

# 다양한 산처리 방법이 lithium Disilicate 도재와 복합레진간의 전단결합강도에 미치는 영향

전북대학교 치과대학 치과보철학교실, 구강생체과학연구소

강대현 · 복원미 · 송진원 · 송광엽 · 안승근

## I. 서 론

1880년대 Land<sup>1)</sup>가 장식도재를 사용한 도재 자켓관을 소개한 이후 심미성을 요하는 치과보철 수복 분야에서 도재를 이용한 수복물이 널리 사용되어 왔으나 도재의 큰 취성에 기인한 낮은 인장강도와 파절강도로 인해 금속을 병용한 금속도재관이 사용되었다. 하지만 금속도재관은 하부의 금속과 불투명 도재로 인해 자연치와 유사한 정도의 투명도를 얻기 어려워 투과도가 자연치와 유사한 전부도재관이 전치부 심미 수복에 우선적으로 고려될 수 있다.<sup>2)</sup>

현재 많이 사용되고 있는 도재 제작 방법 중 1990년 Ivoclar사에 의해 소개된 IPS Empress system은 결정화된 Ingot를 열가압하여 수복물을 제작하므로 제작이 용이하고 색조가 우수하며 안정된 파절강도를 보이는 등 장점이 있지만 백류석 결정에 의한 강도 증가에는 한계가 있어 단일관 제작만 가능하다.<sup>3,4)</sup> 이러한 IPS Empress의 한정된 사용범위를 계속 가공의치까지 확대할 목적으로 1998년 IPS Empress 2가 소개되었는데<sup>5)</sup> 이는 60%이상의 이규산리튬으로 구성되어 제 1소구치를 포함한 계속가공의치에서 사용이 가능할 정도의 강도와 파괴인성을 가진다. 결정 용적의 증가에도 불구하고 우수한 빛투과도를 보이고 물리적, 광학적 특성이 자연치와 유사하다.<sup>6)</sup> 하지만 이러한 도재의 발전에도 실제 임상에서 높은 인장응력이 집중하는 부위의 도재 파

절이 빈번하게 발생할 뿐 아니라 파절시 수리가 어려운 점이 여전히 문제점으로 남아있다.

도재 수복물의 파절은 2.3~8%로 보고되고 있는데<sup>7)</sup>, 그 원인으로는 부적절한 디자인, 도재의 미세결합, 부족한 지대치의 삭제, 기공상의 문제, 잘못된 교합설계 등의 결과로 알려져 있다.<sup>8)</sup>

파절된 도재 수리 방법으로는 보철물의 재제작, overcasting, pin-retained casting, overlay등<sup>9)</sup>이 있지만 시간, 비용 등 환자 및 술자에게 여러 가지 면에서 용이하지 않다. 비록 영구적인 수복방법으로는 논의의 여지가 있으나 최근 다양한 실란과 접착 시스템이 개발되어 도재 레진간 결합력이 개선되면서 파절 부위가 작은 경우나 비용이나 시간적인 면을 고려할 때 단위수가 큰 계속가공의치에는 구강내에서 직접 레진으로 수리하는 방법이 매우 선호되고 있다.

도재 레진간 결합력에 영향을 주는 요소에는 도재의 종류, 도재의 표면 처리, 수복전 수화, 실란의 종류, 열순환등<sup>10)</sup>이 있는데 이중 도재의 표면 처리는 삭제기구에 의한 표면처리나 미세분사 같은 기계적 형성 방법 이외에도 산을 이용하여 도재의 표면을 산부식하는 화학적인 방법이 있다. 여러 연구에서 도재-레진간 결합력에 산에 의한 산부식이 매우 중요하다고 보고하고 있다. Simonsen과 Calamia등<sup>11,12)</sup>은 장식계 도재의 산부식 처리시 불산이 가장 짧은 시간에 가장 좋은 결과를 보여준다고 하였고 최대의 결합력을 얻기 위해서는 산부식 농도와 산부식 시간이 매우

중요하다고 하였다.

Hofmann등<sup>13)</sup>은 Empress 도재의 경우 5% 불산으로 120초 이상 산부식 처리를 해야만 최적의 결합 강도를 얻을 수 있다고 하였지만 아직 Empress 2와 복합레진의 최적결합을 위한 산부식 농도와 산부식 시간에 대해서는 연구된 바가 거의 없다.

현재 임상에서 쓰이는 수종의 도재 수리 시스템에는 여러 가지의 산부식제가 사용되고 있다. 각 회사에서 시판하는 도재 수리 시스템에는 산부식제로 주로 인산과 불산이 이용되고 있는데 이들의 농도가 및 적용 시간이 각기 다르게 표기되어 있다. 과연 어떤 종류의 산부식제가 어떤 농도와 적용시간에서 가장 효과적인 표면변화를 가져오는지에 대한 연구결과 또한 상이하다.

결합계면에서의 강도 측정법으로는 인장, 전단, 3점굽힘강도 실험법이 있다. 하지만 전치부 도재 파절의 복합레진 수복시 주로 받게 되는 힘이 전단응력이므로 전단결합강도를 측정하는 것이 복합레진과 도재의 접착 정도를 정량화하는데 적절한 방법이 된다고 생각한다.<sup>14)</sup>

본 연구에서는 현재 임상에서 많이 쓰이는 도재 수리 시스템의 다양한 산부식제 중 인산과 불산의 농도 및 이의 적용시간에 따른 IPS empress 2 core용 도재의 표면구조 변화를 SEM을 통해 관찰하고, 이러한 변화가 도재-레진간 결합력에 미치는 영향을 알아보기 위해 전단결합 강도를 측정하였다.

## II. 실험재료 및 방법

### 1. 연구 재료

도재로는 IPS Empress 2의 core용 ingot를 이용하여 ceramic 시편을 제작하였고, silane과 bonding은 ivoclar vivadent 사의 Ceramic Repair Kit에 있는 Monobond S 와 Heliobond를 사용하였으며 etchant는 인산37%와 65%, 불산4%와 9%를 각각 적용하였다(Fig. 1, Table 1).

### 2. 연구 방법

#### 1) 시편 제작

직경 5mm의 utility wax를 적당한 길이로 잘라 원통형의 납형을 제작하고 이를 제조자의 지시

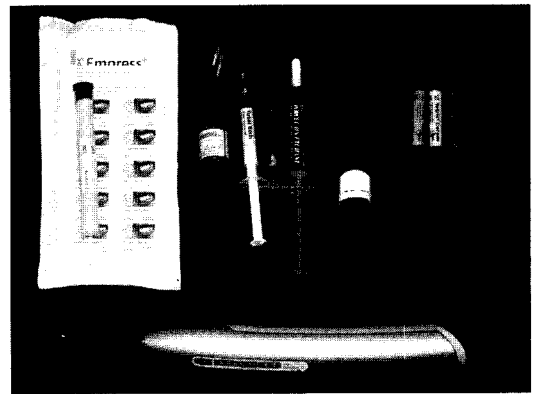


Fig. 1. Experimental materials.

Table 1. Etchant type used in this study

Material	Product name	Manufacturer
37% Phosphoric acid	Total Etch	Ivoclar, Liechtenstein
65% Phosphoric acid	Red activator (of Superbond C&B)	Sun Medical, Japan
4% hydrofluoric acid	Porcelain Etchant	Bisco, USA
9% hydrofluoric acid	Porcelain Etch	Ultradent, USA

에 따라 EP600으로 92도, 20분, 20~50 mbar의 조건하에 소결한 다음 서냉하고 Al oxide와 glass bead로 몰드를 제거하여 시편을 제작하였다. 이렇게 제작된 5mm 직경의 원통형 시편을 diamond disc를 이용하여 3mm길이로 잘라 총 85개의 시편을 제작하였다. 각각의 시편을 아크릴릭 레진에 포매한 후 150-220-320 grit의 sand-paper로 순차적으로 연마하였다. 모든 시편은 이물질 제거를 위해 초음파 세척기를 이용하여 10분 세척하였다.

### 2) 표면처리

대조군 5개의 시편을 제외한 나머지 80개의 시편을 산의 종류(인산, 불산), 농도 및 산부식 시간(30s, 60s, 120s, 180s)에 따라 16개의 실험군으로 분류하고 5개의 시편을 한군으로 하였다 (Table 2).

각 군을 설정된 조건에 따라 산처리 후 30초간 세척하고 30초간 건조시켰다. 각 군마다 1개의 시편을 골라 산부식 시간에 따른 표면의 미세구조를 관찰하기 위해 주사전자현미경(JSM-6400, Jeol, Japan)을 이용하였다.

대조군을 포함한 모든 시편에 vivadent사의 silane coupling agent인 Monobond-S를 60초간 처리한 후 건조시킨 다음 bonding제인 Heliobond를 얇게 도포한 후 LED 광중합기(Eliper, 3M, USA)로 40초간 광중합 하였다.

### 3) 레진의 접착

내부에 teflon 처리가 된 mold를 이용하여 silane

과 bonding 처리된 시편 위에 직경 4mm, 높이 4mm로 레진(Tectic ceram, Ivoclar, Liechtenstein)을 축성하고 LED 광중합기(Eliper, 3M, USA)로 40초간 광중합하고 레진 주변의 잔존 silane과 bonding제를 #15 mess로 제거하였다. 접착이 완료된 시편을 37도 항온 수조에 24시간동안 보관하였다(Fig. 2, 3).

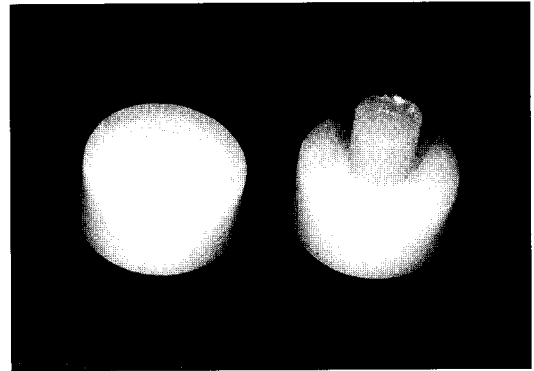


Fig. 2. Empress 2 specimen embedded acrylic resin and built up composite resin.

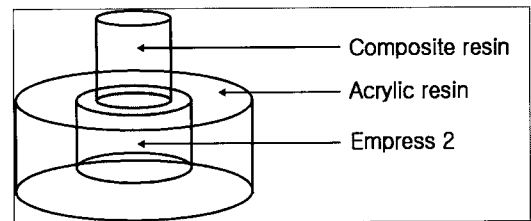


Fig. 3. Schematic diagram of prepared specimen.

Table 2. Experimental groups (C: control group)

etchant type	etching time				
	0s	30s	60s	120s	180s
37% Phosphoric Acid	C (control)	Pa1	Pa2	Pa3	Pa4
65% Phosphoric Acid		Pb1	Pb2	Pb3	Pb4
4% Hydrofluoric Acid		Ha1	Ha2	Ha3	Ha4
9% Hydrofluoric Acid		Hb1	Hb2	Hb3	Hb4

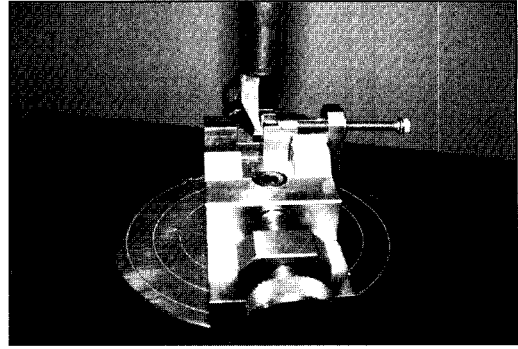
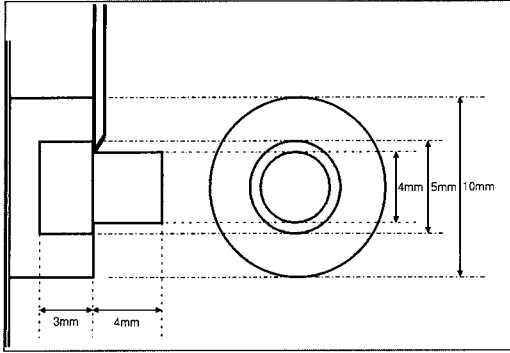


Fig. 4. Schematic diagram & photo of shear bond testing.

#### 4) 전단 결합 강도 측정

전단 결합 강도를 측정하기 위해 만능 시험기 (Model 4021, Instron Co., USA)에 시편을 장착 후 crosshead speed 1.0mm/min의 조건하에 접촉면에 하중을 가하여, 축성한 레진 블록이 도재 시편과 분리될 때까지의 최대하중을 전단 결합강도로 간주하였다(Fig. 4).

#### 5) 통계처리

측정된 결과는 결합강도의 유의성을 통계적으로 검증하기 위해 SPSS 통계 프로그램을 이용하여 one-way ANOVA를 시행하였고, 사후 검증법으로 Duncan 다중 검증법을 이용하여 군간 유의성을 검증하였다( $P < .05$ ).

### III. 결 과

#### 1. 주사전자현미경 소견

인산으로 산처리한 군(Pa-, Pb-)은 인산의 농도와 산부식 시간에 상관없이 도재 표면의 변화가 관찰되지 않았다. 반면 불산으로 산처리한 군(Ha-, Hb-)에서는 모든 군에서 산부식된 시간과 불산 농도에 따라 다양한 도재표면의 변화가 관찰되었다.

불산 4%로 산처리한 군(Ha-)에서 30초 산부식 시 유리기질이 부분적으로 용해되면서 도재 표면에 기공이 관찰되었다. 산부식 시간이 증가함

에 따라 더 많은 유리기질의 용해가 일어나면서 이규산리튬 결정이 나타나기 시작하였고 2분 산부식한 시편에서 더 많은 기공과 함몰부로 인해 매우 불규칙한 표면이 형성된 것을 볼 수 있다. 3분 산부식시 거의 대부분의 유리기질 용해가 나타났고 선명한 이규산리튬의 결정이 관찰되었다.

불산 9%로 산처리한 군(Hb-)에서는 산부식 30초부터 유리기질이 완전히 용해되어 수많은 이규산리튬 결정만이 관찰되었고 부분적으로 이규산리튬 결정도 용해된 것을 볼 수 있다. 산부식 시간이 증가됨에 따라 변화된 양상은 관찰되지 않았다(Fig. 5~13).

#### 2. 전단 결합 강도의 측정

각 군의 전단 결합 강도의 평균과 표준편차를 구하고 각 군간의 결합강도의 차이를 검증하기 위해 One-way ANOVA와 Duncan 다중검증법을 시행하여 정리하였다.

인산으로 산처리한 군(Pa-, Pb-)들 모두 대조군과 비교해 결합강도가 다소 높게 나왔으나 통계적으로 유의한 차이는 없었다. 반면 불산으로 산처리한 군은 대조군이나 인산으로 산처리한 군에 비해 통계적으로 유의성 있게 높았다.

불산 4% 산부식군에서는 산부식 시간에 따라 결합강도가 유의성 있게 증가하다가 120초에서  $30.07 \pm 2.40$ (kg)으로 가장 높게 나왔으며 180초에

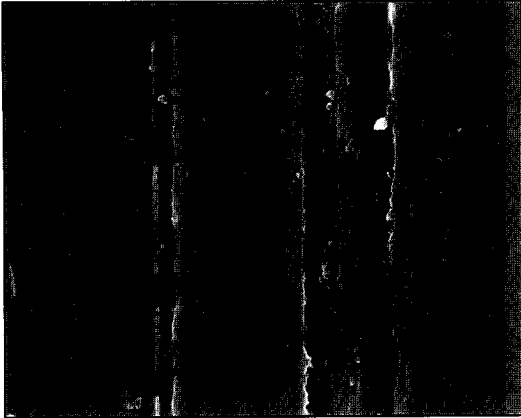


Fig. 5. SEM photograph of control group (x2000).



Fig. 8. SEM photograph of Ha group after 30s etching(x2000).

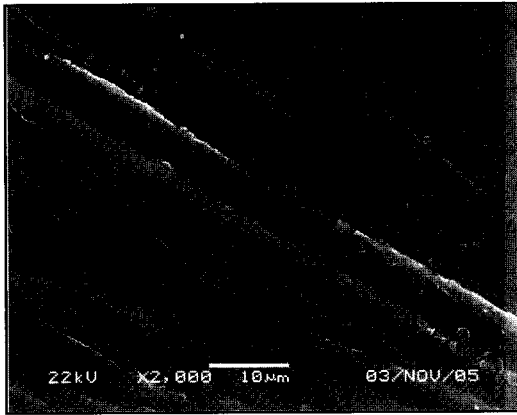


Fig. 6. SEM photograph of Pa group after 180s etching(x2000).

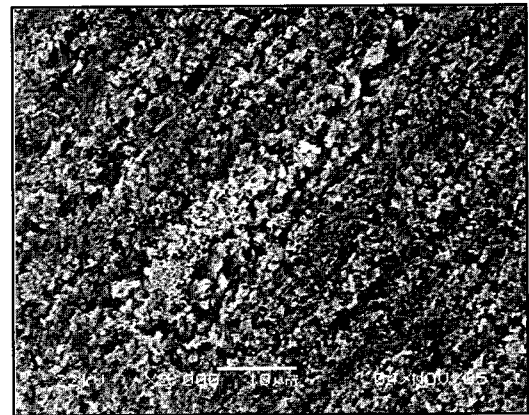


Fig. 9. SEM photograph of Ha group after 60s etching(x2000).

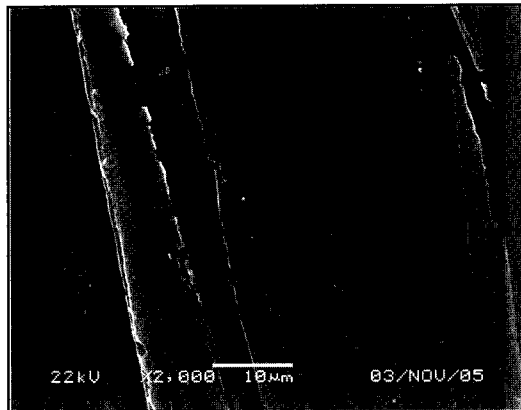


Fig. 7. SEM photograph of Pb group after 180s etching(x2000).

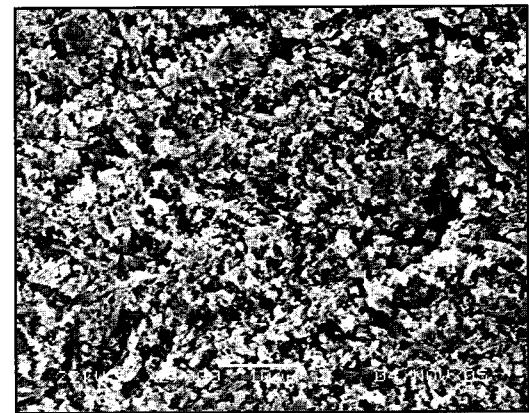


Fig. 10. SEM photograph of Ha group after 120s etching(x2000).

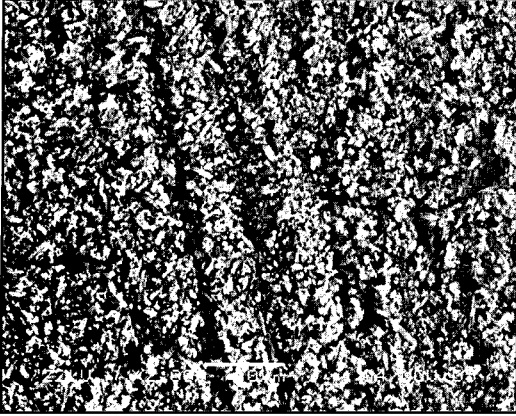


Fig. 11. SEM photograph of Ha group after 180s etching(x2000).

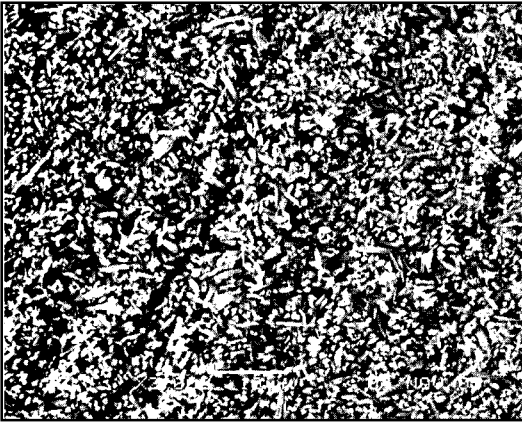


Fig. 12. SEM photograph of Hb group after 30s etching(x2000).

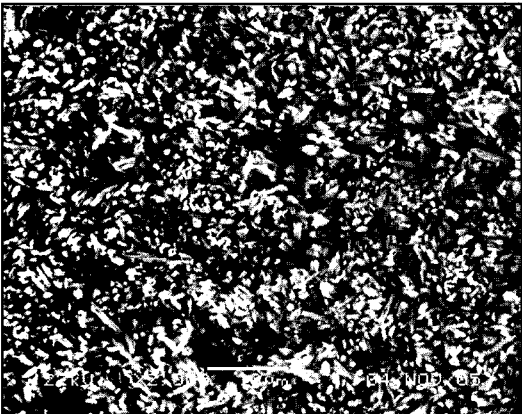


Fig. 13. SEM photograph of Hb group after 180s etching(x2000).

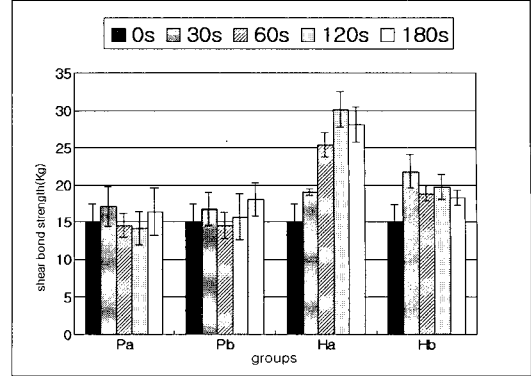


Fig. 14. Mean and SD of shear bond strength.

서 다소 감소되는 양상을 보였다.

불산 9% 산부식군에서는 모든 군에서 비슷한 결합강도를 보였으며 산부식 시간에 따른 결합강도의 유의한 차이를 보이지 않았다(Fig. 14, Table 4).

#### IV. 고 찰

치과 수복 분야에서 심미적 재료로 흔히 사용되고 있는 것이 도재와 레진이다. 특히 전치부 전장관 수복시 색조나 물리적 성질 면에서 도재의 사용은 피할 수 없다. 하지만 지속적인 도재의 발전에도 불구하고 취성과 낮은 파절저항성으로 인해 임상적으로 문제가 되고 있는게 현실이다. 파절시 여러 수복 방법이 있겠으나 비용 및 편의성 문제를 고려해 볼 때 복합레진을 이용한 수복 방법이 가장 용이하다.

복합 레진을 이용한 도재의 수리는 기본적으로 도재와 복합레진 사이의 결합력에 기반을 두고 있다. 이러한 도재 레진간 결합력에 영향을 주는 요소로는 먼저 재료의 차이를 들 수 있다. 즉, 사용된 도재나 복합 레진 및 실란의 종류에 따라 결합력이 달라질 수 있다. 예컨대 macrofill이나 hybrid형의 복합레진이 microfill형 복합레진보다 더 높은 강도를 보였다고 보고하였고,<sup>15)</sup> Culler등에 따르면 실란에 종류에 따라 결합력 차이를 나타낸다고 보고하였다.<sup>16)</sup> 또한 열순환 처리나 노화에 의해서도 영향을 받는다.<sup>17)</sup>

Table 4. Results of one-way ANOVA & Duncan's grouping

Groups	Mean(kg)	SD	F	P(<.05)	Duncan's Grouping	
C	14.93	2.53			A	
Pa	30s	17.02	2.83	.404	.802	A
	60s	14.42	1.68			A
	120s	14.16	2.28			A
	180s	16.32	3.43			A
Pb	30s	16.64	2.29	.384	.883	A
	60s	14.45	1.93			A
	120s	15.66	3.18			A
	180s	17.96	2.33			A
Ha	30s	19.06	0.36	31.00	.000	B
	60s	25.29	1.57			C
	120s	30.07	2.41			E
	180s	28.17	2.62			D E
Hb	30s	21.66	2.28	5.221	.016	B
	60s	18.81	1.17			B
	120s	19.74	1.51			B
	180s	18.18	1.13			B

도재-레진간 결합력에 영향을 주는 중요한 요소는 바로 도재의 표면 처리다. 도재의 표면 처리는 파절면에 거친 표면을 형성하여 피착면적을 증가시켜 유지력을 얻는 기계적인 결합과 결합제나 화학적인 처리에 의해 유지력을 얻는 화학적인 방법이 있다. 전자의 기계적인 방법으로는 삭제기구를 이용하여 표면의 거칠기를 증가시키는 방법이나<sup>18)</sup> 알루미늄 입자를 이용한 미세분사,<sup>19)</sup> 또는 불산이나 인산으로 도재의 표면 산부식을 통한 산처리법이 있으며 화학적인 방법으로는 실란을 이용하여 도재와 레진간의 결합을 증대시키는 방법 등이 있으나 이중 도재의 산부식이 레진과 도재와의 결합에 있어 매우 중요한 요인이다.<sup>11,20,21)</sup> Stangel과 Nathanson은 장식계 도재와 복합레진의 결합력 실험에서 변인을

산부식 처리, 레진 시멘트, 실란, 상아질 접착제 등으로 설정하여 실험한 결과 산부식이 도재 레진간 결합력에 가장 중요한 요소라고 하였다.<sup>22)</sup>

이전부터 도재 표면의 산부식에 대해 선학들의 많은 연구가 있어 왔다. Yen등<sup>23)</sup>은 산부식의 효과는 산부식과정의 화학적 특성에 의해 설명될 수 있으며, 불산으로 산부식시 불산이 도재의 실리카상과 우선적으로 반응하여 도재의 표면이 육각의 벌집모양처럼 되고 이것이 미세유지를 제공하게 된다고 하였다.

Calamia등<sup>12)</sup>과 Lacy등<sup>24)</sup>은 장식계 도재의 산부식제로 여러 산들이 사용될 수 있으나 불산을 사용하였을 때 가장 좋은 결과를 얻을 수 있다고 하였고 Diaz-Arnold<sup>25)</sup>는 도재를 인산으로 처리하고 SEM으로 관찰한 결과 알루미늄 입자를 이용

하여 미세분사한 경우와 거의 유사한 표면상태를 관찰할 수 있다고 하였다. 반면 Pratt<sup>26)</sup>은 수종의 도재 수리 시스템에 대한 비교실험에서 도재 표면의 산부식시 불산으로 산부식한 군이 인산으로 산부식한 군보다 더 나은 결합력을 나타내지는 않았다고 보고하였고 Leibrock<sup>17)</sup>은 SEM으로 관찰한 결과 인산으로 산부식한 경우에도 불산으로 산부식한 경우처럼 표면에 요철구조가 형성된다고 하였다. 그러나 그러한 표면의 거칠기와 도재 레진간 결합강도간의 유의한 상관관계를 나타내지는 않는다고 보고하였다.

Sposetti<sup>27)</sup>은 산부식 시간과 유리되는 불소이온의 농도, 산도 등이 도재 산부식에 영향을 준다고 하였고 Simonsen<sup>11)</sup>은 레진과 도재간의 결합강도는 산부식 시간이 길수록 증가한다고 하였다. Calamia<sup>12)</sup>는 5%, 7.5%와 10% 불산으로 2.5분과 20분간 4종의 도재에 산부식 실험을 했는데, 20분보다 2.5분간 산부식시 더 나은 결합강도를 보였으며 도재종류에 따른 산부식 농도와 산부식 시간이 도재 레진간 최대 결합강도를 얻는데 중요하다고 하였다. Nelson<sup>28)</sup>은 도재 표면을 1.23%의 APF 수용액으로 10분간 처리한 경우는 10%불산으로 1분간 처리한 것과 유사한 결과를 얻었다고 하였다. Stangel<sup>22)</sup>은 52% 불산 90초간 산부식과 20% 불산 150초간 산부식시 도재표면의 변화를 실험하였는데, 52%불산 90초 산부식시에는 우선적으로 유리상의 용해가 나타났으며 반면 20%불산 150초간 산부식시에는 결정상의 용해가 나타났다고 보고했다.

Hofmann<sup>13)</sup>은 Empress 도재의 경우 120초 이상 산부식 해야만 최적의 결합강도를 얻을 수 있다고 하였고 Chen<sup>2)</sup>은 Cerec 2 Vitabloc을 5% 불산으로 산부식 시간을 다르게 하여 실험한 결과 산부식 시간이 120s에서 최대의 전단결합강도를 보였고 통계적으로 유의하지는 않으나 180s에서는 오히려 감소되는 양상을 나타냈다고 하였다.

이번 연구에서는 임상에서 주로 사용되는 도재 수리 시스템에 포함된 4종의 etchant로 Empress 2 도재를 산부식 하였다. 산부식하지 않은 대조군에서도 상당히 높은 결합강도가 나타났는데 이는 실란과 접착제에 의한 화학적 결합

에 의한 것으로 볼 수 있다. 인산 37%와 65%는 산부식 시간에 상관없이 도재 표면의 변화를 관찰할 수 없었다. 비록 통계적으로 유의한 차이는 아니더라도 인산군에서 대조군에 비해 다소 높은 결합강도를 보인 것은 도재 표면의 단순 세정 효과에 의한 것으로 보인다. Pretti<sup>26)</sup>나 Leibrock<sup>17)</sup>의 결과를 참조해 보면 다른 도재를 사용하거나 혹은 산부식 시간을 더 길게 하고 미세분사 등의 산부식전 표면처리를 한다면 산부식이 될 가능성이 있을 것으로 본다.

불산 4% 산부식시 시간에 따른 도재 표면의 변화를 가장 뚜렷하게 관찰할 수 있었다. 30초 산부식시 유리기질의 용해가 나타나기 시작했고 120초부터 이규산리튬 결정이 보이기 시작하다가 180초에는 거의 대부분의 유리기질이 용해되면서 보다 명확한 0.5~4 $\mu$ m크기의 이규산리튬 결정이 관찰되었다. 결합강도는 산부식 시간에 따라 점점 증가하다가 120초에서 최대결합강도를 보였고 Chen<sup>2)</sup>의 연구에서처럼 180초부터는 다소 감소되는 양상을 나타냈다. 이는 불산 산부식에 의해 초기에는 유리기질의 용해에 따른 미세 유지구조의 형성으로 결합강도가 증가하다가 이규산리튬 결정상의 교차연결을 매개하던 유리기질의 과용해로 그 구조가 약화되면서 180초 이후에는 결합강도의 저하를 가져온 것으로 풀이된다.

불산 9% 산부식군에서는 30초에서부터 거의 완전한 유리기질 용해와 함께 이규산리튬의 결정이 선명히 관찰되었다. 60초 이후에는 완전한 유리기질의 용해가 일어났다. 산부식 시간이 증가함에 따라 SEM상의 특기할만한 변화는 관찰되지 않았지만 Yen<sup>23)</sup>의 실험을 참조할 때 유리기질의 용해가 심부까지 진행되어 산부식 깊이가 깊어졌을 것으로 생각된다. 전단결합강도에서는 대조군에 비해서는 유의하게 높았으나 시간에 따른 결합강도의 변화는 나타나지 않았고 4% 120초간 산부식시 나타났던 최대 결합강도보다는 낮은 값을 보였다. 이는 9% 불산으로 산부식시 30초보다 짧은 산부식 시간을 적용해야 한다는 것을 의미한다고 사료된다.



## V. 결 론

본 연구에서는 Empress 2 도재의 파절시 복합 레진으로 수복할 때 도재의 산부식처리 방법에 따른 표면변화가 도재 레진간 결합 강도에 미치는 영향을 알아보기 위해 4종의 산으로 산부식 시간을 달리하여 도재 표면에 적용한 후 주사전 자현미경으로 관찰하고 복합레진을 축성한 다음 전단결합강도를 측정하였다.

본 연구결과는 다음과 같다.

1. Empress 2는 인산으로 산부식되지 않았으며 결합강도도 대조군과 유의한 차이를 보이지 않았다.
2. 불산 4% 120초 산부식시 최대 결합 강도를 보였고 이후 감소되었다. 이는 이규산리튬의 교차연결을 매개하는 유리기질의 과용해로 인해 그 구조가 약화되면서 결합강도의 저하를 가져온 것으로 생각된다.
3. Empress 2 산부식시 불산이 더 효과적이며 4%를 사용할 때는 60~120초, 9%사용시에는 30초보다 짧은 시간을 적용해야 최적의 결합 강도를 얻을 수 있을 것으로 사료된다.

## REFERENCES

1. Land CH. A new system of restoring badly decayed by means of an enamelled metallic coating. *Independent Practitioner* 1886;7:407.
2. Sproull RC. Color matching in dentistry. Part I. The three-dimensional nature of color. *J Prosthet Dent* 1973;29:416-426.
3. Holand W, Schweiger M, Frank M, Rheinberger V. A comparison of the microstructure and properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress glass-ceramics. *J Biomed Mater Res* 2000; 53:297-303.
4. Beham G. IPS Empress. A new ceramic technology. *Ivoclar Vivadent report* 1990;6:1-13.
5. Holand W. Materials science fundamentals of the IPS Empress 2 glass ceramic. *Ivoclar Vivadent Report* 1998;12:3-10.
6. Severance G. Introducing a lithium disilicate glass-ceramic: IPS Empress 2. *Signature* 1999;4:1-3.
7. Haselton DR, Diaz-Arnold AM, Dunne JT. Shear

- bond strengths of 2 intraoral porcelain repair systems to porcelain or metal substrates. *J Prosthet Dent* 2001; 86: 526-531.
8. Ban S, Anusavice KJ. Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. *J Dent Res* 1990;69:1791-1799.
9. Dent RJ. Repair of porcelain fused to metal restorations. *J Prosthet Dent* 1979; 41:661.
10. Daniel F, Tykla. Comparison of acidulated phosphate fluoride gel and hydrofluoric acid etchants for porcelain-composite repair. *J Prosthet Dent* 1994;72:121-7.
11. Simonsen RJ, Calamia JR. Tensile bond strength of etched porcelain. *J Dent Res* 1983;62:297.
12. Calamia JR, Vaidyanathan J, Vaidyanathan TK, Hirsch SM. Shear bond strength of etched porcelain[abstract]. *J Dent Res* 1985;64:296.
13. Hofmann N, Handrejk A, Haller B. The surface conditioning of pressed ceramics and its effect on the bond strength to composites[abstract]. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 1993;103:1415-20.
14. Leibrock A, Degenhart M. 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.
15. Gregory WA, Moss SM. Effect of heterogenous layers of composite and time on composite repair of porcelain. *Oper Dent* 1990;15:18-22.
16. Diaz-Arnold AM, Schneider RL. Bond strengths of intraoral porcelain repair materials. *J Prosthet Dent* 1989;61:305-9.
17. Leibrock A, Degenhart M. In vitro of the effect of thermo- and load-cycling on the bond strength of porcelain repair systems. *J oral rehabil* 1999;26: 130-7.
18. Jochen DG, Caputo AA. Composite resin repair of porcelain denture teeth. *J Prosthet Dent* 1977;38: 673-9.
19. Berotolotti RL, Lacy AM, Watanabe LG. Adhesive monomers for porcelain repair. *Int J Prosthodont* 1989;2:483-9.
20. Roulet JF, Soderholm KJM, Longmate J. Effect of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res* 1995;74: 381-387.
21. Thurmond JW, Barkmeier WW, Wilwerding TM.

- Effect of porcelain surface treatments on bond strengths of composite resin bonded to porcelain. *J Prosthet Dent* 1994;72:355-359.
22. Stangel I, Nathanson D, Hsu CS. Shear strength of the composite bond to etched porcelain. *J Dent Res* 1987;66:1460-5.
23. Yen TY, Blackman RB, Baez RJ. Effect of acid etching on the flexural strength of a feldspathic porcelain and a castable glass ceramic. *J Prosthet Dent* 1993;70:224-233.
24. Lacy AM, LaLuz J, Watanabe LG, Dellinges M. Effect of porcelain surface treatment on the bond to composite. *J Prosthet Dent* 1988;60:288-91.
25. Diaz-Arnold AM et al. Bond strengths of porcelain repair adhesive systems. *Am J Dent* 1993;6:291-4.
26. Prett RC, Burgess JO, Schwartz RS, Smith JH. Evaluation of bond strength of six porcelain repair systems. *J Prosthet Dent* 1989;62:11-13.
27. Sposetti VJ, Shen C, Levin AC. The effect of topical fluoride application on porcelain restorations. *J Prosthet Dent* 1986;55:677-682.
28. Nelson E, Barghi H. Effect of APF etching time on resin bonded porcelain. *J Dent Res* 1989;68:271.

---

**Corresponding Author: Dr. Seung-Geun Ahn**

Dept. of Prosthodontics, School of Dentistry, Chonbuk National University, 664-14,  
Duckjin-dong, Duckjin-gu, Chonju, Chonbuk, Korea 541-756,  
E-mail: sgahn@chonbuk.ac.kr, Tel: 063-250-2032

ABSTRACT

Effects of Various Acid Etching Methods on the Shear Bond Strength between  
lithium Disilicate Ceramic and Composite Resin

Dae-Hyun Kang, Won-Mi Bok, Jin-Won Song, Kwang-Yeob Song, Seung-Ggeun Ahn

*Department of Prosthodontics and Institute of Oral Bio-Science, School of Dentistry, Chonbuk National University*

Statement of problem. Porcelain repair mainly involves replacement with composite resin, but the bond strength between composite resin and all-ceramic coping materials has not been studied extensively.

Purpose. The objective of this study was to investigate the influence of composite resin and ceramic etching pattern on shear bond strength of Empress2 ceramic and observe the change of microstructure of ceramic according to etching methods.

Material and methods. Eighty-five cylinder shape ceramic specimens (diameter 5mm, IPS Empress 2 core materials) embedded by acrylic resin were used for this study. The ceramic specimens were divided into sixteen experimental groups with 5 specimens in each group and were etched with phosphoric acid(37%, 65%) & hydrofluoric acid (4%, 9%) according to different etching times(30s, 60s, 120s, 180s). All etched ceramic surfaces were examined morphologically using SEM(scanning electron microscopy). Etched surfaces of ceramic specimens were coated with silane (Monobond-S) & adhesive(Heliobond) and built up composite resin using Teflon mold. Accomplished specimens were tested under shear loading until fracture on universal testing machine at a crosshead speed 1mm/min; the maximum load at fracture(kg) was recorded. Shear bond strength data were analyzed with one way ANOVA and Duncan tests.(P<.05)

Results. Maximum shear bond strength was  $30.07 \pm 2.41$ (kg) when the ceramic was etched with 4% hydrofluoric acid at 120s. No significant difference was found between phosphoric etchant group and control group with respect to shear bond strength.

Conclusion. Empress 2 ceramic surface was not etched by phosphoric acid, but etched by hydrofluoric acid.

---

Key Words. acid etching, lithium disilicate ceramic, composite resin, shear bond strength