

## 論文の要約

氏名：松 島 圭 佑

博士の専攻分野の名称：博士（歯学）

論文題名：ジルコニアに付与した機械的維持装置が前装用コンポジットレジンとの接着強さに及ぼす影響

優れた機械的性質、審美性および生体親和性を有するジルコニアを用いた補綴装置（ジルコニア補綴装置）は、歯冠補綴装置およびインプラント支持補綴装置において、陶材焼付金属冠の代替として臨床応用されている。システムティックレビューにおいて、ジルコニア補綴装置は安定した生存率が報告されているが、装着後に生じる問題点として前装陶材の微小破折が報告されている。前装陶材の微小破折の防止策として、加圧成形材料を用いたオーバープレス法、間接修復用コンポジットレジンを用いた前装する方法や単層構造のジルコニア補綴装置を用いる方法などがある。

前装用コンポジットレジン（コンポジットレジン）は、インプラント支持補綴装置を含む固定性補綴装置の前装材料として臨床で使用されている。コンポジットレジンを用いた前装した補綴装置（レジン前装補綴装置）について、優れた審美性と良好な臨床成績が報告されている。これまでに、メタルフレームワークにコンポジットレジンを用いた前装したインプラント支持補綴装置は、咬合力あるいはインプラント周囲の応力分布を緩衝することが報告されている。また、ジルコニアフレームワークを用いたレジン前装補綴装置では、破壊荷重やジルコニアフレームワークと前装するコンポジットレジンとの接着強さの観点から、良好な研究結果が報告されている。

固定性補綴装置の前装部にコンポジットレジンを使用する際に、メタルフレームワークとコンポジットレジンとの維持力を高めるために、リテンションビーズなどを用いて機械的維持装置（維持装置）が付与されている。ジルコニアフレームワークに維持装置を付与することで、コンポジットレジンとの機械的維持力の向上が期待される。しかし、ジルコニアフレームワーク前装面に維持装置を付与することが、前装用コンポジットレジンとの接着強さに及ぼす影響についての報告はほとんど見当たらない。また、前装用コンポジットレジンとの接着耐久性を向上させるためには、機械的嵌合と化学的結合の獲得が必要である。

そこで本研究では、ジルコニアフレームワーク前装面に対する維持装置の付与および表面処理が、ジルコニアフレームワークとコンポジットレジンとのせん断接着強さに及ぼす影響を評価することを目的とした。

被着体としてジルコニア（Katana Zirconia HT, Kuraray Noritake Dental）の円形平板（直径 11.0 mm, 厚さ 2.5 mm）を計 440 個製作した。ジルコニア円形平板を、#600 までの耐水研磨紙を用いて注水研削後、平均粒径 50  $\mu\text{m}$  のアルミナ粒子を用いて噴射圧 0.2 MPa, 噴射口から被着面までの距離 10 mm で 10 秒間アルミナブラスト処理を行った。その後、ジルコニア円形平板に対する表面処理方法の違いによって、以下の 5 群 ( $n=88$ ) に分けた：アルミナブラスト処理 (ZR-AB 群), グレーズ用陶材 (Cerabien ZR E glaze, Kuraray Noritake Dental) を焼成 (ZR-GL 群), グレーズ用陶材の上に 50, 70 および 105  $\mu\text{m}$  の白色アルミナ粒子 (Alumina WA-050, WA-150 および WA-105, Akiyama Sangyo) を付与した後に焼成 (ZR-50 群, ZR-70 群および ZR-105 群)。

ZR-GL 群は、ジルコニア円形平板に直径 5.0 mm の穴が開いた片面テープを貼付し、接着面積を規定した。接着面にグレーズ用陶材を薄く塗布した後に、片面テープを除去して、歯科技工用ポーセレン焼成炉を用いて 930°C で 30 秒間の焼成を行った。

ZR-50 群, ZR-70 群および ZR-105 群は、ジルコニア円形平板の接着面にグレーズ用陶材を薄く塗布し、その上に維持装置として平均粒径が 50, 70 および 105  $\mu\text{m}$  の白色アルミナをふりかけた。その後、ジルコニア円形平板を ZR-GL 群と同様に、歯科技工用ポーセレン焼成炉を用いて焼成した。

各表面処理後に直径 5 mm の穴が開いた両面テープを用いて接着面を規定した。ジルコニア試料をさらに、以下の 4 つのプライマー処理群 ( $n=22$ ) に分けた：プライマー処理なし (UP 試料), Clearfil Porcelain Bond Activator (CA 試料, Kuraray Noritake Dental), Clearfil Photo Bond (CB 試料, Kuraray Noritake Dental) および CA と CB を等量混和したプライマーを用いた処理 (CA+CB 試料)。各プライ

マーには、一つ以上の機能性モノマーが含有されている。各プライマーは、ジルコニア円形平板の接着面にマイクロブラシを用いて塗布後、マイルドエアーで乾燥した。

オペークレジン (Estenia C&B Body Opaque OA2, Kuraray Noritake Dental) をジルコニア円形平板に塗布し、歯科技工用重合装置を用いて 90 秒間の光重合を行った。その後、ジルコニア円形平板上に直径 6.0 mm、厚さ 2.5 mm のステンレス鋼製リングを装着し、間接修復用コンポジットレジン (Estenia C&B Dentin DA2, Kuraray Noritake Dental) を荷重圧 5 N でリング内に充填し、歯科技工用重合装置を用いて 5 分間の光重合を行った。さらに歯科技工用重合装置を用いて 110°C で 15 分間の加熱重合を行った。

製作した試料は、37°C 精製水中に 24 時間水中浸漬し、この状態を水中熱サイクル負荷 0 回とした。半数の試料に対しては、サーマルショックテスターを用いて 5°C と 55°C に各 60 秒間浸漬する水中熱サイクル負荷を 5,000 回行った。せん断接着強さの測定は、万能試験機を用いてクロスヘッドスピード毎分 0.5 mm の条件でせん断接着試験を行った。

得られたデータに対して、Shapiro-Wilk 検定と Levene 検定を行った結果、正規分布は得られず ( $p = 0.007$ )、等分散性も得られなかった ( $p = 0.005$ )。そのため、各表面処理群のせん断接着強さの違いを比較するために、Kruskal-Wallis 検定と多重比較検定である Steel-Dwass 検定を行った。同一表面処理群での水中熱サイクル負荷前後のせん断接着強さを比較するために Mann-Whitney  $U$  検定を行った。なお、すべての検定において  $\alpha = 0.05$  とした。

せん断接着試験後、試料破断面を実体顕微鏡を用いて 32 倍の倍率で観察し、試料の破壊様式を判定した。破壊様式は (A) ジルコニアとコンポジットレジン間での界面破壊、(B) ジルコニアとコンポジットレジン間での界面破壊とコンポジットレジン内での凝集破壊の混合破壊、(C) ジルコニアとグレーズ用陶材間での界面破壊、(D) ジルコニアとグレーズ用陶材間での界面破壊とグレーズ用陶材内での凝集破壊の混合破壊、(E) グレーズ用陶材とコンポジットレジン間での界面破壊、(F) グレーズ用陶材とコンポジットレジン間での界面破壊とグレーズ用陶材内での凝集破壊の混合破壊、(G) グレーズ用陶材とコンポジットレジン間での界面破壊とコンポジットレジン内での凝集破壊の混合破壊、(H) コンポジットレジン内での凝集破壊に分類した。

各破壊様式の代表的な試料に対して、試料被着面にオスミウム蒸着処理を行い、走査電子顕微鏡 (SEM) を用いて試料表面の観察を行った。また、せん断接着試験前の試料の接着面に対して垂直に切断した試料およびせん断接着試験後の試料を歯科汎用アクリル系レジンを用いて包埋し、破断面に対して垂直に切断した試料に対して、SEM 観察を行った。さらに、X 線回折装置 (XRD) を用いて、各破壊形式の代表的な試料と使用材料の表面分析を行った。

ZR-70 および ZR-105 群における UP 試料のせん断接着強さは、水中熱サイクル負荷の有無にかかわらず他の表面処理群と比較して有意に高かった。ZR-70 および ZR-105 群では、水中熱サイクル負荷後において、CB および CA+CB 試料が他のプライマー処理法と比較して有意に高いせん断接着強さを示した。水中熱サイクル負荷の前後で、ZR-AB 群において、CB および CA+CB 試料のせん断接着強さは、UP および CA 試料と比較して有意に高かった。ZR-GL 群では、UP および CB 試料において、他のプライマー処理法と比較して有意に低い接着強さを示した。

Mann-Whitney  $U$  検定の結果、ZR-70 および ZR-105 群の CA 試料のせん断接着強さは、水中熱サイクル負荷後に有意に低下した。一方、ZR-70 および ZR-105 群の CB および CA+CB 試料では、水中熱サイクル負荷前後の接着強さに有意差は認められなかった。

ZR-GL 群では、水中熱サイクル負荷後に破壊様式 D は認められなかった。ZR-50, ZR-70 および ZR-105 群では、水中熱サイクル負荷の前後において、破壊様式 D が認められた。水中熱サイクル負荷後では、ZR-70 および ZR-105 群の CA+CB 試料でのみ、破壊様式 E は認められなかった。

表面処理を行ったジルコニア表面の SEM による観察では、ZR-AB 群においてジルコニア表面に粗造な構造が観察され、ZR-GL 群では、滑らかな試料表面が観察された。また、ZR-50, ZR-70 および ZR-105 群では、アルミナ粒子の粒径が増大すると、グレーズ用陶材の露出面積が減少している像が認められた。

せん断接着試験前の試料の割断面の SEM による観察では、ZR-50 群において、浅いアンダーカット内にオペークレジンの存在が認められた。ZR-70 および ZR-105 群では、アルミナ粒子の粒径が増大するに伴ってアンダーカットも増加しており、この部にオペークレジンの存在が認められた。

せん断接着試験後の破断面の SEM による観察では、破壊様式 D を示した ZR-105 群の CA+CB 試料

において、ジルコニア表面にグレーズ用陶材が認められた。破壊様式 E を示した ZR-105 群の UP 試料では、グレーズ用陶材およびアルミナ粒子が観察された。

UP 試料におけるせん断接着試験後の試料断面の SEM による観察では、ZR-50 群において、グレーズ用陶材内に取り込まれたアルミナ粒子が観察された。また、ZR-70 および ZR-105 試料においては、グレーズ用陶材内に取り込まれたアルミナ粒子が残存している部分と脱落したと思われる部分の両方が観察された。

XRD による試料表面の観察では、破壊様式 D を示した ZR-105 群の CA+CB 試料において、グレーズ用陶材およびジルコニアに対応する XRD パターンのピークが認められた。また、破壊様式 E を示した ZR-105 群の UP 試料では、グレーズ用陶材とアルミナ粒子に対応する XRD パターンのピークが認められた。

本研究の結果から、以下の結論を得た。

1. ZR-70 および ZR-105 の群において、ジルコニアフレームワークとコンポジットレジンとのせん断接着強さは他の群と比較して有意に高く、グレーズ層とコンポジットレジン間での機械的嵌合が獲得できた。
2. 機械的維持装置（アルミナ粒子）を付与したジルコニア表面に対するリン酸エステル系モノマー（MDP）による処理は、コンポジットレジンとの安定した接着強さの獲得に有効であった。