


# 論文内容要旨

受付番号	① 乙	第 361 号	氏 名	日下部 修介
論文審査委員	主 査	朝日大学歯学部 教授	堀田 正人	
	副 査	朝日大学歯学部 教授	土井 豊	
	副 査	朝日大学歯学部 教授	山内 六男	
論文題目	薄膜スクラッチ試験を応用した ワンステップボンディング材の接着強さ			
(論文内容の要旨) <b>【目的】</b> 多くのテクニックセンシティブなプロセスが省略され、操作性を簡便化したワンステップボンディングシステムが実現し、臨床応用されるも、脱灰能が低く、接着強さは2ステップに劣るなど未だ課題は多い。一方、歯質接着強さの評価法はコンポジットレジン、ボンディング材、歯質の3層構造の試料を引き離すのに必要な力(破断応力)で示される引張りや剪断接着強さによる測定が用いられているが、破断は接着体系全体の最も弱い部分から起こり、3層構造のどの場所から起こったか確認することが不可欠である。ボンディング材と歯質の接着界面の接着強さとは限らず、歯質とボンディング材の界面における接着強さの測定が望まれる。そこで、薄膜スクラッチ試験(薄膜接着強さ試験)を応用し、ボンディング材と歯質の2層構造の接着強さ試験を行うことを考案し、その測定特性と精度を明らかにすることを目的に市販のワンステップボンディング材の象牙質に対する薄膜接着強さ試験を行い、従来の引張り接着強さ試験と比較検討し、各ボンディング材の象牙質に対する接触角、表面張力、微小押し込み硬さについても検討した。				
<b>【材料および方法】</b> 1. 供試材料：市販のワンステップボンディング材のビューティボンド (BB)、ボンドフォース (BF)、イージーボンド (EB)、クリアフィルトライエスボンド (TB) の4製品を使用した。 2. 薄膜接着強さ試験：1) ボンディング層の厚さによる影響；ヒト新鮮抜去歯の歯冠を切断し、#600で研磨した象牙質面に、TBを塗布後、硬化させた45試料を用いた。AEセンサー付自動スクラッチ試験機により試料に垂直方向から荷重(0.03~15.00N)を加えた圧子(半径200μmのダイヤモンド製Rockwell indenter)を負荷し、試料台を水平方向に移動(移動スピード5.245mm/min)し、ボンディング材を象牙質から剥離させた時の荷重を接着強さとした。また、剥離させたときのTB層の深さの表示からTBの厚さを20μm未満、20μm以上50μm未満、50μm以上100μm未満、100μm以上の4グループに分類して評価した。2) 各種ボンディング材の薄膜接着強さ；各種ボンディング材を象牙質に塗布後、硬化させたボンディング材の薄膜が50μm以下の厚さの試料について10試料を選択後、上記の方法で測定した。またボンディング材を象牙質から剥離させ、薄膜接着強さと判定した部分のスクラッチ痕断面を走査電子顕微鏡(SEM)にて観察した。 3. 引張り接着強さ試験：薄膜接着強さ試験と同様のボンディング処理後、処理面に静置したテフロンモールドにコンポジットレジン(クリアフィル AP-X)を2mmの深さまで填入し、硬化させた。37℃蒸留水に24時間浸漬後、万能試験機EZグラフにより各ボンディング材10試料について、クロスヘッドスピード0.25mm/minで引張り接着強さ試験を行った。 4. 接触角および表面張力の測定：鏡面研磨した象牙質面をDropMaster DM500に静置し、各ボンディング材、水、エタノール、アセトンを1μl滴下し、1秒後、5秒後、以後5秒間隔で、60秒後まで経時的に接触角を測定した。またDropMasterを用い、懸滴法にて液滴が垂れ下がった状態から同様の材料について表面張力の経時変化を測定した。 5. 微小押し込み硬さの測定：厚さ5mmに硬化させた各ボンディング材を試料とし薄膜測定用微小硬度計を用い、ピッカース圧子により荷重10gf、保持時間15秒間にて押し込み硬さの測定を行った。				

6. 統計的分析：薄膜接着強さ，引張り接着強さ，微小押し込み硬さについて得られた値は，一元配置分散分析と Scheffé の多重比較検定を用いて有意差検定 ( $P<0.05$ ) を行った．また薄膜接着強さに対して，引張り接着強さ，接触角，表面張力，微小押し込み硬さの4項目について相関・共分散分析を行った．

#### 【結果】

1. 象牙質に対する薄膜接着強さ：各厚さによる平均接着強さは 5.29～8.50N を示し，ボンディング材の厚みが増加するにつれて接着強さも大きくなった．厚さが 20 $\mu\text{m}$  未満と 100 $\mu\text{m}$  以上のグループに有意差が認められた．各ボンディング材の薄膜接着強さは BB が 5.64N，BF が 7.19N，EB が 5.81N，TB が 5.63N で BF が最も高い値を示し BF と他の3種類のボンディング材との間に有意差が認められた．また，ボンディング材を象牙質から剥離させたスクラッチ痕断面の SEM 観察において，象牙質とボンディング材の界面付近での剥離が認められた．
2. 象牙質に対する引張り接着強さ：各ボンディング材の平均接着強さは BB が 8.05MPa，BF が 15.59MPa，EB が 11.20MPa，TB が 6.27MPa で BF が最も高い値を示し，BF と他の3種類のボンディング材の間および EB と TB の間に有意差が認められた．標準偏差は 1.95～4.49MPa と薄膜接着強さよりかなり大きくばらついていた．また，薄膜接着強さと引張り接着強さには強い正の相関が認められた．
3. 象牙質に対する接触角：各ボンディング材の1秒後～60秒後の平均接触角は，BB が 15.8～3.8°，BF が 21.1～6.1°，EB が 37.1～14.7°，TB が 38.5～22.5° を示し，また水が 70.7～60.2°，エタノールが 29.9～15.3°，アセトンが 21.0～4.2°（10秒後以降は測定不能）で BB と BF の象牙質に対するぬれ性が良かった．薄膜接着強さとの相関はなかった．
4. 表面張力：各ボンディング材の1秒後～60秒後の平均表面張力は，BB が 33.2～25.2 mN/m，BF は 25.2～25.1 mN/m，EB が 29.1～29.1mN/m，TB が 28.5～29.9mN/m を示し，また水が 73.2～73.0mN/m，エタノールが 22.1～21.6mN/m，アセトンが 22.6～21.8mN/m で顕著な経時的変化はなかった．薄膜接着強さとの間に弱い逆相関があった．
5. 微小押し込み硬さ：BB が 14.55，BF が 7.95，EB が 9.09，TB が 6.74 で，BB が最も高い値を示し，BB と他の3種類のボンディング材，EB と TB との間に有意差が認められた．また象牙質は 49.0 と各ボンディング材の3～4倍程度の値を示した．薄膜接着強さとの間には相関はなかった．

#### 【考察および結論】

薄膜接着強さ試験による象牙質に対するボンディング材の接着強さの評価を試みた結果，ボンディング材の厚みによる影響を少なくすることができ，従来の引張り接着強さ試験よりも精度は高く，破壊形態も一定であり，接着界面近傍の接着強さの定量的評価として有用であることが示唆された．また，測定時には試料の垂直方向から圧子で荷重をかけながら剥離させる方法であるが，ボンディング材の硬さの影響はなかった．

さらにワンステップボンディングシステムの成分中の水，アセトン，エタノール等の揮発溶媒成分は表面張力，接触角に影響を及ぼすことが示唆されたが，ぬれ性が接着強さの主要条件にはならなかった．

今後，薄膜接着強さ試験後の接着破壊面近傍の微細構造を詳細に検討するとともにボンディング材の溶媒，水，酸性モノマー，触媒などの組成，量などを詳細に検討し，ワンステップボンディング材の重合性と接着強さとの関係を明らかにすることが必要であると考えられた．