

生体親和性塑性加工と 金属積層造形条件最適化の事例

吉田佳典*

1. はじめに

我が国の人口は1973年の第二次ベビーブームを境に減少している。我が国における将来推計人口推移⁽¹⁾において、15歳から64歳のいわゆる生産年齢人口は減少の一途をたどり、40年後においては約3,000万人の減少が予測されている。65歳以上の高齢者および生産年齢人口の比は2022年現在のところほぼ1:2であるが、2060年においては1:1.25であり、1人の高齢者をほぼ1人の現役世代が支える構図が予想されている。

加えて、団塊の世代と呼ばれる第一次ベビーブーム世代(1947-1949年生にかけて約806万人が出生⁽²⁾)が2025年ごろに75歳以上の後期高齢者となる。このいわゆる「2025年問題」においては、体力低下や寝たきりの状態にある高齢者の介護や医療のニーズ需要増に対する、生産年齢人口減による医療サービス供給のバランスの崩壊が予想される。認知症に加え、骨粗鬆症を含む外科的疾患の増加も予想される。このような超高齢化社会に突き進む我が国においては、今後さらなる高度医療技術の開発が求められている。

体内で使用される人工インプラントに目を向けると、我が国はその多くを輸入に頼っており、その形や大きさは必ずしも日本人の体型に合っているとは限らず、患者の体型に合わせたインプラントのカスタムメイド化が重要である。また超高齢化社会において使用量が増加することを考慮すると、生産性向上およびコスト削減によって価格を安定化させることで広く普及させる必要がある。すなわち、我が国における医療材料加工技術の高度化は、国産化による形状最適化、短納期化および低コスト化にもつながる重要な役割を有している。

本稿では、量産化および規格化が容易な塑性加工法の一種である転造プロセスに着目し、種々のマイクロ表面凹凸を付与

することで生体活性を制御可能な骨ねじの創製技術の研究事例を紹介する。また、カスタムメイド化対応に必須となる金属積層造形においては、造形物の形状自由度が高い一方で、内部欠陥および造形時間が長い点が問題となる。そこで、未熔融欠陥発生予測モデルを提案し、簡易な実験によって造形パラメータを同定することで、欠陥が発生しない最適造形条件予測技術を開発した事例について紹介する。

2. 生体親和性塑性加工法の開発

本研究においては転造によって純チタン丸棒の表面に微小凹凸分布を傾斜付与し、さらに陽極酸化によって表面にチタニアを成膜した。これらをラット脛骨に埋植し、チタン丸棒および骨ねじ表面の生体活性ならびに抜去トルクを評価した。以下にその実験方法および結果を示す。

(1) Ti 骨ねじ微小凹凸表面創成実験⁽³⁾⁽⁴⁾

全長8 mm、呼び径M2の純Ti骨ねじを2段階の転造によって製造した(図1)。第一プロセスにおいて、純Ti丸棒をM2のねじに成形する。金型全域の表面粗さを平滑にしており、これが被加工材に転写されることによって表面が平滑なねじが製造される。第二プロセスにおいては3組の転造ダイスを用意し、その表面を(a)全域にわたって平滑($Ra \approx 0.05 \mu\text{m}$)にしたもの、(b)ねじ山に接触する箇所を平滑として谷に接触する箇所を粗く($Ra \approx 1.5 \mu\text{m}$)にしたもの(図2)、(c)ねじ山を粗くして谷を平滑にしたものの3種類を準備した。第一プロセスで転造された平滑ねじを本プロセスにて軽圧下条件下で再度転造することによって、3種類の表面凹凸分布を有する骨ねじを作製した。またこれにチタニア成膜を施したものとそうでないものとの2種類を作り分けた(表1)。骨ねじの一端は、抜去トルク計測時にトルクドライ

* 東海国立大学機構岐阜大学 地域連携スマート金型技術研究センター；教授(〒501-1193 岐阜市柳戸1-1)
Development of Bioactive Metal Forming Technology and Optimization of Metal Additive Manufacturing Process; Yoshinori Yoshida (Center for Advanced Die Engineering and Technology (G-CADET), Gifu University, Tokai National Higher Education and Research System, Gifu)
Keywords: biomaterials processing, metal forming, additive manufacturing, bioactive surface processing
2022年9月25日受理[doi:10.2320/materia.61.733]

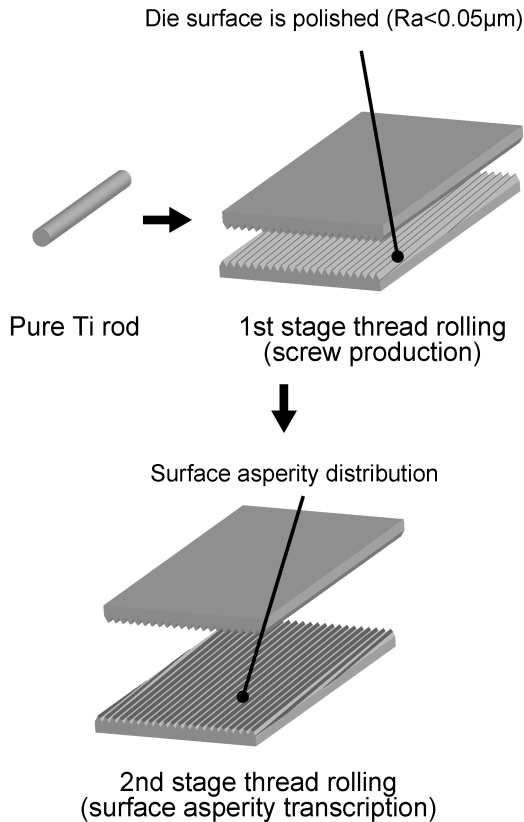


図1 動物実験用骨ねじ創成プロセスの模式図.

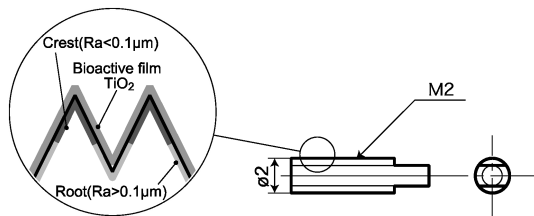


図2 動物実験用骨ねじの模式図.

表1 骨ねじ表面凹凸分布条件.

条件	表面凹凸	表面処理
1A	山:F*, 谷:F	転造まま
1B	山:F, 谷:F	TiO ₂ 成膜
2A	山:F, 谷:R**	転造まま
2B	山:F, 谷:R	TiO ₂ 成膜
3A	山:R, 谷:F	転造まま
3B	山:R, 谷:F	TiO ₂ 成膜

F*: Ra ≒ 0.05 μm, R**: Ra ≒ 1.5 μm,

バーを設置することができるように、放電加工によってキー構造に加工した。

(2) チタニア成膜

チタニア(TiO₂)は骨親和性ならびに伝導性に優れた生体活性物質である。Ti表面にチタニアを形成する手法とし

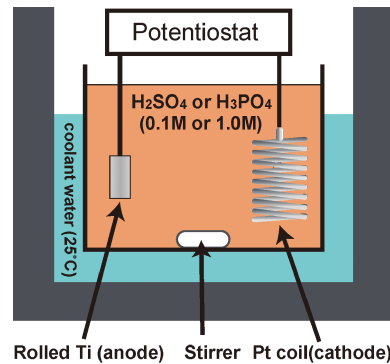


図3 陽極酸化の模式図。(オンラインカラー)

て、高温気相中で表面酸化する気相中高温酸化法や酸性水溶液中でTiをアノード電解する陽極酸化法がよく用いられる。過去の報告⁽⁴⁾では、後者がより高生体活性であったことが示されており、本研究でも陽極酸化法を採用した。Tiを適当な酸性水溶液中でアノード電解すると、Ti表面には酸の種類やpH、温度や電位に応じた膜厚や表面形態を持つチタニアが生成する。本研究においてはリン酸を用いて陽極酸化を行った(図3)。前述の転造ねじおよびPtコイルをそれぞれ陽極および陰極とし、両極間電位は0.1 V/sで上昇させてこれが100 Vに達した段階(1000秒後)で実験を終了した。

(3) ラット脛骨埋植実験および生体活性評価

ラット脛骨に転造骨ねじを埋植し、生体活性を評価した。9週齢のラット脛骨骨幹部(両足)に、転造骨ねじを埋植し、2週間生育した。その後、埋植骨ねじ試験片およびその周辺の骨組織を含む箇所を切り出し、厚さ20 μmに研磨加工し試料とした。同一製造条件について5サンプル採取し、平均値を用いた。

生体活性評価方法について、上記試料をトルイジンブルーにて染色し、試料表面上に骨組織が生成した領域を定量した。また、試料の埋植部分の長さに対する試料上に骨組織が生成した部分の長さの比によって「骨-インプラント接触比(R_{B-I})」を定義し、生体活性を評価した。試料ならびに定量の例を図4に示す。骨の構造は皮質骨部(骨表面において硬

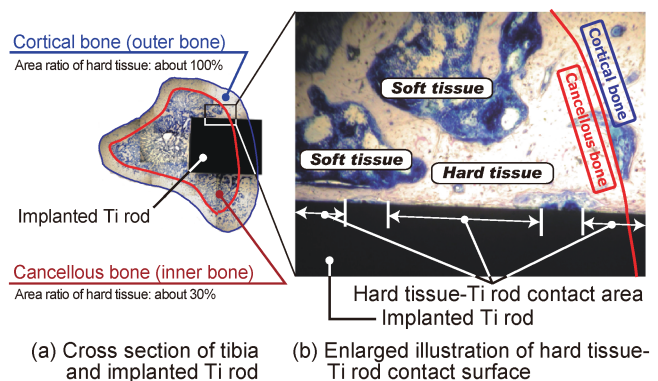


図4 インプラント試料-骨界面の組織写真。(オンラインカラー)

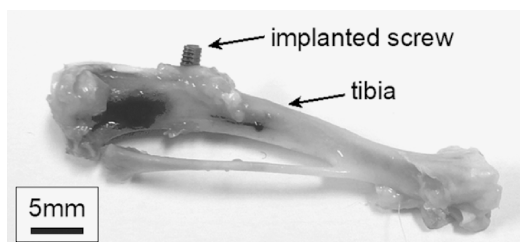


図5 転造骨ねじを埋植した骨サンプル。

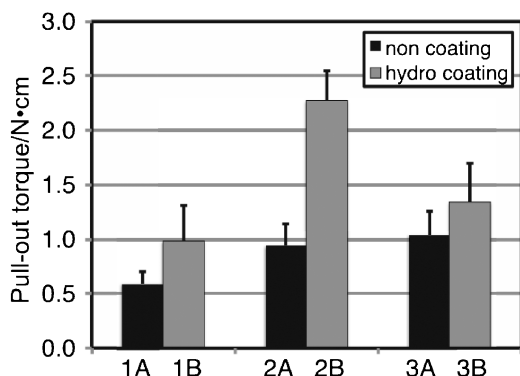


図6 表面凹凸分布およびチタニア成膜が骨ねじの抜去トルクに及ぼす影響。

組織で構成され力学的支持を担う)と、海綿骨部(骨内部において骨代謝が速く、硬組織が約3割)で構成されており、それぞれ R_{B-I} を評価した。

さらに、転造骨ねじの埋植試料(図5)において骨表面から突出したTi材先端キー部にトルクドライバーをセットして回転させることで抜去トルクを測定した。回転量は角度計によって測定した。ここで、回転の初期に生じる最大トルク値をもって抜去トルクを定義した。

(4) 実験結果

骨ねじの抜去トルク測定結果を図6に示す。全ての条件において陽極酸化によって抜去トルクが向上した。また、陽極酸化を施した2Bにおいて、最大抜去トルク(2.27 N·cm)が発現した。この条件においては、ねじ山および谷ともに平滑な1Bの結果(1.22 N·cm)と比較して、2Bにおいてはねじ谷部分の表面凹凸がトルクに寄与した。また陽極酸化を施さない1Aおよび2Aの結果を比較しても、それほど大きなアンカー効果は得られておらず、ねじの谷形状(角度60°)と表面凹凸ならびに陽極酸化の効果によって大きな生体活性向上が得られたものと考えられる。

次に、骨ねじの抜去トルクと生体活性の関係を図7に示す。チタニア成膜表面処理の優位性は、これまでの結果と同様に明確に示されている。抜去トルクが最大であった2Bに着目すると、谷部における硬組織生成量が、皮質骨および海綿骨のいずれにおいても他の条件と比して最大となっている。巨視的なねじ谷部形状とその表面粗さの組み合わせが硬組織形成に影響を及ぼしている。

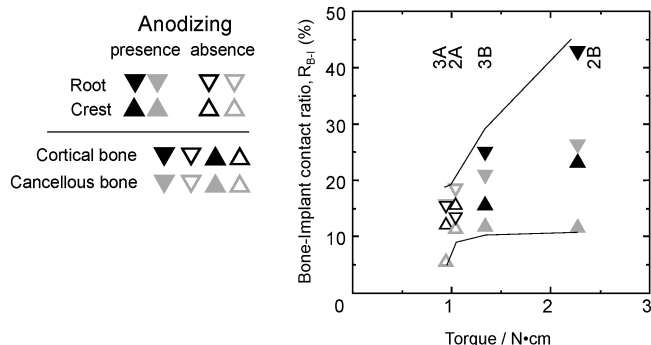


図7 骨ねじの抜去トルクと生体活性の関係。

骨ねじ谷部の表面粗さをコントロールすることによって抜去トルクを効果的に変化させることが可能である。

3. 金属積層造形未溶融欠陥予測モデルの構築

金属積層造形は複雑な立体形状を3次元CADデータから直接造形することができ、医療分野や航空機分野での活用が期待されている。一方で、材料が熱源の走査による局所的溶融・急冷プロセスであるため、造形条件の組み合わせによっては、溶融された金属が連続しないポーリング(図8)、メルトプール内に溶融時に生じる欠陥が残留するキーホール(図9)、不適切なハッチングピッチ設定による未溶融欠陥(図10)が生じることで延性の低下につながる。そこで、造形条件の

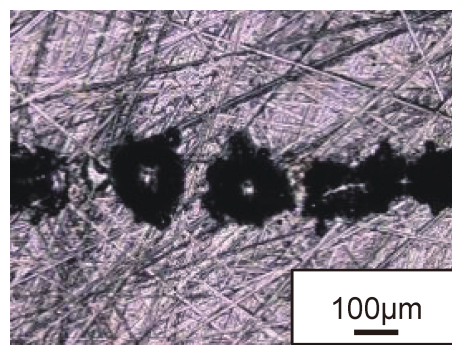


図8 ポーリング欠陥。(オンラインカラー)

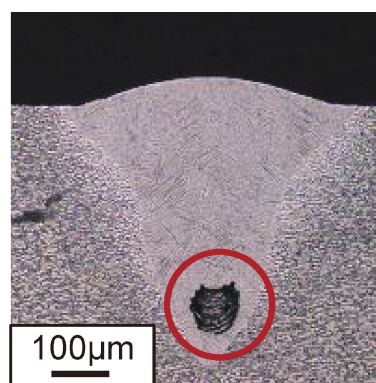


図9 キーホール欠陥。(オンラインカラー)

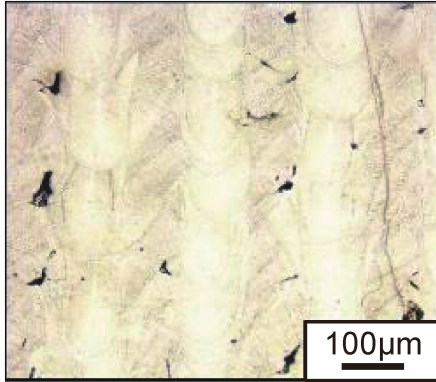


図10 未溶融欠陥。(オンラインカラー)

組み合わせを最適化する手法の登場が望まれる。造形条件が造形品質に及ぼす影響を実験的に調査する方法としては、種々の造形パラメータの組み合わせでブロックを造形し、その空孔率や機械的特性を求めることで造形条件を評価する方法が広く行われている。しかしながらこの場合、大量のブロックを造形・評価しなければならず、より簡易な方法で造形条件の最適化を行う方法が求められる。また、金属積層造形法は鍛造や切削に比べて造形時間が長いため、生産性の観点からより短い時間で造形する造形条件の組み合わせを求める必要がある。

本研究では選択的レーザー溶融法(Selective Laser Melting: SLM)による金属積層造形において、レーザー照射によって投入されるエネルギー密度一定の条件下で、レーザー照射条件が造形後のマルエージング鋼の未溶融欠陥生成に及ぼす影響を調査した。エネルギー密度を一定とすることは、すなわち1層あたりの造形時間を一定とすることと等しく、投入エネルギーおよび生産速度を一定とした条件で機械的特性を評価することができる。レーザー照射条件を変更して造形したブロックから微小な試験片を切り出し、引張試験に供し、引張強さおよび破断相当ひずみの評価を行った。また、レーザー走査線に垂直な断面のマイクロ組織観察を行い、空孔率を評価するとともに、1本のビード断面形状とハッチングピッチの関係から幾何学的に未溶融部が生成せず、なおかつ溶融部オーバーラップが最大となる最適条件を検討した。

(1) 溶融部オーバーラップモデル⁽⁵⁾

未溶融欠陥生成予測モデルである溶融部オーバーラップモデルの模式図を図11に示す。レーザーの走査方向に垂直な断面において、シングルトラックの上面およびメルトプール境界の輪郭で囲まれた領域を溶融部とする。前層で造形した造形物の上面に平行に x 軸をとり、溶融部形状の中心、積層高さ方向に y 軸をとる。左右対称と仮定した溶融部断面形状が、 x 方向にハッチングピッチ h の間隔で、 y 方向には積層高さ t の間隔で繰り返されることで立体形状が造形されると仮定する。隣り合うトラックおよび層の間で溶融部形状がオーバーラップしていない領域が生じた場合、未溶融欠陥が生成することを示す。すなわち、 $x=h/2$ における溶融部がオーバーラップする高さ(図11中の $\alpha+\beta$)が積層高さ t を超えない

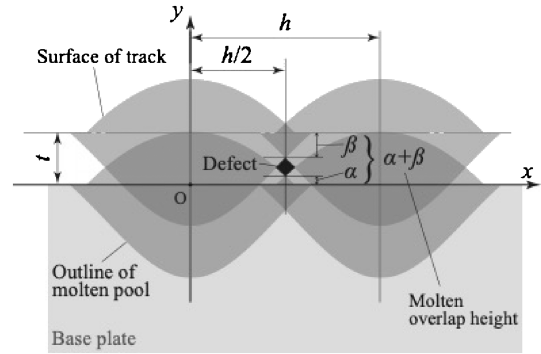
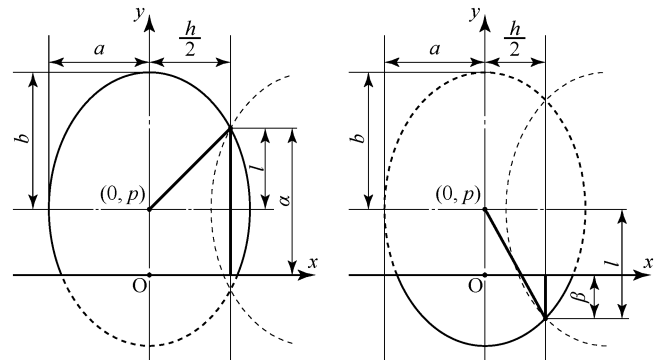


図11 溶融部オーバーラップモデルの概念図。



(a) 上部溶融部長さ α (b) 下部溶融部長さ β

図12 シングルトラック断面楕円近似モデル。

条件では未溶融欠陥が生成するものと考えられる。すなわち未溶融欠陥が発生しない必要条件は次式で表される。

$$\alpha + \beta > t \quad (1)$$

シングルトラックの溶融部形状に影響を与えるパラメータとして、主にレーザーパワー、レーザーパワーの吸収率、スポット径、走査速度、積層厚さが考えられる。ここでは吸収率を一定と仮定し、また、スポット径および積層厚さを固定して、レーザーパワー P および走査速度 v が溶融部形状に及ぼす影響を検討した。

(2) シングルトラック断面形状のモデル化

ビード上面形状(溶融部上面形状、図12(a)の上部実線部)ならびにメルトプール境界形状(溶融部下面境界線、図12(b)の下部実線部)それぞれの楕円弧での近似を試みた。パスを1本のみ造形したビードの断面において、前の層の表面に平行に x 軸を、積層高さ方向に y 軸をとる。楕円弧は左右対称と仮定し、溶融部中心に原点をとると次式で表される。

$$\frac{x^2}{a^2} + \frac{(y-p)^2}{b^2} = 1 \quad (2)$$

ここで、 a および b は x および y 方向の形状因子、 p は楕円中心の y 座標である。

上下楕円弧で囲まれた断面を持つ溶融部の生成がハッチングピッチ h および積層高さ t の間隔で左右上下方向に繰り返されることで造形される。ここで、隣り合う溶融部がオーバ

ラップする境界，すなわち $x=h/2$ におけるビードの高さを α ，メルトプールの深さを β とすると， $\alpha+\beta$ で溶融部オーバーラップ高さを定義できる．式(2)から， α および β は次式で表される．

$$\alpha = b_U \sqrt{1 - \frac{h^2}{4a_U^2} + p_U} \quad (3)$$

$$\beta = b_L \sqrt{1 - \frac{h^2}{4a_L^2} - p_L} \quad (4)$$

(3) シングルトラック実験およびモデルパラメータ同定

積層造形装置には金属光造形複合加工機 LUMEX Avance-25 (松浦機械製作所) を用いた．本装置は粉末床 SLM を採用している．対象材はマルエージング鋼とし，粉末粒径は $45 \mu\text{m}$ 以下で，S50C ベースプレート (板厚 10mm) 上に窒素雰囲気内でシングルトラックおよびブロック造形を行なった．またレーザー照射によって投入されるエネルギー密度 $E[\text{J}/\text{mm}^3]$ は次式で表される⁽⁶⁾．

$$E = \frac{P}{vht} \quad (5)$$

ビードおよびメルトプールの形状および寸法はレーザーのパワー，スポット径，走査速度，レーザーの吸収率の関数である．本研究ではレーザーパワー，スポット径が一定であり，レーザーの吸収率も一定と仮定した．つまり，ビードおよびメルトプール形状は走査速度で決まるものとする．ここでレーザー照射による1秒あたりの造形面積を塗りつぶす速度を $V_h [\text{mm}^2/\text{s}]$ とすると， $V_h = v \cdot h$ となる．造形物への投入エネルギー量を一定にするため，塗りつぶし速度 V_h が一定となるように走査速度 v とハッチングピッチ h の組み合わせを4水準設定した．積層造形条件を表2に示す．レーザー走査パスは一方方向で区間分割(セル分割)は行わず，また各層ごとの走査パターンは変化させず，なおかつパスをずらすことはしなかった．図13に4種のシングルトラック断面および寸法評価結果を示す．ビード上面ならびにメルトプール境界線の各輪郭上の11点の座標を測定し，最小二乗法を用いて楕円を同定することで式(3)および(4)のパラメータを h の一次関数として同定した．

(4) 実験結果

図14に式(3)および(4)の和で表される溶融部オーバー

表2 シングルトラック積層条件.

Condition	1	2	3	4
Laser power P [W]	320			
Laser spot diameter [μm]	200			
Hatching pitch h [μm]	50	100	150	200
Scan rate v [mm/s]	1680	840	560	420
Filling rate V_h [mm/s]	84			
Layer thickness t [μm]	50			

ラップ長さの予測結果と，実験結果(図13)の比較を示す．これらは良い一致を示している．また，同条件で造形したブロック断面の空孔率を図15に示す．溶融部オーバーラップと空孔率是对応しており，モデルの有効性が示された．また条件2が最適造形条件である．

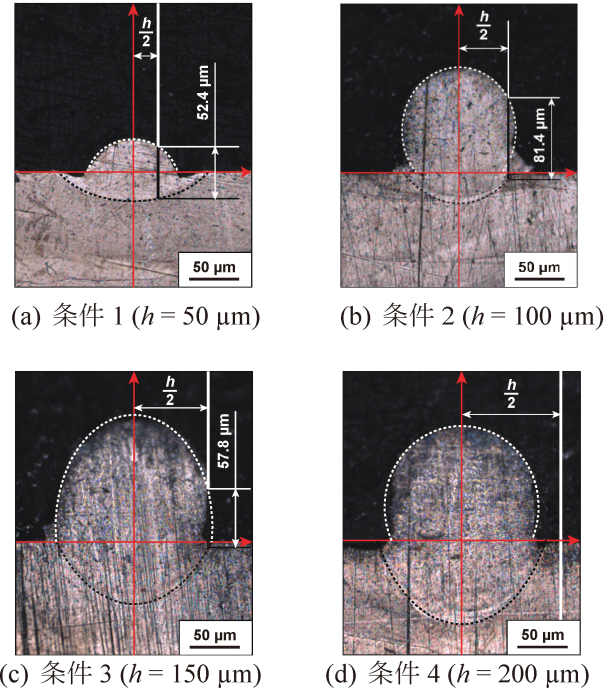


図13 ビードおよびメルトプール断面．(オンラインカラー)

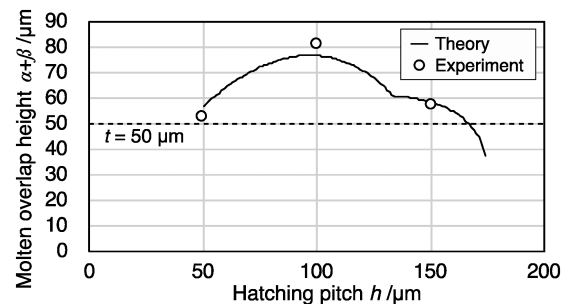


図14 溶融部オーバーラップ長さとハッチングピッチの関係．

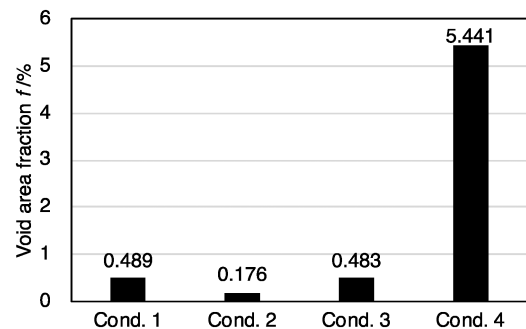


図15 造形ブロックの空孔面積率．

