

# シュリンクフィッタ技術を用いた広領域レーザー粉末焼結装置の開発

新潟大学 工学部 機械システム工学科

教授 新田 勇

(平成 22 年度一般研究開発助成 AF-2010201)

キーワード：シュリンクフィッタ，骨梁構造，選択的レーザー粉末焼結

## 1. 研究の目的と背景

筆者は、シュリンクフィッタ技術を開発して、広い領域にわたり微細レーザー光を高精度に走査する技術開発を行っている。本研究では、シュリンクフィッタ技術を選択的レーザー粉末焼結装置に適用し、従来にない微細 3 次元構造物を作製することを目的とした。

ラピッドプロトタイプングの一種である、選択的レーザー粉末焼結法においては、金属粉末を用いて任意形状の 3 次元造形物を作製できるが、現状では金属粉末を完全に溶かして隙間のない造形物を製作することに力点が置かれている。しかし、生体骨の代わりに使用されるようなインプラント材では、骨梁構造を模したものが、隙間に骨芽細胞が入り込めることや、金属のヤング率を骨のものに近づける意味でも有利である。そこで、現状の選択的レーザー粉末焼結で用いられるレーザースポット径に比べて一桁小さい直径  $30\mu\text{m}$  を用いて、微細な積層 3 次元構造物を作製できる装置を試作した<sup>1-3)</sup>。

すなわち、3 次元積層造形物の強度と寸法精度を同時に満足するテーラーメイドインプラントの作製を目指し、これまでに開発してきた広範囲レーザー微細加工装置を用いて、チタン製インプラントの積層造形を行うことを目的とした。

その基礎的な段階として、まずは積層せずに、純チタン粉末をレーザーで単層焼結する際の適切なレーザー照射条件について検討した。次に、実際に積層造形を行い、造形した物の寸法精度や、内部の空隙率について検証した。さらに、微細な内部構造を持たせた 3 次元構造体の作製を行った。

## 2. 実験方法

### 2・1 広範囲レーザー微細加工装置とレーザー発振器

図 1 に使用した実験装置の外観を示す。レーザー発振器より射出されたレーザーは、2 枚の固定ミラーによって光路を変更され、ビームエキスパンダによって拡大・平行光とされる。その後ガルバノミラーによって XY 方向の任意の位置に走査され、f0 レンズによって結像面に微細に集光される。f0 レンズの下にある自動ステージは、積層造形用ピストンの昇降や、ビームスポット径の測定、加工精度の評価の際に用いる。

本装置では、波長  $1064\text{nm}$  の Nd:YVO<sub>4</sub> レーザ (ミヤチテクノス社製, ML-7110B よりスキャナミラーおよび f0 レンズを取り外している) を使用している。主な仕様を表 1 に示す。Nd:YVO<sub>4</sub>

表 1 レーザ発振器の仕様

波 長	1064nm
励起方法	LD 励起方式
最大出力	10W
発振形態	CW (連続発振) Q スイッチ発振
繰り返し周波数	0.1~99.9kHz
M <sup>2</sup> 値	< 1.5

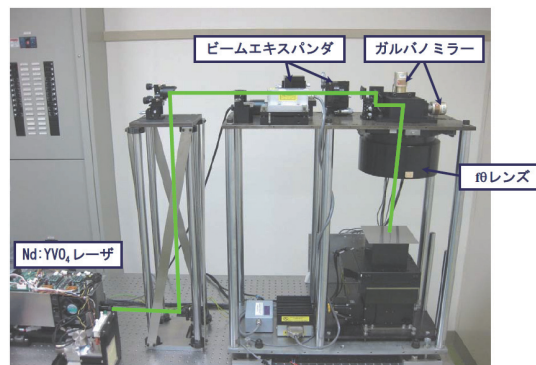


図 1 広範囲レーザー微細加工装置の外観

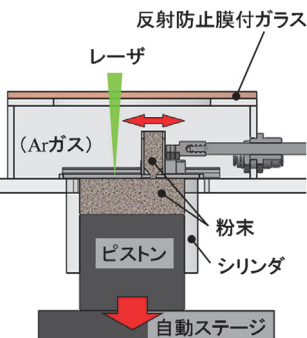
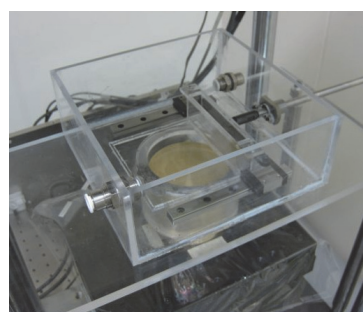


図 2 粉末積層機構の概要

レーザは発振器本体とコントローラ, および設定用 PC で構成される. 設定用 PC からは, 電流値や繰返し周波数, シャッタの開時間等を設定し, レーザ加工装置の制御用 PC からデジタル入出力ボードにより照射・停止制御を行っている.

## 2・2 粉末積層機構

粉末積層機構の外観を図2に示す. 照射されたレーザは, 表面に反射防止膜をコーティングした光学ガラスを透過し, 粉末の表面に照射される. レーザが照射された箇所のみ選択的に粉末の焼結・固化が進む. 一層分のレーザ照射完了後, 粉末を積層させる厚さ分だけ自動 Z 軸ステージを下降させる. そして, リコータを動かすことにより再び粉末を積層する. チタン粉末の酸化・燃焼を抑えるために, 容器内全体をアルゴンガスで満たした. アルゴンガスは高压容器から圧力弁を用いて減圧し, 流量計を用いて流量を制御した. 雰囲気中の酸素濃度は酸素濃度計(ジコー社製, JK0-02-LJD II)で常時観測しており, 酸素濃度の測定値が測定可能最小値である 0.00 % に達してから実験を行った.

## 2・3 fθレンズのディストーション補正機構

2枚のガルバノミラーでXY方向にレーザ光を走査する場合, 結像面で樽型や糸巻き型の収差を生じ, レーザスポットの高精度な位置決め障害になる. そこで, ディストーションを補正することにした. ディストーション測定装置を図3に示す. この機構は自動XY軸ステージ(Feinmess社製)に50倍の対物レンズ(Nikon社製)を取り付けたCCDカメラから成る. 紙面の都合でディストーションの補正方法は割愛する. XYステージの位置決め精度は1 μm, 繰返し精度は0.3 μmである.

ディストーションの補正結果が本研究のレーザ焼結装置に求められる位置決め精度を満足しているかを調査するために, 加工試験を行った. 加工試験方法は補正時と同様, レーザの供給電流値 30 A, 繰返し周波数 99.9 kHz, シャッタの開時間 20 ns に設定し, 試験片には 150 mm×150 mm, 厚さ 1 mm の SUS304 の薄板を用いた. 加工後, 補正時と同様の方法で, XYステージ上に取り付けたCCDカメラにより各加工痕の位置座標を測定した. なお, 加工と測定はそれぞれ4回ずつ行い, 繰返し精度についても検討した.

加工痕測定結果を図4に示す. それぞれ加工・測定を4回ずつ行った結果を1つのグラフに重ねてプロットしている. なお, 目標値からのずれ量を100倍に拡大して表示している. ディストーションによる樽型の形状は見られず, 補正の効果が反映されていることがわかる. 繰返し誤差は  $3\sigma_x=6.9\mu\text{m}$ ,  $3\sigma_y=5.6\mu\text{m}$  となり, 位置の再現性が良いことが分かった. 最大誤差は X 軸方向 19.0 μm, Y 軸方向 13.8 μm となり, 繰返し誤差に比べ大きい, レーザのビームスポット径である 30 μm よりも小さく, 比較的良好な結果であるといえる.

## 3. レーザ照射条件が焼結性に及ぼす影響

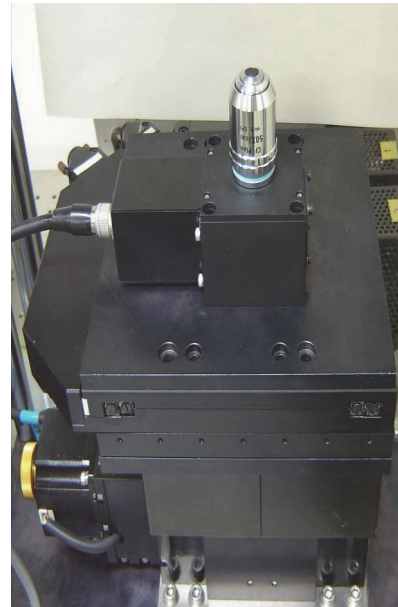


図3 ディストーション測定装置

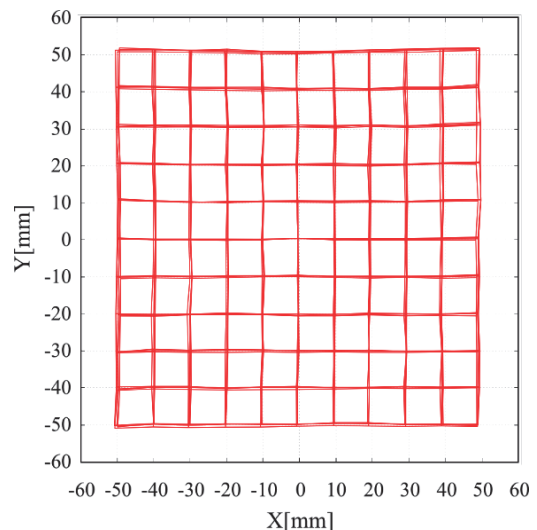


図4 ディストーション補正結果

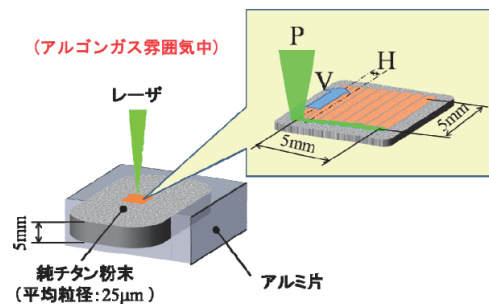


図5 最適エネルギー密度を求める実験

積層造形を行う前に、まずレーザー焼結に適切なレーザー照射条件を選定する必要がある。焼結性に影響を及ぼす実験条件には以下のものが考えられる。

- ・レーザーパワー : P [W]
- ・走査速度 : V [mm/sec]
- ・レーザーのハッチング間隔 : H [mm]
- ・繰り返し周波数 : Q [Hz]
- ・粉末の積層ピッチ : d [mm]

これらの実験条件をすべて最適化させるには、多大な時間と手間を要する。そこで、レーザーパワー、走査速度、レーザーのハッチング間隔を、走査におけるエネルギー密度 E (式 1) という 1 つの変数で定義した。よって本実験では、レーザーのエネルギー密度を変化させた時の単層焼結物の焼結状態を観察することとした。式(1)は以下の通りである。

$$E = \frac{P}{V \cdot H} \quad [J/mm^2] \quad \dots (1)$$

ただし、P は平均レーザーパワー、V は走査速度、H はハッチング間隔であり、E は「レーザー照射領域における単位面積あたりのエネルギー注入量」である。

なお、繰り返し周波数についてはすべて連続発振(CW)とした。これは、CWではなく Q スイッチパルスを用いたレーザー焼結についての予備実験を行った際、条件によっては急激なエネルギー注入により粉末が飛散してしまう現象が見られ、満身に焼結できなかったためである。

実験の概略を図 5 に示す。焼結させる金属粉末には平均粒径 25 μm の純チタン粉末(高純度化学社製)を用いた。また、レーザー照射領域を 5×5 mm<sup>2</sup> の正方形とし、チタン粉末の酸化燃焼を抑えるために焼結雰囲気アルゴンガスとした。チタン粉末を深さ 5 mm のアルミ容器に入れ、スライドガラスを用いてチタン粉末の表面を平らにした。そしてレーザーの焦点がチタン粉末の表面の位置になるように設定し、レーザー焼結を行った。エネルギー密度は、平均レーザーパワー、走査速度、ハッチング間隔を操作することにより、0.16~60 J/mm<sup>2</sup> の間で 25 通りに変化させた。表 2 に実験で用いたレーザー照射条件を示す。エネルギー密度低領域ではレーザーパワーを、それよりも高い領域では走査速度を、さらに高い領域ではハッチング間隔を操作することによりエネルギー密度を変化させた。焼結が完了した後、顕微鏡を用いて焼結物の表面性状を観察した。その後、焼結物のみを慎重に取り出し、ポリウレタン樹脂を用いて焼結物を固め、それを切断し、顕微鏡で焼結物の断面を観察した。

図 6 にレーザー焼結物の表面観察画像および断面観察画像を示す。焼結物の表面性状は、エネルギー密度が高い順から (a) 溝、(b) 網目、(c) 球(粒径大)、(d) 球(粒径小)と変化することが確認された。

また、断面観察画像から焼結物の厚さを求めた。なお、厚さは断面画像の 10 か所の位置で測定した値の平均値をとっている。これとエネルギー密度との関係を図 7 に示す。レ

表 2 レーザ照射条件

番号	エネルギー密度 E [J/mm <sup>2</sup> ]	レーザーパワー P [W]	走査速度 V [mm/sec]	ハッチング間隔 H [mm]	
1	60	4.2	7	0.010	
2	45			0.015	
3	30			0.020	
4	24			0.025	
5	21				8
6	19				9
7	17				10
8	13		12		
9	11		15		
10	8.4		20		
11	6.7		25		
12	5.6		30		
13	4.2		40		
14	3.4		50		
15	2.8		60		
16	2.1		80		
17	1.7		100		
18	1.1		150		
19	0.8		200		
20	0.7	3.5			
21	0.5	2.5			
22	0.4	2.0			
23	0.3	1.5			
24	0.2	1.0			
25	0.16	0.82			

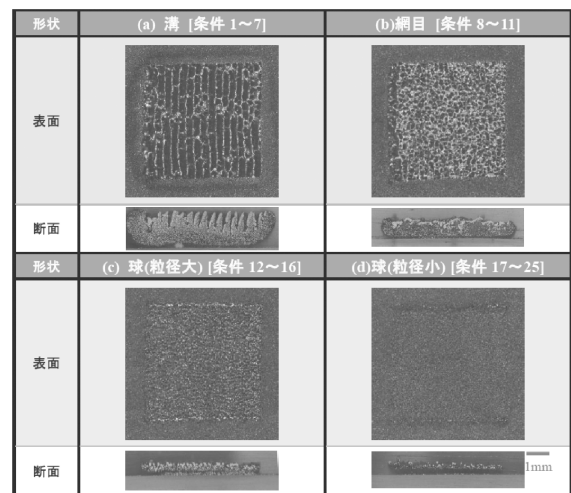


図 6 単層の焼結結果

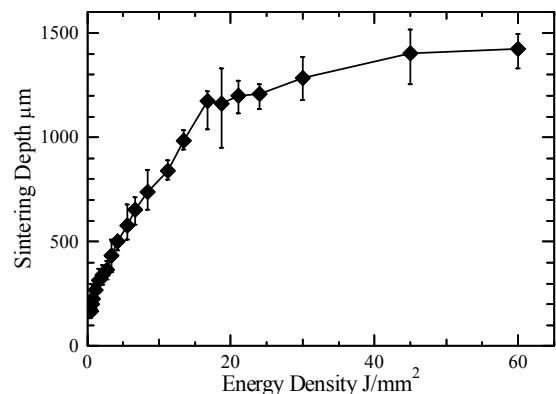


図 7 単層焼結のエネルギー密度と焼結深さ

ザ照射による熱影響の深さはエネルギー密度が大きい程深くなるが、一定の値で漸近する傾向があることが確認された。

なお、図6(c)や(d)の表面観察画像に表れているが、レーザー照射範囲の上辺・下辺において他の場所とは焼結の程度が異なっているのが認められた。これはレーザー走査の始点および終点の位置であるが、ガルバノミラーが加減速をするために最適な走査速度が得られないことが原因であると思われる。今後はこれについて検討し改善していく必要がある。

#### 4. 積層造形物の空隙率の測定

インプラントの内部に空隙が存在すると、体液がインプラント内部にまで循環し、骨誘導が促進される。そのため、生体骨とインプラントとが短時間で強固に結合する。松下らの報告<sup>4)</sup>によれば、骨との結合性はチタンの空隙率50%~70%が望ましいという結果が動物実験から得られている。このように、インプラントの短期間治療を行うためには、インプラント内部の空隙率の制御が非常に重要である。そこで、前述の実験で比較的良好な単層焼結物が得られた、表面性状が(b)~(d)となったときのレーザーのエネルギー密度となる条件で、実際に積層造形を行い、得られた造形物の空隙率を測定した。また、造形物の空隙率に対する粉末の積層ピッチの影響についても調査した。

図8に各条件で作製した代表的な積層造形物の外観および断面観察画像を示す。全18条件中、エネルギー密度が大きい5条件では、反り変形により純チタン板から焼結物が剥離してしまい、積層造形ができなかった。写真で見ても、条件によって空隙率が変化していることが確認できる。また、図9にエネルギー密度と造形物の空隙率との関係を示す。1つの断面について5か所を顕微鏡で観察し、それらの二値化画像から得られた空隙率を平均したものをとっている。エネルギー密度が大きい程、また、粉末積層ピッチが薄い程、空隙率は減少することがわかった。エネルギー密度および積層ピッチを変化させることにより、空隙率は約0.32~0.80の範囲で変化することが確認できた。

#### 5. 積層造形物の形状寸法の測定

前節で記した粉末焼結の実験より、開発してきた広範囲レーザー微細加工装置を用いて、純チタンの多孔質材を積層造形法により得ることができることを確認した。

本装置はガルバノミラーとシュリンクフィッタ付テレセントリック fθレンズによるスキャニング光学系により、100mm×100mmの加工範囲に対して位置決め精度±10μm程度でレーザーを照射することができる装置である。これまでにSUS304の板に対し加工を行い、加工範囲の全体において高い位置決め精度が保たれているとともに、加工痕の形状および深さも比較的均一であることを確認している。このことから、加工範囲中のどの位置でも同じエネルギー量のレーザーを照射することができていると思われる。したがって、加工範囲全体で積層造形をすれば、同じ形状の立体物が得られ、その寸法は加工範囲における中央部でも隅の部分でも高い精度を保てるものと考えられる。そこで、加工範囲全体で同形状の立

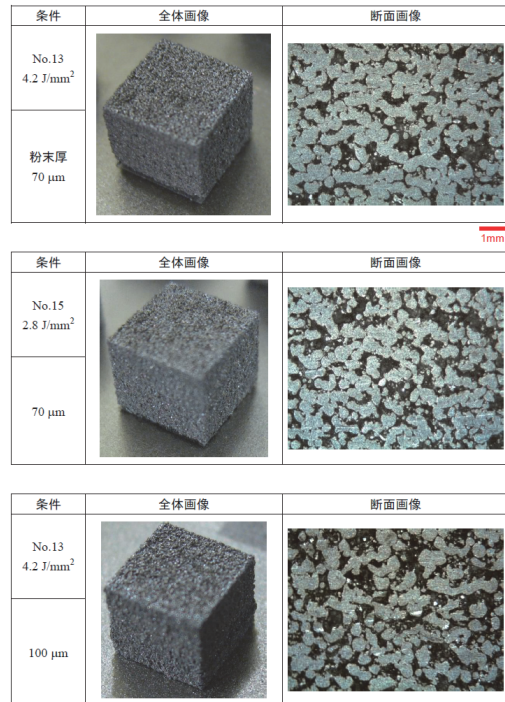


図8 気孔率に及ぼす焼結条件の影響

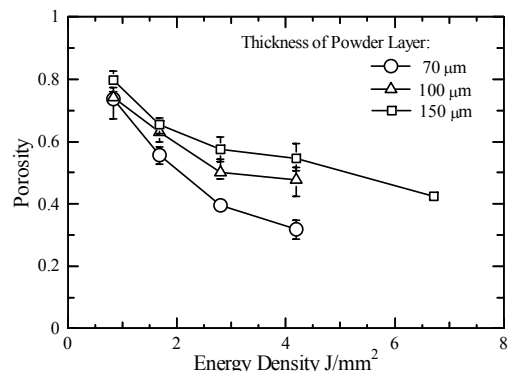


図9 気孔率と焼結のエネルギー密度

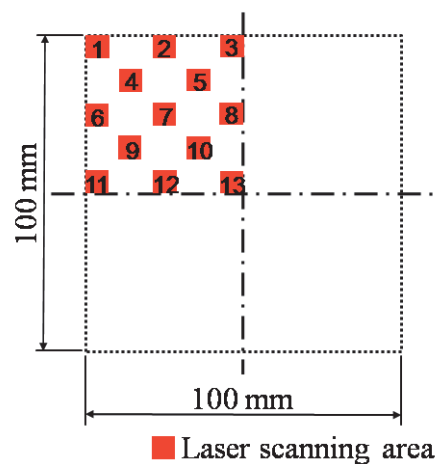


図10 広い領域での積層造形物の形状精度

体物を積層造形法によって作製し、その寸法を測定することによって寸法精度を検証した。

加工範囲全体で同様の立体物の作製が可能であるかどうか検証するために、造形する範囲を加工範囲の第2象限に当たる50 mm×50 mmの範囲に設定し、その中で図10に示す13か所に一辺5 mmの立方体を造形した。このとき、13個すべての造形物において、レーザのエネルギー密度を4.2 J/mm<sup>2</sup>、粉末の積層ピッチを100 μとした。それ以外の実験条件は3.2と同様である。

造形物の寸法測定には3次元測定器を用いた。それぞれの造形物に対し、3次元測定器のX・Y・Z軸方向の寸法を図11のように測定した。なお、各測定値については、測定箇所を変えて9回測定して得られた数値の平均および誤差の範囲で評価した。

造形物の外観を図12に、各位置における積層造形物の寸法測定結果を図13に示す。目標寸法値に対して、測定値はX・Y方向に約240 μ大きく、Z方向に約30 μ小さくなっており、寸法変化が大きいといえる。しかし、造形した位置にかかわらず寸法の変化量には同様の傾向があることが確認できた。

X, Y, Zの各方向において、13個の造形物でそれぞれ9回ずつ測定しているため、一方向あたり117個の測定値を得ている。その117個のデータの中で、最大測定値と最小測定値との差を取ると、X方向で80.8 μm、Y方向で99.1 μm、Z方向で87.1 μmの誤差が生じていることがわかった。これは、加工装置の位置決め精度である±10 μmに比べて大きい数値である。各位置での測定値同士で平均をとり、その値のみを比較した場合では、X方向で12.6 μm、Y方向で17.1 μm、Z方向で17.9 μmの値域に収まっていることが確認された。

### 6. 3次元微細構造物の積層造形

骨梁構造を模した単純な形状として、図14に示すような立体メッシュ状の構造体を積層造形モデルとした。支柱の幅を250 μm、空孔の幅を250 μmとし、支柱を500 μm間隔で3次的に配置した構造である。

図15に積層造形により得られた3次元微細構造物の外観を示す。全体的に見ると、レーザ照射部のみチタンの支柱が形成され、未照射部には空孔ができていることから、選択的なレーザ照射によって微細なメッシュ構造が造形できているものと思われる。しかし、部分的にはチタンの支柱が欠けたり崩れたりしてしまっている箇所が見られた。

図16は、造形物の上面および側面の観察画像である。上面観察画像では、空孔の形状が比較的均一であり、チタンの表面には金属光沢が見られることから結合の状態も比較的良好であると思われる。しかし、側面観察画像においては、チタンの欠けや割れが多い上に、金属光沢が見られない。また、空孔の形状は全体的に高さ方向に潰れており、支柱の太さがばらつきがあることが確認された。以上のように、結像面に

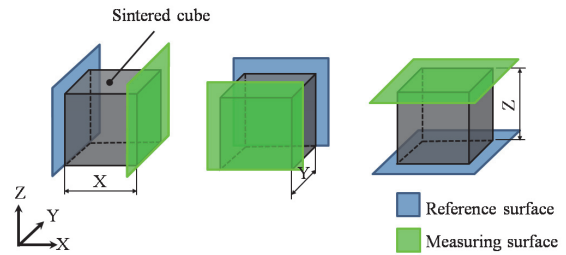


図11 積層造形物の寸法の測定方法

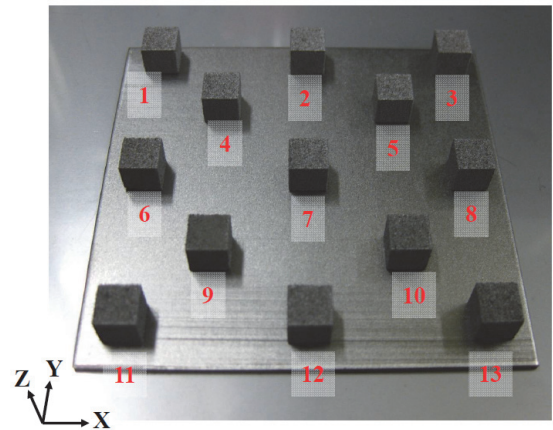


図12 広い領域にわたる積層造形物の作製状況

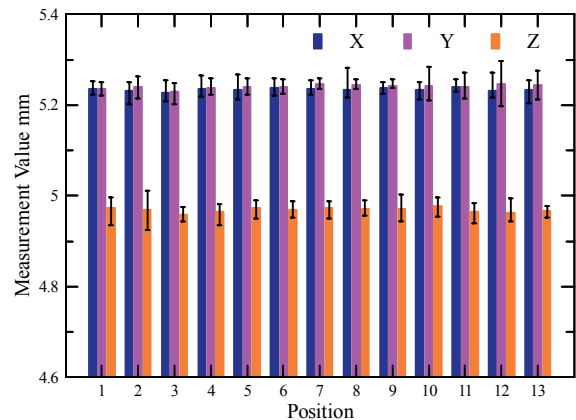


図13 積層造形物の寸法精度

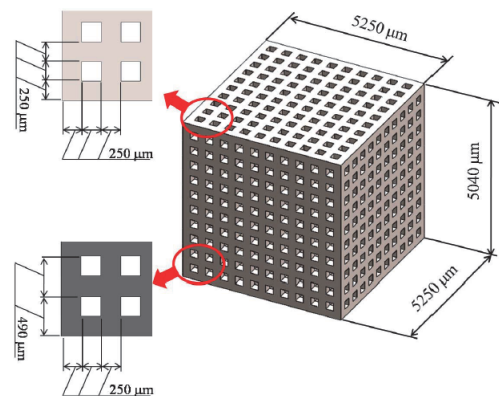


図14 骨梁構造を模した積層造形モデル

平行な向きでは焼結の品質は比較的良好だが、焼結の深さ方向ではあまり良くないことを確認した。

さらに、生体骨の代替を目指して、図 17 に示すより骨梁構造に近い造形にも挑戦した。

### 7. 3次元微細構造物の強度について

今回の焼結実験では、主に3次元積層造形物の形状精度を重視し、レーザーパワーを必要以上に上げなかったために、造形物の強度はそれほど高くはなかった。レーザーパワーを上げれば粉末の焼結が進み、結果的に造形物の強度は上昇するが形状精度は低下する。そこで、造形後に再度真空中で高周波加熱を行うことで造形物の強度向上を図った。加熱条件は、真空度  $3.4 \times 10^{-2}$  Pa で  $1200^{\circ}\text{C}$  1時間か  $1500^{\circ}\text{C}$  1時間とした。オートグラフによる圧縮試験の結果、得られた強度を表 3 にまとめた。造形物の圧縮強度は、83.0 MPa まで向上した。

### 8. まとめ

本研究では、これまでに開発してきた広範囲レーザー微細加工装置を用いて、微細な内部構造を有するチタン製テーラードインプラントの積層造形を行うことを目的とした。その基礎的な段階として、まずは積層せずに、純チタン粉末をレーザーで単層焼結する際の適切なレーザー照射条件について検討した。次に、実際に積層造形を行い、造形した物の寸法精度や、内部の空隙率について検証した。さらに、焼結ではなく選択的レーザー照射によって微細な内部構造を持たせた3次元構造体の作製を行った。その結果以下の結論を得た。

- (1) 立方体の積層造形を行い、造形物の空隙率を算出した結果、レーザーのエネルギー密度と粉末の積層ピッチを変化させることによって、造形物の空隙率が 0.32~0.80 間で変化することを確認した。
- (2) 加工範囲の第 2 象限全体で立方体の積層造形を行い、造形物の寸法を測定した結果、造形する位置にかかわらずほぼ同様の測定結果となり、加工範囲の中央でも隅でも同様の形状で造形できていることを確認した。
- (3) 3次元積層焼結後に、真空中で加熱することにより、造形物の強度を改善することができた。

### 参考文献

1. 野中敏, 新田勇, 菅野明宏, 西村方壺, 芳賀亮介, 土田恵一, シュリンクフィッタを用いた高精度光学系によるレーザー微細加工装置の開発, 精密工学会誌, 72 巻 3 号 (2006) pp. 403-407.
2. 新田勇, 芳賀亮介, 菅野明宏, シュリンクフィッタ技術を用いた広領域レーザー微細加工装置の開発, 日本機械学会論文集(C) 73 巻 734 号, (2007) pp. 2841-2847.
3. 菅野明宏, 新田勇, 小俣公夫, 井口敏, シュリンクフィッタを用いたマルチポリゴン方式レーザー走査装置の開発, 精密工学会誌, 74 巻 3 号, (2008) , pp. 258-263.
4. 松下, 小久保, Pattanayak, 山口, 竹本, 藤林, 中村, 土井, 北垣:「チタン多孔体を用いた脊椎固定術用椎間スペースーの開発」, 中部大学生命健康科学研究紀要, Vol. 5, (2009. 3)

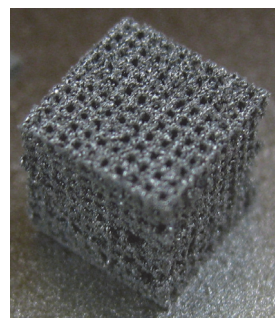


図 15 骨梁構造を模した積層造形モデルの作製例

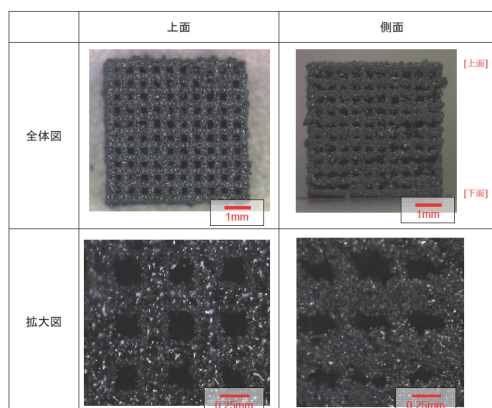


図 16 骨梁構造を模した造形物の外観

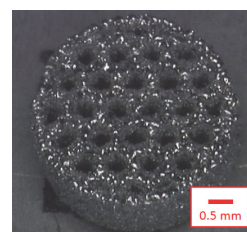


図 17 単層焼結のエネルギー密度と焼結深さ

表 3 真空加熱後の圧縮強度

真空加熱条件	破壊時における最大応力
無	3.6MPa
$1200^{\circ}\text{C}$ , 1h	40.4MPa
$1200^{\circ}\text{C}$ , 3h	83.0MPa
$1500^{\circ}\text{C}$ , 1h	42.6MPa