陶材のコンデンスと強度ならびに 内部構造に関する研究

その 1 焼成温度との関係について

山 田 早 苗 佐 藤 隆 志
坂 口 邦 彦 中 島 利 行 福 住 峯 行

Effect of Condensation of Porcelains on Strength and Internal Structure I. On Firing Temperature

Sanae Yamada, Takashi Sato
Kunihiko Sakaguchi, Toshiyuki Nakazima, Mineyuki Fukuzumi

I. 緒 言

陶材の強度試験については、いろいろな研究が報告されてきたが、コンデンスによつて強度がどのように変化するかについての研究は、あまり多くない。

陶材ジャケット冠の強度については、多くの要素が関係するし、実験方法が実際に陶材を取り扱うときと近似したものでないで、従来までの方法がかならずしも臨床的に役立つものか否かは疑問である。すなわち、陶材そのものの取り扱いよりも、支台歯形成の形態、削除量、咬合関係などが間接的に強度に及ぼす影響が大きい。このいろいろな条件による強度変化を究明するには複雑多岐にわたり、その決め手となる結論は容易に出ないのが現状である。

陶材ジャケット冠の最終的な強度とは、口腔内に装着されて、生体の一部としての働きをしているものの強度であつて、実験室における強度ではないことは論をまたない。それ故、陶材ジャケット冠の強度を論ずるには、考えられるすべての条件を総合したものであつて、決して個々の条件のみでこれを結論づけることはできない。

このように総合的な結論に到着する前段階として、著者らはその条件を二つに大別してみた。一つは、支台歯の形態、削除量、咬合関係など、口腔内の条件によつて左右されるものと、一つは製作段階における種々なる条件である。製作段階における条件にもいろいろあるが、本論文では、コンデンスをとりあげこれによる強度の差、また強度とは密接な関係のある内部構造、それに、焼成方法がこれらとどのように関係があるかについて実験を試みた。

コンデンスによる陶材の強度変化について一番問題となる点は、陶材をコンデンスする程度を判定することがきわめて困難なことである。一定の鋳型に陶材泥を盛り、これに圧力を加える方法¹⁾や、焼成した試験片の比重を測定する方法などがあるが、これとても、圧力のみでコンデンスの程度を判定することは困難で、練和した水量によつても大きな差がでてくる。また、加えた水分と吸水した水分の測定は非常に困難であるし、小さな試

Dept. of Prosthodontics, Hiroshima Univ. School of Dentistry (Director: Prof. S. Yamada and Prof. H. Tsuru)

広島大学歯学部歯科補綴学第2講座(主任: 山田早苗教授)

同 第1講座(主任: 津留宏道教授)

Dept. of Prosthodontics, Osaka Dental Univ. (Director: Prof. T. Komori)

大阪歯科大学歯科補綴学第2講座(主任: 小森富夫教授)

昭和45年1月15日受付

試験片のわずかな比重の差を読みとることなど、きわめて困難で、これらのことからコンデンスの程度を判定することも適当でないと考えられる。そこで、以上の方法よりも、むしろ臨牀的に近い方法を利用して経験的な面からコンデンスの程度を規定し、これにもとづいて実験を行なった。

II. 実験方法

1. 試験片の作製

本実験では、圧縮強さ試験による陶材の強度を調査するので、これの試験片として直径5.0mm、長さ10.0mmの円柱形の陶材を焼成した。

使用した陶材は、S.S. White 社高溶陶材、S.S. White 社中溶陶材、松風社低溶陶材で、これらの陶材を鋳型に流し込み、これを陶材作業に精通した術者により、全くコンデンスしないもの、中程度のコンデンス、完全なコンデンスの三種類に分類した。

すなわち、高さ18.0mm、直径6.0mmの鋳型を使用し、これをガラス板上に置き、その中に蒸溜水でクリーム状に練和した陶材泥を入れ、上部からガーゼで軽く圧迫しながら水分を吸い取り、ガラス板を除去して、両面より水分を吸い取つたものを「コンデンスなし」とし、上記と同じ方法で、これに振動を与えて、中程度にコンデンスしたものを、「中程度のコンデンス」とし、熟練した術者がこれで完全と思われるまで十分にコンデンスしたものを「完全コンデンス」とした。

このコンデンスの分類は、幾分不正確な面も考えられるが、機械的に測定するよりも熟練した術者の1人の判断により経験的にコンデンスしたものが、実際の臨床にも似た状態となり、また案外バラツキが少ない。

焼成方法については、一種の陶材について指定された正確な焼成法（以下、これをNと略す）と、その前後 $\pm 5\%$ の焼成法（以下これを $\pm 5\%$ と略す）の3種に分類した。すなわち、松風社低溶陶材については、 900°C で5分保留して焼成したものを正常とし(N)、 945°C で焼成したものを $+5\%$ 焼成、 855°C で焼成したものを -5% 焼成の3種で、温度上昇率は1分間 17°C である。S.S. White 社高溶陶材では、 1300°C で焼成したものを正常とし(N)、 1365°C で焼成したものを $+5\%$ 焼成、 1235°C で焼成したものを -5% 焼成の3種に分類し、いずれも温度上昇率は1分間 10°C である。S.S. White 社中溶陶材では、 1220°C で5分間保留したものを正常とし(N)、 1280°C で焼成したものを $+5\%$ 焼成、 1160°C で焼成したものを -5% 焼成の3種類とした。

温度上昇率は1分間 10°C である。以上の方法で同一条件の試験片10コを作り、実験に供した。

2. 測定法

以上の方法で焼成された円柱型の陶材を直径5.0mm、長さ10.0mmに削製し、とくに上面と下面は緻密な平行面とし、そのうち#400の研磨紙で研磨した。

一方、焼成した陶材の内部構造を顕微鏡的に観察するため試験片の一方の平面を#240から順次#1200の研磨紙で研磨し、さらにこれを 3μ から 1μ までのアルミナ研磨材を用いて表面を研磨し、200倍に拡大して鏡検した。つぎに、この試験片をアムスラー万能試験機の圧縮板の中央におき、1分間1mmの速度で順次荷重を加え、その完全破壊時の荷重を読みとりこれを集計して圧縮強さを測定した。破壊の判定については、金属、石膏埋没材と違って、き裂から始まり、部分的な崩壊から10.0mmの長径が失われて飛散したときを破壊としたが、これはき裂の始まりを判定するのは困難でありまた危険をとまなうからである。

上記の方法で測定した数値を単位面積あたりの荷重に換算し、これらの成績から標本平均値、および信頼度95%における母平均値の信頼限界を求めた¹²⁾¹³⁾。

本実験では、各陶材間の強度の比較は行なわず、同一材料についてそのコンデンスの状態と焼成法による強度変化を観察した。

III. 実験成績

上記の方法により陶材の圧縮強さを測定した結果つぎのような成績を得た。

すなわち、A陶材を全くコンデンスしない状態では、正しい焼成を行なったもので $934\text{kg}/\text{cm}^2$ で、 $+5\%$ 、 -5% の焼成では $637\text{kg}/\text{cm}^2$ と $639\text{kg}/\text{cm}^2$ でその差はほとんどなく、いずれも相当圧縮強さの低下を示した(表1参照)。中程度のコンデンスでは、正しい焼成法によるものが $902\text{kg}/\text{cm}^2$ 、 $+5\%$ 焼成では、 $759\text{kg}/\text{cm}^2$ 、 -5% では、 $699\text{kg}/\text{cm}^2$ で、焼成不足よりも焼きすぎの状態の方がわずかに大であることを示している(表2参照)。完全にコンデンスした状態のものでは、正しい焼成によるものが $1081\text{kg}/\text{cm}^2$ で最高を示し、 $+5\%$ 焼成では $769\text{kg}/\text{cm}^2$ 、 -5% 焼成では $848\text{kg}/\text{cm}^2$ で、中程度のコンデンス状態の場合と反対の結果がでた(表3参照)。

つぎにB陶材についてみると、全くコンデンスしないものでは、正しく焼成したもので $1225\text{kg}/\text{cm}^2$ を示し、 $+5\%$ 、 -5% の焼成では、 $502\text{kg}/\text{cm}^2$ 、 $505\text{kg}/\text{cm}^2$ でその差はほとんどなかった(表4参照)。中程度のコンデ

Table 1 "A" Porcelain Out of condensation

kg/cm²

	- 5 %	N	+ 5 %
Sample means	639.0	934.0	637.0
U ²	4476.66	3126.66	9912.22
Confidence limit (0.05)	$591.12 \leq m \leq 686.88$	$893.99 \leq m \leq 974.01$	$565.75 \leq m \leq 708.25$
Max.	720.0	1010.0	730.0
min.	500.0	870.0	450.0

Table 2 "A" Porcelain Medium condensation

kg/cm²

	- 5 %	N	+ 5 %
Sample means	699.0	902.0	759.0
U ²	8476.66	3606.66	4676.66
Confidence limit (0.05)	$633.11 \leq m \leq 764.89$	$860.03 \leq m \leq 944.97$	$711.08 \leq m \leq 807.92$
Max.	820.0	1070.0	900.0
min.	570.0	710.0	580.0

Table 3 "A" Porcelain Complete condensation

kg/cm²

	- 5 %	N	+ 5 %
Sample means	848.0	1081.0	769.0
U ²	10195.55	45632.22	44676.66
Confidence limit (0.05)	$775.73 \leq m \leq 920.27$	$928.09 \leq m \leq 1233.91$	$617.72 \leq m \leq 920.28$
Max.	990.0	1500.0	1240.0
min.	700.0	830.0	530.0

Table 4 "B" Porcelain Out of condensation

kg/cm²

	- 5 %	N	+ 5 %
Sample means	505.0	1225.0	502.0
U ²	872.23	10605.55	2995.55
Confidence limit (0.05)	$483.88 \leq m \leq 526.12$	$1151.31 \leq m \leq 1298.69$	$462.83 \leq m \leq 541.17$
Max.	550.0	1340.0	570.0
min.	470.0	1050.0	400.0

Table 5 "B" Porcelain Medium condensation

kg/cm²

	- 5 %	N	+ 5 %
Sample means	667.0	1613.0	1017.0
U ²	33245.5	10112.22	5334.44
Confidence limit (0.05)	$536.49 \leq m \leq 797.51$	$1541.03 \leq m \leq 1684.97$	$964.73 \leq m \leq 1069.27$
Max.	1010.0	1800.0	1110.0
min.	460.0	1090.0	880.0

Table 6 "B" Porcelain Complete condensation kg/cm²

	- 5 %	N	+ 5 %
Sample means	1021.0	1692.0	1132.0
U ²	3498.88	13773.33	5951.11
Confidence limit (0.05)	978.68 ≤ m ≤ 1063.32	1608.02 ≤ m ≤ 1775.98	1076.79 ≤ m ≤ 1187.21
Max.	1100.0	1810.0	1250.0
min.	940.0	1550.0	990.0

Table 7 "C" Porcelain Out of condensation kg/cm²

	- 5 %	N	+ 5 %
Sample means	461.0	565.0	560.0
U ²	1898.88	6492.77	2977.77
Confidence limit (0.05)	429.83 ≤ m ≤ 492.17	507.35 ≤ m ≤ 622.65	520.96 ≤ m ≤ 599.04
Max.	510.0	620.0	630.0
min.	400.0	480.0	470.0

Table 8 "C" Porcelain Medium condensation kg/cm²

	- 5 %	N	+ 5 %
Sample means	498.0	684.0	706.0
U ²	1195.55	4448.88	8337.77
Confidence limit (0.05)	473.26 ≤ m ≤ 522.74	636.28 ≤ m ≤ 731.72	640.66 ≤ m ≤ 771.34
Max.	550.0	800.0	880.0
min.	470.0	590.0	600.0

Table 9 "C" Porcelain Complete condensation kg/cm²

	- 5 %	N	+ 5 %
Sample means	535.0	783.0	641.0
U ²	1916.66	6978.88	2498.88
Confidence limit (0.05)	503.68 ≤ m ≤ 566.32	723.22 ≤ m ≤ 842.72	605.24 ≤ m ≤ 676.76
Max.	590.0	900.0	720.0
min.	480.0	690.0	580.0

ス状態では、正しく焼成したものが 1613kg/cm² で最高を示し、+ 5 %焼成では 1017 kg/cm²、- 5 %焼成では 667kg/cm² を示し、その差は非常に大きく + 5 %焼成のものが強度が大であった(表 5 参照)。完全にコンデンスしたものでは、正しい焼成によるものが 1132kg/cm²、- 5 %の焼成では 1021kg/cm² で、わずかではあるが + 5 %焼成が大であった(表 6 参照)。

C 陶材では、全くコンデンスしないものを正しく焼成した場合 565kg/cm² を示し、+ 5 %焼成では 560kg/cm²、- 5 %焼成で 461kg/cm² で、その差は僅少であった(表 7 参照)。中程度のコンデンスでは正しく焼成したもの

が 684kg/cm² で、+ 5 %焼成で 706kg/cm² を示し、正しく焼成したものよりも幾分強度は大であるが、その差はきわめてわずかであった。- 5 %焼成では、498kg/cm² であった(表 8 参照)。完全にコンデンスしたものでは、正しく焼成した場合 783 kg/cm²、+ 5 %の焼成では 641kg/cm²、- 5 %の焼成では 535kg/cm² を示した(表 9 参照)。

一方、内部構造については、コンデンスの相違による内部構造の変化を観察する目的で、3 種の陶材を 3 段階に分けたコンデンス状態で、正しく焼成したものについてその表面を光学顕微鏡で 200 倍に拡大し気泡の状態を

みた。また参考までに真空焼成用陶材もこれに加えて、同じく3段階のコンデンス状態についてその内部構造を観察し、減圧焼成とコンデンスとの関係からも興味ある結果をえた。

A陶材についてみると、コンデンスをしないものでは、多数の気泡が視野全体に存在しているが、中程度のものになると、その数は約半減するものの気泡の形態は、円型かむしろ樹枝状のものが多数存在している。

完全にコンデンスしたものでは、気泡の数は急速に減少するが、写真に示すように大型の気泡が観察された(写真1参照)。

つぎにB陶材では、傾向としては前者A陶材と同様であるが、気泡の数は全般的に少なかった。また、A陶材と同様に、完全にコンデンスしたものに大型の気泡を認めた(写真2参照)。

C陶材でも、A、B陶材と同じ傾向ではあるが全般的に気泡が多く、完全にコンデンスしたものにも相当数の気泡を認めた(写真3参照)。

以上3種の陶材は、いずれも大気中で焼成したものであるが、真空焼成用D陶材を使つて同じ条件で減圧焼成したものとをみると、全くコンデンスしないものでは、前三者とほぼ同じような気泡の分布で、中程度のコンデンスでは急に気泡の数を減じ、完全にコンデンスしたものでは、気泡の数はきわめて少数であることが観察された(写真4参照)。

IV. 考 察

3種の陶材を用いて、これを3段階のコンデンス状態に分け、しかもそれぞれについて焼成方法を、さらに3段階に分けその圧縮強さを測定し、また、これらの試験片の内部構造を光学顕微鏡にて200倍に拡大し、その差を観察して得た結果をつぎのように考察した。

すなわち、A陶材については、焼成温度の変化に関係なく、コンデンスが進むに従つて全体的にその強度も増大したが、これをさらに細かく焼成温度による強度の変化をみると、正しく焼成したものではその強度は16%増加を示し、-5%焼成では32%、+5%焼成では20%の増加であつた。焼成温度の5%増減による強度変化については大差なく、ほぼ同じ強度でオーバーヒートによる強度の低下はみられなかつたし、完全にコンデンスされたものでは逆の結果すらあらわれたが、それに対する意義づけは得られなかつた。

B陶材についてみると、これもA陶材と同様、コンデンスの程度が上昇するに従つて強度は増大するが、正し

く焼成したものが38%増に対し、±5%焼成ではいずれも100%を越える増加を示した。しかし、B陶材では正しく焼成したものと、±5%焼成したものの強度の差は大きく、高溶陶材では、コンデンスと焼成温度の正確さがともに強く要求されることが判明した。焼成温度は5%増減による強度の差をみると、B陶材では、-5%焼成はつねに+5%焼成よりも強度は低く、オーバーヒートよりもむしろ焼き不足が強度の低下を招来することを示している。

C陶材については、コンデンスの程度が上昇するにつれて、正しく焼成したものが37%、-5%の焼成が14%、+5%の焼成が15%と強度が増大した。5%の焼成温度の増減による強度差は、いずれも+5%焼成の方が-5%焼成よりも強度が大で、B陶材と同様、焼き不足に注意を要することが明らかとなつた。

以上3種の陶材のコンデンスと焼成温度の差による強度変化について要約してみると、コンデンスが進むに従つて強度が増加し、その増加の程度は各陶材によつてまちまちであるが、これらは、陶材そのものの組成、程度などに関係しているものと考えられる。本実験では指定焼成温度が高くなるに従つてコンデンスしないものと、完全なものとの差が大きいうように思われた。たとえば、陶材の粒度分布によつては、コンデンスしない状態のものでも、築造が終わつたときには自然にある程度コンデンスが進むとも考えられ、またその反対の場合も考えられる。

焼成温度5%増減に対しては、著者らが予想していたオーバーヒートによる強度の大幅な低下が、この実験ではむしろ焼き不足の場合に大であることなどは興味ある結果といえる。

本実験における母平均の信頼限界をみるに、その範囲は比較的大きく、実験データーのバラツキも多かつた。これは試験片の作製にあたり、円柱型試験片の上下面を平行に削製することの困難さが原因と思われ、今後の実験に際しては一考を要することを認めた。すなわち、金属、埋没材、アマルガム、石膏などの圧縮強さ測定に際しては、その平行性には約2~3 μ の誤差までは容認されるが、これは、それらの材料のフローによつて荷重が加わつたときにこの誤差が補正される点にある。しかし、陶材試験片については、このような誤差が一切認められないため、荷重が増大するに従つて上下の面に加わる荷重が平面上に均等に加わらず、部分的に荷重が加わることにより、試験片が徐々に崩壊する現象があらわれる。著者らは、マイクロメーターと、拡大鏡によりそ

の上下面の平行性を確認しているが、なお一層厳密を要すると考える。

つぎに諸条件で焼成した陶材の内部構造を200倍に拡大したものについて考察してみると、A, B, C 3陶材ともに気泡の数はコンデンスが進むに従って減少するが、反対に大型の気泡の存在が認められた。これは試験片作製時に、18.0mmの鋳型に陶材泥を注入するときに混入した大型の気泡か、それとも小型の気泡がコンデンスによって徐々に集合して大型のものとなり、表面近くに残ったものと考えられる。また、陶材粒子間に存在する水分は、コンデンスによって除去され、その空間はほとんど陶材粒子によって置換されるが、築造時に気泡が混入した場合は、コンデンスによってもこれが除去されないと考えられる。

したがって、築造時の気泡の混入には十分注意する必要を認めた。しかし、臨床的には18.0mmの厚みに陶材を築造することは考えられないので、臨床的にはこのような現象は防ぐことができると思われる。C陶材については、完全にコンデンスしたのちにもかなりの小型の気泡が認められるが、これは、その陶材の粒度分布や、組成による差と考えられ、使用する陶材によつてはそのコンデンス法もある程度考慮する必要のあることを示している。

また、参考のために調査した真空焼成用陶材について、減圧焼成とコンデンスの関係について興味ある結果を得た。すなわち、真空焼成用陶材といえども全くコンデンスしないで減圧焼成しても、その気泡の数は普通焼成を行なったものと比べてあまり変化なく、中程度のコンデンスを併用したときには急速に気泡の数を減じ、完全にコンデンスしたのち減圧焼成したときは、普通焼成したものに比べてほとんど気泡が認められないことが判明した。したがって真空焼成用陶材を使用する場合もコンデンスは十分行なうことが望ましい。

V. 結 論

以上の実験で得た結果を要約するとつぎのようになる。

1. 陶材の圧縮強さは、コンデンスの程度によつて大きく変化する。コンデンスをしないものと、完全にコンデンスしたものととの強度の差は、各陶材によって異なるが、指定焼成温度の高い陶材ほどその強度の増加率も大きくなる。

2. 焼成温度の増減による強度の増減は、+5%焼成、-5%焼成のいずれも大きな差はなかったが、どち

らかといえば+5%焼成の方が強度は大であった。また、高溶陶材では、±5%の焼成温度の差が強度に大きく影響し、焼成温度の正確さが要求されるようである。

3. 内部構造に関しては予想通りにコンデンスしないものと、したものではその気泡の数に大きな差があり、その必要性が強調されるが、普通焼成の陶材では、完全にコンデンスしたものでも、少ないものや多いものがあった。これは、陶材そのものの粒度分布などに関係があり、コンデンスが簡単に行なえる陶材と、やや困難な陶材の差と考えられる。

また、築造時に気泡が混入した場合は、コンデンスによつても容易には除去できないことが判明した。

一方、真空焼成用陶材をコンデンスせずに減圧焼成したものは、他の普通焼成の陶材と何ら変わりなく、多数の気泡があり、これにコンデンスを併用すると、ほとんど気泡のない理想的な陶材が得られることがわかった。

文 献

- 1) Baker, C. R.: Condensation of dental porcelain, J. Pros. Den. Nov. -Dec. 1094-1101, 1960.
- 2) Baker, C. R.: Porcelain condensation and pontics, Fort. Rev. Chicago D. Soc. 19, Jan. 5-8, 1950.
- 3) Bartels, J. C.: Dental ceramics, J. Pros. Den. 11:3, 537-551, 1961.
- 4) Brodsky, L. J.: The new deal in dental ceramics, D. Cosmos. 77, 36-39, 1935.
- 5) Clark, E. B.: Manipulation of dental porcelain, J.A.D.A. 22, Jan., 33-40, 1935.
- 6) Cohen, M.: Ceramics in dentistry, ed. 1, 31-32, Lea & Febiger, Philadelphia, 1940.
- 7) Fitzgerald, P. A.: Physical properties of dental porcelain, Northwestern Univ. Bul. 37:5, Nov., 1939.
- 8) Hodson, J. J.: Some physical properties of three dental porcelains, J. Pros. Den. 9:2, 325-335, 1959.
- 9) Selberg, A.: Condensation of porcelain jacket crowns, J.A.D.A. 18, July, 1315-1321, 1931.
- 10) Skinner, E. W., Fitzgerald, P. A.: Physical properties of dental porcelains, J.A.D.A. & D. Cos. 25, June, 861-865, 1938.
- 11) Vienes, R. F., Semmelman, J. O.: Densification of dental porcelain, J. Den. Res. 36:6, 950-956, 1957.
- 12) 古屋芳雄, 宮下五一郎: 医学統計学, 5版, 金原出版, 東京, 1959.
- 13) 前田博: 歯科医のための統計学の話(2), 歯界展望, 13巻, 982-985, 1956.

- 14) Skinner, E. W., Phillip, R. W.: The science of dental materials 6th, ed. Philadelphia, Saunders, 1967.
- 15) Johnston, J. F., Phillips, R. W., Dykema, R. W.: Modern practice in crown and bridge prosthodontics, Philadelphia, W. B. Saunders, 1960, 307-344.
- 16) Johnston, J. F., Mumford, G., Dykema, R. W.: Modern practice in dental ceramics, Philadelphia, W. B. Saunders, 1967, 9-13.

A: 陶 材
 上: コンデンスしないもの 中: 中程度 下: 完全 : ×200
 写 真 1

B: 陶 材
 上: コンデンスしないもの 中: 中程度 下: 完全 ×200
 写 真 2

C: 陶 材
 上: コンデンスしないもの 中: 中程度 下: 完全 ×200
 写 真 3

D: 陶材 (真空)
 上: 凝結しないもの 中: 中程度 下: 完全 ×200
 写真 4