

令和元年6月25日現在

機関番号：53901

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2016～2018

課題番号：16K17986

研究課題名(和文) 傾斜機能層を利用したハイブリッド表面改質による高強度バイオマテリアルの創製

研究課題名(英文) Creation of high-strength biomaterial by hybrid surface treatment using functionally graded layer

研究代表者

中村 裕紀 (Nakamura, Yuki)

豊田工業高等専門学校・機械工学科・准教授

研究者番号：10612939

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,200,000円

研究成果の概要(和文)：ハイドロキシアパタイト(HAp)粒子を用いた微粒子ショットピーニング(FPP)、HApプラズマ溶射、HAp粒子を用いた微粒子ショットピーニング後にHAp溶射を施したチタン合金に対して疲労試験を実施した。その結果、FPPのみを施すことで疲労強度は改善し、溶射を施すことで疲労強度は低下することがわかった。また、溶射の前にFPPを施すことで疲労強度の低下を抑えることが可能であった。チタン合金にHAp粒子を用いたショットピーニングを施すことで、チタンとHApが混在する領域が形成できることが明らかとなった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

溶射材の疲労強度改善には溶射皮膜のはく離および基材と溶射皮膜の界面強度を制御することが重要である。本研究では、これまで製品加工の最終処理として用いられてきたショットピーニングを、その特性を積極的に利用して溶射の前処理として施すことで学術的課題の解決を試みた。その結果、溶射後の疲労強度も未処理材と同程度確保できることが明らかとなり、将来本研究で得られた知見を利用することで産業分野において使用されている溶射材の安全性・信頼性向上、ひいては溶射処理の革新的なプロセスの確立に寄与するものと期待される。

研究成果の概要(英文)：Fine particle peening (FPP) using hydroxyapatite (HAp) particles was applied to titanium alloys to form the hydroxyapatite transferred and functionally graded layer on the surface. As a result, HAp transferred layer and functionally graded layer were formed on the specimen surface by FPP. In the FPPed specimen, Vickers hardness was increased by FPP compared with that of the untreated specimens, resulting in work-hardening. Rotary bending fatigue tests were carried out on FPPed, plasma sprayed, FPP + plasma sprayed and untreated specimens. The FPPed specimens exhibited higher fatigue strength than the untreated specimens. It is due to the increase in hardness and compressive residual stress by FPP. On the other hand, significant deteriorations of the fatigue strength for the plasma sprayed specimen was observed in comparison with the result for the untreated specimen. The fatigue strength of FPP + plasma sprayed specimen exhibited almost the same fatigue strength as untreated specimen.

研究分野：材料強度学

キーワード：超高サイクル疲労 ハイドロキシアパタイト チタン合金 傾斜機能層 微粒子ショットピーニング  
プラズマ溶射

## 様式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19（共通）

### 1. 研究開始当初の背景

近年、生命科学の爆発的な発展や高齢化社会の到来といった時代の流れとともに、バイオエンジニアリングはその重要性をますます高めている。バイオエンジニアリングを構成する分野は幾つかに分かれており、その一つに「生体材料（バイオマテリアル）」がある。治療のために用いられる生体材料には、金属、セラミックス、高分子材料などがあるが、近年、金属系生体材料（主にチタン合金）にバイオセラミックスであるハイドロキシアパタイト（HAp）を溶射法によりコーティングした複合バイオマテリアルが開発された。HAp をコーティングすることにより骨親和性を高め、インプラント体として使用する際の早期固定化・安定化が実現可能となる。しかし、これまでの研究により溶射を施した材料は、繰返し荷重を受けると基材と溶射皮膜がはく離を起こして破壊することが報告されている。すなわち、基材と溶射皮膜の界面から疲労き裂が発生し、疲労強度が低下する問題が報告されている。これは、著者らのこれまでの研究により基材と溶射皮膜の機械的性質の差が原因であるといわれている。インプラント体として長期使用される場合、上記のような破壊を体内で生じた際には再度手術を行うこととなり、患者の体に対する負担が大きくなることが問題となる。

### 2. 研究の目的

本研究では、基材と HAp 溶射皮膜の間に、基材と HAp の中間の性質を有する「傾斜機能層」を形成させ、溶射皮膜のはく離を抑制して高疲労強度化実現を目指す。具体的には、HAp 溶射の前処理として、HAp 粒子を使用して基材に微粒子ショットピーニング（FPP）を施す。FPP では、衝突粒子の運動エネルギーが被処理材の極表面に生ずる塑性変形を通じて熱エネルギーに変換され、その結果として表面温度が急速に上昇するため、粒子の構成元素を被処理材の表面に拡散させることが可能である。本研究においてもその原理を利用して、HAp 構成元素を基材内部に拡散させて傾斜機能層の形成を図る。また、FPP で形成される表面の凹凸は、溶射皮膜と基材との密着強度を高めることが可能であるため、より一層溶射皮膜のはく離を抑制する効果が期待できる。本研究では、この形成された傾斜機能層の上に HAp 溶射を施して疲労特性を評価し、高い疲労強度を有するバイオマテリアルの創製を目的とする。

### 3. 研究の方法

#### (1) HAp 移着層および傾斜機能層を有するチタン合金の作製

供試材には Ti-22V-4Al 合金を使用した。納入材には予め 750 °C で 1 時間保持後水冷の後、550 °C で 4 時間保持後空冷の熱処理を施した。熱処理後の同材の引張強さは 1235 MPa である。試験片形状は砂時計型環状切欠き試験片で、疲労試験部位となる最小断面直径は 4mm である。試験部位である試験片切欠き部をエメリー紙で 400 番から 4000 番まで順次研磨して鏡面状に仕上げたものを未処理材とした。FPP は未処理材の切欠き部に対し、投射圧力 0.6 MPa、投射距離 50 mm、投射時間 30 秒のもと、HAp 粒子 ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ 、平均粒径 50  $\mu\text{m}$ ) を使用して行った（FPP 材）。溶射は上述のように研磨した試験片切欠き部に対して、投射圧力 0.3 MPa、平均粒子サイズ 165  $\mu\text{m}$  においてアルミナブラスト処理を施した後、HAp 粒子（平均粒径 45  $\mu\text{m}$ ）を使用して行った（溶射材）。平均溶射皮膜厚さは 100  $\mu\text{m}$  とした。また、FPP 後に溶射を施した試験片については、未処理材の切欠き部に対して上記の条件でブラスト、FPP、溶射の順に処理を施した（FPP+溶射材）。各処理材の表面および断面を走査型電子顕微鏡（Scanning electron microscope: SEM）を用いて観察し、HAp 移着層および傾斜機能層の有無を確認した。

#### (2) 超高サイクル疲労特性評価

各処材について 4 連式片持ち回転曲げ疲労試験機を用いてギガサイクル領域（応力繰返し数  $10^9$  回）に及ぶ疲労試験を実施し、Ti-22V-4Al 合金の疲労特性に及ぼす各処理の影響について検討を加えた。その際、疲労試験周波数は、53 Hz (3150 rpm)、実験環境は実験室大気中とした。

### 4. 研究成果

#### (1) FPP による HAp 移着層および傾斜機能層の形成

鏡面研磨した Ti-22V-4Al 合金表面に FPP を施して試験片の断面を SEM により観察した結果を図 1 に示す。同図より、約 10  $\mu\text{m}$  の HAp 移着層が確認された。次に、鏡面研磨した Ti-22V-4Al 合金表面にブラスト処理を施し、その後 FPP を施した試験片の断面を SEM-EDX により元素分析した結果を図 2 に示す。同図より、基材である Ti と HAp 構成元素である Ca が混在する領域が認められ、傾斜機能層の形成が示唆された。

#### (2) 各処理材の疲労特性評価

図 3 に、未処理材、FPP 材、溶射材の回転曲げ疲労試験結果を示す。同図より、FPP 材（▲

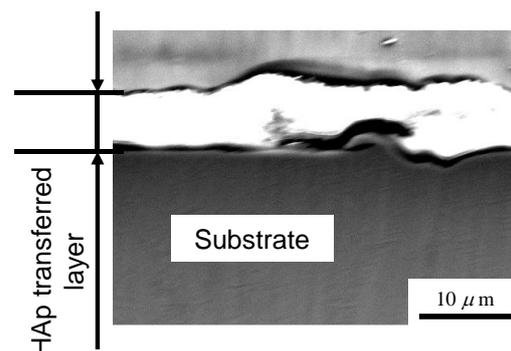


図 1 FPP 材の断面観察結果

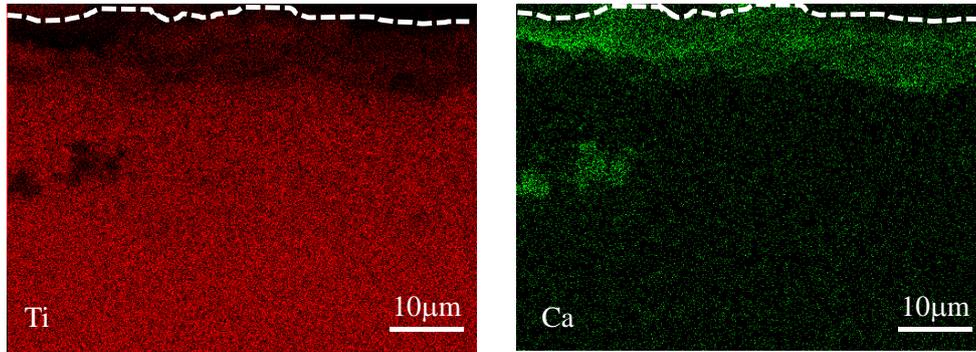


図2 FPP+溶射材断面におけるEDX分析結果

印)は未処理材(●印)に比べて高い疲労強度を示していることがわかる。これは、FPPを施すことにより基材近傍の硬さが上昇し、さらには高い圧縮残留応力が生じたことに起因するものと考えられる。これに対して、溶射材(■印)は未処理材に比べて低い疲労強度を示していることがわかる。従来より、溶射を施すことにより疲労強度は低下することが報告されており、本研究においても同様の傾向が現れた。破面観察の結果、溶射材については溶射の前処理として施したブラストにより基材表面に形成された凹部を起点としてき裂が発生している様子が確認された。

図4に未処理材とFPP+溶射材の疲労試験結果を示す。同図より未処理材とFPP+溶射材(◆印)の疲労強度は同程度を示していることがわかる。これは、FPPの疲労強度改善効果が溶射による疲労強度低下効果により相殺され、その結果同程度の疲労強度を示したものと考えられる。

以上の疲労試験結果より、Ti-22V-4Vにおいては、溶射の前にFPPを施すことで基材の疲労強度は確保されることが明らかとなった。

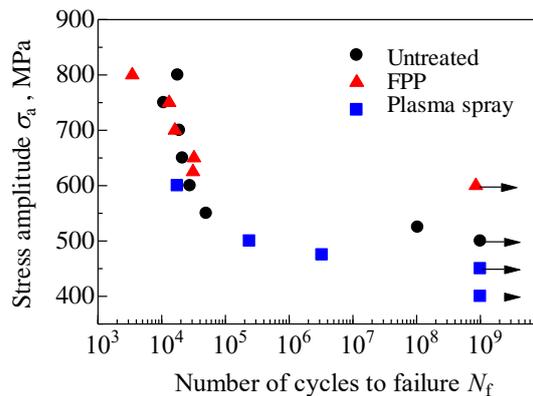


図3 未処理材、FPP材、溶射材の疲労試験結果

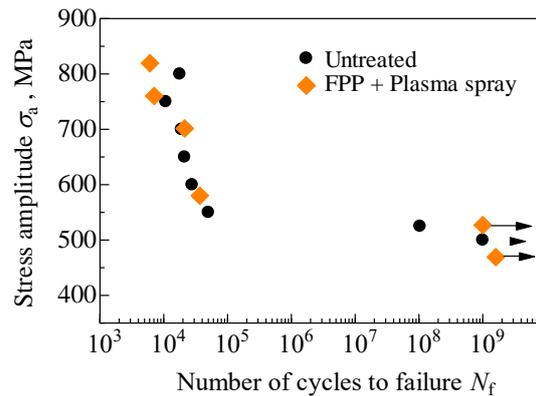


図4 未処理材、FPP+溶射材の疲労試験結果

## 5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計1件)

- ① Yuki Nakamura, Tappei Aoki, Toshihiro Shimizu, Shoichi Kikuchi, Koichiro Nambu and Toshikazu Akahori, Effect of Fine Particle Peening using Hydroxyapatite Shot Particles and Plasma Sprayed Hydroxyapatite Coating on Fatigue Properties of Beta Titanium Alloy, WIT Transactions on Engineering Sciences, 査読有, Vol.116, 2017, pp. 205-211.

[学会発表] (計3件)

- ① 水野拓哉、中村裕紀、清水利弘、微粒子ピーニングおよびプラズマ溶射によりハイドロキシapatiteを被覆したチタン合金の疲労特性、第24回高専シンポジウム in Oyama, 2019.
- ② Yuki Nakamura, Tappei Aoki, Toshihiro Shimizu, Shoichi Kikuchi, Koichiro Nambu, Toshikazu Akahori, Effect of Fine Particle peening using Hydroxyapatite Shot Particles and Plasma Sprayed Hydroxyapatite Coating on Fatigue Properties of Beta Titanium Alloy, 8th International Conference on Computational Methods and Experiments in Material and Contact Characterisation, 2017.
- ③ 中村裕紀、微粒子ピーニングおよびプラズマ溶射によりハイドロキシapatiteを被覆した

チタン合金の疲労特性、日本溶射学会中部支部第13期・第7回溶射技術研究会、2017.

[その他]

ホームページ等

[https://researchmap.jp/y\\_nakamura/](https://researchmap.jp/y_nakamura/)