

学位論文題名

Study on Bond Characteristics and Adhesive Interface
Using Current Dentin Adhesive Systems

(最近の象牙質接着システムの接着特性とその接着界面に関する研究)

学位論文内容の要旨

セルフエッチング象牙質接着材は近年臨床で広く使用されている。接着材を使う前に説明書を読むのは一番重要だと思う。しかし、メーカーによって説明書に提供された情報が違う。G-Bond plus (GBp) と BeautiBond (BB) は強いエアーを勧めているが、最適な乾燥時間は不明だ。さらに、EasyBond (EB) について、5 秒間は 10 秒間及びより長いエアーブローの操作と比べ、接着強さはどう違うのか。更に、接着材の操作ステップ簡略化に伴い、接着強度の低下が見られた。LLB-2 は更に操作が簡略化され、象牙質表面に接着材を塗布した後の光照射が省略されている。新しく開発された LLB-2 と二つの市販されている flowable self-adhering resin の接着強さ及び接着界面の状態等について検討する必要があると考えられる。そのため、本研究では 1 液性接着材について乾燥時間と接着性能の関係について検討し、更に新しく開発された接着材の評価を行う。

実験 1：乾燥時間と接着性について

(1) 材料と方法

本実験ではヒトの健全第三大臼歯を 168 本を使用し、1 液システムは BB (松風), EB (3M) 及び GBp (GC) の三種類について検討した。168 本の歯を 56 本ずつ三つのグループに分け、エアーブローの時間を七種類設定し、それぞれ各材料八本ずつ行った。咬合面をモデルトリマーを用いて平坦にし、象牙質を露出させた後、#600 耐水研磨紙を用いて研磨した。エアーブロー圧力は 0.25MPa に設定し、象牙質の表面までの距離は 2cm とした。それぞれ 5 秒、10 秒、15 秒、20 秒、25 秒、30 秒及び 35 秒エアーブローした後、10 秒間光照射した。CLEARFIL AP-X で築盛した後、24 時間保存後、微小引張接着強さを測定した。また、試験後の破断面を SEM で観察し、接着処理面は三つの SEM 写真を組み合わせたパノラマ写真で観察した。

(2) 結果

①接着強さについて

BB では、一番高い接着強さは 15 秒群の 40.42MPa だった。5 秒群、20 秒群及び 30 秒群は 15 秒群に比べ有意差はなかった。EB では、一番高い接着強さは 15 秒群の 79.76MPa だった。20 秒群は 15 秒群に比べ有意差はなかった。GBp では、一番高い接着強さは 25 秒群の 47.25MPa だった。20 秒群は 25 秒群に比べ有意差はなかった。

②破断面の SEM 像について

BB と GBp では、エアブロー時間が長くなれば長くなるほど、接着材層表面の気泡が減少した。EB では、5 秒群の写真だけで気泡が観察された。

③接着界面の SEM 像について

BB では、5 秒群の接着材の厚さは $5\mu\text{m}$ から $25\mu\text{m}$ 間で不均一になった。15 秒群では、接着材の厚さは均一で $5\mu\text{m}$ だった。35 秒群では、接着材の厚さは更に薄くなった。三つの写真で接着材の表面の小さな気泡が観察された。

EB では、三つの写真で接着材の厚さはそれぞれ 20、15、 $12\mu\text{m}$ でした。平坦な接着材が観察された。5 秒群の接着材の上に気泡が観察され、15 秒と 35 秒群では気泡が見つからなかった。

GBp では、5 秒群の接着材の中に気泡が観察され、25 秒群では、レジンタグが長く観察され、35 秒群では、接着材は薄く観察された。三つの写真で接着材の中に気泡が見つかった。

(3) 考察

短いエアブロー時間は接着材の水や溶媒が残る可能性がある。溶媒は完全に空気によって蒸発されていない場合がある。本研究で 3 つのオールインワンシステムには水が含まれており、短いエアブロー時間では水の蒸発が不完全で残っている可能性がある。従って、オールインワンシステムにおいては、残った水はコンポジットレジンの重合阻害剤として作用すると考えられる。長いエアブロー時間について、欠点は (1) 溶媒が過剰に蒸発される (2) 酸素による重合阻害 (3) 接着材の薄層化の三つの要因があると考えられる。

(4) 結論

最適なエアブロー時間は材料依存的であるとともに、異なる状況と臨床条件の下で、多くの要因によって影響を受ける可能性がある。従って、エアブロー時間のために、今後は、臨床をシミュレートした条件の下で最適なエアブロー時間を評価して行く。

実験 2 : 新しく開発された Step-less システムの接着性について

(1) 材料と方法

32 本の歯を四つのグループに分けて、8 本の歯を一群として行った。Self-etching system である MEGABOND (MG) は golden standard に考えられているので、本実験では control group としている。新しく開発された LLB-2 と言うは接着材を塗布した後の光照射を省略させた Light-less Bond だ。二つ市販されている Self-adhering Resin である flowable Liquid Dentin (fLD) と Vertise Flow (VF) を選択した。MG は説明書の操作方法に従った。LLB-2 は接着材を塗布した象牙質面をエアーで乾燥して、直接にレジンで修復になる。二つの市販されている Self-adhering Light-curing Resin はエアーで乾燥した象牙質表面にレジンを直接塗布し、 0.5mm よりも薄いレジン層とした。その後、20 秒間の光照射をして、CLEARFIL AP-X で築盛した。実験 1 と同様に微小引張実験を行い、その後、象牙質の破断面を SEM で観察し、接着界面は SEM と TEM で観察した。

(2) 結果

①接着強さについて

それぞれ四つの材料の間には有意差があり、MGは79MPaで、もっとも高い値が得られた。破断面の分類について：VFのみは100%で接着材の界面剥離だった。VFにのみPre-test failureは四つがあり、それらは、0MPaとして扱った。

②破断面のSEM像について

MGの破断面ではレジンが多く観察された。LLB-2の破断面では接着材が観察された。fLDの破断面では気泡が多く観察された。VFの破断面ではレジンが象牙細管内に入り込んでいない像が観察された。

③接着界面のSEM像について

MG群では約25 μ mの接着材が観察された。LLB-2群では5 μ mの接着材が観察された。fLD群ではレジンと象牙質の間に気泡が観察された。VF群ではレジンと象牙質の間にギャップ及び剥がれたレジンタグが観察された。

④接着界面のTEM像について

MGでは約25 μ mの接着材が観察された。LLB-2の接着材は約3 μ m、MGに比べ薄い接着材が観察された。fLDでは、接着材が観察されなかったが、レジン内に含まれた気泡が観察された。VFでは、接着材が観察されなかったが、レジンタグが象牙細管内に入り込んでいない像が観察された。

(3) 考察

fLDとVFのpHは高い、脱灰力が非常に弱いと考えられる。更に、Self-adhering ResinであるfLDとVFの低い流動性と低い接着性が関係があると考えられる。接着材がないので、fLDとVFのSEMとTEM観察像で、接着材層が観察されなかった。fLDとVFに気泡と入り込んでいない象牙細管が観察された。fLD及びVFには水は含まれていないので、SEMやTEMで観察された気泡は象牙質表面及び象牙質細管中に存在した水によるものと考えられる。

(4) 結論

本実験では、四つの材料の24時間の実験結果に大きく差が出た。2-StepシステムはStep-lessシステムに比べ、有意差が認められた。それは、2-Stepシステムには厚い接着材が存在するためだと考えられる。新規開発された光照射を必要としないStep-lessシステムであるLLB-2と市販されているfLD及びVFとの間に有意差が認められた。更に、Flowable self-adhering システムには、HEMA-Contained fLDはHEMA-Free VFに比べ、有意差が認められた。これは、fLDと比べて、VFは流動性が高いので、低い接着力になったと考えられる。

学位論文審査の要旨

主 査	教 授	佐 野 英 彦
副 査	教 授	川 浪 雅 光
副 査	特任教授	亘 理 文 夫

学 位 論 文 題 名

Study on Bond Characteristics and Adhesive Interface Using Current Dentin Adhesive Systems

(最近の象牙質接着システムの接着特性とその接着界面に関する研究)

審査は審査担当者全員の出席の下、申請者の研究内容の説明がなされ、関連事項について口頭試問が行われた。

第一部：乾燥時間と接着性の関係について

1 液性象牙質接着システムは BeautiBond (BB, 松風), EasyBond (EB, 3M) 及び G-Bond plus (GBp, GC) の三種類について検討した。168 本の健全ヒト抜去智歯を三つのグループに分け、エアブロー時間を各材料 7 種類設定し、それぞれ 8 本ずつ行った。エアブロー圧は 0.25MPa に設定し、象牙質の表面までの距離は 2cm とした。それぞれ 5 秒, 10 秒, 15 秒, 20 秒, 25 秒, 30 秒及び 35 秒エアブローした後、10 秒間光照射した。24 時間 37°C 水中保存後、微小引張り接着強さを測定した。また、試験後の破断面を走査電子顕微鏡 (SEM) で観察し、接着処理面は三つの SEM 写真を組み合わせたパノラマ写真で観察した。

接着強さについては、BB で一番高い接着強さは 15 秒群の 40.42MPa であり、この値は 5 秒群, 20 秒群及び 30 秒群に比べ有意差はなかった。EB では、一番高い接着強さは 15 秒群の 79.76MPa であり、この値は 20 秒群と 15 秒群に比べ有意差はなかった。GBp では、一番高い接着強さは 25 秒群の 47.25MPa であり、この値は 20 秒群と 25 秒群に比べ有意差はなかった。破断面の SEM 観察像については、エアブロー時間が長くなるほど、接着材層表面の気泡が減少した。接着界面の SEM 像については、BB と GBp で不均一な接着材およびその表面の小さな気泡が観察された。EB では平坦な接着材が観察され、5 秒群の接着材の上だけに気泡が観察された。

本研究から、短いエアブロー時間では、不完全な蒸散のため、水分が残った可能性があり、また長いエアブロー時間では溶媒の過剰な蒸発、酸素による重合阻害、接着材の薄層化を招いたことが考えられた。最適なエアブロー時間は材料依存적であるととも、異なる臨床条件によって影

響を受ける可能性があるため、様々な条件下で最適なエアブロー時間を検討したい。

第二部：新しく開発された Step-less システムの接着性について

32本の歯を4つのグループに分けて、8本の歯を一群として行った。MEGA BOND (MG, クラレメディカル) は本実験では対照群としている。また、光照射省略型の Light-less Bond (LLB-2, トクヤマデンタル) と、市販 Flowable self-adhering resin である fusio LIQUID DENTIN (fLD, Pentron Clinical Technologies.) と Vertise Flow (VF, Kerr) を使用した。微小引張り試験を行い、その後象牙質側破断面を SEM で観察し、接着界面を SEM と TEM で観察した。

接着強さは、それぞれ4つの材料の間で有意差があり、MG は 79MPa で最も高い値となった。破断面の観察では、MG ではレジンが多く、LLB-2 では接着材が観察され、fLD では気泡が多く、VF ではレジンが象牙細管内に入り込んでいない像が観察された。接着界面の SEM 観察では、MG 群では約 25 μ m の接着材が観察され、LLB-2 群では 5 μ m の接着材が観察され、fLD 群ではレジンと象牙質の間に気泡が観察され、VF 群ではレジンと象牙質の間にギャップ及び剥がれたレジントグが観察された。接着界面の TEM 観察では、MG では約 25 μ m の接着材が観察され、LLB-2 の接着材は約 3 μ m、fLD では接着材が観察されなかったが、レジン内に含まれた気泡が観察された。VF でも接着材が観察されなかったが、レジントグが象牙細管に入り込んでいない像が観察された。

fLD と VF の pH は高く、脱灰力が非常に弱いと考えられる。また接着材を使用しないため、接着材層が観察されなかった。そして気泡とレジンが入り込んでいない象牙細管が観察された。

2-step は Step-less に比べ、接着強さに有意差が認められた。さらに新規開発された光照射を必要としない Step-less システムである LLB-2 と、市販されている fLD 及び VF との間に有意差が認められた。更に、fLD は VF に比べ有意差が認められた。fLD と VF の違いは、HEMA の有無に違いがある。

各審査委員が行った主な質問は、以下の通りである。

- | | |
|---|-----------------------|
| 1) エアブロー圧の条件設定についての考察 | 5) 本実験における破壊界面の分類について |
| 2) 本実験の臨床的意義について | 6) 英語題名の表記について |
| 3) 接着強さに影響を与える临床上の諸条件について | 7) 粘度の評価及び数値化について |
| | 8) グラフの表記の方法について |
| 4) Light-less Bond と Self-adhering Resin のメカニズムとその相違についての説明 | 9) 表と図の説明について |
| | 10) 今後の研究の展望について |

これらの質問に対して、論文申請者から明快な回答ならびに説明が得られ、さらに今後の研究の発展性についても明確な方向性を持っていると判定した。審査委員は全員、本研究が学位論文として十分に値し、申請者が博士（歯学）の学位を授与される資格を有するものと認めた。