科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 元年 6月24日現在

機関番号: 32622 研究種目: 若手研究(B) 研究期間: 2016~2018

課題番号: 16K20461

研究課題名(和文)新規表面改質法によるCAD/CAM用コンポジットレジン接着前処理システムの構築

研究課題名(英文)surface treatment for CAD/AM resin blocks

研究代表者

小林 幹宏 (Kobayashi, Mikihiro)

昭和大学・歯学部・准教授

研究者番号:00465080

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 3,200,000円

研究成果の概要(和文):本研究の目的はCAD/CAM用コンポジットレジンブロックを用いて製作された修復物接着面の新しい改質方法を開発し、臨床応用するための基礎的研究を行うことである。接着面の効果的な改質・コンタミネーションの除去方法を模索するため化学的前処理を用いた前処理方法を検討した。その結果、フッ化水素酸(HF)の有効性が示された。しかし、セラミックス用のHFを用いた化学的前処理材は濃度が高く表面の構造、組成を大きく変化させた。そこで、低濃度HF処理材を試作し、レジンブロックに対する前処理効果、有効な濃度を検討した。0.5-3.5%のHFは接着面の組成の変化は微量でまた、接着性、耐久性ともに有効性が示唆された。

研究成果の学術的意義や社会的意義 歯科治療で用いられるコンピュータ支援で設計・製造されるCAD/CAMシステムを用いたコンポジットレジン修復 は広く普及し始めている。しかし、臨床上の問題として脱離の報告が多くみられる。そのため、CAD/CAMシステムを用いたコンポジットレジン修復物を臨床応用させていくためには効果的な接着処理方法の確立が急務である。我々は低濃度フッ化水素酸処理材を試作し、レジンブロックに対する前処理効果、有効な濃度を検討した。濃度が0.5-3.5%のフッ化水素酸はレジン接着面の組成変化は微量でまた、接着性、耐久性ともに有効性が示唆された。試作低濃度フッ化水素酸は接着に有効な接着面に改質することが示唆された。

研究成果の概要(英文): The purpose of this study is to develop a new modification method of surface treatment on adhesion to resin composite blocks for dental CAD/CAM and to conduct basic research for clinical application. The chemical treatment methods were used to study the effective surface modification and removal method of the contamination of the resin composite surface. As a result, the effectiveness of hydrofluoric acid (HF) treatment was shown. However, the chemical treatment using HF for ceramics had high concentration and changed the surface structure and composition significantly. Therefore, we made experimental productions of low concentration of HF and then examined the effectiveness of the treatment for resin blocks. The surface after treatment with a concentration of 0.5 to 3.5% HF had a very small change in composition. And the adhesion and adhesion durability were improved. It was suggested that HF can remove surface contamination and improve the surface to be effective for adhesion.

研究分野: 保存修復

キーワード: CAD/CAM レジンブロック 接着前処理 フッ化水素酸 コンタミネーション

様 式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19(共通)

1.研究開始当初の背景

CAD/CAM 用コンポジットレジンは現在、小臼歯に CAD/CAM 冠が保険適応され 1 年以上が経過 したが臨床上のトラブルとして破折よりも脱離が多く、コンポジットレジンブロックには最適 な接着操作を行わないと脱離してしまう事が浮き彫りになってきている。CAD/CAM 用コンポジ ットレジンブロックは多くのメーカーから発売されているが含入されているフィラーの形状、 種類も様々である。よって、接着前処理方法によって接着性に及ぼす影響も変化すると推測さ れる。修復物と歯質の接着操作を確実に行わなければセラミックスやハイブリットレジンのよ うな脆い材料は直ちに破折する要因となる。歯質と修復物を確実に接着させ一体化することが 長期的に良好な予後につながる。しかし、CAD/CAM システムで製作されたインレー等を実際に 装着する場合、これらの高度に重合された接着面では未重合層がほとんどなく、高度に架橋さ れているため接着性に劣ることが十分に推測される。接着面の前処理ではセラミックスの場合、 シランカップリング剤の塗布が有効であるとされ、同様にフィラーを多く含むハイブリットレ ジンの場合では機能性モノマーを含有するプライマー処理だけでコンポジットレジンに十分接 着するという報告も見られる。化学的な接着では接着面の汚れに非常に敏感である。我々は接 着面の改質とコンタミネーションの除去を目的としたプラズマ処理の効果を検討した。その結 果、プラズマ処理だけではぬれ性の向上は認められたが、接着性の大幅な向上は認められなか った。サンドブラスト処理のような機械的に微細構造を付与することが必要であるが、インレ 一のような複雑な形態をしている場合、強圧力で処理をする時に辺縁や体部のチッピング、破 折を引き起こす可能性がある。

修復物の確実な接着を得るためには用いる材料に対して有効な前処理方法や適切な接着操作を理解し行う必要がある。そのため、今後さらに需要が大きくなることが予想される CAD/CAM システムを用いたコンポジットレジン修復物を臨床応用させていくためには、効果的な機械的・化学的処理を併用した接着前処理方法の確立が急務であるという考えに至った。

2.研究の目的

本研究の目的は、CAD/CAM 用コンポジットレジンブロックを用いて製作された修復物接着面の新しい改質方法を開発し、臨床応用するための基礎的研究を行うことである。未重合層がほとんどなく、高度に架橋されているため接着性に劣る接着面の接着性を向上させるために適した表面処理ならびに表面改質法を決定することである。また、接着面に対してできるだけ形状変化、損傷を最小限に抑えた機械的、化学的な処理を同時にできる新しい表面改質方法を試みることである。さらに、装着時に避けては通れない接着面汚染物質の除去と清浄効果も兼ね備えた方法の開発を目的としている。今後、ますます需要が高まる CAD/CAM 用コンポジットレジンブロックに対する接着前処理方法を確立することを目的としている。

3 . 研究の方法

- (1) CAD/CAM レジンブロックは高度に重合されているため、接着性に乏しく確実な接着方法が必要である。近年、様々な接着面に対して有効とされる多目的プライマー、ボンディング材が数多く開発されている。そこで、ユニバーサルタイプのプライマーが CAD/CAM 用レジンブロックの接着性に及ぼす影響について検証するため、組成、構造が異なる CAD/CAM 用レジンブロックと 6 種類のユニバーサルタイプのプライマーを用いて 24 時間、10,000 回のサーマルサイクル負荷後の剪断接着試験および接着界面の破壊形態を用いて検討した。
- (2) 接着面の効果的な改質方法を模索するため、化学的前処理方法を用いた前処理方法を検討した。化学的な処理をすることにより機械的な処理より微細な構造の変化が獲得でき接着性の向上に有効であると考えられる。CAD/CAM 用レジンブロックに対するフッ化水素酸 (HF) 処理の効果を剪断接着試験およびその破壊形態、さらに走査型電子顕微鏡(SEM)による観察から検討した。濃度は 5, 9.0, 9.5%の HF で接着面に化学的な処理を行った。
- (3) CAD/CAM 用コンポジットレジンの前処理方法とし HF の有効性が示唆された。しかし、セラミックス用の HF を用いた化学的前処理材は濃度が高く、レジンブロックに最適な濃度を検討する必要があった。そこで、低濃度 HF 処理材を試作し組成、構造が異なる 4 種類 CAD/CAM 用コンポジットレジンブロックに対して前処理効果、有効な濃度を検証した。実験に用いた HF 前処理材は 0.5-4%の 7 種類を試作した。接着性、接着耐久性への影響について、サーマルサイクル負荷後の接着試験および接着界面の SEM 観察、HF 処理後の接着面構造を 3 D レーザー顕微鏡、エネルギー分散型 X 線解析 (EDX) によるの元素分析を用いて評価した。
- (4) 接着性に大きく影響を及ぼす接着面のコンタミネーションの除去効果についてハンドピース潤滑油でコンタミネーションさせた接着面を用いて評価した。レジンプロック接着面に潤滑油を塗布後、4 種類の化学的前処理を用いて処理をした。その後、処理後の接着面について接触角、自由表面エネルギーを用いて評価した。また、剪断接着試験を用いて接着性について評価した。
- (5) レジン含浸ポーセレンに分類される CDA/CAM 用コンポジットレジンブロックの接着面に濃度の異なる HF を処理した結果、0.5%HF による接着面前処理がレジンブロックとの接着に有効であると報告した。レジンブロックに対する 0.5%HF の前処理効果を 3 種類のレジンセメントを用いて検証した。

4. 研究成果

- (1)有効なプライマーがそれぞれのレジンブロックで異なることが示唆された。フィラーが高密度に充填されたレジンブロックでは機能性モノマーである MDP の効果が認められたのに対してレジン含浸のレジンブロックではシランカップリング剤と機能性モノマーを含入したプライマー間で有意に異なり、ブロックの組成や構造により用いる処理方法を検討する必要があることが示唆された。
- (2)剪断接着試験の結果、用いた3種類のレジンブロックすべてにおいて9,9.5%HF処理群で高い接着性を示した。また接着界面の破壊形態を観察すると、混合破壊が多く認められたが、レジン含浸のレジンブロックでは凝集破壊の割合が増加し効果が認められた。3Dレーザー顕微鏡で処理後の表面性状を観察すると、9.5%では表面の粗さが大幅に増加した。また、SEM 観察ではセラミックスに用いられるような高濃度のHFでは接着面の構造が過剰に改質されており、レジンブロックに適した濃度を検討する必要があることが示唆された。
- (3)高濃度の HF では表面の構造、組成を大きく変化させ、接着に有効とされているフィラーの割合を大きく減少させた。試作低濃度の HF 前処理材は接着面の組成の変化は微量でほとんど認められなかった。また、接着試験から接着性、耐久性ともに低濃度の HF 処理で有効性が示唆された。しかし、その濃度は 0.5-3.5% とレジンブロックの組成や構造で異なる結果を示した。
- (4)接着阻害因子の一つとして接着面のコンタミネーションがあげられる。コンタミネーションされたレジンブロックに対する化学的改質効果を回転切削器具用潤滑油によりコンタミネーションされたレジンブロックの接着面に対して4種類の化学的な接着前処理方法を用いて評価した。処理後の表面自由エネルギーを測定した結果、HFによる処理後で他の処理方法と比較して最も高い値を示した。剪断接着試験の結果、レジンモノマー含浸のブロックではフッ化アンモニウムとシランカップリング剤が含まれた前処理材と HF、フィラーを高密度に充填したレジンブロックでは HFが他の処理に対し有意に高い値を示した。HFは接着面の清掃効果に加え、接着面を接着に有効な面に改質することが可能であることが示唆された。
- (5)剪断接着試験の結果より24時間後、サーマルサイクル負荷後もHF処理を行うことで接着強さの向上が認められ、有意に高い値を示した。しかし、MMA系のレジンセメントではすべての条件下において最も高い値を示したが、HF前処理による接着強さの向上は認められなかった。他のレジンセメントと組成が異なり弾性が高いため、すべてにおいて高い値を示したと考えられる。以上の結果より、レジンブロックにおいてHFはコンタミネーションの除去、接着性の向上に有効であることが示唆された。4-META/MMA-TBBレジンセメントはレジンブロックの接着に有効であることが示唆された。

5 . 主な発表論文等

[雑誌論文](計 1件)

Detection of enamel subsurface lesions by swept-source optical coherence tomography. Sumiyo Suzuki, Yu Kataoka, Masafumi Kanehira, <u>Mikihiro Kobayashi</u>, Takashi Miyazaki, Atsufumi Manabe. Dental Materrial Journal 2019; 38(2): 303-310. 査読有

[学会発表](計 8件)

管井 琳太朗, 小林 幹宏, 新妻 由衣子, 水上 裕敬, 真鍋 厚史. 低濃度フッ化水素酸前処理が CAD/CAM レジンブロックとレジンセメントの接着に及ぼす影響. 第150回日本歯科保存学会春季学術大会, 2019.6.27, 金沢.

菅井 琳太朗, 小林 幹宏, 新妻 由衣子, 守田 宏子, 宮﨑 隆, 真鍋 厚史. コンタミネーションされた CAD/CAM レジンブロックに対する化学的改質方法の評価. 日本歯科審美学会第 29 回学術大会, 2018.9.30, 埼玉.

<u>Mikihiro Kobayashi</u>, Yuiko Niizuma, Hiroko Morita, Takashi Miyazaki, Atsufumi Manabe. Effect of several surface treatments on discoloration of CAD/CAM composite resin blocks. 10th World Congress of International Federation of Esthetic Dentistry, 2017.9.15, Toyama.

Yuiko Niizuma, <u>Mikihiro Kobayashi</u>, Takashi Miyazaki, Atsufumi Manabe. Modification methods of contaminated CAD/CAM resin block.10th World Congress of International Federation of Esthetic Dentistry, 2017.9.15, Toyama.

新妻由衣子, 小林幹宏, 真鍋厚史. フッ化水素酸の濃度が CAD/CAM レジンブロックの被着面に及ぼす影響. 第338 回昭和大学学士会例会, 2017.6.24, 東京.

新妻由衣子, 小林幹宏, 市川琴奈, 稲垣里奈, 宮崎隆, 真鍋厚史. CAD/CAM レジンブロックにフッ化水素酸処理は有効か. 第146回日本歯科保存学会春季学術大会, 2017.6.10, 青森. Niizuma Y, Kobayashi M, Miyazaki T, Manabe A. Evaluation of adhesion of bonding agents for CAD/CAM processing. International Dental Materials Congress, 2016.11.5, Indonesia.

新妻由衣子, 小林幹宏, 市川琴奈, 稲垣里奈, 宮崎隆, 真鍋厚史. CAD/CAM レジンブロックの被着面に対する化学的処理方法の効果. 第 144 回日本歯科保存学会春季学術大会, 2016.6.9, 栃木.

[図書](計 0件) [産業財産権] 出願状況(計 0件)

名称: 発明者: 権利者: 種類: 番号: 出願年: 国内外の別:

取得状況(計 0件)

名称: 発明者: 権利者: 種類: 番号: 取得年: 国内外の別:

〔その他〕 ホームページ等 昭和大学学術業績リポジトリ

6.研究組織

(1)研究分担者 研究分担者氏名:

ローマ字氏名: 所属研究機関名:

部局名:

職名:

研究者番号(8桁):

(2)研究協力者

研究協力者氏名:

ローマ字氏名:

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。