

## 化学強化した陶歯の強度

桂 啓文

岩手医科大学歯学部歯科理工学講座\* (指導: 亀田 務教授)

[受付: 1984年5月16日]

**抄録:** 陶材の強化に対して有効であった $\text{KNO}_3$ 溶融塩による低温型の化学強化法を用い、陶歯の強化を施し、その結果を抗張破折試験と繰返し打撃試験による耐久度について検討を行ったところ、次の様な結論を得た。

- 1) 低温法による $\text{KNO}_3$ 溶融塩の化学強化法は、処理温度が高くなるほど強度は増大し $500^\circ\text{C}$ の温度で最大の効果を発揮した。
- 2) 低温法による $500^\circ\text{C}$   $\text{KNO}_3$ 溶融塩の化学強化法は処理時間が長いほど強度を増大し、5~7.5時間の処理で最大の効果を発揮した。
- 3) 低温法による $\text{KNO}_3$ 溶融塩の化学強化法は、強度が増大することから、陶歯の最良の改善方法であると判断された。

**Key words:** porcelain tooth, chemical strengthening method, 45 degree breakage test, repeat impact test, strength

### 結 言

人工歯は義歯を製作するにあたり必要不可欠であり、強度、硬度、耐磨耗性、耐変色度、審美性に優れているなどの諸点を具備しなければならない。人工歯の中でも陶歯は審美性、耐磨耗性に優れている反面、衝撃力や引張り力に弱い脆性を有するので、義歯に装着された人工歯は口腔環境によって脱落、破折する症例が多くみられている。それらの欠点を改善する方法として真空焼成法やピン保持法が採用されたが著しい改善はみられていない。

このような、陶歯の脆性を改善する方法の一つであるイオン交換法による化学強化法が適法と思われる。前報で著者らは、陶歯と類似した原料を用いている陶材についてイオン交換法による化学強化法を応用したところ、陶材の機械的性質が大幅に改善されたのでその結果を報告

した<sup>1)~3)</sup>。

今回、陶材に有効であった化学強化法を用いて陶歯を強化し、機械的性質を調べたので報告する。

### 材料および試験方法

#### 1) 材料

市販されているエース陶歯514番(株式会社松風製)上顎中切歯を用いた。中切歯の形態は図1に示した。

化学強化法における処理剤は化学薬品 $\text{KNO}_3$ (1級)を用いた。

#### 2) 化学強化処理法

処理剤 $\text{KNO}_3$ と陶歯をアルミナルッポに入れ、電気炉に収容し、 $67^\circ\text{C}/\text{min}$ の温度上昇速度で室温から昇温し $\text{KNO}_3$ 溶融塩を作り浸漬する方法で化学強化処理し、冷却は炉冷を行った。処理条件は $400\sim 700^\circ\text{C}$ 迄の各温度に5時

Porcelain tooth strength when treated by the chemical strengthening method.

Hirofumi KATSURA

(department of Dental Technology, School of Dentistry, Iwate Medical University, Morioka 020)

\*岩手県盛岡市中央通り1-3-27 (〒020)

Dent. J. Iwate. Univ. 9 : 100-105, 1984

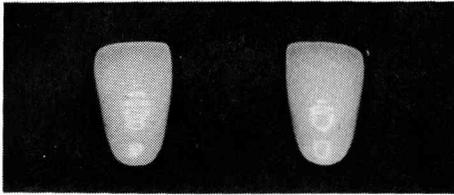


Fig. 1. Test piece of porcelain tooth

間処理する方法を4条件, 500°C 溶融塩に15分~7.5時間浸漬する方法を7条件選定した。

3) 強度試験片の作製

強度試験片の作製は, JIS T6511<sup>6)</sup> に沿って図2に示す型をパラフィン wax にてつくり, 型の中心軸に対して試験歯の切端と歯頸部を結ぶ線が45°の角度になるように植立し, これを重合用フラスコに石こう埋没し, 義歯床用アクリルレジン (GC株式会社製アクロン No. 4 Bath No. 060431) を填入圧接し70°C 60分, さらに100°C 30分加熱重合した後室温まで徐冷した。試験片をフラスコより取り出し気泡等を trimming したものを試験に供した。

4) 破折試験

破折試験は, インストロン型万能材料試験機を用い, 負荷速度0.5mm/min で図2のような方法で行い, 陶歯が破折するときおよび陶歯がレジンから剝離したときの最大荷重を破折強さとした。

5) 耐久度

耐久度を調べる試験は, 図3に示すような繰り返し打撃試験機を用いた。試験条件は打撃荷重300gとし, 50回/minで行い, 試験片が破壊するまでの回数を耐久度とした。

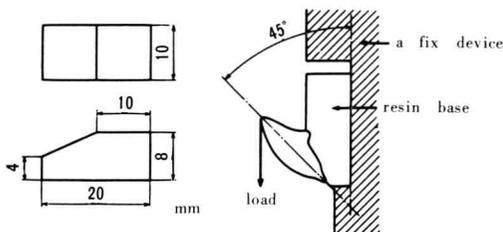


Fig. 2. Dimention of specimen and method of 45 degree breakage test

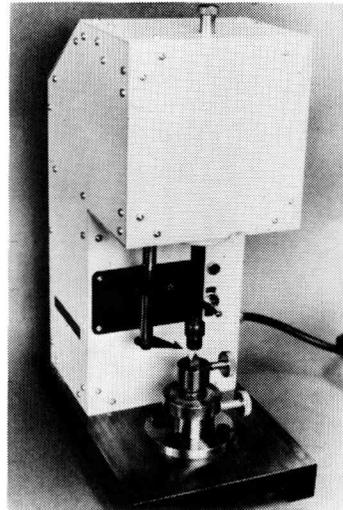


Fig. 3. Repeat impact test machine

結 果

図4は KNO<sub>3</sub> 溶融塩 400~700°C の温度に5時間処理した場合の破折強さを示した。未処理の陶歯は17.4kgの破折強さであったが, 400°C 溶融塩に処理したものは19.7kgと強さが増加し, 450°C になると22.1kgとさらに強さが増大した。500°C で処理すると陶歯は破折せず, 24.6kgでレジンから剝離してしまった。600°C

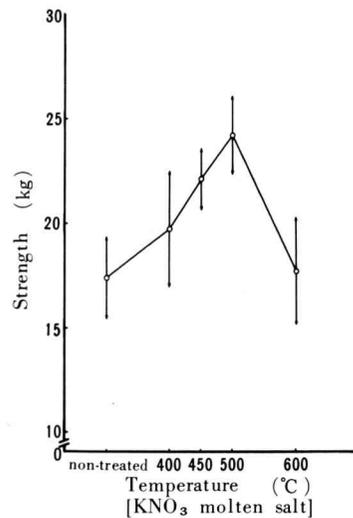
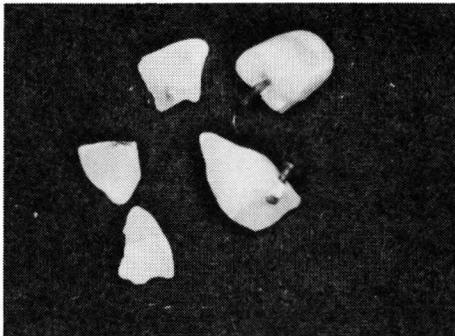


Fig. 4. The relation between the treatment temperature and the strength, in KNO<sub>3</sub> molten salt.

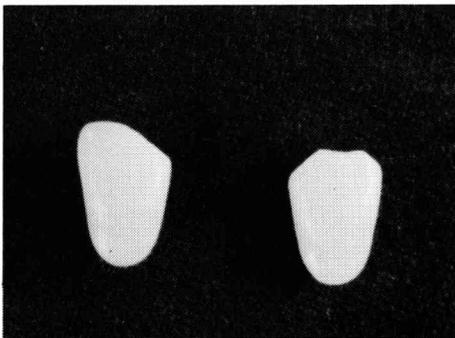
で処理すると17.7kgで陶歯が破折した。700°Cで処理すると陶歯は処理中に破壊現象が起こり図5のように破壊した。

図6は、500°C KNO<sub>3</sub> 溶融塩に処理する時間を変化させた場合の破折強さを示した。未処理の陶歯は17.4kgの強さを示した。15分処理すると20.8kgと強さが増大し、30分処理すると21.5kgとさらに増加し、45分処理すると22.6kgと破折強さは増大した。60分処理すると破折強さの増加は小さくなり、その反面レジンから剥離した現象が現われた。7.5時間以上処理すると図5のように陶歯の切端部や切縁隅角部が処理中に外力を加えなくても破損する例がほとんどであった。

破折試験を行った陶歯の破壊状態は図7のように区別することが出来た。図の上は舌面から保持ピンを通り歯頸部に至る破壊を A Type,



Treatment with 700°C KNO<sub>3</sub> molten salt for 5 hours.



Treatment with 500°C KNO<sub>3</sub> molten salt for 10 hours.

Fig. 5. The porcelain tooth of brackage, in KNO<sub>3</sub> molten salt.

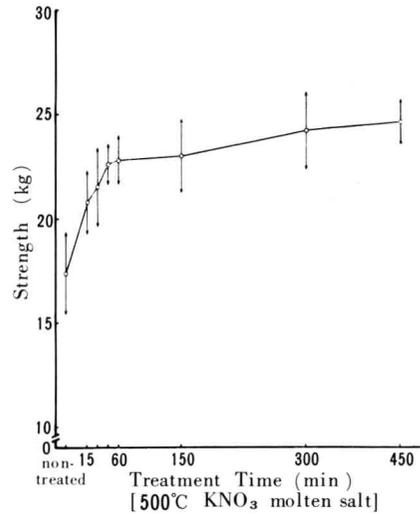


Fig. 6. The relation between the treatment time and the strength, in 500°C KNO<sub>3</sub> molten salt.

図の中は保持ピンから唇面に至る横断の破壊を B Type, 図の下は陶歯が破壊せずレジンから剥離する状態を C Type とした。KNO<sub>3</sub> 溶融塩 400~700°C の温度に 5 時間処理を施した場合、破壊の区別を図8に示した。A Type は未処理の陶歯にほとんどであった。400°C で処理すると A Type と B Type は各々半数みられ、450°C になると B Type と C Type がみられ、500°C で処理すると C Type がほとんどであった。600°C で処理すると C Type が過半数, A B 両 Type もみられた。

図9は500°C KNO<sub>3</sub> 溶融塩に処理時間を変えた場合の破壊状態を示した。未処理の陶歯には A Type が多くみられ、15分処理しても未処理と同様に A Type がみられ30分、45分、60分と処理すると A, B, C の各 Type がみられた。2.5時間処理すると C Type が多くなり、5時間以上処理すると C Type がほとんどであった。

図10は、KNO<sub>3</sub> 溶融塩400~600°C の温度に 5 時間処理した場合の耐久度を示した。未処理の陶歯は35回で破損した。400°C で処理すると48回で破損し、450°C で処理すると耐久度は大幅な増加となり83回であった。500°C で処理するとさらに耐久度は増し100回で破損し、600°C

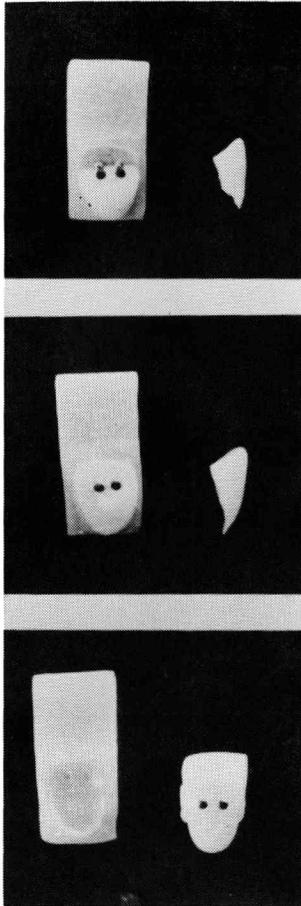


Fig. 7. The porcelain tooth sorted out destruction, in 45 degree breakage test.

	Untreated	400°C	450°C	500°C	600°C	Total
A	8	4			2	14(28%)
B	2	4	4		3	13(26%)
C		2	6	10	5	23(46%)
						50

Fig. 8. The specific form of destruction by the differences of treatment temperature, in KNO<sub>3</sub> molten salt.

で処理すると耐久度は低下し66回で破損した。

図11は、500°C KNO<sub>3</sub> 溶融塩に処理時間を変えた場合の耐久度を示した。未処理の陶歯は35回で破損した。15分~60分処理すると耐久度は

若干増加する傾向で、2.5時間処理すると94回と耐久度は高くなり、5時間処理すると耐久度は100回で破損した。7.5時間処理すると耐久度は急激に低下し61回で破損した。

### 考 察

人工歯冠には、審美性という観点から色彩的にも形態的にも自然歯に近いものが求められる。陶歯は窯業技術の進歩によって色調、透明度に優れ、さらに蛍光性を帯びさせて審美的効果のあるものが得られるようになったが、長石質を主体にしたガラス質のものであるため<sup>9)</sup>、脆性が大きく衝撃や引張りに弱い性質はあまり改善されていない。

陶歯の強さの測定法は永井<sup>7)</sup>、鈴木<sup>8)</sup>らによって考案された試験法が JIS 規格に採用されている<sup>9)</sup>。この試験法は抗張破折試験法と呼ばれるもので、荷重を次第に増加させて荷重を比較する方法である。本実験ではこの抗張破折試験法に類似した方法を用いた。この試験法による結果は抗張破折試験の値と近似値であった。また、陶歯の耐久度を求める方法として鈴木<sup>8)</sup>は反復打撃試験法で一定荷重を一定距離から落下させて破損するまでの回数を求める方法を報告した。本実験ではこの方法に類似した方法を用いたが、この試験法では試験体の陶歯形態の違いや落下させるボールの大きさによる影響が関係すると考えられる。

陶歯の強度の改善を試みた報告は未だに見あたらぬ。そこで著者ら<sup>1-5)</sup>はすでに陶材の強度を改善する方法として、イオン交換法による化学強化法が有効であったことから、陶材と類似の陶歯に同方法を試みた。陶歯を600°C以上のKNO<sub>3</sub> 溶融塩に処理すると破損した。破損した原因は陶歯にルーサイト結晶を含んだガラス質が存在するために失透現象を起したり、表面の結晶層が冷却中にイオン交換による応力に耐えられず破壊したものと考えられる。また、500°C KNO<sub>3</sub> 溶融塩に7.5時間以上処理すると陶歯が破損する原因は、陶歯形態が不均等な厚さを有しているため冷却時に発生する応力が部

	Untreated	15 min	30 min	45 min	60 min	2.5 hr	5.0 hr	7.5 hr	Total
A	8	8	4	3	3				26(33%)
B	2	2	3	3	4	2			16(20%)
C			3	4	3	8	10	9	37(47%)
									79

Fig. 9. The specific form of destruction by the differences of treatment time, in  $\text{KNO}_3$  molten salt.

	Endurance Times
Untreated	35
400°C	48
450°C	83
500°C	100
600°C	66

Fig. 10. The relation between the treatment temperature and the endurance time, in  $\text{KNO}_3$  molten salt.

	Endurance Times
Untreated	35
15 min	38
30 min	42
45 min	48
60 min	56
2.5 hr	94
5.0 hr	100
7.5 hr	61

Fig. 11. The relation between the treatment and the endurance time, in 500°C  $\text{KNO}_3$  molten salt.

分的に大きくなるために破損をまねいたものと考えられる。陶歯は  $\text{KNO}_3$  溶融塩の処理温度と処理時間によって強化のされ方が異なる。 $\text{KNO}_3$  溶融塩が低い温度ではアルカリイオンの拡散量が少なく、イオン交換する層が薄いため表面に発生する圧縮応力層は薄く形成される。圧縮応力層を厚く形成させるには、溶融塩

の温度を高く、アルカリイオンの拡散量を多くするには処理時間を長くする必要がある。

一方、化学強化されたガラスは外傷などによって強度は低下するとも云われている<sup>10)</sup>。臨床においては、人工歯配列や咬合調整時に陶歯を削合する場合があるので削合の影響について検討を行った。強化した陶歯の切端、舌面を削った場合と陶歯を削合してから強化した場合について、500°C  $\text{KNO}_3$  溶融塩 5 時間処理し抗張破折試験をし、強さを比較したところ同条件で削合しない陶歯とほぼ同じ強さがあった。このことは削合した際の傷などは化学強化によって傷伝播が抑制されたものと考えられるが、今後、削除量や面粗さなどの影響も関与すると思われるので詳細な検討を行う必要がある。

陶歯の強度を改善する一方法として、 $\text{KNO}_3$  溶融塩 450~550°C、処理時間を 2.5 時間までとして強化する化学強化法が得策な方法であると考えられる。

## 結 論

陶歯の強度改善に、 $\text{KNO}_3$  溶融塩による化学強化法を用いて強化を施し、陶歯の強度と化学強化法の処理温度、処理時間との関係を調べた結果、次の結論を得た。

- 1) 低温法による  $\text{KNO}_3$  溶融塩の化学強化法は、処理温度が高くなるほど強度を増大し、500°C の温度で最大の効果を発揮した。
- 2) 低温法による 500°C  $\text{KNO}_3$  溶融塩の化学強化法は、処理時間が長いほど強度を増大し、5~7.5 時間の処理で最大の効果を発揮した。
- 3) 低温法による  $\text{KNO}_3$  溶融塩の化学強化法

は、強度が増大することから、陶歯の最良の改善方法であると判断された。

稿を終るに臨み、御指導、御校閲を載いた亀田 務教授に深甚なる謝意を表し、種々の御協力をいただいた教室員各位に深謝いたします。

本論文の要旨は、第40回日本歯科材料器械学会学術講演大会（昭和55年5月9日、京都）にて発表した。

**Abstract :** It has been known that the chemical strengthening method of the low temperature type by  $KNO_3$  molten salt effectively increases the strength of porcelain material. The method was applied to porcelain teeth for the purpose of increasing their strength. In the present study, the strength was measured and investigated by 45 degree breakage test and by repeat impact test. The results were as follows :

The strongest porcelain tooth was obtained when treated at a temperature of  $500^\circ C$  for 5-7.5 hours in  $KNO_3$  molten salt, but did not when treated under any other condition.

### 文 献

- 1) 桂 啓文：歯科用陶材の強化法に関する研究，物理化学強化法による機械的性質の改善について；日歯材料器械会誌，35, 4 : 281~294, 1976.
- 2) 天日常光：化学強化法による陶材の動的弾性率の測定；日歯材料器械会誌，36, 3 : 316-321, 1979.
- 3) 桂 啓文：歯科用陶材の強化法；歯科ジャーナル，12, 6 : 737~743, 1980.
- 4) 天日常光，兼子研一，桂 啓文：化学強化法による陶材の性質改善について；岩手医大歯誌，8 1 : 21-28, 1983.
- 5) 天日常光：陶材焼付金属体の歯科理工学的研究
- 6) 日本工業規格：義歯床用陶歯；T 6511, 1980.
- 7) 永井一夫，寺島敏雄，大橋正敬，亀田 務，堀江港三，宮本正年，土生博義，矢崎平八郎，清野清治：人工歯の歯科理工学的再検討 特に強さについて；日歯材料器械会誌，6, 51-59, 1961.
- 8) 鈴木成重：歯科用陶材の強度試験；日歯材料器械会誌，6, 60-63, 1961.
- 9) 加藤一男：人工歯に関する研究 長石-石英-カオリン系陶歯について；歯材研報告，6, 48-61, 1956.
- 10) 作花済夫，境野照雄，高橋克明：ガラスハンドブック；470-698，朝倉書店，東京，1975.