

수중 복합레진의 추가적인 열중합 후의 중합률 변화

연세대학교 치과대학 보존학교실
박 성 호

Abstract

THE CHANGES IN DEGREE OF CONVERSION OF COMPOSITE RESINS AFTER ADDITIONAL HEAT CURING

Seong-Ho Park

Conservative Dentistry, Yensei University

This study was designed to determine the changes in the degree of conversion for composite resins after heat curing following the methods proposed by Lee & Park(1995). 8-mm diameter hole was made in 1mm teflon plate and one of three types of composites(Charisma, Brillant, Z100) was placed and light cured for 60seconds. The samples were divided into 3 groups according to the placing composites. After light curing, the samples were separated from the moulds. Using this method, 10 samples were prepared in each group ; 5 samples from each group were heat cured according to the methods proposed by manufactures. These samples were then thinned to 50-70 μ m and analysed with a Fourier Transform Infrared Spectrometer. Standard baseline technique was used to calculate the degree of conversion. When the samples were light cured, the degrees of conversion in each groups were 47.1% (charisma), 53.3% (Z100), and 70.1% (Brillant). The degree of conversion after heat curing were ; 60.1% (Charisma), 71.1% (Z100), and 73.3% (Brillant). Once the samples were heat cured, there were significant increases in degree of conversion.

I. 서 론

복합레진은 그 물리적인 성질을 꾸준히 향상시켜 오면서 전치부의 수복에 가장 널리 사용되는 재료가 되었으며, 환자들의 심미적 요구가 증가함에 따라 구치부에도 사용되었다.

하지만 구치부에 사용되었을 경우에는 치과용 합금이나, 아말감에 비하여 마모율이 높고, 해부학적인 형태의 유지가 어려우며 인접 치아와의 접촉이 적절하게 이루어지지 못하는 것이 중요한 문제점으로 지적되었다. 그런데 광중합이 이루어진 복합레진에 추가적인 열처

* 이 논문은 1994년도 연세학술연구비의 지원으로 이루어졌습니다.

리를 하였을 경우 색안정성, 마모 저항성, 굴곡강도, 피로내성 등이 증가한다는 사실이 보고^{17,18)}된 후로, 레진인레이 법을 이용하여 레진의 물리적인 성질을 높여 구치부의 수복에도 이용하려는 시도가 활발히 이루어지고 있다^{10,19)}. 한편, 복합레진에 있어서의 중합률은 그 물리적인 성질을 결정하는 중요한 요소로 인식되어 왔는데^{4,12)}, 열중합 후의 중합률의 변화에 대해서는 3%²⁾, 1-3⁴⁾, 3-18%¹⁰⁾, 10-20⁷⁾와 25-30%⁹⁾ 등의 다양한 결과가 보고되고 있다. 이와같은 이유는 사용된 복합레진의 조성으로서로 다를 뿐 아니라, 복합레진의 중합률 측정 방법에 문제가 있기 때문으로 사료된다. 즉, 복합레진의 중합률 측정은, 그 안에 포함된 무기질의 filler 때문에, 적외선 분광기의 일반적인 측정법인 transmission을 이용한 방법으로는 측정이 곤란하다고 판단되어, ATR(Attenuated Total Reflection)법으로 측정하는 방법이 추천^{15,16)}되어 왔으나, 이 경우 조건에 따라 측정값이 일정하게 나타나지 않아서, 포리에 변환 적외선 분광기를 이용한 박막법을 이용하여 측정하는 방법이 제시되었다¹¹⁾. 그런데 이 방법은 filler가 포함되어 있지 않은 bonding agent을 이용하여 간접적으로 복합레진의 중합률을 측정하는 것으로 bonding agent의 성분이 복합레진과 다르며, bonding agent의 표면이 산소에 의하여 영향을 받아 중합률에 영향을 줄 수 있어서, 복합레진의 중합률 측정에 적절치 않은 것으로 평가되었다²⁾. 그래서 이를 개선한 방법이 제시되었는데, 이 방법은 광원으로 부터의 거리에 따른 중합률의 변화를 효과적으로 나타냈으며 편차도 매우 적어, 중합률을 측정하는 적절한 방법으로 평가되었다²⁾.

이번 연구의 목적은 이와 박²⁾에 의하여 제시된 방법에 따라, 수중의 복합레진의 중합률을 평가하고, 추가적인 열중합 후의 중합률의 변화를 알아보기 위함이다.

II. 실험재료 및 방법

이와 박²⁾에 의하여 고안된 방법을 이용하여 실험을 하였다. 두께 1mm의 teflon에 직경 8mm의 천공을 하여 teflon mold를 만든 후, 그 한쪽 면에 Mylar strip을 위치시키고 접착테이프를 teflon에 부착시켰다. titanium coating된 기구를 이용하여 3종(Table 1)의 복합레진을 각각 teflon mold에 충전한 후 공기중에 노출된 상부는 cover glass로 덮었다. Efos Cure Rite로 측정결과 411mW의 광도를 나타내는 Max light curing unit(Caulk Co., U.S.A.)의 tip을 cover glass위에 접촉시켜 60초간 광조사한 후, mold로 부터 분리하였으며, 각각의 복합레진에 대하여 10개의 시편을 제작하여 그중 5개의 시편에 대하여 부가적인 열중합을 하였다. 각 군에 사용된 재료와 열중합의 방법, 기기를 Table 1에 정리하였다.

이상의 과정을 통하여 만들어진 각각의 시편을 diamond bur와 sand paper를 이용하여 50-80um의 두께로 얇게 하고 이를 건조한 상태에서 보관하였다.

그 중합률을 측정하기 위하여 만들어진 박편을 FT-IR에 부착된 microscope에 위치시킨 후 transmission mode로 측정 후 이를 absorption mode로 변환하였다. 중합전의 monomer에 대해서는 chlorform을 이용하여 용해시킨 다음 염화나트륨판에 얇게 접착시키고,

Table 1. Detailed discription of the test groups

Groups	1	2	3
Brand Name	Brilliant Enamel	Charisma	Z100
Post curing	Light & Heat	Light	Light & Heat
Post curing Time	7 min	6 min	7 min
Post curing Temp	120 C	95 C	120 C
Heating Oven	D.I.500	Light Box	D.I.500

FT-IR 기기를 이용하여 측정하였다.

중합률은 base line method(Heigel et al., 1947)를 이용하여 계산하였는데, 1938.6cm⁻¹에서 나타나는 methacrylate기의 C=C와 1609.4cm⁻¹에서 나타나는 aromatic ring에서의 C-C의 흡수도(absorbance)를 기준 점으로부터 비교하여 다음의 식에 의하여 남아 있는 이중 결합을 계산하였다.

$$\% C=C = \frac{\text{흡수도}(C=C)/\text{흡수도}(C-C) : \text{중합 후}}{\text{흡수도}(C=C)/\text{흡수도}(C-C) : \text{중합 후}}$$

$$\text{중합도} = 100 - (\% C=C)$$

각 군에서, 광중합과 열중합 후의 중합률을 t-test를 통하여 비교하였다.

W. 실험결과

광중합과 열중합 후의 중합률을 Fig. 1과 Table 2에 정리하였다.

광중합 후의 중합률에서 Brilliant Enamel이 가장 높은 70.1%의 중합률을 나타내었고 chari-

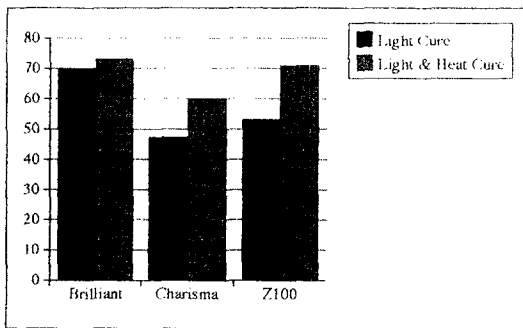


Fig. 1. Degree of conversion of composites

Table 2. Degree of conversion of composite resins before and after heat curing

	Light Curing	Light & Heat Curing	
Brilliant	70.1(0.3)	73.3(0.5)	*
Charisma	47.1(0.4)	60.1(0.3)	*
Z100	53.3(0.2)	71.1(0.4)	*

* p<0.001, t-test

sma는 47.1%, Z100은 53.3%의 중합률을 나타냈다.

열중합 후, 모든 군에서 광중합만을 하였을 경우보다 높은 중합률을 나타내었으며(p<0.001) 각각의 중합률은 Brilliant enamel 73.4%, Charisma 60.1%, Z100 71.1%였다. 광중합과 열중합에 있어서의 중합률의 차이는 Brilliant의 경우 3.3%, Charisma 13%, Z100 17.8%였다.

IV. 총괄 및 고찰

이번 실험을 통하여, 복합레진의 광중합 및 열중합 후의 중합률이 복합레진의 종류에 따라 다르다는 것이 밝혀졌다. 이와같은 이유는 복합레진의 중합률이 monomer의 조성, inhibitor의 양, 등에 따라 달라지기 때문으로 생각된다^{4,12)}. Brilliant Enamel의 경우, 광중합을 하였을 때, 다른 복합레진에 비하여 높은 중합률을 나타내었는데, 이는 그 성분 중 Bis-GMA 보다 분자량이 작고 유동성이 있는 Bis-EMA가 포함되어 있기 때문으로 생각된다. 이와같은 현상은 Bis-GMA와 TEGDMA의 함량을 달리하면서 그 중합률을 관찰했을 경우에, TEGDMA의 함량이 많을 때 높은 중합률이 나타난 것과 같은 현상으로 생각된다¹²⁾.

열중합 후의 중합률의 증가폭은 Z100, Charisma의 경우 높게 나타났지만, Brilliant Enamel의 경우는 약 3%의 낮은 증가를 보였다. 즉 광중합에서 낮은 중합률을 나타냈던 복합레진의 경우에는 열중합을 통하여 많은 중합률의 증가를 보였지만, 광중합에서 이미 높은 중합률을 나타냈던 Brilliant Enamel의 경우 열중합을 할 경우에 약 3% 정도의 중합률의 증가를 보였다. 이와같은 현상이 나타나는 이

유는 복합레진의 중합률의 증가가 일정한 수준에 도달하면 더 이상 진행되기가 어렵기 때문일 것으로 생각된다. 즉 이번 논문에서 측정된 중합률이라고 하는 것은 복합레진에 있어서 얼마나 많은 탄소사이의 이중 결합이 단일 결합으로 바뀌었나를 측정하는 것이지 결코 중합의 정도(Degree of Polymerization)를 측정하는 것이 아니라는 사실에 유의해야 한다. Brilliant composite resin의 경우 광중합을 통하여 약 70%의 중합률을 나타냈는데, 이것은 30%의 반응하지 않은 C=C 결합이 존재한다는 것이지, monomer가 30% 남았다는 것을 의미하지는 않는다. 즉 bis-GMA 등은 구조식의 양쪽에 methacrylate기가 존재하기 때문에 비록 한쪽의 C=C가 결합에 관여하지 않았다 하더라도 다른쪽은 결합에 관여하여 이미 중합의 과정에 있을 가능성이 높다고 하겠다. 따라서 중합률이 70%라면 실제로는 거의 모든 monomer가 중합에 참여하고 있다고 보는 것이 타당할 것이며 열중합을 통하여 얻어지는 부가적인 중합은 그 만큼 적을 것이다. Ferracane과 Condon¹⁰⁾의 연구에서도, 광중합 후 3시간 동안 열중합을 시켰을 경우 나타나는 중합률은 10분동안 열중합을 하여 나타나는 중합률과 크게 다르지 않았으며 중합률은 80%를 넘지 않았다.

열중합을 통하여 복합레진의 중합률이 높아진다는 것이 이번 실험을 통하여 나타났다. 따라서 여러 보고^{1, 3, 5, 10)}에서 처럼 열중합의 과정을 통하여 복합레진의 물리적인 성질을 증가시킬 수 있을 것이다. 하지만 광중합과 열중합 사이의 중합률의 차이가 크다는 것이 반드시 임상적으로 유리하게 작용할 지에 대해서는 더 많은 연구가 필요하다고 생각한다. 즉, 이 경우 열중합의 과정을 통하여 중합수축의 양이 그 만큼 많을 것이고, 이것은 레진 인레이체에 대한 많은 조정이 필요하다는 것을 의미하며, 또한 치아와 레진인레이체 사이에 더 많은 레진시멘트를 필요로 할 것이다. 이미 보고된 것처럼 레진시멘트는 수복용 복합레진에 비하여 취약하기 때문에, 이 경우 실패율이 높아질 가능성이 있다. 또한 복합레진의 취약성(Brittleness)에

대한 고려가 필요하다. 즉 열중합을 통하여 중합률은 증가되지만 복합레진의 탄성률이 떨어진다면 결코 임상적으로 바람직한 성질이라고 할 수 없다. 현재 사용되고 있는 대부분의 광중합형 복합레진은 광중합의 과정을 통하여 가장 적절한 물리적인 성질을 얻도록 제조되어 있는데, 열중합과 광중합사이의 중합율의 차이가 클 경우 중합률은 높아지지만, 탄성률이 낮아져 복합레진이 취약해질 수 있을 것이다. 특히 일정한 시간이 경과한 후에 자동적으로 열처리의 과정이 종료되지 않는 열중합기를 사용할 경우 이러한 현상이 나타날 수도 있을 것이다. 열처리를 거친 후에 중합률의 증가와 더불어 annealing 효과를 얻을 수 있다면 좋은 임상적인 효과를 얻을 수 있을 것이다⁸⁾.

복합레진의 중합률은 그 물리적인 성질을 결정하여 주는 중요한 요소이지만 어떤 제품의 중합률이 다른 제품보다 높다고 해서, 더 우수한 물리적인 성질을 가질 것으로 판단해서는 안될 것이다. 왜냐하면 비록 중합률은 낮아도 단량체의 조성 등에 따라서는 물리적으로 우수한 성질을 나타낼 수 있기 때문이다⁹⁾.

V. 결 론

Brilliant Enael, Charisma, Z100의 중합률을 박막법으로 측정하여 다음의 결론을 얻었다.

1. 광중합 후의 복합레진의 중합률은 제품에 따라 차이를 보여서 Brilliant Enamel의 경우 70.1%, Charisma 47.1%, Z100 53.3%를 나타냈다.
2. 열중합 후 Brilliant Enamel은 73.3%, Charisma는 60.1%, Z100은 71.1%의 중합률을 나타냈다.

참고문헌

1. 김용성, 민병순, 최호영, 박상진, 최기운 (1993) 열처리에 따른 복합레진 인레이의 굴곡 강도에 관한 연구, 대한치과보존학회,

- 18 ; 1 : 84-94.
2. 이정석, 박성호(1995) 레진인레이법에 의한 부가적 열처리시 중합률의 변화에 관한 연구, 연세치대논문집, 9 : 69-75.
 3. 오원만, 류선열, 손호현, 奥田礼一遠藤達雄 工藤義之(1994), 광중합 복합레진에 대한 열처리가 피로내성 및 중합수축에 미치는 영향, 대한치과보존학회지, 19 ; 1 : 135-147.
 4. Asmussen E (1982) Restorative resins : hardness and strength vs. quantity of remaining double bonds. Scand J of Dent Res 90 : 484.
 5. Asmussen E, Peutzfeldt (1990) Mechanical properties of heat treated restorative resins for the inlay-onlay technique. Scand J Dent Res 98 : 564-567.
 6. Chung KH, Greener EH (1990) Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composite resins J Oral Rehabil 17 : 487-494.
 7. Cook WD & Johansson M (1987) The influence of post-curing on the fracture properties of photo-cured dimethacrylate based dental composite resin Journal of Biomedical Material Research 21 : 979-989.
 8. De Gee AJ, Pallav P, Werner A & Davidson CL (1990) Annealing as a mechanism of increasing wear resistance of composites Dental Materials 6 : 266-270.
 9. Eliades GC, Vougiouklakis GJ & Caputo AA (1987) Degree of double bond conversion in light cured composites Dental Materials 3 : 129-25.
 10. Ferracane JL, Condon JR (1992) Post cure heat treatment for composite : properties and factography. Dental Mater 8 : 290-295.
 11. ferracane JL, Greener EH (1984) Fourier transform infrared analysis of degree of polymerization in unfilled resins : methods comparison. J Dent Res 63 : 1093-1095.
 12. Ferracane JL, Greener EH (1986) The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical propertiew of dental restorative resins J Biomed Mater Res 20 : 121-131.
 13. Heigel JJ, Bell MF, White JN (1947) Application of infrared spectroscopy to the analysis of liquid hydrocarbons. Anal Chem 19 : 293-298.
 14. Reinhardt K-J (1991) Die extraorale vertugung von Komposite-inlays Deutsche Zahnarztliche Zeitschrift 46 : 342-345.
 15. Ruyter IE, Øysaed H (1981) Conversion in different depths of ultraviolet and visible light activated composite materials. Acta Odontol Scand 40 : 179-192.
 16. Ruyter IE, Svendsen SA (1978) Remaining methacrylate groups in composite restorative materials. Acta Odontol Scand 36 : 133-146.
 17. Wendt SL Jr. (1987a) The effect of heat used as secondary cure upon the physical properties of three composite resins. I. Diametral tensile strength, compressive strength, and marginal dimensional stability. Quintessence Int 18 : 265-271.
 18. Wendt SL Jr. (1989) Time as a factor in the heat curing of composite. Quintessence Int 20 : 259-263.