

# 光硬化型スラリーを 3D プリントして作製した ジルコニア系ポリマー含浸セラミックスの機械的性質 Mechanical Properties of Zirconia-Based Polymer-Infiltrated Ceramics Fabricated by 3D Printing of a Photocurable Slurry

松岡 欣毅<sup>1,2)</sup>, 才本 葉菜<sup>1)</sup>, 池本 壮志<sup>2)</sup>, 永松 有紀<sup>1)</sup>, 邵 仁浩<sup>3)</sup>, 正木 千尋<sup>2)</sup>, 池田 弘<sup>1)\*</sup>

<sup>1)</sup>九州歯科大学 生体材料学分野, <sup>2)</sup>九州歯科大学 口腔再建補綴学分野

Yoshiki M<sup>1,2)</sup>, Saimoto K<sup>1)</sup>, Ikemoto S<sup>2)</sup>, Nagamatsu Y<sup>1)</sup>, Inho Soh<sup>3)</sup>, Masaki C<sup>2)</sup>, Ikeda H<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup>Division of Biomaterials, Kyushu Dental University

<sup>2)</sup>Division of Oral Reconstruction and Prosthodontics, Kyushu Dental University

<sup>3)</sup>School of Oral Health Sciences, Kyushu Dental University

\*E-mail address: r16ikeda@fa.kyu-dent.ac.jp

## 1. はじめに

現在臨床で用いられている歯冠補綴材料には、エナメル質の機械的性質（弾性係数、ビッカース硬さ）に近似するものは存在しない。一方、セラミックス相とポリマー相の共連続構造をもつポリマー含浸セラミックス (PIC) は、エナメル質や象牙質に近い弾性率や硬さを有することから、天然歯を模倣する材料として注目されている[1]。これまでに当研究グループはジルコニア系 PIC がエナメル質に近い力学特性を示すことを明らかにしてきた。もしこのジルコニア系 PIC を 3D プリントにより自由形状で造形できれば、エナメル質を模倣した歯冠補綴装置の製作が可能となる。

そこで本研究では、液槽光重合法による 3D プリント可能なジルコニア系 PIC の開発を目的とした。液槽光重合法は、光硬化型スラリー（セラミックス粉末を分散させた光硬化性液体）を満たした液槽に光を照射し、層状に硬化・積層して造形する方式であり、高精度かつ複雑形状の造形に適している。本研究では、ジルコニア粉末を用いた光硬化型スラリーを調製し、エナメル質の力学特性に近似する 3D プリントジルコニア系 PIC の作製を試みた。

## 2. 材料と方法

多官能アクリレート系モノマー、有機溶媒、光重合開始剤を混合した溶液に、ジルコニア粉末を所定の重量比で添加し、自転公転ミキサーにて攪拌・混合することで複数種類の光硬化型スラリーを調製した。各スラリーについて粘度測定および光照射時間と硬化膜厚の関係を評価し、得られた結果から最適組成を決定した。

最適スラリーを用いて液槽光重合型 3D プリンタ (MARS4 ULTRA, ELEGOO) により、印刷方向を Vertical および Horizontal の 2 条件で造形を行った。造形体はイソプロパノールで洗浄後、電気炉で 1150°C・1 時間焼成した。その後、ウレタンジメタクリレートを基

材とする混合液を含浸させ、加熱重合してジルコニア系 PIC を得た。得られた試料を研磨後、市販 PIC (Enamic, VITA Zahnfabrik) と物性を比較した。

スラリー粘度はレオメーターにて測定した。

機械的性質は 3 点曲げ試験による曲げ強さおよび弾性係数、マイクロビッカース試験による硬さを評価した。

細胞毒性試験は、ヒト歯肉線維芽細胞 (HGF) を用いた溶出試験にて評価した。細胞を 2 日通常培養した後、サンプルから溶出した培地に置換し、さらに 1 日間培養を行なった。この細胞の生存率を CCK-8 を用いて測定した。

統計解析は一元配置分散分析 (ANOVA) を用い、Tukey 検定により多重比較を行った ( $P < 0.05$ )。

## 2. 結果と考察

光硬化型スラリーの粘度は、ジルコニア粉末添加量の増加に伴い上昇した。ジルコニア 80 wt% のスラリーはせん断速度 30~100  $s^{-1}$  において 3000 mPa s 以下を示し、3D プリントに適した粘度範囲内であった[2]。また、最適組成の光硬化型スラリーは、光照射 5 秒で 143  $\mu m$  の硬化膜を形成し、光硬化特性も良好であることから 3D プリントに適していることがわかった。

この光硬化型スラリーから作製したジルコニア系 PIC (Vertical, Horizontal) は、曲げ強さ、弾性係数、ビッカース硬さのいずれにおいても Enamic より有意に高い値を示した (Fig. 1)。弾性係数および硬さはエナメル質に近似し、曲げ強さは Vertical で  $156 \pm 11$  MPa, Horizontal で  $198 \pm 14$  MPa を示した。これらの値は、ジルコニア系 PIC が臼歯部への適用可能性を示唆すると考えられる[3]。また、曲げ強さに積層方向の異方性がみられた。3D プリントした試料は固有の積層構造をもつため、曲げ試験で積層面に垂直に応力がかかると層間剥離が起りやすくなり、強度が低下することがある。そのため印刷方向によって曲げ強さに有意差が生じた可能性

が考えられる。

細胞毒性試験では, Enamic, Vertical, Horizontal の細胞生存率はコントロールと比較して低下しなかったことから, 3D プリントして作製したジルコニア系 PIC は生体適合性をもつことが示唆された。

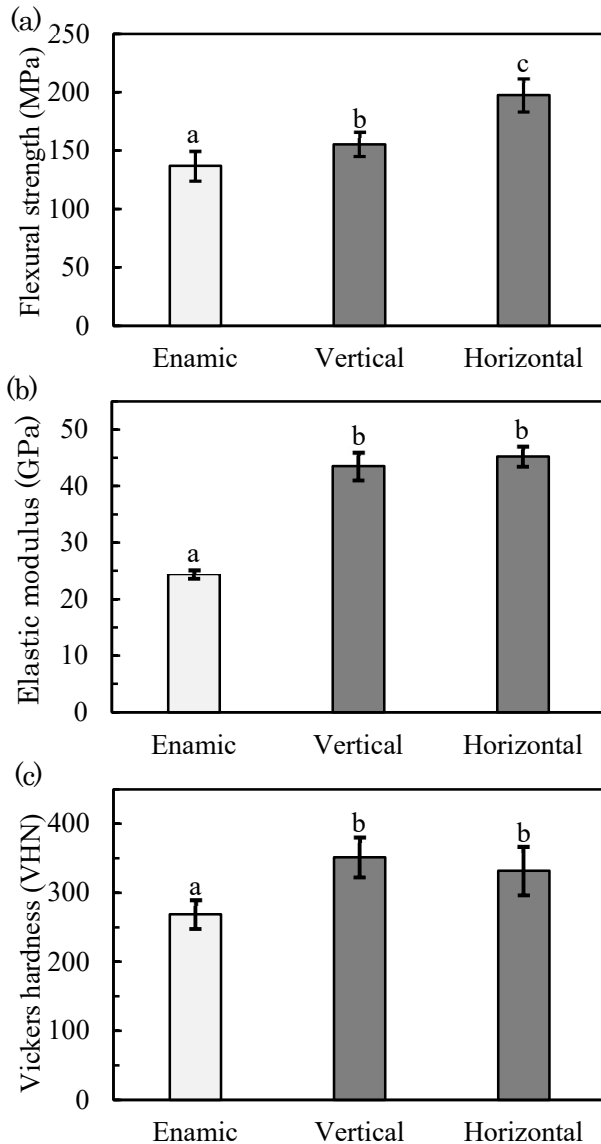


Fig. 1 ジルコニア系 PIC および市販の PIC (Enamic) の力学的性質 : (a)曲げ強さ, (b)曲げ弾性係数, (c)ビッカース硬さ. 図中の異なる小文字のアルファベットは群間内に有意差があることを示す.

#### 4. おわりに

3D プリントで作製したジルコニア系 PIC は, 力学的性質はエナメル質に近い値を示し, 生体適合性を示すことがわかった. この結果より, 3D プリントジルコニア系 PIC は, クラウンなどの歯冠補綴装置への臨床応用が期待される.

#### 参考文献

- [1] 池田 弘, 清水 博史 : CAD/CAM 用ポリマー含浸セラミックスの現状と将来展望. 日本歯科理工学会誌, 42 (2) : 111–117, 2023.
- [2] I. L. Camargo et al. , A review on the rheological behavior and formulations of ceramic suspensions for vat photopolymerization, *Ceram. Int.* 2021;47:11906-11921
- [3] ISO 6872:2024 : Dentistry — Ceramic materials for dental restorations and prostheses. International Organization for Standardization, Geneva, 2024