

지르코니아와 포세린의 전단결합강도

김 사 학
동우대학 치기공과

Shear Bond Strength Between Zirconia and Porcelain

Sa-Hak Kim

Department of Dental Laboratory Technology, Dong-U College, Sokcho 217-711, Korea

[Abstract]

Purpose: To examine the shear bond strengths of zirconia and veneering ceramic according to their surface processing.

Methods: The test samples were divided into three groups: one without zirconia surface processing, one sandblasted, and one sandblasted then 3% etched. Then veneering ceramic was fired on all test samples, and their shear bond strengths were measured.

Results: The test samples of the control group (Z1) showed the lowest shear bond strengths of 21.82 ± 1.02 MPa. The shear bond strengths of Z2 and Z3 (28.25 ± 0.72 and 26.23 ± 0.82 MPa, respectively) were relatively higher than those of the control group. The fracture surface of the control group showed adhesive fractures while the test groups had relatively large numbers of cohesive fractures.

Conclusion: The shear bond strength was high in the test groups with surface processing while the fracture surfaces showed compound fractures of adhesive and cohesive fractures.

○ **Key words :** shear bond strengths, zirconia

* 본 연구는 2010학년도 동우대학 학술연구비 지원을 받아 수행되었음.

교신저자	성명	김 사 학	전화	010-9287-2880	E-mail	dksh@duc.ac.kr	
	주소	강원도 속초시 노학동 산 244번지 동우대학 치기공과					
접수일	2011. 1. 31		수정일	2011. 3. 14		확정일	2011. 3. 15

I. 서론

치과 수복물이 구강 내에서 적절한 기능을 하기 위해서는 기계적 특성, 화학적 내구성 및 생체적합성이 우수해야 한다. 이러한 구강내 요구 조건을 충족하는 치과용 세라믹은 심미성이 우수하여 치과 수복물로 다양하게 응용되고 있지만, 세라믹의 취성이 문제점으로 지적되고 있다.

지르코니아는 파절강도가 700~800MPa 정도로 금속과 비슷하여 구치부 세라믹관, 전치 및 구치부 세라믹브릿지, 세라믹포스트, 임플란트지대치, 임플란트몸체, 교정용 브라켓등에 사용되고 있다(Luthardt et al, 2002; Wohlwend et al, 1997). 특히, 치과 영역에서의 CAD/CAM을 이용한 보철물 제작시 정밀도와 편리성이 향상되어 이를 이용한 지르코니아 수복물 제작이 점차 증가되는 추세이다(Tinschert et al, 2001; Tinschert et al, 2000).

지르코니아 결정은 단사정계(monoclinic), 정방정계(tetragonal) 및 입방정계(cubic)의 세 가지 다른 결정구조로 구성되어 있다. 단사정계 결정상은 실온에서 1,170℃까지 안정한 상태를 유지하고, 1,170℃에서 2,370℃까지는 정방정계 결정상으로 존재하며, 그 이상의 온도에서 용융점(약 2,680℃)까지는 입방정계 결정상으로 존재한다. 외부에서 가해지는 응력 또는 가공과정에서 발생하는 응력에 의하여 정방정계 결정상이 단사정계 결정상으로 상변태가 일어날 수 있다. 상전이 시 발생하는 변태강화(transformation Toughening)기전에 의한 체적확장에 의해 균열의 진행을 억제하여 기존의 도재에 비해 매우 높은 굴곡 및 파절강도를 갖는다(Piconi et al, 1999). 이런 뛰어난 물성에도 불구하고 지르코니아는 강한 취성과 파괴 거동을 나타내므로 제한적으로 사용되어 왔다.

지르코니아와 베니어 세라믹간의 결합력이 낮고 파절되는 원인으로는 지르코니아와 베니어 세라믹의 열팽창계수 차이에 의한 응력집중과 지르코니아에 대한 베니어 세라믹의 낮은 젖음성, 베니어 세라믹의 소성에 따른 수축, 열이나 응력부하에 의한 지르코니아와 베니어 세라믹 계면에서의 지르코니아 결정 변태와 제작과정에 발생한 결합 등인 것으로 보고되고 있다(De Jager et al, 2005).

세라믹 표면을 거칠게 하여 미세기계적 유지력을 얻기

위한 방법으로 샌드블라스팅처리법과 불산처리법 등이 사용되고 있는데, 치과용 세라믹의 미세구조와 성분이 다양하여 표면처리법에 따른 유지력은 다양한 값을 보이고 있다(Bona and Anusavice, 2002).

세라믹 표면을 샌드블라스팅 처리하면 표면에 잔류하는 오염물질이 제거되고, 표면을 거칠게 하여 접촉면적을 증가시킬 뿐 아니라 기계적 유지력을 제공하거나 접촉제를 안착시키는 역할을 할 수 있다. 샌드블라스팅 처리가 지르코니아 세라믹 표면에 미세균열을 생성하여 굴곡강도를 감소시킬 수 있다는 연구가 있으나, 다른 연구에서는 샌드블라스팅 처리가 지르코니아 세라믹을 강화시킬 수 있다는 보고도 있다(Kosmac et al, 1999; Kosmac et al, 2000).

본 연구에서는 표면처리에 따른 지르코니아와 베니어 세라믹과의 전단 결합강도를 알아보기 위하여 지르코니아 표면을 처리하지 않은 군, sandblasting한 군, sandblasting하고 3% 불산 용액으로 에칭한 군 3군으로 나누어 시편을 표면 처리한 다음 모든 시편에 베니어 세라믹을 소성하여 전단결합강도 실험을 통해 표면처리가 지르코니아와 베니어 세라믹과의 전단결합강도에 미치는 영향을 알아보고자 한다.

II. 연구 방법

1. 연구재료 및 시편제조

본 연구에서 사용한 이트리아 안정 지르코니아(Dentaim, Korea)는 CAD/CAM 가공용으로 제작된 블록을 사용하였고 베니어 세라믹은 지르맥스(Alphadent, Korea)를 사용하였다(Table 1). 지르코니아 블록을 가로 14mm×세로 14mm×높이 12mm로 가공한 다음, 전기로(Eco-therm)에 넣고 8.0℃/min의 상승속도로 1,500℃까지 올려 2시간 동안 유지하였다. 지르코니아 소결체의 포세린 소부 표면은 평균입경 110μm 알루미늄아 연마제를 사용하여 10mm 떨어진 위치에서 압력 3 기압으로 15초 동안 sandblasting하고 3% HF에서 산부식 처리한 후 2분간 초음파 세척한 다음 건조하여 사용하였다(Table 2). 준비한 시편 표면위에 내경 6mm×높이 12mm 실리콘몰드를

고정하여 각 군당 6개씩 포세린을 축성한 다음 제조사가 추천한 소성온도 조건에서 소성하였다(Fig. 1).

2. 기기분석

전단결합강도 측정은 재료시험기(Model 3366, Instron Co. USA)에 지그를 장착하고 crosshead 속도 1.0mm/min로 파절 하중을 측정하였으며, 파면을 주사전자현미경(S-3000N, Hitachi)을 이용하여 1만 배의 배율로 관찰 분석하였다.

Table 1. Experimental materials used in this study

Material	Product name	Manufacturer
Zirconia block	Zmatch	Dentaim, Korea
veneering ceramic	Zirmax	Alphadent, Korea

Table 2. Group of specimens

Group	Surface treatment	N
Z1	non - sandblasting	6
Z2	sandblasting	6
Z3	sandblasting + 3% HF	6

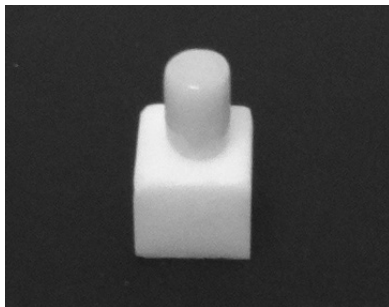


Fig. 1. Photos of specimen.

III. 결 과

1. 전단결합강도의 측정

지르코니아 블록을 가로 14mm×세로 14mm×높이 12mm로 가공한 다음, 전기로에 넣고 8.3℃/min의 상승속도로 1,500℃까지 올려 소성 한 후 표면처리 하지 않은 대조군(Z1)과, 소성 후 표면을 sandblasting 처리한 한 군, 소성 후 표면을 sandblasting하고 3% 불산 용액으로 에칭한

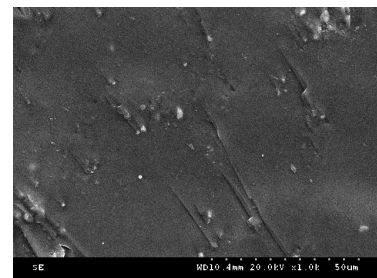
실험군(Z2,Z3)의 지르코니아와 포세린의 전단 결합강도는 Table 2와 같다.

대조군(Z1)의 시편에서는 전단결합강도가 21.82±1.02MPa으로 가장 낮게 나타났고, 실험군 전단결합강도는 Z2에서는 28.25±0.72MPa, Z3는 26.23±0.82MPa로 대조군에 비해서 높은 전단결합강도 값을 보였다. 통계학적인 분석(one-way ANOVA)과 유의성 검증을 위하여 Scheffé's test 결과, 대조군(Z1)과 실험군(Z2, Z3)간 유의차이를 보였으며(P<0.05), 실험군(Z2)과 실험군(Z3) 사이에서도 유의차이를 나타내었다(P<0.05).

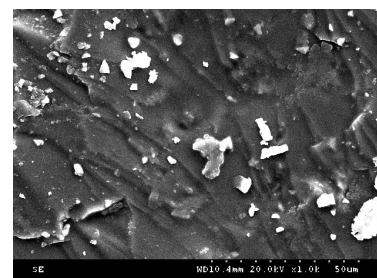
Table 3. Shear bond strength of the tested porcelains to zirconia

Group	Shear Bonding strength(MPa)
Z1	21.82±1.02 ^a
Z2	28.25±0.72 ^b
Z3	26.23±0.82 ^c

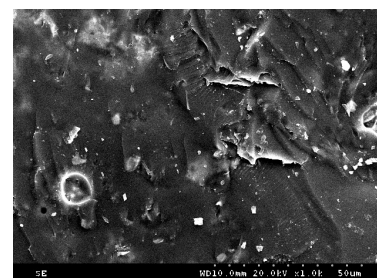
* p<0.05



Z1



Z2



Z3

Fig. 2. Representative images of the zirconia ceramic surface.(SEM photomicrographs, magnification 10000×)

2. 주사전자현미경(SEM) 관찰

시편을 소성 한 후 표면을 sandblasting 처리하거나 sandblasting하고 3% 불산 용액으로 에칭한 실험군과 소성 한 후 표면처리 하지 않은 대조군의 지르코니아와 포세린의 파단면의 형상 분석을 위하여 주사전자현미경(S-3000N, Hitachi)으로 1만배 배율로 촬영한 결과를 Fig. 2에 나타내었다. 주사전자현미경 관찰 결과 대조군 파단면에서는 adhesive 파절 양상을 보였으며, 실험군 파단면에서는 비교적 많은 cohesive 파절양상이 관찰되는 것을 알 수 있었다.

IV. 고 찰

1980년대 후반과 1990년대에 새롭게 등장한 all ceramic 시스템들은 대부분 낮은 파절강도로 임상에서 사용하지 않고 근래에는 수종의 시스템만이 활용되고 있으며, 현재 임상에서 사용되는 시스템으로는 유리를 용융시켜 소결된 알루미늄 core에 침윤시키는 방법을 사용하는 In-Ceram 시스템과 lost-wax technique을 이용하여 도재를 열가압하는 방법의 IPS Empress와 IPS Empress 2 시스템 등이 있다(Oh et al, 2000; Hóland, 1998).

그러나 이러한 all ceramic 시스템들은 구치부 수복물 등 강한 충격력이 발휘되는 곳이나 bridge에서는 충분치 못한 파절강도로 안정된 사용이 어려워 이를 해결하기 위해 지르코니아 세라믹이 all ceramic 수복재료로 2000년대 초반부터 치과계에 소개되기 시작하였다.

지르코니아는 높은 파절강도와 투과성으로 인해 심미치과 영역에서 첨단 신소재로 개발되기 시작했으며, CAD/CAM 술식에서 사용되는 지르코니아는 Y₂O₃첨가물이 사용되어 Yttria-stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystal(Y-TZP)로 알려져 있다(Kern and Wegner, 1998).

새로운 전부도재관 시스템의 코어-전장도재의 결합강도와 실패 양상에 대한 정보는 전부도재관의 임상 적용 시 내구성을 예측하는데 도움을 준다. 전단 결합강도 측정은 전부 도재관의 코어와 전장도재 결합력을 평가하는

데 상용되는 일반적인 방법이다. 결합강도에 영향을 주는 인자는 하중속도, 응력분산유형, 두께 비율, 결합면의 길이와 넓이 등 다양하기 때문에 실험실에서 측정된 전단 결합강도의 절대치를 임상적 결과로 확대 해석하기에는 다소 무리가 있을수 있으므로, 상대적 비교 평가의 자료로 활용된다(Denry and Kelly, 2008).

기계적 표면처리법인 샌드블라스팅 처리는 지르코니아의 표면적과 표면에너지를 증가시켜 미세기계적 유지력을 향상시킬 수 있으며, 또한 표면장력을 감소시켜 접착제의 적심성을 최대화시킬 수 있다. 본 실험에서 전단결합강도의 결과는 Table 3와 같이 샌드블라스팅 처리한 실험군이 대조군에 비해 강도가 높게 나타났다. 샌드블라스팅 한 후 불산으로 에칭처리한 경우에는 $26.23 \pm 0.82 \text{MPa}$ 로 대조군 보다는 높은 결과를 보였지만 실험 군인 Z2보다는 낮은 값을 보여 불산처리가 결합력에 향상에 영향을 미치는 못한 다는 것을 알 수 있었다.

지르코니아의 주사전자현미경 관찰은 지르코니아와 포세린의 계면 및 지르코니아 결정의 연구에 많이 이용된다. 본 연구에서 사용한 지르코니아와 포세린의 파단면의 사진에서 지르코니아 표면처리 전과 후의 파단면을 전자현미경으로 관찰한 결과, 표면처리하지 않은 지르코니아 시편에서는 지르코니아 입자들이 치밀하게 결합되어 있는 전형적인 양상을 보였다.

파절양상은 항상 결합강도 결과와 일치하지 않을지라도 주사전자현미경관찰에서는 낮은 결합강도를 보이는 대조군인 Z1인 경우는 adhesive 파절 양상을 보인다. 반면 비교적 높은 결합강도를 보인 실험군인 Z2, Z3에서는 많은 cohesive 파절양상이 관찰되며, 혼합적인 파절양상을 이룬다. 이러한 경우를 볼 때 파절양상과 결합강도 값의 관계는 정확히 설명하기란 어렵지만, 지르코니아와 포세린의 결합강도 값은 실험장비, 표면조건, 세라믹의 차이 등에 의해 3.4MPa 에서 61.0MPa 로 다양하게 나타난다(Sorensen et al, 1991; Aboushelib et al, 2005). 본 연구 결과에서도 가장 높은 값인 Z2이 $28.25 \pm 0.72 \text{MPa}$ 에서 가장 낮은 값인 Z1이 $21.82 \pm 1.02 \text{MPa}$ 로 나타나, 지르코니아의 표면처리에 따라 차이가 있음을 알 수 있다.

본 연구 결과에서도 알 수 있듯이 표면처리에 따른 실험군의 전단결합강도는 대조군 보다 유의하게 증가 하였다.

즉 샌드블라스팅 처리한 경우와 샌드블라스팅 후 불산처리한 경우가 표면처리 하지 않은 시편보다 우수한 결합강도를 보였다. 일반적으로 지르코니아의 경우 미세기계적 유지력이 결합력에 중요한 것으로 보이며 이러한 결합에 관여하는 표면처리에 따른 지르코니아 표면의 화학적 변화, 심미성을 증대시키기 위한 색조재현방법과 전단결합강도를 증대시키기 위한 지르코니아 코아 재료와 포세린의 열팽창계수 및 지르코니아 상변화 등에 관한 연구가 필요할 것으로 사료된다.

V. 결 론

본 논문에서는 사각형 지르코니아 세라믹 표면을 다양한 방법(Z1, Z2, Z3)으로 처리한 후 베니어 포세린을 소성하여 인스트론으로 전단결합강도를 측정하고 파면을 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 전단결합강도 분석결과 대조군 Z1 group 에서 $21.82 \pm 1.02\text{MPa}$ 을 나타내었고, 실험군 Z2 group에서 $28.25 \pm 0.72\text{MPa}$, Z3 group 에서는 $26.23 \pm 0.82\text{MPa}$ 을 나타냈으며, 통계학적 유의차가 있었다($p < 0.05$).
2. 주사전자현미경으로 지르코니아와 포세린의 파면을 관찰한 결과 대조군에서는 adhesive 파절의 양상을 보였고 실험군에서는 cohesive 파절이 관찰 되었다.

참 고 문 헌

Aboushelib MN, DeJager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. *Dent mater*, 21, 984-991, 2005.

Bona AD, Anusavice KJ. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. *Int J Prosthodont*, 15, 159-167, 2002.

Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent mater*, 24, 299-307, 2008.

DeJager N, Pallav P, Feilzer AJ. The influence of design parameters on the FEA-determined stress distribution in CAD-CAM produced all-ceramic dental crowns. *Dent mater*, 21, 242-51, 2005.

Hóland W. Materials science fundamentals of the IPS Empress 2 glass-ceramic. *Ivoclar-Vivadent-Report*, 12, 3-10, 1998.

Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic : adhesion methods and their durability. *Dent Mater*, 14, 64-71, 1998.

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*, 15, 426-433, 1999.

Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. *J Biomed Mater Res, Appl Biomater* 53, 304-313, 2000.

Luthardt R, Weber A, Rudolph H, Schone C, Quaas S, Walter M. Design and production of dental prosthetic restorations: basic research on dental CAD/CAM technology. *Int J Comput Dent*, 5(2-3), 165-76, 2002.

Oh SC, Dong JK, Luthy H, Scharer P. Strength and microstructure of IPS Empress 2 glass-ceramic after different heat treatments. *Int J Prosthodont*, 13, 468-472, 2000.

Piconi C, Maccauro G. Review zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*, 20, 1-25, 1999.

Sorensen JA, Engelman MJ, Torres TJ, Avera SP. Shear bond strength of composite resin to porcelain. *Int J Prosthodont*, 4, 17-23, 1991.

Tinschert J, Natt G, Mautsch W, Spiekermann H,

Anusavice KJ. Marginal fit of alumina- and zirconia-based fixed partial dentures produced by a CAD/CAM system. *Oper Dent*, 26(4), 367-74, 2001.

Tinschert J, Zvez D, Marx R, Anusavice KJ. Structural reliability of alumina-feldspar-leucite-mica- and zirconia-based ceramics. *J Dent*, 28(7), 529-35, 2000.

Wohlwend A, Studer S, Scharer P. The zirconium oxide abutment: an all-ceramic abutment for the esthetic improvement of implant superstructures. *Quintessence Dent Technol*, 1, 63-74, 1997.