

メタクリレート系ポリマーを基材とした 歯科用仮着材の開発

—練和方法の違いが諸性質に及ぼす影響—

岡田 英俊¹ 及川 均² 龍方 一郎¹ 石田 喜紀¹
林 幹太¹ 覚本 嘉美¹ 川島 功¹ 八木原 淳史³
遠藤 学⁴ 大塚 保光⁵

Development of a Dental Temporary Luting Agent Consisting of Methacrylate-based Polymer —Influence of Mixing Methods—

Hidetoshi OKADA¹, Hitoshi OIKAWA², Ichiro RYUKATA¹, Yoshinori ISHIDA¹
Mikita HAYASHI¹, Yoshimi KAKUMOTO¹, Isao KAWASHIMA¹, Atsushi YAGIHARA³
Gaku ENDO⁴ and Yasumitsu OTSUKA⁵

We developed a dental temporary luting agent consisting of PEMA and anethol. This study examined the influence of mixing methods on the properties of the trial temporary luting agents. The mixing methods were ① a mixing pad and a plastic spatula (PA1) and ② a dappen glass and a plastic spatula (PA2). The following results were obtained: The agent mixed with PA2, had higher fluidity, thicker film and longer setting time than the agent mixed with PA1. No significant difference after thermal cycling test was observed in bond strength between self-curing resin crowns and stainless die abutments.

Key words: temporary luting agent, PEMA, anethol, mixing condition

緒 言

歯科臨床の歯冠修復において、支台歯形成後から修復物の作製、装着までの間、咬合関係の維持などの目的から暫間被覆冠の使用を必要とする。暫間被覆冠の支台装置に対する固定は撤去することを前提とした仮着材の使用となる。また、歯科

用インプラントではメンテナンスの関係から、上部構造とアバットメントの固定に仮着材を用いる症例も多く見受けられる。

仮着材に求められる要件は合着材とは異なり、修復物を外す前提で用いる材料であるため、永久的な接着耐久性を追求されるものではない。支台装置やアバットメントに対し、暫間被覆冠や補綴

受付：平成25年12月27日，受理：平成26年2月7日
奥羽大学歯学部生体材料学講座¹
及川歯科医院²
ファミリー歯科医院³
遠藤歯科医院⁴
大塚歯科医院⁵

Department of Biomaterial Science Ohu University
School of Dentistry¹
Oikawa Dental Clinic²
Family Dental Clinic³
Endo Dental Clinic⁴
Otsuka Dental Clinic⁵

表1 実験材料

仮着材	粉末成分	液成分	粉液比	コード
試作仮着材	PEMA	アネトール	2.0	PA
市販仮着材				
カルボキシレートセメント系	酸化亜鉛	ポリアクリル酸水溶液	2.2	TES
ガラスアイオノマーセメント系	酸化亜鉛 シリカ ガラス粉末	アクリル酸-トリカルボン酸 共重合体水溶液	1.8	IPT

装置を一定期間固定するだけの接着性を有し、そして撤去操作が容易なことが望まれる。とくに暫間被覆冠の撤去後は、支台装置に仮着材が残存しないことが望まれる。暫間被覆冠の撤去後における、仮着材の支台装置における残存状態は、後に永久合着を行う補綴装置と支台装置の接着強さに大きく影響を及ぼす因子とされている^{1,2)}。著者らは Polyethylmethacrylate (以下 PEMA) と有機溶媒を基材とする仮着材を試作した。試作材はレジン冠撤去時において、支台に対する付着がなく、また、支台材料と合着材の接着強さに及ぼす影響が少ないなど、仮着材として優れた性質を具備していた^{3,4)}。しかし、試作仮着材は練和操作が容易でないことから、上記の性質を維持しつつ、練和の操作性を向上させる必要があると考えられた。試作材の練和は従来、紙練板とプラスチックパチュラによって行なっていた。著者らはいくつかの方法を試行した。その結果、ダッピンググラスに液成分を入れてから、粉末を投入し、プラスチックパチュラにて攪拌するように練和すると、以前よりも練和操作が容易となることが明らかとなった。

そこで今回は、練和方法の違いが試作仮着材の諸性質に及ぼす影響を比較検討した。

材料および方法

1. 実験材料

実験に用いた材料を表1に示す。試作仮着材は液成分に食品添加物にも用いられるアネトールを用い、粉末成分に粘膜調整材の基材でもある平均粒径が約150 μ mのPEMAを用いた。対照として市販仮着材であるカルボキレートセメント系(以

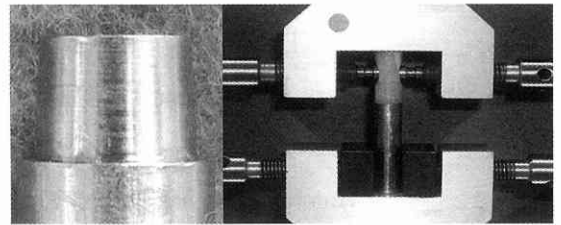


図1 支台金型と接着試料の設置

後 TES) 1種およびガラスアイオノマーセメント系(以後 IPT) 1種を用いた。仮着材の粉液比(P/L)は試作材が2.0で、対照である TES, IPT は標準で用いた。

2. 材料の練和方法

試作材には2種類の練和方法を採用した。

- 1) 紙練板とプラスチックパチュラを用いて1分間で120回の練和を行った条件(コード: PA1)。
- 2) ダッピンググラスとプラスチックパチュラを用いて攪拌するように1分間で120回の練和を行った条件(コード: PA2)。また、市販仮着材は付属の説明書に準じて練和を行った。

3. 実験方法

1) 硬化時間

硬化時間の測定は内径20mm、深さ10mmのガラス管に各材料を填塞し、温度37 $^{\circ}$ C、湿度約100%の恒温恒湿槽中においてビカー硬度計で試料表面に対し繰り返し圧接して、圧痕がつかなくなった時間を硬化時間とした。

2) 稠度

各材料の練和泥0.5mlをガラス板中央に置き、練和開始から3分後に120gのガラス板を上に乗せ、練和開始から10分後に広がり直径を測定した。

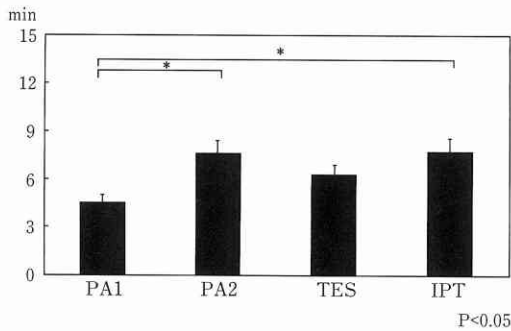


図2 硬化時間

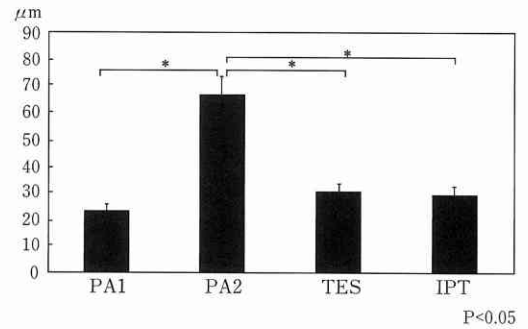


図4 被膜厚さ

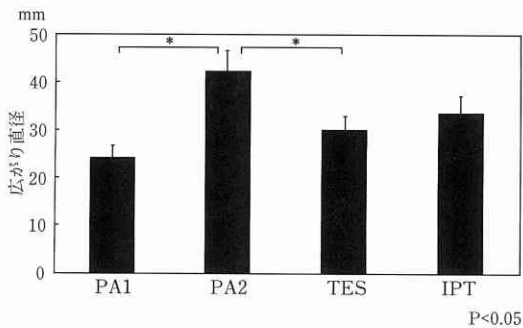


図3 稠度

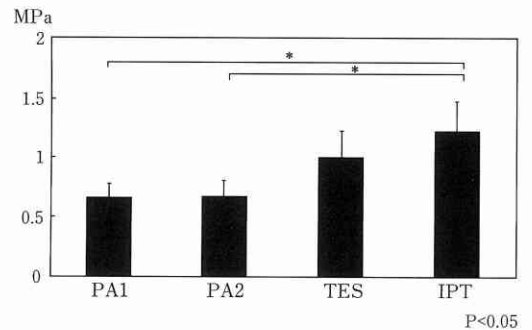


図5 支台金型とレジン冠の接着強さ

3) 被膜厚さ

予めガラス板2枚を合わせた厚さをデジタルマイクロメーターで測定した後、各材料の練和泥をガラス板の間に挟み、練和開始から3分後に定荷重試験器にて荷重15kgをかけ、7分間保持した後、デジタルマイクロメーター（Nikon社製、MFC-101）で厚さを測定し、得られた二つの測定値の差をとり、被膜厚さとした。

4) 接着試験

外径11mm、内径9mm、テーパー8°のステンレス製支台金型を用いて常温重合レジン（GC社製、テンプロン）によるレジン冠を専用の金型を用いて作製した。レジン冠は仮着材の被膜厚さが約100μmとなるようにカーボランダムポイントで内面を研削し、適合試験材を用いて各部の厚さをデジタルマイクロメーターで確認しながら調整した。支台金型とレジン冠の仮着は温度37℃、湿度100%中で荷重7kgをかけて10分間保持した。その後、接着試料は冷温槽（5℃：30秒）、高温

槽（55℃：30秒）のサーマルサイクル試験を100回行い、引張接着試験を万能試験機にて、クロスヘッドスピード0.5mm/minで行った（図1）。各実験結果の値はone way ANOVA（P<0.05）により有意差検定を行った。

結 果

1. 硬化時間

硬化時間の結果は図2に示す。PA1はPA2、IPTよりも硬化時間が有意に短くなった。PA2とTES、IPT間では有意差が認められなかった。

2. 稠 度

稠度の結果は図3に示す。PA2はPA1、TESよりも広がり直径の値が有意に大きくなった。PA1とTES、IPT間では値に有意差は認められなかった。

3. 被膜厚さ

被膜厚さの結果は図4に示す。PA2は他の材料よりも有意に値が大きくなった。PA1とTES、

IPT間では値に有意差は認められなかった。

4. 支台金型とレジン冠の接着強さ

支台金型とレジン冠の接着強さの結果は図5に示す。PA1, PA2はIPTよりも有意に値が小さくなった。PA1, PA2とTES間では値に有意差は認められなかった。

考 察

試作材は液成分のアネトールが粉末成分であるPEMAの表層を溶解し、PEMA粒子が相互に凝集結合して弾性を有する硬化体となる⁵⁾。PA1はスパチュラと練板により、粉末を磨り潰すように練和したが、PA2では液中で粉末を攪拌するように練和した。粉末に荷重をかけながら練和したPA1の方が、練和時間を1分間とした場合、液体に対する溶解性は大きいものと推察された^{6,7)}。PA2の練和方法では粉末粒子の溶解がPA1の方法よりも少なく、PEMA粒間の結合度も小さいため、PA2の方がPA1よりも硬化時間は長く、流動性と被膜厚さは大きくなる結果になったと推察された。被膜厚さに関しては、セメントの規格値で30mmとされていることを考慮すると、PA2では現時点で値が大きいと考えられた。しかし、稠度に関しては、広がり直径の規格値が30mm以上であることを考慮すると、PA2に関して、暫間被覆冠の浮き上がりなどに影響を及ぼす流動性では、他の仮着材よりも優位性が高いと考えられた。このことから、今後は流動性を維持しつつ、被膜厚さを減少させる方向で試作材を改善していく必要があると考えられた。

レジン冠と支台金型との接着強さはPA1とPA2で同等な値となった。他の項目の実験結果から、練和を開始してから10分程度までは練和方法の違いにより、硬化体の性状も異なっていることが考えられた。しかし、接着試験に関しては、サーマルサイクル試験を100回負荷した。1サイクルあたり、高温槽30秒、低温槽30秒、各槽への試料の移動時間が20秒の80秒である。したがって、練和開始から接着試験まで、3時間弱の時間が経過するため、初期の段階では粉末の溶解に差異があったとしても、時間の経過とともに硬化体の状態もPA1とPA2で同様になってくるものと

推察され⁷⁾、接着強さの値でも差異が現れなかったと考えられた。

今後は操作性の関係から、PA2で用いた練和方法を重視して開発を進めていくことになると考えられるが、市販仮着材よりも被膜厚さが有意に大きいことから、被膜厚さを低下させるために、PEMAの粒径を小さくした条件についても実験を行う必要があることが示唆された。

結 論

PEMAとアネトールを基材とする試作材について、練和方法の違いが諸性質に及ぼす影響を検討した。硬化時間、稠度および被膜厚さについては、練和方法の違いにより値で差異が認められた。レジン冠と支台金型の接着強さについては同等であった。練和方法によっては市販仮着材よりも被膜厚さが大きくなるため、PEMAの粒径を小さくした条件についても実験を行う必要があることが示唆された。

謝 辞

本課題は研究成果展開事業 研究成果最適展開支援プログラム フィージビリティスタディステージ (A-STEP) の支援により遂行出来ましたことに感謝致します。

文 献

- 1) 渡部和美エリゼッテ, 鈴木一臣, 山下 敦, 繁田真人, 今井 誠, 中井宏之: 象牙質と接着性レジンセメントの接着における仮着材の影響. 歯材器 **15**; 187-191 1996.
- 2) 吉田 剛, 小泉寛恭, 根本美佳, 小峰 太, 棧 淑行, 五十嵐孝義: 接着性レジンセメントの接着強度に関する研究—金属支台歯に仮着材ならびに清掃条件が及ぼす影響—. 接着歯学 **17**; 81-90 1999.
- 3) 岡田英俊, 石田喜紀, 野口博志, 長山克也: PEMAとユージノールを基材とした新しい仮着材の開発. 歯材器 **24**; 431-438 2005.
- 4) Okada, H., Ishida, Y., Noguchi, H., Ryukata, I. and Nagayama, K.: Development of a new temporary luting agent consisted of PEMA and eugenol—Residue ratio and bond strength of luting cements for abutment materials. Dent. Mater. J. **28**; 261-266 2009.
- 5) 菅島正栄: 膨張性仮封材の開発. 奥羽大歯学誌 **31**; 143-155 2004.
- 6) 森谷太郎, 矢田部俊一: 溶解度の異なる粉体か

ら成る混合物（珪砂-炭酸ソーダ系）の溶解過程
粉体混合物の溶解現象に関する研究（第2報）.
窯業協会誌 **69**；208-215 1961.

- 7) 関口慶二，城谷憲一，菅家甫子：固形医薬品の
溶解性状（第4報）溶解速度測定による粉末医
療品の有効表面積の測定. 薬学雑誌 **95**；195-
203 1975.

著者への連絡先：岡田英俊，（〒963-8611）郡山市富田町
字三角堂31-1 奥羽大学歯学部生体材料学講座

Reprint requests：Hidetoshi OKADA, Department of
Biomaterials Science, Ohu University School of
Dentistry

31-1 Misumido, Tomita, Koriyama, 963-8611, Japan