

論文の内容の要旨

氏名：山内 嘉文

博士の専攻分野の名称：博士（歯学）

論文題名：Influence of different etching modes on dentin bonding effectiveness of universal adhesives

（異なるエッチングモードがユニバーサルアドヒーズの象牙質接着性に及ぼす影響）

ユニバーサルアドヒーズは、エッチ&リンスあるいはセルフエッチモードという異なるエッチングモードで使用できることを特徴としている。一方、エッチングモードの違いが象牙質接着性に及ぼす影響についての報告は、その多くが静的な荷重を用いた接着強さ試験からの検討であり、動的な荷重を応用した検討は少ない。また、象牙質に対するリン酸エッチングの有無がユニバーサルアドヒーズの接着機構に及ぼす影響についての詳細に関しては不明な点が多いのが現状である。

そこで著者は、異なるエッチングモードがユニバーサルアドヒーズの象牙質接着性に及ぼす影響について、動的荷重を応用した接着強さ試験を行うことで検討した。また、アドヒーズ塗布面の表面自由エネルギーおよびその各成分を測定するとともにコンポジットレジンと象牙質との接着界面の走査電子顕微鏡（SEM）観察を行った。

実験に供試したユニバーサルアドヒーズは、Adhese Universal (AU, Ivoclar Vivadent), All Bond Universal (AB, Bisco), Clearfil Universal Bond Quick (CU, Kuraray Noritake Dental), G-Premio Bond (GB, GC) および Scotchbond Universal Adhesive (SU, 3M Oral Care) の5製品である。また、リン酸エッチング材として Ultra Etch (Ultradent) およびコンポジットレジンとしては、Z100 Restorative (3M Oral Care) を用いた。

被着歯面としては、ヒト抜去歯の歯冠部を近遠心的に切断し、常温重合型レジンを用いて真鍮リング内に包埋したものを用いた。次いで、象牙質平坦面が得られるようにモデルトリマーを用いて唇側中央部を研削した。さらに、耐水性シリコンカーバイドペーパー#4,000まで順次研磨し、象牙質被着面とした。なお、本研究の実施にあたっては、Ethics Committee for Human Studies of Nihon University (倫許 2015-06) および Biomedical Institutional Review Board at Creighton University (No. 760765-1) の承認を得ている。ユニバーサルアドヒーズの塗布に際しては、これをエナメル質被着面に塗布後、1) リン酸エッチングを15秒間行った後にアドヒーズを塗布（エッチ&リンス）および2) リン酸エッチングを行うことなくアドヒーズを塗布（セルフエッチ）、の2条件とした。次いで、アドヒーズ塗布面に内径2.4 mm、高さ2.6 mmのステンレス鋼製モールドをクランプに固定し、これにレジンをペーストを充填して40秒間照射を行い、接着試験用試片とした。

静的荷重負荷後による剪断接着強さ（接着強さ）の測定は、接着試片に対してエレクトロダイナミック万能試験機（ElectroPuls E1000, Instron）を用いて、クロスヘッドスピード毎分1.0 mmの条件で接着強さを測定した。動的荷重負荷による接着強さ（接着疲労強さ）は、接着強さ試験と同様に試片を製作し、万能試験機を用いてstaircase methodを応用して行った。すなわち、それぞれの条件で得られた接着強さの50~60%の値の荷重を20 Hzの正弦波で、波形最下点が最大負荷荷重の条件で50,000回負荷した。その際、規定回数に達する以前に試片が破断した場合は、初期荷重の10%を減じた荷重を次の試片に負荷し、逆に破断することなく経過した場合は、荷重を10%増すことで段階的に荷重負荷を変動させた。最終的に、試片の脱落回数および負荷荷重から計算式に従って接着疲労強さを求めた。また、接着試験用試片の製作と同様に処理した後、アセトンおよび蒸留水で洗浄し、表面自由エネルギーの測定を行った。

表面自由エネルギーの測定は、剪断接着試験に用いた被着面と同様に接着処理した試片を、表面自由エネルギー測定用試片とした。表面自由エネルギーが既知の液体として1-ブロムナフタレン、ジヨードメタンおよび蒸留水を使用した。接触角の測定は、全自動接触角計（Drop Master DM 500, 協和界面科学）を用い、セシルドロップ法でそれぞれの液滴を1 μ L 滴下し、装置に付属するソフトウェア（FAMAS, 協和界面科学）を用いて $\theta/2$ 法で測定を行った。表面自由エネルギーの測定は、得られた接触角と拡張Fowkesの理論式から算出した。コンポジットレジンと象牙質との接合状態を検討するため、剪断接着試験に用いた被着面と同様に接着処理した試片に対し、コンポジットレジンにペーストを充填して40秒間照射を行った。これらの試片を、通法

に従って SEM 観察用試片を製作し、フィールドエミッション型 SEM (ERA-8800 FE, Elionix) を用いて、その接合状態を加速電圧 10 kV の条件で観察した。

その結果、ユニバーサルアドヒーズの接着強さおよび接着疲労強さは、いずれのアドヒーズにおいてもエッチングモードの違いによる影響は認められなかった。過去のユニバーサルアドヒーズにおける歯質接着性の検討から、エッチ&リンスモードでのエナメル質接着性はセルフエッチモードと比較して高いものであったことが報告されている。このことから、ユニバーサルアドヒーズの臨床使用に際しては、エッチ&リンスモードでの使用がセルフエッチモードと比較して、より効果的である可能性が考えられた。一方、リン酸エッチング後の象牙質における表面自由エネルギーおよび各成分は、SiC ペーパー研磨面と比較して有意に低い値を示し、エッチ&リンスモードにおいてアドヒーズの象牙質に対する化学的反応および浸透性が減弱した可能性が考えられた。一方、アドヒーズ塗布後の表面自由エネルギー (γ_s) および水素結合成分 (γ_s^h) は、いずれのアドヒーズにおいてもエッチングモードの違いにかかわらず低下した。これまでの検討から、MDP を含有するアドヒーズは、MDP とハイドロキシアパタイトの反応によって歯質表面の界面化学的性質を疎水性に改質するとされている。このことから、ユニバーサルアドヒーズはエッチングモードの違いにかかわらず、含有される MDP と象牙質のハイドロキシアパタイトとの強固な化学的接着系が形成されていることが考えられた。また、リン酸エッチング後の象牙質とコンポジットレジンとの接合界面の SEM 像では、いずれのアドヒーズにおいてもハイブリッド層とともにレジntagの形成が明瞭に観察された。このことから、ユニバーサルアドヒーズの接着性は、エッチ&リンスモードにおいても、セルフエッチモードと同様に MDP とハイドロキシアパタイトとの化学的結合が強固に獲得されるとともにアドヒーズの重合硬化によって得られた投錨効果によって良好な接着性を示した可能性が考えられた。

以上のように、本実験の結果からユニバーサルアドヒーズの象牙質に対する接着性は、エッチングモードの影響を受けないことが明らかとなった。一方、その接着機構はエッチングモードによって異なることから、臨床において安定した接着性を得るためには製品の特性を十分に考慮することが大切であることが示唆された。