

자가 접착 레진 시멘트(Self-
adhesive resin cement)의 초기 중합 후
표면 경도 측정에 의한 중합율의 변화

연세대학교 대학원

치 의 학 과

정 유 경

자가 접착 레진 시멘트(Self-
adhesive resin cement)의 초기 중합 후
표면 경도 측정에 의한 중합율의 변화

지도 정 문 규 교수

이 논문을 석사 학위논문으로 제출함

2007년 12월 일

연세대학교 대학원

치 의 학 과

정 유 경

정유경의 석사 학위논문을 인준함

심사위원_____인

심사위원_____인

심사위원_____인

연세대학교 대학원

2007년 12월 일

감사의 글

본 논문이 완성되기까지 사랑과 배려로 지도해 주신 정문규 교수님께 진심으로 감사드리며, 논문의 진행 과정 동안 관심을 가지고 조언을 아끼지 않으신 이근우 교수님께 깊은 감사를 표합니다. 또한 본 논문에 많은 가르침을 주시고 격려해 주신 심준성 교수님께도 감사를 드립니다.

본 연구에 도움을 주신 유지성 선생님과 치과재료학 교실의 박혜옥 선생님께도 감사를 드리며, 끝으로 늘 변함없는 사랑으로 기도해 주시고 걱정해 주시는 사랑하는 부모님께 이 논문을 바칩니다.

2007년 12월

정유경 드림

목 차

도표 목차	iii
국문 요약	iv
I. 서론	1
II. 연구 재료 및 방법	4
1. 연구재료	4
2. 연구방법	4
가. 시편의 제작	4
나. 누프 경도(Knoop hardness) 측정	6
3. 통계 분석	7
III. 연구 성적	8
1. 누프 경도(Knoop hardness)	8
IV. 총괄과 고찰	12
V. 결론	16
참고 문헌	17
영문 요약	21

도표 목차

Fig. 1. Result of Knoop hardness	10
Fig. 2. Degree of conversion	10
Table 1. Materials used in this study	6
Table 2. Mean and standard deviation (s.d.) of Knoop hardness	9
Table 3. Result of ANOVA	11

자가 접착 레진 시멘트(Self-adhesive resin cement)의 초기 중합 후 표면 경도 측정에 의한 중합율의 변화

최근 상실된 치아 구조의 간접적 수복을 위한 재료의 범주가 금속의 지지를 받지 않는 세라믹에까지 확장되었고, 이는 우수한 심미성 때문이라 하겠다. 이에 따라 치아 구조에 결합하여 접착을 이루는 레진 시멘트의 필요성이 증가하고 있다. 레진 시멘트는 접착 술식에서 전단계 표면 처리와 결합제 처리 등 술식에 민감하여 사용하기에 쉽지 않았으나, 부가적인 접착 단계를 줄인 자가 접착 레진 시멘트가 최근에 개발되어 적용되고 있다. 자가 접착 레진 시멘트에서 문제점으로 예상되는 것은 경화 후의 초기 산도가 높아 가수분해의 우려가 있고 그로 인해 중합 초기에 중합 속도를 지연시킬 수 있다는 사실이다. 본 연구의 목적은 자가 접착 레진 시멘트 중 이원 중합 방식인 RelyXTM Unicem과 자가 중합 방식인 Multilink[®], 기존의 레진 시멘트 중 이원 중합 방식인 Panavia F(Kuraray, Okayama, Japan)의 초기 중합 후 시간 경과에 따른 표면 경도 측정을 통한 중합율의 변화를 알아보아 레진 시멘트의 물성의 차이를 비교하여 임상 적용시 응용해 보고자 하는 것이며 다음과 같은 결과를 얻었다.

누프 경도 값에 있어서 Multilink[®]로 시편을 제작한 군이 가장 낮은 경도 값을 보였고 Panavia F로 제작한 군, RelyXTM Unicem으로 제작한 군 순으로 큰 경도 값을 보였다. 초기 중합 후 경과 시간대별로 중합율을 구한 결과, 5분에는 RelyXTM Unicem이 세 군 중 가장 높은 값을 보였고, Multilink[®], Panavia F 순으로 낮아지는 결과를 보였다. 시간 경과 후에도 중합율은 위와 동일한 순서로 낮아지는 값을 보였다. 누프 경도의 중합 시간대별 결과 사이의 유의차를 보면, Multilink[®]에서 30분과 1시간 사이, 1시간과 2시간 사이를 제외하고는 모두 유의차가 있는 것으로 나타났다($\alpha=0.05$).

자가 접착 레진 시멘트의 초기 중합 후 시간 경과에 따른 표면 경도 측정을 통한 중합율의 변화를 비교한 결과, 자가 접착 레진 시멘트는 기존의 레진 시멘트보다 높은 중합율을 보였고, 시간이 진행됨에 따라 중합율이 증가하는 것을 알 수 있었으나, 본 연구에서보다 더 장기간의 연구를 시행하여 중합율의 증가 추이를 관찰해 볼 필요가 있으며, 구강 내의 조건에서도 추가적인 연구가 필요하리라 생각된다.

핵심되는 말 : 자가 접착 레진 시멘트, 표면 경도, 중합율

자가 접착 레진 시멘트(Self-adhesive resin cement)의 초기 중합 후 표면 경도 측정에 의한 중합율의 변화

(지도 정 문 규 교수)

연세대학교 대학원 치의학과

정 유 경

I. 서 론

고정성 수복물을 위한 치과용 시멘트는 수복물의 유지력을 증진시키고 변연부 누출을 예방해야 한다. 치과용 시멘트는 20세기 초부터 개발되어 사용되어 왔고 최근에는 다양한 레진 시멘트들의 이용이 늘어나고 있다(Trevor FJ, 2005). 최근 상실된 치아 구조의 간접적 수복을 위한 재료의 범주가 금속의 지지를 받지 않는 세라믹에까지 확장되었고, 이는 우수한 심미성 때문이라 하겠다(Sahar E, 2005). 이에 따라 치아 구조에 결합하여 접착을 이루는 레진 시멘트의 필요성이 증가하고 있다. 레진 시멘트는 공간 충전재, 변연부 봉인 뿐 아니라 접착재로서, 수복물과 치아 양면에 결합하여 수복물의 유지력 증진을 돕는다(Trevor FJ, 2005).

레진 시멘트는 뛰어난 물리적 성질에도 불구하고 접착 술식에서 전단계 표면 처리와 결합제 처리 등 술식이 민감(technique sensitive)하여 사용하기에 쉽지 않았으나(Brunton PA, 2005, Bouillaguet S, 2002), 부가적인 접착 단계를 줄인 자가 접착 레진 시멘트(Self-adhesive resin cement)가 최근에 개발되어 적용되고 있다(Trevor FJ, 2005). 자가 접착 레진 시멘트는 법랑질과 상아질의 전처리 과정이 필요 없어 접착 과정을 단순화시켰다. 최근 개발되어 사용되는

자가 접착 레진 시멘트에는 Multilink[®](Ivoclar Vivadent AG, Liechtenstein), Maxcem[™] (Kerr, Orange, CA, USA), RelyX[™] Unicem(3M ESPE, Seefeld, Germany) 등이 있다. RelyX[™] Unicem은 이원 중합 방식, Multilink[®]는 자가 중합 방식의 레진 시멘트이며, Maxcem[™]은 자가 부식(self-etching) 및 자가 접착할 수 있는 페이스트 타입의 이원 중합 방식의 레진 시멘트이다.

자가 접착 레진 시멘트에 대한 연구가 이루어져 왔다. RelyX[™] Unicem과 기존의 이중 중합 레진 시멘트를 이용하여 접착 후 결합 강도에 대해 연구되었고(Piwowarczyk A, 2007), 자가 접착 레진 시멘트를 적용하여 상아질에서 세라믹 베니어(veneers)의 변연 상태(marginal integrity)가 뛰어난 것을 보고한 연구도 있다(Ibarra G, 2007). 자가 접착 레진 시멘트와 기존의 시멘트들의 보철물에 대한 전단 결합 강도(shear bond strength)를 비교 연구한 결과, 레진 시멘트와 자가 접착 레진 시멘트가 기존의 시멘트들보다 유의차 있게 높은 전단 결합 강도를 보였고, 자가 접착 레진 시멘트가 가장 높은 전단 결합 강도값을 보였다고 보고되었다(Piwowarczyk A, 2004).

자가 접착 레진 시멘트는 자가 접착을 위해 acidity가 필요하나, 초기에 산성인 재료의 장기적인 체적 안정성을 보장하려면 경화되는 과정에서 중성화될 때까지 pH 값을 상승시켜야 하며 그렇지 않으면 글래스 아이오노머에서 유사하게 볼 수 있는 가수분해가 일어나게 된다. 따라서 그로 인한 문제점으로 예상되는 것은 경화 후의 초기 산도가 높아 가수분해의 우려가 있고 그로 인해 중합 초기에 중합 속도를 지연시킬 수 있다는 사실이다(Technical data sheet: Espertise RelyX Unicem, 2002). 비교적 최근에 개발된 재료라서 장기적인 결과와 관련된 연구도 찾아보기 힘들다.

중합의 정도는 물리적 성질, 용해도, 체적 안정성, 색상 변화, 생체 적합성 등에 영향을 주기 때문에, 수복물의 성공에 중요한 역할을 한다(Ferracane JL, 1985). 레진 시멘트의 임상적 적용시 중합 방식에 따른 차이점이 있다면 자가 중합 방식은 균일하게 경화되고 작업 시간이 길어 조작이 용이하나 보철물의

변연부에서 결과가 좋지 않을 수 있으며, 광중합 방식은 도재 베니어 등의 접착에 유용하게 사용되지만 레진의 빛에 대한 반투과성 때문에 완전한 중합이 어렵다. 이원 중합 방식은 자가 중합과 광중합의 장점을 동시에 가지고, 물리적 강도가 높고 심미성이 뛰어나며(Li ZC, 1999), 깊은 부위에서 중합이 용이하고 경화 시간이 단축된다(Peutzfield A, 1995, Caughman WF, 2002, El-Mowafy OM, 2000).

본 연구의 목적은 현재 임상적으로 사용되고 있는 자가 접착 레진 시멘트 중 이원 중합 방식인 RelyX™ Unicem과 자가 중합 방식인 Multilink®를 실험군으로, 기존의 레진 시멘트 중 장기간 임상에서 널리 사용하고 있는 이원 중합 방식인 Panavia F(Kuraray, Okayama, Japan)를 대조군으로 하여, 초기 중합 후 시간 경과에 따른 표면 경도 측정을 통한 중합율의 변화를 알아보아 임상에서 사용되는 레진 시멘트의 물성의 차이를 비교하여 레진 시멘트의 임상 적용시 응용해 보고자 하였다.

II. 연구재료 및 방법

1. 연구재료

본 연구에서 사용된 자가 접착 레진 시멘트 중 이원 중합형인 RelyX™ Unicem과 자가 중합형인 Multilink®를 실험군으로, 기존의 레진 시멘트 중 이원 중합형인 Panavia F를 대조군으로 하였다(Table 1). RelyX™ Unicem은 혼합시 pH가 1이 되는 phosphoric acid modified (meth)acrylate resin으로 이루어진 이원 중합 방식의 레진 시멘트이다. Multilink®는 자가 중합 방식의 자가 부식 레진 시멘트로 제품 구성 중 프라이머 B는 HEMA, phosphonic acid와 아크릴산 단량체(acrylic acid monomer)를 포함한다. Panavia F는 불소 방출형의 진보된 이중 중합형 접착 레진 시멘트이며, 기계적 속성 및 마모 강도를 갖게 해주는 무기 필러를 함유하고 있다고 제조사에서는 밝히고 있다.

2. 연구 방법

가. 시편의 제작

직경 10mm, 두께 2mm의 원형 구멍이 있는 테플론 몰드를 이용하여 군당 15개씩 45개의 디스크 형태의 시편을 만들었다. 유리판 위에 몰드를 위치시키고 레진 시멘트를 혼합하여 몰드에 주입한 후, 그 위에 다시 유리판을 얹고 아래와 같이 중합시키고 유리판과 몰드로부터 시편을 분리해 냈다.

대조군인 Panavia F는 치아 색조의 paste A와 B 동량을 연화지상에서 20초간 스파출러를 이용하여 손으로 균일하게 혼합하여 몰드에 주입한 후, 광중합기(Bisco VIP, Schaumburg IL, U.S.A.)로 300mW로 20초간 상부

유리판에 밀착시켜 광조사하였다. 그 후 상온에서 실내 조명에 노출된 상태로 자가중합시켰다. Multilink[®]는 double-push 시린지에서 투명한 색조의 두 paste를 동량 짜내어 연화지상에서 20초간 혼합한 후 몰드에 주입하고 8분 동안 상온에서 방치 후 시편을 분리하였다. RelyX[™] Unicem은 투명한 색조의 캡슐을 activator에 넣고 lever를 2초 동안 손으로 눌러서 캡슐이 터지도록 한 후 Rotomix(3M ESPE, St. Paul, Minnesota, USA)에 넣고 12초간 혼합하여 Applier에 장착하고 몰드에 주입한 후 대조군처럼 20초간 광중합시킨 후 5분 동안 상온에서 방치 후 시편을 분리하였다.

Table 1. Materials used in this study

Cements	Manufactures	Primary composition	LOT Number
RelyX™ Unicem	3M ESPE, Seefeld, Germany	Paste A: Bis-GMA, TEGDMA, zirconia/silica filler, dimethacrylate polymer, amine, photoinitiator, pigments Paste B: Bis-GMA, TEGDMA, zirconia/silica filler, dimethacrylate polymer, peroxide, inhibitor	285743
Multilink®	Ivoclar Vivadent AG, Liechtenstein	Dimethacrylate, HEMA, Barium glass filler, silicon dioxide filler, ytterbium trifluoride, catalysts, stabilizers, pigments	K06826
Panavia F	Kuraray, Okayama, Japan	Paste A: 10-methacryloxydecyl dihydrogen phosphate, dimethacrylate, silica filler, initiator Paste B: dimethacrylate, barium glass filler, sodium fluoride, initiator, accelerators, pigments	Paste A 00277A, Paste B 00042A

나. 누프 경도(Knoop hardness) 측정

누프 경도 측정을 위하여 미세경도시험기(Micro hardness tester, DMH-2, Matsuzawa Seiki, Japan)를 이용하여 시행하였다. 혼합 후 몰드에 위치시킨

때부터 5분(Multilink 는 8분), 30분, 1시간, 2시간, 1주일에 각각의 경도를 같은 시편에서 위치를 달리하여 연속적으로 측정하였다. 다이아몬드 압자로 300g의 하중을 10초간 가하여 재료의 표면에 압흔을 형성하고 형성된 마름모꼴 압흔의 장축 대각선의 길이를 장착된 현미경을 통해 측정하였고 계산된 누프 경도를 기록하였다. 레진 시멘트가 빛에 대해 반투과성을 보이므로 압흔이 잘 보이도록 시편에 유성펜으로 색을 칠한 후 측정하였다.

3. 통계 분석

각 군의 누프 경도를 측정한 후 측정 시간대별 평균값을 구하였고 각 시간대별 평균값들이 유의성이 있는지를 확인하기 위하여 일원배치 분산분석법(one-way ANOVA)을 이용하여 유의수준 5%에서 분석하였으며 다중 비교 검정(multiple comparison test)인 LSD 방법으로 유의수준 5%에서 시행하였다.

Ⅲ. 연구 성적

1. 누프 경도(Knoop hardness)

이원 중합형, 자가 중합형 자가 접착 레진 시멘트에서 세 군의 누프 경도의 평균값을 비교한 결과 RelyXTM Unicem으로 시편을 제작한 군이 가장 큰 경도값을 보였다. 그 다음으로는 Panavia F로 시편을 제작한 군이, Multilink[®]로 시편을 제작한 군은 가장 작은 경도값을 보였다. 중합 후 1주일 경과시 100% 중합된 것으로 보고 초기 중합 후 경과 시간대별로 중합율을 구하였다. (Table 2, Fig. 1,2)

5분 후는 RelyXTM Unicem이 51.44%로 세 군 중 가장 높은 중합율을 나타내었고, Multilink[®], Panavia F 순으로 낮아지는 결과를 보였다. 시간 경과 후에도 중합율의 크기는 위와 동일한 순서로 낮아지는 결과를 보였다.

실험군 간의 결과가 통계학적으로 유의성이 있는 차이를 보이는지를 검정하기 위하여 분산분석(ANOVA)을 시행하였다. 분산분석 결과 실험군 간의 평균값들이 통계학적으로 유의한 차이를 보인다고 나타났다.($P < 0.05$) (Table 3)

위의 결과를 놓고 다중 비교 검정(multiple comparison test)인 LSD 방법을 시행하였다.

검정 결과, Panavia F, RelyXTM Unicem에서 시간대별로 모두 유의한 차이를 보였다($\alpha = 0.05$). Multilink[®]에서 30분과 1시간, 1시간과 2시간 사이에서만 유의차가 없었다.

Table 2. Mean and standard deviation(s.d.) of Knoop hardness according to classes of resin cements and time progress after initial curing. Degree of conversion(DC) was calculated regarding DC of 1 week as 100%

Cements	N	Time	Mean(Mpa)	s.d.(MPa)	DC(%)
Panavia F	15	5 min	89.00	6.00	28.23
		30 min	128.75	6.53	40.79
		1 hr	168.73	14.38	53.38
		2 hrs	211.10	13.57	67.12
		1 wk	318.33	13.68	100.00
Multilink®	15	8 min	73.58	6.00	37.58
		30 min	103.38	7.95	52.77
		1 hr	122.25	7.75	62.80
		2 hrs	141.35	9.35	72.26
		1 wk	195.21	6.29	100.00
RelyX™	15	5 min	206.73	7.04	51.44
Unicem		30 min	258.15	6.89	63.88
		1 hr	283.73	7.90	70.32
		2 hr	316.79	8.54	78.52
		1 wk	405.18	9.89	100.00

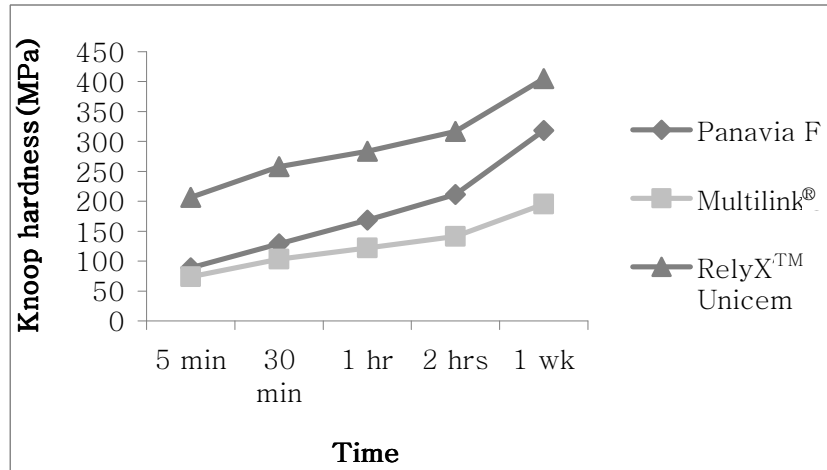


Fig. 1. Result of Knoop hardness. Knoop hardness according to time progress after initial curing

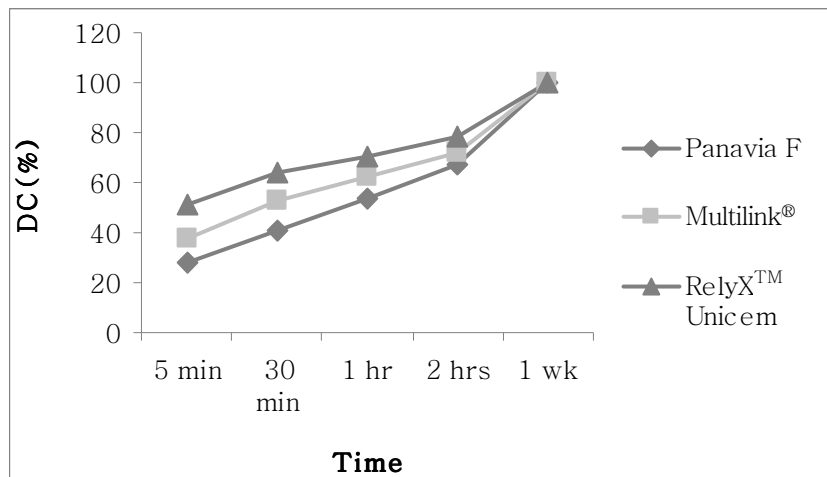


Fig. 2. Degree of conversion. DC according to time progress after initial curing

Table 3. Result of ANOVA

Cements	Source of Variation	Sum of squares	d.f.	Mean squares	F-value	Sig.
Panavia F	Between groups	466277.7	4	116569.43	59.18	.000
	Within groups	137872.9	70	1969.61		
	Total	604150.7	74			
Multilink [®]	Between groups	124394.4	4	31098.61	36.20	.000
	Within groups	60143.7	70	859.20		
	Total	184538.1	74			
RelyX [™] Unicem	Between groups	328307.7	4	82076.93	82.86	.000
	Within groups	69337.0	70	990.53		
	Total	397644.7	74			

IV. 총괄과 고찰

레진 시멘트는 전부도재관, 도재 베니어 등의 금속이 없는 수복물에서 심미적인 이유로 광범위하게 이용되고 있다(치과재료학 제 3판 군자출판사). 비교적 최근에 개발된 자가 접착 레진 시멘트는 결합면의 전처리 필요성을 없앴으며(Pisani-Proenca J, 2006), 글래스 아이오노머 시멘트에서의 조작성의 간편성과 레진 시멘트에서의 물리적 특성(Piwowarczyk A, 2003), 심미성(Li ZC, 1999), 증가된 접착력을 결합하여 개발되었다(Nakabayashi N, 1982). 자가 접착 레진 시멘트의 유기 기질(organic matrix)은 치아 표면을 처리하여 접착을 가능하게 하는 multifunctional phosphoric-acid methacrylates로 구성된다(Pisani-Proenca J, 2006).

자가 부식 접착 시스템(Self-etching adhesive system)은 water-HEMA 혼합물에서 산성 단량체(acidic monomers)의 함량을 증가시켜 만들어졌다(Salz U, 2005). 자가 부식 접착제는 30-40%의 수분을 함유한다. 물과 산성 단량체가 혼합되면, 물은 산성화되고 대부분의 치과용 접착제에서 발견되는 HEMA, TEGDMA 또는 GDMA와 같은 (meth)acrylic acid 유도체의 에스테르 결합을 천천히 가수분해할 수 있다. 자가 부식 법랑질-상아질 프라이머에 의해 경조직 표면이 변화되고, cross-linking dimethacrylates를 함유하는 더 소수성인 결합제(bonding agents)로 봉인된다. HEMA와 같은 친수성 단량체는 프라이머가 잘 섞이게 하고, 젖음성을 좋게 하며, 부식된 법랑질과 상아질로 단량체가 잘 확산되게 한다(Pashley DH, 2002).

본 연구에서는 현재 임상에서 사용되고 있는 자가 접착 레진 시멘트 중 RelyX™ Unicem과 Multilink®, 기존의 레진 시멘트인 Panavia F를 이용하였다. 레진 시멘트를 중합시켜 디스크 형태의 시편을 제작하고 중합 시간을 달리하여 누프 경도를 측정하였다. 전술하였듯이 Multilink®로 시편을 제작한 군이 가장

작은 경도 값을 보였고 Panavia F, RelyX™ Unicem으로 제작한 군의 순서로 큰 경도 값을 보였다. 중합 후 1주일 경과시 100% 중합된 것으로 보고 초기 중합 후 경과 시간대별로 중합율을 구한 결과, 5분에는 RelyX™ Unicem이 51.44%로 가장 높은 중합율을 나타내었고, Multilink®, Panavia F 순으로 낮아지는 결과를 보였다. 시간이 경과해도 중합율의 크기는 위와 동일한 순서로 낮아지는 결과를 보였다. 50% 정도의 중합에 도달하는 데 RelyX™ Unicem은 5분, Multilink®는 30분, Panavia F는 1시간 소요됨으로써 재료 사이에 차이가 나타났다. 대조군인 Panavia F는 5분에서의 중합율이 28.23%로 가장 낮은 값을 보였다. 다중 비교 검정인 LSD 방법을 시행한 결과, Panavia F와 RelyX™ Unicem에서는 모든 시간대에서 유의한 차이를 보였고, Multilink®에서만 30분과 1시간 사이, 1시간과 2시간 사이에서만 유의차가 없었다. 그러나 30분과 2시간 사이에는 유의성 있는 차이가 있었다. RelyX™ Unicem, Multilink®는 대조군인 Panavia F보다 높은 중합율을 보였고, 이원 중합형인 RelyX™ Unicem은 자가 중합형인 Multilink®보다 높은 중합율을 보였다. 본 연구에 사용된 재료 중 여타 재료들의 초기 중합 시간이 5분인 것과 달리 Multilink®가 8분인 이유는 중합 시작으로부터 5분 경과하였을 때 시편으로 완성될 정도로 경화되지 못하고 부스러져 시편 제작이 불가능했기 때문이다. 그러나 이후의 측정 시간은 30분, 1시간, 2시간, 1주일로 여타 재료들과 동일하게 하였다.

기존 연구에서 열순환(thermocycling) 후 지르코니아(zirconia)에 접착된 레진 시멘트의 결합 강도를 측정한 결과 Multilink®는 RelyX™ Unicem보다 낮은 강도를 보였다(Irie M, 2007). 전부도재관을 레진 시멘트로 접착하여 1년간 수중 보관 후 유지력을 측정한 결과 Multilink®가 Panavia F보다 더 큰 유지력을 보인 연구 결과도 있다(Ernst CP, 2007).

레진 시멘트는 단량체와 개시제의 조성을 통해 충분한 중합율을 만족시켜야 한다. 레진 시멘트의 불완전한 중합은 술후 민감성의 가능한 원인이 된다고 하였다(Caughman WF, 1990; Kasten FH, 1989; Darr AH, 1995).

중합율은 치과용 레진의 경도, 마모 저항성, 수분 흡수, 잔존 단량체 등을 결정한다(Ferracane JL, 1985, Rueggeberg FA, 1988). 높은 중합율은 재료에 표면 경도와 강도를 갖게 한다(Ozturk N, 2005). 3개의 다른 광중합기로 중합된 세라믹 수복물 하방의 레진 시멘트의 중합율과 표면 경도값에 관한 연구에서, 중합율과 표면 경도 사이에 상관 관계가 있다는 결과를 얻었다(Ozturk N, 2005).

경도의 측정은 레진 시멘트에서 중합율을 측정하는 데 사용되는 가장 일반적인 방법이다. 레진 시멘트의 경도는 일반적으로 비커스(Vickers) 또는 누프(Knoop) 경도를 측정하여 결정되며(Jung H, 2001; Usumez S, 2003), 본 연구에서는 누프 경도를 이용하였다. 문헌에 따르면, 비커스와 누프 경도 모두 레진 시멘트의 경도를 평가하는데 사용되어 왔다(Ozturk N, 2005). 비커스에서 형성되는 압흔(indentation)은 재료가 이완되면서 변형된다고 하여(누프에서 형성되는 압흔의 장축 대각선은 영향받지 않는다), 누프 경도가 중합체에 더 적합하다고 주장되고 있다. 그러나 이러한 관점을 지지하는 과학적 자료나 두 가지 방법 중 어느 하나를 지지하는 국제적인 기준은 없다. 연구에 의하면, 비커스와 누프 경도 둘 다 레진 시멘트를 연구하기에 적합하므로 둘 사이에 유의한 선상의 상관 관계가 있다고 하였다(Hofmann N, 2000).

레진 시멘트에서, 물리적 성질은 중합율과 밀접한 관련이 있으며, 경도의 측정은 중합의 깊이를 평가하는 데에도 효과적인 방법이다(Haitz RH, 1995). 중합의 깊이는 직접 또는 간접적으로 평가될 수 있는데, 직접적인 방법으로는 적외선 분광기의 사용(infrared spectroscopy)이 있으며 가장 민감하나 시간과 비용이 많이 들며(Asmussen E, 1982a,b; Eliades GC, 1987; Ferracane JL, 1984; Ruyter IE, 1978), 간접적으로 경도나 굴곡 강도와 같은 물리적 성질을 이용하여 중합의 깊이를 평가할 수 있다(Ozturk N, 2005). 이중 중합형과 자가 중합형 레진 시멘트의 중합율을 비교하기 위해 여러 레진 시멘트의 표면 경도와 굴곡 강도, 압축 강도를 평가한 연구도 있다(Kumbuloglu O, 2004).

레진의 중합율이 반드시 물리적 성질과 명백한 상관 관계가 있는 것은 아니라고 주장한 연구도 있으며(Asmussen E, 1998), 레진 필러의 형태와 함량 또한 물성에 영향을 미칠 수 있다고 하였다(Kumbuloglu O, 2004). 다른 연구에서는 레진 기질과 필러의 특성이 중합 후의 중합율과 경도에도 영향을 미친다고 하였으며(Asmussen E, 1982; Chung KH, 1990), 레진의 경도와 무기 필러의 함유량 사이에도 명백한 상관 관계가 확립되어 왔다고 하였다(Chung KH, 1990; Raptis CN, 1979).

본 연구는 중합 시간을 1주일까지로 하여 실험하였는데, 누프 경도값과 중합율은 시간이 지남에 따라 계속 증가하는 경향을 보였다. 그러나 중합율이 시간이 경과함에 따라 상승하다가 어느 특정한 시점에서부터 정체하는 고원(plateau)을 형성한다면, 그 특정한 시점이 언제인지 알기 위해서는 1주일 이상의 장기적인 연구가 요구될 것이며, 연구 결과에 따라 중합율의 결과도 달라질 것이다. 본 연구에서 부족했던 점은 구강 외에서 시편을 제작하였으므로 구강 내에서 재료를 치아에 적용하는 것과는 차이가 있으며, 구강 내외의 온도, 습도의 차이, 구강 내에서 작용하는 저작압의 영향 등 차이점이 존재하므로 결과가 달라질 수 있다고 생각된다.

V. 결 론

본 연구에서는 자가 접착 레진 시멘트인 RelyX™ Unicem과 Multilink®, 기존의 레진 시멘트인 Panavia F를 이용하여 초기 중합 후 시간 경과에 따른 중합율의 변화를 표면 누프 경도를 측정하여 비교하였고 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 누프 정도 값에 있어서 Multilink®로 시편을 제작한 군이 가장 낮은 정도 값을 보였고 Panavia F로 제작한 군, RelyX™ Unicem으로 제작한 군 순으로 큰 정도 값을 보였고, 군간 평균값이 통계적으로 유의한 차이를 보였다($P < 0.05$).
2. 초기 중합 후 경과 시간대별로 중합율을 구한 결과, 5분에는 RelyX™ Unicem이 51.44%로 세 군 중 가장 높은 값을 보였고, Multilink®, Panavia F 순으로 낮아지는 결과를 보였다. 시간 경과 후에도 중합율은 위와 동일한 순서로 낮아지는 값을 보였다.
3. 누프 정도의 중합 시간대별 결과 사이의 유의차를 보면, Multilink®에서 30분과 1시간 사이, 1시간과 2시간 사이를 제외하고는 모두 유의차가 있는 것으로 나타났다($\alpha = 0.05$).

자가 접착 레진 시멘트의 초기 중합 후 시간 경과에 따른 표면 정도 측정을 통한 중합율의 변화를 비교한 결과, 자가 접착 레진 시멘트는 기존의 레진 시멘트보다 높은 중합율을 보였고, 시간이 진행됨에 따라 중합율이 증가하는 것을 알 수 있었으나, 본 연구에서보다 더 장기간의 연구를 시행하여 중합율의 증가 추이를 관찰해 볼 필요가 있으며, 구강 내의 조건에서도 추가적인 연구가 필요하리라 생각된다.

참고 문헌

1. Trevor FJ. Trends in Indirect Dentistry: 3. Luting Materials. Dental Update 2005;32: 251-260
2. Sahar E. Bond strength of a new universal self-adhesive resin luting cement to dentin and enamel. Clin Oral Invest 2005;9: 161-167
3. 치과재료학 제 3판 군자출판사 p.249, p.57
4. Brunton PA, Christensen GJ. Contemporary dental practice in the UK: indirect restorations and fixed prosthodontics. British Dental Journal 2005;198: 99-103
5. Bouillaguet S. Bonding to dentin achieved by general practitioners. Schweiz Monatsschr Zahnmed 2002;112: 1006-11
6. Technical data sheet: Espertise RelyX Unicem(2002) 3M ESPE, Seefeld Germany
7. Piwowarczyk A, Bender R, Ottl P, Lauer H. Long-term bond between dual-polymerizing cementing agents and human hard dental tissue. Dent Mater 2007;23: 211-217
8. Ibarra G, Johnson GH, Geurtsen W, Vargas MA. Microleakage of porcelain veneer restorations bonded to enamel and dentin with a new self-adhesive resin-based dental cement. Dent Mater 2007;23: 218-225
9. Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. In vitro shear bond strength of cementing agents to fixed prosthodontic restorative materials. J Prosthet Dent 2004;92: 265-73

10. Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater* 1985;1: 11–14
11. Li ZC. Mechanical properties of dental luting cements. *J Prosthet Dent* 1999;81: 597–609
12. Peutzfield A. Dual-cure resin cements: In vitro wear and effect of quantity of remaining double bonds, filler volume, and light curing. *Acta Odontol Scand* 1995;53: 29–34
13. Caughman WF, Rueggeberg FA. Shedding new light on composite polymerization. *Oper Dent* 2002;27: 636–638
14. El-Mowafy OM, Rubo MH. Influence of composite inlay/onlay thickness on hardening of dual-cured resin cements. *J Can Dent Assoc* 2000;66: 1–5
15. Pisani-Proenca J. Influence of ceramic surface conditioning and resin cements on microtensile bond strength to a glass ceramic. *J Prosthet Dent* 2006;96:412–7
16. Piwowarczyk A. Mechanical properties of luting cements after water storage. *Oper Dent* 2003;28:535–42
17. Nakabayashi N. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 1982;16: 265–73
18. Salz U. Hydrolytic stability of self-etching adhesive systems. *J Adhes Dent* 2005;7:107–116
19. Pashley DH. Solvation of dried dentin matrix by water and other polar solvents. *Am J Dent* 2002;15:97–102
20. Irie M. Shear Bond strength of Luting Cements to Zirconia after Thermocycling. *J Dent Res*, vol.86, Special Issue A, 2007

21. Ernst CP. Retentive strength of all ceramic crowns after long-term water storage. *J Dent Res*, vol.86, Special Issue A, 2007
22. Caughman WF, Caughman GB, Dominy WT, Schuster GS. Glass ionomer and composite resin cements: Effects on oral cells. *J Prosthet Dent* 1990;63: 513-521
23. Kasten FH, Pineda LF, Schneider PE, Rawls HR, Foster TA. Biocompatibility testing of an experimental fluoride releasing resin using human gingival epithelial cells in vitro. *In Vitro Cell Dev Biol* 1989;25: 57-62
24. Darr AH, Jacobsen PH. Conversion of dual cure luting cements. *J Oral Rehabil* 1995;22: 43-47
25. Rueggeberg FA, Craig RG. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. *J Dent Res* 1988;67: 932-937
26. Ozturk N, Uwumez A, Usumez S. Degree of conversion and surface hardness of resin cement cured with different curing units. *Quintessence Int* 2005;36: 771-777)
27. Jung H, Friedl H, Hiller A. Curing efficiency of different polymerization methods through ceramic restoration. *Clin Oral Investig* 2001;5: 156-161
28. Usumez S, Buyukyilmaz T, Karaman AI. Effect of a fast halogen and a plasma arc light on the surface hardness of orthodontic adhesives for lingual retainers. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2003;123: 641-648
29. Hofmann N, Hugo B, Schubert K, Klaiber B. Comparison between a plasma arc light source and conventional halogen curing units regarding flexural strength, modulus, and hardness of photoactivated resin composites. *Clin Oral Investig* 2000;4: 140-147

30. Haitz RH, Craford MG, Wiessman RH. Handbook of Optics, vol 2. New York: McGraw Hill, 1995: 121–129
31. Asmussen E. Factors affecting the quantity of remaining double bonds in restorative resin polymers. Scand J Dent Res 1982a;90: 490–496
32. Asmussen E. Restorative resins: Hardness and strength vs quantity of remaining double bonds. Scand J Dent Res 1982b;90: 484–489
33. Eliades GC, Vougiouklakis GJ & Caputo AA. Degree of double bond conversion in light-cured composites. Dent Mater 1987;3: 19–25
34. Ferracane JL & Greener EH. Fourier transform infrared analysis of degree of polymerization in unfilled resins—methods comparison. J Dent Res 1984;63: 1093–1095
35. Ruyter IE & Svendsen SA. Remaining methacrylate groups in composite restorative materials. Acta Odontol Scand 1978;36: 75–82
36. Kumbuloglu O, Lassila LV, User A, Vallittu PK. A study of the physical and chemical properties of four resin composite luting cements. Int J Prosthodont 2004;17: 357–363
37. Chung KH. The relationship between composition and properties of posterior resin composites. J Dent Res 1990;69: 852–856
38. Raptis CN, Fan PL & Powers JM. Properties of microfilled and visible light-cured composite resins. J Am Dent Assoc 1979;99: 631–633

Abstract

Alteration of the degree of conversion in self-adhesive resin cement by measuring the surface hardness after initial curing

You-Kyung Jung, D.D.S.

Department of Prosthodontics, Graduate School, Yonsei University

(Directed by Professor **Moon-Kyu Chung, D.D.S., M.S.D., Ph.D.**)

Currently, the materials for indirect restoration of lost tooth structures have incorporated ceramics without the support of metals; this has provided excellent esthetics. Accordingly, the need for resin cements that facilitate adhesion by bonding to the tooth structure and provide esthetics has increased. Resin cements have been difficult to use because of their technic-sensitivity to etching and bonding. However, the self-adhesive resin cements that decrease additional adhesion procedures have been developed and are currently in use. The problem with the self-adhesive resin cements is potential hydrolysis due to their low initial pH after the initial curing. Thus, the rate of curing can be delayed at the time of initial curing. The purpose of this study was to study alteration of the degree of conversion in self-adhesive resin cement and whether or not the DC declines by delaying in the rate of curing at the time of initial curing comparing with the conventional

resin cement, and the products studied were dual-cured RelyXTM Unicem, self-cured Multilink[®] and the conventional resin cement, dual-cured Panavia F. Test specimens were made with these products and they were evaluated by measuring their surface hardness at 5 minutes, 30 minutes, 1 hour, 2 hours, and 1 week after initial curing. They were tested in the clinical setting and the differences compared.

The Multilink[®] group had the lowest Knoop hardness; a strong Knoop hardness was observed in the Panavia F group and RelyXTM Unicem group respectively. For the degree of conversion(DC) according to time after the initial curing, the RelyXTM Unicem group had the highest DC at 5 minutes and the lowest DC was noted in the Multilink[®] group and the Panavia F group respectively. The DC was also low respectively over time. Significant differences in the results according to the curing time, of Knoop hardness, were observed at all curing times except in the Multilink[®] group. They were between 30 minutes and 1 hour and 1 hour and 2 hours ($\alpha = 0.05$).

The degree of conversion in self-adhesive resin cements was higher than in the conventional resin cement and increased with time. Further study is needed to confirm our findings in intraoral condition.

Key words : self-adhesive resin cement, surface hardness, degree of conversion