

## FTIR을 이용한 복합레진의 중합도 비교

이주현 · 박호원

강릉대학교 치과대학 소아치과학교실

### 국문초록

치과용 복합레진의 중합률은 레진 기질내의 이중결합의 전환도를 나타내는 것으로 이는 재료의 물리적 성질과 기계적 성질 및 생체 친화성에 영향을 미친다. 레진의 중합도가 증가하면 취성과 수축이 증가하고 중합도가 낮으면 기계적 물리적 성질이 감소한다. 따라서 본 연구에서는 광중합형 복합레진을 사용하여 플라즈마 아크 중합기 2종, 할로젠 중합기 2종, LED 중합기 2종, pulse-delay curing 의 서로 다른 중합방법의 경우를 FTIR 분석법으로 복합레진의 물리적 기계적 성질 및 생체친화성에 영향을 미치는 중합률을 분석하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 광중합 복합레진의 중합률은 FTIR로 측정하였을 때 34.52-49.31%사이로 나타났으며 플라즈마 아크 중합의 경우 Flipo는  $39.96 \pm 1.22\%$ , Credii는  $45.64 \pm 1.34\%$ 로, 할로젠 중합시 XL3000은  $43.48 \pm 1.34\%$ , VIP의 mode 4 사용시는  $44.31 \pm 0.72\%$ , LED의 LUXOMAX는  $49.31 \pm 2.37\%$ , Elipar Freelight는  $44.51 \pm 0.62\%$ , pulse-delay curing시에는  $34.52 \pm 0.85\%$ 로 나타났다.
2. 각 중합 방법별로 중합률은 LED 중합 방법을 이용한 LUXOMAX가 다른 실험군에 비하여 가장 높은 중합률을 나타냈으며 pulse-delay curing 방법이 가장 낮은 중합률을 보였다.
3. Flipo 중합기, LUXOMAX 중합기, pulse-delay curing 방법이 다른 중합기와 비교하여 통계적으로 유의한 차이를 보였다( $p < 0.05$ ).
4. 각 중합방법이 동일한 군 내의 중합기기별 차이에서는 할로젠에서는 광중합기 사이에 중합률의 차이를 보이지 않았으나 플라즈마 아크에서는 Credii가, LED에서는 LUXOMAX가 중합률이 높았다( $p < 0.05$ ).

**주요어 :** 중합률, 플라즈마 아크, LED, Pulse-delay curing, FTIR

### I. 서 론

이상적인 치과용 수복 재료는 적절한 물리적, 기계적 성질과 함께 우수한 심미성의 요건을 갖춰야 하며, 이런 요구로 광중합형 복합레진이 소개되었다. 치과용 복합레진은 레진기질과 무기질 충전제로 이루어진 재료로 우수한 심미성과 최근의 기계적 성질 및 물성 개선에 따라 전치부 및 구치부 수복에 널리 사용되고 있다. 그러나 치과용 복합레진의 기계적 성질과 물성이 개선되었음에도 중합도와 변연 적합성은 여전히 해결해야 할 과제이다.

복합레진의 유기 단량체는 주로 다이메타크릴레이트(dimethacrylate) 화합물이며, 광중합 개시제는 가시광선과 반응하는 캄포로퀴논(camphoroquinone)과 라디칼 중합을 개시하는 3차-아민(tertiary-amine) 화합물이다. 광중합형 복합레진의 중

합은 캄포로퀴논과 광선이 반응하여 3차-아민 화합물에서 수소 원자를 얻어 라디칼을 생성하고 이 3차-아민 라디칼이 다이메타크릴레이트의 중합을 개시하여 가교화된 구조를 형성하는 과정이다<sup>1)</sup>.

중합도란 레진기질 안의 메타크릴레이트족의 이중결합이 반응한 정도를 의미하며 물성과 기계적 성질 및 생체친화성에 영향을 미친다<sup>2)</sup>. 복합레진의 중합도가 증가하면 취성과 수축이 증가하고, 중합도가 낮으면 화학적 파괴가 증가하여 기계적 성질은 낮아진다<sup>3)</sup>. 즉 잔존 이중결합의 양이 많을수록 중합정도가 낮으며 경도와 기계적 강도가 낮아지고, 중합하지 않은 미반응 단량체가 잔류하면 치수에 자극을 줄 수 있으며, 변색 등 물성의 변화를 초래할 수 있다<sup>4)</sup>. 불충분한 중합은 색소흡착을 쉽게 하고, 산소에 의하여 수복물 표면과 주변 기공부위에 형성된 중합 억제층은 복합레진의 변색을 유발한다<sup>5,6)</sup>.

광중합형 복합레진의 중합률은 레진기질과 충전제의 형태와 특성, 광조사 시간, 레진 기질에 포함된 광개시제의 형태, 농도 및 광개시제가 활성화되는 파장범위에서의 광중합기의 출력과 에너지 분포에 크게 의존한다<sup>7)</sup>. 광중합에 의한 중합체에서 적절한 중합도를 얻기 위해서는 적절한 시간동안 적절한 파장에서 출력광도를 발생하여야 한다<sup>8)</sup>. 단량체가 중합체로 전환된 정도에 따라 동일한 복합레진에서도 물성은 큰 차이가 있어 가능한 높은 중합도를 얻으려고 한다. Harris 등<sup>9)</sup>은 광중합 광도가 복합레진의 중합에 주는 영향에 관하여, Nomoto<sup>10)</sup>는 광중합 광선의 파장이 복합레진의 중합에 주는 영향에 관하여 연구하였다. Suh 등<sup>11)</sup>은 광에너지 총량이 복합레진의 물성에 주는 영향에 관하여, Miyazaki 등<sup>12)</sup>은 광조사 시간과 중합깊이의 상관관계에 관하여 보고한 바 있다.

광중합형 복합레진은 대부분 400-500 nm 파장 범위의 광에 의해 중합이 이루어지며, 일반적으로 할로겐 광원을 이용하고 있다. 그러나 할로겐 광원의 경우는 중합 시간이 상대적으로 길고 시간의 경과에 따라 광원의 변화가 나타나며, 적층 충전의 경우나 어린 환자의 치료에 있어 불편하며 비효율적인 면이 존재한다<sup>13)</sup>.

최근 복합레진의 중합을 위해 플라즈마 아크(plasma arc) 광중합기가 소개되었으며, 플라즈마 아크는 이온화된 분자와 전자의 기체성 혼합물로 구성된 플라즈마에서 방출되어 높은 광에너지를 출력하게 된다. 이 중합기는 중합시간이 할로겐에 비해 많이 단축되었고 그로 인한 사용의 편의성으로 최근 사용이 증가하고 있으며, 그에 관한 연구도 활발히 이루어지고 있다<sup>14)</sup>.

할로겐 광중합기의 사용시간 증가에 따라 광출력 감소 및 할로겐이나 플라즈마 아크 중합기의 중합과정동안 열발생 등의 단점을 극복하기 위하여 light-emitting diode(LED)가 개발되었다. LED는 광을 형성하기 위해 반도체접합을 사용하며 광중합형 치과용 재료에 광개시제로 사용하는 캠펜로퀸(400-500nm)과 흡수스펙트럼이 일치하고, 시간의 증가에 따른 광방출의 유의한 감소 없이 지속되며 진동이나 충격에도 강한 장점을 가지고 있다<sup>14,15)</sup>.

광중합 복합레진의 또 다른 문제점 중의 하나는 중합시 발생하는 응력으로 이 응력이 수복물과 치질사이의 결합력보다 큰 경우 변연 간극을 초래, 임상적으로 술 후 지각과민, 변연의 변색, 이차우식, 심지어는 수복물의 탈락까지도 초래할 수 있다. 이런 응력을 감소시키기 위한 방법 중의 하나로 pulse-delay curing이 소개되었다. 이는 저광도로 단시간 초기 중합을 시행하여 중합반응 초기에 레진 내부의 흐름을 허용하여 중합 수축 응력을 보상하고, 적당시간 지연과정을 거친 후 고광도로 중합함으로써 적절한 중합률을 얻는 방법이다<sup>16)</sup>.

중합도는 복합레진의 잔존 이중결합의 양, 중합 깊이, 굴곡강도, 탄성률 및 중합수축 등의 방법을 이용하여 평가할 수 있다. 그 방법으로는 적외선 분광분석법, 시차열분석, 시차주사열량 분석법, 전자회전 공명법, 투과전자현미경 사용법, 고성능액체 크로마토그래피 이용법, 색소 이용법, 입체현미경 이용법, 미세경도측정법 및 미중합부위를 긁어내고 깊이를 측정하여 중합

깊이를 측정하는 방법 등이 있으며, 잔존 이중결합의 양을 측정하는 방법으로 사용되는 것 중 특히 적외선 분광법(Infrared spectroscopy) 및 라만 분광법(Raman spectroscopy)은 메타아크릴레이트 형태 레진의 중합률 및 직접적인 중합깊이 측정에 많이 사용한다. FTIR(Fourier transform infrared spectroscopy)을 이용한 적외선 분광법의 측정 기준으로 사용하는 지방족 C=C(aliphatic) 흡수피크는 1640cm<sup>-1</sup> 이고, 방향족 C=C(aromatic)의 흡수피크는 1610cm<sup>-1</sup> 으로, 측정된 적외선 분광 스펙트럼에서 중합 전과 후의 C=C/C-C의 흡수 세기 비율을 비교하여 미중합된 잔류 탄소 이중결합의 정도(%)를 결정하여 구한다<sup>17)</sup>. 광중합 레진의 중합률에 대한 간접적 평가는 미세경도법을 사용하며<sup>18)</sup>, scraping 실험은 중합된 재료의 깊이를 측정하기 위하여 중합된 재료의 바닥에서 미중합된 레진의 부드러운 곳을 긁어내어 측정하는 방법이다<sup>19)</sup>. 광학분광법도 중합깊이를 측정하는 방법으로 광중합한 복합레진의 반투명 변화를 측정하는 방법으로 시편에서 중합, 미중합 레진 사이의 경계를 결정하게 된다<sup>20)</sup>. 여러 연구에서 경도측정이 좋은 정보를 주기는 하나 간접법이고, FTIR 방법이 중합정도 측정에 편리하고 정확한 연구방법이라고 한 보고도 있으며, FTIR 보다 경도측정이 네트워크에서 가교 결합된 중합물의 작은 변화 측정에 더 감도가 좋다고 한 보고도 있다<sup>21,22)</sup>. 그 중 FTIR을 이용한 중합률 측정 방법은 직접적인 방법으로 정확하고 편리하며 재현성 있는 방법이라 할 수 있다.

이상의 내용으로 치과용 복합레진의 중합률은 치과 수복물의 물리적 기계적 성질 및 심미성에도 영향을 미치는 바, 최근 다양한 중합기의 개발로 그 영향에 대한 연구들이 많이 행해지고 있으나 광도의 측정에 있어 제조사의 제시에 따르는 등 오차의 요인이 될 수 있어 본 연구에서는 각 중합방법에 따른 광도를 적정하였고, 최근에 사용이 증가하고 있는 플라즈마 아크 중합 및 LED 중합과 할로겐을 이용한 전통적인 중합, 그 외 새로운 접근인 pulse-delay curing의 방법 간 중합률의 차이를 적외선 분광 분석법(FTIR)을 이용하여 비교하였다.

## II. 연구재료 및 방법

### 1. 연구재료

치과용 광중합형 복합레진은 A2 색상의 Z250(3M Filtek Z250, 3M Dental products, USA)을 사용하였다(Table 1). 플라즈마 아크(P), 할로겐(H), LED(L), pulse-delay curing(D)의 중합 방법으로 구성하고 플라즈마 아크 중합기로는 Flipo(LOKKI, France)와 CrediII(3M ESPE, USA)를 할로겐 중합기로는 XL3000(3M ESPE, USA)과 VIP(BISCO, USA), LED중합기로 LUXOMAX (Akeda, Denmark)와 Elipar Freelight(3M ESPE, USA), pulse-delay curing용으로 VIP(BISCO, USA) 중합기를 사용하였다. 각 중합방법에 따라 중합 한 후 FTIR (EQUINOX55, Bruker, Germany)을 사용하여 중합도를 측정하였다(Fig. 1). 각 중합기의 광도 적정

을 위해 플라즈마 아크 중합기의 경우는 laser power meter(Power Max 600, Molecron, USA)를 할로겐 중합기는 광도계(Radiometer, DentAmerica, USA)를 사용하였고, LED는 장치에 부착되어 있는 light output tester(Akeda, Denmark)를 이용하였다.

2. 연구방법

1) 시편제작

FTIR의 pellet 제작기를 이용하여 0.025±0.001g의 시료로 앞뒤로 mylar strip을 대고 일정한 하중을 가하여 필름형으로 제작하였다(Fig. 2). 제작한 필름의 두께는 100±10µm로 일정하게 하였다.

2) 중합방법

각 제조사의 지시에 따라 플라즈마 아크 중합의 경우 사용한 Flipo(P1)는 중합모드 3초를 사용하고, Credii(P2)는 중합모드 5초를 사용 시편을 중합하였다. 할로겐 중합기인 XL 3000(H1)은 20초간 광조사 하였고, VIP(H2)는 mode 4로 20초간 중합하였다. LED 중합기 중 LUXOMAX(L1)는 40초간 광조사하였고, Elipar Freelight(L2)는 일반 중합모드 20초를 사용하였다. 마지막으로 pulse-delay curing(D)은 VIP를 사용하여 mode 2로 3초간 중합 후 3분간 기다리고, mode 5로 30초간 광중합 하였다(Table 2). 각 중합방법에서 중합기를 시편의 mylar strip 위에 거리를 띄우지 않고 직접조사하였다.

Table 1. Commercial light-cured composite resin used in this study

Brand name	Composition	Filler(Vol%)	Shade
3M Filtek™ Z250	Bis-GMA, UDMA, BISEMA	zircornia/silica 60%	A2

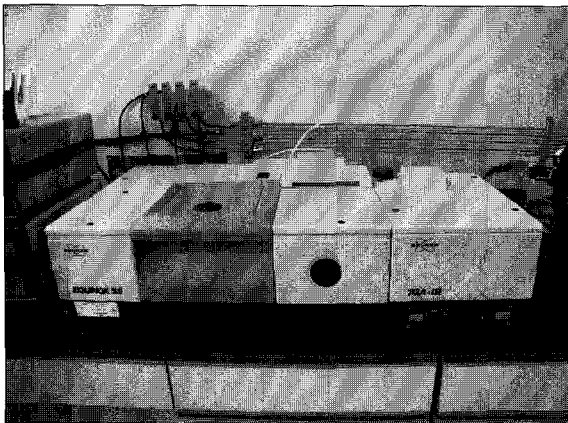


Fig. 1. Fourier Transform Infrared Spectrometer.

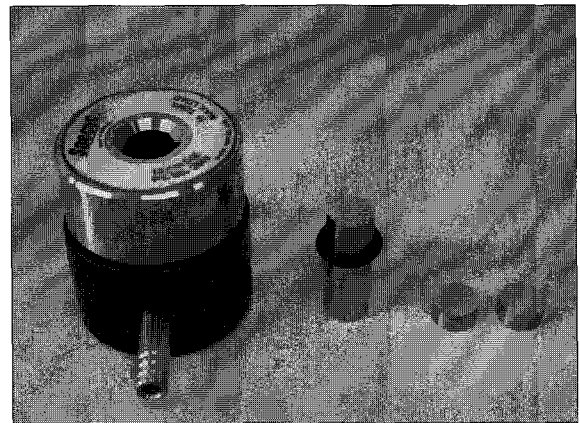
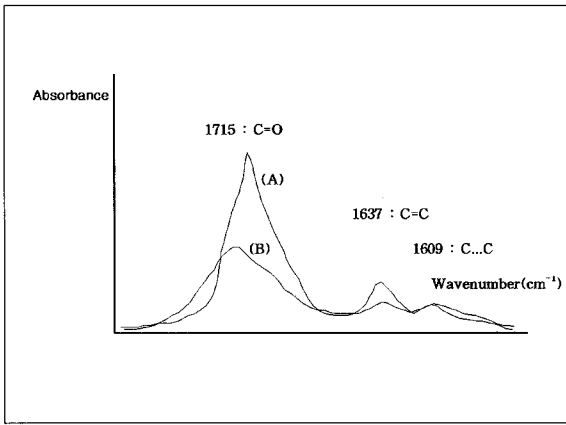


Fig. 2. KBr pellet devices.

Table 2. Light-curing modes and light intensity

Code	Curing unit	Curing mode	Light power intensity (mW/cm²)	Total light energy (mJ/cm²)
P1	Flipo	3 secs	2003	6009
P2	Credii	5 secs	1550	7750
H1	XL3000	20 secs	757	15140
H2	VIP	20 secs (mode 4)	687	13740
L1	LUXOMAX	40 secs	100	4000
L2	Elipar Freelight	20 secs	400	8000
D	VIP	3 secs (mode 2)	310	930
		3 minutes delay		
		30 secs (mode 5)	715	21450



**Fig. 3.** Infrared spectra of (A) uncured and (B) cured light-activated resin composite.

3) 중합률 측정

(1) 중합전 시편의 스펙트럼

중합전 시편을 위의 시편 제작 방법에 따라 제작하고, Fourier Transform Infrared Spectrometer를 이용하여 파수 7500~370cm<sup>-1</sup>, 해상도 8cm<sup>-1</sup>, 주사회수 32회로 투과도를 측정하여 흡수도로 변환하여 구하였다.

(2) 중합 후 시편의 스펙트럼

중합 방법 당 5개씩의 시편을 제작하고, 중합 전 시편과 같은 조건을 사용하여 스펙트럼을 얻었다. 표준 기선법(standard baseline technique)으로 미중합 재료의 측정된 스펙트럼에서 지방족 C=C 피크는 1638cm<sup>-1</sup>에서 방향족 C...C의 피크는 1609cm<sup>-1</sup>에서 흡수도의 피크를 사용하였다. 각 위치에서 피크의 높이를 구하기 위해서 기준선의 시작과 끝점은 1655와 1588cm<sup>-1</sup>를 사용하여 중합전 지방족 탄소 이중결합/방향족 탄

소이중결합의 비율을 측정하였다(Fig. 3).

중합도는

$$\text{잔류C=C(\%)} = \frac{(\text{Aliphatic (C=C) abs./Aromatic (C}\cdots\text{C) abs.})_{\text{polymer}}}{(\text{Aliphatic (C=C) abs./Aromatic (C}\cdots\text{C) abs.})_{\text{monomer}}} \times 100$$

중합률(Degree of conversion) = 100(%) - 잔류 C=C(%) 를 사용하여 계산하였다.

3. 통계분석

SPSSWIN 버전 10.07를 사용하여, 광중합 복합레진에서 각 광원의 중합기 사이 중합도의 차이를 알아보기 위해 t-test를 각 중합기 사이의 중합도의 차이를 비교하기 위하여 일원변량 분석(one-way ANOVA)을 시행하고, Scheffe의 다중범위검정법을 이용하여 사후검정하였다.

Ⅲ. 연구결과

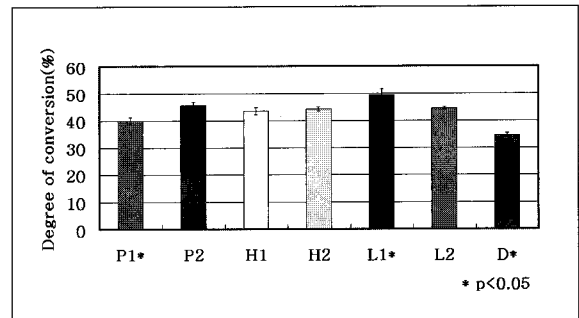
각 중합 방법에 따른 복합레진의 중합률은 플라즈마 아크 중합의 경우 Flipo는 39.96±1.22%, Credii는 45.64±1.34%로, 할로겐 중합의 XL3000은 43.48±1.34%, VIP의 mode 4 사용 시는 44.31±0.72%, LED의 LUXOMAX는 49.31±2.37%, Elipar Freelight는 44.51±0.62%, pulse-delay curing시에는 34.52±0.85%로 나타났다(Table 3). L1(LUXOMAX)가 다른 실험군에 비하여 가장 높은 중합도를 나타냈으며 D(Delay-curing)가 가장 낮은 중합도를 보였다. 통계처리 결과 Flipo 중합기, LUXOMAX 중합기, pulse-delay curing 방법이 다른 중합기와 비교하여 통계적으로 유의한 차이를 보였다(p<0.05)(Table 4, Fig. 4). 각 중합방법이 동일

**Table 3.** Degree of conversion(%) of composite resins from FTIR

Code	P1	P2	H1	H2	L1	L2	D
Degree of conversion(%)	39.96	45.64	43.48	44.31	49.31	44.51	34.52
(SD)	(1.22)	(1.34)	(1.34)	(0.72)	(2.37)	(0.62)	(0.85)

**Table 4.** Significant difference by Scheffe test

	P1	P2	H1	H2	L1	L2	D
P1		.000	.024	.003	.000	.002	.000
P2	.000		.386	.863	.017	.931	.000
H1	.024	.386		.984	.000	.955	.000
H2	.003	.863	.984		.000	1.000	.000
L1	.000	.017	.000	.000		.001	.000
L2	.002	.931	.955	1.000	.001		.000
D	.000	.000	.000	.000	.000	.000	



**Fig. 4.** Degree of conversion(%) of composite resins from FTIR.

**Table 5.** Statistically significant difference of each curing system by t-test

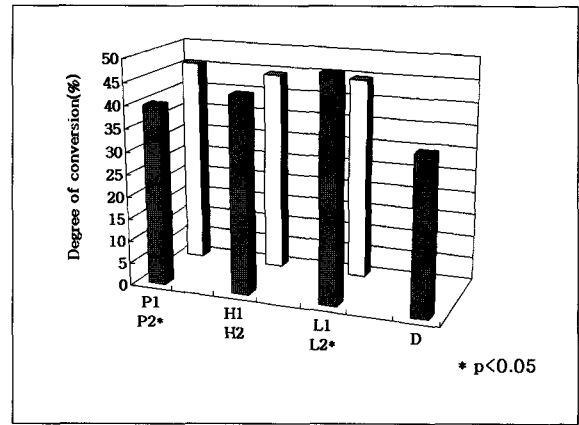
Code	Code	Sig.
P1	P2	.000
H1	H2	.984
L1	L2	.001

한 군 내의 중합기기별 차이는 할로젠에서는 광중합기 사이에 중합률의 차이를 보이지 않았으나 플라즈마 아크에서는 P2(CrediII)가, LED에서는 L1(LUXOMAX)이 중합률이 높게 나타났다(p<0.05)(Table 5, Fig. 5).

IV. 총괄 및 고찰

중합도는 다양한 요인들이 서로 복합적으로 작용하며, 재료 내의 여러 성분에 의해서도 영향을 받아 반응개시제의 농도에 비례하고 반응억제제의 농도에 반비례하며 diacetyl이나 propanal 그리고 diketone이나 monoaldehyde 첨가 시 증가한다<sup>23-25</sup>. 광원과 광조사 시간 등도 중합도에 영향을 주는데, 광원의 종류와 광조사 시간의 차이에 따라 광도가 높고 광조사 시간이 길면 중합도가 증가하기는 하나 반드시 비례하는 것은 아니다<sup>26</sup>. 본 연구에서도 중합방법에 따른 중합률의 차이를 측정하였다. 그 결과 각 중합방법에 따른 중합률은 할로젠 중합만이 서로 유사한 중합률을 보이고 나머지 플라즈마 아크 중합과 LED 중합은 두 중합기 간에 유사성이 존재하지 않았다. 이는 중합기 각각의 광도와 파장의 차이, 광조사 시간의 차이, 총광량의 영향을 고려해 볼 수 있으나, LED 중 LUXOMAX의 경우에는 총광량은 낮음에도 그 중합률은 다른 중합기와 비교하여 더 높게 나타났으며 Tarle 등의 연구와 유사한 결론을 보인다<sup>27</sup>.

광중합 복합레진의 중합률을 측정하는 방법에서 미중합 단량체의 탄소 이중결합 전환도를 이용하는 FTIR의 방법은 시편제작에 있어 KBr-pellet법과 thin film method가 있는데, 두 방법 사이에 유의한 차가 없다고 보고되므로<sup>28</sup> 본 연구에서는 실험의 편의와 재료의 특성에 따라 thin film method를 사용하였다. FTIR로 잔존 이중결합을 측정하는 방법은 1640cm<sup>-1</sup> 부위에서 측정되는 탄소이중결합의 신장진동에 의한 흡광도와 1610cm<sup>-1</sup>에서 나타나는 Bis-GMA 분자의 방향족 벤젠고리에 의한 흡광도를 사용하여, 이 두 피크를 비교함으로써 잔존 이중결합의 양을 구한다. 스펙트럼에 나타나는 기본선은 레진 중합 반응동안 현저하게 변화하므로 정량적 분석을 위해서는 표준기선법이 필요하며 이 방법으로 탄소이중결합의 흡광도와 방향족 벤젠고리의 흡광도를 측정하게 된다<sup>17</sup>. 또한 1715cm<sup>-1</sup>에서 나타나는 C=O 피크를 이용하는 방법도 고려되는데 한 개 이



**Fig. 5.** Degree of conversion(%) in each curing system.

상의 단량체를 가지고 있는 제품은 어느 단량체의 흡수 피크를 중합도의 계산에 사용하였는지에 따라 오차가 있을 수 있으나 이 오차의 범위는 2.5-3%인 것으로 알려져 있다<sup>28</sup>. 이번 실험에서는 1637과 1609cm<sup>-1</sup> 피크를 이용하여 계산하였다. 중합도 측정에 경도 측정도 가능하나 레진의 기계적 성질은 중합도 뿐 아니라 가교(crosslinking)의 형성에도 많은 영향을 받는다. 이런 가교는 중합반응의 초기 단계 후 발생하기 때문에 현저한 경도 증가는 중합도가 거의 변하지 않게 되는 시점에서 발생한다. 따라서 다른 중합도를 가지면서도 비슷한 경도를 보일 수 있으므로 중합도를 측정하기 위한 방법으로 경도 측정과 같은 간접적인 방법은 제한적일 수 있다고 하였다<sup>29</sup>.

치과용 복합레진의 수복의 실패는 주로 불충분한 중합도, 조각 중 유입되는 기포, 중합시 발생하는 레진의 수축 등에 의해 발생한다. 광중합 복합레진의 실패를 막기위해 레진이 중합할 수 있는 C=C의 이중결합을 100% 단일결합으로 바꾸는 것을 의미하는 100%의 중합도를 치과용 복합레진에서 얻는 것은 불가능하며 Chung과 Greener는<sup>24</sup> 광중합 복합레진의 지방족 탄소이중결합 전환도를 측정하였으며 43.5-73.8%라고 보고하였다. 이번 연구에서는 중합률이 앞서의 연구보다 다소 낮은 34.5-49.31%의 값을 보였다. 그러나 이것은 큰 차이를 보이는 것은 아니며 비교적 이전의 실험들보다 광노출시간이 짧아졌음을 고려해야 한다. 또한 중합후의 경과시간이나 중합시의 조건 등에 따라 차이가 있을 수 있다.

광중합 수복물의 성공은 중합도와 직접 관련이 있으며, 높은 중합도를 위하여 충분한 중합광의 광도, 중합에 적당한 파장 및 적절한 중합시간이 필요하다. 치과용 레진이 중합하는 동안 단량체가 모두 중합체로 전환하는 것이 이상적이나 Bis-GMA계 레진이 구강내 온도 또는 이와 비슷한 온도에서 중합될 때 항상 많은 양의 미반응 C=C 이중결합이 잔류한다. 이는 중합체 사슬 사이에서 가교화가 빠르게 진행되어 반응하는 단량체 분자의 유동성이 제한되기 때문이다<sup>29</sup>. 이 미반응 단량체는 중합체를 연화하여 레진의 물리적 기계적 성질 즉, 경도, 강도, 마모저

항 등을 저하시키고 치수 자극이나 구강주위 연조직의 과민반응을 유발할 수 있다<sup>30)</sup>. 중합도는 수복물의 강도, 경도, 마모저항성과 색안정성 등 임상적으로 중요한 성질에 영향을 미치며, 중합시 반응열, 전이온도 그리고 중합수축에 비례한다<sup>31)</sup>.

중합기의 광도 측정은 광도측정계(radiometer)와 power meter를 사용한다. 광도측정계는 좁은 파장범위 내에서 광도를 측정하도록 만들어져 광도와 파장간의 자료를 직접 주지는 않으나, 광중합기의 중합효능을 빠르게 평가할 수 있는 방법을 제공한다<sup>32)</sup>. 본 실험에서는 가시광선의 경우에 광도측정계를 플라즈마 아크의 측정에는 laser power meter를 사용하여 광도를 측정하였으며 LED의 광도는 일반 광도측정계를 사용하면 제시된 강도에 비해 아주 낮은 광도를 나타내나 그 중합에 있어서는 좀 더 효율적이므로 일반광도 측정계와 LED기계에 내장되어 있는 light output tester를 사용하였다. 최근까지 행하여진 논문들에 있어 광도의 정확한 측정 없이 제조사의 보고에 따라 행해진 실험이 많아 이번 실험에서는 광도계와 power meter를 이용 직접 측정하였으며 그 결과 제조사의 보고와 큰 차이가 있는 것은 아니나 그 오차는 존재하였다. 이 또한 연구의 결과에 영향을 미치므로 정확한 측정이 중요하다 할 수 있다.

복합레진을 중합하는 여러 방법중에서 이번 연구에서는 플라즈마 아크, 할로젠 및 LED 광중합기, pulse-delay curing의 중합성능을 FTIR을 이용 중합률을 비교하여 평가하였다. 레진을 고출력 에너지를 방출하는 플라즈마 아크광으로 중합하면 먼저 광개시제가 영향을 받는데 할로젠 중합광 사용시 보다 광개시제가 빠르게 라디칼을 형성하므로 중합속도가 빨라진다. 하지만 짧은 중합시간 때문에 복합레진의 내부까지 광에너지 전달이 불충분하여 생성된 라디칼의 일부는 긴 사슬 중합체를 형성하는 것이 어려우며, 라디칼 자체가 반응능력이 소실되어 레진 단량체와 결합력이 떨어질 수 있다. 이 경우는 미반응 레진 단량체가 더 많이 잔류하게 된다. 따라서 플라즈마 아크광의 짧은 중합시간은 할로젠 광중합기의 사용시 보다 중합후에도 지방족 탄소 이중결합의 양은 많이 남게되어 잔존 C=C 이중결합의 함량(%)이 크므로 중합률이 감소하게 된다<sup>33)</sup>. 또한 유사한 원리로 pulse-delay curing의 경우에 있어서도 초기에 낮은 광도로 짧은 시간 광중합을 시행하므로 레진 내부까지 광에너지 전달이 불충분하여 긴 사슬 중합체를 이루기 어려우며, 그 이후 높은 광도로 긴 시간 중합하더라도 라디칼 자체의 반응능력 소실로 결합력이 크지 않게 되는 것을 생각해 볼 수 있다. 이번 실험에 사용된 LED의 경우 비교적 낮은 광도에도 그 중합률은 높게 나타나는데, 다른 연구에서도 특수 피크 파장을 가진 LED와 100mW/cm<sup>2</sup>의 동일한 출력을 가지는 일반 할로젠의 비교 실험에서 LED는 할로젠보다 중합깊이는 유의하게 크고, 누프 경도(knoop hardness)는 유의한 차이가 없으며, FTIR로 측정된 중합률은 더 크다고 보고하였다<sup>27)</sup>. 따라서 중합성능과 더불어 반영구적 사용, 열이 나지 않는 장점을 지닌 LED 중합체계는 기존 할로젠 중합기의 대체 가능성이 충분하다고 한 보고가 있다. 본 실험에 사용한 재료의 기질 레진은

BisGMA, UDMA, BISEMA로 60%의 충전제가 함유되어 있고 광개시제로는 캄포로퀴논을 가진다. 복합레진의 광개시제로 캄포로퀴논과 다른 광개시제를 사용할 때는 최대 흡수파장이 달라지므로 중합성능은 더 저하될 수 있다.

같은 종류의 중합방법을 사용한 기기내에서도 할로젠 램프를 제외하고는 플라즈마 아크와 LED중합기 사이에 유의성이 있었는데 플라즈마 아크 중합기의 경우 Flipo는 3초 중합을 CrediIII는 5초 중합을 시행하였고, LED의 LUXOMAX와 Elipar Freelight 경우는 LUXOMAX는 40초, Elipar Freelight는 20초 중합을 시행하여 노출시간의 차이를 보인 것이 원인이라 할 수 있다.

이와 같이 각 중합 방법에 따른 광중합 콤포짓 레진의 중합률을 알아보기 위해 각 제조사에서 추천하는 mode를 사용하고자 하였으며 가능한 한 그에 따르도록 했다. 이에 제조사의 지시에만 따른 경우 중합률에 있어 비교적 적절한 값에 미치지 못한 경우도 있었으나 한가지 조건만으로 평가하기에는 부족한 면이 있으며 앞으로도 그에 대한 부가적 연구들이 필요하리라 생각된다.

이러한 광원에 따른 중합도의 차이뿐만 아니라 광중합 수복재의 중합과 관련한 요소는 다양하며 약한 광도나 짧은 중합시간 등 관련요소가 부적절한 경우 재료의 중합도에 영향을 주고 재료의 여러 특성에 영향을 주므로 주기적으로 검사하여야 한다.

## V. 결 론

본 연구에서는 광중합형 복합레진을 사용하여 플라즈마 아크 중합기 2종, 할로젠 중합기 2종, LED 중합기 2종, pulse-delay curing의 서로 다른 중합방법의 경우를 FTIR 분석법으로 복합레진의 물리적 기계적 성질 및 생체친화성에 영향을 미치는 중합률을 분석하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 광중합 복합레진의 중합률은 FTIR로 측정하였을 때 34.52-49.31%사이로 나타났으며 플라즈마 아크 중합의 경우 Flipo는 39.96±1.22%, CrediIII는 45.64±1.34%로, 할로젠 중합시 XL3000은 43.48±1.34%, VIP의 mode 4 사용시는 44.31±0.72%, LED의 LUXOMAX는 49.31±2.37%, Elipar Freelight는 44.51±0.62%, pulse-delay curing시에는 34.52 0.85%로 나타났다.
2. 각 중합 방법별로 중합률은 LED 중합 방법을 이용한 LUXOMAX가 다른 실험군에 비하여 가장 높은 중합률을 나타냈으며 pulse-delay curing 방법이 가장 낮은 중합률을 보였다.
3. Flipo 중합기, LUXOMAX 중합기, pulse-delay curing 방법이 다른 중합기와 비교하여 통계적으로 유의한 차이를 보였다(p<0.05).
4. 각 중합방법이 동일한 군 내의 중합기기별 차이에서는 할로젠에서는 광중합기 사이에 중합률의 차이를 보이지 않았으

나 플라즈마 아크에서는 Credill가, LED에서는 LUXO-MAX가 증합률이 높았다( $p < 0.05$ ).

### 참고문헌

1. Meyer JM, Cattani-Lorente MA, Dupuis V : Compomers : between glass-ionomer cement and composites. *Biomaterials*, 19:529-539, 1998.
2. Ferracane JL, Greener EH : Fourier transformation infrared analysis of degree of polymerization in unfilled resin-methods comparison. *J Dent Res*, 63:1093-1095, 1984.
3. Maffezoli A, Pietra AD, Rengo S, et al. : Photopolymerization of dental composite matrices. *Biomaterials*, 15:1221-1228, 1994.
4. Asmussen E : Softening of BIS-GMA-based polymers by ethanol and by organic acids of plaque. *Scand J Dent Res*, 92:257-261, 1984.
5. Ferracane JL, Aday P, Matsumoto H, et al. : Relationship between shade and depth of cure for light-activated dental composite resins. *Dent Mater*, 2:80, 1986.
6. Pianelli C, Devaux J, Bebelman S, et al. : The Micro-Raman Spectroscopy, a useful tool to determine the degree of conversion of light-activated composite resins. *J Biomed Mater Res(Appl Biomater)*, 48:675-681, 1999.
7. Munksgaard EC, Peutzfeldt A, Asmussen E : Elution of TEGDMA and BisGMA from a resin and a resin composite cured with halogen or plasma light. *Eur J Oral Sci*, 108:341-345, 2000.
8. Harrington E, Wilson HJ, Shortall AC : Light-activated restorative materials : a method of determining effective radiation times. *J Oral Rehabil*, 23:210-218, 1996.
9. Harris JS, Jacobson PH, O'Doherty DM : The effect of light intensity and test temperature on dynamic mechanical properties of two polymer composites. *J Oral Rehabil*, 26:635-639, 1999.
10. Nomoto R : Effect of light wavelength on polymerization of light-cured resins. *Dent Mater*, 16:60-73, 1997.
11. Suh B, J Kanca J, Choi I : The effect of Total Energy Input on physical properties of restorative composites. *J Dent Res*, 78:373, 1999.
12. Miyazak M, Oshida Y, Moore BK, et al. : Effect of light exposure on fracture toughness and flexural strength of light cured composite. *Dent Mater*, 12:328-332, 1996.
13. Peutzfeldt A, Sahafi A, Asmussen E : Characterization of resin composites polymerized with plasma arc curing units. *Dent Mater*, 16:330-336, 2000.
14. Jandt KD, Mills RW, Blackwell GB, et al. : Depth of cure and compressive strength of dental composites cured with blue light emitting diodes(LEDs). *Dent Mater*, 16:41-47, 2000.
15. Stahl F, Ashworth SH, Jandt KD, et al. : Light emitting diode(LED) polymerization of dental composites : flexural properties and polymerization potential. *Biomaterials*, 21:1379-1385, 2000.
16. Asmussen E, Peutzfeldt A : Influence of pulse-delay curing on softening of polymer structures. *J Dent Res*, 80:1570-1573, 2001.
17. Morgan DR, Kalachandra S, Shobha HK, et al. : Analysis of a demethacrylate copolymer(Bis-GMA and TEGDMA) network by DSC and C solution and solid state NMR spectroscopy. *Biomaterials*, 21:1897-1903, 2000.
18. Tanoue N, Matsumura H, Atsuta M : Effectiveness of polymerization of a prosthetic composite using three polymerization systems. *J Prosthet Dent*, 82:336-340, 1999.
19. Ruyter IE, Oysaed H : Conversion in different depths of ultraviolet and visible light activated composite materials. *Acta Odontol Scand*, 40:172-179, 1982.
20. Leung RL, Kahn RL, Fan PL : Comparison of depth of polymerization evaluation methods for photo-activated composite. *J Dent Res*, 63:292-295, 1984.
21. Dewald JP, Ferracane JL : A comparison of four modes of evaluating depth of cure of light-activated composites. *J Dent Res*, 66:727-730, 1987.
22. Rueggerberg FA, Craig RG : Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in light-cures composite. *J Dent Res*, 67:932-937, 1988.
23. Peutzfeldt A, Asmussen E : In vitro wear, hardness, and conversion of diacetyl-containing and propanal-containing resin materials. *Dent Mater*, 12:103-108, 1996.
24. Chung K, Greener EH : Degree of conversion of seven visible light-cures posterior composites. *J Oral Rehabil*, 15:555-560, 1988.
25. Sakaguchi L, Douglas WH, Peters MCRB : Curing light performance and polymerization of composite

- restorative materials. *J Dent*, 20:183-188, 1992.
26. Blankenau R, Kelsey WP, Kutsch VK : Clinical applications in dentistry. *Lasers in dentistry*, 217-230, 1995.
27. Tarle Z, Meniga A, Knezevic A, et al. : Composite conversion and temperature rise using a conventional, plasma arc, and an experimental blue LED curing unit. *J Oral Rehabil*, 29:662-667, 2002.
28. Ruyter IE, Oysad H : Composites for use in posterior teeth : composition and conversion. *J Biomed Mar Res*, 21:11-23, 1987.
29. Yang HS, Park YJ : Effect of compositional change of composite resin on mechanical properties. *J Kor Res Soc Dent Mat*, 16:185, 1989.
30. Yab AUJ, Lee HK : Release of methacrylic acid from dental composites. *Dent Mater*, 16:172-179, 2000.
31. Eliades GC, Vougiouklakis GJ, Caputo AA : Degree of double bond conversion in light-cured composites. *Dent Mater*, 3:19-25, 1987.
32. Fowler CS, Swartz ML, Moore BK : Efficacy testing of visible light-curing units. *Oper Dent*, 19:47-52, 1994.
33. Brackett WW : Effect of plasma arc curing on the microleakage of Class V resin-based composite restorations. *Am J Dent*, 13:121-122, 2000.

---

**Reprint requests to:**

Ho-Won Park, D.D.S., M.S.D., Ph.D.  
Department of Pediatric Dentistry, College of Dentistry, Kangnung National University  
Chibyun-dong 123, Kangnung, Kangwon-do, 210-702, Korea  
E-mail : pedo@kangnung.ac.kr



## Abstract

**THE COMPARISON OF LIGHT-CURED COMPOSITE RESIN  
POLYMERIZATION BY FTIR**

Ju-Hyun Lee, Ho-Won Park

*Department of Pediatric Dentistry, College of Dentistry, Kangnung National University*

The degree of conversion of cross-linked polymer has great importance in determining the physical and mechanical properties, and biocompatibility. Therefore, this study examined the comparison of light-cured composite resin polymerization of various light-curing systems composed of plasma arc, halogen, LED curing units and pulse-delay curing with FTIR.

From this experiment, The following results were obtained :

1. From FTIR, the degree of conversion(DC) of composite resin was 34.52-49.31%, DC of composite resin used in Flipo was  $39.36 \pm 1.22\%$ , CrediiII  $45.64 \pm 1.34\%$ , XL3000  $43.48 \pm 1.34\%$ , VIP(mode 4)  $44.31 \pm 0.72\%$ , LUXOMAX  $49.31 \pm 2.37\%$ , Elipar Freelight  $44.51 \pm 0.62\%$  and  $34.52 \pm 0.85\%$  in pulse-delay curing.
2. The degree of conversion of composite resin in each light-curing unit was highest DC of the LUXOMAX system, lowest DC of the pulse-delay curing.
3. Compared with other curing system, Flipo, LUXOMAX, and pulse-delay curing were significant difference( $p < 0.05$ ).
4. In same curing method group, the differences of each light-curing unit were no significance in halogen(conventional) curing method( $p > 0.05$ ), but significance in plasma arc curing and LED curing method( $p < 0.05$ ).

**Key words** : Degree of conversion, Plasma arc, LED, Pulse-delay curing, FTIR