

〔原著〕 松本歯学 18 : 271~276, 1992

key words : Ti-N Ion-plating — orthodontic stainless steel wire — esthetic

## 矯正用材料へのイオン・プレーティングの応用（その1） —アーチワイヤーへの応用—

白井竹郎, 小幡明彦, 宮崎顕道, 大山尚毅  
丹羽 健, 戸苅惇毅, 出口敏雄

松本歯科大学 歯科矯正学講座（主任 出口敏雄 教授）

山岸利夫, 伊藤充雄

松本歯科大学 総合歯科医学研究所 生体材料部門（主任 伊藤充雄 助教授）

### Application of Ion-plating Technique for Orthodontic Stainless Steel Arch Wire

TAKERO SHIRAI, AKIHIKO OBATA, AKIMICHI MIYAZAKI,  
NAOKI OYAMA, KENN NIWA, ATSUKI TOGARI and TOSHIO DEGUCHI

*Department of Orthodontics, Matsumoto Dental College*  
(Chief : Prof. T. Deguchi)

TOSHIO YAMAGISHI and MICHIO ITO

*Department of Biomaterials Institute for Dental Science, Matsumoto Dental College*  
(Chief : Asso. Prof. M. Ito)

### Summary

The purpose of this study was the development of esthetic orthodontic wire. In this study, the authors performed the technique of applying Ti-N Ion-plating to orthodontic stainless steel arch wire. The authors also compared Ion-plated stainless steel wire with the original one by performing a tensile test, and three pointed bending test, as well as test of surface roughness and Vicker's hardness.

The conclusion is as follows :

1 : A layer of Ion-plate ( $2\mu\text{m}$  thickness) was observed in the original stainless steel wire, but the coating layer was not observed an omission or removal with optical or electron microscopes.

2 : There was no statistical difference between Ion-plated stainless steel wire and the

original one in terms of tensile strength, yield strength, elongation, bending stress, proof stress and surface roughness.

3: A slight difference between Ion-plated stainless steel wire and the original one was observed in the Vicker's hardness test.

These results suggest that Ti-N coating produced by means of the Ion-plating technique is effective for clinical use of orthodontic arch wire.

## 結 言

近年、歯科医療において審美性が取り沙汰されており、矯正用材料においても彩やかな色調を付与したエラスティックなどが市販されている。しかし、矯正用ステンレスワイヤーにおいては、彩やかな色調を有し、かつ本来の機械的性質を損なっていない材料は見られない。

そこで、著者らは、歯科への応用が試みられている Ti-N イオン・プレーティング（以下 IP）法<sup>1-4</sup>による矯正用ステンレスワイヤーへの着色を試みた。

IP 法は、1964年 Mattox<sup>5</sup>によって報告された真空蒸着と低温プラズマの技術を応用した方法であり、コーティング材に対して陰極放電を行い、蒸発原子をイオン化し、強い電界により電位差のある基材に対して物理的に蒸着を行うもので、色調はコーティング材、Bias 電圧、真空度、反応ガスの諸条件の組み合わせにより変えることができる（Fig-1）。この IP 法によるコーティングの特徴は、化学蒸着と比較して、付着力の増加、耐摩耗性、耐蝕性の向上、低温で処理ができる、などがあげられている<sup>6-10</sup>。

今回、著者らは、反応ガスとして N<sub>2</sub> を用いて IP

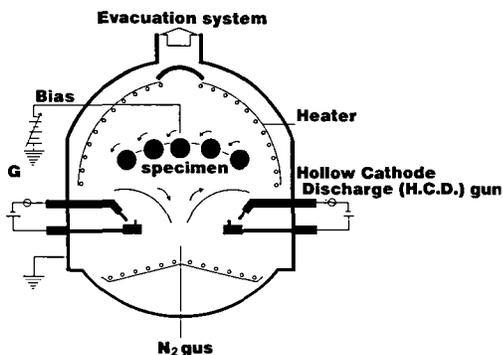


Fig. 1: The fundamental diagram of ion-plating

を施し、金色の色調とした矯正用ステンレスワイヤーを用いて引張試験、3点曲げ試験、表面粗さの測定、かたさの測定を行い、若干の知見を得たので報告する。

## 材料と方法

### 1. 材料

実験材料は、Bias 電圧10V、真空度 $1.6 \times 10^{-3}$  Torr、反応ガス N<sub>2</sub> を用いて IP を施した0.016 inch ステンレスワイヤー（Rockey mountain 社製、以下 SS）および、対照として同サイズの未処理のものと、屈曲時に生じる内部歪の解放を行っている500°C-3 minの熱処理を電気炉 KDF007（ヨシダ社製）にて施した SS を用いた。

### 2. 実験方法

#### 1) 組織観察

##### ①光学顕微鏡観察

組織観察は各ワイヤーを即時重合包埋用レジン Scandiquick（Scandia 社製）包埋固定し、各試料の横断面を0.5 μm のアルミナを用いてパフ研磨を行い、光学顕微鏡 VANOX AHMT3（OLYMPUS 社製）を用いて観察を行った。

##### ②電子顕微鏡観察

電子顕微鏡観察は光学顕微鏡観察を行った試料を用い、走査型電子顕微鏡 JCXA-733（日本電子製）にて観察を行なった。

#### 2) 引張試験

引張試験は AUTOGRAPH AG-5000D（島津製作所製）を用い、クロスヘッドスピード0.5 mm/min、試料長100 mm、標点間距離20 mmにて、引張強さ、降伏強さ、および伸びの測定を行った。伸びは、引張試験前後の標点間距離を万能投影機 PJ311（MITUTOYO 社製）を用いて測定した。試料作製に際しては、大浦の方法<sup>11</sup>および、チャック部におけるワイヤーの破断を防ぐためにワイヤーの両端30 mmを螺旋状に屈曲し、Scandiquick（Scandia 社製）にて包埋したものを各々5

本作製 (Fig-2) し、ワイヤーが破断するまで荷重を加えた。また、測定はチャック部におけるワイヤーの破断が少なかった後者を用い、各測定値の最大と最小を除去した3個の平均で表示した。

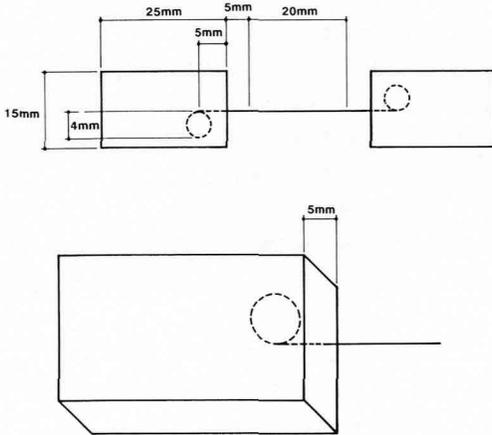


Fig. 2: The shape and size of specimen for tensile test

3) 3点曲げ試験

曲げ試験は、引張試験と同様に AUTOGRAPH AG-5000D(島津製作所製)を用いて曲げ強さ、耐力の測定を行った。試料は各ワイヤーとも試料長50mm、標点間距離20mmのものを5本作製(Fig-3)し、ワイヤーの降伏点まで荷重を加えた。また、AUTOGRAPHのクロスヘッドスピードは0.5mm/minとし、測定値は引張試験と同様に各測定値の最大と最小を除去した3個の平均で表示した。

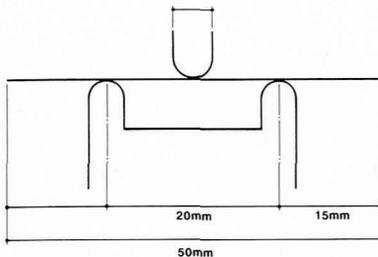


Fig. 3: The shape and size of specimen for bending test.

4) 表面粗さ測定

表面粗さは表面粗さ計 Surf test - 501 (MITUTOYO 社製)を用いて、各ワイヤーの中

心線平均粗さの測定を行った。各ワイヤーいづれも試料長を50mmとし、測定部位を無作為に5ヶ所選択し、滑走距離6mmにて、測定を行った。また、測定値は引張試験と同様に各測定値の最大と最小を除去した3個の平均で表示した。

5) Vickers かたさ測定

かたさ測定は、微小硬度計 HMV-2000(島津製作所製)にて、表面粗さ試験に使用した試料を用いて、各ワイヤーの7ヶ所のかたさの測定を行った。また、IPワイヤーにおいては表面のコーティング層を介して測定した。測定値は引張試験と同様に各測定値の最大と最小を除去した5個の平均で表示した。

結 果

1) 組織観察

①光学顕微鏡観察の結果

Fig-4は、未処理およびIPを行ったSSの組織像を示す。Aは未処理のSS、BはIPを行ったSSである。IPを行ったSSは、コーティング層が硬いために研磨による辺縁の摩滅が少なく、明確に円形が確認でき、均一な膜厚のコーティング層が認められる。

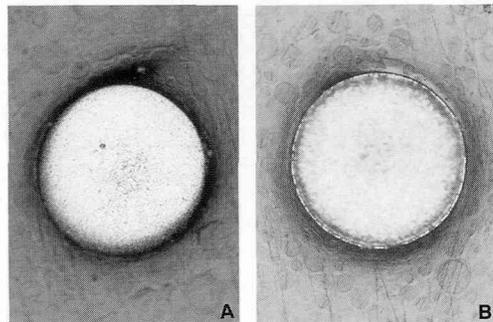


Fig. 4: The optical microscope view.

A: The orthodontic stainless steel wire (0.016 inches).

B: The ion-plated orthodontic stainless steel wire (0.016 inches).

②電子顕微鏡観察の結果

Fig-5は、IPを行ったSSの走査型電子顕微鏡観察像を示す。膜厚約2μmのコーティング層が認められ、コーティング層の剝離等は観察されなかった。

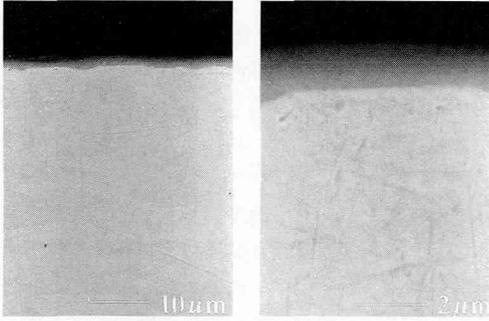


Fig. 5: The electron microscope view (ion-plated wire).

2) 引張試験

引張試験の測定値を分散分析した結果、IPを行ったSSは、未処理および熱処理を行ったSSと比較して、有意差は認められなかった。また引張試験の測定値を Fig-6 に示す。IPを行ったSSは

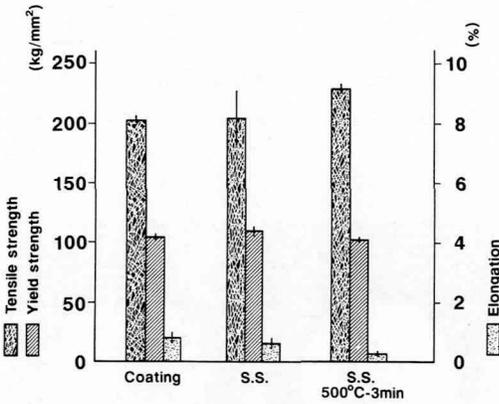


Fig. 6: Results of tensile test

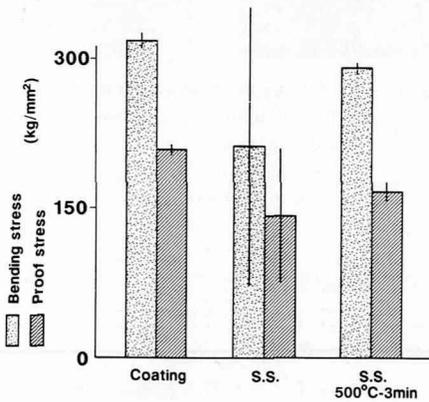


Fig. 7: Results of bending test

引っ張り強さ、降伏強さに関しては、未処理のSSと比較して差がなかった。また、熱処理したSSの引張り強さは他の試験片と比較してわずかに大きかった。また伸びは3者の中で最も小さな値であった。

3) 3点曲げ試験

3点曲げ試験の測定値を分散分析した結果、IPを行ったSSは、未処理および熱処理を行ったSSと比較して、有意差は認められなかった。また、3点曲げ試験の測定値を Fig-7 に示す。

4) 表面粗さ試験

表面粗さ試験の測定値を分散分析した結果、IPを行ったSSは、未処理、および熱処理SSと比較して有意差は認められなかった。

また、表面粗さ試験の測定値を Fig-8 に示す。IPを行ったSSは母材と同等の結果を呈していることが認められる。

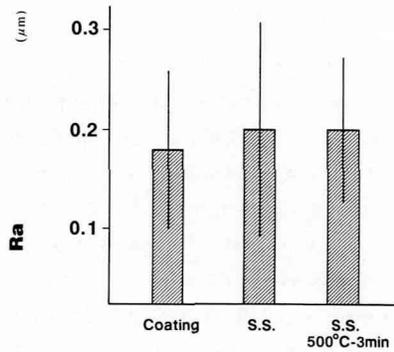


Fig. 8: Results of surface roughness test

5) かたさ測定

かたさ測定の測定値を分散分析した結果を Table-1 に示す。IPを行ったSSと、未処理、および熱処理したSSとの間に5%の危険率で有意な差が認められた。また、かたさ測定の測定値を

Table 1: Analysis of variance

Factor	A ρ (%)
Treatment	93.6*
Error	6.4
Total	100.0

\* : Significant at the 5% level

A : Vickers hardness

Fig-9 に示す。IP を行った SS は未処理 SS と比べると結果がわずかに上昇している。

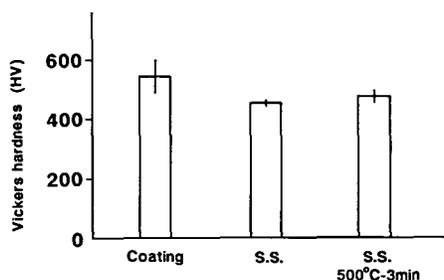


Fig. 9: Results of vickers hardness test

## 考 察

光学顕微鏡観察の結果、IP を行った SS は、研磨によるコーナーの摩滅が少なく、明確にワイヤーの横断面が確認でき、均一な膜厚のコーティング層が認められる。また、電子顕微鏡観察の結果、膜厚約 2  $\mu\text{m}$  のコーティング層が認められ、コーティング層の脱落、剝離および亀裂等は観察されなかった。これらのことより IP によるコーティングは堅牢であり、また、コーティング層と母材である SS との接着力は研磨時の外力には十分耐え得ると思われる。

IP を施した SS の引張強さ、降伏強さ、伸びと曲げ強さ、耐力は未処理、および熱処理を施した SS と比較した結果、差は認められなかった。

表面粗さ測定においては、IP を行った SS のコーティング層は母材の表面粗さの影響を受け、母材そのものの表面粗さを再現していた。

かたさ測定において、IP を施した SS は未処理、および熱処理を施した SS と比較して差が認められた。これはかたさ測定を約 2  $\mu\text{m}$  の薄いコーティング層を介して行ったため、TiN 単体の Vickers かたさは約 Hv2000 であると報告されている<sup>12)</sup>。

以上の結果から、IP を行った SS は、矯正歯科臨床において、未処理、および熱処理を施した SS と同様に扱うことが出来るのではないかと考えられた。

今後はイオン・プレーティングの条件を変えることによる色調の変化、材質の変化、およびワイヤー屈曲時の性質などを考慮し、実験を行なう必要が示唆された。

## 結 論

今回矯正用ステンレスワイヤーに対してイオン・プレーティング法を応用し、Ti-N のイオンプレーティングを施したワイヤーの機械的性質の測定を行った結果、次の結論が得られた。

1. イオンプレーティングを行ったステンレスワイヤーは、膜厚約 2  $\mu\text{m}$  のコーティング層が認められ、コーティング層の脱落、剝離等は観察されなかった。

2. イオン・プレーティングを施したステンレスワイヤーの、引張り強さ、降伏強さと伸びは、未処理および熱処理を施したステンレスワイヤーと比較して差は認められなかった。

3. イオン・プレーティングを行ったステンレスワイヤーの、曲げ強さ、および耐力は、未処理および熱処理を施したステンレスワイヤーと比較して差は認められなかった。

4. イオンプレーティングを行ったステンレスワイヤーの表面粗さは、未処理および熱処理を施したステンレスワイヤーと比較して差は認められなかった。

5. イオン・プレーティングを行ったステンレスワイヤーのかたさは、未処理および熱処理を施したステンレスワイヤーと比較してわずかに大きな結果であった。

以上の結果より、イオン・プレーティング法を応用した Ti-N コーティングは矯正用アーチワイヤーに対し有効ではないかと思われた。

なお、本実験の 1 部は平成 4 年度文部省科学研究費補助金奨励研究(A)を用いておこなった。

## 謝 辞

稿を終えるにあたり、本研究にご協力いただきましたジャパン・アド・アドコーティング株式会社の各位に深謝いたします。

## 文 献

- 1) 吉成正雄 (1984) イオンプレーティングの歯科修復物への応用に関する研究。歯科材料, 1: 71-78.
- 2) Grohmann, F. and Hegi, R. (1990) 歯科技工における P. V. D. コーティング。QDT, 15: 4.
- 3) 伊藤敦夫 (1991): 表面窒化法によるチタンおよび Ti-6Al-4V 合金の耐食性の改良。生体材料, 9: 236-242.

- 4) 山内俊吉(1964) ファインセラミックス新素材. 日本工業新聞社.
- 5) Mattox, D. E (1964) Film deposition using accelerated ions. *Electrochem Technol.* **2**; 295—298.
- 6) 呂戊辰(1977) 金属の着色と染色. 槇書店.
- 7) 河野昌(1977) イオンプレーティング法による耐摩耗, 耐食性表面被覆. *金属*, 臨時増刊号; 55—59.
- 8) 柴田英夫(1973) プラズマ法によるイオン化プレーティング技術. *エレクトロニクス*, **18**: 1298—1302.
- 9) 清水昭(1982) 装飾を目的としたイオンプレーティング技術. *金属*, 臨時増刊号; 48—52.
- 10) 小宮宗治(1975) 真空蒸着, スパッタリング, イオンプレーティング. *金属材料*, **15(10)**: 27—35.
- 11) 大浦好章(1984) 超弾性ニッケルチタン合金線の歯科矯正学的研究. *日矯*, **43**: 71—80.
- 12) 窯業協会編(1986) セラミックス辞典. 288, 丸善株式会社.