

염화수화물용액 침지법으로 제작한 유색 지르코니아와 전장도재의 전단결합강도

윤귀덕¹ · 유수경¹ · 방몽숙¹ · 양홍서¹ · 김현승² · 박상원^{1*}

¹전남대학교 치의학전문대학원 보철학교실, ²(주)쿠보텍

연구목적: 본 연구의 목적은 금속염화물 용액 내 침지법으로 제작된 유색 지르코니아 블록의 임상적 응용을 타진해보기 위해 지르코니아 코어와 전장도재간의 전단결합 강도를 평가하고자 함이다.

연구 재료 및 방법: 지르코니아 블록은 자체 제작한 것과 시판되는 제품을 이용하였다. 색소체 용액으로 크로뮴과 몰리브데늄을 포함하는 3가지 염화수화물 용액을 제조하였고, 대조군으로 상용되고 있는 색소체 용액을 준비하였다. 가로 5 mm, 세로 5 mm, 높이 10 mm의 직육면체 지르코니아 시편을 블록마다 40개를 제작하였고, 시편을 임의로 5개 그룹으로 나누어 색소체 용액에 침지하여 유색 지르코니아를 제작한 후, 도재를 가로 5 mm, 세로 5 mm, 높이 4 mm의 직육면체가 되도록 축성하고 소결하였다. 시편의 최대 하중값과 전단결합강도를 측정하고 파절된 시편의 파절면과 파절 양상을 검사하였다.

결과: 1. 지르코니아 블록간의 전단결합강도는 통계학적으로 차이를 보이지 않았다 ($P > .05$). 2. 무색 지르코니아와 유색 지르코니아 간의 전단결합강도는 무색이 높은 경향을 보였으나 통계학적으로 유의한 차이는 보이지 않았다 ($P > .05$). 3. 유색 지르코니아의 전단결합강도 비교 시 색소체 용액의 종류에 따른 통계학적인 차이는 보이지 않았다 ($P > .05$). 4. 지르코니아와 전장도재간의 파절은 주로 혼합성 파절 양상이 관찰되었다. 모든 시편의 전장도재 파절은 지르코니아와의 계면이나 전장도재내에서 관찰되었으며 지르코니아의 응집성 파절은 보이지 않았다.

결론: 유색 지르코니아와 전장도재의 전단결합강도는 무색 지르코니아보다 더 낮은 경향을 보였지만, 관찰된 수치는 임상적으로 허용 가능한 것으로 사료된다. (*대한치과보철학회지* 2010;48:151-7)

주요단어: 염화수화물, 전단결합강도, 지르코니아, 침지법

서론

지르코니아는 산화 지르코늄 (Zirconium oxide, ZrO₂)의 총칭으로 화학적 안정성과 체적안정성을 갖는 다형 (polymorphic) 구조로 되어 있으며, 균열 발생 시 변태강화 (transformation toughening) 기전에 의한 체적확장으로 균열의 진행을 억제하여 기존의 도재에 비해 매우 높은 굴곡 및 파절강도를 보인다.^{1,2} 지르코니아 (ZrO₂)는 강도 및 경도가 우수하고, 특히 파괴인성이 다른 세라믹보다 우수하여 실 가이드 (thread guide), 다이 (die), 노즐 및 각종 기계 부품에 광범위하게 사용되어 왔으며^{3,4}, 최근에는 인공관절의 골두 및 의료용 부품 소재로 사용되고 있고, 치아보철수복에도 사용하고 있다.⁵

지르코니아는 심미성과 생체적합성이 우수할 뿐만 아니라 강도면에서 기존의 금속 도재관에 비해 우수하다. 또한 지르코니아는 금속에 비해 보철물 주위 잇몸 조직이 심미적이며, 열전도가 금속 치과재료들보다 낮아 보다 생체 친화적이고, 알레르기 반응도 나타나지 않는 등 많은 장점 때문에 치과보철 재료로서의 활용이 크게 기대되고 있다. 지르코니아는 초기의 단일관 제작에서 점차 세라믹 포스트, 브릿지, 임플란트 지대치, 교정용 브라켓 등으로 그 활용범위가 점점 확대되어 가고

있다.⁶⁻¹¹ 그러나 지르코니아 수복물은 좋은 물리적 성질과 임상에서 허용 가능한 변연 적합도와 생체에 안정적인 결과를 가지고 있음에도 불구하고 색상이 불투명하고 백색을 띄어 치과 임상에서의 사용 시 색조 재현이 완벽하지 못하다는 결점이 있다. 따라서 보철물 제작 시 최종 도재 수복물의 색상과 조화를 이루는 유색 지르코니아의 사용이 중요하다. 지르코니아를 취급하는 회사들은 색조가 가미된 유색 지르코니아를 소개하고 있지만, 이러한 유색 지르코니아를 제조하는 방법에 대한 정보는 자세히 공개하고 있지 않다.

유색 지르코니아를 제작하는 방법은 크게 두 가지로 지르코니아 분말의 조성 과정에 미리 색소체 (colorant)를 혼합하여 처음부터 색조를 부여한 지르코니아 블록을 제조하는 방법과 부분 소결된 지르코니아를 일정 형태의 다공성 세라믹 하부구조로 만들고 이를 색소체 용액에 침지시켜 원하는 색조를 얻는 방법이 있다.^{12,13}

지르코니아 색조 부여를 통해 심미성은 향상되었으나 정밀한 보철 수복물의 완성도와 투명도, 자연치아와의 조화를 위해 전장도재의 축조가 필요하다.¹⁴ 지르코니아 도재 수복물에서 대부분의 실패는 도재의 파절이나 지르코니아와 도재의 결합 부위에서의 파절에 의한 것으로 알려져 있다. 지르코니아와

*교신저자: 박상원

500-757 광주 광역시 북구 용봉로 77 전남대학교 치의학전문대학원 보철학교실 062-530-5639; e-mail, psw320@chonnam.ac.kr

원고접수일: 2010년 4월 1일 / 원고최종수정일: 2010년 4월 7일 / 원고채택일: 2010년 4월 14일

*본 연구는 보건복지가족부 보건의료기술진흥사업의 지원에 이루어진 것임 (A090973).

전장도재의 결합강도는 화학 결합의 강도, 물리적 상호 결합, 계면에서 결합, 젖음성, 지르코니아와 전장도재 간의 열팽창 계수 차이로 발생하는 압축력에 의해 영향을 받을 수 있다.¹⁵⁻¹⁷ 따라서 지르코니아 도재 수복물에서 장기간의 안정적인 결과를 얻기 위해서는 지르코니아와 도재 간에 결합력이 중요하지만 아직까지 금속 염화물에 침지하여 제작한 유색 지르코니아와 전장도재간의 전단결합 강도에 대한 연구는 거의 없다.

따라서, 본 연구는 금속염화물 용액 내 침지법으로 제작된 유색 지르코니아와 전장도재간의 전단결합강도를 측정하고 시중에서 사용되고 있는 무색 지르코니아와의 비교 분석하여, 자체 제작한 유색 지르코니아의 임상 활용 가능성을 평가하고자 한다.

연구 재료 및 방법

1. 연구 재료

1) 지르코니아 블록

이트리아 안정화제가 포함되어 있는 지르코니아 분말 (KZ-3YE Type A, KCM, Nagoya, Japan)을 사용하여 자체 제작한 CNU block (Chonnam National University block)¹⁸과 Kavo Everest[®] ZS blank (KaVo Dental GmbH, Bismarckring, Germany)를 이용하였다. Table I은 이 실험에 사용된 지르코니아 블록의 화학 조성 분석 표이다.

2) 색소체 용액

크로뮴과 몰리브데늄을 포함하는 3가지 염화수화물 용액을 제조하여 준비하였고, 대조군으로 VITA In-Ceram[®]2000 YZ Coloring liquid (VITA Zahnfabrik H. Rauter GmbH & Co. KG, Bad Sackingen, Germany) 중 시중에서 사용하고 있는 LL1 을 준비하였다 (Table II).

Table I. Chemical composition of zirconia block

	Kavo Everest ZS-Blank [®]	CN block
ZrO ₂	79 - 97%	94.22%
Y ₂ O ₃	3 - 14%	5.43%
Al ₂ O ₃	< 0.5%	0.23%
Fe ₂ O ₃	No	0.00%
H ₂ O	No	0.35%

Table II. Coloring liquids used in this study

Coloring liquid	Code
VITA In-Ceram [®] 2000 YZ (LL1)	L
Aqueous chromium chloride solution	C
Aqueous molybdenum chloride solution	M
Aqueous chromium + molybdenum chloride solution	CM

2. 연구 방법

1) 실험군의 분류

지르코니아 블록을 각각 5개의 군으로 나누어 준비하였다. 준비된 4가지 색소체 용액에 블록을 침지하고, 소결 과정을 거쳐 무색과 유색의 지르코니아 시편을 제작하였다 (Table III).

2) 지르코니아 시편

블록의 수축율을 고려하여 최종 소성 후 가로 5 mm, 세로 5 mm, 높이 10 mm가 되도록 반소결 상태의 지르코니아 블록을 low speed diamond disc를 이용하여 절단하였다.

3) 색소체 용액의 준비

VITA In-Ceram[®]2000 YZ Coloring liquid (LL1) 를 준비하고, 염화 크로뮴 (chromium (III) chloride hexahydrate, Sigma-Aldrich[®], Munich, Germany), 염화몰리브데늄 (molybdenum (III) chloride, Sigma-Aldrich[®], Munich, Germany)을 증류수에 녹여서 0.6 wt% 농도의 용액을 제조하였다. 또한 염화크로뮴 수용액과 염화몰리브데늄 수용액을 각각 1:1의 비율로 혼합하여 혼합액을 제조하였다.

4) 유색 지르코니아 제작

제조사의 지시에 따라 반소결된 지르코니아 시편을 소성로 (OVMAT 2009[®], Manfredi, Torino, Italy)에 위치한 후 상온에서 10℃ /min의 속도로 500℃까지 상승시킨 후 3분간 유지한 다음 600℃까지 상승시킨 후 5분간 유지하였다. 시편을 10분간 bench cooling 하고, 준비해둔 4가지 용액에 시편을 3분간 침지한 후 건조하였다.

색조가 부여된 지르코니아 시편을 소성로 (Kavo Therm, KaVo Dental GmbH, Bismarckring, Germany)에 넣고, 소성 스케줄에 따라 실온에서 1000℃까지 상승시킨 후 20분 동안 유지 하고 1450℃로 상승, 다시 120분간 유지한 후 실온까지 하강시켜 완전 소결

Table III. Experimental groups of specimens

Zirconia block	Group	Code	Coloring liquid	N
KaVo	1	KN	None	8
			VITA In-Ceram [®] 2000 YZ Coloring liquid (LL1)	8
ZS blank	2	KL	Aqueous chromium chloride solution	8
			Aqueous molybdenum chloride solution	8
			Aqueous chromium + molybdenum chloride solution	8
			None	8
			VITA In-Ceram [®] 2000 YZ Coloring liquid (LL1)	8
CNU block	3	KC	Aqueous chromium chloride solution	8
			Aqueous molybdenum chloride solution	8
			Aqueous chromium + molybdenum chloride solution	8
			None	8
			VITA In-Ceram [®] 2000 YZ Coloring liquid (LL1)	8
	4	KM	Aqueous chromium chloride solution	8
			Aqueous molybdenum chloride solution	8
			Aqueous chromium + molybdenum chloride solution	8
	5	KCM	Aqueous chromium chloride solution	8
			Aqueous molybdenum chloride solution	8
			Aqueous chromium + molybdenum chloride solution	8
	6	CN	Aqueous chromium chloride solution	8
			Aqueous molybdenum chloride solution	8
			Aqueous chromium + molybdenum chloride solution	8
	7	CL	Aqueous chromium chloride solution	8
			Aqueous molybdenum chloride solution	8
			Aqueous chromium + molybdenum chloride solution	8
	8	CC	Aqueous chromium chloride solution	8
			Aqueous molybdenum chloride solution	8
			Aqueous chromium + molybdenum chloride solution	8
	9	CM	Aqueous chromium chloride solution	8
			Aqueous molybdenum chloride solution	8
			Aqueous chromium + molybdenum chloride solution	8
	10	CCM	Aqueous chromium chloride solution	8
			Aqueous molybdenum chloride solution	8
			Aqueous chromium + molybdenum chloride solution	8

을 시행하였다

완전 소결된 지르코니아 시편을 주수 하에 #320 실리콘 카바이드 페이퍼 (Struers, Rotherham, UK)를 이용하여 $5 \times 5 \times 10$ mm 가 되도록 직사각기둥의 형태로 연마하였고, 초음파 세척기에서 10분 세척 후 건조하였다.

무색과 유색의 지르코니아 시편의 표면을 주사 전자 현미경 (S-4700[®], Hitach Horiba, Tokyo, Japan)과 EDX (Energy-dispersive X-ray spectroscopy) (EX-200[®], Horiba, Kyoto, Japan)을 이용하여 관찰하고 비교하였다.

5) 도재 측정

시편마다 동일한 접착면과 크기를 갖는 도재를 측정하기 위해 직육면체의 실리콘 주형을 제작하고, 이를 이용하여 지르코니아 전용 장식 도재 (Cerabien[™] ZR, Noritake, Nagoya, Japan)를 측정하였다. 지르코니아 이장재 (Cerabien[™] ZR shade base, Noritake, Nagoya, Japan)는 제조사의 지시에 따라 약 0.2 mm가 되도록 측정하였다. 지르코니아 이장재 소성 후, 도재의 수축량을 최소화하기 위해 2회에 걸쳐 상아질 도재 (Cerabien[™] ZR body, Noritake, Nagoya, Japan)를 측정하고 소성하였다. 지르코니아 이장재 및 도재의 소성은 동일한 소성로 (Esgaia[®], J.Morita MFG co., Osaka, Japan)에서 제조회사가 제시하는 소성 온도에 맞게 소성하였다. 최종적으로 도재가 $5 \times 5 \times 4$ mm의 직사각기둥이 되도록 조정하였다. 초음파 세척기로 5분간 세척 후 건조시키고 최종 glaze firing을 시행하였다.

6) 전단결합강도 측정

하중이 지르코니아 블록과 도재 사이의 접착면과 동일한 방향으로 전달되도록 전단결합강도 측정용 지그에 고정된 뒤, 지르코니아에서 도재가 파절될 때까지 다목적 만능시험기 (Unitech[®], RB Model 301 Unitech M[™], Seoul, Korea)로 crosshead speed 0.5 mm/min의 조건에서 최대 하중값을 측정하고, 계면단면적을 이용하여 전단결합강도를 구하였다 (Fig. 1).

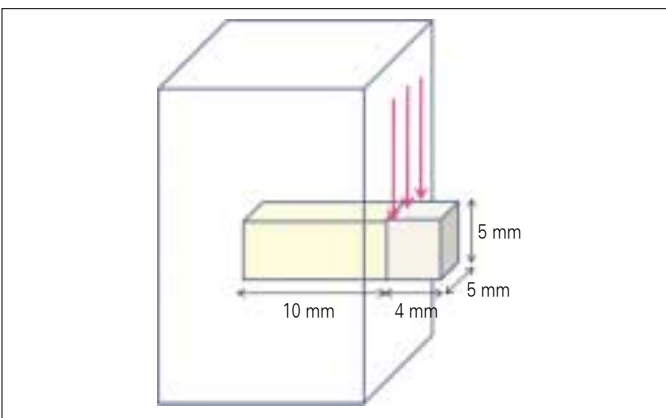


Fig. 1. Schematic diagram shows experimental setup and specimen in this study.

7) 파절면 분류 및 관찰

파절 양상은 다음과 같은 기준으로 실체현미경 (KH-7700[®], Hirox, Koyto, Japan)으로 관찰하여 분류하였다.

- (1) 접착성 파절 (adhesive failure): 코어 표면에서 비니어의 탈락
- (2) 응집성 파절 (cohesive failure): 코어 혹은 비니어 내에서 파절이 발생

(3) 혼합형 파절 (mixed failure): 코어 표면에서 접착성 파절과 응집성 파절이 혼합되어 발생
파절된 시편의 파절 양상을 주사 전자 현미경과 EDX를 이용하여 관찰 하였다.

8) 통계분석

전단결합강도의 평균과 표준편차를 계산하고, 각 군의 차이를 통계학적으로 검정하기 위해 각각 Mann-Whitney U test와 Kruskal-Wallis test (SPSS Version 12.0, Spss Inc, Chicago, USA)를 시행하였다. 통계적 유의성은 $P < .05$ 로 하였다.

결과

1. 전단결합강도

각 군에서 코어와 비니어 사이의 평균 전단결합강도는 23 - 29 MPa로 나타났다 (Table IV). Mann-Witney U test에서 블록 간 결합강도는 통계학적으로 유의한 차이를 보이지 않았다 ($P = .26$). 색소체 용액간의 전단결합강도에서 무색 지르코니아가 유색 지르코니아보다 높은 경향을 보였으나, Kruskal-Wallis test에서 통계학적으로 유의한 차이가 없었다 ($P = .70$).

2. 파절 양상

코어와 비니어내에서 응집성 파절과 혼합형 파절 양상이 관찰되었지만, 주로 혼합형 파절이 대부분이었으며, 모든 실험군에서 접착성 파절 양상은 관찰되지 않았다 (Fig. 2).

Table IV. Shear bond strength (MPa) between core and veneer

Group	N	Mean	SD
KN	10	28.46	7.30
KL	10	25.49	9.37
KC	10	24.11	7.66
KM	10	24.25	6.72
KCM	10	27.07	8.43
CN	10	27.33	5.97
CL	10	24.75	3.87
CC	10	23.48	5.61
CM	10	24.83	7.63
CCM	10	26.63	8.09

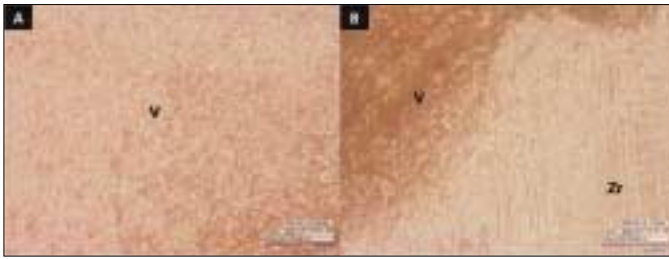


Fig. 2. Stereoscopic microscope images shows fractured surfaces of specimens. A, Cohesive failure; B, Mixed failure (V: veneered ceramic, Zr: zirconia).

3. 표면관찰

소결된 무색과 유색의 지르코니아를 주사전자현미경으로 관찰 시 유색의 지르코니아는 무색의 지르코니아와는 다른 양상을 보였다. 유색 지르코니아 시편의 입자 경계부위와 표면에 색소로 짐작되는 물질이 침착되어 있음을 확인하였다 (Fig. 3). EDX 분석 결과 4가지 색소체 용액을 이용한 유색의 지르코니아는 무색의 지르코니아와는 다르게 1% 미만의 미량원소가 발견되었다.

전장 결합강도 측정 후 파절된 지르코니아 시편의 광학 현미경과 주사전자 현미경 관찰에서 무색 지르코니아와 유색 지르코니아 간의 차이는 보이지 않았으나, 실패양상에 따라 도재 내 응집성 파절에서는 도재 입자들만이 관찰되고, 혼합형 파절에서 지르코니아 표면에 도재 입자들이 남아있는 양상이 관찰되었다.

EDX 분석결과에서 응집성 파절은 지르코니아 원소가 거의 검출되지 않고 도재 성분만이 관찰되는 반면, 혼합형 파절은 지르코니아 성분과 도재의 성분이 함께 관찰되었다.

고찰

심미에 대한 환자의 요구가 커지면서 완전 도재관 수복물에 대한 관심이 고조되었으나, 초기의 완전 도재관들은 그 심미적인 장점에 불구하고 파절에 대한 취약성이 커서 임상에서 사용이 제한되어 왔다.¹⁹ 그러나 최근 치과 심미수복에 지르코니아가 보급되면서 강도의 문제가 보완되어 지르코니아를 이용한 완전 도재관 수복물의 사용이 확대되고 있다.

지르코니아의 고인성, 고강도의 물리적 성질에도 불구하고 지르코니아는 너무 하얗고 불투명하여 채도가 낮은 전치부 색조를 재현할 시에는 너무 밝아 명도가 높아지므로 이를 피하기 위해 지르코니아 코핑을 얇게 하여 전장도재를 두껍게 하거나, 금속 도재관처럼 불투명도재로 이를 피개, 또는 채도를 높여 명도를 상쇄시켜 치과 보철물로서 사용하였다.

이러한 문제점을 개선하기 위해 최근 지르코니아를 다루는 회사들은 유색의 지르코니아를 소개하고 있다. 그러나 대부분의 회사에서 유색 지르코니아의 제작과 구성 성분에 대한 자

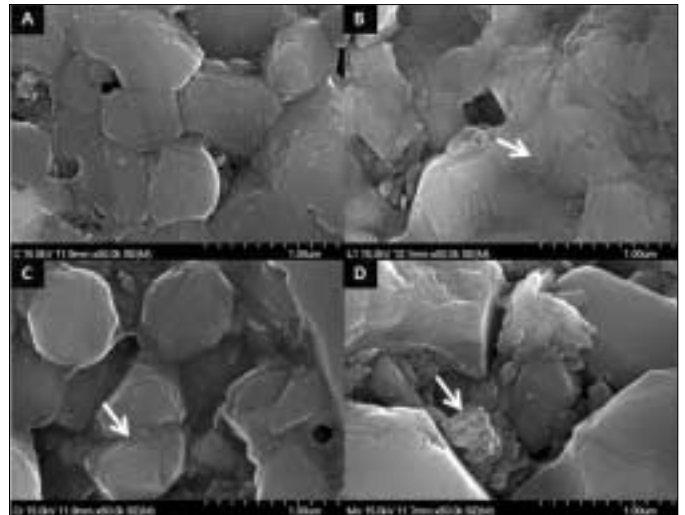


Fig. 3. The deposition of colorant was detected in the scanning electron microscope images of zirconia specimens.(arrows) (Original magnification, $\times 50$).

A, Uncolored zirconia; B, LL1; C, Aqueous chromium chloride solution; D, Aqueous molybdenum chloride solution.

세한 자료를 공개하지 않고 있으며, 또한 이에 대한 연구도 부족한 실정이다. 일반적으로 금속산화물이 색을 부여하는데 사용되는 것으로 추측되고 있을 뿐이다. 지르코니아 제작 시 첨가한 금속 산화물들이 지르코니아의 경도와 파절인성에는 영향을 주지 않으나 굴곡강도는 무색 지르코니아에 비해 유의하게 낮았음을 보고하여 매우 적은 양의 첨가로도 유색 지르코니아의 기계적 성질이 달라질 수 있음을 강조하였다. 반면에 Beuer 등²⁰은 유색 지르코니아가 무색에 비해 인위적 노화 조건 후에 물성이 약간 좋아지거나 변화가 없는 것으로 보고하였고 그 이유를 금속 산화물이 지르코니아 분자 사이에 개재됨으로써 더욱더 촘촘한 mesh structure를 지니기 때문인 것으로 해석하였다.

이러한 금속산화물을 이용한 지르코니아 발색은 각 원소에 의해 여러 가지 색상을 얻을 수 있다는 장점을 갖는다.²¹ 그러나 지르코니아 분말에 금속산화물을 섞어서 블록을 만드는 방법은 지르코니아 분말의 조성과정에서 고체의 금속산화물을 미세하고 균일하게 분포하도록 혼합하기 어려워 이로 인해 최종 소성 후 균일한 색상을 얻기가 어려우며, 물리적 성질에 영향을 주어 강도가 저하될 수 있다.²² 따라서 다공성의 지르코니아 하부구조에 색소체 용액을 침전시켜 원하는 색조를 얻어내는 침전형의 지르코니아 유색화 과정은 처음부터 색조화된 지르코니아의 단점을 보완할 수 있는 방법이라 생각된다.

본 연구는 금속염화물이 활성도가 뛰어나 저 함량으로도 색조를 띄며, 염화물에 함유된 염소이온이 소성 중 대부분 휘발하여 완전제거가 가능하고, 물리적 성질에 영향을 미치지 않을 것으로 생각되어 금속 염화물을 이용하여 색소체 용액을

제조하였다. 금속염화물로 제작한 색소체 용액의 선행 연구에서 지르코니아에 색조를 부여하는 것을 확인하였고, 특히 폴리브데늄, 크로뮴의 금속원소가 함유된 색소체 용액이 치아와 유사한 색을 띠는 것을 확인하였다. 각각 폴리브데늄, 크로뮴 색소체용액을 이용하였을 시 지르코니아는 연노랑, 갈색 계열의 색상이 나타났다. 또한 색소체 용액 제조 시 용매의 양(각 20 - 320 ml)을 달리하였을 경우 여러 가지 다양한 색상을 가지는 유색 지르코니아를 만들 수 있음을 확인하였다. 색소체 용액 내에 침지하여 유색 지르코니아를 제작하는 방법은 임상에서 적용하기 편리하고 침지 시간과 용액의 종류, 농도 등에 따라 손쉽게 다양한 색조를 부여할 수 있어 환자의 요구와 치아의 색조와도 조화를 이룰 수 있다는 장점이 있다.²³

지르코니아는 심미적이지만 그 자체의 불투명성으로 단독으로 사용하기 어렵고, 강도가 높아 대합치의 마모문제를 야기할 수 있어 지르코니아 코어위에 전장도재를 축성하는 과정이 필요하다. 하지만 이중구조로 이루어진 지르코니아 완전도재관은 전장도재의 파절이라는 위험성을 가지고 있기 때문에 임상에서 적용하기 위해서는 지르코니아 코어와 전장도재 간 충분한 결합강도를 가지고 있어야 한다.

금속 도재관에서 적절한 결합강도는 25 MPa 이상이 되어야 한다고 알려져 있으며,²⁴ 완전도재관의 경우 아직 적절한 강도가 제시되고 있지 않다. Al-Dohan 등²⁵은 금속-도재관의 전단결합 강도가 30 MPa였으며, 다른 완전도재관들과 금속 도재관의 전단결합강도가 유의할만한 수준의 차이를 보이지 않았다고 보고하였다. 또한 Dundar 등²⁶은 glass ceramic과 glass infiltrated alumina ceramic의 전단결합 강도가 23 - 41 MPa임을 보고하였다. 본 연구에서 모든 실험군의 평균 전단결합강도는 23 - 29 MPa 사이였으며, 다른 여러 연구에서 보고된 수치와 비교했을 시 낮은 수치이지만 비슷한 범위를 보였다. 이는 다른 전단결합 강도 연구들과는 달리 지르코니아 표면에 기계적 혹은 화학적 표면처리를 하지 않았기 때문인 것으로 생각된다. 본 연구 결과 유색 지르코니아의 전단결합강도가 무색 지르코니아보다 낮은 경향을 보였으나 통계학적으로 유의한 차이를 보이지 않았다. 또한 지르코니아 블록 간, 색소체 용액 간의 전단결합강도도 통계학적으로 유의한 차이를 보이지 않았다.

육안으로 관찰 시 시편에서 파절이 도재 내에서 시작된 후 균열이 접착면 쪽으로 진행되어 접착면이 분리되는 양상을 보였다. 입체현미경으로 관찰하여 파절 양상을 분류한 결과 대부분의 시편은 혼합형 파절을 나타내었고 지르코니아 표면 위에 도재 입자가 남아있는 양상이었다. 주사 전자 현미경을 이용한 파절면 관찰 시에도 분리가 일어난 접착면은 지르코니아가 완전히 노출되지 않고 도재입자들이 남아 있었다. EDX 분석 결과, 파절양상에 따라 응집성 파절에서는 도재의 성분만이 관찰되었고 혼합형 파절에서는 지르코니아와 도재의 성분이 함께 관찰되었다.

지르코니아와 도재 간 결합강도에 영향을 주는 요인으로 두 재료 사이의 기계적, 물리적, 화학적 결합, 열팽창계수의 차이

에 의해 발생하는 수축력에 의한 결합, 도재층과 지르코니아의 두께, 탄성계수의 차이, 작용하는 힘의 방향, 빈도, 크기, 교합접촉면의 크기와 위치, 수복물과 접착제 계면사이의 결합, 환경적 요인 등이 있다.²³ 본 연구에서 유색 지르코니아의 전단강도가 무색 지르코니아의 전단강도보다 낮은 경향을 보인 것은 EDX 검사 상 나타난 유색 지르코니아에 첨가된 미량의 금속 염화물과 관련이 있을 것으로 추측되나,^{27,29} EDX 검사는 피크의 중첩이 심하고 원소 검출한계가 낮다는 단점이 있어 정확성이 떨어지므로 추후 이에 대한 연구가 더 필요할 것으로 생각된다.

본 연구는 지르코니아와 전장 도재간의 전단결합 강도를 실험하였고, 실험결과 임상에서 이용 가능한 결합강도를 보였으나 유색 지르코니아의 유색화 과정 중에 색소 첨가로 인해 전장 도재와의 결합력도 약화되는 양상을 나타냈다. 따라서 유색 지르코니아와 전장도재간의 결합강도를 증진시키기 위한 표면처리나 전 처치에 대하여 추가적인 연구가 필요할 것으로 사료된다.

결론

본 연구에서 염화물로 만든 색소체 용액으로 제작한 유색 지르코니아 블록의 임상적 응용을 검증해보기 위해 지르코니아 시편과 전장도재간의 전단결합강도를 비교, 분석하여 다음의 결과를 얻었다.

1. 유 · 무색 지르코니아와 전장도재간의 전단결합강도는 유색이 무색에 비해 낮은 경향을 보였지만, 통계학적으로 유의한 차이는 보이지 않았다 ($P > .05$).
2. 색소체용액의 종류에 따른 전단결합강도는 통계학적으로 유의한 차이를 보이지 않았다 ($P > .05$).
3. 사용된 실험 블록 간의 전단결합강도는 통계학적으로 유의한 차이를 보이지 않았다 ($P > .05$).
4. 입체현미경으로 분류 시, 지르코니아와 전장도재간의 파절은 주로 혼합성 파절 양상이었다. 광학 현미경, 주사 전자 현미경과 EDX 분석에서 지르코니아와 전장도재간의 파절면에 도재입자들이 남아있는 양상을 보였다.

이상의 결과로 염화수화물용액 침지법으로 제작한 유색 지르코니아와 전장도재간의 결합은 염화물 종류와 지르코니아 블록간에는 차이를 보이지 않았다. 그리고 유색 지르코니아와 전장도재의 전단결합강도는 무색 지르코니아와 전장 도재보다 더 낮은 경향을 보였지만, 관찰된 수치는 임상적으로 허용 가능하다는 것을 시사한다.

참고문헌

1. Piconi C, Maccauro G. Review zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials* 1999;20:1-25.
2. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture

- toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. *Dent Mater* 2004;20:441-8.
3. Kim JY, Seo BC, Oh HK. Toughness Mechanism and Manufacturing Process of ZrO₂ Ceramics. *Bull Kor Ceram Soc* 1992;7:80-8.
 4. Standard OC, Sorrell CC. Densification of Zirconia-conventional methods. *Key Eng Mater* 1998;251-300.
 5. Wang H, Aboushelib MN, Feilzer AJ. Strength influencing variables on CAD/CAM zirconia frameworks. *Dent Mater* 2008;24:633-8.
 6. Meyenberg KH, Luthy H, Scharer P. Zirconia posts: A new all-ceramic concept for nonvital abutment teeth. *J Esthet Dent* 1995;7:73-80.
 7. Luthardt R, Weber A, Rudolph H, Schone C, Quaaas 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.
 8. Wohlwend A, Studer S, Scharer P. The zirconium oxide abutment: An all-ceramic abutment for the esthetic improvement of implant super structures. *Quintessence Dent Technol* 1997;1:63-74.
 9. Keith O, Kusy RP, Whitley JQ. Zirconia brackets: an evaluation of morphology and coefficients of friction. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1994;106:605-14.
 10. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater* 2008;24:299-307.
 11. Sundh A, Sjögren G. Fracture resistance of all-ceramic zirconia bridges with differing phase stabilizers and quality of sintering. *Dent Mater* 2006;22:778-84.
 12. Aboushelib MN, Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. *Dent Mater* 2005;21:984-91.
 13. Heffernan MJ, Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Haselton DR, Stanford CM, Vargas MA. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part II : core and venner materials. *J Prosthet Dent* 2002;88:10-5.
 14. Braga RR, Ballester RY, Daronch M. Influence of time and adhesive system on the extrusion shear strength between feldspathic porcelain and bovine dentin. *Dent Mater* 2000;16:303-10.
 15. Al-Shehri SA, Mohammed H, Wilson CA. Influence of lamination on the flexural strength of a dental castable glass ceramic. *J Prosthet Dent* 1996;76:23-8.
 16. Isgro G, Pallav P, van der Zel JM, Feilzer AJ. The influence of the veneering porcelain and different surface treatments on the biaxial flexural strength of a heat-pressed ceramic. *J Prosthet Dent* 2003;90:465-73.
 17. De Jager N, Pallav P, Feilzer AJ. The influence of design parameters on the FEA-determined stress distribution in CAD-CAM produced all-ceramic dental crown. *Dent Mater* 2005;21:242-51.
 18. Oh GJ. Sintering behavior and mechanical properties of zirconia compacts for dental application. A master's thesis. Department of Dental Science. Chonnam National University, 2008.
 19. Southan DE, Jorgensen KD. Faulty in porcelain jacket crowns. *Aust Dent J* 1972;17:436-40.
 20. Beuer F, Erdelt KJ, Schweiger J, Eichberger M, Gernet W. Flexural strength and coloured and aged zirconia. 2004 IADR; abstract no 0113.
 21. Cales B. Colored zirconia ceramics for dental applications. *Bioceramics* 1998;11:591-4.
 22. Shah K, Holloway J, Denry IL. Effect of coloring with various metal oxides on the microstructure, color, and flexural strength of 3Y-TZP. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2008;87:329-37.
 23. Bhushan S, Pober R, Giodano R. Coloration of partially stabilized zirconia. 2005 IADR; abstract no 1775.
 24. Craig RG. Mechanical properties in restorative dental materials. 11th ed. New York: Mosby; 2002, p.551-92.
 25. Al-Dohan HM, Yaman P, Dennison JB, Razzoog ME, Lang BR. Shear strength of core-veneer interface in bi-layered ceramics. *J Prosthet Dent* 2004;91:349-55.
 26. Dundar M, Ozcan M, Comlekoglu E, Gungor MA, Artunc C. Bond strengths of veneering ceramics to reinforced ceramic core materials. *Int J Prosthodont* 2005;18:71-2.
 27. Gremillard L, Epicier T, Chevalier J, Fantozzi G. Microstructural study of silica-doped zirconia ceramics. *Acta Mater* 2000;48:4647-52.
 28. Mecartney M. Influence of an amorphous second phase on the properties of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystals (Y-TZP). *J Am Ceram Soc* 1987;70:54-8.
 29. Tsubakino H, Nozato R, Hamamoto M. Effect of alumina addition on the tetragonal-to-monoclinic phase transformation in zirconia-3 mol % yttria. *J Am Ceram Soc* 1991;74:440-3.

Shear bond strength of veneer ceramic and colored zirconia by using aqueous metal chloride solutions

Kwi-Dug Yun¹, DDS, MSD, Su-Kyoung Ryu¹, DDS, MSD, Mong-Sook Vang¹, DDS, MSD, PhD,
Hong-So Yang¹, DDS, MSD, Hyun-Seung Kim², PhD, Sang-Won Park^{1*}, DDS, MSD, PhD

¹Department of Prosthodontics, School of Dentistry, Chonnam National University, Gwangju, Korea

²Kuwotech Co. Ltd., Gwangju, Korea

Purpose: The purposes of this study was to evaluate shear bond strength between zirconia core and veneer-ceramic in order to examine the clinical practice of colored zirconia block fabricated by infiltration method into the metal chloride solution. **Material and methods:** CNU block and Everest[®] ZS blank were used. VITA In-Ceram[®]2000 YZ Coloring liquid (LL1) and 3 aqueous metal chloride solutions containing chromium and molybdenum ingredients were used. 40 zirconia specimens were prepared into cuboid shape (5 × 5 × 10 mm). All specimens were divided into 5 groups by infiltrating into the coloring liquids. After that, porcelain was build up into the shape of 5 × 5 × 4 mm³, followed by sintering. The maximum loading and shear bond strength was measured. Failure patterns and failure sites were examined. **Results:** 1. There were no statistical differences in shear bond strength between zirconia blocks ($P > .05$). 2. There were no statistically significant differences in shear bond strength between non-colored and colored zirconia blocks, while shear bond strength of non-colored zirconia blocks is higher than that of colored specimen ($P > .05$). 3. In the comparison with shear bond strength among colored zirconia blocks, there were no statistical differences according to kinds of coloring liquid ($P > .05$). 4. Mixed failure patterns were mainly observed in the failure between zirconia and veneering ceramic. The veneering ceramic failure of all specimens was observed in either interface of zirconia or veneering ceramic. **Conclusion:** Shear bond strength between colored zirconia and veneering ceramic shows lower tendency than non-colored zirconia, but there was clinically allowable value. (*J Korean Acad Prosthodont* 2010;48:151-7)

Key words: Infiltration, Metal chloride solution, Shear bond strength, Zirconia

*Corresponding Author: Sang-Won Park

Department of Prosthodontics, School of Dentistry, Chonnam National University, 77 Yongbong-Ro, Buk-gu, Gwang-Ju, 500-757, Korea

+82 62 530 5638: e-mail, psw320@chonnam.ac.kr

Article history

Received April 1, 2010/ Last Revision April 7, 2010/ Accepted April 14, 2010