

令和2年度 学内研究助成金 研究報告書

研究種目	<input checked="" type="checkbox"/> 奨励研究助成金	<input type="checkbox"/> 研究成果刊行助成金
	<input type="checkbox"/> 21世紀研究開発奨励金 (共同研究助成金)	<input type="checkbox"/> 21世紀教育開発奨励金 (教育推進研究助成金)
研究課題名	メカニカルアロイングによる革新的 Fe 基生分解性金属材料の創製	
研究者所属・氏名	研究代表者：理工学部 植木 洗輔 共同研究者：	

1. 研究目的・内容

今日の医療では、疾患の完治後に抜去手術の必要がない、生分解性金属材料が注目されている。現在では、生分解性金属材料として Mg-Zn 合金や Mg-Ca 合金が期待されているが、既存の生体用金属材料と比較して、機械的特性が劣る。そこで本研究では、機械的特性に優れ、かつ生体必須元素から構成された Fe 基合金に着目し、生分解能を向上させる元素として Mg を添加した新たな生分解性 Fe 基合金を創製することを目的とした。

2. 研究経過及び成果

1. メカニカルアロイングによる Fe-Mn-Mg 合金粉末の作製

メカニカルアロイング法による Fe-21Mn-xMg1 合金 (at.%, x =0, 10, 20, 30, それぞれ 0Mg, 10Mg, 20Mg, 30Mg と呼称する)の作製を試みた。20 h メカニカルアロイング後の粉末では、すべての組成において Mn のピークが残留しており、合金化がなされていなかった。40 h メカニカルアロイング後の粉末では、0Mg および 10Mg においてフェライト(BCC)のピークのみが検出され、合金化がなされていた。一方で、20Mg および 30Mg においては、60 h のメカニカルアロイングを施しても、Mn のピークが検出され、完全な合金化はなされなかった。しかしながら、Mn のピーク強度はメカニカルアロイング時間の増加とともに減少していた。60 h のメカニカルアロイング後の粉末形状に着目すると、0Mg および 10Mg は、微細な粉末となっていたが、20M および 30Mg はフレーク状の粗大な粉末となっていた。20Mg および 30Mg のフレーク状粉末は、層状構造となっていた。このことから、20Mg および 30Mg においても、メカニカルアロイングによる合金化プロセス自体は進行しており、より長時間のメカニカルアロイングを実施することで合金化が可能であると考えられる。

メカニカルアロイングによる合金化挙動に着目すると、Mg 含有量を増加することで、Mn の合金化が阻害されていることが確認された。メカニカルアロイングは、ボールの衝突による機械的エネルギーによって金属粉末を圧延・せん断・折り畳みを繰り返すことによって合金化することから、金属粉末の硬さによって、合金化のしやすさが変化すると考えられる。本研究において設計した合金系の構成元素の硬さは、Fe、Mn、Mg それぞれ約 110 HV, 約 200 HV, 約 45 HV であることから、Fe に対して Mn よりも Mg のほうが、メカニカルアロイングによって合金化されやすく、Mn よりも先に Mg が Fe と合金化した可能性がある。しかしながら、Fe-Mn 二元系状態図から、Mn は Fe に固溶することがわかるが、Fe と Mg は融点差が大きく、固溶しない。これらのことから、従来の知見では Fe に対して Mg よりも Mn のほうが合金化しやすいと考えられる。したがって、Fe-Mn-Mg 系のメカニカルアロイングによる合金化挙動については、さらなる調査が必要である。

2. 放電プラズマ焼結によるバルク体の作製と特性評価

60 h のメカニカルアロイングを施した 0Mg, 10Mg, 20Mg, 30Mg 合金粉末を放電プラズマ焼結法によりバルク化した。作製したバルク体に対して、走査型電子顕微鏡による組織観察を行ったところ、0Mg および 10Mg においては空隙がほとんどない緻密な組織を形成していた一方で、20Mg および 30Mg のバルク体からは空隙の存在が確認された。これは、メカニカルアロイング

後の粉末形状に起因するものであると考えられる。

作製したバルク体に対して XRD による構成相の分析を行ったところ、0Mg および 10Mg は、オーステナイト(FCC)のピークのみが確認された。このことから、放電プラズマ焼結によって合金化された状態を保ったままのバルク化、およびオーステナイト化の両方を達成することができた。20Mg および 30Mg においても、オーステナイト化は確認されたものの、Mn のピークも確認された。合金のオーステナイト化は、機械的特性の向上の観点から有効である。

バルク体のビッカース硬さは、0Mg, 10Mg, 20Mg, 30Mg それぞれ、400 HV, 350 HV, 250 HV, 150 HV 程度となり、Mg 含有量の増加とともに硬さが低下した。これは Mg 含有量の増加そのものの影響だけではなく、Mg 含有量の増加に伴うバルク体の空隙量の増加の影響も複合した結果であると考えられる。なお、本研究にて作製した 0Mg 合金の硬さは、熔融・凝固プロセスで作製した Fe-Mn 合金よりも高い値を示している。これは、0Mg 合金では、放電プラズマ焼結時に発生する動的再結晶によって転位密度が高い結晶粒が形成されたためであると考えられ、転位密度の向上はバルク体の強度向上に有効であると考えられる。

3. 本研究と関連した今後の研究計画

作製したバルク体の機械的特性および耐食性評価を行う。耐食性評価については、2021 年 6 月よりリン酸緩衝生理食塩水を用いた浸漬試験を実施している。また、電気化学試験による腐食速度評価も 2021 年度中に実施予定である。機械的特性の評価は、バルク体の圧縮試験を 2021 年度中に実施予定である。これらの特性評価を実施するにあたって、合金粉末を新たになに作製し、放電プラズマ焼結によるバルク体作製を行う予定である。

2022 年度以降には、本研究で設計した合金組成に炭素を加えた合金や Mg を Zn に置換した合金も作製予定である。

4. 成果の発表等

発表機関名	種類(著書・雑誌・口頭)	発表年月日(予定を含む)
公益社団法人 日本金属学会	2021 年秋期講演大会 口頭発表	2021 年 9 月 14~17 日(予定)