

合着用セメントの被膜厚さに関する研究 第1報

高橋重雄, 横浜桂子, 永沢 栄, 伊藤充雄
松本歯科大学 歯科理工学教室 (主任 高橋重雄 教授)

Studies on the Film Thickness of Cementing Materials Part 1

SHIGEO TAKAHASHI, KEIKO YOKOHAMA SAKAE NAGASAWA and MICHIO ITO,
Department of Dental Technology, Matsumoto Dental College
(Chief: Prof. S. Takahashi)

Summary

In this report, it is described that the film thickness of cementing materials, correlating with particle size of the powder and the effect of the cemented area and with the surface roughness of the plate cemented. Results obtained were as follows;

1. The film thickness was correlated with the particle size of the powder and its correlative coefficient was 0.39.
2. The film thickness was unaffected by the area of glass plate for the measurement.
3. The film thickness was decreased, when it was measured by roughened glasses.
4. Observating the section of cemented specimens prepared by roughened glasses, the film thickness was partially heavier than the measured value in this test.

緒 言

インレー, クラウン, ブリッジなどの修復物の合着は, リン酸亜鉛セメント, カルボキシレートセメント, EBA セメント, 亜鉛華ユージオールセメント, グラスアイオノマーセメント, あるいは CBA セメントなど, 種々な合着用材料が使用されている^{1) 2)}. これらの材料は, 修復物の合着を

目的としているが, 生活歯の場合, 歯髄に対する影響を考慮した性質, あるいは薬用効果が期待される。ポリカルボン酸水溶液を使用するカルボキシレートセメント, およびグラスアイオノマーセメントは歯質あるいは金属との接着効果も考えられているが, 他の合着用材料は修復物と歯質との接着を期待したものではない。これらの材料はいずれも微粉末と液を練和し, 末反応の粉末粒子を粉末の一部と液との反応生成物がとりかこんだ状態で硬化する³⁾。修復物は歯質との間隙をその有核構造を有する実質が充填し固定される。これは修復物と歯質の間に間隙が必然的に存在すること

本論文の要旨は第3回松本歯科大学研究会(昭和49年7月12日)および第29回歯科理工学会学術講演会(昭和51年5月8日)に発表した。(1981年11月20日受理)

によるものである。しかし、歯科鑄造法の進歩は歯質と修復物の間隙を次第に減少してきた⁵⁾。それともなって修復物を正確に口腔内に装着するために、合着材の被膜厚さは十分に薄くなる必要があるとされてきた。合着材の被膜厚さは粉・液比、および製品によって異なることが報告されている⁴⁾。本報は被膜厚さに影響をおよぼす本質的な要因および、合着する表面積、あるいは表面あらさについて検討した結果を発表する。

実験材料

実験材料は市販されているリン酸亜鉛セメント13種類、カルボキシレートセメント5種類、その

外エポキシレジン、EBA セメント各1種類である。実験に使用した製品はいずれも市販されている製品を購入したものである。表1は製品名、製造会社、および各々の製造番号である。表のA～H、L～Pはリン酸亜鉛セメントであり、そのうちF、G、Hは歯髄に対する薬剤を添加した製品である。I、J、K、Q、R、はカルボキシレートセメントである。Sはシリカフィラーを含有するエポキシレジンである。また、JはEthoxy benzoic acid を含有し、 Al_2O_3 で強化された亜鉛華ユーージノールセメントである。A～Kは国産製品で、L～Tは外国製品である⁴⁾。

表1：実験に使用した合着用材料。

製品名	製造会社	製造番号 (粉/液)	粉/液比
A エリートセメント	而至歯科工業KK	DM2 DR6	1.5/0.5
B クラウン・ブリッジ インレーセメント	而至歯科工業KK	67 364	1.4/0.5
C マイクロセメント	松風陶歯製造KK	DJ14 DJ28	1.5/0.5
D スーパーセメント	松風陶歯製造KK	732 370	1.5/0.5
E エースセメント	三金化学工業KK	3-3 006	1.5/0.5
F パラフォルムセメント	三金化学工業KK	2P11-8 0-13	1.3/0.5
G プロテクトセメント	ネオ製薬工業KK	NG03 NG01	1.4/0.5
H ハイダイト	日進歯材研究所	WGC 220320	1.4/0.5
I カーポリット	而至歯科工業KK	D2-14	0.9/1.0
J カルボセメント	松風陶歯製造KK	7 8	1.2/1.0
K カルロン	三金化学工業KK	09-406	1.5/1.0
L S.S.White Zinc Cement	S.S.White Co.(米)	857108 2J5909	1.3/0.5
M Modern Tenacin	The L.D.Caulk Co.(米)	23456 5657	1.3/0.5
N De Trey's Zinc Cement	Amalgamated Dental (英)	KD11KF JH2KE	1.2/0.5
O Lee Smith Zinc Cement	Lee Smith Co.(米)	272C 372A	1.3/0.5
P Fleck's Cement	Mizzy INC.(米)	20303	1.2/0.5
Q Durelon	ESPE GmbH(西独)	20702	1.5/1.0
R Poly-C	Amalgamated Dental (英)	NB25 NG19	1.5/1.0
S CBA Cement	Lee Pharmaceuticals (米)	3002B-1	1.5/1.0
T EBA Cement	Staident Products Ltd. (英)	5000	2.6/0.6

実験方法

1. 練和方法

リン酸亜鉛セメントは日本工業規格（以後 JIS という）T6602 に定められた方法で練和を行なった。その他の合着材は、それぞれ製品の指示書によって練和した。

2. 粉一液比

粉一液比は各製品ともリン酸亜鉛セメントの JIS. T6602 によって測定した標準稠度に従った。しかし、製品 S, T は指示された混液比によって練和した。粉一液比は表 1 に示した。

3. 粉末粒子の形状と大きさ

各製品の粉末の形状と大きさは、走査電子顕微鏡によって観察し、最大粒径を測定した。

4. 被膜厚さの測定法

被膜厚さは 2 cm² 正方形のガラス板の間にセメント泥をはさみ、15 kg の荷重を加えてその厚さを測定した。本実験は 15 kg の荷重を加えるため、オートグラフ IS5000（島津製作所）を使用し

た。測定は、これに CT 式圧縮装置をとりつけ、その上下の圧縮板に測定するガラス板をそれぞれ両面テープで固定して行なった。被膜厚さは、図 1 に示すように、セメント泥を入れなくて 15 kg の荷重を加えた場合と、セメント泥を間におき 15 kg の荷重を加えた場合における位置の差をチャート紙上で測定した。

インレー体、クラウンなど修復物の形態によっ

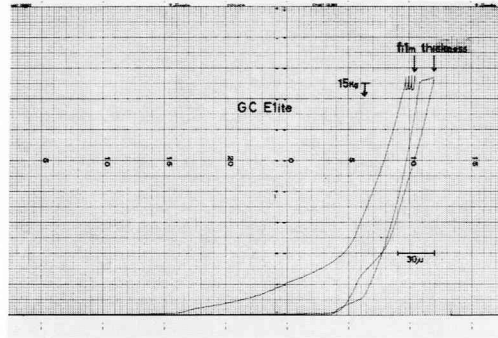


図 1 : オートグラフ IS-5000 で 15kg 荷重を加えた時の被膜厚さ。

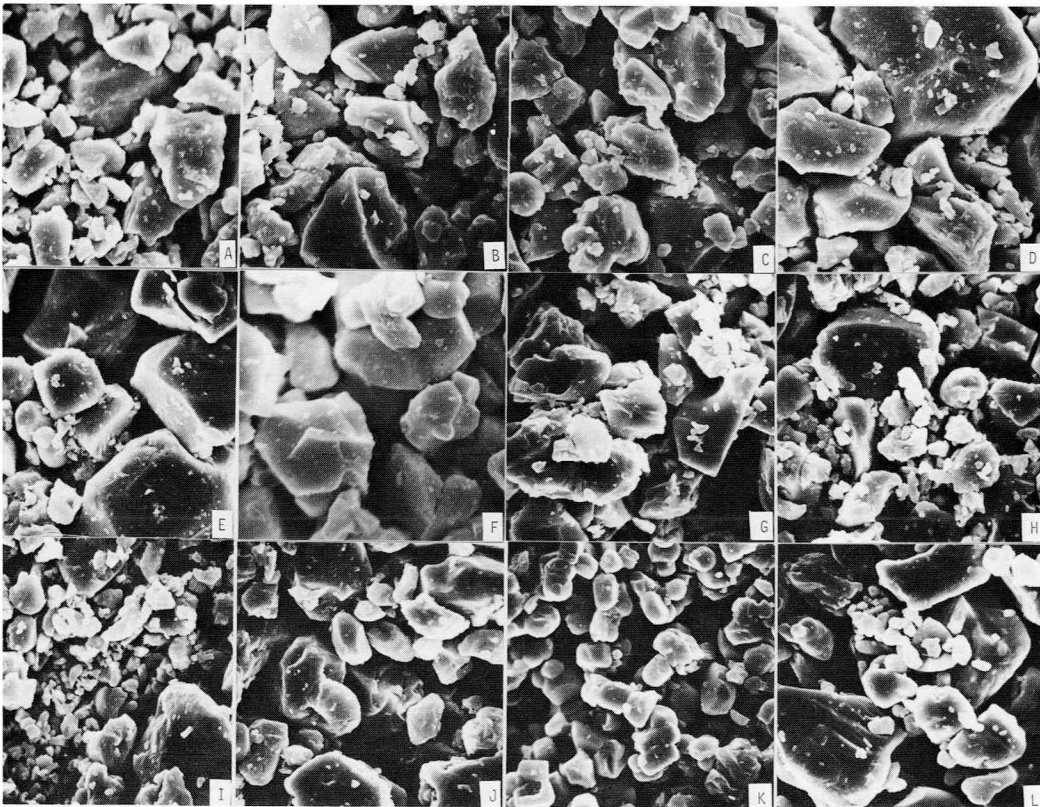


図 2 : 合着用材料の粉末粒子 (1) 1,500倍

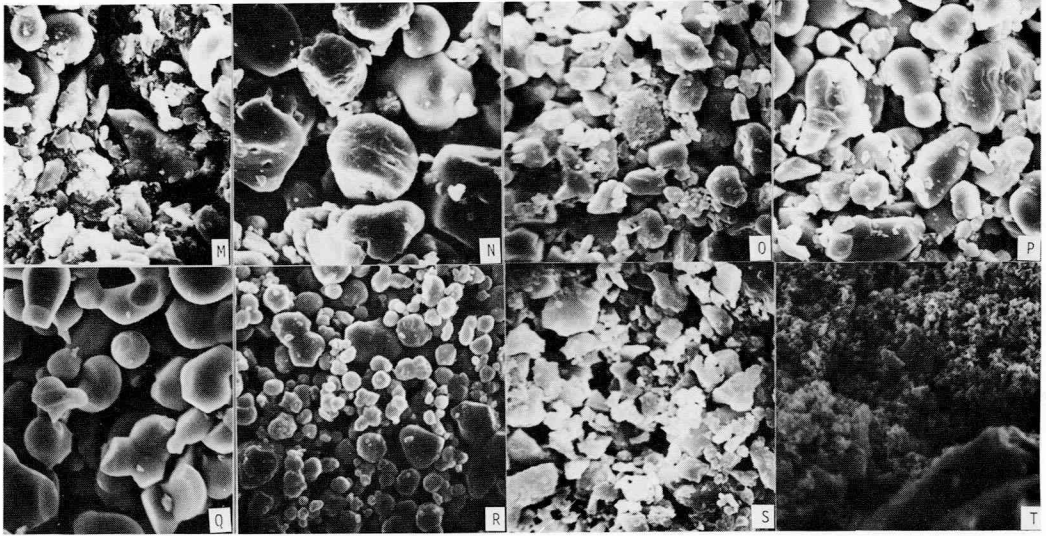


図3：合着用材料の粉末粒子（2）1,500倍

て合着面の大きさは異なることを考慮し、ガラス板は、JIS で定められた面積 2.0 cm² 正方形の大きさと 1.0 cm², 0.5 cm² 正方形ガラス板にした。また、歯質の切削面、鋳造面など表面は平滑でない。そのような表面あらしの影響を検討するために、測定用の板は、ガラス表面にサンドブラストであらしを付与した粗面ガラスの場合、あるいは鋳造用金銀パラジウム合金の鋳造面とした。

5. セメント層の観察

実験方法4で測定した試験片はエポキシ樹脂で包埋固定して、その断面を研磨し、観察した。

実験結果

1. 粉末粒子の大きさと被膜厚さの関係

図2, 3は各粉末粒子の走査電顕像である。各写真は試料を観察し、最大径を有する粒子を中心に撮影し、その粉末の大きさを示した。図4の斜線棒グラフは、その結果である。大きな粒子は28 μであり、小さなものは4 μである。大多数は6~12 μである。被膜厚さは実験方法4で述べたように、2 cm² の正方形ガラス板で測定した。図4白スキ棒グラフはその結果である。製品Sを除いて、すべての製品は30 μ以下であり、規格に適合している。被膜厚さと粒子径との相関を示したのが図5である。両者は相関係数 0.393, $y=3.16x-9.25$ の回帰式を得た。相関係数は、5%危険率で有意である。粉末粒子の大きいほど被膜厚さは大きくな

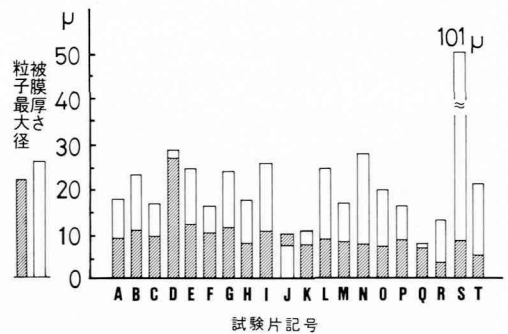


図4：各種合着用材料の粉末の最大粒子径と被膜厚さ。

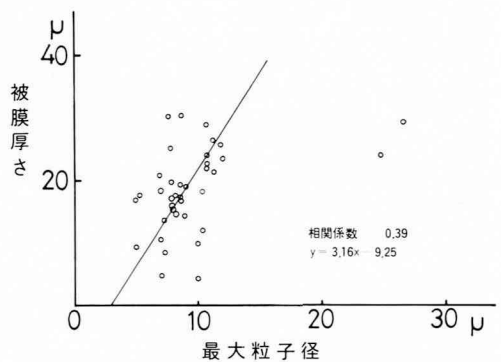


図5：合着用材料の粉末最大粒子径と被膜厚さの相関

表2：被膜厚さに対する測定用ガラス板面積と製品の影響を検討する2元配置分散分析表

要因	自由度	分散	平均分散	F検定
SA(製品)	3	164.85	54.95	8.14**
SB(面積)	2	3.79	1.90	0.28
SA×B	6	111.54	18.59	2.75*
誤差	24	162.00	6.75	
総計	35	442.19		

*危険率5%, **危険率1% 有意

表3：被膜厚さに対する測定用ガラス板の表面あらし、製品別、および粉一液比の影響を検討する3元配置分散分析表

要因	自由度	分散	平均分散	F検定
SA(製品)	3	436.99	145.66	65.14**
SB(表面状態)	2	298.60	149.30	66.77**
SC(粉一液比)	2	78.17	39.08	17.48**
SA×B	6	102.77	17.13	7.66**
SA×C	6	26.20	4.37	1.95
SB×C	4	10.24	2.56	1.14
SA×B×C	12	77.95	6.50	2.90**
誤差	72	161.00	2.224	
	107	1191.92		

** 危険率1% 有意

る傾向を示した。

2. 被膜厚さに対する測定用ガラス板の面積および製品の影響

被膜厚さ測定用ガラス板の面積および製品の影響は図6に示した。測定結果は製品および測定用ガラス板の大きさの2要因による2元配置分散分析を行なった。分析結果は表2に示したように、製品別の影響に危険率1%で有意差がみとめられ、測定用ガラス板の大きさの交互作用が危険率5%で有意とみとめられた。製品Dは測定用ガラス板の大きいほど被膜厚さは増大するが、他の製品は有意の傾向はみとめられない。また、被膜厚さはAが小さく、C, D, Lの順に増大する。

3. 被膜厚さに対する製品、表面あらし、および粉一液比の影響

測定結果は製品別、表面あらし、粉一液比3要因について3元配置分散分析を行なった。この分散分析結果から、3要因はそれぞれ製品別、表面

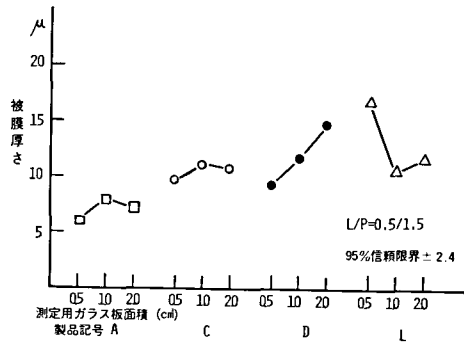


図6：被膜厚さに対する測定用ガラス板面積と製品別の影響

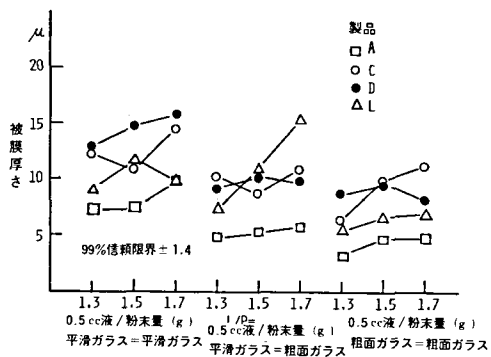


図7：被膜厚さに対する測定用ガラス板の表面あらし、製品別、および粉一液比の影響

あらしの状態、および粉一液比の差による水準の影響がみられ、さらに交互作用の有することが明らかとなった。図7はそれらの結果を示した。平滑ガラス板と平滑ガラス板、平滑ガラス板と粗面ガラス板、粗面ガラス板と粗面ガラス板の組合せでは、2枚共平滑ガラス板の組合せが最大値を示し、順次、被膜厚さは減少する。製品別によって影響があることは、表1でも明らかであるが、製品Aは他の3製品より被膜厚さが小さい。粉一液比の影響は危険率1%で有意の差がみとめられている。図7にみられるように、練和する粉末量が多いほど被膜厚さが大きくなる傾向が大多数にみとめられた。しかし、そうならない試料もあった。

4. 铸造面のあらしの影響

平滑ガラス面を対称にろう型を作製し、铸造用金銀パラジウム合金で2cm²正方形板状の铸造体を作製した。粉一液比の影響は前項の結果から小さいことが明らかとなっているので、各製品と

表4：被膜厚さに対する铸造面と製品別の影響を検討する2元配置分散分析表。

要因	自由度	分散	平均分散	F検定
SA(製品)	3	269.35	89.78	34.14**
SB(表面状態)	3	91.85	30.62	11.64**
SA×B	9	86.94	9.66	3.67**
誤差	32	84.17	2.63	
	47	532.31		

** 危険率1% 有意

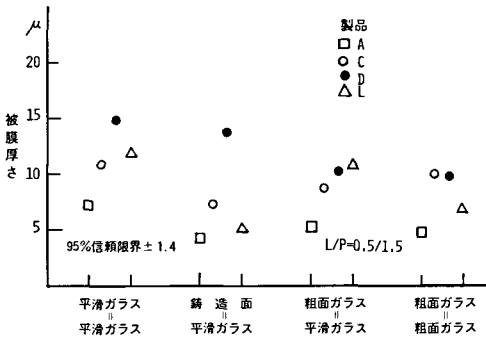


図8：被膜厚さに対するガラス面、铸造面と製品別の影響

も、1.5g に対し 0.5 cc の比で練和した。測定結果は、表面状態と製品別に2要因をとりあげ、表面状態は平滑ガラスと平滑ガラス、铸造面と平滑ガラス、粗面ガラスと平滑ガラス、および粗面ガラスと粗面ガラスの4水準の組合せ、および製品4種類の水準によって2元配置分散分析を行なった。表4は分散分析結果であるが、2要因とその交互作用で危険率1%で有意である。铸造面と平滑ガラスは他のガラス面の組合せより、製品Dを除いて小さくなる。各表面状態における製品の影響は製品Lにおいて異なるが、製品A、Cは同じ傾向を有している。図8は表面状態の組合せごとに被膜厚さを示している。表面あらしのある方が、被膜厚さは減少している。

考 察

铸造修復物の適合精度は理想的に±0であることが望ましいとされている。しかし、合着操作を考慮した場合、セメントの被膜厚さの間隙は必要であるといわれている。したがって、精密な铸造修復物を作製するほど、歯質と修復物の間隙は技

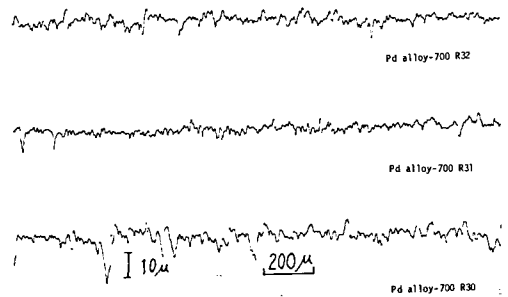


図9：铸造用金銀パラジウム合金铸造体の表面あらし。

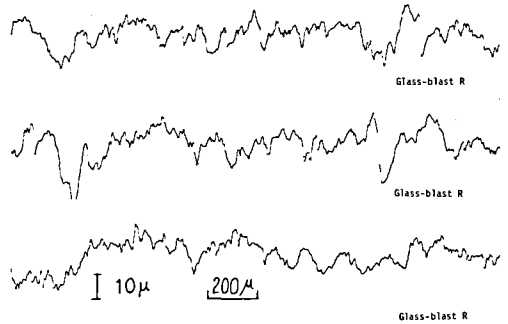


図10：測定用ガラス板にサンドブラストした粗面ガラスの表面あらし。

工的にスプレーサーによって調整することが推奨されている⁵⁾。さらに、合着操作において、インレー体、キャストクラウンは、適合のよい場合、窩底あるいは咬合面部のセメント泥の排出が不十分になり、厚いセメント層によって合着されることが報告されている⁶⁾。以上の現象および報告はセメントの口腔内における溶解現象を考慮する場合、合着するセメント層を厚くすることになり、铸造修復物の利点を失うものである。著者は铸造修復物の適合精度が±0であっても、歯質の切削あるいは铸造体表面に5~20μの表面あらし(H₃)を有することがさげられないもので、これらの表面あらしの間にセメント層が存在することができると考えている。図9は铸造体の表面あらしである。铸造用金銀パラジウム合金の铸造体は、10~20μの表面あらし(H₃)を有している。また、歯質を切削した場合、表面あらしは5~100μといわれているが、平均的には10~30μであることが知られている^{7) 8)}。サンドブラストによる表面あらしのつけ方は、全表面を平均的に行なうことができる。図10はサンドブラストによって粗面にしたガラス

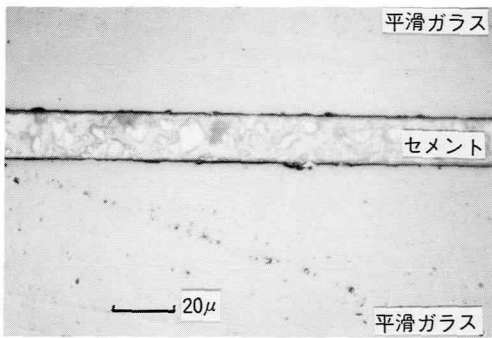


図11：平滑ガラス間のセメント被膜厚さ。

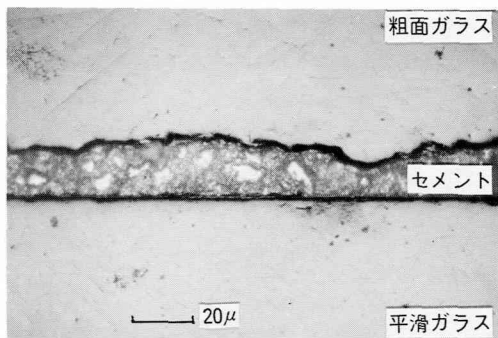


図13：平滑ガラスと粗面ガラス間のセメント被膜。

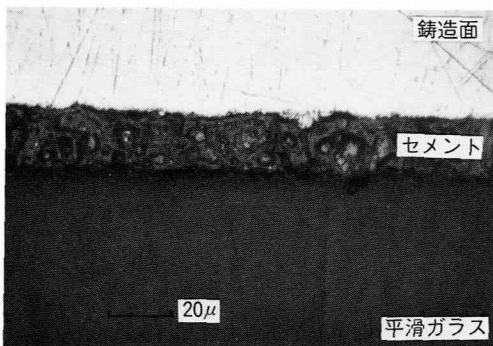


図12：平滑ガラスと鋳造面との間のセメント被膜。

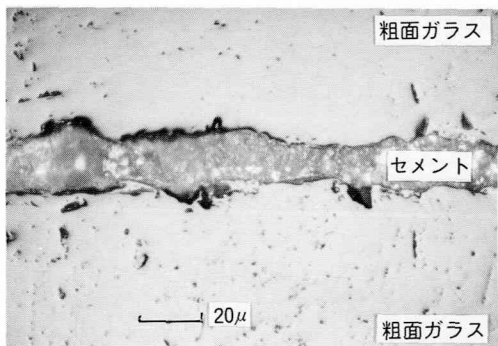


図14：粗面ガラス間のセメント被膜。

板である。表面あらしは、 $10\sim 30\mu$ である。図11は平滑ガラス板とその間のセメント被膜である。粉末粒子が明瞭に観察される。このセメント被膜は 15μ である。図12は平滑ガラスと鋳造体平板である。セメント層の厚さは 20μ になっているが、被膜厚さとしては 7μ と測定されている。図13は粗面ガラスと平滑ガラスである。セメント層の厚さは $13\sim 22\mu$ であるが、被膜厚さとしては 9μ と測定されている。図14は粗面ガラス間のセメント層である。セメント層の厚さは $10\sim 23\mu$ になっている。これも被膜厚さは 10μ と測定されている。平滑ガラスで測定した場合は、セメント層の厚さと被膜厚さ測定法による結果は一致する。しかし、鋳造面、あるいは粗面ガラスは、セメント層の厚さが大きいにもかかわらず被膜厚さ測定の結果は小さくなる。これは、セメント合着面を粗面にするには、セメント泥の通路が形成されるためと考えられる。修復物の合着面は、表面あらしだけでなく、多くのこのような現象が見られ、必然的に通路が形成されている。しかし、未反応の粉末粒子が存在する以上、セメント層はなくする

ことはできないが、合着操作のために数10ミクロンの層を形成する必要はないと考えられる。むしろ、操作性のためにスペーサーを使用して、鋳造体精度の低下をみるより、セメント泥の通出し易い形態を付与する方が望ましいと考える。

結 論

本報は各種合着用材料の粉末粒子の大きさと被膜厚さの関係を検討し、さらにセメントの被膜厚さに対する測定用ガラス板の面積および表面あらしの影響について調査した結果である。結果は次のとおりである。

1. 合着用材料の粉末粒子の大きさと被膜厚さとには相関があり、その相関係数は0.39である。
2. 被膜厚さは測定用ガラス板の面積を小さくしても影響がない。
3. 被膜厚さは測定用ガラスが粗面であると小さくなる。
4. 粗面ガラスによって測定される被膜厚さは小さくなるが、セメント層はそれよりも厚い部分がある。

本論文中の各種合着用材料粉末の走査電顕写真は、電顕室赤羽章司氏の撮影によるものである。同氏のご協力を厚く感謝する。

文 献

- 1) 金竹哲也 (1978) 歯科理工学通論 新訂版. 385~417, 永末書店, 京都.
- 2) Peyton. F. A., Craig. R. G. (1978) Restorative Dental Materials. 417~450. C. V. Mosby Co., St. Louis.
- 3) 上新和彦 (1980) リン酸亜鉛セメントの硬化反応に関する研究. 歯理誌, 21: 169~184.
- 4) 高橋重雄, 中西哲生, 有坂はる子, 平山道子, 住井俊夫 (1973) 合着用材料をテストする. DE, 26: 12~33.
- 5) 金竹哲也, 中村健吾, 真坂信夫, 高橋重雄 (1976) 鑄造体の適合精度について. DE, 36: 1~13, 37: 1~7.
- 6) 中西哲生 (1975) 鑄造冠における再現性とセメント合着後の適合性に関する研究. 歯科学報, 75: 1797~1817.
- 7) 高橋重雄 (1978) 印象材と使用上の注意事項—よい修復物を得るために—, 日本歯科評論, (425): 83~90.
- 8) 長谷川二郎 (1963) インレー鑄造精度に関する実験的研究, 歯科学報, 63: 415~440.