

生体材料における微細放電加工特性に関する研究 (第2報)

佐野 正明・藤原 和徳・岡田 勝蔵^{*1}・塩沢 全司^{*2}

Study of Micro-Electrical-Discharge-Machining of Bio-Material (2nd Report)

Masaaki SANO, Kazunori FUJIHARA, Katsuzo OKADA^{*1} and Zenji SHIOZAWA^{*2}

要 約

本研究では、金属系生体材料として優れた材料特性を有するチタン系材料に対し、微細条件により放電加工を行い、得られた加工表面は走査型電子顕微鏡 (SEM) による観察、表面あらさの測定およびX線回折により、分析を行った。昨年度までに純チタンおよびTi-6Al-4V合金に対し実験を行ってきた。工業用材料としてTi-6Al-4V合金は有効であるとされているが、医療用材料としては有害物質とされるV (バナジウム) 成分が混入されているため、Vレス化が求められている。そこで本年度はチタン合金材料として新材料となるTi-6Al-2Nb-1Ta合金およびTi-15Mo-5Zr-3Al合金に対し同様の実験を行った。その結果、以下のことが明らかとなった。1) 油加工液と水加工液を比較した場合、油加工液の方が表面あらさは小さい傾向を示した。2) 生理食塩水中で耐食性試験を行った結果、各試験片ともに外観上および重量にも変化はなかった。

Abstract

In this report, various titanium materials were machined by micro electric discharge machining (EDM). Then, their surfaces were evaluated by SEM observation, surface roughness measurement, and X-ray diffraction analysis. We tested for pure titanium and Ti-6Al-4V alloy by last year. But the Ti-6Al-4V alloy including vanadium is effect for industrial material, it is demanded No vanadium. In this experiment, Ti-6Al-2Nb-1Ta and Ti-15Mo-5Zr-3Al alloy were machined by EDM. The following are the results of the experiment; 1) Comparing working fluid oil and water, the surface roughness EDMed in oil is small tendency. 2) As performing corrosion test in isotonic sodium chloride solution, each specimen did not change in appearance and weight.

1. 緒 言

病気や事故などにより損傷した部位を代替する材料としてチタン合金、ステンレス鋼およびCo-Cr合金などの金属が使用されはじめている¹⁾。これらは生体内という特殊な環境の中で使用されるため、耐食性・耐摩耗性・耐疲労特性等の優れた特性を兼ね備えることが要求される²⁾。関節部で使用される場合には、加工面の形状精度を向上させることや耐摩耗特性の向上を考慮し、加工されることが重要である。また、微小部位治療法の中で代表的な動脈瘤治療においては数ミリメートル程度の溜部位にクリップ留めを施したり、微小粒がカテーテルを介して混入され、血管破裂を防ぐ等の治療が行われる。このため材料の健全性・加工性は極めて重要である³⁾。

近年、人体内部の画像診断装置としてMRI (磁気共鳴装置) による診断から、人体内部情報を三次元的に細部にわたり調査する方法が用いられ、有効的な診断装置となってきた。しかし、MRI診断ではステンレス鋼やCo-Cr合金等を生体内へ適用したとき、これらの材料は強磁性材料であるために、診断が不可能となる場合がある。これらに対し、チタン系材料は非磁性体であるために診断が可能とされる有効的な材料であるが、切削加工では微細形状の加工が困難とされる材料である。

そこで本研究ではこのチタン系材料に対し、高精度微細加工において有効的な加工方法である放電加工方法の適用について検討を行った。

放電加工は非接触加工であるために、アスペクト比の高い加工や薄肉加工において有利な加工方法であり、放電単発あたりのパルスエネルギーを微小化することにより、微細なクレータの集積から加工が進展する。このた

*1 山梨大学工学部

*2 山梨大学医学部

め微細形状の加工には最も適した加工方法の一つであると考えられ、この微細放電加工方法は様々な用途に利用されてきている。本研究では、金属系生体材料として、優れた材料特性を有するチタン系材料を主として微細加工条件での加工を行い、その加工表面の詳細な分析を行い、加工表面の安定した表面性状の形成を実現することを目的とし、放電加工特性に関する検討を行った。

2. 実験方法

昨年度までに純チタンおよびTi-6Al-4V合金に対し実験を行った。工業用材料としてTi-6Al-4V合金は有効材料といわれているが、医療用材料としては有害物質とされるV（バナジウム）成分が混入されているため、Vレス化が求められている。そこで本年度はチタン合金材料として新材料となるTi-6Al-2Nb-1Ta合金およびTi-15Mo-5Zr-3Al合金に対し同様の実験を行った。

実験に用いた加工機は三菱電機(株)製微細放電加工機EDSCAN8Eであり、加工条件は前回と同様に、仕上げ領域での3条件(①E201; i_p :8A- t_p :32 μ s- t_s :64 μ s, ②E202; i_p :2A- t_p :4 μ s- t_s :8 μ s, ③E203;4300pF)で、加工液は油および純水(比抵抗 $1.0 \times 10^5 \Omega \text{ cm}$ 以上)とし、それぞれ電極極性を(+), (-)に変えて加工を行った。放電加工用電極素材は一般的に銅が多く用いられているが、加工表面への重金属の付着は体内での拒絶反応を引き起こすことが懸念されるため⁴⁾、本実験では、グラファイト電極を用いた。

実験は試験片に対し、上面から200 μ m除去する(電極送り量200 μ m)まで加工を行い、得られた加工面は走査型電子顕微鏡による観察、表面あらかの測定およびX線回折等による分析から評価を行った。

3. 結果および考察

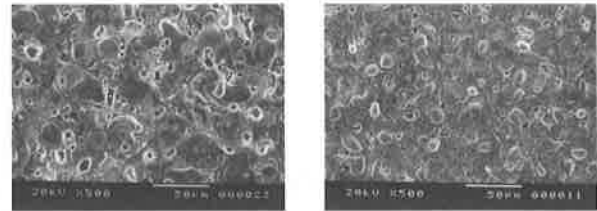
3-1 走査型電子顕微鏡による観察

図1~図6は、それぞれ異なるエネルギー条件でTi-6Al-2Nb-1Ta合金に対し、加工液を油・水としたときの走査型電子顕微鏡(SEM)による試験片表面の観察結果を示す。図1(a)は比較的大きな加工条件(E201)で油中加工した場合であるが、加工面に10~20 μ m程度のポラス穴が多数存在し、その存在割合およびポラス形状はエネルギー量の低下(図2(a)および図3(a))により減少した。また電極極性が(-)となる図4~図6では、(+)極性の時に観察されていたポラス穴は減少し、健全な加工面が形成されていた。また本実験条件では明確なクラックは観察されなかった。更に加工液による違いは、水加工液の方が一発当たりの放電痕形状は大きく、うねりも大きい形態が確認された。なお同観察をTi-15Mo-5Zr-3Al合金に対しても行ったが、ほぼ同様な観察結果であった。



(a) Oil (b) Water

図1 SEM観察写真(Ti-6Al-2Nb-1Ta,E201(+))



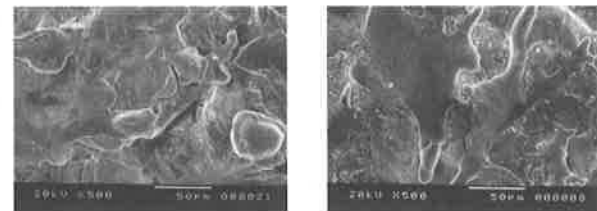
(a) Oil (b) Water

図2 SEM観察写真(Ti-6Al-2Nb-1Ta,E202(+))



(a) Oil

図3 SEM観察写真(Ti-6Al-2Nb-1Ta,E203(+))



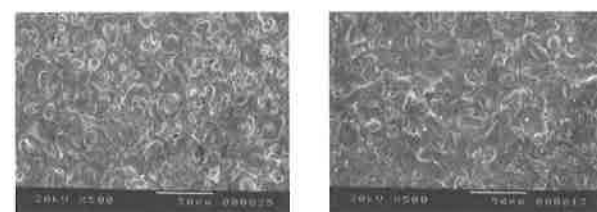
(a) Oil (b) Water

図4 SEM観察写真(Ti-6Al-2Nb-1Ta,E201(-))



(a) Oil (b) Water

図5 SEM観察写真(Ti-6Al-2Nb-1Ta,E202(-))



(a) Oil (b) Water

図6 SEM観察写真(Ti-6Al-2Nb-1Ta,E203(-))

3-2 表面あらさ

図7に加工面の表面あらさ測定結果を示す。各加工面ともに表面あらさはエネルギー量の減少により減少した。油加工液と水加工液を比較した場合、油加工液の方が表面あらさは小さく、また電極極性による影響はほとんどなかった。更にTi-6Al-2Nb-1Ta合金はTi-15Mo-5Zr-3Al合金に比べ、表面あらさは小さくなる傾向を示した。本実験において水加工液でエネルギー条件が小さい場合は、放電が不安定となり、③E203条件の電極極性(+)では加工は進行しなかった。また③E203条件の電極極性(-)では、放電集中が認められ、表面あらさが大きくなったものと考えられる。これらの結果は昨年度に実施した材料とほぼ同様な傾向であった。

図8は各条件での電極消耗率を示す。各試験片ともに大きいエネルギー条件の方が、電極消耗率は小さい傾向を示した。また加工液を油とした時の方が水の場合よりも、電極消耗率は大きい傾向を示したが、電極極性による影響は見られなかった。

図9にエネルギー条件E201(+)とE203(+)によりTi-15Mo-5Zr-3Al合金を加工したときの、加工後の電極表面をX線回折により分析した結果を示す。E201

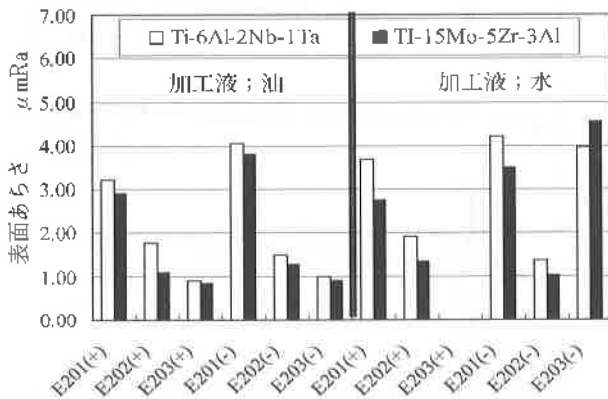


図7 表面あらさの測定結果

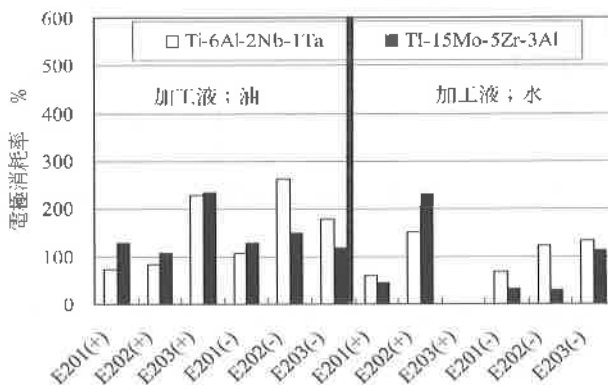


図8 電極消耗量の測定結果

(+)条件の場合、グラファイト電極の主成分であるC (Graphite)の回折線ピークが認められたが、他の回折線ピークは明確には認められなかった。これに対し、E203(+)条件の場合は、C (Graphite)の回折線ピークの他にTiCの回折線ピークが併せて認められ、外観上もうっすらとTi色が観察された。一般的に比較的大きなエネルギー条件でグラファイト電極により鋼の加工を行った場合、電極表面に鋼成分が付着し、電極消耗を抑える効果があるといわれているが、本実験の場合でも、この効果により電極消耗が抑えられたものと考えられる。

3-3 X線回折による分析

各加工条件でTi-6Al-2Nb-1Ta合金に対し、放電加工を行った面のX線回折による分析結果を示す。油中において放電加工を行った試験片の分析結果を図10に示し、水中において放電加工を行った場合を図11に示す。油中で加工を行った場合、加工面にはチタンの回折線ピークは認められず、新たにTiCの回折線ピークが観察された。これにより、加工面は非常に硬度の高い層が形成されていると推察される。この傾向は昨年までに行った材料でも同様な傾向であった。油加工液の場合は、加工液の気化・爆発時に生成された分解カーボンとチタンが結合し、加工面に付着したために、TiCの回折線ピークが観察されたものと考えられる^{6),6)}。また水加工液の場合も同様に、加工液の気化・爆発時に生成された水から分解した酸素とチタンが結合し、TiOの回折線ピークが観察されたと考えられる。

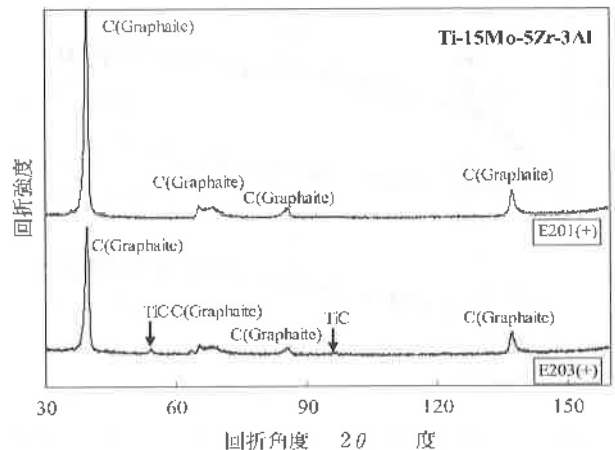


図9 加工後の電極面の分析結果

更に、Ti-15Mo-5Zr-3Al合金を油中で行った場合を図12に、また水中で行った場合を図13に示す。本材料は他の材料の時に認められた回折線ピークの他に、油中加工ではMo₂Cが、水中加工ではZrO₂が認められた。この材料は15% Mo, 5% Zr含有材料であるために、このような形態を示したものと思われる。

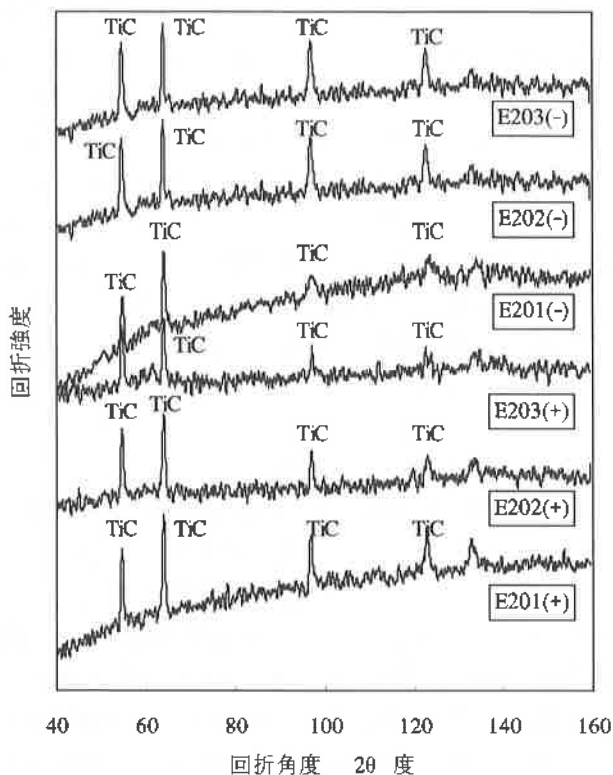


図10 Result of XRD for Ti-6Al-2Nb-1Ta (oil)

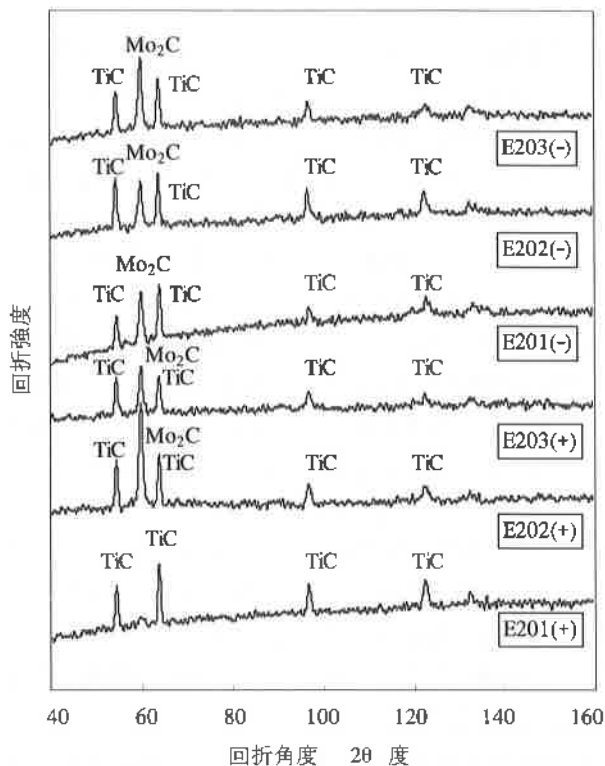


図12 Result of XRD for Ti-15Mo-5Zr-3Al (Oil)

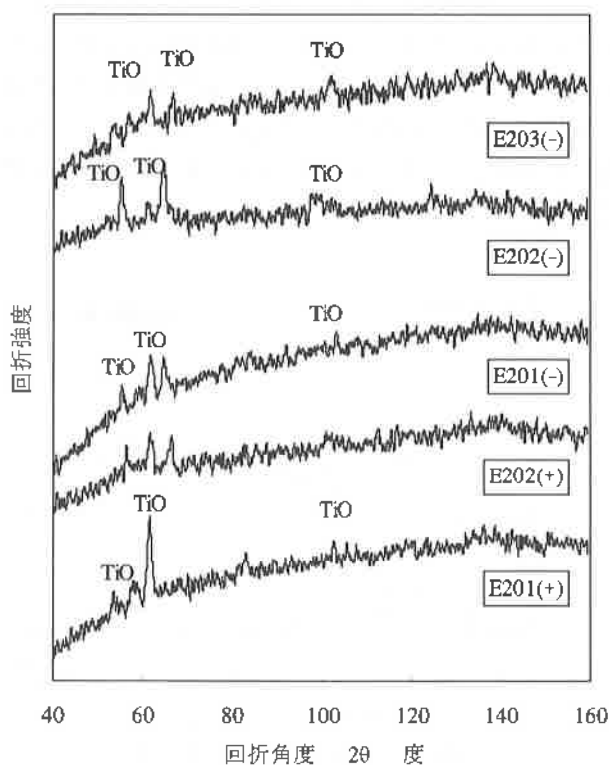


図11 Result of XRD for Ti-6Al-2Nb-1Ta (water)

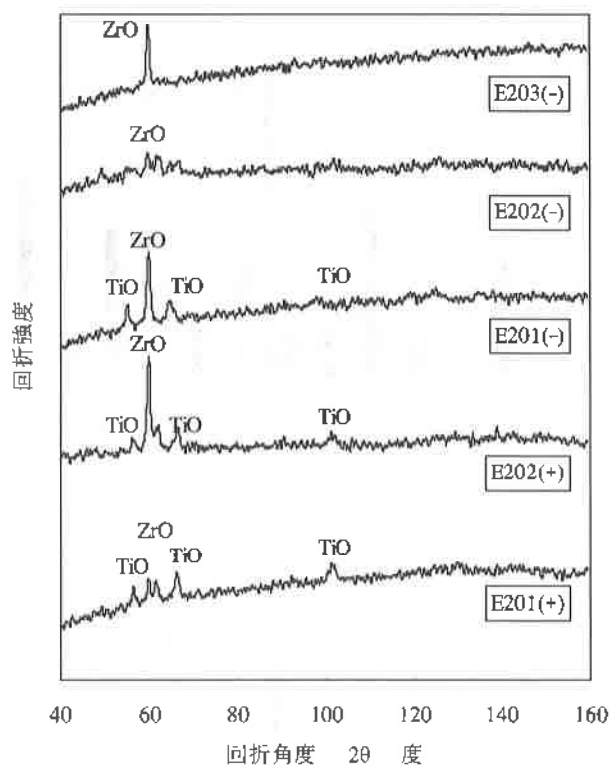


図13 Result of XRD for Ti-15Mo-5Zr-3Al (Oil)

3-4 耐食性試験

生理食塩水 (terumo(株)製) 中に各試験片 (純Ti, Ti-6Al-4V, 温度 (約20℃および40℃) 内で240時間の耐食性試験をTi-6Al-2Nb-1Ta, Ti-15Mo-5Zr-3Alの4種類) を設置し, 一定時間行った. 図14に耐食性試験の状況

を示す.

Ti-15Mo-5Zr-3Al合金の耐食性試験前後の外観変化を図15に示すが, 各試験片ともに外観上の変化は全くなかった. また重量変化について図16に示す. 試験前には各試験片の重量は3.5g程度であったのに対し, 変化



図14 耐食性試験の概況



図15 Ti-6Al-2Nb-1Ta合金の外観写真

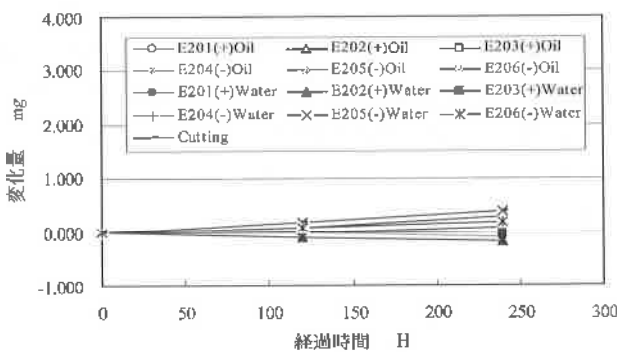


図16 Ti-6Al-2Nb-1Ta合金の重量変化

した割合はその0.01%以下程度であり、耐食性試験による重量変化はほとんどないと考えられる。

4. おわりに

本研究では、純Ti, Ti-6Al-4V, Ti-6Al-2Nb-1Ta, Ti-15Mo-5Zr-3Alの4種類の材料に対し、放電加工を行い、安定した加工面形成を実現することを目的とし、

放電加工特性に関する検討を行った。得られた結果を以下に示す。

- 1) 各試験片ともに表面あらさはエネルギー量の増大により増加する傾向を示した。油加工液と水加工液を比較した場合、油加工液の方が表面あらさは小さい傾向を示した。これらの結果は昨年度に実施した材料と同様な傾向であった。4種類の材料ともにほぼ同程度の表面あらさであったが、特に純Tiが最も小さく、ついでTi-15Mo-5Zr-3Alが低い傾向を示した。
- 2) 電極消耗率はエネルギー量の増大により減少する傾向を示した。グラファイト電極の場合、比較的大きなエネルギー条件で加工した場合、電極表面に工作物成分が付着しやすく、この層が保護膜となり、電極消耗を抑制する傾向を示した。
- 3) 生理食塩水中に各試験片を設置し、一定温度(約20℃および40℃)内で耐食性試験を行ったが、各試験片ともに外観上および重量にも変化はなかった。この結果から、放電加工表面においても高い耐食性を示すことが確認された。

参考文献

- 1) 奥野功：進化する金属系バイオマテリアル，バイオマテリアル—生体材料—Vol.23, No.2, p.1449-1453 (2005)
- 2) 岡田晃, 宇野義幸, 中島洋平：放電加工面の摩擦特性に関する基礎的研究，電気加工学会 Vol.40, No.94, p.66-73 (2006)
- 3) 岡田晃, 田中智, 三田耕司, 宇野義幸：放電加工面の耐食性に関する研究，電気加工学会誌 Vol.40, No.94, p.66-73 (2006)
- 4) 小原治樹, 八並哲史, 羽多野正俊：チタンの形彫り放電加工特性，電気加工学会誌 Vol.39, No.92, p.66-73 (2005)
- 5) 佐野正明, 日原政彦, 八代浩二, 毛利尚武：放電加工面の改質に関する研究(第一報) —粉末混入の加工面性状に与える影響—, 電気加工学会誌 Vol.36, No.82, p.25-32 (2002)
- 6) 塚原秀和, 南久, 増井清徳, 出水敬, 曾根匠：放電加工によるチタンの表面改質，電気加工学会誌 Vol.33, No.74, p.9-15 (1999)