

神奈川歯科大学大学院歯学研究科

2020年度 博士論文

矯正歯科治療後のディボンディングを考慮したエナメル質に対するレジンセメントの接着に関する研究

2021年2月26日

森崎 彰将

Morisaki Akimasa

神奈川歯科大学大学院歯学研究科

口腔科学講座

神奈川歯科大学大学院歯学研究科

2020年度 博士論文

矯正歯科治療後を考慮したエナメル質に対する

レジンセメントの接着に関する研究

2021年2月26日

森崎 彰将

Morisaki Akimasa

神奈川歯科大学大学院歯学研究科

口腔科学講座

二瓶智太郎教授 指導

論文内容要旨

矯正歯科治療後は、ブラケットをディボンディングする必要があり、エナメル質への亀裂や剥離など損傷を極力抑えることが重要とされている。本研究の目的は、エナメル質に対する歯面処理の違いによるレジンセメントの接着性と接着試験後の界面の状態を比較、検討することである。

被着体はウシ上顎中切歯歯冠唇面エナメル質を用い、9種類の歯面処理（4-META処理（5種）、セルフエッチング処理（1種）、エッチング処理（3種））を行い、2種類のレジンセメント（スーパーボンド（以下、SB）、Transbond XT Paste（以下、TX））を接着し、37℃蒸留水中に1時間ならびに1週間保管後にせん断接着試験を行った。試験後、破断面および割断面の観察、元素分析を行った。また、各歯面処理後の接触角の測定および各レジンセメントの3点曲げ試験も行った。得られた値は一元配置分散分析および、Bonferroni法による多重比較検定により統計学的分析を行い、Pearsonの積立相関係数にてせん断接着試験と曲げ試験および接触角との相関関係を分析した。

SBとTXの接着強さは、エッチング処理群で4-META処理群と比較して有意に高い接着強さを示したが($p < 0.05$)、試験後のエナメル質には亀裂を認めた。また、SBのセルフエッチング処理群においてもエッチング処理群と同等の接着強さを示した($p > 0.05$)。TXの4-META処理群およびセルフエッチング処理群では、接着性は認められず、SBのセルフエッチング処理群における接着1時間後では接着強さが低く、4-META含有量の依存性も認められなかったが、すべての群においてエナメル質の界面破壊のみを呈した。SBのセルフエッチング処理群におけるSEM像および元素分析ではエナメル質の表面はわずかに脱灰して、レジンセメントの主要元素であるC元素の浸透が認められた。これは、含有する4-METAが加水分解後に4-METを生じ、エナメル小柱間にモノマーが浸透したことにより接着性を有したと考えられた。また、接着強さと曲げ強さ、曲げ弾性率および接触角との間には相関関係は認められなかったことより、エナメル質の表面粗さなどの他の因子およびSBの曲げ弾性率が低いことが起因していると示唆された。

SBのセルフエッチング処理群においてエッチング処理群と同等の接着強さを示し、試験後においてもエナメル質への損傷を抑えることは可能であると示唆された。

論文審査要旨

本審査委員会は申請者が博士の学位に十分値するものと認めた。

2021 年 2 月 26 日

主 査：不島健持

副 査：向井義晴

副 査：猿田樹理

緒言

矯正歯科治療の初期は、ブラケットは金やステンレス鋼のバンドに溶接されていた。治療の前に矯正歯科医は各歯の周りにバンドを設置するために十分なスペースを確保する必要があり、治療後はそれらのスペースは閉鎖しなければならなかった。これは矯正歯科医にとっては余分な治療時間となり、患者にとっては不快でしかなかった。また、矯正歯科治療終了時に隣接歯間に生じた歯肉炎、脱灰への対処も必要となった。これらの問題に対する解決策として、ブラケットを歯に直接接着させるダイレクト・ボンディング・システム（以下、DBS）を1960年代半ばに Geoge Newman と三浦が開発し、理論とその手法について臨床例を添えて報告しており¹⁻⁵⁾、その反響は極めて大きかった。しかし、接着理論を十分に理解し、それに基づいて正しく操作をしなければブラケット脱離にも繋がると思われた^{6,7)}。

その後、現在に至るまで矯正歯科治療はDBSによるマルチブラケット装置が広く使用されるようになり、ブラケットの接着には一般的にブラケット用ボンディング材、すなわちリン酸エッチングを用いたDBSが行われている^{8,9)}。その中でもMMA系レジンセメントは重合性が優れ、ステンレススチール、陶材およびポリカーボネート製のブラケットとエナメル質に対して高い接着能を有している¹⁰⁻¹²⁾。また、各種プ

ライマーの併用により金属や陶材への高い接着能も有する^{13,14)}。

臨床における矯正歯科治療の現在の課題の一つは、ブラケットベースとエナメル質表面との接着強さである。ブラケット脱離の原因としては、不適切な接着手順、接着時の唾液による汚染、または、接着後の過度な咬合力などが考えられている^{15,16)}。矯正歯科治療としての接着強さは歯冠修復治療とは異なり、矯正歯科治療に耐えられるほど十分であり、しかも治療後に容易にディボンディングできる接着強さでなければならない。理想的な歯科矯正用接着材は、ブラケットのディボンディング時にエナメル質の亀裂や剥離に対して配慮し、同時に矯正歯科治療中のブラケットの脱離などを起こさない接着強さが必要とされる。しかし、現在の矯正歯科治療において、従来のリン酸エッチングによる歯面処理では十分な接着性を有しているが、治療後のディボンディング時にエナメル質内に生じる亀裂や剥離が問題視されている¹⁷⁾。そのため、動的治療終了後にエナメル質表面をレジンコーティングあるいは、亀裂等が小規模な場合に石灰化を促すためにフッ化物の応用やレーザー照射が応用されている¹⁷⁾。

そこで本研究では、エナメル質に対する歯面処理の違いによる MMA 系およびコンポジット系レジンセメントの接着性と接着試験後の界面の状態を比較、検討した。

材料および方法

1. 材料

レジンセメントは、スーパーボンドオールソマイトセット（SB, サンメディカル）および Transbond XT Paste（TX, 3M ESPE）の計 2 種を使用した（表 1）。また、歯面処理は 4-META 含有量を 0%（M0%）、2.5%（M2.5%）、5%（M5%）、10%（M10%）、および 15%（M15%）に調製した試作プライマー、ティースプライマー（TP, サンメディカル）、Enamel etchant gel（E20%, サンメディカル）、Scotchbond etchant（E39%, 3M ESPE）、および表面処理材レッド（E65%, サンメディカル）の計 9 種を使用した（表 2）。

2. 方法

1) せん断接着試験

(1) 試料の作製

せん断接着試験は、ウシ上顎中切歯歯冠唇面エナメル質を被着体とし、歯冠部と歯根部を自動回転切断機（ISOMET, BUEHER）にて切断し、歯冠部唇面を 1mm 突出させてアクリルレジンを包埋した。その後、耐水研磨紙にて #600 まで平面に研磨し、超音波洗浄を 30 分間施した。

(2) 歯面処理

歯面処理は、各種試作プライマー、TP および濃度の異なる 3 種リン酸エッチング剤を用いた。すなわち、各種試作プライマーおよび TP は、歯面塗布後 20 秒間放置し、10 秒間乾燥を行った（4-META 処理群、TP 処理群）。リン酸エッチング剤（E20%、E39%および E65%）では、歯面塗布後 30 秒間放置し、30 秒間水洗後、10 秒間乾燥を行った。

(3) 接着操作

歯面処理後、エナメル質表面に直径 3.0mm の穴を開けた厚さ 60 μ m の Scotch メンディングテープ（スリーエム）を貼付し、接着面積を規定した。その後、高さ 3mm、内径 5mm、外径 7mm の真鍮モールドを規定したテープ上に置き、各レジンセメントをモールド内へ填入した。SB はポリマー粉末 F を用いて筆積み法で填入し、上面よりスライドガラスを介して 1kg の荷重を 5 分間負荷した。TX はシリンジから直接モールド内に填入後 1kg の荷重を 1 分間負荷し、光照射器（VALO キュアリングライト、ULTRADENT）を用いて上面から 20 秒間照射した。接着後、各試料を 37°C 脱イオン水に 1 時間保管した群および 1 週間保管した群に分けた。

(4) せん断接着試験

各保管後に小型卓上試験機 EZ test（島津製作所）を用いてクロスヘッドスピード 1.0mm/min にてせん断接着試験を行った(図 1). なお, 各群の試料数は 13 個とした.

(5) 破断面の観察

せん断接着試験後, 双眼実体顕微鏡 (GR1040-2S, 松電舎) を用いて拡大率 10~50 倍で破断面の状態を観察した. エナメル質表面に残留したレジンセメントの状態を接着残存指数 (以下, ARI) により評価した¹⁸⁻²¹⁾ (表 3) .

(6) 走査電子顕微鏡による観察

せん断接着試験後の破断面の状態を走査電子顕微鏡 (JCM-6000 Plus NeoScope, 日本電子) を用いて, 拡大率 1000 倍で加速電圧 10kV の条件で観察を行った.

(7) 割断面の観察および元素分析

せん断接着試験後の破断面をフィールドエミッション電子プローブマイクロアナライザ (JXA-8500F, 日本電子, 以下, EPMA) を用いて, 拡大率 1000 倍, 2000 倍および 10000 倍で観察, 5000 倍相当で C, Ca,

P および 0 元素における分析を加速電圧 15kV の条件で行った。また、歯面処理を行わなかった群をコントロールとした（以下、コントロール）。

2) 接触角の測定

試料の作製および歯面処理はせん断接着試験に準じて行った。各試料表面に対して脱イオン水 1.5 μ L およびジヨードメタン(富士フィルム和光純薬)1.0 μ L をそれぞれ滴下し、自動接触角計(DCA-VZ 型, 協和界面科学)を用いて試料表面に対する接触角を測定した。なお、試料数は各群 9 個とした。また、歯面処理を行わなかった群をコントロールとした（以下、コントロール）。

3) 3 点曲げ試験

各レジンセメントの 3 点曲げ試験は JIS T 6514²²⁾に準じて行った。すなわち、各レジンセメントを長さ 25mm, 幅 2mm, 厚さ 2mm の金型枠内に填入し, 上下面にスライドガラスを介して 1kg で 1 分間加圧した。次に業者指示通りの重合条件で硬化し, 硬化体を金型より取り外した。なお, SB については粉末とモノマー液を混和後, 専用のシリンジを用いて金型枠内へ填入した。その後, 試料は耐水研磨紙#600 にて研磨後, 超音波にて 30 分間洗浄, 乾燥させ, 24 時間室温大気中にて保管した

(以下, コントロール群). 各試料は, 小型卓上試験機 EZ test (島津製作所) を使用し, 支点間距離 20mm, クロスヘッドスピード 1.0mm/min にて 3 点曲げ試験を行った. さらに, 5°C と 55°C の各水槽に 40 秒間ずつ浸漬するサーマルサイクルを 10,000 回負荷した群 (サーマルサイクル群) も同様に試験し, 曲げ強さおよび曲げ弾性率を測定した. なお, 各群の試料数は 11 個とした.

4) 統計処理

得られた値はそれぞれの平均値と標準偏差を求め, せん断接着試験および接触角の測定においては一元配置分散分析を行い, 3 点曲げ試験においては二元配置分散分析を行った. なお, 有意差が認められた場合にはさらに Bonferroni 法の多重比較検定を行った. また, Pearson の積率相関係数にてせん断接着試験と曲げ試験および接触角との相関関係を分析した. なお, 統計分析には統計解析ソフト (SPSS statistics version23, IBM) を使用した.

結果

1) せん断接着強さ

各レジセメントのせん断接着強さの結果を図 2, 3 および表 4 に示

す。SB のせん断接着強さは、TP 処理群において SB と TX のエッチング処理群のせん断接着強さと同等の接着強さを示し ($p>0.05$)、接着 1 週間後では、15.5MPa と最も高い値を示した。また、SB の TP 処理群においても SB と TX のエッチング処理群のせん断接着強さと同等の接着強さを示した ($p>0.05$)。また、TX のせん断接着強さは、4-META 処理群および TP 処理群では測定不能であった。また、SB の 4-META 処理群のせん断接着強さは、4-META 含有量および保管条件の違いによる有意差は認められなかった ($p>0.05$)。各レジンセメントのエッチング処理群におけるせん断接着強さは、いずれの保管条件においても有意差は認められなかった ($p>0.05$)。

2) 光学顕微鏡による接着破断面の観察

せん断接着試験後の破断面の ARI スコアを表 5 と 6 に示す。SB と TX の 4-META 処理群および TP 処理群は、すべての群でエナメル表面にレジンセメントの残余が認められないスコア 0 を示し、エナメル質の界面破壊のみを呈し、エナメル質表面の破壊および亀裂は認められなかった。一方、SB と TX のエッチング処理群では、エナメル表面に残余しているレジンセメントが 50%以上を表すスコア 2 およびレジンセメントの残余が 50%未満を表すスコア 1 が認められた。さらに、SB の E39% と E65%における接着 1 時間後および E20%における接着 1 週間後では

エナメル質の亀裂を認めた。

3) 走査電子顕微鏡による接着界面の観察

せん断接着試験後のエナメル質表面の SEM 像を図 4 と 5 に示す。SB と TX の 4-META 処理群および TP 処理群の SEM 観察では、歯面に微小な孔が確認でき、脱灰されているようにも見えたが、接着界面が平滑で機械的嵌合が得られ難い像であった。一方、エッチング処理群では表面が粗造化され、明確な凹凸が確認された。

4) 断面の観察および元素分析

せん断接着試験後の断面の SEM 像を図 6 に示し、EPMA による元素分析を図 7 に示す。断面の SEM 観察においてコントロールおよび M15%は脱灰が認められなかった。また、断面の元素分析によるマッピング像ではレジンセメントの主要成分である C 元素が確認されず、Ca, P, O 元素においても変化が認められなかった。一方、TP 処理群はわずかな脱灰が認められ、断面の元素分析によるマッピング像においてレジンセメントの主要成分である C 元素が約 20 μm の深さまで確認されたのに対し、E65%は表面が粗造化され明確な凹凸および脱灰が生じ、C 元素が約 10 μm の深さまでエナメル質結晶の隙間に入り込んでいることが認められた。また、Ca, O 元素は濃度が薄くなったが、P

元素においては変化を認めなかった。

5) 接触角の測定

各試料表面の蒸留水およびジヨードメタンに対する接触角を図 8 に示す。脱イオン水に対する接触角ではコントロールと比較して、すべての群で有意な低下を示した ($p < 0.05$)。ジヨードメタンに対する接触角はコントロールと比較して、E20%、E39%、E65%では有意な低下を認めた ($p < 0.05$)。一方、TP では有意差は認められなかった ($p > 0.05$)。

6) 3点曲げ試験

各レジンセメントの曲げ強さを図 9 に、曲げ弾性率を図 10 に示す。曲げ強さはコントロール群の SB で 54.7MPa、TX で 109.1MPa、サーマルサイクル群の SB で 56.9MPa、TX で 96.8MPa であった。TX のサーマルサイクル群はコントロール群と比較して有意な低下を示した ($p < 0.05$)。また、いずれの保管条件においても TX は SB より有意に高い曲げ強さを示した ($p < 0.05$)。一方、曲げ弾性率は、コントロール群の SB で 1.7GPa、TX で 8.1GPa、サーマルサイクルの SB で 1.7GPa、TX で 9GPa であった。TX のサーマルサイクル群はコントロール群と比較して有意に高い値を示した ($p < 0.05$)。また、いずれの保管条件においても TX は SB より有意に高い曲げ弾性率を示した ($p < 0.05$)。

7) 相関関係

接着強さ，曲げ強さ，曲げ弾性率および接触角における相関分析の結果を表 7 に示す．接着強さと曲げ強さ，曲げ弾性率および接触角との間には相関関係は認められなかった．

考察

矯正歯科治療におけるブラケットの接着はエナメル質を対象とし，歯面処理はリン酸エッチングが一般的である．しかしながら，表層下脱灰などを呈しているエナメル質へのリン酸エッチングは，エナメル質表面に過度の脱灰を惹起した状態を作り出し，エナメル質の構造的異常を悪化させる原因となる可能性が考えられる．MMA 系レジンセメントのエナメル質接着時はセルフエッチングプライマーも使用されている．セルフエッチングプライマーの主成分は，水，アセトン，還元剤ならびに接着性モノマーであり，特長として脱灰能がリン酸エッチングやクエン酸コンディショナーと比較して弱いことが挙げられ，歯に対して為害性が少ないボンディングシステムとして知られている²³⁻²⁵⁾．また，エナメル質に対する MMA 系レジンセメントの接着強さは多数報告されているが²⁶⁻³⁴⁾，4-META を含有するプライマーによる歯面処

理がエナメル質に対するレジンセメントの接着強さに及ぼす影響に関する報告は少ない^{35,36)}。そこで本研究は、試作プライマーや従来の歯面処理剤による歯面処理および接着後の保管期間がレジンセメントの接着性に及ぼす影響を検討した。

その結果、せん断接着強さは SB の TP 処理群における接着 1 週間後において最も高いせん断接着強さを示した。さらに SB の 4-META 処理群および TX のエッチング処理群は、いずれの保管条件においても有意差は認められず、エッチング処理群における各保管条件においても有意差は認められなかった。これは、矯正歯科治療開始時に求められる DBS 後にレジンセメントの初期硬化が生じる 1 時間後の接着強さが、レジンセメントの完全硬化後の 1 週間後の接着強さと比較して有意差が認められないことを示していると思われる。临床上最低限必要と考えられるマルチブラケット装置の推定接着強さの統一的な見解は未だに得られていないが、三浦ら³⁷⁾は 4MPa 以上、Reynolds ら³⁸⁾は 5.9～7.8MPa、McCourt ら³⁹⁾は 10MPa 以上のせん断接着強さが必要と報告している。本研究で用いた SB の TP 処理群および SB と TX のエッチング処理群において保管条件に関わらず、すべての群において推定接着強さを認めたことから、SB と TX における 1 時間後の初期硬化が矯正歯科治療を行う十分な接着性を示したと示唆された。また、Retief ら⁴⁰⁾は、マルチブラケット装置における接着強さの上限は、矯正治療後の

ディボンディング時に接着強さが 14MPa を超えるとエナメル質に凝集破壊およびクラックをおよぼす危険があると報告しており，本研究では SB の TP 処理群における接着 1 週間後が該当した．Buonocore がエナメル質に対する接着効果において 85%のリン酸エッチング剤で処理するとアクリリックレジンがエナメル質に接着することを報告して以来⁴¹⁻⁴⁴⁾，エナメル質接着において有効な酸の種類や濃度，処理時間などについて様々な検討が行われてきた^{10, 46, 47)}．酸による歯面処理は各製品により異なるものの，エナメル質における接着操作に関しては，リン酸エッチング剤を用いることが歯面の清掃効果や接着における濡れ性や接着面積の拡大，投描効果の向上の観点から，現在最も有効な歯面処理の一つとされている．また，矯正歯科治療開始時に使用する MMA 系レジンセメントの歯面処理は，エナメル質に対して 65%リン酸エッチング剤が推奨されている⁹⁾．本研究では，TX の 4-META 処理群および TP 処理群において接着性が認められなかったが，SB の 4-META 処理群および TP 処理群，SB と TX のエッチング処理群では接着性が認められた．これは，TP 処理群および 4-META 処理群に含まれる 4-META が水の存在下で加水分解されて酸性の 4-MET になり⁴⁸⁾，その後エナメル質をわずかに脱灰させ，小柱間質にモノマーが浸透したところに SB が重合し，硬化体を形成した^{49, 50)}と考えられる．TX は組成として 4-META を含有しておらず，また，4-META 処理群および TP 処理群では TX の接

着に必要な処理が得られず接着性を示さなかったと示唆された。また Nurrohman ら⁵¹⁾は、還元剤である亜硫酸ナトリウムが界面から重合を促進すると報告していることから、還元剤を含有しない試作プライマーは、4-METAの濃度依存性を示さなかったと考えられる。したがって、セルフエッチングプライマーに含有される 4-META と亜硫酸ナトリウムが、エナメル質と SB の接着耐久性ならびに接着界面における SB の重合後のせん断接着強さを増強させたと考えられた。

光学顕微鏡による破断面の観察について、本研究においても SB の E65%における接着 1 時間後で 2 例、SB の E39%における接着 1 時間後および E20%における接着 1 週間後で各 1 例のエナメル質のクラックが観察された。エナメル質のクラックはエッチング処理群でのみ認められたが、この 4 例を除き、保管条件に関わらず他のすべてのエッチング処理群において確認されなかった。また、本研究において Retief ら⁴⁰⁾の報告による接着強さの上限である 14MPa を超えた SB の TP 処理群における接着 1 週間後は、エナメル質の凝集破壊およびクラックは認められず、高いせん断接着強さにおいてもエナメル質の損傷に影響を示さないことが示唆された。しかしながら、矯正歯科治療中の口腔内で生じるブラケットの脱離、あるいは人為的にディボンディングする場合のせん断接着強さを具体的な数値を挙げて説明することは困難である⁵²⁻⁵⁵⁾。Meguro ら⁵⁶⁾はディボンディング後のエナメル質表面に残余

するレジンセメントの量が多くなるにつれて、ブラケット除去後のエナメル質破壊のリスクを軽減すると報告している。エッチング処理群における ARI スコアは、エナメル表面にレジンセメントの残余が認められないスコア 0、残余しているレジンセメントが 50%未満を表すスコア 1、および残余しているレジンセメントが 50%以上を表すスコア 2 のいずれかを示したが、4-META 処理群および TP 処理群におけるすべての群の ARI スコアはスコア 0 を示し、エナメル質の界面破壊のみを呈した。従来の研究⁵⁶⁾では、リン酸エッチング剤を使用した際に生じるレジンタグとレジンセメントにおける機械的結合に対する ARI スコアを行っている。しかし、本研究のようにセルフエッチングプライマーでは、リン酸エッチングと比較して、エナメル質表面の脱灰および損傷が少なく、含有する 4-META が加水分解後に生じた 4-MET によりエナメル質の小柱間にモノマーが浸透し、MMA 系レジンセメントの 4-META およびエナメル質表面の 4-MET による化学的結合⁵⁷⁾が中心になると考えられる。本研究より、セルフエッチングプライマーにおける歯面処理を行った場合、エナメル質とレジンセメントが化学的結合を中心とした接着機構のため、リン酸エッチングにおける機械的結合が中心の接着機構と比較して、エナメル質表面に界面破壊を呈し、矯正歯科治療後のディボンディング時においてもマルチブラケット装置に多くのレジンセメントが残留する可能性が高いことが示唆された。臨床的観

点からは，エナメル質表面に残るレジンセメントが少ないと，接着材除去に要する時間，剥離中のエナメル質の損傷，患者の不快感が減少するため望ましいと考えられた⁵⁸⁾。

接着界面の観察，割断試料の観察および元素分析から，4-META 処理群および TP 処理群では接着界面が平滑で明確な凹凸は認められなかった。これは 4-META 処理群および TP 処理群は脱灰能が低くレジンタグが得られなかったため，試験後のエナメル質表面にレジンセメントの残余および損傷を認めなかったと考えられる。一般的にリン酸エッチングを行った場合に生じる脱灰は，エナメル小柱内の微結晶の溶解が主として起こり蜂巢状構造を呈すると言われている⁵⁹⁾。これに対して，4-META 処理群および TP 処理群における画像では明瞭なエナメル小柱構造は観察されず，歯質表面は滑沢で損傷はほとんど認められなかった。このことから，光学顕微鏡による破断面の観察と同様に，4-META 処理群および TP 処理群の脱灰能がリン酸エッチングと比較して明らかに低く，SB の 4-META 処理群および TP 処理群における歯科矯正治療後のディボンディング時のエナメル質への亀裂や剥離など損傷を極力抑える上で優位性が示唆された。また，割断面の元素分析については，コントロールおよび M15%ではレジンセメントの主要元素である C 元素のエナメル質結晶間への浸透が確認されなかったが，TP 処理群および E65%の像では C 元素の浸透が認められた。また，TP 処理群は

E65%と比較してSBが数十 μm まで深く浸透していることが確認されたことから、TP処理群のエナメル質への浸透性は非常に高く、ハイドロキシアパタイトをわずかに脱灰して、エナメル質中の空隙にSBが深く浸透したと考えられる⁶⁰⁾。本研究より、TP処理群はエナメル質表面をわずかに脱灰して、より深部にまで緊密にレジンセメントが浸透していることから、E65%とは大きく異なる接着様式を示したと考えられる。

一般的に接着強さには様々な因子が影響すると考えられており、接触角も一つの要因とされている。本研究では、脱イオン水に対する接触角はコントロールと比較して歯面処理群が有意に低い値を示し、ジヨードメタンに対する接触角は、コントロールとTPで有意差が認められず、E20%、E39%およびE65%は、他の歯面処理群と比較して有意に低い値を示した。したがって、脱イオン水に対する接触角については、いずれの歯面処理においても親水性を示しぬれが向上した。しかし、せん断接着強さと接触角との相関関係は認められなかったことより、エナメル質の表面粗さなどの他の因子が接着強さに影響を及ぼしている可能性が示唆された。

従来からレジンセメントの接着性には引張り接着試験やせん断接着試験などによる評価が行われているが、レジンセメントの機械的特性と接着強さとの関係について検討している報告がある⁶¹⁾。そこで本研究においてもレジンセメントの機械的性質が接着強さに影響している

かを評価するため、各レジンセメントの 3 点曲げ試験を行った。その結果、曲げ強さと曲げ弾性率はいずれの保管条件においても TX は SB より有意に高い値を示した。コンポジット系レジンセメントは MMA 系レジンセメントと比較して、無機フィラーが含有したことでセメント自体の曲げ強さおよび曲げ弾性率が増加したと考えられる。また、曲げ強さにおいて、TX でサーマルサイクル後の値が有意に低下したことから、サーマルサイクルによりフィラー表面のシラン処理層が加水分解し⁶²⁻⁶⁵⁾、強度の低下を招いたと示唆された。しかしながら、せん断接着強さと曲げ強さおよび曲げ弾性率との相関関係は認められなかったが、MMA 系レジンセメントの SB は無機フィラーを含有されていないことで弾性率が低くなり、コンポジット系レジンセメントと比較して、4-MET による化学的結合も加わったことでせん断力に対して、粘弾的な作用が生じた可能性が示唆された。

以上の結果より、MMA 系レジンセメントによる接着はセルフエッチングプライマーを用いて歯面処理することにより、従来のリン酸エッチングと比較してエナメル質への損傷の軽減による臨床上的有利な点を得られることが示唆された。

結論

本研究では，エナメル質に対する歯面処理の違いによる MMA 系およびコンポジット系レジンセメントの接着性と接着試験後の界面の状態を比較，検討した．

その結果，MMA 系レジンセメント接着におけるセルフエッチングプライマーによる歯面処理は，臨床的に十分な接着強さを有し，矯正歯科治療時のブラケット除去後のエナメル質の損傷を抑制することが可能と示唆された．

本研究に関連して開示すべき COI 関係にある企業はない．

文献

1. Masuhara E, Kojima K, Kimura T: Studies on dental self-curing resins. Effect of alkylborane on the polymerization of methacrylate with a benzyl-peroxide. Iyo Kizai Kenkyujo hokoku. Reports of the Institute for Medical and Dental Engineering, Tokyo Medical and Dental University. 2(4): 368-374, 1962.
2. Masuhara E, Kojima K, Tarumi N, et al.: Studies on dental self-curing resins (4) Bonding of dental selfcuring resins to dentin surface by the use of alkylborons as initiator. Iyo Kizai Kenkyujo hokoku. Reports of the Institute for Medical and Dental Engineering, Tokyo Medical and Dental University. 2(6): 511-521, 1964.
3. Masuhara E, Kojima K, Tarumi N, et al.: Studies on dental self-curing resins. 7. Adhesive bonding to dentin improved by polymer-ligand. Iyo Kizai Kenkyujo hokoku. Reports of the Institute for Medical and Dental Engineering, Tokyo Medical and Dental University. 2(9): 782-787, 1966.

4. Miura F, Kazuhiko N, Eichi M: "New direct bonding system for plastic brackets." American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics. 59 (4) : 350-361, 1971.
5. Gange P: The evolution of bonding in orthodontics. American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics. 147(4) : 56-63, 2015.
6. 三浦不二夫 : ダイレクト・ボンディング・システム:その歩んできた足跡(その2). 接着歯学. 7(1) : 93-97, 1989.
7. 三浦不二夫 : 歯科矯正学と共に半世紀-宿老の懺悔と愚見-. 日本臨床矯正歯科医会雑誌. 14 (2) : 30-38, 2003.
8. 山田敏元, Smith DC: 矯正用レジンセメントの接着強さ. 接着歯学. 6(3) : 203-213, 1988.
9. 中村光夫, 松村英雄, 中村宣男 : スーパーボンドの多目的な臨床応用法. 接着歯学. 7 (1) : 57-68, 1989.
10. 中川一彦 : レジン製矯正用ブラケットとエナメル質との接着に関する研究-2-エナメル質の前処理効果について. 日本矯正学会雑誌. 28(2) : 278-285, 1969.
11. 茂木正邦 : 4-META/MMA-TBB レジンの歯科矯正学的研究-2-メタルに対する接着性について. 日本矯正学会雑誌. 41(2) : 272-282, 1982.

12. 前田真琴, 茂木正邦, 三浦不二夫ほか: ポーセレンおよびセラミックブラケットに対するダイレクトボンディング法の検討. 日本矯正学会雑誌. 46: 370-379, 1987.
13. 竹山守男, 櫃渕信郎, 中林宣男ほか: 歯科用即硬性レジンに関する研究(第17報) 歯質及び歯科用金属に接着するレジン. 歯科理工雑誌. 19: 179-185, 1978.
14. 松村英雄, 中村光夫, 中林宣男ほか: 4-META/ MMA-TBB レジンによる陶材, 石英, アルミナの接着におけるシランカップリング剤と塩化第二鉄の効果. 歯科理工雑誌. 6(2): 135-139, 1987.
15. Donker HJ, Melsen B, Frandsen EV: Bacterial degradation of composite bonding materials. *Clinical orthodontics and research*. 4(2): 112-118, 2001.
16. Thiyagarajah S, Spary DJ, Rock WP: A clinical comparison of bracket bond failures in association with direct and indirect bonding. *Journal of Orthodontics*. 33(3): 198-204, 2006.
17. 小平真美, 山口大, 徳永理利ほか: 矯正治療前後におけるエナメルクラック発生の比較検討. 歯科審美. 22(1):48-54, 2009.
18. 佐藤俊紀, 徳永理利, 白井英俊: 歯面コーティングしたヒトエナメル質に対する矯正用ブラケットの接着強さへの影響. 日大口腔科学. 41(2): 69-75, 2015.

19. Pham D, Bollu P, Chaudhry K, et al.: Comparative evaluation of orthodontic bracket base shapes on shear bond strength and adhesive remnant index: An in vitro study. *Journal of Clinical and Experimental Dentistry*. 9(7): 848-854, 2017.
20. Amuk NG, Baysal A, Üstün Y, et al.: The effects of different desensitizer agents on shear bond strength of orthodontic brackets after home bleaching: an in vitro study. *European oral research*. 52(2):69-74, 2018.
21. Alavi S, Ehteshami A: Comparison of shear bond strength and enamel surface changing between the two-step etching and primer and self-etch primer methods in rebonding of orthodontic brackets: An in vitro study. *Dental research journal*. 16(4): 239-244, 2019.
22. JIS T 6514-2013. 歯科修復用及び支台築造用コンポジットレジン. 日本規格協会.
23. Iijima M, Ito S, Yuasa T, et al.: Bond strength comparison and scanning electron microscopic evaluation of three orthodontic bonding systems. *Dental materials journal*, 27(3): 392-399, 2008.

24. Shinya M, Shinya A, Lassila LV, et al.: Treated enamel surface patterns associated with five orthodontic adhesive systems—surface morphology and shear bond strength. *Dental Materials Journal*. 27(1): 1-6, 2008.
25. Iijima M, Ito S, Yuasa T, et al.: Effects of application time and agitation for bonding orthodontic brackets with two self-etching primer systems. *Dental materials journal*. 28(1): 89-95, 2009.
26. Sen D, Nayir E, Pamuk S: Comparison of the tensile bond strength of high-noble, noble, and base metal alloys bonded to enamel. *The Journal of prosthetic dentistry*. 84(5): 561-566, 2000.
27. Clark SA, Gordon PH, McCabe JF: An ex vivo investigation to compare orthodontic bonding using a 4-META-based adhesive or a composite adhesive to acid-etched and sandblasted enamel. *Journal of orthodontics*. 30(1): 51-58, 2003.
28. Hayakawa T, Nemoto K: Adhesion of 4-META/MMA-TBB resin to ground enamel treated with self-etching primer containing amino acid methacrylate. *Journal of Adhesive Dentistry*. 5(2): 113-120, 2003.

29. Hayakawa T, Fukushima T, Nemoto K: Tensile bond strength of 4-META/MMA-TBB resin to ground bovine enamel using a self-etching primer. *Dental materials journal*. 23(3): 271-277, 2004.
30. Sirirungrojying S, Saito K, Hayakawa T, et al.: Efficacy of using self-etching primer with a 4-META/MMA-TBB resin cement in bonding orthodontic brackets to human enamel and effect of saliva contamination on shear bond strength. *The Angle Orthodontist*. 74(2): 251-258, 2004.
31. Sirirungrojying S, Hayakawa T, Saito K, et al.: Bonding durability between orthodontic brackets and human enamel treated with megabond self-etching primer using 4-META/MMA-TBB resin cement. *Dental materials journal*. 23(3): 251-257, 2004.
32. Saito K, Sirirungrojying S, Meguro D, et al.: Bonding durability of using self-etching primer with 4-META/MMA-TBB resin cement to bond orthodontic brackets. *The Angle Orthodontist*. 75(2): 260-265, 2005.
33. Iijima M, Ito S, Muguruma T, et al.: Bracket bond strength comparison between new unfilled experimental self-etching

- primer adhesive and conventional filled adhesives. *The Angle Orthodontist*. 80(6): 1095-1099, 2010.
34. Iijima M, Ito S, Nakagaki S, et al.: Effects of the addition of fluoride to a 4-META/MMA-TBB-based resin adhesive on fluoride release, acid resistance of enamel and shear bond strength in vitro. *Dental materials journal*. 32(1): 156-164, 2013.
35. Iwai H, Fujita K, Iwai H, et al.: Development of MDP-based one-step self-etch adhesive—Effect of additional 4-META on bonding performance—. *Dental materials journal*. 32(1): 1-9, 2013.
36. Hosoya Y, Tay FR: Bonding ability of 4-META self-etching primer used with 4-META/MMA-TBB resin to enamel and dentine: primary vs permanent teeth. *Journal of dentistry*. 42(4): 425-431, 2014.
37. 三浦不二夫, 中川一彦: レジン製ブラケット直接接着法の臨床応用例. *日本矯正学会雑誌*. 28: 344-354, 1969.
38. Reynolds IR: A review of direct orthodontic bonding. *British journal of orthodontics*. 2(3):171-178, 1975.

39. McCourt JW, Cooley RL, Barnwell S: Bond strength of light-cure fluoride-releasing base-liners as orthodontic bracket adhesives. *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics*. 100(1): 47-52, 1991.
40. Retief DH: Failure at the dental adhesive-etched enamel interface. *Journal of oral rehabilitation*. 1(3): 265-284, 1974.
41. Buonocore MG: A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *Journal of dental research*. 34(6): 849-853, 1955.
42. Richard JS, 翻訳 ; 栗山純雄 *Clinical Applications of Acid Etch Technique*, 初版, クインテッセンス出版, 東京, 13-18, 1978.
43. 山本一世 : コンポジットレジン修復における接着システムの変遷. *国際歯科学士会日本部会雑誌*. 45(1) : 85-91, 2014.
44. 坂本猛, 木村洋明, 大川内一成ほか : 歯科接着材の化学. *接歯着学*. 52 (5) : 152-165, 2016.
45. Silverstone LM: The acid etch technique. *In vitro studies with special reference to the enamel surface and the enamel-resin interface*. In *Proc. Int. Symp. Acid Eth Tech*. North Central Pub. Co. : 13-39, 1975.

46. Barkmeier WW, Gwinnett AJ, Shaffer SE: Effects of enamel etching time on bond strength and morphology. *Journal of clinical orthodontics*. 19(1):36-38, 1985.
47. 鈴木一臣：酸処理エナメル質の性質. *接着歯学*. 6(1) : 7-15, 1988.
48. 松村英雄：歯科用合金の接着に関する研究： II. 酸無水物基およびカルボキシル基を有するモノマーの効果. *歯科材料・器機*. 5(1) : 65-70, 1986.
49. Hotta K, Mogi M, Miura F et al.: Effect of 4-MET on bond strength and penetration of monomers into enamel. *Dental Materials*. 8(3): 173-175, 1992.
50. 小泉寛恭, 野川博史, 宮森沙耶香ほか：エナメル質接着に対するリン酸とセルフエッチングプライマーの併用効果. *接着歯学* : 34(2) : 47-53, 2016.
51. Nurrohman H, Nikaido T, Takagaki T, et al.: Dentin bonding performance and ability of four MMA-based adhesive resins to prevent demineralization along the hybrid layer. *Journal of Adhesive Dentistry*. 14(4): 339-348, 2012.
52. Oliver RG: The effect of different methods of bracket removal on the amount of residual adhesive. *American Journal of*

- Orthodontics and Dentofacial Orthopedics. 93(3): 196-200, 1998.
53. Toledano M, Osorio R, Osorio E, et al.: Bond strength of orthodontic brackets using different light and self-curing cements. The Angle Orthodontist. 73(1): 56-63, 2003.
54. Coups-Smith KS, Rossouw PE, Titley KC: Glass ionomer cements as luting agents for orthodontic brackets. The Angle Orthodontist. 73(4): 436-444, 2003.
55. Hosein I, Sherriff M, Ireland AJ: Enamel loss during bonding, debonding, and cleanup with use of a self-etching primer. American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics. 126(6): 717-724, 2004.
56. Meguro D, Hayakawa T, Kawasaki M et al.: Shear bond strength of calcium phosphate ceramic brackets to human enamel. The Angle Orthodontist. 76(2): 301-305, 2006.
57. Nogawa H, Koizumi H, Akazawa N, et al.: Effect of sodium sulfite, carboxylic monomer, and phosphoric acid etching on bonding of tri-n-butylborane initiated resin to human enamel. Journal of Oral Science. 57(1): 17-24, 2015.

58. Sajadi SS, Amirabadi GE, Sajadi S: Effects of two soft drinks on shear bond strength and adhesive remnant index of orthodontic metal brackets. *Journal of Dentistry (Tehran, Iran)*. 11(4): 389-397, 2014.
59. Wickwire NA, Rentz D: Enamel pretreatment: a critical variable in direct bonding systems. *American journal of orthodontics*. 64(5): 499-512, 1973.
60. 野川博史, 小泉寛恭, 吉川真穂ほか: セルフエッチングプライマー処理したエナメル質に対する 4-META/MMA-TBB レジンの接着メカニズム. *接着歯学*. 34 (1) : 1-8, 2016.
61. 藤島昭宏, 嶋倉裕介, 清水太加志ほか: レジンセメントの機械的性質と接着強さの関係. *歯科材料・器械*. 25 (2) : 114, 2006.
62. 川口稔, 福島忠男, 宮崎光治: 歯科用コンポジットレジンの劣化関与因子 2. 劣化コンポジットレジンの SEM 観察. *歯科材料・器械*. 13(2) : 116-121, 1994.
63. 藤島昭宏, 宮崎隆, 高玉真理子ほか: 煮沸水加速試験によるコンポジットレジンの耐久性に関する研究. *歯科材料・器械*. 7 (5) : 807-816, 1988.

64. 石田定勝, 西山典宏: シリカフィラーの表面処理に関する研究—シラン処理剤の水による劣化—. 歯科材料・器械. 8 (5) : 601-607, 1989.
65. Debnath S, Wunder SL, McCool JI, et al.: Silane treatment effects on glass/resin interfacial shear strengths. Dental Materials. 19(5): 441-448, 2003.

図 1 せん断接着試験の様式図

図 2 SB のせん断接着強さ

SB のせん断接着強さは、TP 処理群の接着 1 週間後に 15.5MPa と最も高い値を示した。また、SB の 4-META 処理群のせん断接着強さは、4-META 含有量および保管条件の違いによる有意差は認められなかった ($p > 0.05$)。各レジンセメントのエッチング処理群におけるせん断接着強さは、いずれの保管条件においても有意差は認められなかった ($p > 0.05$)。

図 3 TX のせん断接着強さ

TX のせん断接着強さは、4-META 処理群および TP 処理群では測定不能であった。また、SB の 4-META 処理群のせん断接着強さは、4-META 含有量および保管条件の違いによる有意差は認められなかった ($p > 0.05$)。各レジンセメントのエッチング処理群におけるせん断接着強さは、いずれの保管条件においても有意差は認められなかった ($p > 0.05$)。

図 4 SB の 4-META 処理群、TP 処理群およびエッチング処理群のせん断接着試験後の接着界面の SEM 像
($\times 1000$)

SB の 4-META 処理群および TP 処理群の SEM 観察では、歯面に微小な孔が確認でき、脱灰されているようにも見えたが、接着界面が平滑で機械的嵌合が得られ難い像であった。一方、エッチング処理群では表面が粗造化され、明確な凹凸が確認された。

図 5 TX の 4-META 処理群、TP 処理群およびエッチング処理群のせん断接着試験後の接着界面の SEM 像
($\times 1000$)

TX の 4-META 処理群および TP 処理群の SEM 観察では、歯面に微小な孔が確認でき、脱灰されているようにも見えたが、接着界面が平滑で

機械的嵌合が得られ難い像であった。一方、エッチング処理群では表面が粗造化され、明確な凹凸が確認された。

図 6 SB のコントロール, M15%, TP および E65%のせん断接着試験後の
割断面の SEM 像
($\times 1000$, $\times 2000$ および $\times 10000$)

コントロールおよび M15%は脱灰が認められなかった。一方、TP 処理群はわずかな脱灰が認められ、E65%は表面が粗造化され明確な凹凸および脱灰が生じた。

図 7 SB のコントロール, M15%, TP および E65%のせん断接着試験後の
割断面の元素分析
($\times 5000$ 相当)

コントロールおよび M15%はレジンセメントの主要成分である C 元素が確認されず、Ca, P, O 元素においても変化が認められなかった。一方、TP 処理群はレジンセメントの主要成分である C 元素が約 $20 \mu\text{m}$ の深さまで確認されたのに対し、E65%は C 元素が約 $10 \mu\text{m}$ の深さまでエナメル質結晶の隙間に入り込んでいることが認められた。また、Ca, O 元素は濃度が薄くなったが、P 元素においては変化を認めなかった。

図 8 各処理歯面に対する脱イオン水およびジヨードメタンの接触角

脱イオン水に対する接触角ではコントロールと比較して、すべての群で有意な低下を示した ($p < 0.05$)。ジヨードメタンに対する接触角はコントロールと比較して、E20%, E39%, E65%では有意な低下を認めた ($p < 0.05$)。一方、TP では有意差は認められなかった ($p > 0.05$)。

図 9 各レジンセメントの曲げ強さ

コントロール群の SB で 54.7MPa , TX で 109.1MPa , サーマルサイクル群の SB で 56.9MPa , TX で 96.8MPa であった。TX のサーマルサイクル群はコントロール群と比較して有意な低下を示した ($p < 0.05$)。また、いずれの保管条件においても TX は SB より有意に高い曲げ強さを示した ($p < 0.05$)。

図 10 各レジンセメントの曲げ弾性率

コントロール群の SB で 1.7GPa, TX で 8.1GPa, サーマルサイクルの SB で 1.7GPa, TX で 9GPa であった。TX のサーマルサイクル群はコントロール群と比較して有意に高い値を示した ($p < 0.05$)。また、いずれの保管条件においても TX は SB より有意に高い曲げ弾性率を示した ($p < 0.05$)。

表1 供したレジンセメント

種類	製品名	メーカー	組成	Lot No.	略称
MMA系レジンセメント	スーパーボンド オルソマイトセット	Sun medical	クイックモノマー液：MMA, 4-META, その他 キヤタリストV：トリ-n-ブチルホウ素部分酸化物, その他 ポリマー粉末F：PMMA, その他（フッ化ナトリウム）	モノマー液：SW1 キヤタリストV：VF11 ポリマー粉：TK1	SB
コンボジット系レジンセメント	トランスボンドXT	3M ESPE	シラン化石英を含むフィラー, Bis-GMA等のアクリレート類を含むレジン, その他	NA3224	TX

表2 供した歯面処理剤

製品名	メーカー	組成	Lot No.	略称
0M	サンメダイカル	アセトン	200221	M0%
2.5M	サンメダイカル	2.5%メタクリル酸エステル (4-META), アセトン	200221	M2.5%
5M	サンメダイカル	5%メタクリル酸エステル (4-META), アセトン	200221	M5%
10M	サンメダイカル	10%メタクリル酸エステル (4-META), アセトン	200221	M10%
15M	サンメダイカル	15%メタクリル酸エステル (4-META), アセトン	200221	M15%
テイスププライマー	サンメダイカル	メタクリル酸エステル (4-META), 水 アセトン, その他 (亜硫酸ナトリウム)	SV1	TP
Enamel etchantgel	サンメダイカル	20%リン酸, 増粘剤, 水, その他	TM12	E20%
Scotchbond etchant	3M ESPE	39%リン酸, 精製水, その他	N909466	E39%
表面処理材レッド	サンメダイカル	65%リン酸, 水, その他	TK1	E65%

表3 せん断接着試験後のエナメル表面のレジシメント残存の分類 (ARIスコア)

Score	定義
0	エナメル表面にレジシメントの残余が認められない
1	エナメル表面に残余しているレジシメントが50%未満
2	エナメル表面に残余しているレジシメントが50%以上
3	すべてのレジシメントがエナメル表面に残余されている

表4 各レジシメントのせん断接着強さ (n = 13)

レジシメント	保管時間	M0%	M2.5%	M5%	M10%	M15%	TP	E20%	E39%	E65%
SB	接着1時間	2.6 (1.6)	3.1 (1)	2.7 (1.2)	2.7 (2)	3.6 (2.3)	8.2 (3.6)	10.7 (2.9)	9.5 (5.6)	13.7 (4)
	接着1週間	4.2 (2)	4.4 (1.6)	3.4 (1.4)	3.3 (2)	4.8 (2.1)	15.5 (4.6)	8.3 (4.9)	9.4 (2.7)	15 (6.7)
TX	接着1時間	0 (0)	0 (0)	0 (0)	0 (0)	0 (0)	0 (0)	10.2 (5.8)	11.2 (4)	11.1 (4.5)
	接着1週間	0 (0)	0 (0)	0 (0)	0 (0)	0 (0)	0 (0)	10.9 (4.9)	12.3 (2.5)	11.1 (4.4)

単位 MPa, () : SD

表5 SBにおける接着試験後のARIスコア (n = 13)

	ARI			
	0	1	2	3
M0%	13	0	0	0
M2.5%	13	0	0	0
M5%	13	0	0	0
M10%	13	0	0	0
M15%	13	0	0	0
TP	13	0	0	0
E20%	5	6	2	0
E39%	9	4	0	0
E65%	8	5	0	0
M0%	13	0	0	0
M2.5%	13	0	0	0
M5%	13	0	0	0
M10%	13	0	0	0
M15%	13	0	0	0
TP	13	0	0	0
E20%	6	6	1	0
E39%	6	6	1	0
E65%	6	7	0	0

表6 TXにおける接着試験後のARIスコア (n = 13)

		ARI				
		0	1	2	3	
接着1時間後	M0%	13	0	0	0	
	M2.5%	13	0	0	0	
	M5%	13	0	0	0	
	M10%	13	0	0	0	
	M15%	13	0	0	0	
	TP	13	0	0	0	
	E20%	6	7	0	0	
	E39%	3	9	1	0	
	E65%	7	4	2	0	
		M0%	13	0	0	0
接着1週間後	M2.5%	13	0	0	0	
	M5%	13	0	0	0	
	M10%	13	0	0	0	
	M15%	13	0	0	0	
	TP	13	0	0	0	
	E20%	6	7	0	0	
	E39%	7	5	1	0	
	E65%	7	6	0	0	
		M0%	13	0	0	0
		M2.5%	13	0	0	0

表7 接着強さ、曲げ強さ、曲げ弾性率および接触角におけるPearsonの積立相関関係

接着強さ	
曲げ強さ	コントロール群 $r = 0.22$ ($p > 0.05$)
	サーマルサイクル群 $r = 0.14$ ($p > 0.05$)
曲げ弾性率	コントロール群 $r = 0.22$ ($p > 0.05$)
	サーマルサイクル群 $r = 0.13$ ($p > 0.05$)
接触角	蒸留水 $r = 0.68$ ($p > 0.05$)
	ジヨードメタン $r = -0.01$ ($p > 0.05$)

接着強さと曲げ強さ、曲げ弾性率および接触角における相関関係は認められなかった ($p > 0.05$)

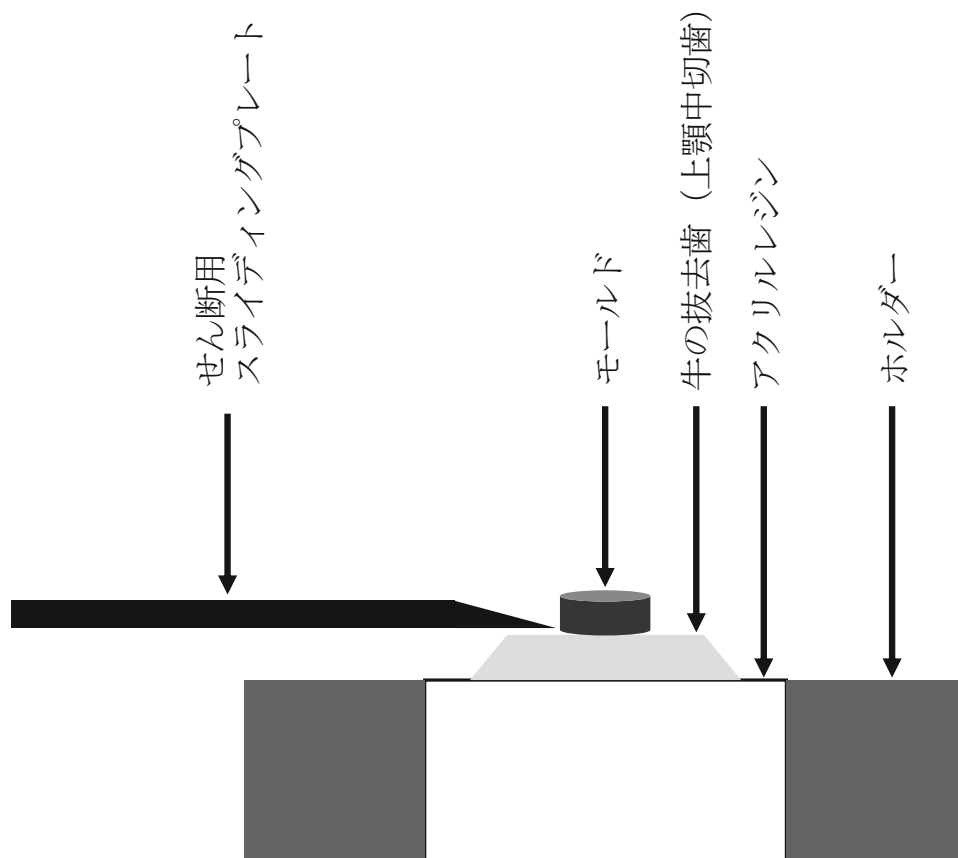


図1 せん断接着試験の様式図

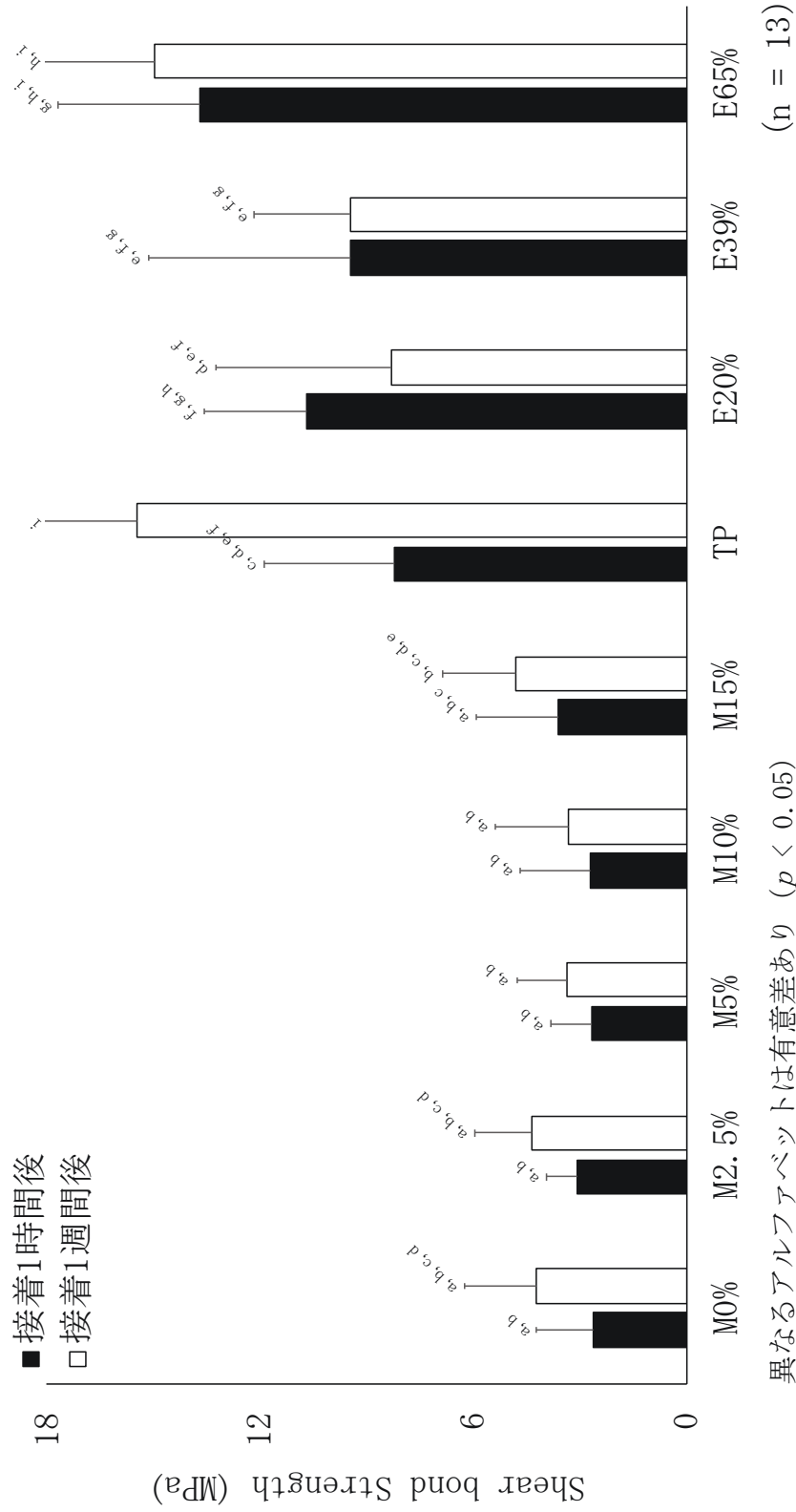


図2 SBのせん断接着強さ

SBのせん断接着強さは、TP処理群の接着1週間後に15.5MPaと最も高い値を示した。また、SBの4-META処理群のせん断接着強さは、4-META含有量および保管条件の違いによる有意差は認められなかった ($p > 0.05$)。各レジメンのエッチメントのエッチング処理群におけるせん断接着強さは、いずれの保管条件においても有意差は認められなかった ($p > 0.05$)。

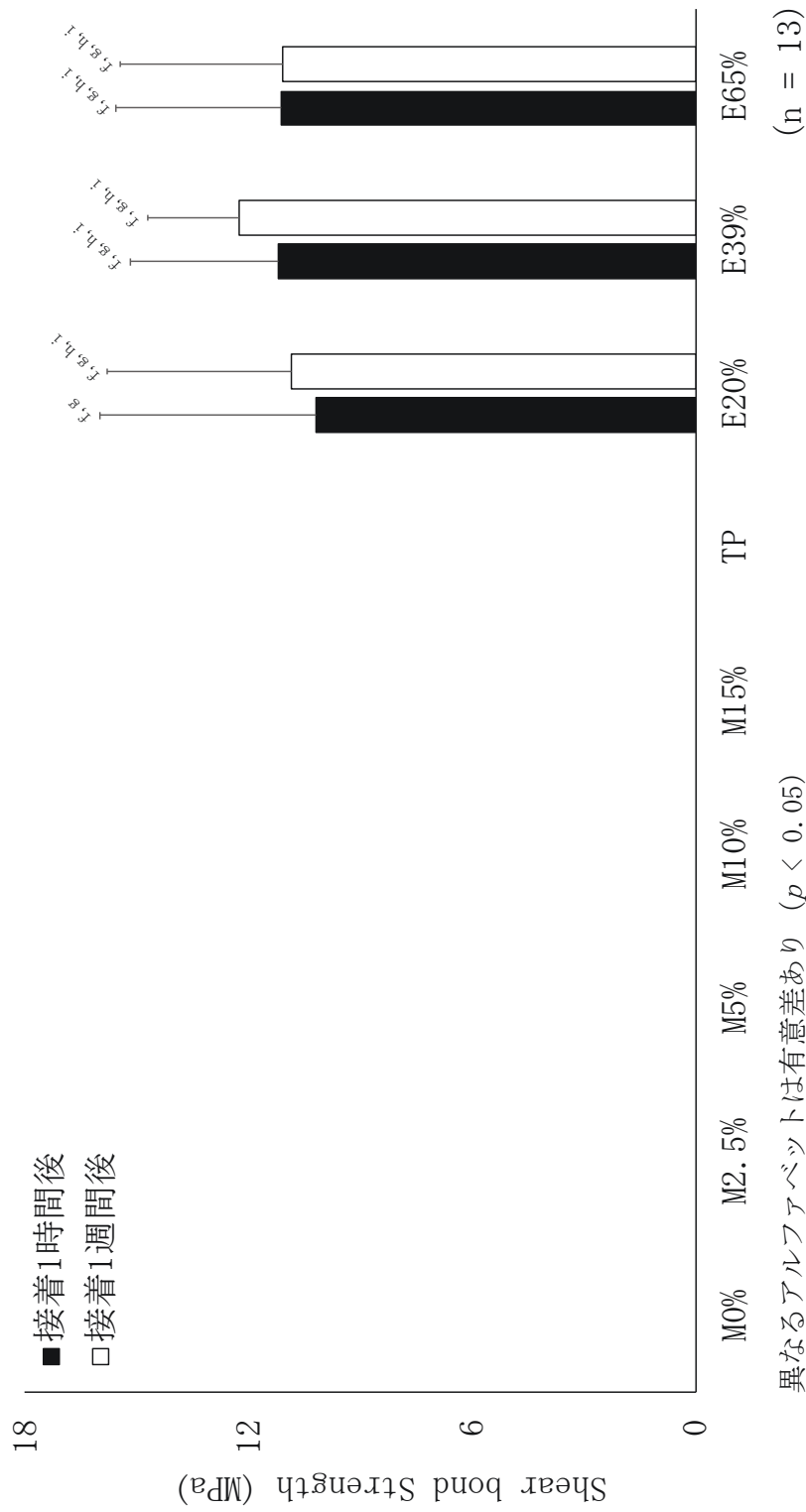


図3 TXのせん断接着強さ

TXのせん断接着強さは, 4-META処理群およびTP処理群では測定不能であった。また, SBの4-META処理群のせん断接着強さは, 4-META含有量および保管条件の違いによる有意差は認められなかった ($p > 0.05$)。各レジシメントのエッチング処理群におけるせん断接着強さは, いずれの保管条件においても有意差は認められなかった ($p > 0.05$)。

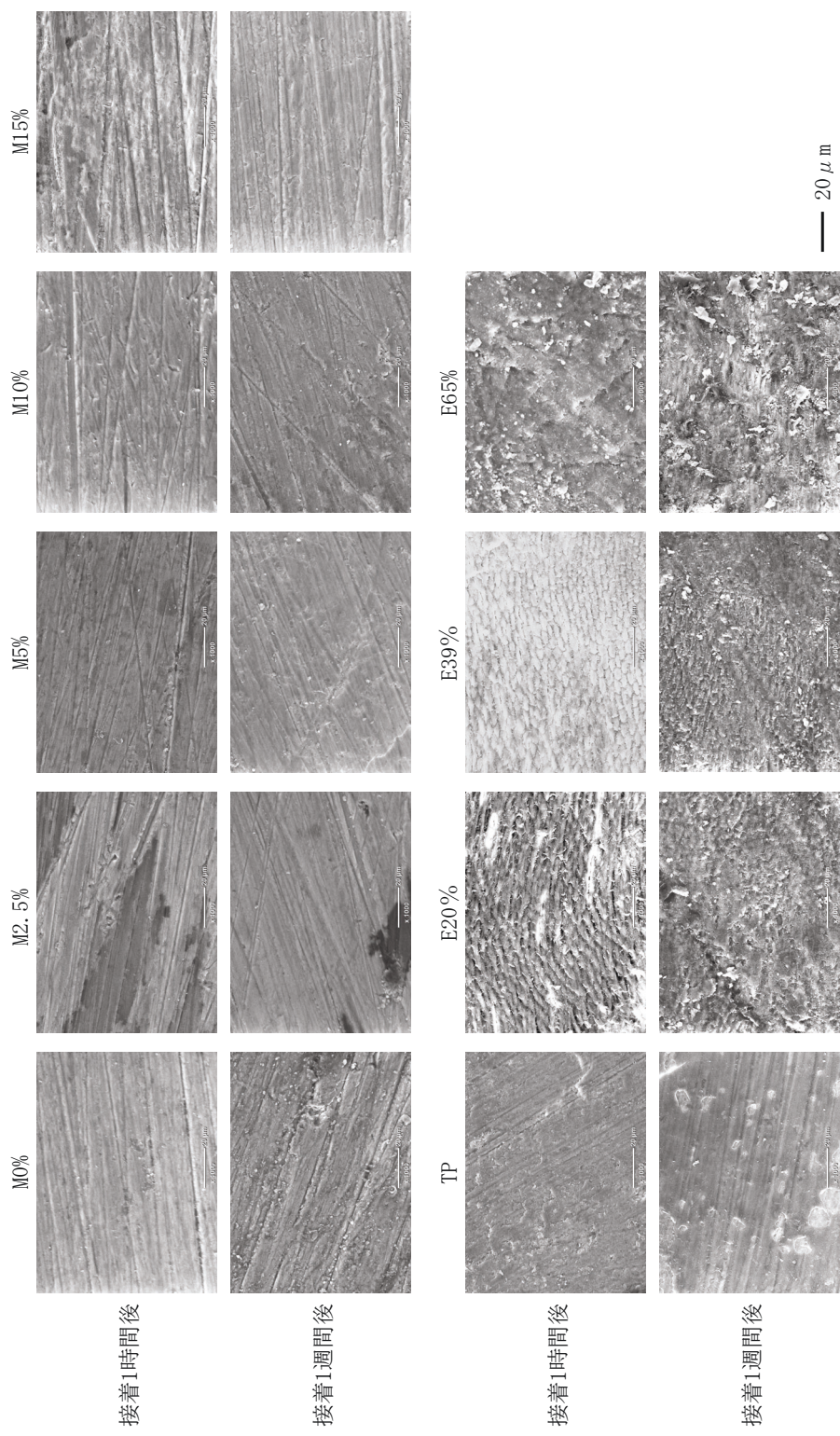


図4 SBの4-META処理群，TP処理群およびエッチング処理群のせん断接着試験後の接着界面のSEM像
(×1000)

SBの4-META処理群およびTP処理群のSEM観察では，歯面に微小な孔が確認でき，脱灰され，脱灰されているようにも見えたが，接着界面が平滑で機械的嵌合が得られ難い像であった．一方，エッチング処理群では表面が粗造化され，明確な凹凸が確認された．

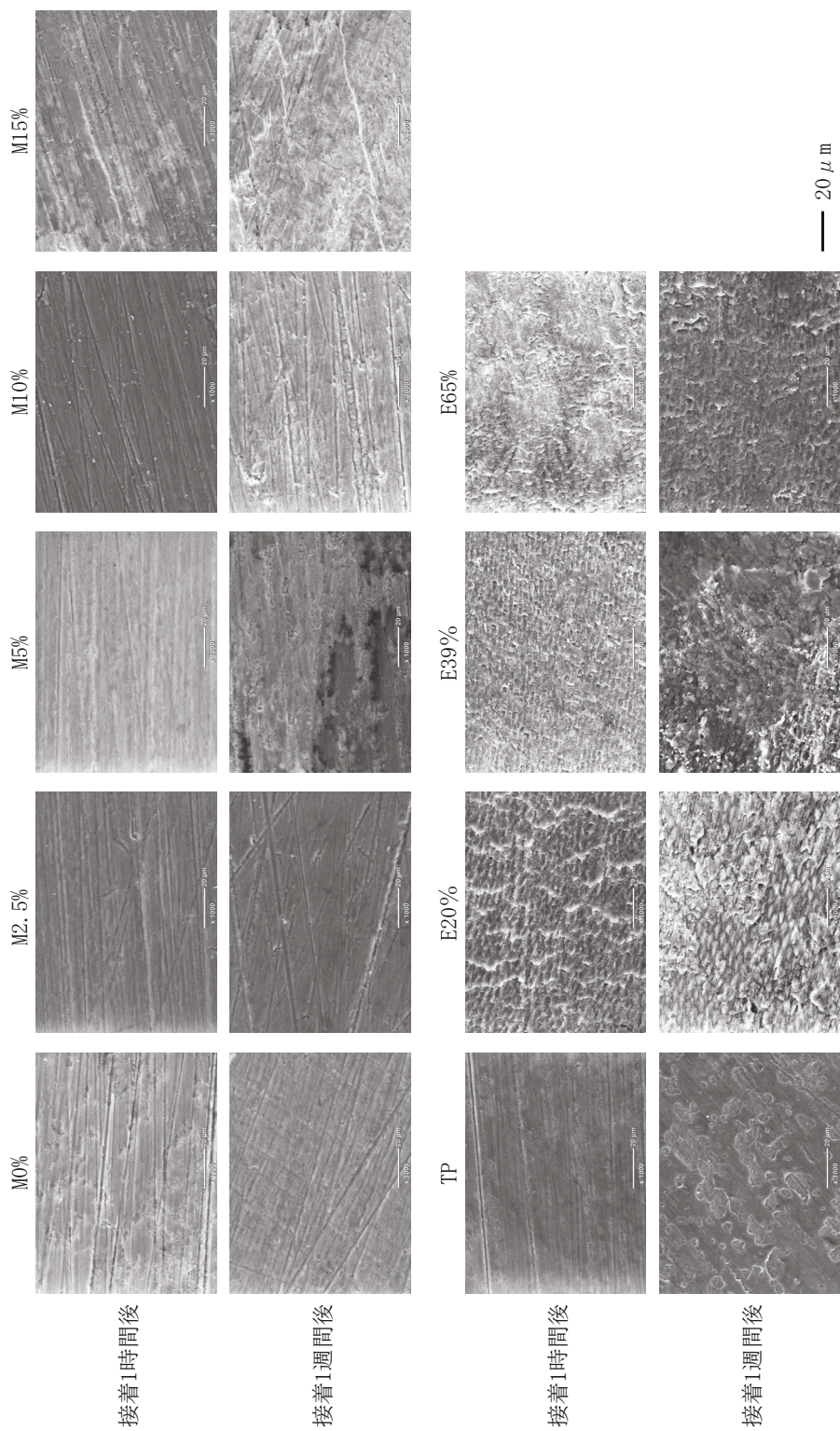


図5 TXの4-META処理群，TP処理群およびエッチング処理群のせん断接着試験後の接着界面のSEM像
(×1000)

TXの4-META処理群およびTP処理群のSEM観察では，歯面に微小な孔が確認でき，脱灰され，表面が粗造化され，明確な凹凸が確認された。

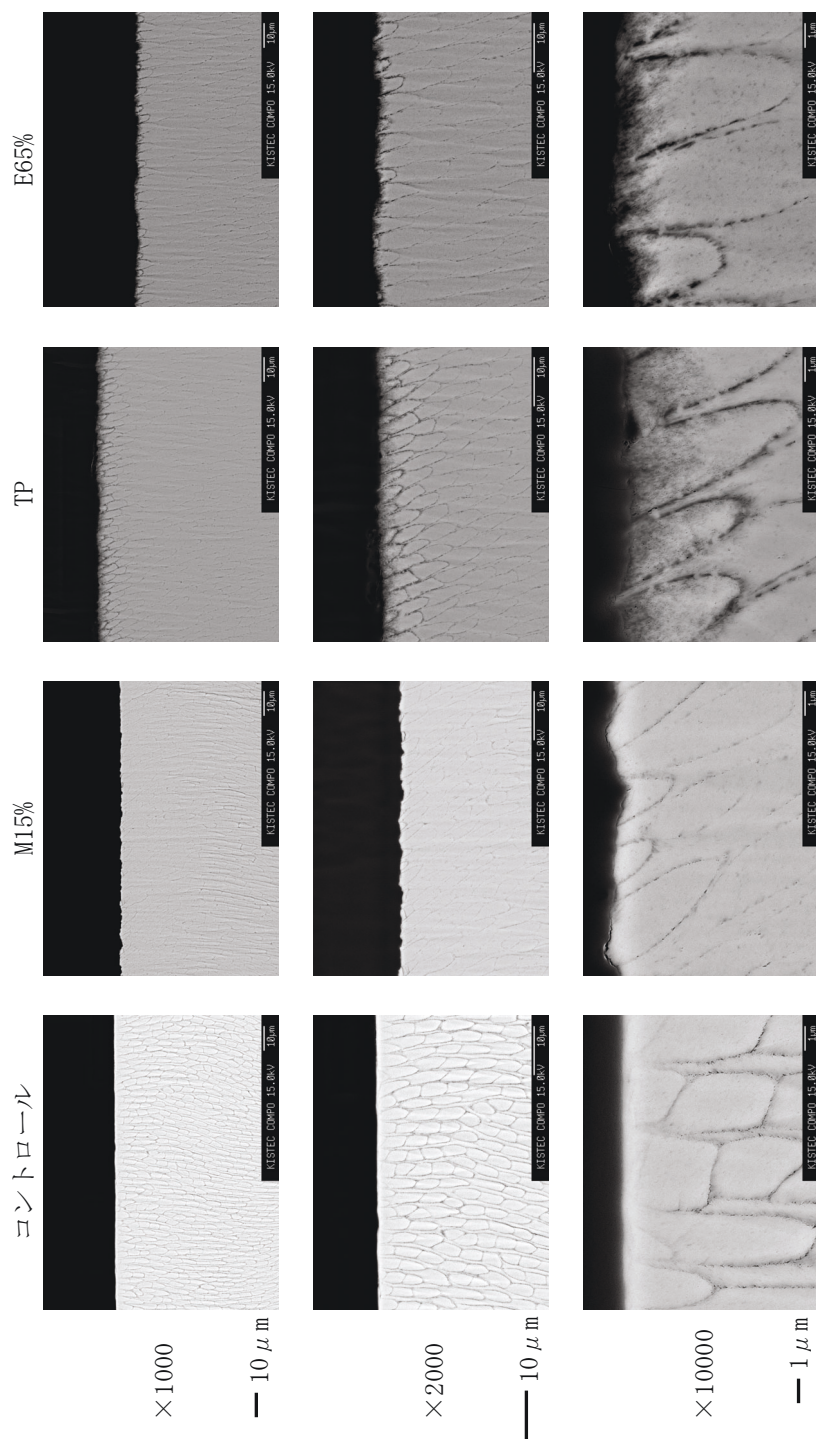
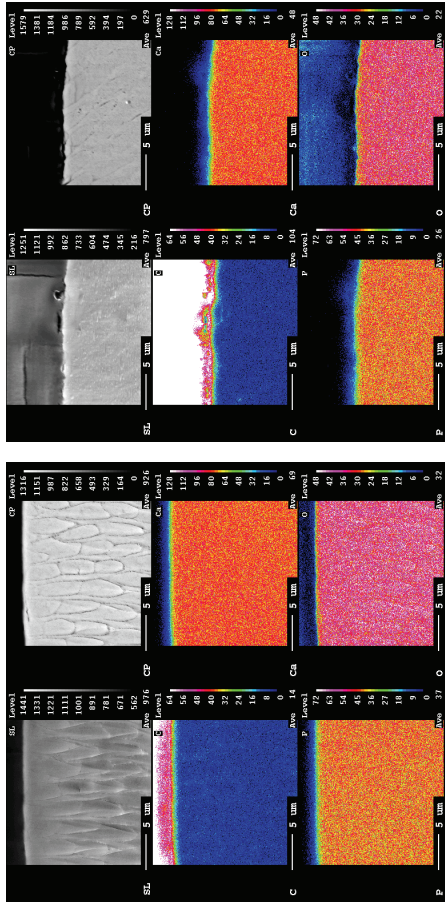


図6 SBのコントロール、M15%、TPおよびE65%のせん断接着試験後の割断面のSEM像
 (×1000, ×2000および×10000)

コントロールおよびM15%は脱灰が認められなかった。一方、TP処理群はわずかな脱灰が認められ、E65%は表面が粗造化され明確な凹凸および脱灰が生じた。

コントロール

M15%



TP

E65%

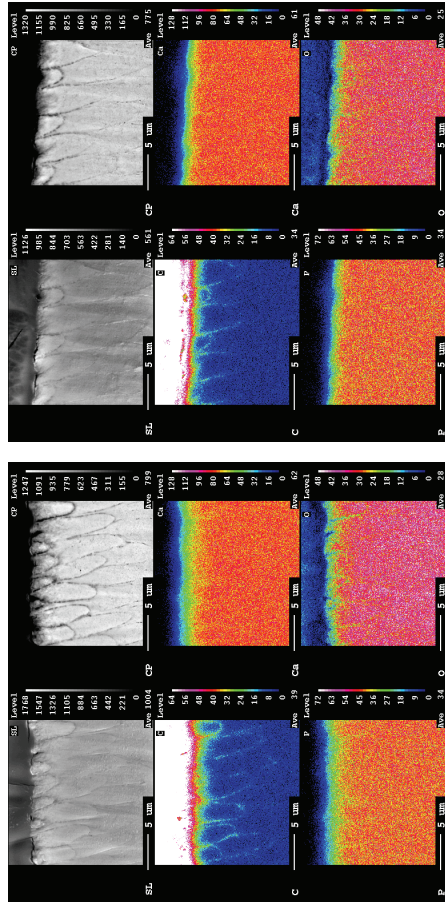


図7 SBのコントロール、M15%、TPおよびE65%のせん断接着試験後の割断面の元素分析
(×5000相当)

コントロールおよびM15%はレジシメンの主要成分であるC元素が確認されず、Ca、P、O元素においても変化が認められなかった。一方、TP処理群はレジシメンの主要成分であるC元素が約20μmの深さまで確認されたのに対し、E65%はC元素が約10μmの深さまでエナメル質結晶の隙間に入り込んでいたことが認められた。また、Ca、O元素は濃度が薄くなったが、P元素においては変化を認めなかった。

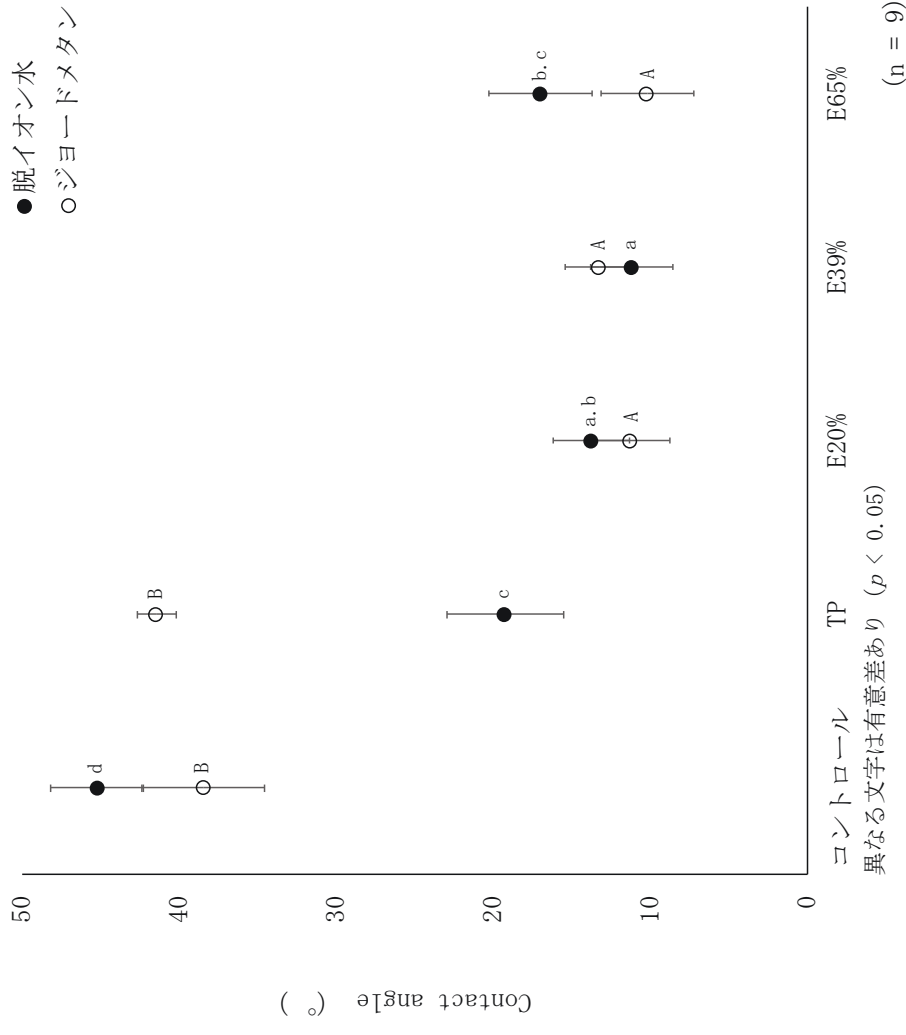


図8 各処理菌面に対する脱イオン水およびジョロドメタンの接触角

脱イオン水に対する接触角ではコントロールと比較して、すべての群で有意な低下を示した ($p < 0.05$)。ジョロドメタンに対する接触角はコントロールと比較して、E20%、E39%、E65%では有意な低下を認めた ($p < 0.05$)。一方、TPでは有意差は認められなかった ($p > 0.05$)。

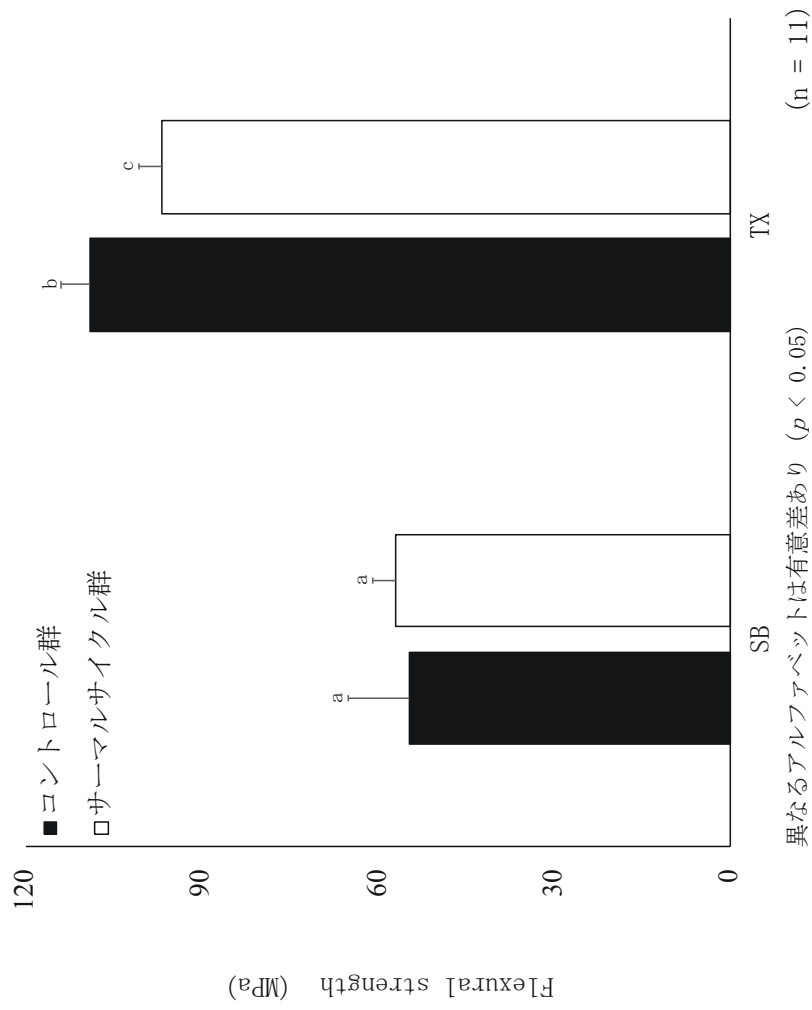


図9 各レジンセメントの曲げ強さ

コントロール群のSBで54.7MPa, TXで109.1MPa, サーマルサイクル群のSBで56.9MPa, TXで96.8MPaであった。TXのサーマルサイクル群はコントロール群と比較して有意な低下を示した($p < 0.05$)。また、いずれの保管条件においてもTXはSBより有意に高い曲げ強さを示した($p < 0.05$)。

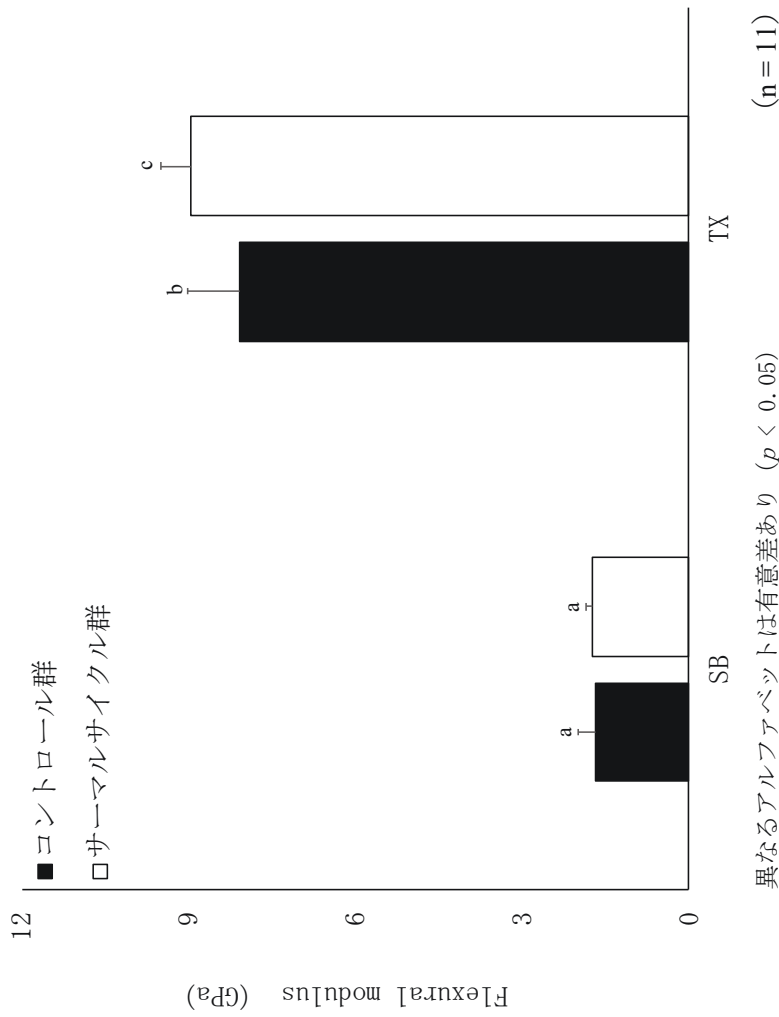


図10 各レジシメントの曲げ弾性率

コントロール群のSBで1.7GPa, TXで8.1GPa, サーマルサイクルのSBで1.7GPa, TXで9GPaであった. TXのサーマルサイクル群はコントロール群と比較して有意に高い値を示した($p < 0.05$). また, いずれの保管条件においてもTXはSBより有意に高い曲げ弾性率を示した($p < 0.05$).