

1. はじめに

近年、生体内で分解・吸収される生体吸収生ステントが注目されている。マグネシウム(Mg)合金は生体との親和性があり、Mg合金ステントの実用化が期待されている⁽¹⁾。一般的に、ステント用Mg合金は薄肉・細径であることが要求されているが、肉厚/外径の比が10%以下のステント用Mg合金の製造は外径が小さくなると、心金なしで引抜を行った場合、減肉が困難になるため最終引抜前のステント用素管の製造段階での薄肉化が必要と考えられる⁽²⁾。また、六方最密充填構造金属であるMg合金の引抜では、すべり面である底面が肉厚方向に配向する集合組織を形成してしまい、ステントとして血管を支持する変形能が不足する可能性がある。従って底面集合組織を形成しないランダムな組織が理想的である。

生体用ステント材料として必要な特性は、材料から溶出する人体への安全性を含め、薬物溶出性や生体内分解性等の性質を把握することが必須の条件である。また、一般的にMg合金をステントとして利用することの長所は、生体内で一定期間経ったのちにステント自身が自然に分解・吸収される点であり、適切な生体適合性を付与するための表面処理や加工法およびMg合金ステントの変形や機械的特性も含めた幅広い検証が必要である。特に近年は、2000年代半ばより生体吸収性マグネシウム合金に関する報告が増加しているようである^{(3)~(5)}。

本研究では熱間押出とは異なる半溶融状態で素材を押出すことによって薄肉極細管を製造する条件を探索することとした。数値目標としては半溶融状態で細管を成形し外径Dが3mm、肉厚tが0.3mm($t/D=10\%$)程度の医療用ステント用の素管を作製することを試みる。

本報では、有限要素解析ソフトDEFORM3Dによる変形解析と実験による極細管の成形について報告している。

2. 目的

本研究では、生体親和性のあるMg合金を医療用材料として利用する可能性を探るため、Mg合金の半凝固押出によるステント用の素管の製造の可能性を探ることとした。Mg合金の半溶融、半凝固特性に関しては、山本ら⁽⁶⁾によるMg合金

の鑄造鍛造法による報告等がある。また、塑性加工学会半溶融・半凝固分科会では、Mg合金は半溶融・半凝固の特性を生かすことによって、鑄造鍛造法を適用することが可能な合金のひとつであると羽賀らは指摘している⁽⁷⁾。

そこで、本研究ではまず、マグネシウム合金素管の押出成形が可能かどうかを検討するため、DEFROMによる成形予測を行い、半溶融状態で細管を成形し外径Dが3.0mm、肉厚tが0.3mm($t/D=10\%$)程度の医療用ステント用の素管の作製を試みた。得最終的には得られた素管が底面集合組織を形成しない組織であるかどうかを確認する必要があるが、まずは素管の作成についての解析と実験を行っている。

3. 実用的な価値、実用化の見込

Mg合金ステントに関しては、人体に挿入されたMg合金の生体内組織反応についてはおおむね問題ないと報告がある。血管用のステントについては、ドイツのBiotronik社によるWE43による直径3mm、長さ15mmの素材を利用したステントによる臨床実験が行われているが臨床治療の結果では、埋入ステントの生体内分解時間が6週程度あったことも報告されており⁽⁸⁾、ステントの分解時間の制御をどのようにするのか、表面処理の知見も交えて今後、研究が進むものと考えている。Mg合金の生体適合性と半溶融・半凝固の特性を生かすことができる性質を利用して、医療分野への応用が期待される場所であるが、実用化へのハードルはかなり高いものであると考えている。今後の研究が加速することが期待されている。

4. 研究内容の詳細

4.1 解析方法

図1に示す加熱された金型を用いて、温度上昇した場合のメタルフローの挙動と金型形状との因果関係の解明を把握することを目的として、図2(a)、図2(b)および図2(c)に示すような三種類の金型をCADモデルで作成し、有限要素シミュレーションによって解析を行うこととした。解析ソフトは現在所有しているDEFROM3Dを用い剛塑性有限要素解析を実行した。解析条件を表1に示す。また、管外径Dを3mmと仮定した場合に、管内径を三通りに変化させた場合の解析を行った。表2に解析条

件を示している。半熔融状態の Mg 合金の変形抵抗曲線は、文献(9)を参考にして押出温度における変形抵抗曲線を仮定して解析を行っている。

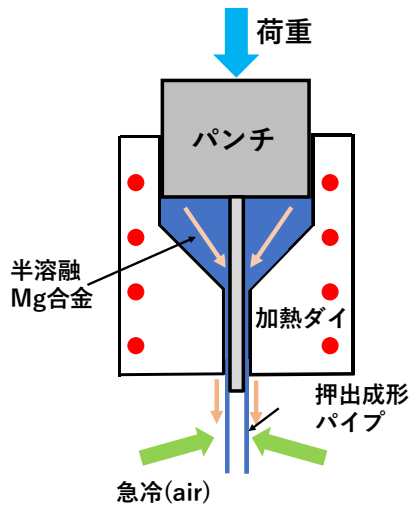


図1 Mg合金細管半熔融押出装置概略図

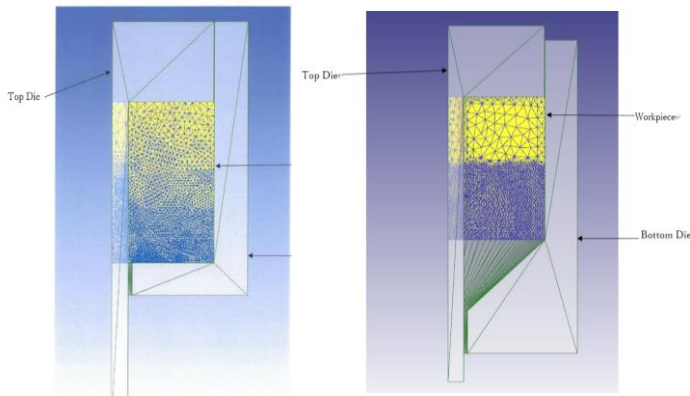


図2(a)フラットダイ

図2(b)テーパ付きダイ

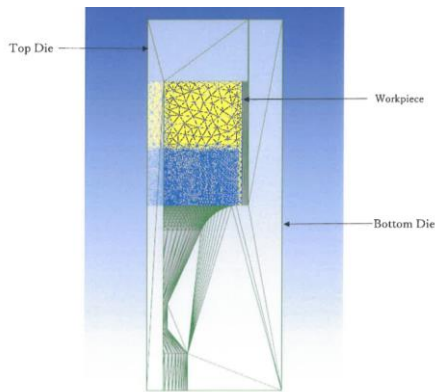


図2(c)テーパ, R付きダイ

4.2 成形荷重の推定

図3にフラットダイを使用した際の、肉厚 $t=0.6\text{mm}$ の場合の押出解析の荷重とパンチのストロークの関係の結果の一例を示す。押出解析では、半熔融状態の材料との接触が開始した後に、パンチはほぼ一定の荷重で材料を押し出し、その後荷重はほぼ定常状態になるものと考えられる。図3は解析の対称

表 1 解析する材料

Material	AZ91
Density / $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$	1.83
Specific heat / $\text{kJ}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{°C}$	1.156
Solidus temperature / °C	470
Liquidus temperature / °C	595
Latent heat / $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}$	3.73×10^5

表 2 解析条件

Temperature of Billet / °C	360
Temperature of Container / °C	260
Ram speed / $\text{mm}\cdot\text{sec}^{-1}$	0.5
Friction coefficient	0.4
Thermal conductivity between materials and billet / $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{°C}$	20
Outer diameter of tube /mm	3.0
Inner diameter of tube /mm	1.2, 1.8, 2.4
t/D	0.9,0.6,0.3

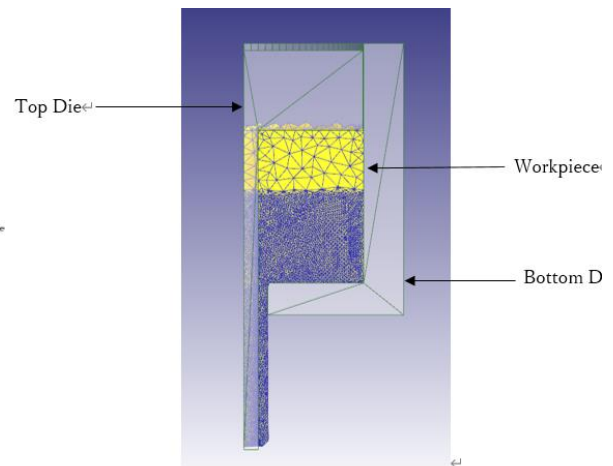


Fig.9 0.6mm wall thickness die model

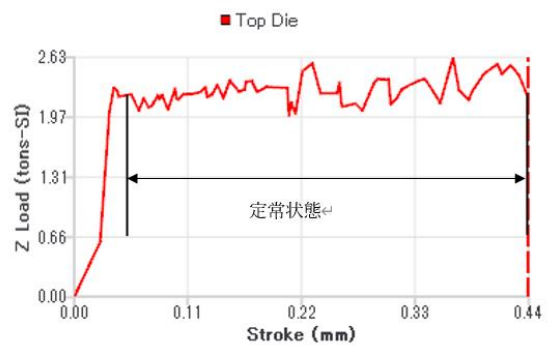


図3 成形中の荷重とパンチのストロークの関係 (フラットダイ, $D=3.0\text{mm}$, $t=0.6\text{mm}$, $t/D=0.2$)

性を考慮して作成した4分の1モデルにおける押出解析の結果であり、図3における平均の成形荷重は 2.3 トンを示している。このため、実際にはこの4倍の成形荷重である 920kN 程度が必要であることを示している。すなわち、外径 $D=3.0\text{mm}$ の Mg 合

金素管の押出荷重はおおよそ 80 kN から 120kN 程度と計算上は予測された。他の条件の解析結果から、総合的に半熔融状態の押出荷重を計算したところ、表3、表 4、表 5 のように各ダイの形状について成形荷重が求められた。

表3 解析から得られた押出荷重(フラットダイ)

Outer diameter /mm	3.00		
Inner diameter /mm	2.4	1.8	1.2
Tube thickness /mm	0.30	0.60	0.90
Forming load /kN	106	920	832

表4 解析から得られた押出荷重(テーパ付きダイ)

Outer diameter /mm	3.00		
Inner diameter /mm	2.4	1.8	1.2
Tube thickness /mm	0.30	0.60	0.90
Forming load /kN	108	100	940

表5 解析から得られた押出荷重(テーパ R 付きダイ)

Outer diameter /mm	3.00		
Inner diameter /mm	2.4	1.8	1.2
Tube thickness /mm	0.30	0.60	0.90
Forming load /kN	124	112	104

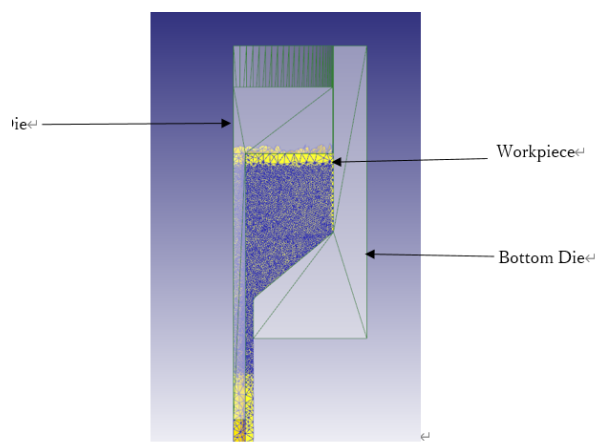


Fig.15 0.6mm wall thickness die model

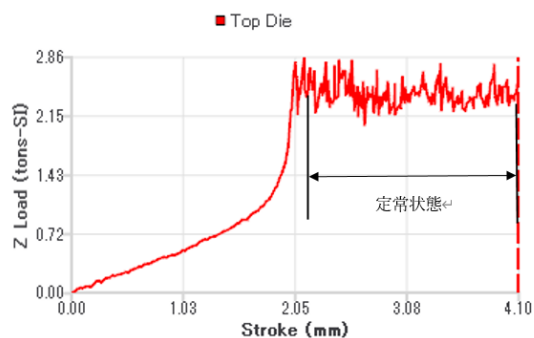


図4 成形中の荷重とパンチのストロークの関係 (テーパ付きダイ, D=3.0mm, t=0.6mm, t/D=0.2)

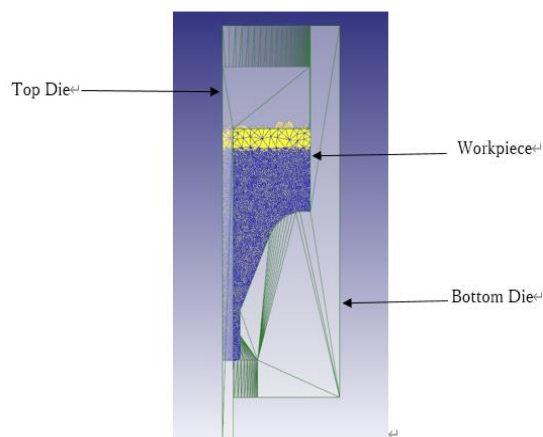


Fig.21 0.6mm wall thickness die model

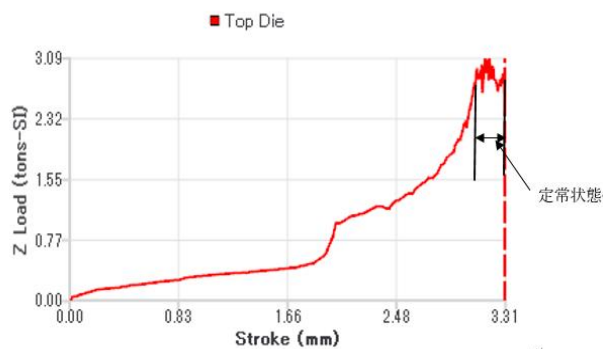


図5 成形中の荷重とパンチのストロークの関係 (テーパ, R 付きダイ, D=3.0mm, t=0.6mm, t/D=0.2)

4. 3ダイの形状の影響

図4および図5はそれぞれ、テーパ付きダイ、およびテーパ、R 付きダイを使用した場合の、押出成形時のパンチの荷重—ストローク線図である。成形している Mg 合金の極細管の板厚は 0.60mm であり、 $t/D=0.2$ (20%) である。図3、図4および図5を比較すると、パンチのストロークの増加とともにテーパをつけることでパンチの荷重が滑らかな上昇を示している。テーパを付けたダイを使用することによって定常状態における荷重の変動も細かく振動している様子が確認できる。ダイの形状はパンチストロークの形状に大きく影響し、テーパや R がつけられたダイのほうが、滑らかな荷重—ストローク線図が得られる。また、肉厚が薄い形状の極細管の押出成形では、テーパや R のついたダイの場合に、定常状態になるストローク長さ肉厚の厚い場合と比べて、短くなる。

図6に成形中の荷重と肉厚の関係を整理した結果を示す。図6における縦軸の成形荷重は解析において四分の一モデルで得られた場合のパンチの荷重であるため、実際の荷重は図中の4倍となる。図6より、肉厚が薄くなるにつれて成形荷重が増加する。肉厚が薄くなった場合は、半熔融状態のスラリがダイの出口を通過する際に大きな抵抗なり、荷重も必然的に上昇する。このため、実際の実験

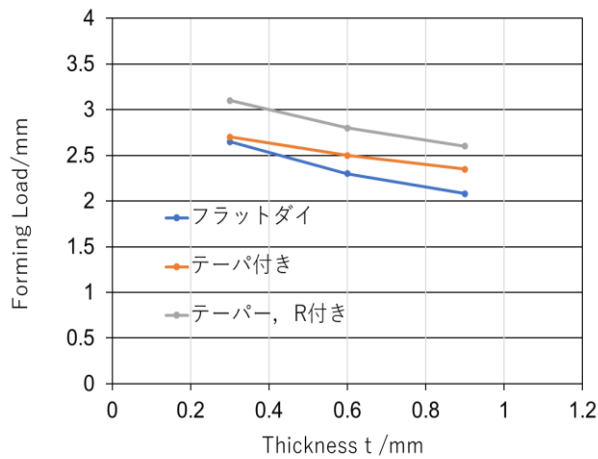


図6 成形中の荷重と肉厚の関係

においては、出口でスラリーが詰まらないようにするためヒーターを用いてスラリーの温度管理をしっかりとすることが求められる。

4.4 実験装置

図7に本研究で押出実験に用いる押出装置の概略図を示す。実験装置は金型をダイセットを用いて固定し、油圧プレスで荷重を与える構造になっている。ダイセットは油圧プレスのボルスターに固定し、パンチストロークはリニアスケールで、また成形中の荷重はロードセルを用いて同期しながら押出実験を行うものである。

本研究では、実験装置を使用した実際の成形を今後追加実験し、先に解析した DEFORM による結果と比較する予定である。

5. まとめ

本研究では、素管外径3mmの Mg 合金素管を半溶融押出成形する解析を行い、以下のことが明らかになった。

(1) 解析から得られた 80kN から 120kN 程度であり、この荷重をベースとして実験装置を作成する。

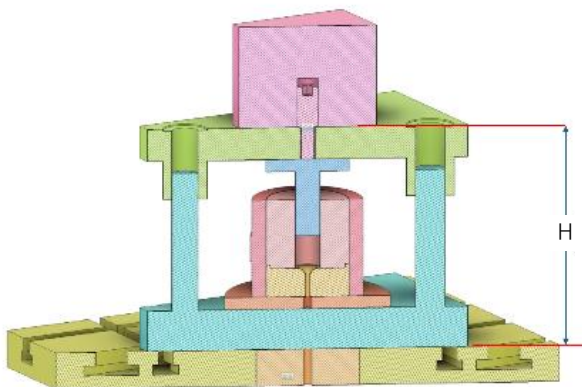


図7 半溶融押出実験装置

(2) 押出成形におけるパンチの荷重は、ダイの形状によって大きく変わる。フラットダイ、テーパ付きダイ、テーパ&R付きダイ、となるにつれて成形荷重が増加していく傾向が得られた。

(3) 素管の肉厚が薄くなるにつれて成形荷重は上昇する。本研究の解析範囲では、同じ金型使用した場合、肉厚が 0.9mm から 0.6, 0.3mm まで減少すると、約 15% から 30% 程度成形荷重は増大した。

6. 今後の予定

今後は、図7に示す半溶融押出実験装置を用いて、実際の成形実験を行い、解析の結果と比較する予定である。

7. 参考文献

- (1) 榎 学, 冠動脈ステントに求められる力学特性とその特性, までりあ, Vol.55, No.4 (2016) pp.147-151.
- (2) 古島 剛, 坂口雅人, 生体吸収性マグネシウム合金及びプラスチックの加工技術, Bulletin of JSTP, Vol.3 no25 (2020年掲載), P13
- (3) 廣本祥子, 生体内崩壊性材料 現状と将来展望～生体吸収性マグネシウムの表面被覆による腐食速度制御～, までりあ, Vol.51, No.7 (2012) pp.319-322.
- (4) 山田 隆一, 保坂 泰斗, 吉原 正一郎, Bryan J. MacDonald 生体吸収性ステント用マグネシウム合金の腐食挙動に及ぼす ECAP 加工の影響, 軽金属, Vol.69, No.12 (2019) pp.579-586.
- (5) Y. Yi, K. Shinomiya, R. Kobayashi, H. Komine, S. Yoshihara, T. Furushima, A novel superplastic dieless drawing using fracture phenomenon for fabrication of metal tubular microneedles, CIRP Annals, Vol.71 (2022), pp.237-240.
- (6) 山本幸雄, 坂本和夫, 塑性と加工, マグネシウム合金の鑄造鍛造法, Vol.56, No.64, (2015), pp.545-549.
- (7) 羽賀俊雄, 西田進一, 半溶融・半凝固加工のこれまでとこれから, ぷらすとす, Vol.1, No.1 (2018), pp.39-43.
- (8) 山本玲子, 生体内分解材料としてのマグネシウム合金の医療応用, 表面技術, Vol.62, No.4 (2011), pp.204-209.
- (9) Yan Xua, Chen Chen, Xuxing Zhang, Haohao Dai, Jianbo Jia, Zhenhua Bai, Dynamic Recrystallization kinetics and microstructure evolution of an AZ91D magnesium alloy during hot compression, Materials Characterization, Vol.145 (2018), pp.39-52.