合着用セメントの計量誤差とその影響

第3報 コンシステンシーの変動

横山 有紀・大原 茂・田島 清司
深水 康寛・柿川 宏・小園 凱夫

九州歯科大学歯科理工学講座（主任：小園凱夫教授）

平成5年6月21日受理

Effects of Dispensational Errors of Luting Cements on Their Characteristics

Part 3. Changes in Consistency of Cement Slurry

Yuki Yokoyama, Shigeru Ohara, Kiyoshi Tajima,
Yasuhiro Fukamizu, Hiroshi Kakigawa and Yoshio Kozono

Department of Materials Science (Chief: Prof. Yoshio Kozono)
Kyushu Dental College, Kitakyushu, Japan

It was demonstrated in the previous report that the setting time, film thickness and compressive strength of the luting cements were significantly changed by the variation of powder/liquid (P/L) ratio within the dispensational errors. In the present report, the changes in consistency of the cement slurry resulting from dispensational errors were examined.

Significant differences in fluidity were found among the materials used but not among the cement types. The fluidity was significantly decreased with increase in the P/L ratio over the standard ratio recommended by the manufacturer and the slurry could no more get the standard consistency specified for the zinc phosphate cement at the maximum P/L ratio within the dispensational errors in most of the materials used. As the P/L ratio decreased beneath the standard ratio, the fluidity was significantly increased to yield the standard consistency interacting with the time elapse after the end of mix in all the materials. The foregoing results will be also applied to the clinical practice to intentionally alter the P/L ratio to get the proper consistency if only referring the effects on the other characteristics demonstrated in the previous papers.

Key words : Luting cement / Dispensational error / Consistency / Powder/liquid ratio

緒 言

合着用セメント練和時の粉液比は、練和物ならびに硬化後の諸物性に大きな影響を及ぼす¹⁻⁶⁾。著者らは第1

報⁷⁾において、合着用セメントの粉末および液の採取時に生じる計量誤差とそれに伴って起こり得る粉液比の変動がメーカー指示の標準値 $\pm 5 \sim 50\%$ になることを明らかにした。続く第2報⁸⁾においては、この計量誤差範

囲内での粉液比の変動によって、硬化時間、被膜厚さならびに圧縮強さに大きな差異があらわれることを報告した。このような諸性質の変動は、修復物の浮き上がりや耐久性等に影響を及ぼすことも危惧され、粉液比の変動による練和物への影響について、さらに考察を加える必要がある。本報では、修復物合着時の影響を検討するために、計量誤差範囲内での練和物のコンシステンシー（粘稠度）、ならびに実際の臨床場において熟練者が最適コンシステンシーと判断している練和物の粉液比について調べた。

実験材料および方法

表1には、実験に用いた8種類の市販合着用セメントを示す。粉液比は、メーカー指示の標準値、ならびに第1報⁷⁾で調査した粉末および液の計量誤差範囲内で生じ得る最小および最大値とした。各粉液比で、メーカー指示の方法に従って練和し採取した0.5 mlのセメント泥に、歯科用リン酸亜鉛セメントの規格（JIS T 6602）に準じて荷重（120 g）を負荷し、練和開始から10分後に円板状に広がったセメントの直径を計測した。実験は23 ± 2℃、相対湿度60%の室内で行った。リン酸亜鉛セメントの規格によれば、荷重を負荷する時期は練和開始から3分後とされている。しかし、セメントのタイプならびに製品によって練和時間がそれぞれ異なっており、練和開始時を起点とするより練和終了時からの経過時間に対してコンシステンシーの変化を比較の方が実際のと考えられるため、本実験では練和終了から30秒

後、1分後、2分後と以後セメントの直径が規格下限値（29 mm）になるまで1分毎に設定した。

いずれの測定も、各条件について3回ずつ行った。

実験結果

図1は、計量誤差範囲内での粉液比の変動によるコンシステンシーへの影響を示す。練和終了から30秒後、1分後、・・・の負荷時期を順次A-0.5, A-1,・・・とし、各粉液比でリン酸亜鉛セメントにおける規格の下限値を下回るようになるまで負荷時期を延長してセメントの直径を求めた。いずれの負荷時期においても、粉液比が大きくなるにつれて、セメントの直径は著しく減少し（ $p < 0.01$ ）、標準粉液比での練和物と比較して±数～60%程度の変化が認められた。変動量はカルボキシレートセメントで最も小さく、他のタイプの1/2程度であった。

標準粉液比で練和した場合は、EP, HP, FGは練和終了から2分後までリン酸亜鉛セメントの規格による標準コンシステンシー（セメントの直径29～31 mm）に近い広がり直径を示した。LCおよびCCは、練和終了後比較的長時間大きな広がりを示し、5分後に初めて規格下限値を下回るようになった。これに対して、SPおよびHCでは練和終了から30秒を過ぎると規格下限値以下となり、さらにHGでは練和終了後30秒ですでに規格下限値を大きく下回っていた。

計量誤差範囲内で最小値の粉液比で練和すると、標準粉液比の場合と比較して、セメントの広がり数は数～60%

表1 使用した合着用セメントと計量誤差による粉液比の変動

材 料	コード	粉 液 比			メーカ-
		最 小	標 準	最 大	
リン酸亜鉛セメント					
エリートセメント100	E P	1.22	1.76	2.45	ジーシー
ハイボンド ジンクセメント	H P	1.09	1.98	2.27	松 風
スーパーセメント	S P	1.51	1.93	2.68	松 風
ポリカルボキシレートセメント					
リブカーボ	L C	1.48	2.00	2.60	ジーシー
ハイボンド カルボセメント	H C	1.57	2.20	2.64	松 風
カルロン SmFP	C C	1.69	1.80	2.47	三 金
ガラスアイオノマーセメント					
フジアイオノマー タイプI	F G	1.15	1.80	2.35	ジーシー
ハイボンド ガラスアイオノマーC	H G	0.75	1.50	1.53	松 風
合着用

図 1-1 計量誤差範囲内でのコンシステンシーの変化

図1-2 計量誤差範囲内でのコンシステンシーの変化

程度が大きくなった。また、最大の粉液比で練和すると、LCを除く他のいずれのセメントにおいても、練和終了から30秒ですでに規格下限値を下回るようになった。

各荷重負荷時期に対して、規定された標準コンシステンシーが得られる粉液比の範囲を図1から求めて図2に示す。粉液比が小さくなるにつれて、標準コンシステンシーを得るための荷重負荷時期は遅くなっていったが、その程度は材料によって異なっており、計量誤差範囲内での最小粉液比では練和終了から5～6分後になるものもあった。粉液比が標準より大きくなった場合、SP、HCおよびHGでは流動性が小さく、練和終了から30秒後でも標準コンシステンシーを得ることはできなかった。EP、HPおよびFGにおいては、標準から10%程

度まで粉液比が増大しても、練和終了から30秒～1分で標準コンシステンシーが得られた。LCおよびCCでは標準より粉液比が大きくなっても流動性が大きく、計量誤差範囲内の最大粉液比でも標準コンシステンシーを得ることができた。

考 察

合着用セメントの標準粉液比はメーカーによって指示されており、付属のスプーンを用いて計量した粉末量と液数滴で一応標準比が得られるようになっている。しかし、前報^{7,8)}に報告されているように、採取方法によって粉末および液量に計量誤差が生じ、その誤差範囲内でも硬化時間、被膜厚さおよび圧縮強さに粉液比の変動の影響が大きくあらわれる。臨床においては、粉液比、練和方法ならびに練和時間などについて、必ずしもメーカーの指示に従ってセメント練和物が準備されているわけではない。その理由として、強さを持たせて耐久性をよくしようという目的で粉末量を多くしたり、あるいは合着時の修復物の浮き上がりを防ぐために液量を多くするというように、意図的に標準とは異なる粉液比を用いることがあげられる。大きなスパンのブリッジを合着する場合には、操作に手間取っても十分な流動性が失われないように、幾分液量を多くする必要も生じてくる。図3は開業歯科医院で用いられている粉液比の調査結果の一部を示している。ブラインドテストにより、熟練したスタッフが最適コンシステンシー（粘稠度）と判断したときの粉液比を測定し、プロットしたものである。第1報の粉および液の採取時に生じる計量誤差と比較すると、材料によっては標準粉液比からの差が計量誤差を上回るほど薄練りあるいは濃練りしている医院もある。各材料に対してそれぞれの医院が一定の傾向を示していることから、これらの医院の粉液比には経験を通じた意図的な要素が十分に感じられる。一方、適当量の粉末と液を練和板に取り、歯科医師の操作上の好みに合ったコンシステンシーを得ることだけに気を配りながら、タイプ間の相違やメーカー指示の練和方法や練和時間などほとんど無視し、適当に練和していることも多いように思われる。操作性を考慮すれば、練和終了直後のセメント泥のコンシステンシーだけではなく、その後の時間経過に伴うコンシステンシーの変化を十分把握しておく必要があるものと考えられる。

コンシステンシーは、硬化時間とならんで合着による修復物浮き上がりの尺度である被膜厚さ^{9,10)}に影響を及ぼす。リン酸亜鉛セメントについては、練和開始3分後

計量誤差による粉液比の変動(%)

計量誤差による粉液比の変動(%)

図2-1 標準コンシステンシーとなる粉液比の変動

□ : 計量誤差範囲

▨ : 標準コンシステンシーとなる粉液比

に 120 g の荷重を负荷し、練和開始 10 分後に計測したセメントの広がり直径が 29 ~ 31 mm となるように、標準コンシステンシーが規格で定められている。一方、カルボキシレートセメントならびにガラスアイオノマーセメントでは、標準コンシステンシーに関する規定がない。そこで、タイプは異なっても、合着時に必要とされるセメント泥の流動性は同等と考えられるため、本実験にお

いてはリン酸亜鉛セメントの規格を基準とした。コンシステンシー測定のための负荷時間は、練和開始から 3 分後と規定されている。リン酸亜鉛セメントについては、規格で練和時間は 1 分 30 秒とされており、古くからある製品は規格に従った練和方法を採用し、使用書にその方法を指定している。しかし、市販カルボキシレートセメントおよびガラスアイオノマーセメントの練和時間は

計量誤差による粉液比の変動(%)

図2-2 標準コンシステンシーとなる粉液比の変動

□ : 計量誤差範囲
 ■ : 標準コンシステンシーとなる粉液比

図3 ブラインドテストによって熟練者が最適コンシステンシーと判断した粉液比

□ : 計量誤差範囲
 ● : A医院 ■ : C医院
 △ : B医院 ○ : D医院

通常 30 秒～1 分であり、リン酸亜鉛セメントにおいても練和時間を 30 秒～1 分と指定している製品もある。したがって、練和開始から 3 分後に負荷すると、練和を終了してから負荷するまでの経過時間が製品によって異なることになり、測定結果を単純に比較することが困難になってくる。このようなことから、練和終了後の操作時間ならびにコンシステンシーの変化を比較検討するには、練和開始ではなく本実験のように練和終了を起点として負荷時期を設定した方が妥当であろうと思われる。

メーカー指示の標準粉液比で練和した場合、セメント泥のコンシステンシーは一般にカルボキシレートセメントで低くなる傾向がみられ、とくに LC および CC は用いた材料の中で最も低く、練和後の初期には加圧によってかなり大きな広がりを示した。時間経過とともに流動性は減少したが、標準コンシステンシーを示す円板直径の下限値を下回るようになるのは練和終了から 4～5 分後であった。これらの 2 つの材料を除けば、セメントのタイプ間より製品間の差の方が大きいように思われた。EP, HP および FG は練和終了から 30 秒後に標準コンシステンシー近くにあり、2 分後程度まで標準値を示した。SP, HC および HG は流動性が悪く、練和終了後 30 秒ですでに直径の下限値以下であった。とくに HG は他に比べて著しく流動性が悪く、また時間経過に伴う流動性の低下も著しかった。これらのことから、LC および CC は練和終了後操作時間に十分余裕があることがわかり、大きなスパンのブリッジの合着に好都合であると考えられる。EP, HP および FG では、練和終了後 2 分までに合着操作を終わることが必要であろう。とくに FG は 2 分後までは良好なコンシステンシーを維持したまま経過し、2 分を過ぎると急速に流動性を失っていくという特徴を示した。これは 2 分まで硬化が緩やかで、2 分を過ぎると急速に硬化が進むことを意味しており、2 分以内に操作が終わるような合着に使用するセメントの操作性としては非常にすぐれたものであるといえる。一方、流動性の小さな SP, HC, HG を用いる場合は、練和終了後できる限り迅速に合着操作を終えるべきであろう。

粉液比が変化すると、セメント泥の広がりほぼ直線的に著しく変化し、材料によって程度は異なるが、計量誤差範囲内では標準粉液比の場合と比較して数～60% 程度の変化が認められた。また、セメント泥の広がりを経時的変化を示すことから、標準粉液比で適当な時間に標準コンシステンシーが得られない材料でも、粉液比ならびに負荷時期を調節することによって、適切なコンシ

ステンシーを得ることは可能である。

標準粉液比での練和において大きな流動性を示した LC, CC は、計量誤差のすべての範囲内で粉液比が変わっても、負荷時期を調整することによって標準コンシステンシーを得ることができた。LC には、粉末および液の採取方法によって±約 30% の計量誤差が生じる。30% 粉液比が大きくなっても、練和終了から 2 分後までは標準コンシステンシーとしての直径の下限値以上の広がりを見せており、十分な流動性を持っているといえる。前報⁸⁾において、硬化時間はやや短縮されるがむしろ好ましい時間になっており、圧縮強さの増大もみられた。被膜厚さの変化は小さく、最大粉液比でも規格上限値を幾分上回る程度であり、多少粉液比が大きくなっても大きな問題は生じないことがわかった。一方、粉液比が小さくなった場合、とくに他の材料より広がり著しく大きくなることはなかったが、標準コンシステンシーに達するまでには、練和終了後 5 分以上経過しなければならない。また、硬化の遅延も著しく、最小粉液比では 14 分まで遅延した⁸⁾。このようなことから LC では標準粉液比あるいはやや大きい粉液比で練和する方が望ましいと思われる。しかし、実際の使用にあたっては開業医院によってコンシステンシーの好みがわかれ、かなり濃練りするとところと薄練りするところがみられた (図 3)。標準～濃練りを最適コンシステンシーであると判断している医院では適当な硬化時間および圧縮強さが得られていると予測されるが、薄練りを最適であると判断している医院においては、硬化の著しい遅延ならびに耐久性への影響について十分把握しておく必要があるものと考えられる。CC の場合、計量誤差による粉液比の変動は大きくなる側に偏っていた⁷⁾。本実験におけるコンシステンシーならびに前報⁸⁾の諸性質の変化を考察すると、標準の 30% 以上に粉液比が大きくならなければ、大きな問題は生じないといえる。

標準粉液比での練和において規格に合致した EP, HP ならびにそれらとほぼ同等のコンシステンシーを示した FG は、計量誤差範囲内での最大粉液比で練和するとセメントの広がり著しく小さくなった。粉液比が標準より 20% 以上大きくなると、荷重負荷を早めても規格下限値を上回することはできず、標準コンシステンシーを得ることはできないことがわかった。粉液比が小さくなると、流動性は著しく大きくなり、最小粉液比では標準コンシステンシーを得るのに練和後 4 分以上の経過を要することになった。EP, HP においては、標準粉液比以下での薄練りをした場合、被膜厚さは規格に適して

いたが、圧縮強さの低下と硬化時間の著しい遅延がみられ、最小粉液比では EP で 11 分、HP で 14 分となった⁸⁾。したがって、これらの材料ではメーカー指示の標準粉液比が適切であるといえる。EP に関しては、開業医院では標準より薄練りが好まれる傾向にあり、計量誤差範囲を超えて - 40% 前後の粉液比で練和している医院もある (図 3)。これは合着時の修復物の浮き上がりを防ぐためと思われる。薄練りして被膜厚さが小さくなり、規格の標準コンシステンシーより多少流動性が大きくなるのは、浮き上がり防止に有効かもしれない。しかし、合着操作が短時間で終わるような場合に過度に大きな流動性をもたせると、マージンからセメントが必要以上に流出する恐れもある。さらに、圧縮強さの低下ならびに硬化遅延の影響も危惧されるため、標準粉液比以下の過度の薄練りは避けるべきであろう。FG においても、薄練りが好まれる傾向にある。薄練りすると被膜厚さは小さくなるが、硬化時間には著しい変化はみられなかった⁸⁾。粉液比が小さくなるにつれて流動性は増加したが、標準より薄練りした場合には練和後 2 分まではほとんどコンシステンシーは変化せず、その後急速に流動性を失っていくという特性が認められた。

標準粉液比によっても流動性の小さな練和物となる SP, HC および HG では、粉液比が大きくなると当然のことながらさらに流動性が悪くなり、標準コンシステンシーを得ることはできなかった。粉液比が標準より小さくなると、流動性は著しく増大するようになり、練和終了からの適当な経過時間との組み合わせによって標準コンシステンシーを得ることが可能となった。HG においては、計量誤差による粉液比の変動が薄練りの側に大きく偏っている。その影響もあるかもしれないが、練和泥の流動性はあまり大きくないために、図 3 にみられるように開業医院では標準よりかなり薄練りをしているところが多い。HC についても同様の傾向がみられる。他の材料と同様に、薄練りすると被膜厚さが小さくなるという利点はあるが、圧縮強さの低下および硬化の遅延が問題となる。とくに硬化時間からは、HC では標準値から - 15%, HG では - 25% を超える薄練りは避けるべきである⁸⁾。これらは練和終了から 2 分以内で標準コンシステンシーとなるため限界の粉液比に相当しており、薄練りによって流動性をよくする方法を選択する場合には、この範囲を超えない粉液比を選択することが必要である。SP においては、- 20% 程度までは粉液比が小さくなっても硬化時間の変化はほとんどみられない⁸⁾。圧縮強さは低下するが、最小粉液比においても他のリン酸

亜鉛セメント EP, HP の標準粉液比の場合と同等かあるいは大きな値となっている⁹⁾。したがって、SP に関しては、他の特性への悪影響をあまり考慮せずに、流動性をよくして修復物の浮き上がりを防ぐために多少薄練りすることが許されるであろうと考えられる。

粉液比の変動による影響の程度については、セメントのタイプにより異なることが既に明らかになっており¹⁻⁶⁾、カルボキシレートセメントは他のタイプと比較して、諸物性への影響は小さいと報告^{2,8)}されている。本実験においても練和泥のコンシステンシーは、リン酸亜鉛セメントならびにグラスアイオノマーセメントの場合の1/2程度の変動量となり、粉液比の影響は最小であった。前報と同様に、メーカー表示の標準粉液比が必ずしも規格に最も適するとはいえず、また、熟練者が最適コンシステンシーと判断する粉液比も標準粉液比と大きく異なる場合があった。

計量誤差範囲内であっても粉液比の変動によってコンシステンシーに著しい変化が生じ、合着時期を遅くする必要があるほど流動性が大きすぎる場合や、流動性が悪くても早く操作すれば合着用として十分に使用可能である場合もある。一方、被膜厚さが大きく、荷重負荷時期を早めてもセメントの広がりや規格範囲に達しないほど流動性が悪い材料の場合には、練和温度を低くすることによって、圧縮強さの低下を回避しながら、規格範囲の被膜厚さおよび標準コンシステンシーを得ることが可能であるかもしれない。本実験においては練和温度は一定(23 ± 2℃)としたが、温度による影響について検討を加え、さらに、合着用セメントの優れた性質を有効に利用するために、臨床における現状および操作性を考慮しながら、修復物合着時の浮き上がりならびに合着後の耐久性について経時的な調査を行う必要があると思われる。

結 論

合着用セメントの計量誤差による粉液比の変動に伴うコンシステンシーの変化を、リン酸亜鉛セメントに対して規定されている標準コンシステンシーを基準として比較し、次のような結果が得られた。

1. 練和物のコンシステンシーには、セメントのタイプ間より材料間で大きな差がみられ、流動性の大きい順に(LC および CC), (EP, HP および FG), (SP, HP および HG) の3つのグループに分けられた。

2. 標準粉液比で練和した場合、流動性の比較的大きい2つのグループでは練和終了から3～5分後あるいは1～2分後に標準コンシステンシーが得られたが、流動性の最も小さいグループでは練和終了から30秒後でも標準コンシステンシーに達することができなかった。

3. 計量誤差範囲であっても、粉液比が大きくなるにつれて流動性は著しく小さくなり、最大粉液比では標準コンシステンシーが得られないものが多かった。

4. 粉液比が小さくなると流動性が増大し、いずれの材料においても荷重負荷時期との適当な組み合わせによって標準コンシステンシーが得られるようになった。

以上のことから、適正なコンシステンシーを得るために意図的に粉液比を変えることも可能であるが、実際の使用にあたっては、前報で示された他の特性への影響を十分考慮することが必要である。

文 献

- 1) 小園凱夫：歯科修復物の品質管理(QC)とその指導。九州歯会誌 44: 980-982, 1990.
- 2) 赤坂 巖, 安斎 碯, 竹下朝也, 友常一雄, 斎藤武義, 大井 清, 泉 林二：カルボキシレートセメントの研究 第4報 主として被膜厚さ、粉液比および粒度と接着力との関係について。日大歯学 49: 422-427, 1975.
- 3) 日比野靖, 富岡直哉, 黒沢茂務, 菅家 豪, 橋本弘一：各種合着用セメントの物理的性質の再評価 ―とくに粉液比の影響について―。歯材器誌 7: 720-728, 1988.
- 4) 赤坂 巖：カルボキシレートセメントの基礎的研究 ―主として粉末粒度および粉液比が諸物性に及ぼす影響について―。歯材器誌 34: 17-29, 1977.
- 5) 山崎恭敬, 野村健一郎, 西村光太郎：各種合着用セメントの粉液採取法が物性におよぼす影響について。神奈川歯学 19: 280-289, 1984.
- 6) 赤坂 巖, 川上 博, 大田黒博喜, 酒井正利, 井上忠志, 安斎 碯：カルボキシレートセメントの研究 第3報 粉末粒度、硬化時間および粉液比と被膜厚さについて。日大歯学 48: 204-209, 1974.
- 7) 横山有紀, 大原 茂, 田島清司, 深水康寛, 柿川 宏, 小園凱夫：合着用セメントの計量誤差とその影響 第1報 計量方法による粉液比の変動。九州歯会誌 47: 311-315, 1993.
- 8) 深水康寛, 大原 茂, 横山有紀, 田島清司, 柿川 宏, 小園凱夫：合着用セメントの計量誤差とその影響 第2報 硬化特性と圧縮強さ。九州歯会誌 47: 316-321, 1993.
- 9) 脇 博泰, 村上繁樹, 内田康也, 小園凱夫, 林 一郎：仮着用ならびに合着用セメントの被膜厚さに関する研究。九州歯会誌 40: 1143-1150, 1986.
- 10) 脇 博泰：仮着用ならびに合着用セメントの浮き上がりに関する実験的研究。九州歯会誌 42: 377-391, 1988.