

(19) 日本国特許庁(JP)

再公表特許(A1)

(11) 国際公開番号

W02015/044997

発行日 平成29年3月2日 (2017.3.2)

(43) 国際公開日 平成27年4月2日 (2015.4.2)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
A61L 27/00 (2006.01)	A61L 27/00 L	4C081
C22F 1/06 (2006.01)	C22F 1/06	4C097
B21C 23/00 (2006.01)	B21C 23/00 A	4E029
B21J 5/00 (2006.01)	B21J 5/00 D	4E087
A61F 2/28 (2006.01)	A61F 2/28	

審査請求 有 予備審査請求 未請求 (全 32 頁) 最終頁に続く

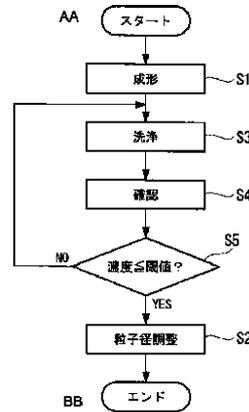
出願番号 特願2015-538650 (P2015-538650)	(71) 出願人 000000376 オリンパス株式会社 東京都八王子市石川町2951番地
(21) 国際出願番号 PCT/JP2013/075635	
(22) 国際出願日 平成25年9月24日 (2013.9.24)	
(81) 指定国 AP (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ	(74) 代理人 100118913 弁理士 上田 邦生 (74) 代理人 100142789 弁理士 柳 順一郎 (74) 代理人 100163050 弁理士 小栗 真由美 (74) 代理人 100201466 弁理士 竹内 邦彦 (72) 発明者 玉井 将人 東京都渋谷区幡ヶ谷2丁目43番2号 オリンパス株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 インプラントとその製造方法

(57) 【要約】

構造欠陥の発生を抑制し、分解速度を低く抑える。生分解性金属材料からなる素材片に塑性加工処理を施して成形品を成形する成形工程 (S1) と、該成形工程 (S1) により成形された成形品を熱処理して金属粒子径を増大させる粒子径調整工程 (S2) とを含むインプラントの製造方法を提供する。



- S1 Forming
- S2 Adjust particle size
- S3 Washing
- S4 Verification
- S5 Concentration ≤ threshold?
- AA Start
- BB End

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

生分解性金属材料からなる素材片に塑性加工処理を施して成形品を成形する成形工程と、
該成形工程により成形された前記成形品を熱処理して金属粒子径を増大させる粒子径調整工程とを含むインプラントの製造方法。

【請求項 2】

前記成形工程が、
マグネシウム合金を押し出し加工することにより、塑性変形したマグネシウム合金成形材料を得る押し出し工程と、

該押し出し工程により得られたマグネシウム合金成形材料を押し出し方向に対して $70^\circ \sim 110^\circ$ の角度で切断する切断工程と、

該切断工程により得られた塊状マグネシウム合金材料に対して前記押し出し方向に直交する方向の圧縮力を加える圧縮工程とを含む請求項 1 に記載のインプラントの製造方法。

【請求項 3】

前記圧縮工程に先立って、または前記圧縮工程において、前記塊状マグネシウム合金材料を加熱する加熱工程を含む請求項 2 に記載のインプラントの製造方法。

【請求項 4】

前記加熱工程が、 300 より高く、マグネシウム合金の融点以下の温度で前記塊状マグネシウム合金材料を加熱する請求項 3 に記載のインプラントの製造方法。

【請求項 5】

前記加熱工程が、 350 以上、マグネシウム合金の融点以下の温度で前記塊状マグネシウム合金材料を加熱する請求項 3 に記載のインプラントの製造方法。

【請求項 6】

前記圧縮工程が、 45% 以上の圧下率で前記塊状マグネシウム合金材料を圧縮する請求項 3 から請求項 5 のいずれかに記載のインプラントの製造方法。

【請求項 7】

前記圧縮工程が、前記塊状マグネシウム合金材料との間に潤滑剤を塗布した状態の金型によって圧縮力を加える請求項 2 から請求項 6 のいずれかに記載のインプラントの製造方法。

【請求項 8】

前記圧縮工程が、前記金型との前記塊状マグネシウム合金材料との間への潤滑剤の塗布と、圧縮力の印加とを少なくとも 2 回繰り返す請求項 7 に記載のインプラントの製造方法。

【請求項 9】

前記圧縮工程の後に、圧縮されたマグネシウム合金材料から製品を切り出すせん断工程を含み、

該せん断工程が、 1.5 mm/sec 以下の圧下速度で行われる請求項 2 から請求項 8 のいずれかに記載のインプラントの製造方法。

【請求項 10】

前記成形工程により成形された成形品の表面を洗浄する洗浄工程と、
該洗浄工程により洗浄された前記成形品の表面の不純物濃度を確認する確認工程とを含み、

前記粒子径調整工程が、前記確認工程において不純物濃度が所定値以下であると確認された場合に前記成形品に熱処理を施す請求項 1 または請求項 2 に記載のインプラントの製造方法。

【請求項 11】

前記洗浄工程が、前記成形品の表面を剥離する処理である請求項 10 に記載のインプラントの製造方法。

【請求項 12】

前記洗浄工程が、前記成形品の表面を酸により溶解する処理である請求項 1 1 に記載のインプラントの製造方法。

【請求項 1 3】

前記洗浄工程が、前記成形品の表面を酸により溶解する処理と、その後にアルカリ溶液に浸漬する処理とを含む請求項 1 1 に記載のインプラントの製造方法。

【請求項 1 4】

前記粒子径調整工程が、容体化処理である請求項 1 0 から請求項 1 3 のいずれかに記載のインプラントの製造方法。

【請求項 1 5】

前記粒子径調整工程が、容体化処理の後に時効析出処理を行う請求項 1 0 から請求項 1 3 のいずれかに記載のインプラントの製造方法。

10

【請求項 1 6】

主たる荷重方向に金属結晶の c 軸が配向されているマグネシウム合金製インプラント。

【請求項 1 7】

厚さ方向に対する金属結晶の (0 0 0 1) 面の法線のズレ角の平均値が、25°以下である請求項 1 6 に記載のマグネシウム合金製インプラント。

【請求項 1 8】

表面に沿う方向に対する金属結晶の (0 0 0 1) 面の法線のズレ角の平均値が、80°以上であり、かつ、ズレ角の最大値の 16 ~ 84 % となるズレ角の累計分布の幅が 50°以下である請求項 1 6 に記載のマグネシウム合金製インプラント。

20

【請求項 1 9】

打ち抜き加工により製造された請求項 1 6 から請求項 1 8 のいずれかに記載のマグネシウム合金製インプラント。

【請求項 2 0】

打ち抜き加工により形成された厚さ方向に沿う切断面におけるせん断部分の割合が厚さに対して 50 % 以上である請求項 1 8 に記載のマグネシウム合金製インプラント。

【請求項 2 1】

その表面に含まれる Fe イオン濃度が 0 . 0 2 % 以下、銅イオン濃度が 0 . 1 5 % 以下、ニッケル濃度が 0 . 0 1 % 以下である請求項 1 6 から請求項 2 0 のいずれかに記載のマグネシウム合金製インプラント。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、インプラントとその製造方法に関し、特に、マグネシウム合金製インプラントに関するものである。

【背景技術】

【0002】

マグネシウム・マグネシウム合金は、他の金属と比較して軽量・高強度であり、携帯型の電子機器や自動車部品などで実用化が始まっている。また、マグネシウムは生体内で分解する特徴があるため、吸収性ステントや吸収性骨接合材としての応用研究が進んでいる（例えば、特許文献 1 参照。）。

40

【0003】

従来、押し出し成形されたマグネシウム合金材料の押し出し方向に対して平行な方向に荷重を加えて塑性加工することにより、塑性加工性を向上するマグネシウム合金材料の加工方法が知られている（例えば、特許文献 2 参照。）。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献 1】特開 2 0 0 9 - 1 7 8 2 9 3 公報

【特許文献 2】特許第 4 1 5 0 2 1 9 号公報

50

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかしながら、マグネシウム合金の押し出し方向には、マグネシウム合金の結晶の a 軸が配されるため、これに平行な方向に圧縮力を作用させると、少ない力で塑性加工でき、塑性加工性が向上する。その反面、圧縮力は金属結晶の c 軸に直交する方向に作用する。一般に、c 軸に直交する方向に圧縮力が作用すると、結晶構造に構造欠陥が発生してしまうという不都合がある。特にマグネシウム合金を生体分解性材料として用いる場合、厚さ方向の荷重に対する強度が弱くなり、材料破損が生じる可能性がある。

【0006】

また、インプラントを製造する材料として生分解性金属材料を採用する場合には、プレス加工を行うと金属粒子が微細構造となってしまう、粒界が多くなって分解速度が速くなってしまいうという不都合がある。

【0007】

本発明は上述した事情に鑑みてなされたものであって、構造欠陥の発生を抑制し、分解速度を低く抑えたインプラントとその製造方法を提供することを目的としている。

【課題を解決するための手段】

【0008】

上記目的を達成するために、本発明は以下の手段を提供する。

本発明の第 1 の態様は、生分解性金属材料からなる素材片に塑性加工処理を施して成形品を成形する成形工程と、該成形工程により成形された前記成形品を熱処理して金属粒子径を増大させる粒子径調整工程とを含むインプラントの製造方法である。

【0009】

第 1 の態様によれば、成形工程において生分解性金属材料からなる素材片に塑性加工処理、例えば、プレス加工を施すと、生分解性金属材料を構成する金属粒子径が微細になる。その後、粒子径調整工程によって成形品を熱処理することにより金属粒子径を増大させ、インプラントとして生体に埋め込んだときの分解速度を低下させることができる。これにより、埋込後長期にわたって構造物として機能し、その後、分解されるインプラントを製造することができる。

【0010】

上記第 1 の態様においては、前記成形工程が、マグネシウム合金を押し出し加工することにより、塑性変形したマグネシウム合金成形材料を得る押し出し工程と、該押し出し工程により得られたマグネシウム合金成形材料を押し出し方向に対して $70^{\circ} \sim 110^{\circ}$ の角度で切断する切断工程と、該切断工程により得られた塊状マグネシウム合金材料に対して前記押し出し方向に直交する方向の圧縮力を加える圧縮工程とを含んでいてもよい。

【0011】

このようにすることで、押し出し工程において、マグネシウム合金を押し出し加工することにより、マグネシウムの金属結晶の c 軸が押し出し方向に対して略 90° の方向に配向された状態に塑性変形したマグネシウム合金成形材料が得られる。そして、切断工程においてマグネシウム合金成形材料を押し出し方向に対して $70^{\circ} \sim 110^{\circ}$ の角度で切断することにより、塊状マグネシウム合金材料が得られる。この後に、圧縮工程において、塊状マグネシウム合金材料に対して押し出し方向に直交する方向の圧縮力を加えることにより、塑性加工品が製造される。

【0012】

この場合において、圧縮力は主に c 軸の方向に加えられるため、マグネシウム合金の金属結晶におけるすべり面に対して直交する方向に圧縮力が作用する。これにより、c 軸に直交する方向に圧縮力を加える場合と比較すると加工性は低下するが、構造欠陥の少ない塑性加工品を製造することができる。すなわち、強度の高い塑性加工品を製造することができる。

【0013】

10

20

30

40

50

上記第1の態様においては、前記圧縮工程に先立って、または前記圧縮工程において、前記塊状マグネシウム合金材料を加熱する加熱工程を含んでいてもよい。

このようにすることで、非底面すべりを発生させて加工性を向上することができる。

【0014】

上記第1の態様においては、前記加熱工程が、300より大きく、さらに好ましくは350以上、マグネシウム合金の融点以下の温度で前記塊状マグネシウム合金材料を加熱してもよい。

このようにすることで、医療用マグネシウム合金で代表的な希土類を含む合金、より具体的にはWE43に対しても割れを発生させることなく塑性加工することができる。

【0015】

上記第1の態様においては、前記圧縮工程が、45%以上の圧下率で前記塊状マグネシウム合金材料を圧縮してもよい。

このようにすることで、マグネシウム合金の材料粒径を微細化させ均質にすることができる。すなわち、塊状マグネシウム合金材料に圧縮力を加えていくと、45%程度の圧下率において、再結晶粒径がほぼ平衡に達するので、材料粒径を均質にして耐食性を向上することができる。ここで、圧下率は、

$$\text{圧下率} = (\text{圧縮前の厚さ} - \text{圧縮後の厚さ}) / \text{圧縮前の厚さ} \times 100 (\%)$$

により算出することができる。

【0016】

上記第1の態様においては、前記圧縮工程が、前記塊状マグネシウム合金材料との間に潤滑剤を塗布した状態の金型によって圧縮力を加えてもよい。

このようにすることで、金型から塊状マグネシウム合金材料に加えられる圧力を潤滑剤によって分散させ、均一変形に近づけることができる。

【0017】

上記第1の態様においては、前記圧縮工程が、前記金型との前記塊状マグネシウム合金材料との間への潤滑剤の塗布と、圧縮力の印加とを少なくとも2回繰り返すことが好ましい。

このようにすることで、塑性加工に伴い金属新生面が発生しても、該金属新生面が金型に直接接触して凝着あるいは焼き付きを生じないように、潤滑剤によって保護することができる。その結果、不良品の発生や、金型の損傷の発生を防止することができる。

【0018】

上記第1の態様においては、前記圧縮工程の後に、圧縮されたマグネシウム合金材料から製品を切り出すせん断工程を含み、該せん断工程が、1.5mm/sec以下の圧下速度で行われてもよい。

このようにすることで、圧縮工程によって圧縮されたマグネシウム合金材料が、せん断工程にかけられることによって塑性加工製品が製造される。せん断工程は、例えば、プレス装置による打ち抜き加工である。この場合に、せん断加工に伴い、切断面には比較的滑らかなせん断部分(せん断面)と瞬間的に分離し荒れた面を呈する破断部分(破断面)が発生する。そこで、せん断工程を1.5mm/sec以下の圧下速度で行うことにより、切断面における破断部分が50%以下に抑えられる。これにより、応力集中の原因となる破断領域を少なくして、高い強度の塑性加工製品を製造することができる。

【0019】

上記第1の態様においては、前記成形工程により成形された成形品の表面を洗浄する洗浄工程と、該洗浄工程により洗浄された前記成形品の表面の不純物濃度を確認する確認工程とを含み、前記粒子径調整工程が、前記確認工程において不純物濃度が所定値以下であると確認された場合に前記成形品に熱処理を施してもよい。

このようにすることで、塑性加工処理において金型に接触した成形品の表面には金属成分が不純物として残留する。残留した不純物は洗浄工程において洗浄され、その後の確認工程において、その濃度が確認される。そして、粒子径調整工程においては、成形品表面の不純物濃度が所定値以下である場合に行われるので、生分解性金属材料と不純物金属材

10

20

30

40

50

料とが熱処理において反応することを防止して、さらに安定した分解速度を有するインプラントを製造することができる。

【0020】

上記第1の態様においては、前記洗浄工程が、前記成形品の表面を剥離する処理であってもよい。

このようにすることで、成形品の表面に付着していた不純物金属材料は剥離された成形品の表面部分とともに確実に除去することができる。

【0021】

上記第1の態様においては、前記洗浄工程が、前記成形品の表面を酸により溶解する処理であってもよい。

このようにすることで、成形品の表面に付着していた不純物金属材料は、成形品の表面部分とともに酸により溶解され、除去されることになる。

【0022】

上記第1の態様においては、前記洗浄工程が、前記成形品の表面を酸により溶解する処理と、その後アルカリ溶液に浸漬する処理とを含んでもよい。

このようにすることで、成形品の表面に付着していた不純物金属材料は、成形品の表面部分とともに酸により溶解され、除去される。そして、アルカリ溶液に浸漬することにより、酸による溶解反応を停止させることができる。

【0023】

上記第1の態様においては、前記粒子径調整工程が、容体化処理であってもよい。

このようにすることで、塑性加工によって微細化した粒子径を容体化処理によって増大させて分解速度を低下させるとともに、成形品の強度を向上することができる。

【0024】

上記第1の態様においては、前記粒子径調整工程が、容体化処理の後に時効析出処理を行ってもよい。

このようにすることで、塑性加工によって微細化した粒子径を容体化処理によって増大させて分解速度を低下させることができる。また、容体化処理後の時効析出処理によって、成形品の強度をさらに向上することができる。

【0025】

本発明の第2の態様は、主たる荷重方向に金属結晶のc軸が配向されているマグネシウム合金製インプラントである。

上述したように、c軸に平行な圧縮力に対する変形は、c軸に直交する圧縮力に対する変形よりも変形し難いので、主たる荷重方向にc軸を配向することによって、強度を向上することができる。

【0026】

上記第2態様においては、厚さ方向に対する金属結晶の(0001)面の垂線のズレ角の平均値が、25°以下であってもよい。

このようにすることで、マグネシウム合金の金属結晶のc軸をほぼ厚さ方向に配向させ、構造欠陥が少なく、厚さ方向の荷重に対する強度を向上することができる。

【0027】

上記第2態様においては、表面に沿う方向に対する金属結晶の(0001)面の垂線のズレ角の平均値が、80°以上であり、かつ、ズレ角の最大値の16~84%となるズレ角の累計分布の幅が50°以下であってもよい。

このようにすることによっても、マグネシウム合金の金属結晶のc軸をほぼ厚さ方向に配向させ、構造欠陥が少なく、厚さ方向の荷重に対する強度を向上することができる。

【0028】

上記第2態様においては、打ち抜き加工により製造されてもよい。

この場合に、打ち抜き加工により形成された厚さ方向に沿う面におけるせん断面の割合が厚さに対して50%以上であることが好ましい。

このようにすることで、応力集中の原因となる破断部分を少なくして強度の高いマグネ

10

20

30

40

50

シウム合金製インプラントを提供することができる。

【0029】

上記第2の態様においては、その表面に含まれるF e イオン濃度が0.02%以下、銅イオン濃度が0.15%以下、ニッケル濃度が0.01%以下であってもよい。

【発明の効果】

【0030】

本発明によれば、構造欠陥の発生を抑制し、分解速度を低く抑えたインプラントを製造することができるという効果を奏する。

【図面の簡単な説明】

【0031】

【図1】本発明の第1の実施形態に係るインプラントの製造方法を示すフローチャートである。

【図2A】図1の製造方法における成形工程において生成された成形品の結晶構造を示す顕微鏡写真である。

【図2B】図1の製造方法における成形工程において生成された成形品の拡大結晶構造を示す顕微鏡写真である。

【図3A】図1の製造方法における粒子径調整工程後の成形品の結晶構造を示す顕微鏡写真である。

【図3B】図1の製造方法における粒子径調整工程後の成形品の拡大結晶構造を示す顕微鏡写真である。

【図4】図1の製造方法による粒子径の変化の表を示す図である。

【図5】図1の製造方法の変形例を示すフローチャートである。

【図6A】図5の製造方法における成形工程において生成された成形品の結晶構造を示す顕微鏡写真である。

【図6B】図5の製造方法における成形工程において生成された成形品の拡大結晶構造を示す顕微鏡写真である。

【図7】図1および図5の製造方法によるインプラントの機械的強度の表を示す図である。

【図8】本発明の第2の実施形態に係るインプラントの製造方法を示すフローチャートである。

【図9】本発明の第3の実施形態に係るインプラント製造方法を示すフローチャートである。

【図10】図9の成形工程における切断工程を説明する図である。

【図11】図9の成形工程における圧縮工程を説明する図である。

【図12】図11の圧縮工程において金属結晶に作用する圧縮力の方向を説明する図である。

【図13A】第3の実施形態の成形工程の実施例1であって、図11の圧縮工程により加工されたA材の金属結晶の(0001)面の法線の板厚方向に対するズレ角のヒストグラムを示す図である。

【図13B】比較例としてB材のズレ角のヒストグラムを示す図である。

【図14A】A材の金属結晶の(0001)面の法線の製品表面に沿う方向に対するズレ角のヒストグラムを示す図である。

【図14B】比較例としてB材のズレ角のヒストグラムを示す図である。

【図15】第3の実施形態の成形工程の実施例2であって、図11の圧縮工程における加工条件が、加熱温度375、圧下速度0.05mmの場合の真ひずみ率と負荷との関係を示すグラフである。

【図16】第3の実施形態の成形工程の実施例2であって、図11の圧縮工程における加工条件が、加熱温度375、圧下速度5mmの場合の真ひずみ率と負荷との関係を示すグラフである。

【図17】第3の実施形態の成形工程の実施例2であって、図11の圧縮工程における加

10

20

30

40

50

工条件が、加熱温度 450、圧下速度 0.05 mm の場合の真ひずみ率と負荷との関係を示すグラフである。

【図 18】第 3 の実施形態の成形工程の実施例 2 であって、図 11 の圧縮工程における加工条件が、加熱温度 450、圧下速度 5 mm の場合の真ひずみ率と負荷との関係を示すグラフである。

【図 19】第 3 の実施形態の成形工程の実施例 2 であって、図 11 の圧縮工程における加工条件が、加熱温度 350、圧下速度 1 mm の場合の真ひずみ率と負荷との関係を示すグラフである。

【図 20】第 3 の実施形態の成形工程の実施例 2 であって、図 11 の圧縮工程における加工条件が、加熱温度 350、圧下速度 0.01 mm の場合の真ひずみ率と負荷との関係を示すグラフである。

【図 21】図 9 の成形工程の打ち抜き工程において、厚さ方向に形成された切断面における破断面部分の比率と、圧下速度との関係を示す図である。

【図 22 A】圧下速度 0.24 mm/s を示す切断面の顕微鏡写真である。

【図 22 B】圧下速度 1.44 mm/s の場合を示す切断面の顕微鏡写真である。

【図 22 C】圧下速度 1.92 mm/s の場合を示す切断面の顕微鏡写真である。

【発明を実施するための形態】

【0032】

〔第 1 の実施形態〕

本発明の第 1 の実施形態に係るインプラントの製造方法について、図 1 から図 7 を参照して以下に説明する。

本実施形態に係る製造方法により製造されるインプラントは、例えば、骨接合のために使用されるインプラントであって、生分解性金属材料、例えば、マグネシウム合金材料（例えば、WE43）により構成されているものである。

【0033】

本実施形態に係るインプラントの製造方法は、図 1 に示されるように、生分解性金属材料からなる素材片に対しプレス加工のような熱間塑性加工処理を施すことにより成形品を成形する成形工程 S1 と、該成形工程 S1 において成形された成形品に対し、粒子径を増大させる熱処理を施す粒子径調整工程 S2 とを含んでいる。

【0034】

成形工程 S1 は、例えば、300、100 MPa で 1 分間、プレス加工を行う工程である。プレス加工の温度、圧力および加工時間は一例であり、他の条件を採用してもよい。

粒子径調整工程 S2 は、例えば、525 で 8 時間熱処理（容体化処理）した後、空冷で冷却する工程である。熱処理の温度および処理時間は一例であり、他の条件を採用してもよい。

【0035】

このように構成された本実施形態に係るインプラントの製造方法によれば、成形工程 S1 においてプレス加工が施されることにより、素材片から所望の形状の成形品が製造される。この際、生分解性金属材料は、図 2 A および図 2 B に示されるように粒子径が微細化する。図 2 B は図 2 A の矩形で囲まれた部分を拡大した顕微鏡写真である。

【0036】

そして、粒子径調整工程 S2 において熱処理されることにより、成形された成形品を構成している生分解性金属材料の粒子径が、図 3 A および図 3 B に示されるように増大せられる。図 3 B は図 3 A の矩形で囲まれた部分を拡大した顕微鏡写真である。

また、図 4 に、素材片、プレス加工後および熱処理後のそれぞれにおける生分解性金属材料の粒子径を示す。

【0037】

このように構成された本実施形態に係るインプラントの製造方法によれば、成形工程 S1 のプレス加工によって微細化した生分解性金属材料の粒子径が、粒子径調整工程 S2 の

10

20

30

40

50

熱処理によって増大させられる。これにより、成形品の表面における粒界の数を低減し、分解速度を低下させることができる。すなわち、骨接合のための構造材として埋め込まれたインプラントが、埋込後長期にわたって構造材として強度を保持し続けることができ、骨形成による骨接合を補助することができるという利点がある。そして、骨接合が終了した後は、インプラントが経時的に分解されて消滅することにより、体内に異物を残さずに済む。

【 0 0 3 8 】

なお、本実施形態においては、粒子径調整工程 S 2 において容体化処理を行うこととしたが、これに加えて、図 5 に示されるように、溶体化処理（ステップ S 2 1）後に 2 5 0 で 6 時間熱処理（時効析出処理（ステップ S 2 2））することにもよい。

このようにすることで、図 6 A および図 6 B に示されるように粒子径を大きく維持したままで、図 7 に示されるように、インプラントの機械的強度（ビッカース硬さ）を向上することができる。図 6 B は、図 6 A の矩形で囲まれた部分を拡大した顕微鏡写真である。

【 0 0 3 9 】

〔 第 2 の実施形態 〕

次に、本発明の第 2 の実施形態に係るインプラントの製造方法について、図 8 を参照して以下に説明する。

本実施形態の説明において、上述した第 1 の実施形態に係る製造方法と構成を共通とする箇所には同一符号を付して説明を省略する。

【 0 0 4 0 】

本実施形態に係る製造方法は、図 8 に示されるように、成形工程 S 1 と粒子径調整工程 S 2 との間に、成形された成形品を洗浄する洗浄工程 S 3 と、成形品の表面における不純物濃度を確認する確認工程 S 4 と、該確認工程 S 4 において確認された不純物濃度が所定の閾値を下回るか否かを判定する判定工程 S 5 とを含んでいる。

【 0 0 4 1 】

洗浄工程 S 3 は、成形品を脱脂し、酸性溶液内に浸漬した後、アルカリ性溶液内に浸漬し、その後、乾燥させる工程である。

確認工程 S 4 は、酸性溶液内に溶出した F e イオンの濃度を測定する工程である。

酸性溶液としては、生体に影響を及ぼすクロム酸やホウ酸など以外であればよく、リン酸や塩酸などを使用してよい。

【 0 0 4 2 】

判定工程 S 5 は、確認工程 S 4 において測定された F e イオンの濃度が、所定の閾値以下か否かを判定する。そして、判定工程 S 5 は、F e イオンの濃度が閾値以下の場合に粒子径調整工程 S 2 に進行し、F e イオンの濃度が閾値より大きい場合には、再度、洗浄工程 S 3 からの工程を繰り返させるようになっている。

【 0 0 4 3 】

このように構成された本実施形態に係るインプラントの製造方法によれば、鉄製の金型を用いてプレス加工することにより、金型を構成している鉄成分が成形品の表面に付着する。そこで、洗浄工程 S 3 によって成型品を酸性溶液に浸漬することにより、成形品の表面に付着していた鉄成分を酸により溶解させ、F e イオンとして酸性溶液内に溶出させる。これにより成形品の表面における不純物金属材料である鉄成分を除去することができる。

【 0 0 4 4 】

鉄成分が表面に付着したままの状態では熱処理を行うと、鉄成分を基点としてマグネシウム合金の腐食が進行する。その結果、熱処理後のインプラントの加工精度および機械的強度を低下させてしまうことになる。本実施形態によれば、成形品の表面の鉄成分を除去するので、熱処理工程における腐食の進行を抑え、高精度かつ高強度のインプラントを製造することができるという利点がある。

【 0 0 4 5 】

所定の閾値としては、プレス加工において金型から成形品に付着する鉄成分の量を実験

10

20

30

40

50

的に求め、これに基づいて設定してもよい。

また、確認工程 S 4 においては、酸性溶液に所定時間浸漬した後の濃度を測定してもよいし、酸性溶液内における F e イオンを経時的に測定して濃度の変化率を求め、濃度変化が所定の閾値を下回った時点での F e イオンの濃度を測定することにしてもよい。

また、インプラントの表面組成を蛍光 X 線装置によって直接分析し、F e イオン濃度を測定することにしてもよい。

【 0 0 4 6 】

なお、上記各実施形態においては、骨接合のためのインプラントを例示して説明したが、これに代えて、他の任意のインプラントの製造に適用してもよい。

また、生分解性金属材料としてマグネシウム合金を例示したが、他の任意の生分解性材料に適用してもよい。

【 0 0 4 7 】

また、成形品の表面に付着する不純物金属材料として鉄成分を例示したが、これに代えて、あるいはこれに加えて、銅成分やニッケル成分を洗浄して除去することにしてもよい。

また、上記実施形態においては、洗浄工程 S 3 が成形品を酸性溶液に浸漬することにより、不純物金属材料を除去することとしたが、これに代えて、成形品の表面を切削等により剥離させることで除去することにしてもよい。

インプラント表面に残存する F e イオン濃度は 0 . 0 2 % 以下、銅イオン濃度は 0 . 1 5 % 以下、ニッケル濃度は 0 . 0 1 % 以下であることが望ましい。

【 0 0 4 8 】

〔 第 3 の実施形態 〕

次に、本発明の第 3 の実施形態に係るインプラントの製造方法について、図 9 から図 2 C を参照して以下に説明する。

本実施形態に係るインプラントの製造方法は、図 9 に示されるように、成形工程 S 1 において第 1 の実施形態と異なる。したがって、本実施形態においては、成形工程 S 1 について主に説明し、第 1 の実施形態と共通する他の工程 S 2 , S 2 1 , S 2 2 については説明を省略する。本実施形態のインプラントの製造方法は、第 2 の実施形態において説明した洗浄工程 S 3 、確認工程 S 4 および判定工程 S 5 をさらに備えていてもよい。

【 0 0 4 9 】

本実施形態に係るインプラントの製造方法の成形工程 S 1 は、図 9 に示されるように、マグネシウム合金材料（素材片）を押出し加工して塑性変形したマグネシウム合金材料を得る押出し工程 S 1 1 と、押し出されたマグネシウム合金材料を切断する切断工程 S 1 2 と、切断された塊状マグネシウム合金材料に圧縮力を加える圧縮工程 S 1 3 と、該圧縮工程において圧縮されたマグネシウム合金材料から製品を打ち抜く打ち抜き工程 S 1 4 とを備えている。

【 0 0 5 0 】

押出し工程 S 1 1 は、ダイを用いてマグネシウム合金材料を所定の横断面形状を有する棒状の押出し材 1 に塑性変形させる工程である。押出し条件によって、金属結晶の配向性に変化が起こり、金属結晶の (0 0 0 1) 面が押出し方向に対して略平行となるように配向される。

【 0 0 5 1 】

切断工程 S 1 2 は、図 1 0 に示されるように、押出し工程 S 1 1 において製造された押出し材 1 をその長手方向に略直交する方向、7 0 ° ~ 1 1 0 ° に切断して、長手方向に分割された塊状マグネシウム合金材料 2 を取得する工程である。

実際には、極点図測定等によって、押出し材 1 の (0 0 0 1) 面の配向性を測定し、(0 0 0 1) 面が顕著に配向されている面に対して直交する角度で切断して塊状マグネシウム合金材料 2 を得ることが好ましい。

【 0 0 5 2 】

圧縮工程 S 1 3 は、図 1 1 に示されるように、切断工程 S 1 2 において得られた塊状マ

10

20

30

40

50

マグネシウム合金材料 2 に対して、押し出し工程 S 1 1 における押し出し方向に直交する方向に、圧下用の金型から圧縮力 F を加えて板状に圧延する工程である。これにより、塊状マグネシウム合金材料 2 を構成するマグネシウム合金の金属結晶に対しては、図 1 2 に示されるように、(0 0 0 1) 面に直交する c 軸に略平行に圧縮力 F が加えられるようになっている。

【 0 0 5 3 】

圧縮工程 S 1 3 においては、塊状マグネシウム合金材料 2 を加熱した状態で圧縮力 F を加えるようになっている。加熱する際の温度は、非底面すべりを発生する 1 0 0 以上の温度が好ましく、特に、医療用のマグネシウム合金材料である WE 4 3 を使用する場合には、3 0 0 より高いことが好ましく、3 5 0 以上であることがさらに好ましい。

10

【 0 0 5 4 】

また、圧縮工程 S 1 3 は、金型と塊状マグネシウム合金材料 2 との間に潤滑剤を塗布して行われる。潤滑剤としては固体潤滑剤、流体潤滑剤などを採用できる。

そして、圧縮工程 S 1 3 は、潤滑剤を塗布する工程と、金型によって塊状マグネシウム合金材料 2 を圧下する工程とを複数回繰り返して行うようになっている。

【 0 0 5 5 】

さらに、圧縮工程 S 1 3 においては、4 5 % 以上の圧下率で前記塊状マグネシウム合金材料 2 が圧縮されるようになっている。

ここで、圧下率は、下式により表される。

$$\text{圧下率} = (\text{圧縮前の厚さ} - \text{圧縮後の厚さ}) / \text{圧縮前の厚さ} \times 100 (\%)$$

20

【 0 0 5 6 】

打ち抜き工程 S 1 4 は、圧縮工程 S 1 3 によって得られた板状のマグネシウム合金材料を打ち抜き型によって打ち抜く工程である。この打ち抜き工程 S 1 4 においては、マグネシウム合金材料に対する金型の圧下速度を 1 . 5 mm / s e c 以下に抑えることが好ましい。

【 0 0 5 7 】

このように構成された本実施形態に係るインプラントの製造方法の作用について以下に説明する。

本実施形態に係るインプラントの製造方法によりマグネシウム合金材料を塑性加工するには、まず、マグネシウム合金素材を押し出し工程 S 1 1 によって押し出し加工することにより、棒状の押し出し材 1 を得る。

30

【 0 0 5 8 】

この押し出し工程 S 1 1 においては、マグネシウム合金材料の金属結晶の配向性に変化が起こり、金属結晶の (0 0 0 1) 面が押し出し方向に対して略平行となるように配向される。このようにして得られた押し出し材 1 に対して、切断工程 S 1 2 が行われる。切断工程 S 1 2 においては、押し出し材 1 が、その押し出し方向に直交する切断面により切断され、複数の塊状マグネシウム合金材料 2 が得られる。すなわち、切断面は、金属結晶の (0 0 0 1) 面に直交する方向に配される。

【 0 0 5 9 】

次いで、各塊状マグネシウム合金材料 2 に対して圧縮工程 S 1 3 が行われる。圧縮工程 S 1 3 においては、1 0 0 以上に加熱された状態の塊状マグネシウム合金材料 2 に対して押し出し方向に直交する方向に圧縮力 F が加えられる。圧縮力 F は、塊状マグネシウム合金材料 2 内において、最も加工度の大きくなる直径の位置で、略一方向に配向されている金属結晶の c 軸に略平行な方向に圧縮力が加えられる。

40

【 0 0 6 0 】

圧縮工程 S 1 3 における、この圧縮力 F の方向は金属結晶のすべり面に直交する方向であり、すべり面に平行に圧縮力 F を加える場合と比較して塑性加工の容易性は低下するが、金属結晶の構造欠陥が発生し難いという利点がある。すなわち、圧縮後のマグネシウム合金材料に発生する構造欠陥が抑制されるので、機械的強度を向上することができるという利点がある。

50

【 0 0 6 1 】

この場合において、100 以上に加熱した状態の塊状マグネシウム合金材料 2 に対して圧縮力 F を加えるので、加熱しない場合と比較して、非底面すべりの発生による加工性の向上が図られる。

また、圧縮工程 S 1 3 においては、金型と塊状マグネシウム合金材料 2 との間に潤滑剤が塗布された状態で圧縮力 F が加えられる。これにより、潤滑剤の作用によって、圧縮力 F が塊状マグネシウム合金材料 2 と金型との接触面全面に分散され、塊状マグネシウム合金材料 2 の全体にわたってより均一な圧縮力 F を加えることができる。

【 0 0 6 2 】

圧縮工程 S 1 3 において圧縮力 F が加えられると、マグネシウム合金材料が微細化して粒径が小さくなる。医療応用を想定した場合、材料粒径の均質性と材料の耐食性との間に関係があることが知られており、材料の耐食性をもたせる場合には、材料粒径を均質にすることが望ましい。一般的に、材料に圧縮負荷をかけると、まず弾性変形が生じ、圧縮負荷が塑性域に入ると微細化を伴いながら塑性変形が生じる。更に圧縮負荷を加えると結晶粒径が平衡状態に達し、材料粒径が均質となる。

10

【 0 0 6 3 】

つまり、材料粒径が均質となる状態まで圧縮負荷を加えることが望ましい。具体的には、圧下率が 45% 以上となるように圧縮し、マグネシウム合金材料を微細化させ均質な粒径にする。塊状マグネシウム合金材料 2 に圧縮力 F を加えていくと、45% 程度の圧下率において、再結晶粒径がほぼ平衡に達するので、材料粒径を均質にすることができる。そして、特に、製造された製品がマグネシウム合金製インプラントのような医療用途に使用される製品である場合には、粒径の均質化が図られることによって、耐食性を向上することができるという利点がある。

20

【 0 0 6 4 】

そして、圧縮工程 S 1 3 において得られた板状のマグネシウム合金材料に対して、打ち抜き工程 S 1 4 が行われる。打ち抜き工程 S 1 4 は、製品形状を決定するために、プレス加工機によって不要な部分を打ち抜いて除去し、成形品を得る工程である。

【 0 0 6 5 】

打ち抜き型を板状のマグネシウム合金材料の板厚方向に押しつけて、せん断により打ち抜くので、厚さ方向に切断面が形成されるが、金型の圧下速度を 1.5 mm/sec 以下に抑えることにより、切断面におけるせん断面部分を破断面部分に対して大きくすることができる。その結果、破断面部分を少なくして応力集中の原因を低減し、製品、特にマグネシウム合金製インプラントの強度を向上することができるという利点がある。

30

【 0 0 6 6 】

このように本実施形態に係るインプラントの製造方法によれば、圧縮後の構造欠陥を抑制させ、強度の高い塑性加工品を製造することができるという利点がある。

【 0 0 6 7 】

次に、本実施形態の成形工程 S 1 の実施例について以下に説明する。

(実施例 1)

実施例 1 は、塊状マグネシウム合金材料 2 に対する圧縮力 F の印加方向と、圧縮後の板状のマグネシウム合金材料の表面における金属結晶の配向性との関係を示す。

40

図 1 3 A に、本実施形態に係る製造方法と同様に、押出し工程 S 1 1 における押出し方向に対して垂直な方向に圧縮力 F を加えた場合 (A 材)、図 1 3 B に、押出し方向に対して平行な方向に圧縮力 F を加えた場合 (B 材) の、板状のマグネシウム合金材料の表面における金属結晶の配向性を示す。

【 0 0 6 8 】

図 1 3 A および図 1 3 B は、横軸に、圧縮後の金属結晶の (0 0 0 1) 面の法線の板厚方向に対するズレ角、縦軸に頻度を表したヒストグラムである。

これらの図 1 3 A および図 1 3 B から、各圧縮方法で圧縮した場合のズレ角の平均値および集積幅を算出すると、表 1 の通りとなる。

50

【 0 0 6 9 】

【表 1】

材料	板厚方向からのズレ角	ズレ角の集積幅
A材	16.8°	17.6°
B材	26.0°	25.2°

10

【 0 0 7 0 】

ズレ角の集積幅は、図 1 3 A および図 1 3 B の累計分布曲線において、ズレ角の最大値の 1 6 % ~ 8 4 % となる範囲のズレ角の幅をいうものとする。

【 0 0 7 1 】

表 1 に示した通り、A 材のズレ角の平均値は 1 6 . 8 ° であるのに対し、B 材のズレ角の平均値は 2 6 . 0 ° であり、B 材においては圧縮力 F の作用によって結晶の配向性が大きく変化したことが分かる。したがって、ズレ角の平均値が 2 5 ° 以下の材料を用いた製品であれば、押出し方向に対して垂直な方向に圧縮力 F を加えたものであり、構造欠陥が少なく、強度を向上することができる。

20

【 0 0 7 2 】

また、表 1 に示した通り、A 材のズレ角の集積幅は 1 7 . 6 ° であるのに対し、B 材のズレ角の平均値は 2 5 . 2 ° であり、これによっても、B 材においては圧縮力 F の作用によって結晶の配向性が大きく変化したことが分かる。したがって、ズレ角の集積幅が 2 5 ° 以下の材料を用いた製品であれば、押出し方向に対して垂直な方向に圧縮力 F を加えたものであり、構造欠陥が少なく、強度を向上することができる。

【 0 0 7 3 】

図 1 4 A および図 1 4 B に、それぞれ A 材、B 材の金属結晶の (0 0 0 1) 面の法線の、製品の表面に沿う方向に対するズレ角と頻度との関係を示すヒストグラムを示す。

これらの図 1 4 A および図 1 4 B から、各圧縮方法で圧縮した場合のズレ角の平均値および集積幅を算出すると、表 2 の通りとなる。

30

【 0 0 7 4 】

【表 2】

材料	表面に沿う方向からのズレ角	ズレ角の集積幅
A材	81.2°	17.0°
B材	81.7°	53.0°

40

【 0 0 7 5 】

表 2 によれば、A 材と B 材とでは、ズレ角の平均値は、いずれも 8 1 ° 程度で同等であるが、集積幅において大きな差があることがわかる。A 材の場合には 1 7 . 0 ° であるのに対し、B 材の場合には 5 3 ° である。したがって、製品の表面において、表面に沿う方向に対する金属結晶の (0 0 0 1) 面の法線のズレ角の平均値が、8 0 ° 以上であり、かつ、ズレ角の集積幅が 5 0 ° 以下である場合に、本実施形態における製造方法により製造されたものであることがわかる。

【 0 0 7 6 】

50

(実施例 2)

実施例 2 は、医療応用に適した塊状マグネシウム合金材料 2 (WE43) に対して圧縮力 F を加える際の圧縮条件を変化させて行われたものである。

試料としては、直径 8 mm 長さ 12 mm の塊状マグネシウム合金材料 2 を使用した。圧縮工程 S13 における加熱温度を 300、375、450 と変化させ、圧縮時の圧下速度を 5 mm/sec、0.5 mm/sec、0.05 mm/sec と変化させた結果を表 3 に示す。さらに、加熱温度を 350、400、450 と変化させ、圧縮時の圧下速度を 1 mm/sec、0.1 mm/sec、0.01 mm/sec と変化させた結果を表 4 に示す。

【0077】

10

【表 3】

温度 °C	圧下速度 mm/s	記号	結果	圧縮後 試料高さ mm
300	5	—	割れ	—
	0.5	—	割れ	—
	0.05	—	割れ	—
375	5	375-5	○	4.0
	0.5	—	○	3.9
	0.05	375-005	○	3.9
450	5	450-5	○	3.8
	0.5	—	○	3.8
	0.05	450-005	○	3.7

20

30

【0078】

【表 4】

温度 (°C)	歪速度 (1/s)	記号	圧縮結果 (○=割れなし)	圧縮後 試料高さ (mm)	圧下率 (%)
350	1	350-1	○	3.7	69
	0.1	—	○	3.8	69
	0.01	350-001	○	3.8	69
400	1	—	○	3.7	69
	0.1	—	○	3.9	68
	0.01	—	○	3.6	70
450	1	—	○	3.7	69
	0.1	—	○	3.6	70
	0.01	—	○	3.7	69

10

20

【0079】

表3および表4より、圧縮時の塊状マグネシウム合金材料2の加熱温度は300より高いことが好ましく、350以上であることがさらに好ましい。

また、図15に加熱温度375、圧下速度0.05mmの場合、図16に加熱温度375、圧下速度5mm/secの場合、図17に加熱温度450、圧下速度0.05mm/secの場合、図18に加熱温度450、圧下速度5mm/secの場合、図19に加熱温度350、圧下速度1mm/secの場合、図20に加熱温度350、圧下速度0.01mm/secの場合の、真ひずみ率と負荷との関係をそれぞれ示す。

30

ここで、圧下率は、

$$\text{圧下率} = (\text{圧縮前の厚さ} - \text{圧縮後の厚さ}) / \text{圧縮前の厚さ} \times 100 (\%)$$

と表すことができる。

【0080】

これらの図15から図20によれば、塊状マグネシウム合金材料2に圧縮力Fを加えていくと、真ひずみ率が0.6程度で再結晶粒径がほぼ平衡に達することがわかる。ここから圧下率を計算すると、圧下率は45%程度となることがわかる。45%程度の圧下率において、再結晶粒径がほぼ平衡に達するので、圧下率45%以上で圧縮することにより、材料粒径を均質にして耐食性を向上することができることがわかる。本実施例ではWE43で検討をしているが、WE43以外のマグネシウム合金でもよい。

40

【0081】

(実施例3)

厚さ1mmの板状のマグネシウム合金材料(WE43)2を350に加熱した状態で、圧下速度を変化させてせん断力を加えた場合について、図21から図22Cを参照して説明する。

図21は、打ち抜き工程S14において、厚さ方向に形成された切断面における破断面部分の比率(破断面率)と、圧下速度との関係を示している。また、図22Aから図22Cは、圧下速度を変化させたときの、切断面の顕微鏡写真であり、圧下速度0.24mm/sec(図22A)、圧下速度1.44mm/sec(図22B)、圧下速度1.92mm/sec(図22C)の場合をそれぞれ示している。これらの図によれば、圧下速度

50

が大きくなればなるほど、破断面率が大きくなることが示され、破断面率と圧下速度とは略比例関係にあることがわかった。

【 0 0 8 2 】

そこで、この図 2 1 に従い、圧下速度を 1 . 5 mm / s e c 以下にすることにより、板厚方向の切断面における破断面部分を 5 0 % 以下に抑えることができる。その結果、破断面部分を少なくして応力集中の原因を低減し、製品の強度を向上することができるという利点がある。本実施例では W E 4 3 で検討をしているが、W E 4 3 以外のマグネシウム合金でもよい。

【 符号の説明 】

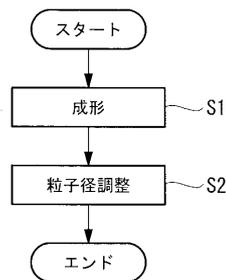
【 0 0 8 3 】

- S 1 成形工程
- S 2 粒子径調整工程
- S 3 洗浄工程
- S 4 確認工程
- F 圧縮力
- 1 押出し材（マグネシウム合金成形材料）
- 2 塊状マグネシウム合金材料
- S 1 1 押出し工程
- S 1 2 切断工程
- S 1 3 圧縮工程
- S 1 4 打ち抜き工程（せん断工程）

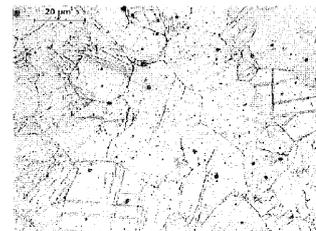
10

20

【 図 1 】

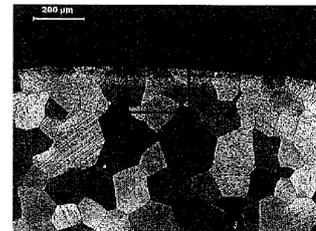
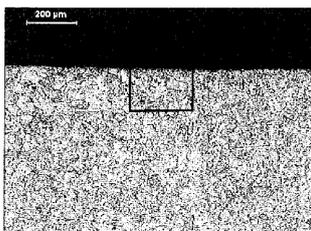


【 図 2 B 】

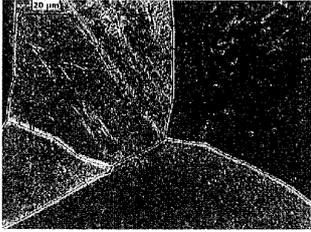


【 図 3 A 】

【 図 2 A 】



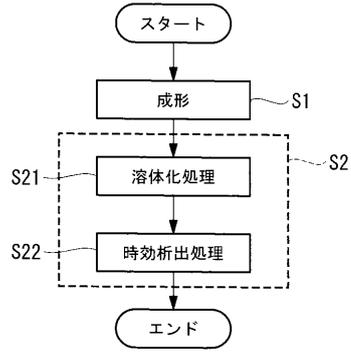
【図 3 B】



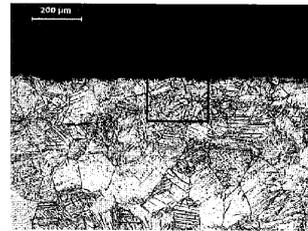
【図 4】

	素材片	プレス加工後	熱処理後
粒子径	50~60 μm	20~30 μm	50~60 μm

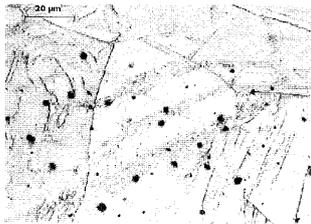
【図 5】



【図 6 A】



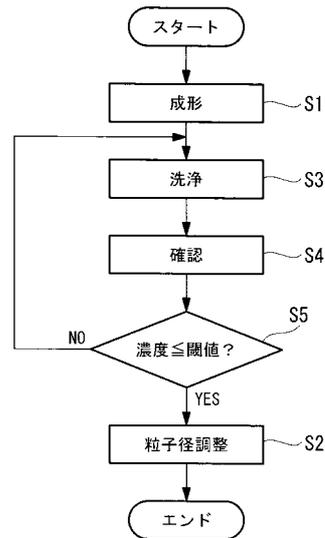
【図 6 B】



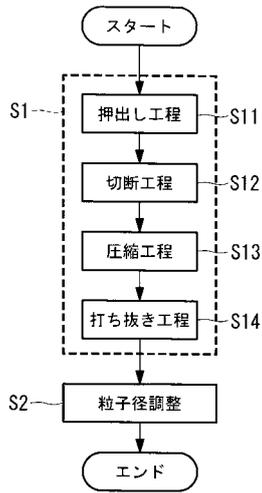
【図 7】

	素材片	溶体化処理	溶体化処理 + 時効析出処理
ビッカース硬さ	69	79	85

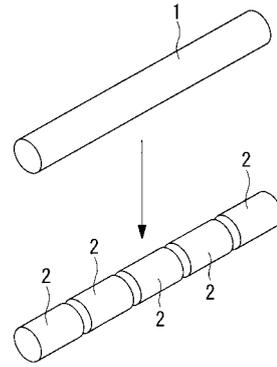
【図 8】



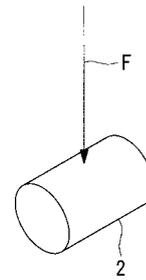
【図9】



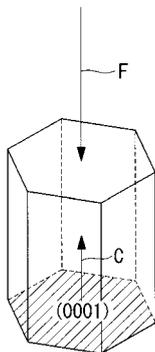
【図10】



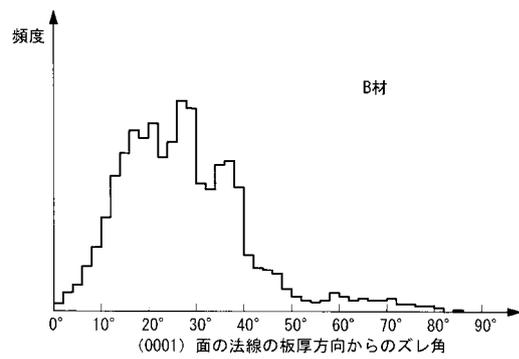
【図11】



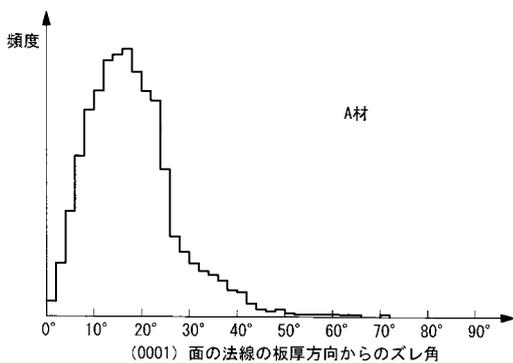
【図12】



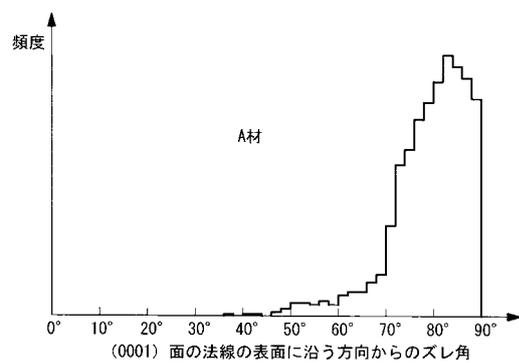
【図13B】



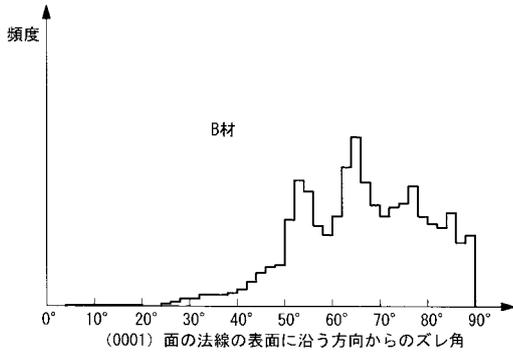
【図13A】



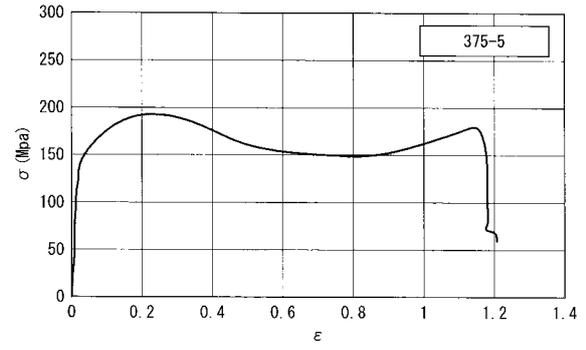
【図14A】



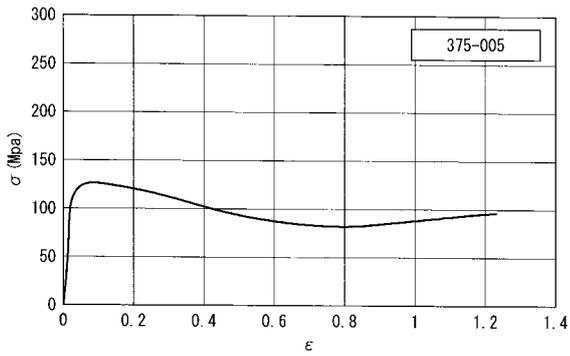
【 図 1 4 B 】



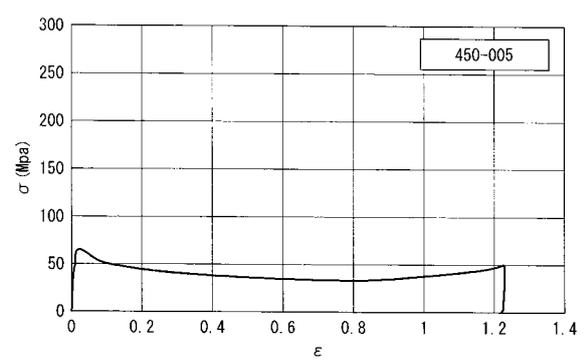
【 図 1 6 】



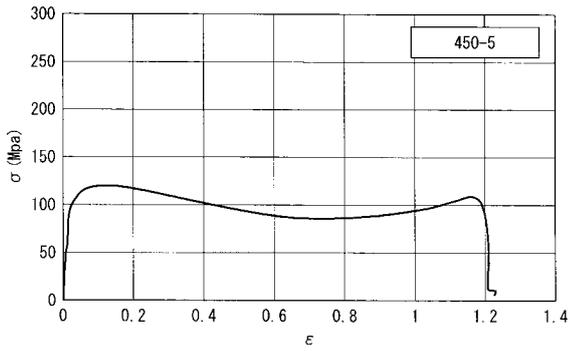
【 図 1 5 】



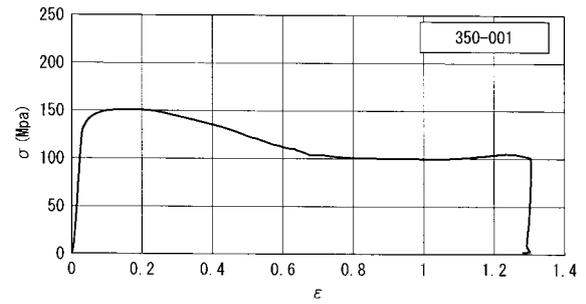
【 図 1 7 】



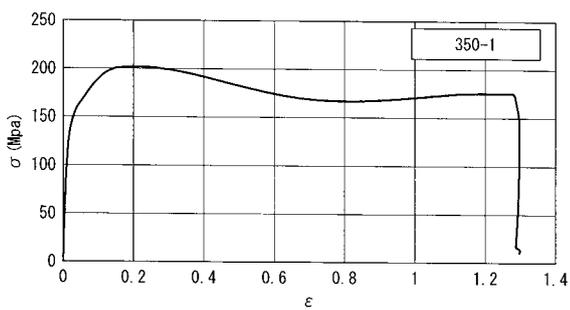
【 図 1 8 】



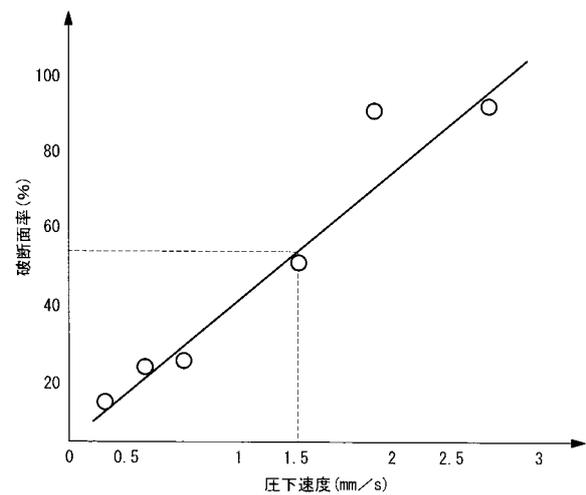
【 図 2 0 】



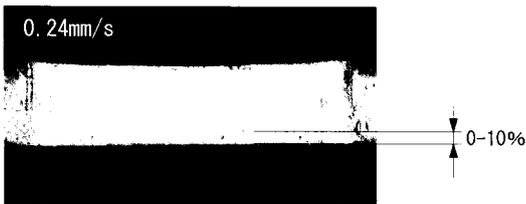
【 図 1 9 】



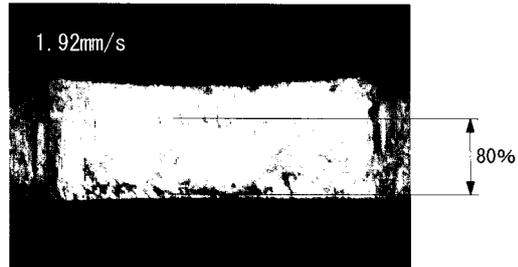
【 図 2 1 】



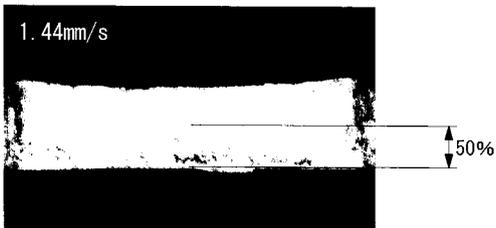
【図 2 2 A】



【図 2 2 C】



【図 2 2 B】



【手続補正書】

【提出日】平成28年3月15日(2016.3.15)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

生分解性金属材料からなる素材片に塑性加工処理を施して成形品を成形する成形工程と

、
該成形工程により成形された前記成形品を熱処理して金属粒子径を増大させる粒子径調整工程とを含むインプラントの製造方法。

【請求項 2】

前記成形工程が、

マグネシウム合金を押し出し加工することにより、塑性変形したマグネシウム合金成形材料を得る押し出し工程と、

該押し出し工程により得られたマグネシウム合金成形材料を押し出し方向に対して70°～110°の角度で切断する切断工程と、

該切断工程により得られた塊状マグネシウム合金材料に対して前記押し出し方向に直交する方向の圧縮力を加える圧縮工程とを含む請求項 1 に記載のインプラントの製造方法。

【請求項 3】

前記圧縮工程に先立って、または前記圧縮工程において、前記塊状マグネシウム合金材料を加熱する加熱工程を含む請求項 2 に記載のインプラントの製造方法。

【請求項 4】

前記加熱工程が、300より高く、マグネシウム合金の融点以下の温度で前記塊状マグネシウム合金材料を加熱する請求項3に記載のインプラントの製造方法。

【請求項5】

前記加熱工程が、350以上、マグネシウム合金の融点以下の温度で前記塊状マグネシウム合金材料を加熱する請求項3に記載のインプラントの製造方法。

【請求項6】

前記圧縮工程が、45%以上の圧下率で前記塊状マグネシウム合金材料を圧縮する請求項3から請求項5のいずれかに記載のインプラントの製造方法。

【請求項7】

前記圧縮工程が、前記塊状マグネシウム合金材料との間に潤滑剤を塗布した状態の金型によって圧縮力を加える請求項2から請求項6のいずれかに記載のインプラントの製造方法。

【請求項8】

前記圧縮工程が、前記金型との前記塊状マグネシウム合金材料との間への潤滑剤の塗布と、圧縮力の印加とを少なくとも2回繰り返す請求項7に記載のインプラントの製造方法。

【請求項9】

前記圧縮工程の後に、圧縮されたマグネシウム合金材料から製品を切り出すせん断工程を含み、

該せん断工程が、1.5mm/sec以下の圧下速度で行われる請求項2から請求項8のいずれかに記載のインプラントの製造方法。

【請求項10】

前記成形工程により成形された成形品の表面を洗浄する洗浄工程と、
該洗浄工程により洗浄された前記成形品の表面の不純物濃度を確認する確認工程とを含み、

前記粒子径調整工程が、前記確認工程において不純物濃度が所定値以下であると確認された場合に前記成形品に熱処理を施す請求項1または請求項2に記載のインプラントの製造方法。

【請求項11】

前記洗浄工程が、前記成形品の表面を剥離する処理である請求項10に記載のインプラントの製造方法。

【請求項12】

前記洗浄工程が、前記成形品の表面を酸により溶解する処理である請求項11に記載のインプラントの製造方法。

【請求項13】

前記洗浄工程が、前記成形品の表面を酸により溶解する処理と、その後にアルカリ溶液に浸漬する処理とを含む請求項11に記載のインプラントの製造方法。

【請求項14】

前記粒子径調整工程が、溶体化処理である請求項10から請求項13のいずれかに記載のインプラントの製造方法。

【請求項15】

前記粒子径調整工程が、溶体化処理の後に時効析出処理を行う請求項10から請求項13のいずれかに記載のインプラントの製造方法。

【請求項16】

主たる荷重方向に金属結晶のc軸が配向されているマグネシウム合金製インプラント。

【請求項17】

厚さ方向に対する金属結晶の(0001)面の法線のズレ角の平均値が、25°以下である請求項16に記載のマグネシウム合金製インプラント。

【請求項18】

表面に沿う方向に対する金属結晶の(0001)面の法線のズレ角の平均値が、80°

以上であり、かつ、ズレ角の最大値の16～84%となるズレ角の累計分布の幅が50°以下である請求項16に記載のマグネシウム合金製インプラント。

【請求項19】

打ち抜き加工により製造された請求項16から請求項18のいずれかに記載のマグネシウム合金製インプラント。

【請求項20】

打ち抜き加工により形成された厚さ方向に沿う切断面におけるせん断部分の割合が厚さに対して50%以上である請求項19に記載のマグネシウム合金製インプラント。

【請求項21】

その表面に含まれるFeイオン濃度が0.02%以下、銅イオン濃度が0.15%以下、ニッケル濃度が0.01%以下である請求項16から請求項20のいずれかに記載のマグネシウム合金製インプラント。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0023

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0023】

上記第1の態様においては、前記粒子径調整工程が、溶体化処理であってもよい。

このようにすることで、塑性加工によって微細化した粒子径を溶体化処理によって増大させて分解速度を低下させるとともに、成形品の強度を向上することができる。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0024

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0024】

上記第1の態様においては、前記粒子径調整工程が、溶体化処理の後に時効析出処理を行ってもよい。

このようにすることで、塑性加工によって微細化した粒子径を溶体化処理によって増大させて分解速度を低下させることができる。また、溶体化処理後の時効析出処理によって、成形品の強度をさらに向上することができる。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0031

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0031】

【図1】本発明の第1の実施形態に係るインプラントの製造方法を示すフローチャートである。

【図2A】図1の製造方法における成形工程において生成された成形品の結晶構造を示す顕微鏡写真である。

【図2B】図1の製造方法における成形工程において生成された成形品の拡大結晶構造を示す顕微鏡写真である。

【図3A】図1の製造方法における粒子径調整工程後の成形品の結晶構造を示す顕微鏡写真である。

【図3B】図1の製造方法における粒子径調整工程後の成形品の拡大結晶構造を示す顕微鏡写真である。

【図4】図1の製造方法による粒子径の変化の表を示す図である。

【図5】図1の製造方法の変形例を示すフローチャートである。

【図 6 A】図 5 の製造方法における成形工程において生成された成形品の結晶構造を示す顕微鏡写真である。

【図 6 B】図 5 の製造方法における成形工程において生成された成形品の拡大結晶構造を示す顕微鏡写真である。

【図 7】図 1 および図 5 の製造方法によるインプラントの機械的強度の表を示す図である。

【図 8】本発明の第 2 の実施形態に係るインプラントの製造方法を示すフローチャートである。

【図 9】本発明の第 3 の実施形態に係るインプラント製造方法を示すフローチャートである。

【図 10】図 9 の成形工程における切断工程を説明する図である。

【図 11】図 9 の成形工程における圧縮工程を説明する図である。

【図 12】図 11 の圧縮工程において金属結晶に作用する圧縮力の方向を説明する図である。

【図 13 A】第 3 の実施形態の成形工程の実施例 1 であって、図 11 の圧縮工程により加工された A 材の金属結晶の (0001) 面の法線の板厚方向に対するズレ角のヒストグラムを示す図である。

【図 13 B】比較例として B 材のズレ角のヒストグラムを示す図である。

【図 14 A】A 材の金属結晶の (0001) 面の法線の製品表面に沿う方向に対するズレ角のヒストグラムを示す図である。

【図 14 B】比較例として B 材のズレ角のヒストグラムを示す図である。

【図 15】第 3 の実施形態の成形工程の実施例 2 であって、図 11 の圧縮工程における加工条件が、加熱温度 375、圧下速度 0.05 mm/s の場合の真ひずみ率と負荷との関係を示すグラフである。

【図 16】第 3 の実施形態の成形工程の実施例 2 であって、図 11 の圧縮工程における加工条件が、加熱温度 375、圧下速度 5 mm/s の場合の真ひずみ率と負荷との関係を示すグラフである。

【図 17】第 3 の実施形態の成形工程の実施例 2 であって、図 11 の圧縮工程における加工条件が、加熱温度 450、圧下速度 0.05 mm/s の場合の真ひずみ率と負荷との関係を示すグラフである。

【図 18】第 3 の実施形態の成形工程の実施例 2 であって、図 11 の圧縮工程における加工条件が、加熱温度 450、圧下速度 5 mm/s の場合の真ひずみ率と負荷との関係を示すグラフである。

【図 19】第 3 の実施形態の成形工程の実施例 2 であって、図 11 の圧縮工程における加工条件が、加熱温度 350、圧下速度 1 mm/s の場合の真ひずみ率と負荷との関係を示すグラフである。

【図 20】第 3 の実施形態の成形工程の実施例 2 であって、図 11 の圧縮工程における加工条件が、加熱温度 350、圧下速度 0.01 mm/s の場合の真ひずみ率と負荷との関係を示すグラフである。

【図 21】図 9 の成形工程の打ち抜き工程において、厚さ方向に形成された切断面における破断面部分の比率と、圧下速度との関係を示す図である。

【図 22 A】圧下速度 0.24 mm/s を示す切断面の顕微鏡写真である。

【図 22 B】圧下速度 1.44 mm/s の場合を示す切断面の顕微鏡写真である。

【図 22 C】圧下速度 1.92 mm/s の場合を示す切断面の顕微鏡写真である。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0034

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0034】

成形工程 S 1 は、例えば、300、100MPa で 1 分間、プレス加工を行う工程である。プレス加工の温度、圧力および加工時間は一例であり、他の条件を採用してもよい。

粒子径調整工程 S 2 は、例えば、525 で 8 時間熱処理（溶体化処理）した後、空冷で冷却する工程である。熱処理の温度および処理時間は一例であり、他の条件を採用してもよい。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0038

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0038】

なお、本実施形態においては、粒子径調整工程 S 2 において溶体化処理を行うこととしたが、これに加えて、図 5 に示されるように、溶体化処理（ステップ S 2 1）後に 250 で 6 時間熱処理（時効析出処理（ステップ S 2 2））することにしてもよい。

このようにすることで、図 6 A および図 6 B に示されるように粒子径を大きく維持したままで、図 7 に示されるように、インプラントの機械的強度（ピッカース硬さ）を向上することができる。図 6 B は、図 6 A の矩形で囲まれた部分を拡大した顕微鏡写真である。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0072

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0072】

また、表 1 に示した通り、A 材のズレ角の集積幅は 17.6° であるのに対し、B 材のズレ角の集積幅は 25.2° であり、これによっても、B 材においては圧縮力 F の作用によって結晶の配向性が大きく変化したことが分かる。したがって、ズレ角の集積幅が 25° 以下の材料を用いた製品であれば、押出し方向に対して垂直な方向に圧縮力 F を加えたものであり、構造欠陥が少なく、強度を向上することができる。

【手続補正 8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0079

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0079】

表 3 および表 4 より、圧縮時の塊状マグネシウム合金材料 2 の加熱温度は 300 より高いことが好ましく、350 以上であることがさらに好ましい。

また、図 15 に加熱温度 375、圧下速度 0.05 mm/sec の場合、図 16 に加熱温度 375、圧下速度 5 mm/sec の場合、図 17 に加熱温度 450、圧下速度 0.05 mm/sec の場合、図 18 に加熱温度 450、圧下速度 5 mm/sec の場合、図 19 に加熱温度 350、圧下速度 1 mm/sec の場合、図 20 に加熱温度 350、圧下速度 0.01 mm/sec の場合の、真ひずみ率 と負荷 との関係を示す。

ここで、圧下率は、

$$\text{圧下率} = (\text{圧縮前の厚さ} - \text{圧縮後の厚さ}) / \text{圧縮前の厚さ} \times 100 (\%)$$

と表すことができる。

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/JP2013/075635
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER C22F1/06(2006.01)i, A61F2/28(2006.01)i, A61L27/00(2006.01)i, B21C23/00(2006.01)i, B21C23/08(2006.01)i, B21J5/00(2006.01)i, B21K1/76(2006.01)i, C23G1/12(2006.01)i, C22C23/06(2006.01)n, C22F1/00(2006.01)n According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C22F1/00-3/02, C22C1/00-49/14, A61F2/28, A61L27/00, B21C23/00, B21C23/08, B21J5/00, B21K1/76, C23G1/12 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2013 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2013 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2013 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	JP 2009-535504 A (Biomagnesium Systems Ltd.), 01 October 2009 (01.10.2009), claims; paragraph [0280]; example 1; paragraphs [0309], [0311] & US 2009/0081313 A1 & EP 2021522 A & WO 2007/125532 A2 & CA 2645737 A & KR 10-2008-0113280 A & CN 101484599 A & IL 194910 D & AU 2007245256 A & MX 2008013652 A & BRA PI0710355	1 2-21
A	WO 2007/058276 A1 (Independent Administrative Institution National Institute for Materials Science), 24 May 2007 (24.05.2007), & US 2009/0171452 A1 & EP 1959025 A1 & WO 2007/058276 A1	1-21
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 20 November, 2013 (20.11.13)		Date of mailing of the international search report 03 December, 2013 (03.12.13)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office		Authorized officer Telephone No.
Facsimile No.		

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/075635

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2013-524004 A (Magnesium Electron Ltd.), 17 June 2013 (17.06.2013), & US 2013/0195714 A & GB 201005031 D & GB 201005031 DC & EP 2550377 A & WO 2011/117628 A & CN 102892909 A	1-21

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/075635

Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

3. Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

The invention according to claim 1 is an invention relating to a method for producing an implant, said method comprising a specific "shaping step" and a specific "particle size-controlling step". The inventions according to claims 2 to 15 are inventions relating to a method for producing an implant wherein further technical regulations are added to the invention according to claim 1.

(Continued to extra sheet)

1. As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. As all searchable claims could be searched without effort justifying additional fees, this Authority did not invite payment of additional fees.
3. As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest

- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, the payment of a protest fee.
- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
- No protest accompanied the payment of additional search fees.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/075635

Continuation of Box No.III of continuation of first sheet(2)

However, the invention according to claim 16 is an invention relating to an implant wherein "the axis (c) of metal crystals is oriented along the main loading direction". Thus, it cannot be considered that there are the same or corresponding special technical features among the inventions respectively according to claims 1 to 15.

Further, the above-said opinion may be also applied to claims 17-21.

国際調査報告		国際出願番号 PCT/J P 2 0 1 3 / 0 7 5 6 3 5									
A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. C22F1/06(2006.01)i, A61F2/28(2006.01)i, A61L27/00(2006.01)i, B21C23/00(2006.01)i, B21C23/08(2006.01)i, B21J5/00(2006.01)i, B21K1/76(2006.01)i, C23G1/12(2006.01)i, C22C23/06(2006.01)n, C22F1/00(2006.01)n											
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. C22F1/00-3/02, C22C1/00-49/14, A61F2/28, A61L27/00, B21C23/00, B21C23/08, B21J5/00, B21K1/76, C23G1/12											
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2013年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2013年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2013年</td> </tr> </table>				日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2013年	日本国実用新案登録公報	1996-2013年	日本国登録実用新案公報	1994-2013年
日本国実用新案公報	1922-1996年										
日本国公開実用新案公報	1971-2013年										
日本国実用新案登録公報	1996-2013年										
日本国登録実用新案公報	1994-2013年										
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)											
C. 関連すると認められる文献											
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号									
X A	JP 2009-535504 A (バイオマグネシウム システムズ リミテッド) 2009.10.01, 特許請求の範囲、【0280】、実施例1、【0309】、【0311】 & US 2009/0081313 A1 & EP 2021522 A & WO 2007/125532 A2 & CA 2645737 A & KR 10-2008-0113280 A & CN 101484599 A & IL 194910 D & AU 2007245256 A & MX 2008013652 A & BRA PI0710355	1 2-21									
A	WO 2007/058276 A1 (独立行政法人物質・材料研究機構) 2007.05.24, & US 2009/0171452 A1 & EP 1959025 A1 & WO 2007/058276 A1	1-21									
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。		<input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。									
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願		の日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献									
国際調査を完了した日 20.11.2013		国際調査報告の発送日 03.12.2013									
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 河野 一夫 電話番号 03-3581-1101 内線 3435	4K 9833								

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP2013/075635

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2013-524004 A (マグネシウム エレクトロン リミテッド) 2013.06.17, & US 2013/0195714 A & GB 201005031 D & GB 201005031 D0 & EP 2550377 A & WO 2011/117628 A & CN 102892909 A	1-21

国際調査報告

国際出願番号 PCT/J P 2 0 1 3 / 0 7 5 6 3 5

第II欄 請求の範囲の一部の調査ができないときの意見 (第1ページの2の続き)

法第8条第3項 (PCT17条(2)(a))の規定により、この国際調査報告は次の理由により請求の範囲の一部について作成しなかった。

1. 請求項 _____ は、この国際調査機関が調査をすることを要しない対象に係るものである。つまり、
2. 請求項 _____ は、有意義な国際調査をすることができる程度まで所定の要件を満たしていない国際出願の部分に係るものである。つまり、
3. 請求項 _____ は、従属請求の範囲であってPCT規則6.4(a)の第2文及び第3文の規定に従って記載されていない。

第III欄 発明の単一性が欠如しているときの意見 (第1ページの3の続き)

次に述べるようにこの国際出願に二以上の発明があるところの国際調査機関は認めた。

請求項1に係る発明は特定の「成形工程」及び「粒子径調整工程」を含むインプラントの製造方法に係る発明であり、請求項2-15に係る発明は請求項1に係る発明に対して更なる技術的な規定を加えてなるインプラントの製造方法に係る発明である。

しかし、請求項16に係る発明は「主たる荷重方向に金属結晶のc軸が配向されている」インプラントに係る発明であり、請求項1-15のそれぞれに係る発明との間に同一の又は対応する特別な技術的特徴があるものとは認められない。

また、請求項17-21についても同様である。

1. 出願人が必要な追加調査手数料をすべて期間内に納付したので、この国際調査報告は、すべての調査可能な請求項について作成した。
2. 追加調査手数料を要求するまでもなく、すべての調査可能な請求項について調査することができたので、追加調査手数料の納付を求めなかった。
3. 出願人が必要な追加調査手数料を一部のみしか期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、手数料の納付のあった次の請求項のみについて作成した。
4. 出願人が必要な追加調査手数料を期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、請求の範囲の最初に記載されている発明に係る次の請求項について作成した。

追加調査手数料の異議の申立てに関する注意

- 追加調査手数料及び、該当する場合には、異議申立手数料の納付と共に、出願人から異議申立てがあった。
- 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがあったが、異議申立手数料が納付命令書に示した期間内に支払われなかった。
- 追加調査手数料の納付はあったが、異議申立てはなかった。

様式PCT/ISA/210 (第1ページの続葉(2)) (2009年7月)

フロントページの続き

(51)Int.Cl.	F I	テーマコード(参考)
C 2 2 F 1/00 (2006.01)	C 2 2 F 1/00	6 1 2
	C 2 2 F 1/00	6 9 4 Z
	C 2 2 F 1/00	6 9 1 B
	C 2 2 F 1/00	6 9 4 A
	C 2 2 F 1/00	6 9 4 B
	C 2 2 F 1/00	6 0 2
	C 2 2 F 1/00	6 3 0 A
	C 2 2 F 1/00	6 9 1 C
	C 2 2 F 1/00	6 3 0 C
	C 2 2 F 1/00	6 0 5
	C 2 2 F 1/00	6 4 0 A
	C 2 2 F 1/00	6 7 5
	C 2 2 F 1/00	6 8 3
	C 2 2 F 1/00	6 0 6

(72)発明者 坂本 宜瑞
東京都渋谷区幡ヶ谷2丁目4番2号 オリパス株式会社内

(72)発明者 山中 茂
大阪府大東市野崎4-7-12 株式会社丸エム製作所内

(72)発明者 日比 玄機
大阪府大東市野崎4-7-12 株式会社丸エム製作所内

(72)発明者 茶谷 政広
大阪府大東市野崎4-7-12 株式会社丸エム製作所内

Fターム(参考) 4C081 AB04 AB06 BA16 CF24 CG08 DA16 EA02 EA03 EA04 EA12
4C097 AA01 BB01 DD09 MM02 MM05 SC10
4E029 AA05 SA01 SA04
4E087 BA03

(注)この公表は、国際事務局(WIPO)により国際公開された公報を基に作成したものである。なおこの公表に係る日本語特許出願(日本語実用新案登録出願)の国際公開の効果は、特許法第184条の10第1項(実用新案法第48条の13第2項)により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。