

最近のトピックス

**ゾルーゲル法によるセラミックス微粉末の合成
と歯科材料への応用**

新潟大学歯学部歯科理工学教室

大川 成 剛

ゾルーゲル法とはセラミックス微粒子あるいはセラミックス前駆体を分散質とするゾルをゲル化（乾燥のような物理的手段による分散媒液体の除去などによるゲル化）し、これを焼成することによってセラミックスあるいはセラミックス微粉末を合成する方法である¹⁾。一般にセラミックスは固体粉末の成型物を加熱してつくるのに対して、この方法では、液体を出発原料としている。そのため、ゾル溶液自身のもつ均一性に加えて、微量成分の添加を溶液状態で行うことができ、組成の均一性に優れたセラミックス微粉末を合成することができる。ゲル粉末体は粒径が小さく表面活性をもっているのでより低い温度で焼結させることができ、透明な多結晶体ができやすい。現にこの方法により、高純度石英ガラスの合成—光ファイバーへの応用—²⁾や電気材料特性に優れた透明な高密度多結晶体³⁾が製造されている。

著者らは、ゾルーゲル法による $\text{Na}_2\text{O}-\text{K}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系を主体とする焼付用低溶陶材について検討してきた⁴⁾。陶材粉末の調製方法は、次のとおりである。試薬特級の硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硝酸アルミニウムをビーカーにとり均一な溶解液にした後、かくはんしながらこれらの溶解液を混合し、これにオルトけい酸エチル ($\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_4$) を加え、さらにアルコールと純水を加えて均一な混合溶液とする。このとき始めは不透明な白濁溶液となるが、かくはんを続けると次第に透明な溶液となる。この時の混合溶液のpHは約2~3である。次にこの混合溶液を湯浴中 (60~70°C) でゲル化させた後、ろつぽにとり電気炉で乾燥させる。これを加熱、急冷して非晶質体を得る。この非晶質体を陶材として使用する場合、焼付用合金と熱膨張率を一致させないと、焼付界面にせん断力が生じ、陶材がはがれてしまうことになる。両者の熱膨張率を一致させるには、非晶質体中に高膨張を示す

Leucite (KAlSi_2O_6) を熱処理して析出させている。Leucite 結晶の析出量を内部標準法により定量し、示差熱分析により陶材の焼結温度、Leucite の $\alpha \rightleftharpoons \beta$ 転移温度が組成によってどのように変動するか検討した。その結果、 K_2O を Na_2O で置換するに従って Leucite 量は減少する傾向にあり、焼付用合金の熱膨張率と一致させるように陶材中に析出させる Leucite 量をコントロールすることができた。この点、目的に合致する材料設計が可能であることを示唆している。Leucite の $\alpha \rightleftharpoons \beta$ 転移温度は、550°C 前後であり、組成による大きな変化は認められなかったが、天然 Leucite のそれよりも低温側である。陶材の焼結温度は、770°C~900°C の範囲にあった。

ゲル粉末合成過程の反応については多く報告されているが、反応は複雑で最終的には、加水分解反応が進行し、また高分子化反応も進行しているといわれている²⁾。この反応過程について、ゾルのpH値も考慮して検討しなければならないと考えている。

もうひとつの歯科材料への応用は、コンポジットレジンのフィラーの合成である。コンポジットレジンは、耐摩耗性や辺縁強さを向上させるために、シリカや窒化けい素などの微粒子を含有している。これらフィラーをゾルーゲル法により合成すると、より低温で合成でき、しかも均一でかなりの超微粒子とすることが可能である。この超微粒子をフィラーとするコンポジットレジンは、機械的性質に優れたものと思われる。

文 献

- 1) 窯業協会編：セラミックスの製造プロセス 40-44, 窯業協会, 東京, 1984
- 2) 須佐憲三他：ゾルーゲル法による高純度石英ガラスの合成 固体物理 20(6):399-404, 1985
- 3) 作花済夫編：セラミックスを知る事典 216-218, アグネ, 東京, 1982
- 4) 大川成剛他：ゾルーゲル法から調製した陶材の特性について (2) 歯材器 Vol. 4: Special 6, 58-59, 1985