

# 学位論文内容の要約

愛知学院大学

甲 第 号	論文提出者 白石 浩一
論文題目  レーザー積層造形法を用いた支台装置製作法の開発	

## I. 緒言

工業界で生まれた CAD/CAM の技術は、歯科業界においても永い歴史を有する鑄造法に置き換わる新たな補綴装置の設計、製作システムとして注目され、国内外の多様な企業や大学などで活発な研究開発が行われている。

近年、CAD/CAM システムのオープンシステム化が進み、様々な設計ソフトも選択できる様になり、複雑な形態の補綴装置の設計も可能になった。このように設計の幅が広がったことにより、部分床義歯分野への応用も可能となった。

本論文は、CAD/CAM システムの内、レーザー積層造形法を用いて支台装置を製作し、その機械的強度に加え、適合精度と維持力を検討することにより、本格的な臨床応用を目指すものである。

## II. 機具・材料および方法

### 1. CAD/CAM システム

本研究の CAD/CAM システムは、スキャナには Dental Wings 3 series (Dental Wings)、CAD には DWOS (Dental Wings)、CAM には Work NC (Sescoi)、加工機にはレーザー積層造形装置である EOSINNT M270 (EOS) を用いた。

### 2. 材 料

レーザー積層造形法では、専用のレーザー積層造形法用 Co-Cr 合金粉末 (SP2 , EOS) を用いた。比較対象としては、金パラジウム銀合金 (キャス

トウエル MC , ジーシー) と、鑄造用 Co-Cr 合金 (レーザーニウム NK , 日本歯科金属) を用いた。

### 3. 統計分析

本論文の統計分析には、統計解析ソフト (IBM SPSS Statistics 18.0, IBM) を用いた。検定には、Bonferroni の検定を使用して、多重比較を行った。

### 4. 実験項目

#### 1) 熱処理の影響

レーザー積層造形法を用いて製作した試料に関する熱処理の影響を検討するため、(1) 相の同定と元素分析、(2) 組織観察、(3) ビッカース硬さ試験、(4) 寸法変化量の検討の4項目について検討を行った。

実験 (1) ~ (3) に用いた実験試料は、 $5 \times 8 \times 2$  mm の四角柱とし、製作した試料の測定面は、 $0.3 \mu\text{m}$  のアルミナ粒子まで鏡面研磨を行った。

実験 (4) では、下顎第一大臼歯を想定した金属原型から、代表的な支台装置であるエーカースクラップを模したリング状試料の製作を行った。

試料の寸法は、鉤肩部分の幅を 2.0mm、厚さを 1.0mm、鉤尖部分の幅を 1.0mm、厚さ 0.5mm とし、テーパー度を 3.3 度に設定した。また当試料には、経験的に造形時の変形防止枠としての工夫が必要であり、鉤尖部付近に固定枠を付与した。

#### (1) 相の同定と元素分析

元素分析用の試料は、熱処理温度を 800°C~1,100°C で、100°C 刻みで設定し、熱処理時間はそれぞれ 30 分間ファーネス内に係留後、急冷を行った。測定には電子線マイクロアナライザー (EPMA) (JXA-8530FA, JEOL) と X 線回折装置 (XRD) (Ultima IV, Rigaku) を用いた。

## (2) 組織観察

組織観察用の試料は、相の同定と元素分析の実験と同条件で製作し、測定には金属顕微鏡 (PMG3 614U-SP, OLYMPUS) を用いた。観察前の処理として、90%メタノールと 10%硫酸の混合溶液を用いて、室温 25°C、電圧 20V、通電時間 5 秒の条件で電解研磨を行った。

## (3) ビッカース硬さ試験

ビッカース硬さ試験の試料は、相の同定と元素分析の実験と同一条件で製作した。ビッカース硬さ試験は、微小硬度計 (MVK-D, 明石製作所) を用いて測定を行った。試料数は各温度で 5 個とし、同一試料の測定回数は 5 回とした。測定条件は、荷重量を 500 g、荷重時間を 15 sec とした。

## (4) 寸法変化量の検討

寸法変化量の試料は、熱処理温度を 900°C~1,100°C で、100°C 刻みで設定し、熱処理時間はそれぞれ 30 分間ファーネス内に係留後、急冷を行った。寸法変化量の測定には、デジタルノギス (CD-15PS, Mitutoyo) を用い、試料数は各温度で 10 個とし、測定回数は 5 回とした。また、熱処理は固定枠を付与した状態で行った。寸法変化量は、固定枠の切断前後の寸法差とし

て求めた。

## 2) 片持ち梁試験

レーザー積層造形法にて製作した支台装置の適切なアンダーカット量を模索するため、片持ち梁試験を行った。実験材料には、レーザー積層造形法用 Co-Cr 合金、金パラジウム銀合金、鋳造用 Co-Cr 合金を用いて、試料数は各 10 個とした。片持ち梁試験には、万能材料試験機 (4481, Instron) を用い、荷重部位は試料の尖端から 1 mm 内方とし、実験条件はクロスヘッドスピード 0.5 mm / min として、そこから荷重変位曲線を求めた。

## 3) 支台装置の適合精度

レーザー積層造形法で製作した支台装置における適合精度の検討を行うため、鋳造法で製作した支台装置と比較した。測定部位は、レスト、ガイドプレーン、鉤腕部、鉤尖部の 4 ヶ所とした。

### (1) 支台装置の製作方法

下顎第一大臼歯の平均寸法を基に製作した金属原型と片持ち梁試験の実験で求めた各金属において最も適切なアンダーカット量を用いて、作業用模型を製作した。レーザー積層造形法による支台装置は、作業用模型をスキャンし、スキャンデータを獲得した後、CAD/CAM で支台装置の設計を行い、設計データを STL 形式として抽出し、そのデータを基に製作した。鋳造法に関しては、金パラジウム銀合金の型ごと埋没法、パターンレジンを引き抜き法、ワックス引き抜き法、鋳造用 Co-Cr 合金の型ごと埋没法の 4 法を対

象とした。

## (2) 適合精度の測定

完成した各支台装置を作業用模型に復位させ、包埋切断法を行った。切断部位は、レスト、ガイドプレーン、鉤腕部、鉤尖部の4ヶ所とし、鉤尖部に関しては、切断部を鉤尖から1mm内方とした。切断面は、0.3  $\mu\text{m}$ のアルミナ粒子で鏡面研磨を行った。適合精度は、作業用模型と支台装置との間隙量から評価した。測定点は、支台装置と作業用模型が接触すべき部分を等間隔に5ヶ所選択し、それぞれ5回測定した。

## 4) 維持力測定

実験試料は、レーザー積層造形法で製作した支台装置と金パラジウム銀合金の型ごと埋没法、鋳造用 Co-Cr 合金型ごと埋没法で製作した支台装置とし、それぞれの維持力を比較した。

支台装置の維持力測定には、小型卓上試験機 (EZ-test, SHIMADZU) を用い、測定条件はクロスヘッドスピード 10mm/min とし、試料数は5個、測定回数はそれぞれ5回とした。

## III. 結果

### 1. 熱処理の影響

#### 1) 相の同定と元素分析

EPMA の結果から、レーザー積層造形法用 Co-Cr 合金に熱処理を行うと、

Cr が表層に向かって移動していることが確認された。また、0 も Cr と同様に、金属表層での濃度が高くなっていることが確認された。

X線回折の結果より、レーザー積層造形法用 Co-Cr 合金に熱処理を行うと、800°C で  $\epsilon$ -Cobalt 相が認められた。900°C では、さらに  $\alpha$ -Cobalt 相の析出が認められ、 $\alpha + \epsilon$  相の状態であった。また、1,000°C 以上の温度では、 $\alpha$ -Cobalt 相のみの状態になっていることが確認できた。

## 2) 組織観察

熱処理なしの試料では、積層造形する時にできる融解痕状の構造が認められた。800°C、900°C においてもこの構造は認められたが、1,000°C 以降の温度では認められなかった。

## 3) ビッカース硬さ試験

熱処理前では、 $413.4 \pm 11.2$  HV であり、800°C 処理後で  $446.8 \pm 20.2$  HV、900°C では  $521.7 \pm 11.4$  HV と増加傾向を示した。その後、1,000°C から  $438.2 \pm 5.7$  HV と減少した。1,100°C では  $434.0 \pm 9.4$  HV と 1,000°C とほぼ近似した値を示した。また、1,000°C と 1,100°C では有意差はなく、900°C と 1,000°C、および 900°C と 1,100°C 間では、いずれも有意差を認めた ( $p < 0.01$ )。

## 4) 寸法変化量の検討

鉤尖間距離は、熱処理なしでは  $-148.6 \pm 25.0$   $\mu\text{m}$ 、900°C では  $-83.4 \pm 12.1$   $\mu\text{m}$ 、1,000°C では  $-31.0 \pm 9.3$   $\mu\text{m}$ 、1,100°C では  $-29.6 \pm 6.6$   $\mu\text{m}$  と、熱処理温度の上昇に伴い、寸法変化量が減少する傾向を示した。また、熱処理なし

は 900°C と 1,000°C および 1,100°C とで有意差を認め、900°C では 1,000°C と 1,100°C との間で、いずれも有意差を認めた ( $p < 0.01$ )。

鉤腕間距離では、熱処理なしでは  $-42.4 \pm 15.3 \mu\text{m}$ 、900°C では  $-33.2 \pm 9.4 \mu\text{m}$ 、1,000°C では  $-17.4 \pm 7.4 \mu\text{m}$ 、1,100°C では  $-18.9 \pm 5.2 \mu\text{m}$  と、鉤尖間距離と同様の傾向を示した。また、熱処理なしの試料は 1,000°C と 1,100°C のものに対して、有意差を認めた ( $p < 0.01$ )。さらに、900°C 試料は、1,000°C と 1,100°C のものに対して有意差を認めた ( $p < 0.05$ )。

## 2. 片持ち梁試験

金パラジウム銀合金を 0.25mm 変位させる時の荷重量は、194gf であった。この荷重量を他の試料に加えた時、変位量はレーザー積層造形法用 Co-Cr 合金の熱処理後の試料では 0.14mm、熱処理なしでは 0.16mm であった。また鑄造用 Co-Cr 合金では 0.12mm であった。

## 3. 支台装置の適合精度

レストの適合精度は、レーザー積層造形法で  $27.1 \pm 2.9 \mu\text{m}$ 、金パラジウム銀合金の型ごと埋没法で  $12.1 \pm 9.0 \mu\text{m}$ 、パターンレジン引き抜き法で  $19.2 \pm 14.1 \mu\text{m}$ 、ワックス引き抜き法で  $45.1 \pm 8.2 \mu\text{m}$ 、鑄造用 Co-Cr 合金の型ごと埋没法で  $43.3 \pm 36.1 \mu\text{m}$  であった。レストは、全ての製作方法間において有意差は認められなかった。

ガイドプレーンの適合精度は、レーザー積層造形法で  $78.1 \pm 10.7 \mu\text{m}$ 、金パラジウム銀合金の型ごと埋没法で  $53.3 \pm 5.2 \mu\text{m}$ 、パターンレジン引き抜



き法で  $100.8 \pm 27.9 \mu\text{m}$ 、ワックス引き抜き法で  $97.3 \pm 19.8 \mu\text{m}$ 、鑄造用 Co-Cr 合金の型ごと埋没法で  $43.6 \pm 23.1 \mu\text{m}$  であった。レーザー積層造形法と他の製作方法間に有意差は認められなかった。

鉤腕部の適合精度は、レーザー積層造形法で  $146.4 \pm 3.7 \mu\text{m}$ 、金パラジウム銀合金の型ごと埋没法で  $28.4 \pm 16.5 \mu\text{m}$ 、パターンレジン引き抜き法で  $48.5 \pm 23.3 \mu\text{m}$ 、ワックス引き抜き法で  $118.4 \pm 14.2 \mu\text{m}$ 、鑄造用 Co-Cr 合金の型ごと埋没法で  $35.4 \pm 15.3 \mu\text{m}$  であった。レーザー積層造形法は、金パラジウム銀合金の型ごと埋没法とパターンレジン引き抜き法、鑄造用 Co-Cr 合金の型ごと埋没法のいずれに関しても有意差を認めた ( $p < 0.01$ )。しかし、ワックス引き抜き法とは、有意差を認めなかった。

鉤尖部の適合精度は、レーザー積層造形法で  $37.8 \pm 7.0 \mu\text{m}$ 、金パラジウム銀合金の型ごと埋没法で  $30.3 \pm 8.5 \mu\text{m}$ 、パターンレジン引き抜き法で  $56.9 \pm 8.8 \mu\text{m}$ 、ワックス引き抜き法で  $258.7 \pm 43.9 \mu\text{m}$ 、鑄造用 Co-Cr 合金の型ごと埋没法で  $44.4 \pm 21.4 \mu\text{m}$  であった。レーザー積層造形法による試料は、ワックス引き抜き法によるものと有意差を認めた ( $p < 0.01$ )。

#### 4. 維持力測定

維持力の測定結果では、レーザー積層造形法で  $233.2 \pm 14.5\text{gf}$ 、金パラジウム銀合金の型ごと埋没法で  $259.1 \pm 53.9\text{gf}$ 、鑄造用 Co-Cr 合金の型ごと埋没法で  $217.6 \pm 48.8\text{gf}$  であり、これら三者間に有意差は認められなかった。

## IV. 考察

### 1. 熱処理の影響

#### 1) 相の同定と元素分析

本研究の X 線回折結果より、800°Cでは  $\epsilon$ -Cobalt 相が同定され、900°Cでは  $\alpha$ -Cobalt 相と  $\epsilon$ -Cobalt 相が、1,000°Cでは  $\alpha$ -Cobalt 相のみとなった。Co-Cr 合金の  $\alpha$ -Cobalt 相は面心立方格子 (fcc) であり、加工性に優れているが、 $\epsilon$ -Cobalt 相は最密六方格子 (hcp) であり、硬くて脆く Co-Cr 合金の加工性を低下させる原因となる。このため、1,000°C以上の熱処理は、 $\epsilon$ -Cobalt 相が析出しない合金相であり、力学的に望ましい状態であると考えられる。

EPMA と X 線回折の分析結果から、熱処理による影響を観察すると、最も著明な変化が観察されたのは Cr であり、800°C以降から温度上昇に伴い、金属表層への分布が多く認められた。Cr は、合金の不動態化を助長し、不動態皮膜により金属表面を腐食から保護し、耐食性を向上させる特徴がある。本研究では、熱処理により表層に  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  の化合物ができ、表層近傍の Cr 濃度が増加することにより、安定な不動態皮膜形成が行われた、すなわち耐食性が向上していると考えられる。また、Co-Cr 合金の平衡状態図からも、X 線回折の結果の整合性が得られた。

#### 2) 組織観察

レーザー積層造形法は、積層方向により異方向性があり、層状に造形を

するため、組織観察において融解痕状の構造、すなわち金属同士の接合面が観察され、この部分はレーザー溶接のように機械的性質に問題があるのではないかとされている。本研究では、1,000℃以上の熱処理を行うことにより、融解痕状の構造が消失することが判明した。したがって、1,000℃以上の熱処理により、機械的強度や耐食性の劣化の原因となる金属同士の接合面が消失することは、レーザーの融解方向による機械的強度の異方性を解決できる糸口になる可能性が示唆された。

### 3) ビッカース硬さ試験

レーザー積層造形法は、造形物の上面で粉末が溶解して、凝固収縮を起こすため、下地に対する粉末の凝固収縮がそのまま残留応力として蓄積される。このような現象が起こることから、造形後に再結晶が必要であると考え、ビッカース硬さ試験から最適な熱処理温度を模索した。熱処理によって合金が硬化する析出型の時効硬化では、第2相が安定相となる温度で熱処理を行い、母相に第2相を析出させて格子にひずみを与え、すべり変形が抑制されることで硬化が現れる。平衡状態図より、800～900℃における硬化現象は析出型の時効硬化と同様に造形後の母相の $\alpha$ -Cobalt相に第2相の $\epsilon$ -Cobalt相や不純物の金属間化合物が析出することで生じたと考えられる。ビッカース硬さ試験の結果から、800℃が900℃に比べてビッカース硬さが小さい値を示した理由は、800℃では母相の $\alpha$ -Cobalt相中に $\epsilon$ -Cobalt相が析出するが、温度が低い分900℃の場合よりも析出速度が遅く、

熱処理時間内で十分な析出に至らなかったためと考えられる。また、900°Cでビッカース硬さが最大値を示した理由としては、熱処理によって母相である $\alpha$ -Cobalt相に第2相である $\epsilon$ -Cobalt相が析出したためであると考えられる。一方、1,000°C以上の温度では、母相である $\alpha$ -Cobalt相が安定相となり、第2相の析出が生じないために硬さの減少が生じたものと考えられる。これらの結果から、短時間で十分に再結晶させ、前述した硬くて脆い $\epsilon$ -Cobalt相が析出しない熱処理温度は、ビッカース硬さが有意に減少した1,000°C以上であると考えられる。

#### 4) 寸法変化量の検討

支台装置を模したリング状試料の寸法変化量計測の結果から、レーザー積層造形法で製作した試料は、熱処理の有無に関わらず、全ての試料において固定枠切断後の鉤尖間距離、鉤腕間距離が小さくなった。すなわち、造形時の残留応力が内方に向かって働くことが判明した。また、その影響は鉤尖において顕著であった。鉤尖において、熱処理なしの寸法変化量は約150  $\mu\text{m}$ を示し、支台装置として使用するには許容し難い寸法変化量であった。また、熱処理温度900°Cでは、熱処理なしと比較して寸法変化量が小さい値を示したが、1,000°Cと1,100°Cよりは大きかった。この結果から、900°Cでも残留応力の解放は行われていたと考えられるが、十分ではないことが分かった。また、1,000°Cと1,100°Cでは寸法変化量が近似しており、差がないことから、熱処理温度は1,000°C以上が良いが、過度の熱処理は金

属の物理的性質を低下させる恐れがあるため、今回用いたレーザー積層造形法用 Co-Cr 合金の熱処理温度は、1,000℃が最も適していると判断した。

## 2. 片持ち梁試験

一般的に、金パラジウム銀合金を用いたレスト付き二腕鉤（エーカーズクラスプ）を製作する場合、臨床経験に基づいて、鉤尖部のアンダーカット量は 0.25mm で設計される。したがって、片持ち梁試験の結果に基づいて、金パラジウム銀合金を 0.25mm 変位させる時の荷重量を求め、同量の荷重量を他の試料に加えた時の変位量が、支台装置として同等の維持力を期待できるものとして、各金属に最適なアンダーカット量とみなすことができる。

金パラジウム銀合金を 0.25mm 変位させる時の荷重量から、他の金属のアンダーカット量を求めると、レーザー積層造形法用 Co-Cr 合金の熱処理ありの試料では 0.14mm、熱処理なしでは 0.16mm であり、鋳造用 Co-Cr 合金では 0.12mm であった。これらのアンダーカット量を用いて各金属で支台装置を製作した場合、理論的に維持力は近似した値になると考えられる。また、熱処理の有無によるレーザー積層造形法用 Co-Cr 合金のアンダーカット量に対する影響は少なく、熱処理を行うことで寸法変化が著しく減少することから、熱処理は不可欠の手順であると考えられる。

金属の持つ硬さとたわみには、逆相関があると言われている。そこで、今回のビッカース硬さ試験の結果と片持ち梁試験の結果を照らし合わせると、レーザー積層造形法用 Co-Cr 合金は、熱処理を行うと硬さの増加に伴

い、たわみにくくなるものと考えられる。また、支台装置として使用することを考えると、900℃処理のものは、1,000℃や1,100℃より著しくたわみにくい材料となる可能性があるため、適度な弾性を持って機能する支台装置として使用することは困難であると考えられる。これらのことを踏まえ、レーザー積層造形法用 Co-Cr 合金を支台装置として使用する際のアンダーカット量は、0.14mm が妥当であり、1,000℃の熱処理は必須であると考えられる。

### 3. 支台装置の適合精度

包埋切断法は、支台装置の適合精度を視覚的に評価できる。本研究では、支台装置として支持、維持、把持に関わるレスト、ガイドプレーン、鉤腕部、鉤尖部の4ヶ所を測定部位とした。レーザー積層造形法を用いて造形した支台装置の適合精度は、レスト、ガイドプレーン、鉤尖部においては、金パラジウム銀合金と鋳造用 Co-Cr 合金の両者において、最も適合精度が良好であった型ごと埋没法と比較しても同程度であったため、問題がないと考えられる。しかし、鉤腕部においては、150 μm程度の間隙が観察された。この結果から、レーザー積層造形法を用いて製作した支台装置は、鉤尖部がレストやガイドプレーンの方向へ金属収縮を起こしたと考えられる。

### 4. 維持力測定

レーザー積層造形法は鋳造法と比較して、維持力の測定値に対する標準偏差が小さい値を示した。レーザー積層造形法は、機械加工によって、同

一の形状を造形することが可能であるため、その結果、試料間のばらつきが少なくなったと考えられる。本研究において、レーザー積層造形法と鋳造法で製作した支台装置の維持力は、いずれも 250gf 程度であり、過去の文献と比較しても同程度の維持力を示した。また、レーザー積層造形法を用いた支台装置が、その他の試料と同程度の維持力を示した理由は、鉤尖部の適合精度が高かったためと考えられる。

## V. まとめ

レーザー積層造形法を用いて製作した支台装置の臨床応用の可能性を検討するために、各種基礎実験を行った結果、以下の結論が得られた。

1. レーザー積層造形法を用いて製作した支台装置の内部応力を解放させる最適な熱処理温度は 1,000℃であり、熱処理により寸法変化量が減少することが確認された。

2. レーザー積層造形法を用いて製作した支台装置に熱処理を行うことで、融解痕状の構造が消失し、従来から問題視されている機械的強度の異方性を改善可能であることが示唆された。

3. 片持ち梁試験の結果から、レーザー積層造形法を用いて製作した支台装置（エーカースクラップ）の適正なアンダーカット量は、0.14 mm であった。

4. レーザー積層造形法を用いた支台装置は、レスト、ガイドプレーン、

鉤尖部において、鋳造法と同程度の適合精度を示した。

5. レーザー積層造形法を用いた支台装置は、鋳造法と同程度の維持力を示した。

以上の結果から、レーザー積層造形法を用いて製作された支台装置は、臨床的に必要な適合精度と維持力を有し、今後の臨床応用への可能性が示された。