

超高分子量ポリエチレンの疲労き裂進展特性に及ぼす Vitamin-E 添加の影響

同志社大学 ○ 田中和人 京都大学[院] 内山正敏
ナカシマプロペラ(株) 迫田秀行

Effects of Vitamin-E addition on fatigue crack growth behavior of ultra-high molecular weight polyethylene

Kazuto TANAKA, Masatoshi UCHIYAMA and Hideyuki SAKODA

1 緒 言

人工関節置換術に用いられる超高分子量ポリエチレン(UHMWPE)において、フレーク状の摩耗粉を伴ったデラミネーション破壊が生じることが知られている。デラミネーション破壊は、摺動表面下に生じる繰返し応力によって、表面下でき裂が進展し、最終的に層状のはく離にいたると考えられているが、そのメカニズムは明らかにはなっていない。また、滅菌に用いられる γ 線照射とその後の酸化劣化反応がデラミネーション破壊を助長することが報告されており、酸化防止剤として知られている Vitamin-E を添加することによって、UHMWPE の酸化劣化を抑制し、デラミネーション破壊を改善する試みもなされている²⁾が、デラミネーション破壊の程度だけでは、 γ 線照射、酸化劣化や Vitamin-E 添加が UHMWPE の強度特性に及ぼす影響を定量的に評価することは困難である。そこで、本研究では、デラミネーション破壊におけるき裂進展を、疲労き裂進展ととらえ、CT(Compact Tension)試験片を用いた UHMWPE の疲労き裂進展試験を行い、そのき裂進展特性に及ぼす γ 線照射と酸化劣化および Vitamin-E 添加の影響を検討した。さらに、フーリエ変換赤外分光法(FTIR)を用いて試料の酸化を評価し、UHMWPE の疲労き裂進展特性について考察を加えた。

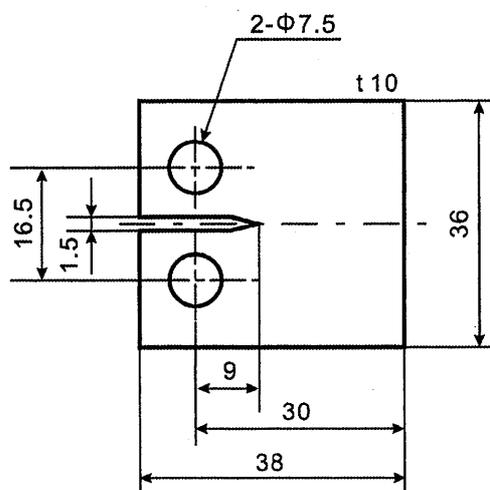


Fig. 1 Shape and dimensions of CT specimen. All dimensions are in mm.

2 供試材および試験片

供試材は UHMWPE 圧縮成形材であり、Vitamin-E 無添加材には市販の人工関節用 UHMWPE(Chirulen 1050)を用い、機械加工によって $40 \times 40 \times 10$ mm の板状に切り出した(以下 Virgin 材と称する)。Vitamin-E 添加材は、原料粉末(GUR1050, Ticona)に 0.3 mass % の Vitamin-E を添加し、直接圧縮成形法により $40 \times 40 \times 10$ mm の板状に成形した(以下 VE 材と称する)。これら Virgin 材と VE 材の 2 種類の試料に対して、大気中にて γ 線照射(25kGy)を行った後に、ASTM F2003 Method A に基づき、実験室空気中において 80°C の恒温槽内に 3 週間静置することにより、酸化促進処理を施した(以下 γ -aging 材、VE- γ -aging 材と称する)。以上の 4 種類の試料を、機械加工により Fig. 1 に示す CT 試験片形状に加工した。

3 実験方法

3.1 FTIR による酸化評価 4 種類の試料の表面から、厚さ 200 μm 程度の小片を切り出し、フーリエ変換赤外吸収分光光度計(島津製作所, IRPrestige-21)を用いて、赤外吸収スペクトルを測定した。

3.2 疲労き裂進展試験 試験は電気油圧式サーボ疲労試験機(島津製作所, EHF-ED-Lab5)を用いて実験室空気中で行った。応力波形は、応力比 $R=0.1$ の正弦波とし、繰返し速度は、5 Hz あるいは 2 Hz とした。試験終了後の破面は、光学顕微鏡および電界放射型走査電子顕微鏡(日立製作所, S4500)を用いて観察した。

4 実験結果および考察

4.1 赤外吸収スペクトル Fig. 2 に測定した赤外吸収スペクトルを示す。なお、それぞれのスペクトルは 1471 cm^{-1} の CH_2 はさみ振動のピーク強度を用いて正規化した後、縦軸方向に平行移動して示している。 γ -aging 材は 1717 cm^{-1} 付近に $\text{C}=\text{O}$ 伸縮振動のピークが観察された。 $\text{C}=\text{O}$ は、ポリエチレンの酸化反応の生成物として知られており、 γ -aging 材では、 γ 線照射とその後の酸化促進によって表面が酸化していることがわかる。それに対して、VE- γ -aging 材では 1717 cm^{-1} のピークは明確ではなく、Vitamin-E の添加によって試料表面の酸化が抑制されたことが分かる。

4.2 疲労き裂進展特性 疲労き裂進展試験の結果を、応力拡大係数幅 ΔK を用いて整理した結果を Fig. 3 に示す。下限界応力拡大係数幅 ΔK_{th} は、Virgin 材が $2.2 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$,

γ -aging 材が $1.8 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ であり, γ 線の照射とその後の酸化促進によって約 20%低下したことが分かる. また, VE 材の ΔK_{th} は $2.1 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, VE- γ -aging 材は $2.0 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ であり, その低下率は約 8%と, Vitamin-E 無添加材における低下率と比較して ΔK_{th} の低下が抑制されている.

4.3 破面観察 き裂進展試験後の γ -aging 材の破面を光学顕微鏡で観察した結果を Fig.4(a)に示す. 試験片表面付近に相当する破面両側に厚さ 1 mm 程度の白化した領域が観察された. このような白化領域は, 他の条件の試験片である Virgin 材, VE 材, VE- γ -aging 材では観察されなかった. また Fig.4(a)中に, (b), (c)と示す位置を SEM で観察した結果を Fig.4(b), (c)に示す. Fig.4(b)に示す破面中央部では, き裂進展方向にほぼ垂直なストライエーション状の様子が観察された. また, 図は省略するが, Virgin 材, VE 材, VE- γ -aging 材では, 破面全体にわたってこのようなストライエーションを伴った破面を呈していた. それに対して, Fig.4(c)に示す試験片表面付近の

白化領域ではストライエーション状模様が観察されず, 激しくフィブリル化している様子が観察された. このようなフィブリル化を伴った破面は, 同じく UHMWPE に γ 線照射と酸化促進を施した後にを行った引張試験の破面でも観察されており³⁾, UHMWPE がぜい化した際に生じるものと考えられている. したがって, γ -aging 材では γ 線照射とその後の酸化劣化によって表面がぜい化したために ΔK_{th} が大きく低下したのに対して, VE- γ -aging 材では, VE 材と比べて若干 ΔK_{th} が低くなったものの, 表面の白化やフィブリル化は観察されず, Vitamin-E の添加によって表面のぜい化が抑制されたものと考えられる.

(結言省略)

参考文献

- 1) G.Lewis, J.Biomed.Mater.Res.B, **38**, 55(1997)
- 2) N.Tomita et al., J.Biomed.Mater.Res.A, **48**, 474(1999)
- 3) F.Medel et al., Biomaterials, **25**, 9(2001)

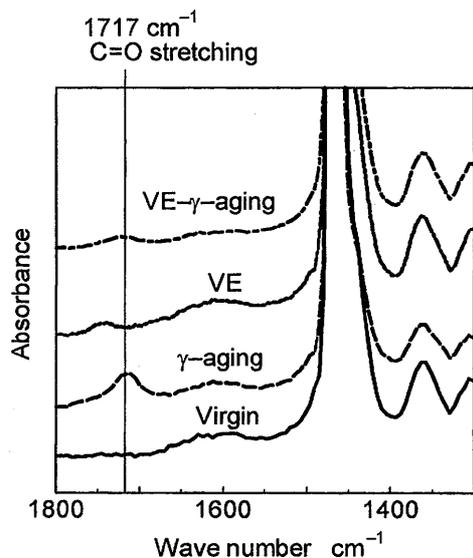


Fig. 2 Infrared spectrum of UHMWPE.

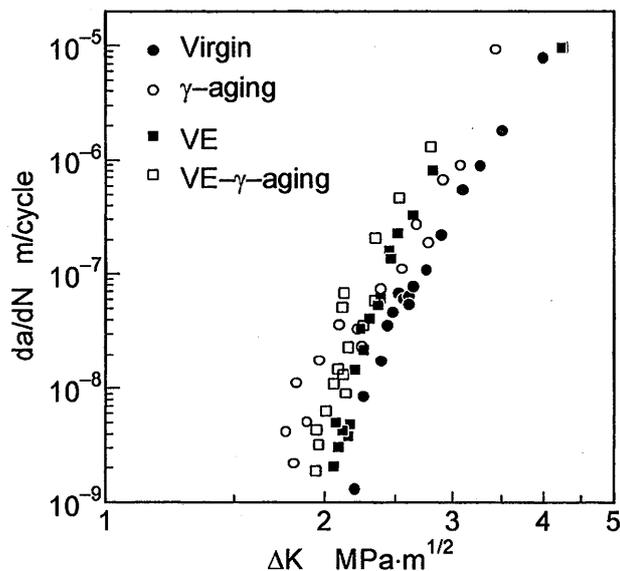


Fig. 3 Fatigue crack growth behavior of UHMWPE.

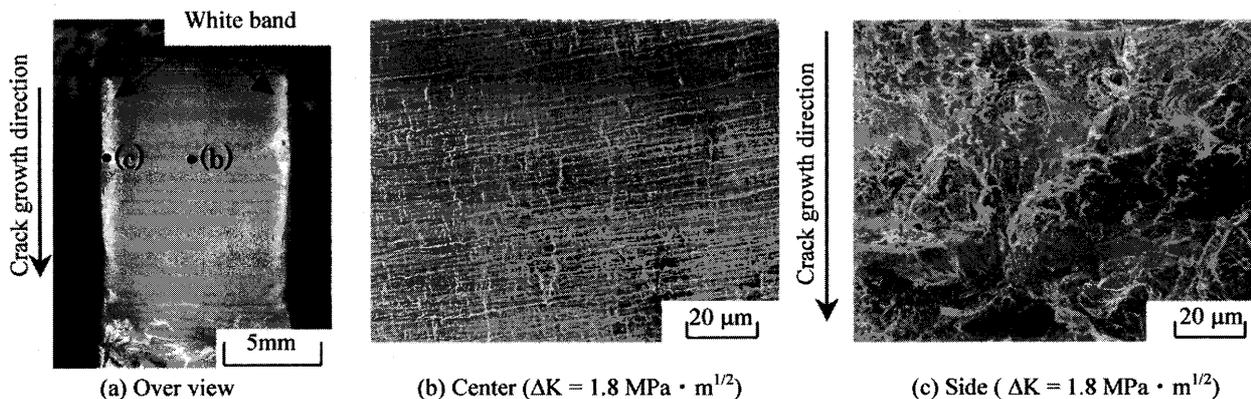


Fig. 4 Fracture surface of γ -aging specimen.