合着用セメントの機械練和

九州歯科大学保存学第1講座(主任:長野三代太教授)

高木英治・寺下正道・三浦 彰
長野三代太

昭和57年4月24日受付

Mechanical Mixing of Dental Cement

Eiji Takagi, Masamichi Terashita, Akira Miura
and Miyota Nagano

Department of Operative Dentistry (Chief: Prof. Miyota Nagano)
Kyushu Dental College, Kitakyushu, Japan

Effect of the mixing, manual mixing or mechanical mixing, was studied on some physical properties of dental cement. The cements employed were Unident, Fuji-Ionomer Type I, Elite 100 and Phosphacap. The last one is especially recommended by the manufacturer to be mixed mechanically.

Consistency, setting time, compressive strength, film thickness, disintegration, pH and temperature change during setting were examined for each of the cements mixed manually with a spatula on a slab or mechanically in a syringe. It is considered from the results that the first three cements may be generally unavailable for clinical use when they are mixed mechanically. In the case of 'Phosphacap', no significant differences could be found in its properties between the manual mixing and the mechanical mixing.

緒 言

歯科用セメントは合着用、修復用、裏装用など幅広い用途に用いられ、最も使用頻度の高い歯科用材料である¹⁾。この材料は粉末と液の2成分からなり、これらを練和して使用するものであるため、練和という操作がセメントの硬化後の物性に少なからず影響を与えることが考えられる²⁾。

従来よりセメントの練和は、セメントスパチュラと練板を用いる手練和が主である。手練和は術者や練和方法の違いによる物性の不均一、練和時間が長いことなどの欠点を持っており、これらの欠点を補うためには機械練和が良い方法だと思われる。しかしながら、機械練和は練和時間の短縮や常に同じ硬化物ができることが予測さ

れる反面、操作性や機械的性質の低下などの問題点を含んでいるようである。

今回機械練和専用で作られた合着用セメント Phosphacap を専用の機械練和器 Silamat で練和し、その物理的ならびに機械的性質を測定した。又、他の合着用セメント数種を同様に測定し、手練和の場合と比較することにより機械練和の問題点について検討を行った。

材 料

実験では VIVADENT 社製リン酸亜鉛セメント Phosphacap、三金社製水硬性カルボキシレートセメント Unident、G-C 社製ガラスアイオノマーセメント Fuji-Ionomer Type I 並びに、G-C 社製リン酸亜鉛セ

メントElite 100 を使用し、粉液比は メーカーの指示に従い全ての実験を行った。

各材料の機械練和は、Phosphacap のメーカー指示時間に準じ5秒とし、手練和はリン酸亜鉛セメントの日本工業規格T6602（以下JIS と略す）に従った。いずれも温度 $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相対湿度（以下RHと略す） $50 \pm 10\%$ の条件下で行った。

各実験とも試料毎に5個の試験片を作製し実験に供した。

方 法

I. 稠 度

練和した試料0.5mlをガラス板上に取り、練和開始から3分経過した後、これに重量20gのガラス板と100gのおもりをのせ、更に7分後即ち練和開始から10分経過後に試験片の最大・最小幅径を測定し、その平均値を稠度とした。

II. 硬化時間

硬化時間の測定には、Bovis らの考案によるコンポジットレジン用レオメーター³⁾を使用した。練和した試料を練和2分後に温度 37°C の恒温室内のレオメーターにセットし、直ちにレオメーターを駆動させ振幅が消失した時を練和開始から起算して硬化時間とした。

III. 圧縮強さ

ガラス板上においた円径6mm高さ12mmのステンレス製の型の中に練和した試料を填入した後、上面をガラス板で圧接し、練和開始から3分経過後、加圧したまま温度 37°C 、RH 100% の恒温恒湿器中に移した。30分経過後、試験片を型から取り出し、 37°C 蒸留水中に保存した。練和開始から24時間後、各試験片を蒸留水中から取り出し圧縮試験に供した。圧縮試験は東洋ボールドウィン社製万能引張り試験機テンシロンを使用し、ヘッドスピード5mm/minで行った。

IV. 被膜厚

練和した試料の少量を面積 2cm^2 、厚さ1.5mmの均等な厚さの2枚のガラス板の間にはさみ、練和開始から3分経過したとき、これに15kgの一定荷重を10分間加え、試料をはさんだまま2枚のガラス板の厚さを測定した。測定は4箇所行い、セメントをはさまない2枚のガラス板の厚さとの差を求め、その平均値を被膜厚とした。

V. 崩壊率

練和した試料をガラス板上においた円径20mm、高さ3mmのポリビニルシリコーン製の型の中に挿入した後

直ちに重量既知の白金線を挿入し、上面をガラス板で圧接して、練和開始から3分後に温度 37°C 、RH 100% の恒温恒湿器中に移した。1時間経過後、試験片を型から取り出し直ちに重量既知の秤量瓶に懸垂した状態で入れ秤量した。このときの重量から秤量瓶および白金線の合計重量の差を求め試験片の重量とした。これに50mlの蒸留水を入れ、温度 37°C の恒温器中で7日間保った後、試験片を取り出した。次に秤量瓶を 60°C の乾燥器に入れ中の蒸留水を蒸発させ、さらに温度 150°C で恒量となるまで乾燥させ、デシケーター中で放冷したのち秤量瓶の重量を計測し、蒸発残渣物の重量を求めた。崩壊率は次式より求めた。

$$\text{崩壊率} = \frac{\text{蒸発残渣物の重量}}{\text{試験片の重量}} \times 100$$

VI. 浸漬溶液のpH

ガラス板上に置いた内径12mm、高さ6mmのテフロン製の型に練和したセメントをいっぱい満たし、練和開始から10分後にこの試験片を型から取り出し、20mlの注射用蒸留水（扶桑薬品工業社製ワッサーフリー、pH7）の中に入れ、練和開始から30分まで経時的なpHの変化を測定し、pHの変動がほぼなくなった28分値をもってpHとした。pH測定にはpHメーター（東亜社製HM5B）を使用した。

VII 硬化中の発熱

内径10mm、高さ5mmのガラス製の型に練和した試料を流し込み、ただちに 37°C 、RH 100% の恒温恒湿器中に移し、その中央に表面温度計（安達計器社製HP4F(R)）の温度検出端子（針状）を刺入した。練和開始から10分までの温度を経時的に測定し、最高温度並びにその温度までの時間を求めた。

結 果

各実験における結果をTable 1, 2に示した。

1. 稠 度

メーカー指示の粉液比で練和したセメントの稠度は機械練和の方が手練和に比べて、いずれの材料も小さい値を示した。なおFuji-Ionomer と Elite 100 の機械練和は硬化が速く、稠度の測定ができなかった。

II. 硬化時間

機械で練和したセメントの硬化時間は手練和に比べていずれの材料も小さい値を示した。今回の測定方法はJISに記載されている方法とは異なるが、JISでの結果とほぼ近い値を示すことから、この結果とJISの規定と比べると、Elite 100を除き他はすべて規定範囲内であった。

Table 1 Physical and mechanical properties (specified in JIS)

Material	Mixing method	Consistency (mm)	Setting time (s)	Compressive strength (kg/cm ²)	Film thickness (μm)	Disintegration (%)
JIS	H	30±1	240 ~ 480	700 ↑	30 ↓	0.2 ↓
Phosphacap	M	26.5 (2.0)	337 (6)	550.3 (92.9)	45.2 (5.8)	0.06 (0.02)
	H	30.5 (1.2) **	387 (14) **	856.1 (40.4) **	42.6 (3.6) NS	0.05 (0.02) NS
Unident	M	28.6 (1.9)	292 (13)	702.1 (87.1)	26.2 (3.5)	0.22 (0.05)
	H	30.1 (1.1) *	331 (18) *	769.0 (33.0) **	15.8 (4.6) **	0.03 (0.01) **
Fuji-Ionomer (Type I)	M	—	244 (24)	640.6 (79.9)	72.2 (7.4)	2.60 (0.61)
	H	17.5 (1.5)	306 (20) **	1028.3 (89.1) **	52.5 (4.7) **	0.77 (0.12) **
Elite 100	M	—	—	719.6 (220.9)	—	0.29 (0.08)
	H	29.6 (0.5)	517 (14)	1208.0 (79.0) **	21.4 (2.4)	0.03 (0.01) **

JIS : Japan Industrial Standards T6602, H : at Hand, M : at Mixer,

* Significance at 0.05 level, ** Significance at 0.01 level,

NS : No significance, () : SD

Table 2 Physical and mechanical properties (not specified in JIS)

Material	Mixing method	pH (after setting)	Temperature during setting			
			Temp (°C)		Peak time (s)	
Phosphacap	M	4.8 (0.2)	NS	48.5 (1.1)	56 (11)	**
	H	4.7 (0.2)		41.5 (1.3) **	235 (22)	
Unident	M	6.2 (0.1)	**	46.6 (0.9)	115 (14)	**
	H	6.8 (0.1)		44.1 (0.6) **	306 (8)	
Fuji-Ionomer (Type I)	M	4.8 (0.1)	NS	46.9 (0.6)	112 (10)	**
	H	4.9 (0.1)		45.5 (0.4) **	179 (13)	
Elite 100	M	6.4 (0.1)	**	—	—	**
	H	5.8 (0.3)		55.1 (1.0)	189 (8)	

H : at Hand, M : at Mixer, ** Significance at 0.01 level,

NS : No significance, () : SD

Ⅲ. 圧縮強さ

機械で練和したセメントの圧縮強さは、手練和に比べていずれの材料も小さい値を示し、Phosphacap ならびに Fuji-Ionomer は JIS の規定を満たさなかった。

Ⅳ. 被膜厚

機械で練和したセメントの被膜厚は、Phosphacap を除き手練和に比べていずれの材料も大きい値を示し、JIS の規定を満たさなかった。Phosphacap に練和方法間の差はなかった。JIS の規定を満たしたセメントは、手練和による Unident と Elite 100 だけであった。

Ⅴ. 崩壊率

機械で練和したセメントの崩壊率は Phosphacap を除き、手練和に比べていずれの材料も大きい値を示した。今回の崩壊率の測定は JIS の条件より試料を大きくし、浸漬時間を長くして行った。このより厳しい条件下でも JIS の規定を満たしたセメントは Phosphacap と手練和した Unident と Elite 100 であった。

Ⅵ. 浸漬溶液の pH

手練和したセメントと機械練和したセメントの pH を比べると Phosphacap ならびに Fuji-Ionomer は差が

なく、Unident は機械練和の方が小さく、一方 Elite 100 は手練和の方が小さい値を示した。

VII. 硬化中の発熱

硬化中に測定した最高温度は、いずれの材料も機械練和したセメントの方が、手練和したものに比べて高い値を示した。また最高温度に達する時間は、いずれの材料も機械練和の方が手練和に比べて非常に短かく、特に Phosphacap は手練和の場合の $\frac{1}{4}$ 、Unident は $\frac{1}{3}$ の時間で最高温度に達した。なお機械練和した Elite 100 は硬化が速く、今回用いた測定方法では測定できなかった。

考 察

セメントの機械練和に使用したミキサー (Silamat) はタイマーと振動子の付属したもので、原理的には一般のアマルガムミキサーと同じものである。ただ振動子の部分にカプセルとシリンジの両方が取り付けられるようになっている (Fig. 1)。機械練和専用で作られた Phosphacap はシリンジの中に粉末と液体が隔離した状態で内蔵されている。使用時には小さいピストンを押し粉末の入っている部分に液を入れ、ミキサーに取り付けて練和する (Fig. 2)。練和後に先端のキャップとピストンが動くのを防止するためのホルダーを取りはずし、大きいピストンを押すとシリンジの先端から練和されたセメントが出てくるようになっている (Fig. 3)。これを使用する時は、直接シリンジから練和したセメントを鑄造体あるいは窩洞内に填入できることから、手練和したときに比べて時間が短縮でき、また清潔かつ器具等を汚さず、非常に便利である。しかしながら機械練和は狭い範囲内で急激に練和するため、反応が速く⁴⁾ また十分な練和ができないことが考えられる。

今回の実験結果から機械練和に予想された物性の均一化はみられず、むしろ手練和よりばらつきの多い傾向がみられた。これは十分な練和ができず、欠陥のある硬化物ができたためだと考えられる。特に圧縮強さの減少ならびに崩壊率の増大などがこのことを示している。

Phosphacap と Unident の機械練和における稠度ならびに硬化時間が手練和に比べて小さく、また被膜厚、硬化中の発熱などが大きな値を示しているが、機械練和にシリンジを使用するため操作時間をかなり短縮でき、大きな欠点とはならないであろう。しかしながら Fuji-Ionomer と Elite 100 における物性の低下は著しく、これらの材料を臨床で機械練和して使用することは不可能であることを示唆している。

反応速度が速すぎることによる欠点を改善するには、練和時の環境温度を下げる^{2,5)} ことが一つの方法である。しかし一般の診療室で下げる温度は限られているし、今回の $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ で行った実験結果から判断して、機械で練和した場合の Fuji-Ionomer と Elite 100 の物性の改善は無理であると思われる。

物性の低下の小さい Unident は、練和時間を延長することにより物性の改善が予想され、臨床で使用する可能性も考えられる。

機械練和専用に関市販された Phosphacap を指示通り練和した場合、他の合着用セメント (手練和) と比べて物性にやや差がみられた。しかしながら、手練和した

Fig. 1 Cement mixer 'Silamat'

Fig. 2 'Phosphacap' predosed in a syringe

Fig. 3 Injection of cement

場合の規格である JIS T6602 の規定に大きくはずれないことから、時間の短縮が必要なときやアシスタントのいない状況下では、使用価値のあるセメントであるといえる。

実験に使用した4種のセメントを機械練和した場合の材料間差は、手練和のそれと比べてその物性に大きな開きがでたのは、粉末と液のなじみや反応速度の違いが大きく影響していることと思われる。

結 論

合着用セメントを機械で練和することによる効果を検討するため、機械練和専用で作られた Phosphacap と他の合着用セメント数種を使用し、機械で練和した場合と手練和した場合とを物理的ならびに機械的性質で比較した。実験結果ならびに考察から次のように結論づけられる。

1. 機械で練和する場合、シリンジを使用するため手

練和よりも時間の短縮ができ、また清潔かつ器具等を汚さず非常に便利である。

2. 機械で練和(練和時間5秒)したセメントの物性はばらつきが大きく、十分な練和ができていないことが予想された。

3. 機械で練和したセメントは手練和の場合と比べて、稠度、硬化時間、圧縮強さが小さく、被膜厚、崩壊率、硬化中の発熱などが大きな値を示した。

4. Fuji-Ionomer と Elite 100 は、機械で練和して使用することは不可能である。

5. 機械練和専用の Phosphacap は、時間の短縮が必要なときやアシスタントのいない状況下では使用価値のあるセメントである。

稿を終わるにあたり、御助言を賜りました歯科理工学教室小園凱夫助教授に深く感謝します。

引 用 文 献

- 1) Phillips, R. W. : *Skinner's science of dental materials*. 7th ed., Saunders, Philadelphia, 1973, 466—525.
- 2) 岩本次男 : 合着用セメントの正しい扱い方. デンタルダイヤモンド 4 : 42—43, 1980.
- 3) Bovis, S. C. and Wilson, H. J. : Setting characteristics of composite filling materials. Br. Dent. J. 131 : 352—356, 1971.
- 4) 寺下正道・大木達雄・野見山聡・慶田安弘・高木英治・大庭容子・小川孝雄・佐々木一彦・森 敏夫・長野三代太 : 水硬性カルボキシレートセメントに関する研究. 第5報 臨床的評価. 日歯保誌 23 : 116—124, 1980.
- 5) Vermilyea, S., Powers, J. M. and Craig, R. G. : Rotational viscometry of a zinc phosphate and polyacrylate cement. J. Dent. Res. 56 : 762—767, 1977.