(19)国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 117843241 A
(43)申请公布日 2024.04.09

(21)申请号 202311708323.1
(22)申请日 2019.12.20
(30)优先权数据
2019-069330 2019.03.29 JP
(62)分案原申请数据
201980094697.4 2019.12.20
(71)申请人 株式会社GC
地址 日本静冈县
(72)发明人 加藤克人
(74)专利代理机构 中原信达知识产权代理有限责任公司 11219
专利代理师 盛曼 金龙河
(51)Int.Cl.
C03C 10/04(2006.01)
A61C 13/08(2006.01)
A61C 13/00(2006.01)
C03B 32/02(2006.01)

权利要求书1页 说明书8页 附图4页

(54)发明名称

牙科修复体用块体的制造方法、牙科修复体的制造方法

(57)摘要

本发明提供牙科修复体用块体的制造方法、牙科修复体的制造方法。本发明包括将低于偏硅酸锂晶体的生成温度的玻璃坯料暴露于焦硅酸锂晶体的生成温度以上且低于熔点的气氛中进行加热以使主要晶相变为焦硅酸锂的工序。

CN 117843241 A

1.一种牙科修复体用块体的制造方法,其是制造进行用于制成牙科修复体的机械加工之前的块体的方法,其中,

包括将低于偏硅酸锂晶体的生成温度的玻璃坯料暴露于焦硅酸锂晶体的生成温度以上且低于熔点的气氛中进行加热以使主要晶相变为焦硅酸锂的工序。

2.如权利要求1所述的牙科修复体用块体的制造方法,其中,在所述进行加热的工序之后具有进行缓冷的工序。

3.如权利要求1或2所述的牙科修复体用块体的制造方法,其中,所述气氛的温度为750℃以上且900℃以下。

4.如权利要求1～3中任一项所述的牙科修复体用块体的制造方法,其中,暴露于所述气氛中是将所述玻璃坯料放入加热装置中。

5.如权利要求1～4中任一项所述的牙科修复体用块体的制造方法,其中,所述牙科修复体用块体包含60质量%以上且80质量%以下的SiO_2、10质量%以上且20质量%以下的Li_2O和3质量%以上且15质量%以下的Al_2O_3。

6.一种牙科修复体的制造方法,其包括通过权利要求1～5中任一项所述的制造方法制造牙科修复体用块体并对所述牙科修复体用块体进行机械加工的工序。

7.如权利要求6所述的牙科修复体的制造方法,其中,所述机械加工为切削加工。

牙科修复体用块体的制造方法、牙科修复体的制造方法

[0001] 本申请是申请号为201980094697.4(国际申请号为PCT/JP2019/050162)、中国国家阶段进入日为2021年9月24日(国际申请日为2019年12月20日)、发明名称为“牙科修复体用块体的制造方法、牙科修复体的制造方法”的中国发明专利申请的分案申请。

技术领域

[0002] 本发明涉及牙科修复体用块体的制造方法和牙科修复体的制造方法。

背景技术

[0003] 随着近年来CAD/CAM(计算机辅助设计/计算机辅助制造)技术的发展,在牙科修复体的制作中,将设计出的牙科修复体的形状利用转换为规定形式的数字数据进行处理,将该数据发送到加工装置,由此,加工装置基于该数据自动地进行切削、磨削等机械加工,从而制作牙科修复体。由此能够迅速地提供牙科修复体。

[0004] 对于这样的牙科修复体,要求具有作为牙科修复体的基本功能、即强度、硬度、对口腔内环境的化学耐久性和与天然牙同样的审美性(色调、质感)。

[0005] 除此以外,牙科修复体具有复杂的凹凸,在不产生例如崩边等不良的情况下在短时间内机械加工出复杂形状也很重要。通过制成这样的能够在短时间内加工的材料,能够更迅速地制作牙科修复体。

[0006] 专利文献1中公开了含有规定成分的牙科修复体用材料,由此实现了上述基本功能和切削性的提高。

[0007] 现有技术文献

[0008] 专利文献

[0009] 专利文献1:国际公开号WO2016/031399

发明内容

[0010] 发明所要解决的问题

[0011] 本发明的课题在于提供机械加工性良好的牙科修复体用块体的制造方法。

[0012] 用于解决问题的方法

[0013] 本发明的一个方式为一种牙科修复体用块体的制造方法,其是制造进行用于制成牙科修复体的机械加工之前的块体的方法,其包括将低于偏硅酸锂晶体的生成温度的玻璃坯料暴露于焦硅酸锂晶体的生成温度以上且低于熔点的气氛中进行加热以使主要晶相变为焦硅酸锂的工序。

[0014] 可以在进行加热的工序之后具有进行缓冷的工序。

[0015] 在进行加热的工序中,气氛的温度可以为750℃以上且900℃以下。

[0016] 暴露于上述气氛中可以是将玻璃坯料放入加热装置中。

[0017] 上述牙科修复体用块体可以包含60质量%以上且80质量%以下的SiO_2、10质量%以上且20质量%以下的Li_2O和3质量%以上且15质量%以下的Al_2O_3。

[0018] 本发明的另一个方式为一种牙科修复体的制造方法,其包括通过上述制造方法制造牙科修复体用块体并对牙科修复体用块体进行机械加工的工序。该机械加工可以为切削加工。

[0019] 发明效果

[0020] 根据本发明,可以得到机械加工性良好的牙科修复体用块体。

附图说明

[0021] 图1是牙科修复体用块体10的外观立体图。

[0022] 图2是将切断面的一部分放大而以可看到晶体的方式示出的图。

[0023] 图3是对比率的测定方法进行说明的图。

[0024] 图4是对比率的测定方法进行说明的另一图。

[0025] 符号说明

[0026] 10 牙科修复体用块体

具体实施方式

[0027] 以下,对具体方式例进行说明。但是,本发明并非限定于这些方式。

[0028] 首先,对通过一个方式的牙科修复体用块体的制造方法制作的牙科修复体用块体进行说明。该牙科修复体用块体(以下有时记载为“块体”)为棱柱、圆柱或板状(盘状),由该块体通过切削、磨削等机械加工进行变形、削出而制成牙科修复体。其中,通过切削制作牙科修复体的情况下,可以制成棱柱或板状(盘状)。棱柱的块体大多是主要用于削出单个牙科修复体,板状的块体有时用于从一个块体削出多个牙科修复体。

[0029] 图1中示出作为棱柱的块体10的外观立体图。棱柱的情况下,可以将宽度W、深度D、高度H分别设定为10mm以上且35mm以下的范围。另一方面,板状的块体的情况下,可以以厚度为10mm以上且35mm以下的范围的方式构成。

[0030] 由此,成为容易通过切削加工来制作牙科修复体的块体。

[0031] 为了制作本方式的块体,其材料可以包含下述成分而构成。

[0032] 60质量%以上且80质量%以下的SiO_2、

[0033] 10质量%以上且20质量%以下的Li_2O、

[0034] 3质量%以上且15质量%以下的Al_2O_3。

[0035] 关于上述各成分,如下所述。

[0036] SiO_2的含量小于60质量%或者超过80质量%时,难以得到均质的块体。更优选为65质量%以上且75质量%以下。

[0037] Li_2O的含量小于10质量%或者超过20质量%时,难以得到均质的块体,并且具有机械加工性降低的倾向。更优选为12质量%以上且18质量%以下。

[0038] Al_2O_3的含量小于3质量%时,焦硅酸锂作为主要晶相析出,但具有机械加工性降低的倾向。另一方面,超过15质量%时,主要晶相不是焦硅酸锂,具有强度降低的倾向。更优选为3质量%以上且7质量%以下。

[0039] 进而,牙科修复体用块体可以在上述成分的基础上包含下述成分。但是,由在此所示的成分包含0质量%这一点可知,意味着无需一定包含、可以包含任意一种。

[0040] 可以含有0质量%以上且15质量%以下的用于调节熔融温度的成分。由此,在后述的制造中能够使熔融温度适当。关于各成分,可以含有多于15质量%,但其效果的提高有限。作为用于调节熔融温度的成分的材料(熔融温度调节材料),具体而言,可以列举Na、K、Ca、Sr、Ba、Mg、Rb、Cs、Fr、Be、Ra的氧化物。进一步优选如下所述。

[0041] Na_2O:2.8质量%以下

[0042] K_2O:10质量%以下

[0043] CaO:3质量%以下

[0044] SrO:10质量%以下

[0045] BaO:10质量%以下

[0046] MgO:3质量%以下

[0047] Rb_2O:2.8质量%以下

[0048] Cs_2O:2.8质量%以下

[0049] Fr_2O:2.8质量%以下

[0050] BeO:3质量%以下

[0051] RaO:10质量%以下

[0052] 另外,可以以合计为0质量%以上且10质量%以下的范围含有用于形成晶核的成分。由此,能高效地生成形成焦硅酸锂晶体的核。但是,即使含有多于上述范围的该化合物,效果的提高也有限,因此设定为10质量%以下。作为在此作为用于为了形成晶核的成分的材料(晶核形成材料)发挥功能的化合物,可以列举Zr、P、Ti的氧化物(ZrO_2、P_2O_5、TiO_2)。此时,优选包含选自ZrO_2、P_2O_5和TiO_2中的至少一种且其合计为0质量%以上且10质量%以下。

[0053] 从提高审美性的观点出发,用于块体的材料还可以包含公知的着色材料。这可以列举例如选自V_2O_5、CeO_2、Er_2O_3、MnO、Fe_2O_3、Tb_4O_7中的至少一种。

[0054] 接着,对制作牙科修复体的方法的方式进行说明。在此包括制作牙科修复体用块体的方法的方式。本方式的制作方法具备熔融工序、玻璃坯料制作工序、热处理工序和加工工序而构成。

[0055] 熔融工序中,在1100℃以上且1600℃以下使上述说明的各成分熔融。由此,可以得到用于牙科修复体用块体的熔融玻璃。为了得到充分均匀的性质,该熔融优选进行数小时。

[0056] 玻璃坯料制作工序是得到具有与牙科修复体用块体的形状相近的形状的玻璃坯料的工序。将熔融工序中得到的熔融玻璃浇注到模具中,冷却至低于偏硅酸锂晶体的生成温度、优选400℃以下、更优选100℃以下、进一步优选室温,由此得到玻璃坯料。为了防止材料的变质、破裂,该冷却通过缓慢的温度变化进行。

[0057] 热处理工序是将玻璃坯料制作工序中得到的玻璃坯料在焦硅酸锂晶体的生成温度以上且低于熔点、更优选750℃以上且900℃以下的范围内的温度下进行加热的工序。

[0058] 在该工序中优选进行快速加热,因此,为了使玻璃坯料制造工序中被冷却至低于偏硅酸锂晶体的生成温度、优选400℃以下、更优选100℃以下、进一步优选室温的玻璃坯料暴露于焦硅酸锂晶体的生成温度以上且低于熔点、更优选750℃以上且900℃以下的范围的气氛中,例如通过放入炉等加热装置中来进行加热。关于加热时间,直至玻璃坯料内的主要晶相变为焦硅酸锂为止。因此,虽然没有限定,但可以设定为20分钟以上。该时间的上限没有特别限定,可以设定为6小时以下。

[0059] 温度低于焦硅酸锂晶体的生成温度时,有可能无法得到主要晶相为焦硅酸锂的焦硅酸锂坯料。另一方面,设定为焦硅酸锂晶体的熔点以上的温度时,有可能发生软化。

[0060] 然后,该快速加热后停止加热,冷却至室温,由此得到主要晶相为焦硅酸锂的牙科修复体用块体。优选的是,该冷却在炉内进行,在炉内的自然冷却中通过基于缓慢的温度变化的缓冷进行。

[0061] 在此,“主要晶相”是指通过利用X射线衍射装置的分析观测到的晶相中晶体析出比例最大的晶相。

[0062] 另外,在热处理工序中,如上所述,需要在规定的温度范围内进行快速加热,但是,只要在规定的温度范围内,则无需一定维持于恒定的温度,可以具有温度变化。

[0063] 加工工序是对所得到的牙科修复体用块体进行机械加工而加工成牙科修复体的形状的工序。机械加工的方法没有特别限定,可以列举切削、磨削等。由此,可以得到牙科修复体。

[0064] 该加工可以在生产率优良的条件下进行。即,迄今为止,焦硅酸锂为主晶相的牙科修复体用块体由于机械加工性不足而难以进行高效的切削。因此,需要准备不以焦硅酸锂作为主要晶相的容易加工的块体(例如以偏硅酸锂作为主晶相的块体)并对其进行机械加工,加工后进一步进行热处理而使主晶相变为焦硅酸锂,然后经过提高强度的工序。

[0065] 与此相对,根据本方式,即使是主要晶相为焦硅酸锂的块体,也能够在与主要晶相为偏硅酸锂的容易加工的块体的加工同等以上的条件下进行切削、磨削。并且,加工后无需热处理,因此,能够在形状不发生变化的情况下以维持机械加工的精度的状态制成牙科修复体。

[0066] 根据通过本方式的制造方法制作的块体,具备如下所述的结构。图2中示出将沿着图1中以符号A_1所示的虚线切断后的块体10的切断面中的一部分放大的图。该图是在纵向(宽度方向)为5μm、横向(深度方向)为5μm的视野内放大的图。这样的图可以通过扫描电子显微镜(SEM)图像得到。

[0067] 如上所述,块体10的主要晶相为焦硅酸锂。

[0068] 另外,关于块体10,优选在图2所示的视野范围内显现出的晶体中具有0.5μm以上的长度的晶体的总面积相对于图2所示的视野的面积(5μm×5μm)为21%以下的比率,但无需一定为21%以下,只要与以往的制作方法相比、通过本方式的制造方法能够减小该比率即可。上述比率优选为10%以下,进一步优选为1%以下。

[0069] 需要说明的是,可以将所显现出的晶体中要提取的具有0.5μm以上的长度的晶体仅局限于由焦硅酸锂形成的晶体。

[0070] 由此,即使制成主要晶相为焦硅酸锂的块体,也能够在与以往的容易加工的块体(例如主要晶相为偏硅酸锂的块体)的加工同等以上的条件下进行切削、磨削。并且,据此,例如不需要对于主要晶相为偏硅酸锂的块体而言所需的加工后的热处理,因此,能够在形状不发生变化的情况下以维持机械加工的精度的状态制成牙科修复体。

[0071] 这样的比率如下得到。

[0072] 以图1中所示的块体10为例,在最大的方向(在图1的例子中为高度方向)上,得到中央A_1、自端面起相对于全高H为10%的位置的两个端部A_2和端部A_3处的三个切断面。图3中示出三个切断面中的中央A_1处的切断面。

[0073] 然后,在中央A_1、端部A_2、端部A_3处的切断面,针对以虚线表示的中央B_1、相对于该B_1在宽度W方向上相邻且自端部起相对于全宽W为10%的位置的两个端部B_2以及相对于中央B_1在深度D方向上相邻且自端部起相对于全深D为10%的位置的两个端部B_3,分别在如图2那样的5μm×5μm的视野内得到扫描电子显微镜图像。因此,得到每一个切断面5个、全部共15个该图像。将所得到的图像的例子示于图4的上部。

[0074] 接着,针对各图像,如图4的下部所示那样,提取出其中显现出的晶体中晶体的长度为0.5μm以上的晶体(图4的下部的图中涂实的部分),求出该晶体的面积的总和S。接着,用该面积的总和S除以图像的视野面积S_0(5μm×5μm)并以百分率表示,对于每个图像单独地得到比率。因此,得到全部共15个单独的比率。

[0075] 然后,算出这些单独的比率的平均值,将其作为比率。

[0076] 在此,优选在牙科修复体用块体中没有观察到空隙。但是,认为少许空隙的影响小,因此,优选的是,在测定上述比率的15个部位,在纵向(宽度方向)60μm×横向(深度方向)60μm的观察范围内空隙所占的面积平均为2%以下。

[0077] 另外,优选的是,在测定上述比率的15个部位,在倍率为200倍的显微镜照片中未观察到着色材料的粒状物。

[0078] 这些空隙、粒状物有可能产生与母材的界面而对机械加工性带来影响。另外,着色材料的粒状物的存在也有可能导致牙科修复体的颜色不均。

[0079] 这样的牙科修复体用块体能够通过如上所述利用材料的熔融进行成型而不是通过粉末成型来可靠地实现。

[0080] 利用上述牙科修复体用块体以及由其加工而制作的牙科修复体,能够具备作为牙科修复体的基本功能、即强度、硬度、对口腔内环境的化学耐久性和与天然牙同样的审美性(色调、质感)。除此以外,机械加工性也提高,尽管具有不需要加工后的热处理这样的强度,但能够在与以往的基于切削用陶瓷的牙科修复体用块体相同程度以上的加工条件下不产生不良地进行机械加工。

[0081] 实施例

[0082] 在实施例1~实施例7以及比较例1~比较例6中,改变所含的成分、热处理温度,通过上述说明的基于熔融成型法的制作方法准备块体,通过切削加工制作牙科修复体,对此时的机械加工性进行评价。

[0083] 需要说明的是,块体是宽度W为14mm、深度D为12mm、高度H为18mm的长方体。

[0084] 实施例1~实施例7、比较例5以及比较例6的块体如下所述进行快速加热的热处理来制作。

[0085] 针对各例,将表1所示的材料根据其比例进行混合,在1300℃下熔融3小时,得到熔融玻璃(熔融工序)。接着,将所得到的熔融玻璃浇注到模具中,冷却至室温,由此制成玻璃坯料(玻璃坯料制作工序)。然后,将玻璃坯料投入到预热至表1中记载的热处理温度的炉中,在该热处理温度下维持30分钟(基于快速加热的热处理)。然后,缓冷至室温(冷却工序)而得到块体。

[0086] 另一方面,比较例1~比较例4的块体如下所述进行以往的热处理来制作。

[0087] 针对各例,将表1所示的材料根据其比例进行混合,在1300℃下熔融3小时,得到熔融玻璃(熔融工序)。接着,将所得到的熔融玻璃浇注到模具中,冷却至室温,由此制成玻璃

坯料(玻璃坯料制作工序)。然后,对所得到的玻璃坯料进行加热,在650℃下维持60分钟,接着升温至850℃,维持10分钟(基于以往加热的热处理)。然后,缓冷至室温(冷却工序)而得到块体。

[0088] 表1中针对各成分以质量%示出其含量。由表1可知,实施例1与比较例1、实施例2与比较例2、实施例3与比较例3以及实施例4与比较例4中,着色材料以外的成分分别相同。

[0089] 另外,表1中,分别示出热处理的种类、快速加热的例子中的热处理温度、所得到的块体的主晶相的种类("LDS"为焦硅酸锂、"LS"为偏硅酸锂)、通过上述说明的方法得到的长度为0.5μm以上的晶体所占的比率(%)以及机械加工性。需要说明的是,表1的成分的项目中的空栏表示0质量%。

[0090] 主晶相设定为:使用X射线衍射装置(Empyrean(注册商标);SPECTRIS株式会社制造)进行测定、并利用里特沃尔德法进行的定量分析的结果中,所观测到的晶相中晶体析出比例最高的晶相。

[0091] "比率"为上述具有0.5μm以上的长度的晶体的比率,为通过上述方法得到的面积比率(%)。

[0092] 关于"机械加工性",准备两种以往的加工用块体作为参考1、参考2。分别为如下所述的块体。

[0093] (参考1)为以偏硅酸锂作为主晶相的块体,以72.3质量%的比例包含SiO_2、以15.0质量%的比例包含Li_2O、以1.6质量%的比例包含Al_2O_3。

[0094] (参考2)为以大致相同的比例含有偏硅酸锂的晶相和焦硅酸锂的晶相的块体,以56.3质量%的比例包含SiO_2、以14.7质量%的比例包含Li_2O、以2.1质量%的比例包含Al_2O_3。

[0095] 针对实施例和比较例,分别评价相对于利用陶瓷加工机(CEREC(注册商标)MC XL;Sirona Dental Systems株式会社制造)加工时的参考1、参考2的块体的、加工时间、刀具的损耗情况和崩边的程度。将加工时间、刀具的损耗情况和崩边中的任一项与参考1、参考2的块体相比都良好的块体以"良好"表示,将加工时间、刀具的损耗情况和崩边中的某一项与参考1、参考2的块体相比低于同等的块体以"不良"表示。

[0096]

[表1]

(表1)

		实施例1	实施例2	实施例3	实施例4	实施例5	实施例6	实施例7	比较例1	比较例2	比较例3	比较例4	比较例5	比较例6
成分	SiO_2	71.0	71.5	72.7	70.7	65.5	71.0	71.0	71.0	71.5	72.7	70.7	71.5	71.5
	Li_2O	12.8	13.7	11.7	11.9	14.4	12.8	12.8	12.8	13.7	11.7	11.9	13.7	13.7
	Al_2O_3	5.2	5.3	5.3	5.2	5.0	5.2	5.2	5.2	5.3	5.3	5.2	5.3	5.3
	P_2O_5	3.0	3.0	2.5	2.6	6.4	3.0	3.0	3.0	3.0	2.5	2.6	3.0	3.0
	K_2O	1.4	1.4	2.5	2.4	2.0	1.4	1.4	1.4	1.4	2.5	2.4	1.4	1.4
	Na_2O	2.1	2.1	1.2	1.1	1.3	2.1	2.1	2.1	2.1	1.2	1.1	2.1	2.1
	ZrO_2	1.0	1.8	1.9	3.1	3.1	1.0	1.0	1.0	1.8	1.9	3.1	1.8	1.8
	SrO				1.3							1.3		
	TiO_2				0.3							0.3		
	La_2O_3		0.5							0.5			0.5	0.5
	BaO			1.0							1.0			
	V_2O_5	1.1	0.2	0.2	0.4	0.6	1.1	1.1	1.0	0.6	0.4	0.1	0.2	0.2
	CeO_2	0.7	0.2	0.1	0.1	0.5	0.7	0.7	1.0	0.1	0.1	0.4	0.2	0.2
	Er_2O_3	0.6	0.4	0.3	0.4	1.1	0.8	0.8	0.5	0.1	0.4	0.2	0.4	0.4
	MnO	0.1			0.1	0.1	0.2	0.2	0.4		0.1	0.1		
	Fe_2O_3	0.4		0.1	0.2		0.2	0.2	0.5		0.2			
	Tb_4O_7	0.7		0.5	0.1		0.6	0.6	0.2					
热处理		快速加热	快速加热	快速加热	快速加热	快速加热	快速加热	快速加热	以往加热	以往加热	以往加热	以往加热	快速加热	快速加热
		750℃	850℃	800℃	820℃	850℃	830℃	900℃					700℃	950℃
主晶相		LDS	LDS	LDS	LDS	LDS	LDS	LDS	LDS	LDS	LDS	LDS	LS	因软化引起变形
比率		1%以下	1%以下	1%以下	1%以下	1%以下	1%以下	1%以下	27%	50%以上	50%以上	50%以上	---	
机械加工性		良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	不良	不良	不良	不良		

[0097] 由表1可知,根据实施例的牙科修复体用块体,尽管主晶相为焦硅酸锂,但机械加工性良好。另外,与比较例中的比率相比,实施例中的“比率”被抑制得较低。

[0098] 还可知:实施例1与比较例1、实施例2与比较例2、实施例3与比较例3以及实施例4与比较例4中,尽管着色材料以外的成分相同,但制造工序不同,由此机械加工性和比率大幅不同。比较例5未能得到焦硅酸锂作为主晶相,比较例6发生了软化。

[0099] 需要说明的是,实施例和比较例中的任一块体都具备所需的强度。另外,关于空隙、粒状物,也满足上述优选的条件。

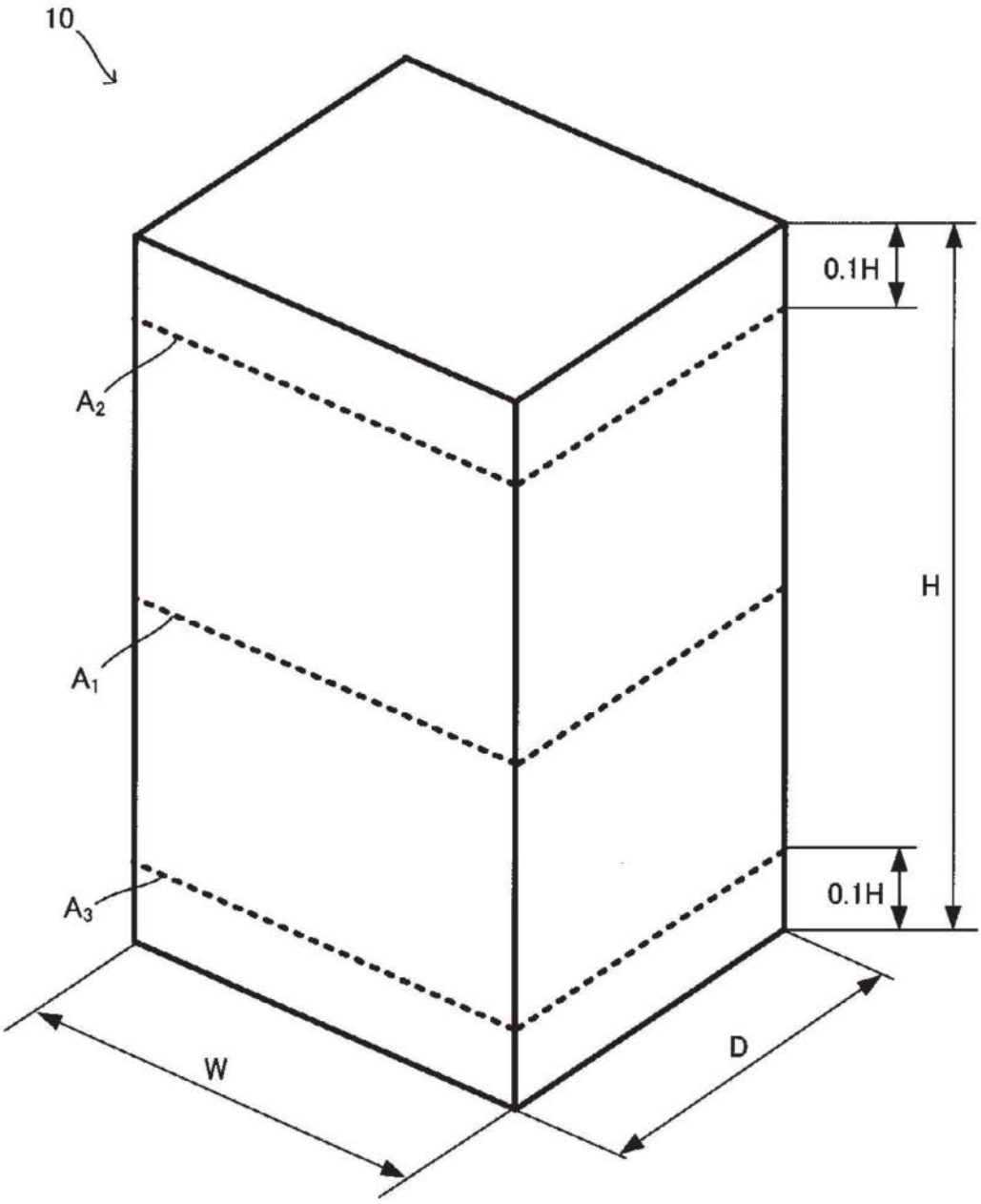


图1

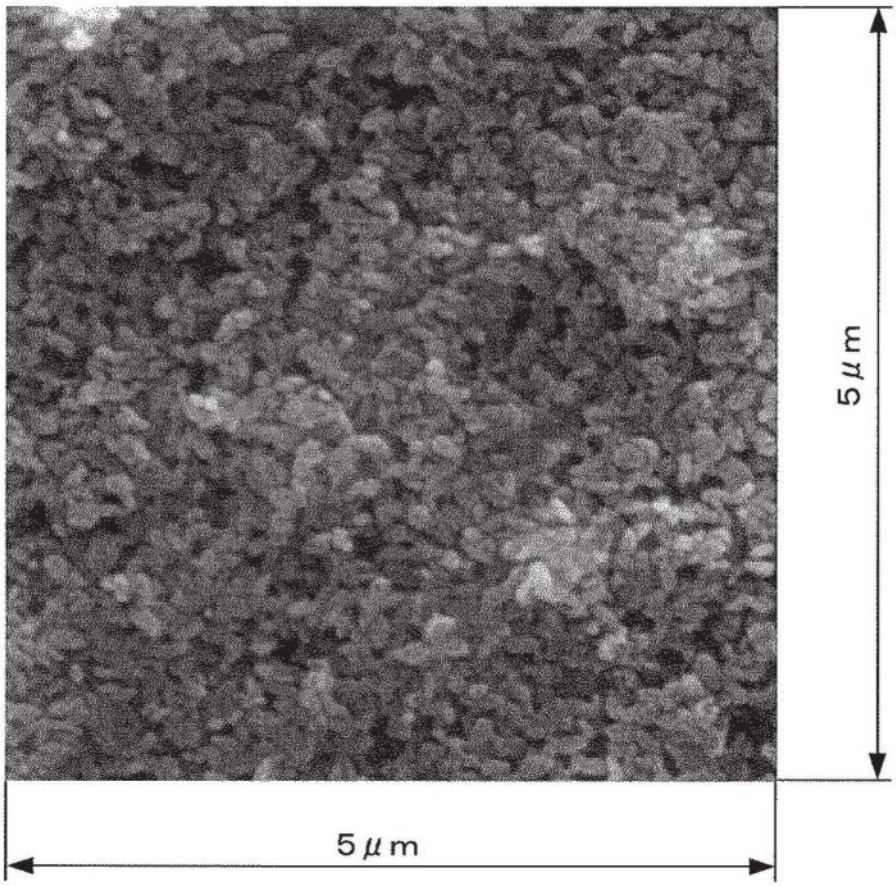


图2

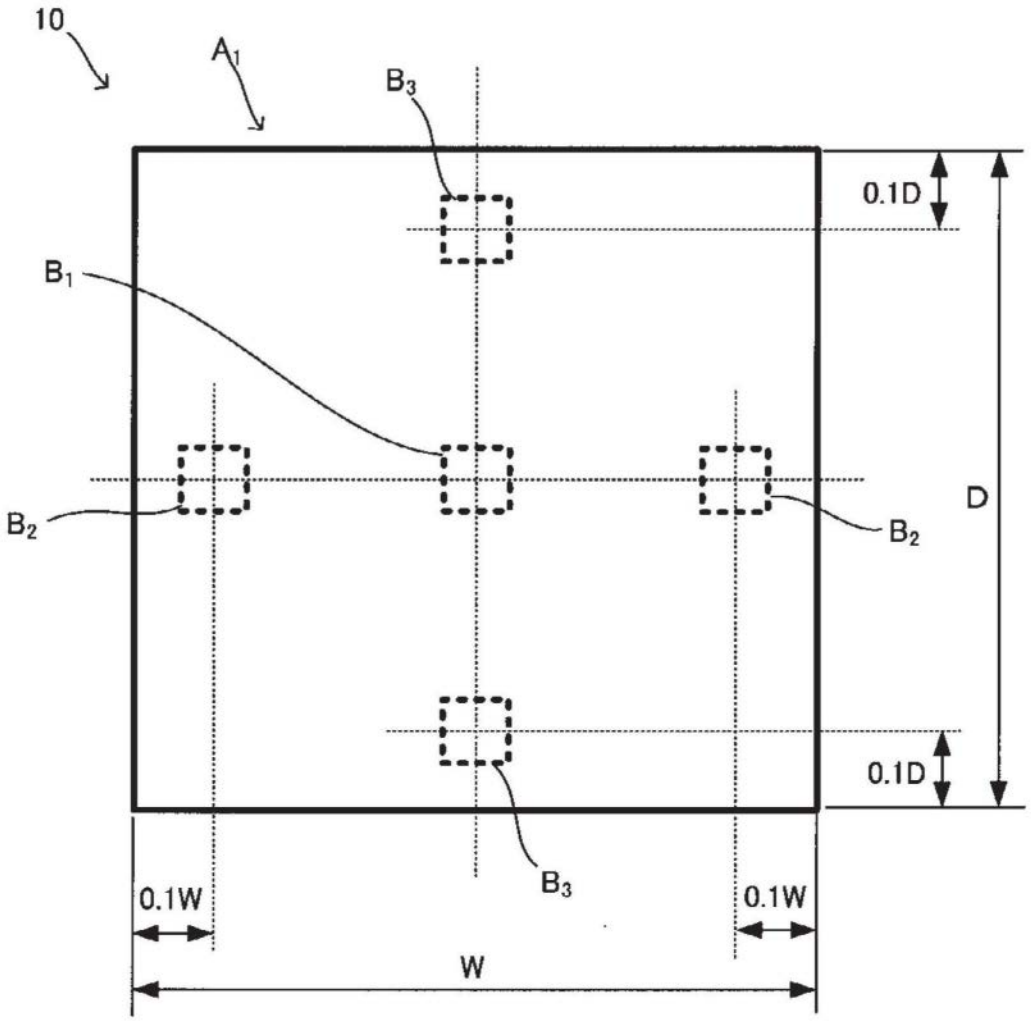


图3



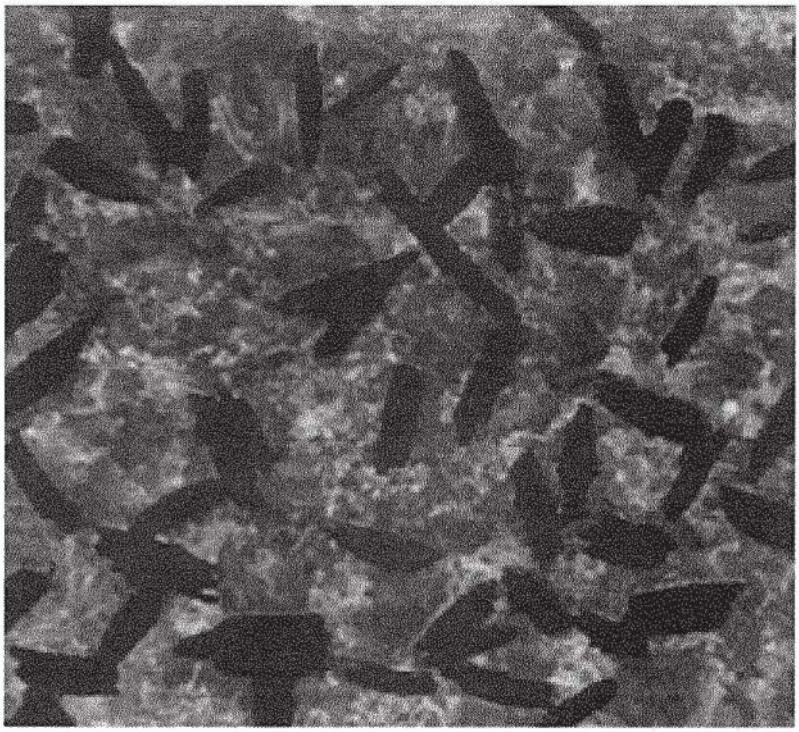


图4