

# Silane의 처리시기와 타액오염이 도재-레진 시멘트의 전단 결합강도에 미치는 영향

노영선<sup>1</sup> · 류재준<sup>2\*</sup> · 서규원<sup>2</sup>

<sup>1</sup>고려대학교 대학원 치과학교실 대학원생, <sup>2</sup>고려대학교 임상치의학연구소 교수

**서론:** 인접 자연치와 아름답고 자연스런 조화를 이루는 심미적 치료를 위해 도재 수복물은 대중적인 치료방법의 하나로 잡고 있다. 임상에서 도재 수복물이 제작 후 치아에 시멘트로 접착을 하기 전 먼저 구강 내에서 시적할 때 수복물 표면에 타액, 혈액, 시적용 시멘트 등으로 인해 오염될 수 있다.

**연구 목적:** 이 연구의 목적은 도재 수복물로 사용되고 있는 라미네이트 도재에 실란 결합제의 처리 시기를 달리할 때와 도재 수복물을 치아에 시적 할 때 타액의 오염여부가 실란 결합제의 물리적, 화학적 반응성에 미치는 영향을 관찰하여 도재와 레진 시멘트 사이의 결합력의 안정성을 평가하는 것이다.

**연구 재료 및 방법:** 라미네이트용 도재를 360개의 원반모형과 5개의 정사각형 모형으로 제작하여 20군으로 나눈다. 각 군에 표면처리를 달리 한 뒤 푸리에 적외선 분광계, 접촉각 측정기와 인스트론 만능 시험기를 이용해 화학적, 물리적 비교를 하였다. 통계는 각 군의 전단 결합 강도의 유의성을 검증하기 위하여 일원분산분석(ANOVA) 후 사후검정은 던넛 다중비교(Dunnett's multiple comparison)를 시행하였다( $P < .05$ ).

**연구 결과:** 푸리에 적외선 분광 자료에 의해 본 타액 오염 및 실란의 처리 시기에 따른 화학적 변화는 크지 않았다. 접촉각은 타액 오염 후 낮아졌으나 인산으로 산부식 후 각도가 증가하였다. 전단 결합강도값은 열 순환후의 군에서 미리 실란으로 보호한 경우에 유의한 차이가 있었다.

**결론:** 수복물의 내구성에 영향을 미치는 다양한 구강환경과 유사한 조건에서 수복물의 물성평가를 같이 고려해 볼 때 실란 결합제를 이용한 수복물의 접착 시 실란 결합제를 수복물에 미리 도포하여 일정시간의 경과 후 수복물을 접착하며, 타액 오염이 발생할 경우 인산으로 수복물을 세척하는 것이 유용한 방법임을 알 수 있었다. (대한치과보철학회지 2009;47:61-9)

**주요단어:** 타액오염, 실란, 접촉각, 푸리에 변환 적외선분광법

## 서론

구강 내 건강한 인접 자연치와 조화를 이루는 도재 수복물은 아름답고 좀더 자연스럽게 보이고자 하는 심미적 욕구를 충족시키는데 중요한 몫을 담당하고 있다. 더 나은 심미적 결과를 얻기 위한 방법 및 재료의 발달과 더불어 도재 수복물에 성공적인 접착을 위하여 레진 시멘트가 임상에서 널리 사용되어 왔다.<sup>12</sup> 레진 시멘트를 이용한 수복물의 접착 시 사용되는 실란 결합제는 가수분해과정을 통해 실라놀기와 유기 기능성기가 친수성이 있는 도재의 무기질 표면과 소수성이 있는 시멘트의 레진중합체 사이에 각각 작용하여 두 물질의 접착을 증진시키며 (Fig. 1),<sup>3</sup> 도재의 조성과 표면의 산 부식에 의해 얻어지는 미세 기계적 유지력과는 별개로 결합력을 개선시킨다고 한다.<sup>35</sup>

임상에서 도재 수복물을 제작 후 치아에 시멘트로 접착을 하기 전에 먼저 구강 내에서 시적하여 삭제한 치아에 잘 맞는지 검사하는데, 이때 수복물 표면에 타액, 혈액, 시적용 시멘트 등으로 인해 오염될 수 있다. 특히, 타액 오염은 수복물 결합실패의 흔한 원인 중 하나이다.<sup>67</sup> Silverstone 등<sup>8</sup>은 타액으로 1초 이상 노출된 보철물은 끈적이는 유기물로 점착되고 이 막은 일반적인 방법으로는 제거가 힘들다고 하였다. Aboush<sup>9</sup>는 타액으로 오염되면 그렇지 않을 때보다 도재와 레진 시멘트사이의 인장력에 영향을 주었고 이를 제거하는 노력을 하는 것보다 타액으로 오염될 도재 표면을 미리 실란으로 보호하는 것이 더 낫다고 하였다.

적외선 영역의 빛의 파장을 변화시켜 시료에 조사 시 그 물질의 고유한 특정 파장의 빛을 흡수하거나 산란하는 성질을 이용하여 그 강도를 측정함으로써 물질의 화학 구조를 알아낼 수 있는 푸리에 변환 적외선 분광계를

책임저자: 류재준

136-701 서울특별시 성북구 안암동 5가 1번지 고려대학교 대학원 치과학교실 02-920-6522; e-mail, koprosth@unitel.co.kr

원고접수일: 2008년 10월 20일 / 원고최종수정일: 2009년 1월 13일 / 원고채택일: 2009년 1월 14일

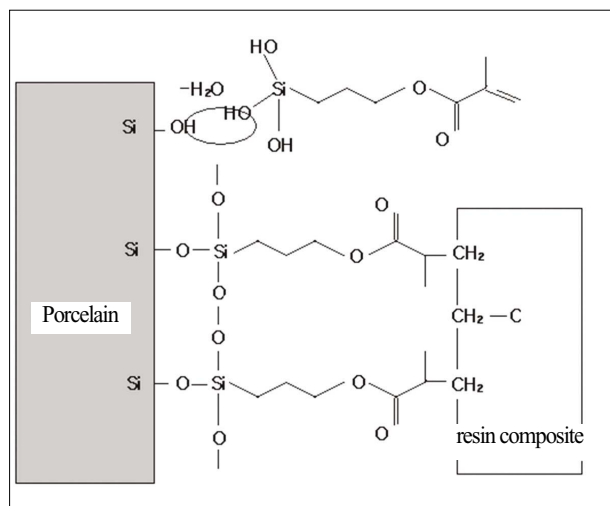


Fig. 1. Schematic representation of a strong chemical bond between the dental porcelain and resin composite can be achieved by treatment with a silane coupling agent.

이용해 실란 결합제에 대한 연구가 몇몇 보고 되었다.<sup>10-12</sup> Anagnostopoulos 등<sup>11</sup>은 상용되는 실란 결합제의 화학적 반응성 및 물리 화학적 상태를 보여주었으며, 단액형 실란에서 보이는 선형의 소중합체가 이액형 실란에서 보이는 고리형 소중합체보다 결합제로서 더 우수함을 보고하였다. Hooshmand 등<sup>12</sup>은 실란의 보존 상태가 소결된 도재와 레진시멘트 사이의 전단 결합강도에 영향을 주지 않음을 관찰했다.

그 동안 접착 시멘트와 수복물 사이의 결합강도에 관한 많은 연구들이 이루어졌으나<sup>13,14</sup>, 도재에 실란의 처리 조건에 따른 반응에 대한 연구는 많지 않았다. 이 연구의 목적은 도재 수복물로 사용되고 있는 라미네이트 도재에 실란 결합제의 처리 시기를 달리할 때와 도재 수복물을 치아에 시적 할 때 타액의 오염여부가 실란 결합제의 물리적, 화학적 반응성에 미치는 영향을 관찰하여 도재와 레진 시멘트 사이의 결합력의 안정성을 평가하는 것이다.

## 연구재료 및 방법

### 1. 실험 재료

라미네이트용 도재를 제조사의 지시대로 접착각 측정용으로 25 mm × 25 mm × 2 mm인 정사각형의 모형 5개와 전단 결합측정용으로  $\phi$  10 mm × 4 mm 크기의 원반모형 360개를 제작하여 #600 실리콘 카바이드 연마지를 사용하여 표면연마를 시행하였다 (Fig. 2). 전단 결합측정용

도재 시편은 열 순환 전 10개 군, 열 순환 후 10개 군으로 나누고 각 군당 18개씩으로 나누었다. 준비된 도재의 시편은 표면 연마 후 2기압의 압력 하에 50  $\mu$ m 크기의 알루미나를 이용하여 5초간 샌드블라스팅하고 10분간 초음파 세척하였다. 8% 완충 불산 (8% wt% buffered hydrofluoric acid, Tokyo Chemical Co, Tokyo, Japan)을 사용하여 5분간 산 부식시키고 30초간 세척하였다.

### 2. 표면처리

#### 1) 비 오염 군 (5개 군)

도재 시편 중 18개는 이후 다른 처치를 하지 않고 준비하였다 (ES군). 다른 도재시편에 실란 (Ceramic Primer, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA)을 붓을 이용하여 2번 바르고 60초간 기다린 후 20초간 압축공기로 건조시켰다. 이렇게 준비된 시편 72개를 18개씩 4개 군으로 나누어 실란 도포 직 후, 도포 후 24시간, 도포 후 48시간, 도포 후 1주일 군으로 보관하였다 (Fig. 2).

#### 2) 오염군 (5개 군)

준비된 도재 시편 중 90개를 18개씩 5개 군으로 나누고, 그 중 4개 군은 실란을 도포한다. 실란 도포 직 후, 도포 후 24시간, 도포 후 48시간, 도포 후 1주일 보관 후에 각각 인공타액스프레이 (A.S Saliva Orthana™, A.S. Pharma, Denmark)를 각 시편에 분사하여 5분간 유지시켰다. 이후 30초간 물로 세척 후 건조시켰다. 37% 인산을 이용하여 산 부식을 20초간 시행하고 30초간 물로 세척한 후 다시 압축공기로 20초간 건조시켰다. 남아있는 1개 군의 도재 시편은 먼저 인공타액 스프레이를 분사하여 5분간 타액으로 오염시킨 후 물로 세척하고 건조시켰다. 37% 인산을 이용하여 산 부식을 시행하고 이후 실란을 도포하고 압축공기를 이용하여 건조시켰다 (Fig. 2).

### 3. 레진 시멘트 접착

표면 처리가 완료된 원반형 도재 시편에 레진 시멘트를 접착하기 위해 직경 5 mm의 플라스틱 관을 이용하였다. 준비된 시편에 접착레진 (Clearfil™ Sebond, Kuraray Medical Inc., Okayama, Japan)을 도포하고 제조사의 지시에 따라 인산염 강화형 레진 시멘트 (Panavia F 2.0, Kuraray Co, Ltd, Tokyo, Japan)를 혼합하여 기포가 생기지 않게 플라스틱 관에 충전하고 이를 도재시편에 수직이 되도록 광 조사기 (Curing light 2500, 3M Dental Product, St. Paul, MN, USA)를 이용하여 60초간 중합하여 부착하고

24시간 동안 실온에 방치한 후 플라스틱 관을 제거하였다.

#### 4. 열 순환

오염군과 비 오염군에서 나눈 도재시편과 똑같이 180개의 시편을 10개 군으로 표면 처리하여 준비한 후 5℃와 55℃의 온도에서 유지되는 수중에서 3000회를 열 순환을 수행하였다. 수중 침적시간 30초의 조건에서 시행하였다. 열 순환을 시행하기 전에 모든 시편들은 상온의 증류수속에 24시간 동안 보관하였으며 열 순환을 시행한 후 일주일간 다시 상온의 증류수에서 보관하였다 (Fig. 2).

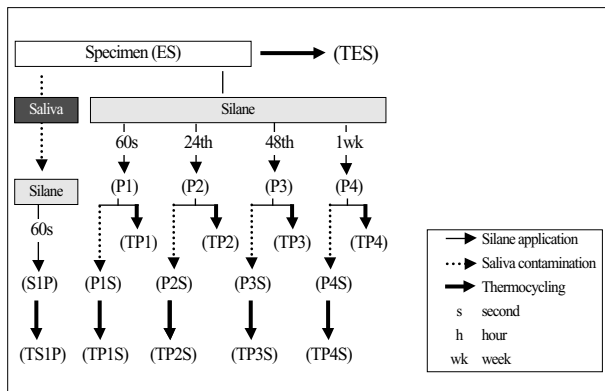


Fig. 2. Schematic diagram of the specimens with different surface treatment. Specimen; Sandblasting + Hydrofluoric acid etching.

#### 5. 푸리에 변환 적외선 분광분석법

세라믹 프라이머내의 실란 결합제는 5 ml의 용액을 45 ± 1℃의 건식오븐에서 2.5 ml정도로 일부 용매를 증발시켜 실란을 농축시켰다. 농축된 실란을 금으로 코팅된 슬라이드 글라스에 한 두 방울 떨어뜨려 푸리에 변환 적외선 분광계 (Illuminat IR, Smiths Detection, Danbury, USA)를 이용하여 측정하였다. 해상도는 4 cm<sup>-1</sup>에서 128 scan을 얻고 파장범위는 4000 - 400 cm<sup>-1</sup>에 걸쳐 기록하였다. 실란을 도포 하여 건조 직 후, 24시간 후, 48시간 후, 1주 후의 타액오염 전후를 평가하였다. 각 시편에 대하여 3회 측정하여 그 평균값을 취하였다.

#### 6. 접착각 측정

표면처리 한 도재를 접착각 측정기 (Phoenix 150, SEO

Inc., Korea)를 이용하여 액적법으로 접착각을 측정하였다. 준비된 접착각 측정용 도재시편의 부위를 달리하여 각각 3회 측정하고 다음날 같은 도재시편에 #600 실리콘 카바이드로 연마, 샌드블라스팅, 불산으로 산 부식 및 표면처리를 다시 시행하여 3회 측정하고 이의 평균값을 취하였다.

#### 7. 전단 결합강도 측정

전단 결합강도는 하중이 도재 시편과 레진 시멘트 사이의 접착면과 동일한 방향으로 전달되도록 전단 결합강도 측정용 지그에 고정된 후, 인스트론 만능 시험기 (Instron model 4201, Instron Co., MA, USA)에서 크로스 헤드를 분당 5 mm의 속도로 접착면에 하중을 가하여 레진 시멘트 실린더가 도재시편에서 분리될 때까지의 최대 하중을 측정하였다.

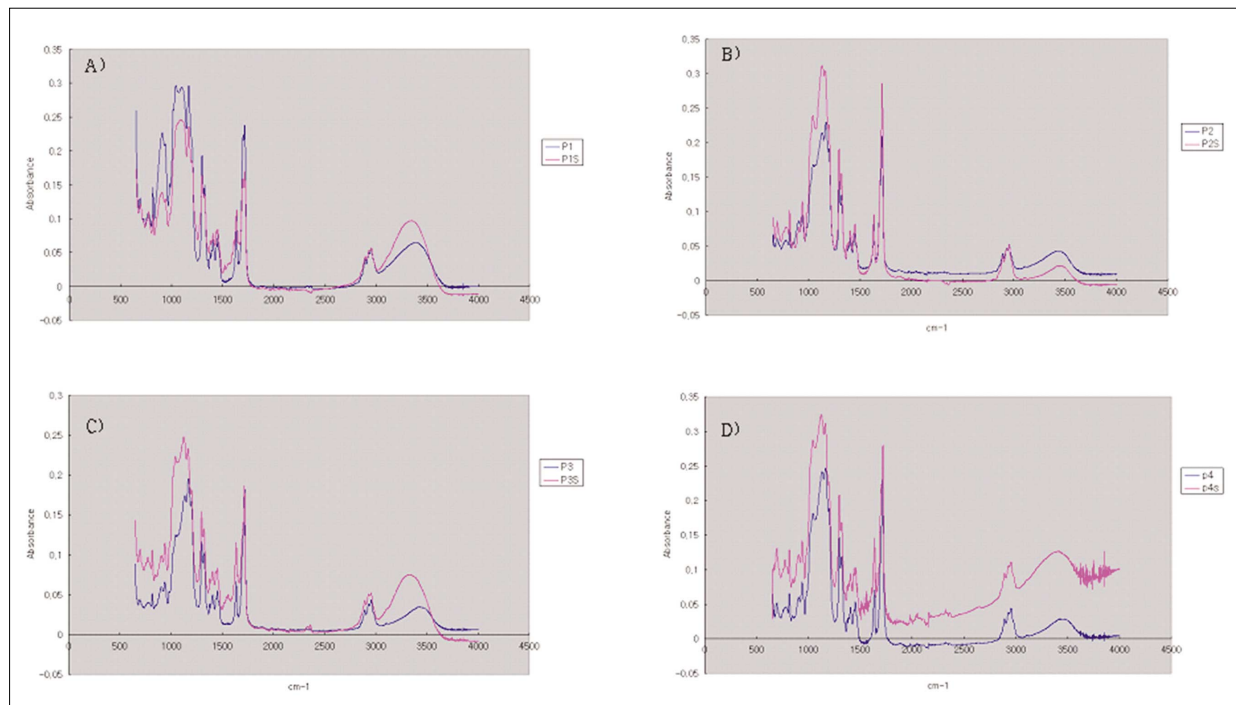
#### 8. 통계분석

본 연구의 통계분석은 통계 프로그램 SAS ver. 9.1 (SAS Institute Inc., Cary, NC, USA)을 사용해 분석하였다. 각 군의 전단 결합 강도의 유의성을 검증하기 위하여 일원분산분석 (ANOVA) 후 사후검정은 던넛 다중비교 (Dunnett's multiple comparison)를 시행하였다 ( $P < .05$ ). 각 군 간의 비교를 위해서는 대조군으로 타액오염 후 실란을 도포한 군 (S1P군)을 사용하였고, 열 순환 전과후에서 타액 오염 전후의 군간 비교를 위해서는 타액오염 후 실란을 도포한 군 (S1P군)과 이를 다시 열순환 시킨 군 (TS1P군)을 대조군으로 각각 사용하였다.

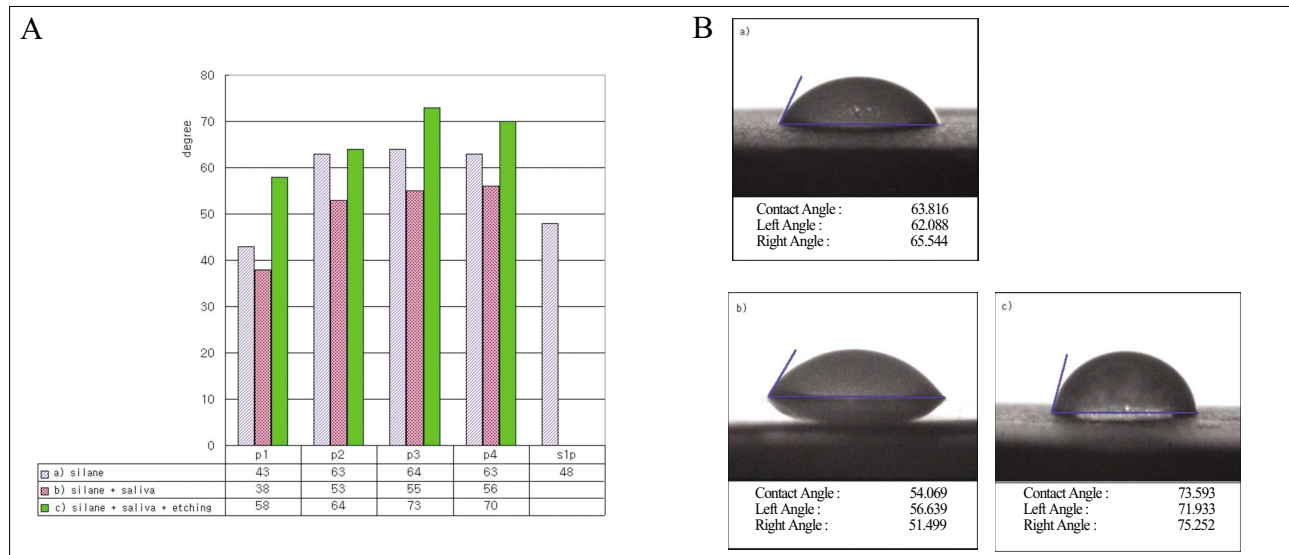
### 연구결과

#### 1. 푸리에 변환 적외선 분광 분석법을 이용한 분석

실란 결합제의 시간에 따른 도포와 타액 오염 전후를 푸리에 변환 적외선 분광계를 이용하여 분석한 결과는 Fig. 3와 같다. 1,030 - 1,160 cm<sup>-1</sup>의 영역에 걸쳐 보이는 흡수대는 실록산 결합 (-Si-O-Si-O-)이 관찰되었다. 1,720 cm<sup>-1</sup> 근처에서는 카보닐기의 최대 피크 (C=O 신축진동)가 관찰되었다. 2,920 - 2,950 cm<sup>-1</sup>에서는 탄소-수소 (-CH<sub>3</sub>) 신축진동이 관찰되었다. 3,000 - 3,600 cm<sup>-1</sup>에서 보이는 흡수대는 수산기 (-OH 신축진동)가 보였는데, 이는 실라놀 (=Si-OH)과 물로 인해 나타난 것으로 보인다. 타액으로 인한 오염 전후의 흡수대의 위치변화는 크지 않았다.



**Fig. 3.** The FTIR - ATR spectra of the silane with and without saliva contamination. A, 60 seconds after contamination; B, after 24 hour storage in drying condition; C, after 48 hour storage in drying condition; D, after 1 week storage in drying condition.



**Fig. 4.** A, Contact angle data for different surface treatment. B, Contact angle photograph of P3 group. a) silane application, b) saliva contamination after silane application, c) phosphoric acid etching after silane application and saliva contamination.

## 2. 접촉각 측정값

도재시편에 실란 처리 직 후와 이후 보관 기간에 따른 타액으로 오염 시에는 P1군이 다른 군에 비하여 접촉각이 작았다. 대부분의 군이 실란 처리를 한 후보다 이후 타

액오염으로 시켰을 때 오염 전보다 접촉각이 줄었으나 감소된 접촉각의 정도는 크지 않았다. 타액으로 오염된 군을 다시 인산처리를 한 후에는 각 군에서의 접촉각의 정도는 타액오염 후보다 다시 증가하였으며 각 군 간의 차이는 크지 않았다 (Fig. 4).

### 3. 전단결합강도측정

Table I, II, III과 Fig. 5는 표면처리에 따른 전단 결합강도를 보여준다. S1P를 대조군으로 하여 타 군과 측정된 전단 결합강도 값의 비교 시 ES군, TES군, TP1S군, TS1P군에서 유의한 차이값을 보였다. 열 순환 전에 실험한 타액 오염 전후에 나타난 전단 결합강도값 비교시 타액 오염군에서는 유의한 차이를 보이지 않았고 비 타액 오염군에서는 P1군에서 유의한 차이값을 보였다 ( $P < .05$ ). 열 순환 후에 실험한 타액 오염 전후에 나타난 전단 결합강

도값 비교시 TS1P를 대조군으로 하여 타액 오염군에서는 TP2S군, TP3S군에서 유의한 차이값을 나타내었고, 타액 비 오염군에서는 TP2군, TP3군에서 유의한 차이값을 보였다 ( $P < .05$ ).

실패양상의 경우 대부분 응집성 파절양상이 우세하였으며, 열 순환 후에는 열 순환 전보다 접착성 파절양상의 경우가 증가하였다. 특히 실란 결합제를 도포 한 뒤 타액 오염 직후 열 순환 한 군과 타액오염 후 실란 결합제를 도포한 군의 경우 접착성 파절양상이 더 우세하였다.

**Table I.** Statistical analysis of shear bond strengths and failure mode for porcelain after different surface treatment

Group	N	MPa*	F - value	P - value†	Failure Mode	
					Adhesive failure	Cohesive failure
S1P (control)	18	15.60 ± 2.77	10.32	<.0001	0	18
P1S	18	16.39 ± 3.25			0	18
P2S	18	18.23 ± 2.67			1	17
P3S	18	16.96 ± 3.74			0	18
P4S	18	17.35 ± 4.35			0	18
ES	18	11.03 ± 2.41 <sup>a</sup>			0	18
P1	18	18.34 ± 3.52			0	18
P2	18	17.89 ± 3.10			0	18
P3	18	17.27 ± 3.13			0	18
P4	18	17.21 ± 3.29			0	18
TES	18	10.12 ± 2.31 <sup>a</sup>			0	18
TP1	18	13.23 ± 3.56			4	14
TP2	18	14.95 ± 4.39			4	14
TP3	18	15.21 ± 4.92			4	14
TP4	18	13.90 ± 3.13			2	16
TP1S	18	10.90 ± 3.75 <sup>a</sup>			10	8
TP2S	18	14.92 ± 4.32			5	13
TP3S	18	14.42 ± 3.09			4	14
TP4S	18	13.72 ± 3.64			5	13
TS1P	18	10.89 ± 2.74 <sup>a</sup>			11	7

† ANOVA, \* $P < .05$  using Dunnett's multiple comparison test comparing with S1P, \* mean ± SD

**Table II.** The effect of saliva contamination on shear bond strengths of porcelain stored various periods before thermocycling

a)	Group	N	MPa*	F value	P - value†
	S1P	18	15.60 ± 2.77	1.52	0.2033
	1S	18	16.39 ± 3.25		
	P2S	18	18.23 ± 2.67		
	P3S	18	16.96 ± 3.74		
	P4S	18	17.35 ± 4.35		
b)	Group	N	MPa*	F value	P - value†
	S1P	18	15.60 ± 2.77	1.93	0.1122
	P1	18	18.34 ± 3.52 <sup>a</sup>		
	P2	18	17.89 ± 3.10		
	P3	18	17.27 ± 3.13		
	P4	18	17.21 ± 3.29		

a) with saliva contamination. † ANOVA, a No treatment is  $P < .05$  using Dunnett's multiple comparisons comparing with S1P, \* mean ± SD

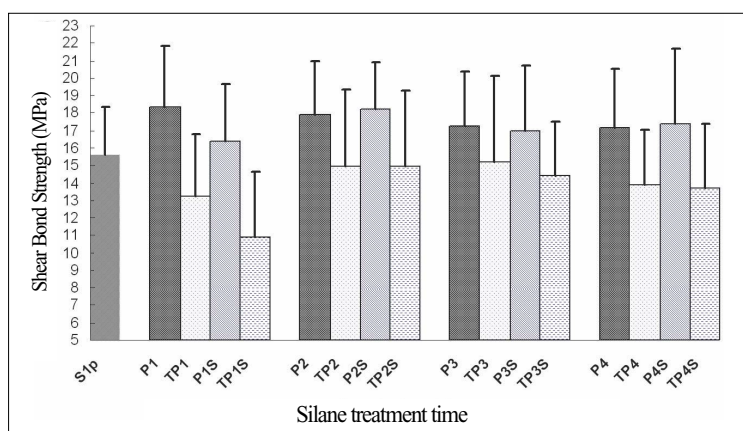
b) without saliva contamination. † ANOVA, a  $P < .05$  using Dunnett's multiple comparison test comparing with S1P, \* mean ± SD.

**Table III.** The effect of saliva contamination on shear bond strengths of porcelain stored various periods after thermocycling

a)	Group	N	MPa*	F value	P - value†
	TS1P	18	10.89 ± 2.74		
	TP1S	18	10.90 ± 3.75		
	TP2S	18	14.92 ± 4.32 <sup>a</sup>	5.38	0.0007
	TP3S	18	14.42 ± 3.09 <sup>a</sup>		
	TP4S	18	13.72 ± 3.64		
b)	Group	N	MPa*	F value	P - value†
	TS1P	18	10.89 ± 2.74		
	TP1	18	13.23 ± 3.56		
	TP2	18	14.95 ± 4.39 <sup>a</sup>	3.67	0.0083
	TP3	18	15.21 ± 4.92 <sup>a</sup>		
	TP4	18	13.90 ± 3.13		

a) with saliva contamination. †ANOVA, \*P &lt; .05 using Dunnett's multiple comparison test comparing with TS1P, \* mean ± SD

b) without saliva contamination. †ANOVA, \*P &lt; .05 using Dunnett's multiple comparison test comparing with TS1P, \* mean ± SD

**Fig. 5.** Shear bond strength data for porcelain after different surface treatment (bar represent standard deviations; n = 18 for each set of data).

## 고찰

도재와 치아사이의 기계적인 결합력을 증진시키기 위해 도재가 치아와 접촉되는 내면은 산 부식과 샌드블라스팅 등으로 더욱 다공성의 표면이 만들어 진다. 이러한 구조는 수복물이 치아에 접촉되기 전 시적단계에서 더욱 오염이 발생될 가능성이 매우 높다. 오염원이 될 수 있는 여러 가지 중 타액에 의한 오염이 실란 결합제의 작용에 미치는 영향, 실란 결합제의 도포시기와 실란 결합제의 처리 후 충분한 결합력을 얻을 수 있는 보존기간에 대한 연구를 실시하여 임상에서 심미적 수복물을 장기간 유지하기 위한 유의점을 확립하고자 하였다.

푸리에 변환 적외선 분광계는 적외선을 조사하면 각 물질내의 결합 에너지에 의한 고유 스펙트럼을 나타내는데 이것을 해석함으로써 미지 물질의 정성, 정량 분석을 행할 수 있다. 본 실험결과에서 푸리에 변환 적외선 분광계를 통해 본 실란 결합제의 보관기간에 따른 화학적

표면 구조의 변화는 크지 않았다. 또한 형성된 실록산 결합의 구조에 타액 오염으로 인한 표면 구조의 화학적 반응의 변화가 크지 않았다 (Fig. 3). 이것은 실란 결합제가 일단 다중 실록산 결합을 형성하고 난 후에는 상당히 안정된 결합상태로 유지된다는 것을 알 수 있었다. 관찰되는 흡수대는 관찰부위에 따라 흡수대의 위치는 거의 동일하였으나 크기는 다양하였다. 이것으로 보아 임상에서 사용 시 실란 결합제를 단순히 도재 수복물에 액제를 적셔주는 것만으로는 수복물에 골고루 분포되기는 힘들다는 것을 알 수 있었다.

도재에 실란 결합제가 도포되면 가수분해 전단계의 실란내의 실라놀이 도재표면의 -Si-OH와 결합하여 친수성의 도재표면은 소수성을 띄게 되고, 이러한 이유로 레진의 소수성 표면기와 결합을 하게 된다.<sup>15</sup> 그러나 실란 결합제의 도포 초기에는 접촉각의 크기가 다른 군에 비해 상대적으로 낮게 관찰되었다 (Fig. 4). 도포 초기에는 물의 존재 하에 잔여 실란 결합제와 기존에 도재에 결합된



실란결합제와의 사이에서 동적 평형 상태를 이루어 친수성을 띄게 되나 시간이 지날수록 가수분해가 끝나고 응축되어 도재와 결합된 실란결합제에서 소수성을 띄게 된다고 한다.<sup>16</sup> Hooshmand 등<sup>12</sup>은 실란결합제가 도포되면 24시간이 되어야 가수분해 반응이 완전히 끝난다고 하였다. 그러므로 실란의 도포 직후에 접촉각의 크기가 다른 군에 비해 낮은 이유는 도재와 결합하지 않은 잔여 실란결합제가 남아 있게 되어 도재의 표면이 친수성의 성향을 나타나게 된다고 생각된다. 실란은 도재에 도포 시 3가지의 다른 층의 구조가 형성된다고 한다.<sup>17,18</sup> 실란의 대부분을 차지하는 바깥쪽에 있는 두개의 층 구조는 작은 소중합체 및 몇 개의 실록산 결합으로 도재와 결합되어있어 유기산이나 물에 의해 쉽게 제거되므로 우리가 원하는 가장 화학적으로 안정적인 결합을 얻기 위해서는 3차원적인 규칙적인 교차결합을 이루고 있는 도재와 가장 가까운 부분만을 이용해야 한다.<sup>3</sup> 이러한 불필요한 구조층을 제거하기 위한 여러 방법이 많이 연구 되었으며,<sup>6,7,9,19</sup> 그 중 인산은 다루기도 용이하여 도재를 세척하는 용도로 자주 쓰인다.<sup>20</sup> 이 실험에서 접촉각의 측정치를 비교했을 때 실란결합제 도포 후 타액오염으로 인해 소수성의 성질이 다소 감소했으나 인산으로 에칭을 시행함으로써 소수성의 성질이 증가되는 것으로 보아 도재와 실란의 안정적인 결합을 방해하는 요소가 제거되었음을 알 수 있었다 (Fig. 4).

접촉각은 대부분 고착된 물방울에 의해서 묘사되고 수치화 되나 실제 표면에서는 표면 거칠기, 표면 덮힘성, 고체표면의 화학적 불균질성으로 하나 이상의 접촉각을 가진다. 이러한 차이를 분석함으로써 그 표면의 특성 및 변화를 알 수 있게 된다. 이 실험에서는 같은 도재를 가지고 같은 방법으로 표면처리를 다시 시행하여 접촉각을 측정한 경우에 실험 조건에 따른 접촉각의 변화 양상은 동일하였으나 그 크기의 값에는 편차가 다소 있었다. 이것으로 도재시편의 표면에서 측정된 접촉각의 크기만으로는 그 표면이 실란결합제에 어느 정도의 소수성을 띄는지 판단하기는 힘들며 실란결합제에 의한 화학적인 결합보다 샌드블라스팅이나 불산으로 산부식에 의한 기계적 결합에 의해 더 영향을 받는다는 것을 알 수 있었다.

실란결합제의 도포 후 타액 오염 여부와 관계없이 열순환 전에는 전단 결합강도 값에 유의한 차이가 없었으나 열순환 후에는 실란결합제 도포 후 보관기간에 따라 전단 결합강도의 변화가 있었다. 특히, 실란결합제를 도포한 뒤 1-2일 보관한 후 레진 시멘트와 결합한 경우는 그렇지 않은 군에 비하여 열순환 처리 후의 결합력에서 나은 결과를 얻었다 (Table II, III). 또한 타액 오염 전후의

전단 결합강도는 실란 처리를 하지 않은 경우와 실란결합제가 도포되더라도 건조 후 바로 접착한 경우에는 전단 결합강도 값에서 유의성 있는 차이를 발견할 수 있었다 (Table I, Fig. 5).

구강 내 보철물은 저작과정중의 높고 반복되는 응력에 노출되어있고 음식물에 의한 온도변화 등 다양한 요인이 수복물의 내구성에 영향을 미치므로 구강환경과 유사한 조건에서 물성평가가 같이 고려되어야 한다. 때문에 온도 변화의 영향을 평가하기 위한 열순환을 고려하면 실란결합제를 이용한 수복물의 접착 시 실란결합제를 진료실내에서 시멘트의 합착 직전에 바르는 것보다 미리 도포하여 일정시간의 경과 후 수복물을 접착하는 것이 더 낫다는 것을 알 수 있었다.

## 결론

라미네이트용 도재에 실란결합제의 처리시기와 타액오염 여부에 따른 영향을 관찰하기 위해 수복물에 타액오염을 시킨 후 실란결합제를 도포한 군을 대조군으로 실험하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 실란결합제가 수복물에 미리 도포된 경우 푸리에 적외선 변환 분광법과 접촉각을 통해 도재와 결합된 실란결합제의 안정된 화학적 구조에서 실란결합제의 처리시기와 타액의 오염여부로 인한 유의한 차이를 발견할 수 없었다 ( $P < .05$ ).
2. 실란결합제를 수복물에 도포 한 시기에 따라 그리고 도포 여부에 따라 타액 오염여부로 인해서 전단강도결합력에 유의한 차이가 있었다 ( $P < .05$ ).
3. 실란결합제를 수복물에 미리 도포 후 보관기간에 따라 열순환 전에는 전단강도결합력에 미치는 영향에는 유의한 차이가 없었으나 열순환 후에는 전단강도결합력에 미치는 영향에는 유의한 차이가 있었다 ( $P < .05$ ).

이상의 결과를 종합해보면 치아에 도재 수복물의 접착 시 실란결합제를 수복물에 미리 도포하여 일정시간의 경과 후 수복물을 접착하며, 타액 오염이 발생할 경우 인산으로 수복물을 세척하는 것이 유용한 방법임을 알 수 있었다.

## 참고문헌

1. Groten M, Pröbster L. The influence of different cementation modes on the fracture resistance of feldspathic ceramic crowns. Int J Prosthodont 1997;10:169-77.

2. Pisani-Proenca J, Erhardt MC, Valandro LF, Gutierrez-Aceves G, Bolanos-Carmona MV, Del Castillo-Salmeron R, Bottino MA. Influence of ceramic surface conditioning and resin cements on microtensile bond strength to a glass ceramic. *J Prosthet Dent* 2006;96:412-7.
3. Koenig JL, Emadipour H. Mechanical characterization of the interfacial strength of glass-reinforced composites. *Polymer Composites* 1985;6:142-50.
4. Hayakawa T, Horie K, Aida M, Kanaya H, Kobayashi T, Murata Y. The influence of surface conditions and silane agents on the bond of resin to dental porcelain. *Dent Mater* 1992;8:238-40.
5. Della Bona A, Anusavice KJ, Mecholsky JJ Jr. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. *Dent Mater* 2003;19:693-9.
6. Nicholls JJ. Tensile bond of resin cements to porcelain veneers. *J Prosthet Dent* 1988;60:443-7.
7. Quaas AC, Yang B, Kern M. Panavia F 2.0 bonding to contaminated zirconia ceramic after different cleaning procedures. *Dent Mater* 2007;23:506-12.
8. Silverstone LM, Hicks MJ, Featherstone MJ. Oral fluid contamination of etched enamel surfaces: an SEM study. *J Am Dent Assoc* 1985;110:329-32.
9. Aboush YE. Removing saliva contamination from porcelain veneers before bonding. *J Prosthet Dent* 1998;80:649-53.
10. Matinlinna JP, Lassila LV, Vallittu PK. Evaluation of five dental silanes on bonding a luting cement onto silica-coated titanium. *J Dent* 2006;34:721-6.
11. Anagnostopoulos T, Eliades G, Palaghias G. Composition, reactivity and surface interactions of three dental silane primers. *Dent Mater* 1993;9:182-90.
12. Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Storage effect of a pre-activated silane on the resin to ceramic bond. *Dent Mater* 2004;20:635-42.
13. Kato H, Matsumura H, Tanaka T, Atsuta M. Bond strength and durability of porcelain bonding systems. *J Prosthet Dent* 1996;75:163-8.
14. Nakamura S, Yoshida K, Kamada K, Atsuta M. Bonding between resin luting cement and glass infiltrated alumina-reinforced ceramics with silane coupling agent. *J Oral Rehabil* 2004;31:785-9.
15. Kerr C, Walker P. Some aspects of silane technology of surface coatings and adhesives. In: Allen KA, editor. *Adhesion 12*, London: Elsevier Applied Science Publishers 1987;17-38.
16. Plueddeman EP. Catalytic effects in bonding thermosetting resins to silane treated fillers. In: Deanin R.D, Shott N.R, Editors. *Fillers and reinforcements for plastics. Advances in Chemistry Series 134*, Washington DC: Am Chem Soc 1974;86-94.
17. Ishida H. Structural gradient in the silane coupling agent layers and its influence on the mechanical and physical properties of composites. In: Ishida H, Kumar G, editors. *Molecular characterization of composite interface*. New York; Plenum Press 1985. pp. 25-50.
18. Ishida H, Koenig JL. A Fourier-transform infrared spectroscopic study of the hydrolytic stability of silane coupling agents on E-glass fibers. *J Polymer Sci: Polymer Physics* 1980;18:1931-43.
19. Calamia JR. Etched porcelain veneers: the current state of the art. *Quintessence Int* 1985;16:5-12.
20. Swift B, Walls AW, McCabe JF. Porcelain veneers: the effects of contaminants and cleaning regimens on the bond strength of porcelain to composite. *Br Dent J* 1953;179:203-8.



## The effect of silane treatment timing and saliva contamination on shear bond strength of resin cement to porcelain

Young-Seon Ro<sup>1</sup>, DDS, MSD, Jae-Jun Ryu<sup>2\*</sup>, DDS, MSD, PhD, Kyu-Won Suh<sup>2</sup>, DDS, MSD, PhD

<sup>1</sup>Graduate Student, <sup>2</sup>Professor, <sup>1</sup>Major in Dentistry, Department of Medical Science, Graduated School, Korea University

**Statement of problem:** Porcelain veneers have become a popular treatment modality for aesthetic anterior prosthesis. Fitting porcelain veneers in the mouth usually involve a try-in appointment, which frequently results in salivary contamination of fitting surfaces. **Purpose:** An *in vitro* study was carried out to investigate the effect of silane treatment timing and saliva contamination on the resin bond strength to porcelain veneer surface. **Material and methods:** Cylindrical test specimens ( $n = 360$ ) and rectangular test specimens ( $n = 5$ ) were prepared for shear bond test and contact angle analysis. Whole cylindrical specimens divided into 20 groups, each of which received a different surface treatment and/or storage condition. The composite resin cement stubs were light-polymerized onto porcelain adherends. The shear bond strengths of cemented stubs were measured after dry storage and thermocycling (3,000 cycles) between 5 and 55 °C. The silane and their reactions were chemically monitored by using Fourier Transform Infrared Spectroscopy analysis (FTIR) and contact angle analysis. One-way analysis of variance (ANOVA) and Dunnett's multiple comparison were used to analyze the data. **Results:** FT-IR analysis showed that salivary contamination and silane treatment timing did not affect the surface interactions of silane. Observed water contact angles were lower on the saliva contaminated porcelain surface and the addition of 37% phosphoric acid for 20 seconds on saliva contaminated porcelain increased the degree of contact angle. Silane applied to the porcelain, a few days before cementation, resulted in increasing the bond strength after thermocycling. **Conclusion:** Within the limitation of this study, it can be concluded that it would be better to protect porcelain prosthesis before saliva contamination with silane treatment and to clean the contaminated surface by use of phosphoric acid. (*J Korean Acad Prosthodont* 2009;47:61-9)

**Key words:** Salivary contamination, Silane, Contact angle, Fourier Transform Infrared Spectroscopy analysis (FT-IR).

Corresponding Author: **Jae-Jun Ryu**

Korea University Ansan Hospital, Gojan 1-Dong, Danwon-Gu, Gyeonggi-Do, 152-707, Korea

+82 31 412 5370: e-mail, koprosth@unitel.co.kr

Article history

Revised October 20, 2008 / Last Revision January 13, 2009 / Accepted January 14, 2009.