

201308009A

厚生労働科学研究費補助金  
医療機器開発推進研究事業

カーボンナノチューブとPEEK材を複合する技術を活用した  
脊椎手術のための高機能インプラントの開発

(H24 - 医療機器・一般 - 003)

平成25年度 総括研究報告書

研究代表者

信州大学先鋭領域融合研究群  
バイオメディカル研究所 所長

齋藤 直人

平成26(2014)年5月

# 目 次

## I. 総括研究報告

カーボンナノチューブとPEEK材を複合する技術を活用した  
脊椎手術のための高機能インプラントの開発

齋藤直人

研究要旨	-----	1
A. 研究目的	-----	2
B. 研究方法	-----	7
C. 研究結果 および D. 考察		
1. 機械加工条件の検討	-----	10
2. 機械的特性及び力学特性評価	-----	15
3. 生物学的安全性評価	-----	21
4. 構造解析	-----	24
5. インプラントの生物学的試験（細胞試験）	-----	30
6. インプラントの生物学的試験（動物試験）	-----	36
E. まとめ	-----	41
F. 健康危険情報	-----	42
G. 研究発表	-----	42
H. 知的財産権の出願・登録状況	-----	42
II. 研究成果の刊行に関する一覧表	-----	43
III. 研究成果の刊行物・別刷	-----	45

厚生労働科学研究費補助金（医療機器開発推進研究事業）  
総括研究報告書

カーボンナノチューブとPEEK材を複合する技術を活用した  
脊椎手術のための高機能インプラントの開発

研究代表者 齋藤 直人

信州大学先鋭領域融合研究群バイオメディカル研究所 所長・教授

### 研究要旨

我が国の脊椎疾患を有する患者数は、高齢化の影響を受けて急速に増加しており、いわば国民的疾患の様相を呈している。脊椎手術が必要な重症例も増加しており、国民のQOL (quality of life) を守るためには、安全・安心な脊椎手術用医療機器の開発は、早急に対応を迫られる課題である。多くの脊椎手術で行われる脊椎固定では、脊椎椎体スペーサー（ケージを含む）と骨移植が用いられる。しかし、以前より脊椎椎体スペーサーに使用されているチタン金属は、骨に比べて硬すぎるために母床の脊椎椎体が圧潰することがある。これにより、複数回手術が必要になる、機能障害が発生するなどの問題が多数生じている。このため近年は、ポリエーテルエーテルケトン（PEEK）材が頻用されるようになった。PEEK単体または炭素繊維強化PEEK（CFR/PEEK）を脊椎椎体スペーサーに使用すると、金属材料に比して弾性率が低いため、椎体が圧潰することが少ない。しかしPEEKは骨親和性が低いため、骨移植を併用した場合でも骨癒合しにくく、不安定性が生じるという大きな欠点がある。このように、現在の脊椎椎体スペーサーによる脊椎固定には多くの問題があるが、今後も脊椎手術が増加し続けることは確実である。

このような状況において、日本で発見されたカーボンナノチューブ（CNT）はナノテクノロジー材料の代表であり、近年急速に生体材料への応用研究が活発になっている。研究代表者らの医工・産学連携開発チームは、2003年からCNTを応用した人工関節用ポリエチレンやセラミックスの実用化を目指した先駆的研究を進めてきた。これまでに、CNTは生体親和性に優れ、骨誘導能を持つなど、生体材料として優れていることを明らかにしてきた。またCNT単体および複合材料の生体安全性を徹底的に検証し、現在外部専門機関でGLP試験を実施している。工学的には、すでにCNT複合材料の高機能化を達成している。特にCNT複合ポリエチレンは、電磁波を用いたポリエチレン/CNT界面の構造制御技術の開発により、高弾性率化と耐衝撃性向上という相反する物性を両立出来ることが明らかになり、画期的な特性を有する生体材料が現実になりつつある。本研究では、この独自に開発したCNT複合技術をシーズとしてPEEK材に適用し、新しいCNTとPEEKの複合材料（CNT/PEEK）を開発する。目的とする製品は、強度が高いが弾性率が骨に近似し、骨親和性の高い理想的なCNT/PEEK脊椎椎体スペーサーである。この開発に成功すれば、手術を必要とする多くの重症脊椎患者に有用な、日本発の革新的医療機器になることが期待できる。

平成25年度は、PEEK材料開発研究として、素材料設計、生体親和性構造設計、試験片製造、機械的特性評価、脊椎椎体スペーサー（インプラント）のコンセプトデザイン設計を実施した。CNT/PEEKの生体安全性評価・親和性評価については、短期～長期の生体安全性評価のためのCNT/PEEK試験片埋め込み、CNT/PEEK試験片の細胞毒性試験・遺伝毒性試験、短期～長期の骨親和性評価のため、CNT/PEEK試験片骨埋め込みを実施した。また、インプラントの機械特性試験、生物学的試験のためのモデルを作製した。さらに安全性試験として、外部GLP試験対応機関において、GLP規格に基づいた多くの試験項目を実施した。

### 研究分担者

加藤博之・信州大学医学部・教授  
薄井雄企・信州大学工学部・准教授  
羽二生久夫・信州大学医学部・講師  
伊東清志・信州大学医学部附属病院・助教  
青木 薫・信州大学医学部附属病院・診療助教  
高梨誠司・信州大学医学部附属病院・医員  
岡本正則・信州大学医学部附属病院・医員  
小林伸輔・信州大学医学部附属病院・医員  
野村博紀・信州大学医学部附属病院・医員  
森山茂章・福岡大学工学部・教授  
西村直之・ナカシマメディカル株式会社・課長  
湯谷知世・ナカシマメディカル株式会社・研究員  
赤木 雅道・ナカシマメディカル株式会社・課員  
奥山真紀子・ナカシマメディカル株式会社・課員

## A. 研究目的

### 【研究の目的・必要性】

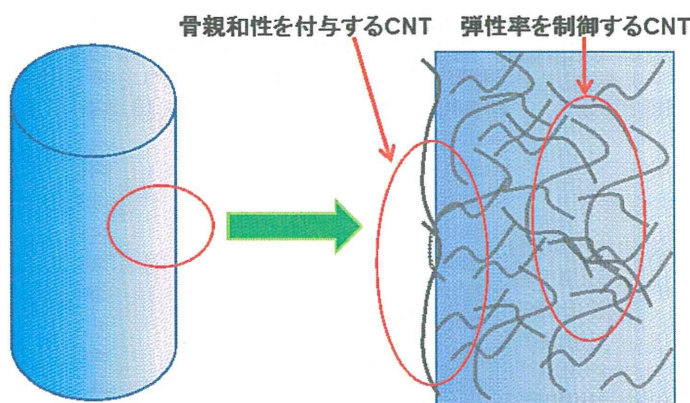
高齢化社会となった現在、脊椎疾患を有する患者数が急増し、国民的疾患の様相を呈している。平成20年度患者調査によれば平成11年度比60・80%の増加であり、腰椎疾患だけでも我が国の患者数は2500万人と言われている。これに伴い脊椎手術を行う変形性脊椎症、脊椎迂り症、腰部脊柱管狭窄症などの患者数が急増し、特に脊椎圧迫骨折は骨粗鬆症の増加とともに急速に増加しており、慢性の痛みを生じる場合には手術を必要とする。しかし、現在の脊椎手術には多くの問題点が残されており、期待された効果が得られず、複数回の手術が行われること、大きな機能障害が残存することなどがある。今後も増え続けることが予想される脊椎手術を成功させることは、国民のQOLの向上、医療費の削減のために早急に対応を迫られる課題である。

この脊椎手術ではほとんどの場合に脊椎固定が行われるが、この際にインプラントである脊椎椎体スペーサーが使用される。これは上下の脊椎椎体の間にスペーサー挟み込み、腸骨などから採取した骨を移植して脊椎を固定する手術である。通常のスぺーサーで固定する場合もあるが、ケージ状のスぺーサーに骨を詰め込み、より脊椎固定を促進する手技も普及している。これらの脊椎椎体スペーサーにはチタンなどの金属が使用されてきたが、金属に比べて周囲の骨が弱いため、時間の経過とともに椎体が潰れてきてしまうという問題が多数生じた。このため、近年では金属の代わりにポリエーテルエーテルケトン (PEE

K) が使用されている。

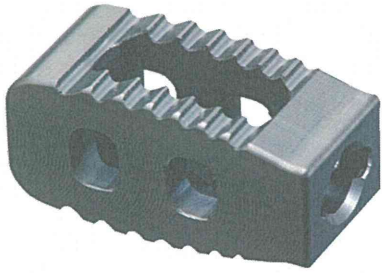
PEEKのメリットは、対疲労性、耐摩耗性、寸法安定性に優れており、生体安全性について実証されていることである。しかし金属に比べて強度が低いため、炭素繊維強化PEEK (CFR/PEEK) が使用されることが多い。しかし、このCFR/PEEKには、骨親和性が低い (骨癒合を妨げる)、骨と弾性率が大きく異なる (スペーサー周囲骨が弱くなる)、微細な構造を形成しにくいなどの問題点がある。実際にCFR/PEEKを脊椎椎体スペーサーに用いた脊椎固定手術では、短期成績はよいが、一定期間経過すると母床骨との間に隙間が生じ不安定になる、固定された上下の椎体が脆くなるなどの問題が生じてくる。このため、再び機能障害を生じる、再手術が必要になる等、患者のQOLの低下を招いてしまう。

以上の問題点を解決するために、カーボンナノチューブ (CNT) を複合したPEEK (CNT/PEEK) の脊椎椎体スペーサーを開発する。CNT/PEEKは、CNTの複合方法と複合率を調整することにより、高い強度を保ったまま、骨に近い弾性率を達成することが可能である。また、CNTには骨形成を促進する特性があるため、CNT/PEEKは骨誘導能を有する世界初の生体活性スペーサーになることが期待できる。これにより、CFR/PEEKで問題であった周囲の椎体骨との不安定性や脆弱化を防ぐことができる。さらに、CNTがナノサイズであるため太い炭素繊維を強化材として使用する場合より、微細な構造の脊椎椎体スペーサーを作製することが可能で、移植骨の量を増加させる、周囲の骨が入り込みやすい構造を構築できるなどの可能性がある。



最適な弾性率と骨親和性を有する CNT 複合 PEEK 材



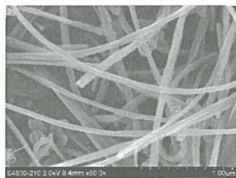


脊椎椎体スペーサーによる脊椎固定

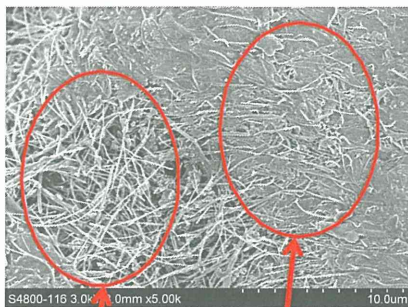
【当該研究計画に関して現在までに行った研究等】

現在、CNTは新しい構造材料、機能性材料として多くの分野で研究開発が行われ、応用製品が普及しつつある。信州大学では、研究協力者であるCNT製法の化学気相成長法を発見した工学部教授遠藤守信を中心に、地域イノベーションクラスタープログラムや地域卓越研究者戦略的結集プログラムにおいて、製造技術や応用技術を開発し、CNT研究を大きく推進している（Nature 2005等）。一方医療分野においても、CNTの生体応用研究は近年世界的に注目されてきたが、生体材料の生体反応を専門研究分野（Nat Biotechnol 2001等）とする研究代表者は、8年前からCNTの生体材料としての生体安全性研究を研究協力者である実験動物中央研究所堤秀樹らと進め、その成果を世界に発信してきた（Chem Soc Rev 2009, Chem Soc Rev 2011等）。また、整形外科医である研究代表者は、研究協力者である松本歯科大学生化学教授宇田川信之らと協力してCNTと骨組織の反応を細胞内シグナルのレベルまで探求し、CNTが骨形成を促進することを世界で初めて明らかにし（Small 2008, Nano Let 2009等）、その後各国の研究チームが実証している。このCNTの骨形成促進機能をCNT/PEEKで発揮させることにより、初の骨誘導能を有する生

体活性椎体スペーサーを実現する。さらに、CNTを生体材料と複合する技術開発を、信州大学工学部および研究協力者であるナカシマメディカル株式会社西村直之らと共同で進めてきた。特に人工関節摺動部材であるポリエチレンおよびセラミックスにCNTを強化材として複合する研究は、基盤研究(A)、NEDO「ナノテク・先端部材実用化研究開発」、経産省「課題解決型医療機器」などで進め、すでに専門機関によるGLP試験を実施している段階である。この研究過程において、CNT複合材料のこれまでにない様々な物性を見出している。例えば耐摩耗性材料である人工関節用ポリエチレン材料において高い弾性率でありながら耐衝撃性が高い相反する条件を実現する材料の開発に成功している。この画期的な特性を実現には、CNTとポリマーの界面制御技術が大きな鍵を握っている。具体的には電磁波を用いて不活性雰囲気/真空中で誘電加熱によりCNT/ポリマーの界面を形成する技術であり、本研究開発はこの技術を応用して実施する。その他にもCNT複合材料に多くの独創的技術を有しており、これらのシーズはCNTをPEEKに複合する際にもそのまま適用が可能であり、従来と比較して高い耐久性と最適な弾性率を持つCNT/PEEKを実現するものである。

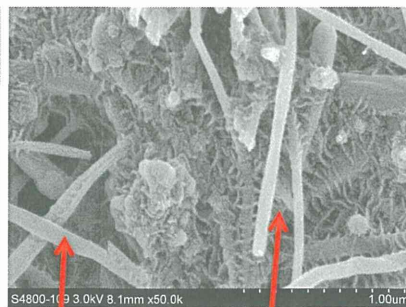


CNT単体



CNTとポリマーの複合化  
/弾性率制御

CNT単独で存在/骨親和性



CNTとポリマーの複合化  
/弾性率制御

CNT単独で存在/骨親和性

CNT/ポリマーコンポジット技術の一例（ポリエチレン）

【研究期間内に何をどこまで明らかにするか】

研究内容として、具体的には以下3点が中心となる。

1) 生体親和性および骨誘導能を持つ材料・構造体の研究開発

2) PEEK材料の特有の課題である高い高温成形技術での適用改良

3) 対象となる脊椎部材である動的圧縮、曲げ試験による耐久性実証。

本研究開発においては3年を計画しており、各年度の目標を示す。

平成24年度：CNT/PEEKを製造し、基礎材料物性の計測(物理的、生物学的)を実施する。製造にフィードバックし、脊椎椎体スペーサーに最適なCNT/PEEKを達成する。

平成25年度：CNT/PEEKを用いた動物実験を終了する。外部機関におけるGLP試験を実施する。薬事承認申請を実施する。

平成26年度：臨床治験へ向けた準備を完了する。

研究期間内の達成目標は、GLP試験の終了、臨床治験の前(治験相談)までである。

#### 【当該研究の特色・独創的な点】

CNT複合材料の生体材料への応用そのものが、世界初の試みである。研究代表者らはこのCNT生体応用研究を世界に先駆けて開始し、各省庁から多くの補助を受けて、CNT/ポリエチレンおよびCNT/セラミックスについては大きく先行している。すでにPMDAとの無料相談や医薬品・医療機器薬事戦略相談のための事前面談などを行っており、日本初の革新的人工関節として臨床応用に向かって進んでいる。本研究課題であるCNT/PEEKの脊椎椎体スペーサーは、CNT複合技術および臨床応用において、この先行研究の経験を最大限に生かす開発研究である。CNT/PEEKの生体材料以外の工業製品は各国で研究が開始されているが、高温形成など技術的な問題点が多く、未だに十分な物性が出ていない。CNT/ポリエチレンおよびCNT/セラミックスで培った複合技術を応用して課題を解決し、最大の特性を引き出すことができると考えている。CNT/PEEKの生体材料への応用研究はもちろん世界初の試みである。優れた機械的特性に加えて骨誘導能などの生体活性を有する独創的な脊椎椎体スペーサーを開発する。臨床応用のために最も重要な生体安全性については、先行するCNT複合材料のデータを効率よく応用し、必要なCNT/PEEK独自の生体安全性試験を実施する。これにより、今後更に激増することが確実な脊椎手術のための、日本初の革新的医療機器を創出することができる。

【当該研究により期待される科学的成果および学術的メリット】

本研究により開発されるCNT/PEEK複合材料は、これまで問題が多かった脊椎椎体スペーサーの機能が飛躍的に向上させ、脊椎手術技術が大きく進歩する。また脊椎椎体スペーサー以外にも骨折治療用プレートや人工関節に応用が可能で、多くの疾患治療が進歩する。さらにCNT複合材料の臨床応用の実現により、CNTのDDSへの応用や再生医療への応用など、重要疾患への新しい展開が可能になる。一方、CNT複合PEEKは、生体材料のみならず一般の工業製品にも有用であり、様々な分野の科学技術に重要な進歩をもたらす。

#### 【経済的メリット】

日本の医療機器市場はこれまで外国企業に圧倒されていたが、世界初のCNT/PEEK脊椎椎体スペーサーは、日本の企業が巻き返しを図る突破口になる。さらに、日本発の革新的医療機器として巨大な世界市場に参入できれば、日本の医療産業全体が活性化され、日本経済の発展に大きく寄与する。医療費などの経済的効果は次に記載した。

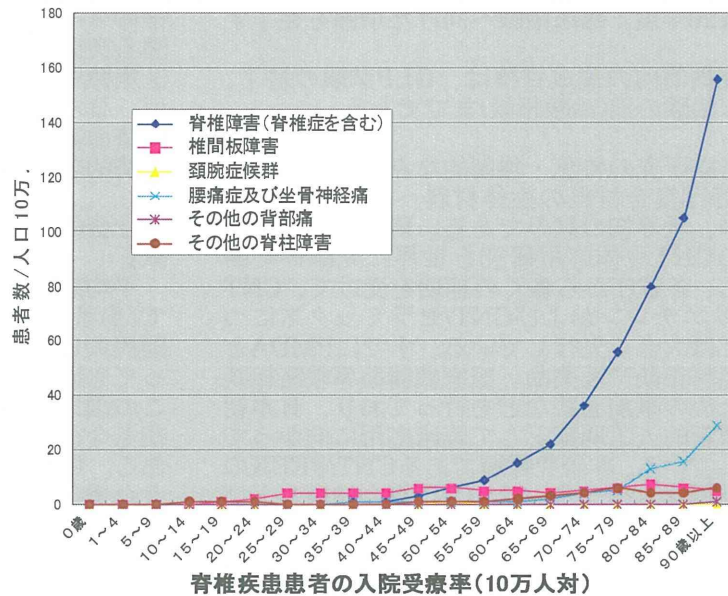
【社会的メリットおよび厚生労働行政への貢献】

平均寿命、健康寿命が世界一の日本において、患者数が最も多い疾患は脊椎疾患であり、国民のQOLに最も関与する疾患であるといっても過言ではない。厚生労働行政において、この国民病ともいえる脊椎疾患の克服は、現在も今後も最も力を入れるべき課題の一つである。特に、脊椎疾患患者が手術を受けるような重篤な状況になった場合、その行動制約は本人のみならずその周辺の家族、看護職員などへ波及する。少子高齢化が進んでいる現在、労働人口の減少、医療費増大は緊急の対応を迫られている。また入院治療等が発生した場合、労働人口である家族の経済的・精神的・肉体的負担が大きい。特に医療機関から離れた地域に居住する家族にとってはホテル滞在など実際の医療費以外の費用を負担することになる。さらに往々にしてその負担を行うのは高齢の同居家族である場合が多く、国民生活向上の観点からは“安心・安全”である国づくりからその現状は大きな問題である。

厚生労働省の基本理念の1つである“世界に誇る少子高齢社会の日本モデルとなるよう、格差が少なく、何歳になっても働きたい男女が働くことができ、安心して子どもを産み育てることができる社会”の実現のためには、日常

誰でも抱える可能性のある脊椎疾患(広義では腰痛から重篤な疾患まで)の問題点を解決し「医療・介護」分野で真の意味での安心・安全(高齢者におけるQOLの確保、家族・介護者及び介護費用の軽減・負担減)を確保するものである。介護保険の総額は7兆5000億に達し(平成22年度)、本費用の削減は急務である。

以上の理由から、当該研究により脊椎疾患の重症患者に行われる脊椎手術の治療成績が大きく向上し、術後の機能障害が減少して複数回手術を回避できるようになれば、社会的メリットは大きく、厚生労働行政に貢献することが期待できる。





## B. 研究方法

本研究において生体機能再建部材であるCNT/PEEK材料を開発する技術目標は、①長期にわたって使用が可能な強度と耐久性を有すること、②これまで実現不可能であった生体の骨組織に近い弾性率を実現すること、③骨親和性が低いPEEKに骨誘導能を有するCNTを複合することにより、骨親和性という新たな生体特性を付加することである。

また臨床応用を実現するための目標は、①CNT/PEEKの生体安全性を徹底的に検証すること、②CNT/PEEKを脊椎椎体スペーサーとしての医療機器に適合させること、③研究期間内に臨床治験前までの準備を完了することである。

本研究開発は次の3つのステージによって実施する。

1) 基本部材開発ステージ (平成24、25年度)

基本的なCNT/PEEK材料開発は信州大学 (研究代表者：医学部教授齋藤直人、研究分担者：工学部准教授薄井雄企) が中心となり素材設計、生体親和性構造設計を実施する。その仕様に基づきインプラント製造経験のあるナカシマメディカル株式会社 (研究協力者：開発部西村直之) が実際のインプラント製造規格に基づき試験片を製造し、研究レベルにおける機械的特性を評価する。

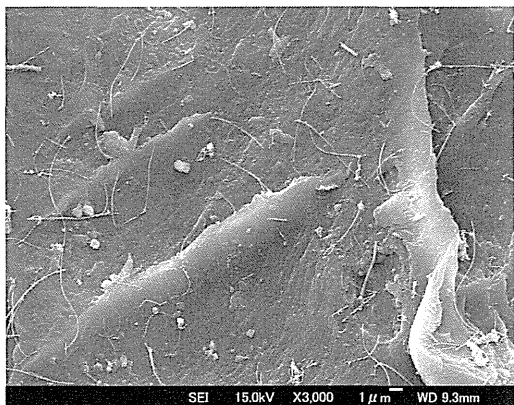
CNT/PEEKの生体安全性評価、骨親和性評価は、信州大学、松本歯科大学 (研究協力者：生化学字田川信之)、実験動物中央研究所 (研究協力者：試験事業部堤秀樹) が行う。in vivo試験としては、短期～長期の皮下および骨埋め込み試験、遺伝子改変マウスによる発癌

性試験など、in vitro試験としては、細胞毒性試験、遺伝毒性試験などを実施する。

CNT/PEEKの骨親和性は、本研究の重要課題の一つである。このため、予備実験として前倒しで骨親和性評価研究をすでに開始している。PEEK材の表面にCNTを付着させ、実験動物の骨孔に埋め込んだ。比較対照はCNTを付着していないPEEKである。数回の予備実験を行い、その結果を工学にフィードバックしてCNTの複合方法の検討を行い、CNTの骨誘導能が十分発揮できるインプラントの表面性状を構築する。

対象となる脊椎椎体スペーサーのコンセプトデザインは、信州大学 (齋藤直人、研究分担者：医学部教授加藤博之、研究分担者：医学部附属病院助教伊東清志) が中心となり、決定する。このコンセプトを基に実際のインプラント設計 (構造解析、詳細設計) を実施する。構造解析においては福岡大学 (研究分担者：工学部准教授森山茂章)、詳細設計においてはナカシマメディカル株式会社を実施する。

開発プロセスとして重要な素材開発においては、研究代表者らのグループでは既にCNT/ポリエチレン材料の開発を行った実績がある。これは人工関節摺動部材として現在実用化目前まで開発を進めた素材/医療器具である。この素材開発において電磁波利用CNT/ポリマー界面制御技術を開発し、完全な混合が困難なこれら2つの物質を融合させることに成功している。この部材は、弾性率は高いが耐衝撃性に優れるという相反する性質を両立させた。単純な混合では得られないこの電磁波利用界面制御技術はその形態だけでなく、その機能性向上 (機械物性への寄与と生体親和性への寄与) を期待できるものである。



CNT/PEEK 複合材料のSEM像



2) 薬事申請、臨床試験向けGLP試験、及びISO/JIS規格に従った物性確認試験（平成25、26年度）

具現化されたインプラントに関しては臨床試験を実現するためには①インプラントの機械的特性 ②安全性試験（GLP試験）を行う必要がある。

① インプラントの機械特性試験（研究代表者：信州大学、研究協力者：ナカシマメディカル株式会社）（一部外注）

- ・ 素材の検証試験  
検証すべき物性としては引張、曲げ、圧縮、回旋などの基本的な機械物性及び溶出などの科学的な物性を調査する。
  - ・ インプラント実物の試験  
脊椎の試験規格であるASTM規格F2077に従い試験を実施する必要がある。本試験を元に薬事承認申請の資料を整備する。規格に示されるように、静的圧縮、回旋、動的圧縮、回旋圧縮などの試験を実施する。
- ②安全性試験（GLP試験）（外注：GLP試験対応機関）  
安全性試験においてはGLP規格に基づき以下の項目の試験を実施する必要がある。

- 細胞毒性試験
- 感作性試験
- 復帰突然変異試験
- 染色体異常試験
- 短期筋肉内埋植試験（1週～4週）
- 骨内埋植試験（1週、4週、12週、24週、48週）

この他にも後述する薬事相談如何では、追加の試験を実施する可能性がある。

3) 臨床治験に向けた準備ステージ（PMDA対応など）（研究2年次～3年次）

上記項目2)と同時並行に薬事申請を行う。研究2年目後半より薬事戦略相談を実施し、申請における活動を開始する（研究代表者：信州大学、研究協力者：ナカシマメディカル株式会社）。

本研究の新規性より臨床治験が必要になると考えられるために、当該研究期間終了後直ちに信州大学が中心となり医師主導治験を実施する予定である。目標症例数は2施設合計66症例を予定している。

製品はClassIIIで申請を実施する予定である。

年次計画工程表

所掌	分担テーマ	H24				H25				H26			
		～6	～9	～12	～3	～6	～9	～12	～3	～6	～9	～12	～3
信州大学	素材設計												
	生体親和性構造設計												
	素材評価(生体)												
	インプラント設計												
	GLP試験対応												
	PMDA対応												
ナカシマメディカル(株)	素材試作												
	素材評価(機械物性)												
	インプラント詳細設計												
	ASTMF2077試験												
福岡大学	PMDA対応												
	構造解析(素材)												
	構造解析(インプラント)												
松本歯科大学	素材評価(生体)												
実験動物中央研究所	素材評価(生体)												
GLP外注機関	GLP試験対応												

【倫理面への配慮】

1. CNTを用いた実験を行なうにあたり、取り扱う研究者および周囲の安全性対策を十分に行なう。信州大学では研究開始当初から、国際基準を念頭において「カーボンナノチューブの取り扱いに関する注意事項」を作製して、常備している。実験に当たっては、全ての研究場所において、このマニュアルを忠実に遵守する。また、2009年に開催された厚生労働省・経済産業省・環境省の「ナノ安全性」三省合同説明会の資料に基いて、研究を行う。
2. 本研究は、信州大学動物実験等実施規定（平成19年7月1日施行）に則って実施するものであり、飼養保管施設ならびに実験室は既に承認済であり、関連法規制等及び倫理上の問題なく実施できる状況にある。
3. 本研究では、発癌性のある遺伝子操作マウスであるCB6F1-Tg rasH2マウスを用いて実験を行なうため、信州大学遺伝子組み換え実験等安全管理規定に則り、学長承認を受けて法令上及び倫理上、適正に実施する。
4. 生体埋め込み材料を開発する研究であるため、素材であるCNT単独およびCNT複合体の生体安全性の評価を十分に行う。評価は厚生労働省およびISOのガイドラインに準拠して行い、細胞毒性、感作性、遺伝毒性、埋植試験、慢性毒性、発癌性などの生物学的試験を研究初期から順次施行する予定である。また、医療用具としてインプラント関連JIS規格を遵守する。

## C. 研究結果 および D. 考察

### 1. 機械加工条件の検討

#### 1-1. 射出成形品の表面 SEM 観察

射出成形にて作製した7%CNT添加PEEK検体のSEM観察画像を図1-1に示す。本研究では骨伝導能を有しているCNTをPEEK材料に含有させることにより、金属よりも骨の弾性率に近く骨伝導能を有した脊椎スペーサーの開発



図1-1 射出成形品SEM観察画像

を目指している。CNTはin vivoで骨成形を促進することが明らかになっている[1]。そのため表層部分に、骨成形を促進作用のあるCNTをより突出させる処理が必要となってくる。図1-1より射出成形品では添加されたCNTが表面に突出することなく、CNT表面がPEEK樹脂に覆われているように観察された。よって本項では、よりCNTが突出する加工条件を検討することを目的とした。



図1-2 加工機械外観写真

1. Usui Y, et al:Small 4:240-246,2008(参考文献)

#### 1-2. 加工条件

表1-1に設定した加工条件、図1-2に加工に使用した加工機の外観写真を示す。ドリルには2枚刃超硬エンドミル及びボールエンド

ミルを用い、送り速度はそれぞれのドリルの一般的推奨値を用いた。回転数をそれぞれ3条件設定し加工を実施後、表面部分のSEM観察を行った。

表1-1 加工条件

ドリル	2枚刃超硬エンドミル			ボールエンドミル		
送り速度(mm/min)	270			1000		
回転数(rpm)	500	5000	10000	6000	8000	10000

#### 1-3. SEM 観察結果

2枚刃超硬エンドミルの回転数500rpmで加工した7%CNT添加PEEKの表面部分のSEM画像を図1-3に、回転数5000rpmのSEM画像を図1-4に、回転数10000rpmのSEM画像を図1-5に示す。ボールエンドミルの回転数6000rpmで加工した7%CNT添加PEEKの表面部分のSEM画像を図1-6に、回転数8000rpm

のSEM画像を図1-7に、回転数10000rpmのSEM画像を図1-8に示す。図1-3、1-4、1-5、1-6、1-7、1-8より回転数が小さい方がよりCNTが突出しやすいことが確認された。これは、回転数が大きくなるとドリルと材料表面との間の発熱量が増加し、樹脂が溶けて延びてしまうためと考えられる。



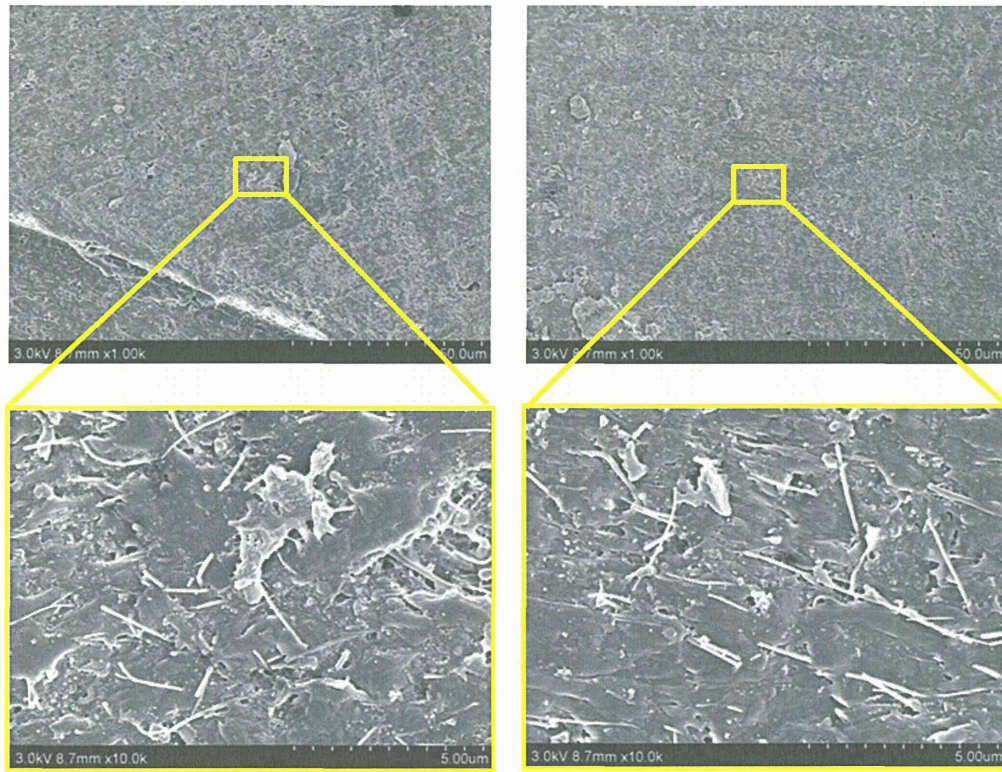


図1-3 2枚刃超硬エンドミル 回転数500 rpm

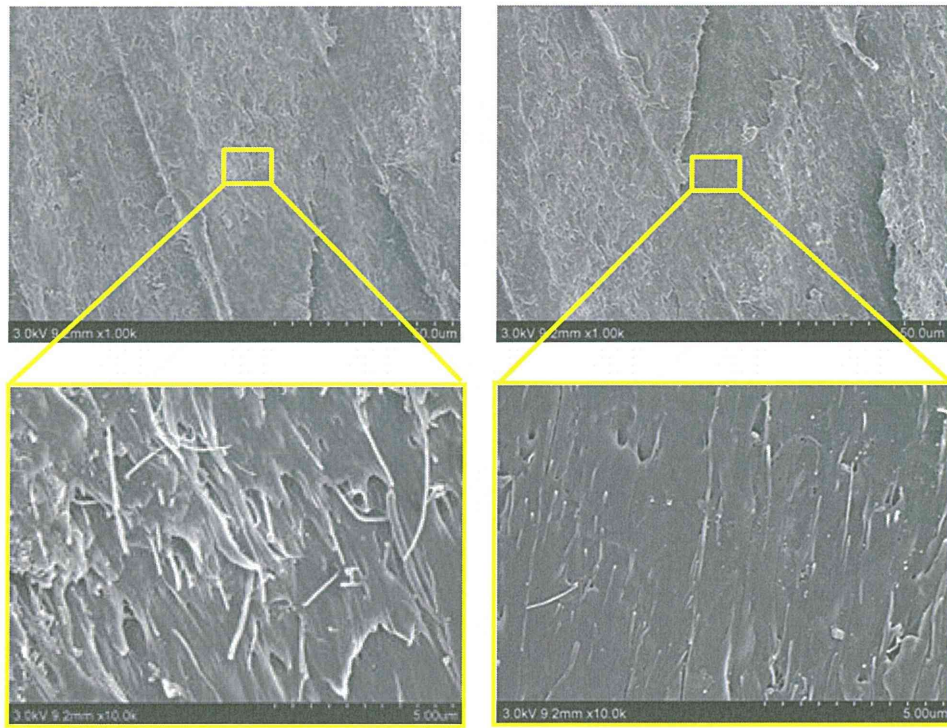


図1-4 2枚刃超硬エンドミル 回転数5000 rpm

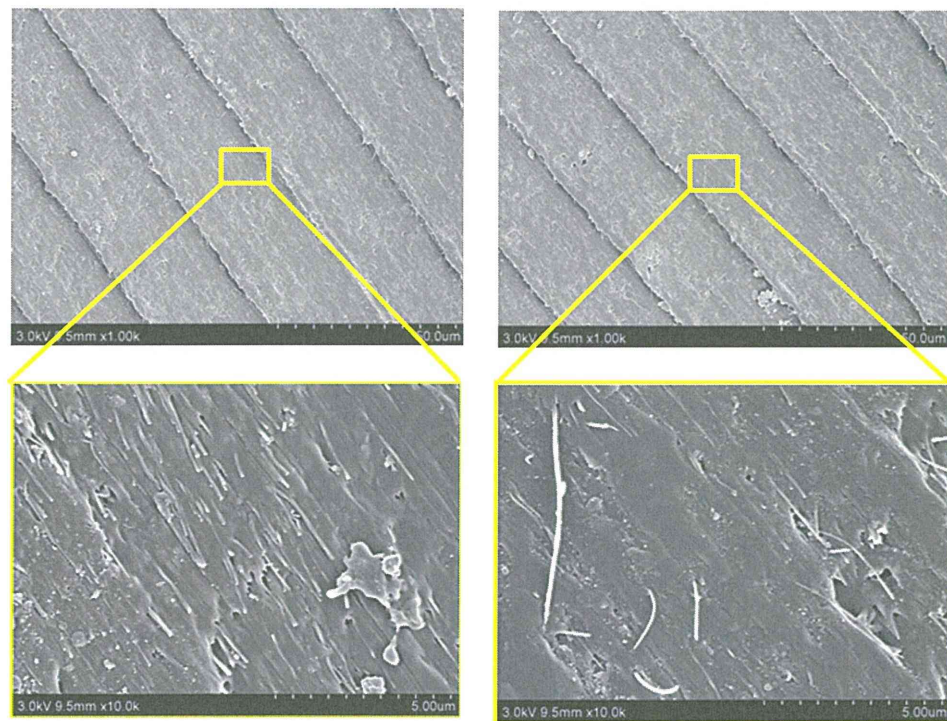


図1-5 2枚刃超硬エンドミル 回転数10000 rpm



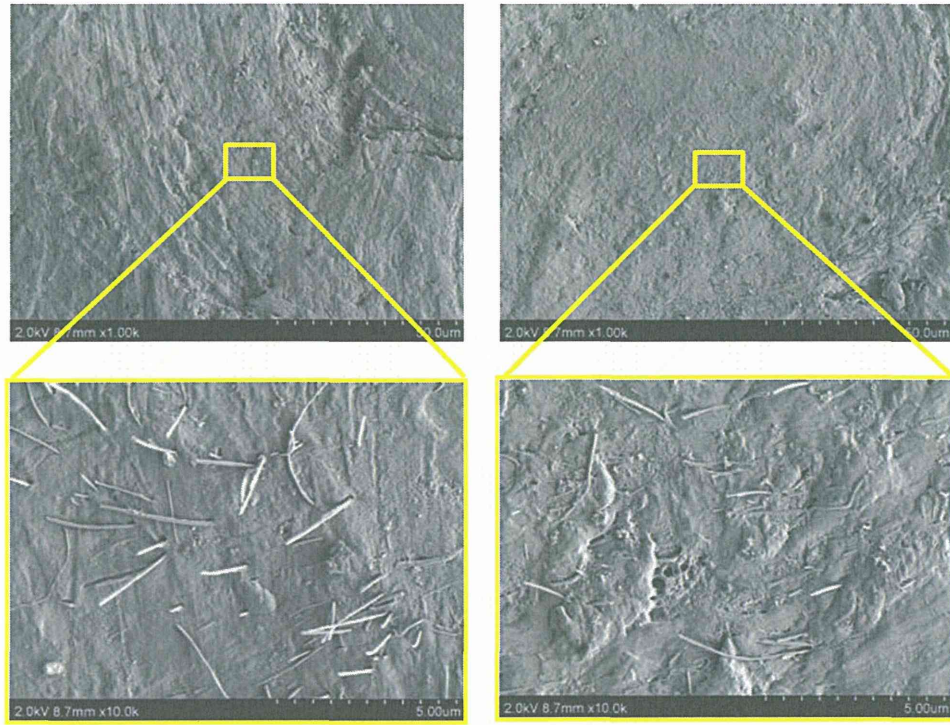


図 1-6 ボールエンドミル 回転数6000 rpm

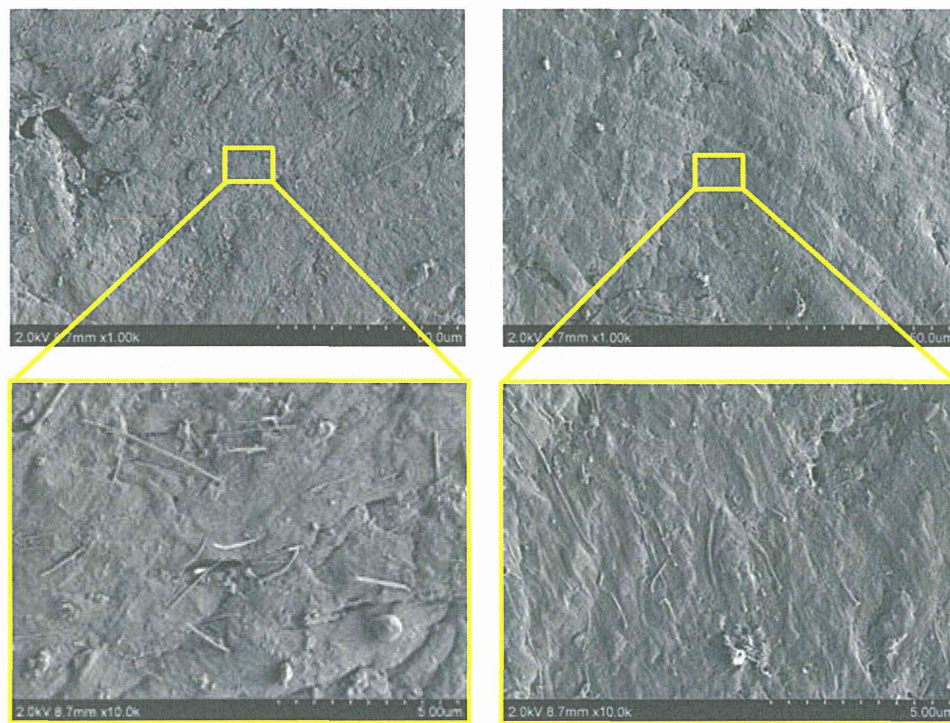


図 1-7 ボールエンドミル 回転数8000 rpm

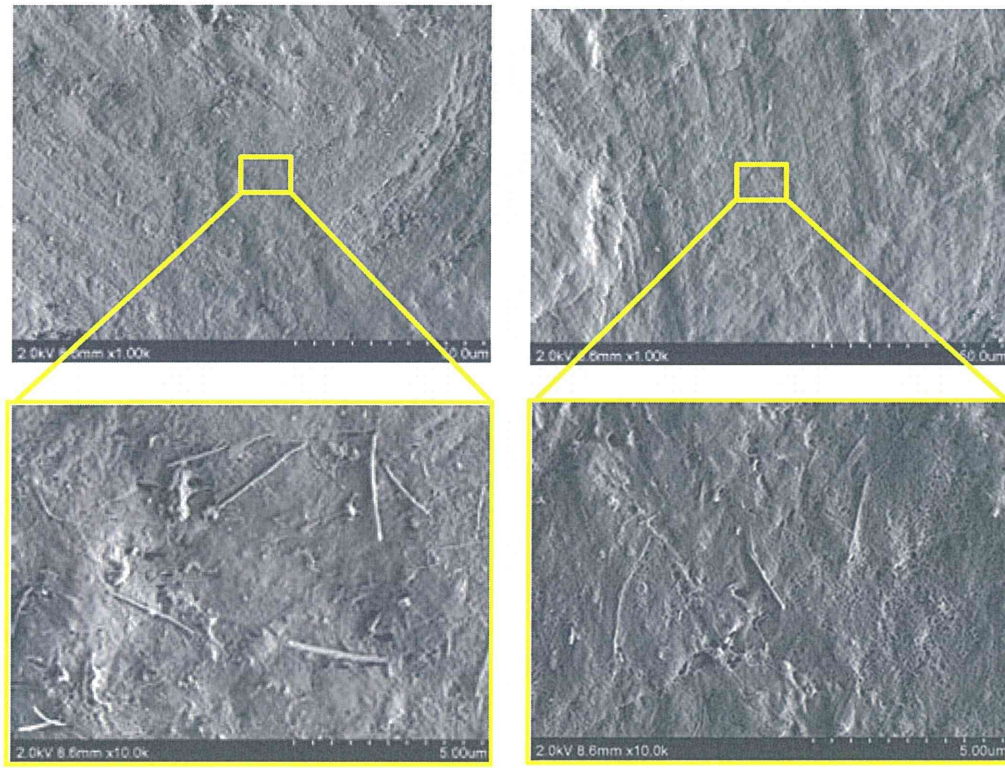


図1-8 ボールエンドミル 回転数10000 rpm

#### 4. まとめ

CNT 添加 PEEK 材料の表面部分に CNT をより突出させる条件を調査するため、2 枚刃超硬エンドミル及びボールエンドミルを用いて回転数を各 3 条件ずつ設定し SEM 観察を行った。その結果回転数が小さい方が、よ

り CNT が突出しやすいことが確認された。製品形状の加工には 2 枚刃超硬エンドミルよりもボールエンドミルが適しているため、CNT 添加 PEEK 材料の加工条件としてはボールエンドミルを用い回転数 6000 rpm が最適条件であると考えられる。



## 2. 機械的特性及び力学特性評価

### 2-1. 機械的特性試験

#### 2-1-1. 目的

PEEK 材料は高い機械的強度、寸法安定性、耐薬品性に優れ、脊椎スペーサーの用いる材料として十分な機械的特性を有しており、またその特性を生かして実際の臨床応用が進められている。本項目の目的は CNT/PEEK 複合材料において、機械的特性試験を実施し CNT 添加後においても PEEK 材そのものの機械的特性を維持していることを確認することである。昨年度実施した機械的特性試験としては、引張、シャルピー、粘弾性試験を行い、CNT 含有後も PEEK 材そのものの高い機械的特性が維持されていることを確認した。本年度は、材料の圧縮特性を測定する圧縮試験を実施した。

#### 2-1-2. 使用材料

検体は以下の 4 種類の試験片を用いた。  
(1) 純 PEEK : VESTAKEEP L4000G (ダイセル・エボニック社製 工業グレード) 丸棒材料  
(2) 3% CNT 添加 PEEK : VESTAKEEP 2000P (ダイ

セル・エボニック社製 工業グレード) と CNT (MWNT-7 保土ヶ谷化学工業株式会社製) を混練し押出成形したもの

(3) 5% CNT 添加 PEEK : VESTAKEEP 2000P (ダイセル・エボニック社製 工業グレード) と CNT (MWNT-7 保土ヶ谷化学工業株式会社製) を混練し押出成形したもの

(4) 7% CNT 添加 PEEK : VESTAKEEP 2000P (ダイセル・エボニック社製 工業グレード) と CNT (MWNT-7 保土ヶ谷化学工業株式会社製) を混練し押出成形したもの

#### 2-1-3. 試験方法

図 2-1 に示す万能試験機を用い、ASTM D695 規格に準拠した純 PEEK 及び CNT 添加 PEEK の圧縮試験を実施した。検体には上記 2-1-2. 使用材料に示した 4 種類の材料を用い、押出方向に垂直及び平行方向から切り出した検体を各 5 検体ずつ用いた。押出方向に対し 2 種類の検体を作製した理由としては、材料の異方性による圧縮特性の影響を評価するためである。図 2-2 に検体外観写真を示す。圧縮速度 1.3 mm/min で試験を実施し、5% オフセット圧縮降伏強さ、圧縮弾性率を求めた。

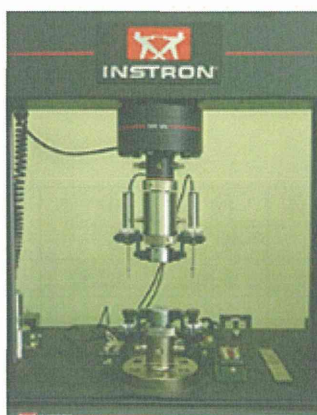


図 2-1 万能試験機

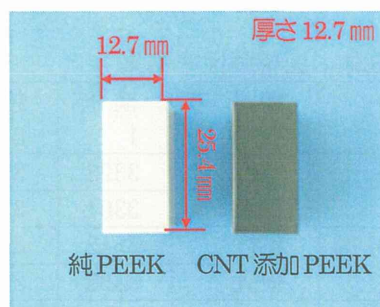


図 2-2 検体外観写真

#### 2-1-4. 試験結果及び考察

ASTM D695 規格に準拠した純 PEEK 及び CNT 添加 PEEK の圧縮試験を実施した結果を表 2-1、2-2、図 2-3、2-4 に示す。全ての試験検体において試験機の最大荷重である 100 kN に到達したため、試験を終了した。また全ての試験検体において、降伏点は見られず、破壊も起こらなかった。図 2-3、2-4 より、5%オフセット圧縮降伏強さ及び圧縮弾性率において、CNT 添加 PEEK が純 PEEK よりも大きな値を示した。また図 2-3 より、純 PEEK 及び 5%CNT 添加 PEEK 検体において、押出方向に対して垂直に加工した検体の方が、大きな値を示した。その他の検体及び図 2-4 については、有意な差は見られなかった。

試験結果より、CNT を添加することで 5%オフセット圧縮降伏強さ及び圧縮弾性率が大きくなっていることから、CNT 添加により圧縮特性が向上したと判断できる。これは、PEEK 内に含有された CNT によって圧縮特性が向上したためと考えられる。また 5%オフセット圧縮降伏強さにおいて、長軸方向に垂直に加工した検体の方がやや高い値を示した。この原因は、押出成形により PEEK 及び CNT が配向しているためと考えられるが、5%オフセット圧縮降伏強さの純 PEEK 及び 5%CNT 添加 PEEK 検体以外は有意な差が認められなかったため、異方性による圧縮特性の影響があると判断することは難しいと考えられる。

表 2-1 各検体の 5%オフセット圧縮降伏強さ結果

単位:MPa

試験検体	加工方向	検体 1	検体 2	検体 3	検体 4	検体 5	平均	標準偏差
純 PEEK	平行	133	133	132	133	133	133	0.481
	垂直	134	134	134	135	135	134	0.365
3%CNT 添加 PEEK	平行	142	142	142	141	142	142	0.321
	垂直	142	142	143	143	143	142	0.396
5%CNT 添加 PEEK	平行	142	142	142	142	142	142	0.110
	垂直	143	143	143	143	143	143	0.130
7%CNT 添加 PEEK	平行	143	141	144	144	143	143	1.057
	垂直	144	144	143	144	144	144	0.321

表 2-2 各検体の圧縮弾性率結果

単位:MPa

試験検体	加工方向	検体 1	検体 2	検体 3	検体 4	検体 5	平均	標準偏差
純 PEEK	平行	3323	3310	3284	3303	3352	3315	25.6
	垂直	3361	3337	3344	3324	3341	3341	13.4
3%CNT 添加 PEEK	平行	3542	3506	3534	3488	3547	3523	25.4
	垂直	3485	3575	3529	3586	3529	3541	40.4
5%CNT 添加 PEEK	平行	3479	3481	3561	3404	3552	3495	64.0
	垂直	3516	3481	3469	3569	3466	3500	43.3
7%CNT 添加 PEEK	平行	3482	3469	3507	3524	3531	3502	26.6
	垂直	3488	3555	3470	3444	3542	3500	47.4

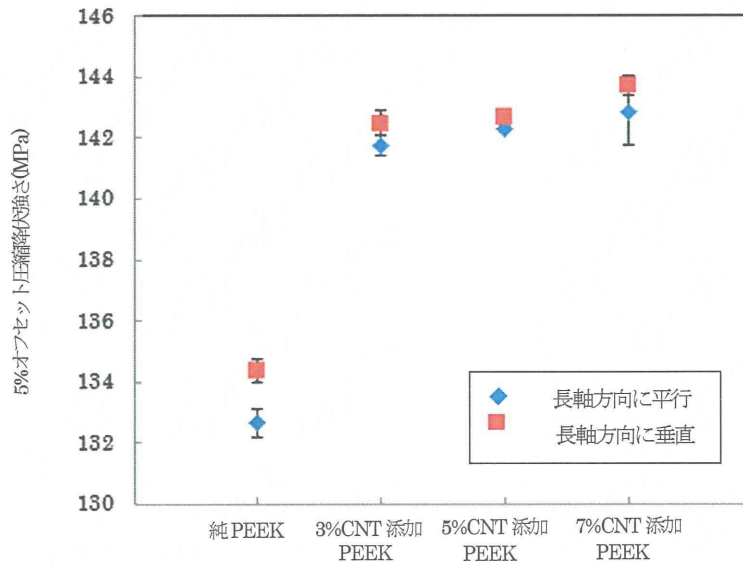


図 2-3 5%オフセット圧縮降伏強さまとめ

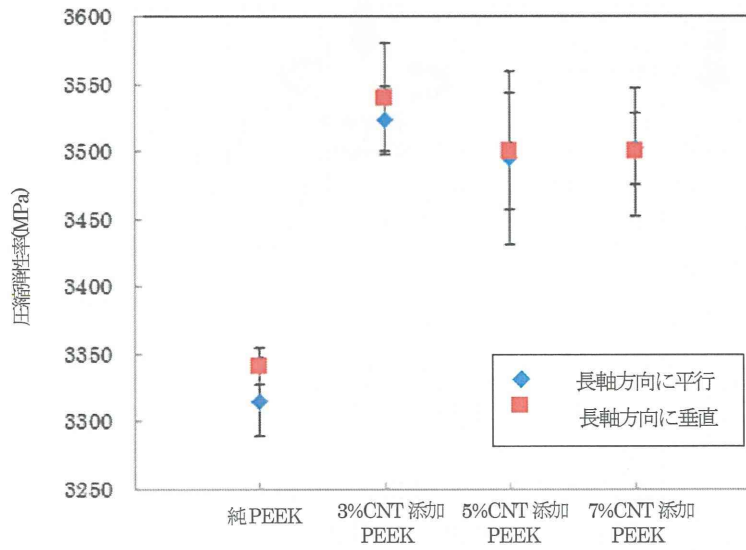


図 2-4 圧縮弾性率まとめ



## 2-2. 力学特性試験

### 2-2-1. 目的

製品化に関して現在試作している脊椎スペーサーの圧縮、回旋強度を測定するため試作製品形状での静的圧縮及び静的回旋試験を実施した。

### 2-2-2. 使用材料

検体は以下の2種類の試験片を用いた。

- (1) 純 PEEK : VESTAKEEP L4000G (ダイセル・エポニック社製 工業グレード) 丸棒材料
- (2) 7%CNT 添加 PEEK : VESTAKEEP 2000P (ダイセル・エポニック社製 工業グレード) と CNT (MWNT-7 保土ヶ谷化学工業株式会社製) を混練し押出成形したもの

### 2-2-3. 試験方法

使用した試験機器に関して、静的圧縮試

験では図 2-5 に示す万能試験機を用い、静的回旋試験では図 2-6 に示すエレクトロパルスを用いて、ASTM F2077 規格を準用した純 PEEK 及び CNT 添加 PEEK の静的圧縮及び静的回旋試験を実施した。検体には上記 2-2-2. 使用材料に示した2種類の材料を各3検体ずつ用いた。図 2-7 に検体外観写真、図 2-8 に治具外観写真を示す。治具材料には SUS630 材料を用い、検体形状に沿ったはめ込溝を有した形状となっている。静的圧縮試験では圧縮速度 0.5 mm/min で試験を実施し、負荷荷重が 40 kN に到達した時点で試験を終了した。静的回旋試験では回旋速度 10 deg/min で試験を実施し、試験検体の破損又は回旋角度 30 deg に到達した時点で試験を終了した。圧縮試験においては、図 2-7 の試験片寸法にて現在試験実施中である。



図2-5 万能試験機



図2-6 エレクトロパルス

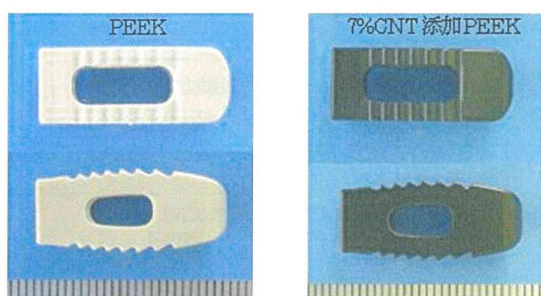


図2-7 検体外観写真