

学位論文

レーザー溶接したチタン材に対する  
加熱処理の有効性に関する研究

三溝 恒幸

松本歯科大学病院歯科技工士室  
(主指導教員:永澤 栄 教授)

松本歯科大学大学院歯学独立研究科博士(歯学)学位申請論文

The influence of heat treatment on the fatigue strength of  
laser-welded titanium

Tsuneyuki Samizo

Dental Technician Laboratory, Matsumoto Dental University Hospital  
(Chief Academic Advisor : Professor Sakae Nagasawa )

The thesis submitted to the Graduate School of Oral Medicine,  
Matsumoto Dental University, for the degree Ph.D. (in Dentistry)

## 要旨

補綴装置製作に、生体への親和性からチタンが多用されており、その修復および加工にはレーザー溶接が用いられている。しかし溶接された領域付近からの再破折を経験することがある。そうした中、チタン圧延材に一定の条件で熱処理を行うと疲労強度が有意に大きくなるという報告がなされた。本研究は、鑄造、機械加工、MIM (Metal injection molding) の各製法によるチタン材、およびレーザー溶接後のチタン材に対しても熱処理が有効であるかについて、疲労破壊に着目して検討を行った。

試験片は、鑄造法、機械加工、MIM法により、巾 2mm、厚さ 1mm、長さ 30mm の試料を製作して用いた。レーザー溶接は、試験片を低速切断し、切断面を密着させた状態でレーザー溶接した。熱処理は試験片それぞれを 450℃ の電気炉内にて 40 分間大気中で加熱を行った後、炉外にて放冷した。疲労試験は金属曲げ疲労試験器を用い、ひずみ量 0.30mm の反復応力を加え、疲労破折までの回数を測定した。測定は熱処理を行ったものと未処理のものをそれぞれ 5 個とした。また、溶接した領域付近の金属組織を観察するため、溶接した試験片を包埋し、研磨、エッチング後、金属顕微鏡にて観察した。また、MIM 法による試験片は、熱処理の有無による気孔率の比較を行った。硬さ試験は組織の観察後の試験片を用い、微少硬度計を用いて、荷重 100gf、負荷時間 10 秒として溶接部周辺のビッカース硬さを測定し、熱処理の有無による違いを分析した。これらの解析により以下に示す結果が得られた。

1. 鑄造によるチタンは、レーザー溶接の有無にかかわらず、熱処理による疲労破壊繰返し数に有意な差は認められなかった。3 種のチタン材の中で、チタン鑄造体は、疲労破壊に対して最も弱かった。
2. 機械加工によるチタンは、レーザー溶接の有無にかかわらず、疲労破壊繰返し数は熱処理により増大した。金属結晶が微細であり、3 種のチタン材の中で、疲労破壊に対して最も強かった。
3. MIM 法によるチタンは、レーザー溶接の有無にかかわらず、疲労破

壊線返し数は熱処理により増大した。また，金属組織中に気孔が観察され，気孔に沿った破折が認められた。

## 緒言

軽量，高強度で耐食性に優れたチタンは，20世紀末より急激に使用量が増加し，最近では，航空産業をはじめ，自転車，眼鏡フレーム，ゴルフクラブヘッド，ドームの屋根などのほかに，医療用材料としても注目されている<sup>1)</sup>．同様に歯科分野においても，耐食性と生体親和性に優れるという特徴が着目され，生体材料としての研究が報告されるようになってきた<sup>2)</sup>．また，純チタンの機械的強度が JIS 規格・ADA 規格タイプ別合金に相当する一方で，比重が 4.51 と小さく，合金と比較すると 1/4 程度でしかない．これらの優れた特徴から，歯科用金属としても有用性の高い材料であり，特に Osseointegration を必要とするインプラント材として，現在無くてはならない材料である<sup>3)</sup>．しかし，チタンは高温において酸素や窒素との親和性が非常に強く，融点が 1668℃ と高いことに加え，鋳型との界面に反応層を形成して諸物性を低下させるため，従来から歯科で行われてきた方法では鋳造が困難であるとされてきた<sup>4)</sup>．近年，真空技術の進歩や，アルゴンガス等の不活性ガスの雰囲気下で，アーク溶解などを熱源とする鋳造機の開発，あるいはチタンと反応しにくいルツボや鋳型材の開発に伴い，チタンの歯科利用は鋳造床，冠，橋義歯，インプラント上部構造など広範囲にわたるようになった<sup>5,6)</sup>．しかし，鋳造体表層部の反応層による物性や耐食性の低下，湯回り不良やガスを巻き込んだ大きな鋳造欠陥が多いことなどの問題も未だ指摘されている<sup>7,8)</sup>．そのため，CAD/CAM による切削加工<sup>9,10)</sup>や，衝撃圧による金属床の成形<sup>11)</sup>のほか，Metal injection molding(MIM)<sup>12)</sup>法などを応用して，鋳造によらずに補綴装置を製作する方法が研究されている．特にチタンを切削加工して目的の補綴装置を製作する CAD/CAM システムの開発は，補綴装置の均一化，高品質化，省力化を達成するうえで必要なものとされ，ますます実用化が進められている<sup>13,14)</sup>．また，MIM 法は粉末冶金の一分野であり，平均粒径が 20 μm 以下の金属粒子にワックス，ポリマー，オイル，潤滑剤，および表面活性剤などからなる熱可塑性のバインダーを混練し，加熱により粘性流動特性を付与し，所望の形状に射出成形を行ったのち，モールドより取り出した成型体から加熱分解や溶媒抽

出によりバインダーを除去し、残りの粉末組織を焼結する方法である<sup>15)</sup>。これは高精度で複雑な形状の成形を可能にした製法であり、医療器具や電子機械、マイクロ部品の製造に活用されている。

さて、このような方法により製作されたチタン製補綴装置を長期にわたり使用していると、欠損部位の拡大に伴う改修や、補綴装置の破折修理など、金属の接合を必要とする機会に遭遇することがある。歯科における金属の接合は、一般的にろう着法が用いられているが、ブロックに埋没し、全体を加熱する必要があるろう着法は、チタンへの適用は困難である。そこで、チタンの接合に、プラズマ溶接を用いる方法<sup>16)</sup>や、ティグ溶接を用いる方法<sup>17)</sup>が研究されてきており、近年では Nd:YAG を発振源とするレーザー溶接が応用されるようになった<sup>18)</sup>。レーザー溶接は、材料に集中したレーザー光を照射することにより、照射面において光エネルギーが熱エネルギーに変換され、瞬間的に高温となって金属が溶解、凝固することを利用した接合法である<sup>19)</sup>。レーザー溶接法は、ろう着法と比較すると接合部にろう材などの異種金属を介在させないため、腐食がおこりにくく機械的強度にも優れる<sup>20)</sup>。また、瞬時に溶接されるため周辺部への熱的影響が少なく、作業模型上で直接操作でき、埋没などの煩雑な固定操作を必要とせずに接合が行える優れた接合方法である<sup>21)</sup>。ところが、チタン補綴装置の破折や、修復および改修のためにレーザー溶接を行った領域付近から、再び破折するケースを臨床的に経験することがある。こうした破折は、口腔内における咀嚼や、義歯の着脱時に加わる繰り返し応力による疲労破壊と考えられる。近年、チタン材料に一定の条件で熱処理を行うと疲労強度が有意に増大することが報告された<sup>22, 23)</sup>。しかし、この報告は圧延材を用いた報告であり、鑄造によるチタンや、レーザー溶接を行ったチタンに対しても適用可能であるかは未だ不明である。そこで、本研究では、鑄造、機械加工、MIM 法により製作したチタン材と、各チタン材にレーザー溶接を行った場合の、熱処理の有効性について検証し、いくつかの知見を得たので報告する。

## 実験材料及び方法

### 1. 材料

材料は、JIS 第 2 種 鋳造用純チタン、機械加工によるチタン材として JIS 第 2 種 純チタン圧延材、および MIM 法により製作した純チタンを用いた(表 1)。鋳造による試験片は、巾 2mm、厚さ 1mm、長さ 30mm のアクリル製パターンを、チタン鋳造用埋没材(チタンキャスコム-TC, デンケン, 京都, 日本)を用い、メーカー指定の方法にて埋没、焼却を行った後、全方向加圧型鋳造機(AUTOCAST-HC III, GC, 東京, 日本)を使用して製作した(以下, CA-Ti)。機械加工による試験片は、厚さ 1mm の JIS 第 2 種 純チタン圧延材を巾 2mm、長さ 30mm に切断して製作した(以下, PR-Ti)。MIM 法による試験片は、組成が圧延チタンと同等の純チタン材を、フライス盤を用い注油下にて巾 2mm、厚さ 1mm に加工した。長さに関しては、加工材の都合により 26mm とした(以下, MI-Ti)。

### 2. レーザー溶接

レーザー溶接は、製作した試験片を固定用治具(図 1)に固定し、カッティングディスクを用い、注水下で試験片の長軸的中央を低速切断し、切断面を密着させた状態で再び同治具にて固定し、レーザー溶接機(ヘラパルス, Heraeus Kulzer, Hanau, Germany)を用いて溶接した(図 2)。レーザー溶接機のパラメータは、溶接深さが試験片の厚さの約 60% 以上に到達する条件を予備実験から求め、スポット径を 0.45mm、出力を 0.8kW、パルス幅を 7.6ms とした。溶接の照準は、試験片を突合せた界面中央部に設定し、溶接径の約 1/3 が重なるように照射し、片面 4 箇所、両面で 8 箇所に照射を行った(図 3)。

### 3. 熱処理

熱処理は、江頭らの結果<sup>23)</sup>から、疲労強度が最も大きくなった条件を採用した。製作したすべての試験片を 450℃ の電気炉内(KDF-009H, デンケン, 京都, 日本)に 40 分間投入し、大気中で加熱を行った後、炉外にて放冷した。

### 4. 疲労破壊試験

疲労破壊試験は金属曲げ疲労試験器(テクノアーク, 塩尻, 日本)を

用い、試験片の中央部を把持し、その固定点から高さ 3mm の点に、側方から 0.3mm の反復変位を加え(図 4)、破折に至るまでの回数を測定した(以下、疲労破壊繰返し数)。各試験片に対して、溶接を行わない試験片と、溶接を行った試験片において、熱処理を行わないもの(以下、未処理群)と、熱処理を行ったもの(以下、熱処理群)を、それぞれ 5 個ずつ測定した。またそれぞれの条件で疲労破折領域の頻度を集計した。

## 5. 金属組織観察

溶接を行った領域付近の金属組織を観察するため、溶接した試験片を光重合型樹脂(アクリル・ワン, マルトー, 京都, 日本)に包埋固定し、自動研磨機(ECOMET3, Buehler, Illinois, USA)を用いてメーカー指定の方法に従い鏡面研磨を行った。研磨終了後、約10倍に希釈したフッ酸溶液(ケミポリッシュ, 松風, 京都, 日本)を用い、30秒間エッチングを行い、金属組織を可視化した。その後、光学顕微鏡(VANOX「AH2」, OLYMPUS, 東京, 日本)にて観察を行った。

## 6. 硬さ試験

硬さの測定は、組織観察が終わった試験片を、微少硬度計(HMV-2000, 島津, 京都, 日本)を使用し、荷重 100gf, 負荷時間 10 秒にて行った。測定対象部位は、溶接部周辺とし、観察面の上部から 150  $\mu$  m, 下部から 150  $\mu$  m の位置、および中央部をそれぞれ 100  $\mu$  m 間隔にて 13 箇所測定した(図 5)。硬さの計測値は、組織の特徴により、母材領域、加熱領域、溶融領域に分け(図 6)、それぞれ製法ごとに未処理群と熱処理群の比較と、各試験片の領域ごとの比較を行った。

## 7. 気孔率の算出

MI-Ti について、熱処理の前後における気孔率の変化を検討するため、未処理群と熱処理群それぞれの気孔率を算出した。算出方法は、組織観察後の試験片を、レーザー溶接の影響を受けていない範囲を 8 箇所ずつ光学顕微鏡を用いて撮影した。撮影した画像をコンピュータ上に取り込み、画像処理ソフト(Photoshop Ver.7.0, Adobe, California, USA)を用いて 0.8mm $\times$ 0.8mm の範囲を抽出し、グレースケール化、レベル補正を

施した後、ヒストグラムに表示される、黒色のみ選択時のピクセル数と、全選択時のピクセル数の比を求め（図 7）、その値を 3/2 乗することにより気孔の体積率とした。これにより未処理群と熱処理群における気孔率の比較を行った。

#### 8. 統計解析

統計ソフト（エクセル統計 2012 for Windows, 社会情報サービス, 東京, 日本）を用い、各測定値における未処理群と熱処理群を、危険率 5% にて Mann-Whitney U test による比較を行った。また、硬さ試験の結果において、熱処理の有無と各領域との関連を Tukey-Kramer 多重比較検定にて分析を行った。危険率 5% 未満で統計学的に有意とし、危険率 5% 未満の場合には  $p < 0.05$ , 危険率 1% 未満の場合には  $p < 0.01$  と示した。



## 結果

### 1. 疲労破壊試験

疲労破壊繰返し数の測定結果を図 8 に示す。CA-Ti の疲労破壊繰返し数は、未処理群が  $1690.4 \pm 394.5$  回であり、熱処理群は  $1,317.0 \pm 570.8$  回であった。未処理群と熱処理群の疲労破壊繰返し数は統計学的に有意差を認めなかった。レーザー溶接群では、未処理群が  $1526.6 \pm 623.9$  回であり、熱処理群は  $1121.6 \pm 298.3$  回であった。未処理群と熱処理群の疲労破壊繰返し数は統計学的に有意差を認めなかった。

PR-Ti の疲労破壊繰返し数は、未処理群が  $33,625.0 \pm 11,262.0$  回であり、熱処理群は  $79,311.6 \pm 12,823.9$  回であった。熱処理により疲労破壊繰返し数は増大し、統計学的に有意差 ( $p < 0.01$ ) が認められた。レーザー溶接群においても、未処理群が  $6,611.4 \pm 7,049.3$  回、熱処理群は  $35,671.6 \pm 34,158.2$  回であり、統計学的に有意差 ( $p < 0.05$ ) が認められた。

MI-Ti の疲労破壊繰返し数は、未処理群が  $1,818.4 \pm 505.9$  回であり、熱処理群は  $4,592.0 \pm 1,300.4$  回であった。熱処理により疲労破壊繰返し数は増大し、統計学的に有意差 ( $p < 0.01$ ) が認められた。レーザー溶接群では、未処理群が  $1,429.8 \pm 377.0$  回、熱処理群は  $3,705.4 \pm 559.0$  回であり、統計学的に有意差 ( $p < 0.05$ ) が認められた。

### 2. 破折領域

各材料の疲労破壊領域の頻度を図 9 に示す。CA-Ti の破折は、未処理群、熱処理群ともに加熱領域が最も多かった。また、溶融領域での破折は、未処理群において認められたが、熱処理群では認められなかった。

PR-Ti の破折は、未処理群では加熱領域が最も多く認められ、母材領域では皆無であった。一方、熱処理群では、溶融領域での破折が最も多く、母材領域や加熱領域での破折も認められた。

MI-Ti の破折領域は、未処理群、熱処理群ともに母材領域で最も多く認められた。

### 3. 硬さ試験

CA-Ti における、母材領域の硬さは、未処理群が  $184.3 \pm 6.0\text{Hv}$  であり、熱処理群は  $188.9 \pm 8.5\text{Hv}$  であった。加熱領域の硬さは、未処理群が  $201.1$

±6.9Hv であり，熱処理群は  $207.1 \pm 3.5$  Hv であった．溶融領域の硬さは，未処理群が  $340.8 \pm 11.1$ Hv であり，熱処理群は  $386.4 \pm 58.8$ Hv であった．いずれの領域においても熱処理による硬さに有意差は認められなかった(図 10)．また溶融領域では，溶接により硬さが増大し，統計学的に有意差 ( $p < 0.01$ ) が認められた(図 11)．

PR-Ti における，母材領域の硬さは，未処理群が  $140.8 \pm 2.8$ Hv であり，熱処理群は  $162.9 \pm 18.0$ Hv であった．加熱領域の硬さは，未処理群が  $155.2 \pm 0.1$ Hv であり，熱処理群は  $153.9 \pm 4.5$  Hv であった．溶融領域の硬さは，未処理群が  $256.1 \pm 17.4$ Hv であり，熱処理群は  $228.5 \pm 17.5$ Hv であった．母材領域において熱処理により硬さが増大し，統計学的に有意差 ( $p < 0.05$ ) が認められた．一方，溶融領域においては熱処理により硬さが減少する傾向 ( $p = 0.12$ ) が認められた(図 12)．また溶融領域では，溶接により硬さが増大し，統計学的な有意差 ( $p < 0.01$ ) が認められた(図 13)．

MI-Ti における，母材領域の硬さは，未処理群が  $226.0 \pm 12.9$ Hv であり，熱処理群は  $246.8 \pm 40.3$ Hv であった．加熱領域の硬さは，未処理群が  $247.8 \pm 10.8$ Hv であり，熱処理群は  $244.9 \pm 9.5$ Hv であった．溶接領域の硬さは，未処理群が  $327.5 \pm 4.8$ Hv であり，熱処理群は  $340.3 \pm 29.8$ Hv であった．いずれの領域においても熱処理による硬さの変化は認められなかった(図 14)．また溶融領域の硬さは，溶接により増大し，統計学的に有意差 ( $p < 0.01$ ) が認められた(図 15)．

#### 4. 金属組織の様相

各試験片の溶接部位付近の金属組織の様相を図 16 に示す．

CA-Ti の金属組織を観察すると，母材領域には，細長い相が束になって一方向に揃った組織が認められた．粒度は  $100 \sim 200 \mu\text{m}$  程度であり，形状と共にかなり不揃いであり，一部には樹枝状晶も認められた．溶融領域には，より細かい針状結晶が認められた．加熱領域には両者の中間的な組織が認められた．また，熱処理を行ったことによる金属組織の明確な相違は認められなかった．

PR-Ti の金属組織は，母材領域において緻密かつ均一な等軸組織を呈

していた。溶融領域には、細かい針状結晶が認められた。また、溶融領域の周囲には結晶粒度が母材領域の 4~5 倍ほどの塊状組織を呈する加熱領域が認められた。また、熱処理を行ったことによる金属組織の明確な相違は認められなかった。

MI-Ti の金属組織は、不揃いな塊状結晶粒が観察され、その間に無数の気孔が認められた。溶融領域には、細かな針状結晶が認められた。また、溶融領域の周囲には針状化されながらも、気孔が残留する加熱領域が認められた。また、熱処理を行ったことによる金属組織の明確な相違は認められなかった。また、破折箇所を観察すると気孔を縫うように破折している様子が見えたと(図 17)。

#### 5. MI-Tiの気孔率

気孔の占有率は未処理群が  $0.88 \pm 0.20\%$  であり、熱処理群は  $0.75 \pm 0.30\%$  であり、統計学的に有意差は認められなかった(図 18)。

## 考察

チタンは比強度が大きく、耐食性や、生体親和性に優れることから、歯科領域においても応用されており、特にインプラント材として必須な材料である<sup>3)</sup>。しかし、チタン製補綴装置を長期にわたり使用した症例では、改修や、修理が必要な機会に遭遇することがあり、この場合の接合には、レーザー溶接が一般に用いられる<sup>18,19,24)</sup>。ところが、溶接領域付近から再び破折するケースを経験することがある。近年、チタン材に一定の条件で熱処理を行うと疲労強度が増大することが報告された<sup>22,23)</sup>。そこで本研究では、レーザー溶接を行ったチタン材に対する熱処理が有効であるかを検証した。

CA-Ti の疲労試験において、溶接の有無に関わらず熱処理による疲労破壊繰返し数に有意差は認められなかった。また、CA-Ti の硬さ試験においても、熱処理による有意差は認められなかった。

CA-Ti の破折領域は、硬さが溶融領域と比較して顕著に低下している加熱領域での破折が最も多く認められた。また、未処理群において認められた溶融領域での破折は、熱処理群では認められなかった。これは、有意差は認められないものの、溶融領域の硬さがやや増大していることから、溶融領域の耐力が増大し、曲げ応力が溶融領域以外の領域にも分散したことによるものと考えられた。

また、CA-Ti は、PR-Ti と比較して、硬さや引っ張り強度は大きい、伸びが小さい(表 1)。また、組織観察においては、結晶粒度は大きく不揃いで、一部に樹枝状晶も認められた。さらに、鋳造体表層には強固な反応層が形成されるが、この層は一般に  $\alpha$  ケースと呼ばれ、チタン鋳造体の諸物性を低下させるとされている<sup>4)</sup>。これらことから、CA-Ti は 3 種類の製造法によるチタン材の中で、疲労破壊繰返し数が最小になったものと考えられた。

PR-Ti に対して、熱処理を行うと疲労破壊繰返し数は有意に増大した。この結果は、白鳥<sup>22)</sup>、江頭<sup>23)</sup>らの結果とほぼ同じであった。また、溶接を行うと疲労破壊繰返し数は顕著に減少するが、熱処理を行うことにより、溶接前の PR-Ti の疲労破壊繰返し数を上回る程度まで回復した。各

領域の硬さ試験の結果において、母材領域の硬さが熱処理により増大し、溶融領域においては、逆に硬さの減少傾向が認められた。その結果、溶融領域が偏って硬い未処理群では、その境界部位である加熱領域での破折が最も多くなったと考えられた。一方、硬さの偏りが減少した熱処理群においては、機械的強度が均一化され、曲げ応力の分散が生じ、疲労破壊繰返し数が増大したと考えられた。

MI-Ti の疲労破壊繰返し数は、溶接の有無に関わらず、熱処理を行うことにより増大した。最頻破折領域は未処理群、熱処理群ともに母材領域での破折が最も多く、破折線は気孔と気孔を結ぶかたちで進展していた。また、硬さ試験の結果では、いずれの条件においても有意な変化を認めなかった。MIM法は、金属粉末をバインダーと混錬したものを射出成型した後、真空下で脱脂、焼結して製作される。その際、成形時の粒子間に気孔と呼ばれる間隙が生じる。本研究における組織観察においても気孔が観察されており、破折の最頻箇所が母材領域にあることや、破折線が気孔に沿って進展していたことを考慮すると、この気孔が起点となり、疲労破壊繰返し数を低下させる可能性があると考えられた。母材領域における気孔率は、熱処理による有意な差が認められなかった。しかし、気孔率の平均値がわずかながら減少し、このことが、疲労破壊繰返し数の増大に何らかの影響を及ぼしているのではないかと考えられた。金属の機械的強度は、試験片の構造に強く影響されるため<sup>25)</sup>、有意な差が認められないような、わずかな気孔率の減少によっても機械的強度が上昇するものと考えられた。

臨床場面におけるチタンの利用は、これまで鋳造法が主流をなしてきた。本研究では、鋳造チタンの疲労破壊繰返し数が、機械加工によるチタンの疲労破壊繰返し数と比較して劣るとともに、熱処理の有効性も認められない結果となった。そのことから、鋳造チタンは、壊れやすく修理をしても再びその部位から破折する可能性が高くなると考えられた。

一方、近年の CAD/CAM システムの発達により、ますます機械加工の実用化が進められ、特に冠・橋義歯に関しては、機械加工による製作に換わりつつある<sup>13,14)</sup>。本研究の結果において、図 16-c の母材領域に示すよ

うに、機械加工によるチタンの組織は、金属結晶が緻密で細かく、結晶の形状も揃っていた。これは、製造工程において、鍛造や圧延が繰り返されることによって、結晶構造が微細化および均一化されたことによるものと考えられる。その結果、図 8 の非溶接群に示すように、PR-Ti の疲労破壊繰返し数が、CA-Ti や MI-Ti の疲労破壊繰返し数と比較して高値を示すと考えられた。また、溶接などにより、素材の金属組織に変化が生じた場合に関しては、当該領域における硬さの差が大きいほど破壊しやすくなり、硬さの差が大きい部位において破壊しやすくなると考えられた。また、熱処理の有効性は機械加工によるチタン、および、MIM 法によるチタンにおいて認められた。

これらのことから、母材の金属結晶粒度が微細な材料を切削加工により製作し、熱処理を行うことにより疲労強度が増すものと期待される。また、製作された装置を、レーザー溶接を行った場合においても熱処理が有効であり、疲労強度が増すものと期待される。

これらを踏まえた上で臨床応用する際には、熱処理を行い加工ひずみが除去された CAD/CAM 用チタンディスクを用いて補綴装置を製作することが望ましいと考えられる。また、その装置の破折時など、レーザー溶接による修理を行う際においても、熱処理は再破折の予防策になり得ると考えられた。しかしながら、実際に熱処理を行う場合には、義歯床やレジン前装部が存在するため、本研究で行ったような熱処理は困難である。したがって、今後はレーザー光などを用いた微小領域に対する熱処理方法を検討する必要性が示唆された。

## 結論

本研究は、鋳造体、圧延材、MIM法により製作したチタン材、および、レーザー溶接を行ったチタン材の熱処理の有効性を検証した。その結果以下の結論を得た。

鋳造によるチタンは、3種の加工法によるチタンの中で、最も疲労破壊に弱く、熱処理の有効性も認められなかった。現在、鋳造法で製作されている補綴装置は、高強度で熱処理効果のある加工法に遷移していくことが望ましいと考えられた。

機械加工によるチタンは、最も疲労破壊に強く、熱処理の有効性も認められた。しかし、現在すべての装置製作が可能なわけではないため、それらの装置製作法の実用化が求められる。

MIM法によるチタンは、疲労強度が機械加工によるチタンには劣るものの、熱処理の有効性が認められた。現在臨床応用されている鋳造チタンと比較して疲労強度が優位であったことから、実用性も示唆されるが、さらなる素材の改良、及び二次加工などによる物性の改善が必要であると考えられた。

今後、床などが存在する装置にも熱処理を適応させるため、レーザー光などを用いた微小領域に対する熱処理方法を検討する必要があると考えられた。

## 謝辞

稿を終えるにあたり，懇切なるご指導，ご校閲を頂きました松本歯科大学大学院歯学独立研究科硬組織疾患制御再建学講座生体材料学，永澤栄教授に感謝の意を表します．また，MIM 純チタン試料を快くご提供いただきました，株式会社カスタム製造技術部 MIM 課，中山英樹様，ならびにチタン試料のフライス盤加工に特別なお配慮をいただきました有限会社ユキトモ精工，吉江智浩様に衷心より御礼申し上げます．

本論文の要旨は，第 34 回 日本歯科技工学会学術大会（2012 年 9 月 15 日，岡山），第 42 回 日本口腔インプラント学会・学術大会（2012 年 9 月 23 日，大阪），第 43 回 日本口腔インプラント学会・学術大会（2013 年 9 月 15 日，福岡）において発表した．



## 文献

- 1) 岡崎義光 (1998) 「21 世紀に向けてのチタン材料の展望」ミニ特集のねらい. まてりあ 37(1):8.
- 2) 塙隆夫, 太田守 (1991) チタンの生体適合性. 金属 61(12):16-21.
- 3) 三浦雑四, 井田一夫編 (1988) チタンの歯科利用, 初版, 11-93, クインテッセンス出版, 東京.
- 4) 玉置幸道, 宮崎 隆 (1998) チタンの補綴応用にあたっての問題点と展望 チタン鑄造の問題点. 補綴誌 42:528-539.
- 5) 川添堯彬, 末瀬一彦 (1998) チタンの補綴応用にあたっての問題点と展望 クラウン・ブリッジ領域へのチタンの応用. 補綴誌 42:559-566.
- 6) 黒岩昭弘, 五十嵐順正 (1998) チタンの補綴応用にあたっての問題点と展望 金属床義歯へのチタンの応用. 補綴誌 42:547-558.
- 7) YAN Min, TAKAHASHI Hidekazu (2006) Titanium Casting Using Commercial Phosphate-bonded Investments with Quick Heating Method. Dent Mater J. 25:391-398.
- 8) Rodrigues Renata Cristina Silveira, Pereira de Almeida Elanio, Faria Adriana Claudia Lapria, Macedo Ana Paula, Chiarello de Mattos Maria da Gloria, Ribeiro Ricardo Faria (2012) Effect of different investments and mold temperatures on titanium mechanical properties. J Periodont Res 56:58-64.
- 9) 石田喜紀 (2005) 歯科用 CAD/CAM の現状と展望. 奥羽大歯誌 32:28.
- 10) 荘村泰治, 高橋純造 (1994) 歯科補綴物の CAD/CAM 製作法 クラウンの CAM による製作, 歯材器 13:61-66.
- 11) 山田 敏郎, 可児 弘毅 (1978) 衝撃高液圧による金属義歯床の成形. 日本複合材料学会誌 4(3):93-99.
- 12) 山岸利夫, 孔 泰寛, 伊藤充雄, 小幡明彦, 出口敏雄, 林 春二, 五十嵐順正 (1995) 金属粉末射出成形により製作したチタン焼結体について. 歯材器 14:399-405.
- 13) 末瀬一彦, 疋田一洋 (2012) CAD/CAM から Digital Dentistry へ-

- コンピュータを応用した歯科治療の最前線-, 日補綴会誌 4 : 121-122.
- 14) 樋口鎮央 (2012) デジタル技工の現状, J Cosmet Oral Care 11(1) : 11-93.
- 15) 三浦秀士, 伊藤芳典 (2010) MIM による Ti 焼結合金の高性能化. 高温学会誌 36(2) : 54-58.
- 16) 久保 勉: 純チタン鑄造床の接合におけるプラズマ溶接の応用 (1989) 歯科技工 17 : 1431-1438.
- 17) 宮崎 隆, 小川博章, 鈴木 映 (1988) チタンのティグ溶接に関する基礎的研究, 歯材器 7 : 599-605.
- 18) 南里嶽仁 (2006) 歯科におけるレーザー溶接 34 年の変遷と臨床経過, 日レ歯誌 17 : 20-25.
- 19) 山岸利夫, 伊藤充雄, 増原英一 (1991) チタンおよび歯科用合金のレーザー溶接に関する研究 (第 1 報) チタン溶接後の機械的性質に関して, 歯材器 10 : 763-772.
- 20) 柿本和俊 (1987) 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 2 報) 機械的性質と熱処理, 補綴誌 31 : 1566-1573.
- 21) 嶋倉道郎, 竹内 操, 三浦浩輝 (2010) 歯科用金属のレーザー溶接時における溶融部の様相, 奥羽大歯誌 37 : 99-104.
- 22) 白鳥徳彦 (2009) チタンインプラント材の焼鈍温度が機械的性質に及ぼす影響, 松本歯学 35 : 51-60.
- 23) 江頭有三, 丸藤雅義, 前川修一郎, 田村 郁, 吉田貴光 (2010) インプラント材としてのチタンの熱処理温度と疲労破壊の関係, 日口腔インプラント誌 23 : 220-228.
- 24) 都賀谷紀宏 (2007) レーザーが拓く 21 世紀型歯科技工 レーザー溶接入門 レーザー溶接の実際 レーザー溶接の臨床例 歯科補綴物のリフォームへの応用, 歯科技工 35 : 1176-1187.
- 25) 小林英男 (1993) 破壊力学, 初版, 6-10, 共立出版, 東京.

表1:使用材料一覧

(メーカー公表値)

コード	使用材料	製品名	メーカー	成分 (mass%)		硬さ (Hv)	引張強度 (Mpa)	耐力 (Mpa)	伸び (%)
CA-Ti	Casting Pure Titanium	チタン100	松風	Ti 99.4	others 0.6	175	510	430	11
PR-Ti	CP Titanium	KS50	神戸製鋼	Ti 99.6	others 0.4	144	387-391	222-272	38.7-41.6
MI-Ti	MIM Pure Titanium	MIM純チタン	CASTEM	Ti 99.6	others 0.4	184	580	470	17

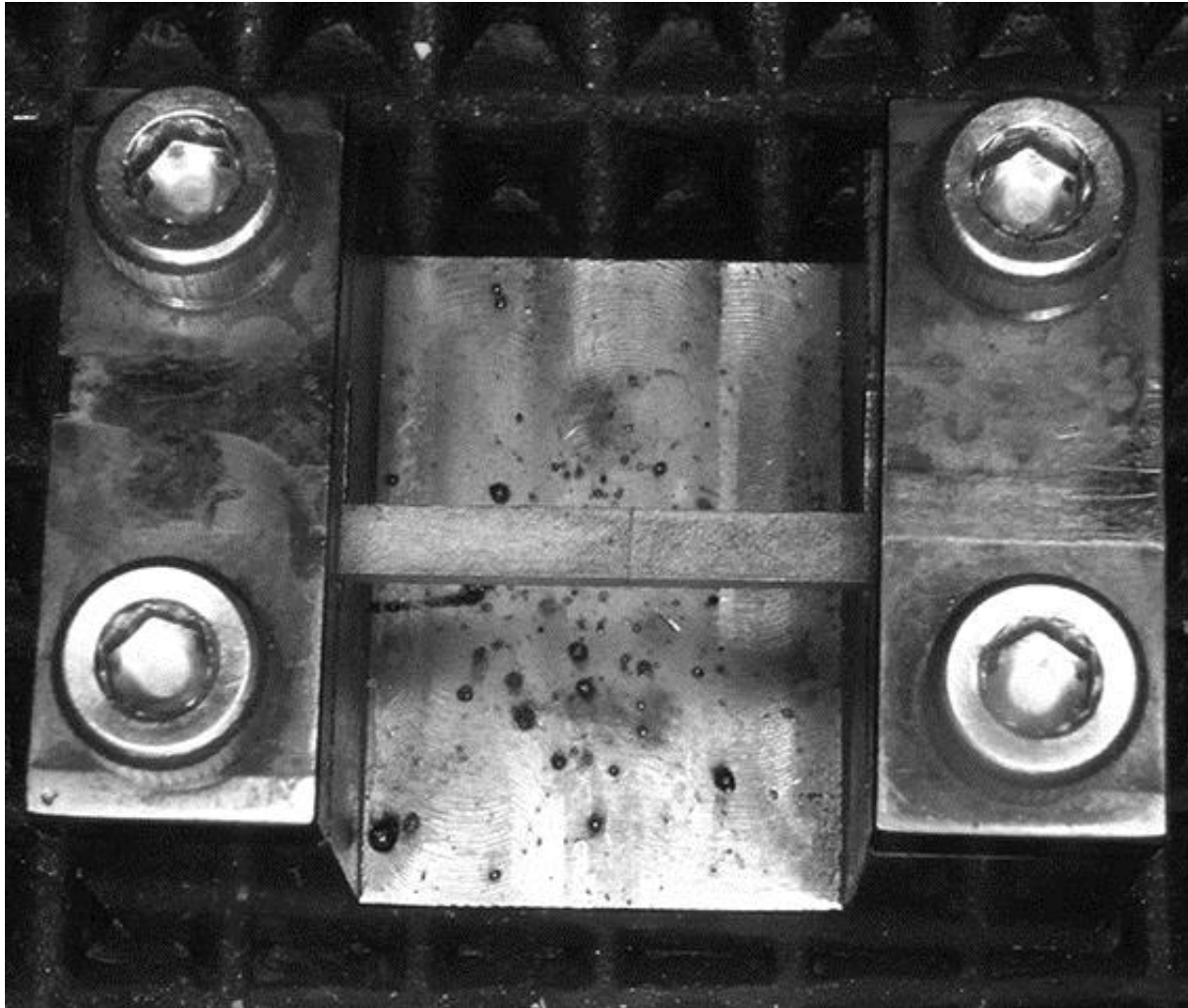


図1:試験片の切断および再固定に使用した固定用治具

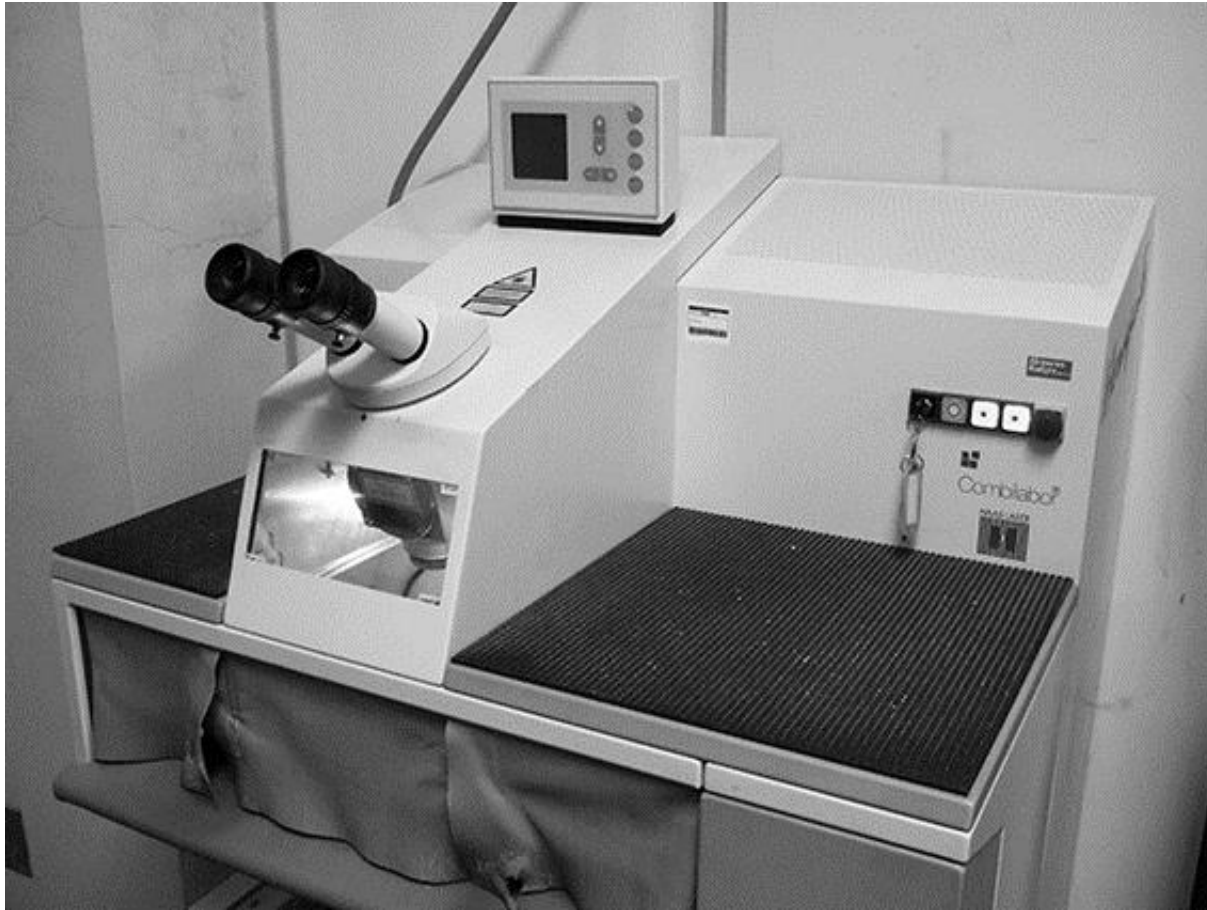


図2:溶接に使用したレーザー溶接機へラパルス

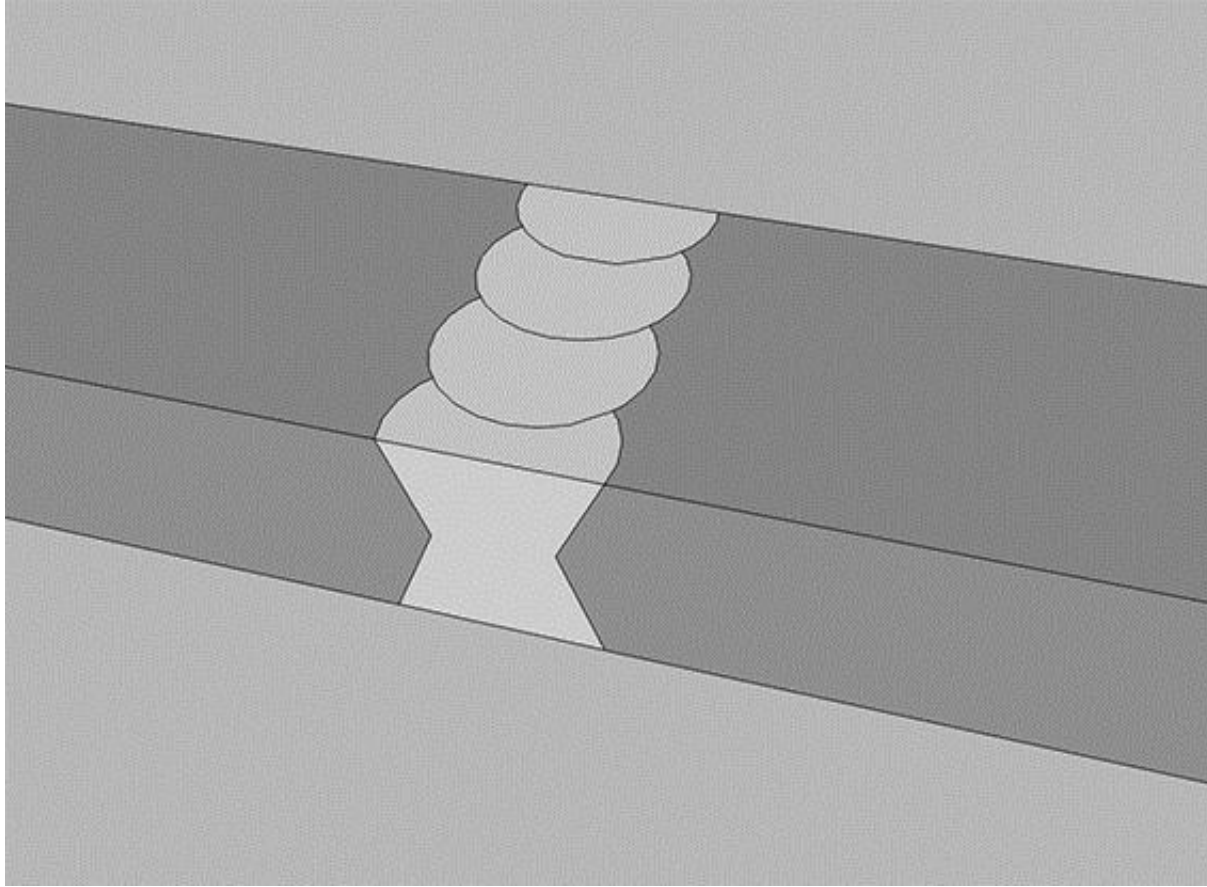


図3:レーザー光の照射イメージ

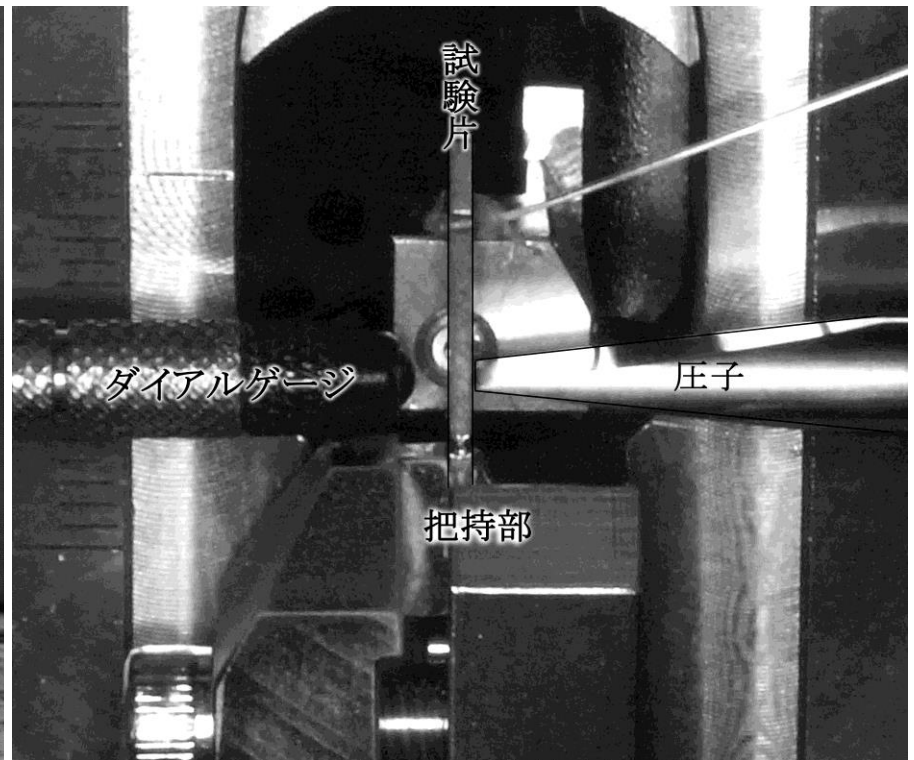
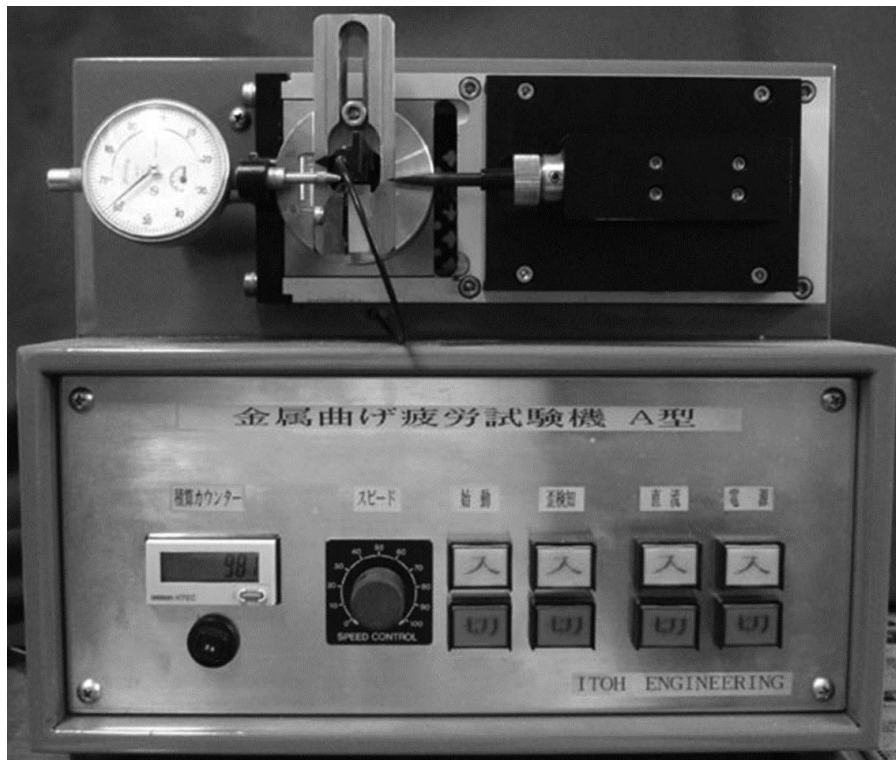


図4: 金属曲げ疲労試験機

a: 疲労試験に使用した金属曲げ疲労試験器

b: レーザー溶接を行った試験片と試験機との位置関係

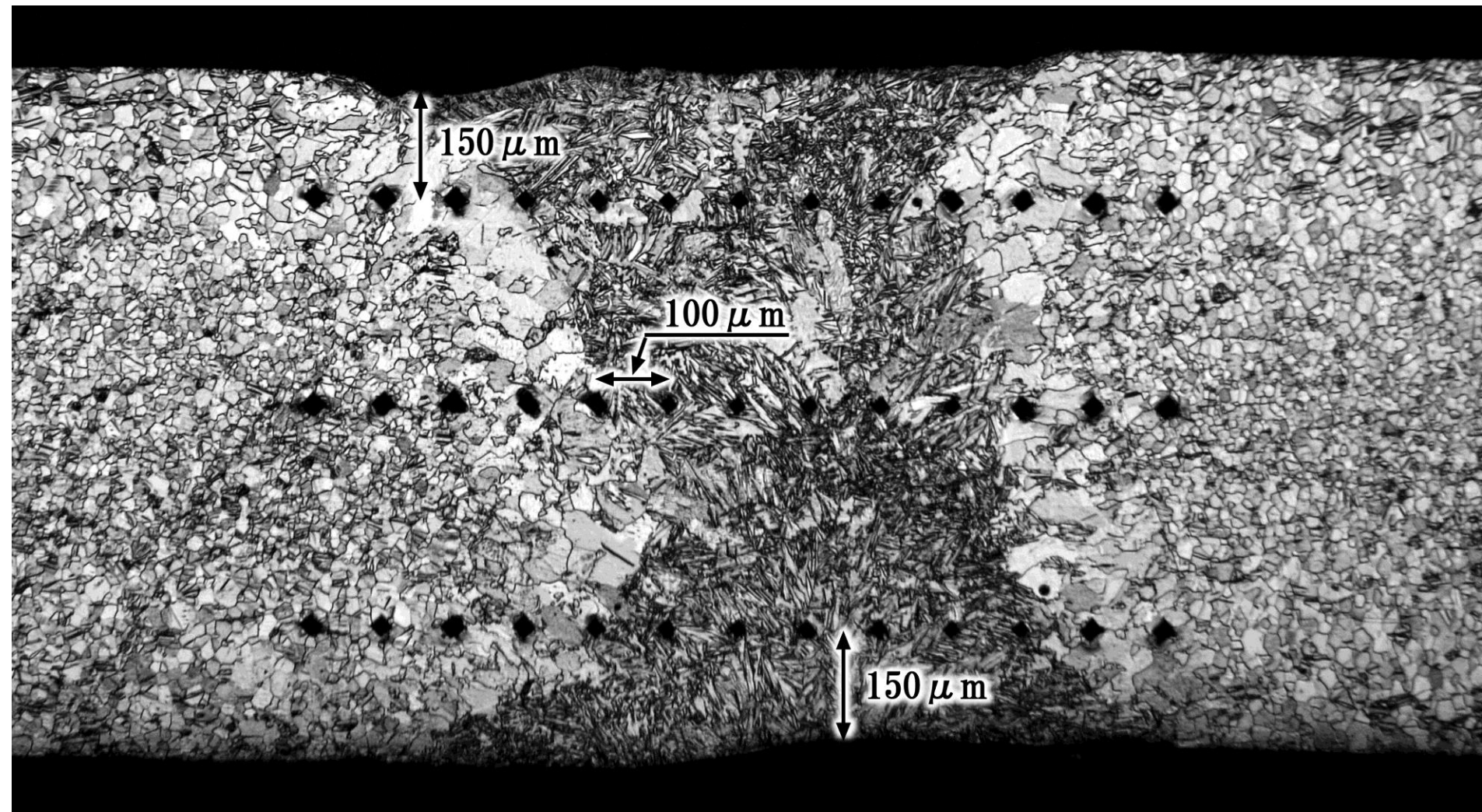


図5: 硬さ試験の測定対象部位



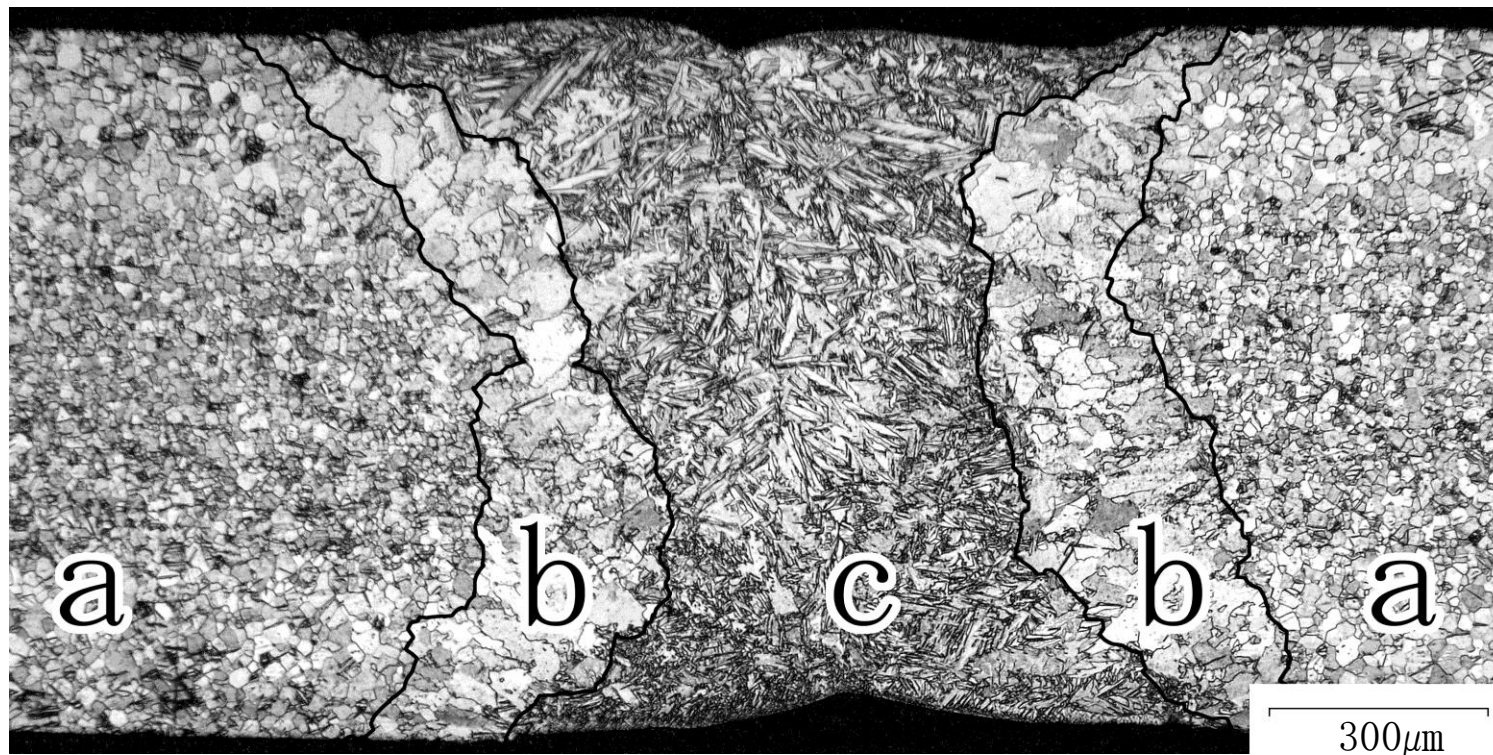
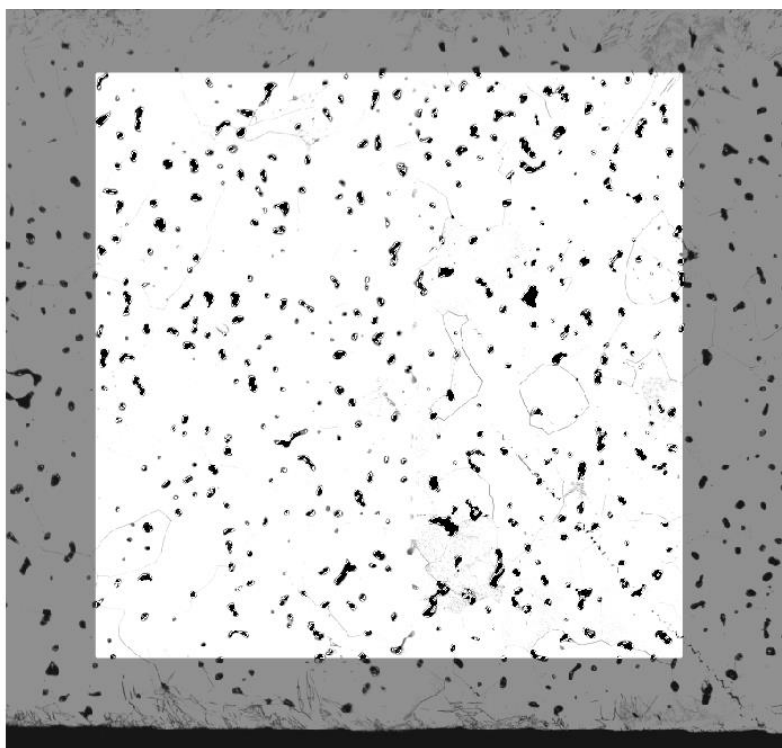
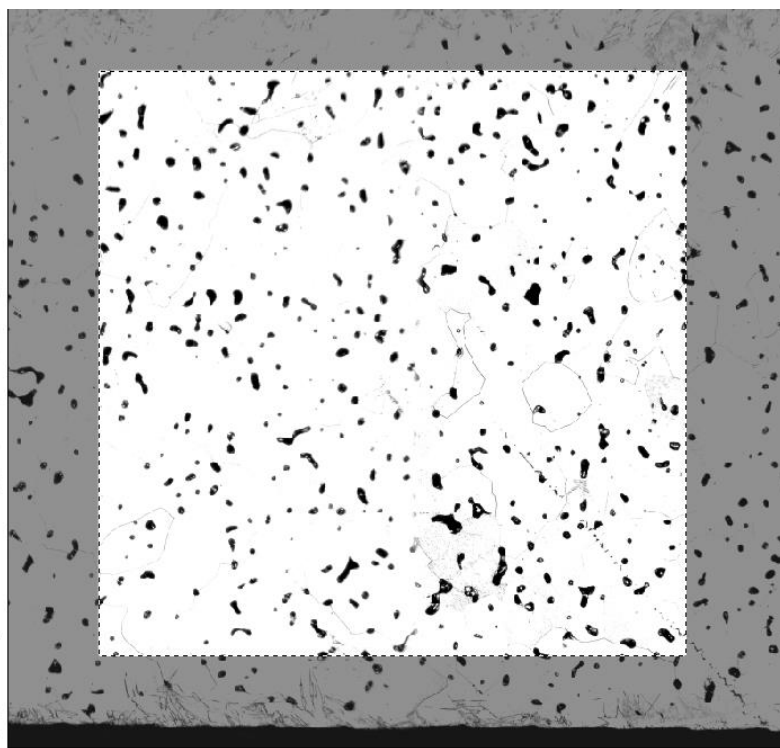


図6:レーザー溶接により変化した金属組織の領域分け  
a:母材領域 b:加熱領域 c:熔融領域



黒色のみ選択



すべて選択

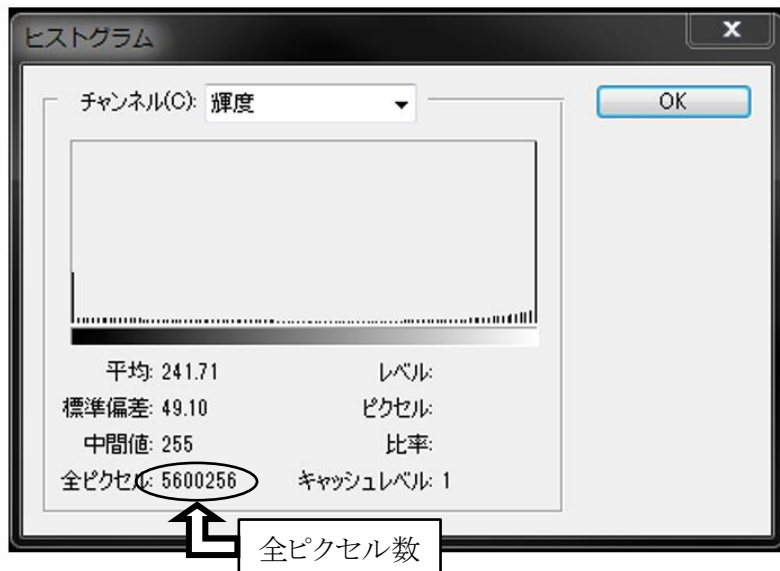


図7: 黒色ピクセル数と、全ピクセル数の算出方法

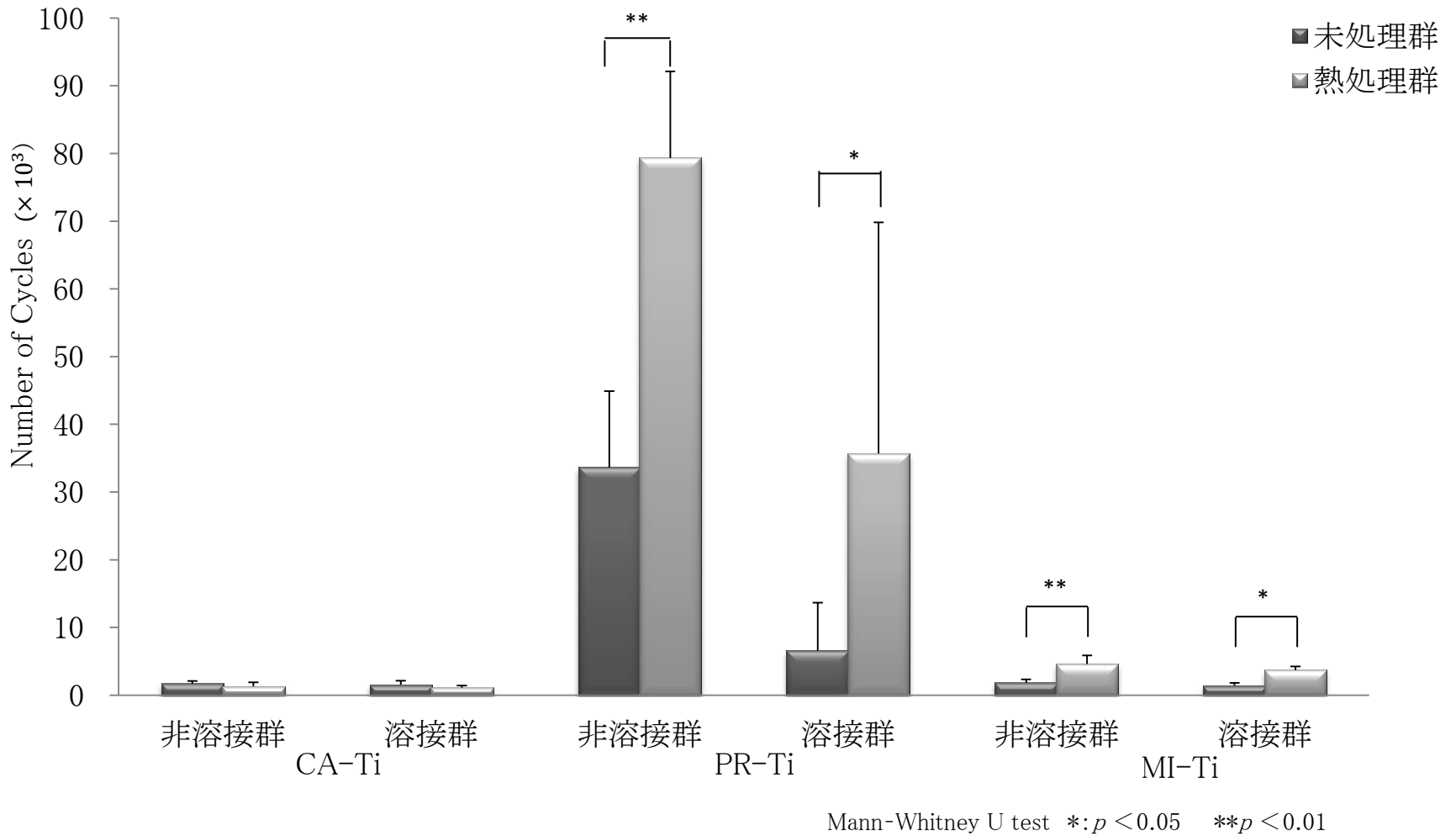


図8：各材料の疲労破壊繰返し数

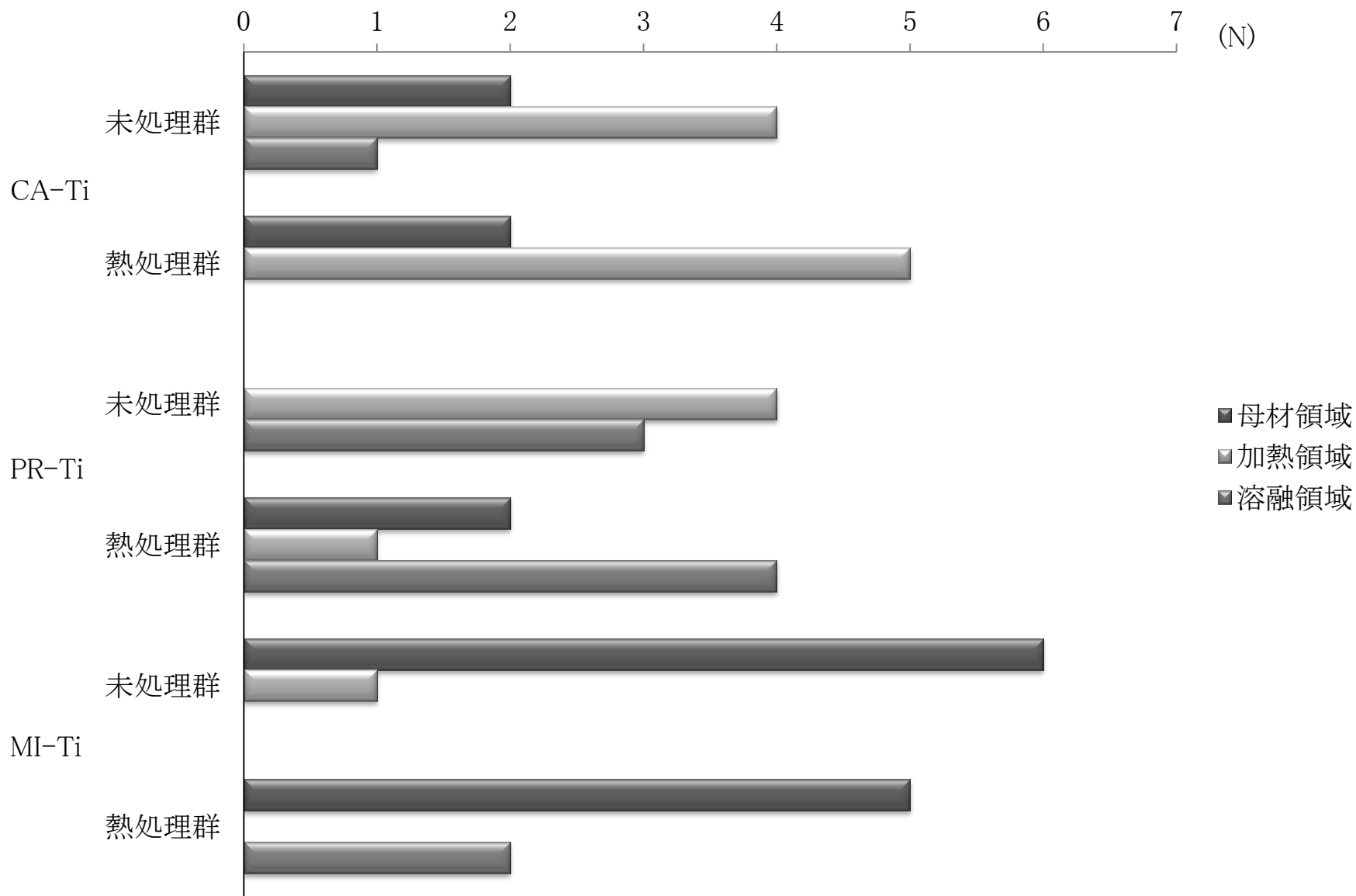
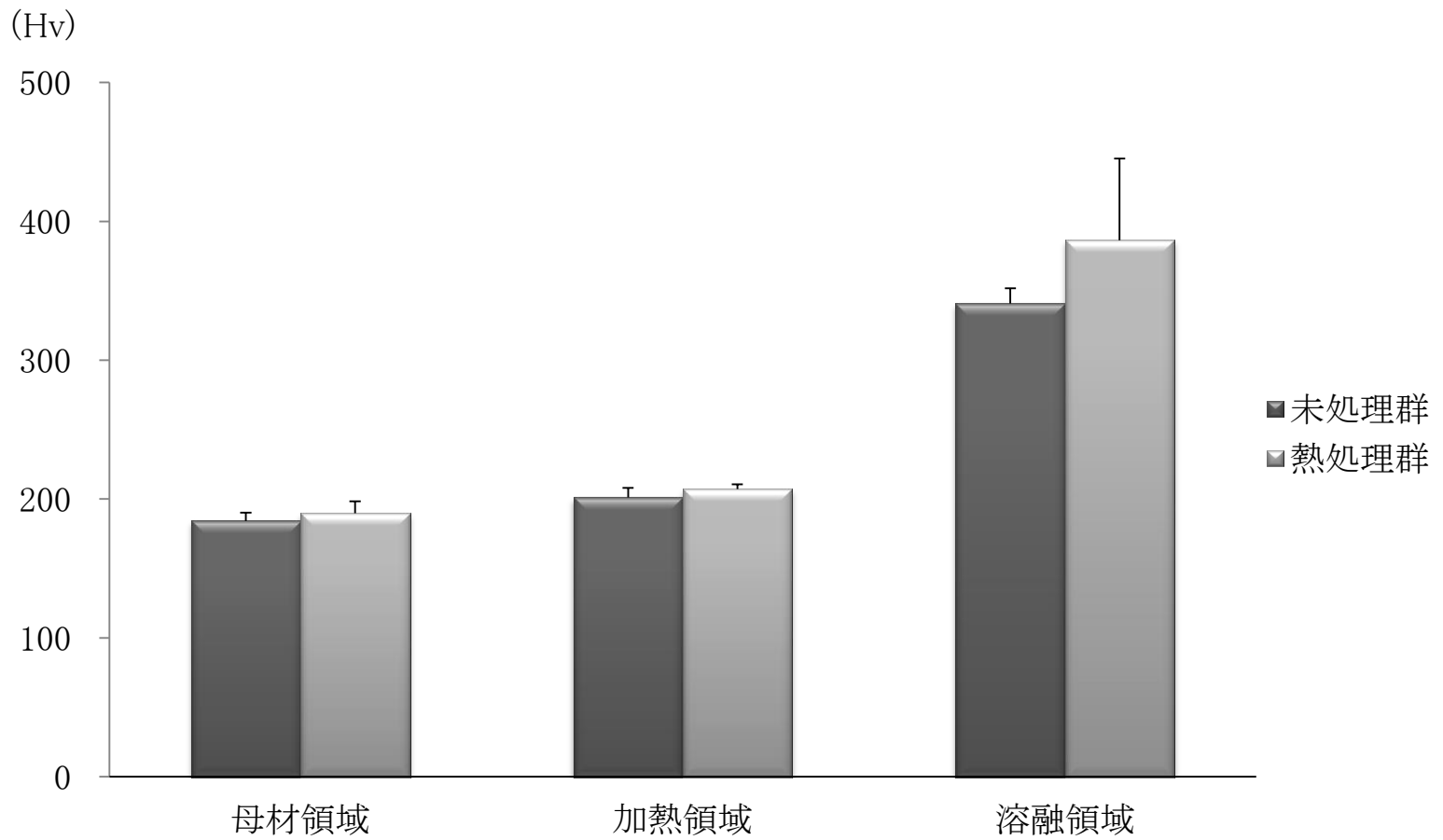


図9：各材料の疲労破壊領域の頻度



Tukey-Kramer method

図10 : CA-Tiの熱処理による各領域ごとの硬さの変化

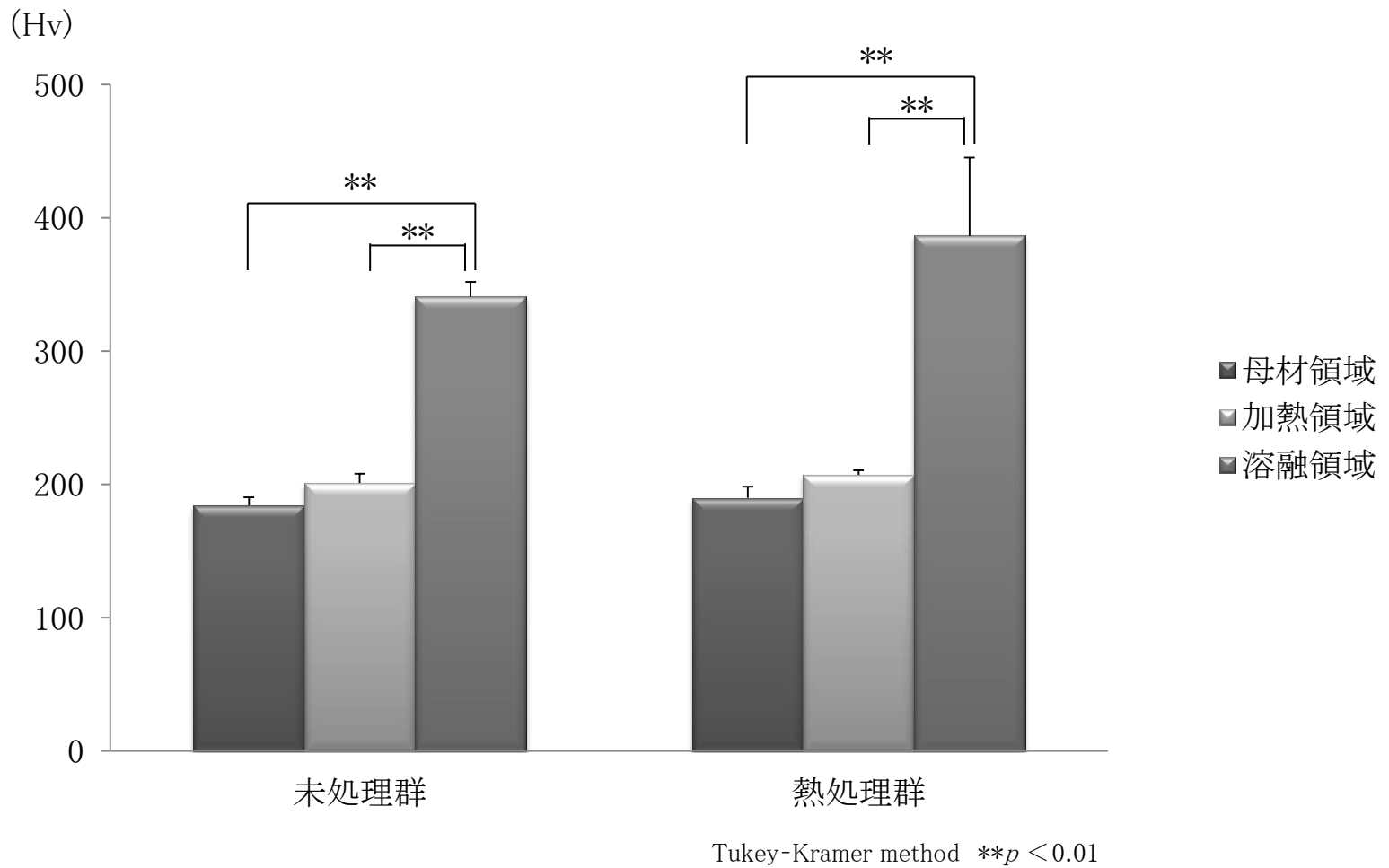
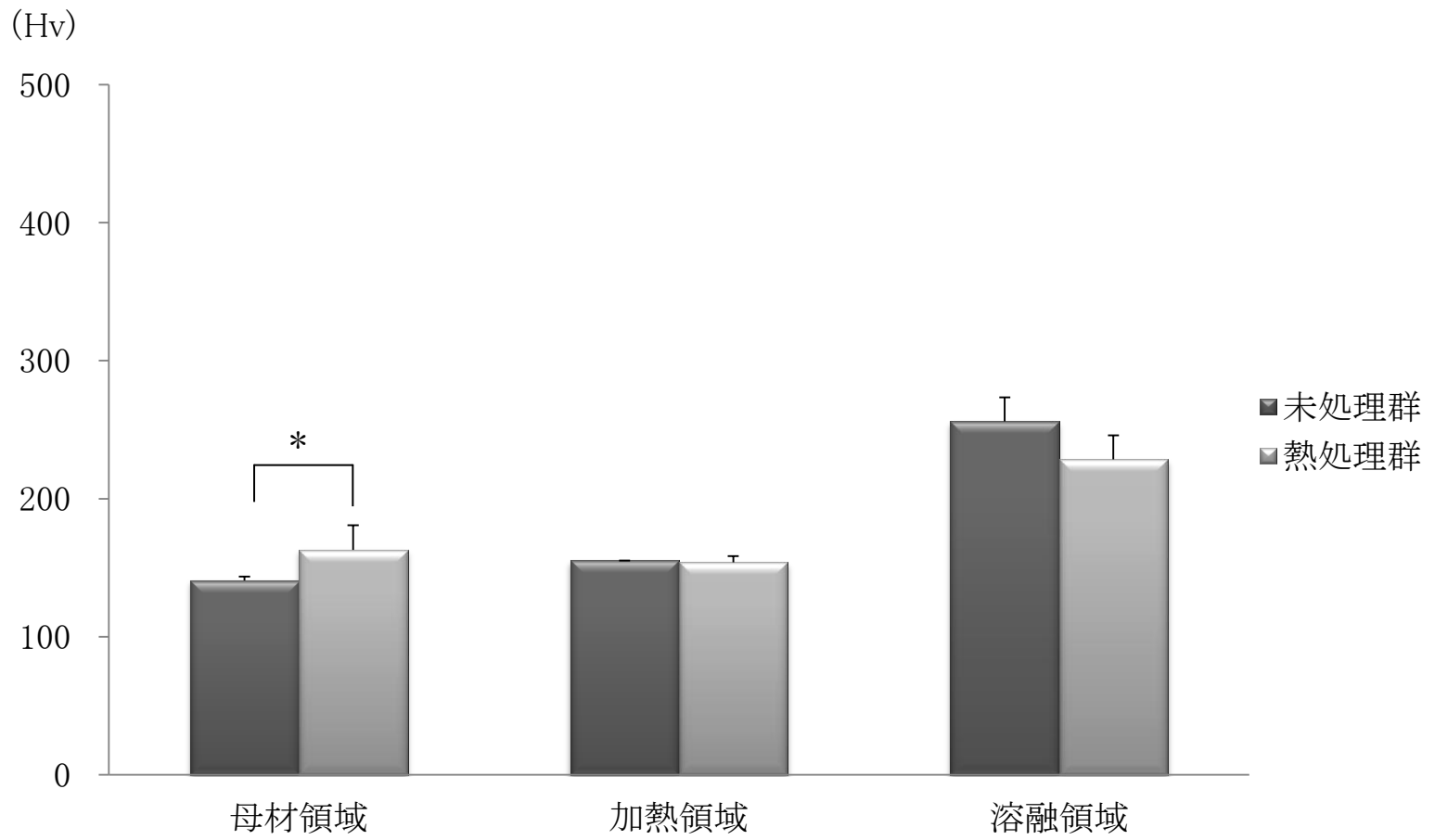


図11 : CA-Tiの各領域ごとの硬さ



Tukey-Kramer method \*:  $p < 0.05$

図12 : PR-Tiの熱処理による各領域ごとの硬さの変化

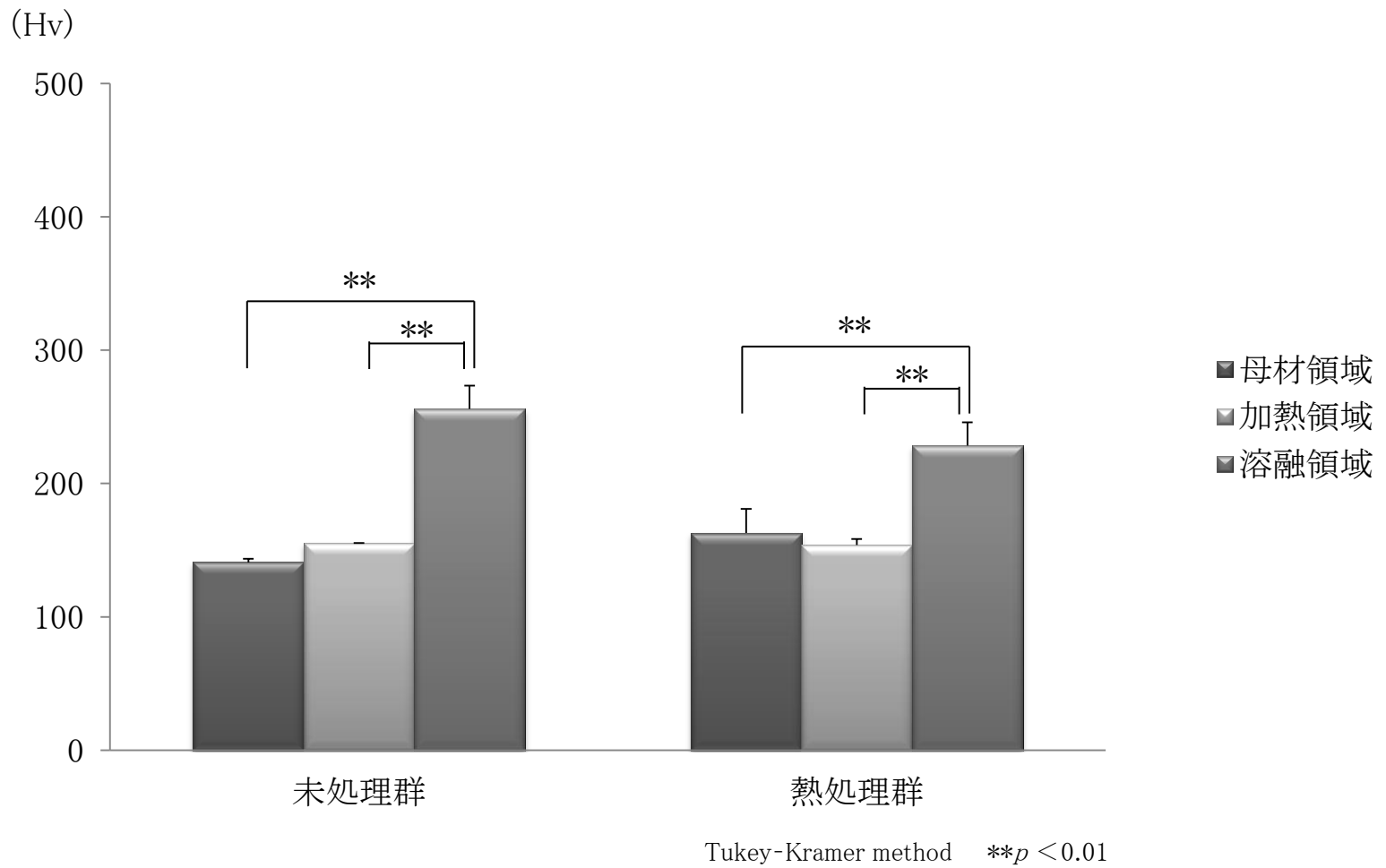
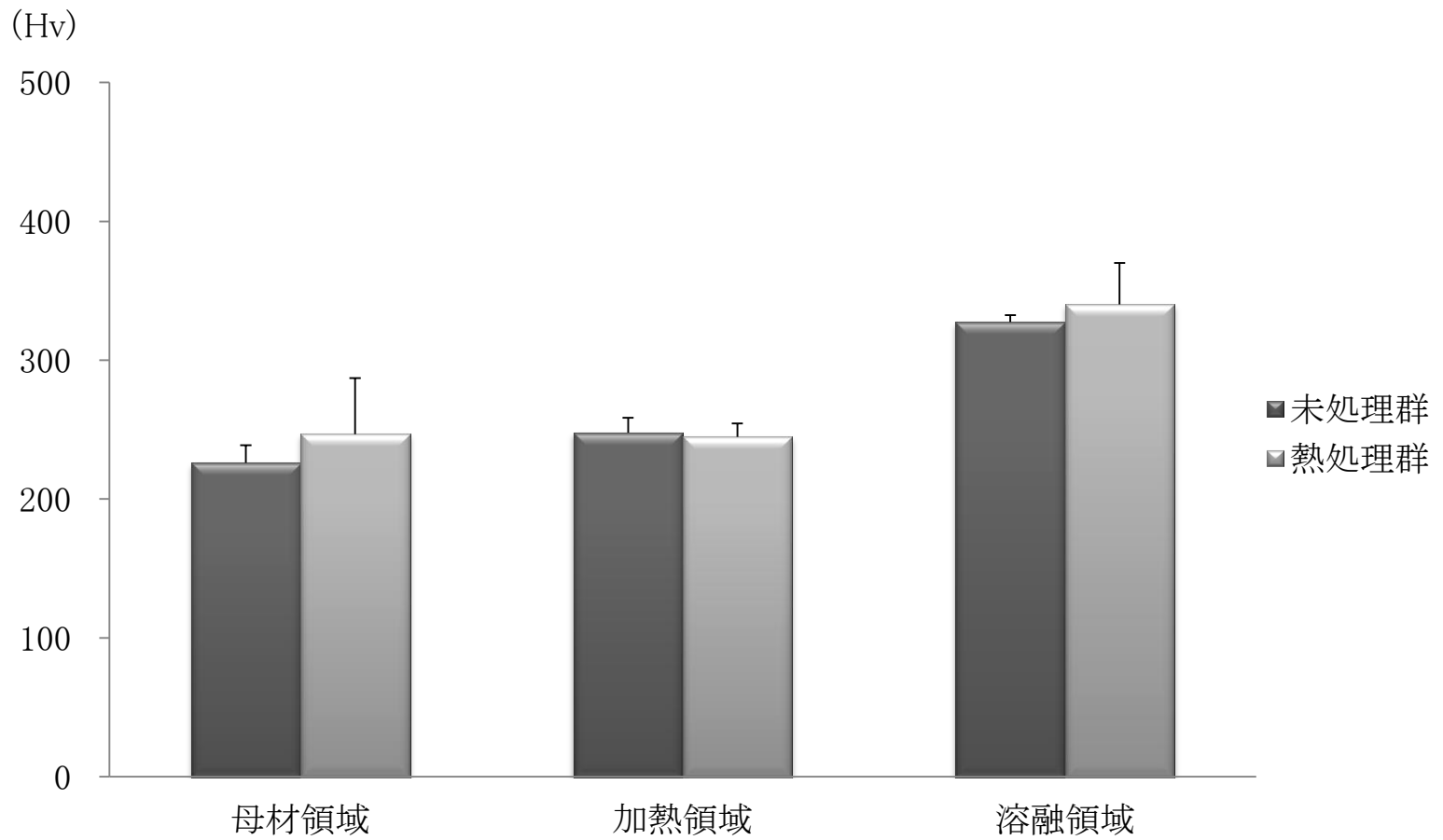


図13 : PR-Tiの各領域ごとの硬さ





Tukey-Kramer method

図14 : MI-Tiの熱処理による各領域ごとの硬さの変化

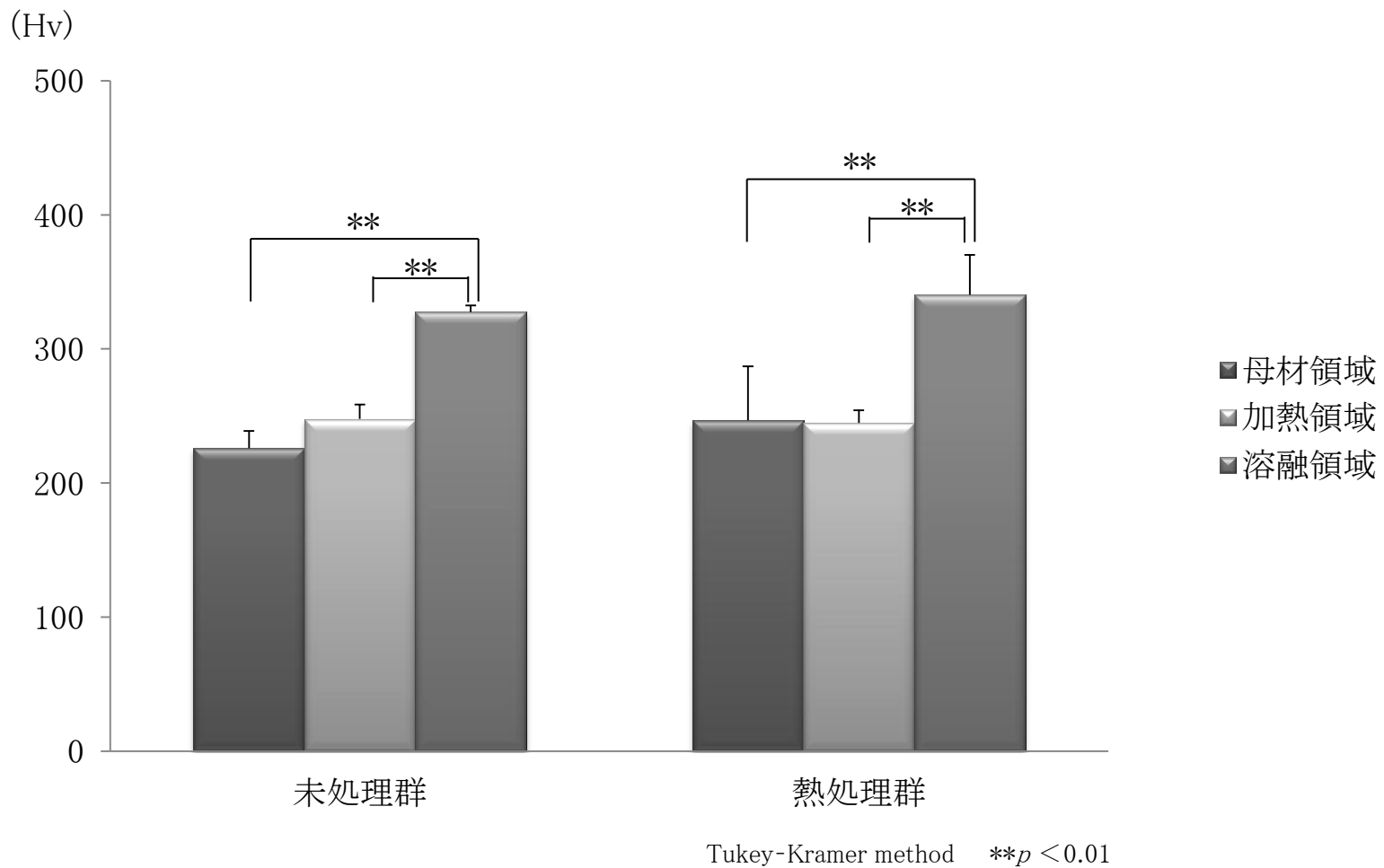
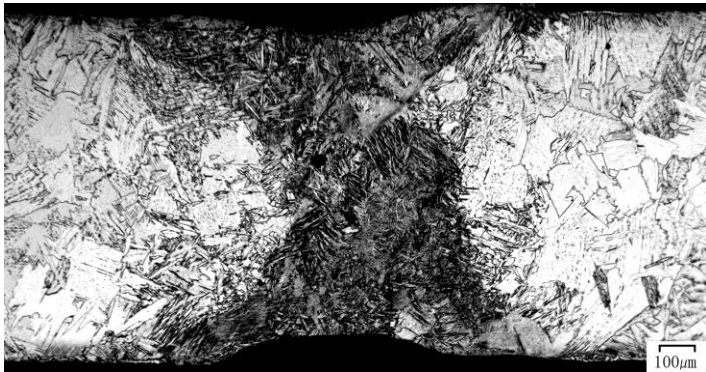
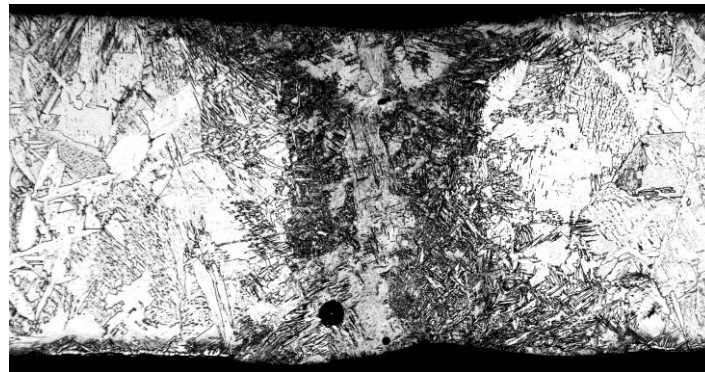


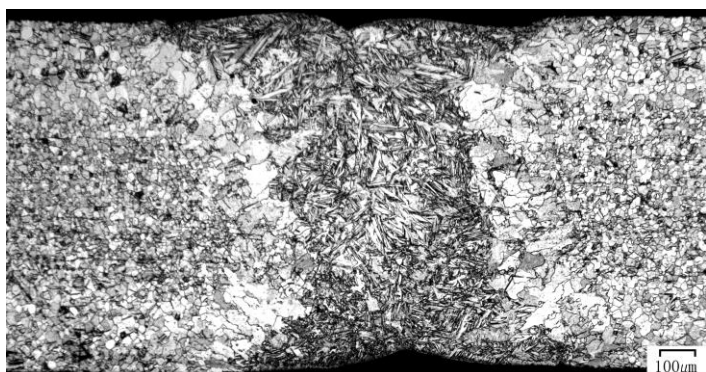
図15 : MI-Tiの各領域ごとの硬さ



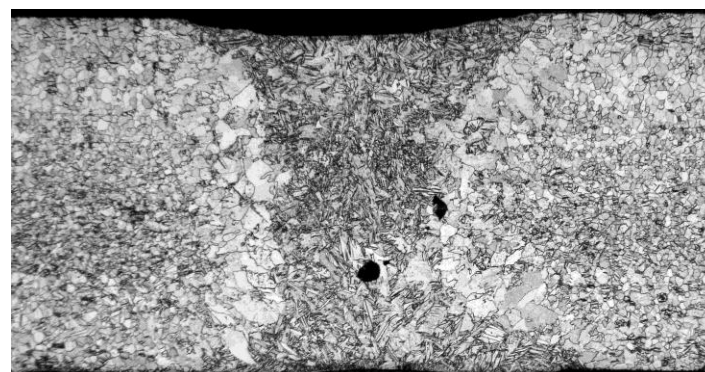
a



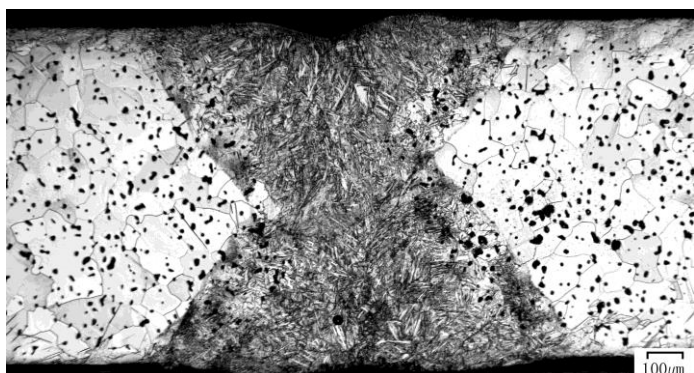
b



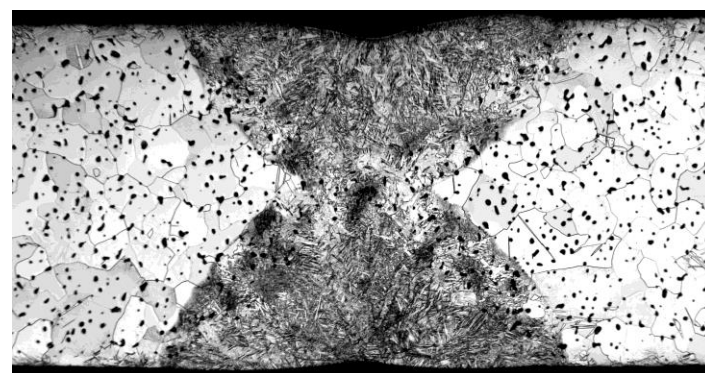
c



d



e



f

図16:溶接部位付近の金属組織の様相

a:CA-Tiの未処理, b:CA-Tiの熱処理, c:PR-Tiの未処理, d:PR-Tiの熱処理, e:MI-Tiの未処理, f:MI-Tiの熱処理

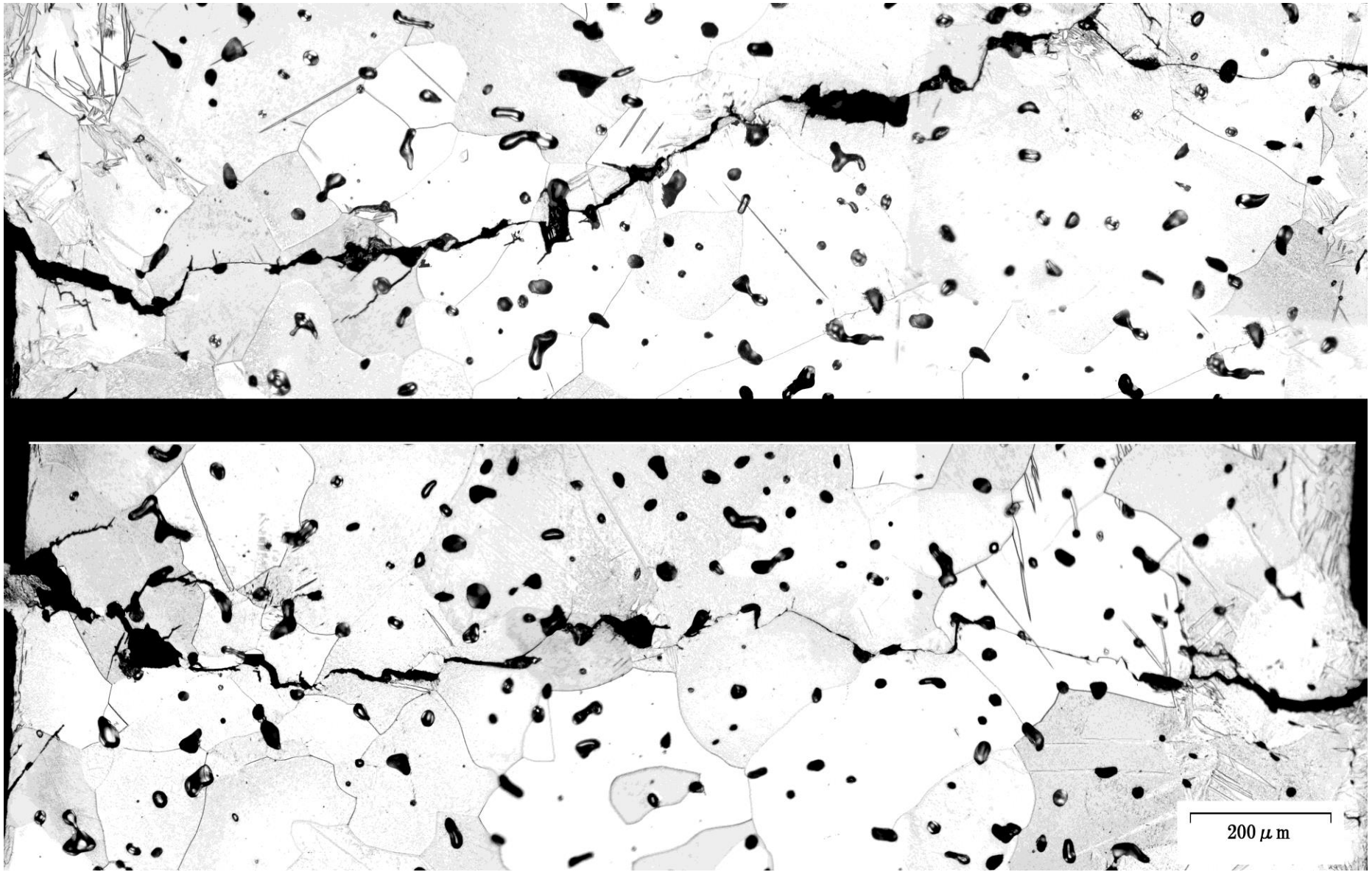


図17:MI-Tiの破折カ所の様相  
(MI-Tiの破折線は気孔を縫うように破折していた)

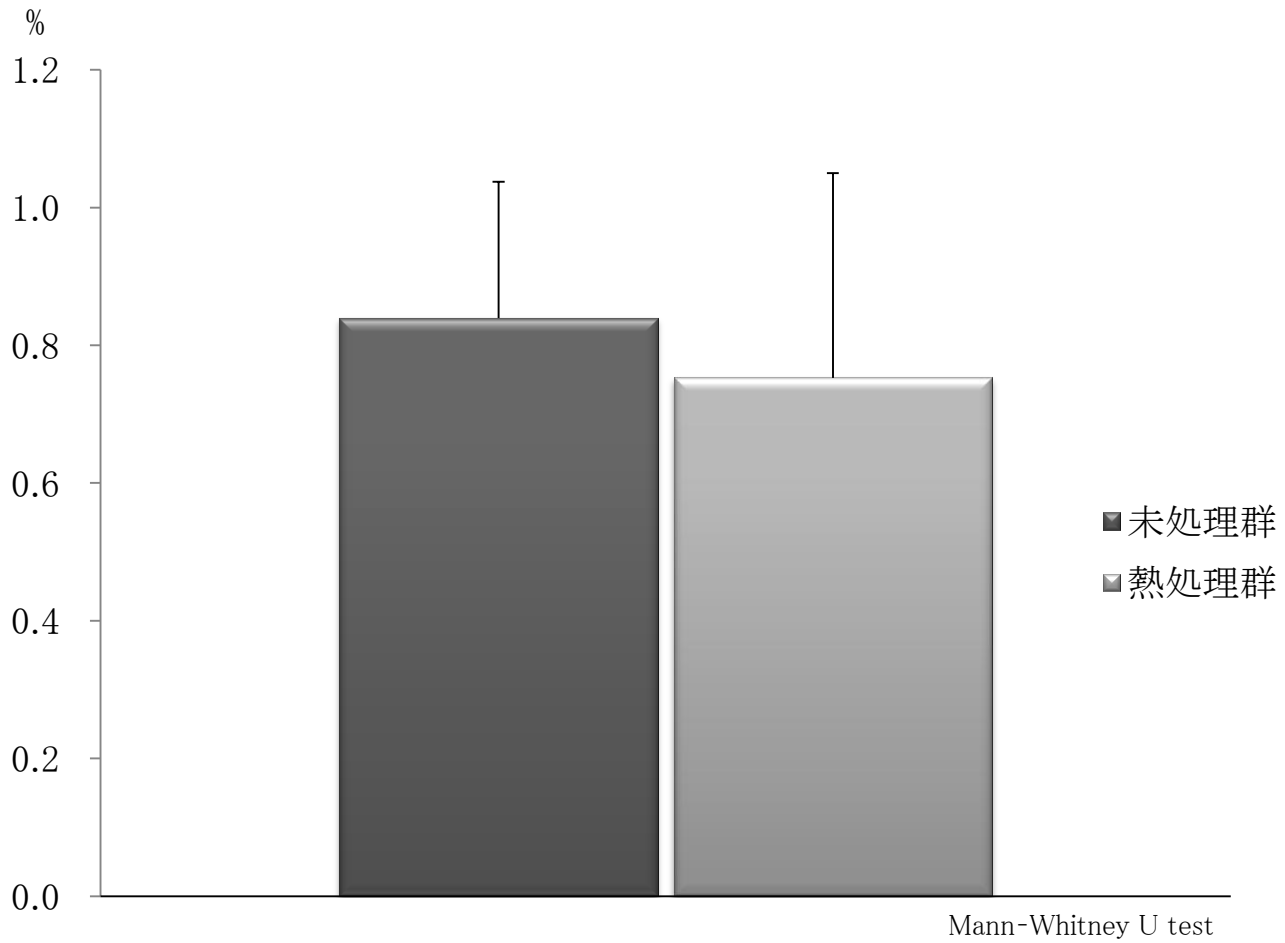


図18 : MI-Tiの気孔率の変化

表 1 : 使用材料一覧

- 
- 図 1 : 試験片の切断および再固定に使用した固定用治具
- 図 2 : 溶接に使用したレーザー溶接機ヘラパルス
- 図 3 : レーザー光の照射イメージ
- 図 4 : 金属曲げ疲労試験機 (a: 疲労試験に使用した金属曲げ疲労試験器  
b: レーザー溶接を行った試験片と試験機との位置関係)
- 図 5 : 硬さ試験の測定対象部位
- 図 6 : レーザー溶接により変化した金属組織の領域分け  
(a: 母材領域 b: 加熱領域 c: 溶融領域)
- 図 7 : 黒色ピクセル数と、全ピクセル数の算出方法
- 図 8 : 各材料の疲労破壊繰返し数
- 図 9 : 各材料の疲労破壊領域の頻度
- 図 10 : CaTi の熱処理による各領域ごとの硬さの変化
- 図 11 : CaTi の各領域ごとの硬さ
- 図 12 : PrTi の熱処理による各領域ごとの硬さの変化
- 図 13 : PrTi の各領域ごとの硬さ
- 図 14 : MiTi 法の熱処理による各領域ごとの硬さの変化
- 図 15 : MiTi 法の各領域ごとの硬さ
- 図 16 : 溶接部位付近の金属組織の様相  
(a: CaTi の未処理, b: CaTi の熱処理, c: PrTi の未処理,  
d: PrTi の熱処理, e: MiTi の未処理, f: MiTi の熱処理)
- 図 17 : MIM 法の破折カ所の様相 (MIM 法試験片の破折線は気孔を縫う  
ように破折していた)
- 図 18 : 気孔率の変化