

I. Nitta

研究の目的と背景

加工と言えば切削や研削などの除去加工が一般的であ る.これに対して、3Dプリンタに見られるように CAD データに基づき粉末材料を薄く積層することで、最終的に 直接製品を製造する付加加工(AM: Additive Manufacturing) が盛んに行われるようになってきた¹⁻⁵⁾.出発原料は金属 粉末であっても、高出力レーザ(200W~400W)を使うこと でほぼ 100%密度の部品も製作可能となっている.この技 術は Selective Laser Melting、SLM と呼ばれ、航空宇宙 や自動車およびバイオ関係で利用されている.特に、バイ オインプラント製造では、患者固有の寸法に合わせて製造 できることが期待されている.

さて、我が国では高齢者人口の比率は 2055 年までに 40.5%に達すると予測され⁶, 骨粗鬆症をはじめとする骨 関節疾患の患者数も急激に増加している.この治療には、 人工物のインプラントが多く用いられる.求められる機能 としては、(a)患部の複雑な三次元形状に対応できること、 (b)骨との早期固定性が高いこと、(c)骨と機械的性質(ヤ ング率など)が近いこと、の3点が挙げられる.ここで、 早期固定性向上のために、インプラント内部に微細構造を 持ち、骨誘導を促すことが望まれる⁷. AM は課題(a)には 十分対応可能である.また、課題(b)と(c)に対応するため に、ストラット構造で内部に多数の小さな空洞(0.5mm~ 1mm 程度)を設けた構造にすることが精力的に研究され ている⁸.しかし、空洞を 0.5mm以下にすることは難し く、高くても 7GPa 程度のヤング率にとどまっているよう である.

上記以外に金属の高いヤング率を低下させる方法とし て、焼結時に密度 100%の緻密体とならないように、低出 カレーザを用いて焼結体充填率を下げる方法も考えられ る.しかし、このような方向の研究例は現在のところあま りないようである.金属粉末を完全に溶融させる SLM に 対して、この方法は Selective Laser Sintering, SLS と呼 ばれる.腰椎では上半身の体重を支えなければならないが、 頸椎ではそれほど過大な荷重が作用しない.このようなと ころであれば、焼結体の充填率が低いインプラントでも適 用可能と考えている.充填率が低いインプラント材に SLS の適用が可能となれば、使用するレーザ発振器の価格も安



図1 試作した頸椎の椎間板インプラント



3次元レーザ積層造形による

バイオインプラント材の作製技術

甬 *

新田

試験片名	レーザ強度	走査速度	走査ピッチ	積層厚さ	エネルギー密度	加工ユニット
	P[W]	<i>v</i> [mm/s]	<i>s</i> [µm]	<i>t</i> [µm]	$E[J/mm^3]$	温度 T[K]
Α	6.8	50	35	50	77.7	-
В	6.8	50	70	50	38.9	-
С	6.8	50	105	50	25.9	-
D	6.8	100	35	50	38.9	-
Е	6.8	150	35	50	25.9	-
F	6.8	50	35	100	38.9	-
G	6.8	50	35	150	25.9	-
Н	11.5	50	30	50	153	473
Ι	21.9	50	35	50	250	473
J	30.1	$\overline{50}$	$\overline{35}$	$\overline{50}$	344	473

表1 レーザ積層造形条件とエネルギー密度

くすみ,この分野における AM の利用拡大はより一層進 むであろう.

筆者らが SLS により試作した頸椎の椎間板インプラン トを図1に示す.後加工無しでも,設計通りの寸法と形状 に仕上がっている.微細なマイクロポーラス構造を有する ために早期固定性も期待できる.しかし,強度的にはまだ 改善の余地がある.現在この椎間板インプラントはプラス チックや金属で作製されているが,プラスチックでは強度 的に弱い場合があり,また金属では応力遮蔽の問題が生じ る恐れもあるので,両者の中間の機械的性質を持つ,より 良いものが求められている.

チタンのヤング率は 100 GPa 以上であるが,骨のそれ は 0.5~30 GPa である.そこで,チタン製インプラントを 低出力レーザによる多孔質体にすることによって造形物 の等価ヤング率を骨のヤング率まで下げることが当面の 目標である.

本研究ではインプラントの機械的性質を改善するため に、50W レーザ照射装置を用いて最適なレーザ照射条件 について検討を行った.

2. 実験方法

2.1 試作した積層造形装置と積層条件

本研究で使用した積層造形装置の概略を図2に,積層条件を表1に示す.小スポット径レーザ照射装置には、ミヤ



図4 焼結試験片の圧縮試験と等価ヤング率の定義

チテクノス社製の YAG レーザマーカ ML-7064A を使用 した.レーザ出力は最大で 50W で、レーザスポット径は 90µm である.この装置はレーザ制御ユニットとレーザ走 査ヘッドユニットで構成されており、ダイオードレーザ (LD)を励起光源とした、スキャニング方式のレーザマー キング装置である.実験においてレーザは連続発振とした.

積層用の金属粉末として最大粒径 38µm の工業用純チ タン粉末を使用した(図 3). レーザ照射によるチタン粉 末の急激な酸化・燃焼を防ぐために,加工スペース内の酸 素濃度を 0.1vol%未満のアルゴン雰囲気とした.



積層造形を行う上で加工条件を定量的に評価するため にエネルギー密度という指標を用いた⁹⁰. エネルギー密度 *E* は単位体積あたりに与えられる全エネルギー量であり (1) 式によって定義される.

$$E = \frac{P}{vst} \quad [J / mm^3] \quad \cdot \cdot \cdot (1)$$

ここで, *P* はレーザ出力[W], *v* は走査速度[mm/s], *s* は 走査間隔[µm], *t* は積層厚さ[µm]である.

積層造形では高いエネルギー密度を用いた場合に, レー ザ照射時の熱膨張とその後の急激な熱収縮により焼結物 が反り返る問題が発生する.筆者らのこれまでの研究では レーザの走査方向を交互に変え,また積層ごとにその方向 を直交方向に変えるなど、均一な加熱とし、反りの発生を 抑制してきた.しかし、このような方法では限界があり、 エネルギー密度 25.9J/mm³を超える照射条件ではそりが 発生したため積層造形を行うことはできなかった.そこで, エネルギー密度 25.9J/mm³を超える加工条件では積層厚 さが 300µm になるまで、一片が 3mm 矩形のサポート部 を試験片4隅に設けることで,試験片最下層と土台との結 合力を高め、反りの発生を抑制した. ところが、サポート の結合力にも限界があり、エネルギー密度が 77.7J/mm³ を超える加工条件ではサポート部が剥がれ, 焼結物を製作 できなかった. そこで、今回の実験ではエネルギー密度 153.3J/mm³の加工条件で行った実験に関しては、新たに 積層造形機構を製作し,加工ユニット底面に内蔵したヒー タを用いて試験片が接する底面を 473K に加熱した.

以上のレーザ照射条件を表1にまとめて示す.以下に示 す実験結果は,同一条件下で行った6つの試験片の平均値 である.

2.2 ヤング率の測定

等価ヤング率は万能材料試験機(島津製作所社製, Auto-Graph AG-25TD)による圧縮試験によって求めた. 図4には、公称応力-公称ひずみ線図の例を示す.圧縮試 験では、まず1kNまで圧縮した後、0.1kNまで除荷した. 次に2kNまで圧縮した後、0.1kNまで除荷した.この工 程を10kNになるまで繰り返し.ヤング率は除荷開始後の 10%のデータを用い、近似直線を作成し、その近似直線の 傾きから算出した.

3. 実験結果

図3に示すように造形物は1辺5mmの立方体である. レーザ出力の上昇に伴いレーザスポット径が若干大きく なるので、その場合造形精度は悪化すると考えられる.今 回は、6.8、11.5、21.9および30.1Wのレーザ出力で焼結 実験を行った.寸法誤差は造形物の幅を測定することで調 べた(図5).図中のプロット点は4つの造形物を測定し た平均値である.図より、レーザ出力の増加に伴い若干造 形精度が悪化しているが、寸法誤差は0.45 mm以内に収 まっていた.インプラントの許容寸法精度は0.5mmとも いわれている¹⁰⁰ので、焼結後の後加工なしで製品化でき



図9 圧縮荷重10kN時の等価ヤング率と充填率の関係

ると思われる. なお,この図で H⁻, H+の標記は,Hのエ ネルギー密度を若干増減させたものである.I-についても 同様である.

図6にエネルギー密度と充填率との関係を示す.エネル ギー密度の増加に伴い充填率は増加している.最も高い充 填率は造形物Jの75.6%であり,逆に最も低いのは造形 物Gの48.9%である.造形物Aのエネルギー密度を基準 とすると,それより大きなエネルギー密度H,I,Jの場合 は,エネルギー密度と充填率の関係は線形である.また, 造形物Aより低いエネルギー密度の領域では,同一のエ ネルギー密度であっても,積層厚さが充填率に与える影響 が最も強く,次いで走査速度,走査ピッチの順である.

図7に等価ヤング率と圧縮試験荷重の関係を示す. 圧縮 荷重の増加に伴い,等価ヤング率が上昇している.これは 造形物内の空隙がつぶれクラスタ同士が接触を開始する ことが原因と考えられる. 造形物 I に 10kN を加えたとき に,最大 101GPa の等価ヤング率が得られた. 造形物 I, J は圧縮試験初期から等価ヤング率が大きく上昇してい る.エネルギー密度 25.9~77.7 J/mm³の造形物の多くは 圧縮荷重 7kN 以降に等価ヤング率が増加し,約 50 GPa に達している.これに対して,中間のエネルギー密度 102 ~196 J/mm³の造形物 H-, H, H+は,圧縮荷重 7 kN 以降 も等価ヤング率の増加は見られず,約 18 GPa にとどまっ ている.

エネルギー密度が高い造形物でも, 圧縮荷重を加える前 の等価ヤング率は 10GPa を下回る低い値を示した.この 理由の一つには, 造形したままの試験片を使っているので, 圧縮試験のジグと接触する造形物の表面粗さが影響を及 ぼしていることが考えられる.造形物表面の上下面を機械 加工して平面出しを行ってから圧縮試験を行えば, 低圧縮 荷重域でエネルギー密度が高い造形物のヤング率が高く 出る可能性はある.

図 8 に最大ひずみと圧縮荷重の関係を示す. 圧縮荷重 10 kN の時の最大ひずみは造形物 G が最も大きく 0.63 で あり,造形物 I が最も小さく 0.11 である. 造形物 A より もエネルギー密度が小さい造形物の最大ひずみは大きく なり,それ以外のものは比較的最大ひずみが小さくなる傾 向にある.

図9に、充填率と10kN負荷時の等価ヤング率の関係 を示す.充填率と等価ヤング率の関係はやや複雑であるこ とが分かる.しかし、両者には比例関係が存在し、エネル ギー密度64~72J/mm³のときに、等価ヤング率が予想に 反して大きくならないと見ることもできる.

図10に,造形物の上面と垂直断面のSEM画像を示す. エネルギー密度(4つのパラメータ)ごとに焼結状態と内 部構造に違いが見られたので,パラメータごとに考察する.

図 10(a),(b)に基準造形物 A を示す. 平均粒径 25 µm の 粉末が 4~8 個程度合体して 100~200 µm の粒径のクラ スタになっていることが分かる.



- 91 -

図 10(c),(d)に走査ピッチを3倍にした造形物Cを示す. 走査ピッチが大きくなると,粒子径の小さいクラスタが増加し,クラスタ間のすきまも増加することが分かる. 走査 ピッチ 105 µm の造形物Cでは直接レーザ照射されない 部分が生じることから,粉末溶融があまり進行しないため にクラスタの粒子径が小さくなったと考えられる.

図 10(e),(f)は走査速度を3倍にした造形物 E である.造 形物 A の粒子径約 100~200 µm に対して,造形物 E の粒 子径は約 80 µm と小さなクラスタが多い. 走査速度が増 加し,粉末にレーザが照射される時間が短くなったことが 原因である.

図 10(g), (h)に示す積層厚さを3倍にした造形物Gは, クラスタの粒子径が大きく,積層方向に焼結が繋がってい る様子が確認できる.積層厚さを増加させたことで,一層 分の粉末量が増加する.そのため,積層深さ方向の溶融が 進み,多くの粉末が凝集されたことでクラスタの粒子径が 大きくなったと考えられる.その一方で,大きな空隙も現 れている.これは,粉末の供給量が決まっていることが原 因ではないかと考えている.

これまで比較した造形物 C, E, G は図 6 のエネルギー密 度が最も低い 25.9 J/mm³と同一の条件のものである. エ ネルギー密度は同一の値であるが,パラメータによって充 填率が異なることが分かる. したがって,式(1)は修正す る余地があると考えられる.

図 10(i),(j)のレーザ出力 30.1W の造形物 J では,約 200 ~300 µm に肥大したクラスタがレーザ走査方向に連続的 に連なっている.レーザ出力を増加させると積層深さ方向 とレーザ走査方向共に溶融範囲が拡大する.それにより, クラスタ同士の焼結融合が活発になることで連続的な焼 結が進み,緻密な構造となっている.

4. 圧縮荷重と等価ヤング率の関係

袴田らはポーラス金属の研究を行い, 圧縮強度や降伏応 力は相対密度(充填率)に依存するとしている¹¹⁾.しかし, 図 9 より本研究で作製した造形物の充填率と等価ヤング 率には強い相関は見られなかった. 袴田らのスペーサー法 により作製されたポーラス金属はその製法から空隙が独 立しているのに対して, 本研究で作製した造形物は空隙が 不規則に連なっている. 両者のこのような構造上の違いが 変形特性に現れたものと考えられる.

図 11 には等価ヤング率とエネルギー密度の関係を,2 つの圧縮試験荷重について示した.これより,等価ヤング 率はエネルギー密度,①25.9~77.7 J/mm³,②102~218 J/mm³,③250~344 J/mm³の3つに分類できる.

エネルギー密度が①の領域で作製された造形物は、レー ザ出力が 6.8W で共通であり、造形物 A の充填率が最も 高い. 図 12 には造形物 E の圧縮前後の垂直断面画像と二 値化画像(白い部分がクラスタで、黒い部分は空隙)を示 す. これより、圧縮前は充填率 59.2%と空隙が多いが、ク ラスタのネック部強度が弱いため、圧縮によってネック部 が塑性変形し, 緻密化 (充填率 75.6%) されていることが 分かる.したがって, エネルギー密度①における等価ヤン グ率の上昇は, 圧縮による造形物内部の緻密化によると考 えられる.図 11(a)において造形物 A 以下のエネルギー密 度ではヤング率が 10 GPa 以下であるのに対して, 圧縮荷 重 10kN を加えた図 11(b)において 40 GPa に上昇したの は,この機構による.

エネルギー密度②の領域で作製された造形物は,エネル ギー密度を増加させたことで領域①に比べてクラスタと ネックが成長している.主にネック部の強度が増加したこ とで 10kN の圧縮ではクラスタの緻密化がそれほど進ま ないと考えられる.図8の圧縮ひずみの圧縮加重による変



図11 試験荷重 5 kN と 10 kN の時の等価ヤング率
とエネルギー密度の関係



図 12 造形物 E の圧縮試験前後の断面組織

化を見てもこのエネルギー密度②領域の造形物のひずみ が小さく, 塑性変形がすくないであろうことが分かる.こ のような状況となっているので, 圧縮荷重が増加してもヤ ング率は上昇しなかったものと考えられる.

エネルギー密度③の領域で作製された造形物は図 10(i), (j)の組織写真から分かるように,肥大化したクラスタが連 続的に焼結されており,空隙も少なくなっている.したが って,焼結した段階でかなりの緻密体となっているため, 高いヤング率を示したと考えられる.また,これらの肥大 化したクラスタは,圧縮荷重を受けることで容易に接触を 開始するので,ヤング率はますます母材の値に近づくこと になる.

5. まとめ

Selective Laser Melting, SLM では、レーザの高出力 (200W~400W) 化のために、ほぼ 100%の密度のものも 製作可能となっている.これは、高い強度を求める要望に 添っているので好ましいことである.しかし、緻密体のた めにヤング率は溶製材と同じ値になってしまう.インプラ ントには、応力遮蔽を防止する理由から、骨と同等のヤン グ率が望まれる.低出力レーザを用いると微細な内部構造 を持つ造形物が作製できるので、焼結時点で骨と同等のヤ ング率をもつ造形物とすることができる.本研究ではこの ことを確かめるために、30W 以下の低出力レーザを用い て、5 mm 立方の造形物を作製し、圧縮試験により等価ヤ ング率を算出した.また、造形物の密度と断面を SEM で 観察した.その結果以下の結論を得た.

- (1)造形条件を適切に設定すれば、骨と同等の等価ヤン グ率を持つ造形物を作製することができる.
- (2)造形後に加圧により若干の変形を加えることにより, 焼結物のヤング率を望む値に変更できる.
- (3)エネルギー密度 H の造形条件では, 圧縮試験荷重に かかわらず, 等価ヤング率はほとんど変化すること なしに推移した.
- (4)レーザ出力 6.8~30W の範囲では, 焼結物の造形精 度は 0.5mm 以内である.

今回の低出力レーザ積層造形では,結言(3)のような特 異的な材料特性を有するものを作製することができた.イ ンプラント材に適用した場合,人工関節のステムなど髄内 に圧入するような時でも,変形しやすくしかも骨と同程度 のヤング率を示す材料として有効に使用できる可能性が 考えられる.

謝 辞

本研究は、公益財団法人天田財団からの一般研究助成によ り実施した研究に基づいていることを付記するとともに、 同財団に感謝いたします.

参考文献

- 京極秀樹:金属3Dプリンタの開発動向と今後の展開, 近畿大学次世代基盤技術研究所報告,5 (2014), 139-143.
- J.-P. Kruth, G. Levy, F. Klocke, T.H.C. Childs: Consolidation phenomena in laser and powder-bed based layered manufacturing, CIRP Annals, 56-2, (2007), 730-759.
- N. Guo, M.C. Leu: Additive manufacturing: technology, applications and research needs, Frontiers of Mechanical Engineering, 8-3 (2013), 215-243.
- J. Parthasarathy, B. Starly, S. Raman, A. Christensen: Mechanical evaluation of porous titanium (Ti6Al4V) structures with electron beam melting (EBM), Journal of the mechanical behavior of medical materials, 3 (2010), 249-259.
- 5) A. Cheng, A. Humayun, D.J. Cohen, B.D. Boyan, Z. Schwartz: Additively manufactured 3D porous Ti-6Al-4V constructs mimic trabecular bone structure and regulate osteoblast proliferation, differentiation and local factor production in a porosity and surface roughness dependent manner, Biofabrication, 6 (2014), 045007 (12pp).
- 6) 国立社会保障・人口問題研究所:日本の将来推計人口 (平成24年1月推計).
- 7) L.E. Murr, S.M. Gaytan, F. Medina, H. Lopez, E. Martinez, B.I. Machado, D.H. Hernandez, L. Martinez, M.I. Lopez, R.B. Wicker, J. Bracke: Next-generation biomedical implants using additive manufacturing of complex, cellular and functional mesh arrays: Philosophical Transactions of the Royal Society A Mathematical Physical and Engineering Sciences, 368 (2010), 1999-2032.
- Editorial review article: Mechanics of additively manufactured biomaterials, Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 70 (2017), 1-6.
- A. Simchi: Direct laser sintering of metal powders, Mechanism, kinetics and microstructural features, Materials Science and Engineering A, 428 (2006), 148-158.
- 10) 平成25年度「次世代医療機器評価指標検討会(厚生 労働省)」三次元積層インプラント分野審査WG報告 書,平成26年3月,審査WG座長 吉川 秀樹.
- 11) 袴田昌高, 馬渕守: スペーサー法による微細孔ポーラ ス金属の創製と特性評価, 軽金属, 62-8 (2012), 313-321.