

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 4 月 28 日現在

機関番号：30110

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2012～2015

課題番号：24593107

研究課題名(和文) DLC成膜による高生体親和性矯正材料の開発

研究課題名(英文) Development of high biocompatible orthodontic material by DLC coating

研究代表者

六車 武史 (Muguruma, Takeshi)

北海道医療大学・歯学部・講師

研究者番号：20343436

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,000,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、ステンレス製の矯正用ワイヤー、矯正用ブラケットおよび板状試料の表面にプラズマイオン注入法を用いてDLCを成膜し、摩擦特性と細菌の付着に及ぼす影響を調べた。その結果として、DLCを成膜した試料は低い摩擦特性と低い細菌の付着率を示した。以上のことから、DLC成膜を施すことにより、矯正治療中の歯の移動に有利でカリエスリスクの低い有益な材料となることが考えられた。

研究成果の概要(英文)：This study investigated the effects of a diamond-like carbon (DLC) coating on frictional properties and bacterial adhesion of orthodontic stainless steel. DLC films were deposited on orthodontic wires, brackets and stainless steel plates using the plasma-based ion implantation/deposition (PBIID) method. For friction test or bacterial adhesion test, the DLC coated specimens showed significantly less frictional force or bacterial adhesion rate than the non-coated specimens. The results of this study showed that the surfaces of the specimens can be successfully modified by the PBIID method to create a DLC layer, which is beneficial for orthodontic tooth movement or caries risk.

研究分野：歯科矯正学

キーワード：DLC成膜 摩擦係数 細菌付着性

1. 研究開始当初の背景

矯正治療に用いる主要な装置である矯正用ワイヤーやブラケットを構成する合金の中には、Fe、Ni、Cr、Coなどが含まれており、口腔内の唾液や食渣が存在する環境で腐食により金属イオンが溶出し、金属アレルギーの原因となる。さらに、矯正治療では、しばしば臼歯の固定源の強化や遠心移動のために矯正用インプラントが用いられる。ミニスクリューは歯根間の狭い領域に埋入する必要があることから、インプラント体の直径や長さには制約がある。現在多くのミニスクリューは、Ti-6Al-4V合金から作られているが、バナジウムの毒性等の問題が指摘されている。そこで申請者は、高い生体親和性を有するTi-33Nb-15Ta-6Zr合金を用いてミニスクリューを試作し、本合金ミニスクリューがTi-6Al-4V合金ミニスクリューに匹敵する機械的特性を有することを報告したが、加工性の難しさから汎用することは難しい。

2. 研究の目的

機械的特性、コストおよび加工性についてチタン系合金よりも優れているステンレススチールに注目し、その低い生体親和性の問題をDLC成膜(図1)による表面処理を施し、表面改質を行い優れた矯正材料を開発することである。

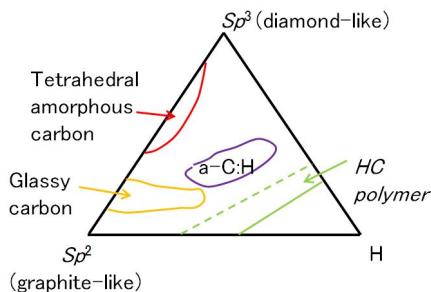


図1. DLCの構造

3. 研究の方法

(1) 試料の作製

ステンレス製ワイヤー(0.017×0.025インチ)、ブラケット(Mini Uni-Twin 3M Unitek)および直径14mmの板状試料を用いた。プラズマイオン注入法により各試料の表面にDLCを成膜した。各試料は5kVと10kV、到達真空度 1.33×10^{-3} Pa、アセチレンガス雰囲気下で300~400分の処理し成膜した(PEKURIS-HI、栗田製作所)。

(2) DLC層の成膜厚さと表面性状の観察

成膜したDLC層の断面の観察のためにエポキシ樹脂に包埋し、走査型電子顕微鏡

(S-3500N、日立)を用いて観察した。さらに、原子間力顕微鏡(SPM-9500J2、島津)を用いて表面粗さ値を算出した。

(3) DLC層表面のぬれ性

板状試料に10 μ mの純水を滴下し接触角の計測をCCDカメラ(Phoenix Alpha、Surface electro optics)を用いて行った。

(4) DLC層の表面の硬さと弾性係数

DLC層の硬さと弾性係数については、ナノインデンテーション試験(ENT-1100a、エリオニクス)を行った。圧子の最大押し込み深さは、表層から50nmまでとし、DLC層の硬さと弾性係数を算出した。さらにワイヤー試料については3点曲げ試験を行い、弾性係数を算出した。

(5) 摩擦試験

自作した摩擦試験器(図2)を用い、ワイヤー試料についてはブラケットに結紮し、5mm引き上げた時の摩擦係数を算出した。さらに人工唾液中での摩擦係数については、板状試料を用いて計測した。

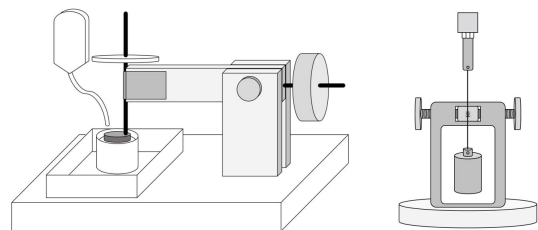


図2. 板状試料とワイヤー試料の摩擦試験器

(6) 細菌の付着率

被験菌株としてStreptococcus mutans Ingbrittを用い、 1×10^7 cfu/mlにTY液体培地で調整した。板状試料に菌液を播種し、24時間嫌気培養を行った。PBSで洗浄後、クリスタルバイオレッドで染色しエタノールで20分間色素の抽出を行った。プレートリーダー(Infinite F200、TECAN)で付着量を比較した。

4. 研究成果

(1) SEM 観察

図3にワイヤー試料での2種類のDLC層の断面像を示す。DLC層とワイヤー間の密着状態は良好であるが、厚いDLC層のワイヤー試料(DLC2)において摩擦試験後DLC層の一部で剥離が認められた(図4)。

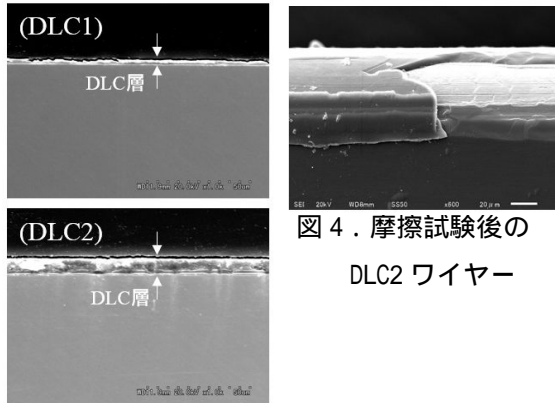


図4. 摩擦試験後のDLC2ワイヤー

図3. DLC1とDLC2のワイヤー試料の断面

(2) 表面粗さ測定

図5にワイヤー試料でのDLC表面のAFMの像とRa値のグラフを示す。板状試料も同様の傾向を示し、未処理の表面と2つのDLC表層の粗さには有意な違いはなかった。

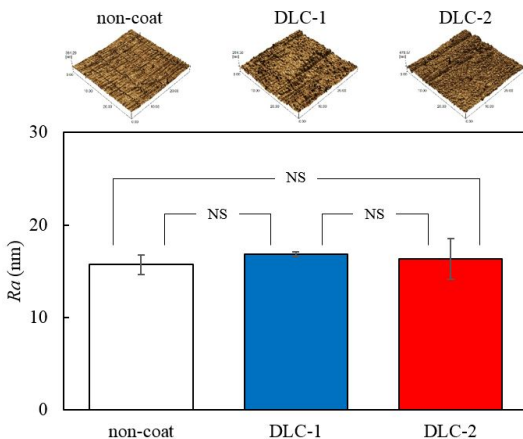


図5. 各ワイヤー試料の表面粗さ

(3) 表面のぬれ性の評価

図6に表面のぬれ性の結果を示す。DLC層が厚くなるとよりぬれ性は向上した。

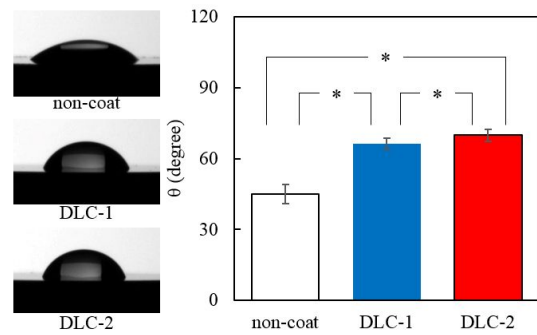


図6. 各板状試料でのぬれ性

(4) 機械的特性

板状試料の硬さと弾性係数を表1、ワイヤー試料の硬さと弾性係数の結果を表2に示す。板状試料では、未処理の試料に比べDLC1、DLC2とDLC層が厚くなるにつれて硬さは増し、弾性係数は減少した。ワイヤー試料については、ナノインデンテーション試験と3点曲げ試験での弾性係数について違いがみられたが、ともに未処理のワイヤーに比べ、DLCワイヤーで硬さは高く、弾性係数は低かった。

表1. 板状試料機械的特性

	未処理	DLC1	DLC2	P値
硬さ (GPa)	6.95 ^a	13.82 ^b	17.23 ^c	0.000
弾性係数 (GPa)	264.15 ^a	125.31 ^b	146.67 ^c	0.000

表2. ワイヤー試料の機械的特性

	未処理	DLC1	DLC2	P値
硬さ (GPa)	8.93 ^a	16.88 ^b	16.53 ^b	0.000
弾性係数 (GPa)	226.41 ^a	147.21 ^b	145.00 ^b	0.000
弾性係数 (GPa) *	179.14 ^a	197.20 ^b	210.75 ^c	0.000

*3点曲げ試験

(5) 摩擦試験

図7に摩擦試験の結果を示す。上段は板状試料での結果で、未処理の試料に比べDLC成

膜試料で有意な低摩擦特性を示した。しかし、下段のワイヤー試料についてはDLC層の薄いDLC1では未処理の試料と比べ有意に低い摩擦係数を示したが、DLC2においては未処理の試料違いはなかった。理由としては、試験中にはがれてきたDLC層に引っかかっていた可能性が考えられた。

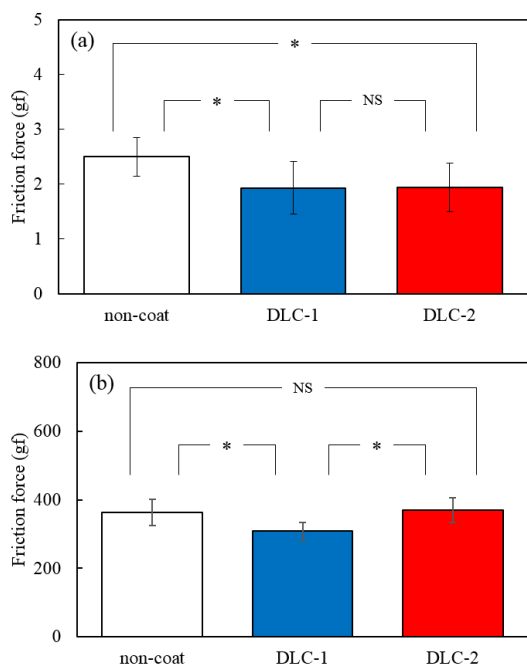


図7. 板状試料とワイヤー試料の摩擦試験

(5) 細菌の付着性

図8に細菌の付着試験の結果を示す。DLC成膜試料は未処理の試料に比べ、細菌の付着率が低かった。

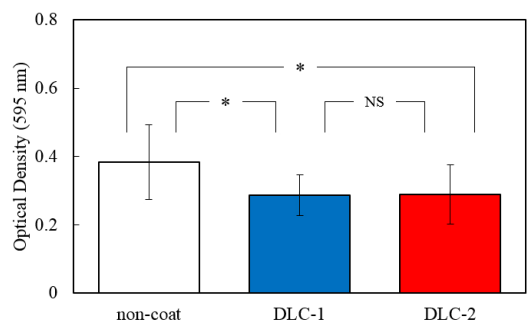


図8. 板状試料の細菌の付着性

本研究では、プラズマビームイオン注入法によるDLC成膜を矯正用材料と板状試料に施し、その表面性状の改質を試みた。結果、DLC層の表面性状は未処理の試料と同程度の表面

粗さであった。機械的特性については、DLC成膜を施すことにより、高い硬さ値と低い弾性係数を示した。板状試料を用いた摩擦試験については、未処理の板状試料に比べDLC成膜試料で有意に低い摩擦係数を示した。一方、ブラケット/ワイヤー間での摩擦試験については、未処理のワイヤーに比べDLC1ワイヤーで有意に低い摩擦係数を示したが、DLC2ワイヤーでは違いは認められなかった。このことについては、摩擦試験後のSEM像でも示すようにDLC側の剥離が摩擦係数を増加させたことに起因することが考えられた。今後は、この剥離を考慮し、さらに薄いDLC膜を試み、さらには水素量を調整し、抗菌性に優れたDLC成膜試料を作製する予定である。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

〔雑誌論文〕(計 3 件)

Muguruma T, Iijima M, Brantley WA, Ahluwalia KS, Kohda N, Mizoguchi I. Effects of third-order torque on frictional force of self-ligating brackets. Angle Orthod 2014;84:1054-1061. 査読有. DOI 10.2319/111913-845.1

Muguruma T, Iijima M, Brantley WA, Nakagaki S, Endo K, Mizoguchi I. Frictional and mechanical properties of diamond-like carbon-coated orthodontic brackets. Eur J Orthod 2013;35:216-222. 査読有. DOI 10.1093/ejo/cjr113

六車武史、飯嶋雅弘、溝口 到. DLC成膜ブラケットの特性と臨床応用. 北医療大歯誌 2013;32(1):75-78. 査読有

〔学会発表〕(計 3 件)

飯嶋雅弘、六車武史、建部二三、河口馨太郎、遠藤一彦. プラズマイオン注入成膜法により矯正用ステンレス鋼に成膜したダイヤモンドライクカーボンの摩擦特性. 第65回日本歯科理工学会学術講演会. 2015年4月11-12日, 仙台市情報・産業プラザ

六車武史、飯嶋雅弘、甲田尚央、溝口 到. セルフライゲーティングブラケットの摩擦特性におけるトルクの影響. 第72回日本矯正歯科学会, 2013年10月7-9日, 松本市, キッセイ文化ホール・松本市総合体育館

Muguruma T, Iijima M, Brantley WA, Ahluwalia KS, Kohda N, Nakagaki S, Mizoguchi I. Effect of Third-order Torque on Frictional Properties of Self-ligating Brackets. 42th Annual Meeting of the AADR, 2013年3月20-23日, Seattle, WA USA.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

六車 武史 (MUGURUMA TAKESHI)
北海道医療大学・歯学部・講師
研究者番号：20343436

(2) 研究分担者

飯嶋 雅弘 (IIJIMA MASAHIRO)
北海道医療大学・歯学部・准教授
研究者番号：20305915

(3) 連携研究者

なし