

研究種目：若手研究（B）

研究期間：2007～2008

課題番号：19791426

研究課題名（和文） 常温常圧環境下における機能性 HA 膜形成法の開発と臨床応用

研究課題名（英文） Formation of functional HA film in room temperature and atmospheric pressure and the clinical application

研究代表者 野地 美代子 (NOJI MIYOKO)

東北大学・大学院歯学研究科・大学院非常勤講師

研究者番号：70431583

研究成果の概要：これまでに、申請者はパウダージェットデポジション（PJD）法を応用して歯質上に歯の主成分であるハイドロキシアパタイト（HA）膜の生成し、歯質-生体材料間に全く新しいインターフェイスを創成することに成功している。HA膜は緊密で幅広い面積であり、エナメル質と同程度の硬さであり、歯科診療で一般的に使用されているコンポジットレジンと同程度の歯質への接着強度を有していることがわかった。また、ヒト抜去歯のそのままの表面への成膜も確認がされている。

## 交付額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2007年度	2,100,000	0	2,100,000
2008年度	1,200,000	360,000	1,560,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,300,000	360,000	3,660,000

研究分野：医歯薬学

科研費の分科・細目：歯学・補綴理工系歯学

キーワード：パウダージェットデポジション、ハイドロキシアパタイト、インターフェイス、エナメル質、接着強度

## 1. 研究開始当初の背景

|

現在、齲蝕治療はエアータービン等による高速切削技術や修復材料・技法の開発改良、特に高分子材料（レジン）の改良と歯質との機械的、化学的な歯科的接着技術の改良が行われてきたものの、齲蝕歯質を削除し、代替材料で充填あるいは被覆し、修復するという形態は何ら変化がない。換言すれば虫歯は、歯とは異なる物質に置換されたのみであり、決して治癒はしていない。また吸水性や溶解、圧縮破碎など修復材料そのものの材料学的欠点、歯質と修復物の強度、弾性、熱膨張率の違いによる界面の剥離や破壊、剥離した界面への唾液のマイクロリーケージ、細菌の侵入による二次的な齲蝕、さらには修復物の脱離が生じる。

申請者は、セラミックス微粒子の高速衝突付着現象を利用したセラミックス基板上へのセラミックス微粒子の付着法であるパウダージェットデポジション（PJD）法を用いてヒト抜去歯上に HA 膜を成膜することに成功した。PJD 法による齲蝕治療は、歯と同質の物質、HA による修復である。通常の歯科保存治療で用いられるレジン（ボンディング材）には、吸湿性や生体適合性において問題点があるが、HA の微粒子を露出した歯質表面に高速で噴射し、常温常圧下（室温大気圧環境下）でボンディング材を介さず直接 HA 膜を形成し、歯質-生体材料間に全く新しいインターフェイスを創成することで、歯質-生体材料間の界面に起因するさまざまな問題は解決されるものと考えられる。本研究は、この PJD 法を用い、①歯質・修復物界面の機械的、組織的ギャップを傾斜させる新しいインターフェイスの創成、②歯質欠損部に HAp 膜を築盛することによる歯質の再構築としての利用を提案するものである。

## 2. 研究の目的

HA 膜の成膜は確認されているものの、その構造学的評価、機械的強度は明らかにならず、また、HA 膜の厚さは約 10  $\mu\text{m}$  と薄く、その面積も直径約 1 mm であり、非常に小さいものであった。そこで本研究では、膜厚や膜面積を大きくし、また HAp 膜の微細構造と機械的性質、特に HAp 膜とエナメル質基板界面の接着強度について検討した。

## 3. 研究の方法

### (1) パウダージェットデポジション（PJD）法による成膜

#### ①噴射装置：

微粒子の噴射量をソフトウェアでデジタル的に自在に噴射することのできる 1 チャンネル歯科用パウダージェットデポジション装置（右図、これまでの研究における開発機）を用いて実験を行った。なお、現段階ではプログラムにより、噴射時間（10msec $\sim$ ）、噴射圧力（0.3 $\sim$ 3.0 MPa）、噴射距離（0mm $\sim$ ）、噴射範囲、噴射パターン（連続噴射、間欠噴射）など自在に可変である。今回の噴射条件は、噴射角度は基板に対して垂直で、連続噴射、噴射圧力 0.5 MPa、噴射距離 1.0 mm、ノズル走査速度 2.0 mm/sec とした。

#### ②HA 微粒子の調製：

様々な平均粒径、焼成温度の HAp 粒子を調製し噴射実験を行ったが、今回は平均粒径 4.7  $\mu\text{m}$ 、1200 $^{\circ}\text{C}$  で焼成された粒子を使用した。

#### ③被着体の調製：

ヒト抜去歯の歯冠部を、超精密平行研削機にて歯面を平行に切削後、自動研磨機にてエメリー紙 #4000 まで研磨、エナメル質・象牙質を露出し実験に供した。

## (2) HA 膜の評価

### ①形態性状

走査型電子顕微鏡（SEM）による膜表面・断面の微小構造の観察、非接触型 3 次元形状測定機による形状測定が行われた。

### ②ビッカース硬度

荷重 200mN による超微小硬度計を用いて、HA 膜表面とエナメル質表面のマイクロビッカース硬度を測定した。

### ③接着強度

エポキシ接着剤付きスタッドピンを用いたマイクロ引張り試験機による接着強度測定が行われた。また、SEM にて密着強度測定後の剥離部位を検討した。

## 4. 研究成果

### (1) 形態性状

均一で 3 $\times$ 4 mm に及ぶ幅広い HA 膜が生成された。HA 粒子は密にパッキングされており、また原粒子の形態をとどめておらず、非常に細かく砕けていた。HA 膜上部と比較すると、エナメル質基板付近の HA 膜の原粒子の方が非常に密で細かく砕けていたことが観察された。HA 膜は、最大膜厚は 40  $\mu\text{m}$  以上であり、平均膜厚は約 30  $\mu\text{m}$  であった。HA 膜とエナメル質基板との界面にはギャップが認められず、緊密に付着していた。

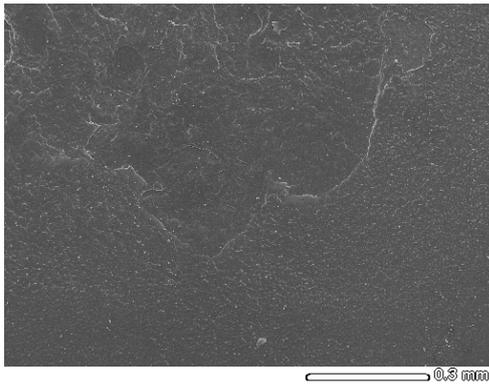


図1 HA膜表面3次元計測

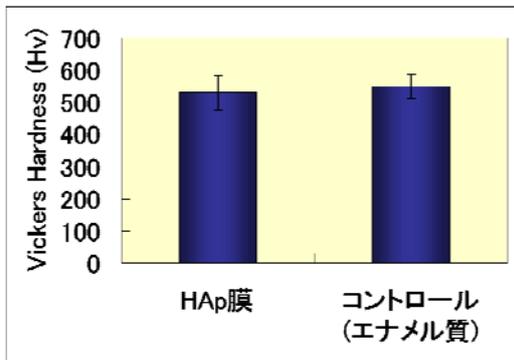


図2 HA膜表面SEM像

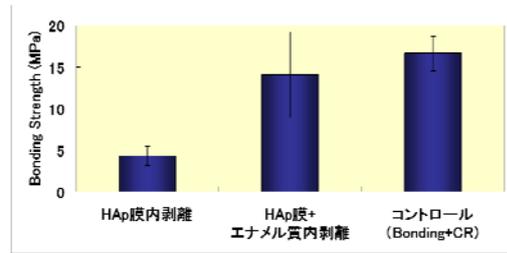
### (2) ビッカース硬度

HA膜のビッカース硬度は約530Hvであり、これはエナメル質基板と同程度であり、有意差は認められなかった。(p>0.05, Mann-Whitney U-test)

図3 HA膜表面のマイクロビッカース硬度

### (3) 接着強度

HAp膜のマイクロビッカース硬度は約530 Hvであり、エナメル質のそれとの間に有意差はなかった。マイクロ引張り試験において、密着強度測定後の試料の剥離部位は、①HAp膜内、②HAp膜・エナメル質内剥離の2群に分かれ、接着強度は①で低い値、②で高い値を示した。②のHAp膜の接着強度は14.1 MPa



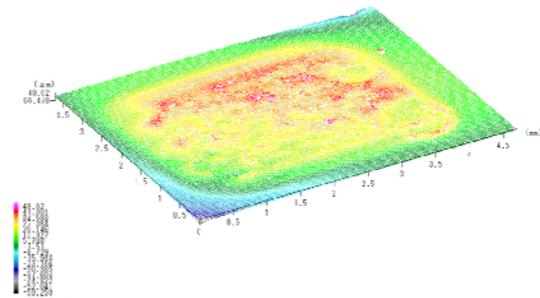
であり、コンポジットレジンのそれとの間に有意差はなかった。また、試験後の基板上HAp膜とスタッドピン底面のSEM像(反転像)が同様であり、HAp膜とエナメル質基板の界面に全く破壊は認められないことが確認された。

図5 HA膜の接着強度

以上の結果から、PJD法により、エナメル質上に非常に均一で緊密な、大きい面積のHAp膜が成膜できることが確認された。HAp膜は、エナメル質と同程度の硬さを有し、また、歯科診療で頻りに使用されているコンポジットレジンの同様の接着強度を有しており、本研究で提案するPJD法を応用した歯科治療の有用性、有効性が明らかとなった。

### 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1件)

- ① Noji M, M. S. Sepasy, Shibuya T, Yosihara N, Kuriyagawa T, Sasaki K, Suzuki T. Creating a Hydroxyapatite Film on Human Enamel by Powder Jet Deposition Technique. Advances in Abrasive Technology X, 663-670, 2007 (査読有り)

〔学会発表〕(計7件)

- ①R. Akatsuka, M. Noji, M. S Sepasy Zahmaty,

T. Anada, T. Kuriyagawa, O. Suzuki, K. Sasaki. Formation of hydroxyapatite film on tooth - using powder-jet-deposition -. 第 3 回インターフェイス口腔健康科学国際シンポジウム. 2009 年 1 月 15 日. 仙台

②R. Akatsuka, M. Noji, M. S Sepasy Zahmaty, T. Anada, T. Kuriyagawa, O. Suzuki, K. Sasaki. Hydroxyapatite films formed on tooth surface using powder jet deposition technique. 再生補綴医学研究会第一回学術会議. 2008 年 11 月 28 日. 名古屋

③R. Akatsuka, M. Noji, M. S Sepasy Zahmaty, T. Anada, T. Kuriyagawa, O. Suzuki, K. Sasaki. Bonding Strength of the Hydroxyapatite Film on Tooth Using Powder-Jet-Deposition. IADR 86<sup>th</sup> General session and exhibition. 2008 年 7 月 3 日. Toronto

④赤塚亮, 野地美代子, M. S SEPASY ZAHMATY, 穴田貴久, 厨川常元, 鈴木治, 佐々木啓一. パウダージェットデポジション法による歯質上へのHA膜形成とその接着強度. 第 5 回東北大学バイオサイエンスシンポジウム. 2008 年 5 月 19 日. 仙台

⑤野地美代子. Creating a Hydroxyapatite Film on Human Enamel by Powder Jet Deposition Technique. 先端歯学国際教育研究ネットワーク「日英シンポジウム」. 2008 年 2 月 4 日. 東京

⑥野地美代子, 佐々木啓一, 赤塚亮, 鈴木治, 厨川常元. パウダージェットデポジション法による歯質上へのHAP膜形成と歯科への応用. 社団法人粉体粉末冶金協会平成 19 年度秋季大会. 2007 年 11 月 18 日. 京都

⑦野地美代子, 吉原信人, 澁谷寿彦, 折居雄介, 赤塚亮. PJD法による抗齲蝕性ハイドロキシアパタイト膜形成—予防的齲蝕治療法の開発—. 平成 18 年度東北大学若手研究者萌芽研究育成プログラム中間成果発表. 2007 年 7 月 20 日. 仙台

[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]

無し

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

野地 美代子 (NOJI MIYOKO)

東北大学・大学院歯学研究科・大学院非常勤講師

研究者番号 : 70431583

(2) 研究分担者

(3) 連携研究者