

大気中および擬似生体内環境中における新生体用 β 型チタン合金のフレッティング疲労特性

新家 光雄*・赤堀 俊和*・藪中 智也*²・福井 壽男*³・鈴木 昭弘*⁴

Fretting Fatigue Characteristics of New Biomedical β -type Titanium Alloy
in Air and Simulated Body Environment

Mitsuo NIINOMI, Toshikazu AKAHORI, Tomoya YABUNAKA, Hisao FUKUI and Akihiro SUZUKI

Synopsis : In general, fretting fatigue may occur in the artificial hip joint and bone cement as a result of the cyclic loading and fretting between these parts. Fretting decreases dynamic durability and produces wear debris, etc. These can cause various effects on the human body and therefore, it is necessary to know the fretting fatigue characteristics of biomaterials *in vivo* in order to avoid these effects. In this study, plain fatigue and fretting fatigue tests were carried out in air and *in vivo* environment, that is, in Ringer's solution on Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr, which has been developed recently for biomedical materials, and also on conventional biomedical material, Ti-15Mo-5Zr-3Al.

In both low cycle fatigue and high cycle fatigue life regions, fretting fatigue strength of Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr and Ti-15Mo-5Zr-3Al subjected to various heat treatments decreases remarkably as compared with their plain fatigue strength. In this case, the decreasing ratio of fatigue life by fretting increases with increasing the crack growth area, which is caused by the tangential force at the contact plane of pad. In fretting fatigue in air, degree of damage by fretting, which is indicated by P_f/F_f where P_f and F_f are the plain fatigue limit and fretting fatigue limit, respectively, increases with increasing elastic modulus and hardness. In fretting fatigue *in vivo* environment, passive film on specimen surface is destroyed by fretting action even in Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr, which has excellent corrosion resistance, and, as a result, corrosion pits that lead to decreasing fretting fatigue strength especially in high cycle fatigue life region, are formed on its surface.

Key words: β -type titanium alloy; elastic modulus; plain fatigue; fretting fatigue; Ringer's solution.

1. 緒言

通常、人は1日に約 1Hz で数千歩歩行するとされ¹⁾、生体内に埋め込まれた人工股関節、人工膝関節および骨プレート等には歩行周期に対応する繰返し荷重が加わることが考えられる。人工股関節の場合、その支持荷重は体重の数倍に達すると言われており、いくつかの疲労破壊例が報告されている²⁾。

一般に、人工股関節と固定用骨セメント材および骨プレートと骨ねじなどのように繰返し荷重が負荷される部材に接触箇所がある場合、フレッティング疲労を生じる可能性が高いと考えられる。金属材料の場合、大気中でのフレッティングを伴う疲労強度は、通常の疲労強度と比較して著しく低下し、高サイクル疲労寿命領域においては疲労強度が半減することが知られている³⁾。

また、生体内は金属材料にとって厳しい腐食環境であることに加えて、体液の溶存酸素量が大气中のおよそ1/4と低い⁴⁾ ことにより、フレッティングにより破壊された不動態皮膜の再形成は、著しく困難であると考えられる。そのため、耐食性に優れた金属材料においても、生体内でフレッティングが生じる個所では、腐食を起こす可能性が考えられる。したがって、生体内でのフレッティングは、力

学的耐久性の低下を促進するだけでなく、摩耗粉および金属イオンなどの腐食溶出物など種々の異物を生体内へ排出させる。生体内へ溶出した金属イオンは体液中を浮遊し、生体分子と結合することにより毒性を発現する。また、摩耗粉は、マクロファージによる貪食(免疫反応)あるいはそれらからの金属イオンの溶出により、生体に対する毒性を発現させるだけでなく、人工関節等の摺動部において研磨材として作用し、バイオマテリアルの力学的耐久性を著しく低下させる⁵⁾。特に、チタン合金では、フレッティングによる摩耗粉として硬度の高い Ti_2O_3 が形成され、フレッティングによる損傷を高めることが予想される⁶⁾。このようにフレッティングが、生体内でのバイオマテリアルの力学的耐久性の低下を促進し、硬組織代替器具破損の主因になると考えられる。

以上のことから、バイオマテリアルに金属材料、特にチタン合金を使用する場合、そのフレッティング疲労特性を把握しておくことは極めて重要であると考えられる。

本研究では、著者らが硬組織代替器具構成材料として研究・開発を進めている生体用 β 型 Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金⁷⁻⁹⁾ について、擬似生体内環境中および大気中におけるフレッティング疲労特性を評価し、フレッティング疲労破壊メカニズムの解析を試みた。

平成14年4月16日受付 平成14年6月21日受理 (Received on Apr. 16, 2002; Accepted on June 21, 2002)

* 豊橋技術科学大学 (Toyohashi University of Technology, 1-1 Hibiyaoka Tempaku-cho Toyohashi 441-8580)

*2 豊橋技術科学大学大学院生 (現:住友電気工業(株)) (Graduate Student, Toyohashi University of Technology, now Sumitomo Electric Industries, Ltd.)

*3 愛知学院大学歯学部 (School of Dentistry, Aichi-Gakuin University)

*4 大同特殊鋼(株)技術開発研究所 (R&D Laboratory, Daido Steel Co., Ltd.)

Table 1. Chemical compositions of Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr and Ti-15Mo-5Zr-3Al used in this study.

		(mass %)										
		Ti	Nb	Ta	Zr	Mo	Al	O	Fe	C	N	H
Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr (ϕ 11mm)	Bal.	28.9	12.5	4.2	—	—	0.08	0.05	0.04	0.04	—	—
Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr (ϕ 12mm)	Bal.	31.5	11.6	4.7	—	<0.02	0.14	0.03	0.02	0.03	0.006	—
Ti-15Mo-5Zr-3Al (ϕ 17mm)	Bal.	—	—	4.95	15.29	2.98	0.14	0.03	—	0.009	0.0076	—

2. 実験方法

2.1 供試材

供試材として、著者らが研究・開発を進めている Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金 (直径 ϕ 11 mm および ϕ 12 mm) の熱間鍛造丸棒材および比較材として既存の生体用 β 型チタン合金である Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金 (直径 ϕ 17 mm) の熱間圧延丸棒材を用いた。

各合金の化学組成を Table 1 に示す。

2.2 熱処理

Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金では、 β トランザス直上の 1063K で 3.6 ks 保持後水冷の溶体化処理あるいは溶体化処理後、723K で 172.8 ks 保持後水冷の時効処理を施した (以後、それぞれ ST 材および STA 材と記す)。比較材としての同 β 型チタン合金である Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金では、すでに 1008K にて 3.6 ks の焼鈍処理を施された受け入れまま材を使用した。

2.3 ミクロ組織観察および X 線回折

各熱処理合金丸棒材について、走査型電子顕微鏡 (SEM) および X 線回折装置によるミクロ組織観察および構成相の同定を行った。ミクロ組織観察用には、厚さ 5 mm の試料を各熱処理合金丸棒材から切り出し、これに #1500 までのエメリー紙による湿式研磨および二酸化シリコン溶液を用いたバフ研磨により鏡面仕上げを施し腐食を行い用いた。その場合、腐食液には、5% 弗酸溶液 ($H_2O:HF=95:5$) を用いた。

X 線回折は、ミクロ組織観察試料を用い、X 線管球に $CuK\alpha$ を用い、管電圧 40 kV および管電流 30 mA にて行った。なお、走査範囲を $30\sim 60^\circ$ とし、走査速度は $1.0^\circ/\text{min}$ とした。

2.4 弾性率測定

各熱処理を施した Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金および Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金について、自由共振式弾性率測定装置による弾性率の測定を行った。弾性率の測定は、各合金丸棒材から長さ 5 cm、 ϕ 5 mm になるよう機械加工した試験片を用い、室温の大気中で行った。また、各試験片について 3 回の測定を行い、その平均値を試験片の弾性率とした。

2.5 引張試験

各熱処理合金丸棒材より、ASTM E8¹⁰⁾ に準拠した丸棒引張試験片 (Fig. 1(a): 直径 ϕ 10 mm, 標点間距離 20 mm) を機械加工により作製し、標点間部には #1500 までのエメリー紙による湿式研磨を施した。

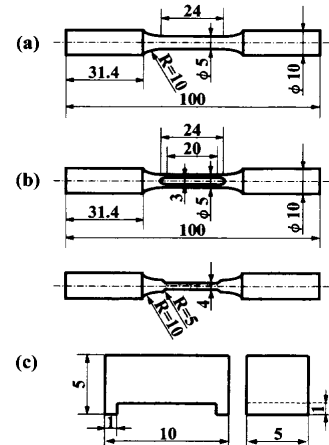


Fig. 1. Schematic drawings of (a) tensile and plain fatigue specimens, (b) fretting fatigue specimen and (c) fretting pad in mm.

引張試験は、この試験片につき容量 98 kN のインストロン型試験機を用いて、クロスヘッド速度 8.33×10^{-6} m/s にて室温 (295K) の大気中で行った。歪の検出は試験片標点間に貼り付けた歪ゲージを用いて測定した。

2.6 通常疲労試験

通常疲労試験片についても各熱処理合金丸棒材より、上述の引張試験片と同形状の試験片を機械加工により作製し、標点間部には #1500 までのエメリー紙による湿式研磨後、二酸化シリコン溶液を用いてバフ研磨により鏡面仕上げを施した。

通常疲労試験は、この試験片につき容量 25 kN の 858 Mini Bionix 試験機を用いて、繰返し速度 10 Hz 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。疲労特性は、各熱処理合金丸棒材につき、低サイクル疲労寿命領域 (繰返し数が 10^5 サイクル以下) および高サイクル疲労寿命領域 (繰返し数が 10^5 サイクル以上) で、それぞれ数本ずつ破断させ、S-N 曲線を作製し評価した。なお、通常疲労試験にて、繰返し応力を 10^7 回以上かけても破断しない最大繰返し応力を疲労限 (通常疲労限) とした。

2.7 フレッシング疲労試験

フレッシング疲労試験片には、各熱処理合金丸棒材より引張試験片と同形状の試験片に幅 3 mm, 長さ 20 mm の平行部を機械加工により導入し、#1000 までのエメリー紙による湿式研磨を施した試験片 (Fig. 1(b)) を作製した。パッドには、フレッシング疲労試験片と同熱処理の同材料を用い、試験片との接触部 (1×5 mm) を #1000 までのエメリー紙による湿式研磨を施した (Fig. 1(c))。

フレッシング疲労試験は、通常疲労試験と同条件および同試験機を用いて行った。この際、パッドの接触面圧は 30 MPa ¹¹⁾ とし、油圧サーボアクチュエータを用いて荷重制御を行った。パッドと試験片との摩擦力は、パッド側面に貼付した歪ゲージおよび各合金における静的荷重校正曲線により算出した。

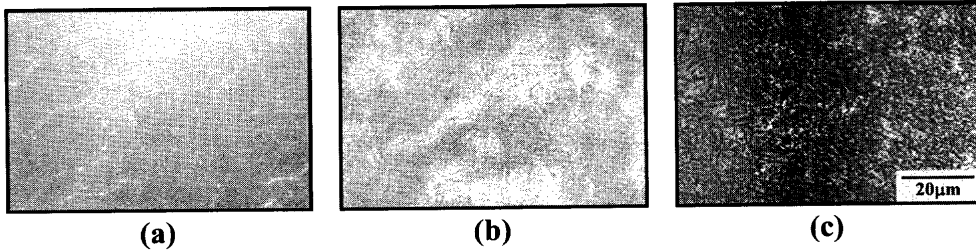


Fig. 2. SEM micrographs of (a) Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr conducted with solution treatment, (b) Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr conducted with aging after solution treatment and (c) Ti-15Mo-5Zr-3Al conducted with annealing.

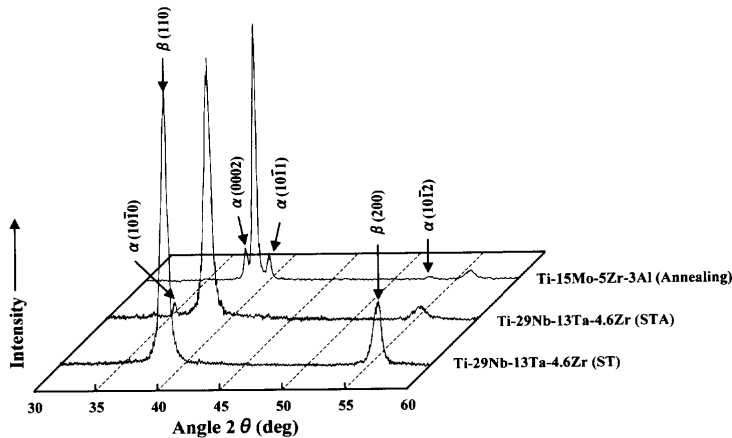


Fig. 3. X-ray diffraction patterns of Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr conducted with solution treatment (ST), Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr conducted with aging after solution treatment (STA) and Ti-15Mo-5Zr-3Al conducted with annealing.

また、生体内で使用する場合の影響を調査するために、擬似生体内環境である 310K に保持したリンゲル溶液中においてもその試験を行った。この場合、リンゲル溶液は N₂ ガスでバブリングし、溶存酸素量を低下させた¹²⁾。

なお、フレッティング疲労試験においても、通常疲労試験と同様に、繰返し応力を 10⁷ 回以上かけても破断しない応力を疲労限（フレッティング疲労限）とした。

3. 実験結果および考察

3.1 ミクロ組織

各熱処理を施した Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金および Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金のミクロ組織の SEM 写真を Fig. 2 に示す。Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の ST 材のミクロ組織では、粒内および粒界ともに析出物は観察されず、β 単相となっていることがわかる (Fig. 2(a))。また、平均 β 粒直径は、約 23 μm であった。Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の STA 材のミクロ組織では、β 粒内に ω 相あるいは α 相が析出していると考えられるが、SEM によるそれらの確認は困難であった (Fig. 2(b))。

比較材である Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金のミクロ組織では、析出相の平均粒直径は数 μm であり、Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金のそれと比較して、非常に微細なミクロ組織を呈している (Fig. 2(c))。

ミクロ組織観察において、Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の STA 材および Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金では析出相の同定が困難であったため、X線回折による析出相の同定を行った (Fig. 3)。Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の ST 材では β 単相 (bcc 構造) のピークのみであるが、STA 材ではそのピークに加え、α 相 (hcp 構造) のピークが認められる。これは時効

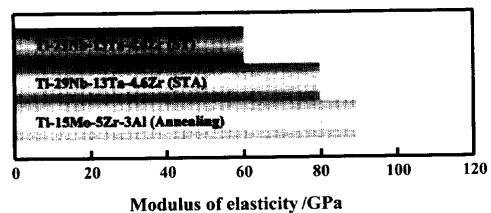


Fig. 4. Comparison of elastic moduli of Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr conducted with solution treatment (ST), Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr conducted with aging after solution treatment (STA) and Ti-15Mo-5Zr-3Al conducted with annealing.

時に析出した微細 α 相と考えられる。本研究の溶体化時効条件では、脆化相である ω 相のピークは確認されなかった。比較材である Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金についても、Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の STA 材と同様に、母相である β 相および析出相である α 相のピークが認められる。これは、製造過程における熱間圧延後の焼鈍処理の過程で析出した α 相と考えられる。

3.2 弾性率

各熱処理を施した Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金および Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金の弾性率を Fig. 4 に示す。Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の ST 材および STA 材の弾性率は、それぞれ 65 GPa および 79 GPa である。Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の ST 材の弾性率は、Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金のそれ (88 GPa) と比較して、かなり低い値を有し、時効処理を施してもより低い値を示している。また、両合金の弾性率とも、既存の生体用金属材料である SUS 316L ステンレス鋼および Co-Cr 合金の弾性率¹³⁾ と比較すると、1/2 以下である。しかし、骨の弾性率は、いちばん硬い緻密質においても約 28 GPa であり、Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の ST 材のそれと比較しても約 1/2 であることから、Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合

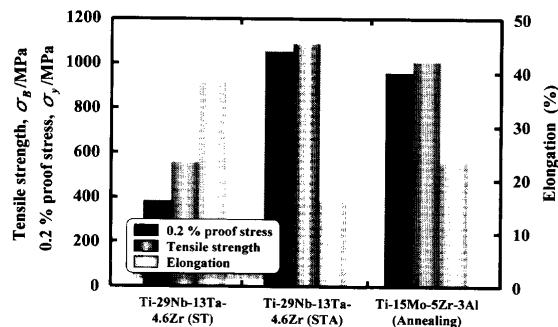


Fig. 5. Mechanical properties of Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr conducted with solution treatment (ST), Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr conducted with aging after solution treatment (STA) and Ti-15Mo-5Zr-3Al conducted with annealing.

金の弾性率は、骨のそれと比較すると依然として大きいと言える。しかし、Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の ST 材は、現在報告されている金属系生体材料の最も低い弾性率領域にある弾性率を示すと言え、力学的生体適合性に優れると予測される。なお、Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の ST 材と同等の弾性率を有する同合金の冷間加工材を家兔の脛骨へ埋入した場合、その骨融合性は、比較材である Ti-6Al-4V ELI 合金（弾性率：108 GPa）およびステンレス鋼（弾性率：161 GPa）のそれと比較して良好であり、骨吸収等は発生しないと報告されており¹⁴⁾、このことを支持している。

3.3 引張特性

各熱処理を施した Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金および Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金における引張特性を Fig. 5 に示す。Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の ST 材の引張強さは約 550 MPa であり、Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金のそれ（約 1020 MPa）の 1/2 程度である。しかし、Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の STA 材の引張強さは、ST 材のそれの約 2 倍（約 1100 MPa）であり、比較材である Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金のそれより優れている。

伸びは、Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の ST 材および STA 材で、それぞれ約 29% および約 15% である。したがって、Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金では時効処理を施した場合、その伸びは、ST 材のそれに対して約 1/2 に低下するが、強度および伸びのバランスから判断すると現在最も多用されている生体用チタン合金である Ti-6Al-4V ELI のそれに¹⁵⁾ 匹敵し、実用上有望である。また、比較材である Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金の伸びは、約 21% と比較的高い値を示している。

低弾性率を有し、良好な引張特性を有する Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の STA 材は、硬組織代替材料として有望であると考えられる。しかし、弾性率を考慮した場合、STA 材でも ST 材のそれと同程度の弾性率であることが硬組織代替材料として、より望まれると考えられる。したがって、時効条件を制御し、ST 材と同程度の低弾性率で上記強度・延性バランスとすることが生体骨融合性を考慮した場合、必要であると考えられる。このことは、今後の課題である。

3.4 大気中における通常およびフレット疲労強度

各熱処理を施した Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金および Ti-

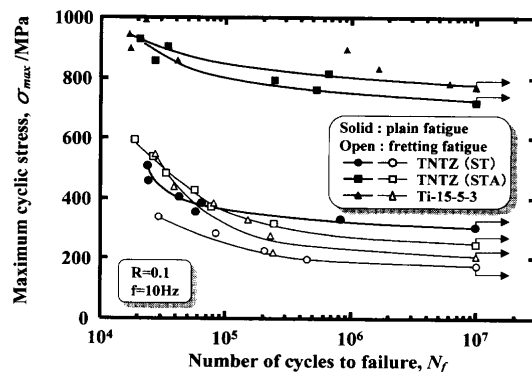


Fig. 6. S-N curves of Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr (TNTZ) conducted with solution treatment (ST), Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr (TNTZ) conducted with aging after solution treatment (STA) and Ti-15Mo-5Zr-3Al (Ti-15-5-3) conducted with annealing obtained from plain fatigue and fretting fatigue tests in air.

15Mo-5Zr-3Al 合金の大気中での通常およびフレット疲労試験で得られた S-N 曲線を Fig. 6 に示す。

Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の ST 材および STA 材の通常疲労限は、それぞれ約 330 MPa および約 700 MPa であり、引張強さと同様に、Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金では時効処理を施すことで、その値は 2 倍程度向上する。これに対し、Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金の通常疲労限は、約 780 MPa と最も高い値となっている。これは、上述したように Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金のマイクロ組織が Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金のそれと比較して非常に均一で微細であるため、疲労き裂の発生および微小疲労き裂伝播抵抗が高くなったためと考えられる。

すべての合金において、フレット疲労強度は、通常疲労強度と比較して、低サイクルおよび高サイクル疲労寿命領域ともに著しく低下する傾向を示している。Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の ST 材のフレット疲労強度は、約 190 MPa であり、その通常疲労限より約 42%（約 140 MPa）減少している。また、破断サイクル 2×10^4 付近では、Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金と Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の ST 材とのフレット疲労強度差は、約 200 MPa であるが、フレット疲労限付近ではその差が約 20 MPa と著しく小さくなる。また、Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金の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通常疲労強度は各熱処理を施した Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金と比べ最も高くなっていたが、そのフレット疲労限は Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の STA 材のそれ（約 285 MPa）より約 75 MPa 低い。このように、供試材が異なる場合、フレット疲労強度と、通常疲労強度との相関性は、低いと考えられる。

3.5 大気中におけるフレット疲労破面

代表例として Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の STA 材の低サイクルおよび高サイクル疲労寿命領域におけるフレット疲労き裂発生サイト近傍の破面を Fig. 7 に示す。低サイクルおよび高サイクル疲労寿命領域ともに、すべての合金において、疲労き裂の発生点および伝播挙動が明瞭に確

認された。しかし、疲労き裂が1箇所の起点部より発生し、放射状に伝播した通常疲労の場合と異なり、フレットング疲労では、試験片とパッドとの接触面近傍から、軸荷重、パッド接触面圧およびその接触面に作用する接線力の合力の方向に角度を有するフレットング疲労き裂が多数発生する。フレットング作用下の疲労き裂内には、フレットングにより排出された摩耗粉が入り込み、表面近傍(幅および深さが各々数百μmの範囲)まで成長した後、通常疲労と同様なき裂進展挙動を示す。すべての合金において、低サイクル疲労寿命領域では、フレットング作用下の疲労き裂成長範囲の幅および深さが高サイクル疲労寿命領域のそれらに比べて大きくなる傾向を示していた。また、低サイクル疲労寿命領域での、その疲労き裂成長範囲の深さは、フレットングにより著しく疲労強度が低下したTi-15Mo-5Zr-3Al合金(約82μm)で、Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr合金のST材およびSTA材(それぞれ約34μmおよび約71μm)と比較して最も大きくなる傾向を示した。この結果、フレットング作用下の疲労き裂成長範囲の深さが大きいほどフレットング疲労強度が低下すると考えられる。

Fig. 8に、フレットング疲労試験におけるフレットング疲労き裂の発生および伝播過程の模式図を示す。フレットング疲労き裂は、摩擦せん断応力がパッド接触面上で局部的に応力集中する箇所で発生すると考えられる。したがって、フレットング損傷による疲労強度の減少は、局部応力集中によるき裂発生寿命の減少およびフレットングによる初期のき裂伝播の加速によると考えられる¹¹⁾。

3.6 大気中におけるフレットング面の形態

大気中での低サイクルおよび高サイクル疲労寿命領域におけるパッド接触面近傍のSEM写真をTi-29Nb-13Ta-4.6Zr合金ST材の場合を代表例としてFig. 9に示す。低サイクル疲労寿命領域におけるTi-29Nb-13Ta-4.6Zr合金のSTA材およびTi-15Mo-5Zr-3Al合金では、パッド接触面のすべり域で著しい摩耗損傷を受け、その摩耗粉がき裂内および試験片表面に堆積する傾向を示し、すべり域および固着域の境界付近よりフレットング疲労き裂が発生していた。これに対して、Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr合金のST材では、すべり域および固着域の境界が比較的不明瞭であり、フレットング疲労き裂は、パッドの端近傍から発生して

いた。一方、高サイクル疲労寿命領域では、すべての合金において、すべり域と固着域との境界が不明瞭となり、フレットングによる摩耗粉の形成量がより少なくなっていた。これは、最大繰返し応力に依存しており、その値が低くなるとともにパッドと試験片表面部のすべり域の相対変位量が低下することにより摩耗粉が減少するためと考えられる。

ここで、各熱処理を施したTi-29Nb-13Ta-4.6Zr合金およびTi-15Mo-5Zr-3Al合金でのフレットング損傷度(通常疲労限(Pf)とフレットング疲労限(Ff)の比)、

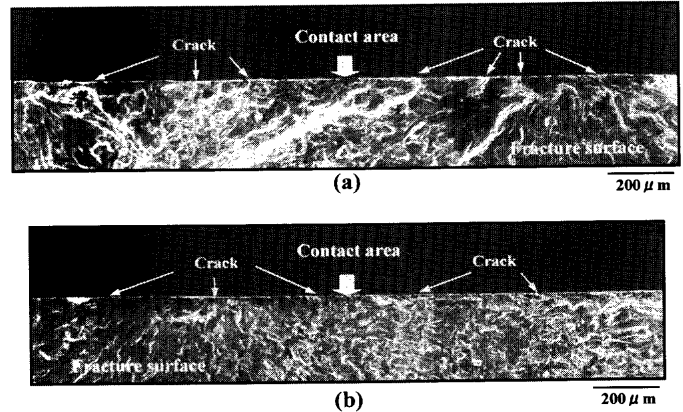


Fig. 7. SEM fractographs of crack initiation sites of Ti-15Mo-5Zr-3Al conducted with annealing after fretting fatigue tests in air (a) at $\sigma_{max}=455$ MPa (low cycle fatigue life region) and (b) at $\sigma_{max}=285$ MPa (high cycle fatigue life region).

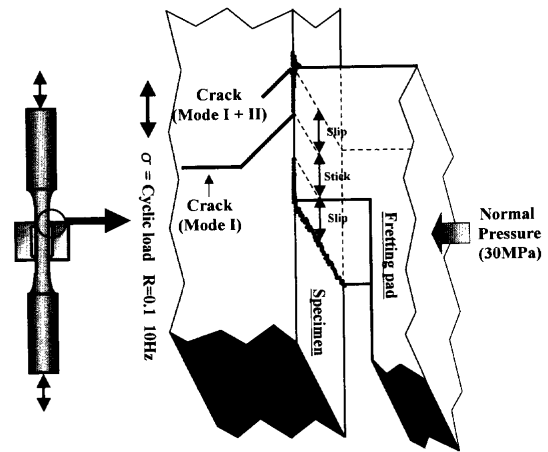


Fig. 8. Schematic drawing of crack initiation site in fretting fatigue test.

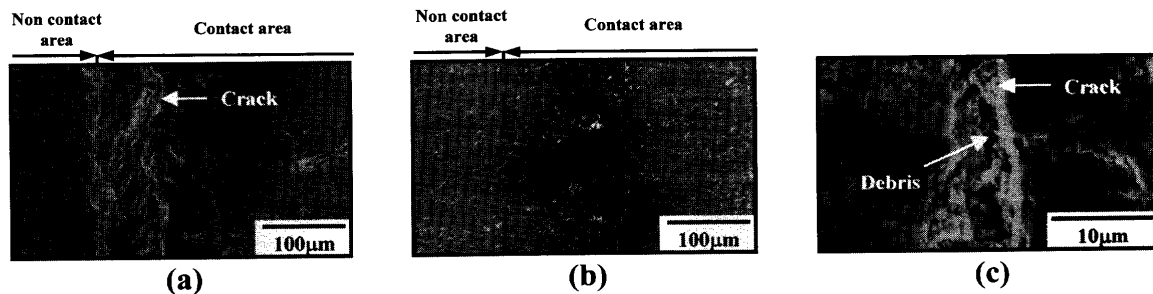


Fig. 9. SEM micrographs of fretted surfaces of Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr conducted with aging after solution treatment after fretting fatigue tests in air (a) at $\sigma_{max}=540$ MPa (low cycle fatigue life region), (b) at $\sigma_{max}=310$ MPa (high cycle fatigue life region) and (c) wear debris in the crack.

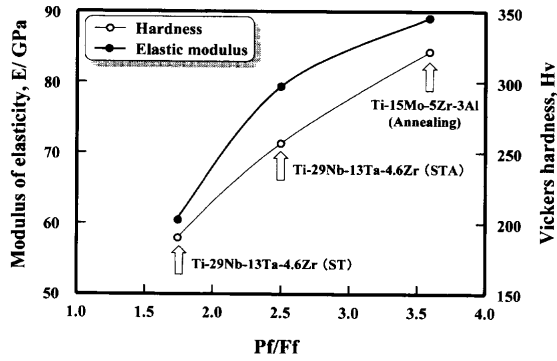


Fig. 10. Relationships between fretting damage ratio, Pf/Ff, and modulus of elasticity or Vickers hardness; Pf: plain fatigue limit and Ff: fretting fatigue limit.

Pf/Ff と弾性率あるいはビッカース硬さとの関係を Fig.10 に示す。この図により、フレットングによる損傷度は、弾性率および硬さが高くなるとともに増加する傾向を示している。低弾性率あるいは硬さの低い材料では、パッド接触面圧により、パッドが試験片に若干沈み込む現象が生じることが考えられる。通常、Fig. 8 に示したように、パッド接触部のすべり域と固着域との境界において応力が集中し、そこを起点としてフレットング疲労き裂が発生および成長する過程を示すが、パッドが試験片に沈み込むような現象が起こる場合、パッドの滑りが拘束されることで、すべりが小さくなり固着域の占める割合が多くなり、すべり域が存在しても僅かなため固着域とすべり域との境界が端に移動し、パッド接触部のすべり域と固着域との境界が不明瞭になると考えられる。その結果、応力の集中箇所が、通常のすべり域および固着域の境界からパッド接触部の端となることで、フレットング疲労き裂発生サイトが変化したと考えられる。また、その場合、フレットングにより生成する摩耗粉は、パッドが疲労試験片表面へ沈み込むことによりパッドエッジ部から掃けることが困難となり、Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の ST 材および STA 材のように疲労き裂内に入り込みやすくなると考えられる。一般に、疲労き裂内に摩耗粉が入り込むと、疲労き裂の成長過程において、その極初期では摩耗粉によって疲労き裂の進展が促進されるが、疲労き裂がある程度成長すると摩耗粉によるき裂閉鎖効果により、き裂先端に加わる負荷が減少することで、その進展を遅延させる¹⁶⁾。

以上のことから、大気中でのフレットング疲労は、材料の弾性率および硬さに大きく依存し、フレットング疲労き裂発生および伝播挙動が大きく変化することが考えられる。本研究での Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金のように、比較的低い弾性率および硬さを有する場合、フレットング疲労抵抗は増大すると考えられる。

3.7 フレットングおよび通常疲労強度に及ぼす擬似生体内環境の影響

Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の ST 材の擬似生体内環境 (N_2 ガスでバブリングしたリンゲル液) 中における通常および

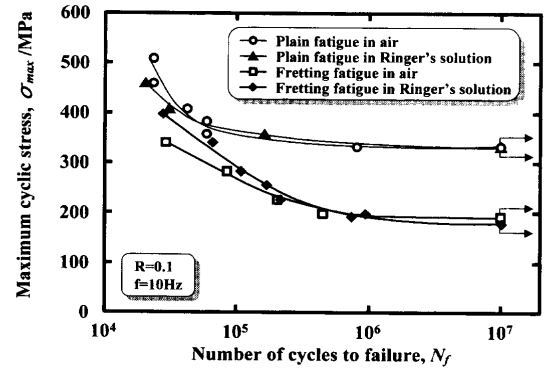


Fig. 11. S-N curves of Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr conducted with solution treatment obtained from plain fatigue and fretting fatigue tests in air and Ringer's solution.

フレットング疲労試験で得られた S-N 曲線を Fig.11 に示す。この図には、Fig. 6 で示した Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の ST 材の大気中での通常およびフレットング疲労試験で得られた S-N 曲線も併記してある。Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の ST 材のリンゲル液中での通常疲労強度は、低サイクルおよび高サイクル疲労寿命領域において、大気中のそれとほぼ同等であり、リンゲル液による顕著な影響を受けない。これは、Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金が優れた耐食性を有しており、リンゲル液中での疲労強度への腐食の影響がなかったためと考えられる。また、リンゲル液中での疲労破面も大気中のそれとほぼ同様の形態を示していた。この傾向は、PBS(-) 溶液中の純 Ti および Ti-6Al-4V 合金の場合と同様¹⁷⁾ であり、比較的厚い不動態皮膜を有するチタン材料の通常疲労強度は、腐食の影響を受けにくいと考えられる。

しかし、フレットング疲労強度には、環境の影響が現れ、低サイクルおよび高サイクル疲労寿命領域において異なる傾向を示している。Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の ST 材のリンゲル液中でのフレットング疲労強度は、大気中のそれと比較して、低サイクル疲労寿命領域では若干上昇し、高サイクル疲労寿命領域では若干低下する傾向を示している。

前節で述べたように、フレットング疲労では、試験片とパッドとの接触面近傍から数箇所にとり、軸荷重、パッド接触面圧およびその接触面に作用する接線力の合力の方向に角度をもってフレットング疲労き裂が発生し、ある程度成長した後、通常疲労と同様なき裂進展挙動を示すが、リンゲル液中でのパッドの接触面圧によって低サイクル疲労寿命領域で成長する疲労き裂成長範囲の幅および深さは、大気中のそれと比較して狭く、浅かった。また、一般的に、大気中と比較してリンゲル液のような腐食環境では、フレットング疲労強度が著しく低下することが報告されている¹⁸⁾。しかし、前述したように Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の ST 材の場合、リンゲル液中でのフレットング疲労強度が大気中のそれと比べて、高サイクル疲労寿命領域でこそやや低下傾向を示すが、低サイクル疲労寿命領

域においては、逆にやや上昇する傾向を示しており、フレッティング疲労強度の著しい低下傾向は示していない。

ここで、フレッティング部の摩擦力と最大繰返し応力との関係を Fig.12 に示す。比較的高い最大繰返し応力下では、リンゲル液中での摩擦力が大気中のそれと比較して1/3程度に低下することがわかる。この結果、Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の ST 材では、リンゲル液がフレッティング部における潤滑液として作用し、その摩擦力を低下させると考えられる。

リンゲル液中での低サイクル疲労寿命領域におけるパッド接触面近傍の SEM 写真を Fig.13 に示す。リンゲル液中では、大気中において観察されなかった多数の腐食ピットがフレッティング部において発生していることがわかる。また、その腐食ピットは、パッド接触面全域に生成する傾向を示していた。この場合、フレッティング部では、すべり域と固着域との境界が大気中のそれと比較してより不明瞭になり、その疲労き裂はパッドの端近傍から発生してい

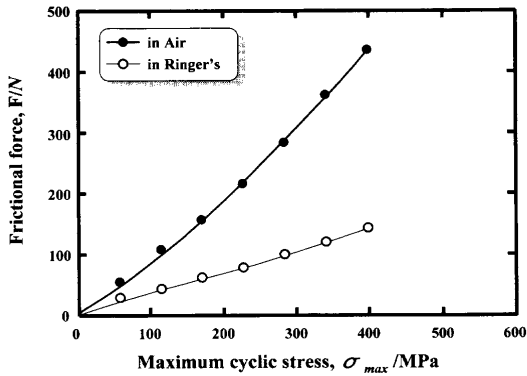


Fig. 12. Relationships between frictional force and maximum cyclic stress of Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr conducted with solution treatment in air and in Ringer's solution.

る。また、そのき裂内には、大気中と同様に多くの摩耗粉が観察される。

Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の ST 材の低サイクル疲労寿命領域での、大気中およびリンゲル液中におけるすべり域の表面形態を Fig.14 に示す。リンゲル液中におけるすべり域のフレッティングにより発生した摩耗粉はリンゲル液によって排除されるため、摩耗粉量は大気中のそれと比較して減少する傾向を示す。また、リンゲル液中におけるすべり域の平均表面粗さ ($Ra=459\text{nm}$) は、大気中のそれ ($Ra=181\text{nm}$) と比較して2.5倍程度大きくなる傾向を示している。これは、リンゲル液中でのすべり域では、摩耗粉が点在していることやピットが存在していることに原因していると考えられる。一般に、すべり域の表面粗さが大きくなると、すべり域と固着域との表面粗さの差により応力集中を生じ、き裂発生寿命を減少させる¹⁹⁾と考えられる。しかし、本研究でのリンゲル液中の場合では、固着域とすべり域との境界が不明瞭であるため、フレッティング疲労き裂はパッド端部から発生する傾向を示したと考えられる。したがって、低サイクル疲労寿命領域では、リンゲル液中

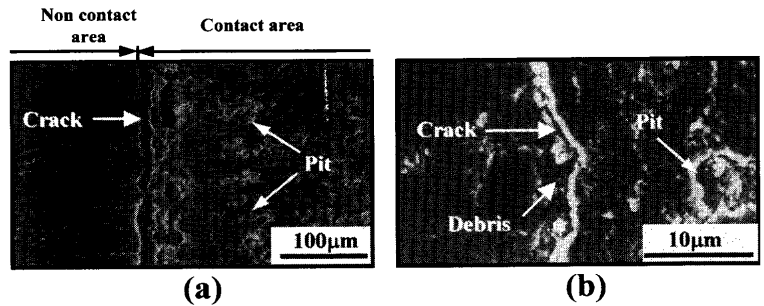


Fig. 13. SEM micrographs of Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr conducted with solution treatment after fretting fatigue tests in Ringer's solution at $\sigma_{max}=400\text{MPa}$ (low cycle fatigue life region) (a) contact area, and (b) wear debris in the crack.

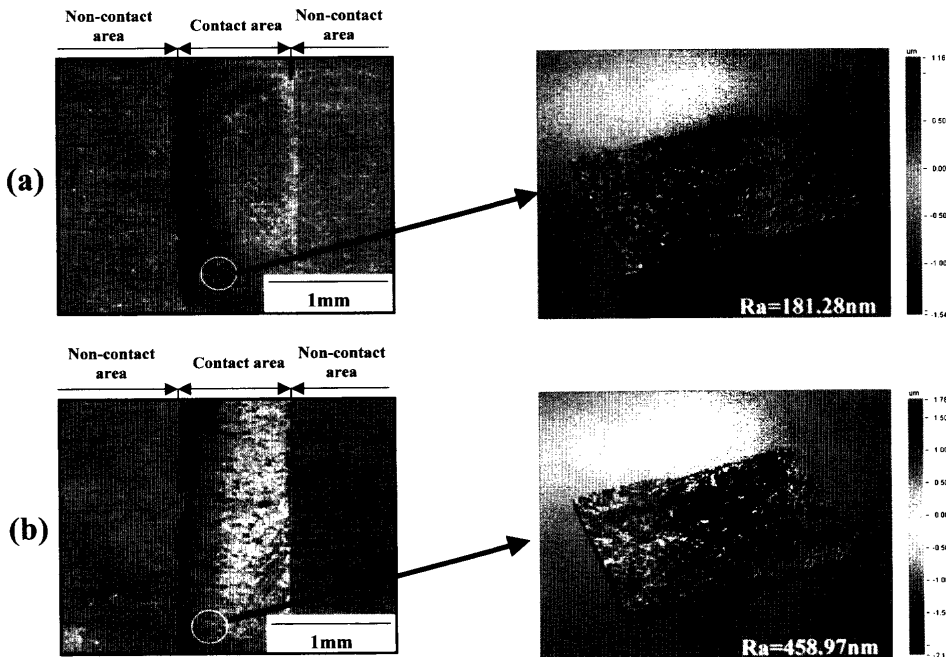


Fig. 14. Comparison of surface roughness, Ra , of each slip region on contact area of Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr conducted with solution treatment after fretting fatigue tests at $\sigma_{max}=340\text{MPa}$ (low cycle fatigue life region) in (a) air and (b) Ringer's solution.

においてはその潤滑作用がより寄与するため、フレット疲労強度が大気中のそれと比較してやや増加したと考えられる。

高サイクル疲労寿命領域では、固着域においては腐食ピットの生成は認められなかったが、すべり域では低サイクル疲労寿命領域の場合と同様に、いくつかの腐食ピットの生成が認められた。これは、パッド接触面において、その接触面圧により表面の不動態皮膜が破壊されることに起因しているためと考えられ、 N_2 のバブリングにより溶存酸素量を低下させているリングル液中では、不動態皮膜の再修復は困難であり、パッドの接触面では、常時、新生面が曝露されているためと考えられる。さらに、フレット疲労破断後のSEM写真からき裂発生部を調査した結果、腐食ピット近傍からき裂が発生したことが判明しており、腐食ピットの生成によりフレット疲労き裂発生サイトが低サイクル疲労寿命領域のそれと比較して、変化していることがわかる。その結果、フレット疲労では、使用する環境によって腐食が進行し、特に高サイクル疲労寿命領域において、フレット疲労強度の低下を導く。純TiおよびTi-6Al-4V合金の場合においても、高サイクル疲労寿命領域におけるフレット疲労強度は、PBS(-)溶液中では大気中のそれに比べ20~30%程度低下すると報告されている¹⁷⁾。その場合、引張強さが純Tiの2.5倍程度高いTi-6Al-4V合金のフレット疲労限は、純Tiのそれと比較的近い値となり、その強度が数10MPaとなると報告されている¹⁷⁾。このように、高サイクル疲労寿命領域では、腐食の影響により、フレット疲労き裂発生が加速されると考えられる。

以上のことから、Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr合金のST材のリングル液中での低サイクル疲労寿命領域におけるフレット疲労強度は、リングル液による潤滑作用にてパッド接触部の摩擦力が低下することにより、大気中のそれと比較して若干上昇する。これに対して、高サイクル疲労寿命領域では、き裂発生サイトがパッド接触部の端から接触面のピット生成部へ変化することにより、そのき裂発生抵抗が低下する。その結果、リングル液中での高サイクル疲労寿命領域におけるフレット疲労強度は、大気中のそれと比較してやや低下したと考えられる。

なお、Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr合金STA材についても同様に検討することが必要であり、今後進める予定である。

4. 結言

本研究では、無毒性元素で構成され、かつ低弾性率を有する新生体用 β 型Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr合金にST処理あるいはSTA処理を施し、既存の生体用Ti-15Mo-5Zr-3Al合金とともに大気中および擬似生体内環境中にて通常およびフレット疲労試験を実施し、そのフレット疲労特性を調査・検討した。その結果、以下の結論を得た。

(1) 各熱処理を施したTi-29Nb-13Ta-4.6Zr合金および

Ti-15Mo-5Zr-3Al合金のフレット疲労強度は、低サイクルおよび高サイクル疲労寿命領域において、通常疲労のそれと比較して著しく低下する。この場合、パッドの接触面圧およびその接触面に作用する接線力によって成長する疲労き裂成長範囲が大きいほど、フレット疲労寿命低下割合が大きくなる。

(2) 大気中でのフレット疲労では、フレット疲労による損傷度(通常疲労限(Pf)とフレット疲労限(Ff)との比)であるPf/Ffは、弾性率および硬さが大きくなるとともに増加する傾向にある。

(3) 擬似生体内環境中におけるフレット疲労では、優れた耐食性を有するTi-29Nb-13Ta-4.6Zr合金においても、フレット疲労作用により、試料表面の不動態皮膜が破壊され腐食ピットが発生する。

(4) 擬似生体内環境中におけるTi-29Nb-13Ta-4.6Zr合金のST材のフレット疲労強度は、大気中のそれと比較して、低サイクル疲労寿命領域ではやや上昇し、高サイクル疲労寿命領域においてはやや低下する。

最後に本研究の一部は、平成11年度地域コンソーシアム研究開発事業(NEDO)、平成11年度愛知学院大学大学院歯学研究科学術フロンティア推進事業、平成11年度(財)軽金属学会教育資金、平成11年度(財)三菱財団自然科学研究助成、平成11年度(財)鉄鋼研究振興助成(B)、平成10年度(財)東海財団研究助成ならびに平成9年度(財)スズキ財団自然科学研究助成の援助を受けて遂行されたことを記し、感謝申し上げる。

文 献

- 1) M.Sumita: *Boundary*, **9** (1996), 10.
- 2) R.B.Waterhouse: *Int. Mater. Rev.*, **37** (1992), 77.
- 3) N.Maruyama, M.Sumita and K.Nakazawa: *Tetsu-to-Hagané*, **79** (1993), 1374.
- 4) 生体材料学, 日本機械学会編, オーム社, 東京, (1993), 3.
- 5) 笹田 直: *バイオトライボロジー関節の摩擦と潤滑*, 産業図書, 東京, (1988), 123.
- 6) K.Hirakawa: *Sumitomo Met.*, **46** (1994), 11.
- 7) D.Kuroda, M.Niinomi, M.Morinaga, Y.Kato and A.Suzuki: *Mater. Sci. Eng.*, **A243** (1998), 244.
- 8) M.Niinomi: *Metall. Mater. Trans. A*, **33A** (2002), 477.
- 9) M.Ikeda, S.Komatsu, I.Sowa and M.Niinomi: *Metall. Mater. Trans. A*, **33A** (2002), 487.
- 10) ASTM E8: Standard Test Method for Tension Testing of Metallic Materials, (1990).
- 11) M.Sumita, K.Nakazawa, K.Hamano and N.Maruyama: *Natl. Res. Inst. for Metals Res. Rep. Collection*, **14** (1993), 207.
- 12) K.Nakazawa, M.Sumita and N.Maruyama: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, **63** (1999), 1601.
- 13) M.Niinomi: *Materia Jpn.*, **37** (1998), 845.
- 14) T.Hattori, K.Morikawa, S.Niwa, K.Sato, M.Niinomi and A.Suzuki: *Int. Conf. on Biomechanics Combined with the Annual Scientific Meeting, Taiwanese Soc. Biomech.*, Taipei, (2001), 28.
- 15) M.Niinomi: *Proc. Int. Conf. on Modern Materials and Technologies (CIMTEC 2002)*, (2002), in press.
- 16) R.A.Antoniou and T.C.Radtke: *Mater. Sci. Eng.*, **237** (1997), 229.
- 17) A.Yamamoto and M.Sumita: *Denki Kagaku*, **64** (1996), 262.
- 18) N.Maruyama, M.Sumita and K.Nakazawa: *Tetsu-to-Hagané*, **79** (1993), 1374.
- 19) J.Takeda, T.Akahori and M.Niinomi: *Abstracts 101st Jpn. Inst. Light Met.*, (2001), 73.