

平成 27 年 9 月 30 日現在

機関番号：14501

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2013～2014

課題番号：25820357

研究課題名(和文) Mg-Ca合金のin vitro疲労特性評価システムの構築

研究課題名(英文) Building up of the evaluation system for in vitro fatigue of the biodegradable Mg-Ca alloy

研究代表者

池尾 直子 (IKEO, Naoko)

神戸大学・工学(系)研究科(研究院)・助教

研究者番号：80647644

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,300,000円

研究成果の概要(和文)：擬似体液を滞留可能な水槽およびDLCコーティングが行われた治具を利用した、生体内模擬環境下での疲労特性評価システムを利用することで、生体模擬環境下でのマグネシウム合金の疲労特性評価に成功した。

本システムを利用し、マグネシウム - カルシウム合金のin vitro疲労特性評価を実施した結果、生体内模擬環境下にて繰り返し荷重を受けた場合にも、結晶粒微細化を通じたマグネシウム合金の高強度化により、疲労特性が改善することが明らかとなった。また、破面観察の結果から、周囲環境による破壊メカニズムへの影響は小さいことが確認された。

研究成果の概要(英文)：The fatigue test system of magnesium alloys under the biomimetic circumstance were successfully completed by using the tank for simulated body fluid and the jig coated with DLC to avoid the galvanic corrosion between specimen and jig. In this research, the in vitro fatigue properties of magnesium-calcium alloys were also evaluated with this system. The obtained results shows that the in vitro fatigue properties can be improved by the strengthening via grain size refinement. The fractographies shows that the major fracture mechanism under the cyclic loading was hardly affected by the surrounding environment.

研究分野：金属生体材料

キーワード：生体材料 マグネシウム合金 生体内分解性 in vitro 疲労試験

1. 研究開始当初の背景

老化や病、事故によって失われた人体機能の補填を目的として、さまざまな医療用デバイスが使用されている。このなかでも、骨折部固定用プレートなどの、高強度が求められるデバイスには、強度などの機械的性質に優れた金属材料が使用され、なかでも、生体適合性に優れた純チタンやチタン合金が広く用いられている。チタン基材料は優れた耐食性を有するが、これは同時に、生体内に半永久的に残存し続けることを意味する。この結果、デバイスの残存にともなう炎症反応やチタンおよび合金元素に対するアレルギー反応の発生などが報告されている。また、チタンの弾性率が生体骨よりも高いため応力遮蔽効果が発現し、デバイスを長期間埋入した際には、周囲の骨量が減少してしまうなどの問題も報告されている。したがって、骨固定用デバイスとして使用された純チタンおよびチタン合金は、骨折部治癒後の再手術による抜去が必要となる。デバイス使用者にとって、この二次手術が経済的、身体的、精神的負担となる。そこで、従来の機械的性質に加えて、抜去の必要のない、生体内分解性をあわせ持つ材料の開発が望まれている。

そこで近年、生体内分解性を有する金属材料として注目を集めているのがマグネシウムである。マグネシウムは生体必須元素であり、その生体適合性は非常に高い材料であると言える。ただし、純マグネシウム鑄造材は強度が非常に低く、骨固定用デバイスへの適用は難しい。申請者らはこれまで、同じく必須元素であり、骨の主成分であるカルシウムを利用した固溶強化および結晶粒微細化により、マグネシウム - カルシウム合金の高強度化を達成した [1]。また、本合金を利用したネイルが、模擬骨に貫入後も生体内模擬環境下で穏やかな分解速度を示したことから [2]、マグネシウム - カルシウム合金は生体内分解性材料として非常に有望な材料であると言える。

本合金を骨固定用デバイスとして使用した際には、歩行や咀嚼などの日常生活での動作により生じる繰り返し荷重に曝されることとなる。従来、種々の商用合金の実用化においては、大気環境下での疲労特性評価が行われてきた。しかしながら、生体にはマグネシウムとの反応性の高い水分子や塩化物イオンなどが含まれることから、疲労き裂進展過程や表面での腐食反応が、疲労メカニズムなどに大きな影響を与える可能性が考えられる。したがって、生体材料としてのマグネシウム合金の疲労特性評価には、従来の方法は不十分であると言える。しかしながら、マグネシウム - カルシウム二元系合金に関する生体環境下での疲労特性に関する知見は非常に少ない。

2. 研究の目的

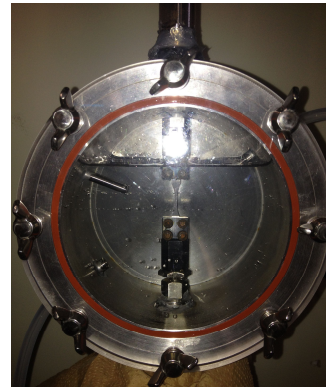


図1 腐食疲労試験システムの概観

生体内分解性材料としてのマグネシウム合金の実用化に向けて、腐食環境である生体環境下での、マグネシウム - カルシウム合金の疲労特性を理解することを目的とした。そこで、生体を模擬した環境下での疲労特性評価が可能なシステムを利用して、マグネシウム - カルシウム合金の生体内模擬環境下での疲労特性である *in vitro* 疲労特性を評価するとともに、疲労き裂進展メカニズムの解明を試みた。

3. 研究の方法

(1) *in vitro* 疲労評価装置

生体内では常時、デバイスは体液と接触することから、本研究で使用した装置には、試験片を擬似体液に浸漬させるための水槽を疲労試験機が取り付けられている。また、試験片と評価装置の間のガルバニック腐食の発生を抑制するため、試験片を固定するための治具には、DLC コーティングが施されている。図1に、本研究にて構築した *in vitro* 疲労試験システムを示す。本図中では、視認性向上のために、水槽には擬似体液ではなく、蒸留水を注入している。

(2) マグネシウム - カルシウム合金の *in vitro* 疲労特性評価

本研究ではまず、Mg-0.3at.%Ca 合金鑄造材に

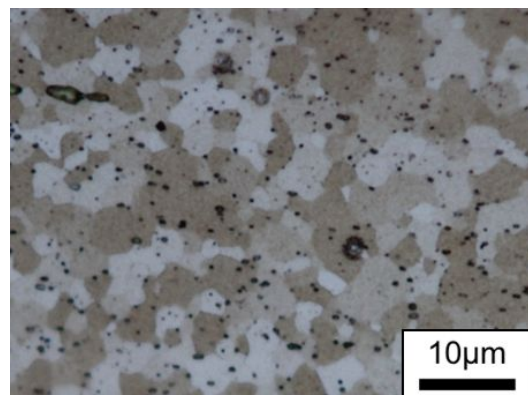


図2 本研究で使用したマグネシウム - カルシウム合金の微細組織

対して熱間押出加工を行った。高強度が期待できる材料、すなわち比較的微細な結晶粒を有する材料を作製するため、押出加工温度は 350 とした。得られた押出材と機械加工により、板状試験片を得た。試料表面は機械研磨により、鏡面とした。

得られた板状試験片に対して、図 1 に示したシステムを利用し、in vitro 疲労特性評価試験を実施した。金属生体材料の疲労試験に関する規格 JIS T 0309 に基づき、応力比 R は 0.1、繰返し周波数 f を 10 Hz と設定した。繰返し荷重方向は、押出方向と平行とした。

生体内に存在するタンパク質などの存在が、分解速度に影響を及ぼすことが明らかとなっていることから、本研究ではウシ胎児血清を 10% 添加したイーグル最小必須培地を擬似体液として使用した。

生体内模擬環境の影響を解明するため、同一のシステムを利用して、大気環境下での疲労特性も評価した。繰返し周波数、応力比は in vitro 疲労特性評価試験と同様にそれぞれ 10 Hz, 0.1 とした。

また、疲労試験により破壊した材料については、走査型電子顕微鏡を用いて試料の破面観察を行い、疲労破壊メカニズムの検討を行った。

4. 研究成果

350 にて押出した材料の光学顕微鏡組織写真を図 2 に示す。押出条件の最適化により、微細な等軸結晶粒を有する材料が得られたことが確認できる。また、切片法により得られた結晶粒径は 5.0 μm であった。以降、疲労試験に供した材料を微細粒材と呼称する。また、切片法により得られた結晶粒径は 5.0 μm であった。以上の結晶粒微細化およびカルシウムの固溶により、引張試験では、200 MPa を上回る降伏強度を示すことが確認された。

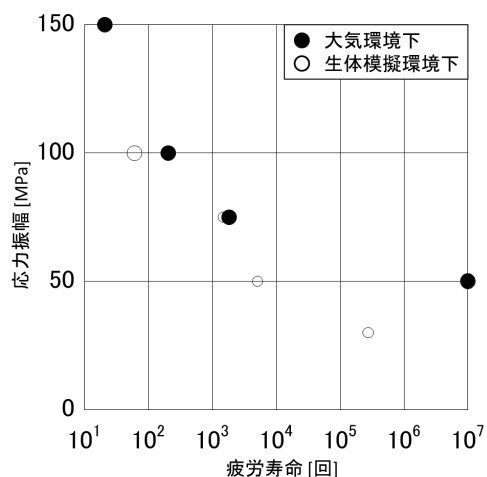
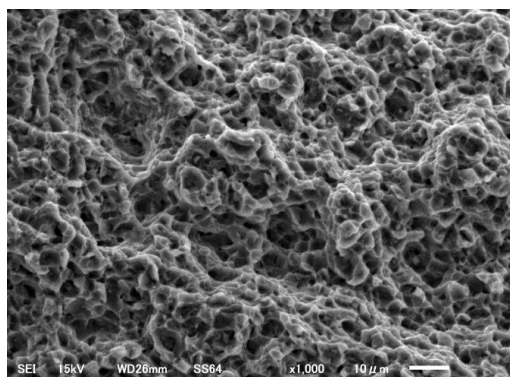
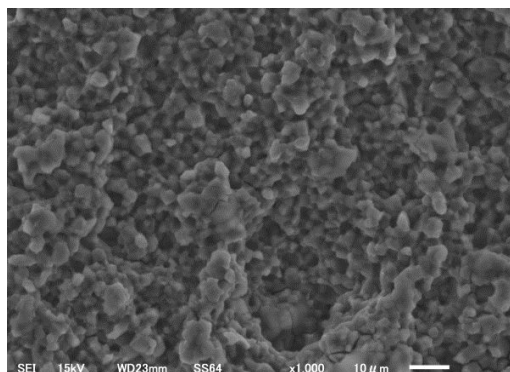


図 3 マグネシウム - カルシウム合金の大気環境下および生体内模擬環境下での疲労特性



(a) 大気環境下での疲労試験後



(b) in vitro 疲労試験後

図 4 SEM による疲労試験片の破面観察結果

大気中および擬似体液中で行った疲労試験の結果得られた、繰返し回数と応力振幅の関係を図 3 に示す。大気環境下では、微細粒材は S-N 曲線の明確な折れ曲がり確認でき、疲労限度は約 50 MPa であると言える。一方、生体内模擬環境下では、微細粒材は応力振幅 50 MPa で約 5000 回の、30 MPa で約 10⁵ 回の疲労寿命を示した。したがって、擬似体液の存在により、マグネシウム - カルシウム合金微細粒材の疲労特性は大幅に低下することが確認できる。

SEM により観察した、大気環境下での疲労試験および in vitro 疲労試験により破断した試験片の破面を図 4 に示す。いずれの試験片においても、明瞭なディンプルの形成は確認できない。さらに、結晶粒径と同程度の大きさを有する段差が確認できる。したがって、いずれの環境下においても、本件で使用した微細粒を有するマグネシウム - カルシウム合金の、繰返し荷重負荷下での主要な破壊メカニズムは、粒界破壊であり、擬似体液の存在による破壊メカニズムへの影響は小さいことが明らかとなった。

< 引用文献 >

1. 池尾 直子, 西岡 正行, 田熊 明仁, 向井 敏司; 高強度を有する生体内分解性 Mg-0.3at.%Ca 合金の開発, 日本機械学会 第 26 回バイオエンジニアリング講演論文集

2 . N. Ikeo, J. Shimizu, C. Ishigaki, Y. Sano, Y. Shimizu, T. Mukai, Degradation behavior of Mg-Ca nail after penetration into artificial bone, Magnesium Technology 2015 (2015) pp. 399-402.

3 . Degradation behavior and mechanical properties of Mg-Ca alloy after immersion in simulated body fluid IKEO N. Ikeo, M. Nishioka, A. Taguma, A. Yamamoto, T. Mukai, PRICM 8, 2013/08

5 . 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[学会発表](計 3 件)

1. 田熊 明仁, 池尾 直子, 向井 敏司: 体内分解性 Mg-Ca 合金の疑似体液環境下における疲労特性, 軽金属学会第 127 回秋期大会, 2014/11.
2. 池尾 直子, 西岡 正行, 石垣 千尋, 向井 敏司: 生体用マグネシウム合金の機械的性質に与えるカルシウム濃度の影響, 日本金属学会第 155 回 秋期講演大会. 2014/09
3. 田熊 明仁, 西岡 正行, 池尾 直子, 山本 玲子, 向井 敏司: Mg-Ca 合金の生体内分解性および力学特性に及ぼすカルシウム濃度の影響, 軽金属学会第 125 回秋期大会(2013) 2013/11

[その他]

【受賞】

優秀ポスター発表賞: 田熊 明仁
体内分解性 Mg-Ca 合金の疑似体液環境下における疲労特性, 軽金属学会第 127 回秋期大会, 2014/11. (軽金属学会第 125 回秋期大会(2013))

ホームページ等

<http://www.research.kobe-u.ac.jp/eng-mech-mater/>

6 . 研究組織

(1)研究代表者

池尾直子 (NAOKO IKEO)

神戸大学・工学研究科・助教

研究者番号: 80647644