

[原著] 松本歯学 36 : 209~213, 2010

key words : チタン—残留ひずみ—X線回折

冷間加工したチタン材の残留ひずみに対する熱処理の効果

溝口 尚¹, 中村 正和², 植田 章夫³, 吉田 貴光⁴, 伊藤 充雄⁵

¹(社)日本歯科先端技術研究所

²総合インプラント研究センター

³松本歯科大学病院 口腔インプラント科

⁴松本歯科大学 歯学部 歯科理工学講座

⁵(株)バイオマテリアル研究所

Effect of heat treatment for residual strain in cold-worked titanium materials

TAKASHI MIZOGUCHI¹, MASAKAZU NAKAMURA², AKIO UEDA³,
TAKAMITSU YOSHIDA⁴ and MICHIO ITO⁵

¹*Japan Institute for Advanced Dentistry*

²*General Implant Research Center*

³*Department of Oral Implantology, Matsumoto Dental University Hospital*

⁴*Department of Dental Materials, School of Dentistry, Matsumoto Dental University*

⁵*Institute for Biomaterials Co., Ltd.*

Summary

The fatigue destruction strength of titanium materials is increased by annealing at 450 °C. It is considered that this is because the residual strain is removed. Therefore, in this study, the thermal treatment of titanium materials after cold-work was performed at 450 °C, and we evaluated whether residual strain removal is possible using X-ray diffraction.

As a result of experiments, the following conclusions were made :

1. X-ray diffraction confirmed the presence of residual strain in titanium materials after stamping press.
2. The residual strain in titanium materials after stamping press was decreased by heating at 450 °C.
3. The hardness of titanium materials was higher after than before stamping press, and that of titanium materials after stamping press showed a lower value after heating at 450 °C than before heating.

緒 言

近年, インプラント治療の需要が増加しつつあり, その中で歯科用インプラント体の破折が報告されている¹⁾. これらの破折は埋入後に早期に発生するものは少なく, 日々の繰り返される咬合力が原因となる疲労破壊であり, インプラント体を作製するに当たり疲労しにくい材料の検討が必要である.

インプラント体は線材から切削加工して作製されており, 製品の形状に合わせた直径の異なるチタン線材がそれぞれ用いられていると考えられている. これらの線材は線引き加工によって直径を調整しており, 直径が細くなるほど残留ひずみが増加し, 大きな加工硬化が生じる. この加工硬化によって引張強さ, 耐力, 硬さは増加するが伸びは減少する^{2,3)}. 一方で, これらの残留ひずみが多くなりすぎると材料の変形能は減少し疲労破壊しやすくなることから, 破折を引き起こす一因になっていると考えられる⁴⁾.

残留ひずみが存在しているチタン線材の中には, JIS 規格の機械的性質から逸脱している材料もあり⁵⁾, 志賀ら⁶⁾はこれらのチタン線材を450℃にて焼鈍した結果, 再結晶化により一部のひずみが除去されて, JIS 規格内の値に戻すことが可能であると報告している. また白鳥⁷⁾は熱処理温度と機械的性質について実験を行い, チタン材を400℃の加熱処理により疲労破壊強度が向上したと報告している. さらに疲労強度と加熱時間との関係を検討した報告では, 450℃で30分間の熱処理をすることが疲労破壊に対して効果的であったと述べている⁸⁾.

しかしながら, 冷間加工されたチタン材に, どの程度の残留ひずみ量が存在しているか明らかではない. 更にこれらの残留ひずみが加熱処理によって完全に除去されるのかを調べる必要がある.

本研究はインプラント材に使用されるチタン線材に対して, 疲労破壊強度が増加するとされる焼鈍温度450℃に加熱した状態で, 残留ひずみの除去が可能であるかについてX線回折を行った結果である.

実験材料および方法

試験片作製

実験は, JIS 第2種純チタン (愛知製鋼社, 直径5 mm) を使用し, これを精密切断機 (ファインカッター, 平和テクニカ) にて長さ50mmに注水下で切断を行ったものを試験片とした.

試験片には, 45tの加圧機能を有するプレス加工機 (OBS-45-K2, 小松製作所) を用いて, 直径が30%減少するように圧縮加工を行い, 残留ひずみを与えた.

1. 格子ひずみの測定

加工前のチタン材 (以下, AS と表示する) と30%圧縮加工した試験片 (以下, PRS と表示する) は, 加熱機能を有する高温ステージ (HTK 1200N, パナリティカル) を装着したX線回折装置 (X'Pert PRO MRD, パナリティカル) を用いて残留応力の測定を行なった. 残留応力の比較は, 比較的高角でピーク強度の高い $2\theta = 122.5^\circ$ 付近の Ti (105) 面のピークを用い $\sin^2\psi$ 法⁹⁾ により求めた. PRS については同装置を用いて450℃まで加熱し, その温度での残留応力についても測定を行った.

2. 硬さ試験

X線回折後の試験片は精密切断機 (マルトー) にて注水下で5 mmに切断後, 光重合型樹脂 (アクリ・ワン, マルトー) で包埋固定を行った. その後, 自動研磨機 (Automet 2, Buehler) と研磨機で使用が指定されているダイヤモンドおよびコロイダルシリカ粉末を用いて鏡面研磨を行った.

研磨した試験片は微小硬度計 (HVM 2000, 島津製作所) を用い, 荷重150 gf, 荷重負荷時間15秒の条件でピッカース硬さを測定した. 試験片には AS と PRS, さらに PRS を X線回折時に450℃に加熱した試験片 (以下, 450 と表示する) の3種類について行った. また測定は試験片の中央部について各5回行った. 得られた結果について, 一元配置分散分析および Tukey の多重比較による統計処理を行った.

結 果

1. 格子ひずみの測定

AS の X線回折の結果を図1, 2に示す.

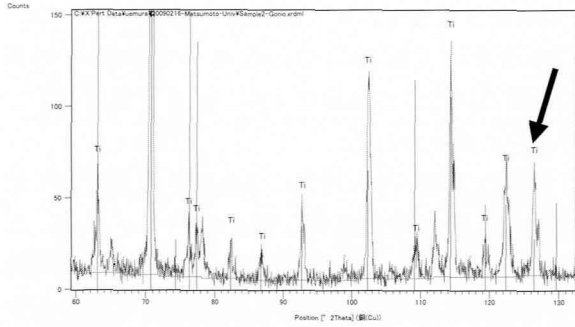


図1：PRSのX線回折図形：縦軸はX線強度、横軸は回折角 2θ (deg)を示す。

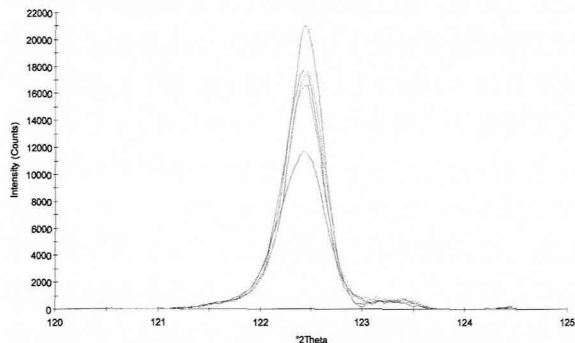


図2：PRSのTi (105)面のピーク強度：縦軸はX線強度、横軸は回折角 2θ (deg)を示す。

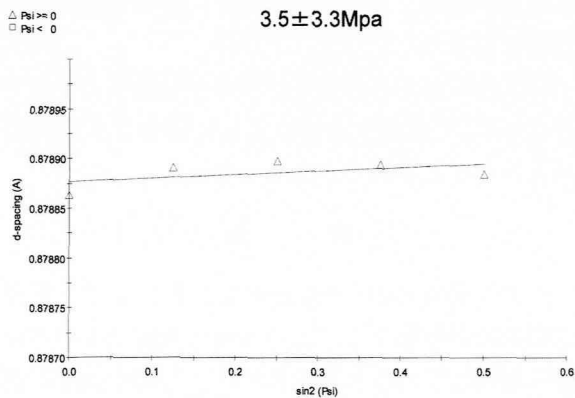


図3：ASの残留応力解析：縦軸は結晶格子面間隔、横軸は $\sin^2\psi$ を示す。

X線回折の結果、図中の矢印にて示す位置、すなわち $2\theta=122.5^\circ$ のピークは比較的高角でピーク強度の高いことが確認された。したがってこの位置での応力解析を行なうことにより、それぞれの残留応力を比較した。

X線回折後、それぞれの応力解析した結果を図3～5に示す。

応力解析の結果、ASの残留応力値は 3.5 ± 3.3 MPaであり、加工ひずみはほとんど認められなかった。PRSの残留応力値は -26.0 ± 5.1 MPaで

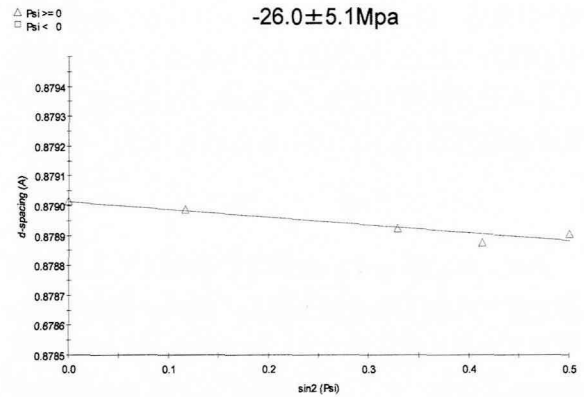


図4：PRSの残留応力解析：縦軸は結晶格子面間隔、横軸は $\sin^2\psi$ を示す。

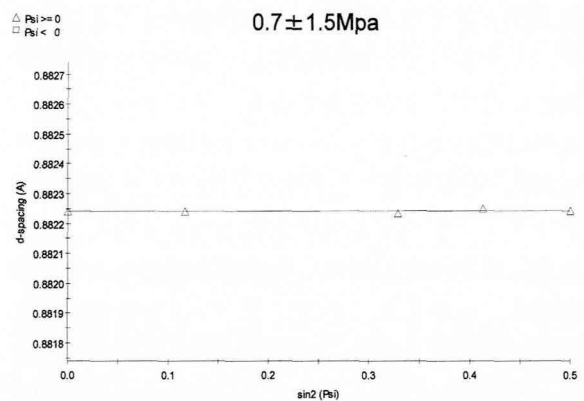


図5：450°に加熱後の残留応力解析：縦軸は結晶格子面間隔、横軸は $\sin^2\psi$ を示す。

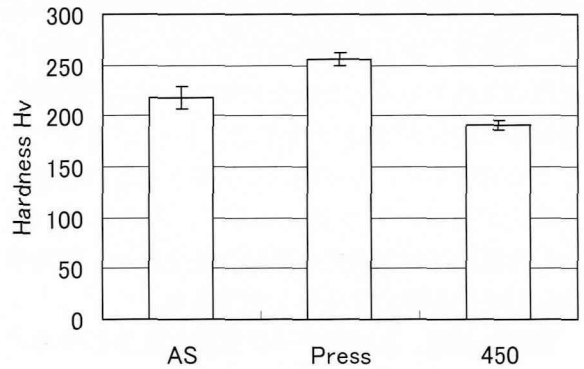


図6：各条件の試験片の硬さ

あり、ASと比較して多くの加工ひずみが認められた。PRSを450°Cに加熱保持しながらX線回折を行った結果、残留応力値は 0.7 ± 1.5 MPaとなり、加工前よりも残留応力は減少し除去された状態が認められた。

2. 硬さ

硬さ試験の結果を図6に示す。

ASの硬さ(Hv)は 218.0 ± 9.8 であり、PRSでは 255.8 ± 6.7 であった。PRSに加熱を加えた

450の硬さ (Hv) は 191.2 ± 7.9 であり, 硬さの減少が認められた. 1元配置分散分析および多重比較による統計処理の結果, 各条件の硬さに対し, それぞれ有意差 ($p < 0.01$) が認められた.

考 察

チタン材に限らず, 金属は冷間加工によって結晶がひずみ加工硬化が生じる. 加工の程度によって硬さの増加量は異なり, 加工度が高いほど硬さは大きくなる^{10,11}. この現象によって金属の靱性は低下する. 靱性が低下すると, 繰り返し応力に耐える事が出来なくなり亀裂が生じる. この亀裂が大きく成長して, 金属は破断することになる. したがって, 焼鈍を施して靱性を金属本来の特性に戻すことが必要である. インプラント体の破折は咬合力のオーバーロードが原因とされているが¹², 焼鈍を施した材料から切削した歯科用インプラント体の疲労破壊強度は大きくなり, その結果, 植立後に短期間に発生する破折をある程度回避し, 破折しにくいインプラント体を提供できるものと考えられた. したがって, 本研究はチタン材を冷間加工することによって生じる残留ひずみが450°Cの加熱処理でどの程度取り除くことが可能についてX線回折により検討を行った.

X線回折は結晶構造の解析や定量が可能であり, 基礎科学から応用研究に至るまで広い範囲にて使用されている. また金属等の多結晶体が弾性変形する際に結晶格子面間隔 (d_{hkl}) が変化することを利用して, 非破壊的な検査として残留応力を測定することも可能である^{9,13}. さらに今回使用した装置は加温機能が搭載されており, 加熱時の応力変化を測定することができる.

実験の結果, ASのチタン線材の残留ひずみはほとんど認められなかった. 一方, PRSはASよりも残留ひずみが多く, 残留応力値がマイナスの値, すなわち図4に示す直線の傾きが右下がりとなっている. これは材料表面に対して引張方向に応力が存在していたことを表している⁹. この試験片を450°Cで加熱しながらX線回折を行った結果, 残留ひずみが除去された状態が得られ, さらに応力値, 偏差共にASよりも小さい値を示した.

硬さについて, PRSの硬さはASよりも約17%の増加であり, 450°Cで加熱しX線回折を行った

450の硬さはASよりも約12%の減少であった. この現象はX線回折から得られた結果と同様に, 結晶に生じる残留ひずみが大きく起因しているものと考えられる.

高橋ら⁹志賀ら⁹の報告によると, 本実験にて使用したのと同じ直径5mmのチタン材は, 比較的加工度が小さく機械的性質もJIS規格範囲であり, 大きな結晶粒の金属組織像を示している. しかしながら, これまでの報告^{3,4}にあるように450°C付近で熱処理を行うと疲労破壊強度は向上している. 加工硬化は多すぎると機械的強度や疲労破壊強度を低下させるが, ある程度までは存在するほうが好ましい¹⁴. 本実験ではX線回折による残留応力測定のため, 試験片を450°Cで長時間加熱保持しており, 江頭ら⁴の推奨する処理時間ではない. したがって, 本実験にて450°Cにて加熱した試験片は, 焼鈍により十分に再結晶化が進み, 残留ひずみが完全に除去された結果, ASよりも応力値と硬さが小さくなったと考えられた. またこの結果より, チタン材にどの程度までの残留応力値が存在しても疲労破壊強度に影響を与えないのか, 非常に興味深く, 今後検討したいと考えられた.

以上のことから, 加工ひずみが残留するチタン材は450°Cで焼鈍する事により, 残留ひずみが軽減されることが明らかとなった.

結 論

チタン材を450°Cで焼鈍することにより, 疲労破壊強度が増加する. この原因は残留ひずみの除去に起因していると考えられる. したがって, 本報告は冷間加工したチタン材を450°Cで処理し, 残留ひずみの除去が可能であるかについてX線回折を用いて検討した.

実験結果の以下の結論が得られた.

1. X線回折の結果, 圧縮加工したチタン材には残留ひずみが認められた.
2. 圧縮加工したチタン材の残留ひずみは, 450°Cで加熱することにより減少した.
3. 圧縮加工したチタン材の硬さは加工前よりも大きく, 450°Cで加熱することにより加熱前よりも小さな値となった.

文 献

- 1) Goodacre CJ, Bernal G, Rungcharassaeng K and Kan JYK (2003) Clinical complications with implants and implant prostheses. *J Prosthet Dent* **90**: 121-32.
- 2) 森永卓一, 室町繁雄, 嵯峨敏郎, 財満鎮雄 (1964) 金属材料, 第19版, 256-9, 朝倉書店, 東京.
- 3) Powers MJ and Sakaguchi LR (2003) *Craigs Restorative Dental Materials*, 12th, 131-45, Mosby Elsevier, Missouri.
- 4) 日本金属学会 (2004) チタン合金の研究・開発の最前線, 第1版, 31-5, 丸善, 東京.
- 5) 高橋恭彦, 寺島伸佳, 吉田貴光, 出口雄之, 伊藤充雄 (2005) チタン棒材の直径と機械的性質の関係について. *松本歯学* **31**: 155-9.
- 6) 志賀泰昭, 田中 悟, 岸 祐治, 金倉仁美, 吉田貴光 (2008) 歯科用インプラント材としての熱処理と機械的性質の関係. *日口腔インプラント誌* **20**: 621-9.
- 7) 白鳥徳彦 (2009) インプラント材としてのチタンの焼鈍温度と機械的性質について. *松本歯学* **35**: 51-60.
- 8) 江頭有三, 丸藤雅義, 前川修一郎, 田村 郁, 吉田貴光 (2010) インプラント材としてのチタンの熱処理温度と疲労破壊の関係. *日口腔インプラント誌* **23**: 12-20.
- 9) 田中啓介, 鈴木賢治, 秋庭義明 (2006) 残留応力のX線評価 -基礎と応用-, 第2版, 121-44, 養賢堂, 東京.
- 10) 村上陽太郎, 亀井 清 (1979) 非鉄金属材料, 第2版, 107-14, 朝倉書店, 東京.
- 11) 西山 寛, 根本君也, 長山克也 監修 (2007) *スタンダード歯科理工学*, 第3版第2刷, 162-5, 学研書院, 東京.
- 12) 保母須弥也, 細山 愼 (2006) *インプラントの咬合*, 第1版, 115-7, クインテッセンス出版, 東京.
- 13) 飯島まゆみ, 土井 豊 (2008) X線回折, *DE* **166**: 30-2.
- 14) Ivanova VS (横掘武夫, 他訳, 1970) *金属の疲労破壊*, 15-25, 丸善, 東京.