J02124

放電プラズマ焼結を援用した生体用多機能窒化チタンの創製

Formation of multifunctional nitrided titanium
for bio-medical implants by spark plasma sintering○学 伊藤 秀明^{*1}, 鈴木 潮里^{*1}井尻 政孝^{*2}, 倉科 佑太^{*3}, 菊池 将一^{*4}Hideaki ITO^{*1}, Shiori SUZUKI^{*1},Masataka IJIRI^{*2}, Yuta KURASHINA^{*3} and Shoichi KIKUCHI^{*4}^{*1} 静岡大学大学院 Shizuoka University^{*2} 東京電機大学 Tokyo Denki University^{*3} 東京工業大学 Tokyo Institute of Technology^{*4} 静岡大学 Shizuoka University**Key Words** : Titanium, Nitriding, Sintering, Biocompatibility, KFM

1. 緒言 工業用純チタンは耐食性、生体適合性に優れる反面、強度に劣るという欠点がある。そこで本研究では、三次元的に窒素を分散制御⁽¹⁾することによりチタン系材料を多機能化することを目的とした。具体的には、粉末冶金と窒化処理を複合化させて「三次元窒素拡散制御チタン」を作製し、その微視組織分析および力学特性、耐食性、生体適合性の評価を行った。

2. 材料創製 平均粒径 25.6 μm の工業用純チタン粉末（大阪チタニウムテクノロジー製 TILOP-45, Ti $\geq$ 99.7%）に対して 550, 600 $^{\circ}\text{C}$ でガス窒化を施し、粉末表面に窒素を拡散させた。その後、800, 1000, 1200 $^{\circ}\text{C}$ で放電プラズマ焼結を施し、直径 50 mm の焼結体を作製した。

3. 実験結果 EPMA による元素分析を行った結果、粉末窒化温度が高いほど焼結体の窒素濃度は増加する傾向であった。また、窒素の分布形態は焼結温度によっても変化し、低温焼結体にはネットワーク状の窒素拡散相が形成され、高温焼結体には窒素が広範囲に拡散していた。さらに、EBSD による結晶方位解析を行った結果、高温焼結体には針状組織が認められた。これは、焼結温度（1200 $^{\circ}\text{C}$ ）が β 変態温度（882 $^{\circ}\text{C}$ ）を超えたためと考えられる。しかし、等軸粒から針状組織に遷移する焼結温度は、粉末窒化温度により上昇することが明らかとなった。これは、 α 安定化元素である窒素の拡散により、 β 変態温度が上昇したためと考えられる。

室温・大気環境で引張試験を行った結果、窒素濃度の高い焼結体は脆性を呈した。一方、針状組織を有する低窒素濃度チタンの場合、延性の低下度合いが小さくかつ高い引張強さを示したことから、微量な窒素を侵入固溶させることにより優れた力学特性を発現することが明らかとなった。

ケルビンプローブフォース顕微鏡（KFM）による表面電位測定を行った結果、窒素濃度の高い窒素拡散制御チタンは未窒化粉末焼結体と比較して高い値を示した。このことは、三次元窒素拡散制御により耐食性が向上することを示唆する結果である。三次元窒素拡散制御チタンにおいて窒素は侵入型元素として存在している⁽¹⁾。窒素が侵入型元素として存在する場合、耐食性が向上する⁽²⁾ため、本手法は耐食性向上の面で優位であるといえる。さらに、三次元窒素拡散制御チタンは、未窒化粉末焼結体と比較して良好な細胞増殖性を示した。

4. 結言 三次元窒素拡散制御チタンの微視組織は、窒化条件や焼結条件により変化する。とくに、低温で窒化した粉末を高温焼結することにより、力学特性、耐食性、生体適合性に優れた多機能チタンを創製可能である。

Fig. 1 Creation of new materials

文 献

- (1) Kikuchi S., Akebono H., Ueno A. and Ameyama K., “Formation of commercially pure titanium with a bimodal nitrogen diffusion phase using plasma nitriding and spark plasma sintering”, Powder Technology, Vol.330, (2018) pp.349-356.
- (2) 鈴木脩二郎, “純チタンの耐食性に及ぼす侵入型元素および Fe 添加の影響について”, 防食技術, Vol. 15, No. 6 (1990), pp. 12-18.