

令和 2 年 6 月 10 日現在

機関番号：14401

研究種目：若手研究

研究期間：2018～2019

課題番号：18K17144

研究課題名（和文）CAD/CAM冠接着技法の確立～臨床環境における接着阻害因子の影響とその解決法～

研究課題名（英文）Establishment of a CAD/CAM crown adhesive method-Effects of adhesion inhibiting factors and ways to resolve them in clinical environments

研究代表者

中谷 早希（Nakatani, Hayaki）

大阪大学・歯学部附属病院・医員

研究者番号：10804487

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 2,900,000円

研究成果の概要（和文）：CAD/CAM冠の脱離を阻止することを目的に、象牙質表面の接着阻害因子による影響とその除去法の効果、さらにレジンセメントの違いが接着強さに与える影響を評価した。

象牙質表面に残存した仮着材は機械的除去法のみでは十分に除去できず、接着性レジンセメントの接着能は有意に低下した。また、機械的除去に続くリン酸および次亜塩素酸ナトリウムによる化学的処理が低下した接着能を回復させるのに効果的であった。プライマー併用型接着性レジンセメントの接着強さはセルフアドヒーシブ型接着性レジンセメントより有意に高いものの、プライマー併用型レジンセメントにおいても仮着材成分残存は接着強さが低下する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

本研究結果により、CAD/CAM冠を装着する際には機械的除去に続き化学的処理を行うことで仮着材を十分に除去すること、そしてプライマー併用接着性レジンセメントを使用することが推奨されることが明らかとなった。本研究を通じて得られたデータにより本邦で多く行われている保険診療におけるトラブルを減少させることにつながり、メタルフリー補綴の普及にも寄与すると考える。

研究成果の概要（英文）：In the present study, with the aim of preventing debonding of CAD/CAM crowns, we evaluated the effects of factors that inhibit adhesion on the dentin surface, the effectiveness of methods to eliminate those effects, and the effects of different resin cements on bond strength.

Temporary cement remaining on the dentin surface was not adequately removed with mechanical removal alone, and the bonding performance of adhesive resin cement was significantly reduced. Chemical treatment with phosphoric acid and sodium hypochlorite after mechanical removal effectively restored the bonding performance. Although the bonding strength of adhesive resin cement combined with a self-etching primer was significantly higher than that of self-etching adhesive cement, the components of the temporary cement remaining on the teeth decreased the bonding strength even with adhesive resin cement combined with a self-etching primer.

研究分野：接着歯学

キーワード：接着歯学 CAD/CAM冠 接着阻害因子

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

日本では、2014年4月の診療報酬改定により小臼歯部に対するCAD/CAMシステムを使用した間接修復用コンポジットレジンによる歯冠補綴(以下CAD/CAM冠)が保険適用となり、金属冠の代替としてその使用頻度は増加してきていた。しかしながら、接着性レジンセメントを用いても、CAD/CAM冠は1年8か月の経過観察調査において24.5%に脱離が認められている。これはジルコニアクラウンの脱離が5年で4.7%、陶材焼付冠は5年で0.6%との報告と比較すると非常に高い脱離率であり、この問題の解決は臨床において急務である。一方で、実験室レベルではCAD/CAM冠用レジンブロックに対する接着性レジンセメントの接着強さは臨床に十分耐えうる強さであることを確認されている。またCAD/CAM冠用レジンブロック表面の唾液汚染によって接着能は大きく低下するものの、サンドブラスト処理を適切に行うことで接着強さが回復することが確認されている。しかし、研究開始当初までの研究ではCAD/CAM冠用レジンブロックとセメントの界面のみを評価しており、セメントと歯質の接着を含めた検討は行われていなかった。臨床においては歯質(支台歯側)にも接着阻害因子があり、その中でも仮着材の残存は大きな問題となりうるが、十分に検討されていなかった。

また、CAD/CAM冠のトラブルを考える際、レジンセメントの性能も考慮に入れる必要がある。CAD/CAM冠は保険内診療であることから、診療指針で推奨されているプライマー併用型レジンセメントが使用している割合が低かった。保険診療で主に使用されている前処理を必要としないセルフアドヒーシブセメントは処置時間が短く、テクニカルエラーが少ないというメリットはあるものの、プライマー併用型レジンセメントと比較して低い接着強さを示すことが明らかとなっている。また、歯面処理材を使用しないことから、歯質表面の汚染の影響を受ける可能性が高いものの接着阻害因子に汚染された歯質に対してこれらのレジンセメントを使用した時の接着強さの違いに関する報告は少なかった。

2. 研究の目的

臨床で大きな問題になっているCAD/CAM冠の脱離を阻止するために、長期に安定したレジンセメントの接着能を獲得するための被着面処理法を探索する。本研究では、象牙質表面の接着阻害因子が接着強さに与える影響とその除去法の効果を明らかにすること、さらにレジンセメントの違いが接着能に与える影響を検討することを目的とした。

3. 研究の方法

実験 仮着材除去後の象牙質被着面の観察

1) 試料作製

ヒト大臼歯歯冠部を歯軸と垂直に切断して象牙質を露出させて被着面とし、被着面を#400について、#600耐水カーボランダムペーパーで研磨した。暫間被覆冠を想定して即時重合レジン(ユニファスト, GC, 東京)を用いて10mm × 10mm × 5mmのレジン板を作製した。象牙質研磨面にカルボキシレート系仮着材(ハイボンドテンポラリーセメントハード, 松風, 京都)を塗布したレジン板を1kg重の荷重を付加して仮着し、余剰セメントを除去した後5分間静置した。これを、1週間水中保存した後にエキスカベータを用いてレジン板を除去した。その後、象牙質表面に残存した仮着材の除去法により無作為に以下の3群に分類した。

1. エアスケーラー清掃(Sc)群: エアスケーラー(ソニックフレックス L 2003 ソニックフレックス チップ No.5 ユニバーサル, KAVO, Biberach, Germany)で20秒間清掃した群
2. 回転ブラシ清掃(Br)群: 回転ブラシ(メルサーージュブラシ NO.1 フラット, 松風, 京都)で20秒間清掃した群
3. エアスケーラー清掃+リン酸, 次亜塩素酸処理(NC)群: エアスケーラーで20秒間清掃した後、40%リン酸(K-エッチャントゲル, クラレノリタケデンタル, 東京)で20秒間処理後20秒間水洗し、次亜塩素酸ナトリウム(ADゲル, クラレノリタケデンタル)処理を60秒間行い、20秒間水洗・乾燥した群。

また、対照群として

4. コントロール(Co)群: 耐水ペーパーにて象牙質研磨だけを行った群(仮着材汚染のない群)も設定した。

2) 被着面の形態観察・表面分析

各試料を試料台にカーボンテープで固定し、表面をオスミウム蒸着した。試料の表面の中心を1mm × 1mmになるように規定して、銅テープを貼り付け、電界放射型走査電子顕微鏡(以下FE-SEM, JSM-6335F, 日本電子, 東京)にエネルギー分散型X線分析(以下EDS, JED-2300, 日本電子, 東京)を組み込み、各試料表面の形態観察、表面のX線分析を加速電圧20.0kVで行った(各群n=3)

3) 接触角測定

各試料表面に精製水1μlを滴下し、全自動小型接触角計(P200A, メイワフォーシス, 東京)で接触角を測定した(n=9)。結果は一元配置分散分析およびTukey検定にて統計解析し、有意水準は5%とした。統計解析には解析ソフトウェアEZR(www.jichi.ac.jp/saitama-sct/SaitamaHP.files/statmed.html)を用いた。

実験 仮着材成分の残存が象牙質に対する接着性レジンセメントの接着能に及ぼす影響

1) 試料作製

CAD/CAM 冠用レジンブロック (刀アベンシア A3 LT, クラレノリタケデンタル) をダイヤモンドカッターを用いて 15 mm × 15 mm × 厚さ 2 mm に切り出し, ブロックの被着面を 50 μm のアルミナ粒子を用いて 0.2 MPa で 20 秒間アルミナブラスト処理を行った. 10 秒間シラン処理 (クリアフィルセラミックプライマープラス, クラレノリタケデンタル) 後にエアブローし, 実験と同様に作製した象牙質被着面に, セルフアドヒーズ型接着性レジンセメント (SA セメントプラスオートミックス, クラレノリタケデンタル) あるいはプライマー併用型接着性レジンセメント (パナビア V5, クラレノリタケデンタル) を用いて接着し, 余剰セメントを綿球で拭き取った後, 1 kg 重下で 5 分間圧接した. その後, ブロック側から 10 秒間光照射 (Mini LED, 最大光量 2,200 mW/cm², Satelec, Mérignac, France) し, 37 蒸留水中に 24 時間浸漬した. これをダイヤモンドカッターにて 1 mm × 1 mm のビーム状に切断し, 試料片とした.

2) 微小引張接着 (μTBS) 試験

作製した試料を各群さらに無作為に 3 つのサブグループに分け, 24 時間, 1 か月, あるいは 6 か月間水中浸漬した. 各試料片を引張接着試験用のジグにモデルリペア (デンツプライ三金, 東京) で装着し, 小型卓上試験機 (EZ-S, 島津製作所, 京都) を使用してクロスヘッドスピード 1.0 mm/min で μTBS 試験を行った (各群 n=30). 各試験片の横断径をマイクロメータで測定して計算して断面積を算出し, 測定時の引張強さの値を MPa に変換した. また試験体の試料作製時の界面破断 (pre-testing failure, 以下 ptf) は 0 MPa として試験結果に含めた.

3) 統計解析

結果は Kruskal-Wallis 検定および Mann-Whitney U 検定による多重比較検定にて統計解析し, 有意水準は 5% とした. 統計解析には解析ソフトウェア EZR を用いた.

4) 破断面観察

μTBS 試験後の破断面は 30 倍の光学電子顕微鏡 (SZ61, OLYMPUS, 東京) で観察し, 破断様式を確認した. 破断様式は, CAD/CAM 冠用レジンブロック - 接着性レジンセメント間の界面破断, 接着性レジンセメント - 象牙質間の界面破壊, CAD/CAM 冠用レジンブロック - 接着性レジンセメント - 象牙質間の混合破壊, 象牙質内での凝集破壊の 4 つに分類した. CAD/CAM 冠用レジンブロック - 接着性レジンセメント - 象牙質間の混合破壊は, それぞれの界面破壊様式が少なくとも 30% 以上含まれるものと定義した. また, 代表的な試料は, アルミ試料台にカーボンテープで固定後, 破断面を金蒸着し, 走査電子顕微鏡 (SEM, JSM-6510LV, 日本電子, 東京) にて観察した.

5) 透過電子顕微鏡 (TEM) 観察

1) と同様の手法で作製した 1 mm × 1 mm の試験片を各群 4 本用意し, エタノール上昇系にて順次脱水後の試料片をエポキシ樹脂に包埋し, 60 °C で 72 時間加熱重合を行った. 硬化後, ダイヤモンドナイフおよびウルトラミクロトームを用いて接着界面を含む部位で約 70 nm の超薄切片を作製した. 切片は透過電子顕微鏡 (以下 TEM, H-800, 日立製作所, 東京) を用いて加圧電圧 200 KV で観察した (各群 n=4)

4. 研究成果

実験 仮着材除去後の象牙質被着面の観察

(1) SEM 観察, EDS 分析

図 1 に被着面の SEM 観察像 (500 倍) の結果を示す. Co 群, Sc 群, Br 群では表面にスミヤー層が観察された. Co 群, Br 群ではスミヤー層上に汚染は認められなかった. Sc 群では直径約 10 μm 程度の塊状の仮着材が被着面全体に残存していた. NC 群では仮着材直下にあるスミヤー層まで除去され, 象牙細管が開口していた.

EDS による表面の X 線分析結果を表 1 に示す. また図 2 に表面の X 線分析での亜鉛元素のマッピング像と SEM 像の重ね合わせの画像 (500 倍) の結果を示す. Sc 群では SEM で確認された塊状の仮着材成分の残存と同部位に亜鉛 (Zn) が検出された. Br 群においては SEM 像からは仮着材成分の残存を確認出来なかったが, 全体に仮着材の成分である Zn が認められた. NC 群では Zn は検出されなかった. Zn は Co 群, NC 群では検出されなかった. なお, NC 群では Cl が確認された.

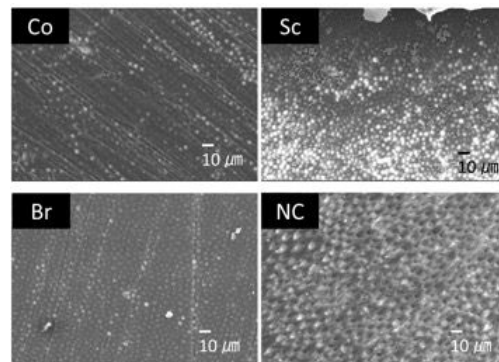


図1 象牙質被着面のSEM観察像

なお, NC 群では Cl が確認された.

表1 EDSによる象牙質被着面のX線分析

	Co	Sc	Br	NC
C	23.6	25.3	24.5	32.6
O	45.5	42.8	43.6	38.7
P	11.3	10.4	10.7	9.9
Ca	18.9	16.9	17.5	17.9
Mg	0.7	0.6	0.6	0.4
Cl	0	0	0	0.4
Zn	0	4.0	3.2	0

単位：%

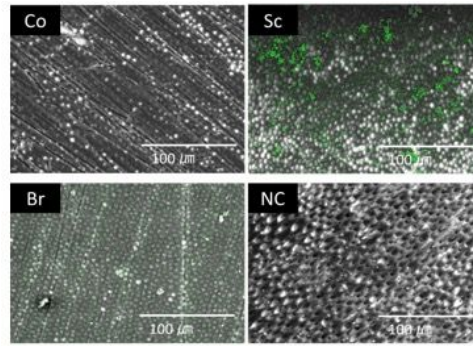


図2 EDSによる亜鉛元素のマッピング

(2) 接触角測定

Co群, Sc群, Br群, NC群の接触角を表2および図3に示す. 仮着材成分の残存を認めたSc群とBr群は, Co群と比較して接触角が有意に大きかった ($P < 0.05$). NC群・Co群間に有意な差は認めなかった.

表2 接触角

	群			
	Co群	Sc群	Br群	NC群
接触角	53.0(14.2)	77.7 (15.1)	76.7 (7.4)	63.6 (9.2)

単位：°, ()内はSD n=9

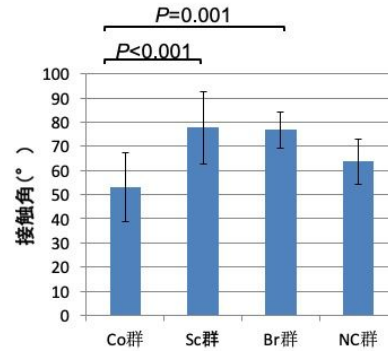


図3 接触角

実験 仮着材成分の残存が象牙質に対する接着性レジンセメントの接着能に及ぼす影響

(1) μTBS試験

表3および図4にセルフアドヒーシブ型レジンセメントにおけるμTBS試験の結果を示す. Kruskal-Wallis検定の結果, 清掃方法および保存期間に有意差が認められた ($P < 0.001$). Mann-Whitney U検定による多重比較検定の結果, Co群はSc群, Br群と比較し有意に高い接着強さを示した ($P < 0.001$). さらに, Sc群はBr群と比較して有意に低い接着強さを示した ($P < 0.05$). 一方, NC群の接着強さはCo群と有意な差はなかった. また, 接着強さは経時的な低下を認めた (0M vs. 1M: $P < 0.05$, 0M vs. 6M: $P < 0.001$, 1M vs. 6M: $P < 0.05$).

表4および図5にプライマー併用型レジンセメントにおけるμTBS試験の結果を示す. Kruskal-Wallis検定の結果, 清掃方法および保存期間に有意差を認めた ($P < 0.001$). Mann-Whitney U検定による多重比較検定の結果, Co群はSc群, Br群と

表3 セルフアドヒーシブ型レジンセメント 接着強さ

期間	群			
	Co群	Sc群	Br群	NC群
0M群	12.6 (5.4)	7.0 (7.1)	12.0 (8.3)	12.8 (9.7)
1M群	12.4 (6.7)	4.5 (4.4)	5.7 (4.4)	10.8 (9.1)
6M群	8.6 (7.1)	2.5 (3.0)	4.5 (5.8)	9.5 (7.2)

単位: MPa, ()内はSD n=30

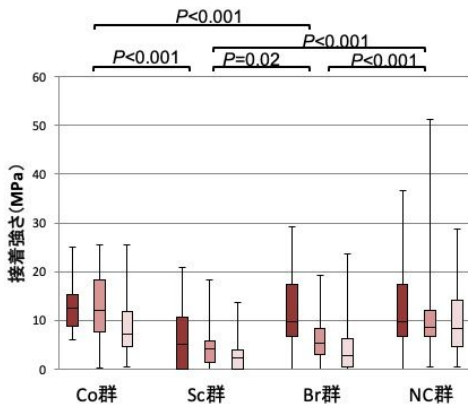


図4 セルフアドヒーシブ型レジンセメントの微小引張接着試験

表4 プライマー併用型レジンセメント 接着強さ

期間	群			
	Co群	Sc群	Br群	NC群
0M群	28.2 (6.9)	17.4 (8.7)	25.6 (11.3)	27.2 (9.5)
1M群	27.8 (13.1)	12.7 (6.8)	18.8 (7.8)	23.3 (7.2)
6M群	18.7 (6.7)	13.5 (7.0)	17.9 (7.4)	19.5 (7.7)

単位: MPa, ()内はSD n=30

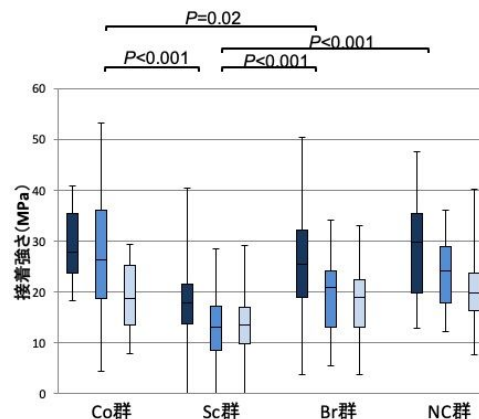


図5 プライマー併用型レジンセメントの微小引張接着試験

($P < 0.05$). さらに, Sc 群は Br 群と比較して有意に低い接着強さを示した ($P < 0.05$). 一方, NC 群の接着強さは Co 群と有意な差はなかった. また, 接着強さは経時的な低下を認めた (0M vs. 1M: $P < 0.05$, 0M vs. 6M: $P < 0.001$).

セルフアドヒーズ型接着性レジンセメントでは Sc 群(n=24)と Br 群(n=6)に, プライマー併用型接着性レジンセメントでは Sc 群(n=4)のみに ptf を認めた. セルフアドヒーズ型, プライマー併用型接着性レジンセメントともに Sc 群での ptf 数が最も多い結果となった. また, ptf 数はセルフアドヒーズ型接着性レジンセメントの方が多かった.

セルフアドヒーズ型レジンセメント群における破断面観察による破断様式を表 5 に示す. すべての群において象牙質 - 接着性レジンセメント間の界面破断が多く認められた. 次に CAD/CAM 冠用レジンブロック - 接着性レジンセメント - 象牙質の混合破壊が多く, 一部象牙質内での凝集破壊も認められたが, 接着性レジンセメント - CAD/CAM 冠用レジンブロックの界面破壊は認めなかった. また, 仮着材除去法による群間での差は認められず, すべての群で水中保管期間の違いによる破断形態の大きな変化も認められなかった.

プライマー併用型レジンセメント群における破断面観察による破断様式を表 6 に示す. すべての群において象牙質 - 接着性レジンセメント間の界面破断が多く認められた. 次に CAD/CAM 冠用レジンブロック - 接着性レジンセメント - 象牙質の混合破壊が多く, 一部象牙質内での凝集破壊も認められたが, 接着性レジンセメント - CAD/CAM 冠用レジンブロックの界面破壊は認めなかった. また, セルフアドヒーズ型接着性レジンセメントと同様仮着材除去による群間での差はなく, すべての群で水中保管期間の違いによる破断形態の大きな変化もなかった.

表5 セルフアドヒーズ型レジンセメント 破断様式

群	破断様式			
	象牙質内での凝集破壊	象牙質-セメント間での界面破断	ブロック-セメント-象牙質間の混合破壊	セメント-ブロック間での界面破断
24時間後				
Co群	0	25	5	0
Sc群	0	22	8	0
Br群	0	23	7	0
NC群	0	24	6	0
3か月後				
Co群	0	23	7	0
Sc群	0	24	6	0
Br群	0	23	7	0
NC群	0	26	4	0
6か月後				
Co群	0	26	4	0
Sc群	0	25	5	0
Br群	0	26	4	0
NC群	1	22	7	0

表6 プライマー併用型レジンセメント 破断様式

群	破断様式			
	象牙質内での凝集破壊	象牙質-セメント間での界面破断	ブロック-セメント-象牙質間の混合破壊	セメント-ブロック間での界面破断
24時間後				
Co群	0	30	0	0
Sc群	1	28	1	0
Br群	0	30	0	0
NC群	0	30	0	0
3か月後				
Co群	1	29	0	0
Sc群	1	29	0	0
Br群	0	27	3	0
NC群	0	27	3	0
6か月後				
Co群	0	30	0	0
Sc群	0	30	0	0
Br群	0	29	1	0
NC群	0	29	1	0

(2) TEM 観察

界面の TEM 観察を図 6 に示す. Co 群では接着界面は良好に接着しているが, レジンセメントは象牙細管内へ浸潤していないことが示された. また, Sc 群および Br 群では樹脂包埋時における界面の剥離が確認された. NC 群においては, 管周象牙質の脱灰, 象牙細管中へのレジクタグの形成が確認されたが, その他の群では認められなかった.

結論

象牙質表面の接着阻害因子が接着強さに与える影響とその除去法の効果, またレジンセメントの違いが接着能に与える影響を検討した結果, 下に示す結論を得た.

1. 象牙質被着面上に残存した仮着材は機械的除去法では十分に除去できないため, 仮着材成分の残存により接着阻害が生じ, 象牙質に対する接着性レジンセメントの接着能は有意に低下した.
2. 仮着材の機械的除去に続くリン酸および次亜塩素酸ナトリウムによる化学的処理が低下した象牙質に対する接着性レジンセメントの接着能を回復させるのに効果的であることが示された.
3. プライマー併用型接着性レジンセメントの接着強さはセルフアドヒーズ型接着性レジンセメントよりも有意に高いものの, プライマー併用型レジンセメントにおいてもセルフアドヒーズ型レジンセメントと同様に仮着材成分の残存は接着阻害を生じさせることが明らかとなった.

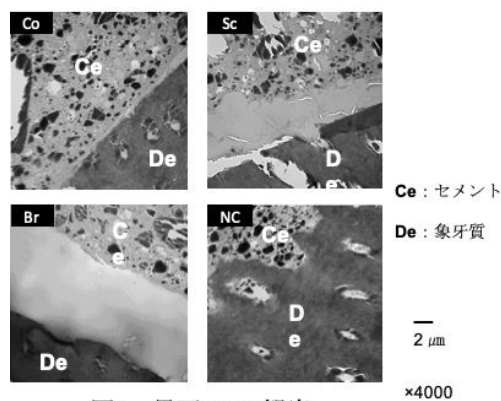


図6 界面のTEM観察

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計1件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 山田（田尻）裕子，峯 篤史，上村（川口）明日香，萩野僚介，山中あずさ，三浦治郎，中谷早希，矢谷博文。
2. 発表標題 MDPIは接着阻害因子としての仮着材残留成分の除去に奏効する。
3. 学会等名 第38回日本接着歯学会学術大会
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	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
研究協力者	矢谷 博文 (YATANI Hirofumi) (80174530)	大阪大学・歯学研究科・教授 (14401)	
研究協力者	峯 篤史 (MINE Atsushi) (60379758)	大阪大学・歯学部附属病院・講師 (14401)	
研究協力者	山田 裕子 (YAMADA YUKO)	大阪大学・歯学部附属病院・医員 (14401)	