# 표면처리가 지르코니아와 레진 시멘트의 전단결합강도에 미치는 효과

원광대학교 치과대학 치과보철학 교실

정승현 · 김계순 · 이재인 · 이진한 · 김유리 · 조혜원*

본 연구는 지르코니아의 연마 정도와 tribochemical coating 등 두 가지 표면처리가 두 가지 레진 시멘트, 즉 Bis-GMA 계 레진 시멘트와 자가접착형 레진 시멘트와의 결합력에 어떠한 영향을 미치는가를 연구 비교하였다 1 ㎛과 50 ㎛ 의 다이아몬드 디스크로 연마한 지르코니아 시편을 만들어 접착기전이 다른 두 가지 레진 시멘트 RelyX ARC(3M Espe, USA)와 RelyX Unicem(3M Espe, USA)으로 결합시켰다. 지르코니아 표면에 로카텍 시스템 처리를 한 군과 하지 않은 군을 비교해 지르코니아와 레진 시멘트 사이의 전단결합강도를 측정하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 로카텍 시스템으로 표면처리를 한 군이 하지 않은 군에 비해 높은 전단결합강도를 보였다($P < 0.001$).
2. 로카텍 시스템으로 표면처리를 한 군에서는 50 ㎛ 연마 군이 1 ㎛ 연마 군에 비해 높은 전단결합강도를 보였으며 통계학적 유의성을 보였다($P < 0.001$). 그러나 로카텍 처리를 하지 않은 군에서는 50 ㎛ 연마 군과 1 ㎛ 연마 군 간의 차이는 없었다($P > 0.01$).
3. RelyX Unicem을 이용하여 접착한 군이 RelyX ARC를 이용하여 접착한 군에 비해 높은 전단결합강도를 보였다($P < 0.01$).

본연구의 결과에 따르면, 새로운 형태의 자가접착형 레진 시멘트의 지르코니아와의 전단결합강도는 기존의 Bis-GMA 계 레진 시멘트보다 우수하였으나, 제조자의 지시와 달리 지르코니아 표면에 로카텍 처리를 하는 것이 전단결합강도의 증진에 매우 효과적이었다.

주요어: 지르코니아, 로카텍 처리법, 씰란, 자가접착형 레진시멘트, 전단결합강도

(대한치과턱관절기능교합학회지 2009;25(2):83~94)

## 서 론

최근 심미 수복에 대한 요구가 증가하면서 지르코니아가 전치부 수복이나 임플란트 수복 등 다양한 용도로 사용되기 시작하였다. 지르코니아는 파괴 인성이 커서 파절에 강하며 최대 굽힘 강도가 높고 밀링이 가능해 CAD/CAM을 이용한 보철물의 제작이 가능한 장점이 있다.[1] 그러나 지르코니아는 폴리크리스탈린 구조로, 글라스가 없어 안정성이 높은 반면, 불산 처리와 실란 도포에 의해 유지를 얻는 기존의 레진 시멘트로는 적절한 접착력을 얻을 수 없는 단점이 있다.[2]

교신저자 : 조혜원
전북 익산시 신용동 344-2, 원광대학교 치과대학, 570-749
E-mail: hwcho@wku.ac.kr
원고접수일: 2009년 03월 11일, 원고수정일: 2009년 05월 02일, 원고채택일: 2009년 06월 25일

지르코니아와 레진 시멘트 사이의 결합력을 높일 수 있는 방법에 대해서는 아직 논란의 여지가 많다. Spohr 등[3]은 로카텍(Rocatec) 시스템을 이용한 접착력 증진을 권고하였는데, 이는 먼저 110 ㎛ $Al_2O_3$ 입자를 이용해 미세 요철을 만들고, 다시 실리카 코팅한 입자를 분사하여 세라믹 표면에 0.1 ㎛의 실리카 층을 형성하고 표면의 실리카 함량을 19.7%로 증가시킬 수 있어 레진-세라믹 접착에 유리하다고 하였다. 또한 Tsukakoshi 등[4]은 로카텍 처리를 한 경우 지르코니아와 레진 시멘트 사이의 변연누출을 효과적으로 예방할 수 있다고 하였고, Blatz 등[5]도 지르코니아에 여러 가지 방법으로 표면처리한 후 4가지 레진시멘트를 이용하여 전단결합강도를 측정 비교하였는데 로카텍 시스템으로 표면처리를 한 경우에 모든 시멘트의 전단결합 강도가 증진되었다고 하였다. 그러나 Akgungor 등,[6] Özcan 등[7]은 로카텍 시스템의 효능에 대해 의문을 제기하고 있다.

2002년 자가접착형 레진 시멘트(self-adhesive resin cement)가 치아의 식각이나 결합제 없이 바로 접착할 수 있는 새로운 유형의 레진 시멘트로 출현하였다.[8] 이는 도말층이 제거되지 않으므로, 접착 후 과민성이 없고, 습기에 강하며, 불소 이온을 유리하는 등 여러 가지 장점이 있다고 하나, 그 기계적 특성이나, 미세기계적 접착력 등에 대한 정보는 아직 충분하지 않다. 자가접착형 레진 시멘트는 지르코니아 표면에 대한 전처리 없이 접착하도록 제조회사에서 지시하고 있다.[9] 대표적인 자가접착형 레진 시멘트 중 하나인 RelyX Unicem은 혼합 후 수 분 동안 pH가 2 이하가 된다. 이는 구성성분 중 다기능성 인산 메타크릴레이트에 의한 것으로, 지르코니아 표면에 아무 표면 처리나 결합제 없이 접착할 수 있는 요인이라고 하였다.[8]

이에 반해 일반적인 Bis-GMA 계 레진 시멘트는 지르코니아와의 결합강도가 낮은 경향을 보인다. Lüthy 등[9]과 Oyagüe 등[10]은 시멘트에 접착성 기능성 단량체가 없어 화학적 결합이 불가능하고, 특히 수중 보관이나 열변환 후에 결합강도가 낮아졌다고 보고하였다.

본 연구에서는 로카텍 시스템을 이용한 지르코니아 세라믹의 표면처리 방법과 지르코니아의 표면 연마 정도가 접착기전이 상이한 두 가지 레진 시멘트와의 전단 결합강도에 어떤 영향을 미

Table I. List of used materials.

| Material | Type | Main composition | Manufacturer |
|---|---|---|---|
| Rocatec | Rocatec Pre | 110 ㎛ $Al_2O_3$ | 3M Espe, USA |
| | Rocatec Plus | Silica cont. 110 ㎛ $Al_2O_3$ | |
| | Espe-Sil | MPS silane | |
| RelyX Unicem | Base paste | Methacrylated phosphoric ester, methacrylate monomers, silanated filler, initiator,stabilizers | 3M Espe, USA |
| | Catalyst paste | Methacrylate monomers, alkaline filler, silanated filler, initiator, stabilizer, pigment | |
| RelyX ARC | Paste A | BisGMA/TEGDMA,dimethacrylate polymer, amine, photoiniator, pigment | 3M Espe, USA |
| | Paste B | BisGMA/TEGDMA,dimethacrylate polymer, peroxide | |

치는지 조사하여, 지르코니아 세라믹과 레진 시멘트의 결합을 위한 적절한 표면처리 방법을 알아보고자 하였다.

## 연구 재료 및 방법

### 1. 지르코니아 시편의 제작

지르코니아 시편은 3Y-TZP(Kyoritsu, Japan) 분말을 직경 20 mm의 원판 형태로 압축 가압 성형한 후, 1500℃에서 2 시간동안 소결 한 다음 가공하여 직경 12 mm, 두께 3 mm의 지르코니아 세라믹 디스크 104 개를 제작하였다(Fig. 1). 시편은 무작위로 52 개씩 두 실험 군으로 나눈 다음, 한 군은 시편의 표면을 1 ㎛의 다이아몬드 디스크로, 또 다른 군은 50 ㎛의 다이아몬드 디스크로 연마하여 균질하게 하였다(Fig. 2). 모든 지르코니아 시편은 가공 시 표면에 발생된 잔류응력을 제거하기 위하여 1200℃에서 2시간동안 열처리하였다.

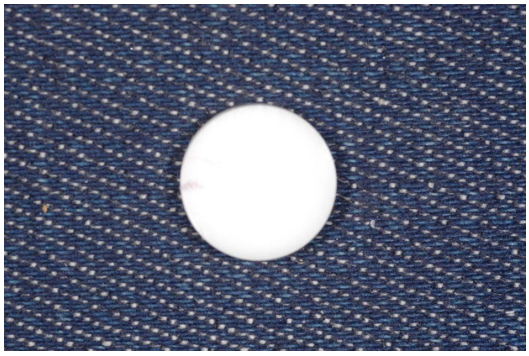
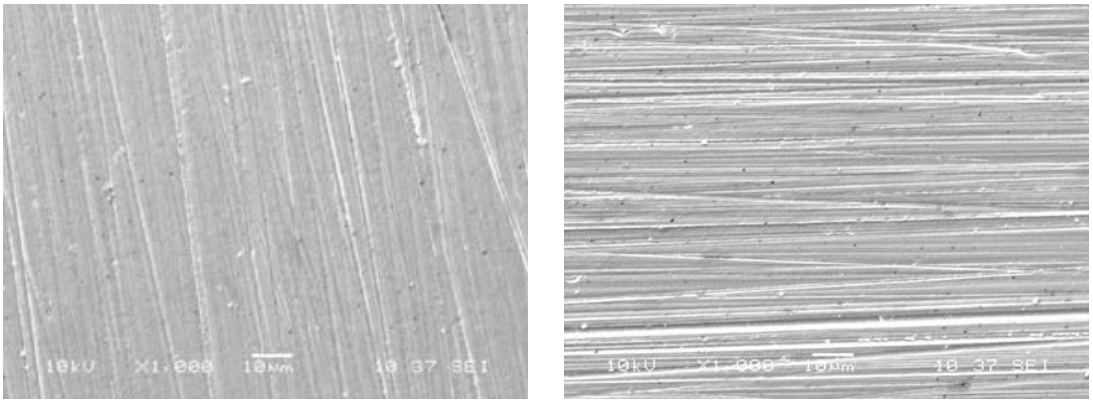


Fig. 1. disc-shaped zirconia specimen.

### 2. 지르코니아 시편에 대한 로카텍 처리와 레진 시멘트 접착

1㎛와 50㎛의 표면 거칠기를 가진 다이아몬드 디스크로 연마한 서로 다른 두가지 종류의 지르코니아 디스크에서 로카텍 시스템에 의한 표면처리 여부와 두 가지의 레진 시멘트(Fig. 3) 사용하여 대조군을 포함 각 13 개씩 총 8개의 실험군으로 분류하였다.(Table II)

접착 시에는 높이와 직경을 조절할 수 있는 몰드를 이용하여 레진 시멘트를 지르코니아 시편 위에 올리고, 과량은 제거한 다음 광중합기를 이



a b

Fig. 2. Scanning electron micrographs of zirconia surfaces after polishing with diamond paste(original magnification x 1000)
a, 1 ㎛ diamond paste, b, 50 ㎛ diamond paste

Fig. 3. Resin cements used in this study; RelyX ARC and RelyX Unicem.

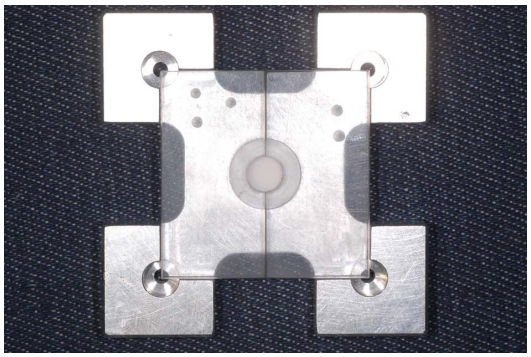


Fig. 4. Bonding resin cements to zirconia specimen.

용해 총 40초씩 광중합하였다. 중합이 완료된 후 접착면 이외에 부착된 잔여 레진 시멘트를 No 15. 기공용 칼로 깨끗이 제거한 후 48시간 후에 전단결합강도를 측정하였다(Fig. 4, 5).

### 3. 전단결합강도의 측정

지르코니아와 레진 시멘트 사이의 전단결합강도를 측정하기 위해 만능시험기(Z020, Zwick, Germany)를 사용하였다. 하중이 시편과 레진 시

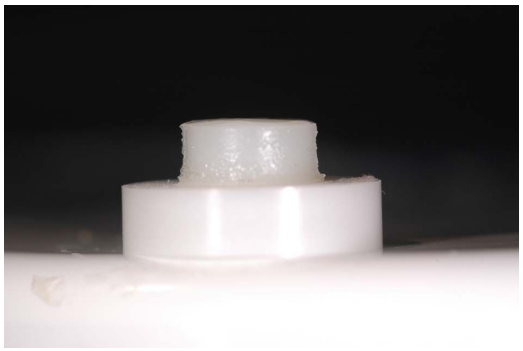


Fig. 5. Completed specimen.

Table II. Summary of shear bond strength with combination of surface finish, surface treaments and resin cements.

| Group | Surface treatment | Surface finish | Resin cement | Mean(SD)(MPa) | Duncan grouping |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | Rocatec | 50 ㎛ | RelyX Unicem | 14.81 (1.27) | A |
| 2 | Rocatec | 50 ㎛ | RelyX ARC | 9.76 (1.70) | B |
| 3 | Rocatec | 1 ㎛ | RelyX Unicem | 7.86 (1.13) | C |
| 4 | Rocatec | 1 ㎛ | RelyX ARC | 3.72 (0.66) | D |
| 5 | No treatment | 50 ㎛ | RelyX Unicem | 1.56 (0.84) | E |
| 6 | No treatment | 50 ㎛ | RelyX ARC | 0.61 (0.32) | F |
| 7 | No treatment | 1 ㎛ | RelyX Unicem | 1.52 (0.24) | E |
| 8 | No treatment | 1 ㎛ | RelyX ARC | 0.35 (0.15) | F |

Groups with same letter not sibnificantly different at P>.05

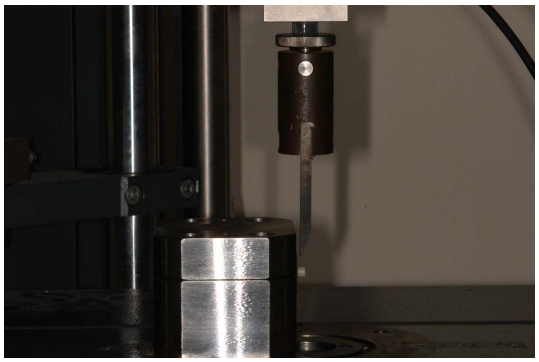


Fig. 6. Shear bond testing with UTM.

멘트 사이의 접착면과 동일한 방향으로 전달되도록 전단 결합강도측정용 지그에 시편을 고정하고, 1 mm/min의 시험 속도로 전단압력이 레진 시멘트에 집중되도록 하여 도재 시편과 분리되는 시점에서의 최대 하중을 측정하고 동시에 파절 유형을 관찰하였다(Fig. 6).

### 4. 통계 분석

표면 거칠기, 로카텍 표면처리 여부, 레진 시멘트의 종류에 따른 결합강도의 차이를 살펴보기 위하여 평균차이 검증인 t-test와 일원변량분석(One-way ANOVA)과 삼원변량분석(Three-way ANOVA)을 실시하였으며 통계처리는 SPSSWIN 12.0 프로그램을 사용하여 분석하였다.

## 연구 성적

### 1. 전단결합강도의 비교

Table II에서 보는 바와 같이 표면처리, 표면 연마 , 시멘트 종류의 차이에 따른 접착강도에 대하여 살펴보면 1군의 접착강도가 14.81 MPa으로 가장 높게 나타났으며, 2군의 접착강도가 9.76 MPa으로 다음으로 높게 나타났다(p<.001). 사후검정에 따르면 1군이 가장 높게 나타났으며, 2군이 다음으로 높게 나타났으며, 3군이 다음으로 높게 나타났으며, 4군이 다음으로 높게 나타났다. 그리고 6군과 8군이 가장 낮게 나타났다. 즉 1군( Rocatec + 50㎛ + RelyX Unicem)의 접착강도가 가장 높게 나타났으며, 6군(no + 50㎛ + RelyX ARC)과 8군 (no + 1+RelyX ARC)의 접착강도가 가장 낮게 나타났다는 사실을 알 수 있다.

또한 시멘트 종류별로 살펴보면 표면처리 여부에 따른 총 4군에서 모두 RelyX Unicem이 RelyX ARC보다 결합강도가 높게 나타났다.

1 ㎛ 거칠기를 가지고, 로카텍 처리를 한 제 2군과 4군은 각각 7.86 MPa, 3.72 MPa로 1,3 군에 비해 낮게 나타났으나, 이는 로카텍 처리를 하지 않은 5-8 군에 비해서는 유의하게 높은 결합강도를 나타내었다.

제 5군과 제 6군의 RelyX Unicem Clicker 시멘트를 사용한 경우, 결합강도는 1.52 MPa, 1.56 MPa로 표면거칠기에 상관없이 낮게 나타났으며 유의차가 없었다. 또한 RelyX ARC 시멘트를 사용한 제 7 군과 8 군도 매우 낮은 결합강도를 나타내었다. 따라서 표면 거칠기에 상관없이 로카텍 처리 방법은 지르코니아와 레진 시멘트의 결합강도를 증진시키는 것으로 나타났다.

집단별 결합강도는 p<.001에서 유의한 차이를 보였으며, 시멘트 종류별로도 p<.001에서 유의한 차이를 보이는 것을 알 수 있었다. 한편 집단과

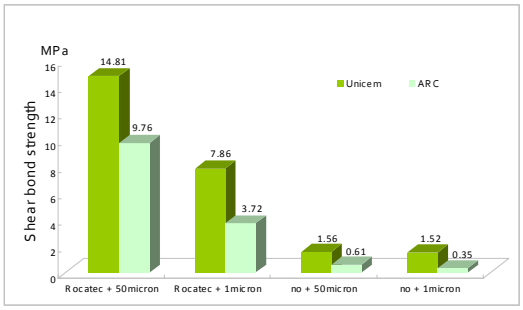



Fig. 7. Shear bond strength of 8 groups. (**p<.001)

Table III. Results of three-way ANOVA

| source | TypeⅢ s.s | d.f | MS | F | P-value |
|---|---|---|---|---|---|
| corrected model | 2515.504(a) | 7 | 359.358 | 401.848 | .000 |
| intercept | 2625.035 | 1 | 2625.035 | 2935.421 | .000 |
| R | 1675.326 | 1 | 1675.326 | 1873.417*** | .000 |
| ㎛ | 286.676 | 1 | 286.676 | 320.572*** | .000 |
| cement | 208.299 | 1 | 208.299 | 232.929*** | .000 |
| R * ㎛ | 261.359 | 1 | 261.359 | 292.262*** | .000 |
| R * cement | 80.936 | 1 | 80.936 | 90.506*** | .000 |
| ㎛ * cement | .796 | 1 | .796 | .890 | .348 |
| R * ㎛ * cement | 2.113 | 1 | 2.113 | 2.362 | .128 |
| error | 85.849 | 96 | .894 | | |
| Sum | 5226.388 | 104 | | | |
| corrected total | 2601.353 | 103 | | | |

a R square = .967 (corrected R square = .965)

Table IV. Failure patterns.

| Groups | Adhesive failure | Mixed failure | Cohesive failure |
|---|---|---|---|
| 1 | 0% | 53.8% | 46.2% |
| 2 | 0% | 100% | 0% |
| 3 | 23.1% | 76.9% | 0% |
| 4 | 46.2% | 53.8% | 0% |
| 5 | 100% | 0% | 0% |
| 6 | 100% | 0% | 0% |
| 7 | 100% | 0% | 0% |
| 8 | 100% | 0% | 0% |

시멘트 종류에 따른 상호작용 효과는 p<.001에서 유의미한 작용을 하는 것으로 나타났다(Table III).

### 2. 파절 유형의 관찰

로카텍 처리를 하지 않은 군은 모두 Adhesive failure이 일어났고 지르코니아를 로카텍 처리한 후 RelyX ARC로 접착한 군에서 Adhesive failure과 Mixed failure양상이 관찰되었다. 그리고 로카텍 처리 후 RelyX Unicem으로 접착한 군에서는 Cohesive failure과 Mixed failure이 나타났다 (Fig. 10, Table IV).

## 총괄 및 고찰

치과용 세라믹은 화학적 불활성, 생체친화성 및 투명성 등의 특성으로 치과용 수복재로 다양하게 이용되고 있다. 최근 심미적 요구가 높아지면서 금속이 없는 전부도재 보철물의 선호도가 증가하는 추세인데 지금까지 전부도재 보철물의 주종은 분산강화를 이용한 IPS Empress나 알루

a b c

Fig. 8. Failure patterns.
a. Mixed failure, b. Adhesive failure, c. Cohesive failure

미나 계열의 In-Ceram 등이었지만 강도의 결점을 극복하지 못하여 임상적 사용이 제한되었다. 지르코니아는 이러한 세라믹의 강도를 획기적으로 개선하여 우수한 올세라믹 소재로 각광받고 있다.

지르코니아는 단사정계(monoclinic), 정방정계(tetragonal) 및 입방정계(cubic) 등 3가지 결정상으로 존재한다.[1] 즉 상온에서 1170℃까지 단사정계 상으로 안정 상태를 유지하고, 1170℃에서 2370℃까지는 정방정계 상으로 존재하며, 그 이상의 온도에서 융점(약 2860℃)까지는 입방정계 상으로 존재한다. 고온에서 안정적인 정방정계 상을 상온에서도 안정화시키기 위해 $Y_2O_3$ 또는 $CeO_2$와 같은 산화금속을 첨가하여 부분안정화 지르코니아(partially stabilized zircornia)로 만든다. 이는 외력으로 인한 균열 등 에너지가 가해지면 단사정계 상으로 상 변이를 하며 에너지를 흡수한다. 단사정계의 결정의 크기는 정방정계보다 3-5% 크므로 상 변이 시 체적이 증가되면서 국소적인 압축응력 부위를 형성한다. 이는 미세균열의 진행을 억제하여 파괴인성이 증가하며,[11] 변태 강화(transformation toughening)라 한다. 이러한 기전에 의해 현재의 지르코니아는 어떤 올세라믹 재료보다 강한 기계적 특성을 지니게 된다. 또한 생체적합성이 뛰어나고 부식이 없어 염증반응이나 알러지를 유발하지 않으며 다른 합금이나 금 합금에 비해 열전도성이 낮아 보철치료 후 냉, 온 과민증의 발생이 적다.

실리카를 포함하고 있는 도재는 불산 부식과 실란처리가 Bis-GMA 레진시멘트와의 결합강도를 증가시킨다. 그러나 지르코니아 세라믹의 경우 실리카를 포함하고 있지 않기 때문에 불산 부식에 의한 요철을 형성할 수 없다. 실란 결합은 세라믹 표면에 있는 실리카를 매개로 하기 때문에 실리카가 없는 지르코니아 세라믹에서는 레진 시멘트와의 결합력 증가에 아무런 도움이 되지 않는다.[12] 따라서 지르코니아 수복물과 치아 사이를 연결하는 시멘트에 의한 접착력이 수복물의 성공에 중요한 열쇠가 되고 있다.

지르코니아와 레진 시멘트간의 결합력 증진에 관해 여러 연구들이 시행되었다. Wegner와 Kern[13]은 지르코니아 세라믹을 110㎛ 알루미나 입자로 10mm 떨어진 거리에서 2.5bar의 압력으로 13초간 알루미나 분사하도록 권고한 바 있고, Janda 등[14]은 실리코팅의 일종인 Pyrosil-pen technology가 지르코니아와 Bis-GMA 계 레진 시멘트 사이에 좋은 결합을 얻는데 효과적이었다고 하였다. Blatz 등[5]은 알루미나 분사 후에 MDP와 같은 접착성 모노머를 함유한 Panavia 21을 사용하거나 지르코니아를 로카텍으로 표면처리 후 RelyX Unicem으로 접착하고 180일간 열변환 후 전단결합강도를 측정했을 때 다른 실험군에 비해 높은 15.76 MPa을 보였다고 하였다.

로카텍(Rocatec) 시스템은 적용 시 열이 발생

하지 않으면서 표면에 규산염층(silicate layer)을 형성하는 방법으로,[15] 먼저 표면을 110 ㎛의 고순도 알루미나로 분사처리하여 적절한 거칠기를 만들고 표면을 활성화시킨다. 다음 실리카로 처리된 산화 알루미늄으로 tribochemical coating 방법으로 코팅한다. 실리카는 표면에서 15 ㎛ 정도의 깊이까지 도포되고 동시에 섬의 형태로 표면과 융합되어 있다. 여기서 필요한 고단위의 에너지는 분사하는 노즐의 형태와 최소 2.8바 이상인 분사 압력에 의해서 입자의 속도를 시속 1,000 km로 가속시킴으로써 생성된다. 마지막으로 3M ESPE Sil을 이용한 실란처리를 하는데, 실리카 처리된 무기질의 표면과 유기질인 레진사이에 화학적 결합이 가능해진다.

본 연구에서도 로카텍 시스템으로 지르코니아에 표면처리를 시행한 경우 모든 경우에 로카텍 처리를 하지 않은 군보다 월등히 높은 전단결합강도를 보였다. 가장 높은 전단결합강도를 보인 군은 50 ㎛ 연마 군에 로카텍 시스템으로 표면처리한 후 RelyX Unicem으로 접착한 경우로 평균 14.81 MPa의 결합강도를 보였다. 각각의 군은 모두 유의성이 있는 차이를 보였는데, 로카텍 처리를 하지 않은 경우, RelyXARC는 물론, 자가접착형 레진시멘트인 RelyX Unicem에서도 1㎛ 연마 군이나 50 ㎛ 연마 군에서 매우 낮은 전단결합강도를 보였으며, 어떤 시편들은 만능시험기에 올리자 마자 분리되는 양상을 보였다.

지르코니아 표면에 로카텍 처리를 한 경우 결합력이 증진되었다는 보고는 Janda 등,[14] Kim 등,[16] Piwowarczyk 등[17] 매우 많다. 반면 로카텍 처리의 효과가 확실하지 않다는 보고도 있다. Borges 등[18]은 표면을 atomic force microscopy로 분석한 결과 로카텍 처리 시에는 더 매끈해지나 불균질해진다고 하였으며 분사처리에 대한 효과가 Empress-2와 같은 실리카를 함유한 도재에 비해 없었다고 보고하였다. Akgungor 등[6]도 로카텍 처리가 표면거칠기에 영향을 미치지 않는다고 하였으며, 단기적으로 효과가 있을 뿐 150일 수중보관 후 로카텍 효과는 사라지고 MDP primer가 더 효과적이라고 하였다. 또한 Özcan 등[7]도 로카텍은 오염의 원인이 되기도 하며 이로 인해 subcritical crack propagation이 일어날 수 있다고 하였다.

Oyagüe 등[10]은 Bis-GMA 계 레진 시멘트나 자가접착형 레진 시멘트보다 MDP를 포함하는 씰란/시멘트가 더 효과적이며, 로카텍 처리보다 알루미나 분사처리가 더 효과적이었다고 보고하였다. 그러나 그들이 사용한 로카텍 방법은 50 ㎛ 알루미나를 $SiO_2$로 변형해 사용한 것으로 일반적인 로카텍 방법에서 110 ㎛ 알루미나를 쓰도록 한 것과 달랐고, 대신 분사처리 시에는 125 ㎛의 알루미나를 사용해 거칠기의 차이에 따른 효과가 나타난 것으로 생각된다. 본연구에서도 일반적으로 더 거친 표면이 형성되는 50 ㎛ 연마군이 1㎛ 연마군에 비해 높은 결합강도를 보였다. 다만, Oyagüe 등[19]은 6개월 수중보관과 같은 영구성 시험에서는 RelyX Unicem와 MDP를 포함하는 Clearfil Esthetic 시멘트(Kuraray, Japan)의 전단결합강도가 유사했다고 보고하였으며, 시멘트의 선택이 표면처리방법보다 중요하다고 하였다.

심미 보철물의 접착에 사용되는 치과용 레진 시멘트는 접착 전 치아에 사용하는 adhesive system에 따라 두 가지로 나눌 수 있다.[8] 하나는 일반적인 산부식 시스템으로, Variolink II(Ivoclar, Lichtenstein), Calibra(Dentsply Caulk, USA), Nexus(Kerr, USA) 등이 여기에 속하고, 또 다른 하나는 법랑질과 상아질을 self-etching primer로 처리하는 시스템으로, Panavia 21(Kuraray, Japan), Panavia F(Kuraray, Japan)가 이와 같은 기전을 이용하고 있다. 본연구에 사용한 RelyXARC는 산부식 시스템인 Bis-GMA 계 레진 시멘트이다. 2002년 사용되기 시작한 자가접착형 레진 시멘트는 기존의 시멘트의 단점을 보완하고 single step의 장점을 지니고 있다.[8] RelyX Unicem(3M ESPE, USA), BisCem(Bisco, USA), GCem(GC, Japan), Embrace WetBond(Pulpdent, USA), Maxcem(Kerr, USA) 등이 이에 속하며 기본적인

접착 기전은 모두 비슷하다. RelyX Unicem의 구성 성분 중 인산기가 붙은 다기능성 모노머는 법랑질과 상아질을 탈회시키면서 동시에 침투하는데, 광중합 혹은 자가중합에 의해 개시되는 라디칼 중합에 의해 경화된다. 시멘트 모노머의 광범위한 교차결합으로 고분자 폴리머가 형성되면서, 글라스아이오너머 시멘트와 유사하게 인산기와 알칼린 충전재 사이의 반응으로 pH가 1에서 6으로 높아져 중화된다. 인산기는 치아의 하이드록실 아파타이트와 반응할 수 있다. 중화반응에 의해 발생한 수분은 처음에는 시멘트의 친수성(hydrophilicity)을 높여 치아에 접착을 증진시키고 수분에 대한 방어능력을 높여주나, 나중에는 공수성 기질로 바뀐다. 이 시멘트의 치질과의 접착은 미세기계적 유지력과 monomer의 화학반응으로 일어난다.[8]

자가접착형 레진 시멘트의 지르코니아에 대한 접착력은 실험실 내 연구로 자연치를 삭제해 영구접착한 연구들이 있다. Ernst 등[20]은 5°의 축면경사와 3 mm 높이를 가진 지대치에 Lava crown(3M Espe, USA)을 세 가지 종류의 레진 시멘트, 즉 자가 접착형 레진 시멘트와 하이브리드형 글라스아이오노머 시멘트 및 접착성 결합제를 동반한 콤포짓 레진 시멘트로 접착한 결과, 시멘트의 종류에 상관없이 4.7-4.9 MPa로 유사한 유지력을 보였으며, 그 중 한 시멘트에서 지르코니아관에 로카텍 처리를 한 경우 유지력이 상당히 증진되었다고 보고한 바 있다. 또한 Palacios 등[21]도 20° 축면경사와 4 mm 높이를 가진 지대치에서 Procera 지르코니아관을 접착한 결과 세 가지 시멘트가 5.1-6.1 MPa로 유의차가 없었다고 하였다.

본 연구에서는 지르코니아 시편에 대한 접착력에서 로카텍 처리를 한 경우에도 RelyX Unicem가 RelyXARC에 비해 높은 유지력을 보여 시멘트의 종류에 따른 차이를 보여주었다. RelyXARC와 같이 산부식에 의존하는 Bis-GMA계 레진 시멘트는 로카텍 처리를 하지 않은 경우 지르코니아와의 결합강도가 특히 낮은 경향을 보였다. Lüthy 등[9]은 특히 수중 보관이나 열변환 후에 이 시멘트의 결합강도가 낮아졌다고 보고하였는데, 로카텍 처리를 한 경우에 결합강도가 증가했고 열변환 후에도 결합강도가 유지되는 경향을 보여, 로카텍 처리가 Bis-GMA 계 레진 시멘트의 결합강도 증진에 효과적이었다고 보고했다. Matinlinna 등[22]은 로카텍 처리와 같은 실리카 도포를 하지 않으면, 지르코니아 레진 계면의 실록산 막에 형성된 =Al-O-Si= 결합이 구강 내의 습도에서 유지되지 않기 때문에, 실레인이 지르코니아와 레진 사이의 접착을 증진시킬 수 없다고 하였다. 아마도 이같은 이유로 자가접착형 시멘트인 RelyX Unicem도 로카텍 처리를 하지 않으면, 매우 낮은 결합강도를 나타내는 것으로 생각된다. Kumbuloglu 등[23]은 RelyX Unicem과 RelyX ARC의 물리적, 화학적 성질을 비교했다. RelyX ARC는 굴곡강도가 높으며 이중중합이나 자가중합 시 중합 정도(degree of conversion)이 높았다. RelyX Unicem은 경도와 압축강도가 뛰어난 반면 중합도가 낮아 임상 적용 시 광중합이 중요함을 시사하였다.

파절양상은 로카텍 처리를 하지 않은 군은 모두 접착성 파절이 일어났고, 지르코니아를 로카텍 처리한 후 RelyX ARC로 접착한 군은 접착성 파절과 혼합형 파절양상이 관찰되었다. 그리고 로카텍 처리 후 RelyX Unicemr으로 접착한 군에서는 응집성 파절과 혼합형 파절이 나타났다. 이는 로카텍 처리를 하지 않은 군에서는 지르코니아와 레진 시멘트의 결합보다 레진 시멘트 내의 결합이 더 강한 것으로 생각된다. 또, Table I에서 보듯이 RelyX Unicem에 포함되어 있는 phosphoric acid 성분이 지르코니아 와의 결합력 증진에 영향을 끼친 것으로 보인다.

이상 본 연구에서 다루지 못한 구강 내 타액의 존재, 열변환, 저작압 등 여러 가지 요인이 지르코니아에 대한 레진 시멘트의 전단결합강도에 영향을 줄 수 있으며 따라서 이러한 요소 등을 고려한 다양한 연구들이 더욱 필요하리라고 생각된다.

## 결 론

본 연구는 1 ㎛과 50 ㎛ 의 다이아몬드 디스크로 연마한 지르코니아 시편을 만들어 접착기전이 다른 두 가지 레진 시멘트로 결합시켰다. 지르코니아 표면에 로카텍 시스템 처리를 한 군과 하지 않은 군을 비교해 지르코니아와 레진 시멘트 사이의 전단결합강도를 측정하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 로카텍 시스템으로 표면처리를 한 군이 하지 않은 군에 비해 높은 전단결합강도를 보였다 ($P < 0.001$).
2. 로카텍 시스템으로 표면처리를 한 군에서는 50 ㎛ 연마 군이 1 ㎛ 연마 군에 비해 높은 전단결합강도를 보였으며 통계학적 유의성을 보였다($P < 0.001$). 그러나 로카텍 처리를 하지 않은 군에서는 50 ㎛ 연마 군과 1 ㎛ 연마 군간의 차이는 없었다($P > 0.01$).
3. RelyX Unicem을 이용하여 접착한 군이 RelyX ARC를 이용하여 접착한 군에 비해 높은 전단결합강도를 보였다($P < 0.01$).

## 연구비 지원 및 사의

본 연구는 2008학년도 원광대학교 교비연구비에 의해 지원되었음

## 참 고 문 헌

1. Kosmac T, Oblack C, Jevnikar P, Funduk N. Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. Dent Mater 1999;15:426-433.
2. Özcan M, Nijhuis H, Valandro LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. Dent Mater 2008;27:99-104.
3. Spohr AM, Borges GA, Burnett LH, Mota EG, Oshima HMS. Surface modification of In-Ceram zirconia ceramic by Nd: YAG Laser, Rocatec system, or aluminum oxide sandblasting and its bond strength to a resin cement. Photomed Laser Surg. 2008;26:203-208.
4. Tsukakoshi M, Shinya A, Gomi H, Lassila LV, Vallittu PK, Shinya A. Effects of dental adhesive cement and surface treatment on bond strength and leakage of zirconium oxide ceramics. Dent Mater J 2008 Mar;27:159-171.
5. Blatz MB, Chiche G, Holst S, Sadan A. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. Quintessence Int 2007 Oct;38:745-753.
6. Akgungor G, Sen D, Aydin M. Influence of different surface treatments on the short-term bond strength and durability between a zirconia post and a composite resin core material. J Prosthet Dent 2008;99:388-399.
7. Özcan M, Nijhuis H, Valandro LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. Dent Mater 2008;27:99-104.
8. Radovic I, Monticelli F, Goracci C, Vulicevic ZR, Ferrari M. Self-adhesive resin cements: A literature review. J Adhes Dent 2008;10:251-258.
9. Lüthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. Dent Mater. 2006;22:195-200.
10. Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. Dent Mater 2009;25:172-179.
11. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all ceramic materials. Part Ⅱ. Zirconia-based dental ceramics. Dent Mater 2004;20:449-456.
12. Özcan M, Valittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. Dent Mater 2003;19:725-731.

13. Wegner SM, Kern M. Long-term resin bond strength to zirconia ceramic. J Adhes Dent 2000;2:139-147.
14. Janda R, Roulet JF, Wulf M, Tiller HJ. A new adhesive technology for all ceramics. Dent Mater 2003;19:567-573.
15. Özcan M, Alkuru HN, Gemalmaz D : The effect of surface treatment on the shear bond strength of luting cement to a glass-infiltlated alumina ceramic. Int J Prosthodont 2001;14:335-339
16. Kim BY, Bae EK, Shim JS, Lee KU. The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials. J Prosthet Dent 2005;94:357-362
17. Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. The shear bond strength between luting cements and zirconia ceramics after two pre-treatments. Oper Dent. 2005;30:382-8.
18. Borges GA, Sophr AM, de Goes MF, Sobrinho LC, Chan DC. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. J Prosthet Dent 2003;89:479-488.
19. Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Effect of water aging on microtensile bond strength of dual-cured resin cements to pre-treated sintered zirconium-oxide ceramics. Dent Mater 2009;25:392-398.
20. Ernst CP, Cohnen U, Stender E, Willershausen B. In vitro retentive strength of zirconium oxide ceramic crowns using different luting agents. J Prosthet Dent. 2005 Jun;93:551-8.
21. Palacios R, Johnson GH, Phillips KM, Raigrodski AJ. Retention of zirconium oxide ceramic crowns with three types of cement. J Prosthet Dent. 2006;96:104-114.
22. Matinlinna JP, Lassila LV, Vallittu PK. Pilot evaluation of resin composite cement adhesion to zirconia using a novel silane system. Acta Odont Scand 2007;65:44-51.
23. Kumbuloglu O, Lassila LV, User A, Vallittu PK. A study of the physical and chemical properties of four resin composite luting cements. Int J Prosthodont 2004;17:357-363.

# The Effect of Surface Treatment on the Shear Bond Strength of Resin Cement to Zirconia Ceramics

**Seung-Hyun Jung, D.D.S., Kye-Soon Kim, D.D.S., M.S.D., Jae-In Lee, D.D.S., M.S.D., Yu-Lee Kim, D.D.S., M.S.D., Ph.D. Jin-Han Lee, D.D.S., M.S.D., Ph.D., Hye-Won Cho D.D.S., M.S.D., Ph.D.**

Department of Dentistry, Graduate School, Wonkwang University

The aim of this study was to investigate the shear bond strength between zirconia ceramic and resin cement according to various surface treatments.

The surface of each zirconia ceramic was subjected to one of the following treatments and then bonded Rely X Unicem or Rely X ARC resin cement; (1) Rocatec system and 50㎛ surface polishing, (2) No treatment and 50㎛ surface polishing, (3) Rocatec system and 1㎛ surface polishing, (4) No treatment and 1㎛ surface polishing.

Each of eight bonding group was tested in shear bond strengths by universal testing machine(Z020, Zwick, Ulm, Germany) with crosshead speed of 1mm/min.

The results were as follows;

1. Rocatec treatment groups showed greater bonding strengths than No Rocatec groups. There was significant difference of among groups($P<0.001$)
2. For Rocatec groups, 50㎛ surface roughness groups showed greater bonding strengths than 1㎛ surface roughness groups.($P<0.001$) But for No Rocatec groups, There was no significant difference of among groups($P>0.05$)
3. Rely X Unicem groups showed greater bonding strengths than Rely X ARC groups. There was significant difference of among groups($P<0.01$)

Within the conditions of this study, Rocatec treatment was an effective way of increasing zirconia bonds to a resin cement, even in the case of self-adhesive resin cement.

**Key words**: zirconia, Rocatec treatment, silane, self-adhesive resin cement, shear bond strength

Correspondence to : Hye-Won Cho, DDS, PhD
Dept. of Prosthodontics, School of Dentistry, Wonkwang University
344-2, Shinyong-dong, Iksan, Jeonbuk, 570-749
E-mail: hwcho@wku.ac.kr
Received: March 11, Last Revision: 2009, May 02, 2009, Accepted: June 25, 2009