



K. Motomura

S. Tanaka

## 極短パルスレーザーを用いた天然歯とジルコニアの高精度歯科プロセス

本村 一郎\* 田中 繁一\*\*

### 1. まえがき

近年の短パルスレーザー発振の技術の進歩は目覚ましく、従来の熱加工とは異なるアブレーション加工を用いた金属などの精密マイクロ加工へ応用が進んでいる。一方歯科医療領域において、従来のダイヤモンドルーターを用いた切削加工を主とした歯科治療へのレーザー応用は試みられているが、YAG レーザ等では高温による炭化や陥没現象が生じ、表面層の平滑な加工が容易でない課題も残されている<sup>1)</sup>。また加工後の歯への形態回復には、金属冠（クラウン）などの人工歯（補綴物）が適用されるが、近年は審美性の観点からセラミックスなどの白色補綴物の需要が増える一方、代表的なジルコニア製補綴物では接着力が不足する課題が残されている。

本研究では、フェムト秒あるいはピコ秒レーザーなどの超短パルスレーザーを用いた歯科技工および歯科治療の高度化に関する検討を試みた。

最初に、ジルコニア製補綴物表面をフェムトレーザーで表面修飾することによる接着力の改善効果を検討した。

続いて、フェムト（ピコ）レーザーを用いて、天然歯のレーザー加工特性を実験的に明らかにした。

歯牙の構造物（象牙細管）を伝わる圧力測定：歯髄腔隙内に設置したマイクロ圧力センサおよび熱センサによりレーザー処置時の痛み低減に関する考察を行った。

最後に、経年変化により生じる歯牙表面クラック内の汚れをレーザーを用いたクリーニングに関する考察を行った。

### 2. ジルコニア補綴物の表面修飾

ジルコニア製の歯科補綴物は、白く高強度であり審美的にも摂食機能的にも患者にとって望まれる選択肢であるが、化学的に安定で他と接着し難く、かつ硬脆性のために加工も困難である。この問題に対して、焼結体をポーラス化して接着強度を得る工夫などの試みが報告されている<sup>2)</sup>。一方、超短パルスレーザーを用いたアブレーション加工は、高強度で脆性なジルコニア表面を高精度に加工する有力な手段であり、超短パルスレーザーで表面微細形状を付与する試みも始まっている<sup>3)</sup>。

本研究ではフェムト秒レーザーにより正確な微細テクスチャをジルコニア表面にアブレーション加工して、それによる機械的締結力を利用した接着力の改善に関する基礎的検討を行った。

#### 2.1 実験方法

##### (1) 完全焼結ジルコニア表面の微細溝加工

実験には、完全焼結された直径 5mm のジルコニア製ピンゲージ端面を使用した。3 $\mu\text{m}$  のラッピングシートで仕上げた後に、フェムト秒レーザーを用いたアブレーション加工により 2 種類のパターンの微細溝群を加工した。溝設計断面形状は深さ 50 $\mu\text{m}$ 、幅で 50 $\mu\text{m}$  である。1 つはこの溝断面形状をもつ直線溝をピッチ 100 $\mu\text{m}$  で平行に端面全域に加工したものである。もう 1 つは、同じ溝をピッチ 100 $\mu\text{m}$  で平行に端面全域に加工した後に、それらに直交する並行溝群を前面に追加工したものである。

##### (2) ジルコニアと支台ブロックの接着

ジルコニアに対する被接着物には、その端面をガラスブレパレート上で平滑平坦に形成した歯科用支台築造材料を用いた。接着域はピン端面中央の直径 4mm の範囲をマスキングフィルムにより制限して接着した。接着剤の厚さは、接着保持装置に併設した渦電流センサを用いて計測した。また、マスキングフィルムの厚さを変更することにより、接着剤厚さを 20 ~ 100 $\mu\text{m}$  程度に変更した。直径 4 mm の接着域に対して 500g の荷重の負荷状態で接着剤の重合反応開始領域 480nm 付近を含む可視光線照射により重合・接着した。

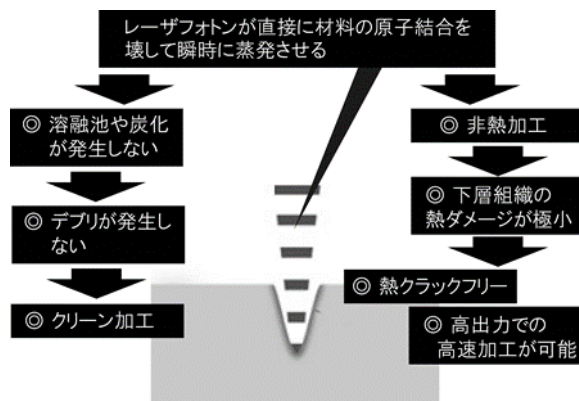


図1 極短パルスレーザーを用いた時に考えられる歯科技工および歯科治療の利点

\* 東京医科歯科大学 歯学部 助教

\*\* 静岡大学 工学部 教授

表 1 ジルコニア表面微細溝加工

Blank	Fully sintered zirconia pin guage Diameter: $d = 5 \text{ mm}$ Length: $l = 10 \text{ mm}$
Surface finish before laser processing	Lapping with diamond lapping sheet ( $3 \mu\text{m}$ )
Laser processing	Femto-second fiber Laser Wavelength : ( $1552 \text{ nm}$ ) Pulse width : $< 800 \text{ fs}$
Processing conditions	Pulse energy : $9 \mu\text{J}$ Feed (spot) : $5 \mu\text{m}$

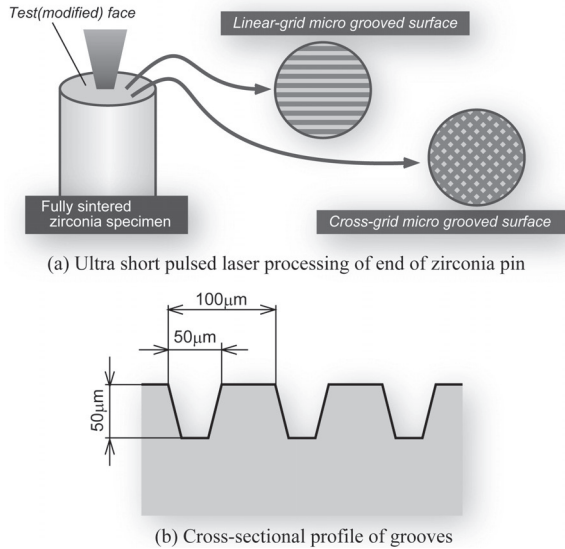


図 2 ジルコニア表面微細溝断面形状

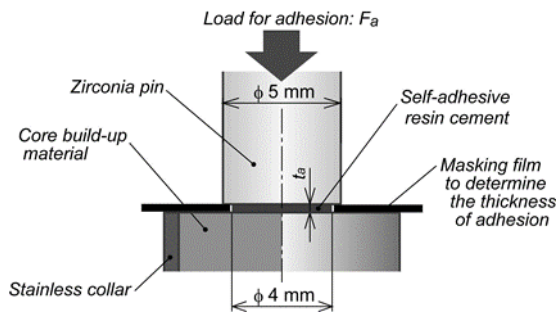


図 3 ジルコニアと歯科用支台築造材料ブロックとの接着

表 2 歯科接着用レジンセメントおよび歯科用支台築造材料

Self-adhesive resin cement	Clearfil SA Cement Automix, SA Cement Plus Automix (J.MORITA corporation)
Core build-up material	CLEARFIL DC CORE PLUS (J.MORITA corporation)

(3) せん断剥離強度試験

接着強度は、図 4 の圧縮せん断試験により評価した。せん断押し込みパンチはくさび形状であり、せん断試験速度は  $1\text{mm/s}$  である。図中の  $\phi$  は各溝方向に対するせん断試験方向である。

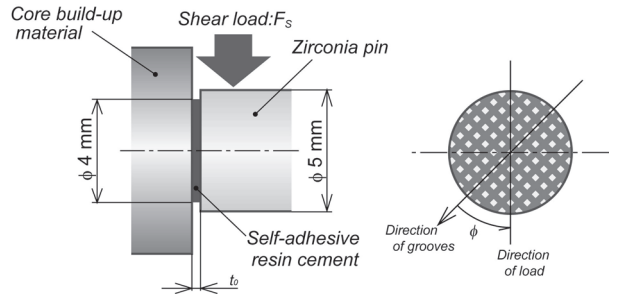


図 4 ジルコニア支台ブロック接着面の圧縮せん断試験

2.2 実験結果

(1) 完全焼結ジルコニア表面の微細溝加工

図 5 および 6 は、それぞれフェムト秒レーザ加工により得られた並行溝と直交溝の SEM 写真およびレーザ顕微鏡計測の結果である。得られた溝の平均深さは  $51\mu\text{m}$  で平均幅は  $53\mu\text{m}$  である。直交溝ではその交差部位は 2 度加工されるためにさらに深い。また、溝壁面は集束レーザのケラレの問題から約  $60^\circ$  に傾斜している。

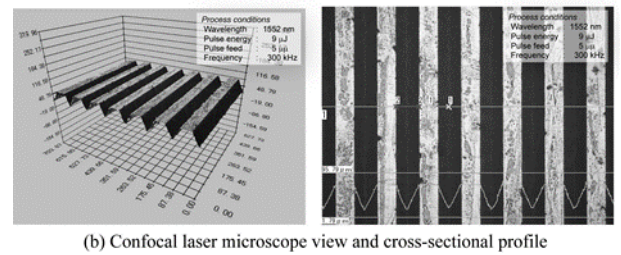
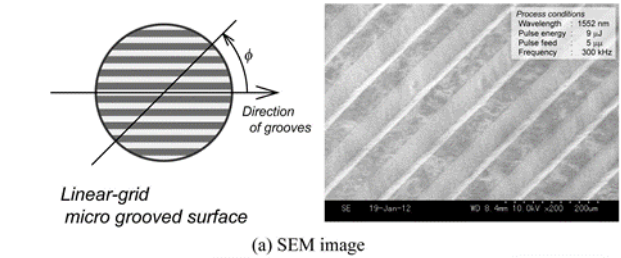


図 5 ジルコニア表面への微細溝加工結果 (平行溝群)

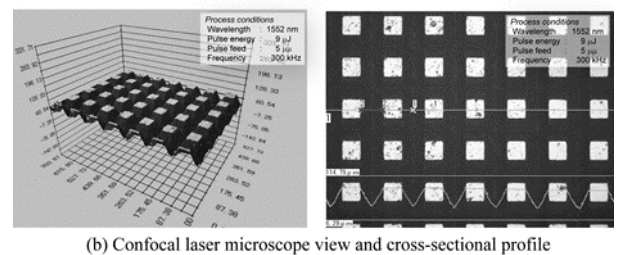
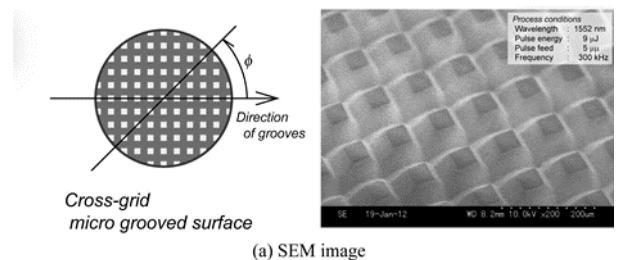


図 6 ジルコニア表面への微細溝加工結果 (直交溝群)

## (2) せん断剥離強度試験

図7は、ラッピング端面、微細並行溝を付与した端面および微細直交溝を付与した端面の接着強度試験の結果である。微細並行溝では平均値が約50%、微細直交溝では最大で2倍程度にせん断強度が増大している。

図8は、最大せん断強度を示した微細直交溝の場合の破断後の試験片表面であるが、接着剤は表面に微細溝を付与したジルコニア端面側に付着したままであり、一方、支台ブロック表面は大きくえぐれており、ジルコニアセメント間の接着強度が支台材料の強度を超えている。

したがって、実用上は図5,6のような緻密な溝群は必要なく、より少ない溝数あるいはより大きな周期をもつ溝で十分な強度が得られる。

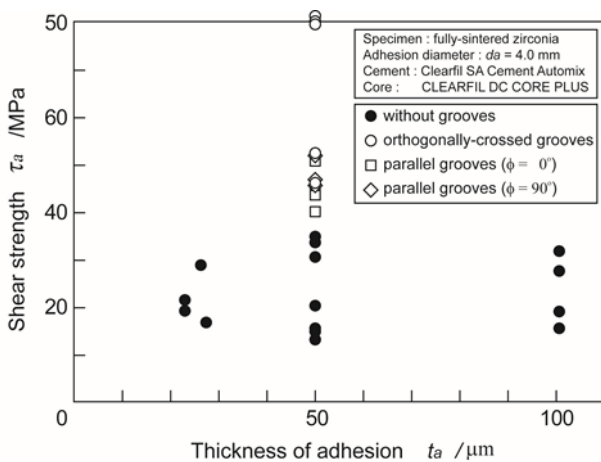


図7 圧縮せん断試験結果

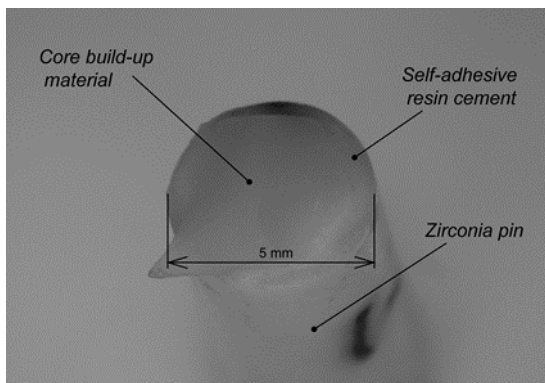


図8 ジルコニア・セメントの破断面

## 3. 天然歯のレーザー加工特性

臨床においてYAGレーザー等を応用した限局的なレーザー使用は行われているが、空冷下・水冷下で利用された高温による炭化や陥没現象が生じるため、表面層の平滑な加工が容易でない課題が残されている<sup>1)</sup>。本研究では天然歯に対してフェムト秒(ピコ秒)レーザーを用い、天然歯のレーザー加工特性を実験的に明らかにすることを目的とした。

## 3.1 実験方法

実験には東京医科歯科大学附属歯科病院・口腔外科で同意を得て抜去された天然歯を用いた。直径20mm(内径16mm)の亚克力パイプにアクリリックレジンをを用いて包埋後、低速切断機を用いて作成された割断試料を用いた。フェムト秒(ピコ秒)レーザーを用いた。使用条件は表9, 10に示す。

表3 天然歯のレーザー加工条件(フェムト秒)

Blank	Horizontal section of human tooth
Laser processing	Femto-second Laser Wavelength : (800 nm) Pulse width : < 80 fs
Processing conditions	Pulse energy (μJ): 100, 200, 300, 390

表4 天然歯のレーザー加工条件(ピコ秒)

Blank	Horizontal section of human tooth
Laser processing	Pico-second Laser Wave length : (1069 nm) Pulse width : < 10 ps
Processing conditions	Pulse energy (μJ) : 100, 200

## 3.2 実験結果

### (1) フェムト秒レーザー加工

図9にフェムト秒レーザー加工で得られたエナメル質～象牙質のレーザー顕微鏡計測結果の一例を、図10にその結果を示す。得られた溝の深さはエナメル質で20-58 μm、象牙質で124-253 μmであった。エナメル質では加工エネルギーの増加による深さの変化は微量であったが、象牙質では加工エネルギーの増加に伴い加工深度の増加が認められた。これは構成成分の違いによる差と考えられた。

### (2) ピコ秒レーザー加工

図11にピコ秒レーザー加工で得られたエナメル質～象牙質のレーザー顕微鏡計測結果の一例を、図12にその結果を示す。得られた溝の平均深さはエナメル質で28-30 μm、象牙質で65-73 μmであった。エナメル質、象牙質共に加工エネルギーの増加による深さの変化は微量であった。また加工表面には炭化と見られる像が認められた。このことよりピコ秒レーザーは従来から用いられているYAGレーザー等と同様と考えられた。

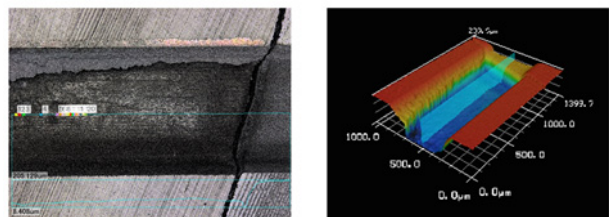


図9 天然歯割断面の超短パルスレーザー加工

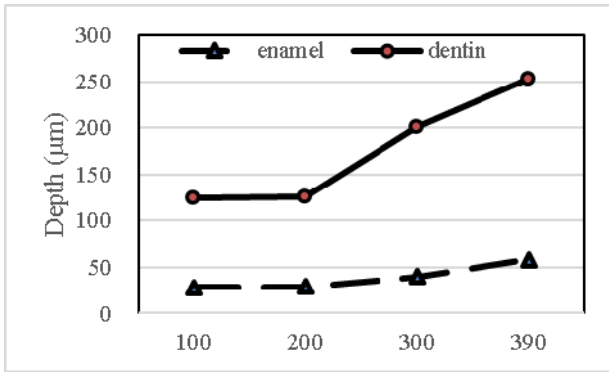


図 10 各組織の超短パルスレーザー加工深度

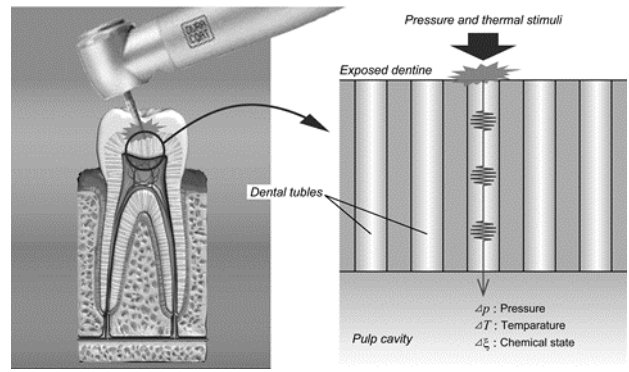


図 13 "Dental Hydrodynamic theory"の概要

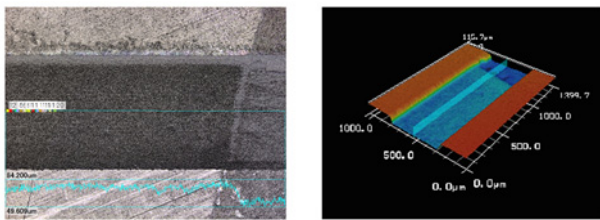


図 11 天然歯断面の超短パルスレーザー加工

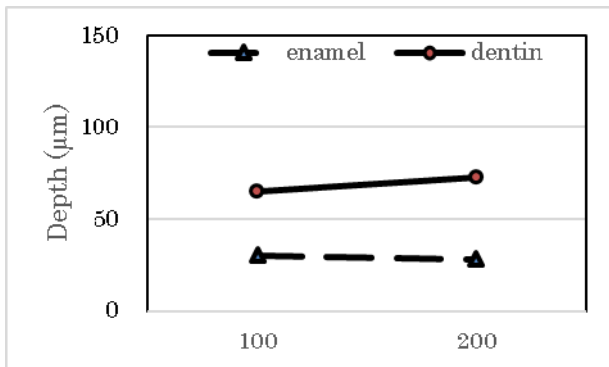


図 12 各組織の超短パルスレーザー加工深度

#### 4. 象牙細管を伝える圧力のリアルタイム測定

回転切削器具を用いた治療時の痛みを客観的かつ定量的に評価するのは容易でない。Dental hydro-dynamics theory (図 13) によれば象牙細管を通して処置時の圧力が伝達して神経を圧迫するメカニズムが提唱されており、これによれば歯髄腔内の圧力等を正確に計測できれば定量的な評価が可能となる。本研究では、超小型光ファイバー圧力センサと極細シース熱電対を用いて、処置時の歯髄腔内の情報をリアルタイムに抽出する方法を提案し、モデル実験により本法の有効性を検討した。

#### 4.1 実験方法

使用した圧力センサは、ファイバー直径 800µm のファブリペロー干渉計式光ファイバー超小型圧力センサ (FOP-M, レンジ: 0-340kPa, FISO Technology Inc.) で、最高サンプリング周波数 200kHz のシグナルコンディショナーを通して計測した。一方、熱電対は、外径 0.15mm のシース熱電対 (2K2S1.5, K-type, 新熱工業株) を用いた。両センサを一体化したマイクロ熱・圧力センサを、アルミ製ジグに接着固定した天然歯の歯髄腔内に設置した。歯髄腔内は蒸留水で満たして、シリコンチューブを通して大気圧相当に設定した。これに対して、切削時の歯髄腔内の圧力と温度の変化をデータロガーで記録した。

表 5 歯髄内圧力・温度のリアルタイム計測実験条件

Blank	Fully sintered zirconia pin guage Diameter: $d = 5 \text{ mm}$ Length: $l = 10 \text{ mm}$
Surface finish before laser processing	Lapping with diamond lapping sheet ( $3 \mu\text{m}$ )
Laser processing	Femto-second Laser Wavelength : (1552 nm) Pulse width : < 800 fs
Processing conditions	Pulse energy : $9 \mu\text{J}$ Feed (spot) : $5 \mu\text{m}$

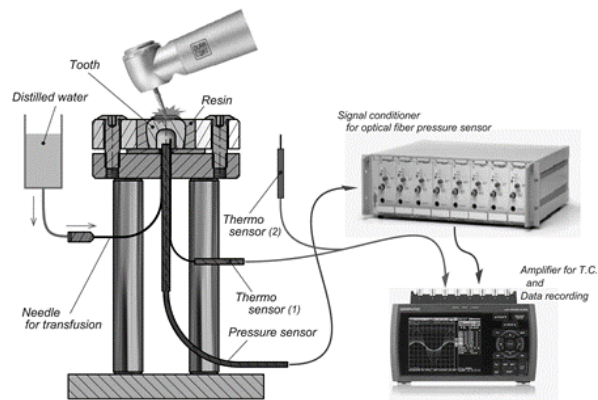


図 14 歯髄内圧力・温度のリアルタイム計測実験装置

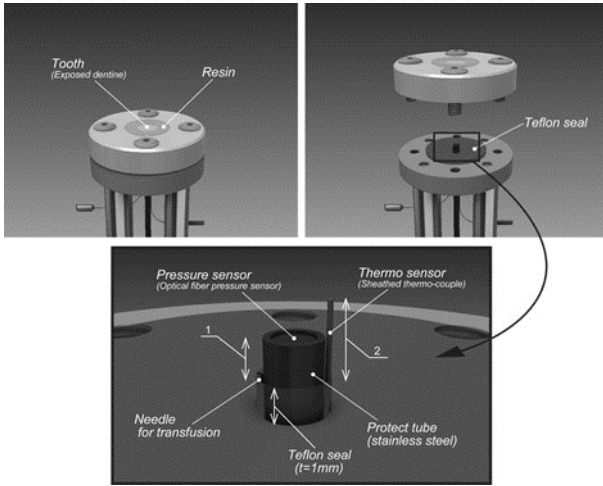


図 15 歯髄内リアルタイムモニタリング実験装置 (センサ周辺詳細)

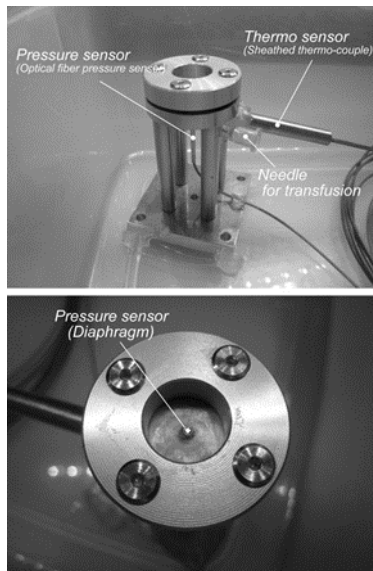


図 16 歯髄内リアルタイムモニタリング実験装置 (センサ周辺詳細) 写真

#### 4.2 実験結果

上顎中切歯切縁部象牙質を歯科用エンジン (20000r pm, ラウンドバー: CA12) で切削したときに, 約 1kPa の圧力上昇および約 0.5°C の温度上昇を示した。

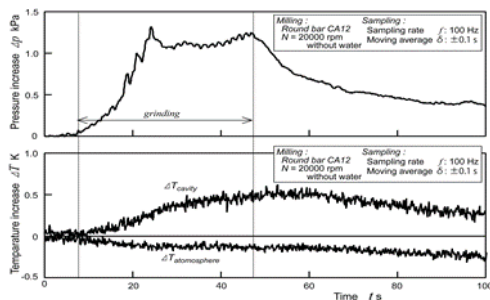


図 17 歯髄内の圧力・温度計測結果

#### 5. 天然歯表面クラックのレーザを用いたクリーニング

現在, 歯表面のクリーニングは砥粒を用いた機械的研磨法が主流であるが, クラック内の汚れに対してはダイヤモンドルーターを用いた切削加工により該当部位を大きく削り取る必要がある. 今回, 我々は歯クラック内の汚れに対してフェムト秒レーザを用いたクリーニング実験を試みた。

##### 5.1 実験方法

最初に, 歯クラックの形態の詳細をレーザ顕微鏡 (オリンパス製, LEXT OLS3000) およびビデオスコープ (キーエンス製, VHX-500F) を用いて 3 次元的に評価した. レーザ実験には, フェムト秒チタンサファイアレーザー (スペクトラ・フィジクス社製, Tsunami) を用いた. その中心波長は約 800nm, パルス幅は約 80fs で, 繰り返し周波数は 1~1000Hz で, 最大出力は 1kHz で約 100mW である. 出力と照射時間は ND フィルタと電子シャッターを用いて調整した. まず歯断面のアブレーション加工を試みその表面性状を調べた. 続いてクラック内の汚れの消失状況を加工レーザ光学系と同軸設置されたカメラを用いてリアルタイムに観察しながらクリーニング実験を行った。

表 6 歯表面レーザクリーニング計測実験条件

Blank	Human tooth surface (Enamel)
Laser processing	Ultrafast Ti : Sapphire Laser Wavelength : (800 nm) Pulse width : < 80 fs
Processing conditions	Power control(ND filter) : 10-170 mW Shutter speed : 1-1/125s

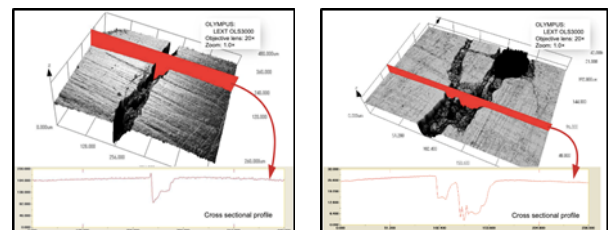
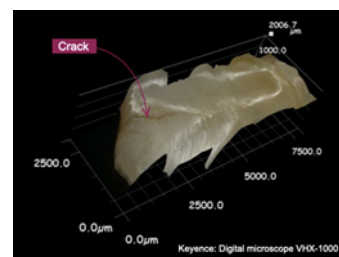


図 18 歯表面観察像 (ビデオスコープ および レーザ顕微鏡)

## 5.2 実験結果

歯表面クラックの幅は、今回のサンプルでは数  $10\mu\text{m}$  程度であった。出力  $170\text{mW}$  で照射時間  $1\text{s}$  の場合、クラック内の点状の汚れは一瞬で消失するが歯の表面のダメージが大きかった。一方、出力  $10\text{mW}$  で照射時間  $1/125\text{s}$  でも汚れは消失可能であり、この場合には歯表面性状にほとんど変化がなかった。今回の結果から、さらに小さな出力でもクリーニングが可能であると思われる。

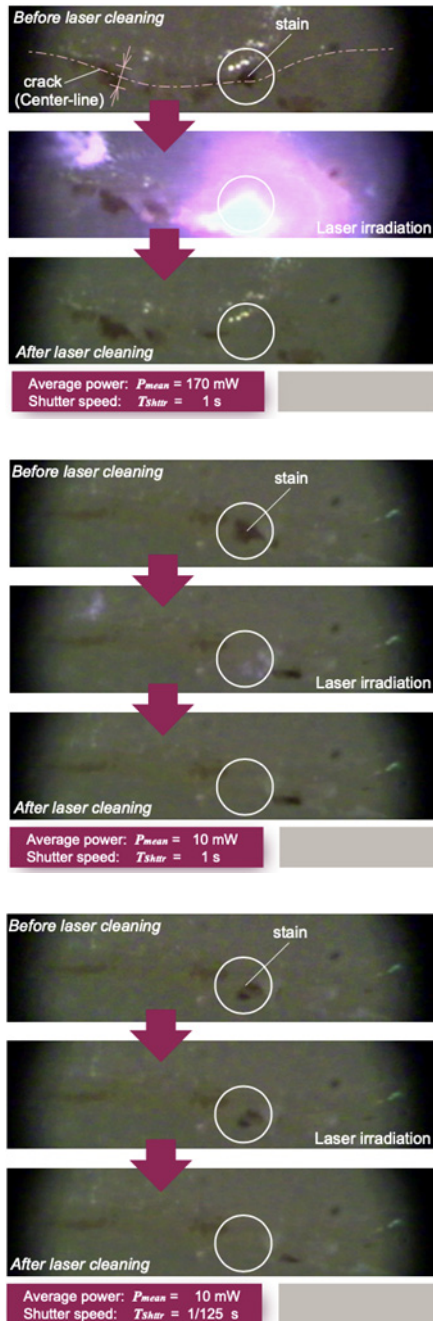


図 19 レーザクリーニング実験  
(フェムト秒レーザー)

## 6. まとめ

本研究では、フェムト秒あるいはピコ秒レーザーなどの超短パルスレーザーを用いた歯科技工および歯科治療の高度化に関する検討を試みた。最初に、フェムト秒レーザーにより正確な微細テクスチャをジルコニア表面にアブレーション加工、それによる機械的締結力を利用した接着力の改善に関する基礎的検討を行った。フェムト（ピコ）レーザーを用いて、天然歯のレーザー加工特性を実験的に明らかにした。続いて、象牙細管を伝わる圧力測定：歯髄腔隙内に設置したマイクロ圧力センサおよび熱センサによりレーザー処置時の痛み低減に関する考察を行った。最後に、天然歯表面クラック内の汚れに対するレーザークリーニングに関する考察を行った。得られた結果は以下のとおりである。

- 完全焼結ジルコニアのラッピング端面を基準とすると、微細並行溝を付与した端面では平均値が約 50%、微細直交溝を付与した端面では最大で 2 倍程度にせん断強度が増大する。
- 最大せん断強度を示した破断後の試験片表面では、セメント（接着剤）は表面に微細溝を付与したジルコニア端面側に付着した状態で、また支台ブロック表面は大きくえぐれ、ジルコニアセメント間の接着強度は支台材料の強度を超えている。
- フェムト秒レーザー加工において、エナメル質では加工エネルギーの増加による深さの変化は微量で、象牙質では加工エネルギーの増加に伴い加工深度の増加が認められる。ピコ秒レーザー加工において、加工エネルギーの増加による深さの変化は微量で、加工表面に炭化と考えられる像が認められる。
- マイクロ圧力センサおよび熱センサを用いた実験により、レーザー処置時の痛み低減の可能性が認められる。
- 天然歯表面クラック内の汚れに対するレーザークリーニングにより非破壊的・効率的なクリーニング効果が得られる可能性が認められた。

本研究は東京医科歯科大学倫理委員会の承認を得て行われた（承認番号 1119）。一部は 93rd General Session & Exhibition of the IADR<sup>4)</sup>、平成 27 年度 塑性加工春期講演会<sup>5)</sup>、94rd General Session & Exhibition of the IADR<sup>6)</sup>、第 2 1 回日本審美歯科学会学術講演会<sup>7)</sup>にて発表を行った。

## 謝 辞

本研究は（公財）天田財団 研究開発助 AF-2013209 の助成を受けて実施された。また、研究遂行にあたりご協力いただいた 中村英雄先生、山本 仁先生、道 泰之先生、吉川文広先生に感謝します。

## 参考文献

- レーザー歯学の手引き.一般社団法人日本レーザー歯学会 [編] (2015).

- 2) Tang, X., Nakamura, T., Usami, H., Wakabayashi, K., and Yatani H.: Effects of multiple firings on the mechanical properties and microstructure of veneering ceramics for zirconia frameworks. *J. Dent.* 40. 372-380 (2012).
- 3) N., Bärsch, S., Barcikowski, K., Baier: *JLMN-Journal of Laser Micro / Nanoengineering*, 3-24, (208), 78.
- 4) H.Nakamura, K.Motomura, Y.Michi, M.Yamamoto, T.Yoshioka, S.Tanaka. Monitoring Pressure and Temperature in Dental Cavity Through Micro Sensors.93rd General Session & Exhibition of the IADR, 178, Boston, USA(2015).
- 5) 田中繁一, 中村英雄, 本村一朗. フェムト秒レーザー表面修飾によるジルコニア歯科補綴物の接着強度の改善. 平成 27 年度塑性加工春期講演会 , 138-139, 横浜 (2015).
- 6) F.Yoshioka, K.Motomura, H.Nakamura, T.Yoshioka, M.Yamamoto, S.Tanaka. Improving adhesion of zirconia by surface modification. 94rd General Session & Exhibition of the IADR, 128, Seoul, Korean (2016).
- 7) 本村一朗, 中村英雄, 田中繁一. フェムト秒レーザーを用いたクラックのクリーニングに関する基礎実験. 第 21 回日本歯科審美歯科学会学術講演会, 岩手(2010).