

# チタンレポート Vol.**1**

- ・レーザ溶接
- ・プライマーとレジン前装チタン冠
- ・純チタン2種の切削と鋳造



### 目次

1 13	tじめに3
2 L	· ーザ溶接 4
2-1	チタンへのレーザ溶接4
2-2	レーザ溶接の特性4
2-3	レーザ溶接の作業手順7
2-4	レーザ溶接後のチタン冠断面10
2-5	レーザ溶接による接合強さ10
3 フ	プライマーによるチタンとレジンとの接着13
3-1	試験手順13
3-2	接着試験結果16
4 L	· ジン前装チタン冠
4-1	リテンションビーズ粒径の違いによる影響20
4-2	リテンションビーズ付与面へのサンドブラスト処理20
4-3	レジン前装チタン冠製作の作業手順(リテンションビーズの付与~スプルーインク
	~鋳造~研磨仕上げ)21
4-4	レジン前装チタン冠の断面24
5 純	9. (1) (1) (2) (2) (2) (2) (3) (4) (4) (4) (4) (4) (4) (4) (4) (4) (4
5-1	純チタン2種の切削と鋳造による影響(機械的性質、金属組織)27
5-2	加工評価(切削加工性,適合性,研磨性)37
5-3	まとめ42
6 お	わりに44

#### 監修

ヤマキン博士会(50音順)

 安楽
 照男
 博士 (工学)
 糸魚川博之
 博士 (理学)
 加藤
 喬大 博士 (工学)

 坂本
 猛
 博士 (薬学)
 佐藤
 雄司
 博士 (学術)
 田中
 秀和 博士 (工学)

 林
 未季
 博士 (医学)
 松浦理太郎
 博士 (農学)
 水田
 悠介 博士 (工学)

 溝渕
 真吾
 博士 (工学)
 山添
 正稔
 博士 (歯学)
 山本
 裕久 博士 (学術)

ヤマキン博士会 相談役 山田 文一郎 博士 (工学)

#### ヤマキン博士会とは?

ヤマキンのさまざまな専門分野のエキスパート集団であり、各々の知識や経験、技術を融合することで、イノベーションを継続的に発生させる原動力となっている.

#### 1 はじめに

チタンの歯科修復物は、2020 年 6 月より純チタン 2 種(JIS H 4650)を用いたチタン冠(大臼歯)、さらに 2022 年 4 月からレジン前装チタン冠が鋳造を条件として保険適用となるとともに歯科におけるチタンの使用量も増加してきた  $^{1)}$ .

YAMAKIN 株式会社(以下、ヤマキン)は、歯科医療従事者への技術情報の提供をおこなっており、先に発刊した「チタン鋳造検証レポート Vol.1」では、チタンの特徴とマーケットの解説、技術基礎編として、鋳造による影響、鋳造欠陥を防ぐノウハウ、研磨方法を紹介した。

現在は、チタン専用の鋳造機を含め技工機材の性能も向上している。しかし、最新の機材を用いたチタンの技術情報はまだ少ない。そのため、本レポートでは、臨床的な視点からレーザ溶接およびプライマーとレジン前装チタン冠を紹介し、また加工法の比較として純チタン2種の切削と鋳造の違いを取り上げた。

ヤマキンは今後もさらなるイノベーションによって、時代に即した新しい製品を産み出すだけでなく、歯科医療業界の発展のため、みなさまに技術情報を届けたいと考えている。 本レポートにより、チタンへの深い理解につながり、日々の臨床の一助になれば幸いである。

臨床デジタル技工研究室 サブリーダー 渡邊 正博開発部 有機材料開発課 主幹研究員 博士(工学) 水田 悠介開発部 金属材料開発課 主任研究員 相ノ谷 正之高知先端デジタル技術研究所 ジュニアチーフ 鷲尾 圭一特命チーフ 兼 技工統括 修士(学術) 藤戸 裕次

#### 参考文献

1) 厚生労働省 薬事工業生産動態統計調査

#### 2 レーザ溶接

#### 2-1 チタンへのレーザ溶接

チタン鋳造の欠陥は、溶解時に使用するアルゴンガスや埋没材の巻き込みによるものが多い<sup>1)</sup>. また、良好な鋳造体が得られたとしても、内部にチタン特有の鋳巣が発生しやすい. しかし、現在は鋳造機や埋没材などの機材の開発が進み、チタンの補綴物製作のレベルが向上してきており、欠陥があった場合でもレーザ溶接による修復が可能となってきた.

図 2-1 にチタン鋳造床の鋳巣(X線撮影)を示す.

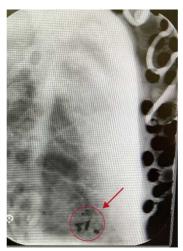


図 2-1 チタン鋳造床の鋳巣(X線撮影)

特にチタン鋳造床では、クラスプの補修や床の延長が必要となる症例があるが、大気中でのろう付けや溶接は不可能であるため、不活性ガス雰囲気中で操作できるレーザ溶接が必要である。レーザ溶接に影響する材料特性としては、熱伝導率とビーム吸収率がある  $^{2)}$ . ビーム吸収率が低いと、溶融しにくい  $^{2)}$ . チタンは、金および銀と比較すると、熱伝導率は約 $^{1/20}$ 、ビーム吸収率は約 $^{1/20}$ 、ビーム吸収率は約 $^{1/20}$ 、このことから、チタンは熱伝導率が低く、ビーム吸収率が高いため、レーザ溶接しやすい金属である  $^{1/4}$ といえる。そのため、レーザ溶接の普及により、チタン鋳造による補綴物製作がやりやすくなってきている。

#### 2-2 レーザ溶接の特性

レーザ溶接では、照射条件が最も重要である。電圧 (V)、パルス幅 (ms)、スポット径 ( 焦点直径) (mm) の 3 つの条件であるが、これら照射条件 ( パラメータ) は、溶け込み形状や溶け込み深さに大きく影響する  $^{5-7)}$ .

本項では、「アルファレーザーVL50」(セレック)を用いたパラメータ概要を説明する. 表 2-1 に「アルファレーザーVL50」のパラメータの役割と調整範囲を示す.

表 2-1 「アルファレーザーVL50」パラメータの役割と調整範囲

パラメータ	単位	役割	調整範囲
電圧	V (ボルト)	レーザランプに印加される電圧	15~350
パルス幅	ms (ミリ秒)	レーザランプが点灯する時間	0.5~15
焦点直径	mm (ミリメートル)	レーザの焦点位置での焦点直径	0.2~2.0
パルス周波数	Hz (ヘルツ)	連続照射時の1秒間あたりの照射回数	0.5~5

パラメータの効果として、電圧 (V) を大きくした場合と、パルス幅 (ms) を大きくした場合では、同じエネルギーで出力しても溶接効果 (溶け込み深さや溶接スポットの大きさ) は異なる。また、焦点直径 (mm) 調整をすると、エネルギー密度(単位面積あたりに照射されるレーザのエネルギー)が変化する。図 2-2 に同じエネルギーによる溶け方の違いを示す。また、表 2-2 に各パラメータ (電圧、パルス幅、焦点直径) の効果のまとめを示す。

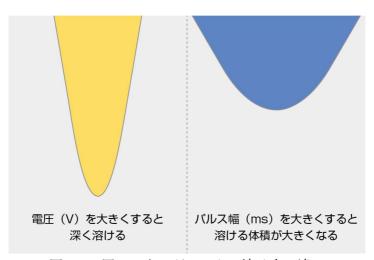


図 2-2 同じエネルギーによる溶け方の違い

表 2-2 パラメータの効果

パラメータ	期待される効果(値を大きくした場合)
電圧 (V)	溶け込みが深くなる
パルス幅 (ms)	溶け込みが水平方向へ広がる
焦点直径 (mm)	レーザの照射される直径は大きくなるがエネルギー密度は低下する

同一エネルギーで、焦点直径を大きくするとレーザの照射範囲(溶接スポットの大きさ)は大きくなるが、エネルギー密度が下がるため、溶け込み深さは浅くなる。逆に焦点直径を絞ると溶接のスポットは小さくなるがエネルギー密度は上がり溶け込み深さは深くなる。 図 2-3 に焦点直径と溶け込み深さの関係を示す。

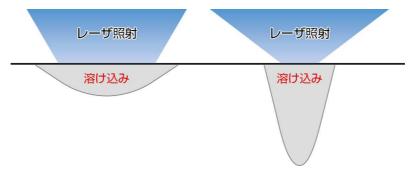


図 2-3 焦点直径と溶け込み深さの関係

レーザ溶接に影響する材料特性に、熱伝導率とビーム吸収率があることを前述したが、さらにパラメータとの関係を追加で説明する. パラメータが一定でも、溶接対象物の性質によって溶接効果が変化する. その性質としては、反射率、吸収率、熱伝導率がある. 反射率の高い金属ほど吸収率が低くなり、反射率の低い金属ほど吸収率が高くなる. また、熱伝導率の低い金属ほど深く、大きく溶かすことが可能となる. 金や銀、それらの合金はレーザの反射率が高いため、パラメータ設定ではエネルギーが高くなるように設定するのに対し、チタンやコバルト、それらの合金では吸収率が高いため、パラメータ設定ではレーザ照射エネルギーは低く設定する必要がある.

また、溶接対象物の表面性状、形状によってもレーザの反射率、吸収率に影響を及ぼす. 例えば、サンドブラスト処理をおこなった粗い表面と、研磨後の鏡面仕上げした滑らかな表面を比べると、粗い表面の方が反射率は低くなるため、レーザの吸収率が高くなる. また、酸化膜で覆われているときは、吸収率が高くなる <sup>7-8)</sup>.

表 2-3 にチタンレーザ溶接のパラメータ設定の参考値を示す.

表 2-3 チタンレーザ溶接のパラメータ設定の参考値

処置	材料	電圧	パルス幅	焦点直径
<b>延</b> 直	171 177	(V)	(ms)	(mm)
ワイヤーピンポイント充	0.3mm チタンワイヤー	160	2.0	0.6
填,希薄箇所充填	0.5mm / × > / / Y =	100	2.0	0.0
ワイヤー仮着	0.3mm チタンワイヤー	160	2.0	0.6
ワイヤー盛り上げ, 穴埋め	0.3mm チタンワイヤー	170~180	3.0~4.0	0.6
ワイヤー仮着	0.5mm チタンワイヤー	170	3.0	0.6
ワイヤー盛り上げ, 穴埋め	0.5mm チタンワイヤー	180~200	4.0~6.0	0.6~0.8
0.5mm 厚貫通溶接		175	3.5	0.2
1.0mm 厚貫通溶接		200	4.0	0.2

(使用器材:「アルファレーザーVL50」,「レーザーワイヤーTi:  $\phi$ 0.3mm,  $\phi$ 0.5mm」(セレック)) (※使用機器により値は異なる)

#### 2-3 レーザ溶接の作業手順

補綴物の製作において、鋳造欠陥を完全になくすことは難しいが、レーザ溶接により欠陥 の修復ができるようになった。本項では、チタン冠の鋳巣をレーザ溶接によって修復する作 業手順を紹介する.

図2-4、図2-5にチタン冠の鋳巣へのレーザ溶接作業手順を示す.



#### ① 欠陥部の確認

チタン冠表面の欠陥 (鋳巣) を確認する.



#### ② マイクロスコープの焦点合わせ

最初にマイクロスコープの焦点を合わせる。この時、レーザ光がチタン冠の鋳巣に直角に来るように位置設定し、焦点位置(十字マーク)にピントを合わせることが重要である。レーザ光が直角に入射しない場合(焦点がずれている)は、レーザの効果は少なくなる。



#### ③ アルゴン噴射ノズルの調整

チタン冠をチャンバー内に入れ、アルゴンガスが噴射されるノズルの 先に位置を合わせる.



#### ④ パラメータ数値の調整

症例 (鋳巣の状態) に合わせて適切なパラメータ数値に調整をする.



鋳巣にならし溶接した状態

#### ⑤ ならし溶接

鋳巣に直接レーザ溶接をすると,窩洞の形状によっては奥まで入らない可能性があるため、鋳巣よりやや広めにならし溶接をする必要がある.

下記にならし溶接のイメージを示す.

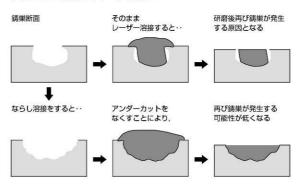
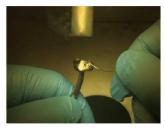


図 2-4 チタン冠の鋳巣へのレーザ溶接作業手順(欠陥部の確認~ならし溶接)





ならし溶接部へ盛り上げた状態

#### ⑥ ならし溶接部の盛り上げ

ならし溶接部にレーザ溶接をおこない盛り上げる. その際, アルゴンガスが噴射される先端でレーザ溶接をおこなう.



#### ⑦ 荒研磨

カーバイトバーおよびカーボランダムポイントを使用しレーザ溶接部 および周辺を均一に調整する. きれいな面を出すように一定の厚みで削る.



#### ⑧ 仕上げ研磨

シリコンポイントおよびレーズなどを使用した後、ロビンソンブラシにて仕上げ研磨する. チタンは表面が傷つきやすいため低速 (9000~11,000rpm) で研磨する.



#### 9 完成

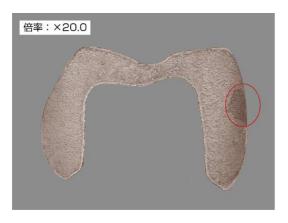
レーザ溶接部および周辺は滑らかで光沢が得られている.

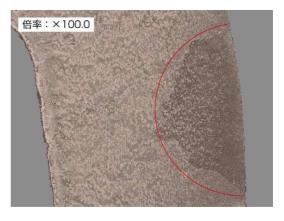
図 2-5 チタン冠の鋳巣へのレーザ溶接作業手順(ならし溶接部の盛り上げ~完成)

#### 2-4 レーザ溶接後のチタン冠断面

純チタン 2 種を用いて、側面に直径 3mm、深さ 1mm の欠陥を模した穴のあるチタン冠を作製した、レーザ溶接用溶加材は、純チタン 2 種ワイヤーを用いてレーザ溶接で穴埋めをおこなった。溶接部の中央を切断し、断面を研磨紙#2000 まで研磨後、 $1\mu m$  ダイヤモンドペーストで鏡面研磨した。研磨後、0.7%フッ化水素酸に  $40\sim60$  秒浸漬してエッチングをし、デジタルマイクロスコープ「VHX-6000」(キーエンス)を用いてチタン冠断面全体と溶接部の組織観察をおこなった。

図 2-6 にレーザ溶接後のチタン冠断面の金属組織を示す. 全体の組織は柱状晶となっているが,溶接部は結晶が明確には出ておらず,溶け込みにより単結晶に近い状態であると考えられる. 溶接境界に欠陥はなく,きれいに一体化しているとみられる.





(a) チタン冠断面の全体

(b) 溶接部

図 2-6 レーザ溶接後のチタン冠断面の金属組織(※赤丸は溶接部)

#### 2-5 レーザ溶接による接合強さ

歯科用金属材料のレーザ溶接の接合強さについては、「歯科用金属材料のレーザ溶接」(JIS T 6128:2013) に規定があり、母材の 0.2%耐力が 350MPa 以上と 350MPa 未満で設定されている (表 2-4).

表 2-4	JIS 規格の接合強さ規定

母材の 0.2%耐力	接合強さ
350MPa 以上	350MPa を越えなければならない
少なくとも 1 つの母材の	0.2%耐力が低い方の母材の0.2%耐力を越えなければならな
0.2%耐力が 350MPa 未満	<i>V</i> 3

図 2-7 にレーザ溶接試験片の外観を示す. なお溶接部は, JIS 規格の付属書 A「レーザ溶接の品質保証」の A.7「接合の技法」(開先形状) から, X 継手を採用した. レーザ溶接後の表面は, 金属光沢が得られている.



(a) レーザ溶接前の試験片(溶接部: X 継手) (b) レーザ溶接後の試験片 図 2-7 レーザ溶接試験片の外観(純チタン 2 種, 純チタン 2 種ワイヤー) (※試験片: 直径 3mm, 標点距離 15mm)

図 2-8 に純チタン 2 種(JIS H 4650)の「イコーム チタン II」(ヤマキン)と Ti-6Al-7Nb 合金(ASTM F1295)の「イコーム チタン Nb」(ヤマキン)のレーザ溶接の接合強 さと 0.2%耐力,引張強さを示す.接合強さは,「イコーム チタン II」で約 490MPa,「イコーム チタン Nb」で約 650MPa を示し,JIS 規格の規定(350MPa 以上)を十分満たしている.「イコーム チタン Nb」は,標準偏差が大きくバラツキがある.また,接合強さと 0.2%耐力との比較では,「イコーム チタン II」は約 450Mpa(0.2%耐力)よりやや高く,「イコーム チタン Nb」は約 830MPa(0.2%耐力)よりかなり低い値であった.

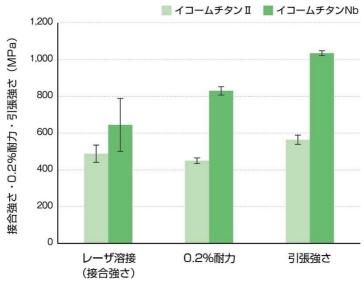


図 2-8 「イコーム チタン II」と「イコーム チタン Nb」のレーザ溶接の 接合強さおよび 0.2%耐力, 引張強さ

(※試験片:直径3mm、標点距離15mm) (※レーザ溶接用溶加材:純チタン2種ワイヤー) (※レーザ溶接機:アルファレーザーVL50) 図 2-9 に接合強さが低い値を示した「イコーム チタン Nb」の破断面を示す. 破断面には、気泡や酸化物の巻き込みが多くみられ、接合強さの低下に影響していると考えられる. 気泡や酸化物の巻き込みを少なくするためには、レーザ溶接の条件を工夫する必要がある.

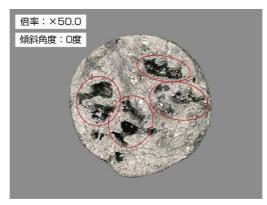


図 2-9 接合強さが低い値を示した「イコーム チタン Nb」の破断面 (赤丸は気泡、酸化物)

#### 参考文献

- 1) 河村村昇:チタンを用いた歯科技工, 歯界展望, 137(6), 1199-1206, 2021.
- 2) 都賀谷紀宏, 篠崎照泰:歯科レーザー溶接入門-レーザー溶接を始める人のための基礎知識(1)-, QDT, 24, 42-51, 1999.
- 3) 長谷川二郎: Nd:YAG レーザーによる鋳造体の溶接/ヘラウス ハーレスレーザーの歯科技工, 最新歯科用レーザー/その解説と臨床, 163-169, 1997.
- 4) 大久保力廣: チタン鋳造の有床義歯への応用と今後の展開, 日本歯理工学会誌, 40(1), 59-63, 2021.
- 5) 柿本和俊:金銀パラジウム合金のレーザ溶接に関する基礎的研究-第1報 溶け込み深さと溶融径-, 補 綴誌, 31(5), 1143-1156, 1987.
- 6) 柿本和俊, 小正裕, 権田悦通, チタン系補綴物のレーザ溶接-第1報 溶け込み形状と金属組織-, 補綴誌, 38(3), 560-570, 1994.
- 7) 都賀谷紀宏, 篠崎照泰: 歯科レーザー溶接入門-レーザー溶接を始める人のための基礎知識(2)-, QDT, 24, 52-63, 1999.
- 8) 都賀谷紀宏:歯科技工・補綴パラダイムシフト レーザー溶接入門, 医歯薬出版株式会社, 2008

#### 3 プライマーによるチタンとレジンとの接着

歯科用金属とレジンの接着は、一般的に鋳造でリテンションビーズを付与し凹凸を形成することで、レジンとメタルフレーム間を機械的に結合させる。さらに貴金属や非貴金属と化学的に結合する接着成分を含むプライマーを併用することで、より強い接着が可能となる。「マルチプライマー」(ヤマキン)シリーズは、貴金属、非貴金属、陶材やジルコニアなどの幅広い材質に使用できる特徴がある 1-6).

本項では「マルチプライマー」シリーズを用い、チタンと歯冠用硬質レジン「ルナウィング」(ヤマキン)の接着性について紹介する。リテンションビーズを用いた場合では、4-1項「リテンションビーズ粒径の違いによる影響」に記載しているリテンションビーズ構造の再現性を考慮し、チタンのリテンションビーズ粒径は 180μm および 200μm の 2 種類の条件にて評価をおこなっている。また、鋳造後チタンの反応層が接着に与える影響についても検討をおこなった。

#### 3-1 試験手順

#### 3-1-1 試験体の作製方法

#### ・リテンションビーズあり

純チタン 2 種(JIS H 4650)(以下,チタン)および金銀パラジウム合金「パラゼット 12-n」(ヤマキン,以下,金パラ)にて,平均粒形  $180\mu m$  のリテンションビーズ「ゼットビーズ」(ヤマキン)を付与した試験体( $\phi$   $15mm \times t2.0mm$ )を鋳造にて作製した(図 3-1).また,チタンの試験体のリテンションビーズの再現性を高める目的で,平均粒径  $200\mu m$  のリテンションビーズを付与した試験体( $\phi$   $15mm \times t0.5mm$ )も同様に作製した.



図 3-1 鋳造後の試験体 (チタン:リテンションビーズあり)

#### ・リテンションビーズなし

2 種 の 試 験 体 は , ディスク 状(  $\phi$  15mm×t0.5mm ) お よ び キュー ブ 状 (13mm×10mm×13mm)を鋳造にて作製した.ディスク状の試験体は反応層を残すため に,研磨紙による研磨はおこなわなかった(反応層あり).一方,キューブ状の試験体は図 3-2 のように精密切断機にて切断し,その切断面を研磨紙 P600 で表面研磨した(反応層な し).作製した試験体にアルミナサンドブラスト処理(平均粒径:50 $\mu$ m,ブラスト圧:0.2MPa)を施した.その後,アルコールに浸漬し,10 分間の超音波洗浄をおこなった.

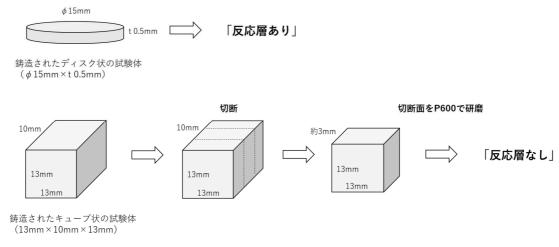


図 3-2 試験体作製手順(チタン:リテンションビーズなし)

#### 3-1-2 せん断試験接着方法

図 3-3 にせん断接着試験片の作製手順の概略を示す.

プライマーを使用しない場合,接着面に直径5mmの穴があいたマスキングテープを貼り,接着面を限定した.次に,接着面に「ルナウィング」インビジブルオペークを塗布し,歯科技工用重合装置「LED キュアマスター」(ヤマキン)で 10 秒間光照射をおこなった.その後,「ルナウィング」OA3 を塗布し「LED キュアマスター」で 30 秒間光照射をおこなった.円柱状の穴( $\phi$ 5mm×t2mm)があいた治具を設置し,「ルナウィング」DA3 を充填,「LEDキュアマスター」で 90 秒間光照射をおこなった.治具を取り外した後,追加で 180 秒間光照射をおこない,せん断接着試験片とした.

「マルチプライマー リキッド」(図中では MPL と表記する)を使用する場合,「マルチプライマー リキッド」を接着面に塗布後, 1分間静置し, 直径 5mm の穴があいたマスキングテープを貼り,接着面を限定した. その後は,プライマーを使用しない場合と同様の手順でせん断接着試験片を作製した.

せん断接着試験片は 37°Cの水中で 1 日保管後,小型卓上試験機「Ez-Graph」(島津製作所)にて,クロスヘッドスピード 1mm/min で接着面に対して水平に荷重をかけ,破断時の応力をせん断接着強さとした.

また耐久性評価としてサーマルサイクル試験を実施する場合は、接着試験片を  $23^{\circ}$ Cで 1日保管後、 $4^{\circ}$ Cの冷水と  $60^{\circ}$ Cの温水に交互に 1 分間ずつ浸漬する工程を、5000 サイクルおこなった。その後、小型卓上試験機「Ez-Graph」にて、クロスヘッドスピード 1mm/min で接着面に対して水平に荷重をかけ、破断時の応力をせん断接着強さとした。

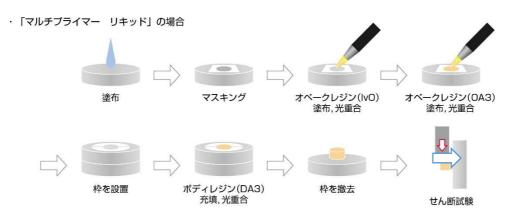


図 3-3 せん断接着試験片の作製手順

図 3-4 にせん断接着試験片と試験機に装着時の外観を示す.

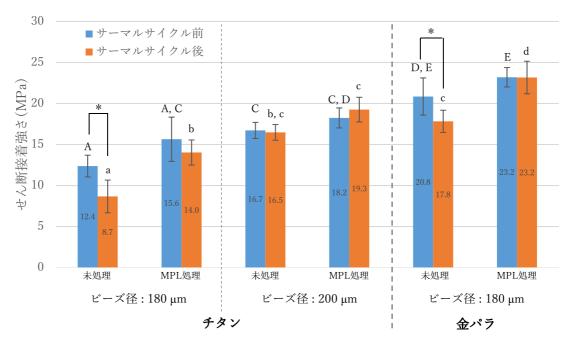




図 3-4 せん断接着試験片(左)および試験機に設置時の外観(右)

#### 3-2 接着試験結果

図 3-5 はチタンおよび金パラに対し、プライマーを使用せず「ルナウィング」を接着させた場合と、「マルチプライマー リキッド」を使用して「ルナウィング」を接着させた場合のサーマルサイクル前後のせん断接着試験結果(リテンションビーズあり)を示している.



「\*」は「サーマルサイクル前後」のデータ間で有意差(p<0.05)があることを示す 異なる大文字アルファベットは「サーマルサイクル前」のデータ間で有意差(p<0.05)があることを示す 異なる小文字アルファベットは「サーマルサイクル後」のデータ間で有意差(p<0.05)があることを示す

図 3-5 サーマルサイクル前後のせん断接着強さ(リテンションビーズあり)

いずれの接着対象においてもプライマーを使用しない場合でも接着性を示したことから、「ルナウィング」とメタルフレームの間にリテンションビーズに由来する機械的篏合が発現していることが示唆されている.一方、「マルチプライマー リキッド」を使用することで、各接着対象に対するせん断接着強度が向上した.さらに、チタン(リテンションビーズ180 μm)のサーマルサイクル前後の接着強さを比較すると、プライマーを使用しない場合、有意差(有意差水準 5%)が認められるのに対して、「マルチプライマー リキッド」を使用した系では、有意差は認められなかった.従って、「マルチプライマー リキッド」に含まれている接着成分は、接着耐久性に十分寄与していると考えられる1,4.50.

せん断接着強さは、180μm のリテンションビーズを付与したチタンよりも、200μm を付与したチタンの方が高い傾向があった。また、接着対象が金パラよりもチタンの方が低い傾向にあった。この原因を考察するために、せん断試験後の試験片の表面観察をデジタルマイクロスコープ「VHX-6000」にておこなったところ、チタンの方が金パラと比べてリテンションビーズ構造の再現性が低くなっていることが確認された(図 3-6)。

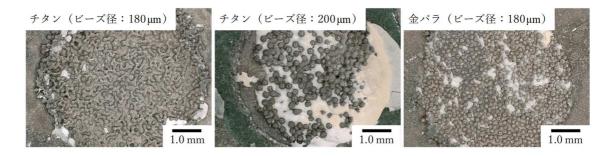


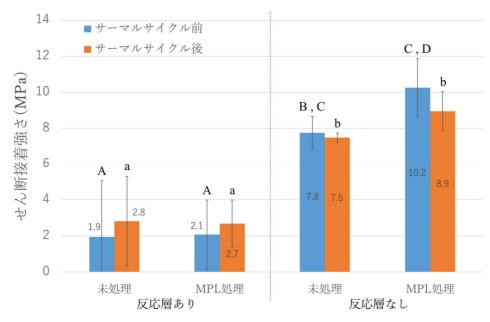
図 3-6 せん断試験後の各試験体表面のマイクロスコープ画像

具体的には、180μm のリテンションビーズを付与したチタンにおいてはリテンションビーズ自体が接着して繋がっている部分が確認できた。その結果、「ルナウィング」のオペークレジンがリテンションビーズ間に流れ込むことができず、本来の機械的篏合が発現できなかったと考えられた。一方で、リテンションビーズを 200μm に変更したチタンや、金パラにおいては、せん断試験後においてもリテンションビーズ間に「ルナウィング」のオペークレジンが残存しており、目的としている機械的篏合の役割を果たしていることが推察された。つまり、チタンに対する付与するべきリテンションビーズの粒径は、その再現性および接着性を考慮すると 200μm を選定することが望ましいと言える。

なお、本レポートには記載していないが、「マルチプライマー ペースト」を用いたせん 断接着試験においても、同様な結果が得られており問題なく使用できることを確認してい る.

ところで、チタンは本来活性の高い金属であり、溶融状態においては埋没材と反応しやすいことが知られている <sup>7,8,9,10)</sup>. そのような反応によって生成されるチタン鋳造体表面部分の多層構造は反応層と呼ばれており、物性や臨床結果に対する影響が懸念されることがある. ここまで記載した接着試験データは、リテンションビーズ構造の再現性だけでなく、この反応層の影響も受けている可能性が高いと考えられる.

図 3-7 はチタンに対し、「ルナウィング」を接着させた場合と、「マルチプライマー リキッド」を使用して「ルナウィング」を接着させた場合のサーマルサイクル前後のせん断接着試験結果(リテンションビーズなし)を示している.



異なる大文字アルファベットは「サーマルサイクル前」のデータ間で有意差 (p<0.05) があることを示す 異なる小文字アルファベットは「サーマルサイクル後」のデータ間で有意差 (p<0.05) があることを示す

図3-7 サーマルサイクル前後のせん断接着強さ(リテンションビーズなし)

「反応層あり」の系は「反応層なし」の系と比べて接着強さが有意に低く,「マルチプライマー」を使用しても接着強さは向上しなかったことから,反応層による接着阻害を受けていると推測される.しかし,リテンションビーズありの試験体の表面が反応層で覆われていると仮定するならば,この結果は「マルチプライマー」による接着向上の見られた図 3-5 の結果と少々矛盾する.

ここで、本試験結果で得られる接着強さの機械的結合と化学的相互作用に着目する. リテンションビーズなしの試験では、機械的結合の寄与は比較的小さく、「マルチプライマー」に含まれる接着成分の化学的相互作用が主たる接着要因と考えることができる. つまり図3-7の結果より、反応層においては「マルチプライマー」による化学的相互作用への効果はほとんどなかったと言える. 一方で、図3-5のリテンションビーズありの試験体では、反応層が存在するにもかかわらず「マルチプライマー」で処理することで接着強さの向上が見られた. これは、オペークレジンの塗布前に「マルチプライマー」で処理を施すことでチタン表面に対するオペークレジンの濡れ性が高まる. その結果リテンションビーズのアンダーカット部分に至るまで均一にオペークレジンが浸透したために、機械的結合が増強されたと考えられる.

以上より、臨床においては反応層による接着阻害の影響は否定できないものの、「マルチプライマー」を用いた接着処理をおこなうことが望ましいと考えられる。

#### 参考文献

- 1) 木村洋明,加藤喬大,西郷和彦,山田文一郎,山内淳一,山本樹育:シランカップリング剤含有プライマーを用いたチタン-レジン接着強さの評価.日歯理工誌,30:344,2011.
- 2) 木村洋明,加藤喬大,西郷和彦,山田文一郎,山内淳一,安楽照男:ハイブリッド型硬質レジン用シランカップリング剤含有追加築盛液の開発.日歯理工誌,31:469,2012.
- 3) 木村洋明,加藤喬大,西郷和彦,安楽照男:新規接着性プライマーを使用した貴金属,非貴金属および セラミックスに対するレジンの接着強さの評価.日歯理工誌,32:357,2013.
- 4) Kato T, Kimura H, Saigo K, Yamada B Yamauchi J, Anraku T: Effects of a silane coupling agent on the tensile adhesive strength between resin and titanium. J. Appl. Polym., 129(5):2922-2930, 2013
- 5) Kimura H, Sakamoto T, Yamada B: Novel primer composed of a silane coupling agent and multi-thiol for adhesion of versatile dental materials. J. Appl. Polym., 135(46): 46763, 2018
- 6) YAMAKIN 博士会監修:マルチプライマーシリーズ製品レポート. 2017
- 7) 土居寿,米山隆之,小竹雅人,浜中人士,リン酸塩系埋没材を用いたチタン鋳造体表面層の耐食性の 検討,歯科材料・器械,11(4),672-678,1992.
- 8) 橋本弘一,黒岩昭弘,和田賢一,日比野靖,胡内秀規,橋本孝雄,長谷川裕司,安藤芳昭,赤岩祐一, チタン鋳造体表層の反応生成物について,歯科材料・器械,11(4),603-614,1992.
- 9) 土居寿,米山隆之,小竹雅人,浜中人士:チタン鋳造体表面反応層の機械的性質に及ぼす影響,歯科材料・器械,11(5),817-822,1992.
- 10) 宮修,渡辺孝一,大川成剛,中野周二,小林正義,スピネルを含む鋳型に鋳造したチタン表層の反応層,歯科材料・器械,14(5),560-568,1995.

#### 4 レジン前装チタン冠

#### 4-1 リテンションビーズ粒径の違いによる影響

チタンは、融点が高く、密度が低くて軽いため流動性が悪く、鋳造の際に溶湯とリングの温度差から、溶湯が埋没材に接触した場所から瞬時に凝固が始まり、完全な鋳込みを達成するのは難しい<sup>1)</sup>. そのため、レジン前装チタン冠製作において、ビーズの大きさによってはなめられる可能性があり、注意が必要である。図 4-1 にリテンションビーズ粒径の違いによるチタン鋳造体を示す。100~180μm では、リテンションビーズが再現できていない箇所がみられる。ビーズの大きさによっては液との接触面が小さくなるため、ビーズの空洞にチタンが鋳込まれる前に凝固してしまい再現できない可能性があると考えられる。回避方法として、200μm 以上の粒径を選択するかリテンションビーズ液を厚く塗るなどの対策をおこなう必要がある。



図 4-1 リテンションビーズ粒径の違いによるチタン鋳造体(純チタン 2 種)

(\*リテンションビーズ液を塗布し、30秒間乾燥後、ビーズをふったもの)

#### 4-2 リテンションビーズ付与面へのサンドブラスト処理

チタンは鋳造温度が高いため、埋没材が鋳造体表面に焼き付きを起こしやすいことから、サンドブラスト粒径、噴射時間、噴射気圧を調整する必要がある。特にリテンションビーズ付与面にサンドブラスト処理する際は、注意が必要である。図 4-2 にサンドブラスト処理したチタン鋳造体のリテンションビーズ付与面を示す。サンドブラスト後の表面は、噴射気圧、サンドブラスト粒径の大きさによりリテンションビーズ形状に変化がみられる。特に大きな粒径は、気圧を上げすぎるとリテンションビーズの変形や脱離を招くことから、噴射気圧を下げることや、噴射時間を短くするなどの工夫が必要である。

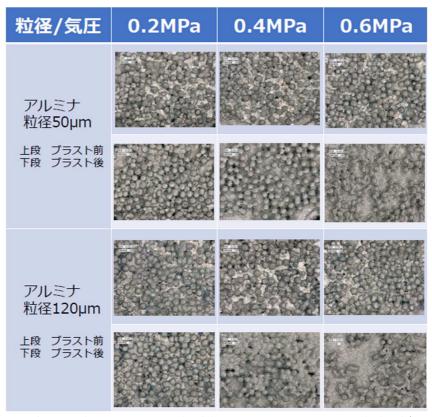


図 4-2 サンドブラスト処理したチタン鋳造体のリテンションビーズ付与面(30 秒間噴射) (※純チタン 2 種, リテンションビーズ粒径: 200μm)

### 4-3 レジン前装チタン冠製作の作業手順(リテンションビーズの付与~スプルーイング~鋳造~研磨仕上げ)

チタンの反応層生成は、レジン前装チタン冠の鋳造でも同様であり、レジン築盛前にリテンションビーズ付与面の反応層を除去するのは困難である。反応層は、埋没材の成分の一部が固溶し拡散して生成されたものと言われ $^{2}$ )、不純物の混ざった表面は、接着に悪影響を及ぼす $^{3}$  理由からサンドブラスト処理と加熱処理を併用したノンリテンション法による前装冠に関する研究がおこなわれていた $^{3-5}$ ).

しかし最近では、貴金属やチタンを含む非貴金属を対象としたプライマーも臨床で使用 されている。本項では、リテンションビーズを付与し専用のプライマーペーストを使用する 方法を紹介する。

図 4-3, 図 4-4 にレジン前装チタン冠製作の作業手順を示す.



リテンションビーズの付与

#### ① リテンションビーズの付与

通法に従いワックスアップ後,リテンションビーズ(200  $\mu$ m以上推奨)を付与する.



スプルー植立

#### ② スプルー植立

鋳造圧のかかる遠心方向と、溶湯の流れを考慮してスプルー (スプルー経R20) を殖立する.



練和機

埋没作業

#### ③ 埋没

- ・マグネシア系チタン専用埋没材 「インベストMg-Tic」(セレック)クラウン用
- · 200g (埋没材) /24.3ml (水) /2.7ml (専用液)
- ·練和時間:60秒

※練和機:「スマートミックス X2」(アマンギルバッハ)



リング焼却炉

#### ④ リング焼却

- ・室温から1,000℃まで昇温(昇温速度5℃/分)
- ・1000℃係留60分
- ・炉内にて常温まで徐冷(リング温度:30~100℃) 昇温、係留完了まで260分、徐冷に8~10時間

\*リングファーネス: 「Burn Out Furnace OO8Plus」(デンケン・ハイデンタル) 」



アーク溶解遠心鋳造機



チタンの溶解

#### ⑤ 鋳造

- ・アルゴン置換:3回・溶解時間:55秒・歯込み時間:2秒・電極間距離:6 mm・ルツボシート:無し
- ※鋳造機:アーク溶解遠心鋳造機「セレキャストスーパーR」(セレック)

スピンキャスト方式

※チタン:「チタンインゴットJS2」(セレック) 20g



フィニッシングラインの調整

#### ⑥ メタル調整

鋳造体割り出し後、タングステン製バーなど高硬度のポイントを用いフィニッシングラインを出す.

図 4-3 レジン前装チタン冠製作の作業手順

(リテンションビーズの付与~メタル調整)



ビーズ付与面へのサンドブラスト

#### ⑦ サンドブラスト処理

ビーズ付与面は気圧が高いと潰れてしまうため、O.2MPa以下の噴射が望まれる。



ペースト材



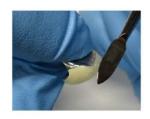
ペーストの塗布

#### ⑧ ペースト塗布

オペークレジンの塗布前にペーストを塗布することで、機械的結合を 強固にする.

レジン接着力を上げるため、ペーストを薄く均一に塗布後、レジンを築盛する.

※ペースト材:「マルチプライマー ペースト」



#### ⑨ レジンの築盛

気泡を巻き込まないよう築盛する.



#### ⑩ 形態修正

カーボランダムポイントなどを使用し、金属面(舌側)の反応層を除去し、新生面を出す.

築盛したレジンと一緒に削り、フィニッシングラインを出す.



#### ⑪ 研磨

チタンは表面が傷つきやすいため、低速(9000 $\sim$ 11,000rpm)で 研磨する.



#### ⑫ 完成

綺麗で滑らかな面を得ることができる.

図 4-4 レジン前装チタン冠製作の作業手順 (サンドブラスト処理〜完成)

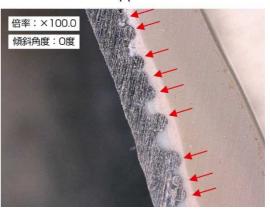
#### 4-4 レジン前装チタン冠の断面

純チタン2種で製作したレジン前装チタン冠を切断し,断面を研磨紙#2000まで研磨後, 1µm ダイヤモンドペーストで鏡面研磨した.断面をデジタルマイクロスコープ「VHX-6000」を用いて観察した.図 4-5 にレジン前装チタン冠の断面を示す.築盛面は,リテンションビーズの再現ができており,これによりフレームのチタンとレジンの機械的結合に寄与していることがわかる.

倍率:×20.0 傾斜角度:0度

(a) レジン前装チタン冠の断面全体

#### \_\_\_→ オペーク チタン ←-\\\_→ デンティン



(b) レジン築盛部の界面 (※図の赤矢印はリテンションビーズ再現)

図 4-5 レジン前装チタン冠 (純チタン 2種) の断面

図 4-6 にリテンションビーズを付与した鋳造体 (純チタン 2 種) の金属組織を示す. リテンションビーズおよび平坦部の表面には、 $30\sim50$  μm の反応層に相当する組織がみられる.

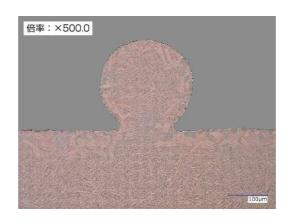


図 4-6 リテンションビーズを付与した鋳造体(純チタン 2 種)の金属組織  $({\it **J}$   ${\it **T}$   ${\it$ 

#### 参考文献

- 1) 玉置幸道, 宮崎隆:チタン鋳造の問題点-, 補綴誌, 42, 528~539, 1998.
- 2) 大川成剛,渡辺孝一,宮川修:チタン鋳造において新しくわかったこと-特に市販埋没材とチタン鋳造体表面の反応層について-,歯科技工,12,673-685,1993.
- 3) 嶋倉道郎, 吉田展也, 菊池利也: チタンのノンリテンション法による硬質レジン前装冠の応用, 補綴 誌, 42(4), 567-573, 1998.
- 4) 吉田展也, 竹内操, 菊池利也, 嶋倉道郎: 純チタンによるノンリテンション法硬質レジン前装冠の臨床応用に関する基礎的研究-処理条件の違いによるチタン表面のぬれ性について-, 補綴誌, 40(2), 266-275, 1996.
- 5) 菊池利也,吉田展也,嶋倉道郎,大谷正人,根本徹,横堀雅義:純チタンのノンリテンション法による 硬質レジン前装冠への応用-熱処理時間が接着に及ぼす影響について-,補綴誌,41(3),481-488,1997.

## チタン加工は鋳造か切削か



#### 5 純チタン2種~切削と鋳造の違い~

本章では、「純チタン2種」の加工法(切削および鋳造)に注目し、加工法の違いによる機械的性質や金属組織への影響、ならびに切削冠および鋳造冠の加工性、適合性、研磨性の評価をおこなったので紹介する。

#### 5-1 純チタン2種の切削と鋳造による影響(機械的性質、金属組織)

純チタン2種の加工法の違いによる影響を評価するため、切削加工ならびに遠心鋳造で試験片を作製し(以下、切削材、鋳造材)機械的性質、組織観察の観点から比較した. なお、各試験片の作製条件は次のとおりである.

#### 切削材

材 料:工業用チタン 純チタン2種

【引張試験片(ディスク:①・② φ 98.5mm×t10mm, ③ φ 98.5mm×t15mm)】

【硬さ試験片・クラウン(ブロック: $\phi$ 25mm imes L20mm)】

CAM: \[ \text{WORKNC DENTAL} \] \( \text{Hexagon Manufacturing Intelligence} \)

切削加工機:「ULTRASONIC20linear」(DMG森精機)

ミリングバー:「高硬度鋼用超硬ボールエンドミル高精度仕上げ用2刃

ロングネックタイプ(AE-LNBD-H)」

(オーエスジー)

#### 鋳造材

材 料:歯科鋳造用チタン 純チタン2種

埋没条件:マグネシア系チタン専用埋没材「インベストMg-TiC」

(クラウン用、岡崎鑛産物)

埋没材200g, 混水比(水:24.3ml/専用液:2.7ml)

リング焼却法:室温から 1,000℃まで昇温(昇温速度 5°C/分)後,係留 60 分

その後、炉内にて常温まで徐冷(リング温度:30~100℃)

鋳造機:アーク溶解遠心鋳造機「セレキャストスーパーR|(セレック)

鋳造体の処理:チタン専用のアルミナ(120μm)を用いてサンドブラスト処理(0.3 MPa)

(※5-1-2 については表面処理別途記載)

#### 5-1-1 機械的性質

#### 1) 引張試験

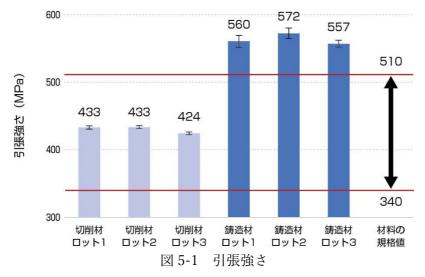
#### ① 試験方法

引張試験は「オートグラフ AGS-10kND」(島津製作所)を用い、引張強さ、0.2%耐力および伸びを測定した。鋳造材については試験片表面の硬化層は除去せず、切削材および鋳造材の形状は直径 3mm、測定条件は、標点間距離は 15mm、クロスヘッドスピード 1.5mm/min とした。

#### ② 結果

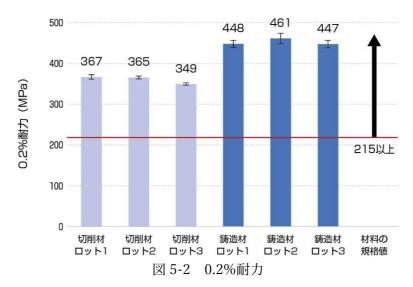
図  $5-1\sim5-3$  に引張強さ、0.2%耐力および伸びの試験結果を示す。なお、参考値として JIS H 4650 第 2 種の材料規格値を併記した。

引張強さは、切削材で 430MPa 前後、鋳造材で 560MPa 前後の値を示し、切削材は鋳造材に比べ低い値を示す傾向であった。同一加工法内のロット間の比較として分散分析をおこなったが、いずれも有意差は認められなかった。また、各加工法の変動係数を比較したところ、切削材で CV=0.012、鋳造材で CV=0.017 と、鋳造材のデータのばらつきが相対的に大きかった。



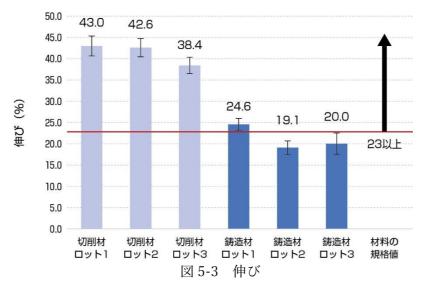
(※試験片:直径 3mm, 標点距離 15mm)

0.2%耐力は、切削材で 360MPa 前後、鋳造材で 450MPa 前後の値を示し、引張強さ同様、切削材の方が低い値を示す傾向であった。同一加工法内のロット間の比較を分散分析によっておこなったところ、いずれも有意差は認められなかった。また、各加工法の変動係数を比較したところ、切削材で CV=0.025、鋳造材で CV=0.025 と同程度のばらつきであった。



(※試験片:直径3mm, 標点距離15mm)

伸びは、切削材で 41%前後、鋳造材で 21%前後であり、切削材は鋳造材の約 2 倍高い伸びを示した。同一加工法内のロット間の比較では、ほかの試験結果と同様にいずれも有意差は認められなかった。また、各加工法の変動係数を比較したところ、切削材で CV=0.071、鋳造材で CV=0.142 と、鋳造材において相対的に大きなばらつきが認められた。



(※試験片:直径3mm, 標点距離15mm)

各測定結果を材料規格値と比較すると、切削材においては引張強さ、0.2%耐力および伸びのいずれも純チタン 2 種の材料規格値を満たしていた。その一方、鋳造材では引張強さが材料の規格値を超えた値で、伸びは材料の規格値を下回るものもあった。純チタンの鋳造

体は、鋳造に用いた素材の公表値より伸びが低下することが報告されている <sup>1)</sup>. 純チタンは、1種から 4種にかけて純度が低くなる(酸素や、窒素および鉄などの不純物元素の増加)ため、耐力が増加し伸びが減少する。すなわち、純チタンが溶解から鋳造時に発生するこれらのガスを吸収することで硬さが増加し、靱性が低下する <sup>2)</sup>. また、チタンが鋳込まれると埋没材と反応して鋳造体表面に強固な反応層を形成し、機械的性質を劣化させる <sup>3-6)</sup> ことも伸びの低下に影響しているものと考えられる。また、Ti-6Al-4V 合金では、鋳造による粗大粒で延性が低い <sup>7)</sup> ことが指摘されており、後の組織観察で述べるが、今回用いた純チタン 2種も同様に鋳造による結晶の粗大化も影響していると考えられる。切削加工では、鋳造のように機械的性質に影響を及ぼすような要因を生じないため、元材である第 2種(JIS H 4650)の特性を引き継いだものと考えられる。

Chiang は、チタン展伸材の規格値と比較して、純チタン鋳造材(1種から4種)の引張強さが50%、耐力が10~40%、伸びが20~50%低下したことを報告している $^{8)}$ . しかし今回の評価では、引張強さおよび0.2%耐力で鋳造の方が約30%高く、伸びで鋳造の方が約50%低い結果であり、Chiangの報告と異なる傾向も認められた.

チタン鋳造において、鋳造機と埋没材の組み合わせによって鋳造性が大きく異なり、遠心鋳造機とマグネシア系埋没材の組み合わせにおいて良好な鋳造性が認められたと報告されている <sup>9)</sup>. 本章と既報 <sup>8)</sup> とでは共に遠心鋳造機とマグネシア系埋没材を用い室温で鋳造をおこなっているが、使用機材や引張試験片の形状が異なっており、そのような違いが上述の機械特性の差異に繋がったものと推察される。特に試験片の形状は、極端に標点間距離が短い場合以外は、引張強さや耐力には、ほぼ影響がないことが明らかになっているが、伸びに対する影響は、バルバの法則により実証されている <sup>10)</sup>. また、鋳造体の体積が異なることによる反応層の形成量の違いが影響する可能性も考えられる.

切削材および鋳造材の同一加工法内のロット間で分散分析をおこなった結果,いずれも有意差は認められなかった.切削材①・②では10mm厚,切削材③では15mm厚のチタンディスクから試験片を作製したが,元のディスクの厚みの影響はなかったと言える.また,各加工法の変動係数の比較より,切削材は鋳造材に比べて相対的にばらつきが小さく,切削加工は再現性に優れた加工法と言える.

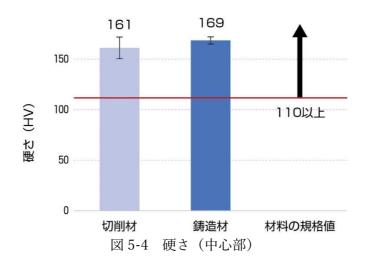
#### 2) 硬さ試験

#### ① 試験方法

板状の試験片(約  $10\text{mm} \times 10\text{mm} \times 2\text{mm}$ )をそれぞれ作製し、 $10\text{mm} \times 10\text{mm}$  面(以下、表面)を#2000 まで研磨した。硬さ試験は「HV-113」(ミットヨ)を用い、各試験片について、①中心部 5 点、②試験片の端から中心部に向かって任意の間隔で測定した。測定条件は、荷重 0.5kgf で保持時間 15 秒間とした。

#### ② 結果

図 5-4 に中心部硬さの試験結果を示す. 切削材が 161HV, 鋳造材が 169HV であり, 中心部においては明確な差異はみられなかった.



続いて、試験片の端から中心部に向かって任意の間隔で硬さを測定した結果を図 5-5 に示す。切削材については、全体で  $150\sim170$ HV 程度であり、端から中心部に至るまで大きな硬さの差異は認められなかった。

その一方、鋳造材は端で 198HV、その他で  $160\sim185$ HV 程度であり、端と中心部の硬さの差異が大きかった、鋳造材の端の硬さは前述した反応層が影響したものと推察される.

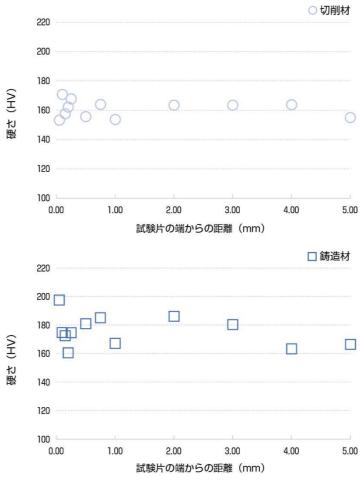


図 5-5 測定部位による硬さの変化

#### 5-1-2 チタン冠断面の硬さと組織観察

チタン冠の切削材および鋳造材を作製した. 鋳造材については①鋳造のまま: 鋳造後のチタン冠表層未処理のもの, ②表面処理: チタン冠表層全体をチタン専用のアルミナ (120μm) を用いてサンドブラスト処理 (0.3MPa) 後, チタン用化学研磨液の「ケミポリッシュ」(松風)で酸処理し, 外表部をカーボランダムポイント, シリコンポイントを用いて研磨処理したものを準備した. 材料を切断し, チタン冠断面の硬さおよび金属組織を比較評価した.

#### 1) 硬さ試験

#### ① 試験方法

チタン冠の切削材および鋳造材の各断面を#800 まで研磨したものを試験片とした. 図 5-6 に示したように、チタン冠断面の(A)頬側咬頭部、(B)咬合面中心部、(C)舌側咬頭部の各部位の表層部から中心部に向かって任意の間隔で硬さを測定した. 硬さ試験は微小硬度計「MVK-EII」(明石製作所)を用いた. 測定条件は、荷重 0.3kgf で保持時間 15 秒間とした.

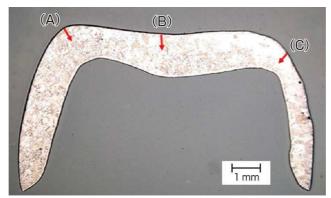


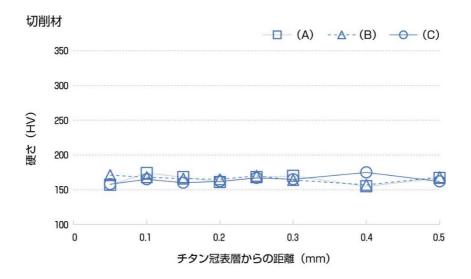
図 5-6 チタン冠断面の硬さ測定箇所

#### ② 結果・考察

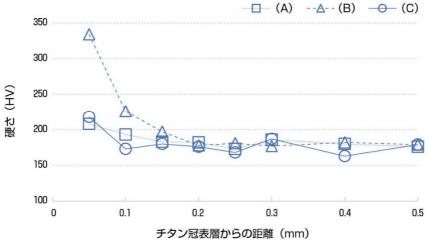
図 5-7 にチタン冠断面の硬さを示す. 切削材の硬さは, チタン冠表層部から中心部まで全体を通して 165HV 程度で安定している. 切削材は鋳造材と異なり, 反応層が存在しないためと推察される.

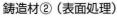
その一方、鋳造材①(鋳造のまま)については、中心部に近づくと 180HV 程度で安定しているが、チタン冠表層部の硬さは中心部より高く、最大で(B)の 334HV であった。この結果は、上述したとおり鋳造の過程で生じた反応層に起因していると考えられる。また、チタン鋳造体の硬さに関する研究では、反応層が薄い場合でも  $100\sim150\mu m$  の硬化層が存在し  $^{11)}$ 、硬さは表層部で最も高く、表層から  $100\sim150\mu m$  で急激に減少し、 $150\mu m$  以降でほぼ安定することが報告  $^{12)}$  されている。今回評価したチタン冠断面の硬さは、これらの報告と概ね傾向が一致している。

鋳造材②(表面処理)については、いずれの部位においても最大 173HV であり、表層部 と中心部の硬さが同等であったことから反応層が除去されていると考えられる.



### 鋳造材①(鋳造のまま)





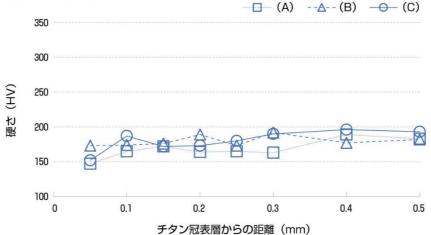


図 5-7 チタン冠断面の硬さ(切削および鋳造)

#### 2)組織観察

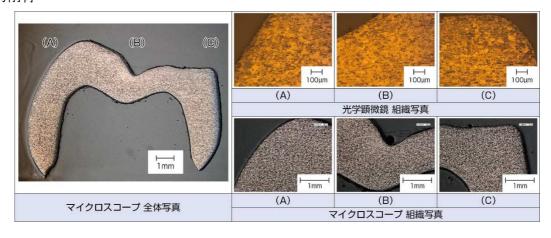
チタン冠断面を研磨紙#2000 まで研磨後、 $1\mu m$  ダイヤモンドペーストで鏡面研磨した。これを 0.7%フッ化水素酸に  $40\sim60$  秒浸漬してエッチングした後、光学顕微鏡「LSM700」 (カールツァイス)およびデジタルマイクロスコープ「VHX-6000」を用いて組織観察した。チタン冠断面全体と、チタン冠の(A)類側咬頭部、(B)咬合面中心部、(C)舌側咬頭部を撮影した。

図 5-8 にチタン冠断面の組織写真を示す. 切削材の組織は、表層から中心部まで等軸晶で、30µm 程度の均一な結晶となっていた.

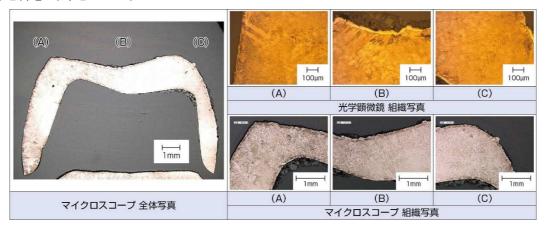
鋳造材の組織は板状晶となっているが、鋳造材① (鋳造のまま)の表層には 100μm 程度の反応層と推察される層が観察された. 鋳造材② (表面処理)の表層に反応層は観察されず、表面処理により反応層が除去されたものと推察される. この反応層の有無の違いによって、図 5-7 に示した硬さの差異が生じたものと考えられる.

また、切削材と鋳造材では組織に違いが認められ、鋳造することで組織が粗大化していることがわかる.

#### 切削材



#### 鋳造材① (鋳造のまま)



# 鋳造材② (表面処理)

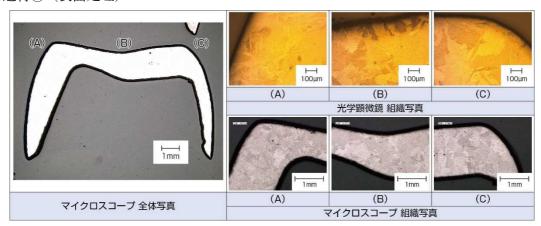


図 5-8 チタン冠断面の組織写真(切削材および鋳造材)

#### 5-2 加工評価(切削加工性, 適合性, 研磨性)

チタンおよびチタン合金は難削材として知られており、その要因として、熱伝導率が低いため工具温度が上昇しミリングバーの損傷や加工精度の低下を招くこと、あるいは活性が高いためミリングバーとの反応が起きやすいことなどが挙げられている <sup>13,14)</sup>.

本項では臨床的観点から純チタン(2種,4種)と Ti-6Al-4V 合金の切削加工性を比較するとともに、純チタン(2種,4種)および Ti-6Al-4V 合金の切削冠と純チタン 2種の鋳造 冠の適合性と研磨性を評価した.

#### 5-2-1 純チタン (2種, 4種) と Ti-6Al-4V 合金の切削加工性

切削加工用の純チタン 2種(以下: Gr.2), 純チタン 4種(以下: Gr.4), Ti-6Al-4V 合金(以下: Gr.5)を臼歯形状に加工し、ミリングバー刃部の劣化や臼歯モデルの適合について比較した. なお、ミリングバーのコーティングの違いも評価するために、コーティングの異なる 2種類のミリングバーを使用した.

なお、製作条件は下記のとおりである.

材 料:①Gr.2/切削材「工業用チタン 純チタン2種」

②Gr.4/切削材「KZR-CAD チタンディスク Gr.4  $\phi$  98.5×t15」(ヤマキン)

③Gr.5/切削材「KZR-CAD チタンディスク Gr.5 φ98.5×t15」(ヤマキン)

CAM: \[ \text{WORKNC DENTAL} \] (Hexagon Manufacturing Intelligence)

切削加工機:「ULTRASONIC20linear」(DMG 森精機)

ミリングバー:①「高硬度鋼用超硬ボールエンドミル高精度仕上げ用2刃 ロングネックタイプ(AE-LNBD-H)」(オーエスジー)

> ②「WXL コート 2 刃ロングネックボールエンド形 (WXL-LN-EBD)」 (オーエスジー)

#### 1) 試験方法

3種類のチタンを、コーティングが違う2種類のミリングバーで各3本加工し、加工前と加工後でミリングバーの劣化に差が現れるかデジタルマイクロスコープ「VHX-6000」を用いて比較をした。

#### 2) 結果

図 5-9 に加工前および加工後のミリングバーの刃部写真を示す。AE-LNBD-H と、WXL-LN-EBD ともに、Gr.2 では刃部の欠けがほぼ発生していないのに対し、Gr.4、Gr.5 では欠けが発生していた。

Gr.2 は、Gr.4 や Gr.5 と比べやわらかいため、切削性が良好と想定される.

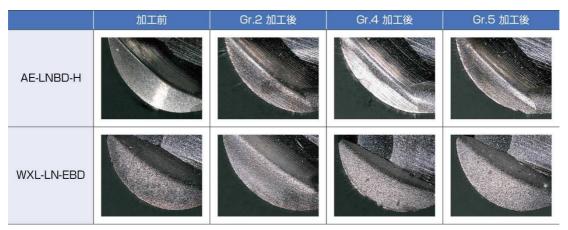


図 5-9 加工前および加工後のミリングバーの刃部

図 5-10 に切削臼歯モデルの加工面を、図 5-11 に切削臼歯モデルの適合を示す. 加工面については、材料や工具コーティングによる大きな違いはみられず、適合においても大きな違いはみられなかった.

また、Gr.4、Gr.5 ではミリングバーの刃部に欠けが生じていたが、1 歯目から 3 歯目までの仕上がりの差は認められなかった.

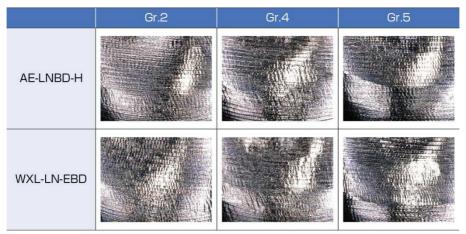


図 5-10 切削臼歯モデルの加工面の拡大写真

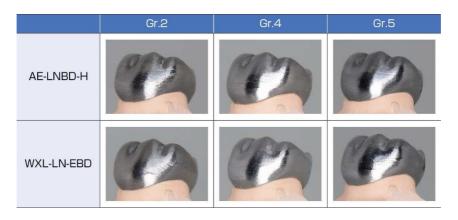


図 5-11 切削臼歯モデルの適合評価

# 5-2-2 純チタン (2種, 4種) および Ti-6Al-4V 合金の切削冠と純チタン 2種の鋳造冠の適合性、研磨性

#### 1) 適合比較

#### ① 評価方法

切削臼歯モデルについては、前項の臼歯モデル適合評価を採用する. 鋳造については、前項の CAD データを用いてワックスディスクを切削した臼歯モデルで鋳造した. ワックスディスクから切削した臼歯モデルは、鋳造前に良好な適合を確認している (図 5-12). 切削臼歯モデルと鋳造臼歯モデルを同じ支台歯にはめて、適合を目視で確認した (図 5-13).



図 5-12 ワックスディスク適合写真

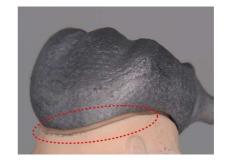


図 5-13 鋳造後適合写真

#### ② 結果

図 5-14 に切削後の臼歯モデル、図 5-15 に鋳造後の臼歯モデルを示す. 切削臼歯モデルは表面および内面に加工不良はみられなかった. 鋳造臼歯モデルは, 内面に複数気泡が確認され, 表面にバリや鋳巣などがあり, 鋳造欠陥が多数生じる結果となった. 図 5-16 に臼歯モデルの適合評価を示す. 切削臼歯モデルについては, 前項のとおり全て良好な適合が得られたが, 鋳造臼歯モデルは鋳造後の状態では支台歯模型に適合せず, 適合させるには適合調整が必要であった.



図 5-14 切削後の臼歯モデル



図 5-15 鋳造後の臼歯モデル

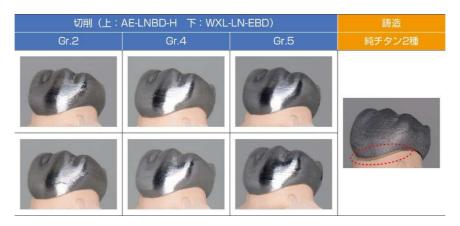


図 5-16 臼歯モデルの適合評価

#### 2) 研磨比較

#### ① 評価方法

前項で製作した Gr.2, Gr.4, Gr.5 の切削臼歯モデルと, 純チタン 2 種の鋳造臼歯モデルに対して研磨材を用いて実際に研磨し, つやが出るまでにかかる時間を計測した. 作業者によるばらつきが出ないように, 作業者を統一して実施した. また, 研磨材による影響も確認するため, 3 種類の研磨材を用いた.

チタン:①Gr.2/切削材「工業用チタン 純チタン2種」

- ②Gr.4/切削材「KZR-CAD チタンディスク Gr.4  $\phi$  98.5×t15」
- ③Gr.5/切削材「KZR-CAD チタンディスク Gr.5 φ98.5×t15」
- ④ 純チタン2種/鋳造材「歯科鋳造用チタン 純チタン2種|

研磨材:①「C&B ダイヤモンド研磨材」(ヤマキン)

- ②「C&B ナノダイヤモンド研磨材」(ヤマキン)
- ③アルミナ系研磨材

#### ② 結果

表 5-1 に研磨時間,図 5-17 に研磨後の臼歯モデルの表面を示す.切削冠 Gr.2 では研磨材による作業時間の差はなかった.しかし,切削冠 Gr.4 と切削冠 Gr.5 ではアルミナ系研磨材と比べ,「C&B ダイヤモンド研磨材」と「C&B ナノダイヤモンド研磨材」では研磨時間が長くなっている.また,「C&B ナノダイヤモンド研磨材」では細かな傷が消えにくく,傷を含め光るように感じた(図 5-18).鋳造冠純チタン 2 種は切削冠と比較して大幅に研磨時間が必要となった.

また、鋳造冠純チタン2種に対して「C&B ダイヤモンド研磨材」と「C&B ナノダイヤモンド研磨材」では、研磨作業を1時間おこなったが、十分に研磨できなかったため、評価を中止した。鋳造冠純チタン2種では5-1項で挙げた反応層が研磨性の低下を招いているものと推察される。

	切削冠			鋳造冠
	Gr.2	Gr.4	Gr.5	純チタン2種
C&B ダイヤモンド研磨材	25分31秒	27分48秒	26分26秒	中止
C&B ナノダイヤモンド研磨材	25分45秒	30分48秒	25分00秒	中止
アルミナ系研磨材	25分35秒	23分53秒	21分50秒	41分31秒

表 5-1 研磨時間

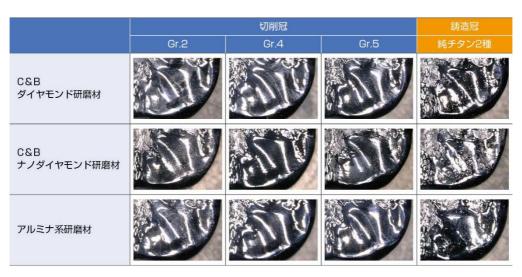


図 5-17 研磨後の臼歯モデルの表面



図 5-18 「C&B ナノダイヤモンド研磨材」の研磨面(切削冠 Gr.2)

#### 5-3 まとめ

チタンは加工方法により材料特性に違いがあり、それを踏まえた歯科修復物の製作が重要となる.

鋳造では、表層に強固な反応層を形成しやすい。反応層の残存は天然歯を傷つける恐れや研磨性の低下など歯科修復物に悪影響を与える。研磨ポイントを用いた丁寧な表面処理やチタン用化学研磨液を使用した処理などで反応層を十分に除去することが必要である。さらに、鋳巣などの形成不良を起こすことがあり、術者の力量により歯科修復物の品質が左右されやすい加工方法とも言える。

一方,切削では,難削材であるためミリングバーの劣化などに注意しなければならないが, 鋳造のような材料特性の変化や鋳造欠陥の発生はなく,安定した歯科修復物が製作できる. 現在,保険適用されているのは,純チタン 2 種の鋳造用のものに限られているが,近い将来,非鋳造用(切削用)も保険適用されることを期待したい.

#### 参考文献

- 1) 井田一夫, 都賀谷紀宏, 鈴木正司: 純チタンおよびチタン合金の機械的性質-歯科鋳造としての評価 -. 歯材器, 2(6), 765-771, 1983.
- 2) 塙隆夫:歯冠修復材料としての純チタンの理工学的特性,歯科理工学会誌,40(1),46-53,2021.
- 3) 玉置幸道, 宮崎隆:チタン鋳造の問題点. 補綴誌, 42, 528-539, 1998.
- 4) 孫賢宣,服部雅之,小田豊:耐熱性酸化物鋳型材とチタンの表面反応.歯科学報,103(8),657-672,2003.
- 5) 末瀬一彦: チタン鋳造冠の保険導入にあたって -チタンクラウンのこれまで/これから-. 歯科技工, 48(8), 752-763.
- 6) 黒岩昭弘:チタンの歯科技工 -クラウンを中心に考える-. 歯科技工, 49(10), 977-986.
- 7) 大西四聡、越智昌弘:チタン鋳物の機械的性質と耐食性、軽金属、23(5)、189-193、1973。
- 8) 江永言:チタン展伸材と鋳造後の特性比較、歯材器、21、139-145、2002.
- 9) Reza F, Takahashi H, Iwasaki N, Tamaki Y: Effects of investment type and casting system on permeability and castability of CP titanium, J Prosthet Dent, 104, 114-121, 2010.
- 10) 佐藤四郎: 引張試験片の寸法と形状について. 軽金属, 24(11), 508-521, 1974.
- 11) 大川成剛, 渡辺孝一, 宮川修:チタン鋳造において新しくわかったこと -特に市販埋没材とチタン鋳造体表面の反応層について-, 歯科技工, 12, 673-685, 1993.
- 12) 三浦英司,高山慈子,川井善之,細井紀雄,水野行博:チタン研磨面の表面分析,補綴誌,51(1), 11-21,2007.
- 13) 岡田将人 ほか: 低熱伝導率難削材のエンドミル加工における MQL の工具温度への影響, 日本機械 学会論文集, 78(792), 3093-3113, 2012.
- 14) 長谷川良栄: 航空機用工具と適用事例, 精密工学会誌, 75(8), 953-957, 2009.

#### 6 おわりに

チタンの歯科修復物は、2020年6月より純チタン2種 (JIS H 4650) を用いたチタン冠 (大臼歯)、さらに2022年4月からレジン前装チタン冠が鋳造を条件として保険適用となり、需要が増えている。しかしながら、チタンは難加工材であるため、鋳造や切削、研磨など特性にあった新しい手法が求められる。

本レポートでは、鋳造トラブルをレーザ溶接で修復する手法、レジン前装を想定した接着 と手順、加工方法の違いによる影響分析などを深堀りしてまとめた。チタンを活用した臨床 に少しでも役立てていただきたい。

ヤマキンがこれまで培ってきた貴金属合金と歯科技工技術の知見をチタンに生かし、チタンの応用を促進したいと考えている。実証研究の成果として、本レポートを通じてチタン鋳造のノウハウを広く発信し、チタンの特徴および機能により、患者のみなさまの QOL を高めていきたい。

そして、今後も地域医療に微力ながら貢献したいという思いで、新しい製品・サービスづくりを続けていきたいと考えている.

#### 本文掲載製品

イコーム チタン

管理医療機器 歯科鋳造用チタン合金 認証番号:305ACBZX00017000

マルチプライマー

管理医療機器 歯科金属用接着材料(歯科セラミックス用接着材料,歯科レジン用接着材料) 認証番号:226AABZX00069000

管理医療機器 歯科鋳造用金銀パラジウム合金 認証番号:221ACBZX00087000

ルナウィング

管理医療機器 歯冠用硬質レジン 認証番号:218AABZX00035000

ゼットビーズ

一般的医療機器 歯科技工用リテンションビーズ 届出番号:39B2X10002000004

KZR-CAD チタン

管理医療機器 歯科非鋳造用チタン合金 認証番号:225ACBZX00052000

C&B ナノダイヤモンド研磨材

一般医療機器 歯科用研磨器材 届出番号:39B2X10002000002

C&B ダイヤモンド研磨材

一般医療機器 歯科用研磨器材 届出番号:39B2X10002000001

# 製造販売元 YAMAKIN株式会社

〒781-5451 高知県香南市香我美町上分字大谷 1090-3

LED キュアマスター

一般医療機器 歯科技工用重合装置 届出番号:26B2X10018000017

販売元 (LEDキュアマスター) 製造販売元 (LEDキュアマスター) **YAMAKIN株式会社** デンケン・ハイデンタル株式会社 〒543-0015 大阪市天王寺区真田山町3番7号 〒601-8356 京都市南区吉祥院石原京道町24番地3

ヤマキンでは、安全性に重点をおき、科学的な機能性と医学的な安全性の両者を融合した新しい研究開発を提案している。この活動の過程で得られた知見の数々は、レポートおよび書籍として公開されている。ご興味を持たれた方は是非ご一読いただきたい。

※各出版物は、歯科商店様または弊社 WEB サイトからご購入いただけます.

#### 《専門書 既刊》



# 歯科用貴金属合金の科学

基礎知識と鋳造の実際 ・発行日: 2010年11月

· 238P

・価格: 本体 8,000 円+税

・発行: 株式会社 学建書院



#### 知っておきたい

#### 歯科材料の安全性

・発行日:2017年2月 ・212P

·価格:本体 4,000 円+税

·発行:YAMAKIN 株式会社



### 歯科用有機材料の化学<改訂版>

#### 基礎知識と応用

・発行日:2018年9月

· 200P

・価格:本体 5,000 円+税 ・発行: YAMAKIN 株式会社

#### 《歯科用デジタルハンドブック 既刊》



#### 歯科用デジタル ハンドブック 1

・発行日:2019年8月

• 192P

・価格:本体 2,000 円+税

・発行:YAMAKIN 株式会社



#### 歯科用デジタル ハンドブック 2

・発行日:2020年5月

· 194F

・価格:本体 1,000 円+税

・発行:YAMAKIN 株式会社



#### 歯科用デジタル ハンドブック 3

・発行日:2020年10月

· 220P

・価格:本体 1,000 円+税 ・発行: YAMAKIN 株式会社



#### 歯科用デジタル ハンドブック 4

・発行日:2021年8月

· 150P

·価格:本体1,000円+税

・発行:一般財団法人ヤマキン

学術文化振興財団



#### 歯科用デジタル ハンドブック 5

・発行日:2022年5月

· 172P

· 価格: 本体 1,000 円+税

・発行:一般財団法人ヤマキン

学術文化振興財団



#### 歯科用デジタル ハンドブック 6

・発行日:2023年2月

· 160P

·価格:本体 1,000 円+税

・発行:一般財団法人ヤマキン

学術文化振興財団



#### 歯科用デジタル ハンドブック7

・発行日: 2023 年 11 月

· 価格: 本体 1,000 円+税 ・発行:一般財団法人ヤマキン

学術文化振興財団

#### 《テクニカルレポート 既刊》

ゼオセライトテクニカルレート (2002年8月) ルナウィングテクニカルレポート (2007年5月) ツイニーテクニカルレポート (2010年7月)

#### 《安全性試験レポート 既刊》

Vol.1 国際水準の品質と安全を求めて(2004年12月)

Vol.2 「ZEO METAL」シリーズ 溶出試験と in vitro による細胞毒性試験(2005 年 6 月)

Vol.3 メタルセラミック修復用貴金属合金及び金合金 溶出試験と in vitro による細胞毒性試験(2005 年 12 月)

Vol.4 「ルナウィング」の生物学的評価(2006年6月)

Vol.5 高カラット金合金の物性・安全性レポート (2007年 10月)

Vol.6 歯科材料の物性から生物学的影響まで 硬質レジン, メタルセラミック修復用合金, 金合金における検討(2008 年 5 月)

Vol.7 金合金「ネクシオキャスト」の物性・安全性レポート(2008 年 10 月)

Vol.8 ハイブリッド型硬質レジン「ツイニー」の生物学的評価(2010 年 6 月) Vol.9 貴金属合金の化学的・生物学的特性 チタンとの組み合わせによる溶出特性(2011 年 2 月)

Vol.10 メタルセラミック修復用貴金属合金「ブライティス|の物性と安全性(2011 年 10 月)

Vol.11 歯科用接着材料「マルチプライマー」の物性と安全性(2014年3月)

Vol.12 歯科用覆髄材料「TMR-MTA セメント」の安全性(2018 年 1 月)

Vol.13 低濃度フッ化物の機能性と安全性(2024年1月)

#### 《高分子技術レポート 既刊》

Vol.1 歯科材料モノマーの重合 - ラジカル重合の基礎 (1) (2009 年 10 月)

Vol.2 歯科材料モノマーの重合 – ラジカル重合の基礎(2)(2010年2月)

Vol.3 歯科材料モノマーの重合-修復材モノマー(1)(2010年3月)

Vol.4 歯科材料モノマーの重合-修復材モノマー(2)(2010年7月)

Vol.5 歯科材料モノマーの重合 – 酸素の影響(2011 年 8 月) Vol.6 歯科材料モノマーの重合-開始剤と開始(2012年 10月)

Vol.7 重合性シランカップリング剤-メタクリロイルオキシアルキルトリアルコキシシラン(2013 年 6 月)

Vol.8 歯科用レジンの硬化における重合収縮(2014年11月)

Vol.9 歯科材料における開始剤成分としてのヨードニウム塩の利用(2017年3月)

Vol.10 ナノゲルの歯科レジンならびに接着材への応用(2018年6月)

#### 《オーラルサイエンスレポート 既刊》

Vol.1 歯科口腔外科とビスフォスフォネート製剤 (2010年8月)

Vol.2 活性酸素 - その生成, 消去および作用- (2011年4月)

Vol.3 低酸素の世界 (2012年7月)

Vol.4 歯の再生に関する最近の進歩(2014年2月)

Vol.5 フッ化物応用とその影響 (2016年10月)

#### 《メディカルバイオロジーレポート 既刊》

Vol.1 低濃度フッ化物と口腔内細菌(2022年7月)

#### 《製品レポート 既刊》

ジルコニアの基礎知識と製品レポート (2014年2月)

チタンの基礎知識と製品レポート (2014年6月)

CAD/CAM 用ハイブリッドレジンの基礎知識と製品レポート(2014年9月)

歯科充填用コンポジットレジンの基礎知識と製品レポート(2015年9月)

歯科用ボンディング材の基礎知識と製品レポート(2016年1月)

TMR-MTA セメント製品レポート (2017年8月)

マルチプライマーシリーズ製品レポート (2017年10月)

KZR-CAD HR ブロック 3 ガンマシータ製品レポート (2018 年 1 月)

マルチエッチャント製品レポート (2018年7月)

「KZR-CAD ナノジルコニア」の基礎知識と製品レポート(2018年7月)

TMR-ゼットフィル 10. 製品レポート (2018 年 8 月)

TMR-アクアボンド 0 製品レポート (2018 年 8 月)

KZR-CAD ジルコニアグラデーションの基礎知識と製品レポート (2019年3月)

TMR-MTA セメント ミエール製品レポート (2019 年 8 月)
「KZR-CAD ワックスディスク」の基礎知識と製品レポート (2020 年 2 月)
KZR-CAD マリモセメント LC 製品レポート (2020 年 5 月)
ユニコム PT 製品レポート (2021 年 2 月)
ア・ウーノ製品レポート (2022 年 6 月)
TMR-アクアボンド 0-n 製品レポート (2023 年 2 月)
KZR-CAD ジルコニア Laxio 製品レポート (2023 年 2 月)
KZR-CAD ピーク製品レポート (2023 年 4 月)
Nu:le コート製品レポート (2023 年 6 月)
ゼロフローエッチャント製品レポート (2023 年 9 月)
KZR-CAD ファイバーブロック フレーム製品レポート (2023 年 9 月)

編集者 加藤 喬大 発行者 山本 樹育 発行日 2024年2月26日 創業70周年に向けて



変化は決して発展を伴わないが、発展は変化なしにはありえない。

# YAMAKIN株式会社