



Title	低温劣化を抑制した高透光性ジルコニアの開発
Author(s)	中野, 芳郎
Citation	大阪大学, 2017, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://doi.org/10.18910/61667
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

論文内容の要旨

氏 名 (中 野 芳 郎)

論文題名

低温劣化を抑制した高透光性ジルコニアの開発

論文内容の要旨

〔緒言〕

CAD/CAM による加工法の確立により、イットリア安定型ジルコニア (Y-TZP) は、強度と審美性を備えた歯冠修復材料として広く用いられるようになった。従来のY-TZPは透光性がほとんどなく、Y-TZPのフレームに陶材を焼成して審美性を回復する必要があった。ところが、焼成陶材の破折や剥離がしばしば報告され、臨床上の問題となっていた。そのため近年では、陶材を焼成せずに高透光性Y-TZPのみで作製するフルカントゥアジルコニアクラウンやブリッジの需要が高まっている。

高透光性Y-TZPは、透光性を向上させるため、従来のフレーム用Y-TZPに添加されているアルミナをほとんど含んでいない。Y-TZPは低温でも湿潤な環境では劣化する性質（低温劣化）をもち、人工股関節の破折例も報告されている。そのため、高透光性Y-TZPを口腔内で長期間使用した場合に、劣化による破折や破損が危惧される。

一方、Y-TZPに微量のシリカを添加すると、強度低下なしに低温劣化を抑制できることが報告されている。透光性を向上させるためにアルミナをほとんど含まないY-TZPであっても、微量のシリカ添加により、透光性や物性を低下させずに、低温劣化を抑制できる可能性がある。

本研究では、低温劣化を抑制した高透光性ジルコニアの開発を目的とし、アルミナを含まないY-TZPにシリカを微量添加し、イットリア含有量と焼結温度を変化させたY-TZPを試作し、透光性、機械的特性、低温劣化について検討した。さらに、透光性と機械的特性に優れた試作Y-TZPを選択し、CAD/CAMで加工してクラウンを製作し、その適合性および低温劣化による破壊荷重の変化を市販の高透光性Y-TZPと比較、検討した。

〔材料および方法〕

実験 1. 試作Y-TZPの透光性

アルミナを含まず、イットリアを3 mol%または6 mol%含有したY-TZPにシリカを0.12 wt%または0.2 wt%添加し、異なる焼結温度 (1,450 °C, 1,500 °C, 1,600 °C) でそれぞれ焼結した。各試作Y-TZPの名称を3Y-0.12S-1450のように、イットリア含有量 (3Y = 3 mol%, 6Y = 6 mol%), シリカ添加量 (0.12S = 0.12 wt%, 0.2S = 0.2 wt%), 焼結温度 (1450 = 1,450 °C, 1500 = 1,500 °C, 1600 = 1,600 °C) の組み合わせで表した。さらに、市販のフレーム用Y-TZP (inCorisZI シェード F 0.5 : A1相当) と、コントロールとして高透光性Y-TZP (inCorisTZI シェード F 0 : 着色なし) を使用し、メーカー指定の温度 (1,500 °C) で焼結させた。

直径20 mm、厚み0.5 mmの円板状試料を製作し、反射光によるコントラスト比 (CR) および透光性パラメーター (TP) に加え、直接光透過率を求めた。標準白板および黒板上に試料を置き、分光測色計を用いてCIE標準光源 (D65) におけるY, L*, a*, b*を測定し、測定結果からCRとTPを算出した。また、紫外可視分光光度計を用いて波長350 ~ 700 nmにおける試料の直接光透過率を測定し、555 nmにおける透過率を比較した。

実験 2. 加速劣化試験による機械的特性の変化

実験1でコントロールと同程度の透光性を認めた3種の試作Y-TZP (3Y-0.12S-1450, 3Y-0.12S-1500, 6Y-0.12S-1500) と市販Y-TZP (inCorisZI, inCorisTZI) を20 mm × 4.0 mm × 1.2 mmの板状に加工し、134 °C、2 気圧の水中環境下にて加速劣化試験を行った。0~40 時間後の試料のX線回折を行い、劣化の指標となる単斜晶の割合を測定した。さらに、劣化なしおよび劣化試験後の3点曲げ強度 (ISO 6872) とビッカース硬度、表面粗さの計測を行った。

実験 3. ク라운の製作と加速劣化試験による破壊荷重の変化

実験 1, 2 で, 透光性と強度の両者に優れた試作Y-TZP (3Y-0.12S-1450) と市販高透光性Y-TZP (inCorisTZI) を歯科用CAD/CAMを用いて加工し, フルカントウアカウンを作製した. 適合試験材を利用して, ク라운とチタン支台歯の平均内面間隙量を求めた. 平均辺縁間隙量はマイクロスコープを用いて測定した. その後, 実験 2 と同様に, 134 °C, 2 気圧の水中環境下にて加速劣化試験を10 時間行った. 劣化なしおよび劣化後のクラウンをセルフアドヒーズセメントでチタン支台歯に接着した. 接着後の試料を室温で24時間保存した後, 咬合面に垂直方向から荷重を負荷して破壊試験を行い, 破壊荷重を測定した.

[結果および考察]

実験 1. 試作Y-TZPの透光性

試作Y-TZPのCR, TPは, 6Y-0.2S-1500と6Y-0.2S-1600を除くと, inCorisTZIに近い値を示した. また, 3Y-0.12S-1450, 3Y-0.12S-1500, 6Y-0.12S-1500の3種がinCorisTZIと同等の直接光透過率を示した. CR, TP, 直接光透過率のいずれにおいても, これら3種の試作Y-TZPが市販の高透過性Y-TZPと同等の透光性を示したのは, アルミナ粒子の減少や, 結晶間気孔の減少など, 散乱因子の減少によるものと推察された.

実験 2. 加速劣化試験による機械的特性の変化

加速劣化試験後の単斜晶割合は, inCorisTZIが劣化試験20 時間, 40 時間後にそれぞれ平均31 %, 77 %と試験前よりも有意に増加した ($p < 0.05$). inCorisTZI以外の試料の単斜晶割合は40 時間後でも25 %以下であり, inCorisTZIは他の試料よりも劣化しやすいことが示された.

inCorisTZIと3Y-0.12S-1450 は劣化試験20時間後も平均1,000 MPa以上の曲げ強度を有しており, 劣化試験前後ともにコントロールのinCorisTZIよりも有意に高い強度であった ($p < 0.05$). 6Y-0.12S-1500は, 曲げ強度が他の試料の1/3程度であった. ビッカース硬度は, 各Y-TZP間で大きい差を認めなかったが, inCorisTZIのみ劣化の影響で40 時間後の測定が不可能であった. レーザー顕微鏡所見では, inCorisTZIの劣化後, 6Y-0.12S-1500の劣化前と劣化後の試料に研磨傷以外の凹凸が観察され, 表面粗さは他の試料よりも有意に大きかった.

正方晶で安定化されたY-TZPは, 正方晶から単斜晶への応力誘起相変態強化機構により, 高い強度を有することが知られている. 6Y-0.12S-1500の曲げ強度が他の試料より大幅に低かったのは, イットリア含有量の増加により, 結晶が正方晶から立方晶へ変化したことが原因と考えられた. アルミナ含有量の少ない3Y-0.12S-1450, 3Y-0.12S-1500がinCorisTZIよりも劣化試験後の単斜晶割合が少なかったのは, シリカ添加により低温劣化を抑制できたためと推察された.

実験 3. ク라운の製作と加速劣化試験による破壊荷重の変化

クラウン内面および辺縁の間隙量は, 3Y-0.12S-1450とinCorisTZIの間に有意な差を認めなかった. inCorisTZIクラウンは, 10 時間の劣化試験後に破壊荷重の有意な低下を認めたが ($p < 0.05$), 3Y-0.12S-1450クラウンでは有意な低下を認めなかった. またinCorisTZIクラウンの劣化前後に単斜晶割合の有意な増加を認めたが ($p < 0.05$), 3Y-0.12S-1450クラウンでは, 有意な増加は認めなかった. シリカ添加により劣化が抑制されたことが, 3Y-0.12S-1450クラウンの破壊荷重と単斜晶割合が変化しない原因と考えられた.

[結 論]

本研究において, 試作したアルミナを含まずイットリアを3 mol%, シリカを0.12 wt%添加して1,450 °Cで焼結した高透光性ジルコニアは, 市販の高透光性ジルコニアと同等の透光性を有するだけでなく, 低温劣化を起こしにくい性質をもち, 歯冠補綴装置への臨床応用が期待できる材料であることが示唆された.

論文審査の結果の要旨及び担当者

氏 名 (中 野 芳 郎)		
	(職)	氏 名
論文審査担当者	主 査	教授 矢谷 博文
	副 査	教授 今里 聡
	副 査	准教授 村上 秀明
	副 査	講師 和田 誠大
論文審査の結果の要旨 本研究は、低温劣化を抑制した高透光性ジルコニアの開発を目的とし、アルミナを含まないジルコニアにシリカを微量添加し、イットリア含有量と焼結温度を変化させたジルコニアを試作し、その透光性、低温劣化による機械的特性の変化、およびクラウンの製作と加速劣化試験による破壊荷重の変化を評価したものである。 その結果、試作ジルコニアは、市販高透光性ジルコニアと同等の透光性、ならびに市販フレーム用ジルコニアと同等の強度を有していること、また試作ジルコニアで製作したフルカントゥアクラウンは、市販高透光性フルカントゥアジルコニアクラウンよりも劣化しにくく、加速劣化試験後も破壊荷重が低下しないことが示された。 以上の結果は、本研究において試作した高透光性ジルコニアが歯冠補綴装置への臨床応用が期待できる材料であることを示唆するものであり、博士（歯学）の学位取得に値するものと認める。		