

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 6 月 7 日現在

機関番号：34419

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2015～2016

課題番号：15K13825

研究課題名(和文)局所変形付与による弾性率自己調整金属製インプラントの高効率強化原理の開拓

研究課題名(英文)High effective strengthening of metallic implants made of metals with self-tunable elastic modulus by partial deformation

研究代表者

仲井 正昭 (NAKAI, Masaaki)

近畿大学・理工学部・准教授

研究者番号：20431603

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,900,000円

研究成果の概要(和文)：弾性率自己調整金属は、変形前は低弾性率を示し、変形中に生じる相変態により弾性率と強度が上昇する。本研究では、同金属を用い、高強度が必要な部分だけ変形させることにより、低弾性率と高耐久性との両立を試みた。変形手段としてピーニング処理を用い、表面のみ変形させた結果、変形誘起相変態を起こさない金属の場合に比べて、大幅な耐久性の上昇が認められた。組織観察の結果、ピーニング処理後の試験片には、表面付近にのみ変形誘起相の形成が認められた。以上の結果から、弾性率自己調整金属では、適切な局所変形の付与により、弾性率を上昇させずに、耐久性を向上させることが可能であると考えられる。

研究成果の概要(英文)：The metals with self-tunable elastic modulus exhibit low elastic moduli before deformation, and their elastic moduli increase during deformation by deformation-induced phase transformation. In this study, we tried to achieve both low elastic modulus and high durability using these metals deformed partially at the position where high strength is required. In order to deform only at the surface of the metals, peening treatment was employed. As the results, the durability of the metals was increased significantly by the peening treatment in comparison with that of the other metals without deformation-induced phase transformation. According to the microstructure observation, deformation-induced phase was observed only near the surface of the specimens after the peening treatment. Therefore, it is possible to increase the durability without increase in elastic modulus by partial deformation for these metals.

研究分野：材料工学

キーワード：生体材料 チタン合金 変形誘起相変態 オメガ相 疲労特性 表面硬化処理

### 1. 研究開始当初の背景

生体用金属材料の分野において近年精力的に開発が進められてきた骨類似低弾性率金属は、骨に近い低弾性率を有することから、インプラント素材として用いることにより、既存の金属製インプラントに比べて低侵襲性を期待することができる。しかし、低弾性率と高耐久性とは、一般的にトレードオフの関係にあり、耐久性の低さが骨類似低弾性率金属の実用化の妨げとなっている。一方、研究代表者らにより開発された弾性率自己調整金属は、力学的負荷のない状態では低弾性率を示し、力学的負荷が加わると、変形誘起相変態による内部構造変化により、弾性率と強度が上昇する。したがって、弾性率自己調整金属では、力学的負荷の与え方を工夫することにより、高強度が必要な部分だけを効率的に強化することができると考えられる。そこで、本研究では、弾性率自己調整金属に部分的な力学的負荷を与え、局所的強化による低弾性率と高耐久性との両立の可能性について検討することとした。

### 2. 研究の目的

骨類似低弾性率金属製インプラントの耐久性試験を行うと、多くの場合、その表面から破壊が発生することが明らかにされている。したがって、耐久性の改善には、表面の局所的強化が効果的であると考えられる。そこで、本研究では、弾性率自己調整金属と骨類似低弾性率金属（両者はともに型チタン合金）に対して、表面にだけ変形を与えるためピーニング処理を施し、各合金の耐久性に及ぼす同処理の効果と比較することにより、低弾性率と高耐久性との両立を目指した局所的強化の有効性を明らかにすることを目的とした。

### 3. 研究の方法

本研究では、ピーニング処理方法として、キャビテーションピーニングを採用した。キャビテーション噴流により、キャビテーションを制御あるいは強化して発生させ、キャビテーション気泡の崩壊衝撃力を利用して材料表面にピーニング効果を付与する処理方法である。キャビテーションピーニングは、ショット材として水を使用するため、ショット・ピーニングと比べて、被処理材へのショット材に由来する元素の侵入がないクリーンな表面硬化処理法であり、医療器具への適用に適していると考えられる。

材料には、代表的な弾性率自己調整金属と骨類似低弾性率金属として、それぞれ Ti-12Cr (TiCr) および Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr (TNTZ) を選択した。レピテーション溶解にて両合金インゴットを溶製し、熱間加工により直径 9 mm の丸棒とした。その後、それぞれの トランザスより 50 K 高い温度で保持後水冷の溶体化処理を施した。機械加工により表面酸化膜を除去し、脊椎固定器具のロッド

形状とした。脊椎固定器具では、ロッドとスクリューをプラグで連結する。この連結部は破壊が生じやすい部分となる。そこで、TNTZ ロッドおよび TiCr ロッドに対して、プラグとの連結部付近にキャビテーションピーニングを施した (TNTZ-CP および TiCr-CP)。キャビテーションピーニングによるロッド内部の組織変化を明らかにするため、TNTZ-CP ロッドおよび TiCr-CP ロッドの微細組織を透過型電子顕微鏡 (TEM) にて観察した。また、キャビテーションピーニングの効果を評価するため、TNTZ、TNTZ-CP、TiCr、TiCr-CP および Ti-6Al-4V ELI (Ti64) の各種ロッドを用いて Ti64 製スクリューおよびプラグと組み合わせた脊椎固定器具を試作し、ASTM F1717 に準拠した耐久性 (圧縮曲げ疲労) 試験を室温の大気中にて実施した。

### 4. 研究成果

図 1 に TNTZ-CP ロッドの最表面付近および表面から約 20 μm 付近における TEM 写真を示す。TNTZ-CP ロッドの最表面から数百 nm 以上の深さまで直径 100 nm 以下の結晶粒が認められる。一方、表面からの約 20 μm 付近では、ナノオーダーの直径の結晶粒は観察されない。したがって、同処理の衝撃力により最表面付近では、多量の転位が導入されナノ結晶化したと考えられる。図 2 に TiCr-CP ロッドの最表面付近および表面から約 20 μm 付近における TEM 写真を示す。TiCr-CP ロッドにおいては、ごく最表面のみにナノ結晶化した層が存在する。また、表面からの約 20 μm の領域には多量の相の存在が確認される。これは、キャビテーションピーニングによって変形誘起相変態が生じたためであると考えられる。

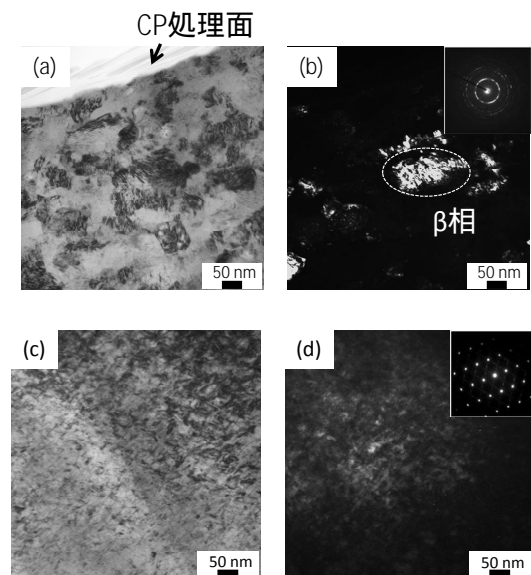


図 1 キャビテーションピーニングを施した TNTZ ロッドの TEM 観察結果: 最表面付近の (a) 明視野像と (b) 暗視野像および表面から約 20 μm 付近の (c) 明視野像と (d) 暗視野像

図 3 に各ロッドの耐久性試験結果を示す。TNTZ-CP ロッドを用いた脊椎固定器具は、TNTZ ロッドを用いた場合に比べて、低サイクル疲労寿命領域における耐久性に優位な差は認められない。これらの試験においては、キャビテーションピーニングによって強化されていないロッド中央部での破壊が多く観察されたことから、TNTZ 自体の材料強度が反映された結果であると考えられる。高サイクル疲労寿命領域においては、TNTZ-CP ロッドを用いた脊椎固定器具の耐久性は、TNTZ ロッドを用いたそれより若干高い。これは、キャビテーションピーニングによって表面がナノ結晶化することにより耐久性が改善されたと考えられる。

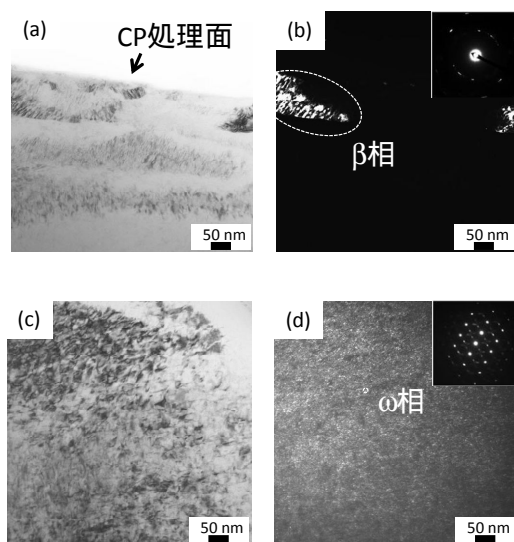


図 2 キャビテーションピーニングを施した TiCr ロッドの TEM 観察結果: 最表面付近の (a) 明視野像と (b) 暗視野像および表面から約 20  $\mu\text{m}$  付近の (c) 明視野像と (d) 暗視野像

一方、TiCr-CP ロッドを用いた脊椎固定器具の低サイクル疲労寿命領域における耐久性は、TiCr ロッドを用いた脊椎固定器具のそれより著しく高い。TiCr ロッドを用いた場合、低サイクル疲労寿命領域においてもロッドとプラグとの連結部における破壊が確認された。したがって、TiCr ロッドと TiCr-CP ロッドの耐久性の差は、連結部の壊れやすさ (フレット疲労特性) を反映した結果であると考えられる。高サイクル疲労寿命領域においても、TiCr-CP ロッドを用いた脊椎固定器具の耐久性は、TiCr ロッドを用いたそれより著しく高い。すなわち、TiCr に対するキャビテーションピーニングの耐久性改善効果は、TNTZ に対するそれよりも大きいといえる。これは、キャビテーションピーニングによってロッド表面に形成した変形誘起相が、フレット疲労特性の改善に有効

であることを示唆している。

この TiCr-CP ロッドを用いた脊椎固定器具の耐久性は、従来製品である Ti64 ロッドのそれよりも高く、さらに変形誘起相の形成領域は極表面付近のみであることからロッドとしての弾性率も低く抑えられる。このように、素材として弾性率自己調整金属を用い、適切な方法により高強度が必要な部分だけを局所的に変形させれば、低侵襲かつ機械的安全性の高い金属製医療器具の開発が可能になると考えられる。

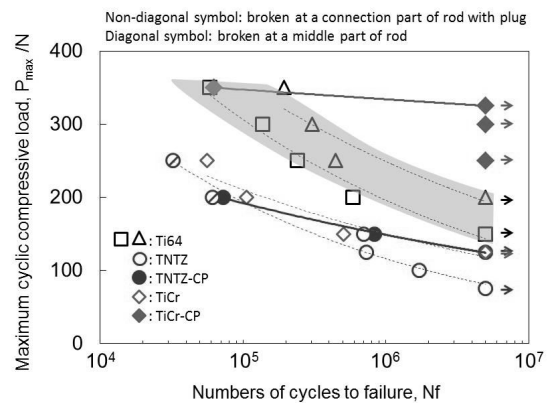


図 3 各種ロッドを用いた脊椎固定器具の耐久性試験結果

## 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 6 件)

M. Niinomi, Y. Liu, M. Nakai, H.H. Liu and H. Li, Biomedical titanium alloys with Young's moduli close to that of cortical bone, Regenerative Biomaterials, 査読有, Vol. 3, No. 3, 2016, pp. 173-185, DOI: 10.1093/rb/rbw016

織部一弥, 長谷川和宏, 北原恒, 田村貴志, 成田健吾, 山中茂, 仲井正昭, 高久田和夫, 新家光雄, 脊椎固定デバイスの設計・製造プロセスの現状・課題・展望, までりあ, 査読有, Vol. 55, No. 4, 2016, pp. 142-146, DOI: 10.2320/materia.55.142

〔学会発表〕(計 11 件)

仲井正昭, 生体内環境での使用を想定した新たな金属材料の開発, はりま産学交流会 11 月創造例会, 2016 年 11 月 18 日, 姫路商工会議所 (兵庫県姫路市)

M. Nakai, M. Niinomi, H.H. Liu, K. Narita, O. Takakuwa and H. Soyama,

High fatigue strength of Ti-12Cr rod as spinal fixation devices, THERMEC'2016, 2016年5月29日-6月3日, Graz, Austria

仲井正昭, 新家光雄, 弾性率可変型チタン合金の開発, 第42回日本臨床バイオメカニクス学会, 2015年11月13-14日, ソラシティカンファレンスセンター(東京都千代田区)

仲井正昭, 新家光雄, 劉恢弘, 成田健吾, 祖山均, 高桑脩, 高耐久性弾性率可変型チタン合金製脊椎固定器具の開発, 第37回日本バイオマテリアル学会大会, 2015年11月9-10日, 京都テルサ(京都府京都市)

仲井正昭, 新たな生体用チタン合金の開発と脊椎固定器具への応用, チタノミックス研究会平成27年度講演会, 2015年6月12日, 豊橋商工会議所(愛知県豊橋市)

仲井正昭, 新家光雄, 成田健吾, 脊椎固定器具用チタン合金の開発とその実用化に向けて, 日本材料学会・疲労部門委員会および生体医療材料部門委員会合同公開委員会, 2015年5月22日, 山形大学(山形県米沢市)

〔図書〕(計0件)

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

仲井 正昭 (NAKAI, Masaaki)  
近畿大学・理工学部・准教授  
研究者番号: 20431603

### (2) 研究分担者

### (3) 連携研究者

祖山 均 (SOYAMA, Hitoshi)  
東北大学・大学院工学研究科・教授  
研究者番号: 90211995

石本 卓也 (ISHIMOTO, Takuya)  
大阪大学・大学院工学研究科・准教授  
研究者番号: 50508835

1

### (4) 研究協力者

成田 健吾 (NARITA, Kengo)  
(平成27年度は研究分担者)