放電爆発法にて表面処理を施した各種金属と 接着性レジンの接着強さに関する研究

第1報 放電爆発法による圧印床について

篠原 直幸 秋田 秀義 唐仁原 理
岡村いそ子 自見 忠

Studies on the Adhesive Strength between Adhesive Resins and Each Metal Surface-Treated by Wire Explosion Spray

Part 1. Rolled Denture Base Made by Electrohydraulic Wire Explosion Metal Forming

Naoyuki Shinohara, Hideyoshi Akita, Osamu Tojinbara,
Isoko Okamura and Tadashi Jimi

I. 緒 言

従来より、いわゆる導線放電爆発法を歯科領域に応用したものとして、圧印床への応用^{1,2)}、卑金属への貴金属溶射を利用したの陶材焼き付け冠等への応用³⁾がある。

導線放電爆発法により製作した金属床は、メタル部とレジン部との境界—いわゆる付線—において、「汚れ」がみられるのが欠点であった。そこで、従来の18-8 Stainless Steel 基礎床の成形およびレジン維持部へのNi-Cr wire の溶射、ならびに通法の金属床の製作という一連のシステムのなかで、金属とも接着するといわれる接着性レジンを用いて、その欠点が補正されるかを、基礎床と床用レジンとの接着強さを剪断試験にて測定することにより比較検討した。加えて金属とレジンとの維持力を最大にする表面処理条件を検討した。

II. 試料と方法

1. 試料

Fig. 1 に示すような試験法で、Base Metal と床用レジン

ンとの剪断強さを試験するため、試料の Base Metal は一般に圧印床によく用いられる 18-8 Stainless Steel とし、Base Metal の表面は Table 1 に示す条件で処理した。Table 1 に示すように、線爆溶射は Ni-Cr (Ni 83, Cr 15, Ag 1, etc. 1) に加圧する電圧を変えて行った。

表面処理後、すべての試料のレジン重合は、蒸留水中で超音波洗浄したのち、通常の加熱重合レジン—Bio-

Table 1 Various conditions used

Base Metal : 18-8 Stainless Steel
Sprayed Metal : Ni-Cr wire (Ni 83, Cr 15, Ag 1, etc. 1)
A. METADENT (4-META)
1. 6.7kV Sprayed by Ni-Cr
2. 7.2kV Sprayed by Ni-Cr
3. 7.7kV Sprayed by Ni-Cr
4. 8.2kV Sprayed by Ni-Cr
5. 7.2kV Sprayed by Ni-Cr + Oxidation(EZ-OXISOR)
6. 7.7kV Sprayed by Ni-Cr + Oxidation(EZ-OXISOR)
7. 8.2kV Sprayed by Ni-Cr + Oxidation(EZ-OXISOR)
8. 50 μ Al ₂ O ₃ Sandblasting
9. 50 μ Al ₂ O ₃ Sandblasting + Oxidation(EZ-OXISOR)
10. Emery Paper (# 2000)
B. Bio-Resin (Heat Curing Acrylic Resin)
1. 6.7kV Sprayed by Ni-Cr
2. 7.2kV Sprayed by Ni-Cr
3. 7.7kV Sprayed by Ni-Cr
4. 8.2kV Sprayed by Ni-Cr

鹿児島大学歯学部第1補綴学教室

First Department of Prosthetic Dentistry, Kagoshima
University Dental School

昭和59年6月28日受付

Fig. 1 Schematic representation of instruments for shearing test

Resin (松風陶歯製造株式会社), 4-META レジン—METADENT (サンメディカル株式会社), とともに指示どおりに行った。なおこれらの試料は、表1の種々の表面処理を施す前の試料の条件を一定にするため、Base Metal をすべて emery paper 2000 番まで研磨して作製した。

2. 方法

実験は、Fig. 1 に示すように、試料と金属製ジグを組合せて試料の接着面方向に平行な剪断荷重が加わるように考慮し、上下方向に一定速度で引っ張り、最大剪断強さを測定した。

剪断強さの測定には、万能試験器（インストロン社製インストロン1123型）を使用した。Cross head speed は、0.5 mm/min. とし、剪断強さはおおの5回の測定値の平均値で示した。試験に供した試料はすべて重合完了後、24時間経過したものである。

III. 実験結果ならびに考察

Fig. 2 は通常の加熱重合レジン—Bio-Resin について、各条件での最大剪断強さの平均値と標準偏差を示したものである。

6.7 kV : 79.5 ± 7.3 kg/cm², 7.2 kV : 71.8 ± 13.6 kg/cm²,

7.7 kV : 108.6 ± 15.1 kg/cm², 8.2 kV : 161.7 ± 19.8 kg/cm²

さて、第2報にて明らかにするが、放電爆発法を用いると、溶射した粒子の大きさは、加圧電圧の増加に伴い減少し、Ni-Cr wire explosion の場合、6.7 kV では完全な粒子とはなり得ず、7.2 kV 以上の加圧電圧の場合に粒子となる。その溶射粒子は、7.2 kV : 約 8-20 μ , 7.7 kV : 約 5-8 μ , 8.2 kV : 約 3-5 μ 程度の大きさのものが多く観察された。

以上のことより通常の加熱重合レジンを用いた場合、

Fig. 2 Ultimate shear strength for various conditions used (Bio-Resin)

3-8 μ 程度の Ni-Cr wire の溶射粒子が高い最大剪断接着強さを示し、特に 3-5 μ 程度の溶射粒子が最も高い値を示した。

図3は接着性床用レジン—METADENT について、最大剪断接着強さの平均値、標準偏差を示したものである。図3により、Ni-Cr wire explosion のみを行った試料では、6.7 kV : 231.2 ± 24.8 kg/cm², 7.2 kV : 243.2 ± 34.41 kg/cm², 7.7 kV : 261.9 ± 42.5 kg/cm², 8.2 kV : 204.2 ± 19.2 kg/cm², の値を示した。また、50 μ Al₂O₃ Sandblasting 後、EZ-OXISOR による酸化処理を行った試料では、7.2 kV : 228.3 ± 38.5 kg/cm², 7.7 kV : 188.5 ± 25.5 kg/cm², 8.2 kV : 191.5 ± 37.2 kg/cm², と 50 μ Al₂O₃ Sandblasting のみに比べ少し低い値となった。この原因としては、放電爆発法により1回形成された Ni-Cr 溶射粒子表面の酸化膜を再び EZ-OXISOR にて酸化することによる酸化膜の過形成が考えられる。

また、50 μ Al₂O₃ Sandblasting, 50 μ Al₂O₃ Sandblasting + EZ-OXISOR による酸化処理の試料では、おのおの 184.9 ± 42.9 kg/cm², 263.1 ± 37.3 kg/cm², の値を示し、酸化処理による値の増加をみた。

なお、対照とした emery paper 2000 番で研磨した条件では、 114 ± 21.9 kg/cm² の値を示した。通常、emery paper だけでは金属表面に Beilby 層といわれる微結晶層の存在がいわれる^{4,5)}ので、接着強さを増すためには、金属表面の陥凹部の存在が重要であることが示唆された。

以上のことをまとめると、まず、Ni-Cr wire explosion

Fig. 3 Ultimate shear strength for various conditions used (METADENT)

による表面処理を行った試料において、METADENTは、すべて Bio-Resin より高い最大剪断接着強さを示し、また Ni-Cr wire explosion を行う際の Ni-Cr 溶射粒子の大きさの影響については、METADENT では、約 $8\sim 20\mu$ ($7.2\sim 7.7\text{ kV spray}$) 程度の溶射粒子が高い値を示した。さらには、溶射層への重ねての酸化処理は、値が低下することも示された。床用にレジンをを用いる際、Adhesion Bridge & Splint と違い、溶射層はすべて非粘膜面に形成され、レジんに埋入されるため、溶射層の厚みは問題にはならないが、Ni-Cr wire への加圧電圧が 7.2 kV 以上にならないと、溶射粒子がある程度一定にならないという研究結果がある。そのことと上記のまとめより、METADENT に対する Ni-Cr wire explosion の最も強い接着強さを持つ条件は、 $7.2\sim 7.7\text{ kV spray}$ 、換言すれば $8\sim 20\mu$ 程度の Ni-Cr wire の溶射粒子の生成が、最も良い条件と推定できる。

つぎに、 $50\mu\text{ Al}_2\text{O}_3$ Sandblasting, $50\mu\text{ Al}_2\text{O}_3$ Sandblasting+Oxidation との比較だが、 $50\mu\text{ Al}_2\text{O}_3$ Sandblasting+Oxidation が、 $7.7\text{ kV Ni-Cr wire explosion}$ とほぼ同様の高い値を示し有意差もなかった。しかし、導線放電爆発を用いた圧印床の一連のシステムのみで、従来の 18-8 Stainless Steel 基礎床の成形およびレジンを維持部への Ni-Cr wire の溶射という過程が、有用であることが示唆された。

IV. 結 論

以上の実験結果ならびに考察をまとめるとつぎのように結論づけられる。

1. 18-8 Stainless Steel の表面に導線放電爆発法により Ni-Cr wire を溶射するという表面処理を行った場合、接着性床用レジン—METADENT が、通常の加熱重合レジン—Bio-Resin より、レジンと金属との最大剪断接着強さがすべて大きかった。
2. 導線放電爆発法を用いた義歯床製作の過程において、18-8 Stainless Steel 基礎床のレジン維持部への Ni-Cr 溶射という製作過程では、 $3\sim 8\mu$ 程度の Ni-Cr wire explosion を行ったとき、通常の加熱重合レジン—Bio-Resin と基礎床との最大剪断接着強さが最も大きかった。
3. 導線放電爆発法を用いた義歯床製作の過程において、18-8 Stainless Steel 基礎床のレジン維持部への Ni-Cr 溶射という製作過程では、 $8\sim 20\mu$ 程度の Ni-Cr wire explosion を行ったとき、接着性床用レジン—METADENT と基礎床との最大剪断強さが最も大きくなった。
4. Ni-Cr 溶射層への酸化処理により、接着性床用レジンと基礎床の最大剪断接着強さは減少した。
5. Alumina 50μ Sandblasting の試料については、酸化処理により最大剪断接着強さが増加した。

最後に、上記の結論はあくまで重合終了後 24 時間経過の時点でのものであり、経時的な影響は今後比較検討

する予定である。

本論文の要旨は、第70回日本補綴歯科学会学術大会（昭和58年10月16日、千葉）において報告された。

Summary

The rolled denture bases have possessed many advantages compared with cast bases. However, when these are prepared, the adhesion to acrylic resin will be attended with much difficulty.

So, the authors discussed a technique for increase of adhesive strength of metal plates to acrylic resins.

The technique, discussed in this investigation, were various surface-treatments of the rolled denture bases by the electrohydraulic wire explosion. The rolled denture bases was 18-8 stainless steel, and electrohydraulic wire explosion metal was Ni-Cr alloy (Ni 83, Cr 15, Ag 1, etc. 1). The adhesive strength in this report, which measured using Instron testing machine, was the shear strength of Plate Resins (Bio-Resin and Metadent) to

rolled denture basas.

As a result, the best technique of various surface treatments by electrohydraulic wire explosion, as regards of adhesive strength, was 3~7 μ Ni-Cr alloy particles spray for Bio-Resin, and 7~20 Ni-Cr alloy particles spray for Metadent.

文 献

- 1) 黒岩整治：放電成形法による金属床の製作に関する研究，九州歯会誌，28（1）：55~77，1974.
- 2) 平安亮造，自見 忠，他：導線放電爆発エネルギーによる金属床，歯界展望，43：727，1974.
- 3) 妻島行高：線爆溶射法を応用した陶材焼付金属冠に関する研究，補綴誌，23：613~628，1979.
- 4) Shinner, E.W. and Philips, R.W.: The science of dental materials, 619, W. B. Saunders Co., Philadelphia, 1967.
- 5) Anderson, J.N.: Applied Dental Materials, 49~50, Blackwell Scientific Pub., London, 1976.