

論文の内容の要旨

氏名：吉 田 ふ み

博士の専攻分野の名称：博士（歯学）

論文題名：二ケイ酸リチウムおよびリニューサイト系セラミックスの唾液汚染がユニバーサルアドヒーシブの表面自由エネルギーと接着性に及ぼす影響

ユニバーサルアドヒーシブは、コンポジットレジンとともに齶蝕処置に用いられるとともにセラミックス修復物の補修修復に用いることも可能とされている。一方、セラミックス修復物の補修修復にあたっては、これが口腔内環境で行われることから、被着面が唾液で汚染される可能性が考えられる。この唾液汚染は、被着面のぬれ性を阻害し、ユニバーサルアドヒーシブとの接着性を低下させる可能性があるものの、その詳細については不明な点が多い。

そこで著者は、セラミックス被着面の唾液汚染がユニバーサルアドヒーシブの接着性に及ぼす影響について、セラミックス表面の表面自由エネルギーおよびユニバーサルアドヒーシブとの接着強さを測定することによって検討するとともに、その表面の走査電子顕微鏡（以後、SEM）観察を行った。

供試したシングルステップアドヒーシブは、Scotchbond Universal Adhesive (SU, 3M ESPE), G-Premio Bond (GB, ジーシー) および All-Bond Universal (AB, Bisco) とした。また、供試したセラミックブロックは、IPS e.max CAD (EM, Ivoclar Vivadent) および IPS empress CAD (EP, Ivoclar Vivadent) であり、シラン処理材としては、Ceramic Primer (CP, ジーシー) および Porcelain Primer (PP, Bisco) を用いた。

表面自由エネルギー測定用試片の製作に際しては、各セラミックブロックを製造者指示に従って焼成したものを常温重合レジン（トレーレジン、松風）に包埋し、耐水性シリコンカーバイドペーパーの #600 まで研削し、これを Control 試片とした。

次いで、Control 試片を 37°C ヒト唾液中に浸漬させた試片を汚染群（SC 群）とした。さらに、この汚染群に対して、Total Etch (TE, Ivoclar Vivadent) を用いて処理した群（TE 群）および IPS Ceramic Etching Gel (CE, Ivoclar Vivadent) を用いて処理した群（CE 群）を設定した。接触角の測定は、全自動接触角計（Drop Master DM 500, 協和界面科学）を用い、セシルドロップ法で表面自由エネルギーが既知である液滴を 1 μ L 滴下し、装置に付属するソフトウェア（FAMAS, 協和界面科学）を用いて $\theta/2$ 法で測定を行った。表面自由エネルギーは、得られた接触角と拡張 Fowkes の理論式から求めた。

接着試験には、表面自由エネルギー測定用試片と同様に調整したセラミックス被着面とし、Ultradent 接着試験用モールド (Ultradent) を固定し、コンポジットレジン (Clearfil AP-X, クラレノリタケデンタル) を填塞して接着試験用試片とした。これらの試片を 37 °C 精製水中に 24 時間保管後、あるいはその後サーマルサイクル試験機（サーマルショックテスター TTS-1, トーマス科学）を用いて 5~60°C を 1 サイクルとし、各係留時間を 30 秒間としたサーマルサイクル (TC) を 10,000 回負荷した。その後、万能試験機 (Type 5500R, Instron) を用いて、クロスヘッドスピード毎分 1.0 mm の条件で剪断接着強さを測定した。なお、接着試験後の破断試片については、その破壊形式を分類、評価した。さらに唾液汚染面および各表面処理後のセラミックス試片表面について、通法に従ってフィールドエミッション型走査電子顕微鏡 (ERA-8800FE, エリオニクス) を用いて、その接合状態を観察した。

その結果、セラミックスにおける表面自由エネルギーは、唾液汚染によって低下するものの、表面処理によって有意に向上した。すなわち、唾液汚染されたセラミックス表面は、各表面処理によって清掃効果が発揮され、これが接着強さの向上につながったものと考えられた。表面自由エネルギーの各構成成分で比較すると、双極子成分および水素結合成分は、いずれのセラミックスにおいても唾液汚染によって有意に低下が、表面処理によって向上した。これらは、セラミックスに対する唾液汚染

あるいは表面処理によって、セラミック表層の界面科学的特性に変化を生じさせたことを示すと考えられた。

セラミックスに対するユニバーサルアドヒージブの 24 時間後の接着強さは、いずれのセラミックスにおいても唾液汚染によって有意に低下したものの、表面処理によって向上した。唾液汚染が生じたセラミックス表面においては、唾液成分の存在によってユニバーサルアドヒージブとの化学的相互作用が阻害され、結果として接着強さが低下したものと考えられた。一方、この汚染面に対して適切な処理を行うことで表面自由エネルギーが向上するとともに極性化が生じたことによって、高い接着強さが得られることが示された。

TC 負荷後のセラミックスに対するユニバーサルアドヒージブの接着強さは、いずれの条件においても、24 時間値と比較して有意に低下する傾向を示した。また、接着強さの低下傾向は表面処理によって異なり、CE 群に比較して TE 群で著明であった。SEM 観察の結果から、CE 処理によってセラミックス表面に微小な凹凸が形成され、ぬれ性の向上とともに機械的な嵌合力を獲得されたことが示唆された。一方、TE 処理は、唾液成分を除去するという清掃効果が主たるものであり、SEM 観察からも表面粗造化が認められなかったところから、機械的嵌合が得られず、これが長期耐久に劣った要因と考えられた。

以上のように、セラミックスへの唾液汚染がユニバーサルアドヒージブの接着性に及ぼす影響について検討した結果、唾液汚染されたセラミックスに対する表面処理は、表面自由エネルギーおよびユニバーサルアドヒージブの接着強さを向上させることが明らかとなった。また、セラミックスに対するユニバーサルアドヒージブの接着耐久性は、表面処理法によって異なることから、臨床的に効果的であるとともに安全性の高い手法についての検討が必要なが示された。