

—原 著—

# 象牙質窩洞において光重合型コンポジットレジンと 組合わせたボンディング剤のGap阻止効果

—第1報、硬化直後の状態—

大澤 雅 博 Werner Finger\*

新潟大学歯学部歯科保存学第一教室（主任：岩久正明教授）

\*アーヘン大学歯学部歯科理工学教室（主任：シュピーカーマン教授）

（昭和61年8月25日受付）

Effect of Bonding Agents on Adaptation of Light Cured Composite  
Resin Restorations to Dentin Cavities

Part 1, Evaluation of the Initial Gap and Shear Bond Strength

Masahiro Ohsawa and Werner Finger\*

*Department of Operative Dentistry and Endodontics, School of  
Dentistry, Niigata University*

*(Chief : Prof. M. Iwaku)*

\**Department of Prosthetic Dentistry and Dental Technology, Dental  
School of the RWTH, Aachen, West-Germany*

*(Chief : Prof. Dr. Dr. H. Spiekermann)*

**Key Words** : 光重合型コンポジットレジン / ボンディング剤 / 窩洞適合性  
/ 剪断接着力 / 象牙質窩洞

## ABSTRACT

In this investigation, the effect of bonding agents with light curing composite resins on the gap prevention between dentin walls and composite resins and the shear bond strength were studied immediately after the polymerization of light curing composite resins.

Dentin cavities were prepared of which shape was cylindrical, 3mm in diameter, 1.3mm in depth and 90° cavosurface angle. Three brands of bonding agents (*Gluma, Scotchbond Le. and Clearfil N.B.*) and three brands of light curing composite resins (*Lumifor, P 30 and Clearfil Ray*) were used, resulting in 9 pairs of combination. Immediately after the light emission to the composite resins, teeth were cut through the center of restorations. Gaps along the axial walls and the cavity floors were measured under the microscope equipped with measuring ocular.

Shear bond strength between the composite resins and dentin mediated with the bonding agents was determined with the crosshead speed of 1mm/min about 2min after the irradiation of light source.

The findings were as follows :

1. 4-10  $\mu\text{m}$  of reduction in gap width was exhibited by means of use of bonding agents tested

in this study, comparing to those produced without bonding agents.

2. Gaps at cavity floors were generally wider than those at axial walls.
3. The effective combinations of bonding system and light activated composite resin showed gaps which widths were less than 5  $\mu\text{m}$  even though at cavity floor.
4. 8 MPa of shear bond strength was recorded from effective combinations of bonding system and light activated composite resin.
5. There were disagreements in some cases between the shear bond values and cavity adaptation results. This would be caused by the difference of stress concentration pattern in both specimens totally induced at curing of the composite resins.

## 結 言

コンポジットレジンの開発以来, その臨床成績の向上のために, 材料の物性, 窩洞への接着性, 操作性など多くの研究がなされて来た。特に, 最近では歯髄刺激の防止, 2次う蝕の予防, 歯質の過剰削除の回避などの為に, 歯質接着性の問題が注目されている。通常, 窩洞が厚いエナメル質を有する場合には酸エッチング<sup>1)</sup>と優れたボンディング剤の併用によりかなりの好成績が得られているが, 根面う蝕などの様な象牙質窩洞に対しては, 種々の対象牙質接着性のボンディング剤の使用が試みられているが, 今だ必ずしも有効な方法が確立されているとは言い難い。

一般に, コンポジットレジン窩洞への接着力の評価については引張りないしせん断試験が試みられているが, 又一方では窩洞適合性や漏洩試験に依る判定もなされている。この様にボンディング・システムの性能判定法も種々様々であり, 又それら相互間の成績の相関性についての解釈も容易ではない。

本研究では, 3種のボンディング剤と3種の光重合型コンポジットレジンとを組合わせ, 象牙質窩洞におけるコンポジットレジン硬化直後の窩洞適合性を切断面から観察し, 併せてコンポジットレジン硬化直後のせん断接着力を測定し, 両者の関連を検討し, 若干の知見を得たので報告する。

## 材 料 と 方 法

### 1) 光重合型コンポジットレジン象牙質窩洞適合性

使用したボンディング剤及び光重合型コンポジ

ットレジン, 表1に示されている。

表1 使用材料

Material	Batch No.	Manufacture
Bonding Agents		
Gluma System		Bayer A.G. West Germany
EDTA	9116A	
Gluma	9102A	
Sealer L	9136A	
Scotchbond l.c. System		3M U.S.A.
	5M1(Resin)	
	5L1(Liquid)	
Clearfil New Bond System		Kuraray Japan
Etching Agent	EK002	
Clearfil N.B.	NC326(Catalyst)	
	NU426(Universal)	
Light Curing Composite Resins		
Lumifor	65216A(Universal Shade)	Bayer A.G.
P 30	4LIP	3M
Clearfil Ray	HAS1004(Universal Shade)	Kuraray

1%クロラミン溶液中に保存された人抜去大白歯隣接面を削除し, #1000湿式シリコンカーバイド・ペーパーで仕上げ, 十分な広さの象牙質を得た。その象牙質内に#31R/011 burを注水下で用いて径約3.0mm, 深さ約1.3mmのシリンダー状 butt joint 窩洞を形成した。

実験群では, 被削面の前処理, ボンディング剤の塗布を夫々のメーカー指示書に従って行った。すなわち, Gluma Systemの場合には付属のEDTA容液(0.5M, pH7.4)で1分間処理し, 水洗乾燥後, Glumaを塗布した。塗布1分後, 余剰のGluma

をエアーで軽く吹き飛ばし、次い Sealer L を一層塗布し、エアーで薄く延ばした。Scotchbond l. c. system に対してはメーカー指示書によればエナメル・エッチングのみが要求されているので、本実験では水洗・乾燥のみ行い、Scotchbond l.c. を塗布し余剰をエアーで薄く延ばした。次いで、Trunslux light (Kulzer 社) を用いて10秒間予備重合を行った。Clearfil N. B. system では付属のエッチング剤を1分間作用させ、水洗乾燥後、Clearfil N.B. を塗布し、エアーで薄く延ばした。

次いで、夫々のコンポジットレジンを辺縁部が若干過剰となる様に充填し、ストリップス圧接後、Trunslux を40秒間照射し硬化させた。1種のボンディング剤に対して3種のコンポジットレジンを組み合わせ、9対の試験を行った。

一方、コントロール群では、ボンディング剤を用いず、上述の前処理後、コンポジットレジンを充填した。Lumifor の場合には、コンポジットレジンの填入に先立ち、Sealer L を一層塗布した。

光線照射直後に、注水下で硬組織切断器 (ISO-MAT 11-1180) により歯牙を修復物中心部に沿って歯頸部と平行に切断、#1000湿式シリコンカーバイド・ペーパーで仕上げ、0.3 $\mu$ mアルミナ泥に

より研磨、次いで超音波洗滌を行った。切断に際し、ボンディング剤を用いなかったコントロール群では、試片調製中に修復物の窩洞からの転移を防ぐため、修復物辺縁の余剰充填部を液状レジンで固定後、切断した。

続き取り接眼レンズを備えた光学顕微鏡(Zeiss 社製) を用いて側壁及び窩底部のGapを測定した。計測に際しては、修復物辺縁の余剰部が歯質から剝離していないことを確認し、かつ象牙質の脱水<sup>2)</sup>を考慮して10分間以内に終了した。左右どちらかの側壁及び窩底部における夫々の最大幅 Gap をその試片の代表値とし、各群10ヶの試片を計測した。以上の操作を温度23 $\pm$ 1 $^{\circ}$ C、湿度50 $\pm$ 5%の恒温室内で行った。

## 2) セン断接着力の測定

1%クロラミン溶液中に保存された人抜去歯を象牙質を露出させ、#1000湿式シリコンカーバイド・ペーパーで仕上げ、被着体を作製した。

被着象牙質面は、1)の窩洞適合性試験と同様に前処理され、十分に水洗・乾燥後、厚さ5mm、中央部に3.5mmの小穴を有するテフロンモールドと共にスタンドに固定された。モールドの小穴を通して、1)の窩洞適合性試験と同様の条件でボンデ

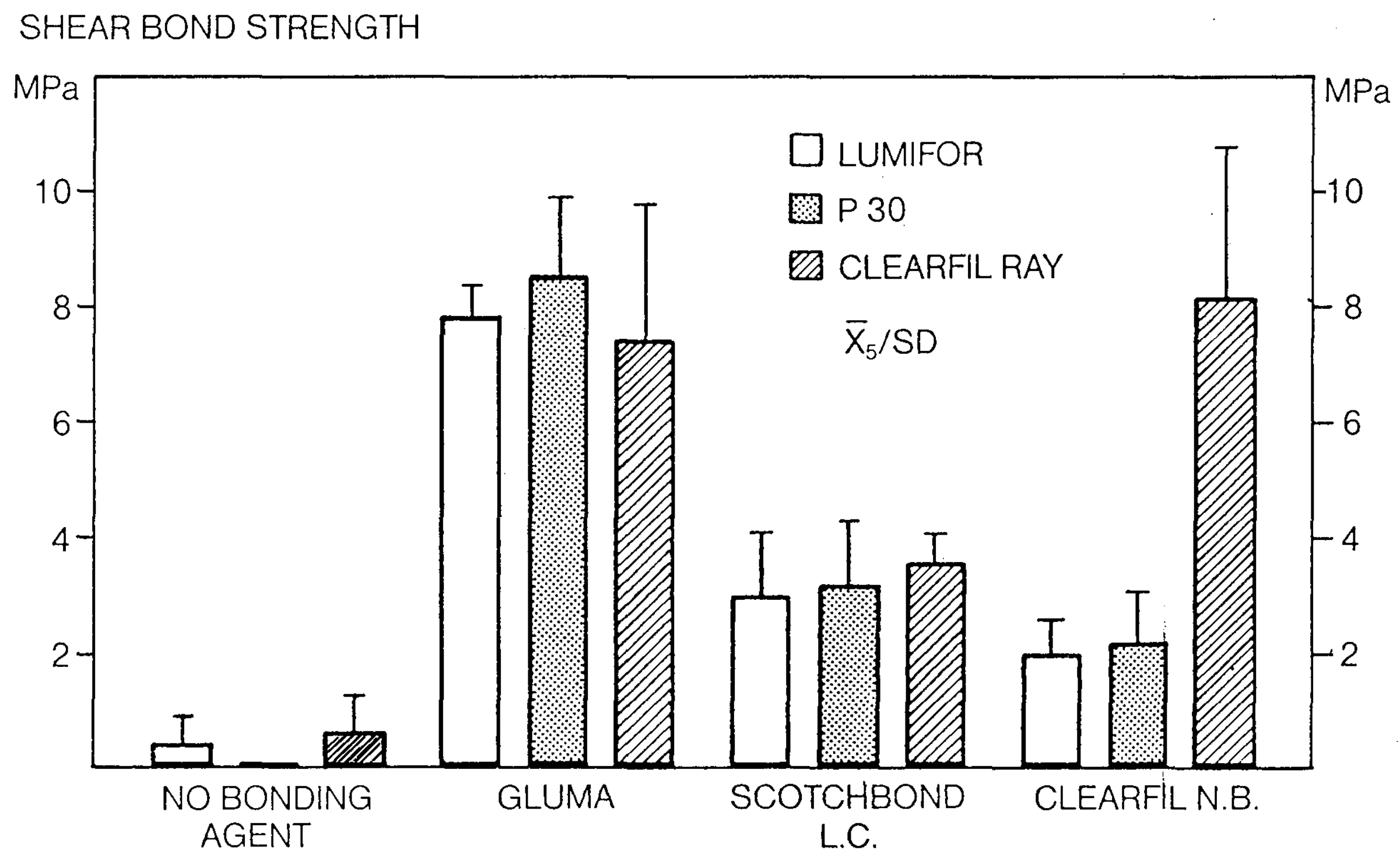


図1 人抜去歯象牙質窩洞における Gap

表2 ボンディング剤使用の有無により  
生ずるGap中の有意差の検定

Lumifor				
ボンディング剤	Gluma	Scotchbond l.c.	Clearfil N.B.	
ボンディング剤(-)	***	***	**	側壁
ボンディング剤(-)	***	***	*	窩底
P 30				
ボンディング剤	Gluma	Scotchbond l.c.	Clearfil N.B.	
ボンディング剤(-)	***	***	**	側壁
ボンディング剤(-)	*	***	*	窩底
Clearfil N.B.				
ボンディング剤	Gluma	Scotchbond l.c.	Clearfil N.B.	
ボンディング剤(-)	***	***	***	側壁
ボンディング剤(-)	***	**	*	窩底

\*\*\* P < 0.001, \*\* P < 0.01, \* P < 0.05

表3 Gapの認められない例数

ボンディング剤	(-)	Gluma	Scotchbond l.c.	Clearfil N.B.
コンポジットレジン	LPR	LPR	LPR	LPR
窩縁部	003	758	446	538
側壁	000	516	002	007
窩底	000	316	000	003
全体	000	313	000	003

N=10, L:Lumifor, P:P30, R:Clearfil Ray

ボンディング剤を塗布, シリンジを用いてコンポジットレジンを2-3mm厚に填入し, Trunslux light を80秒照射した。

光線照射後直ちに, 注意深くテフロンモールドを除去し, 万能試験器 (Zwick 1474) cross head speed 1 mm/min により, 硬化約2分後の対象牙質セン断接着力を各群5個ずつ測定した。全ての操作は温度23±1℃, 湿度50±5%の恒温室で行った。

## 成 績

1) コンポジットレジンの象牙質窩洞適合性  
各種条件下で作製された試片のGapの計測値は図1に示されている。全例において側壁部よりも窩底部においてより広いGapが見られた。

ボンディング剤を用いた実験群では, ボンディング剤を用いなかったコントロール群に比べ, 著しいGapの減少を示し, 両群間に有意差がみられた(表2)。

ボンディング剤としてGluma systemを用いた際には, Lumifor及びClearfil Rayにおいて窩底部でも5µm以下のGapであったが, P30では窩底部において9µm程度の比較的広いGapが存在した。

Scotchbond l.c. systemを用いた場合には, 3種のコンポジットレジン共, 窩底部において5µm以上のGapを示した。

Clearfil N.B. systemの場合には, Clearfil Rayとの組み合わせでは, 窩底部においても5µm以下のGapであった。しかし, Lumifor及びP30に対して窩底部には10µm程度の比較的広いGapが見られた。

各断面でGapの認められなかった例数は表3に示されている。一般に窩縁部における適合は良好であっても, 側壁部から窩底部へと窩洞深部に向かうに従って適合が不良となる傾向が見られた。すなわち, Gapの存在部分は殆どの例において左右どちらかの側壁に偏在しており, 窩洞中央部よりも窩底側でより広いGapが観察され, その側壁のGapは窩底に繋がっているが, しかし窩底全体に及ぶ例は殆ど無かった。

## 2) セン断接着力

得られた測定値は図2に示されている。

ボンディング剤を用いなかったコントロール群では, テフロンモールドを除去する際に試片が脱落する例が多数あり, 仮に計測可能であっても0.5MPa程度の値であり, 化学的な接着は認められなかった。

他方, ボンディング剤を用いた実験群についてみると, Gluma systemの場合には3種の光重合型コンポジットレジンとの組み合わせ共に7-8



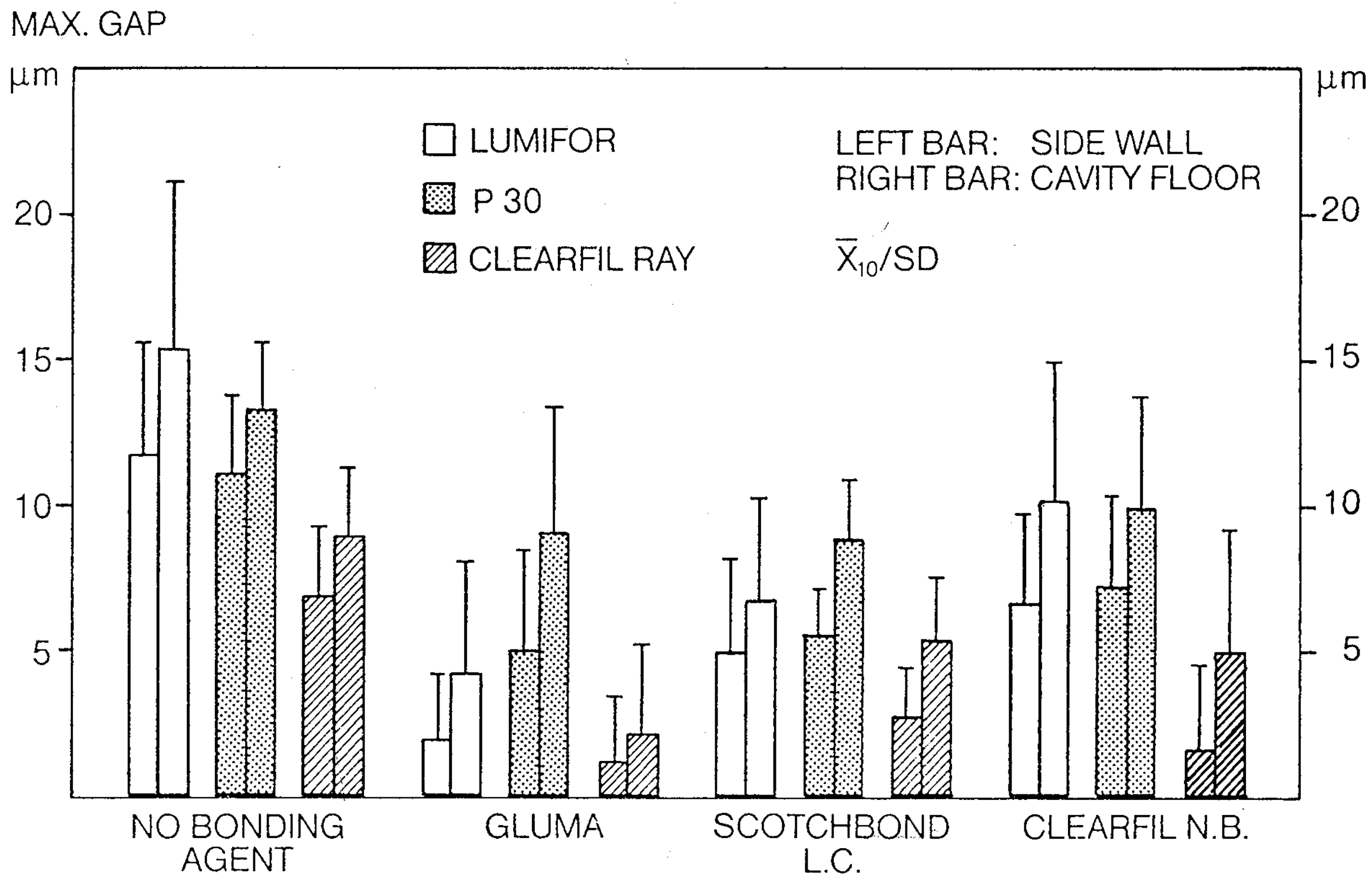


図2 人抜去歯象牙質に対するセン断接着力

MPa程度の良い接着力を示したが、Scotchbond l.c. system では3群とも3 MPa 程度の低い値であった。Clearfil N.B. system の場合にはLumifor並びにP 30との組み合わせでは2 MPa 程度の値しか得られなかったが、Clearfil Ray との組み合わせは8 MPa の良好な値を示した。

### 考 察

1) Gap 及び接着力の測定時期ならびに方法について。

ボンディング剤にはコンポジットレジンの重合収縮に基因する応力よりも大きな接着力を有する<sup>3)</sup>ことが要求される。すなわち、一般に光重合型コンポジットレジンの重合収縮は、自家重合型より小さい<sup>4)</sup>とされているが、重合速度が早く、かつ光線の照射される修復物表面に向かって収縮が起こることから、ボンディング剤が光線照射時点でその重合収縮に抵抗できる程強力な接着力を発揮しなければならない<sup>3)</sup>。そこで、コンポジットレジン硬化直後の窩洞適合状態ないし接着力を把握するのは、非常に重要な事である。しかし、一般的に接着に関する試験はコンポジットレジ

練和ないし光線照射から1日以降になされる事が多いようである。この状況では、試片の水中保管の影響、経時的な重合度の進行などにより、硬化直後の状態は種々修飾されている。上述の観点から、本研究では Gap の測定及びセン断接着力の測定共にコンポジットレジ重合後、可能なかぎりすみやかに行った。

本実験で行った様な試片断面の観察では、切断部位によって Gap の巾に違いを生じる可能性があり、切断部位を代えれば、若干異なった成績が得られる事は容易に想像される。しかし、本研究に関しては全ての試片をほぼ同一の部位で切断する様に努めたので、各材料による Gap 巾の相対的な比較は、十分に可能であると思われる。

本研究では、切断面を直接顕微鏡で観察したが、これは次の理由の為である。一般には、印象採得を行い樹脂製のレプリカを、SEM などで観察する間接法が用いられるのが通常である。この印象採得の際に、歯質を軽く酸蝕<sup>5)</sup>し、修復物と歯質とのコントラストを得る技法が応用される。しかし、本研究で用いた Scotchbond l.c. では前処理が水洗のみであり、多量の Smear 層が存在して

いるので、コントラストの為の酸蝕により、この Smear 層が溶解されてしまう事が、心配された為である。又、象牙質とコンポジットレジンの複合試片を直接 SEM で観察するには、臨界点乾燥法などの操作が必要となり、Artifact 発生の危険性も考えられる。

## 2) Gapについて

窩洞適合性試験において、側壁部よりも窩底においてより広い Gap が観察されたが、これは光重合型コンポジットレジンの特徴<sup>6)</sup>である光線の当たる表面から重合が始まり、最後に硬化する窩底部に重合収縮が集中しやすい為であろう。

ボンディング剤を用いずコンポジットレジンのみ填入した群で観察された Gap の巾は、夫々のコンポジットレジンの収縮量に近似した値であろう。Lumifor が大きな Gap を示したことは本材料のフィラー配合量が低いことから考えて妥当であるが、P30は高いフィラー配合にも拘らず比較的大きな収縮がみられた。Clearfil Ray は今回用いた3種の光重合型コンポジットレジの中では重合収縮量が一番小さかった。

P30の場合には3種のボンディング剤との組合わせ共、窩底部において10 $\mu$ m 程度の比較的広い Gap が認められた。一般に高フィラー配合のコン

ポジットレジンは機械的性質においては優れた性質を示すが、重合時の収縮による応力集中の面からみると、特に光重合型の特徴である窩底部に応力の集中を起こすのではないかと推論される。

さて、今回調べた3種の Bonding system と3種の光重合型コンポジットレジンの組合わせの中で、象牙質窩洞において良好な適合を示したものは、Gluma system/Clearfil Ray, Clearfil N.B. system/Clearfil Ray 並びに Gluma system/Lumifor であった(表4)。しかし、これらの使用によっても完全な象牙質窩洞適合性は得られなかったため、さらに有効な Bonding system の開発の必要性が痛感された。

## 3) セン断接着力とGapの巾の関連について

象牙質窩洞に於ける Gap の巾とセン断接着力とを対比させてみると、2-3 MPa の低い接着力の群では窩洞適合試験において側壁部で5 $\mu$ m、窩底部で10 $\mu$ m程度の比較的広い Gap が観察されている。一方、8 MPa 程度の高い接着力を示した群の窩洞適合試験の成績は、一般に窩底部に於ても5 $\mu$ m 以下の狭い Gap であった。しかし、Gluma P30の組合わせの様に高い接着力を示したにも拘らず、低い接着力の群と同程度の広い Gap が観察された例もあった。このことから、接着力

表4 最小Gap巾を示した群との有意差の検定

側 壁				窩 底			
ボンディング剤	コンポジットレジ	Gap巾(S.D)	有意差	ボンディング剤	コンポジットレジ	Gap巾(S.D)	有意差
Gluma	Clearfil Ray	1.3(2.2)	N.S.	Gluma	Clearfil Ray	2.2(3.1)	N.S.
Clearfil N.B.	Clearfil Ray	1.6(3.0)		N.S.	Gluma	Lumifor	
Gluma	Lumifor	2.0(2.3)	N.S.	Clearfil N.B.	Clearfil Ray	4.9(4.3)	*
Scotchbond l.c.	Clearfil Ray	2.8(1.7)		* *	Scotchbond l.c.	Clearfil Ray	
Scotchbond l.c.	Lumifor	5.0(3.2)	* *	Scotchbond l.c.	Lumifor	6.7(3.6)	***
Gluma	P 30	5.1(3.4)	***	Scotchbond l.c.	P 30	8.9(2.0)	***
Scotchbond l.c.	P 30	5.6(1.6)	***	Gluma	P 30	9.1(4.3)	***
Clearfil N.B.	Lumifor	6.7(3.2)	***	Clearfil N.B.	P 30	9.9(3.9)	***
Clearfil N.B.	P 30	7.3(3.1)	***	Clearfil N.B.	Lumifor	10.2(4.8)	***

N.S. P>0.05, \* P<0.05, \*\* P<0.01, \*\*\* P<0.001

試験において低い値を示す群は窩洞適合性試験において良好な成績は期待出来ない, 半面高い接着力が得られても, 必ずしも象牙質窩洞適合性が良いとはいえない。同様の事が東光<sup>7)</sup>らによっても認められている。この理由としては, 接着試片作成時にコンポジットレジンとはテフロンなどのコンポジットレジンに対し非接着性のモールド壁から自由に離れて硬化できるので, 重合時の応力は光重合型コンポジットレジンが最後に硬化するところの象牙質被着面とコンポジットレジンの接着界面にのみ発生するであろう。他方, 全面にボンディング剤を塗布された象牙質窩洞内で硬化するコンポジットレジンの場合では, 重合収縮による応力は窩壁全面に発生し, そのパターンは接着試片のそれに比べ著しく異なっているであろう。従って, Bonding system の効果判定を, 接着試験のみで判定する事には若干の危惧が有ると考えられる。しかし, 低い接着力しか示さない Bonding system では窩洞適合性試験においても劣った成績のみを示した事から, Bonding system 効果判定のスクリーニング法としては十分に価値ある方法と考えられる。

### 結 論

3種のボンディング剤と3種の光重合型コンポジットレジンを用いて, 人抜去歯象牙質窩洞における Gap 阻止効果, 並びに対象牙質セン断接着力をコンポジットレジン硬化直後に測定し, 次の知見を得た。

- 1) 3種のボンディング剤は, ボンディング剤を用いない場合と比較して, Gap の幅を有意に減少させた。
- 2) 光重合型コンポジットレジン修復では側壁部よりも窩底部でより広い Gap が観察された。
- 3) ボンディング剤と光重合型コンポジットレジンの有効な組合せでは, 光線照射10分後において, 窩底部においても5 $\mu$ m以下の狭い Gap であった。
- 4) ボンディング剤と光重合型コンポジットレ

ジンの有効な組合せにより, コンポジットレジン硬化2分後において8 MPa のセン断接着力が得られた。

- 5) 接着力試片と窩洞適合試片とでは, 両者の成績に不一致が見られる場合があった。

最後に御校閲を賜りました当教室主任岩久正明教授に謝意を表します。

### 文 献

- 1) Buonocore, M.G. : A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces; J. Dent. Res., **34** : 849-853, 1955.
- 2) Hansen E.K. : Visible light-cured composite resins : Polymerization contraction, contraction pattern and hygroscopic expansion ; Scand J Dent Res., **90** : 329-335, 1982.
- 3) Jørgensen K.D., Itoh K., Munksgaard E. C. and Asmussen E. : Composite wall-to-wall polymerization contraction in dentin cavities treated with various bonding agents ; Scand J Dent Res., **93** : 276-279, 1985.
- 4) 岡本 明, 子田晃一, 福島正義, 岩久正明 : Mercury Bath 法を用いたコンポジットレジンの重合収縮の測定 ; 日歯保誌, **27**(2) : 136-1984.
- 5) 富士谷盛興 : 接着性レジン修復における酸蝕および窩壁適合性の歯髄に及ぼす影響 ; 日歯保誌, **29**(1) : 228-253, 1986.
- 6) 加藤裕正, 渡辺 昭, 久光 久, 和久本貞雄 : 光重合型レジンの重合収縮の観察 ; 日歯保誌, **24** : 941-952, 1981.
- 7) 東光照夫, 橋本宏二, 岡野洋三, 伊藤和雄, 和久本貞雄 : 歯面処理法がレジンの接着性に与える影響について, 第1報. 象牙質面処理法についての検討 ; 日歯保誌, **28**(4) : 1320-1325, 1985.