原著論文

硬質熱可塑性レジンの圧接に関する研究

第1報

—シート表面の適正温度について—

町 博之^a 前田 芳信^b

A Study on the Pressing of Thermoplastic Hard Resin for Oral Appliance

Part 1

Appropriate Temperature on the Surface of the Sheet

Hiroyuki Machi^a and Yoshinobu Maeda, DDS, PhD^b

抄 録

目的：吸引型成形器による硬質熱可塑性レジン（PET製シート材）の圧接において、適正な軟化温度を検討することを目的とした。

方法：義歯床用金型から得られた石膏模型に、120～160℃（10℃間隔）で硬質熱可塑性レジン（PET）を軟化圧接したときの適合状態を比較した。まず硬質熱可塑性レジン（PET）を示差走査熱量計で熱分析しガラス転移温度を調べた。この結果を参考にして静的荷重試験を行い軟化温度範囲を得た。また適合状態の算出は、フラットヘッドスキャナで模型を読み込み、コンピュータにより画像を重ね合わせたときの間隙を測定し、その平均値を比較検討した。

結果：軟化温度が高くなるに従って外側部では中央部、辺縁部ともに間隙は減少し、内側部の中央部では増加、辺縁部では差が認められなかった。また、辺縁部と中央部の比較では、外側部では差がなかったが、内側で辺縁部の間隙は大きかった。

結論：硬質熱可塑性レジン（PET）の圧接時の適正温度が130～150℃であると結論づけたが、軟化圧接温度以外にもシートの延伸挙動が適合に大きく関与している。

和文キーワード

オーラルアプライアンス、サーモフォーミングテクニック、PET、硬質熱可塑性レジン、シート成形

I. 緒 言

オーラルアプライアンスはマウスガードをはじめとし、3DSトレイ、矯正用装置、ブリーチングトレイ、スプリント、ナイトガード等多岐にわたっている。その製作方法として模型上でワックスアップした後、埋没、重合する方法（重合法）と、シート材を軟化圧接する方法（サーモフォーミングテクニック）とに大別できる。

サーモフォーミングテクニックでは重合法と比較して、作業が簡便であり、作業時間の短縮やコストパフォーマンスに優れている¹⁾ため、臨床的に非常に有効であると考えられる。また前田ら²⁾は、現代の歯科医学の流れをみると、予防的歯科処置の推進、ミニマルインターベーションが大きな部分を占めるようになり、ライフサイクルから考えた場合、各年代で多様なオーラルアプライアンスが利用できるようになると述べている。このことから今後サーモフォーミングテクニックを応用したオーラ

^a 大阪大学歯学部附属歯科技工士学校

^b 大阪大学大学院歯学研究科学顎口腔機能再建学講座

^a Osaka University Dental Technology Institute

^b Department of Prosthodontics and Oral Rehabilitation, Osaka University Graduate School of Dentistry

受付：2010年3月15日／受理：2010年5月12日

Received on March 15, 2010/Accepted on May 12, 2010

ルアプライアンスの需要が増加するものと考えられる。サーモフォーミングテクニックで使用する材料は熱可塑性レジンであるが、材質には硬質と軟質のものとがあり成形時の諸条件は異なると考えられる。軟質であるエチル酢酸ビニル樹脂 (EVA) 製のシートはマウスガードに應用されている材料であり、成形方法に関してこれまで多くの報告³⁻⁵⁾がある。一方硬質のものでは、ナイトガードの製作方法としてシート成形器による術式が、重合法と比較して作業が簡便であり、作業時間の短縮やコストパフォーマンスに優れていると紹介¹⁾されているものの、成形時の諸条件に関して詳細な報告はない。ナイトガードは睡眠時のブラキシズムが原因となる歯の咬耗や動揺を予防することを目的としており、特にインプラント患者では睡眠時の異常習癖から保護するのに有効である⁶⁻⁸⁾ことから、インプラント治療が欠損補綴の選択肢の一つとなっている現在、サーモフォーミングを応用したナイトガード製作は今後増加するものと考えられる。硬質の素材としては、アクリックレジンと接着が可能であるポリエーテル・テレフタレート (以下 PET とする) 製のシートが各メーカーより市販されている。しかし先にも述べたように、その成形時の条件が確立されておらず適合性についての検討は十分なされていないため、現状は術者の経験則に基づいた方法で製作されていることは否めない。良好な適合を得るためにはさまざまな要因を考慮しなければならないと考えるが、今回は PET 製シート材の作業用模型に圧接する時の温度に着目し、シート軟化圧接時の温度が石膏模型への適合性に大きく影響すると考え、以下の実験を試みた。

II. 方 法

1. 静的荷重による成形性の検討

1) 静的荷重試験

厚さ 1.5 mm のスクウェアタイプの PET 製シート材 (Erkodur, ERKODENT, プファルツグラーフエンヴァイラー, ドイツ, 以下シート) を 20×20 mm にカットし、これを試験片として設定温度ごとに 35 個準備した。吸引型成形器 (Pro-formTM, T&S Dental and Plastics, ペンシルベニア, アメリカ) のシートホルダー上部に耐熱板を設置し、その上に試験片を置いた。試験片は吸引型成形器のヒーター部にて加熱し、試験片の表面温度はデジタル温度計 (ST-689, SENTRY, 台北, 台湾) の熱電対を加熱される試験片の表面に接触させ温度を管理した。試験片の表面が設定温度 (80 ~ 200°C, 20°C 間隔) に達したのと同時に試作の荷重計 (圧子の直径: 6.0 mm)⁹⁾ の試料設置ステージに移動させ、た

だちに静的荷重 (400 gf) を加え圧接した。その後、試験片の温度が 50°C になった時点で荷重を解除し、室温 (24°C) にて 24 時間放冷した。

2) 成形性の評価方法

静的荷重試験が終了した試験片は、Yamada らの方法に従い⁹⁾ 目視により以下の条件で成形性を評価し、軟化圧接試験における設定温度を決定した。

- (1) 変性 (変色・溶解) のあるものは除外した。
- (2) 荷重計圧子部のエッジが試験片に再現されているか否かを判断し、一部でも再現が認められれば成形可能温度とした。

2. 軟化圧接による形状の再現性

1) 圧接用模型

圧接用模型を図 1 に示す。口蓋部を想定した義歯床用金型から、側面のテーパ角度を 7° に調整したものを本実験の原型とした。これをシリコーン (デュプリコーン, 松風, 東京, 日本) にて 5 個印象採得し、手練和した硬質石膏 (ニュープラストーン LE, ジーシー, 東京, 日本) を注入¹⁰⁾ し、得られた石膏模型の高さが 20 mm となるよう基底面を平坦にトリミングしたものを圧接用模型 (以下 W-Model) とした。圧接時のシートの設定温度 (120 ~ 180°C, 10°C 間隔) に対応する W-Model は各 5 個とし、合計 35 個の W-Model を準備した。

2) シートの圧接

基底面調整後 24 時間放置した W-Model に、レジン分離材 (アクロセップ, ジーシー, 東京, 日本) を可及的に薄く塗布¹¹⁾ し、乾燥したものを吸引型成形器のステージ中央部に設置した。シートはその片側にあるスパーサーフィルムを取り除きシートホルダーに固定した。デジタル温度計の熱伝対をシートに接触させ表面温度を管理しながらシートを加熱軟化させた後、シート表面が設定温度に達したらすぐに W-Model に合致させ吸引による圧接を行った。その後シート表面温度が 50°C に達したところで吸引を停止し、圧接された W-Model を吸引型成形器より取り外し室温 (24°C) 中で 24 時間放冷した。その後 W-Model からシートを注意深く撤去し、その内面に超硬質石膏 (ニューフジロック IMP, ジーシー, 東京, 日本) を注入し得られた石膏模型を計測用模型 (以下 M-Model) とした。

3) 模型の読取および測定

W-Model および M-Model の測定面がそれぞれ上面と垂直となるように、矯正用二連トリマー (Dual Wheel Model Trimmer, WEHMER, イリノイ, アメリカ) を用いてトリミングし、耐水ペーパーで #1000

図1 A model for the pressure forming
圧接用模型

の面に整えた。W-Model および M-Model が乾燥した後、フラットベッドスキャナ (GT-F520, エプソン, 長野, 日本) にてその断面をそれぞれスキャンし、TIFF 形式で保存したものを画像処理ソフトウェア (Photoshop[®] 5.0LE, Adobe Systems, カリフォルニア, アメリカ) で基準線をディスプレイの水平方向に対して平行となるように処理した。続いて M-Model 画像の上に W-Model の画像を重ね合わせ、隅角部に生じた間隙の辺縁部 (A, B, C, D) と中央部 (E, F, G, H) を測定ポイント (図2) とし、図3に示したように画像解析ソフトウェア (ImageJ 1.42q, NIH [National Institutes of Health], メリーランド, アメリカ) を用いて模型隅角部から基準線に対し 45° の線と接した長さを測定¹²⁾ し、その平均値を比較検討した。圧接時のシート表面温度による差についての統計分析は、5 群間で差があるのか ANOVA (有意水準 5%) で検定した。その結果、有意な差が認められた群については、Scheffe's F (有意水準 5%) による多重比較検定を行った。また辺縁部と中央部の差については、Welch's t-test (有意水準 5%) を行った。

III. 結 果

1. 静的荷重による成形性

200°C では焦げたような変色が見られ、180°C 以上では沸騰による気泡が存在した。また、120°C 以下では荷重計の圧子の形状が試験片に再現されていなかったが、140°C では 2 片、160°C で 4 片、180°C では 5 片で圧子の形状を確認した。

図2 Superimposition of scanned images
スキャンされた画像の重ね合せ

図3 The image analysis by ImageJ
ImageJ による画像解析

2. 軟化圧接による形状の再現性

シート表面温度による部位別の間隙量についての結果を図4, 5に示す。ANOVAで検定した結果、C-D, E-B, E-Cで有意な差が認められた ($P < 0.05$) ので、それぞれ多重比較すると、C-Dの 120°C (0.08 ± 0.01 mm) と 140°C (0.05 ± 0.02 mm), E-Bの 120°C (0.11 ± 0.03 mm) と 160°C (0.18 ± 0.02 mm), E-Cの 140°C (0.11 ± 0.04 mm) と 160°C (0.17 ± 0.02 mm) 間で有意な差が認められた。

次に、シート表面温度における辺縁部と中央部の t-test の結果を表1に示す。C-A と E-A 間では 120°C 以外有意差が認められなかった。C-D と E-D 間では温度による有意差は認められなかった。C-B と E-B 間では、130°C, 150°C, 160°C で有意差が認められた。C-C と E-C では、140°C 以外の温度で有意差が認められた。

図4 The amount of gap between M-Model and W-Model in the edge (Scheffe's F, *: $p < 0.05$)
 辺縁部における M-Model と W-Model の間隙量 (Scheffe's F, *: $p < 0.05$)

図5 The amount of gap between M-Model and W-Model in the center (Scheffe's F, *: $p < 0.05$)
 中央部における M-Model と W-Model の間隙量 (Scheffe's F, *: $p < 0.05$)

表1 The result of Welch's t-test ($p < 0.05$) test
 between outside and inside
 中央部と辺縁部間の Welch's t 検定結果 ($p < 0.05$)

	120°C	130°C	140°C	150°C	160°C
C-A : E-A	*	ns	ns	ns	ns
C-D : E-D	ns	ns	ns	ns	ns
	120°C	130°C	140°C	150°C	160°C
C-B : E-B	ns	*	ns	*	*
C-C : E-C	*	*	ns	*	*

IV. 考 察

1. シートの加熱温度

ガラス転移温度は高分子材料の非晶部分が流動性をもって軟化する温度であり、この温度を境にシートの成形が可能である。つまり、シート表面がガラス転移温度に達していなければ成形が不可能であるため、本実験で使用するシートのガラス転移温度を調べ、適合試験での測定範囲を決定する必要があった。そこで示差走査熱量計 (DSC-60, 島津製作所, 京都, 日本) にて熱分析 (5.00 °C/min, 400°C, サンプル 1.0 sec) を行った結果、ガラス転移温度が 80.95°C を示した (図 6)。そこでシ

ートの軟化温度の下限を 80°C と設定し、200°C までにおける 20°C 間隔の 7 段階の温度について、シートに静的荷重を加え圧子の再現性の有無を調べた。その結果、再現されていれば圧接による成形が可能な温度と判断し、軟化圧接による適合試験での測定温度範囲を決定した。

2. 適合試験の模型の原型

口蓋部を想定した義歯床用金型をシリコーン (デュブリコーン, 松風, 京都, 日本) にて印象採得し, 超硬質石膏 (ニューフジロック, ジーシー, 東京, 日本) にて石膏模型 (以下 M-Model) に置換した。PET の抜き勾配は 7° 以上¹³⁾ であることから, M-Model をミリングマシン (EM Parallelometer, ロイヤル歯研, 大阪, 日本) に装着し, コーヌス用カーバイドバーにて軸面を 7° の角度に加工したものを圧接用模型の原型とした。

3. 適合試験の計測方法

1) 計測部位

シートが模型に圧接されるプロセスを図 7 に示した。シートを加熱軟化するとその自重によってホルダー内のシートは延伸挙動を示す (図 7b)。このとき, 加熱温度が高いほど延伸挙動は大きく, また設定温度に達するま

図 6 DSC (differential scanning calorimetry) curve
DSC (示差走査熱量測定) 曲線

図 7 Schematic diagram of the sheet forming
シート成形の概要

での時間が長いと延伸挙動は大きくなる。圧接が開始されると凸部にシートが接触した後、シートと模型に挟まれた空気が石膏を介して排気されながら模型に圧接される (図 7c)。最後に圧接される部分は模型の凹部であるため、シートの軟化圧接温度を変えた時の模型凹部とシート間の不適合部分の間隙距離を測定 (図 3) することで適合状態を比較し、PET 製シート材の適正な軟化圧接温度を検討した。

2) 計測方法

適合状態を調べるため、圧接前の石膏模型と圧接されたシートを非接触型スキャナで読み取り、コンピュータ上で重ね合わせることによってその適合状態を立体的に調べようと考えた。しかし非接触型のスキャナはレーザー光を照射し、その反射光を読み取ることによって形状をデジタル化する構造となっている。そのため透明である PET 製シート材ではレーザー光が透過してしまい、シートの形状を読み取ることができなかった。そこで圧接されたシート材内面に石膏を注入し、その得られた模型お

図 8 The state of the sheet after press
圧接後のシートの状態

よび圧接前の模型の側面観をフラットベッドスキャナで読み取り、コンピュータ上で重ね合わせたときの相違を計測することによりその誤差が不適合な部分と考え、その隙間を計測しようと考えた。そのため、スキャナのガラス板に石膏模型が緻密に接触する必要があるため、ガラス板と接触する石膏面を # 1000 の面に仕上げた。また石膏模型に置換しての測定となるため、石膏の膨張による誤差が生じることが予想された。そのためその誤差を最小限とするため、インプラントや CAD/CAM 用に開発された硬化膨張早期安定型のニューフジロック IMP¹⁴⁾ を採用した。これは ISO タイプ IV の石膏で線硬化膨張が 0.06% (2 時間後) と低く、また硬化膨張率の経時的変化は 30 時間の経過で安定するため、石膏を注入してから 48 時間経過したものを測定用の模型とした。

4. 軟化圧接による形状の再現性

1) 温度による比較

内側—中央部 (C-B, C-C) においては 120 ~ 160°C では温度による差はなく約 0.1 mm の間隙が認められた。本実験で採用した吸引成形法は一般工業界では真空成形と呼ばれており、成形圧力は 0.1 Mpa 以下であるため成形速度が遅い¹⁵⁾ ことに起因していると思われる。しかし Yonehata ら⁴⁾ は、吸引成形器によるマウスガードの製作で、EVA を軟化圧接した場合 40°C に予備加熱した模型のほうが 20°C の模型より適合が良いとしていることから、シート表面温度以外に模型温度も考慮することで間隙が減少する可能性がある。また EVA の比熱 (0.55 cal/g·°C) に対し、PET の比熱 (0.30 cal/g·°C)¹⁶⁾ が小さいことから、EVA よりも PET の熱伝達は速いという性質を有している。したがって、成形速度が遅い吸引型成形器では、模型の予備加熱によって PET 製シートの成形可能な状態を持続させることが可能とな

り、より良好な適合が期待できると予想されることから、今後検討する必要があると考える。

シート表面温度が高くなると成形可能温度が長期間持続し間隙は小さくなると考えられたが、内側一辺縁部 (E-B, E-C) においてはシート表面温度が高くなるにつれて間隙が大きくなる傾向がみられた。特に E-B の 160°C は 120°C と、E-C の 160°C は 140°C と比べ間隙量が有意に大きくなった。模型に圧接されたシートの状態を図 8 に示したが、内側一辺縁部にウェップが確認された。ウェップとは、型の凸部と平面の隅にシートが十分に引き込まれず水かき状になって固化した部分¹⁷⁾である。シートの軟化時を観察するとシートが下へ垂下っていく。これはシート表面温度を高くすることで、軟化加熱に要する時間の増加および加熱流動の増加に伴って、シートの延伸挙動が増加するためシート表面積が増大するものとする。一方シートの圧接初期では、シートが成形器のステージに圧接されることにより模型に圧接されるシート範囲は限定される (図 7c)。この時、(シート表面積) > (模型表面積) であれば、成形の後半である内側一辺縁部に余分なシートが模型へ適合しないまま固化すると考えられる。すなわち、シート表面温度が高いものほどシート表面積が大きくなり、160°C では他と比べ有意にその間隙量は大きくなったと思われる。

外側一辺縁部 (E-A, E-D) および外側一中央部 (C-A, C-D) では、シート表面温度が高くなるにつれて間隙が減少する傾向がみられた。図 7c に示したように模型上部と成形器のステージがまず初めに圧接される部分であり、その高径は模型中央部の 2 倍であることから、軟化による延伸挙動でのシート面積の増大よりも圧接される模型の表面積の方が小さく、シートを延伸させながら適合したものと思われ、シート表面温度がその間隙量に対する直接の原因であったと考えられる。特に C-D の 120°C が 140°C に比べ間隙量が有意に大きかったのは、静的荷重試験で、120°C のシートでは圧子の形状が再現できなかったことから、成形するための温度に達していないものと思われる。これらのことから、吸引型成形器での軟化圧接時の適正温度は 130 ~ 150°C であると考えた。

2) 辺縁部と中央部の比較

外側 (A, D) では、120°C 時の C-A と E-A 間以外で有意な差が認められなかったことにより、外側では 120 ~ 160°C 間のシート表面の温度による違いがないと考える。これは軟化圧接される部位の高径が十分高かったことが原因と考えられ、軟化時の延伸挙動によるシート面積の増大よりも圧接される部分の面積が小さく、シートを延伸させながら適合したものと推測する。一方

内側 (B, C) では 140°C で間隙量に有意な差が認められたものの、それ以外では差がなかった。140°C より低温では、内側の凹部に対して十分圧接される温度に達しなかったと思われ、一方 140°C より高温ではウェップの発生が観察されたことにより、軟化圧接される部位の高径が低く、シートの延伸挙動に伴うシート表面積の増加が圧接される部位の面積以上となり、成形の後半である辺縁部に圧接されなかった余剰があったと考える。このことから、吸引型成形器での軟化圧接時の適正温度は 140°C 前後であると考えた。

V. 結 論

本研究結果からは PET 製のシート材について、吸引型成形器での軟化圧接温度を比較検討し、温度による比較では適正温度が 130 ~ 150°C であり、辺縁部と中央部の比較では適正温度が 140°C であることから、その適正温度は 140±10°C の範囲であることが明らかとなった。しかし軟化時におけるシートの延伸挙動を考慮する必要性が示唆された。

本研究の一部は、平成 21 年度日本学術振興会科学研究費補助金 (奨励研究 (21932002)) により行われた。

文 献

- 1) Becker CM, Kaiser DA, Lemm RB. A simplified technique for fabrication of night guards. J Prosthet Dent 1974; 32: 582-589.
- 2) 前田芳信, 松田信介. マウスガードだけじゃない! 成形器利用マニュアル. 東京: クインテッセンス出版; 2006, 2-7.
- 3) 瓦井千穂, 佐藤直子, 松本 勝, 安井利一. 加熱温度によるマウスガード適合性に関する研究. スポーツ歯誌 2002; 5: 25-29.
- 4) Yonehata Y, Maeda Y, Machi H, Ronald L. Sakaguchi RL. The influence of working cast residual moisture and temperature on the fit of vacuum-forming athletic mouth guards. J Prosthet Dent 2003; 89: 23-27.
- 5) 前田芳信, 山田純子. マウスガード用新素材の応用開発: 理想的な構造と材質を求めて. 臨床スポーツ歯学 2003; 20: 1391-1399.
- 6) Kinsel RP, Lin D. Retrospective analysis of porcelain failures of metal ceramic crowns and fixed partial dentures supported by 729 implants in 152 patients: patient-specific and implant-specific predictors of ceramic failure. J Prosthet Dent 2009; 101: 388-394.

- 7) Lobbezoo F, Brouwers JE, Cune MS, Naeije M. Dental implants in patients with bruxing habits. J Oral Rehabil 2006; 33: 52-59.
 - 8) Perel ML. Parafunctional habits, night-guards, and root form implants. Implant Dent 1994; 3: 261-263.
 - 9) Yamada J, Maeda Y. Thermoforming process for fabricating oral appliances: influence of heating and pressure application timing on formability. J Prosthodont 2007; 16: 452-456.
 - 10) 町 博之, 前田芳信, 米畑有里, 林 克哉, 横山菜穂子, 竹内正敏. マウスガード製作のための模型の準備条件. 日歯技工誌 2000; 21: 44-48.
 - 11) 山田純子, 岡本守人, 前田芳信, 堀坂充広, 米畑有理, 町 博之. マウスガード製作課程における作業用模型表面処理の影響. スポーツ歯誌 2002; 5: 37-40.
 - 12) 小島清嗣, 岡本洋一. 画像解析テキスト 改訂第 3 版 NIH Image, Scion Image, ImageJ 実践講座. 東京: 羊土社; 2009, 91-96.
 - 13) 伊神秀生. シート成形—理論と応用設計技法—. 東京: 日刊工業新聞社; 1994, 109.
 - 14) 堀内治彦. 硬化時石こう結晶形状の調整による安定膨張型超硬石こうの有効特性について. 日歯技工講演抄録 2008; 29: 247.
 - 15) 松岡信一. 図解プラスチック成型加工. 東京: コロナ社; 2002, 52.
 - 16) 安田武夫. プラスチック材料の各動特性の試験法と評価結果 11. プラスチックス 2001; 51: 125-130.
 - 17) 伊神秀生. シート成形—理論と応用設計技法—. 東京: 日刊工業新聞社; 1994, 60-61.
-

著者連絡先: 町 博之

〒 565-0871 大阪府吹田市山田丘 1-8

TEL: 06-6879-2285

FAX: 06-6879-2287

E-mail: machi@dent.osaka-u.ac.jp

A Study on the Pressing of Thermoplastic Hard Resin for Oral Appliance Part 1

Appropriate Temperature on the Surface of the Sheet

Hiroyuki Machi^a and Yoshinobu Maeda, DDS, PhD^b

^a Osaka University Dental Technology Institute

^b Department of Prosthodontics and Oral Rehabilitation, Osaka University Graduate School of Dentistry

Ann Jpn Prosthodont Soc 2 : 252-259, 2010

ABSTRACT

Purpose: The most appropriate way to form the thermoplastic hard resin made of the PET for oral appliance (PRT-sheet) has not been established yet. This study aimed to determine the most suitable temperature to form a PET-sheet to obtain optimal fit.

Method: PET-sheet (125×125×1.5 mm) was heated at each 10°C increment between 120°C and 160°C on the plaster model (M-Model) and given pressure immediately thereafter until the sheet temperature became 50°C. The trial temperature depended on the static load examination (load: 400 gf). Plaster was poured into the mold (sheet taken off), and that which hardened was taken out (W-Model). Images of M-Model and W-Model were obtained by flatbed scanner, and superimposed. The distance between the formed PET-sheet and the plaster model was evaluated for the fit using image analytic software.

Results: In the outside-center group (O-C) and outside-edge group (O-E), the gap became shorter with higher softening temperature, whereas in the inside-center group (I-C), the gap became longer. The gap was not different in the inside-edge group (I-E). There was no difference between C-E and O-C. However, the gap in the edge was significantly longer than that in the center ($p < 0.05$).

Conclusion: The most suitable temperature to form PET-sheets for obtaining maximum fit is in the range 130-150°C with consideration of their ductility with heat.

Key words

oral appliance, thermoforming technique, PET, thermoplastic hard resin, sheet forming