

学位論文

表 題: コンポジットレジン充填時における重合前の汚染による影響

所 属: 岡山大学大学院医歯薬学総合研究科

機能再生・再建科学専攻

生体機能再生・再建学講座

歯科保存修復学分野

投稿者: 横山 章人

原稿総紙数: 24 枚 (本文, 文献, 表題脚注)

図: 4 枚 (図 1, 図 3～図 5)

写真: 2 枚 (図 2, 図 6)

表: 1 枚

電子媒体: CD 1 枚

別刷数: 50 部

連絡先: 横山 章人 (PHS: 3640)

メールアドレス: ayokoyama@s.okayama-u.ac.jp

(勤務先) 〒700-8525

岡山市北区鹿田町 2-5-1

岡山大学大学院医歯薬学総合研究科

歯科保存修復学分野 (内線: 6672)

コンポジットレジン充填時における重合前の汚染による影響

横山章人

Influence of surface contamination of uncured composite resin
on the bond strength and micro hardness

Akihito Y_{OKOYAMA}

(平成28年12月15日受付)

緒言

近年の活発な口腔保健啓発活動と歯周治療の進展により，中高齢者の残存歯数の増加が認められている¹⁾。しかし，歯数の増加と歯肉退縮に伴い根面う蝕の発症リスクが高まっている¹⁻³⁾。また，う蝕のみならず，加齢に伴う非う蝕性歯頸部欠損の増加も報告されており⁴⁾，歯根面欠損の適切な対応が望まれている。

歯根面の欠損に対する歯科治療として，接着性コンポジットレジン修復が臨

床応用されている。コンポジットレジン修復は 2000 年に FDI (Fédération Dentaire Internationale) が提唱した MI (Minimal Intervention) の概念を支えるものとして捉えられており^{5,6)}、前歯または歯頸部の小窩洞や臼歯の単純窩洞のみならず、歯冠破折など比較的大型の窩洞や臼歯部隣接面を含む複雑窩洞にも広く応用されるようになった。

歯頸部の修復治療の際は、唾液や歯肉溝浸出液、呼気等の防湿が困難であり、窩洞形成時の歯肉出血や隔壁形成時の歯肉出血を生じる可能性がある。在宅療養や全身疾患のための治療環境や時間の制限はさらに治療を困難にする要因となる。コンポジットレジン修復において、唾液^{7,8)}、血液⁹⁻¹²⁾による象牙質被着面の汚染は、接着強さを低下させることが確認されている。血液による汚染は血球由来のタンパク¹⁰⁾や、フィブリノゲン、血小板がレジン表面に固着し、水洗により除去することは困難であり¹²⁻¹⁵⁾、血液による汚染は水分や唾液による汚染よりも影響が大きいことが報告されている^{13,15-18)}。また、積層充填中に血液で汚染された場合にも一層目のレジンと追加したレジンとの間の接着強さが低下するという報告もある¹⁹⁾。しかし、血液等による汚染は歯面処理前後のみならずレジン充填操作の各段階で起こり得る。重合前の汚染はレジンの硬化を阻害し、機械的強度を低下させる可能性があるが、窩洞に充填し終えてから光重合するまでの間に汚染した場合の影響を調査した研究は未だなく、その調査が

望まれる。

そこで本研究では、コンポジットレジン充填操作時の重合前における血液等の汚染が、重合後のコンポジットレジンの接着強さや機械的強度に及ぼす影響を検討することを目的として実験を行った。

材料ならびに方法

1. 使用材料

使用した材料とその組成を表 1 に示す。光重合型コンポジットレジンクリアフィル マジェスティ ES-2 (クラレノリタケデンタル) を、また歯面処理材はクリアフィル メガボンド FA (クラレノリタケデンタル) を用いた。そして汚染物質には精製水と血液を用いた。血液として、新鮮牛血液にアルセバー氏液を等量混合した牛保存血液 (日本バイオテスト研究所) を使用した。

接着強さ試験には 4℃で冷蔵保存されたヒト抜去大臼歯を使用した。抜去歯の使用に際しては「ヘルシンキ宣言 (ヒトを対象とする生物学的研究に携わる医師のための勧告)」に基づく倫理的原則を遵守するとともに、岡山大学大学院医歯薬学総合研究科の倫理委員会の許可 (承認番号 189 号) の下で実施した。

2. 微小引張接着試験用試料の作製

モデルトリマー（MT-7，モリタ東京製作所）を用いて，抜去歯の歯冠近心面に象牙質平坦面を作成後，耐水研磨紙#600 を用いて注水下で研削し被着面とした。歯面処理は取扱い説明書記載の指示に従い，被着面にプライマーを塗布し20 秒間処理した後，マイルドなエアブローにより乾燥した。次にボンドを塗布し，再度エアブローを行った後に，光照射器（ペンキュアー2000，モリタ）を用いて 10 秒間の光照射を行った。光照射器の照射光量は $1000\text{mW}/\text{cm}^2$ 以上であることを確認し使用した。コンポジットレジン被着面は被着面の端から 1 mm 程度離し，縦横約 $5\times 5\text{ mm}$ ，高さが約 2 mm の直方体となるようにレジン充填器を用いて築盛した。その後築盛したレジン全体を覆う様に精製水あるいは血液を滴下し汚染状態を再現した。汚染条件は，精製水 5 秒間作用，精製水 1 分間作用，血液 1 分間作用の 3 条件とし，それぞれ W5s 群，W1m 群，B1m 群とした。汚染処理後，W5s 群と W1m 群は 20 秒間の光照射を行った。B1m 群については血液色が無くなるまで洗瓶を用いて精製水で水洗し，光照射を 20 秒間行った。また，汚染処理を行わずに光照射した群を対照群（CONT 群）とした。その後引張試験に必要な試料の長さを確保するためにさらにレジンを追加築盛し光重合させた。試料は 37°C の水中に 24 時間保管し，その後精密低速切断機（Isomet low speed saw, Buehler）を用いて，被着面が約 $1\times 1\text{ mm}$ になるように角柱型連続切

片を作製した。汚染が接着界面に及ぼす影響を部位ごとに解析するため、築盛したレジンの接着面の端を一部含むものを外群、それ以外のものを内群として切片を区別し、微小引張接着強さ試験の試料とした。

3. 微小引張接着強さの測定

小型卓上試験機（EZ-Test，島津製作所）を用いてクロスヘッドスピード 1.0 mm/min の条件下で微小引張試験を行った。切片の断面径を計測して断面積を算定し、測定値から接着強さを求めた。接着強さの値は、二元配置分散分析および Bonferroni の方法を用い、有意水準 5 %で統計処理を行った。

4. 破断面形態の観察

微小引張接着試験後の試料の破断面を、デジタルマイクロスコープ（VH-5500, KEYENCE）を用いて観察した。破断面の破壊形態は象牙質とレジンの界面における破壊，レジンでの凝集破壊，象牙質での凝集破壊，および混合破壊の 4 種類に分類した。

5. ヌープ硬さ測定用試料の作製

幅 2 mm，深さ 2 mm，長さ 15 mm のテフロンモールドにレジンを充填し，レジン充填器を用いて表面が平坦になるよう成形した。汚染の条件として，精製水 1 分間作用（W1m 群），血液 1 分間作用（B1m 群）を採用した。B1m 群については引張試験同様，汚染後水洗した。光照射の条件は，照射野を 10 秒毎に半

分ずらして合計 20 秒間光照射したものと、照射時間を倍の 40 秒に延長したものの 2 条件にて、各群 5 個ずつ作製した。

6. 汚染表面のヌープ硬さの測定

試料をモールドから外し、硬化直後ならびに水中 24 時間浸漬後の試料表面のヌープ硬さを、微小硬度計（HMV-1，島津製作所）を用い、荷重 98.07 mN，荷重保持時間 15 秒間の条件で計測した。測定値は 3 要因分散分析および Bonferroni の方法により有意水準 5 %で統計処理を行った。

7. 汚染表面の形態観察

汚染試料の表面形態を確認するため、硬化直後、光照射 20 秒の試料について、白金パラジウム蒸着（MSP-1S，真空デバイス）を行い、走査型電子顕微鏡（Scanning Electron Microscope: SEM, JSM-6701F, 日本電子）を用いて観察を行った。

結果

1. 象牙質接着強さ

微小引張り接着試験を行った結果、群ごとの平均値は CONT 群 30.09 ±

10.17 MPa（平均±標準偏差）に対し、W5s 群 27.91 ± 13.07 MPa, W1m 群 24.14 ± 8.55 MPa, B1m 群 23.00 ± 10.26 MPa であった。切片の位置で外群と内群に区別した微小引張り接着試験の結果を図 1 に示す。CONT 群の外群と内群はそれぞれ 31.38 ± 10.87 MPa と 27.34 ± 8.56 MPa に対し、W5s 群は 28.34 ± 14.50 MPa と 26.95 ± 9.91 MPa, W1m 群では 23.73 MPa と 25.02 ± 8.86 MPa, B1m 群では 23.17 ± 12.48 MPa と 22.64 ± 2.45 MPa であった。統計解析の結果、汚染の条件、あるいは試料の外群と内群、いずれの群間においても有意差を認めなかった。

微小引張り接着試験後の破断面のマイクロスコープ観察像の代表例を図 2 に示す。いずれの群もレジンの凝集破壊あるいは象牙質—レジン界面破壊、もしくはそれらの混合破壊像を示した。破断面形態の割合を図 3 に示す。破断面形態は、どの群においてもレジン凝集破壊は外群で多く、内群では減少した。また、CONT 群、W1m 群の内群、B1m 群ではレジン凝集破壊と界面破壊の混合像が多くを占めた。群間で破壊様式の割合にばらつきは認められるが、汚染条件における特徴的な傾向は認められなかった。

2. ヌープ硬さ

試料表面のヌープ硬さ試験の結果を図 4 に示す。分散分析の結果、光照射時間 ($F(1, 48) = 12.5$)、汚染の種類 ($F(2, 48) = 25.9$)、硬化後の経過時間 ($F(1, 48) = 10.5$) の 3 要因にすべて有意な主効果が認められたが、交互作用は

なかった。従って、それぞれの群の比較を Bonferroni の方法により行い、以下の結果が得られた。

光照射 20 秒の試料の硬化直後のヌープ硬さの平均値は W1m 群が 15.9 ± 6.5 HK (mean $\pm$ SD), B1m 群が 14.3 ± 7.6 HK であり、どちらも CONT 群 27.9 ± 11.4 HK と比較して有意に減少した。

光照射 20 秒の硬化後 24 時間経過後の試料表面のヌープ硬さは、CONT 群が 31.5 ± 11.4 HK に対し、W1m 群は 24.2 ± 7.5 HK, B1m 群は 15.3 ± 7.6 HK であった。W1m 群と CONT 群には有意差が認められなかったが、B1m 群は W1m 群および CONT 群と比較し有意に減少していた。

光照射時間を 40 秒に延長した場合は、硬化直後は CONT 群が 30.9 ± 11.8 HK, W1m 群が 22.0 ± 8.8 HK, B1m が 19.4 ± 6.0 HK であった。W1m 群および B1m 群は CONT 群と比較して有意に減少した。24 時間経過後は CONT 群が 33.9 ± 12.3 HK, W1m 群が 29.1 ± 9.4 HK, B1m 群が 24.7 ± 8.3 HK であり、W1m 群は CONT 群との間には有意差は認められなくなり、B1m 群のみが CONT 群と有意差を認めた。

光照射時間の違いによるヌープ硬さの比較を図 5 に示す。光照射時間の要因について照射時間を 20 秒から 40 秒へ延長することでヌープ硬さに有意差がみられた。各群間の比較では、有意差は 24 時間後の B1m 群のみに認められ光照

射 40 秒の群が 20 秒の群と比較してヌープ硬さが明らかに上昇した。

SEM 観察の各群の代表像を図 6 に示す。CONT 群ではレジンに配合されている粉砕フィラーの隆起が観察された。W1m 群においても CONT 群と同様の像が認められた。B1m 群では、レジン表面に凝集物が付着した像が観察され、フィラーの隆起が不明瞭になった。

考察

接着性コンポジットレジン修復におけるトラブルの一つに修復操作中の唾液汚染や血液汚染がある。歯頸部の修復では辺縁歯肉からの滲出液や出血のための汚染が生じやすく、防湿が困難である。歯質接着操作中の口腔内の唾液や血液による汚染は接着阻害因子となり、接着強さを低下させることが報告されている。そのため、臨床では歯質接着操作中は血液汚染が生じないように細心の配慮をするが、この汚染は修復操作の各段階で起こりうるもので、窩洞にレジンを充填し光重合するまでの間に汚染してしまうことも想定される。しかし、その場合に生じる具体的な影響は報告されていない。そこで本研究は、コンポジットレジン修復における充填操作中に起こった唾液あるいは血液による汚染を想定し、

レジンを充填してから光重合までの汚染が、接着強さとコンポジットレジン材料の表面硬さに及ぼす影響を検討した。

コンポジットレジンにはペーストタイプで、前歯から臼歯まで臨床にて広く使用されているクリアフィル マジェスティ ES-2 を採用した。また歯面処理材にはプライマーに抗菌性モノマーMDPB (12-methacryloyloxydodecylpyridinium bromide) が含まれ、ボンドに表面処理フッ化ナトリウムが配合されたクリアフィル メガボンド FA を使用した。根面う蝕では感染歯質の完全な除去が困難なことがあり、メガボンド FA は抗菌性やう蝕予防効果を期待できるため根面う蝕への使用を推奨されている^{20,21)}。

引張試験と剪断試験は接着強さの代表的な測定法であり、それぞれ従来よりも被着面積を小さくした微小引張試験^{22,23)}、微小剪断接着試験が現在広く行われている。本研究では接着界面に築盛したレジンを光重合前に汚染させる必要性から、汚染物質の到達を妨げるマスキングテープや隔壁を用いる接着試験は採用せず、接着硬化後に接着試験用試料を調製し、断面積を計測できる微小引張試験を行った。微小引張試験は試料の断面積を小さくすることにより、被着面積の大きい従来の引張試験と比べ象牙質凝集破壊が減少し、真の界面の接着強さに近づくことが示唆されている^{22,24)}。

本研究では歯頸部の修復での汚染を想定しているため、被着歯面は抜去歯の

近心面に形成した。汚染物質による接着界面への影響は、まず汚染物質に触れる接着面の端から影響が生じるものと予想された。よって、接着試料作製の際に断面の一边ないし二辺の一部が直接汚染物質に触れる接着試料の外側と、それ以外に位置する試料の内側に区別し、接着強さへの影響の有無を検討した。

汚染の条件として精製水、あるいは血液の汚染を検討した。血液汚染の作用時間はレジンの充填操作時間を想定し、1 分間とした。充填時におけるマトリックスレジンの経時的な吸水を考慮し、水による影響は充填後光照射を行うまでを想定した 5 秒間と、汚染時間と同じ 1 分間を設定し比較を行った。

微小引張接着試験を行った結果、微小引張接着強さは実験群とコントロール群との間に有意差は認められず、また外群と内群間にも有意差を認めなかったことより、レジン充填後光照射前に血液の汚染が生じてても接着強さに影響はないことが示された。また、本実験では血液として牛保存血液を用いた。一般に実験的な汚染物質として使われる血液はヒト由来あるいはウシ等の動物由来の血液であり、新鮮血^{12,14,16,17,19,25,26,)}や血清²⁷⁾、あるいはヘパリン、クエン酸ナトリウム等の抗凝固剤を用いた保存血液^{9,10,25,28,29)}や血漿^{7,9)}である。保存血液と血漿との間で接着強さへの影響の違いがみられること⁹⁾や、添加されたヘパリンによる接着強さへの影響が報告されている²⁵⁾。本実験に用いた血液にはクエン酸ナトリウムが作用するアルセバー氏液が添加されているが、接着強さには影響

しなかった。以上の結果より、本研究で検討した重合前の汚染は接着強さに関しては影響がなく、過去の報告で影響があるとされる接着操作中の汚染防止が重要であると結論付けることができる。

破断面形態の観察を行った結果、レジンの凝集破壊と象牙質—レジン界面破壊像あるいはそれらの混合像を示した。破断面形態は、どの群においてもレジン凝集破壊は外群で多く、内群では減少した。内群に比べ外群でレジン凝集破壊の割合が多くなることは、内群の接着界面の接着強さが低下しているか、あるいは外群のレジンの強度が低下していることを示す。CONT 群においても外群のレジン凝集破壊が多くなっていることから、これは汚染による影響とは考えられず、試料の中央に光照射をしたため内側と外側で重合度が異なること、コンポジットレジンを直方体に築盛する際の成形でレジンの外側の部分が欠陥を含みやすくなっていることが予想された。また、各群においてレジン凝集破壊と界面破壊の混合破壊をはじめ破壊様式の割合は多様で規則性がなく、汚染条件に相応した特徴は認められなかった。

コンポジットレジンの製品の多くは Camphorquinone (CQ) を光重合開始剤とし、ME2 に含まれる bisphenol A-glycidyl methacrylate (Bis-GMA) や urethane dimethacrylate (UDMA), triethylene glycol dimethacrylate (TEGDMA) に代表されるジメタクリレート系モノマーのラジカル重合反応により架橋ポリマーが生

成される³⁰⁾。一方、重合度は光の強度に依存し、硬化体内部でも重合は不均一となる³¹⁾。特に酸素存在下ではラジカルが酸素と反応し、重合反応は遅延あるいは阻害され、レジン硬化体表層部に低重合層が生じる^{32,33)}。このためレジンの硬さは表層が低く、深くなるに従い一定の深さまでは増加し、それ以後の深さでは透過する光の減退により低下していくことが知られている^{34,35,31,33)}。

硬化前の汚染がコンポジットレジンへ及ぼし得るものとして、重合度への影響が予測されたため、表面硬さの変化を検討するためにヌープ硬さ試験を行った。ヌープ硬さはコンポジットレジンの重合率を反映する指標として過去の研究にて多く用いられている^{34,35)}。

本研究では硬化前に汚染させたレジンの硬化後の表面硬度を測定することを目的としたため、レジンの賦形に圧接用のフィルム、ストリップス等は使用せず、レジン充填器で可及的に平坦にした面を測定面とした。そのため、測定面は理想的な平坦面ではなく、微小な凹凸が残存している。その影響を除くため、微小硬度計の 400 倍拡大の同一焦点で試料を水平移動することにより測定面に傾きが無いことを確認し、ヌープ硬さ測定後ヌープ圧子による圧痕に異常のない箇所を任意の測定点として採用した。B1m 群においては術式による光照射の影響を可及的少なくするため、血液の色が目視できなくなるまで水洗し、その後光照射を行った。

ヌープ硬さ試験の結果、光照射 20 秒の場合 CONT 群のヌープ硬さに対して、硬化直後は W1m 群と B1m 群のヌープ硬さは有意に低く、また 24 時間経過後では B1m 群のヌープ硬さは低下したままで変化はなかったが、W1m 群のヌープ硬さは上昇し CONT 群との間に有意差が認められなかった。

汚染群の硬化直後の W1m 群および B1m 群のヌープ硬さが低下した要因として、硬化時に表面に残存している水の層により、光が減弱された可能性が考えられる。さらに B1m 群については、血液成分が残存し光の透過を阻害していることが考えられる。さらに、歯面処理剤へ抗酸化作用をもつ架橋剤の添加により重合率が低下することが報告されており³⁶⁾、血液に含まれる抗酸化物質がレジン表層において重合を阻害した可能性が想定される。またレジンペーストに付着した血液を除去するための水洗や乾燥がレジンの物性を低下させることも推察され¹⁵⁾、水よりもヌープ硬さへの影響が長く継続したものと思われる。一方 W1m 群では、硬化後 24 時間後においてヌープ硬さが上昇する傾向がみられた。硬化後のコンポジットレジンに残存するラジカル反応により重合反応が進み、ヌープ硬さの上昇がみられることが報告されているが³¹⁾、本実験による結果はこのような過去の報告とも一致しており、水による汚染は機械的性質の回復がある程度可能であることを示唆している。

今回、血液汚染による何らかの成分の残存がコンポジットレジンへ到達する

光量を低下させ、その結果低重合となっていると仮定し、光照射時間を 2 倍の 40 秒間行った実験群を設定し比較した。その結果光照射 40 秒間での B1m 群は、20 秒間行った群よりもヌープ硬さが有意に上昇し、CONT 群の値に近づいた。また W1m 群においても光照射を 40 秒間とすることで光照射 20 秒間より硬さの上昇の傾向がみられた。一方 CONT 群のヌープ硬さについては照射時間の延長による変化はあまり認めなかった。光照射時間の延長によりコンポジットレジンのヌープ硬さは一定の値まで上昇がみられるが、その後照射時間を延長しても変化がみられないことが報告されている³¹⁾。本実験のヌープ硬さの推移は、この報告とも一致しているといえることができる。

試料表面を SEM により観察した結果、CONT 群および B1m 群ではレジジンに配合されている粉砕フィラーの隆起が観察され、変化は認められなかった。B1m 群では、レジジン表面に凝集物の付着が著明であり、CONT 群と明らかに異なった像が観察された。被着面への血液汚染を扱った過去の研究では、水洗のみでは血液の除去は不十分であることが示されており¹²⁻¹⁵⁾、血液由来タンパクの残留物が報告されている¹⁰⁾。また被着面の SEM 観察では、形態学的差異を認めなかったものもあれば、血球の残留像や、血球残留の可能性のあることを示す陥凹部の存在を報告したものもある¹⁹⁾。血球の存在が形態的にみられない場合でも、血球タンパクや血漿タンパクは残留していることも確認されている¹⁰⁾。本

研究においては SEM 観察を行った結果、血液成分由来と考えられる凝集物の存在を認めた（図 6）。このことから、血液汚染により血球や血液タンパク等の残留物が光照射の際に光の強度を減弱させ、また汚染物質によりレジンの重合を低下させる要因となった可能性が考えられた。さらに本研究では、光照射時間の延長は残留部の影響で低下した光量の減少を補償し重合反応を亢進させ、表面硬さを改善することが示された。ヌープ硬さの低いレジンは、経時的変色が大きいという報告³⁷⁾があり、表層のレジンを十分に硬化させることはレジンの審美性や耐久性の向上につながる。従って、修復操作中に血液汚染が生じた場合の対策法として、照射時間の延長が有効であり、修復物の予後に貢献することができるといえる。

結論

コンポジットレジン填塞後、未重合での水あるいは血液による汚染は、歯とコンポジットレジンの接着に影響を及ぼさなかった。一方で、未重合レジンの血液汚染によりコンポジットレジン硬化後の表面硬さは明らかに低下したが、光照射時間の延長により硬さが改善した。よって、重合前の汚染に対する対策法として光照射時間の延長が有

効であると示唆された。

謝辞

稿を終えるにあたり，懇篤なるご指導，ご高閲を賜りました岡山大学大学院医歯薬学総合研究科歯科保存修復学分野，吉山昌宏教授に謹んで感謝の意を表します。また，懇切なるご指導を賜りました岡山大学大学院医歯薬学総合研究科歯科保存修復学分野山路公造講師，大原直子助教に心より感謝いたします。最後に本研究を行うに当たり，貴重なご援助とご助言を頂きました岡山大学大学院医歯薬学総合研究科歯科保存修復学分野の諸先生方に厚く御礼申し上げます。

参考文献

- 1) 日本口腔衛生学会 編. : 平成 23 年歯科疾患実態調査報告. 口腔保健協会, 2013.
- 2) 福島正義, 吉羽邦彦, 山賀雅裕 : 成人の口腔疾患に関する疫学的調査 (第 2 報) 高齢地域における疾病構造. 日歯保誌, **37**, 1624-1634, 1994.
- 3) Bignozzi, I., Crea, A., Capri, D., Littarru, C., Lajolo, C. and Tatakis, D.N. : Root caries: a periodontal perspective. *J. Perio. Res.*, **49**, 143-163, 2014.
- 4) Levitch, L.C., Bader, J.D., Shugars D.A. and Heymann H.O. : Non-carious cervical lesions. *J. Dent.*, **22**, 195-207, 1994.
- 5) Tyas, M.J., Anusavice, K.J., Frencken, J.E. and Mount, G.J. : Minimal intervention dentistry –a review. FDI Commission Project 1-97. *Int. Dent. J.*, **50**, 1-23, 2000.
- 6) 吉山昌宏 : MI コンセプトのコンポジットレジン修復 ; MI 時代歯科知識—プラークコントロール サイエンス&プラクティス— (吉山昌宏, 伊藤博夫, 十河基文編). 1 版, 永末書店, 京都, 47-62, 2009.
- 7) Xie, J, Powers, J.M. and McGuckin R.S. : *In vitro* bond strength of two adhesives to enamel and dentin under normal and contaminated conditions. *Dent. Mater.*, **9**, 295-299, 1993.

- 8) 横田春日, 川口政廣, 横田広彰, 久保至誠, 林 善彦 : セルフエッチングブライマーシステムの象牙質接着に及ぼす唾液汚染の影響. 日歯保誌, 46, 916-924, 2003.
- 9) 森川正治, 成川公一 : 血液汚染がコンポジットレジン of 象牙質接着に与える影響. 日歯保誌. 39, 168-179, 1996.
- 10) 白石 充 : 血液により汚染された象牙質表面の分析と接着性修復への影響. 日歯保誌, 41, 236-252, 1998.
- 11) Yoo, H.M. and Pereira, P.N. : Effect of blood contamination with 1-step self-etching adhesives on microtensile bond strength to dentin. *Oper. Dent.*, 31, 660-665, 2006.
- 12) Chang, S.W., Cho, B.H., Lim, R.Y., Kyung, S.H., Oh, T.S. and Yoo, H.M. : Effects of blood contamination on microtensile bond strength to dentin of three self-etch adhesives. *Oper. Dent.*, 35, 330-336, 2010.
- 13) van Schalkwyk, J.H., Botha, F.S., van der Vyver, P.J., de wet, F.A. and Botha, S.J. : Effect of biological contamination on dentine bond strength of adhesive resins. *J. SADJ.*, 58, 143-147, 2003.

- 14) de Carvalho, M.E.C., Vieira, S.N., Kawauchi, F.A., Powers, J. and Matos, A.B. :
Influence of blood contamination on bond strength of a self-etching system. *Eur. J. Dent.*, 4, 280-286, 2010.
- 15) Sheikh-Al-Eslamian, S.M., Panahandeh, N., Najafi-Abrandabadi, A., Hasani, E.,
Torabzadeh, H. and Ghassemi, A. : Effect of decontamination on micro-shear bond
strength of silorane-based composite increments. *J. Invest. Clin. Dent.*, DOI:
10.1111/jicd.12196., 2015.
- 16) Abdall, A.I. and Davidson, C.L. : Bonding efficiency and interfacial morphology
of one-bottle adhesives to contaminated dentin surfaces. *Amer. J. Dent.*, 11,
281-285, 1998.
- 17) Koppolu, M., Goqala, D., Mathew, V.B., Thanqala, V., Deepthi, M. and Sasidhar,
N. : Effect of saliva and blood contamination on the bond strength of self-etching
adhesive system – An in vitro study. *J. Conserv. Dent.*, 15, 270-273, 2012.
- 18) Elkassas, D. and Arafa, A. : Assessment of post-contamination treatments affecting
different bonding stages to dentin. *Eur. J. Dent.*, 10, 327-332, 2016.
- 19) Eiriksson, S.O., Pereira, P.N., Swift, E.J. Jr, Heymann, H.O. and Sigurdsson, A. :
Effects of blood contamination on resin–resin bond strength. *Dent. Mater.*, 20,
184-190, 2004.

- 20) Kuramoto, A., Imazato, S., Walls, A.W. and Ebisu, S. : Inhibition of progression of root caries by an antibacterial adhesive. *J. Dent. Res.*, **84**, 89-93, 2005.
- 21) Yoshikawa, K., Clark, D.T., Brailsford, S.R., Beighton, D., Watson, T.F., Imazato, S., Momoi Y. : The effect of antibacterial monomer MDPB on the growth organisms associated with root caries. *Dent. Mater. J.*, **26**, 388-392, 2007.
- 22) Sano, H., Shono, T., Sonoda, H., Takatsu, T., Ciucchi, B., Carvalho, R. and Pashley, D.H. : Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent. Mater.*, **10**, 236-240, 1994.
- 23) Shono, Y., Ogawa, T., Terashita, M., Carvalho, R.M., Pashley, E.L. and Pashley, D.H. : Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. *J. Dent. Res.*, **78**, 699-705, 1999.
- 24) Phrukkanon, S., Burrow M.F. and Tyas, M.J. : The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. *Dent. Mater.*, **14**, 212-221, 1998.
- 25) Dietrich, T., Kraemer, M.L.J. and Roulet, J.F. : Blood contamination and dentin bonding effect of anticoagulant in laboratory studies. *Dent. Mater.*, **18**, 159-162, 2002.
- 26) 白石 充, 谷本啓彰, 岩本圭司, 藤戸 寛, 井上正義 : 血液により汚染され

- た象牙質へのコンポジットレジン接着—象牙質前処理法の違いによる汚染の影響—. 日歯保誌, **46**, 604-612, 2003.
- 27) 高橋 圭, 西谷佳浩, 星加知宏, 田中久美子, 吉山 昌宏. : ワンボトルボンディング材 “アブソリュート 2” を用いた汚染歯質に対する接着. 接着歯学, **26**, 99-105, 2011.
- 28) Kaneshima, T., Yatani, H., Kasai, T., Watanabe, E.K. and Yamashita, A. : The influence of blood contamination on bond strengths between dentin and an adhesive resin cement. *Oper. Dent.*, **25**, 195-201, 2000.
- 29) 白石 充, 初岡昌憲, 本山正治, 藤戸 寛, 三原拓也, 井上昌孝, 井上正義 : 血液により汚染された象牙質へのコンポジットレジンの接着 共焦点レーザー顕微鏡による接着界面の観察. 日歯保誌, **43**, 1090-1095, 2000.
- 30) Burtscher, P. : Stability of radicals in cured composite materials. *Dent. Mater.*, **9**, 218-221, 1993.
- 31) 小倉雅光 : 光重合型レジンに関する研究—とくに硬化物内部のヌープ硬さからみた表層低重合層の厚さについて—. 日歯保誌, **30**, 1172-1184, 1987.
- 32) Shawkat, E.S., Shortall, A.C., Addison, O. and Palin, W.M. : Oxygen inhibition and incremental layer bond strengths of resin composite. *Dent. Mater.*, **25**, 1338–1346, 2009.

- 33) Bijelic-Donova, J., Garoushi, S., Lassila, L.V. and Vallittu, P.K. : Oxygen inhibition layer of composite resins: effects of layer thickness and surface layer treatment on the interlayer bond strength. *Eur. J. Oral. Sci.*, **123**, 53-60, 2015.
- 34) 平林 茂, 平澤 忠, 那須郁代, 中西 敏, 三宅裕昭 : 可視光線重合型コンポジットレジン重合の不均一性について. 歯材器誌, **3**, 665-679, 1984.
- 35) 野本理恵, 原嶋郁郎, 平澤 忠 : 光重合型コンポジットレジンの重合率分布. 歯材器誌, **10**, 161-170, 1991.
- 36) Liu, Y. and Wang, Y. : Effect of proanthocyanidins and photo-initiators on photo-polymerization of a dental adhesive. *J. Dent.*, **41**, 71-79, 2013.
- 37) 細矢由美子, 堀内礼子, 釜崎陽子, 嘉数恭子, 福本 敏, 西口美由季, 後藤 讓治 : 光重合型コンポジットレジンの経時的変色に及ぼすヌープ硬さの影響. 小児歯誌, **36**, 768-776, 1998.

表題脚注

岡山大学大学院医歯薬学総合研究科 機能再生・再建科学専攻 生体機能再生・再建学講座 歯科保存修復学分野（主任：吉山昌宏教授）

表 1 外群と内群を比較した微小引張接着強さ

HEMA: 2-Hydroxyethyl Methacrylate

MDP: 10-Methacryloyloxydecyl Dihydrogen Phosphate

MDPB: Methacryloyloxydodecyl Pyridinium Bromide

Bis-GMA: Biphenol A-Glycidyl Methacrylate

図 1 外群と内群を比較した微小引張接着強さ

標本数は CONT 外: 15, 内: 7, W5s 外: 18, 内: 8, W1m 外: 17, 内: 8, B1m 外: 14, 内: 7。

各群間に有意差なし。(Bonferroni correction)

図 2 微小引張接着試験後の破断面の代表像

A, B: CONT。C, D: W5s。E, F: W1m。G, H: B1m。

A, C, E, G: 象牙質側の破断面。B, D, F, H: レジン側の破断面。

(×200, スケールバー: 100 μm)

図 3 微小引張接着試験後の破断面形態の割合

図 4 試料表面のヌープ硬さ

左の図が照射時間 20 秒の群, 右の図が 40 秒の群のヌープ硬さを示す。

n=5, *: $p < 0.05$ (Bonferroni correction)

図 5 照射時間の違いによる試料表面のヌープ硬さの変化

左の図が硬化直後, 右の図が 24 時間経過後で, 各群の左が照射時間 20 秒, 右が照射時間 40 秒のヌープ硬さを表す。

n=5, *: $p < 0.05$ (Bonferroni correction)

図 6 汚染後の SEM 観察像

血液で汚染し, 水洗した後に光重合したレジンの SEM 観察像。(×1000, スケールバー: 10 μm)

CONT 群および W1m 群ではレジンに配合されている粉砕フィラーの隆起が観察された。B1m 群ではレジン表面に凝集物が付着した像が観察された。

表 1 主な使用材料

クリアフィル メガボンド FA	プライマー	モノマー: HEMA, MDP, MDPB
	ボンド	フィラー: シリカ系マイクロフィラー, 表面処理フッ化ナトリウム モノマー: Bis-GMA, MDP, HEMA, その他
クリアフィル	モノマー: Bis-GMA, その他のメタクリル酸系モノマー	
マジエスティ ES-2	フィラー: 表面処理ガラス粉, 表面処理有機複合フィラー	
牛保存血液	採血直後の牛血液とアルセバー氏液とを等量調製	
	アルセバー氏液: 2.05 %ブドウ糖, 0.42 %食塩, 0.8 %クエン酸ナトリウム, 0.055 %クエン酸	

HEMA: 2-Hydroxyethyl Methacrylate
MDP: 10-Methacryloyloxydecyl Dihydrogen Phosphate
MDPB: Methacryloyloxydodecyl Pyridinium Bromide
Bis-GMA: Biphenol A-Glycidyl Methacrylate

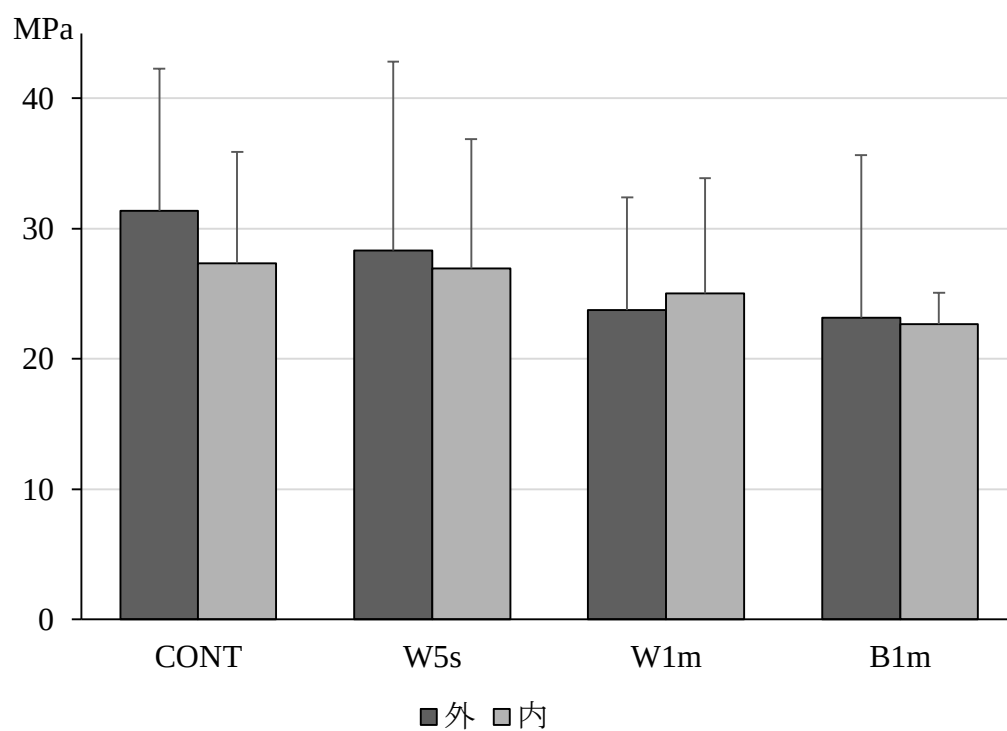


図1 外群と内群を比較した微小引張接着強さ

標本数はCONT・外群: 15, 内群: 7, W5s・外群: 18, 内群: 8, W1m・外群: 17, 内群: 8, B1m・外群: 14, 内群: 7。

各群間に有意差なし。(Bonferroni correction)

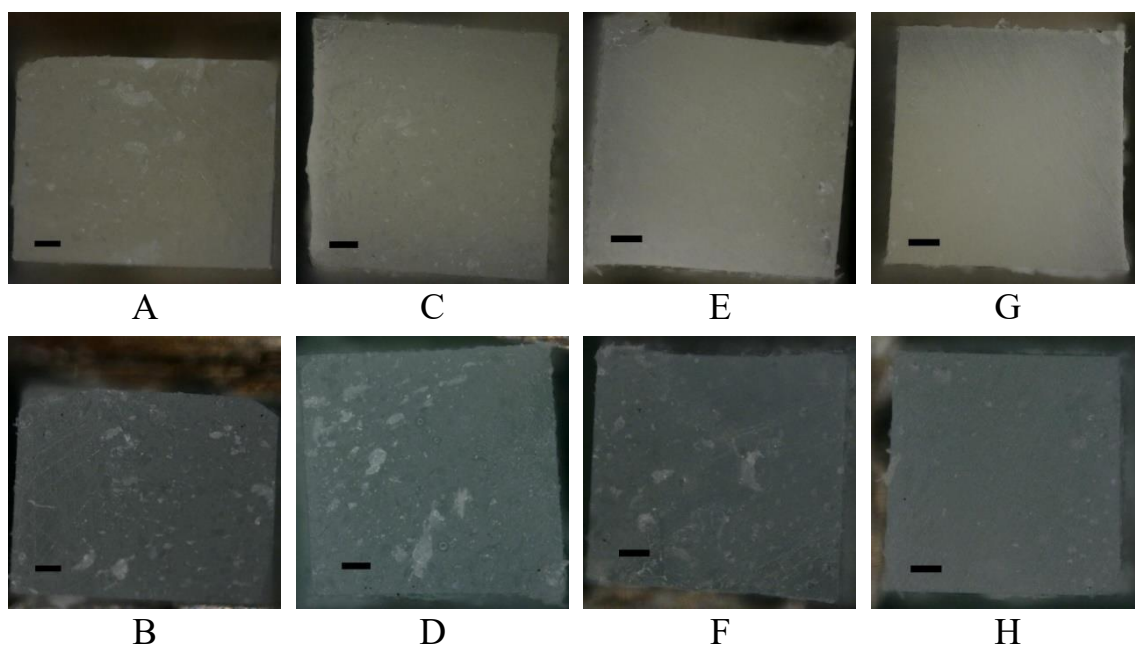


図 2 微小引張接着試験後の破断面の代表像

A, B: CONT 群。C, D: W5s 群。E, F: W1m 群。G, H: B1m 群。

A, C, E, G: 象牙質側の破断面。B, D, F, H: レジン側の破断面。

($\times 200$, スケールバー: $100\ \mu\text{m}$)

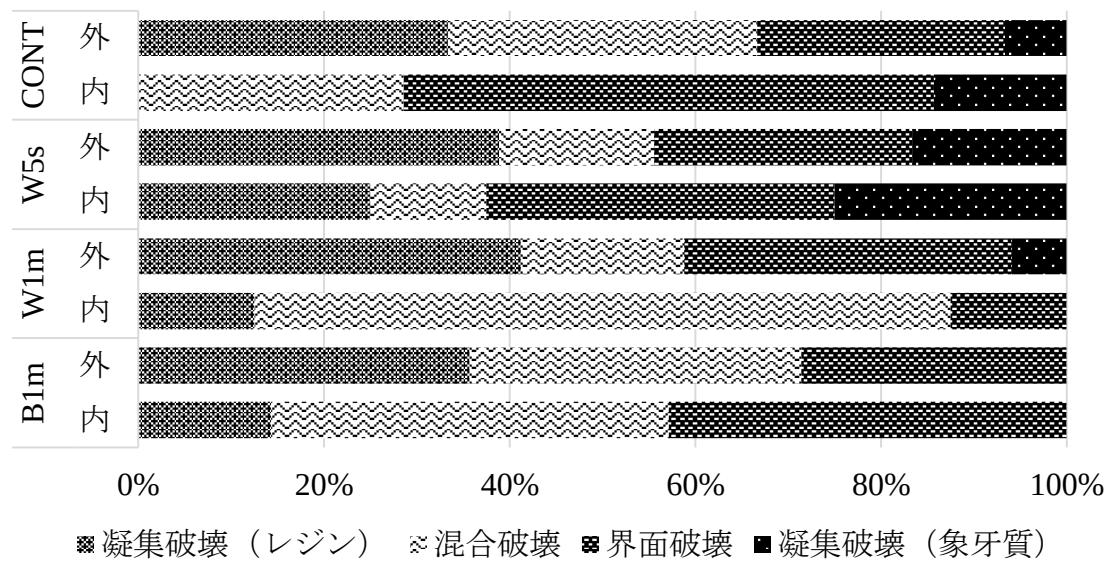


図3 微小引張接着試験後の破断面形態の割合

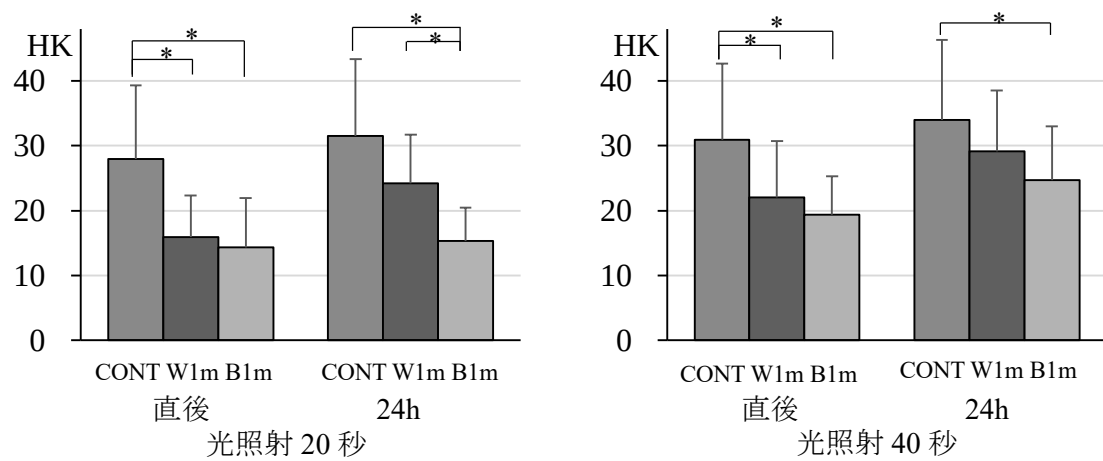


図 4 試料表面のヌープ硬さ

左の図が光照射時間 20 秒の群，右の図が 40 秒の群のヌープ硬さを示す。

n=5, *: $p < 0.05$ (Bonferroni correction)

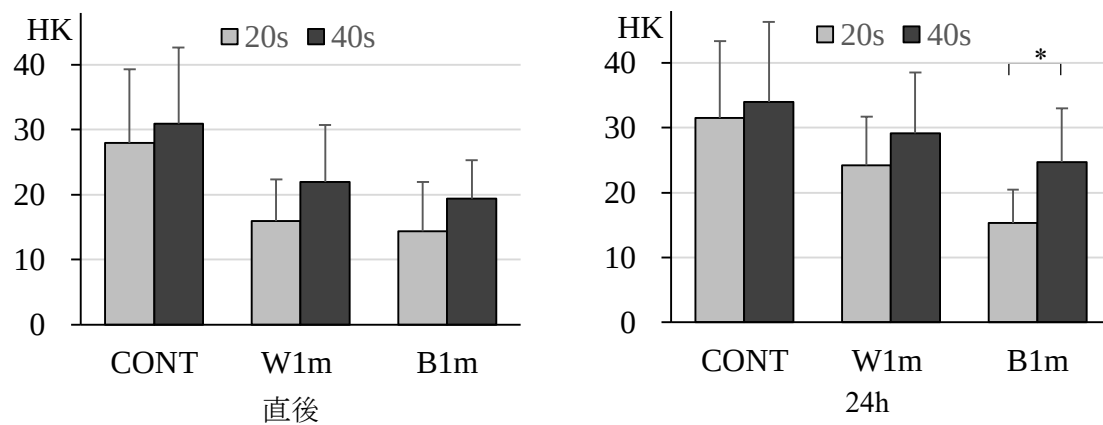
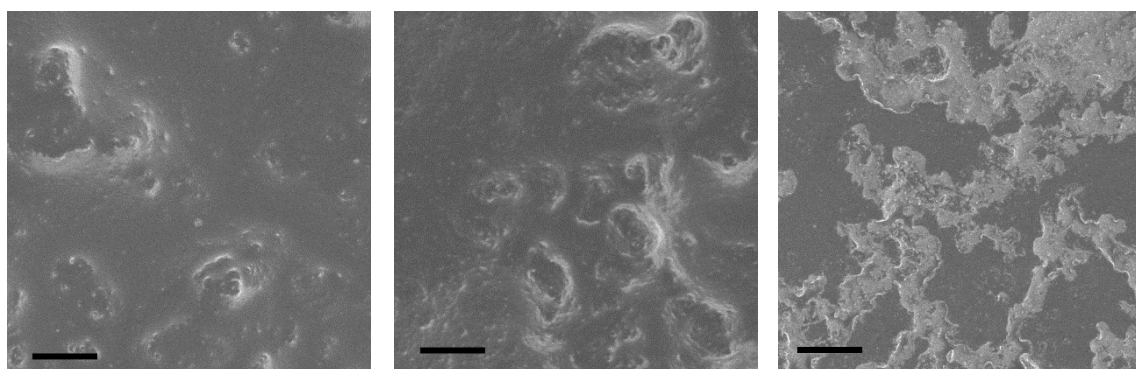


図5 光照射時間の違いによる試料表面のヌープ硬さの変化

左の図が硬化直後、右の図が24時間経過後で、各群の左が光照射時間20秒、右が光照射時間40秒のヌープ硬さを表す。

n=5, *: $p < 0.05$ (Bonferroni correction)



CONT

W1m

B1m

図 6 汚染後の SEM 観察像

血液で汚染し，水洗した後に光重合させたレジンの SEM 観察像。(×1000，スケールバー: 10 μm)

CONT 群および W1m 群ではレジンに配合されている粉砕フィラーの隆起が観察された。B1m 群ではレジン表面に凝集物が付着した像が観察された。