

平成 30 年 6 月 20 日現在

機関番号：32678

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2015～2017

課題番号：15K11228

研究課題名(和文) 生体に安全な歯科用純チタンの乾式研磨を可能にする研磨液含浸型軸付き砥石の開発

研究課題名(英文) Development of polishing fluid-impregnated mounted wheel enables dry polishing of dental pure titanium

研究代表者

佐藤 秀明 (SATO, HIDEAKI)

東京都市大学・工学部・准教授

研究者番号：00196263

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,300,000円

研究成果の概要(和文)：純チタンは、生体に安全で、歯科補綴装置用金属材料として大変優れているが、難削材である。本研究の目的は、歯科用純チタンを乾式研磨するための研磨液含浸型軸付き砥石を開発することである。純チタンの乾式研磨加工は、これまで、大変難しいと考えられてきた。そこで、ビトリファイド結合剤に、ポリエチレングリコール(PEG)を含浸させ、潤滑作用と冷却作用を自己発現する、ビトリファイドボンド研磨液含浸型軸付き砥石を開発し、乾式研磨を行った。その結果、一部の実験条件で、表面粗さが目標値(算術平均粗さ $R_a=0.2\mu\text{m}$)に到達した。これより、ビトリファイドボンド砥石に対するPEG含浸の有効性を明らかにすることができた。

研究成果の概要(英文)：Pure titanium has excellent biocompatibility and shows reduced possibility of metal allergy. Pure titanium is very excellent as a metallic material for dental prosthesis. However, the machining of pure titanium is very difficult due to its low conductivity and high chemical reactivity. The purpose of this research is to develop a polishing fluid-impregnated mounted wheel enables dry polishing of dental pure titanium. Dry polishing of pure titanium has been considered to be very difficult so far. Therefore, polyethylene glycol (PEG) was impregnated into the vitrified bond. A vitrified-bonded polishing fluid-impregnated mounted wheel having a lubricating action and a cooling action was developed and subjected to dry polishing. As a result, the surface roughness reached the target value (Arithmetic mean surface roughness $R_a=0.2\mu\text{m}$) under some experimental conditions. Therefore, it was possible to clarify the effectiveness of PEG impregnation on vitrified-bonded mounted wheel.

研究分野：砥粒加工学，歯科理工学

キーワード：歯科理工学 歯科補綴装置 純チタン 乾式研磨加工 研磨液含浸型軸付き砥石の開発 ポリエチレングリコール 表面粗さ 光沢面

1. 研究開始当初の背景

(1) 研究の学術的背景

アレルギーの問題 アスベスト吸引による中皮腫発症に代表されるように、原因物質との接触後、数年あるいは数十年後に症状が発現する疾患があり、生体への安全性あるいはアレルギーに対する国民の関心が高まっている。その中でも、金属アレルギーに対する国民の関心は高く、近年、生体に安全な金属材料の歯科臨床応用に対する要求は厳しくなっている。また、インプラントのように顎骨内に埋め込む治療法の場合、金属アレルギーによる患者の被害は甚大になる。

アレルギー-体質患者の増加に伴い、湿疹、接触性皮炎、扁平苔癬、蕁麻疹および掌蹠膿疱症等の皮膚疾患を有する患者が増加している。皮膚科受診中におけるそれらの患者の中には、原因不明の難治性により、扁桃摘出術を受ける患者もいる。あるいは、口腔内金属による金属アレルギーとの関係解明を求めて、紹介により歯科を受診する場合がある。また、インプラント植立を前提とした金属アレルギー-検査依頼も増加している。

金属アレルギー-の治療およびパッチテスト 以前より研究代表者と共同研究を行ってきた東北大学大学院歯学研究科の佐藤秀樹前助教(歯科医師、荒町さとう歯科医院院長、東北大学大学院非常勤講師)は、宮城県内はもとより、近隣の皮膚科および歯科からの紹介患者を引き受けていたが、その数は増加の一途をたどっていた。佐藤秀樹は、パッチテストおよびメタルバイオプシ-法を用い、口腔内金属を傷つけることなく、研磨をすることにより、皮膚疾患のアレルゲンと同定し、患者に苦痛あるいは、被害を与えずに、難治性皮膚疾患を治療してきた。

金属アレルギー-は遅延型であるとともに、治癒までに長い経過をたどる場合も多い。また、フレア-アップとなり、一時的に症状が増悪する場合も観察される。患者にとっては、歯科補綴装置を構成する材料を、安全な金属あるいはセラミックスに置き換えた後も、数年、定期的に来院し、経過を観察することが必要であり、歯科用金属アレルギー-の解明のためにも、その意義は大きい。

また、佐藤秀樹が、東北大学病院歯科金属アレルギー-外来において、皮膚あるいは粘膜疾患を有する患者200人に、金属アレルギー-に関するパッチテストを行った。この結果、ニッケル(25.5%)、パラジウム(24.0%)、亜鉛(18.0%)、錫(17.5%)、コバルト(16.0%)、クロム(11.5%)、白金(10.5%)、水銀(8.5%)、金(8.0%)および銅(7.5%)等が、高い陽性率を示した。これに対し、チタンは、1.0%となり、低い陽性率を示した。

歯科用金属材料の種類 我が国の保険医療制度においては、金、銀、パラジウム、銅を主成分として、亜鉛、インジウム等を添加

した合金が適応になっており、歯科の様々な用途における使用頻度は極めて高い。また、義歯のクラスプ等には、コバルト、クロムおよびニッケルを主成分とする材料が使用されている。これらの金属元素は、上記に述べたように、金属アレルギー-陽性率が高い。これに対し、チタンは、アレルギー-陽性率は低く、歯科における広い用途に適応できる金属である。

歯科用金属材料としてのチタンの特徴 佐藤秀樹らは、生体親和性に大変優れたチタンの歯科臨床に応用する研究を行っており、その成果を日本歯科保存学会誌および英文誌を中心に、1983年以降、十数編の論文を公表してきた。また、金属アレルギー-に関する論文も数編公表してきた。これらの成果より、チタンは、生体に安全な材料であると共に、金属アレルギー-の原因となる可能性が極めて小さいことが明らかとなっている。

技工作業におけるチタンの研磨加工 チタンは生体に安全な材料であり、金属アレルギー-の原因となる可能性が大変小さく、強度も十分に有している。しかし、極めて機械加工が難しい難加工材料であるため、現在、歯科補綴装置用材料として十分に普及していない。

例えば、純チタン製の歯科補綴装置の製作においては、鑄造後、GC(SiC)砥粒の軸付き砥石で鑄肌を除去し、その後、市販の4~5種類の軸付きシリコンゴム GC(SiC)砥石を用いて研磨を行い、粗研磨から仕上げ研磨が行われている。しかし、砥石による研磨のみで、十分な滑沢(光沢)面を得ることは難しく、最後はバフ掛けを行い、滑沢(光沢)面を得ている。このため、研磨工程が多く、多くの研磨時間が必要である。よって、歯科医師、歯科技工士からは、工程の簡略化と研磨時間の短縮が望まれており、純チタン製の歯科補綴装置製作のための研磨加工技術の向上が要求されている。

チタンの乾式研磨を可能にする砥石開発の必要性 研究代表者はこれまでに、歯科技工用ポリ尿素樹脂ボンド軸付き砥石を開発し、純チタン(佐藤ほか6名、砥粒加工学会誌、55,4(2011)、214-219。)、Ti-Ag合金(佐藤、高橋ほか6名、砥粒加工学会誌、57,11(2013)、739-740。佐藤、笠原ほか6名、砥粒加工学会誌、60,9(2016)、503-508。)、ナノフィラ-コンポジットレジン(渡邊、佐藤ほか8名、砥粒加工学会誌、58,1(2014)、47-48。)の精密研磨加工について報告し、研究成果を挙げてきた。これらの結果は、研磨液を供給する湿式研磨加工であるが、歯科医師および歯科技工士は、常に研磨工程の簡便さを求めており、研磨液を供給しない純チタンの乾式研磨が可能な砥石の開発を待ち望んでいる。しかし、純チタンの熱伝導率は

変小さく、研磨液を供給しない乾式研磨加工は、大変難しいと考えられてきた。

現在、純チタンの軸付き砥石による研磨加工に関しては、国内外において、ほとんど報告されていない。その理由として、研磨加工の重要性は十分認識されているが、研究に関しては等閑視されているためである。しかし、純チタンの乾式研磨用の砥石の開発は極めて重要な問題であり、純チタンの普及をさらに促進させ、金属アレルギーの治療に大いに貢献できるものとする。以上が、研究開始当初の背景である。

2. 研究の目的

本研究は、臨床応用を目的とした歯科技工用軸付き砥石開発に関する新しい試みとして、ビトリファイドボンド研磨液含浸型軸付き GC(SiC)砥石を開発し、純チタンの乾式精密研磨を行い、研磨特性について調査する。本軸付き砥石で純チタンを精密研磨し、従来から多く使用されている陶材焼付鑄造冠の最終仕上げであるグレ-ジングした面と同等の滑沢な面を得ること、ならびに、開発した軸付き砥石の研磨性能を評価し、純チタンの研磨加工に関する資料の系統的構築に必要な基礎資料を得ることを目的とする。

3. 研究の方法

(1) 研磨液含浸型軸付き砥石

本研究は、歯科用純チタンの乾式精密研磨を可能にするビトリファイドボンド研磨液含浸型軸付き砥石の開発を行う。近年、Bollenら(Bollen Curd M.L. et al., Dental Materials, Vol.13, p.258-269 (1997).)は、歯科補綴装置の算術平均粗さ R_a に関して、 R_a は $0.2\mu\text{m}$ 以下が望ましいと指摘している。よって、研磨面の表面粗さは、この値を下回ることが、重要な目標となる。砥石の結合剤には、耐摩耗製および耐熱性に優れ、気孔を有し、砥粒の保持力に優れたビトリファイド結合剤を使用する。

近年、砥石に対するポリエチレングリコールの含浸に関して、南部ら(南部, 陶, 森田ほか 5名, 砥粒加工学会誌, Vol.49, No.3, p.163-169 (2005).)が、薄刃切断砥石に、ポリエチレングリコールを含浸し、S45Cの乾式切断を行い、潤滑作用と冷却作用を自己発現する乾式切断砥石を開発したが、表面粗さに関する記述が無い。さらに、難削材である純チタンの乾式精密研磨を目的とした砥石に対するポリエチレングリコールの含浸の効果に関しては、報告が見られない。

そこで、本研究においては、ビトリファイドボンド砥石に、ポリエチレングリコール(PEG)を含浸させ、乾式研磨における潤滑作用と冷却作用を自己発現する、ビトリファイドボンド研磨液含浸型軸付き砥石を開発し、純チタンの乾式精密研磨性能の評価および最適な研磨条件の検討を行った。

図1に、普通砥石の構造を示す。図2に、

砥石の3要素(砥粒, 結合剤, 気孔)

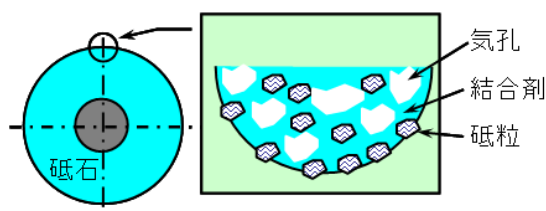


図1 普通砥石の構造

砥石の3要素(砥粒, 結合剤, 気孔)

+
新たな1要素(研磨液を気孔に含浸)

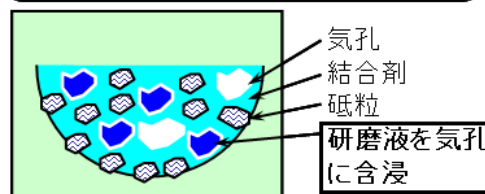


図2 研磨液含浸型砥石の構造

ビトリファイドボンド研磨液含浸型軸付き砥石の構造を示す。砥石の結合剤にはビトリファイド、砥粒にはGC(SiC)砥粒を使用する。

図1に示すように、砥石の3要素は、「砥粒、結合剤、気孔」である、本研究において新たに提案する「研磨液含浸型軸付き砥石」とは、「研磨液を気孔に含浸」させるという新たな1要素が加わり、乾式研磨における潤滑作用と冷却作用を自己発現する砥石である。

(2) 実験装置および方法

研磨液含浸型ビトリファイドボンド軸付き砥石 本研究においては、メゾテクダイヤ(株)製および(株)ミズホ製の軸付き砥石を使用した。図3および4に、砥石の形状を示す。

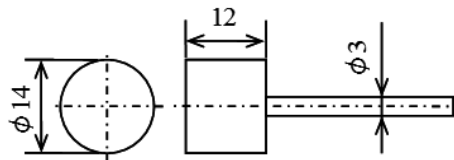


図3 メゾテクダイヤ(株)製の軸付き砥石

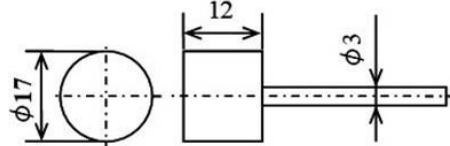


図4 (株)ミズホ製の軸付き砥石

表1に、メゾテクダイヤ製の砥石の仕様を示す。砥粒には、粒度番号#8000(平均粒径

1.2 μm)のGC 砥粒を用いた。結合剤には、ビトリファイドボンドを用いた。砥粒率は9.2vol%、気孔率は40、50、60および70vol%である。

表1 メゾテクダイヤ製の砥石の仕様

砥粒	GC
粒度番号	#8000
平均粒径 μm	1.2
結合剤	ビトリファイド
砥粒率 vol%	9.2
気孔率 vol%	40, 50, 60, 70

表2に、ミズホ製の砥石の仕様を示す。砥粒には、粒度番号#8000(平均粒径1.2 μm)および粒度番号#6000(平均粒径2.0 μm)のGC 砥粒を用いた。結合剤には、ビトリファイドボンドを用いた。砥粒率は40vol%、結合剤率は5%、気孔率は55vol%である。

表2 ミズホ製の砥石の仕様

砥粒	GC
粒度番号	#8000, #6000
平均粒径 μm	1.2, 2.0
結合剤	ビトリファイド
砥粒率 vol%	40
結合剤率 vol%	5
気孔率 vol%	55

試験片

試験片の材料として、JIS2 種純チタン(新日鐵住金(株)製)を使用した。表3に純チタンの機械的性質を示す。試験片は、ダイヤモンドホイール(SDC140)と平面研削盤を用いて、長さ30mm×幅5mm×厚さ8mmの直方体に研削加工した。

表3 純チタンの機械的性質

ヤング率 GPa	106
引張強さ MPa	415
熱伝導率 W/(m·K)	17
硬さ	196HV0.1

砥石へのポリエチレングリコ-ルの含浸方法 ポリエチレングリコ-ル(日油(株)製、PEG#6000、平均分子量8800)を蒸留水に溶かし、ポリエチレングリコ-ルの40wt%水溶液を作成した。ポリエチレングリコ-ルの水溶液を入れた容器に、砥石軸を垂直にした状態で、砥石の先端から容器に浸した。砥石の軸方向の長さの約8割が浸した状態になるように、容器内のポリエチレングリコ-ルの水溶液の量を調整した。

次に、デシケータの中に容器を入れ、真空ポンプを用いて、デシケータの中のゲージ圧を下げた。-0.1MPaに調整し、ポリエチレングリコ-ルの水溶液を砥石に含浸させた。-0.1MPaに減圧してから、約90s後に大気圧

に戻した。次に、定温乾燥器(アドバンテック東洋(株)製、DRN420DB)に砥石を入れ、80で1時間乾燥させた。その後、上記の方法で、再度ポリエチレングリコ-ルの水溶液を含浸させ、定温乾燥器で24時間乾燥させた。この工程を2回行い、ポリエチレングリコ-ルを砥石に含浸した。

実験装置および実験条件

図5に実験装置の写真、図6に実験装置概略、図7に軸付き砥石部の詳細を示す。表4に実験条件を示す。

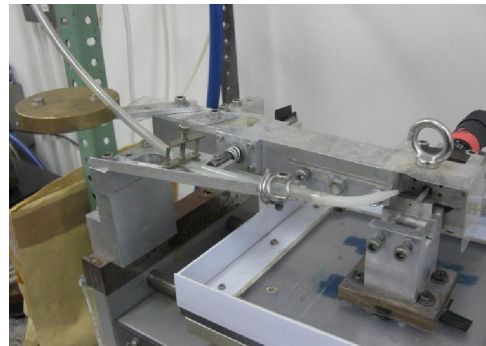


図5 実験装置の写真

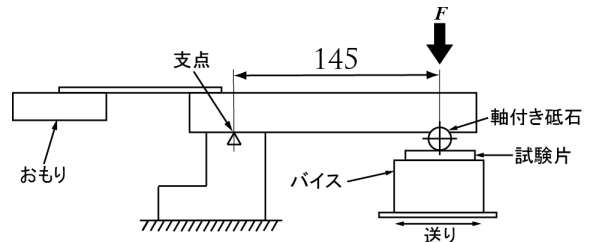


図6 実験装置概略

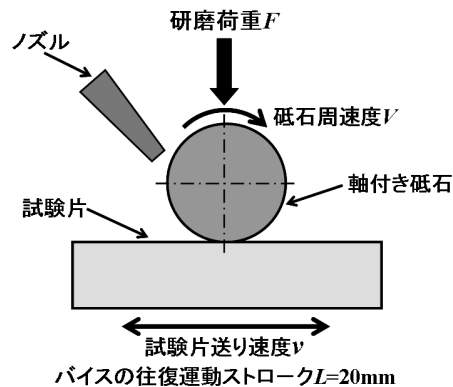


図7 軸付き砥石部の詳細

図5および6に示すように、支点の右側端部には、ル-タ(M21HD、ミニタ-(株)製)を設置し、軸付き砥石を回転させた。軸付き砥石に、一定の研磨荷重 $F=1.96\text{N}$ を与えながら、押付け研磨を行った。試験片を取付けたバイスは、左右に水平往復運動する。試験片送り速度 $v=15.7\text{mm/s}$ である。砥石の周速度 V は、市販の歯科技工用軸付き砥石の推奨周速度を参考に2.6m/sとした。図7に示すように、研磨液を砥石に与えるためのノズルは設置されているが、本研究においては、研磨液を使用

しないで、乾式研磨を行った。軸付き砥石のツル-イングおよびドレッシングは、ポリエチレングリコ-ルを砥石に含浸した後に、立形口-タリドレッサ(V125P, オオタ(株)製)を用いて行った。

研磨面の算術平均粗さ R_a の測定には、触針式表面粗さ計(SURFCOM FREX-50A, (株)東京精密製)を使用した。表面粗さの測定方向は、試験片の長手方向と直角の方向である。実験結果の検定には、Kruskal-Wallis test および Mann-Whitney test を行った。

表 4 実験条件

砥石周速度 V	m/s	2.6
研磨荷重 F	N	1.96
研磨液流量 Q	mL/min	0
パイスの往復運動ストロ-ク L	mm	20
試験片往復回数	回/min	15
試験片送り速度 v	mm/s	15.7

研磨面の初期粗さ

試験片の研磨面の初期算術平均粗さ R_a は、鋳造後の鋳肌面を GC 砥石で粗研磨する技工作業が終了した加工面性状を想定し、初期粗さを定めた。研磨面を、粒度番号#80 の A 砥粒の布研磨紙(三共理化学(株)製)を用いて研磨しながら、 R_a =約 $0.7\mu\text{m}$ に調整した。これを研磨面の初期粗さとした。

4. 研究成果

(1) 含浸時間が研磨特性に及ぼす影響

純チタンの試験片を、開発した研磨液含浸型ピトリファイドボンド軸付き砥石で研磨した。図 8 に、研磨時間 t と算術平均粗さ R_a の関係を示す。ポリエチレングリコ-ル水溶液の含浸時間が研磨特性に及ぼす影響を検討するため、40wt%の水溶液を 10s 含浸させた条件(平成 28 年度に実験)と比較した。パラメ-タは含浸時間であり、プロットは気孔率が 40~70%の結果の平均である。

図 8 中に示した一点鎖線は、表面粗さの目標値 ($R_a=0.2\mu\text{m}$) であり、Bollen(Dental materials, 1997)らの値を参考に設定した。以前より研究代表者と共同研究を行ってきた、佐藤秀樹が市販の歯科技工用砥石を用いて、別途、手作業により、純チタン製試験片の、乾式研磨を行った。その結果、この仕上げ面は、研磨痕等がなく、十分な滑沢(光沢)面であり、歯科補綴装置の加工面性状としては問題なく、臨床において十分に使用できると判断できた。しかし、この表面粗さを測定したところ、 $R_a=0.30\mu\text{m}$ および $R_z=1.50\mu\text{m}$ となった。この R_a は、Bollen らの推奨する、表面粗さの値 $R_a=0.2\mu\text{m}$ より大きくなっている。純チタンは極めて難削性が強い材料であるため、純チタン製の歯科補綴装置の表面粗さ R_a を、 $0.2\mu\text{m}$ よりも小さくすることは、日常の臨床において、大変難しいことがわかる。

図 8 より、含浸時間に関係なく、 t が経過するにつれ、 R_a は減少していき、一定の値に

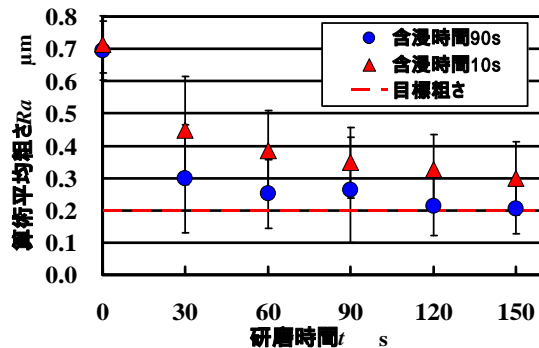


図 8 研磨時間 t と算術平均粗さ R_a の関係 (含浸時間が研磨特性に及ぼす影響)

近づく傾向を示した。 R_a が減少する割合は、 t が初期におけるほど大きい。 t を一定とすると、含浸時間 90s のほうが、含浸時間 10s よりも R_a が小さくなった。 $t=150\text{s}$ において、 $R_a=0.20\mu\text{m}$ となり、目標値を達成した。

Mann-Whitney test を行った結果、研磨時間 $t=0\text{s}$ において、含浸時間 10s の R_a と含浸時間 90s の R_a の間には、有意差が見られなかった ($p>0.05$)。すなわち、研磨時間 $t=0\text{s}$ において、含浸時間 10s と含浸時間 90s の研磨面の初期粗さ R_a の間に、有意差が無く、研磨面の初期粗さの値を一定にして、研磨実験を行っていることが確認できた。研磨時間 $t=150\text{s}$ において、含浸時間 10s の R_a と含浸時間 90s の R_a の間には、有意差が見られた ($p<0.01$)。

(2) 気孔率が研磨特性に及ぼす影響

図 9 に、研磨時間 t と算術平均粗さ R_a の関係を示す。パラメ-タは、砥石の気孔率である。ポリエチレングリコ-ルの水溶液の濃度は 40wt% である。図 9 より、気孔率に関係なく、 t が経過すると、 R_a は減少していき、一定の値に近づく傾向を示した。 R_a が減少する割合は、 t が初期におけるほど大きい。 t を一定とすると、気孔率が 40 および 70% の場合に、 R_a が小さくなった。 $t=150\text{s}$ において、気孔率が 40% の場合は $R_a=0.16\mu\text{m}$ 、気孔率が 70% の場合は $R_a=0.17\mu\text{m}$ となり、目標値を達

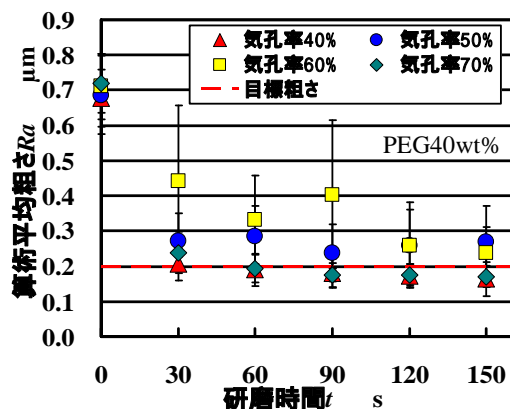


図 9 研磨時間 t と算術平均粗さ R_a の関係 (気孔率が研磨特性に及ぼす影響)

成した。全体的に、メゾテクダイヤ製の砥石は、実験結果にばらつきが多かった。

Kruskal-Wallis test を行った結果、 $t=150s$ 、40～70%の4種類の気孔率における Ra の間に、有意差が見られた ($p<0.001$)。Mann-Whitney test を行った結果、 $t=150s$ 、40%と70%の気孔率における Ra 、50%と60%の気孔率における Ra の間に、有意差が見られなかった ($p>0.05$)。

(3) ミズホ製の砥石による研磨結果

図10に、ミズホ製の砥石による、研磨時間 t と算術平均粗さ Ra の関係を示す。パラメータは、砥石の粒度番号である。粒度番号に関係なく、 t が経過するにつれ、 Ra は減少していき、一定の値に近づく傾向を示した。 $t=150s$ において、粒度番号が#6000の場合は $Ra=0.15\mu m$ 、粒度番号が#8000の場合は $Ra=0.12\mu m$ となり、両者とも目標値を達成した。ミズホ製の砥石は、ばらつきが少なく、安定した実験結果が得られた。

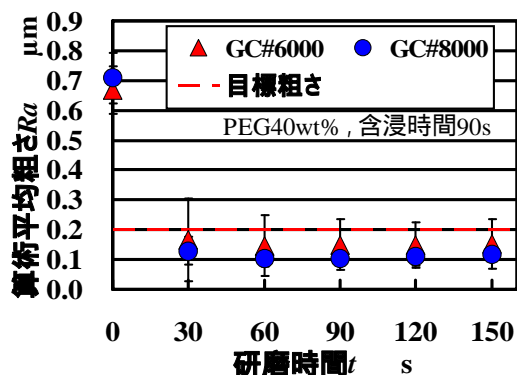


図10 研磨時間 t と算術平均粗さ Ra の関係 (砥石の粒度番号が研磨特性に及ぼす影響)

(4) 結言

本研究は、新しい試みとして、ビトリファイドボンド研磨液含浸型軸付き GC(SiC)砥石を開発し、純チタンの乾式精密研磨を行った。本研究において得られた結果を以下に示す。

ビトリファイドボンド軸付き砥石に、ポリエチレングリコールを含浸し、乾式研磨における潤滑作用と冷却作用を自己発現する砥石を開発することができた。この砥石を使用することにより、熱伝導率が小さいため、大変難しいと考えられてきた純チタンの乾式研磨加工を行うことができた。

ポリエチレングリコールの含浸時間および砥石の気孔率が、研磨特性に及ぼす影響を明らかにした。

ビトリファイドボンド砥石に対するポリエチレングリコールの含浸の有効性を確認するために、比較として、ミズホ製のビトリファイドボンド軸付き砥石を使用し、純チタンの乾式研磨を行った。その結果、含浸の有効性を確認することができた。

5. 主な発表論文等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

佐藤 秀明(SATO, Hideaki)
東京都市大学・工学部・准教授
研究者番号：00196263

(2) 研究分担者

()

研究者番号：

(3) 連携研究者

高橋 正敏(TAKAHASHI, Masatoshi)
東北大学・大学院歯学研究科・助教
研究者番号：50400255

真柳 弦(MAYANAGI, Gen)

東北大学・大学院歯学研究科・助教
研究者番号：10451600

(4) 研究協力者

Werner J. Finger

石幡 浩志(ISHIHATA, Hiroshi)

山下 哲二(YAMASHITA, Tetsuji)