#### 研究成果報告書 科学研究費助成事業

今和 2 年 6 月 6 日現在

機関番号: 33902 研究種目: 若手研究(B) 研究期間: 2017~2019

課題番号: 17K17197

研究課題名(和文)大気圧プラズマ処理によるCAD/CAM用コンポジットレジンの接着強度の向上

研究課題名(英文)Effect of atmospheric plasma treatment on the bonding property of CAD/CAM composite resin

#### 研究代表者

朝倉 正紀 (Masaki, Asakura)

愛知学院大学・歯学部・講師

研究者番号:10727506

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 1,300,000円

研究成果の概要(和文): CAD/CAM用ハイブリッドレジンは,歯科用CAD/CAMシステムにより歯冠修復物を製作するための材料として広く用いられており,優れた機械的性質を有する審美修復材料として期待されている.しかし,接着力の不足から補綴物の脱落が生じることが問題となっている.そこで本例ではCAD/CAM用ハイブリッドレジンの接着力を向上させることを目的として,大気圧プラズマ処理

もしくはプライマーを用いた表面処理を行った結果,メチルメタアクリレートを含有するプライマーは接着力が 高いことが明らかとなった.

研究成果の学術的意義や社会的意義 現在,CAD/CAM用ハイブリッドレジンの接着力を向上させることを目的として,接着面にシランカップリング剤 を含有したプライマーを塗布することが表面処理として通法となっているが,補綴物の脱落が多数報告されるなど重大な問題となっている。

本研究成果は,メチルメタアクリレートを含有するプライマーがCAD/CAM用ハイブリッドレジンの接着にかなり 有効であることを明確に示していることから,臨床家へ接着に関する重要な情報を提供するものであり,補綴物 の脱落件数の減少に寄与するものと思われる.

研究成果の概要(英文): The CAD/CAM hybrid resin is widely used as a material for manufacturing a dental crown restoration by a dental CAD/CAM system, and is expected as an aesthetic restoration material having excellent mechanical properties. However, there is a problem that the restoration falls off due to lack of adhesive strength.

In this study, therefore, atmospheric pressure plasma treatment or surface treatment using a primer was performed in order to improve the adhesive strength for the CAD/CAM hybrid resins. As a result, it was revealed that the primer containing methylmethacrylate had high adhesive strength.

研究分野: CAD/CAM

キーワード: 接着 CAD/CAM用ハイブリッドレジン 表面処理

## 様 式 C-19、F-19-1、Z-19(共通)

## 1.研究開始当初の背景

CAD/CAM用ハイブリッドレジンは従来のペーストタイプのコンポジットレジンと比較し重合度が高く、物性や耐着色性に優れている.これはペーストタイプとは異なり操作性を製品に考慮する必要がないためフィラーの選択の自由度が高い事、また、加圧加熱重合を行うために残留モノマーがほとんど存在しない事が理由である.

しかし,ハイブリッドレジンは残留モノマーがなく重合度が高いため,マトリックスレジンに接着させることは困難である.従って,フィラーに接着を求めるしか方法が無いのが現状である.現在,接着面にシランカップリング処理を行うのが通法となっているが,補綴物の脱落が多数報告されるなど重大な問題となっている.

脱落の原因として以下の2点が考えられる.

- ・ハイブリッドレジンのフィラーには、メーカーもしくは製品によってはシリカ以外の多種のセラミックス材料が用いられている事から、シランカップリング処理の効果がバラつく、
- ・サブミクロンサイズ以下のフィラーが用いられている場合 ,もしくはこれらのフィラーがクラスター化して用いられている場合は ,接着面にフィラーの新鮮面を露出させることは困難である .

以上の理由から安定的な接着力を得るためには,マトリックスレジンへの接着強さを向上させる事が重要な課題であると考えられる.

#### 2.研究の目的

## (1)大気圧プラズマの接着強さに与える効果

マトリックスレジンの表面改質の方法として,チェアーサイドにおいて取り扱いが簡便である ハンドヘルドのペンシルタイプ大気圧プラズマ処理装置を用いて,プラズマ処理がCAD/CAM用ハイブリッドレジンと接着性レジンセメントとの接着強さに与える効果を検討することを目的とした.

## (2) MMA 含有プライマーの接着効果

シランカップリング剤がプライマーとして適用する事が通法となっている一方で,フィラーではなく,レジンマトリックスに接着させる機構を有する MMA 含有プライマーが市販されている.しかし、各メーカーより多数市販されているコンポジットレジンに対しての接着効果は,明らかではない。 各種市販 CAD/CAM 用コンポジットレジンブロックに対する MMA 含有プライマーの接着効果を評価する事を目的とした.

#### 3 . 研究の方法

(1)大気圧プラズマの接着強さに与える効果

#### 材料

| 衣 1 使用材料 |               |                     |  |  |  |
|----------|---------------|---------------------|--|--|--|
| メーカー     | 製品名           |                     |  |  |  |
|          | ハイブリッドレジン(略称) | 接着システム              |  |  |  |
| 松風       | 松風ブロック HCハード  | HCプライマー(MMA含有プライマー) |  |  |  |
|          | ( H C )       | ブロックHCセム ペースト       |  |  |  |
| G C      | セラスマート270     | セラミックプライマー          |  |  |  |
|          | ( C S )       | ジーセム セラスマート         |  |  |  |

表 1 使用材料

## 濡れ性試験

プラズマ照射時間が濡れ性に及ぼす影響を観察するために,P800grit の耐水研磨紙で研磨したHCに対し,プラズマ照射し,照射1分後の水の接触角を測定した.

プラズマ処理には,ペンシルタイプの大気圧プラズマ発生装置(Plasma Pen, VPA TePlaAG) を用いた.プラズマ照射時間の制御は,速度可変のアクチュエータ にプラズマの照射ノズルをセットし,照射ノズルの移動速度を変化させて行った.プラズマノズルと試料との距離は8 mm とした.

#### 剪断接着試験

エポキシ系樹脂にて試料を包埋後, P800 grit の耐水研磨紙にて被着面を研磨後,以下の3種類の方法で処理を行った.

- (A)無処理,
- (B)大気圧プラズマ処理(ノズル移動速度 10 mm/sec)
- (C) サンドブラスト処理(0.2 気圧 50 µm アルミナ)

また,各種表面処理後のすべての試料に対し,プライマーを塗布した.

試料を接着用治具(Ultradent) に固定した後,レジンセメントを円柱状の穴(内径2.38 mm,高さ2 mm)の空いたモールドに填塞,30秒間光照射したものを接着試験片とした.試験片を37の水中で24時間保管後,ISO 29022:20131)に準じて剪断接着強さを測定した.

## (2) MMA 含有プライマーの接着効果

### 材 料

\_\_\_\_\_ 被着材として,各種市販 CAD/CAM 用ハイブリッドレジン(表2)を使用した. また,プライ マーには HC プライマー ,レジンセメントにはブロック HC セム ペーストを使用した( 表1).

表 2 被着材として使用した CAD/CAM 用ハイブリッドレジン

| 被着材料              | 略称     | 製造業者        |
|-------------------|--------|-------------|
| セラスマート270         | 270    | ジーシー        |
| セラスマート300         | 300    |             |
| 松風ブロック HC         | HC     | 松風          |
| 松風ブロック HC ハー      | HC h   |             |
| カタナアベンシアブロック      | Kata   | クラレノリタケデンタル |
| カタナアベンシアPブロッ      | Kata P |             |
| エステライトブロック        | Este   | トクヤマデンタル    |
| エステライトPブロック       | Este P |             |
| KZR-CAD HR ブロック 2 | KZR 2  | ヤマキン        |
| KZR-CAD HR ブロック 3 | KZR 3  |             |
| ビタ エナミック          | Vita   | ビタ          |

## 剪断接着試験

レジンブロックを 2 mm の厚みで切断し,エポキシ系樹脂にて包埋後,P600 grit の耐水研磨紙にて被着面に対し研磨を行った.研磨後,サンドブラスト処理(0.2 気圧 50  $\mu$ m アルミナ)を垂直方向 15 mm の距離から接着部を中心に円を描くように 2 秒間噴射して行い,超音波洗浄後にプライマーで表面処理した.試料を接着用治具(Ultradent)に固定した後,レジンセメントを円柱状の穴 (内径 2.38 mm,高さ 2 mm) の空いたモールドに填塞,30 秒間光照射したものを接着試験片とした. 試験片を 37 の水中で 24 時間保管後,ISO 29022:20131)に準じて剪断接着強さを測定した(n=8). また,研磨後,サンドブラスト処理を行わなかった試料についても同様に剪断接着試験を行った(n=8).

### 4. 研究成果

# (1)大気圧プラズマの接着強さに与える効果

プラズマ照射時間が濡れ性に及ぼす影響を図 1 に示す (図 1 ). 接触角照射 J ズルの移動速度が遅いほど,すなわちプラズマ照射時間が長いほど,接触角は減少した.しかし,5 mm/sec の速度の場合,試料が白く変色することが観察されたことから,試料の劣化が懸念される.これらの結果から,接着試験片への照射の速度条件を 10 mm/sec と決定した.また,10 mm/sec の条件で照射した試料の水の接触角は,2 4 時間後においても変化が認められなかった.

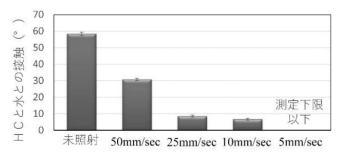


図1 プラズマ照射時間による接触角の変化 (ラベルは照射ノズルの移動速度を示す.n=5)

剪断接着試験の結果を図2に示す.松風の製品(表1)を試料として行った試験では,プラズマ処理の効果が認められた.HCプライマー(松風)は,MMA含有のプライマーであり,シランカップリング剤を主としたプライマーと比較し粘度が高い.従って,プラズマ処理により濡れ性が改善し,接着強さが向上したと考えられる.一方でGCの製品を試料として行った試験では,プラズマの効果が認められなかった.また,サンドブラスト処理を行った試料はいずれの試料も高い接着強さを示した.以上の結果から接着強さの向上には,サンドブラスト処理の方が有効であると考えられる.

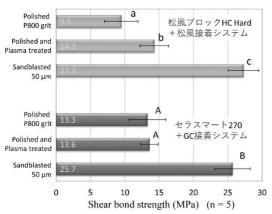


図2 剪断接着強さ

## (2) MMA 含有プライマーの接着効果

サンドブラスト処理を行った試料の剪断接着強さを図3に示す.被着材料11種類のうち7種類において,MMA含有プライマー処理群の接着強さは,シランカップリング処理群と比較して有意に高い値を示した.しかし,一部の材料では,30 MPa以下の接着強さを示した.このように,被着材料間において,接着強さには差が認められるがその理由は不明である.本実験では,接着強さに大きく影響を与えると考えられるサンドブラスト処理の条件は一定であるが,表面粗さなどの材料の表面性状を一定としているわけではない.従って,材料によりサンドブラストの効果に違いが生じ,接着強さの差に繋がった可能性も考えられる.

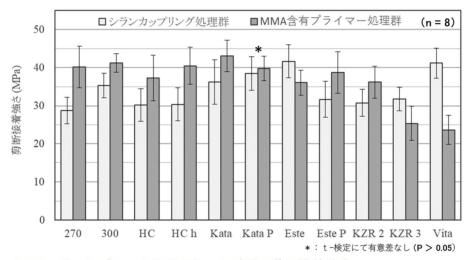


図3 サンドブラスト処理を行った試料の剪断接着強さ

サンドブラスト処理を行わなかった試料の剪断接着強さを図4に示す.被着材料11種類のうち9種類において,MMA含有プライマー処理群の接着強さは,シランカップリング処理群と比較して有意に高い値を示した.臨床において,サンドブラスト処理をクラウンの内面に均一かつ

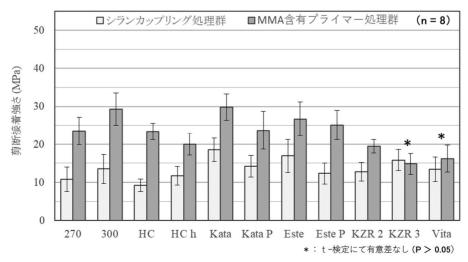


図4 サンドブラスト処理を行わなかった試料 (P600 grit) の剪断接着強さ

十分に行うことは,サンドブラスト処理のハイブリッドレジンに対する切削能が高いために困難である.また,マージン部付近への過度なサンドブラスト処理は,同様の理由からなるべく避ける必要がある.従って,サンドブラスト処理を行わない場合の接着強さについても臨床において重要な指標であると考えられる.

以上の結果より, MMA 含有プライマーの CAD/CAM 用ハイブリッドレジンに対する接着効果は,本研究で使用した大半の市販材料において,シランカップリング剤のプライマーと比較し優れていることが明らかとなった.従って,本研究結果は,臨床家へ接着に関する重要な情報を提供するものであり,補綴物の脱落件数の減少に寄与するものと思われる.

### 5 . 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

## 〔学会発表〕 計2件(うち招待講演 0件/うち国際学会 0件)

1 . 発表者名

朝倉正紀,林達秀,植松康明,相武幸樹,片岡宏康,河合達志

2 . 発表標題

大気圧プラズマ処理がCAD/CAM用コンポジットレジンの接着特性に与える影響

3.学会等名

日本歯科理工学会学術講演会

4 . 発表年

2018年

1.発表者名

朝倉正紀,林達秀,岩田純士,植松康明,三枝樹明道,河合達志

2 . 発表標題

MMA含有プライマーのCAD/CAM用レジンブロックに対する接着効果

3 . 学会等名

日本歯科理工学会学術講演会

4 . 発表年

2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6 . 研究組織

| <br>· • • • • • • • • • • • • • • • • • • • |                       |    |
|---|-----------------------|----|
| 氏名<br>(ローマ字氏名)<br>(研究者番号)                   | 所属研究機関・部局・職<br>(機関番号) | 備考 |