

## 소결 전 지르코니아 표면처리와 라이너 사용에 따른 지르코니아와 열가압성형도재의 전단결합강도

이광영\*<sup>\*\*\*</sup>, 조미향\*, 최성민\*\*<sup>\*\*\*</sup>

원광보건대학교 치기공과\*, 부산가톨릭대학교 치기공학과\*\*, 치과기공기재학회\*\*<sup>\*\*\*</sup>

### Effects of Pre-Sintering Surface Treatment and Liner Application on the Shear Bond Strength of Zirconia and Pressable Ceramic

Gwang-Young Lee, Mi-Hyang Cho, Sung-Min Choi

Wonkwang Health Science University, Catholic University of Pusan

**[Abstract]**

**Purpose:** This study was intended to investigate the effect of applying liner for chemical bonding and physical surface roughness created on zirconia by using a sandpaper before sintering on the bond strength between the two materials.

**Methods:** Zirconia blocks were cut using a low-speed cutter. Plate-shaped specimen(6mm × 6mm × 3mm) was fabricated by sintering after giving surface roughness according to four kinds of sandpapers. Depending on whether or not to use liner, 60 specimens were divided into two groups ZN(non-liner), ZL(liner), and the two groups were subdivided into four groups respectively in accordance with sandpaper used, totaling eight groups(n=10). The surface roughness (Ra) values and shapes before sintering were observed, and shear bond strength after pressing ceramic plasticity was measured with a universal testing machine. For a test of the significance, a one-way ANOVA was performed, and Tukey's multiple comparison test was conducted.

**Results:** The observation of the surface roughness was SB04(2.22 ± 1.16 μm), SB08(2.98 ± 0.33 μm), SB12(2.44 ± 1.32 μm), SB20(2.34 ± 0.59 μm) and SA04(2.34 ± 0.67 μm), SA08(1.28 ± 0.90 μm), SA12(2.03 ± 1.60 μm), SA20(2.19 ± 1.73 μm). In the case of ZN Group, the shear bond strength was ZN04(23.26 ± 3.83MPa), ZN08(21.76 ± 2.33MPa), ZN12(20.49 ± 3.01MPa), ZN20(24.98 ± 4.22MPa) (p<0.05). As for ZL Group, the shear bond strength was ZL04(25.09 ± 5.67MPa), ZL08(22.98 ± 2.26MPa), ZL12(21.54 ± 5.70MPa), ZL20(23.98 ± 3.23MPa) (p<0.05).

**Conclusion:** The research results showed that the bond strength of Zirconia core and Pressing ceramic was further improved by physical surface treatment before sintering, rather than by chemical bonding through liner surface treatment.

● **Key words :** zirconia, shear bonding strength, surface treatment, pressing ceramics

\* 이 논문은 원광보건대학교 교내학술 연구과제(No.2014057)에 의해 연구하였음.

교신저자	성명	최 성 민	전화	051-510-0599	E-mail	smchoi@cup.ac.kr	
	주소	부산시 금정구 오륜대로 57 (부곡3동 9번지)					
접수일	2015. 8. 24		수정일	2015. 9. 29		확정일	2015. 9. 30

## I. 서 론

근래 치과용 캐드캠 시스템(CAD / CAM system)이 상용화 되면서 전부도재관(all ceramic crown) 보철물 제작이 늘어나고 있다. 캐드캠 시스템에 사용되는 전부도재관 보철물의 소재도 발전되어 근래에는 지르코니아(zirconia) 소재를 널리 사용하고 있다. 지르코니아 소재를 사용하여 제작하는 전부도재관은 캐드캠을 활용하여 단일구조관으로 제작되거나 하부구조(core)와 상부를 결합하여 제작하는 이중구조관으로 활용되고 있다(Aboushelib, 2005). 이러한 분류중 보철물의 심미적 재현성과 강도를 고려하여 지르코니아 하부구조에 세라믹(ceramic) 등을 결합하여 제작하는 이중 구조관이 일반적이다(Aboushelib, 2006; 2008).

지르코니아 소재를 활용하여 제작되는 이중구조관은 금속-도재관(porcelain fused metal crown) 보철물과 같이 소재간의 결합관계가 중요한 요소이다. 금속-도재관의 결합관계는 금속과 세라믹과 같이 이종의 소재를 사용하기 때문에 소재의 물성과 표면 특성 그리고 산화물 특성 등 많은 조건들이 영향을 미치게 된다(Kim and Choi, 2005). 그러나 지르코니아 소재의 이중구조관은 지르코니아와 도재와 같이 동종의 소재를 사용하기 때문에 금속-도재관에 비하여 결합관계에 미치는 조건들이 적으며 성향이 다르다.

지르코니아 소재의 이중구조관의 결합관계는 하부구조의 지르코니아와 상부의 전장도재간의 화학적 결합, 기계적인 결속, 계면 결점 형태나 분포 정도, 표면의 습윤성 그리고 지르코니아 하부구조와 상부의 전장도재간의 열팽창계수 차이로 인하여 압축응력에 의한 결합 등 이라고 보고되었다(Isgro, 2003, De Jager, 2005, Lee and Ahn 2013). 그리고 지르코니아 소재의 이중구조관에 관한 임상연구에서는 지르코니아 하부구조에서 상부의 전장도재가 파절되거나 박리가 일어나며 그 원인으로 지르코니아와 전장도재간의 결합관계의 문제라고 보고되었다(Derand, 2005).

지르코니아와 전장도재간의 결합관계 향상을 위하여 지르코니아의 표면처리에 관한 연구가 많이 이루어지고 있다. 일반적으로 지르코니아의 표면처리는 표면의 조도를

높이거나 표면에 결합재를 이용하는 방법이 사용된다.

Wegner와 Kern(2000)은 소결된 지르코니아에 100 $\mu$ m 크기의 산화알루미늄을 이용하여 모래분사를 하였을 때 결합력이 향상되었다고 보고하였다. 이러한 보고는 불규칙한 표면의 조도가 소결된 지르코니아 표면에 표면에너지를 높이고 젖음성을 증가시켜 결합력을 높인다는 보고로 분석이 가능할 것이다(Derand, 2005). 그리고 Aboushelib 등(2008)은 소결된 지르코니아의 표면에 수종의 변수를 설정하여 모래분사법(sandblasting)으로 표면의 조도를 증가 시키고 전장도재를 결합시킨 시편보다 소결된 지르코니아에 라이너를 처리하고 전장도재를 결합을 시킨 시편의 결합력이 더 우수하다고 보고하였다. 이는 Derand(2005)의 보고에 제시한 소결된 지르코니아의 표면 젖음성을 향상시키는 방법으로 라이너가 사용되었고 그로 인하여 결합력이 향상되는 것으로 판단된다.

이상의 선행연구들에서와 같이 지르코니아 소재의 이중구조관을 제작하기 위하여 지르코니아와 전장도재간의 결합관계는 표면조건에 따라 변화 된다는 것을 알 수 있다. 하지만 선행연구들에서는 지르코니아를 소결 후 표면처리를 실시한 방법을 사용하였다. 이에 지르코니아의 소결 전과 소결 후의 표면처리가 결합관계에 어떤 영향을 가지게 되는지 의문을 가지게 되나 선행연구가 미흡하다. 그래서 본 연구에서는 지르코니아의 소결 전과 소결 후의 표면의 변화를 관찰하고 결합관계에 미치는 영향을 관찰하고자 한다.

본 연구는 지르코니아를 소결 전 표면 거칠기를 처리하고 소결 후 지르코니아 표면의 평균 거칠기를 비교하고자 한다. 그리고 소결 전 표면 거칠기를 처리하고 소결 후의 지르코니아 표면에 라이너 사용 유무에 따라 열가압성형도재와 결합강도의 변화를 관찰하고자 한다.

## II. 연구 방법

### 1. 실험 재료

연구에 사용된 지르코니아 소재는 zirconia block (Zirkonzahn, Italy)를 사용하였으며, 사용된 라이너는 zirliner(Zirkonzahn, Italy)을 사용하였다. 그리고 열가

압성형도재는 Pressing ceramic(Zir-press, Germany)을 사용하였다.

2. 시편 제작

연구에 사용된 시편은 소결 전 지르코니아 소재를 저속 절단기(Model-650, U.S.A.)를 사용하여 판형(6mm×6mm×3mm)으로 절단하여 준비하여 각 관찰실험에 따라 처리하여 사용하였다.

표면평균 거칠기 관찰시편은 표면 거칠기 처리를 위해 사용한 사포(sandpaper)의 크기에 따라 분류하고 소결처리 전과 후의 평균 거칠기를 측정하는 시편이다. 준비된 판형 시편을 4종의 사포의 크기(No. 400, 800, 1200, 2000)로 평면가공을 실시하였다. 평면가공 된 시편은 소결 전 시편 군과 소결 후 시편으로 분류하였다. 소결 후 시편은 전용소결(Zirkonofen 600, Zirkonzahn GmbH, Italy)를 이용하여 8℃/min의 승온 속도로 650~1,500℃까지 올려 2시간 동안 소결하였다. 소결 전 시편 군과 소결 후 시편군은 4종의 처리 방법에 따른 분류 별로 각각 10개 씩 제작하였다.

Table 1. Code of surface roughness analysis specimens

Sandpaper No.	400	800	1200	2000
<b>Sintering</b>				
Before	SB04	SB08	SB12	SB20
After	SA04	SA08	SA12	SA20

전단결합강도관찰 시편은 소결 전 거칠기를 형성하고 소결 후 라이너 사용에 따라 결합강도를 관찰하는 시편이다. 준비된 판형 시편을 4종의 사포의 크기(No. 400, 800, 1200, 2000)로 평면가공을 실시하였다. 그리고 전용소결(Zirkonofen 600, Zirkonzahn GmbH, Italy)를 이용하여 8℃/min의 승온속도로 650~1,500℃까지 올려 2시간 동안 소결하였다. 소결 된 판형 시편은 라이너를 도포 한 시편군과 도포하지 않은 시편군으로 분류하여 일반적인 방법으로 열가압성형법으로 도재를 결합하였다. 시편군은 소결 전 4종의 거칠기와 라이너의 사용 유무에 따른 분류 별로 각각 10개 씩 제작하였다.

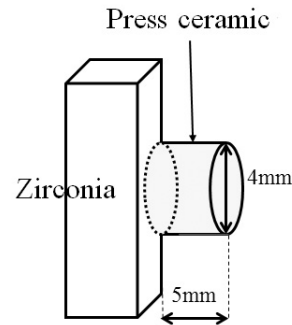


Fig. 1. shape of shear bonding strength specimens

Table 2. Code of shear bonding strength specimens

Sandpaper No.	400	800	1200	2000
<b>ZirLiner</b>				
Non	ZN04	ZN08	ZN12	ZN20
Used	ZL04	ZL08	ZL12	ZL20

3. 표면 평균거칠기 관찰

표면평균 거칠기는 3차원 표면측정기(SJ-400, Mitutoyo co., Kanagawa, Japan)를 이용하여 0.5mm/s의 이동 조정된 중앙 부위에서 4.0mm의 거리를 시편 당 5회 측정하여 각 평균 거칠기(Ra) 값을 기록하였다. 표면형상은 3D Digital microscope(VHX-600, Keyence Co., Japan)를 이용하여 표면형상을 관찰하였다.

4. 전단결합강도 관찰

전단결합강도 관찰은 준비된 시편을 전단결합강도 관찰을 위한 지그에 고정할 수 있게 준비하였다. 전단결합강도 실험은 하중이 지르코니아와 결합도재 사이의 접촉면과 평행한 방향으로 전달 되도록 위치를 설정하였다. 그리고 만능시험기(UTM, Model 8871, Instron, USA.)의 crosshead 속도 0.5mm/min의 조건에서 최대하중 값을 측정하여 전단결합강도로 산출하였다.

III. 결 과

1. 표면 평균 거칠기 관찰 결과

표면 평균 거칠기 관찰은 사포(sandpaper)의 크기에 따라 표면 거칠기를 형성하고 소결처리 전과 후의 표면 평

균 거칠기를 측정하였다. 그 결과 준비된 시편의 소결 전 거칠기는 SB04시편이 2.22 $\mu\text{m}$ , SB08시편이 2.98 $\mu\text{m}$ , SB12시편이 2.44 $\mu\text{m}$ , SB20시편이 2.34 $\mu\text{m}$ 으로 측정되었다. 그리고 소결 후 평균 거칠기는 SA04시편이 2.34 $\mu\text{m}$ , SA08시편이 1.28 $\mu\text{m}$ , SA12시편이 2.03 $\mu\text{m}$ , SA20시편이 2.19 $\mu\text{m}$ 으로 측정되었다(Table 3)(Fig. 2). 그리고 표면의 거칠기에 따른 표면형상을 그림 3과 같이 관찰할 수 있었다(Fig. 3).

Table 3. Surface roughness analysis of specimens( $\mu\text{m}$ )

Code	04	08	12	20
SB	2.22 $\pm 1.16$	2.98 $\pm 0.33$	2.44 $\pm 1.32$	2.34 $\pm 0.59$
SA	2.34 $\pm 0.67$	1.28 $\pm 0.90$	2.03 $\pm 1.60$	2.19 $\pm 1.73$

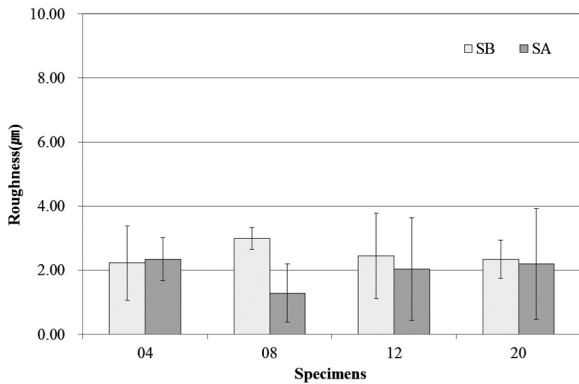


Fig. 2. Surface roughness analysis of specimens( $\mu\text{m}$ )

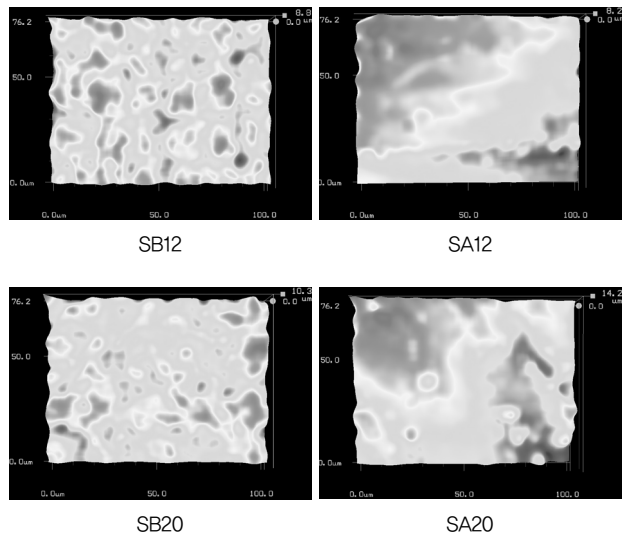
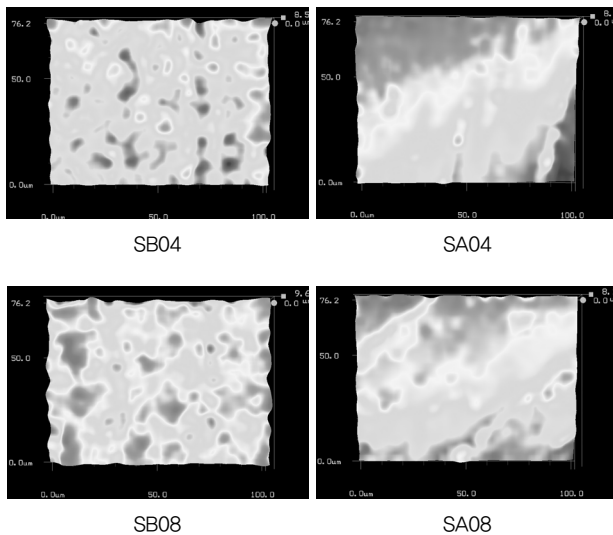


Fig. 3. Ra mapping image of surface roughness analysis

## 2. 전단결합강도관찰 결과

전단결합강도관찰은 소결 전 4종의 조건으로 거칠기를 형성하고 소결 후 라이너 사용에 따라 결합강도를 관찰하였다. 그 결과 라이너를 사용하지 않은 시편군의 결합강도는 ZN04시편이 23.26MPa, ZN08시편이 21.76MPa, ZN12시편이 20.49MPa, ZN20시편이 24.98MPa으로 산출되었다. 그리고 라이너를 사용한 시편군은 ZL04시편이 25.09MPa, ZL08시편이 22.98MPa, ZL12시편이 21.54MPa, ZL20시편이 23.98MPa의 결합강도를 가지는 것으로 산출되었다(Table 4)(Table 5)(Fig. 3).

Table 4. Shear bonding strength of ZN group (MPa)

Code	ZN04	ZN08	ZN12	ZN20
SBS	23.26 $\pm 3.83$	21.76 $\pm 2.33$	20.49 $\pm 3.01$	24.98 $\pm 4.22$

Table 5. Shear bonding strength of ZL group (MPa)

Code	ZL04	ZL08	ZL12	ZL20
SBS	25.09 $\pm 5.67$	22.98 $\pm 2.26$	21.54 $\pm 5.70$	23.98 $\pm 3.23$

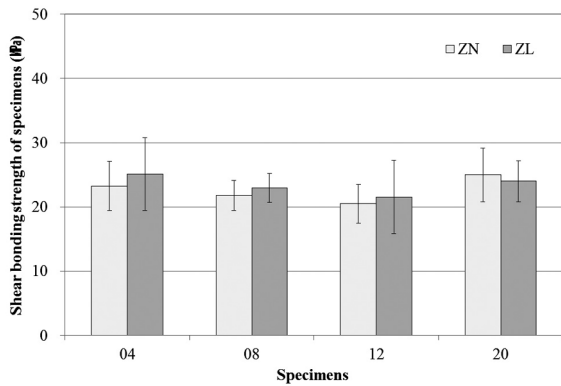


Fig. 3. Shear bonding strength of specimens(MPa)

#### IV. 고찰

지르코니아 소재의 이중구조관을 제작하기 위하여 지르코니아와 전장도재간의 결합관계는 표면조건에 따라 변화 된다고 보고되고 있다. 하지만 대부분 지르코니아 소재를 소결 후 표면처리를 실시한 방법을 사용하였다. 일반적으로 소결된 지르코니아 소재는 기계적 물성이 높아 표면 거칠기 형성이 용이하지 않다. 그러나 소결 전의 지르코니아 소재는 표면 거칠기 형성 등의 표면처리가 용이 할 것으로 판단된다. 그래서 본 연구에서 지르코니아를 소결 전 표면 거칠기를 처리하고 소결 후 지르코니아 표면의 평균 거칠기를 비교하고자 하였다. 그리고 소결 전 표면 거칠기를 처리하고 소결 후의 지르코니아 표면에 표면의 젖음성을 부여하는 라이너 사용 유무에 따라 열가압 성형 도재와 결합강도의 변화를 관찰하고자 하였다.

지르코니아의 표면 거칠기의 소결 전과 후의 표면 거칠기를 측정하고 결과 사포 No. 400과 No. 1200 그리고 No. 2000으로 표면 거칠기를 형성하여 소결 전과 소결 후의 표면 거칠기를 측정하고 시편들에서는 표면 평균 거칠기의 차이가 크지 않았으며 통계적으로 유의차가 나타나지 않았다( $p>0.05$ ) 그러나 사포 No. 800으로 표면 거칠기를 형성하여 소결 전과 소결 후의 표면 거칠기를 측정하고 SB08시편과 SA08시편에서는 표면 평균 거칠기의 차이가 나타났으며 통계적으로 유의차가 있는 것으로 나타났 다( $p<0.05$ ). 그러나 표면의 형상을 관찰한 결과에서 소결 전의 표면 중 SB08시편과 SB12시편의 거칠기가 다른 시

편들에 비하여 일정한 침상구조로 형성된 것으로 관찰할 수 있다. 그리고 소결 후 모든 시편의 표면에서 침상구조의 거칠기 보다는 완만한 거칠기가 형성된 것으로 관찰되었다. 소결 전의 표면형상은 침상구조의 거칠기를 가지나 소결 후 열에 의하여 용융되어 침상구조의 거칠기가 완만한 형태로 변화된 것으로 판단된다.

지르코니아의 표면 거칠기를 형성하기 위하여 소결 후 표면에 4종의 거칠기를 형성하고자 한다. 그러나 Kosmac 등(1999)의 연구와 Lee와 Ahn(2013)에서 소결된 지르코니아의 표면을 가공하거나(grinding) 모래분사를 실시한 시험군의 표면에서 평균 거칠기의 변화가 관찰되지 않았다고 하였다. 이러한 이유로 지르코니아를 소결 전 거칠기를 형성하고 소결 후 표면 평균 거칠기를 관찰하였다. 그 결과 평균 거칠기 값의 변화가 나타났으며, 표면 형상은 침상구조의 거칠기가 완만한 거칠기로 변화되는 것으로 나타났다.

지르코니아 소재를 소결 전 표면 거칠기를 형성하고 라이너를 사용 여부에 따라 지르코니아 소재와 열가압성형도재간에 결합강도를 관찰하였다. 그 결과 라이너를 사용하지 않은 시편들의 결합강도는 20~24MPa로 나타났으며 라이너를 사용한 시편들의 결합강도는 21~25MPa로 나타나 라이너에 의하여 결합강도의 차이는 큰 차이가 나타나지 않았다. 이러한 결과는 Choi(2009) 등의 보고에서 표면 거칠기 처리 또는 라이너 처리만 실시한 시편들에 비하여 표면 거칠기와 라이너를 동시에 실시한 시편들이 결합 양호하다는 결과로 분석이 된다. 그리고 이상의 결합강도 결과는 Dundar 등(2007)이 제시한 결합강도 23~41MPa와 Al-Dohan 등(2004)이 제시한 결합강도 22~31MPa에 비하여 조금 부족하지만 Al-Dohan 등(2004)이 임상적으로 허용 가능한 결합강도인 13MPa 보다는 높아 지르코니아 소재의 이중구조관으로 사용이 가능할 것으로 판단된다.

#### V. 결론

지르코니아 소재를 소결 전 표면처리에 따른 표면 거칠기의 변화와 라이너 사용에 따른 열가압성형 도재와 결합

강도의 변화를 관찰한 결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

1. 지르코니아의 소결 전과 소결 후의 표면 거칠기는 SB08시편과 SB12시편 간에 차이가 나타났다( $p < 0.05$ ).

2. 지르코니아의 표면에 거칠기를 형성하고 라이너를 사용한 시편에서는 결합강도의 변화가 나타나지 않아 라이너의 사용 유무가 결합강도에 유의한 영향을 주지 않는 것으로 판단된다( $p > 0.05$ ).

3. 지르코니아의 소결 전 표면 거칠기 형성과 라이너를 사용하였을 때 임상에서 적용되는 범위의 결합강도를 가지는 것으로 판단된다.

## REFERENCES

- Aboushelib MN, De Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. *Dent Mater*, 21(10), 984-991, 2005.
- Aboushelib MN, de Kler M, van der Zel JM, Feilzer AJ. Effect of veneering method on the fracture and bond strength of bilayered zirconia restorations. *International Journal of Prosthodontics*, 21(3), 237-240, 2008.
- 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*, 22(9), 857-863, 2006.
- Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Fracture toughness and hardness evaluation of three pressable all-ceramic dental materials. *J Dent*, 31(3), 181-188, 2003.
- Al-Dohan HM, Yaman P, Dennison JB, Razzoog ME, Lang BR. Shear strength of core-veneer interface in bi-layered ceramics. *J Prosthet Dent* 91(4), 349-355, 2004.
- Choi MS, Kim YS, Suh KW, Ryu JJ. Effect of surface treatment on the shear bond strength of a zirconia core to veneering ceramic. *The Journal of Korean Academy of Prosthodontics*, 47(2), 199-205, 2009.
- Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. *Dent Mater*, 21(12), 1158-1162, 2005.
- DeJager N, Pallav P, Feilzer AJ. The influence of design parameters on the FEA-determined stress distribution in CAD-CAM produced all-ceramic crowns. *Dent Mater*, 21, 242-251, 2005.
- Dündar M, Özcan M, Gokçe B, ÇBömlekoğlu E, Leite F, Valandro LF. Comparison of two bond strength testing methodologies for bilayered allceramics. *Dent Mater* 23(5), 630-636, 2007.
- Fischer J, Stawarczyk B, Hämmerle CHF. Flexural strength of veneering ceramics for zirconia. *J dent*, 36(5), 316-321, 2008.
- Guazzato M, Quach L, Albakry M, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent*, 33(1), 9-18, 2005.
- Isgro G, Pallav P, van der Zel JM, Feilzer AJ. The influence of the veneering porcelain and different surface treatments on the biaxial flexure strength of a heat-pressed ceramic. *J Prosthet Dent*, 90, 465-473, 2003.
- Kim CY, Choi SM. A study on interfacial characteristics of Ni-Cr alloy by Nb content for Porcelain Fused to Metal Crown. *The Journal of Korean Academy of Dental Technology*, 27(1), 97-104, 2005.
- Lee JH, Ahn JS. Effect of surface and heat

treatment on the bond strength of veneering ceramics to zirconia(Y-TZP). The Journal of Korean academy of dental technology, 35(4), 271-280, 2013.

Sundh A, Sjögren G. A comparison of fracture strength of yttrium oxide& ipartially stabilized zirconia ceramic crowns with varying core thickness, shapes and veneer ceramics. J Oral Rehabil, 31(7), 682-688, 2004.

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), 367-374, 2000.

Wegner SM, Kern M. Long-term resin bond strength to zirconia ceramic. J Adhes Dent, 2(2), 139-147, 2000.