

## 〔学位論文〕

## フィチン酸含有仮着・合着用セメントの開発

舘山 元一

北海道医療大学歯学部大学院歯学研究科 口腔機能修復・再建学系クラウンブリッジ・インプラント補綴学分野

## Development of temporary and luting cements containing phytic acid

Genichi TATEYAMA

Division of Fixed Prosthodontics and Oral Implantology, Department of Oral Rehabilitation, School of Dentistry,  
Health Sciences University of Hokkaido

Key words : phytic acid, temporary cement, implant

## 緒 言

現在の補綴臨床において、補綴装置を装着する際にさまざまな仮着・合着用セメントが使用されている。補綴装置の口腔内への装着は厳密な咬合調整後に行なわれるが、補綴装置を仮着した状態で一定の期間にわたって患者固有の咬合や形態を確認することは、一般的な歯科臨床において非常に重要である。また近年、増加傾向にある口腔インプラント治療においても、審美性に優れ、装着後の違和感が少なく、さらに技工と臨床における術式が簡便であるなどの理由から、セメント固定法を用いる頻度が増加しつつある。特にインプラント上部構造体の装着に用いる場合には、セメント自体に抗菌性やプラークの付着を抑制することが望まれる。

そこで本研究は、プラークの付着を抑制する効果を有するフィチン酸（イノシトール六リン酸，IP6）を液に用いて、仮着・合着用セメントを開発することを目的とした。フィチン酸を液に用いたセメントは、フルオロアルミノシリケートガラス粉末との反応性が高いため硬化時間が2.7～3.8分と短く、操作性に問題を残している（Prosser et al ; J Dent Res, 62, 598, 1983）。そこでフルオロアルミノシリケートガラス粉末に熱処理を施し、結晶性を向上させることによってフィチン酸との反応性を低下させ、硬化時間を調整することを試みた。さらに、試作したセメントの稠度、硬化時間、圧縮強さ、崩壊率、被膜厚さ、インプラントのアバットメントと上部構造と

の保持力ならびに口腔内に存在する細菌に対する抗菌性について評価した。

## 材料および方法

試作セメントの粉末には、市販の合着用ガラスアイオノマーセメント（HY-BOND GLASIONOMER CX（松風）、以下GICX）のフルオロアルミノシリケートガラスを電気炉内で熱処理（600℃，2時間）したものを用い、液にはフィチン酸の50%水溶液を用いた（以下試作セメント）。コントロールとして、ガラスアイオノマーセメントならびに2種類の仮着用ポリカルボキシレートセメント（HY-BOND TEMPORARY CEMENTS SOFTおよびHARD（松風）、以下SOFT, HARD）を用いた。

熱処理後の粉末の形態と結晶性は、走査電子顕微鏡（SEM）とX線回折装置（XRD）を用いて調べた。試作セメントの稠度、硬化時間および諸特性はJISに規定されている試験法を用いて評価した。

また、試作したセメントを用いて口腔インプラントのアバットメントに上部構造体を仮着し、引張り試験を行って保持力を求めた。コーピングには、Nobel Biocare社製のセラミックコーピングを用い、アバットメントには、同社製のイージーアバットメント（RP）を用いた。イージーアバットメントはインプラントレプリカにスクリューを使用して35Ncmで固定し、シリンダーとセラミックコーピングは接着性レジンで固定した。また、

受付：平成23年3月30日

試作セメントの諸性質及び粉液比の影響を調べるとともに、コントロールとして用いたガラスアイオノマーおよびポリカルボキシレートセメントの物性と比較した。Scheffeの検定により、有意差検定を有意水準5%の条件下で行った。なお、試料数は各5個とし、平均値と標準偏差を求めた。

さらに抗菌試験には、北海道医療大学歯学部口腔生物学系微生物学分野より分与された、グラム陽性菌の *Actinomyces viscosus* ATCC 19246, *Fusobacterium nucleatum* JCM 6328 および *Porphyromonas gingivalis* ATCC 33277 の3種類を用いて、セメントディスクに対する生菌付着数の計測を行った。CFU (Colony forming unit) は、調整した10mlの菌液内に作製したセメントディスクを浸漬し、温度37°Cの嫌気ボックス (80% N<sub>2</sub>, 10% H<sub>2</sub>, 10% CO<sub>2</sub>) で24時間培養した。菌の付着したセメントディスクを10mlのBHI液体培地に移し、ボルテックスミキサーで1分間震盪させ、菌を剥離した。その液をエッペンチューブを用いて10<sup>8</sup>倍まで希釈し、血液寒天培地 (3.7% brain heart, 1.5% agar, infusion, 5% defibrinated sheep blood, 0.1% hemin, 0.1% menadione) に100 μl のガラスビーズを用いて播種し、嫌気ボックス内で、グラム陽性菌は2日間、グラム陰性菌は3日間培養し、CFUを計測した。

## 結果および考察

### 1) セメントの稠度と硬化時間に及ぼす粉末の熱処理の影響

SEMにより熱処理後の粉末の観察した結果、未処理のフルオロアルミノシリケートガラス粉末と比較すると、600°Cと700°Cで熱処理した粉末は一部が凝集・焼結し、粒径が大きくなることが分かった。また、800°C以上で加熱すると粉末全体が凝集し、ひと固まりの焼結体となった。XRDを用いたセメント粉末の分析では、熱処理を施さない粉末ではピークが見られず、粉末はアモルファス状態すなわちガラス状であることが分かった。また、700°C以上に加熱すると明瞭なピークが認められ、粉末の一部に結晶相が生成していることがわかった。回折ピークの位置から、生成した結晶相はCaSi<sub>4</sub>O<sub>8</sub>あるいは、CaAl<sub>4</sub>O<sub>8</sub>であることがわかった。600°Cで加熱した粉末では、結晶相に由来するピークが痕跡程度に認められた。粉液比を2.2g/mlとして練和したセメントの硬化時間は、未処理で60秒、600°Cで熱処理したセメントで7分、700°Cで熱処理したセメントで29分となった。なお、800°Cで熱処理した粉末を用いた場合は、1時間経過しても硬化せず、熱処理温度の上昇とともにセ

メントの硬化時間は長くなることが明らかとなった。

稠度は粉液比の影響を受け、粉液比が大きくなるほど、すなわち粉末の割合が高くなるほど稠度は小さくなり、セメント泥の流動性が低下することが分かった。本研究で600°Cで熱処理を施したフルオロアルミノシリケートガラスの粉末と50%フィチン酸水溶液を用いて試作したセメントの標準粉液比は2.2g/mlであった。そこで、粉液比を2.0~2.6g/mlの範囲で変えて硬化時間を測定したところ、5分30秒~8分であった。合着用セメントの硬化時間は、余裕のある操作性を確保し、かつ必要以上にチェアタイムを長くしないとの条件から、JISではリン酸亜鉛セメントに関して4~8分と規定されている。したがって操作性の観点から、粉液比2.0~2.6g/mlで練和した試作セメントは、臨床で使用できる条件を満たしていることが分かった。600°Cで2時間の熱処理によって、アモルファス状態であるガラス粉末の一部が結晶化するとともに欠陥密度が減少し、ガラスの構造が化学的に安定となったためにフィチン酸との反応性が低下し、硬化時間が長くなったものと考えられる。

### 2) 圧縮強さ

標準粉液比での試作セメントの圧縮強さは195MPaであり、GICXの172.8MPaよりも高い値を示し (P<0.05)、JISで規定されている強度 (70MPa以上) を十分に満たしていることが分かった。また、粉液比を2.0~2.6g/mlの範囲で変化させた場合の圧縮強さは128.8MPa~243.5MPaとなり、粉液比の増大とともに大きくなることが明らかとなった。

### 3) 崩壊率

崩壊率はJIS規格でガラスアイオノマーセメント1.0%以下と定められているが、試作セメントの崩壊率は0.1~0.3%以内と低い値、GICXで得られた値である0.1%と同等の値を示した。また、仮着用セメントであるSOFTおよびHARDの崩壊率2.1%、1.5%と比較すると小さい値を示した (P<0.05)。

### 4) 被膜厚さ

現在の歯科精密鑄造技術の発達やCAD/CAMの使用により、修復物の適合性は5~30μmになるといわれている。被膜厚さに関するJIS規格では、ガラスアイオノマーセメントおよびポリカルボキシレートセメントで25μm以下と規定されているのに対し、試作セメントにおける標準粉液比での被膜厚さは15μmであった。この値は、合着用ガラスアイオノマーセメントGICX (15

$\mu\text{m}$ )と同じ値であり、仮着用セメントSOFT ( $34\mu\text{m}$ )およびHARD ( $36\mu\text{m}$ )と比較すると小さかった ( $P < 0.05$ )。さらに試作セメントの粉液比を $2.0\sim 2.6\text{g/ml}$ の範囲で変えても、被膜厚さは $15\sim 20\mu\text{m}$ とほとんど変化しないことが明らかとなった。

#### 5) 保持力

セラミックコーピングとチタンアバットメントを使用し、引張り試験を行った結果、標準粉液比での保持力は $117.7\text{ N}$ であった。これはSOFT  $55.1\text{ N}$ , HARD  $155.0\text{ N}$ のほぼ中間値を示した。また、セメントの操作が可能な範囲で粉液比を $2.0\text{g/ml}$ から $2.6\text{g/ml}$ まで変化させると、試作セメントの保持力を $83\sim 247.9\text{ N}$ の範囲で調整できることがわかった。

#### 6) CFU

CFUを測定した結果では、*Actinomyces viscosus*, *Fusobacterium nucleatum*, *Porphyromonas gingivalis*で、試作セメントはガラスアイオノマーセメントと比較して生菌数が減少した。これは、セメント硬化体に残留する未反応のフィチン酸が菌体表面に対して作用し、セメント表面への付着を阻害したためと考えられる。

### 結 論

本研究の結果、試作したフィチン酸を液に用いたセメントは仮着・合着用セメントとして適した操作性と物性を有していることが分かった。また本試作セメントには細菌の付着を抑制する効果が認められた。これらの結果から、本試作セメントは補綴装置やインプラント上部構造体装着用セメントとして有望であることが示唆された。



館山 元一

平成12年3月 駒澤大学附属岩見沢高等学校 卒業  
 平成13年4月 岩手医科大学歯学部 入学  
 平成18年3月 岩手医科大学歯学部 卒業  
 平成18年4月 北海道医療大学歯学部臨床研修課 入学  
 平成19年3月 北海道医療大学歯学部臨床研修課 終了