



# 生体用 Ti-5Al-2.5Fe 合金の疲労き裂進展特性に及ぼす ミクロ組織および擬似生体内環境の影響

新家 光雄\*・嵯峨 明\*<sup>2</sup>・王 磊<sup>\*3</sup>・福永 啓一\*

Effects of Microstructure and Simulated Body Environment on Fatigue Crack Propagation Behavior of Ti-5Al-2.5Fe for Biomedical Use

Mitsuo NIINOMI, Akira SAGA, Lei WANG and Kei-ichi FUKUNAGA

**Synopsis :** Fatigue crack propagation behaviors of Ti-5Al-2.5Fe with various microstructure for biomedical use were investigated in air and a simulated body environment, Ringer's solution, in comparison with those of Ti-6Al-4V ELI and SUS 316L stainless steel.

The crack propagation rate,  $da/dN$ , of equiaxed  $\alpha$  structure is nearly the same as that of Widmanstatten  $\alpha$  structure in Ti-5Al-2.5Fe in air when  $da/dN$  is related to the nominal cyclic stress intensity factor range,  $\Delta K$ . Ti-5Al-2.5Fe shows nearly same  $da/dN$  as Ti-6Al-4V ELI having equiaxed  $\alpha$  structure, but shows a greater one than Widmanstatten  $\alpha$  Ti-6Al-4V ELI. Without fine precipitated  $\alpha$ , the  $da/dN$  of Ti-5Al-2.5Fe tested in air and in Paris regime is nearly equal to, but in threshold regime, greater than that of SUS 316L stainless steel. Fine precipitated  $\alpha$  of Ti-5Al-2.5Fe tested in air makes the  $da/dN$  in threshold regime nearly equal to, but in Paris regime greater than that of SUS 316L.

When  $da/dN$  is related to  $\Delta K$ , testing in Ringer's solution makes greater the  $da/dN$  of both Ti-5Al-2.5Fe and Ti-6Al-4V ELI than that obtained by testing in air. However, when  $da/dN$  is related to the effective cyclic stress intensity factor range,  $\Delta K_{\text{eff}}$ , the  $da/dN$  of both alloys is nearly the same in air and in Ringer's solution.

**Key words:** biomaterial; Ti-5Al-2.5Fe; Ti-6Al-4V ELI; SUS 316L; simulated body environment; fatigue crack propagation; stress intensity factor range; crack closure behavior.

## 1. 緒言

整形外科を中心とした金属系生体用材料としては、ステンレス鋼(SUS 316L)およびバイタリウム(Co-Cr-Mo合金)などが多く使用されてきたが、最近では耐食性と生体適合性とに優れた純チタン(Ti)ならびにTi合金の使用が増加している。生体用Ti系材料としては、純TiおよびTi-6Al-4V ELIがかなり以前にASTM規格に登録<sup>1,2)</sup>されるなどし、これまでに広く用いられている。しかし、両者とも一般構造用からの転用であり、生体用として特別に開発されたものではない。特に、 $(\alpha+\beta)$ 型合金であるTi-6Al-4V ELI合金は、熱処理性、加工性あるいは溶接性などのバランスに極めて優れおり、構造用Ti系材料として広く用いられおり、生体用としても依然として広く用いられている。しかし、この合金に含まれる $\beta$ 安定化元素であるバナジウム(V)の人体への毒性が指摘されている<sup>3)</sup>。そのため、 $\beta$ 安定化元素のVを鉄(Fe)あるいはニオブ(Nb)で置換したTi-5Al-2.5Fe合金あるいはTi-6Al-7Nb合金が生体用インプラント材料として開発された。その後、Ti-5Al-2.5Fe合金はISO規格<sup>4)</sup>に、Ti-6Al-7Nb合金はISO

規格<sup>5)</sup>およびASTM規格<sup>6)</sup>に登録され、生体用としての使用拡大が期待されている。しかし、これらの合金についての種々の特性調査、検討は不十分であり、生体用材料としての使用に当たって重要な特性である疲労特性についても例外ではない。

そこで、本研究では、Ti-5Al-2.5Fe合金を取り上げ、その疲労特性の一つである疲労き裂進展特性とミクロ組織との関係を調査・研究することとした。その場合、生体用材料は、厳しい腐食環境である生体内で使用されることから、生体内環境中とみなせるリンゲル液中でのTi-5Al-2.5Fe合金の疲労き裂進展特性についても検討した。なお、生体用インプラント材料として従来から用いられてきているSUS 316Lステンレス鋼およびTi-6Al-4V ELI合金についても一部同様の検討を行い、疲労き裂進展特性から見たTi-5Al-2.5Fe合金の生体用材料としての性能を検討した。

## 2. 実験方法

本研究での供試材は、Ti-5Al-2.5Fe合金 (Al: 5.04, Fe: 2.20, O: 0.043, C: 0.008, N: 0.006, bal: Ti, mass%) 压延丸棒

平成11年11月29日受付 平成12年4月3日受理 (Received on Nov. 29, 1999; Accepted on Apr. 3, 2000)

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

\*2 豊橋技術科学大学大学院生 (現:日本ゼオン(株)) (Graduate Student, Toyohashi University of Technology, now Nippon Zeon Corp.)

\*3 鳥取大学工学部 (Faculty of Engineering, Tottori University)

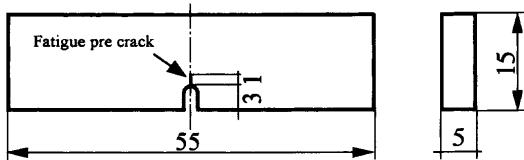


Fig. 1. Geometry of specimens in mm for four-point bending fatigue crack propagation test.

(直径: 20 mm), Ti-6Al-4V ELI 合金 (Al: 6.12, V: 4.05, Fe: 0.08, O: 0.07, C: 0.01, N: 0.01, H: 0.0006, bal: Ti, mass%) 压延丸棒 (直径: 40 mm), および SUS316L (C: 0.01, Si: 0.25, Mn: 0.74, P: 0.032, S: 0.014, Cr: 16.12, Ni: 12.16, Mo: 2.00, bal: Fe, mass%) 压延丸棒 (直径: 20 mm) である。

Ti-5Al-2.5Fe 合金では、真空中にて受け入れ材に  $\beta$  トランザス (約 1223K) 以下の 1173K で 3.6 ks 保持の溶体化処理後空冷 (AC) あるいは水冷 (WQ) し、さらに 823K で 7.2 ks 保持後 AC の時効処理を施すことにより等軸  $\alpha$  組織を、 $\beta$  トランザス以上の 1273K で 3.6 ks 保持の溶体化処理後 AC あるいは WQ し、さらに 823K で 7.2 ks 保持後 AC の時効処理を施すことにより針状  $\alpha$  組織を各々得た。この場合、溶体化処理後 WQ した試料では AC した場合に比べ、その後の時効によって、より微細な  $\alpha$  がより多量に析出する。以上の熱処理により等軸  $\alpha$  組織となる試料で、溶体化処理後 AC した試料を A 材、WQ した試料を B 材とする。また、針状  $\alpha$  組織となる試料で、溶体化後 AC した試料を C 材、WQ した試料を D 材とする。また、比較材である Ti-6Al-4V ELI 合金では、Ti-5Al-2.5Fe 合金と同様、真空中にて受け入れ材に  $\beta$  トランザス (約 1273K) 以下の 1223K で 3.6 ks 保持の溶体化処理後 AC し、813K で 14.4 ks 保持後 AC の時効処理を施すことにより等軸  $\alpha$  組織を、 $\beta$  トランザス以上の 1323K で 3.6 ks 保持後 AC の溶体化後 AC し、813K で 14.4 ks 保持後 AC の時効処理を施すことにより針状  $\alpha$  組織を各々得た。この場合、前者を E 材、後者を F 材とする。SUS 316L では、真空中にて、1323K で 1.8 ks 処理後 AC する焼なまし処理を施した。

以上の各熱処理を施した試料から、Fig. 1 に示すように四点曲げ疲労試験片 (5 × 15 × 55 mm) を機械加工した。各試験片につき長さ 1 mm の疲労予き裂を導入した後、容量 73.5 kN の電気-油圧サーボ試験機を用いて、荷重波形を正弦波とし、応力比 ( $R$ ) = 0.1、繰返し速度 10 Hz で、室温・大気中および擬似生体内環境であるリンゲル液 (8.6 g/l NaCl + 0.3 g/l KCl) 中にて疲労き裂進展試験を行った。なお、SUS 316L については大気中・室温でのみ試験を行った。疲労き裂進展試験は、ASTM E647<sup>7)</sup>に準拠し、高き裂進展速度領域 (き裂進展速度  $da/dN \leq 10 \text{ nm/cycle}$ ) では一定荷重の  $\Delta K$  (応力拡大係数範囲) 漸増試験法を採用し、低き裂進展速度領域 ( $da/dN \leq 1 \text{ nm/cycle}$ ) では応力を段階的に減少させていく  $\Delta K$  減減試験法を採用した。き裂閉口挙動は、

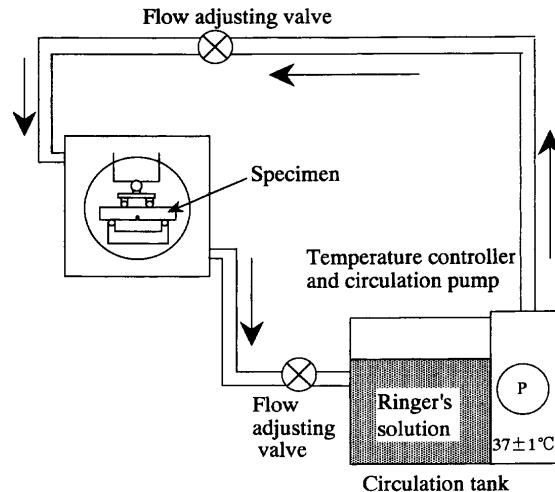


Fig. 2. Schematic illustration of Ringer's solution circulation system.

試験片の背面に貼付したひずみゲージを用いて除荷弾性コンプライアンス法<sup>8)</sup>により測定した。また、リンゲル液中の疲労き裂進展試験では、Fig. 2 に模式的に示すようにリンゲル液循環装置を疲労試験機に組み込み、リンゲル液を 310 ± 1 K の一定温度とし、一定液量で循環させた。

ミクロ組織観察は、試験後の試験片から小片を切り出し、耐水ペーパーによる研磨およびその後のバフ研磨により鏡面仕上げとし、Ti-5Al-2.5Fe 合金および Ti-6Al-4V ELI では (3% HF + 10% HNO<sub>3</sub>) 水溶液で、SUS 316L では、(6.25% FeCl<sub>2</sub> + 18.75% HCl) 水溶液で腐食後、光学顕微鏡で行った。

き裂進展経路の観察は、疲労き裂進展方向に平行に疲労破面中央を切断し、断面を耐水ペーパーによる研磨およびその後のバフ研磨により鏡面仕上げとし、(3% HF + 10% HNO<sub>3</sub>) 水溶液にて腐食後、光学顕微鏡にて行った。その際、実際にき裂が進展した長さである有効き裂長さ ( $a_{\text{eff}}$ ) と見かけのき裂進展長さ ( $a$ ) の比<sup>9)</sup>も求めた。

破面粗さおよび二次き裂を含めた破面の観察は、走査型電子顕微鏡 (SEM) にて行った。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 ミクロ組織

Fig. 3 に Ti-5Al-2.5Fe 合金の各熱処理でのミクロ組織を示す。A 材および B 材は  $\beta$  トランザス温度以下の  $\alpha+\beta$  域での溶体化処理により等軸  $\alpha$  組織を、C 材および D 材は  $\beta$  トランザス温度以上の  $\beta$  域での溶体化処理により針状  $\alpha$  組織を呈している。さらに、溶体化処理後水冷処理を施した B 材および D 材では、微細  $\alpha$  が等軸または針状初析  $\alpha$  周りの  $\beta$  相内に析出していることが確認できる。なお、A 材および B 材の等軸初析  $\alpha$  相の体積率は各々 73% および 43% であった。

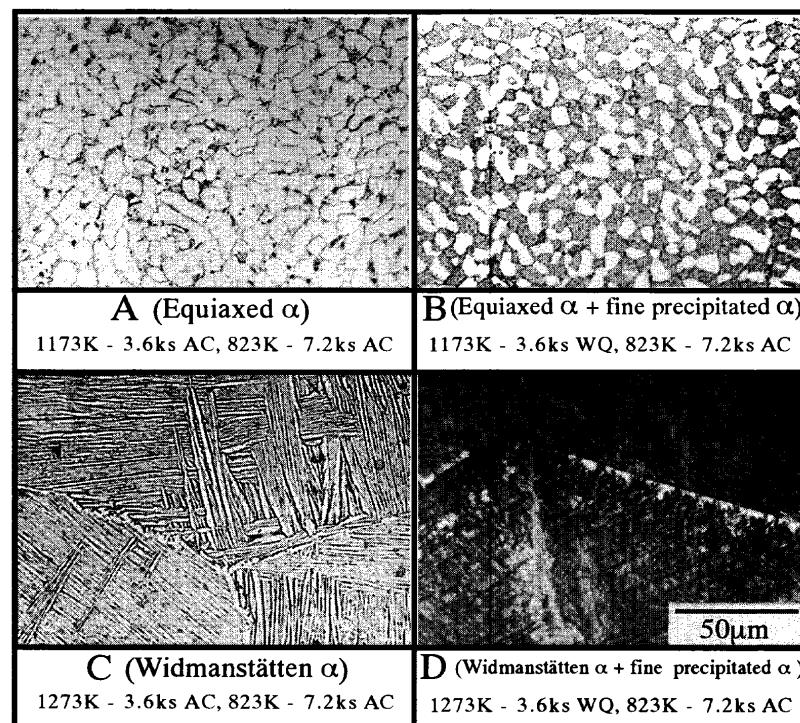


Fig. 3. Light micrographs of Ti-5Al-2.5Fe conducted with various heat treatments. AC and WQ indicate air cooling and water quenching, respectively.

比較材である Ti-6Al-4V ELI 合金でも熱処理工程で意図したように等軸  $\alpha$  組織 (E 材) および針状  $\alpha$  組織 (F 材) が得られた。この場合、E 材の等軸初析  $\alpha$  相の体積率は 40% であった。また、オーステナイト系ステンレス鋼である SUS316L では、焼なまし処理により均一なオーステナイト組織が得られた。

### 3・2 大気中での疲労き裂進展特性

#### 3・2・1 疲労き裂進展速度 ( $da/dN$ ) と公称繰返し応力拡大係数範囲 ( $\Delta K$ ) との関係

Fig. 4 に大気中での Ti-5Al-2.5Fe 合金および Ti-6Al-4V ELI 合金の  $da/dN$  と  $\Delta K$  の関係を示す。なお、同図には  $da/dN$  と公称有効応力拡大係数範囲 ( $\Delta K_{\text{eff}}$ ) との関係も示しているが、これについては別節で述べる。図から明らかのように、 $da/dN$ - $\Delta K$  関係は、 $da/dN$  が  $10 \text{ nm/cycle}$  以上の領域ではほぼ直線となり、パリス則が成立している。(以下、パリス領域と記述する。) これに対し、 $da/dN$  が  $10 \text{ nm/cycle}$  以下の領域では、 $da/dN$  が急激に低下し、下限界値に達する挙動を示している(以下、下限界領域と記述する)。

Fig. 4 に示した Ti-5Al-2.5Fe 合金の等軸  $\alpha$  組織の A 材および針状  $\alpha$  組織の C 材の  $da/dN$  の比較では、パリス領域および下限界領域の両領域で、ほぼ同程度となる  $da/dN$  を示している。また、Ti-5Al-2.5Fe 合金の微細な  $\alpha$  が析出している等軸  $\alpha$  組織の B 材および針状  $\alpha$  組織の D 材の  $da/dN$  の比較では、パリス領域ではほぼ同程度の  $da/dN$  であるが、下限界領域では D 材の  $da/dN$  が若干小さくなる傾向を示している。また、微細初析  $\alpha$  を有する B 材および D 材の

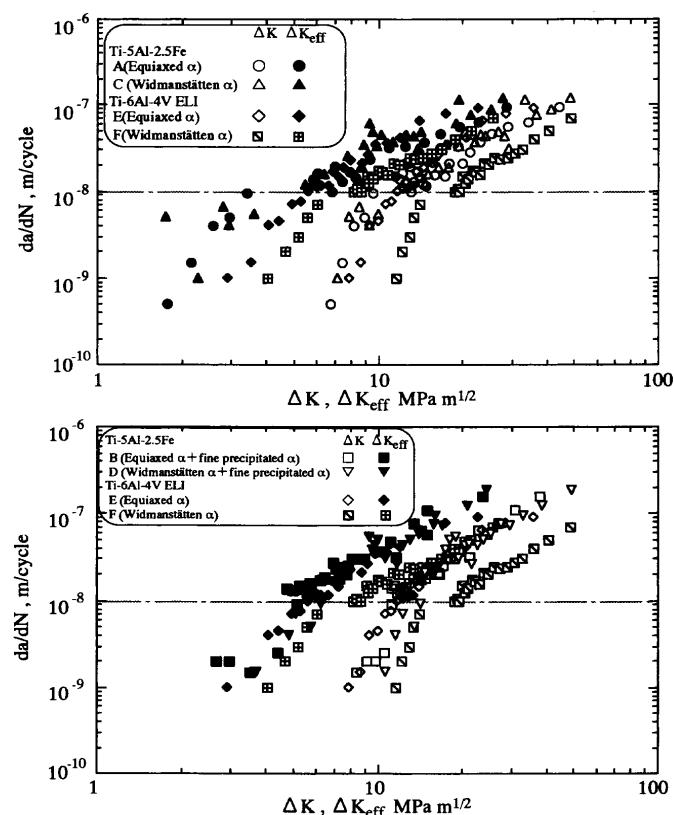


Fig. 4. Fatigue crack growth rate,  $da/dN$ , as a function of nominal cyclic stress intensity factor range,  $\Delta K$ , and effective cyclic stress intensity factor range,  $\Delta K_{\text{eff}}$ , in variously heat-treated Ti-5Al-2.5Fe and Ti-6Al-4V ELI.

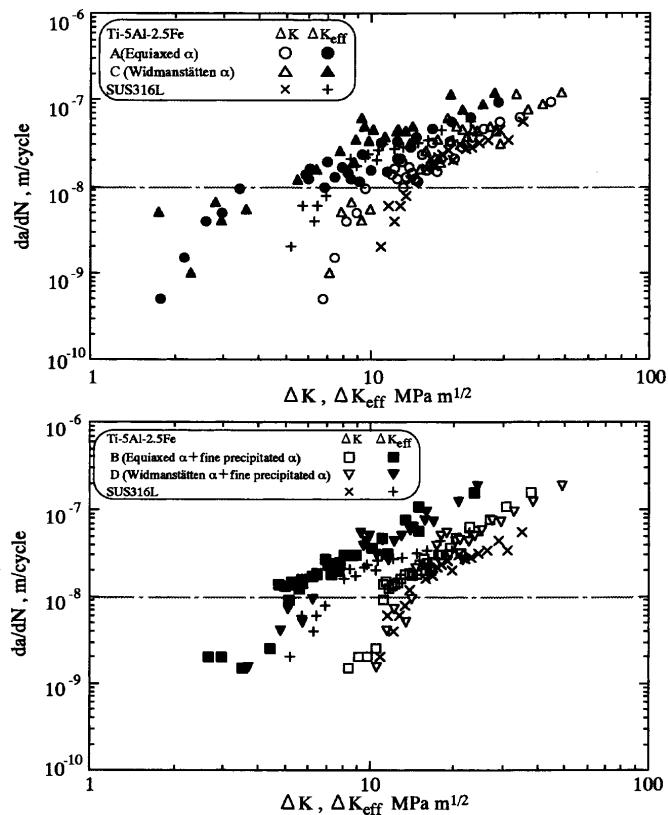


Fig. 5. Fatigue crack growth rate,  $da/dN$ , as a function of nominal cyclic stress intensity factor range,  $\Delta K$ , and effective cyclic stress intensity factor range,  $\Delta K_{\text{eff}}$ , in variously heat-treated Ti-5Al-2.5Fe and SUS316L.

$da/dN$  は、微細初析  $\alpha$  を有しない A 材および C 材のそれと比較するとパリス領域では同程度であるが、下限界領域ではやや小さくなる。

Ti-5Al-2.5Fe 合金の各ミクロ組織の  $da/dN$  は、パリス領域および下限界領域の両領域で Ti-6Al-4V ELI 合金の針状  $\alpha$  組織を呈する F 材のそれよりも大きくなる傾向を示すが、特にパリス領域では Ti-6Al-4V ELI 合金の等軸  $\alpha$  組織を呈する E 材のそれとほぼ同程度となる傾向を示している。一般にチタン合金では、針状  $\alpha$  組織がより優れた疲労き裂進展抵抗を示す。これは、針状  $\alpha$  組織では、マイクロクラックの形成のために特有のジグザグ状および枝分かれを伴ったき裂進展経路が現れ、き裂先端での繰返し有効応力拡大係数範囲 ( $\Delta K_{\text{eff}}$ ) が直線状のき裂進展経路に比べ低くなることが原因であると言わわれている<sup>9)</sup>。また、ジグザグ状にき裂が進展するために、直線状にき裂が進展する場合に比べ、より多くのき裂進展エネルギーを必要とするのもその一因と考えられている<sup>9)</sup>。後者の考察は、本研究での Ti-6Al-4V ELI 合金にはあてはまるが、Ti-5Al-2.5Fe 合金についてはあてはまらない。

Fig. 5 に大気中での Ti-5Al-2.5Fe 合金および SUS316L の  $da/dN$  と  $\Delta K$  の関係を比較する。なお、この場合にも  $da/dN$  と  $\Delta K_{\text{eff}}$  の関係が示してあるが、これについても後節で述べる。Ti-5Al-2.5Fe 合金の A 材および C 材の  $da/dN$

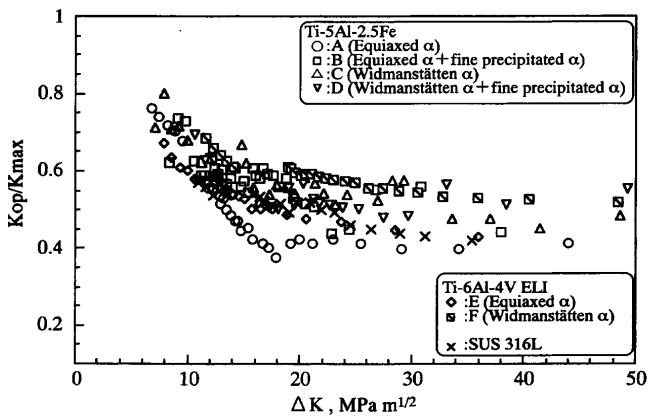


Fig. 6. Crack closure behavior of variously heat treated Ti-5Al-2.5Fe, Ti-6Al-4V ELI and SUS 316L.

は、パリス領域で、B 材および D 材の  $da/dN$  は下限界領域で SUS316L のそれらとほぼ同程度となる。それ以外の  $\Delta K$  範囲では SUS 316L の  $da/dN$  の方が、Ti-5Al-2.5Fe 合金のそれよりも小さくなる傾向にある。

### 3・2・2 き裂閉口挙動

Fig. 6 にき裂閉口時の応力拡大係数 ( $K_{\text{op}}$ ) とその時の最大応力拡大係数 ( $K_{\text{max}}$ ) との比を  $\Delta K$  で整理した結果を示す。この場合、 $K_{\text{op}}/K_{\text{max}}$  の値が大きいほどき裂が閉口しにくい傾向となる。Ti-5Al-2.5Fe 合金の等軸  $\alpha$  組織の A 材と針状  $\alpha$  組織の C 材との比較では、C 材の場合にき裂がより閉口しにくい傾向を示している。このことは、Ti-6Al-4V ELI 合金でも同様である。等軸  $\alpha$  組織では、き裂がほぼ直線的に進展し、平坦な破面形態であったことから、き裂が閉口しやすいと言える。一方、針状  $\alpha$  組織では、き裂が偏向してジグザグに進展し、凹凸の激しい破面形態となっていたことから、破面粗さに起因するき裂上下面のミスマッチにより、等軸  $\alpha$  組織に比べ、き裂が閉口しにくいと考えられる。Ti-5Al-2.5Fe 合金の微細析出  $\alpha$  が析出している等軸  $\alpha$  組織の B 材と針状  $\alpha$  組織の D 材との比較では、ほぼ同程度のき裂閉口挙動を示している。また、SUS 316L のき裂閉口程度は Ti-5Al-2.5Fe 合金の等軸  $\alpha$  組織を示す A 材に比べ大きいが、その他の場合に比べ小さい。

### 3・2・3 き裂進展速度 ( $da/dN$ ) と繰返し有効応力拡大係数範囲 ( $\Delta K_{\text{eff}}$ ) の関係

き裂閉口の測定結果を用いて、 $da/dN$  を  $\Delta K_{\text{eff}}$  で整理した結果を前掲の Fig. 4 および Fig. 5 に示した。Ti-5Al-2.5Fe 合金で等軸  $\alpha$  組織を呈する A 材と針状  $\alpha$  組織を呈する C 材の  $da/dN$  は、下限界領域では同程度であるが、パリス領域では A 材の  $da/dN$  が C 材のそれよりも若干小さくなる傾向を示している。また、Ti-5Al-2.5Fe 合金の微細析出  $\alpha$  がより多く析出している等軸  $\alpha$  組織の B 材と針状  $\alpha$  組織の D 材との比較では、下限界領域にて、D 材の  $da/dN$  が若干小さくなる傾向を示している。Ti-5Al-2.5Fe 合金の各ミクロ組織の  $da/dN$  は、パリス領域および下限界領域の両領域で、

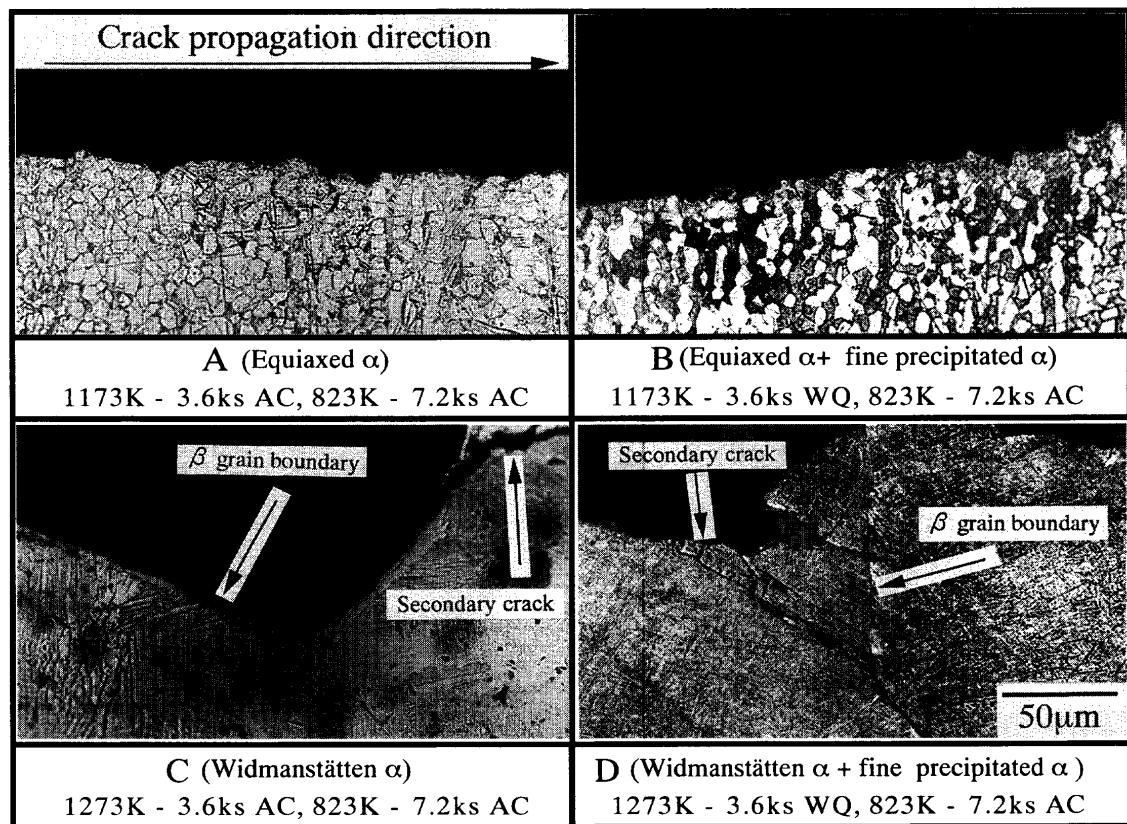


Fig. 7. Crack path morphologies of variously heat treated Ti-5Al-2.5Fe in Paris' region.

Ti-6Al-4V ELI合金のF材のそれよりも大きくなる傾向を示すが、パリス領域ではTi-6Al-4V ELI合金のE材のそれと同程度となる傾向を示している。また、Ti-5Al-2.5Fe合金のda/dnはSUS 316 Lのそれと比較して、全体的により大きい傾向であるが、Ti-5Al-2.5Fe合金の微細 $\alpha$ の析出量の少ないA材およびC材に対しては特に下限界領域で、微細析出 $\alpha$ 量の多いB材およびD材に対しては特にパリス領域でこの傾向が強い。

### 3・2・4 き裂進展経路

各試料のき裂進展経路を観察した結果をFig. 7に示す。Ti-5Al-2.5Fe合金の等軸 $\alpha$ 組織のA材では、き裂は初析 $\alpha$ 粒内および粒界を進展している。これはA材とマクロ的に同一な組織であるTi-5Al-2.5Fe合金のB材およびTi-6Al-4V ELI合金のE材でも同様である。ただし、微細析出 $\alpha$ 粒をより多く有するTi-5Al-2.5Fe合金のB材では、き裂は微細析出 $\alpha$ 粒領域（焼入れ時の $\beta$ 相領域）を優先して進展する傾向がより強い。一方、Ti-5Al-2.5Fe合金の針状 $\alpha$ 組織のC材では、き裂は針状 $\alpha$ 粒界や旧 $\beta$ 粒界で著しく偏向しながら進展している。これらの現象はC材とマクロ的に同一な組織であるTi-5Al-2.5Fe合金のD材およびTi-6Al-4V ELI合金のF材でも同様である。ただし、針状 $\alpha$ がより微細かつ高温 $\beta$ 相中の微細析出 $\alpha$ 粒をより多く有するTi-5Al-2.5Fe合金のD材では、C材と比べてき裂偏向の程度が低い。

き裂の偏向の他に、2次き裂が観察されている。この2

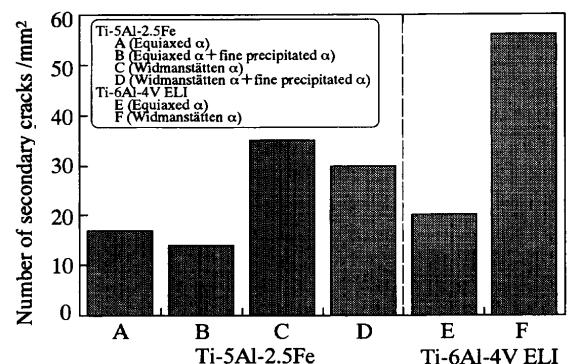


Fig. 8. Number of secondary cracks per unit area in Paris' region in variously heat-treated Ti-5Al-2.5Fe and Ti-6Al-4V ELI.

次き裂の形成は、き裂の偏向とともにき裂進展抵抗が増大する要因の一つであるといえる。そこで、各試料について、2次き裂の単位面積あたりの個数を破断面のSEM写真より計測した。その結果をFig. 8に示す。2次き裂の発生によって、き裂先端での応力緩和が生じるため、主き裂を進展させる駆動力が低下すると考えられる。また、主き裂の進展遅延効果として2次き裂進展による三次元的な応力緩和が考えられる<sup>10)</sup>。Ti-6Al-4V ELI合金の針状 $\alpha$ 組織のF材では、比較的長い2次き裂が観察されていた。この場合の2次き裂の個数は他に比べもっとも多くのき裂進展への抵抗がかなり大きいと考えられる。また、同合金の等軸 $\alpha$ 組織であるE材でも2次き裂が観察されたが、初析 $\alpha$ 粒径

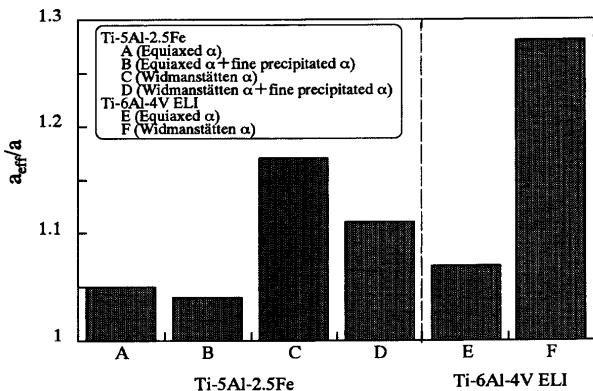


Fig. 9.  $a_{\text{eff}}/a$  of fracture surface in Paris' region in variously heat-treated Ti-5Al-2.5Fe and Ti-6Al-4V ELI.

(約10 μm)程度の比較的短い2次き裂で、F材よりも個数が少なく、き裂進展抵抗増大の寄与がより小さいと考えられる。Ti-5Al-2.5Fe合金でも同様な傾向を示しているが、Ti-6Al-4V ELI合金に比べて、2次き裂の個数が少ない。また、微細析出 $\alpha$ を有するTi-5Al-2.5Fe合金のB材およびD材では、A材およびC材に比べて、この方法で検出された2次き裂の個数が少ない。

### 3・2・5 破面粗さ

$a$ をき裂進展経路を荷重軸と垂直に投影した長さとし、その $a$ に対し実際にき裂が進展した長さを $a_{\text{eff}}$ とすると $a_{\text{eff}}/a$ の値が大きいほど破面の凹凸が激しくなる傾向がある。

そこで各試料の破面につき、 $a_{\text{eff}}/a$ の値を評価し、Fig. 9に示す。マクロ的に同一な等軸 $\alpha$ 組織を有するTi-5Al-2.5Fe合金のA材およびB材、ならびにTi-6Al-4V ELI合金のE材では、 $a_{\text{eff}}/a$ の値は1.05前後で、ほぼ平坦な破面であることがわかる。これに対して、マクロ的に同一な針状 $\alpha$ 組織を呈するTi-5Al-2.5Fe合金のC材およびD材、ならびにTi-6Al-4V ELI合金のF材では、 $a_{\text{eff}}/a$ の値が1.1~1.3となり等軸 $\alpha$ 組織を呈する各材料に比べかなり大きく、き裂進展過程において、き裂の偏向がより大きく、破面がより粗いことがわかる。また、 $a_{\text{eff}}/a$ はTi-6Al-4V ELI合金の場合に比べTi-5Al-2.5Fe合金でより小さいこともわかる。

### 3・2・6 き裂進展速度に及ぼすき裂偏向、2次き裂および破面粗さの影響

ここでは、Ti-6Al-4V ELI合金およびTi-5Al-2.5Fe合金の等軸 $\alpha$ および針状 $\alpha$ 組織でのき裂進展速度の傾向に違いが見られた点につき、き裂閉口挙動をもたらすき裂偏向および破面粗さ、さらには応力集中を緩和させる2次き裂の形成から考察する。Ti-6Al-4V ELI合金では、公称繰返し応力拡大係数範囲で整理した場合、針状 $\alpha$ 組織でよりき裂進展速度が小さくなり、公称繰返し応力拡大係数範囲で整理した場合でもき裂進展速度の両組織での差は小さくなるものの針状 $\alpha$ 組織でのき裂進展速度がより小さい傾向となることが一般に知られており、本研究でもその傾向となっ

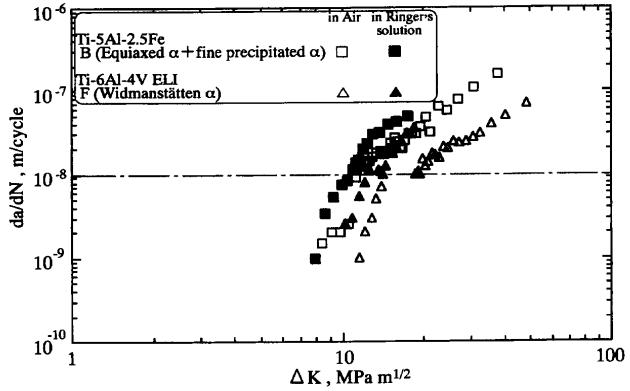


Fig. 10. Fatigue crack growth rate,  $da/dN$ , as a function of nominal cyclic stress intensity factor range,  $\Delta K$ , in Ti-5Al-2.5Fe conducted with B process and Ti-6Al-4V ELI conducted with F process in air and Ringer's solution.

た。これは、き裂の偏向および破面粗さが針状 $\alpha$ 組織でより大きく、き裂閉口現象がより顕著になること、かつ2次き裂の形成による応力集中の緩和およびき裂偏向によるき裂先端での繰返し有効応力拡大係数範囲の低下も針状 $\alpha$ 組織でより大きいことが原因とされている。ところが、本研究でのTi-5Al-2.5Fe合金では、公称繰返し応力拡大係数範囲で整理した場合等軸 $\alpha$ 組織（A材）および針状 $\alpha$ 組織（C材）でほぼ同程度のき裂進展速度となり、有効繰返し応力拡大係数範囲で整理した場合特にパリス領域で針状 $\alpha$ 組織でのき裂進展速度がより大きくなる傾向を示した。Ti-5Al-2.5Fe合金の場合でも、き裂閉口挙動、2次き裂の形成量およびき裂の偏向程度は針状 $\alpha$ 組織でより大きくなっていた。にもかかわらず、同上の傾向が認められることから、Ti-5Al-2.5Fe合金では、針状 $\alpha$ 組織でのき裂の偏向、2次き裂の形成量および破面粗さがより小さく（Fig. 8およびFig. 10）、き裂閉口やき裂先端での応力集中の緩和程度がより小さくなっていると考えられる。このことは、Ti-5Al-2.5Fe合金でのき裂閉口挙動（Fig. 6）からは支持しにくいが、2次き裂の形成量および破面粗さの測定結果からは支持される。しかし、き裂閉口の測定精度はそれほど高くないことを考慮すれば、やはり、上述のき裂閉口およびき裂先端での応力集中の緩和程度が、Ti-5Al-2.5Fe合金の針状 $\alpha$ 組織で、Ti-6Al-4V ELI合金に比べより小さいことが支持される。このほか、Ti-5Al-2.5Fe合金の本質的なき裂進展傾向であることも上記原因の一つであると考えられるが、この点に関してはさらに検討を要する。

### 3・3 擬似生体内環境中での疲労き裂進展特性

Fig. 10およびFig. 11は、Ti-5Al-2.5Fe合金のB材およびTi-6Al-4V ELI合金のF材につきリングル液中で測定した $da/dN$ と $\Delta K$ および $\Delta K_{\text{eff}}$ との関係を示す。また、比較のために大気中における同関係も同図に併記した。この結果から、 $\Delta K$ で整理した場合、いずれの場合にもリングル液中における $da/dN$ は、大気中の $da/dN$ よりも大きくなる傾向

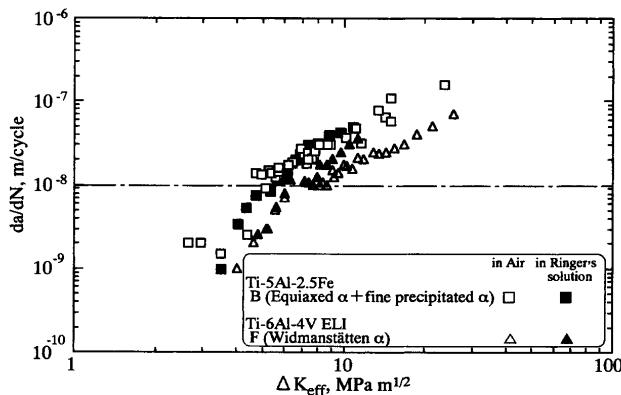


Fig. 11. Fatigue crack growth rate,  $da/dN$ , as a function of effective cyclic stress intensity factor range,  $\Delta K_{\text{eff}}$ , in Ti-5Al-2.5Fe conducted with B process and Ti-6Al-4V ELI conducted with F process in air and Ringer's solution.

を示し、特にパリス領域では顕著に現れている。しかし、 $da/dN$ を  $\Delta K_{\text{eff}}$  で整理した場合には、リングル液中における両者の  $da/dN$  は、下限界領域およびパリス領域の両領域で、大気中の  $da/dN$  とほぼ同程度となっている。破面形態の観察、2次き裂の数および破面粗さの測定結果では、各ミクロ組織全体としては、リングル液中および大気中でのそれらに大きな相違は見られなかった。しかし、各ミクロ組織について詳細に見ると、Ti-5Al-2.5Fe合金の針状組織材(C材およびD材)およびTi-6Al-4V ELI合金の針状組織(F材)では、リングル液中での2次き裂の数が大気中に比べ少なく、後者では、リングル液中での  $a_{\text{eff}}/a$  の値が大気中に比べ小さくなっていた。さらに、き裂閉口挙動においては、リングル液中の方が大気中よりもき裂閉口効果が低減していた。このことから、リングル液中では、破面が腐食溶解のために大気中での破面よりも平坦となり、き裂閉口効果が低減したと考えられる。このことは、Ti-6Al-4V ELI合金の場合にも指摘されている<sup>11)</sup>。またリングル液による潤滑作用により、き裂がより開口しやすくなるとも考えられるが、これらのメカニズムについてはさらに詳細な検討を要する。

なお、リングル液中および大気中での生体用ステンレス鋼SUS 304およびSUS 329J4L、生体用純チタン(TP35H)ならびに生体用Ti-6Al-4V合金の  $da/dN$  の測定が Nakajima らによってなされている<sup>12)</sup>。それによると、SUS 329J4L、純チタンおよびTi-6Al-4Vの  $da/dN$  は大気中およびリングル液中で変化ないが、SUS 304では  $\Delta K$  が 25 MPa 以上での  $da/dN$  がリングル液中でより大きくなるとされている。さらに、 $da/dN$  を  $\Delta K$  で整理すると純チタン、Ti-6Al-4V、SUS 304およびSUS 329J4Lの順に  $da/dN$  は小さくなるが、 $da/dN$  を  $\Delta K_{\text{eff}}/E$  ( $E$ : ヤング率) で整理すると Ti-6Al-4V お

よび純チタンの  $da/dN$  がステンレス鋼のそれよりも小さくなることも報告されている。本研究では、SUS 316Lのリングル液中での  $da/dN$  の評価は行っていない。SUS 316Lに関しても Nakajima ら<sup>12)</sup>と類似したリングル液中での  $da/dN$  の傾向が推測されるが、この点に関しては今後詳細な検討を進め報告したい。

## 4. 結言

生体用材料としての適用可能性のある Ti-5Al-2.5Fe 合金につき、疲労き裂進展特性とミクロ組織との関連について調査し、さらに疲労き裂進展特性に及ぼす擬似生体内環境の影響について検討した。その結果を以下に示す。

(1) Ti-5Al-2.5Fe 合金は、大気中でのき裂進展速度を公称繰返し応力拡大係数範囲( $\Delta K$ )で整理した場合、等軸  $\alpha$  組織と針状  $\alpha$  組織でほぼ同程度のき裂進展速度を示す。これらは、Ti-6Al-4V ELI 合金の等軸  $\alpha$  組織のそれとほぼ同程度であるが、針状  $\alpha$  組織のそれよりも大きくなる傾向を示す。

(2)  $\Delta K$  で整理した Ti-5Al-2.5Fe 合金の大気中でのき裂進展速度は、パリス領域では SUS 316L ステンレス鋼とほぼ同程度の値を示すが、下限界領域では SUS 316L ステンレス鋼よりも大きくなる。

(3) Ti-5Al-2.5Fe 合金および Ti-6Al-4V ELI 合金の各ミクロ組織のき裂進展速度は、公称繰返し応力拡大係数範囲で整理した場合大気中に比べリングル液中で大きくなるが、有効応力拡大係数範囲で整理した場合両環境で同程度になる。

最後に、実験試料の提供等本研究にご協力いただいた住友金属工業(株)ならびに大同特殊鋼(株)に感謝いたします。また、本研究の一部は(財)軽金属奨学会ならびに(財)東海産業技術振興財団研究助成金によって行われたことを記し感謝申し上げます。

## 文 献

- 1) ASTM F67-89, (1994), 7.
- 2) ASTM F136-82, (1994), 23.
- 3) T.Sato: *Met. Technol.*, **12** (1992), 25.
- 4) ISO 5832-10, (1994).
- 5) ISO 5832-11, (1994).
- 6) ASTM F1295-92, (1992).
- 7) ASTM E647-95a, (1997), 557.
- 8) J.F.McCarver and R.O.Ritche: *Mater. Sci. Eng.*, **55** (1982), 63.
- 9) K.Minagawa: *Tetsu-to-Hagané*, **75** (1989), 1104.
- 10) S-D.Chi, H.Misawa, K.Akita and S.Kodama: *J. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, **63** (1997), 2389.
- 11) M.Sumita and N.Maruyama: *Tetsu-to-Hagané*, **74** (1988), 1854.
- 12) M.Nakajima, T.Shimizu, T.Kanamori and K.Tokaji: *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, **21** (1998), 35.