

418 酸化チタン粒子強化 HDPE 複合材料のクリープおよび疲労特性

福岡工業大学 ○朱 世杰 JFCC 水野峰男 橋本雅美

Creep and fatigue properties in TiO_2 particles reinforced HDPE composite

Shijie ZHU, Mineo MIZUNO and Masami HASHIMOTO

1 緒 言

生体材料分野で、荷重部用骨修復材料には、生体骨との力学的性質の不一致、低い生体組織との結合能力、手術現場での加工が困難等の問題点がある。そこで酸化チタンのナノ粒子を分散させた無機・有機高分子複合体に着目した。酸化チタンのナノ粒子を分散させた無機・有機高分子複合体は、高いアパタイト形成能力を有し、生体骨に類似した力学強度をもち、手術現場での切削加工、滅菌が容易であり、抗菌性があるという利点をもつ。あらかじめシランカップリング処理を行ったアナタース型の酸化チタン (TiO_2 40vol%) は、高い生体活性、高い弾性率(焼結水酸アパタイトと比較して)を有したナノサイズ粒子である。高密度ポリエチレン (HDPE) は、高い生体親和性、高い伸張性を有している。

本研究においては、大気中と生体内を模擬した環境として生理食塩水中で、即時から長期にわたる圧縮・クリープおよび疲労試験を行い、これにより当該材料のクリープ・疲労寿命を評価する。また、同時に HDPE と HDPE/ TiO_2 の違いも比較する。さらに損傷機構を解明することにより、優れた特性をもつ生体材料の開発指針の提供を目的とする。

2 供試材及び実験方法

供試材はアナタース型の酸化チタンと HDPE を混練し、その後、230℃、2.5MPa の圧力でホットプレス成形を行うことにより複合化したものである。使用した試験片は HDPE が高さ 12mm、幅 6mm の長方体で、HDPE/ TiO_2 が高さ 12mm、直径 6mm の円柱である。この試験片を用い、大気中と生理食塩水中で圧縮試験を行い、HDPE と HDPE/ TiO_2 の強度の違いを比べ、それぞれの結果をもとに各条件でのクリープ・疲労試験を行った。

試験に用いた試験装置は、油圧疲労試験機 (SHIMADZU 社)「サーボパルサー」である。圧縮試験の条件は、変位速度が 0.33mm/s とし、クリープ試験の条件は、荷重制御で応力 55, 50, 45, 40MPa で行った。疲労試験の条件は、応力比が 0.1、周波数が 10Hz の正弦波とした。さらに、生理食塩水中で人体内 (37℃) と室温 (25℃) の温度による影響を調べる。破断面観察にはデジタルマイクロスコープ VHX-600 (KEYENCE 社) および走査型電子顕微鏡を使用した。

3 実験結果及び考察

3.1 圧縮強度

圧縮試験による HDPE と HDPE/ TiO_2 の強度の違いを Fig.1 に示す。HDPE の圧縮強度 40MPa に比べ、HDPE/ TiO_2

の圧縮強度は 70MPa となり、酸化チタンを複合することで 75%強度が増していることが判る。また、HDPE/ TiO_2 は最大応力に達した後、応力が下がって破断に至っているが、HDPE は最大応力に達したか分からないうちに破断に至っている。破断ひずみから考えても HDPE は HDPE/ TiO_2 に比べてかなり脆いと思われる。HDPE と HDPE/ TiO_2 共に真応力・真ひずみが実際の測定値を上回ったが、HDPE ではほとんど変わらなかった。

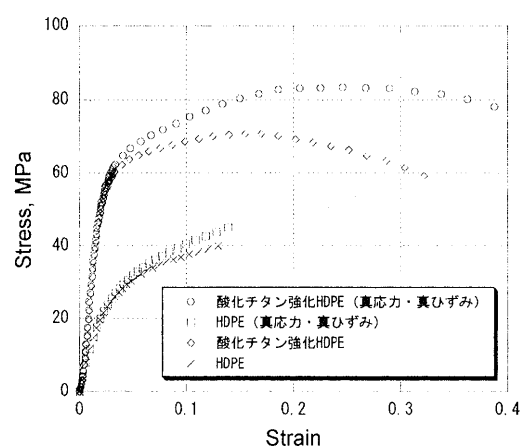


Fig.1 Normal stress vs strain and true stress vs strain curves in HDPE and composite.

大気中と生理食塩水中の圧縮強度の違いを Fig.2 に示す。HDPE/ TiO_2 に関しては生理食塩水中のほうが圧縮強度・破断ひずみ共に小さくなったが、HDPE に関しては重なったグラフとなり、生理食塩水は TiO_2 に大きな影響を与えられられる。

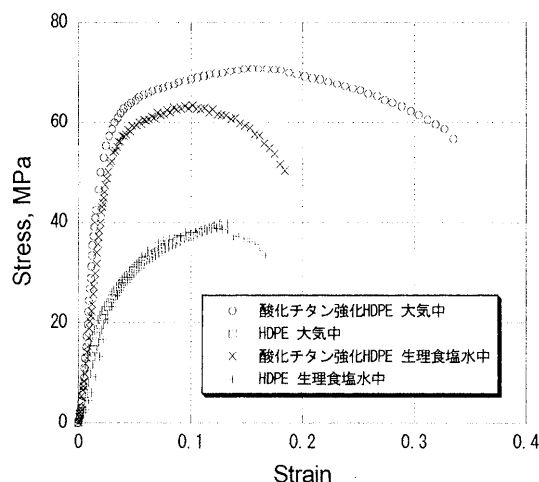


Fig.2 Effect of saline on stress-strain curves.

3.2 圧縮クリープおよび疲労特性

クリープ試験による大気中で HDPE/ TiO₂ のクリープ曲線を Fig.3 に示す。応力の増加と共にひずみが増え、破断時間は減少する。

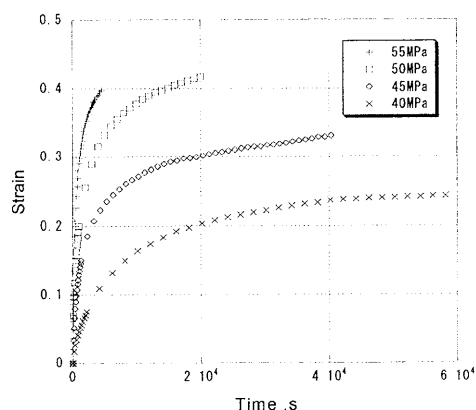


Fig.3 Creep strain vs time in HDPE/ TiO₂ composite in air.

クリープひずみ速度とひずみの関係を Fig.4 に示す。応力が高ければひずみ速度が高いことが分かる。また、ひずみが大きくなるにつれて、ひずみ速度は小さくなるという 1 次クリープ特性しか確認できず、2 次・3 次クリープは見られなかった。

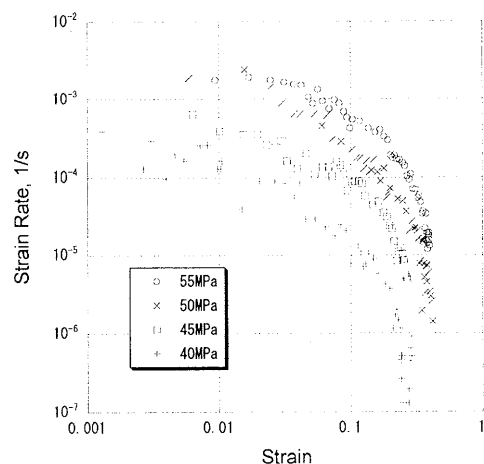


Fig.4 Creep strain rate vs creep strain in HDPE/ TiO₂ composite in air.

45MPa の応力での各試験条件のクリープ曲線を Fig.5 に示す。大気中と生理食塩水中をクリープ曲線で比べると、生理食塩水中は破断までの時間が大幅に短くなる。さらに、37℃と 25℃を比較すると 37℃の方は短時間で破断に至った。

疲労試験より得られた最大応力と破断時間との結果およびクリープ破断寿命を Fig.6 に示す。同じ最大応力で疲労破断時間はクリープ破断時間より短い。

3.3 破断面観察

破断した試験片はいずれも斜め方向(約 45°)のき裂が入っていた。大気中でのクリープ試験による破断面を Fig.7 に示す。破壊起点から放射線のように、破壊進行

方向が周囲に広がっているのが確認できる。生理食塩水中でのクリープの破断面と大気中での破断面とで大きな違いは見つけられなかった。

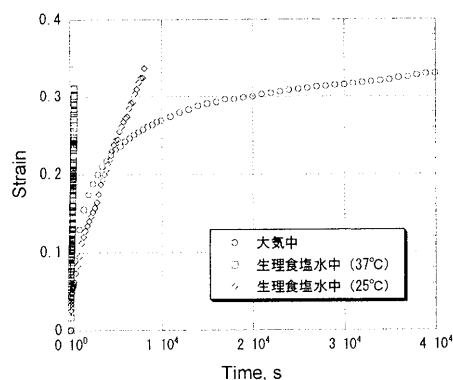


Fig.5 Creep strain vs time in HDPE/ TiO₂ composite at 45MPa in air and saline.

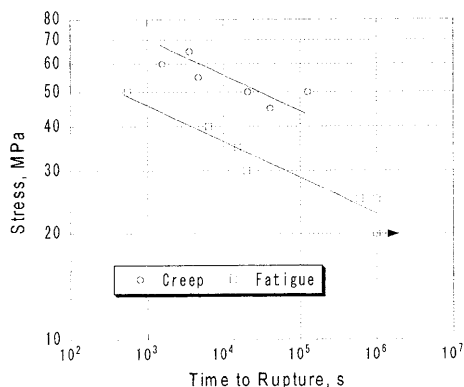


Fig.6 Creep and fracture life in HDPE/TiO₂ in air.

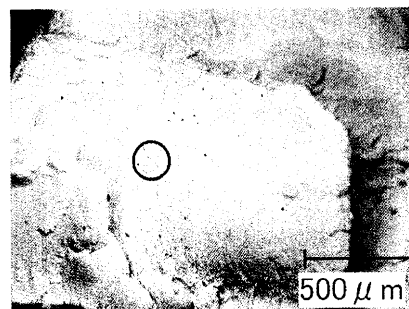


Fig.7 Creep fracture surface in HDPE/TiO₂ in air.

4 結言

- (1) 圧縮試験の結果から生理食塩水が HDPE に与える影響はほとんどなかったが、酸化チタンに与える影響は大きく、破断ひずみ寿命は約半分となった。
- (2) 酸化チタン粒子で分散強化した高密度ポリエチレン複合材料のクリープ寿命に与える生理食塩水と温度の影響はあることが判った。
- (3) 同じ最大応力で疲労破断時間はクリープ破断時間より短い。
- (4) 破断面では、大気中と生理食塩水中のもので大きな違いは見られなかった。