

課題番号 06-019

平成 20 年度シーズ発掘試験（発掘型）研究報告書

報告日：平成 21 年 4 月 7 日

技術分野	人工臓器・医用材料
------	-----------

課題名： 歯科用快削性セラミックスの開発

研究期間：平成 20 年 7 月 4 日～平成 21 年 3 月 31 日

1. 担当コーディネータ

氏名（役職）	田草川 信雄（科学技術コーディネータ）		印
所属機関名	国立大学法人 信州大学 産学官連携推進本部		
連絡先	所在地	〒380-8553 長野市若里4-17-1	
	TEL/FAX		
	E-mail	takusaga@crc.shinshu-u.ac.jp	

2. 代表研究者（代表研究者のみ記入してください。）

氏名（役職）	樽田 誠一（教授）		印
所属機関名	信州大学工学部		
連絡先	所在地	〒380-8553 長野市若里4-17-1	
	TEL/FAX		
	E-mail	staruta@shinshu-u.ac.jp	

3. 共同研究者（JST と委託研究契約を締結した共同研究機関の場合のみ記入してください。）

氏名（役職）			印
所属機関名			
連絡先	所在地		
	TEL/FAX		
	E-mail		

4. 試験研究の結果報告

(1) 試験内容

① 試験内容／目的

本研究の目的は、(1) 快削性セラミックスの焼結工程でマイカ粒子からのフッ化物の一部が揮散する可能性があるため、そのフッ化物揮散を防止する技術を開発すること、(2) 快削性セラミックスの機械的強度および破壊靱性を高めることである。そのために以下の試験を行う予定とした。

(1) 焼結時のフッ化物揮散防止

○マイカ結晶の微細化および焼成条件制御による低温焼結によるフッ素の揮散防止

マイカ結晶の微細化によりフッ化物が多量に揮散するマイカの溶融温度(1350°C)以下で本セラミックスの緻密化を試みる。また、低温焼結が期待できる真空雰囲気下での緻密化を行う。

○るつぼ中での焼成

揮散するフッ素を補うためにフッ素化合物を試料に添加するとともに、フッ素の揮散を少なくするために、フタ付きのるつぼ中でフッ化物と共に焼成する。

(2) 焼結体の機械的強度および破壊靱性の検討

○微細化および薄片化したマイカ結晶の使用

超微細化装置によりマイカ結晶をより微細化することと同時に薄片化を行う(外注により行う)。それを複合化すると、マイカの微細化により高強度化が、薄片化で高靱化が期待できる。

○HIP(Hot Isostatic Press)処理による高強度化

以上の中で、より強度の大きい試料について HIP 処理を行う(外注により行う)。この処理の最適条件を調べ、破壊源をより小さくすることで高強度化を図る。

② 試験期間での実施内容

上記の予定した試験内容は、すべて実施した。

(2) 得られた成果

① 研究データ、試作物

本研究において、コンクリート用ドリルで加工が可能な快削性マイカ/アルミナ複合体が得られた(図 1)。これは、従来、得られている快削性複合体とはマイカ原料が異なり、市販のマイカ結晶を用いた。本複合体は 1300°C 以下の低温で緻密化し、マイカとアルミナは 5 μ m 以下の微細な粒子(図 2)であったが、一部のアルミナには異常粒成長して 50 μ m 以上の粒子も見られた(図 3)。このため、曲げ強度は 222MPa と従来の複合体よりも低下した。破壊靱性は 1M 法では測定できなかった。これより本複合体には、セラミックスでは特殊で、歯科用材料としては有利な、接触損傷に対する擬塑性変形が生ずることが期待される。

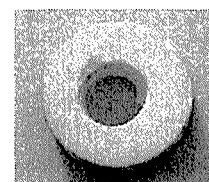


図 1 ドリルによる加工

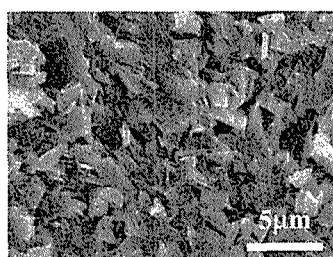


図 2 微構造(高倍率)

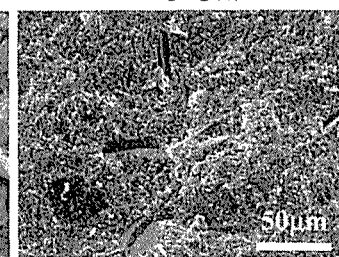


図 3 微構造(低倍率)

② 目標の達成状況

フッ素の揮散防止のため、フッ化物(MgF₂)の過剰添加や蓋付きるつぼ中での焼成を試みたが大きな効果はなかった。真空焼成は低温での緻密化には効果は大きいですが、フッ素の揮散防止はできなかった。マイカの微細化は緻密化に効果的であるが、超微細化装置による微細化はマイカが微細すぎ凝集することがわかった。この凝集を防止することで、さらなる低温での緻密化と高強度化につながると考えられる。また、マイカ複合アルミナセラミックスを HIP 処理すると、密度が低下した。これはマイカが異方的に成長したためと考えられた。

③ 実用化の見通し

フッ素の揮散はアルミナとマイカが 1000°C 程度で反応することで生ずるため、真空焼成や蓋付きるつぼ中での焼成では防止できなかった。本複合体は密封中での焼成が望ましいといえる。曲げ強度はアルミナの異常粒成長のため向上にはならなかった。しかし、本複合体の多くのアルミナやマイカ粒子は 5 μ m 以下と微細(図 2)なため、異常粒成長を防止できれば曲げ強度の大きな向上が期待できる。

(3) 今後の展開

①平成21年度内の予定

本研究の結果より、本快削性マイカ/アルミナ複合体の機械的性質(特に曲げ強度)は、アルミナの異常粒成長を防止することで、大きな向上が期待できることがわかった。このアルミナの粒成長の抑制には、ジルコニアを添加が有効と考えられる。そこで、ジルコニア添加の効果を検証し、歯科用材料として応用を図るために、平成21年度のJST「シーズ発掘」に、応募した。また、本快削性複合体を歯科用材料として実用化に向け、松本歯科大学との共同研究へ発展させることを検討している。

②今後の実用化に向けた長期的な展望

本快削性マイカ/アルミナ複合体について、歯科用材料として応用するには、上述のようにジルコニアの添加や焼成方法の検討などにより機械的性質の改善を図ることが必須である。一方で、現在、歯冠材料として実用化が進んでいるが、使用中に劣化の懸念も有するジルコニアセラミックスの加工性を改善することも必要である。そして、得られた複合体について歯科材料としての実用化試験、特に、生体親和性や安全性についての検討は不可欠である(これは、上述のように松本歯科大学と共同研究を予定している)。また、今後、さらなる機械的性質の向上を図るためにカーボンナノチューブを複合化したインプラント材料の開発を目指す予定である。

(4) 知的財産権について

現在、本研究の結果より取得した知的財産権および出願の予定は特にない。

(5) 今後のフォローアップ等について (コーディネータ記載)

(1) 本研究の成果

1300℃以下の低温焼結で、快削性マイカ/アルミナ複合体を得た。ただし、次の課題①②が明らかとなった。

①粒径5μm以下の焼結組織の中でアルミナの異常粒成長が起こり、複合体の曲げ強度(222MPa)は従来品より低い。また、HIP処理でもマイカの異方的成長が起る。

②本研究の目標としたフッ素揮散防止は、坩堝使用では困難。

(2) 実用化の見通し

①フッ素揮散防止：低コスト密封方式の焼成技術の開発が必要。この技術開発は研究代表者の研究室で可能であるが、今後は、歯科専門による実用化レベルでの性能評価と並行して、開発をすすめる必要がある。

②異常粒成長の防止：ジルコニア添加で異常粒成長防止を目指す、①と同様に、実用化・企業化に向けた技術開発は歯科専門との共同研究が必要であり、コーディネータとして支援したい。とくに、信州大学産学官連携推進本部ライフサイエンス分野担当のコーディネータに依頼し、松本歯科大との連携を進めることとした。なお、②の課題は、H21年度JSTシーズ発掘試験研究で解決する計画である。