key words: 石膏系急速加熱埋没材, 硬化膨張, 加熱膨張, 鋳造体適合精度

石膏系急速加熱型埋没材の埋没後経過時間と 加熱温度コントロールによる鋳造精度の向上

竹内 賢<sup>1,2</sup>,河瀬 雄治<sup>1</sup>,永沢 栄<sup>1,2</sup>
<sup>1</sup>松本歯科大学 歯科理工学講座
<sup>2</sup>松本歯科大学 大学院 硬組織疾患制御再建学講座

Improvement in casting accuracy by controlling the time after investment of quick-heating gypsum-bonded investments and heating temperature

KEN TAKEUCHI<sup>1</sup>, Yuji KAWASE<sup>1</sup> and Sakae NAGASAWA<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Department of Dental Materials, School of Dentistry, Matsumoto Dental University <sup>2</sup>Department of Hard Tissue Research, Graduate School of Oral Medicine, Matsumoto Dental University

#### **Summary**

Strain due to slight misfit between an implant and superstructure increases the risk of implant fracture and resorption of supporting bone. Therefore, the accuracy of the fit of superstructures should be high. The fit accuracy of superstructures fabricated by casting is markedly affected by investment procedures and conditions. Therefore, it is extremely important to clarify changes in the setting and thermal expansion of investments with changes in the conditions of their use.

We investigated the relationship between the time course of the water content of quick-heating gypsum-bonded investments after investment and the fit accuracy of castings, evaluated improvement in the casting accuracy, and obtained the following results:

- 1. The water content of quick-heating gypsum-bonded investments decreases with time after investment.
- 2. A decrease in the water content of investments reduces the fit accuracy of castings.
- 3. Water absorption by investments a long time after investment can improve the fit accuracy of castings.
- 4. The decrease in the fit accuracy of castings due to a reduction in the water content of investment materials is due to the early arrival of the investment temperature at the critical temperature for setting expansion.

(2013年7月9日受付;2013年9月2日受理)

- 5. The setting expansion of investments becomes maximal at a temperature of about 55°C.
- 6. When castings are preheated for 20 minutes in a hot water tank (55°C), practical application and a very accurate fit can be achieved.

## 緒 言

インプラント体と上部構造物のわずかな不適合による歪みは、インプラントのコンポーネントの破壊<sup>1)</sup>、また支持骨に対して破壊的な力を及ぼす危険性が高いと考えられている<sup>2,3)</sup>.したがって、上部構造物には高い適合性が要求される.鋳造によって作製される上部構造物の適合精度は、埋没操作や条件により大きな影響を受ける<sup>4-6)</sup>.

現在,貴金属合金の鋳造には,主に石膏系急速加熱型埋没材が用いられている。この埋没材は,練和後30分において700℃の電気炉に投入されることが前提となっているが,埋没後の経過時間により鋳造体の適合精度が変化することが知られている<sup>7.8</sup>.また,従来型埋没材に比べわずかに鋳造体の適合精度が劣るとも言われている<sup>9</sup>.このため,何らかの事情により練和後30分以上を経過した場合や,より大きな鋳造収縮を起こす金属を使用する際の,適切な対策を検討する必要がある.

著者らは、経過時間により埋没材中の水分が減少することに着目し、水分量の減少が埋没材の加熱膨張を減少させ、鋳造体の適合精度に悪影響を及ぼしていること突き止めた。さらに、埋没材を吸水させると適合精度が向上することが判明した。また、電気炉の初期加熱温度と混水比をコントロールすることによって、練和後24時間経過した鋳型においても、練和後30分経過後の鋳型と同等な適合精度が得られた。さらに、温水浸漬により、短時間かつ簡便に、鋳造体のよい適合精度を得る方法を見出したので報告する。

# 材料および方法

## 1. 材料

埋没材は石膏系急速加熱埋没材(クリストバライト・フォルテ、ノリタケ、名古屋、日本)を用いた。鋳造金属は、金銀パラジウム合金(パラゼット12、山本貴金属地金、大阪、日本)を用いた。埋没材の練和は、室温23°C ± 1°C、湿度60%の恒温恒湿室内において、真空埋没器(マルチバックコンパクト、Degussa, Dusseldorf、Ger-

many) を用いて練和機メーカー指定の条件にて 行った.

2. 埋没材の経時的水分量変化と鋳造体適合精度,埋没材の混水比はメーカーの推奨する値とした. 埋没材中の水分蒸発量については,鋳造リング内の練和した埋没材(W/P=0.30)の重さを時間経過と共に測定した.

硬化膨張の測定は、恒温恒室内において、JIS 規格に準じた硬化膨脹計を使用して、練和後1分から24時間後まで5回行った。

加熱膨張の測定は、熱膨脹計 (TMA 50, 島津製作所,京都,日本)を用いて、700℃までの加熱膨張を、昇温速度70℃/分、測定圧10gにて、埋没後1時間後、2時間後、3時間後、6時間後、24時間後に測定を行った。昇温速度70℃/分は、埋没材の急速加熱時における挙動を検討するために、使用した熱膨脹計における最大昇温速度を用いた。測定は各条件5回ずつ行った。

鋳造は、フルクラウンの金型<sup>10)</sup>をもちいて製作したワックスパターンを、加熱膨張の測定と同一の埋没材錬和泥を用いて、緩衝材を内張りしたリング(内径28 mm、高さ50 mm)に埋没し、遠心鋳造機を用いて行った。鋳造体は以下各条件とも5個ずつ作製した。

鋳造体の適合精度は、埋没材を除去し、超音波洗浄を行い、内面気泡の除去を行った後、金型に鋳造体を適合させ、万能投影機(PJ311、ミツトヨ、神奈川、日本)を用いて、鋳造体マージン部分の浮き上がり量を測定した。

## 3. 鋳造体適合精度の向上対策

前項で判明した結果を元に、練和24時間経過後 の鋳型を30分間鋳型底面より吸水させた鋳型を用 いて鋳造を行い適合精度の測定を行った.

この結果を踏まえ、混水比をメーカー推奨値と 10%減少値とで埋没し、1時間経過したリングを 45,50,55,60℃の電気炉にて30分間予備加熱 (予加熱)を行い、700℃の電気炉にて急速加熱 をして鋳造し、鋳造体の適合精度を測定した.

さらに、吸水と予加熱を同時に行い、かつ器具 の簡便化をはかり、55℃温水槽にて予加熱時間20 分,30分とし、適合精度の測定を行った。

#### 4. 統計処理

測定により得られたデータは、統計ソフト(エクセル統計2006、社会情報サービス、東京、日本)を用いて分散分析と、有意差検定とを行った.

### 結果および考察

1. 埋没材の経時的水分量変化と鋳造体適合精度 埋没在中の水分量の変化を測定した結果,時間 と共に水分量は減少し168時間(1週間)後では 練和に用いた約75%が減少していた(図1). 埋 没材の硬化膨脹は,水分量が減少するにもかかわ らず,24時間後においても減少する事はなかった (図2).

加熱膨張は、加熱開始までの経過時間が長くなるに従い、結合材である石膏の収縮により熱膨脹曲線がなだらかになる温度が110℃付近から180℃

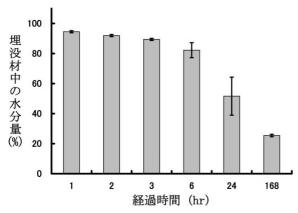


図1:埋没材中の水分量の経過時間による変化(以後の図と もバーは標準偏差を表す)

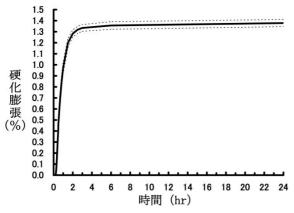


図2:埋没材の硬化膨張(以後の図とも破線は標準偏差を表す)

付近へとシフトする傾向であった(図3~7). 700<sup> $\circ$ </sup> における熱膨脹率は経過時間と共に危険率 5 %で有意に減少する傾向であったが,各時間の間に有意な差は認められなかった(図8).

鋳造体の適合精度と加熱開始までの経過時間との関係は、時間が経つに従い危険率1%で有意に悪くなり、6時間後と24時間後は1,2,3時間後と比危険率1%で有意差が認められた(図9).

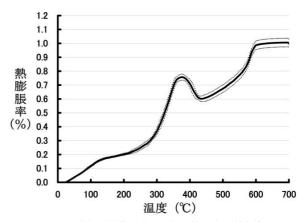


図3:練和開始後1時間の埋没材の熱膨張曲線

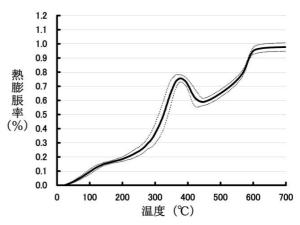


図4:練和開始後2時間の埋没材の熱膨張曲線

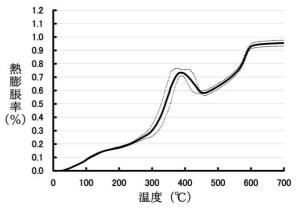


図5:練和開始後3時間の埋没材の熱膨張曲線

鋳造体の適合精度は、埋没材の硬化膨張と加熱 膨張に大きく影響されることが、よく知られてい る.経過時間により、硬化膨張が変化しないこと から、適合精度の悪化は加熱膨張の変化によるも のと考えざるを得ない.しかしながら、適合精度 の悪化量は加熱膨張率の減少量よりも大きく、水 分量の減少に関連した何らかの現象が生じている

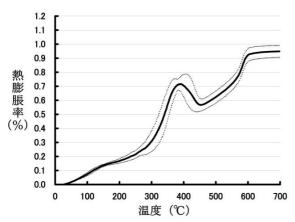


図6:練和開始後6時間の埋没材の熱膨張曲線

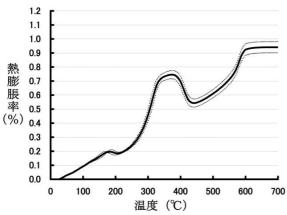


図7:練和開始後24時間の埋没材の熱膨張曲線

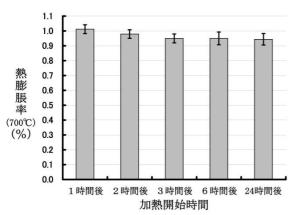


図8:埋没材の加熱開始時間と700℃における熱膨張率との関

ものと考えられた.また,この現象は,熱膨脹の 試験片よりも実際の鋳造リング内のほうが大きく 発現するものと推察された.

#### 2. 鋳造体適合精度の向上対策

適合精度の悪化は水分量の減少に対応しており、リング内における水分が、鋳型の形状に何らかの影響を及ぼしているものと考えられた。そこで、24時間経過後の埋没材をリング底面より30分

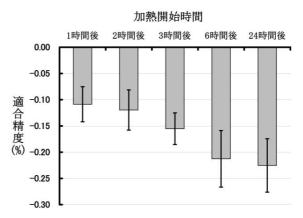


図9:埋没材の加熱開始時間と鋳造体の適合精度との関係

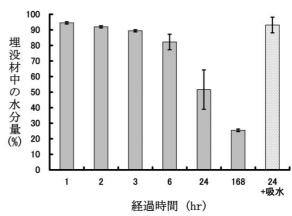


図10:24時間経過後30分吸水させた場合の埋没材の水分量

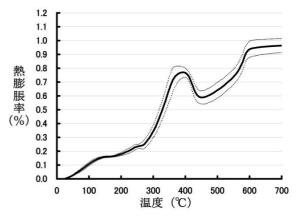


図11:24時間経過後30分吸水させた場合の埋没材の加熱膨張

間吸水させて,水分量,加熱膨張,鋳造体の適合 精度の測定を行った.

その結果,水分量(図10),加熱膨張(図11), 鋳造体適合精度(図12)共に,3時間経過後の 値,ならびに3時間経過後の加熱膨張曲線とほぼ 一致した.

この結果から、埋没材中の水分が加熱時に何ら かの膨張を引き起こし、鋳造体の適合性を向上さ せているものと考えられた.

そこで、急速加熱時と緩速加熱の熱膨脹挙動の 違いを見るために、練和開始後1時間経過した埋 没材を1℃/分の加熱速度で測定し、加熱速度 70℃/分で測定した熱膨張曲線とを比較した(図

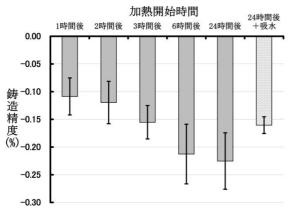


図12:24時間経過後30分吸水させた場合の鋳造体適合精度

13).

加熱速度 1  $\mathbb{C}$  / 分熱膨張係数からは,石膏の硬化反応は57  $\mathbb{C}$  で終了し,96.5  $\mathbb{C}$  で埋没材中の余剰な水分は沸騰,蒸発すること,115.5  $\mathbb{C}$  付近で 2 水石膏が半水石膏となり,140.5  $\mathbb{C}$  付近で半水石膏は  $\mathbb{I}$  型無水石膏となること,232  $\mathbb{C}$  から280.5  $\mathbb{C}$  にかけてクリストバライトの  $\alpha$ - $\beta$  転移が起こり,315.5  $\mathbb{C}$  付近で  $\mathbb{I}$  型無水石膏は  $\mathbb{I}$  型無水石膏に変わること,566.5  $\mathbb{C}$  から586  $\mathbb{C}$  にかけて石英の $\alpha$ - $\beta$  転移生ずることなど,構成材料の全ての変化点を読み取る事が可能であった.

一方,急速加熱を想定した加熱速度70 $\mathbb{C}/\mathcal{G}$ では,加熱開始から2分ほどで57 $\mathbb{C}$ に達してしまい,硬化膨脹の発現が制限されてしまうことが判明した.急速加熱(加熱速度70 $\mathbb{C}/\mathcal{G}$ )では,石膏と耐火材との結合によるストレスがクリストバライトの転移により解放され,転移温度における膨脹が加熱速度1 $\mathbb{C}/\mathcal{G}$ よりも大きくなるが,石膏の硬化膨張には及ばない.

この結果から、57℃になるまでの昇温時間が急速加熱埋没材の膨張、しいては鋳造体の適合精度に大きな影響を及ぼすことが判明した。したがって、24時間経過後の埋没材を吸水させると、残留していた半水石膏が57℃までの間に2水石膏に変わり硬化膨張を起こし、鋳造体の適合精度を向上

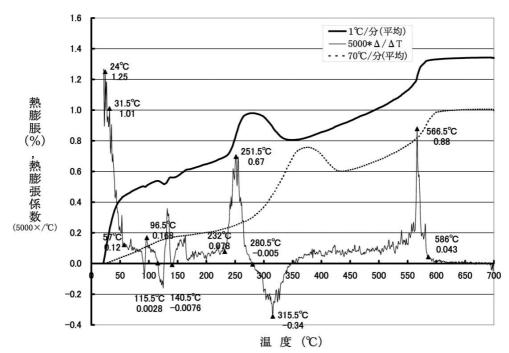


図13:昇温速度による埋没材の熱膨張の変化(太い実線は昇温速度 1  $\mathbb{C}$  / 分,破線は昇温速度 7  $\mathbb{C}$  / 分,細い実線は昇温速度 1  $\mathbb{C}$  / 分における熱膨張量の時間微分値, $\mathbf{A}$  は特徴点)

させるものと考えられた.

しかし、吸水させた鋳型をゆっくりと加熱する 方法では急速加熱埋没材を使用する意味がなくな る.

そこで、練和開始後 1 時間経過した埋没材を 55  $\mathbb{C}$  30 分間係留した後 1  $\mathbb{C}$  / 分で加熱すると、初期の係留により充分な硬化膨張が得られる事が判明した(図14)。

埋没材を標準混水比と混水比を10%減じ練和し、埋没後1時間経過したリングを45,50,55,60℃の電気炉にて30分間予加熱を行い、700℃の電気炉にて急速加熱をして鋳造した鋳造体の適合精度は、標準混水比と混水比10%減共予加熱温度55℃が最も良好となった(図15).

充分な適合は得られたものの,この方法には電気炉が2つ必要なこと,そして予加熱用電気炉の温度制御が困難であり,混水比を減らすとより操作性が悪くなる等の欠点があった。また,操作時間の短縮も望まれた。

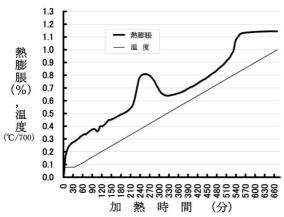


図14:温度を係留した場合の埋没材の膨張

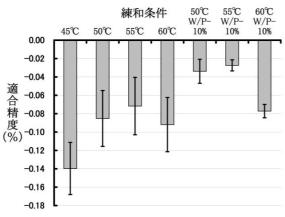


図15:電気炉にて予加熱した場合の適合精度

このため、予加熱をより温度制御が易しい温水槽に変更し、予加熱時間を20分、30分にし、適合精度の測定を行った。

温水槽使用において、55℃浸漬時間20分の適合精度が-0.029±0.007%と、電気炉の予加熱を利用し、かつ混水比を10%減じた場合の-0.027±0.006%と同等の適合精度を得ることができ、操作性の改善と操作時間の短縮も図る事ができた(図16).

#### まとめ

石膏系急速加熱埋没材の経過時間による水分量 の変化と硬化膨張,加熱膨張,鋳造体の適合精度 との関係について次の事が判明した.そして石膏 系急速加熱埋没材使用における鋳造精度を向上す るために予加熱をする方法について検討を加え以 下の結論を得た.

1. 石膏系急速加熱埋没材は, 埋没後の時間経過

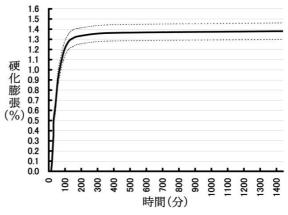


図16:予加熱30分による,予加熱温度と鋳造体の適合精度と の関係

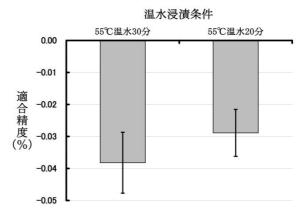


図17:55℃温水予加熱における浸漬時間と鋳造体の適合精度 との関係

に従いその水分量を減少させる.

- 2. 埋没材中の水分量の減少は, 鋳造体の適合精 度を悪くする.
- 3. 長時間経過後の埋没材に水を吸収させると, 鋳造体の適合精度を向上させることが可能であ る.
- 4. 埋没材の水分量減少による鋳造体の適合精度 の悪化は、水分量の減少により埋没材が早期に 硬化膨張発現限界温度57℃に達してしまうこと が原因である.
- 5. 埋没材の硬化膨張は,55℃付近の温度において最も大きくなる.
- 6. 鋳型を55℃温水槽にて20分予加熱した場合, 実用的でかつ極めて良好な適合を得ることがで きる.

## 文 献

- 1) Kallus T and Bessin C (1994) Loose gold screws frequently occur in full-arch fixed prostheses supported by osteiointegrated implant after 5 years. Int J Oral Maxilofac Implants 9:169-78.
- 2) Jemt T and Lekholm U (1998) Measurements of bone and frame-work deformations induced by misfit of implant superstructures. Clin Oral Impl Res 9: 272–80.
- 3) Jemt T and Book K (1996) Prosthesis misfit and marginal bone loss in edentulous implant

- patients. Int J Oral Maxilofac Implants 11: 620-5.
- 4) 永沢 栄, 伊藤充雄, 高橋重雄, 鈴木義博, 天野恭子 (1975) 鋳造精度に関する研究 その3 埋没材の硬化時における膨張圧, 膨張量および発熱温度に対する緩衝材の影響について. 歯科学報 75: 286-92.
- 5) 永沢 栄, 伊藤充雄, 中西哲生, 桜井義忠, 高橋重雄(1979) 精密鋳造に関する研究(その9) ワックスパターンに対する埋没材の硬化膨張の影響について. 松本歯学 **5**:27-34.
- 6)伊藤充雄(2006)歯科用埋没材と鋳造,改訂版,125.MDU出版会,塩尻.
- 7)塩沢育己,荒井由紀,佐藤尚弘(1999)急速加 熱型石膏系埋没材で作製したクラウンの適合精 度-加熱開始時期の影響-.補綴誌 **43**:1028-33.
- 8) 小南克子, 高橋好文, 河合秀樹, 黒木健次郎, 岡野正史, 浅井崇文 (2007) 急速加熱型石膏系 埋没材の硬化時および加熱時における寸法変化 について. 歯材器 **26**:358-66.
- 9) Murakami S, Kozono Y, Asao T, Yokoyama Y, Sera M, Lu Ys and Uchida Y (1994) Effects of rapid burnout type gypsum bonded investment on performance of castings. Part 1. Surface aspects and fit of crowns. Dent Mater J 13: 240–50.
- 10) 宇田 剛, 黒岩昭弘, 酒匂充夫 (2007) 急速加 熱型石膏系埋没材の再利用に関する研究. 歯材 器 **26**:347-57.