

Title	ファイバーポストと支台築造用コンポジットレジンの接着強さの検討
Author(s)	今井, 大
Citation	大阪大学, 2019, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://doi.org/10.18910/72233
rights	
Note	

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

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

Osaka University

学位論文

ファイバーポストと支台築造用
コンポジットレジンの接着強さの検討

大阪大学大学院歯学研究科

口腔科学専攻

顎口腔機能再建学講座

クラウンブリッジ補綴学分野

今井 大

緒言

レジン支台築造法は，クラウンやブリッジを装着するために支台歯形態を回復する処置であり，使用する成形材料には化学重合と光重合を兼ね備えたデュアルキュア型のコンポジットレジンが用いられることが多い[1]．また，歯質が著しく崩壊した場合には，既製ポストが併用される[2]．これまで既製ポストの材質にはステンレス鋼，チタン合金，純チタンなどの金属が使用されていたが，近年，グラスファイバーやジルコニアも適用されるようになった[3]．ガラスなどの繊維をレジン系のマトリックスにより束ねたファイバーポストは，他の既製ポストと比較して弾性係数の値が象牙質に近似しており，歯根破折のリスクを軽減させることや[2, 4-6]，審美性に優れることが報告されている[7, 8]．わが国では，2016年よりファイバーポストの使用が保険収載されたことにより，ファイバーポストを併用したレジン支台築造（以下，ファイバーレジン支台築造）が多く用いられるようになった．

臨床において，ファイバーレジン支台築造に最も多いトラブルは脱離であることが指摘されている[8, 9]．ファイバーレジン支台築造体はファイバーポストをレジン築造体の内部に設置するため，歯

質-コンポジットレジン間およびファイバーポスト-コンポジットレジン間の 2 つの接着界面が存在し[10], 接着操作はいずれの界面においても重要であることが報告されている[11-13]. 歯質-コンポジットレジン間の接着に関してはこれまで数多くの研究報告がなされている. たとえば, 根管へコンポジットレジンを充填するため, 照射した光が根尖には到達しづらいことやポスト孔先端部に気泡などを巻き込みやすいことが問題とされている[14]. 実際に, 松本らは根管象牙質とコンポジットレジンの接着強さは, 根尖方向に向かうに従って低下することを報告している[15].

一方, ファイバーポスト-コンポジットレジン間の接着には, ファイバーポストの種類およびその表面処理法が影響を与えることが報告されているものの[16], その詳細は不明な点が多い. ファイバーポストの表面処理法として最も推奨されているシラン処理についても, コンポジットレジンとの接着強さを向上させるとする文献[17,18]と, その効果は乏しいとする文献[19,20]がそれぞれ存在する. 他にもリン酸処理が効果的であるとする報告[17]や, アルミナ粒子を用いたブラスト処理が効果的であるとする報告があるものの[21,22], 統一した見解は得られていない. 臨床においてファイバーレジン支台築造体が臨床において脱離した際, 根管にレジンだけ

が残る場合も少なくない。このことはファイバーポスト-コンポジットレジン間の界面の接着に問題があることを示している。

ファイバーポストは根管内に設置するため、最適なポスト径を選択する際には試適のステップを省くことができず、根管内に残存する唾液に汚染される可能性が高い。この被着面の汚染により接着強さが低下するため、ファイバーポスト-コンポジットレジン間の良好な接着を得るには表面の汚染を除去することが重要である。ファイバーポスト表面の汚染除去方法には主にリン酸を使用した化学的洗浄方法とブラスト処理による機械的除去方法がある。化学的洗浄はブラスターを必要とせず、比較的簡便に汚染の除去が可能であると考えられているが、その効果に関する報告は乏しい。また、ブラスト処理は機械的嵌合を得るには有効な手段であるが、被着面に微細なクラックなどを生じる起点となり、ファイバーポストの物性の低下を招くとの報告もある[22]。さらに、ファイバーポストとコンポジットレジンの接着にはプライマーまたはボンディング処理が行われているが [21,23]、唾液汚染の除去後にこれらの処理が有効かどうかを検討した文献は少ない。このようにファイバーポストに残存する唾液やその除去法、ならびにその後の各種処理が接着能に与える影響は明らかとなっていない。

これらを背景に本研究では、ファイバーポスターコンポジットレジジン間の良好な接着を獲得することを目的として、レジジン支台築造においてファイバーポストに対する処理方法の違いがファイバーポストと支台築造用コンポジットレジンの接着強さに与える影響を検討した。

本研究の帰無仮説は、

- 1) 汚染のない環境下でのレジジン支台築造において、ファイバーポストに対する処理方法の違いは、支台築造用コンポジットレジンとの接着強さに影響を及ぼさない。
- 2) 唾液汚染後のレジジン支台築造において、ファイバーポストに対する汚染除去法の違いは、支台築造用コンポジットレジンとの接着強さに影響を及ぼさない。
- 3) 唾液汚染後のレジジン支台築造において、ファイバーポストに対する MMA 含有プライマーおよびボンディング材塗布は、支台築造用コンポジットレジンとの接着強さに影響を及ぼさない。

とした。

材料および方法

実験 1 ファイバーポストの表面処理の違いが

接着強さに及ぼす影響

1. 試料作製方法

ファイバーポスト (FR ポスト, トクヤマデンタル, 東京) に以下の処理を行い, 4 つの表面処理群を作製した (図 1, 表 1) .

- コントロール (Co) 群

アルコール綿 (ステリコット α , 川本産業, 大阪) にて 10 秒間清拭した.

- シラン処理 (Si) 群

アルコール綿 (ステリコット α) にて 10 秒間清拭後, シランカップリング剤 (クリアフィルセラミックプライマープラス, クラレノリタケデンタル, 東京) で 20 秒間シラン処理し, スリーウェイシリンジ弱圧にて 10 秒間乾燥した.

- ブラスト処理 + シラン処理 (B/Si) 群

アルコール綿 (ステリコット α) にて 10 秒間清拭後, 10 秒間平均粒径 50 μm のアルミナ粉末 (AEX-6, Paasche Airbrush Company, アメリカ) をエアブラシ

(Adabrader, モリタ, 東京) を用いて, 噴射圧 0.2 MPa で被着面より 10 mm の距離からブラスト処理し, 10 秒間水洗乾燥した後に, シランカップリング剤 (クリアフィルセラミックプライマープラス) で 20 秒間シラン処理し, スリーウェイシリンジ弱圧にて 10 秒間乾燥した.

- ・リン酸+シラン処理 (P/Si) 群

アルコール綿 (ステリコット α) にて 10 秒間清拭後, 40% リン酸 (K エッチャントゲル, クラレノリタケデンタル, 東京) で 20 秒間処理後に 10 秒間水洗乾燥し, シランカップリング剤 (クリアフィルセラミックプライマープラス) で 20 秒間シラン処理してスリーウェイシリンジ弱圧にて 10 秒間乾燥した.

実験試料の作製方法を図 2 に示す. 表面処理したファイバーポストを直径 10 mm, 長さ 10 mm の円柱状プラスチック管内のシリコン製ジグに植立した. プラスチック管内に支台築造用コンポジットレジン (DC コアオートミックス ONE, クラレノリタケデンタル, 東京) を 5 回に分けて 2 mm ずつ積層充填し, 各層それぞれ 20 秒間光照射 (同 Mini LED3, 最大光量 2,200 mW/cm², Satelec, France) した (図 2b). 10 mm 充填後に 5 方向から 40 秒間光照射 (Mini LED3) し, 37°C の水中に 24 時間浸漬した.

3. プッシュアウト試験

各試料をダイヤモンドカッター（MC201N，マルトー，東京）にてファイバーポストのテーパーのついた部分を切断したのちに，厚さ1 mm で計 6 枚切り出し，小型卓上試験機（EZ-Test，島津製作所，京都）を使用して，クロスヘッドスピード 1 mm/min の条件でプッシュアウト試験を行った（各群 n=18）．各試料片の横断径をマイクロメータ（ミットヨ CD15，ミットヨ，神奈川）で測定し，断面積で徐算することで接着強さを算出した．

結果は一元および二元配置分散分析および Tukey の多重比較検定にて統計解析し，有意水準は 5%とした．統計解析には解析ソフトウェア EZR(<http://www.jichi.ac.jp/saitama-sct/SaitamaHP.files/statmed.html>)を用いた．

4. 破断面観察

プッシュアウト試験後の破断面は 30 倍の光学顕微鏡で観察し，破壊様式を確認した．代表的な試料はアルミ試料台にカーボンテープで固定後，被着面を金蒸着（SC-701，サンヨー電子，東京）し，走査電子顕微鏡（以下 SEM，JSM-6510LV，日本電子，東京）にて形態観察を行った．Co 群のみプッシュアウト試験前の試料も SEM にて観察した．

実験 2 唾液汚染がファイバーポストの長期接着能に

及ぼす影響とその汚染除去法の検討

1. 試料作製方法

ファイバーポスト(ジーシーファイバーポスト, ジーシー, 東京)を人工唾液(サリベートエアゾール, 帝人ファーマ, 東京)にて60秒間汚染させ, その除去を目的に以下の6つの表面処理群を作製した(表2)。

- ・コントロール (Co) 群

人工唾液汚染および表面処理を行わない。

- ・エアー乾燥 (Dry) 群

人工唾液(サリベートエアゾール)で60秒間汚染後, スリーウェイシリンジにて10秒間エアー乾燥した。

- ・水洗+エアー乾燥 (WD) 群

人工唾液(サリベートエアゾール)で60秒間汚染後, スリーウェイシリンジで10秒間水洗した後, 10秒間乾燥した。

- ・アルコール (Al) 群

人工唾液(サリベートエアゾール)で60秒間汚染後, アルコール綿(ステリコット α)にて20秒間清拭し, スリーウェイシリンジにて10秒間乾燥した。

- ・リン酸処理 (PWD) 群

人工唾液 (サリベートエアゾール) で 60 秒間汚染後, 20 秒間リン酸 (K エッチャントゲル) 処理後, スリーウェイシリンジにて 10 秒間水洗および 10 秒間エアー乾燥した.

- ・ブラスト処理 (BD) 群

人工唾液 (サリベートエアゾール) で 60 秒間汚染後, 10 秒間アルミナ粉末 (AEX-6) およびエアーブラシ (Adabrader) を用いてブラスト処理後, スリーウェイシリンジで 10 秒間エアーでアルミナ粉末を除去した.

その後, 実験 1 と同様の手法にてプッシュアウト試験用試料を製作した (図 4) .

2. プッシュアウト試験

各試料のファイバーポストのテーパーのついた部分を切断したのちに, 厚さ 0.7 mm で計 12 枚切り出し, 各群を無作為に 4 枚ずつ 3 つのサブグループに分け, 24 時間 (24h), 1 か月 (1M), あるいは 3 か月 (3M) 間水中浸漬後に実験 1 と同様の手法にてプッシュアウト試験を行った (各群 n=12). 各試料片の横断径をマイクロメータ (ミットヨ CD15) で測定し, 断面積で徐算することで接着強さを算出した. 結果は Kruskal-Wallis 検定およびボンフェローニの多重比較検定にて統計解析し, 有意水準は 5%とした.

統計解析には解析ソフトウェア EZR を用いた。

3. 破断面観察

プッシュアウト試験後の破断面のうち代表的な試料をアルミ試料台にカーボンテープで固定後，被着面を金蒸着（SC-701）し，SEM（JSM-6510LV）にて形態観察を行った。

6. 接触角測定

接触角の測定には全自動小型接触角計（P200A，メイワフォーシス，東京）を用いた。各表面処理後のファイバーポストの被着面に精製水 1 μ l を 3 か所滴下し，その平均値を求めた（各群 n=9）。結果は Kruskal-Wallis 検定およびボンフェローニの多重比較検定にて統計解析し，有意水準は 5% とした。統計解析には解析ソフトウェア EZR を用いた。

実験 3 プライマーおよびボンディング材の使用が

長期接着強さに及ぼす影響

1. 表面処理方法

ファイバーポスト（ジーシーファイバーポスト，ジーシー）を人工唾液（サリベートエアゾール）にて 60 秒間汚染させ，10 秒間水洗し，10 秒間エアー乾燥を行った。その後，無作為に 3 つの表面処理群に分類し（各群 n=3），以下の処理を行った（図 5）。なお人工

唾液にて 60 秒間汚染し，10 秒間の水洗および 10 秒間のエアー乾燥のみ行った群（実験 2 の PWD 群）をコントロール群とした．

- ・ コントロール (Co) 群

人工唾液（サリベートエアゾール）にて 60 秒間汚染させ，10 秒間水洗し，10 秒間エアー乾燥を行った．

- ・ シラン処理 (Si) 群

20 秒間シラン処理（セラミックプライマープラス）後に 10 秒間エアー乾燥した．

- ・ HC プライマー (MMA) 群

20 秒間 MMA 含有プライマー（HC プライマー，松風，京都）を塗布し，スリーウェイシリンジにて 10 秒間乾燥した．

- ・ ボンディング (Bond) 群

20 秒間ボンディング材（クリアフィルユニバーサルボンド Quick ER，クラレノリタケデンタル，東京）を塗布し，スリーウェイシリンジ弱圧にて 10 秒間エアー乾燥し，20 秒間光照射（Mini LED3）した．

各表面処理後に実験 2 と同様の手法にて試料を作製した（図 4）．

3. プッシュアウト試験

実験 2 と同様に各試料のファイバーポストのテーパのついた部分を切断したのちに，厚さ 0.7 mm で計 12 枚切り出し，各群を無作

為に4枚ずつ3つのサブグループに分け,24時間(24h),1か月(1M),あるいは3か月(3M)間水中浸漬後に実験1と同様の手法にてプッシュアウト試験を行った(各群 n=12). 各試料片の横断径をマイクロメータ(ミットヨ CD15)で測定し,断面積で徐算することで接着強さを算出した. 結果は Kruskal-Wallis 検定およびボンフェローニの多重比較検定にて統計解析し,有意水準は5%とした. 統計解析には解析ソフトウェア EZR を用いた.

4. 破断面観察

実験2と同様にプッシュアウト試験後の破断面のうち代表的な試料をアルミ試料台にカーボンテープで固定後,被着面を金蒸着(SC-701,サンヨー電子,東京)し,SEM(JSM-6510LV,日本電子,東京)にて観察した.

5. 接触角測定

接触角の測定には実験2と同様に全自動小型接触角計(P200A,メイワフォーシス,東京)を用いた. 被着面に精製水1 μ lを3か所滴下し,その平均値を求めた(各群 n=9). 結果は Kruskal-Wallis 検定およびボンフェローニの多重比較検定にて統計解析し,有意水準は5%とした. 統計解析には解析ソフト EZR を用いた.

結果

実験 1 ファイバーポストの表面処理の違いが

接着強さに及ぼす影響

図 6 にプッシュアウト試験の結果を示す。二元配置分散分析の結果、処理法において有意差が認められたが ($P=0.006$)、スライスの部位による差は認められなかった ($P=0.62$)。各スライスのデータをまとめると (図 7)、B/Si 群 (11.5 ± 2.7 MPa) は、Co 群 (15.1 ± 3.4 MPa, $P=0.0067$) および Si 群 (14.4 ± 3.0 MPa, $P=0.042$) と比較して有意に低い接着強さを示した。Co 群と Si 群間には有意差を認めなかった ($P=0.91$)。また、P/Si 群の接着強さ (13.7 ± 3.2 MPa) は Co 群 ($P=0.53$)、B-Si 群 ($P=0.19$) および Si 群 ($P=0.90$) のいずれの群とも有意な差を示さなかった。

図 8 に実験 1 で使用した FR ポスト表面の SEM 観察像を示す。ガラス繊維が表面に露出している部位と、マトリックスレジンに覆われている部位が混在する像が確認された。

図 9 に各群の SEM 観察像を示す。Co 群、Si 群、P/Si 群では目立った損傷のない連続したガラス繊維の走行を認めたのに対し、B/Si 群では断裂しているガラス繊維が多かった。

実験 2 唾液汚染がファイバーポストの長期接着能に

及ぼす影響とその汚染除去法の検討

図 10 にプッシュアウト試験の結果を示す。24 時間水中浸漬後において、Dry 群 (2.9 ± 0.8 MPa) は他のすべての群と比較して有意に低い接着強さを示した ($P < 0.001$)。水中浸漬 1 か月後においても、Dry 群 (2.1 ± 0.7 MPa) は他のすべての群と比較して有意に低い接着強さを示した ($P < 0.001$)。また、BD 群 (9.6 ± 1.0 MPa) は Co 群 (12.4 ± 1.7 MPa) と比較して有意に低い接着強さを示した ($P = 0.0092$)。水中浸漬 3 か月後では、Co 群 (2.8 ± 0.5 MPa) は他のすべての群と比較して有意に高い接着強さを示した (Dry 群 vs. Co 群 : $P < 0.001$, WD 群 vs. Co 群 : $P < 0.001$, Al 群 vs. Co 群 : $P < 0.001$, PWD 群 vs. Co 群 : $P = 0.028$, BD 群 vs. Co 群 : $P = 0.040$)。また、Dry 群 (0.9 ± 0.3 MPa) は他のすべての群と比較して有意に低い接着強さを示した (Co 群 vs. Dry 群 : $P < 0.001$, WD 群 vs. Dry 群 : $P < 0.001$, Al 群 vs. Dry 群 : $P < 0.001$, PWD 群 vs. Dry 群 : $P = 0.028$, BD 群 vs. Dry 群 : $P < 0.001$)。

図 11 に各群の SEM 観察像を示す。実験 1 と同様に、ブラスト処理を行った BD 群ではファイバーポストに含まれるガラス繊維がアルミナ粒子により破壊されている像が確認された。その他の群では目立った損傷のない連続したガラス繊維の走行が認められた。

接触角の測定結果を図 12 に示す. PWD 群 ($38.9 \pm 5.1^\circ$) は Co 群 ($67.9 \pm 4.6^\circ$), Dry 群 ($73.0 \pm 8.0^\circ$), WD 群 ($67.2 \pm 3.9^\circ$), A1 群 ($72.4 \pm 5.1^\circ$), BD 群 ($58.1 \pm 4.1^\circ$) に対してそれぞれ有意に小さい値を示し (すべて $P < 0.001$), BD 群は Co 群 ($P = 0.0043$), Dry 群 ($P = 0.012$), WD 群 ($P = 0.0086$), A1 群 ($P < 0.001$) に対してそれぞれ有意に小さい値を示し, PWD 群 ($P < 0.001$) に対して有意に大きい値を示した. その他の群間に有意差は認められなかった.

実験 3 プライマーおよびボンディング材の使用が

長期接着強さに及ぼす影響

図 13 に 24 時間, 1 か月および 3 か月間水中浸漬後のプッシュアウト試験の結果を示す. 24 時間および 1 か月水中浸漬後の各群間の接着強さに有意差は認めなかった (すべて $P = 1.0$). 3 か月水中浸漬後において, Bond 群 (6.9 ± 1.1 MPa) は Si 群 (4.4 ± 1.2 MPa, $P = 0.0092$) および MMA 群 (4.2 ± 1.2 MPa, $P = 0.0092$) と比較して有意に高い接着強さを示したが, Si 群と MMA 群の間には有意な差は認められなかった ($P = 1.0$). Co 群 (2.0 ± 0.4 MPa) は他のすべての群と比較して有意に低い接着強さを示した (すべて $P < 0.001$).

図 14 に SEM 観察像を示す. 強拡大像からはいずれの群にも大きな差は認められなかった. 弱拡大でその全域を確認したところ, Si 群

および MMA 群では大きな形態的变化およびボンディング層は見られなかったが, Bond 群ではいずれの試料においてもファイバーポスト表面に一層のボンディング層を認めた.

図 15 に接触角の測定結果を示す. Co 群は他のすべての群と比較して有意に高い値を示した (Si 群 vs. Co 群 : $P=0.0024$, MMA 群 vs. Co 群 : $P=0.0025$, Bond 群 vs. Co 群 : $P=0.0024$). Bond 群 ($43.9 \pm 5.5^\circ$) は Si 群 ($55.1 \pm 4.8^\circ$, $P=0.0032$) および MMA 群 ($52.5 \pm 3.3^\circ$, $P=0.0051$) と比較して, 有意に低い値を示した. Si 群と MMA 群の間には有意な差を認めなかった ($P=0.34$).

考察

本研究では、ファイバーポストーコンポジットレジン間の良好な接着を獲得することを目的として、ファイバーポストに対する処理方法の違いが支台築造用コンポジットレジンとの接着強さに与える影響を検討した。

実験 1 ファイバーポストの表面処理の違いが接着強さに及ぼす影響

実験 1 では、汚染のない環境下においてファイバーポストーコンポジットレジン間の接着強さを向上させる処理について検討した。プッシュアウト試験の結果から、B/Si 群は、Co 群および Si 群と比較して有意に低い接着強さを示した。これにより、ファイバーポストに対するブラスト処理はコンポジットレジンとの初期接着強さを低下させることが示された。また、Co 群と Si 群の接着強さには有意差を認めず、P/Si 群はいずれの群とも有意差を示さなかったことから、シラン処理はコンポジットレジンとの初期接着強さを向上させないことが明らかとなった。したがって、帰無仮説 1) 「汚染のない環境下でのレジン支台築造法において、ファイバーポストに対する処理方法の違いは、支台築造用コンポジットレジンとの接着強さに影響を及ぼさない。」は棄却された。

本研究において、Si 群は Co 群と比較して接着強さに有意な差が生じず、シラン処理は接着強さの向上に寄与しなかった。ファイバーポストの前処理として、シラン処理の効果について相反する報告が存在しており [17–20], Goracci らはシラン処理の効果は使用するファイバーポストにより異なることを報告している [13]. Zicari らは、ファイバーポスト断面を SEM にて観察するとガラス繊維とマトリックスレジンは不規則に配列されていることを報告している [24]. そこで本研究で使用したファイバーポストの表面を SEM にて観察すると、図 8 で示すようにガラス繊維が露出しているように見える部位も多くはマトリックスレジンに覆われて露出していないことが確認された。シラン処理はガラス繊維に含まれるフィラーとコンポジットレジンを化学的に結合させることを目的とした前処理であるため、ファイバーポスト表面にガラス繊維が露出していない場合にはシラン処理が奏功しないのは当然である。

シラン処理を行う前にリン酸処理を行う P/Si 群は他のどの群とも有意差は認めず、シラン処理のみならず、リン酸処理もコンポジットレジンとの初期接着強さを向上させないことが示された。シラン処理前に 600 秒のリン酸処理を行うと、ファイバーポスト表面が粗造になり、機械的嵌合力が得られることで、コンポジットレジンの接着強さが向上するとの報告がなされている [17]. 一方、本研

究における SEM 観察像から Co 群, Si 群, P/Si 群では目立った損傷のない連続したガラス繊維の走行を認め, リン酸処理 20 秒間ではファイバーポスト表面を粗造にする効果は得られなかった. 多くの製品において添付文書内で推奨されるリン酸処理は 10 秒から 20 秒程度であり, 600 秒という長時間のリン酸処理は臨床において現実的でないことから, ファイバーポストの前処理としてのリン酸処理は推奨されない.

ブラスト処理を行う B/Si 群は, SEM 観察において断裂しているガラス繊維が多く認められ, プッシュアウト試験では Co 群と Si 群と比較して有意に低い接着強さを示した. ブラスト処理は被着面の表面を粗造にすることで得られる機械的嵌合力により, その接着能を向上させることを目的としているが[21,22], ファイバーポストに対するブラスト処理は表面を粗造にするに留まらず, ガラス繊維の破壊をきたすことでファイバーポストの機械的強度を低下させ, コンポジットレジンとの接着強さを減少させるのではないかと考えられた.

実験 1 の結果から, 汚染がない環境下のファイバーポストに対してブラスト処理はコンポジットレジンとの初期接着強さを低下させること, シラン処理およびリン酸処理はコンポジットレジンとの初期接着強さを向上させる効果は期待できないことが示された.

実験 2 唾液汚染がファイバーポストの長期接着能に

及ぼす影響とその汚染除去法の検討

基礎的研究と異なり，実際の臨床においては多くの接着阻害因子が存在する．その中でも唾液汚染はファイバーポスト-コンポジットレジン間の接着を妨げる大きな要因と考え，実験 2，3 では人工唾液を用いてファイバーポストを汚染させた．人工唾液は塩化ナトリウム，塩化カリウム，塩化カルシウムなどの無機成分に増粘剤や防腐剤などの添加物を含んだ粘性のある液体である．ヒト唾液と異なり唾液由来タンパク質を含まないものの，接着能評価における妥当性が報告されている [25]．

Dry 群は Co 群と比較して有意に低い接着強さを示した．予備実験において，同様の試料を蒸留水中に 60 秒間浸漬し，エアー乾燥のみ行った群では接着強さは Co 群と比較して差を認めなかった．これらのことから，唾液の残存はファイバーポスト-コンポジットレジン間の接着を阻害することが明らかである．また，水中浸漬 1 か月後では，Dry 群と BD 群は Co 群と比較して有意に低い接着強さを示した．したがって，帰無仮説 2) 「唾液汚染後のレジン支台築造法において，ファイバーポストに対する汚染除去法の違いは，支台築造

用コンポジットレジンとの接着強さに影響を及ぼさない。」は棄却された。

実験 2 では長期水中保存後の接着強さも評価している。3 か月水中浸漬後では全群の接着強さが大きく低下し、いずれの群においても長期水中浸漬によりファイバーポスト-コンポジットレジン間の界面は著しく劣化することが明らかとなった。本実験のサンプルは厚さ 0.7 mm であり、水中浸漬により接着界面は臨床において想定される環境以上の水の影響を受けることとなる。また興味深いことに、すべての群において 3 か月水中浸漬後の接着強さは大きく低下し、この低下率は他の接着性材料での接着界面と比較して極めて大きいことが示された。Petrie らはファイバーポスト-コンポジットレジン間の界面は非常に脆弱であることを報告しており [26]、3 か月水中浸漬の結果から、この界面の強化は重要な課題であることが明示された。

各群の SEM 観察像から、Co 群、Dry 群、WD 群、Al 群、PWD 群には連続したガラス繊維の走行が観察され、ガラス繊維が断裂した像は認められなかった。実験 1 と同様に SEM 観察像においてリン酸処理による形態的变化を捉えることはできず、ブラスト処理ではファイバーポストに含まれるガラス繊維が破壊されている像が確認された。また、接着試験結果においても初期においてリン酸処理による接着

強さの向上は認められなかった。実験 2 では表面性状を評価するために接触角の測定を行った。その結果、PWD 群および BD 群は Co 群と比較して有意に低い接触角を示し、両群はファイバーポストの表面性状に変化があったことを示している。BD 群はガラス繊維の破壊によって表面が粗造になったことにより、Co 群と比較して有意に小さい接触角となったと考えられる。Soares らは、ブラスト処理は化学的な表面処理と比較してファイバーポスト表面を粗造にするが、その結果として表面に存在するガラス繊維およびマトリックスレジンに損傷を与えることでコンポジットレジンとの接着強さの低下を招くことを報告しており [22]、本実験で行ったブラスト処理の条件下では、同様の理由でコンポジットレジンとの接着強さを向上させる効果が得られなかったものと考えられる [22]。一方、リン酸処理により接触角は小さくなったものの、接着強さの向上は認められなかったことから、リン酸処理は唾液汚染除去には効果があるものの接着強さの向上には寄与しないことが示された。

これらの結果から、唾液汚染されたファイバーポストに対するコンポジットレジンの接着強さの回復は、スリーウェイシリンジによるエアードライのみでは不十分であるが、十分な水洗と乾燥のみで回復できること、ブラスト処理ではコンポジットレジンとの接着強さを低下させることが明らかとなった。また表面処理の種類を問わず、

長期水中浸漬によりファイバーポスト-コンポジットレジン間の接着強さは著しく低下することが示された。

実験 3 プライマーおよびボンディング材の使用が

長期接着強さに及ぼす影響

実験 2 においてファイバーポスト-コンポジットレジン間の接着強さは長期的には大きく劣化することが明らかとなった。また、ファイバーポスト表面を SEM にて観察するとガラス繊維とマトリックスレジンが折り重なるように存在しているため、ガラス繊維のみではなく、マトリックスレジンも対象として前処理を行うことで長期的な接着強さの低下の程度を減じる可能性があると考えられた。そこで、実験 3 ではシラン処理を対照群として、CAD/CAM レジンブロック用に開発された MMA 含有プライマーを用いた MMA 群を評価した。さらに、親水性アミド系モノマーを含むとともに優れた重合硬化性を備えるボンディング材を用いた Bond 群も確認した。

プッシュアウト試験の結果から、24 時間および 1 か月水中浸漬後の各群間の接着強さに有意差は認めなかった。すなわち、1 か月間の水中浸漬ではファイバーポストに対する HC プライマーおよびボンディング材の使用はシラン処理と差がないことが示された。しかしながら、3 か月水中浸漬後は、Bond 群は Si 群および MMA 群と比較

して有意に高い接着強さを示した。これらの結果から帰無仮説 3) 「唾液汚染後のレジン支台築造法において、ファイバーポストに対するプライマーおよびボンディング処理は、支台築造用コンポジットレジンとの接着強さに影響を及ぼさない。」は棄却された。

Zakereyya らはファイバーポスト表面にボンディング材を用いて処理しても、初期にはその効果は得られなかったことを報告している [23]。本実験の結果でも、24 時間および 1 か月水中浸漬後において Bond 群の接着強さは他の 2 群と比較して有意な差はなかったが、3 か月水中浸漬後は有意に高いことが示された。また、SEM 観察においても、Si 群および MMA 群はファイバーポストと築造用レジンとの間で界面破壊が認められたのに対し、Bond 群ではファイバーポスト表面にボンディング層が認められる混合破壊が生じていた。さらに接触角を比較すると、Bond 群は Si 群および MMA 群と比較して有意に小さい接触角を示しており、ボンディング材を塗布することでファイバーポスト表面のぬれ性が向上し、コンポジットレジンとの接着において有利な環境となっていることが明らかとなった。これらの結果から、ファイバーポストに塗布したボンディング材がファイバーポスト-コンポジットレジン間の結合をより強固に結合することで長期耐久性が向上したのではないかと考えられる。なお Hattori らは、ファイバーポスト内のガラス繊維とマトリックスレ

ジン間に生じるマイクロクラックが物性低下の起点となることを報告している [27]. ファイバーポストにボンディング材を塗布することにより, ファイバーポスト成形時に生じるファイバーポスト表面のマイクロクラックにボンディング材が浸透し, ファイバーポストの物性低下が抑制された可能性も考えられる.

実験 3 における結果は, 他のボンディング材についても得られるとは限らないものの, ボンディング材の硬化体はファイバーポストのマトリックスレジンや支台築造用レジンよりも加水分解に対する抵抗性が高いため, 同様の結果が得られるのではないかと考えられる. とはいえ, ファイバーポストとボンディング材の化学的な結合状態など詳細なメカニズムの解明はできていない. 今後, その解明を進めることにより, ファイバーレジン支台築造の長期予知性の向上につなげていく必要がある. 本研究では, 接着試験, SEM 表面形態観察, 接触角測定により, ファイバーポストの表面処理法の違いが, 長期の水中浸漬試験においてコンポジットレジンとの接着強さに影響を与えることが示された. さらに人工唾液で汚染させた場合, その除去には水洗と乾燥で十分であること, 前処理としてファイバーポストへのボンディング材塗布が最も効果的であることが明らかとなった.

結論

ファイバーポストに対する処理方法の違いがファイバーポストと支台築造用コンポジットレジンの接着強さに与える影響を調べ、以下の結果が得られた。

1. ファイバーポストと支台築造用コンポジットレジンの接着強さは、シラン処理により向上せず、ブラスト処理により低下する。
2. 人工唾液汚染により接着強さは低下するが、水洗と乾燥により回復する。また、種々の前処理を行っても3か月間の水中浸漬により、接着強さは大きく低下する。
3. ファイバーポストへのボンディング材塗布は、長期的な接着強さの低下の程度を減じる効果がある。

謝辞

稿を結ぶにあたり，御懇切なる御指導，御校閲を賜りました大阪大学大学院歯学研究科顎口腔機能再建学講座クラウンブリッジ補綴学分野矢谷博文教授に深甚なる謝意を表します．研究の遂行に際し終始御指導，御鞭撻を賜りました大阪大学大学院歯学研究科顎口腔機能再建学講座クラウンブリッジ補綴学分野峯 篤史助教に深謝いたします．

また，実験遂行において多大な御教示，御示唆を頂いた大阪大学歯学部附属病院口腔総合診療部三浦治郎助教（SEM 観察）に謹んで感謝の意を表します．

さらに，本研究に種々の御配慮，御援助，御助言を頂いた大阪大学大学院歯学研究科クラウンブリッジ補綴学分野の諸先生方に厚く御礼申し上げます．

文献

- [1] Chutinan S, Platt JA, Cochran MA, Moore BK. Volumetric dimensional change of six direct core materials. Dent Mater 2004;20:345-51.
- [2] Goncalves LA d A, Vansan LP, Paulino SM, Sousa Neto MD. Fracture resistance of weakened roots restored with a transilluminating post and adhesive restorative materials. J Prosthet Dent 2006;96:339-44.
- [3] RS Schwartz. Post placement and restoration of endodontically treated teeth. J Endod 2004:289-301.
- [4] Pilo R, Cardash HS, Levin E, Assif D. Effect of core stiffness on the in vitro fracture of crowned, endodontically treated teeth. J Prosthet Dent 2002;88:302-6.
- [5] Plotino G, Grande NM, Bedini R, Pameijer CH, Somma F. Flexural properties of endodontic posts and human root dentin. Dent Mater 2007;23:1129-35.

[6] Lassila LVJ, Tanner J, Le Bell AM, Narva K, Vallittu PK. Flexural properties of fiber reinforced root canal posts. *Dent Mater* 2004;20:29-36.

[7] Iglesia-Puig MA, Arellano-Cabornero A. Fiber-reinforced post and core adapted to a previous metal ceramic crown. *J Prosthet Dent* 2004;91:191-4.

[8] Wu H, Hayashi M, Okamura K, Koytchev E V., Imazato S, Tanaka S, et al. Effects of light penetration and smear layer removal on adhesion of post-cores to root canal dentin by self-etching adhesives. *Dent Mater* 2009;25:1484-92.

[9] Cagidiaco MC, Goracci C, Garcia-Godoy F, Ferrari M. Clinical studies of fiber posts: a literature review. *Int J Prosthodont* 2008;21:328-36.

[10] Komada W, Inagaki T, Ueda Y, Omori S, Hosaka K, Tagami J, et al. Influence of water immersion on the mechanical properties of fiber posts. *J Prosthodont Res* 2017;61:73-80.

[11] Torbjörner A, Karlsson S, Dr O, Ödman PA. Survival rate and failure characteristics for two post designs. *J Prosthet Dent* 1995;73:439-44.

[12] Monticelli F, Toledano M, Tay FR, Cury AH, Goracci C, Ferrari M. Post-surface conditioning improves interfacial adhesion in post/core restorations. *Dent Mater* 2006;22:602-9.

[13] Goracci C, Raffaelli O, Monticelli F, Balleri B, Bertelli E, Ferrari M. The adhesion between prefabricated FRC posts and composite resin cores: Microtensile bond strength with and without post-silanization. *Dent Mater* 2005;21:437-44.

[14] Roberts HW, Leonard DL, Vandewalle KS, Cohen ME, Charlton DG. The effect of a translucent post on resin composite depth of cure. *Dent Mater* 2004;20:617-22.

[15] Matsumoto M, Miura J, Takeshige F, Yatani H. Mechanical and morphological evaluation of the bond-dentin interface in direct resin core build-up method. *Dent Mater* 2013;29:287-93.

[16] Aksornmuang J, Foxton RM, Nakajima M, Tagami J. Microtensile bond strength of a dual-cure resin core material to glass and quartz fibre posts. *J Dent* 2004;32:443-50.

[17] Vano M, Goracci C, Monticelli F, Tognini F, Gabriele M, Tay FR, et al. The adhesion between fibre posts and composite resin cores: The evaluation of microtensile bond strength following various surface chemical treatments to posts. *Int Endod J* 2006;39:31-9.

[18] Oliveira AS, Ramalho ES, Ogliari FA, Moraes RR. Bonding self-adhesive resin cements to glass fibre posts: To silanate or not silanate? *Int Endod J* 2011;44:759-63.

[19] Shakerian M, Esmaeili B, Alaghehmand H. Effect of different surface treatments on microtensile bond strength of two resin cements to aged simulated composite core materials. *Indian J Dent Res* 2015;26:309-14.

[20] Bitter K, Meyer-Lueckel H, Priehn K, Kanjuparambil JP, Neumann K, Kielbassa AM. Effects of luting agent and thermocycling on bond strengths to root canal dentine. *Int Endod J* 2006;39:809-18.

[21] Balbosh A, Kern M. Effect of surface treatment on retention of glass-fiber endodontic posts. *J Prosthet Dent* 2006;95:218-23.

[22] Soares CJ, Santana FR, Pereira JC, Araujo TS, Menezes MS. Influence of airborne-particle abrasion on mechanical properties and bond strength of carbon/epoxy and glass/bis-gma fiber-reinforced resin posts. *J Prosthet Dent* 2008;99:444-54.

[23] Zakereyya S. Albashaireh, MuhamadGhazal, MatthiasKern. Effects of endodontic post surface treatment, dentin conditioning, and artificial aging on the retention of glass fiber-reinforced composite resin posts. *J Prosthet Dent* 2010;103:31-9.

[24] Zicari F, Coutinho E, Scotti R, Van Meerbeek B, Naert I. Mechanical properties and micro-morphology of fiber posts. *Dent Mater* 2013;29:1-21.

[25] Kawaguchi-Uemura A, Mine A, Matsumoto M, Tajiri Y, Higashi M, Kabetani T, et al. Adhesion procedure for CAD/CAM resin crown bonding: Reduction of bond strengths due to artificial saliva contamination. *J Prosthodont Res* 2018;62:177-83.

[26] Petrie CS, Walker MP. Effect of Airborne-Particle Abrasion and Aqueous Storage on Flexural Properties of Fiber-Reinforced Dowels. J Prosthodont 2012;21:296-303.

[27] Hattori M, Takemoto S, Yoshinari M, Kawada E, Oda Y. Durability of fiber-post and resin core build-up systems. Dent Mater J 2010;29:224-8.

表1 実験1に用いた材料

材料	商品名 (製造会社)	LOT番号	組成
ファイバー ポスト	トクヤマFRポスト φ1.6 mm (トクヤマデントタル)	062046	ガラスファイバー, Bis-GMA系レジン
支台築造用 コンボジット レジン	DCコア オートミックスONE (クラレノリタケデントタル)	370283	Aペースト モノマー (Bis-GMA, メタクリル酸系モノマー), フィラー (表面処理ガラス粉, 表面処理シリカ系 マイクロフィラー, シリカ系マイクロフィラー), 光重合触媒, 化学重合触媒, 着色剤, その他
アルコール	ステリコットα (川本産業)	091216Y	Bペースト モノマー (TEGDMA, メタクリル酸系モノマー), フィラー (表面処理ガラス粉, 表面処理シリカ系 マイクロフィラー, アルミナ系マイクロ フィラー), 化学重合促進剤, その他
シラン処理材	クリアファイル セラミック プライマープラス (クラレノリタケデントタル)	1K0032	エタノール, イソプロパノール, 精製水
エッチング材	KエッチャントGEL (クラレノリタケデントタル)	8Q0082	3-トリメトキシシリルプロピルメタクリレート, MDP, エタノール 精製水, リン酸, 着色剤, 増粘剤

表2 実験2に用いた材料

材料	商品名 (製造会社)	LOT番号	組成
ファイバーポスト	ジーシー ファイバーポストφ1.6 mm (ジーシー)	1710301	ガラスファイバー, Bis-GMA系レジン
支台築造用 コンポジットレジン	DCコア オートミックスONE (クラレノリタケデンタル)	580293	Aペースト モノマー (Bis-GMA, メタクリル酸系モノマー), フィラー (表面処理 ガラス粉, 表面処理シリカ系マイクロフィラー, シリカ系マイクロ フィラー), 光重合触媒, 化学重合触媒, 着色剤, その他
人工唾液	サリベート エアゾール(蒂人ファーマ)	1339	Bペースト モノマー (TEGDMA, メタクリル酸系モノマー), フィラー (表面処理ガ ラス粉, 表面処理シリカ系マイクロフィラー, アルミナ系マイクロ フィラー), 化学重合促進剤, その他
アルコール	ステリコットα(川本産業)	091216Y	塩化ナトリウム, 塩化カリウム, 塩化カルシウム水和物, 塩化マグネ シウム, リン酸二カリウム, カルメロースナトリウム, D-ソルビト ール, 安息香酸ナトリウム, ソルビン酸, 水酸化ナトリウム, 二酸化 炭素(噴射剤)
エッチング材	KエッチャントGEL (クラレノリタケデンタル)	8Q0082	エタノール, イソプロパノール, 精製水 精製水, リン酸, 着色剤, 増粘剤

表3 実験3に用いた材料

材料	商品名 (製造会社)	LOT番号	組成
ファイバーポスト	ジーシー ファイバーポストφ1.6 mm (ジーシー)	1710301	ガラスファイバー, Bis-GMA系レジン
支台築造用 コンポジットレジン	DCコア オートミックスONE (クラレノリタケデンタル)	750251	Aペースト モノマー (Bis-GMA, メタクリル酸系モノマー), フィラー (表面処理ガラス粉, 表面処理シリカ系マイクロフィラー, シリカ系マイクロフィラー), 光重合触媒, 化学重合触媒, 着色剤, その他
シラン処理材	クリアフィル セラミックプライマープラス (クラレノリタケデンタル)	1K0032	Bペースト モノマー (TEGDMA, メタクリル酸系モノマー), フィラー (表面処理ガラス粉, 表面処理シリカ系マイクロフィラー, アルミナ系マイクロフィラー), 化学重合促進剤, その他
レジンブロック用 プライマー	HCプライマー (松風)	061601	3-トリメトキシシリルプロピルメタクリレート, MDP, エタノール
ボンディング材	クリアフィル ユニバーサルボンド Quick (クラレノリタケデンタル)	CR0102	UDMA, MMA, アセトン, 反応開始材, その他 Bis-GMA, リン酸エステル系モノマー (MDP), HEMA, 親水性アミド系モノマー, シリカ系マイクロフィラー, エタノール, 光 重合触媒, 化学重合促進剤, 精製水, フッ化ナトリウム, その他

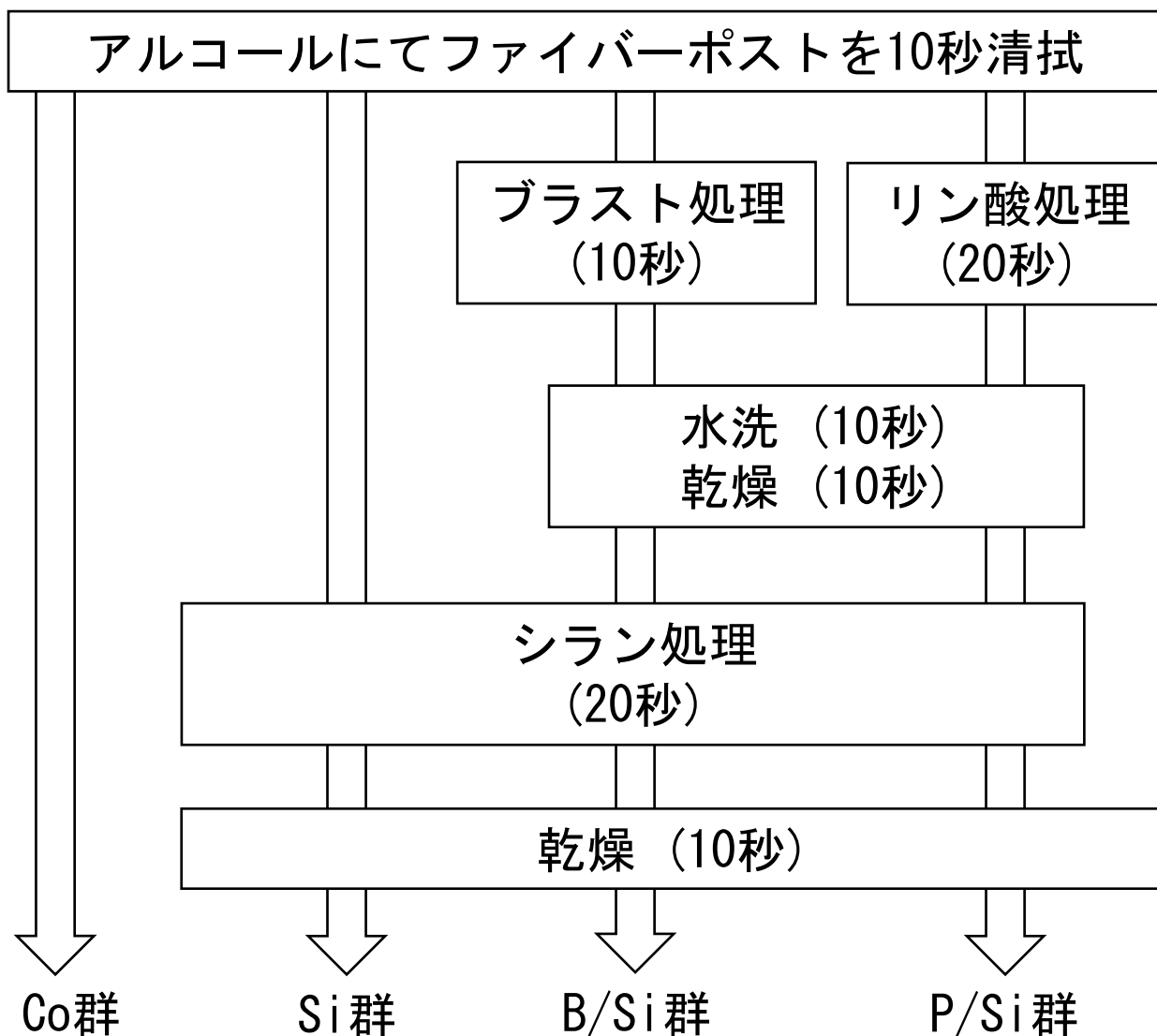


図1 実験1の試料作製と各群の処理法

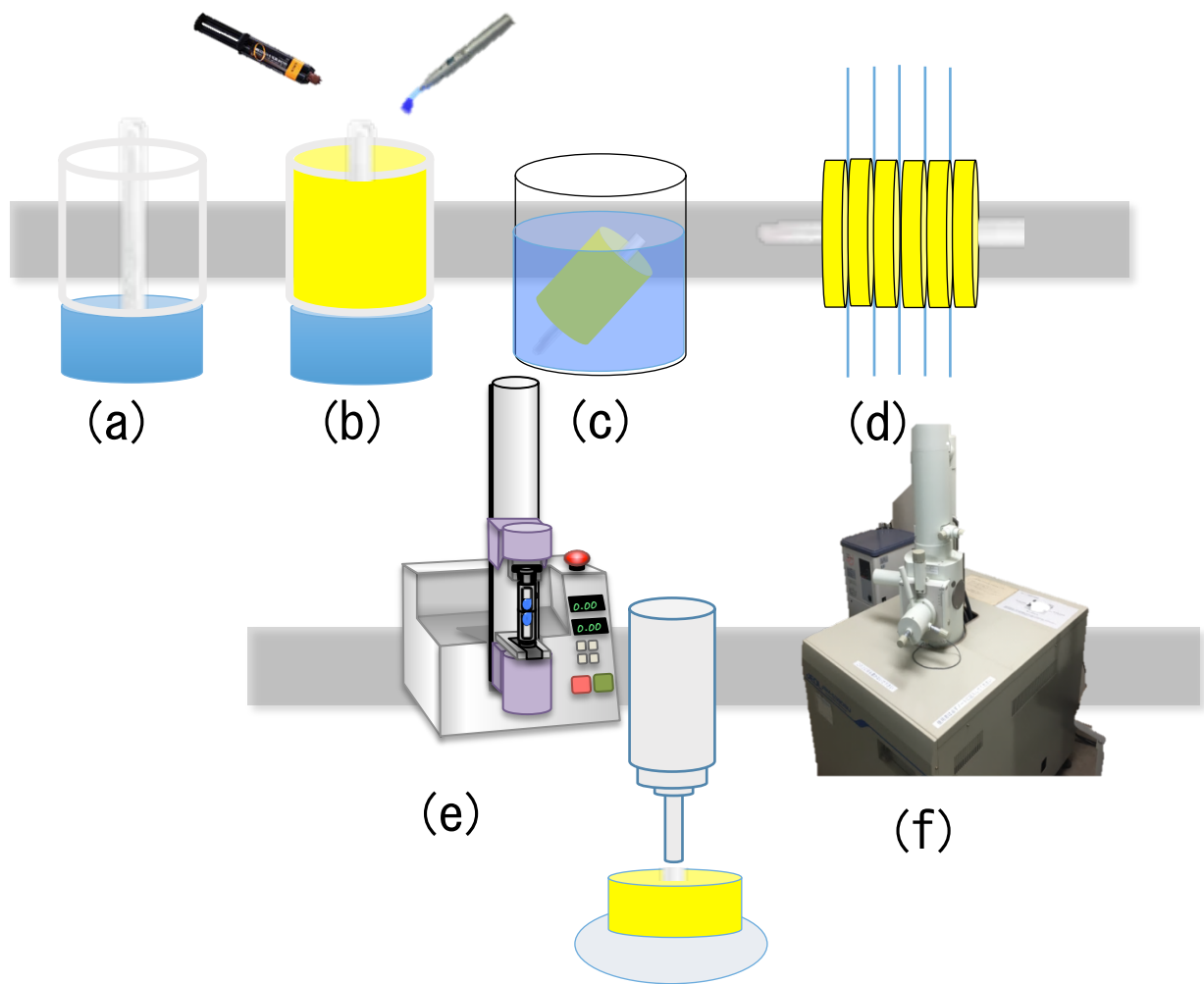


図2 実験1の試料の作製方法および観察方法

- (a)： シリコン製のジグにFRポストを植立
- (b)： 直径10 mm, 長さ10 mmの円柱状のプラスチック管を設置
DCコアを5回に分け2 mmずつ積層充填し, 各層20秒光照射
(10 mm築造後に40秒光照射)
- (c)： 37°C蒸留水中に24時間浸漬
- (d)： 各試料を厚さ1 mmに切り出し, 6スライス採得
- (e)： プッシュアウト試験 (クロスヘッドスピード1.0 mm/min)
- (f)： 破断面を走査電子顕微鏡にて観察

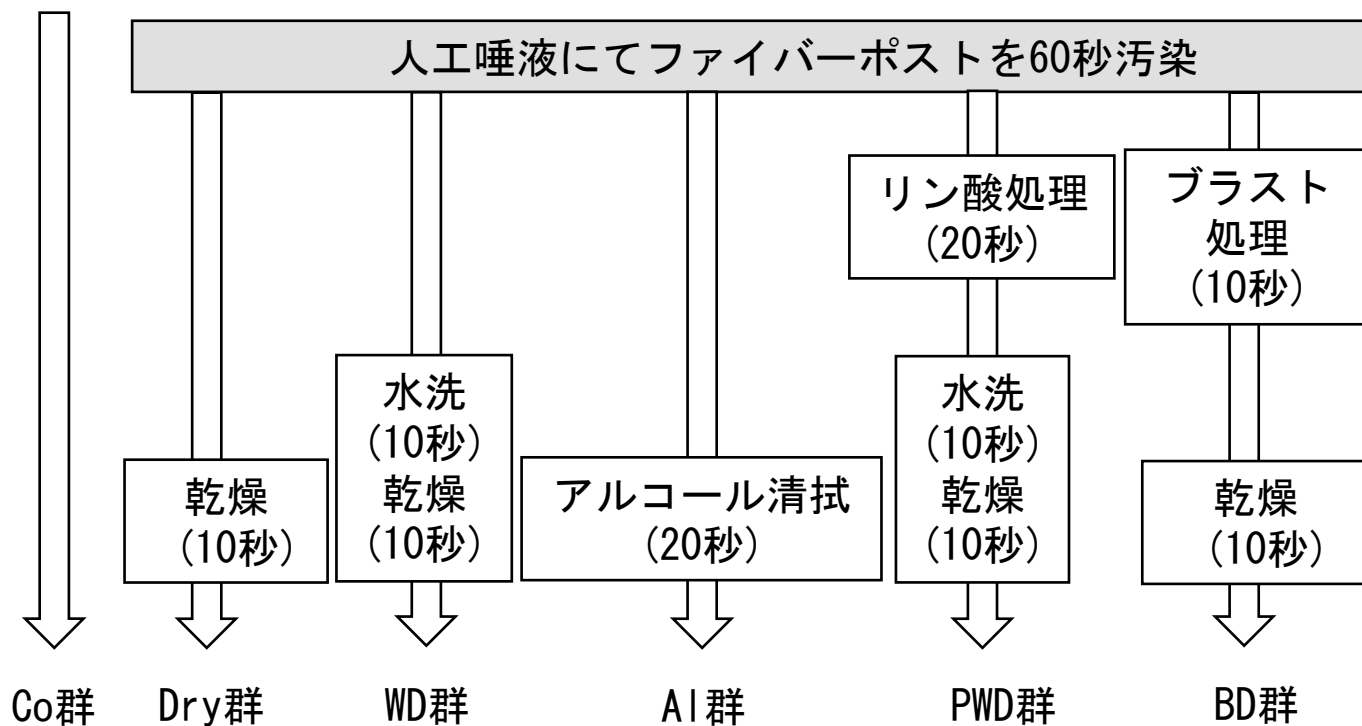


図3 実験2の試料作製と各群の処理法

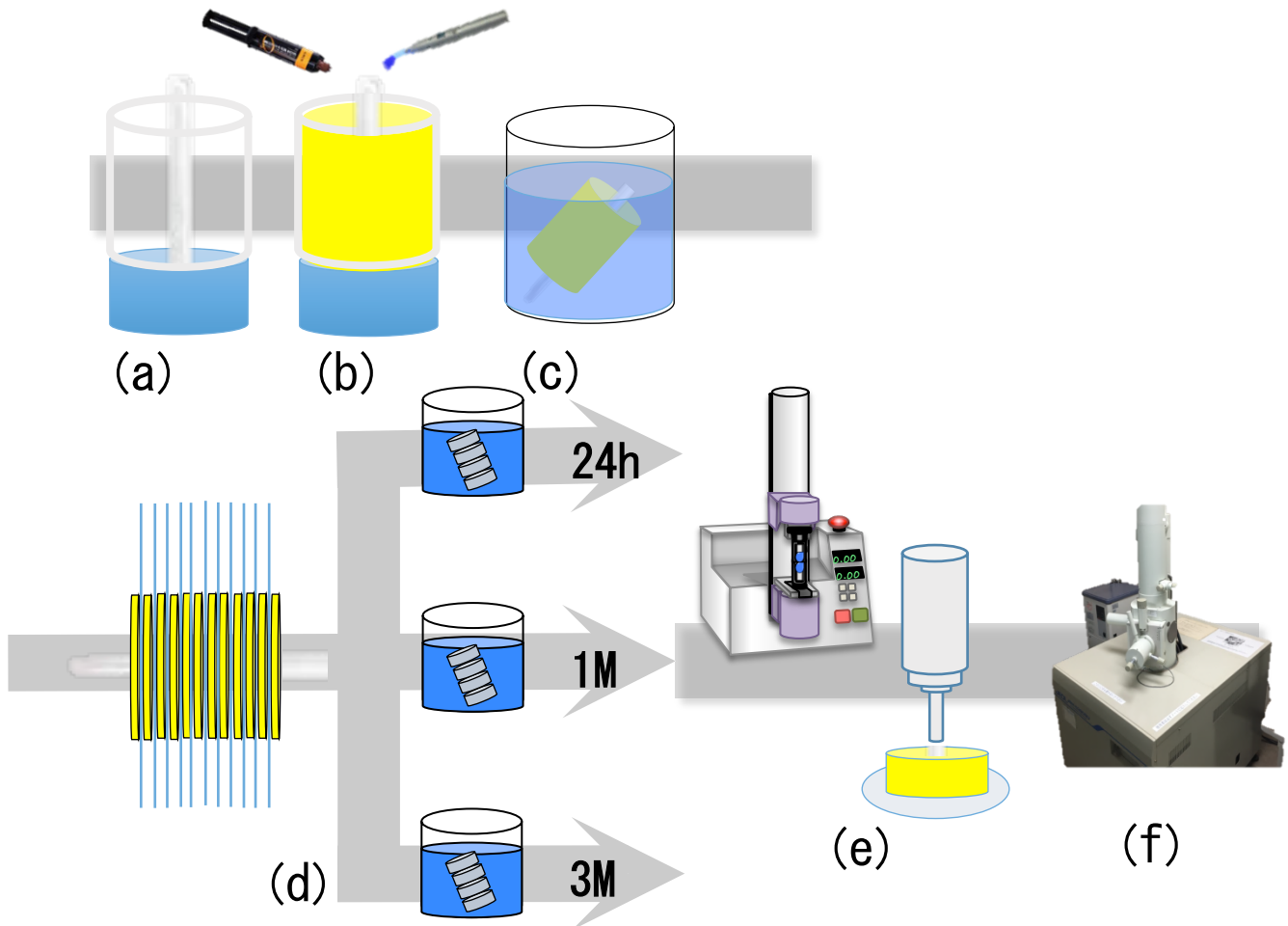


図4 実験 2, 3 の試料の作製方法および観察方法

- (a) : シリコン製のジグにファイバーポストを植立
- (b) : 直径10 mm, 長さ10 mmの円柱状のプラスチック管を設置
DCコアを5回に分け2 mm ずつ積層充填し, 各層20秒光照射
(10 mm築造後に40秒光照射)
- (c) : 37°C蒸留水中に24時間浸漬
- (d) : 各試料を厚さ0.7 mmに切り出し, 12スライス採得
無作為に4枚ずつ3つのサブグループに分け, 24時間,
1か月, あるいは3か月水中浸漬
- (e) : プッシュアウト試験 (クロスヘッドスピード1.0 mm/min)
- (f) : 破断面を走査電子顕微鏡にて観察

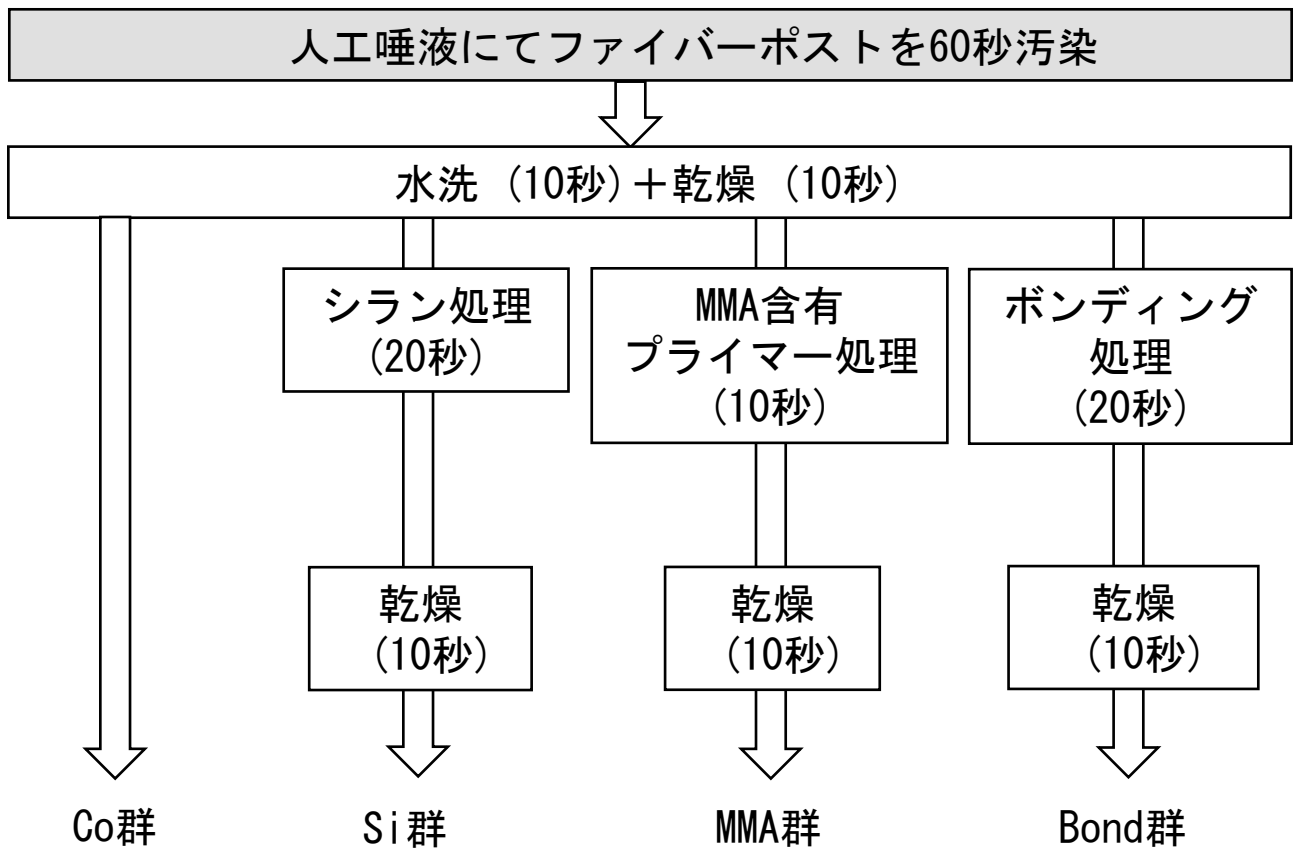


図5 実験3の試料作製と各群の処理法

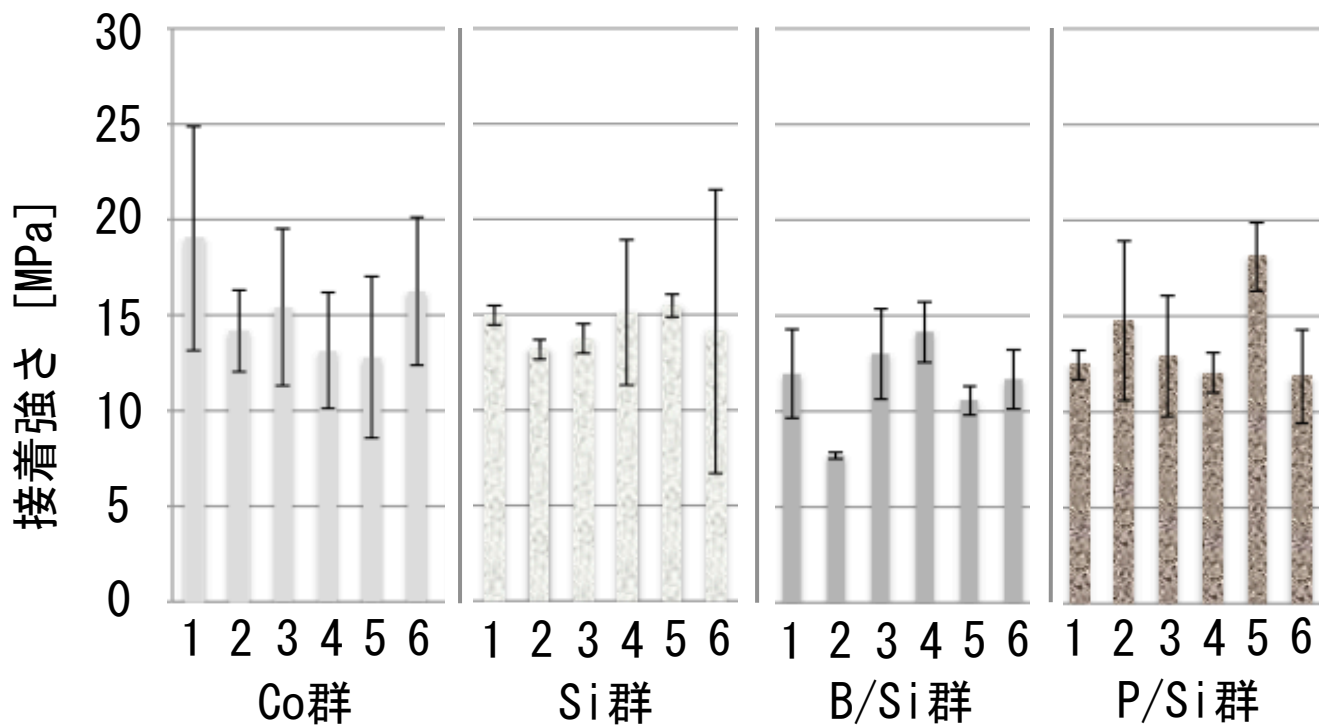


図6 実験1における各群の表面処理後の
プッシュアウト試験による接着強さ

Error bar: 標準偏差, n=18

切り出した試料は表層より1~6とした

二元配置分散分析

スライス部位: $P = 0.62$, $F = 0.707$

処理法: $P = 0.006$, $F = 4.685$

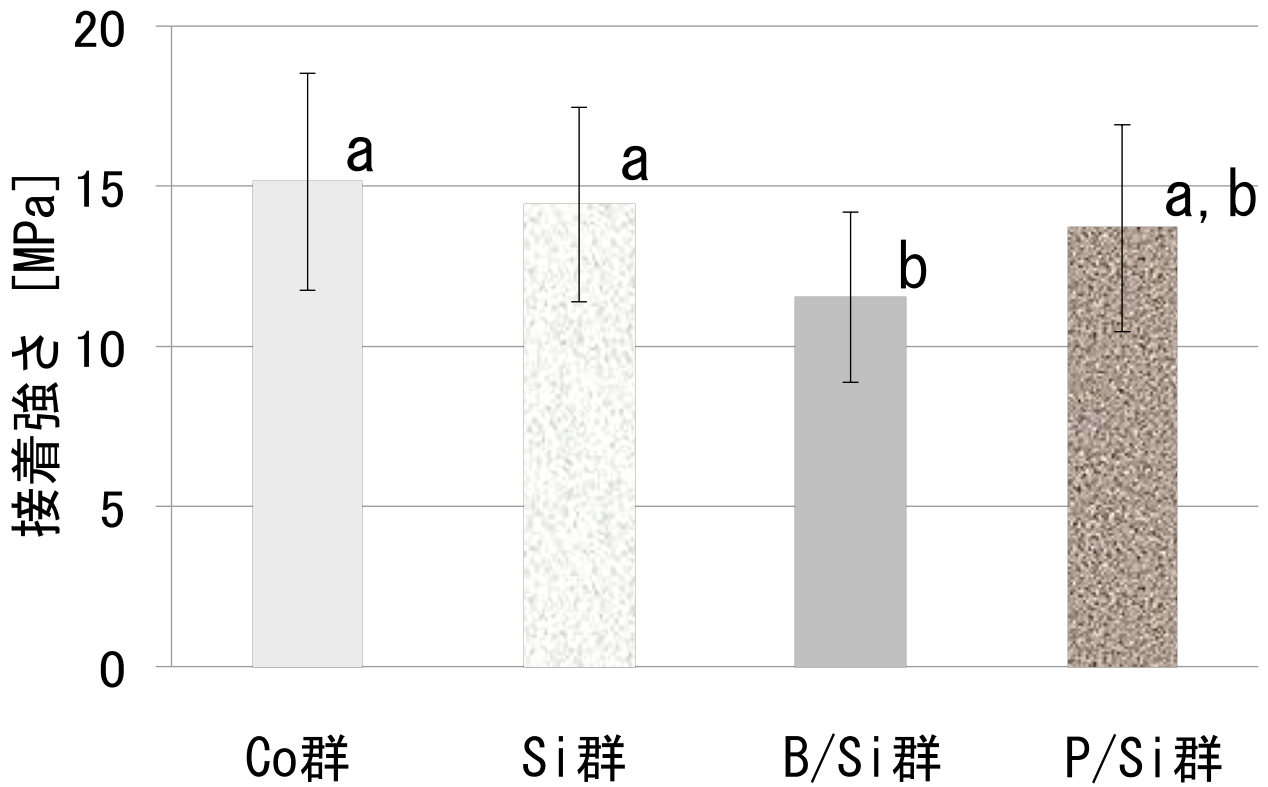


図7 実験1における各群の表面処理後の
プッシュアウト試験による平均接着強さ

Error bar: 標準偏差, n=3

一元配置分散分析

Tukeyの多重比較検定, 有意水準 $P=0.05$

グラフ上のアルファベットは同一文字間で有意差なし

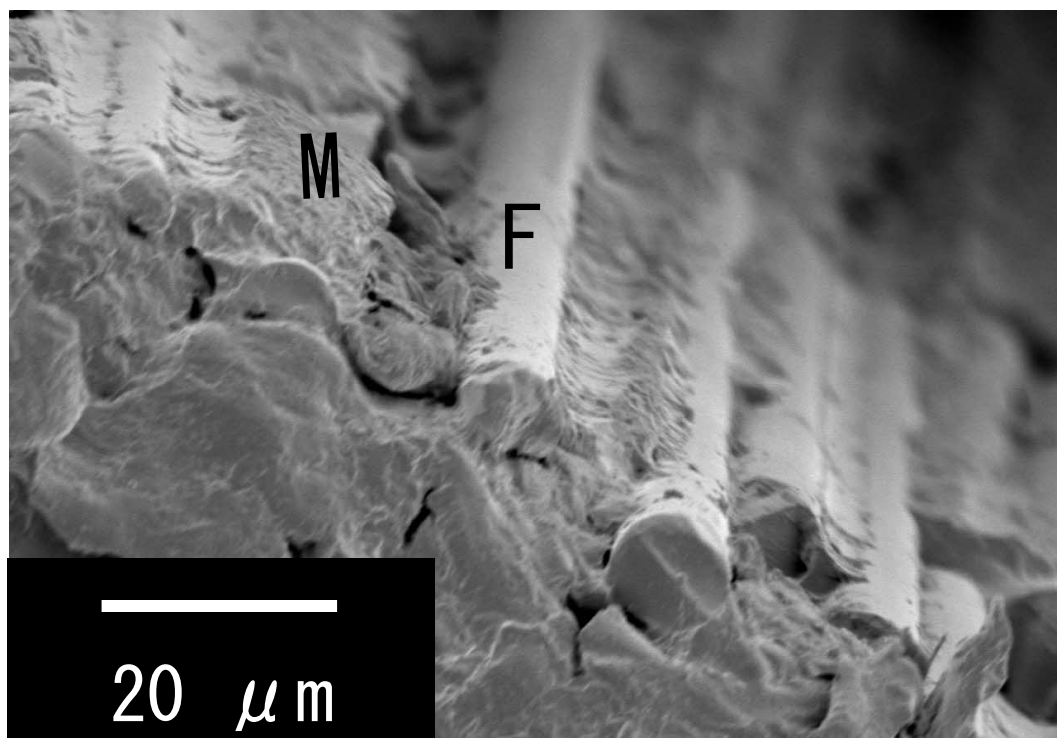


図8 ファイバーポスト (Co群) 表面のSEM観察
(×750)

F: ファイバー

M: マトリックスレジン

ファイバーがマトリックスレジンに覆われている部位と、
覆われていない部位がそれぞれ存在する。

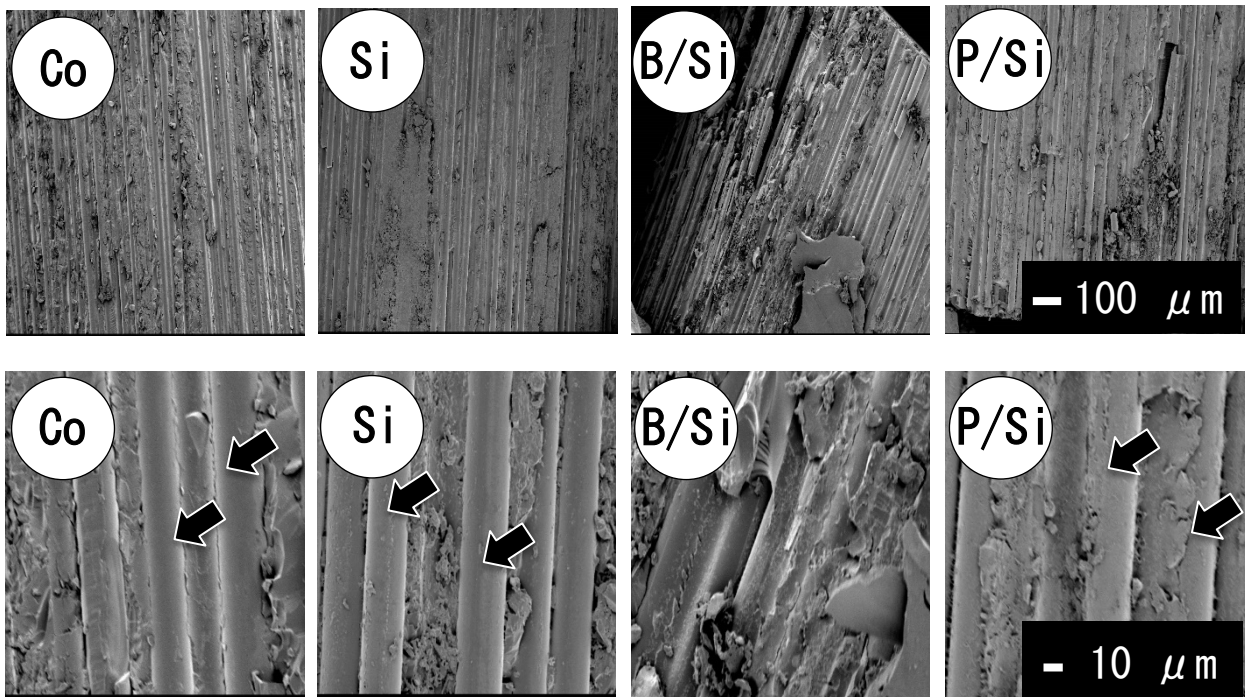


図9 実験1のプッシュアウト試験後の破断面のSEM観察像
($\times 150$, $\times 1,000$)

下段：上段の拡大図

◀：ガラス繊維

Co群：ガラス繊維の破壊は認めない。

Si群：Co群と同様にガラス繊維の破壊は認めない。

B/Si群：ガラス繊維の破壊を認める。

P/Si群：Co群と同様にガラス繊維の破壊は認めない。

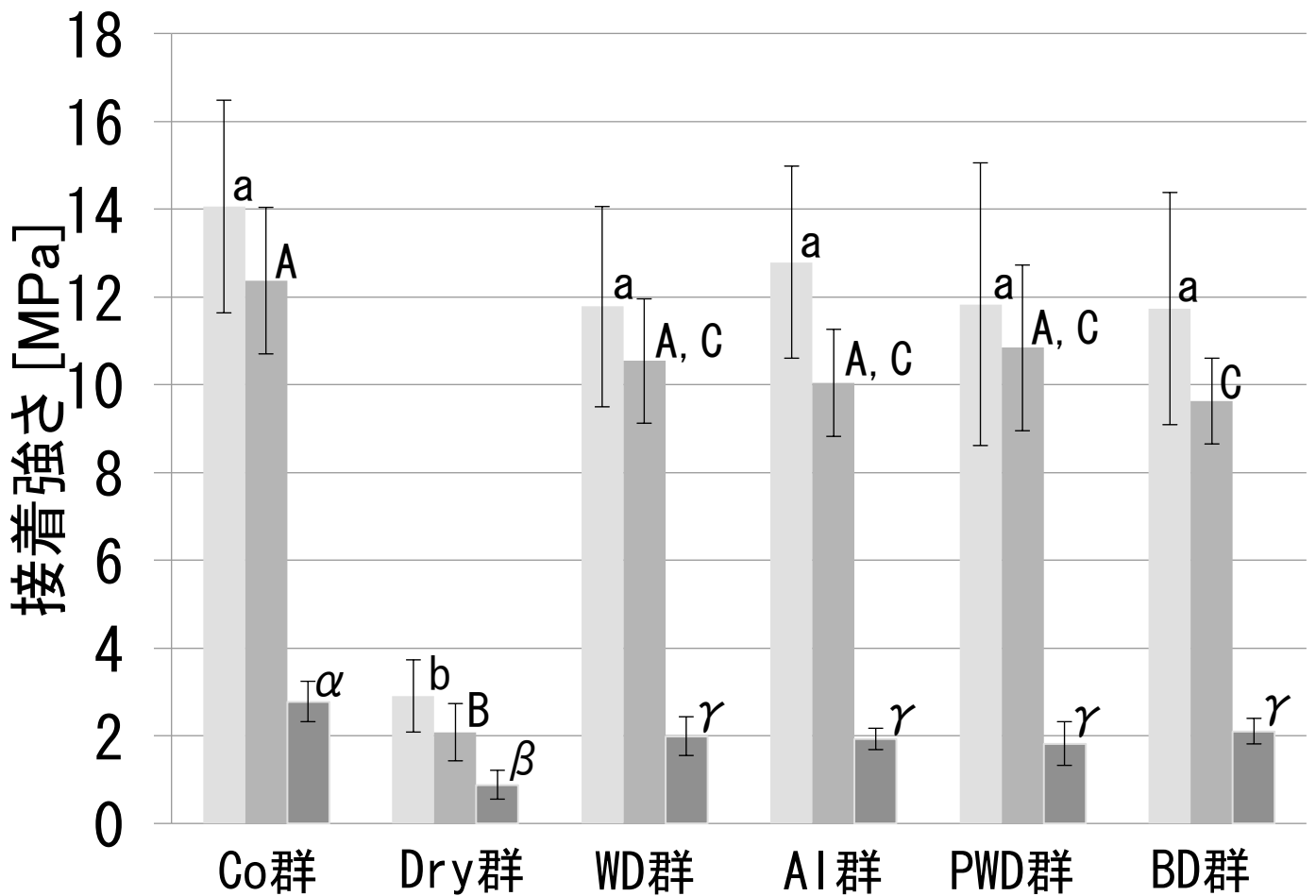


図10 実験2における各群の表面処理後の
プッシュアウト試験による接着強さ

■：24時間後， ■：1か月後， ■：3か月後

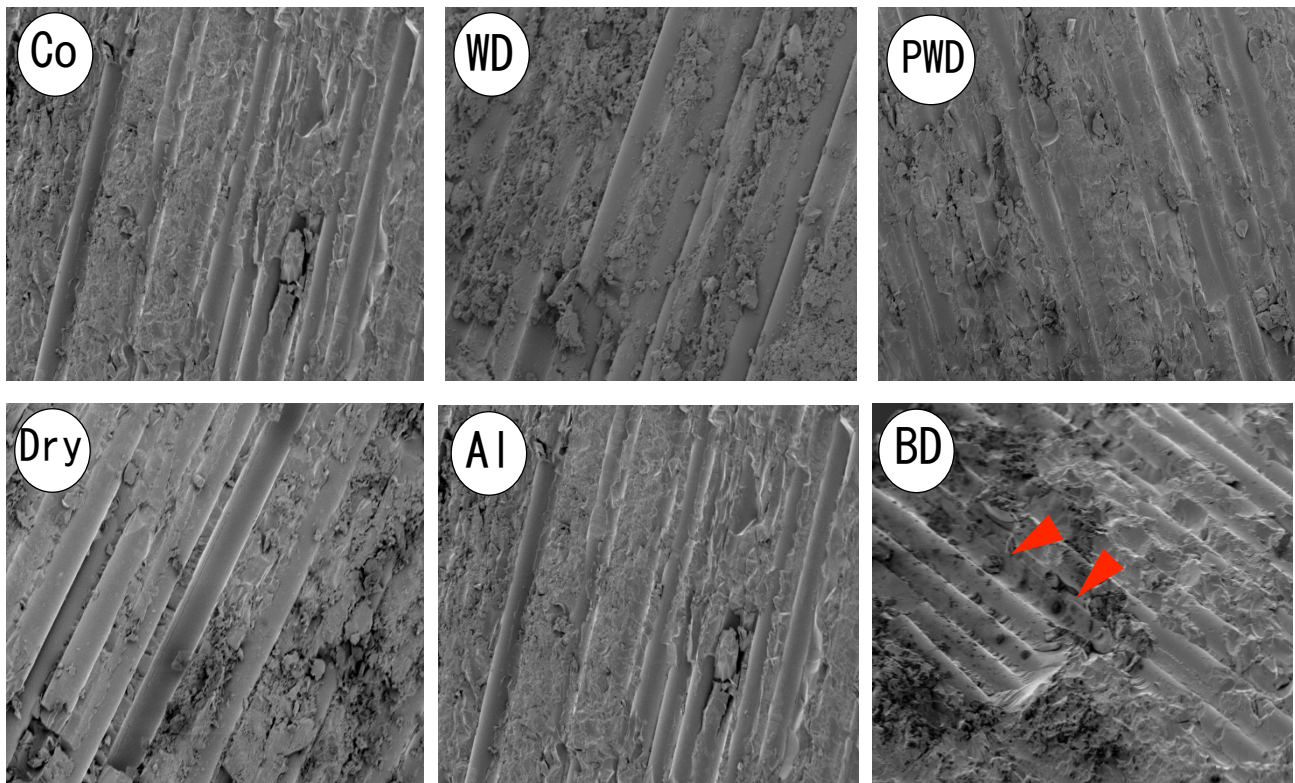
Error bar: 標準偏差, n=12

Kruskal-Wallis検定

ボンフェローニの多重比較検定, 有意水準 $P=0.05$

同一期間 (24h, 1M, 3M内) で統計解析

グラフ上の記号は同一文字間で有意差なし



50 μm

図11 実験2のプッシュアウト試験後の破断面のSEM観察像
(×500)

◀ : ガラス繊維の破壊

Co群: ガラス繊維の破壊は認めない.

Dry群: Co群と同様にガラス繊維の破壊は認めない.

WD群: Co群と同様にガラス繊維の破壊は認めない.

AI群: Co群と同様にガラス繊維の破壊は認めない.

PWD群: Co群と同様にガラス繊維の破壊は認めない.

BD群: ガラス繊維の破壊を認める.

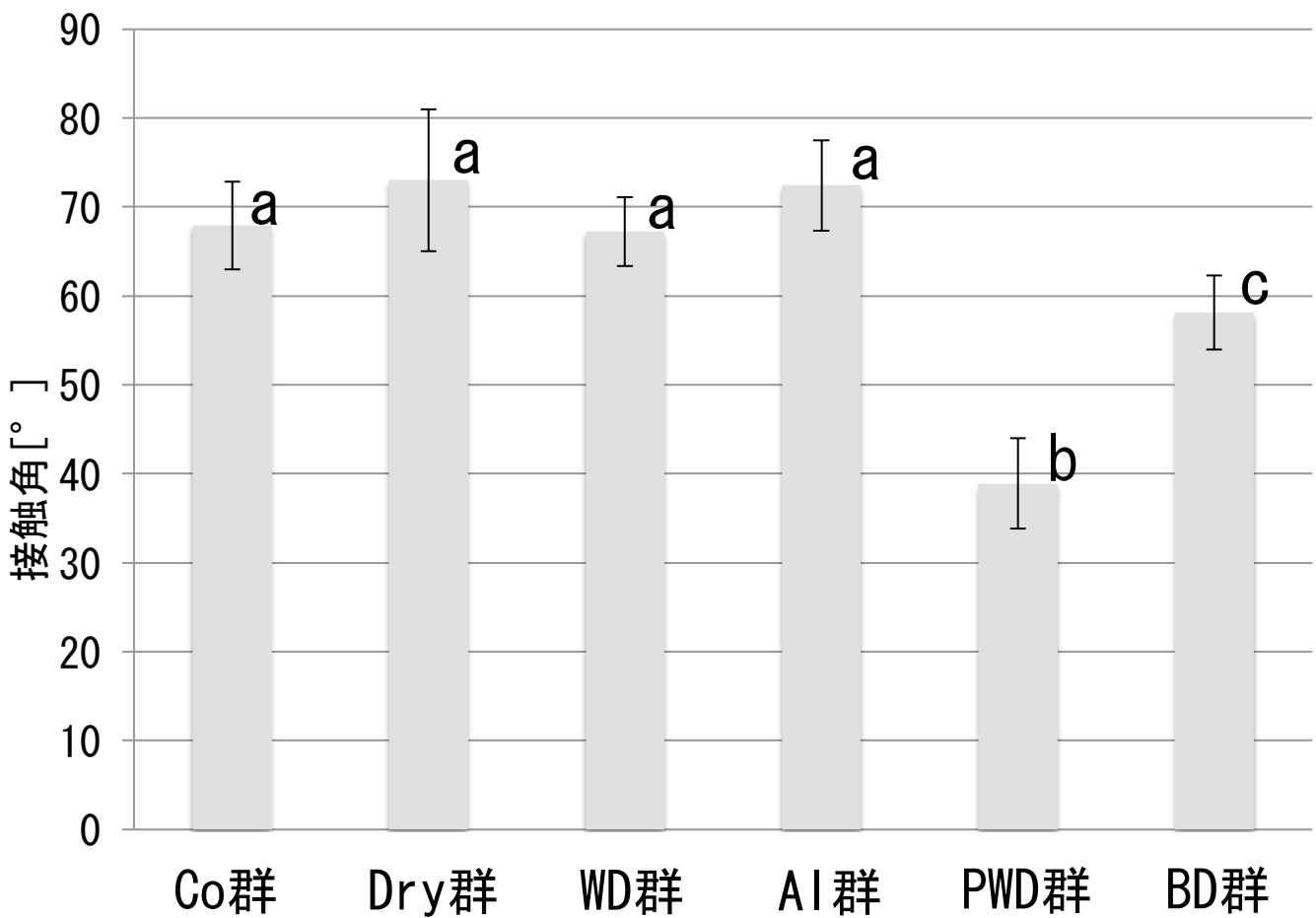


図12 実験2における各群の接触角の測定結果

Error bar: 標準偏差, n=9

Kruskal-Wallis検定

ボンフェローニの多重比較検定, 有意水準 $P=0.05$

グラフ上のアルファベットは同一文字間で有意差なし

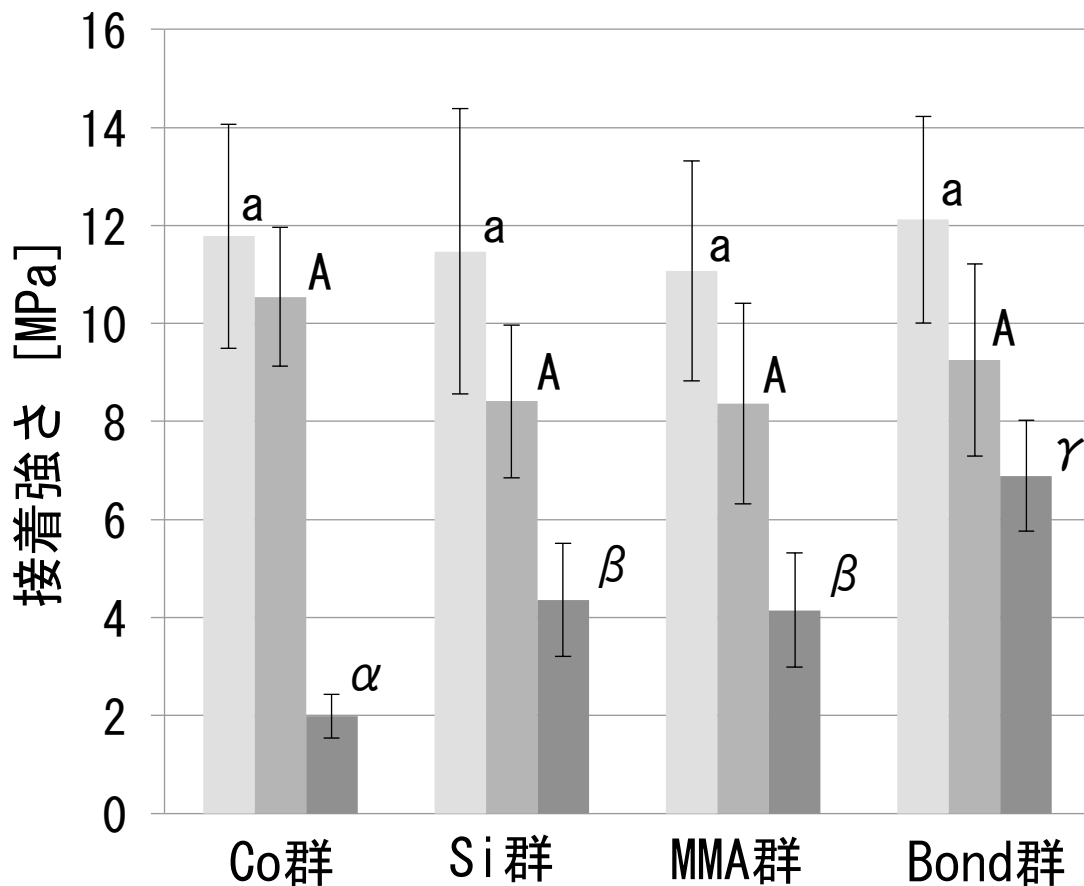


図13 実験3における各群の表面処理後の
プッシュアウト試験による接着強さ

■：24時間後， ■：1か月後， ■：3か月後

Error bar：標準偏差，n=12

Kruskal-Wallis検定

ボンフェローニの多重比較検定，有意水準 $P=0.05$

同一期間（24h，1M，3M内）で統計解析

グラフ上の記号は同一文字間で有意差なし

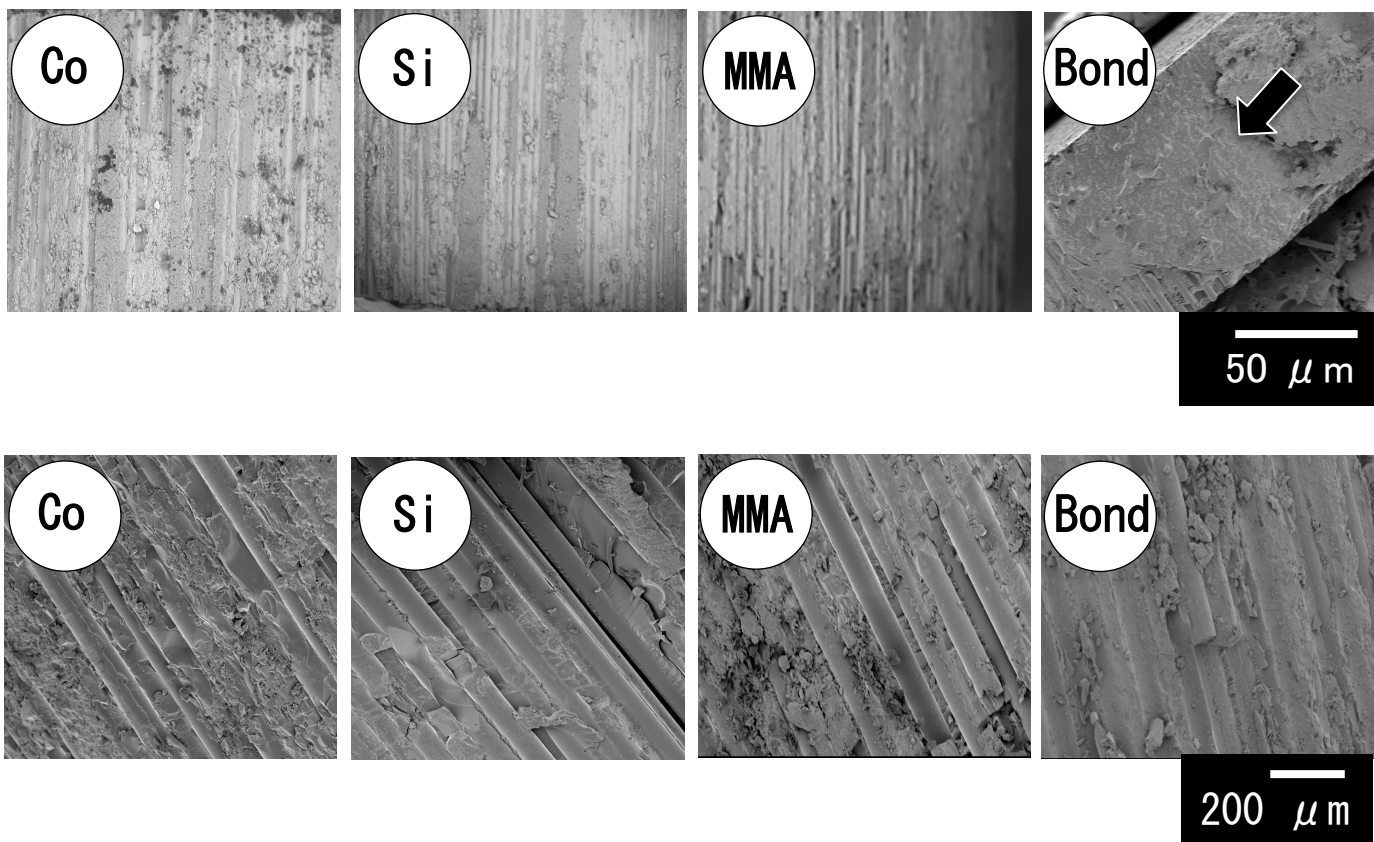


図14 実験3のプッシュアウト試験後の破断面のSEM観察像
(×500, ×80)

下段：上段の強拡大

◀：ボンディング層

Co群：連続したガラス繊維の走行が認められた。

Si群：Co群と同様に連続したガラス繊維の走行が認められた。

MMA群：Co群と同様に連続したガラス繊維の走行が認められた。

Bond群：Co群と同様に連続したガラス繊維の走行が認められた。
弱拡大では表面に一層のボンディング層を確認した。

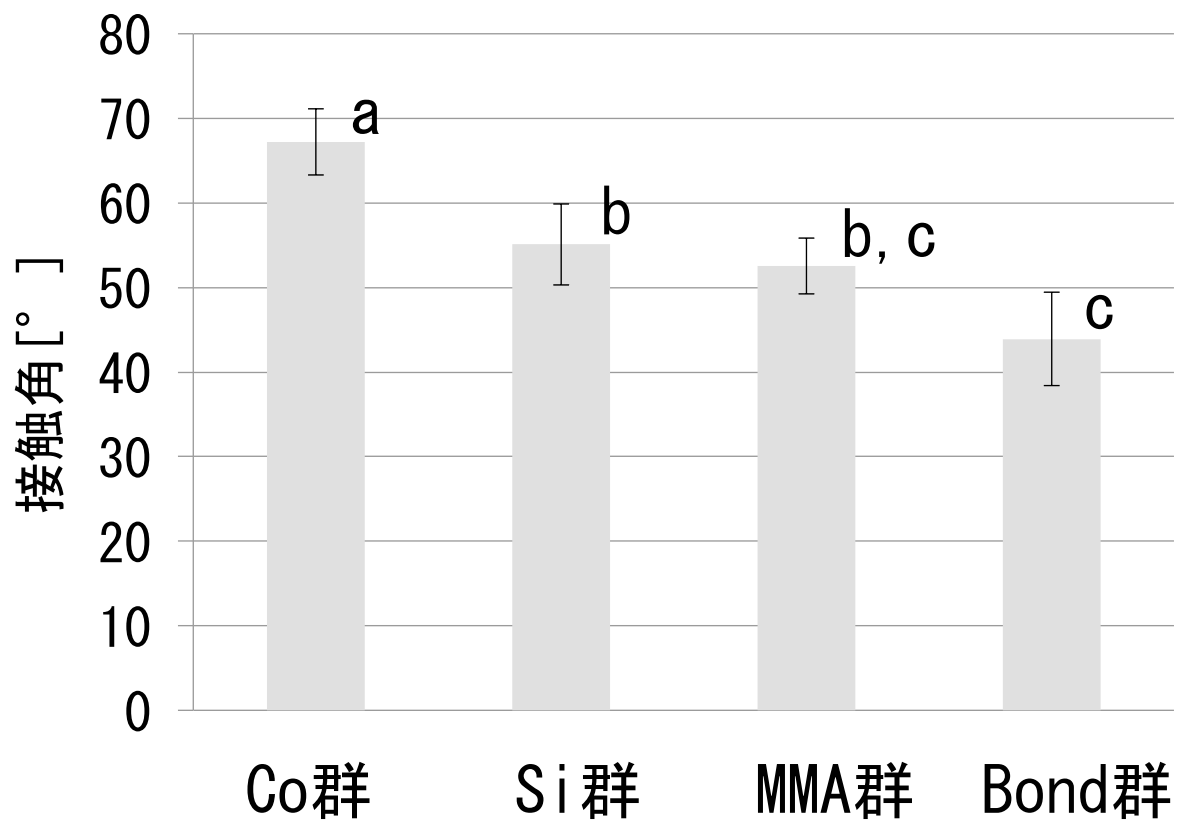


図15 実験3における各群の接触角の測定結果

Error bar: 標準偏差, n=9

Kruskal-Wallis検定

ボンフェローニの多重比較検定, 有意水準 $P=0.05$

グラフ上のアルファベットは同一文字間で有意差なし