

フッ化物含有 PTC ペーストの応用がセルフエッチ アドヒーシブの象牙質接着性に及ぼす影響

日本大学歯学部歯科保存学第 I 講座

研究講座員 山田 健太郎

(指導：宮崎 真至 教授，陸田 明智 助教)

概 要

コンポジットレジンの歯質接着システムとして、臨床操作ステップを1回としたシングルステップセルフエッチアドヒーシブ（以後、セルフエッチアドヒーシブ）の臨床使用頻度が増加している。このセルフエッチアドヒーシブは、操作ステップ数が省略されたことに加えて実験室環境においても優れた接着性を示すとともに、臨床的にも良好な予後が報告されている。

一方、修復の対象となる象牙質は、歯根面が露出して根面齶蝕を発症する危険性が高くなる。そこで、歯質の耐酸性を向上させるとともに再石灰化が期待できるフッ化物を含有したペーストを用いたセルフケアあるいは Professional Tooth Cleaning（以後、PTC）が行われている。しかし、象牙質へのフッ化物含有ペーストを用いた PTC が、セルフエッチアドヒーシブとの接着性に及ぼす影響の詳細については不明である。

そこで著者は、フッ化物含有 PTC ペーストを用いた象牙質面の PTC を行い、これがセルフエッチアドヒーシブの象牙質接着性に及ぼす影響について、剪断接着強さ試験および試験後の破壊形式の観察を行うとともに、走査電子顕微鏡（以後、SEM）観察を行うことによって検討した。

供試したセルフエッチアドヒーシブは、BeautiBond（以後、BB、松風）、Bond Force（以後、BF、トクヤマデンタル）および G-Bond Plus（以後、GB、ジーシー）の3製品であり、対照としてエッチアンドリンスシステムの Single Bond Plus（以後、SB、3M ESPE, USA）を用いた。

接着試験には、ウシ（2～3 歳齢）の下顎前歯の歯冠部を常温重合レジン（トレーレ

ジン、松風) に包埋し、直径 6~8 mm 程度の平坦な象牙質面が得られるようにモデル トリマー (TC 251, アロー電子) を用いて唇側中央部を研削し、耐水性シリコンカー バイドペーパーの #600 まで研削して被着象牙質面とした。

PTC ペーストとしては、フッ化物を含有するメルサージュクリアジェル (以後、PF, 松風) およびフッ化物を含有していないプレサージュ (以後、PN, 松風) を用いた。

PTC は、ティースブラシ (メルサージュブラシ, 松風) を用いて 30 秒間研磨後、10 分間経過してからスリーウェイシリンジを用いて水洗する群 (以後、直後群) および PTC を 1 日 2 回、7 日間繰り返した群 (以後、7 日群) の 2 条件とし、PTC を行わない ものを Control とした。なお、7 日群においては、毎回の PTC 後の試片は 37°C 精製水 中に保管した。

被着象牙質面には、被着面積を一定とするために直径 4 mm の穴の開いた両面テー プを貼付し、各製造者指示条件に従ってアドヒーシブを塗布、照射した。次いで、内 径 4 mm、高さ 2 mm の円筒形ビニル型を置き、アドヒーシブと同一製造者のレジンペ ーストを填塞、ポリエチレンストリップス (エピテックス, ジーシー) を介して照射を 行い、これを接着試片とした。これらの接着試片は、照射後ただちに 37°C 精製水中に 24 時間保管した後、万能試験機 (Type 5500R, Instron) を用い、クロスヘッドスピード 毎分 1.0 mm の条件で剪断接着強さを測定した。また、接着強さ測定後の破壊試片につ いては、被着歯面における残留物の多寡によって破断形式を分類、評価した。さらに、 接着試験後の破断面、アドヒーシブと象牙質の接着界面およびアドヒーシブの処理面 について、通法に従って SEM 観察を行い考察資料とした。

その結果、PF を用いた PTC が、象牙質接着強さに及ぼす影響は、Control と直後群を比較すると、その接着強さはいずれのセルフエッチアドヒーシブにおいても PTC を行うことで有意に低下したが、SB では有意差は認められなかった。一方、7日群においては、その接着強さは供試したいずれの製品においても有意に低下した。接着試験後の破壊形式は、Control と比較してSB の直後群以外のいずれの条件においても界面破壊が増加した。PN を用いた PTC が、象牙質接着強さに及ぼす影響では、PF を用いた場合とほぼ同様の傾向を示したが、7日群における接着強さの低下は、とくに GB および SB においては直後群との間にも有意差が認められた。本実験に用いたセルフエッチアドヒーシブは、マイルドタイプに分類されているものであり、その脱灰深さは表層から 0.1 μm 程度である。これに対して SB では、前処理としてリン酸が用いられているために象牙質の脱灰深さは 10 μm 以上に及ぶものである。したがって、SBの直後群においては、リン酸エッチングによってフッ化物の影響を受けた象牙質層が除去されたことによって、接着強さに影響を及ぼさなかったものと考えられた。

PTC を 7日間行った歯面における接着強さの結果からは、リン酸エッチングを行うシステムである SB においても接着強さが低下するとともに、PN を用いた場合でも同様に低下したことから、フッ化物の残留以外の因子も関与している可能性が考えられた。すなわち、ペーストに含有されている成分であるグリセリン、増粘材あるいは研磨粒子などが象牙細管内に残留することによって歯質の脱灰が阻害されたことが考えられる。このことは、接着試験の試片の破壊形式の観察から、いずれの製品においても界面破壊例がその大勢を占める傾向を示したことから裏付けられる。また、直

後群における破断面の SEM 像では、接着界面における破壊と判定された試片でも、一部に歯質やレジン成分の残留が観察されたが、7日群においては残留物は観察されなかった。処理面の SEM では、いずれのセルフエッチアドヒーシブにおいても 7日群ではほとんど脱灰が認められなかった。さらに、接着界面の SEM 像からは明瞭な移行層が観察されなかったことから、PTC ペーストを頻回使用することで、その成分が象牙質に残留し、これが象牙質の脱灰を阻害するとともにレジンモノマー成分の浸透を阻んでいるものと考えられた。

本実験の結果から、PTC を繰り返して行うことによって、コンポジットレジンの接着性は低下することが判明した。とくにこの傾向は、エッチアンドリンシステムと比較してセルフエッチアドヒーシブで顕著であったところから、臨床において安定した接着性を得るためには、被着対象となる歯質の状態を把握することが重要であるとともに、歯質の状態に合ったシステムを選択するなどの配慮が必要であることが示唆された。

緒 言

コンポジットレジンの歯質接着システムは、臨床操作ステップを1回としたシングルステップセルフエッチアドヒーシブ^{1,2)} (以後、セルフエッチアドヒーシブ) の臨床使用頻度が増加している。このセルフエッチアドヒーシブは、操作が省略されたことに加えて実験室環境においても優れた接着性を示すとともに、臨床的にも良好な予後が報告されている³⁻⁶⁾。

一方、Minimal Intervention⁷⁾ の概念が普及し、歯質保存的処置が臨床に広まることによって、口腔内に存在する歯数は増加することが予想される。これに伴って、歯根面が露出する頻度も増加するが、象牙質の臨界 pH はエナメル質のそれに比較して高いため、根面齲蝕を発症する危険性も高くなる⁸⁾。そこで、歯質の耐酸性を向上させるとともに再石灰化が期待できるフッ化物を含有したペーストを用いたセルフケアあるいは Professional Tooth Cleaning (以後、PTC) が行われている^{9,10)}。とくに、露出歯根面へのフッ化物の応用は、象牙質の脱灰を抑制し、再石灰化を促進するものと期待されている¹¹⁻¹³⁾。一方、露出根面に齲蝕が生じた場合には修復処置が必要となり、コンポジットレジンなどを用いて修復がされることになる。しかし、象牙質へのフッ化物含有ペーストを用いた PTC が、とくにセルフエッチアドヒーシブの象牙質接着性に及ぼす影響の詳細については不明である。

そこで著者は、フッ化物含有 PTC ペーストを用いて象牙質面の PTC を行い、これがセルフエッチアドヒーシブの象牙質接着性に及ぼす影響について、剪断接着強さ試験および試験後の破壊形式の観察を行うとともに、走査電子顕微鏡 (以後、SEM) 観察

を行うことによって検討した。

材料および方法

1. 接着システムおよび可視光線照射器

供試したセルフエッチアドヒーシブは、BeautiBond（以後、BB、松風）、Bond Force（以後、BF、トクヤマデンタル）およびG-Bond Plus（以後、GB、ジーシー）の3製品であり、対照としてエッチアンドリンスシステムのSingle Bond Plus（以後、SB、3M ESPE, USA）を用いた（Table 1）。

可視光線照射器としては Optilux 501（sds Kerr, USA）を、その光強度が Curing Radiometer（Model 100, Demetron, USA）を基準器として 600 mW/cm^2 以上であることを確認して使用した。

2. 被着歯面の調整

接着試験には、ウシ（2～3 歳齢）の下顎前歯の歯冠部を常温重合レジン（トレーレジン、松風）に包埋し、直径 6～8 mm 程度の平坦な象牙質面が得られるようにモデルトリマー（TC 251、アロー電子）を用いて唇側中央部を研削した。この面を、耐水性シリコンカーバイドペーパーの #600 まで研削し、超音波洗浄を 5 分間行い、これを被着象牙質面とした。

3. ペーストの処理条件

PTC ペーストとしては、フッ化物を 950 ppm 含有するメルサーージュクリアジェル（以後、PF、松風）およびフッ化物を含有していないプレサーージュ（以後、PN、松風）を

用いた (Table 2)。

PTC はマイクロモーターの回転数を無荷重の状態では 1,000 rpm として荷重 0.25 N の条件で行った。PTC ペーストの 50 mg を歯面に採取し、ティースブラシ (メルサーージュブラシ, 松風) を用いて 30 秒間研磨後、10 分間経過してからスリーウェイシリンジを用いて水洗する群 (以後、直後群) および PTC を 1 日 2 回、7 日間繰り返した群 (以後、7 日群) の 2 条件とし、PTC を行わないものを Control とした。なお、7 日群においては、毎回の PTC 後の試片は 37°C 精製水中に保管した。

4. 接着試験用試片の製作

被着象牙質面には、被着面積を一定とするために直径 4 mm の穴の開いた両面テープを貼付し、各製造者指示条件に従ってアドヒーズブを塗布、照射した。次いで、内径 4 mm、高さ 2 mm の円筒形ビニル型を置き、アドヒーズブと同一製造者のレジンペースト (Table 1) を填塞、ポリエチレンストリップス (エピテックス, ジーシー) を介して照射を行い、これを接着試片とした。これらの接着試片は、照射後ただちに 37°C 精製水中に 24 時間保管した。

なお、接着試片の数は各条件につき 10 個とし、その製作は $23 \pm 1^\circ\text{C}$ 、相対湿度 $50 \pm 5\%$ の恒温恒湿室で赤色ランプ照明下に行った。

5. 接着強さの測定

所定の保管時間が経過した後、万能試験機 (Type 5500R, Instron, USA) を用い、クロスヘッドスピード毎分 1.0 mm の条件で剪断接着強さを測定し、その平均値を各条件における接着強さとして評価した。

接着強さ測定後の破断試片については、その破壊形式を知るために、実体顕微鏡 (J-56005, 東京金属) を用いて 10 倍の倍率で歯質側破断面を観察した。破壊形式の判定は、被着歯面における残留物の多寡によって、界面破壊、歯質あるいはレジンの凝集破壊として分類、評価した。

得られた接着強さの測定値から平均値および標準偏差を求め、分散分析および Tukey HSD test を用いて、有意水準 5% の条件で統計学的検定を行った。

6. SEM 観察

レジンと歯質との接着界面の観察では、接着試片と同様に製作した試片を 24 時間水中保管した後、エポキシ樹脂 (Epon 520, 日新 EM) に包埋した。次いで、硬組織精密低速切断器 (Buehler, USA) を用いて注水下で縦断し、この面をダイヤモンドペースト (DP-Paste P, 丸本ストルアス) の 1.0 μm まで順次鏡面研磨して観察面とした。これらの試片は、通法に従って *tert*-ブタノール濃度上昇系列に順次浸漬した後、臨界点乾燥 (Model ID-3, エリオニクス) し、加速電圧 1.0 kV, イオン密粒度 1.2 mA/cm^2 の条件でアルゴンイオンエッチング (EIS-200ER, エリオニクス) を 30 秒間行った。次いで、イオンコーター (Quick Coater Type SC-201, サンヨー電子) で金蒸着を施し、FE-SEM (ERA-8800FE, エリオニクス) を用いて加速電圧 10 kV, 倍率 10,000 倍の条件で SEM 観察を行った。

アドヒーズ処理面の観察では、接着試片の製作と同様に調整した被着象牙質面に製造者指示条件でアドヒーズを塗布、歯面処理した後、照射することなくその面をアセトンおよび精製水で洗浄したものについて、接着界面観察試片と同様に調整して

SEM 観察を行った。

成 績

1. 接着強さ

PF を用いた PTC が、象牙質接着強さに及ぼす影響の成績を Table 3 に示した。BB では 10.8~15.2 MPa, BF では 11.8~15.7 MPa, GB では 9.1~12.9 MPa であり, SB では 8.3~19.5 MPa の接着強さを示した。Control と直後群の接着強さを比較すると, その接着強さはいずれのセルフエッチアドヒーシブにおいても PTC を行うことで有意に低下したが, SB では有意差は認められなかった。一方, 7日群においては, その接着強さは供試したいずれの製品においても有意に低下した。接着試験後の破壊形式は, Control と比較して SB の直後群以外のいずれの条件においても界面破壊が増加した。

PN を用いた PTC が、象牙質接着強さに及ぼす影響の成績を Table 4 に示した。BB では 7.7~15.2 MPa, BF では 6.8~15.7 MPa, GB では 5.7~12.9 MPa であり, SB では 10.0~19.5 MPa の接着強さを示した。Control と直後群の接着強さを比較すると, その接着強さはいずれのセルフエッチアドヒーシブにおいても有意に低下したが, SB では有意差は認められなかった。また, 7日群においては, その接着強さは供試したいずれの製品においても有意に低下し, とくに GB および SB においては, 直後群と比較してもその接着強さが有意に低下した。接着試験後の破壊形式は, Control と比較して直後群および 7日群ともに, いずれの製品においても界面破壊が増加した。

2. SEM 観察

供試したセルフエッチアドヒーシブの接着試験後の破壊形式の代表例として、PF を用いた場合の BF および SB の SEM 像を Fig. 1 に示した。BF では、Control と比較して直後群で界面での破壊と判断したのもでも、一部に歯質やレジン成分の残留が観察された。一方、7日群では、BF および SB とともに残留物は観察されなかった。

供試したセルフエッチアドヒーシブのレジンと象牙質との接着界面の代表例として、PF を用いた場合の BF および SB の SEM 像を Fig. 2 に示した。いずれの条件においても、BF および SB とともにギャップの形成は認められず、良好な接着界面の形成が観察された。直後群においては、BF ではアドヒーシブから象牙質への $0.1\sim 0.3\ \mu\text{m}$ および SB では $2\sim 3\ \mu\text{m}$ の移行層が観察された。一方、7日群においては、BF では移行層は明瞭には観察できず、SB では約 $1\ \mu\text{m}$ と直後群と比較してその幅が狭くなる傾向を示した。

アドヒーシブ処理面の代表例として、PF を用いた場合の BF および SB の SEM 像を Fig. 3 に示した。BF では、Control と比較して直後群においては象牙細管の開口は減少し、脱灰程度は浅くやや不明瞭となる傾向が認められた。また、SB においても同様に、脱灰の程度はやや不明瞭となる傾向を示した。一方、7日群においては、BF ではほとんどの象牙細管がスミヤー層に覆われ、SB においても象牙細管は開口しているものの、管周および管間象牙質の脱灰程度も Control と比較して低くなった。

考 察

口腔の健康に関する意識の向上とともに、高齢者においても保有歯数が増加してい

る。その一方で、歯根面が露出する頻度も高くなり、清掃が困難であるこの部に生じる齲蝕が増加することが懸念されている⁸⁾。そこで、根面齲蝕の発症ならびに進行を抑制するためのフッ化物を用いたセルフケアあるいはプロフェッショナルケアが行われている^{9, 10)}。しかし、これらフッ化物含有ペーストの使用が、コンポジットレジン
の歯質接着性に及ぼす影響については不明な点が多く、とくに臨床使用頻度が増加しているセルフエッチアドヒーズの接着性を検討する必要がある。そこで著者は、フッ化物を含有するペーストを用いた PTC が、セルフエッチアドヒーズの象牙質接着性に及ぼす影響について検討した。

接着試片の製作に先立って行う被着歯面への PTC の条件としては、PTC ペーストとティースブラシを用いて試片を 30 秒間研磨し、10 分間経過した後に水洗したものを直後群とした。さらに、これが過度に行われた条件を設定して、PTC ペーストとティースブラシを用いた研磨を 1 日 2 回、7 日間繰り返したものを 7 日群とした。その結果、PTC ペーストとして PF を用いた象牙質面に対するセルフエッチアドヒーズの接着強さは、Control と直後群で比較するといずれの製品においても有意に低下したが、リン酸を用いて歯面処理を行うエッチアンドリンスシステムの SB においては接着強さに有意差は認められなかった。一方、7 日群においては、その接着強さは SB を含めた全ての製品において有意に低下した。

本実験に供試した PTC ペーストである PF は、フッ化ナトリウムが薬事法における承認基準の上限値である 1,000 ppm に近いペーストである¹⁴⁾。フッ化ナトリウムは、エナメル質においては歯質の表層に高い耐酸性を付与することによって齲蝕予防効果

を發揮するとされている¹⁵⁾。一方、象牙質へのフッ化物塗布による濃度変化に関しては、表層から 15 μm 付近でフッ化物濃度は 1/2~1/3 と低下し、さらに表層から 26 μm 以上深部になるとフッ化物の影響はほとんど認められないとされている¹⁶⁾。本実験で用いた接着システムのいずれもが、酸を用いて象牙質表層を脱灰させて無機質が粗くなった象牙質にレジンモノマーが浸透し、硬化することによって接着系を形成するとされ¹⁷⁻¹⁹⁾、その脱灰深さは用いられる酸の種類によって異なると考えられている²⁰⁾。本実験に用いたセルフエッチアドヒーシブは、マイルドタイプに分類されているものであり²¹⁾、その脱灰深さは表層から 0.1 μm 程度である^{22,23)}。これに対して、SB では前処理としてリン酸が用いられており、その脱灰深さは 10 μm 以上に及ぶ²⁴⁾。したがって、SB の直後群においてはリン酸エッチングによってフッ化物の影響を受けた象牙質層が除去されたことによって、接着強さに影響を及ぼさなかったものと考えられた。

PTC を 7日間行った歯面における接着強さの結果からは、PTCペーストとして PF を用いた場合では、Control と比較するとその接着強さはいずれの製品においても有意に低下した。また、リン酸エッチングを行うシステムである SB においても接着強さが低下するとともに、PN を用いた場合でも同様に低下したことから、フッ化物の残留以外の因子の関与も疑われた。すなわち、ペーストに含有されている成分であるグリセリン、増粘材あるいは研磨粒子 (Table 2) などが象牙細管内に残留することによって歯質の脱灰が阻害された可能性がある。これは、接着試験の試片の破壊形式の観察から、いずれの製品においても界面破壊例がその大勢を占める傾向を示したことから裏付けられる。また、直後群における破断面の SEM 像からは、接着界面における

破壊と判定された試片でも一部に歯質やレジン成分の残留が観察されたが、7日群においては残留物は観察されなかった。処理面の SEM 像からは、いずれのセルフエッチアドヒーシブにおいても 7日群ではほとんど脱灰が認められなかった。さらに、接着界面のSEM 像からは明瞭な移行層が観察されなかったことから、PTC ペーストを頻回使用することで、その成分が象牙質に残留し、これが象牙質の脱灰およびレジンモノマー成分の浸透を阻害したものと考えられた。

本実験の結果から、PTC を繰り返して行うことによって、コンポジットレジンの接着性は低下することが判明した。とくにこの傾向は、エッチアンドリンスシステムに比較してセルフエッチアドヒーシブで顕著であったところから、臨床において安定した接着性を得るためには、被着対象となる歯質の状態を把握することが重要であるとともに、歯質の状態に合ったシステムを選択するなどの配慮が必要であることが示唆された。

結 論

口腔内においてフッ化物含有ペーストが応用された象牙質面を想定して、そのフッ化物含有ペーストがセルフエッチアドヒーシブの象牙質接着性に及ぼす影響について、剪断接着強さ試験および試験後の破壊形式を検討し、以下の結論を得た。

1. 象牙質面を 30 秒間研磨後、10 分間経過した後に水洗する直後群では、フッ化物含有ペーストおよびフッ化物非含有ペーストともに、Control と比較していずれのセルフエッチアドヒーシブにおいても接着強さは有意に低下した。
2. 象牙質面の処理を 1 日 2 回、7 日間繰り返した群では、フッ化物含有ペーストおよびフッ化物非含有ペーストともに、Control と比較していずれの接着システムにおいてもその接着強さは有意に低下した。
3. 接着試験後の破壊形式は、フッ化物含有ペーストおよびフッ化物非含有ペーストともに、Control と比較して直後群および 7 日群ともに、いずれのセルフエッチアドヒーシブにおいても界面破壊が増加した。

文 献

- 1) Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt KL, Lambrechts P, Vanherle G. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: Current status and future challenges. *Oper Dent* 2003; 28: 215-235.
- 2) Van Landuyt KL, Mine A, De Munck J, Jaecques S, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Are one-step adhesives easier to use and better performing? Multifactorial assessment of contemporary one-step self-etching adhesives. *J Adhes Dent* 2009; 11: 175-190.
- 3) Kurokawa H, Miyazaki M, Takamizawa T, Rikuta A, Tsubota K, Uekusa S. One-year clinical evaluation of five single-step self-etch adhesive systems in non-carious cervical lesions. *Dent Mater J* 2007; 26: 14-20.
- 4) Ritter AV, Heymann HO, Swift EJ Jr, Sturdevant JR, Wilder AD Jr. Clinical evaluation of an all-in-one adhesive in non-carious cervical lesions with different degrees of dentin sclerosis. *Oper Dent* 2008; 33: 370-378.
- 5) Kubo S, Yokota H, Hayashi Y. Two-year clinical evaluation of one-step self-etch systems in noncarious cervical lesions. *J Dent* 2009; 37: 149-155.
- 6) Van Dijiken JWV, Pallesen U. Four-year clinical evaluation of Class II nano-hybrid resin composite restorations bonded with a one-step self-etch and a two-step etch-and-rinse adhesive. *J Dent* 2011; 39: 16-25.
- 7) Tays MJ, Anusavice KJ, Frencken JE, Mount GJ. Minimal intervention dentistry-a review.

- FDI Commission Project 1-97. *Int Dent J* 2000; 50: 1-12.
- 8) Imazato S, Ikebe K, Nokubi T, Ebisu S, Walls AWG. Prevalence of root caries in a selected population of older adults in Japan. *J Oral Rehabil* 2006; 33: 137-143.
 - 9) Axelsson P, Nystrom B, Lindhe J. The long-term effect of a plaque control program on tooth mortality, caries and periodontal disease in adults. Results after 30 years of maintenance. *J Clin Periodontol* 2004; 31: 749-757.
 - 10) 宮崎真至. PMTC 進化論ー進化する歯科医院の作り方と PMTCー. *小児歯科臨床* 2009; 14: 12-20.
 - 11) Wallace MC, Retief DH, Bradley EL. The 48-month increment of root caries in an urban population of older adults participating in a preventive dental program. *J Public Health Dent* 1993; 53: 133-137.
 - 12) Inaba D, Kawasaki K, Iijima Y, Taguchi N, Hayashida H, Yoshikawa T, Furugen R, Fukumoto E, Nishiyama T, Tanaka K, Takagi O. Enamel fluoride uptake from mouthrinse solutions with different NaF concentrations. *Community Dent Oral Epidemiol* 2002; 30: 248-253.
 - 13) Petersson LG, Hakestam U, Baigi A, Lynch E. Remineralization of primary root caries lesions using an amine fluoride rinse and dentifrice twice a day. *Am J Dent* 2007; 20: 93-96.
 - 14) NPO 法人 日本むし歯予防フッ素推進会議 編. 日本におけるフッ化物製剤ーフッ化物応用の過去・現在・未来ー. 8 版. 口腔保健協会：東京；2010. 4-10.

- 15) 山岸 敦, 加藤一夫, 中垣晴男. 950 ppmF フッ化ナトリウムおよびモノフルオロリン酸ナトリウムのエナメル質耐酸性に及ぼす影響. 口腔衛生会誌 2007; 57: 13-21.
- 16) 稲葉大輔. *in vitro* における根面初期齲蝕の再石灰化とフッ素取り込みにおよぼす各種フッ化物の効果に関する研究. 口腔衛生会誌 1992; 42: 66-78.
- 17) Miyazaki M, Sato H, Onose H, Moore BK, Platt JA. Analysis of the enamel/ adhesive resin interface with laser Raman microscopy. *Oper Dent* 2003; 28: 136-142.
- 18) Hashimoto M, Ohno H, Yoshida E, Hori M, Sano H, Kaga M, Oguchi H. Resin-enamel bonds made with self-etching primers on ground enamel. *Eur J Oral Sci* 2003; 111: 447-453.
- 19) D'Alpino PH, Pereira JC, Svizero NR, Rueggeberg FA, Carvalho RM, Pashley DH. A new technique for assessing hybrid layer interfacial micromorphology and integrity. *J Adhes Dent* 2006; 8: 279-284.
- 20) Perdigão J, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Tomè AR, Vanherle G, Lopes AB. Morphological field emission-SEM study of the effect of six phosphoric acid etching agents on human dentin. *Dent Mater* 1996; 12: 262-271.
- 21) Miyazaki M, Tsubota K, Takamizawa T, Kurokawa H, Rikuta A, Ando S. Factors affecting the *in vitro* performance of dentin-bonding systems. *Jpn Dent Sci Rev* 2012; 48: 53-60.
- 22) Van Meerbeek B, Van Landuyt KL, De Munck J, Hashimoto M, Peumans M, Lambrechts P, Yoshida Y, Inoue S, Suzuki K. Technique-sensitivity of contemporary adhesives. *Dent*

Mater J 2005; 24: 1-13.

- 23) Koshiro K, Sidhu SK, Ionue S, Ikeda T, Sano H. New concept of resin-dentin interfacial adhesive: the nanointerraction zone. J Biomed Mater Res B Appl Biomater 2006; 77: 401-408.
- 24) Perdigão J, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Braem M, Yildiz E, Yücel T. The interaction of adhesive systems with human dentin. Am J Dent 1996; 9: 167-173.

表および図

Table 1 Materials tested in this study

Code	Adhesive system (Lot No.)	Main components	Resin composite (Lot No.)	Manufacturer
BB	BeautiBond (110813)	4-MET, 6-MHPAc, bis-GMA, TEGDMA, acetone, water	Beautifil II (081010)	Shofu
BF	Bond Force (084)	phosphoric acid monomer, bis-GMA, HEMA, TEGDMA, isopropanol, water, camphorquinone, dibutyl hydroxy toluene	Estelite Σ Quick (J022)	Tokuyama Dental
GB	G-Bond Plus (1003081)	4-MET, UDMA, TEGDMA, phosphoric acid monomer, acetone, water, initiator, colloidal silica	Solare (0805192)	GC
SB	Etchant (9NM)	Etchant: 35% phosphoric acid, fumed silica, water soluble surfactant	Filtek Supreme Ultra (110813)	3M ESPE
	Single Bond Plus (9UM)	Adhesive: bis-GMA, HEMA, dimethacrylates, ethanol, water, initiator, copolymer, silica nanofiller		

4-MET: 4-methacryloyloxyethyl trimellitate, 6-MHPAc: 6-methacryloyloxyhexyl phosphonoacetate, bis-GMA: 2,2-bis[4-(2-hydroxy-3-methacryloyloxypropoxy)phenyl]propane, TEGDMA: triethyleneglycol dimethacrylate, HEMA: 2-hydroxyethyl methacrylate, UDMA: urethane dimethacrylate.

Table 2 Basic ingredients of PTC pastes used

Code	PTC paste (Lot No.)	Main components	Manufacturer
PF	Merssage Cleargel (S001)	sodium fluoride, isopropyl methyl phenol, cetylpyridinium chloride, sorbitol solution, concentrated glycerin, silicic anhydride, xylitol, ethanol, sodium carboxymethylcellulose	Shofu
PN	Pressage (0811151)	pumice, carboxymethylcellulose, glycerin, paraben	Shofu

Table 3 Influence of fluoride paste on shear bond strength to bovine dentin (PF)

Code	Control	Immediate	7-day
BB	15.2 (1.6) ^a [0/2/8]	11.7 (2.1) ^b [0/0/10]	10.8 (2.8) ^b [0/0/10]
BF	15.7 (2.1) ^c [0/4/6]	12.0 (2.9) ^d [0/0/10]	11.8 (2.7) ^d [0/1/9]
GB	12.9 (2.5) ^e [2/0/8]	10.2 (1.6) ^f [0/0/10]	9.1 (2.8) ^f [0/0/10]
SB	19.5 (2.2) ^g [0/6/4]	18.1 (1.6) ^g [0/5/5]	8.3 (3.0) ^h [0/0/10]

n= 10, unit: MPa, (): standard deviations.

Values with the same superscript letter are not significantly different ($p > 0.05$).

[]: failure mode [cohesive failure in resin or adhesive / cohesive failure in dentin / adhesive failure]

Table 4 Influence of prophylactic paste on shear bond strength to bovine dentin (PN)

Code	Control	Immediate	7-day
BB	15.2 (1.6) ^a [0/2/8]	8.4 (0.9) ^b [0/0/10]	7.7 (2.3) ^b [0/0/10]
BF	15.7 (2.1) ^c [0/4/6]	8.3 (1.0) ^d [0/0/10]	6.8 (1.3) ^d [0/0/10]
GB	12.9 (2.5) ^e [2/0/8]	9.1 (1.3) ^f [0/0/10]	5.7 (1.9) ^g [0/0/10]
SB	19.5 (2.2) ^h [0/6/4]	17.1 (3.7) ^h [1/0/9]	10.0 (3.3) ⁱ [0/0/10]

n= 10, unit: MPa, (): standard deviations.

Values with the same superscript letter are not significantly different ($p > 0.05$).

[]: failure mode [cohesive failure in resin or adhesive / cohesive failure in dentin / adhesive failure]

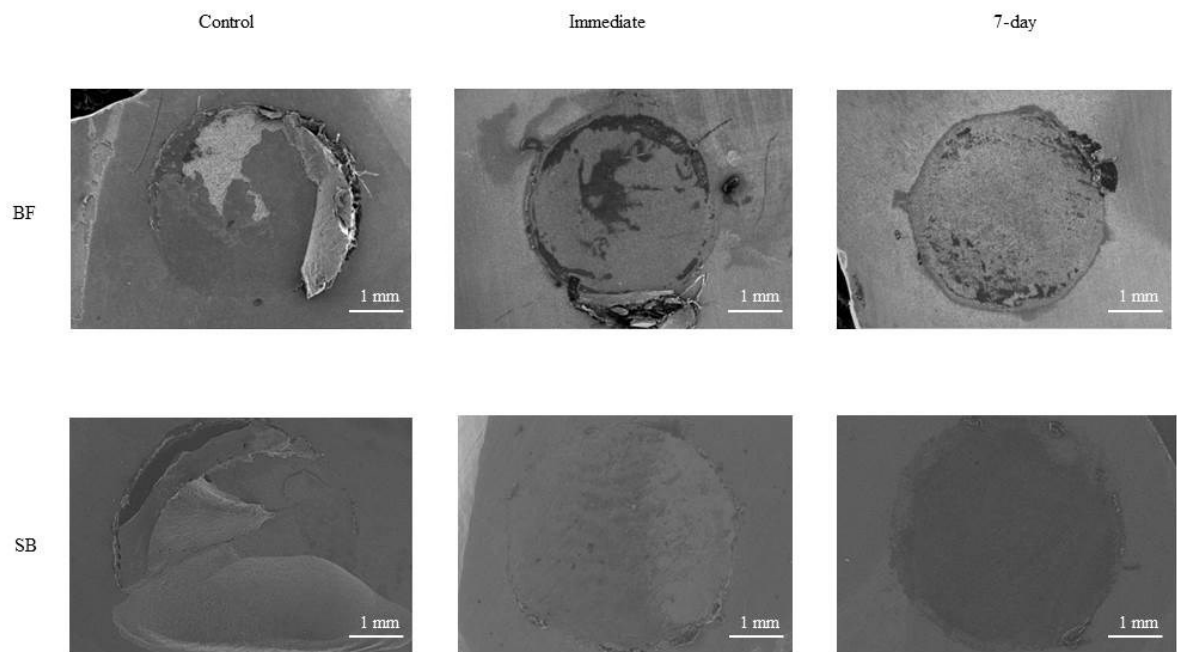


Fig.1 SEM images of fracture surface treated with fluoride paste (PF).

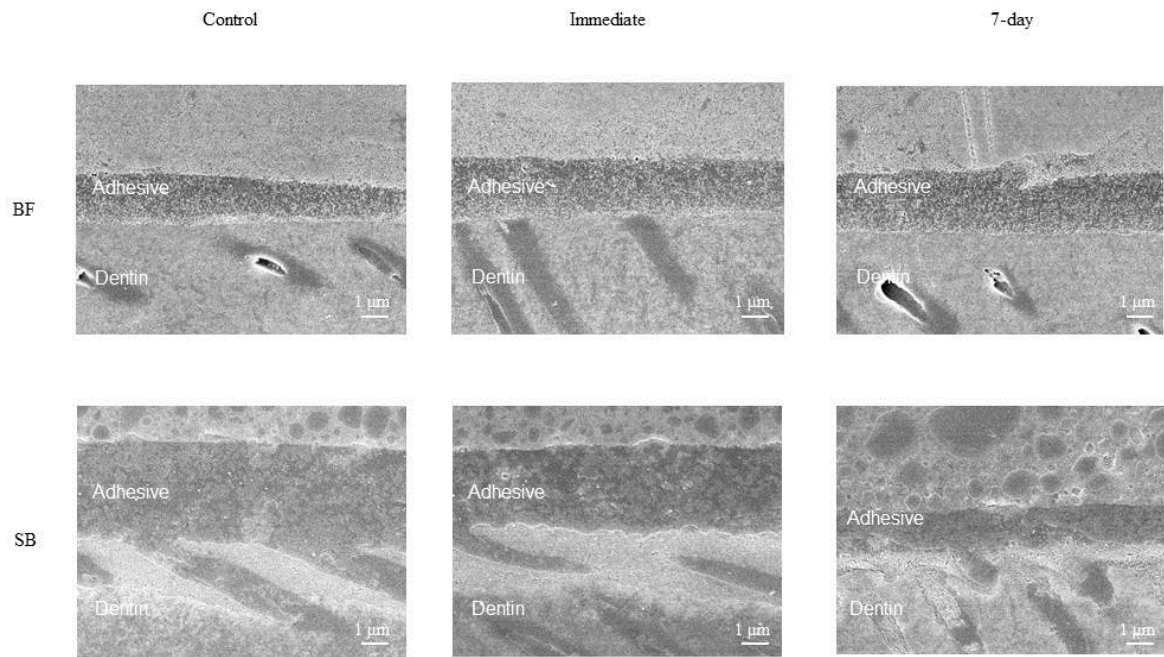


Fig 2 SEM images of resin-dentin interface treated with fluoride paste (PF).

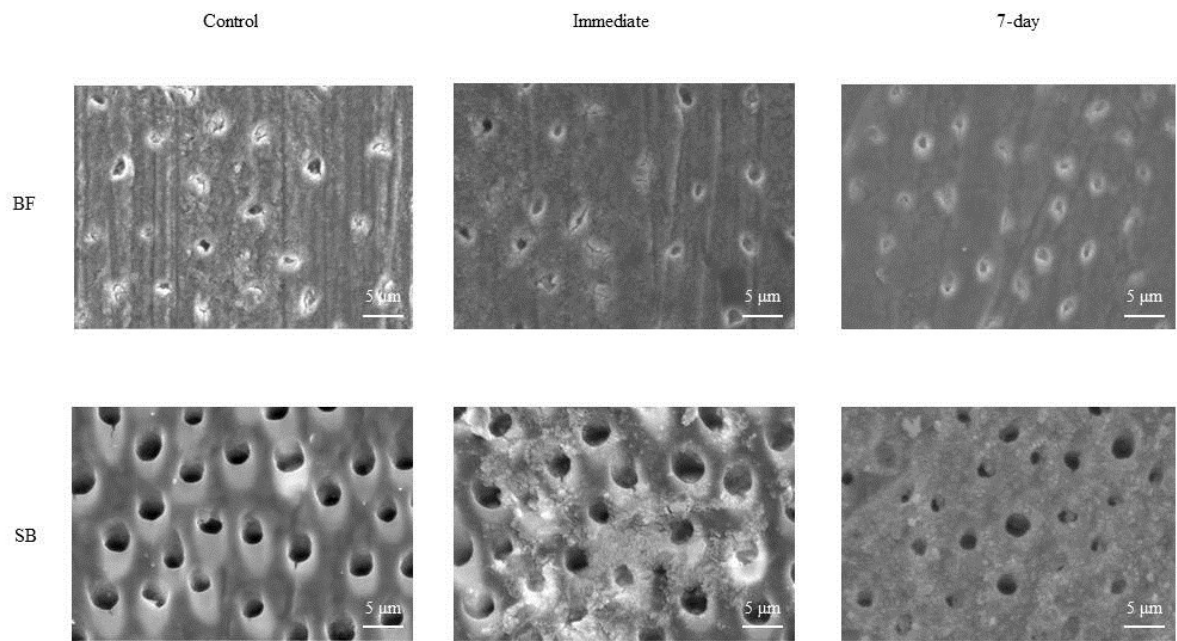


Fig.3 SEM images of dentin surface treated with fluoride paste (PF).