

레진시멘트, 표면처리 및 열순환에 따른 IPS Empress의 전단결합강도

한정민 · 유영대 · 이용근* · 임미경 · 이수종

원광대학교 치과대학 치과보존학교실, 서울대학교 치과대학 치과생체재료학교실*

ABSTRACT

EFFECTS OF RESIN CEMENTS, CERAMIC SURFACE TREATMENTS AND THERMOCYCLING ON SHEAR BOND STRENGTH OF IPS EMPRESS CERAMIC

Jeong-Min Han, Young-Dae You, Yong-Keun Lee*, Mi-Kyung Im, Su-jong Lee

Department of Conservative Dentistry, College of Dentistry, Wonkwang University

*Department of Dental Biomaterials, College of Dentistry, Seoul National University**

This study evaluated the shear bond properties of IPS Empress glass ceramic to enamel and dentin surfaces with three ceramic surface treatments, and three resin cements. The influence of thermocycling was also investigated. The purpose of this study was to investigate the influences of resin cements, ceramic surface treatments, and thermocycling on shear bond properties.

Ninety freshly extracted, noncarious human molars were selected for this study. The surface treatments of ceramic were etching (5.0% hydrofluoric acid, application of silane coupling agents(Tokuso Ceramic Primer, Clearfil porcelain bond, Monobond-S), and the combination of the two methods. Empress cylinders were bonded to enamel and dentin surfaces with three kinds of resin cements(Bistite resin cement, Panavia 21, Variolink). The specimens were aged in 37°C distilled water for 24 hours. Half of the specimens were then thermocycled 500times between 5°C and 55°C with a dwell time of 15 seconds. Each specimen was debonded in shear mode and measured shear bond properties by using the universal testing machine(Zwick 020, Germany). The data were analyzed by SPSS/PC+(one-way ANOVA, Scheffe's test and t-test).

The results were as follows :

1. Without thermocycling, there was significant difference of shear bond strength to enamel surface between Bistite Resin Cement and Panavia 21 in case of etched and silane-treatment($p<0.05$).
2. Without thermocycling, the shear bond strength of a group treated with silane and etching was significantly higher than that of a group treated with silane or etching with the application of Panavia 21 and Variolink($p<0.05$).
3. A group treated with etching with the application of Variolink only showed a decrease of shear bond strength after thermocycling($p<0.05$).

Key Words : IPS Empress, Shear bond strength, Thermocycling, Surface treatment.

1. 서 론

치과 수복용 세라믹 중 하나인 IPS Empress는 심미성, 압축강도 및 화학적 내구성, 변연적합성이 우수하고 자연치와 유사한 투명성을 보이며, 생체친화성이 우수하여 술자와

환자들에게 폭넓게 받아들여져 왔다^{1,3)}. 치질과 세라믹 수복재의 강하고 견고한 결합이 치아와 수복물 모두에 있어서 장기간 성공물에 필수적이라는 것은 논쟁의 여지가 없다. 접착수복술을 이용하는 세라믹 수복재는 접착용 레진시멘트를 매개하여 치질과 수복물 사이에 기계적, 화학적 결합

을 이루어 유지된다.

Buonocore⁴⁾에 의해 범광질의 산부식을 통한 치질과 수복 재료의 결합이 시도된 이후로 결합강도 측정은 접착수복치료학의 기본적인 연구방법으로 발전되어 왔다. 결합강도의 측정에는 치질의 선택 및 처리방법, 산부식과 접착강화제도포, 결합제의 형태와 적용방법, 시편의 저장방법, 다양한 시험방법을 포함하는 많은 변수가 관여한다⁵⁾. 치면과 세라믹간의 결합강도는 치질의 처리방법, 결합제의 종류, 세라믹 표면의 처리방법 및 열순환 여부에 따라 영향을 받는 것으로 알려져 있다⁶⁻¹⁰⁾.

세라믹의 표면처리방법으로는 거친 다이아몬드 바를 이용하여 표면을 거칠게 하거나, 산화알루미늄 분말의 분사, 불화수소산 등의 산부식을 이용하는 기계적인 형성방법¹¹⁻¹⁴⁾과 실란 커플링제(silane coupling agent)를 적용함으로써 산부식된 세라믹표면의 공극에 스며들어 콤포지트레진과 세라믹의 긴밀한 접촉을 이루게하는 화학적 형성방법¹⁵⁻¹⁶⁾이 있다. Stangel 등¹⁷⁾은 산부식된 세라믹 표면이 실란 커플링제보다 결합력에 있어 중요하다고 하였고, 이에 반해 Hayakawa 등¹⁸⁾은 실란 커플링제의 적용시 산부식이 불필요하다고 보고하였다. 그러나 Lacy¹⁹⁾와 Calalmia 등²⁰⁾은 결합력을 향상시키기 위한 가장 효과적인 방법은 산부식과 실란 커플링제를 함께 적용했을 때 얻어질 수 있다고 하였다.

열순환 전후의 결합강도 비교는 결합의 내구성 평가에 중요하며, 반복된 열순환 과정을 시행함으로써 세라믹 결합체계의 좀더 완전한 평가가 이루어졌다. Kato 등²¹⁾은 20,000회 열순환을 시행하여 뚜렷한 결합강도의 감소를 보였다고 하였고, Diaz-Arnold 등²²⁾도 세라믹에 대한 콤포지트레진의 결합강도비교에서 48시간 동안 시행한 열순환 후 결합강도의 유의한 감소를 관찰하였다. Matsumura 등⁴⁰⁾은 20,000회 열순환 시행 후 실란 처리된 도재표면의 경우 화학중합 레진시멘트는 유의한 감소를 보였으나 이중중합 시멘트는 유의한 차이를 보이지 않음으로써, 표면처리와 레진

시멘트에 따른 결합강도의 견고성에 있어 차이를 보고하였다.

세라믹의 실란 커플링제와 산부식 처리의 효과에 대한 대부분의 연구는 세라믹 표면을 형성한 후, 접착면에 콤포지트레진 시멘트를 직접 중합하여 블록을 만든 후 탈락되는 힘을 측정한 결과였다. 이는 콤포지트레진과 치아 계면간의 관계를 제외시키고 콤포지트레진과 세라믹의 결합강도를 평가한 것으로 세라믹과 치아사이에 밀접하게 적합되는 레진시멘트의 임상적 조건을 재현하기에 부족하였다.

이에 본 연구는 IPS Empress를 이용하여 임상적 조건에 부합하는 치아/레진시멘트/세라믹의 결합강도를 평가하고, 이에 영향을 줄 수 있는 레진시멘트의 종류, Empress 표면처리방법, 치질의 선택 및 열순환의 여부에 따른 결합강도의 차이를 비교하고자 하였다.

II. 연구재료 및 방법

1. 연구재료

본 연구에서는 치아-접착용 콤포지트 레진시멘트-세라믹으로 구성된 복합체의 전단결합특성을 측정하기 위해 우식과 충전물이 없는 발거된 90개의 대구치를 사용하였고, IPS Empress(Ivoclar, Leichtenstein)를 불화수소산(Ivoclar, Leichtenstein)과 실란 커플링제인 Tokuso Ceramic Primer (TCP, Tokuyama, Japan), Clearfil Porcelain Bond(CPB, Kuraray, Japan), Monobond-S(MS, Ivoclar, Leichtenstein)를 적용하여 표면처리하였다. 레진시멘트로는 Bistite Resin Cement(BT, Tokuyama, Japan), Panavia 21(P21, Kuraray, Japan), Variolink(VL, Ivoclar, Leichtenstein)를 사용하였다. 각각의 실란 커플링제와 레진시멘트는 동일한 제조 회사의 제품으로 처리되었다(Table 1).

Table 1 Materials studied in this experiment

| Species | Code | Product | Batch No. | Manufacturer /Distributor |
|-----------------------|------|--|-----------|---------------------------|
| Ceramic material | | IPS Empress Ingot | 815795 | Ivoclar, Liechtenstein |
| Porcelain etching gel | HF | <5% Hydrofluoric acid | 701405 | Ivoclar, Liechtenstein |
| Silane coupling agent | TCP | Tokuso Ceramic Primer | 330177 | Tokuyama |
| | CPB | Clearfil Porcelain Bond | 51158 | Kuraray |
| | MS | Monobond-S | 801293 | Ivoclar |
| Luting agent | BT | Bistite Resin cement (paste-paste, dual) | 210626 | Tokuyama, Japan |
| | P21 | Panavia 21 (paste-paste, auto) | 51293 | Kuraray, Japan |
| | VL | Variolink (paste-paste, dual) | 809937 | Ivoclar, Liechtenstein |

2. 연구방법

1) 시편의 제작

우식과 충전물이 없는 대구치를 발거 즉시 흐르는 물에 씻은 후 생리식염수에 저장하였다. 치아를 아크릴릭 레진에 포매한 후 치관의 평활면을 노출시켜 model trimmer로 편평하게 형성하고, 표면이 젖은 상태에서 600grit 실리콘 카바이드 연마포로 연마한 후 연마재로 세정하였다. 준비된 치면에 균일한 접촉면적을 얻기 위해 직경 3.5mm의 원이 뚫린 투명 테이프를 부착하였다. 동일한 방법으로 상아질면을 노출시켜 치아시편을 제작하였다.

직경 3.5mm, 높이 15mm의 원통형의 Empress시편을 제작하기 위해 실리콘 인상재(President light body, Colten, Swiss)를 이용하여 주형을 만들고 제조회사의 사용설명서에 따라 왁스(Green Inlay casting wax, hard-type, Kerr, USA)를 연화시켜 납형을 복제하였다. 복제된 납형을 IPS Empress 매몰링 기저부에 직경 3mm 길이의 왁스 주입선을 이용하여 위치시켰는데, 각 납형간의 거리는 적어도 3mm 이상, 매몰링과 납형과의 거리는 10mm가 되게 하고 납형과 주입선이 이루는 각은 45°가 되도록 하였다. 제조회사에서 제작된 매몰링(paper ring)과 매몰링 기저부를 이용하여 매몰을 위한 형태를 만들고 IPS Empress 매몰재 액과 증류수 그리고 매몰재 분말을 30ml : 12ml : 200g의 비율로 정확히 계측한 다음, 진공 혼합법으로 60초간 혼합하고 매몰링 하단부터 매몰재를 채웠다. 매몰재가 완전히 경화된 후 매몰링 기저부와 매몰링을 제거하고 매몰체의 거친 부위나 지지부한 것을 정리하여 기저부를 다듬었다. 매몰체와 세라믹 주괴(ingot)와 alox plunger를 소환로에 넣고 실온에서 250℃까지 분당 5℃씩 온도를 상승시켜 30분간 계류시킨 후 다시 850℃까지 온도를 올려 90분간 계류시켰다. 예열과정이 끝난 후 Press furnace(IPS Empress EP500 Press furnace, Ivoclar, Liechtenstein)에서 Staining 제작법을 위한 프로그램을 선택하여 700℃까지 예열을 시행한 후 IPS Empress 세라믹 주괴와 alox plunger를 매몰체에 넣고 Press furnace 중앙에 위치시킨 후 가열, 가압 과정을 시행하였다.

매몰체가 냉각된 후 alox plunger의 길이를 표시하고 표시선을 따라 매몰체를 Disk로 절단하여 alox plunger와 주조체 사이를 정확히 분리시켰다. 직경 50µm의 glass bead(Shofu, Japan)을 이용하여 펜 블라스터로 매몰체를 제거하고 마무리하였다. Empress glaze를 혼합하여 Empress시편에 붓으로 도포하여 Ceramic furnace(Tru-Fire, Jelenko)에서 2회의 글레이징을 시행하였다. 접착표면을 젖은 600grit 실리콘 카바이드 연마포로 연마하여 매끈하게 하고 초음파 세척기로 세척하였다.

Table 2 Classification of experimental groups by surface treatments and resin cements applied

| Group | Surface treatment | | Resin cement |
|-------|-------------------|-----|--------------|
| | E | S | |
| 1 | HF | | BT |
| 2 | | TCP | BT |
| 3 | HF | TCP | BT |
| 4 | HF | | P21 |
| 5 | | CPB | P21 |
| 6 | HF | CPB | P21 |
| 7 | HF | | VL |
| 8 | | MS | VL |
| 9 | HF | MS | VL |

E : Ceramic surface treated with <5% hydrofluoric acid

S : Ceramic surface treated with silane coupling agent

2) Empress시편의 표면처리 및 레진시멘트로의 접착

90개의 Empress시편을 표면처리하고, 각각의 레진시멘트로 접착하기 위해 무작위로 10개씩 9개의 군으로 나누었다(Table 2).

1군 : HF로 1분간 부식하고 1분간 세척한 뒤 공기로 건조시킨 Empress시편을 준비된 치면에 BT로 접착시켰다

2군 : TCP로 10초간 적용 후 건조시킨 Empress시편을 준비된 치면에 BT로 접착시켰다.

3군 : Empress 표면을 HF로 1분간 부식한 후 TCP로 10초간 적용한 다음 준비된 치면에 BT로 접착시켰다

4군 : HF로 1분간 부식하고 1분간 세척한 뒤 공기로 건조시킨 Empress시편을 준비된 치면에 P21로 접착시켰다.

5군 : CPB로 60초간 적용 후 건조시킨 Empress시편을 준비된 치면에 P21로 접착시켰다.

6군 : Empress 표면을 HF로 1분간 부식한 후 CPB로 60초간 적용한 다음 준비된 치면에 P21로 접착시켰다.

7군 : HF로 1분간 부식하고 1분간 세척한 뒤 공기로 건조시킨 Empress시편을 준비된 치면에 VL로 접착시켰다.

8군 : MS로 60초간 적용후 건조시킨 Empress시편을 준비된 치면에 VL로 접착시켰다.

9군 : Empress 표면을 HF로 1분간 부식한 후 MS로 60초간 적용한 다음 준비된 치면에 VL로 접착시켰다.

각각의 레진시멘트의 접착방법은 제조회사의 사용설명서에 따랐다(Table 3). Empress시편은 일정한 하중 하에 치면에 접착시켰고 광증합은 Visilux 2 광증합기(3M Dental Products St. Paul, MN)으로 네 방향에서 40초간 조사하

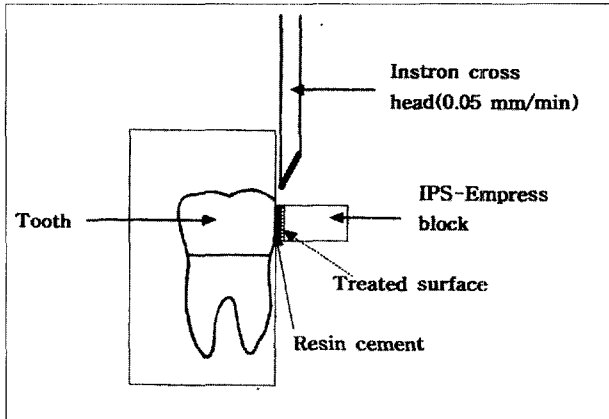


Fig. 1 Schematic design for shear bond strength testing of the bonded assembly

고 마지막으로 교합면에서 조사하여 총 200초간 광중합하였다. 제작된 시편은 중합 후 37℃ 증류수에서 24시간 동안 보관하였다.

3) 열순환 시행

제작된 시편의 각 군의 5개씩 45개는 열순환기에 넣고, 5℃와 55℃ 증류수가 계류시간 15초간 500회 순환하도록 한 후 증류수로 세척하여 100% 상대습도 조건에 보관하였다.

4) 물성측정

인장압축시험기(Universal testing machine, Zwick 020, Germany)를 이용하여 접착부의 전단에 따른 물성을 측정하였다. Load cell의 용량은 50kg이었으며 전단강도를 측정할 수 있는 시편 홀더와 하중을 가하는 기구를 제작하여 인장압축시험기에 부착하여 사용하였다. 측정시 pre-load는 1kg으로 하고 분당 0.5mm의 속도로 전단력을 가하여 전단결합강도(Shear Bond Strength), 탄성계수율(Elastic Modulus Ratio), 파절시 변위량(Displacement at fracture), 파절시까지의 하중-변위 곡선(load - displacement diagram)을 만능시험기와 연결된 컴퓨터(Zwick PC Software Z1005, Zwick, Germany)를 통해 측정하였다.

5) 통계처리

측정치는 통계처리 프로그램인 SPSS/PC+를 이용하여 유의수준 0.05에서 one-way ANOVA와 사후검정인 Scheffé's test를 시행하였고, 법랑질과 상아질면간의 비교와 열순환 과정 전후의 비교를 위해 t-test를 시행하였다.

III. 연구성적

1) 동일한 표면처리에서 레진시멘트간의 비교 (Table 3, 4)

레진시멘트가 결과에 영향을 미치는지를 알아보기 위해 측정결과 전체를 대상으로 분산분석을 시행한 결과, 탄성계수율에는 유의한 영향이 있었으나, 전단결합강도와 파절시 변위량은 유의한 영향을 받지 않았다. 법랑질면의 측정결과에 대해 분산분석을 시행했을 때, 탄성계수율은 유의한 영향을 받았으나, 전단결합강도와 파절시 변위량은 유의한 영향을 받지 않았다. 상아질면에 대한 분산분석의 결과, 전단결합강도에는 유의한 영향이 있었지만 나머지 탄성계수율과 파절시 변위량은 유의한 영향을 받지 않았다.

세 종류의 레진시멘트간 차이를 알아보기 위한 Scheffe 검정을 시행한 결과, 탄성계수율은 법랑질면에서 Empress 시편의 E 처리 경우 P21과 VL간에 유의한 차이가 있었고, S 처리의 경우는 BT와 P21간, P21과 VL간에 유의한 차이가 있었다. ES 처리의 경우는 레진시멘트간에 유의한 차이가 없었다. 상아질면에서는 모든 경우에서 유의한 차이가 없었다. 전단결합강도는 법랑질면에서 E와 S 처리군의 경우 BT와 P21간에 유의한 차이가 있었다. 상아질면에서는 모든 처리군에서 유의한 차이가 없었다. 파절시 변위량은 법랑질면과 상아질면의 모든 처리군에서 레진시멘트간에 유의한 차이가 없었다.

2) 동일한 레진시멘트에서 Empress 표면처리에 따른 비교 (Table 3, 4)

Empress시편의 표면처리가 결과에 영향을 미치는지를 알아보기 위해 측정결과 전체를 대상으로 분산분석을 시행한 결과, 전단결합강도에는 유의한 영향이 있었으나, 탄성계수율과 파절시 변위량은 유의한 영향을 받지 않았다. 법랑질면의 측정결과에 대해 분산분석을 시행했을 때, 전단결합강도는 유의한 영향을 받았으나, 탄성계수율과 파절시 변위량은 유의한 영향을 받지 않았다. 상아질면에 대한 분산분석을 시행했을 때, 탄성계수율, 전단결합강도, 파절시 변위량 모두 유의한 영향을 받지 않았다. 탄성계수율과 파절시 변위량은 표면처리에 유의한 상관성을 보이지 않았다.

Empress시편의 표면처리간 차이를 알아보기 위해 Scheffe 검정을 시행한 결과, 탄성계수율은 모든 처리군간에 유의한 차이가 없었다. 전단결합강도는 법랑질면에서 BT는 3가지 처리군간에 유의한 차이가 없었으나, P21과 VL는 E 처리군과 S 처리군에 비해 ES 처리군이 유의하게 높았다. 상아질면에서는 표면처리군간에 유의한 차이가 없었다. 파절시 변위량은 BT는 E 처리군과 S 처리군간에 유의한 차이가 있었지만, 나머지 모든 처리군간에는 유의한

Table 3. Shear bond properties of resin cements in enamel surface treated with different pretreated agents

| Resin Cement | Surface Treatment | group | Elastic modulus ratio* | | Shear bonding strength (MPa) | | Displacement at fracture (mm) | |
|--------------|-------------------|-------|------------------------|------------------|------------------------------|-------------------|-------------------------------|------------------|
| | | | TC 0 | TC 500 | TC 0 | TC 500 | TC 0 | TC 500 |
| BT | E | 1 | 0.772 (0.026)** | 1.254 (0.008) | 17.223 (3.024) | 15.683 (3.720) | 0.133 (0.010) | 0.165 (0.016) |
| | S | 2 | 0.977 (0.051) | 1.376 (0.013) | 17.300 (2.809) | 17.977 (1.505) | 0.179 (0.074) | 0.188 (0.012) |
| | ES | 3 | 0.828 (0.021) | 1.204 (0.027) | 20.288 (2.545) | 22.530 (3.973) | 0.177 (0.055) | 0.182 (0.026) |
| P21 | E | 4 | 0.536* (0.015) | 0.664 (0.015) | 12.293 (3.286) | 12.770 (2.147) | 0.158 (0.023) | 0.191 (0.056) |
| | S | 5 | 0.573 (0.015) | 0.792 (0.018) | 12.857 (3.597) | 12.897 (1.382) | 0.192 (0.016) | 0.161 (0.021) |
| | ES | 6 | 0.761 (0.062) | 0.932 (0.032) | 21.620 (1.031) | 22.190 (1.521) | 0.162 (0.032) | 0.303 (0.096) |
| VL | E | 7 | 0.694 (0.062) | 1.151 (0.015) | 15.497 (3.911) | 11.817 (1.425) | 0.236 (0.031) | 0.150 (0.026) |
| | S | 8 | 0.706 (0.022) | 0.825 (0.015) | 17.540 (1.644) | 14.930 (0.853) | 0.149 (0.042) | 0.204 (0.058) |
| | ES | 9 | 1.000 (0.045) | 1.000 (0.032) | 28.458 (5.325) | 22.790 (2.020) | 0.173 (0.023) | 0.247 (0.068) |

E Ceramic surface treated with <5.0% hydrofluoric acid

S Ceramic surface treated with silane coupling agent

ES Combination of hydrofluoric acid and silane coupling agent

TC Thermocycling

* Elastic modulus of each condition/Elastic modulus of standard group 9

** Mean values(standard deviations)

* Significantly different between 0 and 500 thermocycles at 0.05 level

차이가 없었다

서는 유의한 차이를 나타내지 않았다.

3) 동일한 실험군간의 치면에 따른 비교 (Table 5)

동일한 실험군간의 법랑질과 상아질면간 결합강도의 비교에서 산부식 후 실란 처리군에 있어 열순환을 시행하지 않은 경우와 열순환을 시행한 경우 모두 법랑질면에 대한 결합강도가 유의하게 높았다. 반면 단독 처리군에서는 시멘트간 차이를 보였는데, BT의 열순환을 시행하지 않은 경우, 산부식 처리군과 열순환을 시행한 경우, 실란 처리군이 법랑질면에서 유의하게 높았고, 나머지 P21과 VL의 처리군에서는 유의한 차이가 없었다.

4) 동일 실험군간의 열순환 과정 전후의 비교 (Table 3, 4)

법랑질면에서 탄성계수율은 P21의 경우 E 처리군에서 유의한 차이가 있었고, 전단결합강도는 VL의 경우 E 처리군에서 유의한 차이가 있었으며, 파절시 변위량은 VL의 E 처리군에서 유의한 차이가 있는 것을 제외한 그외 다른 군에

IV. 총괄 및 고찰

세라믹 수복재로 사용되는 IPS Empress는 구조에 의해 열가압법으로 제작되는, 백류석으로 강화된 글라스 세라믹 (leucite-reinforced glass ceramic)으로 다각적인 연구와 개발이 진행되어 왔다¹⁾ Dong 등은 Empress의 굴곡강도에 대한 연구에서 가압과 소성과정이 강도를 향상시켰고, 최종 굴곡강도는 160~180MPa로 다른 전부도재관체계 (all ceramic system)과 비교될만 하다고 하였다 또한 압축강도, 파절강도, 파절인성에 대한 연구에서 Empress는 임상적으로 만족스러운 결과를 보였다^{2) 3)}.

세라믹 수복재의 장기간 성공을 위해서는 치아와의 견고한 결합이 요구되며, 이는 치질의 처리방법, 접착제의 종류, 세라믹 표면의 처리방법 및 열순환 여부에 따라 달라질 수 있다. 본 실험에서는 IPS Empress 수복을 위한 치어형성 후, 수복물과 접촉되는 법랑질과 상아질을 구분하여 결합강

Table 4 Shear bond properties of resin cements in dentin surface treated with different pretreated agents

| Resin Cement | Surface Treatment | group | Elastic modulus ratio* | | Shear bonding strength (MPa) | | Displacement at fracture (mm) | |
|--------------|-------------------|-------|------------------------|------------------|------------------------------|-------------------|-------------------------------|------------------|
| | | | TC 0 | TC 500 | TC 0 | TC 500 | TC 0 | TC 500 |
| BT | E | 1 | 1.207 (0.032)** | 1.084 (0.025) | 11.833 (1.209) | 11.303 (1.423) | 0.133 (0.025) | 0.137 (0.080) |
| | S | 2 | 1.224 (0.018) | 1.158 (0.013) | 12.777 (1.209) | 11.030 (0.576) | 0.165 (0.119) | 0.152 (0.086) |
| | ES | 3 | 1.296 (0.032) | 1.018 (0.019) | 14.033 (2.281) | 11.967 (1.567) | 0.121 (0.027) | 0.136 (0.038) |
| P21 | E | 4 | 1.102 (0.015) | 0.960 (0.006) | 10.310 (2.575) | 11.553 (3.721) | 0.121 (0.027) | 0.150 (0.023) |
| | S | 5 | 1.333 (0.005) | 1.119 (0.016) | 13.250 (3.278) | 13.390 (4.918) | 0.131 (0.011) | 0.131 (0.021) |
| | ES | 6 | 0.193 (0.027) | 1.298 (0.035) | 12.967 (4.284) | 12.597 (2.788) | 0.310 (0.365) | 0.176 (0.100) |
| VL | E | 7 | 0.796 (0.038) | 0.995 (0.034) | 12.420 (4.003) | 14.807 (4.007) | 0.149 (0.045) | 0.151 (0.021) |
| | S | 8 | 1.287 (0.030) | 1.159 (0.043) | 12.573 (0.788) | 14.820 (1.794) | 0.124 (0.045) | 0.164 (0.084) |
| | ES | 9 | 1.000 (0.012) | 1.000 (0.028) | 15.463 (1.240) | 15.330 (2.735) | 0.177 (0.067) | 0.178 (0.123) |

E : Ceramic surface treated with <5.0% hydrofluoric acid
 S Ceramic surface treated with silane coupling agent
 ES Combination of hydrofluoric acid and silane coupling agent
 TC Thermocycling
 * Elastic modulus of each condition/Elastic modulus of standard group 9
 ** Mean values(standard deviations)

Table 5. Comparison of shear bond strength to enamel and dentin surfaces in same experimental groups

| group | EMR | | SBS | | DP | |
|-------|------|--------|------|--------|------|--------|
| | TC 0 | TC 500 | TC 0 | TC 500 | TC 0 | TC 500 |
| 1 | * | | * | | | |
| 2 | | | | * | | |
| 3 | | | * | * | | |
| 4 | | * | | | | |
| 5 | | * | | | * | |
| 6 | | | * | * | | |
| 7 | | | | | * | |
| 8 | | | | | | |
| 9 | | | * | * | | |

EMR : Elastic modulus ratio
 SBS : Shear bond strength
 DP : Displacement at fmax
 * : Significantly different groups between enamel and dentin at 0.05 level

도에 영향을 줄 수 있는 3종류의 레진시멘트, 세라믹의 표면처리, 열순환 여부에 따른 전단결합강도를 평가하였다.

결합강도의 개선을 위해 다양한 레진계 시멘트가 세라믹 수복체의 접착에 이용되었다. Chang 등⁶⁾은 세라믹과 범람 절면에 대한 이중중합 레진시멘트의 인장결합강도 연구에서 4가지 서로 다른 레진시멘트의 결합강도가 14.90~18.35MPa의 범위로 유의한 차이가 없었다고 하였다. 또한 세라믹과 상아질 결합에 대한 실험적 연구에서 레진시멘트 간의 비교시 13.96~16.49MPa로 유의한 차이가 없었고, BT(5.98MPa)만이 유의하게 낮은 결과를 보고하였다⁷⁾. Barkmeier 등²⁷⁾은 산부식과 실란 처리된 구조용 세라믹 수복물에서 레진접착체와 이중중합 레진시멘트(dual cured resin cement)를 결합시킴으로써 최상의 결합체계를 얻을 수 있다고 하였고, 이중중합 개시체계는 중합, 용매제에 대한 저항, 인장강도를 향상시킨다는 보고가 있었다²⁸⁾. 본 실험에서는 이중중합 형태인 BT와 VL, 자가중합 형태인 P21의 3가지 레진시멘트가 사용되었고, 레진시멘트의 종류에 따른 결합강도는 유의한 차이를 보이지 않았다.

세라믹 결합체계는 접착제와 세라믹 수복물간의 기계, 화학적인 결합에 의존한다. 산부식 처리가 다른 표면처리법

(sandblasting, grinding)과 비교시 유의하게 높은 결합강도의 결과가 보고된 바 있으며, Anthony 등¹²⁾은 산부식된 세라믹 표면의 전자현미경 관찰에서 노출된 큰 장석 결정입자와 함께 더 큰 다공성과 불규칙성을 가진 세라믹이 큰 결합강도를 나타냄으로써 결합강도와 연관성을 밝혔다. 가장 널리 사용되는 산은 불화수소산으로 치과용 세라믹을 매우 빠르게 부식시켜 뛰어난 3차원적인 구조를 제공해 주며 미세기계적 유지를 향상시켰다^{15,19,20)}. 화학적인 세라믹-레진간 접착은 X-(CH₂) Si-(OR)의 화학식을 가진 실란 커플링제가 가장 널리 사용되며 무기질과 유기질 표면 사이에 화학적 결합을 형성한다³⁰⁾. Lu 등³¹⁾은 실란이 콤포짓레진과 세라믹 사이의 화학적 연결을 담당하고 산부식된 세라믹 표면의 공극에 스며들어 레진과 세라믹의 긴밀한 접촉을 촉진함으로써 세라믹을 강화시켜주기 때문에 결합강도를 증가시킨다고 하였다

결합향상을 위한 도재의 기계적, 화학적 표면처리 방법에 대한 다양한 비교 연구가 이루어져 왔다. Hayakawa 등¹³⁾은 수산기와 결합하는 실란의 적용시 산부식은 불필요하다고 하였으나, Stangel 등¹⁷⁾은 도재의 산부식이 높은 결합강도에 중요한 영향인자로 산부식만 적용한 경우에 있어서 실란처리만 했을 때보다 높은 결합강도를 나타냈다고 하였다. Calamia 등³⁰⁾은 산부식된 도재 표면이 전체 결합강도에 실란 커플링제보다 더 중요하지만 결합강도를 향상시키기 위한 가장 효과적인 방법은 도재 표면의 산부식과 실란의 복합적인 적용으로 얻어질 수 있다고 하였다. 더욱이 불화수소산으로 부식한 후 실란을 처리하였을 때 도재의 강도(cohesive strength)보다 더 큰 결합강도를 나타내었다^{19,32,33)}.

본 실험에서는 범랑질면에 대한 Empress의 산부식 후 실란 처리된 군이 산부식이나 실란의 단독 처리군보다 높은 결합강도를 보였고, 대부분의 파절은 Empress와 레진시멘트간의 계면파절로 Chang 등⁶⁾과 Honglund 등³¹⁾의 보고와 일치하며, 이는 시멘트의 약한 결합(link)이 범랑질과 글래스 세라믹의 결합 사이에 존재한다는 것을 의미한다. 상아질면에서는 Empress 표면처리군간의 유의한 차이를 보이지 않았다. 상아질면에 대한 접착에서 가장 안정된 결합을 형성하는 계면은 Empress 표면과 레진시멘트의 결합으로 Empress 표면을 산부식하고 실란 커플링제를 사용할 경우 Empress와 레진시멘트사이의 결합강도는 상아질과 레진시멘트의 결합강도보다 우세하여 결과적으로 상아질접착제의 결합강도 측정으로 귀결됨을 알 수 있다. 상아질면에 대한 산부식과 실란 처리된 Empress 표면의 결합강도는 각각 BT: 14.03MPa, P21: 12.97MPa, VL: 15.46MPa 로 상아질접착제에 관한 연구들³⁵⁻³⁷⁾과 비슷한 결과였다.

Tseung 등¹⁰⁾은 도재의 범랑질과 상아질에 대한 결합강도의 비교연구에서 범랑질: 19.0MPa, 상아질: 14.4MPa,

열순환 후의 상아질: 10.1MPa의 결과를 보고하였다. 본 실험에서 범랑질에 대한 상아질의 전단결합강도의 비교에서 범랑질에 비해 상아질에서 낮은 결합강도를 나타내었는데 이는 이전의 보고²⁹⁾와 일치하며, 특히 산부식후 실란처리군에서 결합강도의 유의한 차이를 보였다.

결합강도의 측정에 있어 중요한 영향인자로 열순환의 여부를 들 수 있다. 열순환 전후의 결합강도 비교는 결합의 내구성 평가가 중요하며, 이런 결합 내구성(adhesive durability)은 대개 24시간 보관만으로 평가될 수 없다. 따라서 본 연구는 반복된 열순환 과정을 시행함으로써 세라믹 결합체계의 좀더 완전한 평가를 위한 가속화된 시효실험을 시행하였다. Kato 등²¹⁾은 20,000회 열순환을 시행 후 결합강도의 뚜렷한 감소를 보고하였고, Diaz-Arnold 등²²⁾도 세라믹에 대한 콤포짓레진의 결합강도 비교에서 48시간 동안 시행한 열순환 후 결합강도의 유의한 감소를 관찰하였다. Matsumura 등²³⁾은 도재 표면처리와 레진시멘트의 종류에 따른 열순환 후 결합강도의 차이를 비교하였는데, 실란 처리되지 않은 도재표면과 화학중합과 이중중합 시멘트의 접착시편 모두에서 20,000회 열순환 후 결합강도의 유의한 감소를 보였고, 실란 처리된 도재표면의 경우 화학중합 레진시멘트는 유의한 감소를 보였으나, 이중중합 시멘트는 유의한 차이를 보이지 않음으로써, 표면처리와 레진시멘트에 따른 결합강도의 견고성에 있어 차이를 보고하였다. White 등³⁸⁾은 열순환의 횟수에 따른 결합강도의 비교에서 적은 횟수의 열순환 시행 후 결합강도가 증가하였고, 이는 레진중합을 촉진시키고, 증가된 수분 흡수가 레진기질의 스트레스를 완화시키기 때문이라고 하였다. 그러나 열순환 횟수가 증가할수록 열팽창 계수의 차이 때문에 결합강도가 약화될 수 있다. 본 실험에서 500회 열순환 후 결합강도에 있어 유의한 차이가 없었다. 단지 VL을 이용한 경우, 범랑질면에 대한 산부식 처리된 Empress시편의 결합강도에서 유의한 감소를 나타내었다.

세라믹 수복물의 파절저항은 접착방법의 이용으로 유의한 향상을 얻을 수 있음이 보고되어 왔다^{34,40)}. 본 실험은 치아/레진시멘트/세라믹의 복합계면을 가지는 결합체계로 치아/레진시멘트와 레진시멘트/세라믹의 결합강도에 영향을 미칠 수 있으며, 두 계면에서 발생하는 결합강도의 차이로 인해 동일한 조건의 비교에는 제한적일 수 있지만, 임상적인 조건을 잘 반영하여 서로 다른 기질에 대한 결합강도를 비교, 평가하기에 유리하다. 접착되는 치면, 레진시멘트의 종류 및 Empress의 표면처리방법에 따른 결합강도와 열순환 과정에 따른 결합의 견고성을 평가하기 위한 연구에서 접착되는 치면과 Empress 표면처리는 결합강도에 영향을 주었지만, 레진시멘트의 종류와 열순환 과정은 영향을 주지 않았고, 모든 조건에서 동일한 것은 아니었다. 임상적 상황을 재현하기 위한 치아/레진시멘트/Empress의 복합적인 실험

조건에서, 치아와 레진시멘트, 레진시멘트와 Empress 접착면 사이의 결합강도 차가 측정하고자 하는 결과에 영향을 미쳤을 것이다. 각각의 접착면의 단일효과에 대한 비교 연구 및 수복물의 장기간 성공을 위해 결합강도를 향상시킬 수 있는 방법에 관한 더한 연구가 필요하리라 사료된다.

V. 결 론

환자들의 심미적 요구가 증가함에 따라 치과 수복용 세라믹의 물리적 성질과 결합체계의 향상으로 이용 범위가 확대되고 있다. 치아에 대한 세라믹 결합체계는 치아, 접착제 및 세라믹 수복물의 복합계면간의 기계, 화학적인 결합에 의존한다. 또한 이러한 복합적인 결합에는 치질의 처리방법, 결합제의 종류, 세라믹 표면의 처리방법 및 열순환 여부 등의 다양한 영향인자들이 관여한다. 본 실험에서는 IPS Empress를 이용하여 법랑질과 상아질면에 대한 3종류의 레진시멘트, Empress의 표면처리, 열순환이 전단결합강도에 미치는 영향을 평가하였다. 발거된 사람 치아의 법랑질과 상아질을 노출시켜 접착면을 형성하였고, 직경 3.5mm, 높이 15mm 원통형의 Empress시편을 제작하여 접착면에 불화수소산과 실란 커플링제를 적용하여 표면처리 하였다. 형성된 치면에 표면처리된 Empress시편을 BT, P21, VL를 이용하여 제조회사의 설명서에 따라 접착시켰다. 열순환은 열순환기에 넣고 5°C와 55°C 증류수가 계류시간 15초간 500회 순환하도록 시행하였다. 시편제작 후 인장압축시험기상에서 분당 0.5mm로 하중을 가해 전단결합특성을 측정 한 결과, 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 레진시멘트의 종류에 따른 결합강도의 차이를 비교했을 때, 열순환을 시행하지 않았을 경우 법랑질면에서 산부식과 실란 처리군의 BT와 P21간에 차이가 있었다($p < 0.05$).
2. Empress 표면처리에 따른 결합강도의 차이를 비교하였을 때, 열순환을 시행하지 않았을 경우 법랑질면에서 P21과 VL의 산부식 후 실란처리군이 산부식과 실란의 단독 처리군 보다 높았다($p < 0.05$).
3. 열순환 전후의 결합강도를 비교했을 때, VL의 산처리군의 경우에서만 결합강도가 감소하였다($p < 0.05$).

참 고 문 헌

1. Lehner CR, Schärer P.: All ceramic crowns, *Prosthodontics and Endodontics*: 45-52, 1992.
2. Dong JK, Luthy H, Wohlwend A, Schärer P.: Heat-pressed ceramics - technology and strength, *Int J Prosthodont* 5: 9-16, 1992.
3. Heinzman JL, Krejci I.: Wear and marginal adaptation of glass ceramic inlay, amalgam and enamel, [abstract 423]

- J Dent Res 19:161, 1990.
4. Buonocore MG.: A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces, *J Dent Res* 34: 849-53, 1955.
5. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B. Adhesion testing of dentin bonding agents. A review. *Dent Mater* 11:117-25, 1995
6. Chang JC, Nguyen T. Tensile bond strengths of dual-cured cements between a glass-ceramic and enamel, *J Prosthet Dent* 79:503-7, 1998
7. 조병훈: 합착용 복합레진시멘트로 합착한 machinable ceramic 과 상아질사이의 인장강도에 대한 실험적 연구, *대한치과보존학회지* 23:487-501, 1998
8. Sheth J, Jensen M, Tolliver D.: Effect of surface treatment on etched porcelain and bond strength to enamel, *Dent Mater* 4:328-37, 1988.
9. Stacey GD.: A shear stress analysis of the bonding of porcelain veneers to enamel, *J Prosthet Dent* 70 395-402, 1993.
10. Tseng EY, Cooley RL, Evans JG : Porcelain to dentin strength with a dentin adhesive, *J Esthet Dent* 4:131-133, 1992
11. Roulet JF, Söderholm KJM, Longmate J : Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength, *J Dent Res* 74(1):381-387, 1995.
12. Anthony HL, Harold N.: A comparison of the shear bond strength between two composite resins and two etched ceramic materials, *Int J Prosthodont* 1:73-79, 1988.
13. Sposetti V, Shen C, Levin A.: The effect of topical fluoride application on porcelain restorations, *J Prosthet Dent* 55:677-682, 1986.
14. Simonsen RJ, Calamia JR. Tensile bond strength of etched porcelain. *J Dent Res* [abstract 1154]62:297, 1983
15. Özden AN, Akaltan F : Effect of surface treatments of porcelain on the shear bond strength of applied dual-cured cement, *J Prosthet dent* 72:85-88, 1994.
16. Kupiec KA, Wuertz KM, Barkmeier WW : Evaluation of porcelain surface treatments and agents for composite-to-porcelain repair, *J Prosthet Dent* 76:119-124, 1996.
17. Stangel I, Nathanson D, Hsu CS.: Shear bond strength of the composite bond to etched porcelain, *J Dent Res* 66:1460-1465, 1987.
18. Hayakawa T, Horie K. The influence of surface conditions and silane agents on the bond of resin to dental porcelain, *Dent Mater* 8:238-240, 1992
19. Lacy AM, LaLuz J, Watanabe LG, Dellinges M.: Effect of porcelain surface treatment on the bond to composite, *J Prosthet Dent* 60:288-291, 1988.
20. Calamia JR, Simonsen RJ.: Effects of coupling agents on bond strength of etched porcelain, *J Dent Res* 63:162-362, 1984.
21. Kato H, Matsumura H : Bond strength and durability of porcelain bonding systems, *J Prosthet Dent* 77:163-168, 1996.
22. Diaz-Arnold AM, Aquilino SA. An evaluation of the bond strengths of four organosilane materials in response to thermal stress, *J Prosthet Dent* 62:257-260, 1989.
23. Matsumura H, Kato H.: Shear bond strength to feldspathic porcelain of two luting cements in combination with three surface treatments, *J Prostheo Dent* 78:511-517, 1997.
24. Pr bster L.: Compressive strength of two modern all ceramic crowns, *Int J Prosthodont* 5:409-414, 1992
25. Yashinari M, Derand T.: Fracture strength of all ceramic crowns, *Int J Prsthodont* 7:329-338, 1994.

26. Seghi RR, Denry IL, Rosenstiel SF.: Relative fracture toughness and hardness of new dental ceramics, *J Prosthet Dent* 74:145-150, 1995
27. Barkmeier WW, Latta MA.: Shear bond strength of Dicor using resin adhesive systems and light activated cement, *J Esthet Dent* 3:95-99, 1991.
28. Hasegawa EA, Boyer DB, Chan DCN.: Hardening of dual-cured cements under composite resin inlays, *J Prosthet Dent* 66:187-192, 1991
29. Tylka DF, Stewart GP.: Comparison of acidulated phosphate fluoride gel and hydrofluoric acid etchant for porcelain-composite repair, *J Prosthet Dent* 72:121-127, 1994
30. Diaz-Arnold AM, Schneider RL, Aquilino SA.: Bond strengths of intraoral porcelain repair materials, *J Prosthet Dent* 61:305-309, 1989
31. Lu R, Harcourt JK, Tyas MJ.: An investigation of the composite resin/porcelain interface, *Austr dent J* 37:12-19, 1992.
32. Kamada K, Yshida K.: Effect of ceramic surface treatments on the bond of four resin luting agents to a ceramic material, *J Prosthet Dent* 79:508-513, 1998
33. 윤병식, 임미경, 이용근: IPS-Empress 도재에 대한 콤포짓트 레진의 전단결합강도, *대한치과보존학회지* 23:413-23, 1998
34. Hoglund C, van Dijken J, Olofsson AL.: A clinical evaluation of adhesively luted ceramic inlays. A two year follow-up study, *Swed Dent J* 16:169-171, 1992
35. Miyajaki M, Platt J, Onose H, Moore BK.: Influence of dentin primer application methods on dentin bond strength, *Op dent* 21:167-172, 1996
36. Trilo PT Jr, Swift EJ Jr, Barkmeier WW.: Shear bond strength of composite to dentin using six dental adhesive systems, *Op Dent* 20:46-50, 1995
37. Barkmeier WW, Erickson RL.: Shear bond strength of composite to enamel and dentin using Scotchbond Multi-Purpose, *Am J Dent* 7:175-179, 1994
38. White SN, Golshanara A.: Fatigue of resin cement-base metal alloy bond strength, *J prosthodont* 5:252-258, 1996.
39. Jensen ME, Sheth JJ, Tolliver D.: Etched-porcelain resin-bonded full veneer crowns - in vitro fracture resistance, *Compend contin Educ Dent* 10(6):336-346, 1989
40. Malament KE, Grossman DG.: Clinical application of bonded dicor crowns - two year report, *J Dent Res* 69:298, 1990