

## 火炎溶射法にて表面処理を施した金銀パラジウム合金とレジンの接着強さ向上に関する研究：溶射材の検討(東日本学園大学博士(歯学)論文の内容および審査の要旨(平成4年度))

著者名(日)	井上 龍一郎
雑誌名	東日本歯学雑誌
巻	12
号	1
ページ	82-84
発行年	1993-06-30
URL	<a href="http://id.nii.ac.jp/1145/00007820/">http://id.nii.ac.jp/1145/00007820/</a>

## 東日本学園大学博士(歯学)論文の内容および審査の要旨(平成4年度)

氏名・(本籍)	井上 龍一郎 (東京都)
学位の種類	博士(歯学)
学位記番号	甲 第14号
学位授与の日付	平成5年3月19日
学位授与の要件	学位規則第4条第1項該当(課程博士)
学位論文題目	火炎溶射法にて表面処理を施した金銀パラジウム合金 とレジンの接着強さ向上に関する研究 —溶射材の検討—
論文審査委員	主査 教授 坂口 邦彦 副査 教授 大野 弘機 副査 教授 平井 敏博

### 論文内容の要旨

#### I. 目的

レジンと非貴金属合金との接合は接着性レジンを利用することにより化学的に行うことが可能であるが、貴金属合金はレジンとの接合に化学的接着効果は得られ難い。

本研究は貴金属合金として歯科で広く使用されている金銀パラジウム合金の表面改質に火炎溶射法を応用し、レジンを強固に接合させることを目的とした。すなわち、市販の溶射材および試作溶射材で改質した表面に、4-META/MMA-TBBオパークレジンならびに各種光重合型硬質レジンを接着させ、剪断試験を行い、接着強さにおよぼす溶射距離や熱サイクルの影響を検討した。

#### II. 実験材料および方法

##### 1. 接着試験片の作製

溶射金属片は、金銀パラジウム合金を直径10mm、厚さ3mmに铸造後、サンドブラスト処理を施し、火炎溶射装置を用いて直径5mmの範囲に溶射を行った。なお、コントロール群は直径190~260 $\mu$ mのリテンションピースをアクリル体に直径5mmの範囲で付着させ铸造して作製した。レジンの築盛は、金属片に直径5mmの穴をあけたマスキングテープを貼り、4-META/MMA-TBBオパークレジン積層し重合後、真鍮リングを置き、常温重合レジンを填入重合した。その後1時間室温放置、37°C24

時間水中浸漬した。なお、光重合型硬質レジンは4-META系の接着性プライマーを有するレジン(ME)、リン酸エステル系の接着性プライマーを有するレジン(CE)、接着性プライマーを持たないレジン(TH)の3種を用いた。

##### 2. 熱サイクルの負荷方法

熱サイクルの負荷方法は、24時間37°C水中浸漬後の試験片を、4°Cと60°Cの水中に各1分間ずつ交互に浸漬する操作を繰り返した。

##### 3. 剪断試験法

接着試験片を剪断試験治具に装着後、オートグラフのクロスヘッドスピードを0.5mm/minとして、剪断荷重を測定した。

##### 4. 溶射材粉末、溶射皮膜表面および溶射層の分析

接着強さが優れていた溶射材について、溶射材粉末と溶射層を走査型電子顕微鏡で観察を行い、X線マイクロアナライザーで成分分析を行った。また、光電子分析装置で溶射皮膜表面の深さ方向における元素の濃度分布ならびに化学結合状態の変化を分析した。

#### III. 実験結果ならびに考察

##### 1. 接着強さにおよぼす溶射距離の影響

4種の市販溶射材(442溶射材、443溶射材、447溶射材、43C溶射材)と4-META/MMA-TBBオパークレジンとの接着強さを6種の溶射距離(10, 15, 20, 25, 30, 40

cm)を設定し、検討を行った。その結果、溶射距離15cm～25cmでは、各溶射材で、溶射皮膜の剝離は起こらず、接着強さはコントロール群と同等の値を示した。

## 2. 各種市販溶射材と各種光重合型硬質レジンの接着強さ

4種の市販溶射材と3種の光重合型硬質レジンとの組合せで剪断試験を行った結果、最大の接着強さは、442溶射材とレジンMEとの組合せで認められた。また、同組合せでは、熱サイクル20,000回負荷後においても接着強さはコントロール群と同等の値を示した。

## 3. 新たなる溶射材の検索

市販溶射材よりも高い接着強さを発揮する新規の溶射材を開発するために、レジンとの接着性を向上することを目的として開発された歯科用接着用Co-Cr合金(MC)を粉砕し、溶射材として応用した。レジンMEを使用した。

MC粉末のみの場合、被溶射金属片と溶射皮膜間の剝離が生じ、接着強さは低い値を示した。このため、被溶射金属片と溶射材との結合を強固にする目的で、アマルガム粉末、Ag粉末、金ロウ粉末、Al粉末の4種類の金属粉末10wt%を、MC粉末にブレンドした。その結果、Al粉末を添加した場合には、接着強さの向上が認められ、コントロール群と同等の値を示した。また、MC粉末へのAl粉末添加量を検討した結果、Al粉末を30wt%添加した場合がAl添加群の中で最も良好な接着強さを示し、コントロール群の値と比べて高く、有意差が認められた。

この破断面の観察と分析より、破断面は溶射皮膜間や被溶射金属片と溶射皮膜間での破壊を示し、レジンと溶射皮膜間の破壊は認められなかった。一方、リテンションビーズの破断面はビーズのアンダーカットより上の部位で金属片とレジンとの界面破壊を示していた。

Al粉末を30wt%添加したMC粉末で溶射した場合、熱サイクル40,000回負荷後においても接着強さはコントロール群の値と比べて高く、有意差が認められた。

## 4. 溶射材粉末、溶射皮膜表面および溶射層の分析

30wt%Al粉末添加MC粉末は、MC粉末とAl粉末が均一に混合していることが確認された。また、溶射皮膜の

表面と断面は、溶融したMCとAlが重なり合った像を呈していた。

光電子分析装置による30wt%Al粉末添加MC粉末溶射皮膜表面の分析では、試作溶射材中のすべての元素は、溶射層表面では酸化物の状態で存在し、Alは表層で46wt%を占め $Al_2O_3$ の状態であった。

## IV. 結 論

1. 火炎溶射法で金銀パラジウム合金の表面改質を行う際の、最適溶射距離は15～20cmであった。
2. 市販溶射材のなかで最大の接着強さを示したNi-Cr-Al-Mo溶射材(442溶射材)は、熱サイクル20,000回負荷後においても、リテンションビーズ試験片と同等の値を示した。
3. 歯科用接着用Co-Cr合金粉末にAl粉末を添加した溶射材を試作したところ、金銀パラジウム合金と溶射材の溶着が改善され、接着強さが向上した。
4. 歯科用接着用Co-Cr合金粉末に添加するAl粉末の添加量を検討したところ、Al粉末を30wt%添加した溶射材が最大の接着強さを示し、熱サイクル40,000回負荷後においてもリテンションビーズ試験片の値よりも高く、有意差が認められた。
5. Al粉末を30wt%添加したCo-Cr合金粉末を溶射材とした溶射皮膜の表面を光電子分析装置により分析した結果、Alが最も多く存在し(46wt%)、最表層は酸化アルミニウム( $Al_2O_3$ )の状態となっていた。
6. 接着試験後の破断面の観察と分析より、リテンションビーズ試験片では、機械的維持だけで接合しているが、Al粉末を30wt%添加したCo-Cr合金粉末で溶射した試験片の場合、溶射表面とレジンとは化学的に接着していると考えられた。

以上の結果より、火炎溶射法を用い、Al粉末を30wt%添加したCo-Cr合金粉末を溶射材として金銀パラジウム合金の表面改質を行った場合、接着性レジンとの化学的な接着効果の向上をもたらすことが示唆された。

## 学 位 論 文 審 査 の 要 旨

レジンと非貴金属合金との接合は、接着性レジンを利用することにより、化学的に接着させることが可能である。しかし、貴金属合金を使用した場合は、接着性の効果が発現され難く、機械的維持が一般的な方法である。

本研究は貴金属合金として歯科で広く使用されている金銀パラジウム合金の表面改質に火炎溶射法を応用し、

レジンと強固に接合させることを目的とした。すなわち、4種の市販の溶射材および試作溶射材で改質した表面に、4-META/MMA-TBBオペークレジンならびに3種の光重合型硬質レジンに接着させ、剪断試験を行い、接着性に及ぼす溶射距離や熱サイクルの影響を検討した。

火炎溶射法で金銀パラジウム合金の表面改質を行う際

の、最適溶射距離は15~25cmであった。また、使用した市販溶射材のなかで最大の接着強さを示したNi-Cr-Al-Mo溶射材の接着強さは、コントロール群としたリテンションビーズ試験片の値と同程度であった。また、レジンと強固に接合する溶射材を検索する目的で、歯科用接着用Co-Cr合金を粉砕して溶射材を試作したところ、Al粉末を30wt%添加した溶射材で最も高い接着強さを示し、熱サイクル40,000回負荷後においてもリテンションビーズ試験片よりも高い値が得られ、有意差が認められた。また、本試作溶射材で溶射した溶射皮膜表面を光電子分析装置を用いて分析した結果、すべての元素は、溶射皮膜表層では酸化物の状態が存在した。特にAlは表層

で46wt%を占め、 $Al_2O_3$ の状態であった。剪断試験後の破断面を観察したところ、リテンションビーズ試験片は機械的維持だけで接合しているが、本試作溶射材の試験片では、溶射表面とレジンは化学的に接着していると考えられる像を呈していた。

火炎溶射法を貴金属合金の表面改質法に応用することにより、接着性レジンと貴金属合金の化学的接着効果を改善できることが本研究で示唆された。

以上の結果から、本論文は、歯科補綴学の進歩発展に寄与するところが大きく、審査の結果、学位授与に値すると判定した。

氏名・(本籍)	佐々木 泰 裕 (北海道)
学位の種類	博士(歯学)
学位記番号	甲 第15号
学位授与の日付	平成5年3月19日
学位授与の要件	学位規則第4条第1項該当(課程博士)
学位論文題目	ラット耳下腺の開口分泌過程における細胞骨格の形態的研究
論文審査委員	主 査 教授 金 澤 正 昭 副 査 教授 市 田 篤 郎 副 査 教授 武 田 正 子 副 査 助教授 東 城 庸 介

## 論文内容の要旨

近年、口腔乾燥を訴えて来院する患者が増えている。このような唾液の分泌障害の原因は、腺組織の器質的変化をはじめとして多数挙げられている。これまで、その治療として、人工唾液などによる対症治療が行われているが、根本的な治療法はないのが現状である。したがって、唾液の分泌機構を解明することは意義があるものと考えられる。近年、内分泌、外分泌および神経分泌にみられる開口分泌過程で、細胞骨格が重要な役割を果たすといわれている。しかし、この細胞骨格の役割についてはまだ不明な点が少ない。そこで、本研究では、ラット耳下腺遊離腺房を用いて、分泌時の細胞骨格の変化とその制御因子について検討した。

## 材料と方法

### 1) 蛍光試薬と抗体

ローダミン・ファロイジン、抗ミオシン抗体、抗アクチン抗体、抗サイトケラチン抗体(PKK1)、抗 $\alpha$ および $\beta$ チューブリン抗体、抗フォドリン抗体と抗カルデスモン抗体を用いた。

### 2) 耳下腺腺房の調製

Wistar系ラット(雄性、8-12週齢)の耳下腺を摘出し、細切の後、Takuma and Ichidaの方法により、酵素処理を行い耳下腺遊離腺房を得た。この遊離腺房の浮遊液に、アミラーゼ分泌刺激薬として、 $\beta$ アドレナリン作動性のイソプロテレノール、またコリン作動薬であるカルバミ