

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2006年3月2日 (02.03.2006)

PCT

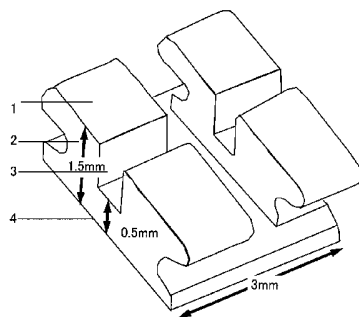
(10) 国際公開番号
WO 2006/022384 A1

- (51) 国際特許分類:
A61C 7/14 (2006.01) C04B 35/115 (2006.01)
A61C 7/28 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2005/015566
- (22) 国際出願日: 2005年8月26日 (26.08.2005)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2004-249225 2004年8月27日 (27.08.2004) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 東ソー株式会社 (TOSOH CORPORATION) [JP/JP]; 〒7468501 山口県周南市開成町4560番地 Yamaguchi (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 津久間 孝次 (TSUKUMA, Koji) [JP/JP]; 〒2280803 神奈川県相模原市相模大野七丁目37-17-102 Kanagawa (JP). 津吉 徹 (TSUYOSHI, Toru) [JP/JP]; 〒2280804 神奈川県相模原市旭町23-4 Kanagawa (JP).
- (74) 代理人: 泉名 謙治, 外 (SENMYO, Kenji et al.); 〒1010042 東京都千代田区神田東松下町38番地 鳥本鋼業ビル Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU,

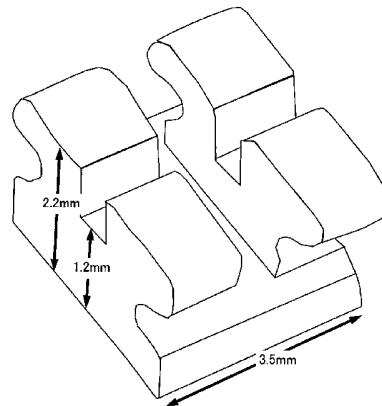
[続葉有]

(54) Title: ORTHODONTIC BRACKET AND PROCESS FOR PRODUCING THE SAME

(54) 発明の名称: 歯列矯正ブラケット及びその製造方法



V
(a) 薄型形状の歯列矯正ブラケット



W
(b) 通常形状の歯列矯正ブラケット

V... (a) ORTHODONTIC BRACKET OF THIN CONFIGURATION
W... (b) ORTHODONTIC BRACKET OF ORDINARY CONFIGURATION

(57) Abstract: An orthodontic bracket of high strength/high translucency that permits working into complex configuration, realizing a configuration closer to that of a metal bracket, and that excels in translucency. There is provided an orthodontic bracket comprised of a translucent ceramic of $\leq 2.8 \text{ mm}^{-1}$ absorption scattering coefficient with respect to visible light of 550 nm wavelength and $\geq 700 \text{ MPa}$ flexural strength containing $\geq 99.5 \text{ wt.}\%$ of alumina. This bracket can be obtained by firing, for example, a molding of high-purity alumina micropowder at 1200 to 1300°C so as to obtain a sintering product consisting of a crystal of 96 to 99.5% relative density and $\leq 1 \mu\text{m}$ average crystal grain diameter and subjecting the sintering product to HIP treatment performed at 1200 to 1350°C under a pressure of $\geq 50 \text{ MPa}$.

(57) 要約: 複雑形状の加工が可能であり、より金属製ブラケットの形状に近づけることができ、かつ優れた透光性を維持した、高強度・高透光性の歯列矯正ブラケットを提供する。アルミナを99.5wt%以上含有し、波長550nmの可視光に対する吸収散乱係数が 2.8 mm^{-1} 以下、かつ曲げ強度が700MP

[続葉有]



WO 2006/022384 A1



SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT,
TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML,
MR, NE, SN, TD, TG).

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR),

添付公開書類:
— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

a以上である透光性セラミックスにより歯列矯正ブラケットを構成する。このブラケットは、例えば、高純度アルミナ微粉末の成形体を1200~1300°Cで焼成して、相対密度96~99.5%で平均結晶粒径1μm以下の結晶からなる焼結体とし、次いで焼結体を1200~1350°C、圧力50MPa以上でHIP処理することにより得られる。

明 細 書

歯列矯正ブラケット及びその製造方法

技術分野

[0001] 本発明は高強度透光性セラミックスを用いた、美観と機能性に優れる歯列矯正ブラケットに関する。

背景技術

[0002] 従来、歯列矯正ブラケット材料として、ステンレス系金属、或いはポリカーボネート系プラスチックが用いられてきた。また、アルミナ、ジルコニアなどの酸化物セラミックスも用いられている。ステンレス系は強度、加工性に優れているものの金属光沢を示すために、ブラケットとして歯列に装着した際目立ち、美観を損なうという欠点があった。この欠点を改善するという観点から透明プラスチック製ブラケットが用いられる場合がある。しかし、プラスチックは耐久性に劣り変色し、剛性が低いため矯正効果を十分発揮しにくいという欠点があった。

[0003] 金属より美観に優れ、プラスチックの耐久劣化を克服するものとして、アルミナセラミックスからなるブラケットが開発されている。例えば、特許文献1には85wt%以上の Al_2O_3 を含有するアルミナ質ブラケットが開示されており、アルミナ粉末を1575～1675℃で焼結した、曲げ強度330MPaをもつセラミックスが例示されている。

[0004] 特許文献2には、高純度アルミナブラケットが開示されており、結晶粒子径が2～50 μm 、好ましくは10～30 μm であり、曲げ強度が280MPa以上のアルミナセラミックスからなることが記載されている。また、製法としては、水素雰囲気中1750～2050℃で焼結する方法、及びその焼結体を温度1750～2050℃、圧力100MPaでHIP処理する方法が開示されている。

[0005] また、特許文献3にはアルミナを99.9wt%以上含有する高純度アルミナブラケットが開示されており、実施例として、結晶粒子径が1.8～3.0 μm であり、曲げ強度が530～640MPaを示すセラミックスが示されている。また、製法として、1300～1400℃で常圧焼結し、次いで1400～1550℃、圧力50MPa以上でHIP処理する方法が示されている。

[0006] 更に、特許文献4には、 $1.0\mu\text{m}$ 以下の微細結晶粒からなるアルミナセラミックスブラケットが開示されており、曲げ強度 620MPa のセラミックスが開示されている。その製法として $1200\sim 1300^\circ\text{C}$ で焼結し、次いで $1200\sim 1300^\circ\text{C}$ でHIP処理する方法が示されている。

[0007] 特許文献1: 米国特許第4219617号明細書

特許文献2: 米国特許第4954080号明細書

特許文献3: 特開平3-168140号公報

特許文献4: 米国特許第6648638号明細書

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0008] 歯列矯正ブラケットに用いられるセラミックスには審美性を高めるため高い透光性が必要であり、さらに患者への違和感を軽減できるスリムな形状とするため高強度が必要とされる。特に近年、ブラケットの形状は複雑化しており、材料特性としてより高強度が必要とされている。しかしながら、従来のアルミナセラミックスブラケットは前述したように、曲げ強度 700MPa 未満のアルミナから構成されており、この要求に十分答えるものではなかった。

[0009] 本発明は高い透光性を損なうことなく、曲げ強度 700MPa 以上の高強度セラミックスからなる歯列矯正ブラケットを提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0010] 本発明者等は歯列矯正ブラケットとして用いられるアルミナセラミックスの高強度化と透光性向上を同時に達成できる方法を見出し、本発明を完成した。

[0011] 本発明は以下の要旨を特徴とするものである。

(1) アルミナ(Al_2O_3)を $99.5\text{wt}\%$ 以上含有するセラミックスであって、波長 550nm の可視光に対する吸収散乱係数が 2.8mm^{-1} 以下、かつ曲げ強度が 700MPa 以上である透光性セラミックスからなることを特徴とする歯列矯正ブラケット。

(2) 透光性セラミックスの波長 550nm の可視光に対する分光立体角反射率が 15% 以下である上記(1)に記載の歯列矯正ブラケット。

(3) 透光性セラミックスが平均結晶粒径 $1.0\sim 1.7\mu\text{m}$ の結晶で構成されている上

記(1)又は(2)に記載の歯列矯正ブラケット。

(4) 曲げ強度が900MPa以上である上記(1)～(3)のいずれかに記載の歯列矯正ブラケット。

(5) 波長550nmの可視光に対する吸収散乱係数が 2.8mm^{-1} 以下であり、アルミナ(Al_2O_3)を99.5wt%以上含有する透光性セラミックスからなり、歯に接着するためのベース面とアーチワイヤーを装着するスロットとを少なくとも有する歯列矯正ブラケットであって、前記アーチワイヤーを装着するスロット底面から前記歯に接着するためのベース面までの最短距離が0.6mm以下であることを特徴とする歯列矯正ブラケット。

(6) 透光性セラミックスの波長550nmの可視光に対する分光立体角反射率が15%以下である上記(5)に記載の歯列矯正ブラケット。

(7) 透光性セラミックスが平均結晶粒径 $1.0\sim 1.7\mu\text{m}$ の結晶で構成されている上記(5)又は(6)に記載の歯列矯正ブラケット。

(8) 高純度アルミナ微粉末からなる成形体を $1200\sim 1300^\circ\text{C}$ で焼成し、相対密度96～99.5%、平均結晶粒径 $1.0\mu\text{m}$ 以下の結晶からなる焼結体とし、ついでこの焼結体を $1200\sim 1350^\circ\text{C}$ 、圧力50MPa以上の条件下で熱間静水圧プレス(HIP)処理することを特徴とする歯列矯正ブラケットの製造方法。

(9) HIP処理において、 $1200\sim 1275^\circ\text{C}$ の温度範囲で50MPa以上の圧力下に保持し、ついで $1275\sim 1350^\circ\text{C}$ でさらに加圧保持する上記(8)に記載の製造方法。

(10) HIP処理において、 $1200\sim 1275^\circ\text{C}$ の温度範囲で50MPa以上の圧力下での保持時間が0.5時間以上である上記(8)又は(9)に記載の製造方法。

(11) HIP処理において、 $1200\sim 1275^\circ\text{C}$ の温度範囲で50MPa以上の圧力下に保持し、ついで $1275\sim 1350^\circ\text{C}$ で、前記 $1200\sim 1275^\circ\text{C}$ での保持における圧力よりもさらに高い圧力下に加圧保持する上記(8)～(10)のいずれかに記載の製造方法。

(12) 純度99.9%以上、比表面積 $10\sim 20\text{m}^2/\text{g}$ の高純度アルミナ微粉末を用いる上記(8)～(11)のいずれかに記載の製造方法。

(13) 高純度アルミナ微粉末に熱可塑性有機樹脂を添加し、混練した後、インジェクションモールドイングにより所望形状とし、樹脂を加熱除去して粉末成形体とする上

記(8)～(11)のいずれかに記載の製造方法。

発明効果

- [0012] 本発明の歯列矯正ブラケットは、従来のものと比較して、2倍以上の曲げ強度を有しているため複雑形状としても破損することがなく、より金属製ブラケットの形状に近づいたスリムな形状とすることも可能となり、患者への違和感の軽減にも繋がる。高強度のみならず、透光性にも優れるため、審美性を与える。インジェクションモールディングにより、機械加工なしに複雑形状を実現でき、大量生産もできるため安価に製造できる。
- [0013] 以上の特長により、本発明によれば、従来の透光性アルミナブラケットでは実現できなかった審美性、機能性、経済性を兼備したブラケットが提供される。

図面の簡単な説明

- [0014] [図1]本発明の歯列矯正ブラケットの形状の一例を示す斜視図である。(a)薄型形状の歯列矯正ブラケット、(b)通常形状の歯列矯正ブラケット。
- [図2]本発明の透光性セラミックスの結晶粒径の一例を示す走査電顕写真である。
- [図3]比較例1で作製された透光性セラミックスの結晶粒径の一例を示す走査電顕写真である。

符号の説明

- [0015] 1:上面
2:側壁
3:スロット
4:ベース面

発明を実施するための最良の態様

- [0016] 本発明の歯列矯正ブラケットのアルミナ含有率は99.5wt%以上であり、それを下回ると粒界に不純物が析出した構造のものとなり、それに基づく光散乱のために透光性が低下する。したがって、本発明の歯列矯正ブラケットを構成する透光性セラミックスは、アルミナ(Al_2O_3)を99.9wt%以上、特には99.96wt%以上含有するものであることがさらに好ましい。なお、透光性アルミナではMgO等添加物が異常粒成長を

抑制する目的でしばしば添加されるが、本発明の透光性セラミックスにおいては、添加物は0.5wt%以下、好ましくは0~0.1wt%、さらに好ましくは0.04wt%未満に抑えるとよい。

- [0017] 本発明の歯列矯正ブラケットの平均結晶粒径は1.0~1.7 μ mの範囲であることが好ましい。平均結晶粒径が1.0 μ m未満では粒界散乱の増加による透光性の低下が起こり、吸収散乱係数2.8mm⁻¹以下、並びに分光立体角反射率15%以下を維持することが困難となり、逆に、1.7 μ mを超えると粒径増大効果による強度低下のため、曲げ強度700MPa以上を維持することが困難となる。十分な透光性と強度を確保するために、焼結体の平均結晶粒径は、1.2~1.7 μ mであることがさらに好ましい。
- [0018] 本発明の歯列矯正ブラケットは高純度アルミナ微粉末からなる成形体をあらかじめ相対密度96~99.5%になるまで焼結し、それをHIP処理する方法で製造するのが好ましい。相対密度96~99.5%、平均結晶粒径1.0 μ m以下の結晶からなる焼結体は、高純度アルミナ微粉末からなる成形体を1200~1300°Cで焼結して得ることができる。1200~1300°Cで96%以上に緻密化させるには、原料である高純度アルミナ微粉末は純度99.9%以上、比表面積10~20m²/gをもつ粉末が好ましい。この高純度アルミナ微粉末は純度99.96%以上であることがさらに好ましい。
- [0019] 焼結の雰囲気としては、大気、酸素、真空、水素などのいずれも適用できるが、大気中が最も簡便かつ工業的である。HIP処理は1200~1350°C、50MPa以上で行う。1200°C未満では気孔消滅をもたらす圧力作用を十分なものとできず、所望の高強度の達成が困難となり、1350°Cを超えると粒成長が起こりすぎ、強度低下が起こる。HIP圧力媒体としては通常用いられるアルゴンガスが適用でき、それ以外の窒素、酸素なども用いることができる。圧力50MPa未満では圧力不足で所望の高強度が得られない。圧力としては、100~200MPaが適当であり、200MPaを超えても何ら弊害をもたらさないと予想されるが、通常の装置では実現できないので工業的ではない。
- [0020] さらに好ましいHIP処理方法は第1ステップとして1250~1275°Cの温度範囲で50~200MPaの圧力下に保持し、ついで第2ステップとして1275~1350°Cでさらに

加圧保持する2ステップパターンとすることである。各ステップでの保持時間は0.5時間以上が好ましく、より好ましくは1～2時間とするのがよい。本発明者等はHIP処理による強度向上が平均結晶粒径1.0 μ m未満の焼結体を粒成長させることなく、すなわち1250～1275 $^{\circ}$ Cの温度範囲で処理したときのみ顕著に見られることを見出し、第1ステップを設定した。

[0021] 平均結晶粒径が1.0 μ m未満の微細粒子は高圧下で超塑性流動を起こし、粒子が粒界すべりでスムーズに移動できるため、破壊源となる気孔が効率的に埋められ消滅するものと考えられる。一方、光透過性は結晶粒径が大きい程高くなる傾向を示し、少なくとも1.0 μ m以上にしなければ、所望の光透過性は得られない。これに基づき、1.0 μ m以上に粒成長させる第2ステップ、すなわち1275～1350 $^{\circ}$ Cでの保持を設定した。

[0022] 2ステップパターンにより高強度と高い光透過性を同時に1回の処理で達成することができ、曲げ強度は、700MPa以上はもとより、750MPa以上、さらに適切な条件下では900MPa以上を確保することができる。

[0023] 本発明の歯列矯正ブラケットに用いられる透光性セラミックスは波長550nmの可視光に対する吸収散乱係数が2.8 mm^{-1} 以下の高い光透過性を有する。吸収散乱係数は通常測定される直線透過率から(1)式により求めた。

$$\alpha \cdot t = -\ln(T / (1 - R)^2) \quad \dots (1)$$

α : 吸収散乱係数(mm^{-1})、 t : 試料厚さ(mm)、 T : 直線透過率

R : 反射率(波長550nmの値として、0.0773を代入)

[0024] 本発明の歯列矯正ブラケットに用いられる透光性セラミックスは、平均結晶粒径1.0～1.7 μ mを有する。平均結晶粒径は焼結体の研磨エッチング面の走査電子顕微鏡観察から測定される値であり、具体的には、J. Am. Ceram. Soc., 52[8]443-6(1969)に記載されている方法に従い、(2)式により求めた。

$$D = 1.56L \quad \dots (2)$$

D : 平均結晶粒径(μ m) L : 任意の直線を横切る粒子の平均長さ(μ m)

L の値は100本以上の実測長さの平均値とした。

[0025] 本発明の歯列矯正ブラケットに用いられる透光性セラミックスは分光立体角反射率

が15%以下であることが好ましい。分光立体角反射率は表面、並びに内部粒界、内部気孔などの散乱源による反射光が多いほど大きくなり、内部粒界の多い粒径が小さな透光性アルミナ、内部気孔の多い透過率の低い透光性アルミナでは高くなる。分光立体角反射率が15%以上になると、白濁、曇り等が認められるようになり、審美性に優れた透光性アルミナとはならない。

[0026] 分光立体角反射率はJIS Z 8722に記載されている方法bに従い測定した。一光路の分光測光器を用い、まず常用標準白色面を測定し、つぎに試料と常用標準白色面を置き換えて測定し、試料の分光立体角反射率を(3)式から求めた。

$$R(\lambda) = R_w(\lambda) R'(\lambda) / R_w'(\lambda) \quad \dots (3)$$

$R(\lambda)$: 試料の分光立体角反射率

$R'(\lambda)$: 試料の各々の波長における出力目盛りの読み

$R_w'(\lambda)$: 常用標準白色面の各々の波長における出力目盛りの読み

$R_w(\lambda)$: 測定に用いる分光測光器と同形の装置によって目盛り定めをした常用標準白色面の分光立体角反射率

[0027] 本発明の歯列矯正ブラケットに用いられる透光性セラミックスは曲げ強度700MPa以上を有し、適切な製造条件下では750MPa以上、さらに適切な条件下では900MPa以上を発現する。高強度アルミナを用いることにより歯列矯正ブラケットの形状をスリム化でき、アーチワイヤーを装着するスロット底面から歯と接着するベース面までの最短距離が0.6mm以下である歯列矯正ブラケットが可能となる。従来の透光性アルミナは曲げ強度350~400MPaであり、スロット底面からベース面までの最短距離は通常1mm以上とする必要があった。その理由はスロットにアーチワイヤーを装着し、ねじり応力が作用した場合、スロット底面からベース面に向かって破壊するためである。本発明の薄型形状の歯列矯正ブラケットの一例(図1a)を通常形状の歯列矯正ブラケット(図1b)と比較して図1に示す。患者に違和感を与えない高さの低い形状が可能になっていることがわかる。

[0028] 曲げ強度はJIS R 1601「ファインセラミックスの曲げ強さ試験方法」に基づいて測定された10本の平均値である。

[0029] ブラケットの製品形状の一例を図1に示す。本発明のブラケットの成形には、インジ

エクシジョンモールディング、スリップキャストリング、モールドプレス等が好適に適用できるが、インジェクションモールディングが本発明にかかるブラケットのような小型複雑形状の成形に特に適している。原料粉末と熱可塑性有機樹脂バインダーを混練したコンパウンドを加温したブラケット形状の金型に注入し、所望形状とした後、200～1000℃で焼成しバインダーを除去した後焼結する。焼結は既述の方法に従う。インジェクションモールディングは機械加工を必要とせず、効率的であり、経済性に優れる。

実施例

[0030] 以下、実施例及び比較例により本発明を具体的に説明する。

実施例1

純度99.99%、比表面積 $14\text{m}^2/\text{g}$ の高純度アルミナ微粉末を金型プレスとラバープレスを用い、プレートに成形した。それを電気炉に入れ、大気中、所定温度で所定時間保持して一次焼結体を得た。その焼結体密度と平均結晶粒径を測定した。結果を表1に示す。

[0031] 次いで得られた一次焼結体をHIP装置に入れ、アルゴンガスを導入し所定の温度、圧力で処理した。得られた試料について、焼結体密度、平均結晶粒径、平均曲げ強度、吸収散乱係数及び分光立体角反射率を測定した。結果を表2に示す。平均結晶粒径を求めた走査電顕写真(試料:表2のNo.4)を図2に示す。なお、表2中の「一次焼結体」の欄は、表1に示す試料ナンバーの一次焼結体をHIP処理したものであることを示す。

[0032] 比較例1

一次焼結温度および/またはHIP処理温度を変えた以外は、実施例1と同様にして試料を作成し、一次焼結体密度およびこの焼結体の平均結晶粒径並びにHIP処理体密度、この処理体の平均結晶粒径、平均曲げ強度、吸収散乱係数、及び分光立体角反射率を測定した。結果を表3、表4に示す。平均曲げ強度、吸収散乱係数の両方或いはいずれかが本発明の実施例より劣っていた。平均結晶粒径を求めた走査電顕写真(試料:表4のNo.4)を図3に示す。なお、表4中の「一次焼結体」の欄は、表3に示す試料ナンバーの一次焼結体をHIP処理したものであることを示す。

[0033] 実施例2

実施例1で用いた原料粉末500gにワックス系熱可塑性樹脂100gを添加し、加温した混練機で練り混ぜコンパウンドを調合した。コンパウンドを射出成形機により押し出し、プレート形状に成形した。成形体を900℃まで加熱し脱脂した後、大気中1250℃、5時間焼結した。焼結体をHIP装置に入れ、アルゴンガスを導入し、所定の温度、圧力を2段階保持として処理した。すなわち、表5の第1ステップに記載した温度・圧力・時間で第1ステップの処理を行った後、引き続き第2ステップに記載した温度・圧力・時間で第2ステップの処理を行った。得られた試料について、焼結体密度、平均結晶粒径、平均曲げ強度、吸収散乱係数及び分光立体角反射率を測定した。結果を表5に示す。また、焼結体の一部をICPにより化学分析した結果、不純物としてSi 20ppm、Fe 20ppm、Na 10ppm、その他10ppmが検出されただけでアルミナ含有量は99.9wt%以上であった。

[0034] 実施例3

実施例1で用いた原料粉末500gにワックス系熱可塑性樹脂100gを添加し、加温した混練機で練り混ぜコンパウンドを調合した。コンパウンドを射出成形機により押し出し、図1に示す通常形状のブラケット形状に成形した。成形体を900℃まで加熱し脱脂した後、大気中1275℃、1時間焼結した。焼結体をHIP装置に入れ、アルゴンガスを導入し、所定の温度、圧力を2ステップスケジュールにして処理した。具体的には、表6に示すように、各々、表5の試料ナンバー3、4、5で用いたと同じHIP処理条件を用いて処理を行った。得られたブラケットは実施例2のサンプルと同様の透光性を示していた。このブラケットについて平均破壊モーメントを測定した。結果を表6に示す。

[0035] なお、破壊モーメントは固定されたブラケットのスロット部に超硬金属製バー(長さ7cm)を差し込み、片もち梁の状態とし曲げ荷重を印加したときの破壊荷重から計算し、10点の平均値を平均破壊モーメントとした。

[0036] 比較例2

実施例3と同様の方法でブラケット形状の脱脂成形体を作製し、大気中1400℃、1時間焼結した一次焼結体をアルゴンガス圧150MPa、温度1400～1600℃で1時間HIP処理した。得られたブラケットの破壊モーメントを表7に示すが、実施例3より明

らかに劣っていた。

[0037] [表1]

No.	温度 (°C)	保持時間 (h)	一次焼結体密度 (g/cm ³)	相対密度 (%)	平均結晶粒径 (μm)
1	1200	24	3.821	96.0	0.42
2	1200	48	3.841	96.5	0.50
3	1225	12	3.829	96.2	0.50
4	1225	24	3.845	96.6	0.61
5	1250	6	3.861	97.0	0.55
6	1250	12	3.892	97.8	0.65
7	1275	1	3.908	98.2	0.70
8	1275	2	3.932	98.8	0.75
9	1300	0.5	3.940	99.0	0.80
10	1300	1	3.948	99.2	0.95

[0038] [表2]

No.	一次焼結体 【表1】中	HIP 処理条件			HIP 処理体密度 (g/cm ³)	平均結晶粒径 (μ m)	平均曲り強 度(MPa)	吸収散乱係 数(mm ⁻¹)	分光立体角 反射率 (%)
		温度 (°C)	圧力(MPa)	保持時間 (h)					
1	No. 1	1275	150	2	3.98	1.0	753	2.8	14.8
2	No. 2	1275	150	2	3.98	1.1	723	2.7	14.1
3	No. 3	1275	150	2	3.98	1.1	777	2.7	14.0
4	No. 4	1275	150	2	3.98	1.2	780	2.6	13.3
5	No. 5	1275	150	2	3.98	1.1	856	2.5	13.0
6	No. 6	1275	150	2	3.98	1.1	860	2.5	13.0
7	No. 7	1275	150	2	3.98	1.2	881	2.6	12.8
8	No. 8	1275	150	2	3.98	1.2	823	2.5	12.7
9	No. 9	1300	150	2	3.98	1.4	850	2.4	12.0
10	No. 10	1300	150	2	3.98	1.4	862	2.4	11.7
11	No. 7	1300	150	1	3.98	1.5	790	2.3	11.2
12	No. 8	1300	150	1	3.98	1.5	835	2.4	11.0
13	No. 7	1330	150	1	3.98	1.7	885	2.3	10.6
14	No. 8	1330	150	1	3.98	1.7	810	2.2	9.8

[0039] [表3]

No.	温度 (°C)	保持時間 (h)	一次焼結体密度 (g/cm ³)	相对密度 (%)	平均結晶粒径 (μm)
2 1	1 3 0 0	1	3. 9 5 2	9 9. 3	0. 9 8
2 2	1 4 0 0	1	3. 9 7 5	9 9. 9	3. 2
2 3	1 5 0 0	1	3. 9 8 0	1 0 0	6. 9

[0040] [表4]

No.	一次焼結体 【表3】中	HIP 処理条件			HIP 処理体密度 (g/cm ³)	平均結晶粒 径 (μm)	平均曲げ強度 (MPa)	吸収散乱係 数(mm ⁻¹)	分光立体角 反射率 (%)
		温度 (°C)	圧力(MPa)	保持時間 (h)					
1	No. 21	1400	150	1	3.98	3.2	580	2.9	17.3
2	No. 22	1400	150	1	3.98	3.4	520	3.2	20.5
3	No. 23	1400	150	1	3.98	6.5	475	2.5	12.1
4	No. 21	1500	150	1	3.98	6.7	555	2.2	10.0
5	No. 21	1600	150	1	3.98	14	341	2.1	8.5

[0041] [表5]

No.	HIP 処理条件			HIP 処理体密度 (g/cm ³)	平均結晶粒径 (μ m)	平均曲げ強度 (MPa)	吸収散乱係 数(mm ⁻¹)	分光立体角 反射率 (%)
	ステップ	温度 (°C)	圧力(MPa)					
1	第1ステップ	1200	150	3.98	1.3	880	2.6	13.2
	第2ステップ	1300	160					
2	第1ステップ	1250	150	3.98	1.2	950	2.6	12.8
	第2ステップ	1300	155					
3	第1ステップ	1250	150	3.98	1.5	1080	2.4	12.0
	第2ステップ	1325	165					
4	第1ステップ	1250	150	3.98	1.7	920	2.1	8.0
	第2ステップ	1350	170					
5	第1ステップ	1275	150	3.98	1.7	1030	2.2	9.0
	第2ステップ	1325	165					

[0042] [表6]

No.	HIP 処理条件	平均破壊モーメント(Nm)
1	表5 No. 3と同様	0.095
2	表5 No. 4と同様	0.085
3	表5 No. 5と同様	0.088

[0043] [表7]

No.	HIP 処理条件			平均破壊モーメント(Nm)
	温度(°C)	圧力(MPa)	保持時間 (h)	
1	1400	150	1	0.045
2	1500	150	1	0.033
3	1600	150	1	0.021

産業上の利用可能性

[0044] 本発明によれば、より金属製ブラケットの形状に近いスリムな形状とすることが可能となり、患者の感じる違和感を軽減可能な歯列矯正ブラケットを提供することができる。また、高強度のみならず、透光性にも優れるため、審美性の高い歯列矯正ブラケットとして好適に用いることができる。さらに、インジェクションモールディングにより、機械加工なしに複雑形状を実現でき、大量生産もできるため安価に製造することができ、従来の透光性セラミックスブラケットでは実現できなかった審美性、機能性、経済性を兼備した歯列矯正ブラケットを提供することができる。

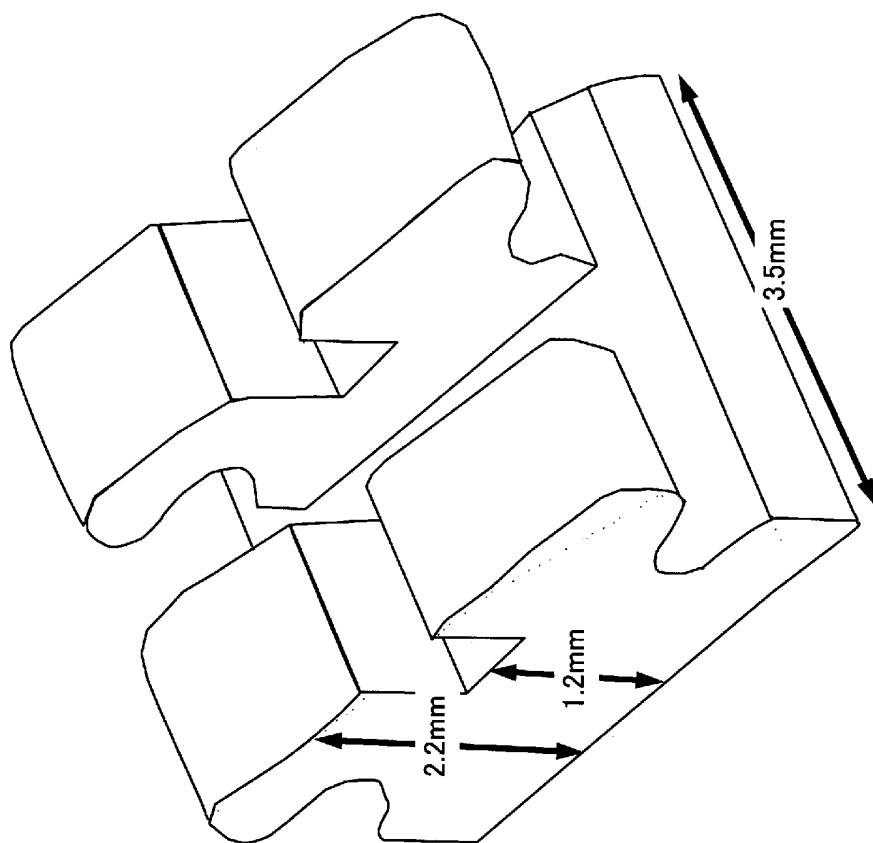
なお、2004年8月27日に出願された日本特許出願2004-249225号の明細書、特許請求の範囲、図面及び要約書の全内容をここに引用し、本発明の明細書の開示として、取り入れるものである。

請求の範囲

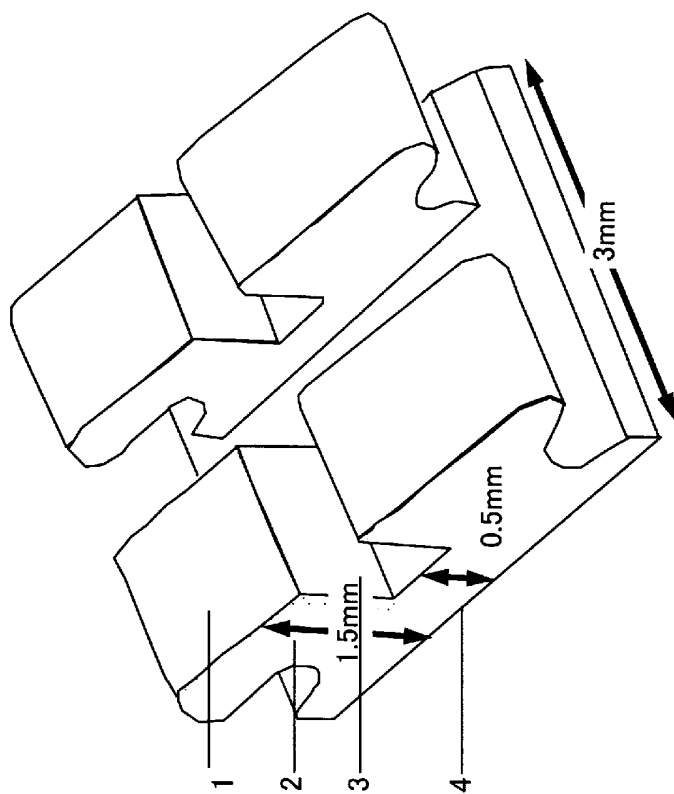
- [1] アルミナ(Al_2O_3)を99.5wt%以上含有するセラミックスであって、波長550nmの可視光に対する吸収散乱係数が 2.8mm^{-1} 以下、かつ曲げ強度が700MPa以上である透光性セラミックスからなることを特徴とする歯列矯正ブラケット。
- [2] 透光性セラミックスの波長550nmの可視光に対する分光立体角反射率が15%以下であることを特徴とする請求項1記載の歯列矯正ブラケット。
- [3] 透光性セラミックスが平均結晶粒径 $1.0\sim 1.7\mu\text{m}$ の結晶で構成されていることを特徴とする請求項1記載の歯列矯正ブラケット。
- [4] 波長550nmの可視光に対する吸収散乱係数が 2.8mm^{-1} 以下であり、アルミナ(Al_2O_3)を99.5wt%以上含有する透光性セラミックスからなり、歯に接着するためのベース面とアーチワイヤーを装着するスロットとを少なくとも有する歯列矯正ブラケットであって、前記アーチワイヤーを装着するスロット底面から前記歯に接着するためのベース面までの最短距離が 0.6mm 以下であることを特徴とする歯列矯正ブラケット。
- [5] 高純度アルミナ微粉末からなる成形体を $1200\sim 1300^\circ\text{C}$ で焼成し、相対密度96~99.5%、平均結晶粒径 $1.0\mu\text{m}$ 以下の結晶からなる焼結体とし、ついでこの焼結体を $1200\sim 1350^\circ\text{C}$ 、圧力50MPa以上の条件下で熱間静水圧プレス(HIP)処理することを特徴とする歯列矯正ブラケットの製造方法。
- [6] 熱間静水圧プレス(HIP)処理において、 $1200\sim 1275^\circ\text{C}$ の温度範囲で50MPa以上の圧力下に保持し、ついで $1275\sim 1350^\circ\text{C}$ でさらに加圧保持することを特徴とする請求項5記載の歯列矯正ブラケットの製造方法。
- [7] 熱間静水圧プレス(HIP)処理において、 $1200\sim 1275^\circ\text{C}$ の温度範囲で50MPa以上の圧力下での保持時間が0.5時間以上であることを特徴とする請求項6記載の歯列矯正ブラケットの製造方法。
- [8] 熱間静水圧プレス(HIP)処理において、 $1200\sim 1275^\circ\text{C}$ の温度範囲で50MPa以上の圧力下に保持し、ついで $1275\sim 1350^\circ\text{C}$ で、前記 $1200\sim 1275^\circ\text{C}$ での保持における圧力よりもさらに高い圧力下に加圧保持することを特徴とする請求項5記載の歯列矯正ブラケットの製造方法。

- [9] 純度99.9%以上、比表面積 $10\sim 20\text{m}^2/\text{g}$ の高純度アルミナ微粉末を用いることを特徴とする請求項5記載の歯列矯正ブラケットの製造方法。
- [10] 高純度アルミナ微粉末に熱可塑性有機樹脂を添加し、混練した後、インジェクションモールドイングにより所望形状とし、樹脂を加熱除去して粉末成形体とすることを特徴とする請求項5記載の歯列矯正ブラケットの製造方法。

[図1]

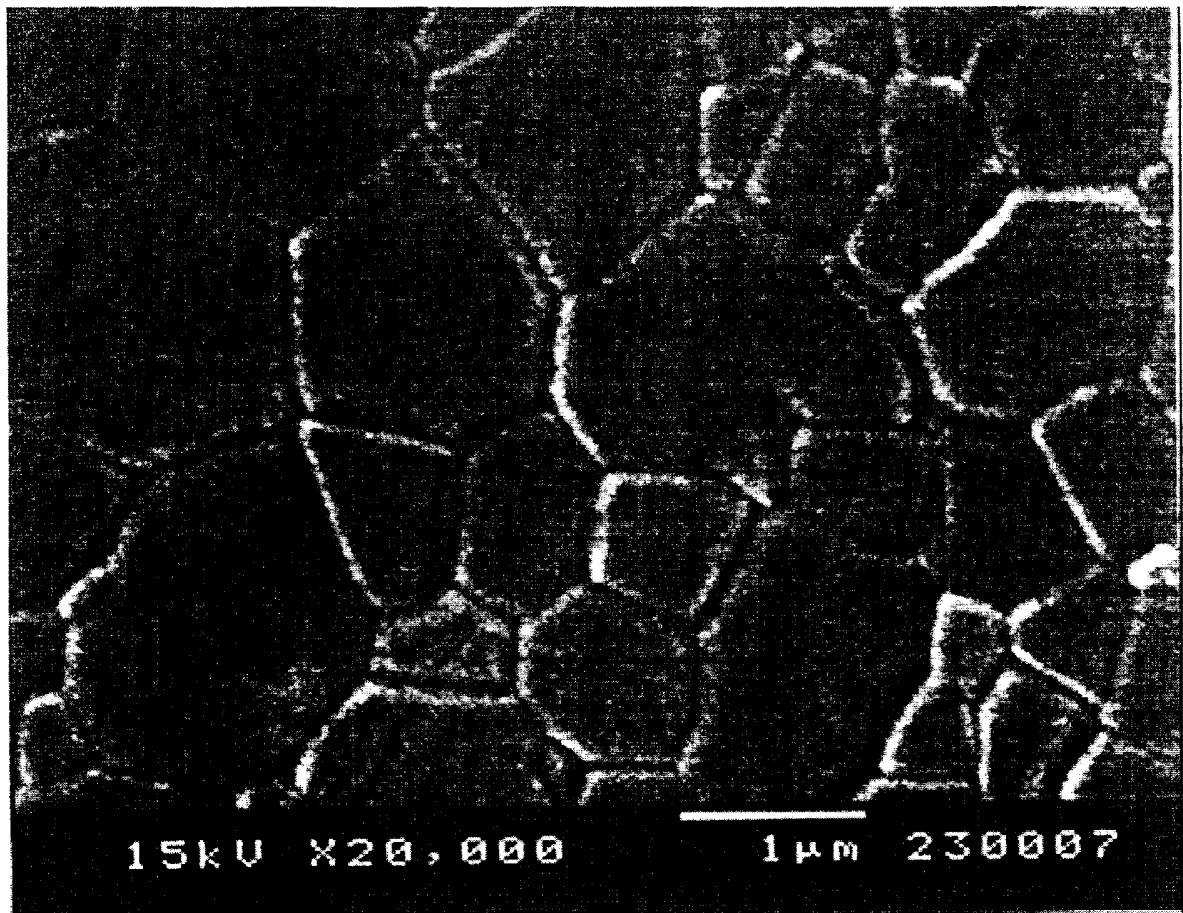


(b) 通常形状の歯列矯正ブラケット

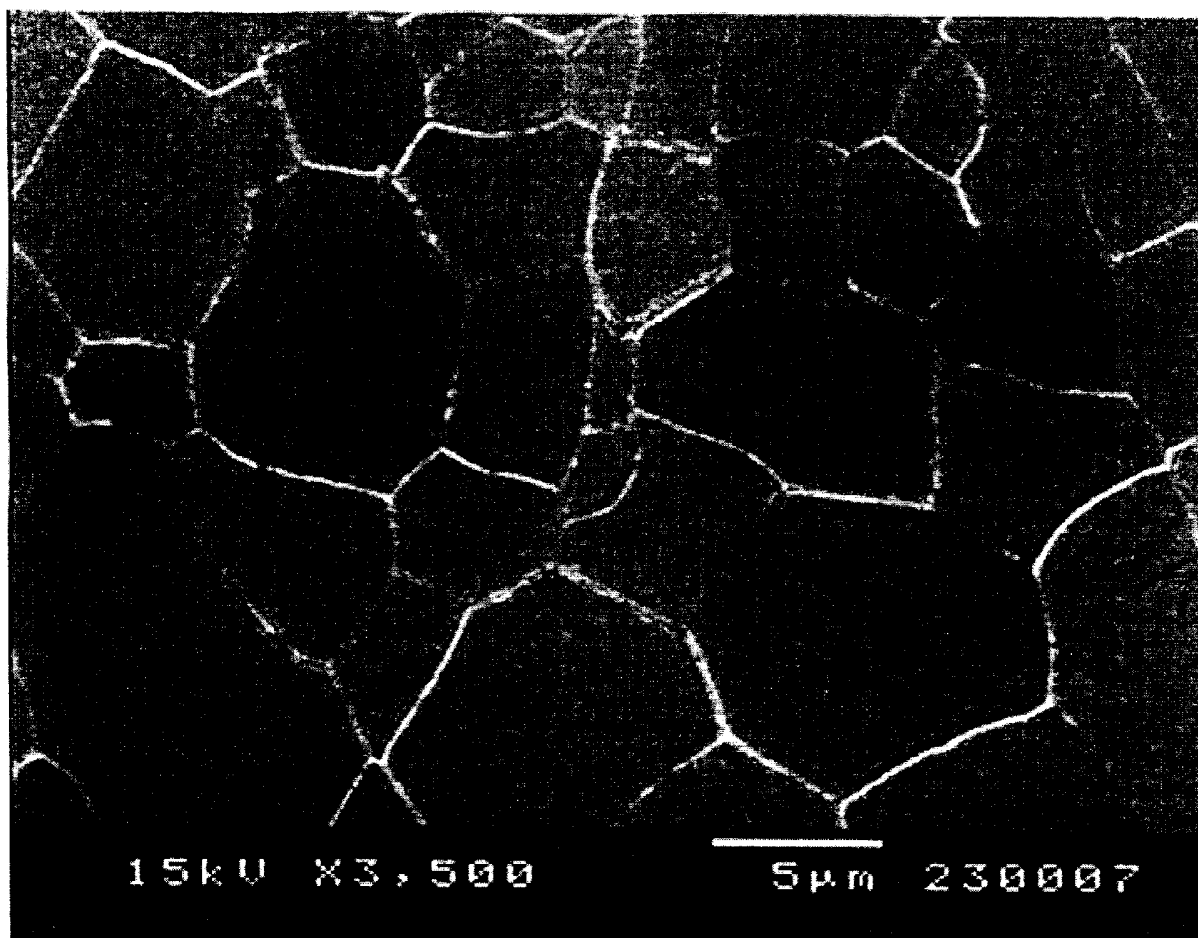


(a) 薄型形状の歯列矯正ブラケット

[図2]



[図3]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/015566

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

A61C7/14(2006.01), **A61C7/28**(2006.01), **C04B35/115**(2006.01)

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

A61C7/14(2006.01), **A61C7/28**(2006.01), **C04B35/115**(2006.01)

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2005
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2005	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 63-174646 A (Sumitomo Chemical Co., Ltd.), 19 July, 1988 (19.07.88), Claims; page 2, upper left column, line 13 to upper right column, line 9, lower left column, lines 9 to 15, lower right column, lines 7 to 18; page 3. upper left column, lines 9 to 19, upper right column, line 4 to lower right column, line 20 (Family: none)	1-4 5-9
Y A	JP 2001-322866 A (NGK Spark Plug Co., Ltd.), 20 November, 2001 (20.11.01), Claims; Par. Nos. [0021], [0023], [0029], [0038], [0040], [0041], [0045], [0069] to [0075] & US 6417127 B1 & EP 1053983 A2	5-10 1-4

 Further documents are listed in the continuation of Box C.
 See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
25 October, 2005 (25.10.05)Date of mailing of the international search report
01 November, 2005 (01.11.05)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/015566

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 5-42170 A (Sumitomo Metal Mining Co., Ltd.), 23 February, 1993 (23.02.93), Claims; Par. Nos. [0002], [0006], [0007], [0009], [0024] to [0033] (Family: none)	10

<p>A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl.⁷ A61C7/14 (2006.01), A61C7/28 (2006.01), C04B35/115 (2006.01)</p>											
<p>B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl.⁷ A61C7/14 (2006.01), A61C7/28 (2006.01), C04B35/115 (2006.01)</p>											
<p>最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの</p> <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2005年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2005年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2005年</td> </tr> </table>			日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2005年	日本国実用新案登録公報	1996-2005年	日本国登録実用新案公報	1994-2005年	
日本国実用新案公報	1922-1996年										
日本国公開実用新案公報	1971-2005年										
日本国実用新案登録公報	1996-2005年										
日本国登録実用新案公報	1994-2005年										
<p>国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)</p>											
<p>C. 関連すると認められる文献</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>引用文献の カテゴリー*</th> <th>引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示</th> <th>関連する 請求の範囲の番号</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>X Y</td> <td>JP 63-174646 A (住友化学工業株式会社) 1988.07.19, 特許請求の 範囲、第2ページ左上欄第13行~右上欄第9行、同ページ左下欄 第9行~15行、同ページ右下欄第7行~18行、第3ページ左上 欄第9行~19行、同ページ右上欄第4行~右下欄第20行 (ファミリーなし)</td> <td>1-4 5-9</td> </tr> <tr> <td>Y A</td> <td>JP 2001-322866 A (日本特殊陶業株式会社) 2001.11.20, 特許請求 の範囲、段落【0021】、【0023】、【0029】、【0038】、 【0040】、【0041】、【0045】、【0069】-【0075】 US 6417127 B1 & EP 1053983 A2</td> <td>5-10 1-4</td> </tr> </tbody> </table>			引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号	X Y	JP 63-174646 A (住友化学工業株式会社) 1988.07.19, 特許請求の 範囲、第2ページ左上欄第13行~右上欄第9行、同ページ左下欄 第9行~15行、同ページ右下欄第7行~18行、第3ページ左上 欄第9行~19行、同ページ右上欄第4行~右下欄第20行 (ファミリーなし)	1-4 5-9	Y A	JP 2001-322866 A (日本特殊陶業株式会社) 2001.11.20, 特許請求 の範囲、段落【0021】、【0023】、【0029】、【0038】、 【0040】、【0041】、【0045】、【0069】-【0075】 US 6417127 B1 & EP 1053983 A2	5-10 1-4
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号									
X Y	JP 63-174646 A (住友化学工業株式会社) 1988.07.19, 特許請求の 範囲、第2ページ左上欄第13行~右上欄第9行、同ページ左下欄 第9行~15行、同ページ右下欄第7行~18行、第3ページ左上 欄第9行~19行、同ページ右上欄第4行~右下欄第20行 (ファミリーなし)	1-4 5-9									
Y A	JP 2001-322866 A (日本特殊陶業株式会社) 2001.11.20, 特許請求 の範囲、段落【0021】、【0023】、【0029】、【0038】、 【0040】、【0041】、【0045】、【0069】-【0075】 US 6417127 B1 & EP 1053983 A2	5-10 1-4									
<p><input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。</p>											
<p>* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献</p>											
<p>国際調査を完了した日 25.10.2005</p>	<p>国際調査報告の発送日 01.11.2005</p>										
<p>国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号</p>	<p>特許庁審査官 (権限のある職員) 中田 誠二郎 電話番号 03-3581-1101 内線 3346</p>	<table border="1"> <tr> <td>3E</td> <td>3510</td> </tr> </table>	3E	3510							
3E	3510										

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 5-42170 A (住友金属鉱山株式会社) 1993.02.23, 特許請求の範囲、段落【0002】、【0006】、【0007】、【0009】、【0024】 - 【0033】 (ファミリーなし)	10