

令和 6 年 6 月 21 日現在

機関番号：13101

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2018～2023

課題番号：18K09657

研究課題名(和文) 低エネルギー電子線照射は歯科切削加工(CAD/CAM)用レジンの破折を防止する

研究課題名(英文) Low-Energy Electron Beam Irradiation Prevents Fracture of Dental Cutting (CAD/CAM) Resin

研究代表者

金谷 貢 (Kanatani, Mitsugu)

新潟大学・医歯学系・講師

研究者番号：40177499

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,400,000円

研究成果の概要(和文)：低エネルギー電子線(LEB)照射がCAD/CAM用コンポジットレジンの接着強さにおよぼす影響を調べた。3種類のレジンにLEB照射なしとありを用意した。各レジン表面の横方向からの液滴画像より接触角を求めた。また、銅製円柱をスーパーボンドで各レジンに接着し、37℃蒸留水に24時間浸漬後、せん断試験を行った。

蒸留水接触角はLEBなしが62-72°、LEBありが19-22°で、せん断接着強さはLEBなしが14-23 MPa、LEBありが27-34 MPaであった。接触角、接着強さともに有意差が認められた。LEB照射は外部委託を想定し、照射後50時間以上経過後に実験を行い、有効性が確認された。

研究成果の学術的意義や社会的意義

低エネルギー電子線(LEB)照射装置は現時点では高額なため、歯科医院や歯科技工所に照射装置を設置することには無理がある。そこで、LEB照射は外部委託を想定した。LEB照射後のCAD/CAM用コンポジットレジンを宅配・郵送した後に口腔内装着することを想定して、照射後50時間以上経過後に接触角測定や接着操作を行った。接触角およびせん断接着強さの結果ともにLEB照射の有効性が確認された。

以上のように本研究成果はLEB照射装置が近くにない状況でもLEB照射を有効に活用できるという、臨床的な学術的意義を有する。また、現在の運送業を含む社会状況下での有効性を示しているという、社会的意義を有する。

研究成果の概要(英文)：The effect of low-energy electron beam (LEB) irradiation on the bond strength of composite resins for CAD/CAM was investigated. Three types of resin were prepared without and with LEB irradiation. Contact angles were determined from lateral droplet images of each resin surface. In addition, copper cylinders were bonded and fixed to each resin with Superbond, immersed in distilled water at 37°C for 24 hours, and then subjected to shear tests.

The contact angle of distilled water was 62-72° without LEB and 19-22° with LEB, and the shear bond strength was 14-23 MPa without LEB and 27-34 MPa with LEB. Significant differences were observed in both contact angle and shear bond strength. LEB irradiation was tested at least 50 hours after irradiation in anticipation of an outsourcing request, which was confirmed to be valid.

研究分野：歯科理工学

キーワード：低エネルギー電子線 LEB 歯科切削加工用レジン CAD/CAMレジン 接触角 せん断接着強さ 濡れ

1. 研究開始当初の背景

歯科切削加工(CAD/CAM)用コンポジットレジン破折の主要因子として挙げられている接着性不足に対して、低エネルギー電子線(LEB)照射により接着性を改善することを目指して本研究を計画した。

当初、LEB 照射は、新潟県新潟市・明倫短期大学の照射装置を使用する予定であったが研究開始の初期段階から使用不能となったため、静岡県浜松市・浜松ホトニクスに LEB 照射を外部委託することにした。また、実験試料の製作条件等を決定する予備実験が終了し、LEB 照射実験に入る直前から新型コロナの流行が始まり、他県へ出張して実験を行うことができなくなった。そこで、新型コロナが収束するまで本研究の延長申請を行い、その間は本研究を支援する実験を充実させることとした。

しかしながら新型コロナはなかなか収束しなかった。そのため当初予定していた、LEB 照射の吸収線量を変化させて最大接着強さを得られる吸収線量を明らかにする計画から、LEB 照射装置が近くにない状況で照射を行い、LEB 照射後の補綴装置等を歯科医院等へ宅配・郵送した場合にも接着強さが改善できるかを検証する計画に変更した。

2. 研究の目的

歯科切削加工(CAD/CAM)用レジンの破折を解消するために、主要因子の接着性不足に対して低エネルギー電子線(LEB)照射により接着性の改善を図ることが本研究の目的である。

市販の歯科切削加工(CAD/CAM)用コンポジットレジン 3 種類に対して、LEB 照射ありとなしの試料を準備して、接触角の測定、接着強さの試験および接着強さ試験後の試料破面観察から、LEB 照射が接着性におよぼす影響を調べた。

3. 研究の方法

1) 予備実験および本研究を支援する実験

(1) 歯科切削加工(CAD/CAM)用レジンブロックから旋盤によって円盤状試料を削り出す際に寸法精度および表面精度の高い試料を製作するための条件や注意点を調べた。

(2) 接触角の測定を効率的に行う方法を検討した。

(3) 液滴法による接触角の測定を高精度に行うために界面張力に関する知見は重要であることから、連続的に形成する懸滴を用いる界面張力の評価に関する実験を行った。また、臨界ミセル濃度の評価において表面張力測定法を補完する手法である色素可溶化法で臨界ミセル濃度を求める実験を行った。さらにこの手法を基に、油性界面活性剤 Span80、油相媒体シクロヘキサンを用いて油性界面活性剤の臨界ミセル濃度を求める研究を行った。

(4) CAD/CAM 用コンポジットレジンの比較対照として、それより酸化しやすいと考えられるチタンの円盤状試料に低エネルギー電子線(LEB)を照射する実験を行った。

(5) CAD/CAM 用コンポジットレジンに LEB 照射をした場合の接着強さを比較する対照として金合金や金銀パラジウム合金の鋳造体を用いるための実験を行った。

(6) CAD/CAM 冠の高品位な接着を行うためには、CAD/CAM 冠と支台歯との適合性も重要な因子と考えられることから、作業用模型の寸法精度を高める必要がある。そこでコロナ禍においても既存の設備等で実施できる、本研究を支援する実験として、従来注目されてこなかったが重要な因子と考えられる、石膏の硬化膨張圧について、測定法や影響をおよぼす因子に関する実験を行った。

2) 試料作製

市販の歯科切削加工(CAD/CAM)用レジンブロック 3 種類(ジーシー セラスマート 300, 松風 ブロック HC ハード, ヤマキン KZR-CAD HR ブロック 3 ガンマシート)から円盤状試料(直径 10 mm, 高さ 5 mm)を旋盤により削り出し、耐水研磨紙 #2000 まで研磨した。また、純銅製円柱から円盤状試料(直径 6 mm, 高さ 5 mm)を削り出した。

3) 低エネルギー電子線(LEB)照射処理

LEB 照射装置は当初、新潟市・明倫短期大学に現有のものを使用する予定であったが使用不能となったため、静岡県浜松市・浜松ホトニクスに外部委託して行った。

円盤状試料研磨面に対して LEB 照射なし(吸収線量 0 kGy, Control)と LEB 照射あり(吸収線量 5000 kGy)の 2 種類の照射を行った。

4) 接着性に関する試験

上記のように、LEB 照射は装置を有する企業に外部委託したが、その際、LEB 照射後の補綴装置等を歯科医院等に宅配・郵送した場合に接着強さを改善できるかを検証することを想定して、LEB 照射後 50 時間以上経過してから、以下の接触角の測定と接着強さ試験の接着操作を開始した。

(1) 接触角の測定

液滴法による測定にて、レジン試料表面に対する蒸留水の接触角を測定した。

マイクロシリンジで 5 μ L の液滴を各コンポジットレジン表面に静かに置き、横方向から

撮影した液滴の画像から液滴底面の直径(2a)と高さ (h)を測定して、接触角 $\theta=2\arctan(h/a)$ より求めた(n=3)。

(2) 接着強さ試験

純銅製円柱に V-プライマー(サンメディカル)を塗布し、スーパーボンド(サンメディカル)で各 CAD/CAM 用コンポジットレジンに接着 固定した 接着して 30~60 分経過後に 37 蒸留水に 24 時間浸漬した .万能試験機(SHIMADZU EZ-L 5 kN)によりせん断試験を行い、せん断荷重を接着面積で除してせん断接着強さを求めた。

(3) 接着強さ試験後の破面観察

接着強さ試験後の試料の破面観察を行った。

5) 結果の整理

コンポジットレジンの LEB ありとなしのそれぞれについての接触角およびせん断接着強さの結果から平均値と標準偏差を求めた 統計処理は Welch の検定を行った(有意水準 5%)。また、接着強さ試験後の破面観察から破壊の様式をとりまとめた。

4. 研究成果

1) 予備実験および本研究を支援する実験の成果

(1) 旋盤で試料を削り出す工程において、選択した 3 種類の市販ブロックは非常に欠けやすいことが判明した。とくに旋盤の把持用治具に近い部分の削り出しにおいて、欠けが顕著に現れることが明らかになった。この問題は被切削物の回転速度と切削工具の送り速度を遅くすることで解決できることが明らかになった。この知見は CAD/CAM 用レジンブロックからクラウン等の修復物を削り出す際にも有用である。

(2) 接触角の測定において、液滴の写真から三角定規、ものさしで長さを測定する方法のほかに、市販のグラフィックソフト(ジャストシステム、花子 2019)を用いることでも、簡便に接触角を測定できることが明らかとなった。

(3) 懸滴を形成するノズルの上端と懸滴の接線が形成する内角は懸滴形状を表現する指標として利用可能であること、連続的に形成する懸滴を用いた界面張力の測定は妥当であることが明らかになった。また、ドデシル硫酸ナトリウムを用いて色素可溶化法で臨界ミセル濃度を求める手法を確立した。さらに、溶液として色素を用いる色素可溶化法は油性界面活性剤にも応用できることが明らかになった。

(4) チタンの円盤状試料に 30 回まで LEB 照射しても表面の形状変化や酸化は見られなかった。したがって、CAD/CAM 用レジンに LEB 照射した場合も表面損傷はほとんど無いことが示唆された。

(5) CAD/CAM 用コンポジットレジンに LEB 照射をした場合の接着強さを比較する対照として金合金鑄造体を用いる場合、金合金鑄造時の高温酸化による鑄造体表面部の銅濃度の低下は接着強さ向上を目的とした表面酸化被膜の形成に悪影響をおよぼすと考えられたが、窒化物セラミックスをワックスパターンコーティング材として用いることにより、鑄造時の高温酸化を抑制できることが明らかになり、鑄造時高温酸化抑制鑄造法を確立した。

また、純銅の試料を用いてその表面に酸化銅()を生成させる方法として、赤熱した試料の水中投入が有望であることが明らかになった。さらに拡散ポンプを用いた減圧下での加熱法が有望であることを熱力学的な理論的検討により明らかにした。したがって、CAD/CAM 用コンポジットレジンに LEB 照射をした場合の接着強さを比較する対照として金合金や金銀パラジウム合金の鑄造体を用いる際に、その表面に酸化銅()を生成させる方法として赤熱した試料の水中投入および拡散ポンプを用いた減圧下での加熱法が有望であることが示唆された。

(6) 作業用模型の寸法精度を高めるための石膏の硬化膨張圧に関する実験において、万能試験機を用いることによって直接かつ連続的に硬化膨張圧の測定が可能で効率的であること、混水比が大きくなるほど硬化膨張圧は小さくなること、石膏の種類が膨張圧に大きく影響すること、それに関連して硬化促進剤の食塩水および硬化遅延剤のホウ砂水溶液が硬化膨張圧に大きく影響すること、水温および練和時間の硬化膨張圧への影響は見られないことが明らかになった。

2) 接着性に関する試験

(1) 接触角の測定

3 種類の歯科切削加工(CAD/CAM)用コンポジットレ

ジンに対する蒸留水の接触角は LEB なしが 62~72°, LEB ありが 19~22°であり、LEB 照射をすると有意に接触角は小さく、すなわち濡れが良好になった。

LEB 照射後 50 時間以上経過してから接触角を測定したが、LEB 照射は十分有効性を保っていることが明らかになった。

(2) 接着強さ試験

3 種類の歯科切削加工(CAD/CAM)用コンポジットレジンに対するせん断接着強さは LEB なしが 14~23 MPa, LEB ありが 27~34 MPa であり、LEB 照射をすると有意にせん断接着強さは大きくなった。

LEB 照射後 50 時間以上経過してから接着操作を開始したが、LEB 照射は十分有効性を保っていることが明らかになった。

(3) 接着強さ試験後の破面観察

3種類の歯科切削加工(CAD/CAM)用コンポジットレジンの破面観察の結果,LEB照射なしの場合は「界面破壊」がほとんどであった.いっぽうLEB照射ありの場合は「界面破壊」と「界面破壊と母材破壊の混合破壊」がほぼ半々であった.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計1件（うち査読付論文 1件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 伊藤圭一, 金谷 貢, 泉 健次	4. 巻 41
2. 論文標題 万能試験機を用いた歯科用石膏の硬化膨張圧の検討	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 日歯理工誌	6. 最初と最後の頁 162-172
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計9件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 金谷 貢, 泉 健次, 青柳裕仁, 高 昇将, 三井田慶斗
2. 発表標題 石こうの硬化膨張圧におよぼす硬化促進剤および硬化遅延剤の影響
3. 学会等名 日本歯科理工学会第81回学術講演会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 金谷 貢, 伊藤圭一, 泉 健次
2. 発表標題 万能試験機を用いた歯科用 および 半水石こうの硬化膨張圧の検討
3. 学会等名 日本歯科理工学会第78回学術講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 金谷 貢, 伊藤圭一
2. 発表標題 万能試験機を用いた石膏の硬化膨張圧測定法の利点と硬化終結時間測定法への応用
3. 学会等名 日本補綴歯科学会第130回記念学術大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 伊藤圭一, 金谷 貢, 泉 健次
2. 発表標題 万能試験機による石こうの硬化膨張圧測定法の特性
3. 学会等名 第 54 回新潟歯学会総会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Nor Akmal bin Jabir, 木村勇雄, 金谷 貢
2. 発表標題 色素可溶化法による油溶性界面活性剤の臨界ミセル濃度の評価
3. 学会等名 2020年度材料技術研究協会討論会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Nor Akmal bin Jabir, 山田諒介, 木村勇雄, 金谷 貢
2. 発表標題 色素可溶化法による水溶性界面活性剤の臨界ミセル濃度の評価
3. 学会等名 2019年度材料技術研究協会討論会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 鈴木愛実, 木村勇雄, 田口佳成, 金谷 貢
2. 発表標題 連続的に形成する懸滴を用いる液液界面張力の評価
3. 学会等名 2019年度材料技術研究協会討論会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 金谷 貢, 泉 健次, 木村勇雄
2. 発表標題 金合金の大気中鑄造への窒化物セラミックスの応用
3. 学会等名 第74回日本歯科理工学会学術講演会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 金谷 貢, 木村勇雄, 泉 健次
2. 発表標題 低エネルギー電子線照射による複数回の滅菌が純チタン表面におよぼす影響
3. 学会等名 第72回日本歯科理工学会学術講演会
4. 発表年 2018年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	木村 勇雄 (Kimura Isao) (00169921)	新潟大学・自然科学系・教授 (13101)	
研究分担者	伊藤 圭一 (Ito Keiichi) (60389955)	明倫短期大学・歯科技工士学科・准教授 (43109)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8 . 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------