

치과용 레진 시멘트의 유변학적 성질

이재림¹ · 이재봉^{1*} · 한중석¹ · 김성훈¹ · 여인성¹ · 하승룡² · 김희경³

¹서울대학교 치과대학 치과보철학교실, ²아주대학병원 치과학교실, ³서울보훈병원 치과진료센터 보철과

Rheological properties of dental resin cements during polymerization

Jae-Rim Lee¹, Jai-Bong Lee^{1*}, Jung-Suk Han¹, Sung-Hun Kim¹, In-Sung Yeo¹, Seung-Ryong Ha², Hee-Kyung Kim³

¹Department of Prosthodontics and Dental Research Institute, School of Dentistry, Seoul National University, Seoul, Republic of Korea

²Department of Dentistry, Ajou University, School of Medicine, Suwon, Republic of Korea

³Department of Prosthodontics, Veterans Health Service Medical Center Seoul, Republic of Korea

Purpose: The purpose of this study was to observe the change of viscoelastic properties of dental resin cements during polymerization. **Materials and methods:** Six commercially available resin cement materials (Clearfil SA luting, Panavia F 2.0, Zirconite, Variolink N, RelyX Unicem clicker, RelyX U200) were investigated in this study. A dynamic oscillation-time sweep test was performed with AR1500 stress controlled rheometer at 32 °C. The changes in shear storage modulus (G'), shear loss modulus (G''), loss tangent (tan δ) and displacement were measured for twenty minutes and repeated three times for each material. The data were analyzed using one-way ANOVA and Tukey's post hoc test ($\alpha=0.05$). **Results:** After mixing, all materials demonstrated an increase in G' with time, reaching the plateau in the end. RelyX U200 demonstrated the highest G' value, while RelyX Unicem (clicker type) and Variolink N demonstrated the lowest G' value at the end of experimental time. Tan δ was maintained at some level and reached the zero at the starting point where G' began to increase. The tan δ and displacement of the tested materials showed similar pattern in the graph within change of time. The displacement of all 6 materials approached to zero within 6 minutes. **Conclusion:** Compared to other resin cements used in this study, RelyX U200 maintained plastic property for a longer period of time. When it completed the curing process, RelyX U200 had the highest stiffness. It is convenient for clinicians to cement multiple units of dental prostheses simultaneously. (*J Korean Acad Prosthodont* 2014;52:82-9)

Key words: Dental resin cement; Rheological properties; Film thickness; Viscoelasticity

서론

성공적인 보철물을 제작하기 위해서 정확한 보철물을 만드는 것만큼 제작된 보철물을 지대치에 완전히 위치시키는 것이 중요하다. 합착 과정에서 과잉의 시멘트가 완전히 배출되지 않을 경우, 원래의 계획된 위치보다 보철물은 높게 위치된다.¹ Crown의 적합도를 개선하기 위해 시멘트 공간을 증가시키거나 탈출로(vent)를 형성,² 진동 부하(oscillation loading),⁴ 높은 시적압(seating force) 적용,⁵ 합착 초기에 진동(vibration) 부여,⁶ pressure

indicator의 사용,⁷ 적절한 시멘트의 선택 및 사용하는 방법과 같은 많은 노력이 있었다. 치과용 시멘트의 조작성은 시멘트의 종류, 피막도, 흐름성, 점성, 탄성과 같은 유변학적 특성과 같은 다양한 요소의 복합적인 작용에 의해 결정된다.⁸ 대부분의 시멘트는 혼합 직후에는 쉽게 흐르기 때문에 고정성 보철물을 완전하게 위치시킬 수 있다. 경화 반응이 진행됨에 따라 시멘트의 점도는 증가하지만 압력을 가하게 되면 흐름성을 증가시킬 수 있다. 점탄성체의 성질을 가지는 치과용 시멘트의 유변학적 특성은 시간 의존적 성질을 가지고 있으며 작업 시간과

*Corresponding Author: Jai-Bong Lee

Department of Prosthodontics and Dental Research Institute, School of Dentistry, Seoul National University, 275-1, Yeongeong-dong, Jongno-gu, Seoul, 110-768, Republic of Korea
+82 2 2072 2661; e-mail, swallow@smu.ac.kr

Article history: Received March 10, 2014 / Last Revision April 14, 2014 / Accepted April 17, 2014

* This study was supported by the research grant No. 04-2012-0063 from the Seoul National University Dental Hospital Research Fund.

© 2014 The Korean Academy of Prosthodontics

© This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

경화시간에 영향을 미친다.⁹

과거에는 인산아연시멘트(ZPC)와 레진 강화형 글라스아이 오노머(RMGI)와 같은 시멘트가 보편적으로 사용되었지만 치아에 화학적 결합을 하지 못하고 단지 합착만 되기 때문에 지대치의 유지형태가 장기간의 성공에 있어서 중요한 요소로 작용했다.¹⁰ 또한 인산아연시멘트의 경우 초기에 용해도 및 산도로 인한 한계가 남아있었다.⁹

최근 우수한 강도, 향상된 유지력, 구강 내에서 용해되지 않는 성질 및 심미 수복 발달에 있어 색상을 조절할 수 있는 장점을 가진 레진시멘트의 사용이 점차 증가하고 있다.¹⁰ 대부분의 레진 시멘트는 ANSI/ADA specification No. 96에서 제시하는 것보다 높은 피막도를 가지기 때문에 종종 crown의 불완전한 적합(seating)을 야기하게 된다.^{9,11} 그동안 치과용 시멘트의 작업 시간과 경화시간에 영향을 미치는 유변학적 특성에 대한 많은 연구들이 있었으나,⁹ 레진 시멘트의 유변학적 성질에 대해 다룬 연구는 거의 없었다. 이번 연구의 목적은 controlled stress rheometer를 이용해 다양한 레진 시멘트의 경화 중 점탄성 변화를 관찰하고 임상적 의의를 살펴보고자 한다.

연구 재료 및 방법

이 연구에 6가지 레진 시멘트(Clearfil SA luting, Panavia F 2.0,

Zirconite, Variolink N, RelyX Unicem clicker, RelyX U200)가 사용되었다(Table 1). 모든 재료들은 25℃ ± 1℃, 60% 습도 하에서 제조사의 지시에 따라 혼합되었다. Variolink N과 Panavia F 2.0은 1 mL syringe를 이용해 base와 catalyst를 1:1의 비율로 혼합하였다.

중합 과정 중 혼합된 레진 시멘트의 유변학적 성질을 관찰하기 위해 AR1500 stress controlled rheometer (TA instruments, Leatherhead, Surrey, UK)를 사용해 동적 시간 경과 시험을 시행하였다(Fig. 1) 직경 25 mm의 두 개의 평행한 stainless steel plate가 사용되었고, 두 plate 사이의 간격은 500 μm로 설정하였다. 구강 내 환경을 재현하기 위해 Peltier plate의 온도는 32℃로 설정하였다. 0.25 mL의 혼합된 시료를 하부판에 올려놓은 후 1 Hz의 진동 주기, 3000 μNm 최대 torque로 전단력을 가하여 저장 전단계수(G'), 손실 전단계수(G''), 손실 탄젠트(tan δ)의 변화를 기록하였다. 혼합 시작 후부터 첫 번째 기록을 하기까지 시간을 70초로 제한하였으며 이후 매 9초마다 20분동안 측정을 하였다. 각각의 재료에 대해 동일한 방법으로 3번씩 반복하여 측정하였다.

결과는 일원배치분산분석(One-way ANOVA) 통해 분석하였고, Tukey's post hoc test (α=0.05)로 사후 검정을 실시하였다. 추가적으로 제조사에서 제시하는 작업시간, 경화시간과 실험 결과에서 얻어진 측정치간의 상관 관계를 살펴보기 위해 상관분석을 시행하였다.

혼합된 레진 시멘트의 경화 중 유변학적 특성 변화를 그래프

Table 1. Dental resin cement materials included in this study

Material	Manufacturer	Bat. No.	Composition	Filler contents	Mean particle size (μm)
RelyX U200 (Automix)	3M ESPE (MN, USA)	487972	Bi-functional (meth)acrylate	43 wt%	12.5
RelyX Unicem (Clicker type)	3M ESPE (MN, USA)	474045	Bi-functional (meth)acrylate	70 wt%	12.5
Clearfil SA Luting (Clicker type)	Kuraray (Noritake Dental Inc., Okayama, Japan)	0374AA	Paste A : Bis-GMA, TEGDMA, 10-MDP, Hydrophobic aromatic dimethacrylate, Silanated barium glass filler, Silanated colloidal silica, di-Camphorquinone, Initiators, Benzoyl peroxide Paste B : Bis-GMA, Hydrophobic aromatic dimethacrylate, Hydrophobic aliphatic dimethacrylate, Silanated barium glass filler, Silanated colloidal silica, Accelerators, Pigments	44 vol% 5 wt%	2.5
Panavia F 2.0	Kuraray (Medical Inc., Osaka, Japan)	0558AA 0104AC	A paste: 10-MDP, Hydrophobic aromatic dimethacrylate, Hydrophobic aliphatic dimethacrylate, Hydrophilic aliphatic dimethacrylate, Silanated silica filler, Silanated colloidal silica, di-Camphorquinone, catalyst, Initiator B paste: Hydrophobic aromatic dimethacrylate, Hydrophobic aliphatic dimethacrylate, Silanated barium glass filler, Surface treated sodium fluoride, Catalyst, Accelerators, Pigments	59 vol%	0.04 - 19
Zirconite (Automix)	BJM LAB (Israel)	4194HBARCZKR	Bis-GMA, UDMA Oligomer, TEGDMA, 4-META, Methacrylated phosphoric acid esters, [3-(Methacryloyloxy)propyl] trimethoxysilane, photoinitiator, Co-initiator, Benzoyl peroxide, Barium aluminoborosilicate glass, fumed silica	-	-
Variolink N	Ivoclar vivadent (Schaan, Liechtenstein)	P72407 (Base) 68646 (Catalyst)	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, Inorganic filler (barium glass, ytterbium trifluoride, Ba-Al-fluorosilicate glass, pheroid mixed oxide, Initiator, Stabilizer, Pigment	44 vol% 71 wt%	0.7 (0.04 - 3.0)

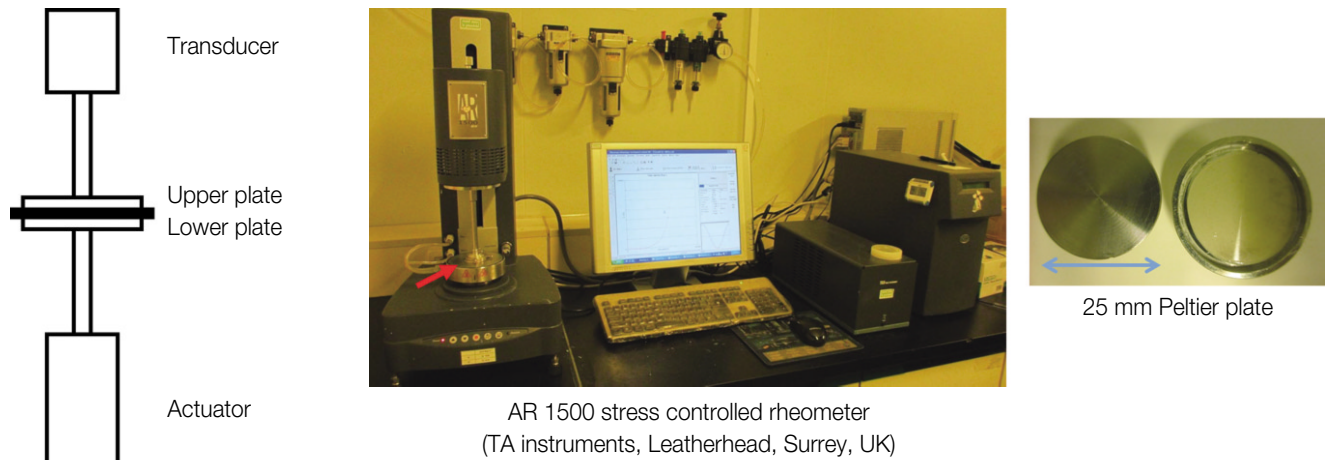


Fig. 1. Dynamic oscillatory time sweep testing involves the application strain to a resin cement material and to record the resultant stress. The phase angle (δ) and the ratio of stress amplitude and strain amplitude allow the calculation of the shear storage modulus (G'), loss modulus (G''), loss tangent ($\tan \delta$) and other rheological variables.

로 나타냈다(Fig. 2, Fig. 3, Fig. 4, Fig. 5) 저장전단계수(G')는 혼합 직후에는 거의 0에 근접하여 유지되다가, 일정 시간 후 점차 증가하여 최종적으로는 안정 상태(plateau)에 도달하였다. 모든 레진 시멘트의 G' 값의 변화 양상은 sigmoidal curve 형태를 보였다(Fig. 2). 각각의 재료들은 G' 값이 안정기에 도달하는데 걸리는 시간과 경화 완료 후 최대 저장 전단계수 값이 다르게 나타났다($P<0.05$)(Fig. 2). RelyX U200은 안정기에서 가장 높은 G' 값을 보였고, RelyX Unicem (clicker type)과 Variolink N이 가장 낮은 G' 값을 나타냈다. 안정기에서 G' 값은 RelyX U200, Zirconite, Panavia F 2.0, Clearfil SA luting, RelyX Unicem (clicker type) 순서로 높은 값을 보였다.

초기 경화시간을 탄성이 발현되기 시작하기 직전까지의 시간으로 정의하였을 때, 이는 G' 값이 증가하거나 $\tan \delta$ 값이 감소하는 시점으로부터 유추할 수 있다. RelyX Unicem의 경화반응이 가장 먼저 시작되었고, Clearfil SA luting, Zirconite, RelyX U200, Panavia F 2.0, Variolink N 순서로 진행되었다($P<0.05$). 초기 경화시간은 제조사에서 제시한 작업 시간보다 더 길게 나타났지만, 두 값 사이에 유의하게 높은 상관관계를 보였다($r=0.978, P<0.05$).

경화시간은 모든 반응이 완료되어 G' 값이 안정기에 도달한 시점으로 정의할 수 있다. 하지만, 레진 시멘트의 경화반응은 수시간 동안 지속되었기 때문에 최대 저장 전단계수의 90%에

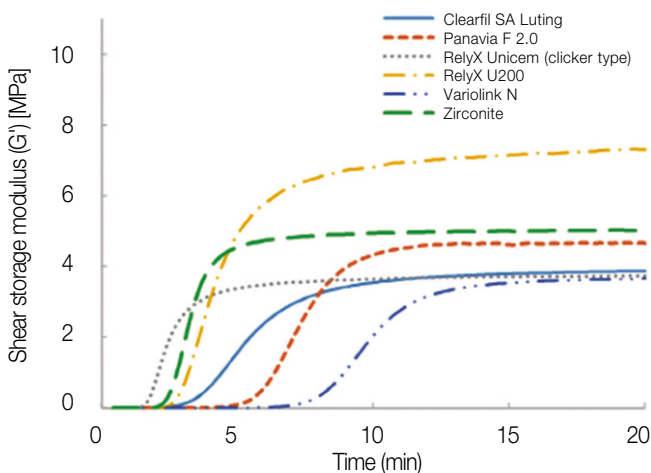


Fig. 2. The representative of shear storage modulus (G') of dental resin cements investigated. The increase of G' means the progression of the cross-linking and entanglements of polymer chains. It means that the material shows the onset of elasticity or loss of fluidity. Initial setting time is defined as amount of time until beginning of the development of elasticity, such as increase of the value of G' or decrease of the value of $\tan \delta$.

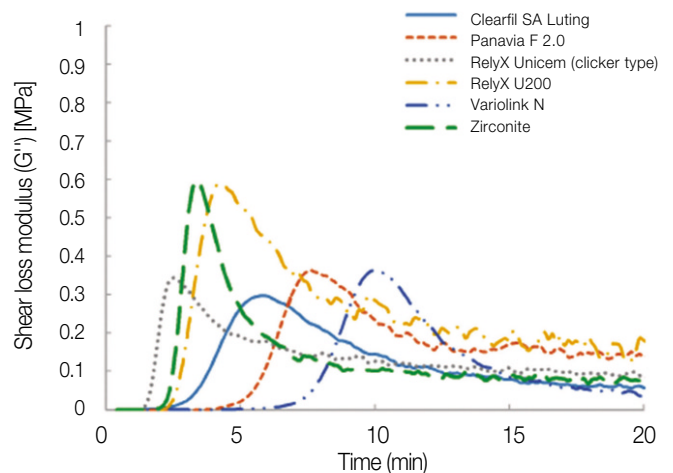


Fig. 3. The representative of shear loss modulus (G'') of dental resin cements investigated.

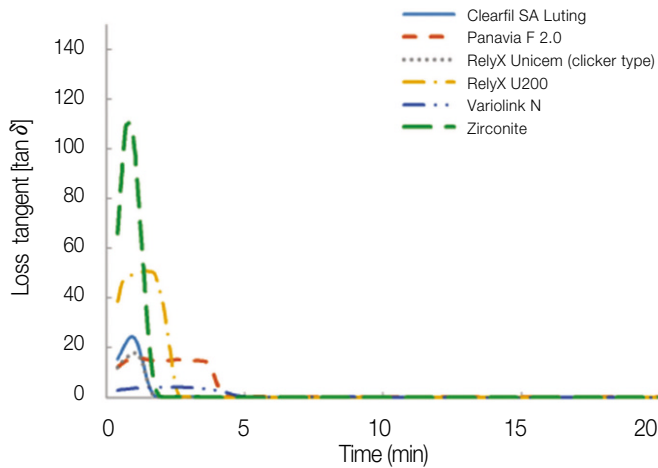


Fig. 4. The representative of loss tangent ($\tan \delta$) of dental resin cements investigated. The value of $\tan \delta$ depends on the ratio of G'' to G' . It represents loss of plasticity and corresponds with tendency of displacement curve.

도달하는데 걸린 시간을 경화시간으로 간주하였다(Table 2). 모든 재료는 서로 다른 경화시간을 나타냈다($P < .05$). 이번 연구에서 측정된 값은 제조사에서 제시한 값에 비해서 1.17-2.65배 정도 더 길게 나타났다. 하지만 작업시간과는 달리, 경화시간은 제조사에서 제시한 값과 낮은 상관관계를 보였다($r = 0.118$, $P > .05$). RelyX Unicem이 가장 먼저 경화되었고, Variolink N은 가장 늦게까지 경화반응이 진행되었다($P < .05$).

손실탄젠트(G'')는 최대값에 도달할 때까지 증가하다가 이후에 일정 값까지 점차적으로 감소하였다(Fig. 3). $\tan \delta$ 는 초기에 일정 수준의 값을 유지하다가 G' 값이 증가하기 시작하는

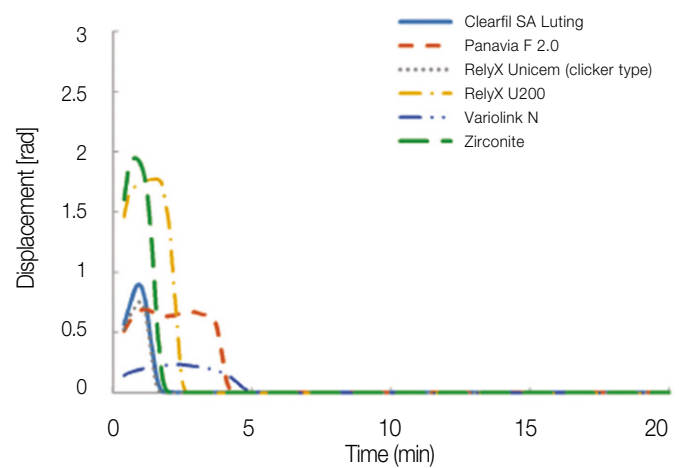


Fig. 5. The representative of displacement of dental resin cements investigated.

시기에 0에 도달하였다. Zirconite는 가장 높은 $\tan \delta$ 의 최대값(peak value)을 가지며 시간에 따라 빠르게 감소한다. RelyX U200, Panavia F 2.0과 Variolink는 오랫동안 낮은 $\tan \delta$ 값을 유지하였다. 특히 Variolink N의 경우가 가장 오랫동안 가장 낮은 $\tan \delta$ 값을 보였다.

$\tan \delta$ 와 변위(displacement)의 그래프는 유사한 양상을 보였다. 모든 6개의 재료들의 $\tan \delta$ 값이 혼합 후 6분 이내에 0에 도달했으며, 그 시점은 변위량이 0에 도달하는 지점과 거의 일치하였다. 초기 경화 반응이 시작된 후에 더 이상의 변위는 관찰되지 않았다. Table 3에 따르면, Variolink N을 제외한 나머지 5가지의 재료들이 6분 이내 경화 반응이 완료되었다.

Table 2. The storage moduli (G') and loss tangent ($\tan \delta$) at different elapsed times, setting times for the dental resin cement materials during polymerization at 32 °C

Material	t = 1 min		t = 5 min		t = 20 min	
	G' (Pa)	$\tan \delta$	G' (Pa)	$\tan \delta$	G' (Pa)	$\tan \delta$
RelyX U200 (Automix)	0.41	50.04	5.07E + 06	0.10	7.33E + 06	0.02
RelyX Unicem (clicker type)	2.81	18.46	3.41E + 06	0.06	3.74E + 06	0.02
Clearfil SA Luting	2.55	21.66	1.71E + 06	0.16	3.88E + 06	0.01
Panavia F 2.0	3.46	16.14	1.14E + 05	0.24	4.65E + 06	0.03
Zirconite	0.30	81.45	4.59E + 06	0.05	5.04E + 06	0.02
Variolink N	57.91	3.83	5.75E + 03	0.46	3.67E + 06	0.01

Table 3. The initial setting time, setting time and G' at the plateau different elapsed times, setting times for the dental resin cement materials during polymerization at 32 °C

Material	Initial setting time (s)	Setting time at T90 (s)	Shear storage modulus (G') (MPa)
RelyX U200	197.50 (13.42) ^f	538.13 (24.95) ^e	7.25 (0.22) ^j
RelyX Unicem	150.16 (5.04) ^d	352.70 (22.61) ^b	3.73 (0.11) ^j
Clearfil SA Luting	156.73 (8.92) ^d	613.20 (5.45) ^f	3.84 (0.10) ^j
Zirconite	168.22 (76.82) ^d	356.46 (9.95) ^b	5.02 (0.07) ^j
Panavia F 2.0	303.37 (5.23) ^b	635.6 (14.57) ^f	4.66 (0.10) ^k
Variolink N	338.80 (11.20) ^a	801.98 (24.86) ^c	3.62 (0.09) ^j

* Numbers in parentheses are standard deviations.

The same superscript letters in the same column indicate no significant differences respectively (Tukey's post hoc test: $P > .05$).

고찰

임상가는 시멘트를 선택할 때 조작성에 영향을 미치는 피막도, 점도, 작업시간, 경화시간과 같은 재료의 특성을 잘 고려해야 한다. 치과용 시멘트의 작업시간과 경화시간에 영향을 미치는 탄성(elasticity)의 발현을 관찰하기 위한 많은 연구가 있었다.^{9,12-17} Batchelor와 Wilson¹⁸은 산화아연 유지놀 시멘트의 경화 반응에 습도와 온도가 미치는 영향을 살펴 보기 위해 평행판 가소도계(parallel plate plastimeter)를 이용했다. 하지만 평행판 가소도계로는 유량(flow rate)을 측정하기에는 부족했다. Plant 등¹⁹은 진동 유동계(oscillating rheometer)를 사용해 종류, 온도, 분액비에 따른 다양한 시멘트의 흐름성의 변화를 비교했다. Vermilyea 등²⁰은 회전 점도계(rotational viscosimeter)를 사용해 인산아연시멘트(ZPC)와 폴리카르복실레이트(polycarboxylate) 시멘트의 경화 중 점도 변화를 측정했다. 점도계를 이용해 전단 속도와 온도 증가에 따른 점도 변화를 관찰했으나 crown의 변연 부위에서 일어나는 실제 임상 상황을 재현하지 못했다. Lorton 등¹⁵은 특별히 ram과 piston penetrometer로 새로운 유동계를 개발하였다. 그들은 crosshead speed를 변화시킨 예비 연구에서 결정된 특정 crosshead speed에서 다양한 시멘트의 저항성을 관찰하였고, 적절한 점도를 찾기 위한 연구를 수행하였다. Vlachodimitropoulos와 Wilson¹³은 글래스아이오노머와(GI)와 폴리카르복실레이트 시멘트와 같은 시멘트의 탄성의 발현을 관찰하기 위해 변위 유동계(displacement rheometer)를 사용하였다. 이를 통해 치과용 시멘트의 점탄성 변화를 발견하고 관찰할 수 있어 작업 시간을 추론할 수 있었다.

Osman 등¹⁴은 레진 시멘트를 포함한 다양한 시멘트의 점도, $\tan \delta$ 와 같은 유변학적 특성의 변화를 관찰하기 위해 응력제어 유동계(controlled stress rheometer)를 사용하였다. 실험 결과 인산아연 시멘트(ZPC)와 비교하여 레진 시멘트가 유사하게 낮은 피막도를 보였다. 피막도는 유변학적 특성들의 복합적인 효과에 의존하며, 점도 또는 $\tan \delta$ 와 같은 한 가지 주요 기여 요인만으로는 예측이 불가능했다.

최근 응력제어 유동계(controlled stress rheometer)를 이용하여 치과용 시멘트의 유변학적 특성을 평가하기 위한 많은 연구들이 보고되고 있다.^{21,22} 특히 진동모드의 응력제어 유동계는 중합 과정 중의 치과용 탄성 중합체의 유변학적 성질을 이해하는데 유용하다. Peltier plate 사이에 고정된 토크의 전단력을 가하고 경화 반응이 진행됨에 따라 그 변형을 기록하여 탄성 중합체의 미세한 점탄성 변화를 실시간으로 감지할 수 있고 그래프로 바로 나타낼 수 있다. 게다가 저장 전단계수, 손실 전단계수, 손실 탄젠트 값을 구할 수 있어 임상가가 경화시간과 작업시간에 대한 정보를 예측할 수 있다. 즉, 응력제어 유동계를 이용해 실시간으로 다양한 유변학적 특성을 모니터 할 수 있게 되었다.

탄성 중합체의 경우 시간에 따라 거시적 또는 미시적 구조의 재배열이 일어나고 이는 유변학적 특성에 직접적인 영향을 미친다. 따라서 동적 시간 경과 시험을 통해 중합과정을 통해 재

배열이 일어난 재료의 특성 변화를 살펴볼 수 있다. 본 연구에서 AR 1500 stress controlled rheometer를 이용한 동적 시간 경과 시험을 통해 레진 시멘트의 경화반응 동안 G' , G'' , $\tan \delta$, 변위를 측정하였다.

제조사의 지시대로 혼합을 한 후 하부 Peltier plate 상에 혼합된 시료를 올려놓은 뒤 상부 plate가 내려오면서 사인 파동 형태의 진동 전단 응력(oscillatory shear strain)을 가하였다. 만약 100%의 탄성체라면 시간과 관계없이 주어진 응력과 정확하게 일치하는 반응을 보인다. 점성체의 경우 위상차(phase angle)는 90° 이며, 점탄성체는 $0 - 90^\circ$ 사이의 위상차를 보일 것이다. 치과용 레진 시멘트는 점탄성 물질로 중합 반응이 진행되면서 시간에 따라 그 성상이 변하고, 위상차(phase angle, δ)와 진폭(σ)의 변화가 관찰된다. 유동계를 통해 위상차와 진폭으로부터 특정 시점에서의 탄성 성분과 점성 성분의 각각의 값을 계산할 수 있다.

$$\begin{aligned} \text{Total stress} &= \sigma + \tau = A (E \sin \omega t + \eta \omega \cos \omega t) \\ &= A \sqrt{E^2 + (\eta \omega)^2} (\cos \delta \sin \omega t + \sin \delta \cos \omega t) \\ &= \|\sigma^*\| \sin(\omega t + \delta) \\ \{\|\sigma^*\| &= A \sqrt{E^2 + (\eta \omega)^2}\} \end{aligned}$$

$$\text{Elastic component (E)} = \frac{\|\sigma^*\|}{A} \cos \delta$$

$$\text{Viscous component (\eta)} = \frac{\|\sigma^*\|}{A} \sin \delta$$

위의 식을 통해 실험된 레진 시멘트의 G' , G'' , $\tan \delta$ 값을 구할 수 있다. G' 은 혼합 직후 거의 0에 가깝다가 서서히 증가하여 최종적으로 안정기에 도달한다. 이원 중합 레진 시멘트의 경우 G' 값은 성장 사슬(growing chain) 사이에 교차결합(crosslink)과 엉킴(entanglement)이 일어나 응력에 저항하기 전까지 낮은 값으로 유지된다. G' 값의 증가는 고분자 사슬의 교차 결합 및 엉킴의 진행을 의미한다.^{17,23} 중합 반응의 완료는 더 이상의 교차 결합과 엉킴이 일어나지 않는 G' 값의 안정기를 통해 알 수 있다. 경화시간은 G' 값의 기울기가 0에 도달하는 정체기까지의 시간으로 정의할 수 있다.²² 그러나, 레진 시멘트의 경화반응이 20분이 지난 시점에서도 계속 진행되고 있었기 때문에 이번 연구에서는 저장 전단 계수 최대값이 90%에 도달하는데 걸리는 시간으로 정의하였다. 연구 결과 경화시간은 제조사에서 제시한 값보다 1.17에서 2.65배 정도 길게 나타났다. 게다가 사후 검정 결과 둘 사이의 낮은 상관관계를 보였다(post hoc test; $r = 0.118$, $P > .05$). 이번 연구에 사용된 레진 시멘트는 이원 중합 시멘트로 화학적 중합과 광중합 과정이 모두 일어난다. 초기 경화 시간을 평가하기 위해 광중합 반응은 배제시키고 진행하기 때문에 실제 임상에서는 광중합을 통해 경화시간이 단축될 것이다. RelyX Unicem과 Zirconite는 다른 레진 시멘트에 비해 빠르게 중합이 완료된 반면에, Clearfil SA Luting과 Variolink N은 광중합을 하지 않은 경우 매우 천천히 경화가 진행되었다.

경화가 완료된 후 G' 은 레진 시멘트의 경화 후 강도(rigidity) 또

는 stiffness)를 의미한다.²² 20분이 지난 뒤에도 반응이 진행되고 있었기 때문에 마지막 3분 동안의 G'의 평균값을 비교하였다. RelyX U200이 가장 높은 G' 값을 보였다. 이는 중합 후 가장 단단한 성질을 보이는 것으로 동일한 cement space라는 가정하에 강도가 높은 것을 의미하며, crown의 합착 후 변연 부위의 과잉 시멘트의 제거 용이성과도 관계가 있다.

초기 경화 시간은 G'이 증가하기 시작하는 시점까지의 시간으로 정의하였다. 이것은 탄성의 발현되는 시점 또는 흐름성, 소성이 소실되는 시점을 의미하며 작업시간과 동등한 의미를 갖는다. 모든 레진 시멘트에서 실험 결과 값인 초기 경화 시간이 제조사에서 제시한 작업시간보다 더 길게 나타났지만 두 값 사이에 높은 상관 관계를 보였다($r=0.978$).

손실 탄젠트($\tan \delta$)는 짧은 시간 동안 일정한 수준으로 유지가 되다가 0에 도달하게 된다. $\tan \delta$ 값이 0에 도달하는 시점이 G' 값이 증가하기 시작하는 시점과 유사하였다. Zirconite의 $\tan \delta$ 는 가장 높은 최고점을 보이고 시간에 따라 급감하였다. Zirconite의 경우 초기에는 완전 점성체에 가장 가깝다가 이후 $\tan \delta$ 값이 급격히 감소하고, G'의 증가시 기울기가 가장 가파른 것으로 보아 합착 후 빠르게 탄성이 발현됨을 알 수 있었다. Zirconite는 합착 과정 중 낮은 저항성을 보이기 때문에 crown의 완전하게 위치시킬 수 있다. 또한 한 번 중합 반응이 시작되면 빠르게 진행이 완료된다. 앞에서 설명한 장점들에도 불구하고, 소성을 유지하는 기간이 짧아 작업시간이 짧다는 단점이 있어 Zirconite는 단관(single crown) 위주의 사용이 추천된다. Zirconite와 달리 Variolink N, Panavia F 2.0과 RelyX U200은 오랜 시간 동안 $\tan \delta$ 가 일정값으로 유지되었으며 RelyX U200, Panavia F 2.0, Variolink N 순서로 높은 최대값을 가졌다. 비록 소성의 정도는 Zirconite보다 작지만, 합착 전에 일정 시간 소성을 유지할 수 있다는 임상적 의의를 지닌다. 즉, 지대치에 합착을 하기 전에 임상가에게 보다 긴 조작 시간(작업시간)을 허용한다. 탄성이 발현되면 고정성 보철물은 정확한 위치까지 들어가지 못하거나 위치 되었다가 다시 솟아 오르게 되기 때문에 치과용 레진 시멘트는 반드시 탄성이 발현되기 전에 사용해야 한다. $\tan \delta$ 값의 변화로 판단할 때 변위가 대략 6분 동안 일어날 수 있다. 따라서 고정성 보철물을 합착할 때 적어도 6분 동안 구강 내 지대치에 적절한 압력을 가해 되튐현상(rebound phenomenon)을 방지해야 한다. 또한 중합 반응을 촉진하기 위해 광중합을 추가적으로 시행해야 한다.

Barnes 등²³에 의하면 유변학적 성질에 영향을 미치는 요소에는 filler 입자 크기(filler particle size), 입자 크기 분포(particle size distribution), filler의 volume fraction 등의 영향을 받게 된다.²⁴ 일반적으로 filler 함량이 높을수록 점도가 높아지게 되나 filler 입자의 표면 형상 및 불규칙성(irregularities) 등 복합적인 요소에 의해 결정된다. Filler의 surface roughness가 증가할수록 particle-particle interaction이 증가하여 점도가 증가할 수 있다. 각각의 유변학적 변수들(G', G'', $\tan \delta$)이 filler 입자의 크기나 무게비(weight percent), filler의 표면조도(surface roughness)와의 관계에 대한 추가적인 실험이 필요할 것으로 보인다. 또한 이번 실험에서 광조사시

빛이 stainless steel plate를 통과하지 못하기 때문에 광중합의 영향은 배제되었다. 따라서 레진 시멘트의 유변학적 특성에 광중합이 미치는 영향을 평가하기 위해 추가적인 실험이 필요할 것이다.

결론

이번 연구에 사용된 모든 레진 시멘트는 서로 다른 유변학적 성질 및 조작성을 보였다. 작업시간과 경화 시간 모두 제조사에서 제시한 값과는 다른 값을 보였다. 다른 레진 시멘트와 비교하여 RelyX U200은 광조사를 하지 않은 오랜 시간 동안 소성(plastic properties)을 유지하였고, 경화 완료 후 가장 높은 강도(rigidity, stiffness)를 보였다. 따라서 여러 개의 보철물을 동시에 합착해야 하는 경우 RelyX U200이 유용할 것으로 사료된다.

References

1. Jorgensen KD, Esbensen AL. The relationship between the film thickness of zinc phosphate cement and the retention of veneer crowns. *Acta Odontol Scand* 1968;26:169-75.
2. Wilson PR. The effect of die spacing on crown deformation and seating time. *Int J Prosthodont* 1993;6:397-401.
3. Van Nortwick WT, Gettleman L. Effect of internal relief, vibration, and venting on the vertical seating of cemented crowns. *J Prosthet Dent* 1981;45:395-9.
4. Judge RB, Wilson PR. The effects of oscillating forces upon the flow of dental cements. *J Oral Rehabil* 1999;26:892-9.
5. Piemjai M. Effect of seating force, margin design, and cement on marginal seal and retention of complete metal crowns. *Int J Prosthodont* 2001;14:412-6.
6. Jørgensen KD. Factors affecting the film thickness of zinc phosphate cements. *Acta Odonto Scand* 2009;18:479-90.
7. de Freitas Oliveira J, Ishikiriama A, Vieira DF, Mondelli J. Influence of pressure and vibration during cementation. *J Prosthet Dent* 1979;41:173-7.
8. Park EK, Song KW. Rheological evaluation of petroleum jelly as a base material in ointment and cream formulations with respect to rubbing onto the human body. *Korea-Aust Rheol J* 2010;22:279-89.
9. Rosenstiel SF, Land MF, Crispin BJ. Dental luting agents: A review of the current literature. *J Prosthet Dent* 1998;80:280-301.
10. Diaz-Arnold AM, Vargas MA, Haselton DR. Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent* 1999;81:135-41.
11. White SN, Yu Z. Physical properties of fixed prosthodontic, resin composite luting agents. *Int J Prosthodont* 1993;6:384-9.
12. Wilson AD, Lewis BG. The flow properties of dental cements. *J Biomed Mater Res* 1980;14:383-91.
13. Vlachodimitropoulos H, Wilson PR. Characterization of the development of elasticity in dental luting cements. *J Dent* 1998;26:173-6.
14. Osman SA, McCabe JF, Walls AW. Film thickness and rheological

- properties of luting agents for crown cementation. *Eur J Prosthodont Restor Dent* 2006;14:23-7.
15. Lorton L, Moore BK, Swartz ML, Phillips RW. Rheology of luting cements. *J Dent Res* 1980;59:1486-92.
 16. Kiouss AR, Roberts HW, Brackett WW. Film thicknesses of recently introduced luting cements. *J Prosthet Dent* 2009;101:189-92.
 17. Cook WD, Brockhurst P. The oscillating rheometer-what does it measure? *J Dent Res* 1980;59:795-9.
 18. Batchelor RF, Wilson AD. Zinc oxide-eugenol cements. I. The effect of atmospheric conditions on rheological properties. *J Dent Res* 1969;48:883-7.
 19. Plant CG, Jones IH, Wilson HJ. Setting characteristics of lining and cementing materials. *Br Dent J* 1972;133:21-4.
 20. Vermilyea S, Powers JM, Craig RG. Rotational viscometry of a zinc phosphate and a zinc polyacrylate cement. *J Dent Res* 1977;56:762-7.
 21. Pae AR, Lee HR, Kim HS. Effect of temperature on the rheological properties of dental interocclusal recording materials. *Korea-Aust Rheol J* 2008;20:221-6.
 22. Lee HO, Lee IB. Rheological properties of polyvinylsiloxane impression materials before mixing and during setting related to handling characteristics. *Korea-Aust Rheol J* 2012;24:211-9.
 23. Cook WD, Standish PM. Polymerization kinetics of resin-based restorative materials. *J Biomed Mater Res* 1983;17:275-82.
 24. Barnes HA, Hutton JF, Walters K. An introduction to rheology, Amsterdam; Elsevier, 1989.

치과용 레진 시멘트의 유변학적 성질

이재림¹ · 이재봉^{1*} · 한중석¹ · 김성훈¹ · 여인성¹ · 하승룡² · 김희경³

¹서울대학교 치과대학 치과보철학교실, ²아주대학병원 치과학교실, ³서울보훈병원 치과진료센터 보철과

연구 목적: 본 연구의 목적은 중합 과정 중 치과용 레진 시멘트의 점탄성 성질의 변화를 관찰하기 위한 것이다.

연구 재료 및 방법: 6 종류의 레진시멘트(Clearfil SA luting, Panavia F 2.0, Zirconite, Variolink N, RelyX Unicem clicker, RelyX U200)가 이번 실험에 사용되었다. AR1500 stress controlled rheometer를 이용해 32℃에서 동적 시간 경과 시험(dynamic oscillation time sweep test)이 시행되었다. 각각의 레진시멘트의 전단 저장 계수(G'), 전단 손실 계수(G''), 손실 탄젠트($\tan \delta$), 변위량을 20분 동안 3번씩 반복 측정하였다. 측정 결과는 일원배치분석 및 Tukey's hoc test로 사후 검정을 시행하였다($\alpha=0.05$).

결과: 모든 레진 시멘트는 혼합 후 시간에 따라 G' 값이 증가하였고, 최종적으로 안정상태에 도달하였다. 실험 종료 시점에서 RelyX U200은 가장 높은 G' 값을 나타냈고, RelyX Unicem (clicker type)과 Variolink N이 가장 낮은 G' 값을 나타냈다. $\tan \delta$ 와 변위량은 일정 수준의 값을 유지하다가 G' 이 증가하기 시작하는 시점에서 0에 도달하였다. 이는 변위량이 0에 도달하는 지점과 거의 일치하였으며, 그 시간은 6분 내외였다.

결론: 본 연구에서 RelyX U200은 다른 레진 시멘트와 비교하여 가장 오랜 시간 동안 소성을 유지하고, 경화 완료 후 가장 높은 강도(rigidity)를 보였다. 따라서 여러 개의 보철물을 동시에 합착해야 하는 경우에 RelyX U200이 유용할 것으로 사료된다. (대한치과보철학회지 2014;52:82-9)

주요단어: 치과용 레진 시멘트; 유변학적 특성; 피막도; 점탄성

* 교신저자: 이재봉

110-768 서울 종로구 연건동 275-1 서울대학교 치과대학 치과보철과

02-2072-2661: e-mail, swallow@snu.ac.kr

원고접수일: 2014년 3월 10일 / 원고최종수정일: 2014년 4월 14일 / 원고채택일: 2014년 4월 17일

© 2014 대한치과보철학회

CC 이 글은 크리에이티브 커먼즈 코리아 저작자표시-비영리 3.0 대한민국 라이선스에 따라 이용하실 수 있습니다.

* 이 논문은 서울대학교 치과병원 연구재단의 지원을 받아 연구되었음(No. 04-2012-0063).