

超音波透過法を応用した
シリコーンゴム印象材の硬化挙動測定

日本大学大学院歯学研究科歯学専攻

菅井 智恵

(指導：宮崎 真至 教授，黒川 弘康 准教授)

概 要

シリコーンゴム印象材（以後、シリコーン印象材）は、印象材の粘度上昇が開始し、弾性が発現した状態で口腔内に圧接すると、圧接時の荷重が印象材内に応力として蓄積され、これが変形の原因となる。一方、口腔内から撤去する際には、印象材が永久変形することなく弾性回復する必要がある、そのためにもシリコーン印象材の操作時間および硬化時間などの硬化挙動を知ることは重要である。これまで、シリコーン印象材の硬化挙動の評価には、デュロメータを用いたショア A 硬さ測定やレオメータを用いた動的粘弾性測定が行われてきた。デュロメータは、圧子を軟質物に押し付けた際の加圧力と、これに対する測定物からの反発力が平衡状態になった時点における圧子の押し込み量を硬さとして数値化するものである。したがって、硬化した印象材の硬度測定には有効であるものの、ゲル状を示している印象材の硬化挙動に適応できるかに関しては議論が分かれるところである。また、レオメータを用いた測定では、印象材の弾性が上昇するのに伴って応力とひずみとの位相差は僅かになることから、粘弾性挙動から硬化時間を正確に把握することは困難であるとの指摘もある。

そこで著者は、材料を透過する超音波の縦波音速を非破壊的に測定する超音波透過法に着目し、これをシリコーン印象材の硬化挙動の測定に応用することで、シリコーン印象材の硬化挙動を把握する方法について、ショア A 硬さの変化と比較することで検討した。また、異なる温度環境を設定し、これがシリコ

ーン印象材の硬化特性に及ぼす影響についても検討するとともに、併せて硬化時の印象材の温度変化を測定した。

実験に供試したシリコーン印象材は、Examixfine（以後、EM、ジーシー）、Imprint 4（以後、IP、3M ESPE）および Virtual（以後、VT、Ivoclar Vivadent）の3製品である。

超音波測定では、パルサーレシーバ（Model 5900、パナメトリクス）を周波数 3 MHz で出力 16 μ J に設定し、高周波電圧をトランスデューサ（V112、パナメトリクス）内部の水晶振動子に送ることによって中心周波数が 2.5 MHz の超音波を発生させた。探触子を印象材試片に接触させ、試片内を伝播する超音波の変化を、オシロスコープ（Wave Runner LT584、レクロイ）を用いて電氣的に増幅することによって波形を検出し、この波形から、1 ns 単位で試片を透過する超音波の伝播時間を求め、試片の厚さとの関係から音速を求めた。試料台に静置した円筒形テフロン型（内径 4 mm、高さ 1 mm）に製造者指示に従って練和した印象材を填塞した後、速やかにトランスデューサを印象材に接触させ、10 秒ごとに 10 分間測定を行った。試片の温度は、23°Cあるいは 35°Cの2条件に設定して測定し、各条件における縦波音速の変化率（%）を算出した。

シリコーン印象材のショア A 硬さを、デュロメータ（MJ-DUA-A2、テクロック）を用いて経時的に測定した。試料台に 40 × 80 mm の長方形の孔のあいた厚さ 10 mm のテフロン型を静置し、このテフロン型に製造者指示に従って練和したシリコーン印象材を填塞した。その後、速やかにデュロメータの加圧面と印

象材試片を密着させ、10 秒ごとに 10 分間、押し込み硬さの測定を行った。なお、測定は試片の端から 12 mm 以上内側で、測定部位を重複させることなく 6 mm 間隔で行い、測定速度が一定となるように規定した。測定値の読み取りは、加圧面を密着後 1 秒以内とし、置針を用いて行った。試片の温度は、23℃あるいは 35℃の 2 条件に設定して測定し、各条件におけるショア A 硬さの変化率 (%) を算出した。

シリコーン印象材の温度変化を、特殊 DP 型サーミスタ (PB5S-41E, 芝浦電子) を用いて経時的に測定した。すなわち、サーミスタのセンサ部を内径 4 mm, 高さ 1 mm の円筒形テフロン型の底面に設置した。このテフロン型に製造者指示に従って練和した印象材を填塞、透明マトリクスで被覆した後、練和開始から 10 秒ごとに 10 分間、サーミスタに接続したデジタルサーモメータ (TF300, 芝浦電子) を用いて連続的に温度変化を測定した。

各試片で得られた縦波音速については、重複測定分散分析を行うとともに Tukey-Kramer post-hoc test によって、有意水準 5% の条件で統計学的検定を行った。

その結果、各測定時点における縦波音速値は、いずれのシリコーン印象材においても温度条件の違いにかかわらず経時的に上昇した。また、測定開始 600 秒経過後の音速値を基準として、それ以前の各測定時間で得られた値との間に有意差が認められなくなった時間は、いずれの温度条件においても製造者が指示している硬化時間と近似するものであった。

異なる温度条件で縦波音速の変化率を比較すると、EMおよびVTでは試片温度が高い条件で低い条件と比較して変化率の上昇が大きかったのに対し、IPでは試片温度の影響が認められなかった。このように、EMおよびVTで試片温度が高い条件で音速の変化率の上昇が大きかった理由としては、ベースペースト中に含まれるポリジメチルシロキサンのSiH基とキャタリストペースト中のポリジメチルシロキサンのビニル基との反応が温度上昇によって加速され、架橋反応が促進されたためと考えられた。一方、IPでは含有されている反応性不飽和カルボシランが発熱効果を有するとされている。供試したシリコーン印象材の温度変化は、EMで1.0℃、VTで1.3℃の温度上昇が認められたのに対し、IPでは3.9℃上昇した。したがって、試片温度が低い条件においてもIPの自己発熱によって架橋反応が進行したことで、試片温度の影響が軽微なものとなったと考えられた。

ショアA硬さの変化率を縦波音速の変化率と比較すると、供試したいずれのシリコーン印象材においてもショアA硬さの変化率の上昇開始時間は、音速の変化率における上昇開始時間と比較して遅延する傾向を示し、この傾向は試片温度が23℃の条件で顕著であった。一方、ショアA硬さの変化率が100%に達する時間は、VTの23℃の条件では遅延するものの、EMおよびIPでは試片温度条件にかかわらず音速変化率の100%に達する時間とほぼ同様の時間であった。デュロメータによるショアA硬さの測定は、圧子を試片に押し込む際のスプリングの荷重と試片の圧縮応力が平衡した状態を硬度とするところから、これを印

象材の硬化挙動の測定に用いた場合、スプリングが印象材の内力を感知できるまで印象材の硬化が進行する必要がある。一方、超音波透過法においては、印象材中を伝搬する超音波の音速変化と印象材の粘弾特性とに相関があることから、印象材の粘度をより精確に把握できるものと考えられる。本実験に供試したいずれのシリコーン印象材においても、ショアA硬さの変化率の上昇は音速の変化率の上昇から遅れて開始したことから、印象材の硬化反応が開始することで粘度は変化するものの、ショアA硬さを測定できる硬さに到達するまでには一定時間必要であることが示された。これらのことを勘案すると、シリコーン印象材の詳細な初期硬化挙動については、その温度の影響に関する検討を含めて、超音波測定が十分な精度を有していることが示された。

以上のように、本実験の結果から、超音波透過法を用いて硬化中のシリコーン印象材の縦波音速を測定することで初期硬化挙動を把握することが可能であるととも、試片温度がその硬化特性に及ぼす影響をより詳細に検討できることが示された。

なお、本論文は原著論文 Kanazawa T, Murayama R, Furuichi T, Imai A, Suda S, Kurokawa H, Takamizawa T, Miyazaki M. Ultrasonic monitoring of the setting of silicone elastomeric impression materials. *Dent Mater J* 2017; 36: 63-68. を基幹論文とし、これに印象材の硬化時の温度変化の実験データを新たに加えることによって総括したものである。

緒 言

シリコーンゴム印象材（以後、シリコーン印象材）は、十分な流動性を有している時間内に口腔内に圧接され、硬化した後に撤去される¹⁾。印象材の粘度上昇が開始し、弾性が発現した状態で口腔内に圧接すると、圧接時の荷重が印象材内に応力として蓄積され、これが変形の原因となる²⁾。一方、口腔内から印象材を撤去する際には、印象材が永久変形することなく弾性回復する必要がある³⁾、そのためにもシリコーン印象材の操作時間および硬化時間などの硬化挙動を知ることは重要である。

これまで、シリコーン印象材の硬化挙動の評価には、デュロメータを用いたショア A 硬さ測定やレオメータを用いた動的粘弾性測定が行われてきた⁴⁻⁶⁾。しかし、デュロメータによる印象材の硬度測定は、操作時間および硬化時間の目安となるものの、硬化の初期あるいは任意の時点での硬化反応を定量化することは難しい⁷⁾。また、レオメータは硬化途中の印象材に対して周期的な動的応力を加え、これに応答するひずみとの位相差から印象材の粘弾性挙動を測定するものである。このように、本測定法では印象材の硬化過程において動的応力を加え続けていることから、口腔内での硬化挙動とは必ずしも一致しない可能性がある⁸⁾。

そこで著者は、材料を透過する超音波の縦波音速を非破壊的に測定する超音波透過法^{9,10)}に着目し、これをシリコーン印象材の硬化挙動の測定に応用した。すなわち、シリコーン印象材は硬化反応が進行するにつれて流動性を失うが、

これに伴って印象材中を透過する音速も上昇する¹¹⁻¹³⁾ことを応用し、シリコーン印象材の硬化挙動を把握する方法について、ショア A 硬さの変化と比較することで検討した。また、異なる温度環境を設定し、これがシリコーン印象材の硬化特性に及ぼす影響についても検討するとともに、併せて硬化時の印象材の温度変化を測定した。

材料および方法

1. 供試材料

実験に供試したシリコーン印象材は、Examixfine（以後、EM、ジーシー）、Imprint 4（以後、IP、3M ESPE）および Virtual（以後、VT、Ivoclar Vivadent）の 3 製品である（Table 1）。

2. 超音波測定

本実験に用いた超音波測定装置は、パルサーレシーバ（Model 5900, パナメトリクス）、縦波用トランスデューサ（V112, パナメトリクス）およびオシロスコープ（Wave Runner LT584, レクロイ）から構成されるシステムである。

超音波測定では、パルサーレシーバを周波数 3 MHz で出力 16 μ J に設定し、高周波電圧をトランスデューサ内部の水晶振動子に送ることによって中心周波数が 2.5 MHz の超音波を発生させた。探触子を印象材試片に接触させ、試片内を伝播する超音波の変化を、オシロスコープを用いて電氣的に増幅することによって波形を検出し、この波形から、1 ns 単位で試片を透過する超音波の伝播

時間を求め、試片の厚さとの関係から音速を求めた。試料台に静置した円筒形テフロン型（内径 4 mm，高さ 1 mm）に製造者指示に従って練和した印象材を填塞した後、速やかにトランスデューサを印象材に接触させ、10 秒ごとに 10 分間測定を行った。試片の温度は、23℃あるいは 35℃の 2 条件に設定して測定した。

各試片の硬化特性を知るために、各条件における縦波音速の変化率（%）を次式から算出した。

$$[(V_f - V_s) - (V_f - V_n)] \div (V_f - V_s) \times 100$$

ここで、 V_f : 測定開始 600 秒経過後の縦波音速（m/s）， V_s : 測定開始時の縦波音速（m/s）， V_n : 各測定時点の縦波音速（m/s）である。

なお、試片の数は各条件につき 6 個とし、測定は $23 \pm 1^\circ\text{C}$ ，相対湿度 $50 \pm 5\%$ の恒温恒湿室で行った。

3. ショア A 硬さ測定

シリコーン印象材のショア A 硬さを、デュロメータ（MJ-DUA-A2，テクロック）を用いて経時的に測定した。試料台に $40 \times 80 \text{ mm}$ の長方形の孔のあいた厚さ 10 mm のテフロン型を静置し、このテフロン型に製造者指示に従って練和したシリコーン印象材を填塞した。その後、速やかにデュロメータの加圧面と印象材試片を密着させ、10 秒ごとに 10 分間、押し込み硬さの測定を行った。なお、測定は試片の端から 12 mm 以上内側で、測定部位を重複させることなく 6 mm 間隔で行い、測定速度が一定となるように規定した。測定値の読み取りは、

加圧面を密着後 1 秒以内とし、置針を用いて行った。試片の温度は、23℃あるいは 35℃の 2 条件に設定して測定した。

測定によって得られたショア A 硬さから、その変化率 (%) を次式から算出した。

$$S_n \div S_f \times 100$$

ここで、 S_n : 各測定時点のショア A 硬さ、 S_f : 測定開始 600 秒経過後のショア A 硬さである。

なお、試片の数は各条件につき 6 個とし、測定は $23 \pm 1^\circ\text{C}$ 、相対湿度 $50 \pm 5\%$ の恒温恒湿室で行った。

4. 印象材の温度変化測定

シリコーン印象材の温度変化は、試料部、温度測定部およびデータ測定部から構成されるシステムを用いて経時的に測定した。すなわち、直径 0.8 mm で 0.5 mm の長さのセンサが突出した特殊 DP 型サーミスタ (PB5S-41E, 芝浦電子) を温度測定部として、内径 4 mm、高さ 1 mm の円筒形テフロン型の底面に設置した。このテフロン型に製造者指示に従って練和した印象材を填塞、透明マトリクスで被覆した後、練和開始から 10 秒ごとに 10 分間、サーミスタに接続したデジタルサーモメータ (TF300, 芝浦電子) を用いて連続的に温度変化を測定した。

なお、試片の数は 6 個とし、測定は $23 \pm 1^\circ\text{C}$ 、相対湿度 $50 \pm 5\%$ の恒温恒湿室で行った。

5. 統計処理

各試片で得られた縦波音速については、重複測定分散分析を行うとともに Tukey-Kramer post-hoc test によって、有意水準 5%の条件で統計学的検定を行った。

成 績

供試したシリコーン印象材の各測定時点における縦波音速を Table 2, 3 に示した。各測定時点における音速値は、いずれのシリコーン印象材においても試片温度の違いにかかわらず上昇したが、その程度は製品によって異なるものであり、EM および VT と比較して IP で大きかった。また、測定開始 600 秒経過後の音速値を基準として、それ以前の各測定時間で得られた値との間に有意差が認められなくなった時間で比較すると、EM および VT で試片温度が高い条件で短縮したのに対し、IP では変化は認められなかった。

供試したシリコーン印象材の各温度条件における縦波音速の変化率を Fig. 1 に示した。供試したいずれのシリコーン印象材においても縦波音速の変化率は試片温度の違いにかかわらず経時的に上昇したが、その上昇傾向は製品によって異なるものであった。すなわち、EM では試片温度が 23°C の条件で測定開始 120 秒後から変化率が緩徐に上昇し、500 秒経過後で 100% に達したのに対し、35°C の条件では上昇開始時間が早くなるとともに、280 秒経過後で 100% に達した。また、VT においては、試片温度が 23°C の条件で測定開始 80 秒後から変化

率の上昇が開始して 300 秒経過後で 100%に達したのに対し、35°Cの条件では上昇開始時間がわずかに早くなるとともに、210 秒経過後で 100%に達した。一方、IP においては試片温度が 35°Cの条件で変化率の上昇開始時間がわずかに早くなったものの、いずれの試片温度においても変化率の上昇は 200 秒経過後で 100%に達し、試片温度による音速の変化率の違いは認められなかった。

供試したシリコーン印象材の各条件におけるショアA硬さの変化率をFig. 2に示した。すなわち、供試したいずれのシリコーン印象材においてもショアA硬さの変化率は試片温度の違いにかかわらず経時的に上昇したが、縦波音速の変化率と比較して上昇開始時間が遅延しており、とくに試片温度が23°Cの条件で顕著であった。

供試したシリコーン印象材の温度変化をFig. 3に示した。EMおよびVTでは、測定開始から約360秒経過後まで印象材の温度は緩やかに上昇し、EMで1.0°C、VTで1.3°Cの温度変化を認めた。一方、IPでは測定開始から約280秒経過後にかけて温度が急激に上昇し、3.9°Cの温度変化を認めた。

考 察

シリコーン印象材の初期硬化挙動は、臨床使用における操作性に影響を及ぼす重要な因子のひとつとなる¹⁻³⁾。印象材は、その流動性が低下して弾性が発現する以前にトレーに盛るとともに、口腔内へ圧接する必要があるところから、十分な操作時間が確保されている必要がある。さらに、口腔内に挿入した後に、

患者および術者双方の負担を軽減させるためにも速やかに硬化することが望まれる。そこで、印象材の操作時間および硬化時間などの硬化特性を知る必要があり、これにはデュロメータあるいはレオメータが一般的に用いられている^{4,6)}。

デュロメータは、圧子を軟質物に押し付けた際の加圧力と、これに対する測定物からの反発力が平衡状態になった時点における圧子の押し込み量を硬さとして数値化するものである。したがって、硬化した印象材の硬度測定には有効であるものの、ゲル状を示している印象材の硬化挙動に適応できるかに関しては議論が分かれるところである¹⁴⁾。また、レオメータを用いた測定では、印象材の弾性が上昇するのに伴って応力とひずみとの位相差は僅かになることから、粘弾性挙動から硬化時間を正確に把握することは困難であるとの指摘もある¹⁵⁾。そこで著者は、非破壊的に物質の状態変化を測定可能な超音波透過法^{9, 10)}を用いることによってシリコーン印象材の硬化挙動を検討するとともに、印象材がおかれている温度条件の影響について検討した。

その結果、各測定時点における縦波音速値は、いずれのシリコーン印象材においても温度条件の違いにかかわらず経時的に上昇した。また、測定開始600秒経過後の音速値を基準として、それ以前の各測定時間で得られた値との間に有意差が認められなくなった時間は、23℃の条件ではEMで400秒、IPで200秒およびVTで300秒であった。また、35℃の条件ではEMで300秒、IPで200秒およびVTで200秒であり、これらの値は製造者が指示している硬化時間と近似するもの

であった。

異なる温度条件で音速の変化率を比較すると、EMおよびVTでは試片温度が高い条件で低い条件と比較して変化率の上昇が大きかったのに対し、IPでは試片温度の影響が認められなかった。このように、EMおよびVTで試片温度が高い条件で音速の変化率の上昇が大きかった理由としては、ペースト中に含まれるポリジメチルシロキサンのSiH基とキャタリストペースト中のポリジメチルシロキサンのビニル基との反応が温度上昇によって加速され、架橋反応が促進されたためと考えられた¹⁶⁾。一方、IPでは含有されている反応性不飽和カルボシランが発熱効果を有するとされている。供試したシリコーン印象材の温度変化は、EMで1.0℃、VTで1.3℃の温度上昇が認められたのに対し、IPでは3.9℃と、3～4倍の温度上昇を認めた。したがって、試片温度が低い条件においてもIPの自己発熱によって架橋反応が進行したことで、試片温度の影響が軽微なものとなったと考えられた。

次いで、ショア A 硬さの変化率を縦波音速の変化率と比較すると、供試したいずれのシリコーン印象材においてもショア A 硬さの変化率の上昇開始時間は、音速の変化率における上昇開始時間と比較して遅延する傾向を示し、この傾向は試片温度が 23℃の条件で顕著であった。一方、ショア A 硬さの変化率が 100%に達する時間は、VT の 23℃の条件では遅延するものの、EM および IP では試片温度条件にかかわらず音速変化率の 100%に達する時間とほぼ同様の時間であった。デュロメータによるショア A 硬さの測定は、装置の取り扱いが簡

便で、短時間での測定が可能であることから軟質物の硬度測定に広く用いられている¹⁷⁾。しかし、ショア A 硬さは圧子を試片に押し込む際のスプリングの荷重と試片の圧縮応力が平衡した状態を硬度とするところから、これを印象材の硬化挙動の測定に用いた場合、スプリングが印象材の内力を感知できるまで印象材の硬化が進行する必要がある。一方、超音波透過法においては、印象材中を伝搬する超音波の音速変化と印象材の粘弾特性とに相関があることから¹¹⁻¹³⁾、印象材の粘度をより精確に把握できるものと考えられる。本実験に供試したいずれのシリコーン印象材においても、ショア A 硬さの変化率の上昇は音速の変化率の上昇から遅れて開始したことから、印象材の硬化反応が開始することで粘度は変化するものの、ショア A 硬さを測定できる硬さに到達するまでには一定時間必要であることが示された。これらのことを勘案すると、シリコーン印象材の詳細な初期硬化挙動については、その温度の影響に関する検討を含めて、超音波測定が十分な精度を有していることが示された。

以上のように、本実験の結果から、超音波透過法を用いて硬化中のシリコーン印象材の縦波音速を測定することで初期硬化挙動を把握することが可能であるととも、試片温度がその硬化特性に及ぼす影響をより詳細に検討できることが示された。

結 論

超音波透過法を用いてシリコーン印象材の硬化特性を検討した結果、以下の結論を得た。

1. 縦波音速は、いずれのシリコーン印象材においても試片温度の違いにかかわらず経時的に上昇した。
2. 縦波音速の変化率は、IPで変化は認められないものの、EMおよびVTでは試片温度が高くなることで100%に達する時間が短縮した。
3. ショアA硬さの変化率の上昇開始時間は、縦波音速の変化率の上昇開始時間と比較して遅延した。
4. ショアA硬さの変化率は、いずれのシリコーン印象材においても試片温度が高くなることで100%に達する時間が短縮した。
5. シリコーン印象材の温度変化はIPで最も大きく、次いでVTおよびEMの順であった。
6. 超音波透過法を用いることによってシリコーン印象材の初期硬化挙動を把握することが可能であった。

文 献

- 1) Jamani KD, Harrington E, Wilson HJ. Rigidity of elastomeric impression materials. *J Oral Rehabil* 1989; 16: 241-248.
- 2) German MJ, Carrick TE, McCabe JF. Surface detail reproduction of elastomeric impression materials related to rheological properties. *Dent Mater* 2008; 24: 951-956.
- 3) Balkenhol M, Haunschild S, Erbe C, Wöstmann B. Influence of prolonged setting time on permanent deformation of elastomeric impression materials. *J Prosthet Dent* 2010; 103: 288-294.
- 4) Abuasi HA, McCabe JF, Carrick TE, Wassell RW. Displacement Rheometer: a method of measuring working time and setting time of elastic impression materials. *J Dent* 1993; 21: 360-366.
- 5) Nallamuthu NA, Braden M, Patel MP. Some aspects of the formulation of alginate dental impression materials—Setting characteristics and mechanical properties. *Dent Mater* 2012; 28: 756-762.
- 6) Derchi G, Manca E, Shayganpour A, Barone A, Diaspro A, Salerno M. Combined characterization of the time response of impression materials via traditional and FTIR measurements. *Materials* 2015; 8: 2387-2399.
- 7) Meththananda IM, Parker S, Patel MP, Braden M. The relationship between Shore hardness of elastomeric dental materials and Young's modulus. *Dent Mater* 2009;

- 25: 956-959.
- 8) Martinez JE, Combe EC, Pesun IJ. Rheological properties of vinyl polysiloxane impression pastes. *Dent Mater* 2001; 17: 471-476.
 - 9) Labouret S, Looten-Baquet I, Bruneel C, Frohly J. Ultrasound method for monitoring rheology properties evolution of cement. *Ultrasonics* 1998; 36: 205-208.
 - 10) Jaunich M, Stark W, Hoster B. Monitoring the vulcanization of elastomers: Comparison of curemeter and ultrasonic online control. *Polym Test* 2009; 28: 84-88.
 - 11) Tonegawa M, Yasuda G, Takubo C, Tamura Y, Yoshida T, Kurokawa H, Miyazaki M. Influence of power density on the setting behaviour of light-cured glass-ionomer cements monitored by ultrasound measurements. *J Dent* 2009; 37: 535-540.
 - 12) Takubo C, Yasuda G, Murayama R, Ogura Y, Tonegawa M, Kurokawa H, Miyazaki M. Influence of power density and primer application on polymerization of dual-cured resin cements monitored by ultrasonic measurement. *Eur J Oral Sci* 2010; 118: 417-422.
 - 13) Takenaka H, Ouchi H, Sai K, Kawamoto R, Murayama R, Kurokawa H, Miyazaki M. Ultrasonic measurement of the effects of light irradiation and presence of water on the polymerization of self-adhesive resin cement. *Eur J Oral Sci* 2015; 123: 369-

374.

- 14) Walker MP, Alderman N, Petrie CS, Melander J, McGuire J. Correlation of impression removal force with elastomeric impression material rigidity and hardness. *J Prosthodont* 2013; 22: 362-366.
- 15) Balkenhol M, Kanehira M, Finger WJ, Wöstmann B. Working time of elastomeric impression materials: relevance of rheological tests. *Am J Dent* 2007; 20: 347-352.
- 16) Berg JC, Johnson GH, Lepe X, Adán-Plaza S. Temperature effects on the rheological properties of current polyether and polysiloxane impression materials during setting. *J Prosthet Dent* 2003; 90: 150-161.
- 17) Finger W, Komatsu M. Elastic and plastic properties of elastic dental impression materials. *Dent Mater* 1985; 1: 129-134.

表および図

Table 1 Impression materials tested

Code	Material	Manufacturer	Lot No.	Working time* (min)	Intra oral setting time* (min)
EM	Examix fine Injection type	GC	1211091	3:00	3:00
IP	Imprint4 Light	3M ESPE	504039	2:00	2:00
VT	Virtual Light body	Ivoclar Vivadent	RL4110	1:30	2:30

* : Manufacturer's instruction

Table 2 Chronological change of sonic velocities transmitted through the impression materials (23°C)

	Time (sec)						
	0	100	200	300	400	500	600
EM	893.3 (0.51) ^a	893.5 (0.59) ^a	893.9 (0.55) ^{ab}	894.9 (0.70) ^{bc}	895.6 (0.59) ^c	895.6 (0.53) ^c	895.6 (0.52) ^c
IP	907.2 (0.52) ^a	911.5 (0.67) ^b	914.9 (0.58) ^c	914.9 (0.60) ^c	914.9 (0.55) ^c	914.9 (0.62) ^c	914.9 (0.51) ^c
VT	913.2 (0.51) ^a	913.6 (0.70) ^{ab}	914.5 (0.66) ^b	915.7 (0.54) ^c	915.9 (0.72) ^c	915.9 (0.50) ^c	915.9 (0.52) ^c

Unit: m/s, n = 6, values in parentheses indicate standard deviations.

Within materials, mean values with the same superscript letters are not significantly different ($p > 0.05$).

Table 3 Chronological change of sonic velocities transmitted through the impression materials (35°C)

	Time (sec)						
	0	100	200	300	400	500	600
EM	895.5 (0.52) ^a	895.7 (0.55) ^a	896.3 (0.61) ^a	897.4 (0.60) ^b	897.8 (0.50) ^b	898.0 (0.54) ^b	898.0 (0.51) ^b
IP	909.2 (0.52) ^a	915.1 (0.57) ^b	924.3 (0.60) ^c	924.3 (0.55) ^c	924.3 (0.60) ^c	924.3 (0.59) ^c	924.3 (0.52) ^c
VT	916.3 (0.52) ^a	916.8 (0.52) ^a	919.5 (0.58) ^b	920.0 (0.60) ^b	920.1 (0.51) ^b	920.1 (0.54) ^b	920.1 (0.51) ^b

Unit: m/s, n = 6, values in parentheses indicate standard deviations.

Within materials, mean values with the same superscript letters are not significantly different ($p > 0.05$).

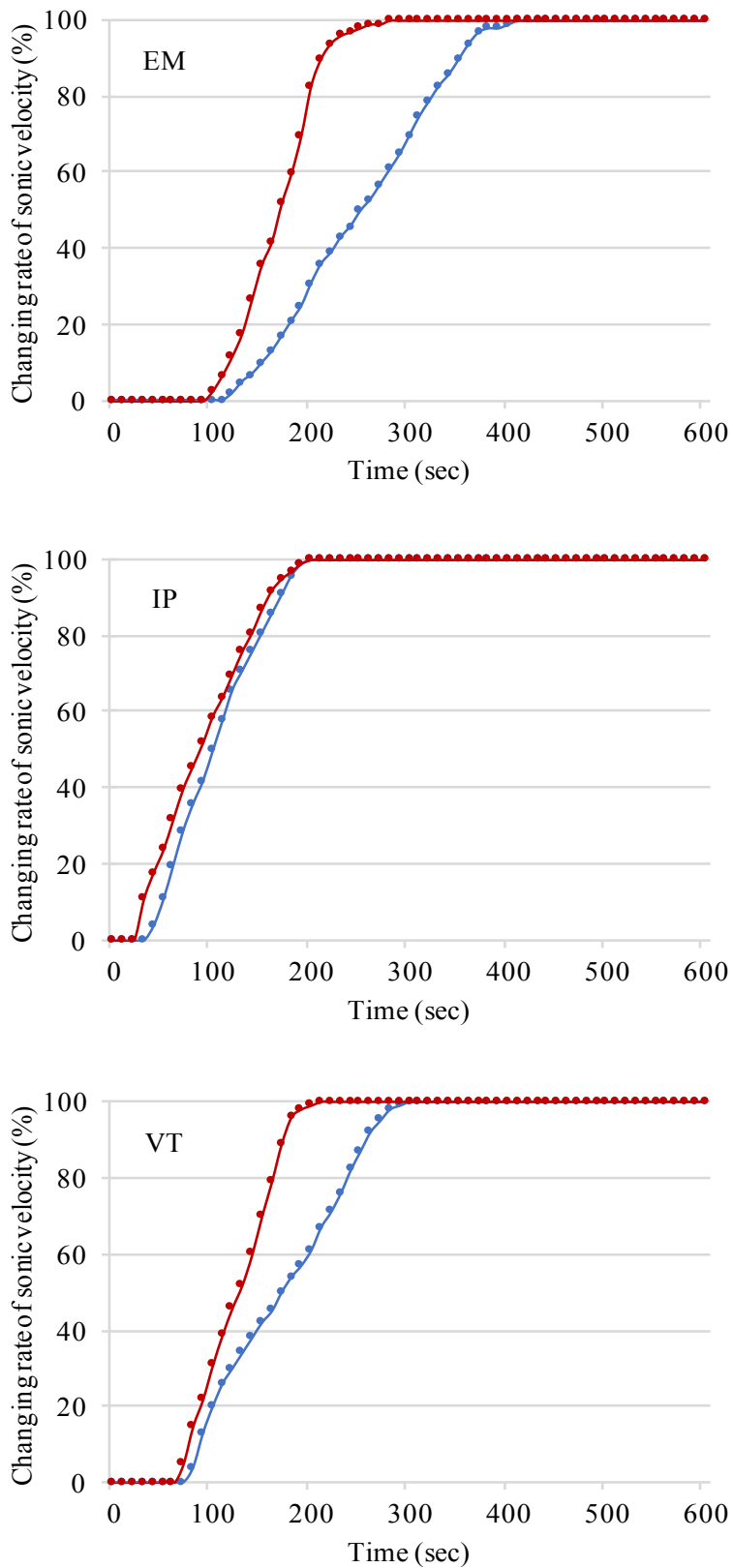


Fig. 1 Influence of different temperatures on the changing rate of sonic velocities as a function of time.

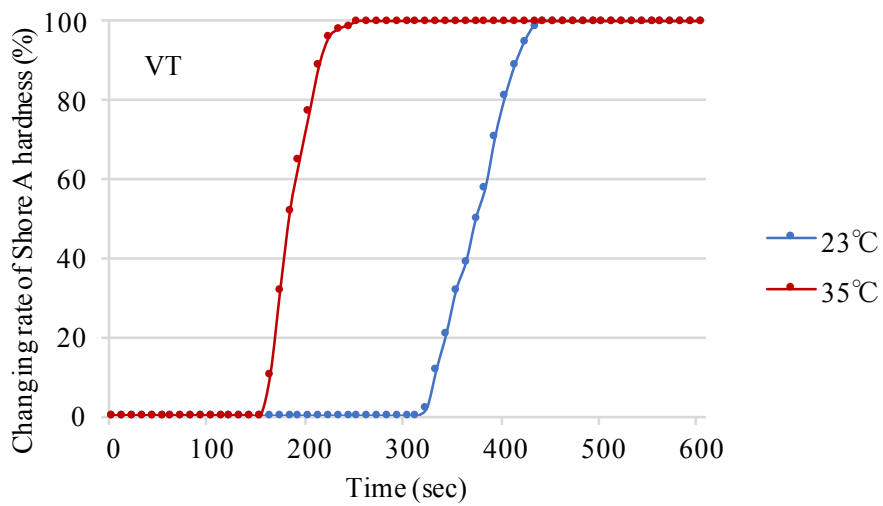
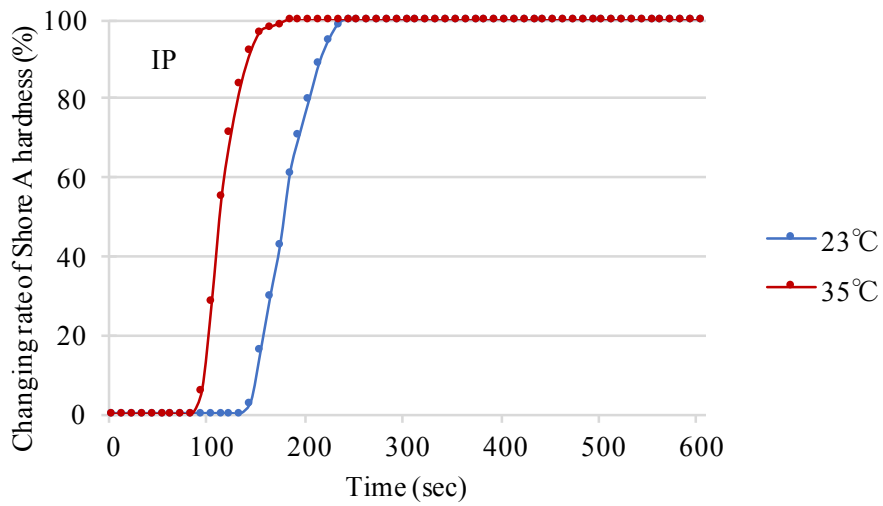
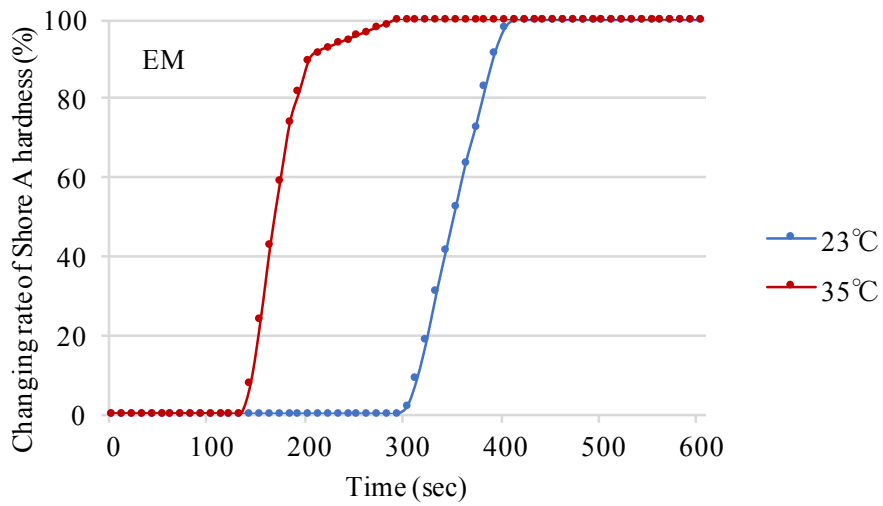


Fig. 2 Influence of different temperatures on the changing rate of Shore A hardnesses as a function of time.

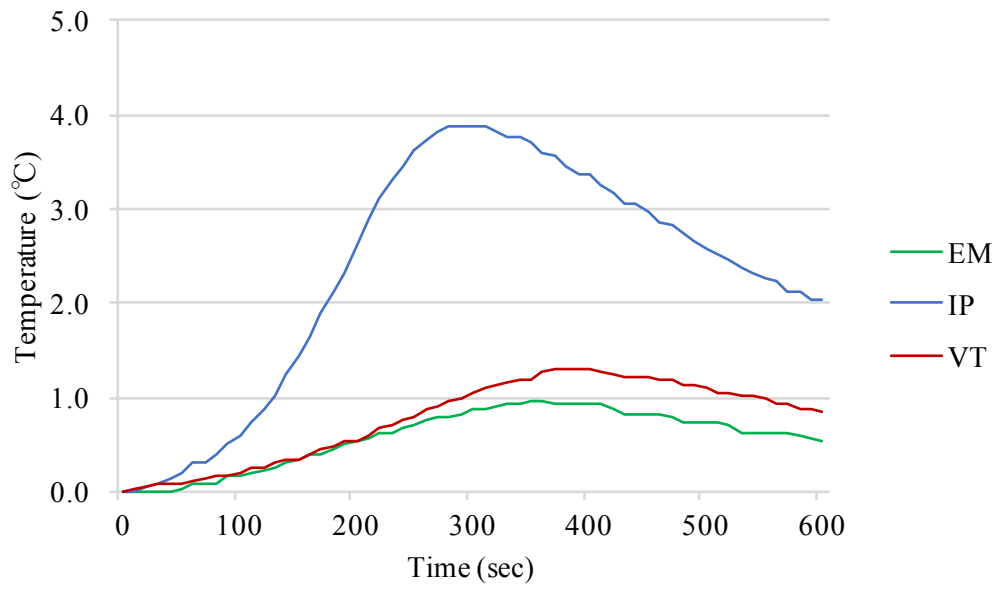


Fig. 3 Changes in temperature of impression materials as a function of time.