

学位論文内容の要旨

論文提出者	村田 雄基
論文審査委員	(主査) 堀田 正人 (副査) 土井 豊 (副査) 山内 六男
論文題目	S-PRGフィラー含有試作ボンディング材の機械的性質と接着強さ
論文内容の要旨	<p>ボンディング材は接着性モノマー、ベースモノマー、重合開始材を基本構成とし、さらにアセトン、エタノール、水などのボンディング材の重合を阻害する成分が溶媒として含まれている。また、硬化体の強度の向上、操作性の調節、フッ素徐放性等を目的に無機質フィラーが配合され、実用化されている。接着性能の評価には接着強さによる評価が通常行われており、ボンディング材自体の特性により、接着強さが影響される。したがって、高い接着強さはボンディング材中の接着機能性モノマーのみならず、ボンディング自体の機械的性質や硬化特性も大きく影響していることが考えられる。特にボンディング材中のフィラー含有量は機械的性質および硬化特性にも大きく影響すると考えられる。そこで接着性モノマーやベースモノマーの基本組成は同じもので、フッ素イオンを徐放するだけでなく、Al^{3+}、Sr^{+}などの金属イオンやSiO_3^{2-}、BO_3^{3-}などのメタロイドイオンも放出することを特徴としている S-PRG (Surface-Reaction Type Pre-Reacted Glass-Monomer) フィラーの含有量のみが異なるボンディング材を試作し、歯質に対する引張り接着強さの測定と各種機械的強さ試験(直接引張り強さ試験、曲げ強さ試験、薄膜密着強さ試験)と硬化特性試験(ESRによるフリーラジカルの測定、FT-IRによる重合率の測定)を行った。</p> <p>[材料および方法]</p> <p>1. <u>供試材料</u>:セルフエッチングプライマーボンディングシステムであるフルオロボンドIIを元に S-PRG フィラーのみを 0、10、20、30、40wt%含有する試作ボンディング材(F0~F4)を使用した。2. <u>試作ボンディング材の走査電子顕微鏡(SEM)観察と pH の測定</u>:直径 10×0.9 mmの硬化後、表面を#2, 000 まで研磨した試作ボンディング材を SEM 観察した。pH 試験紙により、pH を測定した。3. <u>引張り接着強さ試験</u>:ヒト新鮮抜去歯のエナメル質および象牙質(#600 で表面を研磨)にメーカーの指示通りセルフエッチングプライマー処理、乾燥、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光重合型コンポジットレジン(クリアフィル AP-X)を 2 mmの深さまで填入、硬化させた。37℃蒸留水に 24 時間浸漬後、万能試験機 EZ グラフによりクロスヘッドスピード 0.25 mm/min にて引張り接着強さ試験を行った。4. <u>直接引張り強さ試験</u>:テフロンモールドに光重合型コンポジットレジン(クリアフィル AP-X)を 4 mmの深さまで填入、硬化させたものを 2 つ作製し、これを試作ボンディング材で接着させたものを試料とした。引張り接着強さ試験と同様の条件で直接引張り強さを測定した。5. <u>曲げ強さおよび曲げ弾性率の測定</u>:25×2×2 mmの試作ボンディング材試料を作製し、37℃蒸留水に 24 時間浸漬後、万能試験機 5567 型により支点間距離 20 mmの条件で、各試作ボンディング材について、クロスヘッドスピード 1 mm/min にて 3 点曲げ強さ試験(曲げ強さと曲げ弾性率の算出)を行った。</p>

6. 薄膜密着強度試験:スライドガラス板に 20~50 μm の厚さの各試作ボンディング材を硬化させたものを試料とした。AE センサー付き自動スクラッチ試験機により試料の垂直方向からの荷重(0.03~15.00N)を加えた圧子(半径 200 μm のロックウェルダイヤモンド圧子)を水平方向に移動(移動スピード 9.628 mm/min)し、ボンディング材をスライドガラスから剥離させた時の荷重を密着強度とした。7. ラジカル量の測定:試作ボンディング材を、内径 1.5 \times 3 mm の ESR 測定用テフロンチューブに填入し、光照射器で 10 秒と 20 秒間照射を行ったものを試料とした。これを ESR サンプル管に填入し、ESR Spectrometer (ES-EDX3) にて UDMA/TEGDMA/2-HEMA 系フリーラジカルの測定を行った。8. FT-IR による重合率の測定:FT-IR8300 を用い、各試作ボンディング材の光照射前の吸光度スペクトルを測定した。その後、10, 20 秒間光照射した試料の吸光度スペクトルを測定し、残存二重結合量(RDB%)を求めた。9. 統計的分析:引張り接着強さ、直接引張り強さ、曲げ強さ、薄膜密着強さ、ESR 相対強度、FT-IR による重合率について得られた値は一元配置分散分析と Scheffe の多重比較検定を用いて有意差検定(P<0.05)を行った。

[結果]

1. SEM 像の所見と pH:約 1~6mm の S-PRG フィラーが 10~40wt%と増加した試料は密で、均等に分散していた。pH はフィラーの含有、増加に関係なく 3.2 前後の値であった。2. 引張り接着強さ:エナメル質との平均引張り接着強さは 5.1~12.6MPa、象牙質では 4.4~12.2 MPa を示し、フィラー含有量が多くなると有意に大きい値を示した(P<0.05)。3. 直接引張り強さ:平均直接引張り強さ試験は 7.5~13.4MPa を示し、フィラー含有量が 40wt%になると有意に大きい値を示した(P<0.05)。4. 曲げ強さおよび曲げ弾性率:平均 3 点曲げ強さは 67.0~78.3MPa、曲げ弾性率は 1.9~3.5GPa の値を示し、フィラーを含有しない試料が有意に大きな曲げ強さを示し、小さい曲げ弾性率であった。5. 薄膜密着強度:平均薄膜密着強度は 9.4~11.2N であった。有意差はなかったがフィラーを含有しているものほど大きい値を示した。6. ラジカル量:10 秒照射後のフリーラジカル量は有意差がなかったものの 10wt%、20wt%フィラー含有のものが少ない傾向を示し、20 秒照射後では有意に 20wt%フィラー含有のものが少なかった。7. 重合率:10 秒及び 20 秒照射後でも各試料の重合率は有意差がなかった。

[考察および結論]

UDMA/TEGDMA/HEMA を基本組成とし、S-PRG フィラーを 0~40wt%含有させたボンディング材においてエナメル質および象牙質に対する引張り接着強さは 40wt%のものが最も高い値を示した。各機械的強さ試験の結果、試料に引張り応力を与える直接引張り強さは引張り接着強さと同様の傾向を示し、圧縮応力と引張り応力の両方を与える 3 点曲げ強さはフィラー含有量が 0wt%のものが最大値を示した。また、ずり応力を与える薄膜密着強度ではすべてのものに有意差はなかった。UDMA/TEGDMA/HEMA 系由来の重合ラジカルの解析と FT-IR による重合率の測定ではフィラー含有量が 20wt%のものは重合率が低かったが、30、40wt%になると重合率は高くなり、重合阻害を与えていなかった。今後、フィラーの配合量だけでなく、フィラーとマトリックスレジンの結合状態等が力学的特性の違いによってどのように影響されるのか詳細に検討する必要があると考えている。