

레진 시멘트의 두께가
지르코니아-레진 미세인장
결합강도에 미치는 영향

연세대학교 대학원

치 의 학 과

이 태 훈

레진 시멘트의 두께가
지르코니아-레진 미세인장
결합강도에 미치는 영향

지도 김 선 재 교수

이 논문을 석사 학위논문으로 제출함

2010년 7월

연세대학교 대학원

치의학과

이 태 훈

감사의 글

이 논문이 완성되기까지 부족한 제자를 따뜻한 격려와 지도로 이끌어주신 김선재 교수님께 감사를 드립니다. 또한 수련기간 동안 참된 치과의사의 자세를 가르쳐주신 한종현 교수님과 권주현 교수님, 논문의 부족한 부분을 바로잡아주시고 격려해주신 심준성 교수님께 깊은 감사를 드립니다. 연구 진행에 결정적 도움을 주신 서울대학교 치과재료학교실 안진수 교수님께 감사드립니다.

실험설계 단계에서 많은 도움을 준 보준과 김종현 선생과 고단한 병원생활에서도 늘 웃음을 잃지 않게 해준 김현철, 손용하, 조희영, 서송희, 최희곤, 조수빈 선생에게 깊은 고마움을 전합니다.

끝으로 항상 어린 아들 옆을 지켜주시는 부모님과 낯선 곳에서 유학 중인 사랑하는 동생들, 늘 곁에서 사랑과 지지를 보내준 아내와 하루하루 커다란 기쁨을 선물해주고 있는 사랑스러운 딸에게 아버지로서 깊은 고마움을 표합니다.

2010년 7월

이태훈 씀

차 례

그림 및 표 차례	ii
국문요약	iii
I. 서론	1
II. 연구 재료 및 방법	5
1. 연구 재료	5
2. 연구 방법	5
1) 시편의 제작	5
2) 군분류	6
3) 시편의 접착	7
4) 시편의 절단	8
5) 미세인장 결합강도 측정	9
6) 파절 양상	10
7) 주사 전자 현미경 관찰	10
8) 통계 분석	11
III. 연구 결과	12
IV. 총괄 및 고찰	17
V. 결론	21
VI. 참고문헌	22
영문요약	26

그림 및 표 차례

Figure 1. Bonding of specimen	7
Figure 2. Preparation of specimen	8
Figure 3. Measurement of cement thickness	9
Figure 4. Microtensile test	10
Figure 5. Distributions of microtensile bond strength	13
Figure 6. Typical SEM image of non-thermally cycled specimens	16
Figure 7. Typical SEM image of thermally cycled specimens	16
Table 1. Testing groups	6
Table 2. Means and standard deviations of resin cement thickness	12
Table 3. Means and standard deviations of microtensile bond strength	13
Table 4. Summary of three way ANOVA for microtensile bond strength	14
Table 5. Failure mode analysis of tested specimens	15

국문요약

레진 시멘트의 두께가 지르코니아-레진 미세인장 결합강도에 미치는 영향

레진 시멘트의 두께 차이가 미세인장 결합강도에 어떠한 영향을 주는지에 대해 평가하기 위해 접착성 단량체를 포함하는 두 종류의 이원 중합형 레진 시멘트를 이용하여 지르코니아와의 미세인장 결합강도를 비교하고자 하였다.

32개의 소결된 지르코니아 시편(직경 16mm, 두께 7mm)을 사용된 레진 시멘트의 종류(Rely X Unicem, Panavia F 2.0)와 레진 시멘트의 두께(40 μ m, 160 μ m) 및 열순환의 시행 여부에 따라 1개월 이내에 발거된 사람의 건전한 대구치 32개에 각각 접착을 시행하였고 실험 조건에 따라 총 8개의 실험군으로 분류하였다. 레진 시멘트의 두께는 광학 현미경으로 촬영된 이미지를 디지털 이미지 분석 프로그램을 사용하여 측정하였다. 열순환이 시행되지 않는 실험군은 접착 후 24시간 동안 증류수에 보관 후 시편을 절단하여 미세인장 결합강도를 측정하였으며, 열순환이 시행된 실험군은 24시간 증류수 보관 후 시편을 절단하고 5와 55 $^{\circ}$ C의 열순환기에서 18,000회의 열순환을 시행한 후에 미세인장 결합강도를 측정하였다. 측정된 미세인장 결합강도는 three-way ANOVA를 이용하여 95% 신뢰구간에서 비교분석 하였으며 사후검증으로 Scheffe test를 시행하여 다음의 결과를 얻었다.

1. 레진 시멘트의 두께 차이에 따른 실험군간 비교에서 레진 시멘트의 두께는 미세인장 결합강도에 영향을 미치지 않았다($p>0.05$).

2. 열순환이 이루어지지 않은 실험군과 열순환이 이루어진 실험군간 비교에서, 모든

실험군에서 열순환 이후 유의하게 낮은 결합 강도를 보였다($p < 0.001$).

3. 파절 양상의 분석결과, 열순환 이전에는 혼합형 파절이 주된 양상을 보이는 반면 열순환 이후에는 접착성 파절이 주된 양상을 보였다.

핵심 되는 말 : 지르코니아, 레진, 미세인장 결합강도, 시멘트 두께

레진 시멘트의 두께가 지르코니아-레진 미세인장 결합강도에 미치는 영향

<지도교수 : 김 선 재>

연세대학교 대학원 치의학과

이 태 훈

I. 서 론

지르코니아는 높은 심미성과 생체 적합성 및 강한 기계적 강도를 가진 재료로써 최근 수복치과에서 다양한 목적으로 사용되고 있다.¹⁻⁴ 지르코니아는 치과용 세라믹 재료 중 높은 수준의 강도를 가지며 굴곡 강도와 파괴인성 또한 높다.⁴ CAD/CAM 기술의 발전으로 정밀한 지르코니아 보철물을 제작할 수 있게 되어 세라믹 코어나 포스트는 물론 도재 전장관, 임플란트 지대주, 긴 결손부를 가지는 고정성 보철물에 다양하게 사용되고 있다.¹⁻³

지르코니아를 이용한 수복물의 문제 중 하나는 지르코니아-레진 시멘트 간 결합의 취약성이다.⁵ 불산을 이용한 부식과 실란처리로써 레진 시멘트와 안정적인 결합을 얻을 수 있는 장식 도재와는 달리 지르코니아의 경우 다결정의 구조로 실리카를 포함하지 않으며, 화학적인 표면 안정성이 크기 때문에 전통적인 불산을 이용한 부식과 실란처리를 통해서 레진과의 결합 강도를 증진시키지 못한다.^{6,7} 따라서 지르코니아-레진 시멘트간 안정적인 결합 강도를 얻을 수 있도록 다양한 방법이 제시되어 왔다.

Aluminium oxide air abrasion은 산부식에 저항을 가지는 지르코니아 표면의 거칠기 및 활성도를 증가시켜 레진-지르코니아 간 결합강도를 증진시킨다.⁸⁻¹⁰ Air abrasion에 의해 지르코니아 표면에 미세 결손부가 형성되어 지르코니아 자체의 기계적 강도를 약화시키고, 균열을 일으키는 원인으로 작용한다는 연구결과가 보고된 바 있으나,¹¹ 안정적인 레진-지르코니아 결합이 이루어지게 되는 경우 레진 시멘트가 미세 결손부를 채우는 역할을 함으로써 지르코니아의 강도를 보강하는 작용을 한다고 알려져 있다.¹²

Air abrasion 이외에 임상에서 흔하게 이용되는 방법으로는 지르코니아와 화학결합을 하는 접착성 단량체를 포함하는 레진 시멘트나 프라이머를 이용하는 방법이 있다. 지르코니아 표면의 금속산화물과 화학적 결합을 이루는 접착성 단량체 성분으로는 10-methacryloxyethyl-dehydrogenphosphate(MDP) 외에도^{11,12} methacrylate phosphoric ester¹³ 등이 사용된다. Wolfart 등은 지르코니아 표면을 50 μ m의 aluminium oxide air abrasion 후 10-MDP 성분을 포함하는 레진 시멘트인 Panavia F 2.0을 사용하는 방법으로 18.7~45.0 MPa에 이르는 인장 결합강도를 보고하면서 접착성 단량체의 역할을 강조하였다.¹⁴ 자가 접착성 레진 시멘트(Self adhesive resin cement)는 접착 과정을 단순화 시킨 유형으로 별도의 치면 처리 과정이 필요하지 않고 사용이 간편하여 최근 많이 이용되고 있다.¹⁵ Yang 등은 자가 접착성 레진 시멘트인 Rely X Unicem (3M ESPE, USA)이 접착성 인산기를 지닌 단량체에 의한 화학적 결합 및 지르코니아 표면의 기계적 결합에 의해 안정적인 결합을 형성하므로 별도의 프라이머가 도포되지 않은 실험군에서 가장 높은 결합 강도를 보인다고 하였으며,¹⁵ 다수 연구에서 접착성 단량체를 지니는 레진 시멘트와 자가 접착성 레진 시멘트의 결합 강도에 대해

여 보고하였다.^{13,16,17} 이외에도 화학적 결합을 유도하기 위해 지르코니아 표면에 실리카 코팅을 하거나¹⁸ 지르코니아 표면을 heat induced maturation (HIM)이나 selective infiltration etching (SIE)등의 방법을 통해 처리함으로써 지르코니아-레진 간의 양호한 결합강도를 보고한 결과도 있다.¹⁹

도재-레진 시멘트의 결합 내구성을 평가하는 방법으로는 장기간 시편을 물에 보관하는 방법과 열순환이 흔하게 이용된다. Wegner 등은 노화를 재현하는 여러 가지 실험 조건을 비교한 연구에서 열순환이 물에 장기간 보관하는 것보다 레진-세라믹 접착에 큰 영향을 미친다고 하였다.¹⁷ Lüthy 등은 지르코니아와 전통적인 Bis-GMA계열의 레진 시멘트가 이루는 접착이 열순환에 저항성을 가지지 못함을 보고한 바 있다.¹⁶ 반면 접착성 단량체를 지니는 레진 시멘트의 경우, 열순환이 시행되지 않은 실험군과 비교해 보았을 때 열순환 이후에도 크게 감소하지 않는 결합력을 보이고 있음이 다수 연구에서 보고되었다.^{16,17}

완전 도재 수복물의 지대치에 대한 적합은 장기적인 안정성에 있어 필수 요소이며, 전부 도재관에서 레진 시멘트가 안정적인 기능을 할 수 있는 지대치-수복물 간 내부 간격은 50-100 μm 으로 보고된 바 있다.^{20,21} CAD/CAM으로 제작된 치과용 지르코니아 수복물의 적합도에 대한 연구들을 살펴보면, Reich 등은 임상 연구 결과 지르코니아 수복물에서 레진 시멘트에 의해 채워지는 내면 공간의 두께는 39-105 μm 였다고 하였고²² Kohort 등의 in vitro 연구에서는 내면 공간의 두께가 최대 183.6 μm 까지 이를 수 있음을 보고하였다.²³ Sailer 등은 지르코니아 코아가 금속 코아에 비해 큰 지대치-코아 간 내면 공간을 보임을 지적함과 동시에 크게 형성된 내면 공간으로 인한 레진 시멘트 층의 두께 증가가 보철물의 장기적인 안정성에 부정적인 작용을 할 수 있다고 하였다.²⁴ 또한 동일한 저자의 5년 임상 연구에서 유지력 저하 및 이차 우식으로 인한 합병증의 비율이 전체 합병증에서 20%가 넘는 비율을 차지함을 보고하였으며 저자는 이를 불량한 변연 적합도 및 내면 적합도에 기인한다고 하였다.²⁵ 지르코니아-레진 간 안정적인 접착에는 지대치의 형태, 지르코니아 표면의 처리 방법, 접착 시스템의 선택 등 다양한 요소가 관계하며, 수복물의 내면 적합도가 불량한 경우 지르코니아 수복물-레진 시멘트 사이의 결합 강도에 영향을 미칠 수 있다고 여겨진다. 이에 본 연구에

서는 지르코니아 코아에서 발생할 수 있는 불량한 내면 적합도가 결합력에 미치는 영향을 평가하고자 하였다.

본 연구의 목적은 접착성 단량체를 포함하는 두 종류의 레진 시멘트를 이용해서 레진 시멘트-지르코니아 간 미세 인장 결합 강도를 비교하고 레진 시멘트의 두께 차이가 미세 인장 결합 강도에 미치는 영향을 평가하는 것이다. 귀무가설은 레진 시멘트의 종류, 시멘트의 두께, 열순환 여부가 미세인장 결합강도에 영향을 미치지 않을 것이라고 설정하였다.

II. 연구 재료 및 방법

1. 연구 재료

최근 1개월 내에 발거된 상하악 대구치 중 치관부에 우식, 결함 및 수복물이 없는 32개의 대구치와 직경 16mm, 두께 7mm의 지르코니아 세라믹 디스크(ZS-Blanks, Kavo, Biberach, Germany) 32개를 사용하였다. 레진 시멘트로는 이원 중합형인 Panavia F 2.0 (Kuraray Medical Inc., Japan)과 Rely X Unicem (3M ESPE, St Paul, Minnesota, USA)을 사용하였다. 시멘트 두께 부여를 위해 두께 40 μ m의 Tofflemire matrix band (Rihana, USA)를 사용하였다. 접착제의 중합을 위한 광조사기로는 Satelec Mini LED (Satelec Bordeaux, France)를 사용하였고, air abrasion unit으로는 RONDOflex (Kavo, Biberach, Germany)를 사용하였다.

2. 연구 방법

1) 시편의 제작

가. 치아 삭제

최근 1개월 이내에 발거된 상하악 대구치 32개를 초음파 기구와 큐렛을 이용하여 표면에 부착된 연조직과 무기물을 제거한 후 실험 전까지 10% Formalin 용액에 보관하였다. 주수 하에 model trimmer를 이용하여 각 대구치 교합면의 표층 상아질을 노출시킴과 동시에 치근부도 삭제하여 두께 5mm의 치아시편을 제작하였다. 노출시킨 상아질 부위는 air-water 시린지를 이용하여 깨끗이 세척하였다.

나. 지르코니아 표면처리

소결된 직경 16mm, 두께 7mm인 32개의 원통형 지르코니아 세라믹 디스크

(ZS-Blanks, Kavo)를 제작하여, 디스크의 한쪽면을 400, 600, 800, 1200 grit의 carbide paper를 이용하여 순서대로 연마하였다. 이를 증류수에 넣은 후 초음파 세척기를 이용하여 3분간 세척을 시행하였다. 모든 지르코니아 디스크에 대하여 접착면에 Air abrasion을 시행하였다. Air-abrasion은 50 μ m의 aluminium oxide particle을 50 psi의 압력으로 접착면의 표면에 수직방향에서 10mm거리를 유지한 상태로 15초간 시행하였다. Air abrasion이 시행된 표면은 한 번 더 3분간 초음파 세척을 시행하였고 이후 자연건조 시켰다.

2) 군분류

상아질 표면이 노출된 32개의 치아를 무작위로 4개씩, air abrasion 표면처리가 이루어진 32개의 지르코니아 디스크를 무작위로 4개씩 선택하여 적용된 레진 시멘트의 종류와 두께 및 열순환 처리에 따라 8개의 실험군으로 분류하였다(Table 1).

Table 1. Testing groups

Group code	Resin cement used	Cement thickness	Storage
U40NTC	Rely X Unicem	40 μ m	37 $^{\circ}$ C water, 1 day
P40NTC	Panavia F 2.0	40 μ m	37 $^{\circ}$ C water, 1 day
U160NTC	Rely X Unicem	160 μ m	37 $^{\circ}$ C water, 1 day
P160NTC	Panavia F 2.0	160 μ m	37 $^{\circ}$ C water, 1 day
U40TC	Rely X Unicem	40 μ m	TC
P40TC	Panavia F 2.0	40 μ m	TC
U160TC	Rely X Unicem	160 μ m	TC
P160TC	Panavia F 2.0	160 μ m	TC

(TC; thermocycling, 5–55 $^{\circ}$ C, 18,000 cycles)

3) 시편의 접착

치아 시편과 지르코니아 디스크와의 접착을 위해 customized jig를 제작하였다 (Fig.1). 하단에 위치한 지지대에 지르코니아 디스크를 고정, 실험군에서 설정한 시멘트의 두께 형성을 위하여 Tofflemire matrix band (Rihana, USA)를 디스크의 양쪽에 fixation screw로 고정시킨 뒤 cyanoacrylate (Zapit Base, Dental ventures of America Inc., Coraona, CA, USA)를 이용하여 시편에 대한 matrix band의 추가적인 고정을 시행하였다. 40 μ m 실험군에서는 한 장, 160 μ m 실험군에서는 4장의 band를 고정시키는 방법으로 두께 차이를 부여하였다. 두 종류의 레진 시멘트는 치면 처리 및 적용과정을 제조사의 지시대로 시행하였다. 레진 시멘트를 지르코니아 세라믹에 적용하고 치아 시편을 상부에서 접착시켰으며 접착 과정 동안 jig 상단부에 부착된 screw에 15Ncm의 조임력을 가하여 시편을 고정하였다. 각각의 레진 시멘트는 5분간의 자가 중합 과정을 거친 후 추가적으로 4방향에서 각각 40초간의 광중합을 시행하였다. 접착된 모든 시편은 37 $^{\circ}$ C 증류수에서 하루 동안 보관되었다.

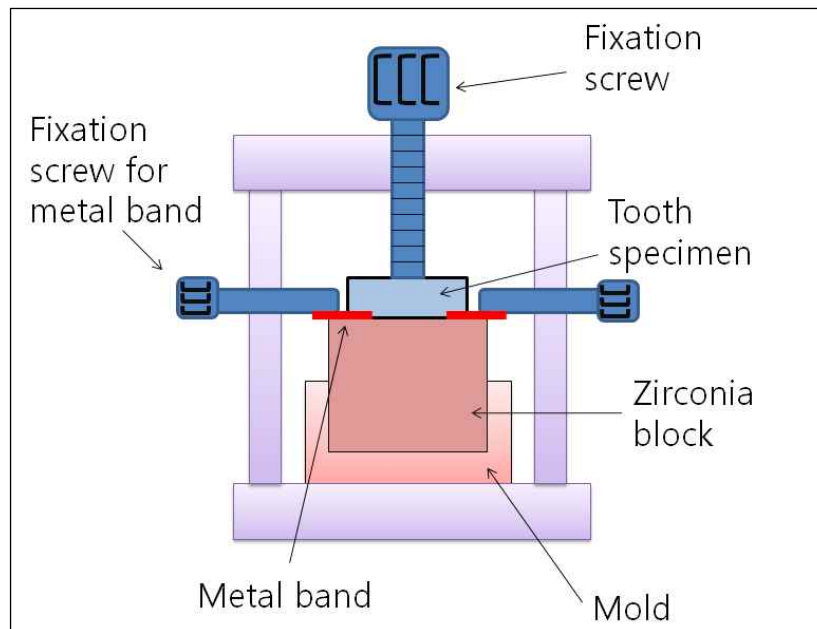


Figure 1. Bonding of specimen

4) 시편의 절단

미세인장 결합 강도의 측정을 위해 Low-speed Precision Diamond Saw (Topmet Metwas-LS, R&B Inc., Daejun, Korea ; 4" Wafering Blade, Allied High Tech Products Inc., Rancho Dominguez, CA, USA)에 접착된 지르코니아-치아 시편을 장착하고 주수 하에서 장축 방향으로 절단하여 단면적 약 1mm² (1mm x 1mm), 길이 약 8-10mm의 막대 형태 시편을 얻어내었다(Figure 2). 제작된 시편은 실물현미경 (Microscope-bocular, Nikon, Japan)을 이용하여 관찰, 레진 시멘트 두께 측정을 위한 디지털 이미지를 촬영하였다(Figure 3). 촬영된 디지털 이미지는 UTHSCA Image Tool (University of Texas Health Science Center in San Antonio, USA)를 이용하여 레진 시멘트가 지르코니아와-상아질 사이에 형성한 두께를 0.01 μ m까지 계측하였다. 제작된 막대 시편들 중 열순환이 시행되지 않은 실험군의 시편은 절단후 즉시 결합 강도를 측정하였고, 다른 실험군은 5와 55 $^{\circ}$ C의 열순환기(KD-TCS30, Kwang-duk F.A. Korea)에서 18,000회의 열순환(유지시간 30초, 변환시간 6초)을 시행한 후 결합 강도를 측정하였다.

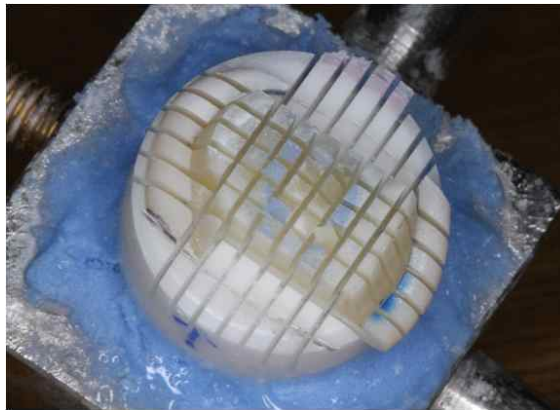


Figure 2. Preparation of specimen

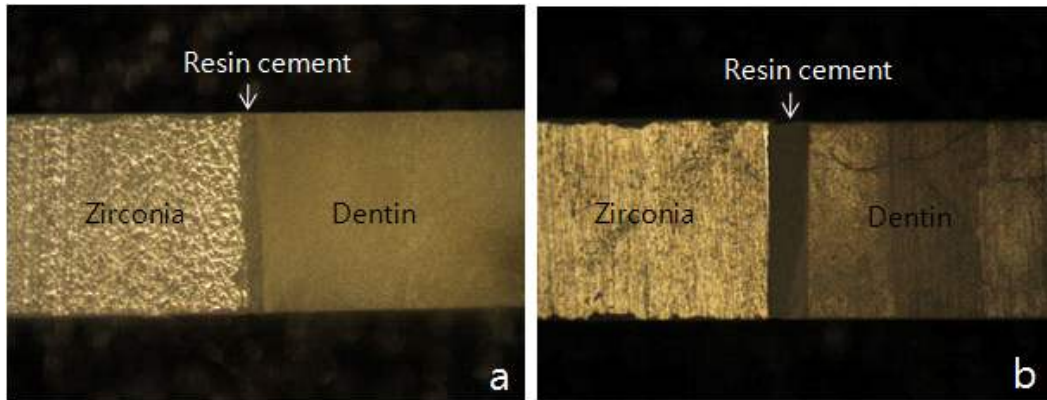


Figure 3. Measurement of cement thickness

a; cement thickness $40\mu\text{m}$ specimen b; cement thickness $160\mu\text{m}$ specimen

5) 미세인장 결합강도 측정

시편은 표면에 이물질이 묻어 있지 않도록 증류수로 세척한 후 paper towel 위에서 과도한 수분을 제거하고, 이를 미세인장 결합강도 측정을 위해 제작된 customized jig 위에 올려 놓았다. 이 때 jig 상에 표시된 reference line을 기준으로 시편을 장축방향으로 위치시켜 측방 영향요소가 생기지 않도록 하였으며, cyanoacrylate (Zapit Base, Dental Ventures of America Inc., Coraona, CA, USA)를 시편의 양 끝에 각각 두 방울씩 떨어뜨려 시편의 양끝을 덮은 후, microbrush로 accelerator (Zapit Accelerator, Dental Ventures of America Inc.)를 Zapit base위에 소량 적용하였다. 완전히 경화된 후 jig를 Universal testing machine (EZ-S, Shimadzu, Japan)의 clamp위에 고정시키고 crosshead speed $1\text{mm}/\text{min}$ 으로 미세 인장 결합 강도를 측정하였다. Digital micrometer (ABSOLUTE DIGIMATIC Caliper CD-15CPX, Mitutoyo, Japan)를 이용하여 각 시편의 가로, 세로 길이를 계측하고 계산된 단면적으로 측정된 미세인장 결합 강도를 보정하였다.

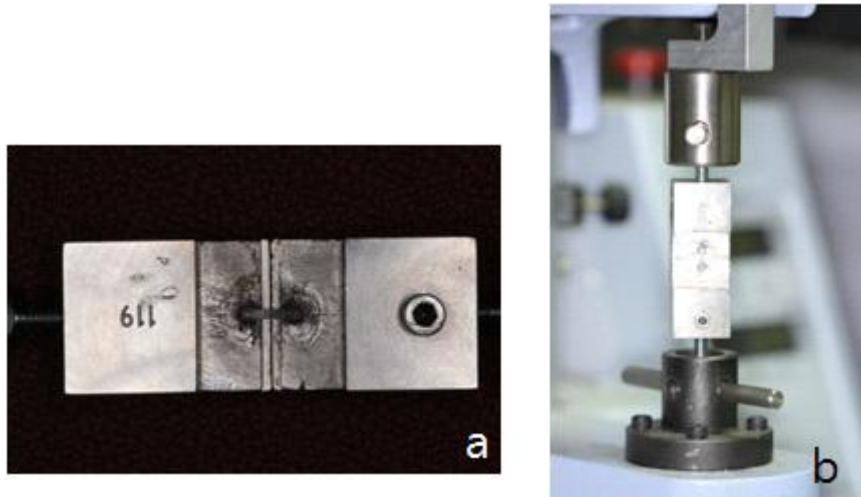


Figure 4. Microtensile test

a: fixation of specimen on jig b: mounting on universal testing machine

6) 파절 양상

각 군의 접착계면에서의 파절 양상을 관찰하기 위해 실물현미경 (Microscope-bocular, Nikon, Japan)을 이용하여 315배의 확대율로 관찰 및 분류하였다. 파절 양상은 레진 시멘트와 지르코니아 사이의 접착성 파절, 레진 시멘트 내부의 응집성 파절과 혼합성 파절로 분류하였다.

7) 주사 전자 현미경 관찰

각 군의 표면 상태 및 파절 양상을 관찰하기 위해 총 16개의 시편(U40NTC군, P40NTC군, U160NTC군, P160NTC군, U40TC군, P40TC군, U160NTC군, P160TC군)을 500Å의 금도금 후 주사 전자 현미경(S-3000N, HITACHI, Japan)으로 80배율에서 관찰하였다.

8) 통계 분석

수집된 자료는 SPSS/WIN ver 12.0 (SPSS Inc., Chicago, Illinois, USA) 프로그램을 사용하여 전산통계 처리하였다. 모든 항목에 대해서 기술통계량을 구하였고 평균 비교는 t-test와 분산분석(ANOVA)을 실시하였으며, 사후검정으로는 Scheffe검정을 실시하였다. 유의수준은 $p < .05$ 에서 검증하였다.

Ⅲ. 연구 결과

1. 레진 시멘트 두께 측정

측정된 결과를 Table 2에 표시하였다. 40 μ m의 두께가 의도된 실험군들에서는 평균 62.65-68.19 μ m, 160 μ m을 의도한 실험군에서는 평균 164.08-172.68 μ m의 결과를 보였다.

Table 2. Means and standard deviations of resin cement thickness (μ m)

	U40NTC (n = 41)	P40NTC (n = 45)	U160NTC (n = 44)	P160NTC (n = 43)	U40TC (n = 41)	P40TC (n = 41)	U160TC (n = 44)	P160TC (n = 42)
Mean	63.57	62.65	172.68	166.72	68.19	66.28	164.24	164.08
SD	3.99	4.98	5.47	4.10	3.30	3.48	3.72	3.82

(n = number of specimens)

2. 미세 인장 결합 강도 측정

미세 인장 결합 강도 분석 결과 레진 시멘트의 종류에 따른 결합 강도(Panavia F 2.0 > Rely X Unicem, $p < 0.001$)와 열순환 전후의 결합 강도(NTC > TC, $p < 0.001$)에서 유의한 차이를 보였다. 각 실험군의 결합 강도의 측정 후 보정된 각 군의 결과를 Table 3에 표시하였으며, 측정값의 분포를 그래프로 Figure 5에 나타내었다. 또한 각 실험 조건의 상관관계 분석을 시행하여 이를 Table 4에 표시하였다

Table 3. Means and standard deviations of microtensile bond strength (MPa)

	U40NTC (n = 41)	P40NTC (n = 45)	U160NTC (n = 44)	P160NTC (n = 43)	U40TC (n = 41)	P40TC (n = 41)	U160TC (n = 44)	P160TC (n = 42)
Mean	11.34 ^{bc}	15.10 ^{de}	13.09 ^{cd}	16.22 ^e	5.40 ^a	10.36 ^b	5.65 ^a	12.68 ^{bed}
SD	3.14	3.86	3.56	4.52	2.25	2.52	2.06	2.85

(n = number of specimens, different superscript letters indicate groups that are statistically different, p<.05)

(a<b<c<d<e)

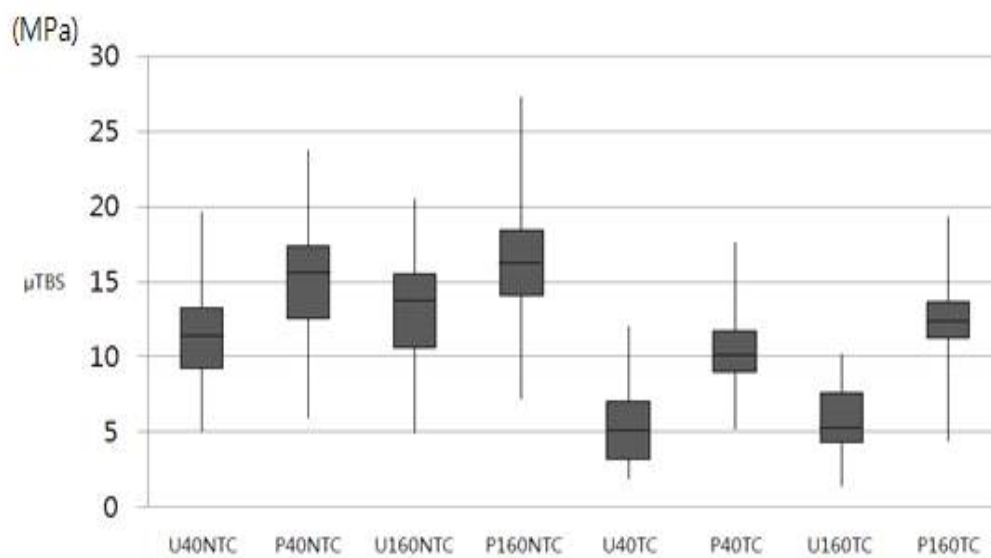


Figure 5. Distributions of microtensile bond strength (MPa) : box includes 50% of all measurements with lower quartile, median(black lines), and upper quartile.

Three way ANOVA 상관관계 분석결과(Table 4) 접착제종류(p=0.000), 시편 사이의 두께(p=0.000), 열순환 시행여부(p=0.000)는 단독효과가 있는 것으로 나타났다. 접착제종류와 시편사이의 두께의 상호작용효과는(p=0.306) 유의한 효과가 없는 것으로 나타났다. 접착제종류와 열순환 시행여부의 상호작용효과는(p=0.000) 유의한 효과가 있는 것으로 나타났다. 시편사이의 두께와 열순환 시행여부의 상호작용효과는(p=0.825) 유의한 효과가 없는 것으로 나타났다. 접착제 종류, 시편사이의 두께, 열순환 시행여부의 상호작용효과는(p=0.056) 유의한 효과가 없는 것으로 나타났다.

Table 4. Summary of three way ANOVA for microtensile bond strength conducted at each level of interacting factor

3-way	Sum of Squares	df	Mean Square	F	P
Cement	1895.183	1	1895.183	181.315	0.000
Cement thickness	157.951	1	157.951	15.111	0.000
Thermocycling	2499.329	1	2499.329	239.115	0.000
Cement * Cement thickness	10.991	1	10.991	1.052	0.306
Cement * Thermocycling	138.652	1	138.652	13.265	0.000
Cement thickness * Thermocycling	0.510	1	0.510	0.049	0.825
Cement * Cement thickness * Thermocycling	38.342	1	38.342	3.668	0.056
Error	3480.654	333	10.452		
Total	51621.738	341			

3. 파절 유형의 분석

각 시편의 파절 유형을 Table 5에 표시하였다. 열순환이 시행되지 않은 실험군인 U40NTC, P40NTC, U160NTC, P160NTC에서는 접착성 파절이 19-48%, 혼합성 파절이 48-49% 나타났으며, 열순환이 시행된 이후 실험군인 U40TC, P40TC, U160TC, P160TC에서는 접착성 파절이 62-93%, 혼합성 파절이 7-38%를 보여 모든 실험군에서 열순환 이후 접착성 파절의 발생비율이 증가하였다.

Table 5. Failure mode analysis of tested specimens (%)

	U40NTC (n = 41)	P40NTC (n = 45)	U160NTC (n = 44)	P160NTC (n = 43)	U40TC (n = 41)	P40TC (n = 41)	U160TC (n = 44)	P160TC (n = 42)
Adhesive	49	27	48	19	93	68	93	62
Miixed	51	73	52	81	7	32	7	38
Cohesive	0	0	0	0	0	0	0	0

(n = number of specimens)

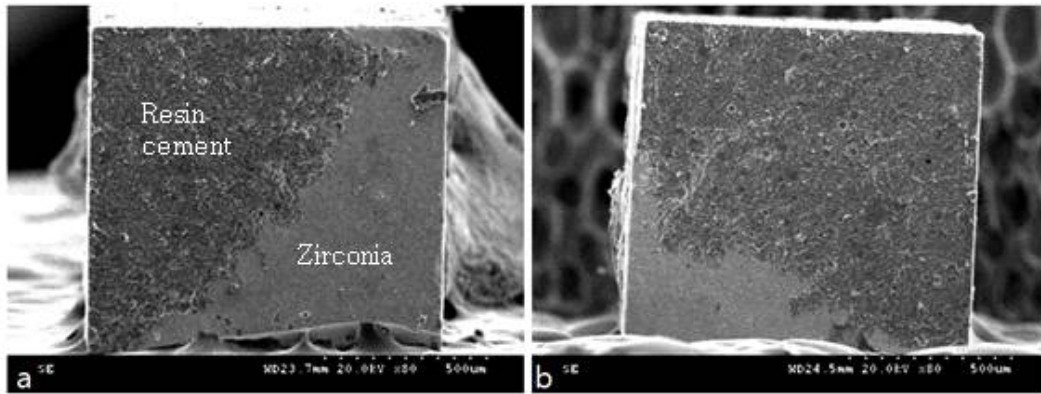


Figure 6. Typical SEM view of non-thermally cycled specimens demonstrating mixed failure mode (a; U40NTC b; P160NTC)

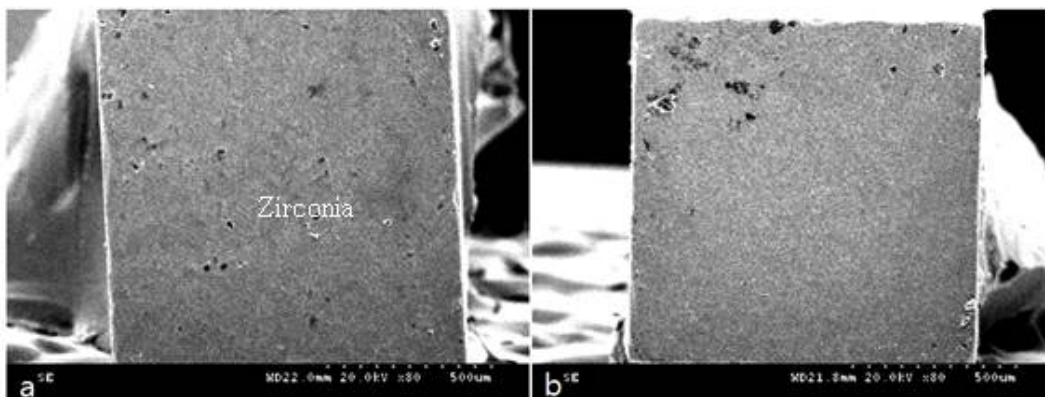


Figure 7. Typical SEM view of thermally cycled specimens demonstrating adhesive failure mode (a; U40TC b; P40TC)

IV. 총괄 및 고찰

본 연구에서는 두 종류의 이원 중합형 레진 시멘트를 이용하여 air abrasion이 시행된 지르코니아 표면에서 접착제의 두께에 따른 미세 인장 결합 강도를 비교하였고, 시멘트의 두께에 따른 열순환 이후 결합 강도를 평가하였다.

실험 설계에서 부여한 보철물의 강도에 적절한 기능을 할 수 있는 이상적인 내부 시멘트 공간을 $40\mu\text{m}$ 으로, 기공 및 임상단계에서의 오류로 발생할 수 있는 과도한 내부 시멘트 공간을 $160\mu\text{m}$ 으로 가정하여 부여하였다. 이전 연구 결과에 의하면 완전 도재관에서 기능적으로 적절한 레진 시멘트의 두께는 $50\text{--}100\mu\text{m}$ 사이라고 하였다.^{20,21} Kohorst 등은 본 실험과 동일한 종류의 지르코니아인 ZS-Blank (Kavo) 이용하여 제작된 코아의 내면 적합도를 측정된 결과 소구치에서는 $56\text{--}183.6\mu\text{m}$, 대구치에서는 $74.1\text{--}158.0\mu\text{m}$ 의 지대치-코아간 내면 간격이 존재하는 것을 확인하였다.²³ 본 실험 결과 레진 시멘트의 종류와 열순환 시행 여부 조건을 배제한 시멘트 두께에 따른 통계 분석에서 $160\mu\text{m}$ 의 레진 시멘트 두께를 가지는 실험군에서 $40\mu\text{m}$ 의 두께를 가지는 실험군보다 높은 결합 강도가 나타났으나($160\mu\text{m} > 40\mu\text{m}$, $p < 0.001$), 8개의 실험군간 비교에서 초기 결합 강도에서는 U40NTC-U160NTC ($p=0.515$), P40NTC-P160NTC ($p=0.913$) 간에 유의차를 보이지 않았고, 열순환 이후 결과에서도 U40TC-U160TC($p=1.000$), P40TC-P160TC($p=0.160$) 간 유의차를 보이지 않았으므로 레진 시멘트의 두께와 미세 인장 결합 강도와의 상관관계는 미약한 것으로 판단된다. 본 연구는 이전의 실험들에서 접착성 단량체를 포함한 레진 시멘트가 열순환 이후 높은 비율의 응집성 파절을 보인 결과를 바탕으로,^{14,16} 레진 시멘트의 두께 증가 및 그로 인한 부피 증가가 결합강도에 미치는 영향에 대해 생각해보고자 하였다. 열순환 이후 결합 강도의 약화는 레진 기질 자체의 약화도 원인으로 작용한다.²⁶ 따라서 레진 시멘트의 두께의 증가는 열순환 과정에서 수분과의 접촉면적 증가로 인해 결합 강도 저하에 더 낮은 저항성을 가질 것으로 예측하였다. 하지만 실험 결과에서 레진 시멘트의 두께에 관계없이 모든 시편에서 응집성 파절은 관찰되지 않았고 접착성, 혼합성 파절 양상만이 관찰되었다. 따라서 레진 기질의 자체의 약화보다 접착 계면에서의 결합력 저하가 결과에 주된 영

향을 주었을 것으로 판단 한다.

Air abrasion은 지르코니아 표면과 레진 시멘트의 접착 강도를 증가시키기 위해 흔히 사용된다. 다수 연구결과를 통해 air abrasion은 다결정 구조인 지르코니아 표면의 거칠기를 증가시키는데 효과가 있으며, 표면 에너지 및 젖음성의 증가로 인해 레진 시멘트와의 기계적인 결합을 증가시키는 작용을 하는 것으로 알려져 있다.^{8-10,14,15} Yang 등은 air abrasion시 가해지는 압력과 결합 강도에 관련된 연구에서 자가 접착형 레진 시멘트인 Rely X Unicem을 사용한 경우 0.05 MPa의 분사 압력보다 0.25 MPa의 분사 압력을 이용한 경우 높은 인장결합강도를 보고하였다.¹⁵ 하지만 MDP를 포함하는 지르코니아 프라이머를 적용한 경우에는 0.05MPa의 분사압력을 이용한 경우에서도 높은 인장결합강도를 보였다. 본 연구에서는 레진 시멘트의 두께에 따른 결합 강도의 차이를 관찰하고자 하였으며 따라서 별도의 프라이머를 사용하지 않고 0.25 MPa 이상의 분사압력인 50 psi로 air abrasion을 시행하였다.

지르코니아-레진 시멘트 간 결합 강도를 평가하기 위해 사용하는 접착 방법으로는 지르코니아 표면에 레진 시멘트를 직접 축조하는 방법, 레진 시편을 레진 시멘트로 접착시키는 방법, 치아를 레진 시멘트로 접착하는 방법 등이 있다. Oyagüe 등은 지르코니아-레진 시멘트의 미세인장 결합강도 평가 시 치아 시편을 사용하는 경우 치아 표면에서 일어나는 미세 구조의 변화로 인한 오류 가능성을 언급하며 레진 시편과의 접착을 권고하였다.¹³ 본 연구에서는 임상적 상황을 재현하기 위해 10% Formalin 용액에 보관한 건전한 상아질에 대한 접착을 시도하였다.²⁷ 예비 연구 및 본 연구 결과 치아 시편 내부에서의 파절은 관찰되지 않았으므로, 레진-지르코니아 시편 간 결합력 평가에 적절한 방법으로 생각할 수 있다.

레진 시멘트의 선택은 결합 강도에 영향을 미친다. 본 연구에서는 이원 중합형인 Rely X Unicem과 Panavia F 2.0을 이용하였다. Rely X Unicem은 지르코니아 및 치면에 전처리가 요구되지 않는 접착시스템으로 혼합 초기 몇 분 동안 인산기에 의해 pH 2이하의 강한 산성을 보인다. 인산기를 포함한 접착성 단량체는 지르코니아 표면의 금속산화물과 화학적 결합을 형성함으로써 안정적 결합을 이루는 작용을 한다.¹⁵ Panavia F 2.0은 접착성 단량체인 10-MDP를 함유하고 있으며 10-MDP의 인산염 에

스테르가 지르코니아의 금속산화물과 이루는 화학적 결합을 형성한다.¹² 이 두 가지 시멘트 모두 이전 연구에서 전통적인 Bis-GMA계열 레진 시멘트에 비해 높은 결합력을 가지는 것으로 보고되고 있다.¹⁶ Lüthy 등은 air abrasion 처리가 이루어진 지르코니아 표면에 6가지 다른 종류의 레진 시멘트를 적용한 결과, 열순환 이전 초기 결합 강도에서 접착성 단량체를 포함하는 레진 시멘트를 이용한 실험군이 글래스아이오노머 시멘트와 Bis-GMA 레진 시멘트에 비해 큰 결합 강도를 보였다고 하였고, Panavia F가 Rely X Unicem에 비해 다소 높은 결합 강도를 보인 것을 관찰하였다.¹⁶ Oyagüe 등은 10-MDP 단량체를 포함하는 접착 시스템이 Rely X Unicem보다 우수한 초기 결합력을 지니는 것으로 보고하였고, 10-MDP를 포함하는 다른 레진 시멘트에서도 유사한 양상을 보일 것이라고 언급하였다.¹³ 한편 Phark 등의 전단 결합 강도 실험에서는 Panavia F 2.0과 Rely X Unicem이 서로 유사한 결합 강도를 보이는 것으로 보고되었다.² 본 연구에서는 레진 시멘트의 종류에 따라서 결합 강도에 유의차를 나타내었다($p < 0.05$). 하지만 본 연구의 실험군 당 시편의 수가 상대적으로 적었고, air abrasion 방법에 있어서도 다른 실험과 차이를 보이고 있다. Lüthy 등은 $110\mu\text{m}$ 크기의 aluminium oxide 입자를 사용하였고, Oyagüe 등은 $125\mu\text{m}$ 크기의 입자를 사용한 반면 Phark 등은 본 연구와 동일한 $50\mu\text{m}$ 크기의 입자가 사용되었다. 따라서 air abrasion이 이루어진 표면에서 두 레진 시멘트의 작용에 대해 입자의 크기에 따른 결합 강도의 비교 연구가 추가적으로 필요할 것으로 생각한다.

열순환 전후의 결합 강도 비교에서는 열순환 이후 감소된 결합 강도의 양상을 보였다(NTC>TC, $p < 0.001$). 열순환은 크게 2가지 기전으로 결합에 영향을 미친다. 첫 번째는 레진 시멘트와 지르코니아 세라믹간의 열팽창 계수에 차이에 의해 발생하는 hoop stress의 발생이다. 레진 시멘트의 열팽창 계수는 $25 \times 10^{-6}\text{K}^{-1}$ 이상이며, 지르코니아는 약 $10 \times 10^{-6}\text{K}^{-1}$ 이다. 열순환에 의해 발생된 접착 계면의 hoop stress는 레진-지르코니아 간 결합력을 약화시키는 작용을 하는 것으로 보고된 바 있다.¹⁷ 다른 기전은 레진 시멘트 자체의 물성 약화로써 이는 온도 상승에 따른 레진 기질의 팽창으로 인한 충전재-기질간 결합력의 약화에 기인한다.²⁶ Wolfart 등은 air-abrasion이 시행된 표면에서 10-MDP를 포함한 레진 시멘트가 열순환 이후에도 안정적인 결합을 이룬다

고 보고하였으며, 열순환 이후 파절 유형이 대부분 응집성 파절을 보이고 있음을 보고하였다.¹⁴ 다른 연구에서도 열순환 이후 안정적인 결합을 유지하는 접착 방법으로 같은 방법을 추천하고 있다.^{7,16,17} 반면 Amaral 등은 air-abrasion만을 시행한 표면에서 10-MDP를 포함한 레진 시멘트 또한 열순환 이후 안정적인 결합을 유지하지 못하며, 유의할 만큼의 결합 강도 감소를 보이거나 혹은 결합을 전혀 유지하지 못하는 결과를 보인다고 보고하였다.¹⁸ 본 연구에서 열순환이 시행된 실험군 모두에서 열순환이 시행되지 않은 실험군에 비해 유의한 결합 강도의 감소를 보였으며 이는 접착성 단량체에 의한 결합의 안정성에 의문을 제기한 이전의 연구결과와 일치하는 경향을 보였다. 파절 유형은 열순환 후 모든 실험군에서 접착성-혼합성 파절 발생 비율이 역전되는 경향을 보였으며, 열순환이 시행된 모든 실험군에서 접착성 파절이 높게 나타났다. 이 결과는 열순환이 시행되지 않은 실험군에 비해 높은 비율의 접착성 파절을 보인 것으로 레진 시멘트 내부의 물성 약화 보다는 결합계면에서의 열팽창 계수 차이로 인한 hoop stress와 가수분해로 인한 결합의 약화에 그 원인이 있다고 해석된다. 본 실험 조건은 접착 표면에 air abrasion만을 시행하였다. 따라서 접착 계면에서의 결합을 강화시키기 위한 다른 임상적 방법이 고려되어야 할 것으로 생각한다.

본 실험 결과를 바탕으로 air abrasion이 시행된 지르코니아 표면에서의 접착은 지르코니아의 접착 계면에서의 결합이 중요한 역할을 한다고 생각할 수 있다. 실험 조건의 한계 내에서 과도하게 형성된 160 μ m 두께의 레진 시멘트 층은 40 μ m 두께의 실험군과 유의한 차이를 보이지 않았다. 레진 시멘트의 두께에 관계없는 열순환 이후 결합 강도의 감소가 관찰되었다. 하지만 이 또한 파절 양상에서 접착성 파절의 비율이 높게 나타났으므로, 레진 시멘트의 두께 차이가 미친 영향은 적을 것으로 생각한다. 따라서 레진 시멘트의 두께는 임상적으로 지르코니아 보철물 접착 측면에서는 큰 영향이 없음과 열순환 이후 감소하는 결합강도에 미치는 영향도 미약할 것으로 판단된다.

V. 결 론

본 연구에서 air abrasion 처리가 시행된 지르코니아 표면과 상아질의 접착을 이원 중합형 레진 시멘트인 Panavia F 2.0과 Rely X Unicem을 이용하여 시행하였다. 레진 시멘트의 종류 및 두께가 미세인장 결합 강도에 미치는 영향을 평가하였으며 일련의 연구과정을 통하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 레진 시멘트의 두께 차이에 따른 실험군간 비교에서 레진 시멘트의 두께는 미세인장 결합강도에 영향을 미치지 않았다($p>0.05$).
2. 열순환이 이루어지지 않은 실험군과 열순환이 이루어진 실험군간 비교에서, 모든 실험군에서 열순환 이후 유의하게 낮은 결합 강도를 보였다($p<0.001$).
3. 파절 양상의 분석결과, 열순환 이전에는 혼합형 파절이 주된 양상을 보이는 반면 열순환 이후에는 접착성 파절이 주된 양상을 보인다.

VI. 참고 문헌

1. Özcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. Adhesion methods and their durability. Dent Mater 1998;14:64-71
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. Rosario P, Palacios, Glen H. Johnson, Keith M. Phillips, Ariel J. Raigrodski. Retention of zirconium oxide ceramic crowns with three types of cement. J Prosthet Dent 2006;96:104-14
4. Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. Biomaterials 1999;20:1-25
5. 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;15:426-488
6. Janda R, Roulet JF, Wulf M, Tiller HJ. A new adhesive technology for all-ceramics. Dent Mater 2003;19:567-573
7. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic : adhesion methods and their durability. Dent Mater. 1998;14:64-71

8. Al-Dohan HM, Yaman P, Dennison JB, Razzog ME, Lang BR. Shear strength of core-veneer interface in bi-layered ceramics. *J Prosthet Dent* 2004;91:349-55.
9. Oh WS, Shen C. Effect of surface topography on the bond strength of a composite to three different types of ceramic. *J Prosthet Dent* 2003;90:241-246
10. Valandro LF, Della Bona, Antonio Bottino M, Neisser MP. The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered alumina ceramic. *J Prosthet Dent* 2005;93:253-259
11. Guzzato M, Albakry M, Quach L, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced dental ceramic. *Dent Mater J* 2006;25:626-31
12. Burke FJ, Fleming GJ, Nathanson D, Marquis PM. Are adhesive technologies needed to support ceramics? An assessment of the current evidence. *J Adhes Dent* 2002;4:7-22.
13. Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Effect of water aging on microtensile bond strength of dual-cured resin cements to pre-treated sintered zirconium-oxide ceramics. *Dent Mater* 2009;25:392-399
14. 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

15. Yang B, Barloi A, Kern M. Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin. Dent Mater 2010;26:44-50

16. Lüthy H, Loeffel O, Hammerle C. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. Dental Mater 2006;22:195-200

17. Wegner SM, Gerdes W, Kern M. Effect of different artificial aging conditions on ceramic-composite bond strength. Int J Prosthodont 2002;15:267-272

18. Amaral R, Özcan M, Valandro L, Balducci I, Bottino MA. Effect of conditioning methods on the microtensile bond strength of phosphate-based cement on zirconia ceramic in dry and aged conditions. J Biomed Mater Res 2008;85:1-9

19. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. J Prosthet Dent. 2007;98:379-88

20. Leinfelder KF, Isenberg BP, Essig ME. A new method for generating ceramic restorations : a CAD-CAM system. J Am Dent Assoc 1989;118:703-7

21. Molin MK, Karlsson SL, Kristiansen MS. Influence of film thickness on joint bend strength of a ceramic/resin composite joint. Dent Mater 1996;12:245-9

22. Reich S, Wichmann M, Nkenke E, Proeschel P. Clinical fit of all-ceramic three-unit fixed partial dentures, generated with three different CAD/CAM systems. *Eur J Oral Sci* 2005;113:174-9
23. Kohorst P, Brinkmann H, Dittmer MP, Borchers L. Influence of the veneering process on the marginal fit of zirconia fixed dental prostheses. *J Oral Rehabil.* 2010 ;37:283-91
24. Wettstein F, Sailer I, Roos M, Hämmerle CH. Clinical study of internal gaps of zirconia and metal frameworks for fixed partial dentures. *Eur J Oral Sci* 2008 ;116:272-9
25. Sailer I, Fehér A, Filser F, Gauckler LJ, Lüthy H, Hämmerle CH. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont.* 2007;20:383-8
26. Söderholm K, Roberts MJ. Influence of water exposure on the tensile strength of composites. *J Dent Res* 1990;69:1812-1816
27. Lee JJ, Marbell A, Cook A, Pimenta L. Using extracted teeth for research : the effect of storage medium and sterilization on dentin bond strengths. *J Am Dent Assoc* 2007;138:1599-1603

Abstract

Influence of resin cement thickness on microtensile bond strength to zirconium-oxide ceramic

Tae-Hoon Lee, DDS

*Department of Dentistry
Graduate School, Yonsei University*

(Directed by Professor Sunjai Kim, DDS, PhD)

Purpose : The aim of this study was to evaluate the effect of resin cement thickness on microtensile bond strength between zirconia-oxide ceramic and resin cement.

Materials and methods : Thirty two freshly extracted molars were transversely sectioned and bonded to thirty two densely-sintered zirconium oxide ceramic disks. Based on the experimental conditions (cement type; Rely X Unicem or Panavia F 2.0, cement thickness; 40 μ m or 160 μ m, thermocycling or not), the specimens were divided into 8 groups. The specimens were cut into microbars and microtensile bond strength (MTBS) was evaluated. The specimens of non thermally cycled specimens were stored in 37°C distilled water for a day and submitted to microtensile test. The specimens of thermally cycled specimens were also stored in the same condition and thermally cycled 18,000 times in 5-55°C water. After thermocycling, microtensile test was done immediately. Data were analyzed with

three-way ANOVA and Scheffe test ($p < 0.05$).

Results : Thermally cycled specimens resulted in inferior microtensile bond strength than non thermally cycled specimens ($p < 0.001$). The differences of cement thickness did not affect mean values of microtensile bond strength in both thermally cycled and non thermally cycled groups ($p > 0.05$). In all experimental conditions, higher incidence of adhesive failure was observed after thermocycling. No cohesive failure was observed.

Conclusion : The difference in resin cement thickness has no effect on microtensile bond strength between resin-zirconia.

Key words : zirconia, resin, microtensile bond strength, cement thickness