研究成果報告書 科学研究費助成事業

今和 元 年 6 月 2 4 日現在

機関番号: 17701

研究種目: 基盤研究(C)(一般)

研究期間: 2016~2018

課題番号: 16K11629

研究課題名(和文)バイオミメティクスに基づく高機能ジルコニアインプラントの開発

研究課題名(英文)Development of high performance zirconia implant based on biomimetics

研究代表者

河野 博史 (Kono, Hiroshi)

鹿児島大学・医歯学域歯学系・講師

研究者番号:20507165

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 3.600.000円

研究成果の概要(和文): 焼成温度がジルコニアの機械的特性に与える影響に関しては、歯科用Y-TZPでは , プロック体焼成温度の影響はきわめて大きく , 焼成温度が高いとオートクレープ処理による低温劣化が著しく生じ易くなることが示唆された。また、最高温度の保持時間が短くてもある程度の強さが得られることが示唆され

昇温速度がジルコニアの透光性に与える影響に関しては、標準焼成スケジュールから焼結温度までの昇温時間を極端に短くしても統計的な有意差は認められなかったことから、高透光性TZP、PSZ共に、焼結温度までの昇温時間は透光性に影響を与えない可能性が示唆された。

研究成果の学術的意義や社会的意義 近年の歯科医療における患者の審美に対する高度な要求や金属アレルギーに対する懸念を鑑みたメタルフリーレストレーションへの移行、デジタルデンティストリーの急速な発展に伴うCAD/CAMシステムの導入などを踏まえると、その核心的素材となり得るジルコニアのさらなる歯科応用が求められているのが現状である。したがっ て、本研究の社会的意義は高いものであると考える。

研究成果の概要(英文): As As for the effect of firing temperature on mechanical properties of zirconia, it was large in dental Y-TZP. Therefore, it was suggested that low temperature degradation by autoclave was easy to occur if the sintering temperature was high. It was also suggested that even if the holding time of sintering temperature was short, a certain strength could be obtained.

As for the effect of heating rate on translucency of zirconia, no statistically significant difference was observed even if the heating time from standard firing schedule to sintering temperature was extremely shortened. Therefore, It was suggested that the heating rate to sintering temperature could not affect translucency for both translucent TZP and PSZ.

研究分野: 医歯薬学

キーワード: ジルコニア

様 式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19(共通)

1.研究開始当初の背景

近年、歯科医療では、患者の審美に対する高度な要求、金属アレルギーに対する懸念等から、金属を使用しないメタルフリーレストレーションへの期待が高まり、新しい材料が検討されてきた。2005年に DeguDent 社の Cercon が日本国内で薬事承認されて以降、破壊靱性の大きいジルコニア系セラミックスの開発と普及が急速に進んできている。厚生労働省が公表している薬事工業生産動態統計において、「金属焼付け用陶材」の生産・輸入総額が 2009年以降顕著に減少してきているのに対し、ジルコニアを含む「その他のセラミックス」の総額は、2005年以降右肩上がりである。データが公表されている 2013年の時点で「金属焼付け用陶材」と同程度の水準まで達していることから、2014年には、既に「その他のセラミックス」が「金属焼付け用陶材」を上まわっていることが想定される。

このように、ジルコニアの需要が増加する一方で、歯科用ジルコニアにおける国内製品のシェアは 1 割程度であり、ほとんどが外国製品というのが現状である。インプラントに関して、海外では 2009 年以降ジルコニア製インプラント体が市販されてきており、現在 10 社が製造販売を手掛けているが、日本企業は皆無である。我が国においては、歯科におけるジルコニアの応用研究が上部構造に集中しており、インプラント体に関する研究開発は停滞している現状が研究背景としてあった。

2.研究の目的

近年、高齢化社会が進行する中で、歯科におけるインプラント治療への要求が高まってきている。現在使用されているインプラント体はチタン製が主流であるが、金属アレルギーあるいは口腔内異種金属によるガルバニックアクションの身体への影響などが問題とされている。そこで、生体為害性のない素材の開発が進められており、中でもジルコニアは中心的な素材となっている。海外では 2009 年以降ジルコニア製インプラント体が市販されてきており、現在 10 社以上が製造販売を手掛けているが、日本企業は皆無である現状から、日本は高付加価値を創出することが重要であると考え、ジルコニア製インプラント体に生体模倣技術(バイオミメティクス)を応用した表面改質を施し、歯槽骨との結合を活性化することを目的とした。

3.研究の方法

(1) 焼成温度がジルコニアの機械的特性に与える影響

ZENO (Wieland 製) Aadva (GC 製) InCoris (Sirona 製) の 3 種類のジルコニア (Y-TZP) 板を使用した。ZENO は長さ 50.05mm、幅 5.04mm、厚さ 1.523mm の板を、Aadva は直径 17.5mm、厚さ 0.625mm、InCoris は直径 17mm、厚さ 0.625mm の円板を使用した。焼成温度は 1350 、1450 、1500 で 2 時間、1550 で 3 時間行った。製作した試料に、)分光透過率計にて光透過率と波長分布の測定を行った。)オートクレーブで 134 、5-60 時間の処理後、X 線回折、ビッカース硬さ測定および SEM 観察を行った。)ISO-6872 に準拠して 2 軸曲げ試験を行った。

(2) ジルコニアの焼成条件が機械的特性に及ぼす影響

Cercon ht (デンツプライ)を精密切断機 (アイソメット LS、BUEHLER)にてブロックから切断し、研磨機 (エコメット 250、BUEHLER)を用いて $20\times20\times0.8$ mm の円板試料を調整した。高性能小型電気炉 (SPM65-17、丸祥電器)にて、設定焼結温度である 1500までの昇温時間を、30分、40分、50分、60分の 4条件とし、保持時間 120分で試料を焼結した。焼結後,試料の厚みが 0.5 mm となるように、試料両面をダイヤモンドペーストおよび仕上げ用研磨剤にて鏡面研磨した。試料を白色背板および黒色背板上で分光色差計 (SA 2000,日本電色工業)にて L^* 、 a^* 、 b^* 、Y を測定し、透光性パラメーター (TP)、乳白色パラメーター (OP) およびコントラスト比 (CR)を計算した。

高透光性ジルコニア(Cercon ht、デンツプライ)のブロックから切断機(アイソメットLS, BUEHLER)と研磨機(エコメット 250、BUEHLER)を用いて直径 20 mm、厚さ 0.8 mm の円板状試料を調整した。電気炉(SPM65-17、丸祥電器)を用い、焼結温度 1500 までの昇温時間を 30 分、保持時間を 120 分、60 分、30 分、10 分の 4 条件として、試料を焼結した。比較対象として、標準焼成スケジュール(860 まで 120 分かけて昇温 \rightarrow 1,500 まで 320 分かけて昇温 \rightarrow 1,500 で 120 分保持 \rightarrow 室温まで 270 分かけて徐冷)の試料を製作した。焼結後、厚みが 0.5 mm となるように試料の両面をジルコニア用工具(ジルコシャイン、松風)で研磨した。製作した試料に対して万能試験機(ミネベア、TGE-5kN)を用い、ISO-6872 に準拠した Piston-on-3 ball 方式による 2 軸曲げ試験をクロスヘッドスピード 0.5 mm/min で行った。半径 r_1 、厚み b の円板試料を半径 5 mm の円周上で 120°ずつの位置に配置した 3 つの鋼球で支持し、半径 r_2 のピンで荷重 P を負荷した時の引張応力 σ を計算した。

(3) ジルコニアの焼成条件が透光性に及ぼす影響

高透光性 TZP の Cercon ht (デンツプライ、以下 CE) と高透光性 PSZ の KATANA Zirconia STML (クラレノリタケデンタル、以下 KA) を精密切断機 (アイソメット LS、BUEHLER)

にてブロックから切断し、研磨機(エコメット 250、BUEHLER)を用いて厚さ $0.7~\mathrm{mm}$ の板 状試料を調整した。高性能小型電気炉(SPM65-17、丸祥電器)にて、各設定焼結温度(CE: $1500~\mathrm{KA}:1550~\mathrm{)}$ まで昇温時間を $30~\mathrm{分}$ とし、保持時間 $120~\mathrm{分}$ で試料を焼結した($n=5~\mathrm{)}$ 。 対象群は標準焼成スケジュール(CE: $860~\mathrm{s}$ まで $120~\mathrm{分}$ で昇温後、 $1500~\mathrm{s}$ まで $320~\mathrm{分}$ で昇温、 KA: $1550~\mathrm{s}$ まで $150~\mathrm{分}$ で昇温)にて焼結を行った。焼結後、試料の厚みが $0.5~\mathrm{mm}$ となるように、試料をダイヤモンドペーストおよび仕上げ用研磨剤にて鏡面研磨した。試料を白色背板および黒色背板上で分光色差計(SA 2000、日本電色工業)にて L^* 、 a^* 、 b^* 、Y を測定し、透光性パラメーター(P) 乳白色パラメーター(P) およびコントラスト比(P0、を計算した。

4.研究成果

- (1) 1350 の焼成温度の試料では、オートクレーブ処理の時間が増加しても単斜晶への変態は認められなかったが、1450 以上の試料では、時間の増加に伴い単斜晶含有量の増加が認められた。また、InCoris および ZENO においても同様の傾向が認められた。ビッカース硬さ測定の結果は、2 軸曲げ試験の場合と異なり、1450 以上の温度で焼成した Aadva、InCoris および ZENO のいずれにおいても、オートクレーブ処理によって硬さが低下する傾向が認められた。また、オートクレーブ処理の時間による差は認められなかった。本実験より、歯科用 Y-TZPでは、ブロック体焼成温度の影響はきわめて大きく、焼成温度が高いとオートクレーブ処理による低温劣化が著しく生じ易くなることが示唆された。
- (2) 昇温速度の違いによる TP、OP および CR に関し統計的な有意差は見られなかったことから、焼結温度までの昇温時間はジルコニアの透過率に影響を与えない可能性が示唆された。 2 軸曲げ強さに関し、保持時間の違いによる統計的な有意差は認められなかった。30 分で昇温した試料は、標準焼成と比較すると、全体として曲げ強さが低い傾向を示したものの、保持時間の差による違いは認められなかった。このことから、最高温度の保持時間が短くてもある程度の強さが得られることが示唆された。
- (3) 標準焼成スケジュールから焼結温度までの昇温時間を極端に短くしても、CE の OP 以外に統計的な有意差は認められなかったことから、高透光性 TZP、PSZ 共に焼結温度までの昇温時間は透光性に影響を与えない可能性が示唆された。

< 引用文献 >

伴 清治、歯科用ジルコニアの材料学入門、補綴臨床、2014; 47(1): 90-105 鈴木崇由、他、歯科用ジルコニアの透光性について、日歯理工誌、2013; 32(2): 92 河野博史、他、ジルコニアの焼成条件が機械的特性に及ぼす影響、日歯理工誌、2017; 36(2): 96

伴 清治、歯科用ジルコニアの材料学入門、補綴臨床、2014; 46(6): 639

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計4件)

Hiroyuki ARIKAWA, Yoshito MINESAKI, Koichi MURAGUCHI, <u>Hiroshi KONO</u>, Masafumi KIKUCHI, Thermochromism of restorative composite resins, Dent Mater J, 查読有, 2019: 38(2): 329–336

<u>河野博史</u>、有川裕之、菊地聖史、ジルコニアの焼成条件が透光性に及ぼす影響、日歯理工 誌、査読有、2018; 37(72): 36

<u>河野博史</u>、有川裕之、菊地聖史、ジルコニアの焼成条件が機械的特性に及ぼす影響(第2報) 日歯理工誌、査読有、2017; 36(5): 329

<u>河野博史</u>、有川裕之、菊地聖史、ジルコニアの焼成条件が機械的特性に及ぼす影響、日歯理工誌、査読有、2017; 36(2): 96

[学会発表](計8件)

<u>Hiroshi Kono</u>, Hiroyuki Arikawa, Syunichi Hamamura, Yasuhiro Sonoda, Masafumi Kikuchi, Effect of sintering conditions on mechanical properties of high translucent zirconia, Kathmandu Symposia on Advanced Materials, 2018

<u>Hiroshi Kono,</u> Hiroyuki Arikawa, Syunichi Hamamura, Yasuhiro Sonoda, Masafumi Kikuchi, Effect of sintering conditions on translucency of high translucent zirconia, 18th Asian BioCeramics Symposium, 2018

河野博史、有川裕之、菊地聖史、ジルコニアの焼成条件が透光性に及ぼす影響、第 72 回日本歯科理工学会学術講演会、2018

河野博史、有川裕之、菊地聖史、ジルコニアの焼成条件が機械的特性に及ぼす影響(第2報)第70回日本歯科理工学会学術講演会、2017

河野博史、有川裕之、菊地聖史、ジルコニアの焼成条件が機械的特性に及ぼす影響、第 69 回日本歯科理工学会学術講演会、2017

有川裕之、嶺崎良人、<u>河野博史</u>、菊地聖史、修復用コンポジットレジンの温度による色調変化第4報屈折率の温度依存性、第69回日本歯科理工学会学術講演会、2017

有川裕之、塚田岳司、嶺崎良人、<u>河野博史</u>、菊地聖史、修復用コンポジットレジンの温度による色調変化第3報反射光 CIEL*a*b*表色系値の温度依存性、第67回日本歯科理工学会学術講演会、2016

<u>河野博史</u>、菊地聖史、焼成温度がジルコニアの機械的特性に与える影響、日本バイオマテリアル学会シンポジウム、2016

[図書](計0件)

〔産業財産権〕

出願状況(計0件)

取得状況(計0件)

〔その他〕 ホームページ等

6.研究組織

(1)研究分担者

研究分担者氏名:菊地 聖史

ローマ字氏名: Kikuchi Masafumi

所属研究機関名: 鹿児島大学

部局名:医歯学域歯学系

職名:教授

研究者番号(8桁):50250791

研究分担者氏名:有川 裕之

ローマ字氏名: Hiroyuki Arikawa

所属研究機関名:鹿児島大学

部局名: 医歯学域歯学系

職名:助教

研究者番号(8桁):90128405

(2)研究協力者

研究協力者氏名:白方 良典

ローマ字氏名: Yoshinori Shirakata

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。