

Title	Ni-Ta系合金の研究 : (第2報) 組織とかたさおよび陶材焼付について
Author(s)	加我, 正行
Citation	北海道大学. 博士(歯学) 甲第1381号
Issue Date	1979-03-24
Doc URL	http://hdl.handle.net/2115/30168
Туре	theses (doctoral)
Note	日本歯科理工学会, 加我 正行 = KAGA, Masayuki, Ni-Ta系合金の研究 : (第2報) 組織とかたさおよび陶材焼付 について = Studies on Ni-Ta Alloys : (Part 2) Age-hardening and Metal-to-Ceramic Bonding, 歯科理工学雑誌 20(49), 1979 JAN, pp.44-51
File Information	thesis.pdf



Ni-Ta 系合金の研究

(第2報) 組織とかたさおよび陶材焼付について*

加 我 正 行**

Studies on Ni-Ta Alloys

(Part 2) Age-hardening and Metal-to-Ceramic Bonding

Masayuki KAGA

Department of Dental Tecchnology School of Dentistry, Hokkaido University Sapporo, Japan (Director: Prof. Mamoru OTA)

Age-hardening and metal-to-ceramic bonding were studied on Ni-Ta alloy for dental application.

In the first experiment, it was shown that precipitation-hardening was recognized in Ni-33 wt% Ta, Ni-34 wt% Ta except for Ni-30 wt% Ta. The precipitates were of a Widmamstätten type structure and appeared to be a intermetallic compound, namely Ni₃Ta, from the results of X-ray diffraction (debye-sherrer) despite of the close proximity of the diffraction patterns of Ni and Ni₃Ta.

In the second experiment, it was shown that the bonding strength was 176 kg/cm^2 for Ni-30 wt% Taceramic system, compared with that of 222 kg/cm² of Wiron S-ceramic system. The oxide layer was as wide as $3\sim5 \mu$ at the Ni-30 wt% Ta-ceramic interface, in which high concentrations of Ni, Ta, and low concentrations of Al, Si were observed. The coefficient of thermal expansion, which was larger than that of porcelain, was 17.4×10^{-6} /°C for Ni-30 wt% Ta.

緒言

著者は先に Ni-Ta 系合金のうち Ni-30 wt% Ta, Ni-33 wt% Ta, Ni-36 wt% Ta の鋳造時の機械的性質及び 変色性について検討し, その中で, Ni-30 wt% Ta, Ni-33 wt% Ta の性質が市販の歯科鋳造用賤金属合金 の そ れに近以していることを見いだし, これらの合金が臨床 上, 使用可能であることを報告 した¹⁾. Ni-Ta 系 は Hansen の二元合金状態図²⁾に示されているように, Ni 側に Ni(α)-Ni₃Ta の共晶があることから, 36 wt% Ta 以下の Ta を固溶する合金の過飽和固溶体を固溶限以下 の温度で焼戻時効した場合, Ni₃Ta の析出による硬化が 期待される.

本研究はこのような見地から, Ni-30 wt% Ta, Ni-33 wt% Ta, Ni-34 wt% Ta の組成を選択し, 組織とかた さについて調べた. さらに本系合金の陶材焼付用合金と しての可能性を考慮し, Ni-30 wt% Ta を選び陶材との 接着性を市販合金 Wiron S のそれと比較検討した.

実験材料および実験方法

- A. 組織と硬さ
- 1. 時効用試料の作製

純金属は 99.97% の球状モンドニッケルと 99.9% の 厚さ 10 µ のタンタル箔を使用した.

 ^{*} 本論文の要旨は第34回歯科理工学会学術講演会(昭和53 年5月21日)において発表した. 原稿受付 昭和53年11 月4日

^{***} 北海道大学歯学部歯科理工学教室(指導太田守教授)(札 幌市北区北13条西7丁目)



Fig. 1 A crucible tube designed for solution treatment at 1,300°C.

インゴットは、これら純金属を Ni-30 wt% Ta, Ni-33 wt% Ta, Ni-34 wt% Ta の各組成別に全量が 20 g になるように計量し、各組成の試料を透明石英管ルツボ 中に入れて $2\sim5\times10^{-5}$ torr の真空に封入した後 高周波 誘導炉で加熱溶解し融解終了後放冷して作製した.

溶体化試料には、このインゴットをあらかじめ約20%の加工を施して用いた.

溶体化処理は、溶体化温度を 1,300°C に設定し、シ リコニット炉中で4時間保持した後、氷水中に急冷して 行った. この温度では石英管が軟化し試料と反応するた め、その防止として Fig.1 のように石英管チューブ内 にタンマン管を挿入し、その中に試料を置いた.また、 試料の酸化防止のためゲッターとして Ta 粉末約2gを Ni 箔で包みチューブ内に挿入した. このチューブを真 空度 2~5×10⁻⁵ torr に封入した後上記の条件で 溶体化 を行った.

時効は温度を 950°C に定め時間を 3,000 分までとし、 等温時効を行った. この試料には、溶体化処理終了後の 試料を約 1 mm の厚さに順次切断したものを用い、 石 英管中に真空度 2~5×10⁻⁵ torr で封入し時効を行った. 2. 組織観察及びかたさの測定

硬さ測定用試料は、時効を施したのちの試料を用い、 それらを樹脂に包埋後、表面をエメリーペーパーで 0/1 ~0/9 番まで順次研磨し、 さらに 2 μ のアルミナ懸濁 液で最終バフ研磨して仕上げた.

かたさの測定には、微小硬度計(島津 M 型)を用い荷 重1kg、荷重時間 30 秒の条件下で、試料の中央部から 0.5 mm 間隔に 10 ケ所測定し、それらの平均値を求め ビッカースかたさとした.

組織観察及び写真撮影は、かたさ測定終了後の 試料 を 2μ および 1μ のアルミナ懸濁液でバフ研磨した後、 H₂O:HCl:HNO₃=12:5:1 の混合溶液³⁾で、電解条 件を $2V\cdot1A$ で数秒間室温で電解腐食して金属顕微鏡 (オリンパス社製 PMG-II)を用いて行った.

3. X線回折による析出物の同定

金属組織中の析出物を同定するため、X線回折を行っ た. X線回折用試料は、溶体化した Ni-33 wt% Ta な らびに Ni-34 wt% Ta, 時効を 1,000 分行った Ni-33 wt% Ta と 100 分行った Ni-34 wt% Ta それぞれをダイ ヤモンドジスクで切削して粉末を得た後、300 メッシュ のふるいに通過した粉末のみを用いた.この試料を真空 度 $2\sim5\times10^{-5}$ torr の石英管中に封入し、450°C、20分 でひずみとり焼鈍を行い、Debye-Scherrer カメラを使 用してX線回折を行った.条件は、ターゲット Cu、kα 線を用い加速電圧 30 kV、管電流 20 mA、Ni フィル ターを使用して露出時間を2時間とし、自動X線回折装 置(島津 VD-1型)により行った.

B. 陶材焼付

陶材焼付強度の測定は、Ni-30 wt% Ta 合金と市販合 金 Wiron S について比較検討した.焼付陶材は VITA-METALL-KERAMIK 社製を用い、 オペーク 陶材 は VITA-VMK 68 の534、ボディ陶材は 543 を使用した.

1. 焼付強度測定用試験片の作製

試験片の作製は Fig.2 の a, b, c に示した順に行った.

棒状試験片 (Fig. 2 a) は Ni-30 wt% Ta では アルゴ ンキャスター (松風陶歯製造 KK 製), Wiron S では ワシ高周波遠心鋳造機 (亀水化学工業 KK 製)を使用 し、リン酸塩系高温埋没材タイベストを鋳型として、直 径 3 mm、長さ 35 mm に鋳造して作製した. さらに試



Fig. 2 Process of preparing specimen used for bonding test of VITA-VMK porcelain to metal.

a. metal rod

- b. specimen baked with opaque porcelain
- c. specimen baked with body porcelain for bonding test

-45 -



Fig. 3 Apparatus for preparing bonding test specimens.

験片は 60 Torr の減圧下で,950℃,15 分脱ガスを行っ た後, サンドブラスター (ユニーク光電社製 SR-2 H) で酸化皮膜の除去及び表面研磨を行った.

オペーク陶材の焼成 (Fig.2b) は、合金表面に蒸留水 でクリーム状に練和した陶材を筆を用いてもり上げ、ス パチュラでコンデンスを行いながら、長さ 10 mm、 厚 さ約 0.3 mm の均一層に築成した後、 ポーセレン焼成 炉 (関西電研 KDF-70 R)の 炉口前でよく乾燥した後、 60 torr の減圧下で、650~980℃ まで6分かけて行った.

ボディ陶材の焼成(Fig.2c)は、あらかじめ以下の手 順で陶材を築成した後、 同様に炉口前でよく乾燥した 後、60 torr の減圧下で 650~950°C まで6分かけて行っ た.

ボディ陶材の築成は Fig.3 に示した2分割金型を用 いて行い、金型のミゾの部分にオペーク陶材を焼成した 試験片を挿入し蒸留水でクリーム状に練和した陶材を少 量ずつ型内に注入し、バイブレーターで振動を与えなが ら沈澱させてコンデンスを行い、高さ 10 mm、直径 10 mm の円柱状に築成した.

2. 焼付強度の測定

焼付強度の測定は引き抜き法⁴⁾ によって行い,万能材料試験機(島津製 IS-5000)を使用しチャックの下方に合金と陶材との界面に純粋なせん断応力が加わるようにした治具(Fig.4)を取りつけクロスヘッドスピード 2.5 mm/min で行った.

焼付強度 (kg/cm²): P/πdl は, 万能材料試験機によって測定された破断荷重 (P) をオペーク陶材の 被覆面 積 (πdl) で除した値から求めた.d:鋳造体の直径(cm), l:陶材焼付面の長さ (cm) とした.

3. 焼付界面の濃度分析

合金と陶材との界面観察及びその濃度の線分析はX線マイクロアナライザー(日本電子 JXA-50 A)を用いて行った.

試料は Ni-30 wt% Ta 合金を アルゴンキャスターを 用い、10×15×1.5 mm の板状に鋳造して作製した. こ の試料を 950℃、15 分、60 torr の減圧下で脱ガスを行



Fig. 4 Bonding test apparatus.

った後試料表面をエメリーペーパーで 0/1~0/9 番まで 研磨し、さらにサンドブラスターで研磨した. この合金 試料にスパチュラコンデンスによりオペーク陶材を厚さ 0.3 mm に築成し、60 torr の減圧下で 650~980°C まで 6 分かけて焼成した. つづいて、ボディ陶材を厚さ 0.5 mm に築成し 60 torr の減圧下で 650~950°C まで 6 分か けて焼成した. これを樹脂に包埋後、ファインカッター で2 分割にして焼付界面をエメリーペーパー 0/9 番で研 磨後蒸留水でバフ研磨して試料を得た.

上記の試料に通電性を与えるため真空蒸着装置でカー ボン蒸着を施し、加速電圧 25 kV、吸収電流 1×10⁻⁸ A で界面観察と線分析を行った.

4. 熱膨張係数の測定

熱膨張係数の測定は TMA-30 M (島津製) を用いて 行った.

試料は Ni-30 wt% Ta 合金を, 直径 5 mm, 長さ 9.912 mm の円柱状にアルゴンキャスターで鋳造して得 た.

条件は荷重 2g, 検出棒 3 mm ø, 真空度 1×10-3 torr,

感度 ±100 μ, 昇温速度 10°C/mm, チャートスピード 2.5 mm/min とし, 室温から 1,000℃ までの微小伸び を測定した.

実験結果

A. 組織とかたさ

1. 組織とかたさの変化

Ni-30 wt% Ta, Ni-33 wt% Ta, Ni-34 wt% Ta のそ れぞれについて、950°C における時効時間とかたさの変 化を Fig.5 に示した.また,時効に伴う組織変化を Fig.6 に示した.結果については試料の組成別に記述した.

Ni-30 wt% Ta はかたさ及び組織ともに時効時間 3,000 分まで,顕著な変化は認められなかった. なお,時効時



Fig. 5 Variation in hardness with isothermal ageing time at 950°C.

間 3,000 分までの組織は Ni-33 wt% Ta を溶体化した 組織と同様であった (Fig.6a).

Ni-33 wt% Ta では、かたさは時効時間 10 分で増加 を示し、1,000 分で最高かたさに達した後過時効の段階 に入り減少した.また、組織は時効時間の経過と共に析 出物が粒界から析出し始め(Fig.6b)、方向性をもって 針状に長く成長し、この針状析出物はマトリックス中に も認られた(Fig.6c).これらは最高かたさに達すると 粒界ならびにマトリックス中でもさらに長く成長し密集 した状態で観察された(Fig.6d).過時効に入るとさら に長く太く成長した針状析出物が認られると共に板状の 析出物も観察された(Fig.6e).

Ni-34 wt% Ta では、かたさは時効時間 10 分で硬化 が認られ、100 分で最高かたさに達し、やがて過時効の 段階に入り、次第に減少した. 組織は、溶体化の状態で すでにの板状析出物が粒界及びマトリックスの中に散在 して認られた (Fig. 6 f). 時間の経過と共にさらに微細 な析出物がマトリックス中から析出した (Fig. 6 g). こ れらは最高かたさに達すると密集した状態におよび棒状 なり、すでに溶体化で観察された板状析出物の他に針状 の析出物が認られた (Fig. 6 h). 過時効に入るとほとん どの微細な析出物は、集って棒状に成長し(Fig. 6 i)、時 効時間が 3,000 分になると、これらがさらに長く太く成 長した棒状並びに板状析出物が観察された (Fig. 6 j).



Fig. 6 Microstructures of Ni-33 wt% Ta and Ni-34 wt% Ta alloys with isothermal ageing time at 950°C.



Fig. 7 Schematic representation of Debye-Scherrer patterns.

2. 析出物の同定

金属組織中に観察された析出物 (Fig. 6) が Ni₃Ta で あることを同定するため、Ni-33 wt% Ta と Ni-34 wt% Ta について それぞれの溶体化および最高かたさの試料 を選び、Debye-Scherrer 法によるX線回折を行った. そ の結果を ASTM カードより求めた純 Ni および Ni₃Ta の面指数と比較して Fig. 7 に模式的に示した.

Ni-33 wt% Ta 並びに Ni-34 wt% Ta の 溶体化した 試料では、Ni₃Ta の (112)、(200)、(220)、(215, 312)、 (224) の各回折線にほぼ一致した回折線が得られた. こ れらは純 Ni の (111)、(200)、(220)、(311)、(244) の各 回折線に対してもやや低角に移動した位置に得られた. このずれは高角になるに従って大きい傾向を示した. ま た、Ni-33 wt% Ta の最高かたさ、すなわち 1、000 分時 効した試料も同じ結果が得られた. 一方、Ni-34 wt% Ta の最高かたさ、すなわち 100 分時効した試料は上記回折 線の他に、さらに Ni₃Ta の (101)、(110) に一致する回 折線が得られた.

- B. 陶材焼付
- 1. 焼付強度

Ni-30 wt% Ta, Wiron S と VITA-VMK 68 陶材と の焼付強度を調べ,その結果を Fig.8 に示した. なお, 結果は8個以上の焼付強度を測定して得た.

焼付強度は、市販合金 Wiron S では $222\pm14.4 \text{ kg/cm}^2$ を示したが、これに対して Ni-30 wt% Ta では $176\pm15.8 \text{ kg/cm}^2$ と低い値を示した.

合金と陶材との破断後の観察では、Wiron S は合金と 酸化物層の境界で剝離し、オペーク陶材側に黒色の金属 酸化物が付着していた (Fig. 9). Ni-30 wt% Ta では同 様に合金と酸化物層の境界で剝離し、オペーク陶材側に 薄い黒灰色の酸化物が付着していた (Fig. 10). ともに破 断後における陶材の合金への付着は観察されなかった.

2. 界面観察及び濃度分析

Ni-30 wt% Ta と VITA-VMK 68 陶材との焼付界面



Fig. 8 Bonding strength for Ni-30 wt% Ta and Wiron S.



Fig. 9 Wiron S-ceramic test specimen after bonding test.



Fig. 10 Ni-30 wt% Ta-ceramic test specimen after bonding test.

の SEM 像を Fig.11 に示し,その界面の EPMA によ る Ni, Ta, Al, Si の濃度分布についての線分析の結果 を Fig.12 に示した.

合金と陶材との界面には、この面にそって酸化物と推 定される層が約 3~5 μ の幅で観察された (Fig. 11).

合金と陶材の境界付近では、酸化物層を介して約12 μ







にわたって、Ni, Ta, Al, Si の拡散がみられた (Fig. 12). Ni 濃度は合金側より陶材側に向って合金と酸化物 層との境界でわずかに上昇し、ここより陶材中に向うに 従い減少した. Ta 濃度は合金と酸化物層との境界より 合金中1µのところでやや減少し、酸化物層中で濃度が 著しく高くなり、陶材中に向うに従って減少した. 陶材 の成分の Al および Si の濃度共に陶材と酸化物の界面付 近でやや高くなり、酸化物層に向うに従って減少した.



Fig 13 Expansion curve of Ni-30 wt% Ta.

合金と酸化物層の境界では増減はみられなくなり、合金 中への拡散は認められなかった. なお、Sn は本実験で は検出できなかった.

3. 熱膨張係数の測定

Ni-30 wt% Ta について膨張量を 50°C ごとに室温か ら 1,000°C までの温度上昇に従い測定し, その結果を Fig. 13 に示した.

膨張量は室温より 200℃ までしだいに上昇し,200℃ 前後でその増大が認められ,以後ほとんど直線的に増加 し,900~1,000℃ の範囲でさらに増加の傾向を示した.

熱膨張係数は、100~900℃ 間の 50℃ ごとの各点につ いて最小2 乗法による回帰式を求め、その勾配常数を熱 膨張係数とした.その結果、熱膨張係数は 17.4×10⁻⁶/ ℃ が求められた.

考 察

A. 組織とかたさ

Ni₃Ta 相の析出は Widmanstätten 状であり、Ni₃Ta 相は Ni (α) 相に整合性を有し、ほぼ (100) に析出する ことが予測され^{5~8)}、核生成が整合的におこり、母相の 晶癖面が選択されて析出相が成長すると考えられる^{9,10)}.

本実験の結果より、Ni-33 wt% Ta, Ni-34 wt% Ta は、時効初期において、粗大析出物が見られたが、時効 が進むに伴ない母相より微細析出物を析出することが認 られ、Ni-33 wt% Ta では約 1,000 分、Ni-34 wt% Ta では約100分でこの微細析出物濃度が最高となり、その 結果、硬度は最大となった.さらに時間の経過に伴ない 微細析出物は粗大化し、あるいは粗大析出物に吸収され 硬度は低下したと考えられる.これは析出過程の一般概 念と一致する¹¹¹.

Ni-33 wt% Ta, Ni-34 wt% Ta それぞれについて, 溶体化および 1,000 分, 100 分時効した試料を Debye-Scherrer 法を用いて X 線回折を行ったが、これらの回 折線は Ni₃Ta の (112), (200), (220), (215, 312), (244)の各回折線にほとんど一致して得られた.しかし, これらは Ni の (111), (200), (220), (311), (244) の 各回折線に対し、やや低角にずれるが、これは Ni に Ta が固溶したために Ni の格子に歪みが生じ低角に移動し たためと考えると、本実験で得られた回折線は Ni の回 折線に相当するとも考えられる. この結果は、本研究で 観察された析出物が Ni₃Ta と断定し難いが、一方、X 線回折に用いた試料中で、 Ni-34 wt% Ta を 100 分時 効した試料は析出量が最も多く観察され, この試料は, 他の試料で得られた回折線の他に Ni₃Ta の (101), (110) の回折線が得られたことから析出物が Ni₃Ta であると 推定できる.

さらに多くの研究^{5~8)}により、Ni-Ni₃Ta 共晶における 析出物が Ni₃Ta であると確認されていることから、本 研究で観察した析出物が Ni₃Ta である可能性が大きい.

一般に知られているように、歯科鋳造用賤金属合金は Al 添加により、 Ni₃Al の金属間化合物の析出を生じ、 合金が強化される¹²⁾.また、Asgar らは Ni-Cr-Co 系合 金に Ta を添加し、 Co₃Ta の析出により合金が強化さ れることを報告している^{13~16)}.本研究の結果からも歯科 鋳造用賤金属合金に Ta を添加し、 Ni₃Ta を析出させ 合金を強化することは充分可能であると考えられる.

B. 陶材焼付

本研究では、Wiron S と VITA-VMK 陶材との焼付 強度は 222 kg/cm² であった. この値は Sced¹⁷⁾ らがや や異なった方法で得た同種の合金と陶材の焼付強度 236 kg/cm² と近以値を示した.小司は Wiron S と Ceramco 陶材との焼付強度を本研究と同一の方法で測定し、 325 kg/cm² の数値¹³⁾ を得たが、これに対し陶材の種類は異 なってはいるが、本研究の Wiron S と陶材の焼付強度 は約 2/3 であった. この結果より Wiron S に対する陶 材の焼付強度は VITA-VMK 68 陶材よりも Ceramco 陶材の方が強いと考えられ、強度は陶材成分によって影 響することが示唆される.

Wiron S を含む市販焼付用賤金属合金は, その主成 分が Ni-Cr 系合金から成り¹⁹⁾, 脱酸剤ならびに合金強 化等を目的として, Mn, Si, Co, Mo 等が微量に添加 されている¹²⁾. 陶材を焼付けた場合, これらの添加元素 も酸化し、Ni-Cr 合金の酸化に影響を与え、その結果合 金と陶材の界面に酸化膜が形成される.この酸化膜の生 成状態が陶材と合金との結合強度に影響するものと考え られる²⁰⁻²²⁾.本研究で Ni-30 wt% Ta と VITA-VMK 陶材との強度が 176 kg/cm² であったが、同一方法で測 定されたこれら合金の平均的な組成 80 Ni-20 Cr 合金と Ceramco 陶材の 焼付強度が 182 kg/cm² と報告されて いる¹⁹⁾ことから、強度は微量添加元素によって影響され ることが理解され、Ni-30 wt% Ta と陶材との強度は微 量添加元素によって増大する可能性が示唆される.

Wiron S 及び Ni-30 wt% Ta と陶材との破断後の観察は合金と酸化膜との境界で剝離し、 オペーク陶 材 側 に金属酸化物が付着していた. これは 小司¹⁸⁾ が行った Wiron S と Ceramco 陶材のそれと同じ結果であった. 一般に 500~1300[°]C の温度では、Ta は β -Ta₂O₅²³⁾ の 黄白色の酸化物²⁴⁾になり、また Ni の酸化物 NiO は緑 色であることから、Ni-30 wt% Ta における薄い黒灰色 の酸化物はこの両酸化物とは考え難く、合金側の他の酸 化物 NiTa₂O₆²³⁾等が形成される可能性ならびに、Ni, Ta と 陶材中の金属元素とが反応した酸化物が形成され たとも考えられる.

Ni-30 wt% Ta と VITA-VMK 陶材を焼付けた界面 において酸化物層の厚さは約 $3 \sim 5 \mu$ を示したが、これ は富田²²⁾や J. Anusavice²⁵⁾ らが市販焼付用賤金属合金 に Ceramco 陶材を焼付けて得た厚さに比較し約2倍で ある. また線分析の結果は Ta 濃度が酸化物層中で最も 高く、つづいて Ni 濃度が高かった. これは Ta が 400°C 以上で非常に酸化されやすいことから、 650~980°C で は Ni よりも Ta の酸化物が多くなり酸化物層が厚く なったためと考えられる.

熱膨張係数については、陶材と合金と効果的な結合を 得るためには、両者間のそれらの差が 1×10^{-6} / °C 以内 であることが望ましいとの報告があり²⁶⁾、その一方、個 々に測定した両者の熱膨張係数を比較して焼付強度を論 ずることに問題がある²⁷⁾ とする考え方もある. Ni-30 wt% Ta の熱膨張係数は 17. 4×10^{-6} / °C を示し、VITA-VMK 陶材の 15. 8×10^{-6} / °C ²⁸⁾ とそれらの 差は 1. $6 \times$ 10^{-6} / °C であった. しかし、本研究における焼付強度に 寄与する因子を考慮すると、この値が焼付強度の低下に 直接結びつくとは考え難い.

Ni-30 wt% Ta について,薄くてかつ緻密な酸化膜を 生成させる添加元素および焼付強度に影響する諸条件を 考慮すると共に熱膨張係数を検討することによって陶材 との焼付強度を増加させると思われる.

結 論

Ni-Ta 系合金の歯科領域への応用を検討するため、組

織とかたさおよび陶材焼付について検索した.

組織とかたさでは、Ni-30 wt% Ta, Ni-33 wt% Ta, Ni-34 wt% Ta の組成を選び,温度を 950° C に定め、時 効時間3,000分まで等温時効を行い、それらの組織とか たさの変化を調べた.また、X線回折(Debye-Scherrer 法)により、組織に観られる析出物を同定した.

一方, 陶材焼付は Ni-30 wt% Ta を選び, VITA-VMK 68 陶材を焼付けその強度を Wiron S のそれと比 較検討し,焼付界面の観察および濃度分析を EPMA に よって行った.あわせて熱膨張係数を測定した.

1. 組織およびかたさは、Ni-30 wt% Ta については時 効時間 3,000 分までは変化は認められなかった. Ni-33 wt% Ta, Ni-34 wt% Ta については Ni₃Ta が Widmanstätten 状で析出し、それぞれ 1,000 分,100 分で 最高かたさに達し、その後過時効に入り、かたさの減少 がみられた.

2. Ni₃Ta の X 線回折による同定は、Ni-33 wt% Ta および Ni-34 wt% Ta を溶体化し、 またそれぞれを 1,000 分,100 分時効した試料を選んで行ったが、すべ てにおいて Ni の (111),(200),(220),(311),(244) と Ni₃Ta の (112),(200),(220),(215,312),(244) に相当する回折線が得られた. Ni-34 wt% Ta を 100 分時効した試料では、このほか Ni₃Ta の (101),(110) に相当する回折線が得られた.

3. 焼付強度は Ni-30 wt% Ta と VITA-VMK 68 陶 材では 176 kg/cm², Wiron S のそれは 222 kg/cm² で あった.

4. Ni-30 wt% Ta と VITA-VMK 68 陶材との 焼付 界面は約 $3\sim 5\mu$ の幅で酸化物層が生成し、その界面の 濃度は Ni, Ta が高く、Al, Si は低く、Sn は検出さ れなかった.

5. Ni-30wt% Ta の熱膨張係数は 17.4×10⁻⁶/°C で あった. 稿を終るにあたり、ご指導とご校閲を賜わった太田守 教授に謝意を表し、併せて本実験を行うにあたり終始格 別のご助言とご協力を戴いた川島 功(北海道工業試験 場)、松田浩一(本学部第1保存学教室)、福地正明、桑 畠弘道(本学工学部金属工学科)、大川昭治(当教室)の 諸氏に深謝すると共に、ご協力を戴いた教室員各位に感 謝致します.

文 献

- 1) 加我正行, 歯理工誌, 19-48 (1978), 271.
- 2) M. Hansen, Constitution of Binary alloys, (1958), 1045.
- (新中人士,三浦維四,日本複合材料学会誌,3-2 (1977), 68.
- 4) 岩間英二, 歯理工誌, 14-30 (1973), 82.
- A. Bassi & others, Mémoires Scientifiques Métallurgie, Février (1975), 170.
- 6) G. Piatti & others, J. Mater. Sci., 9 (1974), 1971.
- 7) J. Dejace & others, J. Mater. Sci., 8 (1973), 754.
- A. Bassi & others, Kovove Materialy, 2. XII (1974), 165.
 平野賢一ほか訳,金属相変態速度論入門,(1972), 141,
- 共立出版. 10) 山本美喜雄訳,チャルマース物理冶金学,(1965),338,
- 丸善. 11) 小原嗣朗著,金属組織学概論,(1976),64,朝倉書店.
- 11) 小原酮固省, 並腐組織子風調, (1970), 64, 朝居音店. 12) Ralph W. Phillips. Skinner's Science of Dental Mater-
- ials Seventh Edition (1973), 594.
- 13) K. Asgar and other, J. Dent. Res., 52-1 (1973), 136.
- 14) K. Asgar and other, J. Dent. Res., 52-1 (1973), 145.
- 15) K. Asgar and others, J. Dent. Res., 52-1 (1973), 151.
- 16) K. Asgar and others, J. Dent. Res., 52-4 (1973), 744.
 17) I. R. Sced and J. W. McLean, Brit. Dent. J., 132 (1972),
- 232.
- 18) 小司裕昭, 歯理工誌, 17-38 (1976), 112.
- 19) 小司裕昭, 歯理工誌, 18-43 (1977), 217.
- 20) 新妻 勤, 材器誌, 33-3 (1976), 167.
- 21) 岩下博美ほか6名, 歯学, 62-3 (1974), 532.
- 22) 富田良太郎, 歯学, 60-5 (1972), 558.
- 23) 寺尾宣三, 日本金属学会会報, 8-8 (1969), 509.
- 24) 日本金属学会,新制金属講座新版材料篇(1962),90,日本金属学会.
- 25) K. J. Anusavice, J. Dent. Res., 56-9 (1977), 1053.
- 26) 野口八九重ほか3名, DE, 18 (1971), 18.
- R. Sheldon Stein, The Dental Clinics of North America, 21-4 (1977), 721 Saunders.