

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 6 月 14 日現在

機関番号：14401

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2014～2016

課題番号：26293410

研究課題名(和文)非破壊試験法を駆使した第二世代接着評価法の確立

研究課題名(英文)The second generation approach of dental adhesive utilizing non-destructiveness observation system

研究代表者

峯 篤史(MINE, Atsushi)

大阪大学・歯学研究科(研究院)・助教

研究者番号：60379758

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 12,600,000円

研究成果の概要(和文)：OCTならびに $\mu$ CTを用いたポスト孔の非破壊観察により、以下の結論を得た。  
 1. 非破壊観察によりレジンコア内の気泡やレジンと象牙質とのギャップを観察できた。OCTではセメント質を除去することで内部の描出がより鮮明となることが明らかとなった。2. OCTの画像は屈折率が変化する部位で強いシグナルを認めるためギャップを明示しやすく、 $\mu$ CTは観察深度に制限がないため、全体像や細部の形態を確認しやすいことがわかった。3. OCTを用いて、ポスト孔内レジン硬化時のギャップ形成を動的に捉えることができた。そのギャップは、光照射10-12秒後に歯冠側6 mmの部分から始まり、根尖側に伸展した。

研究成果の概要(英文)：This study has observed inside the root canal using both optical coherence tomography (OCT) and x-ray microcomputed tomography ( $\mu$ CT).

1. Bubbles were observed in the resin cores and gaps formed between the resin core and dentin by non-destructiveness observation system. The root internal structure could be observed by OCT and the image became clearer when cementum was removed. 2. The resulting OCT images were superior for identifying gap formation at the interface, while  $\mu$ CT images were better to grasp the tooth form. 3. Continuous tomographic images from real-time OCT observation allowed successful construction of a video of the resin core build-up procedure. After 10 to 12 s of light curing, a gap with a clear new signal occurred at the root-core material interface, proceeding from the coronal side (6 mm from the cemento-enamel junction) to the apical side of the root.

研究分野：接着歯学

キーワード：歯科理工学 接着歯学 非破壊試験 OCT  $\mu$ CT

## 1. 研究開始当初の背景

長年、接着材の評価としては接着試験が採用され、近年は微小引張試験法がその中心となっている。この微小引張試験法は感度が高く、接着材の性能差を明らかにすることができる長所がある一方、試料作製の際に試験体がダメージを受けること、そして接着強さ以外のパラメータ（接着試験前試験体およびの界面の状態等）が少ないことが本試験法の短所と考えられている。

また接着試験の試料作製は、実験室という整った環境下で、平滑な被着面を対象に接着処理を行うことから、口腔内で行う処置とは全く異なる結果を導き出している可能性を否定できない。我々の研究グループでは、実際の臨床環境に近い根管象牙質に対する接着評価を行い、平滑面象牙質との違い、さらには同じ歯における部位による差を確認している。

近年、様々な非破壊試験が開発されている。非破壊試験の長所は試料に外力を加えることなく内部の情報を得ることができる点であり、これまで把握できなかった現象を捉えることが可能となる。歯学研究においても様々な非破壊観察が行われているが、接着操作が困難な支台築造法における根管象牙質接着に関する報告はきわめて少ない。

## 2. 研究の目的

### (1) 根管象牙質接着の非破壊的観察

根管象牙質への接着様相の実態を把握することを目的として、根管象牙質 - レジン間の接着様相を Optical Coherence Tomography (OCT) と X-ray microcomputed tomography ( $\mu$ CT) を用いて非破壊的に評価する。

### (2) 微小引張試験における象牙質接着強さに影響を及ぼす因子の解析

象牙質接着強さに影響を与える因子の解明を目的として、試験体内部の情報を具現化・数値化できる非破壊試験に着目し、微小引張試験の測定値との関連を解析する。

## 3. 研究の方法

### (1) 根管象牙質接着の非破壊的観察

#### セメント質除去の影響および根管内部の観察

生理食塩水中に保存され、う蝕に罹患していないヒト抜去単根管歯 6 本を本実験に供した。まずセメントエナメル境で歯軸に対して垂直に歯冠部を切断したのち、#80 まで根管拡大を行った。根管洗浄を行った後、ガッタパーチャポイント（ジーシー社、東京）と根管充填用シーラー（チャンネル N、昭和薬品化学工業社、東京）を使用して根管充填を行った後、37℃ 水中に 24 時間保管した。

セメントエナメル境より 10 mm 根管の形成を行い、3%EDTA（スミアクリーン、日本歯科薬品株式会社、山口）および 10%次亜塩素酸

ナトリウムゲル（AD ゲル、クラレノリタケデンタル社、東京）処理後、十分に乾燥した。光重合型ボンディング材（Clearfil Bond SE ONE、クラレノリタケデンタル社、東京）を塗布して 10 秒間処理したのち、エアブローならびにペーパーポイントで根管内の余剰分を除去し、LED 照射器（Mini LED3、最大光量 2,200 mW/cm<sup>2</sup>、Satelec 社、フランス）を用いて 10 秒間光照射を行った。その後、レジンコア材（Clearfil DC Core Automix ONE、クラレノリタケデンタル社）をポスト孔に注入し、40 秒間光照射を行った。なお、試料は歯冠部切断後に根外周のセメント質を除去する「セメント質除去群」とセメント質除去を行わない「セメント質残存群」の 2 群にランダムに 3 本ずつ振り分けた。セメント質除去はダイヤモンドバー（松風ダイヤモンドポイント FG 102R、松風社、京都）を用いて注水下にて行い、切削面を耐水研磨紙（#600）で研磨した。

波長走査型光干渉断層装置（swept-source OCT; OCM1300SS, Thorlabs 社、米国）を用いて根管内の観察を行った。光源は中心波長 1.33  $\mu$ m、掃引波長 110 nm、掃引の繰り返し周波数 20 kHz の波長掃引光源であり、イメージ取得時間は 50 フレーム/秒（fps）である。今回用いた SS-OCT は深さ方向に 12  $\mu$ m、横方向に 5.6  $\mu$ m の解像度を有している。撮影のタイミングは築造操作の各ステップ（根管形成後、ボンディング材塗布後、レジンコア材填入後）とした。撮影領域は歯軸方向 5 mm、水平方向 3 mm に設定し、1 歯に対して根尖部と歯冠部の 2 回に分けてポスト孔全体を含むように撮影した。

### OCT と $\mu$ CT による同一試料の観察による画像特性の比較

ヒト単根管歯 3 本を本実験に使用した。あらかじめセメント質の除去を行った後、(1)と同様の方法でレジンコア材填入し、光照射が終了した試料を準備した。

OCT 観察の撮影領域は歯軸方向 5 mm、水平方向 3 mm に設定し、1 歯に対して根尖部と歯冠部の 2 回に分けてポスト孔全体を含むように撮影した。 $\mu$ CT 観察は、セメント質除去群のレジンコア材填入後の試料を SS-OCT で観察した後に、 $\mu$ CT (R\_mCT2, Rigaku 社、東京) を用いて観察を行った。撮影条件は、管電圧 90 kV、管電流 160  $\mu$ A とした。観察範囲および解像度は、それぞれ 20 mm $\times$ 20 mm および 40  $\mu$ m（試料全体像）、5 mm $\times$ 5 mm および 10  $\mu$ m（根尖部のみ）とした。

### OCT によるリアルタイム観察

ヒト単根管歯 3 本を本実験に使用した。あらかじめセメント質の除去を行った後、(1)と同様の方法で作製された光重合型ボンディング材塗布後の試料を準備した。

OCT リアルタイム観察は光重合型ボンディング材塗布後の試料を用いてスペクトラルドメイン OCT (spectral-domain OCT; TELESTO

，Thorlabs社，米国）によりレジンコア材  
充填から光照射が終わるまでの約1分間の操  
作をリアルタイムに断層動画撮影した．  
SD-OCTの光源は中心波長1.31  $\mu\text{m}$ ，帯域幅170  
nmであり，イメージング速度は76 kHzであ  
る．深さ方向に5.5  $\mu\text{m}$ ，横方向に7  $\mu\text{m}$ の解  
像度を有している．観察範囲は5 mm $\times$ 5 mm  
とし，根尖部を含むように設定した．

## （2）微小引張試験における象牙質接着強さ に影響を及ぼす因子の解析

10本のヒト大臼歯の歯冠部を歯軸に対し  
て垂直に切断し，耐水研磨紙（#600，三共理  
化学社，埼玉）を用いて平坦な歯冠中央象牙  
質研磨面を得た．光重合型ボンディング材  
（Clearfil bond SE ONE，クラレノリタケデ  
ンタル社）を塗布後，レジンコア材（Clearfil  
DC core automix ONE，クラレノリタケデ  
ンタル社）を築盛した．これらの試料を37℃水  
中に24時間以上保管した後，ダイヤモンド  
カッター（MC201N，マルトー社，東京）にて  
1 mm $\times$ 1 mmの試料体を作製した．

### 接着試験に影響を及ぼす因子の項目と測 定方法

接着強さに影響を及ぼす因子として，気泡，  
レジンのX線吸収係数，象牙質のX線吸収係  
数，接着部位，接着面積，歯の違いを選定し  
た．

【気泡の有無】：OCTおよび $\mu\text{CT}$ を用いて試験  
体の非破壊観察を行い，界面の気泡の有無を  
確認した．OCTの観察範囲は接着界面を含む  
ように2 mm $\times$ 2 mmとし， $\mu\text{CT}$ の観察範囲は接  
着界面を含むように5 mm $\times$ 5 mmとした．両  
非破壊観察を行った後，界面に気泡が認めら  
れた試験体を「気泡あり群」とし，気泡が認  
められなかったものを「気泡なし群」として  
2群に分けて記録した．

【レジンおよび象牙質のX線吸収係数】： $\mu\text{CT}$   
のデータから得られるX線吸収係数  
（mgHA/cm<sup>3</sup>）は硬さと近似することから物性  
の評価に用いることができる．撮影した $\mu\text{CT}$   
のデータを用い，接着界面からそれぞれ5 mm  
の範囲内に含まれるレジンおよび象牙質を  
対象とし，その範囲内のX線吸収係数の平均  
を計測した．

【接着部位および接着面積】：エナメル質側  
の象牙質と歯髄側の象牙質では象牙細管の  
密度，直径ともに大きく異なることが知られ  
ている．そこで接着界面の反対側象牙質断端，  
すなわち歯髄腔から接着界面までの試料体  
の長さを測定し，接着部位を数値（mm）で表  
した．測定にはマイクロメータ（ミットヨ  
CD15，ミットヨ社，神奈川）を用い，試験体  
象牙質側の4つの断端から接着界面までの垂  
直的な最短距離を測定した．また，試験体の  
接着界面部の断面積を接着面積（mm<sup>2</sup>）として  
算出した．

【歯の違い】：各試験体をどの歯から作製し  
たかを記録した．

## 接着試験法

各試験体を引張試験専用のジグにモデル  
リペア（デンツプライ三金社，東京）で装着  
し，小型卓上試験機（EZ S，島津製作所社，  
京都）を使用してクロスヘッドスピード1.0  
mm/minにて微小引張試験を行った．得られた  
値を各試験体の断面積を用いてMPaに変換し  
た．

## 接着強さと各種パラメータの解析

上記6種のパラメータが接着試験結果に及  
ぼす影響を，一般線形モデルで解析した．有  
意水準は5%とした．統計分析には統計解析ソ  
フトウェアSPSS（SPSS statistics 21，SPSS  
社，東京）を用いた．

## 4．研究成果

### （1）根管象牙質接着の非破壊的観察 セメント質除去の影響および根管内部の 観察結果

OCT観察の結果，セメント質残存群では根  
内部の描出が不鮮明であり，表層で強い反射  
が生じた箇所内部は情報が得られていない  
ことがわかった（図1a）．一方，セメント  
質除去群では残存群と比較して根内部の構  
造が鮮明に描出され，レジンコア内部の気泡  
も明瞭に描出された（図1b）．その結果，レ  
ジンコア填入後にセメント質，象牙質，レジ  
ンコア，ガッタパーチャが確認できることが  
明らかとなった（図2）．また，歯冠側（図  
2a）と根尖側（図2b）の画像を比較した結果，  
根尖部に向うに従ってポスト孔内の気泡や  
空隙が多くなる傾向が認められた．

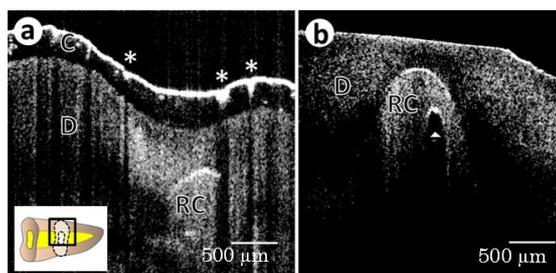


図1 セメント質残存群およびセメント質  
除去群のOCT観察像

a：セメント質残存群，照射された光がセメ  
ント質で強く反射した箇所では，信号が失わ  
れ内部の情報が得られていない（\*）．b：セ  
メント質除去群，レジンコア内に存在する気  
泡が鮮明に確認できる（ $\Delta$ ）．C：セメント質，  
D：象牙質，RC：レジンコア．

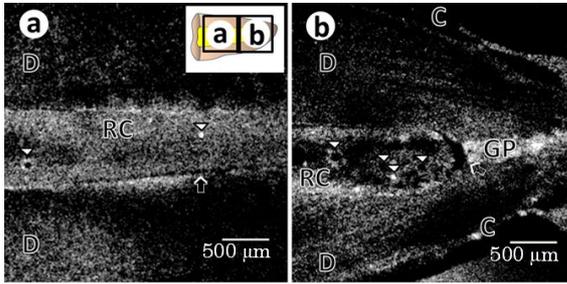


図2 レジンコア材填入後の OCT 観察像

a: 歯冠側, レジンコア材がポスト孔内に確認できる. レジンコア材の中の気泡(▽)や, 象牙質 - レジン間のギャップが認められた(◇). b: 根尖側, 根尖部に向うに従ってポスト孔内の気泡(▽)やギャップ(◇)が多くなる傾向が認められた. C: セメント質, D: 象牙質, RC: レジンコア, GP: ガッタパーチャ.

セメント質除去群における各ステップ(ポスト孔形成後, ボンディング材塗布後, レジンコア築造後)の OCT 画像を図3に示す. ポスト孔形成後の画像(図3a)と比較して, ボンディング材塗布後の画像(図3b)は, ポスト孔壁がより不明瞭となった. また, レジンコア築造後の画像(図3c)においては, 象牙質 - レジンコア間に空隙が観察された.

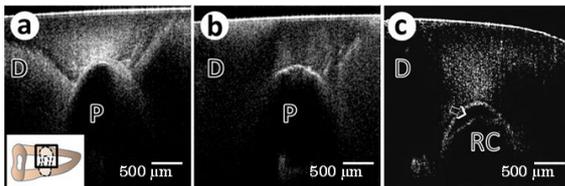


図3 セメント質除去群における各築造ステップの OCT 観察像

a: ポスト孔形成後, 象牙質とポスト孔の界面は明確に区別できる. ポスト孔内は空気で満たされている. b: ボンディング材塗布後, ポスト孔内は空気で満たされているが, 象牙質表面はボンディングレジンで覆われている. c: レジンコア材填入後, 象牙質 - レジンコア間の空隙が観察された(⇒). D: 象牙質, P: ポスト孔, RC: レジンコア.

### OCT と μCT による同一試料の観察に基づく画像特性の比較

OCT 観察の結果, (1) 同様, 象牙質, レジンコア, ガッタパーチャ, ポスト孔内部の気泡やギャップが確認できた(図4). 同一試料を μCT により観察した結果, OCT と同様に根内部の構造を確認することができた(図5). 同一試料において OCT 画像と μCT 画像を比較した結果, OCT 画像は屈折率が変化するところで強いシグナルを認めるため, 界面に反応しやすくギャップを明示しやすいことが明らかとなった. 一方, μCT は観察深度に制限がないため, 全体像や細部の形態を確認しやすいことがわかった.

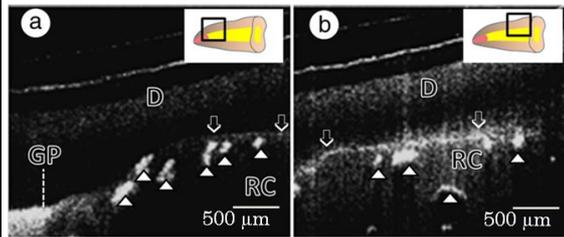


図4 レジンコア材填入後の根管内の OCT 観察像

a: 根尖側, b: 歯冠側, 象牙質, レジンコア, ガッタパーチャ, ポスト孔内部の気泡(△)や象牙質 - レジンコア間のギャップ(◇)が確認できる. D: 象牙質, GP: ガッタパーチャ, RC: レジンコア.

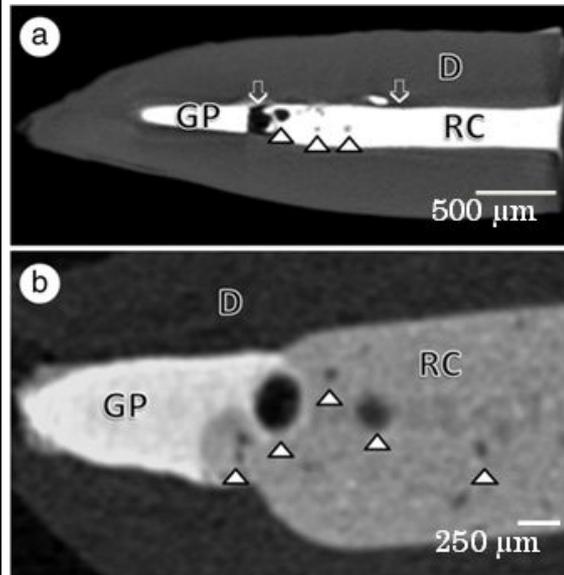


図5 レジンコア材填入後の根管内の μCT 観察像

a: 根全体像, 観察範囲および解像度はそれぞれ 20 mm × 20 mm, 40 μm. レジンコア材やガッタパーチャ, 気泡(△), ギャップ(◇)が確認された. 気泡は OCT 観察像と比較してより鮮明であるが, ギャップは OCT よりも不鮮明である. b: 根尖部, 観察範囲および解像度はそれぞれ 5 mm × 5 mm, 10 μm. この試料ではギャップは観察されなかった. D: 象牙質, GP: ガッタパーチャ, RC: レジンコア.

### OCT によるリアルタイム観察

OCT のリアルタイム観察によりポスト孔内の気泡やギャップが形成される過程が確認された(図6, 7). レジンコア材充填前は, ポスト孔内は空気で満たされており, 象牙質との界面は明瞭に確認できた(図7a). 明瞭に確認できた界面の反応は, レジンコア材充填により確認できなくなった(図7b). 照射開始十数秒後から象牙質とレジンの界面に新たに明瞭なシグナルが出現し, 歯冠側から根尖側方向へ伸展していく様子が確認された(図7c). 象牙質 - レジン界面のシグナルは歯冠側から約 6 mm の中腹から根尖に向

って連続して確認することができた。OCTにより明らかなギャップの伸展を認めたのはこの1つの試料のみであった。

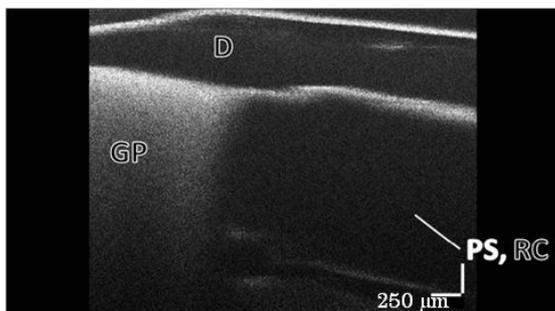


図6 レジンコア材填入時のOCTによるリアルタイム観察

ボンディング材塗布後の試料を用いて、レジンコア材填入から光照射が終わるまでの操作をOCTにより連続撮影を行った(動画は3倍速に編集)。動画開始数十秒後から、象牙質とレジンとの界面に新たなシグナルが出現し、歯冠側から根尖側へ伸展した。D:象牙質, GP:ガッタパーチャ, PS:ポストスペース, RC:レジンコア。

[<http://dx.doi.org/10.1117/1.JBO.20.10.107001.1>].

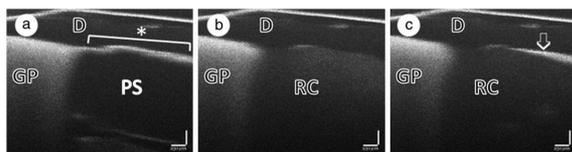


図7 OCTリアルタイム観察における各ステップの観察像

a: レジンコア材充填前, ポスト孔内は空気で満たされており, 象牙質と空気の屈折率が大きく異なることから象牙質との界面は明瞭に確認できた(\*). b: レジンコア材充填後光照射前, 明瞭に確認できた界面の反応は, レジンコア材充填により確認できなくなった. c: レジンコア材充填後光照射後, 光照射開始十数秒後から象牙質とレジンとの界面に新たな明瞭なシグナル(↓)が出現し, 右(歯冠側)から左(根尖側)方向へ伸展していく様子が確認された。D:象牙質, GP:ガッタパーチャ, PC:ポストスペース, RC:レジンコア。

## (2) 微小引張試験における象牙質接着強さに影響を及ぼす因子の解析

10歯から作製された試験体は合計152本であった。全試験体の接着強さの平均値±SDは、 $33.5 \pm 17.0$  MPaであり、10歯の中で、最大および最小の接着強さを示した歯の接着強さの平均±SDはそれぞれ  $47.0 \pm 15.8$  MPa,  $16.5 \pm 9.9$  MPaであった。気泡あり群は59本、気泡なし群は93本であり、気泡あり群と気泡なし群の接着強さの平均±SDはそれぞれ

$29.4 \pm 17.0$  MPa,  $36.2 \pm 16.6$  MPaであった。各因子の平均±SDは、それぞれレジンのX線吸収係数が  $4048.1 \pm 72.9$  mgHA/cm<sup>3</sup>, 象牙質のX線吸収係数が  $1795.9 \pm 27.0$  mgHA/cm<sup>3</sup>, 接着部位が  $3.82 \pm 1.78$  mm, 接着面積が  $0.99 \pm 0.17$  mm<sup>2</sup>であった。

6種のパラメータ(気泡, レジンのX線吸収係数, 象牙質のX線吸収係数, 接着部位, 接着面積, 歯の違い)が接着強さに及ぼす影響を一般線形モデルにより解析した結果を表1に示す。統計解析の結果, 接着部位( $P < 0.001$ )および歯の違い( $P < 0.001$ )に有意差を認めた。

表1 各パラメータが接着強さに及ぼす影響(一般線形モデル)

	F値	P値
接着部位	24.652	< 0.001
歯の違い	6.755	< 0.001
気泡	3.304	0.071
接着面積	2.897	0.091
レジンX線吸収係数	2.768	0.098
象牙質X線吸収係数	0.013	0.911

(従属変数: 接着強さ)

**OCTならびにμCTを用いた根管象牙質接着の非破壊的観察および微小引張試験における象牙質接着強さへの影響因子解析により以下の結論を得た。**

- OCTにより根内部の構造を観察することが可能であった。さらに、セメント質を除去することで内部の描出がより鮮明となることが明らかとなった。観察の結果、レジンと象牙質とのギャップやレジンコア内の気泡が確認できた。OCTの画像は屈折率が変化する部位で強いシグナルを認めるためギャップを明示しやすく、μCTは観察深度に制限がないため、全体像や細部の形態を確認しやすいことがわかった。**
- OCTを用いて、根管内レジン硬化時のギャップ形成を動的に捉えることができた。そのギャップは歯冠側6mmの部分から始まり、根尖側に伸展した。**
- 一般線形モデルによる統計解析の結果、接着部位および歯の違いは接着試験結果に有意な影響を及ぼす因子であることが明らかとなった。**

## 5. 主な発表論文等

[雑誌論文](計3件)

Matsumoto M, Mine A, Miura J, Minamino T, Iwashita T, Nakatani H, Nishida T, Takeshige F, Yatani H. Bonding effectiveness and multi-interfacial characterization of two direct buildup resin core systems bonded to post-space dentin. Clin Oral Investig. 21: 309-317. 2017. doi: 10.1007/s00784-016-1792-5.  
Minamino T, Mine A, Matsumoto M, Sugawa Y, Kabetani T, Higashi M, Kawaguchi A, Ohmi M, Awazu K, Yatani H. Nondestructive observation of teeth post core-space using optical coherence tomography: comparison with microcomputed tomography and live images. J Biomed Opt. 20: 107001. 2016. doi: 10.1117/1.JBO.20.10.107001.  
Minamino T, Mine A, Omiya K, Matsumoto M, Nakatani H, Iwashita T, Ohmi M, Awazu K, Yatani H. Nondestructive observation of teeth post core space using optical coherence tomography: a pilot study. J Biomed Opt. 19: 046004. 2014. doi: 10.1117/1.JBO.19.4.046004.

[学会発表](計4件)

東 真末, 南野卓也, 峯 篤史, 江崎良真, 萩野僚介, 今井 大, 松本真理子, 矢谷博文. 直接法および間接法レジンコア築造における根管象牙質に対する接着能評価-プッシュアウト試験と非破壊観察. 第35回 日本接着歯学会学術大会(札幌). 2016年12月3-4日.  
Higashi M, Minamino T, Mine A, Ezaki R, Matsumoto M, Yatani H. Non-destructive observation of resin core build-up techniques: Direct vs Indirect. 40th European Prothodontic Association. Halle, Germany. 2016/9/15-17  
南野卓也, 峯 篤史, 東 真末, 江崎良真, 今井 大, 岩下太一, 松本真理子, 矢谷博文. 非破壊試験を用いたポスト孔象牙質接着の新規評価法. 第125回 日本補綴歯科学会学術大会. 石川県立音楽堂(石川県・金沢市). 2016年7月8-10日.  
南野卓也, 峯 篤史, 松本真理子, 岩下太一, 中谷早希, 川口明日香, 東 真末, 壁谷知茂, 矢谷博文. 直接法支台築造後ポストスペースの非破壊的観察 - 光干渉断層装置(OCT)とX線マイクロコンピュータ断層撮影装置( $\mu$ CT)の比較 -. 第33回 日本接着歯学会学術大会(兵庫). 2014年12月12日.

[招待講演](計7件)

峯 篤史. 接着技法 を最大限に活用した支台築造~ファイバーポストの科学的根拠~. 平成 28 年度日本補綴歯科学会 西

関東支部学術大会 生涯学習公開セミナー(横浜). 2017年1月22日.

Mine A. Adhesive Dentistry: Clinical performance, mechanism and effectiveness of bonding. Special Presentation, University of Washington School of Dentistry. Washington, USA. 2016/9/22.

峯 篤史. 知っているようで知らない最新補綴治療の勘所~支台築造編~. 平成 28 年度日本補綴歯科学会 九州・中国・四国支部合同学術大会シンポジウム(熊本). 2016年9月4日.

峯 篤史. 2016年における「接着歯学」~研究ベースの臨床に活かせるお話~. 大阪府歯科医師会学術講演会(大阪). 2016年5月21日.

峯 篤史. “接着”を駆使した修復・補綴臨床~表面・界面の科学と疫学研究を礎に~. 第36回岡山歯学会(岡山). 2015年9月27日.

峯 篤史. 臨床接着歯学~2014年におけるトレンド~. 平成 26 年度日本補綴歯科学会中国・四国・関西支部合同学術大会ランチオンセミナー(岡山). 2014年9月7日.

峯 篤史. 接着歯学によるイノベーション創出~若手補綴臨床家の ToDo リスト~. 第123回日本補綴歯科学会学術大会イブニングセッション(埼玉) 2014年5月24日.

## 6. 研究組織

(1)研究代表者

峯 篤史(MINE, Atsushi)  
大阪大学・大学院歯学研究科・助教  
研究者番号: 60379758

(2)研究分担者

矢谷博文(YATANI, Hirofumi)  
大阪大学・大学院歯学研究科・教授  
研究者番号: 80174530