

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 7 日現在

機関番号：10101

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25462944

研究課題名(和文) 歯科材料の微小接着強さ試験に対する信頼性データ分析の導入

研究課題名(英文) Micro-tensile bond strengths of dental materials evaluated by Weibull statistics

研究代表者

池田 考績 (IKEDA, Takatsumi)

北海道大学・歯学研究科(研究院)・助教

研究者番号：90222885

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,700,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では各種歯質接着材料に対し、微小引張り接着強さ試験を行った。データは工業界で行われる信頼性試験法のひとつであるワイブル分析を用い、尺度パラメーター、形状パラメーター(分布の形状を示す)および一定荷重における不信頼度のパラメーターを検討することにより、材料の接着信頼性を評価した。その結果、ワイブル分析により低荷重で接着の破壊が起きる確率を算出することができた。ワイブル分析は、接着性歯科材料の信頼性評価に有用であることが示された。

研究成果の概要(英文)：In the present study, micro-tensile test was employed to evaluate bonding performance of contemporary dental adhesive systems. The data obtained were analyzed by Weibull analysis, one of the engineering design methods to evaluate reliability of products. Weibull moduli, the characteristic strength and the failure probability at a certain tensile stress were calculated for dental adhesive systems. As a result of that, reliability of the products could be estimated by the employed methods.

研究分野：保存修復学

キーワード：微小引張り試験 ワイブル分析 歯科接着材料

1. 研究開始当初の背景

接着修復は現代の歯科臨床には必要不可欠である。接着修復の成否を予見するために微小引張り接着強さ試験が盛んに行われている。従来、微小引張り接着強さ試験の結果は、得られたデータの平均値と標準偏差によって強制的に正規分布にあてはめて検討が行われてきた(パラメトリックな統計手法)。しかしながら、この手法だと小さな応力で破壊する試料の割合を算出することはできない。微小引張り接着強さ試験のデータからはもっと多くの情報が引き出せるはずである。そのためには、パラメトリックな手法とは別の分析方法と実験計画法が必要となる。

信頼性データ分析は工業界で用いられている手法である。工業製品の製品開発・管理においては、製品の初期故障、偶発故障、摩耗故障を個別に検討しなくてはならないため、故障率の分布の形状に対する検討が必要となる。故障率の分布の形状はワイブル分析により検討が可能である。このワイブル分析では、形状パラメーター(m)および尺度パラメーター(θ)を算出し、データの分布の形状を考慮した統計学的な検討が可能である。

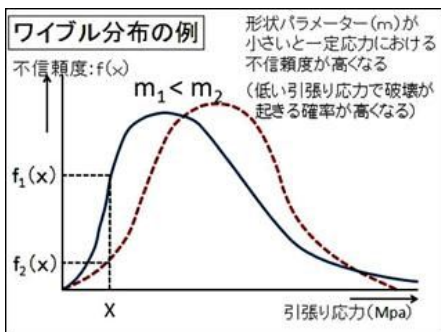
ワイブル分析を微小引張り接着強さ試験のデータに応用した場合、以下のような項目について検討が可能である。

(1) 分布の形状(形状パラメーター): 形状パラメーターが小さいほど、応力 不信頼度の分布の形状が左寄り(初期の破壊が多い)なので形状パラメーターが小さい材料は信頼性が低い。

(2) 一定荷重における不信頼度: たとえば 20 MPa の応力を加えたときに何%の試料が破壊されるかを算出する。低荷重における不信頼度が高い材料は信頼性が低い。

低荷重での破壊が起こりやすい試料の比率が高いと、実際の口腔内における接着破壊の起点が生じやすくなり、臨床的な予後が不良(脱離が起きやすい)となることが予想される。

本研究では接着性歯科材料に対し、接着直後と水中浸漬後に微小引張り接着強さ試験を行う。データはワイブル分析による検討を行い、接着直後と水中浸漬後において、分布の形状、一定荷重における不信頼度のパラメーターが変化するか否かを検討することにより、材料の接着耐久性を評価する。



2. 研究の目的

(1) 歯質接着材料の接着信頼性評価

6種類の市販の歯質接着材料の象牙質接着性能を微小引張り接着強さ試験により評価する。得られたデータに対して従来のパラメトリックな統計手法に加えてワイブル分析を行い、低い引張り応力による破壊の確率を算出し、接着における信頼度を評価する。

(2) 異なる表面処理を施した CAD/CAM ブロックとレジンセメントの接着耐久性評価

異なる表面処理を施した CAD/CAM ブロックとレジンセメントの接着強さ試験を接着後水中浸漬 2 4 時間および 1 年後に行い、接着耐久性を評価する。水中浸漬による信頼性の変化をワイブル分析により評価する。

3. 研究の方法

(1) 歯質接着材料の接着信頼性評価

使用した歯質接着材料は、クリアフィルムガボンド(MB:クラレ ノリタケ社)、クリアフィルムガボンドFA(FA:クラレ ノリタケ社)、イージーボンド(EB:3M ESPE)、ボンドフォース(BF:トクヤマデンタル)、ビューティーボンド(BB:松風)およびG-ボンド プラス(GB:ジーシー)である。

北海道大学の倫理審査委員会の基準に従って収集されたヒト抜去第三大臼歯の歯冠部分を除去後、象牙質面を#600 耐水研磨紙により注水下に研削して被着面とした。各接着材料を象牙質被着面に使用し、コンポジットレジン積層しながら築盛した。試料は 2 4 時間水中保管後、精密切断機により注水下に切断して(1 mm x 1 mm スティック状)クロスヘッドスピード 1mm/min で微小引張り接着試験を行った。得られたデータは従来のパラメトリックな統計手法に加えて、統計処理ソフト(JMP9.0)を用いてワイブル分析を行った。ワイブル分析では尺度パラメーター、形状パラメーターおよび 20 MPa の応力を加えたときに試料が破断する確率を算出し、各接着材料の信頼性を分析した。

接着試験後の接着破断面は、SEM観察を行った。

(2) 異なる表面処理を施した CAD/CAM ブロックとレジンセメントの接着耐久性評価

CAD/CAM ブロック(GC セラスマート)を切断し、表面を#600 耐水研磨紙で研削した後に各種表面処理を施し、レジンセメント(ジーセムリンクエース)でブロックとブロックを接着した。表面処理の違いにより、以下の 5 群に分けた。未処理のもの(以下未処理) サンドブラスト処理(50 μ 、1.5atm)のみ(以下SB) セラミック接着処理材(セラミックプライマー:GC)のみ(以下P) サンドブラスト処理+セラミック接着処理材(以下SB+P) ロカテック処理(以下R)、ロカテック処理はロカテックプラス(3M

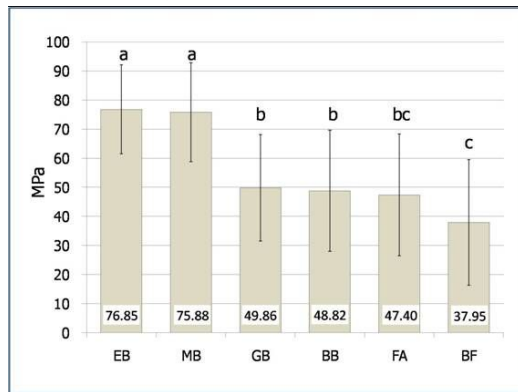
ESPE)を試料までの距離 10mm、噴射圧 0.28Mpa、噴射角度 90°で 13 秒間噴射し、エスベジル(3M ESPE)にてシランカップリングを行うものである。

接着したブロックは、1 x 1 mm のスティック状に切断し、水中浸漬後に微小引張り接着強さ試験により評価した。また、表面処理後のブロック表面はSEM観察を行った。

4. 研究成果

(1) 歯質接着材料の接着信頼性評価

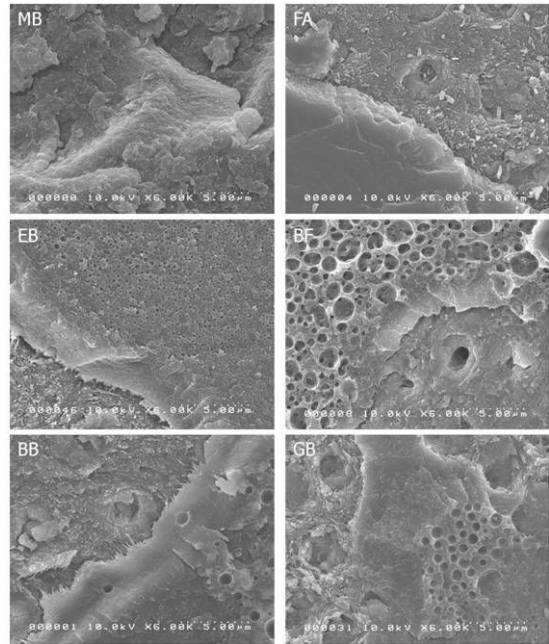
下図に 6 種類の歯質接着材料の微小引張り接着強さを示す。統計は従来のパラメトリックな手法である、Games-Howell テストにより行い、同じアルファベットは有意差がないことを示す。



EBとMBの微小引張り接着強さは、他の材料に比べて高かった。GBとBBはBFに比べ高い値を示したが、FAとBFの間に有意差は認められなかった。

ワイル分析の結果、尺度パラメータはEB: 83.3, MB: 82.2, GB: 55.9, BB: 55.4, FA: 53.9, BF: 43.8 MPaであった。形状パラメータ(m)はEB: 5.5, MB: 5.3, GB: 2.9, BB: 2.4, FA: 2.3, BF: 1.6であった。統計学的には尺度パラメータも形状パラメータともにEBおよびMBは、他の4材料よりも有意に高く、BFは他の5材料に比べ有意に低い値であった。尺度パラメータが低い材料はまた形状パラメータも小さく、低い引張り応力による破壊の確率が高く、接着における信頼度が低いことが示唆された。20 MPaの応力を加えたときに試料が破断する確率は、MB: 0.06, EB: 0.04 %とほとんどなかったが、BF: 24.6 %と全体の1/4が破断する可能性があることが明らかとなった。

下図に接着試験後の接着破断面のSEM像を示す。

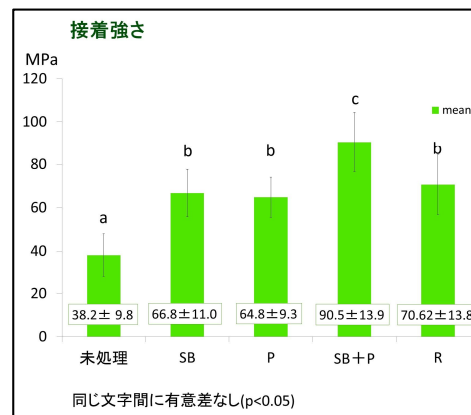


すべての歯質接着システムに関して、界面破壊が大半であった。2ステップシステム(MBとFA)では破断面に気泡は観察されなかった。1ステップシステムでは、HEMAを含む、含まないによらず多数の気泡が観察された。気泡の大きさに関しては、EBでは小さく、BFでは大きかった。気泡は、引張り応力を負荷してゆく過程で、破断の起点となる可能性があり、小さな応力で破壊が起こる原因の一つと考えられる。

以上より、従来の統計手法に加えてワイル分析を行うことにより、低い引張り応力による破壊の確率を評価することが可能であり、接着における信頼度を評価できることが確認された。

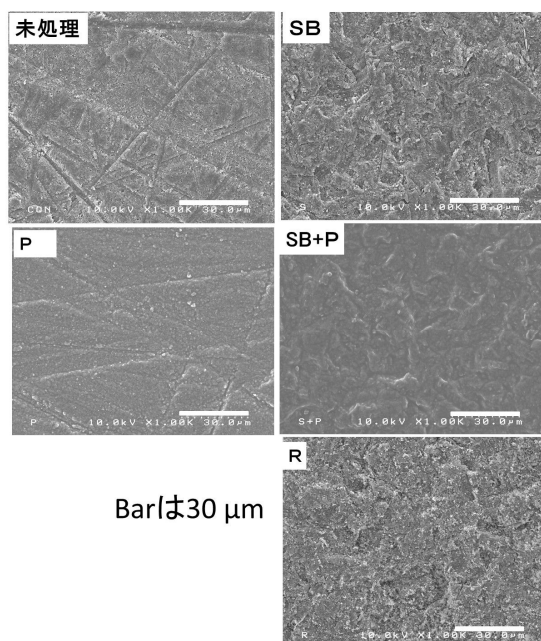
(2) 異なる表面処理を施したCAD/CAMブロックとレジンセメントの接着耐久性評価

下図に5種の表面処理の違いによる接着強さを示す。



接着強さはSB+Pが他群に比して最も高く、未処理群が最も低かった。SB、PおよびR間では有意差を認めなかった。(Games-Howell test)

下図に各表面処理後のSEM像を示す。



Barは30 μm

未処理では切削痕が明瞭に観察された。SBでは切削痕は認めず、表面が粗糙になっていた。表面が一層削除され、接着の機械的嵌合に有利な面が得られたと考えられる。PおよびSB+Pでは表面は滑らかだった。プライマーの被膜に覆われていると考えられ、化学的な接着に寄与していると思われる。SB+Pでは機械的嵌合と化学的接着により、高い接着力が得られたのだろう。Rは表面に微粒子の付着が観察された。微粒子はロカテック処理に由来するシリカと考えられるが、接着に及ぼす影響は不明である。

以上、ロカテック処理が最も高い接着強さを示すと予測したが、サンドブラスト+セラミック接着処理材が最も高い接着強さを示した。水中浸漬1年後の微小引張り試験はこれから行われる予定であり、今回の24時間水中浸漬後の結果と併せて、ワイブル分析による信頼性の低下の有無を検討する予定である。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[学会発表](計 1件)

市川真理子, 川本千春, 西川圭吾, 門脇佳孝, 星加修平, 池田考績, 田中 享, 佐野英彦. CAD/CAM ブロックの表面処理の違いがレジンセメントとの接着強さに及ぼす影響. 日本歯科保存学会 平成27年度秋季学術大会(第143回)2015年11月12-13日 文京シビックホール(東京都).

6. 研究組織

(1)研究代表者

池田 考績 (IKEDA, Takatsumi)

北海道大学・歯学研究科(研究院)・助教
研究者番号: 90222885

(2)研究分担者

井上 哲 (INOUE, Satoshi)

北海道大学・歯学研究科(研究院)・教授
研究者番号: 80184745

田中 享 (TANAKA, Toru)

北海道大学・大学病院・講師

研究者番号: 90179771