

## 광조사 강도가 복합레진의 중합반응속도에 미치는 영향에 관한 실시간 체적측정법을 이용한 연구

라성호 · 이인복 · 김창근\* · 조병훈 · 이광원\*\* · 손호현

서울대학교 치과대학 치과보존학교실, 중앙대학교 공과대학 화학공학과\*,  
전북대학교 치과대학 치과보존학교실\*\*

### ABSTRACT

#### EFFECT OF LIGHT INTENSITY ON THE POLYMERIZATION RATE OF COMPOSITE RESIN USING REAL-TIME MEASUREMENT OF VOLUMETRIC CHANGE

Sung-Ho La, In-Bog Lee, Chang-Keun Kim\*,

Byeong-Hoon Cho, Kwang-Won Lee\*\*, Ho-Hyun Son

Dept. of Conservative Dentistry, College of Dentistry, Seoul National Univ.

Dept. of Chemical Engineering, Chung-Ang Univ.\*

Dept. of Conservative Dentistry, College of Dentistry, Chonbuk National Univ.\*\*

#### Objectives

The aim of this study is to evaluate the effect of light intensity variation on the polymerization rate of composite resin using IB system (the experimental equipment designed by Dr. IB Lee) by which real-time volumetric change of composite can be measured.

#### Methods

Three commercial composite resins [Z100(Z1), AeliteFil(AF), SureFil(SF)] were photopolymerized with Variable Intensity Polymerizer unit (Bisco, U.S.A.) under the variable light intensity (75/150/225/300/375/450mW<sup>2</sup>) during 20 sec. Polymerization shrinkage of samples was detected continuously by IB system during 110 sec and the rate of polymerization shrinkage was obtained by its shrinkage data. Peak time(P.T.) showing the maximum rate of polymerization shrinkage was used to compare the polymerization rate.

#### Results

Peak time decreased with increasing light intensity( $p<0.05$ ). Maximum rate of polymerization shrinkage increased with increasing light intensity( $p<0.05$ ). Statistical analysis revealed a significant positive correlation between peak time and inverse square root of the light intensity (AF:R=0.965, Z1:R=0.974, SF:R=0.927). Statistical analysis revealed a significant negative correlation between the maximum rate of polymerization shrinkage and peak time(AF:R=-0.933, Z1:R=-0.892, SF:R=-0.883), and a significant positive correlation between the maximum rate of polymerization shrinkage and square root of the light intensity (AF:R=0.988, Z1:R=0.974, SF:R=0.946).

#### Discussion and Conclusions

The polymerization rate of composite resins used in this study was proportional to the square root of light intensity. Maximum rate of polymerization shrinkage as well as peak time can be used to compare the polymerization rate. Real-time volume method using IB system can be a simple, alternative method to obtain the polymerization rate of composite resins.

**Key Words** : Composite Resin, Volumetric Shrinkage, Rate of Polymerization, Light Intensity, IB system

※ 본 연구는 보건복지부 보건의료기술 연구개발사업(HMP-99-E-10-0003)의 지원에 의하여 이루어진 것임.

## I. 서 론

오늘날 복합레진이 치과용 심미수복재료로서 널리 사용되지만, 중합시 발생하는 약 2~7%의 체적수축<sup>1)</sup>은 여전히 해결되지 못한 문제점으로 남아있다. 이는 레진의 중합시 단량체 분자간 거리가 0.3~0.4nm(van der Waals distance)에서 0.15nm(covalent distance)로 감소하기 때문이며<sup>2)</sup>, 이때 발생하는 응력은 치질-레진 계면의 결합을 파괴해 여러 임상적인 문제를 일으킨다<sup>3)</sup>. 복합레진은 중합초기에 탄성이 매우 낮아 수축시 발생하는 응력을 완화시키는 유동성(flow)을 지니지만<sup>4)</sup>, 중합이 진행함에 따라 유동성이 상실되는 gel point에 도달하고, 이 이후 탄성계수가 급격히 증가하여 중합수축은 강한 응력을 발생시킨다<sup>5,6)</sup>. 이를 해결하기 위해 많은 연구가 이루어졌으며, Mehl<sup>7)</sup>과 Kanca 등<sup>8)</sup>은 soft start polymerization이나 pulse activation 등의 광조사법을 시도하였다. 이러한 광조사법의 목적은 광조사 강도를 낮추어 중합반응속도(rate of polymerization,  $R_p$ )를 감소시킴으로써 gel point 도달을 지연시켜, 최종잔류응력을 감소시키는 것이다<sup>9)</sup>. 즉, 복합레진의 초기 중합반응속도는 gel point 도달시간과 중합수축응력 발생에 상당한 영향을 끼치게 되며, 이를 정확히 측정하는 것은 중합반응 연구에서 큰 의미를 지닌다.

지금까지 복합레진의 중합반응속도를 측정하는 방법으로, 시차주사열계량법(differential scanning calorimetry, DSC)<sup>10)</sup>을 비롯한 열분석법과 푸리에변환 적외선분광분석법(Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR)<sup>11)</sup> 등을 이용해 왔다. 그러나 DSC 등의 열분석법은 발열률(heat flow rate,  $dH/dt$ )을 얻는 과정에서 열전도에 소요되는 시간지연(time-delay)을 피할 수 없고, FTIR은

spectrum의 적절한 해상도를 얻기 위해 긴 시간이 소요되어<sup>12)</sup> 수 초 내에 급격하게 이루어지는 광중합 레진의 초기중합연구에서 그 한계를 지니고 있다. 중합반응속도를 구하기 위한 또다른 방법으로 체적측정법(dilatometry)<sup>13)</sup>을 이용할 수 있으며, 이는 복합레진의 중합수축이 중합률(degree of conversion)에 비례하므로<sup>14,15)</sup>, 중합수축속도(rate of polymerization shrinkage:  $R_{ps}$ )는 중합반응속도( $R_p$ )와 비례하기 때문이다.

본 연구는 광조사 강도가 복합레진의 중합반응속도에 미치는 영향을 평가하기 위해 이<sup>16)</sup>가 개발한 복합레진의 실시간 체적측정장비인 IB 계측시스템을 통한 체적측정법을 이용하였고, 다소의 지견을 얻어 보고하는 바이다.

## II. 실험재료 및 방법

### 1. IB 계측시스템의 구성요소와 동작원리

이 실험에서 사용한 IB 계측시스템의 전체적인 모식도는 Fig. 1과 같다.

광조사기에 의해 조사된 복합레진은 중합수축이 일어나 부피가 감소하고, 아르키메데스의 원리에 따라 증류수에 의한 부력이 감소하게 되어 저울(electromagnetic balance)의 균형이 기울어 지게 된다. 이는 빛 감지기(position sensitive photo detector, PSPD)에 의해 검출되어 servo amplifier에 입력, 즉각적으로 구동코일에 전류가 흘러 기울어진 균형을 원상복귀 시키는 반력(反力)을 발생시킨다. 이때 흐르는 전류의 양을 전압으로 변환하여 저역 통과 필터(low-pass filter)를 거쳐 신호처리(signal conditioning) 후, National Instrument사(Mopac Expwy,

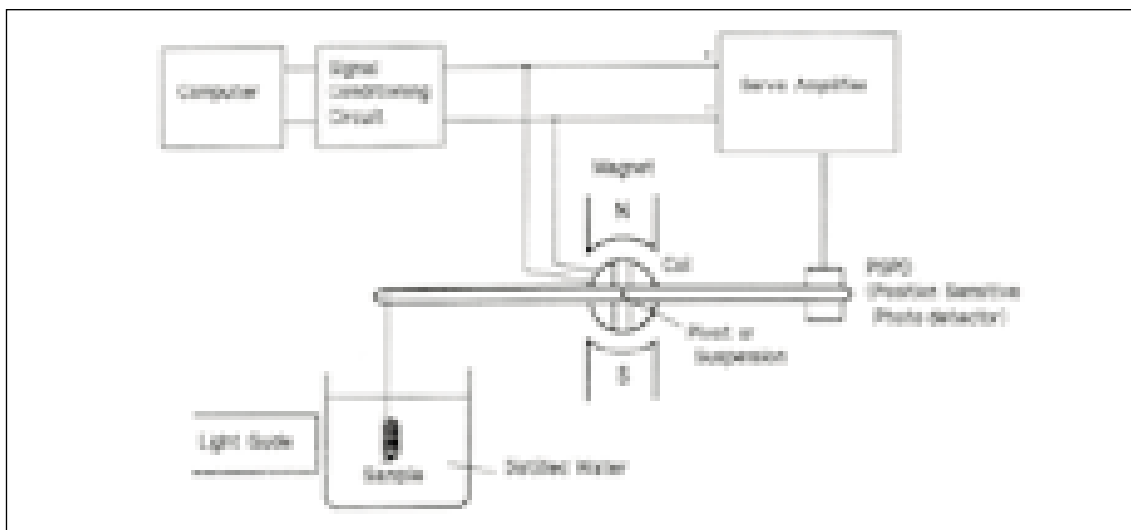


Fig. 1. System configuration of IB system<sup>16)</sup>

**Table 1.** Composite resins used in this study.

Products	Code	Shade	Lot No.	Manufacturer
Z-100	Z1	A3	1LF	3M Co., St. Paul, MN, USA
AeliteFil	AF	A2	0000001184	Bisco, Schaumburg, IL, U.S.A.
SureFil	SF	B	000605	Dentsply, York, Pa, USA

**Table 2.** The experimental groups according to light intensity. (n=10)

Group	Light intensity(mW/cm <sup>2</sup> ) /Time(sec)	Total energy (mJ/cm <sup>2</sup> )
1	75 / 20	1500
2	150 / 20	3000
3	225 / 20	4500
4	300 / 20	6000
5	375 / 20	7500
6	450 / 20	9000

Austin, TX, U.S)의 DAQ board인 PCI-6024를 거쳐 디지털신호로 변환시킨다. 그 후 역시 동사(同社)의 데이터 획득 및 분석 소프트웨어인 Labview를 이용하여 데이터 파일로 저장하고, 저장된 데이터를 시간함수에 대한 부피변화로 변환, 도시하여 역동적인 중합수축을 관찰할 수 있다<sup>16)</sup> (Fig. 1).

## 2. 실험 재료

진구치 수복용 hybrid 복합레진 2종(Z-100, AeliteFil)과 구치부용 복합레진 1종(SureFil)을 대상으로 하였고, 자세한 사양은 Table 1과 같다

## 3. 실험 방법

### 가) 중합수축 측정

복합레진 70mg( $\pm 0.5$ mg)을 지름 6mm의 aluminium sample pan에 담아 electromagnetic balance arm에 wire를 통해 장착한다.

측정값의 기저상태(baseline)를 얻기 위해 30초간 광조사 없이 방치한 후, 20초간 각 실험군에서 지정된 광강도로 광조사를 시행하였다. 광조사 시작 후, 총 110초 동안 100mV/mg으로 조절된 출력전압을 1 sample/10 milisec로 기록하여 부력변화  $\Delta m_i$ 를 구하였고, 다시 부피변화  $\Delta V_i$ 로 환산하였다. 이때 증류수의 온도는  $25 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 로 조절

하였고, 증류수의 밀도는  $0.997\text{g/cm}^3$ 로 계산하였다. 중합 후 경화된 시료의 무게를 측정하고, 비중병(pyknometer)을 이용하여 각 복합레진의 중합 전 밀도를 구하여, 시편의 중합 전 초기 부피( $V_{\text{initial}}$ )를 구하였다. 중합수축률은  $100 \times \Delta V_i / V_{\text{initial}}(\%)$ 로 주어지고, 이 때  $\Delta V_i$ 는 광조사 시작 t초 후의 체적수축량을 의미하며,  $V_{\text{initial}}$ 은 중합 전 시편의 초기 체적을 의미한다<sup>16)</sup>. 광조사기로 VIP(Variable Intensity Polymerizer, Bisco, Schaumburg, IL, U.S.A.)를 사용하였고, radiometer를 이용해 sample 표면의 광강도를 6단계로 조절하였으며, 각 실험군 당 10회씩 측정을 시행하였다(Table 2). VIP의 전원스위치는 병렬포트를 통해 컴퓨터와 동조시켜, 광조사 시작 및 종료시간을 소프트웨어 상에서 일정하게 조절할 수 있도록 하였다.

### 나) 중합수축속도

MathWorks사(社)의 수치해석 소프트웨어 Matlab (version 5.3)을 이용하여 실험 가)에서 얻은 중합수축 그래프의 curve fitting을 시행한 후, 각 점의 변화율을 구해 중합수축속도(rate of polymerization shrinkage,  $R_{ps}$ ) 그래프를 얻었다.

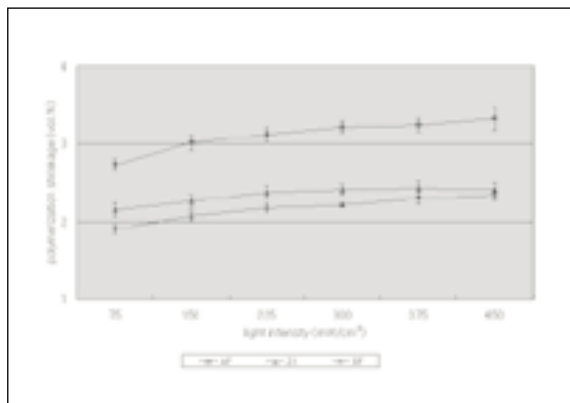
중합수축속도 그래프에서 최대중합수축속도(maximum rate of polymerization shrinkage,  $\max R_{ps}$ )를 보이는 시점인 peak time(P.T.)을 구해 중합반응속도의 기준으로 사용했다. 즉, 실험으로 구한 광강도에 따른 peak time의 비와 광강도의 제공근에 반비례하는 이론적인 peak time의 비 간의 상관관계를 구해, 복합레진의 중합반응속도가 광강도의 제공근에 비례하는지 여부를 검증하였다.

얻어진 자료는 통계처리 프로그램인 Jandel사의 Sigmapstat을 이용하여  $p=0.05$  유의수준에서 Kruskal-Wallis test를 시행하고, 군간의 비교를 위해 Student-Newman-Keuls test를 시행하였으며, 상관관계를 분석하기 위해서 Pearson Product Moment Correlation Coefficient를 구하였다.

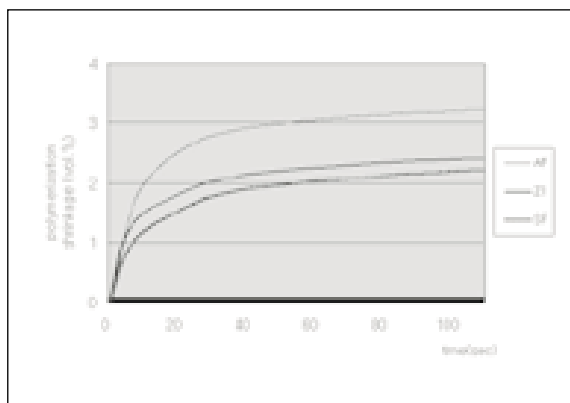
## III. 실험 결과

AF, Z1, SF 3종 레진 각각의 최종 중합수축값은 광강도가 커질수록 증가했지만( $p<0.05$ ), AF는  $300\text{mW/cm}^2$  이

상, 그리고 Z1은 225mW/cm<sup>2</sup> 이상의 광강도에서 통계적인 유의성이 없었다( $p>0.05$ ). 동일한 광강도 하에서 3종 레진의 최종 중합수축값은, AF가 최대값을 보였고, Z1, SF



**Fig. 2.** Final volumetric polymerization shrinkage (vol.%) of composite resins according to light intensity. The shrinkage values were measured for 110sec (n=10).



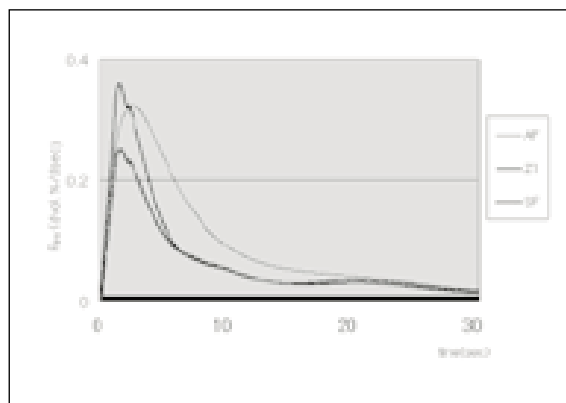
**Fig. 3.** Polymerization shrinkage of AF, Z1 and SF under 300mW/cm<sup>2</sup> as a function of time (vol.%).

의 순으로 작아졌다( $p<0.05$ ). 단, Z1과 SF는 450 mW/cm<sup>2</sup>의 광강도에서 최종중합수축값의 유의할만한 차이가 없었다( $p>0.05$ ) (Fig. 2).

3종 레진은 광강도의 증가에 따라 최대중합수축속도 ( $\max R_{ps}$ )가 유의성있게 증가했으나( $p<0.05$ ), 단, SF는 광강도 225mW/cm<sup>2</sup>와 300mW/cm<sup>2</sup>간의 통계적인 유의성이 없었다( $p>0.05$ ). 3종 레진 중 Z1이 동일한 광강도에서 최대중합수축속도가 최대로 나타났으며, AF, SF의 순으로 작아졌다( $p<0.05$ ). 단, 150mW/cm<sup>2</sup>이하 광강도에서 Z1과 AF의 통계적인 유의성은 없었다( $p>0.05$ ) (Table 3).

광강도의 증가에 따라 3종 레진의 peak time(P.T.)이 유의성있게 감소했으나( $p<0.05$ ), 단, SF는 광강도 225 mW/cm<sup>2</sup>와 300mW/cm<sup>2</sup>, 375mW/cm<sup>2</sup>와 450mW/cm<sup>2</sup> 사이의 통계적인 유의성이 없었다( $p>0.05$ ). 동일한 광강도에서 3종 레진 중 AF가 peak time이 최대로 나타났으며, Z1, SF의 순으로 감소했다( $p<0.05$ ). 단, 75mW/cm<sup>2</sup>, 150mW/cm<sup>2</sup>, 300mW/cm<sup>2</sup>의 광강도에서 Z1과 SF의 통계적인 유의성은 없었다( $p>0.05$ ) (Table 4).

3종 레진 모두 peak time은 광강도 제공근에 역비례하는 이론적인 peak time의 비(ratio)와 강한 양의 상관관계를



**Fig. 4.** Rate of polymerization shrinkage of AF, Z1 and SF under 300mW/cm<sup>2</sup> as a function of time ( $R_{ps}$  : dvol.%/dsec).

$R_{ps}$  : rate of polymerization shrinkage.

**Table 3.** Maximum rate of polymerization shrinkage ( $\max R_{ps}$ ; dvol.%/ dsec) determined in the experiment.

	Group 1	Group 2	Group 3	Group 4	Group 5	Group 6
AF	0.175(0.007)	0.251(0.006)	0.291(0.007)	0.323(0.009)	0.363(0.011)	0.398(0.016)
Z1	0.182(0.010)	0.255(0.011)	0.309(0.020)	0.362(0.028)	0.409(0.027)	0.438(0.024)
SF	0.130(0.007)	0.192(0.005)	0.240(0.027)	0.259(0.013)	0.285(0.021)	0.300(0.020)

(The numbers in the parenthesis are standard deviations.)

**Table 4.** Peak time(sec) determined in experiment.

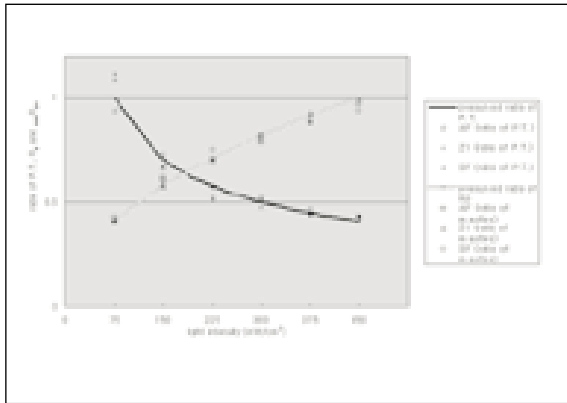
	Group 1	Group 2	Group 3	Group 4	Group 5	Group 6
AF	4.67 (0.37)	3.29 (0.25)	2.86 (0.20)	2.61 (0.13)	2.33 (0.09)	2.16 (0.24)
Z1	3.53 (0.23)	2.38 (0.27)	1.71 (0.10)	1.55 (0.03)	1.45 (0.08)	1.38 (0.08)
SF	3.35 (0.30)	2.03 (0.46)	1.54 (0.13)	1.55 (0.24)	1.32 (0.12)	1.31 (0.11)

(The numbers in the parenthesis are standard deviations.)

**Table 5.** Presumed ratio of  $R_p$  and P.T. and ratio of experimental P.T.

Group	Light intensity (mW/cm <sup>2</sup> )	Presumed ratio of $R_p \propto (I)^{1/2}$	Presumed ratio of P.T. $\propto 1/(I)^{1/2}$	Ratio of experimental P.T.		
				AF	Z1	SF
1	75	0.41	1.00	0.93	1.08	1.11
2	150	0.58	0.71	0.66	0.73	0.67
3	225	0.71	0.58	0.57	0.52	0.51
4	300	0.82	0.50	0.52	0.47	0.51
5	375	0.91	0.45	0.47	0.44	0.44
6	450	1.00	0.41	0.43	0.42	0.43

P.T. : peak time

 $R_p$  : rate of polymerization**Fig. 5.** Presumed ratio of P.T. &  $R_p$  and ratio of experimental P.T. &  $\max R_p$ .

P.T. : peak time

 $R_p$  : rate of polymerization $\max R_{ps}$  : maximum rate of polymerization shrinkage

보였다(AF:R=0.965, Z1:R=0.974, SF:R=0.927; Table 5). 최대중합수축속도( $\max R_{ps}$ )는 광강도의 제곱근에 비례하는 이론적인 중합속도( $R_p$ )의 비와 강한 양의 상관관계를 보였고(AF:R=0.988, Z1:R=0.974, SF:R=0.946), peak time은 최대중합수축속도( $\max R_{ps}$ )와 강한 음의 상관관계를 보였다(AF:R=-0.933, Z1:R=-0.892, SF:R=-0.883; Fig. 5).

#### IV. 총괄 및 고안

복합레진의 중합률(degree of conversion)과 체적중합수축과의 관계는 다음과 같이 표현될 수 있다.

$$C = (V_s/V_{tc}) \times 100(\%) \quad (\text{Eq.-1})^{17)}$$

C : degree of conversion

 $V_s$  : observed shrinkage

$V_{tc}$  : total shrinkage which have occurred if all C=C had reacted

Venhoven<sup>12)</sup> 등은 linometer로 구한 시간에 따른 복합레진의 선형중합수축값을 이용해 체적중합수축과 중합률 그래프를 얻었고, 이는 FTIR로 구한 중합률 그래프와 일치하며 보다 적은 잡음(noise)을 보였다고 보고하였다. 그러나 선형수축값을 체적수축값으로 환산하려면 레진시편 내에서의 등방적인 수축(isotropic contraction)이 일어난다는 전제가 만족되어야 한다. 그러나 실제로는 두 평판 사이에 복합레진을 샌드위치 시키는 구조를 가진 실험장치의 기하학적인 한계로 얇은 디스크 형태로 되어있는 시편의 radial 방향의 수축은 제한되어질 수 밖에 없다. 또한 평판과 시편에 작용하는 중력의 영향으로 측정값이 작아지거나 크게 나타날 수 있으며 이러한 효과는 레진이 가진 점성의 다양성과 관련되어 더욱 복잡해지고 부정확한 측정값을 가져온다<sup>16)</sup>. 따라서 중합수축값을 이용해 복합레진의 반응속도를 구하기 위해서는 반드시 체적중합수축값을 실시간으로 직접 측정할 수 있는 장비가 필요하다.

본 연구에서는 중합수축시 발생하는 물의 부력감소를 IB 계측시스템으로 측정하여, 시간에 따른 체적중합수축값을 구하였다. 이 계측시스템<sup>16)</sup>은, 수 초 내에 급격하게 이루어지는 복합레진의 중합수축을 적외선 감지기를 이용한 음극환 서보 앰프 회로를 통해 초당 400회 이상 실시간으로 컴퓨터상에 저장하여 중합수축속도를 얻을 수 있다. 또한, 중합수축에 의한 물의 부력감소를 이용하기 때문에, 온도변화에 거의 영향을 받지 않는다. 예를 들어, 증류수의 온도가 20℃에서 30℃로 10℃ 상승하면, 물의 밀도는 0.998g/ml에서 0.996g/ml로 감소하여, 증류수 안의 레진 무게는 부력감소에 의해 약 0.2% 증가할 뿐이다. 실제 광중합 과정에서 물의 온도변화가 이보다 훨씬 적은 점을 감안하면, 본 장비가 온도변화에 의해 받는 영향은 무시할 수 있는 수준임을 알 수 있다. 이 계측기의 문제점으로 진동이나 전자기파에 매우 민감하여 잡음이 생성되는 점을 들 수 있으며, 이의 해결을 위해 접지(earth)와 차폐(shielding)를 시행하고, 하드웨어 및 소프트웨어적인 filtering 기법을 사용하였다. 위의 과정을 거쳐 얻은 중합수축 그래프에서 중합수축속도를 얻기 위해서는 더욱 세밀한 데이터의 filtering 작업이 필요하며, 이를 위해 수치해석 소프트웨어인 Matlab (version 5.0)을 이용하여 중합수축 그래프의 curve fitting을 시행하였다.

중합수축속도 그래프(Fig. 4)에서, 시간에 따른 체적 중합수축속도는 1~5초 내에 최대값에 도달하고, 그 뒤로는 지수적으로 서서히 감소하여 0의 점근선에 이른다. 초기에 중합반응속도가 급격히 증가한 후 다시 감소하는 이유는 중합반응에 참여할 단량체가 고갈되기 때문이다. 일반적으로 단량체의 중합과 같이 구성성분이 복잡하지 않은 화학반응은 1차 반응역학에 따르는 것으로 볼 수 있으며, 1차 반응에서 중합반응속도는 다음과 같다.

라디칼연쇄중합(radical chain polymerization)에 의한 화학중합의 경우, 중합반응속도  $R_p$ 는

$$R_p = k_p [M] (R_i / 2k_t)^{1/2}$$

또는

$$R_p = k_p [M] (fk_d [I] / k_t)^{1/2} \quad (\text{Eq.-II})^{15)}$$

$R_p$  : rate of polymerization

$k_p$  : rate constant for propagation

$[M]$  : monomer concentration

$R_i$  : rate of initiation

$k_t$  : rate constant for termination

$f$  : initiator efficiency

$k_d$  : rate constant for catalyst dissociation

$[I]$  : initiator concentration

광중합의 경우는

$$R_p = k_p [M] (\phi I_a / k_t)^{1/2} \quad (\text{Eq.-III})^{15)}$$

$\phi$  : quantum yield for initiation = number of prop-

agating chains initiated per light photon absorbed

$I_a$  : intensity of absorbed light

위의 식과 같이 중합반응속도는 단량체의 농도  $[M]$ 에 비례하고, 중합개시제의 농도 혹은 광의 세기인  $[I]$ 의 제곱근에 비례한다. 초기의 중합속도가 급격히 증가하는 현상은 개시제와 활성제의 화학반응 또는 광조사에 의한 자유 라디칼 생성의 증가와 함께 gel 효과(gel effect, Trommsdorf effect)<sup>15)</sup>로 설명될 수 있다. 반응의 초기에는 생성된 일차 자유 라디칼에 의해 주로 작은 분자량의 중합체를 형성하는 중합반응이 일어나고 어느 정도 중합이 진행됨에 따라 레진 기질의 점성이 증가하게 된다. 이 결과 성장반응(propagation)을 지속시킬 단량체의 이동성과 정지반응(termination)에 필요한 두개의 거대 중합체 라디칼(propagating polymer radical)들의 병진확산(translational diffusion)에 의한 이동성이 모두 어려워지며, 상대적으로 후자에 대한 억제 효과가 크게 되어  $k_t$ 가 작아지고 결과적으로  $k_p/k_t^{1/2}$ 의 값이 증가해, 중합의 진행과 함께  $R_p$ 가 상승하게 되어 중합속도가 증가한다. 이를 자동가속(autoacceleration)이라 하며, 라디칼연쇄중합(radical chain polymerization)의 일반적인 특징이다. 이 경우 중합반응의 속도는 단량체의 확산속도에 의존하게 되고 이때 형성된 중합체는 큰 분자량을 가진다. 일단 중합반응이 단량체의 확산에 의존하게 되면 중합반응속도는 주로 단량체의 농도에 의존하는 1차반응곡선을 따르게 된다. 이때 단량체 농도의 변화는  $-d[M]/dt = k[M]$ 로부터,  $[M] = [M]_0 e^{-kt}$  ( $k$ =rate constant,  $t$ =time)로 주어지므로 단량체의 농도가 지수적으로 감소함에 따라 중합반응에 의한 수축속도도 지수적으로 감소하게 되어 0의 점근선에 이르는 본 실험과 같은 곡선을 나타내게 된다<sup>18)</sup>. 이는 DSC를 이용한 발열반응의 곡선에서도 같은 양상을 관찰할 수 있다.

광중합반응속도는 이론적으로 광강도의 제곱근에 비례한다. 중합이 가장 활발히 일어나 중합반응속도가 최대에 도달하는 시간인 peak time은 중합속도와는 반비례하므로, 이의 역수값을 취하면 광강도 변화에 따른 이론적인 peak time의 비율이 얻어진다. 이는 본 실험의 peak time(중합수축속도가 최대에 도달하는 시간)의 비와 강한 양의 상관관계를 보인다 (AF:  $R=0.965$ , Z1:  $R=0.974$ , SF:  $R=0.927$ , Table 5, Fig. 5). 즉, 중합속도가 광강도의 제곱근에 비례한다는 Eq.-III의 방정식이 치과용 광중합레진에도 적용될 수 있음이 IB 계측시스템을 이용한 체적측정법을 통해 입증되었다. 또한, 최대중합수축속도( $\max R_{ps}$ )는 광강도에 따른 이론적인 중합속도( $R_p$ )의 비와 강한 양의 상관관계를 보였으며 (AF:  $R=0.988$ , Z1:  $R=0.974$ , SF:  $R=0.946$ , Fig. 5), 실험에서 얻어진 peak time과 강한 양의 상관관계를 나타냈다 (AF:  $R=-0.933$ , Z1:  $R=-$

0.892, SF:R=-0.883). 이는 중합수축속도( $R_{ps}$ ) 그래프에서 최대중합수축속도( $_{max}R_{ps}$ )와 peak time이 중합반응속도( $R_p$ )와 밀접한 상관관계를 가지며, 광중합반응 초기의 반응속도( $R_p$ )를 실험적으로 구하고 데이터의 상호비교를 위해, IB 계측시스템을 이용한 체적변화측정법을 이용할 수 있음을 의미한다.

본 실험에서는 현재 시판중인 복합레진 3종을 대상으로 광강도에 따른 실시간 체적측정법을 시행하여, 복합레진의 중합반응속도가 광강도의 제공근에 비례함을 확인하였다. 본 실험 결과에서 볼 수 있는 바와 같이 복합레진의 동적인 중합반응양상은 동일한 광강도하에서 제품별로 큰 차이를 보이고, 이는 filler의 함량, monomer의 조성, photoinitiator 및 환원제의 종류 및 농도 등의 여러 인자들의 복합적인 결과로 중합수축 응력발생에 큰 영향을 미칠 것으로 사료되며, 추후 이에 관한 연구에 IB 계측시스템을 통한 실시간 체적측정법이 유용하게 쓰일 수 있으리라 사료된다.

## V. 결 론

본 연구에서는 광조사 강도가 복합레진의 중합반응속도에 미치는 영향을 IB 계측시스템을 이용한 실시간 체적측정법을 통해 평가하였다. 3종의 복합레진[Z100(Z1), AeliteFil(AF), SureFil(SF)]은 25℃에서 Variable Intensity Polymerizer unit(Bisco, U.S.A.)을 통해 20초 동안 6단계의 광강도(75/150/225/300/375/450mW<sup>2</sup>)로 광조사 되었고, 이때 복합레진의 중합수축은 IB 계측시스템에 의해 110초 동안 실시간으로 측정되었으며, 이를 이용해 중합수축속도를 구하였다. 최대중합수축속도를 보이는 peak time은 중합반응속도의 기준으로 사용했다.

이상의 실험에서 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. peak time은 광강도의 증가에 따라 유의성있게 감소했다( $p<0.05$ ).
2. 최대중합수축속도는 광강도의 증가에 따라 유의성있게 증가했다( $p<0.05$ ).
3. peak time는 광강도 제공근의 역수와 강한 양의 상관관계를 보였다(AF:R=0.965, Z1:R=0.974, SF:R=0.927).
4. 최대중합수축속도는 peak time과 강한 음의 상관관계를 보였고(AF:R=-0.933, Z1:R=-0.892, SF:R=-0.883), 광강도 제공근과 강한 양의 상관관계를 보였다(AF:R=0.988, Z1:R=0.974, SF:R=0.946).

위 결론에 의하면, 중합수축속도를 이용해 얻은 복합레진의 중합반응속도는 광강도의 제공근에 비례하고, 최대중합수축속도는 peak time과 함께 중합반응속도의 비교기준으로 사용될 수 있으며, IB 계측시스템을 사용한 실시간 체적

측정법은 복합레진의 중합반응속도를 쉽게 얻을 수 있는 유용한 대안으로 사료된다.

## 참고문헌

1. Feilzer AJ, de Gee AJ and Davidson CL : Curing contraction of composites and glass-ionomer cements, *Journal of Prosthetic Dentistry* 59:297-300,1988.
2. Tobolsky AV, Leonard F and Roeser GP : Use of polymerizable ring compounds in constant volume polymerization, *J. Polym. Sci.* 3:604-606,1948.
3. Retief DH : Do adhesives prevent microleakage?, *Int Dent J.* 44(1):19-26,1994.
4. Davidson CL and de Gee AJ : Relaxation of polymerization contraction stresses by flow in dental composites, *J Dent Res* 63(2):146-148, 1984.
5. Feilzer AJ, Dooren LH, de Gee AJ and Davidson CL : Influence of light intensity on polymerization shrinkage and integrity of restoration-cavity interface, *Eur J Oral Sci* 103:322-326,1995.
6. Feilzer AJ, de Gee AJ and Davidson CL : Quantitative determination of stress reduction by flow in composite restorations, *Dental Materials* 6: 167-171,1990.
7. Mehl A, Hickel R and Kunzelmann KH : Physical properties and gap formation of light-cured composites with and without 'softstart-polymerization', *J Dent* 25(3-4):321-330,1997.
8. Kanca J and Suh BI : Pulse activation:reducing resin-based composite contraction stresses at the enamel cavosurface margins, *Am J Dent* 12(3):107-112, 1999.
9. Suh BI and Cripe CA : Light intensity and exposure time effect on light-cured composites, *IADR Abst.*#73:p.1-6,1998.
10. Antonucci JM and Toth EE : Extent of polymerization of dental resins by differential scanning calorimetry, *J Dent Res* 62(2):121-5,1983.
11. Ruyter IE and Gyorosi PP : An infrared spectroscopic study of sealants. *Scand J Dent Res* 84(6):396-400,1976.
12. Venhoven BAM, de Gee AJ and Davidson CL : Light initiation of dental resins : dynamics of the polymerization, *Biomater* 17:2313-2318,1996.
13. Odian G : Principles of polymerization. 3rd ed. John Wiley & Sons, Inc. p198-243, 286-290,1991.
14. Venhoven BAM, de Gee AJ and Davidson CL : polymerization contraction and conversion of light-curing BisGMA-based methacrylate resins, *Biomaterials* 14(11):871-875,1993.
15. Loshaek S and Fox TG : Cross-linked polymers. I. Factors influencing the efficiency of cross-linking in copolymers of methyl methacrylates and glycol dimethacrylates, *J. Am. Chem. Soc.* 75:3544-3550, 1953.
16. Lee IB : A new method - Real time measurement of the initial dynamic volumetric shrinkage of composite resins during polymerization, *The J of kor academy of conservative dentistry* 26(2):134-140,2001.
17. Rueggeberg F and Tamareselv K : Resin cure determination by polymerization shrinkage, *Dent Mater* 11(4):265-268,1995.
18. Lee IB, Jung KH and Um CM : Thermal analysis of the dual cured resin cements according to curing condition, *The J of kor academy of conservative dentistry* 24(2):265-285,1999.