

～クリアフィル®ユニバーサルボンド Quick に関する発表～

※本冊子中の「SKB-100」は「クリアフィル®ユニバーサルボンド Quick」の開発コードです。

日本歯科保存学会2016年度春季学術大会
日本歯科保存学会2016年度秋季学術大会

～シランカップリング材の効果に関する発表～

日本歯科補綴学会第124回学術大会

セルフアドヒーズ・レジンセメントの歯質接着強さ： 処理材の併用効果

○入江正郎¹⁾, 田仲持郎¹⁾, 松本卓也¹⁾, 武田宏明²⁾, 鳥井康弘²⁾, 吉原久美子³⁾

¹⁾岡山大学大学院 医歯薬学総合研究科 生体材料学分野

²⁾岡山大学大学院 医歯薬学総合研究科 総合歯科学分野

³⁾岡山大学病院 新医療研究開発センター

目的

セルフアドヒーズ・レジンセメント (SARC) は、接着のシステムの簡素化のみならず、重合触媒の改良によって高性能、高機能化している。しかしながら SARC の歯質接着強さは、プライマーやボンドを併用するアドヒーズ・レジンセメント (ARC) と比較すると劣ることが、著者らの報告で明らかとなっている。そこで今回は SARC の歯質接着強さの向上を図ることを目的として、モノマー組成を工夫し新規親水性アミド系モノマーを採用した試作の一液性ボンド (SKB-100) との併用が歯質接着性に及ぼす影響について検討したので報告する。

材料および方法

1) 材料

- SARC である SA Cement Plus Automix (Kuraray Noritake Dental) と RelyX Unicem2 Automix (3M ESPE) を単独、又は試作の一液性ボンド (SKB-100, Kuraray Noritake Dental) を併用させ評価を行った。
- 一液性セルフエッチング・プライマーである Panavia V5 Tooth Primer (Kuraray Noritake Dental) を併用の ARC である Panavia V5 Paste (Kuraray Noritake Dental) と、Scotchbond Universal (3M ESPE) を併用した RelyX Ultimate (3M ESPE) を比較対象とした。

2) 方法

- ヒトエナメル質および象牙質面 (本実験に使用したヒト小臼歯は、本学倫理審査委員会 (研1508-007) で承認済) を対象として、ISO の接着強さの測定指針 (ISO/TR 11405) に準じてせん断接着強さの測定を行った。
- 被着面を #600 の耐水研磨紙で最終研磨後、被着面にボンド・プライマー併用系は各歯面処理材の塗布後、20秒間処置しマイルドエアーにて乾燥 (SKB-100 の接着処理は、接着材塗布後ただちにマイルドエアーにて乾燥) し、ボンドのみ 10秒間光照射した。その後、テフロンモールド (内径 3.6 mm, 深さ 2.0 mm) を固定し、モールド内に各セメントを用いてステンレスロッド (直径 3.4 - 3.5 mm, 高さ 2.0 mm) を圧接し、20秒間の光照射により硬化させた。
- 試料は 1日間 37°C 蒸留水中浸漬後にせん断接着強さを測定した。

結果および考察

- 表に結果を示した。
- SARC (SA Cement Plus Automix および RelyX Unicem2 Automix) では、SKB-100 を併用した場合にはエナメル質と象牙質に対する接着強さは有意に向上した ($p < 0.05$)。そして、凝集破壊数も僅かながら増加した。
- SARC に SKB-100 を併用した系は、処理材併用の Panavia V5 や RelyX Ultimate と比較すると、エナメル質や象牙質に対する接着強さは有意差がなく ($p > 0.05$)、処理材併用と同等まで歯質接着強さを向上させることが明らかとなった。
- SARC 使用に際して、より強固な歯質接着性を求める症例には、SKB-100 の併用は有意な修復法であることが明らかとなった。

Table Shear bond strength to tooth substrate after one-day storage (MPa)

Self-adhesive resin cement / pretreating agent	Mean (S.D.)		p value ^a
	To Enamel	To Dentin	
SA Cement Plus Automix	16.9 (2.3) A* AF : 0, MF : 9, CF : 1	16.4 (2.8) C AF : 0, MF : 0, CF : 10	NS
SA Cement Plus Automix / SKB-100	21.5 (3.6) B AF : 0, MF : 0, CF : 10	20.6 (4.4) D AF : 0, MF : 0, CF : 10	NS
PanaviaV5 Paste / PanaviaV5 Tooth Primer	24.0 (3.4) B AF : 0, MF : 1, CF : 9	23.3 (3.6) D AF : 0, MF : 0, CF : 10	NS
RelyX Unicem2 Automix	16.6 (3.5) E AF : 0, MF : 10, CF : 0	16.3 (3.8) G AF : 0, MF : 0, CF : 10	NS
RelyX Unicem2 Automix / SKB-100	20.7 (5.1) F AF : 0, MF : 3, CF : 7	22.1 (4.5) H AF : 0, MF : 0, CF : 10	NS
RelyX Ultimate / Scotchbond Universal	20.5 (5.2) F AF : 0, MF : 4, CF : 6	19.5 (4.2) H AF : 0, MF : 0, CF : 10	NS

*: Values designated with the same letters (A-C, E-H) were not significantly different by Duncan's Multiple-Range Test ($p > 0.05$).

^a: Significantly different by t-Test between the two results. NS: Not significantly different ($p > 0.05$), N=10

AF: Adhesive fracture at the bonding site, MF: Mix fracture, CF: Cohesive fracture

まとめ

以上の結果から、SARC 使用に際して SKB-100 の併用は、より強固な歯質接着性を求められる症例には、有効な修復法であることが明らかとなった。

親水性多官能アミド系モノマーを含有した 新規ワンステップセルフエッチングシステムの象牙質接着性能

○久野裕介、荒岡大輔、高橋真広、保坂啓一、中島正俊、田上順次
東京医科歯科大学大学院医歯学総合研究科口腔機能再構築学講座う蝕制御学分野

Microtensile bond strength to dentin of a newly developed one-step self-etch system containing hydrophilic amide monomer

○KUNO Yusuke, ARAOKA Daisuke, TAKAHASHI Masahiro, HOSAKA Keiichi, NAKAJIMA Masatoshi, TAGAMA Junji
Cariology and Operative Dentistry, Graduate School of Medical and Dental Sciences, Tokyo Medical and Dental University

研究目的

ワンステップセルフエッチングシステム(1-SEA)の多くは、HEMAなどの親水性単官能モノマーを配合し、重合硬化後も親水性の挙動を示すことから、吸水によって起こる接着界面の劣化や機械的強度の低下によって象牙質接着性能は影響を受けると考えられている。クラレノリタケデンタル社より開発された、硬化後には高い機械的強度を示すと考えられる親水性多官能アミド系モノマーを含有する新規 1-SEA、SKB-100 の象牙質への初期微小引張り接着強さ(μ TBS)、ならびに溶媒除去後のボンド硬化体の引張り強さ(UTS)と吸水性(WS)を、他の 1-SEA、ツースtepセルフエッチングシステム(2-SEA)と比較検討したので報告する。

材料及び方法

本実験には、SKB-100 に加え、クリアフィル ボンド SE ONE (以下 SE ONE)、2-SEA であるクリアフィル メガボンド (以下 MB) (全て同社製)を用いた。ヒト健全抜去大臼歯歯冠中央を歯軸に対して垂直に切断し平坦面を作製後、#600 の耐水研磨紙を用いて仕上げ、被着象牙質被着面とした。前述3種のボンディングシステムを、業者指示に従って接着操作を行い(塗布後の処置時間はSKE-100; 0秒、SE ONE; 10秒、MB プライマー; 20秒)、同社製クリアフィル AP-X を築盛し、24時間37°Cに水中保管後、被着面積 1.0×1.0mm² のビーム状試片を作製し、クロスヘッドスピード 1mm/min でマイクロテンサイル法を用いて μ TBSを測定した。また、1-SEAの2種についてはエアブローにより溶媒を除去したものを、2-SEAのMBについてはボンドを用いて、あらかじめ用意したシリコンモールドに注入し光重合させ、1.0×1.0×10.0mm のUTS測定用ビーム状ボンド硬化体、および直径 6mm・厚さ1mm のWS測定用ディスク状ボンド硬化体を作製した。WSは、ISO4049に準拠して吸水性および溶解性試験を行い測定した。UTSは、実験群として、試料作製後24時間乾燥させた群(dry群)、その後24時間(24h-wet群)、および1ヶ月(1m-wet群)水中浸漬した群を設定し、同じくマイクロテンサイル法を用いて測定した。 μ TBS、WSのデータは One-way ANOVA と Tukey HSD、UTSのデータは Two-way ANOVA 及びボンフェローニの補正を用いたt検定(有意水準5%)を用いて、統計処理を行った。なお本実験では、LED光照射器、VALOキュアリングライト(ウルトラデントプロダクツ社製)を使用した。

結果及び考察

得られた結果を下表に示す(Table 1)。MBには及ばないものの、SKB-100がSE ONEよりも高い μ TBSを示したのは、硬化後にSE ONEと比較して高い機械的強度を示すボンド層の影響が考えられる。さらに、SKB-100は、WSがSE ONEよりも低く、MBと同等の値を示し、1ヶ月までの吸水によるUTSの低下についてもSE ONEよりも小さく、MBと同等であることから、硬化後にMB同等の機械的強度と疎水性を示すSKB-100は、接着耐久性の向上にも寄与する可能性が示された。0秒という処置時間にもかかわらず、SE ONEよりも高い μ TBSを示したのは、硬化前にHEMAよりも高い親水性を示すアミド系モノマーによる高い象牙質浸透性の硬化が推測される。

Adhesive (waiting time) / Test	μ TBS (MPa)	UTS(dry) (MPa)	UTS(24h-wet) (MPa)	UTS(1m-wet) (MPa)	Water sorption (μ g/mm ³)
SKB-100 (0sec)	76.0 ± 4.6 ^A	46.0 ± 12.3 ^{Aba}	42.9 ± 4.7 ^{Aa}	40.0 ± 4.8 ^{Aa}	65.2 ± 0.9 ^A
SE ONE (10sec)	63.9 ± 4.9 ^B	40.4 ± 9.5 ^{Aa}	27.3 ± 3.0 ^{Bb}	25.0 ± 2.1 ^{Bb}	103.1 ± 8.7 ^B
MB (20sec)	86.5 ± 5.9 ^C	48.4 ± 6.4 ^{Ba}	44.4 ± 4.4 ^{Aab}	40.8 ± 4.2 ^{Ab}	65.8 ± 2.4 ^A

Table 1. The μ TBSs, UTS (dry, 24h-wet and 1m-wet groups), and WS, of each Adhesive system. Within the same column, different capital superscripts show statistical differences ($p < 0.05$). Within the same row, different lowercase superscript letters show statistical differences ($p < 0.05$).

結論

本研究より、親水性多官能アミド系モノマーを含有する 1-SEA、SKB-100は、短時間処置にも関わらず、MBにも及ばないものの、SE ONEよりも高い良好な接着性能を示した。その長期耐久性にはさらなる検討が必要である。

歯根象牙質に対するコア材料の初期接着強さ

○入江正郎¹⁾, 松本卓也¹⁾, 武田宏明²⁾, 鳥井康弘²⁾, 吉原久美子³⁾

¹⁾岡山大学大学院 医歯薬学総合研究科 生体材料学分野, ²⁾岡山大学大学院 医歯薬学総合研究科 総合歯科学分野

³⁾岡山大学病院 新医療開発センター

Shear bond strength between root dentin substrate and core materials at initial stage.

¹⁾ Department of Biomaterials, Okayama University Graduate School of Medicine, Dentistry and Pharmaceutical Sciences.

²⁾ Department of General Dentistry, ³⁾ Center for Innovative Clinical Medicine, Okayama University Hospital

Masao Irie ¹⁾, Takuya Matsumoto ¹⁾, Hiroaki Takeda ²⁾, Yasuhiro Torii ²⁾, Kumiko Yoshihara ³⁾

緒言

最近、ファイバーポストが保険導入され、レジン系支台築造材料に関心が高まりつつある。今回は根管象牙質へのポスト植立を想定し、歯根象牙質に対する各種コア材の接着性を検討した。すなわち、レジン修復同様、コア材による補綴処置直後の歯根象牙質との接着性は危惧する点であり、そこで硬化直後と1日後の接着強さを測定し、硬化初期の歯根象牙質への接着性を把握することを目的とした。

材料と方法

下記のTableに示すコア材と推奨処理材、およびポスト植立可能なレジンセメントを使用した。ヒト歯根象牙質を対象として、ISOの接着強さの測定指針 (ISO/TR 11405) に準じてせん断接着強さの測定を行った。すなわち、被着面を#600の耐水研磨紙で最終研磨後、被着面にそれぞれのメーカー指定の処理材で処理、その後、テフロンモールド (内径3.6 mm, 深さ2.0 mm) を固定し、モールド内にコア材を充填、20秒間の光照射により硬化させた。試料は硬化直後と1日間37°C蒸留水中浸漬後に接着強さを測定した。

結果と考察

下記のTableに硬化直後と1日後の接着強さを示す。ほとんどのコア材およびレジンセメントの1日後の接着強さは、直後と比較して有意に優れた値 ($p < 0.05$) 示し、またその差は約2-6 MPa程度で各システムにより異なることが明らかとなった。この理由として、本実験に使用したコア材およびレジンセメントはデュアルキュア型であることから、光照射後も重合が継続されていることが一因と想像された。このように歯根象牙質への接着において、硬化直後では各システムの最大限の性能が得られていないため、硬化後に築造窩洞を形成する際には、接着界面・築造体に過度な負荷を与えない工夫が必要と考えられた。また、本実験で使用した新規アミドモノマーを含有する一液性のボンディング材SKB-100とコア材のシステムは、その改良された硬化性により初期から良好な接着性能を示した。

Table Shear bond strength (MPa) between root dentin substrate and core materials

Core or cement material / Pretreating agent (Manufacturer)	Mean (S.D.)		t-Test ^{a)}
	Immediate	After one-day	
RelyX Ultimate / Scotchbond Universal Adhesive (3M ESPE)	16.4 (3.8)	21.2 (4.9)	S
Build-It FR / E-lize (Pentron)	15.9 (4.1)	17.8 (3.5)	NS
UniFil Core EM / UniFil Core EM Self-Etching Bond (A+B) (GC)	11.9 (3.8)	16.3 (3.5)	S
Beauti Core Flow Paste / Beauti Dual Bond E (A+B) (Shofu)	12.6 (2.4)	17.2 (4.4)	S
ESTECORE / ESTELINK BOND (A+B) (Tokuyama Dental)	12.8 (3.5)	19.0 (4.6)	S
Post Free Core / Post Free Core Bond (Sun Medical)	13.1 (2.7)	15.7 (5.1)	NS
Clearfil DC Core Automix ONE / SKB-100 (Kuraray Noritake)	17.6 (4.0)	22.7 (4.0)	S

^{a)} Significantly different by t-Test between the two results. S: Significant difference ($p < 0.05$), NS: Not significantly difference ($p > 0.05$), N=10

1液性ボンディング材中に含まれるシランカップリング材の カップリング効果の検討

○吉原久美子¹, 長岡紀幸¹, 入江正郎², 西川悟郎³, 丸尾幸憲³, 松本卓也², 皆木省吾⁴, 吉田靖弘⁵

岡山大学病院 新医療開発センター, ¹岡山大学歯学部先端領域研究センター, ²岡山大学 医歯薬学総合研究科 生体材料学分野,
³岡山大学病院咬合・義歯補綴科, ⁴岡山大学 医歯薬学総合研究科咬合・有床義歯補綴学分野, ⁵北海道大学歯学研究科 生体材料工学分野

A Study for the effect of silane coupling in one bottle dental adhesives

Yoshihara K, Nagaoka N¹, Irie M², Nishigawa G³, Maruo Y³, Matsumoto T², Minagi S⁴, Yoshida Y⁵

Center for Innovative Clinical Medicine, Okayama University Hospital, ¹Advanced Research Center for Oral and Craniofacial Sciences, Okayama University,

²Department of Biomaterials, Okayama University, ³Occlusion & Removable Prosthodontics, Okayama University Hospital,

⁴Department of Occlusal & Oral Functional Rehabilitation, Okayama University, ⁵Department of Biomaterials, Hokkaido

I. 目的

近年、様々な成分を1本に添加し、セラミクス、金属など多種の被着体に接着させることができるユニバーサルタイプの接着材料が多数発売されている。ユニバーサルタイプに添加されているシランカップリング剤は、水の存在条件下では安定な状態で存在することが困難であることが知られているが、ユニバーサルタイプの接着剤中のシランカップリング剤が実際に効果を発揮しているかを詳細に検討したものは少ない。

そこで、今回ユニバーサルタイプ接着剤に含まれるシランカップリング剤の有効性について検討することを目的とした。

II. 方法

シランカップリング剤の有効性評価は、シランカップリング剤がガラスと化学的結合しているかを接着試験で評価し、さらに接着成分のFTIR分析により評価を行った。

シランカップリング剤の接着試験では、化学的接着のみを評価するため、10×10×3mmの鏡面石英ガラスを用いた。石英ガラス表面をK-エッチャントゲル(クラレノリタケデンタル)で洗浄し、シランカップリング剤が含有されているスコッチボンドユニバーサル(3M ESPE)、比較としてシランカップリング剤未含有クリアフィルトライエスボンドNDクイック(クラレノリタケデンタル)、さらにポーセレンボンドアクチベーター(クラレノリタケデンタル)とクリアフィルトライエスボンドNDクイックの混合溶液を塗布し、それぞれエアードライ後、照射を行なった。クリアフィルセラミックプライマー(クラレノリタケデンタル)で処理したジルコニアのせん断棒を、クリアフィルエステティックセメント(クラレノリタケデンタル)で合着し、再度照射を行なった。作製したサンプルは1日間37°C蒸留水中浸漬後せん断接着強さをクロスヘッドスピード0.5mm/minで測定した(N=10)。得られたデータは、One-way ANOVA, Tukey法を用いて統計解析を行なった($\alpha < 0.05$)。

FTIR分析は、KBrプレート(ジャスコエンジニアリング)の上に、せん断試験と同様のサンプル、スコッチボンドユニバーサル、トライエスボンドNDクイック、ポーセレンボンドアクチベーターとトライエスボンドNDクイックの混合溶液に加え比較としてポーセレンボンドアクチベーターをそれぞれ塗布し、エアードライ後、FTIR (IRAffinity-1S, 島津製作所)を用いて透過法で測定を行なった。

III. 結果と考察

せん断背強さ(Mean±SD MPa)は、スコッチボンドユニバーサルでは9.39±3.4 MPa、トライエスボンドNDクイックでは9.85±5.1 MPa、ポーセレンボンドアクチベーターとトライエスボンドNDクイックの混和では27.32±6.0 MPaであり、ポーセレンボンドアクチベーターとトライエスボンドNDクイックの混和が有意に高かった。

接着強さ後の破断面は、スコッチボンドユニバーサルとトライエスボンドNDクイックではすべて界面破壊であった。一方、ポーセレンボンドアクチベーターとトライエスボンドNDクイックの混和ではすべての試料でガラス内での凝集破壊を示した。

FTIRでは、ポーセレンボンドアクチベーターでは、トライエスボンドNDクイックの添加により、シランカップリング剤が加水分解反応していることがはっきりと確認できたが、スコッチボンドユニバーサルでは、シランカップリング剤の加水分解反応に由来するピークが確認できなかった¹⁾。

このように、せん断接着強さ試験、FTIR分析から1液性のボンディング材中に含まれるシランカップリングは十分な有効性が得られないことがわかった。これは添加されているシランカップリング剤が少量であることと、ボンディング材中の水、酸性モノマーなどの影響で安定に存在できずオリゴマー化しているためと考えられる。

IV. 文献

1) Matinlinna JP et al. Dent Mater 2004; 20: 804-813

新規ワンボトルワンステップアドヒーズシステムの 接着性能について

○恩田 康平, 森川 裕仁, 岩田 有弘, 大前 正範, 河村 昌哲, 吉川 一志, 山本 一世
大阪歯科大学 歯科保存学講座

Study of newly one-bottle one-step adhesive system.

Department of Operative Dentistry, Osaka Dental University

Kohei Onda, Yuto Morikawa, Naohiro Iwata, Masanori Oomae, Masaaki Kawamura, Kazushi Yoshikawa, Kazuyo Yamamoto.

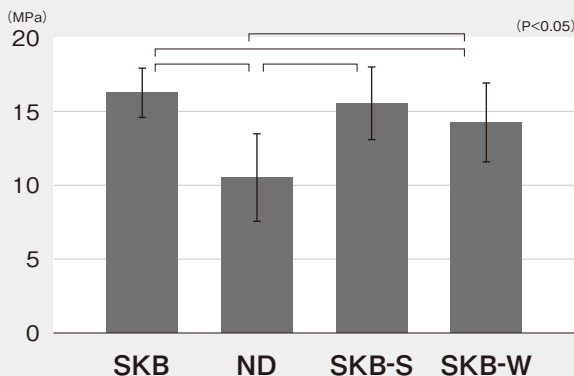
緒言

接着歯学の研究や商品開発がすさまじい速さで進む中、クラレノリタケデンタル社から、以前より高い評価を得ているクリアフィル®トライエスボンDクイック(以下ND)の後継となる新しいワンボトルワンステップのセルフアドヒーズSKB-100(以下、SKB)が試作された。SKBは親水性アミド系モノマーを配合することで、NDで使われたメタクリル酸系のモノマーよりスピーディーに歯質に馴染み、官能基が複数あることで架橋性であるため、より強固なボンド層の形成が期待される。今回、エアブローの強度と、その接着性能について検討を行ったので報告する。

材料と方法

抜去後冷凍保存したヒト大臼歯を解冻後、エポキシ樹脂に包埋し、咬合面より象牙質平坦面を出し、耐水研磨紙#600まで研磨し、超音波洗浄を10分行ったものを被着面とした。被着面に3.0mmの穴をあけたマスキングテープを張り接着面積を規定し治具を装着し試料とした。被着面をSKB、NDでそれぞれ塗布後すぐに液面が動かなくなるまでマイルドブロー処理したものをそれぞれSKB群、ND群とし、SKB塗布後、強エアで乾燥させたものをSKB-S群、同じくSKB塗布後弱ブローで乾燥させたものをSKB-W群とし、光照射を行った。クリアフィル®AP-Xを充填し、40秒光照射を行った。照射後、37°Cで24時間水中浸漬し、万能試験機(MI-20, インテスコ)を用いてCHS0.3mm/minで引張接着強さを測定した。その後、破断面をレーザーマイクロスコープ(VK-X100, KEYENCE)にて観察した。得られた結果は、一元配置分散分析およびTukeyの検定を用いて統計学的に検討を行った($P<0.05$)。なお、本実験は大阪歯科大学医の倫理委員会(大歯医倫060343号)の承認を得て行った。

結果および考察



	Interfacial failure	Chesion failure of bond	Mixture failure
SKB	2	3	3
ND	6	0	2
SKB-S	3	1	4
SKB-W	2	4	2

結果を上グラフに示す。SKBを用いた群はエアブローの強さに関わらずNDに比べ高い接着値を示した。SKBはSKB-Sと同等な接着値であったが、SKB-Sでは標準偏差が大きく、接着値に誤差が多少多く出た。新規親水性アミド系モノマーが溶媒の残っていても素早く歯質に馴染み、一気にエアブローをかけてしまっても、マイルドブローでゆっくり溶媒を蒸発させて接着性モノマーを浸透させたものと比べ遜色ない結果が得られると考えられることから、テクニカルセンシビリティの低い材料だと考えられる。また、マイルドなエアブローを行うことでより確実な結果を得ることができる可能性が示唆された。SKB-WはSKBに比べ有意に低い接着値を示したが、ボンド層の破壊が多く認められたことから、溶媒が十分に蒸発されていなかったか、ボンド層が過度に厚くなってしまった可能性があり、エアブローの重要性が示唆された。

結論

新規ワンボトルワンステップセルフアドヒーズSKB-100は従来のアドヒーズより強固に接着し、テクニカルセンシビリティの低い材料であることが示唆された。