

原 著

## 1,450 ppmF のフッ化物処理によるフッ化カルシウム形成が 脱灰エナメル質の表面粗さに及ぼす影響

中田 裕万 藤木 政志 木村 光夫 栗田 啓

**概要：**本研究は、1,450 ppmF のフッ化物処理による脱灰エナメル質表面におけるフッ化カルシウムの形成が、歯の表面粗さに及ぼす影響を明らかにすることを目的とした。

鏡面研磨したウシエナメル質を初期試料とし、24時間の脱灰処理後、1,450 ppmF のフッ化ナトリウム溶液に3分間20回または60分間1回浸漬した。その後、水酸化カリウム溶液により歯面のアルカリ溶解性フッ素（フッ化カルシウム）を抽出し、抽出液中のフッ素量をフッ素イオン電極により定量した。さらに、各処理における表面粗さの変化を原子間力顕微鏡により評価した。なお、超純水に60分間浸漬した試料をControl群とした。

抽出されたフッ化カルシウム量は、Control群に対して、3分間20回群および60分間1回群で有意に高く、60分間1回群が最も高値であった。表面粗さに関して、脱灰による粗さの増加に対するフッ化物処理による粗さの減少の割合（平滑化率）を算出した結果、Control群（-2.6%）に対して3分間20回群（25.3%）および60分間1回群（40.0%）は有意に高値を示した。また、60分間1回群において、アルカリ抽出前後の表面粗さを比較した結果、アルカリ抽出後には表面粗さが有意に増加した。以上より、1,450 ppmF 相当のフッ化物は、脱灰したエナメル質表面にフッ化カルシウムを形成し、表面を平滑化することが示唆された。

索引用語：フッ化物、エナメル質、フッ化カルシウム、表面粗さ

口腔衛生会誌 76：94-101, 2026

（受付：令和7年10月1日／受理：令和7年12月3日）

### 緒 言

エナメル質の表面粗さは、口腔衛生管理や歯科審美の視点において重要な因子の一つである。口腔衛生管理において、歯の表面粗さが増加することで、口腔内細菌の歯面への付着やその後のデンタルプラークの形成を促進することが報告されている<sup>1-3)</sup>。また、歯科審美においては、表面粗さの増加が光沢喪失による審美性の低下を招くだけでなく、ステインなどの沈着物の付着を促進することが報告されている<sup>4,5)</sup>。このように、歯の表面粗さの増加は、う蝕や歯周病のような口腔疾患の発症・進行に関与するだけでなく、審美性の低下にも影響を及ぼす可能性があると考えられている。歯の表面粗さの増加の一因としては、脱灰のような化学的刺激が挙げられる<sup>6-8)</sup>。複数の *in vitro* 研究において、低 pH 飲料の曝露（いわゆる酸蝕症）により表面の粗さが増加することが確認されている<sup>9-11)</sup>。さらに、Holmen らの *in situ* 研

究では、プラークが蓄積したエナメル質表面において表面形態が経時的に粗くなっていくことを明らかにしており、この知見は表面の実質欠損を伴わない表層下脱灰（初期う蝕）の進行過程においても、エナメル質表面の粗さが増加しうることを示唆している<sup>12)</sup>。また、審美性の向上を目的に行われるオフィスホワイトニングにおいても、使用される薬剤の濃度や pH によっては歯の表面粗さを増加させる可能性が指摘されている<sup>13)</sup>。

歯の表面を平滑化するために日々のセルフケアで実践できる手段として、ブラッシングによる物理的な研磨が挙げられる。ブラッシングによる研磨では、歯磨剤に含まれる研磨成分によって表面が平滑化する可能性が報告されている<sup>1,14,15)</sup>。ただし、過度な力を加えたブラッシング（オーバーブラッシング）は歯の表面の損失（摩擦）を招くリスクがあることには留意が必要である。一方で、歯磨剤に配合されている成分による化学的な表面平滑化に関する知見は少ない。

フッ化物は、日本における歯磨剤の90%以上に配合されているう蝕予防の有効成分である。2023年には、日本口腔衛生学会、日本小児歯科学会、日本歯科保存学会、日本老年歯科医学会の4学会合同で策定されたガイドラインにおいて、各年齢層に推奨されるフッ化物濃度が引き上げられ、6歳以上に対しては1,400～1,500 ppmFの歯磨剤の使用が推奨されている。フッ化物のう蝕予防の機序としては、フルオロアパタイトの形成による歯質の溶解度の低下、フッ化カルシウムの形成による口腔環境への持続的なフッ化物イオンの供給が挙げられる<sup>16)</sup>。後者のフッ化カルシウムの形成はプロフェッショナルケアで適用されるフッ化物歯面塗布(9,000 ppmF以上)によって引き起こされるとというのが主流な考え方であるが<sup>17-20)</sup>その一方で、100～300 ppmF相当のフッ化物処理によっても、歯面にフッ化カルシウムが形成されるとの報告もある<sup>21,22)</sup>。また、フッ化カルシウムは歯の表面に形成されるため、歯面の粗さに影響を及ぼすことが考えられる。以上のことから、歯磨剤に配合される濃度域におけるフッ化物の処理によりフッ化カルシウムが形成され、歯面の粗さを変化させる可能性が考えられる。

そこで本研究は、歯磨剤に配合される濃度(1,450 ppmF)のフッ化物処理による脱灰エナメル質表面におけるフッ化カルシウムの形成が、表面粗さに及ぼす影響を明らかにすることを目的とした。

## 材料および方法

### 1. エナメル質試料の調製と脱灰処理

本研究では、凍結保存された亀裂のないウシ切歯を用いた。ウシ切歯60本の歯冠部唇側面をカーボラダム(ポイントHP, 松風, 京都)で研磨し、1 cm×1 cmにトリミングした。これをアクリルリング( $\phi=2.4$  cm)内にアクリル樹脂(ユニファストⅢ, ジーシー, 東京)を用いて包埋した。その後、樹脂から露出したエナメル質表面を耐水研磨紙(#400, #800, #2000, #4000)で鏡面研磨し、耐酸マニキュアを用いて4 mm×4 mm ウィンドウを作成した(図1-a)。

試料研磨後、表層下脱灰が進行した歯面を再現するために、既報<sup>23)</sup>に基づき調製された脱灰液(Ca: 2.2 mM, PO<sub>4</sub>: 2.2 mM, AcOH: 50 mM, pH 5.0)にエナメル質試料を24時間、37℃条件下で浸漬した。

### 2. 歯面に対するフッ化物の処理

脱灰処理後のエナメル質試料を1,450 ppmFになるように調製したフッ化ナトリウム溶液に60分間1回浸漬(1,450F-60 min×1回群)、または歯磨剤の使用場面を想定した処理時間として、3分間の浸漬を20回繰り返す処理

を施した(1,450F-3 min×20回群、各回の浸漬後、超純水で約5秒間試料を洗浄)。なお、Control群の試料は超純水に60分間浸漬した(図1-b)。加えて、フッ化カルシウムの形成量のフッ化物濃度依存性を評価することを目的として、950 ppmFのフッ化ナトリウム溶液に60分間1回浸漬する群(950F-60 min×1回群)を用意した。

### 3. アルカリ溶解性フッ素(フッ化カルシウム)の定量

エナメル質に形成されるフッ素を含む化合物は、主としてフルオロアパタイトとフッ化カルシウムであり、フッ化カルシウムは水酸化カリウム(KOH)溶液に溶解することが報告されている<sup>24)</sup>。そこで、エナメル質表面に形成されたフッ化カルシウム量を定量するために、フッ化物処理後のエナメル質試料を1 M KOH溶液に24時間室温で浸漬(アルカリ抽出)し、KOH溶液中のフッ素イオン濃度をフッ素イオン電極(9609BNWP, Thermo Scientific Orion, USA)を用いて測定した。なお、測定の際は2 M 塩酸を混合することでKOH溶液を中和し、イオン強度調整剤(TISAB Ⅲ, Thermo Scientific Orion, USA)を添加した後、直接測定法にて行った。測定されたフッ素イオン濃度からエナメル質の単位面積あたりのフッ化カルシウム量( $\mu\text{g}/\text{mm}^2$ )を算出した。なお、サンプルサイズは各データの正規性が確認できたn=6ずつとした。

### 4. エナメル質の表面粗さの測定

エナメル質の表面粗さを評価するため、原子間力顕微鏡(Atomic Force Microscope, Dimension Icon, Bruker, 以下, AFM)を用いて平均粗さ(Ra)を測定した。AFM測定は、試料調製直後(初期)、脱灰後、フッ化物処理後に実施し、以下の式に基づきフッ化物処理による表面粗さの減少率(以下、平滑化率)を算出した。各回の測定ではエナメル質表面のうち無作為に選択された5か所において2  $\mu\text{m}$ ×2  $\mu\text{m}$ の範囲で行い、5か所のRa値の平均値を測定値とし、サンプルサイズは各データの正規性が確認できたn=12ずつとした。

$$\text{平滑化率}(\%) = \frac{\text{脱灰後の Ra} - \text{フッ化物処理後の Ra}}{\text{脱灰後の Ra} - \text{初期の Ra}} \times 100$$

さらに、フッ化カルシウムの形成量が最大であった1,450F-60 min×1回群の試料およびControl群については、フッ化カルシウムが取り除かれたときの表面粗さの変化を考察することを目的として、アルカリ抽出を行った後の表面粗さの測定も併せて実施した。

### 5. 統計解析

統計解析には、R version 4.3.2を用いた。正規性はShapiro-Wilk検定により $p>0.05$ であることを確認し、解析にはパラメトリック検定を用いた。アルカリ溶解

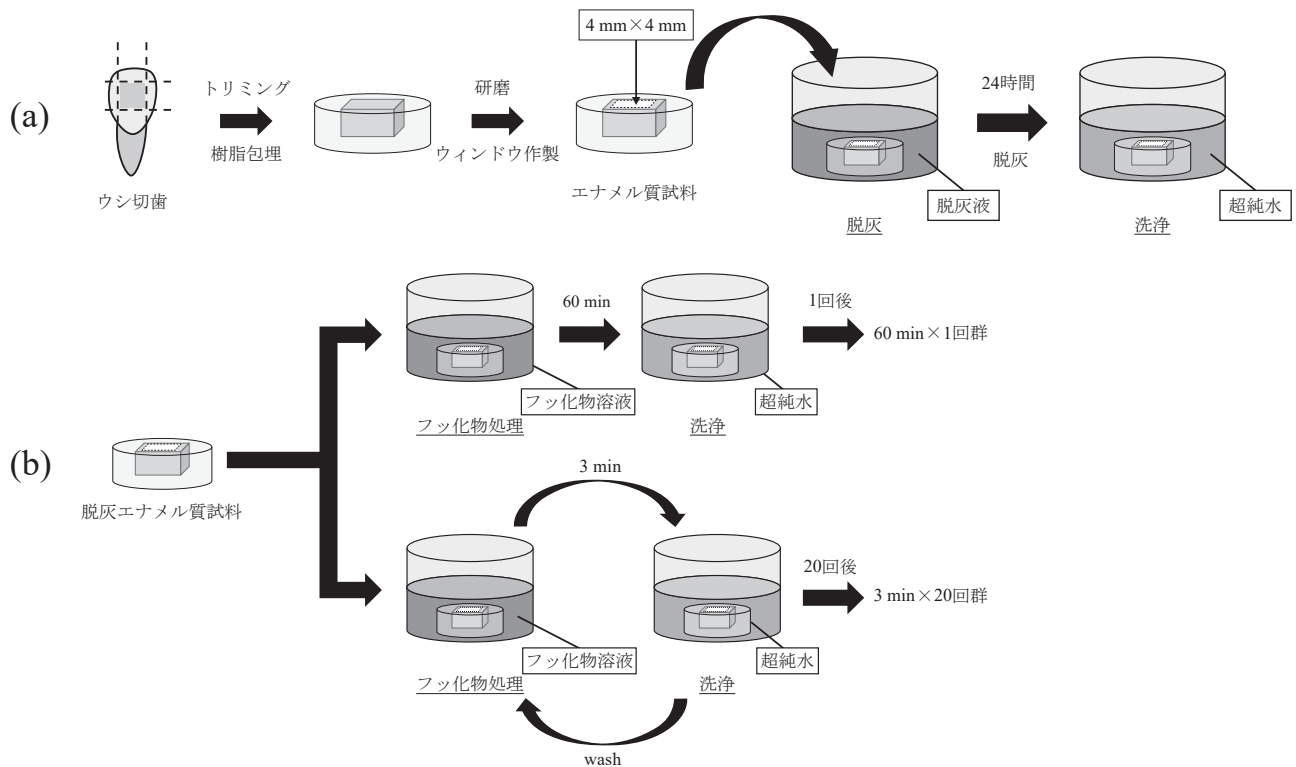


図1 実験フロー

(a) エナメル質試料の調製と脱灰処理, (b) フッ化物の処理方法

性フッ素量および平滑化率についてはANOVAを行い、有意な差が認められた場合には事後検定 (Tukey法) を行った。また、表面粗さの経時変化については、Repeated Measures ANOVA (反復測定分散分析) を用いた。いずれも有意水準は5%とした。

## 結 果

### 1. アルカリ溶解性フッ素 (フッ化カルシウム) 量

フッ化物処理を行った後の歯面から抽出されたアルカリ溶解性フッ素 (フッ化カルシウム) の定量値 ( $\mu\text{g}/\text{mm}^2$ ) を図2に示す。Control群と比較して、フッ化物を処理した群はいずれもフッ化カルシウム量が有意に高値を示した。また、処理するフッ化物濃度間の比較として、1,450F-60 min×1回群は950F-60 min×1回群と比較して有意に高値を示した。さらに、1,450F-60 min×1回群と1,450F-3 min×20回群の比較では、両群ともに処理時間の合計は60分間であるが、1,450F-60 min×1回群のほうが1,450F-3 min×20回群よりも高値を示す結果となった。

### 2. フッ化物処理による表面平滑化

初期、脱灰後、フッ化物処理 (1,450 ppmF) 後の Ra

値から算出した平滑化率を図3に示す。Control群に対し、1,450F-3 min×20回群および1,450F-60 min×1回群は有意に高い平滑化率を示した。なお、1,450F-3 min×20回群と1,450F-60 min×1回群の間に有意な平滑化率の差は認められなかった。最も平滑化率が高い値を示した1,450F-60 min×1回群に関して、AFMにより得た高さプロファイルを基に作成した断面形状の例を図4に示す。断面の形状から、脱灰による表面粗さの増加およびフッ化物処理による平滑化は本試験の測定領域 ( $2\mu\text{m}$  幅) において全域的に生じていることが認められた。

### 3. 表面粗さの経時変化

Control群および1,450F-60 min×1回群における初期、脱灰後、フッ化物処理 (1,450 ppmF) 後、アルカリ抽出後の Ra 値の経時変化を図5に示す。Control群では、脱灰により Ra 値が有意に増加した後、超純水浸漬後、およびアルカリ抽出後に有意な Ra 値の変化は認められなかった。一方で、1,450F-60 min×1回群では、脱灰により有意に増加した Ra 値が、フッ化物処理により有意に減少し、アルカリ抽出後には有意に増加した。なお、1,450F-60 min×1回群における脱灰後とアルカリ抽出後の Ra 値には有意な差は認められなかった。

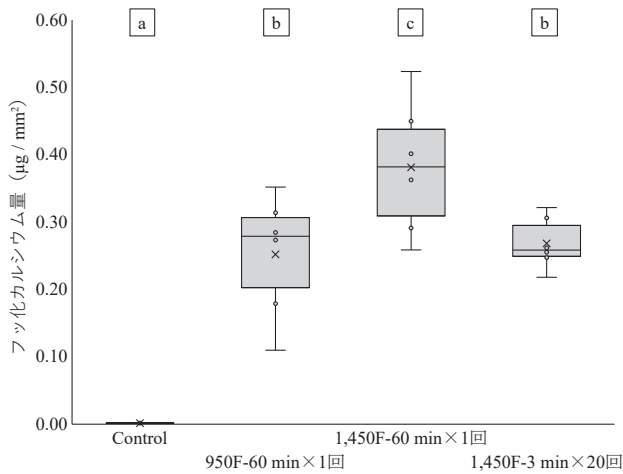


図2 エナメル質の単位面積あたりのフッ化カルシウム量 ( $\mu\text{g}/\text{mm}^2$ )  
 各群  $n=6$ ,  $\times$ 印は平均値. 群間比較はANOVA後にTukey法で多重比較を実施.  
 異なるアルファベット間で有意差あり ( $p<0.05$ ).

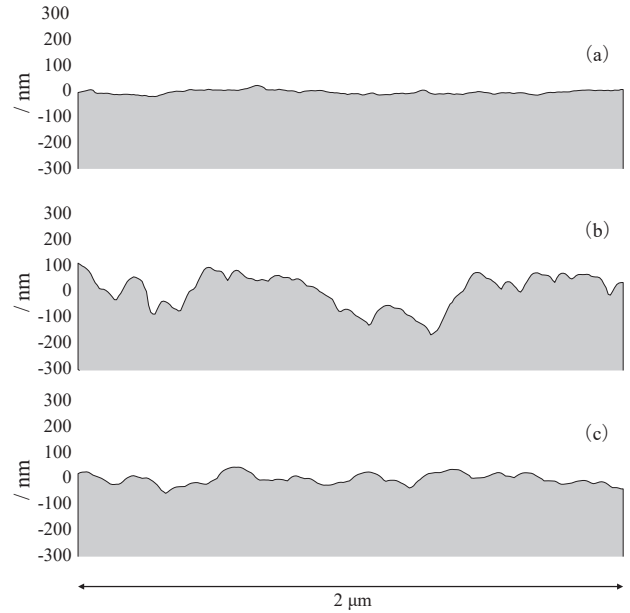


図4 断面形状 (2  $\mu\text{m}$  幅)  
 (a) 初期 (b) 脱灰後 (c) フッ化物処理後

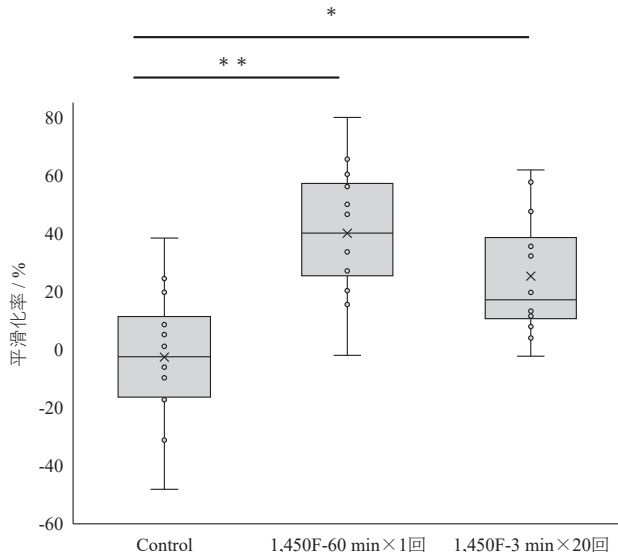


図3 フッ化物処理によるエナメル質表面の平滑化率 (%)  
 各群  $n=12$ ,  $\times$ 印は平均値. 群間比較はANOVA後にTukey法で多重比較を実施.  
 $*p<0.05$ ,  $**p<0.01$ .

## 考 察

本研究は、歯磨剤に配合される濃度 (1,450 ppmF) のフッ化物処理による脱灰エナメル質表面におけるフッ化カルシウムの形成が、表面粗さに及ぼす影響を明らかにすることを目的とした。結果として、1,450 ppmF 相

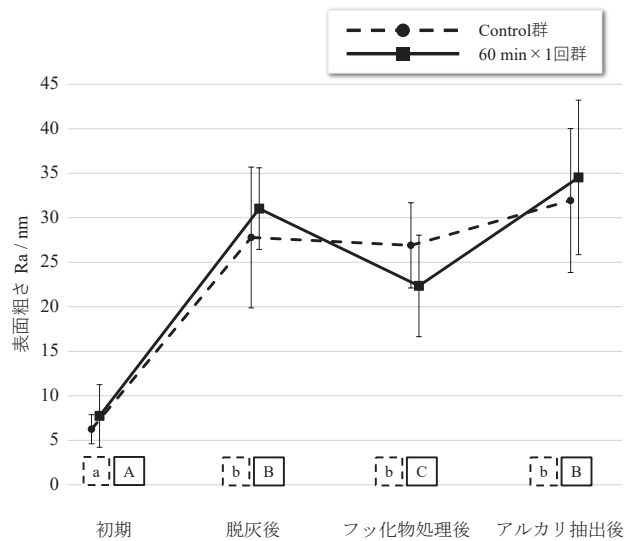


図5 表面粗さ (Ra/nm) の経時変化 (実線: 60 min×1回群, 破線: Control群)  
 平均値  $\pm$  標準偏差 ( $n=12$ ), Repeated Measures ANOVA, 異なるアルファベット間で有意差あり ( $p<0.05$ ).

当のフッ化物は、脱灰したエナメル質表面にフッ化カルシウムを形成し、歯の表面粗さを平滑化することが示唆された。

フッ化カルシウムの歯面への形成に寄与する処理条件として、フッ化物濃度や処理時間、pH条件などが考えられる。フッ化カルシウムの歯面への形成は高濃度

フッ化物製剤 (9,000 ppmF 以上) の処理において多く報告されており<sup>17-20)</sup>, これらの製剤は, フッ化カルシウムの形成に必要なカルシウムを歯面から溶出させるために pH が酸性側に調整されていることが多い。既報では, 臨床現場で広く用いられる pH 3.5, 9,000 ppmF 相当のフッ化物溶液を健全なエナメル質に 5 分間塗布した結果,  $0.68 \mu\text{g}/\text{mm}^2$  のフッ化カルシウムを形成することが報告されている<sup>25)</sup>。一方で, 本研究で確認されたフッ化カルシウムの形成量は, 950F-60 min×1 回群で  $0.25 \mu\text{g}/\text{mm}^2$ , 1,450F-60 min×1 回群で  $0.38 \mu\text{g}/\text{mm}^2$ , 1,450F-3 min×20 回群で  $0.27 \mu\text{g}/\text{mm}^2$ , であり, いずれも既報よりも低値であった (図 2)。既報と比較して本研究では, フッ化物溶液の濃度が 1/6 以下の濃度域であったことや, 溶液の pH が中性であったことはフッ化カルシウム形成に不利であったと考えられる。一方で, 処理時間は既報よりも長く, 事前の脱灰により歯面の多孔性や粗さが増加していた点はフッ化カルシウムの形成に有利に働いた可能性が考えられる<sup>26)</sup>。これらのことから, フッ化カルシウムの形成量にはフッ化物の処理時間や歯面の状態よりもフッ化物濃度や pH 条件の寄与が大きいことが考えられる。本試験において 1,450F-60 min×1 回群が 950F-60 min×1 回群よりもフッ化カルシウム量が有意に高値を示したことは, フッ化物濃度がフッ化カルシウムの形成量に寄与することを裏付けている。さらに, この知見を踏まえると, 4 学会合同のガイドラインにてフッ化物配合歯磨剤の推奨濃度が全年齢層において引き上げられたことは, 歯磨剤使用後の歯面に形成されるフッ化カルシウム形成量の増加にも資する可能性が考えられる。フッ化物濃度および処理時間の合計が同一の 1,450F-60 min×1 回群と 1,450F-3 min×20 回群の比較において, 1,450F-3 min×20 回群のほうがフッ化カルシウム形成量が有意に低い値を示した理由としては, 3 分間の処理ごとに行われた洗浄操作によって形成されたフッ化カルシウムの一部が脱離した可能性が考えられる。

フッ化物処理によるフッ化カルシウムの形成が歯の表面粗さへ及ぼした影響を明らかにするため, 歯面の平滑化率を評価した。結果として, 脱灰により増加した歯の表面粗さが, 1,450 ppmF のフッ化物処理により回復したことが確認された (図 3)。本試験では, 既報<sup>23)</sup>にて 14 日間かけてウシエナメル質の表層下脱灰層を形成するために用いられた脱灰液を採用した。本試験では既報と比べて浸漬時間が短いため (24 時間), わずかな表層下脱灰が進んだ状態であったと推察される。図 5 の結果より, 24 時間の脱灰によって有意な表面粗さの増加

がみられたことは, 表層下脱灰の進行の過程においては表層下だけではなく, 表層においても軽度な脱灰が進行し, 表面形状が変化することを示唆している。

1,450F-60 min×1 回群におけるアルカリ抽出前後の表面粗さを比較した結果 (図 5) では, 抽出前 (フッ化物処理後) と比較して抽出後では表面粗さが有意に増加し, 脱灰後 (フッ化物処理前) と同等の Ra 値を示した。本試験で行ったアルカリ抽出は, 歯面のハイドロキシアパタイトやフルオロアパタイトを溶出させることなく, フッ化カルシウムのみを溶出させるため, 1,450 F-60 min×1 回群における抽出後の有意な表面粗さの増加は, 表面に形成されていたフッ化カルシウムが溶出したことで生じたと考えられる<sup>24)</sup>。このことから, フッ化物の処理は, 脱灰により粗くなった歯面の凹凸の凹部を埋めるようにフッ化カルシウムを形成・沈着させることが示唆された。歯面の凹凸構造における凹部は, 脱灰に伴い表面の一部が欠損した結果として生じ, この領域は多孔性が高く, フッ化物との反応性が高いと推察される<sup>26)</sup>。そのため, 凸部と比較して凹部においてはフッ化カルシウムが優先的に沈着したと推察される。また, エナメル質の表面に形成されるフッ化カルシウムの粒径は 4~15 nm であると報告されている<sup>27)</sup>。図 4 で示される断面形状と照らし合わせた場合, 形成されるフッ化カルシウム粒子は, 脱灰により生じた表面の凹凸 (図 4-b) よりも微小であると考えられ, これらのフッ化カルシウム粒子の重層的な沈着が粗さの減少に寄与したと考えられる。また, 図 3 で示した平滑化率において 1,450F-3 min×20 回群が 1,450F-60 min×1 回群よりも低い傾向が示された理由として, 洗浄の過程で凹凸を埋めていた一部のフッ化カルシウムが脱離した可能性が考えられ, これは図 2 で示された抽出量の有意な差とも整合性が認められる。一方で, フッ化カルシウムの経時的な形成量の変化や洗浄による脱離の影響をより詳細に考察するためには, 今後, フッ化物の処理時間や洗浄回数を変えた試験が必要である。

一般的に, 物質の表面の光沢が確認されはじめる Ra 値は約 200 nm 以下からであるといわれており<sup>28)</sup>, 実際に目視で光沢が確認される PMTC 研磨後のエナメル質表面の Ra 値は約 30 nm であることが報告されている<sup>29)</sup>。一方で, 本試験で確認された Ra 値の範囲は約 5~40 nm の範囲であり, PMTC 研磨よりも微小なスケールの表面平滑化であった。このことから, 本研究で確認されたフッ化物処理による表面粗さの低下は, PMTC 研磨と比較して審美性に及ぼす影響は小さいと考えられる一方で, PMTC 研磨後の歯面をより平滑化

する手段になりうると考えられる。また、図2,3で示されたように、短時間の繰り返し処理においてもフッ化カルシウムが歯面に形成され平滑化効果が現れていることから、日々のセルフケアにおいてフッ化物を継続的に使用し、平滑化効果を累積することで審美性に寄与する可能性がある。フッ化物処理による粗さの変化が細菌やステインの付着に及ぼす影響に関しては、本試験の結果に該当するスケールでの粗さの変化と細菌やステインの付着の相関を示す報告がないため、更なる研究が必要である。

本研究の限界は、試験に用いたエナメル質試料の表面が事前に研磨されていたことであり、口腔内における歯の表面粗さを反映できていないことである。また、実際の歯磨剤の使用場面では、唾液により歯磨剤が希釈されることから歯面に作用する際のフッ化物濃度は低くなることが想定される。さらに、唾液に含まれるリン酸イオンはフッ化カルシウム形成時に夾雑物として取り込まれ、形成されるフッ化カルシウムの結晶性に影響を及ぼすことも留意する必要がある<sup>19)</sup>。これらの点を考慮し、より臨床に近い表面粗さを有する歯面に対して、唾液希釈条件下でフッ化物を処理した場合のフッ化カルシウムの形成や表面粗さの変化についてより研究を進める必要がある。

## 文 献

- 1) Koc Vural U, Bagdatli Z, Yilmaz AE et al.: Effects of charcoal-based whitening toothpastes on human enamel in terms of color, surface roughness, and microhardness: An in vitro study. *Clin Oral Investig* 25: 5977-5985, 2021.
- 2) Hu D, Gong J, He B et al.: Surface properties and Streptococcus mutans - Streptococcus sanguinis adhesion of fluorotic enamel. *Arch Oral Biol* 121: 104970, 2021.
- 3) Quirynen M: The clinical meaning of the surface roughness and the surface free energy of intra-oral hard substrata on the microbiology of the supra- and subgingival plaque: Results of in vitro and in vivo experiments. *J Dent* 22 Suppl 1: S13-16, 1994.
- 4) 中澤妙衣子, 天谷哲也, 平井義人: 漂白剤応用後の研磨が歯面の表面粗さと色調に及ぼす影響. *日歯保存誌* 49: 387-395, 2006.
- 5) 森川公博, 釜田 朗, 池嶋一兆ほか: 新素材歯面研磨ペーストによる表面研磨効果—各種素材に対する表面光沢度—. *日歯保存誌* 47: 460-468, 2004.
- 6) Piatek-Jakubek K, Nowak J, Boltacz-Rzepkowska E: Influence of infiltration technique and selected demineralization methods on the roughness of demineralized enamel: An in vitro study. *Adv Clin Exp Med* 26: 1179-1188, 2017.
- 7) Iijima M, Kawaguchi K, Kawamura N et al.: The effects of single application of pastes containing ion-releasing particles on enamel demineralization. *Dent Mater J* 36: 461-468, 2017.
- 8) Cross SE, Kreth J, Wali RP et al.: Evaluation of bacteria-induced enamel demineralization using optical profilometry. *Dent Mater* 25: 1517-1526, 2009.
- 9) Barac R, Gasic J, Popovic J et al.: In vitro effect of beer, red and white wine on the morphology and surface roughness of human enamel. *Adv Clin Exp Med* 32: 1241-1248, 2023.
- 10) Li P, Oh C, Kim H et al.: Nanoscale effects of beverages on enamel surface of human teeth: An atomic force microscopy study. *J Mech Behav Biomed Mater* 110: 103930, 2020.
- 11) Zheng J, Xiao F, Qian LM et al.: Erosion behavior of human tooth enamel in citric acid solution. *Tribology International* 42: 1558-1564, 2009.
- 12) Holmen L, Thylstrup A, Ogaard B et al.: A scanning electron microscopic study of progressive stages of enamel caries in vivo. *Caries Res* 19: 355-367, 1985.
- 13) Alkahtani R, Stone S, German M et al.: A review on dental whitening. *J Dent* 100: 103423, 2020.
- 14) Hilgenberg SP, Pinto SC, Farago PV et al.: Physical-chemical characteristics of whitening toothpaste and evaluation of its effects on enamel roughness. *Braz Oral Res* 25: 288-294, 2011.
- 15) Gaikwad RM, Sokolov I: Silica nanoparticles to polish tooth surfaces for caries prevention. *J Dent Res* 87: 980-983, 2008.
- 16) ten Cate JM: Review on fluoride, with special emphasis on calcium fluoride mechanisms in caries prevention. *Eur J Oral Sci* 105: 461-465, 1997.
- 17) Scholz KJ, Federlin M, Hiller KA et al.: EDX-analysis of fluoride precipitation on human enamel. *Sci Rep* 9: 13442, 2019.
- 18) 日本口腔衛生学会フッ化物応用委員会 (編): フッ化物応用の化学, 口腔保健協会, 東京, 第2版, 2018.
- 19) ten Cate JM, van Loveren C: Fluoride mechanisms. *Dent Clin North Am* 43: 713-742, vii, 1999.
- 20) Hattab FN, Wei SH, Chan DC: A scanning electron microscopic study of enamel surfaces treated with topical fluoride agents in vivo. *ASDC J Dent Child* 55: 205-209, 1988.
- 21) Larsen MJ, Jensen SJ: Experiments on the initiation of calcium fluoride formation with reference to the solubility of dental enamel and brushite. *Arch Oral Biol* 39: 23-27, 1994.
- 22) Bruun C, Givskov H: Calcium fluoride formation in enamel from semi- or low-concentrated F agents in vitro. *Caries Res* 27: 96-99, 1993.
- 23) ten Cate JM, Duijsters PP: Alternating demineralization and remineralization of artificial enamel lesions. *Caries Res* 16: 201-210, 1982.
- 24) Caslavská V, Moreno EC, Brudevold F: Determination of the calcium fluoride formed from in vitro exposure of human enamel to fluoride solutions. *Arch Oral Biol* 20: 333-339, 1975.
- 25) 何 陽介, 本川 渉, 宮崎光治: エナメル質初期蝕の再石灰化と酸性フッ素リン酸溶液のpHとの関係について. 小児

歯誌 44 : 385-395, 2006.

- 26) Spinola MDS, Tenuta LMA: Calcium pretreatment enhances fluoride reactivity with enamel and dentine. Arch Oral Biol 134: 105338, 2022.
- 27) Nelson DG, Jongebloed WL, Arends J: Crystallographic structure of enamel surfaces treated with topical fluoride agents: TEM and XRD considerations. J Dent Res 63: 6-12, 1984.
- 28) Yonehara M: Quantitative evaluation method of texture using surface texture parameters. J Jpn Soc Precis Eng 82: 944-947, 2016.

- 29) Amari Y, Takamizawa T, Kawamoto R et al.: Influence of one-step professional mechanical tooth cleaning pastes on surface roughness and morphological features of tooth substrates and restoratives. J Oral Sci 63: 133-138, 2021.

**著者への連絡先** : 中田裕万 〒132-0035 東京都江戸川区  
平井 7-2-1 ライオン株式会社研究開発本部口腔健康科学研究  
所

TEL : 080-2118-5088 FAX : 03-3616-5376

E-mail : y-nakata@lion.co.jp

---

# Effects of Calcium Fluoride Formation Induced by 1,450-ppm Fluoride Treatments on Surface Roughness of Demineralized Enamel

Yuma NAKATA, Masashi FUJIKI, Mitsuo KIMURA and Kei KURITA

Advanced Oral Health Science Research Laboratories,  
Research & Development Headquarters, Lion Corporation

**Abstract:** This study was aimed to clarify how calcium fluoride formation on the demineralized enamel surface influences surface roughness following treatment with an aqueous sodium fluoride solution containing 1,450-ppm fluoride.

Mirror-polished bovine enamel specimens were initially demineralized for 24 hours, and then they were subjected to either twenty 3-minute immersions or one continuous 60-minute immersion in a fluoride solution. The control group was immersed in ultrapure water for 60 minutes.

Alkaline-soluble fluoride (calcium fluoride) was extracted using potassium hydroxide and quantified using a fluoride ion-selective electrode. The surface roughness was evaluated using atomic force microscopy. Amounts of extracted calcium fluoride were significantly larger in both fluoride-treated groups than in the control, with the 60-minute immersion group yielding the highest values. Regarding surface roughness, the smoothing rate, defined as the percentage reduction in roughness achieved through fluoride treatment relative to the increase resulting from demineralization, was significantly higher in the fluoride-treated groups (25.3 and 40.0%, respectively) than control group (-2.6%). In the 60-minute immersion group, the surface roughness increased significantly after alkaline extraction. These findings suggest that treatment with a 1,450-ppm fluoride solution promotes calcium fluoride formation on demineralized enamel surfaces, thereby contributing to enhanced surface smoothness.

J Dent Hlth 76: 94-101, 2026

**Key words:** Fluoride, Enamel, Calcium fluoride, Surface roughness

**Reprint requests** to Y. NAKATA, Advanced Oral Health Science Research Laboratories, Research & Development Headquarters, Lion Corporation, 7-2-1, Hirai, Edogawa-ku, Tokyo, 132-0035, Japan  
TEL: +81-80-2118-5088/FAX: +81-3-3616-5376/E-mail: y-nakata@lion.co.jp