

光照射の有無がデュアルキュア型暫間修復用レジンの
機械的性質および硬化挙動に及ぼす影響

日本大学大学院歯学研究科歯学専攻

柴崎 翔

(指導：宮崎 真至 教授, 高見澤 俊樹 准教授)

概 要

歯冠修復において、最終修復物が装着されるまでに行われる暫間修復処置は、症例によってはその期間が長期にわたることもある。したがって、暫間修復材には口腔内で安定して機能するための機械的強度および耐久性が求められる。このような臨床的背景から、bis-acryl 系あるいはウレタン系多官能性モノマーを用いるとともに無機質フィラーを含有させることで機械的性質を向上させた暫間修復用レジンが開発され、臨床応用が進められている。また、臨床的な操作性を向上させることを目的としてデュアルキュアを採用した暫間修復用レジン（以後、DCPR）も市販されている。

一般に、デュアルキュアを採用しているレジン系材料は、化学重合のみで重合硬化させた条件では、デュアルキュアさせた条件と比較して機械的強度が低下することが報告されているものの、DCPR に関する詳細については不明な点が多い。そこで本論文の著者は、DCPR への光線照射の有無が機械的性質および硬化挙動に及ぼす影響について、曲げ強さ試験および超音波測定を行うことによって検討を行った。さらに、無機質フィラー含有量および熱膨張係数を測定するとともに、フィラー像の走査電子顕微鏡（以後、SEM）観察を行った。

供試した DCPR は、Integrity Multi Cure (IG, Denstply Caulk) , Luxatemp Automix Solar (LX, DMG Chemisch-Pharmazeutische Fabrik GmbH) および Tempsmart (TS, ジーシー) の 3 製品である。また、化学重合型暫間修復用レジンの Protemp Plus (PP, 3M ESPE) および PMMA 系レジンの UniFast III (UF, ジーシー) を用いた。

無機質フィラー含有量および熱膨張係数は、それぞれ熱重量測定装置 (TG/DTA 6300,

セイコーインスツル) および熱機械分析装置 (TMA/SS 6300, セイコーインスツル) を用いて測定した。無機質フィラー含有量の測定は, 25~800°Cまで昇温速度 10°C/min の条件で加熱した後のレジンペースト残存重量と熱負荷前の重量とから減量 (wt%) を求め, 無機質フィラー含有量 (wt%) を算出した。熱膨張係数の測定は, 円柱状に硬化させた試片に対して昇温速度 2°Cの条件で室温から 100°Cまで加熱した際の, 30~80°C間の熱膨張係数を測定した。曲げ試験は, ISO 4049 Polymer-based restorative materials に準じて行った。各条件で製作した試片を, 万能試験機 (Type 5500R, Instron) を用いて支点間距離 20.0 mm, クロスヘッドスピード 1.0 mm/min の条件で曲げ強さを測定するとともに, 応力-ひずみ曲線から弾性率およびレジリエンスを, 試験機に付属するソフトウェア (Bluehill 2 Ver. 2.5, Instron) を用いて算出した。

超音波測定は, パルサーレーザバー (5900PR, Panametrics) , 縦波用トランスデューサ (M203, V112, Panametrics) およびオシロスコープ (Wave Runner LT584, レクロイ) から構成されるシステムを用いて行った。DCPR の光照射条件では, レジンペースト練和開始 30 秒後に, 試片の両側面から 30 秒間照射を行った。超音波測定に際しては, いずれの条件においても練和開始 30 秒後から 5 分までは 10 秒毎, 15 分後までは 30 秒毎に測定を行い, 練和開始 1 および 24 時間後における音速についても測定を行った。また, 供試材料のフィラー像について, 通法に従って SEM 観察用試片を製作後, フィールドエミッション SEM (ERA-8800FE, エリオニクス) を用いて加速電圧 10 kV の条件で観察を行った。

その結果, 本実験で供試した暫間修復用レジンの無機質フィラー含有量と熱膨張係数は, 製品によってその値は異なり, 両者に関連性は認められなかった。この理由としては, 本

実験で使用した暫間修復用レジンの無機質フィラー含有量は、24.4～39.3 wt%と比較的少ないところから、熱膨張係数がレジンモノマーの種類に依存したこと、および添加剤の有無が影響を及ぼしている可能性が考えられた。曲げ試験の結果から、DCPR は光線照射の有無に関わらず PMMA 系レジンよりも有意に高い曲げ強さ、弾性率およびレジリエンスを示した。この結果には、供試した暫間修復用レジンの組成および練和法の違いが影響しているものと考えられた。すなわち、DCPR は、多官能性モノマーを採用することでモノマー間の架橋結合の強化をはかるとともに無機質フィラーを添加することによって機械的強度を向上させている。これに対して、PMMA 系レジンは低分子量の単官能性の線状分子から構成されており、強度あるいは剛性は比較的低くなる。さらに、本実験で使用した DCPR は、ペーストタイプのカートリッジ・ディスペンサー式を採用していることから、気泡が混入することなく均一な練和が可能であることも、PMMA 系レジンと比較して高い機械的強度を示したことに貢献したと考えられた。

一般に、レジン系材料はフィラー含有量が増加するのに伴ってその弾性率は高くなる。しかし、本実験の結果からは TS のフィラー含有量は他の DCPR に比較して低いにもかかわらず高い弾性率を示した。これは、熱膨張係数の測定結果と同様に添加剤の有無が影響しているものと考えられた。添加剤のうちで可塑剤は、材料の柔軟性を増大させるとともに脆性を生じにくくするために添加される。したがって、添加剤を含有しない TS ではフィラー含有量が最も低いにもかかわらず、比較的高い弾性率を示したものと考えられた。

光線照射の有無が DCPR の曲げ特性に及ぼす影響を検討したところ、DCPR への光照射を行わない条件ではこれを行った条件と比較すると、いずれの製品においても有意に低い

曲げ強さを示し、その低下率は7.4~10.7%と比較的小さかった。さらに、レジリエンスは光線照射の影響を受けなかったところから、本実験に用いた DCPR は化学重合性が比較的高いことが示唆された。

超音波測定の結果から、音速変化は使用した製品あるいは光線照射の有無によって異なるものであった。とくに、DCPR における照射を行った条件では、照射開始から急激な音速上昇が認められ、60 秒後には有意差が認められた。一方、照射を行わない条件では、音速上昇の傾向に違いが認められ、LX および UF は他のレジンに比較して音速上昇の遅延が顕著であった。また、TS の照射条件および UF においては、測定開始 1 時間と 24 時間の間に有意差は認められなかったものの、他の製品においてはいずれも測定開始 24 時間で、他の測定時間と比較して有意に高い音速を示した。このことから、光線照射の有無とともに各製品の構成成分の違いなどが経時的な音速変化に影響を及ぼしたことが示された。

本実験の結果から、供試した DCPR は光線照射の有無によって、曲げ強さならびに硬化挙動に影響を受けることが示された。したがって、光線を透過しない印象材を用いたインデックスによって暫間修復物を製作する際には、硬化した DCPR を口腔内から取り出した後に、十分な光照射を行う必要性が示唆された。

本論文は、原著論文 Shibasaki S, Takamizawa T, Suzuki T, Nojiri K, Tsujimoto A, Barkmeier WW, Latta MA, Miyazaki M. Influence of different curing modes on polymerization behavior and mechanical properties of dual-cured provisional resins. Oper Dent (in press) を基幹論文とし、これに超音波測定による新たなデータを加えることによって総括したものである。

緒 言

暫間修復処置は、最終修復物が装着されるまでに歯髄および周囲軟組織の保護、咀嚼機能および審美性の維持などを図ることを目的として行われる¹⁴⁾。この暫間修復の期間については、多数歯にわたる処置あるいは咬合の改善が必要とされる症例などでは長期にわたることもある。したがって、暫間修復材には最終修復物装着まで口腔内で安定して機能する耐久性が求められる⁵⁻⁷⁾。そこで、bis-acryl系あるいはウレタン系モノマーなどを用いるとともに無機質フィラーを含有させることで機械的性質を向上させた暫間修復用レジンが開発され、臨床応用されている⁸⁻¹⁰⁾。この暫間修復用レジンには、キャタリストペーストとベースペーストから構成され、粉/液タイプのPMMA系常温重合レジンに比較して優れた機械的性質を有するとともに¹¹⁾、重合硬化時の発熱が少ないことを特徴としている¹²⁾。さらに、チェアタイムの短縮および操作性の向上を目的として、重合硬化方式をデュアルキュアとした暫間修復用レジン（以後、DCPR）も市販されている。

これまで、レジン系材料の重合硬化方式としてデュアルキュアを採用している製品に光線照射を行わず重合硬化させた条件では、光照射した条件と比較してその機械的強度が低下することが報告されている¹³⁻¹⁶⁾。したがって、DCPRにおいても光線照射の有無がその機械的性質に影響を及ぼす可能性があるものの、その詳細については不明な点が多い。

そこで本論文の著者は、DCPRへの光線照射の有無が機械的性質および硬化挙動に及ぼす影響について、曲げ強さ試験および超音波測定を行うことによって検討した。さらに、無機質フィラー含有量および熱膨張係数を測定するとともに、フィラー像の走査型電子顕微鏡（以後、SEM）観察を行った。

材料および方法

1. 供試材料および可視光線照射器

供試した DCPR は, Integrity Multi Cure (IG, Denstply Caulk) , Luxatemp Automix Solar (LX, DMG Chemisch-Pharmazeutische Fabrik GmbH) および Tempsmart (TS, ジーシー) の 3 製品である。また, 化学重合型暫間修復用レジンの Protemp Plus (PP, 3MESPE) および PMMA 系レジンの UniFast III (UF, ジーシー) を用いた (Table 1)。可視光線照射器としては, Optilux 501 (SDS Kerr) を, その光強度が 600 mW/cm^2 以上であることを Curing Radiometer (Model 100, Kerr) で確認して使用した。

2. 無機質フィラー含有量 (wt%) の測定

無機質フィラー含有量の測定は, 熱重量測定装置 (TG/DTA 6300, セイコーインスツル) を用いて行った。レジンペーストの 50 mg を熱重量測定装置内のステージに設置した白金皿に移送し, $25 \sim 800^\circ\text{C}$ まで昇温速度 10°C/min の条件で加熱した後の残存重量を装置内蔵の電子天秤から自動的に測定した。この残存重量と熱負荷前の重量とから減量 (wt%) を求め, これを 100 から減ずることによって無機質フィラー含有量 (wt%) とした。なお, 測定は各製品について 3 回行い, UF に関しては無機質フィラーを含まないため測定を省略した。

3. 熱膨張係数の測定

熱膨張係数の測定は, 熱機械分析装置 (TMA/SS 6300, セイコーインスツル) を用いて行った。練和したレジンペーストを高さ 8 mm , 直径 3 mm の円筒型テフロンモールドに充填し, ストリップを介してスライドガラスで圧接した。DCPR の光照射条件では, 上面お

よび底面から 40 秒間光線照射を行うとともに、モールドから取り出した後に試料の両側面から 40 秒間ずつ追加照射した。これらの試片は、室温 $25 \pm 1^\circ\text{C}$ の暗所に 24 時間保管した。

所定の保管期間が終了した試片を熱機械分析装置の試料台に静置し、昇温速度 2°C の条件で室温から 100°C まで加熱し、 $30\sim 80^\circ\text{C}$ 間の熱膨張係数を測定した。なお、試片の数は 3 個とし、各試片に対して 4 回試験を実施し、1 回目の測定値は加熱重合の影響を加味して棄却、2 回目以降の 3 回の測定結果から平均値を求め、これをその試片における熱膨張係数とした。

4. 曲げ試験

曲げ試験は、ISO 4049 Polymer-based restorative materials¹⁷⁾に準じて行った。レジンペーストを $25\text{ mm} \times 2\text{ mm} \times 2\text{ mm}$ のステンレス鋼製割型に填塞し、ストリップを介してスライドガラスで圧接した。DCPR の光照射条件では、試料を 3 等分して、それぞれ 30 秒間の光照射を上面および底面から行った。割型から取り出した試片の全面を、耐水性 SiC ペーパーの #1,200 (D 耐水ペーパー DCCS-H, 三共理化学) まで順次研削し、3 点曲げ試験用試片とし、 $37 \pm 1^\circ\text{C}$ の精製水中に 24 時間保管した。

所定の保管期間が終了した試片について、万能試験機 (Type 5500R, Instron) を用いて支点間距離 20.0 mm, クロスヘッドスピード 1.0 mm/min の条件で曲げ強さを測定するとともに、応力-ひずみ曲線から弾性率およびレジリエンスを、試験機に付属するソフトウェア (Bluehill 2 Ver. 2.5, Instron) を用いて算出した。なお、試片の数は各条件について 6 個とした。

5. 超音波測定

超音波測定は、パルサーレーザー (5900PR, Panametrics) , 縦波用トランスデューサ (M203, V112, Panametrics) およびオシロスコープ (Wave Runner LT584, レクロイ) から構成されるシステムを用いて行った (Fig. 1) 。製造者指示条件に従って練和したレジンペーストを内径 4 mm, 高さ 2 mm の円筒型透明モールドに填塞し, トランスデューサでモールドを挟むように接触させた。DCPR の光照射条件では, レジンペーストの練和開始から 30 秒後に, 試片の両側面から 30 秒間行った。超音波測定は, 各製品の練和開始 30 秒後から行うこととし, 試片の数は各条件について 5 個とした。

パルサーレーザーの周波数を 500 Hz, 出力 16 μ J に設定し, 高周波電圧をトランスデューサ内部の水晶振動子に送ることによって 10 MHz の超音波を発生させた。次いで, 試片内を伝播する超音波の波形変化を, オシロスコープを用いて電氣的に増幅することによって検出した。測定は, 練和後 30 秒から 5 分まで 10 秒毎, 15 分後まで 30 秒毎に行い, 練和開始 1 および 24 時間についても伝播時間を求め, 試片の厚さから音速を求めた。

6. 硬化試片の SEM 観察

硬化試片を, 耐水性 SiC ペーパーを用いて #4,000 まで順次研削し, ダイヤモンドペースト (DP-Paste, Struers) の粒径 0.25 μ m まで順次研磨した。これらの研磨面に対して加速電圧 1.0 kV, イオン流密度 0.4 mA/cm² 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 40 秒間行った。次いで, イオンコーター (Quick Coater Type SC-701, サンヨー電子) で金蒸着した後, フィールドエミッション SEM (ERA-8800FE, エリオニクス) を用いて加速電圧 10 kV の条件で観察を行った。

7. 統計分析

得られた測定値については、等分散性を確認した後、分散分析および Tukey HSD test によって有意水準 5%の条件で各条件間の統計学的分析を行った。

成 績

1. 無機質フィラー含有量および熱膨張係数

無機質フィラー含有量および熱膨張係数の成績を Table 2 に示した。無機質フィラー含有量は 24.4~39.3 wt%であり、LX で最も高く、TS で最も低い値を示し、すべての製品間で有意差が認められた。

熱膨張係数は $77.3\sim 107.7\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であり、TS および IG は他の製品に比較して有意に低い値を、PP および UF においては他の製品に比較して有意に高い値を示した。

2. 曲げ試験

曲げ強さ、弾性率およびレジリエンスの成績を Table 3 に示した。曲げ強さは 70.4~122.6 MPa であり、供試した暫間修復用レジジンにおいて PMMA 系レジジンの UF が有意に低い値を示した。DCPR においては、照射を行った条件はこれを行わなかった条件に比較して有意に高い曲げ強さを示した。弾性率は 1.8~3.7 GPa であり、LX および UF が低い値を示した。DCPR においては、TS を除いて、照射を行った条件はこれを行わなかった条件と比較して高い値を示した。レジリエンスは 1.1~2.3 MJ/mm³ であり、UF が有意に低い値を示した。

3. 超音波測定

測定開始から 15 分後までの縦波音速の変化を Figs. 2, 3 に、測定開始から 24 時間までの縦波音速の成績を Table 4 に示した。縦波音速は、製品の種類および光線照射の有無によって異なり、いずれの DCPR においても照射を行う条件では照射開始から測定開始 100 秒間まで急激に音速が上昇し、その後、緩やかに上昇してプラトーに達する傾向を示した (Fig. 2)。一方、照射を行わない条件では測定初期の音速上昇は緩徐であったものの、一定時間経過後に上昇した。また、UF および LX においては測定開始から 180 秒までの音速変化は小さく、その後、急激に上昇してプラトーに達する傾向が認められた (Fig. 3)。

音速変化を 24 時間までの測定で比較すると、TS の照射条件および UF においては、1 時間値と 24 時間値との間に有意差が認められなかったものの、他の製品における 24 時間値は、いずれの測定時間と比較しても有意に高い値を示した。一方、24 時間後の縦波音速について製品間で比較すると、TS の照射条件はこれを行わない条件と有意差は認められないものの、他の製品と比較すると有意に高い値を示した (Table 4)。

4. SEM 観察

暫間修復用レジン硬化物の SEM 像を Figs. 4~8 に示した。フィラー粒径、形状および分散状態は製品によって異なるものであった。IG においては、 $0.02\sim 1.0\ \mu\text{m}$ の不定形のフィラーが (Fig. 4b)、LX においてはフィラーの形状と分布は IG と類似しているが、フィラー粒径は IG に比較し大きく、約 $0.02\sim 2.5\ \mu\text{m}$ であった (Fig. 5b)。TS においては、高密度に充填された $0.1\ \mu\text{m}$ 以下のフィラーが観察され (Fig. 6b)、また PP では $0.05\sim 0.2\ \mu\text{m}$ の球状フィラーが高密度に分散している像が観察された (Fig. 7b)。また、フィラーを含まない UF では、 $20\sim 50\ \mu\text{m}$ の球状ポリマーが観察された (Fig. 8b)。

考 察

暫間修復処置は、最終修復物が装着されるまでの期間、口腔内において咬合咀嚼機能および審美性などを維持するために行われる¹⁻⁴⁾。また、症例によっては比較的長期間にわたることもあるところから、暫間修復材には耐久性の高い機械的強度が望まれる⁵⁻⁷⁾。そこで、ベースレジンに多官能性モノマーを用いるとともに無機質フィラーを含有させることで機械的性質の向上を目的とした暫間修復用レジンが臨床応用されている⁸⁻¹²⁾。さらに、オンデマンドで重合硬化が可能なデュアルキュアを採用することで、臨床における操作性の向上をはかった DCPR も市販されている。一方、デュアルキュアを採用しているレジン系材料は、光線照射の有無によって硬化挙動あるいは機械的性質が影響を受けることが報告されているものの¹³⁻¹⁶⁾、DCPR における詳細は不明である。そこで本論文の著者は、DCPR への光線照射の有無が機械的性質および硬化挙動に及ぼす影響について検討した。

まず、本実験に供試した暫間修復用レジンの熱膨張係数は、 $77.3\sim 107.7\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であり、歯質の熱膨張係数と比較すると約 7~10 倍高い値を示した¹⁸⁾。一般に、レジン系材料に含有される無機質フィラーの熱膨張係数は、マトリックスレジンに比較して小さいことから、無機質フィラーの含有量が高いほどその熱膨張係数は小さくなる。しかし、本実験で使用した暫間修復用レジンでは、無機質フィラー含有量が最も少ない TS で最も低い熱膨張係数を示した。また、LX では無機質フィラー含有量が他の DCPR に比較して有意に高かったものの、TS および IG に比較して有意に高かった。これは、フィラー含有量と熱膨張係数の間に相関性はなかったという報告¹⁹⁾と同様の結果であった。この理由としては、フィラー含有量が 24.4~39.3 wt%と比較的少ないところから、熱膨張係数がレジンモノマーの

種類に依存したためと考えられた。また、TS では、フィラー含有量が最も低いにもかかわらず熱膨張係数が小さかったところから、添加剤の有無が熱膨張係数に影響している可能性が考えられた。

暫間修復材の機械的強度を知るために曲げ試験を行った結果、DCPR は光線照射の有無にかかわらず PMMA 系レジンよりも有意に高い曲げ強さ、弾性率およびレジリエンスを示した。本実験に供試した DCPR は、多官能性モノマーを採用することでモノマー間の架橋結合の強化をはかるとともに無機質フィラーの添加によって機械的強度を向上させている²⁰⁾。とくに、フィラーの添加は、亀裂進展を迂回させることなどによって破壊エネルギーを増加させる効果を有し、レジリエンスの向上に寄与するものと考えられる²¹⁾。これに対して、PMMA 系レジンは低分子量の単官能性の線状分子から構成されており、強度あるいは剛性は比較的低下する^{22,23)}。さらに、本実験で使用した DCPR は、ペーストタイプのカートリッジ・ディスペンサー式を採用しているため、気泡を混入することなく均一な練和が可能¹¹⁾であることも、PMMA 系レジンと比較して高い機械的強度を示すことに貢献したものと考えられた。

一般に、レジン系材料はフィラー含有量が増加するのに伴ってその弾性率も高くなる^{24,25)}。しかし、本実験の結果からは、TS のフィラー含有量は他の DCPR に比較して低いにもかかわらず高い弾性率を示した。これには、熱膨張係数の測定結果と同様に添加剤の有無が影響しているものと考えられた。一般に、添加剤のうち可塑剤は材料の柔軟性を増大させるとともに脆性を生じにくくするために添加される²⁶⁾。したがって、添加剤を含有しない TS ではフィラー含有量が最も低いにもかかわらず、比較的高い弾性率を示したもの

と考えられた。

DCPR において、光照射を行わない条件ではこれを行った条件と比較すると、いずれの製品においても有意に低い曲げ強さを示したが、その低下率は 7.4~10.7%と比較的小さなものであった。また、レジリエンスは光線照射の影響を受けなかったところから、本実験に用いた DCPR は練和から 24 時間経過後における化学重合性が比較的高いことが示されたといえる。さらに、光照射によってモノマー間の架橋性が強化されることで、その機械的性質も向上する^{27,28)}。したがって、臨床においては光照射を行うことによって操作時間の短縮とともに、耐久性に優れた機械的強度を得ることができるものと考えられた。

直接口腔内で暫間修復物を製作する際に、支台歯から暫間修復物を撤去するタイミングによっては、修復物の変形あるいはアンダーカット部への入り込みによる撤去の困難などの問題が生じる。そのため、暫間修復物用レジンの硬化時間および操作時間を把握することは、適切な暫間修復物を製作するうえでも重要である。そこで、超音波測定を用いることによって各暫間修復材の硬化挙動について検討した。その結果、音速変化は使用した製品あるいは光線照射の有無によって異なるものであった。とくに、DCPR においては照射を行った条件で、照射開始から急激な音速上昇が認められ、60 秒後には有意差が認められた。一方、照射を行わない条件では音速上昇は緩徐なものであったが、その音速上昇の傾向は製品によって異なり、LX および UF は他の暫間修復用レジンに比較して音速上昇の遅延が顕著であった。TS の照射条件および UF においては、測定開始 1 時間と 24 時間の間に有意差は認められなかったものの、他の暫間修復用レジンにおいてはいずれも測定開始 24 時間では、他の測定時間に比較して有意に高い音速を示した。これらの成績からも、光

線照射の有無とともに各製品の構成成分の違いが、経時的な音速変化に影響を及ぼしていることが示された。

本実験の結果から、供試した DCPR は光線照射の有無によって、曲げ強さならびに硬化挙動に影響を受けることが示された。したがって、光線を透過しない印象材を用いたインデックスによって暫間修復物を製作する際には、硬化した DCPR を口腔内から取り出した後に、十分な光照射を行うことが重要であり、これによって耐久性の高いプロビジョナルレストレーションを得ることが可能となることが示唆された。

結 論

デュアルキュア型暫間修復用レジンへの光線照射の有無が機械的性質および硬化挙動に及ぼす影響について検討を行った結果、以下の結論を得た。

1. 無機質フィラー含有量および熱膨張係数は、用いた製品によって異なるものであり、デュアルキュア型暫間修復用レジンの熱膨張係数は、他のタイプの暫間修復用レジンに比較して低くなる傾向が認められた。
2. デュアルキュア型暫間修復用レジンは、PMMA 系レジンに比較して高い曲げ特性を示した。
3. 光線照射によって重合硬化したデュアルキュア型暫間修復用レジンは、照射を行わない条件に比較して高い曲げ強さを示した。
4. 超音波測定の結果から、音速変化は用いた製品および光線照射の有無によって異なる傾向を示した。

5. 暫間修復用レジン硬化物の SEM 観察から、フィラー粒径、形状および粒度分布は製品によって異なることが示された。

文 献

- 1) Magne P, Magne M, Belser U. The diagnostic template: A key element to the comprehensive esthetic treatment concept. *Int J Periodontics Restorative Dent* 1996; 16: 560-569.
- 2) Alpert RL. A method to record optimum anterior guidance for restorative dental treatment. *J Prosthet Dent* 1996; 76: 546-549.
- 3) Hernandez EP, Oshida Y, Platt JA, Andres CJ, Barco MT, Brown DT. Mechanical properties of four methylmethacrylate-based resins for provisional fixed restorations. *Biomed Mater Eng* 2004; 14: 107-122.
- 4) Patras M, Naka O, Doukoudakis S, Pissiotis A. Management of provisional restorations' deficiencies: a literature review. *J Esthet Restor Dent* 2012; 24: 26-38.
- 5) Burns DR, Beck DA, Nelson SK. A review of selected dental literature on contemporary provisional fixed prosthodontic treatment: Report of the committee on research in fixed prosthodontics of the academy of fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent* 2003; 90: 474-497.
- 6) Fondriest JF. Using provisional restorations to improve results in complex esthetic restorative cases. *Pract Proced Aesthet Dent* 2006; 18: 217-224.
- 7) Priest G. Esthetic potential of single-implant provisional restorations: Selection criteria of available alternatives. *J Esthet Restor Dent* 2006; 18: 326-338.
- 8) Rosentritt M, Behr M, Lang R, Handel G. Flexural properties of prosthetic provisional polymers. *Eur J Prosthodont Restor Dent* 2004; 12: 75-79.
- 9) Akova T, Ozkomur A, Uysal H. Effect of food-simulating liquids on the mechanical properties

- of provisional restorative materials. *Dent Mater* 2006; 22: 1130-1134.
- 10) Kerby RE, Knobloch LA, Sharples S, Peregrina A. Mechanical properties of urethane and bis-acryl interium resin materials. *J Prosthet Dent* 2013; 110: 21-28.
 - 11) Takamizawa T, Barkmeier WW, Tsujimoto A, Scheidel DD, Erickson RL, Latta MA, Miyazaki M. Mechanical properties and simulated wear of provisional resin materials. *Oper Dent* 2015; 40: 603-613.
 - 12) Young HM, Smith CT, Morton DM. Comparative in vitro evaluation of two provisional restorative materials. *J Prosthet Dent* 2001; 85: 129-132.
 - 13) Oooka S, Miyazaki M, Rikuta A, Moore BK. Influence of polymerization mode of dual-polymerization resin direct core foundation systems on bond strengths to bovine dentin. *J Oral Sci* 2004; 92: 239-244.
 - 14) Cekic-Nagas I, Ergun G, Vallitu PK, Lassila LVJ. Influence of polymerization mode on degree of conversion and micropush-out bond strength of resin core systems using different adhesive systems. *Dent Mater J* 2008; 27: 376-385.
 - 15) Pereira SG, Fulgêncio R, Nunes TG, Toledano M, Osorio R, Carvalho RM. Effect of curing protocol on the polymerization of dual-cured resin cements. *Dent Mater* 2010; 26: 710-718.
 - 16) Moosavi H, Hariri I, Sadr A, Thitthaweerat S, Tagami J. Effects of curing mode and moisture on nanoindentation mechanical properties and bonding of self-adhesive resin cement to pulp chamber floor. *Dent Mater* 2013; 29: 708-717.
 - 17) International Organization for Standardization: ISO 4049 Dentistry—Polymer-based restorative

- materials. ISO 2009; 4: 15-18.
- 18) Powers JM, Wataha JC. Dental materials: Properties and manipulation Chapter 2 Properties of materials. 10th ed. Missouri: Elsevier Inc.; 2013. p.14-25.
 - 19) Furuichi T, Takamizawa T, Tsujimoto A, Miyazaki M, Barkmeier WW, Latta MA. Mechanical properties and sliding-impact wear resistance of self-adhesive resin cements. Oper Dent 2016; 41: e83-e92.
 - 20) Haselton DR, Diaz-Arnold AM, Vargas MA. Flexural strength of provisional crown and fixed partial denture resins. J Prosthet Dent 2002; 87: 225-228.
 - 21) Ferracane JL, Antonio RC, Matsumoto H. Variables affecting the fracture toughness of dental composites. J Dent Res 1987; 66: 1140-1145.
 - 22) Ireland MF, Dixon DL, Breeding LC, Ramp MH. In vitro mechanical property comparison of four resins used for fabrication of provisional fixed restorations. J Prosthet Dent 1998; 80: 158-162.
 - 23) Diaz-Arnold AM, Dunne JT, Jones AH. Microhardness of provisional fixed prosthodontic materials. J Prosthet Dent 1999; 82: 525-528.
 - 24) Turssi CP, Ferracane JL, Ferracane LL. Wear and fatigue behavior of nano-structured dental resin composites. J Biomed Mater Res B Appl Biomater 2006; 78: 196-203.
 - 25) Ferracane JL, Pfeifer CS, Hilton TJ. Microstructural features of current resin composite materials. Curr Oral Health Rep 2014; 1: 205-212.
 - 26) Abdulmohsen B, Parker S, Braden M, Patel MP. A study to investigate and compare the

physicomechanical properties of experimental and commercial temporary crown and bridge materials. *Dent Mater* 2016; 32: 200-210.

27) Seki N, Nakajima M, Kishikawa R, Hosaka K, Foxton RM, Tagami J. The influence of light intensities irradiated directly and indirectly through resin composite to self-etch adhesives on dentin bonding. *Dent Mater J* 2011; 30: 315-322.

28) Shimizu Y, Tsujimoto A, Furuichi T, Suzuki T, Tsubota K, Miyazaki M, Platt JA. Influence of light intensity on surface free energy and dentin bond strength of core build-up resins. *Oper Dent* 2015; 40: 87-95.

表および図

Table 1 Materials used in this study

Code	Provisional resins (Shade: Lot No.)	Main components	Manufacturer
IG	Integrity Multi Cure (A2: 140808)	bis-acrylate, multifunctional methacrylate, barium boroaluminosilicate glass filler, catalyst, photoinitiator, stabilizer	Dentsply Caulk
LX	Luxatemp Automix Solar (A2: 715884)	multifunctional methacrylate, glass filler, catalyst, stabilizer, additives	DMG
TS	Tempsmart (A2: 1505171)	bis-GMA, UDMA, dimethacrylate, silane treated amorphous silica, photo initiator, pigment	GC Corp.
PP	Protemp Plus (A2: Base 498865) (A2: Catalyst 495535)	dimethacrylate (bis-EMA6), silane treated silica, silane treated amorphous silica, ethanol, 2,2'-[(1-methylethylidene)-bis(4,1-phenyleneoxy)] bisethyl diacetate, benzyl-phenyl-barbituric acid <i>tert</i> -butyl peroxy-3,5,5-trimethylhexanoate	3M ESPE
UF	Unifast III (A2: Powder 1103231) (Liquid 1507291)	Powder: ethyl-methyl methacrylate polymer, polymethylmethacrylate, barbituric acid derivative, organic copper compound, pigments Liquid: methyl methacrylate, <i>N,N</i> -dimethyl- <i>p</i> -toluidine, trimethylolpropane, ethylene glycol dimethacrylate	GC Corp.

bis-GMA: 2,2-bis[4-(2-hydroxy-3-methacryloyloxypropoxy)phenyl]propane

UDMA: urethane dimethacrylate

bis-EMA6: bisphenol A ethoxylate dimethacrylate

Table 2 Inorganic filler contents and coefficient of linear thermal expansion of provisional resins

	Inorganic filler content (wt%)	Tukey group	Coefficient of linear thermal expansion ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)	Tukey group
IG	37.5 (0.8)	b	80.7 (2.4)	c
LX	39.3 (0.3)	a	99.4 (2.5)	b
TS	24.4 (0.5)	d	77.3 (1.7)	c
PP	30.8 (0.6)	c	105.8 (1.6)	a
UF	-	-	107.7 (0.8)	a

Same lowercase letters in vertical columns indicate no difference at the 5% significance level.

Table 3 Flexural strength, elastic modulus and resilience of provisional resins

	Flexural strength (MPa)	Tukey group	Elastic modulus (GPa)	Tukey group	Resilience (MJ/mm ³)	Tukey group
Dual-cure mode						
IG	122.6 (5.1)	a	3.4 (0.3)	a	2.2 (0.3)	a, b
LX	92.2 (2.8)	d	2.4 (0.2)	c	1.8 (0.2)	c
TS	118.1 (4.3)	a, b	3.7 (0.3)	a	1.9 (0.2)	b, c
Self-cure mode						
IG	113.5 (2.5)	b	2.9 (0.1)	b	2.3 (0.1)	a
LX	82.3 (3.7)	e	1.8 (0.1)	d	1.9 (0.1)	b, c
TS	106.7 (2.6)	c	3.4 (0.4)	a	1.8 (0.2)	c
PP	109.5 (2.9)	b, c	3.3 (0.3)	a, b	1.8 (0.1)	c
UF	70.4 (1.3)	f	2.2 (0.1)	c, d	1.1 (0.1)	d

Same lowercase letters in vertical columns indicate no difference at the 5% significance level.

Table 4 Changes in V values in provisional resins as a function of time from 30 s to 24 h after the end of mixing

	30 s	1 min	5 min	10 min	15 min	1 h	24 h
Dual-cure mode							
IG	1559.3 (26.8) ^{a,B}	1899.8 (22.0) ^{b,B}	2305.9 (39.7) ^{c,B}	2371.9 (44.1) ^{cd,C}	2417.1 (51.4) ^{de,C}	2511.1 (75.9) ^{e,C}	2647.2 (90.6) ^{f,CD}
LX	1570.9 (20.8) ^{a,B}	1720.4 (57.3) ^{b,C}	2091.0 (48.9) ^{c,DE}	2176.4 (47.5) ^{cd,D}	2223.8 (50.1) ^{d,EF}	2338.0 (59.8) ^{e,DE}	2535.0 (53.3) ^{f,D}
TS	1661.8 (13.5) ^{a,A}	2186.9 (39.0) ^{b,A}	2645.6 (56.0) ^{c,A}	2714.6 (65.6) ^{cd,A}	2746.2 (71.2) ^{cd,A}	2820.5 (80.5) ^{de,A}	2917.2 (99.1) ^{e,A}
Self-cure mode							
IG	1556.3 (6.5) ^{a,B}	1566.0 (10.4) ^{a,D}	2035.8 (41.1) ^{b,E}	2202.4 (31.3) ^{c,D}	2274.5 (31.6) ^{c,DE}	2428.4 (53.9) ^{d,CDE}	2649.0 (100) ^{e,CD}
LX	1538.0 (26.9) ^{a,B}	1542.5 (28.7) ^{a,D}	1827.1 (44.5) ^{b,F}	2046.0 (56.2) ^{c,E}	2136.8 (58.0) ^{c,F}	2311.3 (76.0) ^{d,E}	2506.4 (87.3) ^{e,D}
TS	1656.8 (16.7) ^{a,A}	1695.7 (37.5) ^{a,C}	2353.5 (67.3) ^{b,B}	2501.5 (72.7) ^{c,B}	2567.8 (72.5) ^{c,B}	2698.9 (91.0) ^{d,AB}	2831.1 (54.4) ^{e,AB}
PP	1674.1 (36.5) ^{a,A}	1702.4 (35.6) ^{a,C}	2180.1 (69.6) ^{b,CD}	2373.0 (82.6) ^{c,C}	2372.2 (87.2) ^{c,CD}	2537.7 (102.3) ^{d,BC}	2709.3 (88.1) ^{e,BC}
UF	1691.8 (91.6) ^{a,A}	1693.2 (92.7) ^{a,C}	2294.0 (94.2) ^{b,BC}	2407.8 (69.3) ^{bc,BC}	2454.1 (92.1) ^{bcd,BC}	2490.9 (96.5) ^{ed,CD}	2602.9 (73.2) ^{d,CD}

Same lowercase letters in horizontal rows indicate no difference at the 5% significance level.

Same uppercase letters in vertical columns indicate no difference at the 5% significance level.

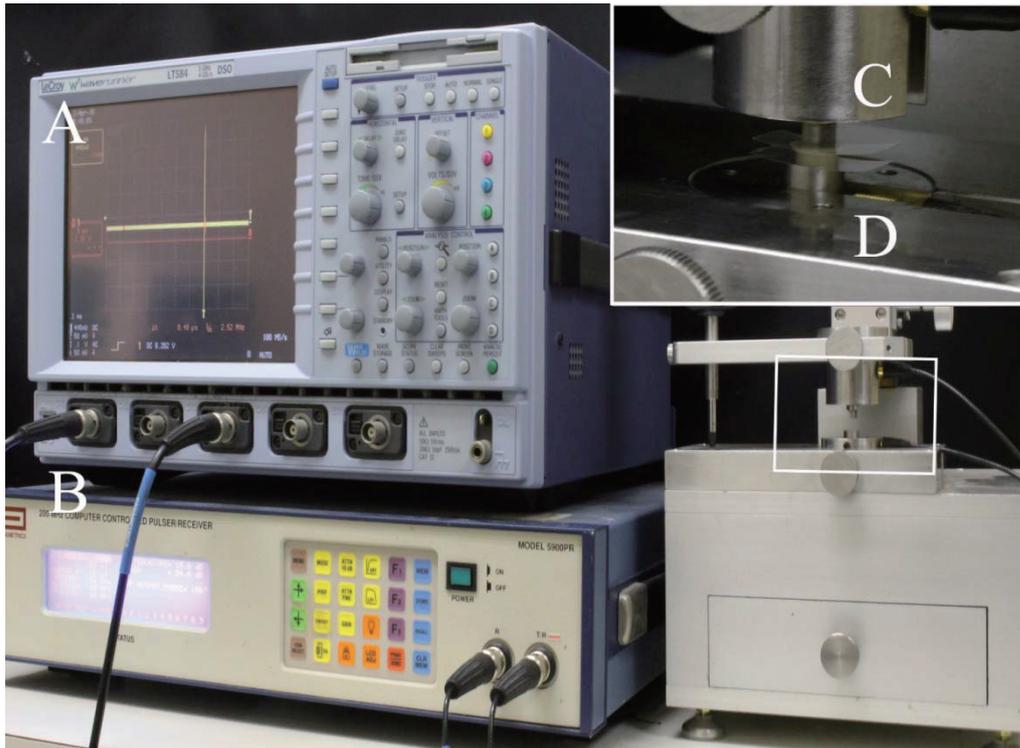


Fig. 1 Ultrasound measurement system used in this study
A : Oscilloscope (Wave Runner LT584) B : Pulser-receiver (5900PR)
C, D : Transducer (M203, V112).

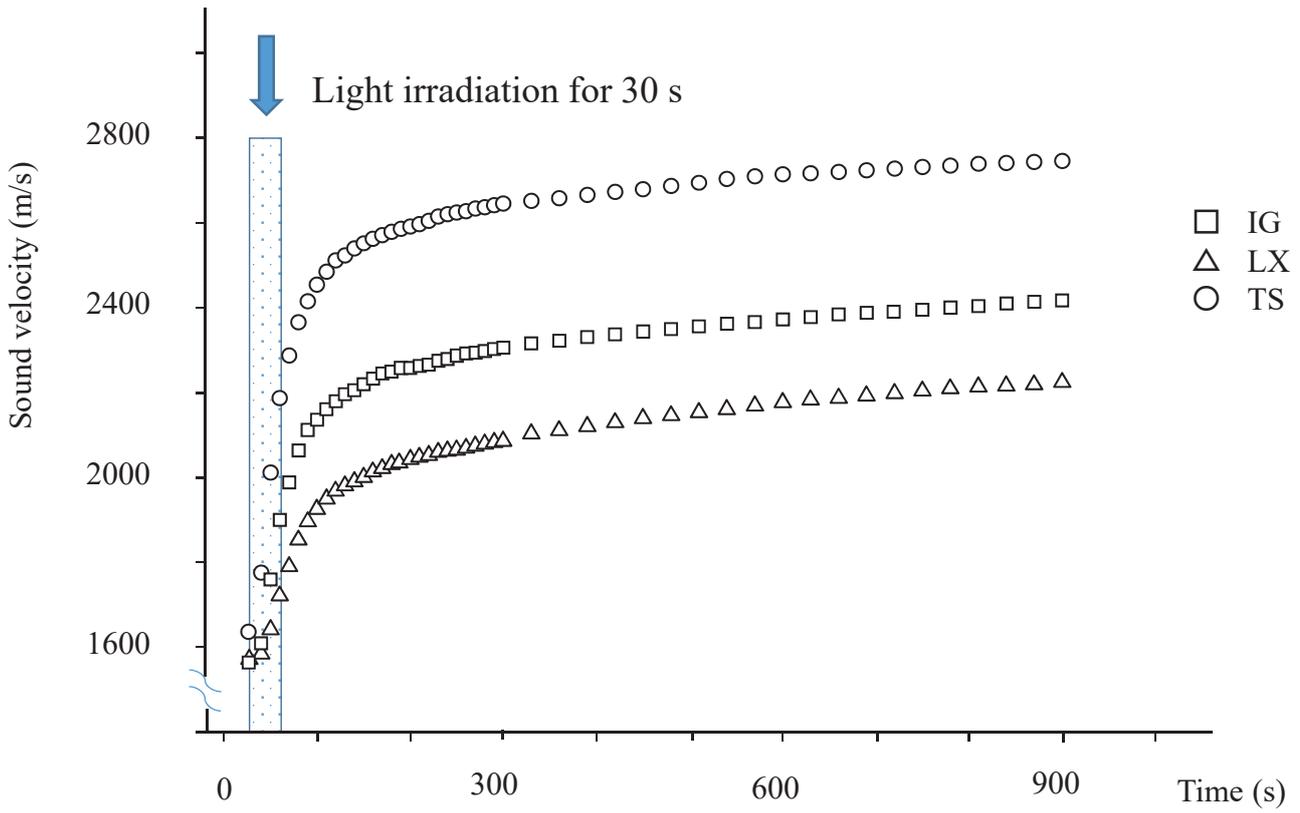


Fig. 2 Changes in V values in dual-curing mode as a function of time from 30 to 900 s after mixing.

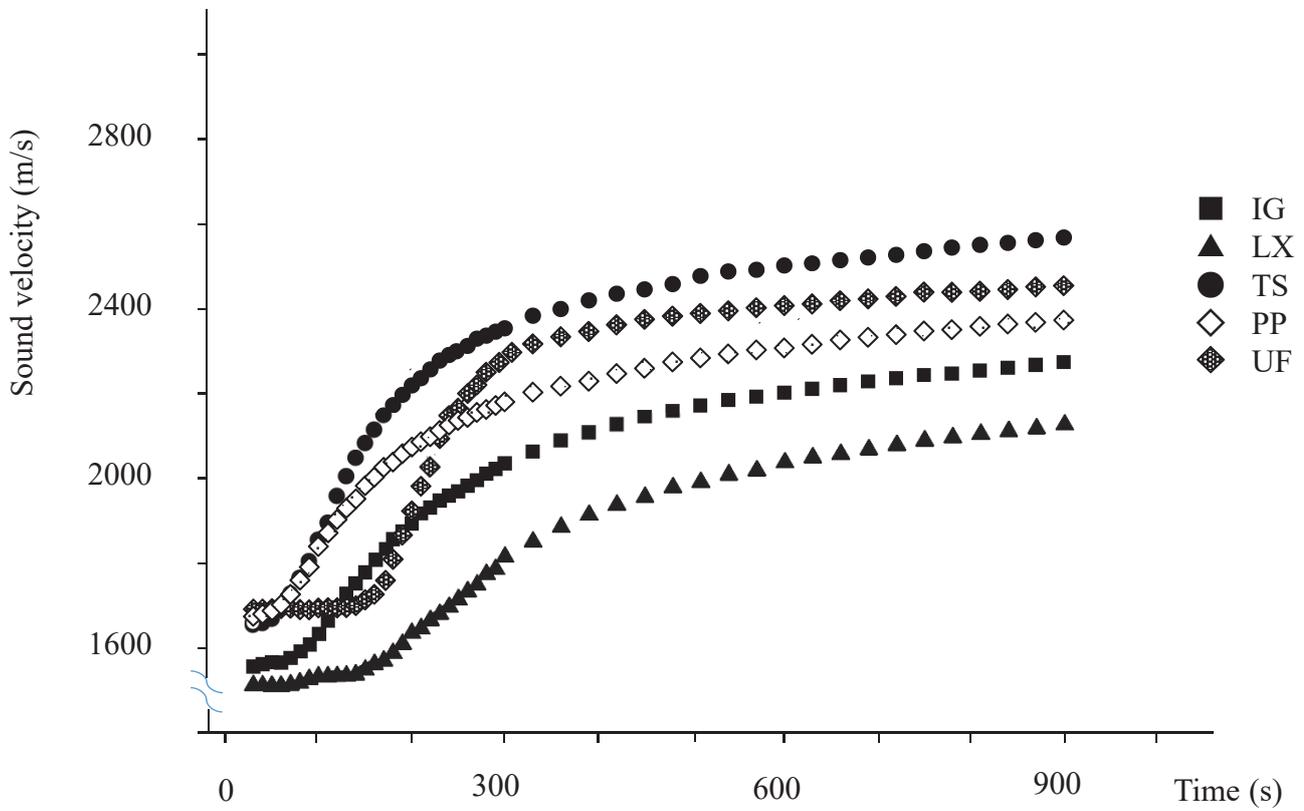


Fig. 3 Changes in V values in self-curing mode as a function of time from 30 to 900 s after mixing.

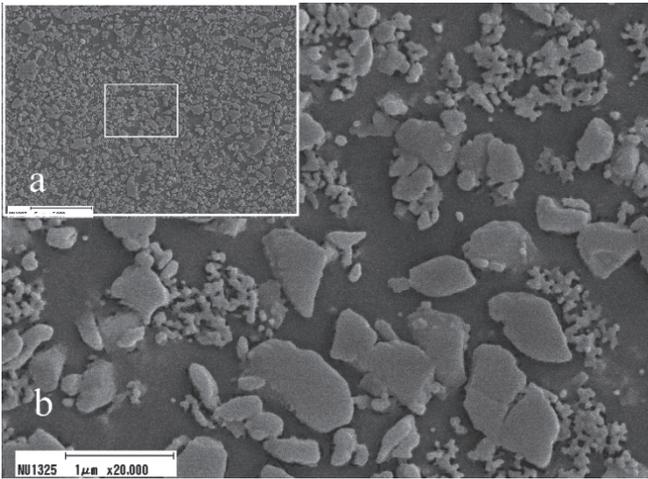


Fig. 4 SEM micrographs of the argon ion-etched surface of IG resin at magnifications of (a) 5,000 × and (b) 20,000 × .

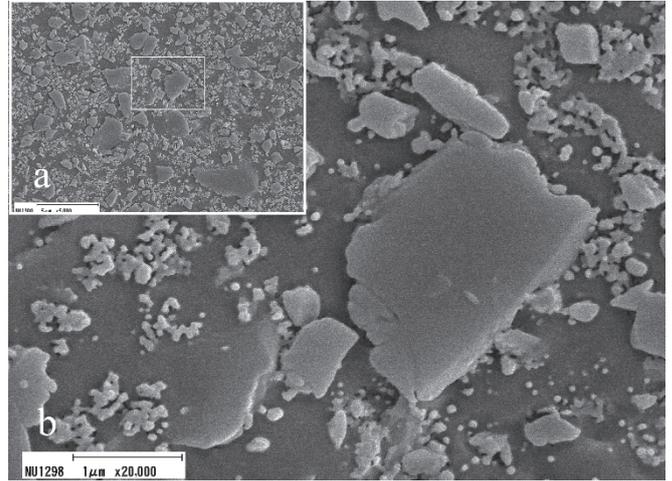


Fig. 5 SEM micrographs of the argon ion-etched surface of LX resin at magnifications of (a) 5,000 × and (b) 20,000 × .

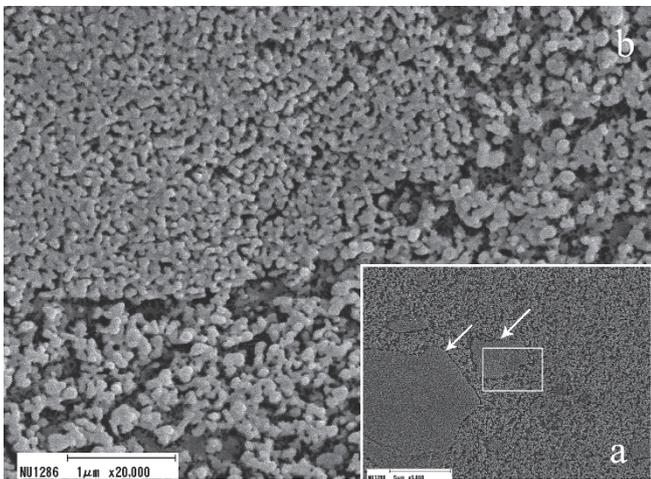


Fig. 6 SEM micrographs of the argon ion-etched surface of TS resin at magnifications of (a) 5,000 × and (b) 20,000 × .

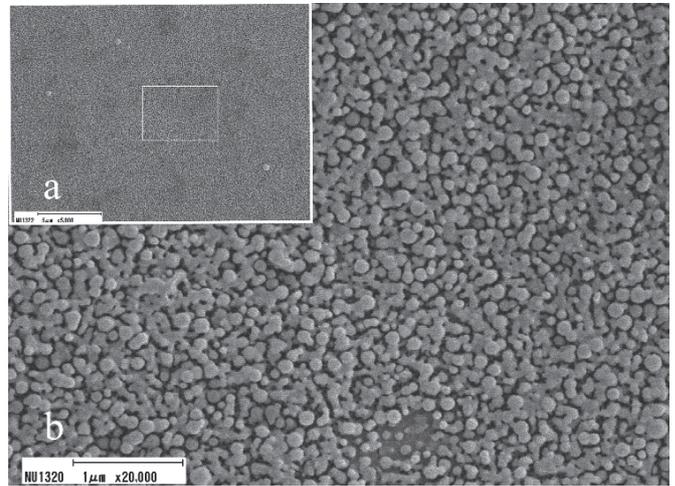


Fig. 7 SEM micrographs of the argon ion-etched surface of PP resin at magnifications of (a) 5,000 × and (b) 20,000 × .

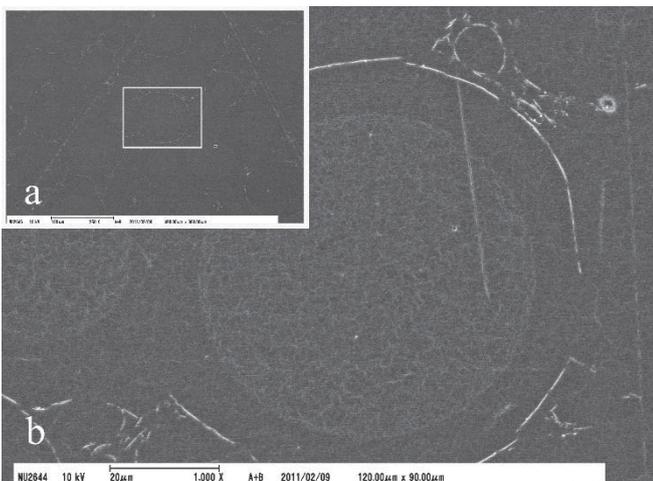


Fig. 8 SEM micrographs of the argon ion-etched surface of UF resin at magnifications of (a) 100 × and (b) 1,000 × .