

표면처리방법이 지르코니아와 수종의 시멘트의 전단결합강도에 미치는 영향

정지혜 · 정승현 · 조혜원 · 김유리*

원광대학교 치과대학 치과보철학교실

연구 목적: 이 연구의 목적은 표면처리방법이 지르코니아와 네 종류의 시멘트의 전단결합 강도에 미치는 영향을 평가하는 것이다.

연구 재료 및 방법: 총 120개의 디스크 모양의 산화지르코늄 (3Y-TZP, Kyoritsu, Tokyo, Japan) 시편을 다음과 같이 표면처리 하였다: (1) 110 µm 산화 알루미늄 분사처리 (2) Silica coating (Rocatec™ 3M ESPE)를 이용한 표면처리 (3) 처리하지 않음. 각각의 표면 처리 후, 2종의 자가접착형 시멘트 (RelyX Unicem, Maxcem)와 레진 강화 글라스 아이오노머 시멘트 (RelyX Luting), Bis-GMA 레진 시멘트 (Nexus3)를 시편에 부착하였으며 각 군은 UTM을 이용하여 전단결합강도를 측정하였다. 표면처리, 시멘트의 종류에 따른 결합강도의 차이를 살펴보기 위하여 일원변량분석 (One-way ANOVA)과 이원변량분석 (two-way ANOVA)을 이용하고 사후 분석으로 Tukey HSD test를 실시하였다.

결과: 로카텍 처리 후, RelyX Unicem을 부착한 군이 가장 높은 결합 강도를 보였으며 ($P < .05$) 알루미늄 분사처리를 한 군과 로카텍 처리를 한 군은 아무런 처리를 하지 않은 군보다 유의하게 높은 결합 강도를 보였다 ($P < .05$). 또한 모든 표면상태에서 RelyX Luting은 다른 군에 비해 통계적으로 유의하게 가장 낮은 결합강도를 보였다 ($P < .05$).

결론: 본 연구의 결과에 따르면 RelyX Unicem은 지르코니아와 강한 결합력을 보였으며 로카텍 처리는 결합을 증진시키는데 효과적이었다. (대한치과보철학회지 2010;48:251-8)

주요단어: 표면처리, 지르코니아, 레진시멘트, 전단결합강도

서론

지르코니아는 심미성과 함께 높은 기계적 강도와 생체적합성으로 최근 많이 이용되는 재료이다. 이러한 우수한 기계적 특성과 CAD/CAM의 발전으로 지르코니아는 도재전장관, 고정성 국소 의치, 임플란트 지대주, 포스트, 긴 결손부를 위한 임플란트 구조물 등 넓은 범위에서 다양한 목적으로 사용되고 있다.¹⁻⁸

지르코니아는 높은 기계적 강도를 갖고 있기 때문에 기존의 인산아연시멘트나 레진 강화 글라스 아이오노머 시멘트를 이용하여 부착할 수 있다.³ Bindle⁹은 지르코니아 코핑을 이용한 실험에서 레진 시멘트를 이용하여 접착하였을 때 압축강도가 유의하게 높으나 지르코니아의 높은 강도로 인해 레진 시멘트가 아닌 전통적인 방식의 접착도 가능하다고 했다. 그러나 지르코니아도 구강내 환경에서 강도의 저하가 생길 수 있다고 언급하였다. Rosario³과 Ernst¹⁰은 치아와 지르코니아 코핑을 이용한 접착강도 실험에서 레진 강화 글라스 아이오노머 시멘트인 RelyX Luting 시멘트가 RelyX Unicem과 비교시에 인장강도에서 유의한 차이를 보이지 않는다고 보고하였다. 그러나 레진 시멘트를 이용하는 것은 수복물의 유지력과 변연 적합도를 향상시킬 수 있으며 이것은 성공적인 수복물을 완성하는데 중요하다.^{11,12} 지르코니아는 매우 안정적인 화학적 구조로 생체적합성

이 뛰어나며 단단하고 치밀한 구조로 마모 저항성이 크다. 이러한 표면 안정성으로 불산 처리나 실란처리를 이용하던 기존의 전부 도재 수복물과 다른 접착방법이 필요하게 되었다.^{3,4,6,10} 지르코니아와 시멘트 사이의 결합을 높이기 위해 여러 가지 방법이 제시되고 있다. 로카텍 시스템은 알루미늄 분사 후 실리카를 코팅하는 방식으로 Blatz¹¹은 지르코니아에 여러 가지 표면처리를 한 후 4가지 레진시멘트 (RelyX Luting, RelyX ARC, RelyX Unicem, Panavia F 2.0)를 이용하여 전단결합강도를 비교하였는데 로카텍 시스템으로 표면처리를 하고 RelyX Unicem으로 접착한 경우가 가장 높은 전단결합 강도를 보인다고 하였다. Spohr¹³의 연구에서도 로카텍 처리시 지르코니아와 레진 시멘트 간의 미세인장강도가 증가함을 보여주었다. 그러나 Ozcan⁴은 로카텍 처리시 인장강도의 유의한 증가를 보이지 않는다고 하였고 Ernst¹⁰, Kern과 Wegner¹⁴의 연구에서도 로카텍이 유용성을 보이지 않았다.

Ozcan⁴은 표면 처리와 상관없이 지르코니아의 결합강도는 시멘트의 종류에 따라 결정된다고 하였다. Kern과 Wenger¹⁴의 연구외의 여러 연구에서는 MDP를 가지는 Panavia F 2.0의 결합강도가 가장 높았으며, Derand와 Derand¹⁵, Ernst 등¹⁰의 연구에서는 Superbond C&B에서 가장 높은 결합강도가 관찰되었다. Oyague¹⁶ 등의 연구에서도 전처리와 상관없이 Clearfil cement로 결합하였을 때 가장 높은 미세인장강도를 보였다.

*교신저자: 김유리

570-711 전북 익산시 신용동 344-2 원광대학교 치과대학 치과보철학교실 063-859-2938; e-mail, pro11@wonkwang.ac.kr

원고접수일: 2010년 7월 19일 / 원고최종수정일: 2010년 8월 30일 / 원고채택일: 2010년 9월 29일

* 이 논문은 2009학년도 원광대학교의 교비지원에 의해서 수행됨.

자가 접착형 레진 시멘트는 치면의 전처리 과정 없이 바로 적용 가능한 유형으로 사용이 간편하여 최근 많이 이용되고 있다. 대표적인 상품으로 자가 접착형 레진 시멘트로 처음 출시된 RelyX Unicem (3M ESPE, Germany)을 비롯하여 G-Cem (GC Corp, Japan), Clearfil SA Cement (Kuraray, Japan), Maxcem (Kerr, USA) 등이 있으며, 여러 연구에서 좋은 결합 강도를 보여주고 있다.^{3,7,17,18}

본 연구에서는 알루미늄나 분사나 로카텍 처리를 이용한 지르코니아의 표면처리 방법이 2종의 자가 접착형 시멘트 (RelyX Unicem, Maxcem)와 레진 강화 글라스 아이오노머 시멘트 (RelyX Luting), Bis-GMA 레진 시멘트 (Nexus3)와의 전단 결합강도에 어떤 영향을 끼치는지 조사해보고, 이를 통해 지르코니아 세라믹의 접착을 위한 적절한 표면처리 방법과 시멘트 종류를 알아보고자 한다.

연구 재료 및 방법

1. 지르코니아 시편의 제작

지르코니아 시편은 3Y-TZP (Kyoritsu, Tokyo, Japan) 분말을 직경 20 mm의 원형 몰드를 이용하여 압축, 가압, 성형하여 RotoForce-3 (Stuers, Ballerup, Denmark) 가공 장비를 사용하여 50 마이크로

로 표면가공을 한 후 가공 시 발생할 수 있는 잔류 응력을 제거 하기 위해 1200℃에서 2시간 열처리하여 직경 12 mm, 두께 3 mm의 크기로 지르코니아 세라믹 디스크 120개를 제작하였다 (Fig. 1). 시편은 대조군을 포함 각 10개씩 총 12개의 실험군으로 분류 하였다 (Table 1).

2. 지르코니아 시편에 대한 표면 처리와 시멘트 접착

지르코니아 시편에 알루미늄나 분사, 로카텍 (3M ESPE, Seefeld Germany) 처리에 의한 표면처리를 시행하고 네 가지의 시멘트를 시편에 부착하였다. 알루미늄나 분사시에는 110 μm의 Al₂O₃를 4 bar의 압력으로 지르코니아 시편에 수직으로 10 mm 거리에서 10초간 분사하였다. 로카텍 처리는 같은 방법으로 알루미늄나 분사 후, 실리카 코팅한 입자를 시편에 수직으로 10 mm 거리에서 2.8 bar의 압력으로 10초간 분사시켜 표면에 실리카막을 생성시킨 후 무기질과 유기질을 결합시킬 수 있도록 실란 (3M ESPE Sil)을 도포하였다.

접착 시에는 몰드를 이용하여 레진 시멘트를 직경 6 mm, 두께 3 mm의 크기로 지르코니아 시편 위에 올리고 과량은 제거한 다음 Elper Freelight 2 LED 광중합기 (3M ESPE, Seefeld Germany)를 이용해 1200 mw/cm²의 광도로 다섯 방향에서 20초씩 총 100초 광중합하였으며 자가 중합 시멘트인 RelyX Luting의 경우 10분

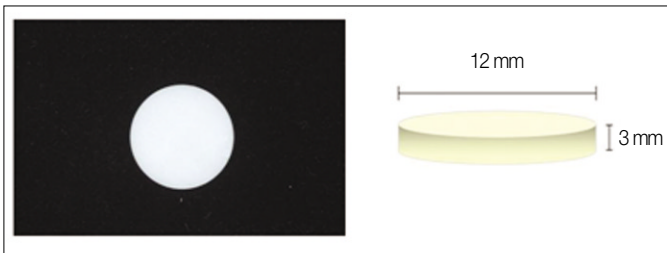


Fig. 1. Disk-shaped zirconia specimen.

Table 1. 12 groups used in this study

Groups	Surface Treatment	Cement
NoLut	No Tx.	RelyX Luting
NoMax		Maxcem
NoNx		Nexus3
NoUni		RelyX Unicem
SaLut	Sandblasting Al ₂ O ₃ , 110 μm	RelyX Luting
SaMax		Maxcem
SaNx		Nexus3
SaUni		RelyX Unicem
RoLut	Rocatec	RelyX Luting
RoMax		Maxcem
RoNx		Nexus3
RoUni		RelyX Unicem

Table 2. Characteristics of resin cement used in this study

System	Type	Manufacturer-purported Composition	manufacturer
RelyX Luting	powder/liquid	powder: radiopaque, fluoroalum-inosilicate glass, microencapsulated potassium persulfate, ascorbic acid catalyst, opacifying agent liquid: polycarboxylic acid, methacrylate groups, HEMA, tartaric acid	3M ESPE, Seefeld Germany
Maxcem	Base/catalyst	uncured methacrylate ester monomers, mineral fillers, ytterbium fluoride, activators, stabilizers, colorants	Kerr, Orange, USA
Nexus3	Base/catalyst	uncured methacrylate ester monomers, mineral fillers, activators, stabilizers, radiopaque agent	Kerr, Orange, USA
RelyX Unicem	Base/catalyst	methacrylated phosphoric ester, dimethacrylate, inorganic fillers, fumed silica, chemical and photoinitiators	3M ESPE, Seefeld Germany

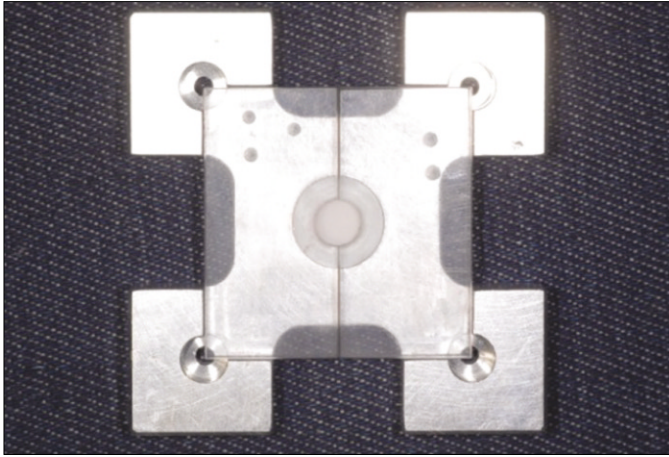


Fig. 2. Bonding resin cements to zirconia specimen.

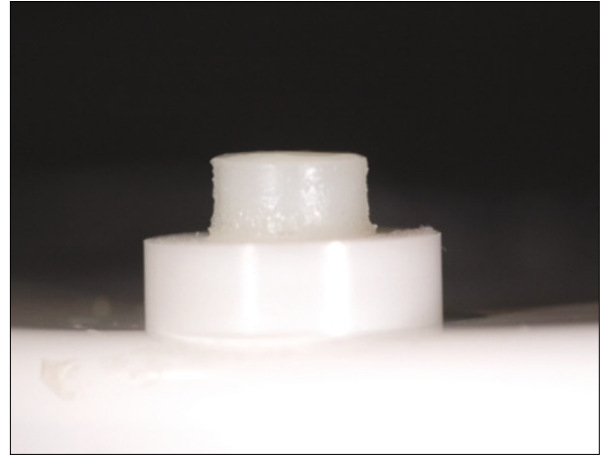


Fig. 3. Completed specimen.

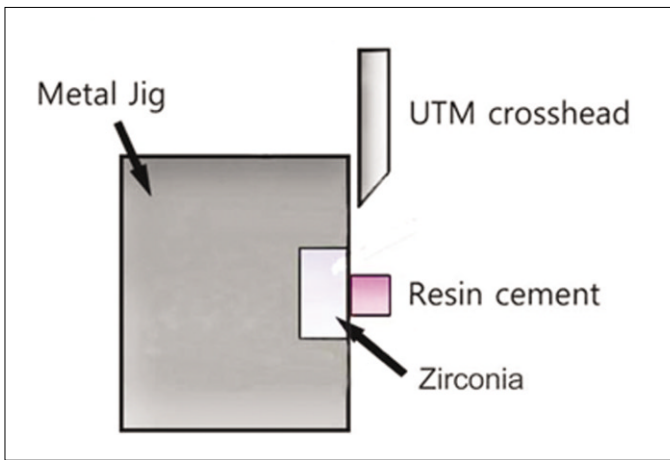


Fig. 4. Schematic diagram of shear bond strength testing.

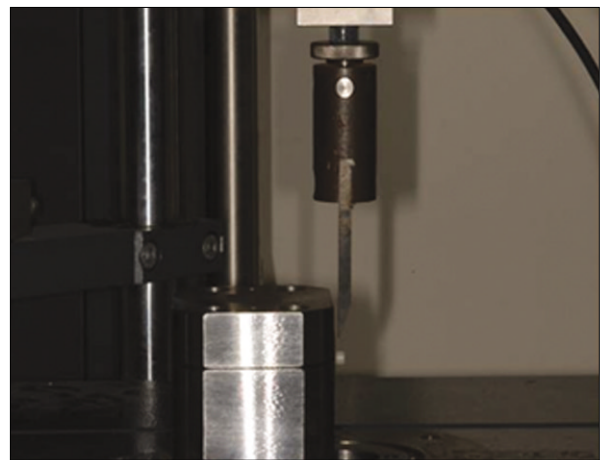


Fig. 5. Shear bond testing assembly on UTM.

간 중합시켰다. 중합이 완료된 후 접착면 이외에 부착된 잔여 레진 시멘트를 No 15. 기공용 칼로 깨끗이 제거한 후 48시간 동안 실온에서 보관 후 전단결합강도를 측정하였다(Fig. 2, 3).

3. 전단결합강도의 측정

지르코니아와 여러 종류의 시멘트 사이의 전단결합강도를 측정하기 위해 만능시험기 (Z020, Zwick, Germany)를 사용하였다. 하중이 시편과 레진 시멘트 사이의 접착면과 동일한 방향으로 전달되도록 전단 결합 강도 측정용 지그에 시편을 고정하고, 1mm/min의 시험 속도로 전단압력이 시멘트에 집중되도록 하여 도재 시편과 분리되는 시점에서의 최대 하중을 측정하고 동시에 파절 유형을 관찰하였다(Fig. 4, 5).

4. 통계 분석

표면처리, 시멘트의 종류에 따른 결합강도의 차이를 살펴보

기 위하여 일원변량분석 (One-way ANOVA)과 이원변량분석 (two-way ANOVA)을 이용하고 사후 분석으로 Tukey HSD test를 실시하였으며 통계처리는 SPSS WIN 12.0 프로그램을 사용하여 분석하였다.

결과

1. 전단결합강도의 비교

표면처리, 시멘트 종류의 차이에 따른 접착강도에 대하여 살펴보면 RoUni군의 접착강도가 12.54 MPa로 가장 높게 나타났으며, RoNx군의 접착강도가 9.06 MPa로 다음으로 높게 나타났다. 그 다음으로는 SaUni군이 8.74 MPa의 결합 강도를 보였으나 RoNx와 유의한 차이를 보이지 않았다. NoMax군과 표면 처리와 상관없이 RelyX Luting으로 접착한 군은 가장 낮은 접착 강도를 보였다 ($P > .05$, Table 3).

각각의 표면처리에 따라 살펴보면 아무런 처리를 하지 않은

Table 3. Shear bond strength of cements by surface treatment (MPa)

Groups	Mean	Std.Deviation	Turkey test
NoLut	0.00	0.00	e
NoMax	0.18	0.13	e
NoNx	3.28	0.56	d
NoUni	3.45	0.60	d
SaLut	0.38	0.53	e
SaMax	4.49	1.34	d
SaNx	6.39	1.52	c
SaUni	8.74	1.04	b
RoLut	0.03	0.07	e
RoMax	4.35	1.22	d
RoNx	9.06	1.18	b
RoUni	12.54	1.66	a

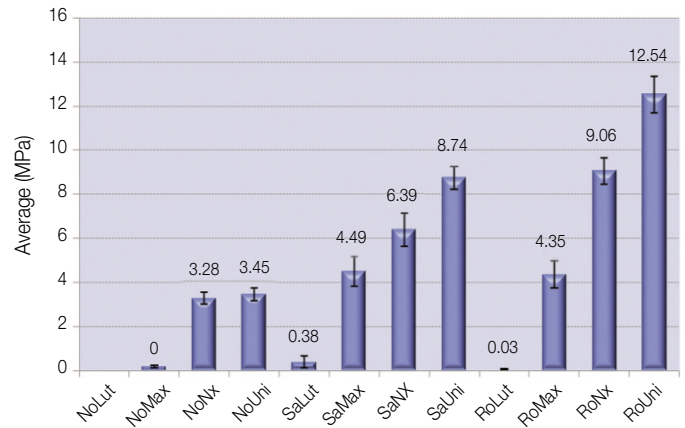


Fig. 6. Shear bond strength of 12 groups.

Table 4. Results of two-way ANOVA

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig
Model	4185.000	12	348.750	353.859	.000
Surface treatment	475.664	2	237.832	241.316	.000
Cement type	1148.800	3	382.933	388.544	.000
Surface treatment *Cement type	229.803	6	38.301	38.862	.000
Error	106.441	108	0.986		
Total	4291.44	120			

* $P < .05$

Table 5. Failure patterns

Groups	Adhesive failure	Mixed failure	Cohesive failure
NoLut	100%	0%	0%
NoMax	100%	0%	0%
NoNx	100%	0%	0%
NoUni	100%	0%	0%
SaLut	100%	0%	0%
SaMax	100%	0%	0%
SaNx	80%	20%	0%
SaUni	80%	20%	0%
RoLut	100%	0%	0%
RoMax	100%	0%	0%
RoNx	80%	20%	0%
RoUni	60%	30%	10%

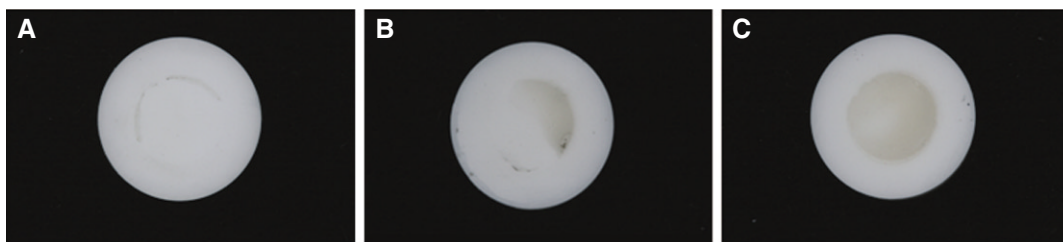


Fig. 7. Failure patterns.

A: Adhesive failure, B: Mixed failure, C: Cohesive failure.

군의 결합강도는 유의하게 낮았다. 로카텍 처리를 한 군의 결합강도는 가장 높았으며, 특히 RelyX Unicem과 Nexus3 시멘트에서는 통계적으로 알루미늄나 분사처리를 한 군과 유의한 차이를 보였다 ($P > .05$).

또한 시멘트 종류별로 살펴보면 표면처리 여부에 따른 총 4 군에서 모두 RelyX Unicem의 결합강도가 가장 높게 나타났다. 그 다음으로 Nexus3, Maxcem 순으로 높게 나타났으며, RelyX Luting은 가장 낮은 결합강도를 보였다. 이는 $P < .05$ 에서 모두 유의한 차이를 보였다.

집단별 결합강도는 $P < .05$ 에서 유의한 차이를 보였으며, 집단과 시멘트 종류에 따른 상호작용 효과는 $P < .05$ 에서 유의한

작용을 하는 것으로 나타났다 (Table 4).

2. 파절 유형의 관찰

표면 처리를 하지 않은 군은 모두 접착성 파절이 일어났고 지르코니아를 알루미늄나 분사 후, RelyX Unicem과 Nexus3로 접착한 군에서 10개의 시편 중 2개의 시편에서 혼합형 파절양상이 관찰되었다. 또한 로카텍 처리 후 RelyX Unicem과 Nexus3로 접착한 경우, 각각 3개와 2개의 시편에서 혼합형 파절 양상이 관찰되었으며, RelyX Unicem은 한 개의 시편에서 응집성 파절 양상도 보였다 (Fig. 7, Table 5).

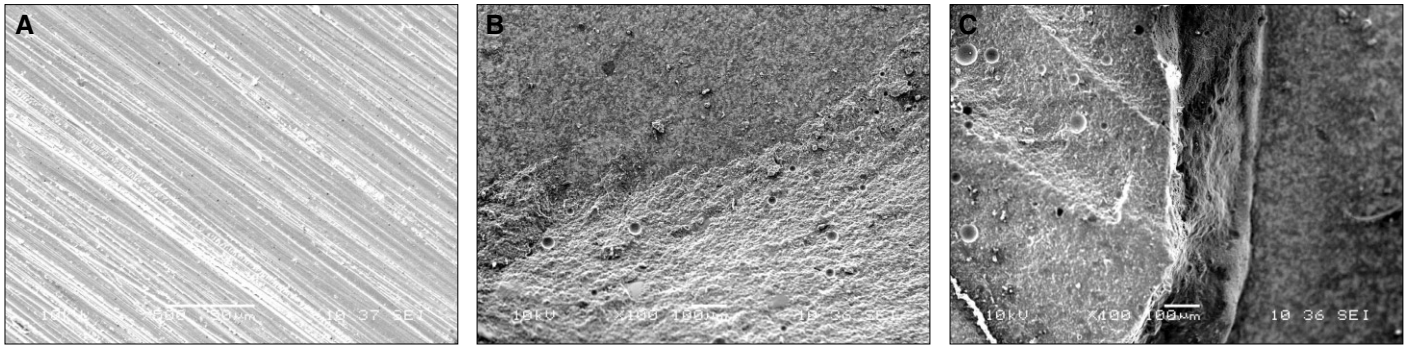


Fig. 8. SEM pictures of Zirconia ceramic.

A: Adhesive failure (magnification × 500), B: Mixed failure (magnification × 100), C: Cohesive failure (magnification × 100).

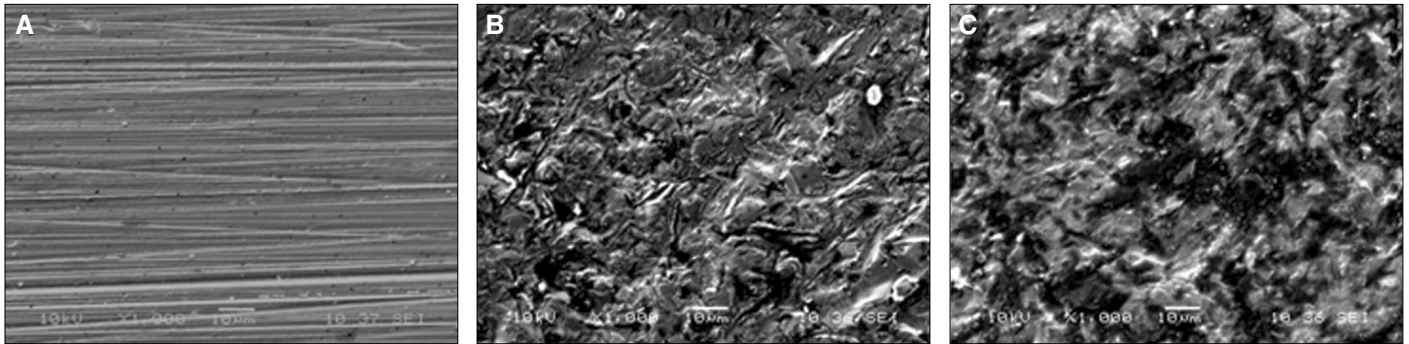


Fig. 9. SEM pictures of Zirconia ceramic (magnification × 1,000).

A: Grinding with 50 μm disk, B: Airborne particle abrasion with 110 μm alumina, C: Rocatec conditioning.

3. 주사전자현미경 관찰

표면처리를 하지 않은 시편은 표면 가공에 의한 규칙적인 형태를 보여주었다. 알루미늄나 분사 후에 표면이 거칠어진 것을 볼 수 있었다. 로카텍 처리 후에는 표면이 더욱 거칠게 나타나며 도포된 실리카가 표면과 융합되어 있다.

고찰

최근 심미적 요구가 높아지면서 금속이 없는 전부도재 보철물의 선호도가 증가하고 있다. 전부도재 수복물은 가장 심미적인 치과용 재료이나 강도면에 결점을 갖고 있어 임상적 사용이 제한되었다. 지르코니아는 치아와 유사한 색조를 가졌을 뿐 아니라 불투명한 성질로 인해 metal post가 있는 경우나 변색된 치아에 유용하게 사용될 수 있어 심미적이다. 또한 강도면에서도 구치부의 수복뿐 아니라 3본 고정성국소의치까지 수복할 수 있으며, 최대 5본 고정성 국소의치도 가능하다는 결과가 보고되기도 한다.⁸

지르코니아는 다형 구조로 3가지 동소체를 가지며 1170℃까지 단사정계 결정상으로 유지되다가 2370℃까지는 정방정계 결정 상으로 존재하며 그 이상의 온도에서 입방정계 결정 상으로 존재한다. 가공 후, 냉각되면서 외부로부터의 스트레스에 의해 상이 변형됨으로써 3-5%의 체적확장으로 압축응력이

발생되어 균열을 막는다 (transformation toughening mechanism). 이로 인해 높은 굴곡 강도와 파절강도를 지니게 된다.^{5,19} 이러한 높은 강도로 인해 통상적인 방법이 아닌 CAD/CAM 방식을 사용하여 제작하게 되었다. CAD/CAM 시스템을 이용한 방식은 작업 시간을 줄일 수 있고, 정밀도를 증가시킬 수 있으며, 상온에서 기계적인 작업으로 제작되므로 기포, 잔류응력이 감소하여 보철물의 물성을 향상시킨다.²⁰

수복물이 임상적으로 충분한 강도를 갖는 경우에도 시멘트는 수복물의 유지력과 변연 적합도를 향상시키며 수복물의 수명을 향상시키는데 중요한 역할을 한다. 지르코니아는 매우 안정적인 화학적 구조로 실리카를 포함하고 있지 않기 때문에 실란 결합은 레진 시멘트와의 결합력 증가에 아무런 도움이 되지 않는다.^{24,6,10} 따라서 지르코니아 수복물과 치아사이를 연결하는 시멘트에 의한 접착력을 증가시키기 위해 여러 방법이 제시되고 연구되었다. 많은 연구에서 알루미늄나 분사는 지르코니아 표면 거칠기를 증가시켜 결합강도를 향상시키는 결과를 보여주었다.^{21,22} 본 연구에서도 110 μm의 Al₂O₃를 이용하여 4 bar의 압력으로 10초간 분사하였을 때 지르코니아와 레진 시멘트의 결합강도가 유의하게 증가하는 것을 볼 수 있었다. Phark 등²은 연구에서 지르코니아 표면에 알루미늄나 분사시에 초기 강도뿐 아니라 90일의 장기간 보관 후에도 높은 결합강도를 나타내었다. 그러나 지르코니아의 미세한 균열을 발생시켜 강도를 저하시키므로 유용성에 논란이 있다고 하였다. Blatz 등²³은 50 μm

의 Al_2O_3 를 이용한 표면처리를 시행한 군에서 초기 인장강도가 높았으며 150일의 보관 후에도 표면처리 시행 후 Panavia F를 사용한 경우에 높은 값을 보였다. 분사 입자에 의한 미세 균열에 대해서는 Phark 등의 의견과 달리 레진 시멘트가 강도의 저하를 보일 수 있다고 하였다. Kern과 Wegner⁴의 연구에 의하면 알루미늄 분사에 의한 표면처리로 Bis-GMA 레진 시멘트와의 결합강도가 증가되었으나, 장기간 안정적이지 못하다는 결과를 보여주었다. 이에 대하여 지르코니아의 표면에 미세하게 요철을 형성하긴 하나 제한된 요철을 형성하기 때문에 금속에서와 같은 효과를 보이지 않는다고 설명하였다. 지르코니아 수복물과 치아사이의 결합력을 높이기 위한 또 다른 방법은 프라이머의 사용, MDP (10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate)를 함유한 레진시멘트를 사용하는 것이다. 그러나 이러한 프라이머와 레진 시멘트 종류는 많지 않은 실정이다. 그래서 금속에 적용되었던 실리카 코팅방식이 지르코니아에 적용되고 있다.^{7,11,23} 지르코니아에 실리카 층이 형성되고 레진 시멘트가 기계적, 화학적 결합을 이룰 수 있도록 한다.¹¹ 로카텍 시스템은 이와 같은 표면 처리 방식으로 세 단계로 이루어지는데 먼저 표면에 110 μm 의 알루미늄을 분사하여 요철을 형성하여 표면을 활성화시킨 후 실리카로 처리된 산화 알루미늄을 분사하여 표면을 코팅한다. 이 때 필요한 고에너지는 최소 2.8바 이상인 분사 압력에 의해서 입자의 속도를 시속 1,000km로 가속 시킴으로써 얻을 수 있다. 마지막으로 3M ESPE Sil을 이용한 실란처리를 하여 실리카 처리된 무기질의 표면과 유기질인 레진사이에 화학적 결합이 가능하게 만든다.

Blatz¹¹은 지르코니아에 여러 가지 표면처리한 후 4가지 레진 시멘트 (RelyX Luting, RelyX ARC, RelyX Unicem, Panavia F 2.0)를 이용하여 전단결합강도를 비교하였는데 로카텍 시스템으로 표면처리를 하고 RelyX Unicem으로 접착한 경우가 가장 높은 전단결합 강도를 보인다고 하였다. 또한 장기간 보관과 열변환 후에도 다른 군과 비교하여 높은 전단결합 강도를 나타내었다. Blixt 등²⁴은 Procera 도재에 알루미늄 분사와 로카텍 시스템으로 표면 처리하여 여러 종류의 시멘트와 결합강도를 비교하였는데, 로카텍 시스템으로 표면처리하고 레진 시멘트를 접착하였을 때 가장 높은 결합강도를 보였다고 하였다. Kumbuloglu 등¹⁷은 지르코니아에 로카텍 시스템으로 표면처리하고 RelyX Unicem으로 접착한 경우가 가장 높은 전단결합강도를 보인다고 하였다. 본 연구 또한 알루미늄 분사와 로카텍 시스템으로 표면 처리하여 4 종류의 시멘트의 결합 강도를 비교하였는데 로카텍 처리한 후, RelyX Unicem으로 접착한 것이 가장 높은 결합 강도를 보였다.

시멘트의 선택은 결합강도에 영향을 미친다. Derand와 Derand⁶는 표면처리 방법과 상관없이 자가중합 레진 (superbond C&B, Sun Medical, Japan)이 높은 결합강도를 보인다고 보고하였다. Luthy 등의 연구에서 Superbond C&B, Panavia F, Panavia 21, RelyX Unicem은 Ketac-kem과 Nexus보다 높은 결합강도를 보였다. 보철물의 접착에 사용되는 레진 시멘트는 일반적으로 접착 전 치

아에 사용하는 본딩 시스템에 따라 산부식 시스템과 범랑질과 상아질을 self-etching primer로 처리하는 시스템으로 나누어졌다. 그러나 본 연구에서 사용한 Nexus3은 최근 Kerr에서 새로 출시한 Bis-GMA계 레진 시멘트로 제조사에 따르면 어떤 본딩 에이전트와도 호환이 가능한 것이 장점이다. 광중합형과 이중중합형이 있으며, 본 실험에서 이중중합형을 이용하였다. RelyX ARC와 Nexus 등은 Bis-GMA계 레진 시멘트로 RelyX Unicem, Panavia F 2.0보다 낮은 결합강도를 보인다.¹¹ 다른 연구에서도 Bis-GMA계 레진 시멘트인 Twinlook(Heraeus Kulzer, Wehrheim, Germany)은 알루미늄 분사처리된 지르코니아에서 Panavia EX와 Panavia 21 EX보다 낮은 인장강도를 보였으며 특히 장기간 안정성은 매우 떨어지는 것을 보였다. 그러나 Bis-GMA계 레진 시멘트에서 로카텍 표면 처리시 알루미늄 분사시보다 더 높은 인장강도를 보인다.¹⁴ 본 연구에서 Nexus3는 RelyX Unicem보다 전단결합강도는 낮게 나왔으나 알루미늄 분사처리와 로카텍 처리에 따라 더 높은 전단결합강도를 보이는 경향은 유사성을 보였다. 최근 사용되기 시작한 자가접착형 레진 시멘트는 치아에 대한 전처리가 필요하지 않고 single step으로 사용이 간편한 장점을 지니고 있다.²⁵ 본 연구에서 사용된 RelyX Unicem, Maxcem이 이에 속한다. RelyX Unicem의 구성 성분 중 인산기가 붙은 다기능성 모노머는 범랑질과 상아질을 탈회시키면서 동시에 침투하는데 광중합 혹은 자가중합에 의해 개시되는 라디칼 중합에 의해 경화된다. 초기 산도는 낮으나 인산기와 알칼린 충전제 사이의 중화 반응으로 pH가 1에서 6으로 높아진다. 이는 시멘트의 과도한 가수분해를 막을 수 있어 안정적인 결합을 하는데 중요한 요인이 된다. 또한 중화반응에 의해 발생한 수분은 처음에는 시멘트의 친수성 (hydrophilicity)을 높여 치아에 접착을 증진시키고 나중에는 공수성 기질로 바뀌어 결합안정성을 더욱 향상시킨다고 한다.²⁶ RelyX Unicem은 많은 연구에서 비교적 높고 장기간 안정적인 강도를 나타내고 있다.^{3,11,16} Senyilmaz 등²⁶은 Panavia-F, RelyX Unicem, Maxcem을 표면처리하여 지르코니아와의 결합강도를 측정하였는데 Maxcem은 가장 낮은 결합강도를 보였다. Maxcem이 함유하고 있는 GPDM monomer는 산식각과 결합의 역할을 해야 하는 구성성분이다. GPDM의 인산분자가 범랑질과 상아질을 식각한다고 알려져 있으나 세라믹 표면에 결합하는데 중요한 요소인 초기 산도에 대한 정보는 없다. 세라믹 표면의 실라놀기 (Si-O-CH)와 하이드록실기 (-OH)에 의해 형성되는 실록산은 산에 의해 개시되고 촉진된다. 결과적으로 Maxcem의 산 성분은 실록산을 형성시키지 못하며 높은 결합강도를 제공하지 못하게 된다고 언급하고 있다. 본연구에서도 Maxcem은 알루미늄 분사하여 요철을 만든 경우에는 결합강도가 증가하는 것을 볼 수 있었으나 로카텍 처리를 한 경우에 알루미늄 분사 처리를 한 경우와 비교하여 전단결합강도가 거의 증가하지 않고 있다. 이는 로카텍 처리를 하여 실리카 막을 형성해 준 경우에도 Maxcem의 산 성분이 실록산을 잘 형성하지 못한 것으로 볼 수 있다. 하지만 본연구에서 구강 내의 상태와의 차이, 장기간

자극에 따른 시멘트 전단결합강도의 변화를 고려하지 못한 한계점이 있으며, 이러한 요소 등을 고려한 연구들이 필요하리라고 생각된다.

결론

본 연구는 최근 심미와 강도면에서 좋은 결과를 보이고 있는 지르코니아와 수종의 시멘트의 전단결합강도를 비교해보기 위해 지르코니아 표면에 알루미늄 분사를 이용한 표면 처리와 로카텍 시스템 처리를 시행하여 레진 강화 글라스 아이오노머 시멘트, Bis-GMA cement, 두 종류의 자가 접착 레진 시멘트로 접착하여 전단결합강도를 측정하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 로카텍 처리 후, RelyX Unicem을 사용한 군이 12.5 MPa로 가장 높은 결합 강도를 보였고, RelyX Luting 시멘트는 표면 처리에 관계없이 가장 낮은 결합 강도를 보였다.
2. 표면처리를 하지 않은 군은 알루미늄 분사처리 군과 로카텍 처리 군에 비해 낮은 전단 결합 강도를 보였다 ($P < .05$).
3. 로카텍 처리 군은 RelyX Unicem과 Nexus 3에서 알루미늄 분사군보다 높은 결합 강도를 보였다 ($P > .05$).
4. 지르코니아와의 전단결합강도는 RelyX Unicem, Nexus3, Maxcem, RelyX Luting 순으로 높은 결합 강도를 보였으며, 이는 유의한 통계학적 차이를 보였다 ($P < .05$).

참고문헌

1. Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater* 2003;19:725-31.
2. 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.
3. 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.
4. 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.
5. Manicone PF, Rossi Iommetti P, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. *J Dent* 2007;35:819-26.
6. Aboushelib MN, Matinlinna JP, Salameh Z, Ounsi H. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. *Dent Mater* 2008;24:1268-72.
7. Lüthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater* 2006;22:195-200.
8. Chaiyabutr Y, McGowan S, Phillips KM, Kojs JC, Giordano RA. The effect of hydrofluoric acid surface treatment and bond strength of a zirconia veneering ceramic. *J Prosthet Dent* 2008;100:194-202.
9. Bindl A, Lüthy H, Mörmann WH. Thin-wall ceramic CAD/CAM crown copings: strength and fracture pattern. *J Oral Rehabil* 2006;33:520-8.
10. 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.
11. 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.
12. Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. *Dent Mater* 2005;21:1158-62.
13. Spohr AM, Borges GA, Júnior LH, Mota EG, Oshima HM. 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;26:203-8.
14. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater* 1998;14:64-71.
15. Dérand P, Dérand T. Bond strength of luting cements to zirconium oxide ceramics. *Int J Prosthodont* 2000;13:131-5.
16. de Oyague 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;25:172-9.
17. Kumbuloglu O, Lassila LV, User A, Vallittu PK. Bonding of resin composite luting cements to zirconium oxide by two air-particle abrasion methods. *Oper Dent* 2006;31:248-55.
18. Blatz MB, Phark JH, Ozer F, Mante FK, Saleh N, Bergler M, Sadan A. In vitro comparative bond strength of contemporary self-adhesive resin cements to zirconium oxide ceramic with and without air-particle abrasion. *Clin Oral Investig* 2010;14:187-92.
19. Kosmac T, Oblak 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;15:426-33.
20. Willer J, Rossbach A, Weber HP. Computer-assisted milling of dental restorations using a new CAD/CAM data acquisition system. *J Prosthet Dent* 1998;80:346-53.
21. Wolfart M, Lehmann F, Wolfart S, Kern M. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dent Mater* 2007;23:45-50.
22. Blatz MB, Sadan A, Martin J, Lang B. In vitro evaluation of shear bond strengths of resin to densely-sintered high-purity zirconium-oxide ceramic after long-term storage and thermal cycling. *J Prosthet Dent* 2004;91:356-62.
23. Janda R, Roulet JF, Wulf M, Tiller HJ. A new adhesive technology for all-ceramics. *Dent Mater* 2003;19:567-73.
24. Blixt M, Adamczak E, Lindén LA, Odén A, Arvidson K. Bonding to densely sintered alumina surfaces: effect of sandblasting and silica coating on shear bond strength of luting cements. *Int J Prosthodont* 2000;13:221-6.
25. Radovic I, Monticelli F, Goracci C, Vulicevic ZR, Ferrari M. Self-adhesive resin cements: a literature review. *J Adhes Dent* 2008;10:251-8.
26. Senyilmaz DP, Palin WM, Shortall AC, Burke FJ. The effect of surface preparation and luting agent on bond strength to a zirconium-based ceramic. *Oper Dent* 2007;32:623-30.

The influence of surface conditioning on the shear bond strength of self-adhesive resin cement to zirconia ceramics

Ji-Hye Jung, DDS, Seung-Hyun Jung, DDS, MSD, Hye-Won Cho, DDS, MSD, PhD, Yu-Lee Kim*, DDS, MSD, PhD

Department of Dentistry, Graduate School, Wonkwang University, Iksan, Korea

Purpose: To evaluate the effect of surface conditioning on the shear bond strength of zirconium-oxide ceramic to 4 luting agents. **Materials and methods:** A total of 120 disk-shaped zirconium-oxide ceramic blocks (3Y-TZP, Kyoritsu, Japan) were treated as follows: (1) Sandblasting with 110 μm aluminum-oxide (Al_2O_3) particles; (2) tribochemical silica coating (Rocatec) using 110 μm Al_2O_3 particles modified by silica; (3) no treatment. Then zirconium-oxide ceramic blocks bonded with 4 luting cements (RelyX luting (3M ESPE), Maxcem (Kerr), Nexus3 (Kerr), Rely X Unicem (3M ESPE)). Each group was tested in shear bond strengths by UTM. A 1-way analysis of variance and 2-way analysis of variance was used to analyze the data ($\alpha = .05$). **Results:** RelyX unicem in combination tribochemical silica-coating produced a highest bond strength ($P < .05$). Air abrasion group and Rocatec treatment groups resulted in significantly higher than no conditioning group ($P < .05$). RelyX Luting groups showed lower bond strength than other groups. There were significant differences among groups ($P < .05$). **Conclusion:** Within the limitation of this study, RelyX Unicem cement provided the highest bond strength and Rocatec treatment enhanced the bond strength. (*J Korean Acad Prosthodont 2010;48:251-8*)

Key words: Surface conditioning, Zirconia, Resin cement, Shear bond strength

*Corresponding Author: **Yu-Lee Kim**

Department of Dentistry, Graduate School, Wonkwang University, 344-2 Shinyong-dong, Iksan, 570-749, Korea

+82 63 859 2938; e-mail, pro11@wku.ac.kr

Article history

Received July 19, 2010/ Last Revision August 30, 2010/ Accepted September 29, 2010