

지르코니아의 다양한 표면처리 방법과 레진시멘트 종류에 따른 전단결합강도 비교

Comparison of shear bond strength according to various surface treatment methods of zirconia and resin cement types

배지현¹·배강호¹·박태석²·허중보³·최재원^{1,3*}

Ji-Hyeon Bae¹, Gang-Ho Bae¹, Taeseok Park², Jung-Bo Huh³, Jae-Won Choi^{1,3*}

¹주피엔유에드, ²주디맥스, ³부산대학교 치의학전문대학원 치과보철학교실

¹Research and Development Institute, PNUADD Co., Ltd., Busan, Republic of Korea

²DMAX Co. Ltd., Gwangju, Republic of Korea

³Department of Prosthodontics, Dental Research Institute, Institute of Translational Dental Sciences, School of Dentistry, Pusan National University, Yangsan, Republic of Korea

ORCID iDs

Ji-Hyeon Bae

<https://orcid.org/0000-0003-3805-5229>

Gang-Ho Bae

<https://orcid.org/0000-0002-9287-6610>

Taeseok Park

<https://orcid.org/0000-0003-0180-4409>

Jung-Bo Huh

<https://orcid.org/0000-0001-7578-1989>

Jae-Won Choi

<https://orcid.org/0000-0001-6786-9251>

Corresponding Author

Jae-Won Choi

Department of Prosthodontics,
School of Dentistry, Pusan
National University, 20, Geumo-ro,
Mulgeum-eup, Yangsan 50612,
Republic of Korea
+82 (0)55 360 5133
won9180@hanmail.net

Article history Received August
27, 2020 / Last Revision December
8, 2020 / Accepted January 5, 2021

Purpose: The aim of this study was to evaluate the effects of four surface treatment methods to improve zirconia roughness and three types of resin cement on the shear bond strength (SBS). **Materials and methods:** A total of 120 zirconia blocks were randomly divided into four surface treatments: non-treatment (Control), airborne-particle abrasion (APA) with 50 μm Al_2O_3 (APA50), APA with 125 μm Al_2O_3 (APA125), and ZrO_2 slurry (ZA). Three resin cements (Panavia F 2.0, Superbond C&B, and Variolink N) were applied to the surface-treated zirconia specimens. All specimens were subjected to SBS testing using a universal testing machine. The surface of the representative specimens of each group was observed by scanning electron microscope (SEM). SBS data were analyzed with one-way ANOVA, two-way ANOVA test and post-hoc Tukey HSD Test ($\alpha=.05$). **Results:** In the surface treatment method, APA125, APA50, ZA, and Control showed high shear bond strength in order, but there was no significant difference between APA125 and APA50 ($P>.05$). Also, ZA showed significantly higher shear bond strength than Control ($P<.05$). In the resin cement type, Panavia F 2.0, Superbond C&B, and Variolink N showed significantly higher shear bond strength in order ($P<.05$). In SEM images, the zirconia surfaces of the APA50 and APA125 showed quite rough and irregular shapes, and the zirconia surface of the ZA was observed small irregular porosity and rough surfaces. **Conclusion:** APA and ZrO_2 slurry were enhanced the surface roughness of zirconia, and Panavia F 2.0 containing MDP showed the highest shear bond strength with zirconia. (J Korean Acad Prosthodont 2021;59:153-63)

Keywords

Resin cement; Shear bond strength; Surface treatment; Zirconia

© 2021 The Korean Academy of Prosthodontics

© This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

서론

환자들의 심미적인 요구가 점차 증가함에 따라, 전부도재 보철물의 사용이 증가하고 있다.¹ 그 중에서도 지르코니아는 심미적인 외관과 함께 높은 굴곡 강도와 파괴인성, 마모 저항성 등 우수한 기계적특성을 가진 재료이다.^{2,3} 최근 CAD-CAM (computer-aided design and computer-aided manufacturing)이 치과분야에 보편화되고 발전하면서 지르코니아를 사용한 수복물의 가공이 쉬워졌고, 정확도가 높아져 넓은 범위에서 다양하게 지르코니아가 사용되고 있다.³⁻⁹

지르코니아 보철물의 경우 통상적으로 사용되는 기존의 글라스아이오노머 시멘트 및 인산아연 시멘트를 사용하여 합착이 가능하나, 레진시멘트를 이용한 경우, 접착이 가능하며 더 높은 결합강도를 가진다고 알려져 있다.¹⁰ 또한 레진시멘트를 이용하여 접착 시 보철물의 파절 저항성을 증가시키고 유지력 증가, 우수한 심미성, 변연 적합성, 미세누출에 대한 저항성을 증진시킬 수 있어 널리 사용된다.^{1,2,11} 그러나 지르코니아는 실리카를 함유하지 않는 고유의 결정화 구조로 인해, 장식계 도재에 표면처리 방법으로 사용되는 불산과 실란을 적용할 수 없어 기존과는 다른 접착방법이 요구된다.¹¹⁻¹⁴ 이에 지르코니아 보철물과 레진시멘트 간의 결합력을 개선하기 위한 다양한 화학적, 기계적 표면처리 연구가 진행되어왔다.^{6-9,11,15}

화학적 결합력을 유도하기 위해 임상에서 여러 종류의 기능성 단량체를 함유한 레진시멘트 및 프라이머가 사용되고 있다.^{1,16-18} 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (MDP) monomer의 phosphate ester group이 지르코니아의 수산화기(hydroxyl group)와 직접적으로 결합하여 높은 결합 강도를 나타낸다.^{1,19} 또한, 11-Methacryloylundecane-1, 1-dicarboxylic acid (Mac-10), 4-methacryloxyethyl trimellitic anhydride (4-META) 등이 지르코니아 보철물의 접착에 주로 사용되고 있다.¹⁷⁻¹⁹ 마찰화학적 결합력의 유도는, 실리카를 포함한 기존의 도재 수복물에서처럼, 실란을 이용하여 결합력을 향상시키고자 실리카를 포함하지 않은 지르코니아의 표면에 실리카를 코팅하는 연구가 진행되었다.^{20,21} 이는, 장기적으로 siloxane 결합의 가수분해가 접착면의 안정성에 영향을 미치며, 지르코니아 표면에 코팅된 실리카의 양이 접착에 부족하고 지속적이지 않다고 보고되었다.^{20,21} 기계적 결합력을 유도하기 위해 임상에서는 Al_2O_3 입자를 분사하는 airborne-particle abrasion

(APA)방법이 주로 사용되고 있으나, 분사되는 Al_2O_3 입자의 크기와 입자가 분사되는 거리 등의 다양한 변수에 의해 영향을 받는다.²² 또한, 과도한 분사로 인하여 강한 열충격을 받게 되면 지르코니아의 상변이가 발생하고, 미세균열을 만들 수 복물의 장기적인 기계적 물성을 저하시킨다.²³ 따라서, 장기적 사용에 대한 신뢰도와 안정성이 떨어진다고 여러 연구에서 보고되었다.²³⁻²⁵

최근 Jo 등²⁶의 연구에서, 기존의 표면처리 방법에 대한 단점을 극복하고자 반소결 상태 지르코니아의 표면에 미세 지르코니아 입자와 탄소가 포함된 용액(ZrO_2 slurry)을 적용하고 이를 완전히 소결하여 표면 거칠기를 얻는 방법이 소개되었다. 이 방법은 반소결 상태 지르코니아 표면의 grain사이 pore에 탄소가 개재되고 소결과정에서 탄소가 없어지면서 미세 기공을 형성하고 ZrO_2 slurry에 포함되어 있던 미세 지르코니아 입자가 지르코니아 표면에 부착되어 일체화가 되면서 미세 거칠기가 증가된다고 알려져 있다.²⁶ 이와 같이, 지르코니아의 표면 처리와 레진시멘트와의 결합 강도에 대한 연구가 많이 진행되고있으나 ZrO_2 slurry를 적용하였을 때의 표면 거칠기를 기존의 표면처리 방법과 비교하거나 임상 상황에 맞게 지르코니아 전용 프라이머를 적용하고 다양한 레진시멘트를 비교해본 연구는 전무한 실정이다.

따라서 본 연구에서는 지르코니아의 기계적 결합력 증가를 위한 APA와 ZrO_2 slurry의 표면처리 방법이 조성이 다른 세 종류의 레진시멘트와의 전단결합강도에 미치는 영향에 대해 알아보고, 이를 통해 ZrO_2 slurry의 유효성에 대해 실험적으로 평가해보고자 한다.

재료 및 방법

1. 재료

본 연구에 사용한 재료는 Table 1에 열거하였다. 지르코니아 블록은 Y-TZP인 Luxen Enamel (Dentalmax, Cheonan, Korea)을 사용하였고, 레진시멘트로는 Panavia F 2.0 (Kuraray Medical, Okayama, Japan), Superbond C&B (Sun Medical, Moriama, Japan), Variolink N (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)을 사용했으며, 지르코니아 표면처리를 위해 $50 \mu m$ Al_2O_3 (Renfert GmbH, Hilzingen, Germany), $125 \mu m$ Al_2O_3 (Renfert GmbH,

Table 1. Materials used in this study

Material	Trade name		Composition	Manufacturer
Zirconia block	Luxen Enamel		ZrO ₂ , Hfo ₂ , Y ₂ O ₃ , other oxides	Dentalmax, Cheonan, Korea
Resin cement	Panavia F 2.0	Paste A Paste B	Methacrylate, MDP, Quartz-glass, Microfiller, Photoinitiator Methacrylate, Barium glass, Sodium fluoride, Chemical initiator	Kuraray Medical, Okayama, Japan
Resin cement	Superbon C&B	Liquid Powder Catalyst	MMA, 4-META PMMA TBB	Sun Medical, MoriYama, Japan
Resin cement	Variolink N	Base Catalyst	Bis-GMA, urethane dimethacrylate, triethylene glycol dimethacrylate, Barium glass, spheroidmixed oxide, Dimethacrylates, Ytterbiumtrifluoride Ba-Al-fluorosilicate glass, Initiators, stabilizers, pigments	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein
ZrO ₂ slurry	ZirADD		Zirconia powder, Carbon powder, Distilled water, Dispersive agent, Binder	PNUADD, Busan, Korea
Al ₂ O ₃ particle	Cobra	50 μm 125 μm	Al ₂ O ₃	Renfert GmbH, Hilzingen, Germany
Zirconia primer	Z-Prime Plus		MDP, HEMA, BPDM, ethanol	Bisco, Schaumburg, IL, USA

MDP: 10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate; MMA: methyl methacrylate; 4-META: 4-methacryloyloxyethyltrimellitate anhydride; PMMA: poly-methyl methacrylate; TBB: Tri-n-butylborane; HEMA: hydroxyethyl methacrylate; BPDM: biphenyl dimethacrylate.

Hilzingen, Germany), ZrO₂ slurry (ZirADD, PNUADD, Busan, Korea)를 사용하였다. 지르코니아 프라이머는 Z-Prime Plus (Bisco, Schaumburg, IL, USA)를 사용하였다.

2. 지르코니아 시편 제작

시편 중인 지르코니아 블록(Luxen Enamel, Dentalmax, Cheonan, Korea)을 직경 10.0 mm, 높이 10.0 mm인 원기둥 형태로 가공하여 소결 하였으며, 총 120개의 지르코니아 시편을 제작하였다. 시편은 각 군당 10개씩, Control을 포함하여 총 12개의 실험군으로 분류하였다.

3. 지르코니아 표면처리

총 120개의 지르코니아 시편은 기계적 표면처리에 따라 4개의 군으로 나누고 다음과 같이 명명하였다. Control군: 아무 처리를 하지 않은 군, APA50군: Airborne-particle abrasion with 50 μm Al₂O₃, APA125군: Airborne-particle abrasion with 125 μm Al₂O₃, ZA군: ZrO₂ slurry 적용한 군으로 정하였다. APA50군과 APA125군은 소결된 지르코

니아 시편의 접착면에 수직으로 10 mm의 거리에서 2.5 bar의 압력으로 10초 동안 Al₂O₃를 분사한 후 세척하여 건조시켰다. ZA군은 반소결 상태 지르코니아 시편의 접착면에 ZrO₂ slurry를 붓으로 1회 도포하여 적용 후 다른 실험군과 동일한 과정으로 소결하였다.

4. 레진시멘트와의 접착

4개의 실험군에 지르코니아 프라이머를 제조사의 지시대로 도포하고 각 3가지 종류의 레진시멘트(Panavia F 2.0, Superbond C&B, Variolink N)를 적용하였다. 레진시멘트를 지르코니아 시편 위에 polytetrafluoroethylene (PTFE) mold를 이용하여 직경 6.0 mm, 높이 3.0 mm의 원기둥 형상으로 올리고 각 제조사의 지시대로 레진시멘트를 중합하고 24시간 동안 37°C 증류수 수조에 보관하였다.

5. 전단결합강도 측정

접착된 지르코니아 시편의 전단결합강도를 측정하기 위해 만능시험기(Model 3345, Instron Co., Ltd., Norwood,

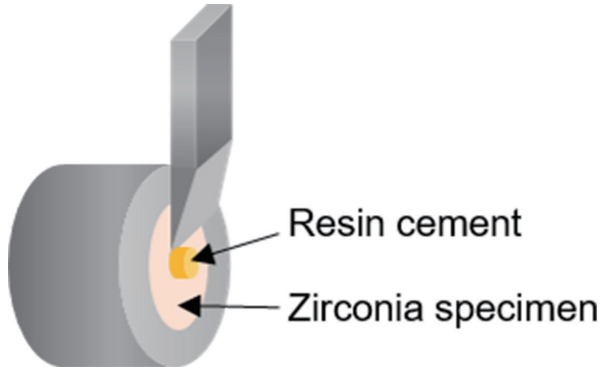


Fig. 1. Schematic diagram of shear bond strength testing.

MA, USA)를 사용하였다 (Fig. 1). 지그에 지르코니아 시편을 고정시키고 접착 계면으로부터 0.5 mm 떨어진 지점에서 접착면과 동일한 방향으로 1.0 mm/min의 cross head speed의 하중을 가하였다. 접착 실패시의 최대하중을 측정하였다.

6. 주사전자현미경 관찰

지르코니아 시편의 표면 처리 후 표면 미세구조를 알아보기 위해 지르코니아 표면을 탁상형 주사전자현미경(JCM-7000, JEOL, Tokyo, Japan)을 사용하여 관찰하였다.

7. 통계학적 분석

통계분석에는 SPSS 소프트웨어 버전 25.0 (SPSS Inc., Chicago, IL, USA)을 사용하였다. 표면처리 방법과 레진시멘트 종류에 따른 상호작용이 존재하는지 알아보기 위하여 이원배치분산분석(Two-way ANOVA)을 시행하였다. 각 군 간

의 통계적 차이를 알아보기 위해 일원배치분산분석(One-way ANOVA)을 이용해 분석하였고, 사후검정으로 Tukey HSD test를 실시하였다($\alpha = .05$).

결과

1. 전단결합강도

각 군의 전단결합강도의 평균과 표준편차는 Table 2와 Fig. 2에 나타내었다. 전체 전단결합강도에 대하여 표면처리 방법, 레진시멘트 종류 또는 두 가지 모두가 작용하였을 때 오차를 검정하여 Table 3에 나타내었다. Table 4는 Control군, APA50군, APA125군, ZA군의 전단결합강도 값들을 각각 비교해 오차를 검정하였고, Table 5는 Panavia F 2.0, Superbond C&B, Variolink N의 전단결합강도 값에 대하여 각각 비교해 오차를 검정하였다.

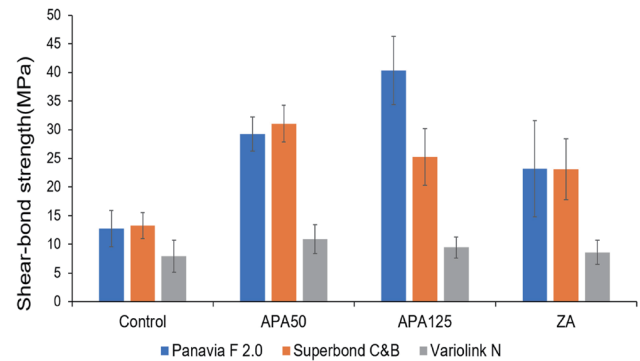


Fig. 2. Shear bond strength of 12 groups. Control: non-treatment; APA50: APA with 50 μm Al_2O_3 ; APA125: APA with 125 μm Al_2O_3 ; ZA: ZrO_2 slurry.

Table 2. Shear bond strength means in MPa (SD) by surface treatment and resin cement

Group	Shear bond strength			P
	Panavia F 2.0	Superbond C&B	Variolink N	
Control	12.705 (3.176 ^{aA})	13.304 (2.258 ^{aA})	7.955 (2.794 ^{aB})	< .001
APA50	29.256 (2.961 ^{bA})	31.080 (3.180 ^{bA})	10.902 (2.524 ^{bB})	< .001
APA125	40.357 (5.962 ^{cA})	25.233 (4.966 ^{cB})	9.458 (1.833 ^{abC})	< .001
ZA	23.185 (8.372 ^{bA})	23.095 (5.319 ^{cA})	8.620 (2.097 ^{abB})	< .001
P	< .001	< .001	.046	

Control: non-treatment; APA50: APA with 50 μm Al_2O_3 ; APA125: APA with 125 μm Al_2O_3 ; ZA: ZrO_2 slurry. Means with different lower-case letters in each column showed significant differences ($P < .05$). Means with different upper-case letters in each row showed significant differences ($P < .05$).

이원배치분산분석을 통해 분석한 결과, 표면처리 방법과 레진시멘트 종류에 따른 상호작용이 존재하였다 ($P < .05$). 표면처리 방법에 따라서는 APA125군, APA50군, ZA군, Control군 순으로 높은 전단결합강도를 보였으나, APA125군과 APA50군 사이에는 통계적으로 유의한 차이가 없었다 ($P > .05$). 또한, ZA군은 Control군보다 유의하게 높은 전단결합강

도를 나타내었다 ($P < .05$). 레진시멘트 종류에 따라서는 Panavia F 2.0, Superbond C&B, Variolink N 순으로 유의하게 높은 전단결합강도를 보였다 ($P < .05$). 각 레진시멘트에 따른 4가지 표면처리의 전단결합강도를 분석한 결과, Control군, APA50군 그리고 ZA군에서 Panavia F 2.0과 Superbond C&B가 Variolink N에 비해 유의하게 높은 결합강도

Table 3. Two-way ANOVA with surface treatment and resin cement

Source	Sum of squares	DF	Mean square	F value	P value
Surface treatment	3502.264	3	1167.421	65.282	<.001
Resin cement	6647.038	2	3323.519	185.851	<.001
Surface treatment * Resin cement	2196.182	6	366.030	20.468	<.001
Error	1931.327	108	17.883		
Corrected Total	60356.217	120			

Table 4. Overall discrepancy test for different type of surface treatments

Pairwise comparisons (Dependent variable: Shear bond strength)						
Surface treatment (I)	Surface treatment (J)	Mean difference (I - J)	SE	P	95% confidence interval for difference	
					Lower bound	Upper bound
Control	APA50	-12.424*	1.092	.000	-15.274	-9.575
	APA125	-13.694*	1.092	.000	-16.543	-10.845
	ZA	-6.979*	1.092	.000	-9.828	-4.129
APA50	Control	12.424*	1.092	.000	9.575	15.274
	APA125	-1.270	1.092	.651	-4.119	1.579
	ZA	5.446*	1.092	.000	2.597	8.295
APA125	Control	13.694*	1.092	.000	10.845	16.543
	APA50	1.270	1.092	.651	-1.579	4.119
	ZA	6.716*	1.092	.000	3.867	9.565
ZA	Control	6.979*	1.092	.000	4.129	9.828
	APA50	-5.446*	1.092	.000	-8.295	-2.597
	APA125	-6.716*	1.092	.000	-9.565	-3.867

*The mean difference is significant at a $P < .05$ level.

Table 5. Overall discrepancy test for different type of Resin cements

Pairwise comparisons (Dependent variable: Shear bond strength)						
Resin cement (I)	Resin cement (J)	Mean difference (I - J)	SE	P	95% confidence interval for difference	
					Lower bound	Upper bound
Panavia F 2.0	Superbond C&B	3.198*	.946	.003	.951	5.445
	Variolink N	17.142*	.946	.000	14.895	19.389
Superbond C&B	Panavia F 2.0	-3.198*	.946	.003	-5.445	-.951
	Variolink N	13.944*	.946	.000	11.697	16.192
Variolink N	Panavia F 2.0	-17.142*	.946	.000	-19.389	-14.895
	Superbond C&B	-13.944*	.946	.000	-16.192	-11.697

*The mean difference is significant at a $P < .05$ level.

를 나타내었다 ($P < .05$). APA125군에서는 Panavia F 2.0, Superbond C&B, Variolink N 순으로 높은 결합강도가 나타났으며, 유의한 차이가 존재하였다 ($P < .05$).

일원배치분산분석을 통해 분석한 결과, 각 표면처리에 따른 3가지 레진시멘트의 전단결합강도를 분석한 결과, Panavia F 2.0 경우 APA125군, APA50군, ZA군, 그리고 Control군 순으로 높은 결합강도를 보였으나 ($P < .05$), APA50군과 ZA군 사이에는 유의한 차이가 없었다 ($P > .05$). Superbond C&B 경우, APA50군, APA125군, ZA군, 그리고 Control군 순으로 높은 결합강도를 보였으나 ($P < .05$), APA125군과 ZA군 사이에는 유의한 차이가 없었다 ($P > .05$). Variolink N 경우, APA50군, APA125군, ZA군, 그리고 Control군 순으로 높은 결합강도를 보였으나, APA50군만 Control군에 비해 유의하게 높은 결합강도를 나타내었고 ($P < .05$), 나머지 표면처리에서는 유의한 차이를 보이지 않았다 ($P > .05$).

2. 주사전자현미경 관찰

주사전자현미경을 이용하여 40배율, 1,000배율, 2,000배율로 지르코니아 시편의 표면을 관찰하였다 (Fig. 3, Fig. 4, Fig. 5). 표면처리를 시행하지 않은 Control 시편에서는 가공에 의한 규칙적인 형태가 관찰되었고 (Fig. 3A, Figs. 5E,I), 비교적 매끄러운 표면이 관찰되었다 (Fig. 3I, Fig. 4I, Fig. 5I). 또한, 대부분의 시편에서 접착성 실패양상이 관찰되었다. APA 처리한 APA50군과 APA125군은 표면에서 grain boundary가 관찰되지 않았고, 표면이 움푹 패인 거친 표면이 관찰되었다 (Figs. 3J,K, Figs. 4J,K, Figs. 5J,K). ZA군에서는 작은 크기의 불규칙한 다공성이 관찰되었다 (Fig. 3L, Fig. 4L, Fig. 5L). APA50군, APA125군, ZA군에서는 Variolink N을 적용한 경우를 제외하고 대부분 혼합성 실패양상이 관찰되었다. Variolink N 레진시멘트의 경우 모두 접착성 실패양상을 보였다.

Fig. 3. Scanning electron microscopic images of various surface-treated zirconia using Panavia F 2.0 (magnification $\times 40$, $\times 1,000$, $\times 2,000$). (A, E, I): Control, (B, F, J): APA50, (C, G, K): APA125, (D, H, L): ZA. Control: non-treatment; APA50: APA with $50 \mu\text{m Al}_2\text{O}_3$; APA125: APA with $125 \mu\text{m Al}_2\text{O}_3$; ZA: ZrO_2 slurry.

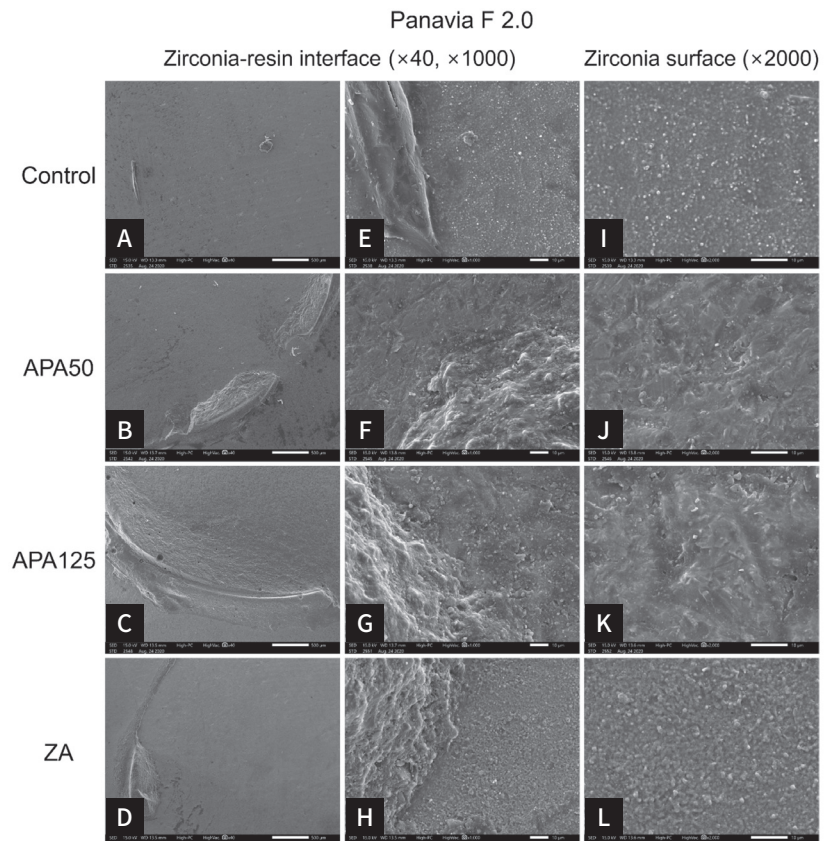


Fig. 4. Scanning electron microscopic images of various surface-treated zirconia using Superbond C&B (magnification $\times 40$, $\times 1,000$, $\times 2,000$). (A, E, I): Control, (B, F, J): APA50, (C, G, K): APA125, (D, H, L): ZA. Control: non-treatment; APA50: APA with $50 \mu\text{m Al}_2\text{O}_3$; APA125: APA with $125 \mu\text{m Al}_2\text{O}_3$; ZA: ZrO_2 slurry.

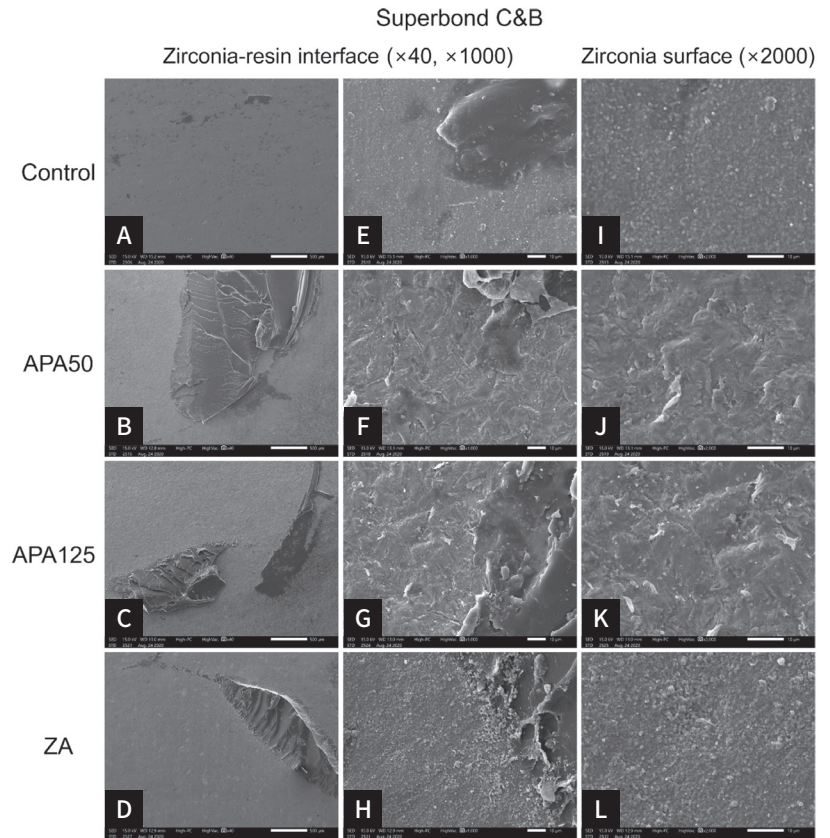
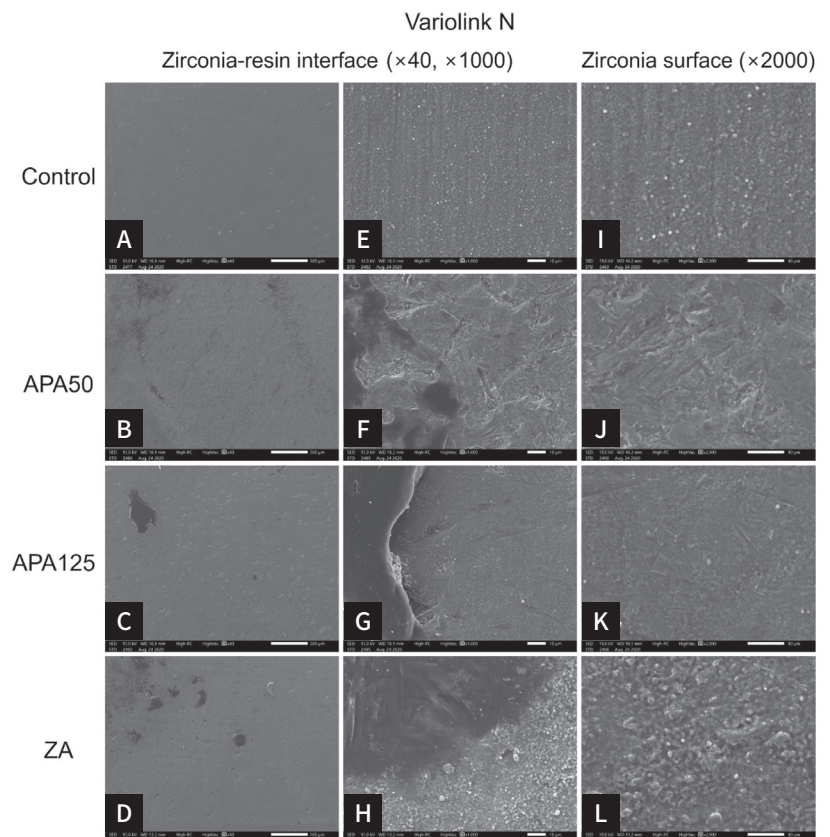


Fig. 5. Scanning electron microscopic images of various surface-treated zirconia using Variolink N (magnification $\times 40$, $\times 1,000$, $\times 2,000$). (A, E, I): Control, (B, F, J): APA50, (C, G, K): APA125, (D, H, L): ZA. Control: non-treatment; APA50: APA with $50 \mu\text{m Al}_2\text{O}_3$; APA125: APA with $125 \mu\text{m Al}_2\text{O}_3$; ZA: ZrO_2 slurry.



고찰

지르코니아와 레진시멘트의 낮은 결합강도를 해결하기 위한 연구가 활발히 진행되어 왔다.^{6-9,11-15} 결합강도는 화학적, 기계적 처리방법이 함께 시행되어야 장기적으로 안정적이고 성공적인 예후를 보인다. 지르코니아의 화학적 결합력을 증대시키기 위한 방법으로 MDP 및 4-META 성분을 함유한 지르코니아 프라이머, 레진시멘트가 추천되며, 안정적인 결합을 유도한다고 알려져 있다.^{1,19} 특히 본 연구에서 사용된 프라이머는 organophosphate와 carboxylic acid monomer의 혼합물로 이루어져 있어 레진시멘트와 지르코니아의 접착을 향상시키는 것으로 보고되었다.^{21,27} 반면에 지르코니아의 기계적 결합력을 증대시키기 위한 표면처리 방법은 아직도 다양하게 연구되고 있다.^{11-15,20,21} 따라서 본 연구에서는 지르코니아의 표면에 아무 처리하지 않은 군, 50 μm 및 125 μm 크기의 Al_2O_3 를 이용해 APA 처리한 군, ZrO_2 slurry를 도포한 군에 프라이머를 처리한 후 MDP, 4-META, Bis-GMA계를 포함한 3종의 레진시멘트를 사용하여 지르코니아와 레진시멘트 사이의 전단결합강도를 비교하고 새로 출시된 ZrO_2 slurry가 통상적으로 지르코니아에 사용되던 표면처리와 비슷한 정도로 결합 강도를 개선시킬 수 있는지를 평가하고자 하였다.

지르코니아의 기계적 결합력을 증대시키기 위한 표면처리 방법으로 일반적으로 사용되고 있는 APA는 지르코니아의 표면에너지, 표면적, 젖음성 등을 향상시켜주며, 여러 연구에서 지르코니아 표면의 거칠기를 증가시켜 결합강도를 향상시키는 것으로 알려져 있다.^{13,16} 본 연구에서도 50 μm 및 125 μm 크기의 Al_2O_3 를 이용해 APA 처리한 경우에 지르코니아와 레진시멘트의 전단결합강도가 증가하는 것을 확인할 수 있었다. 하지만 APA는 정방정상에서 단사정상으로의 상전이를 일으키는데, 이와 같은 단사정상의 존재는 미세한 균열을 발생시켜 장기적으로 지르코니아의 안정성에 영향을 미친다고 하였다.²⁵ 이에 지르코니아의 표면처리 과정에서 상전이가 발생되지 않도록 하기 위한 다양한 연구들이 진행되어 왔다.²⁴⁻²⁸ ZrO_2 slurry는 탄소와 미세 지르코니아 입자가 포함되어 있어 반소결 상태의 지르코니아 표면에 ZrO_2 slurry를 도포하고 소결과정을 거치면 미세 요철과 미세 기공을 형성한다. 반소결 상태의 지르코니아 grain 사이에 탄소가 개제되면 소결 후 큰 내부 공극을 형성하여 그물 모양의 다공성 지르코니아를 제작할 수 있으며,²⁸ 염기성 조건 하에서 지르코니아 입자들이

서로 수소 결합을 하여 일체화 되고 이로 인해 표면거칠기를 형성한다.²⁹ 본 연구 결과에서, 모든 레진시멘트에서 ZA군이 Control군보다 유의하게 높은 전단결합강도를 나타낸 것으로 이를 확인할 수 있었다. Panavia F 2.0 및 Superbond C&B 적용한 경우, ZA군의 전단결합강도는 APA50군과 APA125군에서 각각 유의한 차이를 보이지 않았다. 또한 Variolink N을 적용한 경우, ZA군과 모든 APA군 사이에는 통계학적으로 전단결합강도의 유의한 차이가 없었다. 위와 같은 결과로 미루어 볼 때, ZA군은 APA군과 비교하여 비열등함을 확인할 수 있었다.

각각의 레진시멘트에서 APA 50군과 APA125군의 전단결합강도 수치는 각기 서로 다른 양상을 보였다. 이는 APA 시입자의 크기에 따라 각 시멘트의 전단결합강도에 미치는 영향에 차이가 있다고 해석할 수 있으며, Al_2O_3 분사시의 압력, 분사거리, 분사 시간, Al_2O_3 가 분사되는 노즐의 입구 크기 등과 같은 장비의 다양성 및 시험환경의 차이, 술자의 숙련도가 APA군의 전단결합강도에 영향을 미친 것으로 추측할 수 있다.

레진시멘트 종류에 따른 전단결합강도의 경향성을 확인할 때, Panavia F 2.0, Superbond C&B, Variolink N순으로 높은 값을 나타내었다. 지르코니아와 레진시멘트의 결합강도를 평가한 이전 연구에서도, Variolink N과 같이 기능성 단량체를 함유하지 않은 Bis-GMA계 레진시멘트에서 낮은 결합강도를 보였으며,^{16,30} 한편, Aboushelib 등¹⁹의 연구에서 MDP, 4-META 기능성 단량체가 안정적인 결합을 유도한다고 보고하였다. 본 연구에서도 MDP가 함유된 Panavia F 2.0를 사용한 실험군과 4-META가 함유된 Superbond C&B를 사용한 실험군에서는 높은 전단결합강도를 보였다.

장기적으로 안정적이고 성공적인 예후를 위해 ZrO_2 slurry에 관한 추가적인 연구가 필요할 것으로 사료된다. 구강 내 환경을 고려하여 장기간의 수중 보관이나 열-순환처리 등의 구강 내 환경을 재현한 실험 및 생체 내에서의 연구가 필요할 것이다.

결론

본 연구는 지르코니아의 기계적 결합력 증가를 위한 4가지 표면처리 방법과 조성이 다른 3종의 레진시멘트를 적용하여 지르코니아와 레진시멘트의 전단결합강도를 측정한 결과, 본 연구의 한계내에서 다음과 같은 결론을 얻었다.

지르코니아와 레진시멘트와의 결합력에 있어서 ZrO₂ slurry를 적용한 표면처리 방법은 APA와 비슷한 수준을 보였다.

MDP가 함유된 레진시멘트는 지르코니아와 레진시멘트 간의 우수한 결합력을 보였다.

References

1. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent* 2003;89:268-74.
2. 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;38:745-53.
3. Luthardt RG, Holzhüter M, Sandkuhl O, Herold V, Schnapp JD, Kuhlisch E, Walter M. Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics. *J Dent Res* 2002;81:487-91.
4. Phark JH, Duarte S Jr, Blatz M, Sadan A. An in vitro evaluation of the long-term resin bond to a new densely sintered high-purity zirconium-oxide ceramic surface. *J Prosthet Dent* 2009;101:29-38.
5. Luthardt R, Weber A, Rudolph H, Schöne C, Quaas S, Walter M. Design and production of dental prosthetic restorations: basic research on dental CAD/CAM technology. *Int J Comput Dent* 2002;5:165-76.
6. Kakehashi Y, Lüthy H, Naef R, Wohlwend A, Schärer P. A new all-ceramic post and core system: clinical, technical, and in vitro results. *Int J Periodont Restor Dent* 1998;18:586-93.
7. Meyenberg KH, Lüthy H, Schärer P. Zirconia posts: a new all-ceramic concept for nonvital abutment teeth. *J Esthet Dent* 1995;7:73-80.
8. Yildirim M, Fischer H, Marx R, Edelhoff D. In vivo fracture resistance of implant-supported all-ceramic restorations. *J Prosthet Dent* 2003;90:325-31.
9. Glauser R, Sailer I, Wohlwend A, Studer S, Schibli M, Schärer P. Experimental zirconia abutments for implant-supported single-tooth restorations in esthetically demanding regions: 4-year results of a prospective clinical study. *Int J Prosthodont* 2004;17:285-90.
10. Bindl A, Lüthy H, Mörmann WH. Thin-wall ceramic CAD/CAM crown copings: strength and fracture pattern. *J Oral Rehabil* 2006;33:520-8.
11. Palacios RP, Johnson GH, Phillips KM, Raigrodski AJ. Retention of zirconium oxide ceramic crowns with three types of cement. *J Prosthet Dent* 2006;96:104-14.
12. Ozcan 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 J* 2008;27:99-104.
13. Aboushelib MN, Matinlinna JP, Salameh Z, Ounsi H. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. *Dent Mater* 2008;24:1268-72.
14. 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;93:551-8.
15. Stefani A, Brito RB Jr, Kina S, Andrade OS, Ambrosano GM, Carvalho AA, Giannini M. Bond strength of resin cements to zirconia ceramic using adhesive primers. *J Prosthodont* 2016;25:380-5.
16. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater* 1998;14:64-71.
17. Goto S, Churnjitapirom P, Miyagawa Y, Ogura H. Effect of additive metals, Sn, Ga, and In in Ag-Pd-Au-Cu alloys on initial bond strength of 4-META adhesive cement to these alloys. *Dent Mater J* 2008;27:678-86.
18. Fonseca RG, de Almeida JG, Haneda IG, Adabo GL. Effect of metal primers on bond strength of resin cements to base metals. *J Prosthet Dent* 2009;101:262-8.
19. Aboushelib MN, Feilzer AJ, Kleverlaan CJ, Salameh Z. Partial-retainer design considerations for zirconia restorations. *Quintessence Int* 2010;41:41-8.
20. 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;99:388-99.
21. Matinlinna JP, Heikkinen T, Ozcan M, Lassila LV, Vallittu PK. Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes. *Dent Mater* 2006;22:824-31.

22. Kim CH, Jeon YC, Jeong CM, Lim JS. Effect of surface treatments of zirconia ceramic on the bond strength of resin cements. *J Korean Acad Prosthodont* 2004;42:386-96.
23. Zhang Y, Lawn BR, Rekow ED, Thompson VP. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2004;71:381-6.
24. Sato H, Yamashita D, Ban S. Structural change of zirconia surfaces by sandblasting and heat treatment. *Dent Mater* 2006;25:338-43.
25. Karakoca S, Yilmaz H. Influence of surface treatments on surface roughness, phase transformation, and biaxial flexural strength of Y-TZP ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2009;91:930-7.
26. Jo YB, Ahn JJ, Lee SH, Park T, Huh JB. The effect of ZrO₂ slurry application to the pre-sintered zirconia surface on bonding strength. *Implantology* 2020;24:76-82.
27. Lee JH, Kim HS, Pae A, Woo YH. Influence of sandblasting and primer on shear bond strength of resin cement to zirconia. *J Korean Acad Prosthodont* 2011;49:49-56.
28. Jun IK, Koh YH, Song JH, Lee SH, Kim HE. Improved compressive strength of reticulated porous zirconia using carbon coated polymeric sponge as novel template. *Mater Lett* 2006;60:2507-10.
29. Fengqiu T, Xiaoxian H, Yufeng Z, Jingkun G. Effect of dispersants on surface chemical properties of nano-zirconia suspensions. *Ceram Int* 2000;26:93-7.
30. Lüthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater* 2006;22:195-200.

지르코니아의 다양한 표면처리 방법과 레진시멘트 종류에 따른 전단결합강도 비교

배지현¹·배강호¹·박태석²·허중보³·최재원^{1,3*}

¹주피엔유에드, ²중디맥스, ³부산대학교 치의학전문대학원 치과보철학교실

목적: 본 연구는 지르코니아의 거칠기 증가를 위한 4가지 표면처리 방법과 3종의 레진시멘트가 전단결합강도에 미치는 영향을 알아보고자 하였다. **재료 및 방법:** 총 120개의 지르코니아 시편을 표면처리 방법에 따라 4개의 군으로 나누었다: 대조군, 아무 처리를 하지 않은 군; APA50군, 50 μm 크기의 Al_2O_3 로 Airborne-particle abrasion (APA) 처리를 시행한 군; APA125군, 125 μm 크기의 Al_2O_3 로 APA 처리를 시행한 군; ZA군, ZrO_2 slurry를 적용한 군. 각 군에 3종의 레진시멘트(Panavia F 2.0, Superbond C&B, Variolink N)를 접착하고, 만능시험기를 이용하여 전단결합강도를 측정하였다. 주사전자현미경을 이용해 각 군의 대표 표본의 표면을 관찰하였다. 표면처리 방법과 레진시멘트 종류에 따른 상호작용이 존재하는지 알아보기 위하여 Two-way ANOVA를 실시하였고, 각 군 간의 통계적 차이를 알아보기 위해 One-way ANOVA를 시행하였다. 사후검정으로 Tukey HSD test를 실시하였다($\alpha = .05$). **결과:** 표면처리에 따른 전단결합강도 비교에서, APA125군, APA50군, ZA군, 대조군 순으로 높은 값을 보였고, APA처리를 시행한 군(APA50군, APA125군) 간에는 통계적으로 유의한 차이가 없었다($P > .05$). 또한, ZA군은 대조군보다 유의성 있게 높은 값을 보였다($P < .05$). 레진시멘트 종류에 따라서는 Panavia F 2.0, Superbond C&B, Variolink N 순으로 높은 전단결합강도를 보였다($P < .05$). APA50군과 APA125군에서는 거칠고 불규칙한 표면이 관찰되었고, ZA군에서는 작고 불규칙한 다공성과 거친 표면이 관찰되었다. **결론:** 본 연구의 한계내에서, APA 처리와 ZrO_2 slurry를 적용했을 때 지르코니아의 표면 거칠기가 증가됨을 확인할 수 있었고, MDP를 함유한 Panavia F 2.0가 지르코니아와의 가장 높은 전단결합강도를 보였다. (대한치과보철학회지 2021;59:153-63)

주요단어

레진시멘트; 전단결합강도; 표면처리; 지르코니아

교신저자 최재원
50612 경남 양산시 물금읍 금오로 20
부산대학교 치의학전문대학원
치과보철학교실
055-360-5133
won9180@hanmail.net

원고접수일 2020년 8월 27일
원고최종수정일 2020년 12월 8일
원고채택일 2021년 1월 5일

© 2021 대한치과보철학회
© 이 글은 크리에이티브 커먼즈
코리아 저작자표시-비영리
4.0 대한민국 라이선스에
따라 이용하실 수 있습니다.