

令和元年6月4日現在

機関番号：32665

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2017～2018

課題番号：17K17142

研究課題名(和文) 界面化学的モダリティに基づいたCAD/CAM用レジン冠の接着技法確立

研究課題名(英文) Bonding technique establishment of resin crown for CAD / CAM based on interface chemical modality

研究代表者

石井 亮 (ISHII, Ryo)

日本大学・歯学部・専修医

研究者番号：20755144

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 1,800,000円

研究成果の概要(和文)：CAD/CAM用ハイブリッドレジン表面における唾液汚染および表面処理の影響を表面自由エネルギー、接着強さ試験およびSEM観察を行うことで、レジンセメントの接着性に影響することがわかった。

このことからコンポジットレジンの表面性状は、プラークあるいは着色物などの研磨表面への付着性に影響を及ぼす可能性も示唆された。そこで、異なる研磨操作によって得られたコンポジットレジン表面を表面粗さおよび表面性状観察とともに表面自由エネルギーを指標とした界面科学的観点から検討を行った。その結果、国内外の学会において研究成果の発表を行い、論文として発表するに至った。

研究成果の学術的意義や社会的意義

修復操作における形態修正および研磨操作は、審美性の獲得のみならずプラークなどの付着抑制など、修復処置の予後に影響を及ぼす。これまで、表面性状の評価については表面粗さ、SEM観察あるいは光沢度などからの検討が広く行われてきた。そこで、異なる研磨操作によって得られたコンポジットレジン表面を表面粗さおよび表面性状観察とともに表面自由エネルギーを指標とした界面科学的観点から検討を行った。このことから旧修復物に対する補修修復や修復物を長期に渡って管理していく上では重要な要素であると考えられる。

研究成果の概要(英文)：The effect of saliva contamination and surface treatment on the hybrid resin surface for CAD / CAM was found to affect the adhesion of resin cement by performing surface free energy, adhesion strength test and SEM observation.

This also suggests that the surface properties of the composite resin may affect the adhesion of plaque or stains to the abrasive surface. Therefore, the composite resin surface obtained by different polishing operations was examined using surface free energy as an index together with surface roughness and surface property observation. As a result, research results were presented at academic meetings in Japan and overseas, and presented as a dissertation.

研究分野：保存修復学

キーワード：CAD/CAM 表面自由エネルギー 表面性状 汚染 唾液汚染 研磨

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19、CK - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

近年、Digital Dentistry 技術の発展から、CAD/CAM 用ハイブリッドレジン冠 (CAD/CAM 冠) の臨床使用頻度が増加している。これら CAD/CAM 冠の装着に用いられるレジンセメントは、歯質およびハイブリッドレジンの双方に対して接着性を有することが求められている。したがって、歯面処理を行うとともに CAD/CAM 冠内面に対しても、機械的および化学的前処理が行われる。これらの前処理を行うことによって、レジンセメントを介して CAD/CAM 冠と歯質とが一体化し、口腔内において長期間にわたって機能することが可能となる。

しかし、CAD/CAM 冠の装着に先立って、これらを口腔内で試適する際に生じる唾液、歯肉溝滲出液あるいは血液などによる被着面の汚染は、レジンセメントとのぬれ性を阻害しタンパク質の残留のために接着性が低下する可能性がある。とくに、試適時における唾液汚染は避け難いものであり、CAD/CAM 用ハイブリッドレジンに対するレジンセメントとの長期接着耐久性に影響を及ぼす因子のひとつと考えられる。しかし、CAD/CAM 用ハイブリッドレジン表面における唾液汚染およびこれを回避するために行われる前処理がレジンセメントの接着性に及ぼす影響については、その効果的な前処理法を含めて不明な点が多いのが現状であり、臨床においては少なからずの混乱がある。そのために CAD/CAM 冠の脱離報告が多数されている可能性も示唆されている。

### 2. 研究の目的

CAD/CAM 技術の発展に伴って、機械的強度に加え審美性の高い CAD/CAM 用ハイブリッドレジン冠 (CAD/CAM 冠) の臨床使用頻度が増加している。これらの修復物を長期間口腔内で機能させるには、レジンセメントを介した支台歯との一体化が求められる。しかし、CAD/CAM 冠を口腔内で試適した際に生じる唾液、歯肉溝滲出液および血液による汚染は、レジンセメントとの接着性を低下させる可能性があるものの、その詳細については不明な点が多いのが現状である。そこで申請者は、従来から検討されてきた接着試験に加え、表面自由エネルギーを指標として、界面科学的な観点から CAD/CAM 用ハイブリッドレジン表面への唾液汚染がレジンセメントの接着性に及ぼす影響を解明することを目的として本研究を計画した。また、補綴物内面の汚染要素は唾液や血液、歯肉溝浸出液といった生体由来の汚染に加えシリコン系適合検査材による汚染の影響についても合わせて検討する必要もあると考えられる。

これら修復材料の表面汚染は直接修復に用いるコンポジットレジンのメンテナンスビリティにも関連する。近年、光重合型コンポジットレジンはその優れた審美性と操作性から、日常臨床に欠かすことのできない修復材のひとつとなっている。修復操作の最終段階に行われる形態修正および研磨操作は、審美性の獲得のみならずブラークなどの付着抑制など、修復の予後に影響を及ぼす重要なステップである。そのために、コンポジットレジン修復のために多くの研磨システムが開発、臨床応用されている。これまで、研磨システムの評価については表面粗さ、電子顕微鏡観察あるいは光沢度などからの検討が広く行われてきた。しかし、ブラークあるいは着色物などの研磨表面への付着性についての解明には、界面科学的なアプローチからの検討も必要と考えられる。そこで、異なる研磨操作によって得られたコンポジットレジン表面の違いを表面粗さおよび表面性状観察とともに表面自由エネルギーを指標とした界面科学的観点から検討を行った。

### 3. 研究の方法

CAD/CAM 用ハイブリッドレジン表面における唾液汚染および表面処理の影響を、各表面処理後の CAD/CAM 用ハイブリッドレジンにおける表面自由エネルギーを指標として検討し、併せて接着強さ試験および CAD/CAM 用ハイブリッドレジン表面の形態学的な検討をするために SEM 観察を行うことで、唾液汚染後の CAD/CAM 用ハイブリッドレジンに適した表面処理方法を界面科学的な観点から評価を行った。これらの結果から CAD/CAM 用ハイブリッドレジン表面における唾液等の汚染はレジンセメントの接着性に影響するだけでなく、直接修復物であるコンポジットレジンにも影響するという懸念が生まれた。修復操作の最終段階に行われる形態修正および研磨操作は、審美性の獲得のみならずブラークなどの付着抑制など、修復の予後に影響を及ぼす重要なステップである。そのためコンポジットレジン修復のために多くの研磨システムが開発、臨床応用されている。これまで、研磨システムの評価については表面粗さ、電子顕微鏡観察あるいは光沢度などからの検討が広く行われてきた。しかし、ブラークあるいは着色物などの研磨表面への付着性についての解明には、界面科学的なアプローチからの検討も必要と考えた。そこで、異なる研磨操作によって得られたコンポジットレジン表面の違いを表面粗さおよび表面性状観察とともに表面自由エネルギーを指標とした界面科学的観点から検討を行うという着想を得た。

供試したコンポジットレジンには、Clearfil AP-X (AP, クラレノリタケデンタル)、Estelite Quick (EQ, トクヤマデンタル)、Filtek Bulk Fill (FB, 3M ESPE) および Filtek Bulk Fill Flowable Restorative (FF, 3M ESPE) を用いた。コンポジットレジンの形態修正には、ダイヤモンドポイント # SF102R (SF, 松風) あるいはエステティックフィニッシングカーバイトバー # FG 7714 (CB, Kerr) を使用した。最終研磨には、スーパースナップ (SS, 松風) あるいはコンポスター (CP, 松風) を使用した。

#### (1) 表面自由エネルギーの測定

表面自由エネルギーの測定に際しては、コンポジットレジンを経径 8.0 mm、高さ 2.0 mm のテフロン型に填塞、加圧整形し、ポリストリップス介して 60 秒間照射することで、これを表

面自由エネルギー測定用試片 (Baseline) とした。この試片に対して SiC ペーパーの #320 まで研磨した後, SF あるいは CB で形態修正を行った条件, さらにこれらの条件に SS あるいは CP を用いて最終研磨を行った条件を加え, 合計 7 条件とした。これらの試片を全自動接触角計 (DM500, 協和界面科学) に静置し, プロモナフタレン, ジヨードメタンおよび蒸留水を用い, セシルドロップ法でそれぞれの液滴を 1  $\mu$ l 滴下し, 被着面との接触角を  $\gamma/2$  法で測定し, 得られた接触角から拡張 Fowkes の理論式を用いて, 各条件における表面自由エネルギーを算出した。

#### (2) 表面性状観察

コンポジットレジン of 表面性状については, レーザー顕微鏡 (VK-9710, キーエンス) および付属ソフトから表面粗さ (Ra,  $\mu$ m) を求め, 観察した。表面粗さの測定に際しては試片中央付近の 3 ヶ所について測定を行い, その平均値をもってその試片の表面粗さとした。

#### 4. 研究成果

今回の研究は Digital Dentistry 技術の発展から, CAD/CAM 用ハイブリッドレジン冠の使用頻度の増加に伴う脱離報告が多数なされていたことから着想を得た研究であった。CAD/CAM 冠脱離の背景には適正な表面処置がなされていないことに合わせ, 修復物内面における汚染の要素も無視できないと判断した。そこで表面性状を形態学的な観点からの検討だけでなく, 表面自由エネルギーを指標として検討を加えることで多角的な検討を行うこととした。それらの結果から, 表面性状を検討する方法の多様化により直接修復で用いるコンポジットレジンにおいても形態修正および研磨後の検討が可能であると判断した。

近年, Minimal Intervention の概念の普及に伴いコンポジットレジン充填の症例数は増加しており, コンポジットレジン充填後の予知性に関しては求められる要件は多くなっているのが現状である。特に着色やプラークの沈着はコンポジットレジン of 表面性状に大きく左右されることが懸念されている。そこで, 異なる研磨操作によって得られたコンポジットレジン表面を表面粗さおよび表面性状観察とともに表面自由エネルギーを指標とした検討を行った。

その結果, 各条件の表面自由エネルギーはいずれのコンポジットレジンにおいても, SF および CB の形態修正条件間では有意差は認められなかった。一方, 最終研磨面においては形態修正に用いた器具の違いによって, 水素結合成分に違いが生じた。また, 最終研磨面における表面自由エネルギーは, 形態修正面よりも有意に低い値を示した。とくに, SS 研磨面は最も低い値を示した。このことは, 形態修正および最終研磨によってコンポジットレジン of 表面性状に変化が生じ, その結果として表面自由エネルギーが低い値を示した可能性が考えられた。一方, 最終研磨法における表面粗さには, 有意差は認められないものの, 形態修正条件間では CB は SF に比較して有意に低い値を示した。コンポジットレジン of 形態修正および研磨法の違いは, 表面性状および表面自由エネルギーに影響を及ぼすことが判明した。このことから, 臨床における形態修正および研磨操作は, その後の審美性あるいは, メンテナンスビリティに影響を及ぼすことから, その操作法, 器具の選択が重要であるという事が示された。その結果, 国内外の学会において研究成果の発表を行い, 論文として発表するに至った。

#### 5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 4 件)

Imai A, Takamizawa T, Sugimura R, Tsujimoto A, Ishii R, Kawazu M, Saito T, Miyazaki M. Interrelation among the handling, mechanical, and wear properties of the newly developed flowable resin composites. J Mech Behav Biomed Mater. 査読有, 89, 2019, pp.72-80.

<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1751616118310415>

Moritake N, Takamizawa T, Ishii R, Tsujimoto A, Barkmeier WW, Latta MA, Miyazaki M. Effect of Active Application on Bond Durability of Universal Adhesives. Oper Dent. 査読有, 44, 2019, pp.188-199.

<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/30106329>

Murayama R, Nagura Y, Yamauchi K, Moritake N, Iino M, Ishii R, Kurokawa H, Miyazaki M, Hosoya Y. Effect of a coating material containing surface reaction-type pre-reacted glass-ionomer filler on prevention of primary enamel demineralization detected by optical coherence tomography. J Oral Sci. 査読有, 60, 2018, pp.367-373.

<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/29984784>

Sai K, Takamizawa T, Imai A, Tsujimoto A, Ishii R, Barkmeier WW, Latta MA, Miyazaki M. Influence of Application Time and Etching Mode of Universal Adhesives on Enamel Adhesion. J Adhes Dent. 査読有, 20, 2018, pp.65-77.

<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/29507919>

〔学会発表〕(計 5 件)

Ishii R, Tsujimoto A, Nojiri K, Nagura Y, Bakmerier WW, Latta MA, Takamizawa T, Miyazaki M.  
Effect of oxygen inhibition on enamel bonding of adhesive systems. 47th Annual meeting &  
Ehibition of the AADR(国際学会), 2018.

石井 亮, 辻本暁正, 名倉侑子, 野尻貴絵, 大内 元, 高見澤俊樹, 宮崎真至. 各種エッチン  
グ材がユニバーサルアドヒーズのエナメル質接着耐久性に及ぼす影響. 第36回日本接着  
歯学会学術大会, 2017.

Tsujimoto A, Nagura Y, Nojiri K, Ishii R, Imai A, Suzuki T, Takamizawa T, Miyazaki M.  
Ploymerization shrinkage stress and flexural properties of low viscosity bulk-fill and conventional  
resin composites. 日本歯科保存学会2017年度秋季学術大会(第146回), 2017.

石井 亮, 高見澤俊樹, 辻本暁正, 野尻貴絵, 瀧本正行, 白土康司, 宮崎真至, 佐藤幹武 . コ  
ンポジットレジンの研磨が表面自由エネルギーに及ぼす影響. 日本歯科保存学会2017年度  
秋季学術大会(第146回). 2017.

Ishii R, Tsujimoto A, Nojiri K, Nagura Y, Takamizawa T, Miyazaki M, Bonding performance and  
interfacial characteristics of short fiber-reinforced resin composite. 10th World congress of  
International Federation of esthetic Dentistry(国際学会), 2017.

〔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

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。