

Comparison of shear bond strength between hard relining material and 3D-printing denture base resin containing silica micro-gel

Yeon-Woo Lee, Young-Gyun Song*

Department of Prosthodontics, College of Dentistry, Dankook University, Cheonan, Republic of Korea

Purpose: Various methods have been attempted to overcome limitations of physical characteristics of 3D-printed dentures; among them a novel method of increasing fracture strength by adding fine particles into the resin has been found to be effective. However, there are still limited research on the effect of these particles on the bond strength between the printed resin and denture relining materials. The purpose of this study is to compare the shear bond strength between the 3D-printing denture base resin and various relining materials when micro-particles on the surface of the resin are removed. **Materials and Methods:** 63 μm -sized silica micro-gels were mixed into 3D-printing denture base resin to make groups of weight ratio of 2 wt% and 3 wt%. After printing all 3 groups, including the control group, an HF etching solution was applied to dissolve the silica micro-particles on the surface. Three kinds of relining materials, Tokuyama Rebase II normal, KOOLINER, and ProBase Cold were attached to the surface. The shear bond strength values and the failure modes for each group were analyzed. **Results:** The shear bond strength showed the largest average value in the control group, in which silica was not mixed, among all three relining materials. Also, there were significant differences between specimens with different weight ratios. The largest value was measured in ProBase Cold, and the main failure mode was adhesive failure in all groups. **Conclusion:** The shear bond strength was significantly reduced when the silica micro-particles on the surface were removed from the 3D printing denture base resin. (*J Dent Rehabil Appl Sci* 2023;39(2):79-88)

Key words: 3D printing; denture bases; denture relining; microgels; shear strength

서론

오늘날 치과 영역에 상용화되고 있는 3D 프린팅 기술은 점점 정확도와 활용도가 높아지면서 현재는 임시 치아, 진단모형 뿐만 아니라, 작업모형이나 금속구조물 및 도재 수복물, 또는 의치의 제작에도 사용되고 있다. Computer aided design/computer aided manufacturing (CAD/CAM) 방식 중에서도 적층법(Additive manufacturing)을 통한 의치 제작은 종래의 제작법에 비해 내원 횟수가 적고 저장된 정보를 활용해 재제작이 쉬운 뿐 아니라, 또 다른 CAM 기술인 절삭법(Subtractive manufac-

turing; Milling)과 비교해 보았을 때 재료의 낭비가 적고 더욱 정밀한 구조까지도 제작이 가능하다는 장점이 있다.¹⁻³

하지만 적층 제조의 특성상 발생하는 여러 한계점 또한 계속해서 보고되고 있다. Dimitrova 등⁴은 3D 프린팅 의치상 레진이 종래의 polymethyl methacrylate (PMMA) 열중합 의치상이나 CAD/CAM 밀링 의치상에 비해 비교적 낮은 파절강도 및 굴곡강도 등을 보인다고 보고한 바 있다. 이러한 문제점은 의치의 장기적인 사용에 큰 장애가 되며, 이를 해결하기 위해 프린팅 의치상용 레진에 미세입자를 첨가하는 방법이 제시되었다. 의치상용 레진

*Correspondence to: Young-Gyun Song
Associate Professor, Department of Prosthodontics, College of Dentistry,
Dankook University, 119, Dandae-ro, Dongnam-gu, Cheonan, 31116, Republic of
Korea
Tel: +82-41-550-1932, Fax: +82-41-553-1258, E-mail: ygsong@dankook.ac.kr
Received: May 22, 2023/Last Revision: May 31, 2023/Accepted: June 5, 2023

Copyright© 2023 The Korean Academy of Stomatognathic Function and Occlusion.
© It is identical to Creative Commons Non-Commercial License.

에 첨가된 미세 입자들이 폴리머 기질 안에서 필러로써 작용하여, 그 표면 특성 및 물리적 강도를 유의하게 개선한다는 연구들이 계속해서 보고되고 있다.⁵

의치의 장기적 예후에 크게 기여하는 또 하나의 요소로 의치상의 적합도를 들 수 있다. 무치악 환자의 치조제는 일생동안 흡수가 일어나면서 의치상의 적합도가 불량해지고 변연부 봉쇄가 상실된다.⁶ 따라서 치과의사는 치조제의 변화를 인지하여 지지조직에 맞추어 첨상 또는 개상을 시행해 의치상의 내면을 적절히 유지 및 보수해주어야 한다. 첨상과 개상을 위한 이장 재료의 가장 중요한 특성은 재료와 의치상 간의 접착력으로, 이 또한 3D 프린팅 의치상 레진에서는 기존 PMMA 레진에 비해 유의하게 낮은 경향을 보인다.⁷⁻⁹ 일반적으로 PMMA 레진의 치상 이장 시 재료 간 접착강도를 높이기 위해 여러 방법의 표면처리가 권장되는데, 이 중 하나로 미세입자 분사 등을 통해 표면을 거칠게 하는 방법이 유의하다고 보고된 바 있다.¹⁰ 하지만 3D 프린팅 의치상에서의 접착강도를 개선하는 방법에 대한 연구는 아직 부족한 실정이다.

이에 본 실험에서는 의치상의 강화를 위해 미세입자를 첨가한 3D 프린팅 레진 의치상에서 표면의 입자를 제거하여 미세 다공성 구조가 형성되었을 때 의치상과 이장용 레진 간의 전단 접착강도의 변화를 비교해보고자 하였다. 실리카 미세입자를 첨가하여 프린팅한 의치상 레진에서 표면의 실리카를 용해시켰을 때 형성되는 micro-pore가 접착강도에 영향을 미치는지, 또한 실리카의 중

량비에 따라 이러한 접착강도에 어떠한 변화가 있는지 확인하기 위해 실험을 진행하였다. 귀무가설은 두 가지로, 첫 번째는 실리카 미세입자를 첨가한 3D 프린팅용 의치상 레진과 이장용 레진 간의 전단 접착강도에는 유의한 차이가 없다는 것이다. 두 번째는 첨가된 실리카 미세입자의 중량비가 달라짐에 따라 전단 접착강도에 유의한 차이가 없다는 것이다.

연구 재료 및 방법

본 연구의 실험에서 시편 제작을 위한 3D 프린팅 레진은 DLP 방식으로 출력되는 의치상용 레진인 DIONavi-Denture (DIO IMPLANT Co., Busan, Korea) 가 사용되었다. 시편에 부착하는 의치 이장재료는 직접 첨상용 레진인 Tokuyama Rebase II Normal (Tokuyama Dental Corp, Tokyo, Japan), Kooliner (GC Dental, Tokyo, Japan)와 간접법 이장용 레진인 ProBase Cold (Ivoclar Vivadent Inc., Schaan, Lichtenstein)를 사용하였다. 제품들의 상세한 정보는 Table 1에 정리하였다. 프린팅 전 의치상 레진에 혼합하는 미세입자는 실리카 겔(Silica gel, MERCK KGaA, Darmstadt, Germany)을 사용하였다.

아무것도 혼합되지 않은 3D 프린팅용 의치상 레진을 대조군으로, 실리카 겔을 2 wt%, 3 wt%의 두 중량비로 첨가한 뒤 24시간 이상 고르게 혼합한 레진을 실험군으로 설정하였다. 이렇게 준비된 레진들을 직경 15 mm, 높

Table 1. Composition and manufacturers' information of materials used

Material			Composition
3D-printing denture base resin	DIONavi-Denture (DIO IMPLANT Co, Korea)		Methacrylate oligomers Urethane dimethacrylate Phosphine oxides
Chairside relining material	Tokuyama Rebase II Normal (Tokuyama Dental Corp., Japan)	Adhesive	Acetone Ethyl acetate
		Powder	Polyethyl methacrylate Benzoyl Peroxide
		Liquid	Acetoacetoxyethyl methacrylate 1,9-Nonanediol dimethacrylate
	KOOLINER (GC Dental, Japan)	Powder	Polyethyl methacrylate
		Liquid	Isobutyl methacrylate
	ProBase Cold (Ivoclar Vivadent Inc., Lichtenstein)	Powder	Dibenzoyl peroxide Polymethyl methacrylate
Laboratory relining material		Liquid	Methyl methacrylate 1,4-Butanediol Dimethacrylate

이 10 mm의 원기둥 형태로 디자인하여 STL 파일로 제작해 시편을 출력하였고, 제조사 지시사항에 따라 후중합 및 세척한 다음 지지대를 제거하였다.

출력한 의치상 레진을 다시 자가중합 아크릴 레진 (Miky Blue, Nissin Dental Products INC, Kyoto, Japan) 내에 위치시켜 직경 25 mm, 높이 20 mm의 원기둥 형태로 시편을 제작하였다. 중량비에 따라 45개씩 총 135개의 시편을 제작하였으며, 모든 시편의 점상용 레진 부착면을 편평하고 고르게 하기 위해 Automatic polishing device (LaboPol-5, Struers, Copenhagen, Denmark) 상에서 충분한 주수 하에 동일하게 연마하였다.

이장용 레진을 부착하기에 앞서 실험군의 시편에서 표면의 실리카를 용해하기 위한 표면처리가 필요하였다. 먼저 입체현미경(SZ-PT, Olympus, Tokyo, Japan)으로 처리 전 시편들의 표면을 관찰하고, 이후 실험군인 두 군의 접착 표면에 etching solution ($\text{HF}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{CH}_3\text{COOH} = 1:2:3$)을 60°C 에서 30분간 적용한 다음 증류수를 넣은 초음파 세척기를 이용해 15분간 세척하였다.¹¹ 이후 다시 표면을 관찰하여 실리카가 용해되고 micropore가 형성되었는지 확인하였다(Fig. 1).

마지막으로 각 중량비의 시편들에 세 종류의 의치 이장용 레진을 접착하였다. Adhesive가 포함된 Tokuyama rebase II는 재료 적용에 앞서 제조사의 지시에 따라 미리 adhesive를 의치상 레진 표면에 도포하였다. 접착을 위해 음형 실리콘 몰드를 이용하여 직경 5 mm, 높이 2.5 mm의 원기둥 형태로 이장용 레진을 적용하였다. 이후 간접법 이장용 레진인 ProBase Cold는 제조사의 지시대로 40°C 에서 4 bar 압력 하에 중합시키고 직접법 이장용 레진인 Tokuyama rebase II와 KOOLINER는 상온에서 중합시켜 시편을 완성하였다(Fig. 2). 완성된 시편은 접착된 레진의 종류에 따라 Group 1, 2, 3으로 분류하였으며, 전단 접착강도의 측정을 위해 ISO/TS 11405 규격에 따라 37°C 증류수에 24시간 이상 보관하였다.

전단 접착강도의 측정은 만능재료시험기(QM100TS, Qmesys, Euiwang, Korea)를 이용하였으며, 전단 응력이 재료에 균일하게 가해지도록 이장용 레진 접착면의 규격에 맞춰 loading jig를 제작 및 사용하였다. Cross-head speed는 1.0 mm/min의 속력으로 설정하였으며, 파절이 발생하기까지의 응력의 최대값을 시편의 표면적 넓이로 나누어 전단 접착강도를 산출하였다.

$$\text{전단 접착강도(MPa)} = \text{최대 하중(N)} / \text{접착 면적(mm}^2\text{)}$$

전단 접착강도 측정이 완료된 시편은 입체현미경을 사용해 표면에서 파절 양상을 관찰하였다. 파절면의 양상은 이장용 레진 내에서 파절이 일어난 경우 응집성 파절, 의치상 레진과 이장용 레진 간의 계면에서 파절이 일어난 경우 접착성 파절, 두 양상이 혼재된 경우 혼합 파절로 분류하였다.

측정된 전단 접착강도의 값은 SPSS for Windows (IBM SPSS Statistics v25.0, IBM Corp., Armonk, USA)를 활용하여 통계적으로 분석하였다. 정규성 검정을 위해 Shapiro-Wilk test를 시행하였고 정규분포를 이루는 데이터들에 대하여 Levene 등분산성 검정을 시행하였

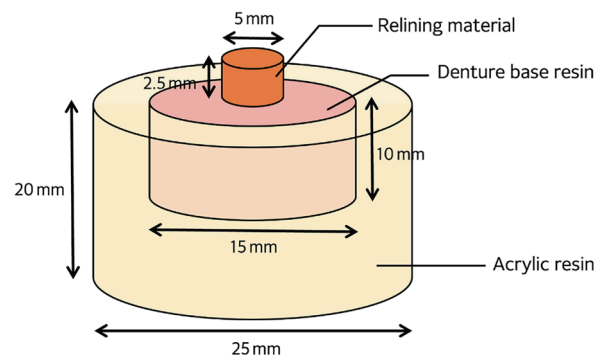
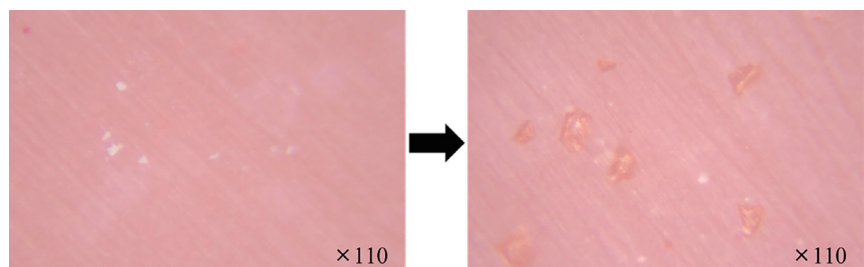


Fig. 2. Specimen size and design.

Fig. 1. Stereomicroscope photograph image before and after surface treatment.



다. 첨가된 실리카 겔의 중량비에 따른 전단 접착강도의 유의차가 있는지 분석하기 위해 기술 통계와 One-way ANOVA test 및 사후검정을 위한 Tukey's post hoc test를 시행하였다($P = 0.05$).

결과

전단 접착강도의 평균 및 표준편차를 Table 2와 같이 나타내었다. 세 군 모두 대조군에서 가장 큰 평균값을 보였다. Group 1과 3에서는 대조군 다음으로 3 wt% 군에서 가장 높은 전단 접착 강도의 평균값이 나타났으나, Group 2에서는 2 wt% 군이 더 높은 평균값을 보였다. 마찬가지로 Shapiro-Wilk test를 시행했을 때 측정값들이 정규성을 만족하여 One-way ANOVA를 시행하였고, 모든 군에서 중량비에 따른 전단접착강도의 유의차가 존재함을 확인하였다($P < 0.05$).

각 group 내에서 중량비에 따른 유의차를 분석하기 위해 Tukey's post hoc test를 시행한 결과, group 1에서는 0 wt% 군과 2 wt% 군 간에 유의차가 존재하였다($P = 0.023$) (Table 3). 반면 group 2에서는 0 wt% 군과 2 wt% 군($P = 0.012$), 0 wt% 군과 3 wt% 군($P = 0.006$) 간에 모두 유의차가 존재하였으며(Table 4), group 3 또한 0 wt% 군과 2 wt% 군($P = 0.003$), 0 wt% 군과 3 wt% 군($P = 0.045$) 간에 유의한 차이가 있었다(Table 5). 모든 group에서 2 wt% 군과 3 wt% 군 간에 유의한 차이는 없었다($P > 0.05$).

입체현미경을 통해 시편들의 파절 양상을 관찰 및 분석하였다(Fig. 3). Group 1의 2 wt% 군은 모든 시편에서 접착성 파절이 일어났으며, 이를 제외한 모든 군에서 접착성 파절이 주된 양상을 보였다. Group 3의 대조군에서 40%로 가장 많은 혼합 파절이 관찰되었으며, 응집성 파절은 한 건도 관찰되지 않았다. 각 그룹의 파절 양상에 대한 비율을 그래프로 나타내었다(Fig. 4).

Table 2. Mean and SD (standard deviation) of shear bond strength test for group 1, 2, 3 (unit: MPa)

Group (n = 45)	Control (0 wt%)		2 wt%		3 wt%		P value
	Mean	SD	Mean	SD	Mean	SD	
Group 1	4.36	1.19	3.20	1.10	3.55	1.15	0.026*
Group 2	6.79	1.15	5.30	1.60	5.17	1.24	0.003*
Group 3	13.61	2.41	10.63	2.43	11.48	2.22	0.004*

* denotes a significant difference between each group ($P < 0.05$).

Group 1: Tokuyama Rebase II normal, Group 2: KOOLINER, Group 3: ProBase Cold.

고찰

아직은 최종 의치를 적층법으로 제작하는 것이 보편화되지 못했는데, 이는 3D 프린팅 된 레진 의치상의 물리적 성질에 한계점들이 존재하기 때문이다. 3D 프린팅 레진 의치상은 강도나 마모 저항성이 열중합 또는 밀링으로 제작한 의치상의 물성에 미치지 못하고, 또한 재료를 층

Table 3. Tukey's post hoc test of shear bond strength test for Group 1

Group (n = 15)	Control (0 wt%)	2 wt%	3 wt%
Control (0 wt%)	-	-	-
2 wt%	0.023*	-	-
3 wt%	0.143	0.689	-

* denotes a significant difference between each group ($P < 0.05$).

Table 4. Tukey's post hoc test of shear bond strength test for Group 2

Group (n = 15)	Control (0 wt%)	2 wt%	3 wt%
Control (0 wt%)	-	-	-
2 wt%	0.012*	-	-
3 wt%	0.006*	0.960	-

* denotes a significant difference between each group ($P < 0.05$).

Table 5. Tukey's post hoc test of shear bond strength test for Group 3

Group (n = 15)	Control (0 wt%)	2 wt%	3 wt%
Control (0 wt%)	-	-	-
2 wt%	0.003*	-	-
3 wt%	0.045*	0.586	-

* denotes a significant difference between each group ($P < 0.05$).

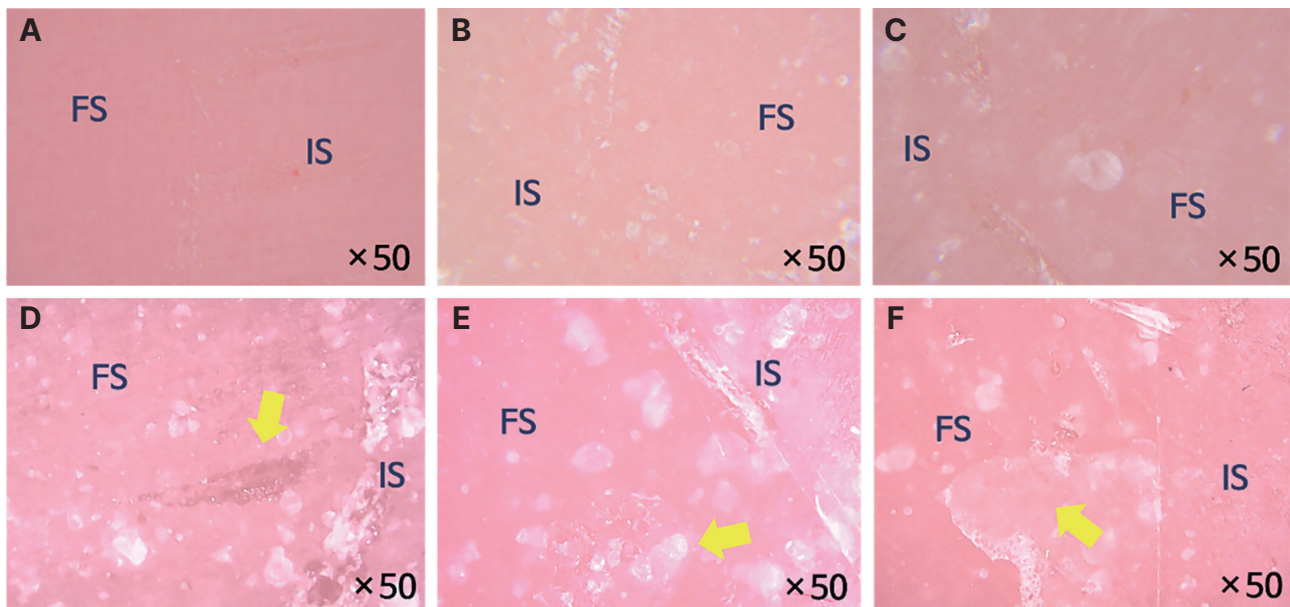


Fig. 3. Stereomicroscope photograph images after shear bond strength test. (A- C) Adhesive failure, (D- F) Mixed failure. FS, Failed surface; IS, Intact surface.

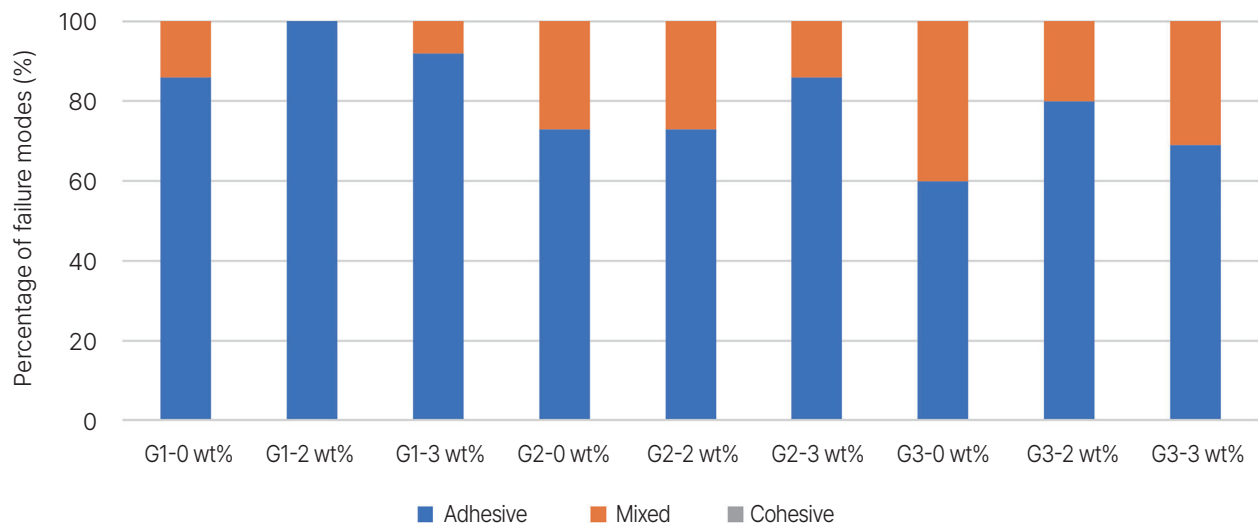


Fig. 4. Failure mode analysis. G1, Tokuyama Rebase II normal; G2, KOOLINER; G3, ProBase Cold.

층이 쌓는 제조 방식의 특성상 표면에 세균이 부착되기 쉽다.¹²

3D 프린팅 의치의 상용화를 어렵게 하는 또 하나의 대표적인 문제점은 이장용 레진의 침상 또는 개상이 어렵다는 점이다. Awad 등¹³은 3D 프린팅 된 의치상은 가압식 또는 공제술로 제작한 의치에 비해 이장용 레진의 침상 시 유의하게 낮은 인장 접착강도를 보였다고 보고하였다. 그 원인은 가압식 또는 밀링 의치상은 PMMA 계

열 레진으로 제작된 반면, 광중합으로 제작되는 3D 프린팅 의치상은 diurethane dimethacrylate (DUDMA) 등의 다른 성분으로 구성되기 때문으로 사료된다. 시중에 판매되는 대다수의 경성 이장재는 polyethyl methacrylate (PEMA) 계열로, PMMA와 그 화학적 구조가 유사하다. 따라서 이장용 레진 제품의 monomer 혹은 adhesive를 의치 표면에 적용하면 일종의 화학적 활성화가 일어나 표면 구조가 부풀면서 재료가 침투하여 강력한 결합을

형성할 수 있다.¹⁴ 하지만 3D 프린팅 의치상 레진의 경우 methyl methacrylate (MMA) monomer에 반응성이 낮기 때문에 표면 간 결합이 충분히 활성화되지 못한다.^{15,16}

이러한 문제점들을 해결하기 위해 다양한 시도가 이루어지고 있는데, 최근 주목받는 방법은 무기질 고분자 (inorganic-polymer)의 미세 입자를 레진에 첨가하는 것이다.¹⁷ 산화 티타늄, 지르코니아, 실리카 등 여러 종류의 미세 입자들을 레진에 혼합하였을 때 그 굽힘 강도, 충격 강도 등의 물성이 향상되는 것이 발견되었다.^{5,18,19} 특히 Gad 등²⁰은 실리카 나노입자는 그 크기 대비 표면에너지가 매우 높을 뿐 아니라 레진 기질 내로 균일하게 혼합될 수 있으며, 실란화라는 특수한 성질이 있어 3D 프린팅 레진 내 첨가했을 때 훌륭한 강화제로써 작용할 수 있다고 언급하였다.

접착 강도의 향상 방법에는 앞서 언급한 용매를 통한 화학적 활성화 외에도 입자 분사 등을 통해 접착면을 거칠게 하는 기계적 표면처리 방법이 있다. 버나 다이아몬드 디스크를 사용해 표면에 요철구조를 형성하거나 공기 분사 입자를 통해 접착면을 불규칙적으로 만들고 다수의 미세 구멍이 형성되면 표면에서 접착 면적이 넓어지고 표면에너지가 높아진다.¹⁰ Alkurt 등²¹은 의치상 파절면에 250- μm 크기의 알루미늄 입자를 공기분사 한 뒤 수리용 레진을 적용했을 때, 접착면에서의 강도가 유의하게 증가하는 것을 보고하였다.

이에 따라 본 연구에서는 물성을 개선하기 위해 실리카 마이크로겔을 첨가한 3D 프린팅 의치상 레진에서, 용매를 이용해 표면의 입자들을 제거하여 micropore를 형성했을 때 의치상과 이장용 레진 간의 접착강도를 비교 분석하고자 하였다. 접착 강도의 종류에는 인장 접착강도와 전단 접착강도 등이 있는데, 임상적으로 구내에서 의치에 주로 가해지는 응력의 양상은 전단 접착강도 실험과 더 유사하다고 판단하여 해당 실험을 진행하였다.²² 실험 결과에 따르면 모든 군에서 실리카를 첨가하고 표면처리하였을 때 전단 접착강도가 대조군에 비해 모두 유의하게 감소하였으므로, 첫번째 귀무가설은 기각되었다. 반면 세 군에서 모두 실리카를 2 wt% 첨가한 군과 3 wt% 첨가한 군 간에는 전단 접착강도의 유의차가 없었기 때문에 두 번째 귀무가설은 채택되었다.

일반적으로 레진의 물성을 강화하기 위해서는 나노 크기의 입자를 첨가한다.^{5,23} 하지만 본 실험에 앞서 예비 실험으로 나노입자를 혼합한 3D 프린팅 레진 표면에 용매를 적용했을 때, 표면 구조에 차이를 발견할 수 없었다.

본 연구에서는 레진의 표면에서 실리카 입자의 에칭을 통한 micropore의 형성이 목적이었으므로, 마이크로 크기의 입자를 혼합하여 본 실험을 진행하였다.

이후 3D 프린팅 의치상 레진의 표면에서 실리카 입자를 용해하여 micropore를 형성하기 위해 표면처리를 시행하였다. 실리카의 용매로는 불산을 함유한 etching solution을 사용하였다.^{10,24,25} 다양한 CAD/CAM 재료들의 에칭 처리에 관하여 Donmez 등²⁶은 3D 프린팅 의치상 레진과 유사하게 urethane dimethacrylate (UDMA)로 구성된 hybrid ceramic을 5 - 9.5% 불산으로 에칭했을 때 표면에서 유리상만이 용해되고 레진 기질은 그대로 지속되는 특징을 보인다고 보고하였다. 본 실험에서도 표면 처리 전후를 입체현미경으로 비교 관찰하였을 때, 처리 이전에는 표면에서 미세입자들이 관찰되었으나 표면처리 이후에는 레진의 표면 상에 다수의 micropore들이 관찰되었다.

형성된 micropore로 인해 전단 접착강도가 향상될 것이라 예상하였으나, 결과는 그렇지 않았다. 세 이장용 레진 군 모두에서 의치상 레진 표면의 실리카 마이크로겔을 용해시켰을 때 접착강도가 유의하게 감소하였다. 본 실험의 결과는 앞선 연구들과 다소 상충한다. Park과 Lee²²는 SLA 방식의 3D 프린팅 의치상용 레진과 이장용 레진에서 표면에 Rocatec system으로 sandblasting 처리를 했을 때 유의하게 전단 접착강도가 향상되었다고 보고하였다. Sandblasting은 접착면 표면의 불순물을 제거하고, 거칠기를 증가시켜 접착 면적을 넓힘으로써 마찬가지로 미세기계적 결합을 증가시키는 것으로 보고된 바 있다.²⁷ Jeong과 Kim²⁸ 또한 복합 레진의 수리에 앞서 SiC paper 연마 후 sandblasting 처리를 했을 때 접착 강도가 유의하게 증가하는 것을 발견하였다. 반면 Lim과 Shin²⁹은 3D 프린팅 된 임시수복 레진과 일반 임시수복 레진 간 표면 처리에 따른 전단 접착강도 비교 결과, 알루미늄 입자로 sandblasting 처리한 군에서 접착 강도에 유의차가 없음을 보고하였다.

이와 같이 유사한 실험들에서도 서로 다른 결과들이 도출되는 것은 형성되는 micropore의 크기에 의한 것으로 생각해볼 수 있다. Park과 Lee²²의 실험에서 사용된 Rocatec system의 알루미늄 입자 크기는 110 μm 였으며, 이는 본 실험에서 사용된 실리카 마이크로겔(63 μm ~)의 크기와 약 2배 정도 차이가 있다. Lim과 Shin²⁹의 실험에서 사용된 알루미늄 입자 크기가 50 μm 였던 것 또한 이를 뒷받침한다. 입자 크기가 작으면 형성되는 micropore

의 크기도 작아지게 되고, 이는 이장용 레진이 pore 사이로 제대로 침투하지 못하는 원인이 될 수 있다. Qaw 등³⁰은 의치상 수리면에 알루미늄 입자를 분사하고 본딩제를 적용했을 때 수리 재료와의 접착 강도에 유의한 차이가 없었던 이유로 이장용 레진의 높은 점도를 언급하였다. 이장용 레진은 대부분 PEMA로 구성되어 비교적 점도가 높아 micropore 안으로 충분히 흘러 들어가지 못하고 저점도인 본딩제만 퍼져 들어가 접착 강도가 향상되기는 했지만 그 차이가 유의하지 않다고 설명하였다. 반면 본 실험에서는 별도의 본딩제가 사용되지 않았고 형성된 micropore들이 채워지지 않아, 오히려 접착 면적이 줄어드는 효과가 발생했기 때문에 전단 접착강도가 유의하게 감소한 것으로 사료된다. 따라서 차후에는 접착 강도를 유의하게 증가시킬 수 있는 micropore의 크기 혹은 표면 거칠기에 대한 분석과 더불어 레진의 확실한 침투를 유발할 수 있는 용매 혹은 유도체에 대한 추가적인 연구가 필요할 것이다.

한편 다른 군들과 다르게 KOOLINER에서는 실리카 겔의 중량비가 증가함에 따라 전단 접착강도는 더욱 감소하였다. Cho와 Song⁷은 3D 프린팅 의치상 재료와 여러 의치 침상 재료 간의 접착강도를 평가하였는데, KOOLINER를 사용했을 때 비교적 높은 값의 접착강도가 측정되었으며 이는 KOOLINER의 단량체인 isobutyl methacrylate (IBM)가 3D 프린팅 레진의 methacrylic oligomers와 가교망상구조를 형성하기 때문이라고 설명한 바 있다. 따라서 본 실험에서는 KOOLINER에 첨가된 실리카 겔의 양이 늘면서 이러한 가교망상구조의 형성이 더욱 저해되어 레진과의 결합력이 낮아진 것으로 사료된다.

파절 양상의 분석에 있어 파절은 접착 계면 부근의 가장 약한 곳에서 주로 발생하기 때문에, 접착성 파절이 많이 발생하는 것은 의치상 레진과 이장용 재료 간에 접착강도가 약하다는 것이고, 반대로 응집성 파절 또는 혼합 파절이 일어나는 것은 접착강도가 비교적 강하다는 것을 시사한다. 본 실험에서도 가장 평균 전단 접착강도의 값이 낮은 Tokuyama Rebase II normal 그룹의 2 wt% 군에서 가장 많은 접착성 파절(100%)이, 최대값을 보인 ProBase Cold의 대조군에서 가장 많은 혼합 파절(40%)이 관찰되었다. 따라서 3D 프린팅 의치상의 침상 또는 개상 시에 강한 결합력이 필요할 경우 간접법 이장용 레진을 사용하는 것이 가장 바람직한 결과를 얻을 수 있을 것이다.

본 연구의 한계점은 구강 내 환경을 정확하게 재현하지 못했다는 점이다. 의치는 구강 내에서 타액과 온도 변화에 계속해서 영향을 받는다. 뿐만 아니라 3D 프린팅 레진 의치상의 경우 적층 제조를 하기 때문에 가압식으로 제조한 종래의 의치상에 비해 표면 거칠기가 크고 다공성 구조가 형성될 수 있으며, 이러한 특성은 구강 내 환경에서 의치의 물리적 성질을 더욱 저하시키게 된다. 따라서 보다 정확한 결과를 도출하기 위해서 추후의 연구 시에는 열순환처리와 같은 추가적인 인공 시효처리를 시행하는 것이 더욱 바람직할 것이다.³¹

결론

본 연구 결과 실리카 마이크로겔을 첨가한 3D 프린팅 의치상용 레진에서 표면처리를 통해 micropore를 형성했을 때 그 전단 접착강도는 감소하였다. 이는 혼합된 마이크로겔의 입자 크기가 작아서 점도가 높은 의치 이장 재료가 충분히 침투하지 못했기 때문으로 사료된다. 따라서 3D 프린팅 의치상에서 이장 재료의 접착강도를 유의하게 높이기 위해서는 충분히 큰 크기의 요철 구조를 형성하는 것이 중요하고, 또한 간접법 이장용 재료를 사용하는 것이 유리할 것이다.

ORCID

Yeon-Woo Lee <https://orcid.org/0000-0002-0879-4891>

Young-Gyun Song <https://orcid.org/0000-0003-3789-9585>

References

1. Faty MA, Sabet ME, Thabet YG. A comparison of denture base retention and adaptation between CAD-CAM and conventional fabrication techniques. *Int J Prosthodont* 2022 Sep 22. doi: 10.11607/ijp.7193. Online ahead of print.
2. Goodacre CJ, Garbacea A, Naylor WP, Daher T, Marchack CB, Lowry J. CAD/CAM fabricated complete dentures: concepts and clinical methods of obtaining required morphological data. *J Prosthet Dent* 2012;107:34-46.
3. Kattadiyil MT, AlHelal A. An update on computer-engineered complete dentures: A systematic review on clinical outcomes. *J Prosthet Dent* 2017;117:

- 478-85.
4. Dimitrova M, Corsalini M, Kazakova R, Vlahova A, Chuchulska B, Barile G, Capodiferro S, Kazakov S. Comparison between Conventional PMMA and 3D Printed Resins for Denture Bases: A Narrative Review. *J Compos Sci* 2022;6:87.
5. Totu EE, Nechifor AC, Nechifor G, Aboul-Enein HY, Cristache CM. Poly(methyl methacrylate) with TiO₂ nanoparticles inclusion for stereolithographic complete denture manufacturing - the future in dental care for elderly edentulous patients? *J Dent* 2017;59:68-77.
6. Tallgren A. The continuing reduction of the residual alveolar ridges in complete denture wearers: a mixed-longitudinal study covering 25 years. *J Prosthet Dent* 2003;89:427-35.
7. Cho SY, Song YG. A comparison study on shear bond strength of 3D printed resin and conventional heat-cured denture base resin to denture relining materials. *J Dent Rehabil Appl Sci* 2021;37:232-43.
8. Koseoglu M, Tugut F, Akin H. Tensile bond strength of soft and hard relining materials to conventional and additively manufactured denture-base materials. *J Prosthodont* 2023;32:74-80.
9. Kim HS, Jung JH, Bae JM, Kim JM, Kim YL. Tensile bond strength of chairside reline resin to denture bases fabricated by subtractive and additive manufacturing. *J Korean Acad Prosthodont* 2020; 58:177-84.
10. Gad MM, Rahoma A, Abualsaud R, Al-Thobity AM, Akhtar S, Helal MA, Al-Harbi FA. Impact of different surface treatments and repair material reinforcement on the flexural strength of repaired PMMA denture base material. *Dent Mater J* 2020; 39:471-82.
11. Jeong JW, Song YG. Investigation of effect of zirconia on osseointegration by surface treatments. *J Dent Rehabil Appl Sci* 2021;37:23-30.
12. Wang C, Shi YF, Xie PJ, Wu JH. Accuracy of digital complete dentures: A systematic review of in vitro studies. *J Prosthet Dent* 2021;125:249-56.
13. Awad AN, Cho SH, Kesterke MJ, Chen JH. Comparison of tensile bond strength of denture reline materials on denture bases fabricated with CAD-CAM technology. *J Prosthet Dent* 2023;129:616-22.
14. Mutluay MM, Ruyter IE. Evaluation of adhesion of chairside hard relining materials to denture base polymers. *J Prosthet Dent* 2005;94:445-52.
15. Palitsch A, Hannig M, Ferger P, Balkenhol M. Bonding of acrylic denture teeth to MMA/PMMA and light-curing denture base materials: the role of conditioning liquids. *J Dent* 2012;40:210-21.
16. Wemken G, Burkhardt F, Spies BC, Kleinvogel L, Adali U, Sterzenbach G, Beuer F, Wesemann C. Bond strength of conventional, subtractive, and additive manufactured denture bases to soft and hard relining materials. *Dent Mater* 2021;37:928-38.
17. Khaled SM, Sui R, Charpentier PA, Rizkalla AS. Synthesis of TiO₂-PMMA Nanocomposite: Using Methacrylic Acid as a Coupling Agent. *Langmuir* 2007;23:3988-95.
18. Alshaikh AA, Khattar A, Almindil IA, Alsaif MH, Akhtar S, Khan SQ, Gad MM. 3D-Printed Nanocomposite Denture-Base Resins: Effect of ZrO₂ Nanoparticles on the Mechanical and Surface Properties In Vitro. *Nanomaterials (Basel)* 2022;12:2451.
19. Aati S, Aneja S, Kassab M, Leung R, Nguyen A, Tran S, Shrestha B, Fawzy A. Silver-loaded mesoporous silica nanoparticles enhanced the mechanical and antimicrobial properties of 3D printed denture base resin. *J Mech Behav Biomed Mater* 2022;134: 105421.
20. Gad MM, Al-Harbi FA, Akhtar S, Fouda SM. 3D-Printable Denture Base Resin Containing SiO₂ Nanoparticles: An In Vitro Analysis of Mechanical and Surface Properties. *J Prosthodont* 2022;31:784-90.
21. Alkurt M, Yeşil Duymuş Z, Gundogdu M. Effect of repair resin type and surface treatment on the repair strength of heat-polymerized denture base resin. *J Prosthet Dent* 2014;111:71-8.
22. Park SJ, Lee JS. Effect of surface treatment on shear bond strength of relining material and 3D-printed denture base. *J Adv Prosthodont* 2022;14: 262-72.
23. Cevik P, Yildirim-Bicer AZ. The effect of silica and prepolymer nanoparticles on the mechanical properties of denture base acrylic resin. *J Prosthodont* 2018;27:763-70.
24. Qi DM, Bao YZ, Weng ZX, Huang ZM. Prepara-

- tion of acrylate polymer/silica nanocomposite particles with high silica encapsulation efficiency via miniemulsion polymerization. *Polymer* 2006;47: 4622-9.
25. Spierings G. Wet chemical etching of silicate glasses in hydrofluoric acid based solutions. *J Mater Sci* 1993;28:6261-73.
 26. Donmez MB, Okutan Y, Yucel MT. Effect of prolonged application of single-step self-etching primer and hydrofluoric acid on the surface roughness and shear bond strength of CAD/CAM materials. *Eur J Oral Sci* 2020;128:542-9.
 27. Quaas AC, Yang B, Kern M. Panavia F 2.0 bonding to contaminated zirconia ceramic after different cleaning procedures. *Dent Mater* 2007;23:506-12.
 28. Jeong KW, Kim SH. Influence of surface treatments and repair materials on the shear bond strength of CAD/CAM provisional restorations. *J Adv Prosthodont* 2019;11:95-104.
 29. Lim NK, Shin SY. Bonding of conventional provisional resin to 3D printed resin: the role of surface treatments and type of repair resins. *J Adv Prosthodont* 2020;12:322-8.
 30. Qaw MS, Abushowmi TH, Almaskin DF, AlZaher ZA, Gad MM, Al-Harbi FA, Abualsaud R, Ammar MM. A Novel Approach to Improve Repair Bond Strength of Repaired Acrylic Resin: An in Vitro Study on the Shear Bond Strength. *J Prosthodont* 2020;29:323-33.
 31. Silva Cde S, Machado AL, Chaves Cde A, Pavarina AC, Vergani CE. Effect of thermal cycling on denture base and autopolymerizing relining resins. *J Appl Oral Sci* 2013;21:219-24.

실리카 마이크로겔을 첨가한 3D프린팅 의치상 레진과 경성 이장재 간의 전단 접착강도 비교 연구

이연우 대학원생, 송영균* 부교수

단국대학교 치과대학 치과보철학교실

목적: 현재 3D 프린팅을 통한 총의치의 제작은 적층 제조의 특성상 물리적 특성의 한계점들이 존재한다. 이를 극복하기 위한 여러 방법들 중 레진에 미세입자를 첨가해 강도를 높이는 방법이 유효하다고 밝혀졌다. 이에 본 연구에서는 3D 프린팅 레진 의치상의 표면에 존재하는 미세입자를 제거했을 때 의치상 레진과 이장 재료 간의 전단 접착강도를 비교 분석하기 위해 실험을 진행하였다.

연구 재료 및 방법: 63 μm 크기의 실리카 마이크로겔을 3D 프린팅 의치상용 레진에 2 wt%, 3 wt% 중량비로 혼합하고, 대조군을 포함한 세 중량비의 레진을 원기둥 형태로 출력하였다. 표면의 실리카 입자를 용해시키기 위해 에칭 용액을 적용하고, Tokuyama Rebase II normal, KOOLINER, ProBase Cold의 세 재료를 원통형 모양으로 부착한 다음 전단 접착강도를 측정하고 중량비에 따른 유의차를 평가하였다. 또한 파절 양상을 입체현미경으로 관찰하였다.

결과: 전단 접착강도는 세 레진 모두 실리카가 혼합되지 않은 대조군에서 가장 큰 평균값을 보였으며, 중량비 간에는 접착 강도의 유의한 차이가 존재하였다. 간접법 첨사용 레진인 ProBase Cold에서 가장 큰 값의 강도가 측정되었고, 모든 군에서 파절 양상은 접착성 파절이 주로 일어났다.

결론: 실리카 마이크로겔을 첨가한 3D 프린팅 의치상 레진에서 표면의 실리카를 용해하고 이장용 레진을 접착했을 때, 전단 접착강도가 유의하게 감소하였다.

(구강회복응용과학지 2023;39(2):79-88)

주요어: 3D 프린팅; 의치상; 의치 이장; 미세입자; 전단 접착강도

*교신저자: 송영균

(31116)충청남도 천안시 동남구 단대로 119 단국대학교 치과대학 치과보철학교실

Tel: 041-550-1932 | Fax: 041-553-1258 | E-mail: ygsong@dankook.ac.kr

접수일: 2023년 5월 22일 | 수정일: 2023년 5월 31일 | 채택일: 2023년 6월 5일