

## 論文の内容の要旨

氏名：矢 川 彰 悟

博士の専攻分野の名称：博士（歯学）

論文題名：高透光性ジルコニアに対するプライマー処理の違いがレジン系装着材料とのせん断接着強さに及ぼす影響

ポーセレンラミネートベニア（以下 PLVs）は、長期にわたり安定した臨床結果、優れた審美性を示し、さらにオールセラミッククラウンと比較してより低侵襲である。PLVs の主な偶発症は、破折あるいは脱離である。これまでの研究において、PLVs の最も脆弱な部分はセラミックスと装着材料の界面であり、その界面から PLVs の破折あるいは脱離が生じると報告されている。長石質系陶材や二ケイ酸リチウム含有セラミックスなどのシリカを主成分とするセラミックスは、優れた光学的性質を有するため PLVs に使用されている。これまでに、シリカを主成分とするセラミックスとレジン系装着材料との接着状態に関して、多くの基礎的研究が報告されている。

酸化ジルコニウム（以下ジルコニア）セラミックスは、優れた生体親和性、高強度および特有の審美性を有するために、天然歯支台あるいはインプラント支台で、二層構造のセラミック修復物のフレームワーク材料および単層構造（モノリシック）セラミック修復物の材料として広く用いられている。しかしながら、ジルコニアは高密度多結晶焼結体中でガラス基質が欠如していることから、シリカを主成分とするセラミックスと比較して光透過性が低い。モノリシックジルコニア修復物は、単純な製作方法、コストの削減、歯質切削量の減少および前装陶材の微小破折を軽減できるなどの利点を有する。一方で、モノリシックジルコニア修復物は、シリカを主成分とするセラミックスより光透過性に劣るため、審美的に好ましくない結果を招く可能性がある。

近年、審美性を改良する目的で、光透過性に優れた“高透光性”の新しいジルコニアが開発された。高透光性ジルコニアは、長石質系陶材と比較して光透過性が低い。そのため、高透光性ジルコニアを使用したラミネートベニアは、長石質系陶材を使用したラミネートベニアと比較し、変色支台歯の色調を遮蔽するのに有利である。しかし、臨床応用に際して安定した接着を獲得するためのジルコニアに対する表面処理は、いまだ確立されていない。また、高透光性ジルコニアに対するレジン系装着材料のせん断接着強さに関するデータは少ないのが現状である。そこで、本研究の目的は、高透光性ジルコニア表面に対するプライマー処理および水中熱サイクル負荷が、高透光性ジルコニアと 2 種類のレジン系装着材料とのせん断接着強さに及ぼす影響を評価することとした。

高透光性ジルコニア（Katana Zirconia UT, Kuraray Noritake Dental）の円形平板（直径 11.0 mm および 8.0 mm, 厚さ 2.5 mm）を歯科用 CAD/CAM システムにより計 308 組製作した。すべての試料に対して、600 番の耐水研磨紙にて注水研削を行った。注水研削後、超音波洗浄器を用いて精製水中で 5 分間超音波洗浄を行い、オイルフリースプレーにて乾燥した。その後、試料は無作為に 7 条件（ $n=44$ ）に分け、表面処理を行った。表面処理は、Alloy Primer（以下 ALP; Kuraray Noritake Dental）、Clearfil Ceramic Primer Plus（以下 CCP; Kuraray Noritake Dental）、Meta Fast Bonding Liner（以下 MFB; Sun Medical Co.）、MR. bond（以下 MRB; Tokuyama Dental Corp.）、Super-Bond PZ Primer Liquid B（以下 PZB; Sun Medical Co.）、V-Primer（以下 VPR; Sun Medical Co.）での処理、およびプライマー処理なし（以下 UP）を含めた計 7 条件とした。直径 5.0 mm の穴のあいた厚さ 50  $\mu\text{m}$  の片面テープを、直径 11.0 mm の試料に貼り付け、接着面積を規定した。その後、UP 群を除いた 6 種類のプライマーは、製造者指示に従い、マイクロブラシを用いて試料表面に塗布した。

その後、各表面処理群の直径 11.0 mm および 8.0 mm の半数の試料（ $n=22$ ）は、Panavia V5 Universal shade（以下 UNI, Kuraray Noritake Dental）を用いて、5 N の荷重圧下で接着を行った。余剰な装着材料は、マイクロブラシを用いて除去し、光照射器にて 4 方向から 10 秒間ずつ、計 40 秒間光照射を行った。光照射後も 5 N の荷重圧を 3 分間加えた。残り半数の直径 11.0 mm および 8.0 mm の試料は、Panavia V5 Opaque shade（以下 OPA, Kuraray Noritake Dental）を用いて 5 N の荷重圧下で接着を

行った。余剰な装着材料を除去後も、5 N の荷重圧下で 10 分間の化学重合を行った。なお、OPA については、光照射を行わず化学重合型レジン系装着材料として評価した。

製作した試料は 30 分間放置後、37°C 精製水中にて 24 時間水中浸漬した。この状態を水中熱サイクル 0 回とし、他の半数の試料 ( $n = 11$ ) に対しては、サーマルショックテスターを用いて水中熱サイクル (5° C と 55° C に各 60 秒間浸漬) を 5,000 回負荷した。各試料は金型に固定し、ISO TR 11405 に準拠した治具に装着した。せん断接着強さは、万能試験機を使用して、クロスヘッドスピード毎分 0.5 mm の条件下で測定を行った。

統計学的検討については、得られたデータに対し、Kolmogorov-Smirnov 検定にてデータ分布を確認し、その後 Levene 検定にて等分散性を確認した。その結果、Kolmogorov-Smirnov 検定で正規分布が得られず、また Levene 検定では等分散性を得られなかった。そのため、7 条件の表面処理群のせん断接着強さを比較するために、Kruskal-Wallis 検定と多重比較検定である Steel-Dwass 検定を行った。また、同一表面処理群の水中熱サイクル負荷 0 回と 5,000 回の接着強さを比較するために、Mann-Whitney  $U$  検定を行った。同一表面処理条件の 2 種類のレジン系装着材料間の比較には、Mann-Whitney  $U$  検定を用いた。すべての検定において有意水準は  $p < 0.05$  に設定した。

せん断接着試験後、破壊形式の判定のために試料破断面を 32 倍の光学顕微鏡を用いて観察した。破壊形式は、レジン系装着材料とジルコニア間での界面破壊、レジン系装着材料内での凝集破壊、界面破壊と凝集破壊が混在する混合破壊に分類した。また、各破壊形式の代表的な試料は、試料被着面にオスミウム蒸着処理を行い、加速電圧 15 kV の条件下で走査電子顕微鏡 (以下 SEM) により試料表面の観察を行った。さらに、各群およびレジン系装着材料のせん断接着試験前後の代表的な試料に対し、X 線回折 (以下 XRD) による表面分析を行った。試料は X 線回折装置のホルダーに設置し、管電圧 30 kV、管電流 15 mA で CuK $\alpha$  線を使用した。また、走査速度は 2.0° /min、走査角度 ( $2\theta$ ) は 3~90° とした。得られたデータは、X 線解析ソフトウェアを使用して処理した。

UNI 試料において、水中熱サイクル負荷 0 回および 5,000 回ともに ALP および CCP 群が、他の群と比較して有意に高い接着強さを示した。OPA 試料において、水中熱サイクル負荷 0 回では CCP 群が、他の群と比較して有意に高い接着強さを示し、水中熱サイクル負荷 5,000 回では ALP および CCP 群が、他の群と比較して有意に高い接着強さを示した。

水中熱サイクル負荷前では、ALP、MFB、MRB および VPR 群において、UNI 試料は OPA 試料と比較して有意に高いせん断接着強さを示した。また、水中熱サイクル負荷 5,000 回後では、ALP、CCP および MFB 群において、UNI 試料は OPA 試料と比較して有意に高いせん断接着強さを示した。Mann-Whitney  $U$  検定の結果、水中熱サイクル負荷後、UNI 試料における CCP 群を除いて、せん断接着強さは有意に低下した。

せん断接着試験後の破壊形式は、すべての群のほとんどの試料で、レジン系装着材料とジルコニア間での界面破壊が認められた。また、界面破壊と凝集破壊が混在する混合破壊は、水中熱サイクル負荷 0 回と 5,000 回ともに、UNI 試料と OPA 試料の ALP および CCP 群に認められた。

SEM 観察の結果、界面破壊を示した試料表面は、注水研削後のジルコニア表面と同様のジルコニア表面構造が観察された。界面破壊と凝集破壊が混在する混合破壊を示した試料表面には、ジルコニア表面構造とレジン系装着材料と思われる残留物が観察された。

OPA 試料のせん断接着試験後に界面破壊と凝集破壊が混在する混合破壊を示した試料の XRD パターンでは、高透光性ジルコニアと一致したピークとレジン系装着材料と一致したピークの両方が観察された。

高透光性ジルコニアとレジン系装着材料との接着強さについて検討した結果、以下の結論を得た。

1. 高透光性ジルコニアに対する疎水性リン酸エステル系モノマー (MDP) を含むプライマーによる処理は、レジン系装着材料との初期接着強さを向上させる。
2. 高透光性ジルコニアとレジン系装着材料の接着耐久性の獲得には、疎水性リン酸エステル系モノマー (MDP) を含むプライマー処理が有効であった。
3. 水中熱サイクル負荷後、高透光性ジルコニアとデュアルキュア型 (UNI) レジン系装着材料の接着強さは、化学重合型 (OPA) レジン系装着材料との接着強さと比較して安定していた。