# 불산 처리 시간이 IPS Empress® 2 세라믹의 2축 굴곡강도에 미치는 영향에 대한 연구

단국대학교 치과대학 치과보철학 교실

김연휘·신수연·조인호·이준석

## Ⅰ. 서 론

전부 도재 수복물은 환자와 술자의 심미적 요구의 증가로 70년 이상 사용되어 오며 발전을 거듭해오고 있다.[1,2] 특히 전부 도재 수복물은 장점인 높은 심미성, 우수한 생체 적합성, 그리고 개선된 물성 등으로 인해 적용 범위가 증가하였다.[3-5] 또한 최근에는 도재와 제작 기술 모두의 지속적인 발전, 그리고 접착 물질의 개선으로 여러 가지 전부 도재 시스템들이 도입되어 사용되고 있다.[6-8]

이러한 전부 도재 시스템들은 여러 가지 다른 결정 구조로 이루어진 코어재료를 가지고 있다.[9] 그러나 강도 개선을 위해 결정 구조의 함량을 증가시키면 결과적으로 불투과성이 증가하게 된다.[10] 이와 달리 IPS Empress® 2(Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)는 열처리로 강도를 증가시킨 lithium disilicate 글라스 세라믹 코핑에 fluoroapatite 세라믹으로 이장한다.[10,11] 그러므로 IPS Empress® 2는 다른 전부 도재 시스템과 비교 시, 상대적으로 높은 투명성을 보여 자연치의 투명성을 재현하는 데 적합한 재료로 인정받고 있다.[11]

그러나 전부 도재 수복물은 위에서 언급한 여러 장점에도 불구하고, 여전히 사용상 여러 단점들을 보이고 있다.[12] 특히 도재는 인장력이 적용되었을 때 소성변성을 할 수 없기 때문에 기계적인 실패가 자주 일어나게 되고,[13] 또한 표면에 존재하는 미세균열의 파급 때문에 접착과정이나 교합력 하에서 파절이 쉽게 일어나게 된다.[14-17] 결합성 시멘트는 도재 수복물 내면의 불규칙한 결함부위를 채워 도재의 파절저항성을 향상시킨다고 보고되고 있고,[18] 이 때 불산으로 처리한 후 실란을 도포하는 경우 결합력이 증가될 수 있다고 보고되고 있다.[19]

도재 수복물의 접착 과정에서 표면 처리 시 사용되는 불산은 도재의 유리기질을 용해시켜 표면구조를 변화시키고,[20,21] 이렇게 변화된 표면은 접착하기 용이한 미세구조를 갖게 되는 것으로 알려져 있으며[22,23] 이러한 불산 처리와 결합력의 관계에 대해 보고한 연구 또한 많았다. 그러나 강도의 변화를 함께 고려한 연구는 미비한 실정이다.

Kim 등[24]은 불산 처리를 통해 IPS Empress® 2 세라믹의 미세 표면 구조가 변화하는 것을 확인하였고, 10%의 불산으로 180～300초간 처리 했을 때 적절한 결합력을 얻을 수 있다고 보고하였다. 그러나 제조사는 1분 이상 불산 시 불산의 완전한 세척이 어려워 접착물질과의 결합력이 저하될 수 있고, 과도한 유리기질의 소실로 강도가 약화될 수 있으므로 5%의 불산으로 20초간 처리할 것을 추천하고 있다.[25] 또한 IPS Empress® 2 세라믹은 불산으로 부식되는 속도가 빠르며, 유리기질이 제거된 후 남은 결정의 외형이 유지 형태를 나타내기 때문에 과도한 산부식이 필요하지 않다고 주장한다. 이에 본 연구에서는 IPS Empress® 2 세라믹을 20초, 180초, 300초간 불산 처리하여 2축 굴곡강도의 차이를 비교하고, 주사

전자현미경으로 불산 처리 시간에 따른 표면 변화를 관찰하여 불산 처리가 IPS Empress® 2 세라믹의 내구성에 미치는 영향에 관한 다소의 지견을 얻었기에 보고하는 바이다.

## Ⅱ. 실험재료 및 방법

### 1. 실험 시편 제작

세라믹 시편 제작에는 IPS Empress® 2를 사용하였고, 시편의 표면처리에는 5% 불산인 IPS® Ceramic Etching-gel(Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)과 레진 시멘트인 Variolink® Ⅱ (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)를 사용하였다(Table 1).

본 연구를 위하여 총 61개의 도재 시편을 제작하였다(Fig. 1). 먼저 직경 14mm, 두께 1.4mm로 디스크 형태의 납형을 제작하여 두께 2.5mm의 스프루 왁스를 길이3.0mm로 부착하고 매몰을 위해 주입용 원추대에 납형을 5개씩 연결한 후, 200g용 실리콘 매몰링을 준비하였다. 인산염계 매몰재인 IPS® PressVEST Speed(Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)분말 200g을 32ml의 용액과 22ml의 증류수에 2.5분간 진공 혼합하여 실리콘 매몰링에 부은 후 30분간 경화시켰다(Fig. 2). 매몰된 왁스 시편을 제거하기 위하여 소환 과정을 거친 후 제조사가 지시한 가압 조건에 따라 IPS Empress® EP600 Press Furnace(Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)에서 shade 500의 IPS Empress® 2 large ingot을 열가압한 후 실온에서 냉각되도록 하였다(Fig. 3). 이 후 50μm 산화알루미늄을 약 3기압 하에서 분사하여 대강의 매몰재를 제거하였다. 시편 표면에 남아 있는 매몰재와의 반응층을 용해시키기 위하여 시편을 IPS Empress® 2 Invex Liquid(Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)에 담그어 30분 동안 초음파 세척한 후, 흐르는 물에 세척하고 공기로 건조시켰다.

시편으로부터 스프루를 잘라내고 600grit 실리콘 카바이드 연마지로 연마하여 최종 두께가 1.2±0.2mm가 되도록 하였다. 시편의 양면이 ±0.05mm범위에서 서로 평탄한 면이 되도록 조정한 후, 도재 소성 후의 상태를 재현하기 위하여 다시 50μm 산화알루미늄을 약 1기압 하 3cm 거리에서 15초간 분사하였다. 시편을 증류수에 담아 초음파 세척기에서 5분간 세척한 후 공기 중에서 건조시켰다.

각 시편에서 무작위로 세 점을 선택하여 Dial caliper D(Girrbach dental GmbH, Pforzheim, Germany)로 측정한 후 시편마다 세 점의 평균을 구하여 2축 굴곡강도 계산 시 적용하였다.



Fig. 1. IPS Empress® 2 ceramic specimen (14mm×1.2mm)

Table 1. Materials used in this study

| Material | Trade name | Manufacturer |
|---|---|---|
| Ceramic | IPS Empress® 2 | Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein |
| Hydrofluoric acid | IPS® Ceramic Etching-gel | Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein |
| Resin cement | Variolink® Ⅱ | Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein |

Table 2. Classification of experimental groups

| Group | Etching time | Cementation | Number |
|---|---|---|---|
| 1 | 20sec | No cement | 10 |
| 2 | 180sec | No cement | 10 |
| 3 | 300sec | No cement | 10 |
| 4 | 20sec | Resin cement | 10 |
| 5 | 180sec | Resin cement | 10 |
| 6 | 300sec | Resin cement | 10 |
| | | | Total 60 |

총 61개의 시편 중 2축 굴곡강도 실험을 위한 60개의 시편을 불산 처리 시간과 레진시멘트의 도포 여부에 따라 6개의 군으로 분류하여 표면 처리를 진행하였다(Table 2).

먼저 60개의 시편을 20개씩 3개의 군으로 나누어 5% 불산인 IPS® Ceramic Etching-gel로 각각 20초, 180초, 300초간 처리하고 세척한 후 공기 중에서 건조시켰다(Fig. 4).먼저 60개의 시편을 20개씩 3개의 군으로 나누어 5% 불산인 IPS® Ceramic Etching-gel로 각각 20초, 180초, 300초간 처리하고 세척한 후 공기 중에서 건조시켰다(Fig. 4).불산 처리 시간에 따른 3개의 군에서 시편 10개씩을 추출하여 실란인 Monobond-S (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)를 표면에 적용한 후 3초간 공기로 건조시켜 얇게 도포되도록 하였다. 이어서 실란이 도포된 면에 결합재인 Heliobond®(Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)와 레진시멘트인 Variolink® Ⅱ를 순



Fig. 3. Burn-out procedure



Fig. 2. Investing material



Fig. 4. IPS® Ceramic Etching gel (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)



Fig. 5. Piston-on-3 ball testing zig



Fig. 6. Positioning the 3 metal ball at every 120 degree.



Fig. 7.10KN Load cell

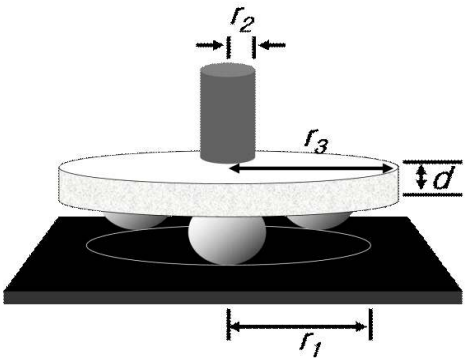


Fig. 8. Fractured ceramic (The load at this point is the biaxial flexural strength)

차적으로 도포한 후 광중합기 Coltolux® 75 (Coltene/Whaledent INC, Ohio, U.S.A.)로 중합하였다. 광중합 시에는 시멘트가 적용된 면을 아래로 향하게 하여 폴리에틸렌 필름이 덮인 현미경 유리판 위에 위치시켜 500g의 일정한 힘을 가한 후 유리판을 통하여 약 1mm의 거리에서 광중합되도록 하였다.[26] 광중합 후 시편의 두께를 다시 측정하여 레진시멘트가 도포된 최종 두께를 2축 굴곡강도 환산 시 사용하였다.

## 2. 강도 측정

시편의 강도를 측정하기 위하여 2축 굴곡강도 실험을 하였으며 이중 본 실험에서는 piston-on-3 ball test method를 사용하였다.[27] 치과도재에 관한 국제 표준 규격 6872(ISO 6872 for dental ceramic material)의 기준에 따라 만능실험기 (Instron 3366; Instron, Canton, MA., U.S.A.)를 이용하여 시편의 파절하중(N)을 측정하였다. 본 실험에 사용된 piston-on-3 ball testing zig는 미국재료시험협회에서 지정한 F394-78의 요구조건 (ASTM designation F394-78)에 적합하게 제작된 것이다(Fig. 5). 시편의 지지를 위해 강화철구를 직경 10mm의 지지원내에 120°의 간격으로 배치시켰다(Fig. 6). 시편의 불산 처리된 면을 아래로 향하게 하여 지지대위에 동심원을 이루도록 위




$S=-0.2387P(X-Y)/d^2$
$X=(1+\nu)\ln(r_2/r_3)^2+[(1-\nu)/2](r_2/r_3)^2$
$Y=(1+\nu)[1+\ln(r_1/r_3)^2]+(1-\nu)(r_1/r_3)^2$

Fig. 9. Biaxial flexural strength by Shetty's equation

치시켜 1.6mm의 지름을 가지는 편평한 피스톤을 이용하여 실내온도 24°C, 습도 48%에서 10KN의 로드셀로 ISO 6872와 ASTM F394-78에서 제시한 대로 1분당 0.5mm의 하중인 가속도(crosshead speed)로 시편의 중심에 하중을 가하였다(Fig. 7). 파절이 일어날 때까지 위의 속도로 하중을 가하여 파절된 순간의 하중을 기록하였고(Fig. 8), 각 시편의 2축 굴곡강도는 Shetty's equation을 이용하여 산출하였다(Fig. 9).[28,29] $S$는 환산된 이축굴곡강도이고, $P$는 파절된 순간의 하중(N)이며, $r_1$은 강화철구가 배열된 지지원의 반지름, $r_2$는 하중을 가하는 piston의 반지름, $r_3$는 시편의 반지름, $d$는 시편의 두께를 mm로 표시한 것이고, $\nu$는 Poisson's ratio(=0.25)이다.

### 3. 주사전자현미경 관찰

불산 처리 시간에 따른 시편 표면의 변화를 확인하기 위하여 주사전자현미경으로 관찰하였다. 불산 처리하지 않은 시편과 불산 처리한 시편을 Hitachi E-1010 Ion Sputter(Hitachi, Japan)를 사용하여 20nm의 두께로 금 코팅한 후(Fig. 10), 주사전자현미경 S-3000H(Hitachi, Japan)를 이용하여




Fig. 10. Hitachi E-1010 Ion Sputter(Hitachi, Japan)




Fig. 11. Scan electronic microscopy S-3000H (Hitachi, Japan)

가속전압 20kV하에서 3000배의 배율로 관찰하였다(Fig. 11).

### 4. 통계처리

통계처리에는 윈도우용 SPSS V.12.0(SPSS Inc., U.S.A.)을 사용하였다. 각 군 간의 통계적 유의성을 검증하기 위하여 one-way ANOVA test, independent t-test를 이용하여 분석하였고, 유의수준은 0.05 미만으로 하였다.

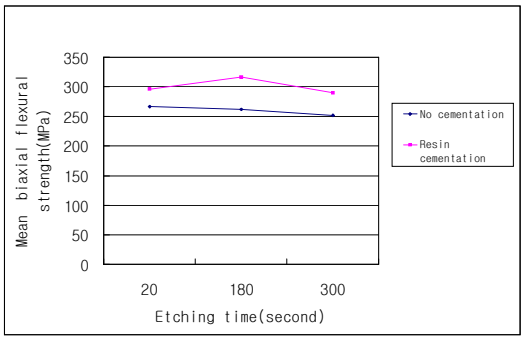



Fig. 12. Mean biaxial flexural strength of each group

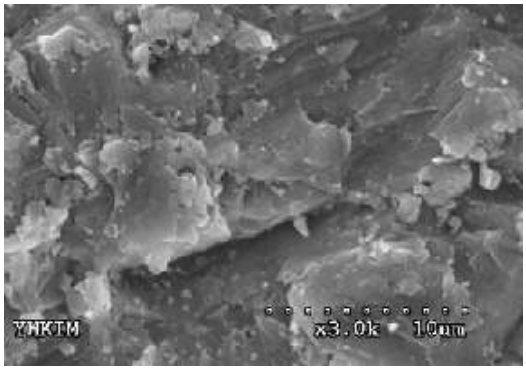



Fig. 13. 50μm $Al_2O_3$ Sandblasting

## Ⅲ. 실험결과

레진시멘트를 도포하지 않은 군인 1~3군에서는 평균 2축 굴곡강도가 불산 처리 시간이 증가하면서 감소하는 추세를 보였으나, 레진시멘트를 도포한 군인 4~6군에서는 일정한 규칙성이 나타나지 않았다(Fig. 12).

One-way ANOVA test 결과 레진시멘트를 도포하지 않은 군인 1~3군에서 불산 처리 시간이 증가하면서 평균 2축 굴곡강도가 감소한 것은 통계적으로 유의성이 없는 것으로 나타났고, 레진시멘트를 도포한 군인 4~6군에서도 평균 2축 굴곡강도의 차이가 통계적으로 유의하지 않았다(Table 3).

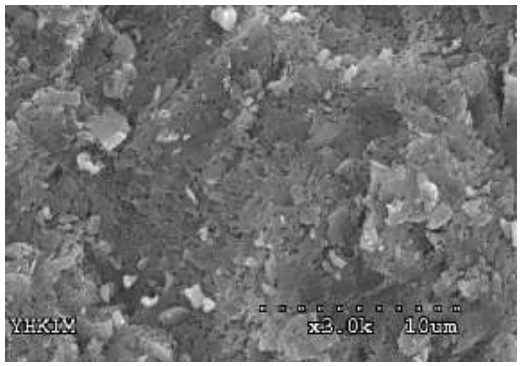



Fig. 14. HF acid etching(20s)

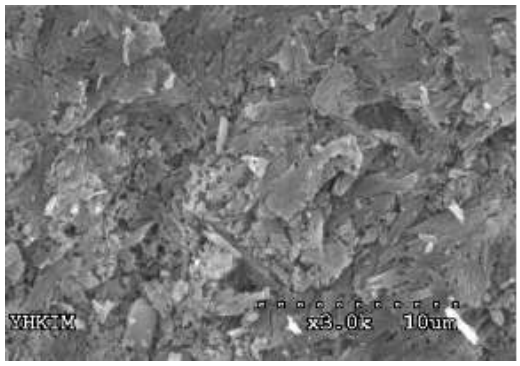



Fig. 15. HF acid etching(180s)

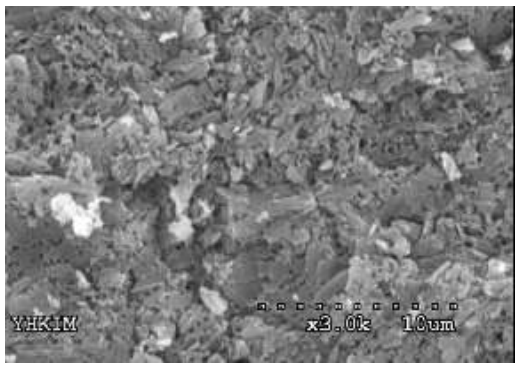



Fig. 16. HF acid etching(300s)

Table 3. Results of one-way ANOVA test for biaxial flexural strength according to the etching time

(unit: MPa)

| | 20sec | 180sec | 300sec | *p* value |
|---|---|---|---|---|
| No cementation | 266.22±22.42 | 262.28±24.58 | 251.45±25.86 | .385 |
| Resin cementation | 296.53±37.71 | 316.27±29.13 | 289.90±14.84 | .125 |

Table 4. Results of independent t-test for biaxial flexural strength according to cementation

| | No Cementation | Resin Cementation | p value |
|---|---|---|---|
| 20sec | 266.22±22.42 | 296.53±37.71 | .046* |
| 180sec | 262.28±24.58 | 316.27±29.13 | .000* |
| 300sec | 251.45±25.86 | 289.90±14.84 | .001* |

* denotes pair of groups significantly different at the 0.05 level

레진시멘트의 도포여부에 따른 평균 2축 굴곡강도의 차이를 보면 모두 레진시멘트를 도포한 군인 4~6군이 레진시멘트를 도포하지 않은 군인 1~3군보다 높은 값을 보이며(Fig. 12), 이는 independent t-test 결과 통계적으로 유의한 것으로 나타났다($p<0.05$)(Table 4).

불산 처리 시간에 따른 표면 형태를 주사전자현미경으로 관찰한 결과, 각 시편 간에 표면 변화의 차이를 뚜렷이 관찰할 수 있었다(Fig. 13~16). 불산을 처리하지 않은 시편, 즉 50μm 산화알루미늄으로 샌드 블라스팅만 한 시편은 도재 표면이 비교적 균일하게 거칠어져 있었다(Fig. 13). 20초간 불산 처리한 시편은 불산 처리하지 않은 시편에 비해 표면에 미세한 기공을 관찰할 수 있었다(Fig. 14). 180초간 불산 처리한 시편은 부분적으로 유리기질이 용해되어 0.5~4.0μm 정도 크기의 lithium disilicate 결정과 무정형의 lithium orthophosphate 결정이 노출된 것을 확인할 수 있었다(Fig. 15). 300초간 불산 처리한 시편은 표면의 유리기질이 많이 용해되어 가장 거친 양상을 보였고 180초간 처리한 시편보다 더 많은 lithium disilicate 결정과 lithium orthophosphate 결정을 관찰할 수 있었다(Fig. 16). 기공도 불산 처리 시간이 증가하면서 더욱 커지고 많이 관찰되었다.

## Ⅳ. 총괄 및 고안

전부 도재 수복물의 물리적 강도를 개선하기 위한 많은 노력으로 금속구조물을 대신할 수 있는 여러 종류의 코어 재료가 개발되었다. 본 연구에 사용된 IPS Empress® 2는 계속가공의치를 제작할 목적으로 1998년에 소개되었으며, 기존의 IPS Empress®와는 다른 화학적 성분과 결정구조를 가지고 있다. 0.5~4.0μm정도의 길이를 갖는 IPS Empress® 2의 lithium disilicate 결정은 유리기질 내에서 서로 맞물려 배열되어 있고 결정화 정도가 높아서, 구상의 결정을 갖는 IPS Empress®보다 높은 파절강도와 굴곡강도를 지니게 되었다.[23] 또한 금속관 제작방법과 같이 왁스 소환 후 높은 열을 가해 점액성으로 녹인 도재를 강한 압력으로 압출 성형시키는 열가압법으로 제작되기 때문에, 심미성과 적합성이 모두 우수한 수복물을 얻을 수 있는 방법으로서 긍정적으로 평가되고 있다.[30-32]

이러한 여러 장점을 지닌 도재 시스템도 임상에서 성공적으로 사용되기 위해서는 치면과의 접착을 위한 적절한 레진시멘트의 사용이 필수적이기 때문에, 도재와 레진시멘트의 결합강도에 대한 연구는 계속 진행되어 오고 있다. 한편

도재와 레진시멘트의 결합강도는 사용된 레진시멘트의 종류 뿐 아니라 도재의 표면처리에도 큰 영향을 받는다. 산화알루미늄의 분사, 실란의 적용에 의해서도 도재와 레진시멘트의 결합강도가 증가하지만,[20,33] 많은 연구에서 불산 처리가 도재와 레진시멘트의 결합강도에 중요하다고 보고하였다.[20,34,35] 한 연구에서는 여러 가지 방법으로 도재 표면을 처리하여 주사 전자 현미경으로 관찰한 결과 불산으로 처리한 표면에서만 기공과 불규칙한 구를 확인할 수 있었고 이러한 표면 변화가 복합레진과 도재의 결합에 필수적인 것으로 보인다고 하였으며, 도재와 레진시멘트의 결합강도 측면에서 불산 처리가 가장 효과적이라는 결론을 내리고 있다.[36]

그러나 이러한 여러 연구들에서 불산의 적용시간에 대한 통일된 의견을 찾아 볼 수가 없고, 대부분 제조회사가 지시한 시간보다 긴 시간동안 처리할 것을 추천하고 있으며, 각 연구에서 사용한 불산의 농도도 다양하여 일정한 지침을 마련하기가 어려운 상태이다.[19,24,37-39] Hofmann 등[37]은 IPS Empress®에 대한 연구에서 제조사가 지시한 불산 처리 시간인 60초에서도 결합강도가 높았지만 120초간 처리해야 최적의 결합강도를 얻을 수 있다고 하였고, Nakamoto 등[38]은 5% 불산의 경우 열가압법으로 제작되는 IPS Empress®의 내부구조를 노출시키는데 적합하지 않다고 하였으며, Sphor 등[19]은 IPS Empress® 2의 경우 제조회사가 지시한 농도의 두배인 10% 불산으로 20초 이상 적용하여야 적절한 결합강도를 얻을 수 있다고 하였다. 이러한 연구에서 제시한 불산 처리 조건은 결합강도의 향상만을 고려한 것이 대부분이었기 때문에 과도한 불산 처리에 따르는 IPS Empress® 2 세라믹의 내구성의 변화를 확인해 보고자 이번 실험을 계획하게 되었다.

불산 처리 시간과 레진시멘트의 결합강도는 비례하는 것이 아니고, 적절한 시간 이상 처리했을 경우는 오히려 결합강도가 감소된다고 보고되고 있다.[24] 이에 본 연구에서는 Kim 등[24]의 연구 결과 Vairolink® Ⅱ와 Panavia F(Kuraray medical, Okayama, Japan)에서 가장 높은 결합강도를 나타낸 불산 처리시간인 300초와 Panavia 21(Kuraray medical, Okayama, Japan)에서 가장 높은 결합강도를 나타낸 180초를 제조사가 지시한 시간인 20초와 비교하는 실험을 계획하였고, 불산은 제조회사가 지시한 5% 농도의 제품을 사용하였다.

또한 불산 처리만 시행한 시편으로는 임상적 상황을 재현하는 데 한계가 있어, 본 실험에서는 불산 처리 후 실란과 레진시멘트를 도포한 시편의 2축 굴곡강도도 측정하여 비교하였다. 도재수복물의 경우 레진시멘트의 사용을 통해 결합강도와 파절강도가 향상되었음을 여러 선학들이 보고하였는데,[18,40] 본 실험에 사용된 Variolink® Ⅱ는 Bis-GMA계 이원 중합형 레진시멘트로서 IPS Empress® 2에 대한 결합강도가 인산 에스테르계 Bis-GMA 시멘트인 Panavia F보다 높다고 보고되었으며,[24,41] IPS Empress® 2용 시멘트로서 제조회사에서 추천하고 있기에 이번 연구에 사용하였고, 본 연구에서도 레진시멘트를 사용한 실험군인 4~6군의 2축 굴곡강도가 레진시멘트를 사용하지 않은 군인 1~3군에 비해 높은 것으로 확인되었다.

이번 연구에 사용된 2축 굴곡강도 실험은 취성재료의 강도를 측정하는 방법으로서 신뢰도가 높은 것으로 인정받고 있다. 그 이유는 시편의 중심부에 최대 인장력을 부여하므로 3점 굴곡강도 실험이나 4점 굴곡강도 실험과 비교 시, 선단의 조건에 영향을 받지 않는 결과를 획득할 수 있으며, 이로 인해 검사되는 시편에 약간의 변형이 허용되기 때문이다.[42]

이렇게 2축 굴곡강도 실험을 통해 얻은 파절강도는 도재 표면의 연마 정도에 따라서도 그 값이 다르게 나타날 수 있다.[43-45] 본 실험에서 실시한 시편의 연마는 시편의 두께를 2축 굴곡강도 실험을 위한 ISO 규격에 맞추기 위한 과정이었으며, 실제 임상에서는 연마를 하지 않고 매몰재 제거를 위한 샌드 블라스팅만 시행하므로 이에 본 실험에서도 시편의 연마 후 동일한 조건하에서 샌드 블라스팅하여 임상상황을 재현하고자 하였다.

또한 2축 굴곡강도를 환산하는 Shetty's

equation에 시편의 두께도 변수로 작용하기 때문에, 레진시멘트의 두께도 강도 값에 영향을 미칠 수 있으므로 동일한 하중 하에 적용하여 최대한 일정한 두께가 되도록 하였고, 강도 환산 시에는 시편의 표면처리가 모두 완료된 후 최종적으로 측정한 두께를 적용하였다.

레진시멘트를 도포하지 않은 실험군을 통해서는 도재의 강도에 대한 산부식의 효과만을 확인하고자 하였고, 도재에 대한 산부식의 효과는 미세결함의 제거를 통한 도재의 강화와, 유리기질의 용해를 통한 도재의 약화로 요약할 수 있다.[46] 이전의 한 연구에서 장석계 도재와 Dicor(Dentsply Int., Penn, U.S.A.)에 대한 산부식의 영향을 보고한 바가 있으며, 산부식 시간이 증가하면서 강도가 감소하는 경향이 나타나기는 하였으나, 통계적으로 유의한 차이를 보이지는 않았고, 이것이 임상적 내구성에 미치는 영향에 대해서는 알 수 없다고 결론내리고 있다.[26] 본 연구에서도 레진접착제를 도포하지 않은 실험군인 1~3군에서는 불산 처리 시간이 증가하면서 2축 굴곡강도의 평균값이 감소하는 것으로 나타났으나, 그 차이가 통계적 유의성은 없는 것으로 확인되었다. 그러므로 Kim 등[24]이 결합강도의 향상 측면에서 제시한 불산 처리 시간인 180~300초는 본 실험의 한계 내에서는 굴곡강도의 현저한 감소를 야기 시키지 않는 것으로 보였다. 그러나 통계적 유의성을 지닌 큰 차이는 아니었어도, 불산 처리 시간과 관련하여 강도의 변화에 일정한 양상이 나타났고, 이것이 선행 연구결과와 일치하는 것을 확인할 수 있었으므로, 앞서 언급한 도재에 대한 불산의 효과 중 도재의 약화 효과가 본 실험에서 더 크게 영향을 미쳤다는 것을 확인할 수 있었다. 이를 통해 더 이상의 긴 시간동안 불산을 처리하는 것은 결합강도와 굴곡강도 면에서 모두 감소를 야기할 것으로 예상할 수 있으므로 바람직하지 않은 것으로 사료된다.

불산 처리 시간에 따른 강도의 차이가 미미한 이유 중 하나는 IPS Empress® 2 세라믹의 강도가 표면의 미세 결함 보다는 내부 구조에 더 큰 영향을 받기 때문일 것으로 생각된다. 도재 균열의 시작은 표면의 질에 영향을 받지만 균열의 전파는 내부 구조에 의해 영향을 받는 것으로 알려져 있으며,[47] 불산은 표면의 미세구조를 변화시키는 것으로서 이러한 변화에 의해서는 강도의 차이가 크게 나타나지 않는 것으로 보인다. Jones[48]는 장석계 도재를 통한 실험에서 표면의 상태보다 내부구조가 굴곡강도를 결정하는데 주된 역할을 하는 종류의 도재가 있다는 것을 확인하였고, 이를 근거로 Yen 등[26]은 자신의 실험에서 불산 처리 시간에 따른 강도의 변화가 장석계 도재보다 Dicor에서 좀 더 미미했던 것에 대하여 Dicor의 강도가 내부의 구조에 더 큰 영향을 받는 것 같다고 결론 내리고 있다.

한편 레진시멘트를 도포한 실험군인 4~6군에서는 불산 처리 시간에 따른 평균 2축 굴곡강도 값에 일정한 양상이 나타나지 않았고, 실험군 간에도 통계적으로 유의한 차이를 보이지 않았다. 그러나 레진시멘트를 도포하지 않은 실험군인 1~3군 보다는 모두 통계적으로 높은 값을 나타내었고 이것은 이전의 연구 결과와 일치한다.[18,40] 또한 IPS Empress® 2 세라믹에 레진시멘트를 적용하기 이전에 불산 처리가 필수적임을 생각할 때 1, 2, 3군과 다르게, 4, 5, 6군에서 2축 굴곡강도 값이 일정하게 감소하지 않고 5군이 높았으며, 이것이 모든 실험 군중에서도 가장 높은 값을 가진 다는 것은 오히려 시사하는 바가 크다고 할 수 있다.

결과적으로 본 실험의 조건 내에서 180초간 불산 처리하여 레진시멘트를 도포한 5군이 가장 높은 2축 굴곡강도 값을 나타낸 것은, 180초간의 불산 처리에 의한 도재의 표면 변화는 레진시멘트 및 실란 적용의 효과를 높여주는 조건이었던 것으로 해석된다. 즉 본 실험의 조건 내에서, 레진시멘트를 적용하지 않은 상태에서는 불산의 도재강화 효과보다 약화 효과가 더 크게 나타나는 것으로 보였으나, 레진시멘트를 적용하는 경우에는 불산 처리를 통한 도재의 표면변화가 과도하지만 않다면, 이것은 오히려 레진시멘트 및 실란의 적용과 더불어 도재를 강화시킨다는 것을 확인할 수 있었다. 그 이유는 불산 처리를 통해 형성된 도재 표면의 미세 균열사이로 실란 분자가 진입하여 crack bridging 효과를 발휘하고,

레진시멘트의 중합 수축에 의해 야기된 압축응력이 균열을 방지하기 때문일 것이다.[42,49)]

그러나 이번 연구에서는 열순환과 aging의 효과를 고려하지 않았고, 사용한 불산의 농도가 한 가지였으므로 이전의 연구 결과와 비교하여 불산 사용에 대한 적절한 지침을 마련하기 위해서는 더 다양한 조건에서 연구할 필요성이 있다고 사료된다.

## V. 결 론

본 연구에서는 IPS Empress® 2 세라믹의 표면을 5% 불산으로 20초, 180초, 300초간 처리한 후 각각의 미세 구조를 관찰하고, 표면 미세구조의 변화가 내구성에 미치는 영향을 알아보기 위하여 2축 굴곡강도 실험을 한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 레진시멘트를 도포하지 않은 군인 1군, 2군, 3군에서는 불산 처리 시간의 증가에 따라 2축 굴곡강도의 감소가 나타났지만 통계적으로 유의한 차이가 존재하지는 않았다.
2. 레진시멘트를 도포한 군인 4군, 5군, 6군에서는 불산 처리 시간과 2축 굴곡강도 사이에 일정한 관계가 나타나지 않았다.
3. 레진시멘트를 도포한 군이 레진시멘트를 도포하지 않은 군보다 2축 굴곡강도가 높았으며, 이는 통계적으로 유의한 차이를 보였다 ($p$<0.05).
4. 주사전자현미경 관찰 결과 불산을 처리 하지 않은 군과 비교 시 불산을 처리한 군에서 표면의 미세구조에 변화가 관찰되었고, 불산 처리 시간이 증가할수록 표면 기공의 수와 크기가 증가하였으며, 유리기질의 감소에 따라 lithium disilicate 결정과 lithium orthophosphate 결정의 노출도 증가하였다.

이상의 결과로 볼 때, 본 실험의 한계 내에서 IPS Empress® 2 세라믹의 접착을 위해 불산 처리를 하는 과정에서 제조사가 지시한 시간인 20초보다 다소 긴 시간인 180～300초간 처리하는 것은 내구성의 현저한 감소를 야기하지 않았으므로 결합강도와 내구성을 모두 고려할 때 적절한 것으로 사료되었다. 아울러 실란과 레진시멘트의 도포를 통해 IPS Empress® 2 세라믹은 결합강도뿐 아니라 2축 굴곡강도도 증가하는 것으로 나타났다. IPS Empress® 2 세라믹 수복물의 접착 시 불산 처리 시간과 레진시멘트의 선택은 임상적 결과에 중요한 영향을 미치므로 적절한 지침을 마련하기 위해서는 좀 더 다양한 조건에서의 연구가 필요하리라 사료된다.

## 참 고 문 헌

1. Rasetto FH, Driscoll CF, Prestipino V, Masri R, von Fraunhofer JA. Light transmission through all-ceramic dental materials: A pilot study. J Prosthet Dent 2004;91:441-6.
2. Pagniano RP, Seghi RR, Rosenstiel SF, Wang R, Katsube N. The effect of a layer of resin luting agent on the biaxial flexure strength of two all-ceramic systems. J Prosthet Dent 2005;93:459- 66.
3. Christensen GJ. Porcelain-fused-to-metal vs. nonmetal crowns. J Am Dent Assoc 1999;130:409-11.
4. Sieber C. In the light of nature.Quintessence Dent Technol1993;16:60-8.
5. Blatz MB. Long-term clinical success of all-ceramic posterior restorations. Quintessence Int 2002;33:415-26.
6. Ferrari M, Cagidiaco MC, Vichi A, Mannocci F, Mason PN, Mjor IA. Bonding of all-porcelain crowns: structural characteristics of the substrate. Dent Mater 2001;17:156-64.
7. Cattell MJ, Chadwick TC, Knowles JC, Clarke RL, Lynch E. Flexural strength optimization of a leucite reinforced glass ceramic. Dent Mater 2001;17:21-33.
8. Vichi A, Ferrari M, Davidson CL. Influence of ceramic and cement thickness on the masking of various types of opaque posts. J Prosthet Dent2000;83:412-7.
9. Antonson SA, Anusavice KJ. Contrast ratio of veneering and core ceramics as a function of thickness. Int J Prosthodont 2001;14:316- 20.
10. Heffernan MJ, Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Haselton DR, Stanford CM, Vargas MA. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part I: core

materials. J Prosthet Dent 2002;88:4-9.
11. Heffernan MJ, Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Haselton DR, Stanford CM, Vargas MA. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part II: core and veneer materials. J Prosthet Dent 2002;88:10-5.
12. Cronin RJ, Cagna DR. An update on fixed prosthodontics. J Am Dent Assoc 1997;128:425-36.
13. Shareef MY, van Noort R, Messer PF. The effect of microstructural features on the biaxial flexural strength of leucite reinforced glass-ceramics. J Mater Sci Mater Med 1994;5:113-18.
14. McLean JW, Hughes TH. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. Br Dent J 1965;119 :251-67.
15. Jones DW. Development of dental ceramics. A historical perspective. Dent Clin North Am 1985;29:621-44.
16. Van Noort R. Introduction to dentalmaterials. St. Louis: Mosby; 1994. :201-14.
17. Braga RR, Ballester RY, Daronch M. Influence of time and adhesive system on the extrusion shear strength between feldspathic porcelain and bovine dentin. Dent Mater 2000;16:303-10.
18. Groten M, Probster L. The influence of different cementation modes on the fracture resistance of feldspathic ceramic crowns.Int J prosthodont 1997;10:169-77.
19. Spohr AM, Sobrinho LC, Consani S, Sinhoreti MA, Knowles JC.Influence of surface conditions and silane agent on the bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. Int J Prosthodont 2003;16:277-82.
20. Thurmond JW, Barkmeier WW, Wilwerding TM. Effect of porcelain surface treatments on bond strengths of composite resin bonded to porcelain. J Prosthet Dent 1994;72:355-9.
21. Kato H, Matsumura H, Tanaka T, Atsuta M. Bond strength and durability of porcelain bonding systems. J Prosthet Dent 1996;75: 163-8.
22. Stangel I, Nathanson D, Hsu CS. Shear strength of the composite bond to etched porcelain. J Dent Res 1987;66:1460-5.
23. 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.
24. Kim KI, Choi KB, Ahn SG. Effect of etching time on shear bond strength of resin cements to reinforced all-ceramic crowns. J Korean Acad Prosthodont 2004;42:501-13.
25. Anonymous. Empress 2 Instruction for use. Ivoclar-Vivadent AG 2003.
26. Yen TW. Effect of acid etching on the flexural strength of a feldspathic porcelain and a castable glass ceramic. J Prosthet Dent 1993;70:224-33.
27. ASTM designation: F394-78. American standard test method for biaxial flexure strength (modulus of rupture) of ceramic substrates. Annualbook of ASTM standards. Philadelphia: American Society for Testing and Materials (re-approved 1984); 1978. p. 434-40.
28. Kirstein AF, Woolley RM. Symmetrical bending of thin circular elastic plates on equally spaced point supports. J Res Natl Inst Stand Technol 1967;71C: 1-10.
29. Shetty DK, Rosenfield AR, McGuire P, Bansal GK, Duckworth WH. Biaxial flexure tests for ceramics. Am Ceram Soc Bull 1980;59:1193-7.
30. Krejci I, Krejci D, Lutz F. Clinical evaluation of a new pressed glass ceramic inlay material over 1.5 years. Quintessens Int 1992;23:181-6.
31. Sorensen JA, Fanuscu MI, Choi C, Mito W. Status of clinical trial on Empress crown. J Dent Res 1995;74:159-62.
32. Tidehag P, Gunne J. A 2-year clinical follow-up study of IPS-Empress ceramic inlay. Int J Prosthodont 1995;8:456-60.
33. Roulet JF, Söderholm KJM, Longmate J. Effect of treatment and storage conditions on ceramic/ composite bond strength. J Dent Res1995;74:381-7.
34. Özden AN, Akaltan F, Can G. Effect of surface treatments of porcelain on the shear bond strength of applied dual-cured cement.J Prosthet Dent 1994;72:85-8.
35. Stewart GD, Jain P, Hodges J. Shear bond strength of resin cements to both ceramic and dentin. J Prosthet Dent 2002;88:277-84.
36. Saracoglu A, Cura C, Cotert HS. Effect of various surface treatment methods on the bond strength of the heat-pressed ceramic samples. J Oral Rehabil. 2004;31:790-7.
37. Hofmann N, Handrejk A, Haller B, Klaiber B. The surface conditioning of pressed ceramics and its

effect on the bond strength to composite[abstract]. Schweiz Monatsschr Zahnmed 1993;103:1415 -20.
38. Nakamoto H, Sugisawa H, Kawahara K, Takada H, Kaneko M, Nagamitsu Y, Kakehashi Y, Sato T, Igarashi T. Microstructure of etched 'IPS Empress' heat-pressed ceramics observed by SEM. J Nihon Univ Sch Dent. 1996;38:31-6.
39. Chen JF, Matsumura H, Atsuta M. Effect of etchant, etching period, and silane priming on bond strength to porcelain of composite resin. Operative Dent 1998;23:250-7.
40. Grossman DG, Nelson JW. The bonded Dicor crown [abstract]. J Dent Res 1987;66:206.
41. Kim JS, Hwan HS, Jeong CM, Jeon YC. A study on the bond strength of resin cements to Empress 2 ceramic. J Korean Acad Prosthodont 2001;39:184-96.
42. Cattell MJ, Knowles JC, Clarke RL, Lynch E. The biaxial flexural strength of two pressable ceramic systems. J Dent 1999;27:183-96.
43. Russel AG, Giordano II, Campbell S, Pober R. Flexural strength of feldspathic porcelain treated with ion exchange, overglaze, and polishing. J Prosthet Dent 1994;71:468-72.
44. Jager N, Feilzer AJ, Davidson CL. The influence of surface roughness on porcelain strength. Dental Materials 2000;16:381-88.
45. Stephen F, Michael A, William M. A comparison of glazed and polished dental porcelain. In J Prosthodont 1989;2:524-9.
46. Baikova LG, Pukh VP, Pesina TI. Effect of chemical etching on the strength of undamaged glass. Soviet J Glass Phys Chem. 1983;9:452-6.
47. Piddock V, Marquis PM, Wilson HJ. The mechanical strength and microstructure of all-ceramic crowns. J Dent 1987;15:153-8.
48. Jones DW. The strength and strengthening mechanisms of dental ceramics. McLean JW, ed. Dental ceramics. Proceedings of the First International Symposium on Ceramics. Chicago: Quintessence Pub; 1983:83-136.
49. Rosenstiel SF, Gupta PK, Van der Sluys RA, Zimmerman MH. Strengthof a dental glass-ceramic after surface coating. Dent Mater 1993;9:274-9.

Correspondence to : Soo-Yeon Shin, D.D.S., M.S.D.,Ph.D.
Dept. of Prosthodontics, School of Dentistry, Dankook University.
San 7-1, Shinboo-dong, Cheonan, Choongnam. 330-180.
E-mail: cho8511@dku.edu

- ABSTRACT -

# The Effect of Etching Time on the Biaxial Flexural Strength of IPS Empress® 2 Ceramic

Youn-Hwi Kim, D.D.S., Soo-Yeon Shin, D.D.S., M.S.D., Ph.D.,
In-Ho Cho, D.D.S., M.S.D., Ph.D., Joon-Seok Lee, D.D.S., M.S.D.

Department of Prosthodontics, Graduate School, Dankook University

Fluoric acid etching is an essential procedure in cementation of reinforced ceramics to tooth surface. But there have been few studies about the changes of surface structure and flexural strength of IPS Empress® 2 ceramic according to the etching time.

The objectives of this study were to examine the surface structure changes and the difference in biaxial flexural strength of IPS Empress® 2 ceramic according to various etching times.

Sixty one disk-shaped specimens of IPS Empress® 2 ceramic(14mm×1.2mm) were fabricated for the biaxial flexural strength test and SEM analysis according to the manufacturer's recommendations. Sixty specimens were divided into 6 groups(n=10) according to the time of HF acid etching(0, 20, 180 and 300s)and silane/resin cement application. Each disk was loaded using a piston-on-3 ball biaxial configuration in a universal testing machine. The failure loads(N) were recorded, and the biaxial flexural strength for each disk was calculated. A one-way analysis of variance and independent t-test on transformed fracture strength data were used to determine significant differences between groups. The groups of no cementation showed a trend toward progressive weakening with increasing the etching time. However, this was not statistically significant at $p$=0.05 level.

The groups of resin cementation exhibited no apparent trend in their mean strength values. SEM photomicrographs showed very different results of etching.

Within the conditions of this study, alteration of surface topography by acid etching does not have a deleterious effect on the biaxial flexural strength of IPS Empress® 2 ceramic.

**Key words**: IPS Empress® 2 ceramic, Fluoric acid etching, Biaxial flexural strength, Piston-on-3 ball test