人工歯に関する研究 (第1報)

特殊低熔人工陶歯の製造について

末 野 悌 六

(SUENO-Teiroku)

加 藤 一 男

(KATO-Kazuo)

秦 孝 明

(HATA-Takaaki)

東京医科歯科大学 歯科材料研究所 窯業部

Study on Porcelain Teeth

Teiroku Sueno, Kazuo Kato and Takaaki Hata

From the Ceramic Section, the Institute of Dental Materials,
Tokyo Medical and Dental University

Low fusing porcelain teeth (800° to 900°C) was manufactured from borosilicate glass powder. And its superiority to other usual porcelain teeth was tested in comparison of their physical properties, such as: transparency, strength, expansion, chemical-proof, porosity and spalling test.

I 緒 言

著者等は今後引き続き 歯科材料研究所に於いて天然歯の性能に近い性質の陶歯の製造研究を実施するが此の第1報は臨床医家がレジン歯の様に容易に各自に目的の形態色調の陶歯を製作し得る事を目標として研究した結果の報告である。

従来の陶歯は長石を主体としてそれに石英、カオリン質粘土を配合し他にアルカリ、硼酸、酸化鉛等を加えたものである。本研究は此の概念から離脱して、陶歯材質の必要条件である透明度、色沢、強度、化学的耐久性、急熱急冷に対するスポーリング強度等を考慮して別種の材質を主体とし製造研究し略々其の目的を達したと考えられるので茲にその概略を報告するものである。

従来の長石、石英、カオリンを主体とする陶歯は一般に透明度を増進する配合を行えば強度劣り、強度を増加する配合を行えば透明度劣る結果を来し解決し難い矛盾をもっているものである。これは透明性の主体である長石質硝子と強度の保

持者である石英、カオリン質硝子の混合物である点に原因している。即ち別箇な性質をもっている相の不均一な混合体である点に解決困難な矛盾が胚胎している。

近時真空焼成によつて透明度、強度双方に害のある気泡を逐い出す事によつて多大の進歩が見られるが尙本質的な困難が除去された訳ではない。

更に長石質陶歯はその焼成に当つて 1300°C 程度の高温を要する。この温度は工場に於いて既製品の陶歯を多量に製産する場合には容易に得らるゝ温度であるが、臨床医家が扱う温度としてはやゝ困難な温度であるので本研究の陶歯の材質は普通のニクロム線使用炉で得らるゝ 1000°C 以下の温度で焼成し得らるゝ事を目標としたものである。

従来の陶歯の製造法はあまりに陶磁器という概念にとらわれていた爲に陶歯の要求する条件を充足し得なかつた様に思われる。これ等の条件及び実際に製造されている優秀な陶歯を見ると陶磁器

よりは寧ろ硝子乃至瑛瑯に近い性質のものである。

筆者等は陶歯をむしろ硝子体という立場から研究し陶歯の要求する條件に近い安定強固な硝子を主体として研究した結果、一應の成果を得たので今後は諸医家の御協力と御批判をまつて色調、形態、保持等について實際化を期する次第である。

II 特殊低溶陶歯の製造法について

A. 主材料の製造

1. 原料： 著者が低溶陶歯の主材料として考慮選定したものは硼珪酸硝子の一種の粉末と溶融石英の粉末であるが前者が主体で後者は添加物であるので前者の製造法を主として述べる。後者は純良な石英粉を電融する事によつて得らるゝ事だけを附言するに止める。

一般に硬質硝子とよばれている硼珪酸硝子の調合は種々広範囲に亘っているが著者等が陶歯の諸條件を考えて定めた調合は石英 63%，硼酸 13%，硼砂 24% である。将来の製造についても厳密に此の調合に制約される訳ではない。大体此の配合に近いものであれば結果は大差ない。

石英は原料として特に選定を要する。光学用又は特級と称せらるゝもの(SiO_2 99.8% 以上 Fe_2O_3 0.5% 以下)を使用するのがよい。不純なものは製品の色調を害する。

石英塊は一旦 1300°C 程度に空焼きして、その結果表面に現われた赤褐色の酸化鉄汚染部をハンマーで除去し純白の部分丈をフレッツミルによつて粉碎し 100 メッシュ全通とする。所謂酸洗いをする必要はない。

硼酸及び硼砂は普通市販の純良なものを選定使用すればよい。

2. 溶融： 前記三種の原料をよく混和したものを普通の硝子溶融炉で溶解する。使用する坩堝は所謂ネコッポでもジヤパン型でもよいが材質は特に良質のものである事を必要とする。原料投入前に充分焼き締める事が好結果を来す。

投入後は 1450°C 位の高温に 10 時間程度保ち充分均一に溶解する様にする。此の溶解の良否が極めて重要で製造された硝子の品質を決定し其れ

が結果の陶歯の品質を支配する。此の良質の硼珪酸硝子を製造する事は本邦の硝子製造工場の現況を以つてしては最高級の技術を必要とするものと思われる。

斯くして充分によく溶融した硝子液を汲み出して自然冷却する。水中に投じてフリットとしても差支えないと思われるが著者等は自然冷却の方法によつた。

3. 粉碎及び篩い分け： 冷却した硝子塊を珪石又は花崗岩の輪をもつたフレッツミルによつて粉碎する。後述する様に普通焼成では 250 メッシュ以下の微粉による陶歯は性質が劣る傾向があるから出来得る限り 150~250 メッシュの粒を多くつくる様に注意して粉碎と篩い分けを交互に行うようにする。止むを得ず鉄器で粉碎した場合には混入する鉄粉を磁力及び酸洗いで充分除去する必要がある。

斯くして得られた硬質硝子粉末に天然ルチル其他の着色材を添加して陶歯製造の材料とする。

B. 低溶陶歯の製造

1. 粘結材： 既述した主材料を以つて陶歯の形に成型するには粘結材を必要とするが、之れには 2 種類のものを使用した。その一つはアクリルレジンであり他は澱粉である。

アクリルレジンによる成型の場合には主原料にレジン粉末及び液を 5% 位混じて粘りレジン歯を成型すると同様の方法によつて成型する。

澱粉の際は主材料に対し重量比で 1% 程度の澱粉を混合する。それ以上の量を用うると焼成の際失敗する事がある。

2. 成型： 上記の様な割合で澱粉又はアクリルレジンを混合してパテ状に粘つた原土をつくる。これは調合用小乳鉢、乳棒で短時間で行う。1 箇の陶歯は 0.5 gr 程度であるから極めて僅かの量である。

アクリル粘結材の場合は石膏陰型に齒科分離剤例えばルシンフォイルを塗布して分離を容易ならしめる。此の原型は主材料の焼成収縮 20% を見込んでそれ丈大きく蠟にて歯型彫刻を行つておく。

パテ状に適当な粘りの時機(糸を引く前)を見て石膏中に切端部用透明な主材料及び歯頸部用半

透明材料を塗り込み又ピンを植える。この際便宜上切端部用と歯頸部用の主材料を有機染料で着色して見分けを容易にして置く。次に二つの型を合せ万力で押しボルト締めにして、水中煮沸重合成型すればよい。

澱粉の場合はアルミ合金金型に油（鉍物油）を塗布して同様に適当な粘り（水分多くせざること）に温水（40～50℃）を入れ二種の材料をつめ少々高盛りにして圧縮ボルト締めとする。これを 200～300℃ で短時間乾燥して（茶褐色に澱粉がもえ収縮剝離する程度（10～20 分）取りはづしてビスケット状のものを得る。澱粉の場合は後でピンを植え込む所謂後盛りが出来る利点がある。唯ピンの附近は焼成に際し気泡を生じ易いので充分入念に圧して気密にする事に注意を要する。

3. 焼成及び仕上げ：型から取りはづした成型物は型の合せ目を修正し、有孔陶歯の穴を補正、横穴を穿孔し耐火物製の焼き台の上に少しアルミナ粉をしき、ピンの部分は石膏で覆って置く。ピンを覆うのはピンの熱伝導によつてピンの足の部が急溶して気泡又は空洞を生ずるのを防ぐためであり又ピンの酸化を防ぐに役立つ。

アクリル成型によるビスケットは 300℃ から 500℃ 位の間に暫く放置してアクリル分を揮発させる。一時黒化する事があるが黒色がとれてから本焼成する必要がある。この順序を経ずに急に加熱すれば発火し CO_2 ガスの爲に多孔質となり不透明の失敗品が出来る。

斯の予備焼成は炉の入口で行い、然る後焼成台を炉の中心部へ押し入れて蓋をし本焼成を行う。本焼成は 870℃ で 7～10 分で充分である。蓋を開けて陶歯の表面が平滑となり光沢を呈するに到つた場合は直ぐ取出す。本焼成の温度は溶融石英粉の混合量多いものは高くなる。尚お硝子粉の粒度及び混合色素の量によつても多少変化がある。

焼成炉は写真 1 の様なニクロム線電気炉で陶歯の焼成及び埋没鑄造用の型の加熱を兼ねてつくつたもので電力は 1 KW で 10 cm 幅 × 5 cm 高 × 20 cm 奥行（外径 25 cm の半円炉）のものである。

二段切換とし温度の調節を可能にしたもので上

写真 1 低熔人工陶歯製造写真

1. 主原料（シャーレ内）低熔原料（粉碎前）
2. 成型 { 金型（澱粉 Binder 用）
石膏型（歯形印象）（アクリル系用）
尚おアクリル系用はアクリル酸及び液、分離剤（ルシンホイル）
3. メノウ乳鉢 { 顔料、其の他鉍物質の粉碎
成型前の混練用
4. 電気炉（ニクロム炉）焼成皿及び陶歯（取出す所）
前列陶歯は完成品

10 cm 幅 × 5 cm 高 × 22 cm 奥行（外径 25 cm 半円形）の電気炉 1 KW の温度上昇曲線（850℃ 迄 40 分）

図 1 電気炉温度曲線
アロメクロメル熱電対使用

昇曲線は図 1 の様である。

焼成時に於ける温度の一定保持は充分注意すべきで温度計（アロメクロメル熱電対使用）を見乍

らスライダックによつて調節する。

焼成によつて 20% 収縮して製品となる。窯出ししたものは除冷する事が望ましいが此の特殊低熔陶歯は急冷しても一般の陶歯の様に弱化する事はない。元来陶歯は其の後の工作等に於いて屢々加熱急冷等をうけるものであるから急冷によつて弱化する様な材質から成るものは性能の劣つたものと思うべきで此の点から見て従来の長石を主体とする陶歯は何れも不十分なものと思われる。

焼上げて形態、色沢等不十分と思われるものは其の儘か或は澱粉粘着によつて更に盛り上げ再加熱して修正する。

III 特殊低溶陶歯と一般陶歯の 物理化学性

1. 透明性： この低溶陶歯について透明性を見ると、主材料である硼珪酸硝子が極めて透明度のよい材料であるからレヂン歯の如く透明度はいくらでもよいものが得られる。唯透明度をさまたげる気泡の発生を少くすればよい。そのためには粒度の配合が重要で概略して 150~200 メッシュのものが最も良好な透明度を示した。尙お真空焼成を行えば非常に透明なものが得られる事が期待されるがその必要もない程この特殊低溶陶歯は透明度がよく微粒原料で行い殆どシリカを要せず。

尙透明性には CO 化が早いものでうどん粉より澱粉がよい。

尙今後透明度については光電池を用いて測定し定量的な結果を報告する予定である。

2. 陶歯の熱膨脹曲線について： 試作した低熔陶歯及び内外品について熱膨脹を測定したがグラフの如くである。

試料 (1) Supply New heu (最近のもの)

(2) JS 陶歯

(3) JG //

(4) 試作研究品(一般品)

(5) J-G 真空焼成陶歯 Hg 1m/m 石英パイプ使用

(6) 米國 Supply 真空焼成陶歯

(7) JS 社真空焼成陶歯

(8) 米國 Universal. Dent. Comp. 上白歯陶歯

(9) 天然歯

(10) 150~200 # 試作研究品(アクリル系)

(11) 200~250 # 1 SiO₂ 5% 添加(アクリル系)

(12) 870°C 7 分焼成不充分試作品(澱粉系)

(13) 150~200 # 試作品(澱粉系)

(14) 870°C 一般品(澱粉系)但し 10 分焼成

(15) 200~250 # 試作品(アクリル系)
(870°C 5 分焼成す)

以上の試験でもわかる様に試作品以外については米國 Supply 以上に Universal が少ないのは白歯でもあり強度を増加するため SiO₂ を多くしたためで顕微鏡でも明かである。一般に膨脹率は外國品は少なく大体 800°C にて内地品の多いものゝ半分といった程度である。さて内地品は S 及び G 社製が共に大きく真空焼成では SiO₂ 増加 (m.p 増大と透明化防止) のためか幾分少い。しかも顕微鏡で明かなように S 社 G 社共に外國品より SiO₂ 少く膨脹は大きい。

さて試作品は軟化点が 550°C であるが 0.3% の膨脹であつた。天然歯については 100~200°C と 200~400°C, 400°C 以上と変化が異り水分や石灰質、燐酸塩の熱変化のためで、膨脹にて後で見ると Crack が歯根に向つて生じ琺瑯質は白色に変化し歯冠と根の境界は Blue 色に変わり根は黒褐色となつて色々の配色変化を示していた。

次に試作品について試料の如く膨脹を測定した所図の如くで結論的に澱粉系の方がアクリル系と比較して 400~500°C 間の膨脹は少い、又初期の 200~300°C 前はむしろ反対の感が多い。

次に焼結時間が相当影響している。即ちよくシンターせるもの程小さい。粒度については 150~200 # のものでよくシンターせるものがよい。尙お SiO₂ 5% 混入物が小さいのは SiO₂ の影響と考えられる。以上膨脹的には澱粉系で 150~200 # がよい結果を示す。

以上の様に試作低熔陶歯の熱膨脹が従来の陶歯に比して極く小さく略々その半分程度である事は加熱による歪が少なく従つて強度及びスポーリング試験に於いて優れた性能を有する事を暗示している。

3. 陶歯の化学耐蝕試験について： 陶歯の内

図 2 人工歯膨張率
(イ) 一般陶歯

図 4

(ハ) 低熔歯(珪粉配合の影響)の膨脹

- 試料 A: 200~250 # SiO_2 15% アクリル系 870°C~5分焼成
 B: 150~200 # SiO_2 2% 澱粉系 870°C~5分
 C: 200~250 # 澱粉系 870°C~5分
 D: 200~250 # SiO_2 10% 澱粉系 870°C~5分
 E: 200~250 # SiO_2 15% 澱粉系 870°C~5分
 B': 200~250 # SiO_2 2% アクリル系 870°C~5分
 D': 200~250 # SiO_2 10% アクリル系 870°C~5分

膨脹順位

[E<A<B'<C<D<B<D']

図 3

- (ロ) 試作低熔歯の熱膨脹(500°C迄)
 試料 (10) 150~200 # アクリル系(870°C) 焼成稍々不充分
 (10') 150~200 # アクリル系 870°C 10分焼成充分
 (11) SiO_2 5%(200~250 #へ)アクリル系
 (12) 一般配合 870°C~7分(澱粉系)
 (13) 150~200 # 澱粉系 850°C~5分焼成良
 (14) 一般品 870~10分澱粉系焼成良
 (15) 200~250 # アクリル系
 (9) 天然歯長く放置後
 (9') " 直後のもの

試作品膨脹率の大小順

10>15>10'>11>13>12>14

↓
 (一般) (11) 以上アクリル系
 アル (11) 以下澱粉系
 ク系
 リ

外品及び試作品に対して厚生省の 金属の腐蝕試験法規格に準じて又口腔病学会雑誌 19 卷 2 号, 神沢研究室の金属試験法を参考として恒温水槽を用いて口腔内 37°C にての条件に従つて試験したもので表 1 の如くである。之によつてわかる様に殆んど変化がなく唯焼成法ではよく焼成することが大切で次節の吸水率試験に依つても明らかである。尙お強度良好なるもの即ちよく焼固したものが良い化学性を示す。粒度の適合したるものとして 150~200 # の試料が最もよい結果を表わしている。澱粉結合のものがアクリル結合のものより良い性質を示している。

耐浸蝕試験結果について

(A) 試験方法

(i) 浸蝕試薬は HCl(0.05 %), CH₃CH₂(OH)

別 表

試 薬	(Wulff 氏型 消比色計)	(東洋濾紙 試験紙)
HCl 0.05%	2.1	2.1
CH ₃ CH ₂ (OH) COOH(1 %)	3.3	2.8~2.9
NaCl (1 %)	6.9	5.8
Na ₂ S (0.1 %)	10.6	9.5
Water	7.0	5.7~5.8

COOH(1 %), Na₂S(0.1 %), NaCl(1 %)を用いた。

- (ii) 浸蝕液は 30 cc の Test tube に 10 cc を取つて行つた。
- (iii) 37°C にて 3 日間恒温水槽中に放置した。
- (iv) 放置後の(イ)試験体の重量変化, (ロ)色の変化, (ハ)表面の状態の変化, (ニ)各試作品に対する各作用試薬の pH 変化を

表 1

試 験 体 名	pH 作用後 HCl	pH 作用後 乳酸	pH 作用後 NaCl	pH 作用後 Na ₂ S	Water
材研窯業部試作品	2.1	2.8~2.9	5.8	8.2	5.7~5.8
米國 Supply New heu	"	"	"	8.0	"
J. S 陶歯	"	"	"	8.1	"
試作品 (澱粉系 バインダー) 200~250 # SiO ₂ 5 %	"	"	5.7~5.8	9.5	"
試作品 " 200~250 # SiO ₂ 2 %	"	"	"	8.0	"
試作品 " 200~250 # SiO ₂ 10 %	"	"	"	8.0	"
試作品 " 200~250 # SiO ₂ 15 %	"	"	"	8.5	"
試作品 " 150~200 #	"	"	"	8.0	"
試作一般品 " 870°C 5 分 (色素含)	"	"	"	8.4	"
" " 7 分 (")	"	"	"	8.0	"
" " 10 分 (")	"	"	"	9.5	"
以下アクリル酸 binder 使用					
試作 200~250 # SiO ₂ 15 %	"	"	"	8.8	"
試作品 200~250 #	"	"	"	9.2~9.3	"
試作品 200~250 # SiO ₂ 2 %	"	"	"	8.4	"
試作品 200~250 # SiO ₂ 5 %	"	"	"	8.8	"
試作品 200~250 # SiO ₂ 10 %	"	"	"	9.2~9.3	"
試作品 150~200 #	"	"	"	8.2	"
試作品 一般色素含 870°C 5 分	"	"	"	8.0	"
" " 7 分	"	"	"	8.4	"
" " 10 分	"	"	"	8.0	"

- (1) Na₂S の pH の変化 Test tube に密栓してあるものは, pH の移動が無いがよくできていないものは移動して居る, 之は Na₂S の加水分解に依るとも思われる。
- (2) [4] の(ロ)に於て一般品 5 分, 7 分, 10 分の焼成時間の長短によつて Na₂S に依る作用程度が異り焼成時間の短いものほど黒味が濃くなつて来ている感がある。

表 2 吸水率試験結果

試 験 体	吸水率(%)	試 験 体	吸水率(%)
材研窯業部試作品	0 %	一般品 試作品 870°C 7 分 (色素含)	0 %
米國 Supply New hew	0 "	" " 10分 "	0 "
米國 Supply 真空焼成	0 "	粘結剤としてアクリル酸	
J. S 陶歯	0 "	200~250 # SiO ₂ 15% (試作品)	0.11%
J. S 真空焼成陶歯	0 "	200~250 #	0 "
粘結剤として澱粉 1 % pure		150~200 #	0 "
200~250 # SiO ₂ 5% (試作品)	0.80%	200~250 # SiO ₂ 2%	0 "
200~250 # SiO ₂ 2% "	0 "	" SiO ₂ 5%	0 "
200~250 # SiO ₂ 10% "	2.53 % ?	" SiO ₂ 10%	0 "
200~250 # SiO ₂ 15% "	1.00 "	一般試作品 870°C 5 分 (色素含)	0 "
150~200 #	0 "	" 7 分 "	0 "
一般品 試作品 870°C 5 分 (色素含)	0.07 "	" 10分 "	0 "

(1) 一般的に澱粉の方が C→CO 化で残留率多く吸水率大となつて表われる様である。

(2) SiO₂ 15 %の方が10 %のものより吸水率小なるは Sinter の程度に依ると思われる。

みた。

先づ作用試薬の pH を測定した。

上記別表の pH 測定に於いて東洋濾紙 pH 試験紙の方が信頼感がある。何故なら Water の pH が一方は 7.0, 東洋は 5.7~5.8(真に近し), 一般蒸溜水はわづか酸性を呈する。以上より東洋濾紙試験紙によつた。

(B) 試験結果

(iv) の(イ) 試験体の重量変化は皆無である(但し吸水量を除いて)

(iv) の(ロ) 色の変化は当研究室試作品素地については変化はない。顔料使用により起るものはアンチ鉛系で幾分黒味を帯びる感がある。併し顔料系は各社各國共共通のものが使用されている。

(iv) の(ハ) 表面状態変化は皆無である。

(iv) の(ニ) 各作用試薬の pH 変化については殆んど皆無と思われるが表 1 に掲載した。

4. 陶歯の吸水率について: 一般に 窯業成品については吸水率はその焼結性その他物理化学性と関聯して重要な項目である。著者等は低熔陶歯及び内外品等について夫々吸水率測定を行つ

た。試験は一般窯業製品の試験法に準じて行つたものである。

表 2 にて明らかなる如く glass 質に変化するものであるから結局よく焼結する物程結果良好で SiO₂ %の増大と共にわるい, 即ち焼結不充分の所より液がしみこんでゆき化学的にも作用するわけである。吸水の点だけでみると澱粉系に幾分吸水性を示す。これは C の CO 化による気孔と思われる。之も尙お焼結温度を注意して行えば防止しうと思われる。何れにしても強度, 化学性, 膨張性より 150~200 # の試料が最も良好なる結果を示した。

5. 陶歯のスポーリング試験について: 陶歯は臨床使用に際して屢々加熱又は急冷され, その場合に破壊され又は脆くなる事は最も大きな欠点であるから急熱急冷の耐熱性は重要視されねばならない。この耐熱性は陶歯内の歪に基因するものである。歪は膨張率と密接な関係がある。歪を少なくする爲には(即ち耐熱強度を強くする爲には)製造行程の窯出しに於いて長時間をかけて除冷すればよい。併し除冷強化された陶歯も臨床使用に際して急熱急冷されると弱化を来すのは当然であつてこれを防止するには材質的に膨張の少いもので構成される事が必要である。この意味に於いて従来の内外製陶歯が長石を主体としている事は本質的

表 3 スポ ー リ ン グ 試 験 結 果

試 験 体	100°C	130°C	150°C	180°C	200°C	230°C	250°C	280°C	300°C	330°C	350°C	380°C	480°C	600°C
窯業部試作品一般品	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	裂(+)	裂(++)		
J.S 真空焼成陶歯	—	—	—	—	裂(++)									
米國サプライ (N. F) 真空焼成	—	—	—	—	裂(++)									
J.G 陶歯ビールックス	—	—	裂(+)	裂(++)										
Universal Dental comp	—	—	裂(++)											
Suply Neio hew	—	—	—	—	裂(++)									
J.S 陶歯(普通品)	—	—	—	—	裂(+)	裂(++)								
J.G 真空焼成陶歯	—	—	裂(++)											
試作品 (200~250 #) SiO ₂ 5%, 澱粉 1%	—	—	—	—	—	—	裂(++)							
試作品 (150~200 #) SiO ₂ 2%, 澱粉 1%	—	—	—	—	裂(++)									
試作品 (200~250 #) SiO ₂ 10%, 澱粉 1%	—	—	—	—	—	—	裂(+)	裂(++)						
試作品 (200~250 #)	—	—	—	—	—	—	—	裂(++)						
試作品 (200~250 #) SiO ₂ 15%	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	裂(++)
試作品 (150~250 #)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	裂(+)	裂(++)		
一般品試作品 (色素配合) ビン有 870°C 5分	—	—	—	—	—	—	—	—	裂(++)					
〃 870°C 7分	—	—	—	—	—	—	—	—	裂(+)	裂(++)				
〃 870°C 10分	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	裂(++)			
以下アクリルBinder (試作品のみ)														
200~250 # SiO ₂ 15%	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	裂(++)
200~250 #	—	—	—	—	裂(+)	裂(++)								
150~200 #	—	—	—	—	—	—	—	—	裂(++)					
100~250 #	—	—	—	—	—	—	—	—	裂(++)					
200~250 # SiO ₂ 2%	—	—	—	—	裂(++)									
200~250 # SiO ₂ 5%	—	—	—	—	—	—	—	—	裂(++)					
200~250 # SiO ₂ 10%	—	—	—	—	—	—	—	—	裂(++)					
一般品色素配合 870°C 5分	—	—	—	—	—	—	—	—	裂(++)					
〃 7分	—	—	—	—	—	—	—	—	裂(+)	裂(++)				
〃 10分	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	裂(++)			

但 (1)急冷水の温度は 0°C, (2)加熱は 100°C のもののみ煮沸し他は Air bath による。(3)加熱時間は 30分~1時間。—は完, 裂+はきれつ小, 裂++はきれつ大

な欠陥を包蔵しているものと云えよう。研究試作品は此の観点から従来の長石質と全く別な材質をもって製造した結果、急熱急冷の耐熱性に関しては従来の製品と比較にならぬ程度の優れた安定性を示した。

著者等が行ったスポーリング試験結果は次表の如くであつた。即ち従来工場では一般に 0°C と 100°C 程度間で3回以上の耐久力といわれるが著者等の材料は勿論この試験では合格するが(特に窯出しは急冷したもののみである。)果してどの程度まで耐久するかと温度を各段に分けてそれぞれ 0°C 間の Spalling Test を実施したが $200\sim 250$ # に SiO_2 15% 混合のものが最もよく 480°C まで完全であり次が $150\sim 200$ # で 330°C まで完全であつた。而して一般色素配合品も 280°C まで何等問題はなかつた。これに対して従来の内外品は 180°C が限度の様である。

6. 陶歯の強度及び硬度：既製陶歯の機械的強度試験については種々方法があり各國とも一定した規格はない様である。著者は次の方法を採用してみた。即ち臨床に接近するための方法で図5の様に陶歯を一定角度に床用樹脂に植込み樹脂部を把握し歯の先端に加重を加えて破折せしめる方法である。著者は今後之をミハイリス型式に改造させようと思う。荷重は水量法或は散弾法に依るのである。

図に示す如く A は抗張破折試験片で長軸を 45° の傾斜に植えた陶歯の切端に荷重を加えて抗張破折せしめるので角度により異つた数値が出るのでこの角度を一定にして実施した。B は垂直に植えた陶歯の先端に約 10 cm の高さより一定の荷重 (680 gr cm のエネルギーに相当するもの) を反復落下せしめて衝撃により破折するまでの回数で測定する方法である。

又小型シャルピー衝撃試験機を使用し一定の高さよりハンマーを落下して破折する時の仕事量より測定する衝撃破折試験法もあるが上記二方法が割合信頼度がよく特に B 方法は品質検査には極端に良否が判定出来て良いと思う。

以上の方法で A は大体各社一定している様で吾

図5 陶歯試験法(比較試験)

々の試験でも大体この方法は採用しうる事がわかつた。参考に他社のこれまでの結果を比較したが何れも数値こそちがえ強度は大体に於いて正確性を持つている様である。但し試料は数個の平均をとるのであるが著者等の試験では殆んど一定して居つた。

次に硬度についても色々の方法があるがモース硬度は最も簡単なもので最近米國ではヌープ式及びベルグスマンの Microhardnes Tester というので陶歯は行われている様である。

表より明かなる如く抗張破折試験では低熔試作品では $150\sim 200$ # 程度が最もよく $200\sim 300$ # のものは不揃部が生じた。之は微細のため部分的熔融差及び脱気の差で強度に影響している様みられる。又 SiO_2 の影響では melting point の差のためか5%程度まで一定であるがそれ以上の混合物は強度は落ちて居る。又15%でも長時間(10分のを15分)に延長すればやゝ元の値に近づく様で主体が低熔質材のため之で決定される様である。とにかく粒をそろえることが一つの重要な点と考えられる。又焼成時間についても5分、7分、10分と行つたがシンターの充分のもの程透明性及び強度化学耐久力すべてが良好である。

特に粘結材による差をしらべたのであるが澱粉系はアクリル系より短時間で焼成出来且つ成績もよい様である。又陶歯の形態も重要な要因を示すことがわかつた。次に陶歯の維持装置では特に

表 4 陶歯抗切力強度と衝撃強度及び硬度比較表 (平均値数個の有釘歯の平均)

試 験 体 名	抗張破切試験	衝撃試験回	硬度(モーヌ氏)
(1) 米國 Supply (N.F) 社製品(新品普通焼成)	17 kg		+7~6
(2) " 眞 空 焼 成 品	*22.5		8~7
(3) J.S 社陶歯 (普通)	12		7~6
(4) J.S 社眞空焼成品陶歯	16		8~7
(5) J.G 社普通焼成陶歯	14	平均30回(5-186)	7~6
(6) J.G 社眞空焼成陶歯	17.3	平均 304 (142~620)	8~7
(7) J レヂン歯 (永井氏)	35.9	—	—

試 作 品 名	抗張破切試験(kg)	抗張破切試験(kg)	870°C 5分 澱粉バインダー	衝撃試験結果	硬度(モーヌ氏)
150~200# 870°C 焼成	(アクリル系) *7分焼成 23kg(散弾法)	(アクリル系) 7分	*24kg 光沢有 散弾法	1000回以上	アクリル系 8~7
200~300#	19.5		*22 "	1000回以上	7
200~250# 添加SiO ₂ 2%	*20 (散弾法)		*21 "	980	8~7
200~250# SiO ₂ 25%	19		19	1000回以上	"
200~250# SiO ₂ 10%	13		8.5	105回	"
200~250# SiO ₂ 15%	12		6	4回	"
一般顔料含めたもの 870°C~5分焼成	13	16	19	24回	8~7
" 7分 "	17.5	18	19.5	920回	"
" 10分 "	19	*20	*21	1000回以上	"
以上ピンは LR/面		ピンは傾斜			

澱粉系は同一原料にてアクリル系より melt しやすく、時間的に長く焼成する必要無

* 之は 19 kg 以上の試料について特に散弾法で工夫し実験したものである。

衝撃値は 680 gr cm のエネルギー相当の衝撃値である。

表 5 眞 空 焼 成 品 分 析 比 較

品 名	SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %	Fe ₂ O ₃ %	CaO %	MgO%	Na ₂ O+K ₂ O% 主体	Total%
米國 Supply (N. F) 眞空焼成品	67.16	16.64	0.05	0.35	Trace	15.93	100.13
J. S. B 眞空焼成品	70.35	15.18	0.10	0.29	Trace	14.06	99.98
J. G. B 眞空焼成品	69.82	12.80	0.04	0.25	Trace	17.06	99.97

成型時に植込む方法又練付ける方法が極めて重要な要因をなすことがわかった。大体ピンは脱気が充分なる様練りつけ次にやゝ傾斜(今まで殆んど面に直角である)せしめた方が強さを増加することがわかった。

次に衝撃値は極めてたかく特に焼成時間が非常に重要な要因をなす様で同じものでも短時間焼成のものは1000回のものも100回程度で破壊する。又不充分な焼成は剥離性があつて粘結力に乏しい

結果を示す。衝撃値は極めて範囲も広いが内外品でこの数値をとるものはまづない様で今後の眞空焼成法による研究と共に極めて強大なる数値が期待出来るものと思う。

以上陶歯の強度は原料は勿論粒度、バインダー、製造方法、形態、維持装置等要因が多く影響し今後くわしく第二報で述べたい。

従来の製品と比較すると試作品は何れも一般に強度が優れているがそのうちには米國の眞空焼成

品に匹敵しているものもある。現在此の試作品についても真空焼成を実施中であるが其の結果は透明性強度共によろしい。

次に硬度についてはモース氏硬度で比較して見たが何れも7~8で大差はなく一定している。レジン歯の様に特に硬度の低いものは別として陶歯に関する限りは硬度の点では天然歯に比して一定して高く問題は少ないものと考えられる。

IV 特殊低溶陶歯の成型焼成に要する

手数所要時間、材料費及び施設費

この低溶陶歯について臨床歯科医師が実際にこれを製作するには僅かの熟練によつて簡単にこれを行うことが出来る。時間的にも成型に着手する始めに電気炉のスイッチを入れると2時間足らずで適温に上昇して、丁度成型の終了したものを焼成する事が出来る。最も困難と思われる歯形彫刻及び石膏型については歯科医は既に得た技術によつて充分行う事が出来る。

材料費は1本の陶歯が0.5~1 gr. として1本5円以下である。

施設費は電気炉は急熱急冷につよい材料のため徐冷炉は使用しなくともよい利点があり、700~1 KW ニクロム線使用炉で炉と温度計、スライダック抵抗(1 KW)等附属品共に17000~18000円程度である。尙お500 W でも充分でこの場合は一式で10000円程度で充分施設し得ると考え目下試作中である。

V 結 語

従来の陶歯と著しく異り硼珪酸硝子を主体とした低溶陶歯の製作法及びその物理化学性について報告した。

この結果各臨床医家が各自に容易に陶歯を自由に製作し得られ而も得られた陶歯の性能は従来のものに比して透明度及び強度、耐蝕性に於いて優れた性質をもっている事を明らかにした。又低熔金属(900°C 程度)を用いてこの低溶陶材で特殊充填法も考えられる。尙お之については現在研究中である。又製作用の設備も安價に入手し得らるゝ事を示した。

今後は銀板及銀ピンの使用法も合せ研究し補綴学的立場よりの協力と批判を得て實際化を期している。

本研究については本学々長兼齒科材料研究所長、長尾優教授の示唆と援助に負う所が多い。茲に深甚な感謝の意を表する。

強度試験については而至化学中尾社長及び手塚研究部長の協力を得た。深謝の意を表する次第である。

終始この研究に助力された当研究室上原享生、柴満生両君の労苦を謝す。

文 献

- 1) American Ceramic Society: The Journal of the American Ceramic Society, 1933, 1938.
- 2) 巖, 永井, 宮津: 最新齒科学全書, 第7巻(全), 1952.
- 3) 羽生長一郎: 齒科材料冶金学.
- 4) 根本儀一: 陶歯(口腔病学会誌別冊).
- 5) Skinner: The Science of Dental Materials 1951.
- 6) 山内俊吉編: 窯業工学ハンドブック(窯協), 1952.