生体用チタン合金の組織制御と機械的性質に関する研究

成蹊大学　理工学部　理工学科　機械システム専攻
助教　蘆田　茉希
（2023 年度 奨励研究助成（若手研究者枠）　AF-2023047-C2）

キーワード：生体用チタン合金，HPS 加工，溶体化処理，微細組織，機械的性質

１．研究の目的と背景

Ti-6Al-7Nb 合金は，低毒性元素で構成され，軽量で高い比強度を有するとともに，良好な耐食性，低い細胞毒性を有し，人工股関節，脊椎固定器具，歯科インプラントなど，多くの医療用デバイスに用いられている．

これまでに，巨大ひずみ加工法の一つである High Pressure Torsion(HPT)加工に着目し，Ti-6Al-7Nb 合金の高強度化を試みてきた．HPT 加工では，高い圧力を負荷した状態で試料にねじり変形を加えることで，極めて大きな塑性ひずみを導入し，結晶粒をナノレベルまで超微細化することができる．これまでの研究において，Ti-6Al-7Nb 合金に HPT 加工を適用することで破断伸びをほとんど低下させることなく，高強度を得ることに成功している [1]．一方で，HPT 加工は回転運動によりひずみを導入する加工法であるため，適用可能な試料形状は小型のディスク状またはリング状に限られる．この制約は，実用的な医療用デバイス形状への展開を考える上で大きな課題となる．これに対し，High Pressure Sliding(HPS)加工は，上下の金型で試料に高い圧力を加えた状態で押棒によりせん断変形を導入する加工法である．HPS 加工では，HPT 加工と同様に巨大な塑性ひずみを導入でき，結晶粒をナノレベルまで超微細化することが可能である．さらに，板材や棒材といった比較的大きく実用的な形状の試料にも適用できるため，医療用デバイス材料の高強度化手法として有望である [2]．

Ti-6Al-7Nb 合金は，α+β 型チタン合金であり，熱処理による組織制御が可能である．熱処理条件を変化させることで，等軸 α 相，針状組織，あるいはそれらが共存するバイモーダル組織を形成できる．これまでに，Ti-6Al-7Nb 合金の初期組織を等軸 α 相とマルテンサイト相を含むバイモーダル組織とすることで，HPT 加工後に伸びを維持したまま高強度化できることが明らかになっている．このことから，HPS 加工においても，加工前の熱処理により初期組織を制御することで，加工後の組織形成や機械的性質を改善できる可能性がある．しかし，HPS 加工では試料内に導入されるひずみが必ずしも一様ではなく，加工条件や初期組織によって，結晶粒微細化挙動，クラック発生の有無が変化すると考えられる．

本研究では，生体用 Ti-6Al-7Nb 合金に対して熱処理および HPS 加工を適用し，加工前の初期組織が HPS 加工後の組織形成および機械的性質に及ぼす影響を明らかにすることを目的とした．

２．研究方法

２・１　チタン合金

本研究には，Ti-6Al-7Nb 合金(ASTM F1295)を用いた．φ30 mm 棒材から，図 1 に示すように厚さ 4 mm，幅 10 mm，長さ 100 mm の板材を放電加工によって切り出した．

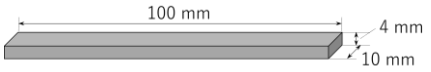


図 1　HPS 加工用板材の寸法

２・２　溶体化処理

切り出した Ti-6Al-7Nb 合金の板材は，石英管内に真空封入し，β 変態点以下の温度にて溶体化処理を行った．熱処理条件は，温度は 990 ℃，950 ℃，910 ℃の 3 種類とし，それぞれの温度での保持時間は 10 min，30 min の 2 種類とした．

２・３　HPS 加工

種々の熱処理条件にて溶体化処理を行った試料について，図 2 に示す HPS 加工を施した．加工条件は，室温で，圧力 3 GPa，押出速度 1 mm s^{-1}，押出距離 7 mm 2R（合計 14 mm）とした．加工後試料の長さ方向位置を決めるため，試料中心を $L = 50$ とし，L を試料前端からの距離として定義した．加工後試料について，組織観察および機械的性質の評価を図 3 に示すそれぞれの L の試料評価位置にて行った．

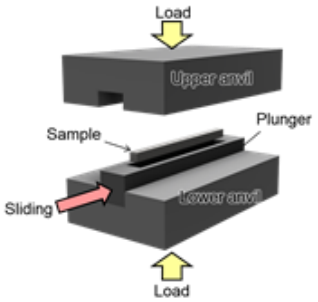


図 2　HPS 加工の概略図

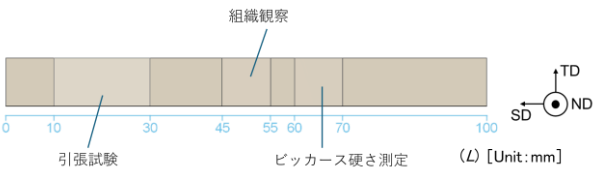


図 3　HPS 加工後の試料の評価位置および評価方法

2・4　組織観察

レーザー顕微鏡(LSM, EVIDENT LEXT OLS5100)および走査型電子顕微鏡(SEM, JEOL JSM-7100F)を用いて，溶体化処理後および HPS 加工後の組織観察を行った．組織観察には，機械研磨による鏡面研磨後，エッチングを行った．SEM 観察は加速電圧 15kV とした．

2・5　機械的性質の評価

ビッカース硬さ試験および引張試験によって機械的性質の評価を行った．ビッカース硬さ測定には㈱ミツトヨ製マイクロビッカース硬さ試験機 HM-103 を用い，荷重 2.924 N および保持時間 15 s とした．また，引張試験では室温でひずみ速度 2×10^{-1} s^{-1} の条件で行った．

3．研究成果

3・1　溶体化処理後の組織

図 4 に，種々の熱処理条件にて溶体化処理を行った Ti-6Al-7Nb 合金のレーザー顕微鏡写真を示す．溶体化処理前の試料では，等軸 α 相の粒界近傍に β 相が存在する等軸 α＋β 組織が観察された．これに対し，溶体化処理後の試料では，等軸 α 相に加えて針状組織が確認された．特に溶体化処理温度が高い条件では，等軸 α 相の周囲に針状組織が明瞭に観察され，熱処理によって初期組織が変化していることが確認された．図 5 に，溶体化処理後の Ti-6Al-7Nb 合金の SEM 写真を示す．SEM 観察においても，レーザー顕微鏡観察で確認された等軸 α 相および針状組織が認められた．特に，溶体化処理温度が高い 990℃の条件では，等軸 α 相の周囲に針状組織が発達しており，バイモーダル組織が形成されていることが確認された．また，比較的広い領域を観察した結果，観察範囲内では同一試料内において大きな組織差は認められず，各熱処理条件に対応した組織が比較的均一に形成されていることが確認された．

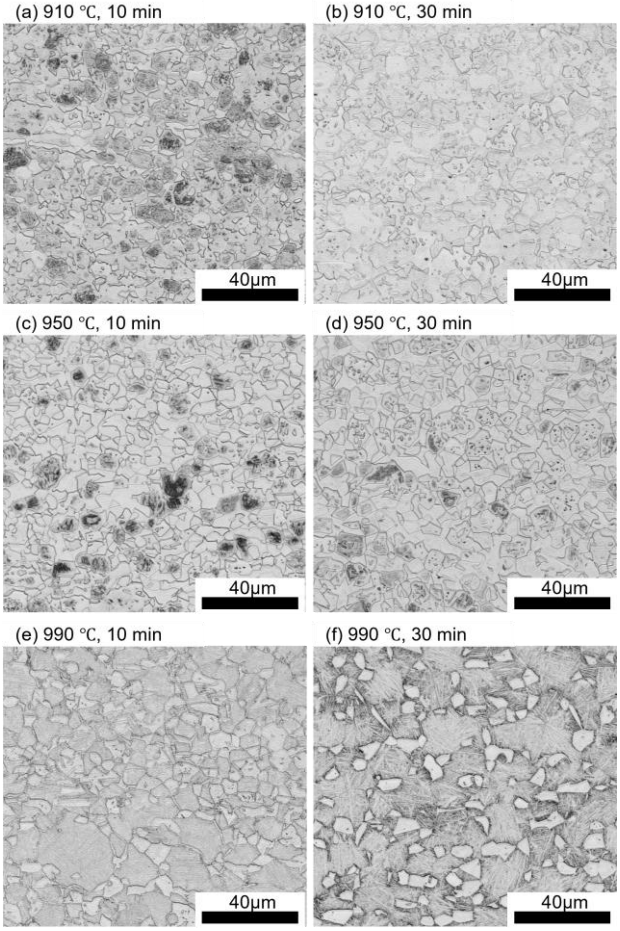


図 4　溶体化処理後の Ti-6Al-7Nb 合金の LSM 像

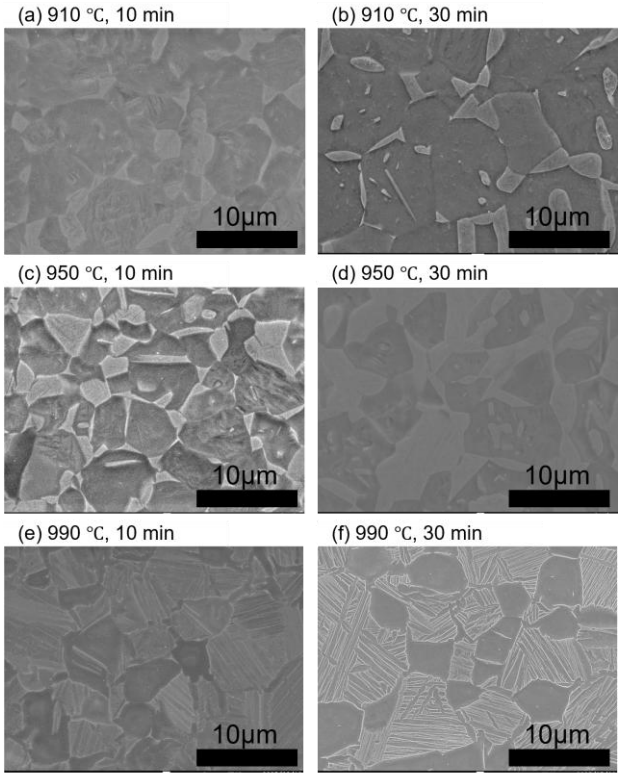


図 5　溶体化処理後の Ti-6Al-7Nb 合金の SEM 像

一方，溶体化処理温度が低い 950℃および 910℃の条件では，旧 β 粒に相当すると考えられる領域内に微細な針状組織が観察された．これらの針状組織は，溶体化処理温度によって形態が異なり，950℃に比べて 910℃では針状組織の幅が比較的微細であることが確認された．このことから，溶体化処理温度は針状組織の形成量だけでなく，針状組織の形態にも影響を及ぼすことが示唆された．

さらに，SEM 写真を用いて等軸 α 相の結晶粒径および面積率を評価した．等軸 α 相の結晶粒径は，溶体化処理後のすべての条件においておおよそ 5〜6 μm であり，溶体化処理温度および保持時間に依存した顕著な変化は認められなかった．したがって，本研究で実施した溶体化処理条件では，等軸 α 相の粗大化はほとんど生じなかったと考えられる．

一方，図 6 に示す等軸 α 相の面積率を比較すると，溶体化処理温度の上昇に伴い，等軸 α 相の面積率は減少する傾

向を示した．これは，高温側の溶体化処理条件において，保持中にα相からβ相への相変態がより進行したためと考えられる．すなわち，溶体化処理温度が高いほど，高温保持時にβ相の割合が増加し，その後の冷却過程においてβ相由来の針状組織が形成されたことで，室温組織中の等軸α相の面積率が減少したと考えられる．また，保持時間が10 minおよび30 minの条件を比較すると，等軸α相の面積率に大きな差は認められなかった．このことから，今回設定した保持時間の範囲では，溶体化処理温度の影響が支配的であり，保持時間の影響は比較的小さいことが示唆された．

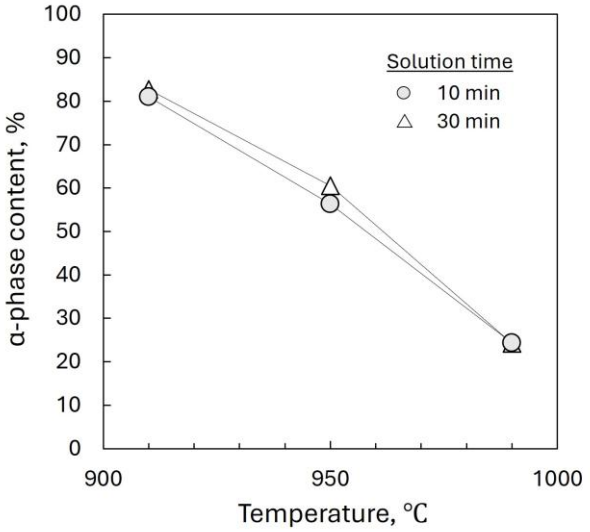


図6　溶体化処理後の等軸α相の面積率

本研究で実施した溶体化処理条件では，等軸α相の結晶粒径を大きく変化させることなく，溶体化処理温度により等軸 α 相と針状組織の割合を変化させることが可能であることがわかった．さらに，EDS により針状組織が観察された領域内の元素分析を行った．その結果，溶体化処理温度が高く，保持時間が長い条件ほど，針状組織領域内のNb濃度が低下する傾向が認められた．Nbはβ安定化元素であるため，高温保持中にβ相が増加すると，Nbはβ相中に広く分配されると考えられる．その後の冷却過程においてNb濃度の低い針状組織が形成されることで，EDSで評価した針状組織領域内の平均Nb濃度が低下して見えた可能性がある．この傾向は，溶体化処理温度の上昇に伴って針状組織の割合が増加した組織観察結果とも整合している．

図7に，溶体化処理後のTi-6Al-7Nb合金のビッカース硬さ測定結果を示す．溶体化処理後の硬さは，溶体化処理温度の上昇に伴って増加する傾向を示した．溶体化処理前と比較すると，910℃では硬さに大きな変化は認められなかったが，950℃では約20 HV，990℃では約30 HVの硬さの増加が確認された．また，保持時間が長い条件では硬さがやや高くなる傾向も認められた．この硬さの増加は，溶体化処理によって形成された針状組織の増加に起因すると考えられる．前述のように，等軸α相の結晶粒径は熱処理条件によって大きく変化しなかった一方で，溶体化処理温度の上昇に伴い等軸α相の面積率は減少し，針状組織の割合が増加した．針状組織は，等軸α相に比べて界面密度が高く，転位の移動を抑制しやすいと考えられる．そのため，針状組織の増加が硬さの上昇に寄与した可能性がある．

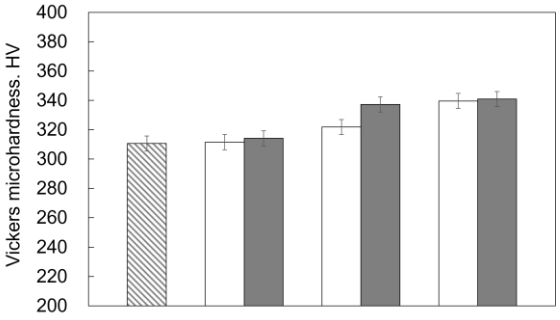


図7　溶体化処理後のビッカース硬さ

溶体化処理後の引張強さは，910℃の条件では溶体化処理前と比較して大きな差は認められなかった．一方，950℃および990℃の条件では，引張強さが溶体化処理前と比較して80～100 MPa程度増加した．この引張強さの変化は，ビッカース硬さの熱処理条件による変化と同様の傾向を示していた．

以上の結果から，Ti-6Al-7Nb合金に対する溶体化処理では，熱処理温度の上昇に伴って等軸α相の面積率が減少し，針状組織の割合が増加することが確認された．また，この組織変化に対応して，ビッカース硬さおよび引張強さが増加する傾向が認められた．Ti-6Al-4V 合金においても，β変態点近傍の熱処理により初析α相とβ相由来の針状組織からなる組織が形成され，熱処理温度が組織分率および機械的性質に大きく影響することが報告されている[3]．本研究の Ti-6Al-7Nb 合金においても同様に，溶体化処理温度の上昇に伴い等軸α相の面積率が減少し，針状組織の増加とともに硬さおよび引張強さが増加したことから，熱処理温度は HPS 加工前の初期組織制御において重要な因子であると考えられる．

3・2　HPS 加工後の組織と機械的性質

図8に，種々の熱処理条件にて溶体化処理を行った後，HPS加工を施したTi-6Al-7Nb合金のレーザー顕微鏡像を示す．HPS加工後の組織を観察した結果，いずれの熱処理条件においても，変形が進行している領域と，ほとんど変形していない領域が同一試料内に存在しており，不均一な加工組織が形成されていることが確認された．この傾向はすべての熱処理条件で認められたが，特に990℃で30 min保持した試料において顕著であった．また，910℃で10 min

保持した条件を除き，すべての条件でクラックの発生が確認された．熱処理後に形成された針状組織は，冷却過程におけるβ相からの変態によって形成された組織であり，α′マルテンサイトを含む可能性がある．このような針状組織を含むバイモーダル組織では，等軸α相と針状組織の間で変形挙動や局所的な硬さが異なると考えられる．そのため，熱処理後の試料内部には，組織形態および局所的な応力状態の不均一性が生じていた可能性がある．このような初期組織を有する試料に対して HPS 加工を行った結果，ひずみの導入が局所的となり，加工後の組織不均一性につながった可能性が考えられる．特に，針状組織の割合が多い条件では，等軸α相と針状組織の変形能の差によりひずみ集中が生じやすく，その結果としてクラックの発生につながった可能性がある．

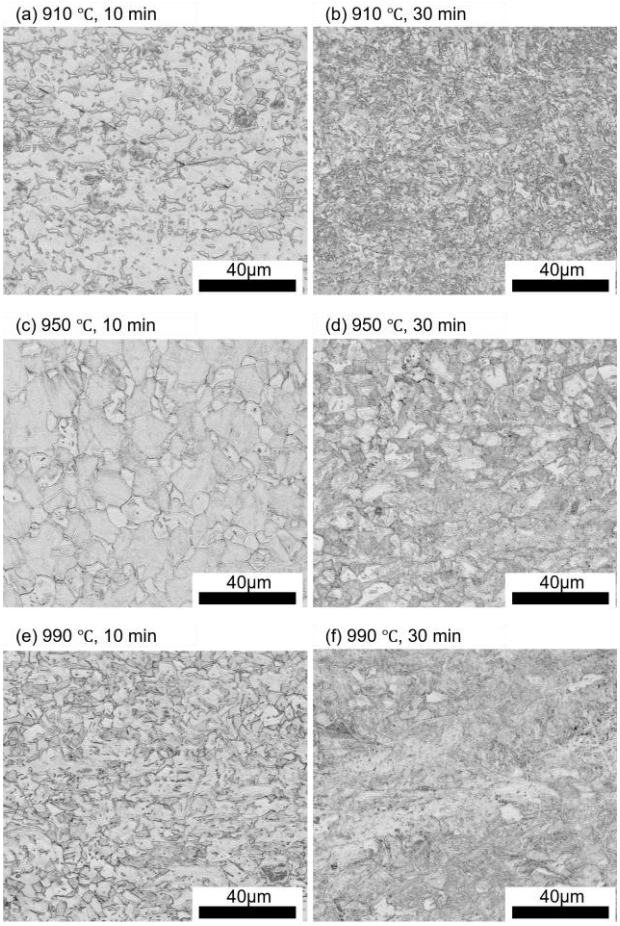


図 8　溶体化処理および HPS 加工後の LSM 像

溶体化処理後および HPS 加工後のビッカース硬さの測定結果について，熱処理後に HPS 加工を行った Ti-6Al-7Nb 合金では，すべての熱処理条件においてビッカース硬さが増加した．特に，910℃で 10 min 保持した条件では約 30 HV，910℃で 30 min 保持した条件では約 40 HV の硬さの増加が認められた．一方で，HPS 加工後のビッカース硬さの平均値は，熱処理条件によらずおおよそ 370 HV 程度であった．

このことから，HPS 加工により硬さは増加したものの，本研究で実施した HPS 加工条件では，加工後の硬さに及ぼす熱処理条件の影響は比較的小さかったと考えられる．また，溶体化処理後に HPS 加工を行うことで，Ti-6Al-7Nb 合金の引張強さは増加した．特に，950 ℃で 30 min 保持した条件において最大の引張強さ 1134 MPa を示した．HPS 加工後には破断伸びが減少したものの，いずれの熱処理条件においても約 16～19%の破断伸びを示した．特に，溶体化処理条件が 950 ℃で 10 min および 950 ℃で 30 min の場合，HPS 加工後の引張強さおよび破断伸びはそれぞれ 1081 MPa および 19.2%，1134 MPa および 19.2%であり，比較的良好な引張特性のバランスを示した．また，950℃で 30 min 保持した条件では，同一の HPS 加工条件で熱処理を行わずに HPS 加工のみを施した試料の引張強さ約 1060 MPa と比較して，高い引張強さが得られた．このことから，加工前の溶体化処理によって形成された初期組織が，HPS 加工後の機械的性質に影響を及ぼした可能性がある．

以上の結果から，Ti-6Al-7Nb 合金では，溶体化処理条件によって HPS 加工前の組織が変化し，その後の HPS 加工後の組織および機械的性質にも影響を及ぼすことが示唆された．特に，950℃で溶体化処理を行った条件では，HPS 加工後に強度と伸びのバランスが比較的良好となる傾向が認められた．一方で，HPS 加工後の硬さは熱処理条件間で大きな差を示さず，また引張特性においても熱処理による効果は限定的であった．さらに，HPS 加工後の試料では，不均一な加工組織およびクラックの発生が確認された．このことから，本研究で用いた HPS 加工条件では，試料全体にひずみが均一に導入されず，局所的なひずみ集中が生じた可能性がある．その結果，試料全体として十分かつ均一な結晶粒微細化が達成されなかったこと，あるいはクラックなどの損傷の影響により，強度向上が限定的となった可能性が考えられる．

４．結び

本研究では，Ti-6Al-7Nb 合金に種々の溶体化処理を行った後に HPS 加工を施し，加工前後の組織と機械的性質を評価した．その結果，今回実施した溶体化処理条件において，950 ℃で 30 min 保持した Ti-6Al-7Nb 合金が HPS 加工後に良好な引張特性を示した．また，加工前の初期組織や応力状態が HPS 加工後の組織形態および機械的性質に影響を及ぼすことが示唆された．

謝　辞

本研究の遂行にあたり，公益財団法人天田財団の奨励研究助成（若手研究者枠）を受けて実施したものである．ここに記して感謝の意を表する．

参考文献

1) Ashida M, Hanai M, Chen P, Hanawa T: Mater. Trans., 63-6 (2022), 948-956.
2) Watanabe K, Ashida M, Masuda T, Kral P, Takizawa Y, Yumoto M, Otagiri Y, Sklenicka V, Hanawa T, Horita Z: Mater. Trans. 60-9 (2019), 785-1791.
3) Pfeffer N, Jaeger SN, Kaiser MA, Meyer T, Stark A, Hoeppel HW: Mater. Sci. Eng. A 926 (2025), 147787.