S042021

**人工関節用 ATZ 複合セラミックスの AE 法による
微視損傷検出および長期信頼性評価***坂井 建宣^{*1}, 風間 岳^{*2}, 若山 修一^{*1}, 池田 潤二^{*3}, 宮路 史明^{*3}**AE Detection of Microdamages and Long Term Reliability Assessment of
ATZ Composite Ceramics for Artificial Joints**Takenobu SAKAI^{*1}, Gaku KAZAMA^{*2}, Shuichi WAKAYAMA^{*1},
Junji IKEDA^{*3} and Fumiaki MIYAJI^{*3}^{*1,2} Tokyo Metropolitan Univ. Dept. of Mechanical Engineering
1-1, Minami-osawa, Hachioji-shi, Tokyo, 192-0397, Japan^{*3} KYOCERA Medical Corporation
3-3-31, Miyahara, Yodogawa-ku, Osaka-shi, Osaka, 532-0003, Japan

The microdamages in ATZ composite ceramics during 4-point bending test were monitored by acoustic emission (AE) technique, and the rapid increase in cumulative AE energy prior to the final fracture was observed, which could be related with the maincrack formation as the origin of final fracture. The critical stress for maincrack formation σ_c was determined as the stress at rapid increasing point of AE signals. The stress increased with decreasing in Alumina weight fraction without 0%. By increasing in ZrO_2 , the growth grain size of Al_2O_3 was restrained and the flaw size turned smaller, since σ_c depends on the dispersion in the size and the distribution of initial failure.

Key Words : Biomaterials, Ceramics, ZTA, Acoustic Emission, Crack Propagation, Damage Evaluation

1. 緒 言

種々の複合材料の中でも、ジルコニアとアルミナを粒子分散して複合化したアルミナ高じん化ジルコニア (ATZ) が、人工股関節などの用途に用いられることが期待されている。これらの複合化セラミックスは、含有割合などによっても異なるが、生体内環境において安定で、単相のアルミナやジルコニアよりも高強度・高じん性の特性を示すことも報告されている^{(1),(2)}。しかし、高い信頼性が求められるバイオマテリアルにおいては、強度劣化を引き起こす微視損傷の蓄積過程を明らかにすることが非常に重要であるが、ZTA に関する微視破壊過程についてはほとんど報告されていない。

そこで本研究では、含有割合の異なる ZTA を用いて、曲げ試験における微視破壊過程を AE 法により解明することで、ZTA の微視破壊機構を解明することを目的とする。

2. 試 験 方 法**2・1 試験片**

試験には、ジルコニアとアルミナの含有率 (wt%) がそれぞれ 0:100, 20:80, 40:60, 60:40, 80:20, 100:0 の試験片を用いた。各試験編の材料特性を表 1 に示す。4 点曲げ試験では、試験片寸法は $3 \times 4 \times 40$ mm とした。欠陥除去のために引張面および面取面には鏡面研磨を施し、水分による応力腐食割れの影響を考慮し、真空乾燥炉にて 150°C、2 時間で水分除去を行った。

^{*1} 正員, 首都大学東京 (〒92-0397 東京都八王子市南大沢 1-1)

^{*2} 非会員, 首都大学東京 都市教養学部

^{*3} 非会員, 京セラメディカル株式会社

E-mail: t-sakai@tmu.ac.jp

Table 1 Material Properties

	Al ₂ O ₃ (wt%)	3Y-TZP (wt%)	Density (g/cm ³)	Young's Modulus (GPa)
0A	0	100	6.05	210
20A	20	80	5.50	247
40A	40	60	4.98	267
60A	60	40	4.62	297
80A	80	20	4.29	339
100A	100	0	3.97	400

2・2 4点曲げ試験

変位制御万能試験機を用い、4点曲げ試験を行った。クロスヘッドスピード 0.1 mm/min., 外スパン 30 mm, 内スパン 10 mm とした。試験システムを図 1 に示す。

試験中の破壊過程を評価するため AE 計測を行った。試験片両端に AE センサ（共振周波数 450 kHz）を取り付けた。AE 計測条件は、プリアンプゲイン 60 dB, 計測しきい値はプリアンプ入力換算で 18 μ V, 測定周波数範囲を 95~660 kHz とした。

Fig. 1 Testing apparatus for 4-point bending test

3. 結果および考察

3・1 4点曲げ試験結果

AE 法を用いて ZTA 試験片の 4 点曲げ試験における微視破壊過程を評価した。20A における試験中の典型的な AE 発生挙動を図 2 に示す。各含有率の試験片において、最終破断以前に累積 AE エネルギーが急増する点が観察された。AE 発生源の位置標定より、これ以降この急増点が観察された点付近に比較的大きな振幅を持つ AE が観測され、かつこの点は最終破断位置と一致していた。このことから、この点において主き裂が形成され、その主き裂が進展することで最終破断に至ったと考えられる。その時の応力を主き裂形成臨界応力 σ_c とし、破断強度を σ_B とする。

3・2 σ_c , σ_B の統計的考察

ワイブルの理論に基づき算出した σ_B および σ_c の平均値を図 3 に示す。 σ_B は ZrO₂ 含有率が増加するに従って上昇し、ZrO₂ 含有率 80% において最高値を得た。 σ_c に関しては、ZrO₂ 含有率が 0~80% の範囲 (100A~20A) では含有率の増加とともに概ね上昇する傾向が理解される。 σ_c は初期欠陥のサイズや分布のばらつきに依存するため、ZrO₂ の添加とともに Al₂O₃ の粒成長が抑制され欠陥寸法が小さくなった結果、 σ_c が上昇したと考えられる。また、図 4 に示す 20A におけるき裂先端部の SEM 写真より、き裂経路は Al₂O₃ 粒子に阻害され、き裂進展抵抗が増加したことから、 σ_B と σ_c の差が増大したことが理解される。

Fig. 2 Results of 4-point bending test.

Fig. 3 Results of 4-point bending test.

Fig. 4 Results of 4-point bending test.

4. 結 言

本研究では、アルミナ高じん化ジルコニア (ATZ) の4点曲げ試験を、AE法を用いて行い、以下の結言を得た。

- (1) ZTAの曲げ試験における主き裂形成および進展過程を明らかにした。
- (2) 主き裂形成臨界応力 σ_c および破断強度 σ_B を得た。
- (3) Al_2O_3 への ZrO_2 の添加により、き裂発生・進展が抑制された。

今後はRカーブ挙動を検討することで、各含有率におけるき裂進展抵抗を明らかにする。

参 考 文 献

- (1) Larry L. Hench, "Bioceramics", *J. Amer. Ceram. Soc.*, Vol. 81 (1993) pp.1705-1728
- (2) Larry L. Hench and June Wilson, "An Introduction to Bioceramics", *Advanced Series of Ceramics*, Vol. 1 (1993), pp.1-24