

산부식 시간에 따른 레진복합체 침투형
세라믹과 레진 간 미세인장 결합강도

연세대학교 대학원

치 의 학 과

김 현 철

산부식 시간에 따른 레진복합체 침투형
세라믹과 레진 간 미세인장 결합강도

지도교수 김 선 재

이 논문을 석사 학위 논문으로 제출함

2014 년 12 월 일

연세대학교 대학원

치의학과

김 현 철

김현철의 석사 학위논문을 인준함

심사위원 김 선 재 인

심사위원 심 준 성 인

심사위원 박 정 원 인

연세대학교 대학원

2014 년 12 월 일

감사의 글

끝나지 않을 것 같던, 끝낼 수 있을까 걱정만 많았던 학위논문을 무사히 끝낼 수 있게 지도해 주시고, 보철과 의사로서 이 세상을 살아갈 수 있게 해 주신 김선재 교수님께 감사드립니다. 더 강해지고, 진료에 당당해질 수 있게 이끌어 주신 큰 산과 같은 한중현 교수님께도 깊은 감사 드립니다. 학문적으로도, 사회적으로도, 다방면으로 인생을 가르쳐 주신 권주현 교수님께도 감사 드립니다.

전공의 과정이 끝나고 긴 시간이 지나서 감사의 글을 써내려 가니 교수님에 대한 감사가 더 크게 느껴집니다.

이 논문이 나오기 까지 바쁜 와중에 너무나 큰 도움을 준 박성우 외 전공의 선생님들에게도 감사의 말씀을 전합니다.

항상 저의 건강과 배움에 대한 걱정에 여념이 없으신 어머니, 사랑합니다. 늘 건강하세요. 이 세상에 평생을 함께할 반려자를 보내주신 장인, 장모님께도 감사 드리고, 행복하고 싶고, 오래 살고 싶은 이유를 만들어주는 나의 신부 혜선이에게도 감사의 말을 전합니다. 각자 다른 길을 걷고 있어도 힘들 때 힘들다 말할 수 있는 형과 형수님에게도 감사 드립니다.

마지막으로, 이 논문을 받아보시면 가장 기뻐하셨을 하늘에 계신 아버지께 제가 가질 수 있는 모든 존경을 바칩니다.

감사합니다.

2014 년 12 월

김 현 철

차 례

그림 및 표 차례	ii
국문요약	iii
I. 서론	1
II. 연구 재료 및 방법	4
1. 연구 재료	4
2. 연구 방법	4
1) 시편의 제작	4
2) 군분류 및 레진 접착	5
3) 시편의 절단	6
4) 미세인장 결합강도 측정	6
5) 주사 전자 현미경 관찰	7
6) 통계 분석	8
III. 연구 결과	9
IV. 토의	13
V. 결론	18
VI. 참고문헌	19
영문요약	21

그림 및 표 차례

Figure 1. A PICN-resin specimen was cut by a diamond saw.	6
Figure 2. SEM images of surface treated PICN Preparation of specimen	10
Figure 3. Cross sectional image of PICN-adhesive-composite resin interface	12
Table 1. Groups of 5 different Surface treatment	5
Table 2. Means and standard deviations of resin-PICN microtensile bond strength baed on different HF etching period	9

국문 요약

산부식 시간에 따른 레진복합체 침투형 세라믹과 레진 간 미세인장 결합강도

< 지도교수: 김 선 재 >

연세대학교 대학원 치의학과

김 현 철

CAD/CAM 기술이 치과에 도입되면서 최근에는 세라믹과 레진을 혼합하여 각 소재의 장점을 취하고 단점을 제거한 복합소재들이 주목을 받고 있다. 장식형 도체에 레진을 침투시킨 레진 복합체 침투형 세라믹(Polymer Infiltrated Ceramic Network; PICN)은 장식형 도체와 마찬가지로 산부식 처리를 통해 레진시멘트와의 결합강도를 증진시킬 수 있다고 알려져 있으나 적절한 PICN-레진 간 결합강도를 얻기 위한 산부식처리 방법은 알려져 있지 않다. 본 연구에서는 PICN의 표면을 9.5% 불산으로 0 초, 30 초, 60 초, 90 초, 120 초간 산부식 처리하고 다목적 실란과 접착제를 도포 후 복합레진을 약 8mm 두께로 축조하여 시편을 제작하였다. 대조군에서는 장식형 도체를 60 초간 9.5% 불산으로 산부식 처리하여 사용하였다.

각 군을 가로 및 세로 각 1mm 이하, 길이 약 16mm 정도의 막대기 형태 시편으로 제작하여 미세인장 결합강도 측정을 하고 부가적으로 PICN의 표면을 주사전자현미경으로 관찰하여 다음의 결과를 얻었다.

1. 9.5% 불산으로 산부식 처리를 한 모든 군에서 산부식 처리를 하지 않은 군에 비해 유의성있게 높은 미세인장 결합강도를 나타냈다.

2. PICN 을 30 초, 60 초, 90 초 산부식 한 군과 장식형 도재를 60 초간 산부식 한 군 사이에는 미세인장 결합강도의 차이를 보이지 않았다.
3. PICN 을 120 초 산부식 한 군에서 가장 높은 미세인장 결합강도를 나타냈다.

이상의 결론으로 보아 PICN에서 레진시멘트와 접착을 기대하는 경우에는 9.5% 불산을 이용해 30초 이상 산부식 처리를 하는 경우 전통적으로 이용된 장식형 도재와 레진간 결합강도에 준하는 결과를 얻을 수 있다고 할 것이다.

핵심 단어 : polymer infiltrated ceramic network, 레진, 결합강도, 불산

산부식 시간에 따른 레진복합체 침투형 세라믹과 레진 간 미세인장 결합강도

<지도교수 : 김 선 재>

연세대학교 대학원 치의학과

김 현 철

I. 서론

현대 치의학에서 심미성의 중요성이 강조됨에 따라, 금합금을 이용한 수복보다는 치아색조를 나타내는 재료의 적용이 크게 증가하고 있다. 치아색조를 가지는

수복재료로는 금속-도재관이 오랫동안 이용되었으나 금속구조물이 있으므로 해서 발생하는 한계성으로 인해 완전도재관의 사용이 크게 증가하고 있는 추세이다.[1] CAD/CAM 기술이 치과에 도입되면서 전통적으로 수복물을 제작하던 방법인 납형형성의 과정을 거치지 않고 컴퓨터에서 수복물의 형태를 디자인한 후 블록형 수복재료를 절삭하는 과정을 통해 최종수복물을 완성하는 것이 가능하게 되어 장식형 도재 뿐 아니라, 아크릴릭 레진, 복합레진 그리고 지르코니아, 비귀금속, 심지어 왁스까지 원하는 형태로 제작하는 것이 가능하게 되었다.[2-4]

최근에는 세라믹과 레진의 장점을 취한 CAD/CAM 용 복합소재(hybrid materials)가 소개되어 관심을 끌고 있다.[5, 6] 이 재료들은 세라믹이 굴곡강도가 낮아 파절에 취약하고 레진이 기계적 강도가 낮다는 약점을 보완한 재료라고 보고되고 있다.[7] 특히 장식형 도재 블록이 재료자체의 높은 메질성(brittleness)과 경도(hardness)로 인해 절삭 시 변연부의 작은 파절(edge chipping)이 쉽게 발생하는 것에 비해 복합소재의 경우 경도와 탄성계수가 낮아 절삭성이 우수하므로 변연부 적합성이 좋다는 점이 큰 장점으로 알려져있다.[8] 즉 보다 우수한 변연적합도를 얻을 수 있으므로 장기적으로 수복물의 안정성에 기여한다는 것이다.[9] 또한 세라믹에 비해 rigidity 와 hardness 는 작고 flexibility 와 fracture toughness 는 높다는 장점도 가진다. 이런 복합소재 중 하나인 장식형 도재에 레진을 첨가한 polymer infiltrated ceramic network (PICN; Vita Enamic, Zahnfabrik, Germany)는 interpenetrating phase composite (IPC)으로 분류되는 재료로 3 차원적으로 도재와 레진복합체가 연결된 구조를 가지며 이렇게 두가지 구성요소가 연결된 구조로 인해 잔금(crack)이 발생하여 전파될 때 잔금의 진행을 제한하는 특성을 가진다.[8]

PICN 의 또 다른 장점은 표면처리 과정을 거쳐 레진과 접착이 가능하다는 점이다.[10] 현대치의학에서 접착은 그 적용범위가 점점 확대되고 있다.[11] 장식계 도재와 레진의 접착은 불산을 이용해 도재 표면의 유리기질을 선택적으로 용해시켜

표면에 미세유지형태를 부여하는 방법과 실란처리를 통해 도재표면의 장식과 레진과의 화학적 결합을 이용하는 방법이 이용된다.[12-14] PICN 의 경우 장식계 도재와 마찬가지로 불산을 이용한 산부식을 통해 표면의 미세유지형태를 형성하는 것이 가능하다.[10]

불산처리를 통해 장식계 도재의 표면에 미세유지형태를 부여하는 경우 불산의 농도, 불산 적용 시간, 사용된 도재의 종류 등에 따라 상이한 결합강도가 보고되고 있다.[15-17] Chen 등은 CAD/CAM 용 장식형 도재인 Vitablock Mark II 에 5% 불산을 0, 5, 30, 60, 120, 180 초간 적용한 후 레진과 전단결합강도를 측정한 결과 전단결합강도는 산처리시간에 크게 영향을 받으며 5 초, 30 초, 60 초 간 불산을 적요한 분에 비해 120 초간 불산을 적용한 군에서 유의성있게 높은 전단결합강도를 보였다고 하였다.[15] 이들은 또한 각 군의 표면을 주사전자현미경으로 관찰한 결과 180 초간 불산처리를 한 군에서는 120 초간 불산처리를 한 군에 비해 표면이 과다하게 부식되어 있는 것이 관찰되었다고 하였다. Xiaoping 등은 lithium disilicate 에 불산의 적용시간을 다르게 하여 산부식처리 한 후 거칠기와 굴곡강도를 측정한 결과 불산적용시간이 증가할수록 표면거칠기는 증가하였으나 굴곡강도는 감소하였다고 하였다.[18] PICN 은 표면을 불산을 이용하여 산부식하는 경우 표면의 미세유지형태 형성을 통해 레진시멘트와의 접착강도를 증진시킬 수 있다고 알려져 있으나, 불산적용 시간에 따른 결합강도의 차이에 대해서는 아직 보고된 바 없다.

본 연구에서는 PICN 의 표면에 불산을 적용한 시간에 변화를 준 후, 산부식 시간이 PICN 과 레진 간 미세인장 결합강도에 미치는 영향을 평가해 보는 것이다. 대조군으로 장식형 세라믹을 60 초간 불산처리하여 동일한 방법으로 미세인장 결합강도를 측정하였다. 추가적으로 불산 처리한 PICN 의 표면을 주사전자현미경으로 관찰하여 변화된 표면 형태를 비교해 보고자 한다.

II. 연구 재료 및 방법

1. 연구 재료

연구 재료로는 실험군으로 CAD/CAM 용 PICN block (Vita Enamic, Vita Zahnfabrik, Germany), 대조군으로 CAD/CAM 용 장식형 세라믹 블럭(CEREC bloc, Vita Zahnfabrik), 광중합형 복합레진 (Filtek 250 Universal Restorative, 3M ESPE, USA)을 사용하였다. PICN 은 이중 네트워크 구조로, 세라믹의 무게 함량이 약 86% 이고, 레진이 약 14%를 차지한다. 세라믹 구조의 주요 화학적 조성은 석영 58~63% 알루미나 20~23%, 산화나트륨 6~11%으로 이루어져 있다. 표면처리를 위해서는 9.5% 불산(Porcelain etchant, Bisco, USA)과 다용도 실란(Monobond plus, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein)을 사용하였고, 접착에는 전처치제(primer)와 접착제(adhesive) 성분이 혼합된 5 세대 접착제(Adper Adhesive, 3M ESPE)를 사용하였다. 접착제의 중합과 레진의 중합을 위한 광조사기로는 Satelec Mini LED (Satelec Bordeaux, France)를 사용하였다.

2. 연구 방법

1) 시편의 제작

크기 8 mm x 10 mm x 14 mm 인 직사각형 형태의 PICN block 10 개를 2 개씩 5 개 군으로 무작위로 분류하였고, 대조군으로는 같은 크기와 형태의

장석형 도재 블록 2 개를 사용하였다. PICN 블록 8 개의 손잡이 맞은 편 표면을 9.5% 불산을 이용해 30 초, 60 초, 90 초, 120 초간 부식시킨 후, 흐르는 수돗물에 각 2 분간 수세하였다. 대조군으로 이용된 장석형 도재 블록 2 개는 손잡이 맞은 편 표면을 9.5% 불산을 이용해 60 초간 부식시키고 흐르는 수돗물에 2 분간 수세하였다. 불산처리 한 블록 10 개와 불산처리하지 않은 블록을 2 개를 다시 5% 이소프로필 알콜에 넣어 5 분간 초음파 세척하였다.

2) 군 분류 및 레진 접착

표면처리된 PICN block 시편과 장석형 도재 블록 시편은 산부식 시간에 따라 2 개씩 6 개 군으로 분류하였다(Table 1).

Table 1. Groups of 5 different Surface treatment

Groups	Surface treatment	
	HF etching	Silane + Adhesive
FC60	60 seconds	yes
PICN0	no treatment	yes
PICN30	30 seconds	yes
PICN60	60 seconds	yes
PICN90	90 seconds	yes
PICN120	120 seconds	yes

FC; feldspathic ceramic, PICN; polymer infiltrated ceramic network, HF; hydrofluoric acid

불산을 처리한 10 개 블록의 표면처리한 면과 불산적용을 하지 않은 2 개 블록의 같은 면을 압축공기를 이용해 건조한 후 다목적 실란을 마이크로브러쉬를 얇게 도포하였다. 실란 도포 후 1 분간 기다린 후 다시 압축공기로 세게 불어

반응부산물로 생긴 수분을 증발시키도록 하였다. 2 분이상 압축공기로 건조시킨 후 일회용 브러쉬를 사용하여 접착제(Adper Adhesive, 3M ESPE)를 부드럽게 문지르듯이 도포하고 도포하고 다시 압축공기를 가볍게 적용한 후 20 초간 광중합을 시행하였다. 이 후 블록의 표면 처리된 면에 충전용 복합레진(Filtek 250 Universal Restorative, 3M ESPE)을 10mm 두께가 될 때까지 2mm 높이로 광중합하여 적층하였다. 불산 적용 시간 및 블록 종류에 따라 6 개군당 2 개 블록씩 총 12 개 시편을 동일한 방법으로 제작하였다.

3) 시편의 절단

미세인장 결합강도 측정을 위해 6 인치 직경의 다이아몬드 디스크(Wafering Blade, Allied High Tech Products Inc., Rancho Dominguez, CA, USA)가 장착된 Low-speed Precision Diamond Saw (Topmet Metwas-LS, R&B Inc., Daejun, Korea)의 클램프에 접착된 시편의 금속 손잡이 부분을 고정하고 주수 하에서 장축 방향으로 절단하여 단면적 약 1 mm^2 ($1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$), 길이 약 8-10 mm의 막대 형태 시편을 제작하였다(Figure 1).



Figure 1. A PICN-resin specimen was cut by a diamond saw.

4) 미세인장 결합강도 측정

준비된 시편은 증류수를 사용하여 오염된 표면을 세척한 후 수분을 제거하였다. 미세인장 결합강도 측정은 소형 만능시험기(EZ-S, Shimadzu, Japan)를 이용하였다. 시편을 위치시키고 고정시키는 데에는 2 부분으로 분리되는 금속 지그를 이용하였는데 금속 지그의 중앙부에는 시편을 동일한 위치에 재위치시키기 용이하도록 기준선이 표시되어 있고 이 기준선이 시험기에서 힘이 가해지는 부위에 오도록 하여 만능시험기를 통해 지그에 인장력이 가해질 때 시편에 측방 백터가 생기지 않도록 하였다. 매 시편을 금속 지그의 기준선 상에 위치시키고 시편의 양 끝부분을 각각 지그의 상단부분과 하단부분에 고정용레진(Zapit Base, Dental ventures of America Inc., Coraona, CA, USA)의 기질을 약 두 방울 씩 떨어뜨린 후, 마이크로브러쉬를 이용해 촉매제(Zapit Accelerator, Dental ventures of america Inc.)를 기질위에 소량 적용하여 기질을 경화시켜 시편을 고정하였다. 고정용 레진의 기질이 완전히 경화된후 crosshead speed 1 mm/min 으로 인장력을 가하고 시편의 파절이 발생하면 파절 시 가해진 힘을 기록하고 금속지에서 시편을 분리한 후, Digital micrometer (ABSOLUTE DIGIMATIC Caliper; CD-15CPX, Mitutoyo, Japan)를 이용하여 각 시편의 가로, 세로 길이를 측정하고 계산된 단면적을 이용하여 미세인장 결합 강도를 계산하였다.

5) 주사 전자 현미경 관찰

PICN의 표면 상태를 관찰하기 위해 막대형태의 시편을 절단하고 남은 블록의 표면을 디스크로 절단하여 두께 약 1mm, 가로 및 세로 각각 8, 10mm 길이를 가지는 판형태의 시편을 10 개 제작하였다. 시편의 한쪽면을 300, 600, 1000, 1200CW의 샌드페이퍼를 이용해 다듬은 후 이소프로필 알콜 속에서 5 분간 초음파세척을 한 후 표편을 주사전자현미경으로 관찰하기 위한 시편 5 개와

단면을 주사전자현미경으로 관찰하기 위한 5 개의 시편으로 분류하였다. 표면관찰 시편은 각각 하나의 시편을 불산을 처리하지 않은 시편, 9.5% 불산을 이용해 각각 30, 60, 90, 120 초간 산부식 처리한 후 5 개의 시편은 5% 이소프로필 알콜 내에서 5 분간 초음파 세척을 3 회 반복하였다. 단면을 관찰하기 위한 시편은 모두 5 개로 각각 불산을 적용하지 않은 것, 30, 60, 90, 120 초간 적용한 후 5% 이소프로필 알콜 내에서 5 분간 초음파 세척하는 것을 3 번 반복하고 압축공기를 이용해 표면을 건조시켰다. 완전히 건조된 표면에 위에서 미세인장 결합강도 측정을 위한 시편의 표면처리시와 마찬가지로 방법으로 실란, 접착제, 광중합형 복합레진을 적용하였다. 다만 이때에는 단면의 형태만을 관찰할 목적이었으므로 광중합 복합레진의 적층은 약 2mm 높이로 하였다. 단편 관찰할 시편 5 개는 다이아몬드 디스크를 이용해 절단한 후 그 절단면을 다시 300, 600, 1000, 1200CW 의 샌드페이퍼를 이용해 활택하였다. 불산처리 방법에 따른 표면관찰을 위한 시편 5 개와 단면을 관찰하기 위한 시편 5 개를 모두 주사전자현미경 (Hitachi, Japan)을 이용해 100, 500, 1000, 5000 배율에서 관찰하였다.

6) 통계 분석

수집된 자료는 SPSS/WIN ver 20.0 (IBM SPSS Statistics 20; IBM, USA) 프로그램을 사용하여 전산통계 처리하였으며, 모든 항목에 대해서 기술통계량을 구했다. Kolmoronov-Smirnov test 를 통해 각 군 결합강도의 정규분포 여부를 평가한 후, 일원분산분석(One way ANOVA)을 유의수준 95%로 실시하였고, 유의성이 있는 경우 prosthoc test (Duncan test)를 적용하여 각 군간의 차이를 검정하였다.

III. 연구 결과

각 군에 대한 미세인장결합강도의 평균과 표준편차를 표 2에 나타내었다.

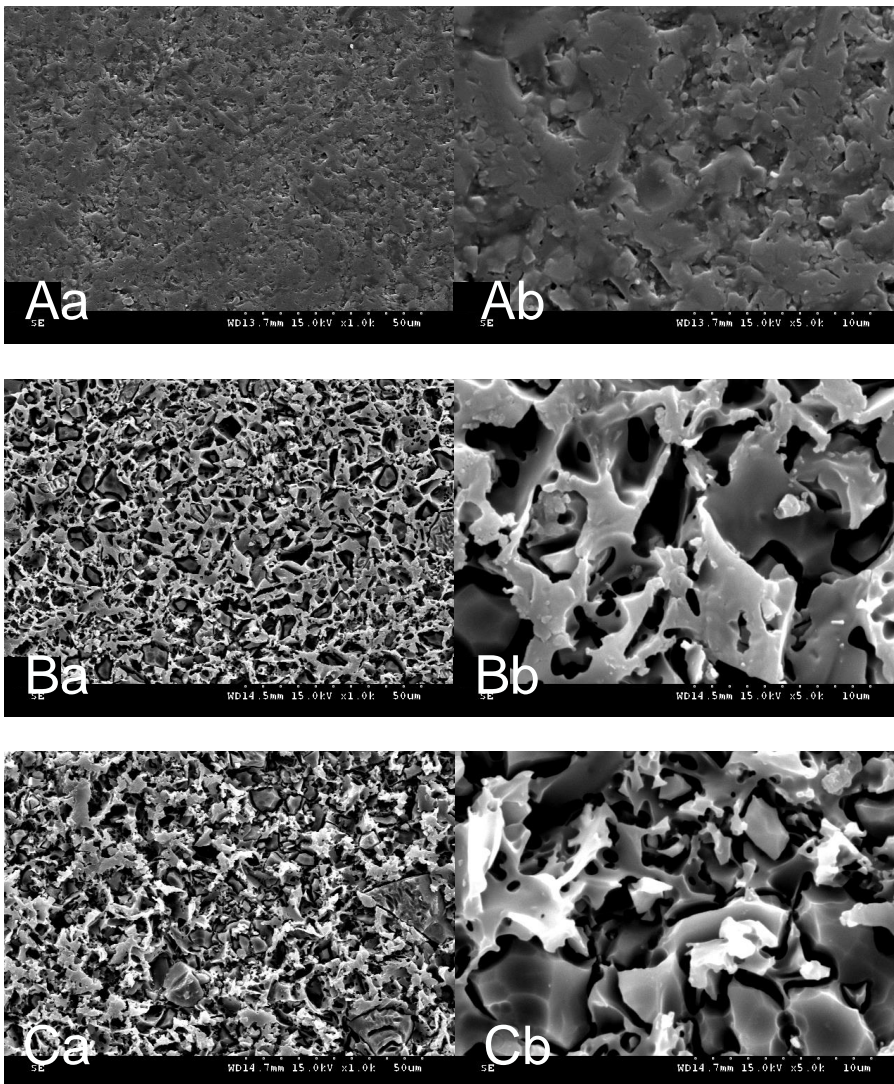
Table2. Means and standard deviations of resin-PICN microtensile bond strength based on different HF etching period

Groups	Bond strength (MPa)	Standard deviation	number of specimens
FC60	25.0 ^A	5.4	15
PICN0	13.6 ^B	5.0	15
PICN30	30.1 ^A	15.1	15
PICN60	28.1 ^A	11.2	15
PICN90	30.8 ^A	6.9	15
PICN120	41.5 ^C	14.3	15

One way ANOVA was used to analyze statistical significance between groups ($p < 0.05$). Duncan post hoc test was used for statistical comparison of means between each group ($p < 0.001$). Different uppercase superscript letters indicate groups with significant difference in the same row.

PICN은 9.5% 불산을 이용해 0 초, 30 초, 60 초, 90 초, 120 초 간 산부식하였고 대조군으로 사용한 장식형 세라믹은 9.5% 불산으로 60 초 산부식 후, 실란 및 접착제를 도포하고 광중합형 복합레진과의 미세인장 결합강도를 측정하여 결과 군간 미세인장 결합강도의 크기에 유의성있는 차이가 있었다($p < 0.001$). PICN의 표면을 불산처리 하지 않고 실란과 접착제만을 처리한 군에서

가장 낮은 미세인장 결합강도를 보였다. PICN 블록을 불산으로 30 초, 60 초, 90 초 적용한 군 및 장식형 세라믹 블록을 불산으로 60 초 처리한 군 사이에서는 결합강도의 차이를 보이지 않았다. PICN 을 120 초 불산처리한 군이 가장 높은 미세인장 결합강도를 나타냈으며 통계적으로 유의성을 보였다.



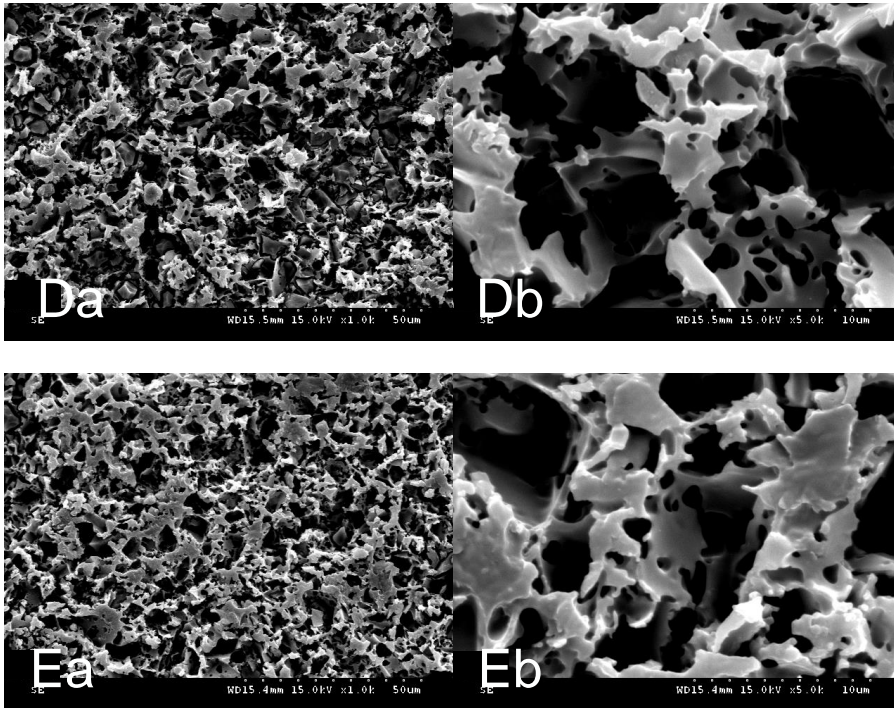


Figure 2. SEM images of surface treated PICN. Aa; no HF treatment x1000, Ab; no HF treatment x5000, Ba; HF 30s x1000, Bb; HF 30s x5000, Ca; HF 60s x1000, Cb; HF 60s x5000, Da; HF 90s x1000, Db; HF 90s x5000, Ea; HF 120s x1000, Eb; HF 120s x5000

표면처리하지 않은 PICN 의 표면을 주사전자현미경으로 관찰한 결과에서는 세라믹 네트워크가 매우 촘촘하게 배열되어 있는 것이 관찰되었으나 약 25%의 부피비를 차지하는 중합체가 침투된 형태는 거의 관찰되지 않았다 (Fig 2 Aa). 5000 배 확대한 사진의 관찰에서 세라믹이 매우 촘촘히 배열되어 있는 것을 볼 수 있었으나 거친 표면이 아닌 평활한 형태의 표면만이 관찰되었다 (Fig 2 Ab). PICN 의 표면을 불산으로 처리한 군들의 표면관찰 결과 불산처리를 하지 않은 군과 비교해 완전히 다른 양상을 보였다. 불산처리 시간이 30 초에서 60 초,

60 초에서 90 초로 증가하면서 세라믹의 용해가 증가되어 시편의 표면부에서 침윤된 중합체가 더 많이 노출된 것을 관찰할 수 있었으며 중합체가 노출된 깊이도 더 깊어지는 것을 관찰할 수 있었다 (Fig 1 Ca ~ Eb). 90 초와 120 초 산부식 한 표면의 비교에서는 의 5000 배 확대 사진에서 큰 차이를 관찰할 수 없었다.

PICN 과 레진의 접착 단면을 주사전자현미경으로 관찰한 사진에서는 산부식 여부에 따라 매우 특징적인 차이를 관찰 할 수 있었다. 산부식을 하지 않고 다목적 실란과 접착제만을 처리한 후 레진을 접착한 군에서는 레진과 접착제 사이에는 긴밀한 접촉을 보이는 반면 접착제와 PICN 사이에는 접촉되지 않는 부분이 많이 관찰되었다. 반면 산부식 처리를 한 경우에는 모든 경우에서 접착제와 PICN 사이에 긴밀한 접촉을 보였다(Figure 3).

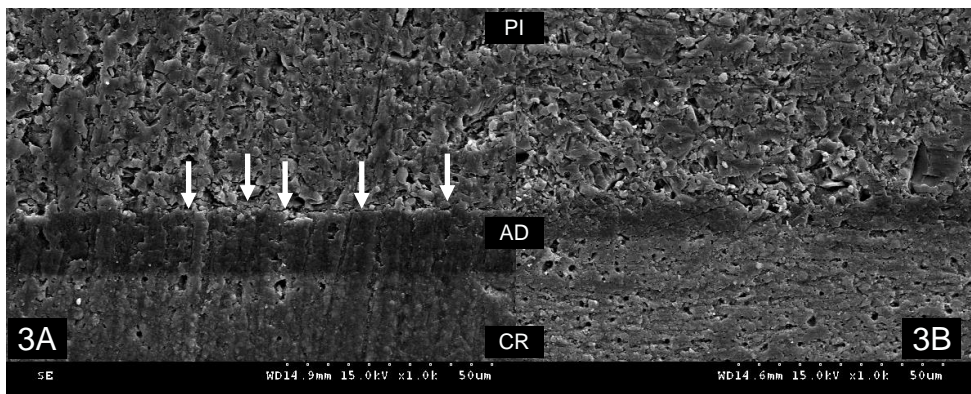


Figure 3. 3A; Cross sectional image of PICN (PI)–adhesive (AD)–composite resin (CR) interface for non–acid etched group. Gaps (white arrows) were noticed at the PICN–adhesive interface. 3B; Cross sectional image of PI–AD–CR interface of 30 seconds acid etched group. No definite gap was noticed at the PICN – adhesive interface due to infiltration of adhesive into the polymer network.

IV. 토의

CAD/CAM 이 치과에 도입되면서 일어난 큰 변화 중 하나는 전통적으로 사용해 온 장식형 도재나 복합레진은 물론, 지르코니아, 알루미늄, 티타늄 등의 다양한 수복재료를 가공할 수 있게되었다는 점이다. 최근에 소개된 PICN 은 약 86% 질량비(75% 부피비)를 가지는 장식형 도재와 소량의 지르코니아를 그 사이에 침윤된 레진복합체가 3 차원적으로 연결된 구조를 가지는 interpenetrating phase composite (IPC)로 분류되며 기본적인 물성은 장식형 도재와 복합레진의 중간정도 라고 알려져있다. 특히 파절에 큰 영향을 미치는 요소인 KIC 는 일반적인 도재의 $0.67 \sim 0.72\text{MPa m}^{1/2}$ 에 비해 높은 $1\text{MPa m}^{1/2}$ 정도로 도재의 특성인 높은 취성이 레진의 특성이 첨가됨으로 인해 감소된 결과를 보여 구강내에서 기능하는 동안 응집파절(chipping)이 발생할 수 있는 가능성을 낮췄다는 점이 큰 특징이다.

PICN 은 불산처리를 통해 표면의 유리기질을 용해시킴으로서 미세요철을 형성하여 전통적으로 장식형 도재에서 이용했던 도재-레진 간 접착이 가능하다고 알려져 있으나 적절한 결합강도를 얻기위해 표면을 어느정도 부식을 시켜야 하며 또한 부식 시 표면에 어떤 변화가 일어나는지에 대한 연구가 이뤄지지 않은 상태였다. 본 연구결과에 의하면 PICN 을 9.5% 불산을 이용해 30 초 이상 산부식처리를 하는 경우 산부식처리를 하지 않은 군에 비해 유의성있게 높은 레진과의 미세인장 결합강도를 가지는 것으로 나타났다. 또한 30~90 초 산부식을 한 군에 비해 120 초 처리한 군에서 유의성 있게 높은 미세인장 결합강도를 나타냈다. 장식형 도재와의 비교에서는 PICN 을 30~90 초간 산부식 한 경우와 장식형 도재를 60 초간 산부식 한 경우 미세인장

결합강도는 유의성 있는 차이를 보이지 않아 레진과의 접착에 있어 긍정적인 결과를 보였다. 이것은 Bottino 등이 발표한 결과와 상반되는 결과이다. Bottino 등은 PICN 과 장식형 도재를 CAD/CAM 과정을 통해 제작한 인레이의 미세인장 결합강도를 비교한 결과 장식형 도재가 PICN 보다 높은 결합강도를 나타냈다고 보고하였다.[10] 이들의 연구에서는 인레이를 접착한 후 열순환을 동반한 200 만 회의 반복하중을 가한 후 미세인장 결합강도를 측정하였다. 비록 Bottino 의 실험이 반복하중과 열순환을 동반하였으므로 본 실험의 초기 미세인장 결합강도보다 구강 내 환경을 조금 더 유사하게 재현했다고 생각해 볼 수 있으나 Bottino 등의 연구결과를 자세히 살펴보면 실험 방법과 그 해석에 여러가지 문제가 있다는 것을 알 수 있다. 즉, 장식형 도재나 PICN 과 레진사이에서의 접착이 파괴된 경우는 전체 시편의 20% 정도이고 60% 이상의 시편이 레진과 상아질 사이에서 접착형 실패가 발생하였다. 이러한 사실은 장식형 도재와 레진, PICN 과 레진 사이의 결합이 파괴되기 전에 레진접착제와 상아질 사이에서 접착형 또는 혼합형 파절이 발생한 것으로 장식형 도재와 PICN 의 레진과의 결합강도를 직접적으로 평가했다고 보기에는 무리가 있다고 생각된다. 레진시멘트와의 사이에서 발생한 접착형 및 혼합형 실패만을 고려해본다면 장식형 도재의 경우보다 오히려 PICN 의 경우가 훨씬 낮은 비율을 나타내는 것 역시 실험의 비교방법과 결과의 해석에 문제가 있다는 것을 보여준다. 이들은 인레이를 부착한 후 치아 장축에 수직방향으로 잘라서 시편을 만드는과정에서 상아질-도재(PICN)-상아질 로 형성된 시편을 제작하였는데 이렇게 시편을 제작하는 경우 접착계면을 시편장축과 수직으로 위치시킨다는 것을 현실적으로 쉽지 않으며 두 부위에서 계면이 발생하므로 미세인장 결합강도의 측정에는 적절하지 못한 시편의 형태라고 볼 수 있다.

본 실험에서는 PICN 을 30~90 초간 불산처리 한 경우 장식형 도재를 60 초간 불산처리한 경우와 유사한 미세인장 결합강도를 보였을 뿐 아니라 PICN 을 9.5% 불산으로 120 초간 산부식 한 군의 경우 장식형 도재를 60 초간 불산처리한 군보다 유의성 있게 높은 미세인장 결합강도를 보인점인 주목할 만한 결과라고 할 수 있다. 장식형 도재에서 산부식 시간을 증가시키는 경우 표면거칠기를 증가시켜 레진과의 결합강도 증진에 도움을 줄 수는 있으나 도재 자체의 강도를 약화시킨다고 보고된 바 있다.[18] 그러나 최근 발표된 연구결과에 따르면 산부식 처리를 통해 약화된 도재에 레진시멘트를 적용하는 경우 산부식 처리를 하지 않은 경우보다 오히려 굴곡강도가 증가한다고 알려져 산부식 처리 과정에 문제가 없다고 밝혀진바 있다.[19]

주사전자현미경 관찰결과 산처리 시간이 30 초, 60 초인 시편에 비교해 90 초, 120 초로 증가하면서 PICN 시편의 좀 더 깊은 부위에 존재하는 도재까지 용해되어 접착제가 깊이 침투할 수 있다는 장점을 가지는 것으로 생각해 볼 수 있으나 이 경우 실란을 이용해 화학적 결합을 할 수 있는 도재가 표층에는 존재하지 않으므로 결합강도에 불리하게 작용할 수 있다고 생각해 볼 수 있다. 또한 도재와의 화학적 결합에 의존하지 않고 표면의 레진복합체 침투형태와만의 물리적인 결합에 의존하는 경우 그물망 형태를 가지는 레진복합체의 약한 부위에서 파절이 발생해 오히려 미세인장 결합강도가 감소할 가능성도 있지 않을까 의심해 볼 수 있다. 또한 복합체의 주성분 중으로 알려진 triethylene glycol dimethacrylate (TEGDMA)나 urethane dimethacrylate (UDMA)는 중합도가 매우 높은 상태로 존재하므로 레진시멘트와 높은 화학적 결합을 이루기 어렵다는 점도 미세인장 결합강도에 영향을 미치는 요소가 될 수 있을 것이다. 본 연구에서 나타난 대로 30~90 초 간 산부식 처리를 한 군에서 장식형 도재와

통계적으로 유사한 정도의 미세인장 결합강도를 나타내었으므로 그 이상 시간을 상부식 처리를 할 필요는 없다고 여겨진다.

본 연구에 이용된 실란은 과거 장식형 도재에 사용되어온 실란에 지르코니아 등 강화세라믹과의 접착력을 증진시키기 위해 10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (10-MDP)를 첨가한 소위 다목적 실란이다. 일부 연구에서는 phosphate monomer 를 실란에 첨가하는 경우에는 monomer 의 높은 산도로 인해 가수분해 되어있는 실란의 농축이 일어나 결과적으로 다량체(oligomer)가 형성되므로 도재-레진 간 접착강도를 감소시키는 결과를 초래한다고 발표된 바 있으나[20] 본 연구에서는 실란에 의한 효과보다는 표면 거칠기의 차이가 미치는 효과를 평가하기 위해 다목적 실란을 사용하였다.

Kelly 는 수복재료와 하방의 시멘트나 상아질 간 탄성계수와 차이가 클수록 구강 내 기능하에서 수복물과 시멘트 또는 상아질의 계면에 더 큰 인장응력이 발생된다고 보고한 바 있다. 그런 이유로 인해 높은 탄성계수를 가지는 수복재료를 이용해 전장관을 제작하는 경우에는 코어재료로 복합레진을 사용하는 것 보다는 탄성계수가 더 큰 비귀금속합금을 이용하는 것이 유리하다고 보고하였다.[21] PICN 은 탄성계수가 약 30GPa 로 상아질과 유사하여 수복물-시멘트-상아질 계면에서 발생하는 인장응력을 감소시킬 수 있다는 장점을 가진다.

비록 PICN 이 레진과 접착이 가능하고 상아질과 유사한 탄성계수를 가진다는 장점이 있기는 하지만 비록 flexural strength 가 131 ~ 160MPa 정도로 구치부에서 단일치아 수복물에 이용하여 금속도재관과 유사한 성공률을 보인다고 알려진 lithium disilicate 의 400MPa 에 비해 현저히 떨어진다. 다만 장식형 도재와 비교하여 높은 KIC 를 가지므로 파절 가능성에 대해서는 추가적인 연구가 필요하다고 볼 수 있다. 또한 재료 자체의 임상결과에 대해서는

보고된 연구가 많지 않으므로 앞으로 임상에 적용한 결과에 보고가 필수적이라고 할 것이다.

V. 결론

본 연구에서는 도재와 레진 복합체인 PICN 의 표면을 9.5% 불산으로 처리하지 않은 군, 불산으로 30, 60, 90, 120 초간 처리한 표면을 실험군으로, 장식형 도재 9.5% 불산을 60 초간 처리한 군을 대조군으로 하여 실란 및 접착제를 적용하여 광중합형 충전레진 간 미세인장결합강도를 측정된 결과 PICN 을 불산으로 처리하지 않은 군에 비해 나머지 군들에서 유의성 있게 높은 미세인장 결합강도를 보였다. PICN 을 30 초, 60 초, 90 초 산부식한 군과 장식형 도재를 60 초간 산부식한 군 사이에서는 미세인장 결합강도의 차이가 없었으며 PICN 을 120 초 불산처리를 한 군이 다른 군들에 비해 유의성 있게 높은 미세인장 결합강도를 나타냈다.

VI. 참고 문헌

1. Pjetursson BE, Sailer I, Zwahlen M, Hammerle CH. A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part I: Single crowns. *Clinical oral implants research*. 2007;18 Suppl 3:73-85.
2. Fasbinder DJ. Chairside CAD/CAM: an overview of restorative material options. *Compendium of continuing education in dentistry*. 2012;33(1):50, 2-8.
3. Bidra AS, Taylor TD, Agar JR. Computer-aided technology for fabricating complete dentures: systematic review of historical background, current status, and future perspectives. *J Prosthet Dent*. 2013;109(6):361-6.
4. Guth JF, Zuch T, Zwinge S, Engels J, Stimmelmayer M, Edelhoff D. Optical properties of manually and CAD/CAM-fabricated polymers. *Dent Mater J*. 2013;32(6):865-71.
5. Arocha MA, Basilio J, Llopis J, Di Bella E, Roig M, Ardu S, et al. Colour stainability of indirect CAD-CAM processed composites vs. conventionally laboratory processed composites after immersion in staining solutions. *Journal of dentistry*. 2014;42(7):831-8.
6. Chen C, Trindade FZ, de Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. The fracture resistance of a CAD/CAM Resin Nano Ceramic (RNC) and a CAD ceramic at different thicknesses. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2014;30(9):954-62.
7. Della Bona A, Corazza PH, Zhang Y. Characterization of a polymer-infiltrated ceramic-network material. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2014;30(5):564-9.
8. Coldea A, Swain MV, Thiel N. Mechanical properties of polymer-infiltrated-ceramic-network materials. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2013;29(4):419-26.
9. Contrepois M, Soenen A, Bartala M, Laviolle O. Marginal adaptation of ceramic crowns: a systematic review. *The Journal of prosthetic dentistry*. 2013;110(6):447-54 e10.
10. Bottino M, Campos F, Ramos N, Rippe R, Valandro L, Melo R. Inlays Made From a Hybrid Material: Adaptation and Bond Strengths. *Operative dentistry*. 2014.

11. Cardoso MV, de Almeida Neves A, Mine A, Coutinho E, Van Landuyt K, De Munck J, et al. Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. *Australian dental journal*. 2011;56 Suppl 1:31–44.
12. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin–ceramic bonding: a review of the literature. *The Journal of prosthetic dentistry*. 2003;89(3):268–74.
13. Matinlinna JP, Vallittu PK. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces – an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *Journal of oral rehabilitation*. 2007;34(8):622–30.
14. Lung CY, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: an overview. *Dent Mater*. 2012;28(5):467–77.
15. Chen JH, Matsumura H, Atsuta M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. *Journal of dentistry*. 1998;26(1):53–8.
16. Hooshmand T, Parvizi S, Keshvad A. Effect of surface acid etching on the biaxial flexural strength of two hot–pressed glass ceramics. *Journal of prosthodontics : official journal of the American College of Prosthodontists*. 2008;17(5):415–9.
17. Naves LZ, Soares CJ, Moraes RR, Goncalves LS, Sinhoreti MA, Correr–Sobrinho L. Surface/interface morphology and bond strength to glass ceramic etched for different periods. *Operative dentistry*. 2010;35(4):420–7.
18. Zogheib LV, Bona AD, Kimpara ET, McCabe JF. Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate–based glass ceramic. *Brazilian dental journal*. 2011;22(1):45–50.
19. Xiaoping L, Dongfeng R, Silikas N. Effect of etching time and resin bond on the flexural strength of IPS e.max Press glass ceramic. *Dent Mater*. 2014;30(12):e330–6.
20. Taira Y, Sakai M, Sawase T. Effects of primer containing silane and thiophosphate monomers on bonding resin to a leucite–reinforced ceramic. *Journal of dentistry*. 2012;40(5):353–8.
21. Kelly JR. Clinically relevant approach to failure testing of all–ceramic restorations. *The Journal of prosthetic dentistry*. 1999;81(6):652–61.

ABSTRACT

Microtensile bond strength between polymer infiltrated ceramic network and composite resin according to acid etching time

Hyun-Chul Kim, D.D.S.

Department of Dental Science

The Graduate School, Yonsei University

(Directed by Professor Sunjai Kim, D.D.S., M.S.D., Ph.D.)

Recently, by introduction of CAD/CAM technology to dental field, new combination materials which ceramic and resin are mixed to take advantage and eliminate the weakness of those materials came into spotlight. Polymer Infiltrated Ceramic Network(PICN) which is the resin polymer that interfuse the resin into feldspartic porcelain is generally known that is able to improve the bond strength with resin cement by acid etching process in common with feldspartic porcelain. However, acid etching method to get proper bond strength between PICN and resin is little known. In this study, the surfaces of PICN were etched by hydrofluoric acid for 0, 30, 60, 90 and 120 seconds, respectively, and composite resin test specimen was made with 8 mm thickness after application of the multi-purpose silane. In control group, feldspartic porcelain was used after etching with 9.5% hydrofluoric acid for 60 seconds. Specimens in each group were standardized in bar shape 1mm in width, length and 16 mm in height. Microtensile bond strength was measured

and additionally, surface of PICN was evaluated by a scanning electron microscope. Results of experiment are as follows.

1. Every group that processed by etching with 9.5% hydrofluoric acid showed significantly high microtensile bond strength compared with group that was not processed by etching.
2. There was no significant difference in microtensile bond strength between groups with etching PICN for 30, 60, 90 seconds and group with etching feldspartic porcelain for 60 seconds.
3. Group with etching PICN for 120 seconds appeared the highest microtensile bond strength.

According to results above, to bond resin cement to PICN, etching with 9.5% hydrofluoric acid for 30 seconds would lead to proper bond strength equivalent to that between feldspartic porcelain and resin traditionally.

Key words: polymer infiltrated ceramic network, resin, bond strength, hydrofluoric acid