歯科用陶材焼成時における収縮とポロシティー

九州歯科大学大学院歯学研究科歯科補綴学第2専攻 (指導: 内田康也教授)

林 恩 信

昭和55年12月26日受付

本論文の要旨は, 昭和55年6月15日第40回九州歯科学会総会において発表した.

Firing Shrinkage and Porosity of Dental Porcelain

En-Hsing Lin

Second Department of Prosthetic Dentistry (Director: Prof. Yasunari Uchida)
Kyushu Dental College, Kitakyushu, Japan

Fixed superiorities of dental porcelain have been evaluated in many respects since it was introduced in dentistry almost a century ago. It seems, however, that porcelain has been used less frequently for crown and bridge work than dental resins. One of the causes for it may be the difficulty of porcelain to successfully compensate for its inherent large shrinkage during firing. For the best clinical performance with porcelain, it would be essential to complete the whole process in a way to minimize the shrinkage and porosity.

In the present paper, occurrences of shrinkage and porosity of dental porcelain were investigated in relation to thickness of porcelain, kind of mixing medium, condition of condensation, firing atmosphere, firing temperature and holding period at a particular temperature. The material used for all the experiments was one and the same kind of air-firing porcelain.

The results were as follows:

1. A mechanical condenser was experimentally made, in which the vibration is generated by the deviation from the uniform revolution of a round plate connected to the axis of the motor.

In any thickness of the specimen, the void space was reduced, or the degree of condensation became higher, as the number of the motor revolution increased within a certain limit.

2. When the specimen was fired at the temperature recommended by the manufacturer (900°C) in air or in vacuum, firing shrinkage decreased significantly with an increase in the degree of condensation, while no changes were found in porosity.

3. Under the same degree of condensation, both shrinkage and porosity generally showed a tendency to increase with an increase in thickness of specimen.

4. There were no statistical differences in shrinkage and porosity between the

specimens fired in air and in vacuum at the temperatures not higher than 900°C.

5. When the firing process was carried out at the temperatures higher than 900°C, vacuum-fired specimen showed higher shrinkage and lower porosity than air-fired one.

6. In comparison of the effect of firing temperature on the shrinkage and porosity, shrinkage increased and porosity decreased significantly in vacuum-firing, as the firing temperature increased above 900°C. In air-firing, on the other hand, both shrinkage and porosity appeared constant above 900°C, probably because the residual voids inside the specimen were sealed by the glazed surface.

7. As the holding period was prolonged at 900°C, the firing shrinkage slightly increased and porosity slightly decreased both in air and in vacuum.

結 言

近代歯科補綴では審美的要素を十分に考慮した修復が行われる傾向がみられ、修復物を天然歯に酷似させるための材料や技術の開発が数多くなされ、驚異的な進歩をとげつつある。中でも歯科用陶材は、審美的にも物性的にもすぐれた材料として高く評価されている。ここ20年間は、高度経済成長の影響もあって陶材に対する患者の要求が多く、臨床におけるその利用頻度に目をみはるものがあつた。しかしながら、歯科用陶材には基礎理論的にも、臨床技術的にもまだ解決されていない問題点が数多く残されている。そのなかでも、焼成過程における陶材の大きな収縮が最終的な形態や色調に微妙な影響をおよぼす点については深く興味を持たれるところである。

臨床における陶材修復物の製作過程を大別すると、(1) 形成過程、(2) 焼結過程の2つである。陶材は焼成中に陶材粒子の非溶融部を核とし、溶融部ガラス質を地とする一塊の有核組織をつくるので、焼成前に含まれていた水分や空気がほとんどなくなり、その水分や空気が占めていた体積だけ収縮する¹⁻⁶⁾といわれている。この収縮は前述した2つの過程にみられる多くの因子⁷⁻⁹⁾によって影響される。すなわち、コンデンス方法、陶材粒子の大きさ、焼成雰囲気、焼成温度などが変わると収縮の程度も大きく変動する。

陶材の収縮に関する基礎的研究は比較的少なく、Gill (1931)¹⁰⁾、(1932)¹¹⁾、Clark (1935)¹²⁾、Skinner and Fitzgerald (1938)¹³⁾、Hodson (1959)¹⁴⁾、Baker (1950)¹⁵⁾、(1960)¹⁶⁾、Felcher (1932)¹⁷⁾、(1934)¹⁸⁾、松本 (1962)¹⁹⁾、追立 (1973)⁹⁾らの研究報告があるに過ぎない。このうち、Gill^{10), 11)}、Clark¹²⁾、Skinner¹³⁾およびFelcher¹⁷⁾の研究では、いずれも陶材の材質およびコンデンス法の相違が焼成時収縮に及

ぼす影響について報告している。また、Hodson¹⁴⁾は陶材粉末の粒度とコンデンス効果の関係および焼結条件の相違が収縮率に及ぼす影響について調べており、Baker¹⁵⁾は各種コンデンス法についての検討をしている。松本¹⁹⁾は陶材コンデンス時に使用した陶材泥の混水比が焼成時の収縮に影響を及ぼすと述べている。さらに、追立⁹⁾は種々の組成の陶材について、焼成時の収縮を検討している。これらの研究では、焼成時の収縮というものがどのようなかたちで起こっているかについては、何ら検討されておらず、部分的な実験報告がなされているに過ぎない。著者はコンデンス法、試験片の厚さ、焼成雰囲気、陶材混和液の種類、焼成温度、繫留時間などの諸因子をいろいろに変えた組み合わせで陶材を焼成し、これらの諸因子が、焼成時の陶材の収縮にどのような影響を与えるかを追求した。なおまた、陶材の収縮にともなうポロシティーの変化についても測定を行った。

実験材料ならびに試験片の作製

1. 実験材料

本実験に使用した材料は、市販されているコロンバス社製の大気焼成用アルミナス陶材 Steel's aluminous porcelain のDentin色、D₅である。

2. 試験片作製法

1) テフロン型とスペーサー

試験片を作製するため、Fig. 1に示すような円柱状の孔をもつ分割テフロン型と3種類のスペーサーを製作した。分割テフロン型は、内径10mm、高さ10mmで、スペーサーの直径はいずれも10mm、高さ7.8、8.3、8.8mmの3通りになっている。コンデンス後の陶材生型をきれいにとりだすため、厚さ0.2mmのビニール・テープをスペーサーの表面にはりつけた。試験片の厚さは、スペーサーを変えることによって2.0、1.5、1.0

Fig. 1 Mold and spacer for preparing porcelain specimens

Fig. 2 Experimental condenser

mmの3通りにすることができる。

2) コンデンサー

試験片のコンデンスには、Fig. 2 に示すようなコンデンサーを用いた。本装置は当教室と歯科理工学教室との共同で試作したもので、振動法によってコンデンスするタイプである。Fig. 2 の左側から、スライダック、モーター、プーリー、タコメータ、電圧計である。スライダックによって電圧を変え、モーターひいてはプーリーの回転数を変えることができる。試験片作製用テフロン型を固定しているアルミ板をプーリーにかかるく接触させ、そのときに得られる振動を利用してコンデンスを行うが、プーリーの回転数の相違による振動状態の差異はFig. 3²⁰⁾ に示す通りである。本実験に使用したプーリーの回転数は500, 1000, 2000, 3000 r.p.m. の4種類で、それをC500, C1000, C2000, C3000としてあらわし、コンデンスの条件とした。

3) 生型試験片の作製は、蒸留水で混和した陶材泥(W/P=0.4)内の気泡を、せっこうバイブレーターを用いて可及的に排除し、テフロン型の上面まで填入した。填入後、試作コンデンサーを用いてコンデンスを行

Fig. 3 Typical vibration pattern for each condition of condensation.

った。コンデンスは、アルミ板をモーターのプーリーに軽く接触させて振動を伝達することにより行った。水分が浮いてくる度にガーゼで吸水するという操作をくり返し、水分が浮いてこなくなるまで続けた。この操作は振動開始から1分以内に完了するようにつとめた。さらに陶材生型の厚さがそれぞれ一定(2.0, 1.5, 1.0mmの3通り)になるように上方の余剰部を安全カミソリで削除し、ただちにテフロン型から取り出して生型試験片とした。

陶材粉末と蒸留水とのなじみが比較的悪いため、コンデンスが不十分になることが予想される。そこで、混和液として陶材粉末となじみのよいアルコールを使用した場合についても実験を行った。

4) 試験片の焼成

前述した方法で作製した陶材生型試験片をG—C Pyromat porcelain furnace を使用して、4分間炉口乾燥、3分間炉内乾燥した後、Table 1 に示す焼成スケジュールにしたがって、大気焼成と真空焼成とを行った。焼成はFig. 4 に示すように、650°C から900°C までの昇温速度を約22°C/min に保つようにプログラム制御して行った。焼成後、ただちに試験片を炉外にとり

Air firing	Vacuum firing
550°C Drying Muffle entrance (4 min) Firing platform (3 min) 650°C In air 900°C Held at 900°C in air for 3 min	Drying Muffle entrance (4 min) Firing platform (3 min) In vacuum (700 mmHg) Held at 900°C in air for 3 min

Table 1 Firing Schedule

Fig. 4 Temperature versus time curve in porcelain furnace.

出し大気中で徐冷した。試験片は各実験条件につき6個ずつ同時に焼成した。

実験装置

1. 乾燥器

コンデンスした試験片生型の乾燥は Fig. 5 に示するような減圧乾燥器を使用して行った。

Fig. 5 Drying muffle

2. ベックマン比重計

陶材粉末の体積は東芝ベックマン社製のベックマン空気比較式比重計 930型を使用して測定した。陶材粉末の密度は、陶材粉末の体積と質量とを測定し、次の式を用いて決定することができる。すなわち、

$$d = \frac{m}{v}$$

d : 密度
 m : 陶材粉末の質量
 v : 陶材粉末の体積

である。

3. 連通管

焼成後の試験片の体積は Fig. 6 に示するような連通管装置を直示天秤にセットして測定した。

Fig. 6 Apparatus for measurement of apparent density (Essentially consists of modified chemical balance and communicating vessel).

4. 陶材焼成炉内の温度測定

炉内の温度測定にはクロメル・アルメル熱電対を用い、指示温度計とペンレコーダー (Vp-6541 A, 松下

通信工業社製)でそれぞれを読みとることができるようにした。

5. 走査型電子顕微鏡

実験に使用した電子顕微鏡は日本電子社製走査型電子顕微鏡 JEOL JSM 25 (以下走査型電顕と略す)である。

実験方法は以下のとおりである。

1) 要因AとBの組み合わせについて

試験片の厚さを 1.0, 1.5, 2.0mm とし, コンデンスの条件をそれぞれ C500, C1000, C2000, C3000にした場合の12種類の条件で試験片を作製した。コンデンス直後の各試験片の void space (%), および焼成時の各試験片の体収縮率と焼成後の内部ポロシティーとを測定

Table 2 Factors and Levels

Factors	Levels	1	2	3	4
A. Thickness of specimen		1.0mm	1.5mm	2.0mm	—
B. Condition of condensation		C500	C1000	C2000	C3000
C. Firing atmosphere		air	vacuum	—	—
D. Mixing medium		alcohol	distilled water	—	—
E. Firing temperature		850°C	900°C	950°C	980°C
F. Holding period at 900°C		1 min	3 min	5 min	7 min

実験方法

1. 実験条件

本実験では, 試験片の厚さ, コンデンス条件, 焼成雰囲気, 陶材混和液の種類, 焼成温度, 繫留時間などが陶材の収縮およびポロシティーにいかなる影響を与えるかを検討した。

実験でとりあげる要因と水準は Table 2 に示した。要因はA, B, C, D, E, Fの6つであり, それぞれについて通常の歯科臨床で行われている範囲内の2ないし4水準を設定した。各要因と水準を取り, 次のような組み合わせで要因配置を行い, くり返し6回の実験を試みた。すなわち,

- 1) 要因A (厚み) と要因B (コンデンス条件) の組み合わせ
- 2) 要因B (コンデンス条件) と 要因C (焼成雰囲気) の組み合わせ
- 3) 要因D (混和液) と要因B (コンデンス条件) の組み合わせ
- 4) 要因E (焼成温度) と要因C (焼成雰囲気) の組み合わせ
- 5) 要因F (繫留時間) と要因C (焼成雰囲気) の組み合わせ

とした。

2. 実験方法

した。試験片の焼成は大気焼成法で行った。

2) 要因BとCの組み合わせについて

試験片の厚さを1.5mm 一定としたものを使用し, コンデンスを C500, C3000, としたものをそれぞれ12個ずつ作製し, そのそれぞれの12個のうち6個を大気焼成し, 残りの6個を真空焼成した。焼成した試験片の体収縮率と内部ポロシティーとを測定した。

3) 要因DとBの組み合わせについて

試験片の厚さを 1.5mm 一定としたものを使用し, 蒸留水とアルコールとをそれぞれ陶材の混和液とし, コンデンスの条件をそれぞれ C500, C3000 とした場合の4種類の組み合わせで試験片を作製した。焼成は大気焼成法で行った。焼成した試験片の体収縮率と内部ポロシティーとを測定した。

4) 要因EとCの組み合わせについて

コンデンスの条件を C3000 一定として, 1.5mm 厚さの試験片を使用した。焼成温度を 850, 900, 950, 980 °C の4種類とし, 真空焼成と大気焼成とを行った。焼成した試験片の体収縮率と内部ポロシティーとを測定した。

5) 要因FとCの組み合わせについて

コンデンスの条件を C3000 一定として, 1.5mm の厚さの試験片を使用した。焼成方法は 大気焼成法と真空焼成法の2種類で, まず900°C まで昇温し, その後繫留時間を 1, 3, 5, 7 分間の4種類とした。焼成時の試験

片の体収縮率と焼成後の内部ポロシティーとを測定した。

3. 測定方法

1) Void space (%) の測定²¹⁾

テフロン型からとり出した生型試験片についてはまず見かけの体積を算出した。厚さについては4個所を計測してその平均値を、また直径については3個所を計測してその平均値をそれぞれ計測値とした。また計測には読取顕微鏡を用い、1/100mmの精度まで計測した。次に各生型試験片は、120°Cで5時間、減圧乾燥器を用いて乾燥した。乾燥後重さを測定し、さらにベックマン比重計で決定した陶材粉末の真の比重から試験片の真の体積を求めた。生型試験片の見かけの体積と真の体積からコンデンス直後の試験片の void space (%) を次の式を用いて算出した。すなわち、

$$\text{Void space (\%)} = \frac{V_c - V_p}{V_c} \times 100$$

ただし V_c : コンデンス直後の試験片の見かけの体積

V_p : コンデンス直後の試験片の真の体積

である。

2) ポロシティーの測定²²⁻²⁶⁾

直示天秤のうけ皿取付部に頭髮をもちいて試験片を吊し連通管の一方の管中に置く。もう一方の管からメチルアルコールを入れ、その管を上下することにより天秤にセットされた試験片部分だけをメチルアルコール中に浸漬できるようにした。浸漬前の重量 (W_1) と浸漬中の重量 (W_2) を秤量し、次の a) 式から試験片の見かけの比重を求めたのち、b) 式を用いてポロシティーを算出した。すなわち、

$$\text{a) } \rho_a = \frac{W_1}{W_1 - W_2} \rho_0$$

$$\text{b) porosity (\%)} = \frac{\rho - \rho_a}{\rho} \times 100 \text{ である。}$$

なお

W_1 : 試験片の浸漬前の重量

W_2 : 試験片の浸漬中の重量

ρ_0 : メチルアルコールの比重

ρ : 陶材粉末の真の比重

ρ_a : 試験片の見かけの比重

である。全ての実験は $19 \pm 1^\circ\text{C}$ の室温のもとで行った。

3) 焼成時の収縮率の測定

焼成後の試験片の見かけの比重と重さから体積を求め、焼成時の収縮率を次の式を用いて算出した。すなわち、

$$\text{Volumetric shrinkage (\%)} = \frac{V_c - V_h}{V_c} \times 100$$

ただし V_c : コンデンス直後の生型試験片の見かけの体積

V_h : 焼成後の試験片の見かけの体積

である。

以上 1) ~ 3) の各測定は、同一試験片について3回くりかえし行い、その平均値をその試験片の測定値とした。これらの測定結果について分散分析を行い、危険率5%で有意差の検定を行った。

4) 走査型電顕による観察

走査型電顕による観察は焼成後の陶材の円形表面と、その面に対して垂直な方向に2分割したときの破面とについて行った。

円形表面を観察する試験片については、観察面に直接 gold による ion sputter coating を行った。また、破面を観察する試験片も、アルミナ (100番) を用いて破面をあらかじめ研磨し、十分に洗浄し、乾燥したものに gold による ion sputter coating を行って使用した。

気泡の分布状態は、走査電顕写真上で検討した。

実験結果

1. Void space (%) の測定

コンデンスの条件と生型試験片の厚さを、それぞれ変えた場合の void space (%) の変化を調べた。その結果については、Table 3, Fig. 7 に示す。

Fig. 7 Effect of thickness of specimen on void space of porcelain after condensation.

Table 3 Effect of thickness of specimen on void space of porcelain after each condensation.

(%)

thickness		1	2	3	4	5	6	M	S.D.
1.0mm	C500	46.87	45.80	47.36	46.25	46.58	47.60	46.74	0.68
	C1000	44.06	45.52	44.24	45.87	46.18	46.03	45.32	0.93
	C2000	44.39	44.74	43.26	44.23	45.66	43.54	44.30	0.86
	C3000	44.22	45.52	42.17	43.79	43.42	43.15	43.71	1.12
1.5mm	C500	45.75	48.35	47.03	47.76	46.74	48.25	47.15	0.99
	C1000	44.51	44.73	44.53	44.85	45.75	45.24	44.94	0.48
	C2000	42.74	43.86	43.98	44.52	44.92	44.42	44.01	0.68
	C3000	43.95	42.69	44.44	43.78	43.96	43.88	43.78	0.58
2.0mm	C500	48.57	48.91	49.34	48.63	48.07	48.95	48.75	0.43
	C1000	46.69	48.51	46.11	46.22	47.51	46.48	46.92	0.92
	C2000	46.19	45.53	45.24	44.02	45.02	45.18	45.20	0.71
	C3000	45.10	45.78	45.32	43.36	44.14	44.55	44.71	0.88

分散分析の結果から明らかなように、試験片の厚さを1.0, 1.5, 2.0mm としたいずれの場合においても、コンデンス直後の void space (%) には C500, C1000, C2000 の間に有意差が認められた。しかし、C2000 のものと C3000 のものとの間では有意差が認められなかった。Fig. 7 から明らかなように、いずれのコンデンス条件においても、void space (%) は厚さが1.0mm と1.5mm のものでは変化がみられなかったが、C2000 とC3000 のものを除いて1.5mm と2.0mm のものでは、2.0mm の方が大きくなる傾向を示した。

2. 焼成時の収縮率の測定

1) 試験片の厚さとコンデンス

試験片の厚さとコンデンスの条件を変えた場合の焼成時の体収縮率の変動について検討を行った。変動の様相を Table 4 と Fig. 8 に示す。試験片の厚さが1.5mm と2.0mm のものでは、いずれも焼成時の体収縮率について、コンデンス条件 C500, C1000, C2000 の間では、有意差が認められたが、C2000 とC3000 との間では有意差が認められなかった。試験片の厚さが1.0mm のものでは、C500 とC1000 の間では、体収縮率に有意差がみられたが、C1000 からC3000 までのものでは有意差がみられなかった。一方、試験片の厚さ間では、いず

Table 4 Effect of thickness of specimen on firing shrinkage of porcelain for each condition of condensation.

(%)

thickness		1	2	3	4	5	6	M	S.D.
1.0mm	C500	43.23	42.65	43.76	43.00	43.38	42.82	43.14	0.40
	C1000	40.91	42.20	40.92	42.64	42.54	42.29	41.92	0.79
	C2000	40.67	41.51	39.65	41.13	42.51	39.60	40.85	1.10
	C3000	41.06	41.35	38.89	40.35	39.65	39.92	40.20	0.91
1.5mm	C500	42.04	43.55	43.42	42.87	42.85	44.68	43.24	0.89
	C1000	40.70	41.01	40.79	41.12	42.36	41.56	41.26	0.62
	C2000	39.24	40.15	40.38	40.48	41.19	40.50	40.32	0.63
	C3000	40.59	39.13	40.93	40.01	40.49	39.76	40.15	0.65
2.0mm	C500	46.41	45.64	46.00	45.82	45.33	45.85	45.84	0.36
	C1000	44.92	43.12	43.45	44.38	43.18	44.89	43.99	0.84
	C2000	42.60	42.05	41.32	41.27	41.44	41.77	41.74	0.51
	C3000	41.44	42.38	41.89	39.89	39.24	40.89	40.95	1.20

Fig. 8 Effect of thickness of specimen on firing shrinkage of porcelain for each condition of condensation.

れのコンデンス条件においても、収縮率は厚さが1.0 mmのものと1.5mmのものとの間には有意差が認められなかったが、C3000のものを除いて1.5mmのものと2.0mmのものとの間には有意差が認められた。これらの結果から、体収縮率はコンデンスが十分なものよりコンデンスが不十分なものの方が大きく、しかもその程度は厚さが1.0~1.5mmの時より1.5~2.0mmの時の方が著しいことが判明した。

Table 5 Effect of firing atmosphere on firing shrinkage of porcelain for different condition of condensation. (%)

	air firing		vacuum firing	
	C500	C3000	C500	C3000
1	43.21	41.23	42.85	42.16
2	42.04	41.37	44.42	41.71
3	43.25	40.78	44.32	41.75
4	41.92	41.71	42.09	42.08
5	42.76	41.04	43.51	43.44
6	42.29	40.07	44.47	40.14
M	42.58	41.07	43.61	41.88
S.D.	0.58	0.50	0.98	1.06

2) コンデンスと焼成雰囲気

コンデンス条件と焼成雰囲気（真空、大気）を変えた場合の焼成時の試験片の体収縮率の変動を検討した。変動の様相を Table 5 と Fig. 9 に示す。分散分析の結果から明らかなように、コンデンス条件がC500, C3000のいずれの場合にも、大気焼成したものと真空焼成したものとの間で焼成時の試験片の収縮率に有意差は認められなかった。

Fig. 9 Effect of firing atmosphere on firing shrinkage of porcelain for different condition of condensation.

3) 混和液とコンデンス

陶材混和液とコンデンス条件を変えた場合の焼成時の試験片収縮率を Table 6 と Fig. 10 に示した。これによると、コンデンス条件が C500, C3000 のいずれの場

Table 6 Effect of kind of mixing medium on firing shrinkage of porcelain for different condition of condensation. (%)

	distilled water		alcohol	
	C500	C3000	C500	C3000
1	43.76	41.67	42.98	41.85
2	43.31	42.51	44.11	41.59
3	44.15	40.40	44.06	40.80
4	43.98	41.92	43.41	41.19
5	43.93	42.17	43.37	40.70
6	43.35	40.78	44.28	40.26
M	43.75	41.58	43.70	41.07
S.D.	0.35	0.82	0.52	0.59

Fig. 10 Effect of kind of mixing medium on firing shrinkage of porcelain for different condition of condensation.

合についても，蒸留水を混和液としたものとアルコールを混和液としたものとの間に有意差は認められなかった。すなわち，混和液が蒸留水であるかアルコールであるかの相違は焼成時の試験片の収縮率に何らはっきりとした相違を与えないことが判明した。

4) 焼成温度と焼成雰囲気

焼成温度と焼成雰囲気をそれぞれ変えた場合の焼成時の試験片の体収縮を Table 7 と Fig. 11 に示した。これによると，焼成時の試験片の収縮率は，真空焼成，大気焼成のいずれの場合にも，最終焼成温度が高くなるにしたがって増大する傾向がある。しかし大気焼成の場

囲気の相違による収縮率の差異は，850，900℃ではみられなかったが，950，980℃ではいずれの温度においても真空焼成したものの方が大気焼成したものよりも大きな体収縮率を示した。

Fig. 11 Effect of firing temperature on firing shrinkage of porcelain for different firing atmosphere.

5) 繫留時間と焼成雰囲気

900℃に繫留する時間と焼成雰囲気をそれぞれ変えた場合，焼成時の試験片の収縮率がどのように変動する

Table 7 Effect of firing temperature on firing shrinkage of porcelain for different firing atmosphere. (%)

	air firing				vacuum firing			
	850 °C	900 °C	950 °C	980 °C	850 °C	900 °C	950 °C	980 °C
1	40.41	41.37	40.00	41.00	40.63	41.75	42.29	44.00
2	40.40	41.23	41.24	40.18	41.09	43.44	44.16	43.63
3	39.94	40.78	40.95	42.23	40.97	42.16	43.79	44.14
4	38.28	41.71	40.25	40.85	39.98	40.14	43.42	43.71
5	40.50	41.04	43.13	40.90	41.81	41.71	44.22	43.82
6	40.08	40.27	40.43	41.18	41.00	42.08	44.10	43.82
M	39.94	41.07	41.00	41.06	40.91	41.88	43.66	43.85
S. D.	0.84	0.50	1.14	0.68	0.60	1.06	0.74	0.19

合，焼成温度が850℃のものと900℃のものとの間には収縮率に有意差が認められたが，900℃から980℃までのもの間には有意差が認められなかった。一方焼成雰

かについて検討した。変動の様相を Table 8 と Fig. 12 に示す。各時間繫留した試験片の収縮率には，焼成雰囲気の違いによる有意差は認められなかった。Fig. 12 で

Table 8 Effect of holding period on firing shrinkage of porcelain for different firing atmosphere. (%)

	air firing				vacuum firing			
	1 min	3 min	5 min	7 min	1 min	3 min	5 min	7 min
1	41.09	41.37	42.43	42.60	42.65	41.75	43.02	42.37
2	41.14	41.23	42.46	42.31	41.15	43.44	43.28	43.09
3	41.54	40.78	42.87	42.51	41.27	42.16	42.52	43.39
4	41.70	41.71	42.66	42.59	41.47	40.14	42.25	43.29
5	40.42	41.04	43.82	42.89	42.03	41.71	43.26	42.71
6	41.40	40.27	42.10	43.12	41.20	42.08	42.76	43.90
M	41.22	41.07	42.72	42.67	41.63	41.88	42.85	43.13
S.D.	0.45	0.50	0.60	0.29	0.60	1.06	0.41	0.54

Fig. 12 Effect of holding period on firing shrinkage of porcelain for different firing atmosphere.

判るように、真空焼成した試験片と大気焼成した試験片のいずれにおいても、繫留時間の延長により収縮率にわずかな増大が起こる。分散分析を行った結果、大気焼成した場合には、繫留時間を5分、7分としたものの収縮率の間には有意差は認められなかったが、これらのものと1分、3分繫留したものの間では有意差が認められた。一方、真空焼成した場合には、繫留時間を1分と3分、3分と5分、5分と7分としたものの間には有意差が認められなかったが、1分繫留したものと7分繫留したものの間には有意差が認められた。

3. ポロシティーの測定

1) 試験片の厚さとコンデンス

試験片の厚さおよびコンデンスの条件を変えた場合、

焼成後の試験片のポロシティーがどのように変動するかについて検討を行った。変動の様相を Table 9 と Fig. 13に示す。これによると、それぞれの厚さの試験片においてはコンデンス条件の相違による焼成後の試験片のポロシティーの差異はみられなかった。しかし、試験片の厚さが薄い場合 (1.0mm) と厚さが厚い場合 (2.0mm) との間には、後者の場合、ポロシティーがわずかに増大する傾向がみられた。

Fig. 13 Effect of thickness of specimen on internal porosity of fired porcelain for different condition of condensation.

Table 9 Effect of thickness of specimen on internal porosity of fired porcelain for each condition of condensation. (%)

thickness		1	2	3	4	5	6	M	S.D.
1.0mm	C500	2.263	1.276	2.387	1.770	1.193	1.276	1.694	0.531
	C1000	1.358	1.646	1.481	1.646	2.675	2.675	1.761	0.525
	C2000	2.675	1.399	2.016	1.193	1.276	2.922	1.913	0.748
	C3000	1.358	1.811	1.728	1.852	2.387	1.399	1.756	0.373
1.5mm	C500	2.346	2.016	2.305	2.510	2.675	1.181	2.172	0.533
	C1000	2.469	2.346	2.798	2.798	1.811	2.305	2.421	0.368
	C2000	1.893	2.634	2.510	2.469	2.469	2.593	2.428	0.271
	C3000	1.728	2.058	2.058	2.387	1.934	2.963	2.188	0.436
2.0mm	C500	2.551	2.922	2.099	2.757	2.058	2.675	2.510	0.356
	C1000	2.881	3.663	2.387	2.922	3.045	2.757	2.943	0.419
	C2000	2.675	2.798	2.593	2.881	2.963	2.675	2.764	0.141
	C3000	2.798	2.675	2.634	2.675	2.881	3.004	2.778	0.144

2) コンデンスと焼成雰囲気

コンデンス条件と焼成雰囲気（真空，大気）を変えた場合，焼成後の試験片のポロシティーがどのように変動するかについて検討を行った．変動の様相を Table 10 と Fig.14 に示す．これらの結果から明らかなようにコンデンスの条件が C500 と C3000 のいずれの場合も焼成後のポロシティーに大気焼成したものと真空焼成したものとの間で有意差が認められなかった．

Table 10 Effect of firing atmosphere on internal porosity of fired porcelain for different condition of condensation. (%)

	air firing		vacuum firing	
	C500	C3000	C500	C3000
1	2.575	2.634	2.551	2.346
2	1.770	1.687	2.099	2.263
3	2.058	1.728	2.469	2.387
4	2.099	2.181	1.975	1.770
5	2.469	1.811	1.893	1.934
6	1.646	2.551	2.305	2.510
M	2.133	2.099	2.215	2.202
S.D.	0.419	0.421	0.268	0.287

3) 混和液とコンデンス

コンデンス条件と陶材混和液を変えた場合，焼成後の試験片のポロシティーがどのように変動するかを検討し

Fig. 14 Effect of firing atmosphere on internal porosity of fired porcelain for different condition of condensation.

た．変動の様相を Table 11 と Fig.15 に示す．これによると，混和液として蒸留水，アルコールをそれぞれ用いた場合の焼成後の試験片のポロシティーは収縮率と同様に，C500 と C3000 のいずれの場合においても差がみられなかった．

4) 焼成温度と焼成雰囲気

焼成温度と焼成雰囲気を変えた場合，焼成後の試験片のポロシティーがどのように変動するかについて検討した．変動の様相を Table 12 と Fig.16 に示す．これによると，焼成雰囲気の相違によるポロシティーの差異は，焼成温度850°C と900°C ではあまりみられなかった

Table 11 Effect of kind of mixing medium on internal porosity of fired porcelain for different condition of condensation. (%)

	distilled water		alcohol	
	C 500	C 3000	C 500	C 3000
1	2.881	3.086	2.305	1.770
2	1.852	1.811	1.975	2.222
3	3.004	2.428	1.852	2.140
4	2.387	1.605	2.469	2.263
5	1.811	1.687	2.634	2.798
6	1.893	3.333	1.770	1.646
M	2.305	2.325	2.168	2.140
S. D.	0.538	0.748	0.353	0.409

Fig. 15 Effect of kind of mixing medium on internal porosity of fired porcelain for different condition of condensation.

Table 12 Effect of firing temperature on internal porosity of fired porcelain for firing atmosphere. (%)

	air firing				vacuum firing			
	850 °C	900 °C	950 °C	980 °C	850 °C	900 °C	950 °C	980 °C
1	3.909	2.634	2.016	2.346	3.951	1.440	1.092	0.658
2	4.774	2.410	0.700	1.317	3.457	1.605	0.782	0.370
3	4.691	1.605	2.099	2.716	3.786	2.387	0.247	0.947
4	3.868	1.317	1.646	1.811	4.733	2.181	0.905	0.947
5	3.416	2.222	0.617	1.687	3.498	2.428	0.494	1.687
6	3.868	2.510	1.934	1.687	3.786	2.346	0.782	1.317
M	4.088	2.116	1.502	1.927	3.869	2.065	0.707	0.988
S. D.	0.532	0.533	0.671	0.510	0.464	0.431	0.287	0.467

が、950°Cと980°Cでは真空焼成したものよりも、大気焼成したものの方が高い値を示した。これに対して、大気焼成した場合のポロシティーは焼成温度が850°Cの場合4.1%，900°Cの場合2.1%，950°Cの場合1.5%となり、焼成温度が高くなるにしたがってポロシティーは減少する傾向を示した。またこの減少する傾向は真空焼成したものの方が大きかった。

5) 繫留時間と焼成雰囲気

繫留時間と焼成雰囲気を変えた場合、焼成後の試験片のポロシティーがどのように変動するかについて検討した。変動の様相は Table 13 と Fig. 17 に示す。900°Cで大気中に各時間繫留した試験片のポロシティーは、大気焼成したものと真空焼成したものとの間では有意差が

認められなかった。一方、大気焼成したものでは繫留時間を1，3，5，7分としたもののこの順序における隣り同志の間では有意差が認められなかったが、1分間繫留したものと7分間繫留したものとの間には有意差が認められた。真空焼成したものでは繫留時間を1，3，5分としたもの間には有意差が認められなかったが、これらのものと7分繫留したものとの間には有意差が認められた。

4. 走査型電顕による観察

焼成時の収縮率およびポロシティーの測定の結果、最も著しい差を示した試験片について走査型電顕による観察を行った。Fig. 18, 19 は焼成温度と焼成雰囲気を変えた場合の焼成後の試験片の円形表面および破面にお

Fig. 16 Effect of firing temperature on internal porosity of fired porcelain for different firing atmosphere.

Fig. 17 Effect of holding period on internal porosity of fired porcelain for different firing atmosphere.

Table 13 Effect of holding period on internal porosity of fired porcelain for different firing atmosphere. (%)

	air firing				vacuum firing			
	1 min	3 min	5 min	7 min	1 min	3 min	5 min	7 min
1	2.346	2.634	1.852	1.975	2.469	1.440	2.016	1.481
2	2.593	2.410	2.263	1.358	2.634	1.605	1.728	1.811
3	2.099	1.605	1.934	2.016	2.757	2.387	1.852	1.317
4	2.757	1.317	1.934	2.222	3.210	2.181	2.634	1.358
5	2.593	2.222	2.410	1.358	2.757	2.428	1.975	1.605
6	2.593	2.510	1.852	1.481	2.263	2.346	2.798	1.317
M	2.497	2.077	2.040	1.735	2.682	2.065	2.167	1.482
S.D.	0.235	0.495	0.237	0.380	0.320	0.431	0.440	0.197

る気泡の相違を示したものである。

真空焼成，大気焼成のいずれの場合についても，焼成温度が高くなるにしたがって表面がなめらかになっていることが観察された。大気焼成の場合と真空焼成の場合との間で比較すると，900°Cでは真空焼成したものの方が大気焼成したものより気泡が少なく平滑な面を呈していることが認められたが，950，980°Cではその表面の相違は認められなかった。

破面の変化については，900°Cでは真空焼成したもの

と大気焼成したものとの間に著しい差異がみられなかったが，950，980°Cでは真空焼成したものの方が大気焼成したものより内部気泡が少ないことが明確に観察された。

考 察

1. Void space (%)

陶材焼成過程における収縮を最小限にとどめようとするには，陶材生型の void space をできるだけ小さく

A (1) 900°C, 3 min

A (2) 900°C, 3 min

B (1) 950°C, 3 min

B (2) 950°C, 3 min

C (1) 980°C, 3 min

C (2) 980°C, 3 min

Fig. 18 Surfaces of porcelain observed by SEM (Original mag. $\times 300$).

Left three : Fired in air

Right three : Fired in vacuum

A (1) 900°C, 3 min

A (2) 900°C, 3 min

B (1) 950°C, 3 min

B (2) 950°C, 3 min

C (1) 980°C, 3 min

C (2) 980°C, 3 min

Fig. 19 Fracture surfaces of fired porcelain observed by SEM (Original mag. $\times 300$).
Left three : Fired in air
Right three : Fired in vacuum

しなければならない。

現在、一般に臨床で使用されているコンデンサーは、電磁石を利用したもの、超音波を利用したものなどであるが、いずれの場合もその振動板に築盛体を接触させてコンデンスを行っている。しかし築盛体自体の振動はその大きさ、形状によって異なり、コンデンサー、振動板の振動とは全く異った不規則な振動をしていることが予備実験の結果、明らかになった。したがって築盛体が吸収したエネルギーと、**void space** (コンデンス効果) を明確に調べることは不可能であるが、本実験のように、モーターの回転を利用した振動板を用いて行ったコンデンスでは、試験片の厚さが厚くなるにしたがって **void space** が増加する傾向を示した (Fig. 7)。このことは、築盛体の大きさ (体積) によって **void space** が著しく変化することを示している。同一厚さの試験片では、モーターの振動数が多くなる (本実験では C2000 まで) にしたがって **void space** が小さくなっている。しかし回転数を C3000 まで上げて **void space** に大きな変化がみられないことから、モーターの回転数がこの程度まで増してくると、モーターの回転数の増加が直接築盛体自体の振動を増大させることにはならず、築盛体の振動はある意味で飽和に達するものと考えられる。

2. 焼成時の収縮率

1) 試験片の厚さとコンデンス

陶材焼成過程での試験片の収縮率は、コンデンス直後の **void space** が小さいものほど小さくなり、コンデンスの程度に依存することが観察された (Fig. 8)。このことは、陶材の焼結機構、すなわち、フリット粒子の表面がとけ、**void space** をうめながら互いに融着して、フリット粒子の中心部を核とした有核構造を形成することを考えれば当然のことといえる。

2) コンデンスと焼成雰囲気

メーカーが指示した焼成温度と繫留時間 (900°C, 3 分) で焼成雰囲気 (大気, 真空) だけを変えて焼成した場合の収縮率には有意差が認められなかったが、走査型電顕写真 (Fig. 18 A) では真空焼成したものの方がわずかに表面が滑沢になっていることが観察された。このことから、一般に臨床で行われている真空焼成法 (焼成温度に到達したならばただちに大気圧にもどす方法) ではごく表面層の気泡だけが除去され、焼成体内部の状態には、ほとんど影響がないものと考えられる。

3) 混和液とコンデンス

陶材混和液の影響をみると、混和液を蒸留水とアルコールの 2 種類としたとき、コンデンスの程度が C500、

C3000 のいずれの場合にも、焼成時の試験片の収縮率に有意差はみられなかった (Fig. 10)。陶材混和液としてアルコールは陶材粉末に対するなじみがよいという特性を持ってはいるが、表面張力が蒸留水よりかなり小さいので、蒸留水以上に良好なコンデンス効果は得られなかったものと思われる。

4) 焼成温度と焼成雰囲気

焼成温度を 850, 900, 950, 980°C の 4 種類とし、各温度に 3 分間だけ繫留した場合の焼成時の収縮率を、焼成雰囲気 (大気, 真空) 間で比較した (Fig. 11)。その結果、メーカー指示の温度 (900°C) まではいずれの雰囲気の試験片も収縮率の増大がみられたが、900~980°C の温度範囲では真空焼成したものだけに収縮率の増大がみられ、大気焼成した試験片では収縮率の増大はみられなかった。真空焼成の場合、焼成温度が高くなると、融解してできるガラス質の粘度が小さくなるため、焼成温度到達後ただちに大気圧にもどしたとしても、脱気泡効果が明確にあらわれて収縮率が増大したものと考えられる。また、大気焼成の場合は、メーカー指示の温度よりも焼成温度を幾分高くしても、表面層の気泡だけが消失してグレーズ効果があらわれるのであって、焼成体の収縮率にはほとんど影響がないものと考えられる。このことは、各温度で焼成した試験片の表面と破面の走査型電顕写真 (Fig. 18, 19) から明らかである。

5) 繫留時間と焼成雰囲気

1.5mm 厚さの生型試験片を 900°C に達するまで加熱してから、1, 3, 5, 7 分間繫留した場合の収縮率の差を焼成雰囲気 (大気, 真空) 間で比較した (Fig. 12)。これによると、いずれの雰囲気の 경우도、繫留時間が長くなるにしたがって、収縮率のわずかな増加がみられた。しかし、雰囲気の違いによる収縮率の差はみられなかった。これは、メーカー指示の温度 (900°C) では、まだガラス質の粘度が高く、しかも 900°C でただちに大気圧にもどしたことにより焼成雰囲気の差が繫留時間を長くしてもあらわれなかったことによるものと思われる。

3. ポロシティー

試験片生型の厚さが増大し、コンデンス後の **void space** が増大すると、焼成後のポロシティーもわずかながら増大する傾向がみられた (Fig. 13)。このことから、厚い修復物の場合は気泡の少ない焼成体を作製するには、特に十分コンデンスするように心がけることが必要である。

本研究では単冠の場合を考え、臨床的立場から、築盛

体の厚さを1.0~2.0mmとして実験を行ったが、このわずかに1mmという厚みの差であっても、厚さの増加にともなう void space の増加がみられた。したがって、築盛体が複雑（例えば多数歯にわたるブリッジ）になる場合、現在市販されているコンデンサーを使用するかぎり、void space（%）に差が生じることが予想されるため、ポロシティーにもケースの違いによって差ができるものと考えられる。

一方焼成温度を900°Cとし、その温度に3分間繋留した場合、雰囲気の違いによるポロシティーの差はみられなかった（Fig. 14）。このことは、すでに述べた焼成時収縮率の場合と同じ理由によるものと考えられる。

陶材泥の混和液とポロシティーの関係（Fig. 15）については、焼成収縮率と同様、蒸留水を混和液としたものとアルコールを混和液としたものとの間にはポロシティーの差がみられなかった。焼成温度とポロシティー（Fig. 16）、焼成温度に繋留した時間とポロシティー（Fig. 17）の関係についてみると、焼成時の収縮率が大きいものほどポロシティーが小さくなっていた。

結 論

大気焼成用アルミナス陶材を用いて、コンデンスの程度、試験片の厚さ、焼成雰囲気、陶材混和液の種類、焼成温度、繋留時間の相違が焼成時の試験片の収縮率（%）および焼成後の陶材中のポロシティー（%）にどのような影響を及ぼすかを検討して、次のような結果を得た。

1. 当教室で試作したコンデンサーを用いた場合、ある範囲内（C2000まで）ではモーターの回転数が高くなるほどコンデンスの程度が進み、試験片の厚さに関係なく void space（%）は減少した。
2. 試験片の厚さが同じとき、コンデンスの程度によって焼成時の収縮は3~5%程度変化したが、統計処理の結果、その差は危険率5%で有意であった。しかし焼

成後の試験片の内部ポロシティーにはコンデンスの程度はあまり影響を与えなかった。

3. コンデンス条件が同じとき、試験片の厚さが増すと収縮率、ポロシティーともに増大する傾向がみられた。

4. 大気焼成用陶材をメーカーの指示どおりの温度で大気中で焼成したものと、真空中で焼成したものとの比較では、焼成時の収縮ならびに焼成後のポロシティーのいずれにも差異がみられなかった。

5. 陶材の混和液として蒸留水を用いた場合と蒸留水の代りにアルコールを用いた場合とでは、試験片の焼成収縮率とポロシティーとのいずれにも差異がみられなかった。

6. 焼成温度の影響をみると、真空焼成の場合、焼成温度が高くなると収縮率が増大し、ポロシティーは減少した。大気焼成の場合では、メーカー指示の温度よりも焼成温度を幾分高くしても収縮率とポロシティーには、ほとんど変化がみられなかった。

7. いずれの焼成雰囲気の場合にも、繋留時間を長くすると収縮率はわずかに増大した。また、ポロシティーはわずかに減少した。

稿を終わるにあたり、終始ご懇篤なご指導とご校閲を賜りました恩師内田康也教授に対し、深甚なる感謝の意を表するとともに、ご指導とご校閲をいただきました歯科理工学教室林一郎教授、井上勝一郎助教授ならびに小園凱夫講師に心から感謝します。また、本研究にご協力いただきました友清純孝先生をはじめ、補綴学教室員諸兄に厚く御礼申し上げます。

なお、日本ロータリー米山記念奨学会および小倉東ロータリークラブの会員のお世話で留学期間中研究に専念できましたことに心からの謝意を表します。

文 献

- 1) 歯科理工学会編：歯科理工学，医歯薬出版，東京，1971，304—314.
- 2) 井上勝一郎・小園凱夫：歯科材料Ⅰ，書林出版，東京，1980，67.
- 3) Skinner, E. W. and Phillip, R. W. : The science of dental material, W. B. Saunders Co., Philadelphia, 1967, 516—544.
- 4) 笠井 彰：歯科用陶材の焼成過程における形状変化に関する実験的研究，補綴誌 15：149—177，1971.
- 5) Klaffenbach, A. O. : A study of the factor in fusing of dental porcelain, and the determination of a fusing Chart, J. A. D. A. 26：1786—1797.
- 6) 山田早苗：最新ポーセレンテクニック，医歯薬出版，東京，1966，4—202.

- 7) 素木洋一：わかりやすい工業用陶磁器，技報堂，東京，1969，169—176.
- 8) 橋本謙一・浜野健也：セラミックスの基礎，共立出版，東京，1979，285—295.
- 9) 追立史郎：歯科用陶材の基礎的研究，日大歯学 47：218—227，1973.
- 10) Gill, J. R. : Pyrochemical reaction in the firing of porcelain, J. A. D. A. 18 : 280—290, 1931.
- 11) Gill, J. R. : Method and results in Condensation of dental porcelain, J. A. D. A. 19 : 1147—1154, 1932.
- 12) Clark, E. B. : Manipulation of dental porcelain, J. A. D. A. 22 : 33—40, 1935.
- 13) Skinner, E. W. and Fitzgerald, P. A. : Physical properties of dental porcelain, J. A. D. A. 25 : 861—865, 1938.
- 14) Hodson, J. T. : Some physical properties of three dental porcelain, J. Pros. Dent. 9 : 325—335, 1959.
- 15) Baker, C. R. : Porcelain condensation and pontics, Fort, Rev. Chicago D. Soc. 19 : 5—9, 1950,
- 16) Baker, C. R. : Condensation of dental porcelain, J. Pros. Dent. 10 : 1094—1101, 1960.
- 17) Felcher, F. R. : Dental porcelain, J. A. D. A. 19 : 1021, 1932.
- 18) Felcher, F. R. : The dental porcelain subject, Dental Cosmos 76 : 1266—1270, 1934.
- 19) 松本一臣：低溶陶材の焼成と物理的性質の研究，歯科学報 62 : 287—291, 1962.
- 20) 友清純孝・林 恩信・他：陶材の condense と porosity, 補綴誌 24 : 543—544, 1980.
- 21) 山北公夫・小石真純・他：粉体工学，槇書店，東京，1979，85—94.
- 22) King, W. D. : Introduction to Ceramics, John Wiley & Sons, Inco., New York, 1960, 414—417.
- 23) Mclean, J. W. and Hugher, T. H. : The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides, Brit. Dent. J. 119 : 251—267, 1965.
- 24) Semmelman, J. O. : A method of measuring porosity of porcelain teeth, J. D. Res. 36 : 945—949, 1957.
- 25) 桂 啓文・兼子研一・他：高真空焼成による低溶陶材の物理的性質について，歯材器誌 30 : 285—294, 1973.
- 26) 桂 啓文・兼子研一・他：高真空焼成による 高溶陶材 の物理的性質について，歯材器誌 31 : 84—94, 1974.