

광중합 복합레진의 화학적 분해 평가

양규호 · 김훈주 · 최남기

전남대학교 치과대학 소아치과학교실 및 치의학연구소

국문초록

본 연구에서는 4종의 복합레진(Palpique Estelite, Filtek P 60, Spectrum, Charisma)을 선택하였다. 각 제품당 5개의 시편을 제작하여 무게 측정을 한 후, NaOH 용액에 2주 동안 보관하였고 1.23% HCl로 중화하고 세척, 건조시켜 무게 측정을 하였다. 주사전자현미경과 공초점 레이저 주사현미경으로 복합레진의 분해층 표면과 분해깊이를 관찰하였고, 분해 저항성은 용액내로 용출된 Si, Al, Ba의 농도를 근거로 평가하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 각 제품의 무게손실량은 Palpique Estelite가 가장 많았고, Filtek P 60, Charisma, Spectrum 순이었다.
2. 각 제품의 표면하 분해층 깊이는 Filtek P 60이 가장 깊었고, Charisma, Palpique Estelite, Spectrum 순이었다.
3. Si 용출량은 Charisma가 가장 많았고, Spectrum, Palpique Estelite, Filtek P 60 순이었다.
4. 무게손실과 분해층 깊이 사이에는 높은 상관관계를 보였다($r=0.704$, $p<0.05$).
5. 주사전자현미경 관찰시 NaOH 용액에 보관한 후 레진 기질과 충전제 사이의 결합의 파괴 양상인 분해층 표면을 관찰할 수 있었고 공초점 레이저 현미경 관찰시 레진의 분해층 깊이를 관찰할 수 있었다.

주요어 : 복합레진, 표면하 분해, 분해저항성

I. 서 론

치과용 수복재료의 일반적인 요구조건으로 생물학적 안전성, 낮은 열전도성, 내마모성, 불용성, 충전 전후의 체적 안정성, 심미성을 들 수 있다. 대표적인 광중합형 심미수복재료인 복합레진은 이러한 조건을 대부분 만족하는 우수한 물성과 심미성을 갖는 것으로 알려져 현재 소아치과 임상에서 광범위하게 사용되고 있다. 그러나 이러한 장점에도 불구하고 복합레진은 장기간 구강내의 환경에 노출되어 교모, 수분흡수, 착색 및 교합압 등의 요인으로 수복물 표면의 마모와 변색 및 수복물 자체의 파괴가 발생될 수 있다.^{1,2)} 복합레진 수복물의 가장 큰 문제는 교합력을 받는 부위에서의 과도한 마모이다³⁾. 지금까지 복합레진의 마모 기전은 레진의 마모, 충전제 노출, 충전제 상실로 설명되어 왔다.⁴⁻⁶⁾ 또한 일반적인 견해는 치아의 응력집중부위에 레진이 위치하였을 때 마모가 가장 빨리 진행되어 심한 마모가 일어난다는 것이었다⁷⁾. 그러나 이러한 이론으로 복합레진의 표면 마모를 충분히 설명할 수는 없었다⁴⁾. Roulet⁸⁾는 교합면 접촉부

에서의 마모는 응착성, 연마성, 피로성 마모가 대부분이며, 화학적 분해에서 비롯된 부식도 수복후 오래 경과된 레진 수복부위에서의 파괴 원인이 될 수 있다고 하였다. 또 McKinney와 Wu⁹⁻¹¹⁾ 등은 임상에서 하중을 받지 않는 곳에서도 복합레진 수복물의 마모가 교합면에서처럼 광범위하게 나타난다고 하였다. 이는 마모과정에 수복물의 표면하 분해가 관련된 것으로 보인다¹⁰⁾. 화학적 분해를 통해 수복물의 최외층이 연화되고 이 표면은 교합하는 동안 마모에 대한 저항력이 떨어지는데 수복물이 수분을 흡수함에 따라 실리케이트 결합이 파괴되고 silane coupling agent가 가수분해되어, silicate network가 파괴되어 충전제 입자가 서서히 분해되기 때문이다¹²⁾. 물의 흡수는 레진 기질과 충전제 계면이나 기포 그리고 다른 결합부위를 통해 일어나며 충전제 분자들은 서서히 용해되고 마모저항능력은 감소한다^{12,13)}. Söderholm^{14,15)}은 복합레진을 물에 보관했을 때 충전제와 기질 사이가 분리되어 충전제로부터 Si, Ba, Sr 등이 용출됨을 확인하였다.

In vivo에서 분해과정을 관찰하는 실험은 많은 시간이 소모

* 본 연구는 2001년도 전남대학교 학술연구비 지원에 의해 이루어진 것임

된다. 가수분해는 구강내에서 오랜 시간에 걸쳐 일어난다^{8,12)}. 충전제가 물이나 인공타액에서 용해되는 것이 매우 느리고 복합레진의 구강 환경 내에서 분해는 OH 때문이므로 본 연구에서 사용된 0.1N NaOH 용액은 물이나 인공타액보다 10⁶배의 수산화 이온이 많아 좀더 강한 매체를 제공해 줄 수 있다¹⁶⁾.

또한 분해층 깊이와 분해표면 관찰을 위해 주사전자현미경과 공초점 레이저 주사현미경을 이용하는데 주사전자현미경을 이용한 관찰은 부식과정을 거친 시편을 사용하는데 유리하다. 90년대 들어와서 형광 염료로 염색한 시편을 관찰하는 공초점 레이저 주사현미경이 치의학에 도입되어 유용하게 이용되고 있다. 공초점 레이저 주사현미경은 관찰 가능한 길이가 시편 표면 하 100 μ m정도까지이므로 시편제작 과정에서 구조가 변형될 가능성이 적다는 것이다¹⁷⁾.

본 연구의 목적은 복합레진의 마모에 미치는 환경적 분해의 효과를 알기 위해서 다양한 복합레진의 표면하 분해의 깊이를 측정하고 무게변화, Si 이온의 농도, SEM과 Energy Dispersive X-ray Analysis 및 confocal laser scanning microscopy (CLSM) 등의 관찰을 통해 재료의 특성을 비교분석하여 복합레진 선택에 하나의 지표가 되고자 하였다.

II. 연구 재료 및 방법

본 연구에서는 최근 치과 임상에서 많이 사용되는 shade A2의 구치부용 복합레진인 Palpique Estelite, Filtek P 60, Spectrum, Charisma 등 4종을 대상으로 하였다(Table 1).

1. 시편제작

레진 시편은 내경이 10mm이고 두께가 3mm인 원판상의 테프론 몰드(teflon mold)를 이용하여 각 제품마다 5개씩 제작하였다. 복합레진을 테프론 몰드에 약간 넘치도록 주입하고 기포발생을 줄이기 위해 레진 기구로 응축시킨 후 2장의 Mylar sheet와 유리판으로 압착하여 편평한 표면을 만들었다. 가시광선중합기(Coltolux, Coltene, USA)로 한 면당 20초씩 광조사한 다음 유리판과 Mylar sheet를 제거한 후 각 면에 20초씩 추가 조사하였다. 중합이 완료된 시편은 600, 1000, 1200 및 1500 grit의 emery paper와 polishing cloths을 이용하여 젖은 상태에서 순차적으로 양면을 연마하였다. 연마 후 증류수 내에서 초음파세척기를 이용하여 3분간 세척하여 시편의 이물질을 제거하였다. 각 시편을 60 $^{\circ}$ C 오븐에서 2시간 동안 건조시켰다.

Table 1. Materials used in this study

Material	Code	Manufacturer
Palpique Estelite	PE	Tokuyama Dental Corp., Japan
Filtek P 60	P60	3M, USA
Spectrum	ST	Densply, Germany
Charisma	CH	Keraeus Kulzer, Germany

2. 무게측정

건조 후 초기 시편 무게를 측정하였다. 각 시편을 3ml의 0.1N NaOH 용액이 담긴 폴리에틸렌용기에 담고, 시편의 모든 부분이 용액과 접촉하도록 하는 한편 공기와의 접촉을 차단하기 위해 용기의 뚜껑 부분을 얇은 필름(PARAFILM®, American National Can, USA)으로 완전한 봉쇄를 한 다음 용기를 60 $^{\circ}$ C에서 2주간 보관하였다. 2주 후 시편을 1.23 % HCl 용액으로 2시간 동안 중화시킨 후 흐르는 물에 세척하여 건조하고 무게를 측정하였다. 초기의 무게와 용액에 저장한 후 무게차이를 계산하여 무게손실비(%)를 측정하였다.

3. 충전제 함량 측정

초기 시편의 무게를 측정한 후 600 $^{\circ}$ C의 furnace에서 2시간 동안 보관하여 복합레진 기질을 연소시킨 다음 남아있는 충전제의 무게를 측정하여 복합레진 내 충전제의 함량을 무게비로 나타내었다.

4. 충전제 성분 분석

시편을 이용해 충전제의 성분을 분석하였다. 분석은 EDS (Energy Dispersive Spectrometer, Hitachi, Japan)를 갖춘 주사전자현미경을 사용하였다. 스펙트럼은 양적인 분석을 위한 컴퓨터 프로그램을 사용하여 시편내의 Si, Ba, Al 등을 분석하였다.

5. 용출된 Si, Ba, Al 농도 측정

저장용액 내로 용출된 Si, Ba, Al 농도를 측정하기 위하여 background의 영향이 적고, 재현성이 뛰어나며 미량원소의 검출에 적합한 유도결합플라즈마 원자방출 분광기(Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy, 이하 ICP-AE, Leeman 010-2106, Leeman Lab, USA)를 이용하여 정량분석하였다.

6. 주사전자현미경적 관찰

0.1N NaOH 용액에 60 $^{\circ}$ C에서 2주간 저장한 후의 시편을 에폭시 레진(Epofix Resin, Struers, Denmark)에 매몰하여 600, 1000, 1200 및 1500 grit의 사포로 표면을 연마하고, 3 μ m과 1 μ m Al₂O₃(Logitech Ltd, UK)와 polishing cloths(OP-Nap, Struers, Denmark)로 마무리하였다. 초음파 세척을 시행한 후 시편을 각각 백금으로 표면 처리하여 주사전자현미경(S-4700, Hitachi, Japan)으로 용액에 저장하기 전과 후의 시편 표면을 관찰하고, 시편의 대조도의 차이로 표면하 분해층을 구분하여 그 두께를 측정하였으며 두께는 각 시편

당 8지점을 임의로 지정하여 계측하였다.

7. 공초점 레이저 주사현미경적 관찰

노출된 시편을 마이크로톰(Isomet, Buehler, USA)을 이용하여 500 μ m로 절단하고 슬라이드 유리에 wax를 이용하여 부착하였다. PBS buffer에 5분 정도 담근 후 Propidium Iodide(PI) 용액에 10분 동안 보관한 다음, 다시 PBS로 세척하였다. CLSM(Olympus fluoview 300, Olympus, Japan)에서 He-Ne 레이저원(488nm)을 이용하여 분해층 깊이를 관찰하였다.

8. 통계학적 분석방법

무게손실, 분해층 깊이 및 Si, Al, Ba 농도에 대한 제품간 차이를 검정하기 위해 일원 분산 분석(ANOVA test)을 시행하였고, 사후검정을 위해 Tukey's multiple comparison test를 시행하였으며, 무게손실, 분해층 깊이 및 용출된 Si 농도간의 상관관계를 보고자 Pearson correlation을 산출하였다.

Table 2. Chemical composition in the filler particles

Material	element (Wt %) of the filler				weight % of filler
	Si	O	Al	Ba	
Charisma	42.07	33.35	8.81	15.77	73.44
Filtek P 60	40.19	27.91	8.84	23.06	77.58
Palpique Estelite	65.55	30.38	1.67	2.40	67.34
Spectrum	68.96	27.63	2.10	1.31	74.90

Table 3. Weight percent of elements of fillers in composite resin specimen

Material	Si	O	Al	Ba
Charisma	30.90	24.49	6.47	11.58
Filtek P 60	31.18	21.65	6.86	17.89
Palpique Estelite	44.14	20.46	1.12	1.62
Spectrum	51.65	20.69	1.57	0.98

Table 5. Degradation layer depth(μ m) of 4 composite resins exposed to NaOH solution

Material	Degradation layer depth (μ m)	F	P	Tukey's grouping
Charisma	11.270 \pm 4.373			A
Filtek P 60	7.872 \pm 3.735	31.656	0.000	A
Palpique Estelite	77.514 \pm 25.068			B
Spectrum	47.870 \pm 5.154			B

III. 연구성적

1. 충전제 성분 분석

EDS에 의한 충전제의 화학적 성분과 복합레진내 충전제 함량 분석 결과는 Table 2와 같다. Table 3은 전체 시편에서 충전제의 구성성분이 차지하고 있는 함량을 무게비로 나타낸 것이다. 각 제품내의 충전제 구성과 함량은 모두 다르나, Si이 각 제품의 전체 충전제 중 40%이상을 구성하고 있으며 그 다음으로 O, Ba, Al을 함유하고 있었다. 제품별로 비교시 ST가 Si를 68.96%로 가장 많이 함유하고 있었으며 PE, CH, P60순이었다.

2. 무게 손실, 분해층 깊이 및 충전제의 용출농도

무게손실은 Palpique Estelite가 가장 많았고, Filtek P 60, Charisma, Spectrum 순이었으며, Palpique Estelite와 Filtek P-60, Charisma와 Spectrum 사이에는 유의한 차이가 없었으나 전후 제품군 간에는 차이를 보였다(Table 4). 분해층 깊이는 Filtek P 60이 가장 깊었고, Charisma, Palpique Estelite, Spectrum 순이었으며 Spectrum과 Palpique Estelite, Charisma와 Filtek P 60 사이에는 유의한 차이가 없으나 전후 제품군 간에는 차이를 보였다(Table 5). Si 용출량은 Charisma가 가장 많았고, Spectrum, Palpique Estelite, Filtek P 60 순이었으며 Charisma와 Spectrum, Palpique Estelite와 Filtek P 60 사이에는 유의한 차이가 없으나 전후 제품군 간에는 차이를 보였다(Table 6).

Table 4. Mass-loss(%) of 4 composite resins exposed to NaOH solution

Material	Mass loss(%)	F	P	Tukey's grouping
Charisma	0.34 \pm 0.261	9.268	0.001	A
Filtek P 60	0.92 \pm 0.228			B
Palpique Estelite	1.60 \pm 0.903			B
Spectrum	0.10 \pm 0.173			A

Table 6. Si loss(ppm) of 4 composite resins exposed to NaOH solution

Material	Si loss(ppm)	eluted Si % from Si in filler	F	P	Tukey's grouping
Charisma	1594.0 \pm 72.32	22.66	452.93	0.000	A
Filtek P 60	142.96 \pm 108.07	2.08			B
Palpique Estelite	266.20 \pm 56.60	2.75			B
Spectrum	1494.0 \pm 80.50	12.21			A

3. 무게손실, 분해층 깊이, Si 용출량간의 상관관계

각 제품은 무게손실과 분해층 깊이($r=0.704, p<0.05$), 무게손실과 Si 용출량($r=0.723, p<0.05$), 분해층 깊이와 Si 용출량($r=0.890, p<0.05$)에서 모두 유의한 상관관계가 나타났다.

4. 주사 전자 현미경적 소견

0.1N NaOH 용액 저장 전, 후의 표면을 관찰한 결과 Charisma는 10 μ m 정도의 균일한 크기의 충전제로 구성되어 있었으며, 분해된 층에서는 기질이 소실되어 충전제가 두드러진 양상을 볼 수 있었다. Filtek P 60은 10 μ m 이상의 Charisma의 충전제에 비해 더 작고 불규칙한 충전제들이 보였다. Palpique Estelite는 10~40 μ m 정도로 불규칙한 충전제로, Spectrum은 10~20 μ m 정도의 균일하고 둥근 충전제로 구성되어 있었다. NaOH 용액에 보관한 후 기질의 소실과 함께 충전제 입자의 표면은 분해에 의해 white line으로 탈회된 모습을 보였다. 분해층 깊이 관찰시 Filtek P 60이 77.51 \pm 25.07로 가장 깊은 층을 형성하였고 Charisma, Palpique Estelite, Spectrum 순이었다.

5. 공초점 레이저 주사현미경적 관찰

Propidium Iodide에 의해 형광 염색된 시편을 관찰한 결과 Spectrum이 가장 얇은 분해층 깊이를 보여주었으며, 이어서 Palpique Estelite가 다른 두 제품과 비교해서 분해층 깊이가 얇음을 알 수 있었다.

IV. 총괄 및 고찰

복합레진은 환자의 심미적 요구의 증대와 부합하여 기계적 성질의 진보로 인해 그 사용이 점차 증가되고 있으며, 자연치와의 뛰어난 색조 재현성, 수운을 방출하지 않고 치질과 직접 결합하는 장점을 지니지만¹⁸ 충분한 마모 저항을 지니지 못한다는 문제가 있다⁹. Wu와 Cobb¹¹, O'Brien과 Yee¹⁹는 임상에서 복합레진의 마모가 교합하는 부분뿐만 아니라 대합치와 교합되지 않는 부위에서도 발견됨을 보고하였고 또한 in vivo에서 복합레진의 마모가 화학적 환경의 영향에 의한 분해과정을 포함한다고 하였다.

복합레진이 수분을 흡수하게 되면 silicate bond를 파괴시키고 silane coupling agent를 가수분해한다. Silicate network의 파괴는 충전제들을 천천히 녹여내게 되며 시간이 지남에 따라 물은 다수의 통로 즉 레진기질, 기질과 충전제의 계면, 기포나 다른 결합부위 등을 통해 내부로 확산된다^{12,13}.

Sarkar¹²는 2주간 alkaline 처리한 레진 시편에서 in vivo 수복물에 나타나는 표면 분해와 유사한 분해 정도를 관찰할 수 있다고 하였다. 또한 이러한 분해는 인접면 결합 파괴, 충전제

의 용출, 기질간의 틈새 형성, 중합되기 전 단계인 레진 블록의 파괴, 레진의 표면 파괴 등을 포함한다. Söderholm등^{4,14,15}은 복합레진을 물에 보관했을 때 충전제와 기질 사이가 분리되어 충전제로부터 Si, Ba, Sr 등이 용출됨을 확인하였다. 용출과 관련된 연구에 사용되는 용매에 따라 복합레진으로부터 용출되는 성분의 종류와 양이 영향을 받는 것으로 보고되었다²⁰. Söderholm등¹⁵은 증류수와 인공타액에서의 충전제의 용출 정도를 비교하였고, 인공타액에서 더 많은 충전제가 용출된다고 하였다. Wu와 McKinney³는 75% 에탄올 수용액이 복합레진의 가장 좋은 용매라고 하였다. 이전 연구¹⁶에서 NaOH는 다량제 기질에 영향을 주지 않고 충전제 입자를 분해하며, in vivo에서 보여지는 것과 유사한 표면분해를 형성한다고 하였다.

본 연구에서는 0.1N NaOH 용액에 저장하였으며, 이는 물과 인공타액에 존재하는 수산기보다 10⁶배 더 많고 따라서 더욱 침투적인 매체가 될 수 있다²². 실험실 평가에서 적절한 시간 내에 분해과정을 촉진시킬 수 있는 적절한 매체의 선택은 필수적이라 하겠다.

EDS를 통해 시편내 필러의 성분함량을 분석하였고, NaOH 용액내로 유출된 충전제의 성분은 유도결합플라즈마 원자방출 분광기를 이용하였다. 유도결합플라즈마 광원으로 얻을 수 있는 스펙트럼은 background가 낮고 재현성이 좋기 때문에 동위원소의 분석, 미량 원소의 검출 등에 이용할 수 있고, 또한 시료 용액을 일정한 속도로 분무시켜서 안정한 불꽃을 얻을 수 있으므로 재현성이 뛰어난 정량 분석이 가능하다.

복합레진의 분해층 표면과 분해깊이 측정을 위하여 SEM과 Energy Dispersive X-ray analysis 및 CLSM 등이 이용되었다.

노출된 시편의 표면하층을 SEM으로 관찰하여 충전제 입자의 용해, 충전제와 기질 계면 분리, cracking 등의 효과를 관찰하고 파괴된 층의 Energy Dispersive X-ray 분석을 시행하여 NaOH 처치 후 야기된 조성의 변화를 알 수 있다.

SEM은 전자빔을 이용하여 광학현미경에 의해 볼 수 있는 이미지에 비해 훨씬 높은 해상도로 표본의 미세 구조를 형상화한다. 자기 렌즈에 의해 초점이 맞추어진 전자빔을 통해 가시광선의 파장보다 작은 크기를 갖는 미세한 영역을 보는 것이 가능하다. EDS는 X-ray data를 통하여 표본의 질적·양적인 정보를 제공한다.

공초점현미경은 optical axis에 pinhole을 설치하여 초점이 정확하게 맞는 광선만을 선택할 수 있도록 개선함으로써 해상력을 극대화시켰고²³, 관찰 가능한 깊이가 시편 표면하 100 μ m 정도까지이므로 시편 제작과정에서 구조가 변형될 가능성이 적다²⁴. 공초점현미경은 초점심도가 0.5-1.5 μ m로 기존의 광학현미경에 비해 낮기 때문에 초점을 벗어난 영상을 제거할 수 있고 더 선명하고 감도 높은 영상을 얻을 수 있고 조직에 대한 침해 없이 광학적인 절편영상을 만들기 때문에 기존의 광학현미경과 전자현미경 기법에서 문제가 되고 있는 물리적인 절편제작과정에서 발생하는 artifact를 없앨 수 있다.²⁴ 또한 광학적인 절편

영상을 만들 때 수평면뿐 아니라 수직면으로도 단면의 영상을 얻을 수 있기 때문에 현미경의 광축에 평행한 영상을 얻을 수 있다.²³⁾ 이러한 기술은 시편을 옆에서 보는 효과를 주기 때문에 시편의 높이 변화를 관찰할 수 있을 것이다. 또한 광학적인 절편영상을 얻기 때문에 이론적으로 얼마든지 조밀하게 연속적인 초점면을 형성할 수 있고 이렇게 얻어진 영상을 컴퓨터에서 재구성함으로써 실제적인 삼차원 영상을 만들 수 있게 되므로 현미경으로는 한 방향의 영상만을 관찰할 수 있는데 비해 입체구조의 모든 방향의 영상을 모두 관찰할 수 있다.

NaOH 용액에 노출시킨 후 무게손실량은 Palpique Estelite가 가장 많았고, Filtek P 60, Charisma, Spectrum 순이었으며, Palpique Estelite와 Filtek P-60, Charisma와 Spectrum 사이에는 유의한 차이가 없으나 전후 제품군 간에는 차이를 보였다(Table 4). 분해층 깊이는 7.87~77.51 μ m의 범위였고(Table 4), Si 용출량은 142.96~1594ppm으로 나타났다(Table 5). 각 제품의 무게손실과 분해층 깊이, 무게손실과 Si 용출량, 분해층 깊이와 Si 용출량 사이에는 비교적 높은 상관관계가 나타났다. SEM 관찰시 NaOH 용액에 보관한 후 레진 기질이 소실되어 충전제 입자가 두드러진 양상을 관찰할 수 있었으며 레진의 분해층 깊이는 SEM과 CLSM로 관찰할 수 있었다.

수복용 복합레진의 사용이 치과 임상에서 꾸준히 증가되고 있지만 여전히 복합레진의 최대 단점은 약한 마모저항성이다. 이 연구는 가수분해에 대한 레진의 저항성을 결정하는 요소의 이해를 제공한다. 각기 다른 회사 복합레진의 NaOH 처치 후 다양한 요소의 변화와 관련된 양적인 정보를 제공한다. 다양한 복합레진의 표면하 분해의 깊이를 측정하고 SEM과 EDS 및 CLSM을 통해 각 재부와 표면하 특징을 비교분석하고 표면분해의 깊이, 각 충전제 성분의 농도, 무게변화 등을 기록한다. 본 연구는 다양한 레진들이 시판되고 있고 그 장점만을 광고하는 현실에 치과외과사가 수복을 위한 광중합형 복합레진을 선택하는데 평가기준을 제시하여 우수제품을 선택함으로써 양질의 진료를 행할 수 있도록 하는데 궁극적인 목적이 있다. 차후 복합레진의 마모와 병행하여 계속적인 연구가 진행되어야 하리라 사료된다.

V. 결 론

본 연구는 복합레진의 마모에 미치는 환경적 분해의 효과를 알기 위해 현재 임상에서 흔히 사용되는 구치부 레진 Charisma, Filtek P 60, Palpique Estelite, Spectrum 4종을 사용하여 알카리성 용액(0.1N NaOH)에 보관 후 각 제품의 분해층 깊이(μ m), 무게손실, 충전제 성분 중 Si 이온 농도(ppm)를 측정하고, SEM과 CLSM을 이용하여 표면을 관찰한 결과 다음과 같은 결론을 내렸다.

1. 무게손실량은 Palpique Estelite가 가장 많았고, Filtek P 60, Charisma, Spectrum 순이었으며, Palpique Estelite

와 Filtek P-60, Charisma와 Spectrum 사이에는 유의한 차이가 없으나 전후 제품군 간에는 차이를 보였다(p<0.05).

2. 분해층 깊이는 Filtek P 60이 가장 깊었고, Charisma, Palpique Estelite, Spectrum 순이었으며 Spectrum과 Palpique Estelite, Charisma와 Filtek P 60 사이에는 유의한 차이가 없으나 전후 제품군 간에는 차이를 보였다(p<0.05).
 3. Si 용출량은 Charisma가 가장 많았고, Spectrum, Palpique Estelite, Filtek P 60 순이었으며 Charisma와 Spectrum, Palpique Estelite와 Filtek P 60 사이에는 유의한 차이가 없으나 전후 제품군 간에는 차이를 보였다(p<0.05).
 4. 무게손실과 분해층 깊이 사이에는 높은 상관관계를 보였다(r=0.704, p<0.05).
 5. 각 제품의 무게손실과 Si 용출량 사이에는 높은 상관관계를 보였다(r=0.723, p<0.05).
 6. 각 제품의 분해층 깊이와 Si 용출량 사이에는 높은 상관관계를 보였다(r=0.890, p<0.05).
 7. 주사전자현미경 관찰시 NaOH 용액에 보관한 후 레진 기질과 충전제 사이의 결합의 파괴 양상인 분해층 표면을 관찰할 수 있었다.
 8. 공초점 레이저 현미경 관찰시 NaOH 용액에 보관한 후 레진의 분해층 깊이를 관찰할 수 있었다.
- 이상의 결과 복합레진의 평가 요소로서 복합레진의 가수분해가 고려되어야 할 것으로 사료된다.

참고문헌

1. Leinfelder KF, Sluder TB, Sockwell R : Clinical evaluation of composite resins as anterior and posterior restorative materials. J Prosthet Dent, 33:407-416, 1975.
2. Philips RW, Avery DR, Mehra R : Observation on a composite resin for Class II restoration : Three-year report. J Prosthet Dent, 30:891, 1973.
3. Wu W, McKinney JE : Influence of chemical on wear of dental composites. J Dent Res, 61:1180-1183, 1982.
4. Söderholm KJ, Zigan M, Ragan M, et al. : Hydrolytic degradation of dental composites. J Dent Res, 63:1248-1254, 1984.
5. Brik Larsen I, Munksgaard EC : Effect of human saliva on surface degradation of composite resins. Scand J Dent Res, 99:254-261, 1991.
6. Van Groeningen G, Jongbloed W, Arendo J : Composite resins after 1 years of in vivo abrasion. Quintessens, 4:253-260, 1985.

7. Kusy RP, Leinfelder KF : Pattern of wear in posterior composite restorations. *J Dent Res*, 56:544, 1977.
8. Roulet JF : Degradation of dental polymer. Karger, New York, 60-160, 1987.
9. McKinney JE, Wu W : Chemical softening and wear of dental composites. *J Dent Res*, 64:1326-1331, 1985.
10. Wu W, Toth EE, Moffa JF, et al. : Subsurface damage layer of in vivo worn dental composite restorations. *J Dent Res*, 65:675-680, 1984.
11. Wu W, Cobb E : A Silver staining technique for investigating wear of restorative dental composites. *J Biomed Mater Res*, 15:343-348, 1981.
12. Sarkar NK : Internal corrosion in dental composite wear. *J Biomed Mater Res*, 53:371-380, 2000.
13. Kalachandra S, Wilson TW : Water sorption and mechanical properties of light-cured proprietary composite tooth restorative materials. *Biomater*, 13:105-109, 1992.
14. Söderholm KJ : Filler leachability during water storage of six composite materials. *Scand J Dent Rest*, 98:82-88, 1990.
15. Söderholm KJ, Mark C.K, Yang : Filler particle leachability of experimental dental composites. *Eur J Oral Sci*, 108:555-560, 2000.
16. Sarkar NK, Xu X, Li L, et al. : Hydrolytic degradation of dental composites. *J Dent Res spec*, #855, 1996.
17. Pioch T, Stotz S, Staehle HJ, et al. : Applications of confocal laser scanning microscopy to dental bonding. *Adv Dent Res*, 11:453-461, 1997.
18. Jordan RE, Suzuki M. : Posterior composite restorations : where and how they work best. *J Am Dent Assoc*, 122:31-37, 1991.
19. O'Brien WJ, Yee J : Microstructure of posterior restorations of composite resin after clinical wear. *Oper Dent*, 5:90-94, 1980.
20. Rathburn MA, Craig RG, Hanks CT, et al. : Cytotoxicity of a Bis-GMA dental composite before and after leaching in organic solvents. *J Biochem Mat Res*, 25:443-452, 1991.
21. Söderholm KJ : Degradation of glass filler in experimental composites. *J Dent Res*, 60:1867-1875, 1981.
22. Sarkar NK, Karmaker A, Prasad A, et al. : Simulation of in vivo degradation of dental composites. *J Mat Sc Lett*, 18:1749-1752, 1999.
23. Shotton DM : Confocal scanning optical microscopy and its applications for biological specimens. *J Cell Sci*, 94:175-206, 1989.
24. Schupbach P, Krejci I, Felix L : Dentin bonding : effect of tubule orientation on hybrid-layer formation. *Eur J Oral Sci*, 105:344-352, 1997.

Reprint requests to:

Kyu-Ho Yang, D.D.S., M.S.D., Ph. D.
 Department of Pediatric Dentistry, College of Dentistry, Chonnam National University, 8, Hak-Dong,
 Dong-Gu, Gwangju, 501-757, Korea
 E-mail : khyang@jnu.ac.kr

Explanation of figures

(Fig. 1. - Fig. 3. Scanning electron micrographs of Charisma)

Fig. 1. SEM of Charisma before soaking in 0.1N NaOH solution($\times 5000$).

Fig. 2. SEM of Charisma after soaking in 0.1N NaOH at 60°C for 2weeks($\times 5000$).

Fig. 3. SEM of degradation layer depth Charisma($\times 100$).

(Fig. 4. - Fig. 6. Scanning electron micrographs of Filtek P 60)

Fig. 4. SEM of Filtek P 60 before soaking in 0.1N NaOH solution($\times 5000$).

Fig. 5. SEM of Filtek P 60 after soaking in 0.1N NaOH at 60°C for 2weeks($\times 5000$).

Fig. 6. SEM of degradation layer depth Filtek P 60($\times 100$).

(Fig. 7. - Fig. 9. Scanning electron micrographs of Palpique Estelite)

Fig. 7. SEM of Palpique Estelite before soaking in 0.1N NaOH solution($\times 5000$).

Fig. 8. SEM of Palpique Estelite after soaking in 0.1N NaOH at 60°C for 2weeks($\times 5000$).

Fig. 9. SEM of degradation layer depth Palpique Estelite($\times 100$).

(Fig. 10. - Fig. 12. Scanning electron micrographs of Spectrum)

Fig. 10. SEM of Spectrum before soaking in 0.1N NaOH solution($\times 5000$).

Fig. 11. SEM of Spectrum after soaking in 0.1N NaOH at 60°C for 2weeks($\times 5000$).

Fig. 12. SEM of degradation layer depth Spectrum($\times 100$).

Fig. 13. CLSM image of Charisma.

Fig. 14. CLSM image of Filtek P 60.

Fig. 15. CLSM image of Palpique Estelite.

Fig. 16. CLSM image of Spectrum.

사진부도 ①

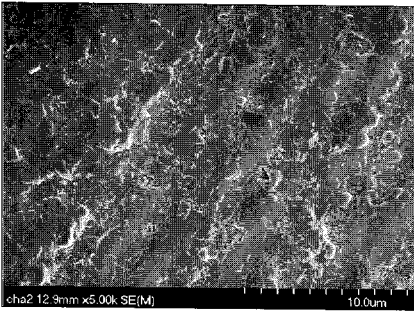


Fig. 1

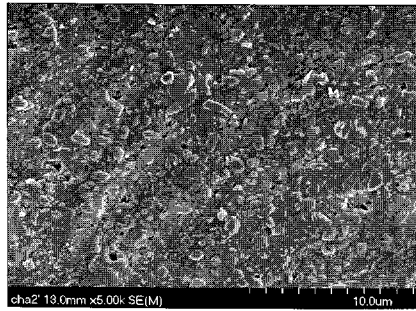


Fig. 2

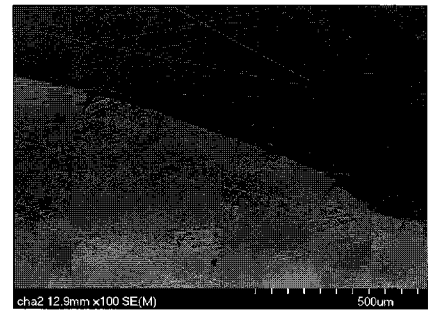


Fig. 3

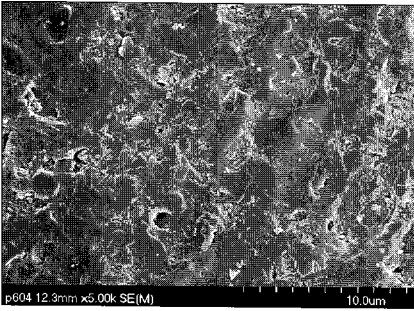


Fig. 4

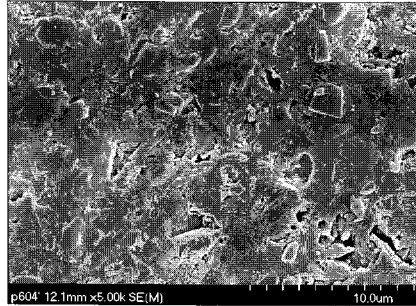


Fig. 5

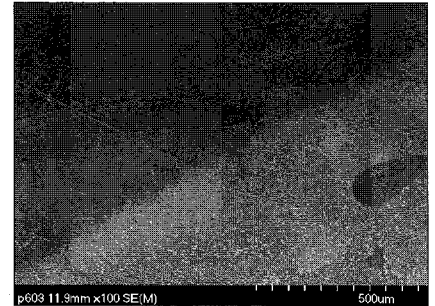


Fig. 6

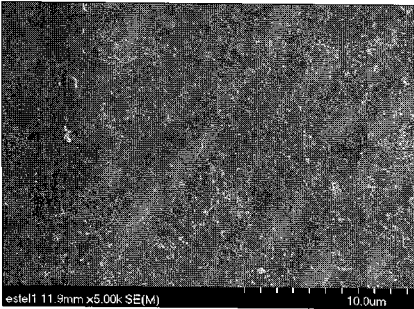


Fig. 7

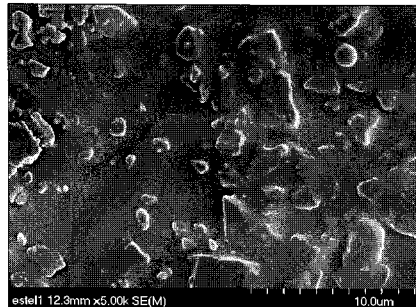


Fig. 8

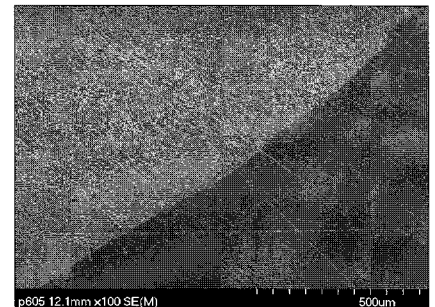


Fig. 9

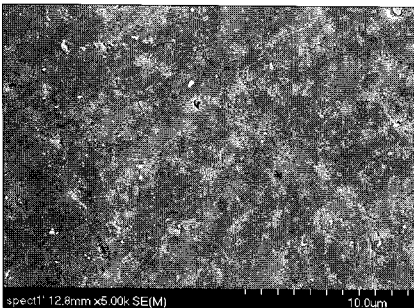


Fig. 10

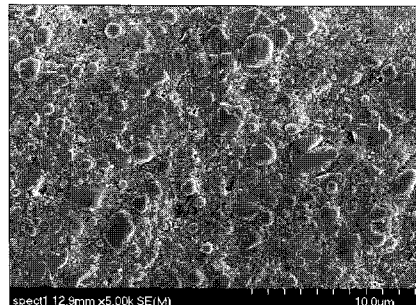


Fig. 11

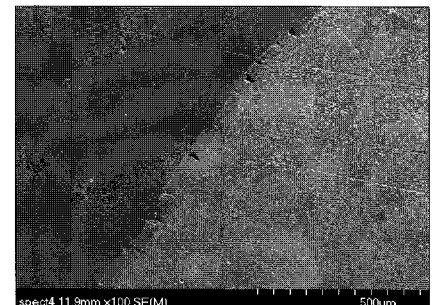


Fig. 12

사진부도 ②

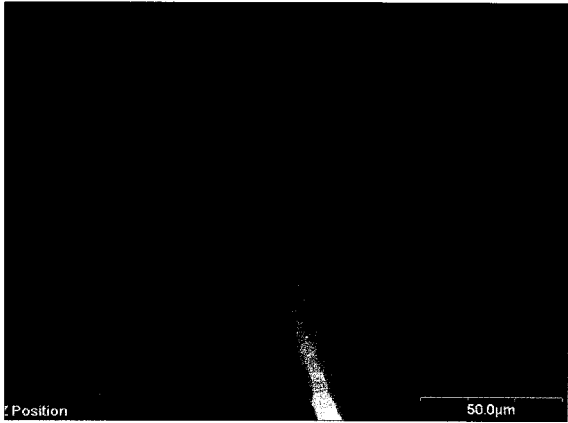


Fig. 13



Fig. 14

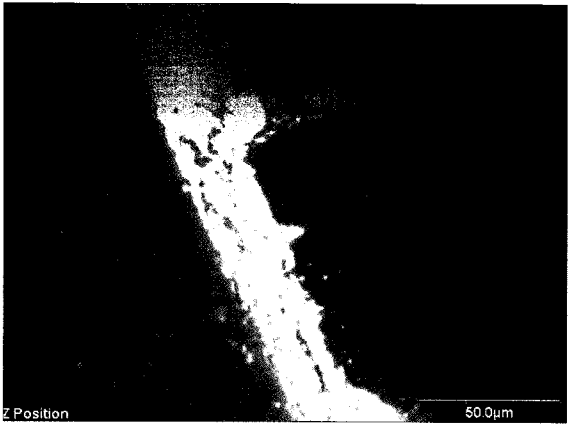


Fig. 15

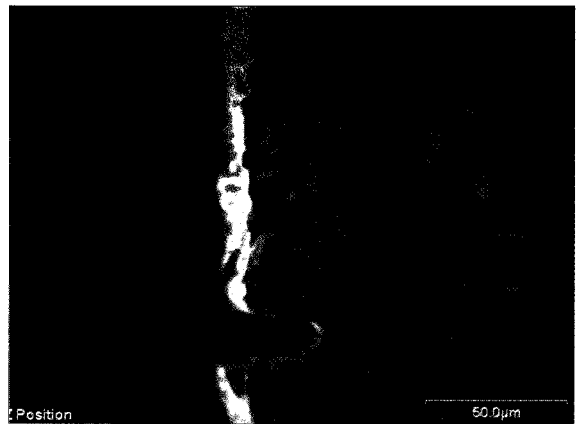


Fig. 16

Abstract

AN EVALUATION OF CHEMICAL DEGRADATION OF LIGHT-CURED
RESTORATIVE COMPOSITES

Kuy-Ho Yang, Hun-Ju Kim, Nam-Ki Choi

*Department of Pediatric Dentistry, Dental Science Research Institute
College of Dentistry, Chonnam National University*

The aim of this study was to evaluate the resistance to degradation of four commercial composite resins in an alkaline solution.

The brands studied were Charisma, Filtek P 60, Palpique Estelite, and Spectrum. Preweighed discs of each brand were exposed to 0.1N NaOH solution at 60°C. After 2 weeks they were removed, neutralized with HCl, washed with water and dried. Resistance to degradation was evaluated on the basis of following parameters: (a) mass loss(%) - determined from pre-and post-exposed specimen weights; (b) Si loss(ppm) - obtained from ICP-AE analysis of solution exposed to specimens; and (c) degradation depth(μm) - measured SEM and CLSM from polished circular sections of exposed specimens.

The results were as follows:

1. The sequence of mass loss was in descending order by Palpique Estelite, Filtek P 60, Charisma, and Spectrum.
2. The sequence of the degree of degradation layer depth was in descending order by Filtek P 60, Charisma, Palpique Estelite, and Spectrum.
3. The sequence of the Si loss was in descending order by Charisma, Spectrum, Palpique Estelite, and Filtek P 60.
4. The correlation coefficient between mass loss and degradation layer depth was relatively high($r=0.704$, $p<0.05$).
5. When observed with SEM, destruction of bonding was observed between resin matrix and filler.
6. When observed with CLSM, degradation layer depth of composite resin surface was observed.

Key words : Composite resins, Subsurface degradation, Resistance to degradation.