

窒素ガスブローを援用した迅速窒化プロセスによる高性能 バイオマテリアルの創製

所属： 静岡大学 工学部 機械工学科

助成対象者： 菊池 将一

共同研究者： 曙 紘之

概要

本研究は、窒素雰囲気下で窒素ガスをブローする新しい表面改質プロセスの確立により、チタン系バイオマテリアルの高性能化を目的として実施した。このプロセスの特徴は、高周波誘導加熱（IH）により常に入熱した状態にあるチタン試験片に対して微粒子や窒素ガスを噴射できる点にある。窒素ガスブローを援用して、低温・短時間での窒素拡散を実現することにより、チタン本来の高い強度を維持しつつ耐摩耗性に優れた表面窒化層を創製させ、強度特性と摩擦摩耗特性の双方に優れた高性能チタン合金を創製した。さらに、IHにより発生する磁場や渦電流に注目し、学術的観点から窒素ガスブローによる迅速窒化メカニズムについても検討を加えた。

abstract

In the present study, gas blow IH (Induction Heating) nitrided titanium alloy was produced to improve both the strength and wear resistance of titanium alloys. The surface hardened layer was formed on titanium alloys within a short period of time because of the elevated temperatures in the interior of the alloy relative to the surface temperatures at a higher gas blowing velocity. Furthermore, increasing the magnetic field strength around the IH coil and the eddy current density around the circumference of the

titanium alloys also accelerated the formation of a hardened layer on the surface of the titanium alloy. Consequently, a high-hardness layer can be formed by applying a treatment temperature less than the β transus of the Ti-6Al-4V alloy, while increasing the gas blowing velocity. This layer improves the wear resistance of the alloy by suppressing both grain coarsening and the formation of an acicular α phase.

研究内容

背景

医療分野では、耐久性に優れた金属製品が生体材料として用いられている。なかでもチタン合金は生体適合性に優れ、かつ良好な耐食性を有するため注目されている。しかし、チタン合金は鉄鋼材料と比較して耐摩耗性に劣るという欠点を有している。その欠点を克服する方策の一つに、窒素雰囲気中の加熱によって材料内に窒素を拡散させる窒化処理がある。窒化を施すことによりチタン表面に高硬さの窒素化合物層が形成され、摩擦摩耗特性が改善される一方で、従来の窒化では処理時の熱影響によってチタン結晶粒が粗大化し、強度が低下するといった問題がある。そのため、新しい表面改質プロセスによって、強度特性と摩擦摩耗特性の双方に優れた高性能チタン合金の創製が求められている。

そこで本研究では、窒素雰囲気下で窒素ガスをブローする新しい表面改質プロセスを確立することによって、チタン系バイオマテリアルの高性能化を目指すこととした。このプロセスでは、高周波誘導加熱（IH）により常に入熱した状態にあるチタン試験片に対して微粒子や窒素ガスを噴射できることから、チタン結晶粒を粗大化させることなく表面窒化層を形成させる可能性について検討を加えた

目的

窒素ガスブローを援用して、低温・短時間での窒素拡散を実現することにより、チタン本来の高い強度を維持しつつ耐摩耗性に優れた表面窒化層を創製させ、強度特性と摩擦摩耗特性の双方に優れた高性能チタン合金の創製を本研究の目的とする。さらに、IHにより発生する磁場や渦電流に注目し、学術的観点から窒素ガスブローによる迅速窒化メカニズムについても検討を加えた。

窒素ガスブロー処理方法

本研究では、助成対象者らが開発したガスブローIH窒化処理システム⁽¹⁾を用いた。このシステムはステンレス鋼製の真空チャンバ内に微粒子/ガス噴射用のノズルとIHコイルが具備されている。これにより、被処理材に対して微粒子の投射、窒素ガスブロー、高周波誘導加熱を同時に行うことができる。

供試材には、チタン合金 (Ti-6Al-4V) を用いた。同材を直径 15 mm、厚さ 4 mm に機械加工した後、一方の端面を #240~#1200 の耐水研磨紙およびコロイダルシリカ懸濁液を用いて鏡面状に研磨した。この面に対して前節に示した手順でガスブローIH窒化処理を施した。処理温度は 973 K、保持時間は 180 s とした。なお、本研究ではガス流速の上昇による処理温度の低温化の可能性について検討を加えるため、2 種類のノズルを用いて処理した試験片 (以下、L973 材および H973 材と呼ぶ) を準備した。各試験片の L と H は、ガス流速の Low および High の頭文字を表している。

結果

図 1 に、各試験片の表面を X 線回折 (XRD) により分析した結果を示す。同図より、ガス流速の低い条件で処理した L973 材の回折プロファイルには窒素化合物の存在を表すピークは認められないが、H973 材の場合には TiN のピークが認められ、さらに、窒素原子の拡散を示す α -Ti および β -Ti の低角側へのピークシフトも認められた。各試験片の縦断面においてビッカース硬さ分布を測定した結果、L973 材では硬さが上昇している領域は認められないのに対して、高流速で窒素ガスを噴射した H973 材の場合には高硬さ層が形成されていた。これらの結果は、窒素ガス流速を上昇させることにより、低温での窒化が実現できることを示すものである。

図 2 に、各試験片の縦断面組織を走査型電子顕微鏡により観察した結果を示す。同図より、973 K で処理した場合、等軸 α 粒や $\alpha+\beta$ 相として存在していることがわかる。なお、通常の窒化処理温度域で処理した試験片には粗大な針状 α 組織が形成されていたことから、

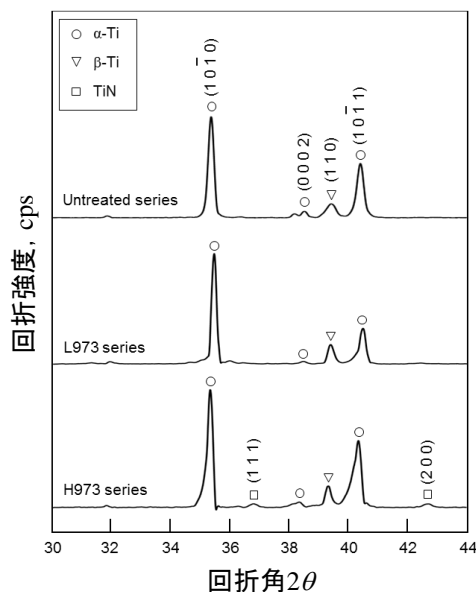


図 1 XRD プロファイル

低温処理によって結晶粒の粗大化が抑制されていることが明らかとなった。

以上から、ガス流速が高い条件で窒素ガスブロー処理を施すことにより、チタン合金の結晶粒を粗大化することなく、高硬度な窒化層を形成できることが明らかとなった。なお、助成対象者が独自に開発した小型4点曲げ疲労試験機

(²)を用いてチタン合金の疲労特性を評価した結果、窒化処理温度の低下に伴い疲労限度が増大する傾向が認められた。このことから、本研究の当初の目的である強度特性と摩擦摩耗特性の双方に優れた高性能チタン合金を創製できたと考えられる。今後は、窒素ガスブローによるチタン合金の疲労特性改善効果についてさらなる検討を加える予定である。

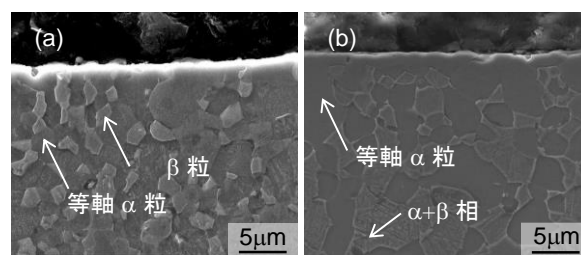


図2 チタン縦断面の組織観察結果
((a)L973材, (b)H973材))

引用文献

- (1) S. Takesuke, S. Kikuchi, H. Akebono, J. Komotori, K. Fukazawa and Y. Misaka, Effects of gas blow velocity on the surface properties of Ti-6Al-4V alloy treated by gas blow IH nitriding, Materials Transactions, Vol.58, No.8, pp.1155-1160, (2017).
- (2) S. Kikuchi, S. Ota, H. Akebono, M. Omiya, J. Komotori, A. Sugeta and Y. Nakai, Formation of nitrided layer using atmospheric-controlled IH-FPP and its effect on the fatigue properties of Ti-6Al-4V alloy under four-point bending, Procedia Structural Integrity, Vol. 2, pp.3432-3438, (2016).

本助成に関わる成果物

[論文発表]

- (1) S. Kikuchi, S. Yoshida and A. Ueno, Improvement of fatigue properties of Ti-6Al-4V alloy under four-point bending by low temperature nitriding, International Journal of Fatigue, Vol.120, pp.134-140 (2019). DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2018.11.005
- (2) S. Takesue, S. Kikuchi, H. Akebono, Y. Misaka and J. Komotori, Effect of pre-treatment with fine particle peening on surface properties and wear

resistance of gas blow induction heating nitrided titanium alloy, Surface and Coatings Technology, (2019) in press. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2018.11.088

[口頭発表]

- (1) 武末翔吾, 菊池将一, 曙紘之, 小茂鳥潤, 三阪佳孝, 微粒子ピーニングを援用したチタン合金のガスブローIH窒化処理の低温化, 日本金属学会, 2018年春期大会(2018)
- (2) S. Takesue, S. Kikuchi, H. Akebono, J. Komotori, Effect of the nitrogen diffusion layer formed by gas blow induction heating nitriding on wear resistance and fatigue properties of titanium alloy, 18th International Conference on Experimental Mechanics (2018) 7月 Brussels, BELGIUM.

[ポスター発表]

無し

[その他]

無し