

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5094393号
(P5094393)

(45) 発行日 平成24年12月12日 (2012.12.12)

(24) 登録日 平成24年9月28日 (2012.9.28)

(51) Int.Cl.

F I

C 2 2 F 1/18 (2006.01)

C 2 2 F 1/18 H

C 2 2 C 14/00 (2006.01)

C 2 2 C 14/00 Z

B 2 1 B 3/00 (2006.01)

B 2 1 B 3/00 K

C 2 2 F 1/00 (2006.01)

C 2 2 F 1/00 6 O 2

C 2 2 F 1/00 6 O 4

請求項の数 30 (全 20 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2007-527417 (P2007-527417)
 (86) (22) 出願日 平成17年5月18日 (2005.5.18)
 (65) 公表番号 特表2008-500458 (P2008-500458A)
 (43) 公表日 平成20年1月10日 (2008.1.10)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2005/017428
 (87) 国際公開番号 W02005/113847
 (87) 国際公開日 平成17年12月1日 (2005.12.1)
 審査請求日 平成20年5月12日 (2008.5.12)
 (31) 優先権主張番号 60/573,180
 (32) 優先日 平成16年5月21日 (2004.5.21)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)
 (31) 優先権主張番号 11/057,614
 (32) 優先日 平成17年2月14日 (2005.2.14)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 501187033
 エイティイーアイ・プロパティーズ・インコ
 ーポレーテッド
 アメリカ合衆国オレゴン州97321-0
 580, アルバニー, ノース・イースト・
 オールド・セーレム・ロード 1600
 (74) 代理人 100140109
 弁理士 小野 新次郎
 (74) 代理人 100075270
 弁理士 小林 泰
 (74) 代理人 100080137
 弁理士 千葉 昭男
 (74) 代理人 100096013
 弁理士 富田 博行

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 準安定ベータ型チタン合金及び直接時効によるその加工方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

10重量%を超えるモリブデンを含む準安定β型チタン合金の加工方法であって：

準安定β型チタン合金を熱間加工すること；および

前記準安定β型チタン合金を、熱間加工した状態で、前記準安定β型チタン合金のβ－
 トラんザス温度未満の第1の時効温度で、前記準安定β型チタン合金の少なくとも一部分
 の内部に少なくとも1つのα－相析出物が形成され、これが少なくとも部分的に粗大化す
 るのに十分な時間、直接時効すること；そしてそれに続いて、

前記準安定β型チタン合金を、前記第1の時効温度よりも少なくとも125℃（225
 °F）低い第2の時効温度で、前記準安定β型チタン合金の少なくとも一部分の内部に少
 なくとも1つの追加のα－相析出物が形成されるのに十分な時間加熱すること；

を含み、前記粗大なα－相析出物は、前記追加のα－相析出物よりも大きな平均結晶粒度
 を有する、前記方法。

【請求項2】

前記準安定β型チタン合金は、14重量%～16重量%のモリブデンを含む二元チタン
 －モリブデン合金であることを特徴とする、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

前記準安定β型チタン合金を熱間加工することは、前記準安定β型チタン合金を593
 °C（1100°F）を超えて941°C（1725°F）までの範囲にわたる圧延温度で熱間
 圧延すること及び前記準安定β型チタン合金を538°C（1000°F）～1093°C（

10

20

2000 °F) の範囲にわたる温度で熱間押出しすることのうちの 1 つを含むことを特徴とする、請求項 1 または 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記準安定 β 型チタン合金は、95%～99% の範囲にわたる断面減少率に熱間加工されることを特徴とする、請求項 1 から 3 のいずれかに記載の方法。

【請求項 5】

前記第 1 の時効温度は 663 °C (1225 °F) ～746 °C (1375 °F) の範囲であることを特徴とする、請求項 1 から 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 6】

前記第 1 の時効温度は 677 °C (1250 °F) ～732 °C (1350 °F) の範囲であることを特徴とする、請求項 5 に記載の方法。

10

【請求項 7】

前記第 1 の時効温度は 691 °C (1275 °F) ～718 °C (1325 °F) の範囲であることを特徴とする、請求項 6 に記載の方法。

【請求項 8】

前記第 1 の時効温度は 691 °C (1275 °F) ～704 °C (1300 °F) の範囲であることを特徴とする、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

前記第 2 の時効温度は 454 °C (850 °F) ～538 °C (1000 °F) の範囲であることを特徴とする、請求項 1 から 8 のいずれかに記載の方法。

20

【請求項 10】

前記第 2 の時効温度は 468 °C (875 °F) ～538 °C (1000 °F) の範囲であることを特徴とする、請求項 9 に記載の方法。

【請求項 11】

前記第 2 の時効温度は 482 °C (900 °F) ～538 °C (1000 °F) の範囲であることを特徴とする、請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

直接時効する前に、前記準安定 β 型チタン合金は準安定相領域を含む微細組織を有し、前記準安定 β 型チタン合金を第 1 の時効温度で加熱することは、前記準安定相領域の少なくとも一部分の内部に α 相析出物が形成され、これが少なくとも部分的に粗大化するのに十分な時間、前記準安定 β 型チタン合金を加熱することを含み、

30

前記準安定 β 型チタン合金を第 2 の時効温度で加熱することは、前記準安定 β 型チタン合金中の残りの準安定相領域の過半量の内部に α 相析出物が形成されるのに十分な時間、前記準安定 β 型チタン合金を加熱することを含むことを特徴とする、請求項 1 から 11 のいずれかに記載の方法。

【請求項 13】

前記準安定 β 型チタン合金を第 2 の時効温度で加熱することは、前記準安定 β 型チタン合金中の前記残りの準安定相領域の事実上全ての内部に α 相析出物が形成されるのに十分な時間、前記準安定 β 型チタン合金を加熱することを含むことを特徴とする、請求項 12 に記載の方法。

40

【請求項 14】

加工後、前記準安定 β 型チタン合金は少なくとも 1034 MPa (150 ksi) の引張強さを有することを特徴とする、請求項 1 から 13 のいずれかに記載の方法。

【請求項 15】

加工後、前記準安定 β 型チタン合金は少なくとも 1172 MPa (170 ksi) の引張強さを有することを特徴とする、請求項 14 に記載の方法。

【請求項 16】

加工後、前記準安定 β 型チタン合金は少なくとも 1241 MPa (180 ksi) の引張強さを有することを特徴とする、請求項 15 に記載の方法。

【請求項 17】

50

加工後、前記準安定β型チタン合金は少なくとも12%の伸びを有することを特徴とする、請求項1から16のいずれかに記載の方法。

【請求項18】

加工後、前記準安定β型チタン合金は少なくとも15%の伸びを有することを特徴とする、請求項17に記載の方法。

【請求項19】

加工後、前記準安定β型チタン合金は少なくとも20%の伸びを有することを特徴とする、請求項18に記載の方法。

【請求項20】

加工後、前記準安定β型チタン合金は少なくとも550MPaの回転ビーム疲労強度を有することを特徴とする、請求項1から19のいずれかに記載の方法。

10

【請求項21】

加工後、前記準安定β型チタン合金は少なくとも650MPaの回転ビーム疲労強度を有することを特徴とする、請求項20に記載の方法。

【請求項22】

前記準安定β型チタン合金を熱間加工する前に、前記準安定β型チタン合金は、プラズマアーク低温炉床溶解及び真空アーク再溶解のうちの少なくとも1つを含むプロセスによって製造されることを特徴とする、請求項1から21のいずれかに記載の方法。

【請求項23】

準安定β型チタン合金を熱間加工すること；および

20

前記準安定β型チタン合金を、熱間加工した状態で、663℃(1225°F)～746℃(1375°F)の範囲にわたる第1の時効温度で少なくとも0.5時間加熱することによって直接時効すること；そしてそれに続いて、

前記準安定β型チタン合金を454℃(850°F)～538℃(1000°F)の範囲にわたる第2の時効温度で少なくとも0.5時間加熱すること；

を含む、請求項1から22のいずれかに記載の方法。

【請求項24】

10重量%を超えるモリブデンを含み、また準安定β型チタン合金の少なくとも一部分の内部に少なくとも1つの粗大なα-相析出物を含み、そして前記β型チタン合金の残りの準安定相領域の少なくとも50%の内部に少なくとも1つの追加のα-相析出物を含む、請求項1記載の方法で製造された準安定二元β型チタン合金。

30

【請求項25】

準安定β型チタン合金の少なくとも一部分の内部に少なくとも1つの粗大なα-相析出物を含み、そして前記準安定β型チタン合金の残りの準安定相領域の少なくとも90%において追加のα-相析出物を含むことを特徴とする、請求項24に記載の準安定二元β型チタン合金。

【請求項26】

α-相析出物は合金の微細組織の全体にわたって均一に分布していることを特徴とする、請求項24または25に記載の準安定二元β型チタン合金。

【請求項27】

14重量%～16重量%のモリブデンを含むことを特徴とする、請求項24から26のいずれかに記載の準安定二元β型チタン合金。

40

【請求項28】

請求項24から27のいずれかに記載の準安定二元β型チタン合金を含む製造物品。

【請求項29】

前記製造物品は、医用生体構成要素、自動車構成要素、航空宇宙構成要素、化学処理構成要素および船舶構成要素からなる群から選択されることを特徴とする、請求項28に記載の製造物品。

【請求項30】

医用生体構成要素は、ヒップステム、大腿骨頭、骨用ねじ、カニューレ挿入ねじ、ティ

50

ビアルトレイ、歯科インプラント、髄質内層ネイル、バルブリフタ、リテイナ、タイロッド、懸架ばね、ファスナー、ねじ、弁胴、ポンプケーシング、ポンプインペラ、容器、管フランジ、ファスナー、ねじ、ハッチカバー、クリップ、コネクタ、梯子、手すり、ワイヤ、及びケーブルからなる群から選択されることを特徴とする、請求項29に記載の製造物品。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本開示は一般に、準安定β型チタン合金及び準安定β型チタン合金の加工方法に関する。特に、本発明の特定の具体例は、10重量%を超えるモリブデンを含む二元準安定β型チタン合金、並びに熱間加工及び直接時効によるこのような合金の加工方法に関する。本明細書において開示する準安定β型チタン合金から製造される製造物品も提供する。

10

【背景技術】

【0002】

準安定ベータ型チタン（または“β-チタン”）合金は一般に、手術室において外科医による個別の適合または輪郭形成を必要とする特定の医用生体インプラント用途における使用に特に適したものに作る延性及び生体適合性の望ましい組合せを有する。例えば、单相ベータ微細構造を含む固溶化熱処理した（または“β-焼なましした”）準安定β型チタン合金、例えば約15重量%のモリブデンを含む二元β型チタン合金（“Ti-15Mo”）は、骨折固定用途において成功裏に使用され、このような用途において一般に使用されるステンレス鋼のものに近づく使用しやすさを有することが見いだされた。しかしながら、固溶化熱処理したTi-15Mo合金の強度は比較的に低いので、これは一般に、より高強度の合金を必要とする用途、例えば、股関節プロテーゼにおける使用には適さない。例えば、ほぼβ-トランザス温度（β-transus temperature）またはこれを超える温度で固溶化熱処理し、それに続いて、さらに時効することなく室温に冷却した従来のTi-15Mo合金は、典型的に約25%の伸び及び約110ksiの引張強さを有する。本明細書において使用する“β-トランザス温度”または“β-トランザス”という用語は、超えると平衡α-相（または“アルファ相”）がチタン合金中に存在しない最低温度を指す。例えば、本明細書において参考のために特に引用するASM Materials Engineering Dictionary, J.R. Davis Ed., ASM International, Materials Park, OH (1992) at page 39を参照されたい。

20

30

【0003】

合金を時効してβ-相微細構造内部にα-相（またはアルファ相）を析出させることによって、固溶化熱処理したTi-15Mo合金の引張強さを増大させることができるが、典型的に、固溶化熱処理したTi-15Mo合金を時効することは、合金の延性の劇的な減少をもたらす。例えば、本明細書において限定するものではないが、Ti-15Mo合金を約1472°F（800°C）で固溶化熱処理し、急速に冷却し、それに続いて887°F（475°C）～1337°F（725°C）の範囲にわたる温度で時効した場合、約150ksi～約200ksiの範囲にわたる引張強さを実現することができる。しかしながら、説明するように時効した後、合金は、約11%（150ksi材料の場合）～約5%（200ksi材料の場合）の%伸びを有することができる。本明細書において参考のために特に引用するJohn Disegi, "A0 ASIF Wrought Titanium-15% Molybdenum Implant Material," A0 ASIF Materials Expert Group. 1st Ed., (Oct. 2003)を参照されたい。この状態において、Ti-15Mo合金が適する用途の範囲は、合金の比較的に低い延性が理由となって限定され得る。

40

【0004】

さらに、準安定β型チタン合金は、転位の形成及び移動によってではなく双晶形成によって変形する傾向があるので、こうした合金は一般に、冷間加工（すなわち、加工強化）単独によって任意のかなりの程度に強化することができない。

【0005】

50

従って、準安定 β 型チタン合金、例えば10重量%を超えるモリブデンを含み、良好な引張特性（例えば、良好な延性、引張及び／または降伏強さ）及び／または良好な疲れ特性の両方を有する二元 β 型チタン合金に対する必要が存在する。良好な引張特性及び良好な疲れ特性の両方を実現するための、このような合金の加工方法に対する必要も存在する。

【発明の開示】

【0006】

本明細書において開示する様々な非限定具体例は、準安定 β 型チタン合金の加工方法に関する。例えば、1非限定具体例は、10重量%を超えるモリブデンを含む準安定 β 型チタン合金の加工方法であって、準安定 β 型チタン合金を熱間加工することと、準安定 β 型チタン合金を直接時効することを含む方法において、直接時効は、準安定 β 型チタン合金を、熱間加工した状態で、850°Fを超える～1375°Fの範囲にわたる時効温度で、準安定 β 型チタン合金内部に α -相析出物を形成するのに十分な時間加熱することを含む、方法を提供する。

10

【0007】

別の非限定具体例は、10重量%を超えるモリブデンを含む準安定 β 型チタン合金の加工方法であって、準安定 β 型チタン合金を熱間加工することと、準安定 β 型チタン合金を直接時効することを含む方法において、直接時効は、準安定 β 型チタン合金を、熱間加工した状態で、準安定 β 型チタン合金の β -トランザス温度未満の第1の時効温度で、準安定 β 型チタン合金の少なくとも一部分の中に少なくとも1つの α -相析出物を形成し、少なくとも部分的に粗くするのに十分な時間加熱することと；それに続いて、準安定 β 型チタン合金を、第1の時効温度よりも低い第2の時効温度で、準安定 β 型チタン合金の少なくとも一部分の中に少なくとも1つの追加の α -相析出物を形成するのに十分な時間加熱することを含む、方法を提供する。

20

【0008】

別の非限定具体例は、10重量%を超えるモリブデンを含む準安定 β 型チタン合金の加工方法であって、準安定 β 型チタン合金を熱間加工することと、準安定 β 型チタン合金を直接時効することを含む方法において、直接時効は、準安定 β 型チタン合金を、熱間加工した状態で、1225°F～1375°Fの範囲にわたる第1の時効温度で少なくとも0.5時間加熱することと、それに続いて、準安定 β 型チタン合金を850°F～1000°Fの範囲にわたる第2の時効温度で少なくとも0.5時間加熱することを含む、方法を提供する。

30

【0009】

別の非限定具体例は、10重量%を超えるモリブデンを含む準安定 β 型チタン合金の加工方法であって、準安定 β 型チタン合金を熱間圧延すること及び熱間押出しすることのうちの少なくとも1つによって、準安定 β 型チタン合金を少なくとも95%の断面減少率（reduction in area）に熱間加工することと；準安定 β 型チタン合金を、熱間加工した状態で、準安定 β 型チタン合金の β -トランザス温度未満の時効温度で、準安定 β 型チタン合金中に α -相析出物を形成するのに十分な時間加熱することによって、準安定 β 型チタン合金を直接時効することを含む方法を提供する。

40

【0010】

別の非限定具体例は、10重量%を超えるモリブデンを含む二元 β 型チタン合金の加工方法であって、二元 β 型チタン合金を熱間加工することと、 β 型チタン合金を、熱間加工した状態で、二元 β 型チタン合金の β -トランザス温度未満の時効温度で、二元 β 型チタン合金内部に α -相析出物を形成するのに十分な時間加熱することによって二元 β 型チタン合金を直接時効することを含む方法において、加工後、二元 β 型チタン合金は少なくとも150ksiの引張強さ及び少なくとも12%の伸びを有する、方法を提供する。

【0011】

本発明の他の非限定具体例は、二元 β 型チタン合金に関する。例えば、1非限定具体例は、10重量%を超えるモリブデンを含む二元 β 型チタン合金において、二元 β 型チタン

50

合金は、二元β型チタン合金を熱間加工し、二元β型チタン合金を直接時効することによって加工され、加工後、二元β型チタン合金は少なくとも150ksiの引張強さ及び少なくとも12%の伸びを有する、二元β型チタン合金を提供する。

【0012】

別の非限定具体例は、10重量%を超えるモリブデンを含み、少なくとも150ksiの引張強さ及び少なくとも12%の伸びを有する二元β型チタン合金を提供する。

【0013】

本明細書において開示する他の非限定具体例は、二元β型チタン合金から製造される製造物品に関する。例えば、1非限定具体例は、10重量%を超えるモリブデンを含み、少なくとも150ksiの引張強さ及び少なくとも12%の伸びを有する二元β型チタン合金を含む製造物品を提供する。

10

【0014】

本明細書において開示する様々な具体例は、図面と共に読むことでより良く理解されよう。

【発明を実施するための最良の形態】

【0015】

上記に検討したように、本発明の具体例は、準安定β型チタン合金及びその加工方法に関する。特に、本発明の具体例は、準安定β型チタン合金、例えば10重量%を超えるモリブデンを含む二元β型チタン合金、及び合金に望ましい機械的性質を与えるためのこのような合金の加工方法に関する。本明細書において使用する“準安定β型チタン合金”という用語は、βトランザスを超えるところから冷却した時に事実上100%のβ構造を保持するのに十分な量のβ安定化元素を含むチタン合金を意味する。従って、準安定β型チタン合金は、焼入れした時にマルテンサイト開始(martensite start) (または“ M_s ”)を通過することを避けるのに十分なβ安定化元素を含み、それによってマルテンサイトの形成を避ける。ベータ安定化元素(またはβ安定剤)は、体心立方(“bcc”)βチタン相と同形の元素である。β安定剤の例としては、ジルコニウム、タンタル、バナジウム、モリブデン、及びニオブが挙げられるがこれらに限定されるものではない。例えば、本明細書において参考のために特に引用するMetal Handbook, Desk Edition, 2nd Ed., J.R. Davis ed., ASM International, Materials Park, OH (1998) at pages 575-588を参照されたい。

20

30

【0016】

先に検討したように、固溶化熱処理した状態で、準安定β型チタン合金は単相β微細構造を含む。しかしながら、βトランザス未満の温度での適切な熱処理によって、六方最密結晶構造を有するα相チタンを形成できるかまたはβ相微細構造中に析出できる。β相微細構造内部のα相の形成は合金の引張強さを改良できるが、これはまた一般に合金の延性の顕著な減少をもたらす。しかしながら、下記により詳細に検討するように、本願発明者らは、準安定β型チタン合金を本明細書において開示する様々な非限定具体例に従って加工した場合、望ましい引張強さ及び延性の両方を有する準安定β型チタン合金を形成できることを見出した。

【0017】

40

本明細書において開示する様々な非限定具体例に従う方法と共に使用するのに適した準安定β型チタン合金としては、10重量%を超えるモリブデンを含む準安定β型チタン合金が挙げられるがこれに限定されるものではない。本明細書において開示する様々な非限定具体例に従う方法と共に使用するのに適した他の準安定β型チタン合金としては、限定するものではなく、11重量%のモリブデン～18重量%のモリブデンを含む準安定β型チタン合金が挙げられる。特定の非限定具体例によれば、準安定β型チタン合金は、少なくとも14重量%のモリブデンを含み、特に、14重量%～16重量%のモリブデンを含む。さらに、モリブデンに加えて、本明細書において開示する様々な非限定具体例に従う準安定β型チタン合金は、少なくとも1つの他のβ安定化元素、例えばジルコニウム、タンタル、バナジウム、モリブデン、及びニオブを含むことができる。

50

【0018】

さらに、本明細書において開示する様々な非限定具体例によれば、準安定 β 型チタン合金は、10重量%を超えるモリブデンを含み、特に、14重量%～16重量%のモリブデンを含む二元 β 型チタン合金とすることができる。他の非限定具体例によれば、準安定 β 型チタン合金は、約15重量%のモリブデンを含む二元 β 型チタン合金である。本明細書において使用する“二元 β 型チタン合金”という用語は、2つの一次合金元素を含む準安定 β 型チタン合金を意味する。しかしながら、当業者であれば、2つの一次合金元素に加えて、二元合金系は、系の熱力学的平衡挙動を実質的に変化させない少量または不純物量の他の元素または化合物を含むことができることは了解されよう。

【0019】

本明細書において開示する様々な非限定具体例に従う準安定 β 型チタン合金は、準安定 β 型チタン合金の製造に関して一般に当分野において周知の任意の方法によって製造できる。例えば、限定するものではなく、準安定 β 型チタン合金は、プラズマアーク低温炉床溶解(plasma arc cold hearth melting)、真空アーク再溶解、及び電子ビーム溶解のうちの少なくとも1つを含むプロセスによって製造できる。一般的に言って、プラズマアーク低温炉床溶解プロセスは、未使用原料を配合した加圧した成形体(“パックス(pucks)”)と呼ばれる)、バルク固体復帰物(bulk solid revert)(すなわち、固体スクラップ金属)、または両方の組合せの形態の入力原料を、プラズマアーク低温炉床溶解炉(または“PAM”炉)中で溶解することを含む。結果として生じるインゴットを、熱間加工の前に、回転鍛造(rotary forge)するか、プレス鍛造(press forge)するか、または

【0020】

例えば、本明細書において開示する特定の非限定具体例によれば、 β 型チタン合金は、プラズマアーク低温炉床溶解によって製造できる。他の非限定具体例によれば、準安定 β 型チタン合金は、プラズマアーク低温炉床溶解及び真空アーク再溶解によって製造できる。特に、 β 型チタン合金は、一次溶解操作においてプラズマアーク低温炉床溶解によって製造でき、それに続いて二次溶解操作において真空アーク再溶解できる。

【0021】

本発明の様々な非限定具体例に従う準安定 β 型チタン合金の加工方法を、ここから検討する。本明細書において開示する1非限定具体例は、10重量%を超えるモリブデンを含む準安定 β 型チタン合金の加工方法であって、準安定 β 型チタン合金を熱間圧延すること及び熱間押出しすることのうちの少なくとも1つによって、準安定 β 型チタン合金を少なくとも95%の断面減少率に熱間加工することと、準安定 β 型チタン合金を、熱間加工した状態で、準安定 β 型チタン合金の β -トランザス温度未満の時効温度で、準安定 β 型チタン合金中に α -相を形成するのに十分な時間加熱することによって準安定 β 型チタン合金を直接時効することを含む方法を提供する。

【0022】

任意の特定の理論によって束縛されることを意図するものではないが、本明細書において開示する様々な非限定具体例に従う時効の前に準安定 β 型チタン合金を熱間加工することは、本願発明者らによって、合金における加工のレベルを増大させ、合金の結晶粒度を減少させる際に有利であると考えられている。一般的に言って、準安定 β 型チタン合金は、合金の所望の形状を実現するために、並びに β -相微細構造への所望の加工のレベルを与えるために必要とされる任意の%減少に熱間加工できる。上記に検討したように、1非限定具体例においては、準安定 β 型チタン合金は、少なくとも95%の断面減少率に熱間加工できる。別の非限定具体例によれば、準安定 β 型チタン合金は、少なくとも98%の断面減少率に熱間加工できる。さらに別の非限定具体例によれば、準安定 β 型チタン合金は、99%の断面減少率に熱間加工できる。さらに他の非限定具体例によれば、準安定 β 型チタン合金は、少なくとも75%の断面減少率に熱間加工できる。

【0023】

さらに、上記に検討したように、1非限定具体例によれば、準安定 β 型チタン合金を熱

間加工することは、準安定β型チタン合金を熱間圧延すること及び熱間押出しすることのうちの少なくとも1つを含むことができる。例えば、本明細書において開示する様々な非限定具体例によれば、準安定β型チタン合金を熱間加工することは、準安定β型チタン合金を1100°Fを超える～1725°Fの範囲にわたる圧延温度で熱間圧延することを含むことができる。さらに、本明細書において開示する他の非限定具体例によれば、準安定β型チタン合金を熱間加工することは、準安定β型チタン合金を1000°F～2000°Fの範囲にわたる温度で熱間押出しすることを含むことができる。例えば、準安定β型チタン合金を熱間押出しすることは、押出しすべき準安定β型チタン合金（または“マルチ（mult）”）の周りにステンレス鋼、チタンまたは他の合金若しくは材料から製造された保護缶を溶接することと、選択された押出し温度に缶入りマルチを加熱することと、部片全体を押出ダイを通して押出すこととを含むことができる。準安定β型チタン合金を熱間加工する他の方法としては、限定するものではなく、準安定β型チタン合金を熱間加工することに関して当分野において周知の方法—例えば、熱間鍛造または熱間引拔が挙げられる。

10

【0024】

上記に検討したように、準安定β型チタン合金を熱間加工した後、合金を直接時効する。本明細書において使用する“時効”という用語は、合金を、β-トランザス温度未満の温度で、β-相微細構造内部にα-相析出物を形成するのに十分な時間加熱することを意味する。さらに、本明細書において使用する“直接時効”という用語は、時効の前に合金を固溶化熱処理することなく熱間加工した合金を時効することを意味する。

20

【0025】

様々な非限定具体例によれば、準安定β型チタン合金を直接時効することは、準安定β型チタン合金を、熱間加工した状態で、準安定β型チタン合金のβ-トランザス温度未満の時効温度で、準安定β型チタン合金中にα-相析出物を形成するのに十分な時間加熱する単一段階直接時効プロセスを含むことができる。例えば、本明細書において限定するものではないが、様々な非限定具体例によれば、時効温度は850°F～1375°Fの範囲にわたることができ、さらに900°Fを超える～1200°Fの範囲にわたることができる。他の非限定具体例によれば、時効温度は925°F～1150°Fの範囲にわたることができ、なおさらに950°F～1100°Fの範囲にわたることができる。

【0026】

1特定の非限定具体例は、10重量%を超えるモリブデンを含むβ型チタン合金の加工方法であって、準安定β型チタン合金を熱間加工することと、準安定β型チタン合金を直接時効することとを含む方法において、直接時効は、準安定β型チタン合金を、熱間加工した状態で、850°F～1375°Fの範囲にわたる時効温度で、準安定β型チタン合金中にα-相析出物を形成するのに十分な時間加熱することを含む、方法を提供する。

30

【0027】

上記に検討したように、様々な非限定具体例によれば、準安定β型チタン合金を直接時効することは、準安定β型チタン合金を、熱間加工した状態で、準安定β型チタン合金中にα-相析出物を形成するのに十分な時間加熱することを含む。当業者であれば、準安定β型チタン合金中にα-相析出物を析出するために必要とされる正確な時間は、幾つかのファクター、例えば、しかし限定するものではなく、合金のサイズ及び形状、並びに用いる単数または複数の時効温度に依存しようということとは了解されよう。例えば、本明細書において限定するものではないが、1非限定具体例によれば、準安定β型チタン合金を直接時効することは、準安定β型チタン合金を850°F～1375°Fの範囲にわたる温度で少なくとも0.5時間加熱することを含むことができる。別の非限定具体例によれば、直接時効は、準安定β型チタン合金を850°F～1375°Fの範囲にわたる温度で少なくとも2時間加熱することを含むことができる。さらに別の非限定具体例によれば、直接時効は、準安定β型チタン合金を850°F～1375°Fの範囲にわたる温度で少なくとも4時間加熱することを含むことができる。別の非限定具体例によれば、直接時効は、準安定β型チタン合金を850°F～1375°Fの範囲にわたる温度で0.5～5時間加熱

40

50

することを含むことができる。

【0028】

本明細書において開示する様々な非限定具体例に従い準安定β型チタン合金を加工した後、準安定β型チタン合金は、少なくとも150ksi、少なくとも170ksi、少なくとも180ksiまたは超える引張強さを有することができる。さらに、本明細書において開示する様々な非限定具体例に従い準安定β型チタン合金を加工した後、準安定β型チタン合金は、少なくとも10%、少なくとも12%、少なくとも15%、少なくとも17%の伸びを有することができ、さらに少なくとも20%の伸びを有することができる。

【0029】

先に検討したように、固溶化熱処理したかまたはβ-焼なましした状態で、Ti-15Moβ型チタン合金は一般に、伸び約25%及び引張強さ約110ksiを有する。さらに、先に検討したように、固溶化熱処理したTi-15Mo合金を時効してβ-相微細構造内部にα-相析出物を形成することは、合金の引張強さの増大をもたらすことができるが、時効は一般に合金の延性を減少する。しかしながら、本明細書において説明する様々な非限定具体例に従い熱間加工した後に準安定β型チタン合金の例えばTi-15Moを直接時効することによって、少なくとも150ksiの引張強さ及び少なくとも12%の伸びを実現することができる。

【0030】

任意の特定の理論によって束縛されることを意図するものではないが、熱間加工後に準安定β型チタン合金を直接時効することによって、合金を時効する前に固溶化熱処理した場合よりもα-相はより均一に形成されるかまたはβ-相微細構造中に析出し、それによって改良された機械的性質をもたらすと予測されている。例えば、図1及び2は、本明細書において検討する様々な非限定具体例に従い熱間加工した状態で合金を直接時効することによって加工され約15重量%のモリブデンを含む二元β型チタン合金（すなわち、Ti-15Mo）の微細構造を示す。特に、図1は、合金を99%の断面減少率に熱間圧延し、その後、合金を、熱間加工した状態で、約950°Fの時効温度で約4時間加熱することによって、合金を直接時効し、続いて空冷することによって、単一段階直接時効プロセスにおいて熱間加工し、直接時効したTi-15Mo合金の顕微鏡写真である。図1に示すように、微細構造は、α-相析出物10及び低α（α-lean）（例えば、無析出または未変態β-相）領域12の両方を含む。

【0031】

図2は、本明細書において下記に開示する様々な非限定具体例に従う二段階直接時効プロセスによって加工されたTi-15Mo合金の顕微鏡写真である。特に、図2のTi-15Mo合金は、少なくとも99%の断面減少率で熱間圧延し、それに続いて、合金を、熱間加工した状態で、約1275°Fの第1の時効温度で約2時間加熱し、続いて水焼入れし、それに続いて、合金を約900°Fの第2の時効温度で約4時間加熱し、続いて空冷することによって直接時効された。図2に示すように、α-相析出物は一般に、微細構造全体にわたって均一に分布する。さらに、下記により詳細に検討するように、本明細書において開示する様々な非限定具体例に従う二段階直接時効プロセスを使用してβ型チタン合金を加工することは、α-相析出物の均一な分布を有し、未変態（例えば、無析出または低α）の準安定相領域が事実上無い微細構造を有するβ型チタン合金を製造する際に有用となることができる。

【0032】

上記に検討したように、本明細書において開示する他の非限定具体例は、10重量%を超えるモリブデンを含む準安定β型チタン合金の加工方法において、方法は、準安定β型チタン合金を熱間加工することと、準安定β型チタン合金を、熱間加工した状態で、β-トランザス温度未満の第1の時効温度で加熱し、それに続いて、第1の時効温度未満の第2の時効温度で加熱する二段階直接時効プロセスにおいて準安定β型チタン合金を直接時効することとを含む、方法を提供する。

【0033】

例えば、1 特定の非限定具体例は、10重量%を超えるモリブデンを含む準安定β型チタン合金の加工方法であって、準安定β型チタン合金を熱間加工することと、準安定β型チタン合金を直接時効することを含む方法において、直接時効は、準安定β型チタン合金を、熱間加工した状態で、準安定β型チタン合金のβ-トランザス温度未満の第1の時効温度で、準安定β型チタン合金の少なくとも一部分の中に少なくとも1つのα-相析出物を形成し、少なくとも部分的に粗くするのに十分な時間加熱することと、それに続いて、準安定β型チタン合金を、第1の時効温度よりも低い第2の時効温度で、準安定β型チタン合金の少なくとも一部分の中に少なくとも1つの追加のα-相析出物を形成するのに十分な時間加熱することを含む、方法を提供する。さらに、この非限定具体例によれば、直接時効後、準安定β型チタン合金は、少なくとも1つの粗いα-相析出物及び少なくとも1つの微細なα-相析出物を含む微細構造を有することができる。

10

【0034】

加えて、本明細書において開示する様々な非限定具体例によれば、準安定β型チタン合金を直接時効することは、第1の時効温度で、合金の準安定相領域の少なくとも一部分の中にα-相析出物を形成し、少なくとも部分的に粗くするのに十分な時間加熱することと、それに続いて、第2の時効温度で、残りの準安定相領域の過半数の中にα-相析出物を形成するのに十分な時間加熱することを含むことができる。さらに、本明細書において開示する様々な非限定具体例によれば、準安定β型チタン合金を、第2の時効温度で、合金の残りの準安定相領域の事実上全ての中に追加のα-相析出物を形成するのに十分な時間時効できる。準安定β型チタン合金に関して本明細書において使用する“準安定相領域”という用語は、時効温度で熱力学的に好ましくなく（すなわち、準安定または不安定）、限定するものではないが合金の微細構造内部のβ-相領域並びにω-相領域が挙げられる、微細構造内部の相領域を指す。さらに、準安定相領域中のα-相析出物の形成に関して本明細書において使用する“過半数”という用語は、残りの準安定相領域の50%を超えるものがα-相析出物の形成によって変態されることを意味し、“事実上全て”という用語は、残りの準安定相領域の90%を超えるものがα-相析出物の形成によって変態されることを意味する。

20

【0035】

本明細書において限定するものではないが、本願発明者らは、β-トランザス温度未満の第1の時効温度で加熱し、それに続いて、準安定β型チタン合金を第1の時効温度よりも低い第2の時効温度で加熱することによって、熱間加工した準安定β型チタン合金を直接時効することによって、粗い及び微細なα-相析出物の分布を有する微細構造を形成できることを観察した。本明細書において限定するものではないが、本願発明者らによって、微細構造内部での未変態（例えば、無析出または低α）の準安定相領域の保持を避けるために加工された準安定β型チタン合金は、このような未変態領域を有する準安定β型チタン合金と比較して改良された疲れ抵抗及び／または応力腐食割れ耐性（stress corrosion cracking resistance）を有することができると予測されている。さらに、本明細書において限定するものではないが、微細構造中の準安定相領域の事実上全てを粗い及び微細なα-相析出物に変態することによって、結果として生じる合金は、機械的性質の例えば引張強さ及び延性の望ましい組合せを有することができると予測されている。α-相析出物に関して本明細書において使用する“粗い”及び“微細な”という用語は一般に、析出物の結晶粒度を指し、粗いα-相析出物は、微細なα-相析出物よりも大きな平均結晶粒度を有する。

30

40

【0036】

本明細書において開示する様々な非限定具体例によれば、第1の時効温度は1225°F〜1375°Fの範囲にわたることができ、第2の時効温度は850°F〜1000°Fの範囲にわたることができる。他の非限定具体例によれば、第1の時効温度は1225°Fを超える〜1375°F未満の範囲にわたることができる。さらに他の非限定具体例によれば、第1の時効温度は1250°F〜1350°Fの範囲にわたることができ、さらに1275°F〜1325°Fの範囲にわたることができ、なおさらに1275°F〜1300°F

50

°Fの範囲にわたることができる。

【0037】

さらに、上記に検討したように、準安定β型チタン合金を、第1の時効温度で、準安定β型チタン合金中にα-相析出物を析出し、少なくとも部分的に粗くするのに十分な時間加熱することができる。当業者であれば、準安定β型チタン合金中にα-相析出物を析出し、少なくとも部分的に粗くするために必要とされる正確な時間は、部分的には、合金のサイズ及び形状、並びに用いる第1の時効温度に依存しようということは了解されよう。本明細書において開示する様々な非限定具体例によれば、β型チタン合金を、第1の時効温度で少なくとも0.5時間加熱することができる。別の非限定具体例によれば、準安定β型チタン合金を、第1の時効温度で少なくとも2時間加熱することができる。さらに他の非限定具体例によれば、準安定β型チタン合金を、第1の時効温度で0.5～5時間の範囲にわたる時間加熱することができる。

10

【0038】

上記に検討したように、本明細書において開示する様々な非限定具体例によれば、第2の時効温度は850°F～1000°Fの範囲にわたることができる。他の非限定具体例によれば、第2の時効温度は850°Fを超える～1000°Fの範囲にわたることができ、さらに875°F～1000°Fの範囲にわたることができ、なおさらに900°F～1000°Fの範囲にわたることができる。

【0039】

加えて、上記に検討したように、準安定β型チタン合金を、第2の時効温度で、準安定β型チタン合金中に少なくとも1つの追加のα-相析出物を形成するのに十分な時間加熱することができる。当業者であれば、準安定β型チタン合金中にこのような追加のα-相析出物を形成するために必要とされる正確な時間は、部分的には、合金のサイズ及び形状並びに用いる第2の時効温度に依存しようということは了解されようが、本明細書において開示する様々な非限定具体例によれば、準安定β型チタン合金を第2の時効温度で少なくとも0.5時間加熱することができる。別の非限定具体例によれば、準安定β型チタン合金を第2の時効温度で少なくとも2時間加熱することができる。さらに他の非限定具体例によれば、準安定β型チタン合金を第2の時効温度で0.5～5時間の範囲にわたる時間加熱することができる。

20

【0040】

本明細書において開示する様々な非限定具体例に従い2段階直接時効プロセスを使用して準安定β型チタン合金を加工した後、準安定β型チタン合金は、少なくとも150ksi、少なくとも170ksi、少なくとも180ksiまたは超える引張強さを有することができる。さらに、本明細書において開示する様々な非限定具体例に従い準安定β型チタン合金を加工した後、準安定β型チタン合金は、少なくとも10%、少なくとも12%、少なくとも15%、少なくとも17%の伸びを有することができ、さらに少なくとも20%の伸びを有することができる。

30

【0041】

本明細書において開示するさらに他の非限定具体例は、10重量%を超えるモリブデンを含む二元β型チタン合金の加工方法であって、二元β型チタン合金を熱間加工することと、二元β型チタン合金を、二元β型チタン合金のβ-トランザス温度未満の温度で、二元β型チタン合金中にα-相析出物を形成するのに十分な時間直接時効することを含む方法において；加工後、二元β型チタン合金は、少なくとも150ksiの引張強さ及び10%以上の伸びを有する、方法を提供する。例えば、加工後、二元β型チタン合金は、少なくとも150ksiの引張強さ及び少なくとも12%、少なくとも15%、または少なくとも20%の伸びを有することができる。さらに、本明細書において限定するものではないが、この非限定具体例によれば、加工後、二元β型チタン合金は、150ksi～180ksiの範囲にわたる引張強さ及び12%～20%の範囲にわたる伸びを有することができる。例えば、1非限定具体例によれば、加工後、二元β型チタン合金は、少なくとも170ksiの引張強さ及び少なくとも15%の伸びを有することができる。別の非限定具体例に

40

50

よれば、加工後、二元β型チタン合金は、少なくとも180ksiの引張強さ及び少なくとも17%の伸びを有することができる。

【0042】

上述の非限定具体例と共に使用できる二元β型チタン合金を直接時効する非限定方法は、上記に詳細に述べたものを含む。例えば、本明細書において限定するものではないが、上述の非限定具体例によれば、二元β型チタン合金を直接時効することは、二元β型チタン合金を、熱間加工した状態で、850°F～1375°Fの範囲にわたる時効温度で少なくとも2時間加熱することを含むことができる。別の例においては、二元β型チタン合金を直接時効することは、二元β型チタン合金を、熱間加工した状態で、1225°Fを超える～1375°F未満の範囲にわたる第1の時効温度で少なくとも1時間加熱することと；それに続いて、二元β型チタン合金を850°Fを超える～1000°Fの範囲にわたる第2の時効温度で少なくとも2時間加熱することを含むことができる。

10

【0043】

本明細書において開示する他の具体例は、上記に検討した様々な非限定方法に従って製造した、10重量%を超えるモリブデンを含み、より詳細には14重量%～16重量%のモリブデンを含む二元β型チタン合金に関する。例えば、1非限定具体例は、10重量%を超えるモリブデンを含む二元β型チタン合金において、二元β型チタン合金は、二元β型チタン合金を熱間加工し、二元β型チタン合金を直接時効することによって加工され、加工後、二元チタン合金は、少なくとも150ksiの引張強さ及び少なくとも12%の伸びを有する、二元β型チタン合金を提供する。上述の非限定具体例と共に使用できる二元β型チタン合金を直接時効する非限定方法は、上記に詳細に述べたものを含む。

20

【0044】

本明細書において開示するこの及び他の非限定具体例に関連して使用できる二元β型チタン合金を熱間加工する適切な非限定方法は、上記に述べた。例えば、様々な非限定具体例によれば、二元β型チタン合金を熱間加工することは、二元β型チタン合金を熱間圧延すること及び熱間押出しすることのうちの少なくとも1つを含むことができる。さらに、本明細書において限定するものではないが、二元β型チタン合金は、本明細書において開示する様々な非限定具体例に従って95%～99%の範囲にわたる断面減少率に熱間加工することができる。

【0045】

30

本明細書において開示する他の非限定具体例は、10重量%を超えるモリブデンを含み、より詳細には14重量%～16重量%のモリブデンを含み、少なくとも150ksiの引張強さ及び少なくとも12%の伸びを有する二元β型チタン合金を提供する。さらに、この非限定具体例によれば、二元β型チタン合金は、少なくとも15%または少なくとも20%の伸びを有することができる。本明細書において開示するこの及び他の非限定具体例に従い二元β型チタン合金を製造する非限定方法は、上記に述べた。

【0046】

別の非限定具体例は、10重量%を超えるモリブデンを含み、より詳細には、14重量%～16重量%のモリブデンを含む二元β型チタン合金において、二元β型チタン合金は、150ksi～180ksiの範囲にわたる引張強さ及び12%～20%の範囲にわたる伸びを有する、二元β型チタン合金を提供する。例えば、1非限定具体例によれば、二元β型チタン合金は、少なくとも170ksiの引張強さ及び少なくとも15%の伸びを有することができる。別の非限定具体例によれば、二元α型チタン合金は、少なくとも180ksiの引張強さ及び少なくとも17%の伸びを有することができる。

40

【0047】

さらに、本明細書において開示する様々な非限定具体例に従って加工された準安定β型チタン合金は、少なくとも550MPa（約80ksi）の回転ビーム疲労強度（rotating beam fatigue strength）を有することができる。本明細書において使用する“回転ビーム疲労強度”という用語は、回転ビーム疲れ試験（rotating beam fatigue test）において、周波数50ヘルツ及びR=-1で試験した場合、故障が起きる前に材料が10⁷サイクル

50

耐えることができる最大サイクル応力を意味する。例えば、1 非限定具体例は、10 重量 %を超えるものを含み、少なくとも150ksiの引張強さ、少なくとも12%の伸び、及び少なくとも550MPaの回転ビーム疲労強度を有する二元β型チタン合金を提供する。別の非限定具体例は、10 重量 %を超えるものを含み、少なくとも150ksiの引張強さ、少なくとも12%の伸び、及び少なくとも650MPa (約94ksi) の回転ビーム疲労強度を有する二元β型チタン合金を提供する。

【0048】

本明細書において開示する他の具体例は、上記に述べた様々な非限定具体例に従う二元β-チタン-モリブデン合金を含む製造物品に関する。本明細書において開示する二元β型チタン合金から形成できる製造物品の非限定例は、医用生体装置、例えば、以下に限定するものではないが、大腿ヒップシステム（またはヒップシステム）、大腿骨頭（モジュラーボール）、骨用ねじ、カニューレ挿入ねじ（すなわち、中空ねじ）、ティビアルトレイ（膝構成要素）、歯科インプラント、及び髄質内層ネイル；自動車構成要素、例えば、以下に限定するものではないが、バルブリフタ、リテナ、タイロッド、懸架ばね、ファスナー、及びねじ等；航空宇宙構成要素、例えば、以下に限定するものではないが、ばね、ファスナー、及び衛星及び他の宇宙用途用構成要素；化学処理構成要素、例えば、以下に限定するものではないが、弁胴、ポンプケーシング、ポンプインペラ、及び容器及び管フランジ；船舶構成要素、例えば、以下に限定するものではないが、ファスナー、ねじ、ハッチカバー、クリップ及びコネクタ、梯子及び手すり、ワイヤ、ケーブル及び腐食性環境において使用するための他の構成要素から選択できる。

【0049】

本発明の様々な非限定具体例を、ここから以下の非限定実施例によって示す。

【実施例】

【0050】

実施例1

【0051】

ノースカロライナ、モンローのATIオールヴァク (ATI Allvac of Monroe, North Carolina) から市販されているオールヴァク (登録商標) (Allvac (登録商標)) Ti-15Moベータ型チタン合金を、99%の断面減少率で約1200°F〜約1650°Fの範囲にわたる圧延温度で熱間圧延した。下記の表Iに示すように、熱間圧延した材料の試料を次に、単一段階または2段階直接時効プロセスを使用して直接時効した。比較試料も、熱間圧延した材料から得た。しかしながら、表1に示すように、比較試料は熱間圧延後に直接時効しなかった。

【表 1】

表 I

試料番号	第 1 の時効温度 (°C)	第 1 の時効時間 (時)	第 2 の時効温度 (°C)	第 2 の時効時間 (時)
比較	NA	NA	NA	NA
1	850	4	NA	NA
2	900	4	NA	NA
3	950	4	NA	NA
4	1275	2	NA	NA
5	1325	2	NA	NA
6	1375	2	NA	NA
7	1225	2	850	4
8	1225	2	900	4
9	1275	2	850	4
10	1275	2	900	4
11	1300	2	900	4
12	1325	2	850	4
13	1325	2	900	4
14	1325	2	950	4
15	1350	2	900	4
16	1375	2	850	4
17	1375	2	900	4

【0052】

表 I に従い加工した後、ASTME 21 に従いコイルのリード及びトレイルの両方から得た試料を引張試験した。引張試験の結果を下記の表 II に述べ、ここで、表にした値は、各試料につき得られた 2 つの試験結果の平均（すなわち、リード端試料及びトレイル端試料から得られた値の平均）である。

10

20

30

【表 2】

表 I I

試料番号	UTS (ksi)	0.2% YS (ksi)	Elong (%)	ROA (%)
比較	137.6	121.9	18.5	77.5
1	229.4	226.9	3.0	11.0
2	213.8	209.3	5.0	17.5
3	179.4	170.2	19.0	67.0
4	120.7	116.8	24.5	79.0
5	125.8	121.7	21.5	78.0
6	132.8	125.3	19.0	74.5
7	135.3	126.9	22.0	78.8
8	141.2	133.3	22.0	78.9
9	188.8	182.5	10.0	26.9
10	169.0	161.6	17.3	53.2
11	180.3	172.2	16.5	70.7
12	209.7	205.5	7.5	14.3
13	192.9	184.9	11.5	45.4
14	159.4	144.5	20.0	74.3
15	200.2	196.3	9.5	34.9
16	224.7	221.7	4.5	14.4
17	206.8	202.3	8.3	26.5

【0053】

表 I I の結果から了解されるように、上記に説明したように及び本明細書において開示する様々な非限定具体例に従って T i - 1 5 M o β - チタン合金を加工することによって、様々な用途において使用できる有利な機械的性質を有する T i - 1 5 M o 合金を製造できる。

実施例 2

【0054】

T i - 1 5 M o インゴットを A T I オールヴァクで溶解し、鍛造し、圧延した。スポンジチタンを純粋なモリブデン粉末とブレンドして、1360 kg のインゴットを溶解するための成形体を製造した。プラズマ低温炉床溶解プロセスを使用して、浅い溶解プール及び一次溶解の最中の均一性を維持した。プラズマ溶解した一次インゴットを測定して、直径 430 mm だった。二次インゴットをそれに続いて V A R によって溶解して、直径 530 mm にした。二次インゴットの化学分析から得た結果を、A S T M F 2066 による組成限界の組と共に提出する（表 I I I）。二次インゴットの頂部及び底部の組成の間に差を検出した場合、2つの値を製品分析のために与える。インゴットの β - トランザスは約 790 °C（約 1454 °F）だった。

【表 3】

表 I I I

元素	ASTM F 2066限界、 重量%	Ti-15%Mo
----	-----------------------	----------

【表 4】

窒素	0.05	0.001 ~ 0.002
炭素	0.10	0.006
水素	0.015	0.0017
鉄	0.10	0.02
酸素	0.20	0.15 ~ 0.16
モリブデン	14 ~ 16	14.82 ~ 15.20
チタン	残り	残り

【0055】

二重溶解した直径530mmのTi-15Moインゴットを、多段階プロセスを使用して回転鍛造して直径100mmのビレットにした。このプロセスの最終減少段階をβートランザス温度を超えて行い、結果として生じた微細構造は、等軸のβー焼なましした状態だった。100mmのビレット材料をそれに続いて、下記に検討するように4つの異なる加工条件（A～D）を使用して棒に加工した。加工条件A～Cは、熱間加工及び直接時効を含み、一方、加工条件Dは、熱間加工、続いてβー固溶化熱処理を含んだ。

【0056】

加工条件A及びDの場合、100mmのビレットを、連続圧延機を使用して約1575°Fの温度（すなわち、Ti-15Mo合金のβートランザス温度を超える）で熱間圧延して、直径25mmの丸棒（約94%の断面減少率）を形成した。加工条件Bの場合、手動圧延機を使用して、約1500°Fの温度（すなわち、Ti-15Mo合金のβートランザス温度を超える）で熱間圧延して、1インチ×3インチ（25mm×75mm）の形態の矩形棒（約76%の断面減少率）にすることによって100mmのビレットを製造した。加工条件Cの場合、加工条件Bの場合に上記に検討したように100mmのビレットを製造したが、熱間圧延温度は約1200°F（すなわち、Ti-15Mo合金のβートランザス温度未満）だった。

【0057】

上記に検討したように熱間加工した後、材料を加工し、下記に検討するようにジンマー、Inc.（Zimmer Inc.）によって試験した。また、Brian Marquardt & Ravi Shetty "Beta Titanium Alloy Processed for High Strength Orthopaedic Applications" to be published in Symposium on Titanium, Niobium, Zirconium, and Tantalum for Medical and Surgical Applications, JAI 9012, Vol. XX, No. X; and Brian Marquardt, "Characterization of Ti-15Mo for Orthopaedic Applications" to be published in β-Titanium Alloys of the 00's: Corrosion and Biomedical, Proceedings of the TMS Annual Meeting (2005)を参照されたい。

【0058】

加工条件A、B及びCにおいては、熱間圧延後、熱間圧延した材料を、真空炉中、第1の時効温度でアルファ／ベータ相域で高く時効し、それに続いてファン補助アルゴンガス焼入れ（fan assisted argon gas quench）を使用して冷却した。その後、材料を480℃（約896°F）の第2の時効温度で4時間時効した。加工条件Dにおいては、熱間圧延後、熱間圧延した材料を810℃の温度で1時間、空気炉中でβー固溶化熱処理し、続いて水焼入れした。

【0059】

10

20

30

40

50

加工後、条件A、B、C、及びDを使用して加工した材料の試料を、光学顕微鏡を使用して観察した。条件Aを使用して加工した材料は、回復したベータ結晶粒及び細長いアルファの領域によって分離された等軸の前のベータ結晶粒及び球状アルファ結晶粒の領域を有する縞状微細構造を有することが観察された。条件Bを使用して加工した材料の微細構造は、再結晶の証拠をほとんど示さない～全く示さなかった。アルファ相は幾つかの区域において細長い、前のベータ結晶粒のバリエーションに沿ってしばしば部分的に球状化された形態で現れた。条件Cを使用して加工した材料は、十分再結晶され、均一に精製された微細構造を有し、ここで、再結晶した前のベータ結晶粒及び球状アルファは、条件Aを使用して加工した材料の縞状構造中の再結晶した領域とサイズがほぼ等しかった。平均の前のベータ結晶粒度は約2 μm であり、一方、球状アルファは典型的に1 μm 以下だった。条件Dを使用して加工した材料は、アルファ相を「含まない」等軸ベータ結晶粒構造を有することが観察され、ここで、ベータ結晶粒度は約100 μm だった。

【0060】

平滑引張試験を、ASTM E-8に従って、条件A、B、C、及びDを使用して加工した材料から得られた標本に関して、0.2%降伏強さによるひずみ速度0.005/分及び故障までのヘッド速度1.3mm/分で行った。平滑引張標本をメトカット・リサーチ（Metcut Research）で機械加工し、試験した。平滑試験標本形状は、直径6.35mm×長さ34.5mmの名目ゲージ寸法を有した。引張試験の結果を下記の表IVに示す。

【0061】

回転ビーム疲れ試験をまた、条件A、B及びCを使用して加工した材料から得られた標本に関して行った。回転ビーム疲れ標本を、メトカット・リサーチで機械加工し、ディアボーン、MIのファティグ・ダイナミクス（Fatigue Dynamics of Dearborn, MI）によって製造されたモデルRBF200（Model RBF 200）を使用してジンマー、Inc.で試験した。標本形状は、4.76mmの名目ゲージ直径を有した。試験のR比は-1であり、周波数は50ヘルツだった。回転ビーム疲れ試験の結果を図3に示す。

【表5】

表IV

加工条件	UTS MPa	0.2% YS MPa	Elong.%	RA %
A	1280	1210	14	59

【表6】

B	1290	1240	9	32
C	1320	1290	9	32
D	770	610	38	80

【0062】

表IVのデータから了解されるように、熱間加工及び直接時効（すなわち、加工条件A～C）によって加工された材料は、1280MPa（約186ksi）またはこれを超えるUTS値、1210MPa（約175ksi）またはこれを超える0.2%YS値、及び9～14%の範囲にわたる伸びを有した。予想されたように、加工条件D（すなわち、熱間加工、続いて β -固溶化熱処理）を使用して加工した材料は、直接時効した材料の値よりも低いUTS及び2%YSを有したが、より高い伸びを有した。

【0063】

図3から了解されるように、条件A及びCを使用して加工した材料は、約600MPaを超える回転ビーム疲労強度を有し、条件Bを使用して加工した材料は、約500MPaを超える回転ビーム疲労強度を有する。

実施例3：

【0064】

直径4インチを有するオールヴァク（登録商標）Ti-15Moベータ型チタン合金の丸ビレットを熱間圧延して、直径0.5インチを有する丸棒を形成した。圧延温度は約1700°Fだった。次に、熱間圧延した合金を1275°Fの第1の時効温度で2時間加熱し、合金を水焼入れし、それに続いて合金を900°Fの第2の時効温度で4時間加熱することにより、2段階直接時効プロセスにおいて、熱間圧延した合金を時効した。第2の時効温度で加熱した後、合金を室温に空冷した。

【0065】

それに続いて、5つの引張試験試料（表Vにおいて1～5のラベルを付けた）を、時効した合金から得、試料を室温でASTM E8に従って試験した。この試験の結果を下記の表Vに述べる：

【表7】

表V

試料	モジュラス (GPa)	0.2%オフ セツトYS (MPa)	UTS (MPa)	Elong. (%)	RA (%)
1	108	1136	1190	19.54	62.18
2	112	1205	1256	20.38	58.61
3	111	1216	1265	20.38	59.89
4	113	1267	1311	19.46	56.96
5	112	1206	1252	20.29	61.97
平均	112 +/- 2	1206 +/- 47	1255 +/- 43	20.01 +/- 0.47	59.92 +/- 2.22

【0066】

本説明が、本発明の明確な理解に適した本発明の態様を示すことは理解できるはずである。当業者には明白であり、従って本発明のより良い理解を促進しないような本発明の特定の態様は、本説明を簡略化するために提出していない。本発明を特定の具体例に関連して説明してきたが、本発明は、開示する特定の具体例に限定されるものではなく、添付の請求の範囲によって定義される本発明の精神及び範囲内にある修正を包含することを意図

されている。

【図面の簡単な説明】

【0067】

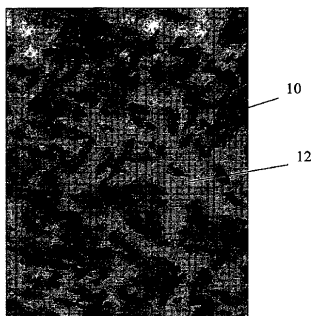
【図1】本明細書において開示する様々な非限定具体例に従い単一段階直接時効プロセスを使用して加工した準安定 β 型チタン合金の顕微鏡写真である。

【図2】本明細書において開示する様々な非限定具体例に従い2段階直接時効プロセスを使用して加工した準安定 β 型チタン合金の顕微鏡写真である。

【図3】本明細書において開示する様々な非限定具体例に従って加工したTi-15%Mo合金の場合の、応力振幅対故障までのサイクルのプロットである。

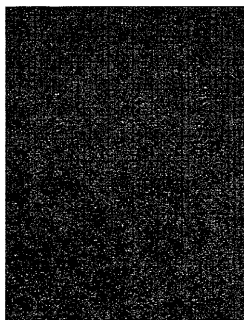
【図1】

Fig. 1:



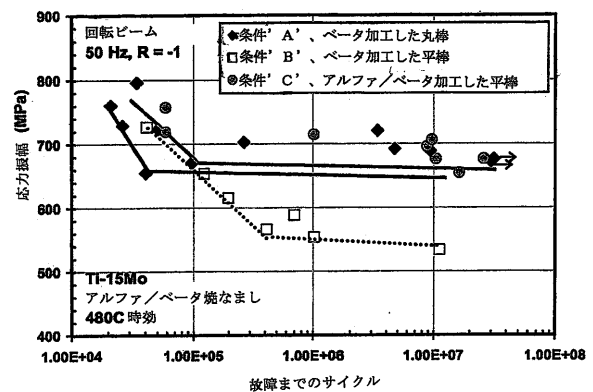
【図2】

Fig. 2:



【図3】

Fig 3:



フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

C 2 2 F	1/00	6 1 2
C 2 2 F	1/00	6 2 4
C 2 2 F	1/00	6 3 0 A
C 2 2 F	1/00	6 3 0 G
C 2 2 F	1/00	6 3 0 K
C 2 2 F	1/00	6 3 1 A
C 2 2 F	1/00	6 3 1 Z
C 2 2 F	1/00	6 7 5
C 2 2 F	1/00	6 8 1
C 2 2 F	1/00	6 8 3
C 2 2 F	1/00	6 9 1 B
C 2 2 F	1/00	6 9 1 C
C 2 2 F	1/00	6 9 2 Z
C 2 2 F	1/00	6 9 4 A

(74)代理人 100108899

弁理士 松本 謙

(72)発明者 マークアート, ブライアン

アメリカ合衆国インディアナ州46580, ウォーソー, マイナー・ドライブ 5

(72)発明者 ウッド, ジョン・ランドルフ

アメリカ合衆国ノース・カロライナ州28104, ウェディントン, エアルーム・コート 2010

(72)発明者 フリーズ, ハワード・エル

アメリカ合衆国ノース・カロライナ州28207-1627, シャーロット, クイーンズ・ロード 717

(72)発明者 ジャブプロコフ, ヴィクター・アール

アメリカ合衆国ノース・カロライナ州28207, シャーロット, クイーンズ・ロード・ウエスト 2111

審査官 藤代 佳

(56)参考文献 特開2003-074566 (JP, A)

特開2003-055749 (JP, A)

特開平11-343528 (JP, A)

特開平11-343548 (JP, A)

米国特許出願公開第2001/0050117 (US, A1)

国際公開第98/022629 (WO, A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C22F 1/18

C22C 14/00

C22F 1/00

JSTPlus(JDreamII)