研究ノート

歯科において実際に用いられるインプラントの製作と評価に関する研究

坂本 裕紀*

大分工業高等専門学校機械工学科, 〒 870-0152 大分市牧 1666 番地.

Study on Production and Evaluation of the Implant Actually Used in Dentistry

Yuki SAKAMOTO*

Department of Mechanical Engineering Oita National College of Technology, 1666 Maki, Oita 870-0152, Japan.

Received March 19, 2018; Revised June 25, 2018; Accepted June 25, 2018

ABSTRACT

Since titanium has a different elastic modulus from the human bone, stress shielding occurs and it causes the difficulty of direct bonding. However, making the porous titanium enables to approximate the elastic coefficient of the human bone. In vivo experiments are indispensable for practical use of porous titanium implants, but it has been considered difficult to process porous titanium into implant shapes. In this study, we aimed for in vivo experiments to embed a sample in rabbit bone, and fabricated a miniaturized implant type sample compared to the actual one used in dental care. Porous titanium was fabricated by spark plasma sintering (SPS). As a result, it was found that it was possible to prevent destruction of the specimen during fabricating by maintaining the compressive force at 30 MPa and the sintering temperature at 570°C for 15 minutes. The compressive strength of the specimen was 150 MPa.

KEY WORDS

porous titanium, compression test, implant, biomaterial

1 緒 言

純チタン及びチタン合金は、軽量かつ人体に無害で組織適合性が良いため、現在歯科インプラントや人工骨などの生体内でよく用いられている¹⁾。しかし、チタンと骨の弾性係数が異なることから（チタン：105～110 GPa、人骨：17～20 GPa²⁾、ストレスシールドイングが発生し人口骨周辺の骨が痩せてしまうことや、骨とインプラントが直接結合しにくいことが問題となっている。

そこで、チタンを多孔質化することでチタンを人骨の弾性係数に近づけることができるほか、チタンの表面積が増加することと、気孔の中に骨が浸透することで、インプラントと骨が強固に結合することが期待されている^{3,4)}。

多孔質チタンの最も簡単な製法として、粉末の粒子間隙を利用して気孔を形成させる粉末焼結法が多く研究されている。特に放電プラズマ焼結（SPS: Spark Plasma Sintering）法はホットプレスなどの従来法に比べエネルギー制御性、短時間焼結などにおいて優れており、従来法より 200～500°C ほど

低い温度域で、5～20 分程度の短時間で焼結あるいは焼結結合を可能とする材料合成加工技術である⁵⁾。しかし、多孔質チタンをインプラントに用いるには強度、弾性係数が不足している状態であり、それらの改善が求められている。多孔質チタンの強度向上の方法としては、多孔質チタンに焼鈍を施すことで粉末結合部を成長させ強化する方法が報告されている⁶⁾。

また、今まで多孔質チタンインプラントでの *in vivo* 実験が行われた例は少ない。*in vivo* 実験とはマウスなどの実験動物を用い、生体内に直接被験物質を投与する実験である。生体内や細胞内で反応を検出し、ヒトに対する化学物質の影響を評価するためのより正確な情報を得られることが期待できる。したがって、多孔質チタンインプラントの実用化のために *in vivo* 実験は必須である。

In vivo 実験はウサギなどの小動物に試験片を埋め込むため、試験片の小型化が必要不可欠であるが、脆性である多孔質チタンの細かい加工は困難である。著者の研究室では、放電プラズマ焼結により製作した多孔質チタンを、歯科インプラント形状に加工することを目的としている⁷⁾。しかし、大

* Corresponding author, E-mail: ysak@oita-ct.ac.jp

きな試験片の加工が可能となったが、口腔内への埋入を想定した小型試験片への加工は困難であり、その解決策を模索してきた。放電プラズマ焼結で製作した試料では強度が低く、焼鈍することで強度と加工性の向上を試みたが、焼鈍により強度を向上させてもねじ切りの際に試験片が欠けるなど、インプラント型試験片の製作は困難であった。また、焼鈍作業のため大幅に手間を増やしてしまう上に、炉から試料を取り出す際に表面が酸化してしまうことから、実用化に向けて現実的ではないと判断した。

したがって、本研究では多孔質チタンの強化のために、放電プラズマ焼結で試料を製作する際の条件を見直し、インプラント製作に最適な強度と多孔性を有する多孔質チタンの選定を行った。そして、従来の条件で焼鈍した多孔質チタンとの物性の比較を行った。さらに、多孔質チタンの低い弾性係数を改善するために、緻密なチタンと多孔質チタンを複合させた材料の製作を行った。

また、*in vivo* 実験を行うにあたり、試作した小型インプラント試験片を骨に埋入するための形状と埋入方法についても検討した。特に、試験片が骨だけでなく、筋肉など皮下組織に触れる面積が大きければ、その隙間から細菌が侵入し炎症などアレルギー反応が起こればと考えられるため、試験片の小型化を可能にする加工法も検討した。

2 実験方法

2.1 供試材

多孔質チタンの試料は、ガスアトマイズ法によって製造された粒度 $150\ \mu\text{m}$ アンダーの球状純チタン粉末 (TILOP-150, 住友チタニウム, 尼崎) を、篩によって $100\sim125\ \mu\text{m}$ に分け、放電プラズマ焼結 (SPS) することで製作した。焼結条件は加圧力 $25\ \text{MPa}$ で圧縮を行い、 570°C まで昇温後、10 分間保持した。そして、強度の向上のために焼鈍を行った。焼鈍は真空焼鈍炉を用い、製作した多孔質チタンを 850°C で 24 時間保持したのち炉冷した。

また、比較のため、焼結を行う際の圧縮力と保持時間を変更し、3 種類の試料を製作した。圧縮力を $30\ \text{MPa}$ に変更し 570°C での保持時間を 10 分間のものを条件①、圧縮力を $25\ \text{MPa}$ に変更し保持時間を 15 分間のものを条件②、圧縮力を $30\ \text{MPa}$ に変更し保持時間を 15 分間のものを条件③として製作した。

複合材料の製作では、多孔質チタンの弾性係数向上のために試料の中央部に緻密な純チタンの軸を有した多孔質チタンの製作を試みた。製作方法として、軸となる部分を純チタンの棒 ($\phi 5.0 \times 500\ \text{mm}$, 99.5 mass%, 株式会社ニラコ, 東京) で製作し、それをカーボンダイスの中に設置する。その芯を覆うようにチタン粉末を投入し放電プラズマ焼結を行うことで製作した。用いた軸を Fig. 1 に示し、焼結する際の概略を Fig. 2 に示す。軸の寸法はダイスに入れることを考慮し、最も太い部分を $5\ \text{mm}$ 、細い部分の直径は $2\ \text{mm}$ とし全体の長さは $16\ \text{mm}$ とした。焼結条件は、圧縮力を $30\ \text{MPa}$, 570°C での保持時間を 15 分間で製作したものを条件④、圧縮力は

Fig. 1 Dense titanium shaft.

Fig. 2 Schematic diagram of composite material.

そのままの $25\ \text{MPa}$ 、保持時間を 10 分延長した 25 分間のものを条件⑤として二種類を製作した。加工をする際は、多孔質部が脆く旋盤での加工が困難な部分があったため研磨することで長さを調整した。全体の焼結条件をまとめたものを Table 1 に示す。

2.2 物性評価

製作したそれぞれの試料は長さを $12\ \text{mm}$ に調整したのちに、物性の評価として圧縮試験と走査型顕微鏡 (SEM) による表面観察を行った。試料の圧縮強度、弾性係数を測定するために万能試験機を用いて圧縮試験を行った。試験ではクロスヘッド速度を $1.0\ \text{mm/min}$ として圧縮を行い、試料あるいはグラフから明らかに材料が降伏したと確認できた後、ストロークが $2\ \text{mm}$ 進むまで試験を行った。そして、それぞれの製作した試料が目つぶれることなく気孔を有しているか、また複合材料の緻密部と多孔質部の結合の状態を調べるために SEM による観察を行った。

2.3 小型インプラント試験片の製作

インプラント型試料の製作には NC 旋盤を用いて加工を行った。本研究ではウサギの骨に試料を埋め込む *in vivo* 実験を目標としており、実際に歯科医療で用いられているインプラントよりも小型化したインプラント試験片を製作する必要がある。また、骨に埋め込むための機構を作る必要があり、更には動物に埋め込んだ際に試料製作時にチャッキングしていた部分が大きいためアレルギー反応が起きる可能性が指摘されている。改良前の試験片を Fig. 3 に示す。それら問題の

Table 1 Sintering conditions.

	Sintering Temperature (°C)	Sintering Pressure (MPa)	Retention time (min)
Conventional method (with and without annealed)	570	25	10
Condition 1	570	30	10
Condition 2	570	25	15
Condition 3	570	30	15
Composite sample A	570	30	15
Composite sample B	570	25	25

Fig. 3 Small-sized implant specimen before improvement.

Fig. 4 Compression test of before annealing (a) and after annealing (b).

解決のため、試験片の再設計と、ねじ頭の部分を加工するための治具の製作、そして埋め込むための工具の製作を行った。

3 実験結果および考察

3.1 物性評価

焼鈍前後の圧縮試験の結果を Fig. 4 に、そして SPS の条件を変えた際の結果を Fig. 5 にそれぞれ示す。焼鈍前の多孔質チタンの圧縮強度は約 95 MPa、焼鈍後では約 140 MPa の圧縮強度を示し、強度の向上が見られる。しかしながら、焼鈍後の試料は破断にいたる変位が焼鈍前よりも小さくなっており、試料の脆化が考えられる。これは焼鈍炉から試料を取り出す際に表面が酸化してしまったことが原因と考える。対して、条件①の試料は約 120 MPa、条件②の試料は約 110 MPa、条件③の試料は約 150 MPa の圧縮強度を示した。特に条件③の試料は、焼鈍を行った試料よりも高い圧縮強度を示している。これは、放電プラズマ焼結の条件を調整することで焼鈍を行わなくても高強度を得ることが出来ると考えられる。破断にいたるまでの変位も、従来の条件よりも多くなっており、脆化の傾向はみられない。試料の気孔率については、焼鈍の有無では、気孔率は焼鈍前が 34% であるのに対し焼鈍後は 31% であった。SPS 条件の変更では、条件を変えたことによる見た目の変化はなく、それぞれの気孔率は条件①が約 30%、条件②が約 32%、条件③が約 30% であった。焼鈍した試料よりも気孔率が低いことから、圧縮強度の増加に繋がったと考えられる。

SEM による表面観察の結果は SPS の条件を変えた場合でも同様に開気孔を観察することができた。初期条件で製作した試料と、条件③の試料の SEM 画像を Fig. 6 に示す。両試料とも大きな変化は見られず、焼結条件の違いによって表面形態が大きく異なる傾向は観察出来なかった。両者の気孔率

Fig. 5 Compression test when SPS condition is changed.

Fig. 6 SEM photograph of initial condition (a) and condition ③ (b).

の差は 4% であり、表面の気孔径には差が表れなかったと考えられる。グラフの傾きから縦弾性係数を求めると、焼結した試料は最大で 4.7 GPa であったのに対し、焼鈍した試料は 14.4 GPa と高い値を示した。

次に、製作した複合試料を Fig. 7 に示す。緻密なチタンの軸を有している複合材料の圧縮試験の結果を Fig. 8 に示す。

Fig. 7 Composite material with dense shaft.

Fig. 8 Compression test of composite material.

圧縮強度は条件④が約 60 MPa, 条件⑤が約 100 MPa となった。グラフの傾きから縦弾性係数を求めると条件④が約 8.0 GPa, 条件⑤が約 15.4 GPa であった。

本研究で使用した試料と機械的性質をまとめたものを、Table 2 に示す。この結果から SPS を行う際の保持時間の延長と圧縮力の増加が、両方ともに多孔質チタンの圧縮強度向上に有効であることが分かった。SPS の条件を変更することで多孔質チタンの強化を期待できる。したがって、焼鈍による手間を克服した、高強度の多孔質チタンの製作が可能であると考えられる。

Fig. 9 Destruction surface of condition A (a) and condition B (b).

Fig. 10 Observation of boundary surface by SEM of condition A (a) and condition B (b).

気孔率との相関を見てみると、圧縮力が保持時間よりも気孔率の低下に繋がっていることが分かる。多孔質チタンは強度が高く気孔率の大きいものが生体材料として最適であるため、多孔質チタンを製作する際は、圧縮力よりも保持時間を調整することで気孔率と強度を最適に出来ると考えられる。

縦弾性係数に関しては、複合材料とすることで縦弾性係数の値を向上させることが分かった。しかし、条件④では条件⑤程の向上が見られておらず、両条件ともに圧縮強度に関しては、緻密な軸を有しているにもかかわらず、通常多孔質チタンよりも低い値となった。これは、圧縮試験後の試験片の破断面の様子を Fig. 9 に示すように、緻密な軸と多孔質部が剥離し破断したためであると考えられる。それぞれの緻密部と多孔質部の境目の SEM 画像を Fig. 10 に示す。条件⑤は条件④よりも緻密部と多孔質部の結合が複雑であることがわかる。

人骨の縦弾性係数が約 20 GPaであることを考慮すると、軸を有していない試料では弾性係数が不足していたが、材料を複合させることで縦弾性係数を向上させ人骨に弾性係数を近づけることができた。さらなる弾性係数の向上には、緻密なチタンの軸の直径を調整することで可能であると考えられる。

Table 2 Mechanical properties of each samples.

	Porosity (%)	Compressive strength (MPa)	Young's modulus (GPa)
Conventional method	34	95	2.4
Conventional method with annealed	31	140	14.4
Condition 1	30	120	4.7
Condition 2	32	110	2.4
Condition 3	30	150	4.7
Composite sample A	—	60	8.0
Composite sample B	—	100	15.4

条件④の縦弾性係数がそれほど向上しなかった理由は、破壊面の様子、SEM 観察の結果から、SPS を行う際の保持時間が短かったことによる、緻密部と多孔質部の結合の不足が原因であると考えられる。複合材料を作る際に、ダイスの底部は緻密なチタンによって塞がれるため、放電による熱がチタン粉末に伝わりにくくなってしまふ。したがって保持時間を延ばした条件⑤のほうが緻密なチタンと多孔質チタンの結合が強くなり、弾性係数が大きく向上したと考えられる。圧縮強度の向上のため、今後複合材料を製作する際は、緻密軸の形状を調整し、保持時間を延ばすなどの考慮する必要がある。

3.2 小型インプラント試験片のねじ込み部の製作

試験片の寸法は、埋め込む部分の長さを 9 mm、最大部の直径を 3.5 mm とし設計を行った。また、試験片のねじ部にはテーパをつけることで、実際に用いられている歯科用インプラントに形状を近づけた。そして、試験片の頭の形状を D 字型に加工し、その形状にあったドライバーのような工具を作ることで骨へ埋め込むことにした。試験片の頭の加工には、フライス盤で加工するための治具を製作した。また、試験片のチャッキングに用いていた部分については厚さ 2 mm に設計した。試験片を埋め込むための工具は、耐腐食性を考慮し実際にメスなどの医療器具にも用いられているステンレス材を用いることにした。主に旋盤を用いて加工し、先端には試験片の頭がはまり込むように D 字型の穴を加工した。

本研究で製作した小型試験片を Fig. 11 に示す。脆い多孔質チタンであっても、設計通りに小型化した試験片を製作することが出来た。材料の多孔質チタンは上記の試験結果から圧縮力 30 MPa、570°C での保持時間 15 分のものを使用した。その結果、多孔質チタンが破壊することなく安定して加工することが出来た。

試験片の頭を D 字型に加工するために、Fig. 12 のような治具を製作した。この治具は一度に上部と下部に試験片を 3 個ずつセットすることができ、フライス盤のエンドミルを用いることで、同時に 3 個の試験片の頭を均一に加工することが出来る。また、小型試験片を埋め込むために製作した工具を Fig. 13 に示す。先端の D 字型の穴は型抜き放電加工を用

い開けた。

また、NC 旋盤で加工する際のチャッキングにコレットチャックを用いることで、短い範囲のチャッキングでも安定した加工が可能となった。したがって、指摘されていた問題点である、インプラントの頭部分の小型化を行うことが出来た。またコレットチャックを用いることで、脆いためチャッキングが困難であった多孔質チタンも、安定したチャッキングが可能となった。

切削後の多孔質チタンの試験片表面の SEM 画像を Fig. 14 に示す。切削後も多孔質チタンの気孔が目潰れすることなく加工出来た。緻密なチタン、多孔質チタンともに試験片の製作時間は、1 つ当たり 15 分程度であり、短時間で安定して小型インプラント型試験片を作ることが可能となった。

Fig. 12 Jig for processing specimen.

Fig. 13 Tool for embedding test specimen.

Fig. 11 Improved compact implant specimen.

Fig. 14 Surface of porous titanium after cutting.

4 ま と め

本研究では、多孔質チタンの強度と加工性向上を、多孔質チタンの焼鈍とSPSの条件を変えることで試みた。SPSの条件は圧縮力を上げたもの、保持時間を長くしたもの、その両方を変更したものの3種類を試行し焼鈍を施した試料と比較した。また、弾性係数向上のために多孔質チタンの内部に、緻密なチタンの軸を有した複合材料の製作を試みた。

そして *in vivo* 実験を行うための小型インプラント型試験片の製作を行った。

- 1) SPSの条件の変更の結果、圧縮力と保持時間のどちらを変更しても圧縮強度は上昇した。また、圧縮力を強くすることで気孔率が低下するということが分かった。従って、多孔質チタンを製作する際は、気孔率確保のために保持時間を調整し製作すべきであると考えられる。
- 2) 複合材料の製作では、予め製作した緻密なチタンの軸を、ダイスに設置し焼結することで製作することが出来た。弾性係数は向上したが圧縮強度は低くなり、これは緻密なチタンの軸が焼結の妨げになったためである。今後は、軸の形状の工夫やSPSの条件の変更が必要である。

- 3) 小型インプラント試験片の作製では、加工方法や加工手順を変えることで目標の形状を安定して製作することが可能となった。また、インプラントの頭の部分をD字型に加工し、それにあったドライバーのような工具を製作することで骨に埋め込む機構を施した。

文 献

- 1) H. J. Breme, J. A. Helsen: John Wiley & Sons, England (1998) 37-71.
- 2) W. G. Billotte: ed. by J.D. Bronzino, The Biomedical Engineering Handbook. 2nd ED. FL: CRC press LLC (2000) 11-38.
- 3) R. Van Noort: J. Mat. Sci, **22** (1987) 3801-3811.
- 4) S. J. Simske, R. A. Ayers, T. A. Bateman: Mater. Sci. Forum, **250** (1997) 151-182.
- 5) K. Asaoka, M. Kon: Mater. Sci. Forum, **426** (2003) 3079-3084.
- 6) Y. Sakamoto, Y. Kawakami: J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **58** (2011) 710-714.
- 7) Y. Sakamoto, H. Abe: J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **62** (2015) 53-58.