

矯正歯科用レジン添加型ガラスイオノマーセメントのメタルブラケットの  
エナメル質に対する接着強さ  
—サーマルサイクルと粉液比が接着強さに及ぼす影響—

富田至保

明海大学大学院 歯学研究科

歯学専攻

(指導：須田直人 教授)

Bond strength of metal bracket to enamel using the orthodontic resin-modified glass  
ionomer cements  
-Effect of thermal cycle and powder-liquid ratios on bond strength-

Shiho TOMITA

Meikai University Graduate School of Dentistry

(Mentor : Prof. Naoto SUDA)

## 要 旨

本研究はセメント練和時の粉液比とサーマルサイクリングが、矯正用レジン添加型ガラスアイオノマーセメントのエナメル質への接着強さに及ぼす影響について検討を行った。実験には市販矯正用化学重合型および光重合型レジン添加型ガラスアイオノマーセメントを用いて、ウシ歯エナメル質に矯正用スタンダードブラケットを接着した。セメントはメーカー指定の標準粉液比と標準粉液比に対して粉末を20%増減させた粉液比を用いた。ブラケット接着後、24時間（23℃、95%rh）静置した試料、24時間静置後にサーマルサイクル試験（2,000回、5℃－55℃）を行った試料および37℃水中にサーマルサイクルと同時間（111時間）浸漬した試料について、せん断接着強さを測定した（n=20）。光重合型セメントは、化学重合型セメントよりも有意に大きい平均せん断接着強さを示した。粉液比の変動が標準から±20%の範囲内であれば、光重合型ガラスアイオノマーセメントの平均せん断接着強さは、サーマルサイクルに影響を受けなかった。平均接着強さ及びワイブル分析より光重合型セメントは、化学重合型セメントより、安定した接着強さを示すことが推測された。

## Abstract

This study examined the effect of powder-liquid mixing ratios and thermal cycling on the bond strength of orthodontic resin-modified glass ionomer cements to bovine enamel. Using commercially available chemical-cured type or light-cured type resin-modified glass ionomer cements, the standard metal brackets adhered on the fresh bovine enamel surfaces. The powder-liquid mixing ratios used were the manufacture's recommended ratio and the ratio that 20% of the powder was increased and reduced from the manufacture's recommended ratio. After the brackets were bonded on the enamel, the following specimens were prepared : Specimens kept in moisture (23°C, 95%rh) for 24h ; Specimens subjected to thermal cycling (5°C-55°C, 2,000 cycles) after the 24-hour moisture storage ; and, Specimens stored in 37°C water for the time equal to that of the thermal cycling used (111h). The shear bond strengths of the brackets were determined immediately after each aging condition (n=20) . The light-cured type cement had significantly ( $p < 0.05$ ) greater mean bond strength than the chemical-cured type cement in all experimental conditions. There was no significant effect ( $p > 0.05$ ) of thermal cycling on the bond strengths of light-cured type cement at the range of mixing ratio within the standard ratio  $\pm 20\%$ . The strength data and Weibull analysis suggested that the light-cured type cement has stable bond strength superior to the chemical-cured type cement.

## 緒言

現在、矯正用ブラケットのダイレクトボンディング法<sup>1)</sup>は矯正歯科治療に一般的な方法として定着している<sup>2)</sup>。このダイレクトボンディング法の接着材には、レジン系接着材あるいはレジン添加型ガラスイオノマーセメントが使用されている<sup>3)</sup>。このうち主として用いられているレジン系接着材は、歯面との接着に加えて歯面酸処理による機械的嵌合力の増加により強固で安定した接着性を容易に得られる利点がある<sup>4)</sup>。レジン系接着材による接着強さについては、新海ら<sup>3)</sup>は 24MPa 以上、Iijima ら<sup>5)</sup>は 6.4~9.7MPa、Inoue ら<sup>6)</sup>は 6~15MPa と報告している。しかし、大きな接着力を有するためレジン系接着材は、ブラケットのディボンド時には歯面を損傷する可能性があり臨床上的問題点となっている<sup>7)</sup>。このことから矯正歯科用ブラケットのボンディング用セメントは、動的治療中には矯正力に耐え得る接着力を有し動的治療終了後にはブラケットを容易に撤去できることが求められる。

一方、レジン系接着材で行われるような歯面への強い酸処理を必要としない接着材として、レジン添加型ガラスイオノマーセメントがあげられる。レジン添加型ガラスイオノマーセメントにおけるブラケットの接着については、*in vitro* および *in vivo* における基礎的検討が報告されている<sup>3,8)</sup>が、レジン系接着材に比べて臨床における使用頻度は少ない<sup>9-11)</sup>。レジン添加型ガラスイオノマーセメントは、レジン系接着材に比べてその接着強さは小さいと報告されている<sup>12)</sup>

が、フッ素徐放性やディボンド時の歯質の損傷が少ないといった利点を有している<sup>13)</sup>。しかしながら、いまだレジン添加型ガラスイオノマーセメントによるブラケットの接着強さについては不明な点を多く残している。

ダイレクトボンディング法において、歯面に接着したブラケットは動的治療期間中に脱離することなく機能しなければならない。したがって、歯面とブラケットの接着力の経時的な変化を調べるためにブラケットの接着耐久性を評価することが重要である。接着耐久性を測る *in vitro* での試験方法の 1 つにサーマルサイクル試験がある。サーマルサイクル試験は、口腔内の温度変化を想定し、温度変化を物体に繰り返し与えることにより物体の劣化現象を加速させることができる。この試験を利用して、歯科材料などの強さや接着耐久性が評価されてきた<sup>14,15)</sup>。矯正歯科領域では、サーマルサイクル試験によるレジン系接着材の接着耐久性について、長谷川ら<sup>16)</sup>が 5,000 回のサーマルサイクル試験で接着強さがサーマルサイクル試験開始前と比べて約 20%低下したと報告した。一方、Inoue ら<sup>6)</sup>は 10,000 回のサーマルサイクル試験後もレジン系接着材の接着強さに変化がなかったと報告している。ガラスイオノマーセメントに関しては、合着用のレジン添加型ガラスイオノマーセメントに関する報告に比べて、矯正用レジン添加型ガラスイオノマーセメントに関する接着耐久性の報告は少ない。新海ら<sup>3)</sup>は、1,500 回のサーマルサイクル試験後にブラケットのせん断接着試験を行い、レジン添加型ガラスイオノマーセメントの接着耐久性を評価した。その結果、サーマルサイクル試験による接着強さの低下はみられなかったと報告している。

歯科用セメントに関して、セメントの臨床操作性がセメントの物性に影響を及ぼすことはよく知られている<sup>17-19)</sup>。セメントの臨床操作性に影響を及ぼす因子の1つとして、セメント練和時の粉液比がある。セメントの粉末と液の採取方法については、メーカー指定の粉液比が定められているものの、採取する人により変動があると報告<sup>17)</sup>されている。一般に粉液比が小さくなれば、セメントの強さは減少し水中での崩壊量は増大する傾向にある。逆に粉液比が大きくなれば、セメントの強さは増大し水中での崩壊量は減少すると報告されている<sup>20)</sup>。北野<sup>21)</sup>は合着用グラスアイオノマーセメントの粉液比の変動は、接着強さに対する影響が少ないと報告しているが、Hibinoら<sup>22)</sup>はグラスアイオノマーセメントの高粉液比ではせん断接着強さが増加したと報告している。グラスアイオノマーセメントの粉液比と接着強さについての詳細は不明な点が多く、特に矯正用グラスアイオノマーセメントによるブラケット接着に関しての粉液比の影響についても不明である。さらに矯正用レジン添加型グラスアイオノマーセメントの臨床操作性影響を検討した報告はみあたらない。

そこで本研究は、矯正用レジン添加型グラスアイオノマーセメントにおけるサーマルサイクルとセメントの粉液比が矯正用メタルブラケットのエナメル質への接着強さに及ぼす影響について検討を行った。

## 材料および方法

### 1. 実験材料

被着体には、屠殺後新鮮な状態で抜去したウシの下顎前歯（360本）を使用した。実験に供した矯正用ブラケットには下顎切歯用ステンレス鋼製ブラケット（デンツプライ三金，0.018×0.25インチスロット）を用いた。ブラケットベース面積は、実体顕微鏡にてブラケットベース面の凹凸を含まない平均的な面積を算出した結果，7.88 mm<sup>2</sup>であった。接着材には，矯正用化学重合型レジン添加型ガラスアイオノマーセメント（Fuji ORTHO，ジーシー：以下 FO とする）と矯正用光重合型レジン添加型ガラスアイオノマーセメント（Fuji ORTHO LC，ジーシー：以下 LC とする）の2種類を使用した（Table1）。

### 2. ブラケットの接着方法

実験に使用したウシ歯は，古賀らの報告<sup>12)</sup>に準じて抜去歯を歯根の1～2mm残して歯頸部から切断し，直径25mm，高さ28mmのプラスチックリングに包埋した。包埋はエポキシ樹脂（Epofix Resin，丸本ストルアス社）を用い，唇側歯冠エナメル質の中央部がリングの中央部に露出するようにした。エナメル質表面を平坦化させるために，耐水研磨紙#400，#800にて，注水下で研磨を行った。接着操作に先立ち，被着面をロビンソンブラシにて清掃しイオン交換水にて水洗乾燥した。その後，5mm×5mmのドラフティングテープの中央部に4mm×4mmの正

方形状の窓を開けたマスキングテープを作製して被着面に貼付し、接着面積を一定とした。市販の歯面処理剤【オルソコンディショナー（10%ポリアクリル酸水溶液）、ジーシー】をメーカーの指示に準じて、FOは20秒間、LCは30秒間処理したのちに再度水洗乾燥した。

メーカー指定の粉液比（P/L = 3.0g : 1.0g, 以下標準とする）とメーカー指定の練和方法にて練和を行った。セメント練和泥を平型充填器にてブラケットベース面に塗布した。ブラケットを歯科用ピンセットにてウシ歯被着面に圧接後、室温大気中にて300gの荷重で5分間圧着した（Fig.1）。被着面から溢出した余剰セメントは歯科用探針で除去し、試料を $23\pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相対湿度 $95\pm 5\%$ の湿潤下に24時間保管した。LCでは、余剰セメント除去後、ブラケットの切端側縁、歯頸側縁、近心縁、遠心縁の4方向からそれぞれ10秒間ずつ光照射（ペンキュア2000、モリタ）を行った。光照射後、 $23\pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相対湿度 $95\pm 5\%$ の湿潤下に24時間保管した。マスキングテープは24時間保管後に除去した。

実験に使用したセメントの粉液比は、FOおよびLCの標準液量に対する粉末を20%減少させた粉液比（以下、20%減とする）と標準液量に対する粉末を20%増加させた粉液比（以下、20%増とする）の3種類とした。

### 3. サーマルサイクル試験

サーマルサイクル試験は、サーマルサイクル試験器（サーマルサイクリングK178、東京技研）を使用した。サーマルサイクル試験は、試料を $5^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ イオ



ン交換水中に浸漬を 60 秒間，その後室温大気中に 30 秒間，さらに  $55^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  イオン交換水中に 60 秒間浸漬し、再び室温大気中に 30 秒間放置する合計 3 分のサイクルを 1 サイクルとした。各粉液比の試料について、2,000 回のサーマルサイクルを行った（以下、TC と略す）。また、TC と同時間（111 時間） $37 \pm 1^{\circ}\text{C}$  のイオン交換水中に試料を浸漬した（以下、CL と略す）。

#### 4. 接着強さの測定

接着強さの測定には、万能試験機（4302 型，インストロン）を用いて、室温大気中にてクロスヘッドスピードは  $1.0\text{mm}/\text{min}$  で圧縮せん断接着試験を行った。本研究は、ブラケットが歯面から剥離した時に測定された最大の力をブラケットベース面の平均面積  $7.88\text{ mm}^2$  で除してせん断接着強さ（MPa）とした。せん断接着試験を行う際は、歯冠切端側から歯頸部側方向にエナメル質面と平行に接合部のブラケット切端側辺縁部にせん断力が加わるように設定した。各実験条件につき 20 個の試料の接着強さを測定した。得られた測定値はセメントごとに二元配置分散分析および Tukey の多重比較検定を行い、セメント間の比較はそれぞれの実験条件にて t-検定により統計学的に検討した。有意差については  $p < 0.05$  とした。（エクセル統計 2015，社会情報サービス，東京）

#### 5. 接着破断面観察

接着試験後，実体顕微鏡（60 倍）を用いてエナメル質側の破断面の観察を行

い、本多らの報告<sup>23)</sup>に準じて、I～IVの4つの破断様式に分類した。

モードⅠ：被着面でのセメントの付着がみられない

モードⅡ：セメントが被着面積の1/3未満の付着

モードⅢ：セメントが被着面積の1/3から2/3未満の付着

モードⅣ：セメントが被着面積の2/3以上の付着

その後、通法に従い<sup>24)</sup>、試料表面に金コーティング後に走査電子顕微鏡（JSM-6010LA、日本電子）にて加速電圧20kV、倍率60倍でエナメル質側接着破断面の確認を行った。

## 6. ワイブル分析

ワイブル分析は、信頼性の評価を行う際に用いられる分析法<sup>25)</sup>である。ワイブル分布は確率分布関数（累積破壊確率） $P$ または確率密度関数  $F$  で表現される。 $x$  を変数（せん断接着強さ）とすれば、2母数ワイブル分布の確率分布関数  $P$  は次の一般式で与えられる<sup>26)</sup>。

$$P=1-\exp\left\{-\left(\frac{x}{\eta}\right)^m\right\}$$

ここで、 $x$  はせん断接着強さ、 $m$  はワイブル係数、 $\eta$  は尺度パラメーターを示す。

このワイブル分布関数を求めるために、各条件によって測定されたせん断接着強さの値に対してせん断接着強さの値を最小値から最大値に順に並べ替え、その

後対数値を算出しこの値とメジアンランクによって算出した分布関数の推定値を下記の式を用いて、ワイブル分析に必要な数値と散布図を作製した.

$$X=\ln (s)$$

$$Y=\ln [\ln 1/1-F(s)]$$

ここで、 $X$  はせん断接着強さの対数値、 $Y$  は分布関数の推定値、 $s$  はせん断接着、 $F(s)$  はせん断接着強さの累積破断確率（メディアンランク値）を示す.

さらに得られたデータから尺度母数を求め、10%および90%破断確率を有する接着強さについても推定を行った.

## 結 果

### 1. 平均せん断接着強さ

Fig.2 に、化学重合型レジジン添加型ガラスアイオノマーセメント FO によるブラケットの平均せん断接着強さを示す。測定値の二元配置分散分析の結果を Table2 に示す。FO の平均接着強さは 11MPa から 16MPa であった。分散分析 (Table2) より、FO の接着強さは粉液比の変化によって有意な影響を受けなかった ( $p=0.2052$ )。しかし、試料の保管条件 (CL, TC) は接着強さに有意な影響を及ぼした ( $p=0.0034$ )。多重比較検定から 20%減試料においてサーマルサイクルサイクルにより有意に接着強さが減少したことが示された ( $p<0.05$ )。

Fig.3 に光重合型レジジン添加型ガラスアイオノマーセメント LC によるブラケットの平均接着強さを示す。測定値の二元配置分散分析の結果を Table3 に示す。LC の平均せん断接着強さは、22MPa から 28MPa の範囲にあった。分散分析結果 (Table3) より、試料の保管条件 (CL, TC) は接着強さに有意な影響を及ぼさなかった ( $p=0.1857$ )。すなわち接着強さはサーマルサイクルに影響を受けなかった。しかし、粉液比の変化により接着強さは有意な影響を受けることを示した ( $p=0.0047$ )。TC 条件について 20%増試料の接着強さは 20%減試料よりも有意に大きな値を示した ( $p<0.05$ )。しかし標準試料と 20%増試料間、ならびに標準試料と 20%減試料間ではすべての保管条件で接着強さに有意差はなかった ( $p>0.05$ )。CL 条件ではすべての粉液比間に有意差は認められなかった

( $p > 0.05$ ).

Fig.4に2種類のレジジン添加型ガラスイオノマーセメントの平均せん断接着強さの比較結果を示す. LCは各粉液比のすべての保管条件下においてFOより有意に高いせん断接着強さを示した ( $p < 0.05$ ).

## 2. 接着破断面の観察

せん断接着試験後の試料の破断様式の分類結果を Table4, 5 に示す. Fig.5-6 に各試料保管条件下における FO と LC のせん断接着強さ測定後の破断面の走査電子顕微鏡写真の 1 例を示す.

FO は, すべての条件において被着面にセメント付着が認められず, 破断様式はモード I を示した (Table4, Fig.5-6).

LC ではウシ歯エナメル質表面にセメント層が残留している像が観察され, とくに CL の 20%増ならびに TC の標準, 20%増ではセメント層が観察部位に多量に残留している像が観察された (Fig.5-6). LC の破断様式は, 試料の保管条件や粉液比により異なった破断様式が認められた (Table5). CL では, 標準ですべてがモード II を示したのに対して, 20%減ではモード I あるいはモード IV を, 20%増ではすべての破断様式が観察された. TC では, 20%減に関してはすべてがモード I を, 標準に関してはすべてがモード IV の破断様式が観察されたが, 20%増ではモード I を除くすべての破断様式が観察された. とくにモード IV が最も多く観察された (Fig.5-6).

### 3. ワイブル分析の結果

FO のワイブルプロットを Fig.7 に，LC のワイブルプロットを Fig.8 に示す．ワイブルプロットから算出されたパラメーターを Table 6, 7 に示す．FO のワイブルプロットの決定係数は 0.934 から 0.990 の範囲にあった (Fig.7)．LC の決定係数は 0.932 から 0.962 の範囲にあった (Fig.8)．

#### 1)ワイブル係数

FO のワイブル係数は TC 試料で 2.1 から 2.8 の範囲，CL 試料は 2.0 から 3.3 の範囲にあった (Table6)．LC のワイブル係数は TC 試料で 3.2 から 5.2 の範囲に，CL 試料は 3.0 から 5.0 の範囲であった (Table7)．FO と LC のワイブル係数を各条件間で比較すると，LC のワイブル係数が大きい値を示す傾向にあった．

#### 2)尺度母数

尺度母数に関しては，FO ならびに LC の両セメントで，平均せん断接着強さ (Fig.2) と同程度の値を示した．LC の尺度母数は FO よりも大きな値を示した．

#### 3)10%破断確率を有する接着強さ

FO の 10%破断確率を有する接着強さは，CL 試料は 5MPa から 9.4MPa であったが TC 試料 5MPa から 5.9MPa の範囲であった (Table 6)．粉液比の上昇により TC 試料の接着強さは微増を示した．CL 試料は標準粉液比を除き TC 試料より大きな接着強さを示した．

LC の 10%破断確率を有する接着強さは，CL 試料で 13.3MPa から 19.4MPa の

範囲，TC 試料で 12.4MPa から 19.3MPa の範囲を示した (Table 7)．また，20%増の TC 試料は他の粉液比での TC 試料に比べて大きな接着強さを示した．

#### 4)90%破断確率を有する接着強さ

FO の 90%破断確率を有する接着強さは，TC 試料は 16.8MPa から 22MPa であった．すべての粉液比において TC 試料の接着強さは，CL 試料よりも減少する傾向を示した．

LC においては，TC 試料の接着強さは 32.5MPa から 34.9MPa の範囲にあり，FO の 90%破断確率を有する接着強さよりも大きな値を示した．TC 試料の接着強さは，CL 試料に比べて同程度あるいは減少する傾向を示した．

## 考 察

### 1. 実験方法について

#### 1) 被着体について

歯質接着における接着強さの測定においては、臨床的条件に近似させるためにヒトの歯でかつ新鮮な状態で抜去した歯を使用することが望ましい。しかしながら、大量のヒトの歯を入手し国際標準化機構（ISO）の報告に準拠した方法<sup>27)</sup>で実験を行うことは困難を伴うことが多い。そこで本研究は、被着体としてウシ歯を使用した。ウシ歯は組成、構造的にもヒトの歯と近似し<sup>28,29)</sup>、さらに新鮮抜去歯が大量入手できることや、エナメル質を研磨した際にエナメル質が厚いために象牙質が露出しにくく表面を研磨して規格化することができるなどの利点を有する。また、*in vitro*でのエナメル質に対する接着強さの検討において、ウシ歯とヒトの歯ではほぼ同様の値を示し、両者の間に統計学的な有意差を示さなかった<sup>30)</sup>と報告されている。本研究でのせん断接着強さの測定結果は、新海ら<sup>3)</sup>が行ったウシ歯に対するせん断接着強さの結果とほぼ同様な結果を示していた。したがって、前述のヒトの歯とウシ歯との間の接着強さに有意な差がないこと、さらに今回の測定結果が他の研究者がウシ歯を用いて行った接着強さへの測定結果と同様な結果が得られたことから、本研究においてウシ歯を被着体として用いた場合でもヒトの歯と大きな差異のない結果が得られるものと考えられたので使用した。



## 2) サーマルサイクル試験について

加速劣化試験は歯科材料の機械的強さ、接着強さの耐久性の検討にしばしば使用される<sup>31)</sup>。その加速劣化試験の代表例としてサーマルサイクル試験があげられる<sup>32-34)</sup>。矯正用ブラケットは最終的に撤去するとはいえ、数年にわたって口腔内に装着される必要があることから、*in vitro*での接着試験においても接着材の耐久性を検討する必要がある。本研究では、サーマルサイクル試験を行うことで接着強さの温度変化による耐久性を検討した。口腔内はさまざまな温度環境にさらされている。氷を入れた水やアイスクリームなどはおよそ5℃、口にすることができる温かいスープ、お茶、コーヒーや料理などは、個人差があるにせよ55℃程度<sup>35)</sup>といわれている。そこで本研究では、長沢らの報告<sup>36)</sup>に準じてサーマルサイクル試験を冷水 5±2℃及び、温水 55±2℃と設定した。サイクル回数については、長谷川<sup>16)</sup>の報告より1日当たり5回の口腔内温度変化があると仮定すると、5,000回で約2年7か月に相当すると報告している。また宮崎ら<sup>37)</sup>の報告では1日の口腔内温度変化を10回と仮定しており、20,000回が約5年に相当するとしている。これらの報告に基づけば、本実験で使用したサーマルサイクル試験2,000回は、約6か月~1年間の口腔内条件に相当すると考えられる。したがって、本研究は動的治療期間の開始から1年程度の初期治療期におけるブラケット接着挙動に関して検討しているものと考えられる。

## 3) 粉液比について

セメントの粉液比が、物性に影響を及ぼすことはよく知られている<sup>17-19)</sup>。粉

液比が小さくなればセメントの強さは減少し、粉液比が大きくなればセメントの強さは増大すると報告されている<sup>20)</sup>。一般的に、メーカー指定粉液比はその物性のバランスが最も良い状態であり臨床性能を一番発揮することになる。しかしながら松尾の報告<sup>17)</sup>によれば、臨床ではメーカー指定の粉液比が必ずしも守られているわけではなく、ガラスイオノマーセメントでは臨床的粉液採取量の変動が±20%の範囲内にあるとされている。そこで本実験は、松尾の報告<sup>17)</sup>をもとに粉液比の増減を±20%の範囲内に設定した。

#### 4) 接着強さの測定について

接着強さを測定する方法としては、せん断接着試験と引張接着試験に大別される。せん断接着試験では接着界面に平行な応力を加えるのに対し、引張接着試験では接着界面に垂直な応力を加えることを基本としている<sup>31)</sup>。せん断接着試験は、従来から行われてきた試験方法であり試験法が簡単で、また短時間で多数の試験ができる方法である。過去の多くの報告<sup>3,16)</sup>が、せん断接着試験を行っており、これらと比較検討を行うために本研究ではせん断接着強さの測定を行った。

## 2. ブラケットの歯面に対する平均せん断接着強さについて

接着強さに対するサーマルサイクルならびにセメント粉液比の影響は、化学重合型セメント FO においては、粉液比の変化は接着強さに統計学的に有意な影響を及ぼさなかった。サーマルサイクルの影響は粉液比 20%減試料のみにおいて認められ、他の粉液比では影響はなかった。このことから、粉液比の低下は化学重

合型ガラスアイオノマーセメントの接着強さを劣化させる要因となると考えられた。

LC においては、CL, TC 間では接着強さに有意な差が認められなかった。これは LC の接着強さはサーマルサイクルの影響を受けないことを示唆している。新海ら<sup>3)</sup>は、レジン添加型ガラスアイオノマーセメントを用いて 1,500 回のサーマルサイクル試験後のせん断接着強さの測定を行っている。その結果、サーマルサイクルによる接着強さの低下はみられなかったと報告しており、LC の本実験結果と一致している。また、LC はサーマルサイクル後に高粉液比（20%増）試料は低粉液比（20%減）試料に比べて接着強さが有意に大きくなったものの、標準粉液比を基準にするならば±20%の粉液比の変化は接着強さに有意な影響を与えていないことを示している。本実験結果は、化学重合型セメント FO と光重合型セメント LC における接着強さの違いと、粉液比の変化とサーマルサイクルの接着強さへの影響が異なった傾向を示した。両者のセメントの主成分は同じと公表されていること（Table 1）から、硬化様式の違いに起因する要因が接着強さに影響したものと推察された。池田ら<sup>38)</sup>は、過去に矯正用ガラスアイオノマーセメントに関して、本研究と同製品名の化学重合型ガラスアイオノマーセメントは光学重合型セメントより曲げ特性（曲げ強さ）が低いと報告しており、これは化学重合型セメントがより脆性的破壊挙動を示すことが一因であると考察している。このような硬化様式の違いによる機械的特性の差異に加えて、化学重合型ガラスアイオノマーセメントが混和開始後から硬化反応が時間経過とともに進

行するのに対して、光重合型セメントでは光照射直後にセメント硬化反応が急速に進行する硬化特性の違いもその要因となると考えられる。これらの要因の解析については今後の研究が必要と考えられる。

過去の研究<sup>3,12,13)</sup>において、矯正用ガラスアイオノマーセメントのエナメル質への接着強さは、化学重合型セメントは 7MPa から 20MPa と報告されている。また、光重合型セメントで古賀<sup>13)</sup>は 6MPa と報告している。本実験結果を用いて単位面積あたりの接着強さを算出すると、FO で 11MPa から 17MPa の範囲、LC で 21MPa から 28MPa の範囲をとり、FO においては過去の化学重合型セメントの接着強さの報告と同程度と考えられた。しかし、LC については過去の報告より大きな接着強さを示した。この理由は不明であるが、セメントの物性やブラケット形状など実験条件の違いによるものと考えられる。

FO の粉液比 20%減試料と 20%増試料の平均せん断接着強さの間に有意な差はなかったが、20%増試料の平均せん断接着強さは 20%減試料と標準試料に比べて大きくなる傾向を示した。LC においては、粉液比 20%増試料は 20%減試料よりも有意に大きな接着強さを示した。セメントの粉液比がその機械的強さに及ぼす影響に関しては Hibino ら<sup>22)</sup>、Mitsubishi ら<sup>39)</sup>によって行われている。Hibino ら<sup>22)</sup>の報告によると、セメントの粉液比が大きくなると、金属に対するせん断接着強さも大きくなる結果が得られている。今回設定した 20%増は、コア（未反応セメント粉末粒子）とマトリックスの比率において、強度的にコア部分より劣るマトリックス部分の減少により、セメント層自体の強度が増加し、測定されたせん断接

着強さが増加したものと考えられる。

せん断接着強さはセメントの被膜厚さにも影響を受ける。入江<sup>40)</sup>は、セメントの被膜の厚さが増加するにしたがって、セメントの接着強さは低下すると報告している。また粉液比と被膜厚さの関係については、長沢ら<sup>41)</sup>が粉液比を減少させた場合の試料の被膜厚さは小さくなり、粉液比を増加させた場合では被膜厚さが有意に大きくなると報告している。本研究の予備実験においてセメント練和物の稠度測定による流動性の評価と被膜厚さを調べたところ、同一粉液比において FO と LC のセメント被膜厚さに大きな差は認められなかった。各セメントにおいて、標準粉液比試料と粉液比 20%減あるいは 20%増試料との間には被膜厚さに有意な差は認められなかったが、20%増試料の被膜厚さは 20%減試料とお比べて大きくなる傾向を示した。

今回使用した矯正用ブラケットベースは平面ではなく曲面である。さらにブラケットベースがメッシュ構造を有している。今回用いたブラケットでは曲面を有するため、接着試験時のせん断力の負荷がセメント層の厚い部分とセメントの薄い部分に同時にかかり、せん断応力がセメント層あるいはセメント-被着面間において不均一になっていることが考えられる。またブラケットベースがメッシュ構造となり、この部分にセメント練和泥の陥入も予想される。したがって、平行平板状の被着面で接着試験をする場合は、その接着強さはセメント層の被膜厚さの影響を受けやすいと考えられるが、本実験で用いたブラケットでは上述の要因が複雑に関与し、粉液比に起因する被膜厚さの違いが接着強さの測定値へ大きな

影響を及ぼさなかったものと推察された。

### 3. 接着破断面観察について

FO ではエナメル質にはセメントの残留を認めなかったことから、セメントーエナメル質間で界面破壊が生じていることが考えられた。すなわち、FO においてセメントーエナメル質間の接着がセメント硬化体自体の強さあるいはセメントーブラケットベース面間での接着に比べて最も弱いことを示唆している。一方、LC ではエナメル質にセメントの残留を認めるものも存在し、多様な破断様式を示した。これは LC が FO よりもエナメル質との接着が強固であり、セメント層自体の強度が大きいことに起因するものと考えられる。FO が酸—塩基反応とレジンの化学重合反応によって硬化することに対して、LC は FO の重合様式に加えて光重合反応が先に進行する。この硬化様式の違いが測定された接着強さと破断様相の違いにも影響したと考えられる。

### 4. 接着強さのワイブル分析について

ワイブル分析は、物体の脆性破壊に対する強度を統計的に記述する場合などに広く利用されている。この分析によって、物体の劣化現象や寿命を統計学的に算出することができる<sup>42)</sup>。セメントのせん断強さに関してもワイブル分布によって検討した報告がされている<sup>18)</sup>。

ワイブル分析から得られるワイブル係数は、データのばらつき程度を表す指標

であり，ワイブル係数が大きいとばらつきは小さくなる．また逆に，ワイブル係数が小さいとばらつきは大きくなることを示している<sup>26)</sup>．

ワイブル分析の累積変数を算出するには，平均ランク法あるいはメディアンランク法が使用される．本実験では，試料数が各群 20 個であることからメディアンランク法を選択した<sup>42)</sup>．得られたデータの対数値とメディアンランク表から分布関数の推定値を算出し，ワイブルプロットを作製した．ワイブルプロットにおいて，最小二乗法により近似直線を求めワイブル係数を算出した．ここで得られた近似直線の決定係数が，本実験において 0.932 から 0.990 の範囲であったことから，直線によって評価を行うことができた．一般に物体の故障率が時間によって変化する時，ワイブル係数が 1 よりも大きい時は物体の故障率が時間の経過とともに増加し，故障数はある一定の時間で極大を持つようになる<sup>43)</sup>．本実験では，接着強さの大きさを対象としており，得られたワイブル係数が 1 以上であることからブラケット接着部の破壊確率は，接着部に負荷されるせん断荷重の増大とともに増加することを意味している．

FOにおける標準の TC のワイブル係数は CL と比較して小さい値を示した．20% 減試料の TC のワイブル係数は CL と比較して小さい値を示し，20%増試料の TC では変化はなかった．このことより FO においては粉液比を低下させるとばらつきが大きくなることが考えられた．一方，LC における各粉液比の TC のワイブル係数は，CL と比較して変化は認められなかった．FO と LC のワイブル係数を比較すると，LC は FO よりも大きなワイブル係数を示す傾向にあった．よって，

LCはFOに比べて接着強さのばらつきが小さい材料であることが考えられた。

#### 5. 10%および90%破断確率を有する接着強さについて

ワイブル分析から算出される10%破断確率を有する接着強さとは、せん断接着試験によって得られたその接着強さ以下であれば、試料数の破壊は10%以下であると推測することができる。10%破断確率を有する接着強さは、保証できる接着強さの目安とも考えられる。本実験におけるFOの10%破断確率を有する接着強さは、CLで5.5MPaから9.4MPaを示したのに対して、TCでは5MPaから5.9MPaと10%破断確率を有する接着強さは減少していた。これは、試料に負荷される温度変化がFOの接着強さの保証範囲を低下させていることが推測された。

一方で、LCの10%破断確率を有する接着強さは、CLで13.3MPaから19.4MPaを示したのに対して、TCでは32.5MPaから34.9MPaを示した。よってLCでは、温度変化による保証される接着強さの大きな低下を認めなかった。このことより同じレジンを添加型ガラスアイオノマーセメントであっても、保証される接着強さに与える影響が異なることが示唆された。

90%破断確率を有する接着強さとは、せん断接着試験によって得られたその接着強さ以上であれば、試料数の破壊は90%以上であると推測することができる。FOにおけるTC後の90%破断確率は、16.8MPaから22MPaを示したことに対して、LCにおけるTC後では32.5MPaから34.9MPaを示し、LCで接着されたブラケットをすべて脱離させるための力は、FOを使用した場合よりおよそ1.5倍か



ら 2 倍のせん断力が必要とされることを意味している。

## 6. 臨床的考察

本研究では、ウシ歯のエナメル質表面を # 800 のサンドペーパーで研磨し、平坦な被着面を調製して接着強さを測定した。中道<sup>30)</sup>がウシエナメル質による接着試験結果とヒトエナメル質による接着試験結果と有意差が認められなかったと報告していることから、本実験結果もヒトエナメル質における接着強さと類似するものと思われる。しかしながら、臨床におけるブラケット接着は、エナメル質面を本実験条件のように研磨して表面粗さの大きい状況では行われたい。グラスアイオノマーセメントでは、歯面処理としてポリアクリル酸水溶液によるコンディショニングを行う。新海ら<sup>3)</sup>は、ポリアクリル酸処理は、酸エッチングと違いエナメル質面の形態を変えずに表面エネルギーを下げてヌレ効果を改善すると報告している。レジン系接着材が酸エッチングによって意図的に表面形態を調製するのに対し、グラスアイオノマーセメントの接着は、被着表面そのままの微細な形態も影響を及ぼすものと考えられる。大山ら<sup>12)</sup>は、矯正用ブラケットをエナメル質へグラスアイオノマーセメントで接着したとき、表面粗さが大きい被着面は表面粗さの小さい被着面より大きな接着強さを示すことを報告している。以上より、本実験結果は、臨床における条件よりも大きな接着強さを示している傾向があると推察される。

ボンディング用セメントに必要とされるせん断接着強さについて、McCourtら

<sup>44)</sup>は 10MPa と報告している．また，三浦ら <sup>45)</sup>は，ブラケットにかかる応力が最大約 30kgf/cm<sup>2</sup> であるという Newman の報告 <sup>46)</sup>をもとに，口腔内の温度変化などの諸因子を考慮して 40kgf/cm<sup>2</sup> (約 4MPa) 以上の接着力が必要であると述べている．このように，設定条件や材料によってセメントに要求される接着強さは，文献によって大きく異なる．至適矯正力は歯と移動のタイプによって異なるが，約 10g から 120g と報告されており <sup>47)</sup>，ブラケットに必要な接着力より小さい．

レジン添加型ガラスイオノマーセメントに関しては，古賀の報告 <sup>13)</sup>によると，矯正治療中にブラケットに必要な接着力は 6MPa から 10MPa と推定している．本実験における平均せん断接着強さは，FO で 11MPa から 16MPa, LC で 22MPa から 28MPa であり，両セメントとも全ての条件において矯正治療中における必要な接着力を満たしており，また過去に報告された矯正治療に必要とされる力を平均値では上回っていた．レジン添加型ガラスイオノマーセメントはレジン系接着材に比べて接着力が小さいと報告されている <sup>12)</sup>が，矯正治療時の負荷には耐えることができると考えられる．

本実験結果では，10%破断確率を有する接着強さは TC 後の FO で 5MPa から 5.9MPa, LC で 12.4MPa から 19.3MPa であった．いずれのセメントにおいても三浦らの報告 <sup>44)</sup>する 4MPa 以上であることから，矯正治療中にブラケットを維持するのに必要な接着力が得られるものと推測された．

本実験結果では，レジン添加型ガラスイオノマーセメントにおける 2,000 回までのサーマルサイクル試験がせん断接着強さに影響がなかったことから，治療

開始後 6 か月から 1 年までの口腔内の温度変化による接着力への影響は受けにくいと考えられる。しかしながら矯正治療は長期にわたる治療であり，サーマルサイクル試験 2,000 回を超えるような温度変化に対する接着耐久性は不明であることから，今後の詳細な検討が必要である。

平均せん断接着強さとワイブル係数，10%破断確率を有する接着強さとその耐久性において LC は FO よりも大きい値を示した。これは，臨床的に LC が FO よりセメントの接着強さに関していえば，優れた特性を有するセメントであると考えられた。しかしながら，接着界面においては，LC は様々な破壊様式を示し，ブラケットのディボンディング時にはエナメル質を損傷する可能性が考えられたため注意する必要があることが示唆された。

## 結 論

市販化学重合型および光重合型レジン添加型グラスアイオノマーセメントが矯正用ブラケットのウシ歯エナメル質面への接着強さに及ぼすセメント粉液比とサーマルサイクルの影響を検討した結果、以下の結論が得られた。

1. 本実験に使用した光重合型レジン添加型グラスアイオノマーセメントは、化学重合型レジン添加型グラスアイオノマーセメントよりも有意に大きい平均せん断接着強さを示した。
2. 2,000回のサーマルサイクルは光重合型レジン添加型グラスアイオノマーセメントの平均せん断接着強さに影響を与えなかった。粉液比の変動が標準粉液比から±20%の範囲内であれば、光重合型レジン添加型グラスアイオノマーセメントはサーマルサイクル後の平均せん断接着強さに影響はなかった。
3. 化学重合型レジン添加型グラスアイオノマーセメントは、サーマルサイクルによって10%破断確率を有する接着強さが低下すると推測された。
4. 化学重合型レジン添加型グラスアイオノマーセメントでは、全ての試料でセメント・エナメル質間の界面破壊がみられたのに対して、光重合型レジン添加型グラスアイオノマーセメントでは多様な破壊様式がみられた。

## 謝 辞

稿を終えるにあたり、御懇切なる御指導を賜りました本学形態機能成育学講座  
歯科矯正学分野 須田直人 教授に深甚なる謝意を表すとともに、本研究を遂行す  
るにあたり多大な御支援御協力を賜りました教室の諸先生方に厚く謝意を表  
します。また論文審査にあたり、御指導御校閲を賜りました本学病態診断治療学  
講座総合臨床歯科学分野 片山 直 教授ならびに形態機能成育学講座口腔小児科  
学分野 渡辺 茂 教授に厚く御礼申し上げます。

なお、具体的な実験指導ならびに研究発表、論文執筆に終始御教示、御校閲を  
賜りました、機能保存回復学講座歯科生体材料学分野 中畠 裕 教授をはじめ  
日比野靖 准教授、長沢悠子 講師、重田浩貴 助教、ならびに X 線分析室  
安藤芳昭 氏に厚く感謝を申し上げます。

## 引用文献

- 1) Newman GV: Current status of bonding attachments. J Clin Orthod **7**:425-434, 1973.
- 2) Thanos CE, Munholland T, Caputo AA, Caputo AA: Adhesion of mesh-base direct-bonding brackets. Am J Orthod **75** :421-430, 1979.
- 3) 新海 博, 小森 成, 石川晴夫: レジン強化型ガラスアイオノマーセメントのダイレクトボンディングへの応用ーブラケットベース形態の剪断接着強さに及ぼす影響についてー. Orthod Waves **59**: 263-271, 2000.
- 4) 鈴木聖一: 接着歯学. 第2版医歯薬出版: 京都, 2015, pp114.
- 5) Iijima M, Ito M, Yuasa T, Muguruma T, Saito T, Mizoguchi I: Bond Strength Comparison and Scanning Electron Microscopic Evaluation of Three Orthodontic Bonding Systems. Dent Mater J **27**: 392-399, 2008.
- 6) Inoue C, Yoshikawa K, Yamamoto K, Matsumoto N: Study on adhesion of orthodontic on enamel with resin cements. J Osaka Dent Univ **49**: 115-121, 2015.
- 7) 木村 博, 岡崎正之, 木南秀雄, 作田 守: 歯科矯正治療における歯とブラケットとの接着に関する研究 (第1報) 接着の熱的影響. 歯科材料・器械 **3**: 118-121, 1984.
- 8) Silverman E, Cohen M, Demke RS, Silverman M: A new light-cured glass ionomer cement that bonds brackets to teeth without etching in the presence of saliva. Am J

- Dentofac Orthop **108**: 231-236, 1995.
- 9) Rezk-Lega F, Ogaard B: Tensile bond force of glass ionomer cement in direct bonding of orthodontic brackets: An in vitro comparative study. Am J Orthod Dentofac Orthop **100**: 357-361, 1991.
- 10) Cook PA , Youngson CC : An in vitro study of the bond strength of a glass ionomer cement in the direct bonding of orthodontic brackets. Br J Orthod **15**: 247-253, 1988.
- 11) Fricker JP: A 12-month clinical evaluation of a glass polyalkenoate cement for the direct bonding of orthodontic brackets. Am J Orthod Dentofac Orthop **101**: 381-384, 1992.
- 12) 大山晃代, 藤島昭宏, 斎藤 茂, 廣嶋ふみ子, 前原 聡, 大塚純正, 宮崎隆, 柴崎好伸 : レジン添加型ガラスアイオノマーセメントを用いた歯科矯正用接着システムに関する研究 (第 3 報) 各種被着体に対する接着強さと表面処理効果. 昭和歯会誌 **22**: 1-12, 2002.
- 13) 古賀圭子 : 矯正用レジン改良型ガラスアイオノマーセメントの接着強さ. 九州歯会誌 **55**: 20-28, 2001.
- 14) 安藤 進, 大城麻紀, 色川敦士, 稲毛寛彦, 山田満憲, 宮崎真至, 小野瀬英雄 : レジン強化型ガラスアイオノマーセメントに関する研究ーサーマルサイクルが試作汎用プライマーの象牙質接着強さにおよぼす影響ー. 日歯保存誌 **45**: 1122-1130, 2002.

- 15) 原 学, 貴美島 哲, 奈良陽一郎: 口腔内環境想定ストレス因子が歯頸部コンポジットレジン修復の接着特性に及ぼす影響. 接着歯学 **28**: 121-132, 2010.
- 16) 長谷川 優: ヒト抜去歯エナメル質に対する矯正用接着剤の接着耐久性のサーマルサイクル試験による検討ーレーザーエッチングと酸エッチングを比較してー. 日矯歯誌 **55**: 337-344, 1996.
- 17) 松尾治茂: グラスアイオノマーセメントに関する研究ーとくに粉末と液体の臨床的採取量の変動がその物性におよぼす影響についてー. 日大歯学 **64**: 343-353, 1990.
- 18) 山崎淳史, 日比野 靖, 本多宗暁, 長沢悠子, 尾松 純, 長谷川義朗, 原島 厚, 中畷 裕: 合着用グラスアイオノマーセメントの粉液比がせん断強さに及ぼす影響. 歯科材料・器械 **26**: 40-49, 2007.
- 19) 尾松 純, 長沢悠子, 日比野 靖: 合着用グラスアイオノマーセメントの機械的性質に及ぼす要因ー粉液比が圧縮強さと破壊靱性値に及ぼす影響ー. 日歯理工会誌 **29**: 50-60, 2010.
- 20) 中畷 裕, 長沢悠子, 日比野 靖: テクニカルファクターと歯科材料~合着・接着材料を中心に~. 日本歯科医師会雑誌 **66**: 19-27, 2013.
- 21) 北野道廣: 合着用グラスアイオノマーセメントに関する研究ーとくに粉液比とデンティンプライマーが象牙質接着強さにおよぼす影響についてー. 日歯保存誌 **39**: 847-853, 1996.



- 22) Hibino Y, Kuramochi K, Hoshino T, Moriyama A, Watanabe Y, Nakajima H :  
Relationship between the strength of glass ionomer and their adhesive strength to  
metals. *Dent Mater***18**: 552-557, 2002.
- 23) 本多宗暁, 長谷川義朗, 尾松 純, 長沢悠子, 山崎淳史, 原島 厚, 倉持  
健一, 高橋洋子, 山賀谷一郎, 日比野 靖, 中畷 裕 : 光照射出力が接着性  
レジンセメントのセラミックに対する接着強さに及ぼす影響. *歯科材料・器  
械* **25**: 251-259, 2006.
- 24) 藤岡満喜夫: 現場で役立つ電子顕微鏡試料作製法. 株式会社金芳堂, 京都,  
1999, pp221-224.
- 25) Weibull W, A statistical distribution function of wide applicability. *J Appl  
Mesh* **18**:293-297, 1951
- 26) 三上隆男, 竹上弘章, 松田昌悟 : セラミック構造体の強度評価法につい  
て. *IIC REVIEW* **45**: 4, 2011.
- 27) International Standard Organization : ISO/TR 11405 : Dental materials-guidance  
on testing of adhesion to tooth structure, 1994.
- 28) 須賀昭一, 近藤 稔, 小野寺章, 久保田安則, 大塚倫治 : 各種動物エナメ  
ル質内での Cl, Mg, Na の分布の X 線マイクロアナライザによる観察. *歯基  
礎誌* **13**: 85-94, 1971.
- 29) 須賀昭一, 大野重雄, 三須美喜雄, 近藤勝淑 : ウシの形成期エナメル質の  
石灰化進行像. *歯基礎誌* **21**: 117-139, 1979.

- 30) 中道 勇:各種修復材料の人歯とウシ歯に対する接着力. 口病誌 **49**: 31-40, 1982.
- 31) 今里 聡, 橋本正則, 島田康史:接着歯学. 第2版医歯薬出版: 京都, 164-171, 2002.
- 32) 入江正郎, 田仲持郎, 松本卓也, 丸尾幸憲, 西川悟朗, 吉山昌宏:合着用レジン添加型ガラスアイオノマーセメントの種々の被着体への接着性と曲げ特性:サーマルサイクルの影響. 接着歯学 **31**: 42-45, 2013.
- 33) Meriç G and Ruyter IE: Influence of thermal cycling on flexural properties of composites reinforced with unidirectional silica-glass fibers. Dent Mater **24**: 1050-1057, 2008.
- 34) Fischer J, Zbären C, Stawarczyk B and Hämmerle CH. The effect of thermal cycling on metal-ceramic bond strength. J Dent **37**: 549-553, 2009.
- 35) 増田裕次:顎・基礎歯科生理学. 医歯薬出版, 2008, pp297.
- 36) 長沢悠子, 日比野 靖, 重田浩貴, 栗田 智, 松本賢一, 中嶋 裕:サーマルサイクル試験がインプラントアバットメントにセメント固定したクラウンの保持力に及ぼす影響. 日歯理工会誌 **33**: 59-64, 2014.
- 37) 宮崎 隆, 鈴木 暎, 宮治俊幸:サーマルサイクリングが臼歯用コンポジットレジンの機械的性質に及ぼす影響. 歯科材料・器械 **5**: 187-195, 1986.
- 38) 池田訓子, 藤島昭宏, 齋藤 茂, 水本貴子, 宮崎 隆, 柴崎好伸, 佐々龍二:レジン添加型ガラスアイオノマーセメントを用いた歯科矯正用接着シス

- テムに関する研究(第二報)セメント材料の諸物性. 昭歯誌 **20**: 327-334, 2000.
- 39) Mitsuhashi A, Hanaoka K, Teranaka T : Fracture toughness of resin-modified glass ionomer restorative materials : effect of powder/liquid ratio and powder particle size reduction on fracture toughness. Dent Mater**19**: 747-757, 2003.
- 40) 入江正郎 : グラスアイオノマーセメントの合着性に関する研究. 歯材器誌 **38**: 250-289, 1981.
- 41) 長沢悠子, 日比野 靖, 長谷川義朗, 山賀谷一郎, 中畠 裕 : 試作 PRG フィラー含有仮着用セメントの諸性質. 歯科材料・器械 **26**: 279-290, 2007.
- 42) 斎藤善三郎 : おはなし信頼性. 平文社, 東京, 2004, pp142-162.
- 43) 鎌倉稔成 : 接着系の信頼性技術. 日科技連出版社, 東京, 1992, pp381-408.
- 44) McCourt JW, Cooley RL and Barnwell, S : Bond strength of light-cure fluoride-releasing base-liners as orthodontic bracket adhesives. Am J Orthod Dentfac. Orthop **100**: 47-52, 1991.
- 45) 三浦不二夫, 中川一彦 : レジン製ブラケット直接接着法の臨床応用例. 日矯歯誌 **28**: 344-354, 1969.
- 46) Nemmam GV : Epoxy adhesives for orthodontic attachments. Am J Ortho **51**: 901-912, 1965.
- 47) Proffit WR : プロフィットの現代歯科矯正学. クイッテンエッセンス出版, 東京, 2009, pp295-325.

## Figures legends

**Fig. 1** Schematic drawing of bonding procedure of bracket to bovine enamel surface.

**Fig.2** Mean shear bond strengths of Cements FO at different mixing ratios.

Symbol \* indicates significant difference at  $p < 0.05$  between the bracketed condition.

Error bars represent one standard deviation of the mean.

**Fig.3** Mean shear bond strengths of Cements LC at different mixing ratios.

Symbol \* indicates significant difference at  $p < 0.05$  between the bracketed condition.

Error bars represent one standard deviation of the mean

**Fig.4** Comparison of the mean shear bond strengths between Cements FO and LC.

Symbols \* indicate significant differences at  $p < 0.05$  between the bracketed cements at each experimental condition. Error bars represent one standard deviation of the mean.

**Fig. 5** Scanning electron microphotographs of enamel surfaces after shear bond tests for Specimens CL [Specimens stored in water at  $37^{\circ}\text{C}$  for the time equal to that of thermal cycling (111h) ].

**Fig. 6** Scanning electron microphotographs of enamel surfaces after shear bond tests for Specimens TC (Specimens subjected to thermal cycling for 2,000 cycles).

**Fig. 7** Weibull plots for shear bond strength of cements FO.

**Fig. 8** Weibull plots for shear bond strength of cements LC.

# 表および図

Table1 Orthodontic resin-modified glass ionomer cements examined.

Products	Manufacturer	Major composition#	Lot No.	P/L ratio*	Code
Fuji ORTHO	GC	Powder: Fluoroaluminosilicate glass, Polymerization initiator	P:1408061	3.0g/1.0g	FO
		Liquid: Methacrylic acid ester, Polyacrylic acid, Water	L:1405121		
Fuji ORTHO LC	GC	Powder: Fluoroaluminosilicate glass	P:1405261	3.0g/1.0g	LC
		Liquid: Methacrylic acid ester, Polyacrylic acid, Water, Photopolymerization initiator	L:1406021		

# Description from the manufacturer

\*Manufacturer's recommended mixing ratio

Table2 Summary of analysis of variance for bond strengths of Cement FO.

Source	Type III	Sum of squares	df	Mean Square	F	p
Aging Condition		19935.5509	1	19935.5509	8.9666	0.0034
P/L		7140.2372	2	3570.1186	1.6058	0.2052
Aging Condition × P/L		734.8830	2	367.4415	0.1653	0.8479
Error		253458.0884	114	2223.3166		
Total		281268.7595	119			



Table3 Summary of analysis of variance for bond strengths of Cement LC.

	Type III	Sum of squares	df	Mean Square	F	p
Aging Condition		4883.9717	1	4883.9717	1.7728	0.1857
P/L		30934.7195	2	15467.3597	5.6144	0.0047
Aging Condition × P/L		3583.4178	2	1791.7089	0.6504	0.5238
Error		314063.5219	114	2754.9432		
Total		353465.6309	119			

Table4 Results of fracture mode observation after debonding for Cements FO.

FO		Fracture mode			
		I	II	III	IV
20%lower	CL	20	0	0	0
	TC	20	0	0	0
Standard	CL	20	0	0	0
	TC	20	0	0	0
20%higher	CL	20	0	0	0
	TC	20	0	0	0

Each number denotes the sample numbers under each condition.

Table5 Results of fracture mode observation after debonding for Cements LC.

LC		Fracture mode			
		I	II	III	IV
20% lower	CL	7	0	0	13
	TC	20	0	0	0
Standard	CL	0	20	0	0
	TC	0	0	0	20
20% higher	CL	3	7	1	9
	TC	0	3	5	12

Each number denotes the sample numbers under each condition.

Table6 Summary of Weibull analysis for bond strength for Cement FO.

		Weibull modulus	Scale parameter	Bond strength with 10% fracture probability	Bond strength with 90% fracture probability
20%lower	CL	3.3	18.8	9.4	24.3
	TC	2.1	14.6	5	21.7
Standard	CL	2.0	16.8	5.5	25.4
	TC	2.8	12.5	5.5	16.8
20%higher	CL	2.4	18.4	7.1	26.1
	TC	2.3	15.5	5.9	22

(MPa)

Table7 Summary of Weibull analysis for bond strength for Cement LC.

		Weibull modulus	Scale parameter	Bond strength with 10% fracture probability	Bond strength with 90% fracture probability
20%lower	CL	3.4	25.6	13.3	32.7
	TC	3.2	25.1	12.4	32.5
Standard	CL	3.0	30.3	14.2	40
	TC	3.3	26	13.2	33.5
20%higher	CL	5.0	30.5	19.4	36
	TC	5.2	29.7	19.3	34.9

(MPa)

Fig.1

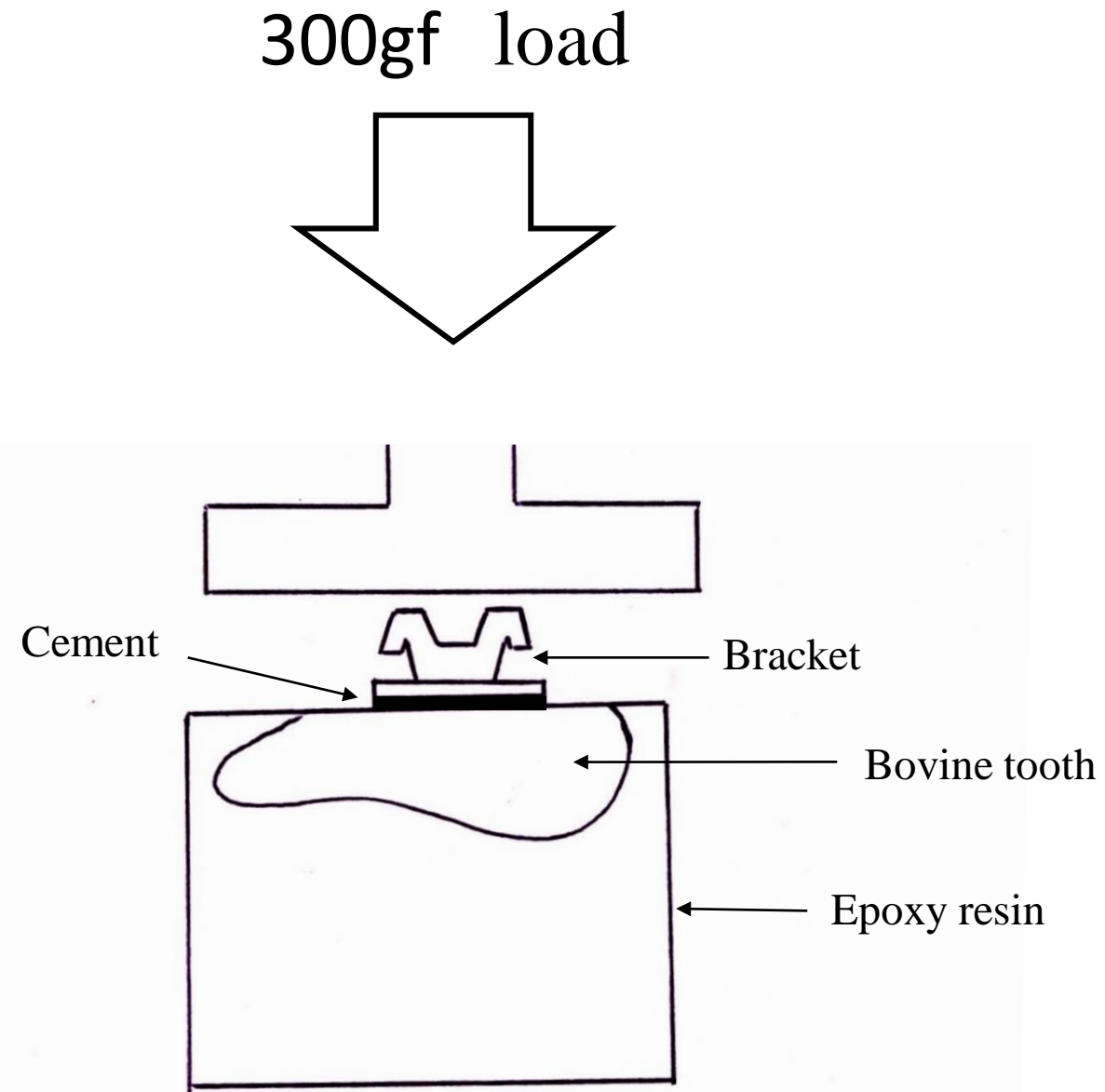


Fig.2

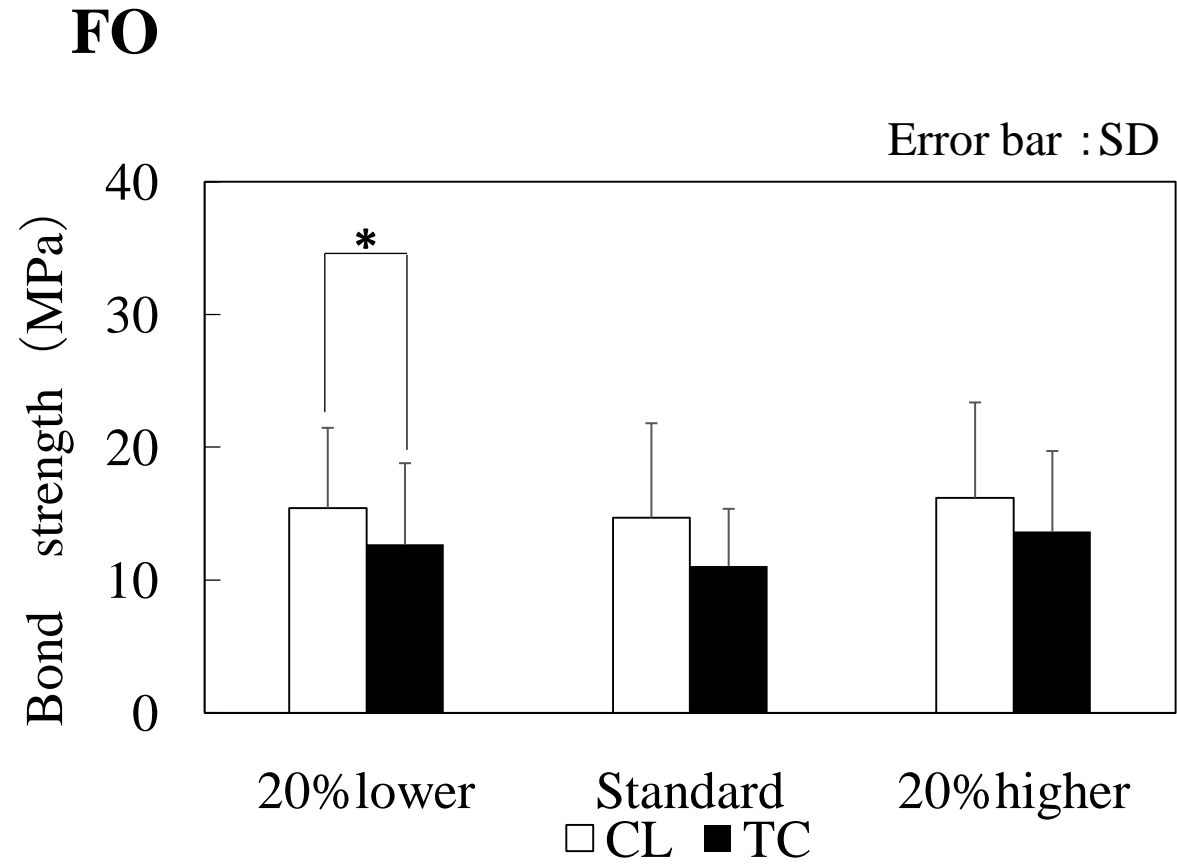


Fig.3

LC

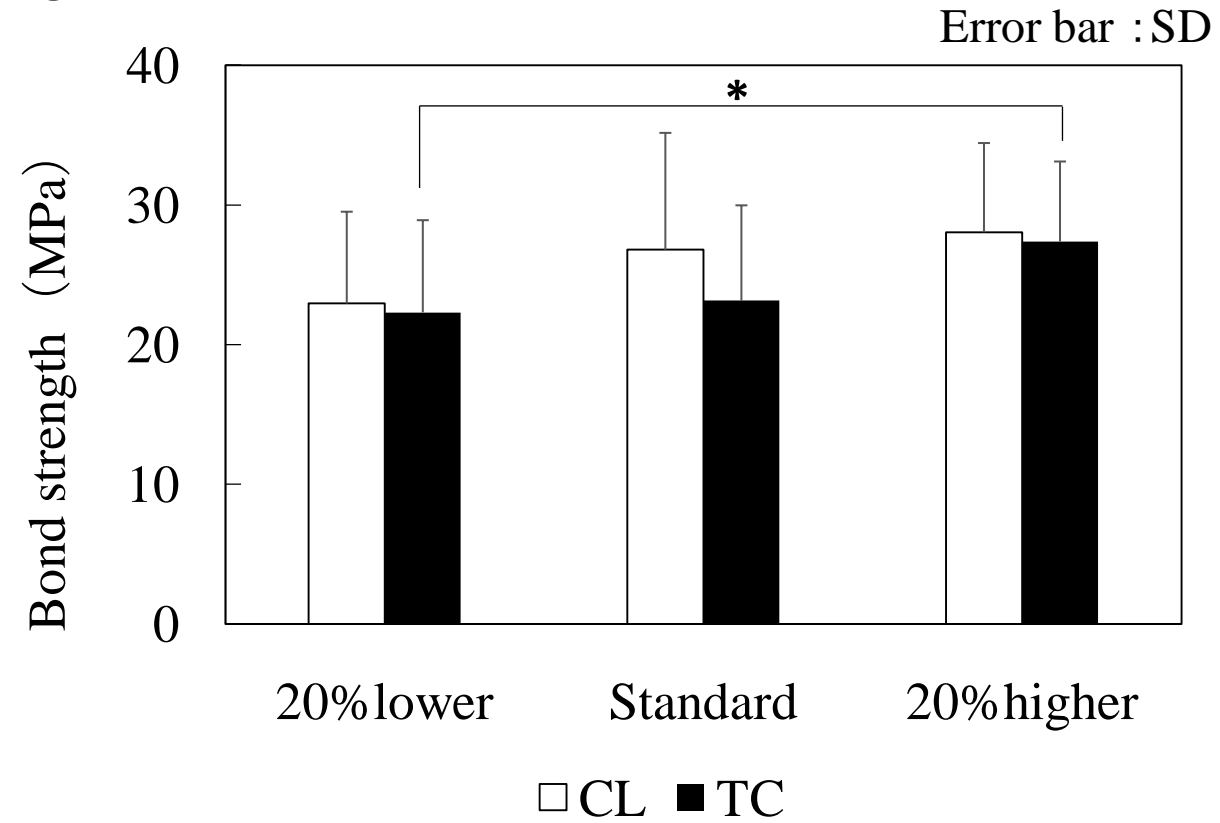




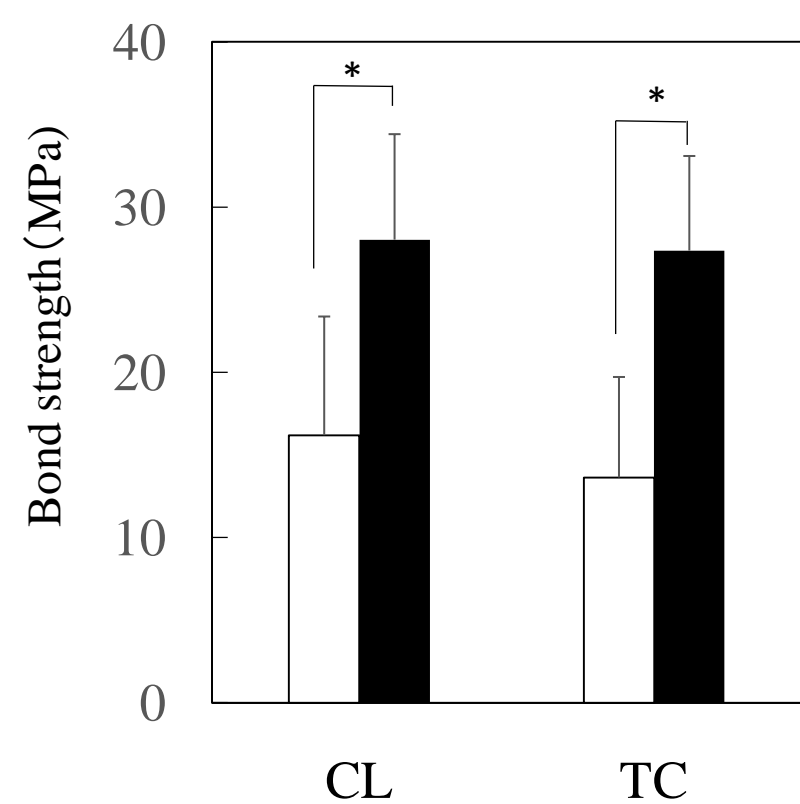
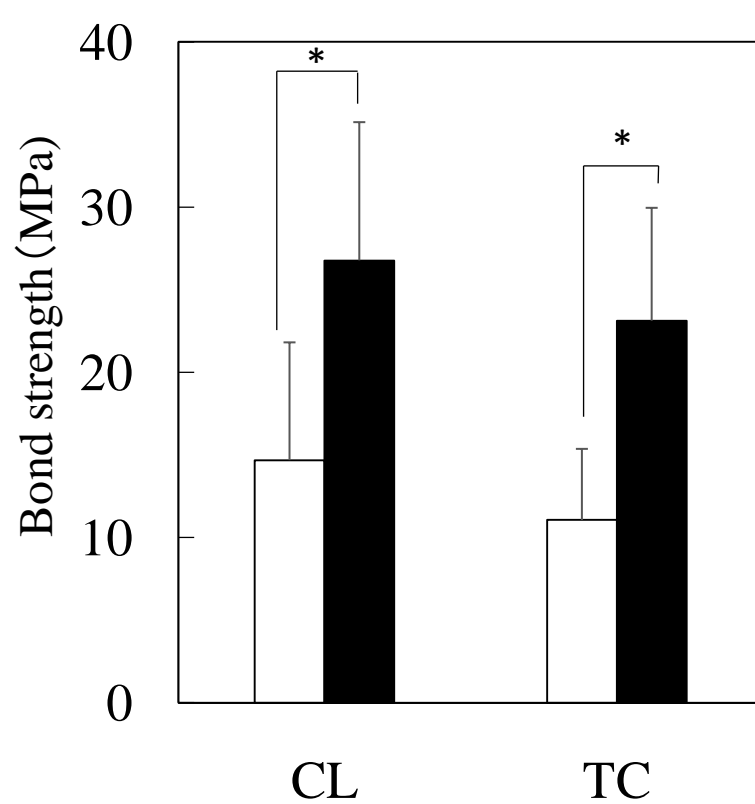
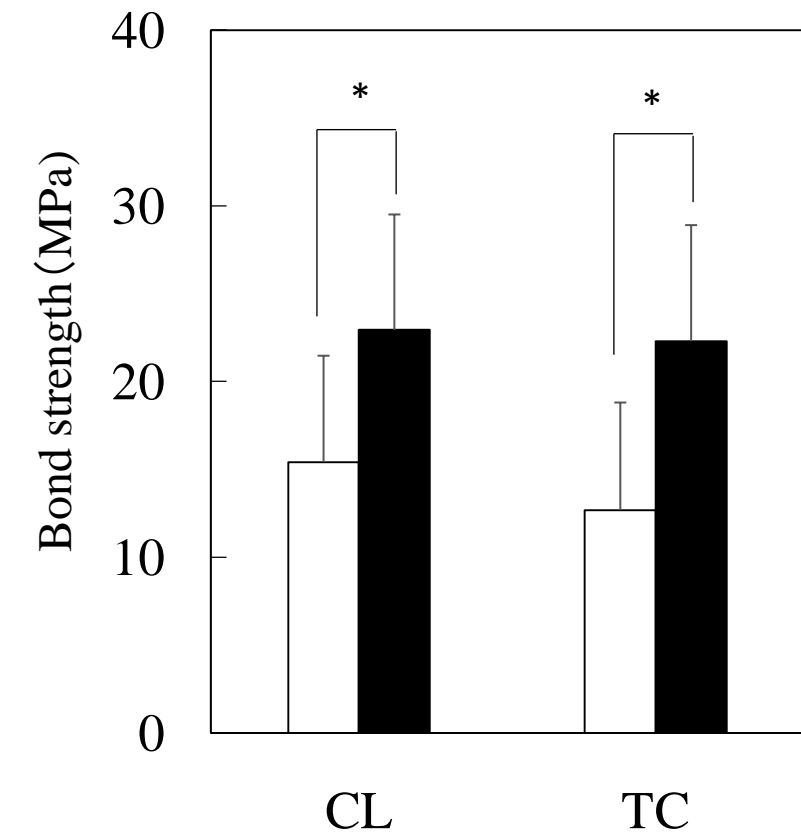
Fig.4

□ FO    ■ LC

20% lower

Standard

20% higher



Error bar :SD

Fig.5

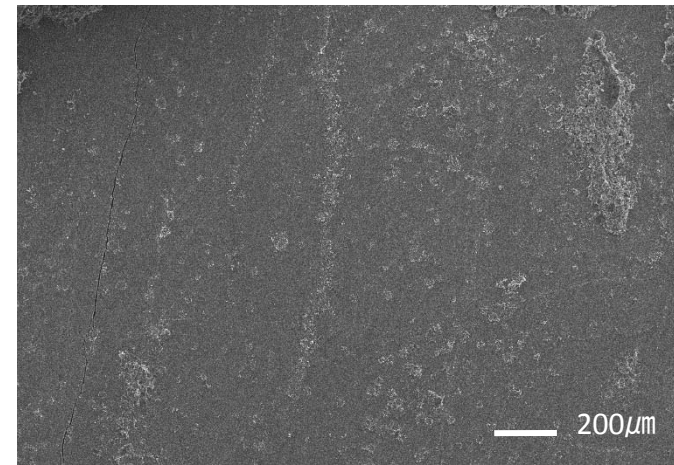
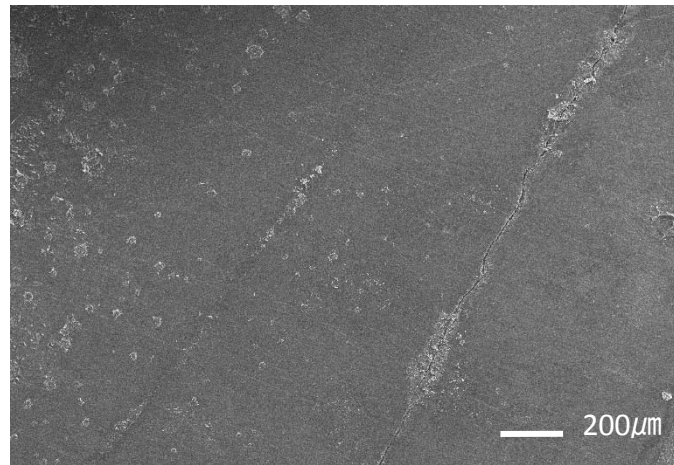
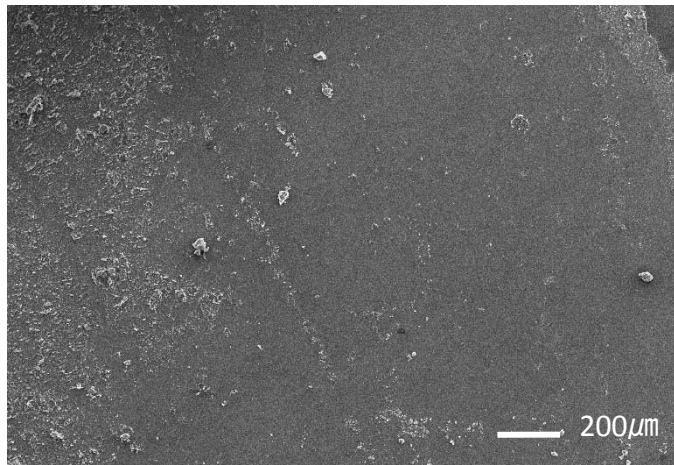
CL

20%lower

Standard

20%higher

FO



LC

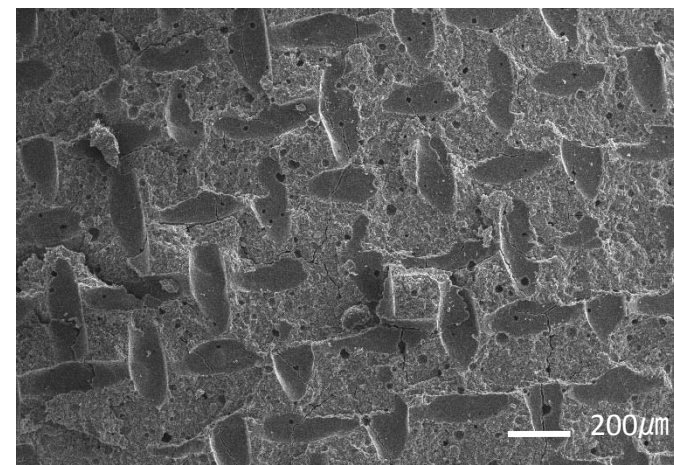
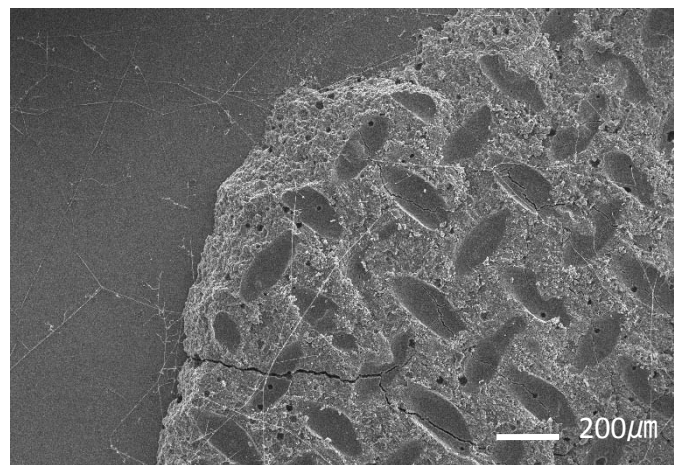
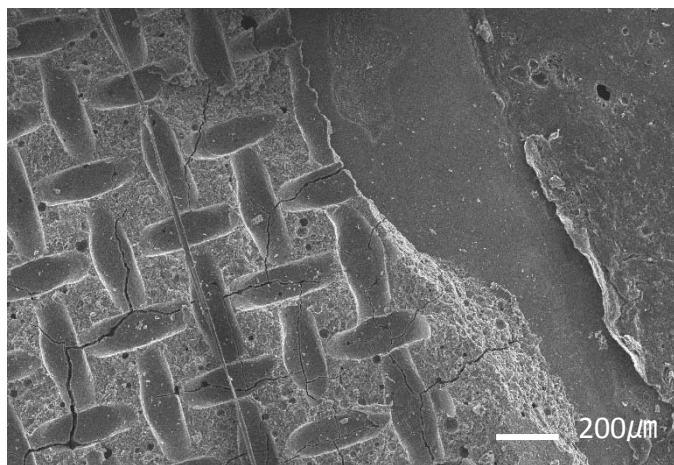


Fig.6

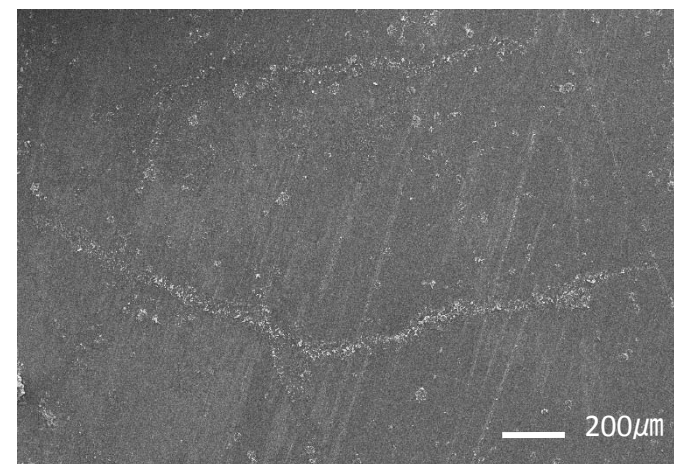
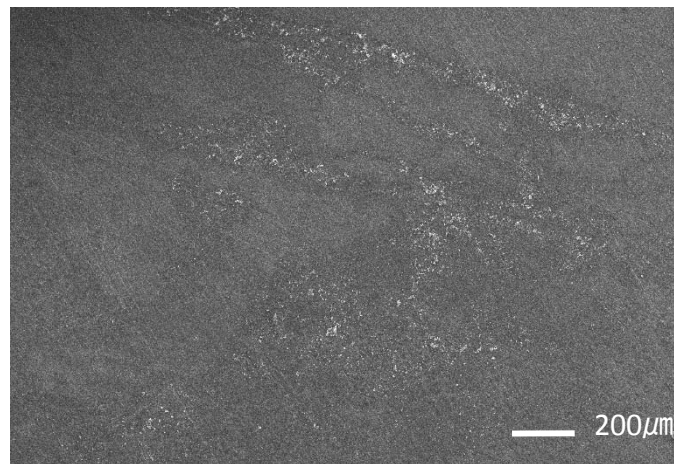
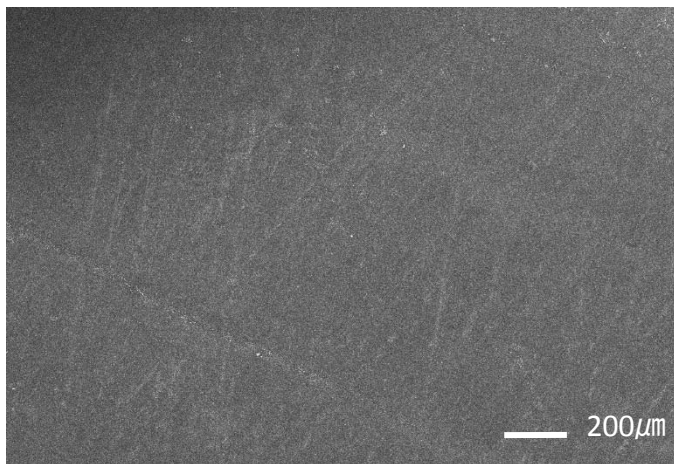
TC

20%lower

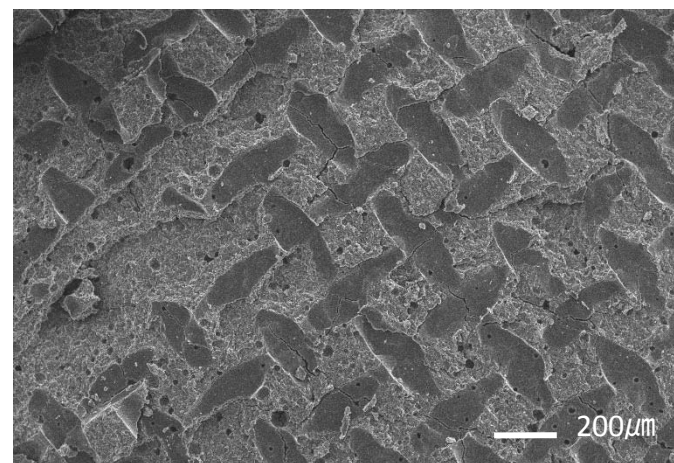
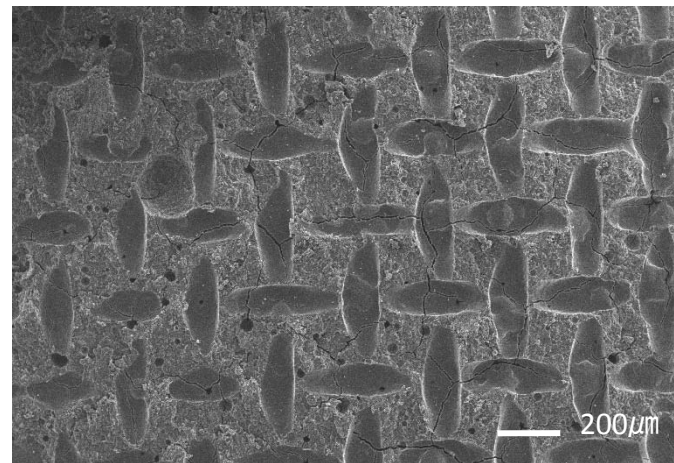
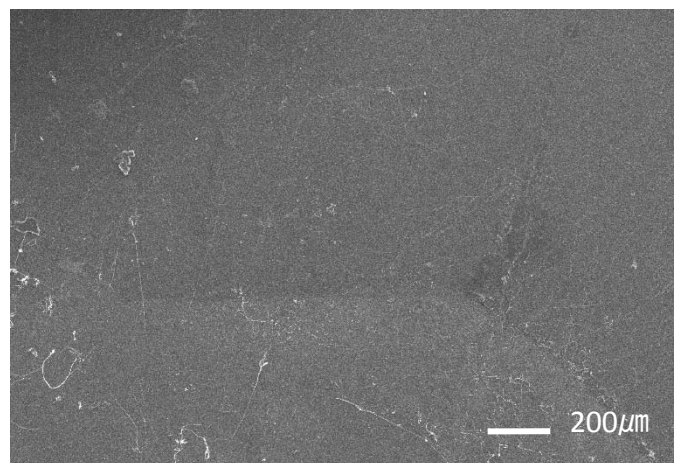
Standard

20%higher

FO

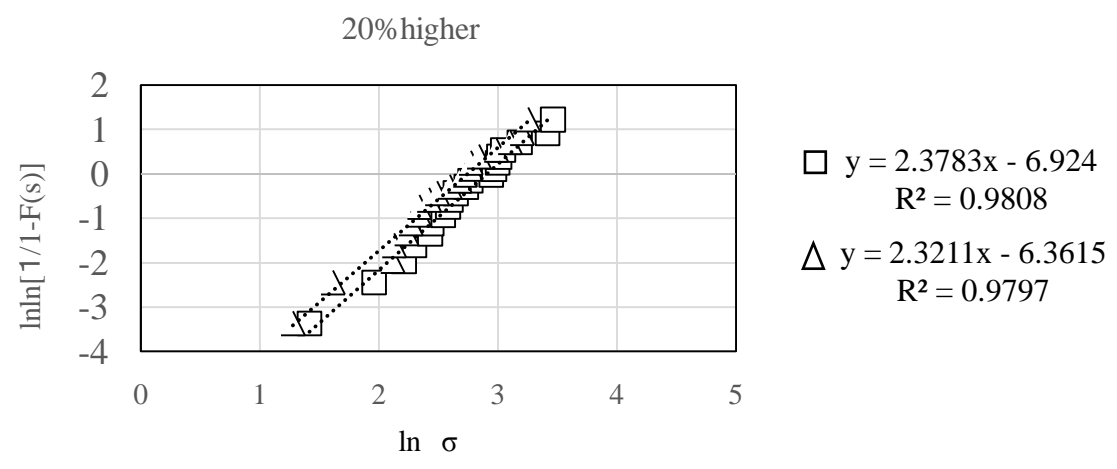
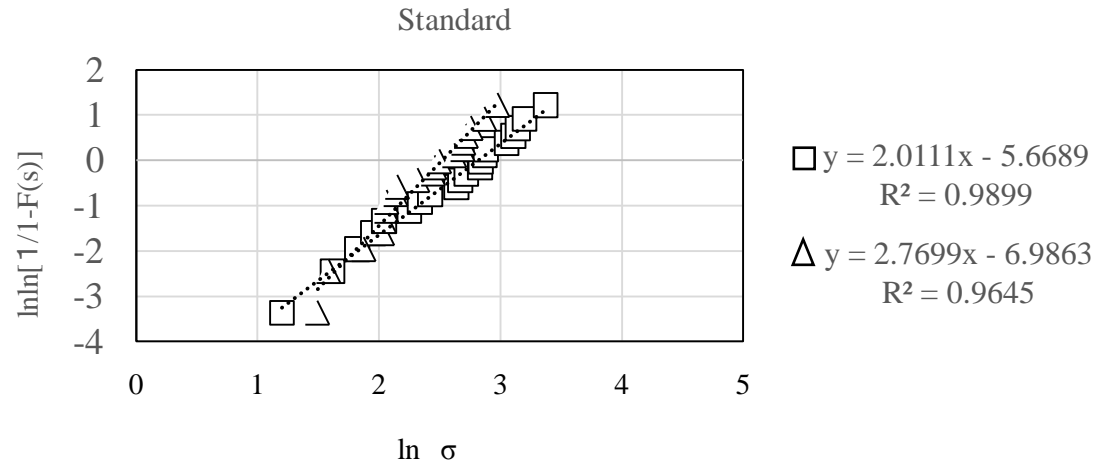
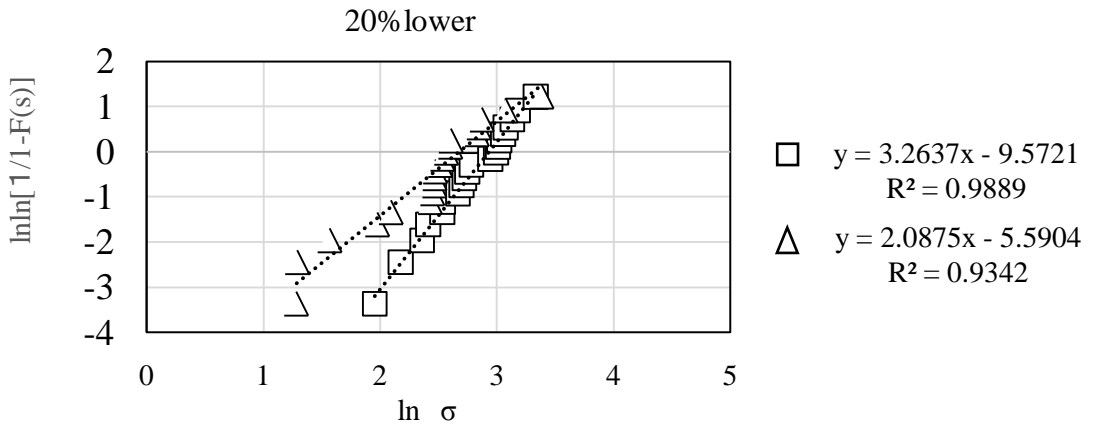


LC



# Fig.7

## Cement FO

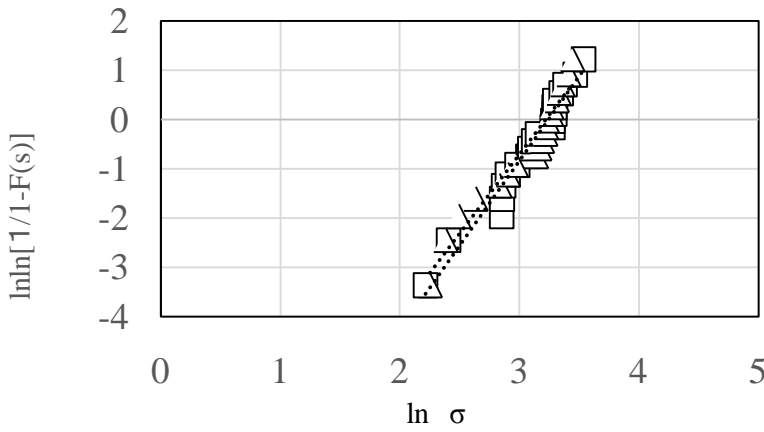


□ CL    △ TC

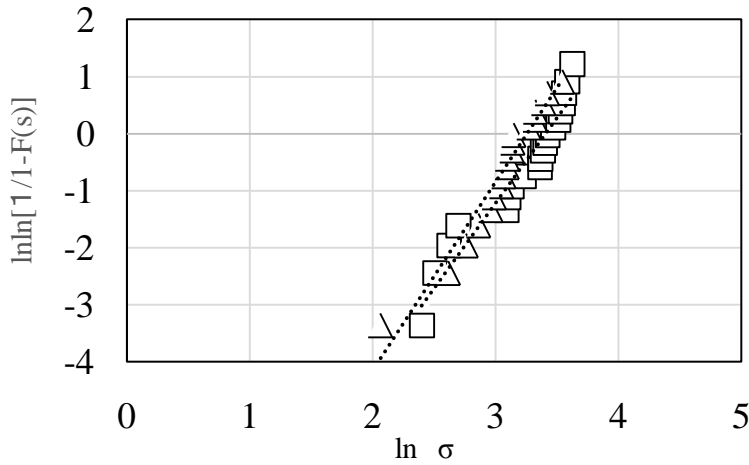
# Fig.8

20%lower

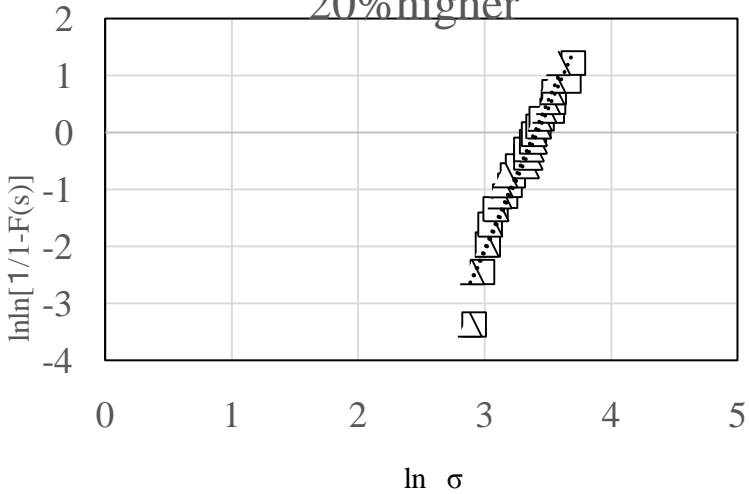
Cement LC



Standard



20%higher



$\square$  CL     $\triangle$  TC