZ_{0.0}.

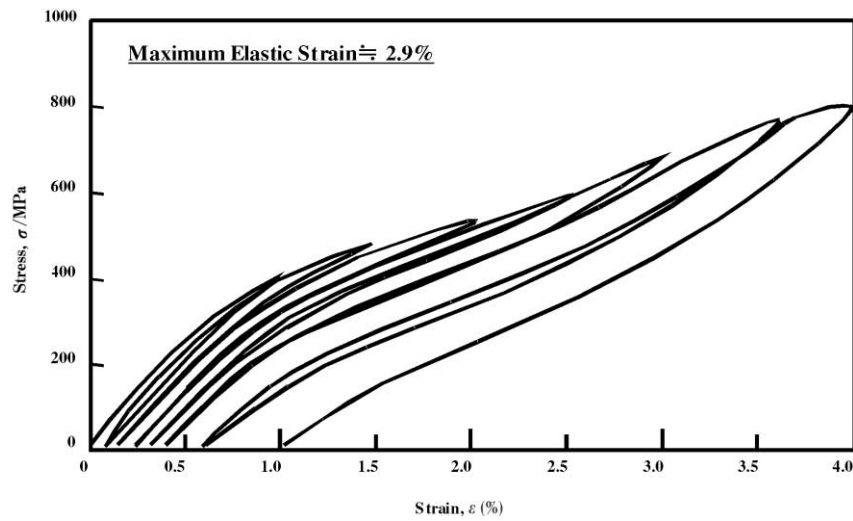


Fig.11 Tensile loading-unloading stress-strain curves of TNTZ_{0.3}.

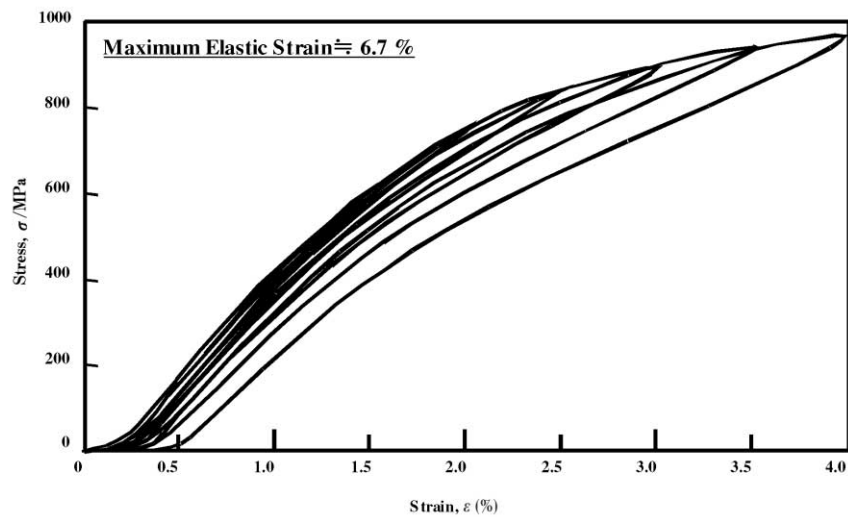


Fig.12 Tensile loading-unloading stress-strain curves of TiNi

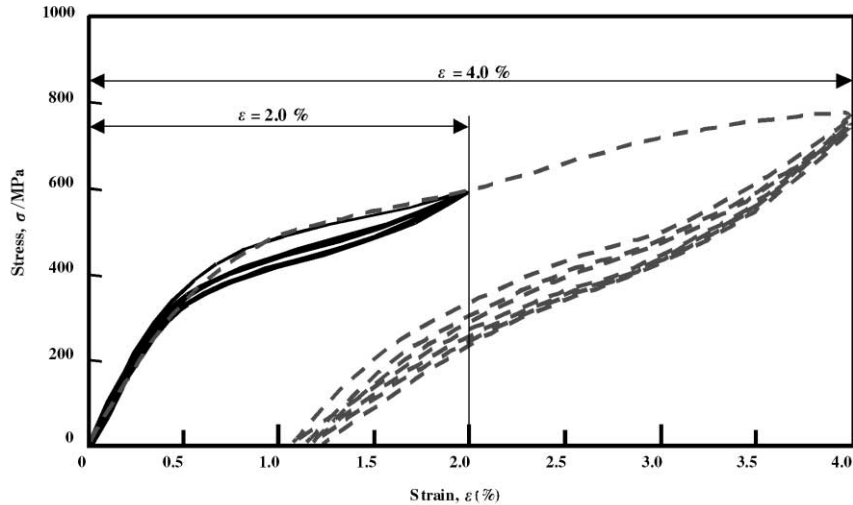


Fig.13 Cyclic tensile stress-strain curves of TNTZ_{d1.0} at a strain of 2.0% and 4.0%.

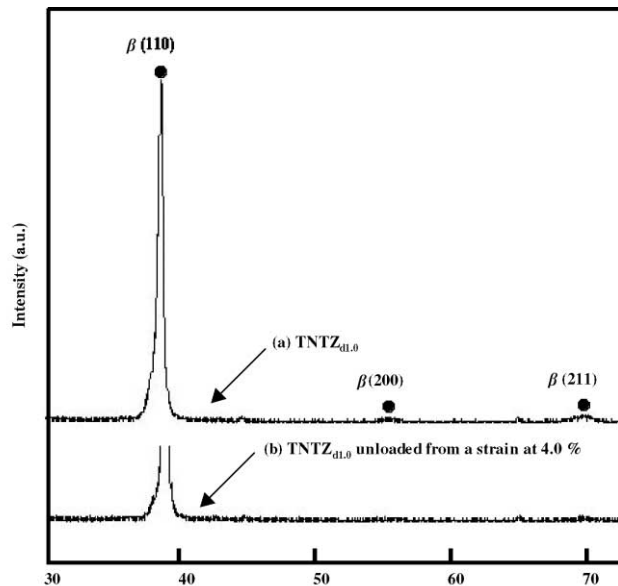


Fig.14 Cyclic tensile stress-strain curves of TNTZ_{d1.0} at a strain of 2.0% and 4.0%.

2.0%のひずみにおける繰り返し負荷・除荷では、いずれもその繰り返しによる弾性変形挙動およびひずみの変化は認められない。4.0%のひずみでの繰り返し負荷・除荷特性は、初期の負荷・除荷により、1.2%の残留ひずみを生じるが、それ以降は繰り返し負荷・除荷による弾性変形挙動および残留ひずみの変化は認められない。

Fig.14にTNTZ_{d1.0}合金および引張試験において4.0%のひずみを加えた後除荷したTNTZ_{d1.0}合金のX線回折結果を示す。

無負荷および引張試験において4.0%のTNTZ_{d1.0}合金において、相の回折ピークのみが確認できる。一般的に、超弾性あるいは形状記憶効果を有するβ-CeZ合金およびTi-10V-2Fe-3Al合金等は、応力負荷あるいは破断後にβ相が確認される¹⁶⁻¹⁸⁾。同合金とも、二段階の降伏を示し、変形によりβ相が応力誘起マルテンサイトであるβ'相に応力誘起変態することでその挙動が説明されて

いる。また、この "相の応力誘起変態による見かけ上二段階降伏の変形挙動を示すことで、弾性ひずみ量が増加する。本研究では、4.0%のひずみを与えたTNTZ_{d1.0}合金においても、相の回折ピークのみが検出されており、変形前後での構成相の変化は認められないが、除荷時に逆変態で相に戻ることも考えられる。しかし、TNTZ_{d1.0}合金のDSC曲線より、22Kから423Kの範囲において、相変態に起因するピークの存在は認められなかった。また、スエージング加工にて作製されTNTZ合金と類似組成を有するTi-30Nb-10Ta-5Zr合金においても、特異な変形挙動が報告されており、同合金の引張破断面近傍におけるTEM観察では、粒内に多数の転位および{332}<113>変形双晶と類似した方位関係を有する回折パターンが観察され、応力誘起による "相は存在しないと報告されている^{19,20)}。この場合、Ti-30Nb-10Ta-5Zr合金の最大弾性ひずみは、2.5%である。

本研究に用いた試料は、線引き材であるため測定範囲が狭く、また、他の相の検出が困難であったとも考えられる。したがって、ここでは、 "相の存在を否定することは出来ず、今後、種々のひずみを系統的に導入した本合金のミクロ組織観察を詳細に調査・検討が必要である。

4. まとめ

冷間線引き加工を含む加工熱処理を施した直径 1.0mmおよび0.3mmのTi-29Nb-13Ta-4.6Zr (それぞれTNTZ_{d1.0}およびTNTZ_{d0.3}と称す)合金におけるミクロ組織、力学的特性および変形挙動を調査・検討した。以下の結言を得た。

- (1) 溶体化処理を施したTi-29Nb-13Ta-4.6Zr (TNTZ_{ST})合金鍛造材のミクロ組織は、平均粒直径25 μmをの 単相であるのに対して、TNTZ_{d1.0}合金のそれは線引き方向に伸長した針状の 結晶粒からなる。
- (2) TNTZ_{d1.0}合金の弾性率(約50GPa)はTNTZ_{d0.3}合金のそれ(約55GPa)よりやや小さい。
- (3) TNTZ_{d1.0}合金およびTNTZ_{d0.3}合金の引張強さおよび0.2%耐力は、それぞれ740MPaおよび490MPa、800MPaおよび410MPaである。一方、TNTZ_{d1.0}合金およびTNTZ_{d0.3}合金の伸びはそれぞれ5%程度である。
- (4) 切欠き疲労試験(切欠きの応力集中係数:2.15)より得られたTNTZ_{d1.0}合金の疲労限は、250MPaである。
- (5) TNTZ_{d1.0}合金およびTNTZ_{d0.3}合金の負荷・除荷曲線は、いずれも見かけの降伏後においても弾性変形領域が存在する特異な変形挙動を示す。この場合、TNTZ_{d1.0}合金およびTNTZ_{d0.3}合金の最大弾性ひずみ量は、それぞれ2.8%および2.9%であり、いずれもTNTZ_{ST}合金その2倍程度の値を示す。

文献

- 1) D. Kuroda, M. Niinomi, H. Fukui, M. Morinaga, H. Suzuki and J. Hasegawa: Tetsu-to-Hagane 86(2000) 602-609.
- 2) D. Kuroda, M. Niinomi, H. Fukui, H. Suzuki and J. Hasegawa: Tetsu-to-Hagane 86(2000) 610-616.
- 3) M. Niinomi, T. Akahori, T. Yabunaka, H. Fukui and H. Suzuki: Tetsu-to-Hagane 88(2002) 553-560.
- 4) M. Niinomi, T. Akahori, S. Nakamura, H. Fukui and H. Suzuki: Tetsu-to-Hagane 88(2002) 567-574.

- 5) T. Akahori, M. Niinomi, T. Maekawa, K. Fukui and A. Suzuki: J. Jpn. Inst. Met. 66(2002), 715-722.
- 6) D. M. Brunette, P. T. Tengvall, M. Textor and P. Thomsen: *Metallurgy and Technology Titanium and Titanium Alloys* (Titanium in Medicine, Springer-Verlag Berlin, 2001) pp. 68-69.
- 7) Y. Okazaki, K. Kyo, Y. Ito, E. Nishimura and T. Tateishi: *Materia Japan*, 36(1997) 1092-1099.
- 8) H. Hosoda, Y. Ohmatsu and S. Miyazaki: *Trans. MRSJ*, 26(2001) 235-237
- 9) Y. Fukui, T. Inamura, H. Hosoda, K. Wakashima and S. Miyazaki: *Mater. Trans.* 45(2004) 1077-1082
- 10) H. Y. Kim, Y. Ohmatsu, J. I. Kim, H. Hosoda and S. Miyazaki: *Mater. Trans.* 45(2004) 1090-1095
- 11) S. Kuramoto, T. Furuta, J. H. Hwang, R. Chen, K. Nishimo and T. Saito: *Materia Japan*, 43(2004) 840-844.
- 12) M. Niinomi: *Tetsu: Tetsu-to-Hagane*, 90(2004) 462-471
- 13) T. Saito, T. Furuta, J. H. Hwang, S. Kuramoto, K. Nishino, N. Suzuki, R. Chen, A. Yamada, K. Ito, Y. Seno, T. Nonaka, H. Ikehata, N. Nagasako, C. Iwamoto, Y. Ikuhara and T. Sakuma: *Science* 300(2003) 464-467.
- 14) Japan Industrial Standards Committee: JISZ2201 <http://www.jisc.go.jp/>
- 15) K. Hayashi, S. Nisida and N. Hattori: *J. Jpn. Sci. Mechan. Eng. A*, 65(1999) 2080-2085.
- 16) K. Minakawa: *Tetsu-to-Hagane*, 75(1989) 1104-1111.
- 17) T. Grosdidier and M. J. Philippe: *Mater. Sci. Eng. A*, A291(2000) 218-223.
- 18) T. W. Duerig, J. Albrecht, D. Richter and P. Ficher: *Acta Metall.* 30(1982) 2161-2172.
- 19) T. Zhou, M. Aindow, S. P. Alpay, M. J. Blackburn and M. H. Wu: *Scr. Mater.*, 50(2004) 343-348.
- 20) N. Sakaguchi, M. Niinomi and T. Akahori: *Mater. Trans.* 45(2004) 1113-1119.
- 21) N. Sakaguchi, M. Niinomi, T. Akahori, T. Saito and T. Furuta: *J. Japan Inst. Metals*, 67(2003) 681-687.