論文審査の要旨

報告番号 氏名 甲第2646号

佐藤 康太郎

主査 美容歯科学 真鍋厚史 教授

論文審査担当者 副査 インプラント歯科学 尾関雅彦 教授

副查 総合診療歯科学 長谷川篤司 教授

(論文審査の要旨)

学位申請論文「Surface modification applied with tribochemical treatment improve the bonding durability of a resin cement to the lithium disilicate glass ceramics.」2ケイ酸リチウム ガラスセラミックスに対するトライボケミカル処理を応用した表面改質処理法はレジンセメント の接着耐久性を向上させるについて、上記の主査1名、副査2名が個別に審査を行った.

【目的】CAD/CAMによって加工される材料のなかで2ケイ酸リチウムガラスセラミックス(LDC) は特に審美的な要求を満たすことができるセラミックスとして注目されている. しかしLDCに対す る表面処理は危険性の大きなフッ化水素酸処理が推奨されている。そこで筆者らはLDCに対する各 種表面改質処理がレジンセメントとの接着力と接着耐久性に及ぼす影響を検討したので報告す る.

【方法】試験片には、2ケイ酸リチウムガラスセラミックスブロック(LDC)を板状に加工して用 いた. 接着体としてJIS2種チタン棒を円板状(直径:8mm×高さ:2mm)に加工したものを用いた. レ ジンセメントはLinkmaxを使用し、以下の7種類の表面改質処理を行った、未処理 (NON). シラン カップリング処理 (SCA), フッ化水素酸処理 (HFT), サンドブラスト処理 (ASB), シラノペン処 理 (SLP)、トライボケミカル処理 (TBL)、トライボケミカル処理とリン酸エステルモノマーの併 用処理 (CBT). 接着操作はメーカー指定の条件でレジンセメントを練和しチタン接着体と接着さ せ、光照射して重合させた. 作製した7種類の接着試験片は37℃脱イオン水中に24時間保管後と、 さらにサーマルサイクル負荷10,000と30,000回を行う3つの群に分けた.サーマルサイクル負荷条 件は5℃と60℃の冷温水中に交互に30秒浸漬で行った. せん断試験は万能材料試験機 (1125. Instron) を用いて、クロスヘッドスピード1mm/minで行った. 得られたせん断接着強さ (SBS) は 統計学的有意差の検討 (p<0.05) を行った. 試料は電子顕微鏡にて表面改質前後の表面の観察を 行い, エネルギー分散型X線分析装置にて組成分析を行った. 各処理面は表面形状測定装置にてJIS 規格に準じて算術平均粗さ (Ra) を測定した.

【結果】未処理や、サンドブラスト処理だけではサーマルサイクル負荷に耐えられず脱落する試 料が見られた.しかしフッ化水素酸処理及びシリケート処理した群の接着強さは上昇した.また CBTはサーマルサイクル試験でも劣化せず、高い耐久性を示した.

【結論】今回の研究により、トライボケミカル処理とリン酸エステルモノマーの併用はお互いの 処理の効果を高め,より強固な接着強さと耐久性を期待できることが示された.安全で強固な接 着が可能な手法として期待される可能性が示唆された.

本論文の審査にあたり副査から多くの質問があり、その一部と回答を以下に示す.

尾関雅彦委員の質問とそれに対する回答:

- 1. MDP以外の機能性モノマーでは同様の効果が得られないのか?
- (MDPは4-METAやPhenyl-Pに比べて、表面への化学的吸着能が非常に高いことが既に知られている。またMDPは親水基と疎水基が分子中で別れた状態で存在し、無機イオンと 結合した場合、2分子が重なった層状構造を形成するので高い耐久性を持つと言われている。他の機能性モノマーでは同じような効果は低いと考えている。)
- 2. Siを含むセラミックスである2ケイ酸リチウムガラスに対するサンドブラストやシランカップ リング剤の効果が乏しいのはなぜか?
 - (2ケイ酸リチウムガラスセラミックスはガラスマトリックス中に2ケイ酸リチウムの結晶を大量に析出させた分散型セラミックスである. 通常のポーセレンよりも結晶が密であり科学的に安定しているためと考えられる.)
- 3. トライボケミカル処理による物性の低下は考えられるか?
 - (クラウンの内面に行う処理であり、反応性の高いシリカ層をコーティングするので、シランカップリング材を仲介にして合着用のレジンセメントが表面の凹凸を埋めて一体化して強固に接着するため、物性低下への影響は殆ど無いと考えられる。)

長谷川篤司委員の質問とそれに対する回答:

- 1. 破壊断面の破壊形態がどのようであったか説明してください.
 - (破断面の走査電子顕微鏡観察の結果,未処理(NON),未処理にシランカップリング剤を塗布したもの(SCA),サンドブラスト処理(ASB)では界面破壊であり.一方で(SLP,TBL,CBT,HFT)では凝集,もしくは混合破壊の像を呈していた)
- 2. 2ケイ酸リチウムガラスセラミクスの接着力獲得のための表面改質の主体は機械的な嵌合効力ですか?化学的な接着力ですか?機械的嵌合 効力であるなら、レジンセメントの細部への侵入を観察していますか?化学的接着力の改善のメカニズムをどう考察していますか?説明してください。
 - (今回の結果から、化学的な表面改質をすると、有意に接着強さが向上したので、単に表面に凹凸を付けて機械的嵌合効果を期待するのではなく、シランカップリング剤による化学結合が働くように表面改質することが重要であることが判明した。すなわち、表面に十分なシリケート層を形成すること、さらに酸性プライマーなどでシランカップリング剤を加水分解して活性化し、シリケート層との間にシラノール基を介して強固な化学結合することが高い接着力とその維持に重要であると考えられた。)
- 3. 実験系中のサンドブラスト2回処理はサンドブラスト機器2台を必要とし、現実的でないように思いますが、2回処理を必要とした理由を説明してください.
 - (ロカテックシステムでは、あらかじめサンドブラスト処理により表面に凹凸を付与しておくことによって、シリカコーティングされた粒子が噴射表層に摩擦力で付着しやすくなるとなるため、本実験では2回の処理を行った。)

これらの試問に対する回答は、適切かつ明解であった。また、真鍋厚史委員は主査の立場から、両副査の質問に対する回答の妥当性を確認した。

以上の審査結果から、本論文を博士(歯学)の学位授与に値するものと判定した.