

도재 라미네이트 두께와 광원 및
광조사 시간에 따른 광중합형 레진 시멘트의
FT-IR 을 이용한 중합도 비교

연세대학교 대학원

치 의 학 과

유 지 성

도재 라미네이트 두께와 광원 및
광조사 시간에 따른 광중합형 레진 시멘트의
FT-IR 을 이용한 중합도 비교

지도교수 심 준 성

이 논문을 석사학위 논문으로 제출함

2009 년 6 월 일

연세대학교 대학원

치 의 학 과

유 지 성

유지성의 석사학위 논문을 인준함

심사위원 심 준 성 인

심사위원 김 선 재 인

심사위원 이 용 근 인

연세대학교 대학원

2009 년 6 월 일

감사의 글

이 논문이 완성되기까지 부족함이 많은 저에게 끊임없는 지도와 격려, 세심한 배려를 해주신 심준성 교수님께 진심으로 감사를 드립니다. 또한, 귀중한 시간을 내주시어 부족한 논문을 살펴주시고, 논문의 작성과 심사에 아낌없는 조언과 도움을 주신 김선재 교수님, 이용근 교수님께도 깊은 감사를 드립니다.

보철학을 공부할 수 있도록 기회를 주시고 이 자리까지 올 수 있도록 항상 따뜻한 관심과 조언으로 지도해 주신 정문규 교수님, 한동후 교수님, 이근우 교수님, 문홍석 교수님, 이재훈 교수님, 배은경 교수님, 박영범 교수님, 김성태 교수님, 김지환 교수님께도 감사드립니다.

이 논문을 완성하기까지 많은 도움과 존재만으로도 힘이 되어준 보철과 의국원들, 특히 수련 동기들에게 감사드리며, 실험에 도움을 주신 교정과 유형석 교수님과 치과생체재료공학 교실원 여러분께도 감사의 마음을 전하고 싶습니다.

마지막으로 사랑하는 하나님께 깊이 감사드리고, 지금까지 보살피 주시고 아낌없는 성원을 베풀어주신 부모님과 사랑으로 늘 기도해주시는 시부모님, 그리고 부족한 저를 변함없이 아껴주는 사랑하는 남편 철현에게 감사의 마음을 전하면서 이 기쁨을 함께 하고 싶습니다.

2009 년 6 월

유지성 드림

목 차

그림 및 표 차례	ii
국문요약	iii
I. 서론	1
II. 연구 재료 및 방법	4
1. 연구 재료	4
2. 연구 방법	6
가. 도재 시편 제작	6
나. 중합도 측정	6
다. 통계학적 분석	10
III. 연구 결과	11
IV. 총괄 및 고찰	15
V. 결론	19
참고문헌	20
영문요약	24

그림 차례

Figure 1. Schematic illustration of the infrared spectroscopy set-up (cross sectional view).	7
Figure 2. FTIR spectra before (solid-line) and after (dotted-line) photopolymerization (an example from group Q10).	9

표 차례

Table I. Description of the curing devices used in this study	4
Table II. Description of the experimental groups used in this study	7
Table III. Results of two-way ANOVA for degree of conversion	11
Table IV. Comparison of DC values (%) among groups according to ceramic thickness and light source	13
Table V. Comparison of DC values (%) according to curing time among groups using LED and 1.0mm ceramic	13

국문요약

도재 라미네이트 두께와 광원 및 광조사 시간에 따른 광중합형 레진 시멘트의 FT-IR 을 이용한 중합도 비교

Porcelain Laminate Veneer(PLV) 접착 시에 레진 시멘트가 치질과 도재 사이에 위치하게 되므로, 도재의 두께, 색상, 투명도 등에 따라 광강도가 감소되어 도재의 특성이 레진 시멘트의 중합도에 영향을 미친다는 결과가 보고되어왔다. 최근 연구 중에도 미세 경도 측정이나 Fourier transform infrared spectroscopy(FT-IR)을 이용한 이원중합형 레진 시멘트의 중합도에 대한 연구는 많이 있지만, 임상적으로 0.3~1.5mm의 다양한 두께를 갖는 PLV 수복물의 접착에서 광중합형 레진 시멘트를 사용하였을 때, 도재 라미네이트에서 광중합형 레진 시멘트의 중합도에 관한 연구는 거의 없다.

이번 연구의 목적은 PLV 수복물의 접착 시 사용되는 광중합형 레진 시멘트의 중합도를 FT-IR로 측정하여 도재의 두께, 광원 및 광조사 시간에 따른 중합도의 차이를 비교하기 위함이다.

대조군으로는 1.0mm의 투명한 slide glass를 사용하였고, 도재 시편은 IPS Empress Esthetic shade ETC1을 선택하여 0.5, 1.0, 1.5mm의 두께로 제작하였다. 레진 시멘트는 광중합형 레진 시멘트인 Rely X™ Veneer Shade A3를 사용하였다. 광원으로는 Quartz Tungsten Halogen(QTH) 광중합기로 3M Curing Light XL3000, Light Emitting Diode(LED) 광중합기로는 Elipar™ FreeLight2, Plasma arc curing(PAC) 광중합기로 Flipo 세 가지를 사용하였다.

레진 시멘트의 중합도는 FT-IR과 OMNIC 프로그램을 이용하여 측정하였다. 통

계분석은 one-way ANOVA와 Tukey HSD를 이용하였다($\alpha=0.05$).

대조군에서 QTH와 LED로 광중합을 시행하였을 때 PAC로 광조사를 시행한 경우보다 중합도가 높았다. 도재의 두께가 1.0mm, 1.5mm의 실험군에서는 대조군과 마찬가지로, QTH와 LED로 광조사를 시행하였을 때, PAC로 광조사를 시행한 경우보다 중합도가 높았다($p<0.05$).

도재의 두께가 0.5mm의 실험군에서는 세 가지 광원에 따라 모두 통계학적인 유의차가 존재하였는데, LED, QTH, PAC순으로 중합도가 높았다($p<0.05$).

QTH와 LED로 광조사를 시행한 경우, 대조군과 0.5mm, 1.0mm, 1.5mm의 도재 두께에서 유의차를 보이지 않았다. 반면, PAC로 광조사를 시행한 결과, 도재의 두께가 1.5mm인 실험군의 중합도가 대조군과 0.5mm에서 보다 통계적으로 유의하게 낮은 결과를 보인다($p<0.05$).

두께가 1.0mm의 도재와 LED 광중합기로 광조사하여 중합도를 비교한 결과, 20초간 광조사를 시행하였을 때와 비교하여 80초와 160초간 광조사를 시행한 경우 통계적으로 유의하게 중합도의 평균값이 높았다($p<0.05$).

이번 연구의 한계 내에서, 도재의 두께가 0.5~1.5mm 이내의 PLV 접착 시, PAC 중합기의 사용은 고려되지 않으며, QTH나 LED로 40초 이상 중합한다면 광중합형 레진 시멘트를 사용할 수 있다. 또한, 광중합형 레진 시멘트를 LED를 이용하여 중합시킬 경우, 광조사 시간의 증가가 중합도의 증가와 비례하지 않으며, 일정시간 이상의 광조사가 중합도에 큰 영향을 끼치지 않는다.

핵심되는 말 : 치과용 도재, FT-IR, 레진 시멘트, 중합도

도재 라미네이트 두께와 광원 및 광조사 시간에 따른 광중합형 레진 시멘트의 FT-IR 을 이용한 중합도 비교

<지도교수 심준성>

연세대학교 대학원 치의학과

유 지 성

I. 서 론

레진 접착을 이용한 Porcelain Laminate Veneer (PLV)는 치아 변색이나 치아 형태와 위치를 수정하기 위해서 사용되어지는 최소 삭제 심미 수복물로, 장기간의 높은 성공률을 위해 치질과의 강하고 안정적인 접착이 매우 중요한 요소로 알려져 있다.^{1, 2} 이를 위해서는 치질과 도재의 표면처리 뿐 아니라 레진 시멘트의 적절한 중합이 중요하다.³

PLV의 접착 술식은 수복물을 정위치에 안착 시키는 과정과 안착 후 치질의 모든 계면에서 안정적인 접착을 얻는 것이 중요하며, 이 과정이 매우 술식이 민감 (technique sensitive)하여 경화시간이 짧은 광중합형 레진 시멘트가 유리하다.

여러 연구에서 PLV 접착 시에 레진 시멘트가 치질과 도재 사이에 위치하게 되므로 도재의 두께, 색상, 투명도 등에 따라 광강도가 감소되어 레진 시멘트의

중합도에 영향을 미친다는 결과가 보고되었다.

Blackman 등⁴은 도재의 종류와 두께가 광중합형 레진 시멘트와 이원중합형 레진 시멘트의 중합도에 영향을 미친다고 하였고, Strang 등⁵은 도재를 통해 레진 시멘트를 30초에서 40초이상 LED로 광조사하여 중합시켰을 때 광강도가 40~50%이 도재에 의해 흡수된다고 하였다. Nathanson 등⁶은 도재 수복물 하부의 부적절한 레진 시멘트의 중합은 불충분한 양의 광조사와 관련된다고 하였고 Rasetto 등⁷은 수복물의 두께와 색이 광강도를 감소시킨다고 하였다. Uctasli 등⁸은 도재의 두께가 두꺼울수록 불투명도(opacity)의 정도가 증가되어 레진 시멘트의 중합도에 영향을 미친다고 하였다.

Myers 등⁹은 도재 두께가 1.0mm 이상일 때, 광강도의 감쇠에 의해 중합도가 감소되므로, 적절한 중합도를 얻기 위해 광중합형 레진 시멘트보다는 이원중합형 레진 시멘트나 화학 중합형 레진 시멘트를 사용할 것을 권장하였다.

그러나, 화학중합형이나 이원중합형 레진 시멘트의 개시제인 방향족 삼차 아민이 광중합형 레진 시멘트의 개시제인 알파형 아민보다 더 산화가 잘 되므로, 광중합형 레진 시멘트보다 화학중합형이나 이원중합형 레진 시멘트가 변연부 변색이 많다.¹⁰ 이에 Calamia 등¹¹은 심미적인 면을 고려하여, 변연부 변색을 줄일 수 있도록 색안정성이 우수한 광중합형 레진 시멘트를 사용하는 것을 권장하였다.

레진 시멘트의 중합도 측정을 위해 사용하는 방법으로는, Infrared spectroscopy¹² or Raman spectroscopy^{13, 14}를 이용한 직접법과 Vickers^{15, 16}, Knoop^{17, 18} 등의 방법으로 경도를 측정하거나 depth of cure(DOC)¹⁹를 측정하는 간접법이 있다.

중합도 측정에 미세경도 측정도 가능하나, 레진의 기계적 성질은 중합도 뿐 아니라 가교의 형성과도 관련이 있는데, 가교는 중합반응의 초기 단계 후에 발생하므로 경도 증가가 중합도가 거의 변하지 않게 되는 시점에서 발생한다. 이로 인해서 다른 중합도를 가지면서도 비슷한 경도를 보일 수 있기 때문에 경도 측정의 방법은 제한적일 수 있다.²⁰ DeWald 등은 레진의 중합도를 측정하는 4가지 방법을 비교하였는데, optical mode와 scraping mode에서의 중합도 측정이 Knoop 미세경도 측정이나 Infrared spectroscopy(IR)로 측정한 중합도보다 과대측정되

는 경향이 있고, Knoop 미세경도 측정보다 Infrared spectroscopy(IR)을 이용한 중합도 측정이 더 민감한(sensitive) 측정값을 보인다고 하였다.²¹

최근 연구 중에도 미세 경도 측정이나 Fourier transform infrared spectroscope(FT-IR)을 이용한 이원중합형 레진 시멘트의 중합도에 대한 연구²²⁻²⁴는 많이 있지만, 도재 라미네이트에서 광중합형 레진 시멘트의 중합도에 대한 연구는 거의 없다.

임상적으로 최소 0.3mm에서 1.5mm의 다양한 두께를 갖는 PLV 수복물의 접착에서 광중합형 레진 시멘트를 사용하였을 때, 도재의 두께 증가와 광원 및 광조사 시간 등에 따라 중합도에 영향을 끼치는지에 대한 연구가 필요할 것이다.

이번 연구의 목적은 PLV 접착 시 사용되는 광중합형 레진 시멘트의 중합도를 FTIR로 측정하여 도재 두께, 광원 및 광조사 시간에 따른 중합도의 차이를 비교하기 위함이다.

검증하고자 하는 귀무가설은 다음과 같다. 도재 시편 하방의 광중합형 레진 시멘트의 중합도는 도재 시편의 두께, 광중합기의 종류, 광조사 시간에 따라 차이가 없을 것이다.

II. 연구 재료 및 방법

1. 연구 재료

도재 시편은 Leucite-reinforced glass ceramic인 IPS Empress Esthetic (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) shade ETC1을 선택하였다. 레진 시멘트는 광중합형 레진 시멘트인 RelyXTM Veneer (3M ESPE, St. Paul, Minnesota, USA) Shade A3를 사용하였다.

광원으로는 Quartz Tungsten Halogen(QTH) 광중합기 3M Curing Light XL3000 (3M ESPE, St. Paul, USA), Light Emitting Diode(LED) 광중합기 EliparTM FreeLight2 (3M ESPE, Seefeld, Germany), Plasma Arc Curing(PAC) 광중합기 Flipo (LOKKI, France) 세 가지를 사용하였다(Table I).

Table I. Description of the curing devices used in this study

Light source	Unit	Curing time(sec.)	Intensity (mw/cm ²)	Manufacturer
QTH	3M Curing LightXL3000	40*	600	3M ESPE, St. Paul, MN, USA
LED	Elipar TM FreeLight2	40*	600	3M ESPE, Seefeld, Germany
PAC	Flipo	6 [†]	1900	LOKKI, France

QTH : Quartz Tungsten Halogen, LED : Light Emitting Diode, PAC : Plasma arc curing
* Curing time of QTH & LED follows the manufacturer 's instructions. [†] And curing time of PAC was preformed according to the previous study ²⁵.

레진 시멘트의 중합도 측정은 Fourier transform infrared spectroscopy(FT-IR, Thermo Nicolet, Wisconsin, USA)의 Attenuated total reflectance accessory(ATR)와 OMNIC 프로그램을 이용하여 측정하였다.

2. 연구 방법

가. 도재 시편 제작

직경 18.0mm, 두께 0.5mm, 1.0mm, 1.5mm인 wax pattern을 제작하여 주입선을 부착한 후 매몰하고, Leucite-reinforced glass ceramic인 IPS Empress Esthetic (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Leichtenstein) shade ETC1 Ingot을 press하여 시편을 제작하였다. 사포(DEER[®] silicon carbide water proof abrasive paper, cc-100Cw)를 이용하여 연마하였고, 도재 시편의 두께를 digital caliper (Dial caliper D, Grrbach Dental GmbH, Durrenweg, Germany)를 이용하여 확인하였다.

나. 중합도 측정

Fourier transform infrared spectroscope(FT-IR, Thermo Nicolet, Wisconsin, USA)의 Attenuated total reflectance accessory(ATR)와 OMNIC 프로그램을 이용하여 중합도를 측정하였다.

ATR의 sample tray를 깨끗하게 한 다음, 레진 시멘트를 직경 5mm원형으로 도포하였고, 중합 시에 sample tray와 레진 시멘트에 도재 시편이 직접 닿는 것을 방지하기 위해 직경 15mm의 원형으로 중앙부위가 천공된, 두께 1.0mm의 plastic strip을 사용하였다(Fig. 1). OMNIC 프로그램에서 4cm^{-1} 의 해상도에서 32회의 주사회수로 투과도를 측정하여 흡수도로 변환시켜 중합 전, 후 레진 시멘트의 스펙트럼을 구하였다.

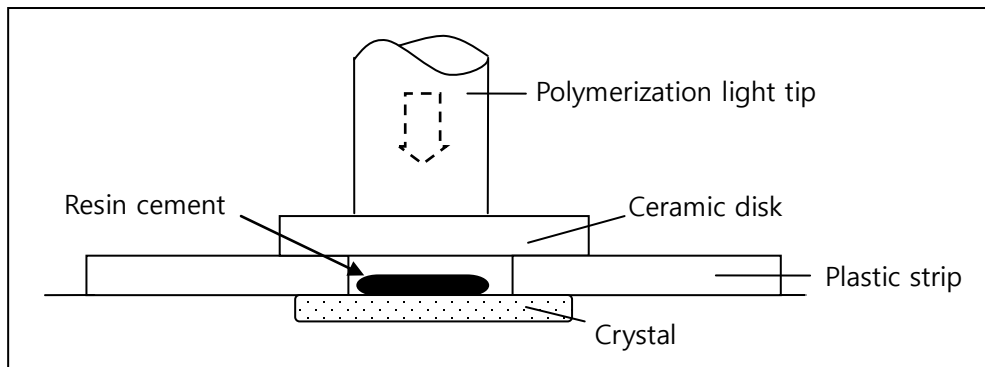


Figure 1. Schematic illustration of the infrared spectroscopy set-up. (cross sectional view)

Table II. Description of the experimental groups used in this study

Code	Light curing	Curing time (sec.)	Ceramic thickness
Q 05	QTH	40	0.5mm
Q 10	QTH	40	1.0mm
Q 15	QTH	40	1.5mm
L 05	LED	40	0.5mm
L 10	LED	40	1.0mm
L 15	LED	40	1.5mm
P 05	PAC	6	0.5mm
P 10	PAC	6	1.0mm
P 15	PAC	6	1.5mm

QTH : Quartz Tungsten Halogen, LED : Light Emitting Diode, PAC : Plasma Arc Curing

도재를 통과하면서 감소되는 광강도가 광중합형 레진 시멘트의 중합도에 미치는 영향을 알아보기 위한 본 실험의 대조군으로는 1.0mm의 투명한 slide glass를 도재 대신 사용하였다. 이는 Rasetto 등⁷의 실험에서 도재 시편을 통과하여 각각의 광강도를 직접 측정된 결과 광강도의 감쇠 현상을 보이는 반면, 본 실험에서 radiometer로 1.0mm clear slide glass를 통과하여 측정된 광강도가 감쇠되지 않는 것을 확인하여, 광강도의 감쇠에 영향을 끼치지 않으면서 중합기의 tip부위에서 레진 시멘트로부터 일정한 거리상에 위치하도록 조절할 수 있게 하기 위함이다.

실험군(Table II)에서는 두께가 0.5, 1.0, 1.5mm인 도재 시편을 사용하였으며 광원에 따라 QTH와 LED는 40초, PAC는 6초간 광조사를 시행하였다.²⁵ 또한 광조사 시간에 따른 차이를 알아보기 위해 LED 광중합기로 1.0mm 시편을 이용하여 20초, 40초, 80초, 160초간 적용 후 중합도를 측정하였다. 광조사 전후 FTIR 스펙트럼을 비교하여 아래의 식으로 중합도(Degree of conversion, DC in percentage)를 구하였다. 식에서 A는 흡수도를 의미한다.

$$DC (\%) = 100 * \left\{ 1 - \frac{[A(C=C)/A(C=O)]_{polymer}}{[A(C=C)/A(C=O)]_{monomers}} \right\}$$

(A : Absorbance intensity)

광중합형 레진 시멘트의 중합시 C=C 이중결합이 단일결합이 되면서 중합되므로, FT-IR로 중합 전과 후의 C=C 이중결합의 양의 변화를 이용하여 중합도를 측정할 수 있다. 중합과정 중 변하지 않는 C=O 이중결합의 양을 기준으로 변화된 C=C 이중결합의 양을 측정한다. FT-IR 스펙트럼 분석 시, C=C 이중결합의 흡수도는 1638cm⁻¹을 피크 값을 나타내며 기선(baseline)의 시작과 끝점은 1619cm⁻¹와 1650cm⁻¹로 하였다. 기준으로 이용한 C=O 이중결합의 흡수도는 1720cm⁻¹에서 피크 값을 나타내며 기선의 시작과 끝점은 1668cm⁻¹과 1764cm⁻¹로 하였다. 중합 전후의 FT-IR 스펙트럼 결과를 그래프로 나타낸 예를 Figure 2에 나타내었다. 중합 전(실선)과 중합 후(점선)의 그래프를 비교하여 변화된 면적을 측정하였다.

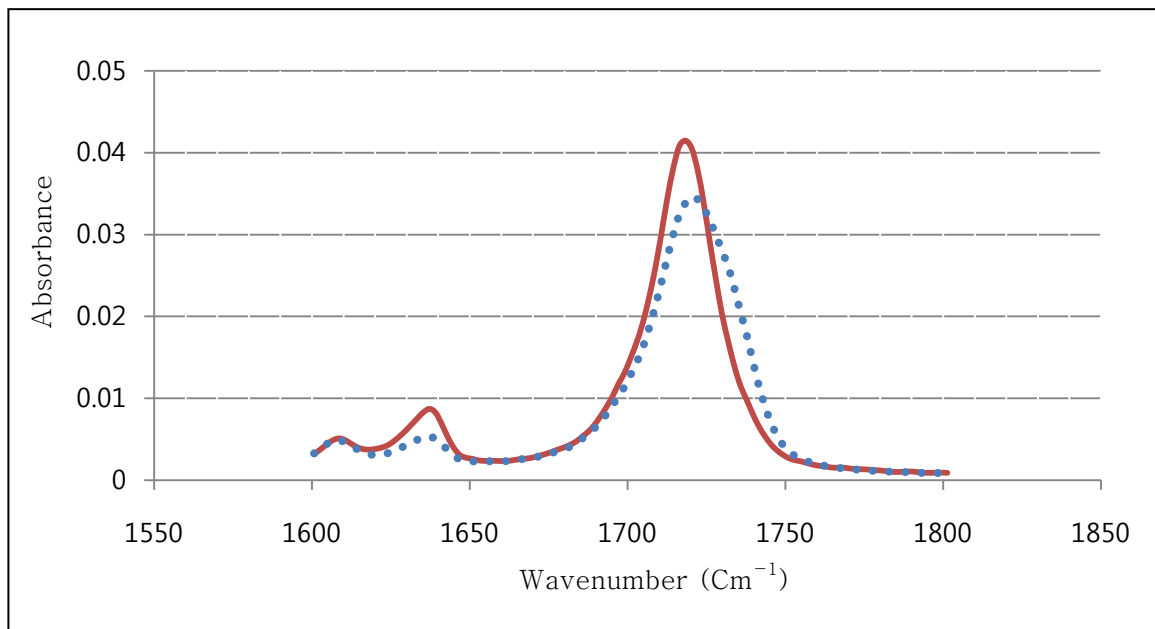


Figure 2. FTIR spectra before (solid-line) and after (dotted-line) photopolymerization (an example from group Q10).

다. 통계학적 분석

SPSS 12.0(SPSS Inc., Chicago, Illinois, USA) 통계 프로그램을 이용하여, 광원에 따른 각 도재 두께에서의 레진 시멘트 중합도(DC)의 기술통계량(평균, 표준편차)을 계산하였다. 도재 두께와 광원에 따른 레진 시멘트의 중합도 차이의 유의성을 검정하기 위해 two-way ANOVA를 이용하였다. One-way ANOVA test를 통해 각 군간의 유의차를 비교하였고, 어떠한 군 사이에서 중합도에 유의차가 있는가를 검증하기 위해 사후 검정으로 Tukey HSD test를 이용하였다($\alpha=0.05$).

광조사 시간에 따른 레진 시멘트의 중합도 차이를 알아보기 위해 20초, 40초, 80초, 160초간 광조사하여 얻은 중합도(DC)의 기술통계량(평균, 표준편차)을 구하였다. One-way ANOVA로 광조사 시간과 레진 시멘트 중합도 간의 유의차를 검정하고, 어떠한 군 사이에서 중합도(DC)에 유의차가 있는가를 검증하기 위해 Tukey HSD test를 이용하였다($\alpha=0.05$).

III. 연구 결과

Two-way ANOVA을 통해 독립변수인 도재 두께와 광원 간에 교호작용의 효과에 대한 유의성을 검정한 결과 두 요인간 교호작용은 유의하지 않았다(Table III). 각 요인간 유의한 차이가 존재하므로 one-way ANOVA를 통해 다중비교를 시행하였다(Table IV).

Table III. Results of two-way ANOVA for degree of conversion

	Sum of Squares	Df	Mean Square	F	P
Light	4048.477	2	2024.239	91.996	.000
Thickness	335.191	3	111.730	5.078	.002
Light * thickness	162.420	6	27.070	1.230	.295
오차	2904.471	132	22.004		
합계	256420.8	144			
수정합계	7450.559	143			

R Squared = 0.610 (Adjusted R Squared = 0.578)

* Significantly different at $\alpha=0.05$

대조군과 0.5mm, 1.0mm, 1.5mm의 도재 두께 및 광원에 따른 레진 시멘트의 중합도의 기술통계량을 구하고, 어떠한 군 사이에서 중합도에 유의차가 있는가를 검증하기 위해 이용한 Tukey HSD test에 의해 Table IV에 나타내었다.

도재를 통과시키지 않고 1.0mm의 slide glass를 통과시킨 대조군에서의 결과를 통해 QTH와 LED로 광중합을 시행한 실험군에서의 중합도 평균값이 PAC로

광조사를 시행한 실험군보다 통계학적으로 유의하게 높았다.

도재의 두께가 0.5mm의 실험군에서는 세 가지 광원에 따라 모두 통계학적인 유의차가 존재하였는데, LED, QTH, PAC 순으로 중합도의 평균값이 높았다.

도재의 두께가 1.0mm, 1.5mm의 실험군에서는 대조군과 마찬가지로, QTH와 LED로 광조사를 시행한 실험군의 중합도 평균값이 PAC로 광조사를 시행한 실험군보다 통계학적으로 유의하게 높았다.

QTH와 LED로 광조사를 시행한 경우, 대조군과 0.5mm, 1.0mm, 1.5mm의 도재 두께에서 유의차를 보이지 않았다. 반면, PAC로 광조사를 시행한 결과, 도재의 두께가 1.5mm인 실험군의 중합도가 대조군과 0.5mm에서 보다 통계적으로 유의하게 낮은 결과를 보인다. 광조사 시간에 따른 레진 시멘트의 중합도 차이를 알아보기 위해 20초, 40초, 80초, 160초간 광중합하여 얻은 중합도(DC)의 기술통계량은 Table V와 같다.

Table IV. Comparison of DC values(%) among groups according to ceramic thickness and light source

Light	Clear glass	Ceramic thickness		
	1.0mm	0.5mm	1.0mm	1.5mm
QTH	45.74(2.48) Aa	43.70(2.81) Aa	43.67(2.78) Aa	43.66(6.21) Aa
LED	47.71(1.81) Aa	48.43(3.02) Ba	43.64(9.33) Aa	45.67(4.67) Aa
PAC	36.80(3.97) Ba	36.15(5.56) Ca	33.17(5.32) Bab	30.64(3.04) Bb

N = 12/ SD; ()

QTH : Quartz Tungsten Halogen, LED : Light Emitting Diode, PAC : Plasma Arc Curing

*Means followed by distinct capital letter in the same column, and lower case letters in the same row, are significantly different at $\alpha = 0.05$.

Table V. Comparison of DC values(%) according to curing time among groups using LED and 1.0mm ceramic

Time (sec)	Mean(SD)	N
20s	40.14(4.04) a	12
40s	43.64(9.33) ab	12
80s	47.93(3.32) b	12
160s	48.46(2.83) b	12

*Means followed by distinct letter are significantly different at $\alpha = 0.05$.

One-way ANOVA로 광조사 시간과 레진 시멘트 중합도 간의 유의차를 검정

하고, 어떠한 군 사이에서 중합도에 유의차가 있는가를 검증하기 위해 Tukey HSD test를 이용하였다($\alpha=0.05$). 두께가 1.0mm의 도재와 LED 광중합기로 광조사하여 중합도를 비교한 결과, 20초와 40초, 40초와 80초, 160초 간에는 통계학적 유의차가 존재하지 않았고, 20초간 광조사를 시행한 실험군과 비교하여 80초, 160초간 광조사를 시행한 실험군이 통계적으로 유의하게 중합도의 평균값이 높았다.

IV. 총괄 및 고찰

Porcelain Laminate Veneer(PLV)는 전부 도재관과는 달리 치질과의 접착에 의해서만 구강 내에 유지되므로 레진 시멘트의 접착이 매우 중요한 수복물의 성공요소가 된다. 이러한 레진 시멘트는 중합개시제의 종류에 의해 화학 중합형, 광중합형, 이원중합형으로 분류된다. 이 중 본 연구에서는 화학중합형이나 이원중합형 레진 시멘트에 비해 작업시간 조절이 쉽고, 단일 연고형태이므로 연화할 필요가 없기 때문에 기포가 감소되며, 빨리 경화되고, 아민 경화촉진제가 없어서 색안정성이 더 우수한 광중합형 레진 시멘트가 갖는 장점을 고려하여, PLV와 같은 비교적 얇은 도재 수복물 하방에서의 중합도를 비교한 후, 광중합만으로도 적절한 중합도를 얻을 수 있는지와 중합 도재 두께와 광원에 따라 영향을 받는지 알아보려고 하였다.

최소 삭제 심미 수복물인 PLV에서 Magne 등은 임상적으로 가능한 최소 두께는 0.3~0.5mm이며, 중간 및 절단 1/3 경계부위는 0.7mm이상 삭제되어야 형태가 과형성되지 않으며 치아의 크기 및 형태 수정을 위해 1.5mm이상 수복해야 할 경우도 존재한다고 하였다.²⁶

본 연구에서는 최소 삭제 심미 수복물인 PLV를 고려하여 IPS Empress Esthetic (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein)를 선택하였고, 각 0.5mm, 1.0mm, 1.5mm 두께의 도재 시편을 제작하였다. 대조군으로는 1.0mm 투명한 slide glass를 이용하였는데, 이는 도재 라미네이트를 통과하면서 감소되는 광강도에 영향을 미치지 않으면서 일정한 거리상에서 광중합시키기 위해서이다.

광원에 따른 광중합형 레진 시멘트의 중합도 차이를 비교하기 위해 세가지 종류의 광중합기를 이용하였다. QTH 광중합기와 LED 광중합기는 제조사에서 권장하는 대로 40초간 광조사를 시행하였고, PAC 광중합기의 경우 제조사에서는 3초의 중합시간을 권장하지만, 3초간 중합한 경우 할로젠광으로 40초 중합한 경우보다 레진의 상하면 경도가 모두 유의하게 낮았다는 연구²⁷ 와 Plasma광을 6초 적용한 경우와 할로젠광을 40초 적용한 경우의 미세 경도치 및 거리에 따른 경도 변화가 유사하다는 보고를 참고하여 본 연구에서는 PAC는 6초간 광조사하였다.²⁵

레진의 중합도란 레진 기질안의 메타크릴레이트의 이중결합이 반응한 정도를 의미하는데, 100%의 중합도는 치과용 레진에서 얻는 것은 불가능하며 항상 미반응 단량체가 존재하게 된다. 광중합시 중합 광강도와 중합시간에 영향을 받는 중합도는 수복물의 수명에도 영향을 끼친다. 중합도가 높을수록 물리적 성질은 좋아지고 수복물의 수명이 연장될 수 있으며, 양호한 색 안정성과 강도 및 경도를 증가시킬 수 있다. 그러나 중합도가 높을수록 중합수축도 많아지므로 변연 미세 누출이 증가될 수 있다.²⁸

Maffezzoli 등은 광중합형 레진의 중합도가 증가하면 취성과 중합수축이 증가하지만, 중합도가 낮을 경우 화학적 파괴가 증가하고 기계적 성질이 낮아지므로 적절한 중합도를 얻는 것이 중요하다고 하였다.²⁹ 중합도가 낮을수록 잔존 이중결합의 양이 많고 경도와 기계적 강도가 낮아지고 중합되지 않은 미반응 단량체가 남아 있을 경우 레진을 화학적으로 파괴하여 생물학적인 문제를 야기하거나 변색 등의 물성을 변화시킬 수 있다.³⁰

레진 시멘트의 중합도는 잔존 이중결합의 양, 중합 깊이, 굴곡 강도, 미세경도, 탄성을 및 중합수축 등의 방법을 이용하여 측정할 수 있다. 이 방법 가운데 잔존 이중결합의 양을 측정하는 방법은 직접적인 방법으로 적외선 분광법, 라만 분광법 등이 있다.³¹

Rasetto 등⁷은 radiometer를 이용한 실험을 통해 도재의 두께가 증가됨에 따라 광강도가 감소되며, 광원의 종류에 따라 도재 시편을 통과하여 감소되는 광강도가 각각 다름을 보였다.

본 연구에서는 QTH 광중합기와 LED 광중합기를 사용하였을 때, 광중합형 레진 시멘트 상방의 도재 두께가 0.5mm, 1.0mm, 1.5mm으로 증가되어도 통계학적 유의차를 보이지 않았다. 이 결과는 Pazin 등²²의 누프 경도 측정으로 QTH와 LED를 사용하여 중합시킨 이원 중합형 레진 시멘트의 중합도를 측정한 결과에서는 QTH와 LED 두 광원에 따른 차이가 없는 것은 동일하지만, 0.7mm와 1.4mm의 실험군에서 유의차가 존재한 것과는 다른 결과로 나타났다. 그러나, Moraes 등²³의 FT-IR을 이용하여 이원 중합형 레진 시멘트를 QTH 광중합기로 40초동안 중합시켜 구한 중합도와 비교할 때 0.7mm, 1.4mm, 2.0mm에서 유의차가 없

는 결과와는 동일한 결과를 얻었다. 중합도 측정에 미세경도 측정도 가능하나, 레진의 기계적 성질은 중합도 뿐 아니라 가교(cross-link)의 형성과도 관련이 있고 가교는 중합반응의 초기 단계 후에 발생하므로 경도증가가 중합도가 거의 변하지 않게 되는 시점에서 발생한다는 점을 고려하면 이로 인해 서로 다른 중합도를 가지면서도 비슷한 경도를 보일 수 있기 때문에 미세 경도 측정의 방법으로 중합도를 측정하는 것은 제한적일 수 있다고 하였고²⁰, Dewald 등은 FTIR이 중합도 측정에 가장 적절하다고 하였다.²¹

Koch 등¹⁶은 광중합형 레진 시멘트와 이원중합형 레진 시멘트를 이용한 실험에서 비커스 미세 경도법을 통해 중합도를 측정한 결과 2mm의 두께까지는 광조사만으로도 충분하다는 결과를 보였다.

PAC 광중합기로 6초간 조사하였을 때 QTH나 LED에 비해 현저하게 중합도가 낮은 것을 볼 수 있다. 대조군의 결과를 보면 광중합기의 강도가 PAC가 가장 큰 데 반해, 중합도는 LED와 QTH보다 낮은 것을 볼 수 있다. PAC 광중합기의 조사시간을 위해 참고한 여러 연구에 의하면 3초간 광조사를 한 경우 중합깊이가 할로겐 광중합기에 비해 얇았다고 하였고²⁷, 3초간 2번 조사하였을 때 중에너지 가시광선으로 중합한 경우와 비교하여 표면경도가 유사하였다고 보고하였다.³² 이번 연구에서 FT-IR을 이용하여 측정한 결과는 PAC 광중합기로 6초동안 조사한 경우에 중합도가 현저하게 낮게 측정되었고, 이것은 Li Feng 등²⁴의 FT-IR을 사용하여 PAC와 QTH를 비교한 연구에서 PAC가 광도가 더 높지만, 광조사 시간이 너무 짧은 경우 오히려 QTH같이 광도가 더 낮고 광조사 시간이 긴 경우 보다 레진 시멘트의 중합도가 낮다는 것과 같은 결과를 보인다.

도재의 두께와 상관없이 세가지 광원에 따른, 광중합형 레진 시멘트의 중합도를 비교하였을 때, LED가 가장 높은 중합도를 보였고, QTH보다 높은 값을 가지지만 0.5mm 두께만 제외하고 유의차는 없었으며, PAC의 경우에는 가장 낮은 중합도를 나타내었고 다른 두 광원과 통계적으로 유의차가 존재하였다($p < 0.05$).

LED 광중합기를 이용하여 1.0mm의 도재 하방에서 광조사 시간을 20초, 40초, 80초, 160초 까지 증가시켜 광중합형 레진 시멘트의 중합도를 구한 결과, 광조사 시간이 증가될수록 중합도가 증가하였지만, 20초에 비해 80초, 160초간에서

유의차가 존재하였다($p < 0.05$). 조사시간이 증가할수록 중합도가 어느 정도 증가하지만, 일정 수준 이상에서는 불필요하게 광조사 시간을 늘릴 필요는 없다. 이 결과는 광중합형 레진 시멘트의 중합에 필요한 광도의 임계점이 존재하여 그 이하에서는 조사시간의 증가와 중합도의 증가는 무관하다는 연구결과와 일치한다.³²

이번 연구의 한계 내에서, 0.5~1.5mm정도 두께를 갖는 Leucite-reinforced glass ceramic로 제작된 PLV 수복물 접착시 광중합형 레진 시멘트를 사용하는 경우, QTH 또는 LED 광중합기를 사용하여 중합할 때, 도재 두께로 인해 광강도가 감소가 중합도에 미치는 영향은 대조군인 clear glass 1.0mm의 결과와 비교하였을 때와 유의차가 없는 것으로 나타났다.

V. 결 론

광중합형 레진 시멘트를 사용할 때 도재 라미네이트의 두께와 광원, 광조사 시간에 따른 중합도를 FT-IR로 측정하여 비교해 본 결과, 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. QTH와 LED로 40초간 광조사한 경우, 대조군(1.0mm clear slide glass)뿐 아니라 도재 라미네이트의 두께 0.5mm, 1.0mm, 1.5mm 상호 간에 따라 광중합형 레진 시멘트의 중합도에 유의차가 없었다.
2. PAC로 6초간 광조사 하였을 때, 도재의 두께와 상관없이 모든 실험군에서 QTH와 LED로 40초 광조사한 것에 비해 광중합형 레진 시멘트의 중합도가 낮았다($p < 0.05$).
3. PAC로 6초 중합한 경우, 도재 라미네이트의 두께가 0.5mm일 때, 1.5mm일 때보다 광중합형 레진 시멘트의 중합도가 높았다($p < 0.05$).
4. LED로 광조사 시간을 20 초, 40 초, 80 초, 160 초로 증가시킴에 따라 광중합형 레진 시멘트의 중합도는 20 초에 비해, 80 초와 160 초간에는 유의하게 중합도가 증가되었다($p < 0.05$).

도재의 두께가 0.5~1.5mm 이내의 PLV 접착 시, PAC 중합기의 사용은 고려되지 않으며, QTH나 LED로 40 초이상 중합한다면 광중합형 레진 시멘트를 사용할 수 있다. 광중합형 레진 시멘트를 LED를 이용하여 중합시킬 경우, 광조사 시간의 증가가 중합도의 증가와 비례하지 않으며, 일정시간 이상의 광조사가 중합도에 큰 영향을 끼치지 않는다

참고 문헌

1. Fradeani M. Six-year follow-up with Empress veneers. *Int J periodontics Restorative Dent* 1998;18: 216-25.
2. Fradeani M, Redemagni M, Corrado M. Porcelain laminate veneers: 6- to 12-year clinical evaluation—a retrospective study. *Int J periodontics Restorative Dent* 2005; 25:9-17.
3. el-Mowafy OM, Rubo MH, el-Badrawy WA. Hardening of new resin cements cured through a ceramic inlay. *Oper Dent* 1999; 24:38-44.
4. Blackman R, Barghi N, Duke E. Influence of ceramic thickness on the polymerization of light-cured resin cement. *J prosthet Dent* 1990; 63 :295-300.
5. Strang R, Macdonald I, O'Hagan S, Murray J, Stephen KW. Variations in performance of curing light units by determination of composite resin setting time. *Br Dent J* 1987; 162: 63-5.
6. Nathanson D. Etched porcelain restorations for improved esthetics, part II: Onlays. *Compendium* 1987; 8:105-10.
7. Rasetto FH, Driscoll CF, Prestipino V, Masri R, von Fraunhofer JA. Light transmission through all-ceramic dental materials: a pilot study. *J Prosthet Dent* 2004; 91:441-6.
8. Uctasli S, Hasanreisoglu U, Wilson HJ. The attenuation of radiation by porcelain and its effect on polymerization of resin cements. *J Oral Rehabil* 1994;21:565-75.
9. Myers ML, Caughman WF, Rueggeberg FA. Effect of restoration composition, shade, and thickness on the cure of a photoactivated resin cement. *J prosthodont* 1994;3:149-57.

10. Nathanson D, Banasr F. Color stability of resin cements—-an in vitro study. *Pract Proced Aesthet Dent* 2002;14:449–55.
11. Calamia JR, Calamia CS. Porcelain laminate veneers: reasons for 25 years of success. *Dent Clin North Am* 2007;51:399–417.
12. Asmussen E. Restorative resins: hardness and strength vs. quantity of remaining double bonds. *Scandinavian J Dent Res* 1982;90:484–9.
13. Louden JD. Cure profiles of light–cured dental composites by Raman spectroscopy. *Journal of Raman Spectroscopy* 1983;14:365–6.
14. Pianelli C, Devaux J, Bebelman S, Leloup G. The micro–Raman spectroscopy, a useful tool to determine the degree of conversion of light–activated composite resins. *J Biome Mater Res* 1999;48:675–81.
15. Jung H, Friedl KH, Hiller KA, Haller A, Schmalz G. Curing efficiency of different polymerization methods through ceramic restorations. *Clin Oral Investig* 2001;5:156–61.
16. Koch A, Kroeger M, Hartung M, Manetsberger I, Hiller KA, Schmalz G, et al. Influence of ceramic translucency on curing efficacy of different light–curing units. *J Adhes Dent* 2007;9:449–62.
17. Tango RN, Sinhoreti MA, Correr AB, Correr–Sobrinho L, Henriques GE. Effect of light–curing method and cement activation mode on resin cement knoop hardness. *J Prosthodont* 2007;16:480–4.
18. Borges GA, Agarwal P, Miranzi BA, Platt JA, Valentino TA, dos Santos PH. Influence of different ceramics on resin cement Knoop Hardness Number. *Oper Dent* 2008;33:622–8.
19. Matsumoto H, Gres JE, Marker VA, Okabe T, Ferracane JL, Harvey GA. Depth of cure of visible light–cured resin: clinical simulation. *J prosthet Dent* 1986;55:574–8.
20. Rueggeberg FA, Craig RG. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light–cured composite. *J Dent Res* 1988; 67:

- 932-7.
21. DeWald JP, Ferracane JL. A comparison of four modes of evaluating depth of cure of light-activated composites. *J Dent Res* 1987;66:727-30.
 22. Pazin MC, Moraes RR, Goncalves LS, Borges GA, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L. Effects of ceramic thickness and curing unit on light transmission through leucite-reinforced material and polymerization of dual-cured luting agent. *J Oral Sci* 2008;50:131-6.
 23. Moraes RR, Brandt WC, Naves LZ, Correr-Sobrinho L, Piva E. Light- and time-dependent polymerization of dual-cured resin luting agent beneath ceramic. *Acta Odontol Scand* 2008;66:257-61.
 24. Feng L, Carvalho R, Suh BI. Insufficient cure under the condition of high irradiance and short irradiation time. *Dent Mater* 2009;25:283-9.
 25. Youn-sun Woo, Shin Kim. A study on the mode of polymerization of light-cured restorative materials cured with plasma arc light curing unit. *J Korean Acad Pediatr Dent* 2002;29.
 26. Pascal Magne UB. Bonded Porcelain Restorations in the anterior dentition. Quintessence Publishing Co. Inc. 2002, 242-7.
 27. Peutzfeldt A, Sahafi A, Asmussen E. Characterization of resin composites polymerized with plasma arc curing units. *Dent Mater* 2000;16:330-6.
 28. Feilzer AJ, Dooren LH, de Gee AJ, Davidson CL. Influence of light intensity on polymerization shrinkage and integrity of restoration-cavity interface. *Eur J Oral Sci* 1995;103:322-6.
 29. Maffezzoli A, Della Pietra A, Rengo S, Nicolais L, Valletta G. Photopolymerization of dental composite matrices. *Biomaterials* 1994;15:1221-8.
 30. Asmussen E. Softening of BISGMA-based polymers by ethanol and by organic acids of plaque. *Scand J Dent Res* 1984;92:257-61.
 31. Ruyter IE, Svendsen SA. Remaining methacrylate groups in composite restorative materials. *Acta Odontol Scand* 1978;36:75-82.

32. Klaiber B, Schubert K, Hugo B, Hofmann N. Comparison between a plasma arc light source and conventional halogen curing units regarding flexural strength, modulus, and hardness of photoactivated resin composites. Clin Oral Investig 2000;4:140-7.

Abstract

Comparison of the degree of conversion of light-cured resin cement in regard to porcelain laminate thickness, light source and curing time using FT-IR

Chi Sung Yuh, D.D.S.

Department of Dentistry
The Graduate School, Yonsei University

(Directed by Professor June-Sung Shim, D.D.S, Ph.D.)

Many previous studies have reported on the light attenuation effect promoted by ceramics, which were located between the tooth and light source, at the time of cementation of the PLV restoration. The degree of this light attenuation depends on characteristics such as thickness, opacity and shade of the restorations, which interfere with light transmittance and, as a result, may decrease the total energy reaching the luting cement.

In order to obtain high bond strengths after cementation, optimal luting agent polymerization is required. In addition, inadequate curing is associated with poor mechanical properties.

The purpose of this study was to compare the degree of conversion of light-cured resin cements measuring by FT-IR in regard to different thickness, light devices and curing time.

In the control group, a clear slide glass(1.0mm) was positioned between the light cured resin cement and light source. The specimens of ceramics were made with IPS Empress Esthetic (Leucite-reinforced glass ceramic). The ceramics were fabricated with varying thicknesses-0.5, 1.0, 1.5mm with shade ETC1. Rely X™ Veneer with shade A3, light-cured resin cement, was used. Light-activation was conducted through the ceramic using a quartz tungsten halogen(QTH) curing unit (3M Curing Light XL3000), a light emitting diode(LED) curing unit (Elipar™ FreeLight2) and a plasma arc curing(PAC) curing unit (Flipo).

The degree of conversion of the light-cured resin cement was evaluated using Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) and OMNIC(software). One-way ANOVA and Tukey HSD test were used for statistical analysis ($\alpha < 0.05$).

The degree of conversion(DC) of photopolymerization using QTH and LED was higher than results of using PAC in the control group. The results from the experimental group of 1.0mm and 1.5mm ceramics were the same as control group($p < 0.05$). In the 0.5mm ceramic group, the DC for three light sources showed significant difference. The order of polymerization were as follows; LED, QTH, PAC($p < 0.05$). After polymerization using QTH and LED, the DC results from the different ceramic thickness- 0.5mm, 1.0mm, 1.5mm- did not show a significant difference when compared with those of control group. However, the DC for polymerization using PAC in the 1.5mm ceramic group showed significantly lower DC than those of the control group and 0.5mm ceramic group($p < 0.05$). At 80s and 160s, the DC of light-cured resin cement beneath 1.0mm ceramic using LED was significantly higher than at 20s($p < 0.05$).

Key Words : dental ceramic, FT-IR, resin cement, degree of polymerization