

## 친수성기를 제거한 새로운 광중합형 복합수지 단량체의 합성과 수분흡수율에 관한 연구

치기공과  
외래강사 선금주

### I. 서 론

현재 치과계에서 사용되고 있는 심미적 수복을 위한 레진으로는 화학 중합형과 광 중합형 레진이 주로 사용되고 있으나<sup>1-2)</sup>, color의 다양성, 화학 중합형 레진에 비해 상대적으로 더 좋은 color의 안정성, 그리고 하나의 paste로 만들어져 있기 때문에 혼합시 발생될 수 있는 기포가 적게 발생하는 등의 장점<sup>2-5)</sup> 때문에 근래에 들어서 많은 이용과 발전이 되어 전치에서 뿐만 아니라 구치에서도 사용되고 있다.<sup>6-11)</sup>

광중합형 레진은 1970년에 자외선에 민감한 benzoin methyl ether를 응용하여 Buonocore가 자외선중합 레진을 개발<sup>12)</sup>한 후, L. D. Caulk사에 의해 상용화 되었으나, 인체에 자외선이 노출 되었을 때 해를 입을 수 있다는 것이 알려져 1973년 영국의 Dart 등<sup>13)</sup>에 의해 가시광선에 민감하게 반응하여 라디칼을 생성하는 camphorquinone이 개발된 후로는 가시광선이 중합에 이용되게 되었으며, 이 camphorquinone의 분해를 돕기 위해 환원제 로써 N,N-dimethylaminoethyl methacrylate(DMAEMA)가 주로 이용되고 있다.<sup>14-15)</sup>

한편 레진은 자체만의 물성으로는 저작압 등에 견딜만큼 강도와 마모 저항성이 뛰어나지 못하기 때문에 이를 보강해 주기위한 보강재료가 필요하게 되었으며 이에 합당한 재료로써 무기재료인 quartz, silica, barium glass, boric acid glass등이 함께 섞여서 사용하게 되어 복합 수지가 출현하게 되었다. 그러나 무기질인 충전제와 유기질인 레진 단량체 자체만으로는 화학적인 결합을 기대할 수 없으므로, 이 문제점을 극복하기 위하여 silane coupling 시약으로 충전제의 표면을 개질 시키는 방법이 고안되어 사용되고 있다.<sup>16-21)</sup>

몇 종류의 광중합형 레진 단량체가 개발 되었으나 1963년 Bowen<sup>22)</sup>에 의해 합성된 2,2-bis[4-2(hydroxy-3-methacryloxy propyl) phenyl] propane (Bis-GMA)는 분자내에 두개의 이중결합을 갖는 다관능성 단량체로써, 현재 가장 많이 사용되고 있는 광중합

형 레진 단량체이다.<sup>16-26)</sup> 그런데 이 단량체는 물리적 성질은 뛰어난 것으로 알려져 있으나 양쪽에 친수성기인 hydroxyl 기를 가지고 있어 수분을 흡수 하는 성질이 있다.<sup>11)</sup>

보고된 바로는 수분을 흡수함에 따라 레진의 물성과 심미성은 많은 해를 입게 되는데, 수분흡수에 따라 레진 단량체가 팽윤되게 되고 따라서 충전제와의 결합이 약해져서 충전제 입자가 이탈되어 강도나 마모 저항성과 같은 물리적 성질이 떨어지거나 음식을 흡수함에 따라 변색이 되는 등이 이에 해당되며<sup>27-33)</sup> 이 때문에 수분흡수에 대해 많은 연구가 되어 왔다.<sup>34-41)</sup>

본 연구에서는 수분흡수가 적은 광중합형 레진을 개발하기 위하여 Bis-GMA에 acetyl chloride를 반응시켜 아세틸화 시킴으로써 친수성기를 제거한 새로운 단량체를 합성하고 이것에 의한 수분흡수를 저하에 대한 거동을 본 실험실에서 합성한 Bis-GMA를 단량체로 이용한 복합 수지 및 현재 상품으로 나와 있는 제품들 중 가장 많이 이용되고 있는 제품 중 하나인 3M 회사의 Silux<sup>®</sup>와 비교하였다.

## II. 실험방법

### 1. 시약과 용매

Katasama회사의 methacrylic acid, 한일 신소재사의 diglycidylether of bisphenol A(DGEBA), 동경화성 공업주식회사의 N,N-dimethylaminoethyl methacrylate(DMAEMA)와 camphorquinone, Junsei화학회사의 triethylamine과 n-butylamine, Shinyo 화학회사의 실리카, Aldrich 회사의 3-(trimethoxy silyl)propyl methacrylate 등을 정제하지 않고 그대로 사용하였다. 용매로는 Shinyo 화학회사의 일급시약 인 클로로포름과 Junsei 화학회사의 제품인 톨루엔을 탈수정제하여 사용하였다. 또한 합성된 단량체를 사용한 복합수지와 비교하기 위하여 광중합형 복합수지(Silux 3M Co., No.570G)를 사용하였고, 조성은 표 1과 같다.

Table 1. The composition of Silux<sup>®</sup>(15)

조성	단량체	충진제	광개시제
	Bis-GMA	silanized silica	camphorquinone
합량(Wt%)	약 40	59.4 ± 0.95	0.17 ± 0.01

## 2. 기기

기기는 fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR, Mattsan Polaris TM, England), fourier transform nuclear magnetic resonance (FT-NMR, BRUKER), thermogravimetric analyser (TGA, Perkin-Elmer model 7 U.S.A), 가시광선 중합기 (Heraeus Kulzer; Unilux AC), Abderhalden type 진공건조장치와 Sartorius R-200D 저울을 사용하였다. 또한 실란화 반응 후 미반응물의 제거를 위하여 Soxlet 추출장치를 사용하였다.

### 3. 실리카 표면에 silane coupling 시약의 처리<sup>18)</sup>

실리카는 325mesh U.S. 표준체로 쳐서 입자의 크기가  $44\mu\text{m}$  이하의 것을 사용 하였으며, 20g을 0.12Mole HCl 200ml에 넣고 24시간동안 교반하여 가수분해 한다. 감압여과한 후 감압 플라스크의 용액을 리트머스 시험지로 확인 하여 더 이상 산성을 띠지 않을 때 까지 증류수로 씻어 준 후,  $150^{\circ}\text{C}$ 의 오븐에서 24시간 동안 건조시켜 수분을 제거한다.

크실렌에 silane coupling 시약 인 3-(trimethoxysilyl)propyl methacrylate를 실리카의 무게에 대해 10wt% 넣고 교반해 주면서 혼합한 용액에 가수분해 되어 건조된 실리카를 덩이가 생기지 않도록 교반을 강하게 해주며 소량씩 첨가한 후,  $120^{\circ}\text{C}$ 에서 12시간 동안 환류와 교반하여 반응시켰다. 반응이 종료된 후 감압여과 하고 24시간 동안 Soxlet 추출장치로 추출하여 미반응물을 제거한 후  $105^{\circ}\text{C}$  오븐에서 10시간 동안 건조시켰다.

## 4. Bis-GMA 합성

본 실험의 방법은 M.S. Sheela 등의 방법<sup>42)</sup>으로 합성하였다. DGEBA, methacrylic acid를 1:2.1의 무게비로 둥근바닥 플라스크에 넣고, 촉매로서 3급 아민인 DMAEMA를 반응물의 2wt%로 함께 넣고 온도를  $60^{\circ}\text{C}$ 까지 올린 후 교반하면서 약 96시간 동안 반응시켰다. 반응이 끝난 후 생성물을 클로로포름에 희석시키고 0.1N HCl과 0.1N NaOH로 각 2회씩 추출하여 미반응물 및 불순물을 제거한 후 무수  $\text{MgSO}_4$ 로 잔존수분을 제거시킨다.  $\text{MgSO}_4$ 를 거르고 용매를 감압증류 하여 얻었으며, 수율은 약 85% 였다. 합성 여부는 적외선 흡수 분광법, 핵자기 공명 흡수법 등의 분광학적인 방법으로 확인하였으며, 핵자기 공명 흡수 분석을 위한 용매로는  $\text{CDCl}_3$ 가 사용 되었다.

### 5. Bis-acetylated GMA의 합성

위에서 합성한 Bis-GMA 2.9g(0.005mole)과 triethylamine 1.5ml, 그리고 클로로포름 10ml를 등근바닥 플라스크에 넣고 교반하여 혼합한다. 적하깔대기에 acetyl chloride 1.5g(0.015mole)과 클로로포름 10ml를 넣고 잘 혼합한 후 천천히 적하시킨다. 이 때 반응기 내에 발열반응으로 인한 열이 발생되므로 얼음중탕으로 0°C로 유지시킨다.

적하가 끝난 후 약 12시간 동안 반응 시키고 반응이 종료된 후 플라스크 벽면에 생성된 염을 제거하고 0.1N HCl로 1회, 증류수로 3회 추출하여 미 반응물과 염을 제거한다. 이 용액에 무수  $MgSO_4$ 를 가하여 잔존수분을 제거시키고 감압증류하여 용매를 제거하였다.

용리액으로 사이클로헥산 : 에틸아세테이트를 7:3으로 사용한 박막 크로마토그래피로 확인 결과, 미 반응물이 남아 있음이 발견되어 기등 크로마토그래피로 분리하여 순수한 bis-acetylated GMA를 얻었다. 이 때의 수율은 약 40%였으며 합성 여부는 bis-GMA와 같은 방법으로 확인 하였다.

### 6. Bis-GMA와 Bis-acetylated GMA를 이용한 광중합

Bis-GMA, silane coupling 시약으로 표면 처리된 실리카, camphorquinone, N,N-dimethylamino ethyl methacrylate(DMAEMA)를 각각 50 : 50 : 0.2 : 0.1wt%의 비율로 넣고 잘 혼합한다. 지름이 7mm이고 높이가 3mm인 disk 모양의 음형을 포함한 물드의 한 면을 투명한 폴리프로필렌 필름으로 덮고 그 위를 다시 유리판으로 덮은 후, 그 반대면으로 혼합된 레진을 주입한다. 그리고 주입된 레진 위를 폴리프로필렌 필름과 유리판으로 덮은 후, 잘 압착하여 여분의 레진이 흘러나오도록 한다. 조심스럽게 가시광선 중합기로 옮긴 후 양쪽면을 돌려가며 한 면에 20초씩 2회 빛조사하여 중합한다.

Bis-acetylated GMA를 단량체로 사용한 복합수지도 같은 방법으로 중합하였고, 합성된 두 종류의 복합수지와 비교하기 위하여 사용된 3M 회사의 Silux<sup>®</sup>도 같은 방법으로 중합시켰으며 3종류의 복합수저마다 각 7개씩 21개의 견본을 준비하였다.

### 7. 수분 흡수율 측정

중합된 복합수지의 견본들을 Abderhalden type 진공건조장치의 건조실에 넣고 건조 플라스크에 diphosphorus pentoxide( $P_2O_5$ )를 1/3정도 채운다. 비등 플라스크에 메틸

렌클로라이드(bp. 37°C) 1/2정도와 비등석 3-4개를 넣고 비등점 이상까지 온도를 상승시켜 건조실의 온도가 약 37°C로 유지 되도록 하여 24시간동안 둔다. 그 후 견본들의 무게를 소수점 이하 넷째자리까지 측정하고, 2차 증류수를 넣고 온도를 37°C로 유지시킨 수조에 견본들을 침수시킨다. 침수된 견본들을 24시간마다 표면의 수분을 제거하고 변화된 무게를 소수점이하 넷째자리까지 측정하여 다음 식에 의하여 수분 흡수율을 구하였다. 각 종류의 복합수지 마다 7개 견본들의 평균값을 구하였으며, 이와 같은 실험을 1개월동안 실시하였다.

$$\text{수분 흡수율(\%)} = \frac{\text{침수후의 무게} - \text{침수전의 무게}}{\text{침수전의 무게}} \times 100$$

### III. 결과 및 고찰

#### 1. 실리카 표면의 Silane coupling 시약의 처리

충진제로써 사용된 실리카와 단량체 사이의 화학적인 결합을 위하여 silane coupling 시약으로써 3-(trimethoxysilyl)propyl methacrylate를 사용하여 표면처리하였으며, 이의 반응경로는 Scheme 1과 같다.

실란 화 반응으로써 여러가지 방법이 고안되어 이용되고 있으나 실험결과 수율이 가장 높았던 Browne 등의 방법<sup>18)</sup>을 채택하여 사용 하였다.

#### 2. Bis-GMA의 합성

단량체인 Bis-GMA는 Scheme 2와 같은 반응식에 따라 diglycidylether of bisphenol A(DGEBA)와 methacrylic acid에 3차 아민인 DMAEMA를 촉매로 사용하여 합성하였으며, 반응이 진행됨에 따라 처음에는 투명한 무색 액체였던 것이 점점 노란색을 띄는 점성 있는 액체가 되어 감을 관찰할 수 있었다. 또한 용해도 관찰 결과 클로로포름, 메틸렌클로라이드, 디메틸포름아미드(DMF), 디메틸설폭사이드(DMSO), 디메틸아세트아미드(DMAc) 등과 같은 극성 용매에는 잘 용해 되었으나, 벤젠, 톨루엔, 크실렌과 같은 비극성 용매에는 부분적으로 용해되었으며, 물에는 전혀 용해 되지 않음을 관찰 할 수 있었다.

합성 여부의 확인을 위하여 적외선 흡수 분광법, 핵자기 공명 흡수법 등의 분광학적인 방법이 이용 되었으며, Fig. 1와 2에서 나타 내었다.

Fig. 1은 합성된 Bis-GMA의 적외선흡수 스펙트럼으로써  $3440\text{cm}^{-1}$ 에서 DGEBA에 비해 -OH의 흡수띠가 커졌으며,  $1714$ 와  $1637\text{cm}^{-1}$ 에서 C=O, 그리고  $940\text{cm}^{-1}$ 에서  $\text{CH}_2=\text{C}-\text{CH}_3$ 의 흡수띠가 관찰되었다.

Fig. 2는 Bis-GMA의 핵자기 공명 흡수 스펙트럼으로 1.6ppm에서  $\text{Ar}-\text{C}(\text{CH}_3)_2-\text{Ar}$ , 1.9ppm에서 C=C-CH<sub>3</sub>, 3.9-4.5ppm에서  $\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OH})-\text{CH}_2-\text{O}$ , 6.1ppm에서 H-C=C, 6.8과 7.1-7.2ppm에서 Aromatic C-H가 관찰되었으며, Sheela 등<sup>40)</sup>이 밝힌 바대로 3.5-3.7에서 C-CH<sub>2</sub>-OH의 methylene 기, 5.6ppm에서 H-C=C가 발견되어 합성된 Bis-GMA에도 이 성체가 존재함을 알 수 있었다.

### 3. Bis-acetylated GMA의 합성

단량체인 Bis-acetylated GMA는 Scheme 2와 같이 Bis-GMA와 acetyl chloride를 triethylamine을 촉매로 사용하여 합성하였으며 기기분석적 방법으로 구조를 확인 하였다.

Fig. 3는 Bis-acetylated GMA의 적외선 흡수 스펙트럼으로  $3440\text{cm}^{-1}$  부근에서 Bis-GMA에서 나타났던 -OH의 흡수띠가 없어졌고,  $1786\text{cm}^{-1}$ 에서 새로운 C=O이 생성됨을 확인할 수 있었다.

Fig. 4는 핵자기 공명 흡수 스펙트럼으로써 1.6ppm에서  $\text{Ar}-\text{C}(\text{CH}_3)_2-\text{Ar}$ , 1.9ppm에서 C=C-CH<sub>3</sub>, 3.9-4.5ppm에서  $\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OH})-\text{CH}_2-\text{O}$ , 6.1ppm에서 H-C=C, 6.8과 7.1-7.2ppm에서 Aromatic C-H, 3.5-3.7에서 C-CH<sub>2</sub>-OH의 methylene 기, 5.6ppm에서 H-C=C가 발견 되었으며, Bis-GMA와 비교하여 1.3ppm과 1.86ppm에서 새로운 -O-CO-CH<sub>3</sub>가 확인 되었다.

### 4. 합성된 광중합형 복합수지와 Silux<sup>®</sup>의 수분 흡수율 비교

합성된 Bis-GMA와 Bis-acetylated GMA를 단량체로 사용한 광중합형 복합수지와 Silux<sup>®</sup>의 수분 흡수율을 시간에 따라 plot 하여 비교한 결과는 Fig. 5와 같다.

합성된 Bis-GMA를 이용한 레진은 시간이 경과 됨에 따라 흡수율이 점차 증가하여 가장 큰 흡수율을 보였으며, 다음으로 흡수율이 높았던 것은 Silux<sup>®</sup>로써 같은 단량체를 이용 하였음에도 불구하고 더 낮은 흡수율을 보인 것은 상대적으로 더 적은 단량체의 함유율을 가졌기 때문으로 생각된다.

가장 낮은 수분 흡수율을 보인것은 Bis-acetylated GMA로써 침수시켜 1일이 경과된 후 약 0.27%의 수분 흡수율을 보이고 그 후에는 더 이상의 증가를 보이지 않았으며, 이와 같이 수분 흡수율이 거의 없는 이유는 친수성 기인 -OH 기가 제거된 결과이다.

## IV. 결 론

치과용 광중합형 레진의 단량체로써 가장 많이 이용되고 있는 Bis-GMA를 합성하고 수분 흡수율을 감소 시키기 위한 단량체로써, 합성된 Bis-GMA에 acetyl chloride를 반응시켜 Bis-acetylated GMA를 합성 하였으며 이로 인한 수분 흡수율 저하에 대한 거동을 살펴 보기 위하여 합성된 Bis-GMA와 Bis-acetylated GMA를 단량체로 사용한 복합수지와 시판용 복합수지를 광중합 시켜 서로 비교하여 본 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 합성한 Bis-GMA를 단량체로 사용한 복합수지는 시간이 경과됨에 따라 수분 흡수율이 점차 증가함을 보였으며 3가지 복합수지 중 가장 높은 흡수율을 보였다.
2. Bis-GMA를 단량체로 사용한 시판용 복합수지(Silux<sup>®</sup>)도 시간이 경과됨에 따라 수분흡수율이 점차 증가 되었으며, 같은 Bis-GMA를 단량체로 사용 하였음에도 불구하고 수분흡수율이 더 낮았던 것은 이 레진의 조성에서 단량체의 함량이 상대적으로 더 낮았기 때문으로, 이는 단량체의 상대적 양이 수분흡수율에 영향을 미침을 시사한다.
3. Bis-acetylated GMA를 단량체로 사용한 복합수지는 침수 하루 만에 이 수지의 수분흡수율 중 가장 큰 값을 보였으며, 더 많은 시간이 경과 되어도 그 값의 변화가 거의 없었다. 또한 세가지 복합수지 중 상대적으로 가장 낮은 흡수율을 보였는데, 이것은 Bis-GMA와 비교하여 친수성 기인 -OH기가 없기 때문이다.

## 참고문헌

1. John W.Reinhardt, Many Lynne Capilouto, JADA, 120, 541-544, May 1990.
2. C.N.Raptis, P.L.Fan, J.M.Powers, JADA, 99, 631-633, October 1979.
3. Takao Fusayama, J. Prosthet Dent., 67, 46-51, 1992.
4. Shintani H, Inoue T, Yamaki M. Dent. Mater., 1, 124-126, 1985.
5. A.P.Prevost, P.Desautels, C.A.Benoit, D.Raiche, J.Canad Dent. Assn., No. 3,

- 221-225, 1985.
6. Jennifer.C.Neo, Gerald E.Denehy, Daniel B.Boyer, JADA, **113**, 905-905, December, 1986.
  7. Kulaya Ratanaprridakul, Karl F.Leinfelder, Joe Thomas, JADA, **118**, 333-335, March, 1989.
  8. Gene L.Dickinson, Karl F.Leinfelder, Raquel B.Mazer, Carl M.Russell, JADA, **121**, 251-255, August, 1990.
  9. E.K.Hansen, E.Asmussen, Dent. Meter., **5**, 122-126, March, 1989.
  10. K.H.Chung, J. Dent. Res., **69**(3), 852-856, March, 1990.
  11. H.Øysad, I.E.Ruyter, J. Dent. Res., **65**(11), 1315-1318, November, 1986.
  12. S.Fujisawa, Y.Kadoma, and E.Masuhara, J. Dent. Res., **65**(9), 1186-1190, September, 1986.
  13. Dart,E.C.,Cantwell,J.B.et al, Brit. Patent, **1**, 465, 897, 1977
  14. Marjorie L.Swartz, Ralph W.Phillips, Barbara Rhodes, JADA, **106**, 634-637, May, 1983.
  15. M.Taira, H.Urabe, T.Hirose, K.Wakasa, and M.Yamaki, J. Dent. Res., **67**(1), 24-28, January, 1988.
  16. K.J.M.Soderholm, J. Dent. Res., **63**(11), 1321-1326, November, 1984.
  17. 박영준, 불소방출 레진의 합성과 충전된 치질내의 불소농도 변화에 관한 연구, Dental Journal of CNN, **1**, No.1, 1989.
  18. Thomas Browne, Mark Chaimberg, and Yoram Cohen, Journal of Applied Polymer Science, **44**, 671-677, 1992.
  19. Mark Chaimberg, Richard Parnas, and Yoram Cohen, Journal of Applied Polymer Science, **37**, 2921-2931, 1989.
  20. Hiroshi Inoue and Shigemi Kohama, Journal of Applied Polymer Science **19**, 1939-1954, 1975.
  21. A.N.Gent and E.C.Hsu, Macromolecules, **7**, No.6, November-December, 1974.
  22. R.L.Bowen, J. Amer. Dent. Assoc. **66**, 57, 1963
  23. M.Cross, W.H.Douglass, and R.P.Fields, J.Dent.Res, **62**(7), 850-852, July, 1983.
  24. K.J.Soderholm, P.D.Calvert, Journal of Materials Science, **18**, 2957-2962, 1983.
  25. D.C.Sarrett, K.J.M.Soderholm, and C.D.Batich, J. Dent. Res., **70**(7), 1074-1081, July, 1991.



26. Henry A. Williams, Thomas A. Garman, Carl W. Fairhurst, Jack D. Zwemer, Robert D. Ringle, *JADA* **97**, 463-467, September, 1978.
27. M. J. Barsby, *J. Dent. Res.*, **20**, 240-244, 1992.
28. K. J. M. Soderholm, *J. Dent. Res.*, **62**(2), 126-130, February, 1983.
29. Jack H. Koumjian, David N. Firtell, and Arthur Nimmo, *J. Prosthet Dent.*, **65**, 740-742, 1991.
30. Ruyter IE, Nilner K, Moller B., *Dent. Mater.*, **3**, 246-251, 1987.
31. K. -J. Soderholm, M. Zigan, M. Ragan, W. Fischlschwiger and M. Bergman, *J. Dent. Res.*, **63**(10), 1248-1254, October, 1984.
32. Karl-Johan M. Soderholm, *Scand. J. Dent. Res.*, **98**, 82-88, 1990.
33. Y. LI, M. L. Swartz, R. W. Phillips, B. K. Moore, and T. A. Roberts, *J. Dent. Res.*, **64**(12), 1396-1401, December, 1985.
34. Erik Asmussen, *Acta. Odont. Scand.*, **33**, 337-344, 1975.
35. J. G. Calais and K. -J. M. Soderholm, *J. Dent. Res.*, **67**(5), 836-840, 1988.
36. K. -J. M. Soderholm and K. J. Roberts, *J. Dent. Res.*, **69**(12), 1812-1816, December, 1990.
37. Watts DC, Amer OM, Combe EC, *Dent. Mater.*, **3**, 265-269, 1987.
38. M. Helvatjoglou-Autoniadi, Y. Papadoginis, E. Koliniotou-Kubia, and S. Kubias, *J. Prosthet Dent.*, **65**, 215-220, 1991.
39. Brik Keith Hansen, *Scand. J. Dent. Res.*, **90**, 329-335, 1982.
40. T. Hirasawa, S. Hirano, S. Hirabayashi, I. Harashima, and M. Aizawa, *J. Dent. Res.*, **62**(1), 28-31, January, 1983.
41. K. -J. M. Soderholm, *J. Dent. Res.*, **69**(12), 1812-1816, December, 1990.
42. M. S. Sheela, K. Tamare Selvy, V. Kalliyana Krishnan, and S. N. Pal, *Journal of Applied Polymer Science*, **42**, 561-573, 1991.

**A Study on Synthesis of New Light-cured Composite Resin Monomer  
Eliminated Hydrophilicity and Testing of Water Absorption**

Sun, Gum-Ju

*Part-time lecturer*

*Kwangju Health Junior College*

> Abstract <

2,2-Bis[4-(2-hydroxy-3-methacryloxy propyl)phenyl]propane(Bis-GMA) as a monomer of visible light-cured dental composite resin was prepared and Bis-acetylated GMA was synthesized by acetylating the hydroxyl group of Bis-GMA for eliminating the hydrophilicity.

Synthesized monomers were identified by fourier transform infrared spectroscopy(FT-IR) and fourier transform nuclear magnetic resonance(FT-NMR).

Visible light-cured dental composite resins were prepared from synthesized monomers and then compared water absorption with Silux<sup>®</sup>, ready-made composite resin.

Resin was prepared from Bis-acetylated GMA had lowest water absorption about 0.27% for a day and no more absorbed water.

## List of Schemes

Scheme 1. Silanization of silica.

Scheme 2. Synthesis of Bis-GMA and Bis-acetylated GMA.

## List of Figures

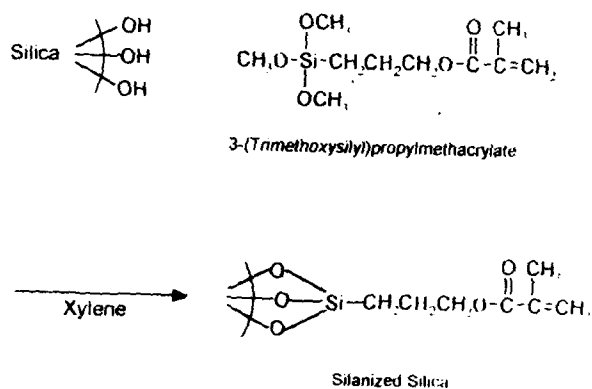
Fig. 1. IR spectrum of Bis-GMA

Fig. 2. NMR spectrum of Bis-GMA

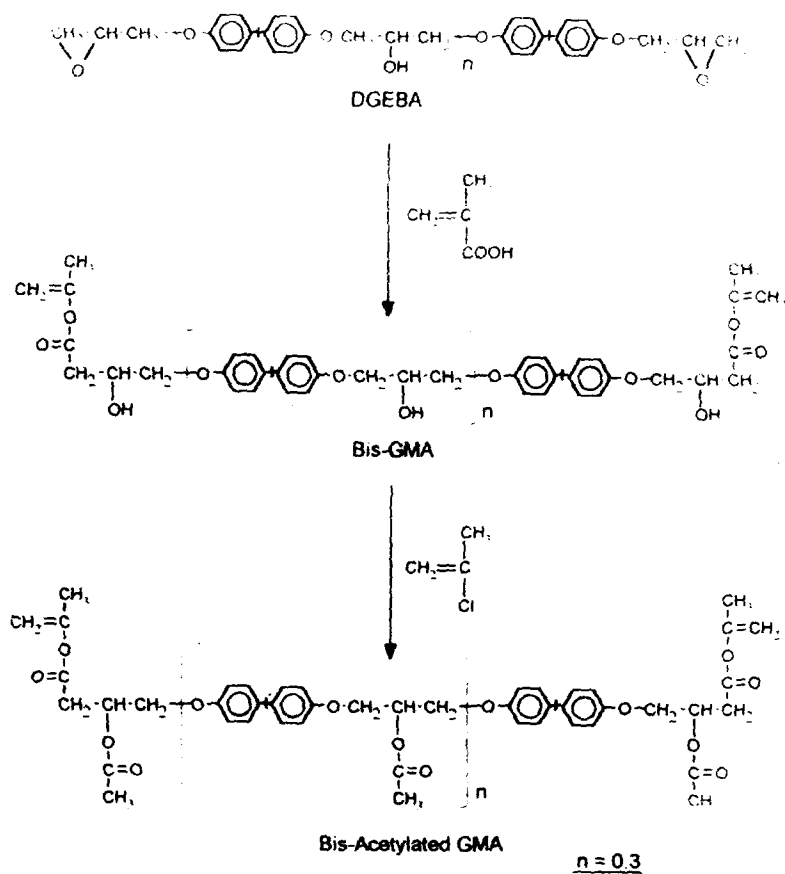
Fig. 3. IR spectrum of Bis-acetylated GMA

Fig. 4. NMR spectrum Bis-acetylated GMA

Fig. 5. Water uptake by weight gain against immersion time at 37°C for dental composite resins from synthesized Bis-GMA(○), and Bis-acetylated GMA(▽) and silux<sup>®</sup>(●)



Scheme 1. Silanization of Silica.



Scheme 2 Synthesis of Bis-GMA and and Bis-Acetylated GMA.

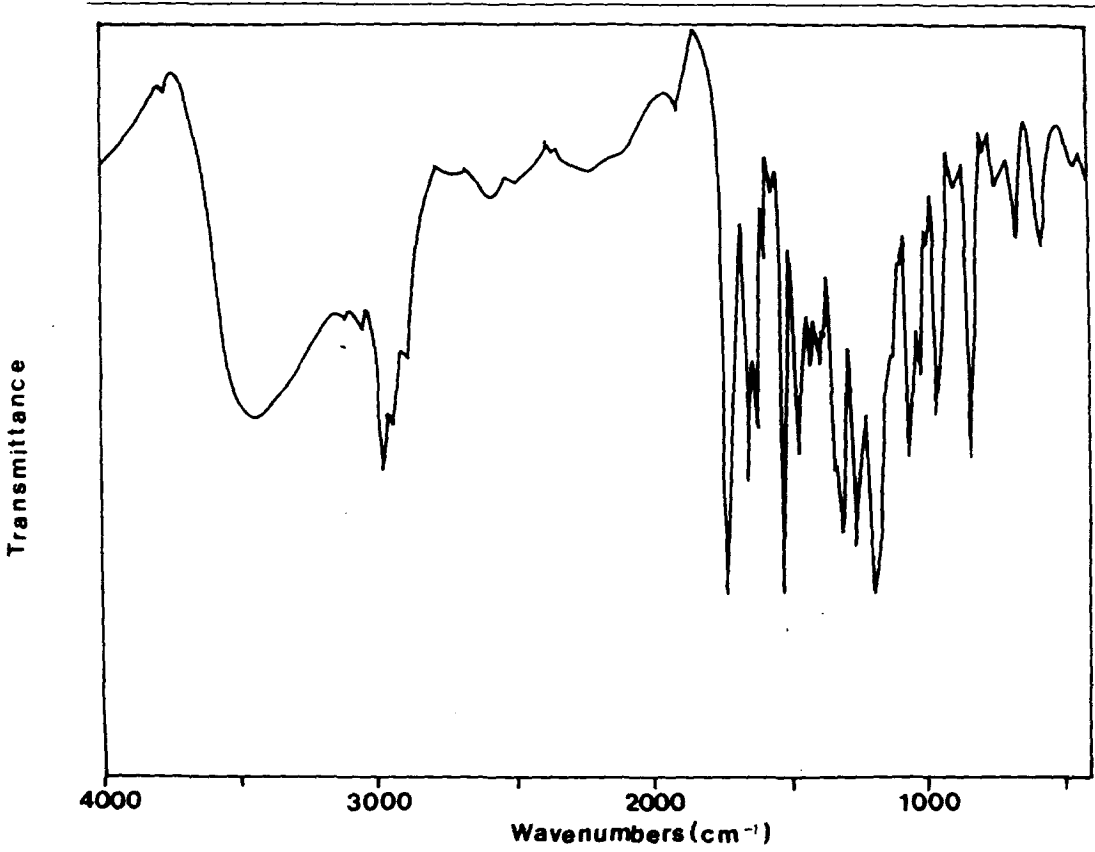


Fig. 1 IR spectrum of Bis-GMA

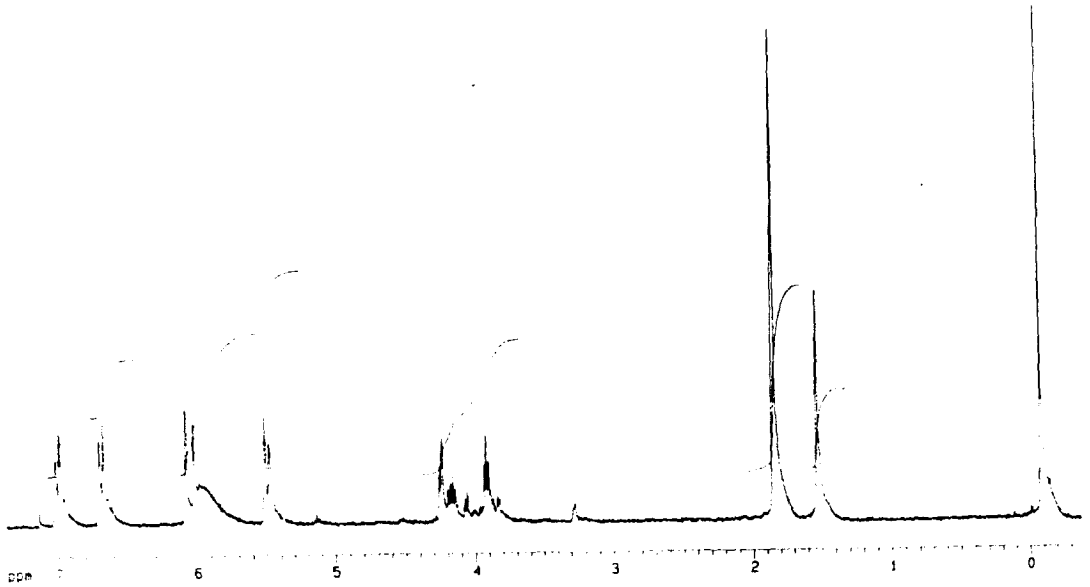


Fig. 2 NMR spectrum of is-GMA

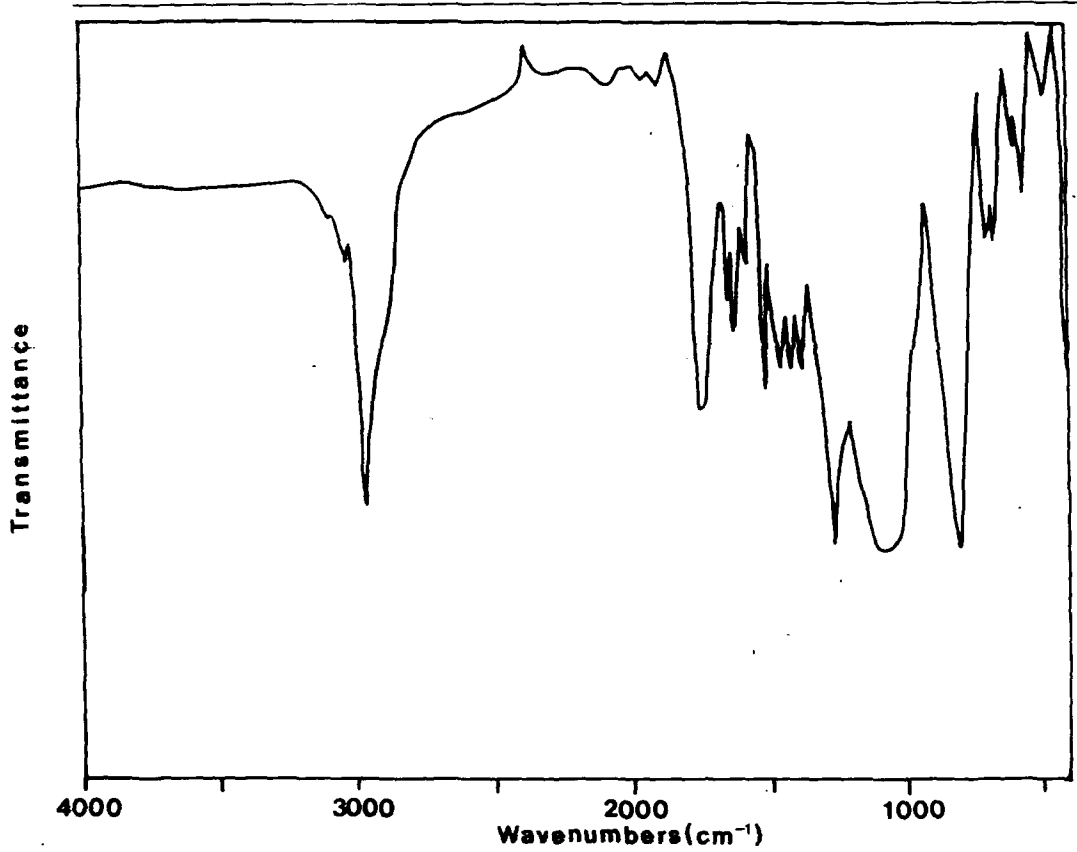


Fig. 3 IR spectrum of Bis-acetylated GMA

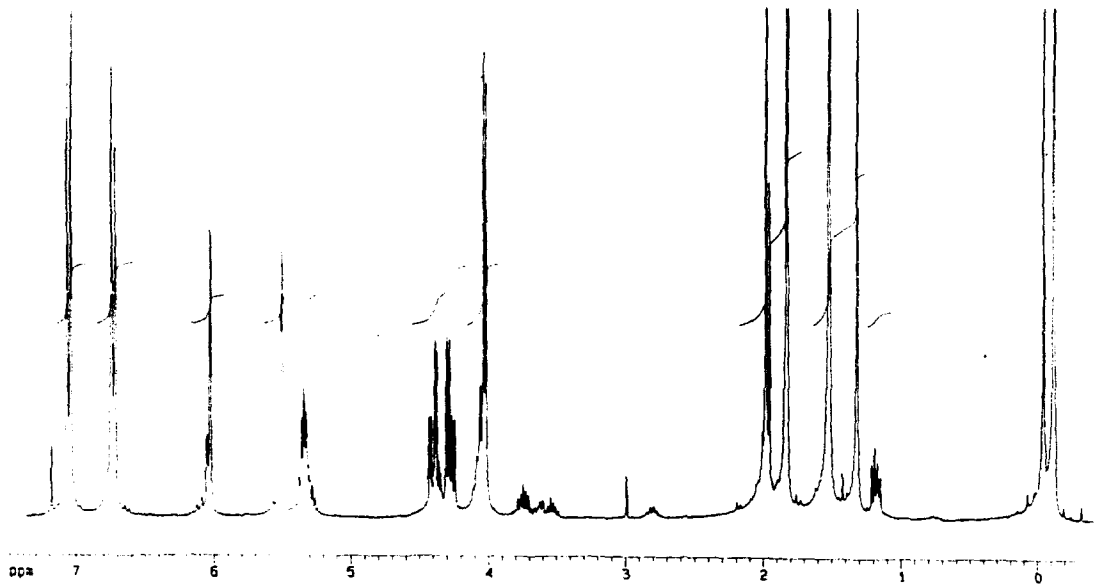


Fig. 4 NMR spectrum of Bis-acetylated GMA

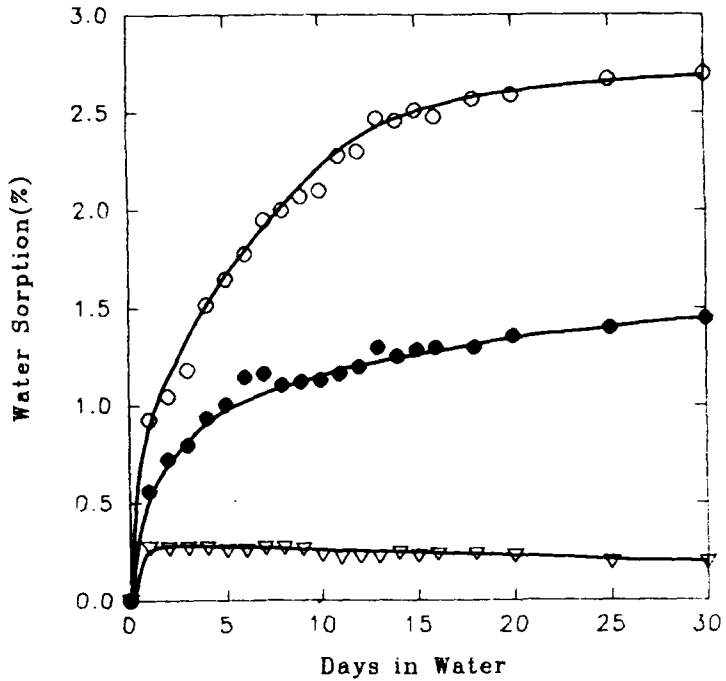


Fig 5. Water uptake by weight against immersion time at 37 C of dental composite resins from synthesized Bis-GMA( $\circ$ ), Ready-made Bis-GMA( $\bullet$ ), and Bis-acetylated GMA( $\nabla$ ).