

氏名(本籍) : 伊東明代(富山県)

学位の種類 : 博士(歯学) 学位記番号 : 歯博第899号

学位授与年月日 : 令和2年9月25日 学位授与の要件 : 学位規則第4条第1項該当

研究科・専攻 : 東北大学大学院歯学研究科(博士課程)歯科学専攻

学位論文題目 : マイクロ波ドライプロセスによる窒化チタンコーティング法のインプラントアバットメントへの応用に関する研究

論文審査委員 : (主査)教授 洪 光  
教授 鈴木 治 教授 佐々木 啓一

## 論文内容要旨

【目的】 マイクロ波ドライプロセスTiNコーティング法は、TiN粉末中にTi基材を埋め込み、大気中で2.45GHzのマイクロ波照射を行うことにより、基材表面にTiN膜を形成するTiNコーティングの新規プロセスである。従来の方法よりも簡便に行い得る手法でありながら、複雑な表面形状の基材への成膜が容易である。本研究は、当該プロセスをインプラントアバットメントの表面改質に応用するための基礎的検討として、複数の条件下でチタン合金上に施したコーティングの物性評価、細胞毒性評価を行ったものである。

【方法】 基材としてTi6Al4V(Φ14.5mm×1mm)を用い、マイクロ波ドライプロセスによるTiNコーティングを施した試料(TiN-Mw)、既存のイオンプレーティング法によるTiNコーティングを施した試料(TiN-ion)を用意した。TiN-Mw試料は、成膜時の保持温度・保持時間を複数設定し作製した。試料表面の窒化状態をXRD分析、深さ方向元素分析により評価した。試料表面の微細構造をSEMにより観察し、また、表面硬さ、表面粗さ、濡れ性の物性評価を行った。試料上にラット歯肉由来細胞あるいはヒト歯肉線維芽細胞を播種し細胞増殖の評価を行い、さらに、SEM、細胞免疫染色により細胞形態を観察し、細胞毒性評価を行った。

【結果】 TiN-Mw(950℃,30分)には高硬度(856HV)、傾斜組成を有するTiNコーティングが施された。TiN-Mw(950℃,30分)の表面粗さはRa:0.961μmであり、Ti6Al4V(Ra:0.009μm)、TiN-ion(Ra:0.011μm)よりも大幅に増大した。ラット歯肉由来細胞を播種し72時間培養後の細胞増殖はTi6Al4Vよりも有意に低下した。細胞形態は他群と明らかな差異を認めなかった。

TiN-Mw(800℃,10分)、TiN-Mw(850℃,10分)においても傾斜組成を有する高硬度のTiNコーティン

グが施された。表面硬さはTiN-Mw(800℃,10分)が551HV, TiN-Mw(850℃,10分)が767HVであった。XRD分析の結果, 試料表面にはTiN, Ti<sub>2</sub>N, TiN<sub>x</sub>が同定され, 酸化物は同定されなかった。表面粗さはTiN-Mw(800℃,10分)がRa:0.276 μm, TiN-Mw(850℃,10分)がRa:0.322 μmであった。ヒト歯肉線維芽細胞を播種し1日, 6日培養後の細胞増殖はTi6Al4V, cpTi, TiN-ionと同等であった。細胞培養1日後のTiN-Mw(800℃,10分)では, 他群と比較し大きな多角形の細胞を多く認めた。

【考察】 TiN-Mw群には全ての成膜条件において, 基材を大幅に上回る高硬度, かつ傾斜組成を有するTiNコーティングが施された。TiN-Mw(950℃,30分)では, 細胞増殖がTi6Al4Vよりも有意に低下し, 当該プロセスにより表面粗さが大幅に増大したことに起因すると考えられた。表面粗さを下げたTiN-Mw(800℃,10分), TiN-Mw(850℃,10分)上でヒト歯肉線維芽細胞を培養した結果は, 1日, 6日共に他群と同等であり細胞増殖状態は改善された。またTiN-Mw(800℃,10分), TiN-Mw(850℃,10分)共にTi6Al4V, cpTi, TiN-ionと同等の生体安全性を有することが示唆された。培養1日後のTiN-Mw(800℃,10分)において比較的大きな多角形の細胞を認めたことから, 細胞初期付着に優れた材質であることが示唆された。一方, プラーク付着という点を考慮すると表面粗さをRa:0.2 μm以下に下げることが望ましく検討が必要と考えられる。

【結論】 本研究結果より, マイクロ波ドライプロセスTiNコーティング法のインプラントアバットメント表面改質への応用の可能性が示された。

## 審査結果要旨

歯科インプラント治療は歯列・顎欠損補綴を行う上で有効な治療オプションである。一方で, インプラント周囲炎の発症は, 未だ長期経過を大きく左右する早急に解決すべき課題である。特に, インプラント体と上部構造を連結するインプラントアバットメントは, 歯肉を貫通し口腔内に部分的に露出する構成要素であるため, その表面での軟組織封鎖性, プラークの堆積は, インプラント周囲炎の発症に密接に関わっている。

本研究は, TiNコーティングの優れた材料学的・生物学的な特性と, 本学工学研究科滝澤研究室の確立した新規コーティング技術であるマイクロ波ドライプロセスに着目し, 当該技術の歯科インプラントアバットメントの表面改質への応用を視野に基礎的検討を行ったものである。チタン合金上への当該プロセスによる効率的なTiN成膜法を確立し, さらに複数の成膜条件下でのコーティングの物性評価, 細胞毒性評価を行った。

本研究で設定した全ての成膜条件において, 基材を大幅に上回る高硬度, かつ傾斜組成を有するTiNコーティングが施されることが示された。TiN-Mw(950℃,30分)では, 基礎物性は大きく向上したものの, 細胞増殖はコントロールとしたTi6Al4Vよりも有意に低下した。これは成膜の過程で表面粗さが大幅に増大したことに起因すると推測が成されている。この結果を受けて, 優れた基礎物性を維持しつつ表面粗さの低い成膜条件であるTiN-Mw(800℃,10分), TiN-Mw(850℃,10分)を設定し, 試料上でのヒト歯肉線維芽細胞の培養を行った。その結果, 1日, 6日共にTi6Al4V, CpTi, TiN-ion群と同等の細胞増殖状態を認めた。このことから, TiN-Mw(800℃,10分), TiN-Mw(850℃,10分)共に既存のア

バットメント材料と同等の生体安全性を有することが示唆された。また、培養1日後のTiN-Mw(800℃, 10分)において比較的大きな多角形の細胞を認めたことから、細胞初期付着に優れた材質であることが示唆された。

以上より、当該プロセスは、アバットメント表面硬度を向上させ、また本コーティングは傾斜組成を有するため、基材との密着性にも優れていることが示された。このことはアバットメントの長期的な清掃による傷、摩耗を防ぐ上でも有益と考えられる。さらに成膜条件により、Ti6Al4V, CpTi, TiN-ionと同等の生体安全性を獲得できることから、適切な表面微細構造の付与により、アバットメント表面の軟組織封鎖性向上も見込まれることが示された。これら本研究から得られた知見は、マイクロ波ドライプロセスTiNコーティング法のインプラントアバットメント表面改質への応用の可能性を明示したものであり、今後の歯科インプラント臨床の向上へ大きく寄与するものである。

よって、博士（歯学）の学位論文として十分相応しいものと判断する。