

床用レジン重合時のマイクロ波照射が及ぼす表面硬さへの影響

田辺 直紀

Surface hardness of denture base resins cured by microwave energy

Naoki Tanabe

Abstract

This evaluated the effects of the L/P ratio of resins and the position of the denture base on the surface hardness of denture base resins cured by microwave energy. Three denture base resins for microwave curing, heat curing and self curing were used. Resins were mixed with the manufacturers' instructed L/P (St) ratios and $St \pm 0.1$ ratios. Specimens $\phi 20$ and 10mm in height were fabricated for each material using a 500-W microwave oven for 240 sec, and then stored in distilled water for 24 hours before testing. Surface hardness was measured using a superficial Rockwell hardness testing machine with a scale of 15Y for plastic. Data were analyzed by three-way analysis of variance. It was concluded that: 1) the surface hardness of denture base resins cured by microwave energy was most affected by the resin L/P ratio; 2) the surface before polishing was harder than that after polishing; 3) the surface hardness of the resins was affected by the position of the microwave oven.

Key words: denture base resin, microwave radiation, surface hardness

緒 言

床用レジン重合法の一つに電子レンジを応用するマイクロ波重合法¹⁾がある。温水槽が不用であるために重合操作が簡便で重合時間が短くなる利点があり、マイクロ波重合法専用の床用レジンも市販されている。マイクロ波重合法は、マグネトロン発振器から照射されたマイクロ波のエネルギーを熱に転換することで加熱重合する方法²⁾として、以前から知られている。一般的に使用されている加熱重合型床用レジン製義歯

の修理や床のリベースをする場合に、マイクロ波重合法を用いることで旧義歯と同一色で審美的な同一製品の床用レジンによる添加や改床が可能となり、再製義歯を簡便に製作できる³⁾ようになった。しかし適切な使用条件についての詳細については、まだよく知られていない。

著者らはこれまでに、マイクロ波重合法による床用レジンの物性について報告⁴⁾し、さらに重合時の操作条件としてマイクロ波の照射時間、レジンの種類、レジンの粉液比および埋没用石こうの混水比などが物性に及ぼす影響につ

日本大学歯学部数理情報学教室
日本大学歯学部総合歯学研究所生体工学研究部門
〒101-8310 東京都千代田区神田駿河台1-8-13
(受理: 2007年9月10日)

Department of Applied Mathematics and Informatics,
Nihon University School of Dentistry
Division of Biomaterial Science, Dental Research Center,
Nihon University School of Dentistry
1-8-13 Kanda-Surugadai, Chiyoda-ku, Tokyo 101-8310, Japan

いて報告⁵⁻¹³⁾した。そしてさらに、マイクロ波重合した床用レジン⁵⁻¹³⁾は短時間に急激に加熱されることから、照射を受ける位置や方向、さらに急激に温度上昇する埋没用石こうに接触する界面での影響を詳細に検討する必要があると思われた。

そこで、重合時にマイクロ波を照射した床用レジンの局所部位での物性を調査するために、床用レジンの種類、粉液比およびマイクロ波の照射を受ける位置が、表面硬さに及ぼす影響について検討したので報告する。

材料および方法

実験に用いた床用レジン⁵⁻¹³⁾は、市販されているマイクロ波重合型アクロン MC、加熱重合型アクロンおよび流し込み型ポアレジンの3製品で、以下表1に示す略号を使用する。

試験体の製作には、まず直径 20 mm、厚さ 11 mm の円柱状パラフィンワックスを、図1に示すようにジーシー社製 FRP フラスク (H・K タイプ) 内に石こうで埋没した。

練和開始から 2 時間後にパラフィンワックス

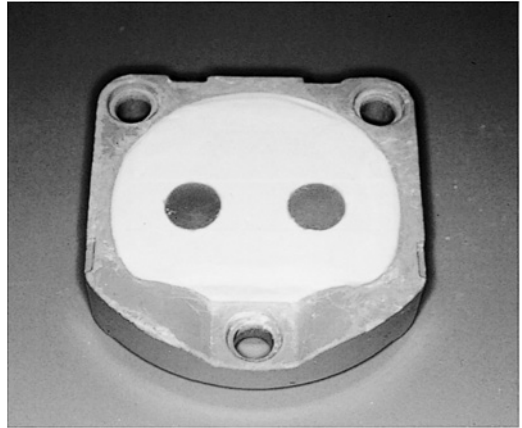


図 1

を流蠟除去して石こう型を製作した。この石こう型に分離材を塗布し、製造者指示の標準粉液比と、それを±0.1 増減した 3 条件の粉液比で混和して得られた餅状レジン混和物を填入した。なお、標準以外の粉液比で従来のガラス混和器を用いると、製作条件によっては混和が困難になり、粉液の浸透状態が不均一な試験体ができる場合があった。そこでガラス混和器は使用せず、床用レジンの粉と液とをビニール袋の隅の三角部分で混合し、上部の空気を抜いて輪ゴムで縛り、手で揉んで均一に混和してから石こう型に填入した。

試圧して余剰レジンを除去した後、ヨシダ製作所製油圧プレスを用いて 40 kg/mm²で加压してボルトで固定後、松下電器産業製 NE-M 310 型電子レンジ(周波数 2450 MHz, 定格出力 500 W) の棚の中央にフラスクを置いてマイクロ波を 240 秒間照射した。照射時には試験体を反転せず、照射源に近い面を上底面、その反対を下底面として区別した。照射終了後、フラスクを室温中で 30 分間放冷後、流水下で 15 分間冷却してから試験体を取り出した。

フラスクからは 2 個ずつの円柱状試験体を製作し、片方の底面を# 1000 の耐水研磨紙で厚さが 10 mm になるまで手研磨し、上・下底面がそ

表 1

製品名	略号	製造者	Lot No.	粉液比
●床用レジン				
<u>マイクロ波重合型</u>				
アクロン MC	AM	ジーシー	粉: 211161 液: 080171	0.43
<u>加熱重合型</u>				
アクロン	AC	ジーシー	粉: 190361 液: 140361	0.43
<u>流し込み常温重合型</u>				
ポアレジン	PR	松風	粉: 039512 液: 019629	0.56
●レジン床用分離材				
アクロセップ		ジーシー	021261	
●埋没用石こう				
歯科用焼石こう		下村	162216	0.37

それぞれ研磨面と未研磨面とになるように、すなわち同一フラスクから合計4種の測定面を得た。試験体は、研磨後に室温水中で24時間保管してから測定に供した。

測定には松沢精機製DXT-3型デジタル式スーパーフィシャルロックウェル硬度計を用い、直径3/4インチの鋼球圧子を取り付けて、基準荷重3kgf、測定荷重15kgf、荷重保持時間15秒のプラスチック仕様(15Y)に設定した。各測定面で任意の5カ所以上を測定し、得られた値の平均値を求めて各測定面の表面硬さ値とした。

なお実験は各条件で5回繰り返し、3種の床用レジの粉液比、研磨の有無(研磨面・未研磨面)の2種および底面の種類(上・下底面)の2種による3要因12水準について、3元配置分散分析による統計学的処理をして有意検定をした。

結果

AM, AC, PRの表面硬さの結果を図2~4に示す。レジの粉液比を要因A, 表面研磨の有無を要因B, 底面の種類を要因Cとし、各要因および交互効果を3元配置分散分析して有意検定をした。そして有意と認められなかった交互効果の誤差をプーリングし、再検定した結果とを合わせた三元配置分散分析表を表2~4に

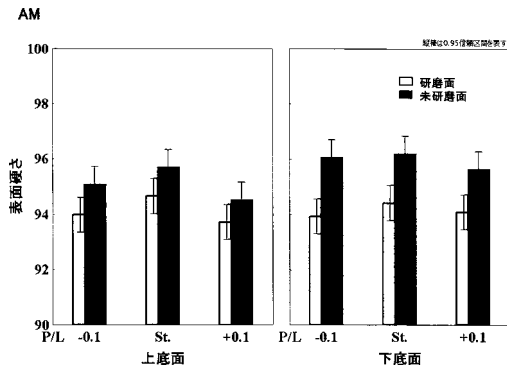


図2

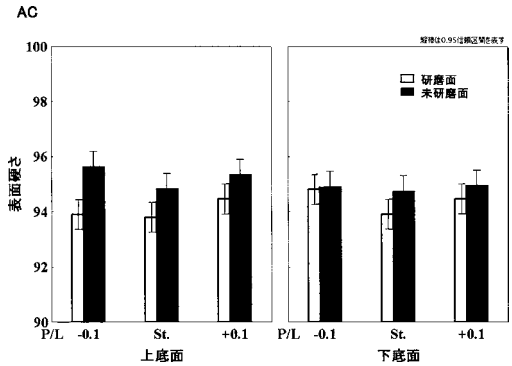


図3

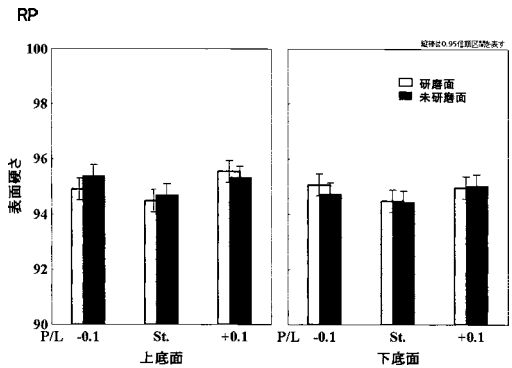


図4

表2

要因	偏差平方和	自由度	不偏分散	F 値	判定
粉液比(A)	5.64	2	2.82	5.68	**
研磨の有無(B)	29.47	1	29.47	59.30	**
底面の種類(C)	2.95	1	2.95	5.94	*
A×B	0.48	2	0.24	0.49	
A×C	0.93	2	0.46	0.93	
B×C	2.65	1	2.65	5.33	*
A×B×C	0.07	2	0.04	0.07	
誤差	23.85	48	0.50		
Pooling					
粉液比(A)	5.64	2	2.82	6.012	**
研磨の有無(B)	29.47	1	29.47	62.821	**
底面の種類(C)	2.95	1	2.95	6.294	*
B×C	2.65	1	2.65	5.649	*
誤差	25.33	54	0.47		
全体	66.05	59			

** : 1%有意 * : 5%有意

表 3

要 因	偏差平方和	自由度	不偏分散	F 値	判定
粉液比(A)	3.18	2	1.59	4.316	*
研磨の有無(B)	10.84	1	10.84	29.458	**
底面の種類(C)	0.01	1	0.01	0.022	
A×B	0.20	2	0.10	0.269	
A×C	0.22	2	0.11	0.299	
B×C	2.05	1	2.05	5.582	*
A×B×C	1.54	2	0.77	2.094	
誤 差	17.66	48	0.37		

Pooling					
粉液比(A)	3.18	2	1.59	4.371	*
研磨の有無(B)	10.84	1	10.84	29.831	**
底面の種類(C)	0.01	1	0.01	0.022	
B×C	2.05	1	2.05	5.652	*
誤 差	19.62	54	0.36		

全 体	35.69	59			

** : 1%有意 * : 5%有意

表 4

要 因	偏差平方和	自由度	不偏分散	F 値	判定
粉液比(A)	5.12	2	2.56	12.898	**
研磨の有無(B)	0.02	1	0.02	0.094	
底面の種類(C)	1.09	1	1.09	5.509	*
A×B	0.07	2	0.04	0.187	
A×C	0.25	2	0.12	0.622	
B×C	0.25	1	0.25	1.251	
A×B×C	0.74	2	0.37	1.864	
誤 差	9.53	48	0.20		

Pooling					
粉液比(A)	5.12	2	2.56	12.993	**
研磨の有無(B)	0.02	1	0.02	0.095	
底面の種類(C)	1.09	1	1.09	5.550	*
誤 差	10.84	55	0.20		

全 体	17.07	59			

** : 1%有意 * : 5%有意

示す。

AM では、要因 A および要因 B が高度に有意、要因 C が有意であり、交互効果では要因 B と要因 C の交互効果 B×C が有意であった。A×B、A×C および A×B×C の交互効果は有意

であると認められなかったため、これらをプーリングして再検定したが、その検定結果は変わらなかった。すなわち AM の表面硬さは標準粉液比で最大であり、最小有意差法による各水準間で比較した結果、標準粉液比と -0.1 との間が有意、+0.1 との間で高度に有意な差が認められた。一方、研磨面は未研磨面よりも約 1% 表面硬さが減少した。研磨面と底面の種類には交互効果が認められ、未研磨面では上底面が下底面よりも表面硬さが有意に小さくなったが、研磨面では底面の種類による有意差は認められなかった。

AC では、要因 A が有意、要因 B が高度に有意、要因 C は有意でなく、要因 B と要因 C の交互効果 B×C が有意であった。AM と同様にプーリング処理して再検定したが、その検定結果は変わらなかった。すなわち AC の表面硬さは、標準粉液比の場合に有意に最小であることが最小有意差法による各水準間の比較結果から認められた。一方、AM と同様に研磨面は未研磨面より表面硬さが小さく、研磨面と底面の種類の交互効果から、未研磨面のみに、上底面が下底面よりわずかに有意に大きくなることが認められた。

PR では、要因 A が高度に有意、要因 C も有意であったが、要因 B は有意と認められなかった。いずれの交互効果も有意でなかったことから、すべての交互効果の誤差をプーリングして再検定したが、検定結果は変わらなかった。すなわち PR の表面硬さは AC と同様に標準粉液比で最小であり、上底面は下底面よりも有意に大きかったが、研磨面と未研磨面の表面硬さには有意差が認められなかった。

考 察

重合時にマイクロ波照射した床用レジンの表面硬さは、粉液比により明らかな影響が認められた。AM では標準粉液比で最大値を示し、AC

と PR では標準粉液比で最小値を示した。AM はマイクロ波重合専用床用レジンであり、同一照射時間での曲げ強さの結果も標準粉液比が最大であり⁵⁾、製造者指示の粉液比が表面硬さに関しても適切な指示であることが確認できた。一方、加熱重合型や流し込み重合型床用レジンでは、製造者指示の粉液比が表面硬さを大きくする最適条件ではなく、製造者指示とは異なる最適な粉液比を検討する必要があると示唆された。マイクロ波の効果を受けるモノマーの量を多く設定すると内部加熱は促進するが、残留モノマー量の増加にともない強度が低下して表面硬さも小さくなると考えられ、さらに照射時期、照射時間、石こう型などの影響も考慮して、これらのバランスをとった粉液比を求めて用いる必要がある。今回の実験から適切な粉液比を推定することは困難であるが、加熱重合型や流し込み法に適した粉液比が必ずしもマイクロ波重合型に適すとは限らないことが判明した。さらに PR では、レジンを充填時の流れをよくするために液成分を多くしても、マイクロ波重合型では表面硬さを低下させないことが示唆された。

研磨面と未研磨面の表面硬さを比較すると、AM および AC では研磨面の方が小さい傾向を示した。本研究の研磨面は、#1000 まで研磨して製作したが、研磨面と未研磨面の表面粗さにはほとんど差が認められなかったことから、表面粗さの相違で表面硬さが変化したとは考えられなかった。そこで研磨面は最表面の一層が研削された結果による、レジン内部の硬さを測定したと考えられる。すなわちマイクロ波重合型では、マイクロ波による低分子（モノマーや石こう型中の水分）の振動によって生じるレジン内部での重合の促進と発熱による温度上昇が影響を与えるが、石こう型に直接接触して局所的に充分加熱されて硬化した最表面を研削してしまうので、研磨面の表面硬さが未研磨面より小さくなったと考えられた。一方、PR では研磨

面と未研磨面の表面硬さにはほとんど差がなく、曲げ強さの結果と同様に石こう型による外部からの加熱に大きく影響されない^{11,13)}ことが原因と考えられた。

底面の種類で表面硬さを比較すると、AM の未研磨面では下底面が上底面よりも大きく、AC の未研磨面では上底面が下底面よりもわずかに大きかったが、AM および AC の研磨面では上・下底面には差が認められず、いずれも研磨しない最表面に限定した影響であることが認められた。一方 PR では、研磨の有無に関わらず上底面が下底面よりも表面硬さが大きかった。

これらのことからマイクロ波重合型の AM では、試験体全体に均一にマイクロ波照射の効果が及びやすく、照射を受ける位置の遠近よりもレジン表面の外部加熱による影響を大きく受け、直接接触する石こう型が厚くて熱容量が大きい下底面の最表面の方が、上底面よりも硬化が促進して表在性に表面硬さが大きくなったと考えられた。一方、加熱重合型の AC では、重合に必要な加熱はマイクロ波による石こうの温度上昇によって得られるが、マイクロ波による重合の促進効果は、電子レンジからマイクロ波照射を受ける位置に近い方で強く、上底面の表面硬さの方が下底面よりも大きくなったと思われる。常温重合型の PR では、前述したように石こう型からの加熱による影響が小さいことから、外部からの加熱効果よりもマイクロ波照射による重合促進効果の影響が強く、AC と同様に照射源に近い上底面の表面硬さの方が大きくなったと考えられた。

結 論

重合時にマイクロ波照射したマイクロ波重合型、加熱重合型、流し込み型床用レジンの表面硬さを測定し、粉液比、研磨の有無および底面の種類で影響を検討した結果、以下のことが判明した。

1. マイクロ波重合型以外の床用レジンは、製造者指示とは異なる粉液比の方が表面硬さが大きくなり、マイクロ波重合法用に最適な粉液比を検討する必要がある。

2. 流し込み型以外の床用レジンでは、石こう型からの外部加熱の影響を受けた最表面を研磨すると表面硬さが減少した。

3. マイクロ波重合型以外の床用レジンでは、照射源からの距離による表面硬さへの影響が考えられた。

文 献

- 1) 丸山松司 (1987) マイクロ波重合による床義歯の製作. 歯科技工 15, 332-340
- 2) 橋本弘一, 西井正道, 加藤仁朗 (1968) 極超短波によるレジン重合法について(予報). 歯材器誌 17, 46-50
- 3) Michael D. Truek, Mark W. Richards (1993) Microwave processing for denture relines, repairs and rebases. J Prosthet Dent 69, 340-343
- 4) 田辺直紀, 佐藤吉則, 高橋博, 松津里香, 阿崎正之, 永井学, 土生博義, 大木一三 (1992) マイクロ波重合法による床用レジンの検討—表面硬度および三点曲げ強さについて—. 補綴誌 36, 959-967
- 5) 加島光浩, 風見勝敏, 田辺直紀 (1997) マイクロ波重合法による床用レジンの検討—レジンおよび石こうの粉液比と照射時間の影響—(抄録). 日大歯技会報平成 9 年 3 月号, 3
- 6) 加島光浩, 風見勝敏, 田辺直紀 (1997) マイクロ波重合法による床用レジンの検討 重合操作時における操作要因の影響(抄録). 日歯技工誌 18, 118
- 7) 加島光浩, 風見勝敏, 田辺直紀 (1998) マイクロ波重合用レジンの粉液比が表面硬さに及ぼす影響(抄録). 日大歯技会報平成 10 年 3 月号, 2-3
- 8) 加島光浩, 風見勝敏, 田辺直紀 (1998) マイクロ波重合法による床用レジン物性に関する検討 レジンの粉液比が表面硬さに及ぼす影響(抄録). 日歯技工誌 19, 101-102
- 9) 加島光浩, 風見勝敏, 田辺直紀 (1999) マイクロ波を応用したスプリントの表面硬さの向上法(抄録). 日大歯技会報平成 11 年 3 月号, 4-5
- 10) 加島光浩, 風見勝敏, 田辺直紀 (1999) 常温重合型レジン床製作時のマイクロ波照射が表面硬さに及ぼす影響(抄録). 日歯技工誌 20, 158
- 11) 加島光浩, 風見勝敏, 田辺直紀 (2000) 常温重合型レジン床製作時に照射するマイクロ波の照射時期と照射時間が曲げ強さに及ぼす影響(抄録). 日大歯技会報平成 12 年 3 月号, 4
- 12) 加島光浩, 風見勝敏, 田辺直紀 (2000) 常温重合型レジン床製作時に照射するマイクロ波の照射時期と照射時間が表面硬さに及ぼす影響(抄録). 日歯技工誌 21, 109
- 13) 加島光浩, 風見勝敏, 田辺直紀 (2001) 常温重合型レジン床製作時に照射するマイクロ波の照射開始時期と照射時間が曲げ強さと曲げ弾性率に及ぼす影響(抄録). 日歯技工誌 22, 151