

# 수중복합레진의 경도측정에 관한 실험적 연구

서울대학교 치과대학 보존학교실

엄 정 문

## AN EXPERIMENTAL STUDY ON HARDNESS IN COMPOSITE RESINS

Chung Moon, Um D.D.S., M.S.D., Ph.D.

Dept. of Operative Dentistry, College of Dentistry, Seoul National University

### » Abstract «

The purpose of this study was to measure micro-knoop hardness and coefficient of thermal expansion on composite resins(Epolite, Adaptic, Hipol and Compo T.)

Four different type of composite resins were measured at the varying depth of 30, 60, 90, 150, 200, 400, 700 and 1000 micron from the surface to deep portion. The specimens were stored both in the air room temperature for 2 days, 30 days and in water at 37°C for 30 days.

Thermal expansions of specimens(4mm in diameter and 50mm in height) were measured in quartz tube dilatometer from 20° to 70°C

The following results were obtained.

1. The hardness of superficial portion were lower than inner portion of resin.
2. The value of hardness obtained from the specimen stored in room temperature in the water at 37°C for 30 days were lower than above described Cases.
3. The coefficient of thermal expansion of Adaptic had  $29.75 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ , Hipol had  $30 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ , Epolite had  $39.85 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  and Compo T had  $36.95 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ .

### — 목 차 —

제 1 장 서 론  
 제 2 장 실험재료 및 실험방법  
 제 3 장 실험성적  
 제 4 장 총괄 및 고찰  
 제 5 장 결 론  
 참고문헌

### 제 1 장 서 론

수복용레진(polymethylmethacrylate)는 강도나 경

도 및 제반 물리적 기계적 성질이 낮고 methylmethacrylate가 polymethylmethacrylate로 중합 반응할 때 그 중합수축이 21%나 되어서 monomer(methylmethacrylate)와 polymer(polymethylmethacrylate)를 체적으로 약 1:3으로 혼합할 때 그 중합수축은 5~7%에 이르르고 열팽창계수도 치아에 비해서 약 7배나 크기 때문에 수복재료로서 Percolation현상이 가장 큰 재료로 변연누출이 문제시되는 수복재료로 등장되어 왔다. 따라서 Polymethylmethacrylate resin의 단점은 경도 강도가 낮고, 열팽창계수가 크고 중합수축이 큰 것들을 들 수 있다. 이러한 단점이 있음에도 불구하고 계속 사용된 것은 레진충전후 시간이 경과됨에 따라 변색되기는 하나 선비적인 면에서 우수성을 갖고 있다. 이러한

레진의 결점을 보강하기 위해서 Bowen<sup>13)</sup>은 레진 matrix에 fused silica, crystalline quartz, lithium aluminum silicate나 borosilicate glass<sup>22)</sup>와 같은 견고하고 미세한 첨가제를 넣어 물리적 성질을 개선시키고 종합수축이 큰 methylmethacrylate보다 BIS-GMA, NPG-GMA나 BIS-EMA을 다량 넣어서 복합레진(Composite resin)을 만들었다.

레진의 경도측정은 1972년 清水芳保<sup>3)</sup>가 서구 및 자국생산품의 경도를 비교측정하였고 동년 Dennison<sup>4)</sup>은 물리적 성질 및 표면 기질기를 측정했으며 Peterson<sup>5)</sup>, Lee<sup>6)</sup>는 수종의 레진을 자료로 물리적 성질을 다각적으로 연구한 바 있고 Macchi<sup>7)</sup>와 Sweeney<sup>8)</sup>는 기계적 성질을 Phillips<sup>9)</sup>은 수복재료의 제반문제와 물리적 성질을 보고한 바 있다.

필자는 시판되고 있는 수복복합레진을 자료로하여 물리적 성질 중에서 경도를 측정하고 Percolation에 관여된 열팽창계수를 측정하여 다소의 지견을 얻은바 있어 이제 보고하는 바이다.

## 제 2 장 실험재료 및 실험방법

본 실험에서 사용한 수복용 복합레진은 국산 Hipol과 3종의 외국산을 사용하였다.

- |             |                             |
|-------------|-----------------------------|
| 1. Epolite  | G. C. Company.              |
| 2. Adaptic  | Johnson and Johnson.        |
| 3. Hipol    | Boo-Pyung Dental Chemicals. |
| 4. Compo T. | The Motloid Company.        |

### 경도측정

직경 4mm 높이 3mm의 유리튜브를 유리판상에 놓고 이것을 와동으로 하여 상기 4종의 레진을 제조업자의 지시에 따라 연화하여 삽입후 가압하여 시편을 제작하여 일군은 실온 20±1°C에서 2일 경과시키고 2군은 실온에서 1개월간 방치시키고 3군은 37°C의 수중에 1개월간 군을 만들어 한군에 상기 품목 일종에 10개의 시편을 만들어 도합 120개의 시편을 제작하여 경도를 측정하였다.

경도측정은 원주형 시편을 상부중심부에서 Carborundam disk로 서서히 중단하고 Sand paper No. 500에서 No. 1,000까지 미세한 힘을 가하면서 연마하였고 그단면의 경도를 측정하기 위해서 충전물 표면에서 부터 30 $\mu$ , 60 $\mu$ , 90 $\mu$ , 150 $\mu$ , 200 $\mu$ , 300 $\mu$ , 400 $\mu$ , 700 $\mu$ , 1000 $\mu$  길이로 중심선에서 부터 심부로 측정하였고 明石製 Micro Knoop Hardness Tester(그림 1)를 사용하여 50g의 하중을 15초간 가하여 그 압흔을 측정하여 환산하였다.

### 열팽창계수측정

열팽창계수측정은 ASTM D-696<sup>10)</sup>에 기본을 두어 유사방법으로 직경 4mm 높이 50mm의 유리관튜브에 상기 레진을 연화하여 주입하여 시편을 제작하고 실온에 24시간 방치후에 Dilatometer(成瀬科學器械株式會社, 自動記錄熱膨脹測定裝置. 그림 2)로 Atonosphere 상태

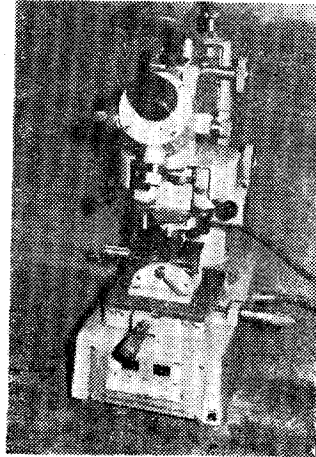


Fig. 1 Micro Knoop Hardness Tester.

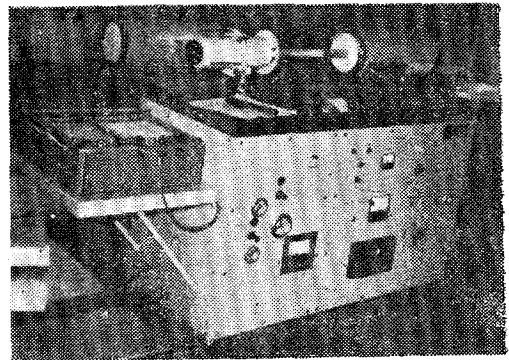


Fig. 2 Dilatometer

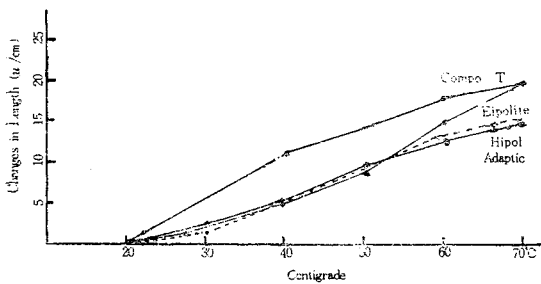
하에서 quartz를 reference로 하고 100°C/hour의 상승온도로 실온 20°C에서 70°C까지 측정하여 열팽창계수를 측정하였다.

## 제 3 장 실험성적

상기 방법에 의해서 측정된 경도는 도표 1과 같다. 일반적으로 경도는 심부로 들어갈수록 상승함을 보여 주었고 시간이 1개월 경과한 것은 2일에 비해서 약간 증가하는 것을 보였고 수중에 1개월간 보관한 예에서는 다소 낮음을 보여 주었다(Table-1).

Group	Composite	area measure tested from the surface							
		30 $\mu$	60 $\mu$	90 $\mu$	150 $\mu$	200 $\mu$	400 $\mu$	700 $\mu$	1000 $\mu$
2 days in room temperature	Epolite	36.3 2.5	36.8 4.7	42.1 3.8	49.4 8.8	47.0 5.6	45.5 3.9	53.8 5.4	55.0 10.2
	Adaptic	44.5 5.8	52.3 6.2	75.9 11.2	74.8 9.4	75.1 7.2	73.6 6.9	66.0 9.3	80.6 10.1
	Hipol	38.4 2.9	43.7 8.6	49.1 4.8	56.7 8.6	64.5 7.5	62.1 10.4	59.0 5.8	59.5 3.6
	Compo T	34.1 7.8	35.5 5.4	41.1 9.1	49.3 10.1	45.9 4.9	54.2 9.6	48.2 9.0	45.3 10.3
30 days in room temperature	Epolite	41.5 10.1	40.8 8.8	55 6.4	39 12	50.0 7.8	52 84.3	68.6 9.4	67.3 5.8
	Adaptic	52.1 9.5	42.1 6.7	72.1 7.4	67.3 6.4	66.6 10.7	72.5 7.8	67.7 6.8	74.0 7.0
	Hipol	57.7 10.1	58.4 5.8	68.8 4.7	63.1 10.6	69.0 13.4	51.9 5.8	67.3 10.6	57.2 5.7
	Compo T	23.0 2.1	35.7 2.8	37.7 7.3	34.7 5.6	27.3 2.6	46.4 6.0	49.5 9.9	53.5 7.0
30 days in water at 37°C	Epolite	39.0 4.5	46.0 5.9	42.1 4.5	42.2 3.1	61.8 7.2	43.5 8.6	51.9 7.4	57.2 6.8
	Adaptic	32.7 4.2	38.0 3.4	54.7 9.8	76.4 13.9	50.2 4.9	56.6 8.6	55.4 9.5	58.2 8.0
	Hipol	37.3 6.1	40.5 9.1	42.9 4.8	45.7 3.4	54.2 7.5	34.4 5.9	43.1 6.9	43.5 5.8
	Compo T	26.8 5.4	30.7 5.4	32.5 4.5	32.5 3.9	36.3 8.5	42.7 4.8	30.9 7.3	34.1 6.9

Table 1. Micro-Knoop Hardness Number of Composite Resins. Standard Deviation.



Graph-1. Linear Thermal Expansion

일반적으로 열 팽창계수는 온도와 팽창의 관계가 일직선으로 나타나는 것이 보통이나 레진의 경우는 약간의 곡선으로 나타내었다. 20°C에서 70°C의 평균치는 Epolite  $39.85 \times 10^{-6}$ , Adaptic  $29.75 \times 10^{-6}$  Hipol  $30 \times 10^{-6}$  Compo T  $36.95 \times 10^{-6}$ 의 값을 나타내었다(Graph-1).

#### 제 4 장 총괄 및 고안

복합레진은 첨가제의 종류나 양, 또는 기질로 사용하는 레진의 종류에 따라서 그 물리적 성질이 달라진다. 경도와 열팽창계수는 첨가제의 양과 종류에 직접 영향을 받으며 레진과 첨가제의 결합력 및 레진자체가 중요한 인자가 될 수 있다.

4종의 복합레진 중에서 Adaptic이 가장 경도가 큰 것으로 입증됐으며 국산 Hipol도 높은 값을 나타내었으며 Compo T는 가장 낮은 경도치를 나타내었다.

일반적으로 시편의 표면은 심부에 비해서 약간 낮은 경도치를 나타내었고 30 $\mu$ 에서 가장 낮은 경도치를 나타내고 심층으로 들어갈수록 경도치가 높음을 보여주었다 시편제작후 2일과 30일을 비교해 보면 Adaptic, Epolite 및 Compo T는 큰 변화가 없으나 국산 Hipol은 증가 추세를 보였다. 37°C의 수중에 30일간 보관한

군에서는 약간 하강함을 보였다. 이는 Peterson<sup>5)</sup>이 Knoop diamond를 사용한 Tukon Tester로 측정했을시 수중에 보관한 것은 감소하고 일주일 경과치가 일일 경과한 것보다 약간 상회함과 일치함을 보였다. 그러나 Phillip<sup>9)</sup>은 수중에서 보관한 것이 약간 상회함을 발표 하여 서로 상이점을 나타내고 있다.

레진의 열팽창계수는 온도와 팽창치가 일직선상으로 나타나지 않고 온도에 따라 상이하게 팽창하는 것이 특징이었다. Hipol과 Adaptic은 팽창곡선이 거의 같은 양상을 보였고 Compo T나 Epolite보다 적게 팽창하였다. 특히 Compo T는 20°C에서 70°C까지 가장 큰 갯을 나타내었다. Micchi<sup>7)</sup>는 3가지 복합레진을 자료로 측정한 결과 27~41×10<sup>-6</sup>으로써 본실험의 30~40×10<sup>-6</sup>과 유사성을 나타내었다.

첨가제가 들지 않은 polymethylmethacrylate의 열팽창계수는 81×10<sup>-6</sup>/°C이고 치아는 11.4×10<sup>-6</sup>/°C이기 때문에 실제로 온도에 따라서 큰 Percolation을 가져올 수 있다. 이를 극복하기 위해서 첨가제를 부과함으로써 레진의 양이 적게 들어가는 결과로 팽창계수는 훨씬 줄어드는 것이다. 따라서 첨가제가 많이 혼합된 제품일수록 그 열팽창계수가 낮고 경도가 높은 것으로 추종된다. 고로 Adaptic이나 Hipol은 첨가제가 많이 들어 있는 것으로 추종되며 첨가제 자체도 경도가 높고 선팽창계수도 낮은 물질로 추종된다.

Caldwell<sup>11)</sup>은 범탄질의 경도를 측정한 결과 Knoop 경도계로 300이며 이는 Stain-less Steel과 거의 일치하는 수치이다. 따라서 복합레진도 이수치에 가까운 경도가 이상적이며 열팽창계수도 11.4×10<sup>-6</sup>/°C인 수치에 이르러야 Percolation현상도 없는 이상적인 재료일 것이다.

## 제 5 장 결 론

Epolite, Adaptic, Hipol, 및 Compo T를 자료로 하여 일군은 실온에서 2일간 경과후에 이군은 실온에서 1개월간 경과 후에 삼군은 37°C의 수중에서 1개월간 방치한 후에 Knoop 미세경도기로 표면에서부터 심부로 경도를 측정하고 상기제품을 Dilatometer에 의해서 열팽창 계수를 측정한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 표층의 레진은 경도가 낮고 심부는 높은 경향을 보였다.
2. 실온에서 1개월간 경과한 것은 2일 경과한것에 비해서 경도가 약간 증가함을 보였고 37°C에서 1개월간 수중보관한 것은 약간 하락함을 보였다.
3. Adaptic은 29.75×10<sup>-6</sup>/°C, Epolite는 39.85×10<sup>-6</sup>

/°C, Hipol은 30×10<sup>-6</sup>/°C, Compo T는 36.95×10<sup>-6</sup>/°C의 열팽창계수를 나타내었다.

(본 실험에 여러가지로 협조해 주신 김상주 교수, 김정수, 권순주 선생님께 깊은 감사를 드리는 바입니다)

## 參 考 文 獻

1. R. L. Bowen. Properties of a silica reinforced polymer for dental restoraton. J. A. D. A. 66 57. 1962.
2. R. W. Pihillips. Skinner's Science of dental materials. 234p 7th Ed. Saunder Company
3. 清水芳保, 中澤裕昌 篠岡美長, 岩久正明 日本齒科材料器械學會雜誌 26號 1972. 66p~69p
4. J. B. Dennison, R. G. Craig. Physical properties and finishes surface texture of composite restorative resins. JADA, Vol. 85. July 101—108 1972
5. E. A. Peterson, R. W. Phillips M. L. Swartz. A comparison of the physical properties of four restoratove resin. JADA. Vol. 73. Dec. 1966. 1324—1336
6. H. L. Lee, M. L. Swarts, F. F. Smith. Physical properties of four thermosetting dental restorative resin. J. Dental Res. July-Aug. 1969 526—535
7. R. L. Macchi, R. G. Craig. Physical and mechanical properties of composite restorative, materials JADA Vol. 78 Feb. 328—334 1966
8. W. T. Sweeney, E. L. Yost. Mechanical properties of direct filling resins. JADA, Vol. 49. Nov. 1954. 513~521
9. R. W. Phillips. Recent improvements in dental materials that the operative dentist should know.
10. Standard method of test for coefficient of linear thermal expansion of plastics. ASTM designation D-696-44. ASTM. Standards 1966. part. 27 256p.
11. R. W. Caldwell. Microhardness studies of intact surface enamel. J. D. Res. Oct. 1957. 732~738