

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 5 日現在

機関番号：84421

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2012～2014

課題番号：24560810

研究課題名(和文) 生体内分解性マグネシウムの高強度・高ダンピング化

研究課題名(英文) Achieving high strength and high damping capacity in biodegradable magnesium

研究代表者

渡辺 博行 (Watanabe, Hiroyuki)

地方独立行政法人大阪市立工業研究所・加工技術研究部・研究主任

研究者番号：90416339

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,100,000円

研究成果の概要(和文)：本課題はマグネシウムが生体内分解性のインプラント(埋込)材として利用されるために不可欠な高強度、および高いダンピング特性の同時発現を組成制御と塑性加工による組織制御の融合によって達成することを目的とした。純マグネシウムを用いて結晶粒径、集合組織、双晶の存在などの影響を系統的に評価して、マグネシウムのダンピング特性に及ぼす組織学的因子を明確にした。この結果をMg-Ca合金に適用することで強度(引張耐力)も減衰能も向上させることができた。

研究成果の概要(英文)：The purpose of this study was to achieve both high strength and high damping capacity through thermomechanical processing in biodegradable magnesium, which is applicable to orthopedic implants. To begin with, the effect of microstructural factors including grain size, texture and the existence of twins on damping capacity was clarified in pure magnesium. By controlling the microstructure of Mg-Ca alloys through thermomechanical processing, the alloy showed higher strength and damping capacity.

研究分野：材料加工学

キーワード：マグネシウム ダンピング 生体内分解性

1. 研究開始当初の背景

医療用生体材料分野において、体内固定用のネジやピンの材料として生体内分解性を有する高分子(ポリ乳酸)が利用されている。金属と異なり、生体内で数年をかけて吸収・消失するため、治癒後に抜去のための再手術を必要としない利点がある。ただし従来の金属製品と比べ強度が低いので高い強度を持った代替材料の開発が期待されている。

近年、マグネシウム合金を医療用生体内分解性材料として適用するための研究が進められている。マグネシウムは生体必須元素であり体内存在量も多いので、体内で分解しても安全性が高いことが予想される。

骨接合材のような整形用品で要求される主な力学物性は弾性率、およびインプラント/骨界面の密着の促進に対して有効に作用するダンピング(制振)特性であると考えられた。マグネシウムやマグネシウム合金のヤング率は約 45 GPa と低く、皮質骨(10~30 GPa)と同等であるため、応力遮蔽効果による骨萎縮が生じにくいと予想される。また、純マグネシウムはダンピング特性が高いことで知られるので骨接合材に必要な力学物性を満たすが、強度はポリ乳酸に劣るため、骨接合材として使用するには高強度化が不可欠である。ところが、高強度化すればダンピング特性が低下するというジレンマを抱えていた。

2. 研究の目的

本課題はマグネシウムが生体内分解性を有する骨接合材などのインプラント(埋込)材として利用されるために不可欠な高強度、および高いダンピング特性の同時発現を組成制御と塑性加工による組織制御の融合によって達成することを目的とした。

3. 研究の方法

(1) 材料

純マグネシウム、および生体親和性を考慮して Mg-1mass%Ca 合金を選択した。

(2) 研究手順

マグネシウムのダンピング特性に及ぼす組織学的因子を明確にしておくため、純マグネシウムを用いて結晶粒径、集合組織、双晶の存在などの影響を系統的に評価した。この結果を Mg-Ca 合金に適用することで、強度とダンピング特性の両立を可能にする材料を開発する。

(3) 力学的特性の評価

室温(296 K)での引張試験は初期ひずみ速度 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ にて行った。ひずみは伸び計を用いて計測した。0.2%耐力(YS)はオフセット法によって算出した。

室温(296 K)でのダンピング特性は、試験方法として共振法を採用して評価した。機械加工により矩形試験片を採取した。試験片保持は片端固定として、試験片を曲げモードで共振周波数(約 13~14 Hz)において加振

させ、加振力を除去した後の減衰から損失係数()を算出した。

4. 研究成果

(1) 結晶粒径の影響

押し出し条件を変えることで結晶粒径の異なる2種類の純マグネシウムの押し出し丸棒を準備した。これらのダンピング特性の評価の結果、結晶粒径が大きい方がダンピング特性に優れることを明らかにした。

(2) 集合組織の影響

純マグネシウムの鑄造材と押し出し材に関してダンピング特性を評価し、押し出しにともなって発達する集合組織の影響を評価した。

押し出し加工にともなって、強度の指標である0.2%耐力は約20倍も上昇し、効果的に強度を向上できることが明らかになった。一方、ダンピング特性の指標である損失係数は押し出し加工にともない、低ひずみ域において約2/3になるが、比較的良好な値を維持していた。押し出し加工にともなうダンピング特性の低下は、低い振幅ひずみ域と高い振幅ひずみ域の両方の損失係数が低下したためであった(図1)。

さらに、純マグネシウム押し出し材の押し出し方向とダンピング測定用試験片の長手方向とのなす角度を変化させることで、より詳細に集合組織の影響を評価し、ダンピング特性を変化させる機構について検討した。押し出し方向と試験片のなす角が異なる3種類の試験片を採取し、ダンピング特性を評価した。この結果、同じ素材から試験片を採取したにもかかわらず、なす角が増加するほどダンピング特性は向上することが分かった(図2)。解析の結果、底面<a>転位が運動しやすいほど、低い振幅ひずみ域と高い振幅ひずみ域の両方のダンピング特性が向上することを明らかにした。

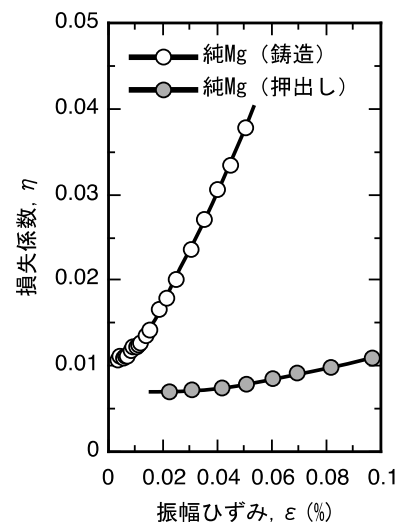


図1 純マグネシウムの鑄造材と押し出し材のダンピング特性

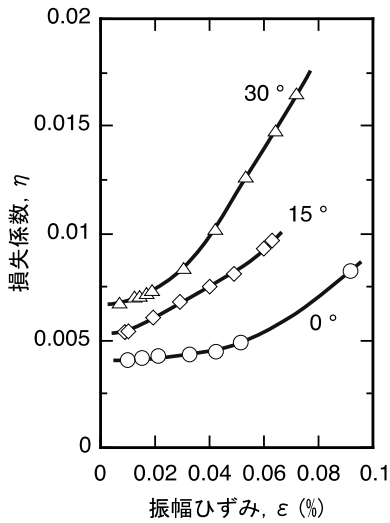


図2 押し出し方向と試験片のなす角を変化させたときの純マグネシウム押し出し材のダンピング特性

(3) 双晶の存在の影響

押し出し材に対して予め圧縮変形を付与することで変形双晶を導入した材料を作製し、ここからダンピング測定用試験片を採取して双晶の存在の影響を評価した。導入された双晶は、いわゆる引張双晶であることをSEM-EBSD解析によって確認した。双晶導入によって高い振幅ひずみ域でのダンピング特性が向上することを明らかにした(図3)。転位に基づく内部摩擦の寄与に加えて、双晶界面の移動がダンピング特性の向上に寄与していると考えられた。

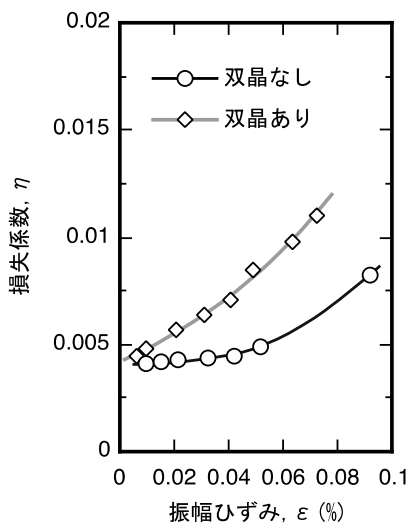


図3 双晶の有無に依存した純マグネシウムのダンピング特性

(4) Ca 添加の影響

Ca を 1mass% 添加した不純物量の少ない Mg-Ca 合金を用意した。力学的特性を評価した結果、Ca 添加は強度を向上させるが、一方でダンピング特性を低下させることが分かった。例えば、押し出し加工も Ca 添加もしない純マグネシウムの場合、極めて優れたダンピング特性を示すが、1 MPa 以下の変形応力で微視的降伏が起こり、インプラントとしては強度が著しく不足していた。しかし 1mass% の Ca 添加によって、耐力は 7.6 倍向上し、有効に強度上昇を図れることが明らかになった。一方でダンピング特性は、低ひずみ域において約 1/3 にまで低下した(図4)。ダンピング特性の解析の結果、Ca 添加は低い振幅ひずみ域(図4)と高い振幅ひずみ域(図5)の両方のダンピング特性に影響を及ぼすことが分かった。

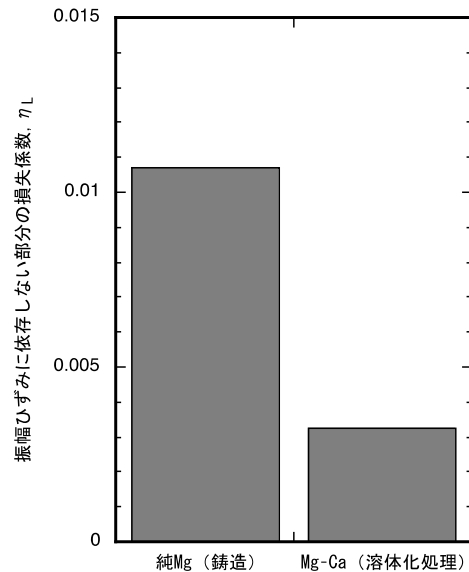


図4 Ca 添加にともなう振幅ひずみに依存しない部分の損失係数の変化

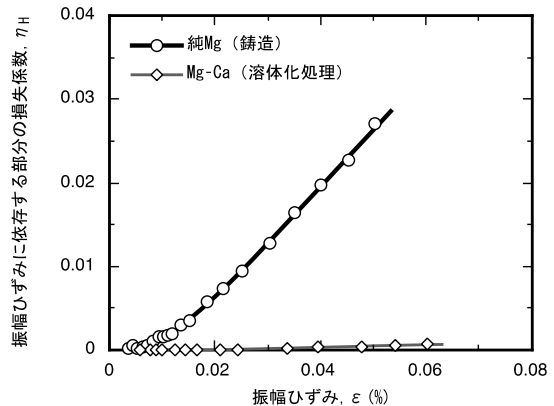


図5 Ca 添加にともなう振幅ひずみに依存する部分の損失係数の変化

(5) ECAE 加工による強度とダンピング特性の両立

マグネシウムに Ca を添加した合金に関して Equal-Channel-Angular Extrusion (ECAE) 法による押し出し加工を行った。ECAE 法による押し出し加工を行った材料の集合組織(結晶配向)が、底面転位のすべり運動が起こりやすいタイプになることを予想し、これがダンピング特性を向上させるために有効に働くことを期待した。

ECAE 加工を行った材料に関して引張試験を実施した結果、耐力は同じ合金で押し出し加工を行わなかった材料よりも約 2.5 倍向上した。また、ECAE 加工を行った材料のダンピング特性を評価した結果、振幅ひずみ 0.04% における損失係数は、同じ合金で押し出し加工を行わなかった材料よりも約 3 割高い値を示した。一般的に強度とダンピング特性はトレードオフの関係にあり、強度とダンピング特性を同時に向上させることは困難であるが、本研究では ECAE 法による押し出し加工を採用することで、強度(引張耐力)もダンピング特性も向上させることができた(図 6)。

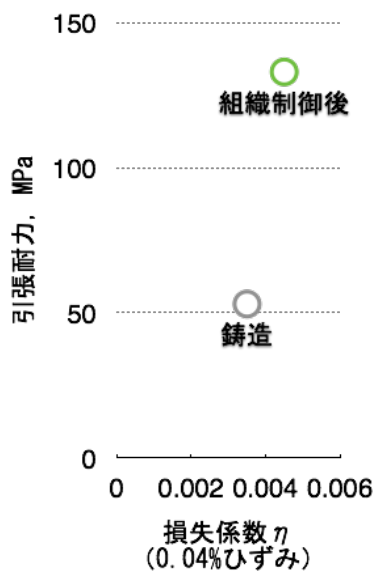


図 6 組織制御にともなう Mg-Ca 合金の強度と損失係数の変化

5. 主な発表論文等

[雑誌論文](計 3 件)

H. Watanabe, Y. Sasakura, N. Ikeo, T. Mukai, Effect of deformation twins on damping capacity in extruded pure magnesium, Journal of Alloys and Compounds, 査読有, Vol. 626, 2015, pp. 60-64
DOI:10.1016/j.jallcom.2014.11.143

H. Watanabe, T. Sawada, Y. Sasakura, N. Ikeo, T. Mukai, Microyielding and damping capacity in magnesium, Scripta Materialia, 査読有, Vol. 87, 2014, pp. 1-4

DOI:10.1016/j.scriptamat.2014.06.004

渡辺 博行、笹倉 康義、向井 敏司、純マグネシウムおよび Mg-Ca 合金の微小ひずみ領域における力学的挙動、日本金属学会誌、査読有、第 78 巻、2014、pp. 230-234
DOI:10.2320/jinstmet.J2013083

[学会発表](計 5 件)

渡辺 博行、笹倉 康義、池尾 直子、向井 敏司、双晶を導入した純マグネシウムの減衰能、日本金属学会 2015 年春季(第 156 回)大会、2015 年 3 月 19 日、東京大学(東京都目黒区)

渡辺 博行、澤田 忠明、笹倉 康義、池尾 直子、向井 敏司、純マグネシウムにおける一軸変形応答と減衰能の対比、日本金属学会 2014 年秋季(第 155 回)大会、2014 年 9 月 25 日、名古屋大学東山キャンパス(愛知県名古屋市)

T. Sawada, H. Watanabe, N. Ikeo, T. Mukai, Enhancement of damping capacity in magnesium for biomedical implant application, International Symposium on EcoTopia Science 2013, 2013 年 12 月 14 日、名古屋大学東山キャンパス(愛知県名古屋市)

H. Watanabe, Y. Sasakura, T. Mukai, Effect of microstructural factors on damping capacity in pure magnesium, TMS 2013 Annual Meeting, 2013 年 3 月 6 日、San Antonio (USA)

笹倉 康義、渡辺 博行、向井 敏司、純 Mg のダンピング特性に及ぼす双晶及び底面配向の影響、日本金属学会 2012 年秋季(第 151 回)大会、2012 年 9 月 18 日、愛媛大学(愛媛県松山市)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

渡辺 博行 (WATANABE, Hiroyuki)
地方独立行政法人大阪市立工業研究所・加工技術研究部・研究主任
研究者番号: 90416339

(2) 研究分担者

向井 敏司 (MUKAI, Toshiji)
神戸大学・大学院工学研究科・教授
研究者番号: 40254429