

氏 名 (本籍) : おく だいら やす ひさ
奥 平 泰 久

学位の種類 : 博士 (歯 学) 学位記番号 : 歯 博 第 5 9 1 号

学位授与年月日 : 平成 24 年 3 月 27 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 : マイクロ波プラズマ CVD 法によるチタンへのチタニア被膜コーティング

論文審査委員 : (主査) 教授 佐々木 啓 一

教授 小 松 正 志 教授 後 藤 孝

論 文 内 容 要 旨

歯科補綴治療において、部分床義歯の維持装置や臼歯部のクラウンブリッジ補綴装置など、強度を必要とされる部位には、一般に金属が幅広く使用されており、審美性の低下が問題とされている。この問題を解決する方法として、本研究ではマイクロ波プラズマ CVD 法 (Chemical Vapor Deposition) を用いて歯科用金属上にセラミック層を形成する方法を検討した。

本研究ではチタンを基板試料とし、マイクロ波プラズマ CVD 法にてチタニア膜を生成することを目的とし、合成条件による成膜構造の結晶相、組織的变化、及び成膜後の色調、付着強度を評価した。基材には純チタン (JIS2 種) を使用し、CVD 原料には、 $\text{Ti (dpm)}_2(\text{O-i-Pr})_2$ を用いた。

CVD 法においては、成膜温度も重要なパラメータの一つであるが、マイクロ波 CVD 法の場合、それに加えてプラズマの状態も重要な因子となる。プラズマは、その発生源であるマイクロ波出力 (P_M)、および成膜圧力 (P_{tot}) に大きく影響を受けると考えられるため、本研究では基板予備酸化温度に加え、マイクロ波出力 (P_M)、および成膜圧力 (P_{tot}) をそれぞれ変化させ、その他の条件は固定して実験を行った。

その結果、マイクロ波プラズマ CVD にて成膜後の結晶相はチタニアの 200 面に強く配向して成長していることが分かった。色調は、予備酸化温度 850°C、成膜圧力 0.2 kPa、マイクロ波出力 1.0 kW および 850°C、成膜圧力 0.4 kPa、マイクロ波出力 1.2 kW の条件で成膜した試料が、標準白色板との色差が小さく、チタン基板との色差が大きい値を示した。本実験の結果から、チタン基板の金属色を隠蔽し、標準白色板により近い白色を得るためには、ある程度の高い成膜圧力かつ強いマイクロ波出力が必要であることが示唆された。付着強度については本実験において、ISO-26443 の付着強度評価法にて、Class 0 に分類される試料結果は得られなかった。成膜圧力が高く、マイクロ波出力が強くなるほど付着強度が下がる傾向が見られた。良好な付着強度を得るためには、適度に低い成膜圧力、かつ弱いマイクロ波出力で成膜する必要が示唆された。微細組織観察の結果、CVD にて成膜後では、予備

酸化温度 850℃, 成膜圧力 0.2 kPa, マイクロ波出力 1.0 kW にて成膜したもので, 等方性の結晶組織が観察されたが, 組織的にはまだ脆弱であり, 十分であるとは言えなかった。

色調と付着強度測定の結果から, 相反する結果が示されたことから, 今後付着強度について比較的良好な結果が得られた予備酸化温度, マイクロ波出力, 成膜圧力の条件にて, 本実験で固定した他の条件を調整し, 色調, 付着強度に関してさらに検討を進める必要がある。

審査結果要旨

歯科補綴治療において, 部分床義歯の維持装置や臼歯部のクラウンブリッジ補綴装置など, 強度を必要とされる部位には, 一般に金属が幅広く使用されており, 審美性の低下が問題とされている。この問題を解決する方法の一つとして, マイクロ波プラズマ CVD 法 (Chemical Vapor Deposition) を用いて歯科用金属上にセラミック層を形成する方法が考えられている。クラスプや金属冠の表面にセラミック成膜が可能となり, その密着耐久性が口腔内環境に耐えるものであれば, いわゆる白い金属として種々の修復装置の審美性が改善され, レジン前装冠のリテンションピースも不要となりその色調改善に大きな貢献をするものと考えられる。

本論文では JIS2 種純チタンを基板試料とし, マイクロ波プラズマ CVD 法にてチタニア膜を生成することを目的とし, CVD 原料に, $Ti(dpm)_2(O-i-Pr)_2$ を用い, 成膜後に成膜構造の結晶相, 組織的变化, 色調, 付着強度を評価している。成膜条件のパラメーターとして, 基板予備酸化温度, マイクロ波出力, および成膜圧力をそれぞれ変化させ, その他の条件は固定して実験を行っている。

その結果, ①マイクロ波プラズマ CVD にて成膜後の結晶相はチタニアの 200 面に強く配向して成長していること, ②色調は, 予備酸化温度 850℃, 成膜圧力 0.2 kPa, マイクロ波出力 1.0 kW および 850℃, 成膜圧力 0.4 kPa, マイクロ波出力 1.2 kW の条件で成膜した試料が, 標準白色板との色差が小さく, チタン基板との色差が大きい値を示し, チタン基板の金属色を隠蔽し, 標準白色板により近い白色を得るためには, ある程度の高い成膜圧力かつ強いマイクロ波出力が必要であること。③付着強度については本実験条件において, 最も付着強度が強い状態の Class 0 に分類される試料は得られなかったが, 成膜圧力が高く, マイクロ波出力が強くなるほど付着強度が下がる傾向がみられ, 良好な付着強度を得るためには, 適度に低い成膜圧力, かつ弱いマイクロ波出力で成膜する必要があること。④成膜後の微細組織観察では, 予備酸化温度 850℃, 成膜圧力 0.2 kPa, マイクロ波出力 1.0 kW にて成膜したもので等方性の結晶組織が観察されたが, 組織的にはまだ脆弱であり, 十分であるとは言えないこと, 以上の 4 点を明らかにしている。特に色調と付着強度の関係をみると, 条件的に相反する結果が示されている。本研究結果は, 付着強度について比較的良好な結果が得られた予備酸化温度, マイクロ波出力, 成膜圧力の条件にて, 他の条件を調整し, 色調, 付着強度についてさらなる必要があることを示している。

本論文は, マイクロ波プラズマ CVD による皮膜生成技術を歯科審美向上に生かすための今後の研究指針となるもので, 歯科補綴臨床の発展に大きく貢献するものであり, 博士 (歯学) に相応しいものと判断する。