

차세대 레진개발을 위한 광중합형 복합레진의 마모와 화학적 분해

양규호 · 최남기 · 육근영

전남대학교 치과대학 소아치과학교실 및 치의학연구소

국문초록

복합레진은 치질과 우수한 결합력을 가지며 심미적인 이유로 치과의 대표적 수복재로 자리잡고 있다. 그러나 저작력에 따른 마모와 구강내 환경에서의 수분흡수에 따른 가수분해가 복합레진의 강도약화를 야기하고 있다.

실험에 사용된 복합레진은 현재 임상에서 많이 사용되고 있는 Point4, Tetric flow, Heliomolar flow, Filtek supreme 이다. 각 제품의 화학적 분해와 마모도를 평가하기 위해 각각 10개의 시편을 제작하여 그 중 5개는 37°C의 수중하에 1Kg의 하중을 가하여 10,000 cycle동안의 마모도를 측정하였다. 나머지 5개 시편은 무게 측정을 한 후, 0.1N NaOH 용액, 3ml에 저장하여 60°C에서 보관한 후 2주 후 제거하여 1.23% HCl로 2시간 동안 중화하고 중류수로 세척한 후 60°C에서 건조하였다.

무게 손실, 분해층 깊이 및 시편내의 Si의 농도 변화, 최대 마모 깊이를 근거로 평가하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

- 각 제품의 무게 손실량은 Heliomolar flow, Filtek supreme, Point4, Tetric flow 순이었으며 Heliomolar flow, Filtek supreme을 제외한 다른 제품간에는 유의한 차이를 보였다($P<0.05$).
- 각 제품의 표면화 분해층 깊이는 Filtek supreme, Heliomolar flow, Tetric flow, Point4 순이었으며 Heliomolar flow, Tetric flow을 제외한 다른 제품간에는 유의한 차이를 보였다($P<0.05$).
- 각 제품으로부터 용출된 Si은 Filtek supreme, Heliomolar flow, Point4, Tetric flow 순이었으며 Point4, Tetric flow을 제외한 다른 제품간에는 유의한 차이를 보였다($P<0.05$).
- 최대마모깊이가 측정시 Heliomolar flow, Point4, Filtek supreme, Tetric flow 순이며 0.1 N NaOH 용액에 보관한 레진의 마모깊이가 물에 보관한 레진에 비해 증가한 양상을 보였다.
- 주사전자현미경 관찰시 NaOH 용액에 보관한 후 레진 기질과 충전제 사이의 결합의 파괴를 관찰할 수 있었으며, 공축 점 레이저 현미경 관찰시 NaOH 용액에 보관한 후 수복재의 기질과 충전제 사이의 파괴양상인 분해층 깊이를 관찰할 수 있었다.

주요어 :복합레진, 마모, 표면화 분해, 충전제

I. 서 론

복합레진은 1941년 amine-peroxide 개시제에 기초한 methyl methacrylate resin을 개선하기위해 고안되어 1962년 Bowen에 의해 Bis-GMA가 합성되면서 치과의 대표적 수복재로 자리잡았다¹⁾. Bis-GMA 성분의 개발은 레진의 중합수축과 색조 안정성을 크게 개선시킬 수 있었으며, 그 후에도 계속적인 연구와 발전을 통해 치아수복에 광범위하게 이용되고 있으나 장기간 구강내에 노출되었을 때 발생되는 저작력에 의한

교신저자 : 양 규 호

광주광역시 동구 학동 8번지
전남대학교 치과대학 소아치과학교실
Tel: 062-220-5476
E-mail: hellopedo@hanmail.net

* 이 연구는 2003년도 전남대학교 학술연구비 지원에 의하여 수행되었음.

마모, 변색, 수분흡수에 의한 강도약화등의 문제점이 지적되고 있다²⁾. 그 중 가장 큰 문제는 교합력을 받는 부위의 마모이다³⁾.

불행하게도 마모는 마모, 부착, 피로, 부식 등 서로 독립적이지 않고 상호 관련있는 다양한 과정과 연관이 있기 때문에 수복물의 성질 중 가장 잘 밝혀지지 않는 분야이다⁴⁾. 타액은 구강내 습한 환경의 전해질로 작용하여, 이에 의한 부식은 레진 마모에 큰 영향을 미친다. 그러나 이러한 이론으로는 복합레진의 마모를 충분히 설명할 수 없어, 구강내 환경에서의 마모를 설명하기 위한 연구가 다각도로 모색되고 있었다. Mckinney와 Wu⁵⁾, Wu 등⁶⁾, Wu와 Cobb 등⁷⁾은 임상에서 하중을 받지 않는 곳에서 복합레진 수복물의 마모가 교합면에서처럼 광범위하게 나타난다고 하였으며, 이는 마모과정에 수복물의 표면하 분해가 관련된 것으로 보인다⁸⁾. 물의 흡수는 레진 기질과 충전제 계면이나 기포 그리고 다른 결합부위를 통해 일어나며 충전제 분자들은 서서히 용해되고 마모저항능력은 감소한다^{8,9)}. Bastoli 등¹⁰⁾은 레진기질에 흡수된 수분은 매트릭스와 충전제의 결합을 파괴시키고 충전제의 가수분해를 일으키는데 중요한 역할을 한다고 보고하였다.

본 연구에서는 현재 시판되어 사용되고 있는 레진들을 대상으로 침투 매개체로서 0.1N NaOH 용액을 이용하여 구강내에서 관찰되어지는 것과 유사한 표면하 분해를 형성시켜, 무게의 변화, 분해층 깊이 및 용출된 Si의 농도와 마모깊이를 평가하여 각 재료의 화학적 분해를 비교하고자 하였다.

II. 연구 재료 및 방법

본 연구에서는 현재 치과 임상에서 많이 사용되고 있는 Point4, Tetric flow, Heliomolar flow, Filtek supreme 등 4종의 복합레진을 대상으로 사용하였다.

1. 시편제작

각 제품마다 가수분해 저항 실험을 위해 두께 3mm, 내경 10mm의 테프론 몰드(teflon mold)를 이용하여 각각 5개의 시편을 제작하였으며, 마모실험을 위해 두께 3mm, 내경 20mm의 테프론 몰드(teflon mold)를 이용하여 각각 5개의 시편을 제작하였다. 레진을 테프론 몰드에 주입하고 기포발생을 줄이기 위해 레진 기구로 응축시킨 후 2장의 Mylar sheet와 유리판으로 압접하여 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 사포로 젖은 상태에서 양면을 연마하였다. 연마 후 증류수 내에서 초음파세척기를 이용하여 3분간 세척하여 시편의 이물질을 제거하였다. 각 시편을 60°C 오븐에서 2시간 건조하였다.

2. 무게 측정

가수분해 저항 실험을 위한 시편은 건조 후 초기 시편 무게를 측정하였다. 가수분해 저항 실험군과 마모 실험군의 각 시편을 3ml의 0.1N NaOH 용액이 담긴 폴리에틸렌용기에 담그고, 시편의 모든 부분이 용액과 접촉하도록 하는 한편 공기와의 접촉을 차단하기 위해 용기 뚜껑 부분을 얇은 필름(PARAFILM®, American National Can, USA)으로 완전히 봉쇄를 한 다음 용기를 60°C에서 2주간 보관하였다. 2주 후 시편을 1.23% HCl 용액으로 2시간 동안 중화시킨 후 흐르는 물에 세척하고 건조하여 무게를 측정하였다. 가수분해 저항 실험군은 초기의 무게와 용액에 저장한 후 무게차이를 계산하여 무게 손실비(%)를 측정하였다.

3. 충전제 함량 측정

초기 시편 무게를 측정한 후 600°C의 화덕(furnance)에서 2시간 보관하여 레진 기질을 연소시킨 다음 남아있는 충전제의 무게를 측정하여 레진 내 충전제의 함량을 무게비로 나타내었다.

4. 충전제 성분 분석

시편을 이용해 충전제의 성분을 분석하였다. 분석은 EDX(Energy Dispersive X-ray, Hitachi, Japan)를 갖춘 주사전자현미경을 사용하였다. 스펙트럼은 양적인 분석을 위한 컴퓨터 프로그램을 사용하여 각기 다른 시편내의 Si, Al 및 Ba 등을 분석하였다.

5. 용출된 Si, Al 및 Ba농도 측정

저장용액 내로 용출된 Si, Al 및 Ba 농도를 측정하기 위하여 background의 영향이 적고, 재현성이 뛰어나며 미량원소의 검출에 적합한 유도결합 플라즈마 원자방출 분광기(이하 ICP-AE, Leeman 010-2106, Leeman Lab, USA)를 이용하여 정량분석 하였다.

6. 주사전자현미경적 관찰

0.1N NaOH 용액에 60°C에서 2주간 저장한 후의 시편을 에폭시 레진(Epofix Resin, Struers, Denmark)에 매몰하여 600, 1000, 1200 및 1500 grit의 사포로 표면을 연마, 3μm와 1μm Al2O3(logitech Ltd, UK)로 마무리하고 초음파 세척을 시행한 후 표면 처리하여 주사전자현미경(S-4700, Hitachi, Japan)으로 용액에 저장하기 전과 후의 시편 표면을 관찰하고, 시편의 대조도 차이로 표면하 분해층을 구분하여, 그 두께를 측정하였으며 두께는 각 시편당 8개의 지점을 임의로 지적하여 계측하였다.

7. 공초점 레이저 주사현미경적 관찰

노출된 시편을 마이크로톱(Isomet, Buehler, USA)을 이용하여 500 μm 로 절단하고 슬라이드 유리에 wax를 이용하여 부착하였다. PBS(phosphate buffered saline)에 5분 정도 담근 후 Propiodium Iodide(PI) 용액에 10분동안 보관한 다음, 다시 PBS로 세척하였다. 공초점 레이저 주사현미경(Confocal Laser Scanning Microscopy, 이하 CLSM, Olympus fluoview 300, Olympus, Japan)에서 He-Ne 레이저원(488nm)을 이용하여 분해층 깊이를 관찰하였다.

8. 마모도 측정

실험군과 대조군의 각각의 시편을 마모시험기(ball and disk, R&B, Korea)에 장착하고, 37°C 100% 습도하에 알루미나 볼과 레진 시편 사이 하중은 1kg을 가하여 200rpm의 속력으로 총 10,000회 회전시켰다. 본 실험에 사용된 마모측정기는 매시간 마모깊이를 측정할 수 있으며 실험 후 최대마모깊이를 측정하였다.

9. 표면경도 측정

미세경도측정기(Future-Tech, Toshiba, Japan)를 이용하여 비커스 경도를 측정하였다. 측정시 조건은 압입하중 200g, 유지시간 10초의 조건에서 하였고 각 시험 재료 당 10개 지점에서 측정하여 그 평균값을 산출하였다.

10. 통계학적 분석방법

무게손실, 분해층 깊이, Si, Al 및 Ba 농도에 대한 제품 간 차이를 검정하기 위해 일원 분산분석을 시행하였고, 사후검증을 위해 Duncan's multiple range test를 시행하였으며, 무개손실, 분해층 깊이, 용출된 Si 농도와 최대마모깊이 및 비커스 경도간의 상관관계를 보고자 Pearson Correlation analysis를 시행하였다.

III. 연구성적

1. 충전제 성분 분석

EDX에 의한 충전제의 화학적 성분과 레진 내 충전제 함량 분석 결과는 Table 1과 같다. 전체 시편에서 충전제의 구성성분이 차지하고 있는 함량을 무게비로 나타낸 결과는 Table 2와 같다. 각 제품내의 충전제 구성과 함량은 모두 달랐으며, 제품별로 비교시 Filtek supreme이 Si을 64.12%로 가장 많이 함유하고 있었으며 Heliomolar flow에서는 다른 제품에 비해 F가 8.93%로 상당량 포함되어 있었다.

2. 무게 손실, 분해층 깊이, 충전제의 용출농도

무게 손실은 Heliomolar flow, Filtek supreme, Point4, Tetric flow 순으로 각 제품간에 있어 유의한 차이를 보였다 (Table 3) ($p<0.05$). 분해층 깊이는 Filtek supreme, Heliomolar flow, Tetric flow, Point4 순으로 각 제품간에 있

Table 1. Chemical composition of the filler particles

Material	element (Wt %) of the filler						weight % of filler
	Si	Al	Ba	O	Yb	F	
Point4	44.15	5.03	19.18	31.66	0.00	0.00	71.56
Tetric flow	34.93	3.34	20.18	22.01	17.98	0.47	65.26
Heliomolar flow	46.02	0.00	0.16	27.99	16.28	8.93	69.66
Filtek supreme	64.12	0.00	0.56	35.34	0.00	0.00	75.23

Table 2. Weight percent of elements of fillers in composite resin

Material	element weight % of filler					
	Si	Al	Ba	O	Yb	F
Point4	31.59	3.60	13.72	22.65	0.00	0.00
Tetric flow	21.97	2.09	12.64	13.78	11.25	0.29
Heliomolar flow	32.05	0.00	0.11	19.50	11.34	6.22
Filtek supreme	48.23	0.00	0.42	26.59	0.00	0.00

Table 3. Mass-loss(%) of 4 composite resins exposed to NaOH solution

Material	Mass loss(%)	F	P	Duncan's grouping
Point4	1.50±0.294			B
Tetric flow	0.40±0.082			C
Heliomolar flow	1.97±0.189	53.60	0.0001	A
Filtek supreme	1.80±0.141			A

Table 4. Degradation layer depth (μm) of 4 composite resins exposed to NaOH solution

Material	Degradation layer depth (μm)	F	P	Duncan's grouping
Point4	12.58±0.843			C
Tetric flow	18.45±3.302			B
Heliomolar flow	26.89±2.501	41.55	0.0001	B
Filtek supreme	62.96±13.376			A

Table 5. Si loss(ppm) of 4 composite resins exposed to NaOH solution

Material	Si loss(ppm)	eluted Si % from Si in filler	F	P	Duncan's grouping
Point4	199.64±37.90	1.74			C
Tetric flow	119.94±45.58	3.58			C
Heliomolar flow	453.45±96.69	5.09	629.14	0.0001	B
Filtek supreme	2052.25±90.14	9.43			A

Table 6. Maximum wear depth and hardness

Material	Maximum wear depth experimental group (μm)	Maximum wear depth of control group (μm)	Mean Vicker's hardness number(VHN)
Point4	0.36±0.3	0.38±0.02	60.80
Tetric flow	0.084±0.04	0.24±0.02	43.92
Heliomolar flow	0.67±0.02	2.04±0.08	28.08
Filtek supreme	0.092±0.01	0.25±0.03	82.60

어 유의한 차이를 보였다(Table 4) ($p<0.05$). NaOH 용액내로 용출된 Si의 양은 Filtek supreme이 2052.25ppm으로 가장 많은 용출량을 나타냈으며, Heliomolar flow, Point4, Tetric flow순으로 각 제품간에 있어 유의한 차이를 보였다 (Table 5) ($p<0.05$).

3. 주사전자현미경적 소견

NaOH 용액 저장 전, 후에 주사전자현미경을 이용하여 레진의 표면을 관찰한 결과 Point4는 비교적 작은 $4\mu\text{m} \sim 12\mu\text{m}$ 정도의 균일한 크기의 충전제로 구성되어 있으며, 분해된 충에서는 기질이 소실되어 충전제가 두드러진 양상을 볼 수 있었다. Tetric flow는 $1\mu\text{m} \sim 20\mu\text{m}$ 정도로 다양한 크기의 충전제로 구성

되어 있으며 각지고 거친 단면을 볼 수 있었다. Heliomolar flow는 $2\mu\text{m} \sim 10\mu\text{m}$ 정도로 크고 불규칙한 충전제로 구성되어 있었다. NaOH 용액에 보관한 후 복합레진 기질과 충전제 사이의 균열의 파괴를 관찰할 수 있었으며, NaOH 용액에 보관한 후 기질의 소실과 함께 충전제 입자의 표면은 분해에 의해 탈회된 모습을 보였다. Filtek supreme은 $15\mu\text{m} \sim 20\mu\text{m}$ 의 균일하게 둥근 충전제 사이사이를 $1\mu\text{m} \sim 5\mu\text{m}$ 의 균일하게 둥근 작은 충전제들이 채우고 있었으며, 분해층의 깊이 관찰시 Filtek supreme에서 가장 깊은 충을 형성하고 있음을 알 수 있었다.

4. 마모량과 표면경도 측정

Table 6은 마모시험 후 각 재료의 마모 최대깊이와 재료자체

Table 7. Pearson correlation coefficients

	VHN	mass loss	degradation depth	Si loss	wear depth 대조군	wear depth 실험군
VHN	p= 1.000 -	p=0.194 r=0.471	p=0.553* r=0.026	p=0.657** r=0.006	p=-0.227 r=0.336	p=-0.550* r=0.012
mass loss	p=0.194 r=0.471	p=1.000 -	p=0.431 r=0.096	p=0.515* r=0.041	p=-0.286 r=0.492	p=-0.949** r=0.000
degradation depth	p=0.553* r=0.026	p=0.431 r=0.096	p=1.000 -	p=0.948** r=0.000	p=0.480 r=0.229	p=0.802* r=0.017
Si loss	p=0.657** r=0.006	p=0.515* r=0.041	p=0.948** r=0.000	p=1.000 -	p=-0.099 r=0.816	p=-0.726* r=0.041
wear depth 대조군	p=-0.227 r=0.336	p=-0.286 r=0.492	p=0.480 r=0.229	p=-0.099 r=0.816	p=1.000 -	p=0.733** r=0.000
wear depth 실험군	p=-0.550* r=0.012	p=-0.949** r=0.000	p=0.802* r=0.017	p=-0.726* r=0.041	p=0.733** r=0.000	p=1.000 -

*There is a statistically significant difference($p<0.05$)

**There is a statistically significant difference($p<0.01$)

의 표면경도를 나타낸 것이다. 최대마모깊이는 Tetric flow에서 가장 낮았고, Heliomolar flow에서 가장 깊었다. 그리고 가수분해 과정후의 마모깊이가 더 깊어진 것을 관찰하였다.

시험 재료간 표면경도(VHN)는 Filtek supreme이 82.60로 가장 높은 수치를 나타내었으며, Heliomolar flow가 28.08의 낮은 표면경도값을 보였다.

5. 각 항목간 상관계수

Si loss와 degradation depth간에 유의한 상관관계를 보였다 (Table 7).

IV. 총괄 및 고찰

복합레진은 환자의 심미적 요구의 증대와 부합하여 기계적 성질의 진보로 인해 그 사용이 점차 증가되고 있으며, 자연치와의 뛰어난 색조 재현성, 수온을 방출하지 않고 치질과 직접 결합하는 장점을 갖고 있지만¹¹⁾ 충분한 마모저항을 지니지 못한다는 단점이 있다³⁾. 최근 마모 저항성을 증진시키는 많은 발전이 있었으나 현재까지도 마모의 정확한 기전은 확립되지 못하였다. 마모와 관련된 여러 가지 인자 중 마모된 수복물에서 구강내 환경에 노출된 마모 표면의 하방에 표면화 분해층이 관찰되고 용력 집중 부위에서뿐만 아니라, 비용력 집중부위에서도 분해층이 발견됨으로써 stress만이 유일한 원인이 아니라 수복물 내의 표면화 분해와 재료의 용해성이 관련된 하나의 인자로 여겨지고 있다^{12,13)}.

이같은 용해성은 접착부분(marginal integrity)의 긴밀함이 상실의 원인으로 작용하여 본래의 물리적 성질도 상실시켜 결국에는 수복물 실패를 발생시킨다¹⁴⁾. 그러나 이러한 용해성에 대한 실험에 있어서 Simons 등¹⁵⁾, Sarkar와 Shin¹⁶⁾ 및

Sarkar¹⁷⁾는 낮은 pH에서 보다 높은 pH에서 분해가 더 잘 일어난다고 연구보고 했으며, 본 실험에서는 침투 매개체로서 0.1N NaOH 용액을 이용하였는데, 이 용액은 중류수인 경우 같은 정도의 분해를 유발하는데 있어 약 6개월에서 12개월 이상의 기간이 소모되는 등의 시간적인 문제를 해결할 수 있으며, 물과 인공타액에 비해서 훨씬 더 침투적인 매체가 될 수 있어 더 높은 효율성을 보여준다. 그리고 Sarkar와 Shin¹⁶⁾에 의하면 NaOH는 다량체 기질에 영향을 주지 않고 충전제 입자를 분해하며 구강내에서 관찰되어지는 것과 유사한 표면화 분해를 형성한다고 하였다. 이러한 분해는 인접면 결합 파괴, 충전제의 용출, 기질간의 틈새형성, 레진의 표면 파괴 등을 포함하므로 형성된 약해진 층으로 인해 마모가 더 잘 나타날 수 있다고 생각할 수 있다.

X-ray data를 이용하여 표본의 질적, 양적인 정보를 제공하는 EDS를 통해 각 제품의 시편내 충전제의 성분 함량을 분석하였고, NaOH 용액내로 유출된 충전제의 성분은 ICP-AE spectroscopy 기술을 이용하여 분석하였다. 이 스펙트럼은 재현성이 좋기 때문에 미량원소의 검출 등에 이용할 수 있고, 시료용액을 일정한 속도로 분무시켜서 안정한 불꽃을 얻을 수 있어 재현성이 뛰어나며 정량 분석이 가능하다. 본 연구에서는 각 재료에서 용출된 Si 이온 농도를 측정하기 위해 이를 이용하였다.

화학적 분해층의 형성은 레진과 충전제, 실란 결합의 물리적 화학적 성질의 복합성질인 재료의 투과성에 의존한다. 본 연구에서는 수복재의 분해층과 표면화 분해 깊이 측정을 위하여 SEM과 CLSM이 이용되었다. SEM은 전자빔을 이용하여 광학현미경에 의해 볼 수 있는 이미지에 비해 훨씬 높은 해상도로 표본의 미세구조를 형상화 할 수 있으며, CLSM은 optical axis에 pinhole을 설치하여 초점이 정확하게 맞는 광선만을 선택할 수 있도록 개선함으로써 해상력을 극대화시킨 상을 얻을 수

있다¹⁸⁾.

마모시험을 위해 알루미나 볼을 중심에 고정시킨 후 마모시험기(ball and disk, R&B, Korea)에 장착하고, 37°C 100% 습도하에 하중을 가함으로써 구강의 생역학적 환경에 맞는 레진마모깊이를 측정하였다.

이상적인 복합레진은 매우 작은 입자의 충전제가 많이 함유된 것이나 표면적이 커지면 점도도 크게 증가하기 때문에, 작은 입자의 충전제를 다량 집어넣기가 매우 힘들다. 그러므로 작은 입자를 함유한 복합레진은 큰 충전제를 함유한 복합레진과 비교해서 충전제의 함유량과 강도가 떨어지는 희생을 감수해야 한다^{19,20)}. 그러나 이런 미세입자형 레진의 표면적이 큰 것을 보완하기 위한 방법으로 가장 보편적인 방법은 이종 충전제를 만드는 것으로 이종 복합레진의 제조방법은 미세입자를 소결, 침전, 응축과 같은 방법으로 압축시켜 덩어리로 만든 후, 가열된 레진에 fumed silica resin을 첨가하며 이를 가열 중합시켜 덩어리를 동결시킨 후 분쇄하여 이를 충전제입자로 제조하므로써 무게비로 70%의 충전제를 함유시키는 것이다. 그러나 이렇게 prepolymerized resin filler는 고도로 중합되어 주변의 레진 기질과 공중합을 할 수 없는 것 때문에 수복물의 표면으로부터 레진충전제가 떨어져 나갈 수 있다^{20,21)}. 따라서 prepolymerized resin filler 성분의 복합레진은 가수분해가 더 많을 수는 있으나 마모저항은 더 클 수 있으므로 가수분해와 마모와의 관련성을 연구할 때 충전제의 종류도 고려해야 한다. 그리고 Yap 등²²⁾은 마모저항에 있어서 작은 충전제를 포함하는 microfilled 복합레진이 더 큰 충전제를 포함하는 hybrid 복합레진보다 우수하다고 하였다. 이를 비추어 볼 때 레진의 가수분해에 미치는 영향으로 충전제의 형성방법도 고려하여야 하며, 마모정도는 충전제의 크기와 수량 등과도 밀접한 관계를 맺고 있음을 알 수 있다. 그러므로 마모에는 복합적인 영향이 관여를 하며 이미 가수분해가 된 레진은 마모를 더욱 가속화 시킬 고려해야 한다(Table 6).

본 연구에서는 수복에 사용되는 복합레진의 물리적 마모와 화학적 분해간의 연관성을 연구하고자 다양한 요소를 평가하였다. 본 연구에서 실험한 복합레진은 최근에 출시되어 임상에서 많이 사용되는 것으로 새로운 재료에 대한 이해를 돋고자 사용하였다. 마모에는 다양한 요소가 관여하며 레진의 가수분해와 관련성이 있긴 하나 충전제의 형성방법과 크기 또한 고려해야 할 사항이다. 이미 가수분해가 된 레진은 마모를 더 크게 일으키는 것을 알 수 있으나 마모깊이와 관련하여 충전제의 양이 많고 작은 충전제를 갖는 복합레진의 마모저항이 더 크다는 것을 알 수 있었다.

V. 결 론

본 연구는 복합레진의 마모에 미치는 화학적 분해의 관련성을 알기 위해 임상에서 흔히 사용되는 Point4, Tetric flow, Heliomolar flow, Filtek supreme 4종의 복합레진의 마모정

도와 알카리성 용액(0.1N NaOH)에 침적시켰을 때 각 제품의 분해저항성과 이와의 관련성을 평가하고자 시행하였다.

무게 손실과 충전제의 성분 중 가장 많은 양을 차지하고 있는 Si의 손실 정도(ppm), 분해층의 깊이(μm)를 ICP-AE와 SEM을 통하여 측정하였으며, 마모정도는 마모시험기를 통해 평가한 결과 다음과 같은 결과를 얻었다.

- 각 제품의 무게 손실량은 Heliomolar flow, Filtek supreme, Point4, Tetric flow 순이었으며 Heliomolar flow, Filtek supreme를 제외한 다른 제품간에는 유의한 차이를 보였다 ($P<0.05$).
- 각 제품의 표면화 분해층 깊이는 Filtek supreme, Heliomolar flow, Tetric flow, Point4 순이었으며 Heliomolar flow, Tetric flow를 제외한 다른 제품간에는 유의한 차이를 보였다 ($P<0.05$).
- 각 제품으로부터 용출된 Si은 Filtek supreme, Heliomolar flow, Point4, Tetric flow 순이었으며 Point4, Tetric flow을 제외한 다른 제품간에는 유의한 차이를 보였다 ($P<0.05$).
- 최대마모깊이 측정시 Heliomolar flow, Point4, Tetric flow, Filtek supreme 순이며 0.1 N NaOH 용액에 보관한 레진의 마모깊이가 보관하지 않은 레진에 비해 증가한 양상을 보였다.
- 주사전자현미경 관찰시 NaOH 용액에 보관한 후 레진 기질과 충전제사이의 결합의 파괴를 관찰할 수 있었으며, 공총점레이저 현미경 관찰시 NaOH 용액에 보관한 후 수복재의 기질과 충전제 사이의 파괴양상인 분해층 깊이를 관찰할 수 있었다.

이상의 결과에서 복합레진의 평가 요소로서 마모와 가수분해, 충전제가 고려되어야 할 것으로 사료된다.

참고문헌

- Mount GJ, Hume WR : Preservation and restoration of the tooth structure. 1st ed., Mosby International Ltd., London, England, 1998.
- Bayne SC, Thompson JY, Swift XJ, et al. : A characterization of first-generation flowable composite. J Am Assoc, 129:567-577, 1998.
- Wu W, McKinney JE : Influence of chemical on wear of dental composites. J Dent Res, 61(10):1180-1183, 1982.
- Soderholm KJ, Richards ND : Wear resistance of composites: a solved problem? Gen Dent, 46:256-263, 1998.
- McKinney JE, Wu W : Chemical softening and wear of dental composites. J Dent Res, 64:1326-1331, 1985.
- Wu W, Toth EE, Moffa JF, et al. : Subsurface dam-

- age layer of in vivo worn dental composite restorations. *J Dent Res*, 65:675-680, 1984.
7. Wu W, Cobb E : A silver staining technique for investigation wear of restorative dental composites. *J Biomed Mater Res*, 15:343-348, 1981.
 8. Sarkar NK : Internal corrosion in dental composite wear. *J Biomed Mater Res*, 53:371-380, 2000.
 9. Kalachandra S, Wilson TW : Water sorption and mechanical properties of light-cured proprietary composite tooth restorative materials. *Biomater*, 13:105-109, 1992.
 10. Soderholm KJ : Degradation of glass filler in experimental composites. *J Dent Res*, 60:1867-1875, 1981.
 11. Jordan RE, Sujuki M. : Posterior composite restorations : where and how they work best. *J Am Dent Assoc*, 122:31-37, 1991.
 12. Leinfelder KF, Sluder TB, Sockwell CL : Clinical evaluation of composite resins as anterior and posterior restorative materials. *J Prosthet Dent*, 33:407-416, 1975.
 13. Roulet JF, Wälti C : Influence of oral fluid on composite resin and glass-ionomer cement. *J Prothet Dent*, 52(2):182-189, 1984.
 14. Bapna MS, Mueller HJ : Relative solubilities of hybrid ionomers and compomers by acid impingement. *J Oral Rehabilitation*, 26: 786-790, 1999.
 15. Simons SK, Rappold AP, Hatrel PP, Sarkar NK : Surface pH of composite resins in water. *J Dent Res spec*, #1645, 1992.
 16. Sarkar NK, Shin F : Subsurface damage and related phenomena in three restorative resins. *J Dent Res Spec*, #230, 1991.
 17. Sarkar NK : Hydrolytic degradation of dental composites. *J Dent Res spec*. #855, 1996.
 18. Shotton DM : Confocal scanning optical microscopy and its applications for biological specimens. *J Cell Sci*, 94:175-206, 1989.
 19. Lutz F, Setcos J, Phillips R, et al.: Dental restorative resins. Types and characteristics. *Dent Clin North Am*, 27:697-711, 1983.
 20. Loeys K, Lambrechts P, Vanherle G, et al.: Material development and clinical performance of composite resins. *J Prosth Dent*, 48:664-671, 1982.
 21. Papadogianis Y, Boyer DB, Lakes RS: Creep of conventional and microfilled dental composites. *J Biomed Mater Res*, 18:14-25. 1984.
 22. Yap AU, Ong LF, Teoh SH, et al.: Comparative wear ranking of dental restoratives with the BIOMAT wear simulator. *J Oral Rehabil*, 26:228-235, 1999.

Explanation of Figures

(Fig. 1.-Fig. 3. Scanning electron micrographs of Point 4)

Fig. 1. SEM of Point 4 before soaking in 0.1N NaOH solution($\times 5000$).

Fig. 2. SEM of Point 4 after soaking in 0.1N NaOH at 60°C for 2 weeks($\times 5000$).

There is destruction of composite resin matrix-filler interface and the periphery of the particles are appeared whitish color due to degradation.

Fig. 3. SEM of degradation layer depth Point 4 ($\times 100$).

(Fig. 4.-Fig. 6. Scanning electron micrographs of Tetric flow)

Fig. 4. SEM of Tetric flow before soaking in 0.1 N NaOH solution($\times 5000$).

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

As the matrix decreases, the filler particles is distinguished.

Fig. 6. SEM of degradation layer depth Tetric flow($\times 100$).

(Fig. 7-Fig. 9. Scanning electron micrographs of Heliomolar flow)

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

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

The periphery of the filler particles appears whitish color due to degradation.

Fig. 9. SEM of degradation layer depth Heliomolar flow($\times 100$).

The periphery of the filler particles appears whitish color due to degradation.

(Fig. 10-Fig. 12. Scanning electron micrographs of Filtek supreme)

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

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

There is destruction of composite resin matrix-filler interface. The particles of filler and larger and more round shape than other materials.

The periphery of the filler particles appears whitish color due to degradation.

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

Fig. 13. Confocal Laser Scanning Microscopy images of Point 4 ($\times 400$)

It showed thin degradation layer (arrow).

Fig. 14. Confocal Laser Scanning Microscopy images of Tetric flow ($\times 400$)

It showed thin degradation layer (arrow).

Fig. 15. Confocal Laser Scanning Microscopy images of Heliomolar flow ($\times 400$)

It showed thin degradation layer (arrow).

Fig. 16. Confocal Laser Scanning Microscopy images of Filtek supreme ($\times 400$)

It showed thin degradation layer (arrow).

FIGURES ①

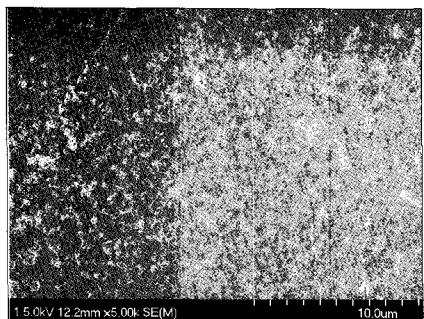


Fig. 1

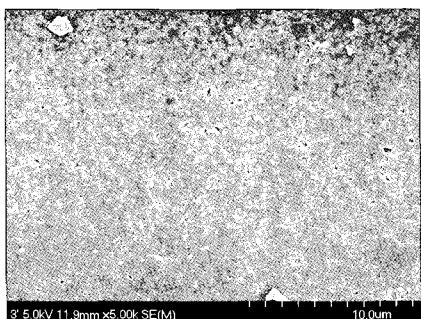


Fig. 2

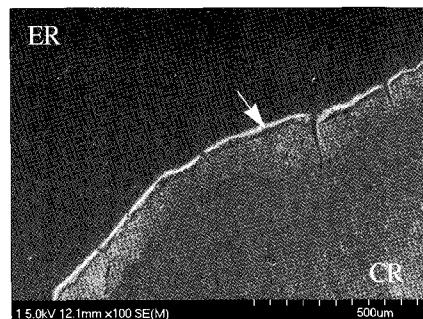


Fig. 3

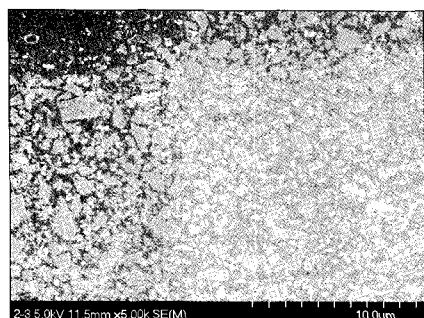


Fig. 4

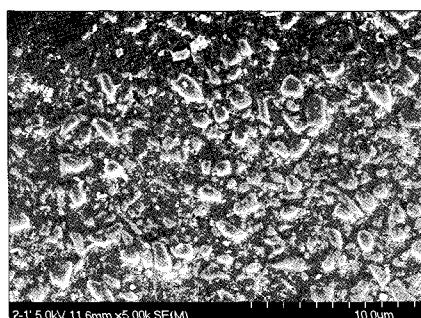


Fig. 5

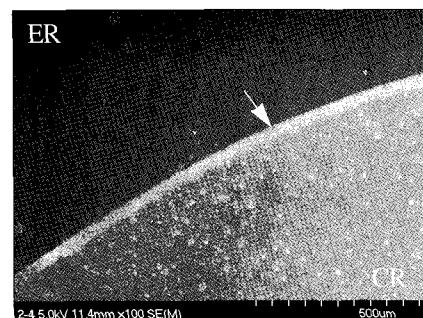


Fig. 6

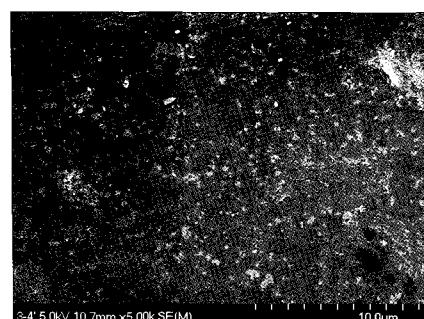


Fig. 7

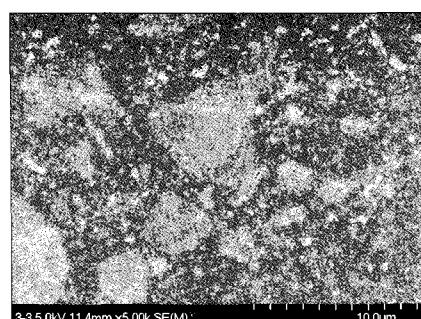


Fig. 8

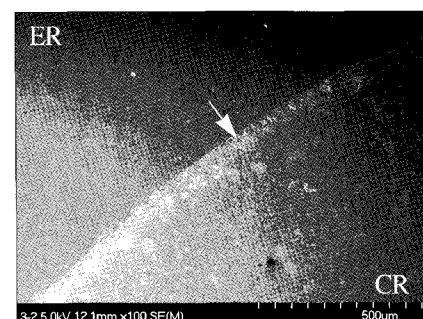


Fig. 9

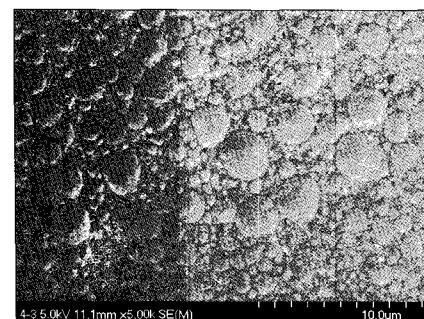


Fig. 10

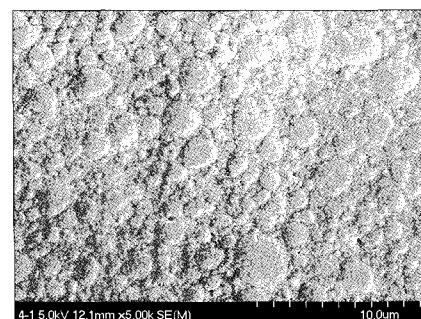


Fig. 11

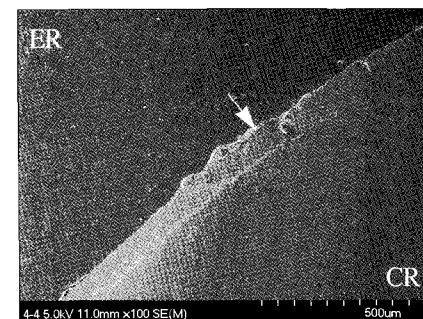


Fig. 12

* ER : epoxy resin, CR: composite resin, arrow : degradation layer

FIGURES ②

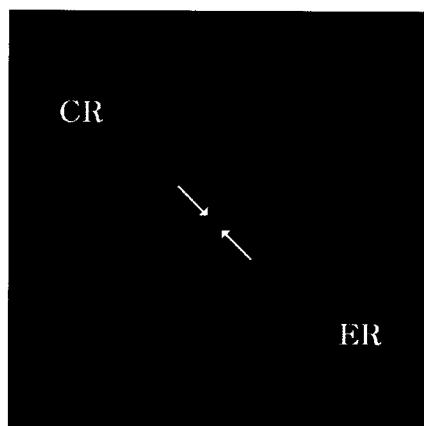


Fig. 13

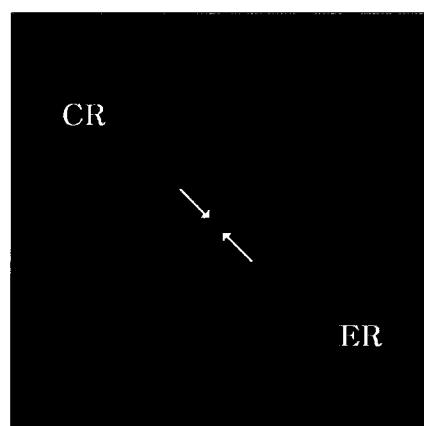


Fig. 14

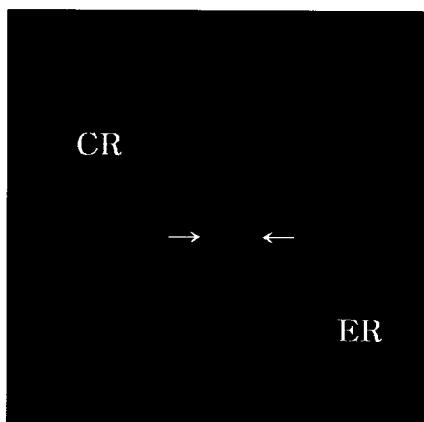


Fig. 15

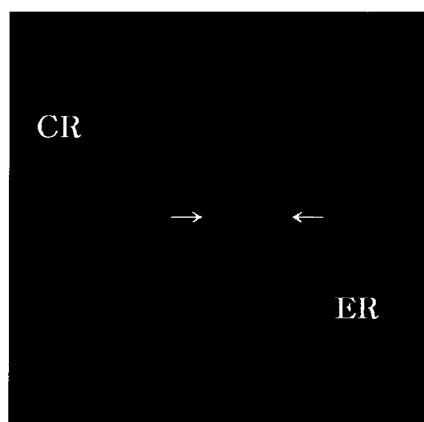


Fig. 16

* ER : epoxy resin, CR: composite resin, arrow : degradation layer

Abstract

ABRASION AND CHEMICAL DEGRADATION OF LIGHT-CURED COMPOSITE RESIN FOR UPDATED RESIN DEVELOPMENT

Kyu-Ho Yang, D.D.S. Ph.D. Nam-Ki Choi, D.D.S, Ph.D., Geun-Young Yook, D.D.S.

Department of Pediatric Dentistry, School of dentistry, Chonnam National University and Dental Research Institute

The aim of this study was to evaluate the resistance to degradation and to compare the wear resistance characteristics of four composite resins in an alkaline solution. The resistance to degradation was evaluated on the basis of mass loss(%), degradation depth(μm), Si loss(ppm) and wear depth.

The brands studied were Heliomolar flow, Filtek supreme, Point4, Tetric flow.

The results were as follows:

1. The sequence of the mass loss was in descending order by Heliomolar flow, Filtek supreme, Point4, Tetric flow. There was significant differences among the materials except Heliomolar flow and Filtek supreme.
2. The sequence of the degree of degradation layer depth was in descending order by Filtek supreme, Heliomolar flow, Tetric flow, Point4. There were significant differences among the materials except Heliomolar flow and Tetric flow.
3. The sequence of Si loss was in descending order by Filtek supreme, Heliomolar flow, Point4, Tetric flow. There were significant differences among the materials except Point 4 and Tetric flow.
4. The sequence of maximum wear depth was in descending order by Heliomolar flow, Point4, Filtek supreme, Tetric flow and there was increasing wear depth on soaking in 0.1N NaOH solution.
5. When observed with SEM, destruction of bonding between matrix and filler was observed and when observed with CLSM, the depth of degradation layer of specimen surface was observed.

These results indicate that wear and hydrolytic degradation could be considered to be evaluation factors of composite resins.

Key words : Composite resin, Wear, Subsurface degradation, Filler