931 擬似体液中におけるアパタイトセラミックスの静疲労特性

Static fatigue property of hydroxyapatite in simulated body fluid

○正 久森 紀之 (上智大・理工) 高野 豊 (上智大・院 (現 東北電力))

正 高井 健一 (上智大・理工)

○Noriyuki HISAMORI and Kenichi TAKAI, Sophia University, 7-1 Kioi-cho, Chiyoda-ku, Tokyo 102-8554

Yutaka TAKANO, Tohoku Electric Power Co., Inc.

Key words: Apatite Ceramics, Static Fatigue, Simulated Body Fluid, Fracture Surface, Microstructure

1. 緒言

21 世紀の社会問題の一つである高齢化社会を迎え、人工骨への高性能・高機能化へのニーズがより高まると予想される。ヒト生体骨は 206 の骨で構成され、その適用部位により機能に対する要求が異なる。人工骨などの生体硬組織代替材料に要求される機能は、生体との適合性、親和性は言うまでもなく、高強度、高破壊靱性、低弾性率など多機能であり、このようなバイオマテリアルの創製には、ニーズ指向型の材料が有効である。生体骨に関しては、高い負荷が加わる部位と負荷の小さい部位が存在する。著者らは、高負荷部位適用型の人工股・膝関節を想定した場合と低負荷部位適用型の骨充填を想定した場合に分けた硬組織代替材料の力学と組織および生体適合性について取り組んでいる¹⁻³⁾。高負荷部位へ代替材料をインプラントする際、骨との固定 (接合) に骨セメントを用いる。しかし、長期間埋入後にインプラント材と骨セメント界面で緩みが発生する問題があり、摩耗や疲労現象が破壊の原因となることに加え、金属イオンの溶解などの報告も近年増加傾向にある⁴⁻⁶⁾。したがって、再手術を必要とするケースが増え、若年者への適用に制限を受ける場合が多い⁷⁻⁹⁾。これに対し負荷の少ない部位に適用されている代替材料の代表例として、生体骨に類似した組成を有するハイドロキシアパタイト (HA) セラミックスがある¹⁰⁻¹²⁾。同材は、骨類似組成であることから極めて優れた生体適合性を特徴とする一方、破壊靱性が極めて小さい脆さが問題点とされている。著者らは、擬似生体環境中 (SBF) に HA を浸漬することでその表面にアパタイト系粒子が析出することを原子間力顕微鏡によるその場観察により確認し、それによる破壊抵抗の向上を報告している^{13,14)}。低負荷部位に対する荷重が加わる条件は、静的荷重であることが多く、その寿命評価に静疲労特性の把握が極めて重要と考えるが、その特性評価は十分に議論されていないと思われる。加えて、HA セラミック材料の有する生体骨類似組成が生体環境と反応することでその組織が変化する場合、その疲労寿命およびき裂進展挙動評価を微細構造から議論することが必要である。

そこで本研究では、SBF 環境下における HA セラミックスの組織構造変化が静疲労特性に及ぼす影響について検討した。

2. 実験方法

2.1 供試材 本研究では、炭酸を含んだ水酸化カルシウムとリン酸からなるハイドロキシアパタイト粉末¹⁵⁾ (大平化学産業 (株))

HAp-200) を焼成温度 1300℃ で 5 時間の常圧焼結を行った。試験片は Fig.1 に示す ASTM E399-90 に準拠した CT 形状である。常圧焼結した HA 焼結体の平均粒径は 2.4 μm であった¹⁵⁾。

2.2 擬似生体環境 アパタイトの有する生体活性機能、すなわち、体液と反応することで HA セラミックス表面に骨類似アパタイトを析出し、骨組織と直接結合する機能を発揮させる溶液は、Table 1 に示すヒトの血漿 (Blood plasma) に類似した擬似体液 (Simulated body fluid, 以下 SBF) を用いた¹⁶⁾。ヒトの血漿は蛋白質や種々の微量元素を含むが、SBF は主に Ca や P イオン等、骨芽組織の生成に必要な成分のみをヒトの血漿と同じイオン濃度に調製した無機イオン溶液である。加えて、生体活性能力を抑制する生理食塩水も使用した。環境温度は 37±1℃ に調整し、Fig.1 に示した供試材を SBF 環境中に所定の期間完全浸漬した。

Fig.1 CT specimen configuration

2.3 実験方法 静疲労試験は Fig.1 に示す HA セラミックスを SBF 環境下に完全浸漬させ、ノッチに垂直な引張応力を負荷する一軸荷重静疲労試験を行った。静疲労荷重は応力拡大係数以下の値に設定し、一定応力を破断まで負荷した。応力を加える期間は 168 時間 (1 週間) を最大とした。静疲労試験前後における表面および破断面を走査電子顕微鏡 (SEM: 島津製作所製 SSX550) を用い詳細な観察を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 SBF 環境下における HA セラミックスの静疲労特性 HA セラミックスを大気環境および SBF 環境中で任意の一定応力を付与し、最大負荷応力と浸漬時間の関係で整理した結果を Fig.2

Table 1 Ion concentration of SBF and blood plasma

	Na ⁺	K ⁺	Ca ²⁺	Mg ²⁺	Cl ⁻	HCO ₃ ⁻	HPO ₄ ²⁻	SO ₄ ²⁻	other
Sodium chloride	154.0				154.0				
Simulated body fluid	142.0	5.0	2.5	1.5	147.8	4.2	1.0	0.5	100(Tris)
Blood plasma	142.0	5.0	2.5	1.5	103.0	27.0	1.0	0.5	

Tris: Tri-hydroxymethyl aminomethane

に示す。打ち切り試験時間の168時間(1週間)に対応する未破断試験の結果には矢印を付け整理した。同図より、SBF環境下に浸漬したHAセラミックスの方が大気環境下に比べ短時間および低応力で静疲労破壊することが示された。加えて、打ち切り試験168時間に対応する大気およびSBF環境下における疲労限度力はそれぞれ0.87MPa、0.7MPaを示した。

(a) Air environment

(b) SBF environment

Fig.2 Results of static fatigue properties of HA ceramics

3.2 各種環境中で静疲労試験を行ったHAセラミックスの微細構造観察 HAセラミックスを大気環境およびSBF環境下で任意の一定応力を付与し、静疲労破壊した破断面の様相をSEMを用い詳細に観察した結果をFig.3に示す。観察結果より、大気環境下では破断面全域が粒内破壊を示すのに対し、SBF環境下では表面近傍は粒界破壊を示す様相が確認された。すなわち、水溶液環境中において破壊様式が粒内から粒界へ遷移することが示された。これらSBF環境中で静疲労破壊した粒界破壊面積を浸漬時間で整理した結果をFig.4に示す。結果より、浸漬期間の増加と共に粒界破壊を示す面積は増加する傾向が示された。加えて、SBF環境下に無応力状態で168時間浸漬後、クロスヘッド速度0.14mm/minの条件で引張試験を行った試験片の破断様相は粒内破壊が示され、応力の有無による破壊形態に差異が認められた。

SBF溶液中に存在するカルシウム(Ca^{2+})イオン濃度を原子吸光分光高度計を用いて測定した結果、無負荷のHA材に比べ、一定の応力を加えたHA材の方が Ca^{2+} イオンの溶出が多く検出された(Fig.5)。したがって、破壊形態の遷移は応力の負荷に伴うイオン

溶出量、すなわち、腐食疲労の程度が疲労寿命や負荷応力に影響を及ぼすと考える。

Fig.3 SEM photographs of fracture surface of HA ceramics

Fig.4 Effect of soaking time on trans-granular fracture area of HA ceramics

Fig.5 Effect of soaking time on Ca^{2+} concentration of HA ceramics

4. 結 言：省略

参考文献：省略