

저온열화가 도재전장 지르코니아의 결합강도와 굴곡강도에 미치는 영향

이 정 환, 안 재 석
광주보건대학 치기공과

Influence of low temperature degradation on the bond strength and flexural Strength of veneered Zirconia(3Y-TZP)

Jung-hwan Lee, Jae-seok Ahn

Department of dental laboratory Technology, Gwang-ju Health College

[Abstract]

Purpose: The aim of this study was to evaluate the effect of pre-treatment of core and hydrothermal treatment on the bond strength and flexural strength of ceramic veneered zirconia.

Methods: 3Y-TZP specimens(KaVo Zr, 25mm × 3mm × 1mm) were prepared by five pre-treatment methods and divided into seven groups including control two groups, subsequently the specimens veneered with the E-MAX ceram according to manufacturer's information(total specimen thickness 1.5mm). Two groups from ceramic-zirconia specimens(n=105, n=15 per group) were assigned into two experimental fatigue conditions, namely storage in an autoclave at 134°C for 5h, thermo-cycling(3,000cycles, between 5 and 55°C, dwell time 45s, transfer time 2s). A flexural strength test was performed in a universal testing machine(crosshead speed: 0.5mm/min). Data were statistically analyzed using one-way ANOVA and Tukey's test($\alpha=0.05$).

Results: The ceramic-zirconia bond strength value for liner application group(LLW, 27.3 ± 3.8) were significantly lower than those of the pre-treatment groups(30.72 ± 5.3). The ceramic-zirconia bond strength and zirconia flexural strength was not affected by thermo-cycling($p>0.05$), whereas it was affected by storage in an autoclave at 134°C for 5h($p<0.05$).

Conclusion: The results indicated that the ceramic-zirconia bond strength and zirconia flexural strength was affected by low temperature degradation.

○ **Key words :** Bond strength, Ceramic veneered zirconia, Flexural strength, Hydrothermal treatment, Low temperature degradation, Y-TZP

교신저자	성명	안 재 석	전화	062-958-7697	E-mail	jsahn@ghc.ac.kr	
	주소	광주광역시 광산구 신창동 683-3번지 광주보건대학 치기공과					
접수일	2011. 8. 5		수정일	2011. 8. 30		확정일	2011. 9. 20

I. 서 론

지르코니아는 3가지의 결정학적인 다형체로 존재한다. 실온에서는 단사정계의 상(Monoclinic phase)으로 안정하고, 1170°C~2370°C사이에서 정방정계의 상(Tetragonal phase)으로 안정한 반면에 그 이상의 온도에서는 입방형의 상(Cubic phase)으로 존재한다(Hannink 등, 2000). 다양한 금속산화물을 첨가함으로써 실온에서도 준안정화 상태의 정방정계 구조를 유지할 수 있는데 특히 Ytria 라는 금속산화물이 치과분야에 일반적으로 사용되고 있다(Denry와 Kelly, 2008). 3mol.% Ytria 안정화제가 첨가된 다결정체의 정방정계의 지르코니아(3Y-TZP)는 치과분야에서 전부도재 보철물 제작을 위해 사용이 증가하고 있다. 이러한 종류의 지르코니아는 놀라운 강도, 우수한 심미성, 탁월한 생물학적 안전성, 낮은 치태 축적과 낮은 열 전도성의 특징을 가지고 있다(Denry와 Kelly, 2008). 지르코니아는 높은 강도를 가지고 있기 때문에 특유의 강화 공정을 거치면 구치부에서도 고정성 전부도재 보철물과 임플란트 지대주로 적용이 가능하다(Kohorst 등, 2007).

높은 국소적인 응력이 가해지면 특히 지르코니아 표면 위의 결합이나 격자 내에서 정방정계로부터 단사정계의 상(Phase)으로 구조적 변화가 일어난다. 이러한 복잡한 메커니즘을 변태강화(Transformation toughening)라고 한다. 이러한 메커니즘은 미세균열 주변의 입자들이 상(phase)변화하여 4%의 체적 팽창이 발생함으로써 국소적인 압축응력을 유발하여 균열이 커지거나 성장하는 것을 방지하는데 효과적이다(Hannink 등, 2000). 그러나 격자 내의 구조적 결합 외에도 점진적인 정방정계에서 단사정계로의 상변화는 구강의 습기가 있는 낮은 온도에서 피로에 의해서도 유발될 수 있다(Chevalier 등, 1999). 이러한 현상을 일반적으로 노화(Ageing) 혹은 저온열화(Low temperature degradation, LTD)라고 한다. 저온열화현상은 물이 존재하는 소성(Firing) 초기단계에서 특징지어지며 상당히 낮은 온도(65~300°C)에서 정방정계에서 단사정계의 상으로 변화가 발생한다. 상변화는 표면을 따라 서서히 확산되며 내부 전체로 계속해서 일어난다. 그 뒤에 상변화와 결부된 체적 팽창의 결과로 결정립

에서 미세한 균열들이 발생한다(Sato와 Shimada, 1985)다. 결국 저온열화현상은 지르코니아의 표면을 거칠어지게 만들고(Chevalier 등, 1999) Y-TZP의 기계적 성질에 해로운 영향을 미친다(Payyapilly와 Butt, 2007). Sato와 Shimada(1985)에 따르면 지르코니아 표면에 화학흡착된 물이 Zr-O-Zr결합의 파괴를 유발하고 Zr-OH를 형성하며 그것 때문에 결과적으로 응력부식(Stress corrosion)이 발생한다. 위의 설명에서 상변화는 산소공격자(Oxygen vacancy) 확산메커니즘(Guo X, 2001)에 의한 지르코니아 격자 내에 물 분자(Water radical)의 확산과 결부된 내부응력의 탓이라고 본다(Shubert와 Frey, 2005). 이러한 현상은 정방정계에서 단사정계로의 상변화를 위한 에너지 장벽을 줄이고 이렇게 됨으로써 상변화 속도가 증가하게 된다. 비록 이러한 메커니즘은 구강내의 온도에서 매우 천천히 일어나지만 강도, 인성(Toughness)과 밀도의 감소를 야기하기에 충분하다. 저온열화현상에 기인한 강도의 감소는 스트레스가 반복해서 가해짐으로써 증가될 수 있다(예, 저작압)(Chevalier 등, 1999). 또한 강도는 반복되는 열적인 스트레스에 의해 저하될 수 있고 이는 세라믹 재료 내부에 장력(Tension) 발생을 유도하여 미세한 균열이 서서히 성장하여 분명해지게 한다(Kohorst 등, 2008).

치과 연구 중 체외에서 진행되는 대부분의 실험들은 공격적인 구강환경을 적용하지 않고 있으나 구강환경은 치과재료들의 물리화학적 변화를 유발할 수 있다. 특히 수분이 있는 환경에서 온도 변화는 지르코니아 열화(Degradation)를 위한 조건을 제공한다(Kvam 등, 1995). 따라서 치과분야에서 지르코니아 보철의 성공적인 적용을 위해서는 그러한 상태에서 피로의 특성을 파악하는 것이 매우 중요하다.

해외연구에서 지르코니아를 골조(Framework)로 사용한 전부도재 4분 고정성 보철물이 정상적으로 기능하는 동안 저작압에 견디는 것을 보여주었다(Kohorst 등, 2007). 그러나 장시간 체온과 같은 온도의 물에 보관하고 기계적·열적인 반복 처리를 병행한 후 지지용량(Load-bearing capacity)의 상당한 감소를 보였으며 최고 40%까지 감소하는 것이 관찰되었다(Kohorst 등, 2008). 이런 지지용량의 감소가 골조의 노화 때문이라는 것에 의문

이 생긴다. 아마도 전장도재나 전장도재와 골조와 결합의 문제가 아닌 지르코니아의 저온열화나 피로와 관련이 있는 것으로 생각되며 이것은 도재전장 지르코니아 구조물의 안정성 감소를 유발할 수 있다. 우리는 이전의 연구에서 수분과 열에 의해 지르코니아의 결정립(Grain)에 미세 균열이 발생하는 것을 관찰하였으며 이러한 변화가 지르코니아의 저온열화현상과 관련이 있음을 인지하게 되었다. 최근 국내외 연구에서 치과용 지르코니아(Y-TZP)의 저온열화가 기계적 성질과 결합강도에 미치는 영향에 관한 논문은 소수만이 존재했다. 이번 연구에서는 이러한 저온열화현상에 따른 도재전장 지르코니아 보철물의 안전성을 평가하기 위해 이전의 연구에 인위적 저온열화방법인 고압증기멸균기(Autoclave)의 134°C에서 5시간 처리와 열순환기(Thermo-cycler)에서 5°C와 55°C 증류수에 번갈아가며 45초 동안 침적하는 열순환 처리를 추가하여 도재전장 지르코니아의 결합강도와 굴곡강도를 측정하였다. 열순환 처리는 차갑거나 뜨거운 음식을 섭취함으로써 지르코니아 수복물의 강도에 영향을 줄 수 있는 구강 내에서의 온도변화를 재현한 것이다. 많은 실험들에서 도재와 지르코니아의 결합을 평가하였으며 여기에는 인장(Tensile), 미소인장(Microtensile)과 전단결합강도(Shear bond strength) 실험들이 포함되어 있다. 그러나 검토한 문헌에서 전부도재 재료를 위한 타당한 결합강도 실험으로 결정된 것은 없었다(Dündar 등, 2007). 본 연구에서는 3점 굴곡강도(Three point flexural strength) 실험을 적용하였다.

검증할 가설은 수분과 열에 의한 저온열화현상이 전장도재와 지르코니아의 결합강도와 굴곡강도에 중대한 영향을 미친다는 것이다.

II. 연구 방법

1. 지르코니아 시편제작

실험을 위해 전용의 지르코니아 블록(Y-TZP, KaVo Everest®, German)을 사용하였다. 시편은 water-cooled diamond disc(Metsaw, R&B, Korea)를 이용하여 25mm×3mm×0.5mm의 직사각형 형태로 제작하고 전용

의 소결로(Therm, KaVo Everest®, German)에서 소결하였다.

2. 도재전장 지르코니아 시편제작(도재 층의 형성)

3Y-TZP의 전처리 과정에서 습윤 효과가 전장도재와의 결합강도에 영향을 미치는지 관찰하기 위해 NDW, DDW 실험군은 약 0.05mm 두께로 전장도재를 축성하고 500°C에서 6분 동안 예열한 다음 1분에 45°C씩 상승시켜 950°C에 도달한 후 2분간 계류하는 wash-firing을 시행하였다. 전처리 과정에서 소성온도 차이에 의한 결합강도의 변화를 관찰하기 위해 DDD 실험군은 소성온도만 달리하여 제조업자의 추천온도(750°C)로 소성하였다. LLW와 LLWT 실험군은 도재전장 지르코니아 보철물을 제작하는 통상적인 방법으로 라이너 액과 분말을 혼합하여 0.2mm의 두께가 되도록 적용한 후 소성하였다. 그 뒤에 준비된 모든 지르코니아의 시편 중앙에 8mm×3mm×1mm의 크기의 전장도재가 위치되도록 축성하여 2번 소성하였다(Fig. 1).

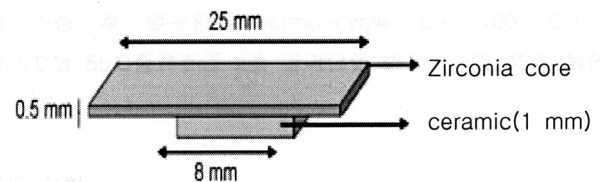


Fig. 1. Final shape and the demensions of the ceramic-zirconia specimen

각각의 실험군 당 15개의 시편 제작하여 7개의 실험군으로 총 105개의 시편으로 실험하였다. 전장도재는 Ivoclar E-MAX® Ceram(Dentin A3, Zir Liner 1)을 사용하였고, 전용의 도재 소성로 Ivoclar P-500(Ivoclar vivadent, Liechtenstein)을 사용하여 소성하였다(Table 1).

3. 열수처리(Hydrothermal treatment)

수분과 열이 공존하는 상태에 의한 저온열화가 도재전장 지르코니아의 결합강도에 미치는 영향을 평가하기 위해 NNNA 실험군은 도재 축성 전 지르코니아 코어를 고압증기멸균소독기(LISA, W&H, Austria) 134°C의 온도에서 2bar의 압력으로 5시간 처리하였으며 LLWT 실험군은 2차 소성 후 열순환기(Thermo-cycler the-1100,

Table 1. Treatments for different specimen groups

Specimens	Pre-treatment of core material	Material used for 1st firing	Material used for 2nd firing	Hydrothermal treatment
NNN	NO	Distilled water Dentin Dentin-firing(750°C)	Dentin-firing(750°C)	NO
NNNA	NO	Distilled water Dentin Dentin-firing(750°C)	Dentin-firing(750°C)	Storage in autoclave 134°C, 5h, 2bar (before veneering)
NDW	Dentin Wash-firing(950°C)	Distilled water Dentin Dentin-firing(750°C)	Dentin-firing(750°C)	NO
DDD	Distilled water Dentin wash-firing(750°C)	Distilled water Dentin Dentin-firing(750°C)	Dentin-firing(750°C)	NO
DDW	Distilled water Dentin Wash-firing(950°C)	Distilled water Dentin Dentin-firing(750°C)	Dentin-firing(750°C)	NO
LLW	Liner liquid Liner Wash-firing(950°C)	Distilled water Dentin Dentin-firing(750°C)	Dentin-firing(750°C)	NO
LLWT	Liner liquid Liner Wash-firing(950°C)	Distilled water Dentin Dentin-firing(750°C)	Dentin-firing(750°C)	Thermo-cycling in distilled water(5-55°C), dwell time 45s, transfer time 2s, 3,000cycles (after second firing)

SD mechatronik GmbH, Germany)에서 5°C와 55°C 증류수에 2초 간격으로 번갈아가며 45초 동안 침적하여 열순환 처리하였다.

4. 3점 굴곡강도 시험

각각의 시편은 ISO9693에 따라 만능시험기(RB302 Micro load, R&B, Korea)의 금속 지지부에 올려놓고 크

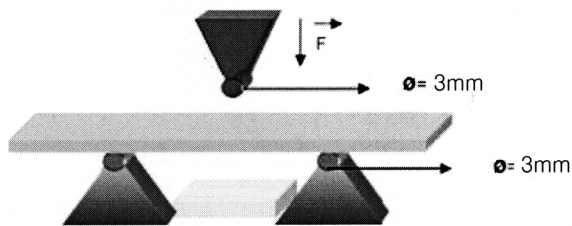


Fig. 2. Schematic drawing of the rod with 3mm diameter tip in relation to the pier and distance between two support pier is 20mm

로스헤드를 0.5mm/min 일률적인 속도로 지르코니아 시편이 파절될 때까지 시편 장축의 중앙에 수직으로 하중을 적용하였다(Fig. 2).

만능시험기(Universal testing meachine) 시스템 소프트웨어에 의해 전장도재와 지르코니아 초기 분리 시점의 하중(결합강도)과 지르코니아 코어 파절시점의 하중(굴곡강도)이 기록된다. 하중은 킬로그램중(kgf)으로 얻어지며 굴곡강도의 산출을 위해 뉴턴(N)으로 전환한 후 다음의 공식에 따라 계산하였다. 다음의 공식에서 "p"는 파절시 최대 하중(N), "l"은 두 개의 지지 사이의 거리(mm), "b"는 시편의 넓이(mm) 이고 "d"는 시편의 두께(mm)이다.

$$\text{굴곡강도(MPa)} = \frac{3pl}{2bd^2}$$

5. 통계 분석

통계적 분석은 SPSS version 18(SPSS Inc.)시스템을 사용하였으며 각 그룹의 평균은 일원분산분석(ANOVA)으로 분석하였고 다중비교는 Tukey's test 을 실행하였다.

III. 결 과

1. 전처리 방법과 열수처리(Hydrothermal treatment)에 따른 결합강도 변화

Table 2는 각 군 간의 비교를 위해 one-way ANOVA test 를 시행한 결과로 각 군간의 유의한 차이가 존재하였다.

Table 2. One-way ANOVA test(Initial failure strength)

	Sum of square	DF	Mean square	F value	Sig.
Between Group	930.353	6	155.059	7.494	.000
Within Group	2027.674	98	20.691		
Total	2958.027	104			

Table 3과 Fig. 3은 지르코니아 시편의 전처리 방법과 열순환 처리방법에 따라 나눈 시편에 3점 굴곡시험을 시행하여 전장도재와 지르코니아의 결합이 분리되는 시점에서 하중을 측정된 결과이다.

전처리 과정을 거치지 않은 실험군(NNN), 수분의 영향을 확인하기위해 증류수 없이 도재 분말만을 도포한 실험군(NDW), 온도의 영향을 확인하기위해 증류수와 도재를 혼합하여 750℃에서 wash-firing한 실험군(DDD)과 950℃에서 wash-firing한 실험군(DDW)들 간에 결합강도의 유의한 차이는 없었으나 라이너를 적용한 실험군(LLW)이 통계적으로 유의하게 낮게 나타났다.

전처리 과정없이 도재를 소성한 실험군(NNN)과 비교하여 고압증기멸균기의 열수상태(Hydrothermal condition)

에 처리 후 도재를 소성한 실험군(NNNA)의 결합강도가 낮게 나타났으며 통계적으로 유의하였다.

라이너를 적용하고 도재를 소성한 실험군(LLW)과 동일한 조건으로 시편 제작 후 열순환(Thermo-cycling) 처리를 한 실험군(LLWT)의 결합강도 차이는 없었다(p>0.05).

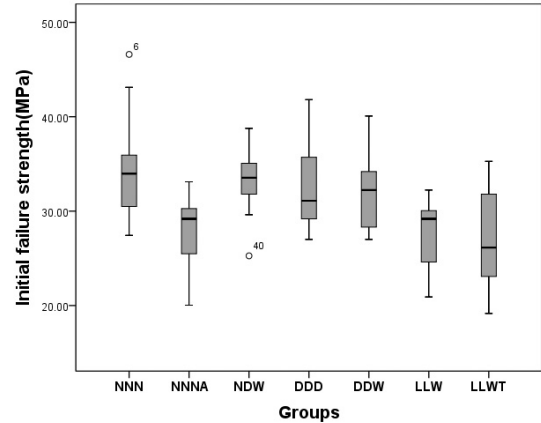


Fig. 3. Initial failure strength values of veneered ceramic-zirconia specimens

Table 3. Mean Initial failure strength(MPa) and 95%-CI in different groups

Groups	Initial failure (MPa)	
	Mean ± SD	95%-CI
NNN ^f	34.4 ± 5.6	31.3-37.5
NNNA ^{a,b}	27.8 ± 4.1	25.5-30.1
NDW ^c	33.5 ± 3.4	31.6-35.4
DDD ^c	32.8 ± 5.1	29.9-35.7
DDW ^c	32.0 ± 4.2	29.7-34.4
LLW ^{a,b}	27.3 ± 3.8	25.1-29.4
LLWT ^a	26.9 ± 4.9	22.2-29.7

SD=standard deviation, CI=confidence interval, ^{a,b,c}Tukey

2. 전처리 방법과 열수처리(Hydrothermal treatment)에 따른 굴곡강도 변화

Table 4는 각 군 간의 비교를 위해 one-way ANOVA test 를 시행한 결과로 각 군간의 유의한 차이가 존재하였다.

Table 5와 Fig. 4은 지르코니아 시편의 전처리 방법과 열순환 처리방법에 따라 나눈 시편에 3점 굴곡시험을 시행하여 지르코니아가 파절되는 시점에서 하중을 측정된

Table 4. One-way ANOVA test(Flexural strength)

	Sum of square	DF	Mean square	F value	Sig.
Between Group	4771.684	6	795.281	3.244	.006
Within Group	24022.374	98	245.126		
Total	28794.058	104			

결과이다.

전처리 방법에 따른 실험군(NNN, NDW, DDD, DDW, LLW)사이 에 굴곡강도 차이는 통계적으로 유의하지 않았다. 다른 실험군들과 비교하여 열수처리한 2개의 실험군(LLWT, NNNA)에서 굴곡강도가 높게 나타났으나 고압 증기멸균기의 열수상태에 5시간 보관한 실험군(NNNA)만이 통계적으로 유의한 차이를 보였다.

라이너를 적용하고 도재를 소성한 실험군(LLW)과 비교

하여 동일한 조건으로 시편 제작 후 열순환(Thermo-cycling) 처리한 실험군(LLWT)의 굴곡강도가 높게 나타났지만 통계적으로 유의하지는 않았다.

전처리 과정 없이 도재를 소성한 실험군(NNN)과 비교하여 지르코니아 시편을 고압증기멸균기의 열수상태(Hydrothermal condition)에 5시간 처리 후 도재를 소성한 실험군(NNNA)의 굴곡강도가 높게 나타났으며 통계적으로 유의하였다.

Table 5. Mean Flexural strength(MPa) and 95%-CI in different groups

Groups	Final failure (MPa)	
	Mean ± SD	95%-CI
NNN ^a	87.1 ± 14.3	79.1-95.1
NNNA ^b	104.3 ± 15.8	95.5-113.1
NDW ^a	82.3 ± 14.8	74.0-90.5
DDD ^{a,b}	88.3 ± 19.6	77.4-99.1
DDW ^a	85.8 ± 16.6	76.5-95.0
LLW ^a	86.0 ± 8.4	81.3-90.6
LLWT ^{a,b}	93.0 ± 17.3	83.4-102.5

SD=standard deviation, CI=confidence interval, ^{a,b,c}Tukey

IV. 고 찰

통상적인 도재전장 지르코니아 보철물 제작과정에서 도재분말을 증류수나 전용액과 혼합하여 축성한 후 소성하기 때문에 지르코니아는 수분과 열의 영향을 받게 되며 구강내의 환경이나 고압증기멸균기의 소독 과정에서도 수분과 열이 공존하는 상태에 노출된다. 따라서 이러한 상황 모두에서 정방정계의 지르코니아가 단사정계로 상(Phase)변화되어 지르코니아의 기계적 성질의 열화가 발생할 수 있다(Chevalier 등, 2007).

이 연구의 목적은 저온열화가 도재전장 지르코니아의 결합강도와 굴곡강도에 미치는 영향을 확인하는 것이다. 이전의 연구에서 수분과 열에 의한 저온열화현상으로 지르코니아의 결정립에 미세균열이 발생하는 것을 관찰하였으며 수분의 양이 많을수록 온도가 높을수록 표면에서 미세균열의 범위가 넓어지는 것을 알 수 있었다. 따라서 이러한 현상이 결합강도에 영향을 미칠 것이라고 생각한다. Chevalier 등(2007)은 원자현미경(AFM)을 이용한 관찰에서 이러한 특징들을 수분에 의해서 유도된 정방정계에서 단사정계 상으로의 구조변화라고 보고하였다. Michael 등(2010)은 도재 축성과정에서 도재에 함유된 수분이 도재와 지르코니아의 계면에서 결정의 상변화를

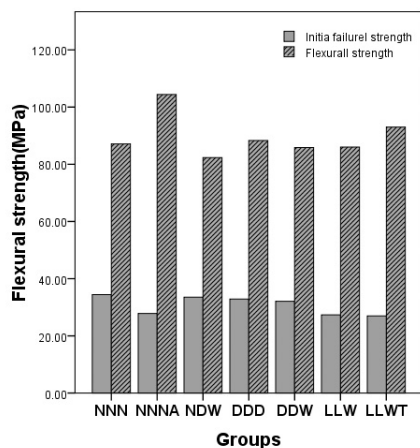


Fig. 4. Flexural strength mean values of veneered ceramic-zirconia specimens

유발하기 때문에 도재 축성과정에서 최초의 축성은 수분이 함유되지 않은 도재분말만을 사용하여 지르코니아 표면이 수분과 접촉하는 것을 피하거나 수분과 혼합하여 사용할 때는 아주 얇게 도포함으로써 접촉하는 수분의 양을 줄일 것을 추천하였다.

본 연구의 실험 결과는 이전 연구에서 예측했던 것과 비슷하게 지르코니아 결정립에 미세균열의 범위가 넓었던 실험군에서 결합강도가 낮게 나타났다. 즉 라이너를 적용한 실험군(LLW), 증류수와 도재를 혼합하여 950℃에서 wash-firing한 실험군(DDW), 증류수와 도재를 혼합하여 750℃에서 wash-firing한 실험군(DDD), 증류수 없이 도재 분말만을 도포한 실험군(NDW), 전처리 과정을 거치지 않은 실험군(NNN)순으로 결합강도가 낮았지만 라이너를 적용한 실험군(LLW)의 결합강도만 유의하게 낮았다. 본 실험에서 사용한 지르코니아 전용의 세라믹 제조업자에 따르면 라이너의 적용은 지르코니아 코어와 도재와의 결합력을 증가시키고 형광성을 부여하며 기본적인 색상을 재현하는 것을 돕는다고 하였다. 그러나 본 실험의 연구 결과에서는 전처리과정을 거친 실험군 중에서 라이너를 적용한 실험군이 가장 낮은 결합 강도를 나타냈다($p < 0.05$).

이러한 결과는 라이너를 도포하고 도재료에서 예열하는 동안 점성이 높은 라이너 전용액이 증류수보다 수분증발이 늦어 증류수에 비해 상대적으로 오랜 시간동안 지르코니아 표면위에 남아있기 때문에 좀 더 많은 저온열화를 유도하여 결합강도의 저하를 야기한 것으로 생각된다. 이러한 결과는 저온열화에 따른 상변화의 깊이가 시간 의존적이며 그 깊이는 아주 작은 마이크로미터로 측정되었다고 보고한 Chowdhury 등(2007)의 결과와 일치하였다. 또한 도재와 지르코니아의 결합강도는 재료에 의해 좌우될 뿐만 아니라 적용된 라이너에 의해서도 영향을 받는데 라이너를 적용했을 경우 Ceram S의 결합강도를 유의하게 개선하였지만 Lava dentine, Rondo Shoulder 또는 Sakura Interaction에서는 통계적 차이가 없었으며 Ceram Express와 Rondo Dentine에서는 결합강도를 감소시켰다고 보고한 Aboushelib 등(2006)의 결과와 부분적으로 일치하였다.

Lothar 등(2010)은 80℃의 증류수와 134℃의 고압증기

멸균기에 보관 시간이 길어질수록 단사정계의 양이 증가하는 것을 X-ray Diffraction(XRD)를 이용하여 관찰하였으며 3 mol.% yttrium oxide(3Y-TZP)를 134℃의 고압증기멸균기에 5시간 보관하였을 경우 약 5%의 단사정계 상을 관찰하였다고 보고하였고, Kosmač 등(1999)은 단사정계로 상변화된 Y-TZP를 900℃에서 1시간 동안 열처리 후 단사정계의 양이 2%보다 적었다고 보고하였다. 본 실험의 결과에서는 전처리 과정 없이 도재를 소성한 실험군(NNN)과 비교하여 지르코니아 시편을 고압증기멸균기의 134℃ 열수상태(Hydrothermal condition)에 5시간 보관한 후 도재를 소성한 실험군(NNNA)의 결합강도가 유의하게 낮게 나타났다. 이는 Lothar 등(2010)과 Kosmač 등(1999)의 결과로 미루어 볼 때 고압증기멸균기의 열수상태가 지르코니아 표면에서 단사정계 상의 양을 증가시켰고, 증가된 단사정계 상이 도재와 지르코니아간의 결합력을 감소시켰을 것으로 생각된다. 또한 소성과정에서 단사정계가 정방정계의 상으로 다시 변화할 수도 있지만 소성온도가 750℃로 상변화 온도보다 낮았고 소성시간이 짧았기 때문에 그 영향이 적었을 것으로 사료된다.

라이너 적용 후 도재를 소성한 실험군(LLW)과 동일한 조건으로 시편 제작 후 열순환기(Thermo-cycler)에서 5℃와 55℃증류수에 번갈아가며 45초 동안 침적하여 열순환(3000회) 처리한 실험군(LLWT)의 결합강도 차이는 유의하지 않았고, 동일한 조건에서 열순환 처리(20000회)를 하였지만 전단결합강도에 영향을 미치지 않았다고 보고한 Guess 등(2008)의 결과와 일치 하였다. 반면에 동일한 조건에서 50000회 열순환 처리 하였을 경우 전단결합강도가 유의하게 낮았다고 보고한 Fahmi 등(2010)의 결과와는 일치하지 않았다. 이러한 결과로 미루어 볼 때 열순환 처리의 시간과 횟수가 많아질수록 저온열화의 정도가 커지기때문에 도재와 지르코니아의 결합강도에 영향을 미치는 것으로 판단된다.

전처리 방법에 따른 실험군(NNN, NDW, DDD, DDW, LLW)사이에 굴곡강도 차이는 통계적으로 유의하지 않았다. 이는 전처리과정에서 도재층을 매우 얇게 적층함으로써 수분의 양이 매우 적고 도재 소성과정에서 수분은 빠르게 증발하기 때문에 저온열화의 정도가 미약하여 지르코니

아의 굴곡강도에 미치는 영향이 적었을 것으로 생각된다.

Chevalier 등(2007)은 5시간동안 134℃에서 증기 살균은 37℃에서 15-20년의 열화를 재현한 것과 같음을 보고하였다. 본 실험에서 열수 처리한 두 개의 실험군(LLWT, NNNA)의 굴곡강도가 다른 실험군들과 비교하여 높게 나타났지만 고압증기멸균기의 열수상태(Hydrothermal condition)에 처리하고 도재를 소성한 실험군(NNNA)에서만 통계적으로 유의하게 높았다. 이러한 결과는 끓는 물에서 7일 동안 처리하였을 경우 치과용 지르코니아의 굴곡강도를 약간 개선하였다고 보고한 Papanagiotou 등(2006)의 결과와 일치하였으며 지르코니아의 강화메커니즘은 정방정계에서 단사정계로 상변화와 관련이 있으며 지르코니아의 표면에서 관찰된 단사정계의 양이 많아질수록 굴곡강도도 증가한다고 보고한 Guazzato 등(2005)의 결과와도 일치하였다. 반면에 Ardlin 등(2002)은 Denzir(Ivoclar Viva dent AG, Schaan, Liechtenstein)을 이용한 연구에서 250℃의 수증기에서 24시간 보관하거나 80℃의 아세트산(4%)에서 168시간동안 보관 후 굴곡강도의 변화는 없었다고 보고하였는데, 이러한 결과로 미루어볼 때 열수처리 방법과 시간에 따라 지르코니아의 열화정도가 다르게 나타나며 단사정계 상이 증가하게 되어 지르코니아의 굴곡강도를 증가 시킨 것으로 생각된다.

본 연구의 한계는 각 실험군에서 저온열화에 의한 단사정계 상의 양을 측정하지 못했다는 것이다. 더 발전된 연구를 위해서는 전처리나 열수처리 후 XRD(X-ray Diffraction) 분석을 통해서 단사정계의 양을 비교하고 Weibull 분석을 통하여 강도의 가변성을 평가하여 더 높은 신뢰도를 얻는 것이 필요하다.

V. 결 론

본 연구는 저온열화가 전장도재와 지르코니아의 결합력과 굴곡강도에 미치는 영향을 확인하기 위해 지르코니아 코어의 전처리 방법과 열수처리 방법에 따라 3점 굴곡강도 실험결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 전처리 방법에 따른 실험군(NNN, NDW, DDD,

DDW, LLW)중에서 라이너를 적용 후 도재를 소성한 실험군(LLW)의 결합강도가 낮았다($p < 0.05$).

2. 라이너 적용 후 도재를 소성한 실험군(LLW)과 동일한 조건으로 시편 제작 후 열순환기(Thermo-cycler)에서 5℃와 55℃증류수에 번갈아가며 45초 동안 침적하여 열순환(3000회) 처리한 실험군(LLWT)의 결합강도 차이는 유의하지 않았다.

3. 전처리 과정 없이 도재를 소성한 실험군(NNN)과 비교하여 지르코니아 시편을 고압증기멸균기의 134℃ 열수상태(Hydrothermal condition)에 5시간 보관한 후 도재를 소성한 실험군(NNNA)의 결합강도가 낮았다($p < 0.05$).

4. 전처리 방법에 따른 실험군(NNN, NDW, DDD, DDW, LLW)의 굴곡강도 차이는 유의하지 않았다.

5. 라이너 적용 후 도재를 소성한 실험군(LLW)과 동일한 조건으로 시편 제작 후 열순환기(Thermo-cycler)에서 5℃와 55℃증류수에 번갈아가며 45초 동안 침적하여 열순환(3000회) 처리한 실험군(LLWT)의 굴곡강도 차이는 유의하지 않았다.

6. 전처리 과정 없이 도재를 소성한 실험군(NNN)과 비교하여 지르코니아 시편을 고압증기멸균기의 134℃ 열수상태(Hydrothermal condition)에 5시간 보관한 후 도재를 소성한 실험군(NNNA)의 굴곡강도가 높았다($p < 0.05$).

참 고 문 헌

- Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. Part II: Zirconia veneering ceramics. Dent Mater Sep, 22(9), 857-63, 2006.
- Ardlin BI, Transformation-toughened zirconia for

- dental inlays, crowns and bridges: chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure. *Dent Mater*, 18, 590-595, 2002.
- Chevalier J, Cales B, Drouin JM. Low-temperature aging of Y-TZP ceramics. *J Am Ceram Soc*, 82, 2150-2154, 1999.
- Chevalier J, Gremillard L, and Deville S. Low-temperature degradation of zirconia and implications for biomedical implants. *Annu Rev Mater Res*, 37, 1-32, 2007.
- Chevalier J, Olagnon C, Fantozzi G. Subcritical crack propagation in 3Y-TZP ceramics: static and cyclic fatigue. *J Am Ceram Soc*, 82, 3129-3138, 1999.
- Chowdhury S, Vohra YK, Lemons JE, Ueno M, Ikeda J. Accelerating aging of zirconia femoral head implants: change of surface structure and mechanical properties. *J Biomed Mater Res*, 81, 486-492, 2007.
- Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater*, 24, 299-307, 2008.
- Dündar M, Ozcan M, Gökçe B, Cömlekoğlu E, Leite F, Valandro LF. Comparison of two bond strength testing methodologies for bilayered all-ceramics. *Dent Mater* May, 23(5), 630-6, 2007.
- Fahmi M, Giordano R, Porber R. Effect of Thermocycling on Veneer Porcelain Bond Strength to Zirconia. IADR General Session, July 14-17, 2010.
- Guazzato M, Quach L, Albakry M, Michael VS. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent*, 33, 1, January, 9-18, 2005.
- Guess PC, Kulis A, Witkowski S, Wolkewitz M, Zhang Y, Strub JR. Shear bond strengths between different zirconia cores and veneering ceramics and their susceptibility to thermocycling. *Dent Mater*, Nov, 24(11), 1556-67, 2008.
- Guo X. Hydrothermal degradation mechanism of tetragonal zirconia. *J Mater Sci*, 36, 3737-3744, 2001.
- Hannink RHJ, Kelly PM, Muddle BC. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics. *J Am Ceram Soc*, 83, 461-487, 2000.
- Kohorst P, Herzog TJ, Borchers L, Stiesch-Scholz M. Load-bearing capacity of all-ceramic posterior four-unit fixed partial dentures with different zirconia frameworks. *Eur J Oral Sci*, 115, 161-166, 2007.
- Kohorst P, Dittmer MP, Borchers L, Stiesch-Scholz M. Influence of cyclic fatigue in water on the load-bearing capacity of dental bridges made of zirconia. *Acta Biomater* 4, 1440-1447, 2008.
- Kosmač T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TPZ zirconia ceramic. *Dent Mater*, 15, 426-433, 1999.
- Kvam K, Derand T, Austrheim EK. Fracture toughness and flexural strength of dental ceramics for titanium. *Biomaterials*, 16, 73-76, 1995.
- Lothar Borchers, Meike Stiesch, Friedrich-Wilhelm Bach, Josef-Christian Buhl, Christoph H?bsch, Tim Kellner, Philipp Kohorst and Michael Jendras *Acta Biomater* PMID 20656076, 2010.
- Michael J. Tholey, Christoph Berthold, Michael VS, Norbert T. XRD2 micro-diffraction analysis of the interface between Y-TZP and

veneering porcelain: Role of application methods. *Dent Mater*, 26, 6, June, 545-552, 2010.

Papanagiotou HP, Morgano SM, Giordano RA, R. In vitro evaluation of low-temperature aging effects and finishing procedures on the flexural strength and structural stability of Y-TZP dental ceramics. *J Prosthet Dent*, 96, 154-164, 2006.

Payyapilly JJ, Butt DP. Kinetics of hydrothermally induced transformation of yttria partially stabilized zirconia. *J Nucl Mater*, 360, 92-98, 2007.

Sato T, Shimada M. Transformation of yttria-doped tetragonal ZrO₂ polycrystals by annealing in water. *J Am Ceram Soc*, 68, 356-359, 1985.

Schubert H, Frey F. Stability of Y-TZP during hydrothermal treatment: neutron experiments and stability considerations. *J Eur Ceram Soc*, 25, 1597-1602, 2005.