原著論文

接着性レジンセメントの接着強度に関する研究

—セラミックコアに仮着材が及ぼす影響—

吉田 剛 小泉 寛恭 田中 秀享
棧 淑行 五十嵐孝義

A Study on Bond Strength of Adhesive Resin Cement —Influence of Temporary Cement Exerting All Ceramic Post Core—

Tsuyoshi Yoshida, Hiroyasu Koizumi, Hideaki Tanaka,
Yoshiyuki Kakehashi and Takayoshi Igarashi

Abstract : Temporary cements and difference in the cleaning conditions exerted on adhesive strength of the adhesive resin cement and ceramic core were evaluated by performing shearing adhesive strength test, determining surface roughness and contact angle, and scanning electron microscopy (SEM).

The results were as follows :

1. Temporary cementation decreased adhesion strength in some cases, but no significant change was observed in various temporary cements.
2. As for the adhesion strength and the surface roughness, a relationship was not recognized.
3. Contact angles became large due to temporary cementation, and wetness declined.
4. Difference in the characteristic figures were observed by scanning electron microscopy after removal of temporary cements and cleaning method.
5. A method of cleaning temporary cements was expected for silane coupling treating after temporary cement removal by toothbrushing.

Key words : resin cement, temporary cement, ceramic core

I. 緒 言

近年、オールセラミックスによる審美的歯冠修復法は接着技術の向上に伴い、広く臨床応用されるようになってきている¹⁻³⁾。なかでも IPS Empress (IVOCLAR, 以下エンプレスと略す) はロストワックス法と加圧・軟化・成型法により製作され⁴⁾、材料自体が自然歯に近似した光透過性を持ち、しかも、優れた適合性を有するため⁵⁾、臨床応

用される頻度が高い⁶⁾。しかし、良好な光透過性を有する反面、背景の支台歯の色調を反映してしまうことが報告され⁷⁾、特に無髄歯に対しては金属鑄造体により支台築造を行うと、歯自体の変色⁸⁾や修復装置による色調回復の面で難点⁹⁾がある。そのため、支台築造体に金属を使用せず色調が象牙質に近似しているものを使用したほうが良好な色調回復が行えること¹⁰⁾より、コンポジットレジン、陶材およびキャストブルセラミックスを用いる方法¹¹⁻¹³⁾などが報告されている。このため、オールセラミックス材による支台築造法として、象牙質色に近似する IPS Empress Cosmo Post Ingot (IVOCLAR, 以下セラミックコアと略す) が開発された。ポスト部分はオールセラミック材であるジルコニア焼結体ポスト (COSMOPOST IVOCLAR, 以下

日本大学歯学部補綴学教室クラウンブリッジ学講座 (主任 : 五十嵐孝義教授)

Department of Crown and Bridge Prosthodontics, Nihon University School of Dentistry (Chief : Prof. Takayoshi Igarashi)
平成 10 年 9 月 18 日受付

コスモポストと略す)が適用され^{14,15)},その周囲はセラミックコアで鑄造し一体化される。このコスモポストとセラミックコアを接着性レジンセメントで支台歯に接着して支台築造を行い、その後この支台歯に、エンプレスで製作した歯冠修復装置を接着することにより、より審美的な色調回復ができるようになっている。一般臨床では、支台歯形成後から最終歯冠修復装置を装着するまでの期間は、咀嚼・発音・嚥下などの諸機能を保持し、支台歯自体、隣在歯および対合歯などの挺出や傾斜を予防し、かつ審美性を保持することを目的として、必ず暫間被覆冠を製作し、これを仮着材で仮着しなければならない¹⁶⁻²⁰⁾。そのためエンプレスクラウンは、種々の仮着材を除去・清掃した支台歯形成面に、エンプレス専用の接着性レジンセメントである Variolink (VIVADENT, 以下レジンセメントと略す)を使用して接着する。しかし、仮着材ならびに仮着材の除去・清掃方法の相違がセラミックコアとレジンセメントの接着強度に及ぼす影響については明らかにされていない。

そこで、本研究ではセラミックコアにより支台築造を行った支台歯に対し、2種類の仮着材で暫間被覆冠を仮着した支台歯面にエンプレスクラウンを接着することを想定し、仮着材の種類ならびに仮着材の除去・清掃方法の相違がレジンセメントの接着強度に及ぼす影響について、剪断接着強度、表面粗さ、接触角および SEM 観察で比較検討を行った。

II. 材料と方法

1. 接着試料

1) クラウンとしてのセラミック試料の製作

クラウンとしてのセラミック試料(以下、クラウン試料と略す)の製作は、山下らの方法²¹⁾に準じた。すなわち、クラウン試料は $\phi 5 \times 2$ mm のステンレス製リング内に軟

化したインレーワックス(ジーシー)をガラス練板上で填入、圧接し、ペレット状のワックスパターンを採得したのち、IPS Empress Working Procedure²²⁾に従い埋没後、鑄型をリングファーンズ(CF-IV, 千代田歯科器材)にて加熱し、エンプレスクラウンのステイニング用セラミックインゴットのうち臨床で使用頻度が高いと思われる TC I インゴットを専用の圧入電気炉(EP 500, IVOCLAR)にて加熱・軟化・圧入した。その後、粒径 50 μ m ガラスビーズ(GLASS BEADS, 松風)を約 0.3 MPa にてサンドブラスト処理を行いクラウン試料を掘り出した。クラウン試料の被接着面はマルトーラップ ML-100 平面研磨機(マルトー)に # 800 耐水カーボラップペーパーを装着し、回転数 40 rpm で平滑に研磨を行い、精製水中で 10 分間超音波洗浄を行った。その後、レジンセメントのキット内にある etching gel で 1 分間のエッチング処理、水洗、乾燥した後に同じくキット付属のシランカップリング剤である Monobond-S にて 1 分間のシランカップリング処理を行った。

2) セラミックコア試料の製作

セラミックコアの試料は花村らの方法²³⁾に準じた。すなわち $\phi 7 \times 5$ mm のステンレス製リング内に軟化したインレーワックスを圧接し、ペレット状のワックスパターンを採得した後に IPS Empress Working Procedure²²⁾に従い埋没後、鑄型をリングファーンズにて加熱し、コア用インゴットであるコスモポストを圧入電気炉にて加熱・軟化・圧入した。その後、粒径 50 μ m のガラスビーズを約 0.3 MPa にてサンドブラスト処理を行いセラミックコア試料の被接着面はマルトーラップ ML-100 平面研磨機に # 800 耐水カーボラップペーパーを装着し、回転数 40 rpm にて平滑に研磨を行い、精製水中で 10 分間超音波洗浄を行った。

図 1 に、測定試料作製の手順のフローチャートを示す。

図 1 Flowchart of making measurement samples
測定試料作製の手順

表 1 Materials of this study
使用材料

分類	製品名	略号	製造会社
被接着体	IPS Empress TC I Ingot	セラミック材	IVOCCLAR
	IPS Empress Cosmo Post Ingot	セラミックコア	IVOCCLAR
接着剤	Variolink Cem Kit Yellow Universal	レジンセメント	VIVADENT
仮着材	Freegenol Temporary Pack	TP	ジーシー
	HY-BOND Temporary Cement Hard	HYB	松風
歯面清掃材	Coral	研磨材	ロービック

2. 仮着材およびその除去・清掃

ユージノール系の仮着材がレジンセメントの重合を阻害し接着を妨げるとの報告^{24,25)}があり、Variolinkの使用マニュアル²⁶⁾にもユージノール系の仮着材使用を避けるように指定しているため、今回はユージノール系の仮着材は使用しなかった。本研究では臨床で多用されている代表的なもの2種類として、非ユージノール系のペーストとしてFreegenol Temporary Pack (ジーシー、以下TPと略す)と、非ユージノール系でカルボキシレートのセメントとしてHY-BOND Temporary Cement Hard (松風、以下HYBと略す)を選定した。仮着材の練和は各メーカー指示の練和比であるTPはBase/Accelerator=1.0 g/2.5 g、およびHYBはP/L=1.6 g/1.0 gでそれぞれ30秒間練和し、これを暫間被覆冠を想定したPMMA製レジンプレート(10×10×1 mm)に塗布してセラミックコア試料面に手圧にて圧接・仮着を行った。仮着した試料は37°Cの精製水中に1週間保管後、PMMA製レジンプレートを撤去し、以下の仮着材の除去・清掃方法に従い清掃し、試験用試料を製作した。

仮着材の除去・清掃方法は以下の5条件とした。

Controlは仮着を行わず#800耐水カーボラダムペーパーにて研磨を行い、精製水中で10分間超音波洗浄を行い乾燥し、Monobond-Sを塗布し1分間シランカップリング処理を行った。

条件1は、機械的清掃法が不可能である支台歯の隣接面を想定して、セラミックコア試料面に付着した仮着材を肉眼で探針と湿綿球で可及的に除去・清掃を行い、水銃にて水洗、乾燥後にetching gelにて1分間エッチングを行った。

条件2は、条件1を行った後にMonobond-Sを塗布し1分間シランカップリング処理を行った。

条件3は、機械的清掃が可能な支台歯の唇・舌側面を想定し、条件1の肉眼で探針と湿綿球で可及的に除去・清掃を行い、水銃で水洗後に、歯面清掃材として市販されているフッ素を含有しないCoral(ロービック)を用い、ティースブラシにて回転数2,000 rpmで10秒間ポリッ

表 2 Method of removal temporary cement
仮着材の除去・清掃方法

Control	: 仮着せず
条件1	: 探針・湿綿球にて除去・清掃、エッチング処理
条件2	: 探針・湿綿球にて除去・清掃、エッチング、シランカップリング処理
条件3	: 探針・湿綿球にて除去・清掃、歯面清掃剤にてポリッシング、エッチング処理後
条件4	: 探針・湿綿球にて除去、清拭、歯面清掃剤にてポリッシング、エッチング、シランカップリング処理

ングし、水銃で水洗、乾燥後にetching gelにて1分間エッチングを行った。

条件4は、条件3に加えて条件2と同様にシランカップリング処理を行った。

なお、使用した材料およびその略号を表1に、仮着材の除去・清掃方法を表2に示す。

3. 剪断接着強度試験用試料の製作

剪断接着強度試験用試料の製作は、仮着材の除去・清掃をそれぞれ行った後に、レジンセメントの使用マニュアル²⁶⁾に従いクラウン試料、セラミックコア試料それぞれにセメントキットのボンディング剤であるHeliobondをキット付属の小筆にて薄く塗布し、エアブロー後に遮光保管した。レジンセメントは、catalyst (high viscosity)とbase (yellow universal)を使用して等量練和した約0.02 mlのセメント泥をセラミック試料の被接着面のほぼ中央に塗布した。その後手圧にて圧接し定荷重器にて5 Nの静荷重を加えた。試料周囲より溢出してきた余剰セメントを小綿球で可及的に清拭し、可視光線光照射器Visulux 2 (3 M)の照射口を可及的に近接させ、それぞれ12, 4および8時の3方向から40秒間ずつ計120秒間光照射を行い接着を行った。

なお、仮着を行わず接着させたものをControlとした。

接着操作は室温23±1°C、相対湿度50±5%の恒温、恒湿室で行い、剪断接着強度試験用の試料は37°Cの精製水中に24時間保管後に測定試料とした。

4. 剪断接着強度試験

剪断接着強度の測定は、山下ら²¹⁾の方法に準じ、TCM-5000 A (ミネベア) を用い、クロスヘッドスピード 1.0 mm/min にて剪断接着強度 (以下、接着強さと略す) の測定を行った。試料数は各条件につき 7 個ずつ、接着強さの成績はそれぞれの測定値の平均値とし、有意差は t-検定で評価した。

5. 表面性状の測定

仮着材除去後のセラミックコア面の表面性状を調べるため、接触式表面粗さ測定器 Surfcom 1400 A (東京精密) を用いて中心線平均粗さ (Ra) を求め、その試料の表面粗さとした (算出規格 JIS'82, 測定長さ 2.5 mm, カットオフ波長 0.8 mm, 測定速度 0.3 mm/sec)。

試料数は各条件につき 3 個とし、1 試料につき任意の 3 カ所を測定し、計 9 カ所の平均値を求めた。

6. 接触角の測定

セラミックコア試料表面のぬれ性を調べて接着効果を判定するため、試料表面の接触角 (degree) を測定した。測定には、自動接触角計 CA-Z 型 (協和界面科学) を用い、仮着材の除去・清掃を行った後のセラミックコア試料面に 23°C 約 1.53 μ l の精製水を接触・滴下し、30 秒後に基準線と水滴の接線のなす角度を接触角として測定した。試料数は各条件につき 5 個とし、1 試料につき任意の 2 カ所を測定した計 10 カ所の平均値を求めた。以上の実験はすべて恒温、恒湿室 (温度 23 $\pm$ 1°C, 相対湿度 50 $\pm$

5%) で行った。

7. SEM 観察

セラミックコア試料面の SEM 観察は、仮着材を除去・清掃した状態およびシランカップリング処理後について行った。試料は剪断接着強度試験と同様の条件について作製し、エッチング処理後、シランカップリング処理後および各条件後の試料を金蒸着し、走査型電子顕微鏡 JSM-T 100 を用い加速電圧 15 kV で観察した。

III. 成 績

1. 接着強さ

各仮着材の各処理条件での接着強さの平均値と標準偏差および t-検定結果を表 3~6 と図 2, 3 に示す。

1) TP 群

仮着を行うと、いずれの処理条件においても Control より有意に ($p < 0.01$) 接着強さが低下した (表 4)。シランカップリング処理の有無については、この処理を行わない条件 1 よりもシランカップリング処理を行った条件 2 のほうが接着強さは有意に ($p < 0.01$) 大きく、条件 3 よりも条件 4 のほうが接着強さは有意に ($p < 0.05$) 大きかった (表 4)。仮着材の清掃方法の相違については条件 1 と 3 および条件 2 と 4 との間に有意差はなかった (表 4)。

2) HYB 群

仮着を行うといずれの処理条件においても Control より有意に ($p < 0.01$) 接着強さが低下した (表 6)。仮着材の

表 3 Results of shear bond strength when TP was used as temporary cement
TP を仮着材として用いた際の接着強さ

除去・清掃方法	接着強さ
Control	15.2 (2.1)
条件 1	4.7 (2.4)
条件 2	8.5 (2.1)
条件 3	5.5 (2.1)
条件 4	8.5 (3.1)

Unit : MPa, () SD, n=7

表 5 Results of shear bond strength when HYB was used as temporary cement
HYB を仮着材として用いた際の接着強さ

除去・清掃方法	接着強さ
Control	15.2 (2.1)
条件 1	4.5 (1.8)
条件 2	8.6 (2.2)
条件 3	5.5 (1.6)
条件 4	10.5 (1.6)

Unit : MPa, () SD, n=7

表 4 Results of t-test on shear bond strength when TP was used temporary cement
TP を仮着材として用いた際の接着強さに関する t-検定結果

除去・清掃方法	Control	条件 1	条件 2	条件 3
条件 4	**	**	—	*
条件 3	**	—	—	
条件 2	**	**		
条件 1	**			

— : Not Significant, *: $p < 0.05$, **: $p < 0.01$

表 6 Results of t-test on shear bond strength when HYB was used temporary cement
HYB を仮着材として用いた際の接着強さに関する t-検定結果

除去・清掃方法	Control	条件 1	条件 2	条件 3
条件 4	**	**	—	**
条件 3	**	—	*	
条件 2	**	**		
条件 1	**			

— : Not Significant, *: $p < 0.05$, **: $p < 0.01$

図2 Results of shear bond strength when TP was used as temporary cement
TPを仮着材として用いた際の接着強さ

図3 Results of shear bond strength when HYB was used as temporary cement
HYBを仮着材として用いた際の接着強さ

清掃方法の相違については条件1と3, 条件2と4との間で有意差はなかった。しかし, シランカップリング処理を行った条件である条件2と4はいずれも接着強さが有意に ($p < 0.01$) 上昇した (表6)。

2. 表面粗さ

各種仮着材を各処理条件で除去・清掃した後のセラミックコア一試料面の表面粗さの平均値, 標準偏差およびt検定結果を表7に示す。

仮着材の除去・清掃後で, TP群のControlと条件2との間で有意差があったが ($p < 0.01$), Controlと条件1, 3および4との間では有意差はなかった (表7)。

HYB群ではControlと条件1, 2および3との間で有意差 ($p < 0.01$) があったが, 条件4とでは有意差はなかった (表7)。

3. 接触角

各種仮着材を各処理条件で除去・清掃した後のセラミックコア一試料面の接触角の平均値, 標準偏差およびt検定結果を表8に示す。

仮着材の除去・清掃後の接触角はTP群では条件1, 3が

表7 Surface roughness of the ceramic core after removal of temporary cement and result of t-test for control
仮着材除去・清掃後のセラミックコア一面の表面粗さとControlに対するt検定結果

	Control	条件1	条件2	条件3	条件4
TP	0.07 (0.02)	0.06 (0.02)	0.14** (0.03)	0.70** (0.03)	0.08 (0.01)
HYB	0.07 (0.02)	0.13** (0.04)	0.04** (0.01)	0.82** (0.02)	0.09 (0.03)

Unit: μm , () SD, $n=9$

*: $p < 0.05$, **: $p < 0.01$

表8 Contact angles of the ceramic core after removal of temporary cement and result of t-test for control
仮着材除去・清掃後のセラミックコア一面の接触角とControlに対するt検定結果

仮着材	除去・清掃方法				
	Control	条件1	条件2	条件3	条件4
TP	45.5 (1.5)	79.3** (1.2)	48.3* (2.9)	49.0** (1.5)	43.2* (1.8)
HYB	45.5 (1.5)	50.0** (2.8)	52.4** (2.8)	40.0** (2.8)	39.6 (3.1)

Unit: degree, () SD, $n=10$

*: $p < 0.05$, **: $p < 0.01$

Controlに比較して有意に ($p < 0.01$) 大きくなり, 条件2, 4においても有意に ($p < 0.05$) 大きくなっていった。HYB群の条件1, 2, 3では接触角が有意に ($p < 0.01$) 大きくなった (表8)。また, 研磨材で仮着材を除去・清掃した後にシランカップリング処理を行ったTP群の条件4と, HYB群の条件4ではControlより接触角は有意に ($p < 0.01$) 小さくなった (表8)。

4. SEM観察

Controlと, 各種仮着材を各処理条件で除去・清掃した後のセラミックコア一試料面を図4-a, bに示す。セラミックコア一試料面には耐水研磨紙による均一な凹凸が認められるのに対し, シランカップリング処理後では研磨紙による凹凸が少なくなっている像が観察された。

TPを仮着材として用い各処理条件後のセラミックコア一試料面を図5-a~dに示す。各処理条件によって特徴的な像が観察され, aでは耐水研磨紙による凹凸と残留した仮着材が認められた。bではシランカップリング処理後研磨紙による凹凸と少量の残留仮着材が観察された。cでは研磨材により仮着材は除去されているが, 研磨材の残渣と思われる像が観察された。dでは研磨材により仮着材は除去され, シランカップリング剤が作用したと思われる部分が観察された。

HYBを仮着材として用い各処理条件後のセラミックコア一試料面を図6-a~dに示す。TP同様に各処理条件に

図 4 a : Ceramic core surface after treating with etching agent ($\times 750$)
 b : Ceramic core surface after treating with silane coupling agent ($\times 750$)
 a : エッチング処理後のセラミックコア表面
 b : シランカップリング処理後のセラミックコア表面

よって特徴的な像が観察され、a では耐水研磨紙による凹凸と研磨材の残渣が認められた。b では残留した仮着材とシランカップリング処理後の像が観察された。c では研磨材により仮着材は除去されているが、仮着材の残渣も認められた。d では研磨材により仮着材が除去された面にシランカップリング剤が作用している像が観察された。

IV. 総括と考察

1. 仮着材の除去・清掃方法について

仮着材の除去・清掃方法は、セメントマニュアルではトゥースブラシでフッ素を含まない研磨材で除去することを推奨している。しかし、支台歯の唇舌側面ではこのブラシにより除去可能と考えられるが、隣接面ではブラシが入らないと考えたため、石川の報告²⁷⁾に基づき探針、湿綿球で仮着材の除去・清掃を行い、これら清掃方法の相違が接着強さに及ぼす影響をみることにした。

2. 評価方法について

レジンセメントの歯質への接着強さを左右する因子として、被着体の表面粗さとぬれ性があげられている^{28,29)}。支台歯表面に仮着材が残留していれば表面粗さが変化することが予想されるので、仮着操作後に清掃したセラミックコ

図 5 a : Ceramic core surface after removal and cleaning of temporary cement (TP in term of 1) ($\times 750$)
 b : Ceramic core surface after removal and cleaning of temporary cement (TP in term of 2) ($\times 750$)
 c : Ceramic core surface after removal and cleaning of temporary cement (TP in term of 3) ($\times 750$)
 d : Ceramic core surface after removal and cleaning of temporary cement (TP in term of 4) ($\times 750$)
 a : 仮着材除去・清掃後のセラミックコア表面 (TP 条件 1)
 b : 仮着材除去・清掃後のセラミックコア表面 (TP 条件 2)
 c : 仮着材除去・清掃後のセラミックコア表面 (TP 条件 3)
 d : 仮着材除去・清掃後のセラミックコア表面 (TP 条件 4)

図 6 a : Ceramic core surface after removal and cleaning of temporary cement (HYB in term of 1) (×750)
 b : Ceramic core surface after removal and cleaning of temporary cement (HYB in term of 2) (×750)
 c : Ceramic core surface after removal and cleaning of temporary cement (HYB in term of 3) (×750)
 d : Ceramic core surface after removal and cleaning of temporary cement (HYB in term of 4) (×750)
 a : 仮着材除去・清掃後のセラミックコア表面 (HYB 条件 1)
 b : 仮着材除去・清掃後のセラミックコア表面 (HYB 条件 2)
 c : 仮着材除去・清掃後のセラミックコア表面 (HYB 条件 3)
 d : 仮着材除去・清掃後のセラミックコア表面 (HYB 条件 4)

アーの表面粗さを測定することにより、仮着材とその清掃方法が接着強さへ及ぼす影響を検討できると考えた。さらに、被接着面のレジンセメントへのぬれ性の良否が接着強さへ影響することが報告されており^{30,31)}、これらの報告で接着は接着剤と被接着体との界面の現象であり、接触角をもってぬれを表す目安としている。すなわち、接触角が小さいほど良好な接着強さを示すが^{30,31)}、接着面に汚染物質、特に油成分が存在すると接触角は増大し、接着強さも低下する^{28,29)}ことが予想される。

そこで今回は、表面状態の違いを示す一手段として、仮着材とその清掃方法によるセラミックコア接着面の接触角の違いを測定することによって、接着強さへ及ぼす影響を検討することとした。

3. 接着強さについて

仮着操作を行い、その後仮着材をそれぞれの条件により清掃した場合の接着強さは、TP, HYB ともに Control と比較すると有意に低下していた ($p < 0.05$)。さらに、仮着材清掃後シランカップリング処理を行わない条件 1 と条件 3 では、Control の約 30~36% の値となり接着強さは低下していた。一方、シランカップリング処理を行った条件である条件 2 と条件 4 では、処理を行わない条件と比較して接着強さの上昇が有意に認められ ($p < 0.05$)、仮

着材除去後の接着面に対してシランカップリング処理は有効であると示唆された。しかし、この値は Control の約 56~70% の値でしかなく、いずれも仮着操作により接着強さが低下することが明らかとなった。

シランカップリング剤とは、2 種類以上の異なる材質間の結合を促進させるものと定義づけられ³²⁾、セラミックスとレジンセメントを良好に接着させるためには、セラミックス表面をシランカップリング剤で処理する方法が一般的である^{33,34)}。今回、著者らはセラミックコアにシランカップリング処理を行い接着させたものを Control として測定したところ、その接着強さは 15.2 MPa であった。しかし、シランカップリング処理を行わない場合の接着強さが 6.6 MPa であったことから、セラミックコアとレジンセメントの接着にはシランカップリング剤による表面処理が必要不可欠と考えられる。

また、TP 群ではシランカップリング処理を行っても接着強さが Control ほど回復しなかったことから、仮着操作を行ったセラミックコア表面には、仮着材中の油成分が残留したり、耐水研磨紙による凹凸に仮着材が圧入、残留して、これらが分離材の働きをしたのではないかと考えた。すなわち、TP にはオリーブオイル、ワセリン、高級脂肪酸等が含まれており、これらの成分がコア表面に残留してセラミック表面のぬれ性を低下させ、接着強さが低

下したのではないかと考えた。さらに、仮着材除去後にシランカップリング処理を行うと、55% 程度接着強さが回復したことから、仮着材が除去されたセラミックコア表面に作用してシランカップリング剤の効果が現れたものと推察する。

HYB 群でも TP 群と同様の傾向が認められたが、HYB は酸化亜鉛を主成分とする仮着材であり、TP に含まれて分離剤として働いた油成分を含んでいないため、残留した仮着材自体が接着を阻害したと考えられる。

剪断接着強度試験後の破断様式は、TP 群のすべての条件と、HYB 群の条件 1, 2, および 3 で、セラミックコアとレジンセメント層からの界面破壊であったのに対して、Control と HYB 群の条件 4 のみにセラミックコアでの凝集破壊が認められた。

以上のことより、HYB には分離剤として働く油成分が含まれていないことと、ポリッシングにより仮着材が比較的良好に除去された接着面にシランカップリング剤が作用し、シラノール結合等の化学的な接着³⁴⁾が生じたためではないかと推察した。

4. 表面粗さについて

本研究では、セラミックコアにエンプレス材を指定されたレジンセメントで接着させても、仮着操作を行うことにより接着強さが大きく低下した。このことは仮着材の除去・清掃を行った試料表面に、仮着材自体あるいはその成分が残留しており、それらが接着強さを低下させていると考えたため、表面状態の違いを検討する目的で表面粗さの測定を行った。

その結果、TP 群においては Control と条件 1, 2 の間に有意差があり ($p < 0.01$)、HYB 群においては Control と条件 1, 2, 3 の間に有意差があった ($p < 0.01$)。しかし、TP 群と HYB 群の各処理条件の間では有意差は認められなかった。

以上のことから、接着強さは主に仮着材の影響を受け、各清掃方法の影響は少なかったものと推察する。

5. 接触角について

接着剤を用いて接着する場合には、まず第 1 に被着体が接着剤によってぬれることが必要である。すなわち、接触角が小さいほど固体表面は液体によってぬらされる³⁵⁾。今回の接触角の測定には、セラミックコア表面のぬれ性の違いを比較する目的で精製水を用いた。

その結果 Control と比較すると、TP 群、HYB 群ともに条件 1, 2, および 3 で接触角は有意に大きく ($p < 0.05$)、ぬれ性が低下していた。

大森³⁶⁾は象牙質表面に TP、HYB を作用させ表面を湿綿球で清掃した試料表面の接触角がそれぞれ約 86°, 約 50° であり、花村³⁷⁾は築造用レジンに同様の処理をした際

の接触角が約 81°, 約 54° であったと報告している。また、接触角と接着強さの関係については TP 群では認められなかったが、HYB 群では接触角が大きくなると接着強さの低下が認められたと報告している。今回の測定値もほぼ同様であり、同じ傾向を示したことから、試料表面に残留した仮着材自体のほかに、仮着材に含まれる油性成分がセラミックコア表面に残存していたためにぬれ性が低下したのではないかと考える。

TP 群では、セラミックコア表面をポリッシングした条件である条件 3 の測定値が Control の 45.5° に近くなったことから、セラミックコア表面に残存した油性成分や仮着材が除去される効果があったのではないかと推察する。また、仮着材除去後にシランカップリング処理を行うと、条件 2, 4 では条件 1, 3 に比較してぬれ性は上昇していた。このことから、シランカップリング剤によるぬれ性をさらに向上させるような表面改質の効果が生じていたのではないかと考えた。

HYB 群では以上のことに加えて、大森³⁶⁾、花村³⁷⁾の報告から、HYB の残渣によりぬれ性が低下したのではないかと推察した。また、各清掃条件の測定値は TP 群と同様の傾向を示していた。

以上を総括すると、仮着操作後に仮着材を除去・清掃したセラミックコアに対してレジンセメントで接着を行う場合には、“暫間被覆冠の仮着に用いる仮着材が接着強さに影響を及ぼし、接着強さが低下することがある”と注意しなければならないことを示唆している。

また、ボンディング処理に先立って行うシランカップリング処理は、セラミック表面に残留した仮着材やその油性成分の清掃、あるいはその表面の改質がなされ、セラミック表面のぬれ性の向上にも役立つので、接着強さの向上の観点から必要であると考えられる。

V. 結 論

セラミックポストコアにエンプレスクラウンで歯冠修復を行う際、仮着材ならびに清掃条件の相違がレジンセメントの接着強さに及ぼす影響について比較検討を行った結果、以下の知見を得た。

1. 仮着を行うといずれの仮着材においても接着強さは有意に低下したが、仮着材の相違による有意差は認められなかった。
2. 接着強さと表面粗さについては相関が認められなかった。
3. 仮着操作により接触角は大きくなり、ぬれ性を低下させた。
4. SEM 観察では仮着材の除去・清掃方法の相違によってそれぞれ特徴的な像が観察され、シランカップリング処理の有効性が判明した。

5. 仮着材の清掃方法は、ポリッシングを行った後にシランカップリング処理を行う方法が望ましく、セラミックコア表面の改質効果も期待できることが判明した。

本論文の要旨の一部は第99回日本補綴歯科学会学術大会（平成10年5月29日，仙台）において発表した。

文 献

- 丸山剛郎. キャスタブル・セラミックス“Dicor”の概要. QE 4: 533-542, 1985.
- 新谷明喜, 千葉栄一, 岡田智雄. 各種ポーセレン・システムの特徴 (I). QDT 17: 828-854, 1992.
- 三善由高, 堀内辰紀, 田上 薫ほか. 各種ポーセレン・システムの特徴 (II). QDT 17: 981-1023, 1992.
- 吉田周平. ニューセラミックテクノロジー—IPS Empress の特徴と使用方法—. 歯科技工 20: 263-283, 1992.
- 中本 宏. オールセラミッククラウンの適合に関する研究—ステイニング法の製作工程における適合状態—. 補綴誌 41: 583-592, 1997.
- 日本歯科医師会. 国際歯科ニュース 1995 年度アメリカの歯科医師の状況調査結果—その2—. 日歯医師会誌 48: 1244-1247, 1996.
- 宮島和臣, 棧 淑行, 五十嵐孝義ほか. IPS Empress の色調に関する研究—厚みによる色調の影響について—. 補綴誌 39: 1121-1131, 1995.
- 佐藤 徹. 支台築造用合金が歯質の変色に与える影響に関する研究. 歯科学報 87: 603-623, 1987.
- 棧 淑行, 塩野英昭, 五十嵐孝義. IPS Empress 修復物の治験結果. 日大歯学 68: 159-171, 1994.
- 宮島和臣. オールセラミッククラウンの色調に関する研究—レイヤリング法について—. 補綴誌 40: 640-649, 1996.
- 佐藤友彦, 古賀和憲. キャスタブル・セラミック応用の審美的歯冠修復. 東京: クインテッセンス出版, 1994.
- 六人部慶彦, 丸山剛郎ほか. Harmony with Nature Part 1. QDT 20: 60-72, 1995.
- 田之口克規. オリジナル・キャストブル・セラミックス (OCC) の臨床応用とその技工. QDT 21: 1423-1434, 1996.
- 棧 淑行, 佐藤友彦, 五十嵐孝義ほか. ジルコニア・ポストを用いた審美的セラミックコア—第2報 製作方法について—. 補綴誌 41: 98 回特別号: 132, 1997.
- Wohlwend A, 棧 淑行, Scarer P. オールセラミックレストレーション. 歯科技工学臨床研修講座2. 第1版 18-35, 東京: 医歯薬出版, 1997.
- 尾花甚一, 平沢謙二, 吉田恵夫. 暫間被覆冠 特にアルミキャップについて. 歯界展望 16: 1113-1117, 1959.
- 吉田恵夫, 内山洋一, 井上昌幸. 暫間被覆冠 即時重合レジンの応用. 歯科時報 15: 8-11, 1961.
- 吉田恵夫. 合成樹脂による既製暫間被覆冠の臨床応用. 歯科時報 20: 36, 1966.
- 土川博子. テンポラリー・クラウンの保持力に関する研究. 補綴誌 29: 418-439, 1985.
- 五十嵐孝義. 暫間被覆冠 (クラウンを含む) の仮着材の種類と使い分け. デンタルダイア増刊号 10: 80-89, 1985.
- 山下正博, 佐藤友彦, 五十嵐孝義ほか. ダイコア用光—化学重合型セメントの接着強度に関する研究—剪断および引張り強度試験法の確立と SEM 観察による試料表面性状—. 補綴誌 34: 986-995, 1990.
- IPS Empress Working Procedure, Liechtenstein: IVOCLAR, 1991.
- 花村 聖, 佐藤友彦, 五十嵐孝義ほか. ダイコア用光—化学重合型セメントに関する研究—各種支台築造用コンポジットレジンに対する接着強度について—. 日大歯学 68: 970-978, 1994.
- 福田和彦, 竹村金造, 高木英昌, 亜鉛華ユージオールセメントのコンポジットレジンに及ぼす影響. 日歯保存誌 16: 319-325, 1973.
- 常岡正弘, 秦 俊洋, 永沢 恒. 酸化亜鉛ユージオールセメントのレジン充填材に及ぼす影響について 第1報: コンポジット・レジンの硬化に及ぼす影響. 日歯保存誌 17: 212-219, 1974.
- IPS Empress Cem Kit Instruction for Use, Liechtenstein: IVOCLAR, 1993.
- 石川 浩. キャスタブル・セラミックス用光—化学重合型レジンセメントの接着強度に関する研究—仮着した象牙質に対する清掃条件の影響—. 日大歯学 68: 559-568, 1994.
- 山本昌雄, 中沢省三. 歯科用レジン系接着剤の最近の進歩 I. 歯科用接着材料の変遷とその応用. 広歯誌 7: 1-17, 1975.
- 藤井弁次, 清水建彦. エナメル・エッチング法における接着阻害因子とその対策. 齊藤季夫, 藤井弁次, 増原英一編. 歯界展望別冊/歯科臨床と接着 66-77, 東京: 医歯薬出版, 1983.
- Phillips RW (三浦維四, 林 一郎, 川上道夫ほか). Skinner's science of dental materials (スキナー 歯科材料学 (上) 19-24, 東京: 医歯薬出版, 1978), 1973.
- 黒澤茂務, 日比野 靖. 合着用セメントの被着体に対する接触角と接着強さの相関性. 歯材器 11: 592-602, 1992.
- 吉岡 博. シランカップリング剤. 日本接着協会誌 21: 252-260, 1985.
- 西山典宏, 早川 徹. シラカップリング剤について. 接着歯学 5: 129-133, 1987.
- 高橋英登. セラミックス用接着剤の臨床応用. 接着歯学 5: 135-144, 1987.
- 芝崎一郎. 接着百科 (上) 10-16, 京都: 高分子刊行会, 1976.
- 大森 実. 接着性レジンセメントの象牙質接着強さに関する研究—仮着と前処理による影響—. 補綴誌 40: 672-681, 1996.
- 花村 聖. キャスタブル・セラミックス用光—化学重合型レジンセメントの接着強度に関する研究—コンポジットレジン支台歯への仮着材と清掃方法について—. 日大歯学 70: 186-197, 1996.

著者連絡先: 吉田 剛

〒101-8310 東京都千代田区神田駿河台
1-8-13

TEL 03-3219-8145