

氏名（本籍）	ILHAMDI（インドネシア共和国）
学位の種類	博士（工学）
学位授与番号	甲第540号
学位授与日付	平成30年9月30日
専攻	生産開発システム工学専攻
学位論文題目	Fatigue properties of multi-directionally forged pure titanium plates and thin foils (多軸鍛造した純チタン薄板および薄膜における疲労特性)
学位論文審査委員	(主査) 教授 山下 実 (副査) 教授 植松 美彦 准教授 柿内 利文

### 論文内容の要旨

チタン（Ti）合金は、代表的な軽量・高強度構造用材料であり、様々な機械構造物に利用されている。特に代表的な合金が、Tiに対して6%のアルミニウム（Al）と4%のバナジウム（V）を添加したTi-6Al-4V合金であり、その優れた強度特性から最も利用量の多い合金となっている。近年では、通常の機械構造物だけでなく、人工骨や義肢など、いわゆるインプラントとして利用される例も増加している。これはTi合金の有する優れた耐食性や、生体親和性によるものである。特に日本では、5種類のTi合金が生体用材料としてJISに登録されているが、実際に生体に使用されているTi合金のほとんどがTi-6Al-4V合金とされている。しかし、Ti-6Al-4V合金を長期間体内で使用するにあたり、金属アレルギーの問題が浮上する。特にVは長期的には生体毒性の影響が懸念されている。したがって、生体材料としては合金元素を含まない純Tiの方が生体親和性の観点から適しているが、強度特性については逆に強化材としての合金元素を含まないため、Ti-6Al-4Vよりも劣るのが現状である。そこで、合金元素を加えずに純金属を強化する手法として、強塑性加工（Severe Plastic Deformation: SPD）が注目されている。SPDによって、様々な純金属や合金を強化する例が報告されている。そこで本論文では、SPD手法の一つである多軸鍛造（Multi Directional Forging: MDF）に着目した。MDFは、比較的寸法の大きな部材の作製が可能な手法であり、インプラント用の部材作製にも適していると考えられる。一方、インプラントを長期にわたって利用する場合、繰返し荷重下における疲労信頼性が重要となる。しかし、MDFによって高強度化した純Tiの疲労挙動については報告がない。そこで歯科用インプラントを想定し、MDFによって作製された高強度純Tiの薄板材と薄膜について疲労試験を実施し、その長期的な信頼性について検討した。

第1章の緒論では、インプラント用材料開発の歴史、およびインプラントにおける疲労強度特性理解の重要性について述べるとともに、インプラント用材料の高強度化や疲労に関する従来研究の成果をまとめている。さらに、本研究の目的および構成について述べている。

第2章では、MDFで作製した厚さ1mmの薄板を用いて疲労試験を実施した結果について述べている。本材は、歯科用インプラントやクラウンを想定して開発した高強度の工業用2種純Tiである。薄板であるため、引張り－引張り（応力比 $R=0.1$ ）の疲労試験を実施したが、大気中のみでなく、実際の環境を考慮して生理食塩水中での疲労試験も実施した。また比較材として、通常の圧延プロセスで板厚0.15mmとした工業用2種純Ti（TP35C）を利用した。その結果、MDF純Ti薄板は、TP35Cよりも静的強度特性が向上していることが確認された。組織観察によって、このような強度向上はMDF純TiがTP35Cに比較して結晶粒が微細化し、かつ均一な組織となっていることに起因する事を確認した。また疲労強度についても、試験片採取ロットの違いによるばらつきはあるが、TP35Cよりも向上していた。生理食塩水中における疲労試験でも、疲労強度は全く低下せず、高い腐食疲労強度を有していることを示し、インプラントとしての有用性を実証した。なおMDF純Tiでは、大気中、生理食塩水中にかかわらず、高サイクル疲労領域（破断繰返し数 $10^6$ 回以上）で、内部起点型の疲労き裂発生が生じることが判明した。純Tiでは、内部起点型の疲労き裂発生に関する報告はなく、材料科学的に貴重な事象である。EBSDによる結晶粒解析の結果、板厚中央部にわずかに粗大化した結晶粒が集中して存在することが確認され、このようなわずかに存在する組織不均一が、内部起点型疲労き裂発生の要因であることを特定した。

第3章では、MDFで作製した薄板に対し、さらに板厚を減少させ、膜厚を13 $\mu$ m, 20 $\mu$ m, 30 $\mu$ m, 50 $\mu$ m

とした4種類の薄膜を用いて、引張り－引張り（応力比  $R=0.1$ ）の疲労試験を実施した。薄膜化した場合、欠陥に関する感受性が増大し、強度低下する事が懸念されたが、前章で比較に用いた通常の TP35C よりも高い疲労強度を有し、MDF で作製した厚さ 1mm の薄板と同程度の強度レベルであることを確認した。また、疲労破壊機構や疲労強度に対する膜厚の影響は確認されず、膜厚によらずほぼ同程度の疲労強度となった。破面観察では、疲労き裂は常に膜端で発生し、起点に欠陥や不純物等は確認されなかった。これは、高い膜加工精度によるものであり、前章とあわせて薄板から薄膜まで、通常の純 Ti よりも高い強度を有し、開発された材料のインプラントとしての有効性を指摘した。

第4章の結論では、第2章と第3章の結果を総括するとともに、今後の課題および本研究で得られた成果の工学的有用性について述べている。

### 論文審査結果の要旨

本論文は、MDF によって微細粒化することで高強度化した純 Ti の薄板および薄膜を供試材として疲労試験を実施し、今まで明らかでなかった MDF 純 Ti の疲労破壊機構や疲労強度特性を解明しようとするものである。特に薄板については、インプラントとしての利用も想定して擬似体液中での腐食疲労試験も実施している。本論文の第2章は、厚さ 1mm の薄板を対象としたものであり、MDF によって基礎的な疲労強度が、一般的な純 Ti (TP35C) よりも大きく向上することを明らかにしている。また、温度を一定に保った擬似体液中における腐食疲労試験システムを構築するなど、試験方法にも独創性が認められる。MDF 純 Ti は擬似体液のような腐食環境下でも疲労強度低下が生じないことを実証し、開発された材料は高強度と高耐食性をあわせ持ち、インプラント材料として適していることを明らかにした。材料科学的には、疲労荷重の繰返し数が  $10^6$  回を超えるような領域（高サイクル疲労領域）で、内部起点型の疲労き裂発生が生じることを示したことが興味深い。すなわち、一般的に内部起点型の疲労き裂発生は不純物を含む高強度鋼で見られる事象であるが、純 Ti のような純金属であっても、内部起点型の疲労き裂が発生することを明らかにした点は、今までの材料強度研究では報告されていない事象であり、独創的な結果となっている。また、EBSD による詳細な結晶解析などにより、内部起点型の疲労き裂発生が微視組織的な不均一性（結晶粒径の不均一性）に起因することまで明らかにした点も評価に値する。第3章は、第2章の薄板（板厚 1mm）の結果を、薄膜（13～50 $\mu$ m）にまで拡張したものである。一般的に、薄膜からの試験片作製は困難であるが、試験片作製専用の治具を設計して疲労試験片の作製を行うなど、実験的な工夫を多数行っている。実験結果としては、薄膜の疲労強度特性は薄板とほぼ同一であり、膜厚は疲労強度に対する影響因子になりにくいことを示しているのみであるものの、薄板から薄膜まで、幅広く MDF 純 Ti が高強度・高耐食性の構造部材として利用可能である点を明らかにしたことは、工学的に重要な意味を持っている。また、第3章では疲労き裂進展試験も実施しており、薄膜が実荷重下で実際に疲労破壊が進行して破壊するまでの寿命を予測可能な定量データまで取得している点も工学的に重要である。

以上ように、本論文は新たな知見を見出しており、優れた工業的な有用性を持つ点でも評価できることから、学位審査委員会は、この論文を学位論文に値するものと判断した。

### 最終試験結果の要旨

審査委員会は、上記のように本論文が学位論文として十分な内容と価値ある知見を含むこと、申請者が専門の分野で学位授与にふさわしい専門知識と語学力を有することを確認し、最終試験に合格と判定した。

---

発表論文（論文名、著者、掲載誌名、巻号、ページ）

1. High cycle fatigue properties of multi-directionally forged commercial purity grade 2 Ti plate, **Ithamdi**, Toshifumi Kakiuchi, Hiromi Miura, Yoshihiko Uematsu, *Materials Science Forum*, Vol. 916 (2018) pp. 166-169.
2. Fatigue behavior of multi-directionally forged commercial purity grade 2 Ti plate in laboratory air and Ringer's solution, **Ithamdi**, Toshifumi Kakiuchi, Hiromi Miura, Tomohiko, Fukihara, Yoshihiko Uematsu, *Materials Transactions*, Vol.59, No.8 (2018) pp.1296-1303.