

복합레진 표면의 중합률

연세대학교 치과대학 보존학교실

박 성 호

Abstract

THE RELATIVE DEGREE OF CONVERSION OF THE COMPOSITE RESIN SURFACE

Seong-Ho Park

Department of Conservative Dentistry, College of Dentistry, Yonsei University

The purpose of this study was to evaluate the changes in the degree of conversion on a composite resin surface following heat treatment and mylar strip finishing. The effects of the time interval between the light-curing and heat-curing process were also evaluated.

The composite resin surface which had been covered with a coverglass showed a lower conversion rate than the surface from which a layer of 500 μ m was ground away.

The composite resin surface was definitely affected by oxygen during the heat curing process when it had not been insulated.

When the composite resins were heat cured after 3 days of storage following the light curing process, the increased in the degree of conversion through heatcuring was limited.

I. 서 론

복합레진의 화학적인 중요한 특성중의 하나가 표면에 존재하는 oxygen inhibition zone이다¹⁰⁾. 이것은 복합레진의 표면에서 중합촉진제가 중합개시제 대신에 산소와 결합하여서 복합레진의 중합이 리우어 지지 않아서 생기는 약 100 μ m의 두께의 zone이다.

이 oxygen inhibition zone은 이미 중합이 이루어진 복합레진과 그 위에 첨가되는 새로운 복합레진을 결합시켜주는 역할을 할 수 있어서,

점층법으로 복합레진을 충전을 가능하게 해준다. 이 oxygen inhibition zone은 임상적인 면에 많은 영향을 줄 수 있음에도 불구하고 실지로 이에 대한 연구는 이루어 지지 않고, 많은 임상적인 술식들이 추천되어 지고 있는 실정이다. 그 중 하나가 mylar strip의 사용이다. Mylar strip을 사용할 경우 가장 매끈한 표면을 얻는다는 것은 잘 알려져 있는 사실이다. 하지만 oxygen inhibition zone이 mylar strip하부에서는 그 표면의 중합률이 어떻게 변하는지 아직 보고된 바 없다.

* 이 논문은 1995년도 한국학술진흥재단의 공모과제 연구비에 의하여 연구되었음.

두번째는 과연 열 중합 후, 산소 방해층이 어떻게 변하는가 하는 점이다. 광중합 복합레진을 열중합 시키면 그 중합율이 높아진다는 것은 잘 알려진 사실이나^{2,11)}, 이러한 중합률의 증가가 복합레진의 내부에만 국한된 것이며, 복합레진의 표면에서는 중합률의 증가가 일어나지 않는다는 보고도 있다⁸⁾. 열중합이 끝난 레진인레이는 결국 레진 시멘트를 이용하여 치아에 접착을 시키기 때문에, 열중합 후 복합레진 표면의 산소 방해층의 상태를 알아본다는 것은 둘 사이의 화학적 결합에 대한 가능성을 연구하는데 매우 중요한 일이다. 현재는 단지 레진인레이의 표면을 거칠게 하여 레진 시멘트와의 물리적인 결합을 유도하는 방법에 추천되고 있다.

세째는 광중합과 열중합 사이의 시간적인 지연에 관한 문제이다. 복합레진을 광중합 한후 일정시간 후 열중합 하는 것이 즉시 열중합 하는 것보다 중합율이 떨어진다는 견해¹²⁾와 중합율에 있어서는 차이가 없다¹³⁾는 상반된 견해가 존재한다. 복합레진 표면에서의 이러한 차이를 비교한다면 레진인레이와 레진시멘트와의 결합을 연구하기 위하여 이러한 연구는 매우 의미있는 것으로 생각되었다.

이번 연구를 통하여 다양한 임상 조건하에서 복합레진 표면의 중합율이 어떻게 변하는 지 알아보고 광중합과 열중합 사이에서의 시간적인 지연이 중합율에 미치는 영향에 대하여 알아보고자 한다.

II. 실험 재료 및 방법

두께 1mm의 teflon에 2×3cm의 천공을 하여 주형을 제작하고, 다음의 조건하에서 복합레진(Brilliant, Shade A2, Coltene, Switzerland)의 충전 및 중합을 시행하였다.

1군: 복합레진을 공기중에서 광중합시킨 후, silica carbide paper를 이용하여 복합레진의 표면을 약 500 μ m연마하였다.

2군은 공기중에 노출된 복합레진의 표면에 광중합기를 되도록 가깝게 위치시킨 후, 광중합시켰다.

3군은 노출된 복합레진의 표면을 cover glass로 덮고, 광중합기를 cover glass에 닿도록 위치시킨 후, 광중합시켰다.

4군은 질소가스로 채워진 polyethylene bag 안에서 복합레진을 충전하고 광중합하였다.

5군은 복합레진은 1군에서와 같이 광중합하고 즉시 열중합기(D.I. 500, Coltene, Switzerland)에 추가로 열중합하였다.

6군은 복합레진을 1군에서와 같이 광중합시키고, 그 표면을 insulating gel로 도포한 후 즉시 열중합기에 추가로 열중합 하였다.

7군: 복합레진을 1군에서와 같이 광중합시킨 후, 3일 동안 빛이 차단되고 건조한 상태에서 보관하고 그 표면을 insulating gel로 도포 후 열중합하였다.

Cure Rite(Efos Inc, Canada)를 이용하여 측정하였을 경우 420mW의 강도를 나타내는 Max curing light unit(L D Caulk, USA)를 이용하여 광중합을 시켰으며, 하나의 시편에 대하여 한 번에 40초씩 6번, 총 4분간 광중합을 시켜서 시편이 고무 중합되도록 하였다.

각 군당 5개의 시편을 제작하고, 각 시편의 표면을 15blade로 갈아 분말의 형태로 만들고, KBr분말과 무게비 약 1:50의 비율로 혼합한 후, 일정한 압력하에 절편을 만들어 FTIR을 이용하여 분석하였다(Fig 1). 그 중합율을 standard baseline technique을 이용하여 계산하여 제 7군의 중합율을 100으로 할 경우, 다른 군의 중합율을 상대적인 비로 계산하였다. one way ANOVA와 Scheffé test를 이용하여 95%의 신뢰도로 각군의 중합율을 비교하였다.

III. 실험성적

복합레진의 표면을 500 μ m 삭제한 후 노출된 표면의 중합률을 KBr법을 이용하여 측정하여 그 측정치를 100으로 하였을 경우 1군의 표면의 중합률은 0%였고, 복합레진의 표면을 cover glass로 덮고 측정하였을 경우, 그 표면은 85%의 중합률을 나타냈다. 복합레진의 중합을 argon gas하에서 시행하였을 경우 1군에서와

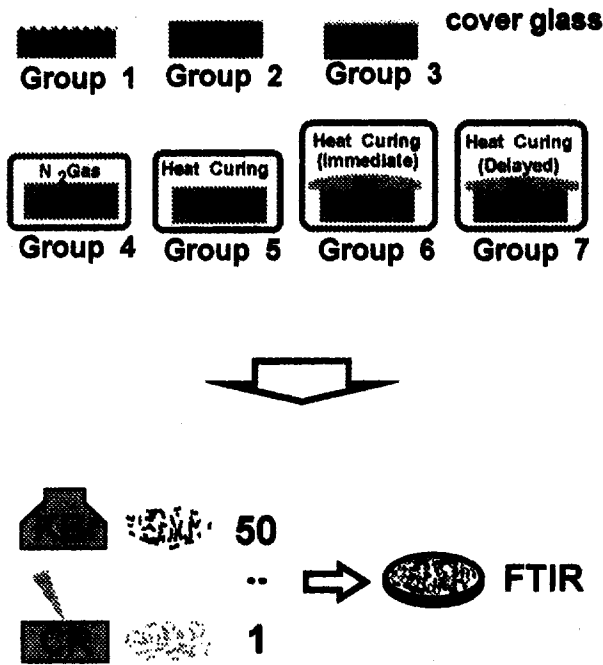


Fig. 1. Schematic diagram of the test groups and flow of this study.

Table 1. Relative degree of conversion in test groups

Groups	Relative DC
1	100
2	0
3	85(4)
4	100(1)
5	55(4)
6	107(2)
7	90(4)

Relative DC in % with standard deviation in parentheses.

Groups joined by vertical lines were not significantly different at p 0.05 level

같은 100%를 나타냈다. 추가로 공기중에서 즉시 열 중합 시킨 경우, 복합레진의 표면은 55%의 중합률을 나타냈으며 표면을 insulating gel로 덮고 즉시 열중합시킨 경우, 107%의 중합률을 나타냈다. 하지만 복합레진을 광중합

시킨 후 3일 후에 그 표면을 insulating gel로 덮고 열중합시킨 경우 90%의 중합률을 나타냈다. 1군과 7군을 제외한 다른 군들의 중합률은 통계학적으로 차이가 있었다 (Table 1).

IV. 총괄 및 고찰

복합레진의 표면을 mylar strip을 이용하여 처리하는 경우 다른 어떤 종류의 finishing, polishing 기구를 이용한 경우보다 매끄러운 표면을 나타낸다고 보고 되고 있다. 따라서 특히 심미적인 면이 많이 문제가 되는 전치부의 경우 mylar strip을 이용하여 표면 처리를 하는 경우가 많다. 그러나 이번 연구에서 복합레진의 표면을 cover glass로 덮고 광중합을 한 후 그 중합률을 측정된 결과 그 중합률은 1군에 비하여 약 85%의 중합률을 나타내는 데 그쳤다. 즉 복합레진의 표면을 mylar strip 등으로 처리했을 경우 매끈한 표면은 얻을 수 있지만 이로 인해 중합이 충분히 이루어 지지 않은 상태의 표면이

노출되기 때문에 장기적으로 관찰 하였을 경우, 복합레진의 표면을 polishing 기구에 의하여 마무리 한 경우에 비하여 표면의 마모, 변색의 가능성이 더 높다고 하겠다. Hachiya⁴⁾ 등의 실험에서도 복합레진의 표면을 mylar strip으로 처리한 경우가 기구를 이용하여 표면을 연마한 경우보다 오히려 변색이 더 잘 된 것으로 나타났다. 복합레진을 nitrogen gas하에서 광중합 시켰을 경우, 그 표면의 중합률이 1군의 중합률과 같이 나온 것으로 보아, 2군 및 5군에서 낮은 중합률이 관찰된 것은 산소에 의해 중합의 과정이 방해받았기 때문이라는 것을 알 수 있다.

복합레진을 추가로 열중합을 하였을 경우, 그 표면을 insulating gel로 처리를 하지 않았을 경우 55%의 중합률을 나타냈다. 즉 열중합의 과정에서도 복합레진의 표면은 산소에 의해 그 중합의 과정이 방해받았을 것을 알 수 있다. 하지만 광중합만을 하였을 경우 0%였던 표면의 중합률이 55%가 된 것이 실지로 어느 정도의 중합이 표면에서 이루어져서 이러한 결과가 나왔는지 혹은 열중합을 표면의 중합률은 여전히 0%인데, 단지 그 두께가 얇아져서, 이번 실험의 과정 중, 표면을 blade로 긁어서 분말을 만드는 과정 중에, 하부의 중합이 충분히 일어난 부분의 복합레진이 같이 섞여나와서 이러한 결과가 나왔는지 이번 실험 만으로는 알 수 없다 (Fig. 2). Reinhardt⁸⁾의 FMIR을 이용한 실험에서는 insulating gel을 처리하지 않고 열중합을

시켰을 경우 복합레진에서 중합률의 증가는 나타나지 않았다.

Insulating gel을 처리하고 표면의 중합률을 측정하였을 경우, 그 중합률이 1군에 비하여 107%로 나타났는데 이것은 Brilliant의 경우, 열중합을 통하여 그 중합률이 70.2%에서 74.2%로 증가한 것으로 보고한 이전의 연구와 대체적으로 일치한다^{7,8)}.

광중합 후 3일이 경과한 후, 열중합을 시킨 경우에, 그 표면을 insulating gel로 처리하더라도 광중합 후 곧바로 열중합을 시행한 군에 비하여 낮은 중합률을 나타내었다. 이것은 중합반응에 관여할 catalyst가 공기중으로 소실¹²⁾ 되었기 때문으로 생각되며, 이전의 보고와도 일치한다⁹⁾.

현재, 레진인레이를 cementation을 하기 위하여 인레이 내면을 bur나 sandblast등을 이용하여 거칠게 한후, 레진 시멘트를 이용하여 접착시키는 방법이 이용되고 있다. 이렇게 레진 시멘트와 레진 인레이 사이에 물리적인 결합을 얻고자 할 경우에는 열중합시, 그 표면을 insulating gel로 처리하여, 완전히 중합이 이루어진 인레이의 표면에 위의 처치를 하는 것이 효과적으로 사료된다. 그런데, 이번 실험을 통하여 복합레진과 레진시멘트 사이에 화학적 방법으로 결합을 시킬 수 있는 가능성이 있음을 알 수 있다. 즉, 5군의 중합률이 6군에 비하여 낮게 나타난 것은 결국 표면에서 산소에 의한 중합의 방해가 있다는 것을 말하는 것이며, 따라서

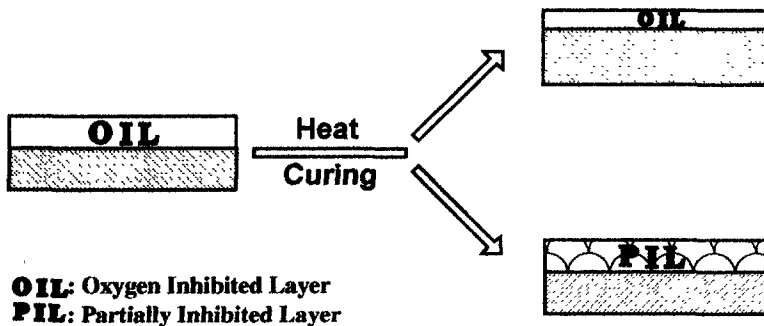


Fig. 2. Possible changes of the oxygen inhibition zone after heat curing process.

여기에 레진 시멘트가 결합될 경우 화학적인 결합을 할 가능성이 있다고 할 것이다. 또한 광중합 후, 시간의 지체 없이, 또 insulating gel로 처리하지 않고, 열중합을 하고, resin cement로 cementation을 할 경우에, 화학적인 결합이 효과적으로 일어날 가능성이 있다. 물론 실제적인 임상 과정에서 이와같은 실험에 의한 예상들이 영향을 받을 수 있다. 즉, 인레이 내면의 세척 등의 과정이 인레이 내면과 레진 시멘트 사이의 화학적인 결합에 영향을 줄 수 있는 가능성이 충분히 있다. 이러한 가정은 추후의 실험과정을 통한 증명이 필요하다.

복합레진의 중합률을 측정하는 방법 중 KBr과 thin film technique 사이에 차이가 없다고 보고 되었다⁹⁾. 하지만 이번 실험에서 KBr 법으로 측정된 중합률은, thin wafer technique을 이용하여 측정된 측정치에 비하여 그 절대적인 중합률이 낮게 기록되었다. 즉 표면으로 부터 약 500 μ m 떨어진 부위의 중합률이 thin wafer technique에서는 약 70% 이었던 반면에 KBr법으로 측정된 결과 45%의 중합률을 나타냈다. 이러한 이유에 대해서는 아직 확실한 것은 알수 없지만, KBr법으로 시편을 제작하는 과정에 있어서, 복합레진을 분말의 형태로 가는 과정에서, 탄소 간의 crosslinkin이 없어져서 생기는 것으로 사료된다. 따라서 KBr법을 이용하여, baseline법으로 계산할 중합률이 실제적인 중합률과는 차이가 있다고 판단되어, 이번 실험에서 복합레진의 절대적인 중합률도 각 군을 비교하는 대신, 상대적인 측정치로 각군을 비교하였다.

V. 결 론

광중합이 이루어진 복합레진 표면으로 부터 500 μ m 떨어진 곳의 중합률을 100%라고 할 경우, 복합레진 표면의 상대적 중합률은, 각 조건하에서 다음과 같이 변하였다.

1. 표면을 cover glass로 덮고 광중합시킨 후, 그 표면의 중합률을 측정할 경우, 대조군에 85%의 중합률을 나타냈다.
2. 복합레진을 nitrogen gas하에서 광중합 시

켰을 경우, 대조군과 같은 중합률을 나타냈다.

3. 복합레진을 광중합시킨 후, 표면을 inulating gel로 덮고, 즉시 열중합 시켜, 그 표면의 중합률을 측정할 경우, 대조군에 비하여 107%의 중합률을 나타냈지만, 광중합 후 3일이 경과한 후, 열중합 시켰을 경우는 90%의 중합률을 나타냈다.

References

1. BAUER JG & CAPUTO AA(1983) The surface of composite resin finished with instruments and matrices The Journal of Prosthetic Dentistry 50 351-357.
2. FERRACANE JL & CONDON JR(1992) Post cure heat treatment for composite : properties and factography Dental Materials 8 290-295.
3. FERRACANE JL & GREENER EH(1984) Fourier transform infrared analysis of degree of polymerization in unfilled resins : methods comparison Journal of Dental Research 63 1093-1095.
4. HACHIYA YUKIMASA, IWAKU MASAKI, HOSODA HIROYASU & FUSAYAMA TAKAO(1984) Relationship of finish to discoloration of composite resins The Journal of Prosthetic Dentistry 52 811-814.
5. HEIGELI JJ, BELL MF & WHITE JN (1947) Application of infrared spectroscopy to the analysis of liquid hydrocarbons Analytical Chemistry 19 293-298.
6. JACKSON RD, FERGUSON RW(1990) An esthetic, bonded inlay/onlay technique for posterior teeth Quintessence International 21 7-12.
7. PARK SEONG-HO & LEE CHUNG-SUK The difference in degree of conversion between light-cured and additional heat-cured composites Operative Dentistry in press.

8. REINHARDT K-J(1991 a) Die extraorale vertgutung von Komposite-inlays Deutsche Zahnarztliche Zeitschrift 46 342–345.
9. REINHARDT K-J(1991 b) Spezielle Möglichkeiten der extraoralen Vergütung Deutsche Zahnarztliche Zeitschrift 46 407–409.
10. RUYTER IE(1981) Unpolymerized surface layers on sealants Acta Odontologica Scandinavica 39 27–32.
11. RUYTER IE(1985) Monomer system and polymerization In : international symposium on posterior composite resin dental restorative materials eds Vanherle, G & Smith, DC pp 109–135 Utrecht, The Netherlands : Peter Szulc Publishing Co.
12. WU W(1983) Postcuring of dental restorative resin. Journal of Dental Research 62 : 285, Abstr No. 1048.