機能印象材の粘弾性に関する基礎的研究

九州歯科大学理工学教室(指導: 林 一郎教授)

大学院生 佐 藤 鎮 城

(昭和46年12月17日受理)

(本論文の要旨は昭和46年12月16日九州歯科学会12月例会において発表した)

FUNDAMENTAL STUDIES ON THE VISCOELASTICITY OF THE DYNAMIC IMPRESSION MATERIAL

By

Shigeki SATO

Department of Dental Physicotechnology (Director: Prof. Ichiro HAYASHI)

Kyushu Dental College, Kitakyushu Japan

The dynamic impression material changes in its physical properties with the lapse of time after mixing. To make clear such changes, the author measured relaxation of the trially made dynamic impression materials with a relaxometer and examined their viscoelastic behaviors. The results will be given in the following:

1. There are two types of commercial dynamic impression material. In one of them, relaxation time is extended, while in the other, reduced with a rise in modulus of elasticity.
2. The effect of ethanol in the mixing liquid on the mixture of the trially made dynamic impression material is that it acts as an accelerator at the initial period of hardening and as a plasticizer at the subsequent period.

I ま え が き

機能印象を採るに当っては、機能印象材の物性^{1~13)}を十分認識しておくことが不可欠の重要事である。一定の咬合圧が口腔粘膜とトレー(義歯)との間の機能印象材に加った場合、印象材がいかなる流動変形をするかを知り、その性質を利用して機能印象をとるのであるが、これを完全にまっとうするには、被印象体である患者の口腔粘膜の状態をも十分に調べ、これから材料がいかなる力を受けて流動変形をきたすかを知っておかなければならない^{14,15)}。しかし現在のところ印象体側も被印象体側も^{16,17)}その物性について、あまり具体的には研究されていない。そこで著者は歯科理工学の立場から印象体側である機能印象材について市販の印象材と類似の粘弾性挙動を示す印象材を試作し^{18,19)}、それを中心にずり応力緩和

和測定ならびに引張り応力緩和測定をおこなって、その応力緩和機構を明らかにした。被印象体側である口腔粘膜の粘弾性挙動に関しては、解剖・生理学的研究に俟つことにする。

II 実 験 試 料

1 試料の種類

本実験に使用した試料は、当教室で試作した機能印象材 HSFE と、現在市販されている機能印象材であるハイソフト、ダイナミックス、ハイドロキャスト(以下 HS, DM, HC と略記する)の4種類である。試作した印象材は、(HSの粉末)に液として(フタル酸ブチルベンジル+エタノール)を加えて反応させたものである。液の組成については表1に示す。測定に供した試

表1 試作印象材 HSFE の液の組成と粉液比

	試料記号	P/L	液の組成	
			エタノール(%)	フタル酸ブチルベンジル(%)
練和物試料	HSFE - 0	0.8	0	100
	- 5	0.8	5	95
	- 10	0.8	10	90
	- 20	0.8	20	80
	HSFE - 0	1.2	0	100
	- 5	1.2	5	95
	- 10	1.2	10	90
	- 20	1.2	20	80
	HSFE - 0	1.4	0	100
	- 5	1.4	5	95
	- 10	1.4	10	90
	- 20	1.4	20	80

表2 市販印象材の粉液比

	試料記号		P / L
練和物試料	H	S	0.8
	H	S	1.2
	H	S	1.4
	D	M	1.2
	H	C	1.2
プレス試料	H S P		粉末のみ
	D M P		"
	H C P		"

料の粉液比 (P/L 比) は, HSFE と HS では, 0.8, 1.2, 1.4 の 3 種類, DM と HC では 1.2 とした. なお粉末のみをプレスして作製した試料についても測定を行った (表 1, 2). 表中, HS, DM, HC, の後につく P は, P を付記した試料がそれぞれの機能印象材の粉末のみをプレスして製作した試料であることを意味している. また HSFE の後に付記した 0, 5, 10, 20 の数字は液中のエタノールの重量百分率を示す.

2 練和物試料の作製法

練和方法は, 室温 26°C²⁰⁾ のもとでビーカーに一定量の粉末をとり, 規定の粉液比になるように液を加え, 直ちに練和を開始する. 練和には歯科用セメントスパチュラを用い, 15秒間できるだけ速く攪拌する. 練和開始から 60秒以内に, すでにプレートのセットされているセルの中に流してむ.

3 プレス試料の作製法

アルミ箔を張った 16×16×0.3cm³ の大きさの 2 枚の

しんちゅう板の間に, HS, DM, HC の粉末約 3g を直径約 10cm, 厚さ約 0.3mm の円板状にしてはさみ, 180°C に加熱されたプレスで 300kg/cm² の圧を 5 分間かける. 加圧終了後直ちにプレスに流水 (水道水を直接用いる) を各回同一の条件で灌流せしめて冷却し, 厚さ 0.032cm のフィルム板を得た.

これを鋭利なカミソリで短冊形 (幅 0.127~0.145cm 長さ 4.70~5.25cm) に切り試料片とした²¹⁾.

4 試料の検定

a) 比重ならびに平均粒度; 測定にはベックマン空気比較式比重計, 島津直示平均粒度計を使用した. 測定結果は表 3 に示す.

表3 市販印象材の比重と粉末の平均粒度

	試料	H S	D M	H C
比重 g / cm ³	粉末	1.29	1.26	1.14
	液	1.03	1.03	1.04
平均粒度(μ)		95	48	90

b) 顕微鏡写真; 市販機能印象材の粉末粒子の形態と, これらに液を加えた時の形状変化を偏光顕微鏡 (×200) で観察した.

HS, HC の粉末は, 大小種々の球状粒子からなり, DM は少数の不整球状の大粒子と, 大部分をしめる不整形の微粒子からなっている. 観察は, それぞれの試料の比較的大きい粒子について行なった (図 1~3). またそれらの粒子のそれぞれに液を滴下した後, 5, 10, 150分の 3 時点における顕微鏡像を観察した (図 4~12).

HS の粒子は, 液に接触した表層部から膨潤が起こり, この膨潤したものは, 徐々に液中に溶解していく. 液に接触してから 60分でその直径は最初の約 1/2 となり, 150分で粒子は完全に液中に溶解し均一な溶液となる. これに対して, DM, HC の粒子は液を滴下しても何らの形状変化を示さず粒子の大きさは 1 日後でも変らない.

III 緩和測定の装置と方法

練和物試料にはずり応力緩和測定装置, プレス試料には引張り応力緩和測定装置をそれぞれ使用した. なおゴム状物質においては, 引張り緩和弾性率の約 1/2 がずり緩和弾性率に相当する²²⁾ので, 前者のデーターの 1/2 をとることにより両者を比較することは可能である.

図1 HS粒子

図2 DM粒子

図3 HC粒子

図4 HS液の滴下
後5分 図5 DM液の滴下
後5分 図6 HC液の滴下
後5分 図7 HS液の滴下
後10分 図8 DM液の滴下
後10分 図9 HC液の滴下
後10分 図10 HS液の滴下
後150分 図11 DM液の滴下
後150分 図12 HC液の滴下
後150分

1 ずり応力緩和

a) 測定装置

練和物試料の測定には九大工学部高柳研で試作された高分子溶融物用平板式応力緩和計を使用した^{23~25)}。装置の全景は図13, その構成模型図は図14に示す。

b) 測定方法

箱型のセルの中央にプレートをセットし、練和物をセル中に注入する。注入量はプレートの下端から85mmの水準までとする。測定は直接セルに連結させた微動ネジ

で瞬間的にセルに一定の変位を与え、この時のプレートに発生する力を、これに直結されている非接着型ワイヤストレインゲージ〔東洋測器K.K.製, TI-500-120型, 最大荷重500g〕を通してレコーダー〔松下電器K.K.製〕に記録し、プレートに発生した剪断力の時間的变化を測定した。セルの変位量はダイヤルゲージ〔精度0.01mm〕で読みとった。セルならびにプレートの形状は図14に示す。各部位の寸法はそれぞれA=90mm, B=70mm, D=10mm, L=85mm, b=20mm, d=0.3mm

図13 平板式ずり応力緩和測定機の全景

図14 平板式ずり応力緩和測定機の構成模型図

である。

c) ずり緩和弾性率 $Gr(t)$ の求め方

ずり緩和弾性率 $Gr(t)$ は, Hookeの法則より

$$Gr(t) = \frac{s(t)}{\gamma} = \frac{490}{Ss \cdot \gamma} S(t)$$

で与えられる²⁶⁾。

ただし, $S(t)$ は剪断力 (g重), Ss は $(b \times L)$ で練和物と接触しているプレートの片側の面積 (cm^2), γ はひずみである。ずり応力減衰状態の比較には, 1.2秒後の応力 ($s(1.2)$) を基準にとり, 各時間での応力の値 ($s(t)$) との比<相対ずり応力>を用いた。

2 引張り応力緩和

a) 測定装置

当教室で作製した応力緩和測定装置を使用した²⁷⁾。装置全景は図15, その構成模型図は図16に示す。

b) 測定方法

短冊形のプレス試料の両端をチャックではさみ, その一方の端を上部に固定されたストレインゲージ〔東洋測器K.K.製, TI-200-120型, 最大荷重200g〕につなぎ, 下端に瞬間的に一定の変位を与えて, ストレインゲージに発生する応力の時間的変化を電子管式自動平衡記録装置〔東洋測器K.K.製〕を用いて1,500秒間測定し, その値より引張り応力を算出した。測定温度は $26^\circ C$ であ

る²⁰⁾。

b) 引張り緩和弾性率 $Er(t)$ の求め方

引張り緩和弾性率 $Er(t)$ は, Hooke の法則より

$$Er(t) = \frac{f(t)}{\varepsilon} = \frac{9801}{Se \cdot \Delta l} F(t)$$

で与えられる。

ただし, $f(t)$ は試料に発生する引張り応力 ($dyne/cm^2$), $F(t)$ は引張り荷重 (g重), Se は試料の断面積 (cm^2), ε は引張りひずみ, l は試料のチャック間距離 (cm), Δl は引張り変位量 (cm) である。

引張り応力減衰状態の比較には, 1.2秒後の応力 ($f(1.2)$) を基準にとり, 各時間での応力の値 ($f(t)$) との比<相対引張り応力>を用いた。

IV 実験結果

すべての HSFE について, 練和開始後試料の膨潤にともなって生ずる緩和弾性率 $\{Gr(1.2)\}$ の時間的変化を測定した。その測定値は表4~6, グラフは図17~19に示す。これによると粉液比1.2で練和された HSFE において練和後 $\{Gr(1.2)\}$ が $4.0 \times 10^8 dyne/cm^2$ なるまでの所要時間は HSFE-20; 2.5分, HSFE-10; 3.3分, HSFE-5; 5.5分, HSFE-0; 14.8分であった。HSでは

図15 引張り応力緩和測定機の全景

図16 引張り応力緩和測定機の構成模型図

この時間は2.5分で HSFE-20の場合と同じであった。また HSFE-0 以外の 4 試料は、いずれも10分付近で {Gr (1.2)} の上昇率が著しく低下する。その低下の度合は、HSFE-20, HSFE-10, HSFE-5 の順に少なくなり、全く上昇率を変えない0%のものに接近する傾向が見られ

る。以上の傾向は粉液比0.8, 1.2, 1.4 の場合にも認められる。図20~25は図17~19における10分ならびに120分での相対応力の時間的変化を図示したものである。測定値は表7~12に示す。これによると練和開始後10分のもものでは、粉液比1.4の HSFE-10を除いた試料はいずれ

表4 HSFEならびにHS練和物 (P/L=0.8) のGr(1.2)

単位dyne/cm²

試料 時間(分)	HSFE - 0	HSFE - 5	HSFE - 10	HSFE - 20	HS
5			4.72×10^3	2.57×10^3	2.43×10^3
10		1.41×10^3	3.18×10^3	3.96×10^3	3.12×10^3
20		3.93×10^3	4.72×10^3	4.43×10^3	4.11×10^3
30		5.08×10^3	6.94×10^3	5.26×10^3	4.75×10^3
40		9.27×10^3	7.71×10^3	5.96×10^3	5.87×10^3
60	7.07×10^2	1.39×10^4	1.15×10^4	6.50×10^3	6.24×10^3
80	1.29×10^3	1.20×10^4	1.43×10^4	6.81×10^3	6.76×10^3
100	1.70×10^3	1.50×10^4	1.53×10^4	6.71×10^3	7.03×10^3
120	2.34×10^3	1.91×10^4	1.53×10^4		7.25×10^3
1190				8.50×10^3	
2100		4.76×10^4			
2730	1.15×10^5				
2770			2.24×10^4		
4100					8.41×10^3

表5 HSFEならびにHS練和物 (P/L=1.2) のGr(1.2)

単位dyne/cm²

時間(分)	試料	HSFE - 0	HSFE - 5	HSFE - 10	HSFE - 20	HS
5			3.57×10^3	8.38×10^3	7.40×10^3	7.96×10^3
10			8.95×10^3	1.34×10^4	1.11×10^4	1.29×10^4
20		1.22×10^3	1.41×10^4	2.74×10^3	2.30×10^4	2.84×10^4
30		2.20×10^3	2.40×10^4	4.73×10^3	3.52×10^4	3.41×10^4
40		2.79×10^3	3.50×10^4	6.75×10^3		4.63×10^4
60		6.10×10^3	6.88×10^4	1.08×10^5	6.00×10^4	6.29×10^4
80		6.56×10^3	1.05×10^5	1.35×10^5	7.61×10^4	7.61×10^4
100		1.04×10^4	1.33×10^5	1.52×10^5	7.84×10^4	7.84×10^4
120		1.21×10^4	1.77×10^5	1.67×10^5	8.29×10^4	8.29×10^4
1360			4.50×10^5			
1790					9.05×10^4	
2660						1.03×10^5
3820				3.19×10^5		
4490		1.36×10^6				

表6 HSFEならびにHS練和物 (P/L=1.4) のGr(1.2)

単位dyne/cm²

時間(分)	試料	HSFE - 0	HSFE - 5	HSFE - 10	HSFE - 20	HS
5			8.61×10^3	1.59×10^4	1.42×10^4	1.29×10^4
10		6.16×10^2	1.47×10^4	2.26×10^4	2.48×10^4	2.38×10^4
20		2.04×10^3	2.49×10^4	5.67×10^4	6.28×10^4	5.62×10^4
30		3.35×10^3	3.98×10^4	1.04×10^5	9.51×10^4	9.21×10^4
40		4.83×10^3	7.60×10^4	1.67×10^5	1.30×10^5	1.23×10^5
60		7.60×10^3	1.51×10^5	2.62×10^5	1.70×10^5	1.80×10^5
80		1.35×10^4	2.09×10^5	3.33×10^5	2.15×10^5	2.08×10^5
100		1.32×10^4	2.81×10^5	3.92×10^5	2.24×10^5	2.20×10^5
120		1.68×10^4	3.50×10^5	4.22×10^5	2.36×10^5	2.43×10^5
1000			9.16×10^5			
1160						3.07×10^5
1410				7.93×10^5		
2560		8.45×10^5				
3660					2.92×10^5	

も23秒付近以後で相対応力が時間軸にほぼ平行となり著しい応力緩和が見られない。練和後120分のもものでは、HSFE-0が最も緩和しにくく、その挙動は練和開始後10分で測定した試料の緩和挙動に類似している。相対応力が0.9, 0.8, 0.5, 0.2にまで低下するに要する時間(示性緩和時間)は粉液比があがるにしたがって、練和後10分、120分ともに短くなっている。その値は表13~14に示す。

図26~28は、HSFE-20と市販品HS, DM, HCをそれぞれ粉液比1.2で練和したものの練和開始後の{Gr(1.2)}の時間的变化と練和開始後10分および120分での相対応力の時間的变化を図示したものである。これらの測定

値は表15~17に示す。図26によると、HSFE-20はHSと同じ弾性率の上昇を示し、100分付近でともに 10^5 dyne/cm²という値となったが、HCは練和開始後4.3分ですでにHSFE-20, HSの100分後の値よりも高い値を示した。またDMは4試料中もっとも著しい弾性率の変化を見せ、練和開始後100分での値は、HSFE-20, HSのそれのおよそ20倍という高い値となった。図27, 28によると、練和開始後10分のもものではHSFE-20, HSが他のDM, HCに比べて緩和しにくく、練和開始後120分では逆に著しく緩和しやすくなるという結果が得られた。これはまた相対応力が、0.9, 0.8, 0.5, 0.2になるまで

表7 HSFE練和物(P/L=0.8)のs(t)/s(1.2)

— 練和後10分 —

試料 時間(秒)	HSFE -5	HSFE -10	HSFE -20
1.2	1.000	1.000	1.000
2	0.722	0.889	0.821
4	0.556	0.667	0.643
6	0.444	0.622	0.643
10	0.278	0.556	0.536
15	0.278	0.511	0.536
20	0.278	0.444	0.536
30	0.278	0.400	0.536
60	0.278	0.400	0.536
90	0.278	0.333	0.536

表10 HSFE練和物(P/L=1.2)のs(t)/s(1.2)

— 練和後120分 —

試料 時間(秒)	HSFE -0	HSFE -5	HSFE -10	HSFE -20
1.2	1.000	1.000	1.000	1.000
2	0.833	0.644	0.663	0.634
4	0.658	0.378	0.350	0.390
6	0.570	0.244	0.250	0.280
10	0.504	0.156	0.163	0.195
15	0.452	0.133	0.113	0.146
20	0.408	0.111	0.088	0.122
30	0.373	0.067	0.063	0.098
60	0.320	0.044	0.038	0.073
90	0.276	0.022	0.038	0.073

表8 HSFE練和物(P/L=0.8)のs(t)/s(1.2)

— 練和後120分 —

試料 時間(秒)	HSFE -0	HSFE -5	HSFE -10	HSFE -20
1.2	1.000	1.000	1.000	1.000
2	0.848	0.657	0.656	0.645
4	0.606	0.400	0.372	0.430
6	0.545	0.314	0.290	0.355
10	0.455	0.229	0.208	0.301
15	0.394	0.200	0.180	0.269
20	0.394	0.171	0.153	0.247
30	0.394	0.171	0.137	0.215
60	0.394	0.143	0.109	0.194
90	0.303	0.114	0.082	0.161

表11 HSFE練和物(P/L=1.4)のs(t)/s(1.2)

— 練和後10分 —

試料 時間(秒)	HSFE -5	HSFE -10	HSFE -20
1.2	1.000	1.000	1.000
2	0.862	0.791	0.714
4	0.725	0.594	0.543
6	0.656	0.525	0.547
10	0.573	0.453	0.343
15	0.528	0.406	0.314
20	0.472	0.369	0.286
30	0.450	0.322	0.286
60	0.381	0.250	0.256
90	0.344	0.172	0.257

表9 HSFE練和物(P/L=1.2)のs(t)/s(1.2)

— 練和後10分 —

試料 時間(秒)	HSFE -5	HSFE -10	HSFE -20
1.2	1.000	1.000	1.000
2	0.875	0.784	0.759
4	0.692	0.622	0.552
6	0.625	0.568	0.500
10	0.567	0.459	0.397
15	0.525	0.432	0.397
20	0.483	0.405	
30	0.442	0.378	
60	0.400	0.324	
90	0.400		

表12 HSFE練和物(P/L=1.4)のs(t)/s(1.2)

— 練和後120分 —

試料 時間(秒)	HSFE -0	HSFE -5	HSFE -10	HSFE -20
1.2	1.000	1.000	1.000	1.000
2	0.819	0.697	0.753	0.690
4	0.672	0.414	0.460	0.390
6	0.601	0.303	0.340	0.280
10	0.517	0.192	0.219	0.189
15	0.462	0.152	0.153	0.140
20	0.433	0.121	0.121	0.110
30	0.399	0.091	0.084	0.090
60	0.328	0.061	0.070	0.060
90	0.307	0.051	0.037	0.050

表13 HSFE練和物の示性緩和時間(秒)
— 練和後10分 —

P/L	s(t)/s(1.2)	0.9	0.8	0.5	0.2
	試料				
0.8	HSFE-5	1.5	1.9	5.0	*
	HS	2.0	3.5	11.0	*
	HSFE-10	2.0	3.5	13.5	*
	HSFE-20	2.0	3.5	*	*
	HSFE-0	*	*	*	*
1.2	HSFE-20	1.4	1.7	6.4	*
	HS	1.7	2.4	8.5	*
	HSFE-10	1.7	2.4	9.0	*
	HSFE-5	1.7	2.8	17.5	*
	HSFE-0	*	*	*	*
1.4	HSFE-10	1.5	2.0	7.7	78.0
	HS	1.4	1.6	4.8	*
	HSFE-20	1.4	1.6	4.8	*
	HSFE-5	1.7	2.8	15.7	*
	HSFE-0	*	*	*	*

* 各 s(t)/s(1.2)の値に対する示性緩和時間が90秒を越えグラフからの読みとりが不可能であったもの。

の示性緩和時間を著しく短かくしている。その値は表18, 19に示す。

HSFE-20の粘弾性挙動に類似した市販印象材HSを粉液比をかえて練和し、練和開始後の{Gr(1.2)}の時間的変化を測定した。これを表20, 図29に示す。図29によると粉液比が高くなるにしたがって{Gr(1.2)}の上昇速度が大きくなる傾向を示し、いずれの粉液比の試料も100分付近で上昇速度が大きく低下している。

図30, 31はHS試料の粉液比を0.8, 1.2, 1.4とし、練和開始後10分および120分で緩和試験を行ない、相対応力の時間的減少をみたものである。この図によると、粉液比が大きい試料ほど緩和しやすくなる傾向が見られた。図中のHSPの相対応力—時間曲線は、練和物中の液が練和物の粘弾性挙動にいかなる影響をおよぼすかを明確にするためのものである。この曲線では測定範囲90秒間の相対応力の減衰はほとんどみられなかった。測定値は表21, 22, 25に示す。

図32, 33, 34はHS, DM, HCの3試料について粉末だけを加熱融着したプレス試料と、粉液比を1.2とし練和開始後10分, 120分でそれぞれ測定した試料との相対応力の時間的減少を図示したものである。これによると

表14 HSFE練和物の示性緩和時間(秒) — 練和後120分 —

P/L	s (t)/ s (1.2)	0.9	0.8	0.5	0.2	0.1	0.05
	試 料						
0.8	HSFE-10	1.5	1.7	3.0	12.0	*	*
	HSFE-5	1.3	1.5	3.2	14.5	*	*
	HS	1.3	1.5	3.5	32.5	*	*
	HSFE-20	1.3	1.5	3.5	50.5	*	*
	HSFE-0	1.7	2.5	8.4	*	*	*
1.2	HSFE-10	1.5	1.8	3.0	8.0	18.0	*
	HSFE-5	1.5	1.8	3.0	8.0	22.5	*
	HS	1.3	1.5	3.0	8.5	25.0	*
	HSFE-20	1.5	1.8	3.0	10.4	30.0	*
	HSFE-0	1.7	2.5	10.0	*	*	*
1.4	HSFE-10	1.6	1.8	3.6	11.5	25.0	68.0
	HS	1.5	1.6	3.0	9.0	25.0	75.5
	HSFE-20	1.3	1.5	3.0	8.5	25.0	89.0
	HSFE-5	1.3	1.5	3.0	8.5	25.0	89.0
	HSFE-0	1.7	2.5	10.0	8.5	25.0	*

* 各 s(t)/s(1.2)の値に対する示性緩和時間が90秒を越えグラフからの読みとりが不可能であったもの。

表15 4種の機能印象材練和物 (P/L=1.2) のGr(1.2) 単位 dyne/cm²

試料 時間(分)	DM	HC	HS	HSFE-20
5	9.05×10^2	1.57×10^5	7.40×10^3	7.96×10^3
10	2.31×10^4	4.77×10^5	1.11×10^4	1.29×10^4
20	3.79×10^5	7.20×10^5	2.30×10^4	2.84×10^4
30	8.54×10^5	7.94×10^5	3.52×10^4	3.41×10^4
40	9.88×10^5	8.74×10^5		4.63×10^4
60	1.41×10^6	8.25×10^5	6.00×10^4	6.29×10^4
80	1.66×10^6	9.20×10^5	7.10×10^4	7.61×10^4
100	1.64×10^6	1.05×10^6	7.62×10^4	7.84×10^4
120	1.77×10^6	9.20×10^5	8.00×10^4	8.29×10^4
1150		7.92×10^5		
1790			9.05×10^4	
2660				1.03×10^5
4195	2.06×10^6			

表16 4種の機能印象材練和物 (P/L=1.2) の
s(t)/s(1.2)
—練和後10分—

試料 時間(秒)	HSFE-20	HS	HC	DM
1.2	1.000	1.000	1.000	1.000
2	0.759	0.798	0.899	0.827
4	0.552	0.619	0.757	0.642
6	0.500	0.535	0.677	0.561
10	0.397	0.488	0.577	0.457
15	0.397	0.417	0.503	0.382
20	0.397	0.417	0.450	0.329
30	0.345	0.345	0.381	0.258
60	0.293	0.274	0.280	0.113
90	0.293	0.274	0.238	0.003

表17 4種の機能印象材練和物 (P/L=1.2) の
s(t)/s(1.2)
—練和後120分—

試料 時間(秒)	DM	HC	HSFE-20	HS
1.2	1.000	1.000	1.000	1.000
2	0.984	0.951	0.634	0.637
4	0.952	0.879	0.390	0.363
6	0.936	0.841	0.280	0.261
10	0.909	0.769	0.195	0.169
15	0.888	0.720	0.146	0.140
20	0.872	0.681	0.122	0.109
30	0.851	0.632	0.098	0.092
60	0.808	0.533	0.073	0.061
90	0.779	0.473	0.073	

HS は練和後の経過時間が長くなると緩和しやすい練和物となるが, DM, HCでは緩和しにくい練和物となり, DMP, HCP の挙動に近づく傾向を示した. 測定値は表21~25に示す.

V 考 察

まず HSFE について考察を行なう. ずり緩和弾性率 {Gr(t)} は, いずれの試料においても時間とともに増大するが, 練和開始後10分付近までは, 練和液中のエタノール含有量が多い試料ほど大きな値を示し, 完全膨潤平衡に達したと思われる 2×10^3 分付近では逆にエタノール含有量が少ない試料ほど大きな値を示す (図17~

表18 4種の機能印象材練和物 (P/L=1.2) の示性緩和時間 (秒)
—練和後10分—

s(t)/s(1.2)	0.9	0.8	0.5	0.2
試料				
DM	1.7	2.5	8.5	40.0
HC	1.8	2.5	7.0	72.0
HS	1.8	2.5	8.5	*
HSFE-20	1.4	1.7	6.4	*

* 各 s(t)/s(1.2) の値に対する示性緩和時間が90秒を越えグラフからの読みとりが不可能であったもの.

表19 4種の機能印象材練和物 (P/L=1.2) の示性緩和時間(秒) —練和後120分—

$s(t)/s(1.2)$	0.9	0.8	0.5	0.2
試料				
HS	1.4	1.6	3.0	9.0
HSFE-20	1.5	1.8	3.0	10.4
HC	3.5	8.0	80.0	*
DM	10.0	60.0	*	*

* 各 $s(t)/s(1.2)$ の値に対する示性緩和時間が90秒を越えグラフからの読みとりが不可能であったもの。

表20 HS練和物のGr(1.2) 単位 dyne/cm²

P/L	0.8	1.2	1.4
時間(分)			
5	2.43×10^3	7.96×10^3	1.29×10^4
10	3.12×10^3	1.29×10^4	2.38×10^4
20	4.11×10^3	2.84×10^4	5.62×10^4
30	4.75×10^3	3.41×10^4	9.21×10^4
40	5.87×10^3	4.63×10^4	1.23×10^5
60	6.24×10^3	6.29×10^4	1.80×10^5
80	6.76×10^3	7.61×10^4	2.08×10^5
100	7.03×10^3	7.84×10^4	2.20×10^5
120	7.25×10^3	8.29×10^4	2.43×10^5
1166			3.07×10^5
2660		1.03×10^5	
4100	8.41×10^3		

表21 HS練和物の $s(t)/s(1.2)$ —練和後10分—

P/L	0.8	1.2	1.4
時間(秒)			
1.2	1.000	1.000	1.000
2	0.880	0.798	0.746
4	0.700	0.619	0.534
6	0.630	0.535	0.458
10	0.530	0.488	0.373
15	0.450	0.417	0.331
20	0.400	0.417	0.305
30	0.330	0.345	0.263
60		0.274	0.229
90		0.274	0.220

表22 HS練和物の $s(t)/s(1.2)$ —練和後120分—

P/L	0.8	1.2	1.4
時間(秒)			
1.2	1.000	1.000	1.000
2	0.665	0.637	0.692
4	0.455	0.363	0.400
6	0.375	0.261	0.292
10	0.302	0.169	0.200
15	0.255	0.140	0.150
20	0.236	0.109	0.125
30	0.200	0.092	0.092
60	0.175	0.061	0.067
90	0.164		0.042

表23 DM練和物(P/L=1.2)の $s(t)/s(1.2)$

試料	10分	120分
時間(秒)		
1.2	1.000	1.000
2	0.827	0.984
4	0.642	0.952
6	0.561	0.936
10	0.457	0.909
15	0.382	0.888
20	0.329	0.872
30	0.258	0.851
60	0.113	0.808
90	0.003	0.779

表24 HC練和物 (P/L=1.2)の $s(t)/s(1.2)$

試料	10分	120分
時間(秒)		
1.2	1.000	1.000
2	0.899	0.951
4	0.757	0.879
6	0.677	0.841
10	0.577	0.769
15	0.503	0.720
20	0.450	0.681
30	0.381	0.632
60	0.280	0.533
90	0.238	0.473

図17 HSFEならびHS練和物
($P/L=0.8$)の $Gr(1.2)$
弾性率—時間曲線

図18 HSFEならびにHS練和物
($P/L=1.2$)の $Gr(1.2)$
弾性率—時間曲線

図19 HSFEならびにHS練和物
($P/L=1.4$)の $Gr(1.2)$
弾性率—時間曲線

図20 HSFE練和物($P/L=0.8$)
の $S(t)/S(1.2)$ —練和後10分—
相対応力—時間曲線

図21 HSFE練和物($P/L=1.2$)
の $S(t)/S(1.2)$ —練和後10分—
相対応力—時間曲線

図22 HSFE練和物($P/L=1.4$)
の $S(t)/S(1.2)$ —練和後10分—
相対応力—時間曲線

図23 HSFE練和物($P/L=0.8$)
の $S(t)/S(1.2)$ —練和後120分—
相対応力—時間曲線

図24 HSFE練和物($P/L=1.2$)
の $S(t)/S(1.2)$ —練和後120分—
相対応力—時間曲線

図25 HSFE練和物($P/L=1.4$)
の $S(t)/S(1.2)$ —練和後120分—
相対応力—時間曲線

図26 4種の機能印象材練和物
($P/L=1.2$)の $Gr(1.2)$
弾性率—時間曲線

図27 4種の機能印象材練和物
($P/L=1.2$)の $S(t)/S(1.2)$
—練和後10分—
相対応力—時間曲線

図28 4種の機能印象材練和物
($P/L=1.2$)の $S(t)/S(1.2)$
—練和後120分—
相対応力—時間曲線

図29 HS練和物の $Gr(1.2)$
弾性率—時間曲線

図30 HS練和物の $S(t)/S(1.2)$
—練和後10分—
相対応力—時間曲線

図31 HS練和物の $S(t)/S(1.2)$
—練和後120分—
相対応力—時間曲線

図32 HS練和物($P/L=1.2$)およびHSPの $S(t)/S(1.2)$
相対応力—時間曲線

図33 DM練和物($P/L=1.2$)およびDMPの $S(t)/S(1.2)$
相対応力—時間曲線

図34 HC練和物($P/L=1.2$)およびHCPの $S(t)/S(1.2)$
相対応力—時間曲線

表25 3種のプレス試料の $f(t)/f(1.2)$

試料 時間(秒)	H C P	D M P	H S P
5	0.941	0.988	0.990
10	0.894	0.977	0.983
15	0.866	0.971	0.979
25	0.827	0.963	0.973
40	0.787	0.955	0.965
60	0.752	0.948	0.956
100	0.711	0.938	0.946

19). このように反応初期(練和開始後10分まで)においては, エタノール含有量の高いものほど $\{Gr(t)\}$ が大きくなっているのは, エタノールがその時期においては反応促進剤として作用しているからであると推測されるが, この作用はしだいに弱まり練和物が膨潤平衡に達するにつれて, エタノールは単なる可塑剤として作用するようになり, 完全平衡に達した時点ではエタノール含有量の大きなものほどその可塑化の程度が大きくなるものと考えられる. 反応の初期に印象採得開始に適した比較的高い $\{Gr(t)\}$ に急速に到達し, しかも膨潤平衡に達してからの $\{Gr(t)\}$ はあまり高くないという性質は, 臨床上好ましいものと考えるので, さらにアルコール量を多くした試料を試作して同様の測定を行なった. しかし練和液中のエタノール量が30%を越えると接着性が著しく低下し, プレート面でのすべりが生ずるため, ずり応力緩和測定は不可能になった.

相対応力の減少率の測定により, 練和開始後10分のものが, 120分のものよりも緩和しにくいという結果が得られた. これはつぎのような理由によるものと考えられる.

顕微鏡観察(図4, 7, 10)で明らかなように, 粉末粒子が練和液中に溶解し, 均一な溶液となっていくため, 液中に残存する溶質(粉末粒子)の体積が小さくなり, その量も減少する. したがって溶液中に残存する溶質粒子は, たがいに移動しやすくなり, 練和後の放置時間が長い試料ほど緩和しやすくなるのであろう.

つぎに HS, DM, HC の3試料について考察を行なう. HSの緩和挙動はHSFEのそれとよく類似しているから, これらは同じ緩和機構を有するものと考えられるが, DM, HCの2試料は上記の2試料とは全く異った緩和挙動を示す.

DM, HCでは, HS, HSFEとは逆に練和後の放置時間の長いものほど相対応力の減少率が小さく, 緩和しにく

くなっている. この種の試料では, HS, HSFE に見られる溶解現象は顕微鏡観察において明確に認め得なかった. 粉末粒子中の可溶性の部分だけが徐々に溶解し, 練和物の粘度を上昇させているものと思われる(図5, 6, 8, 9, 11, 12). したがって, 不溶分散粒子の液中での運動は起こりにくく, 緩和しにくいものと考えられる.

VI む す び

以上の考察からつぎのことが結論づけられる.

1 現在市販の機能印象材に2種類のタイプがある. その1つは練和液中に完全に溶解し, 均一な濃厚溶液となるもの, いま1つは可溶性部分と不溶性部分の混和物からなるものである. 前者は練和後の時間経過にともなう緩和しやすい材料となるが, 後者は緩和しにくい材料となる傾向を有する.

2 DM, HC タイプの試料はHSタイプの試料に比べ, ずり緩和弾性率 $\{Gr(1.2)\}$ が高い.

3 エタノールは膨潤速度を速める促進剤として作用するとともに可塑剤としても働き, 機能印象の目的には好都合である. しかし練和液中のエタノール量が30%を越えると接着性が著しく低下するので, エタノール量を極端に増やすことはできない.

4 粉液比(P/L)を大きくするとずり緩和弾性率は高くなる.

VII 臨 床 的 考 察

機能印象材は, 咀嚼運動, あるいは会話などの際に口腔内組織よりうける抑制に対し, 機能上適合した印象を採得するための印象材であるが, 理想的な印象材の機械的あるいは化学的所要性質を決定するには, 口腔内組織からうける力, 被印象体の力学的性質, あるいは口腔内の化学的諸条件を充分理解した上でなければならない²⁸⁻³³⁾. したがって本実験だけで機能印象材の良否を決定することは不可能なことである. それゆえ, 本実験の目的とした, 外力による印象材側の変形のしやすさという点のみから2~3の検討を加えることにする.

口腔粘膜よりうける力によって材料が永久変形を起こし, 口腔内の機能印象がうまく採得できるためには, 印象材は適度の弾性を持ち, しかも緩和時間が比較的に短いことが必要である^{34,35)}. この条件を満たすには, HSFE, HS タイプの印象材が適していると思われる(図32). このタイプの印象材は, 練和後の時間経過にともなう粘度が低下し, 緩和しやすい材料に変化していくか

らである。DM, HCタイプの材料では、練和後の時間が経過するにしたがって粘度が高くなり、緩和しにくくなる。このことは口腔内に長時間挿入しておいたとしても、その効果があまり現われない可能性がある。またこのタイプの材料は先のタイプのものと比較して、練和後120分での弾性率が約20倍である。したがって口腔内組織に密着させ機能的印象を忠実に採得する点からだけ見れば、HSFE, HSタイプのものの方が好ましいと考えられるが、長時間側でそれほど大きな変形を必要としないケースに対しては問題にしないでよいであろう。

稿を終るにのぞみ、本研究に終始懇切なご指導とご校閲いただいた恩師林一郎教授に深く感謝の意を表するとともに、実験上数多くのご教示をいただいた井上勝一郎助教授に衷心より謝意を捧げます。また本研究に種々ご協力いただいた教室員一同に謝意を表わします。

なお、本実験に対し装置の使用を快くお許しいたゞき、さらに何かとご助言を賜った九大工学部高柳素夫教授ならびに梶山先生および同教室員の皆様に心からなる謝意を表わします。

文 献

1. Heath, M. R. ; Functional Impression Materials (Tissue Conditioners), Some Clinical Aspects ; Dent. Pract., 17, 84~86, (1966).
2. Berry, D. C. ; A Functional Impression Materials ; Dent. Pract., 13, 289~290, (1963).
3. Chase, W. W. ; J. Pros. Dent., 11, 804, (1961).
4. Wilson, H. J., Tomlin, H. R., and Osborne, J. ; Tissue Conditioners and Functional Impression Materials ; Brit. Dent. J., 121, 9 ~ 16, (1966).
5. Boos, D. C. ; Preperation and conditioning of patients for prosthetic treatment : J. Pros. Dent., 9, 4~10 (1959).
6. Boucher, L. J ; Tissue Treatment and Function Impression Material : Mich State Dent. Ass. J., 45, 1-4, (1963).
7. Boucher, L. J ; J. Mich. Dent. Soc., 45, 377, (1963).
8. Braden, M. ; Paper presented at the British Society for the Study of Prosthetic Dentistry, (1965).
9. Lytle, R. B. ; J. Pros. Dent., 9, 539, (1959).
10. Vig, R. G ; J. Pros. Dent., 14, 214, (1964).
11. Wilson, H. J. ; J. Brit. Dent. 117, 536, (1964).
12. 川上道夫, 竹花庄治 ; Dynamic impression material のクリープとその回復 : 歯科工学雑誌, 6 (10), 7-11, (1965).
13. 川上道夫 ; 愛知学院大歯誌, 2 (1), (1964).
14. 津留宏道 ; 総義歯の基本問題とダイナミック印象法 : G-C 臨床シリーズ31, G-C 化学工業 K. K. (1970).
15. J. Jantzen ; Funkt Abdrucknahme mit vorhandenem Zahnersatz : D. Z. Z., 10, 7, 654~656, (1955).
16. 後藤廉平他2名 ; レオロジーとその応用, 312, 共立出版 K. K. (1970).
17. 金竹哲也 ; 歯科理工学通論, 267-268, 永末書店, (1970).
18. Braden, M. ; Tissue Conditioners, I. Composition and Structure : J. Dent. Res., 49, 145-148, (1970).
19. Braden, M. ; Tissue Conditioners II. Rheologic Properties : J. Dent. Res., 49, 496-501, (1970).
20. 高分子学会 ; レオロジーハンドブック, 463, 丸善, (1965).
21. 井上勝一郎, 林一郎 ; 歯科用レジンの動的粘弾性 : 歯科理工学雑誌, 9 (16), 11-12, (1968).
22. 寺沢寛一 ; 新訂物理学, 71-75, 裳華房.
23. 藤山光美他2名 ; 工業化学雑誌, 71, 540-545, (1968).
24. 藤山光美, 高柳素夫 ; 工業化学雑誌 ; 2, 1163-1168
25. 須ノ内勇次郎 ; 九州歯科学会雑誌, 24(5), 581-582, (1971).
26. 後藤廉平他2名 ; レオロジーとその応用, 27-28, 共立出版 K. K., (1970).
27. 井上勝一郎他2名 ; 合成ゴム印象材の応力緩和挙動について : 歯科理工学雑誌, 9 (17), 193, (1968).
28. Chase, W. W. ; Tissue Conditioning Utiliying Dynamic Adaptive Stress : J. Pros. Dent., 11, 804-815, (1961).
29. Roberts, A. L. ; Principles of Full Denture Impression Making and Thein Application in Practice : J. Pros. Dent., 1, 213-228, (1951).
30. Ryge, G., and Fairhurst, C. W. ; J. Pros. Dent., 9, 755-760, (1959).
31. Terrell, W. H. ; Relines, Rebases, or Transfers and Repairs : J. Pros. Dent., 1, 244-253, (1951).

32. Schulty, A. W. ; Comfort and Chewing Efficiency in Denturs : J. Pros.Dent., 1, 38—48, (1951).
33. Boucher, C. O. ; Impression Building : D. Survey, 22, 2062—2068, (1946).
34. Lytle, R B. ; The Management of Abused Oral Tissues in Complete Denture Construction : J. Pros. Dent., 7, 27—42, (1957).
35. Lythe, R. B. ; Complete Denture Construction Based on a Study of the Deformation of the Underlying Soft Tissue : J. Pros. Dent., 9, 539—551, (1959).