

図2-10 粘弾性試験まとめ

## 2-2. 赤外線カメラを用いた応力解析の実施

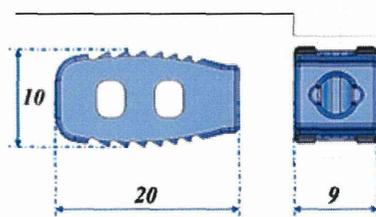
### I. 目的

本解析の目的はCNT添加PEEK複合材料の脊椎スペーサーの開発する際にCNT添加により脊椎ケージに加わる応力がどのように変化するかを測定するためである。試作した脊椎ケージ(図2-11参照)を検体に用いて圧縮疲労試験時、回旋疲労試験を実施し、ケージ表面に加わる応力を、赤外線カメラにより解析した。

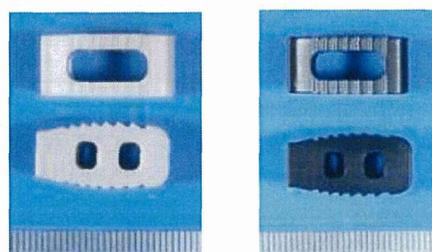
赤外線カメラによる応力測定は熱弾性効果を使用したものである。圧縮に関しては

発熱、引張りにおいては吸熱を示す。気体においては非常に大きな温度変化を示すが、固体においては非常に小さい温度変化しか示さない。しかし近年の赤外線カメラの進化により非常に小さい温度変化をとらえる事が可能になっている。温度変化量は、熱弾性係数と物体の温度、及び主応力の変化量の積に比例するものである。

例えば鋼の場合、1MPaの応力変化(応力振幅)で約0.001K(1mK)の温度変化に相当する熱量変化が有る。これらの変化を用いて試作したケージの応力分布を計測した。



(a) 検体寸法



純PEEK CNT添加PEEK

(b) 検体外観写真

図2-11 試作ケージ

### II. 予備試験

脊椎ケージ圧縮、回旋疲労試験を実施するにあたり、圧縮荷重範囲、トルク範囲を求めるため、ASTM F2077規格を準用した静的圧縮、回旋試験を実施した。なお、試験に用いた検体は図2-11の試作ケージであり、試験材料には純PEEK、7%CNT添加PEEKを各3検体ずつ用いた。静的圧縮試験では、インストロン社製の万能試験機を用いて試験速度0.5mm/minで圧縮した。負荷荷重が40kN

に到達するか、試験検体が破損するまで試験を実施した。静的圧縮試験結果を表2-4、図2-12に示す。静的圧縮試験では、インストロン社製のエレクトロパルスを用いて負荷荷重500Nを加え回旋速度10deg/minで回旋した。静的回旋結果を、表2-5、図2-13に示す。試験結果より、圧縮疲労試験時の圧縮荷重範囲、回旋疲労試験時のトルク範囲を決定した。決定した圧縮荷重範囲、トルク範囲はIII. 試験方法に記載する。

表 2-4 静的圧縮試験結果

試作ケー ジ純PEEK	弾性領域		2%オフセット		剛性 (N/mm)
	最大荷重 (N)	最大変位 (mm)	荷重 (N)	変位 (mm)	
検体1	4316	0.31	7385	0.56	16038
検体2	4225	0.34	6610	0.53	15301
検体3	5182	0.46	5700	0.51	14050
平均値	4574	0.37	6565	0.53	15130
標準偏差	431	0.07	689	0.02	821

試作ケー ジ7%CNT添加PEEK	弾性領域		2%オフセット		剛性 (N/mm)
	最大荷重 (N)	最大変位 (mm)	荷重 (N)	変位 (mm)	
検体1	5278	0.37	7950	0.60	15994
検体2	5737	0.41	7975	0.61	15751
検体3	5453	0.44	6660	0.54	15088
平均値	5489	0.41	7528	0.58	15611
標準偏差	189	0.03	614	0.03	383

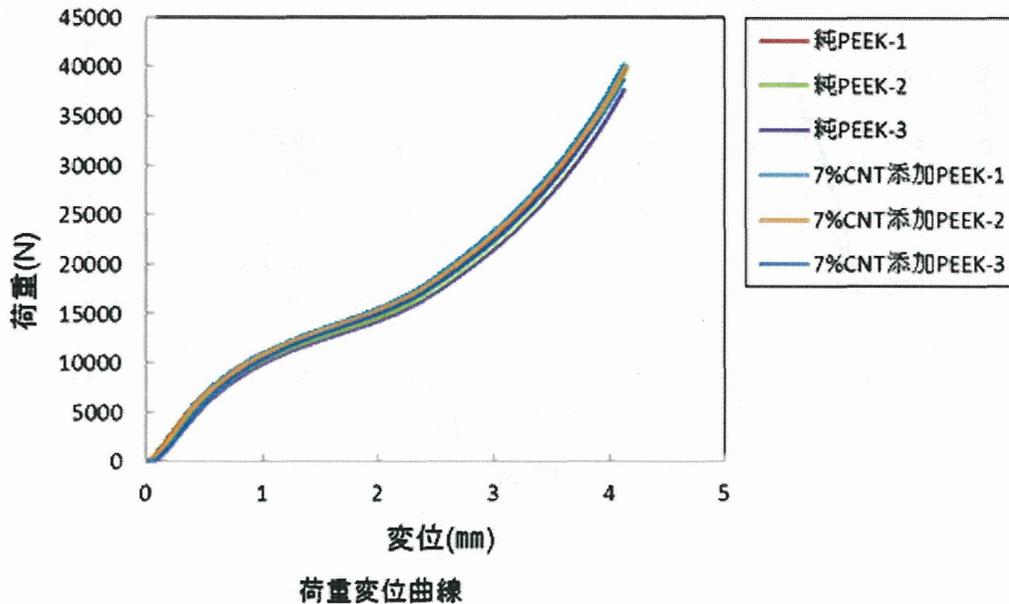


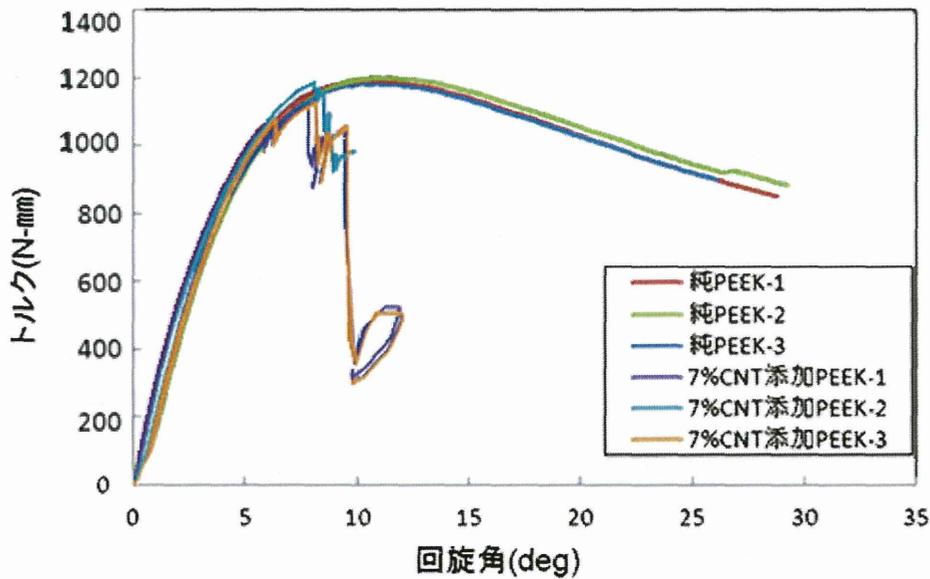
図 2-12 静的圧縮試験結果

表 2-5 静的回旋試験結果

試作ケー ジ 純PEEK	弾性領域		2%オフセット		最大 トルク (N・mm)	最大 角度 (deg)	ねじり 剛性 (N・mm)
	最大トルク (N・mm)	最大角度 (deg)	トルク (N・mm)	角度 (deg)			
検体1	3655	1.32	9310	4.66	11931	10.09	2888
検体2	3816	1.90	9130	4.93	12022	10.71	2615
検体3	3401	1.23	9180	4.74	11818	10.14	2771
平均値	3624	1.49	9207	4.78	11923	10.31	2758
標準偏差	171	0.30	76	0.11	83	0.28	112

試作ケー ジ 7%CNT添加 PEEK	弾性領域		2%オフセット		最大 トルク (N・mm)	最大 角度 (deg)	ねじり 剛性 (N・mm)
	最大トルク (N・mm)	最大角度 (deg)	トルク (N・mm)	角度 (deg)			
検体1	2646	0.84	9140	4.30	10616	5.76	3170
検体2	3460	1.27	9450	4.65	11887	8.08	2936
検体3	3277	1.49	9415	4.82	10791	6.22	2786
平均値	3128	1.20	9335	4.59	11098	6.69	2964
標準偏差	349	0.27	139	0.22	563	1.00	158



トルク角度曲線

図 2-13 静的回旋試験結果

### III. 試験方法

ASTM F2077 規格を準用した試作脊椎ケージ圧縮、回旋疲労試験の赤外線カメラによる応力測定試験を実施した。圧縮疲労試験体には純 PEEK、3%、5%、7%CNT 添加 PEEK、回旋疲労試験検体には純 PEEK、7%CNT 添加 PEEK を用いた。図 2-14 に検体図、図 2-15 に試験状況を示す。予備試験結果より、圧縮疲労試験時の圧縮荷重範囲を 225~2250 N(弾性限界の 50%値)、112.5~1125 N(弾性限界の 25%値)、337.5~3375 N(弾性限界の 75%値)3 条件として純 PEEK 試作脊椎ケージのみで試験を実施した。その後、純 PEEK 実施結果より圧縮荷重範囲を 1 条件に絞り、

3%、5%、7%CNT 添加 PEEK 試作脊椎ケージの試験を実施した。回旋疲労試験条件においては、予備試験結果より、トルク範囲を弾性限界内である 0.3~3.0 N・m とし、純 PEEK、7%CNT 添加 PEEK 試作脊椎ケージで試験を実施した。なお、0.3~3.0 N・m 範囲で赤外線カメラ測定データのケージ表面温度変化が小さい場合は、2%オフセットトルク内 9.0N・m 内にてトルク範囲を決め試験を実施する。試験では、1 条件 1 検体で実施し、赤外線カメラにより、後方(穴あり)、側面、前方(穴無)の 3 方向から撮影を行った(図 2-14 参照)。

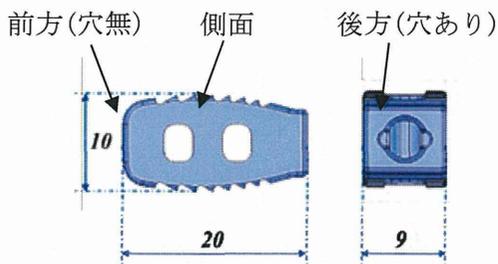


図 2-14 検体図



図 2-15 試験状況

### IV. 試験結果及び考察

ASTM F2077 規格を準用した圧縮荷重範囲 225~2250 N(弾性限界の 50%値)、112.5~1125 N(弾性限界の 25%値)、337.5~3375 N(弾性限界の 75%値)3 条件の純 PEEK 試作脊椎ケージ圧縮疲労試験応力測定結果を図 2-16 に、最大応力をまとめたデータを表 2-6、図 2-17 に示す。図 2-16(a)の結果より、圧縮荷重範囲が 112.5~1125 N の時は、ケージ表面の応力が測定できていないことがわかる。圧縮荷重範囲 3 条件を比較すると、337.5~3375 N の範囲が最も応力変化が明確であったため、3%、5%、7%CNT 添加 PEEK 試作脊椎ケージの試験では、圧縮荷重範囲を 337.5~3375 N とした。圧縮荷重範囲 337.5~3375 N の時の純 PEEK、3%、5%、7%CNT 添加 PEEK 試作脊椎ケージの応力測定結果を図 2-18 に、最大応力値をまとめたものを表 2-7、図 2-19 に示す。

ASTM F2077 規格を準用したトルク範囲 0.3~3.0 N・m 時の純 PEEK 試作脊椎ケージ応力測定結果を図 2-20 に示す。図 2-20 より、ケージ表面の応力変化が小さいことが分かる。このことより、2%オフセットトルク内である 0.45~4.5 N・m 及び 0.6~6.0 N・m の 2 条件で純 PEEK 試作脊椎ケージの回

旋疲労試験を実施した。応力測定結果を図 2-21 に 0.3~3.0 N・m を含めた最大応力値をまとめたものを表 2-8、図 2-22 に示す。図 2-20、図 2-21、図 2-22 の結果より、トルク範囲が 0.6~6.0 N・m の時は、ケージ表面の応力が測定できているが、他の 2 条件については応力分布が測定できていないことがわかる。このことより、7%CNT 添加 PEEK 試作脊椎ケージの試験では、トルク範囲を 0.6~6.0 N・m とした。トルク範囲 0.6~6.0 N・m 時の純 PEEK、7%CNT 添加 PEEK 試作脊椎ケージの応力測定結果を図 2-23 に、最大応力値をまとめたものを表 2-9、図 2-24 に示す。

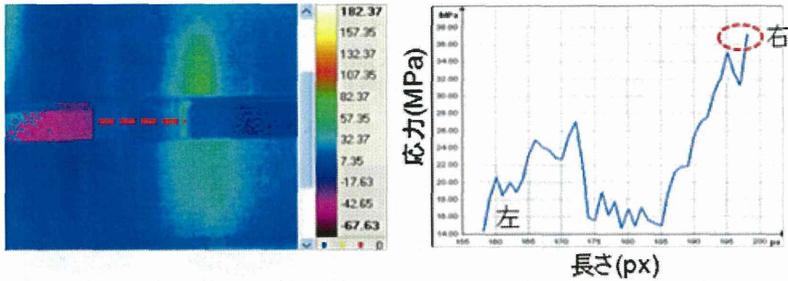
試験結果より、純 PEEK と CNT 添加 PEEK 材料では、大きな応力分布の違いは見られなかった。しかしながら、回旋疲労試験では、側面部のみ純 PEEK と 7%CNT 添加 PEEK にて大きな差が出ているが、これは図 2-23 より、検体の見え方が異なっているためと考えられる。また、7%CNT 添加 PEEK 試験時は純 PEEK 時よりも、検体と赤外線カメラ間の距離が短くなっていたため、分解能も異なっている。応力比較試験時にはカメラ位置を固定し、常に同じ撮影角度、分解能で撮影すると、より正確なデータが得られる

と推測される。

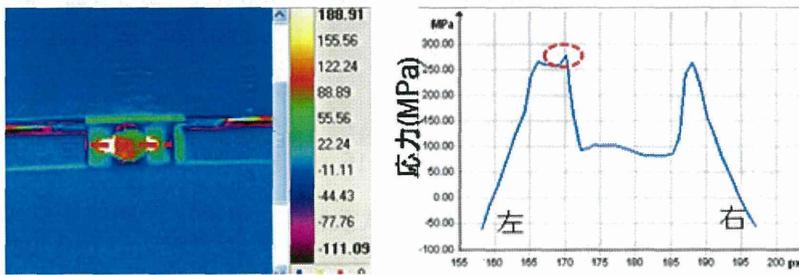
また、ケージ圧縮疲労試験、回旋疲労試験においてケージ表面に加わる応力分布及び応力値データが測定できたが、荷重圧縮範囲及びトルク範囲が小さいと応力が測定できなかった。これは、試験時に赤外線カメラに送られる電気信号が小さかったため

と考えられる。

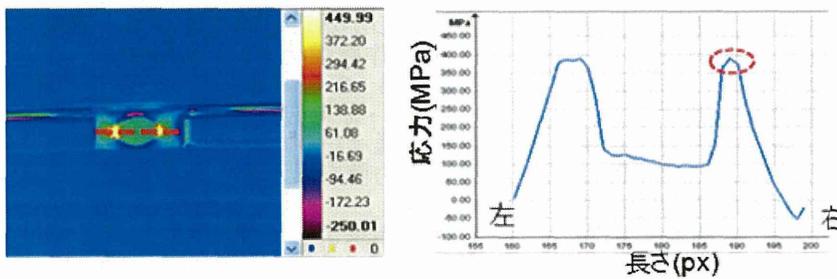
今回実施した試験結果より、圧縮、回旋疲労試験時にはケージ後方(穴あり)、側面の穴周囲に、より応力が集中している傾向であった。CNT量増加による大きな変動は見られなかったため、もともとのPEEK物性は維持されていると考えられる。



(a) 荷重圧縮範囲 112.5~1125 N



(b) 圧縮荷重範囲 225~2250 N



(c) 圧縮荷重範囲 337.5~3375 N

----- : 応力測定箇所

図2-16 圧縮疲労試験純PEEK試作脊椎ケージ応力測定結果

表 2-6 各圧縮荷重範囲における最大応力値 単位：(MPa)

圧縮荷重範囲	112.5～1125 N	225～2250 N	337.5～3375 N
最大応力値	37.15	275.3	389.02

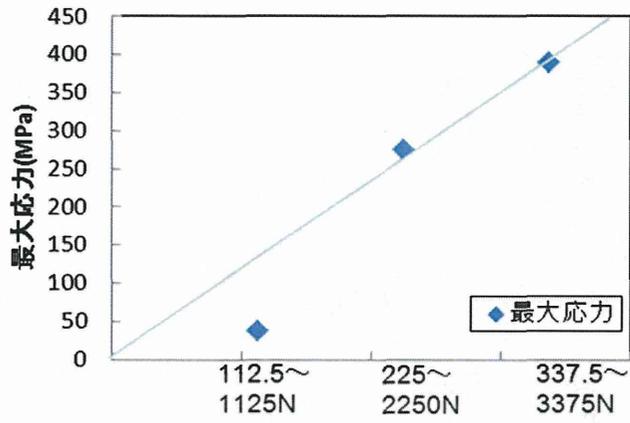
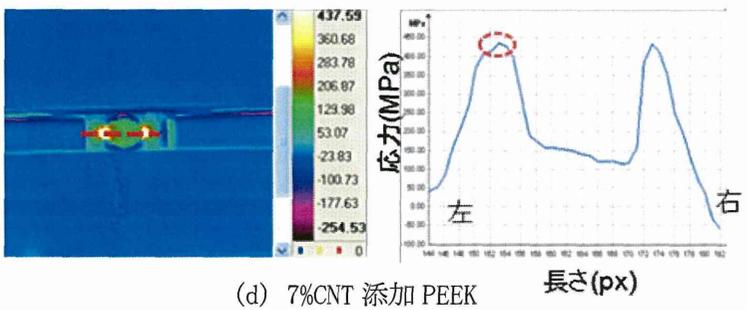
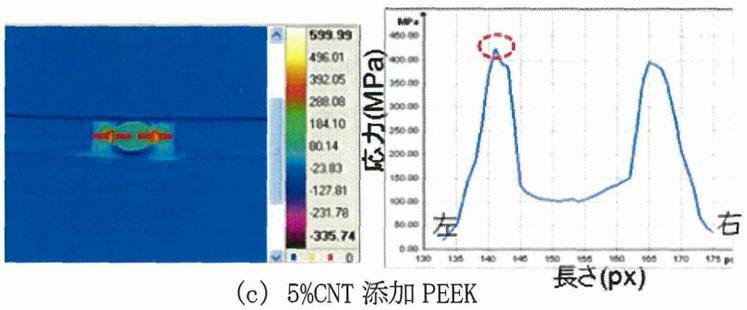
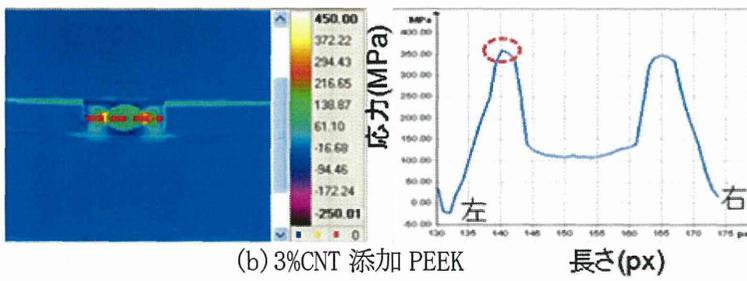
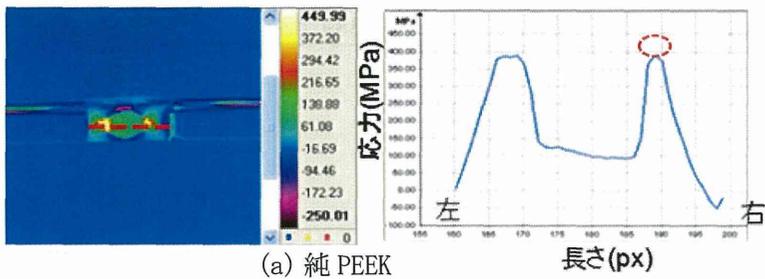
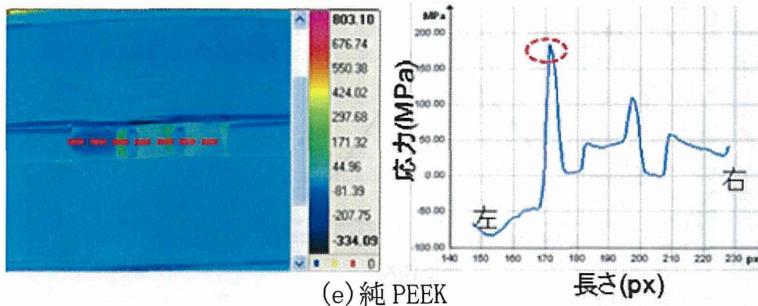


図 2-17 純 PEEK 試作脊椎ケージ最大応力値まとめ

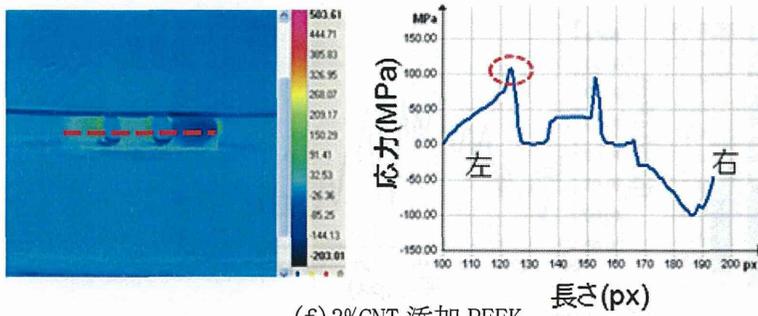
後方(穴あり)



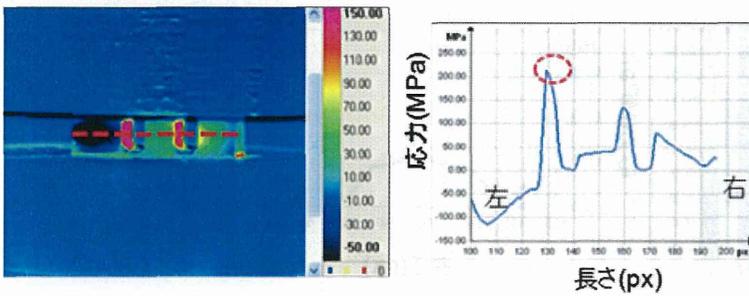
側面



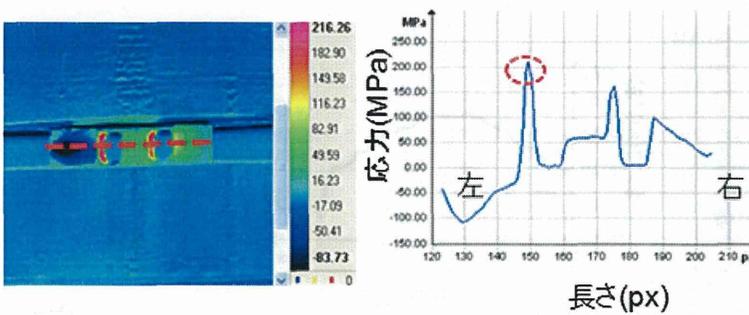
(e) 純 PEEK



(f) 3%CNT 添加 PEEK

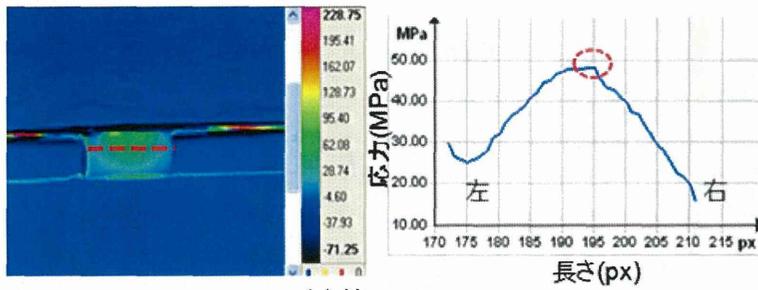


(g) 5%CNT 添加 PEEK

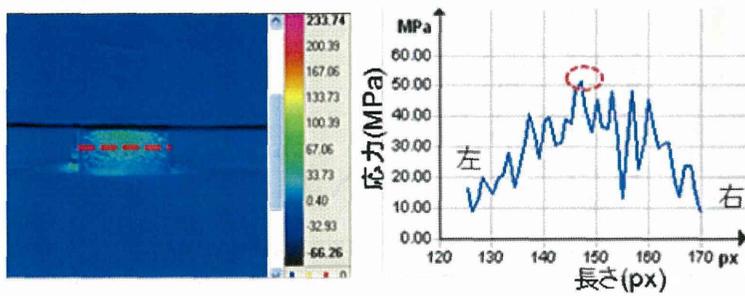


(h) 7%CNT 添加 PEEK

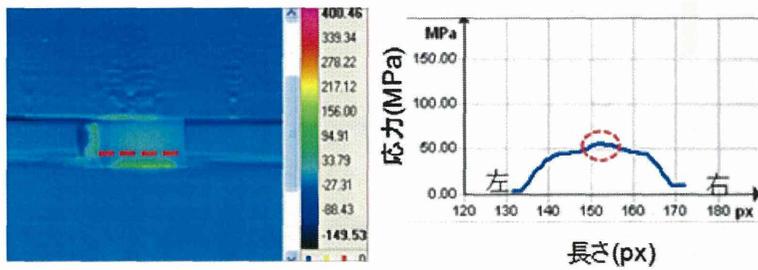
前方(穴無)



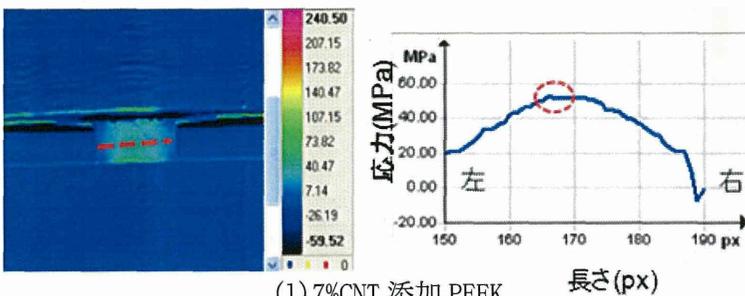
(i) 純 PEEK



(j) 3%CNT 添加 PEEK



(k) 5%CNT 添加 PEEK



(l) 7%CNT 添加 PEEK

----- : 応力測定箇所

図2-18 圧縮荷重範囲337.5~3375 Nにおける各検体の応力測定結果

表 2-7 圧縮荷重範囲 337.5~3375 N における各検体の最大応力値  
単位：(MPa)

検体名	後方(穴あり)	側面	前方(穴無)
純 PEEK	389.02	182.37	47.87
3%CNT 添加 PEEK	359.18	106.68	51.47
5%CNT 添加 PEEK	423.56	212.09	55.69
7%CNT 添加 PEEK	434.97	209.18	52.13

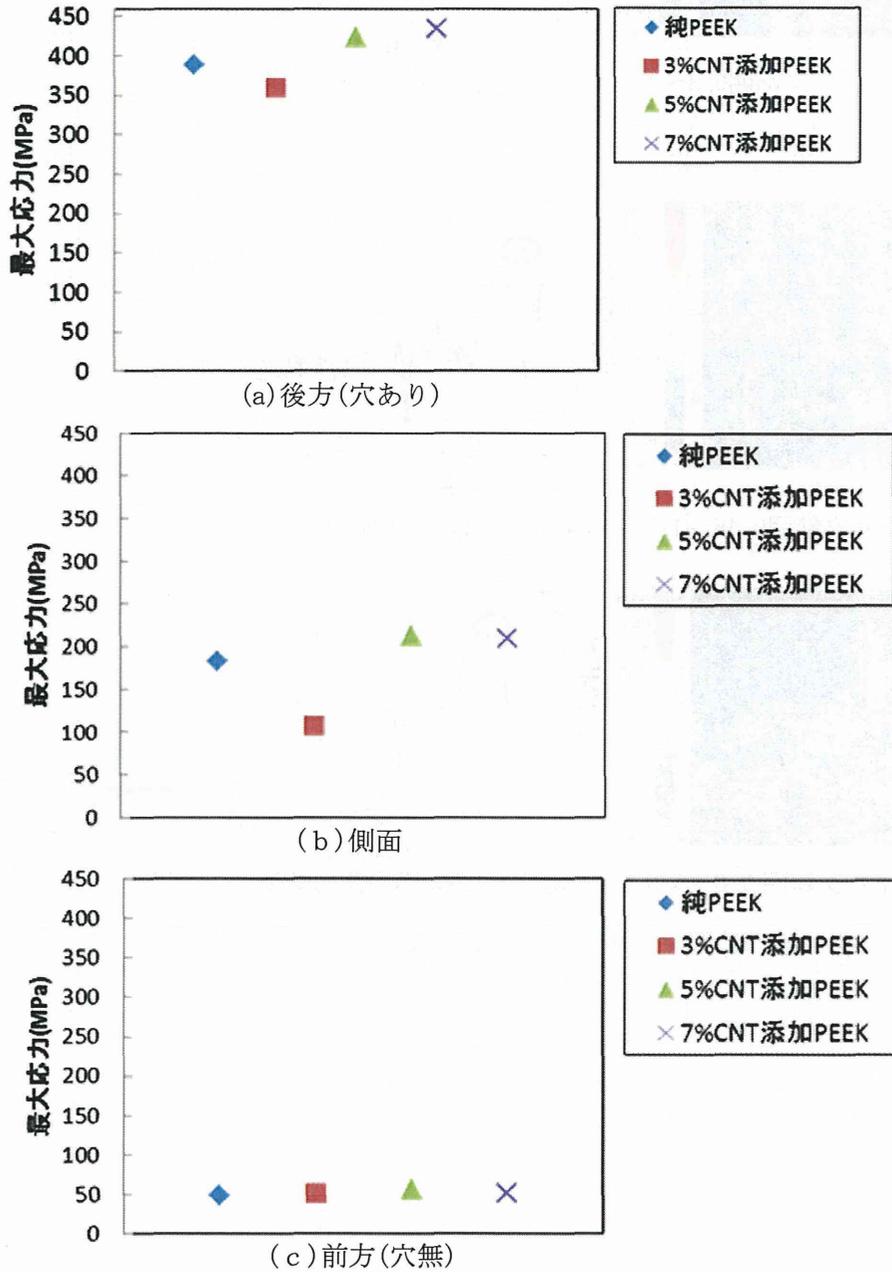


図 2-19 圧縮荷重範囲 337.5~3375 N における最大応力値まとめ

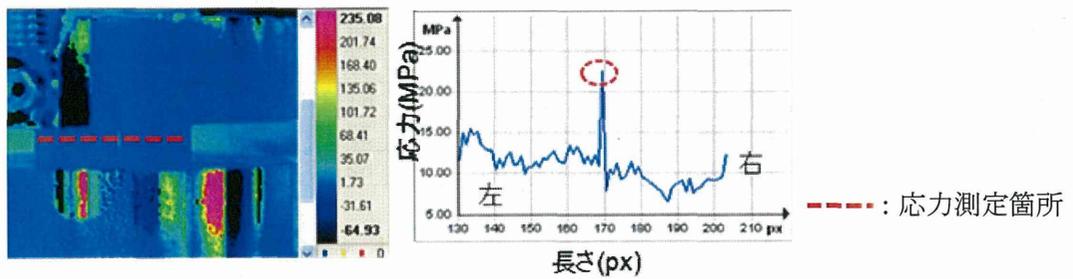
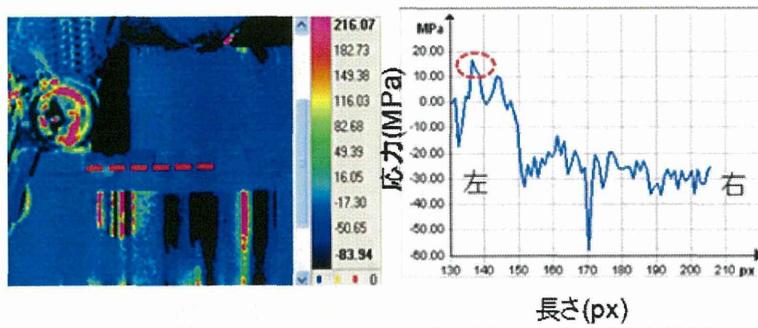
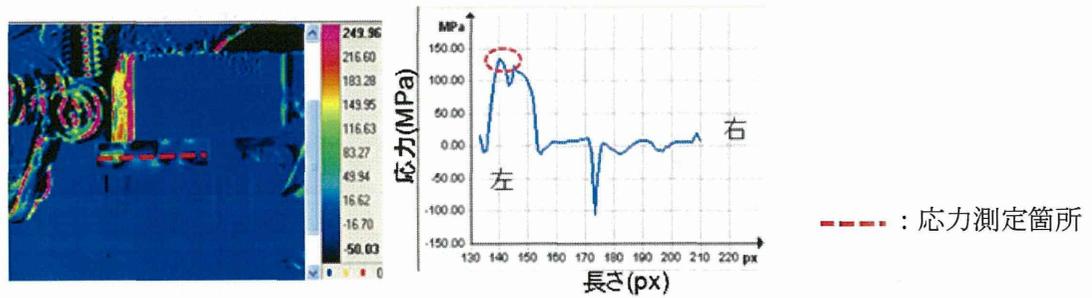


図2-20 トルク範囲0.3~3.0 N・m時の純PEEK応力測定結果



(a) トルク範囲0.45~4.5 N・m時の純PEEK応力測定結果



(b) トルク範囲 0.6~6.0 N・m 時の純 PEEK 応力測定結果

図 2-21 各トルク範囲での純 PEEK 応力測定結果

表2-8 各トルク範囲における純PEEK最大応力値 単位：(MPa)

トルク範囲	0.3~3.0 N・m	0.45~4.5 N・m	0.6~6.0 N・m
最大応力値	22.36	15.8	133.19

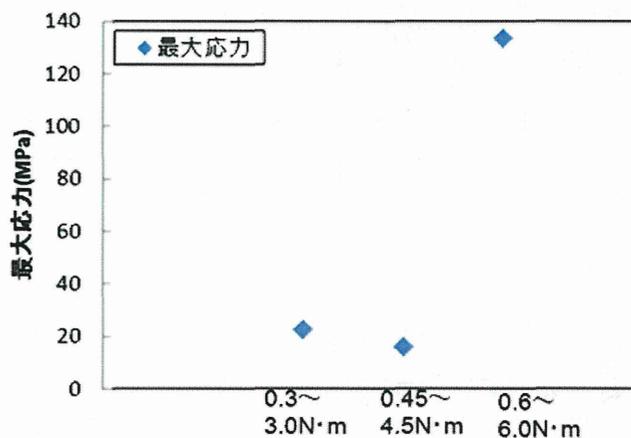
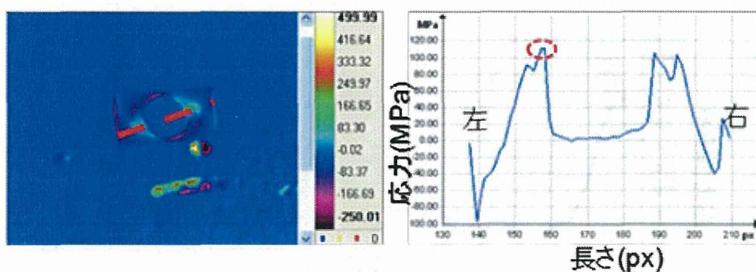
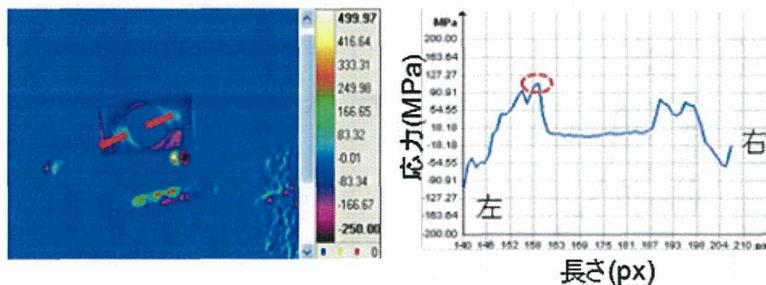


図2-22 各トルク範囲における純PEEK最大応力値まとめ

後方(穴あり)

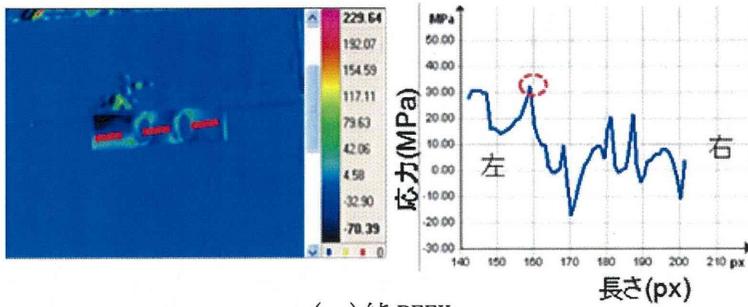


(a) 純PEEK

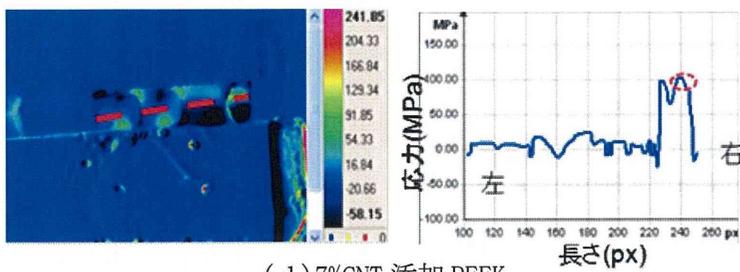


(b) 7%CNT 添加 PEEK

側面

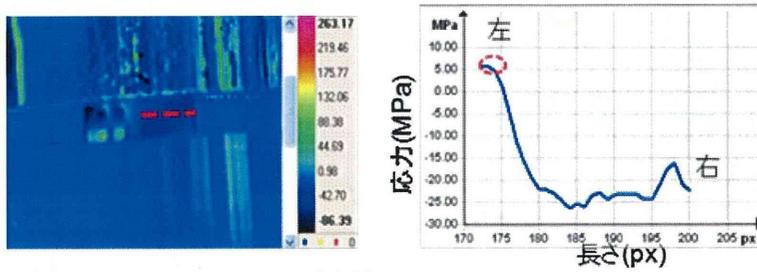


(c) 純 PEEK

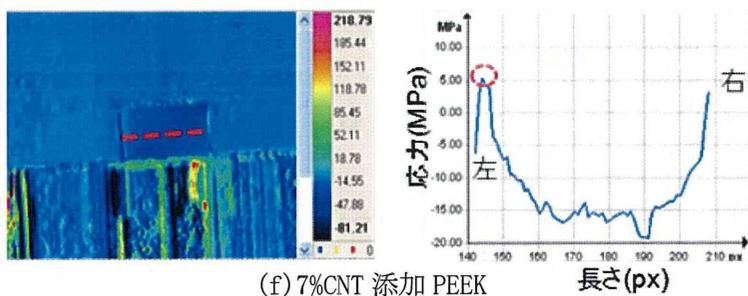


(d) 7%CNT 添加 PEEK

前方(穴無)



(e) 純 PEEK



(f) 7%CNT 添加 PEEK

----- : 応力測定箇所

図 2-23 トルク範囲 0.6~6.0 N・m における各検体の応力測定結果

表 2-9 トルク範囲 0.6~6.0 N・m における各検体の最大応力値

単位：(MPa)

検体名	後方(穴あり)	側面	前方(穴無)
純 PEEK	109.66	32.18	5.64
7%CNT 添加 PEEK	106.8	101.52	5.19

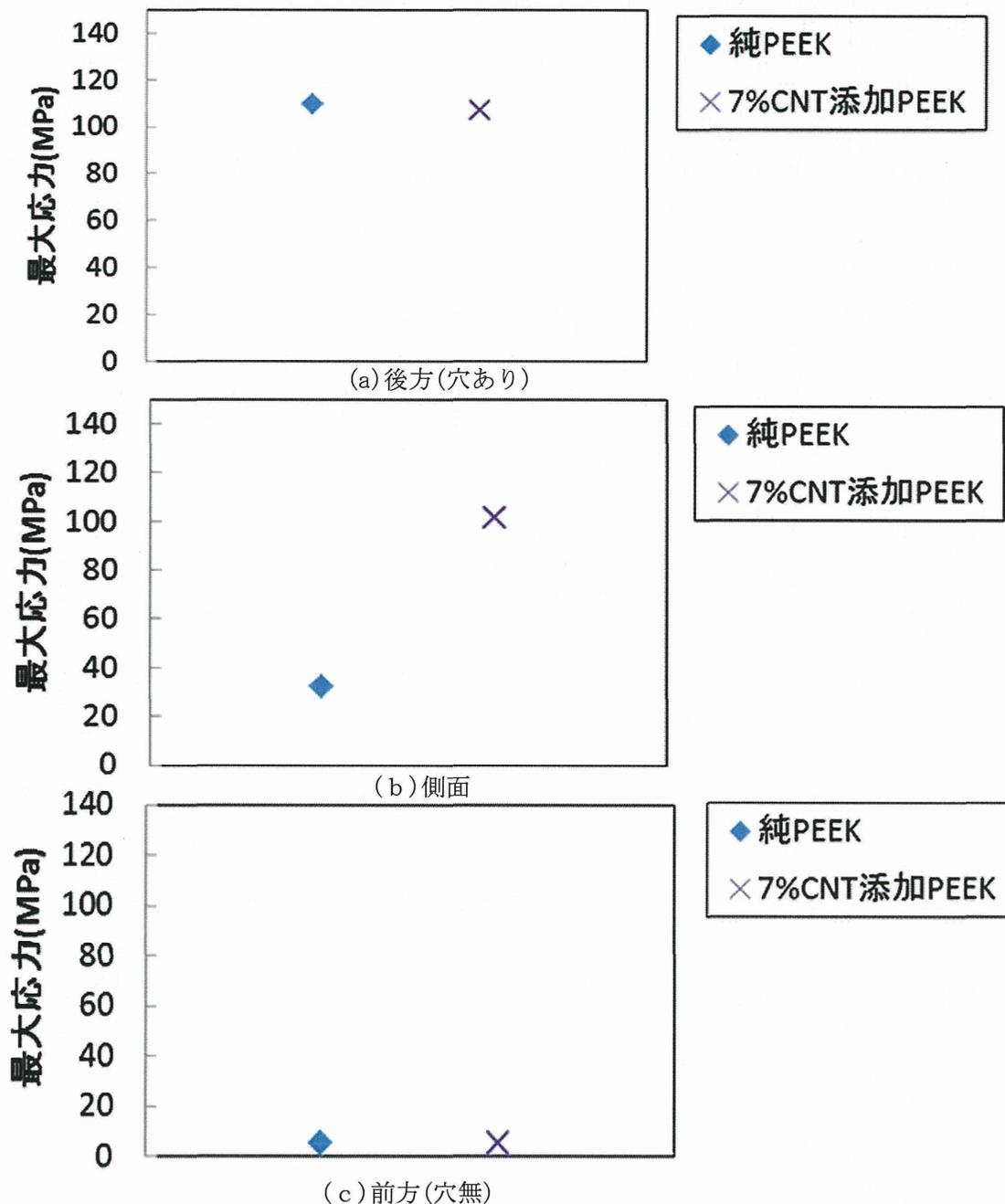


図 2-24 トルク範囲 0.6~6.0 N・m における各検体の最大応力値まとめ

## V. まとめ

今回 CNT を添加した PEEK 材料を試作し、その機械特性を計測した結果からその材料の機械的物性に関して確認をおこなった。また模擬的では有るが実際の製品に近い形で PEEK/CNT ケージを試作及び赤外線を用いた応力分布測定を実施した。

次年度以降においては、更にケージの設計を実施し臨床医の要望に応じた形でのケージの試作及び赤外線応力解析を実施し、実機へのデータのフィードバックを実施したい。

### 3. 表面構造特性

#### I. 目的

PEEK 材料は、高い機械特性を持っており脊椎スペーサーとしての強度を有している一方で、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。PEEK 材料に CNT を添加することで、PEEK 表面に CNT を突出させる構造を持たせ、CNT が骨成長の足場材となり、骨誘導能を有した PEEK 複合材料を作製することができる。本項目の目的としては、機械加工実施後の CNT 添加 PEEK 材料の表面観察を実施し、PEEK 表面の骨成長の足場材となる CNT 突出状態を確認することを目的とした。

#### II. 試験方法

使用した検体は以下の 4 種類の試験片を用いた。機械加工条件としては、超硬エンドミルを使用し、回転数 2000rpm、送り速度

300mm/min のドライ加工である。

- (1) 純 PEEK : VESTAKEEP L4000G (ダイセル・エボニック社製 工業グレード)
- (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 保土谷化学工業株式会社) を混練したもの
- (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 保土谷化学工業株式会社) を混練したもの
- (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 保土谷化学工業株式会社) を混練したもの

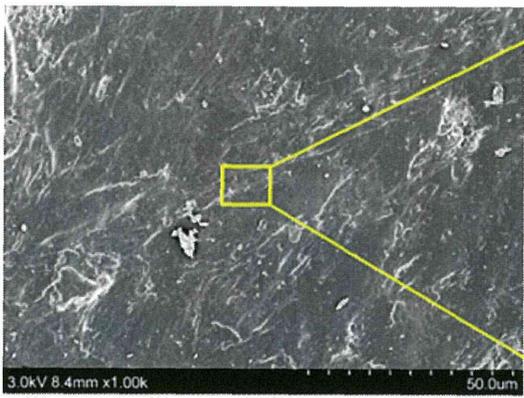
図 3-1 に示す走査型電子顕微鏡を用い、1000 倍及び 10000 倍の表面構造観察を実施した。検体には純 PEEK、3%、5%、7%CNT 添加した PEEK の機械加工品を用いた。表面構造観察を実施し、CNT の突出状態を確認した。



図 3-1 走査型電子顕微鏡外観写真

#### III. 試験結果及び考察

純 PEEK、3%、5%、7%CNT 添加 PEEK 複合材料の機械加工表面 SEM 観察結果を図 3-2 に示す。図 3-2 より、3%、5%、7%CNT 添加 PEEK 材表面において CNT 突出量が場所により、偏っていた。CNT が表面により多く均一に突出するよう、機械加工条件を見直す必要があると推測される。

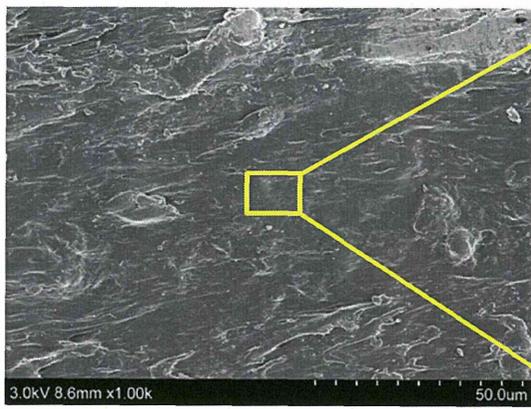


1000倍



10000倍

(a) 純PEEK

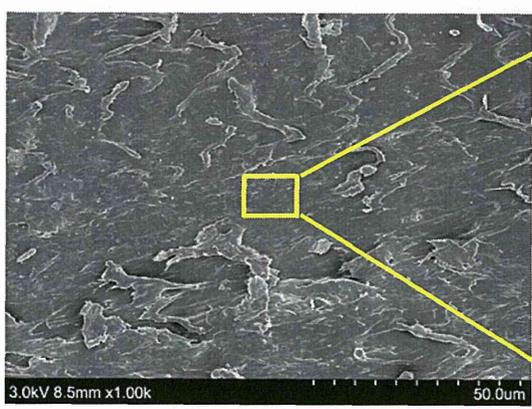


1000倍



10000倍

(b) 3%CNT添加PEEK CNT突出量少量部分

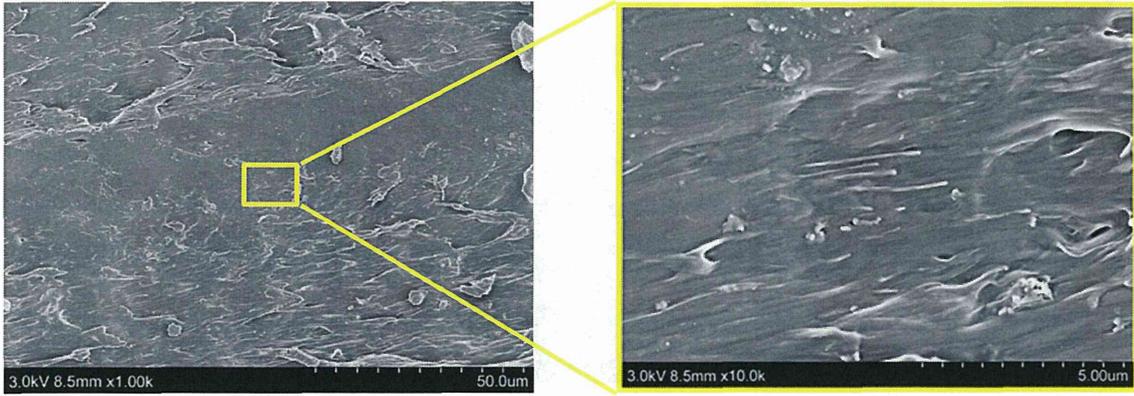


1000倍



10000倍

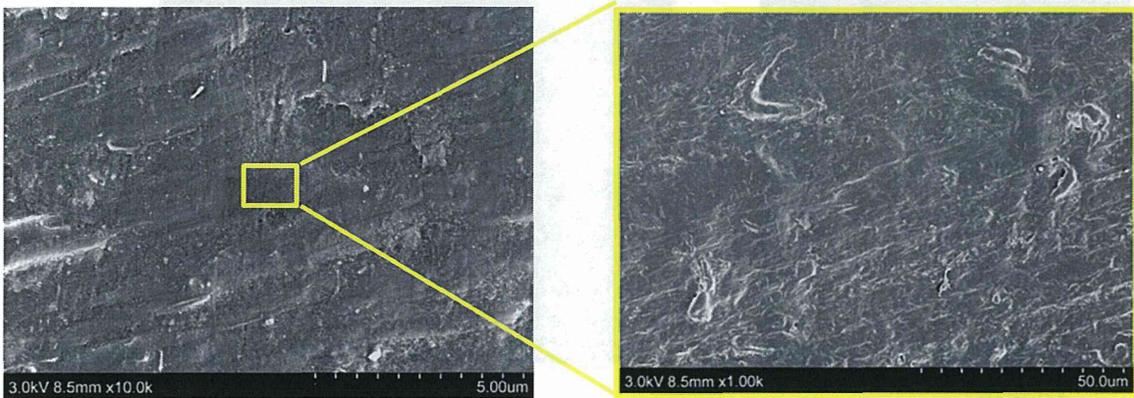
(c) 3%CNT添加PEEK CNT突出量中間部分



1000倍

10000倍

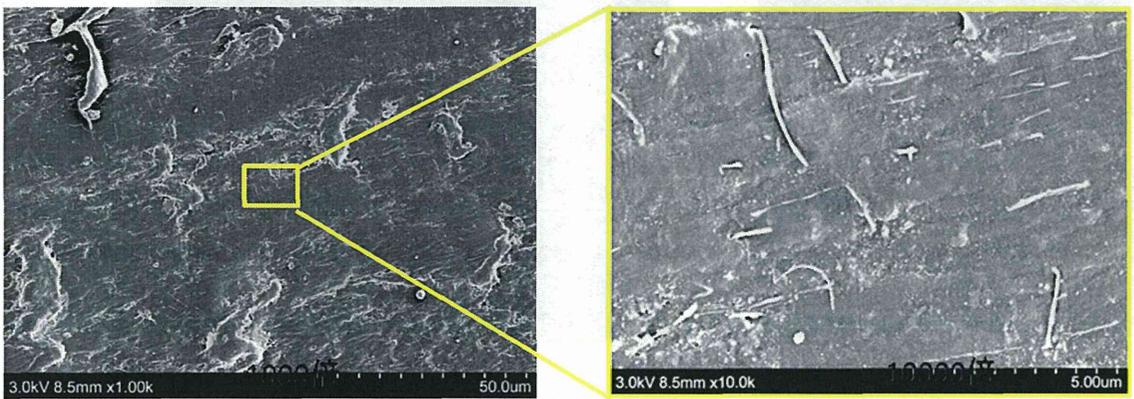
(d) 3%CNT添加PEEK CNT突出量多量部分



1000倍

10000倍

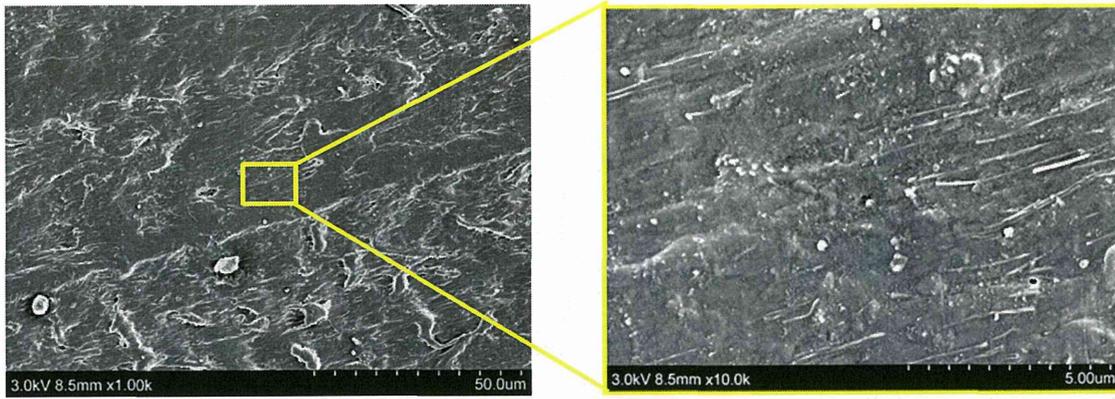
(e) 5%CNT添加PEEK CNT突出量少量部分



1000倍

10000倍

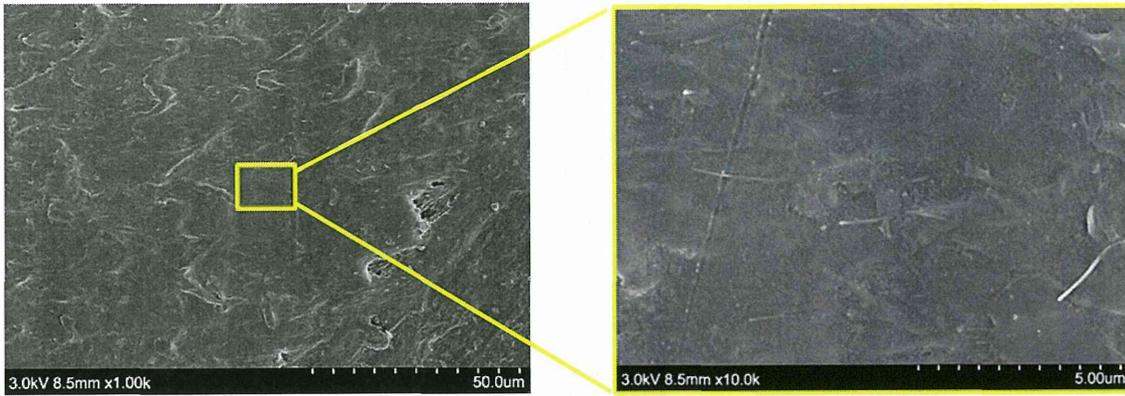
(f) 5%CNT添加PEEK CNT突出量中間部分



1000倍

10000倍

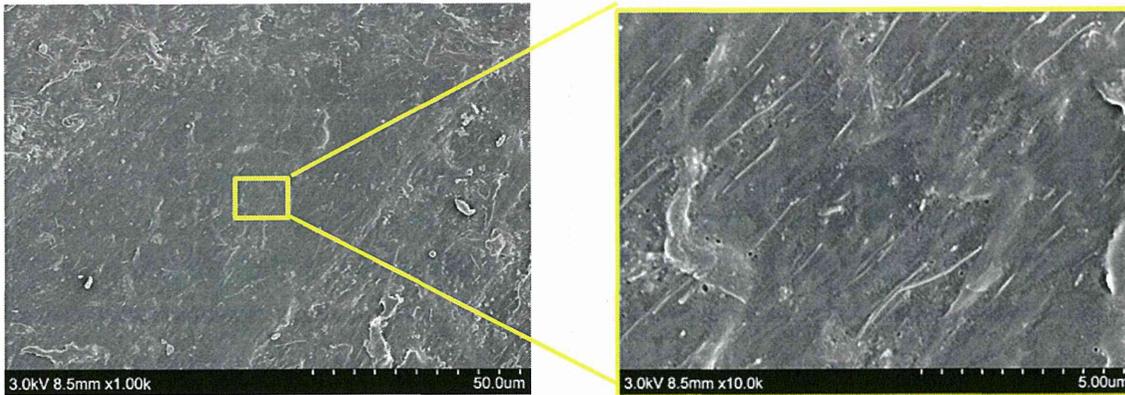
(g) 5%CNT添加PEEK CNT突出量多量部分



1000倍

10000倍

(h) 7%CNT添加PEEK CNT突出量少量部分



1000倍

10000倍

(i) 7%CNT添加PEEK CNT突出量中間部分