

Title	根管象牙質接着の前処理としてのリン酸処理，次亜塩素酸ナトリウム処理およびスルフィン酸ナトリウム処理の効果の多面的検討
Author(s)	中谷, 早希
Citation	大阪大学, 2016, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/56135">https://hdl.handle.net/11094/56135</a>
rights	
Note	やむを得ない事由があると学位審査研究科が承認したため、全文に代えてその内容の要約を公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、 <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">〈a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed"〉</a> 大阪大学の博士論文について <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">〈/a〉</a> をご参照ください。

***Osaka University Knowledge Archive : OUKA***

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

## 論文内容の要旨

氏名 (中谷 早希)

論文題名

根管象牙質接着の前処理としてのリン酸処理, 次亜塩素酸ナトリウム処理およびスルフィン酸ナトリウム処理の効果の多面的検討

## 【緒言】

根管処置歯に対する支台築造法として、歯根破折防止、審美性向上、歯質保全、来院回数を減らすという観点から、コンポジットレジンを用いた直接支台築造が臨床で多く行われるようになった。根管ポスト孔象牙質に対する確実な接着は臨床上非常に重要であるが、根管ポスト孔象牙質とレジンの接着は様々な要因から困難であることが知られている。しかしながら、根管ポスト孔象牙質とレジンの接着に関する詳細な研究は少ないのが現状である。

本研究では、根管ポスト孔象牙質とレジンの接着能とその耐久性の向上を目的として、接着阻害因子と考えられるポスト孔形成後の厚いスマア層を除去するためのリン酸処理、それによって生じるコラーゲン線維層を除去するための次亜塩素酸ナトリウム処理および還元剤であるスルフィン酸ナトリウム処理の効果、マイルドタイプの1ステップアドヒーシブシステムを用いて、微小引張接着試験(以下 $\mu$ TBS試験)、表面・界面形態観察、元素分析および重合度分析により多面的に検討した。

## 【材料および方法】

## 実験1 根管ポスト孔象牙質に対する初期接着能評価

## 1. 試料作製

う蝕に罹患していない新鮮ヒト単根管抜去歯36本を、セメントエナメル境で歯軸に対して垂直に切断し、歯冠を除去した。Kファイルにて#80まで根管を拡大し、ガッタパーチャポイントを用いて側方加圧にて根管充填を行った。さらに根管形成バーでポストの長さをセメントエナメル境より10 mmに統一して根管形成を行った。試料を無作為に3グループに分け、対照群は、光重合型アドヒーシブレジンと支台築造用コンポジットレジンを用い、製造者指示に従ってレジン填入を行った。NC処理群は、ポスト孔をリン酸処理に続いて次亜塩素酸ナトリウム処理した後、対照群と同様にレジン填入を行った。NC+AC処理群は、NC処理群と同様の処理を行った後、スルフィン酸ナトリウムを塗布し、乾燥後、対照群と同様にレジン填入を行った。

## 2. 接着界面形態観察

作製した試料(各群3歯)を歯軸に平行に切断し、走査電子顕微鏡(以下SEM)にて根管ポスト孔象牙質—レジン界面の観察を行った(各群n=3)。

3.  $\mu$ TBS試験

レジン填入を行った試料(各群9歯)を37℃水中に24時間浸漬した後、歯冠側より1 mmの厚みで歯軸に直交するように試料を6枚切り出し、さらに各試料から1 mm × 1 mmのビーム状試料を1本作製した。小型卓上試験機にて、クロスヘッドスピード1.0 mm/minで $\mu$ TBS試験を行った(各群n=9)。結果は二元配置分散分析(処理法、部位)およびScheffé法を用いて多重比較検定を行った。有意水準は5%とした。

## 実験2 長期の象牙質接着耐久性の評価

## 1. 試料作製

う蝕に罹患していない新鮮ヒト抜去大白歯15本を、最大豊隆部で歯軸に対して垂直に切断し、象牙質平滑面試料を作製した。#600の耐水ペーパーで研磨し、スマア層を形成後、無作為に3グループに分けた。表面処理の異なる実験群として、実験1と同様に対照群、NC処理群、NC+AC処理群を作製した。

2.  $\mu$ TBS試験

象牙質平滑面の表面処理後、光重合型アドヒーシブレジンを塗布し、その上に充填用コンポジットレジンを用いて、製造者指示に従って積層充填を行った。作製した試料を37℃水中に24時間浸漬したのち、1 mm × 1 mmのビーム状試料を作製した(各歯12-16ビーム)。

各群をさらに無作為に3つのサブグループに分け、24時間、6か月および1年間水中浸漬後の接着強さを測

定した(各群n=15). 結果は二元配置分散分析(処理法, 保存期間)およびScheffé法を用いて多重比較検定を行った. さらに保存期間に関しては各群において一元配置分散分析およびScheffé法にて統計解析をおこなった. 有意水準は5 %とした. 接着試験後の破断面を30倍の光学顕微鏡で観察し, 破壊様式を確認した.

### 3. 透過型電子顕微鏡(TEM)観察

$\mu$ TBS試験用に作製したビーム状試料のうち各群6個をランダムに2群に分け, 24時間あるいは1年間水中浸漬した. それらをエポキシ樹脂に包埋し, 界面を含む部位で約100 nmの厚みに薄切した後, 透過電子顕微鏡(以下TEM)にて観察した(各群n=3).

### 4. 被着面形態観察

実験2「1. 試料作製」と同様に作製した象牙質平滑面を4等分し, 耐水ペーパー研磨後のまま, リン酸処理, リン酸処理→次亜塩素酸ナトリウム処理, リン酸処理→次亜塩素酸ナトリウム処理→スルフィン酸ナトリウム処理の4群を設定し, SEMにて観察した(各群n=3).

## 実験3 表面元素分析と重合度評価

### 1. X線光電子分光法(以下XPS)元素分析

実験2「4. 被着面形態観察」と同様の手法で作製した4群の試料をXPSにて象牙質表面の元素分析を行った(各群n=3).

### 2. ラマン分光法重合度分析

実験2「1. 試料作製」と同様に象牙質平滑面試料を作製し, アドヒーズブレジンでアルミニウムバーを接着させ, 歯軸と平行に切断した. 切断した試料の一方をレーザーラマン分光光度計で重合度を評価し, もう一方をSEMで形態観察した(各群n=3).

#### 【結果ならびに考察】

### 実験1 根管ポスト孔象牙質に対する初期接着能評価

SEM観察の結果, 対照群では象牙細管内にレジンタグが形成されていなかった. 一方, NC処理群およびNC+AC処理群では象牙細管内にレジンタグが形成されていた.  $\mu$ TBS試験の結果, NC+AC処理群は他の2群と比較して有意に高い接着強さを示した(vs. 対照群:  $P = 0.001$ , vs. NC群:  $P = 0.004$ ).

### 実験2 長期の象牙質接着耐久性の評価

被着面形態のSEM観察の結果, リン酸処理によるスメア一層除去, 次亜塩素酸ナトリウム処理によるコラーゲン線維層の除去が確認された. また,  $\mu$ TBS試験の結果, 対照群のみ1年後の接着強さの有意な低下が認められた(対照群:  $P = 0.012$ , NC群:  $P = 0.452$ , NC+AC群:  $P = 0.220$ ). 破断面観察においても対照群は1年後に破壊様式が大きく変化したのに対し, 他の2群には大きい変化がなかった. TEM観察の結果, 対照群は1年後に接着界面におけるスメア一層部分の劣化を認めたのに対し, 他の2群は大きい変化を認めなかった. 以上より, スメア一層の残存は長期の接着耐久性を低下させる原因となることが示唆された.

### 実験3 表面元素分析と重合度評価

XPSによる表面の元素分析により, 次亜塩素酸ナトリウム処理後は, 水洗後も表面にClやNaが存在した. ラマン分析で芳香族C=Cと脂肪族C=Cのピークの比をとることでアドヒーズブレジンの重合度を評価した結果, 次亜塩素酸ナトリウム処理後は重合が阻害されており, その後にスルフィン酸ナトリウム処理を行うことで, 重合度が回復することが確認された.

#### 【結論】

本研究において以下のことが明らかとなった.

1. マイルドタイプの1ステップアドヒーズシステムを用いる際, リン酸処理に続く次亜塩素酸ナトリウム処理に加えてスルフィン酸ナトリウム処理を行うことで根管ポスト孔象牙質に対する初期接着能が向上した.
2. マイルドタイプの1ステップアドヒーズシステムを用いる際, リン酸処理に続く次亜塩素酸ナトリウム処理によりスメア一層およびコラーゲン線維層を除去することで, 長期の象牙質接着耐久性が向上した.
3. 次亜塩素酸ナトリウム処理後は水洗を行っても, 象牙質表面にClやNaが残存していることが確認され, 次亜塩素酸ナトリウム処理後に適用されるアドヒーズブレジンの重合が阻害されること, さらにスルフィン酸ナトリウムを作用させることで, アドヒーズブレジンの重合度が回復することが明らかとなった.

## 論文審査の結果の要旨及び担当者

氏 名 ( 中谷 早希 )			
	(職)	氏 名	
論文審査担当者	主 査	教授	矢谷 博文
	副 査	教授	竹重 文雄
	副 査	准教授	池邊 一典
	副 査	講師	山口 哲
<b>論文審査の結果の要旨</b>			
<p>本研究は、根管ポスト孔周囲の象牙質とレジンの接着に対するリン酸処理、次亜塩素酸ナトリウム処理およびスルフィン酸ナトリウム処理の効果について初期および1年水中保存後の微小引張接着強さ、SEM 観察、TEM 観察、XPS、およびラマン分析による多面的検討を加えたものである。</p> <p>その結果、リン酸処理に続く次亜塩素酸ナトリウム処理に加えてスルフィン酸ナトリウム処理を行うことで高い初期接着強さならびに接着耐久性が得られること、またスルフィン酸ナトリウムは象牙質被着面への次亜塩素酸ナトリウムの残留により低下したレジンの重合度を回復させる効果を有することが明らかとなった。</p> <p>以上の研究成果は、歯冠部象牙質と比較して欠陥の生じやすい根管ポスト孔周囲の象牙質とレジンの接着を確実にする臨床手技の確立に寄与するものであり、博士（歯学）の学位に値するものと認める。</p>			