



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	次亜塩素酸ナトリウムによる象牙質表面の長時間処理が4-META/MMA-TBBレジンに及ぼす影響
Author(s)	谷内田, 愛巳
Degree Grantor	北海道大学
Degree Name	博士(歯学)
Dissertation Number	甲第13869号
Issue Date	2020-03-25
DOI	https://doi.org/10.14943/doctoral.k13869
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/80725
Type	doctoral thesis
File Information	Ami_Yachida.pdf



博 士 論 文

次亜塩素酸ナトリウムによる象牙質表面の長時間
処理が 4-META/MMA-TBB レジンの接着に及ぼす影響

令和 2 年 3 月 申請

北海道大学
大学院歯学研究科口腔医学専攻

谷 内 田 愛 巳

【抄録】

歯内療法では、根管の無菌化が必要であり、そのためには薬剤を用いた化学的清掃が推奨されている。臨床では次亜塩素酸ナトリウムが広く用いられているが、長時間の使用により象牙質面が浸食され、レジンの接着に影響をおよぼす可能性がある。そこで本研究では、次亜塩素酸ナトリウムの長時間処理による象牙質表面の構造の変化と、4-META/MMA-TBB レジンの微小引っ張り強さにおよぼす影響を検討した。

実験1では、牛歯から象牙質ブロックを作製し、象牙質表面を10%次亜塩素酸ナトリウム(NC)で0, 1, 3, 10, 15, 20, 30, 60分処理した。0分処理以外は、芳香族スルフィン酸塩(AC)にて10秒間処理後水洗した。その後、すべての象牙質面を10%クエン酸3%塩化第二鉄溶液(G)で10秒処理、5秒間水洗してエアードライし、4-META/MMA-TBB レジン(SB)を塗布後、即時重合レジンブロックを接着した。37℃湿度100%で24時間保管後、微小引っ張り試験を行った。統計処理は、Kruskal-Wallis test および Dunnet 法による多重比較検定を行った。また、微小引っ張り試験後の破断面をSEM観察およびEDS分析を行った。その結果、NC処理時間が15分を超えると微小引っ張り強さは有意な低下が認められ($p < 0.05$)、処理時間が20~60分ではいずれも著しい低下を示した($p < 0.01$)。また、微小引っ張り試験後の破断面は、NC0分~15分処理ではレジンの凝集破壊や混合破壊であったのに対し、処理時間20分を超えると界面破壊のみとなった。SEM観察では、NC処理した象牙質ブロックの管間象牙質表層は、数 μm の無構造な層で覆われており、その表面性状はNC処理時間が長くなるにつれて粗造になった。EDS分析の結果、NC0分とNC3分処理では表層からCaが検出され、象牙質深層部とほぼ同様のスペクトルを示した。しかし処理時間が20分を超えると、象牙質表層はCとOの強度が強くなりCaは検出されなかったことから、管間象牙質表面の無構造な層は有機成分で構成されていることが示された。

実験2では実験1と同様に象牙質ブロックを作製し、NC20分処理後、AC処理10秒、1, 5分を行い、G処理10秒、水洗乾燥し、SB塗布後レジンブロックを接着して、微小引っ張り試験を行った。その結果、AC処理時間を延長しても微小引っ張り強さに影響はなかったことから、NC処理時間が長くなることで微小引っ張り強さが低下する原因として、NCの残存による重合阻害の可能性は低いと考えられた。

実験3では、象牙質ブロックをNC0, 20, 60分処理後に、G処理10秒を行って水洗乾燥、またはメタクリル酸エステル(TP)20秒処理後に乾燥して、SBを塗布、レジンブロックを接着し、微小引っ張り試験を行い、破断面のSEM観察を行った。また、同様の処理を行った象牙質面を切断し、SEM観察およびEDS分析を行った。その結果、NC20分処理後にTP処理を行うと微小引っ張り強さはNC0分と有意差($p > 0.05$)がない値となった。また、NC処理TP処理後のSEM観察では、実験1と同様に表層に無構造な層が観察され、EDS分析では、NC60分AC10秒G10秒処理とNC60分AC10秒TP20秒処理はほぼ同様の結果で、表層はCやOの強度が高くCaはほとんどみられなかった。

以上の結果から、10%次亜塩素酸ナトリウムによる象牙質処理時間が長くなると、溶解された有機質が象牙質表面に付着し、G 処理では除去できずレジンの浸透阻害を起こして接着強さが低下するが、TP 処理を行うことでレジンが浸透して接着強さが得られる可能性が示唆された。

【緒言】

根管治療において良好な治療結果を得るためには、根管内の無菌化が重要とされている。無菌化のためにはファイル等を用いた機械的清掃が最も効果的であるが、扁平な根管や極状根、イスマスを有する根管、ステップやレッジがみられる湾曲根管などでは根管拡大を適切に行うには限界があるため、薬液による化学的清掃を併用することが推奨されている^{1,2)}。化学的清掃に使用する薬剤としては、優れた洗浄効果と抗菌性、有機質の溶解能がある次亜塩素酸ナトリウムが推奨されている³⁻⁵⁾。

次亜塩素酸ナトリウムの組織溶解性や抗菌性に対する温度や濃度、時間の影響に関しては多くの研究が行われてきた。Shin ら⁹⁾は、5.25%次亜塩素酸ナトリウムは有効な殺菌効果が認められたが0.5%では最小限の殺菌効果しか認められなかったと報告している。また、Trepagnier ら¹¹⁾は次亜塩素酸ナトリウムの濃度が5%でも2.5%でも有機質の溶解効果に差がないことを示している。このように次亜塩素酸ナトリウムの濃度は2.5～5.25%を推奨する研究が多い⁸⁻¹³⁾。一方温度については、Raphael ら¹¹⁾が21℃よりも37℃の方が高い殺菌効果を発揮すると報告している。Retamozo ら²⁰⁾の研究でも5.25%次亜塩素酸ナトリウムを40分使用することで、象牙質に付着した *E.faecalis* を除去できることが示されている。また、抜髄後や重度の感染根管では次亜塩素酸ナトリウムを根管内に満たした状態で機械的清掃を行うことで、残髄炎や歯根膜感染を予防できる可能性があると言われている²¹⁾。これらの研究から、感染根管治療における根管洗浄では、5.25%次亜塩素酸ナトリウムで40分洗浄することが推奨されている¹⁹⁾。

次亜塩素酸ナトリウムの接着への影響については、次亜塩素酸ナトリウムはスメア層と有機質を除去し、レジンの接着強さを向上させるという報告⁶⁾があるが、次亜塩素酸ナトリウムで処理された象牙質は接着力が低下するという報告¹⁴⁻¹⁸⁾が多い。接着力低下の原因としては、象牙質表面に残存した次亜塩素酸ナトリウムの酸化力がレジンの重合を阻害するためと推測されており、接着性レジンを使用する場合には還元剤を使用することが推奨されている¹⁴⁻¹⁷⁾。

また、次亜塩素酸ナトリウムによる象牙質表面の処理が長時間になると、表面が浸食されて粗造化することが報告されている²²⁻²³⁾。Ghisi らはピクロシリウスレッド染色および光学顕微鏡と走査型電子顕微鏡を用い、5%次亜塩素酸ナトリウムが象牙質の象牙細管内のコラーゲン層の損傷を引き起こし、深層部にも影響を与えることを報告している²²⁾。また、Wagner も走査型電子顕微鏡と透過型電子顕微鏡での観察により、次亜塩素酸ナトリウムは根管壁のコラーゲン線維を部分的に溶解し、線維の薄化を引き起こすと述べている²³⁾。し

たがって、次亜塩素酸ナトリウムで長時間処理した象牙質面では、浸食により構造変化を生じるためにレジンの接着にも影響をおよぼす可能性がある。

そこで本研究では、次亜塩素酸ナトリウムの長時間処理による象牙質表面の構造の変化と、4-META/MMA-TBB レジンの微小引っ張り強さにおよぼす影響を検討した。

【材料と方法】

実験 1. 次亜塩素酸ナトリウム処理時間が 4-META/MMA-TBB レジン接着後の微小引っ張り強さにおよぼす影響

抜去後冷凍保存された牛歯を解凍後、歯根に付着した軟組織を除去し、自動精密切断機（PRECISO-CL40, 三啓）を用いて歯冠を切除した。歯髄を除去後、歯根長軸方向で 2 分割し、10×10×1mm の象牙質ブロックを作製、根管側を被験面として、耐水研磨紙 #600 まで注水下で研磨した。

水洗後の象牙質表面を 10%次亜塩素酸ナトリウム（ネオクリーナーセキネ、ネオ製薬工業社、以下 NC）にて 0, 1, 3, 10, 15, 20, 30, 60 分処理した。0 分処理以外は、芳香族スルフィン酸塩（アクセル、サンメディカル、以下 AC）にて 10 秒間処理後水洗した。その後、すべての象牙質面を 10%クエン酸 3%塩化第二鉄溶液（表面処理材グリーン、サンメディカル、以下 G）で 10 秒処理、5 秒間水洗してエアードライし、4-META/MMA-TBB レジン（スーパーボンド混和ラジオペーク、サンメディカル、以下 SB）を塗布後、即時重合レジン（プロビスタ、サンメディカル）のブロックを接着した。37℃湿度 100%で 24 時間保管後、1×1mm のスティック状に自動精密切断機で切断し、引っ張り装置（EZ-S, SHIMADZU）を用いてクロスヘッドスピード 0.5cm/秒にて微小引っ張り試験を行った。

統計処理は、Kruskal-Wallis test および Dunnet 法による多重比較検定を行った。また、微小引っ張り試験後の破断面を Pt 蒸着し、走査型電子顕微鏡（S-4000/S-4800, HITACHI）を用いて SEM 観察を行った。

次に、同様に作製した象牙質ブロックに、NC 処理時間 0, 20, 60 分および G 処理 0, 10 秒を行い、マイセルとマレットで切断して、処理象牙質表面と切断面を Pt 蒸着し、SEM 観察およびエネルギー分散型 X 線分析装置（S2380N, HITACHI）を用いて EDS 分析を行った。

実験 2. NC 長時間処理後の還元処理時間が微小引っ張り強さにおよぼす影響

実験 1 と同様に象牙質ブロックを作製し、NC20 分処理後、AC 処理 10 秒、1, 5 分を行い、G 処理 10 秒、水洗乾燥し、SB 塗布後レジブロックを接着した。37℃湿度 100%で 24 時間保管後、1×1mm のスティック状に切断し、微小引っ張り試験を行った。統計処理は、Kruskal-Wallis test および Dunnet 法による多重比較検定を行った。

実験 3. NC 長時間処理後のプライマー処理が微小引っ張り強さにおよぼす影響

実験 1 と同様に象牙質ブロックを作製し、NC 0, 20, 60 分処理後に、G 処理 10 秒を行って水洗乾燥、またはメタクリル酸エステル（ティースプライマー、サンメディカル、以下 TP）20 秒処理後に乾燥して、SB を塗布、レジンブロックを接着した。

37℃湿度 100%で 24 時間保管後、1×1mm のスティック状に切断して微小引っ張り試験を行った。統計処理は、Kruskal-Wallis test および Dunnet 法による多重比較検定を行った。破断面には Pt 蒸着を行って SEM 観察した。

また、同様の処理を行った象牙質面を実験 1 と同様に切断し、Pt 蒸着を行って SEM 観察および EDS 分析を行った。

【結果】

実験 1. 次亜塩素酸ナトリウム処理時間が 4-META/MMA-TBB レジン接着後の微小引っ張り強さにおよぼす影響

NC 処理時間 0 分における微小引っ張り強さの中央値（四分位偏差）は、30.8 (13.9) MPa, 1 分では 30.9 (14.8) MPa, 3 分では 23.3 (9.6) MPa, 10 分では 22.6 (17.6) MPa, 15 分では 18.8 (16.9) MPa, 20 分では 9.0 (7.8) MPa, 30 分では 5.5 (9.1) MPa, 60 分では 0.4 (8.3) MPa であった。NC0 分処理に対して 1, 3, 10 分処理では引っ張り強さに有意差 ($p>0.05$) はなかったが、15 分 ($p<0.05$), 20 分 ($p<0.01$), 30 分 ($p<0.01$), 60 分 ($p<0.01$) では有意な低下が認められた (図 1)。

微小引っ張り試験後の破断面を SEM 観察した結果、NC 処理 0～15 分の試料では、SB の凝集破壊と界面破壊による混合破壊だったが、NC 処理時間が 20 分を超えた試料では界面破壊のみが認められた (図 2)。

SEM 観察では、NC 処理時間 0 分の象牙質表面に象牙細管の開口は認められず、無構造な層（矢印）が覆っており、割断面では表層に 3～4 μm の粗造な層（矢印）が認められた (図 3)。NC20 分処理では象牙細管がわずかに開口している部分もあったが、大部分は 1～2 μm の無構造な層（矢印）が表面を覆っていた (図 4)。NC60 分処理後では、20 分処理とほぼ同様の所見であった (図 5)。

NC 処理時間 0 分、G 処理 10 秒後の象牙質面の SEM 観察では、表面は平滑で象牙細管の露出がわずかに認められ、割断面では表層に約 1 μm の無構造な層（矢印）が一部に観察された (図 6)。NC20 分処理後に G 処理 10 秒を行った象牙質表面には、0 分処理より象牙細管が開口しており、管間象牙質表面はやや粗造になっている部分が観察された。割断面では約 0.3 μm の無構造な層（矢印）が表層を覆っていた (図 7)。NC60 分処理後に G 処理 10 秒を行った象牙質表面は、NC20 分と同様に象牙細管の開口が認められ、割断面でも同様に約 0.3 μm の層（矢印）が表面を覆っていた (図 8)。

EDS 分析では、NC0 分 (図 9a 上段) や 3 分処理 (図 9b 上段) の象牙質表層は、Ca の強度が高く C や O も検出されて象牙質深部 (図 9a,b 下段) と同様であった。一方 NC 処理時間 20 (図 9c), 60 分 (図 9d) では、表層は C と O が検出されたが Ca はみられなかつ

た。

実験 2. NC 長時間処理後の還元処理時間が微小引っ張り強さに及ぼす影響

NC0 分処理 G 処理 10 秒の微小引っ張り強さは 30.8 (13.9) MPa, NC20 分 AC10 秒 G10 秒では 9.0 (7.8) MPa, NC20 分 AC1 分 G10 秒では 3.8 (7.6) MPa, NC20 分 AC5 分 G10 秒では 9.8 (7.5) MPa であった。NC0 分 G 処理 10 秒に対して, NC20 分処理では AC 処理時間にかかわらず, 微小引っ張り強さは有意 ($p<0.01$) に低下した (図 10)。

実験 3. NC 長時間処理後にプライマーを用いた場合の微小引っ張り強さ

NC 0 分 G10 秒処理の微小引っ張り強さは 30.8 (13.9) MPa, NC 0 分 TP20 秒処理では 39.9 (13.8) MPa, NC20 分 AC10 秒 G10 秒は 9.0 (7.8) MPa, NC20 分 AC10 秒 TP20 秒処理では 32.9 (11.4) MPa, NC60 分 AC10 秒 G10 秒は 0.4 (8.3) MPa, NC60 分 AC10 秒 TP20 秒処理では 0 (9.7) MPa であった。NC 0 分 G10 秒に比べて, NC20 分 AC10 秒 G10 秒および NC60 分 AC10 秒 G10 秒はいずれも有意 ($p<0.01$) に微小引っ張り強さが小さい値を示した。また, NC0 分 TP20 秒処理に比べて, NC20 分 AC10 秒 TP20 秒処理は有意差 ($p>0.05$) がなかったが, NC60 分 AC10 秒 TP20 秒処理は有意 ($p<0.01$) な低下を示した (図 11)。

微小引っ張り試験後の破断面の SEM 観察では, TP 処理を行った試料は NC 処理時間が 20 分でも 60 分でも, SB の凝集破壊または混合破壊で界面破壊は認められなかった (図 12)。

NC, TP 処理後の表面及び断面の SEM で観察では, NC0 分 TP20 秒処理した象牙質表面には象牙細管がわずかに開口していたが, 大部分の象牙質表層は平滑で無構造であった。断面では, 象牙質表層に約 1 μm の平滑で無構造な層が観察された (図 13)。NC20 分 AC10 秒 TP20 秒処理を行った象牙質の表面はわずかに粗造となり, 象牙細管の開口はやや増加した。断面では約 3 μm の平滑で無構造な層が象牙質表層を覆っていた (図 14)。NC60 分 AC10 秒 TP20 秒処理後の象牙質表面はさらに粗造になり, 象牙細管の露出も増加した。断面では表層に約 1 μm の無構造な層が観察された (図 15)。

EDS 分析では, NC60 分 AC10 秒 G10 秒処理と NC60 分 AC10 秒 TP20 秒処理は, ほぼ同様の結果で, 表層は C や O の強度が高く Ca はほとんどみられなかった (図 16)。

【考察】

本研究は, 次亜塩素酸ナトリウムによる象牙質の長時間処理がレジンの接着におよぼす影響を明らかにすることを目的として行った。

根管洗浄に用いる次亜塩素酸ナトリウムの濃度は 2.5~5.25% 程度を推奨する研究⁸⁻¹³⁾が多いが, 本研究では濃度の高い方が影響を明確にしやすいと考え, 市販されている根管洗浄用次亜塩素酸ナトリウムで最も濃度の高い 10% を使用した。レジンには根管充填や穿孔部の封鎖, ポストの接着など根管壁への接着に多く用いられているスーパーボンド²⁴⁻³¹⁾を使用

した。

実験 1 の結果から、NC の処理時間が 15 分を超えると還元処理を行っても微小引っ張り強さは有意な低下が認められ ($p < 0.05$)、処理時間が 20~60 分ではいずれも同様に著しい低下を示した ($p < 0.01$)。また、微小引っ張り試験後の破断面は、NC0 分~15 分処理ではレジンの凝集破壊や混合破壊であったのに対し、処理時間 20 分を過ぎると界面破壊のみとなった。このことから、NC 処理が長時間になると、SB は象牙質表面への接着強さが大きく低下することが明らかとなった。また、NC 処理後の象牙質表面の SEM 観察を行ったところ、NC の処理時間が長くなるほど象牙細管の開口が認められるようになったが、管間象牙質表層は数 μm の無構造な層で覆われていた。その表面性状は NC 処理時間が長くなるにつれて粗造になったが、NC 処理時間の違いで著しい差はみられなかった。そこで EDS 分析を行った結果、NC0 分と NC3 分処理では表層から Ca が検出され、象牙質深層部とはほぼ同様のスペクトルを示したが、NC 処理時間が 20 分を超えると、象牙質表層は C と O の強度が強く Ca が検出されなかった。このことから、管間象牙質表面の無構造な層は有機成分が主体であると考えられた。すなわち、NC 処理が長時間になると溶解された有機質が象牙質表面に付着残存して、この層が G 処理で完全に除去できたため、NC が残存して SB の重合を阻害する、もしくは物理的に SB の浸透を妨げるために微小引っ張り強さが低下するのではないかと考えられた。

そこで還元処理時間を延長することで微小引っ張り強さが向上するかを実験 2 で検討した。NC20 分処理後の AC による還元処理時間を従来の 10 秒から 1 分、5 分と長くしたが、微小引っ張り強さはいずれも低い値であった。このことから、NC 処理が長時間になって微小引っ張り強さが低下する原因は、NC 残存による SB 重合阻害の可能性は低いと考えられた。

象牙質面をリン酸等で過剰に脱灰すると脱灰層にレジンが十分に浸透しなくなるが³²⁻³⁶⁾、リン酸処理後にプライマーを用いると接着強さが得られる³⁷⁻⁴¹⁾ことが知られている。本実験で NC によって溶解した有機成分が象牙質表面に残存して SB の浸透を妨げているとすれば、TP が効果を発揮する可能性があるのではないかと考え、実験 3 で NC 処理後に TP 処理を行って G 処理と比較した。その結果、NC20 分 G10 秒処理では微小引っ張り強さが著しく低下したのに対し、TP 処理では NC0 分と有意差がなかった。しかし NC60 分処理後では TP を用いても微小引っ張り強さは低い値であった。また、破断面の SEM 観察では、TP 処理を行った象牙質の破壊様式は、NC 処理時間にかかわらず SB の凝集破壊や混合破壊で界面破壊は認められなかったことから、NC 処理が長時間になった場合には G よりも TP の方が接着強さを得るには有効であると考えられた。

SEM 観察では、NC20 分または 60 分処理後に G または TP 処理した象牙質表面にいずれも無構造な層がみられ、EDS でも同様の結果であった。このことから、TP で接着強さが得られたのは NC 処理で表面に付着した有機質の層が除去されたのではなく、SB が浸透して硬化したためではないかと考えられた。NC による構造変化や SB の浸透性の障害につい

では、今後透過型電子顕微鏡を用いた詳細な観察などで更に解明していくことが必要と思われる。また、本実験結果から NC 処理が長時間になった場合には G より TP を使用することが良いと考えられるが、根管壁に穿孔や亀裂があり TP が歯根膜に直接触れる場合には、プライマーに含まれるアセトンなどにより歯根膜を変性させる危険性がある。象牙質が溶解して表面に付着した有機質層は数 μm と薄く、深部にまで NC の影響は及んでいなかったことから、このような症例では表層を一層削ってから接着を行うことが一つの解決策と考えられた。

【結論】

本研究から、10%次亜塩素酸ナトリウムによる象牙質処理時間が 15 分を超えると、溶解した有機質が象牙質表面に付着し、10%クエン酸 3%塩化第 2 鉄溶液による歯面処理では十分除去できず、4-META/MMA-TBB レジンの接着強さが低下した。また、次亜塩素酸ナトリウムの処理時間が 20 分以内であれば、プライマーで処理を行うとレジンの接着強さが得られることが明らかとなった。

【参考文献】

- 1) Nair PNR, Henry S, Cano V, Vera J: Microbial status of apical root canal system of human mandibular first molars with primary apical periodontitis after “one-visit” endodontic treatment; Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod, 99: 231-252, 2005.
- 2) Peters OA, Laib A, Gohring TN, Barbakow F: Changes in root canal geometry after preparation assessed by high resolution computed tomography; J Endod 27,1-6, 2001.
- 3) Moodnik RM, Doorn SO, Feidman MJ, Levey M, Brook S, Bordes BG: Efficacy of biomechanical instrumentation: scanning electron microscopic study; J Endod 2, 261-266, 1976.
- 4) Moutouris G, Silikas N, Eliades G: Effect of sodium hypochlorite treatment on the molecular composition and morphology of human coronal dentin; J Adhes Dent 6, 175-182, 2004.
- 5) Montes MAJR, de Goes MF, Sinhoret MAC: The in vitro morphologicaleffect of some current pre-treatments on dentin surface: A SEM evaluation; Oper Dent 30, 201-212, 2005.
- 6) Torabinejad M, Cho Y, Khademi AA, Bakland LK, Shabahang S: The effect of various concentrations of sodium hypochlorite on the ability of MTAD to remove the smear layer; J Endod 29, 233-239, 2003.
- 7) 藤田栄伸, 高田由紀, 加藤丈晴, 近藤康弘, 鈴木一臣, 山下 敦: 象牙質の被着面処理が

接着性レジンとの接着強さに及ぼす影響 ～特に増粘剤を添加した有機質溶解剤の効果について～；接着歯学, 10, 187-195, 1992.

8) Trepagnier CN, Madden RM, Lazzari EP: Quantitative study of sodium hypochlorite as an in vitro endodontic irrigant; J Endod, 3, 194-196, 1977.

9) Shin M, Marshall FJ, Rosen S: The bactericidal efficiency of sodium hypochlorite as an endodontic irrigant; Oral Surg Oral Med Oral Pathol, 29, 613, 1970.

10) Senia S, Marshall FJ, Rosen S: The solvent action of sodium hypochlorite on pulp tissue of extracted teeth; Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, 31, 96, 1971.

11) Raphael D, Wong TA, Moodnik R, Borden BG: The effect of temperature on the bactericidal efficiency of sodium hypochlorite; J Endod, 7, 330-334, 1981.

12) Yesilsoy C, Whitaker E, Cleveland D, Ohillips E, Trope M: Antimicrobial and toxic effects of established and potential root canal irrigants; J Endod, 21, 513-515, 1995.

13) Oyarzun A, Cordero M, Whittle M: Immunohistochemical Evaluation of the effects of sodium hypochlorite on dentin collagen and glycosaminoglycans; J Endod, 28, 152-156, 2002.

14) 舟木和紀, 二宮節子, 高木明夫, 熱田 充: 根管内におけるレジンの接着強さ～根管治療薬の影響について～；接着歯学, 7, 77-84, 1989.

15) 片岡博樹, 吉岡隆知, 須田英明, 今井庸二: 4-META/MMA-TBB レジンの象牙質接着に及ぼす次亜塩素酸ナトリウムの影響: 日歯保存誌, 42: 241-247, 1999.

16) Lai SCN, Mak YF, Cheung GSP, Osorio R, Toledano M, Carvalho RM, Tay FR, Pashley DH: Reversal of compromised bonding to oxidized etched dentin; J Dent Res, 80, 1919-1924, 2001.

17) 李 相紅, 土居潤一, 高橋和宏, 田代陽子, 西谷佳治, 糸田俊之, 吉山昌宏: 還元剤処理が次亜塩素酸ナトリウム処理歯冠部象牙質に対する 4-META/MMA-TBB レジンの接着性に及ぼす影響；日歯保存誌, 49, 18, 2006.

18) 服部雅之, 河田英司, 長谷川晃嗣, 小田 豊, 下園明里: 次亜塩素酸ナトリウム洗浄後の象牙質接着強さに及ぼす還元剤の影響；接着歯学, 24, 241, 15, 2007.

19) ENDODONTICS: Colleagues for Excellence Root Canal Irrigants and Disinfectants. ; American Association of Endodontists. 2011.

20) Retamozo B, Shabahang S, Johnson N, Aprecio RM, Trabinejad M: Minimum contact time and concentration of sodium hypochlorite required to eliminate *Enterococcus faecalis*; J Endod, 36, 520-523, 2010.

21) 長谷川篤司, 木下潤一朗: 根管壁洗浄の現状—根管治療の成功率を上げるために—；昭和歯学会雑誌, 29, 169-175, 2009.

22) Ghisi AC, Kopper PM, Baidasso FE, Sturmer CP, Rossi-Fedele G, Steier L, de Figueiredo JA, Morgental RD, Vier-Pellisser FV: Effect of superoxidized water and

sodium hypochlorite, associated or not with EDTA, on organic and inorganic components of bovine root dentin; J Endod, 41, 925-930, 2015.

23) Wagner MH, da Rosa RA, de Figueiredo JAP, Duarte MAH, Pereira JR, So MVR: Final irrigation protocols may affect intraradicular dentin ultrastructure; Clin Oral Invest, 21, 2173-2182, 2017.

24) 野口裕史, 菅谷 勉, 加藤 熙: 縦破折した歯根の接着による治療法: 第1報 培養歯根膜細胞を用いた接着性レジンセメントの毒性の検討; 日歯保存誌, 40, 1445-1452, 1997.

25) 野口裕史, 菅谷 勉, 加藤 熙: 縦破折した歯根の接着による治療法. 第2報 接着性レジンセメントで接着・再植した場合の組織学的検討; 日歯保存誌, 40, 1453-1460, 1997.

26) 山本俊樹, 菅谷 勉, 加藤 熙: 髄床底穿孔の処置に 4-META/MMA-TBB レジンを応用した場合の歯周組織反応に関する病理組織学的検討; 日歯保存誌, 43, 1239-1248, 2000.

27) 菅谷 勉, 野口裕史, 長谷川有紀子, 田中裕子, 川浪雅光: 歯根端切除時に 4-META/MMA-TBB レジンを root-end sealant として用いた場合の臨床成績; 日歯保存誌, 45, 62-67, 2002.

28) 川村直人, 宮治裕史, 菅谷 勉, 川浪 雅光: 4-META/MMATBB レジンの硬化条件が組織反応に及ぼす影響; 日歯保存誌, 46, 853-859, 2003.

29) Tanaka Y, Sugaya T, Tanaka S, Kawanami M: Longterm durability of root end-sealing with 4-META/MMA-TBB resin; Dent Mater J. 23, 453-456, 2004.

30) 湯本泰弘, 伊藤修一, 森 真理, 尾立達治, 中島啓介, 斎藤隆史, 古市保志: 歯根縦破折歯に対する接着性根管用シーラーの応用; 日歯保存誌, 51, 514-522, 2008.

31) 川浪雅光, 菅谷 勉: 4-META/MMA-TBB レジンによる歯根の接着治療; 北海道歯誌 35, 2-7, 2014.

32) Kong K, Hiraishi K, Nassar M, Otsuki M, Yiu CKY, Tagami J: Effect of phytic acid etchant on resin-dentin bonding: Monomer penetration and stability of dentin collagen; J Prosthodont Res, 61, 251-258, 2017.

33) 清村 正弥: 4-META/MMA-TBB 系レジンのウシ象牙質への接着; 歯材器, 6, 860-872, 1987.

34) 秋本尚武, 横山 元, 桃井保子, 河野 篤: 樹脂未含浸脱灰象牙質の接着に及ぼす影響; 接着歯学, 19, 16-25, 2001.

35) 田中久美子, 土居潤一, 高畑安光, 西谷佳浩, 山路公造, 糸田俊之, 吉山昌宏: セルフエッチング接着システムの脱灰および再石灰化象牙質に対する接着性; 接着歯学, 25, 12-18, 2007.

36) 田村ゆきえ, 島村 穰, 柴崎 翔, 松吉佐季, 植田宏幸, 金澤智恵, 平井一孝, 辻本暁正, 宮崎真至, 日野浦 光: ユニバーサルシステムへのリン酸エッチングの応用が歯質接着性に及ぼす影響; 接着歯学, 33, 175-82, 2015.

37) Nakajima M, Sano H, Zheng L, Tagami J, Pashlay DH: Effect of moist vs dry dentin

bonding to normal vs caries affected dentin using Scotchbond Multipurpose; J Dent Res, 78, 1298–1303, 1999.

38) 山本一世, 岩田有弘, 三木 尚, 三木秀治, 成川公一, 井上正義: 象牙質の湿潤状態がウエットボンディングシステムの接着性に及ぼす影響について; 接着歯学, 18, 207-215, 2000.

39) Yamamoto K, Suzuki K, Suwa S, Miyaji H, Hirose Y, Inoue M: Effects of surface wetness of etched dentin on bonding durability of a total-etch adhesive system: Comparison of conventional and dumbbell-shaped specimens; Dent Mater J, 24, 187-194, 2005.

40) Manso AP, Marquezini L Jr, Silva SMA, Pashlay PH, Tay FR, Carvalho RM: Stability of wet versus dry bonding with different solvent-based adhesives; Dent Mater, 24, 476-482, 2008.

41) Hedge M, Manjunath J: Bond strength of newer dentin bonding agents in different clinical situations; Oper Dent, 36, 169-176, 2011.

【図】

図 1

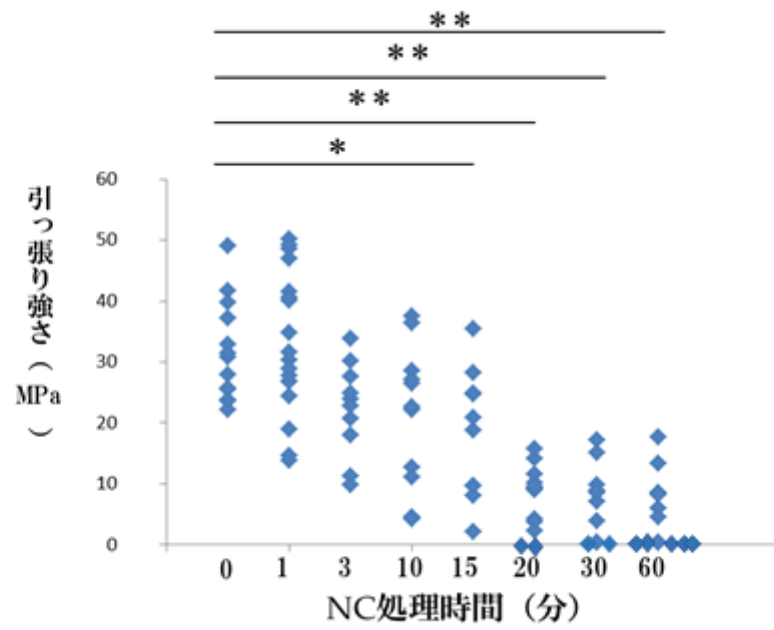
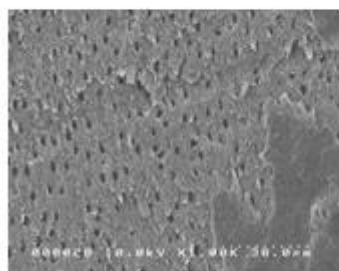
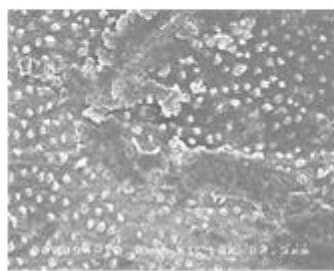


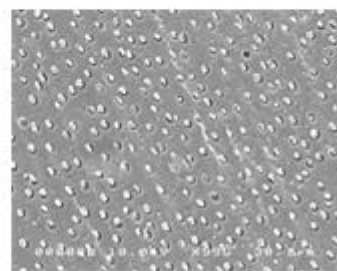
图 2



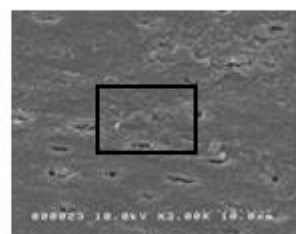
a



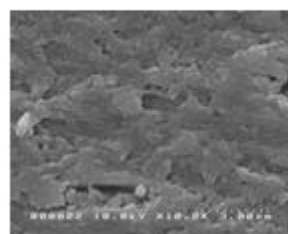
b



c



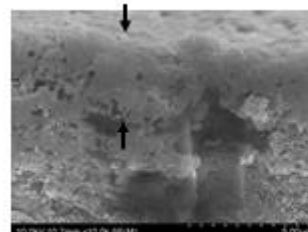
a



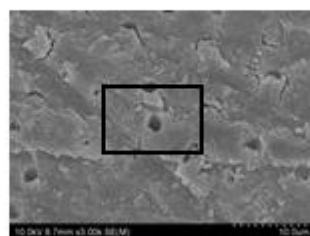
b



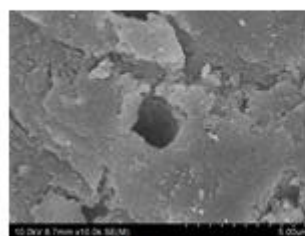
c



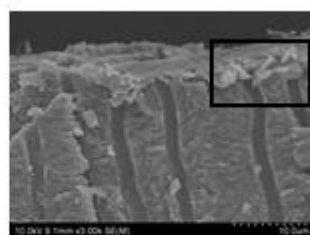
d



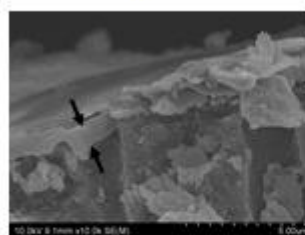
a



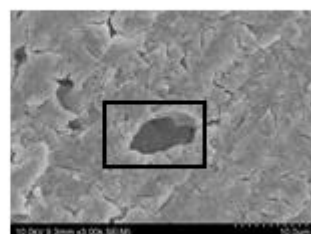
b



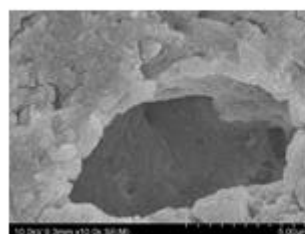
c



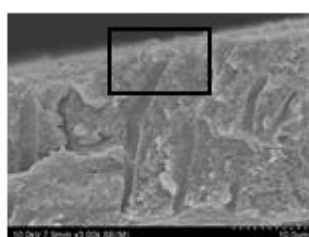
d



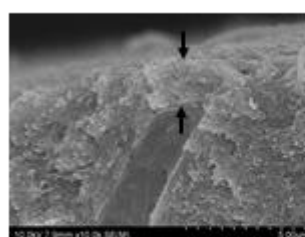
a



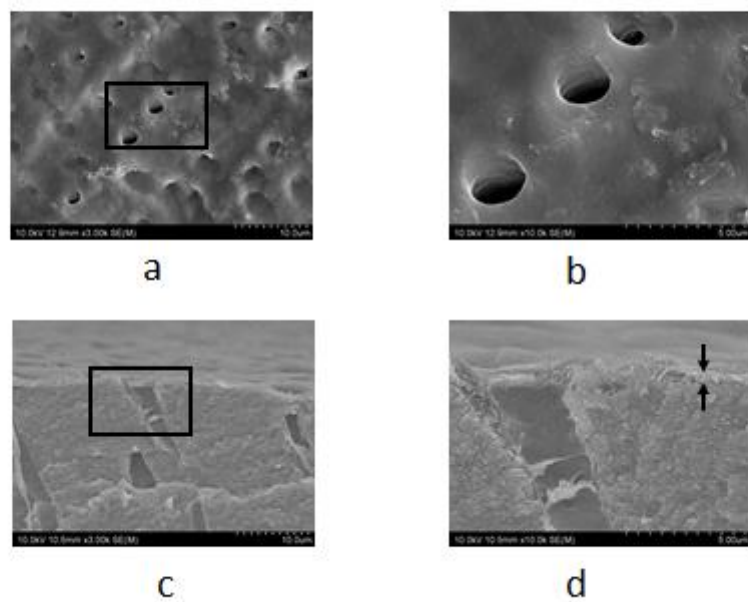
b

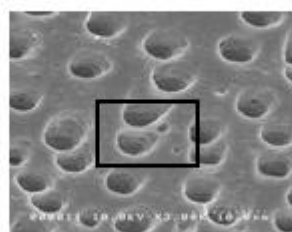


c

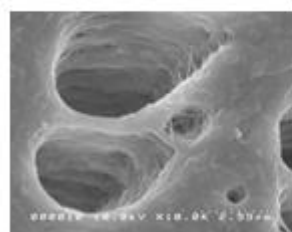


d

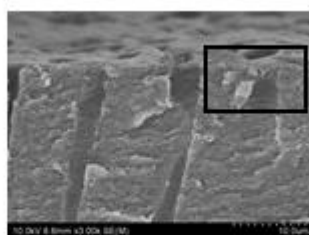




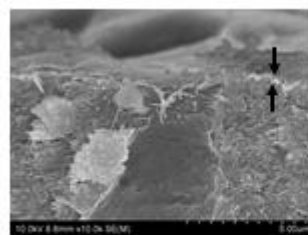
a



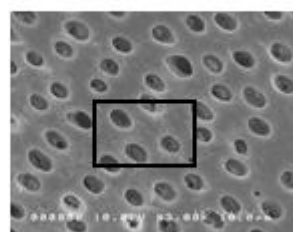
b



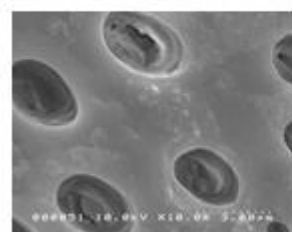
c



d



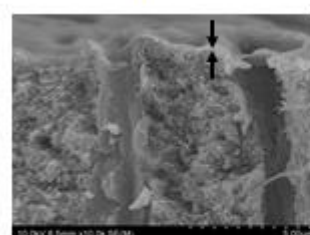
a



b



c



d

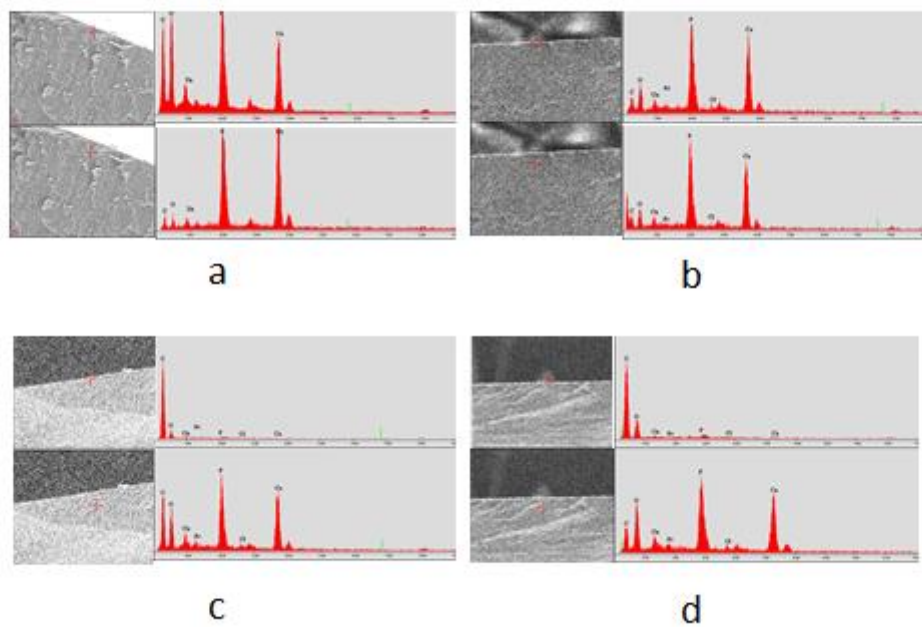


図 10

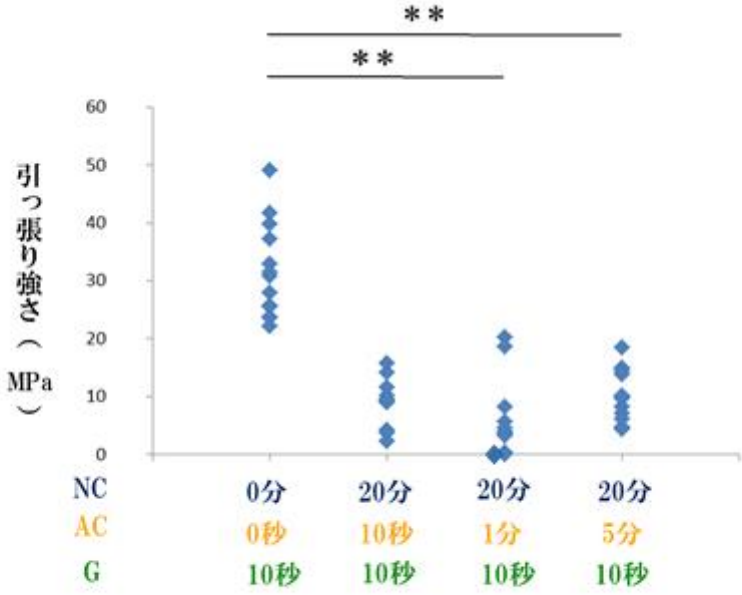
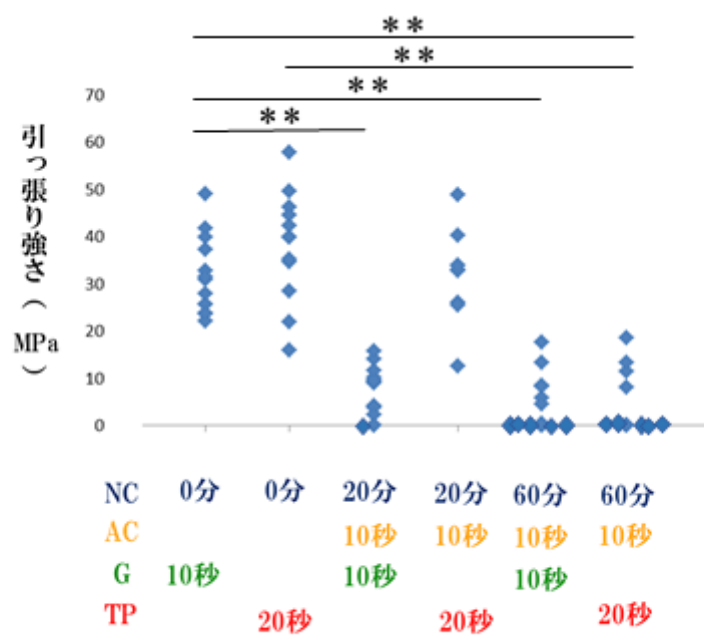
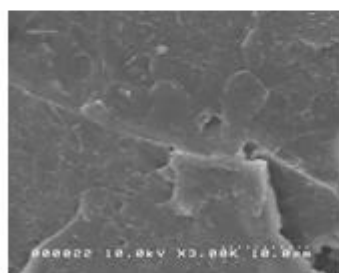
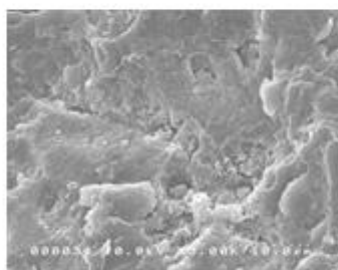


图 11

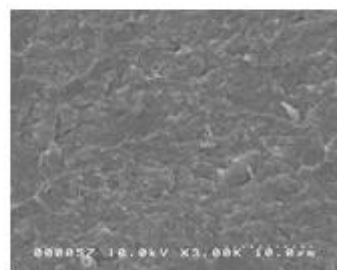




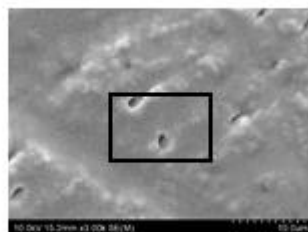
a



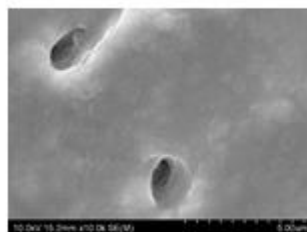
b



c



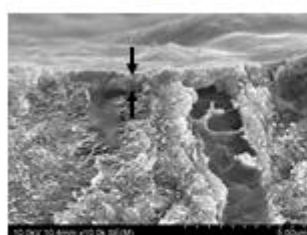
a



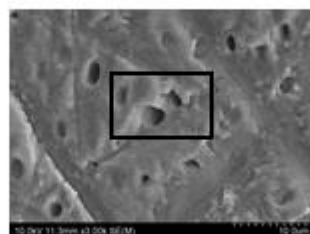
b



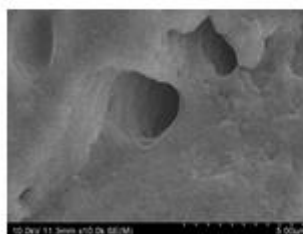
c



d



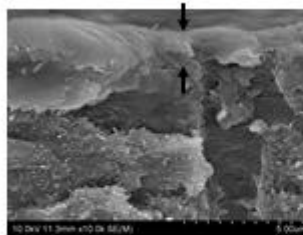
a



b



c



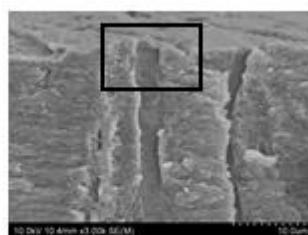
d



a



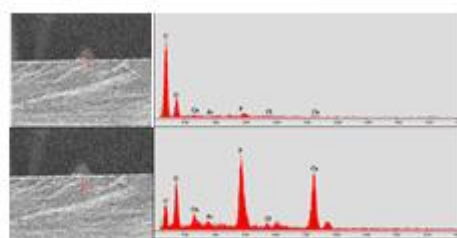
b



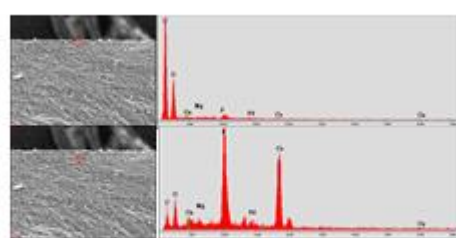
c



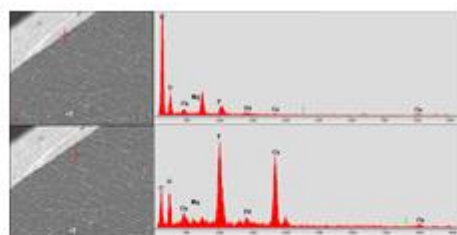
d



a



b



c

【図説】

図 1. NC 処理時間と微小引張り強さ

* : $p < 0.05$ 、** : $p < 0.01$

図 2. 微小引張り試験後の破断面の SEM 像

a. NC0 分 G10 秒

b. NC1 分 AC10 秒 G10 秒処理

c. NC20 分 AC10 秒 G10 秒処理

図 3. NC0 分処理後の SEM 像

a. 象牙質表面

b. a の強拡大像

c. 象牙質割断面

d. c の強拡大像

図 4. NC20 分 AC10 秒処理後の SEM 像

a. 象牙質表面

b. a の強拡大像

c. 象牙質割断面

d. c の強拡大像

図 5. NC60 分 AC10 秒処理後の SEM 像

a. 象牙質表面

b. a の強拡大像

c. 象牙質割断面

d. c の強拡大像

図 6. NC0 分 G10 秒処理後の SEM 像

a. 象牙質表面

b. a の強拡大像

c. 象牙質割断面

d. c の強拡大像

図 7. NC20 分 AC10 秒 G10 秒処理後の SEM 像

a. 象牙質表面

- b. a の強拡大像
- c. 象牙質割断面
- d. c の強拡大像

図 8. NC60 分 AC10 秒 G10 秒処理後の SEM 像

- a. 象牙質表面
- b. a の強拡大像
- c. 象牙質割断面
- d. c の強拡大像

図 9. NC 処理後の象牙質割断面の EDS 分析結果

- a. NC0 分処理
- b. NC3 分 AC10 秒処理
- c. NC20 分 AC10 秒処理
- d. NC60 分+AC10 秒処理

図 10. AC 処理時間と微小引張り強さ

** : $p < 0.01$

図 11. NC 処理時間と G および TP 処理による微小引張り強さ

* : $p < 0.05$ 、** : $p < 0.01$

図 12. 微小引張り試験後の破断面の SEM 像

- a. NC0 分 TP20 秒処理後
- b. NC20 分 AC10 秒 TP20 秒処理
- c. NC60 分 AC10 秒 TP20 秒処理

図 13. NC0 分 TP20 秒処理後の SEM 像

- a. 象牙質表面
- b. a の強拡大像
- c. 象牙質割断面
- d. c の強拡大像

図 14. NC20 分+AC10 秒+TP20 秒処理後の SEM 観察像

- a. 象牙質表面

- b. a の強拡大像
- c. 象牙質割断面
- d. c の強拡大像

図 15. NC60 分+AC10 秒+TP20 秒処理後の SEM 観察像

- a. 象牙質表面
- b. a の強拡大像
- c. 象牙質割断面
- d. c の強拡大像

図 16. NC60 分処理後の EDS 分析

- a. NC60 分 AC10 秒処理
- b. NC60 分 AC10 秒 G10 秒処理
- c. NC60 分 AC10 秒 TP20 秒処理