

Preparation and properties of glass fiber-reinforced endodontic (root canal therapy) posts

Jae-Yong Son^{***}, Kyoung-Ja Kim^{*}, Kyoung-Hun Kim^{*}, Joo-Seok Park^{*} and Kwang-Bo Shim^{**†}

^{*}Korea Institute of Ceramic Engineering and Technology, Jinju 660-031, Korea

^{**}Division of Materials Science and Engineering, Hanyang University, Seoul 133-791, Korea

(Received April 13, 2015)

(Revised April 16, 2015)

(Accepted April 24, 2015)

Abstract The fiber-reinforced endodontic posts were prepared using a photocurable resin and a glass fiber. The mechanical property of the posts increased with increasing density of glass fiber and the micro-pores in the post were removed by a vacuum impregnation process. To improve the interfacial adhesion between glass fiber and polymer, silane coupling agent was used. The surface treatment of glass fiber increased the surface wettability of resins on glass fiber and increased the adhesion property with resin, consequently improved the mechanical property of posts.

Key words Fiber reinforced endodontic post, Glass fiber, Photocurable resin, Interfacial adhesion, Mechanical property

유리섬유 강화 근관치료 포스트의 제조 및 특성에 대한 연구

손재용^{***}, 김경자^{*}, 김경훈^{*}, 박주석^{*}, 심광보^{**†}

^{*}한국세라믹기술원 기업협력센터, 진주, 600-031

^{**}한양대학교 신소재공학과, 서울, 133-791

(2015년 4월 13일 접수)

(2015년 4월 16일 심사완료)

(2015년 4월 24일 게재확정)

요 약 근관 치료를 위해 사용되는 섬유 강화형 포스트를 광중합 레진과 유리섬유를 이용하여 제조하였다. 제조된 포스트는 유리 섬유의 밀도가 높아짐에 따라 기계적 특성이 향상됨을 확인 할 수 있었고 광중합 레진의 점도 조절 및 진공함침 공정을 통해 미세 기공을 효과적으로 제거 할 수 있었다. 유리섬유와 광중합 레진과의 계면 결합력을 향상시키기 위해 유리 섬유 표면을 실란 커플링제를 사용하여 표면처리를 하였으며, 유리섬유의 표면처리는 유리 섬유 표면에 레진의 젖음성을 향상시켜 레진과의 결합 특성을 향상시키고 포스트의 기계적 특성을 향상시킴을 확인할 수 있었다.

1. 서 론

치아 우식증이나 외상으로 인한 치아 손상으로 인해 근관치료 시, 근관치료를 받은 치아는 잔존하는 치질이 부족한 경우에는 일반적으로 복합 레진을 사용하여 근관을 충전한 후 포스트를 삽입하여 근관을 수복하고 있다. 근관 치료에 사용되는 포스트는 치근과 치관부의 수복물을 연결하는 역할을 함으로써 코어(core)를 유지하고, 치관부에 가해지는 응력을 완충하는 역할을 하고 있다. 이

러한 근관 치료용 포스트는 크게 금속제 포스트와 비금속제 포스트로 분류되며 금속제 포스트로는 Ag, Ti, Pd, stainless steel 등이 사용되고 있으며 비금속제 포스트에는 세라믹소재인 alumina, zirconia와 carbon fiber, glass fiber, quartz fiber 등으로 강화된 섬유 강화형 포스트가 사용되고 있다[1-3].

과거에 주로 사용된 주조(cast post) 및 기성(prefabricated post) 금속제 포스트는 치질보다 높은 탄성계수로 치근 파절을 야기하는 문제점이 있기 때문에 최근에는 세라믹 소재 또는 섬유 강화형 소재가 주로 사용되고 있다[1-3]. 세라믹 소재 중 많이 이용되고 있는 지르코니아 포스트는 섬유강화 포스트보다 생체 적합성이나 강도 등이 우수하지만 소재 자체가 화학적으로 안정된 특성을 가지고

[†]Corresponding author

Tel: +82-2-2220-0501

Fax: +82-2-2291-7395

E-mail: kbshim@hanyang.ac.kr

있어서 시멘트 레진과의 접합성 문제와 지대치와의 결합력이 낮다는 단점이 있다[2, 4, 5]. 섬유강화형 레진 포스트의 경우에는 주 소재인 레진이 포스트 시멘트의 레진과 동일한 종류이고 다른 포스트에 비해 결합력이 우수하고 탄성계수가 치아의 상아질과 유사하기 때문에 치아 파손이 발생되어도 치근의 손상이 적다는 장점이 있기 때문에 섬유 강화형 포스트 사용이 증가하고 있다[6-9]. 섬유 강화형 포스트에는 주로 유리섬유가 섬유강화재로 사용되는데 유리 섬유는 근관 치료용 포스트의 주요 요구 성능을 충족시키며 저렴한 비용 및 가공이 용이하므로 최적의 강화재로서 다양한 분야에서 지속적으로 사용되고 있다[10, 11].

유리 섬유가 사용된 섬유 강화 포스트의 특성은 강화재 자체의 강도, 크기, 섬유의 길이, 배향, 분산도 등의 물리적인 요소와 더불어 사용된 강화재와 고분자 매트릭스간의 계면 결합이 가장 중요한 요인으로 작용한다[12-14]. 특히 계면에서의 접합과 응력 분포는 포스트의 파괴에 영향을 주기 때문에 계면의 특성은 포스트의 물성에 가장 중요한 영향을 미치게 된다. 그러므로 계면의 결합력 향상을 위한 열 표면처리, 화학적 표면처리, 표면코팅, 커플링제 등의 다양한 표면처리 방법이 제시되어 왔다[11, 13].

본 연구에서는 근관치료 포스트를 제조하기 위하여 광중합이 가능한 레진을 합성하였고 강화재로 유리섬유를 사용하였으며 유리섬유의 표면처리를 통하여 제조된 포스트의 기계적 물성을 향상시켜 유리섬유 강화형 근관치료용 포스트 적용 가능성을 고찰하였다.

2. 실험방법

광중합 레진을 합성하기 위하여 Camphorquinone(CQ, 99.9%, Sigma-Aldrich, USA), Urethane dimethacrylate (UDMA, 99.9%, Sigma-Aldrich, USA), Triethylene glycol dimethacrylate(TEGDMA, 99.9%, Sigma-Aldrich, USA) 이 사용되었으며, 유리 섬유의 표면 처리를 위해서는 3-Methacryloxypropyl trimethoxy silane(3-MPTS, 99.9%, Sigma-Aldrich, USA)이 사용되었다. 강화재로 사용된 유리 섬유(SE1200-Weaving, 한국오웬스코닝, Korea)는

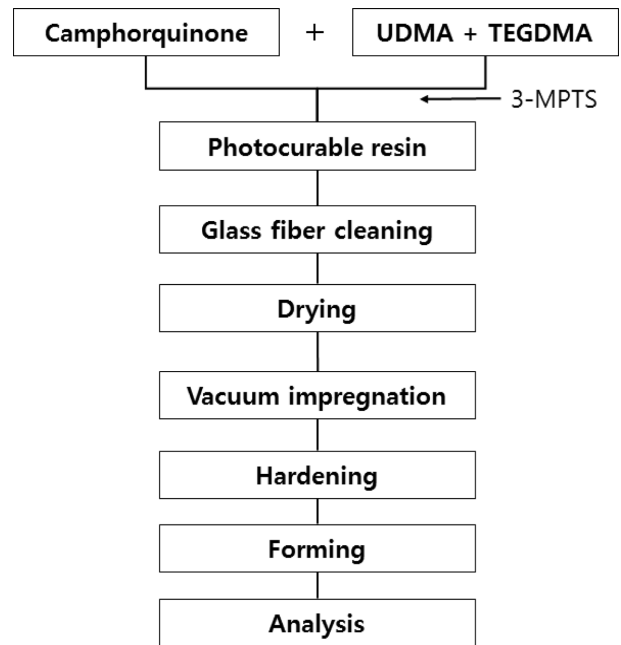


Fig. 1. Schematic diagram of experimental procedure.

광통신에 사용되는 광섬유로 단섬유 지름은 13~16 μm 범위를 가지며 한 가닥은 약 3000여개의 단섬유로 구성되어 있다. 광섬유는 유리 섬유 표면에 clad 층의 존재하기 때문에 이를 제거하기 위해 480°C에서 2시간 동안 열처리를 한 후 사용하였다. 열처리한 유리섬유의 표면 처리는 silane coupling agent인 3-MPTS를 사용하여 두 가지로 방법으로 진행하였는데 유리섬유 표면에 실란 용액을 직접 처리하는 방법과 광중합레진에 직접 첨가하는 방법으로 첨가량 유기 수지에 대해 1 wt%이다.

Fig. 1에 합성된 광중합 레진과 유리 섬유를 이용하여 포스트를 제조한 공정을 나타내었고 Table 1에는 유리 섬유 표면 처리 방법에 따른 시편 구분을 나타내었다. 시편 group 1은 아세톤을 이용하여 유리섬유를 30분 동안 초음파 세척하고 70°C의 건조기에서 3시간 동안 건조하고 상온에서 1일간 건조를 시행한 후 준비된 광중합레진에 2시간 동안 진공함침 후에 UV 경화기를 사용하여 1시간 동안 경화시켰다. 시편 group 2는 group 1과 동일한 방법으로 건조시킨 유리섬유를 실란 용액 속에 3분간 침적시켜 실란 처리를 시행한 후 100°C의 건조기에서 12시간 동안 열처리 후에 유리섬유는 상온에

Table 1
Experimental group

	Surface treatment method
Group 1	glass fiber + photocurable resin
Group 2	glass fiber (silane coupling agent) + photocurable resin
Group 3	glass fiber (heat treatment + silane coupling agent) + photocurable resin
Group 4	glass fiber + photocurable resin (silane coupling agent)

서 1일간 건조하고 진공함침 후 경화시켰다. 시편 group 3은 유리섬유의 clad 층을 제거하기 위해 480°C에서 2시간 동안 열처리한 후 group 2와 동일한 방법으로 경화시켰다. 마지막으로 시편 group 4는 1과 동일한 방법으로 건조시킨 유리섬유를 유기수지에 대해 1 wt% 실란을 직접 첨가한 광중합레진에 경화시켰다.

경화용 몰드는 지름 4 mm 원형인 테프론 관을 사용하였고 약 1.3Pa의 진공 압력에서 기포 제거를 실시한 후 광 조사기(UVAHAND 250, Honle, Germany)를 이용하여 380~420 nm 파장과 2 W/cm² 출력으로 경화를 진행하였다. 진공함침 및 경화 시에는 외부 빛(자연광)을 최대한 차단시킨 후 진행하였다.

광중합 레진의 점도는 23°C 온도에서 점도기(DV-III ULTRA, BROOKFIELD, USA)를 이용하여 측정하였고, 제조된 포스트의 기계적 물성은 재료시험기(3300, Instron, USA)를 사용하여 측정하였다. 유리섬유와 레진 간의 젖음성은 접촉각 측정기(DAS-25, KRUSS GmbH, German)를 이용하였고 미세구조는 주사전자현미경(JSM 6700F, JEOL, Japan)을 이용하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 광중합레진 합성

광중합 시 사용하는 재료와 중합 광의 적합성은 중합 깊이에 영향을 주며 중합은 충분히 이루어지도록 하는 것이 좋다. 포스트에 사용할 광중합 레진을 제조하기 위해 Table 2와 같은 조성으로 광중합 레진을 합성하고 점도 및 광중합 특성을 분석하였다. 광 개시제로 사용되는 CQ는 약 380~500 nm 사이의 파장대에서 빛을 흡수하는 특성이 있으며 황색을 띠고 있으며 미량의 첨가만으로도 자외선 조사시 고분자 중합을 개시하게 하는 것으로 알려져 있다[14]. UDMA는 레진 monomer로 사용되었으며 TEGDMA는 점도 조절제로 사용되었다.

다수의 실험 결과 광중합레진의 배합 비율이 1:4 이상에서는 진공함침 후 광중합레진의 색상의 변화가 나타나는 결과가 나타났으며, Kawaguchi 등은 광중합레진의

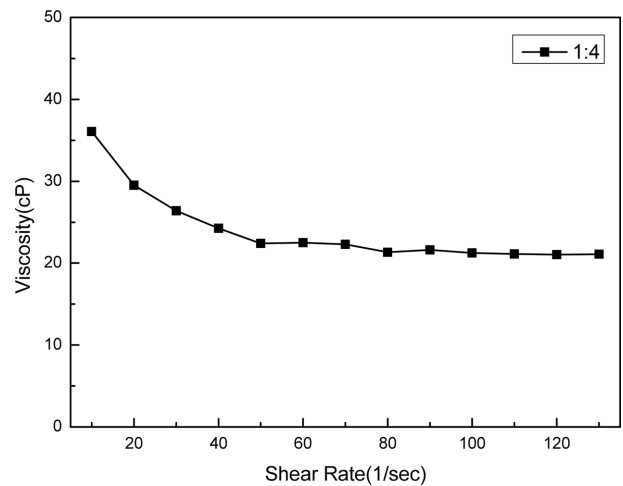


Fig. 2. Viscosity of photocurable resin

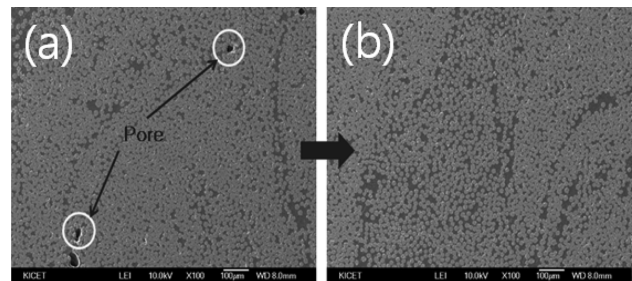


Fig. 3. Pore distribution in the fiber reinforced post.

색상은 광 투과도에 영향을 주기 때문에 중합깊이도 이에 비례한다고 보고하였다[15]. 광중합레진의 배합 비율이 1:4 이하에서는 점성이 높아져서 유리섬유 표면의 기포가 증가하는 문제점이 발생하였는데(Fig. 3a) 이는 파이버 포스트의 강도 저하 및 광 투과성(심미성) 저하로 나타날 수 있다. Fig. 2의 점도 측정 결과에서도 광중합레진의 배합 비율이 1:4일 경우에 가장 완만한 전단 속도 분포를 나타내었으며 Fig. 3b와 같이 기포 또한 완전히 제거됨을 알 수 있었다. 따라서 본 연구에서는 광중합레진의 배합 비율을 1:4로 고정하여 실험을 진행하였다.

3.2. 근관치료 포스트의 기계적 물성

일반적으로 파이버 포스트의 강도는 강화재의 함량과 관련이 있다. 이러한 상관관계를 확인하기 위해 내경이 4 mm인 테프론 관을 사용하여 1:4 비율로 합성한 광중합레진에 유리섬유의 함량을 늘리면서 경화 후 격임 강도를 측정하였다. 표면 처리를 하지 않은 유리 섬유를 사용한 경우 유리 섬유 가닥의 함량이 증가하면 강도가 증가하지만 6가닥 이후에 강도 값이 약간 저하되는 결과를 나타내었다(Fig. 4). 하지만 레진에 1%의 실란을

Table 2
The composition of photocurable resin

Mixture ratio	Photocurable resin			Viscosity (cP)
	CQ (g)	UDMA (g)	TEGDMA (g)	
1:3	0.1	40	120	30.29
1:4	0.1	40	160	22.22
1:5	0.1	40	200	18.23
1:8	0.1	40	320	14.06
1:10	0.1	40	400	15.71

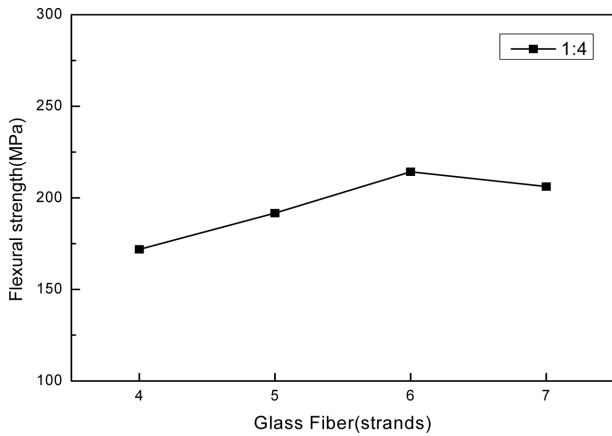


Fig. 4. The variation of flexural strength of posts without silane surface treatment

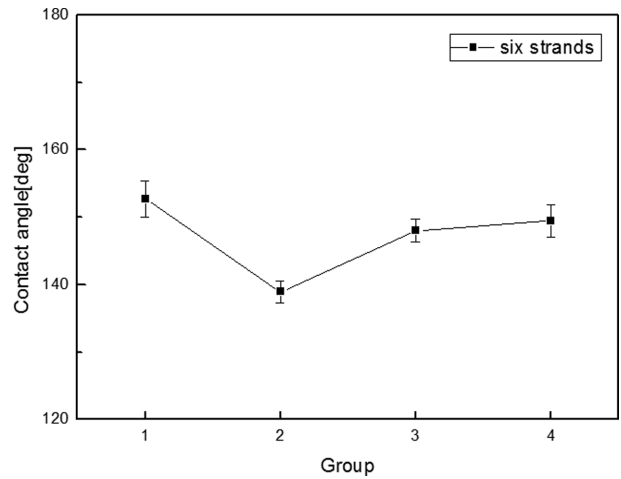


Fig. 7. The variation of contact angles with resin and glass fiber.

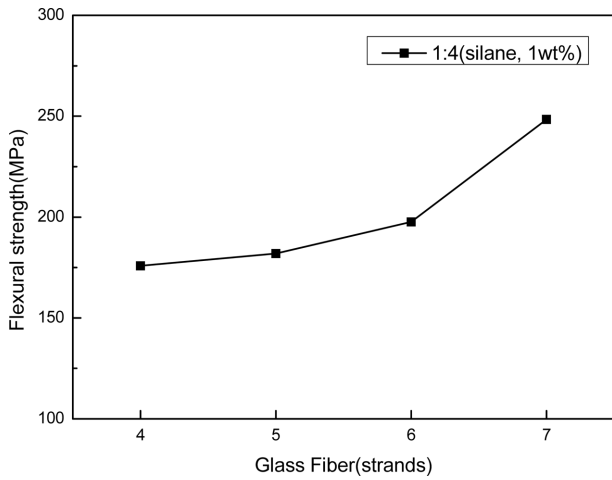


Fig. 5. The variation of flexural strength of posts with silane surface treatment.

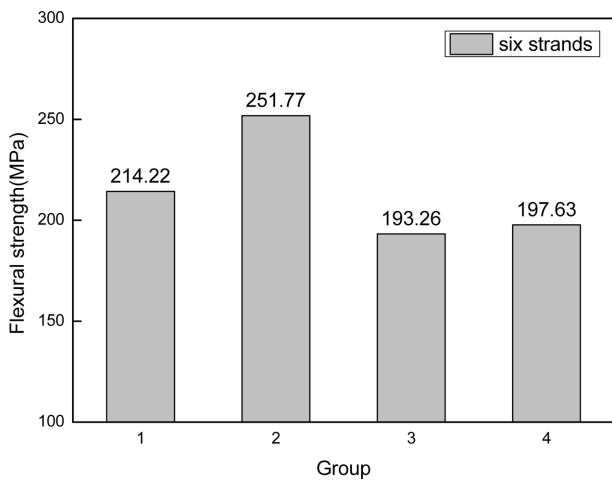


Fig. 6. The variation of flexural strength of posts with surface treatment method.

침가하여 동일한 실험을 진행한 결과 유리 섬유 수의 수가 증가하면 지속적으로 강도 값이 증가하는 경향을 보이고

있다(Fig. 6). 이러한 꺾임 강도의 변화는 강화제로 사용된 유리 섬유의 함량뿐만 아니라 레진과 유리 섬유와의 표면 개질을 통해서도 특성을 향상을 가져올 수 있다고 평가할 수 있다.

유리 섬유의 표면 처리 방법에 따른 포스트 특성의 변화를 관찰하기 위해 강도 변화가 시작된 6가닥의 유리 섬유를 사용하여 Table 1에 주어진 group으로 각각 표면처리를 시행한 후 포스트를 제조하여 꺾임 강도를 측정된 결과를 Fig. 6에 나타내었다. 유리섬유에 직접 실란 처리한 group에서 가장 큰 강도 값을 나타내는 것을 확인 하였다. Fig. 7에서 측정된 레진과 유리 섬유와의 접촉각 결과를 살펴보면 group 2의 경우 접촉각이 가장 작게 나타났다. 이는 광중합레진과 유리섬유의 흡착 및 표면 젖음성이 증가한 결과로 평가할 수 있으며 이 때문에 강도 값이 증가되었다고 사료된다.

3.3. 근관치료 포스트의 미세구조 분석

Fig. 8은 제조된 포스트의 레진과 유리 섬유 사이의 미세구조를 보여주는 것으로 group 1(Fig. 8a)의 경우는 유리 섬유의 절단면이 거칠고 유리 섬유와 레진 사이의 결합면이 균일하지 않음을 알 수 있다. 이는 광중합 레진과 유리섬유가 효과적으로 접촉되지 못해 나타난 결과로 사료된다. 반면에 group 2(Fig. 9b)의 경우 유리섬유의 절단면과 레진과의 계면이 상대적으로 깨끗한 것을 확인할 수 있으며 이러한 계면 특성이 포스트의 강도 향상에 기여하고 있음을 알 수 있다. group 3과 4의 경우 유리 섬유의 절단면과 계면은 group 2의 보다는 거칠지만 유리 섬유를 표면처리 하지 않은 group 1보다는 균일한 것으로 관찰된다. 따라서 유리 섬유의 표면 처리에 의해 유리 섬유와 레진간의 결합 특성이 향상됨을 확인

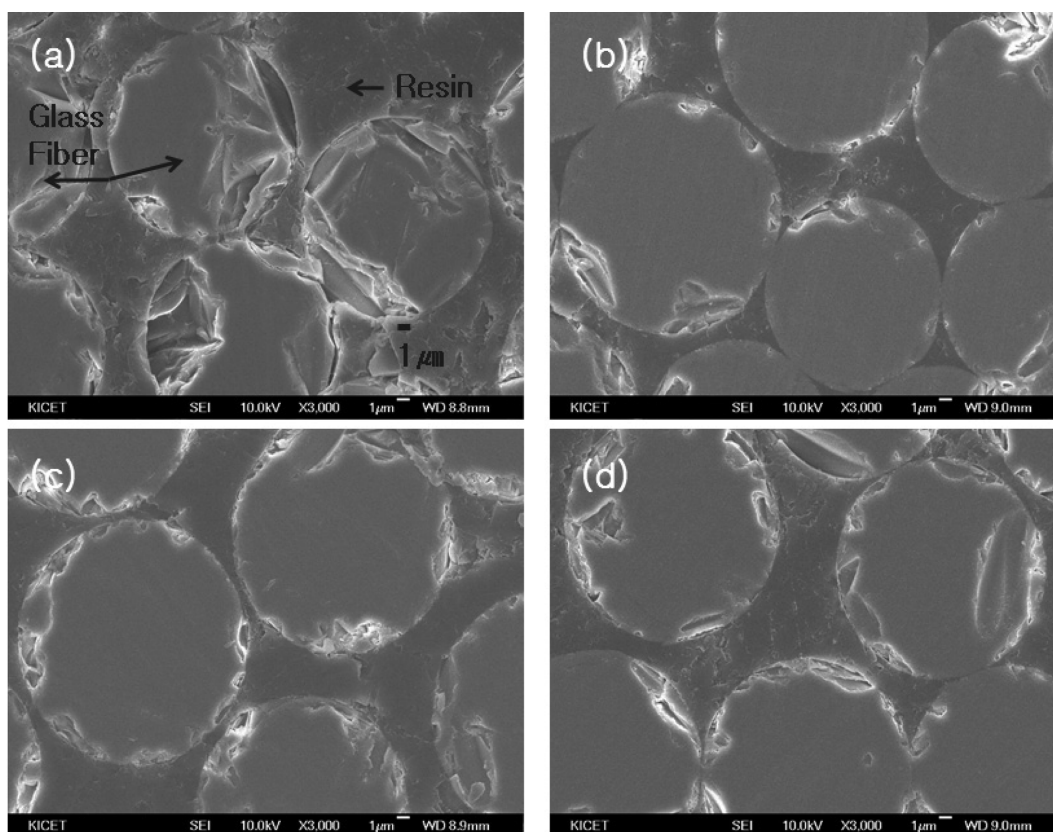


Fig. 8. SEM images of glass fiber-reinforced endodontic posts, (a) Group 1, (b) Group 2, (c) Group 3, (d) Group 4.

할 수 있다.

4. 결 론

향상된 기계적 물성을 가지는 근관 치료용 포스트를 제조하기 위하여 광중합레진과 유리섬유를 사용하였으며 레진과 유리 섬유와의 결합력 향상을 위해 유리 섬유의 표면 처리를 실시하였다. 제조된 포스트는 유리 섬유의 밀도가 높아질수록 기계적 특성이 향상됨을 나타내었고, 특히 유리 섬유의 표면 처리를 통해 레진과 유리 섬유 표면과의 젖음성을 향상시키면 더욱 더 우수한 기계적 특성을 지닌 포스트를 제조할 수 있음을 알 수 있었다. 따라서 유리 섬유의 표면 처리 공정을 통해 섬유강화형 포스트가 근관치료용으로 응용될 수 있는 가능성을 확인 할 수 있었다.

References

- [1] J. Aksornmuang, R.M. Foxton and M. Nakajima, "Microtensile bond strength of a dual-cure resin core material to glass and quartz fibre posts", *J. Dent.* 32 (2004) 443.
- [2] G. Plotino, N.M. Grande and R. Bedini, "Flexural properties of endodontic posts and human root dentin", *Dent. Mat.* 23 (2007) 1129.
- [3] H.M. Yoo and H.J. Keum, "Effect of surface treatments of fiber posts on bond strength to composite resin cores", *J. Kor. Acad. Oper. Dent.* 35 (2010) 173.
- [4] D.G. Purton and J.A. Payne, "Comparison of carbon fiber and stainless steel root canal posts", *Quintessence Int.* 27 (1996) 93.
- [5] E. Asmussen, A. Peutzfeldt and T. Heitmann, "Stiffness, elastic limit, and strength of newer types of endodontic posts", *J. Dent.* 27 (1999) 275.
- [6] Kor. Patent 1020130064198.
- [7] W. de Rijk, "Removal of fiber posts from endodontically treated teeth", *Am. J. Dent.* 13 (2000) 19B.
- [8] J.S. Lee, T.Y. Lim, Y.S. Lee, M.J. Lee, J.H. Hwang, J.H. Kim and S.K. Hyun, "Fabrication and characterization of boron free E-glass fiber compositions", *J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol.* 23 (2013) 44.
- [9] J.S. Lee, T.Y. Lim, Y.S. Lee, M.J. Lee, J.H. Hwang, J.H. Kim and S.K. Hyun, "Fabrication and characterization of glass with E-glass fiber composition by using silica-alumina refused coal ore", *J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol.* 23 (2013) 180.
- [10] P.K. Mallick, "Fiber-reinforced composites", Marcel Dekker (CRC press, London, 1993) p. 42.
- [11] W.D. Callister and D.G. Rethwisch, "Materials science and engineering", John Wiley & Sons (Wiley, New York, 2011) p. 194.
- [12] S.J. Park, J.S. Jin and J.R. Lee, "Enhancement of inter-

facial adhesion of glass fibers-reinforced unsaturated polyester matrix composites: Effect of γ -methacryloxy-propyltrimethoxy silane treatment containing γ -amino-propyltriethoxy silane”, J. Kor. Ind. Eng. Chem. 12 (2001) 143.

- [13] J.C. Lee, H.S. Cho and J.S. Chung, “Preparation and properties of glass fiber-reinforced poly(olefin ketone) composites”, Appl. Chem. Eng. 23 (2012) 339.
- [14] K.H. Chae, Y.J. Park and G.J. Sun, “New photosensitizers for a visible light-cured urethane dimethacrylate dental resin composite”, Polymer (Korea) 23 (1999) 113.
- [15] M. Kawaguchi, T. Fukushima and K. Miyazaki, “The relationship between cure depth and transmission coefficient of visible-light-activated resin composites”, J. Dent. Res. 73 (1994) 516.