

## 論文の内容の要旨

氏名：齋藤 達郎

博士の専攻分野の名称：博士（歯学）

論文題名：Influence of application time on dentin bond performance and surface free energy of universal adhesives in different etching modes

（異なるエッチングモードでのユニバーサルアドヒーズの塗布時間が象牙質接着性および表面自由エネルギーに及ぼす影響）

ユニバーサルアドヒーズは、リン酸エッチングを行うエッチ&リンス（ER）、セルフエッチング（SE）あるいはエナメル質に限局してリン酸エッチングを行うセレクトィブエッチングという異なるエッチングモードで使用可能である。また、最近では異なるエッチングモードでの使用とともに塗布時間の短縮を可能としたユニバーサルアドヒーズも使用されている。塗布時間の短縮はチェアタイムの短縮はもちろんであるが、被着面の汚染リスクを減少することにもつながることから、臨床における有用性は高い。しかし、ユニバーサルアドヒーズの塗布時間の短縮が歯質接着性に及ぼす影響については、不明な点が多いのが現状である。また、ユニバーサルアドヒーズを ER モードで使用した際の象牙質接着強さは、SE モードと比較して同等以上とされているものの、ER モードでは脱灰によって象牙質中のハイドロキシアパタイトが喪失するため、機能性モノマーとの化学的接着性は SE モードでの使用に比較して低い可能性がある。そこで、異なるエッチングモードで使用した際のユニバーサルアドヒーズの塗布時間の違いが象牙質接着性に及ぼす影響について、接着強さ試験およびアドヒーズ塗布後の表面自由エネルギー測定から検討した。また、アドヒーズ処理面、象牙質接着界面および接着試験終了後の破断面を走査電子顕微鏡（SEM）観察した。

ユニバーサルアドヒーズとして、Adhese Universal (AU), Clearfil Universal Bond Quick (CQ), G-Premio Bond (GP), Scotchbond Universal (SU), Scotchbond Universal Plus Adhesive (SP) および Tokuyama Universal Bond (TU) の 6 製品を用いた。リン酸エッチング剤として Ultra Etch (Ultradent Products) を、コンポジットレジンとして Clearfil AP-X (Kuraray Noritake Dental) を用いた。接着試験には、ウシ下顎前歯唇側面を象牙質平坦面が得られるように研削した後、耐水性研磨紙の#320 まで順次研削し、これを被着象牙質面とした。歯面処理に際しては、アドヒーズの塗布に先立ってリン酸エッチングを行った条件（ER モード）あるいはこれを行わない条件（SE モード）に対してアドヒーズの塗布時間を変更した条件を加えた。すなわち、アドヒーズ塗布後直ちにエアブローを行ったもの（IA 群）および製造者指示条件でアドヒーズの塗布を行ったもの（PA 群）の 2 条件、エッチングモードの違いと合わせて 4 条件の組み合わせとした。各条件に従って歯面処理を行った後、プラスチック型を用いてコンポジットレジンを填塞、30 秒間光照射を行った。これらの接着試片は、37°C 精製水中に 24 時間保管後、万能試験機を用いて接着強さを測定した。表面自由エネルギーの測定に際しては、接着試験と同様の条件でアドヒーズの塗布を行った被着面をアセトンおよび蒸留水で 15 秒間ずつ交互洗浄し、これを接触角測定用試片とした。測定には、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、セシルドロップ法で行った。なお、ベースラインとした象牙質研削面およびリン酸エッチング処理面についても同様に測定した。また、アドヒーズ処理面および象牙質接着界面、接着試験終了後の破断面については通法に従って SEM 観察した。

その結果、アドヒーズの種類および塗布時間は、接着強さへの有意な影響因子であったものの、エッチングモードの違いは有意な影響因子ではなかった。SE モードでの IA および PA 群の比較では、AU, SU および SP において PA 群で有意に高い接着強さを示したが、他のアドヒーズにおいては IA および PA 群間に有意差は認められなかった。一方、ER モードにおいては AU および SU は、PA 群で IA 群に比較して有意に高い接着強さを示したが、他のアドヒーズにおいては IA および PA 群間に有意差は認められなかった。表面自由エネルギーの測定からは、表面自由エネルギー ( $\gamma_s$ ) は、エッチングモードおよびアドヒーズによって異なった。象牙質研削面およびリン酸エッチング処理面の

$\gamma_s$  は、それぞれ  $69.5 \text{ mN} \cdot \text{m}^{-1}$  および  $30.6 \text{ mN} \cdot \text{m}^{-1}$  であり、リン酸エッチングによって表面自由エネルギーは有意に低下した。いずれのアドヒージブにおいても、塗布時間の違いにかかわらず、 $\gamma_s$  は ER モードに比較して SE モードで有意に高い値を示した。また、SE モードでのアドヒージブ処理後の  $\gamma_s$  は、いずれのアドヒージブにおいても象牙質研削面に比較して有意に低い値を示した。ER モードにおいては、いずれのアドヒージブにおいてもベースラインのリン酸エッチング処理面に比較して有意に高い値を示した。

SEM 観察から、SE モードでの IA 群におけるアドヒージブ処理面は、研削時の削除痕が観察されるとともにスミヤー層の残留が観察された。一方、SE モードの PA 群ではスミヤー層およびスミヤープラグの一部が除去された像が観察された。ER モードにおいては、いずれのアドヒージブおよび塗布時間にかかわらずスミヤー層は完全に除去され、象牙細管の開口が観察された。象牙質接着界面の SEM 像からは、エッチングモードの違いによってその接着界面の微細構造は異なるものであった。

以上のように本研究の結果から、CP、GP および TU においては、いずれのエッチングモードにおいても象牙質接着強さは、塗布時間の影響を受けなかった。一方、アクティブ処理および塗布時間の延長が必要な AU、SU および SP では、エッチングモードの違いにかかわらず IA 群は PA 群に比較して低い接着強さを示した。したがって、ユニバーサルアドヒージブの種類によっては塗布時間の影響を受けるため、使用するユニバーサルアドヒージブの特性を理解する必要があることが示された。