

## 論文の要約

氏名：木村文晃

博士の専攻分野の名称：博士（歯学）

論文題名：CAD/CAM で製作されたコンポジットレジンおよび二ケイ酸リチウム含有セラミック前装部とジルコニアフレームワークとのせん断接着強さ

酸化ジルコニウム（以下ジルコニア）は、前歯部および臼歯部領域における歯冠補綴装置やインプラント支持の補綴装置のフレームワーク材料として広く用いられている。ジルコニア修復物の主な欠点の一つとして前装陶材の微小破折（チッピング）が指摘されている。チッピングへの対応策として、ジルコニアフレームワーク上にコンポジットレジンを前装する方法、単層構造のジルコニア修復物を用いる方法および CAD/CAM システムで製作した二ケイ酸リチウム含有セラミック前装部を、焼結したジルコニアフレームワークに結合あるいはレジン系装着材料で接着する方法が挙げられる。

CAD/CAM によりジルコニアフレームワークと前装部をそれぞれ製作し、ガラスセラミックスを用いて結合する方法（CAD-on テクニック）およびレジン系装着材料を用いて接着させる方法（rapid layer テクニック）が用いられている。これらの方法は、陶材焼成時の熱負荷の軽減や前装部を CAD/CAM によって製作することで安定した機械的性質を有するなどの利点がある。さらに、レジン系装着材料を用いる場合は、前装部とフレームワークを接着するため、焼成する工程が不要である。

コンポジットレジン、前装陶材の代替材料としてジルコニア修復物の前装材料に用いられることがある。コンポジットレジン、高い審美性、咬合力に対する衝撃吸収性、修理の簡便性および対合歯への低摩耗性といった特徴をもつ。インプラント支持ジルコニア補綴装置の破壊強度を評価した研究では、CAD/CAM 用レジブロックを用いて製作された前装部をジルコニアフレームワークに接着する方法が、従来の陶材を焼成して前装する方法の代替となる可能性が報告されている。しかし、ジルコニアと CAD/CAM によって製作された前装部（コンポジットレジンおよび二ケイ酸リチウム含有セラミックス）との接着状態に関する報告は少ない。

本研究では、ジルコニアフレームワークと CAD/CAM によって製作されたコンポジットレジンおよび二ケイ酸リチウム含有セラミック前装部との接着強さを評価し、前装部に対する表面処理の影響を明らかにすることを目的とした。

ジルコニアフレームワーク（Katana Zirconia, Kuraray Noritake Dental）を被着体として用い、CAD/CAM 用レジブロック（Katana Avencia Block, Kuraray Noritake Dental, 以下 AVE）および二ケイ酸リチウム含有セラミックブロック（IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent, 以下 IEC）を前装部材料として用いた。

ジルコニア円形平板（直径 11.0 mm, 厚さ 2.5 mm）を CAD/CAM システム（Katana Zirconia system, Kuraray Noritake Dental）を用いて計 132 個製作した。ジルコニア円形平板の接着面を 600 番の耐水研磨紙で注水研削し、粒径 50  $\mu\text{m}$  のアルミナ粒子を用いて噴射圧 0.2 MPa, 噴出口から被着面の距離 10 mm の条件で 10 秒間アルミナブラスト処理を行った。直径 5.0 mm に接着面積を規定し、接着面には機能性モノマーである 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (MDP) を含有する Clearfil Photo Bond (以下 CPB) を塗布した。

AVE 試料および IEC 試料の各ブロックを直径 8.0 mm および厚さ 2.5 mm の円形平板に調整した。IEC 試料は製造者指示に従い歯科技工用ポーセレン焼成炉を用いて焼成した。AVE 試料および IEC 試料は、接着面を 600 番の耐水研磨紙を用いて注水研削後、表面処理法によって 3 条件 (n=22) に分類した。すなわち、表面処理なし（以下 CON 群）、9.5%フッ化水素酸を用いて 60 秒間処理し、精製水で 20 秒間洗浄後、メタノール中で超音波洗浄を行った群（以下 HF 群）および粒径 50  $\mu\text{m}$  のアルミナ粒子を用いて噴射圧 0.2 MPa, 噴射口から接着面までの距離 10 mm の条件で 10 秒間アルミナブラスト処理を行った群（以下 AB 群）の計 3 条件とした。

ジルコニア円形平板試料と各表面処理後の AVE 試料および IEC 試料は、プライマー未処理の状態で、

デュアルキュア型レジン系装着材料 (Panavia V5, Kuraray Noritake Dental) を用いて荷重 5 N で接着させた。接着された試料は、光照射器を用いて 1 方向 10 秒間ずつ、4 方向から光照射を行った。製作した各試料群の半数 ( $n = 11$ ) は、 $37^{\circ}\text{C}$  精製水中に 24 時間水中浸漬した。この状態を水中熱サイクル負荷 0 回とし、残り半数の試料は、サーマルショックテスターを用いて  $5^{\circ}\text{C}$  と  $55^{\circ}\text{C}$  に各 1 分間浸漬する水中熱サイクル負荷を 20,000 回行った。せん断接着強さの測定は、万能試験機を使用し、クロスヘッドスピード毎分 0.5 mm の条件で行った。各表面処理後の試料接着面の表面粗さを、表面粗さ・輪郭形状測定機を用いて測定した。各表面処理群において、1 試料につき 3 箇所測定し、それぞれの表面処理群 ( $n = 11$ ) で得られた値の平均を算術平均粗さ ( $R_a, \mu\text{m}$ ) とした。

得られたデータに対して Kolmogorov-Smirnov 検定と Levene 検定を行った。Levene 検定で等分散性が得られなかったため、各前装部材料のせん断接着強さおよび表面粗さを比較するために Kruskal-Wallis 検定と事後解析として Steel-Dwass 検定を有意水準 5% の条件で統計分析を行った。水中熱サイクル負荷前後および AVE 試料と IEC 試料間の比較には Mann-Whitney U 検定を用い、有意水準を 5% とした。せん断接着試験後の試料の破壊様式は、試料破断面を光学顕微鏡を用いて 32 倍で観察を行った。せん断接着試験前後の代表的な試料に対して、走査電子顕微鏡 (以下 SEM) により試料表面の観察を行った。また、SEM を用いて試料縦断面の観察も合わせて行った。さらに、せん断接着試験前後の試料に対し、X 線回折 (以下 XRD) による表面分析を行った。

水中熱サイクル負荷 0 回および 20,000 回において、AVE 試料では AB 群が、IEC 試料においては HF 群が、他の群と比較して有意に高いせん断接着強さを示した。HF 群の水中熱サイクル負荷前後のせん断接着強さでは、IEC 試料が AVE 試料と比較して有意に高かった。一方、水中熱サイクル負荷前では、AB 群の AVE 試料と IEC 試料間で接着強さに有意差は認められなかったが ( $P = 0.151$ )、水中熱サイクル負荷後では、AVE 試料が IEC 試料と比較して有意に高い接着強さを示した ( $P < 0.001$ )。AVE 試料および IEC 試料において、水中熱サイクル負荷 20,000 回後では、すべての表面処理群で接着強さは有意に低下した。

各表面処理後の前装部材料の算術平均表面粗さは、AVE 試料および IEC 試料において、AB 群が他の 2 群と比較し有意に大きい値を示した。また、HF 群は CON 群と比較して有意に大きい値が認められた。せん断接着試験後の破壊様式は、水中熱サイクル負荷後では、ほぼすべての AVE 試料および IEC 試料で、前装部材料とレジン系装着材料間での界面破壊が認められた。

AVE 試料の注水研削後の SEM 像では、擦過痕を認めた。HF 群の SEM 像では、AB 群の SEM 像より平滑面が残っているものの、粗造部分の形成が観察された。IEC 試料の SEM 像では、注水研削後の試料表面に注水研削による擦過痕が認められた。また、HF 群の試料表面は、AB 群の試料表面に比較して露出した結晶構造間に多数の微細な陥凹を認めた。HF 群において、AVE 試料は、IEC 試料と比較して平坦な表面性状を示した。AB 群の SEM 像では、AVE 試料の表面は、IEC 試料の表面と比較して不規則な凹凸を認めた。界面破壊とレジン系装着材料内の凝集破壊の混在した混合破壊を示した AVE 試料および IEC 試料の SEM 像においては、前装部材料表面およびレジン系装着材料と思われる残留物が観察された。アルミナブラスト処理後の AVE 試料においては、比較的良好な接着界面が観察されたが、アルミナブラスト処理後の IEC 試料にはマイクロクラックが観察された。界面破壊と凝集破壊の混在した混合破壊を示した AVE 試料の XRD パターンでは、レジン系装着材料のピークと注水研削後の AVE 試料と一致したピークが観察された。また、界面破壊とレジン系装着材料内の凝集破壊の混在した混合破壊を示した IEC 試料では、レジン系装着材料および注水研削後の IEC 試料の XRD パターンと一致した。

以上のように、コンポジットレジンおよび二ケイ酸リチウム含有セラミック前装部とジルコニアフレームワークとのせん断接着強さを検討した結果、コンポジットレジンおよび二ケイ酸リチウム含有セラミック前装部は、それぞれ異なる表面処理法でジルコニアフレームワークとの良好なせん断接着強さを獲得することができた。