

(第140回)

日本歯科保存学会2014年度春季学術大会 第33回 日本接着歯学会学術大会

※本冊子中の「HPC-100」は「パナピア® V5」の開発コードです。

レジンセメントの象牙質接着性:Dual-cure vs. Self-cure

○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⁾, 吉山昌宏³⁾,

¹⁾岡山大学大学院 医歯薬学総合研究科 生体材料科学分野

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⁾岡山大学大学院 医歯薬学総合研究科 歯科保存修復学分野

[目的]

金属材料の枯渇や審美修復の高まりにより、CAD/CAM用の歯冠修復材料が普及、この現象に伴いわが国でもレジンセメントが各方面で広く使用されつつある。近年、処理材を必要としないセルフアドヒシブ・レジンセメント(SA cement)が登場、広く臨床的な関心事の一役を担っている。

そこで、最近のレジンセメント(SA cementを含めた)を用いて、光照射併用のdual-cureと光照射しないself-cureでの硬化機構の違いが、初期の象牙質接着強さに及ぼす影響を検討した。

[材料と方法]

1) 材料

材料は、レジンセメント(Adhesive resin cement 8種, SA cement 7種)を使用した。歯質処理材としてメーカー推奨の処理材をそれぞれ使用した(Table)。

2) 方法

象牙質に対するせん断接着強さ:

ヒト象牙質(#600で最終研磨)を被着体として、SUS rod(被着面は、粒子径50μmのアルミナを10秒間噴射のサンドブラスト処理後、蒸留水で10分間超音波洗浄、サイズは直径3.4mm、高さ2mm)を圧接し、SUS rod上から光照射(New Light VL-II, ジーシー社, 20×2秒間光照射)して硬化させたDual-cureと、37°C、相対湿度100%中に8分間保存したSelf-cureの2種のシステムで硬化させ、硬化直後と1日間37°C蒸留水中浸漬後の2条件で、せん断接着強さを測定した。なお、Adhesive resin cement用の処理材は、修復物への適合性を考慮して光照射しなかった。

[結果と考察]

象牙質に対する接着強さ(Table):

1) Dual-cure vs. Self-cure

・硬化直後、Adhesive resin cement:Dual-cureの方が若干優れた値を示した。
SA cement:Dual-cureの方が若干優れた値を示した。

☞ 処理材の光照射による影響が考えられる。

・1日後、Adhesive resin cement:Dual-cureの方が若干優れた値を示した。
SA cement:Dual-cureの方が若干優れた値を示した。

☞ 処理材の光照射による影響が考えられる。

2) 硬化直後 vs. 1日後

多くのセメントにおいて両方の硬化システムで1日後の方が、硬化直後と比較して有意に高い値を示した。

☞ i) 重合反応の進行の影響と考えられる。

ii) 破断面を観察すると凝集破壊と混合破壊のいずれかを示し、セメントの機械的強さの向上も大いに考えられる。

3) Adhesive resin cement vs. SA cement

2種のレジンセメント間にに関しては、処理材併用のAdhesive resin cementの方が、SA cementと比較して優れた接着強さを示した。

☞ 処理材併用の効果と思われる。

本結果から、臨床面では、極力光照射の併用をお勧めする。

Table Shear bond strength (MPa) between dentin surface and stainless-steel rod.

Luting agent (Manufacturer)	Cure mode	Mean (S.D.), Range of value		t-test*	Luting agent (Manufacturer)	Cure mode	Mean (S.D.), Range of value		t-test*
		Immediately	After one-day storage				Immediately	After one-day storage	
Adhesive resin cement + Treating agent									
Experimental Cement R1096 +Prime & Bond elect (Dentsply/Caulk)	Dual-cure	5.4 (1.5), 3.8-7.8 AF: 0, MF: 0, CF: 10	15.8 (3.1), 11.0-20.5 AF: 0, MF: 0, CF: 10	S	RelyX Unicem 2 Automix (3M ESPE)	Dual-cure	7.8 (1.1), 5.6-9.3 AF: 0, MF: 1, CF: 9	16.3 (3.8), 12.9-23.0 AF: 0, MF: 1, CF: 9	S
	Self-cure	3.7 (1.1), 2.3-8.7 AF: 0, MF: 0, CF: 10	15.7 (3.0), 11.9-22.5 AF: 0, MF: 1, CF: 9	S		Self-cure	5.2 (0.9), 4.4-7.5 AF: 0, MF: 1, CF: 9	11.4 (2.6), 7.0-15.7 AF: 0, MF: 2, CF: 8	S
RelyX Ultimate+ Scotchbond Universal (3M ESPE)	Dual-cure	15.3 (1.7), 11.8-17.7 AF: 0, MF: 0, CF: 10	19.5 (4.2), 15.0-26.9 AF: 0, MF: 0, CF: 10	S	SpeedCEM (Ivoclar Vivadent)	Dual-cure	6.7 (1.5), 4.5-9.2 AF: 1, MF: 5, CF: 4	10.7 (1.5), 8.5-12.62 AF: 2, MF: 2, CF: 1	S
	Self-cure	6.0 (1.6), 3.6-8.7 AF: 0, MF: 0, CF: 10	14.0 (3.5), 9.2-19.4 AF: 0, MF: 1, CF: 9	S		Self-cure	5.8 (1.7), 3.2-7.6 AF: 0, MF: 4, CF: 6	6.5 (1.8), 4.6-10.7 AF: 0, MF: 1, CF: 9	NS
Duo-Link+ All-Bond Universal (Bisco)	Dual-cure	7.0 (1.6), 5.2-8.9 AF: 0, MF: 0, CF: 10	9.5 (2.7), 6.7-14.0 AF: 0, MF: 0, CF: 10	S	PermaCem 2.0 (DMG)	Dual-cure	5.5 (1.9), 3.4-9.5 AF: 0, MF: 2, CF: 8	13.9 (3.1), 9.3-19.7 AF: 0, MF: 0, CF: 10	S
	Self-cure	3.0 (1.3), 2.2-6.1 AF: 0, MF: 0, CF: 10	6.3 (2.4), 3.6-10.1 AF: 0, MF: 0, CF: 10	S		Self-cure	1.4 (0.6), 0.7-2.6 AF: 0, MF: 0, CF: 10	6.9 (1.2), 4.5-8.8 AF: 0, MF: 0, CF: 10	S
Variolink Esthetic DC + AdheSE Universal (Ivoclar Vivadent)	Dual-cure	9.9 (2.9), 6.0-14.9 AF: 0, MF: 0, CF: 10	16.8 (2.8), 12.1-21.6 AF: 0, MF: 2, CF: 8	S	G-Cem LinkAce (GC)	Dual-cure	5.4 (1.6), 3.6-7.9 AF: 0, MF: 1, CF: 9	13.0 (2.3), 8.8-16.0 AF: 0, MF: 0, CF: 10	S
	Self-cure	3.9 (1.2), 2.8-6.5 AF: 0, MF: 0, CF: 10	10.5 (2.1), 6.8-13.2 AF: 0, MF: 0, CF: 10	S		Self-cure	6.7 (1.8), 4.3-9.7 AF: 0, MF: 2, CF: 8	10.6 (2.8), 7.7-15.5 AF: 0, MF: 2, CF: 8	S
SI-R21303+ SI-R21202 (Shofu)	Dual-cure	11.3 (1.8), 8.0-14.8 AF: 0, MF: 2, CF: 8	19.3 (4.6), 12.1-27.0 AF: 0, MF: 1, CF: 9	S	LAH-1 (GC)	Dual-cure	7.6 (2.8), 4.1-10.7 AF: 0, MF: 1, CF: 7	10.3 (3.3), 6.8-16.7 AF: 0, MF: 0, CF: 10	S
	Self-cure	8.2 (2.3), 4.5-13.3 AF: 0, MF: 3, CF: 7	15.0 (4.2), 9.2-20.6 AF: 0, MF: 3, CF: 7	S		Self-cure	5.2 (1.0), 3.8-6.5 AF: 0, MF: 2, CF: 8	11.2 (2.8), 8.7-15.8 AF: 0, MF: 0, CF: 10	NS
ESTECEM+ ESTELINK (Tokuyama Dental)	Dual-cure	17.9 (4.2), 12.3-25.0 AF: 0, MF: 0, CF: 10	19.0 (3.1), 15.3-25.0 AF: 0, MF: 0, CF: 10	NS	BeautiCem SA (Shofu)	Dual-cure	8.4 (2.3), 3.6-10.5 AF: 0, MF: 1, CF: 9	12.8 (2.5), 8.9-16.6 AF: 0, MF: 0, CF: 10	S
	Self-cure	8.4 (2.6), 5.2-14.1 AF: 0, MF: 1, CF: 9	16.4 (3.3), 12.1-21.3 AF: 0, MF: 0, CF: 10	S		Self-cure	1.2 (0.3), 0.9-1.8 AF: 0, MF: 0, CF: 10	11.7 (3.1), 6.6-15.1 AF: 0, MF: 1, CF: 9	S
HPC-100 + HPC-100 Primer (Kuraray Noritake Dental)	Dual-cure	12.2 (3.2), 8.9-17.4 AF: 0, MF: 0, CF: 10	23.3 (3.6), 17.4-29.9 AF: 0, MF: 1, CF: 9	S	SA Cement Plus Automix (Kuraray Noritake Dental)	Dual-cure	4.7 (1.4), 3.0-7.0 AF: 0, MF: 2, CF: 8	16.4 (2.8), 13.3-22.0 AF: 0, MF: 0, CF: 10	S
	Self-cure	13.5 (3.5), 8.3-20.1 AF: 0, MF: 0, CF: 10	24.0 (3.4), 18.0-28.3 AF: 0, MF: 1, CF: 9	S		Self-cure	4.8 (1.1), 3.0-6.1 AF: 0, MF: 1, CF: 9	14.2 (5.1), 8.4-21.6 AF: 0, MF: 0, CF: 10	S
Super-Bond C&B+ Green Activator (Sun Medical, as a control)	Self-cure	3.1 (1.2), 1.6-4.8 AF: 2, MF: 6, CF: 2	15.9 (4.2), 10.3-20.7 AF: 0, MF: 1, CF: 9	S	Dual-cure: Light-activation (20 X 2 seconds), Self-cure: Stored for 8 minutes in 37°C, 100% R.H. a: Significantly different by t-Test between the two results. S: Significantly different ($p<0.05$). 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]

最近のレジンセメントを用いて、dual-cureとself-cureでの硬化機構の違いが、象牙質接着強さに及ぼす影響を検討した結果、

1) Adhesive resin cementとSA Cementにおいて、dual-cureの方がself-cureと比較して僅かに優れた接着強さを示した。

2) ほとんどのレジンセメントにおいては、Dual-cureとSelf-cureの両硬化システムで1日後の方が、硬化直後と比較して有意に高い値を示した。

ご支援いただいた国内外の歯科材料メーカー各位に御礼申し上げます。

試作レジンセメント (HPC-100) の基本的接着性能

○石井亮¹⁾, 古宅真由美¹⁾, 大塚詠一朗¹⁾, 利根川雅佳¹⁾, 遠本暁正^{1,2)}, 宮崎真至^{1,2)}, 天野晋³⁾, 藤井清一⁴⁾,

¹⁾日本大学歯学部保存学教室修復学講座

²⁾総合歯学研究所生体工学研究部門

³⁾天野歯科医院

⁴⁾愛誠病院

【緒言】

レジンセメントに機能性モノマーを含有させることで、歯質とともに修復物の前処理を不要とした自己接着性レジンセメントの臨床使用頻度が増加している。これらのレジンセメントは、接着操作の簡便性とともに様々な被着体に対しても確実な接着を得る必要があり、近年の審美性あるいは金属歯冠修復材料の多様化に伴い、更なる改良が望まれている。また、レジンセメントに含有される機能性モノマーは、酸性を示すことで歯質を脱灰するものの、セメントの重合硬化性および機械的性質を低下させることも危惧されている。このような背景のもと、歯質、セラミックスあるいは歯科用合金などの様々な被着体に対する接着性およびセメントの重合硬化性の向上を目的として、試作レジンセメントであるHPC-100が開発された。

そこで演者らは、試作レジンセメント (HPC-100) の基本的接着性能について、接着試験および接合界面の走査電子顕微鏡 (以後、SEM) 観察を行うことで、市販のレジンセメントと比較、検討した。

【材料および方法】

Resin cements (Lot No.)	Code	Main component	Manufacturer
HPC-100 (Universal) (131114-U)	HU	A: Bis-GMA, TEGDMA, hydrophobic dimethacrylate, hydrophilic dimethacrylate, initiators, accelerators, silanated barium glass, silanated fluoropolymersilicate glass, colloidal silica B: Bis-GMA, hydrophobic dimethacrylate, hydrophilic dimethacrylate, silanated barium glass, silanated aluminium oxide, accelerators, <i>d,l</i> -camphorquinone	Kuraray Noritake Dental
Clearfil Esthetic Cement (037AA)	EC	A: Bis-GMA, TEGDMA, hydrophobic dimethacrylate, silanated barium glass, colloidal silica, <i>N,N</i> -diethanol- <i>p</i> -toluidine B: Bis-GMA, TEGDMA, hydrophobic dimethacrylate, hydrophilic dimethacrylate, silanated barium glass, silanated silica, colloidal silica, BPO, <i>d,l</i> -camphorquinone	Kuraray Noritake Dental
Panavia F 2.0 [A.0565AA B.0109BA]	PF	A: MDP, hydrophilic dimethacrylate, hydrophobic dimethacrylate, silanated silica, silanated colloidal silica, BPO, <i>d,l</i> -camphorquinone B: hydrophilic dimethacrylate, hydrophobic dimethacrylate, silanated barium glass, surface treated sodium fluoride, catalysts, accelerators	Kuraray Noritake Dental

Primer (Lot No.)	Code	Main component	Manufacturer
HPC-100 (Primer) (131015-P)	HP	MDP, HEMA, hydrophilic dimethacrylate, water, accelerators	Kuraray Noritake Dental
ED Primer II [A.00320C B.00194C]	EP	A: MDP, HEMA, <i>N</i> -methacryloyl-5-aminoosalicylic acid (5-NMSA), water, accelerators B: 5-NMSA, water, catalysts, accelerators	Kuraray Noritake Dental
Clearfil ceramic primer (00023C)	CP	MDP, γ -MPTS, ethanol	Kuraray Noritake Dental
Alloy primer (CE0001)	AP	MDP, VTP, acetone	Kuraray Noritake Dental

1. 接着試片の製作

ウシ下顎前歯歯冠部を常温重合レジンに包埋し、エナメル質あるいは象牙質平坦面を耐水性SiCペーパー#600を用いて研削し、被着面とした。また、被着体は内径4mm、高さ2mmの円筒形テフロン型にレジンペースト (CLEARFIL AP-X, クラレノリタケデンタル) を填塞、加圧成形し、光照射後、24時間大気保管したレジンディスクおよび同型のステンレス製ディスクを用いた。これら被着体は、その表面をアルミナ粒子でサンドblast処理後、超音波洗浄を行い、それぞれ製造者指示に従って表面処理を行った。被着歯面に対しては、各レジンセメントに付属するプライマーを製造者指示に従って表面処理を施し、それぞれの被着体に対し練和したセメントを塗布、荷重0.2Nの条件で圧接後、マイクロブラシを用いて余剰セメントを除去し、光照射を行い、接着試片とした。その際の光照射条件は、光強度を600mW/cm²に設定し20秒間ずつ、2方向から光照射を行った。

2. 接着強さの測定

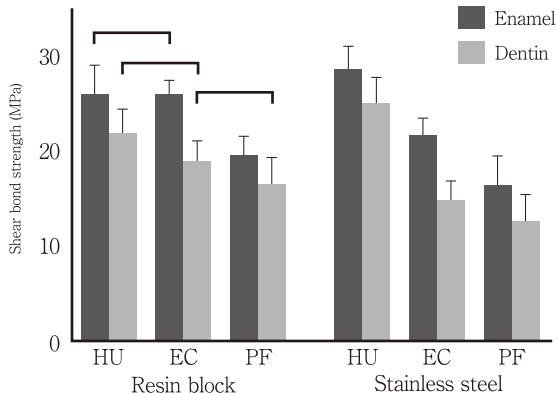
接着強さの測定に際しては、接着試片を37℃精製水中に24時間保管後、万能試験機 (Type 5500R, Instron)を用いて、クロスヘッドスピード1.0 mm/minの条件で剪断接着強さを測定した。

3. SEM観察

各条件における接合界面について、FE-SEM (ERA-8800FE, Elionix) を用いて、加速電圧10 kVの条件で観察した。

【成績】

Bond strength of resin cements



Values connected by horizontal lines show no significant difference ($p > 0.05$)

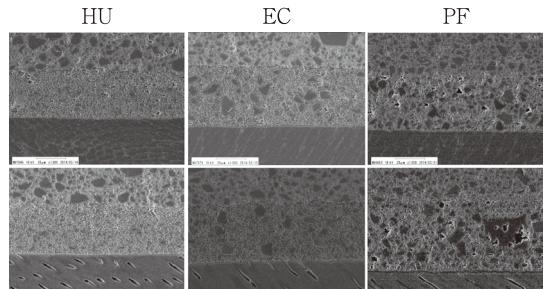
Fracture mode of bond strength test specimens

	HU	EC	PF
Resin block	Enamel [7/0/3]	[9/0/1]	[10/0/0]
	Dentin [8/0/2]	[10/0/0]	[10/0/0]
Stainless steel	Enamel [7/0/3]	[9/0/1]	[10/0/0]
	Dentin [8/0/2]	[9/0/1]	[10/0/0]

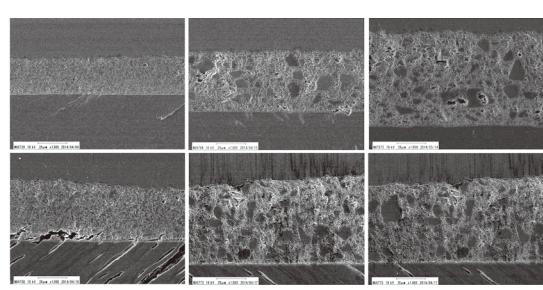
Failure mode :
[adhesive failure/cohesive failure in resin cement/cohesive failure in enamel or dentin]

SEM observation of interface

Resin block



Stainless steel



(Original magnification, x1,000)

【考察】

試作レジンセメントの24時間後の接着強さは、いずれの条件においてもECおよびPFと比較して有意に高い値を示した。試作レジンセメントと歯質との接合界面のSEM観察では、ギャップ形成は認められず良好な接合状態が認められた。このことは、試作レジンセメントの組成、接着性モノマーあるいは重合開始系の配合の違いによるものと考えられた。

【結論】

本実験の結果から、試作レジンセメントHPC-100は、エナメル質および象牙質とともに様々な被着体に対して良好な接着性を有することが判明した。このことから、試作レジンセメントHPC-100は、接着操作の簡便性とともに高い接着性能を有するところから、臨床応用に十分期待できることが示された。

築造用低融銀合金に対する各接着性レジンセメントの接着強さ

○塙向大作¹⁾, 村原貞昭¹⁾, 嶺崎良人²⁾, 柳田廣明²⁾, 鈴木司郎³⁾, 南弘之²⁾,

¹⁾鹿児島大学大学院医歯学総合研究科咬合機能補綴学分野,

²⁾鹿児島大学医学部・歯学部附属病院冠ブリッジ科,

³⁾アラバマ大学バーミングハム校歯学部バイオマテリアル分野

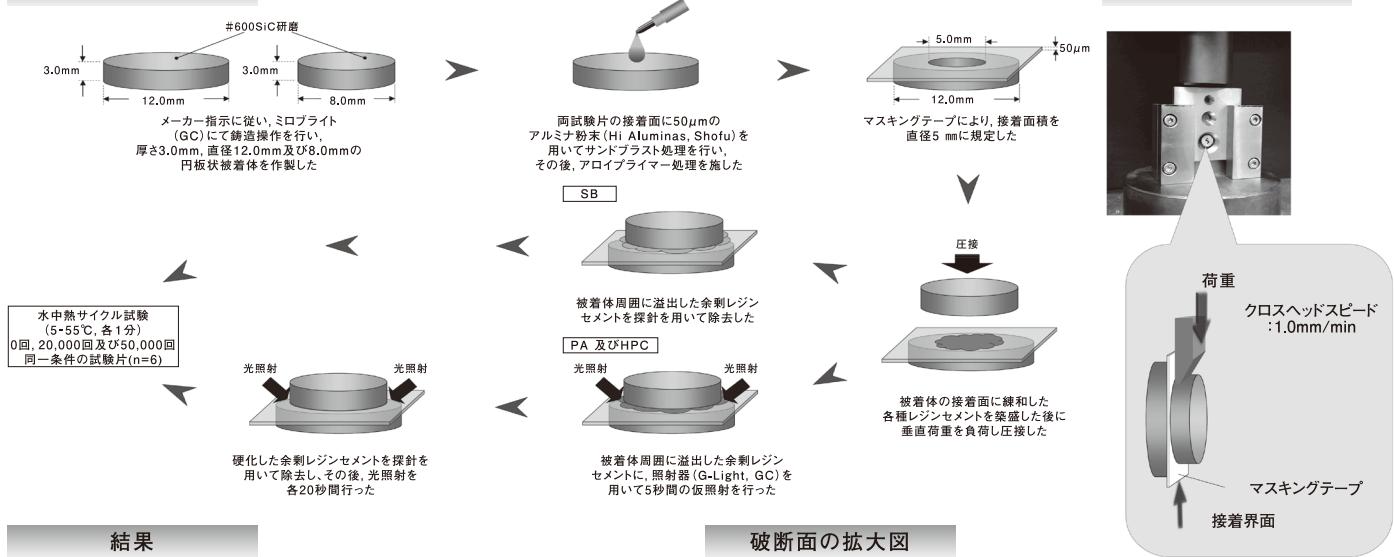
研究の背景と目的

日常の臨床において低融銀合金は支台築造体として多用される。近年の金属価格の高騰を考慮すると、築造体として低融銀合金を十分に活用することも求められる。低融銀合金と接着性レジンセメントとの接着に関する研究はほとんどみられず、不明な点が多い。本研究の目的は、各種接着性レジンセメントと低融銀合金との接着強さについて検討を行うことである。

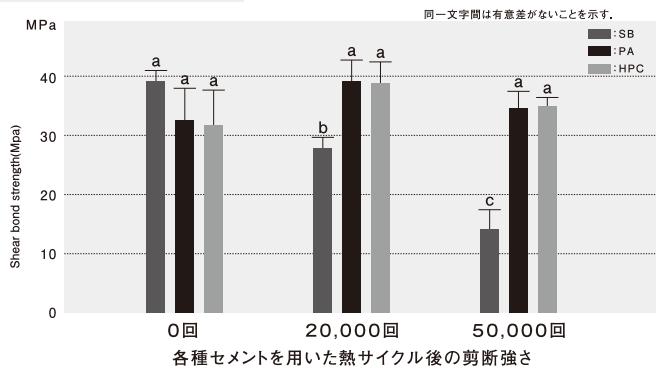
材料

材料	商品名	製造元	Code
低融銀合金	ミロブライト	GC	
貴金属接着プライマー	アロイプライマー	クラレノリタケデンタル	
光照射器	G-Light	GC	
接着性レジンセメント	スーパー・ボンドC&B	サンメディカル	SB
	パナビアF2.0	クラレノリタケデンタル	PA
	HPC-100(新規開発セメント)	クラレノリタケデンタル	HPC

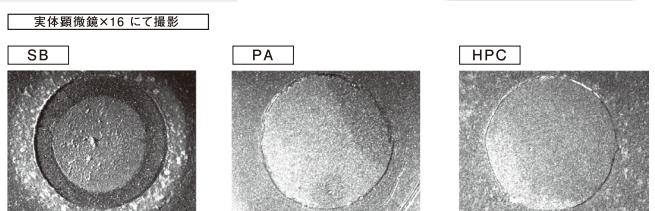
試験片の作成方法



結果



破断面の拡大図



統計解析

同一条件の試験片(n=6)
One Way-ANOVA&Bonferroni-Dunn test ($\alpha=0.05$)にて有意差判定を行った

考察

SB, PA及びHPCの低融銀合金に対する接着強さ(MPa)は、Control群においてそれぞれ39.1, 33.9, 32.2, 2万回後において27.7, 39.1, 39.5, 及び5万回後において14.2, 33.9, 35.6であった。熱サイクル2万回及び5万回においては、PA及びHPCがSBに対して有意に高い値を示した。

熱サイクル2万回及び5万回において試験片の破断状況が混合破壊様式であった。SBにおいて、熱サイクル試験により接着界面における低融銀合金の耐食性が劣るため、VTD primerとAgとの接着力が低下したものと考えられる¹⁾。一方、PA及びHPCはセメント内のフィラー含有のため、剪断強さに有意に差が生じたものと考えられる。

このことより、低融銀合金に対する接着にはフィラー含有の接着性レジンセメントを用いることで接着強さが増す可能性が示唆された。

参考文献

- 1) Matsumura H, Taira Y, Atsuta M. Adhesive bonding of noble metal alloys with a triazinedithiolderivative primer and an adhesiveresin. Journal of Oral Rehabilitation 1999; 26:877-882.