原著論文

IPS Empress®用鋳型埋没材の硬化・熱膨張および表面性状

杉沢 肇 中本 宏 長光 靖夫 佐藤 友彦
五十嵐孝義 掛谷 昌宏* 西山 實*

Setting-Thermal Expansion and Surface Texture of the Special Investment Material for IPS Empress®

Hajime Sugisawa, Hiroshi Nakamoto, Yasuo Nagamitsu, Tomohiko Sato,
Takayoshi Igarashi, Masahiro Kaketani* and Minoru Nishiyama*

Abstract: IPS Empress® is a system for producing all-ceramic dental restorations by a heat-press molding method.

The dimension and the inside surface texture of the mold due to special phosphate bonded investments directly influence the fit of restorations. Therefore, the L/P ratio and the dilution ratio of the special liquid containing colloidal silica are indicated for each type of restoration. The purposes of this study were to measure the setting and thermal expansion of two types of investment mixed according to indicated conditions and to observe the surface texture of the mold of investment by scanning electron microscopy, because the irregularities of ceramic surface are occasionally found after molding.

Results: 1. The setting and the thermal expansion of investment for the staining technique had a tendency to become bigger in proportion to the increase of the special liquid. 2. The total value of setting and thermal expansion of the investment for the staining technique was within the range of 1.36-1.53%, and the thermal expansion was 80% of the total value. While the value of the investment for the layering technique was 1.96%, and there was no significant difference between the two values of setting and thermal expansion. 3. There was no significant difference between the two preheating methods. 4. The irregularities existing on the ceramic surface after pressing was due to the porous surface of the investment mold.

Key words: IPS Empress®, phosphate bonded investment, setting expansion, thermal expansion

I. 緒 言

オールセラミックスによる歯冠修復が審美的歯冠修復の選択肢の1つとして受け入れられるようになり、現在では多くのシステムが臨床応用されている。

近年開発されたIPS Empress®^{1~4)} (Ivoclar AG, 以下, エンプレスと略す) もこれらのシステムの1つである。このシステムの最大の特徴は、予め焼結されているセラミックインゴットを加熱、軟化し、ロストワックスされた鋳型に加圧、注入することで、クラウン、インレー、アンレー、ラミネートベニアなどのセラミック修復物が容易に成形できることにある。その後、成形されたセラミック体はステイニングテクニックあるいはレイヤリングテクニックで修復物として仕上げられる⁵⁾。

このエンプレスによる修復物が、どの程度の適合性を有するものであるかは、その予後を左右するきわめて重要な評価因子の1つである。ロストワックス法で修復物が成形

日本大学歯学部歯科補綴学教室クラウンブリッジ学講座 (主任: 五十嵐孝義教授)

*日本大学歯学部歯科理工学講座 (主任: 西山 實教授)
Department of Crown and Bridge Prosthodontics, Nihon University School of Dentistry (Chief: Prof. Takayoshi Igarashi)

*Department of Dental Materials, Nihon University School of Dentistry (Chief: Prof. Minoru Nishiyama)

平成8年11月30日受付

図 1 Surface texture of Empress after press heating by SEM (×35)

加圧成形後のエンプレス表面性状の SEM 像 (×35)

図 2 Surface texture of Empress after press heating by SEM (×100)

加圧成形後のエンプレス表面性状の SEM 像 (×100)

表 1 Material used, L/P ratio and dilution ratio of the special investment special liquid to indicated for each type of restorations
使用材料および修復物のタイプ別の専用埋没材、専用液の L/P 比と希釈率

Type of restorations	MO, OD Inlays	MOD Inlays	Crowns, Vaneers	Crowns (anterior)
Type of technique	Staining technique	Staining technique	Staining technique	Layering technique
Type of investment (Manufacturer) Lot #	IPS Empress Special Investment Material for the Staining Technique (Ivoclar AG) 660276	IPS Empress Special Investment Material for the Staining Technique (Ivoclar AG) 660276	IPS Empress Special Investment Material for the Staining Technique (Ivoclar AG) 660276	IPS Empress Special Investment Material for the Staining Technique (Ivoclar AG) 660235
L/P ratio	0.21	0.21	0.21	0.25
Dilution ratio for IPS Empress Special Investment Liquid (%) (Manufacturer : Ivoclar AG) Lot # : 660240	50	60	70	80
Code	ST-50	ST-60	ST-70	LY-80

されるこの方法では、そこに使用される埋没材の膨張特性および鑄型内の表面性状は、直接的に修復物の適合状況を左右する重要因子であると考えられる。

エンプレスシステムに使用される埋没材は、ステイニングインゴット専用のものと、レイヤリングインゴット専用のものとに分けられ、コロイダルシリカを含む専用液も修復物の種類により、その希釈率、混液比がメーカーにより指定⁶⁾されている。しかし、指定時の埋没材の硬化および熱膨張の総和がどれほどであるのか詳細な報告はない。

一方、著者らの経験では図 1 および 2 に示したように、加圧成形されたセラミック体表面には微小突起が無数に存在し、適合を阻害している場合が多い。

本研究は、予測通りの適合性を示す修復物を製作できるようにすることを目的として、専用埋没材の種類と専用液の希釈率が埋没材の硬化および熱膨張に及ぼす影響を、さらにメーカーから指示されているマッフルのプレヒート法⁹⁾の相違等を明らかにするとともに、成形後のセラミック体表面に存在する微小突起の原因究明のために、埋

没鑄型内の表面性状を観察したものである。

II. 材料および方法

1. 埋没材および専用液

本研究に使用したエンプレス用埋没材は、ステイニングテクニック用埋没材 (Ivoclar AG, 以下, ST と略す) とレイヤリングテクニック用埋没材 (Ivoclar AG, 以下, LY と略す) とである。混液比は ST の場合には 0.21, LY では 0.25 に指定⁶⁾され、埋没用液はエンプレス埋没用液 (Ivoclar AG, 以下専用液と略す) をメーカーの指定⁶⁾する蒸留水との希釈率で使用した。すなわち, ST を用いる MO あるいは OD インレーで 50%, MOD インレーで 60%, クラウンおよびラミネートベニアで 70% であり, 前歯クラウンに使用される LY では 80% とそれぞれ指定されているので, これらの条件をそれぞれ ST-50, ST-60, ST-70, LY-80 とし, この指定された条件における埋没材の硬化および熱膨張率を計測することとした (表 1)。

表 2 Heating schedule
昇温スケジュール

Preheating schedule			
A	R.T. (25°C)	→ (5°C/min, 30 min hold)	250°C → (5°C/min, 90 min hold) → 850°C
B	R.T. (25°C)	→	850°C (3°C/min, 90 min hold)
Press-heating schedule			
For Staining technique	850°C	→	1,075°C (60°C/min, 40 min hold)
For Layering technique	850°C	→	1,180°C (60°C/min, 40 min hold)

2. 硬化膨張率測定

埋没材の硬化膨張の測定には硬化膨張測定器（東京技研社）を使用し、JIS T 6601⁷⁾ に準じて測定した。すなわち、ST-50, 60, 70 および LY-80 の各条件において、60 秒間真空練和後、埋没材泥を直ちに硬化膨張測定器に注入し、練和開始 6 分後から測定を開始し、60 分後、120 分後の硬化膨張率を求めた。

3. 熱膨張率測定

熱膨張率の測定には熱機械分析装置、TMA 高温形（理學社）を使用した。硬化膨張率の測定と同様に、ST-50, 60, 70 および LY-80 の各条件で練和した埋没材泥を直径 5 mm、高さ 20 mm に製作したシリコンラバーの鑄型に注入して試料を製作した。硬化後に試料を取り出し、練和開始 24 時間後に測定を開始した。

昇温スケジュールは、エンプレス修復物の製法⁵⁾に準じ、リングファーンネスにおける予備加熱をプレヒーティング、エンプレス専用電気炉における加圧成形過程の加熱をプレスヒーティングとして設定した。プレヒーティングは 2 通りが指示⁵⁾され、一方は 25°C から 250°C までは毎分 5°C の昇温率で加熱し、30 分係留、さらに 850°C まで毎分 5°C の昇温率で加熱し、90 分係留するもの（以下、A 法とする）で、また、他方は 25°C から 850°C まで毎分 3°C の昇温率で加熱し、90 分係留する方法（以下、B 法とする）である。

プレスヒーティングは ST と LY とでは異なる。すなわち、ST では 1,075°C まで毎分 60°C の昇温率で加熱し、20 分係留する。LY では 1,180°C まで毎分 60°C の昇温率で加熱し、20 分係留するものである（表 2）。

本研究ではプレヒーティングとプレスヒーティングを一連の流れとして加熱し、計測した。また、研究の過程でプレヒーティングの A 法と B 法には差がないことが判明したので、ST-70 を除くその他の条件はすべて消費時間の短い A 法を採用することとした。

硬化および熱膨張率の測定実験はすべて室温 23±1°C、相対湿度 50±5% の環境下で行った。試料はいずれも 5 個

とし、平均値と標準偏差を求め、t-検定を行った。

4. 鑄型内面の観察

キャストリングワックス（BEGO 社）を 10×10×1 mm に調整し、直径 3 mm のスブルーワックスにてマッフルベース⁵⁾に植立したものを、ST-70 と LY-80 の 2 条件でそれぞれ埋没した。

ワックスパターン埋没後の鑄型内表面の観察のために、埋没材硬化後にワックスを 150°C の炉内で流蠟した。その後、鑄型が露出するまで埋没体底面を削除し、その内壁を損傷しないように採得した。また、加熱後の鑄型内表面を観察するためには、A 法のプレヒーティングを行った後、プレスヒーティングはセラミックインゴットを注入せず空の状態 ST, LY それぞれの加熱スケジュールを行った。

加熱スケジュール完了後は埋没体を室温まで放冷し、鑄型内面壁を損傷することなしに注意深く採得した。

これらの試料表面をゴールドイオンスパッタリングし、走査型電子顕微鏡 JSM T 100（日本電子社、以下、SEM と略す）を用い、加速電圧 20 kV で観察した。

III. 結 果

1. 硬化および熱膨張率

各試料の硬化および熱膨張率の平均値と標準偏差、ならびに硬化膨張率と熱膨張率を加算した総膨張率を表 3 に、ST 各試料間の硬化膨張率における t-検定結果を表 4 に、熱膨張率における t-検定結果を表 5 に示した。また、A 法のプレヒーティングを行った ST-70 および LY-80 の典型的な熱膨張曲線を図 3 に示した。

120 分後の硬化膨張率は、ST-50 は 0.14%、ST-60 は 0.15%、ST-70 は 0.18% であり、ST-50 は他の 2 者と比べ、1% 危険率で有意に小さい値であった。一方、LY-80 の硬化膨張率は 0.95% で、ST の約 6 倍の値を示した。

ST の圧入時 (1,075°C) の熱膨張率は、ST-50 は 1.22%、ST-60 は 1.32%、ST-70 は 1.34% であり、ま

表 3 Total expansion of the investment by added both results of setting and thermal expansion
埋没材の硬化、熱膨張率と両者を加算した総膨張率

		ST-50	ST-60	ST-70	LY-80
Setting expansion	60 min	0.04 (0.003)	0.07 (0.006)	0.07 (0.005)	0.46 (0.007)
	120 min	0.14 (0.016)	0.15 (0.019)	0.18 (0.031)	0.95 (0.034)
Thermal expansion	A	1.22 (0.082)	1.32 (0.038)	1.34 (0.047)	1.01 (0.019)
	B			1.35 (0.048)	
Total expansion		1.36	1.47	1.52	1.96

n=5, unit: %, (): S.D.
注: 略号は表 1 参照

表 4 Results of t-test for the difference in setting expansion of the investment among each ST
ST 間における硬化膨張率の t-検定結果

60 min			
	ST-50	ST-60	ST-70
ST-70	**	—	
ST-60	**		
ST-50			
120 min			
	ST-50	ST-60	ST-70
ST-70	*	—	
ST-60	—		
ST-50			

*: $p < 0.05$, **: $p < 0.01$
—: Not Significant
注: 略号は表 1 参照

た, ST-70 の B 法における値は 1.35% であった。ST-50 は他の 2 者に比較し, 5% 危険率で有意に小さい値を示し, ST-70 の A 法, B 法間に有意差は認められなかった。一方, LY-80 の圧入時 (1,180°C) の熱膨張率は 1.01% で, ST よりも小さな値であった。

硬化膨張率と熱膨張率とを加算した総膨張率は ST-50 で 1.36%, ST-60 で 1.47%, ST-70 で 1.52% となり, 専用液濃度の上昇に伴って総膨張率も大きくなる傾向であった。また, LY-80 では 1.96% となった。

総膨張率における硬化膨張率と熱膨張率の占める割合は ST ではほぼ 1:9 であるのに対し, LY ではほぼ 5:5 であり, 両者間に違いがみられた。

ST-70 および LY-80 の熱膨張の両曲線 (図 3) において, 200~300°C, 550~600°C 間に 2 つのピークがみられたが, ST と LY のピークの様相は異なるものであった。

表 5 Results of t-test for the difference in thermal expansion of the investment among each ST
ST 間における熱膨張率の t-検定結果

	ST-50	ST-60	ST-70
ST-70	*	—	
ST-60	*		
ST-50			

*: $p < 0.05$, —: Not Significant

ST-70 における A-B 間の有意差なし

注: 略号は表 1 参照

図 3 Typical thermal expansion curves of ST-70 and LY-80
ST-70, LY-80 の典型的熱膨張曲線
注: 略号は表 1 参照

2. 鋳型内面の表面性状

ST の流蠟後の鋳型内表面の観察結果を図 4, 5 に示し, プレスヒーティング後の観察結果を図 6, 7 に示した。

流蠟後の鋳型内表面も, 加熱後の表面も粗な状態で, その表面には直径 30~50 μm の小孔が多数みられた。

LY の観察結果は ST のものとほぼ同様であったので割愛した。

IV. 考 察

エンプレスによる修復物の適合性を検討するための基礎的研究として, 専用埋没材の硬化および熱膨張率を測定するとともに, 埋没材鋳型内面の表面性状を観察した。

この埋没材は ST, LY とともにコロイダルシリカ併用のリン酸塩系高温埋没材で, その粉末組成は IVOCLAR 社からの公式報告書によると, Silicon dioxide: 80, Hydrogenic ammonium phosphate: 10, Magnesium oxide: 10 (weight%) で, 専用液は Silicon dioxide: 30, Water: 70 (weight%) となっている。

従来からリン酸塩系埋没材では, コロイダルシリカの濃度が高いほど硬化膨張率および熱膨張率は大きくなるといわれている⁸⁻¹⁰⁾が, 本研究で得られた ST 各試料間でも専

図 4 Surface texture of the mold of ST after lost wax by SEM ($\times 35$)
ST の流蠟後の鋳型内面表面性状 SEM 像 ($\times 35$)

図 6 Surface texture of the mold of ST after press heating by SEM ($\times 35$)
ST の加圧成形後の鋳型内面表面性状 SEM 像 ($\times 35$)

図 5 Surface texture of the mold of ST after lost wax by SEM ($\times 100$)
ST の流蠟後の鋳型内面表面性状 SEM 像 ($\times 100$)

図 7 Surface texture of the mold of ST after press heating by SEM ($\times 100$)
ST の加圧成形後の鋳型内面表面性状 SEM 像 ($\times 100$)

用液濃度の上昇に伴い硬化膨張率，熱膨張率が上昇していく傾向であった。

ST と LY を比較すると，硬化膨張率では LY が ST よりも約 6 倍大きく，熱膨張率では ST が LY の約 1.3 倍大きかった。また，ST 埋没材においてはその熱膨張率は硬化膨張率の約 7.7 倍で，総膨張率のおよそ 9 割を占めているのに対し，LY では熱膨張率は硬化膨張率よりもわずかに大きいものの，両者はほぼ等しいものであった。

前述の成分表示では ST および LY とともに同じであるにもかかわらず，LY で硬化膨張率が高かったのはコロイダルシリカの含有率が各試料間で最大であったこと，ST 埋没材で熱膨張率が高かったのはシリカ成分中に占めるクリストバライトとクォーツの比率の違いがその理由と考えられる。すなわち，クリストバライトは 241～270℃ 付近において変態からくる急激な膨張を示し，さらに，700℃ における熱膨張率は約 1.9% であり，一方のクォーツの熱膨張率は約 1.4% であることが知られている¹¹⁾。しかるに，今回の計測は図 3 に示したように，241～270℃ 付近において ST は LY よりも急激な膨張を示していることと，

ST の 700℃ の熱膨張率は LY のそれよりも大きかったことなどから，ST のクリストバライト含有率は LY におけるそれよりも高いことが理由であると推察された。

ST 各試料間のすべてに有意差は認められなかったものの，ST-50 から ST-70 へとコロイダルシリカの濃度が上昇するに従って総膨張率が増加していく傾向は，ST の各埋没条件に対応する修復物の特性と合致していると考えられる。すなわち，ST-50 で製作される MO あるいは OD インレーなどのいわゆる内側性の修復物では小さめの方が適合しやすく，また，ST-70 で製作されるクラウンなど外側性の修復物ではある程度大きめの方が適合しやすいからである。したがって，MOD のインレーではその中間の ST-60 が指示されていることもうなずける。

また，同じクラウンでもレイヤリングテクニックで用いる LY-80 の総膨張率は，ST-70 よりさらに大きな値であった。このことは，LY においてエンプレスのセラミックインゴットの収縮量に大きく影響を与えると報告されている¹²⁾。加圧成形後から仕上げまでに必要な焼成回数が ST と比較して多い (5 回以上) 点が関係しているものと

推察され、その結果生じる収縮量の違いを補償するのが理由の1つではないかと考えられる。

エンプレスシステムの専用埋没材各条件における総膨張率が明らかになったが、それらの値が適合性の良好な修復物を製作するために最も妥当な値であるか否かの判定には今後の詳細な研究が必要である。

埋没材鋳型内壁のSEM観察による表面性状は図4～7に示したように、硬化後、加熱後のいずれもその表面は粗で直径数十ミクロンの小孔が多数存在していた。この状態はSTでもLYでも同様であった。

軟化されたセラミックインゴットを鋳型内に圧入して成形する方法においては、鋳型内壁の表面性状はそのままセラミック体表面に反映されるものと思われる。成形後に鋳型からセラミック体を掘り出すためには、約0.2 MPaで粒子径50 μm のガラスビーズをサンドブラストするが、この際セラミック体表面に焼きついて埋没材粒子とともに、多少の表面荒れは除去されるが、図1および2に示した加圧成形後のセラミック体表面に存在する小突起は、この鋳型内壁に存在する小孔に由来し、サンドブラスト後も残遺したものと思われる。この埋没材鋳型内面の小孔の発生理由は定かではなく、今後の詳細な研究が必要と考える。

V. 結 論

適合性の良好なエンプレス修復物が製作できることを目的として、その重要な因子と考えられる専用埋没材の硬化および熱膨張率を測定し、かつ、埋没鋳型内面の表面性状を観察した結果、以下の知見を得た。

1. ステイニングテクニック用埋没材ではコロイダルシリカ含有の専用液濃度の上昇に伴い、硬化および熱膨張率は大きくなる傾向である。

2. ステイニングテクニック用埋没材の硬化および熱膨張率を加算した総膨張率は1.36～1.53で、熱膨張率がその約8割を占めているのに対し、レイヤリングテクニック用埋没材では1.96で、各膨張率の占有率に大きな差はみ

られない。

3. メーカー指示の2通りのプレヒーティング法の間に有意差はない。

4. 加圧成形後のセラミックス表面に存在する微小突起は鋳型内壁に存在する小孔が原因であろうと思われる。

本論文の要旨は、第95回日本補綴歯科学会学術大会（平成8年6月1日、広島）において発表した。

文 献

- 1) Wohlwend A, Schärer P. Die Empress Technik : Eine neue Möglichkeit Einzelkronen, Inlays und Verblend schalen herzustellen. Quintessenz Zahntech 16 : 966-978, 1990.
- 2) Beham G. IPS Empress : A new ceramic technology. Ivoclar-Vivadent Report 6 : 1-13, 1990.
- 3) Dorsh P, Holand W, Frank M. Material science of Empress Grass Ceramics. Ivoclar-Vivadent Report 10 : 1-20, 1994.
- 4) Heinenberg BJ. IPS Empress mit neuer Keramiktechnologie. Quintessenz Zahntech 17 : 475-479, 1991.
- 5) IPS Empress Working Procedures, FL-9494 Schaan Liechtenstein : Ivoclar AG, 1991.
- 6) IPS Empress Special Investment Material "New", for the Staining or Layering Technique, FL-9494 Schaan Liechtenstein : Ivoclar AG, 1995.
- 7) 日本工業標準調査会. 歯科鋳造用石こう系埋没材 JIS T 6601 2-3, 東京 : 日本規格協会, 1989.
- 8) 小園凱夫, 田島清司, 柿川 宏ほか. リン酸塩系埋没材の膨張と鋳造精度 (第1報) リン酸塩系埋没材の膨張変化. 歯材器 3 : 295-302, 1984.
- 9) 井田一夫. 高温鋳造用埋没材をテストする. DE 67 : 18-33, 1983.
- 10) 福持貞孝. 歯科高温鋳造用埋没材の新しい組成に関する研究. 日歯材会誌 15 : 1-14, 1966.
- 11) 歯科理工学会編. 歯科理工学 197, 東京 : 医歯薬出版, 1982.
- 12) 邊 斗禾, 六人部慶彦, 高 永和ほか. IPS Empress クラウンの寸法変化と適合性に関する研究. 補綴誌 39 : 631-635, 1995.