

전부도재관용 지르코니아의 표면처리에 따른 표면특성 및 계면특성 관찰

김치영, 정인성, 최성민
부산가톨릭대학교 보건과학대학 치기공학과

Interface and Surface Properties by Surface Treatment of Zirconia for All Ceramic Crown

Chi-Young Kim, In-Sung Chung, Sung-min Choi
Catholic University of Pusan

[Abstract]

Purpose: This study was to observe the surface and interfacial characteristic of Zirconia by surface treatment. And it was observed the roughness and contact angle according to processing, and the interfacial properties by surface treatment on zirconia.

Methods: The oxide formation and ion diffusion between core and veneer ceramic were determined by the X-ray Dot Mapping of EPMA(Electron probe micro analyzer). The roughness was measured by 3D Digital microscope and the contact angle according to processing of zirconia was observed using distilled water on the surface.

Results: The surface roughness of the specimens Z04, Z12, Z15 was measured $0.67(\pm 0.03)\mu\text{m}$, $0.50(\pm 0.12)\mu\text{m}$, $0.35(\pm 0.09)\mu\text{m}$, respectively. As results of contact angle test, Z04, Z12, Z15 of specimen group without binder treatment was measured $46.79(\pm 3.17)^\circ$, $57.47(\pm 4.83)^\circ$, $56.19(\pm 2.66)^\circ$, respectively. but, L04, L12, L15 of specimen group without binder treatment was measured $63.84(\pm 2.20)^\circ$, $66.08(\pm 0.16)^\circ$, $65.10(\pm 1.01)^\circ$, respectively. Average contact angle of L15 was measured $65.10(\pm 1.01)^\circ$. In X-ray Dot Mapping results, thickness of binder including Al element was measured that each of L04, L12, L15 were $20\mu\text{m}$, $15\mu\text{m}$, $10\mu\text{m}$.

Conclusion: The more rough surface increases the wettability, but the sintered exclusive binder decreases the wettability.

●Key words : zirconia, ion diffusion, interface property, Oxide characteristic, surface treatment

*본 연구는 2011년도 부산가톨릭대학교 교내연구비에 의하여 연구되었음.

교신저자	성명	최 성 민	전화	051-510-0594	E-mail	smchoi@cup.ac.kr	
	주소	부산광역시 금정구 부곡동 부산가톨릭대학교 치기공학과					
접수일	2013. 4. 25		수정일	2013. 6. 17		확정일	2013. 6. 25

I. 서 론

환자들의 심미적 요구가 증가함에 따라 도재용착주조관의 경우 내부구조를 이루는 금속으로 인한 심미적 한계를 극복하기 위해 전부도재관이 개발 되었다. 초기의 전부도재관은 강화형 도재로 하부구조를 이루고 장식형 도재를 소성하는 방법으로 제작하기 때문에 임상적으로 장식형 도재부위에서의 파절이 항상 문제로 제기되고 있다 (Dong et al., 1992; Probster and Diehl, 1992). 초기의 전부도재관의 파절원인은 도재의 낮은 인장강도 때문이었다. 이러한 단점을 개선하기 위해 백류석, 알루미나, 지르코니아 등을 이용한 강화재료들의 등장으로 전부도재관의 사용이 증가하고 있다 (Blatz, 2002; Olsson et al., 2003).

강화재료 중 지르코니아는 치과용 수복물 재료로서 근래에 개발되어 임상에서의 사용이 증가하고 있는 심미보철용 재료이다. 지르코니아는 높은 내마모성, 굽힘강도, 파절 인성, 화학적 안정성, 구조적 안정성, 그리고 생체적합성을 지니고 있어서 전부도재관의 하부구조 재료로서 이용이 확대되고 있다(Cho, 2006; Potiket et al., 2004). 하지만 지르코니아 재료등의 강화재료를 이용한 전부도재관도 조건에 따라 파절이 발생하게 된다. 이러한 파절은 재료의 특성이 아닌 지대치의 형상, 하부구조의 두께, 치관의 두께, 하중의 방향 또는 위치, 열 순환, 반복 하중, 하부구조와 전장도재간의 결합관계 등 조건이 원인인 것으로 보고되었다(Friedlander et al., 1990; McCormick et al., 1993; Scherrer et al., 1993; Kem et al., 1994; Kim et al., 2004). 파절의 조건 중 하부구조와 전장도재간의 결합관계인 결합강도는 전부도재관의 파절강도에 큰 영향을 미치는 것으로 보고되었다(Strub et al., 1998; Potiket et al., 2004).

하부구조와 전장도재간의 결합강도 향상을 위하여 다양한 결합표면의 처리방법을 보고가 되고 있다. 다양한 표면처리방법 중 전용결합재 사용이 결합강도에 영향을 미치는 것으로 보고되었다. 전부도재관에 사용되는 전용결합재는 결합강도를 향상에 도움을 주는 것으로 보고되었으나 결합재 사용으로 인하여 결합계면 내의 균열이 발생되어 파절의 시작점으로 작용될 수 있는 것으로 보고되었

다(Aboushelib, 2008).

선행연구들을 분석한 결과 전부도재관의 파절강도와 결합강도에 관한 연구는 활발하게 보고되었으나, 결합강도에 영향을 미칠 수 있는 전용결합재에 관한 연구는 미흡한 것으로 판단된다. 그래서 본 연구에서는 전부도재관의 결합력에 영향을 미치게 되는 표면의 특성 및 계면의 특성을 관찰하고자 한다. 전부도재관용 지르코니아 소재의 가공에 따른 거칠기 변화와 거칠기에 따른 표면의 접촉각 변화 그리고 표면처리에 따른 계면의 특성 변화를 관찰하고자 한다. 연구결과는 전부도재관 하부구조의 표면가공 기술의 자료로 제시하고자 한다.

II. 연구 방법

1. 실험 재료

전부도재관용 지르코니아 소재의 표면관찰 및 계면관찰을 위하여 지르코니아 소재 1종과 계면관찰을 위한 도재 1종을 선택하여 준비하였다(Table 1).

Table 1. Materials of specimens

Type	Name	Manufacturer
Zirconia	FineBase	(주)화인신소재
Porcelain	IPS e. max Ceram	ivoclar

2. 시편 제작

1) 표면관찰 및 계면관찰 시편

전부도재관 하부구조의 표면특성관찰을 위하여 준비된 지르코니아 소재 블럭을 한 변의 길이가 5mm, 두께 1mm 인 정사각판형 시편을절단하여 제작하였다. 제작된 시편은 규격 No. 400, No. 1200, No. 1500인 사포를 이용하여 3종의 거칠기를 형성하였다. 그리고 전용 소결로 (Zirkonfen 600, Zirkonzahn)에서 1,500℃온도로 2시간 동안 완전 소결을 실시하였다. 소결이 완료된 시편은 표면거칠기 관찰시편 3종 각 5개씩, 표면젖음성 관찰시편 6종 각 5개씩 그리고 계면관찰 시편 6종 각 5개씩으로 준비하였다(Table 2).

Table 2. Classification of Specimens

Code	Treatment	n
Z04	#400 grinding	15
Z12	#1200 grinding	15
Z15	#1500 grinding	15
L04	#400 grinding + bonding agent	10
L12	#1200 grinding + bonding agent	10
L15	#1500 grinding + bonding agent	10

3. 시험 방법

1) 표면거칠기 관찰실험

전부도재관 하부구조의 표면특성관찰을 위하여 표면거칠기 관찰실험을 실시하였다. 표면거칠기 관찰은 준비한 시편을 표면거칠기를 측정할 수 있는 3D Digital microscope (VHX-600, KEYENCE Co., Japan)를 이용하여 표면의 평균거칠기와 형상을 관찰하였다.

2) 표면젖음성 관찰실험

전부도재관 하부구조의 표면특성관찰을 위하여 표면젖음성 관찰실험을 실시하였다. 표면젖음성 관찰실험을 위하여 준비한 3종의 거칠기를 가지는 시편에 전용결합재를 도포하여 소성하였다. 그리고 3종의 거칠기를 가지는 시편에 전용결합재를 처리한 군과 전용결합재를 처리하지 않은 군 간의 표면 젖음성을 관찰하였다. 표면젖음성은 증류수를 이용하였으며, 접촉각측정기(Phoenix touch, SEO)로 측정하였다.

3) 계면 관찰실험

전부도재관 하부구조의 계면특성관찰을 위하여 계면 관찰실험을 실시하였다. 3종의 거칠기를 가지는 준비된 시편에 전용결합재를 처리한 시편군과 전용결합재를 처리하지 않은 시편군으로 분류하여 2분류 시편군 모두 전용도재(IPS e. max Ceram, ivoclar)를 축성하여 소성하였다. 소성된 시편들의 단면을 절단하여 경면연마를 실시하고 경면연마 된 시편은 계면을 관찰하기 위하여 전자현미경분석기(Electron Probe Micro Analyzer, SX 100)를 이용하여 X선 성분분석(X-ray dot mapping analysis)

를 실시하였다.

III. 결 과

전부도재관용 지르코니아 소재의 표면관찰 및 계면관찰을 위하여 표면거칠기 관찰실험과 표면젖음성 관찰실험 그리고 계면 관찰실험을 실시하였다.

1. 표면거칠기 관찰

전부도재관 하부구조의 표면특성관찰을 위하여 표면거칠기 관찰실험을 실시하였다. 표면거칠기를 측정한 결과 Z04시편은 $0.67(\pm 0.03)\mu\text{m}$, Z12시편은 $0.50(\pm 0.12)\mu\text{m}$, Z15시편은 $0.35(\pm 0.09)$ 의 평균거칠기를 가지는 것으로 나타났다(Table 3)(Fig. 1).

Table 3. Roughness analysis of specimens

Code	Roughness(μm)
Z04	$0.67(\pm 0.03)$
Z12	$0.50(\pm 0.12)$
Z15	$0.35(\pm 0.09)$

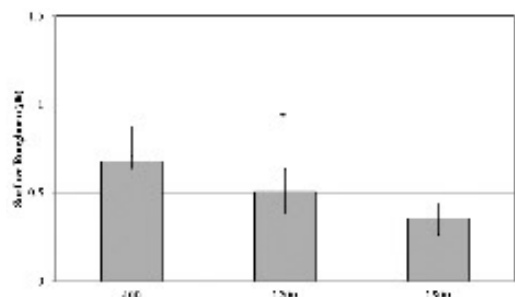


Fig. 1. Roughness analysis of specimens

2. 표면젖음성 관찰

전부도재관 하부구조의 표면특성관찰을 위하여 표면젖음성 관찰실험을 실시하였다. 그 결과 전용결합재 처리를 실시하지 않은 시편군에서 Z04시편은 $46.79(\pm 3.17)^\circ$, Z12시편은 $57.47(\pm 4.83)^\circ$, Z15시편은 $56.19(\pm 2.66)^\circ$ 의 평균 접촉각을 가지며, 전용결합재를 전용결합재 처리를 실시한 시편군에서 L04시편은 $63.84(\pm 2.20)^\circ$, L12시편

은 $66.08(\pm 0.16)^\circ$, L15시편은 $65.10(\pm 1.01)^\circ$ 의 평균 접촉각을 가지는 것으로 나타났다(Table 4).

Table 4. Contact angle of specimens

Code	Contact angle(°)	Code	Contact angle(°)
Z04	46.79(±3.17)	L04	63.84(±2.20)
Z12	57.47(±4.83)	L12	66.08(±0.16)
Z15	56.19(±2.66)	L15	65.10(±1.01)

3. 계면 관찰

전부도재관 하부구조의 계면특성관찰을 위하여 계면 관찰실험을 실시하였다. 계면관찰 결과는 X-ray dot mapping image를 분석하였다. 전용결합재를 처리하지 않은 시편군인 Z04시편, Z12시편, Z15시편의 mapping image에서는 시편과 소성도재의 성분의 분포를 관찰할 수 있었다. 그리고 전용결합재를 처리한 시편군인 L04시편, L12시편, L15시편의 mapping image에서는 시편과 소성도재의 성분의 분포와 전용결합재의 두께를 관찰할 수 있었다. Al성분의 전용결합재 두께는 L04시편에서 약

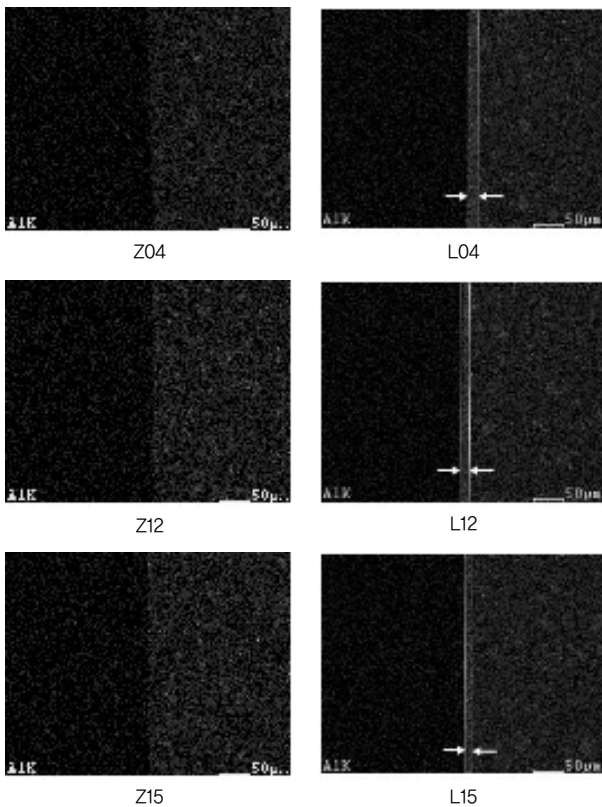


Fig. 2. Image of X-ray dot mapping analysis on control specimen

20µm, L12시편에서 약 15µm, L15시편에서 약 10µm로 측정되었다(Fig. 2)(Table 5).

Table 5. Thickness of bonding agent

Code	Thickness (µm)
L04	≈ 20
L12	≈ 15
L15	≈ 10

IV. 고찰

전부도재관의 물리적 특성에 대한 연구는 아주 활발하게 이루어지고 있다. 물리적 특성에는 전부도재관의 파절이 원인이 될 수 있는 결합관계에 대한 보고가 되고 있다. 그러나 결합관계를 관찰할 수 있는 표면 또는 계면의 특성을 관찰한 연구가 미흡한 것으로 판단되었다. 그래서 본 연구에서 전부도재관의 결합력에 영향을 미치게 되는 표면의 특성 및 계면의 특성을 관찰하고자 하였다. 표면 특성 관찰을 위하여 표면거칠기 관찰실험과 표면 젖음성 관찰실험을 실시하였으며, 계면특성 관찰을 위하여 계면 특성관찰실험을 실시하였다.

표면거칠기 관찰실험은 지르코니아 소재에 소결 전에 사포를 이용하여 표면가공을 실시하고 완전소결 후 표면의 거칠기를 관찰하였다. 그 결과 사포 #400로 처리한 Z04시편이 가장 거친 표면을 가지는 것으로 나타났다. 그리고 Z04시편과 Z15시편 간에는 통계적 유의차를 가지는 것으로 나타났다($p < 0.05$). 이러한 결과는 전부도재관 제작을 위한 지르코니아 하부구조의 기계적 표면처리를 소결 전 실시하여도 가능하다는 것으로 판단된다.

표면젖음성 관찰실험은 표면의 젖음성을 관찰하기 위하여 표면의 접촉각을 측정하여 분석하였다. 그 결과 표면에 전용결합재를 처리하지 않은 시편군에서 거친 표면을 가지는 Z04시편의 접촉각이 다른 시편에 비하여 낮게 나타나($p < 0.05$) 젖음성이 좋은 것으로 나타났으며, 표면에 전용결합재를 처리한 시편군에서 접촉각이 시편간에 유의차는 없는 것으로 나타났다($P > 0.05$). 표면의 접촉각은 젖음성으로 분석할 수 있다. 이러한 젖음성은 표면에 도

포 또는 축성되는 상부구조의 소재와 기계적 접촉에 영향을 미치게 된다. 표면에 전용결합재를 도포하지 않는 시편들에서는 접촉각의 차이가 있으나 전용결합재를 도포한 시편들에서는 접촉각의 차이가 나타나지 않았다. 이러한 결과는 전용결합재 처리 후에는 표면의 젖음성이 균일해지는 것으로 판단된다.

전부도재관 하부구조의 계면특성관찰을 위하여 계면 관찰실험을 실시하였다. 그 결과 세라믹 소재의 지르코니아 하부구조와 도재인 상부구조간에 동일한 성분간의 화학적 결합이 기본적인 결합으로 동일 성분의 분포는 관찰되었으며, 전용결합재를 처리한 시편들에서 전용결합재성분인 Al의 분포가 높은 층이 관찰되었다. 이러한 Al층의 두께를 관찰한 결과 표면거칠기가 가장 높은 시편에 전용결합재를 소성한 L04시편이 다른 시편에 비하여 두꺼운 Al층을 가지는 것으로 나타났다. 그러나 X-ray dot mapping image를 이용한 분석은 성분의 분포에 따른 정성적인 분석을 감안하여야 하며, 전용결합재 도포 시 오류를 감안하여야 한다.

본 연구결과 전부도재관용 지르코니아 소재의 기계적 표면처리는 소결 전에 실시하여도 표면에 거칠기가 재현이 되는 것으로 판단되며, 표면의 거칠기가 높을수록 표면의 젖음성은 높으나 전용결합재를 도포하면 젖음성은 유사한 것으로 판단된다. 그리고 계면특성을 분석한 결과 전용결합재의 두께의 차이가 관찰되었으나 표면 조건에 따른 원인으로 보기에는 무리가 있는 것으로 판단된다.

V. 결 론

본 연구에서는 전부도재관의 결합력에 영향을 미치게 되는 표면의 특성 및 계면의 특성을 관찰하고자 한다. 표면특성 관찰을 위하여 표면거칠기 관찰실험과 표면 젖음성 관찰실험을 실시하였으며, 계면특성 관찰을 위하여 계면 특성관찰실험을 실시하였다. 그 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 표면의 거칠기가 높으면 젖음성 또한 높아지나, 전용결합재를 소성하면 젖음성은 낮아지는 것으로 나타났다.

2. 계면 특성관찰에서 전용결합재의 정성적인 두께의 차이가 나타났다.

REFERENCES

- Aboushelib MN, Kler M, Feilzer AJ. Effect of veneering method on the fracture and bond strength of bilayered zirconia restoration. *Int J Prosthodont*, 21, 237-240, 2008.
- Blatz MB. Long Term Clinical Success of All Ceramic Posterior Restorations, *Quintessence Int*, 33(6), 415-426, 2002.
- Cho SH. On the shear bond strengths of zirconia according to the various types of surface treatment and cement. Department of prosthodontic, college of dentistry, Dankook University, 2006.
- Dong JK, Luthy H, Wohlwend A, Scharer P. Heat-pressed ceramics; Technology and strength. *Int J Prosthodont*, 5, 9-16, 1992.
- Friedlander LD, Munoz CA, Goodacre CJ. The Effect of Tooth Preparation Design on the Breaking Strength Dicor Crowns. Part I, *Int J Prosthodont*, 3, 159-168, 1990.
- Kem M, Fechtig T, Strub J. Influence of Water Storage and Thermal Cycling on the Fracture Strength of All-Ceramic, Resin-Bonded Fixed Partial Dentures, *J Prosthet Dent*, 71, 251-256, 1994.
- Kim DY, Lee YS, Park WH. Comparative Study of Fracture Strength Depending on the Thickness of some All Ceramic Cores, *J Kor Acad Prosthodont*, 42, 49-56, 2004.
- McCormick JT, Rowland W, Shillingburg Jr HT, Duncanson Jr MG. Effect of Luting Media on the Compressive Strengths of Two Types of All-Ceramic Crown, *Quintessence Int*, 24,

405-408, 1993.

Olsson KG, Furst B, Anderson B, Carlsson GE. A long term retrospective and clinical follow-up study of In-ceram Alumina FPDs. *Int J Prosthodont.* 16, 150-156, 2003.

Potiket N, Chiche G, Finger IM. In Vitro Fracture Strength of Teeth Restored with Different All-Ceramic Crown Systems, *J Prosthet Dent*, 92, 491-495, 2004.

Probster L, Diehl J. Slip casting alumina ceramics for crown and bridge restorations. *Quintessence Int*, 23, 1-31, 1992.

Scherrer SS, Rijk WG. The Fracture Resistance of All-Ceramic Crowns on Supporting Structures with Different Elastic Moduli, *Int J Prosthodont*, 6, 462-467, 1993.

Strub JR, Beschnidt SM. Fracture strength of 5 different all-ceramic crown systems. *Int J Prosthodont* 11, 602-609, 1998.