

나노 충전제 함량에 따른 복합레진의 표면 미세경도 차이

정영정 · 김영재 · 김정욱 · 이상훈 · 김종철 · 한세현 · 장기택

서울대학교 치과대학 소아치과학교실 및 치학연구소

국문초록

최근에 개발된 나노 충전제를 microhybrid 복합레진에 첨가할 때, 나노 충전제 함량이 중합에 미치는 영향을 조사하기 위해, 실험적으로 나노 충전제의 함량을 다르게 제작한 복합레진에서 광중합 후 미세경도를 측정, 분석하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 나노 충전제의 함량이 2%, 3%인 군은 0%, 1%인 군에 비해 중합된 면의 미세경도가 유의하게 높았으나($p < 0.01$), 그 차이는 크지 않았다.
2. 나노 충전제의 함량이 높을수록 레진 시편의 하면에서의 미세경도는 증가하였으며, 나노 충전제의 함량이 0%, 1%, 2%간에, 0%, 1%, 3%간에 유의한 차이가 있었고($p < 0.01$), 2%와 3%간에는 차이가 없었다($p > 0.05$).
3. 레진 시편의 상면과 하면의 미세 경도 차이는 나노 충전제 함량이 높을수록 감소하였으며, 나노 충전제의 함량이 0%, 1%, 2%간에, 0%, 1%, 3%간에 유의한 차이가 있었고($p < 0.01$), 2%와 3%간에는 차이가 없었다($p > 0.05$).

주요어 : 나노 충전제, 미세 경도, 중합도

I. 서 론

치과용 복합레진이 처음 소개된 이후, 접착법의 발달, 복합레진 성분의 개선에 따른 물리적, 기계적 성질의 향상, 광조사기의 발달로 복합레진의 물성 개선과 시술시간의 단축, 조작의 용이성에 따라 그 사용범위가 더욱 넓어지고 있다. 심미수복재로 가장 널리 사용되고 있는 복합레진은 초기에는 심미성이 중요한 전치부 수복에 사용되도록 개발되었으나, 환자들의 심미적 요구가 증가하고, 마모 저항, 상아질 결합, 중합수축 감소 등의 물성 개선으로 구치부 수복에서의 사용도 증가하고 있다. 그러나 현재 전치부 수복시 요구되는 심미성과 구치부 수복에 요구

되는 기계적, 물리적 성질을 모두 충족시키는 복합레진은 존재하지 않는다. Microfill 복합레진은 연마성이 좋아서 전치부 수복에 사용되나, 구치부 수복에 사용하기에는 강도가 약하다. 반면에 hybrid 복합레진의 경우, 강도는 높으나 연마면이 거칠어 전치부에 요구되는 심미성을 만족시키지 못한다¹⁾. 심미성과 강도가 모두 우수한 복합레진을 개발하기 위한 노력의 하나로 최근에 개발된 microhybrid는 microfill 복합레진과 fine-particle 복합레진의 특성을 조합한 입자(0.4-1.0 μm)의 특성을 가지고 있어²⁾, 우수한 심미성과 마모저항을 보여 전치부와 구치부에 사용될 수 있는 다목적 복합레진으로 소개되었다. 심미성과 강도가 모두 우수한 복합레진을 개발하기 위한 또 다른 노력의 하나로 나노 충전제가 개발되었으나, 나노 충전제를 포함하는 복합레진의 물리적 성질에 대한 연구는 현재 부족한 상태이다. 이에 본 연구는 microhybrid 복합레진에 나노 충전제를 첨가할 때, 나노 충전제 함량이 중합에 미치는 영향을 조사하기 위해, 나노 충전제의 함량을 다르게 제작한 복합레진에서 광중합 후 미세경도를 측정, 비교하였다.

교신저자 : 장 기 택

서울시 종로구 연건동 275-1
서울대학교 치과대학 소아치과학교실
Tel : 02-2072-2682
E-mail : jangkt@snu.ac.kr

※본 연구는 보건복지부 보건의료기술연구개발사업의 지원에 의하여 이루어진 것임 (03-PJ1-PG1-CH09-0001).

II. 연구재료 및 방법

1. 레진 시편의 제작

실험용으로 제작된 광중합 복합레진의 기질은 60%의 bis-GMA와 40%의 TEGDMA를 포함하였다. 충전제의 전체 함량은 76%wt, 가장 큰 충전제(1-1.5 μm)의 함량은 70%wt로 일정하고, 중간 크기의 충전제(0.04 μm)와 나노 충전제(1-3 nm)가 Table 1에서와 같이 각기 다른 함량으로 포함되었다. 각 군의 복합레진을 지름 4 mm, 두께 2 mm인 몰드에 충전하고 표면을 슬라이드로 덮은 후 할로젠광(XL 3000, 3M dental, USA)으로 40초간 중합하였으며, 각 군당 20개의 시편을 제작하였다.

2. 표면미세경도의 측정

Vickers diamond indenter가 부착된 미세경도측정기(HMV-2000, Shimadzu, Japan)를 사용하여 레진 시편의 상면과 하면의 미세경도를 측정하였다. 각 시편당 2회 측정하였으며, 하중 50 gm을 10초간 주는 조건으로 Vickers Hardness Number(VHN)를 산출하였다.

3. 자료 분석

윈도우용 SPSS 11.5를 사용하여 자료를 분석하고 상면과 하면에서의 미세경도, 상하면의 미세경도차이를 one-way ANOVA와 Scheffe's post hoc test로 검정하였다.

III. 연구 성적

각 군의 레진 시편에서 상면과 하면의 미세경도 측정치를 VHN로 나타낸 평균치는 다음과 같다(Table 2).

1. 나노 충전제 함량에 따른 상면의 미세경도

레진 시편 상면에서의 표면 미세경도는 나노 충전제 0%군과 1%군, 2%군과 3%군간에는 유의한 차이가 없었고(p>0.05), 나노 충전제가 2%, 3%인 군은 0%, 1%군에 비해 유의하게 높았으나(p<0.01), 그 차이는 크지 않았다(Fig. 1).

2. 나노 충전제 함량에 따른 하면의 미세경도

레진 시편 하면에서의 미세경도는 나노 충전제의 함량이 높을수록 증가하였다(Fig. 2). 나노 충전제의 함량이 2%인 군과 3%인 군간에는 유의한 차이가 없었으나(p>0.05), 나노 충전제 함량이 0%, 1%, 2%군간에, 0%, 1%, 3%군간에는 하면에서의 미세경도가 유의한 차이를 보였다(p<0.01).

3. 상면과 하면의 미세경도 차

상면의 미세경도에 대한 하면 미세경도의 백분율은 나노 충전제의 함량이 증가할수록 증가하였다(Fig. 3). 이 또한 나노 충전제의 함량이 2%인 군과 3%군간에는 유의한 차이가 없었으나(p>0.05), 나머지 군간에는 하면에서의 미세경도 백분율이 유의한 차이를 보였다(p<0.01).

상면과 하면에서의 미세경도 차는 나노 충전제의 함량이 높

Table 1. Filler content of experimental microhybrid composites

	1-1.5 μm	0.04 μm	1-3 nm	Total
Group 1	70 %wt	6 %wt	0 %wt	76 %wt
Group 2	70 %wt	5 %wt	1 %wt	76 %wt
Group 3	70 %wt	4 %wt	2 %wt	76 %wt
Group 4	70 %wt	3 %wt	3 %wt	76 %wt

Table 2. Vickers hardness number (VHN)

Nanofiller(%wt)	top	bottom	top-bottom	bottom/top(%)
Group 1(0%)	38.7±2.44 ^a	18.8±2.60 ^c	19.9±4.15 ^f	48.9±8.13 ⁱ
Group 2(1%)	38.5±1.79 ^a	25.7±4.63 ^d	12.8±4.10 ^e	66.7±10.91 ^j
Group 3(2%)	41.8±2.33 ^b	35.5±2.64 ^e	6.3±3.27 ^h	85.2±7.61 ^k
Group 4(3%)	41.8±1.71 ^b	37.0±2.95 ^e	4.7±2.51 ^h	88.7±6.08 ^k

* By one-way ANOVA at significant level 5% (p<0.05)

* Means with the same letters are not statistically different (p>0.05) by the Scheffe's test.

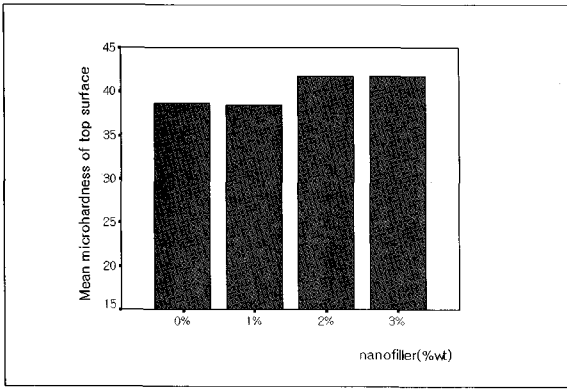


Fig. 1. VHN of top surface.

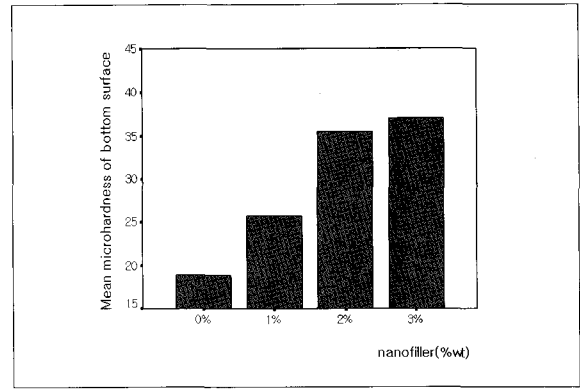


Fig. 2. VHN of bottom surface.

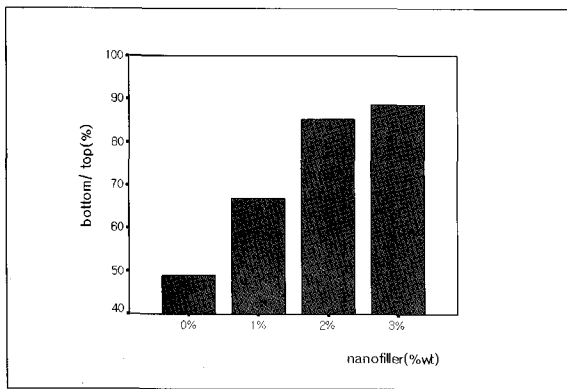


Fig. 3. Ratio of hardness (bottom/top, %).

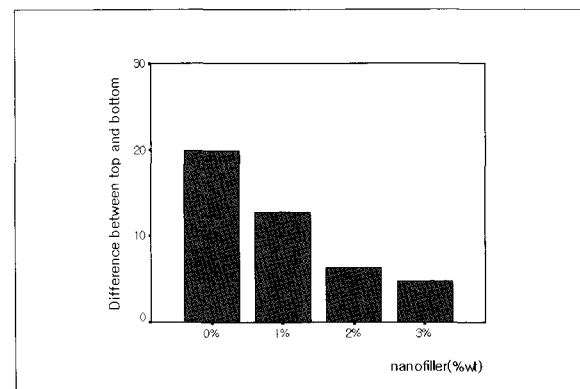


Fig. 4. Difference in hardness between top and bottom.

을수록 감소하였다(Fig. 4).

나노 충전제 함량이 2%인 군과 3%군간에는 유의한 차이가 없었으나($p>0.05$), 나노 충전제 함량이 0%, 1%, 2%간, 0%, 1%, 3%간에는 상하면에서의 미세경도 차이가 유의한 차이를 보였다($p<0.01$).

IV. 총괄 및 고찰

최근 나노테크놀로지의 발달로 0.1-100 nm의 입자를 만들 어낼 수 있게 되었고, 치과분야에서 가장 큰 기여 중 하나는 복합레진 분야로, 나노 충전제의 도입이다. 나노 충전제는 그 생산 방법이나, 광학적 성질이 전통적인 충전제와 매우 다르고, 특징적인 물리적 현상을 나타낸다³⁾. 입자의 크기가 매우 작으므로 충전제 입자의 탈락에 의해 주변 레진 기질이 약화되는 문제를 피할 수 있으며, 입자 크기가 가시광선의 파장보다 작아 광선이 충전제 입자에 의해 산란되지 않고 통과하기 때문에 레진의 투명도가 높아진다.

복합레진은 충전제의 크기, 모양, 분포에 따라 분류할 수 있다. 초기의 복합레진은 20-30 μ m 정도 크기의 구형 입자를 사용

하였고, 이후 입자의 크기가 작아져, 초미세 입자(0.04-0.2 μ m), 미세 입자(0.4-3 μ m), 고운 것과 초미세 입자의 혼합형 입자를 사용하였다⁴⁾. 충전제 입자의 크기를 작게 하려는 중요한 이유 중의 하나는 거친 입자의 복합레진을 연마할 때의 어려움이다. 또한 큰 충전제 입자는 마모 양상에 나쁜 영향을 주는데, 이는 입자를 레진에 유지하는 단위 부피당 입자와 레진 간의 접촉면이 작고, 표면으로 돌출하여 입자가 표면에서 더 빨리 떨어 지도록 하기 때문이다⁵⁾.

복합레진의 기계적 성질은 충전제 입자 크기와 함량에 따라 크게 좌우된다. 충전제 함량 증가에 따라 표면경도, 압축강도, 강성이 개선되고, 수분 흡수, 중합수축은 감소하며, 중합 깊이는 증가한다^{6,7)}. 한편 McCabe⁸⁾는 복합레진의 기계적 성질에 있어서, 충전제 입자의 크기와 모양, 크기 분포가 전체 충전제 양보다 중요하다고 하였다. 크기가 다른 두 종류의 충전제를 혼합하였을 때 크기가 작은 충전제의 비율이 높을수록 복합레진의 기계적 성질이 개선되는데, 이는 큰 입자 사이의 공간을 작은 입자로 채워 넣기 때문이다⁹⁻¹²⁾. 또한 Miyasaka와 Yoshida⁹⁾는 세 종류의 충전제를 혼합할 때, 이러한 충전제의 혼합비에 의한 효과가 더 뚜렷하게 나타나며, 이러한 강화효과를 효율적으로

유도하기 위해서는 큰 입자와 작은 입자의 크기 비율이 1:20이어야 한다고 하였다. 이러한 관점에서 볼 때, 이론적으로 예상되는 가장 효과적인 충전제 크기의 조합은 20 μm +1 μm +50 nm, 1 μm +50 nm+2.5 nm이라 하였다. 본 연구에서 사용된 복합레진은 충전제의 크기가 1 μm , 40 nm, 1-3 nm로 두번째 조합과 매우 유사하다. 본 연구에서 상면의 표면 미세 경도는 나노 충전제의 함량이 높을 때 증가하였으나, 그 차이가 크지 않았다. 이는 표면조도나 미세경도와 같은 표면 성질이 주로 크기가 큰 충전제 입자에 의해 영향을 받기 때문이다¹³⁾.

또한 복합 레진의 미세경도는 중합도와 양호한 상관관계가 있다고 알려져 있으며^{6,14)}, Asmussen¹⁵⁾은 복합레진의 미세경도가 중합정도와 비례한다고 하였다. 본 연구에서 레진 시편 하면에서의 미세 경도는 나노 충전제의 함량이 증가함에 따라 높아지고, 그룹 간의 차이는 레진 시편 상면보다 더 뚜렷하였다. 또한 레진 시편의 상면과 하면의 미세경도 차이는 나노 충전제의 함량이 증가함에 따라 유의하게 감소하였다. 이는 나노 충전제의 함량이 증가함에 따라 레진 시편의 하면에서의 중합률이 더 높아지는 것으로 볼 수 있다.

충전제의 입자 크기와 함량은 중합 깊이에도 영향을 주는 요인이다. Germain 등⁷⁾은 충전제의 함량이 증가할수록 중합 깊이가 증가한다고 하였으며, 1941년 Clewell¹⁶⁾은 입자의 직경이 활성광 광장의 약 1/2일 때 빛의 산란이 증가한다고 하였고, Li 등⁶⁾은 중합 깊이가 어느 정도는 충전제 입자 크기에 의해 영향을 받는다고 하였다. Cambell 등¹⁷⁾은 충전제 크기가 3.3-15 μm 의 범위에서 입자가 작을수록 빛을 효과적으로 산란시킨다고 하였으며, William²⁾, Craig⁴⁾ 등도 microfill 복합레진의 작고 많은 수의 colloidal-silica 입자가 빛을 매우 잘 산란, 분산시키기 때문에 적절한 중합을 얻기 위해서는 더욱 긴 중합시간이 필요하다고 하였다. 그러나 본 연구에서는 나노 충전제의 함량이 증가함에 따라 두께가 2 mm인 레진 시편 하면에서의 표면경도는 증가하였으며, 상면과 하면의 미세경도 차이도 감소하였다. 이는 나노 충전제가, microfill 복합레진의 colloidal-silica 입자와는 달리, 빛을 산란시키지 않고 투과시키기 때문에 광중합 깊이에 긍정적인 영향을 주었을 것으로 생각되나, 향후 이에 대한 추가적인 연구가 필요하다.

이상의 결과를 종합해 보면 microhybrid 복합레진에 나노 충전제를 첨가함으로써, 복합레진에서 표면의 미세경도가 약간 증가하였으나, 그 차이는 크지 않았다. 그러나 2 mm 깊이에서는 미세경도가 유의하게 증가하여, 중합률이 높아지는 것으로 보인다. 이 연구에 사용된 것보다 더 많은 양의 나노 충전제를 포함시킬 수 있는 복합레진에 대한 연구와, 미세 경도 이외의 다른 물리적, 기계적 성질에 대한 평가가 필요한 것으로 보인다.

V. 결 론

최근 개발된 나노 충전제를 microhybrid 복합레진에 첨가할 때 복합레진의 중합에 미치는 영향을 평가하기 위해, 나노 충전

제의 함량을 다르게 하여 제작된 복합레진에서 표면 미세경도를 측정, 비교하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 나노 충전제의 함량이 2%, 3%인 군은 0%, 1%인 군에 비해 중합된 면의 미세경도가 유의하게 높았으나($p<0.01$), 그 차이는 크지 않았다.
2. 나노 충전제의 함량이 높을수록 레진 시편의 하면에서의 미세경도는 증가하였으며, 나노 충전제의 함량이 0%, 1%, 2% 간에, 0%, 1%, 3% 간에 유의한 차이가 있었고($p<0.01$), 2%와 3% 간에는 차이가 없었다($p>0.05$).
3. 레진 시편의 상면과 하면의 미세 경도 차이는 나노 충전제의 함량이 높을수록 감소하였으며, 나노 충전제의 함량이 0%, 1%, 2% 간에, 0%, 1%, 3% 간에 유의한 차이가 있었고($p<0.01$), 2%와 3% 간에는 차이가 없었다($p>0.05$).

참고문헌

1. Davis N : A nanotechnology composite. *Compend Contin Educ Dent*, 24:662-670, 2003.
2. William JO : *Dental materials and their selection*. 3rd ed, Quintessence, HongKong, 113-129, 2002.
3. Mitra SB, Wu D, Holmes BN : An application of nanotechnology in advanced dental materials. *J Am Dent Assoc*, 134:1382-1390, 2003.
4. Criag RG : All-purpose composite. *Reports of Dent Biomat*, 37: 57-658, 2002.
5. Venhoven BAM, de Gee AJ, Werner A, et al. : Influence of filler parameters on the mechanical coherence of dental restorative resin composites. *Biomaterials*, 17:735-740, 1996.
6. Li Y, Swartz ML, Phillips RW, et al. : Effect of filler content and size on properties of composites. *J Dent Res*, 64: 1396-1401, 1985.
7. Germain H, Swartz ML, Phillips RW, et al. : Properties of Microfilled Composite resins as influenced by filler content. *J Dent Res*, 64:155-160, 1985.
8. McCabe JF : *Applied dental materials*. 8th ed. Blackwell Science, UK, 178-181, 1998
9. Miyasaka T, Yoshida T : Effect of binary and ternary filler mixtures on the mechanical properties of composite resins. *Dent Mater J*, 19:229-244, 2000.
10. Suh BI, Ferber C, Baez R : Optimization of hybrid composite properties. *J Esthet Dent*, 2:44-48, 1990.
11. Kawaguchi M, Fukushima T, Horibe T, et al. : Effect of filler system on the mechanical properties of light-cured composite resins. II. Mechanical proper-

- ties of visible light-cured composite resins with binary filler system. *Shika Zairyō Kikai*, 8:180-184, 1989.
12. Yuasa S : Influences of composition on brush wear of composite resins. Influences of particle size and content of filler. *Shika Zairyō Kikai*, 9:659-678, 1990.
 13. Pallav P, DE Gee AJ, Davidson CL, et al. : The influence of admixing microfiller to small-particle composite resin on wear, tensile strength, hardness, and surface roughness. *J Dent Res*, 68:489-490, 1989.
 14. Piers JAF, Cvitko E, Denehy GE, et al. : Effects of curing tip distance on the light intensity and composite resin microhardness. *Quintessence Int*, 24:517-521, 1993.
 15. Asmussen E : Restorative resins: hardness and strength vs quality of remaining double bonds. *Scand J Dent Res*, 90:484-489, 1982.
 16. Clewell DH : Scattering of Light by Pigment Particles. *J Optic Soc Am*, 31:521-527, 1941.
 17. Campbell PM, Johnston WM, O'Brien WJ : Light scattering and gloss of an experimental quartz-filled composite. *J Dent Res*, 65:892-894, 1986.

Abstract

EFFECTS OF NANOFILLER CONTENT ON THE MICROHARDNESS OF
EXPERIMENTAL MICROHYBRID RESIN COMPOSITES

Young-Jung Jung, Young-Jae Kim, Jung-Wook Kim, Sang-Hoon Lee,
Chong-Chul Kim, Se-Hyun Hahn, Ki-Taeg Jang

Department of Pediatric Dentistry, College of Dentistry and Dental research Institute, Seoul National University

The objective of this study was to evaluate the effects of nanofiller content on the microhardness and polymerization of experimental microhybrid composites. The nanofiller contents in the experimental composites were varied (0%, 1%, 2%, 3%), while the total filler content remained constant as 76 %wt.

We obtained the following results:

1. The microhardness of the top surface for the 2%, 3% nanofilled microhybrid composites were significantly higher than those for the 0%, 1% nanofilled composites ($p < 0.05$), but the difference was not great.
2. The microhardness of the bottom surfaces significantly increased with an increase in the nanofiller level ($p < 0.05$), except between the 2% and 3% nanofilled groups ($p > 0.05$).
3. As the nanofiller level increased, the difference between microhardness of top and bottom surfaces significantly decreased ($p < 0.05$), except between 2% and 3% nanofilled groups ($p > 0.05$).

Key words : Nanofiller, Microhardness, Degree of conversion