# 차세대 레진 개발을 위한 광중합형 복합레진의 화학적 분해와 마모에 관한 연구

양규호 · 최은영 · 최남기 · 김선미

전남대학교 치과대학 소아치과학교실 및 치의학 연구소

# 국문초록

전남대학교 치과대학 소아치과학교실 및 치의학 연구소 수복재료로 사용되는 복합레진은 치아의 저작기능과 심미성을 회복할 수 있는 물리적, 화학적 성질뿐만 아니라 생물학적 적합성과 구강내 환경변화에 대한 내구성을 가지고 있어야 한다. 유치에 사용하려고 할 때에도 마모저항성과 구강내 환경에서의 분해저항성은 고려해야할 중요한 물성이다.

실험에 사용된 복합레진은 최근에 시판되고 있는 Metafil CX(Sun Medical, Japan) Solitaire 2(Heraeus Kulzer, USA), Composan LCM(Promedica, Germany), DenFil(Vericom, Korea)이었다. 각 제품의 분해저항성과 마모도를 평가하고자 마모시험 후 마모된 면의 깊이를 측정하였고 화학적분해를 얻기 위해 0.1N NaOH에 보관 시 각 제품의 분해저항성을 무게손실, 표면하 분해층 깊이, 용출된 Si 농도를 기준으로 평가하였고 주사전자현미경과 공촛점 레이저 현미경으로 분해층을 관찰하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

- 1. 무게 손실량은 0.74~7.94%까지 다양하였으며 Metafil에서 가장 높았다.
- 2. 분해층 깊이는 Metafil이 가장 깊었고 Solitare 2, Denfil, Composan LCM순이었고 Metafil은 다른제품과 유의한 차 이를 보였다(p<0.05).
- 3. Si 용출량은 Metafil이 가장 많았으며 Metafil CX와 Composan LCM, DenFil, Solitaire 2사이에 유의한 차이를 보였다(p(0.05).
- 4. 주사전자현미경 관찰시 표면 양상 및 분해층 깊이를 관찰할 수 있었고 공촛점 레이저 현미경 관찰시 NaOH 용액에 보관한 후 수복재의 기질과 충전제 사이의 결합의 파괴 양상을 관찰할 수 있었다.
- 5. 최대마모깊이는 DenFil에서 가장 낮았고, Metafil CX에서 가장 깊었으며 각 제품 간에는 유의한 차이를 보였다 (p(0.05).
- 6. 각 제품의 Si 용출량과 분해층 깊이 사이(r=0.491, p<0.05), 최대마모깊이와 비커스경도 간(r=-0.942, p<0.01)에 유 의한 상관관계를 보였다.
- 이상의 결과 복합레진의 평가요소로서 마모도와 함께 가수분해도 고려되어야 할 것으로 사료된다.

주요어 : 복합레진, 마모, 화학적 분해

# Ⅰ. 서 론

광주광역시 동구 학동 8번지 전남대학교 치과대학 소아치과학교실

Tel: 062-220-5476

교신저자 : **양 규 호** 

E-mail: hellopedo@hanmail.net

아말감에 비해 복합레진은 자연치와 색상이 유사하여 심미적이고 수복을 위한 산부식된 치질에 접착되어 삭제량이 적어 치질을 보호할 수 있어 여러 형태의 치과용 심미수복재료로 출시되어져 왔다. 소아치과 영역에서 사용되는 다른 심미적 재료로는 글래스 아이오노머, 컴포머 등이 있다. 글래스 아이오노머는

<sup>※</sup> 본 연구는 2004년도 전남대학교병원 임상연구소 지원에 의해 이루어진 것임.

법랑질, 상아질과 화학적으로 결합하며 불소를 유리한다는 장점이 있다고 Wilson과 Kent<sup>11</sup>에 의해 1962년 처음 소개되었으나 물리적 성질에 다소 문제가 있어 제한적으로 사용되고 있다. 컴포머<sup>21</sup>는 복합레진과 글래스 아이오노머의 단점들을 상호 보완하기 위해 1990년대 초반에 소개되었으며 불소를 유리한다<sup>31</sup>고 하여 2차 우식발생율이 더 높은 소아환자에서 글래스 아이오노머 대신에 많이 사용되기는 하지만 여전히 물리적 성질이떨어져 이것 역시 제한적으로 사용되고 있다. 1962년 Bowen<sup>41</sup>에 의해 Bis-GMA의 개발로 중합수축과 색조안전성을 개선시킨 복합레진의 소개로 치과의 대표적 수복재로 자리 잡았다.

그러나 계속적인 물성의 향상에도 불구하고 이러한 재료들의 가장 큰 문제는 교합압을 받는 부위에서의 과도한 마모라 할 수 있다<sup>5)</sup>. 이러한 마모 뿐 아니라 장기간 구강내 환경에 노출시 수 분흡수에 의한 강도 약화 등으로 응력이 작용하는 구치부에서는 사용이 제한되어졌다<sup>6)</sup>. 일반적으로 소아의 경우 성인에 비해 교합력이 약하고<sup>7,8)</sup> 유구치는 탈락하기 때문에 탈락시까지만 유지되는 것으로 충분하다고는 생각하는 사람들도 있다. 하지만 소아에서도 역시 재료들이 장기간 구강 내 환경에 노출되어 교모, 수분흡수, 착색 등의 요인으로 수복물 표면의 마모와 변색 및 수복물 자체의 파괴가 발생될 수 있다<sup>9)</sup>는 점은 간과하여서는 안된다.

표면하 분해의 깊이는 재료의 투과성에 의존하고, 재료의 투과성은 실란 결합의 안정성뿐만 아니라 기질과 충전제 입자의화학적, 물리적 성질에 따라 다르게 나타난다<sup>10)</sup>. 충전제가 물이나 인공타액에서 용해되는 것이 매우 느리고 복합레진이 구강환경 내에서 분해 되는 것은 수산화 이온 때문이므로<sup>11,12)</sup> 본 연구에서 사용된 0.1N NaOH 용액은 물이나 인공타액보다 10<sup>6</sup>배의수산화 이온이 더 많아 좀더 강한 매체를 제공해 줄 수 있다<sup>13)</sup>.

마모량을 평가하는 방법은 인체 내의 수복물에서 측정하는 방법과 실험적으로 측정하는 방법이 있다. 그러나 임상적인 검 사는 시간, 비용, 조건의 조절이 어려워 임상적인 생체조건 상황을 재현할 수 있는 많은 실험적인 방법들이 계속 개발되고 있다<sup>14-16)</sup>.

이러한 재료들을 구치부에 사용하는데 있어 그 동안 문제점으로 주로 지적되어 온 마모에 관한 문제를 얼마나 해결할 수 있는가는 상당히 중요하다. 구강 내에서의 마모과정은 표면의화학적 분해와 부분적으로 관계가 있는 것으로 보이는데 이 과정은 수복물이 수분을 흡수하여 충전제와 기질 사이의 실란 결합을 파괴시키고, 흡수된 수분이 기질-충전제 인접면과 작은 기포 등을 통해 서서히 침투되어 점차적으로 실란 결합을 파괴하는 것으로 설명된다<sup>13)</sup>.

본 연구의 목적은 소아치과 영역에서 주로 사용되는 최근 시판되고 있는 4종 복합레진의 화학적 분해의 효과를 알기 위해표면하 분해의 깊이를 측정하고 무게 변화, Si 이온의 농도, SEM과 Energy Dispersive X-ray Analysis 및 공촛점 레이저 주사현미경 등의 관찰과 마모저항성을 비교하고자 마모량을 측정하였고 이 실험들을 통해 재료의 특성을 비교 분석하여 재료 선택에 있어 하나의 지표가 되고자 하였다.

## Ⅱ. 연구 재료 및 방법

본 연구에서는 Metafil CX(Sun medical, Japan) Solitaire 2 2(Heraeus Kulzer, USA), Composan LCM(Promedica, Germany), DenFil(Vericom, Korea) 등 4종을 사용하였다 (Table 1).

Table 1. Materials used in this study

Table 1. Materials used in this study						
Brand Name	Matrix	Filler	Particle size			
Composan LCM	Bis-GMA UDMA TEGDMA	Ba glass silica	0.5-2µm			
DenFil	Bis-GMA TEGDMA	Ba glass silica	$0.04$ – $0.1\mu\mathrm{m}$			
Metafil	Bis-PMA UDMA TEGDMA	Ba glass silica	Mean			
Solitaire 2	UDMA	silicone dioxide Ba glass	Mean			

\* Bis-GMA: Bisphenol A diglycidylether methacrylate

Bis-PMA: propoxylated Bis-GMA UDMA: urethane dimethacrylate

TEGDMA: tetrathylene glycol dimethacrylate

### 1. 시편제작

화학적 분해를 평가하기 위해 내경 10mm, 두께 3mm인 테 프론 몰드를 이용하여 각 제품마다 5개의 시편을 제작하였다. 각 재료를 테프론 몰드에 약간 넘치도록 주입하고 기포발생을 줄이기 위해 레진 기구로 응축시키거나 탐침으로 가장자리를 정리한 후 2장의 Mylar sheet와 유리판으로 압접하여 편평한 표면을 만들었다. 가시광선 중합기(Coltolux, Coltène, USA)로 각 면마다 20초씩 광조사한 다음 Mylar sheet와 유리판을 제거한 후 각 면에 20초씩 추가 조사하였다.

증류수 내에서 초음파세척기를 이용하여 3분간 세척하여 시 편의 이물질을 제거하고 각 시편을 60℃ 오븐에서 2시간 동안 건조시켰다.

또한 마모저항성을 평가하기 위해 10mm, 두께 3mm인 테 프론 몰드를 이용하여 새로운 시편 5개를 제작 후 epoxy resin (Epofix Kit, Struers, Denmark)에 매몰하여 각각 20×20×20mm의 정육면체를 만들었다. 600, 1000, 1200 및 1500 grit의 사포로 표면을 연마하고, 3μm과 1μm Al2O3(Logitech Ltd, UK)와 polishing clothes(OP-Nap, Struers, Denmark)로 마무리하였다.

## 2. 무게측정

건조 후 초기 시편 무게를 측정하였다. 각 시편을 5 m의 0.1N NaOH 용액이 담긴 폴리에틸렌용기에 담구고, 시편의모든 부분이 용액과 접촉하도록 하는 한편 공기와의 접촉을 차단하기 위해 용기의 뚜껑 부분을 얇은 필름(PARAFILM, American National Can, USA)으로 완전히 밀봉한 다음 60 ℃ 오븐에서 2주간 보관하였다. 2주 후 시편을 1.23% HCl 용액으로 2시간 동안 중화시킨 후 흐르는 물에 세척하여 37℃ 항온기에서 24시간 건조하고 무게를 측정하였다. 초기의 무게와용액에 저장한 후 무게차이를 계산하여 무게손실비(%)를 측정하였다.

## 3. 충전제 함량 측정

초기 시편의 무게를 측정한 후 600℃의 오븐에서 2시간동안 기질을 연소시킨 다음 남아있는 충전제의 무게를 측정하여 무 기 충전제의 함량을 무게비로 나타내었다.

# 4. 충전제 성분 분석

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 정량 분석하였다.

#### 6. 주사전자현미경적 관찰

NaOH 용액에 보관했던 시편을 에폭시 레진에 매몰하여 1500 grit의 사포까지 연마한 후 3μm과 1μm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 polishing cloths로 마무리하였다. 시편을 각각 백금으로 표면 처리하여 주 사전자현미경(S-4700, Hitachi, Japan)으로 용액에 저장하기 전과 후의 시편 표면을 관찰하고, 시편의 대조도의 차이로 표면 하 분해층을 구분하여 각 시편당 8지점의 두께를 측정하 였다.

## 7. 공촛점 레이저 주사현미경적 관찰

노출된 시편을 마이크로톰(Isomet, Buehler, USA)을 이용하여 500㎝로 절단하고 슬라이드 유리에 wax를 이용하여 부착하였다. PBS(phosphate buffered saline)에 5분 정도 담근후 Propidium Iodide(PI) 용액에 10분 동안 보관한 다음, 다시 PBS로 세척하였다. 공촛점 레이저 주사현미경(Confocal Laser Scanning Microscopy, 이하 CLSM, Olympus fluoview 300, Olympus, Japan)에서 He-Ne 레이저원(488㎜)을 이용하여 분해층 깊이를 관찰하였다.

## 8. 표면경도 측정

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

## 9. 마모도 측정

20mm×20mm×20mm의 시편을 마모측정기에 장착하고 200rpm의 속도로 총 5,000회 회전시켰다. 마모의 깊이는 SEM관찰로 최대마모깊이를 측정한 후 평균을 내었다.

# 10. 통계학적 분석방법

비모수 검정 중에서 Kruskal-Wallis test와 Tukey's multiple comparison test를 시행하였고 상관관계를 보고자 Pearson correlation analysis를 시행하였다.

## Ⅱ. 연구 성적

## 1. 충전제 성분 분석

시편내 충전제의 화학적 구성과 함량 분석 결과는 EDS에 의해 분석되었으며 Table 2에 표시하였다. 시편에서 구성성분이 차지하고 있는 함량을 무게비로 나타낸 것은 Table 3과 같다.

### 2. 무게손실, 충전제의 용출농도 및 분해층 깊이와 상관관계

무게손실은 각 Metafil이 가장 높았으며 그다음 Solitaire 2, DenFil, Composan LCM 순이었다(Table 4). Si 용출량은 Metafil CX과 Composan LCM, DenFil, Solitaire 2사이에 유의한 차이를 보였다(p〈0.05, Table 5). 분해층 깊이는 Metafil에서 154.05㎜로 가장 깊었고 Solitaire 2, DenFil, Composan LCM 순이었으며, Metafil CX는 다른 제품과 유의한 차이를 보였다(p〈0.05, Table 6).

Si 용출량과 분해층 깊이사이에 유의한 상관관계가 나타났다 (r=0.491, p<0.05, Table 8).

### 3. 주사전자현미경적 소견

표면을 관찰한 결과 0.1N NaOH 용액 저장 후 기질이 소실 되어 충전제가 두드러진 양상을 볼 수 있었고 충전제 입자의 표 면이 분해에 의해 white line으로 탈회된 모습을 보였다.

분해층 깊이 관찰시 Metafil에서 154.05(±11.90)때로 가장 깊었고 Solitaire 2, DenFil, Composan LCM 순이었다.

## 4. 공촛점 레이저 주사현미경적 관찰

Propidium Iodide에 의해 형광 염색된 시편을 관찰한 결과 Solitaire 2가 가장 깊고 Metafil이 그 다음이었으며 나머지 제 품에서는 더 작은 분해층 깊이를 관찰 할 수 있었다.

## 5. 마모량과 표면경도

Table 7은 마모시험 후 각 재료의 마모 최대깊이와 재료 자체의 표면경도를 나타낸 것이다. 최대마모깊이는 DenFil에서 가장 낮았고, Metafil에서 가장 깊었다.

Table 2. Chemical composition in the filler particles

Material		element (Wt %	) of the filler		weight %
Material	Si	0	Al	Ва	of filler
Composan LCM	29.69	22.18	4.95	14.97	71.79
DenFil	32.09	23.12	5.44	16.02	76.67
Metafil	23.65	29.69	0.51	0.24	54.09
Solitaire 2	31.02	22.77	3.90	12.94	70.63

Table 3. Weight percent of elements of fillers in 4 materials

Element	Si	О	Al	Ва
Composan LCM	41.35	22.21	6.90	20.85
DenFil	41.85	30.16	7.09	20.90
Metafil CX	59.38	38.72	1.29	0.61
Solitaire 2	43.92	32.24	5.52	18.32

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

111000 1000 (707 01	The de received at the expectation of persons to the entire the en					
Material	Mass loss(%)	$\mathbf{x}^2$	Р	Tukey's grouping		
Composan LCM	$0.74 \pm 0.39$			С		
DenFil	$0.81 \pm 0.31$	16.10	0.0011	$^{\mathrm{C}}$		
Metafil	$7.94 \pm 0.39$	10.10	0.0011	A		
Solitaire 2	$2.26 \pm 0.60$			В		

Table 5. Si loss(ppm) of 4 materials exposed to 0.1N NaOH solution

Material	Si loss(ppm)	eluted Si % from Si in filler	$\kappa^2$	Р	Tukey's grouping
Composan LCM	246.24±57.87	0.550714			В
DenFil	$291.76 \pm 120.73$	10.21668	14.1543	0.0027	В
Metafil	$2907.00 \pm 1331.97$	2.946901			A
Solitaire 2	$495.82 \pm 228.59$	1.081207			В

Table 6. Degradation layer depth(µm) of 4 materials exposed to NaOH solution

Material	Degradation layer depth (‡m)	$\mathbf{x}^2$	P	Tukey's grouping
Composan LCM	$9.85 \pm 1.50$			С
DenFil	$18.26 \pm 7.79$	16.496	0.0009	C
Metafil	$154.05 \pm 11.90$			A
Solitaire 2	$121.15\pm27.56$			В

Table 7. Maximum wear depth and hardness

	The state of the s				
		Mean maximum depth(µm)	Mean Vicker's hardness number (VHN)		
	Composan LCM	$116.00 \pm 8.60$	$56.54 \pm 5.96$		
	DenFil	$89.20 \pm 7.56$	$66.24 \pm 3.60$		
	Metafil	$193.20 \pm 6.14$	$18.48 \pm 1.84$		
	Solitaire 2	$141.00 \pm 9.06$	$52.46 \pm 3.02$		
_	Metafil	$193.20 \pm 6.14$	18.48±1.84		

Table 8. Pearson correlation coefficients

	Mass loss	Si loss	VHN	Maximum wear depth	Degradation depth
Mass loss	-	r=0.844 p< 0.0001	r=-0.948 p< 0.0001	r=0.925 p< 0.0001	r=0.570 p=0.0087
Si loss		-	r=-0.831 p< 0.0001	r=0.789 p< 0.0001	r=0.491 p=0.0278
VHN			-	r=-0.941 p< 0.0001	r=-0.544 p=0.0130
Maximum wear depth				-	r=0.701 p=0.0006
Degradation depth					-

시험재료간의 표면경도(VHN)은 DenFil이 평균 66.24로 가장 높은 수치를 나타내었으며, Composan LCM이 56.54, Solitaire 2가 52.46, Metafil이 18.4의 표면 경도를 보였다. 표면경도값과 마모시험으로 나타난 최대마모깊이는 통계적으로 유의한 상관관계를 나타냈다(r=-0.941, p<0.05, Table 8).

## 6. 각 항목간 상관계수

각 제품의 Si 용출량과 분해층 깊이 사이(r=0.491, p<0.05), 마모 최대 깊이와 비커스 경도 간(r=-0.941, p<0.01)에 Si 용출량과 마모 최대 깊이(r=789, p<0.01)등 항목 간에는 유의한 상관관계를 보였다(Table 8).

# Ⅳ. 총괄 및 고찰

심미수복재료의 단점은 마모저항성이 낮고 구강내에 노출된 수복물의 표면하방에서 표면하 분해층이 관찰된다는 점이다<sup>17)</sup>. 표면하 분해층은 응력이 집중되는 부위뿐 아니라 비응력 부위에서되 분해층이 발견됨으로써 분해층 형성의 원인은 응력뿐만이 아니라 재료의 용해성 역시 영향을 준다고 여겨지고 있다<sup>17,18)</sup>. 이러한 재료들의 높은 용해성은 접착부분의 긴밀성과 심미성의 상실로 인해 물리적 성질변화로 수복물의 실패로 이어진다<sup>19)</sup>.

복합레진이 구강내의 액상의 환경에 노출될 경우, 수분을 흡수하여 수산기를 형성하고 국소적인 pH가 상승되어 기질과 필러 입자의 결합부 분해가 촉진된다<sup>18)</sup>. 이런 필러에 대한 수분의 공격은 기질과 필러사이에 미세간격을 유발하며 굴절율을 변화시켜 불투명하게 만들어 심미적 성질에도 영향을 준다<sup>20)</sup>. Chen과 Brauer<sup>21)</sup>, Kamel과 Neri<sup>22)</sup>은 레진과 충전제 계면의 실란결합이 수분의 침투로 인해 파괴됨으로 강도가 저하한다고 보고하였다.

화학적 분해의 실험실 평가시 매체의 선택은 중요하다. 이전 의 연구에서 수복물내의 국소적인 pH가 상승되었을 경우 실란 커플링제와 충전제입자의 분해가 촉진되는 것으로 보고 되었 고<sup>23)</sup>, 이러한 pH는 수복물이 수분을 흡수하게 되면 수산기를 형성하여 국소적으로 pH가 상승된다고 하였다. Sarkar<sup>13)</sup>에 의 하면 NaOH는 다량체 기질에 영향을 주지 않고 충전제 입자를 분해하며, in vivo에서 보여 지는 것과 유사한 표면하 분해를 형성한다고 하였다. 이러한 분해는 인접면 결합 파괴, 충전제의 용출, 기질간의 틈새 형성, 중합되기 전 단계인 레진 블록의 파 괴, 레진의 표면 파괴 등을 포함한다. 충전제 분자들의 용출은 충전제 표면이 연화된 결과 충전제-기질 결합이 깨지면서 야기 된다. 이렇게 형성된 약해진 층으로 인해 수복물의 착색과 변색 이 쉽게 일어날 수 있고 마모가 더 잘 나타날 수 있다고 생각할 수 있다. 본 연구에 사용된 0.1N NaOH 용액은 물과 인공타액 에 존재하는 수산기보다 106배 더 많기 때문에 더욱 침투적인 매체가 될 수 있다<sup>15,16)</sup>.

X-ray data를 통하여 표본의 질적, 양적인 정보를 제공하는 EDS를 통해 각 제품의 시편내 충전제의 성분 함량을 분석한 결과 본 연구에 사용된 재료들 모두 Si, O가 주를 이루고 그 외Ba, Al 등으로 구성되어 있었으며 Metafil CX은 다른 재료들에 비해 Al과 Ba의 함량이 적었다.

0.1N NaOH 용액내로 유출된 충전제의 성분은 ICP-AE spectroscopy 기술을 이용하여 분석하였다. 용출된 Si 농도는 필러내에 Si 농도가 높은 Metafil이 4688ppm으로 전체 충전 제내 Si 함량의 10.2%가 용출되어 다른 제품에 비해 높은 값을 보였다. Si의 용출과 질량 소실 사이의 상관관계로 표면 소실은 레진 기질 자체의 분해 때문이 아니라 실란 결합과 필러 입자사이의 내부적 분해의 결과로 나타난다는 것을 알 수 있다<sup>13)</sup>. Si는 SiO2나 glass silicate의 성분이므로 용출된 Si는 충전제 입자

분해의 증거<sup>13)</sup>이기 때문에 함량이 높은 재료에서 많이 용출된 것으로 보인다. 이러한 필러와 기질사이의 계면 분리는 손상을 미세현미경학적으로 명확하게 한다<sup>13)</sup>.

화학적 분해층의 형성은 레진과 충전제, 실란 결합의 물리적 화학적 성질의 복합 성질인 재료의 투과성에 의존한다. 본 연구 에서는 수복재의 분해층 표면과 분해 깊이 측정을 위하여 SEM 과 CLSM이 이용되었다. SEM을 사용하여 얻은 이미지를 통 하여 광학 현미경으로 볼 수 없는 특징을 분석하거나 측정하였 고 CLSM은 optical axis에 pinhole을 설치하여 초점이 정확 하게 맞는 광선만을 선택할 수 있도록 개선함으로써 해상력을 극대화시킨 상을 얻을 수 있다<sup>24)</sup>. SEM 소견상 분해층 깊이는 Metafil이 150.921 μm로 가장 깊은 층을 형성하였고 Si 용출양 과 분해층 깊이 사이에는 유의한 상관관계를 보였다(r=0.491, p(0.05, Table 8). 주어진 환경과 시간동안의 분해층의 깊이는 재료의 투과성에 의존한다. 투과성은 레진,필러, 실란결합의 물 리 · 화학적인 성질의 복합적인 결과이며 이러한 성질은 레진의 수분흡수 성질과 필러와 실란결합의 가수분해에 대한 안정성을 포함하고 내부침식에 있어 무기필러의 조성, 입자크기 및 분포 도가 중요한 역할을 한다. 그러므로 같은 필러입자가 분산된 경 우 유기 필러가 실리카를 포함하는 필러보다 가수분해에 있어 더 불안정하며 알칼리를 포함하는 유기필러는 내부 분해를 더 욱 촉진할 수 있는 다른 요소가 될 수 있으며 이는 Sarkar<sup>13)</sup>이 충전제 분해와 내부 침식이 관련이 있다는 보고와 일치하는 결 과이다.

심미수복재료인 복합례진의 단점 중의 하나는 마모에 대한 저항성이 충분하지 않다는 것이다<sup>9,17)</sup>. 최근 마모저항성을 증진시키는 많은 발전이 있었으나 현재까지도 마모의 정확한 기전은 확립되지 못하였다. 마모와 관련된 여러 가지 인자 중 마모된 수복물에서 구강내 환경에 노출된 모든 표면의 하방에 표면하 분해층이 관찰되고 응력 집중부위에서 뿐만 아니라, 비응력집중부위에서도 분해층이 발견됨으로써 stress만이 유일한 원인이 아니라 수복물내의 표면하 분해와 재료의 용해성이 관련된 하나의 인자로 여겨지고 있다<sup>17,18)</sup>. 마모에 의한 소실이 침식에 의한 분해층 형성보다 빠르면 기계적 마모이고, 반대의 경우는 화학적 분해이다<sup>13)</sup>.

Hudson 등<sup>25)</sup>은 표면의 강도와 마모도 사이에는 상관관계를 보이지 않았다고 하였지만, Monasky와 Taylor<sup>26)</sup>는 표면의 성상이나 강도는 내마모성에 영향을 미칠 수 있는 인자라고 하였다. 본 연구에서도 Monasky와 Taylor<sup>26)</sup>의 주장처럼 표면경도와최대마모깊이와 높은 상관관계를 보였다(r=-0.941, p(0.01).

시중에 판매되는 여러 심미수복재료 중에서 선택시 평가기준을 제시하고자 하는데 이 연구의 목적이 있었다. 그러나 이번 연구는 다양한 구강 조건을 고려하지 못했다는 한계가 있었으며 저작시 운동과 상대마모제, 마모환경 등 실제 구강 조건과 차이가 있으므로 이런 조건을 좀더 다양하게 적용하여 마모에 대한 연구가 더 필요하리라 사료된다.

# Ⅴ. 결 론

본 연구는 복합레진의 마모와 화학적 분해에 관하여 최근 시판되어 사용되고 있는 Metafil CX, Composan LCM, Den-Fil, Solitaire 2 등을 사용하여 0.1N NaOH에 침적시켜 화학적분해를 관찰하고 마모도를 측정하여 이와의 관련성을 평가하고자 하였다.

- 1. 무게 손실량은 0.74~7.94%까지 다양하였으며 Metafil에 서 가장 높았다.
- 2. 분해층 깊이는 Metafil CX가 가장 깊었고 Solitaire 2, DenFil, Composan LCM순이었고 Metafil CX는 다른제 품과 유의한 차이를 보였다(p(0.05).
- 3. Si 용출량은 Metafil CX가 가장 많았으며 Metafil CX와 Composan LCM, DenFil, Solitaire 2사이에 유의한 차이를 보였다(p<0.05).
- 4. 주사전자현미경 관찰시 표면 양상 및 분해층 깊이를 관찰 할 수 있었고 공촛점 레이저 현미경 관찰시 NaOH 용액에 보관한 후 수복재의 기질과 충전제 사이의 결합의 파괴 양 상을 관찰할 수 있었다.
- 5. 최대마모깊이는 DenFil에서 가장 낮았고, Metafil CX에서 가장 깊었으며 각 제품 간에는 유의한 차이를 보였다 (p<0.05).
- 6. 각 제품의 Si 용출량과 분해층 깊이 사이(r=0.491, p(0.05), 최대마모깊이와 비커스 경도 간(r=-0.942, p(0.01)에 유의한 상관관계를 보였다.

이상의 결과 복합레진의 평가요소로서 가수분해와 함께 마모 도도 고려되어야 할 것으로 사료된다.

### 참고문헌

- 1. Wilson AD, Kent BE: The glass ionomer cement, a new translucent cement for dentistry. J Appl Chem Biotechnol, 21:313-316, 1971.
- 2. Kugel G, Perry RD, Hoang E, et al.: Dyract compomer: Comparison of total etch vs. no etch technique. Gen Dent, 606-608, 1998.
- 3. Lavis JF, Peters MCRB, Mount GJ: *In vitro* changes to Dyract componers restorative immersed in various media. J Dent Res, 74:491 (IADR Abstract No.727), 1995.
- 4. Bowen RL: Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. J Am Dent Assoc, 66:57-64, 1963.
- 5. Wu W, McKinney JE: Influence of chemical on wear of dental composites. J Dent Res, 61(10):1180–1183, 1982.
- 6. Bayne SC, Thompson JY, Swift EJ Jr, et al.: A

- characterization of first -generation flowable composites. J Am Dent Assoc, 129:567-577, 1998.
- 7. Proffit WR, Fields HW, Nixon WL: Occlusal forces in normal- and long-face adults. J Dent Res, 62(5):566-571, 1983.
- 8. Fields HW, Proffit WR, Case JC, et al.: Variables affecting measurements of vertical occlusal force. J Dent Res, 65:135–138, 1986.
- Leinfelder KF, Sluder TB, Sockwell CL: Clinical evaluation of composite resins as anterior and posterior restorative materials. J Prosthet Dent, 33:407– 416, 1975.
- 10. Ferrancane JL: Elution of leachable components from composites. J Oral Rehabil, 21:441-452, 1994.
- 11. Sarkar NK, Xu X, Li L, et al.: Hydrolytic degradation of dental composites. J Dent Res spec., 1855, 1996
- Hosoda H, Yamada T, Inokoshi S: Study on degradation of posterior composite resins I. Structural changes in subsurface damage layer of resins under alkaline conditions. J Conserv Dent, 30:1251-1265, 1987.
- 13. Sarkar NK: Internal corrosion in dental composite wear: Its significance and simulation. J Biomed Mater Res, 53:371–380, 2000.
- 14. DeLong R, Douglas WH: An artificial oral environment for testing dental materials. IEEE Trans Biomed Eng. 38:339-345, 1991.
- 15. Roulet JF: Degradation of dental polymers. Karger Press, Basel, Switzerland, 92-113, 1987.
- 16. Yap AU, Ong LF, Teoh SH, et al.: Comparative wear ranking of dental restoratives with the BIO-MAT wear simulator. J Oral Rehabil, 26:228-235, 1999.
- 17. Roulet JF, Wälti C: Influence of oral fluid on composite resin and glass-ionomer cement. J Prothet Dent, 52(2):182-189, 1984.
- 18. Söderholm KJ: Filler leachability during water storage of six composite materials. Scand J Dent Rest, 98:82–88, 1990.
- 19. Bapna MS, Mueller HJ: Relative solubilities of hybrid ionomer and componers by acid imoingement. J Oral Rehabili, 26:789–790, 1999.
- 20. Söderholm KJ: Leaking of fillers in dental composites. J Dental Res, 62:126-130, 1983.
- 21. Chen TM, Brauer GM: Solvent effects on bonding organo-silane to silica surfaces. J Dent Res, 61(12):

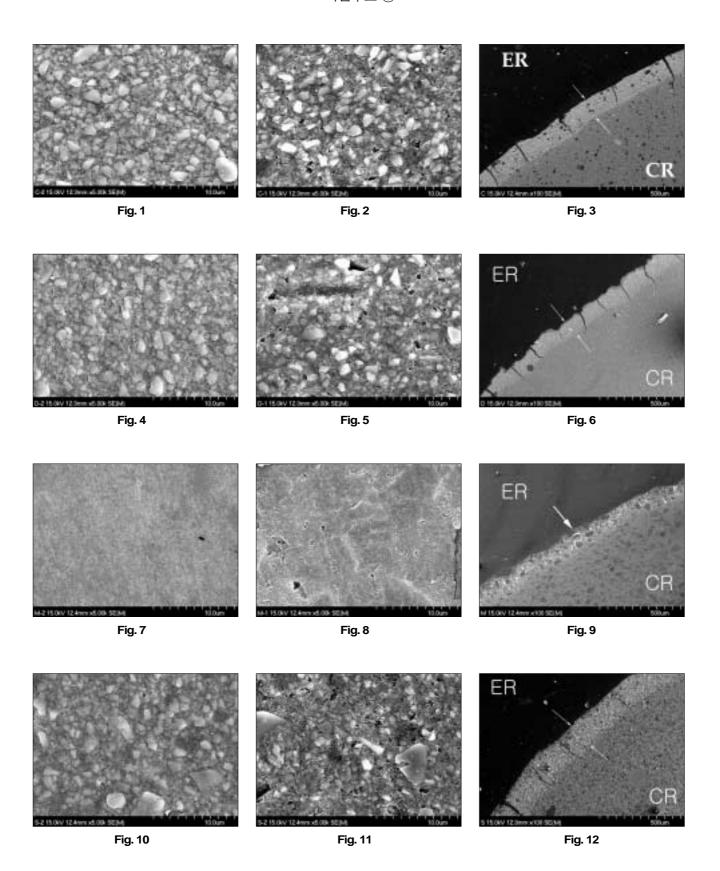
- 1439-1443, 1982.
- 22. Kamel IL, Neri GA: Radiation modified filler for dental restorative composites. J Math Phys Chem, 14:603-611, 1979.
- 23. Ferracane JL, Condon JR: Rate of elution of leachable components from composite. Dent Mater, 6:282-287, 1990.
- 24. Shotton DM: Confocal scanning optical microscopy

- and its applications for biological specimens. J Cell Sci, 94:175-206, 1989.
- 25. Hudson JD, Goldstein GR, Georgescu M: Enamel wear caused by three different restorative materials. J Prosth Dent, 74(6):647-654, 1995.
- 26. Monasky GE, Taylor DF: Studies on the wear of porcelain, enamel and gold. J Prosth Dent, 25(3): 299–306, 1971.

# **Explanation of Figures**

- (Fig. 1.~Fig. 3. Scanning electron micrographs of Compocan LCM)
- Fig. 1. SEM of Compocan LCM before soaking in 0.1N NaOH solution (×5000).
- Fig. 2. SEM of Compocan LCM after soaking in 0.1N NaOH at  $60^{\circ}$  for 2 weeks ( $\times 5000$ ). As the matrix decreases, the filler particles are distinguished.
- Fig. 3. SEM of degradation layer depth Compocan LCM (×100).
- (Fig. 4.~Fig. 6. Scanning electron micrographs of DenFil)
- Fig. 4. SEM of DenFil before soaking in 0.1N NaOH solution (×5000).
- Fig. 5. SEM of DenFil after soaking in 0.1N NaOH at 60℃ for 2 weeks (×5000). As the matrix decreases, the filler particles are distinguished.
- Fig. 6. SEM of degradation layer depth DenFil (×100).
- (Fig. 7.~Fig. 9. Scanning electron micrographs of Metafil CX)
- Fig. 7. SEM of Metafil CX before soaking in 0.1N NaOH solution (×5000).
- Fig. 8. SEM of Metafil CX after soaking in 0.1N NaOH at 60°C for 2 weeks (×5000). This shows the debonding of filler from matrix.
- Fig. 9. SEM of degradation layer depth Metafil CX (×100).
- (Fig. 10.~Fig. 12. Scanning electron micrographs of Solitaire 2)
- Fig. 10. SEM of Solitaire 2 before soaking in 0.1N NaOH solution (×5000).
- Fig. 11. SEM of Solitaire 2 after soaking in 0.1N NaOH at 60°C for 2 weeks (×5000). The periphery of the filler particles appears whitish color due to degradation
- Fig. 12. SEM of degradation layer depth Solitaire 2 (×100).
- Fig. 13. Confocal Laser Scanning Microscopy image of Compocan LCM (×500) It showed thin degradation layer (arrow).
- Fig. 14. Confocal Laser Scanning Microscopy image of DenFil (×500) It showed thin degradation layer (arrow).
- Fig. 15. Confocal Laser Scanning Microscopy image of Metafil CX (×500) It showed thick degradation layer (arrow).
- Fig. 16. Confocal Laser Scanning Microscopy image of Solitaire 2 (×500) It showed thick degradation layer (arrow).

# 사진부도 ①



# 사진부도 ②

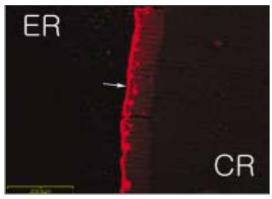


Fig. 13

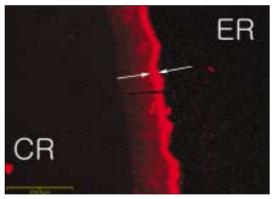


Fig. 14

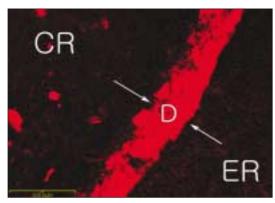


Fig. 15

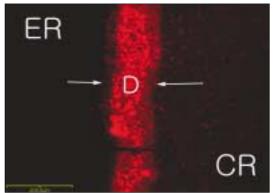


Fig. 16

#### **Abstract**

## WEAR AND CHEMICAL DEGRADATION OF ESTHETIC RESTORATIVE MATERIALS

Kyu-Ho Yang, D.D.S. Ph.D., Eun-Young Choi, D.D.S., Nam-Ki Choi, D.D.S. Ph.D., Seon-Mi Kim, D.D.S. Ph.D.

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

The aim of this study was to evaluate the resistance to degradation and to compare the wear resistance characteristics of four esthetic restorative materials in an alkaline solution (0.1N NaOH).

The brands studied were MetafilCX(Sun medical, Japan) Solitaire 2(Heraeus Kulzer, USA), Composan LCM(Promedica, Germany), DenFil(Vericom, Korea).

The results were as follows:

- 1. The mass loss of each brand was  $0.74 \sim 7.94\%$  and highest value in Metafil( $7.94 \pm 0.39\%$ ).
- 2. The sequence of the degree of degradation layer depth was in descending order by Metafil, Solitaire 2, DenFil, Composan LCM. There were significant differences between Metafil and the others(p(0.05).
- 3. The sequence of the Si loss was in descending order by Metafil, Solitaire 2, Composan LCM, DenFil. There were significant differences among the materials(p<0.05).
- 4. On SEM, destruction of bonding between matrix and filler and on CLSM, the depth of degradation layer of specimen surface was observed.
- 5. The sequence of maximum wear depth was in descending order by Metafil, Solitaire 2, Composan LCM and DenFil. There were significant differences among the materials(p<0.05).
- 6. The correlation coefficient between Si loss and degradation layer depth (r=0.491, p(0.05) and Vicker's hardness number and maximum wear depth (r=-0.942, p(0.05) were relatively high.

These results indicate that hydrolytic degradation and wear may consider as a evaluation factors of composite resins.

**Key words**: Composite resin, Wear, Hydrolytic degradation