

健全および脱灰象牙質の変形挙動

—micro-tensile test による解析—

池田 敦治, 若狭 邦男

Deformation Behaviours of Mineralized and Demineralized Dentine

— Micro-tensile Test Analysis —

Atsuharu Ikeda and Kunio Wakasa

(平成14年8月23日受付)

緒 言

micro-tensile bond 試験による接着強さの評価では, そのレジン/象牙質界面の強さを評価することになるので, 象牙質接着強さはレジン/象牙質界面として interface I, II, IIIのうちのひとつ, 界面IIの界面強さである, と定義した¹⁻⁴⁾。この場合, resin composite/adhesive resin layer 界面 (界面III), adhesive resin layer/hybrid layer 界面 (界面II), hybrid layer/dentine 界面 (界面I) を想定する。その接着強さの値は接着面積 (初期の研究では⁵⁾ 0.25 から 12.25 mm² までである) の増加とともに 60 MPa (平均値) から 20 MPa まで変化しており, Sano et al⁶⁾ および Yoshiyama et al⁷⁾ は接着面積として 0.5×0.5, あるいは 1×1 mm² となる試験片を用いた。つまり, 接着強さに与える影響因子としては, 試験片の接着界面に影響する因子を考えることになるので⁸⁾, 象牙質処理方法や象牙質構造の wet あるいは dry, さらに接着レジン, 樹脂含浸層や象牙質に基づく諸性質がどのように影響するかを明らかにすることが求められている⁹⁻¹⁶⁾。象牙質を composite と考えるならば, その構成要素としての collagen fibre が高い破壊時の応力を呈した^{1,5,6)}。また, 接着面積において micro-tensile bond 試験と同様な dimension の試験片を使用することにより, 健全及び脱灰象牙質の micro-tensile 試験での応力・ひずみ関係も測定されてきた^{1,5,6,8)}。

そこで, はじめに, composite としての変形を健全象牙質の応力とひずみの関係を表現するために考えることにする^{1-4,8)}。次に, 既報で提案した応力とひずみの関係を求める方法⁸⁾, すなわち internal back stress を求める方法を脱灰象牙質に適用する。これらの二方法に基づいて micro-tensile 試験方式における健全および脱灰象牙質の応力・ひずみ関係を評価する計算モデルを提案して, それらの変形挙動を明らかにする。

材料および方法

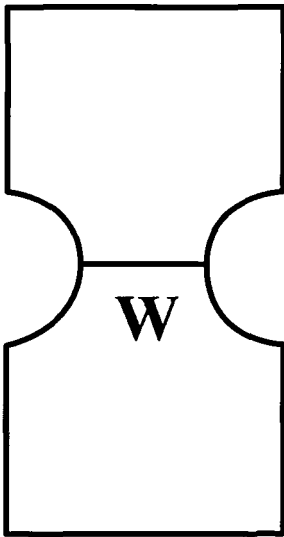
1. 健全象牙質および脱灰象牙質

Sano et al と同様に human dentine (coronal) 試料を用いる^{5,6,8)}。micro-tensile bond 試験では接着面積は 0.25 から 12.25 mm² までであるので, それに相当する大きさは micro-tensile 試験では 0.5(W)×0.5 (thickness) mm² とする (図1)。掴み部位は10 mm である。なお, Sano et al により求められた bovine dentine の結果⁶⁾ を human dentine の応力・ひずみ曲線の比較のために図に示した。

2. micro-tensile 試験

前述したように, 著者らは外からの力がかかる界面を限定する方法, すなわち micro-tensile 試験を使用した。この試験方法には Sano モデル (健全象牙質に対する接着)^{5,6)} や root dentine に応用した Yoshiyama モデルがある⁷⁾。著者のひとりが創案した 接着界面での応力解析 (Wakasa モデルと言われている)^{1-4,8)} では, レジン/象牙質界面モデル (interface I, II, III) として界面IIに注目するならば, それらの界面を含む健全象牙質中央部あるいはカリエスを呈する部位に均一

広島大学大学院歯歯薬学総合研究科創生医歯科学専攻探索医歯科学講座生体材料学 (主任: 岡崎正之教授) 本論文の要旨の一部は平成十三年三月の第37回日本歯科理工学会学術講演会において発表した。



thickness = 0.5

図1 micro-tensile 試験の模式図。

Wは試験片中央部位の大きさであり、thicknessはその厚さである。試験片の掴み部位の両端は象牙質側（10 mm）である。

に外からの応力が負荷するものである。これらのことから健全および脱灰象牙質の応力とひずみ関係を求めるためには micro - tensile 試験が推奨される。

3. 計算方法

(1) 健全象牙質の場合

健全象牙質では、dentine matrix および dentinal tubule 複合体（composite とする）と仮定して、外からの力がかかる方向、すなわち応力方向と dentinal tubule が互いに平行（parallel）である場合について計算する。その方法は Taya et al^{17,18} の方法を応用したものである。

ここでは $(\sigma_{yc}/\sigma_{ym})$ の比を求めることになる。 σ_{yc} 及び σ_{ym} はそれぞれ象牙質全体（composite とする）の降伏応力 および dentine matrix の降伏応力である。

(2) 脱灰象牙質の場合

既報で用いた方法、すなわち2相（硬い相と柔らかい相）からなる composite（本研究では健全象牙質と脱灰象牙質に対してこの概念を用いており、それぞれの対照として考える composite の概念は異なる）に対して脱灰した象牙質の応力・ひずみ曲線を表現する式を求める。従来のように¹⁻⁴⁾、apatite/collagen fibre 複合体を仮定するならば、apatite が脱灰する、すなわち collagen fibre をある体積量からなるものとして考えることにした。

本研究で求める計算式は脱灰象牙質の応力・ひずみ曲線の形を表現するものであり、それをひずみ ϵ_C に対する応力 σ_C の微小変化 ($d\sigma_C/d\epsilon_C$) として求めることとする。

結果および考察

1. 健全象牙質の応力解析

図2は micro-tensile 試験により得られた健全象牙質の応力・ひずみ曲線である。応力は約 100 MPa まで増加して降伏後、応力の増加とともに破壊にいたる。この時のひずみは極めて小さく、0.025（平均値）であった。なお、既報⁸⁾では dentine matrix を柔らかい相としての役割を担うものとして仮定して、dentinal tubule を硬い相として想定した。硬い相に対して elasticity（弾性率）をゼロとして仮定すれば、応力を計算できた。このことはコンポジットレジンと同様にレジンマトリックスの中にフィラーがある場合のように、マトリックスのなかに硬い相を考えることは応力・ひずみの関係を計算するのに便利であった。

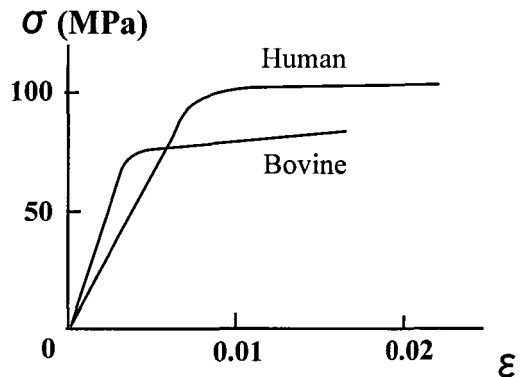


図2 micro-tensile 試験により得られた健全象牙質（human dentine）の応力・ひずみ曲線である。

なお、bovine dentine は Sano et al の結果⁶⁾である。

本研究では弾性領域での応力変化を計算した研究⁸⁾とは異なり、求める式は塑性変形が始まるまでの応力変化、すなわち降伏応力の比、 $(\sigma_{yc}/\sigma_{ym})$ を算出する^{17,18)}。そこで、図3には健全象牙質に外からの応力がかかる時の模式図を想定した。その方法は次のように求めることとする。

- ① composite は図のように想定する。直径 d の dentinal tubule が f_D だけあることになる。
- ② 硬い相（図では直径 d とした）のかわりにこの dentinal tubule を想定する。
- ③ 柔らかい相（図では黒に塗りつぶした領域であ

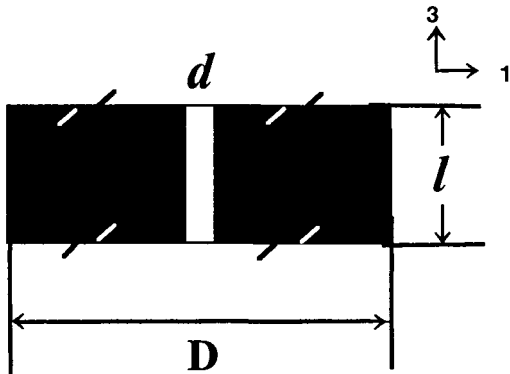


図3 健全象牙質に外からの応力がかかる時の模式図である。直径 d の dentinal tubule が f_D (体積量) だけ、直径 D 、高さ l にあるものとする。

る) が dentine matrix である。

健全象牙質 (human dentine) の応力・ひずみ曲線を見ると, Sano et al.^{5,6)} による bovine dentine の応力・ひずみ曲線の形と一致している。実際に得られる micro-tensile 試験での象牙質の曲線は dentinal tubule を含んだ composite からなるものであるので, 求める式は dentinal tubule がある f_D という量 (体積量) として存在する時, 次のようになる。

$$(\sigma_{yc}/\sigma_{ym}) = 0.5 f_D(2+A_r) + (1-f_D) \quad (1)$$

ここで, σ_{yc} および σ_{ym} はそれぞれ dentine tubule を含む象牙質の降伏応力および dentine matrix の降伏応力である。 A_r は定数 (l/d) 比である。降伏応力の比をそれぞれの f_D (dentinal tubule の体積量 = 0.4, 0.5, 0.8) ごとに, (l/d) 比に対して図4にあらわした。

図4を見ると, dentine matrix の降伏応力の σ_{ym} に比べて, dentinal tubule を含む composite の降伏応力はその応力比が1.0よりも大きくなるので, dentine matrix の降伏応力よりも大きいことを意味する。さらに, ある一定の (l/d) 比を見ると, dentinal tubule の量 (体積量) の増加とともにその降伏応力の比は大きくなることも明らかにされた。また, dentinal tubule の長さとの直径の比, すなわち (l/d) 比が 0 から 20 まで増加すれば, その時の象牙質の降伏応力が大きくなる傾向を示した。 d の大きさが一定である時, 計算の範囲では (本研究では, 試験片の大きさは $D = 0.5 \text{ mm}$, $l = 0.5 \text{ mm}$ であるので, 計算上それらの $1/5$ の大きさとして, $D = 0.1 \text{ mm}$, $l = 0.1 \text{ mm}$ を仮定した), 用いた micro-tensile 試験片が外からの応力方向に沿って長くなれば, その (σ_{yc}/σ_{ym}) 値は大きくなることも判明した。したがって, dentinal tubule

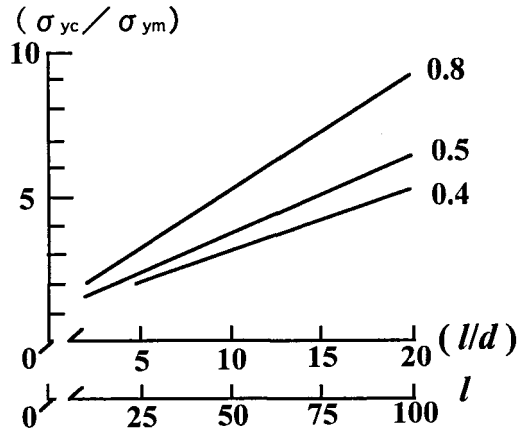


図4 それぞれの f_D (dentinal tubule の体積量 = 0.4, 0.5, 0.8) ごとに, (σ_{yc}/σ_{ym}) 比と (l/d) 比の関係を示す。ここで, σ_{yc} 及び σ_{ym} はそれぞれ dentinal tubule を含む象牙質の降伏応力及び dentine matrix の降伏応力である。

の存在を考慮するならば, 既報⁸⁾ (それを仮定していない) とは異なり, その存在は応力・ひずみ曲線に見るような応力の増加に影響していることがわかる。

2. 脱灰象牙質の応力解析

図5は micro-tensile 試験により得られた脱灰象牙質 (human dentine) の応力・ひずみ曲線である。応力は約 30 MPa まで増加して降伏後, 破壊にいたる。この時のひずみは 0.20 (平均値) である。なお, 参考に示した bovine dentine は約 20 MPa で破壊した。

弾性領域での応力変化を象牙質について計算した場合⁸⁾ とは異なり, 本研究で求める式は Lian-Jiang-Liu の方法を応用するが¹⁹⁾, 塑性変形を伴う下での応力変

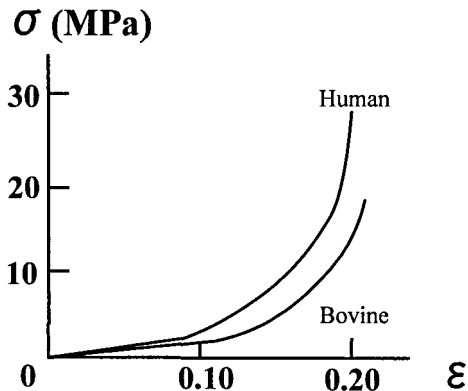


図5 micro-tensile 試験により得られた脱灰象牙質 (human dentine) の応力・ひずみ曲線である。なお, bovine dentine の結果も示した。

化 ($d\sigma_c/d\varepsilon_c$) を図6に示した仮定に従い、次のように算出するものである。

- ① composite としての応力とひずみ曲線が脱灰象牙質の変形曲線である。
- ② Fで示した曲線の場合、直線的に応力が増加して、ある大きさの降伏応力の値で破壊に至るものと仮定する。この場合、collagen fibre のみが考えている空間をある量だけ占めているものとする。したがって、脱灰象牙質では collagen fibre が考えている空間のなかに、ある体積だけ存在することになるので、次のように仮定される。
- ③ 脱灰象牙質の応力・ひずみ曲線は demineralized dentine として図では示されることになる。
- ④ その曲線を composite としての応力・ひずみ関係として得るために、Dとした応力・ひずみ曲線を想定することとする。すなわち、FとDの composite としての曲線が脱灰象牙質の曲線になるものとした。

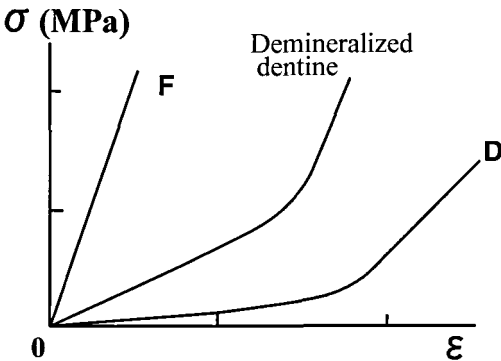


図6 脱灰象牙質 (demineralized dentine) を求めるための、それぞれの曲線である。FとDは本文に記した曲線としてあらわされる。

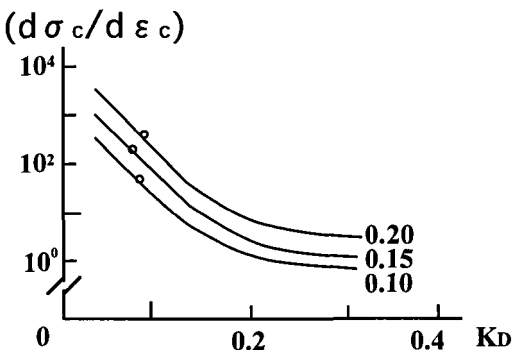


図7 脱灰象牙質のひずみに対する応力の変化、($d\sigma_c/d\varepsilon_c$) を K_D に対してひずみごとに求めたものである。

そこで、脱灰象牙質の composite としての塑性変形下での応力変化、 E_D で normalize した ($d\sigma_c/d\varepsilon_c$)/ E_D を導入することができた。

$$\frac{(d\sigma_c/d\varepsilon_c)/E_D}{(K_D)^{-1+1/n}(\sigma_D/\varepsilon_D^{1/n})^{1-n} B^{-1}} \quad (2)$$

ここで、 $\{f(1-E_D/q) + (1-f)\}$ を B とおき、f は collagen fibre の量 (体積量) であり、既報⁸⁾ に示したように、q は脱灰象牙質のあるひずみにおける F と D での応力の差とひずみの差の比を示す定数 (次元は弾性率と同じである) である。なお、D で示した曲線は

$$E_D = (1/n) (K_D)^{-1/n} (\varepsilon_D)^{(1-n)/n}$$

であらわされるものと仮定した。 K_D 及び n は曲線の形をあらわす定数である。 E_D および ε_D はそれぞれ弾性率及びひずみである。

さらに、F で示した曲線の式は、

$$E_F = \sigma_F/\varepsilon_F$$

であるとして仮定した。その結果、(2)であらわされる式が求められることになる。

図7はそれぞれの因子の値を(2)式に代入して求めたものである。脱灰象牙質の場合、ひずみに対する応力の変化 ($d\sigma_c/d\varepsilon_c$) が求められるので、ひずみごとの応力変化の値を算出することができる。この式では応力・ひずみ曲線の形をあらわすために、本研究では、 $E_D = 10^4$ MPa, $f = 0.7, n = 0.3$ が与えられた場合、ひずみが 0.10, 0.15, 0.20 の値を求めた。 $(d\sigma_c/d\varepsilon_c)$ は K_D の増加とともに減少しており、図5から求めた、それぞれのひずみでの値を白抜き丸で示している。

3. 本研究での結果の検討

(1) 健全象牙質の応力変化について

micro-tensile bond 試験では界面 II (adhesive resin layer/hybrid layer 界面) でのクラック形成に伴う界面破壊が測定されている¹⁻⁴⁾。他方、象牙質の micro-tensile 試験評価では、その中央部での破壊挙動について dentinal tubule と外からの応力の関係は次の因子が指摘された^{8,20)}。本研究では、

- 1) dentinal tubule の方向と応力が負荷する方向との角度

(例えば、0度と90度が検討しやすいので、dentinal tubule が象牙質の強さに影響することを端的に知るために、本研究では0度 (平行な場合) を採用した)

- 2) 降伏応力の比較

(dentine matrix のみの場合と dentinal tubule を含む試料の降伏応力の比較)

を計算して、それらの間の関係を検討することができた。用いた式は0度(平行な場合)でのみ成り立つので、dentinal tubule と応力の関係を明らかにするのに有用である。その tubule を含む composite の降伏応力は dentine matrix のみの降伏応力に比べて大きいことが判明した。その結果、このことは composite としての健全象牙質の降伏後、破壊に至るまでの応力が dentine matrix 自体よりも大きいことを意味する。つまり、dentinal tubule の存在とその応力方向を考えるならば、健全象牙質の変形挙動が与えられる。したがって、dentinal tubule の方向と外からの応力の関係を詳細に明らかにするためには、著者のひとりの報告のように²⁾、dentinal tubule が外からの応力の負荷する角度を考慮して、応力とひずみの関係を求めることが必要である。

(2) 脱灰象牙質の応力変化について

脱灰象牙質の場合、既報で示した方法を応用すると⁸⁾、以下のことが明らかにされた。

- 1) 与えられた E_D での $(d\sigma_c/d\epsilon_c)$ はひずみごとに曲線(図7)に示されるように K_D の増加とともに減少した。
- 2) ひずみ=0.10, 0.15, 0.20での $(d\sigma_c/d\epsilon_c)$ 値を見ると、 K_D は約0.1であった。

micro-tensile 試験を用いると、特にその脱灰象牙質自体の強さは(力がかかる面積を規定した)、式(2)のようにあらわされるので、脱灰象牙質の変形挙動は式に含まれる因子によって(本研究では一例として式の形をあらわす値を用いた)複雑な様相を示していることがわかる。

以上、二方法に基づいて象牙質の応力・ひずみ関係を明らかにした結果によれば、micro-tensile bond 試験では、接着界面が象牙質に対するものであることから、その象牙質の諸性質や dentinal tubule の方向を考慮して応力・ひずみの挙動とそれらの関係を算出することが重要である。今後、それらの関係とそれらに含まれる因子の影響を詳細に解析する予定である。

結 論

本研究で得られた結果は次のように要約される。

(1) 健全象牙質の場合、その応力・ひずみの関係は dentinal tubule が外からの応力に対して平行である時についての降伏応力を dentine matrix の降伏応力に対して求めた。その時の応力比はひずみの増加とともに直線的に増加しており、その dentinal tubule の存在を考慮するならば、composite としての健全象牙質は dentine matrix 自体よりもその降伏応力は大きいことが判

明した。

(2) 脱灰象牙質について micro-tensile 試験を行うならば、応力とひずみの関係をその脱灰象牙質の諸性質に基づいて求めることができ、かつ理論的に明らかにできた。

謝 辞

本研究は佐野英彦教授(北海道大学大学院歯学研究科)が提唱した試験方法による結果を参考にして求めたものであり、佐野英彦教授との共同研究である。なお、広島大学歯学部大学院(当時)最先端設備「バイオマテリアル複合解析システム」を用いたことを付記して感謝する。

文 献

- 1) 若狭邦男, 吉田靖弘, 池田敦治, 山崎博彦, 福田竜一, 吉岡雅之, 野村雄二, 岡崎正之, 佐野英彦: 象牙質接着システム—脱灰象牙質、特に collagen fibre 密度の解析 (micro-tensile bond test)—. 歯材器 18 特別号34, 229, 1999.
- 2) 若狭邦男: 歯質接着性—象牙質の諸性質と応力解析 (micro-tensile bond test モデル). 接着歯学 18, 308-309, 2000.
- 3) Wakasa K, Shintani H, Matsui A, Yamaki M: Calculation model of fracture stress during bond test. *J Dent Res* 75, Abst. No. 1764, 1996.
- 4) Wakasa K, Yoshida Y, Ciucchi B, Sano H, Pashley DH: Calculation of stress zone during crack propagation. *J Dent Res* 76, Abst. No. 1946, 1997.
- 5) Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho RM, Pashley DH: Relation between surface area for adhesion and tensile bond strength — Evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 10, 236-240, 1994.
- 6) Sano H, Ciucchi B, Matthews WG, Pashley DH: Tensile properties of mineralized and demineralized human and bovine dentin. *J Dent Res* 73, 1205-1211, 1994.
- 7) Yoshiyama M, Sano H, Ebisu S, Tagami J, Ciucchi B, Carvalho RM, Johnson MH, Pashley DH: Regional strengths of bonding agents to cervical sclerotic root dentin. *J Dent Res* 75, 1404-1413, 1996.
- 8) 若狭邦男, 佐野英彦: 歯質接着性—象牙質の諸性質と応力解析 (micro-tensile bond test モデル) その1. 健全象牙質の弾性変形. 接着歯学 19, 94-101, 2001.
- 9) Nakabayashi N: Bonding of restorative materials to dentine: the present status on Japan. *Int Dent J* 35, 145-154, 1985.
- 10) Tagami J, Tao L, Pashley DH: Correlation among dentin depth, permeability and bond

- strength. *Dent Mater* **6**, 45–60, 1989.
- 11) 佐野英彦, 庄野常一, 園田秀一, 高津寿夫, Ciucchi B, Horner JA, Carvalho RM, Pashley DH: レジン系接着剤の被着面積と接着強さとの関係—微小な被着面を用いた接着試験の検討—. *日歯保存誌* **37**, 882–887, 1994.
 - 12) Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM: Adhesion testing of dentin bonding agents. *Dent Mater* **11**, 117–125, 1995.
 - 13) Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, Fernandes CA, Tay F: The microtensile bond test: a review. *J Adhesive Dent* **1**, 299–309, 1999.
 - 14) 早川 徹, 菊竹一代, 根本君也: 試作ワンステップ接着システムに関する研究. *接着歯学* **18**, 239–248, 2000.
 - 15) Hashimoto M, Ohno, H, Sano H, Endo K, Araki Y, Kubota M, Oguchi H: Fracture surface characterization: wet vs. dry bonding. *J Dent Res* **80**, Abst. No. 0017, 2001.
 - 16) Ikeda T, Takahashi A, Sato Y, Kawamoto C, Sano H: Micro-tensile strengths of adhesives before and after irradiation through composite. *J Dent Res* **80**, Abst. No. 0494, 2001.
 - 17) Taya M, Mura T: On stiffness and strength of an aligned short-fiber reinforced composite containing fibre-end cracks under uniaxial applied stress. *J Applied Mechanics* **48**, 361–367, 1981.
 - 18) Taya M, Arsenault RJ: A comparison between a shear lag type model and Eshelby type model in predicting the mechanical properties of a short fibre composite. *Scripta Metallurgica* **21**, 349–354, 1987.
 - 19) Lian J, Jiang Z, Liu J: Theoretical model for the tensile work hardening behaviour of dual-phase steel. *Mater Sci Eng A* **147**, 55–65, 1991.
 - 20) 若狭邦男, 池田敦治, 福田竜一, 野村雄二, 吉田靖弘, 岡崎正之, 佐野英彦: 象牙質接着システム—脱灰及び健全象牙質の応力解析と諸因子の影響 (micro-tensile bond test モデル)—. *歯材器* **19** 特別号**36**, 117, 2000.