https://doi.org/10.14368/jdras.2022.38.1.18
ISSN 2384-4353 eISSN 2384-4272

Original Article

The color stability and antibacterial of provisional polyethyl methacrylate (PEMA) resin with zirconia nanoparticles

Hee-Seon Kim[1†], Seon-Ki Lee[2†], Woohyung Jang[1], Chan Park[1], Hyun-Pil Lim[1*]
[1]*Department of Prosthodontics, School of Dentistry, Chonnam National University, Gwangju, Republic of Korea*
[2]*Department of Prosthodontics, Daejeon Dental Hospital, Wonkwang University, Daejeon, Republic of Korea*

Purpose: This study aimed to evaluate the color stability and antibacterial properties of the surface of polyethyl methacrylate (PEMA) resin with zirconia nanoparticles added. **Materials and Methods:** The control group was pure PEMA resin, and the experiment group was PEMA resin 15 mm in diameter and 2.5 mm in thickness disk-shaped specimens with 2, 4 and 8 w/v% of zirconia nanoparticles added, which were respectively divided into Group Z2, Group Z4, and Group Z8. After analyzing the surface roughness and color stability of the specimens, their antibacterial properties were evaluated using *Porphyromonas gingivalis* (*P. gingivalis*). The Statistical analysis was performed using when normality was met in the Shapiro-Wilk test, one-way ANOVA was used to test parameters, and Tukey's test was used as a post hoc test. When normality was not met, the Kruskal-Wallis test, a non-parametric test was used ($P < 0.05$). **Results:** The surface roughness measurement found that there was no significant difference between the experimental and control groups. The color stability evaluation showed that the Z2, Z4, and Z8 groups were within the color range of natural teeth. The adhesion of *P. gingivalis* was evaluated to be significantly reduced in Group Z2 compared to the control group ($P < 0.05$). In the Z2 group, Z4 group, and Z8 group, dead cells bacteria than the control group were observed. **Conclusion:** In conclusion, PEMA resin with zirconia nanoparticles added was within the range of natural teeth in color and reduced the adhesion of *P. gingivalis*. **(J Dent Rehabil Appl Sci 2022;38(1):18-25)**

Key words: temporary crown resin; polyethyl methacrylate resin; zirconia nanoparticles; color stability; antibacterial effect

서론

임시치관용 레진의 목적은 영구적인 수복물이 완성될 때까지 조직친화성을 유지하면서 환자에게 기능, 발성 및 우수한 심미성을 부여하기 위한 것이다.[1] 중·장기간 사용하는 경우 임시치관용 레진이 변성되고 표면에 치태가 침착하는 경우가 많다.[2] 이러한 치태는 박테리아의 서식지로 작용하여 치은염, 치주질환 및 임플란트 주위염의 원인이 된다.[3] Chlorthexidine, vancomycin 등의 항균물질을 임시치관용 레진에 적용하는 연구는 항생제의 내성을 야기할 수 있는 한계가 있어서 실제 임상적용은 어렵다.[4-6] 임시치관용 레진 관련 연구는 제작방법에 따른 파절강도 및 굴곡강도에 관한 연구,[7,8] 3D프린터로 제작된 다양한 조성의 임시치관용 레진의 정확도 평가 등,[9,10] 물리적인 연구가 많이 보고되고 있다. 임시치관용 레진에 항균물질을 첨가하여 조성 변화를 통한 치은염, 치주질환 억제와 첨가 물질에 따른 색안정성에 대한 연구는 미흡하다.

지르코니아 나노입자는 우수한 항균성과 생체적합성을 갖고 있으며 마모 저항성 및 강도가 강할 뿐 아니라 생체 내에서 야기할 수 있는 골 흡수나 면역반응도 적기

*Correspondence to: Hyun-Pil Lim
Professor, Department of Prosthodontics, School of Dentistry, Chonnam National University, 33 Yongbong-ro, Buk-gu, Gwangju, 61186, Republic of Korea
Tel: +82-10-2645-7528, Fax: +82-62-530-5577, E-mail: mcnihil@jnu.ac.kr
Received: March 11, 2022/Last Revision: March 13, 2022/Accepted: March 14, 2022
† Contributed equally to this work as first authors.

Copyright© 2022 The Korean Academy of Stomatognathic Function and Occlusion.
©It is identical to Creative Commons Non-Commercial License.

때문에 표면처리 재료로써 활발하게 연구되고 있다.[11,12] 생체적합성 외에도 허용 가능한 심미성을 가지고 있어,[13,14] 치의학 분야에서 지르코니아와 관련된 연구가 진행되고 있다.[15,16] 지르코니아 나노복합체를 레진에 처리하는 방법으로는 blasting, 딥코팅 등이 이용되어 왔다.[17] 딥코팅은 현탁액(slurry)에 코팅하려는 재료를 수직으로 담갔다가 일정한 속도로 천천히 들어 올리는 코팅방법으로 현탁액의 점도 및 들어올리는 속도에 의해서 코팅층의 두께가 결정될 수 있다. 그러나 현탁액이 고점도이므로 흘러내림이 원활하게 진행되지 않는다면 형성된 코팅층에 요철이 발생할 수 있고 코팅층 아래 가장자리 부분에 방울이 생기는 결함이 발생할 수도 있다.[18] 최근에는 의치에 이용되는 PMMA/ Zirconia nanoparticles복합체의 물리적, 기계적 특성의 개선 및 *Candida albicans*의 부착을 감소시키는 것으로 보고되고 있다.[19,20]

Porphyromonas gingivalis (*P. gingivalis*)는 세균막의 후기 집락화를 구성하는 세균 종으로써 치주질환의 주된 원인균이다.[21] 특히 *P. gingivalis*는 성인 치주염 부위에서 높은 빈도로 발견되어 성인 치주염의 주된 원인균으로 여겨질 뿐 아니라 임플란트에서도 기여한다고 알려져 있다.[22] 현재까지 연구에서는 임플란트 임시치관용 레진에 항균물질을 첨가하여 조성 변화를 통한 치은염, 치주질환 및 임플란트 주위염을 유발하는 그람 음성 혐기성 세균인 *Porphyromonas gingivalis*을 이용한 실험은 미흡하다.

따라서 본 연구의 목적은 임플란트 임시치관용 레진에 지르코니아 나노입자를 첨가하여 표면거칠기 및 색안정성의 표면 특성을 알아보고, 항균효과에 미치는 영향을 평가하는 것이다.

연구 재료 및 방법

임시치관용 레진 Polyethyl Methacrylate (PEMA) resin (Snap, Parkell Inc., Edgewood, USA)의 모노머에 지르코니아 나노입자(ZrO_2, 45 - 55 nm, 99%, Uninano Ltd., Houston, USA)를 각각 2, 4, 8 w/v%을 혼합하여 교반기(MS-300HS, AHN Lab, Yangju, Korea)를 이용하여 24시간 동안 교반하였다. 각각의 용액에 폴리머을 섞고 Polyvinyl siloxane인 Putty (CharmFlex®, dentkist Ltd., Seongnam, Korea)로 제작된 지그를 이용하여 직경 15 mm, 두께 2.5 mm 디스크 형태의 시편을 제작하였다. 이 후 균일한 표면을 형성하기 위해, 연마기(LaboPol-5, Struers Co., Rotherham, UK)를 사용하였으며, 연마는 SIC #800 grit 연마지로 주수 하에 시행하였다. 대조군은 Polyethyl Methacrylate (PEMA) 레진, 실험군은 지르코니아 나노입자를 각각 2, 4, 8 w/v%를 첨가한 Z2군, Z4군, Z8군으로 분류하였다(Table 1).

표면의 거칠기 측정을 위해 표면조도측정기(2D contact stylus profilometer: DIAVITE DH-7, Asmeto Ltd., Richterswil, Switzerland)를 이용하여 표면거칠기를 측정하였다. 하나의 시편에서 세 가지 다른 부분의 표면조도 값을 측정하여 세 값의 평균을 그 시편의 거칠기 값으로 하였다. 시편의 색상 비교를 위해 분광측색장치(Spectrophotometer model CM-2600d, Minolta Co., Osaka, Japan)로 국제조명위원회(CIE: Commissiom Internationale de J'Eclairage)에서 규정한 표준 광원을 채택하여 육안에 가깝게 시야각 10°에서 측정하였다. 시편을 백색판(CIE L* = 95.31, a* = 0.43, b* = -1.86) 위에 올려놓고, 분광측색장치의 3 mm의 측정경을 시편에 밀착시켰다. 자동 평균 측정 횟수를 3회로 하여 각각의 시편마다 임의의 서로 다른 3개의 표면에서 색상을 측정하였다. 한 표면 당 3회 측정하여 하나의 평균값을 구하였고, 각 군당 3개의 시편에서 총 9개의 수치를 얻었다. 측정값은 Spectra magic software (CM-S100w, Minolta Co.)를 이용하여 표색계의 L*, a*, b* 값 및 ΔE*을 분석하였다.

표면에 박테리아가 부착되는 정도를 평가하기 위해 치주질환에 관여하는 그람 음성 혐기성 세균 *Porphyromonas gingivalis* (KCOM-2804, Gwangju, Korea)를 이용하였다. 각각의 세균은 한국구강미생물자원은행(Korean Collection for Oral Microbiology, Gwangju, Korea)에서 분양받아 배양하였다. *P. gingivalis* (KCOM-2804, Gwangju, Korea) 균주는 TSB (Tryptic Soy Broth, Becton, Dickinson and Company, Sparks, USA) 배지로 48시간동안

Table 1. Treatment groups in the experiment

Group	Composition	W/V%
Control	PEMA resin	-
Z2	PEMA resin +Zirconia nanoparticles	2
Z4	PEMA resin +Zirconia nanoparticles	4
Z8	PEMA resin +Zirconia nanoparticles	8

PEMA: Polyethyl Methacrylate.

혐기성 배양기(Forma Anaerobic System 1029, Thermo Fisher Scientific, USA)에서 배양하였다 배지에 형성된 단일콜로니를 액상배지에 배양하여 1.5 × 10^7 CFU/ml 농도의 세균을 준비하였다. 모든 시편은 2시간 동안 오토클레이브(HS-3460SD, Hanshin Medical Co, Incheon, Korea)로 멸균하였고, 이 후 24시간 동안 254 nm의 평균파장으로 UV소독한 후, 군마다 시편 8개를 준비하여 24-well plate (SPL Life Sciences Co., Ltd., Incheon, Korea)에 위치하였다. 각각의 시편 에 1.5 × 10^7 CFU/ml 농도의 *P. gingivalis* 균주를 접종하고, 48시간 동안 배양하였다. 박테리아 배양 후, 시편 위에 부유하는 배지는 제거하고, PBS (Phosphate buffer saline)용액으로 2번의 세척 과정을 진행하였다. 시편에 부착된 박테리아는 0.3 % crystal violet 용액을 500 μl씩 분주하여 염색하였다. 10분이 지나면 처리한 crystal violet 용액은 제거하고, 남아있는 용액은 PBS 용액으로 3번 세척하였다. 15분간 시편을 건조시킨 후, 탈염액(80% ethyl alcohol + 20% acetone)을 500 μl씩 분주하고 1시간 동안 교반한 후, 시료를 96-well plate (SPL Life Sciences Co, Ltd)로 200 μl씩 넣고 595 nm 파장에서 ELISA (VersaMax ELISA Microplate Reader, Molecular Device, San Jose, USA)로 흡광도를 측정하였다. LIVE/DEAD® BacLight™ Bacterial Viability Kit (SYTO 9®, Molecular Probes Europe BV, Leiden, Netherlands)를 이용해 박테리아를 시각적으로 평가하였다. 박테리아 배양 후에, PBS 용액으로 박테리아가 잔존하는 배양된 배지를 세척하였다. 형광시약 (SYTO 9 dye : propidium iodide : dH_2O = 1.5 μl : 1.5 μl : 1.0 ml)을 시편에 각각 200 μl씩 넣어주고, 알루미늄 호일로 well plate를 감싸 빛이 들어가지 못하게 한 후, 상온에서 15분간 염색시켰다. 이후 남아있는 염색 용액을 PBS 용액으로 다시 세척하였고, 시편 위에 부착된 박테리아는 Confocal laser sanning microscope (Leica TCS SP5 AOBS/tandem, Leica Microsystems, Mannheim, Germany)로 관찰하였다.

모든 통계 분석은 SPSS 21.0 (SPSS Inc., Chicago, USA)를 이용하였다. Shapiro-Wilk normality test에서 *P. gingivalis*의 부착평가는 정규성을 만족하여 일원분산분석으로 통계 분석하였으며 사후검정으로는 Tukey test을 이용하였고($P < 0.05$), 표면거칠기 및 색안정성 평가는 정규성을 만족하지 못하여 비모수 검정인 Kruskal Wallis test를 시행하였다($P < 0.05$).

결과

표면조도측정기를 사용하여 측정한 표면 거칠기는 대조군의 경우 0.29 ± 0.11 μm 이고 Z2군, Z4군 및 Z8군의 경우 각각 0.20 ± 0.07 μm, 0.18 ± 0.19 μm, 0.18 ± 0.04 μm으로 측정되었다(Table 2).

분광측색장치를 이용하여 측정한 결과, 대조군과 비교한 CIE L*, CIE L*값의 수치는 Z2군, Z4군 및 Z8군의 경우 각각 71.3 ± 0.18, 77.2 ± 0.19, 77.8 ± 0.1으로 측정되었다. CIE a*값의 수치는 Z2군, Z4군 및 Z8군의 경우 각각 0.61 ± 0.02, -0.7 ± 0.11, -2 ± 0.01으로 측정되었다. CIE b*값의 수치는 Z2군, Z4군 및 Z8군의 경우 각각 15.26 ± 0.05, 15.53 ± 0.02, 16.3 ± 0.02으로 측정되었다(Table 3, Fig. 1, Fig. 2). 지르코니아 나노입자를 함유한 Z2군, Z4군, Z8군은 자연치아의 색상 범위 내에 있었다.[23] 대조군과 비교한 ΔE* 값은 Z2군, Z4군 및 Z8군의 경우 각각 5.0, 9.3, 11.3으로 계산되었다(Table 4).

*P. gingivalis*의 부착평가 결과 대조군과 비교하여 Z2군에서 유의하게 감소하였다($P < 0.05$) (Fig. 3).

LIVE/DEAD를 이용해 살아있는 박테리아와 사멸된 박테리아는 각각 녹색과 붉은색으로 관찰했다. 대조군은 시편 위 부착된 박테리아가 녹색으로 관찰되며 이는 살아있는 박테리아가 많음을 의미한다. 이와 비교하여

Table 2. Surface roughness using a 2D contact stylus profilometer

Group	Ra ± SD (μm)	N
Control	0.29 ± 0.11	3
Z2	0.20 ± 0.07	3
Z4	0.18 ± 0.19	3
Z8	0.18 ± 0.04	3

SD: Standard deviation.

Table 3. CIE L*, a*, and b* values of the colored specimens (n = 3)

Group	CIE L*	CIE a*	CIE b*
Z2	71.3 ± 0.18	-0.61 ± 0.02	15.26 ± 0.05
Z4	77.2 ± 0.19	-0.7 ± 0.11	15.53 ± 0.02
Z8	77.8 ± 0.1	-2 ± 0.01	16.3 ± 0.02
CIE L*, a*, b*	L* : lightness / a* and b* : hue and chroma a* : red-green scale / b* : yellow-blue sacle		

CIE: Commissiom Internationale de J'Eclairage.

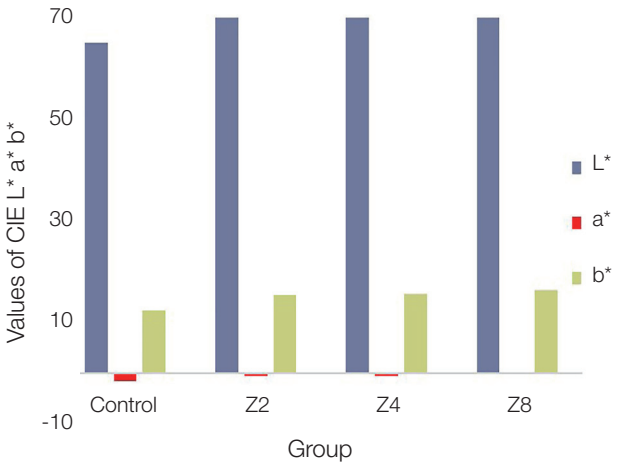

Fig. 1. CIE L* a* and b* values of the colored specimens. CIE: Commissiom Internationale de J'Eclairage.

Z2군, Z4군, Z8군은 시편 위 부착된 박테리아 수 자체도 적지만 살아있는 박테리아도 적고, 전반적으로 붉은빛을 보이는 것을 통해 사멸된 박테리아가 많음을 알 수 있었다(Fig. 4).

Table 4. CIE ΔE values of the colored specimens (n = 3)

Group	ΔE = [(L1* - L2*)2 + (a1* - a2*)2 + (b1* - b2*)2]1/2
Z2	5.0
Z4	9.3
Z8	11.3

CIE: Commissiom Internationale de J'Eclairage.

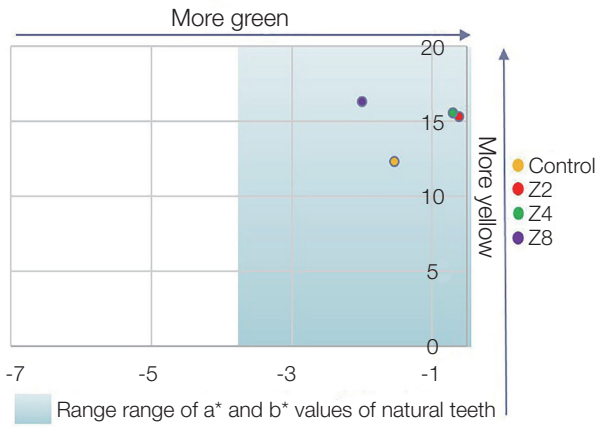

Fig. 2. Relationship between a* and b* values of the colored zirconia specimens.

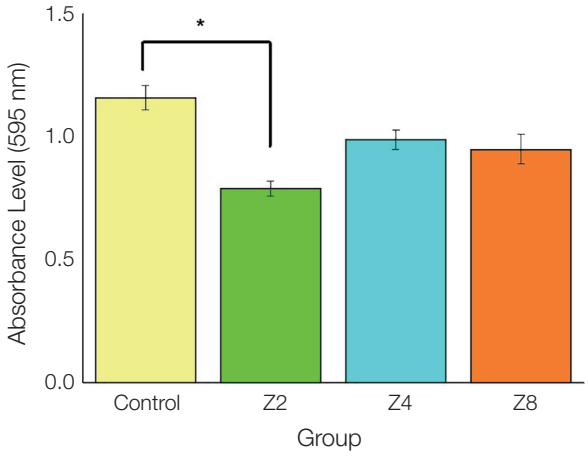

Fig. 3. Results of a one-way ANOVA test to analyze the adhesion of *Porphyromonas gingivalis* (*P. gingivalis*) to the PEMA resin in the control group and groups Z2, Z4, and Z8. *Marginally significant at ($P < 0.05$).

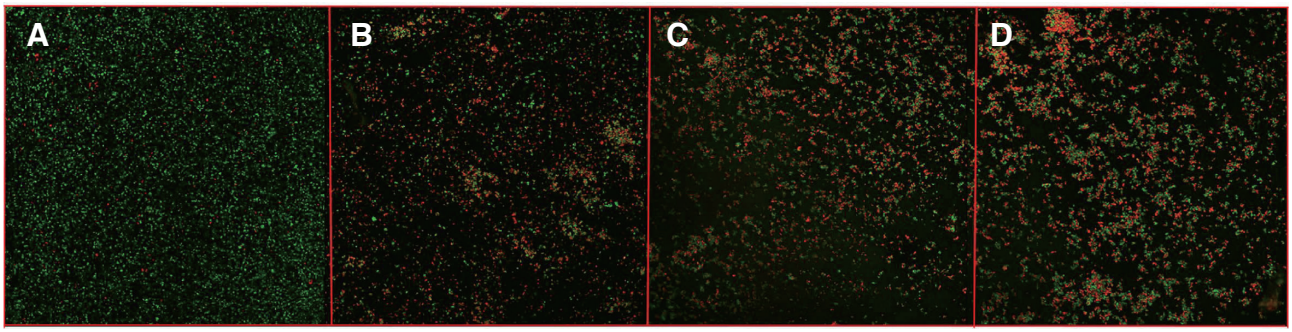

Fig. 4. Fluorescent staining images of *Porphyromonas gingivalis* (*P. gingivalis*). (64× confocal laser scanning microscope mode). (A) the control group, (B) Group Z2, (C) Group Z4, (D) Group Z8. Green fluorescence indicates viable cells and red fluorescence indicates dead cells.

고찰

지르코니아는 바이오세라믹으로 많은 분야에서 응용되고 있다. 뼈과 화학적인 결합은 하지 않으나 높은 생체친화성과 스트레스 저항을 가지고 있으며, 생체 내에서 부식, 염증반응 또는 알레르기가 없고 높은 생체적합성 때문에 치과분야에서도 널리 사용되고 있다.[24,25] 지르코니아는 구강 내에서도 항균효과를 보였다.[26] 구강 내 박테리아 부착은 표면의 박테리아 움직임의 가역적/비가역적 단계의 초기단계 부착, 특정 상호작용에 의한 부착, 바이오필름을 형성하기 위한 콜로니의 형성 이렇게 4단계로 이루어진다. 건강한 상태에서는 구강표면에 대한 박테리아 부착 및 제거가 동적평형상태로 존재하지만, 어떠한 이유로 증가된 박테리아 축적되면 질병이 발생된다. 그리고 이러한 부착의 정도에 관여하는 큰 요인으로는 표면거칠기가 있다.[27] 표면거칠기의 증가는 많은 박테리아를 증가하고 강력하게 결합시키며 이러한 두 요인은 상호작용하며 서로의 영향력을 증가시키기도 한다.[28] 본 연구에서는 지르코니아 나노입자가를 첨가한 임시치관용 레진 Polyethyl Methacrylate (PEMA) 레진의 표면거칠기, 색안정성 및 항균효과를 평가하였다.

색안정성평가는 국제 조명위원회에서 인정한 표색계의 CIE L*a*b* 시스템을 이용하여 측정하였다 CIE L*a*b* 시스템은 1978년에 국제 조명 위원회(Commission Internationale de J'Eclarage)에 의해 채택된 것으로 측정의 결과를 L*, a*, b*수치로 나타내어 ΔE*를 구하였고, 그것을 색 안정성의 기준으로 하였으며, ΔE*가 증가하면 색안정성은 감소하는 것이다[29]. 치과 수복재를 평가시에 ΔE*가 1이상이면 눈으로 색변화를 인지할 수 있는 수치이고, ΔE*가 3.3 이하이면 수용가능한 수치이며, 3.7 이상일 때는 육안 판별이 가능할 정도여서 문제가 된다고 하였다. 그러나 임상적으로 받아들일 만한 ΔE*값에 대해서는 아직 확립이 되어있지 않다.[30] 대조군과 비교한 CIE L*, a*, b*값의 수치는 지르코니아 나노입자를 많이 함유된 순으로 증가하였으며, 지르코니아 나노입자가를 함유한 임시치관용 레진은 자연치아의 색상 범위 내에 있었다. 하지만 지르코니아 나노입자를 함유한 임시치관용 레진은 ΔE*가 3.3 이상이였으나 모두 자연치아 색상 범위 내에 있었다. 그러므로 지르코니아 나노입자의 함유량에 따른 색안정성에 대한 후속 연구도 필요할 것으로 보여 진다.

항균평가에서 대조군과 비교하여 Z2군에서 박테리아 부착 억제 효과를 보였다. 지르코니아 나노입자의 항균효과는 바이오필름 형성을 억제시키고 세포질 내에 박테리아가 축적하는 것을 막는다고 보고가 있었다.[31,32] 본 실험에서도 LIVE/DEAD 결과에서, 지르코니아 나노입자의 첨가가 사멸된 균을 증가 시킨 것을 확인하였으므로 상기보고들의 결과와 일치했다. 그러나 박테리아의 부착은 Z2군에서만 유의하게 감소되었다. 항균활성은 표면거칠기에 의해서 상당한 영향이 있으며,[33] 표면거칠기의 증가는 표면의 불규칙성 내에 쉘터를 제공함으로써 박테리아 부착을 증가시키며,[23] 0.2 μm 미만의 표면거칠기는 부착의 감소를 보인다고 보고되었다.[34,35] Gad[36]는 여러 종류의 PMMA 레진에 지르코니아 나노입자의 첨가는 표면거칠기를 감소시킨다고 보고되었다. 본 실험에서는 Z2군의 거칠기가 0.2 μm이었지만 박테리아 부착이 통계적으로 유의하게 감소되었다. Z4, Z8군은 거칠기가 0.2 μm 미만이었지만 박테리아 부착이 통계적으로 유의하게 감소하지는 않았다. 그러므로 지르코니아 첨가량과 거칠기에 대한 후속 연구도 필요할 것으로 보여진다.

이 연구를 통해 지르코니아 나노입자가 첨가된 PEMA (Polyethyl Methacrylate)레진은 자연치아 범위 내에 있으며, *P. gingivalis*의 부착을 감소시키므로 치은염, 치주질환 및 임플란트 주위염의 예방에 도움이 될 수 있다고 사료된다.

결론

본 연구에서는 지르코니아 나노입자가 첨가된 PEMA 레진을 제작하여 다음과 같은 결과를 얻었다. 지르코니아 나노입자가 첨가된 PEMA 레진의 표면거칠기에 영향을 미치지 않는다. 지르코니아 나노입자가 첨가는 PEMA 레진의 색상은 자연치아 색상 범위 내에 있다. PEMA 레진의 지르코니아 나노입자가 2 w/v% 첨가된 군에서 *P. gingivalis*의 부착이 유의하게 감소시킨다. 지르코니아 나노입자가 첨가는 PEMA 레진에서 사멸된 박테리아가 대조군보다 더 많이 관찰되었다.

ORCID

Hee-Seon Kim https://orcid.org/0000-0002-6439-5406
Seon-Ki Lee https://orcid.org/0000-0001-9590-9409
Woohyung Jang https://orcid.org/0000-0001-8077-6877
Chan Park https://orcid.org/0000-0001-5729-5127

Hyun-Pil Lim https://orcid.org/0000-0001-5586-1404

References

1. An S, Evans JL, Hamlet S, Love RM. Incorporation of antimicrobial agents in denture base resin: A systematic review. J Prosthet Dent 2021;126:188-95.
2. Jubhari EH, Machmud E, Hasminar H, Arafi A, Kristianti CA, Arpa S, Amiruddin M. The effect of fabrication techniques of temporary crowns on the gingiva health. J Dentomaxillofac Sci 2019;4:133-6.
3. Laine MA. Effect of pregnancy on periodontal and dental health. Acta Odontol Scand 2002;60:257-64.
4. Makvandi P, Gu JT, Zare EN, Ashtari B, Moeini A, Tay FR, Niu LN. Polymeric and inorganic nanoscopical antimicrobial fillers in dentistry. Acta Biomater 2020;101:69-101.
5. Kamer AR, Craig RG, Niederman R, Fortea J, de Leon MJ. Periodontal disease as a possible cause for Alzheimer's disease. Periodontol 2000 2020;83:242-71.
6. Jentsch H, Sievert Y, Göcke R. Lactoferrin and other markers from gingival crevicular fluid and saliva before and after periodontal treatment. J Clin Periodontol 2004;31:511-4.
7. Jang W, Kook GS, Kang JH, Kim Y, Yun Y, Lee SK, Park SW, Lim HP, Yun KD, Park C. Effect of washing condition on the fracture strength, and the degree of conversion of 3D printing resin. Appl Sci 2021;11:11676.
8. Lim JH, Lee JI. Comparative study of flexural strength of temporary restorative resin according to surface polishing and fabrication methods. J Dent Rehabil Appl Sci 2021;37:16-22.
9. Kim MS, Kim WG, Kang W. Evaluation of the accuracy of provisional restorative resins fabricated using dental 3D printers. J Korean Soc Dent Hyg 2019;19:1089-97.
10. Kang W, Lee HK. A study of three-dimensional evaluation of the accuracy of resin provisional restorations fabricated with the DLP printer. J Tech Dent 2020;42:35-41.
11. Gowri S, Gandhi RR, Sundrarajan M. Structural, optical, antibacterial and antifungal properties of zirconia nanoparticles by biobased protocol. J Mater Sci Technol 2014;30:782-90.
12. Rahman H. A. The effect of addition nano particle ZrO2 on some properties of autoclave processed heat cure acrylic denture base material J Bagh Coll Dent 2015;27:32-39.
13. Mallineni SK, Nuvvula S, Matinlinna JP, Yiu CK, King NM. Biocompatibility of various dental materials in contemporary dentistry: a narrative insight. J Investig Clin Dent, 2013;4:9-19.
14. Seabra AB, Durán N. Nanotoxicology of metal oxide nanoparticles. Metals 2015;5:934-75.
15. Cales B. Colored zirconia ceramics for dental application. Bioceramics 1998;11:591-4.
16. Ardlin BI. Transformation-toughened zirconia for dental inlays, crowns and bridges: chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure. Dent Mater 2002;18:590-5.
17. Zafar MS, Sultan ZK, Najeeb S, Shahab S, Rehman I. Therapeutic applications of nanotechnology in dentistry. In: Andronescu E, Grumezescu A, editors. Nanostructures for oral medicine. 1st ed. Amsterdam; Elsevier; 2017. p. 833-62.
18. Eduok U, Szpunar J, Ebenso E. Synthesis and characterization of anticorrosion zirconia/acrylic nanocomposite resin coatings for steel. Progress in Organic Coatings 2019;137:105337.
19. Gad MM, Fouda SM, Al-Harbi FA, Näpänkangas R, Raustia A. PMMA denture base material enhancement: a review of fiber, filler, and nanofiller addition. Int J Nanomedicine 2017;12:3801-12.
20. Gad MM, Al-Thobity AM, Shahin SY, Alsaqer BT, Ali AA. Inhibitory effect of zirconium oxide nanoparticles on Candida albicans adhesion to repaired polymethyl methacrylate denture bases and interim removable prostheses: a new approach for denture stomatitis prevention. Int J Nanomedicine 2017;12:5409-19.
21. Holt SC, Ebersole JL. Porphyromonas gingivalis, Treponema denticola, and Tannerella forsythia: the 'red complex', a prototype polybacterial pathogenic consortium in periodontitis. Periodontol 2000 2005;38:72-122.
22. Slots J, Ting M. Actinobacillus actinomycetem-

comitans and Porphyromonas gingivalis in human periodontal disease: occurrence and treatment. Periodontol 2000 1999;20:82-121.
23. Yuan JC, Brewer JD, Monaco EJ Jr, Davis EL. Defining a natural tooth color space based on a 3-dimensional shade system. J Prosthet Dent 2007;98: 110-9.
24. Covacci V, Bruzzese N, Maccauro G, Andreassi C, Ricci GA, Piconi C, Marmo E, Burger W, Cittadini A. In vitro evaluation of the mutagenic and carcinogenic power of high purity zirconia ceramic. Biomaterials 1999;20:371-6.
25. Hannink RH, Kelly PM, Muddle BC. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics. J Am Ceram Soc 2000;83:461-87.
26. Scarano A, Di Carlo F, Quaranta M, Piattelli A. Bone response to zirconia ceramic implants: an experimental study in rabbits. J Oral Implantol 2003; 29:8-12.
27. Quirynen M, Bollen CM. The influence of surface roughness and surface-free energy on supra-and subgingival plaque formation in man: A review of the literature. J Clin Periodontol 1995;22:1-14.
28. Al-Radha ASD, Dymock D, Younes C, O'Sullivan D. Surface properties of titanium and zirconia dental implant materials and their effect on bacterial adhesion. J Dent 2012;40:146-53.
29. Wyszecki G. Technical notes: Recent agreements reached by the colorimetry committee of the commission internationale de l'eclairage. J Opt Soc Am 1968;58:290-2.
30. Yilmaz C, Korkmaz T, Demirköprülü H, Ergün G, Ozkan Y. Color stability of glazed and polished dental porcelains. J Prosthodont 2008;17:20-4.
31. Kumaresan M, Anand KV, Govindaraju K, Tamilselvan S, Kumar VG. Seaweed Sargassum wightii mediated preparation of zirconia nanoparticles and their antibacterial activity against gram positive and gram negative bacteria. Microb Pathog 2018;124: 311-5.
32. Gad MM, Abualsaud R, Rahoma A, Al-Thobity AM, Akhtar S, Fouda SM. Double-layered acrylic resin denture base with nanoparticle additions: An in vitro study. J Prosthet Dent 2022;127:174-83.
33. Qurynen M, Bollen CM. The influence of surface roughness and surface free-energy on supra- and subgingival plaque formation in man. A review of the literature. J Clin Periodontol 1995;22:1-14.
34. Alp G, Johnston WM, Yilmaz B. Optical properties and surface roughness of prepolymerized poly(methyl methacrylate) denture base materials. J Prosthet Dent 2019;121:347-52.
35. Flemming HC, Wingender J. Relevance of microbial extracellular polymeric substances (EPSs)-Part I: Structural and ecological aspects. Water Sci Technol 2001;43:1-8.
36. Gad MM, Abualsaud R, Rahoma A, Al-Thobity AM, Al-Abidi KS, Akhtar S. Effect of zirconium oxide nanoparticles addition on the optical and tensile properties of polymethyl methacrylate denture base material. Int J Nanomedicine 2018;13:283-92.

지르코니아 나노입자 첨가된 PEMA (Polyethyl Methacrylate)레진 표면의 색안정성 및 항균평가

김희선[1†] 대학원생, **이선기**[2†] 임상조교수, **장우형**[1] 전임의, **박찬**[2] 조교수, **임현필**[1*] 교수

[1]전남대학교 치의학전문대학원 보철학교실

[2]원광대학교 치과대학 대전치과병원 치과보철과

목적: 이 연구의 목적은 지르코니아 나노입자 첨가된 PEMA (Polyethyl Methacrylate)레진 표면의 색안정성 및 항균평가 하는 것이다.

연구 재료 및 방법: PEMA 레진의 모노머에 지르코니아 나노입자를 각각 2, 4, 8 w/v%을 첨가하여 교반기를 이용하여 2시간 동안 교반하였다. 각각의 용액에 폴리머를 혼합하여 직경 15 mm, 두께 2 mm의 디스크 형태의 시편을 제작하였다. 대조군은 PEMA 레진, 실험군은 2, 4, 8 w/v% 첨가한 지르코니아 나노입자를 Z2군, Z4군, Z8군으로 나누었다. 시편의 표면거칠기 및 색안정성을 분석한 후, *Porphyromonas gingivalis* (*P. gingivalis*)를 이용하여 항균평가 하였다. 통계 분석은 Shapiro-Wilk normality test에서 정규성을 만족하는 경우 일원분산분석으로 통계 분석하였으며 사후검정으로는 Tukey test을 이용하였고($P < 0.05$), 정규성을 만족하지 못하는 경우 비모수 검정인 Kruskal Wallis test를 시행하였다($P < 0.05$).

결과: 표면거칠기 측정결과, Z2군, Z4군, Z8군은 대조군과 비교하여 유의한 차이가 없었다. 색안정성 평가결과, Z2군, Z4군, Z8군은 자연치아의 색상 범위 내에 있었다. Z2군은 대조군과 비교하여 *P. gingivalis* 부착이 유의하게 감소하였다($P < 0.05$). Z2군, Z4군, Z8군은 사멸된 박테리아가 대조군보다 더 많이 관찰되었다.

결론: 지르코니아 나노입자가 첨가된 PEMA 레진의 색상은 자연치아 범위 내에 있으며, *P. gingivalis*의 부착을 감소시킨다.

(구강회복응용과학지 2022;38(1):18-25)

주요어: 임시치관용 레진; PEMA (Polyethyl methacrylate) 레진; 지르코니아 나노입자; 색안정성; 항균효과

*교신저자: 임현필

(61186)광주광역시 북구 용봉로 33 전남대학교 치의학전문대학원 보철학교실

Tel: 062-530-5638 | Fax: 062-530-5639 | E-mail: mcnihil@chonnam.ac.kr

접수일: 2022년 3월 11일 | 수정일: 2022년 3월 13일 | 채택일: 2022년 3월 14일

†이 논문에 제1저자로 동일한 기여를 하였음.