

不同混合方式的玻璃離子黏合劑的抗壓強度比較

黃永賢 郭永昌

摘 要

膠囊裝的玻璃離子黏合劑，將粉液的比例給予標準定量化，利用機械混合方式即使用汞齊混合機混合後，其性質是否與經手調拌者有所不同，而膠囊裝玻璃離子黏合劑的裝填重量、實際使用重量與標示重量是否有差異及汞齊混合機的速度是否會影響其性質，乃本實驗欲探究的主題。本實驗乃是在 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ， $80 \pm 10\%$ 相對濕度下，就兩種常見的市售膠囊裝玻璃離子黏合劑 ESPE Ketac-cem Aplicap 及 GC Fuji Cap I 經超高速汞齊混合機或高速汞齊混合機混合 10 秒後及將其個別相對的傳統瓶裝產品 ESPE Ketac-cem 及 GC Fuji I 經手調拌後，依 ISO-7489 原則，做 24 小時抗壓強度的測試比較，以了解不同混合方式的玻璃離子黏合劑在 24 小時抗壓強度表現上有何不同。並測量了解膠囊裝玻璃離子黏合劑的裝填重量、實際使用重量與標示重量的差異狀況。另以數位顯示光學式轉速測定計來測試汞齊混合機的振盪頻率是否精準。實驗結果顯示，經手調拌者，其抗壓強度平均值大於該公司出品的膠囊裝玻璃離子黏合劑經機械混合方式混合者 ($P < 0.01$)。除 ESPE Ketac-cem 經手調拌者的抗壓強度平均值與 Fuji Cap I 經機械混合者無差異外 ($P > 0.01$)，得知 GC 公司產品的各組均大於屬 ESPE 公司產品的各組 ($P < 0.01$)。膠囊裝玻璃離子黏合劑，使用不同速度的汞齊混合機來混合，其抗壓強度無統計區別 ($P > 0.01$)。膠囊裝玻璃離子黏合劑經汞齊混合機混合，其抗壓強度偏差較大的可能原因眾多，經本實驗發現 ESPE Ketac-cem Alicap 的裝填粉液比率與標示粉液比率差異達 10.50%，而 Fuji Cap I 膠囊設計不良，使粉液實際使用比率與標示比率差異達 17.92%，粉液實際使用比率與裝填比率差異達 15.90%，且 Fuji Cap I 膠囊裝玻璃離子黏合劑經汞齊混合機混合後擠出的混合團，經硬化、酸蝕、乾燥處理後，在電子顯微鏡下觀察，可見到依擠出的先後順序，呈現不同的結構組織像，同時混合團內有疑似未反應液體留存痕跡。另以數位顯示光學式轉速測定計測定汞齊混合機的振盪頻率，結果顯示 ESPE Capmix 及 Fuji Himix VS-III 兩種機型其振盪頻率均穩定。

自 1972 年，Dr. Wilson 及 Dr. Kent⁽¹⁾ 發展出玻璃離子黏合劑後，雖有不少缺點，但在

不斷地修正改良其組成成分後，因玻璃離子黏合劑具有與牙齒及金屬形成化學鍵結的能

力^(2,3)，材料硬化過程中體積穩定⁽⁴⁾，熱膨脹係數與齒質近似⁽⁵⁾及釋出氟離子而具有防止齲齒的特性⁽⁶⁻¹¹⁾，因此常為人們所稱許。而近年來，因 AIDS 及肝炎的流行，使牙醫醫院內的機械消毒廣為人們所關切，進而使可拋棄式的器械開始盛行，而膠囊裝的玻璃離子黏合劑正符合此一潮流的趨勢。膠囊裝的玻璃離子黏合劑，將粉液的比例給予標準定量化，利用機械混合方式即使用汞齊混合機來混合，希望能避免人為量取及調拌時所產生的誤差⁽¹²⁻¹⁵⁾，並期待調拌出來的玻璃離子黏合劑其性質能均勻穩定。將膠囊裝玻璃離子黏合劑，以汞齊混合機混合後，其性質是否與經手調拌者有所不同，及汞齊混合機的速度是否會影響其性質，卻仍有爭議^(16,17)。故本篇實驗目的乃是欲在 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ， $80 \pm 10\%$ 相對濕度下，就兩種常見的市售膠囊裝玻璃離子黏合劑 ESPE Ketac-Cem Aplicap 及 GC Fuji Cap I 經超高速汞齊混合機或高速汞齊混合機(依據 Dr. Bass 及 Dr. Mount^(12,15)所下的定義：超高速汞齊混合機乃是指振盪頻率在每分鐘 4000 轉以上的汞齊混合機，高速汞齊混合機乃指振盪頻率在每分鐘 3000 轉左右的汞齊混合機)混合 10 秒後及將個別相對的傳統瓶裝產品經手調拌後，依 ISO-7489 原則⁽¹⁸⁾，做 24 小時抗壓強度的測試比較，以了解不同混合方式的玻璃離子黏合劑在 24 小時抗壓強度表現上有何不同。並測量了解膠囊裝玻璃離子黏合劑的裝填重量、實際使用重量與標示重量三者間的差異狀況。另以數

位顯示光學式轉速測定計來測試汞齊混合機的振盪頻率是否精準。

材料與方法

本實驗所用材料有 ESPE 公司的 Ketac-cem 及 Ketac-cem Aplicap 與 GC 公司的 Fuji I 及 Fuji Cap I，各材料的包裝型式、混合方式、製造批號、粉液比率及製造公司如表一。

本實驗主要依產品的不同及汞齊混合機振盪速度的不同來分組，共分成六組：

A 組：將 ESPE 的 Ketac-cem Aplicap 用超高速汞齊混合機 ESPE Capmix 來混合 10 秒。

B 組：將 ESPE 的 Ketac-cem Aplicap 用高速汞齊混合機 Fuji Himix VS-III 來混合 10 秒。

C 組：將 ESPE 的 Ketac-cem 利用電動天秤(Libror AEL-200, Shimadzu Co. Ltd., Japan)，量取一定量的粉及液，經手調拌。

D 組：將 Fuji Cap I 用超高速汞齊混合機 ESPE Capmix 來混合 10 秒。

E 組：將 Fuji Cap I 用高速汞齊混合機 Fuji Himix VS-III 來混合 10 秒。

F 組：將 Fuji I 利用電動天秤，量取一定量的粉及液，經手調拌。

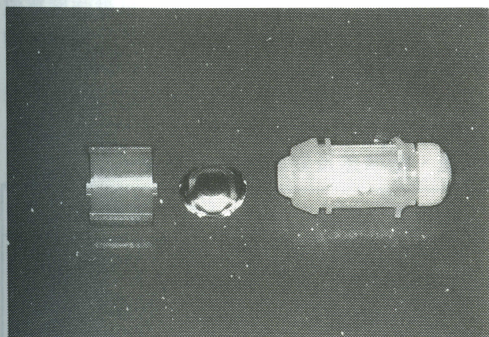
每一分組除調拌混合方式不同外，其餘步驟均相同。

表一 本實驗所用材料的商品名、包裝型式、混合方式、製造批號、粉液比率及製造公司一覽表。

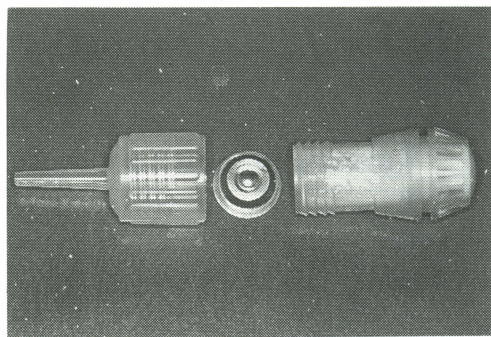
商品名	包裝型式	混合方式	製造批號	粉液比值	製造廠商
Ketac-cem Aplicap	膠囊裝	經汞齊混合機混合	0 1 2 B 2 9 W 238	2.00	ESPE
Ketac-cem	粉液瓶裝	經手混合	P: 0085 L: 0029	3.80	ESPE
Fuji Cap I	膠囊裝	經汞齊混合機混合	920512	1.73	GC
Fuji I	粉液瓶裝	經手混合	P: 910904 A L: 910913 A	1.80	GC

本實驗於 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 、 $80 \pm 10\%$ 相對濕度下的恆溫濕環境室內依據 ISO-7489 原則來進行測試。於內孔洞為圓柱型(其內徑為 4 公厘, 高為 12 公厘)的不銹鋼左右可分離模具的表面上塗佈含 3% 石蠟的甲苯溶液待陰乾後, 將模具組合好, 並將各組已混合好的實驗材料填入孔洞內, 上下用表面已塗佈薄層橄欖油的壓克力製夾板壓貼, 再以夾具夾緊, 自開始混合時間算起 2 分鐘內置入已存放在 $37 \pm 1^\circ\text{C}$ 恆溫箱(千銳儀器有限公司, 台灣)內相對濕度為 $95 \pm 5\%$ 的恆濕瓶中儲放。自開始混合算起 60 ± 5 分鐘時, 將夾具浸入已同時儲放在於 $37 \pm 1^\circ\text{C}$ 恆溫箱內含水的容器中, 並轉移到第一個 $37 \pm 1^\circ\text{C}$ 恆溫水槽(D. S. INSTRUMENTS INC., 台灣)內拆模檢視, 如樣本周圍有氣泡缺損, 則丟棄不用。並檢測樣本兩端的直徑及高度各兩次, 如樣本有異則以 350 grid 砂紙粗磨, 再以 600 grid 砂紙細磨, 使高度在 6 ± 0.1 公厘的容許範圍內⁽¹⁸⁾。從已浸泡在 $37 \pm 1^\circ\text{C}$ 的第二個恆溫溫水槽內的試管架上, 取出已含 7 毫升蒸餾水並已置放於恆溫水槽內培溫 1 小時以上的試管, 迅速將樣本置入試管中, 並迅速置回第二個恆溫水槽內靜置。自開始混合算起 22 ± 1 小時後, 將試管移到 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 、 $80 \pm 10\%$ 相對濕度下的恆溫濕環境室內, 靜置 1 小時, 使樣本溫度降至室溫。自開始混合起算 23 ± 1

小時後, 將樣本直立置放於萬能壓力機(高鐵測試儀器公司, 台灣)的抗壓強度測試組件的平台中央, 樣本上下均墊以厚度為 0.15 公厘的已潤濕濾紙(Toyo Filter Paper Qualitative 2, Toyo Roshi Co., Ltd. Japan), 以每分鐘 2 公厘的聯桿器速度, 測試最大抗壓強度。並於測試後清洗所用器械, 以備下次使用。每組樣本各重覆測 20 次, 將結果換算為抗壓強度的單位(MPa), 並在 90% 的可信度下, 以單因子變異數分析方法(ONE WAY ANOVA)測試分組間的差異是否為有意義, 如分組間的差異呈現有意義, 則再以多重 t 考驗(Multiple t-test)在 99% 的可信度及單尾檢定下, 測試任兩個分組相互之間的差異是否為有意義。又將兩種膠囊裝玻璃離子黏合劑的膠囊分別拆解下來如圖一及圖二, 將與粉末有接觸關係的膠囊本體及其內所含粉末經 $80 \pm 2^\circ\text{C}$ 、 24 ± 1 小時乾燥後以電動天秤測其重量(a), 並測量含液而未破裂錫包的重量(b), 其後再組合回原狀。依產品說明書的指示, ESPE 的 Ketac-cem Aplicap 用超高速汞齊混合機 ESPE Capmix 混合 10 秒, 而 Fuji Cap I 用高速汞齊混合機 Fuji Himix VS-III 來混合 10 秒, 經調拌混合置放 1 小時後, 拆解膠囊, 分離膠囊內未反應的殘粉並測其重量(c), 測已破裂錫包的重量(d), 其後將與粉末有接觸關係的膠囊本體充



圖一 將ESPE Ketac-cem Aplicap膠囊裝玻璃離子黏合劑的膠囊拆解圖。自左至右, 依序為外殼, 含液錫包及與粉末有接觸關係的膠囊本體及其內所含粉末。



圖二 將GC Fuji Cap I膠囊裝玻璃離子黏合劑的膠囊拆解圖。自左至右, 依序為膠囊蓋, 含液錫包及與粉末有接觸關係的膠囊本體及其內所含粉末。

分洗滌，經 $80 \pm 2^\circ\text{C}$ ， 24 ± 1 小時乾燥後測重 (e)，及將已破裂錫包割開，充份洗除殘液後，經 $80 \pm 2^\circ\text{C}$ ， 24 ± 1 小時乾燥後測重 (f)。經計算可得知粉液的裝填重與實際使用重。其關係如下：

裝填粉重=與粉末有接觸關係的膠囊本體及其內所含粉末的重量(a)

— 與粉末有接觸關係的膠囊本體經充份洗滌乾燥後的重量(e)

裝填液重=未破裂錫包的重量(b)

— 已破裂錫包經充份洗滌乾燥後的重量(f)

殘粉重=膠囊內未反應的殘粉重量(c)

殘液重=已破裂錫包的重量(d)

— 已破裂錫包經充份洗滌乾燥後的重量(f)

實際使用粉重=與粉末有接觸關係的膠囊本體及其內含粉末的重量(a)

— 與粉末有接觸關係的膠囊本體經充份洗滌乾燥後的重量(e)

— 膠囊內未反應的殘粉重量(c)

實際使用液重=未破裂錫包的重量(b) - 已破裂錫包的重量(d)

重複測量 10 次，計算其平均值及標準差。另將反光貼片貼於汞齊混合機的振盪頭上，將數位顯示光學式轉速測定計(Prova RM-1000，泰仕儀器有限公司，台灣)定位於離反光貼片 5 公分處，並保持光束與反光貼片垂直狀態來測試汞齊混合機的瞬間振盪頻率、最大

振盪頻率與最小振盪頻率。以了解此兩種汞齊混合機的振盪頻率的差異情形。

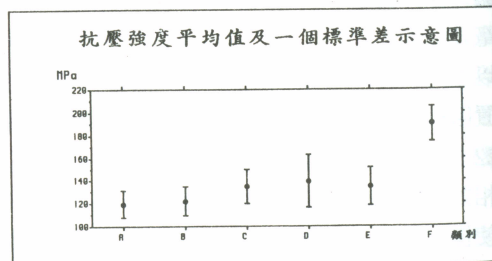
結果

Megapascal (MPa) 抗壓強度單位換算公式：

$$CS = 4 F / (\pi * D^2)$$

其中 CS = 抗壓強度，F = 力(單位為 newton)，D = 樣本的直徑(單位為公厘)

各組抗壓強度的測試結果經上列抗壓強度單位換算公式將標準單位換算為 MPa 後的平均值及標準差如表二及圖三，可知屬 GC 產品的各組(D 組、E 組、F 組)其平均值均大於屬 ESPE 產品的各組(A 組、B 組、C 組)，各公司出品的經手調合式玻璃離子黏合劑的抗壓強度平均值均大於該公司出品的膠囊裝玻璃離子黏合劑的抗壓強度(C 組 > A 組、B 組，F 組 > D 組、E 組)，而 Fuji I 經手調拌者(F 組)的抗壓



圖三 各組抗壓強度的測試結果經抗壓強度單位換算公式將標準單位換算為MPa後的平均值及標準差圖。

表二 各組抗壓強度測試結果轉換為MPa單位後的平均值、標準差及變異係數一覽表。

	平均值 (MPa)	標準差 (MPa)	變異係數 (%)
A	119.40	11.72	09.82
B	122.22	12.47	10.20
C	134.83	15.11	11.21
D	139.76	23.50	16.81
E	135.09	16.39	12.13
F	190.04	15.40	08.10

強度平均值為 190.04 MPa，遠大於平均值約在 120 MPa 到 140 MPa 間的其餘各組，ESPE Ketac-cem Aplicap 經超高速汞齊混合機 ESPE Capmix 混合者(A組)的抗壓強度平均值略低於 Ketac-cem Aplicap 經高速汞齊混合機 Fuji Himix VS-III 混合者(B組)而 Fuji Cap I 經超高速汞齊混合機 ESPE Campix 混合者(D組)的抗壓強度平均值略高於 Fuji Cap I 經高速汞齊混合機 Fuji Himix VS-III 混合者(E組)，而 Fuji Cap I 經超高速汞齊混合機 ESPE Capmix 混合者(D組)的抗壓強度平均值標準差高達 23.5 MPa，而變異係數達 16.8%，有偏大的現象。

經單因子變異數分析方法(ONE WAY ANOVA)，測試得知分組間存有差異($P < 0.01$)，再經多重 t 考驗(Multiple t-test)測試任意兩個分組相互之間的差異，其結果如表三，顯示各公司出品的傳統玻璃離子黏合劑經手調拌者的抗壓強度平均值均大於該公司出品的膠囊裝玻璃離子黏合劑經機械混合者(C組) > A組、B組，F組 > D組、E組 ($P < 0.01$)。除 ESPE Ketac-cem 經手調拌者(C組)的抗壓強度平均值與 Fuji Cap I 經機械混合者(D組、E組)無差異外($P > 0.01$)，得知 GC 公司產品的各組(D組、E組、F組)均大於屬 ESPE 公司產品的各組(A組、B組、C組) ($P < 0.01$)。而膠囊裝玻璃離子黏合劑，使用不

同速度的汞齊混石機來混合，其抗壓強度無統計區別(A組、B組、D組、E組) ($P > 0.01$)。

膠囊裝玻璃離子黏合劑的裝填重量與實際使用重量測量計算結果如表四，Ketac-cem Aplicap 的裝填粉重與標示粉重差異為 4.27%、裝填液重與標示液重差異為 16.26%、裝填粉液比率與標示粉液比率差異為 10.50%、膠囊內殘餘粉重達標示粉重的 0.11%、殘餘液重達標示液重的 11.10%、殘餘粉重達裝填粉重的 0.11%、殘餘液重達裝填液重的 9.55%、實際使用粉液比率與標示粉液比率差異為 1.00%、實際使用粉液比率與裝填粉液比率差異為 10.61%。而 Fuji Cap I 的裝填粉重與標示粉重差異為 3.87%、裝填液重與標示液重差異為 1.93%、裝填粉液比率與標示粉液比率差異為 1.73%、膠囊內殘餘粉重達標示粉重的 1.58%、殘餘液重達標示液重的 15.24%、殘餘粉重與裝填粉重差異為 1.52%、殘餘液重達裝填液重的 14.95%、實際使用粉液比率與標示粉液比率差異為 17.92%、實際使用粉液比率與裝填粉液比率差異為 15.91%。而就膠囊內裝填粉重與標示粉重差異、裝填液重與標示液重差異及裝填粉液比率與標示粉液比率差異來比較，Ketac-cem Aplicap 均大於 Fuji Cap I。而就膠囊內殘餘粉重與標示粉重差異、殘餘液重與標示液重差異、殘餘粉重與裝填粉重差異、殘餘液重與裝

表三 以多重 t 考驗(Multiple t-test)在 99%的可信度及單尾檢定下，測試任意兩個分組抗壓強度相互間差異的結果一覽表。

	A	B	C	D	E
B	NS	X	X	X	X
C	significant	significant	X	X	X
D	significant	significant	NS	X	X
E	significant	significant	NS	NS	X
F	significant	significant	significant	significant	significant

NS代表 $P > 0.01$

signifiant代表 $P < 0.01$

X代表此兩個分組比較已存在，因此省略不再比較。

填液重差異、實際使用粉液比率與標示粉液比率差異及實際使用粉液比率與裝填粉液比率差異來比較，Fuji Cap I均大於Ketac-cem Aplicap。

汞齊混合機的振盪頻率測試結果如表五，顯示ESPE Capmix的瞬間頻率平均值為4596.97轉/分鐘，標準差為17.69轉/分鐘，最大頻率平均值為4618.50轉/分鐘，標準差為19.37轉/分鐘，最小頻率平均值為4568.03轉/分鐘，標準差為18.66轉/分鐘，而以瞬間頻率平均值為分母，最大頻率與最小頻率的相對變化範圍為+0.47%到-0.63%，而Fuji Himix VS-III的瞬間頻率平均值為3120.84轉/分鐘，標準差為30.62轉/分鐘，最大頻率平均值為3160.69轉/分鐘，標準差為31.63轉/分鐘，最小頻率平均值為3078.68轉/分鐘，標準差為30.68轉/分鐘，而以瞬間頻率平均值為分母，最大頻率與最小頻率的相對變化範圍為+1.28%到-1.35%，得知兩者的振盪頻率均穩定，而無論從最大、最小振盪頻率對瞬間頻率平均值的相對變動範圍，或從瞬間頻率平均值的變異係數來看，ESPE Capmix的振盪頻率穩定度均較Fuji Himix VS-III為好。

表四 膠囊裝玻璃離子黏合劑的裝填粉液重量、殘餘粉液重量與實際使用粉液重量的結果與比較一覽表。

	Ketac-cem Aplicap			Fuji Cap I		
	平均值(標準差) (毫克)	與同項標示重的 相對比值(%)	與同項裝填重的 相對比值(%)	平均值(標準差) (毫克)	與同項標示重的 相對比值(%)	與同項裝填重的 相對比值(%)
標示粉重	160.00	100.00		190.00	100.00	
標示液重	80.00	100.00		110.00	100.00	
標示粉液比	2.00	100.00		1.73	100.00	
裝填粉重	166.83(1.70)	104.27	100.00	197.35(2.63)	103.87	100.00
裝填液重	93.01(0.49)	116.26	100.00	112.12(3.94)	101.93	100.00
裝填粉液比	1.79(0.04)	89.50	100.00	1.76(0.04)	101.73	100.00
殘餘粉重	0.18(0.12)	0.11	0.11	3.00(0.69)	1.58	1.52
殘餘液重	8.88(1.14)	11.10	9.55	16.76(1.56)	15.24	14.95
實際使用粉重	166.65(4.19)	104.16	99.89	194.66(3.65)	102.45	98.64
實際使用液重	84.13(0.93)	105.16	90.45	95.36(3.00)	86.69	85.05
實際使用粉液比	1.98(0.07)	99.00	110.61	2.04(0.08)	117.92	115.91

討論

結果顯示各公司出品的傳統玻璃離子黏合劑經手調拌者的抗壓強度平均值均大於該公司出品的膠囊裝玻璃離子黏合劑經機械混合者(C組>A組、B組，F組>D組、E組)($P < 0.01$)。可能是因為玻璃離子黏合劑的粉及液過輕，無法利用現有的汞齊混合機，以機械振盪方式混合均勻，必需經仔細調伴，才可均勻混合，因此經手調合者，可較易達成此一目標。而除ESPE Ketac-cem經手調拌者(c組)的抗壓強度平均值與Fuji Cap I經機械混合者(D組、E組)無差異外($P > 0.01$)，得知屬GC公司產品的各組(D組、E組、F組)均大於屬ESPE公司產品的各組(A組、B組、C組)($P < 0.01$)，其原因可能為所用成分不同所致^(19,20)

在測量膠囊內的殘餘粉末重量時，因膠囊內壁上的殘餘粉末無法刮除殆盡，仍有部份粉末殘留壁上，所以膠囊內的殘餘粉重的測量值存有部份的不準確，連帶使膠囊裝玻璃離子黏合劑的實際使用粉重及實際使用粉液比的結果

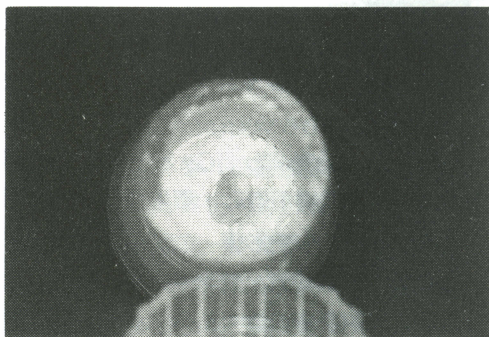
也存有部份的不準確。在預備實驗中比較經刮除後而膠囊內壁上仍留有無法完全刮除殘餘粉末的膠囊重量與經充份洗滌膠囊內壁，並經 $80 \pm 2^\circ\text{C}$ ， 24 ± 1 小時乾燥後的膠囊重量，得知經刮除仍殘留壁上的粉末重量，ESPE Ketac-cem Aplicap 為 0 到 0.1 毫克，Fuji Cap I 為 0 到 0.1 毫克。可知此一部份的不準確，確實存在，但影響不是很大。而 Dr. Gee 在 1993 年⁽¹⁶⁾的報告指出，產品的裝填粉液經量測發現控制還算精確，然粉液比例與所標示的粉液比例則控制不準確達 11.6% (3.1 到 -11.6%)，而本實驗結果 ESPE Ketac-cem Aplicap 的裝填粉液比率與標示粉液比率差異為 10.50%，與其結果雷同，顯示將粉液給予標準量化的努力，其準確性確實仍有待加強。

因聚丙烯酸 (Polyacrylic acid) 類的成分的黏度大，流動性不好，因此在擠破錫包使其內含的液體流出時，應儘可能地使壓力維持住 3-4 秒鐘，以期液體能完全流出⁽¹⁴⁾，本實驗亦依此原則施行，然結果顯示 Fuji Cap I 經混合後未參與混合的殘液量較 ESPE Ketac-cem Aplicap 為高，偏差達自身標示液重的 15.24%，達自身裝填液重的 14.95%，此一結果顯示依正常的操作步驟無法將錫包內的液體完全擠出。且 Fuji Cap I 經汞齊混合機混合後未參與混合的殘粉堆積於膠囊內壁如圖四，粉末殘餘量較 ESPE Ketac-cem Aplicap 為高，偏差達自身標示粉重的 1.58%，達自身裝填粉重的 1.52%，致使 Fuji Cap I 實際使用的粉液比率偏高達標示粉液比率的 17.92%，達裝填粉液比率的 15.91%。其可能原因除所用成分的物性不同外，比較兩者的膠囊發現 ESPE Ketac-cem Aplicap 的膠囊內腔前方設計成漏斗狀如圖五，有集中混合團的作用，使混合均勻，而 GC Fuji Cap I 的膠囊內腔前方並無漏斗狀的集中裝置設計。

Dr. Mount, 1978⁽¹⁹⁾年就已提出，玻璃離子黏合劑粉末混合比率對玻璃離子黏合劑的性質有十分重要的影響。Dr. Kerby 在 1992

年⁽²⁰⁾指出較高粉液比率是導致較大強度的因素。本實驗量測結果顯示，Fuji Cap I 膠囊裝玻璃離子黏合劑經汞齊混合機混合者的實際使用粉液比率大於其標示粉液比率，達 17.92%，但 24 小時抗壓強度較諸標示抗壓強度 (176 (7) MPa) 卻未相對增加。此一現象的可能原因為混合團內混合不均勻，混合團內粉液未反應完全。而 Fuji I 傳統玻璃離子黏合劑經手調合者，依產品說明書上的標準粉液比率使用電動天平量取調合，但 24 小時抗壓強度較諸標示抗壓強度 (176 (7) MPa) 卻相對增加達 8.00%，則可能來自於材料本身的變化、電動天秤的不穩定性或其它的不確定因素。ESPE Ketac-cem 及 Ketac-cem Aplicap 缺標示抗壓強度，故不予比較。

Dr. Williams 在 1992 年⁽²³⁾指出玻璃離子黏合劑的機械性質測試是非常敏感，易受波動的，且其測量數值取決於樣本製作的方法，操作者及實驗狀態的變動。而由本實驗結果得知，部份結果標準差頗大 (如 D 組)，此與部份學者的報告^(17,21)相似，雖然在本實驗的預備研究中，採用 5-10 個樣本量時，即已顯示 $P < 0.05$ ，然為解決此標準差偏大的現象，筆者曾多次更改實驗步驟及狀態，重覆預備研究，並將樣本量放大到 20 個，以求解決此一問題，惟仍不可得。因此 ISO-7489⁽¹⁸⁾的說明“測試值在平均值 $\pm 15\%$ 以上的樣本，需捨棄”的原則並未被完全遵守。而此一偏差發生的原因可能



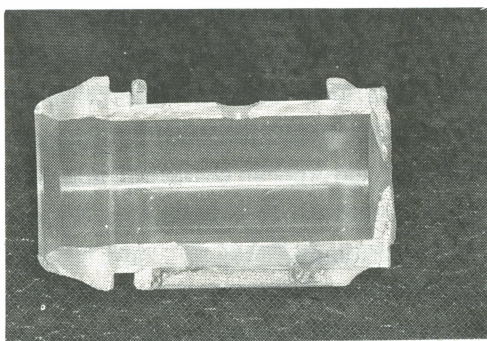
圖四 Fuji Cap I 經汞齊混合機混合者，其膠囊內壁堆積著混合後未參與混合的殘粉。

表五 永齊混合機的振盪頻率測試結果一覽表

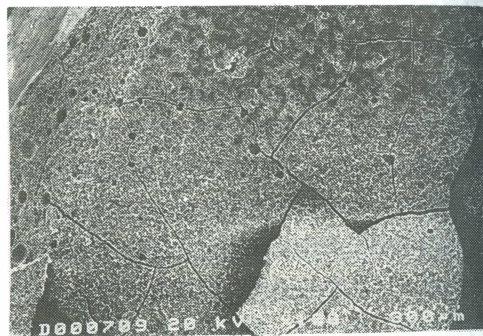
	ESPE CAPMIX		HIMIX VS-III	
	平均值(標準差)	百分比	平均值(標準差)	百分比
瞬間頻率	4596.97(17.69)	100.00	3120.84(30.62)	100.00
最大頻率	4618.50(19.37)	100.47	3160.69(31.63)	101.28
最小頻率	4568.03(18.66)	99.37	3078.68(30.68)	98.65

平均值及標準差的頻率單位為轉/分鐘。

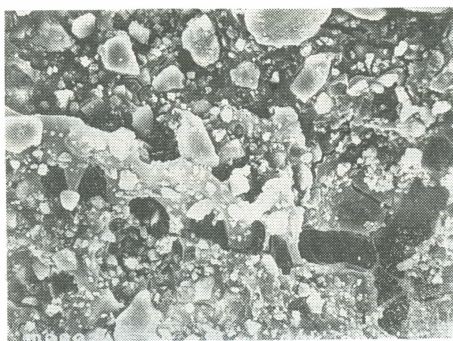
百分比為以瞬間頻率為 100%，將最大及最小頻率換算為相對百分比。



圖五 Ketac-cem Aplicap的膠囊內腔前方設計成漏斗狀，有集中混合團的作用，使混合均勻。



圖六 將Fuji Cap I膠囊內已混合好的黏合劑混合物擠出經電子顯微鏡下觀察，可見到依擠出的先後順序，呈現不同的結構組織像。



圖七 將Fuji Cap I膠囊內已混合好的黏合劑混合物擠出經電子顯微鏡下觀察可見疑似殘液痕跡。

為本實驗環境是在 $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ， $80 \pm 10\%$ 相對濕度下的恆溫濕環境下進行，環境誤差較大，然實驗其它分組並未受影響，故環境誤差所可能造成的影響相形減底。而膠囊設計不良則在本次實驗過程中顯露無遺，Fuji Cap I 殘粉量過大在表四及圖四中可看出，且在實際使用時，必須將膠囊內已混合好的混合物擠出，但原廠

設計將含殘液的錫包擺在膠囊的前方，因此原廠在膠囊後面的栓塞內面中央採用塑膠針狀物，當欲將膠囊內已混合的混合團擠出時，可用來刺破錫包，使混合團能流出，但因此也可能將殘液帶出。而擠出的黏合劑經硬化、酸蝕、乾燥，在電子顯微鏡下觀察，可見到依擠出的先後順序，呈不同結構組織像如圖六，且可見混合團內有疑似未反應液體留存痕跡如圖七。另一造成部份結果標準差偏大的可能原因為，膠囊並無確實密封，因此在儲存時有可能因密封不良，粉末受潮，使成份變性，導致誤差較大。而本實驗並未做成分檢測。

Dr. Gee 在 1993 年⁽¹⁶⁾提出，以機械方式混合牙材時，影響材料表現的因素有混合機的速度及振盪模式，本實驗以數位顯示光學式轉速計來測定永齊混合機的速度，其結果得知 ESPE Capmix 及 Fuji Himix VS-III 兩者的振盪頻率均穩定。而 Dr. Mount⁽¹⁴⁾說 ESPE

需用超高速汞齊混合機，因此速度在每分鐘 3000 轉左右的汞齊混合機並不適合使用，與本實驗結果並不相同，本實驗結果與 Dr. Gee⁽¹⁶⁾ 同樣顯示出膠囊裝玻璃離子黏合劑，以不同速度的汞齊混合機來混合，其抗壓強度無統計區別 ($P > 0.01$)。而經汞齊混合機混合者，汞齊混合機的混合時間亦會影響抗壓強度，混合時間過長，將導致工作時間變短，混合時間過短，雖將導致工作時間加長，但混合團內含殘存未反應的液體的可能性也相對增加^(12,14)。本實驗所用的膠囊裝玻璃離子黏合劑，依產品說明書的指示使用兩種不同的汞齊混合機，ESPE Capmix 及 GC Himix VS-III，混合 10 秒，而 Capmix 的時間控制為數位電子控制式，而 Himix VS-III 的時間控制為機械電子控制式，經粗略檢測機器實際混合時間與設定時間並無明顯不同，故由汞齊混合機的混合時間控制器所造成的誤差應不會太大。

本實驗的 24 小時抗壓強度平均值較諸其他學者的報告⁽¹²⁾略低，可能是樣本置入恒濕瓶內，及拆模後置入蒸餾水中，均未考慮吸水 (Water Uptake) 的問題。而水對玻璃離子黏合劑初期性質的影響甚大，其重要性在文獻上已多有記載^(14,24,25)。而另一可能原因為樣本內有不均勻的大小氣泡。Dr. Mount 在 1978 年⁽²²⁾既已證實經手調拌的玻璃離子黏合劑內含許多大小不均的氣泡，本實驗也無法避免此一問題，僅儘可能地小心製作樣本及將樣本外觀上有缺損的樣本剔除不用。

而玻璃離子黏合劑中聚丙烯酸 (Polyacrylic acid) 類的成分與永久黏著後的牙髓敏感及牙髓壞死的可能有關係⁽¹⁰⁾，而膠囊裝玻璃離子黏合劑經汞齊混合機混合並擠出的混合團內的殘存未反應的液體量是否與永久黏著後的牙髓敏感及牙髓壞死的發生機率存有相關性，應再研究。Dr. Williams 指出⁽²⁵⁾，以玻璃離子黏合劑為牙體復形材時，需考慮早期硬化強度。而被用來黏著固定式牙冠牙橋的玻璃離子黏合劑，也應考慮在形成黏著薄層的狀態下，

是否具有足夠的早期硬化強度來承受經固定式牙冠牙橋所傳遞下來的咬合力量，而過早的咬合力量是否會破壞玻璃離子黏合劑構建其原有的強度及其它物性，應再研究測試。因圓柱形樣本在負載測試時，負載力軸不易正好通過重心，易生誤差⁽²⁶⁾，且因玻璃離子黏合劑被視為脆性物質，因此 Dr. Williams 在 1992 年⁽²⁵⁾提出在強度測試上，應採用 "shell test"，似較符合實際臨床應用。惟此一建議仍有賴進一步實際測試。

多位學者報告指出^(27,28,29)玻璃離子黏合劑在某段時期會隨時間的增加而抗壓強度也隨著增加，據 Dr. Wasson 在 1993 年的報告⁽³⁰⁾指出，以含單一官能基的醋酸為液體，G 338 實驗性玻璃材為粉末，攪拌混合，做抗壓強度的測試，發現此硬化後的混合物仍具有類似一般玻璃離子黏合劑混合硬化後在某段時期會隨著時間的增加而抗壓強度也隨著增加的特性。因單一官能基的醋酸無法形成聚合物，而硬化後的混合物的抗壓強度在某段時期會隨時間的增加而增加的特性，應來自於水化矽酸鹽的成長。而 Dr. Earl 在 1986 年⁽²⁴⁾提出利用能量分散光譜來檢測口腔內玻璃離子黏合劑樣本的結構變化時，發現在樣本受影響的深部附近仍有離子變化的現象，即矽元素的流失大於鋁元素，鋁元素的流失大於鈣元素，而 Dr. Nicholson 在 1982 年⁽³¹⁾指出將光聚合硬化後的混合物如儲存在水中，則抗壓強度隨時間的增加而減少，如儲存在空氣中則抗壓強度隨時間的增加而增加，此一現象應來自於聚丙烯酸鹽 (polycarboxylate) 水合膠 (hydrogel) 的含水量多寡。而以不同的混合方法調拌玻璃離子黏合劑，是否會影響其抗壓強度隨時間的變化而變化的特性，及真正的物相結構變化發生部位及機轉則仍有賴進一步實驗證實。

為更加了解玻璃離子黏合劑硬化的機構，有多位學者，從不同的方向來研究，如從混合物的表面酸鹼值變化⁽³²⁾、氟離子的溶解速度⁽⁶⁻¹¹⁾、滲漏⁽³³⁾、與牙齒鍵結情形⁽³⁴⁾，材料的

耐久性、完整性⁽³⁵⁾等方面來探討，且隨著材料的改進，在臨床上的應用也跟著改變，如開放式三明治的填補方法⁽³⁶⁾、牙冠心的構築⁽²³⁾等，而以不同混合方式的玻璃離子黏合劑在上述的各個研究主題上是否會造成影響，均值得進一步研究。

結論

1. 就 24 小時抗壓強度平均值來比較，各公司出品的傳統玻璃離子黏合劑經手調拌者的抗壓強度平均值均大於該公司出品的膠囊裝玻璃離子黏合劑經機械混合者(C 組 > A 組、B 組，F 組 > D 組、E 組) ($P < 0.01$)。

2. 除 ESPE Ketac-cem 經手調拌者(C 組)的抗壓強度平均值與 Fuji Cap I 經機械混合者(D 組、E 組)無差異外($P > 0.01$)，得知屬 GC 公司產品的各組(D 組、E 組、F 組)的 24 小時抗壓強度平均值均大於屬 ESPE 公司產品的各組(A 組、B 組、C 組) ($P < 0.01$)。

3. 而膠囊裝玻璃離子黏合劑，使用不同速度的汞齊混合機來混合，其 24 小時抗壓強度無統計區別(A 組、B 組、D 組、F 組) ($P > 0.01$)。

4. 本實驗發現 ESPE Ketac-cem Aplicap 的裝填粉液比率與標準粉液比率差異達 10.50%，顯示將粉液給予標準量化的努力，其準確性確實仍有待加強。

5. 膠囊裝玻璃離子黏合劑經汞齊混合機混合，其抗壓強度偏差較大的可能原因眾多，經本實驗發現 GC Fuji Cap I 的膠囊設計不良，殘粉、殘液積留，使實際粉液混合比率與裝填粉液比率不相同，在電子顯微鏡下觀察，可見到依擠出的先後順序，呈現不同的結構組織像，且可見混合團有疑似未反應液體留存痕跡。

6. 經數位顯示光學式轉速計來測定汞齊混合機的振盪頻率，結果顯示 ESPE Capmix 及 Fuji Himix VS-III 兩種機型其振盪頻率均穩定。

參考文獻

1. Wilson AD, Kent BE: A new translucent cement for dentistry-The glass ionomer cement. *Br Dent J* 132; 133-5, 1972
2. Aboush YEY, Jenkins CBJ: An evaluation of bonding of glass ionomer restoratives to dentine and enamel. *Br Dental J* 161; 179-184, 1986
3. Smith DC: Polyacrylic acid-based cements: adhesion to enamel and dentin. *Oper Dent supplement* 5; 177-83, 1992
4. Wilson AD: Physical Properties. *Glass-Ionomer Cement*. London, Quintessence, 1988
5. Mclean JW, Gasser O: Glass-cermet cements. *Quintessence International* 16; 333-43, 1985
6. Maldonado A, Swartz ML, Phillips RW: An in vitro study of certain properties of a glass ionomer cement. *JADA* 96; 785-91, 1978
7. Swartz ML, Philips RW, Clark HE: Long-term F release from glass ionomer cements. *J Dent Res* 63; 158-60, 1984
8. Wilson AD, Groffman DR, Kuhn AT: Release of Fluoride and other chemical species from Glass-Ionomer Cement. *Biomaterials* 6; 431-433, 1985
9. Swift EJ: Effects of glass ionomers on current caries. *Oper Dent* 14; 40-3, 1989
10. Brackett WW, Metz JE: Performance of a glass ionomer luting cement over 5 years in a general practice. *J Prosthet Dent* 67; 59-61, 1992
11. 劉居平，郭永昌：比較兩種 Glass Ionomer Cements 釋放氟離子之速率，*北醫學報* 17; 499-56, 1988

12. Bass EV, Wing G: The mixing of encapsulated glass ionomer cement restorative materials. *Australian Dent J* 33(3); 243, 1988
13. Craig RG: *Restorative Dental Materials*. Missouri, C. V. Mosby Co., p. 285, 1989
14. Mount GJ: An atlas of glass-ionomer cements. -A clinician's guide. Martin Dunitz Cop. 1990
15. Mount GJ: Making the most of glass ionomer cements: I. *Dental Update Sep*; 276-9, 1991
16. Gee D, Pearson GJ: Effect of Mixing Speed on Mechanical Properties of Encapsulated glass-ionomer cements. *Br Dent J* 174: 65, 1993.
17. Cooley RL, Train TE: Comparison of manually and mechanically mixed glass ionomers. *J Prosthet Dent* 66; 773-6, 1991. 68; 65-68, 1993
18. ISO-7489, 1986
19. 賴佩君, 郭永昌: 玻璃離子黏合劑與複合樹脂間之抗張黏著強度, *北醫學報* 18: 21-30, 1989
20. Skinner EW: *Skinner's science of dental materials*. Philadelphia, Saunders, 8th ed, 1986
21. Mount GJ, Makinson OF: Clinical Characteristics of a glass-ionomer cement. *Br Dent J* 145; 67-71, 1978
22. Kerby RE, Knobloch L: Strength characteristics of glass-ionomer cements. *Oper Dent* 17; 170-174, 1992
23. Williams JA, Billington RW: The comparative strengths of commercial glass-ionomer cements with and without metal additions. *Br Dent J* 172; 279-82, 1992
24. Earl MSA, Ibbetson RJ: The clinical disintegration of a glass ionomer cement. *Br Dent J* 161; 287-91, 1986
25. Philips S, Bishop BM: An in vitro study of the effect of moisture on glass-ionomer cement. *Quintessence international* 2; 175-177, 1985.
26. 王縱, 張伯烈, 趙國華譯述: 材料力學, 台北, 科技圖書公司, 四版, p. 13, 1979
27. Williams JA, Billington RW: Increase in compressive strength of glass ionomer restorative materials with respect to time: a guide to their suitability for use in posterior primary dentition. *J Oral Rehab* 16; 475-9, 1989
28. Williams JA, Billington RW: Changes in compressive strength of glass ionomer restorative materials with respect to time periods of 24 h to 4 months. *J Oral Rehab* 18; 163-168, 1991
29. Kerby RE, Bleiholder RF: Physical properties of stainless-steel and silver-reinforced glass-ionomer cements. *J Dent Res* 70(10); 1358-61, 1991
30. Wasson EA, Nicholson JW: New aspects of the setting of glass-ionomer cements. *J Dent Res* 72(2); 481-3, 1993
31. Nicholson JW, Anstice HM: A preliminary report on the effect of storage in water on the properties of commercial light-cured glass-ionomer cements. *Br Dent J* 173; 98-101, 1992
32. Woolford MJ, Chadwick RG: Surface pH of resin-modified glass polyalkenoate ionomer cements. *J Dent* 20; 359-64, 1992
33. Karaagacioglu L, Zaimoglu A, Akoren AC: Microleakage of indirect inlays placed on different kinds of glass ionomer cement linings. *J Oral Rehab* 19; 457-69, 1992
34. Long TE, Duke ES, Norling BK: Polyacrylic acid cleaning of dentin and glass ionomer bond strength. *J Dent Res* 65 special

- issue p. 345, abstract 1583, 1986
35. Knibbs PJ, Plant CG: A clinical assessment of a rapid setting glass ionomer cement. Br Dent J 161: 323-326, 1986
36. Knibbs PJ: The clinical performance of a

glass polyalkenoate (glass ionomer) cement used in a 'sandwich' technique with a composite resin to restore Class II cavities. Br Dent J 172: 103-107, 1992

The Comparison of the Compressive Strength among the Glass Ionomer Cements with the Different Mixing Methods

Yeong-Shyan Hwang and Yung-Chan Kuo

ABSTRACT

The capsulated glass ionomer cement is characterized with premeasured quantified powder and liquid ratio which is mixed mechanically. Whether the 24 hours compressive strength of the capsulated glass ionomer cement after being mixed is different from that of the conventional glass ionomer cement mixed manually is still controvertial. The purpose of this study is to compare the 24 hours compressive strengths of the set glass ionomer cements under different mixing condition. Under the room condition of $23 \pm 2^\circ\text{C}$, $80 \pm 10\%$ relative humidity, two types of capsulated glass ionomer cements, ESPE Ketac-cem Aplicap and GC Fuji Cap I, are mixed with either one of two different amalgam mixers, ESPE Capmix and GC Himix VS-III, which are oscillated at different speeds respectively. And we mix their conventional products, ESPE Ketac-cem and GC Fuji I, according to the recommendations of these products. Then we pour the glass ionomer cements into the stainless steel split mold, of which the diameter is 4 mm and the height is 6 mm. And we make 20 specimens per group according to the requirement of ISO-7489 and compare the 24 hours compressive strengths among different mixing situations of these commercialized glass ionomer cements. And we also detect the oscillatory speeds of the two different amalgam mixers, ESPE Capmix and GC Himix VS-III, with the digital optical tachometer at a detecting distance of 5 cm. The results indicate that the compressive strengths of the conventional glass ionomer cements by manually mixing are higher than those of the capsulated glass ionomer cements by mechanically mixing ($p < 0.01$) and that the compressive strengths of the glass ionomer cements which belong to the GC Company's products are higher than those which belong to the ESPE Company's products ($p < 0.01$). These results may be derived from the different properties of the components used in these products. There exists no difference ($p > 0.01$) between the groups which are mixed with the different amalgam mixers which are oscillated at differennt speeds. The difference

between the measured powder/liquid ratio and the labeled powder/liquid ratio of ESPE Ketac-cem Aplicap is as high as to arrive 10.5%. The difference between the really used powder/liquid ratio and the measured powder/liquid ratio of Fuji Cap I is also as high as to arrive 15.90%. And the high coefficient of variance of Fuji Cap I via the extra-high speed amalgam mixer may be result of the improper design of the capsule. This improper design of the capsule will result in the accumulation of the residual powder and the residual liquid, incorrect powder/liquid ratio and uneven mixed mixture. After proper process of the specimens, there appear different structure pictures around the matrix, in which there even exists the unreacted liquid, under the observation of SEM. And the results of detecting the oscillatory speeds of the two different amalgam mixers, ESPE Capmix and GC Himix VS-III, with the digital optical tachometer indicate both are stable.

Keyword: glass ionomer cement, compressive strength.

School of Dentistry, Taipei Medical College.

Received for Publication: April 30, 1993.