

氏名	ありもりともこ 有森智子
学位	博士(歯学)
学位記番号	新大院博(歯)第 8 号
学位授与の日付	平成17年3月23日
学位授与の要件	学位規則第3条第3項該当
博士論文名	Mechanism of hardening of laser-welded titanium and influence of irradiation frequency on its hardening (純チタンのレーザー溶接における硬化機構と照射回数が硬化へ及ぼす影響)
論文審査委員	主査 教授 野村 修 一 副査 教授 宮川 修 教授 魚島 勝 美

博士論文の要旨

【目的】

耐食性と生体適合性に優れるチタンを大規模な補綴物に応用するには接合技術が不可欠である。しかし、チタンは高温で酸化しやすく鑑着が困難である。近年、レーザー溶接が注目されてきているが、不明な点も多い。すなわち、硬化機構として、固溶酸素濃度の上昇と金属組織変化の二つの仮説が提唱されたが、未だ実証されていない。金属組織変化に関しては、特に溶融部周囲の熱影響部が議論されてきたが、高温で $\beta \rightarrow \alpha$ 変態するチタンでは溶融部と熱影響部の区別さえできていない。また、接合強度確保のための重ね合わせ照射に関して、局所的な照射回数増加の影響に関する報告はない。

本研究は、チタンのレーザー溶接における硬化の機構と、照射回数の硬さへの影響を明らかにすることを目的とした。そこで、金属組織変化の解明に不可欠な「熱影響部の有無」を検証するために特別な試料を考案した。

【材料と方法】

試料はビッカース硬さ試験、金属組織観察、および酸素濃度分析用(I型)と、熱影響部検証用(II型)を準備した。JIS 2種純チタン板から厚径、幅径、長径が3.1, 10, 24 mmの試片を切り出した。3.1×24 mm²の面を、I型では#600の耐水研磨紙で研磨し、II型ではこれをさらにバフ研磨して鏡面に仕上げた。

2枚の試片の研磨面を突き合わせ、技工用Nd-YAGレーザーを用いて照射径0.9 mm、パルス幅10 ms、同周期1 Hz、電圧200 Vでスポット溶接した。I型では、照射中心を突き合わせ面から幅径方向に0.3 mmずらして0, 1, 5, 10, 15回、II型では突き合わせ面に合わせ0, 1, 15回、それぞれ照射した。溶接片を強制破断させ、一方を試料とした。

I型の突き合わせ面を耐水研磨紙で0.3 mm削除した後、鏡面に仕上げて照射中心と一致させた。垂直、水平方向に定めた数点における硬さを測定した。データは、照射回数と測定部位を要因として、分散分析と多重比較検定を行った。

金属組織は、硬さ試験を行った試料をエッチングして顕微鏡観察した。II型では、鏡面研磨のみ行ったものをII-S、さらに0.005-0.01 mm削除後に鏡面研磨したものをII-Dとした。

酸素濃度は組織観察した試料を再び鏡面研磨し、EPMAで分析した。

【結果】

硬さは、垂直方向では1回照射によって対照群に比べ有意に上昇したが、照射群間で回数の影響を認めなかった。水平方向では、いずれの照射回数においても照射中心に向かって上昇する傾向を示した。照射中心では1回照射で、中心から200 μm では5回以上照射で硬さが有意に上昇した。400 μm では照射によって上昇傾向を示したが有意差を認めなかった。

金属組織は、I型では周囲に比して明るい漏斗状領域が観察され、その境界は水平的硬さ測定点の高さにおいて照射中心から400 μm 付近にあった。照射回数による組織の差異は水平方向では無かった。そこでは境界から中心に向かって柱状組織が発達し、その中に針状・板状 α と双晶を多数認めた。一方、漏斗状領域外は全面が細かい等軸晶 α であった。

II-S型では暗い漏斗状領域の周囲に非常に明るいU字状の帯状領域を認めた。漏斗状領域外は等軸晶 α で構成されたが、U字状領域のそれは少し大きかった。II-D型ではU字状領域はなく、漏斗状領域外は同じ大きさの等軸晶 α が占めていた。また、照射回数に関わらず所見は同様であった。

酸素濃度は、照射回数に関係なく漏斗状領域とその周囲との間で違いを認めなかった。

【考察】

酸素濃度は、溶接部とその周囲で差がなかったため、硬化の原因と見なすことはできない。

II-S型において漏斗状領域が暗く見えたのは、そこが溶融接合部で、強制破断によって生じた破面であることを示す。U字状領域が明るく見えたのは、そこが盛り上がっていてよく研磨されたことを示し、等軸晶 α が周囲より大きかった。これらから、この領域は変態点以下の加熱で再結晶する過程で、突き合わせ面間の小さな間隙の範囲内で膨隆した熱影響部と考えられる。しかし、これより少し内部では、漏斗状領域以外は一様な大きさの等軸晶 α であったことから、溶融部周囲の熱影響部は突き合わせ面のごく表層にのみ生じ、内部には生じないことが明らかとなった。

一方、溶融部では、変態に伴う微小ひずみを緩和するために導入された双晶が多数認められた。従って、溶融部の硬化は、双晶の導入によっても緩和しきれずに残った歪みのためと考えられた。変態は溶融部の周囲から中心に向かって進み、それに伴った残留ひずみも大きくなる。これは中心部での硬さの顕著な上昇にも符合し、硬化は組織変化に起因すると考えられる。

加えて、照射回数に関する結果から、重ね合わせ、溶接材の盛り足し、溶接面の馴染し等のために繰り返し照射しても、硬さや組織には大きな影響のないことが分かった。

審査結果の要旨

レーザー溶接は、高温で酸化しやすく鑑着が困難なチタンを大規模な補綴物への応用を可能にした。しかし、臨床応用のみが先行し、レーザー照射によるチタンの硬化機序や重ね合わせ照射の影響など不明な点が多い。

そこで、申請者はチタンのレーザー溶接における硬化の機構と、照射回数の硬さへの影響を明らかにすることを目的に、JIS 2種純チタン板から切り出した2枚の試片の研磨面を突き合わせ、技工用Nd-YAGレーザーを用いて溶接した試料のビッカース硬さ試験、金属組織観察、および酸素濃度分析を行っている。

試料は、照射中心を突き合わせ面から幅径方向に0.3 mmずらして0、1、5、10、15回スポット溶接したものをを用いた。その結果、硬さは、垂直方向では1回照射によって対照群に比べ有意に上昇したが、照射群間で回数の影響を認めなかった。水平方向では、

いずれの照射回数においても照射中心に向かって上昇する傾向を示した。照射中心では1回照射で、中心から200 μm では5回以上照射で硬さが有意に上昇した。金属組織は、周囲に比して明るい漏斗状領域が観察され、その境界は水平的硬さ測定点の高さにおいて照射中心から400 μm 付近にあった。照射回数による組織の差異は水平方向では無かった。そこでは境界から中心に向かって柱状組織が発達し、その中に針状・板状 α と双晶を多数認めた。一方、漏斗状領域外は全面が細かい等軸晶 α であった。酸素濃度は、照射回数に関係なく漏斗状領域とその周囲との間で違いを認めなかった

さらに、溶接部の硬さに影響を及ぼすと思われる「熱影響部の有無」を検証するために、照射中心を突き合わせ面に合わせて0、1、15回照射した試料で突き合わせ面とその直下について、溶融部周囲の金属組織を観察している。その結果、突き合わせ面を破断して鏡面研磨した試料では、暗い漏斗状領域の周囲に非常に明るいU字状の帯状領域を認めた。漏斗状領域外は等軸晶 α で構成されたが、U字状領域のそれは少し大きかった。これに対して、破断面をさらに0.005 - 0.01 mm 削除後に鏡面研磨した試料ではU字状領域はなく、漏斗状領域外は同じ大きさの等軸晶 α が占めていた。

これらの結果から、溶融部の硬化は双晶の導入によっても緩和しきれずに残った歪みのためと考えられた。また、変態は溶融部の周囲から中心に向かって進み、それに伴った残留ひずみも大きくなった。これは中心部での硬さの顕著な上昇にも符合することから、溶融部の硬化が組織変化に起因することが明らかである。一方、酸素濃度は溶接部とその周囲で差がなかったため、硬化の原因と見なすことはできない。照射回数に関する結果から、重ね合わせ、溶接材の盛り足し、溶接面の馴らし等のために繰り返し照射しても、硬さや組織には大きな影響はないことが分かった。

熱影響部を観察した試料で明るく見えたU字状領域は、変態点以下の加熱で再結晶する過程で、突き合わせ面間の小さな間隙の範囲内で膨隆した熱影響部と考えられた。しかし、これより少し内部では漏斗状領域以外は一様な大きさの等軸晶 α であったことから、溶融部周囲の熱影響部は突き合わせ面のごく表層にのみ生じ、内部には生じないことが分かった。

このように、本研究はレーザー照射によるチタンの硬化機構が酸素濃度の変化ではなく、金属組織変化であることを明らかにしている。さらに、照射回数は硬さや組織に大きな影響を与えないこと、溶融部周囲の熱影響部は突き合わせ面のごく表層にのみ生じることを明確にしている。ここに学位論文としての価値を認める。