#### 研究成果報告書 科学研究費助成事業

今和 6 年 5 月 2 1 日現在

機関番号: 17102 研究種目: 若手研究 研究期間: 2020~2023

課題番号: 20K18637

研究課題名(和文)水熱処理を用いた接着性プライマーに対する効果の検討

研究課題名(英文)Effect of hydro-thermal treatment for adhesive primer

研究代表者

原口 拓也 (Haraguchi, Takuya)

九州大学・歯学研究院・共同研究員

研究者番号:20778865

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 3,300,000円

研究成果の概要(和文):チタン合金は歯科用金属材料として広く臨床で用いられている。また、金属に高温、高圧の水の存在下で処理(水熱処理)を行うことで、性状が変化することが知られている。本研究課題ではチタン合金に水熱処理を施すことで接着性が向上するのではないか、との仮説を立て、その効果を検討した。その結果、表面性状を大きく変化させることなく、タンパク吸着を向上させ、骨芽細胞様細胞の初期接着を向上させることを確認した。一方、バクテリアの接着が亢進することはなかった。また、塩化カルシウム水溶液を用いて水熱処理を行ったチタン表面にチタン酸カルシウムと考えて矛盾しない化合物が生成されたことを確認し

研究成果の学術的意義や社会的意義 チタン合金は歯科用金属材料として広く臨床で用いられている。また、金属に高温、高圧の水の存在下で処理 (水熱処理)を行うことで、性状が変化することが知られている。 水熱処理は比較的低温で起こる反応であり、安全に簡便な機器で処理できるため、その効果や作用機序を明らか にすることは実用性の観点からも社会的意義が高いと考えられる。また、水熱処理で金属表面に起こる反応は解 析が困難であったが、今回、カルシウム水熱処理を行った際に、チタン酸カルシウムであると考えて矛盾しない 化合物の生成を確認できた。このことは水熱処理反応の実態を解明する上で大きな学術的意義をもつと考えられ

研究成果の概要(英文): A hydrothermal treatment (HT) of titanium with calcium (Ca) chloride solution was evaluated in this study. The adsorptions of both laminin-332 and osteopontin onto the Ca-HT surface were enhanced. In contrast, the adsorption of albumin was not influenced by Ca-HT. Osteoblast adhesion onto Ca-HT was also enhanced. Ca-HT had no impact in the adhesion of Streptococcus gordonii. These results suggest that Ca-HT enhances cell adhesion onto titanium without increasing bacterial adhesion, and the improvement of ECM protein adsorption is supposed to contribute to cell adhesion. When treated in HT-Ca, CaTiO3 like chemical component was observed on the titanium alloy surface.

研究分野: 歯科補綴学

キーワード: 水熱処理 チタン合金

#### 1.研究開始当初の背景

チタン合金は歯科用金属材料として広く臨床で用いられている。また、金属に高温、高圧の水の存在下で処理 (水熱処理)を行うことで、性状が変化することが知られている。

### 2. 研究の目的

本研究課題ではチタン合金に水熱処理を施すことで接着性が向上するのではないか、との仮説を立て、その効果を検討した。

#### 3. 研究の方法

チタンプレートを純水、および 10mmo I / I の塩化カルシウム水溶液中で 200 ° C、24 時間の水熱 処理を行った。

処理後の金属表面におけるタンパク吸着、細胞接着、バクテリアの接着を評価した。また、XPS および synchrotron-based X-ray absorption fine structure (XAFS) techniques を用いることで、金属表面に生成された化合物について解析を行った。

#### 4.研究成果

## (1) 表面性状の変化

未処理群、および水熱処理後のチタン表面粗さは各群で 0.3 μm程度であり、群間で表面粗さに有意差を認めなかった。一方、処理群では濡れ性の向上を認めた。

#### (2) タンパク吸着の変化

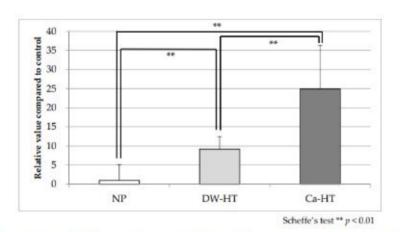


Figure 1. Recombinant human laminin-332 (rhLN) adsorption. There were statistically significant differences among the groups (p < 0.01). NP, non-process; DW-HT, hydrothermal treatment with water; Ca-HT, hydrothermal treatment with calcium chloride solution.

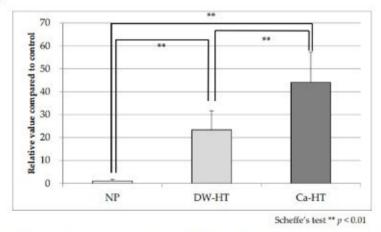
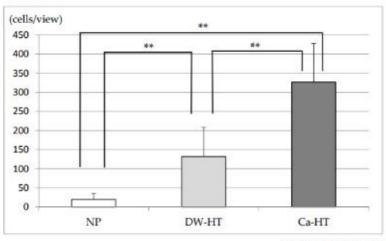


Figure 2. Recombinant human osteopontin (rhOPN) adsorption. There were statistically significant differences among the groups (p < 0.01).

水熱処理を行うとタンパク吸着が向上することが分かった(Figure1,2 参照)。また、カルシウム水熱処理群で純水処理群と比べてタンパク吸着能の向上が大きいことが分かった。

## (3) 細胞初期接着能



Scheffe's test \*\* p < 0.01

Figure 5. Adhesion of MC3T3-E1 osteoblastic cells onto the substrata after 1 h of incubation. The attached cell count for the Ca-HT group was significantly higher than for the NP and DW-HT groups. The attached cell count for the DW-HT group was significantly higher than for the NP group (p < 0.01).

水熱処理群では骨芽細胞様細胞の初期接着が向上することが分かった。特にカルシウム水熱処理群でより多くの向上が認められた。

## (4) バクテリアの吸着

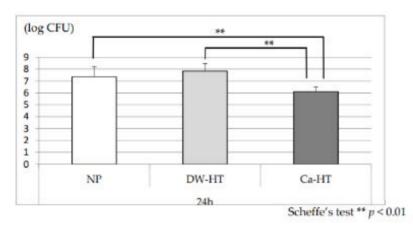


Figure 8. Streptococcus gordonii adhesion onto the substrata after 24 h of inoculation. The number of bacteria on Ca-HT was significantly lower than in the other two groups (p < 0.01). CFU: colony forming unit.

カルシウム水熱処理群ではバクテリアの吸着が有意に抑制されたことが確認された。

## (5) 金属表面の化学的な変化

XPS および synchrotron-based X-ray absorption fine structure (XAFS) techniques n-based X-ray absorption fine structure (XAFS) techniques を用いることでカルシウムおよびチタンの K-edge の解析を行った。その結果、塩化カルシウム水溶液を用いて水熱処理を行ったチタン表面にチタン酸カルシウムと考えて矛盾しない化合物が生成されたことを確認した。

#### 5 . 主な発表論文等

「雑誌論文〕 計1件(うち査読付論文 1件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 0件)

「稚心冊又」 「「「「」」の目が「一冊又 「「「」」の国际代名 「「」」」のオープンプラフピス 「「」」				
1.著者名	4 . 巻			
Haraguchi T, Ayukawa Y, Shibata Y, Takeshita T, Atsuta I, Ogino Y, Yasunami N, Yamashita Y,	56			
Koyano K.				
2.論文標題	5.発行年			
Effect of Calcium Chloride Hydrothermal Treatment of Titanium on Protein, Cellular, and	2020年			
Bacterial Adhesion Properties.				
3.雑誌名	6.最初と最後の頁			
Journal of Clinical Medicine.	623			
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子)	査読の有無			
10.3390/jcm9082627	有			
<b>  オープンアクセス</b>	国際共著			
オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	-			

## 〔学会発表〕 計2件(うち招待講演 0件/うち国際学会 0件)

# 1.発表者名

坂本安繁, 鮎川保則, 古橋明大, 熱田生, 原口拓也, 古谷野潔.

## 2 . 発表標題

チタン合金への純水による水熱処理がインプラント周囲上皮封鎖性に与える効果.

#### 3 . 学会等名

日本補綴歯科学会第130回記念学術大会.

### 4.発表年

2021年

#### 1.発表者名

坂本安繁,古橋明大,熱田生,原口拓也,古谷野潔,鮎川保則

# 2 . 発表標題

チタン合金に対するカルシウム水熱処理がインプラント周囲上皮の封鎖性に及ぼす効果

## 3 . 学会等名

日本口腔インプラント学会第51回本部学術大会.

#### 4.発表年

2021年

## 〔図書〕 計0件

## 〔産業財産権〕

〔その他〕

6.研究組織

_	0 .	・ループしが丘が現		
		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

## 7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

## 8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------