

令和 2 年 5 月 9 日現在

機関番号：11301  
研究種目：基盤研究(C) (一般)  
研究期間：2017～2019  
課題番号：17K11734  
研究課題名(和文) マイクロ波ドライブプロセスによる歯科インプラントアバットメントのTiN表面改質  
  
研究課題名(英文) The Application of TiN coating by microwave irradiation on oral implant abutments  
  
研究代表者  
伊藤 彩 (Ito, Aya)  
  
東北大学・大学病院・特任助手  
  
研究者番号：90778771  
交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,500,000円

研究成果の概要(和文)：マイクロ波ドライブプロセスによる新規のTiNコーティング法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最終目標とし、本研究では、アバットメント用チタン合金における成膜条件の機械的・生物学的な最適化について検討を行った。その結果、特定条件でマイクロ波ドライブプロセスTiNコーティングを施した表面では、優れた機械的特性に加え、インプラント周囲軟組織において、歯肉線維芽細胞の初期付着を促進する可能性があることが示唆された。

#### 研究成果の学術的意義や社会的意義

これまでTiNコーティングは、アバットメントの機能向上に適した特徴を有しているにも関わらず、そのコーティングプロセスには技術面や経済面に多くの課題が残されていたため、安価で安全かつ効率的な方法が望まれる歯科臨床の現場では、広く応用されるに至っていなかった。本研究で用いたマイクロ波ドライブプロセスによるTiNコーティング法により、従来のTiNコーティング法の課題を克服し、アバットメントに望まれる優れた機械的・化学的特性を確保するだけでなく、インプラント周囲の軟組織封鎖性を加えた、新規の表面改質法の開発を目指す。臨床応用可能となれば、インプラント生存率、患者QOLの向上に大いに貢献するものと考えられる。

研究成果の概要(英文)：This study aimed to assess the effect of TiN coating by microwave irradiation (TiN-Mw) on surface properties and fibroblast cellular responses, and to examine its optimal condition applied for oral implant abutments. The findings suggest that TiN-Mw can be a promising surface modification of titanium alloy for oral implant abutments, improving mechanical properties and soft tissue affinity.

研究分野：補綴・理工系歯学

キーワード：歯学 インプラント アバットメント 表面改質 窒化チタン マイクロ波 ドライブプロセス

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

歯科インプラント治療は、新しい欠損補綴治療法として有用性が広く認められ、今後も患者数が累積増加することが予想されるため、より安全で予知性の高い方法や材料の開発が求められている。一方で、インプラント周囲へのプラーク沈着によるインプラント周囲炎が、いまだ治療後の大きな課題となっている。その解決には、粘膜を貫通し部分的に口腔内に露出し、インプラント体と上部構造を連結するアバットメント表面において、軟組織封鎖性、抗菌性等の機能を付与することが望まれる。

窒化チタン (TiN) コーティングは、高硬度、耐摩耗性、耐食性等に優れ、審美的な金色を呈すること、さらに抗菌性や生体親和性も期待されるため、アバットメント表面の機能向上にも適していると考えられる。しかしながら、従来の成膜法 (スパッタ法、PVD法、CVD法等) では、アバットメントのような複雑な立体構造体への応用は難しく、成膜プロセス上の煩雑さ、安全面やコスト面においても様々な問題が残されている。

そこで本研究では、本学工学研究科・滝澤研究室が世界に先駆けて独自に開発・研究を進めてきた、マイクロ波ドライプロセスによる新規のTiNコーティング法 (TiN coating by microwave irradiation: 以下、TiN-Mw) に着目した。本法は、Ti または TiN 金属粉末中に基材を埋め込み、家庭用電子レンジと同様の原理で、大気中で 2.45GHz マイクロ波照射を行うことにより、基材表面に TiN コーティングを形成するものである。この安価で簡便なプロセスにより、複雑な立体構造体でも表層全面に、密着性の高い TiN の傾斜組成層を簡易に形成可能であり、従来法の弱点を克服できるものである。また、成膜条件により多様な表面構造の付与が可能であるため、最適成膜条件を検討することで、インプラント周囲軟組織の封鎖性に有利な表面形状・性状を獲得し得ると考える。

### 2. 研究の目的

TiN-Mw 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最終目標とし、本研究では、アバットメント用チタン合金における成膜条件の機械的・生物学的な最適化を検討することを目的とした。

### 3. 研究の方法

#### (1) 試料の作製

基材として、円板状に加工した Ti6Al4V (ASTM F136, 14.5mm × 1mm, 両面鏡面研磨; 株式会社西村金属) を用意した。基材を TiN 粉末中に埋め込み、2.45GHz マイクロ波照射装置 (μReactor EX; 四国計測工業株式会社) を用いマイクロ波照射を行い、反応時の保持温度・時間が異なる TiN コーティング試料 TiN-Mw および を作製した。

その他に、現行のイオンプレーティング法により作製した試料 TiN-ion、コントロールとしてコーティングを施していない試料 Ti6Al4V を用意した。

#### (2) 材料学的特性評価

作製した各試料の肉眼的観察、GD-OES を用いた深さ方向元素分析、ピッカース硬さ試験等の物性評価を行い、材料学的特性について比較検討した。

#### (3) 生物学的安全性評価

作製した各試料を細胞低接着処理の施された 24 ウェルプレート (Nunclon Sphera Multidish 24-Well; Thermo Fisher Scientific) に静置し、ヒト歯肉線維芽細胞 (HGF-1, ATCC®CRL-2014™, USA) を一定期間培養後、細胞形態と細胞増殖状態について評価し、TiN-Mw 表面が HGF-1 の細胞動態に与える影響を検証した。細胞培養試験には、上記の試料の他に、比較材料として純チタン (cpTi Grade2, 14.5mm × 1mm, 両面鏡面研磨; 株式会社西村金属) を追加用意した。

### 4. 研究成果

#### (1) 材料学的特性評価

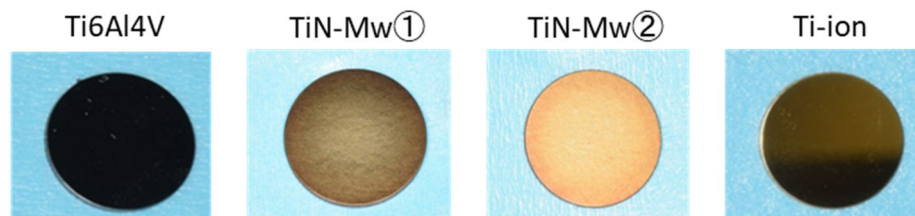


図1 各試料の肉眼写真像

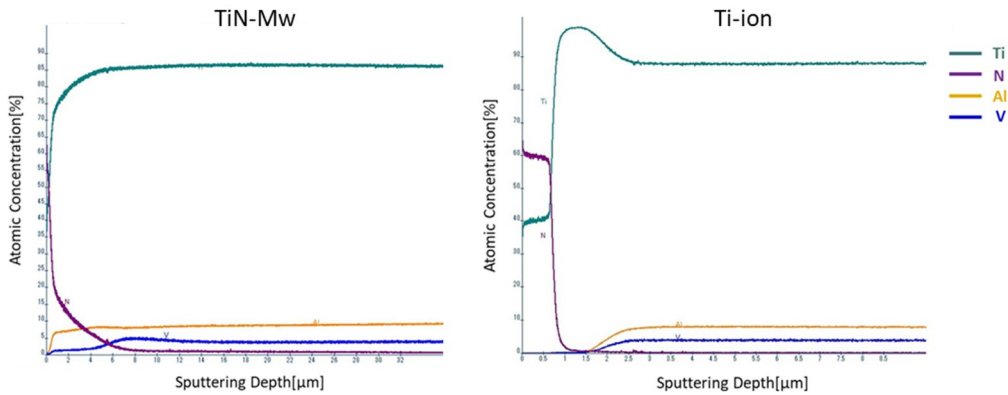
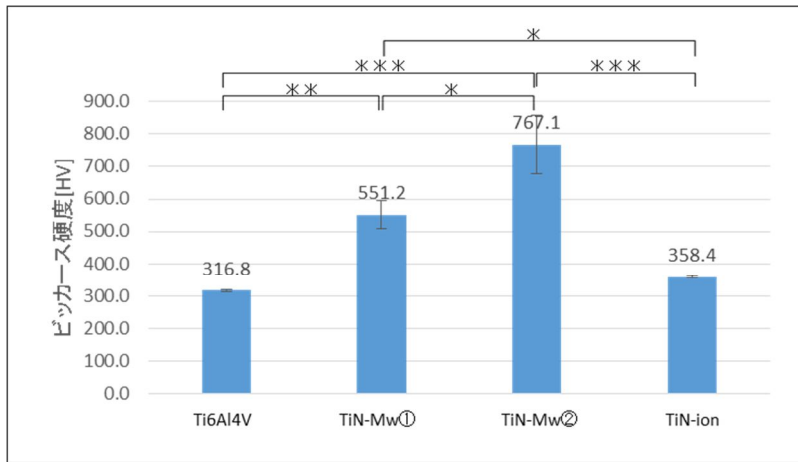


図2 深さ方向元素分析

図1に肉眼的観察の結果を示す。TiN-Mw、Ti-ionのともに、肉眼的に均一な金色の表面を呈した。図2に深さ方向元素濃度分布の結果を示す。TiN-ionでは、深さ0~1μmにおいてTiのAt%は40%、Nは60%とほぼ一定の値を示し、深さ約1μmにTiNと基材の界面を認めた。一方、TiN-Mwでは、NのAt%は表面から深さ約1μmにおいては約62%から約17%にまで急激に減少した後、深さ約8μmにかけて緩やかに減少した。TiのAt%はNと対照的な変化を示した。すなわち、TiとNは連続的に変化し、基材との間に特定の界面が認められなかった。



統計学的有意差 (Tukey's HSD test) : \* $p < 0.05$ , \*\* $p < 0.01$ , \*\*\* $p < 0.001$

図3 表面硬さ

図3に硬さ試験の結果を示す。TiN-Mwで最も高値を示した。TiN-Mwはいずれも、Ti6Al4V、TiN-ionと比較し有意に高い硬度を示した。

以上より、歯科インプラントアバットメント用合金として用いられているTi6Al4V上にTiN-Mwを施すことにより、均一で審美的な金色の、高硬度、かつ特徴的なNの傾斜組成を有する高密着性のTiNコーティングが形成されることを確認した。

## (2) 生物学的安全性評価

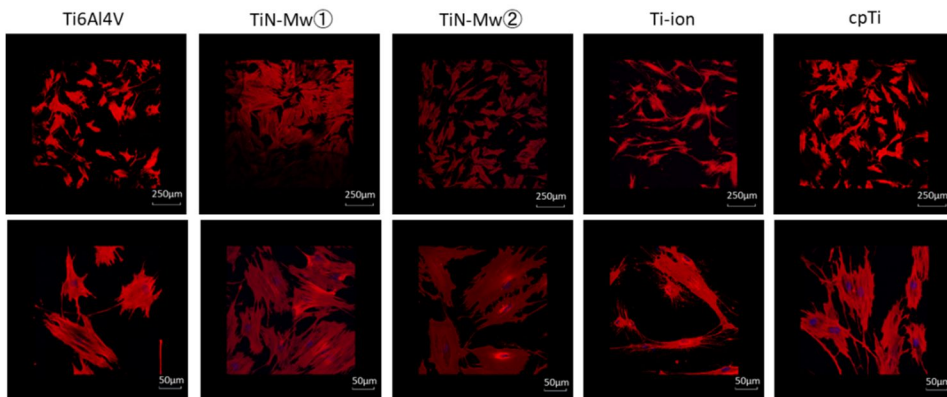


図4 HGF-1 培養1日後の細胞形態 (共焦点レーザー顕微鏡写真像)

図4にHGF-1培養1日後の共焦点レーザー顕微鏡写真を示す。Ti6Al4V、TiN-Mw①、TiN-Mw②、cpTiでは多角形の細胞が多く観察された。さらに、TiN-Mwはいずれも、Ti6Al4V、cpTiと

比較し、細胞が大きく進展している傾向を示した。一方、TiN-ion では紡錘形や小さな円形の細胞を多く認めた。尚、培養6日後では全ての群で、試料表面に細胞が密に増殖しており明確な差は認められなかった。

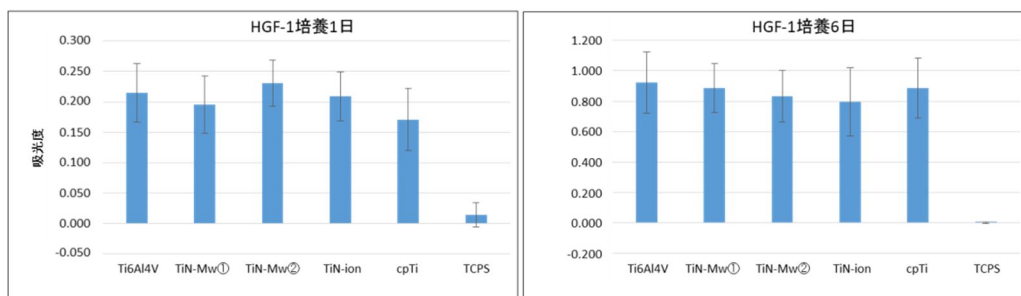


図5 HGF-1 培養1、6日後の細胞増殖状態

図5にHGF-1培養1日、6日後の細胞増殖状態の結果を示す。培養1日、6日ともに、Ti6Al4V、TiN-Mw、TiN-Mw、TiN-ion、cpTi各群の吸光度に有意な差は認めなかった。

以上より、TiN-Mw表面では、Ti6Al4V、cpTiと同等の細胞増殖性を有することが明らかになった。さらに、インプラント周囲軟組織において、歯肉線維芽細胞の初期付着を促進する可能性があることが示唆された。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計0件

〔図書〕 計0件

〔出願〕 計1件

産業財産権の名称 窒化物コーティングの形成方法	発明者 福島潤、滝澤博胤、 飯塚希、伊藤彩、伊 東明代、小川徹、	権利者 国立大学法人東 北大学
産業財産権の種類、番号 特許、特願2019-047471	出願年 2019年	国内・外国の別 国内

〔取得〕 計0件

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	佐々木 啓一  (Sasaki Keiichi)  (30178644)	東北大学・歯学研究科・教授    (11301)	
研究分担者	小川 徹  (Ogawa Toru)  (50372321)	東北大学・歯学研究科・准教授    (11301)	
研究分担者	佐藤 奈央子  (Sato Naoko)  (80510015)	東北大学・大学病院・助教    (11301)	
研究分担者	滝沢 博胤  (Takizawa Hirotsugu)  (90226960)	東北大学・工学研究科・教授    (11301)	
研究分担者	福島 潤  (Fukushima Jun)  (80634063)	東北大学・工学研究科・助教    (11301)	