

## 치과용 리튬 디실리케이트 세라믹의 다양한 표면 처리에 따른 표면 특성

곽해성<sup>1,2</sup> · 최한철<sup>2,†</sup>

<sup>1</sup>미니쉬치과병원, 서울 강남구 언주로 728

<sup>2</sup>조선대학교 치과대학, 광주광역시 동구 조선대길 146 2

(2025년 7월 31일 접수, 2025년 8월 09일 수정, 2025년 8월 12일 채택)

## Surface Characteristics of Lithium Disilicate Ceramics via Various Surface Modifications for Dental Use

Haeseong Kwak<sup>1,2</sup> and Han-Cheol Choe<sup>2,†</sup>

<sup>1</sup>MINISH Dental Hospital, 728, Eonju-ro, Gangnam-gu, Seoul

<sup>2</sup>Department of Dental Materials, College of Dentistry, Chosun University, Gwangju 61452, Korea

(Received July 31, 2025; Revised August 09, 2025; Accepted August 12, 2025)

Lithium disilicate ceramics are widely used in dental prosthetics due to their outstanding mechanical properties and aesthetic appeal. Among these materials, the Rosetta<sup>®</sup> SM blocks manufactured by HASS stand out as a leading choice for CAD/CAM restorations, offering both processability and clinical reliability. This study aims to evaluate the effects of various surface treatment protocols on the surface morphology and characteristics of Rosetta<sup>®</sup> SM lithium disilicate blocks. Five treatment groups were compared: mechanical polishing, hydrofluoric acid (HF) etching, silane primer application, a combination of HF etching followed by silane application, and a one-step treatment using ammonium polyfluoride (APF) with silane. Surface characteristics were analyzed using scanning electron microscopy (SEM), atomic force microscopy (AFM), Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR), nanoindentation, contact angle measurement, and X-ray diffraction (XRD). Among the treatment protocols, the combination of HF etching and silane application yielded the most favorable microstructural features for adhesive bonding, characterized by well-defined surface roughness and enhanced surface energy. The APF-silane one-step treatment also showed promising results, demonstrating reduced technique sensitivity and improved clinical applicability. These findings indicate that the choice of surface treatment significantly influences the adhesive interface and may enhance the long-term performance of lithium disilicate ceramic restorations.

**Keywords:** Lithium disilicate, Dental ceramic, Surface treatment, Silane, Ceramic morphology

### 1. 서론

현대 치과 치료의 패러다임은 단순한 저작 기능의 회복을 넘어 심미성과 생체적합성을 동시에 만족시키는 방향으로 진화하고 있다 [1]. 특히, 심미적인 요구가 높은 전치부 수복에서는 천연 치아와 유사한 광학적 특성, 색안정성, 조직 친화성 등을 갖춘 재료 선택이 치료 성공의 핵심 요소로 간주된다 [2]. 이러한 요구에 부합하는 대표적인 재료가 바로 리튬 디실리케이트(Lithium

disilicate) 기반의 세라믹이다 [3]. 해당 재료는 유리-세라믹의 일종으로, 미세결정 구조와 유리상(matrix)이 공존하는 이중 구조를 가지며, 약 360 ~ 400 MPa 수준의 굴곡 강도와 우수한 투광성(translucency)을 통해 자연치와 유사한 심미성을 제공한다 [4]. 또한 세포 독성이 낮고, 구강 내 장기간 사용 시에도 안정적인 물성을 유지하는 특성으로 인해 다양한 임상 상황에서 크라운(crown), 비니어(veneer), 인레이(inlay), 온레이(onlay) 등 광범위한 보철물 제작에 적용되고 있다.

최근에는 CAD/CAM (Computer-Aided Design/Computer-Aided Manufacturing) 기술의 발전으로 리튬 디실리케이트 블록의 디지털 가공이 가능해지면서, 임상적 효율성

<sup>†</sup>Corresponding author: [hcchoe@chosun.ac.kr](mailto:hcchoe@chosun.ac.kr)

곽해성: 대학원 박사과정생, 최한철: 교수

과 재현성이 더욱 향상되었다 [5]. 특히, HASS사의 Rosetta® SM 블록은 국내외에서 사용 빈도가 높은 고성능 리튬 디실리케이트 제품으로, 제조 공정의 균일성과 미세결정 분포의 안정성 덕분에 수복물의 정밀도 및 내구성이 우수하다. 이 제품은 유리상 내에 리튬 디실리케이트 결정이 65% 이상 포함된 형태로, 가공 후 결정화 소성 과정을 거쳐 최종 물성을 획득하게 된다. 그러나 이러한 블록이 레진 시멘트와 결합되어 구강 내에서 장기간 안정성을 유지하기 위해서는 표면 처리(surface pretreatment) 과정이 필수적이다.

리튬 디실리케이트는 결정성 고체로서 표면 거칠기와 화학적 활성도가 낮기 때문에, 효과적인 접착을 위해 물리적 또는 화학적 표면 개질(surface modification)이 요구된다 [6]. 이를 통해 세라믹 표면의 소수성을 증가시키고, 마이크로 메커니컬 결합력 및 화학적 상호작용을 유도할 수 있다. 현재까지 다양한 표면 처리 방법이 제안되었으며, 대표적으로 기계적 연마(polishing), 불화수소산(Hydrofluoric acid, HF) 에칭, 실란 커플링제 처리(silane coupling), HF-Silane 복합 처리, 그리고 최근 주목받는 암모늄 폴리플루오라이드(Ammonium poly-Fluoride, APF) 기반 원스텝 처리가 임상에서 활용되고 있다 [6-8]. 각각의 방법은 고유의 작용기전과 효과를 가지며, 세라믹 표면의 조성 및 거칠기, 습윤성(wettability), 그리고 레진 시멘트와의 계면 접착력에 상이한 영향을 미친다 [9].

HF는 실리카 기반 세라믹의 유리상을 선택적으로 용해시켜 미세한 요철을 형성하고, 그로 인해 표면적과 결합 면적을 증가시키는 역할을 한다 [10]. Silane 커플링제는 세라믹 표면의 실록산기와 레진 시멘트의 메타크릴레이트기를 화학적으로 연결시켜 결합 안정성을 증대시킨다 [11]. 이 두 처리를 연속 적용한 복합 방식은 현재까지 가장 높은 접착 강도를 보여주는 것으로 보고되어 있으며, 실제 임상에서도 표준적인 방식으로 널리 사용되고 있다 [12]. 그러나 이 방식은 시술자 의존성이 높고 테크닉-센서티브(technique-sensitive)하다는 단점이 있다. 반면, APF 기반의 처리 방식은 HF와 Silane이 동시에 포함된 1-bottle 제품으로, 시술 절차를 단순화하면서도 일정 수준 이상의 접착 효과를 기대할 수 있어 최근 그 임상 효용성이 주목받고 있다 [8]. 하지만 지금까지의 선행 연구는 대부분 개별 표면처리 방법의 효과를 평가하거나 특정 조건 하에서의 접착력 변화에 초점을 맞추고 있어, 동일한 기준에서 리튬 디실리케이트 세라믹의 표면 구조 변화와 물리적 특성의 상관관계를 정량적·정성적으로 비교 분석한 연구는 매우 제한적이다 [13]. 특히, Rosetta® SM 블록과 같이 임상에서 실제로 사용되는 블록을 대상으로 다양한 표면 처리 조건의 효과를

종합적으로 평가한 연구는 많이 보고된 바 없다.

이에 본 연구는 HASS사의 Rosetta® SM 리튬 디실리케이트 블록을 대상으로, 상이한 표면 처리 방식—기계적 연마, HF 처리, Silane 처리, HF+Silane 복합 처리, APF 기반 1-step 처리—이 세라믹 표면의 미세 구조적 특성, 기계적 성능, 표면 에너지, 화학적 조성, 결정성 안정성 등에 미치는 영향을 포괄적으로 분석하고자 한다 [14]. 이를 위해 주사전자현미경(SEM), 원자힘현미경(AFM), 푸리에 변환 적외선 분광법(FTIR), 접촉각 측정(Contact angle goniometry), X선 회절 분석(XRD)을 활용하여, 표면 개질에 따른 다면적 변화를 다각도로 규명한다. 특히, 각 표면 처리법이 표면 요철 구조 및 계면 거동에 미치는 정량적 영향과 그 임상 적용 가능성을 함께 평가함으로써, 실제 수복물의 장기적 접착 안정성과 기계적 신뢰성을 확보할 수 있는 최적의 표면 처리 전략을 도출하는 데 목적이 있다. 나아가, 본 연구는 기존 문헌에서 간과된 리튬 디실리케이트 블록 간 표면 처리 방식의 상호 비교 및 표면 특성-접착 연계성에 대한 체계적 정리를 통해, 향후 임상가와 연구자 모두에게 실질적인 참고 기준을 제시할 수 있을 것으로 기대된다.

## 2. 실험방법

### 2.1 실험 재료 및 시편 준비

본 연구에서는 리튬 디실리케이트 기반 유리세라믹 블록인 Rosetta® SM (HASS, Korea) 제품을 사용하였다. 해당 블록은 결정화 전단계의 pre-crystallized 상태로 공급되며, 리튬 디실리케이트( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ) 결정이 고르게 분산된 유리상 매트릭스 내에 포함되어 있어 결정화 소성 이후 우수한 기계적 강도와 광학적 특성을 나타내는 것으로 알려져 있다. Rosetta® SM은 CAD/CAM 가공이 용이하며, 결정화 공정을 통해 400 MPa 이상의 굴곡 강도와 우수한 심미적 특성을 동시에 확보할 수 있어 임상적 활용도가 높다. Rosetta® SM 블록의 조성은 Table

Table 1. Chemical composition of Hass Rosetta® SM (wt%)

| Composition             | Hass Rosetta® SM |
|-------------------------|------------------|
| $\text{SiO}_2$          | 71~85            |
| $\text{Li}_2\text{O}$   | 10~15            |
| $\text{B}_2\text{O}_3$  | 1~6              |
| $\text{Al}_2\text{O}_3$ | 1~5              |
| $\text{P}_2\text{O}_5$  | 2~5              |
| Oxides                  | 3~9              |
| Pigments                | 0.1~2            |

**Table 2. Surface treatment of Each Group**

| Group            | Surface pre-treatment | Product(company)                                   |
|------------------|-----------------------|----------------------------------------------------|
| Group 1(Control) | Polishing             | X                                                  |
| Group 2          | 4.5% HF               | Ceramic Etching Gel (Ivoclar Vivadent)             |
| Group 3          | Silane                | Monobond N(Ivoclar vivadent)                       |
| Group 4          | 4.5% HF + Silane      | Ceramic Etching Gel + Monobond N(Ivoclar Vivadent) |
| Group 5          | APF+Silane            | Monobond Etch & Prime (Ivoclar Vivadent)           |

1을 통해 알 수 있다.

시편은 CAD/CAM 전용 절삭기를 사용하여 14 mm (가로) × 12 mm (세로) × 2 mm (두께) 크기로 정밀 절단하였으며, 이후 증류수 기반의 초음파 세척기(5분)를 통해 표면 오염물질 및 분진을 제거하였다. 모든 시편은 실험 전 low-speed handpiece (5,000 rpm)와 JOTA社의 SD773F.HP.220 diamond bur를 이용하여 표면을 균일하게 polishing 하였다. 해당 버는 미세 입자 연마용으로 설계되어 표면 손상 없이 세라믹 표면을 안정적으로 평탄화할 수 있는 특징을 지닌다.

## 2.2 실험군과 표면 처리

시편은 총 5개 그룹으로 나뉘어 각기 다른 표면 처리 방법을 적용하였다. 표면 처리의 목적은 세라믹 표면의 거칠기, 에너지 상태, 화학적 반응성을 변화시켜 레진 시멘트와의 결합력을 증진시키는 데 있으며, 본 연구에서는 현재 임상에서 널리 사용되거나 기술적 관심이 높은 처리법을 중심으로 선정하였다.

•Group 1 (대조군 / Control): Polishing만 수행한 후 추가적인 화학적 처리 없이 원 상태를 유지하였다. 이 군은 다른 처리법의 영향을 비교하기 위한 기준군 역할을 한다.

•Group 2 (HF 처리): Ceramic Etching Gel (Ivoclar Vivadent, 4.5% HF)을 시편 표면에 도포하여 60초간 식각 후, 흐르는 증류수로 충분히 세척하고 에어 블로우로 건조하였다. HF는 유리상 매트릭스를 선택적으로 용해하여 마이크로 요철을 형성하고, 표면적 및 기계적 결합력을 증진시키는 데 널리 활용되는 전통적 처리 방식이다.

•Group 3 (Silane 처리): Monobond N (Ivoclar Vivadent)을 60초간 표면에 도포 후, 에어 블로우로 건조하였다. Silane커플링제는 세라믹의 실록산기와 레진 시멘트의 메타크릴레이트기 사이의 화학적 결합을 유도하며, 접착 계면의 안정성 향상에 기여한다.

•Group 4 (HF + Silane 복합 처리): Group 2의 HF 에칭 후 건조 → Group 3의 Silane 도포 순으로 연속 처리하였다. 이 방식은 물리적 요철 형성 및 화학적 커플링을 동시에 유도하여 높은 접착 강도를 구현하는 표준

적 복합 처리 전략이다. 현존하는 세라믹 표면 처리 중 가장 좋은 방법이다.

•Group 5 (APF + Silane 1-step): Monobond Etch & Prime (Ivoclar Vivadent)을 사용하여 20초간 시편 표면에 러빙(rubbing) 한 뒤, 40초간 에어 드라이하였다.(제조사의 권장사항에 따른다.)

해당 제품은 APF와 Silane이 동시에 포함된 1-step 처리제로, 절삭 간소화 및 술식의존도(Tech-Sensitivity) 감소라는 임상적 장점을 가진다.

모든 처리 과정은 동일한 온도( $23\pm1^{\circ}\text{C}$ ), 상대습도( $50\pm5\%$ )의 실험실 환경에서 수행되었으며, 각 그룹당 시편은 5개( $n=5$ )씩 구성하였다. 이들 조건은 정리하여 Table 2에 나타내었다.

## 2.3 표면 특성 분석

본 연구에서는 Rosetta® SM 리튬 다실리케이트 세라믹 블록에 대해 적용된 표면 처리 방법들이 시편 표면의 구조적 및 화학적 특성에 미치는 영향을 평가하기 위해 총 여섯 가지의 정량 및 정성 분석 방법을 사용하였다. 각 분석은 표면 형태, 화학 조성, 물리적 성질을 다각도로 파악할 수 있도록 설계되었으며, 이들 결과는 세라믹과 레진 시멘트 간의 접착 계면 특성을 해석하는 데 중요한 기초 자료로 활용된다.

FE-SEM 분석(Field-emission scanning electron microscope : Hitachi S-4800, Japan)은 시편 표면의 미세 구조(microstructure)와 표면 처리에 따른 요철 형성 패턴을 고배율로 관찰하기 위해 수행되었다. 전자빔이 시편 표면을 스캔하며 형성되는 2차 전자를 감지하여 고해상도 이미지를 제공하므로, HF 처리 등으로 유도된 마이크로 러프니스, 표면 손상, 입자 경계 등을 시각적으로 비교할 수 있다. 분석 전에는 표면 전도성을 확보하기 위해 백금(Pt) 코팅을 진행하였으며, 각 시편은 500배, 2500배, 10000배의 세 배율에서 관찰하여 처리에 따른 입자 간 간격, 표면 패턴 분포의 변화를 정성적으로 평가하였다.

AFM (Atomic Force Microscope : XE-100, Park Systems, Korea)은 시편 표면의 나노스케일 수준 거칠기(nanoroughness)를 정량적으로 측정하기 위해 사용되

었다. 탐침(cantilever tip)이 시편 표면을 스캔하면서 발생하는 미세한 접촉력 변화를 감지하여, 3차원 표면 지형(topography)을 구성한다. 이를 통해 평균 표면 거칠기(Ra) 및 제곱 평균 거칠기(RMS) 값을 수치화할 수 있다. 본 연구에서는 tapping mode 방식으로 측정하였으며, 각 시편의 동일 부위(예: 중심부 또는 모서리)에서  $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$  영역을 최소 3회 반복 측정하여 평균값을 도출하였다. 이 분석은 미세 요철의 크기와 밀도, HF 처리 후 생성된 에칭 피처(etching feature) 등의 정량화에 효과적이다.

접촉각 분석(Contact angle measuring equipment : Surfactech GS, Korea)은 각 표면의 친수성(hydrophilicity) 혹은 소수성(hydrophobicity)을 평가하여 표면 에너지 상태를 간접적으로 판단하기 위한 것이다. 이 측정은 세라믹 표면 위에 일정량의 물방울(DI water, 5  $\mu\text{L}$ )을 떨어뜨린 후, 형성된 액적의 접선과 표면이 이루는 각도를 측정하는 방식으로 이루어졌다. 일반적으로 접촉각이 작을수록 친수성, 즉 표면 에너지가 높아지는 경향을 보이며, 이는 레진 시멘트와의 젖음성(wettability), 접착력 형성에 직결된다. 각 시편은 동일 위치에서 좌우대칭 두 점의 접촉각을 측정하고, 평균값을 산출하여 분석하였다.

FT-IR 분석(Fourier-Transform Infrared Spectroscopy : FT-IR Spectrum Two, PerkinElmer, US)은 시편 표면의 화학적 조성, 특히 실록산 결합(Si-O-Si), Silane기의 존재, 그리고 HF 처리 유래 화학종을 식별하기 위해 수행되었다. 적외선이 시편에 조사되었을 때, 특정 파장의 진동 에너지가 분자의 결합 진동수와 일치하면 흡수가 일어나며, 이를 통해 기능기 존재 여부를 확인할 수 있다. 본 연구에서는  $500\text{--}4000\ \text{cm}^{-1}$  범위에서 스펙트럼을 수집하였으며, 분석 결과는 각 처리 그룹에서 생성된 관능기의 차이를 비교하여, 접착 메커니즘의 화학적 기반을 평가하는 데 활용되었다.

XRD (X-ray diffractometer; X'pert Philips, Netherlands) 분석은 표면 처리 후 시편 표면의 결정 구조 변화 및 결정상(crystalline phase) 유무를 파악하기 위해 수행되었으며 이때 Cu K $\alpha$  방사선(파장 0.15 nm)을 사용하였고 0.02 스텝 크기,  $10\text{--}90^\circ$ 의  $2\theta$  범위에서  $1^\circ/\text{min}$ 의 주사속도로 측정하였다. XRD는 결정 구조 내 평면에서 반사되는 X선의 회절 패턴을 측정하여, 물질의 결정성, 결정화도(crystallinity), 혹은 비정질 구조 여부를 확인하는 기술이다. 본 연구에서는  $2\theta$  기준  $10^\circ\text{--}80^\circ$  범위에서 스캔하였으며, 각 처리법이 리튬 디실리케이트 결정상이나 유리상 매트릭스에 미치는 영향 여부를 분석하였다. 특히, HF 또는 APF 처리 후 결정상 구성에 미치는 영향을 검토하였다.

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1 FE-SEM을 통한 표면 마이크로구조 변화 관찰

Fig. 1-3은 표면 처리 조건에 따른 Rosetta<sup>®</sup> SM 세라믹 표면의 미세 구조는 주사전자현미경(FE-SEM)을 통해 500배, 2500배, 10000배의 세 배율로 관찰된 것이다. 이는 표면 요철의 형태, 분포, 균일성 측면에서 각 구간 뚜렷한 차이를 보였다. polishing만 수행한 대조군 Group 1의 경우, 표면은 전반적으로 평탄하며 일정한 방향성의 연삭 흔적이 관찰되었다. 고배율( $\times 10,000$ )에서도 기본적 요철 구조 외에 추가적인 요철은 존재하지 않으며, 결정립 간 경계가 흐릿하게 보이는 정도로 기계적 interlocking에 기여할 수 있는 구조적 특징은 제한적이었다.

HF를 이용하여 식각 처리한 Group 2의 표면은 표면 전반에 걸쳐 다수의 미세한 micro-pit (미세함몰) 및 불규칙한 groove (홈)가 관찰되었으며, 이들 구조는 형상과 깊이, 폭에서 상당한 불균일성과 다양성을 보였다. 특히  $\times 10,000$  배율의 고배율 SEM 영상에서는 유리질 매트릭스(glassy matrix)가 선택적으로 용해된 영역을 중심으로, 전면적으로 확산된 micro-porosity (미세공극)가 특징적으로 분포되어 있음이 확인되었다. 이는 HF가 세라믹 내 비결정성 구성 성분을 선별적으로 용해함으로써 결정상은 상대적으로 유지되면서도 표면 요철이 입체적으로 형성된 것으로 해석된다. 이러한 미세 요철 구조는 레진 시멘트와의 접착 시 마이크로 메카니컬 결합(micromechanical interlocking)을 유도하는 데 효과적이며, 접착계면의 물리적 고정력 확보에 매우 유리한 조건을 제공한다 [9].

Silane 단독 처리를 실시한 Group 3은 Group 1과 유사한 평탄한 표면 형상을 유지하였다. Silane이 도포된 표면에서는 빛의 산란 및 반사율 변화에 따른 광학적 차이가 일부 관찰되었지만, 고배율 SEM 관찰 결과 기계적 요철이나 구조적 표면 변형은 관찰되지 않았다. 이는 Silane 커플링제가 세라믹 표면에 단일 분자층 또는 얇은 피막 형태로 흡착 또는 축합되면서, 물리적 형태 변화 없이 화학적 계면 형성에 집중된 처리 결과로 해석된다. 그러나 이러한 표면은 기계적 거칠기가 결여되어, 물리적 interlocking에 기여하는 구조적 요인이 부족한 한계를 지닌다.

HF 처리 후 Silane 커플링제를 연속 적용한 Group 4 복합 처리군은 Group 2에서 관찰된 불규칙한 요철 구조 위에 Silane이 얇게 증착된 복합적인 표면 형상을 보였다. Silane이 요철 사이사이에 모세관 작용(capillary action)으로 침투하면서, sharp edge 또는 angular pit이 부분적으로 완화된 형상이 확인되었다. 이는 단순한 도

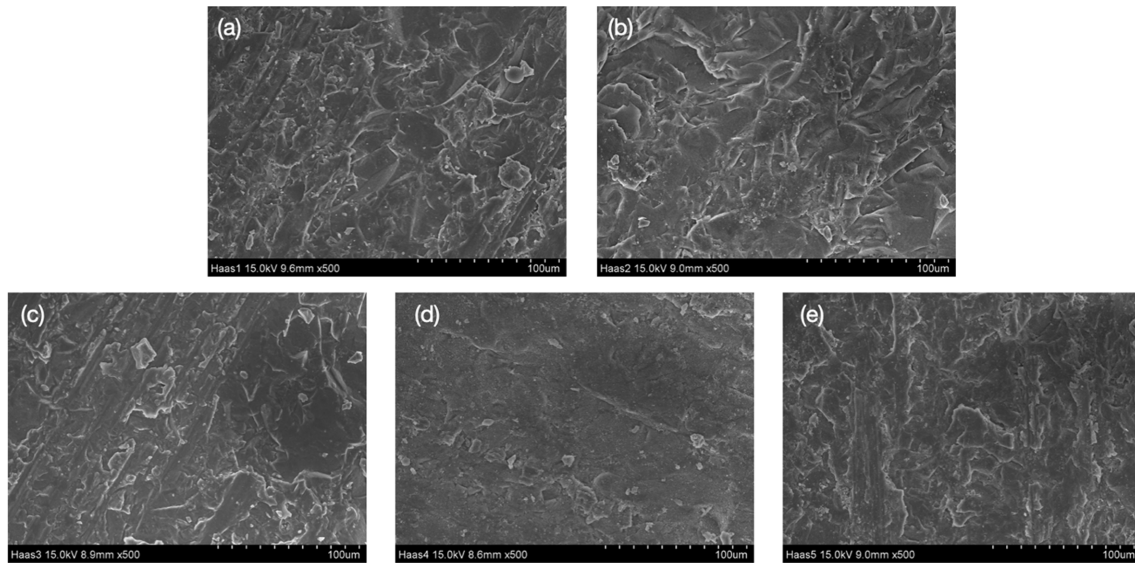


Fig. 1. FE-SEM morphologies of surface( $\times 500$ ); (a) Control (b) HF (c) Silane (d) HF+Silane (e) APF+Silane

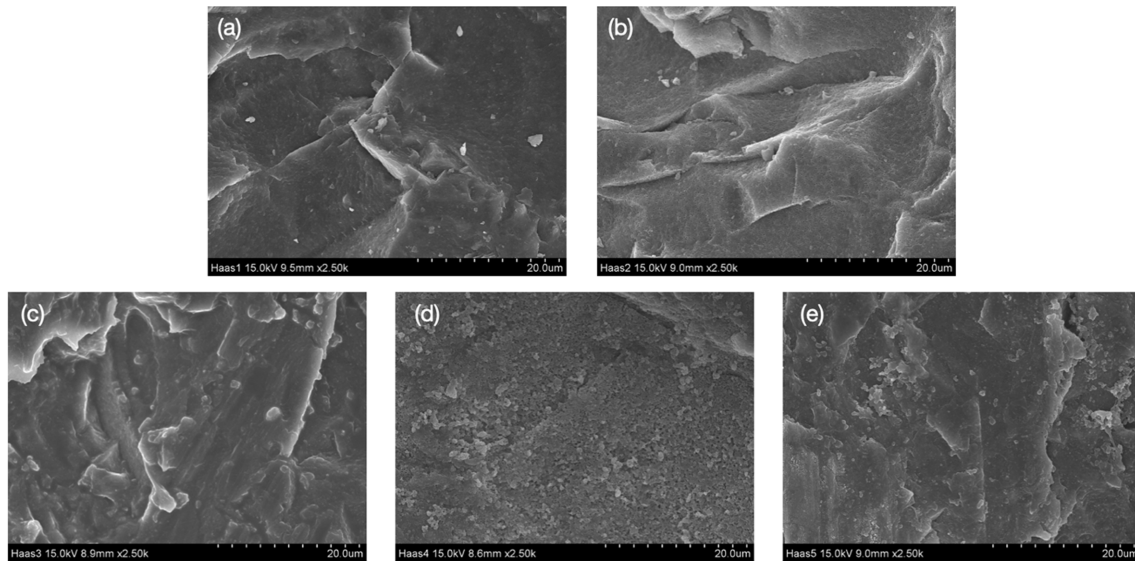
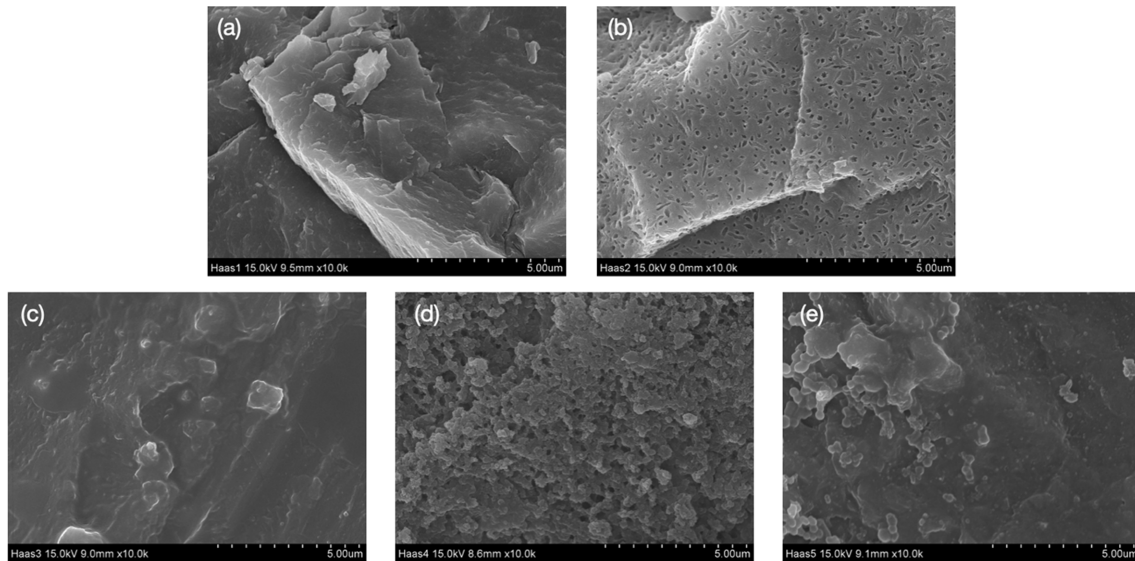


Fig. 2. FE-SEM morphologies of surface ( $\times 2500$ ); (a) Control (b) HF (c) Silane (d) HF+Silane (e) APF+Silane

포가 아닌, 요철 내부까지 Silane이 도달하여 삼차원적 피막 결합을 형성한 구조로 해석되며, 결과적으로 기계적 결합력(요철 interlocking)과 화학적 커플링 결합력(siloxane bonding)을 동시에 유도할 수 있는 표면 상태를 구현한다. SEM 이미지 상에서는 전체적으로 균질한 미세 요철과 얇은 피막이 공존하는 이상적인 복합 계면이 형성된 것으로 나타났으며, 이는 접착 강도 및 계면 안정성 향상에 매우 유리한 조건으로 판단된다 [9].

APF 기반 단일 처리군인 Group 5는 HF 처리군과 비교할 때 식각 깊이가 얇고 요철의 형상이 완만하며, 날

카로운 피처는 거의 관찰되지 않았다. 고배율에서 표면 전반에는 반구형 입자 형태의 구조물 및 얇게 펼쳐진 필름의 잔류물이 분포되어 있었으며, 이는 APF 처리 시 발생하는 불소계 부산물(f Rosetta<sup>®</sup> SM orinated by-products)로 해석된다. APF의 온화한 식각 특성으로 인해 세라믹 표면에는 작지만 균일한 요철이 형성되며, 이는 표면 에너지 증가 및 습윤성 개선에는 기여할 수 있으나, 경계가 뚜렷하지 않고 깊이 또한 제한적이기 때문에, 기계적 interlocking을 통한 물리적 접착 향상 효과는 상대적으로 낮을 가능성이 있다. 따라서 APF는 안



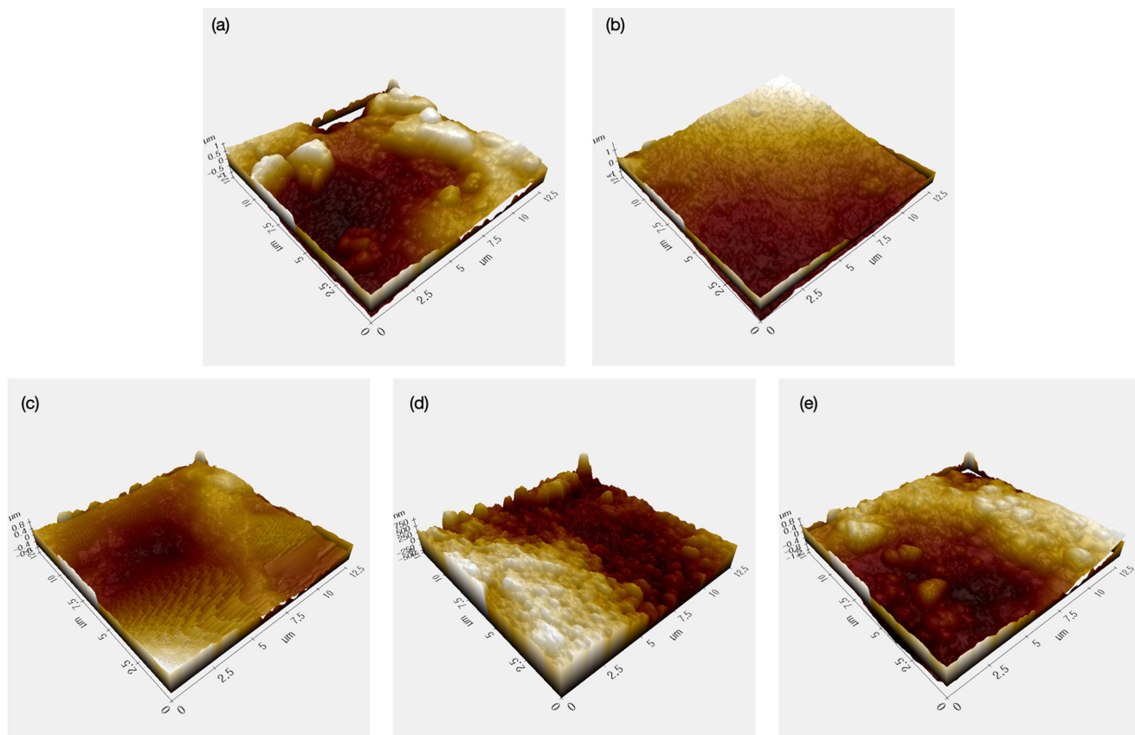
**Fig. 3.** FE-SEM morphologies of surface (×10000); (a) Control (b) HF (c) Silane (d) HF+Silane (e) APF+Silane

정적이고 일관된 표면 개질에는 유리하나, 고강도 접착을 위한 표면 처리로는 단독 적용 시 보완적 조치가 요구된다.

### 3.2 AFM 기반 표면 거칠기 분석

Fig. 4는 각 표면 처리 그룹의 표면 미세 구조에 대한 정량적 분석을 위해 AFM (Atomic Force Microscopy)을

이용한 3D 지형 관측을 수행한 것이다. 측정은  $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$  면적에서 tapping mode로 진행되었다. 표면 평균 거칠기(Ra) 값을 기준으로 각 군의 비교 결과를 보면 Group 1 (Control)과 Group 3 (Silane)은 Ra 값이 각각  $0.20\mu\text{m}$  내외로 나타났는데 이는 polishing 또는 Silane 도포만 이루어진 경우 표면 거칠기가 크게 증가하지 않음을 의미한다. 특히 Silane 단독 처리(Group 3)



**Fig. 4.** AFM surface topographies; (a) Control (b) HF (c) Silane (d) HF+Silane (e) APF+Silane



는 화학적 커플링은 가능하지만, 물리적 결합에 기여할 수 있는 요철이 부족함을 보여준 표면사진과 일치하는 경향이다. Group 2 (HF Etching)와 Group 4 (HF + Silane 복합 처리)는 가장 높은 표면 거칠기를 나타냈으며, Ra 값은  $0.50 - 0.60 \mu\text{m}$  범위로 확인되었다. 이는 HF의 강력한 에칭 효과에 기인한 것으로 생각되며, 특히, Group 4의 경우 요철 구조 위에 Silane 피막이 형성되어 있어 거칠기 값이 일부 유지되면서도 균일성이 확보된 양상이었다 [5,9].

Group 5 (APF + Silane)는  $Ra \approx 0.40 \mu\text{m}$  수준으로 중간 정도의 거칠기를 나타냈다. 이는 APF의 복합 반응을 통해 HF보다는 약하지만 Silane 단독 처리보다는 확실히 향상된 물리적 요철 구조를 형성한 것으로 해석된다.

AFM 이미지 분석 결과, Group 2 및 4는 표면 전체에 걸쳐 날카롭고 깊은 요철 구조가 균일하게 분포되어 있는 반면, Group 5는 비교적 완만한 요철이 불규칙적으로 형성되어 있었고 Group 1과 3은 평탄하고 미세한 표면 패턴만이 존재하였음을 확인하였다.

### 3.3 접촉각 분석을 통한 젖음성 평가

Fig. 5는 표면 처리에 따른 세라믹 표면의 친수성(hydrophilicity) 및 소수성(hydrophobicity)의 접촉각(contact angle) 분석을 나타낸 것이다. 각 시편에 증류수(DI water)  $5 \mu\text{L}$ 를 정적 조건 하에 점적한 후, 좌우 평균값을 측정하여 다음과 같은 결과를 얻었다. Group 1은 기계적 polishing만 수행된 표면으로, 접촉각은  $62.64^\circ$ 로 측정되었다. 연마에 의해 평탄화된 표면은 상대적으로 표면 활성도가 낮고, 물 분자와의 상호작용이 제한적이기 때문에, 젖음성(wettability)이 중간 수준에 나타났다. 이는 레진 계열 접착제가 확산되거나 결합하기에는 다소 불리한 표면 조건으로 생각된다. Group 2는 HF 처리에 의해 유리상 매트릭스(glassy matrix)가 부분 용해되면서 미세한 요철 구조(microtexture)가 형성되었고, 이로 인해 접촉각은  $32.54^\circ$ 로 크게 감소하였다. HF는 표면의 비결정성 구성 성분을 선별적으로 제거함으로써 표면 거칠기 증가 + 유효 표면적 확장을 유도하고, 이 과정에서 표면 에너지가 상승하게 된다. 결과적으로 물방울이 넓게 퍼지며, 친수성이 크게 증가된 표면이 형성됨을 보였는데 이는 마이크로메카니컬 결합 및 레진 침투에 최적화된 표면 조건을 제공한다는 점에서 접착력 향상에 매우 유리한 기전으로 생각된다. Group 3은 Silane 커플링제 단독으로 처리된 표면으로, 접촉각은  $71.70^\circ$ 로 측정되었으며 이 값은 오히려 Control보다 소수성이 증가된 결과였다. 이는 Silane 분자의 구성 중, 표면과 결합하지 않는 말단의 소수성 작용기(hydrophobic functional

group)—주로 메틸기( $-\text{CH}_3$ ) 또는 메타크릴레이트기—가 표면 바깥쪽으로 배열되기 때문으로 판단되며 이러한 분자 배열은 물과의 친화도를 감소시키고, 표면 에너지를 낮추는 방향으로 작용하여 접촉각을 증가시킨 것으로 생각된다. 즉, 화학적 처리는 표면을 덮는 방식에 따라 물리적 성능과 상반된 결과를 유도할 수 있음을 의미한다. Group 4는 HF 식각 처리 후 Silane 커플링제를 적용한 복합 처리군으로, 접촉각은  $85.64^\circ$ 로 가장 높은 값을 기록하였다. 이는 HF 처리로 유리질이 용해되며 형성된 미세 요철 위에 Silane이 균일하게 도포되면서, 소수성 유기기가 외부로 노출된 복합 구조가 형성된 결과로 해석된다. SEM 및 FTIR 관찰에 따르면 Silane 분자는 요철 구조 사이사이에 침투하면서도 피처의 표면을 균질하게 덮는 경향을 보였고, 이는 메틸기( $-\text{CH}_3$ ) 또는 메타크릴레이트기와 같은 소수성 작용기가 외부에 노출되는 방향으로 배열되었음을 예측할 수 있다. 따라서, 이로 인해 표면의 자유 에너지가 감소하고, 수분의 확산 및 접착제의 초기 젖음성(wettability)이 저하되었음을 알 수 있다. 따라서 Group 4의 경우, 기계적 요철 구조와 화학적 피막이 동시에 존재하지만, Silane의 소수성 특성이 지배적인 영향을 미친 결과로 해석된다. Group 5는 APF를 통한 식각 후 Silane을 적용한 복합 처리 방식으로, 접촉각은  $78.04^\circ$ 로 다소 높은 수준을 보였다. APF는 HF보다 온화한 식각 특성을 지니며, 표면에 상대적으로 완만하고 얇은 요철 구조를 형성함을 표면형상에서 알 수 있었다. 이러한 미세 구조 위에 Silane이 도포되며 소수성 유기기들이 표면에 배열되었고, 이로 인해 수분과의 상호작용을 억제하는 효과가 강화되었기 때문으로 생각된다. 고배율 SEM 이미지에서는 반구형 피처와 얇은 Silane 피막의 형성이 관찰되었으며, 이는 접촉각 증가와 밀접하게 관계됨을 확인할 수 있다. 다만 Group 4에 비해 식각 강도가 낮아 표면의 물리적 요철이 적고, 기계적 interlocking 효과가 제한적이므로, 화학적 커플링이 주된 접착 메커니즘으로 작용할 가능성이 크다. 즉, APF+Silane 처리는 친수성과 소수성의 균형보다는 화학적 안정성과 적용 편의성에 중점을 둔 접근이라고 볼 수 있다.

본 실험 결과는 접촉각 변화가 단순한 물리적 거칠기(Ra)만으로 설명되지 않으며, 도포된 화학적 층의 성분 및 분자배열이 수분과의 상호작용 특성에 결정적인 영향을 미친다는 점을 시사한다. 특히 HF 처리된 표면은 가장 우수한 젖음성(낮은 접촉각)을 나타내어, 레진 계열 접착제의 침투 및 확산에 유리한 환경을 제공함을 보인 반면, Silane이 포함된 군에서는 표면에 형성된 유기 피막의 소수성 특성으로 인해 접촉각이 증가하였는데, 이는 화학적 커플링에는 유리하나 초기 확산이나 물

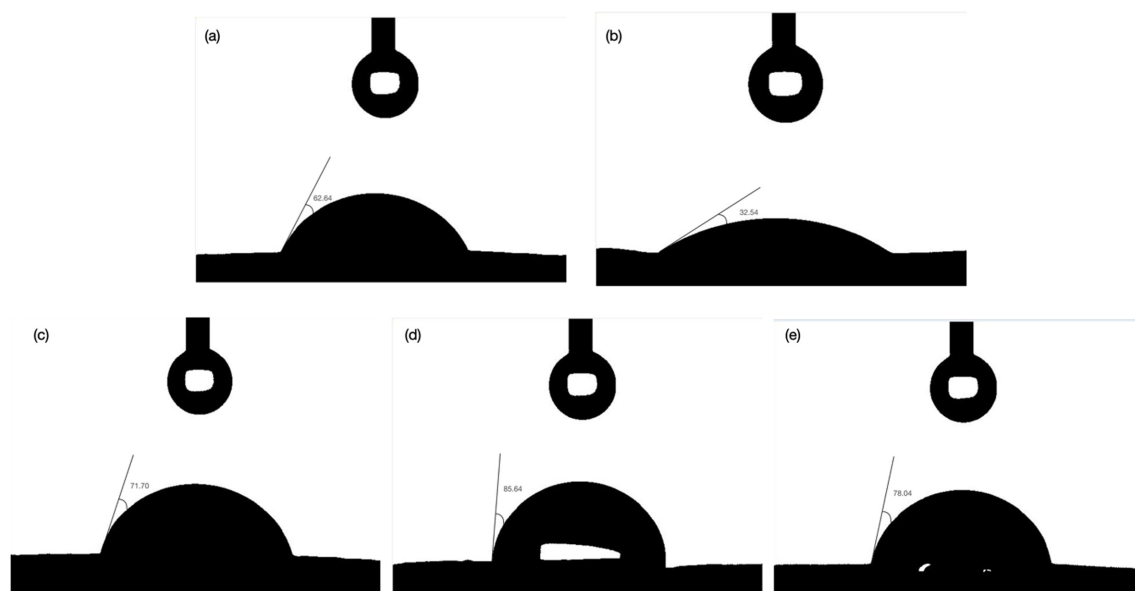


Fig. 5. The contact angle measurement images; (a) Control (b) HF (c) Silane (d) HF+Silane (e) APF+Silane

리적 고정에는 제한점이 존재할 수 있다고 생각된다 [7].

### 3.4 FT-IR 분석을 통한 표면의 화학적 결합구조변화

표면 처리에 따른 세라믹 표면의 화학적 구성 변화를 확인하기 위해 FT-IR (Fourier-Transform Infrared Spectroscopy) 분석을 수행하였으며, 측정 스펙트럼 범위는  $4000 - 500 \text{ cm}^{-1}$ 로 설정되었다. 각 그룹의 스펙트럼 피크는 Table 3에 표기한 것처럼 구분하였으며, Fig. 6에 그룹별 피크를 FT-IR로 분석한 표와 함께 나타낸 것이다 [15]. 실록산 결합(Si-O-Si), Silane 잔류기, HF 처리로 인한 무기산 기반 피크, Silane기 도입 여부 등을 중심으로 비교하였다 [16].

Group 1 (Control)은 전형적인 리튬 디실리케이트 세라믹 스펙트럼을 나타냈으며,  $1100 \text{ cm}^{-1}$  부근의 Si-O-Si 피크 외에는 뚜렷한 유기계 피크는 관찰되지 않았다. 이는 Silane이 존재하지 않고, HF나 APF로 인한 표면 화학 변화가 없는 기준 상태임을 보여준다. Group 2 (HF 처리)는 HF 처리로 인해 일부 Si-OH 또는 Si-F 유도

피크가  $900 - 950 \text{ cm}^{-1}$  영역에서 소폭 증가하였으나, 전체적인 피크 강도는 낮은 수준이다. 이는 HF이 유리상 용해를 유도했음을 암시하지만, Silane이 존재하지 않아 유기기 관련 피크는 거의 관찰되지 않았음을 보여준다. Group 3 (Silane 처리)은  $2900 - 3000 \text{ cm}^{-1}$  부근에서 C-H stretching 피크가 명확하게 관찰되었으며, 이는 Silane 커플링제 중 알콕시실란 유기 그룹의 존재를 시사한다. 또한  $\sim 3400 \text{ cm}^{-1}$  영역에서도 O-H stretching 피크가 비교적 강하게 나타났는데, 이는 가수분해된 Silane기 또는 잔류 수분과의 상호작용 때문으로 해석된다.

Group 4 (HF + Silane)는 Group 2와 3의 특성을 모두 반영한 복합적 스펙트럼 양상을 나타냈다. Si-O-Si, Si-OH, C-H, O-H 피크가 모두 강하게 나타났으며, Silane이 요철 구조 내 깊숙이 도포되어 흡광도 강도가 가장 높게 측정되었다. 이는 HF로 형성된 micro-pit에 Silane이 효과적으로 결합했음을 시사하며, 가장 이상적인 화학적 표면 개질 상태를 나타낸다. Group 5 (APF + Silane)는 Group 4와 유사하게 C-H 및 O-H 피크가 강

Table 3. Spectral peaks of FT-IR analysis

| Wavenumber (단위 $\text{cm}^{-1}$ ) | Peak                                                            |
|-----------------------------------|-----------------------------------------------------------------|
| 900-950                           | Si-OH or Si-O-C bond                                            |
| 1000-1100                         | Si-O-Si stretching vibration (Siloxane existence indicator)     |
| 1500                              | C=O or C=C bond                                                 |
| 2900-3000                         | C-H stretching (Silane series organic group presence indicator) |
| 3500                              | O-H stretching (Water or silane hydrolysis related)             |



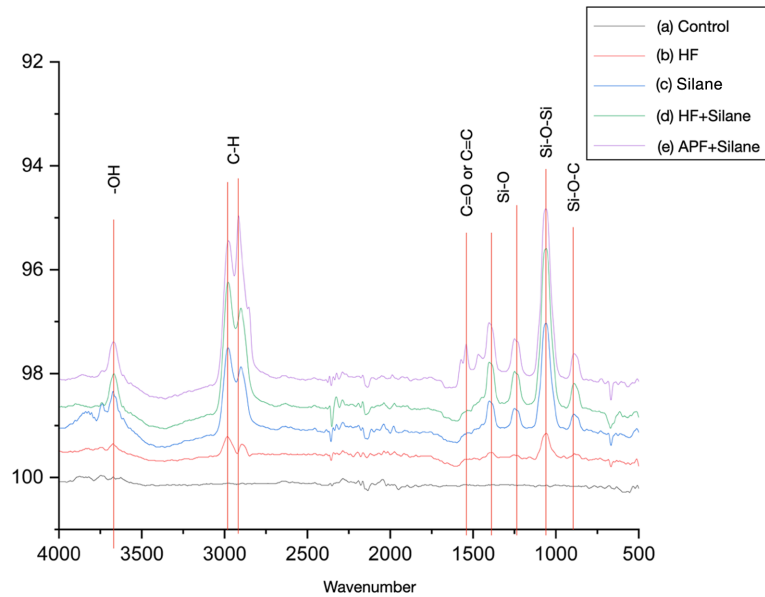


Fig. 6. FTIR analysis of all examined groups; (a) Control (b) HF (c) Silane (d) HF+Silane (e) APF+Silane

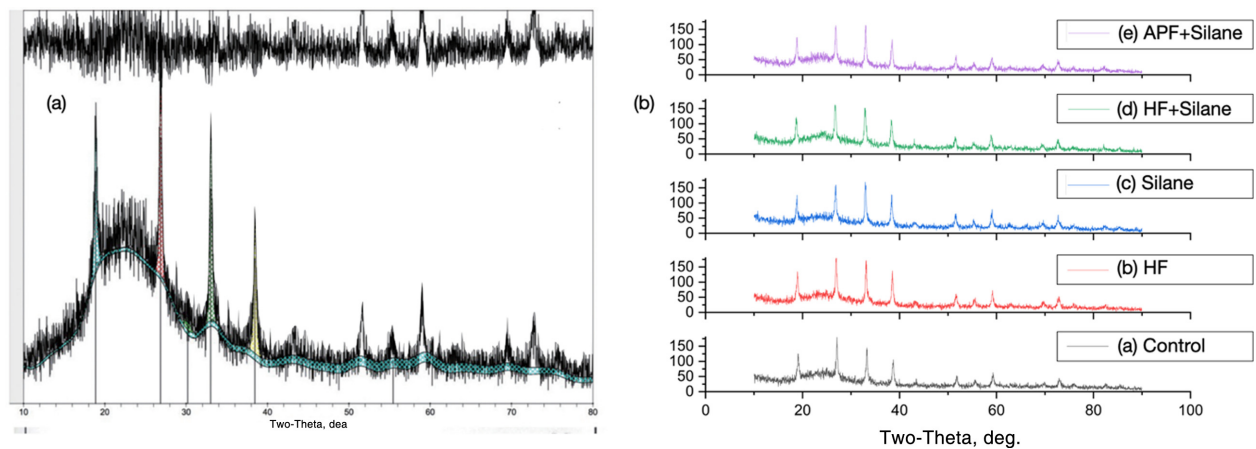


Fig. 7. XRD peaks; (a) Original XRD of Hass Rosetta® SM (b) XRD of Group 1 ~ 5

하게 나타났으며, 특히  $\sim 2950\text{ cm}^{-1}$ ,  $\sim 3400\text{ cm}^{-1}$  부근의 피크가 Group 3보다 훨씬 두드러졌다. 이는 APF + Silane 복합처리가 비교적 많은 유기기 피막을 형성했음을 시사하나, 피크의 폭이 넓고 비대칭적인 특징을 보여 피막의 균일성은 Group 4에 비해 다소 떨어질 수 있다. FT-IR의 주요 스펙트럼 피크는 Table 3에 나타내었다.

### 3.5 XRD 분석을 통한 결정상 비교

Fig. 7은 표면 처리 방법에 따른 Rosetta® SM 블록의 결정상 변화를 분석하기 위해 X선 회절분석(XRD)을 수행하였으며, 각 시편은 2θ 기준  $10^\circ \sim 90^\circ$  범위에서 스캔되었다. 모든 그룹에서 공통적으로 리튬 디실리케이트

( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ) 결정상의 대표적인 회절 피크가 나타났으며, 주요 회절각은 약  $19^\circ$ ,  $27^\circ$ ,  $33^\circ$ ,  $38^\circ$ ,  $55^\circ$  등에서 관찰되었다 [17,18]. 전체적으로 모든 그룹(Hass1 ~ Hass5)은 회절 피크의 위치와 강도가 거의 유사하게 나타났으며, 표면 처리에 따른 결정상 변화는 크지 않은 것으로 판단된다. 이는 HF, Silane 또는 APF 처리 등이 표면 개질에는 영향을 주지만, 세라믹의 결정학적 구조 자체에는 유의미한 영향을 주지 않았음을 시사한다. Group 2 (HF)와 Group 4 (HF + Silane)의 경우, 몇몇 피크(예:  $25^\circ$  인근)에서 미세한 피크 강도 감소 및 약간의 피크 broadening 현상이 관찰되었다. 이는 HF 식각이 세라믹 표면의 유리상(matrix phase)을 부분적으로 제거하고, 결

정 입자와의 경계면에서 비정질화(amorphization) 현상을 일부 유도했을 가능성을 나타낸다. Group 5 (APF + Silane)는 비교적 피크가 선명하게 유지되었으며, 이는 복합 처리에도 불구하고 결정상 변화가 거의 없었고, APF 반응이 상대적으로 표면층에만 국한된 완전한 개질을 유도했음을 나타낸다.

결론적으로, 모든 시편은 결정형 리튬 디실리케이트의 기본 결정구조를 유지하고 있었으며, SEM, AFM 등에서 관찰된 표면 개질 효과는 결정상 변화가 아닌 표면 미세조직과 화학적 상태의 변화에 기인한 것임을 분석을 통해 확인할 수 있었다.

## 5. 결론

본 연구는 HASS사의 Rosetta® SM 리튬 디실리케이트 세라믹 블록을 대상으로 총 다섯 가지 표면 처리 조건(기계적 연마(Control), HF 처리, Silane 처리, HF + Silane 복합 처리, APF + Silane 복합 처리)이 세라믹의 표면형상과 표면특성에 미치는 영향을 비교 평가하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

SEM, AFM, FT-IR 분석결과, HF 단독 처리군(Group 2)과 HF + Silane 복합 처리군(Group 4)은 세라믹 표면에 뚜렷한 요철 구조를 형성하였다. 반면, Silane 단독 처리군(Group 3)은 표면 구조 변화는 거의 없었으나, FTIR 분석을 통해 화학적 결합에 기여하는 유기기의 존재하였다. APF + Silane 1-step 처리군(Group 5)은 중간 수준의 거칠기와 유기 피막을 형성하였다.

접촉각과 XRD분석결과, HF 처리군이 가장 높은 친수성을 나타내었고, Silane이 도포된 그룹은 전반적으로 소수성 특성이 증가하였다. 모든 시편이 리튬 디실리케이트의 안정된 결정상을 유지하고 있었다.

결론적으로, HF + Silane 복합 처리는 물리적 요철 형성과 화학적 커플링 특성, 표면 에너지 조절의 균형을 가장 효과적으로 구현하여, 세라믹 수복물의 접착 기반 형성을 위한 최적의 표면 처리 조건으로 치과임상에 적용될 수 있을 것으로 판단된다. 반면 APF + Silane 1-step 처리는 시술의 간소화와 일정 수준 이상의 접착 성능 확보가 가능하여, 임상 상황에 따라 유용한 대안이 될 수 있으나, 그 적용 시 기계적 구조 변화의 제한성과 표면 피막의 균일성 확보에 주의가 필요하다.

따라서, 본 연구를 통하여 리튬 디실리케이트 계열 세라믹에 적용 가능한 다양한 표면 처리 방법을 체계적으로 비교하고, 그 효과를 다각적으로 분석함으로써, 향후 임상에서 수복물의 장기적 접착 신뢰성 확보와 표면 처리 전략 수립에 실질적인 기초 자료로 활용될 수 있을 것으로 기대된다.

## References

1. A. Shenoy and N. Shenoy, Dental ceramics: An update, *Journal of Conservative Dentistry*, **13**, 195 (2010). Doi: <https://doi.org/10.4103/0972-0707.73379>
2. W. Höland, M. Schweiger, R. Watzke, A. Peschke, and H. Kappert, Ceramics as biomaterials for dental restoration, *Expert Review of Medical Devices*, **5**, 729 (2008). Doi: <https://doi.org/10.1586/17434440.5.6.729>
3. I. Denry and J. A. Holloway, Ceramics for dental applications: A review, *Materials*, **3**, 351 (2010). Doi: <https://doi.org/10.3390/ma3010351>
4. J. R. Kelly and P. Benetti, Ceramic materials in dentistry: Historical evolution and current practice, *Australian Dental Journal*, **56**, 84 (2011). Doi: <https://doi.org/10.1111/j.1834-7819.2010.01299.x>
5. S.-H. Kang, Physical/mechanical properties and microstructure of dental lithium disilicate ceramics for chair-side CAD/CAM restoration, *Korean Journal of Dental Materials*, **41**, 19 (2014). Doi: <https://doi.org/10.14815/kjdm.2014.41.1.19>
6. S.-H. Kang, J. Chang, and H.-H. Son, Flexural strength and microstructure of two lithium disilicate glass ceramics for CAD/CAM restoration in the dental clinic, *Restor Dent Endod*, **38**, 134 (2013). Doi: <https://doi.org/10.5395/rde.2013.38.3.134>
7. B. Maqbool, H. M. C. Rego, G. C. Santos, N. Ari, and M. J. M. C. Santos, Effect of different surface treatment protocols on the bond strength between lithium disilicate and resin cements, *Odontology*, **112**, 74 (2024). Doi: <https://doi.org/10.1007/s10266-023-00809-w>
8. Y. Nishizawa, T. Kawamoto, and H. Ikeda, Bonding Pre-treatment of Aesthetic Dental CAD-CAM Materials through Surface Etching with a Mixed Aqueous Solution of Ammonium Fluoride and Ammonium Hydrogen Sulfate, *Journal of Functional Biomaterials*, **15**, 71 (2024). Doi: <https://doi.org/10.3390/jfb15030071>
9. M. Özcan and P. K. Vallittu, Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics, *Dental Materials*, **19**, 725 (2003). Doi: [https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(03\)00019-8](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(03)00019-8)
10. V. Gomes De Araújo-Neto, Caio Felipe de Almeida Nobre, Mariana Itaborai Moreira Freitas, Renally Bezerra Wanderley Lima, Mario Alexandre Coelho Sinhoretii, Altair Antoninha Del Bel Cury, Marcelo Giannini, Effect of Hydrofluoric Acid Concentration on Bond Strength to Glass-Ceramics: A Systematic Review and Meta-Analy-

- sis of In-Vitro Studies, *The Journal of Adhesive Dentistry*, **25**, 231 (2023). Doi: <https://doi.org/10.3290/j.jad.b4646943>
11. C. Y. K. Lung and J. P. Matinlinna, Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: An overview, *Dental Materials*, **28**, 467 (2012). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2012.02.009>
  12. B. Maqbool, H. M. C. Rego, G. C. Santos, N. Ari, and M. J. M. C. Santos, Effect of different surface treatment protocols on the bond strength between lithium disilicate and resin cements, *Odontology*, **112**, 74 (2024). Doi: <https://doi.org/10.1007/s10266-023-00809-w>
  13. A. A. Abdulhasan, E. L. Sheng, A. M. Mustafa, and M. R. Bin Isa, Recent Advancements in Biocompatible Coatings for Metallic and Non-Metallic Biomaterials: A Review, *Corrosion Science Society of Korea*, **23**, 449 (2024). Doi: <https://doi.org/10.14773/cst.2024.23.5.449>
  14. J. U. Kim, B. S. Lim, B. W. Ahn, Y. S. Yun, and H. C. Choe, Enhancing the Durability and Surface Properties of Ceramic-Glass via DLC Coating Method, *Corrosion Science and Technology*, **23**, 365 (2024). Doi: <https://doi.org/10.14773/cst.2024.23.5.365>
  15. S.-H. Kang, J. Chang, and H.-H. Son, Flexural strength and microstructure of two lithium disilicate glass ceramics for CAD/CAM restoration in the dental clinic, *Restor Dent Endod*, **38**, 134 (2013). Doi: <https://doi.org/10.5395/rde.2013.38.3.134>
  16. P. Kamble, S. Cheriyaundath, M. Lopus, and V. L. Sirisha, Chemical characteristics, antioxidant and anticancer potential of sulfated polysaccharides from *Chlamydomonas reinhardtii*, *Journal of Applied Phycology*, **30**, 1641 (2018). Doi: <https://doi.org/10.1007/s10811-018-1397-2>
  17. R. Jiménez, G. Sandoval-Flores, S. Alvarado-Reyna, S. E. Alemán-Castillo, R. Santiago-Adame, and G. Velázquez, Extraction of starch from Hass avocado seeds for the preparation of biofilms, *Food Science and Technology (Brazil)*, vol. 42 (2022). Doi: <https://doi.org/10.1590/fst.56820>
  18. C. Jin, J. Wang, Y. Huang, P. Yu, Y. Xiong, H. Yu, S. Gao, Effects of Hydrofluoric Acid Concentration and Etching Time on the Bond Strength to Ceramic-coated Zirconia., *The Journal of Adhesive Dentistry*, **24**, 125 (2022). Doi: <https://doi.org/10.3290/j.jad.b2838165>