

コンポジットレジン修復前の唾液汚染に対する汚染除去材の接着強さに与える影響

齋藤 豪

(令和5年12月7日受付)

緒言

近年、口元の美容意識の高まりとともに、多くの人々が白く、自然な色調に見える歯を望んでいる。以前の齲蝕治療での臼歯部の修復においては、齲蝕の影響により着色した部分は全て削合し、適切な形態を有する窩洞を形成してメタルインレー修復することが一般的であった。21世紀に入り Minimal Intervention (MI) が提唱され、歯を削る量をなるべく少なくする方法が好まれ、臼歯部の修復方法はコンポジットレジン (CR) 修復へとシフトしてきた¹⁻³⁾。CRは、金属製のインレーよりも審美的に優れていることや、金属アレルギーを起こすことがなく、高い機械的性質、良好な研磨性、適切な色調適合性とともにより優れた操作性などが実現された⁴⁾ことから、現在、治療の第一選択肢として、非常に幅広い用途で臨床応用されるようになっている。

コンポジットレジン修復における接着システムは、より接着力が強く耐久性のあるものが開発されてきた⁵⁻⁷⁾。臨床操作ステップを減少させるとともに、安定した接着耐久性を獲得することが開発の方向性であり、これにさまざまな機能を付与することが試みられている。一方で、口腔内は窩洞形成後に、唾液⁸⁻¹⁰⁾ (ナトリウムやカリウムなどのイオン、アミラーゼ、糖質、リン酸塩、リゾチーム、免疫グロブリン、成長因子から構成)、血液¹¹⁻¹³⁾ (赤血球、白血球、血小板、血漿、血漿タンパク質から構成)、歯周ポケットからの滲出液 (白血球、サイトカイン、プロテアーゼ、バクテリアおよびその産物から構成)、歯

垢（細菌，食物残渣，唾液，デンプンや糖質から構成），歯石（カルシウムリン酸塩，マグネシウム，リン，タンパク質，バクテリアの残骸から構成），呼気（窒素，酸素，二酸化炭素，水蒸気，微量ガス成分から構成）などの様々な接着阻害因子によって被着面が汚染されると，接着強さが著しく低下することが報告されており¹⁴⁻¹⁶⁾，接着耐久性の低下による予後への影響が懸念される．血液による汚染の場合は，水洗しても付着したタンパク質を完全に除去することは困難であるため¹⁷⁾，再形成してやり直すのが最も望ましいとされている¹⁸⁾．

これら複数の接着阻害因子の中では，唾液汚染が臨床現場で最も頻度が高いと思われ，口腔内において使用される歯科材料の性質を調べる場合に，唾液の関与は欠かせないといえる．ヒト分泌唾液の組成については，分泌速度，自律神経緊張状態，刺激の種類，食事，疲労，ホルモンなどによって影響を受けるため，きわめて変動が激しい．そのため，実験の再現性にも影響するためにさまざまな人工唾液が考案されてきた．これらの人工唾液の組成は，天然のヒト分泌唾液の組成に類似し，硫化物とアルブミンを多量に含んでいる¹⁹⁻
²⁰⁾．先行研究により各汚染除去材には人工唾液に汚染された合着前の支台歯や試適後の補綴物の内面処理に対する汚染除去効果があることは，すでに明らかになっているが²¹⁻²²⁾，ヒト唾液による汚染を扱った報告はあまり見当たらない．被着面が汚染された場合には，再形成してやり直すことが現在の臨床では理想と考えられるが，現実的には困難である．そのため，ヒト唾液に汚染されたコンポジットレジン直接修復における，汚染除去方法に

ついて解明することは、今後の臨床の現場で大いに期待されると考えられる。コンポジットレジン直接修復に汚染除去材が適応された報告はなく、汚染除去材で窩洞を処理することで唾液中の汚染物を完全に除去できるならば、歯科臨床においてかなり有益なことだと考えられる。

本研究では、コンポジットレジン直接修復中の唾液汚染を想定し、象牙質被着面に対する汚染除去材の応用による汚染物除去効果と、CRの接着強さに与える効果について検討を行った。

材料ならびに方法

1. 使用材料

試料作製には4℃で冷蔵保存されたヒト健全抜去大臼歯62本と小臼歯11本を使用した。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臨床研究審査専門委員会において承認された研究計画(研1908-015)に準じて本研究を実施した。CRはクリアフィルAP-X（クラレノリタケデンタル）を、接着システムにはクリアフィルメガボンド2（クラレノリタケデンタル）を使用した。また汚染除去材として、カタナ[®]クリーナー（クラレノリタケデンタル）とマルチエッチャント

(YAMAKIN) を用いた。使用した接着システム、光重合型コンポジットレジン、汚染除去材の組成を表 1 に示す。なお唾液汚染として実験ごとに採取したヒト唾液は、吐唾法により研究対象者を椅子に座らせて安静状態を保ちながら、口腔内に溜まった唾液を自然流出させる安静時唾液を、非喫煙者である 49 歳の健常成人男性から採取した。

2. 唾液汚染試料の作製

適切に象牙質平滑面が露出するよう、ヒト抜去大白歯のおおよその歯冠中央部における切削対象部位を印記し、その印記を目印にモデルトリーマー (MT-7, モリタ製作所) を用いて、象牙質平滑面の中心部にエナメル質が残らないよう注意し、歯冠中央部に象牙質平滑面を形成した。その後、耐水研磨紙#600を用いて注水下で研削し象牙質被着面とした。歯面処理は取扱い説明書記載の指示に従い、被着面に新鮮なプライマーを一方向に擦りながら塗布することを20秒間繰り返して、象牙質平滑面全面を処理した後、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。次にクリアフィル AP-Xを厚さ5mmとなるように積層充填し光重合させた。なお唾液汚染は試料を唾液に1分間浸漬することとし、②～⑤グループはプライマー処理前に、⑥～⑪グループはプライマー処理後に汚染をおこなった。ボンドを塗布する前の試料体被着面の汚染および各処理の条件を変化させて、以下の11グループを検討した (図 1)。

①汚染のない被着面にプライマー処理 (コントロール)

- ②被着面を汚染後に乾燥してプライマー処理
- ③被着面を汚染後に水洗して乾燥後にプライマー処理
- ④被着面を汚染後に水洗して乾燥後にカタナ[®]クリーナーで処理してプライマー処理
- ⑤被着面を汚染後に水洗して乾燥後にマルチエッチャントで処理してプライマー処理
- ⑥プライマー処理した被着面を汚染後に乾燥（再プライマー処理なし）
- ⑦プライマー処理した被着面を汚染後に水洗して乾燥（再プライマー処理なし）
- ⑧プライマー処理した被着面を汚染後に乾燥して再プライマー処理
- ⑨プライマー処理後被着面を汚染後に水洗して乾燥後に再プライマー処理
- ⑩プライマー処理後被着面を汚染後に水洗して乾燥後にカタナ[®]クリーナーで処理して再プライマー処理
- ⑪プライマー処理後被着面を汚染後に水洗して乾燥後にマルチエッチャントで処理して再プライマー処理

3. 微小引張接着試験

製作した試料は37°Cの水中に24時間浸漬し、硬組織精密低速切断機（Isomet low speed saw, Buehler）を用いて、被着面に対して垂直な断面約1 mmのダンベル型連続切片を作製した。作製した連続切片は選択的に使用され、周辺部は破棄され、内側の4枚のみが使用された²³⁻²⁴。得られた切片はシアノアクリレート接着剤（モデルリペアII ブルー，モリタ）で固定を行い、卓上万能試験機（EZ Test, Shimadzu）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接着試験を行った。試料数は各8個とし、得られた結果はone-way ANOVAとTukey's testを用いて有意水準5%にて統計処理を行った。

4. サーマルサイクル試験

実験グループ①④⑤⑧⑨⑩⑪に関しては、新たに試料を作製し、サーマルサイクル試験を行った。サーマルサイクル試験は、サーマルサイクル試験器（サーマルサイクリング K178, 東京技研）を使用し、試料を5℃の水槽に30秒間浸漬、その後55℃の水槽に30秒間浸漬するサイクルを1サイクルとし、各試料について10,000サイクルのサーマルサイクル負荷を行った。得られた試料は、上記3の方法と同様の手順で微小引張接着試験を行った。試料数は各8個とし、得られた結果はone-way ANOVAとTukey's testを用いて有意水準5%にて統計処理を行った。

5. 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）で観察後、試料をオスミウムコーター（HPC-1S, 真空デバイス）を用いてオスミウム蒸着処理を行い、走査型電子顕微鏡（以下SEM, S-4800, 日立）にて加圧電圧15 kVの条件下で観察を行なった。破断面の破壊形態は象牙質とレジンの界面における界面破壊、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²⁵⁻²⁶。

6. 歯面処理面の観察

歯面処理後の象牙質被着面の唾液中の汚染物除去の状況を比較検討するために、歯面処

理面の観察を行った。歯面処理面はモデルトリマーを用いて、ヒト健全抜去小白歯の歯冠中央部に象牙質平滑面を形成後、咬合面の象牙質を耐水研磨紙#600を用いて注水下で研削し、硬組織精密低速切断機を用いて、厚さ1 mmの象牙質片を横断して切り出し、耐水研磨紙#600を用いて研磨し、全ての群に関して各3切片を作製した。試料体はそれぞれの実験条件で、ボンディング材塗布手前までの歯面処理を施し、アルコール上昇系列による脱水、t-ブチルアルコール凍結乾燥後オスミウム蒸着処理を行い、SEMにて加圧電圧15 kVの条件下で歯面処理面のSEM観察を行った。

7. レジン-象牙質接着界面の観察

接着界面観察用試料として、新たに実験グループ①④⑤⑧⑨⑩⑪各4切片を、微小引張接着試験と同様に処理し作製した。作製した試料体は、サーマルサイクル負荷後、硬組織精密低速切断機を用いて縦断し、切断面を注水下にて耐水研磨紙#2000を用いて研磨した後、40 wt%リン酸水溶液で15秒間、10%次亜塩素酸ナトリウム水溶液（ネオクリーナー、ネオ製薬）で10分間処理を行った。試料は水洗後、2.5%グルタルアルデヒド水溶液で24時間固定を施して、アルコール上昇系列による脱水、t-ブチルアルコール凍結乾燥後オスミウム蒸着処理を行い、SEMにて加圧電圧15 kVの条件下で接着界面の微細構造を観察した。

結果

1. 微小引張接着強さ

微小引張接着試験結果を図 2 に示す。各グループの平均±標準偏差値は、

①64.3±19.9 MPa, ②35.6±14.2 MPa, ③36.0±7.8 MPa, ④54.2±4.2 MPa,

⑤62.7±16.1 MPa, ⑥20.9±5.5 MPa, ⑦26.1±5.4 MPa, ⑧52.9±6.4 MPa,

⑨54.3±11.6 MPa, ⑩59.2±6.9 MPa, ⑪60.7±8.4 MPaであった。

プライマー処理前に唾液汚染し、エアー乾燥、あるいは水洗後エアー乾燥させたグループ（グループ②③）の微小引張接着強さは、汚染していないコントロールの接着強さと比較して有意に低下した。汚染除去材を使用したグループ（グループ④⑤）の微小引張接着強さは、コントロールと同等の値を示した。また、プライマー処理後に唾液汚染し、エアー乾燥、あるいは水洗後エアー乾燥させ、再プライマー処理を施さなかったグループ（グループ⑥⑦）の微小引張接着強さは、有意に低下した。再プライマー処理をしたグループ（グループ⑧⑨⑩⑪）の微小引張接着強さは、コントロールと比較して有意差は認められなかった。⑩と⑪グループは汚染除去材を使用したか、汚染除去材を使用しないグループ（⑧⑨）との接着強さに相違は認められなかった。

2. サーマルサイクル負荷後の微小引張接着強さ

サーマルサイクル負荷後の微小引張接着試験結果は、①42.3±2.8 MPa, ④36.0±2.5 MPa, ⑤51.5±9.4 MPa, ⑧39.2±11.0 MPa, ⑨48.9±10.1 MPa, ⑩63.1±5.9 MPa,

⑪49.9±6.6 MPaであった。

歯面処理前の唾液汚染に対し汚染除去材を応用したグループ（④⑤）について、サーマルサイクル負荷前後の微小引張接着強さの結果を図3に示す。コントロールではサーマルサイクル負荷により微小引張接着強さの有意な低下を認めたが、汚染除去材を使用したグループではサーマルサイクル負荷前後に有意差は認められなかった。

歯面処理後の唾液汚染に対し再プライマー処理したグループ（⑧⑨⑩⑪）のサーマルサイクル負荷前後の微小引張接着強さの結果を図4に示す。エアードライのみで再プライマー塗布したグループ（⑧）では、サーマルサイクル負荷後微小引張接着強さが有意に低下したが、その他のグループではサーマルサイクル負荷をかけることによる有意な接着強さの低下は認められなかった。サーマルサイクル負荷後の微小引張接着強さに着目すると、カタナ®クリーナーで処理後、再プライマー処理したグループ⑩は、汚染除去材を使用していないグループ（⑧⑨）のサーマルサイクル負荷後の接着強さよりも有意に高い値を示した。カタナ®クリーナーで処理したグループのサーマルサイクル負荷後の微小引張接着強さは、マルチエッチャントで処理したグループのサーマルサイクル負荷後の微小引張接着強さと比較して高い値を示したが、有意差は認められなかった。

3. 破断面のSEM観察

微小引張接着試験後の各グループの破断面の破壊様式を図5に、破断面の象牙質側のSEM観察像の代表例を図6に示す。微小引張接着試験後に試料の破断面を観察すること

で、試料のどの部位で破壊が生じたかがわかり、接着材の性能にかかわる重要な情報を得ることができる。接着材の接着強さが低いと、コンポジットレジンと接着材間または、接着材と象牙質間で壊れる界面破壊（図7右⑦⑧）がみられるようになる。一方で、接着強さが高いと、コンポジットレジンや象牙質内で壊れる凝集破壊（図7左①②③）や、界面破壊と凝集破壊の両方が混在した壊れ方である混合破壊（図7中④⑤⑥）が多くみられるようになる²⁷⁾。

微小引張接着試験後の各グループの破壊様式として、コントロールでは全ての試料において混合破壊が認められた。グループ⑦では全ての試料において界面破壊が認められた。また汚染除去材を使用していないグループの破断面形態は界面破壊が多く（グループ②③⑥⑧⑨）、汚染除去材を使ったグループの破断面形態では界面破壊が少なくなり混合破壊の比率が多く観察された（グループ④⑤⑩⑪）。

サーマルサイクル負荷後の微小引張接着試験後の各グループの破壊様式を図8に示す。サーマルサイクル負荷後の微小引張接着試験後の各グループの破壊様式として、コントロールでは全ての試料において混合破壊が観察された。また汚染除去材としてカタナクリーナーを使用したグループ（グループ④⑩）、プライマー前に唾液汚染しマルチエッチャントで処理したグループ（グループ⑤）では混合破壊が最も多く観察され、その他のグループでは界面破壊が最も多く観察された（グループ⑧⑨⑪）。

4. 歯面処理面のSEM観察

各グループのボンド塗布直前の象牙質被着面のSEM観察像を図9に示す。コントロールでは研削面にプライマー処理を施すことでスミア層が除去され、象牙細管が明瞭に観察された。汚染除去材を使用したグループ④⑤⑩⑪は、他のグループと比較して唾液由来と考えられる成分の残存が少なく、特にグループ④⑩では、コントロールと同じような明瞭な象牙細管が観察された。グループ⑤⑪では、象牙細管は明瞭に観察されたが、象牙質面には唾液由来と考えられる成分が残存しているのが観察された。

5. サーマルサイクル負荷後のレジン-象牙質接着界面のSEM観察

サーマルサイクル負荷後のレジン-象牙質接着界面のSEM観察像を図10に示す。コントロールと同様に緊密な接合状態のグループが多く観察されたが、グループ⑧はレジンと象牙質が剥がれかけているような像が観察された。汚染除去材としてカタナクリーナーを使用したグループ④とグループ⑩では、コントロール同様明瞭な樹脂含浸層が認められ、コントロールと同様に緊密な接合状態が観察された。

考察

唾液汚染に対する接着強さについて、間接修復を念頭において研究されてきたものが多い。本研究では、直接法のコンポジットレジン修復における唾液汚染に対して、プライマー処理前の汚染あるいはプライマー処理後の汚染の臨床例を想定して実験を行った。

窩洞形成後（プライマー処理前）の唾液汚染に対して、乾燥あるいは水洗後乾燥しても接着強さは低下した。これらは、修復材や支台歯に対して行われた既存の研究の結果と一致している²¹⁻²²⁾。このことは臨床において、窩洞形成後の洗口によって接着強さの低下が生じる可能性を示唆しており、本研究により汚染除去材を使用すると汚染前の接着強さに回復したことから、歯面処理前に汚染除去の1ステップを追加することで、初期接着強さを維持できる効果があることが示唆された。

プライマー処理後に唾液汚染が生じた場合、汚染後に再プライマー処理をすることで、24時間後の初期接着強さは、コントロール群と同等まで回復することが明らかとなった。これは、再プライマー塗布による物理的な摩擦（アジテーション効果）によって、唾液の汚れが除去されたことや、モノマーの浸透が促進されたことで接着性の向上に寄与した可能性が考えられる²⁸⁻³⁰⁾。さらに、二度のセルフエッチングプライマー処理を行うことで、脱灰が促進されたことや10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (MDP) による汚染物の除去効果が奏功した可能性が考えられる。サーマルサイクル負荷を与えた場合には、乾燥あるいは水洗後に乾燥した後に再プライマー処理するよりも、汚染除去材を適応したグループの方が良い成績を示したことより、汚染除去材は接着の耐久性に効果を示したと考えられる。

汚染除去材としてのカタナ[®]クリーナーあるいはマルチエッチャントの使用を比較すると、微小引張接着強さに有意差は認められなかった。また、汚染除去材を使っていないグル

ープの破断面形態は界面破壊が多く、汚染除去材を使ったグループの破断面形態では、界面破壊が少なくなり混合破壊の比率が多くなる点で同じ傾向を示した。しかし、SEM像による汚染物質の残存の程度において、マルチエッチャントで処理したグループでは、象牙質面には唾液由来と考えられる成分が残存しているのが観察されたが、カタナ[®]クリーナーで処理したグループでは、コントロールと同じような明瞭な象牙細管が観察され、汚染物質の除去効果については相違が認められた。

カタナ[®]クリーナーは、MDPに塩基性成分を添加しMDP塩とすることにより、本来は水に難溶のMDPを水に溶解させ、水を溶媒として高い界面活性効果を発揮する²¹⁻²²⁾。MDP塩は、一つの分子の中に水になじみやすい部分（親水基）と油になじみやすい部分（疎水基）の両方を併せもつ化学構造上の特徴を有しており、水中では分子の疎水基同士が凝集し、親水基が外側に向いた集合体（ミセル）を形成し、内側の疎水基に汚れ成分を取り込み洗浄作用を発現していると推測される³¹⁾。サーマルサイクル負荷後、サーマルサイクル負荷前のコントロールと同等に初期の接着強さを維持出来たのは、カタナ[®]クリーナーで処理後、再プライマー処理したグループのみであったが、これは、唾液中の汚染物が効果的に除去されていることによるものと推測される。

一方、マルチエッチャントは、リン酸モノマーが配合されており、象牙質表面のスメア層やスメアプラグを未切削のハイドロキシアパタイトと区別して、脱灰させることができる。これは、リン酸に中程度の大きさの有機基が付いているM-TEG-P（接着性リン酸モノ

マー) という分子の構造上の性質によって獲得したものである。M-TEG-Pの構造上の特徴は、有機基にもあり、界面活性剤として用いられているポリエチレングリコールと類似の構造を連結基に採用していることによって、既存のリン酸モノマーより効果的な界面活性作用を分子に付与し、クリーナーとして使用されている³²⁻³³⁾。通常のリン酸エッチングを象牙質に適応すると過度な脱灰が生じ、脱灰象牙質への接着には接着材のレジンモノマーを脱灰象牙質深層まで浸透させる必要がある³⁴⁾が、いかに優れた接着システムを使用しても、樹脂含浸層と健全象牙質の間に樹脂未含浸脱灰象牙質が存在することが報告されており³⁵⁻³⁶⁾、過脱灰象牙質の存在は接着強さを低下させる要因となる³⁷⁻³⁸⁾。マルチエッチャントは、マイルドなエッチング効果ゆえに象牙質にも適用でき、象牙質表面の唾液中の汚染物の除去効果を発揮する。本研究において、マルチエッチャントを使用したグループよりもカタナ[®]クリーナーを使用した方が、サーマルサイクル負荷による象牙質に対する微小引張接着強さが安定していたことは、カタナ[®]クリーナーに配合されているMDP塩による界面活性効果の方が、マルチエッチャントに配合されている接着性リン酸モノマーによる清掃効果の方よりも、唾液汚染物除去効果が高いことに起因したと推測された。

以上の結果から、汚染除去材は、合着前の支台歯や試適後の補綴物の内面の唾液汚染物除去だけではなく、コンポジットレジン直接修復前の象牙質被着面の唾液汚染物除去にも効果があり、臨床に有用であることが示された。また、カタナ[®]クリーナーとマルチエッチャントは、唾液中の汚染物除去効果に相違がみられ、接着耐久性の点において若干の差

が認められた。

結論

1. 汚染除去材は、合着前の支台歯や試適後の補綴物の内面の唾液汚染物除去だけではなく、コンポジットレジン修復前の象牙質被着面の唾液汚染物除去にも効果があることが示された。
2. ヒト唾液に汚染された象牙質被着面に対して汚染除去材を用いることで、汚染前の初期接着強さを長期的に維持できる効果があることが示唆された。

謝辞

稿を終えるにあたり、御懇切なる御指導を賜りました岡山大学学術研究院医歯薬学域歯科保存修復学分野 吉山昌宏名誉教授に心から感謝申し上げます。また、御懇切なる御指導と御校閲を賜りました大原直子准教授に謹んで感謝の意を表します。さらに、研究の遂行に際し、終始御指導、御鞭撻を賜りました岡山大学病院 歯科・保存歯科部門の高橋圭助教に謹んで感謝の意を表します。最後に、本研究を進めるにあたり、御協力をいただいた全ての先生方に厚く御礼申し上げます。

本研究に関連し開示すべきCOI関係にある企業などはありません。

参考文献

- 1) 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. 2000;50:1-23.
- 2) 飯島洋一, 春日井昇平, 加藤久子, 高橋英登, 前田芳信, 山下喜久, 和田誠大. MI時代の歯科知識 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, 第1版. 京都, 永末書店, 2009:2-9.
- 3) 村松 敬. 臨床のヒント Q & A. 歯科学報. 2018;118(6):554-555.
- 4) 宮崎真至. 効率的なコンポジットレジンの修復テクニック. 接着歯学. 2022;40(4):130-132.
- 5) 平曜輔, 松村英雄, 熱田充. 歯科接着システムの分類. 接着歯学. 2002;20(2):68-77.
- 6) 青山貴則, 相田 潤, 竹原順次, 森田 学. 臼歯部修復物の生存期間に関連する要因. 口腔衛生学会雑誌. 2008;58(1):16-24.

- 7) 田代浩史. コンポジットレジン修復の発想転換. 接着歯学. 2015;33(1):32-36.
- 8) Xie J, Powers JM, McGuckin RS. In vitro bond strength of two adhesives to enamel and dentin under normal and contaminated conditions. Dent Mater. 1993;9:295-299.
- 9) 横田春日, 川口政廣, 横田広彰, 久保至誠, 林 善彦. セルフエッチングプ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. 2003;46(6):916-924.
- 10) Chung CW, Yiu CK, King NM, Hiraishi N, Tay FR. Effect of saliva contamination on bond strength of resin luting cements to dentin. J Dent. 2009;37:923-931.
- 11) 森川正治, 成川公一. 血液汚染がコンポジットレジンの象牙質接着に与える影響. 日歯保誌. 1996;39(1):168-179.
- 12) 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. 1998;41:236-252.
- 13) Chang SW, Cho BH, Lim RY, Kyung SH, Oh TS, Yoo HM. Effects of blood contamination on microtensile bond strength to dentin of three self-etch adhesives. Oper Dent. 2010;35:330-336.
- 14) Koppolu M, Goqala D, Mathew VB, Thanqala V, Deepthi M, Sasidhar N. Effect of saliva and blood contamination on the bond strength of self-etching adhesive system

- An in vitro study. J Conserv Dent. 2012;15:270-273.
- 15) Elkassas D, Arafa A. Assessment of post-contamination treatments affecting different bonding stages to dentin. Eur J Dent. 2016;10:327-332.
- 16) Pooja Nair, Nicoleta Ilie. The long-term consequence of salivary contamination at various stages of adhesive application and clinically feasible remedies to decontaminate. Clinical Oral Investigations. 2020;24:4413-4426.
- 17) van Schalkwyk JH, Botha FS, van der Vyver PJ, de wet FA, Botha SJ. Effect of biological contamination on dentine bond strength of adhesive resins. J SADJ. 2003;58:143-147.
- 18) 田上順次, 奈良陽一郎, 山本一世, 齋藤隆史. 保存修復学 21. 第 5 版. 京都, 永末書店, 2017:170.
- 19) 今井弘一, 寺嶋久順, 赤木誉, 泉谷欣也, 中村正明. 唾液因子を添加した細胞毒性試験用培養液の開発について. 歯科材料・器械. 1998;17(6):362-369.
- 20) 山根 源之. 口腔乾燥への対応. 老年歯学. 2003;17(3):358-362.
- 21) 加藤正治. 被着面の汚染に対する各種洗浄方法が接着に及ぼす影響. 接着歯学. 2019;37(3):119.
- 22) 高橋 圭, 吉山 知宏, 横山 章人, 島田 康史, 吉山 昌宏. 新規汚染除去材による処理が唾液汚染された CAD/CAM 冠用ハイブリッドレジンプロックの象牙質接着強さに及ぼす

影響. 日歯保誌. 2020;63(6):519-526.

23) 西谷佳浩. マイクロテンサイル法について. 日歯保誌. 2020;63(5):351-355.

24) Hidehiko Sano, Abu Faem Mohammad Almas Chowdhury, Pipop Saikaew, Mariko

Matsumoto, Shuhei Hoshika, Monica Yamauti. The microtensile bond strength test:

Its historical background and application to bond testing. Japanese Dental

Science Review. 2020;56:24-31

25) Nakajima M, Sano H, Burrow MF, Tagami J, Yoshiyama M, et al. Tensile bond

strength and SEM evaluation of caries-affected dentin using dentin adhesives. J

Dent Res. 1995;74(10):1679-1688.

26) Armstrong Steve, Breschi Lorenzo, Özcan Mutlu, Pfefferkorn Frank, Ferrari

Marco, Van Meerbeek Bart. Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing

of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile

bond strength (μ TBS) approach. Dental Mater. 2017;33:133-143.

27) 山中あずさ, 峯篤史. 次世代の2ステップボンディングシステム「ジーシーG2-ボンド

ユニバーサル」. デンタルダイヤモンド. 2021;2:158-163.

28) Jacobsen T, Soderholm KJ. Effect of primer solvent, primer agitation, and

dentin dryness on shear bond strength to dentin. Am J Dent. 1998;11:225-228.

- 29) Chan KM, Tay FR, King NM, Imazato S, Pashley DH. Bonding of mild self-etching primers/adhesives to dentin with thick smear layers. Am J Dent. 2003;16:340-346.
- 30) 田中久美子. 再石灰化象牙質に対するワンステップ接着システムの接着性. 岡山歯誌, 2009;28(1):1-12. (博士論文).
- 31) クラレノリタケデンタル株式会社 営業・マーケティング本部 企画開発部. 接着前の清掃に支台歯や補綴装置へ幅広く使用できる「カタナ®クリーナー」. DENTAL PLAZA. 2019;171:46-49.
- 32) 坂本猛, 水田悠介, 木村洋明. エナメル質象牙質かつジルコニアに対して有効なM-TEG-P™を含む接着前処理材. 日本歯科保存学会講演抄録集. 2017;146:95.
- 33) YAMAKIN博士会. マルチエッチャント製品レポート. 高知, YAMAKIN株式会社, 2018:2-9.
- 34) 土居潤一. Modified Sealed Restoration に応用する接着システムの開発 脱灰象牙質への接着における HEMA 含有前処理溶液の溶媒の影響について. 岡山歯誌. 2004;23:1-11.
- 35) Nakabayashi N, Watanabe A, Arao T. A tensile test to facilitate identification of defects in dentine bonded specimens. J Dent. 1998;26:79-385.

36) 秋本尚武, 横山 元, 桃井保子, 河野 篤. 樹脂未含浸脱灰象牙質の接着に及ぼす影響. 接着歯学. 2001;19:16-25.

37) Hashimoto M, Ohno H, Endo K, Kaga M, Sano H, Oguchi H. The effect of hybrid layer thickness on bond strength: demineralized dentin zone of the hybrid layer. Dent Mater. 2000;16:406-411.

38) 田中久美子, 土居潤一, 高畑安光, 西谷佳浩, 山路公造, 糸田俊之, 吉山昌宏. セルフエッチング接着システムの脱灰および再石灰化象牙質に対する接着性. 接着歯学. 2007;25(1):12-18.

表題脚注

岡山大学大学院医歯薬学総合研究科 生体機能再生・再建学講座 歯科保存修復学分野

(指導:宮脇卓也教授)

本論文の一部は以下の大会によって発表した.

第 157 回日本歯科保存学会学術大会 (2022 年 11 月, 岡山)

付図説明

表 1 実験に使用した材料

MDP: 10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate

HEMA: 2-Hydroxyethyl methacrylate

Bis-GMA: Bisphenol A-glycidyl methacrylate

CQ: Camphorquinone

図 1 実験方法

図 2 微小引張接着強さ

One-Way ANOVA, Tukey's test, $p > 0.05$ (N=8) .

同じアルファベット同士は有意差なし.

図 3 歯面処理前の唾液汚染に対する微小引張接着強さ：サーマルサイクル負荷の影響

One-Way ANOVA, Tukey's test, $p > 0.05$ (N=8) .

同じアルファベット同士は有意差なし.

図4 歯面処理後の唾液汚染に対する微小引張接着強さ：サーマルサイクル負荷の影響

One-Way ANOVA, Tukey's test, $p > 0.05$ (N=8) .

同じアルファベット同士は有意差なし.

図5 微小引張接着試験後の破断面形態

図6 微小引張接着試験後の象牙質側の破断面のSEM観察像

D:象牙質 A:ボンド層 R:コンポジットレジン

×3000.

スケールバーはいずれも100 μm

図7 微小引張接着試験後の破断面の様相

図8 サーマルサイクル負荷後の破断面形態

図9 象牙質被着面の歯面処理後のSEM観察像

×1000.

スケールバーはいずれも500 μm

図10 サーマルサイクル負荷後のレジン-象牙質接着界面のSEM観察像

×3000.

スケールバーはいずれも100 μ m