http://dx.doi.org/10.4047/jkap.2014.52.1.1

실라노 펜의 적용이 장석계 도재 및 지르코니아와 레진의 전단결합강도에 미치는 영향

신명식 · 이정열 · 김민수 · 신상완*
고려대학교 임상치의학대학원, 임상치의학연구소

The effect of Silano-pen on the shear bond strength of resin to feldspathic porcelain and zirconia

Myoung-Sik Shin, Jeong-Yol Lee, Min-Soo Kim, Sang-Wan Shin*
Postgraduate School of Clinical Dentistry, Institute for Clinical Dental Research, Korea University, Seoul, Korea

Purpose: The purpose of this study is to evaluate the effect of applying Silano-pen to feldspathic porcelain and zirconia on shear bond strength with composite resin. **Materials and methods:** Feldspathic porcelain and zirconia specimens were produced into 30 per each 2 mm thick and 12 mm in diameter and their surface was made smooth and even and then embedded in acrylic resin. The specimens were divided into each Group F (Feldspathic porcelain) and Group Z (Zirconia), (1) Hydrofluoric acid etching and silane (F1 & Z1), (2) Silano-pen and silane (F2 & Z2), (3) Hydrofluoric acid etching and Silano-pen, silane (F3 & Z3). After surface conditioning, substrate surfaces of the specimen were examined by SEM. Composite resin cylinders (2 mm high, 3 mm in diameter)were bonded to specimen and shear bond strength between ceramic and composite resin was measured by using universal testing machine. The measured values were statistically analyzed by using two way ANOVA and Tukey's multiple comparison test (α=.05). **Results:** In the scanning electron micrograph of the treated ceramic surface, Group F2 and F3 appeared the high roughness and Group Z3 appeared the highest density of silica particle. In Feldspathic porcelain, the result of measuring shear bond strength showed that Group F3 was measured to be highest and Group F1 was measured to be lowest but there was no statistical significance among Groups. In zirconia, Group Z3 was measured to be highest and Group Z1 was measured to be lowest and there was statistical significance among Groups (P<.05). **Conclusion:** In zirconia, applying hydrofluoric acid etching and then Silano-pen and silane is effective for composite resin adhesion. *(J Korean Acad Prosthodont 2014;52:1-8)*

Key words: Zirconia; Silano-pen; Shear bond strength

서론

최근에 심미에 대한 관심이 증가하면서 전치부 뿐 만 아니라 구치부 경우에도 세라믹 수복물의 관심과 수요는 점차 증가하고 있다. 그러나 금속 수복물에 비해서 세라믹 수복물은, 사고에 의한 외상, 충격 하중, 피로 하중, 부적절한 디자인, 미세적 결함 등의 원인으로 파절이 일어나기도 하며, 금속-세라믹 수복물의 경우 외부 장석형 도재에서의 파절이 대부분 이고, 외부에서 시작된 미세균열이 내면으로 진행되어 코핑 부분의 계면에 이르러 장석형 도재의 탈락과 코핑의 노출을 일으킬 수 있다. 파절 부위가 큰 경우에 수복물 자체를 제거하고 다시 제작 해야 하지만, 파절부위가 작은 경우 등, 여러 이유로 환자 구강 내에서 파절부위를 복합레진으로 접착수리 하는 경우가 있으나 레진의 탈락이 자주 관찰된다.[1,2]

이에 따라 복합레진과 도재의 접착을 오래 유지하기 위한 연구가 많이 진행되어 왔다. 기존의 연구에 의하면, 알루미나(Al_2O_3)분말의 분사 또는 다이아몬드 버나 산처리의 방법에 따른 접착강도의 차이는 연구자마다 차이점을 보이지만, 이러한

*Corresponding Author: Sang-Wan Shin
Institute for Clinical Dental Research, Korea University Hospital, 97 Gurodong-gil, Guro-gu, Seoul, 152-703, Korea
+82 2 2626 1922: e-mail, swshin@korea.ac.kr
Article history: Received July 3, 2013 / Last Revision January 9, 2014 / Accepted January 15, 2014

ⓒ 2014 The Korean Academy of Prosthodontics
This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

미세 기계적 표면 처리 시에, 하지 않은 경우와 비교하여 접착강도가 우수하고, 또한 실레인으로 표면 처리한 군은, 하지 않은 군에 비하여 높은 결합강도를 보인다고 하였다.[3-11]

그러나 이러한 기존의 방법을 이용한 세라믹과 복합레진의 접착은 여전히 임상적으로 만족스러운 결과를 보이지 않는다. 또한, 최근에 수요가 증가하고 있는 지르코니아의 경우 기존의 장석형 도재에 비하여 표면경도가 우수하여 파절에 저항성이 크다는 장점이 있다.[12] 알루미나 분말의 분사 또는 불산을 이용한 산 부식이나 다이아몬드 버를 이용한 표면 거칠기를 충분히 부여하기가 상대적으로 어렵고, 실리카의 함량이 낮거나 함유되지 않은 지르코니아의 경우에, 실레인이 효과적으로 작용하지 못하여 복합레진과의 접착에 문제가 있다고 알려져 왔으며, 이에 대한 대응으로 지르코니아 표면을 실리카-코팅 처리하여 실리카-실레인 화학결합을 얻을 수 있다고 보고되었다.[13] 그러나 실리카(SiO_2)로 코팅된 알루미나 분말을 도재나 금속의 표면에 분사하여 표면을 거칠게 함으로써 기계적 유지력을 얻음과 동시에 표면에 실리카 성분을 얻게 하여 실레인과의 화학적 결합력을 얻을 수 있는 실리카-코팅처리를 하는 기존의 Rocatec System (3M ESPE Co, Seefeld, Germany)이나 Silicoater System (Heraeus-Kulzer Co, Wehrheim, Germany) 등은 기구의 복잡함과 위험도의 증가로 인하여 구강내에서 직접 적용하기에 어려움이 있다. 이에 반해Silicoater system을 chairside에서 적용하기 위해 개발된 Silano-pen (Bredent GmbH Co, Senden, Germany)은 비교적 저렴하면서도 사용이 간편하며, tetraethoxy silane을 flame을 통해 쉽게 표면층에 얇은 silicium-organic fragment (SiOx-C fragment) 층 (~0.1 ㎛)을 형성할 수 있어 세라믹 크라운의 수리, Cobalt-Chrome framework, Attachment, Inlay, 지르코니아 등에서 silane을 사용한 레진과의 화학적 접착을 가능하게 한다.[14] 그러나 지금까지 대부분의 연구는 Silano-pen을 금속표면에 적용 시 표면의 화학적 변화에 관한 연구이며, 세라믹에 적용 했을 때에 관한 연구는 부족하다.

따라서 본 연구에서는 장석형 도재와 지르코니아에 불산 에칭과 Silano-pen을 적용시킨 후 접착강도를 비교함으로써, 실라노 펜의 적용이 장석형 도재와 지르코니아에 대한 복합레진의 전단결합강도에 어떠한 영향을 미치는지 알아보고자 하였다.

연구 재료 및 방법

1. 세라믹 시편의 제작

장석형 도재 원판은 먼저 지름 12 mm 두께 2 mm의 납형을 제작하고 putty와 poly siloxane (perfect-F, Han Dae chemical Co, Korea)으로 몰드를 제작한 후 분말(Ice zirconia powder, Zhermark Co, Italy)과 증류수를 혼합하고 putty 몰드를 이용하여 축성 한 후 제조사의 지시대로 소성하여 제작하였다.

지르코니아 원판은 먼저 지름 12 mm 두께 2 mm의 납형을 제작하고 putty와 poly siloxane (perfect-F, Han Dae chemical Co, Korea)으로 몰드를 제작한 후 레진으로 임시시편을 제작하였다.그 후에 table insert에 resin을 고정시켰다. Zirconia (Prettau zirconia 16 powder, Zhermark Co, Italy)를 zircozhan CAD/CAM 시스템을 이용하여 삭제한 후 block상태로 인기된 원판을 zirconofen 1500으로 소성하여 제작하였다. 제작된 장석형 도재 원판과 지르코니아 원판은 아크릴 레진에 포매하였다(Fig. 1).

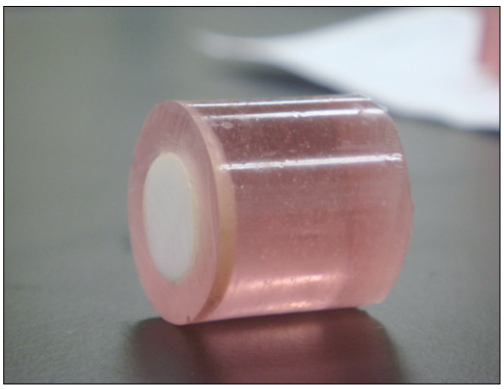

Fig. 1. Ceramic disk embedded in acrylic resin.

위의 방법대로 장석형 도재와 지르코니아 원판을 각각 30개씩 제작한 후, 균일하고 고른 표면을 위하여 green stone point (g13, 22)를 이용하여 다듬은 후 No. 600의 sand paper를 사용하여 연마하였다. 조도계를 이용하여 표면 거칠기를 측정한 결과 Ra = 0.004 ㎛로 장석형 도재와 지르코니아 원판 모두 일정하였다.

2. 도재 시편의 표면 처리

장석형 도재와 지르코니아를 각각 Group F와 Z로 나눈 후, Group F1과 Z1은 Hydrofluoric Acid 9% (Table 1)로 1분간 에칭한 후 세척 건조 하였다. 그 후 Silane (Table 1)을 제조사의 지시에 따라 mini brush tip을 이용하여 도포 한 후 1분간 자연건조 시켰다. 그 후 Adhesive (Table 1)를 제조사의 지시에 따라 Brush Tip을 이용하여 도포한 후 5초동안 부드러운 공기로 균일하고 평평하게 분산시킨 후 10초동안 LED 광중합기(Elipar Freelight 2, 3M ESPE Co, USA)를 이용하여 광중합 하였다.

Group F2와 Z2는 Silane을 도포 한 후 1분간 자연 건조 시켰다. 그 후 Silano-pen (Bredent Co, Germany)을 제조사의 지시에 따라 시편에 3 cm 이격 시킨 상태로 5초 동안 시행하였다. 그 후 Adhesive를 제조사의 지시에 따라 Brush Tip을 이용하여 도포한 후 5초동안 부드러운 공기로 균일하고 평평하게 분산시킨 후 10초 동안 광중합 하였다.

Group F3와 Z3는 Hydrofluoric Acid 9%로 1분간 에칭한 후 세척 건조 하였다. 그 후 Silano-pen을 제조사의 지시에 따라 시편에 3 cm 이격 시킨 상태로 5초 동안 시행하였다. 그 후 Silane을 도포한 후 1분간 자연건조 시켰다. 그 후 Adhesive를 제조사의 지시에 따라 Brush Tip을 이용하여 도포한 후 5초 동안 부드러운 공기로 균일하고 평평하게 분산시킨 후 10초 동안 광중합 하였다(Table 2).

Table 1. Brand names, compositions, and manufacturers of the silane coupling agent, adhesive system, resin

Brand name	Composition	Manufacturer
Ultradent Pocelain Etch & Silane	Etchant: 9% Hydrofluoric Acid Silane: Methacryloxy propyl trimethoxy silane, isopropyl alcohol	Ultradent Products Inc, USA
Clearfil SE Bond	Bond: MDP, HEMA, Bis-GMA, hydrophobic dimethacrylate, photo-intiators, silanated colloidal silica	Kuraray Medical Inc, Tokyo, Japan
Estelite flow quick	Filler: Silica-zirconia filler (supra-nano spherical filler): 0.4 ㎛ and 0.07 ㎛ Matrix: Bis-MPEPP, TEGDMA, UDMA	Tokuyama Dental Co, Japan

Table 2. Summary of surface treatment of subgroups

Group	Surface treatment	N
F1/Z1	HF etching + Silane + A.r	10/10
F2/Z2	Silano-pen + Silane + A.r	10/10
F3/Z3	HF etching + Silano-pen + Silane + A.r	10/10
Total		30/30

* F: Feldspathic porcelain, Z: Zirconia, A.r: Adhesive resin.

3. 전자현미경 관찰

장석형 도재 원판 3개와 지르코니아 원판 3개의 표면을, 표면처리 전, 불산 에칭 적용 후, 실라노 펜 적용 후에 전자현미경(S-4800, Hitachi Co, Japan)으로 관찰하였다(배율 × 1,000, 5,000).

4. 복합레진과의 접착

각 군의 시편 중앙에 높이 2 mm, 내경 3 mm인 Teflon 몰드를 위치한 후 몰드 내면에 복합레진(Estelite flow quick E654B, Tokuyama Dental Co, Japan)을 충전하고 LED 광중합기로 매회 40초씩 광중합 하였다(Fig. 2).

제작된 모든 시편은 날카로운 나이프를 사용하여 Teflon 몰드를 제거한 후, Water Bath를 이용하여 37 ± 1℃ 증류수에서 24시간 보존하였다.

5. 전단결합강도 측정

시편을 Jig에 고정한 후, 만능시험기(AG-10KNX, Shimadzu Co, Japan)에 위치하여 전단결합강도를 측정하였다. Instron rod를 시편의 접합부위와 최대한 가까이 위치시킨 후 1 mm/min cross head speed로 힘을 가해 세라믹과 레진의 접합부위에 파절이 일어날 때까지의 전단결합강도값을 기록하였다(Fig. 3). 측정된 전단결합강도의 단위 변환(MPa)은 아래의 식을 이용하였다.

$$\text{Shear bond strength (MPa)} = Kg \times 9.8 / \pi r^2$$

6. 통계분석

통계 프로그램은 SPSS (for window ver. 12.0) 프로그램을 사용하고, 세라믹 종류 및 세라믹 표면처리의 방법을 독립변수로 하고 전단결합강도를 종속 변수로 하여 전단결합강도의 평균을 Two way-ANOVA로 분석하고 사후 검정은 Tukey multiple comparison test (α=.05)을 사용하였다.

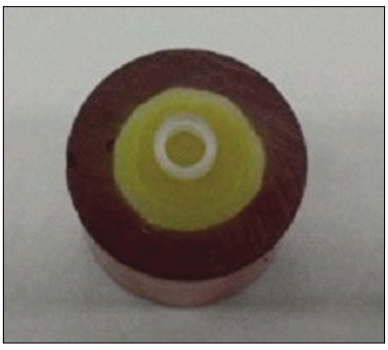

Fig. 2. Composite resin cylinder bonded to a specimen.

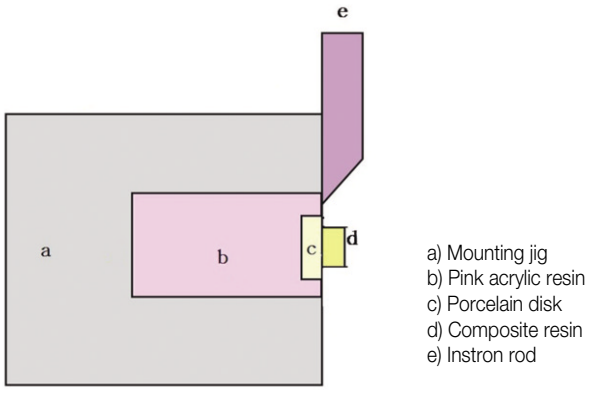

Fig. 3. Schematic representation of shear bond strength testing.

결과

1. 주사전자현미경 관찰

장석형 도재의 전자 현미경 관찰에서 표면처리를 하지 않은 시편에서는 표면 위에 백색의 입자들이 간헐적으로 관찰되었으며, 불산 에칭후의 시편에서는 표면이 거칠며 깊고 날카롭게 패인 모습과 벌집형태를 볼 수 있었다. Silano-pen 적용후의 시편에서는 전체적으로 미세한 분말을 뿌린 것 같은 모습이 관찰되었으며, 불산 에칭과 Silano-pen을 적용시킨 시편은 벌집형 태위에 꽃이 핀 것 같은 모습을 보였다(Figs. 4, 5).

지르코니아는 표면처리를 하지 않은 시편과 불산 에칭 후의 시편은 부드러운 표면을 나타내었고, Silano-pen을 적용시킨 시편은 미세한 분말이 불규칙하게 뿌려진 것 같은 모습을 보였으며, 불산 에칭과 Silano-pen을 적용시킨 시편은 미세한 분말의 분포밀도가 더 높은 듯 보였다(Figs. 6, 7).

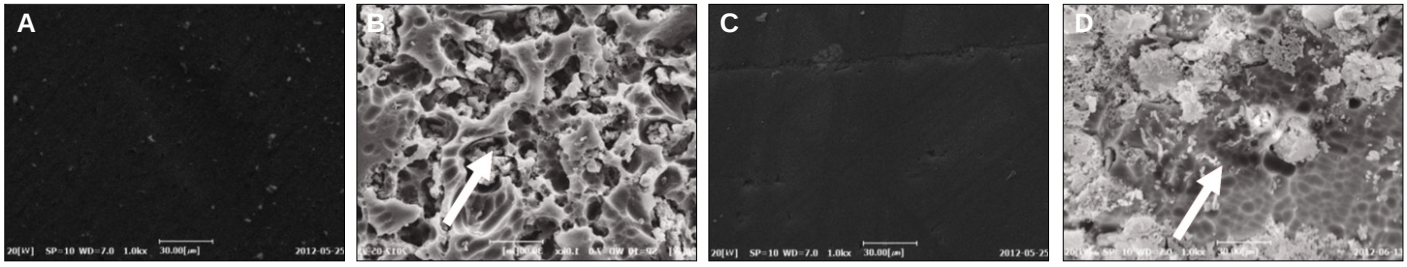

Fig. 4. Scanning electron microscopic view of 4 treated feldspathic porcelain surface (×1,000). A: No treatment, B: Surface etched by hydrofluoric acid, C: Surface treated by Silano-pen, D: Surface treated by hydrofluoric and Silano-pen.

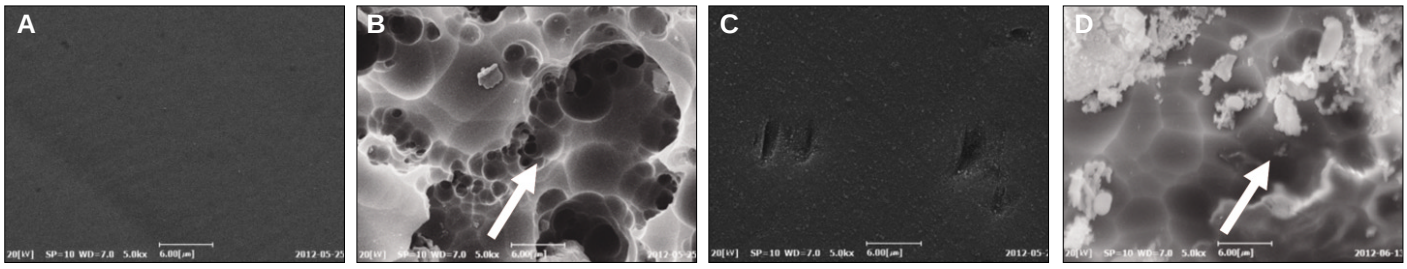

Fig. 5. Scanning electron microscopic view of 4 treated feldspathic porcelain (×5,000). A: No treatment, B: Surface etched by hydrofluoric acid, C: Surface treated by Silano-pen, D: Surface treated by hydrofluoric and Silano-pen.

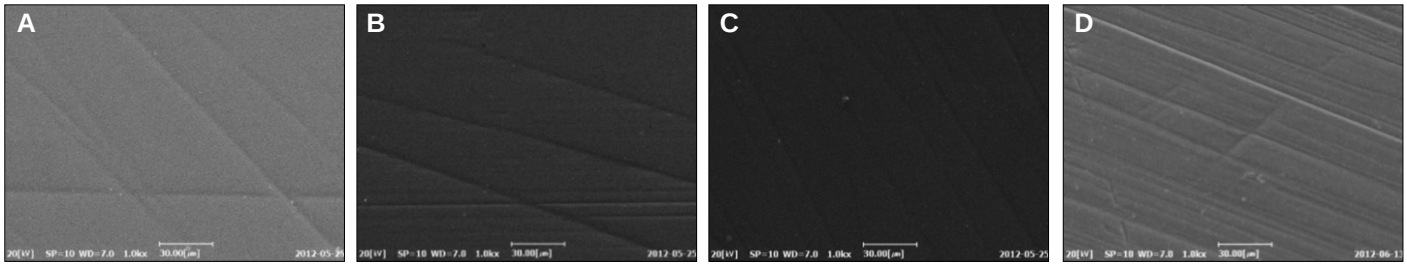

Fig. 6. Scanning electron microscopic view of 4 treated zirconia surface (×1,000). A: No treatment, B: Surface treated by hydrofluoric acid, C: Surface treated by Silano-pen, D: Surface treated by hydrofluoric and Silano-pen.

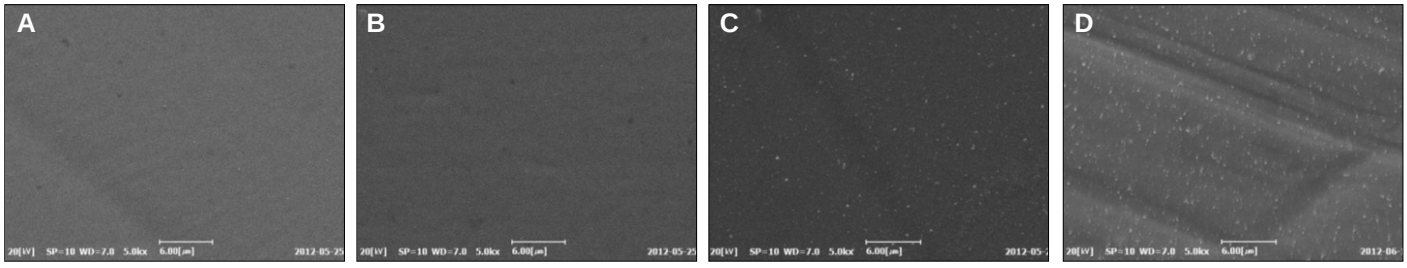

Fig. 7. Scanning electron microscopic view of 4 treated zirconia surface (×5,000). A: No treatment, B: Surface etched by hydrofluoric acid, C: Surface treated by Silano-pen, D: Surface treated by hydrofluoric and Silano-pen.

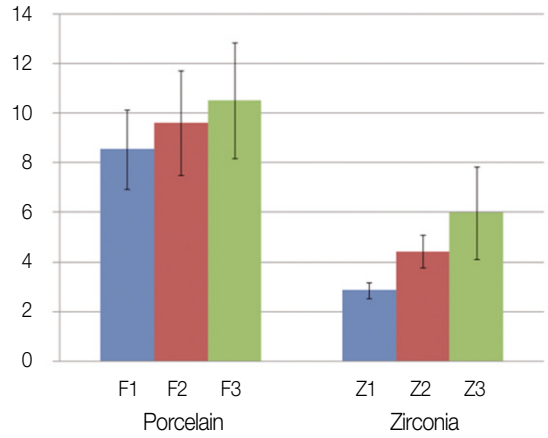

Fig. 8. The shear bond strength of feldspathic porcelain and zirconia.

2. 전단결합강도 측정결과

전단결합강도 측정 결과 장석형 도재의 경우, Group F1 (HF Etching + Silane)은 8.54 ± 1.61 MPa으로 나타났고, Group F2 (Silano-pen + Silane)는 9.61 ± 2.11 MPa, Group F3 (HF Etching + Silano-pen + Silane)는 10.51 ± 2.32 MPa으로 측정되었다. 지르코니아와 레진과의 전단결합강도 측정 결과 Group Z1 (HF Etching + Silane)이 2.86 ± 0.33 MPa로 가장 낮았고, Group Z2 (Silano-pen + Silane)는 4.43 ± 0.67 MPa, Group Z3 (HF Etching + Silano-pen + Silane)가 5.98 ± 1.87 MPa로 가장 높았다(Fig. 8). 통계 분석결과, 장석형 도재는 Group간 모두 통계적으로 유의성이 없었으나, 지르코니아의 경우, Group간에 모두 통계적으로 유의성이 있었다(P<.05) (Table 3).

고찰

완전 세라믹 수복물의 경우 여러 회사의 제품이 사용되고 있지만, 대부분의 형태는 기계적 성질이 우수한 강화형 도재로 코핑을 이루고, 심미성을 위하여 장석형 도재를 코핑 위에 소성하는 형태이기 때문에, 대부분 장석형 도재에서의 파절이 문제가 되고 있다.[15]

현재 도재와 복합레진의 접착을 이용한 도재 수리 시스템을 사용 할 경우에, 알루미나 입자의 분사 또는 불산을 이용한 산부식이나 다이아몬드 버를 이용하여 미세 표면 거칠기를 부여하는 기계적 결합 증대와 실레인을 이용한 화학적 결합 증대 등이 널리 이용되고 있으며, 알루미나 입자의 분사는 도재의 표면에 alumina-coating된 표면을 만들어 기계적 결합력을 증가시키지만, 시간이 경과함에 따라 가수분해를 하여 불안정 하다는 보고도 있다.[16] 불산을 이용한 산 부식은, 불산이 실리카와 반응하여 용해성이 있는 H_2SiF_6의 형태가 되고, H_2SiF_6이 용해되어 수세되어 나온 공간은, 현미경상에서 다공성이며, 높은 에너지와 미세 유지력을 가진 표면을 얻게 된다.[17]

$$SiO_2(s) + 4HF(aq) \rightarrow SiF_4(g) + 2H_2O(l)$$
$$4SiF_4(g) + 3H_2O(l) + 2HF(aq) \rightarrow 3H_2SiF_6(aq) + H_2SiO_3(aq)$$

그러나 기존의 도재수리시스템을 이용한 도재와 복합레진의 접착 시 임상적으로 여전히 만족할만한 결과를 얻기가 어려운 경우가 있으며, 특히 최근에 수요가 증가하고 있는 지르코니아 코핑 부분의 도재는 외부로부터 자극을 받으면 자체 내에 압축응력을 주어서 균열의 전이를 막는 독특한 성질을 가짐으로써 파절에 강한 장점을 나타내지만,[18] 기존의 장석형 도재에 비하여 표면경도가 우수하여 산 부식 또는 버를 이용한 표면 거칠기를 부여하기가 상대적으로 어려워 기계적 유지력을 얻기가 힘들다. 또한 실레인은 한쪽이 메타크릴레이트기(methacrylate group)로 복합 레진의 유기기질과 결합하고 다른 한쪽은 실라놀 기(silanol group)로 도재의 실리카와 결합하는데, 장석형 도재의 실리카 조성비율이 50-60%인데 반해, 지르코니아는 실리카의 함량이 1% 이하로 도재 표면의 실리카와 복합레진의 유기기질에 결합하는 실레인이 효과적으로 작용하지 못하여 화학적 유지력을 얻기가 어렵다고 알려져 왔다. 지금까지 대부분 연구에서는 지르코니아와 복합레진이 접착할 경우에 지르코니아 표면에 실리카 코팅 처리가 가장 높은 결합강도를 보여준다고 하였다.[19] 이것은 실리카 처리된 알루미나 입자가 분사되어 도재 표면과 충돌할 때 발생하는 열과 분사압력에 의해 실리카가 지르코니아 표면에 파묻히게 되는데, 이 과정에서 지르코니아 표면이 거칠어지면서 접촉 면적이 증가하여 기계적 유지력이 향상되고, 지르코니아 표면의 실리카 함량이 증가하여 실란 결합재에 의한 화학적 결합이 향상된 결과이다.[20] 그러나 이러한 tribochemical silica-coating 처리를 하는 Rocatec System (3M ESPE, Seefeld, Germany)이나 Pyrochemical silica-coating 처리를 하는 Silicoater System (Heraeus-Kulzer, Wehrheim, Germany) 등은 기구의 복잡함과 구강내 적용의 어려움으로 인하여 진료실에서 사용하기에 어려움이 많다.[21] 특히 Rocatec

Table 3. Mean values and standard deviation of shear bond strength (MPa) of feldspathic porcelain and zirconia

Group	Porcelain			Zirconia		
	F1	F2	F3	Z1	Z2	Z3
Shear Bond Strength (MPa)	8.54 ± 1.61	9.61 ± 2.11	10.51 ± 2.32	2.86 ± 0.33[a]	4.43 ± 0.67[b]	5.98 ± 1.87[c]

a, b, c: Different letters are significantly different at P<.05.

System (3M ESPE, Seefeld, Germany)의 경우 알루미나 입자의 분사 시 지르코니아 표면에 미세한 균열을 야기 시킬 수 있다고 한다.[22] 이에 반해 본 연구에서 사용된 Silano-pen은 실리카 입자가 함유된 부탄가스를 분사하여, 실리카 도포와 열처리를 동시에 함으로써, 도재표면에 실리카 입자를 고정시키며, Silicoater System에 비하여 크기가 작고, 도재 표면의 적용 온도(약 55℃)가 낮아 사용이 용이하다는 장점을 가지고 있다.

또한 근래에는 세라믹과 복합레진의 접착을 증진시키기 위하여 MDP (10-methacryloxydecyl dihydrogen phosphate) monomers를 함유한 self adhesive resin cement나 4-META나 MAC 등과 같은 carboxylic acid primers 등도 사용된다.[23] 더욱이 현재 상용화된 실레인은 *in vivo*와 *in vitro*에서 시간이 경과함에 따라 레진과 도재간에 접착강도가 현저히 약화 되는 결과를 보이고 있다[24]는, 큰 단점이 있는 반면에, MDP의 phosphate esters는 지르코니아와 같은 non-silica 도재 표면의 hydroxylic groups과 직접적으로 접착을 하여, 레진과 도재간의 결합력을 증진시키며, 특히 실레인보다 시간이 경과함에 따른 hydrolytic stability가 더 높다고 알려졌다.[3,25] 그러나 MDP monomer의 시간에 따른 접착력의 안정성은 논란이 되고 있으며, 비록 건조 상태에서 시간이 경과함에 따라, 실리카 코팅에 비해 안정성이 있지만, 접착력이 저하된다는 보고도 있다.[25]

본 연구에서 장석형 도재와 지르코니아를 각각 3개 그룹씩 나누어 표면처리를 다르게 하였는데, 전자 현미경 관찰에서 장석형 도재는 표면처리를 하지 않은 시편에서 백색의 입자들이 관찰되었는데, 이것은 도재원판을 sand paper를 이용하여 고르고 평활한 면을 만드는 동안 표면에 박힌 알루미늄 입자라고 생각이 된다. 또한 불산 에칭 후의 시편에서는 지르코니아에 비하여 매우 표면이 거칠며 깊고 날카롭게 패인 모습과 벌집형태를 볼 수 있어 도재와 복합레진간의 접착에 유리할 것으로 보였으며, 불산 에칭과 Silano-pen을 모두 적용시킨 시편에서는 거칠고 깊은 표면 위에 실리카 입자가 결합되어 있는 것 같은 모습을 보여 접착에 매우 유리할 것으로 보인다. 지르코니아는 Silano-pen을 적용시킨 시편에서 미세한 입자가 전체적으로 불규칙하게 뿌려진 듯한 모습을 보였으며, 불산 에칭과 Silano-pen을 모두 적용시킨 시편에서는 그 입자의 밀도가 높아 보였고, 미세한 입자는 실리카 입자라고 생각된다.

장석형 도재에서는 Silano-pen의 사용이 불산 에칭에 비하여 복합레진과 도재 간의 전단결합강도가 높게 나왔고, Silano-pen을 적용한 Group F2와 Group F3에서도, 불산 에칭을 한 Group F3가 불산 에칭을 하지 않은 Group F2에 비해서 전단결합강도가 높게 나왔지만, 모두 통계적인 유의성은 나타나지 않았다. 또한 표준편차도 Silano-pen을 적용한 그룹에서 적용하지 않은 그룹에 비해높게 나왔는데, 그 이유로는 Silano-pen 노즐의 입구가 작아 시편에 실리카 입자가 고르게 분사되지 못하고, 또한 Silano-pen 적용 시 고정시키지 못하여 균일한 분사가 이루어지지 못했기 때문이라고 생각된다. 지르코니아에서는 Silano-pen의 사용이 불산 에칭에 비하여 복합레진과 세라믹 간의 전단결합강도가 통계적으로 유의하게 높게 나타났는데, 이것은 화학적 표면 처리가 중요함을 보여준다고 생각된다. Silano-pen을 적용한 Group Z2와 Group Z3 에서도, 불산 에칭을 한 Group Z3가 불산 에칭을 하지 않은Group Z2에 비해서 전단결합강도가 높게 나타났으며 통계적인 유의성을 보여주었다. 제조사의 지시는 Silano-pen과 실레인의 적용만을 추천하였으나, 부가적으로 불산 에칭을 먼저 시행하고 Silano-pen과 실레인을 적용함으로써 더 큰 전단결합강도를 기대하였으며 실험 결과도 동일하게 나왔다. 이것은 불산 에칭을 부여함으로써, 표면에 잔류하는 오염물질이 제거되고, 접착면적을 증가시키는 역할을 한 것으로 생각된다. 따라서 지르코니아에서 불산 에칭에 비하여 Silano-pen의 사용은 복합 레진과 지르코니아의 접착에 기여할 수 있으며, 제조사의 권고사항인 Silano-pen과 실레인의 적용에 비해 불산 에칭의 적용 후 Silano-pen과 실레인의 적용이 접착에 더욱 효과적이라고 생각된다.

지르코니아에 표면 거칠기를 부여하여도 접착력의 증가가 유의성 있게 증가하지 않는다는 연구 보고가 있는데,[26] 이것은 기계적 유지력 만으로는 접착강도에 큰 영향을 주지 못한다는 것을 알려준다. 또한 표준편차는 Z3 > Z2 > Z1 순으로 높게 나왔는데, 그 이유는 장석형 도재에서와 동일하다고 생각된다.

본 연구에서는 지르코니아에 Silano-Pen을 사용하여 표면처리한 것이 처리하지 않은 것에 비해 접착강도가 유의하게 높음을 확인할 수 있었다. 그러나 Ozcan 등은 열순환처리(thermocycling) 후에는 Silano-Pen을 사용한 지르코니아 표면처리 방법이 Rocatec system을 사용하거나 기계적 표면처리 후 primer를 적용한 방법과 접착강도의 차이가 없다고 주장하였다.[27] 이러한 결과는 Silane coulping agent가 시간이 경과함에 따라 hydrolytic stability 낮아졌기 때문이라고 생각된다. 수분은 Siloxane결합이 일어나는 과정 동안 레진 및 도재 사이의 결합에 영향을 미칠 뿐 아니라, 결합이 완료된 이후에도 실레인의 가수분해를 야기하여 도재와 실레인 사이의 접착강도를 약화시킨다.[28] 따라서 본 연구에서는 열순환처리를 시행하지 않았기 때문에 Ozcan 등과의 실험과 차이를 보이는 것으로, 이에 대한 추가적인 실험이 필요할 것으로 사료된다.

본 연구의 한계점은 먼저 구강내의 시시각각 변하는 환경과 다양한 운동, 그리고 환자마다 상이한 저작 습관 등에 의해 실제 구강내에서 세라믹 수복물에 가해지는 압축력, 인장력, 전단력 등의 여러 가지 힘을 재현 할 수 없었다는 점과 장기간 사용 시 나타날 수 있는 내구성의 저하 현상을 재현하지 못했다는 점이며, 앞으로 이러한 한계점을 보완하여 열순환처리 검사(Thermocycling test)와 같이 구강내 환경에 근접한 연구가 필요할 것으로 생각된다. 다른 연구들에 비해 상대적으로 낮은 접착강도값을 보이고 있는데, 이것은 지르코니아와 레진과의 접착에 있어 화학적인 접착 방법, 단독으로 적용하였을 때의 한계라고 생각된다. 본 연구에서 Silano-Pen의 적용전 Airborne particle abrasion 등을 사용하여 기계적 유지력을 부여하였다면 좀더 높은 접착강도값을 나타내었을 것이라고 생각된다. 또한 임상

에서 많이 사용하는 여러 종류의 도재 수리 시스템과 Silano-pen의 접착강도를 비교함으로써 임상적으로 적용 가능한 결과를 도출할 수 있는 연구가 필요하며, 동일한 도재 수리 시스템이라 하더라도 세라믹의 종류에 따라 전단결합강도가 다르게 나타나므로 각각의 세라믹에 관한 연구도 필요할 것으로 생각된다.

결론

1. 장석형 도재에서 복합레진과의 전단결합강도는 Silano-pen의 적용과 불산 에칭의 적용 간에 통계적 유의차가 없었다.
2. 지르코니아에서 복합레진과의 전단결합강도는 Silano-pen의 적용과 불산 에칭의 적용 간에 통계적 유의차가 있었다.
3. 지르코니아에서 Silano-pen의 적용 시, 불산 에칭을 함께 적용한 그룹이 불산 에칭을 적용하지 않은 그룹에 비해서 통계적으로 유의하게 높은 전단결합강도를 보였다.

References

1. Aida M, Hayakawa T, Mizukawa K. Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions. J Prosthet Dent 1995;73:464-70.
2. Haselton DR, Diaz-Arnold AM, Dunne JT Jr. Shear bond strengths of 2 intraoral porcelain repair systems to porcelain or metal substrates. J Prosthet Dent 2001;86:526-31.
3. Della Bona A, Anusavice KJ, Shen C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. J Adhes Dent 2000; 2:305-13.
4. Oh WS, Shen C. Effect of surface topography on the bond strength of a composite to three different types of ceramic. J Prosthet Dent 2003;90:241-6.
5. Lee JY, Im EB. A shear bond strength of resin cements bonded to pressable porcelain with various surface treatments. J Korean Acad Prosthodont 2003;41:379-86.
6. Kupiec KA, Wuertz KM, Barkmeier WW, Wilwerding TM. Evaluation of porcelain surface treatments and agents for composite-to-porcelain repair. J Prosthet Dent 1996;76:119-24.
7. Pameijer CH, Louw NP, Fischer D. Repairing fractured porcelain: how surface preparation affects shear force resistance. J Am Dent Assoc 1996;127:203-9.
8. Diaz-Arnold AM, Wistrom DW, Aquilino SA, Swift EJ Jr. Bond strengths of porcelain repair adhesive systems. Am J Dent 1993;6:291-4.
9. Leibrock A, Degenhart M, Behr M, Rosentritt M, Handel G. In vitro study of the effect of thermo- and load-cycling on the bond strength of porcelain repair systems. J Oral Rehabil 1999; 26:130-7.
10. Suliman AH, Swift EJ Jr, Perdigao J. Effects of surface treatment and bonding agents on bond strength of composite resin to porcelain. J Prosthet Dent 1993;70:118-20.
11. Oh WS, Shen C. Effect of surface topography on the bond strength of a composite to three different types of ceramic. J Prosthet Dent 2003;90:241-6.
12. Luthardt RG, Holzhüter M, Sandkuhl O, Herold V, Schnapp JD, Kuhlisch E, Walter M. Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics. J Dent Res 2002;81:487-91.
13. Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, Buso L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. Int J Prosthodont 2005;18:60-5.
14. Janda R, Roulet JF, Latta M, Damerau G. Spark erosion as a metal-resin bonding system. Dent Mater 2007;23:193-7.
15. Llobell A, Nicholls JI, Kois JC, Daly CH. Fatigue life of porcelain repair systems. Int J Prosthodont 1992;5:205-13.
16. Lung CY, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: an overview. Dent Mater 2012;28:467-77.
17. Tanaka R, Fujishima A, Shibata Y, Manabe A, Miyazaki T. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. J Dent Res 2008;87:666-70.
18. Heikkinen TT, Lassila LV, Matinlinna JP, Vallittu PK. Effect of operating air pressure on tribochemical silica-coating. Acta Odontol Scand 2007;65:241-8.
19. Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. J Prosthet Dent 2006;95:430-6.
20. Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. Dent Mater 2003; 19:725-31.
21. Rosen H. Chairside repair of ceramo-metallic restorations. J Can Dent Assoc 1990;56:1029-33.
22. Appeldoorn RE, Wilwerding TM, Barkmeier WW. Bond strength of composite resin to porcelain with newer generation porcelain repair systems. J Prosthet Dent 1993;70:6-11.
23. Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. Dent Mater 2006;22:283-90.
24. Heikkinen TT, Lassila LVJ, Matinlinna JP, Vallittu PK. Thermocycling effects on resin bond to silicatized and silanized zirconia. J Adhes Sci Technol 2009;23:1043-51.
25. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. J Prosthet Dent 2003;89:268-74.
26. Wegner SM, Gerdes W, Kern M. Effect of different artificial aging conditions on ceramic-composite bond strength. Int J Prosthodont 2002;15:267-72.
27. Ozcan M, Nijhuis H, Valandro LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. Dent Mater J 2008;27:99-104.
28. Roulet JF, Söderholm KJ, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. J Dent Res 1995;74:381-7.

실라노 펜의 적용이 장석계 도재 및 지르코니아와 레진의 전단결합강도에 미치는 영향

신명식 · 이정열 · 김민수 · 신상완*

고려대학교 임상치의학대학원, 임상치의학연구소

연구 목적: 본 연구의 목적은 장석형 도재와 지르코니아에 Silano-pen의 적용이 복합레진과의 전단결합강도에 미치는 영향을 알아보고자 하는 것이다.

연구 재료 및 방법: 장석형 도재와 지르코니아를 지름 12 mm, 두께 2 mm 크기로 각각 30개씩 제작하여 표면을 고르고 평활하게 한 후 아크릴 레진에 포매 하였다. 각각 Group F와 Group Z로 나눈 후, (1) Group F1과 Z1은 불산 에칭과 실레인, (2) Group F2와 Z2는 Silano-pen과 실레인, (3) Group F3와 Z3는 불산 에칭과 Silano-pen, 실레인을 적용시켰다. 표면 처리 후, 각각의 시편의 표면을 주사전자현미경으로 관찰하였다. 높이 2 mm, 직경 3 mm의 복합레진을 붙여 광중합 하고 만능시험기를 이용하여 세라믹과 복합레진간의 전단결합강도를 측정하였다. 측정값을 Two way ANOVA와 Tukey's multiple comparison test을 사용하여 통계 분석 하였다(α=.05).

결과: 주사전자현미경의 관찰에서 Group F2와 F3에서 가장 거친 표면을 볼 수 있었으며, Group Z3에서 실리카 입자의 분포밀도가 가장 높았다. 장석형 도재에서는 전단결합강도 측정 결과 Group F3가 가장 높게 측정되었고 Group F1이 가장 낮게 측정되었지만, Group간에 통계학적 유의성은 없었다. 지르코니아에서는 Group Z3가 가장 높게 측정되었고 Group Z1이 가장 낮게 측정되었으며, Group간에 모두 통계학적 유의성이 있었다.

결론:지르코니아에서는 불산 에칭의 적용 후 Silano-pen과 실레인의 적용이 복합레진 접착에 효과적이다. *(대한치과보철학회지 2014;52:1-8)*

주요단어: 지르코니아; 실라노 펜; 전단결합강도

*교신저자: 신상완

152-703 서울 구로구 구로동길 97 고려대학교 임상치의학대학원

02-2626-1922: e-mail, swshin@korea.ac.kr

원고접수일: 2013년 7월 3일 / 원고최종수정일: 2014년 1월 9일 / 원고채택일: 2014년 1월 15일

ⓒ 2014 대한치과보철학회

ⓒⓒ 이 글은 크리에이티브 커먼즈 코리아 저작자표시-비영리 3.0 대한민국 라이선스에 따라 이용하실 수 있습니다.