弾性印象材による石膏模型面の研究

1. アルジネート印象の処理条件と石膏模型面

大 藤 幸 司

東京医科歯科大学・第一歯科保存学教室（主任指導 総山孝雄教授）
（昭和46年4月15日受付）

Surfaces of Stone Models Made in Elastic Material Impression. Part I. Stone Model Surfaces and Treatment of Alginate Impressions

Koji Daito

Depart. of Operative Dentistry, School of Dentistry, Tokyo
Medical and Dental University
(Director: Prof. Takao Fusayama)

要旨：アルジネート系パルジネックス印象面の処理条件が硬石膏ニュープラストン模型面に与える影響を検討するため模形上の細線再現性を比較し、更に走査型電子顕微鏡で模型面の結晶構造を検討し、次の知見を得た。

1. 細線再現性の最良の成績は、 20μ 線を完全に再現し、 15μ 線を部分的に再現しうるものであった。この成績は無固定の印象や、 1% ZnSO_4 や 0.5% CaCl_2 液で固定しそのまま水洗しなかったもので得られた。 CaCl_2 液の濃度を 0.5% をこえて増すと細線再現性は悪くなった。無固定の印象面を水洗しても再現性は、水洗しない場合とほとんど変らなかった。

2. 走査型電子顕微鏡で観察すると、プラスチック面に接して硬まった石膏面は比較的粒のそろった四角あるいは六角柱形の結晶体が均等に密集していた。一方無固定のアルジネート印象面に接して硬まった石膏面は形状不明確な顆粒状物の融合によるコケ状物で一面におおわれており、その間に異常に長く伸びた薄い板状結晶が散在していた。このコケ状物の密度は印象面を水洗して石膏を注入すると減少した。石膏面のコケ状物は印象面を固定処理すると著しく減少し、固定液の濃度が増すとさらに急速に分散減少した。これによって現われた地肌は変形した不揃いな結晶が密集していた。固定した印象面を水洗してから石膏を注入すると、模型面には再びコケ状物が現われたが、固定液が濃くなるとコケ状物は消失し、その地肌はいっそう不規則な長くのびた結晶がからみあっていた。

間接法模型はその表面が硬固、滑沢、精密であることが重要な要件の1つである。アルジネート印象材は石膏模型面への影響が最も著しくその材質や取りあつかい法によりはなはだしい差があるといわれているが¹⁾、佐藤らは先にアルジネート系印象材パルジネックスに硬石膏ニュープラストンを用いて得られた石膏模型が細線再現性、表在

性硬さ、膨張変形度に関してすぐれた結果を示すことを報告した²⁾。また浅野はこの組合せで、すぐれた表面硬さが得られ、これはニュープラストンとチオコールラバー印象材との組合せによる表面硬さに匹敵すると報告した³⁾。アルジネート印象に固定液を用いると一般に模型面が改善されるといわれており¹⁾⁴⁻¹⁷⁾、今まで当教室ではアルジ

ネート印象の固定液として硫酸亜鉛を使用してきた。浅野はテクニコール印象面を2%塩化カルシウムで固定するとそれに注入された硬石膏ニュープラストン面はなめらかさ、反射度がすぐれており、石膏面にはよく発達した結晶が密に分布していると報告している⁸⁾。また過去にも細田はテクニコールと硬石膏プラストンの組合せでCaCl₂を固定液として用いたときに1~2%の濃度で滑沢な面を作ると報告した¹⁸⁾。

本研究では、パルジネックス印象の処理条件が石膏模型面にどのように影響を与えるかを検討するために、石膏模型上の細線再現性を比較し、更に石膏面の結晶構造がどのような影響を受けているかを走査型電子顕微鏡によって検討した。

実験法

1. 実験材料とその使用条件

アルジネート系印象材 パルジネックス (Batch No. 90321) を製品使用書にしたがって混水比2.3で50秒間練和してトレーに盛り、練和開始1.5~2分後に原型に圧接し、5分30秒後に撤去し、硬石膏ニュープラストン (Batch No. GG-1とMM-24) を混水比0.23で30秒間練和したものを下記の条件にしたがって注入し、湿度65±10%の机上または湿度100%の保湿器中に放置した。室温は22±1℃であった。

印象面の処理および石膏模型取出し時期を下記のように変化した。

まず印象面の水洗の影響を調べるために、印象撤去後ただちに石膏を注入したものと、水道水で数秒水洗してから石膏を注入したものをこころみ、それらの模型を印象から取り出す時期は石膏練和開始後15分、20分、30分、60分とした。さらに固定液の影響をしらべるために各種固定液で30秒間固定して石膏を注入したものと固定後表面を水道水で数秒間水洗してから石膏を注入したものとを比較した。それらの模型の印象からの取り出し時期は石膏練和開始後60分とし固定液としては硫酸亜鉛と塩化カルシウムを用い、硫酸亜鉛は従来より最良といわれている1%を用い、塩化カルシウムについては、パルジネックスに対す

る適性濃度をさぐるため0.5%, 1%, 2%, 3%, 5%の各種を用いた。

2. 細線再現性試験

総山らの考案した細線再現性測定器¹⁹⁾の原型、すなわち底角60°, 巾7, 10, 15, 20, 30, 40μの三角断面の細線を刻んだ不銹鋼製ブロックを真鍮製の台に組込んだものを、上記条件によって印象して硬石膏を注入し、各種時間机上に置いて後、模型を取り出した。試片上の細線を低角度から斜めに照明して、双眼実体顕微鏡下(倍率16倍)で細線再現の有無を観察判定した。測定用原型は使用のつど超音波洗滌器で洗滌した後水道水で洗い清浄な面にして再び使用した。

3. 走査型電子顕微鏡による結晶の観察

直径12mm, 高さ7mmのプラスチック円柱の研磨した表面を印象し、上記のような各種条件下で硬石膏を注入し、湿度100%の保湿器中に、石膏練和より60分間放置して試片を作り、それを24時間自然乾燥後40℃の乾燥器中で更に48時間乾燥し、その印象材に接して硬まった表面に金蒸着して走査型電子顕微鏡下で600倍、3000倍で写真撮影し、比較観察した。

成 績

1. 細線再現性

模型上に細線が再現されているかどうかを判定するにあたっては、細線が全体の80%以上連続して再現されているものを(+),部分的に再現されているものを(±),全く再現されなかったものを(-)として記録し比較した。

固定液を使用しなかったグループ(表1)においては巾20μ以上の細線は常に完全に再現され、15μ線は完全に再現されたものは少く、部分的に再現されたりあるいはまったく再現されなかったものがあつた。印象から石膏試片を撤去する時期を変えてみても細線再現精度にはあまり差はなかった。印象撤去後ただちに石膏を注入したものと、石膏注入前に流出している水道水で短時間水洗してから石膏を注入したものととのあいだに再現精度の差はみられなかった。

各種固定液で固定したグループ(表2)におい

表1 印象面を水洗しまたは水洗せずに石膏を注入し、各種時期に取り出した模型面の細線再現精度。

印象面 の水洗	撤去時間	各種巾の細線の再現状態				
		30 μ	20 μ	15 μ	10 μ	7 μ
水洗 せず	15分	+++++	+++++	±++±±	-----	-----
	20分	+++++	+++++	--±±±	-----	-----
	30分	+++++	+++++	+±±-±	-----	-----
	60分	+++++	+++++	±±±±±	-----	-----
水 洗	15分	+++++	+++++	+ - ± ± ±	-----	-----
	20分	+++++	+++++	± + ± ± ±	-----	-----
	30分	+++++	+++++	+ ± + ± +	-----	-----
	60分	+++++	+++++	± + ± + +	-----	-----

表2 各種固定液で30秒間固定した印象面を水洗しまたは水洗せずに石膏を注入し、60分後に取り出した模型面の細線再現精度。

印象面 の水洗	固 定 液	各種巾の細線再現状態				
		30 μ	20 μ	15 μ	10 μ	7 μ
水洗 せず	1%ZnSO ₄	+++++	+++++	±+±±±	-----	-----
	0.5%CaCl ₂	+++++	+++++	+ + ± ± ±	-----	-----
	1%CaCl ₂	+++++	+++++	+ ± ± ± -	-----	-----
	2%CaCl ₂	+++++	+++++	± ± - - ±	-----	-----
	3%CaCl ₂	+++++	± + + + ±	- ± ± - -	-----	-----
	5%CaCl ₂	+++++	± + + ± +	± - - - -	-----	-----
水 洗	1%ZnSO ₄	+++++	+++++	+ - ± - ±	-----	-----
	0.5%CaCl ₂	+++++	+++++	± ± ± + +	-----	-----
	1%CaCl ₂	+++++	+++++	± ± - - -	-----	-----
	2%CaCl ₂	+++++	+++++	- ± ± ± +	-----	-----
	3%CaCl ₂	+++++	+++++	- ± ± ± -	-----	-----
	5%CaCl ₂	+++++	+++++	- - - - ±	-----	-----

図1 プラスチック面に接して硬まった石膏面の走査型電子顕微鏡像の弱拡大(左)と強拡大(右)。

removed after 15 min.

after 30 min.

after 60 min.

図2 印象面を水洗し(上),あるいは水洗せずに(下)ただちに石膏を注入し,各種の時期に取出した模型面の走査型電子顕微鏡像の弱拡大(上)と強拡大(下)。

fixed for 30 sec., not washed and separated after 60 min.

図3 印象面を各種固定液で固定し、ただちに石膏を注入して60分後に撤去した模型面の走査型電子顕微鏡像の弱拡大(上)と強拡大(下)。

fixed for 30 sec., water-washed and separated after 60 min.

図4 印象面を各種固定液で固定，その面を水道水で水洗してから石膏を注入して60分後に撤去した模型面の走査型電子顕微鏡像の弱拡大（上）と強拡大（下）。

ては、 ZnSO_4 あるいは CaCl_2 のいずれの固定液の場合でも巾 20μ 以上の線はほぼすべてにおいて再現されていた。ただし CaCl_2 の濃度を上げていくと（特に 3%, 5% 濃度で）、細線再現性はやや悪くなった。印象面を固定後そのまま石膏をついたものと、その面を流出している水道水で短時間水洗してから石膏をついたものとのあいだには大きな再現精度の差は見られなかったが、1% ZnSO_4 液は水洗しないものの方がやや成績が良かった。

2. 走査型電子顕微鏡でみた石膏模型表面

対照として用いたところの、研磨したプラスチック面に接して硬まった石膏面（図 1）では、長さ 20μ 以内の比較的粒のそろった四角あるいは六角柱形の明瞭に識別できる結晶体が均等に密集していた。

無固定のアルジネート印象面に接して硬まった石膏面（図 2）は、形状不明確な粒状結晶の融合によってできたコケ状物で一面におおわれており、その間に異常に長く伸びた薄い板状結晶が放射状に花開いていたり、またコケ状物が部分的に欠除した切れ目の下に正常に近い小結晶群がかいま見えていたりした。そしてかようなコケ状物の切れ目は印象から模型を取り出す時間が遅くなるとふえる傾向があり、この傾向は印象面を水洗した場合に特に著しかった。

各種固定液で固定処理したアルジネート印象面に直ちに注入されて、これに接して硬まった石膏面（図 3）でも、1% ZnSO_4 や 0.5% CaCl_2 液で固定したものは、やはりコケ状物がみられたが、その量は無固定の場合よりもはるかに少なかった。そして CaCl_2 液の濃度を増すとそのコケ状物の量はさらに急速に減少して顆粒状になって分散し、 CaCl_2 2% 以上の液で固定した場合にはほとんどなくなっていた。しかしこれによって現われた地肌の結晶は、プラスチック面に接して硬まった面の結晶に較べると、その大きさはやや小さく不揃いであり、形状は平べったい板状のものが多くまじっていた。

各種固定液で固定処理したのち水道水で水洗したアルジネート印象面に接して硬まった石膏面

（図 4）でも、水洗しないで石膏を注入したときと同様に、1% ZnSO_4 や 0.5% CaCl_2 液で固定したものには、コケ状物が少し残っていた。この場合も CaCl_2 の濃度が増すとコケ状物は、顆粒状に分散し、2% 以上ではほとんどなくなっていた。ただし、このコケ状物の消失によって現われた結晶は、水洗しなかった場合よりも不規則に細長くのびた板状を呈するものが多く、しかも互に融合して網目状を呈していた。

考 察

1964年にきめられたアルジネート印象材に関する ADA 規格²⁰⁾では、石膏模型上に巾 75μ の細線を再現する能力を有することを要求している。この実験で用いた印象材は、どの実験グループの場合でも 20μ 巾の細線はほとんど完全に再現しており、ADA規格の要求をはるかに上まわっていた。

先に佐藤²⁾²¹⁾らは、パルジネックスやテクニコールとニュープラストンの組合せで 1% ZnSO_4 液を固定液とした場合、 20μ 巾の細線は完全に再現し、 15μ 巾の細線は不完全ながら再現したと報告したが、これは今回の成績とほぼ一致するものである。これに対して細田⁵⁾¹⁸⁾は、先にアルジネート印象材テクニコールと硬石膏プラストンあるいはヒドロギブスの組合せで ZnSO_4 や CaCl_2 を固定液とした場合、共に 0.5~2% 濃度で 10μ 巾の細線を再現したと報告した。この両者の結果の差の原因としては、印象材の銘柄が違っていただけでなく測定方法ないしその表現法の差によると思われる。

アルジネート印象に接して硬まった石膏面の結晶の状態に関しては、先に河村ら²²⁾は不明確な溶岩状の結晶が認められたと報告しているが、本研究においても発育の悪い顆粒状結晶の融合によってできたコケ状物が一面に観察された。Skinner ら¹³⁾や Smith ら²³⁾はアルジネート印象が接していると石膏の結晶発育が阻害、遅延されるものと考えており、阻害の仕方としては、可溶性の未反応アルジネートの溶けた液が石膏面に浸透して結晶間に介入し、結晶の正常な発育を障げる可能性が

ある。石膏注入前に印象面を水洗するとコケ状物の密度がやや低下するのは、印象面のアルジネート液が洗い除かれるためであろう。

このコケ状物は発育不良の軟かい層ではあるが¹⁾⁴⁾⁸⁾¹⁰⁾細線再現性成績が変らなかったところを見ると、形態的には特別に面を荒らすようなものではなかったようである。

また印象からの石膏模型の取り出し時期がおそくなると、コケ状物の密度が低下して正常に近く発育した結晶が多くなり、この傾向は印象面を水洗すると特に著しかったが、これは水洗した場合はコケ状物の膜が薄弱であり、その膜が模型を遅く取り出すほど印象面にくっついて剥がれやすいためかもしれない。これによって電子顕微鏡像では面がやや荒くなったが細線再現性に有意差を生じなかった。これは生じた凹凸の規模が微小だったためであろう。

印象面を金属塩の溶液で処理をすると、露呈された未反応アルジネートが金属イオンと結合固定されて不溶性となり、このためにコケ状物は著しく少なくなった。特に固定液の濃度を高めるとコケ状物がいっそう少なくなり、この代りに特異な細かい針状結晶が密集して見られたが、これは固定液の石膏結晶促進によるものと思われる。かような結晶発育によって石膏面はやや硬くなったと思われるが¹⁰⁾、石膏面に凹凸の波を増し、細線再現性は却って悪くなった。従って固定液の使用は印象面をわずかに収縮させたり⁵⁾¹⁸⁾、石膏を硬くしたりするために¹⁰⁾¹⁸⁾²⁴⁾望ましい場合もあるが、濃すぎるのは良くないと考えられる。すなわちよい再現性が得られるのは1% ZnSO_4 および 0.5~1% CaCl_2 であったが、この結果は細田⁵⁾¹⁸⁾の報告と一致していた。

固定した印象面を水洗すると、固定液自身の石膏結晶促進作用は失われるので、針状の結晶の発生はほとんど見られず細長い板状の結晶が融合した網状物を生じており、その間に異常に伸びた結晶の花状物がふえていた。このため細線再現性はやや低下していた。従って固定した印象面の洗滌は避けるべきと考えられる。

総括ならびに結論

アルジネート系パルジネックス印象面の処理条件が硬石膏ニユープラストン模型面にどのように影響を与えるかを検討するために、石膏模型上の細線再現性を比較し、更に石膏面の結晶構造がどのような影響を受けているかを走査型電子顕微鏡によって検討した。

これによって次のような知見が得られた。

1. 細線再現性について得られた最良の成績は 20μ 線を完全に再現し、 15μ 線を部分的に再現しうるものであった。この成績は無固定印象でも得られたし、固定した場合には1% ZnSO_4 液や0.5% CaCl_2 液で固定し、そのまま水洗しなかったもので得られた。

CaCl_2 固定液の濃度を0.5%をこえて増すと、細線再現性はかえって悪くなった。固定してない印象面を水洗しても細線再現精度は水洗しない場合とほとんど変らなかった。

2. 走査型電子顕微鏡で観察すると、プラスチック面に接して硬まった石膏面では長さ 20μ 以下の比較的粒のそろった四角あるいは六角柱形の明瞭に識別できる結晶体が均等に密集していた。これに対して無固定のアルジネート印象面に接して硬まった石膏面は形状不明確な顆粒状結晶の融合によってできたコケ状物で一面におおわれており、その間に異常に長く伸びた薄い板状結晶より成る花状物が散在していた。このコケ状物の密度は印象面を水洗してから石膏を注入すると減少した。

石膏面のコケ状物は印象面を固定処理すると著しく減少し、固定液の濃度が増すとさらに急速に分散減少したが、これによって現われた地肌は、プラスチック面に接して硬まったものとはやや異なり、変形した不揃いな結晶の密集よりなっていた。

固定した面を水洗してから石膏を注入すると、模型面には再びコケ状物が現われていたが、固定液が濃くなるとコケ状物は消失し、地肌の結晶がいっそう不規則に長くのびて網状にからみあっていた。

謝 辞

稿をとじるにあたり懇切な御指導、御校閲を賜りました東京医科歯科大学第1歯科保存学教室総山孝雄教授に心から感謝致します。またいろいろ御援助下さいました教室員各位ならびに本学医用器材研究所無機材料部の皆様に厚く御礼申し上げます。

文 献

- 1) Phillips, R.W. and Price, R.R.: Some Factors Which Influence the Surface of Stone Dies Poured in Alginate Impressions; J. Pros. Dent. 5: 72—9, 1955.
- 2) 佐藤剛太郎他：アルジネート間接法材料の比較試験：日保歯誌11：50—5，1968.
- 3) 浅野信行：歯科用石膏表面の研究（第2報）；市販弾性印象材による石膏面について：歯科理工学雑誌：10：8：78—86，1968.
- 4) 総山孝雄：鑄造修復，京都，1968，永末書店，pp. 89，167，169，179.
- 5) 細田裕康：弾性印象材による硬石膏模型の精度に関する研究：歯材器誌3：32—46，1959.
- 6) Phillips, R.W., Price, R.R. and Reinking, R.H.: The Use of Alginate for Indirect Restrations; J.A.D.A. 46: 393—403, 1953.
- 7) Hampson, E.L.: The Effect of Environment on the Dimensional Stability of Reversible and Irreversible Hydrocolloid Impression Materials; Brit. Dent. J. 99: 371—80, 1955.
- 8) Skinner, E.W. and Pomes, C.E.: Dimensional Stability of Alginate Impression Materials; J.A.D.A. 33: 1253—60, 1946.
- 9) Skinner, E.W. and Pomes, C.E.: Alginate Impression Materials: Technique for Manipulation and Criteria for Selection; J.A.D.A. 35: 245—56, 1947.
- 10) Skinner, E.W. and Gordon, C.G.: Some Experiments on the Surface Hardness of Dental Stones; J. Pros. Dent. 6: 94—100, 1956.
- 11) Schoonover, I.C. and Dickson, G.: Preparation and Characteristics of Elastic Dental Impression Compounds with an Alginate Base; J.A.D.A. 30: 565—9, 1943.
- 12) 山賀礼一：アルジネート印象材の硬化機構について，材研報告8：127—35，1957.
- 13) Skinner, E.W. and Phillips, R.W.: The Science of Dental Materials, Philadelphia, 1967, W.B. Saunders. Co., pp 130—133.
- 14) Phillips, R.W.: Physical Properties and Manipulation of Reversible and Irreversible Hydrocolloid; J.A.D.A. 51: 566—72, 1955.
- 15) Skinner, E.W., Cooper, E.N. and Beck, F.E.: Reversible and Irreversible hydrocolloid Impression Materials; J.A.D.A. 40: 196—207, 1950.
- 16) Hosoda, H. and Fusayama, T.: Surface Reproduction of Elastic Impressions; J. Dent. Res. 38: 932—9, 1955.
- 17) Paffenbarger, G.C.: Alginate Impression Materials: 歯材器誌 6: 1—20, 1961.
- 18) 細田裕康：アルジネート印象固定材としての CaCl_2 の効果について：歯界広報 10：2：5—7，1962.
- 19) Fusayama, T., Sato, G. and Maeda, T.: Device for Detail Reproducibility Test of Impressions; Bull. Tokyo Med. Dent. Univ. 14: 235—9, 1967.
- 20) American Dental Association Specification No. 18 for Dental Hydrocolloidal Impression Material-Alginate Type. 1964.
- 21) 佐藤剛太郎他：Palginex 印象材に与える 1% ZnSO_4 溶液30秒間固定の影響：日保歯誌 12：47—50，1969.
- 22) 河村潤一他：走査型電子顕微鏡による各種補綴用材料の観察，Ⅱ歯科用石膏について，日本補綴学会誌13：39—43，1969.
- 23) Smith, D.C. and Fairhurst, C.W.: Effect of Hydrocolloid Impression Materials on the Surface of Dental Stone; J. Dent. Res., 41: 1103, 1962.
- 24) Hosoda, H., Otani, H. Hirano, T. and Fusayama, T.: Measurement and Reinforcement of the Superficial Hardness of Indirect Stone Models; J. Dent. Res. 4: 752—759, 1962.