501 超塑性材を中間材に用いる HAp の固相接合

Solid-state bonding of HAp using superplastic ceramics

○ 佐藤 隆史 (茨大院) 正 本橋 嘉信 (茨大) 正 佐久間 隆昭 (茨大) 正 早稲田 一嘉 (茨大院)

Takashi SATO, Graduate student, Ibaraki University, 12-1, Nakanarusawa-cho 4-chome, Hitachi, Ibaraki
 Yoshinobu MOTOHASHI, The Research Center for Superplasticity, Faculty of Engineering, Ibaraki University
 Takaaki SAKUMA, The Research Center for Superplasticity, Faculty of Engineering, Ibaraki University
 Kazuyoshi WASEDA, Graduate student, Ibaraki University

In this study, bonding of a Hydroxyapatite(HAp) and alumina(Al_2O_3) utilizing superplastic ceramics for insert material was performed. Thickness of insert material was used as variables for the bonding experiments, and observation on the bonded conditions by SEM and residual thermal stress analysis by FEM were carried out. If thickness of the insert material was larger than 50 μm , the bonding specimen would show a good bonding microstructure. In this case, insert material would relax residual thermal stresses that due to the thermal expansion difference between HAp and Al_2O_3 . Moreover, comparison of observation by SEM and analysis by FEM was performed.

Key Words : Superplastic, Residual thermal stress, thickness of the insert material

1. 緒言

従来から人間の骨の代替として人工骨・人工関節が広く利用されている。特に高強度、耐磨耗性が必要とされる人工関節(特に股関節)には生体内不活性である Al_2O_3 や Ti 合金に生体内活性である HAp をプラズマ溶射しコーティングする方法等が試みられている。

しかし、従来の HAp をプラズマ溶射して Ti 合金にコーティングする方法では 20,000 $\square$ 近い高温状態で吹き付けるため HAp が分解してしまう⁽¹⁾。

そこで、粉末であり、超塑性流動により接合面の凹凸が埋められることや、熱膨張係数が HAp と Al_2O_3 の中間であり、熱膨張係数差による残留熱応力の緩和が期待できる等の利点がある、超塑性材 3Y-TZP(3mol% Y_2O_3 含有正方晶ジルコニア多結晶体)/ Al_2O_3 複合材の原料粉末を中間材に用い、HAp と Al_2O_3 の接合する方法を試みた。

これにより、従来のコーティング法で問題となっていた HAp の高温での溶射による分解を解決できる可能性がある。

本研究では、中間材に 3Y-20A(3Y-TZP に Al_2O_3 を 20% 混合したもの)の原料粉末を用い、厚い中間材による残留熱応力の影響に着目して、HAp と Al_2O_3 の接合を行った。評価としては、接合体の接合界面の観察、接合体の残留熱応力解析を行った。

2. 実験方法

Table 1 に被接合材及び中間材の材料特性、Fig.1 に接合の手順を示す。

まず、中間材粉末を設定した厚さになるように分量を理論密度で計量し、被接合材(HAp:3 $\times$ 4 $\times$ 0.5mm、 Al_2O_3 :3 $\times$ 4 $\times$ 15mm)の間に均一になるように超音波振動を加え挿入後、室温において 100MPa の単軸圧縮成型を行った。

次に大気炉において、接合温度 ($T_b=1623\text{K}$) まで昇温速度約 22.5K/min. で加熱して、接合温度より約 40K 手前から段階的に荷重を加え、接合温度に達すると同時に設定した接合圧力($\sigma_b=4\text{MPa}$)を負荷した。この状態で設定した接合時間($t_b=20\text{min.}$)保持後、除荷し炉冷を行った。

Table 1 Physical and mechanical properties of specimens and insert materials

Material	HAp ^{*1}	3Y-20A ^{*2}	Al_2O_3
Density[g/cm ³]	3.16	5.5	3.97
Grain size[μm]	1.5	0.77	1.35
Bending strength[MPa]	104 $\pm$ 11	2250	680
K _{IC} [MN/m ^{3/2}]	0.96	8	4.2
Young's modulus[GPa]	80 $\pm$ 6.4	251	370
Thermal expansion[10 ⁻⁶ /K]	13.6	11.2	7.6
Manufacturing process	HIP	HIP	Sintered

*1 1473K 焼結体の値

*2 HIP 材の値

Fig.1 Procedure of bonding

その後、接合体の接合部の観察を行うために接合体の1面を鏡面研磨し、SEMによる接合部の観察を行った。また、被接合材と中間材の熱膨張係数差に起因すると考えられる接合材生じる残留熱応力の数値計算を有限要素法(FEM)により解析した。汎用有限要素解析ソフトウェア(MARC Ver.2001)を用いて、冷却中温度が 1523K か

ら 300K までのヤング率の変化を考慮して接合材に生じる応力状態を 3 次元で解析した。Table 2 に温度とヤング率の関係を示す。

Table 2 Relationship of temperature and Young's modulus

4. 実験結果及び考察

	HAp	3Y-20A	Al ₂ O ₃
Temperature(K)	Young's modulus[GPa]		
273	80	251	370
293	79.81	251	370
300	79.74	251	370
573	77.12	244	360
873	74.24	228	350
1173	71.36	199	327
1373	69.44	165	310
1473	68.48	139	295
1523	68	—	291
1573	67.52	127	288

接合面観察結果

Fig.2 に中間材 3Y-20A、 $t_b=20\text{min.}$ 、 $T_b=1623\text{K}$ 、 $\sigma_b=4\text{MPa}$ を一定とした $\delta=5\sim100\mu\text{m}$ で接合した場合の接合界面付近の写真を示す。

Fig.2 SEM images at and adjacent to bonded interfaces

Fig.2(a)から、 $\delta=5\mu\text{m}$ では、HAp と 3Y-20A の接合界面で剥離している。これは、中間材が薄く、HAp と Al₂O₃ の間の熱膨張係数差による残留熱応力の緩和がされなかったためと思われる。Fig.2(b)から $\delta=50\mu\text{m}$ では、未接合部が見られるが、HAp と 3Y-20A の接合界面が超塑性流動により埋まっている。これは、中間材が厚くなり、残留熱応力を緩和しているためと思われる。Fig.2(c)から $\delta=100\mu\text{m}$ では、HAp と 3Y-20A の接合界面が超塑性流動により、よく埋まっている。また、HAp の割れが $\delta=50\mu\text{m}$ に比べ、少なくなっている。これは、中間材がさらに厚くなり、残留熱応力をよく緩和しているためと思われる。

以上のことより、HAp と Al₂O₃ の異種接合において、

中間材が厚い方が残留熱応力を緩和するのではないかと考えられた。しかし、HAp に割れが残っていることから、割れを減少させるため、中間材をさらに厚くすることを考えている。

残留熱応力解析結果

Fig.3 に中間材 3Y-20A を一定とした $\delta=5\sim100\mu\text{m}$ で接合した場合の FEM による残留熱応力解析結果を示す。

Fig.3 Result of residual thermal stress analysis by FEM (σ_x)

Fig.3(a)から、 $\delta=5\mu\text{m}$ では、約 $x=2.00\text{mm}$ 、 $y=0.00\sim2.00\text{mm}$ の領域で HAp と Al₂O₃ の間の残留熱応力が大きくなるのが分かる。これは中間材が薄く、残留熱応力の緩和がされなかったためと思われる。Fig.3(b)から、 $\delta=50\mu\text{m}$ では、約 $x=2.00\text{mm}$ 、 $y=0.00\sim2.00\text{mm}$ の領域、約 $x=2.10\text{mm}$ 、 $y=0.00\sim2.00\text{mm}$ の領域について、HAp、3Y-20A、Al₂O₃ の間で残留熱応力が段階的になるのが分かる。これは中間材が厚くなり、残留熱応力を緩和しているためと思われる。Fig.3(c)から、 $\delta=100\mu\text{m}$ でも、約 $x=2.00\text{mm}$ 、 $y=0.00\sim2.00\text{mm}$ の領域、約 $x=2.15\text{mm}$ 、 $y=0.00\sim2.00\text{mm}$ の領域について、 $\delta=50\mu\text{m}$ と同様な残留熱応力の傾向が見られる。しかし、中間材厚さ $50\mu\text{m}$ と比較すると、残留熱応力の値が低くなるのが分かる。これより $\delta=100\mu\text{m}$ の方が残留熱応力をよく緩和すると思われる。

以上のことより、接合面観察の結果と同様に、FEM の残留熱応力解析結果からも、HAp と Al₂O₃ の異種接合において、中間材が厚い方が残留熱応力を緩和するのではないかと考えられた。

5. 結言

中間材に 3Y-20A 粉末を用い、HAp と Al₂O₃ の異種接合を試み、以下の結果が得られた。

- (1) 中間材厚さを変数としたところ、HAp と Al₂O₃ の異種接合では中間材が厚い方が、残留熱応力をよく緩和すると思われた。
- (2) FEM の残留熱応力解析結果からも、中間材厚さが厚い方が、残留熱応力をよく緩和すると思われた。

参考文献

- (1) 早稲田 一嘉, 本橋 嘉信, 豊島 弘也: 日本機械学会 東北支部第 37 期総会・講演会講演論文集, 2002, 108-109