

放電プラズマ焼結によって製作した多孔質チタンの機械的強度特性

福岡大学 ○坂本裕紀

福岡大学 遠藤正浩

福岡大学 森山茂章

佐賀県立工技 川上雄士

Mechanical property of porous titanium produced by spark plasma sintering

Yuki SAKAMOTO Masahiro ENDO Shigeaki MORIYAMA and Yuji KAWAKAMI

1 緒 言

歯科インプラントや人工骨といった生体材料に利用されるチタン、チタン合金には優れた機械的性質と生体適合性が要求され、研究されている。しかし、チタンは表面が骨と直接結合しない生体不活性材料とされ、骨と弾性係数が異なることから骨リモデリングに大きな悪影響を与えるなどの問題がある。これらの問題の解決方法として、生体適合性が金属材料よりも優れているリン酸カルシウム系材料（アパタイト）をチタン表面に修飾する方法、そして多孔材料とすることで骨との接触面積を増やすとともに弾性係数を低くする方法がある。前者は生物学的生体適合性、後者は力学的生体適合性の向上に寄与する¹⁾。

多孔質チタンの製法として、粉末の粒子間隙を利用して気孔を形成させる粉末焼結法がある。中でも放電プラズマ焼結（SPS：Spark Plasma Sintering）法がエネルギー制御性、短時間焼結などにおいて優れており、ホットプレスなどの従来焼結法に比べ 200～500℃ほど低い温度域で、昇温・保持時間を含め、5～20 分程度の短時間で焼結あるいは焼結結合を可能とする近年実用化された次世代型の材料合成加工技術である²⁾。

本研究では、研究の第一段階として、チタン多孔体の SPS 製造法と、多孔構造がチタンの力学的生体適合性に及ぼす影響を明らかにすることに焦点をあてている。機械的特性の評価として、気孔率、引張強さ、圧縮強さ、ヤング率、そしてピッカース硬さの測定を行った。

2 材料および実験方法

粒度 150 μ m アンダーの球状純チタン粉末（TILOP-150、住友チタニウム）を篩い分けし、篩目の間隔が 100 μ m の篩に残った粉末を焼結に供した。直径 17mm の貫通孔をもつカーボンダイス（ $\phi 50 \times 160$ ）を用い、放電プラズマ焼結装置（SPS-3.20 MK-4）を用いて焼結を行った。焼結条件は、焼結温度 570℃、昇温 18 分、保持時間 10 分、電流 750A、電圧 2-3V、真空度 3-4Pa、そして加圧力は 25MPa とし、熱の拡散を防ぐためカーボンフェルトをダイスに巻きつけた。焼結した試料は Fig.1 に示すダンベル型試験片に加工し、エメリー紙にて研磨後、気孔率、引張強さ、圧縮強さ、そしてヤング率を測定した。また、SEM による表面観察、そしてピッカース硬さ測定を行い、多孔質チタンの機械的強度特性を評価した。

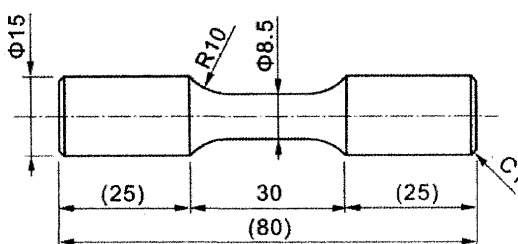


Fig.1 Shape and dimensions of porous titanium specimen, in mm.

3 結果および考察

3.1 焼結について 焼結時の温度変化、およびダイス内部の試料変位を Fig.2 に示す。図から変位は焼結における温度上昇に伴って増加し、焼結の終了とともに一定となることからわかる。焼結前後でダイス内部における試料長さの変化は 14mm であり、焼結によって約 15% 収縮することが分かる。温度に関しては、昇温段階はスムーズに増加していったが、保持の段階でハンチングが見られた。これは、縦長のダイス内部の加圧を行う端部と中心部の温度に差が生じることが影響していると思われる。試料製作に重大な影響を及ぼすものではないと言われているが、昇温および保持における温度条件を調節することで改善することが可能である。焼結試料をダンベル型試験片に加工する際に破損した試料はなかった。すなわち、本研究で製作した焼結試料は力学的・生物学的な試験を行うために要求される形状に加工可能である。

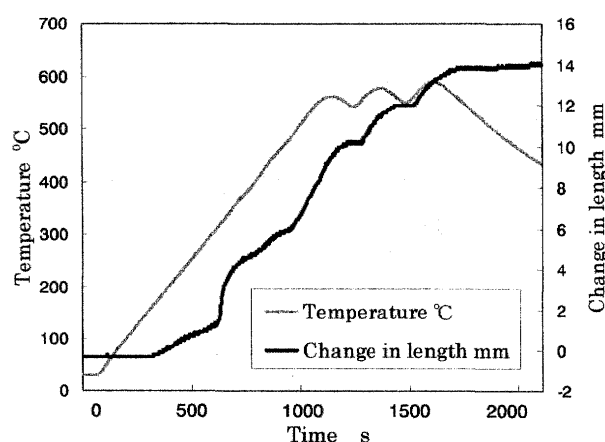


Fig.2 Relationship between sintering temperature and change in sample length.

3.2 機械的性質について Fig.3に試料表面のSEM写真を示す。粒同士の間隙に気孔が形成されており、開気孔になっていることが確認できる。100 μm 以下の微小粒子が多く観察されるが、これは静電気などの影響により完全に篩い分けられることが出来ずに残留した粒子である。

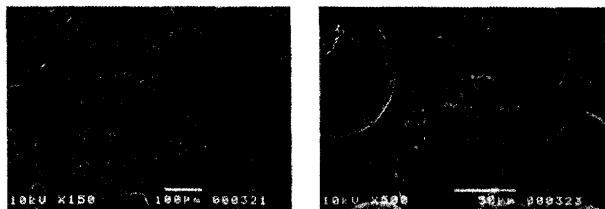


Fig.3 SEM micrographs of porous titanium compact

気孔率、引張強さ、圧縮強さ、ヤング率、そしてビッカース硬さを Table 1. に示す。本 SPS 条件のもとで、33%の気孔率を持つ多孔体を製作できた。なお、気孔率は、焼結試料の重量と形状寸法から見掛けの体積を計算し、チタンの密度(4.53 g/cm³)から見掛けの気孔率を求めた。ビッカース硬さは微小硬さ試験機を用いて 9.8N で測定し、20 点の平均値を求めた。ビッカース硬さは 80HV であり、チタン緻密体 (110HV) より 30%減少していた。

Fig.4 に、引張および圧縮試験における応力-ひずみ線図を示す。引張強さは 42 MPa であり、ヒトの皮質骨 (80-160 MPa) よりも低い値を示した。一方で、圧縮強さは 90 MPa であり、ヒトの皮質骨 (110-170 MPa) に近い値を示した。皮質骨と多孔チタンの力学的生体適合性を決定付けるヤング率は 16 GPa であり、ヒトの皮質骨 (17-20 GPa) に近い値を示した。また、チタン緻密体のヤング率は 105-110 GPa である。本実験で製作した多孔試料は骨と等しい低弾性率を得ることが可能であると示唆されたが、人骨の強度には達していない。Fig.5 に、引張試験において破断した試料の破面を示す。写真から、粒同士の接着領域が約 10 μm 程度であることが分かる。すなわち、SPS によって粉末粒子を完全に結合させることが出来ず、これが強度の不足につながっていると考えられる。

気孔率、空孔形状、そして粉末同士の結合力を適切に調整すれば、生体適合性を保持したまま骨リモデリング性に優れた材料を創出することが可能である。ヤング率は気孔率によって調節でき、気孔率と粉末の接触面積は強度を決定付ける要素であると考えられる。SPS 処理後に熱処理(焼鈍)を行うことで多孔試料を強化できることが知られており、すなわち、チタン多孔試料に熱処理をほどこせば、人工骨に適した強度と力学的生体適合性を合わせ持つ材料を作ることが出来ると期待される。生体材料として検討すべき機械的特性として、他にも耐疲労および耐衝撃強度が挙げられる。また、生体環境下における力学的特性の評価も重要であり、さらなる研究が必要である。

4 結 言

SPS によって製作したチタン多孔試料の機械的特性を測定し、力学的な生体適合性におよぼす多孔構造の影響を評価した。その結果を次に示す。

粒径約 100 μm の球状純チタン粉末を用い、33%の気孔率を有する多孔体を製作する SPS 処理条件を提示した。製作したチタン多孔試料のヤング率はヒトの皮質骨に近い値を示したが、引張および圧縮強さは低い値を示した。しかし、SPS 処理後に熱処理をほどこすことにより、強度の不足を改善出来ると考えられる。

謝 辞

本研究は、福岡大学研究推進部の研究経費によるものである。(課題番号: 081501)

参考文献

- 1) S.J.Simske, R.A.Ayers and T.A.Bateman, Materials Science. Forum, **250**, 151-182 (1997)
- 2) L.G.Yu, K.A.Khor and H.Li, Biomaterials, **24**, 2695-2705 (2003)

Table 1. Mechanical properties of porous titanium specimen.

Porosity %	32.9
Vickers Hardness	79.6
Tensile Strength MPa	41.7
Compressive Strength MPa	90.1
Elastic modulus by Tensile test (GPa)	15.5

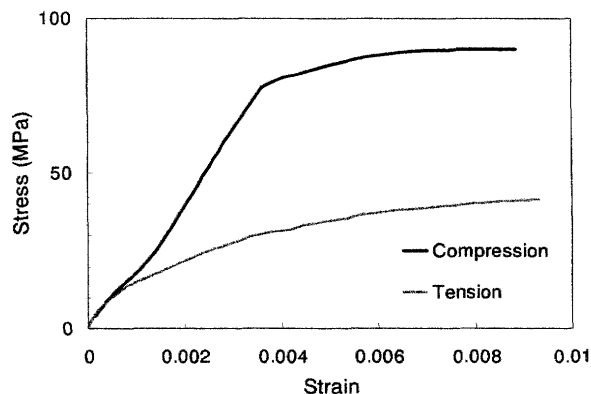


Fig.4 Stress-strain curves in tensile and compressive tests.

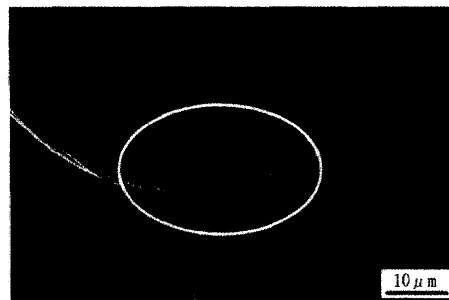


Fig. 5 Fracture surface of a Ti particle in a specimen broken in tension.