

# Rocatec system이 Zir-ceram과 간접복합수지간의 전단결합강도에 미치는 영향

김 동 일, 김 부 섭, 정 인 성  
부산가톨릭대학교 보건과학대학 치기공학과

## Effect of Rocatec system on Shear Bond Strength between Zir-Ceram and Sinfony Indirect Composite Resin

Dong-Il Kim, Bu-Sob Kim, In-Sung Chung

Department of Dental Laboratory Science, College of Health Science, Catholic University of Pusan, Busan

### [Abstract]

The purpose of this study is to evaluate possibility of using indirect composite resin instead of porcelain through the measurement of shear bond strength between zirconia core and indirect composite resin under treatment of Rocatec™ system for improving the adhesion of indirect composite resin.

20 cylindrical zirconia core specimens were divided into 2 groups, according to zirconia surface treatment and attached materials: 1) treated with sandblast and attached with indirect composite resin, 2) treated with sandblast + Rocatec™ system and attached with indirect composite resin. The shear bond strength of each experimental group was measured by MTS and the changes of zirconia core surface according to surface treatments were obtained by SEM observation and measurements of surface roughness.

The mean shear bond strength values are  $0.55 \pm 0.11$  MPa(Group SC) and  $1.16 \pm 0.46$  MPa(Group SRC). The mean Ra values for the surface treatments were follows:  $0.39 \pm 0.13$  (100 $\beta$   $\mu$ m sandblast) and  $0.50 \pm 0.03$  (100 $\beta$   $\mu$ m sandblast + Rocatec™ system). In the analysis of EDS, Si element was detected in the Group SC.

The shear bond strength between zirconia core and indirect composite resin was improved significantly by using Rocatec™ system.

○Key word : Zir-ceram, Indirect composite resin, Rocatec™ system, Shear bond strength

교신저자	성명	김 동 일	전화	011-567-6628	E-mail	shcdl@hanmail.net
	주소	부산광역시 금정구 부곡동 9, 부산가톨릭대학교 보건과학대학 치기공학과				

## I. 서 론

환자들의 심미적 요구가 증가함에 따라 도재용착주조관보다 색조재현능력이 우수한 전부도재관이 소개되었고, 백류석, 알루미늄, 지르코니아 등을 이용한 강화형 코핑 재료들의 등장으로 전부도재관의 사용이 급속히 증가하고 있다(Blatz, 2002; Olsson et al., 2003).

강화형 코핑재료 중 지르코니아는 치과용 수복물 재료로서 가장 최근에 개발되었으며, 환자들의 심미수복에 대한 관심이 증가함에 따라 임상에서의 사용이 증가하고 있는 치과용 재료이다. 지르코니아는 기계적 성질의 우수성과 생체 적합성으로 인해 다양한 용도의 생체재료로서의 사용이 입증되었으며, 현재의 지르코니아는 높은 내마모성, 굽힘강도, 파절 인성, 화학적 안정성, 구조적 안정성, 그리고 생체적합성을 지니고 있어서 전부도재관의 코어 재료로서 이용이 확대되고 있다(靑木 秀希 1987; 조수현 2006).

전부도재관은 기계적 특성이 우수한 강화형 도재로 코핑을 이루고 심미성을 위해 장식형 도재를 코핑 위에 조성하는 방법으로 제작하기 때문에 임상적으로 장식형 도재부위에서의 파절이 항상 문제로 제기되고 있다(Dong et al., 1992; Probster and Diehl, 1992).

파절된 전부도재관의 수리방법으로는 파절된 조각을 수복물에 재부착하거나, 도재베니어를 제작하여 도재에 접착하는 방법 또는 간접복합레진을 이용하여 수리하는 방법 등을 이용하는데, 최근 도재와 레진간의 결합력에 관한 연구와 개발에 힘입어 간접복합레진을 사용하여 구강 내에서 직접 수리하는 방법이 주로 사용되고 있다(Rada, 1991; Deheny et al., 1998; Zhukovsky et al., 1996).

구강 내에서 파절된 전부도재관을 간접복합레진으로 수리할 때 가장 큰 문제는 화학적으로 구성성분이 다른 도재와 간접복합레진 간의 결합강도가 구강 내의 환경에서 영구적으로 유지될 수 있도록 충분하여야 한다는 것이다.

도재와 간접복합레진 간의 결합강도를 증가시키기 위해서는 코핑 재료의 특별한 표면처리가 수행 되어져야 한다. 이것들은 기계적인 구속력을 증진시키는 처리들로서 산화알루미나 분말을 이용한 airborne-particle abrasion(Kern and Thompson, 1993), diamond

rotary cutting instrument를 이용한 표면 거칠게 하기(Suliman et al., 1993), 그리고 hydrofluoric acid(Pameijer et al., 1996; Kato et al., 2001), phosphoric acid(Leibroek et al., 1999) 또는 phosphate fluoride(Lacy et al., 1988; Tylka and Stewart, 1994)등을 이용한 에칭 등이 있다. 또한 silanization(Pameijer et al., 1996; Kato et al., 2001)과 adhesive primers(Taira et al., 1998)의 적용과 같은 화학적인 접착을 증진 시키는 처리들이 이용될 수도 있다. 마지막으로, 화학적인 접착 뿐만 아니라 기계적인 구속력도 증진 시키는 전통적인 방법인 airborne-particle abrasion에 의한 silica의 침전(Haselton et al., 2001; Ozcan and Niedermeier 2002; Ozcan, 2003) 또는 특별한 기계와 얇은 전기 도금을 이용한 처리(Luthy et al., 1990)들 역시 고려 될 수 있다. 이러한 종류의 처리방법들의 연합은 보수 재료들과 파절된 보철물의 표면간의 접착력 향상을 위해 자주 이용되어진다. 이러한 이유로 앞서 언급한 표면 처리 방법들에 대한 연구와 더불어 파절된 수복물의 보수에 이용되는 복구용 재료에도 많은 관심이 있어 왔다. 그러나 이러한 관심과 연구는 metal-ceramic과 같이 현재까지 많이 이용되어진 수복물의 보수에 국한되어 있으며 최근 개발된 지르코니아-레진 또는 지르코니아-도재 수복물의 보수에 대해서는 아직 정형화된 프로토콜이나 연구결과가 제시되고 있지 못하고 있다.

본 연구는 Zir-ceram으로 제작된 코어의 표면을 표면 처리 한 다음 유지의 형상이 간접복합레진과의 전단결합 강도에 미치는 영향을 알아보고자 하였으며, 연구재료로는 지르코니아를 주성분으로 하는 Zir-ceram을 사용하였으며, 시편은 표면처리방법에 따라 110 $\mu$ m 산화알루미늄으로 샌드블라스팅 처리한 군, 110 $\mu$ m 산화알루미늄으로 샌드블라스팅하고 Rocatec system으로 처리한 군으로 분류하고, 간접복합레진인 Sinfony로 전장 처리한 다음 표면처리에 따른 표면 거칠기 측정과 표면 형상을 SEM과 EDS를 통한 분석 및 전단결합강도 측정 그리고, 파절 양상을 분석하여 지르코니아 코핑의 표면처리방법으로 Rocatec system의 사용가능성을 규명하고자 하였다.

## II. 실험 방법

### 1. 실험재료 및 시편제조

실험재료로는 Zir-ceram(Z-ceram, Tosho, Japan) Sinfony 간접복합레진(3M ESPE, Denmark)을 사용하였다.

전단결합강도를 측정하기 위해 Zir-ceram으로 20개의 실린더 모양의(직경 8.0mm, 높이 20mm) 실험용 Zir-ceram core 시편들을 제작하였다. Zir-ceram으로 만들어진 실린더 모양으로 제작된 시편들은 표면처리방법과 접착재료의 종류에 따라 Table 1과 같이 2개의 실험군(각 군의 n=10)으로 분류하였다. 샌드블라스팅 방법에 의한 표면처리는 110 $\mu$ m 크기의 산화알루미늄을 사용하였다. SC군은 샌드블라스팅 처리된 Zir-ceram 표면에 Sinfony 간접복합레진을 축성하여 제작하였다. SRC군은 Zir-ceram 표면을 샌드블라스팅 처리하고 Rocatec 시스템(RocatecTM, 3M ESPE, Denmark)으로 표면 처리한 다음 Sinfony 간접복합레진을 축성하여 제작하였다.

Table 1. Experimental groups of specimens used in study

Group	Treatments	Materials for adhesion	n
SC	Sandblast	Indirect composite resin	10
SRC	Sandblast + Rocatec system	Indirect composite resin	10

### 2. 기기분석

#### 1) 표면거칠기 평가 및 표면양상 관찰

표면 처리된 Zir-ceram 시편의 표면 거칠기를 평가하기 위해 조도측정기(AlphaStep IQ, KLA-Tencor Korea, Korea)를 사용하여 평가하였다. 표면양상을 분석하기 위해서는 SEM(HITACHI S-2400, Japan)을 이용하여 Zir-ceram 시편의 표면 조직을 관찰하고 EDS(Energy dispersive X-ray spectroscopy)를 이용하여 처리된 표면의 성분을 관찰하였다.

#### 2) 전단결합강도 측정

전단결합강도를 측정하기 위해 Zir-ceram으로 직경 8.0mm, 높이 20mm의 실린더 모양의 실험용 Zir-ceram 코

어 시편들을 제작하였다. 각 군의 시편들은 Zir-ceram 코어에 도재 또는 간접복합레진이 접착된 형태로 제작하였다. 전단 접착 강도 측정을 위해 만능시험기(MTS 858 Bionix Test System, USA)에 전단접착력 측정용 지그를 장치한 후, 지그에 시편을 고정하였다. 만능시험기의 crosshead 속도를 0.5mm/min로 하였으며, 전단결합강도를 측정하였다. 두 재료간의 접착이 파절 될 때까지 필요로 하는 하중 값의 변화를 모두 기록하였다. 만능시험기와 연결된 컴퓨터에 기록된 하중 값의 변화와 변위 값의 변화량 그리고 접착면의 넓이 값으로 부터 전단 접착 강도를 계산 하였다. 본 연구에서 이용된 전단 접착 강도 계산식은 다음과 같다.

$$Shear\ bond\ Strength(\tau) = \frac{Force(F)}{Area(A)}$$

위의 식에서 힘은 파절될 때의 하중 값을 이용하였다.

#### 3) 파절양상 관찰

파절양상은 전단결합강도 시험을 시행한 다음 파절된 시편의 파절단면을 육안을 통해 표면을 관찰하여, 파손의 형태를 부착실패(adhesive failure), 응집실패(cohesive failure), 또는 혼합실패(mixed failure) 등으로 단일 기준을 가진 관측자에 의해 분류하였다.

#### 4) 통계분석

모든 통계 분석은 범용 통계 프로그램인 SPSS(version 10.0K, SPSS Inc. USA)를 이용하여 one way ANOVA 와 Tukey honestly significant difference 이용하여 95%의 유의수준에서 사후 검증하였다.

## III. 실험 결과 및 고찰

### 1. 표면 거칠기 평가 및 표면양상 관찰

표면처리 이후 접착력과 표면 거칠기 간의 상관관계를 분석하고 수복재료의 부착력 강화에 미칠 영향을 확인하기 위해 표면의 거칠기를 측정하였다. 평균 표면 거칠기 Fig. 1과 표면양상 Fig. 2는 표면처리방법에 따라 다양하

게 나타났다. 100 $\mu\text{m}$  크기의 산화알루미늄 입자를 이용해서 샌드블라스팅 처리한 시편과 샌드블라스팅 후 Rocatec system으로 표면 처리한 시편의 평균 거칠기를 측정된 결과는 Table 2와 같다.

Table 2에 나타난 결과에서와 같이 샌드블라스팅만 처리한 군(Ra:  $0.39 \pm 0.13\mu\text{m}$ )에 비해 Rocatec 시스템으로 표면을 한 번 더 처리한 군(Ra:  $0.50 \pm 0.03\mu\text{m}$ )의 표면이 더 거친 것으로 나타났으며, 통계적으로 유의한 차이를 보였다( $p < 0.05$ ).

샌드블라스팅 표면 처리후의 표면의 미세형상과 샌드블라스팅 처리 후 Rocatec 시스템에 의해 표면 처리한 Zir-ceram의 표면 미세형상을 관찰 결과는 Fig. 2에 나타난 것과 같이 Rocatec system을 추가하였을 경우 표면 거칠기가 증가하였으며, 음영이 증가한 것을 볼 수 있었다.

지르코니아와 간접복합수지와와의 결합강도를 증가시키기 위한 표면처리방법에 관한 연구를 살펴보면, Kern과 Wegner(1998)는 불산(9.5% HF) 부식과 silane 처리가 지르코니아 세라믹과 레진사이의 결합강도를 증가시키지 못하였다고 보고하였고, Wegner와 Kern(2000)은 지르코니아 세라믹을 110 $\mu\text{m}$  알루미나 입자로 샌드블라스팅했을 때, 결합강도가 가장 좋았다고 보고하였으며, Blatz 등(2003)과 Sadan 등(2003)은 샌드블라스팅 후 Panavia 21을 사용했을 경우가 가장 좋았다고 보고하였다. 그리고 Janda 등(2003)은 Pyrosil-Pen technic이 지르코니아와 간접복합수지의 결합강도를 증가시키는 가장 효과적인 방법이라고 보고하였다.

그리고 표면거칠기 결과는 SEM 관찰 결과와 일치하며, Rocatec 시스템으로 표면을 한 번 더 처리한 군의 간접복합 레진 접착력이 더 높은 것과도 연관이 있는 결과로 판단된다.

Table 2. Average surface roughness of Zir-ceram core

Group	Average surface roughness( $\mu\text{m}$ )
Sandblast	$0.39 \pm 0.13$
Sandblast + Rocatec system	$0.50 \pm 0.03$

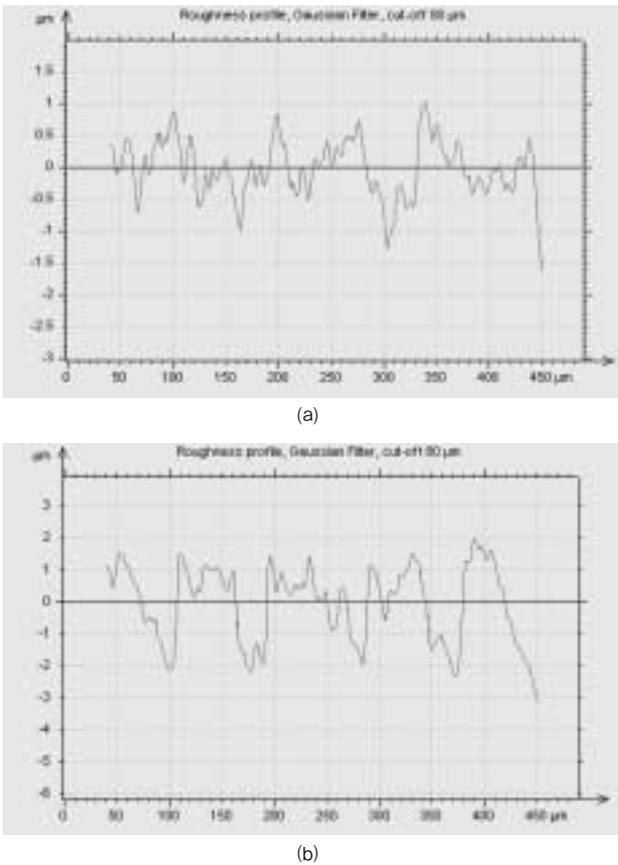


Fig. 1. Roughness profile of Zir-ceram surfaces after surface treatment. a) sandblast and b) sandblast + Rocatec system(김동일, 2008)

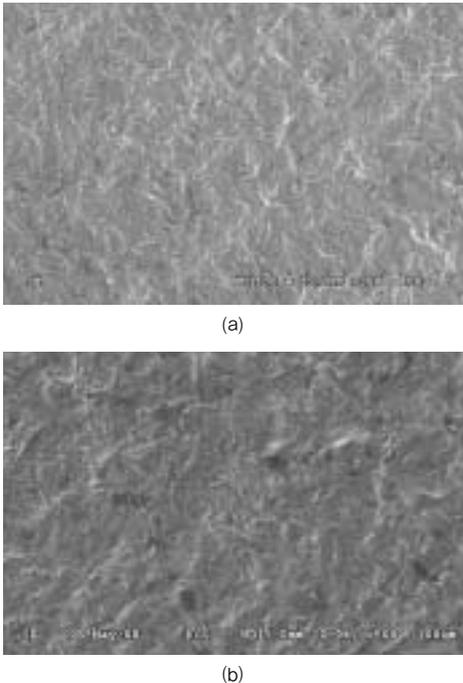


Fig. 2. SEM photographs of Zir-ceram surfaces after surface treatment. a) sandblast and b) sandblast + Rocatec system( $\times 500$ )(김동일, 2008)

2. EDS 관찰

표면 처리한 다음 Zir-ceram 시편의 표면 성분의 변화를 측정된 결과는 Table 3과 같다. 샌드블라스팅 방법으로 표면 처리 하기 전 EDS 결과에는 Zir-ceram 표면에 다량의 지르코늄(Zr)과 산소(O) 그리고 미량의 알루미늄(Al)이 검출되었다. 샌드블라스팅으로 표면 처리한 시편의 표면 성분의 변화는 극소량이었던 Al의 증가와 탄소(C) 성분의 검출이었다. 이것은 산화알루미늄을 이용한 샌드블라스팅에 의해 표면 성분의 변화가 반영된 것으로 판단된다. Rocatec 시스템에 의한 표면처리 후의 표면에

서는 미량이지만 실리콘(Si) 성분이 검출 되었는데 이것은 접착력을 높이기 위해 Rocatec 시스템에서 이용하고 있는 silane 성분이 표면에 정착되었음을 의미하는 것으로 판단된다.

본 연구의 EDS 분석 결과상에 SRC군의 zir-ceram 표면에서 실리콘 성분이 검출되었다. 이것은 Rocatec 시스템에 의해 zir-ceram 표면에 silane 코팅이 일어났으며, 이것이 부착력 증가에 영향을 주었을 것이라는 가정을 뒷받침해 주고 있다.

Table 3. EDS analysis of Zir-Ceram after surface treatments

Surface treatments \ Elements (wt%)	O	Al	Zr	C	Si
No treatment	24.4	0.82	74.78		
100µm Al2O3 sandblasting	27.84	1.62	58.54	12.01	
Sandblasting+Rocatec system	31.60	3.28	64.34		0.77

3. 전단결합강도

전단결합강도 측정 결과는 Table 4에 나타냈으며, 전단결합강도 측정 결과 샌드블라스팅 처리한 SC군(0.55 ± 0.11 MPa)에 비해 Zir-ceram 표면을 샌드블라스팅 처리한 다음 Rocatec 시스템으로 표면을 한 번 더 처리한 SRC군(1.16 ± 0.46 MPa)의 전단결합강도가 높게 나타났으며, 통계적으로 유의한 차이를 보였는데(p<0.01), 이 결과는 김보경(2004)의 Rocatec 시스템으로 처리한 군이 알루미늄 분사하여 처리한 군이나 산 부식 처리 군보다 인장결합강도가 높게 나타났으며, 통계학적으로 유의차가 있었다는 보고 내용과 장문숙(2005)의 연구결과와 일치한다.

파절양상은 파절의 부위가 레진과 지르코니아 코핑의 계면에서 발생하는 접착성 파절(adhesive failure)과 레진의 내부에서 발생하는 응집성 파절(cohesive failure) 그리고 접착성 파절과 응집성 파절이 혼재되어 나타나는 복합파절(mixed failure)로 분류할 수 있다. 전단결합강도 실험 후 파절면을 육안으로 관찰한 바 표면 처리 방법과는 상관없이 모두 접착성 파절(adhesive failure)을 보였다.

본 연구로부터 간접 복합 레진과 지르코니아 코핑 간의 전단 접착 강도가 Rocatec 시스템의 이용을 통해 향상될 수는 있지만, 도재와 지르코니아 코핑 간의 접착력을 대체할 수 있는 수준은 아닌 것으로 판단되며, 아직은 연구가 더 필요한 것으로 생각된다.

Table 4. Shear bond strength of Sinfony composite resin bonded to Zir-ceram

Group	Shear bond strength
SC	0.55 ± 0.11 MPa
SRC	1.16 ± 0.46 MPa

Table 5. Failure modes of fracture surface after shear bond test

Group	Failure mode		
	Adhesive	Cohesive	Combination
SC	10	0	0
SRC	10	0	0

4. 파절양상

파절양상을 분석한 결과는 Table 5와 같이 나타났다.

## IV. 결 론

Zir-ceram으로 제작된 코어의 표면을 표면처리방법에 의해 처리한 다음 유지의 형상이 간접복합레진과의 전단 결합강도에 미치는 영향을 알아보기 위하여, 연구재료로는 지르코니아를 주성분으로 하는 Zir-ceram을 사용하였으며, 시편은 표면처리방법에 따라 110 $\mu$ m 산화알루미늄으로 샌드블라스팅 처리한 군, 110 $\mu$ m 산화알루미늄으로 샌드블라스팅하고 Rocatec system으로 처리한 군으로 분류하고, 간접복합레진인 Sinfony로 전장한 군 간의 표면처리에 따른 표면 거칠기 측정과 표면 형상을 SEM과 EDS를 통한 분석 및 전단결합강도 측정 그리고, 파절양상을 분석하여 지르코니아 코핑의 표면처리방법으로 Rocatec system의 사용가능성을 규명하고자 하였다.

본 연구를 통해 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

1. 표면거칠기 측정 결과, 샌드블라스팅 처리한 군에 비해 Rocatec 시스템으로 표면을 처리한 군의 표면이 더 거친 것으로 나타났으며, 통계적으로 유의한 차이를 보였다( $p < 0.05$ ).
2. 전단결합강도 측정 결과, 샌드블라스팅 처리한 SC군 ( $0.55 \pm 0.11\text{MPa}$ )에 비해 Zir-ceram 표면을 샌드블라스팅 처리한 다음 Rocatec 시스템으로 표면을 한번 더 처리한 SRC군( $1.16 \pm 0.46\text{MPa}$ )의 전단결합강도가 높게 나타났으며, 통계적으로 유의한 차이를 보였다( $p < 0.01$ ).
3. 파절양상 분석결과, 간접복합레진을 사용하여 전장한 경우에는 표면 처리 방법과는 상관없이 접착성 파절(adhesive failure)을 보였다.

## 참 고 문 헌

김동일. Zir-ceram과 간접복합레진간의 전단결합강도 연구. 부산가톨릭대학교 보건과학대학원 이학석사

학위논문, 2008.

- 김보경. 전부도재관용 코핑(coping) 재료의 표면처리에 따른 복합레진과의 인장결합강도. 연세대학교 대학원 치의학과 석사학위 논문, 2004.
- 장문숙. 지르코니아 세라믹과 레진시멘트의 결합강도. 전북대학교 대학원 치의학과 석사학위논문, 2005.
- 조수현. 지르코니아 표면처리와 시멘트 종류에 따른 치면과의 전단 결합 강도 비교 연구. 단국대학교 치의학과 보철학전공 석사학위논문, 2005.
- 青木 秀希. Bioceramics-Development and Clinical Applications. Quintessence, 1987.
- Blatz MB. Long-term clinical success of all-ceramic posterior restorations. Quintessence Int, 33, 415-26, 2002.
- Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding; A review of the literature, J Prosthet Dent, 89, 268-274, 2003.
- Deheny G, Bouschlicher M, Vargas M. Intraoral repair of cosmetic restorations. Dent Clin North Am, 42, 719-37, 1998.
- Dong JK, Luthy H, Wohlwend A, Scharer P. Heat-pressed ceramics; Technology and strength. Int J Prosthodont, 5, 9-16, 1992.
- Haselton DR, Diaz-Arnold AM, Dunne JT. Shear bond strengths of 2 intraoral porcelain repair systems to porcelain or metal substrates. J Prosthet Dent, 86, 526-31, 2001.
- Janda R, Roulet JF, Wulf M. A new adhesive technology for all-ceramics. Dent Mater, 19, 567-573, 2003.
- Kato H, Matsumura H, Ide T, Atsuta M. Improved bonding of adhesive resin to sintered porcelain with the combination of acid etching and a two-liquid silane conditioner. J Oral Rehabil, Jan;28(1), 102-8, 2001.
- Kern M, Thompson VP. Sandblasting and silica-coating of dental alloys: volume loss, morphology and changes in the surface

- composition. *Dent Mater*, 9, 155-61, 1993.
- Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: Adhesion methods and their durability. *Dent Mater*, 14, 64-71, 1998.
- Lacy AM, LaLuz J, Watanabe LG, Dellinges M. Effect of porcelain surface treatment on the bond to composite. *J Prosthet Dent*, 60, 288-91, 1998.
- Leibrock A, Degenhart M, Behr M, Rosentritt M, Handel G. In vitro study of the effect of thermo- and load-cycling on the bond strength of porcelain repair systems. *J Oral Rehabil*, 26, 130-7, 1999.
- Luthy H, Marinello CP, Scharer P. Factors influencing metal-resin tensile bond strength to filled composites. *Dent Mater*, 6, 173-7, 1990.
- Olsson KG, Furst B, Anderson B, Carlsson GE. A long term retrospective and clinical follow-up study of In-ceram Alumina FPDs. *Int J Prosthodont*, 16, 150-6, 2003.
- Ozcan M. Evaluation of alternative intra-oral techniques for fractured ceramic-fused-to-metal restorations. *J Oral Rehabil*, 30, 194-203, 2003.
- Ozcan M, Niedermeier W. Clinical study on the reasons for and location of failures of metal-ceramic restorations and survival of repairs. *Int J Prosthodont*, 15, 299-302, 2002.
- Pameijer CH, Louw NP, Fischer D. Repairing fractured porcelain: how surface preparation affects shear force resistance. *J Am Dent Assoc*, 127, 203-9, 1996.
- Probster L, Diehl J. Slip casting alumina ceramics for crown and bridge restorations. *Quintessence Int*, 23, 1-31, 1992.
- Rada R. Intraoral repair of metal ceramic restorations. *J Prosthet Dent*, 65, 348-50, 1991.
- Sadan A, Kern M, Blatz MB. Adhesive cementation of high-strength ceramic restoration: Clinical and laboratory guideline. *Quintessence Dent Technol*, 47-55, 2003.
- Suliman AH, Swift EJ, Perdigao J. Effects of surface treatment and bonding agents on bond strength of composite resin to porcelain. *J Prosthet Dent*, 70, 118-20, 1993.
- Taira Y, Yoshida K, Matsumura H, Atsuta M. Phosphate and thiophosphate primers for bonding prosthodontic luting materials to titanium. *J Prosthet Dent*, 79, 384-8, 1998.
- Tylka DF, Stewart GP. Comparison of acidulated phosphate fluoride gel and hydrofluoric acid etchants for porcelain-composite repair. *J Prosthet Dent*, 72, 121, 1994.
- Wegner SM, Kern M. Long-term resin bond strength to zirconia ceramic. *J Adhes Dent*, 2, 139-147, 2000.
- Zhukovsky L, Godder B, Settembrini L, Scherer W. Repairing porcelain restorations intraorally: Techniques and materials. *Compendium*, 17, 18-28, 1996.