

生体用弾性率可変型チタン合金における変形誘起オメガ相の 放射光 X 線回折解析

Synchrotron X-ray Diffraction Analysis on Deformation-Induced Omega Phase in Titanium Alloys with Changeable Elastic Modulus for Biomedical Applications

新家 光雄^a, 仲井 正昭^a, 稗田 純子^a, 趙 研^a, 成田 健吾^{a,b}, 劉 恢弘^c
Mitsuo Niinomi^a, Masaaki Nakai^a, Junko Hieda^a, Ken Cho^a, Kengo Narita^{a,b}, Huihong Liu^c

^a 東北大学金属材料研究所, ^b 昭和医科工業株式会社

^c 東北大学大学院工学研究科

^aInstitute for Materials Research, Tohoku University, ^bShowa Ika Kohgyo Co., Ltd.

^cGraduate School of Engineering, Tohoku University

生体用弾性率可変型チタン合金は、変形誘起オメガ相変態を利用することにより、曲げ部分のみ弾性率を上昇させることができ、曲げない部分は低弾性率を示すように設計された合金である。しかし、従来の変形誘起オメガ相の解析は、ほぼ透過電子顕微鏡法でのみ行われてきており、同相変態挙動は定性的な理解に留まっている。そこで、本研究では、弾性率可変型チタン合金における変形誘起オメガ相変態挙動を明らかにするため、放射光 X 線回折法の適用を試みた。

キーワード： 生体材料、チタン合金、変形誘起相変態、ベータ相、オメガ相、弾性率

背景と研究目的：

既に超高齢社会を迎えた我が国では、老化による骨格機能、運動機能あるいは咀嚼機能の低下・喪失による生活障害が急増しており、今後ますます増加することが予想される。さらに、近年では、高齢者人口の増加が、先進国に限らず、発展途上国においても見受けられるようになってきている。老化による各種機能の低下・喪失を回復し、年齢を重ねても安全に安心して生活できる社会を実現するためには、生体硬組織の再建・再生技術の高度化が鍵となる。生体硬組織の再建・再生には、多くの場合、人工関節、骨固定器具および歯科インプラント等の硬組織代替デバイスが用いられる。同デバイスの高性能化は、生体硬組織の再建・再生技術の高度化に直結することから、その重要性は高まるばかりである。

本研究で開発の対象とする脊椎固定用金属製ロッドは、側弯症等の脊椎疾患の治療に利用される。このような治療では、金属製ロッドは弯曲した脊椎の形状に合うように手術中に医師の手作業によって曲げられて使用される。金属製ロッドの素材には主に Ti-6mass%Al-4mass%V ELI チタン合金(Ti64)と SUS316L ステンレス鋼(SUS316L)とが使用されているが、本研究の共同研究先の昭和医科工業株式会社を通じて脊椎疾患を専門とする医師を対象に調査した結果、磁気共鳴映像法(MRI)による画像診断が可能であることから非磁性である Ti64 製ロッドを使用するケースが多く、一方で、曲げ形状が付け易い等の操作性を優先する場合は、高弾性率であることからスプリングバックが小さい SUS316L 製ロッドを使用することが多いことが明らかとなった。すなわち、医療現場では、ステンレス鋼のような操作性を有するチタン合金製ロッドの開発が望まれている。一方、患者にとってみれば、高弾性率はむしろ望ましい特性とは言い難い。人間の骨(皮質骨)の弾性率は年齢、性別および部位等により異なるものの約 10~30 GPa とされている。これに対し、金属製ロッド素材である Ti64 および SUS316L の弾性率は、それぞれ約 110 GPa および約 200 GPa とかなり高い。このような骨と金属製ロッド素材との弾性率の違いにより、骨の応力伝達が阻害され、その結果、骨再生に弊害をきたすことが明らかにされている。したがって、患者の体に対しては、金属製ロッド素材の弾性率は低いほうが望ましい。

これらの医師と患者との相反する弾性率特性を満足すべく、当研究グループでは、変形誘起オメガ相変態を利用して、手術時に、曲げ部分のみ弾性率が上昇し、曲げない部分は低弾性率を示す、弾性率可変型チタン合金製ロッドの新規開発を進めている。これまでに、種々の新合金(代表

的な合金組成：Ti-12mass%Cr 合金 (Ti-12Cr) [1, 2]、Ti-17mass%Mo 合金 [3]、Ti-30mass%Zr-3mass%Cr-3mass%Mo 合金[4] など)を開発してきた。これらの合金では、変形により、オメガ相が形成され、それにともない弾性率が上昇する。しかし、このような変形誘起オメガ相は、ナノメートルオーダーと微小であることから、汎用の X 線回折法では検出されず、透過電子顕微鏡法により、その存在を確認してきている。そのため、これまでの変形誘起オメガ相の解析は、定性的なものに留まっており、同相の格子定数、体積分率、変形誘起応力などの詳細な相変態挙動に関しては、未だ未明な点が残されている。そこで、本研究では、弾性率可変型チタン合金における変形誘起オメガ相変態挙動を明らかにすることを最終目的として、放射光 X 線回折法による解析を実施することとした。

実験：

試料には、圧延加工により変形誘起オメガ相変態が生じることが明らかにされている、当研究グループにより開発された Ti-12Cr [1, 2] を用いた。Ti-12Cr 熱間鍛造丸棒をセンタレス加工し、直径 7mm の丸棒とした。その後、一部の丸棒には 1003K で 3.6ks の溶体化処理を施し(ST)、別の丸棒には室温で冷間圧延を施した後(CR)、前述と同様の溶体化処理を施した(CRST)。

これらの試料について、BL19B2 に常設されている RIGAKU 製大型デバイシェラカメラを用いて X 線回折スペクトルを測定した。試料の形状を 10 mm×3 mm×0.3 mm とし、入射 X 線の形状を 3 mm×0.1 mm とした。放射光のエネルギーを 30 keV(波長 0.041333 nm)とし、測定時間を各試料につき 5 分間とした。

結果および考察：

光学顕微鏡による組織観察の結果、ST は数十マイクロメートルの等軸粒からなるが、CR は圧延により加工組織が形成され、CRST は圧延後の溶体化により再結晶が生じ、ST よりもわずかに微小な等軸粒からなることがわかった。各試料のビッカース硬さを測定した結果、ST と CRST は約 300Hv であったのに対し、CR は約 350Hv と硬度が上昇することがわかった。図 1 に ST、CR および CRST の放射光 X 線回折プロファイルを示す。放射光 X 線回折法では、汎用の X 線回折法では検出されなかったオメガ相のピークが明瞭に検出される。すなわち、ST および CRST に比べて、CR ではオメガ相のピークが明瞭に認められる。このオメガ相は、圧延により形成されたことから、変形誘起オメガ相であると考えられる。したがって、CR のビッカース硬さが ST および CRST に比べて高かった原因として、加工硬化に加えて、変形誘起オメガ相の形成が寄与していると考えられる。

今後の課題：

今回得られた放射光 X 線回折プロファイルから、放射光 X 線回折は変形誘起オメガ相の検出に有効であることが明らかとなった。しかし、オメガ相のピークがベータ相のピークに近く、ピーク分離をすることが困難であったため、各相の格子定数の決定などの解析が困難であった。次回の測定では、オメガ相とベータ相のピーク分離ができるように放射光の波長を変更するなど測定条件を最適化して行うこととしたい。さらに、合金組成や加工率を変化させた試料を作製し、変形誘起オメガ相の格子定数や変形誘起応力などの解析も試みたいと考えている。

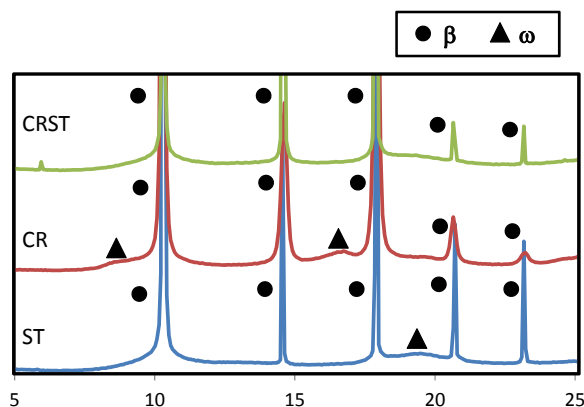


図 1. ST、CR および CRST の放射光 X 線回折プロファイル

参考文献：

- [1] M. Nakai, et al., *Mater. Lett.* **65**, 688 (2011).
- [2] X.F. Zhao, et al., *Acta Biomater.* **8**, 2392 (2012).
- [3] X.F. Zhao, et al., *Acta Biomater.* **8**, 1990 (2012).
- [4] X.L. Zhao, et al., *Acta Biomater.* **7**, 3230 (2011).