SURE 静岡大学学術リポジトリ
Shizuoka University REpository

直接通電加熱焼結によるセラミックス被覆純チタン製クラウンのネットシェイプ成形

メタデータ	言語: Japanese 出版者: 静岡大学 公開日: 2013-01-09 キーワード (Ja): pressure sintering, joining, net-shape, ceramic powder, titanium powder キーワード (En): 作成者: 中村, 保 メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/10297/6992

様式 C-19

科学研究費補助金研究成果報告書

平成２４年　６月　１日現在

機関番号：１３８０１
研究種目：基盤研究（C）
研究期間：2009～2011
課題番号：21560116
研究課題名 直接通電加熱焼結によるセラミックス被覆純チタン製クラウンのネットシェイプ成形
研究課題名 Net shape of ceramics coated dental prosthesis crown by DC pulse resistance sintering
研究代表者
中村　保（Nakamura Tamotsu）
静岡大学・工学部・特任教授
研究者番号：70023322

研究成果の概要（和文）：直接通電加熱焼結法は，直流パルス電流によるジュール発熱を利用した加圧焼結法である．筆者らはこの通電加熱焼結法を用いて，純チタン粉末から密度が高く，高精度な薄肉缶を焼結する成形プロセスを開発した．さらに筆者らはこの技術を応用し，純チタン製クラウンおよびセラミックス被覆された純チタン製クラウンの成形プロセスを開発した．

研究成果の概要（英文）：The present authors have developed a net shape forming process for sintering a thin-walled cylindrical can made of pure titanium powder by DC pulse resistance sintering process with appropriate property and geometrical accuracy. In addition, a special graphite dies, which is used DC pulse resistance sintering, to sinter pure titanium dental prosthesis crown and the ceramics coated crown have been developed. Pure titanium crown with appropriate property and geometrical accuracy can be sintered by the developed special dies.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合　計
2010 年度	1,100,000	330,000	1,430,000
2011 年度	1,100,000	330,000	1,430,000
2012 年度	1,300,000	390,000	1,690,000
年度			
年度			
総　計	3,500,000	1,050,000	4,550,000

研究分野：工学
科研費の分科・細目：機械工学・生産工学・加工学
キーワード：pressure sintering，joining，net-shape，ceramic powder，titanium powder

１．研究開始当初の背景

チタンは生体適合性が良好であるため，クラウンなどの歯科補綴物材料として注目を浴びている．現在のチタン製の歯科補綴物は，歯科技工として定着しているロストワックスと呼ばれる鋳造法によって製作されているが，チタンは融点が高く，極めて活性な金属であるため，不純物の混入や酸化膜が厚くなるなど，成形法として必ずしも適切ではない．

またロストワックスによる製造プロセスは，

ワックス模型の製作から始まり,鋳型の作成,チタンの溶解,溶融チタンの注湯および凝固,型ばらし，バリや酸化膜の除去，磨き等，極めて多くの工程を経て製作されるため，製作時間が長くコストも高い．さらに歯科補綴物の品質は，基本的に歯科技工士の技量に依存するため，課題も多い．

最近では，審美性の要求から，セラミック製クラウンを用いた歯科治療が行われるようになってきたが，これに至っては，チタン合金製のクラウンの表層に，セラミックスの層を何重にも塗り重ね・焼き固めるという焼成の工程が追加されるため，製作時間とコストが高すぎて，これらの問題を解決する新たな歯科補綴物の製造プロセスの開発が望まれている．

２．研究の目的

直接通電加熱焼結によって，純チタン製歯科補綴物クラウンを純チタン粉末から直接焼結する成形プロセスの研究開発を行う．さらに焼結された純チタンクラウンを母材にセラミックスの層が被覆形成された歯科補綴物クラウン(メタルボンドポーセレン製クラウン)を，迅速且つ安価に精度良くネットシェイプ成形する成形プロセスの研究開発を行う．

３．研究の方法

本成形プロセスを完成させるため，当該成形法を用いて，純チタン粉末と歯科用陶材として開発された酸化珪素を主原料とするセラミックス粉末の基本的な焼結条件を明らかにする．さらにセラミックス粉末の焼結と純チタン焼結体との接合を同時に行うことができる焼結接合条件を明らかにする．さらにクラウンの複雑な３次元形状を成形するための以下に示す各成形プロセスの研究開発を行う．

①クラウンのデジタルモックアップ
②クラウン成形用特殊黒鉛型の設計
③クラウン成形用黒鉛型の 3D-CAD-CAM 加工
④クラウン母材の焼結およびセラミックス被覆されたクラウンの焼結

４．研究の成果

2010年～2012度の研究実施計画に基づいて次にあげる成果を達成した．

(1)　直接通電加熱焼結に使用する**図１**に示す黒鉛型を用いて，純チタン粉末と歯科用陶材のセラミックス粉末の焼結実験を行い，焼結体の密度および硬さを評価することによって，高密度且つ均一な硬さを有する焼結体を成形する焼結温度，焼結時間，および面圧からなる焼結条件を明らかにした．

図２は純チタン粉末の焼結温度と相対密度の関係を示す．当該成形法によれば，相対密度は焼結温度の上昇に伴って高くなり，面圧が高いほど相対密度が高くなることが分かった．

(2)　直接通電加熱焼結を用いて，**図３**に示すように，予め焼結した純チタン製円板の両側にセラミックス粉末を挟みこみ，純チタン製円板とセラミックス微粉末の焼結と焼結接合を同時に行う実験を行った．この焼結接合実験によって作成された焼結試験片の接合部の引張り強度を評価することによって，実用上十分な接合強度が得られる焼結温度，焼結時間，面圧からなる焼結接合条件を明らかにした．

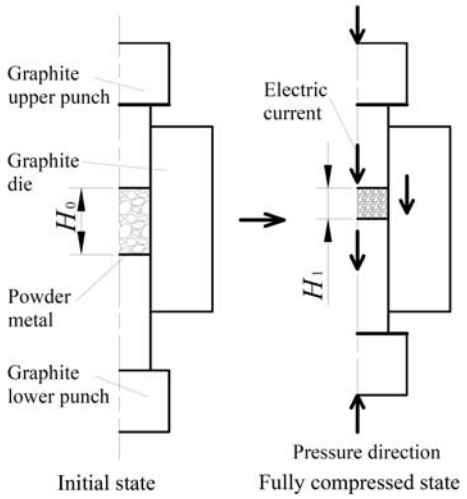


図１　直接通電加熱焼結に用いる黒鉛型

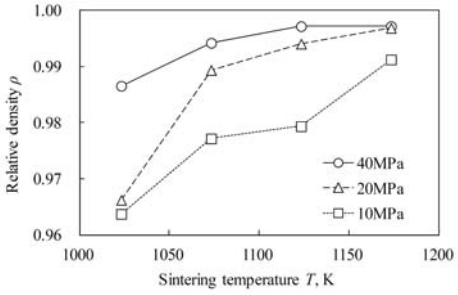


図２　純チタンの相対密度と焼結温度の関係

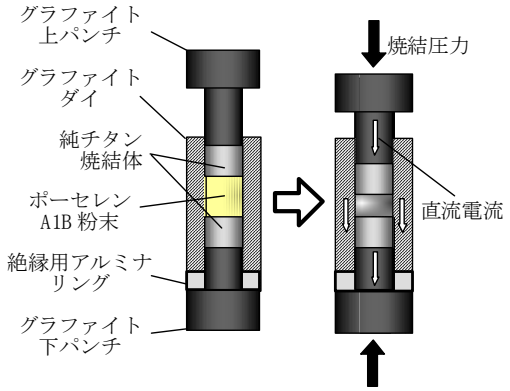
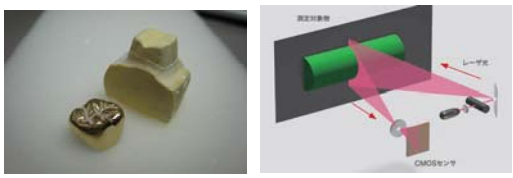


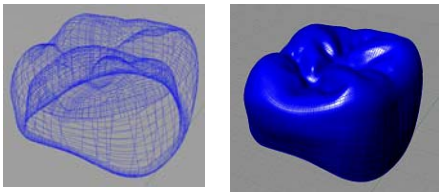
図３．純チタン焼結体とセラミックス粉末の焼結接合を行う黒鉛型

(3)　**図４**に示す3Dレーザースキャニングによって，支台歯とワックスアップされたクラウンの基本形状を計測し，3D-CADによってク

ラウン形状のデジタルモックアッププロセスを確立した．



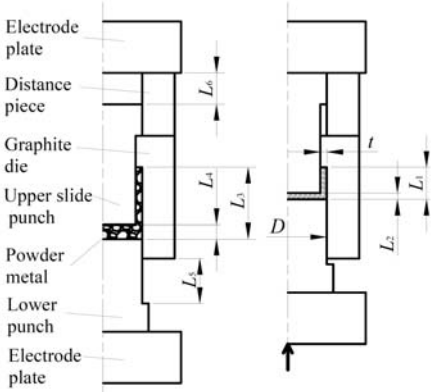
(a) クラウンと支台歯の３次元計測



(b) 3D-CADによって作成されたクラウン

図４．クラウンのデジタルモックアップ

(4)　クラウンの基本形状とみなせる薄肉缶を成形する特殊黒鉛型の設計方法を**図５**に示す．この特殊黒鉛型の特徴は，粉末の圧密過程において，下パンチ電極の上昇によって，圧密された粉末が上パンチ電極を後退せしめる構造を呈しているため，逃げ代である L_6 の寸法を適当に調節すれば，薄肉缶の底面と側壁部に作用する面圧が等しくなって，その他の焼結条件を満たすことによって，密度の高い薄肉缶の焼結が可能となる．逃げしろ L_6 を始め各部の寸法は，使用する粉末の相対密度 ρ_i を実測して求め，式(1)から簡単に計算することが出来る．



Initial state　　Fully compressed state

$$\begin{cases} L_3 = \dfrac{L_1}{\rho_i}, \quad L_4 = \dfrac{L_2}{\rho_i}, \quad L_5 = \dfrac{L_1(1-\rho_i)}{\rho_i}, \\ L_6 = \dfrac{(L_1 - L_2)(1-\rho_i)}{\rho_i}, \quad \rho_i = \dfrac{H_1}{H_0} \end{cases} \tag{1}$$

図５　薄肉缶を成形する特殊黒鉛型

クラウンを成形するには，**図５**の特殊黒鉛型の上・下パンチ電極とダイスにクラウンの形状を転写した**図６**に示すCAD-CAMによって加工された特殊黒鉛型を用いる．クラウンの形状を転写すると，形状的に式(1)の適用が難しくなるが，図２の実験結果によれば，クラウンの複雑な凹凸形状によって生じる面圧のばらつきの影響は，焼結温度を高めに設定することによって，相対密度の低下を補うことが可能である．

図６．クラウンを成形する特殊黒鉛型

(5)　**図７**は図６に示す特殊黒鉛型を使用して焼結した純チタン製クラウンである．
焼結後，歯科技巧所において研磨加工をおこなって，光沢を有する純チタン製クラウンの成形に成功した．クラウンの加工精度は，歯科技工所において，顎モデルを用いた適合度検査を実施した結果，実際の治療に使用できる程度の加工精度が獲られているのが分かった．ただし，表側のクラウンには，特殊黒鉛型を構成するダイスと下パンチ電極との合わせ面が傷となって転写されていた．これは黒鉛型のCAD-CAMの加工精度の問題であり，本研究期間の中では，加工精度の向上は望めなかった．

(a) 咬合側クラウン　(b) 支台歯側クラウン
（支台歯側は通常研磨は行われないため黒いまま）

図６　焼結された純チタン製クラウン

(6)　図７は，予め純チタン製薄肉缶を成形後，図５の上パンチ電極に装丁した後で，セラミックス粉末を焼結しながら純チタン製薄肉缶に接合を行ったセラミックス被服純チタン製薄肉缶である．表層が黒く見えるのは，黒鉛型の炭素が付着したからである．表層を研磨することによって，黒鉛層の除去が可能であった．

また表装のセラミック層に割れと思われるしわが見受けられた．使用したセラミックス粉末は，歯科技工所で通常行われている焼成用に開発されたセラミックス粉末であり，当該成形法によって，薄い被覆層を形成する焼結接合条件の更なる検討や，特殊黒鉛型の改良が必要である．また，当該成形法に適したセラミックス粉末そのものの開発も有効であると考えられる．

（a）表側　　（b）裏側

図７ セラミックス被服純チタン製薄肉缶

(7)　当該研究の目的である純チタン製クラウン母材にセラミックスの表面層が被覆形成された歯科補綴物クラウンを焼結する特殊黒鉛型は，クラウンと形状的に近いセラミックスで被覆された薄肉缶を焼結する特殊黒鉛型に対し，基本的にクラウンの形状を転写することによって製作される．数回の焼結実験を行ったが，充分な精度を有するクラウンの成形には，まだ成功していない．

充分な精度を追及するためには，黒鉛型を加工するCAD-CAMの加工精度を向上させる必要があり，これに対しては，本助成期間中に改善は出来なかった．

(8)　セラミックスクラウンの粉末素材として注目されているジルコニア微粉末および自己治癒機能を有したジルコニア微粉末を使用した当該焼結法における焼結条件を明らかにした．この粉末を使用すれば，オールセラミックスクラウンの成形が可能になる見通しであり，オールセラミックスクラウンを成形する特殊黒鉛型の開発に着手した．

５．主な発表論文等
（研究代表者，研究分担者及び連携研究者には下線）

〔雑誌論文〕（計５件）

① 久保田義弘，田頭大悟，他，直接通電加熱焼結による高精度薄肉缶の成形，日本材料学会東海支部第６回学術講演論文集，査読無，2012，37-38
② 久保田義弘，田頭大悟，他，直接通電加熱焼結によるジルコニア/SiC 複合セラミックスの成形，日本機械学会東海学生会第 42 回学生員卒業研究発表講演集，査読無，2011，37-38
③ Yoshihiro Kubota, Tamotsu Nakamura, et　c.,Net Shape Forming of Thin Walled Cyl　indrical Can by DC Pulse Resistance Sin　tering Process of Titanium Powder Metal,　steel research international, 査読有, Vol.8　1, No.9, 2010, pp.1336-1339
④ 久保田義弘　中村保　他，通電加熱焼結による純チタン製薄肉缶のネットシェイプ成形，(社)日本材料学会東海支部第４回学術講演会講演論文集，査読無，2010，pp. 69-70
⑤ 久保田義弘　中村保　他，通電加熱焼結による純チタン製薄肉缶のネットシェイプ成形，(社)日本機械学会東海支部第 59 期総会講演会論文集，査読無，No.103-1，2010，pp.327-328

〔学会発表〕（計３件）

⑥ 久保田義弘，Non-Steady Electro-Thermo-Mechanical Coupled Analysis of Complex Shaped Part of Porous Material by SPS Process，東北大学金属材料研究所　研究部共同研究ワークショップ，2011.12.21，東北大学
⑦ 久保田義弘，Non-Steady Electro-Thermo-Mechanical Coupled Analysis of Complex Shaped Part of Porous Material by SPS Process，粉体粉末冶金協会　電磁プロセス研究会，2011.12.9，大阪大学
⑧ Yoshihiro Kubota, Tamotsu Nakamura, etc., Net Shape Forming of Thin Walled Cylindrical Can by DC Pulse Resistance Sintering Process of Titanium Powder Metal, The 11th Asian Symposium on Precision Forging, 2010.10.24, Kyoto Terrsa

６．研究組織

(1)研究代表者
中村　保（NAKAMURA TAMOTSU）
静岡大学・工学部・特任教授
研究者番号：70023322

(2)研究分担者
田中　繁一（TANAKA SHIGEKAZU）
静岡大学・工学部・教授
研究者番号：60197423

(3)連携研究者
早川　邦夫（HAYAKAWA KUNIO）
静岡大学・工学部・准教授
研究者番号：80283399