

## 材料系中研の紹介 - 基礎と臨床をつなぐ -

河野 博史

鹿児島大学大学院医歯学総合研究科 歯科生体材料学分野

### はじめに

私事ではあるが、平成27年8月より歯科生体材料学分野に所属することとなった。平成15年度から平成18年度にかけての大学院時代以来、8年振りに歯科材料に関する研究を主とした日常を迎えるにあたり、期待と不安が半々といったところであったが、講座の諸先生方のおかげで申し分のない環境に身を置かせていただいている。

平成20年4月から平成27年7月まで在籍していた歯科総合診療部では、研修歯科医、あるいは臨床実習生への診療指導を主たる業務としていた。そこでは常々、彼らに対し、「自分が治療で使用する材料のことくらい、もっと理解しておいて欲しい」という思いを感じていた。もちろん、すべての研修歯科医、臨床実習生に対してというわけではなく、彼らの中には非常に歯科材料に造詣の深い者もいるわけであるが、かといって、ごくごく一部の限られた者たちに対してだけそういった思いを抱いていたというわけでもない。やはり、全体的な印象として、「材料のことをもっと勉強していて欲しい」という思いがあったように感じる。たまたま、私が担当した時期の者たちが芳しくなかったののだろうか。いや、彼らは私の時代とは異なり、臨床実習前にはCBTがあり、何より私の時とはまったく比べ物にならない厳しい国家試験に合格していたりするわけで、知識においては寧ろ優秀と断言していい筈である。そもそも、私自身が、臨床実習生、そして研修歯科医の時分には指導歯科医の先生方からみて、まったくもって彼らと同様の、「材料のことをもっと勉強した方がよい」という存在であったように思う。少し自己弁護させていただくと、歯学部生時代の私の成績は、決して目を覆いたくなるようなものではなかった、ということをし添えておきたい。然るに、この原因を何故と考えると、いわゆる科目基盤型教育、すなわち、「基礎は基礎、臨床は臨床」というカリキュラムにその一因があったようにも感じられる。

幸い、鹿児島大学歯学部ではカリキュラム改革が実施され、平成27年度入学生よりアウトカム基盤型教育による、順次性のあるカリキュラムでの教育が開始されている。今後は、基礎と臨床の統合された知識を有した臨床実習生、研修歯科医が育ってくることであろう。

では、学ぶ側が基礎と臨床の統合された状態になるのに対し、教える側はどうであろうか。個々の教員、あるいは特定の講座間では、基礎と臨床の連携が非常に図られているのであろうが、歯学部全体としては、まだまだ連携を深めていけるといった感があるように思う。私の大学院時代には歯科理工学教室（現歯科生体材料学）の管轄であった材料系中研も、今では歯学部の管轄となっており、事前予約等の必要はあるものの、以前に比べて自由に機器を使用できる環境になっているのではないだろうか。

前置きが長くなってしまったが、本稿では、歯学部全体で材料系中研を活用していただくことを期待し、設置されている代表的な機器の紹介させていただくこととする。

### 材料系中研の測定機器

#### ・ X線回折装置

材料系中研に入ってすぐ左手に設置されているのが、試料水平型多目的X線回折装置（X-ray diffractometer: XRD）（Ultima IV, リガク）である（図1）。日本分析機器工業会（JAIMA）によるXRDの原理を以下に抜粋する。

XRDとは、試料にX線を照射した際、X線が原子の周りにある電子によって散乱、干渉した結果起こる回折を解析することを測定原理しており、この回折情報を用いることにより、粉末試料では構成成分の同定や定量、結晶サイズや結晶化度、単結晶試料では分子の三次元構造、加工材料試料では残留応力や内在する歪み、蒸着薄膜では密度や結晶性、結晶軸の方向や周



図1：X線回折装置（Ultima IV，リガク）



図3：走査型電子顕微鏡（JSM-5510LV，日本電子）

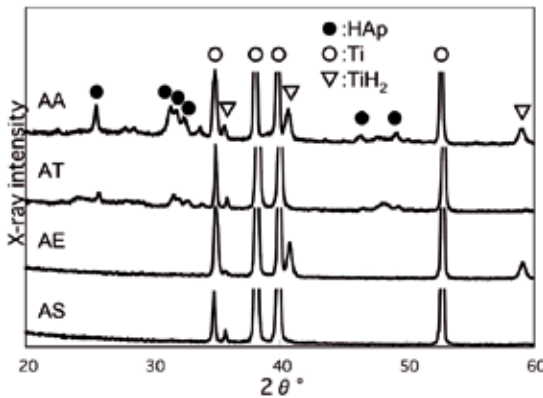


図2：チタンとハイドロキシアパタイトのX線回折パターン例

期，小角散乱測定では，ナノスケールの粒子の大きさや形状・粒径分布を知ることが可能である。対象試料としては，無機・有機物質の粉末，高分子材料，タンパク質，金属部品，有機・無機薄膜半導体，エピタキシャル膜，コロイド粒子などが測定可能である。<sup>1)</sup>

XRDでの分析では，上述したようにその手法が多岐にわたることから，様々な物質を分析対象とすることが可能である。興味を持たれた方には，JAIMA ホームページや，リガク，島津製作所といったXRDを製作している企業のホームページ等にて，分析原理の詳細について閲覧することを推奨したい。

本稿ではX線回折法における定性分析の例として，チタンとハイドロキシアパタイトのX線回折結果を示す（図2）。X線回折法による定性分析は，実測した回折パターンと既知物質の回折パターンと比較することで結晶相を同定する。既知物質の広範なデータベースが利用できる場合，未知物質の同定も可能となる。図2では，下3つの回折パターンがチタンの回折パ



図4：エネルギー分散型蛍光X線分析器（JED-2201，日本電子）

ターンを示しており，一番上回折パターンではチタンの回折ピーク以外に，ハイドロキシアパタイトに特徴的な26度付近の(002)面，32度付近の(211)面，33度付近の(300)面の回折ピークが明瞭に観察できる。

#### ・ 走査型電子顕微鏡

材料系中研入口のドアを開けると，右手正面にもう一つドアを確認することができる。そのドアから入った部屋の一番奥に設置されているのが，走査型電子顕微鏡（Scanning Electron Microscope: SEM）（JSM-5510LV，日本電子）である（図3）。設置機器の使用記録を見てみると，このSEMが材料系中研にある機器の中では最も使用頻度が高いようである。したがって，SEMでの形態観察，分析に精通している教員や大学院生は多数存在すると考え，本稿ではSEMの測定原理等に関しては割愛させていただき，SEMに付属しているエネルギー分散型蛍光X線分析器（Energy dispersive X-ray spectrometer: EDS; EDX）（JED-2201，日本電子）について紹介したい（図4）。以下に日本

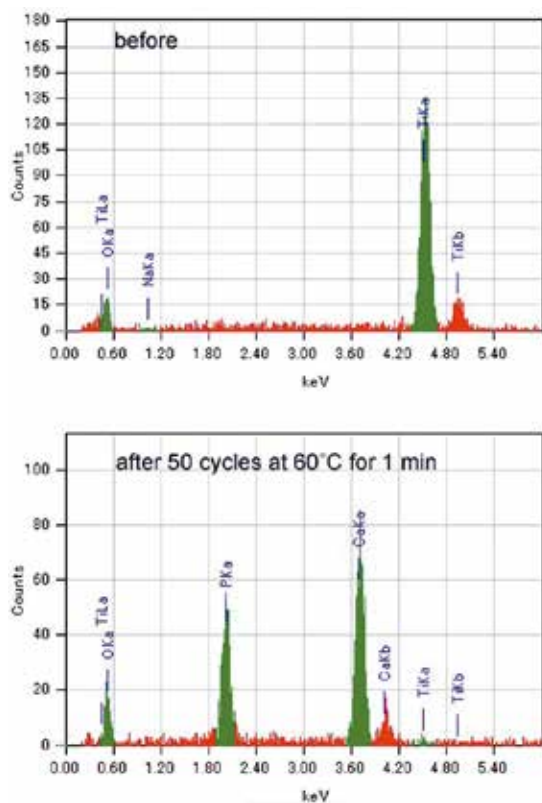


図5：チタンとハイドロキシアパタイトのEDSスペクトル例

電子のホームページより、EDSの解説を抜粋する。

EDSは試料から放出された構成元素の特性X線をSi半導体検出器で検出し、アナライザーで捉えた特性X線を弁別してCRT上にスペクトルとして表示する。分析SEMはスペクトルのエネルギー位置から定性分析を、特性X線の強度（カウント数）から定量分析を行える装置である。この装置は企業における欠陥品の検査及び原因究明、環境問題の解明、ハンダと基板との接続面解明、塗装膜の観察と分析、金属中の介在物の同定、金属疲労破壊、混入異物の形態観察と元素分析等の幅広い分野で活躍している。<sup>2)</sup>

EDS検出器に入射したX線は、そのエネルギーに比例した数の電子-正孔対を作るため、これを電流として取り出し、測定することで入射したX線のエネルギーを知ることができる。波長分散X線分光法（Wavelength dispersive X-ray spectrometry: WDS; WDX）と比較するとエネルギー分散能が低く検出感度も低くなるが、検出器の取り付けに幾何学的な制限が少ないため、SEMへの装着が可能ということである。SEM



図6：エネルギー分散型蛍光X線分析器の液体窒素注入口



図7：フーリエ変換赤外分光光度計（FT/IR-460 plus, 日本分光）

およびEDSに関しても、JAIMAホームページや、日本電子等のホームページ上において分析の原理について詳細に解説されている。

ここでも例として、チタンとハイドロキシアパタイトのEDSスペクトルを示す（図5）。緑色がメインピークを表しているのであるが、上がチタン、下がチタン上にハイドロキシアパタイト（ $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ）が析出した試料のスペクトルである。

尚、使用に際し、EDS検出器に液体窒素を注入する（図6）必要があるため、分析時には液体窒素を確保しておく必要がある。

#### ・ フーリエ変換赤外分光光度計

SEMの反対側、部屋の入口のすぐ右手に設置されているのが、フーリエ変換赤外分光光度計（Fourier Transform Infrared Spectroscopy: FT-IR）（FT/IR-460 plus, 日本分光）である（図7）。JAIMAによるFT-IRの原理を以下に抜粋する。

FT-IRは、試料に赤外光を照射し、透過または反射

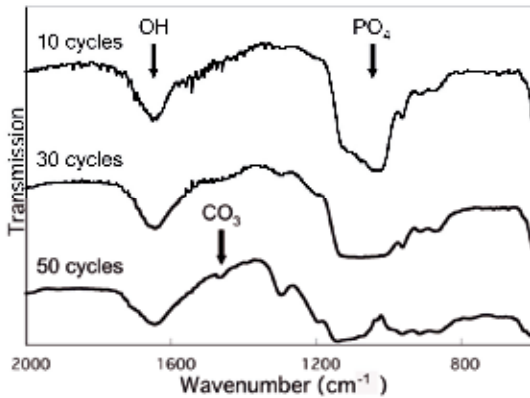


図8：ハイドロキシアパタイトのFT-IRスペクトル例



図9：顕微システムの液体窒素注入口

した光量を測定する。赤外光は、分子結合の振動や回転運動のエネルギーとして吸収されるため、分子の構造や官能基の情報をスペクトルから得ることができ、物質定性・同定に関する有効な情報を得ることができる。また、吸収する光量は、物質の濃度や厚みに比例することから、スペクトル上のピークの高さや面積を用いて特定の分子の定量を行うことも可能である。<sup>3)</sup>

赤外線を分子に照射すると、分子を構成している原子間の振動エネルギーに相当する赤外線を吸収する。この吸収度合い（IR スペクトル）は物質固有のパターンを示すことから、これを調べることによって物質の定性、あるいは定量分析を行うのが赤外分光法である。JAIMA のフーリエ変換赤外分光光度計の原理と応用<sup>3)</sup>に記載があるように、IR スペクトルを測定する方法は色々存在するが、現状、材料系中研にあるFT-IR では、付属の顕微システム（IRT-30、日本分光）を使用しての透過法、あるいは反射法での測定が望ま

しい。FT-IR に関しては、JAIMA のホームページ以外にも、日本分光のホームページにて原理等が詳細にまとめられている。

ここでは顕微 FT-IR による定性分析の例として、ハイドロキシアパタイト ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) のスペクトルを示す（図 8）。リン酸基 ( $\text{PO}_4$ ) に対応した  $1000\text{cm}^{-1}$  付近の強い吸収スペクトルが確認できる。

尚、IRT-30にて測定を行う場合、液体窒素を注入する（図 9）必要があるため、分析時には液体窒素を確保しておく必要がある。

### おわりに

現在、大学を取り巻く環境は厳しいと言わざるを得ない。国立大学協会政策研究所の平成27年5月の報告書には、国立大学では外部資金の獲得等に努力してきたが、運営費交付金削減の法人化による代償効果は附属病院を除いては限界に達し、交付金削減がそのまま教育・研究機能や組織の縮小として反映されるフェーズに入っている<sup>4)</sup>と記載されている。また、文部科学省科学技術政策研究所の神田由美子氏らの報告<sup>5)</sup>で、大学教員の研究時間は減少していることが明らかにされている。

今回紹介した機器に関しては、鹿児島大学の学内共同教育研究施設である機器分析施設にすべて揃ってはいる。しかしながら、同施設は予約システムにて利用の届け出が必要でること、場所が郡元キャンパスであることを鑑みると、上述したように日々研究環境が厳しくなっていく中で、空き時間を効率的に利用しての測定を実施することはかなり困難であろう。また、同施設での XRD および FT-IR の利用には、利用者資格として「X線発生装置等取扱者」として認められた者のみ機器の操作ができるという制約も設けられている。機器が同様のものであるならば、歯学部の教員、大学院生は、機器分析施設よりも材料系中研の機器を使用する方かなりのメリットがあると思う。

分析機器は高額である。が、高額であってもいつでも使えるという性質のものではない。例えば、今回紹介した機器はいずれも OS が Windows であるが、通常の PC と同様に OS のアップグレードを実施することはできない。メーカーが動作確認の検証を行い、保障した躯体でなければ、分析機器の動作を保証しないためである。そのため、Windows XP から Windows 7 に変更するだけで、メーカーが用意した PC ごとの交換となってしまう、数十万のコストが生じることになってしまうのである。今後ますます研究環境が厳し

くなっていくことが予想される中、古くなった機器が更新されずに廃棄されてしまう可能性も十分に考えられる。したがって、機器が正常に使えるうちにどんどん活用するのが良策であるように思ってしまうのである。

今回紹介した材料系中研にある機器が、諸先生方の今後の研究、教育の一助となることを切に願っている。

#### 参考文献

- 1) 分析の原理：20 X線回折装置の原理と応用。  
[http://www.jaima.or.jp/jp/basic//pdf/basic\\_20.pdf](http://www.jaima.or.jp/jp/basic//pdf/basic_20.pdf)
- 2) 汎用走査電子顕微鏡の応用について。 <http://www.jeol.co.jp/applications/detail/887.html>
- 3) 分析の原理：19 フーリエ変換赤外分光光度計の原理と応用。  
[http://www.jaima.or.jp/jp/basic//pdf/basic\\_19.pdf](http://www.jaima.or.jp/jp/basic//pdf/basic_19.pdf)
- 4) 運営費交付金削減による国立大学への影響・評価に関する研究～国際学術論文データベースによる論文数分析を中心として～。国立大学協会 政策研究所。2015年5月。  
<http://www.janu.jp/report/files/2014-seisakukenkyujo-uneihi-all.pdf>
- 5) 減少する大学教員の研究時間―「大学等におけるフルタイム換算データに関する調査」による2002年と2008年の比較―。文部科学省科学技術政策研究所。2011年12月。  
<http://www.nistep.go.jp/achiev/ftx/jpn/dis080j/pdf/dis080j.pdf>