

치과용 지르코니아 표면처리방법에 따른 지르코니아와 전장용 도재의 결합강도 관찰

이광영, 최성민*

원광보건대학교 치기공과, 부산가톨릭대학교 치기공학과*

Shear Bond Strength of Zirconia and Ceramics according to Dental Zirconia Surface Treatment

Gwang-Young Lee, Sung-Min Choi*

Department of Dental Laboratory Technology, Wonkwang Health Science University,
Department of Dental Laboratory Technology, Catholic University of Pusan*

[Abstract]

Purpose: The dental CAD / CAM system has been popular with the development of the digital dental industry. Zirconia is a typical material in dental CAD / CAM systems. Zirconia crowns are classified into single layer and double layer. This study is about the double layer crown of zirconia. The surface roughness, bond strength and fracture patterns of the zirconia surface were observed.

Methods: Zirconia blocks were cut using a low speed cutter. Sintered to form a plate shape (6 mm × 6 mm × 3 mm). The prepared specimens were surface treated in four ways. Surface roughness and bond strength were measured. And the fracture pattern was observed.

Results: Result of surface treatment of zirconia. The surface roughness test results were as ET 2.87 μm, ST 2.67 μm, LT 2.44 μm, AT 2.41 μm, CN 2.08 μm order. Bond Strength results were as LT 25.09 MPa, AT 23.27 MPa, ST 21.27 MPa, ET 21.09 MPa, CN 16.12 MPa order. Fracture patterns showed cohesive failure of 25-50% of the bond area.

Conclusion: Surface roughness, bond strength and fracture pattern of the zirconia surface were observed. Etching the surface treatment of zirconia materials has been shown to affect the surface roughness. Zirconia special binder treatment has been shown to affect the bond strength improvement.

● **Key words:** Ceramics, Shear bonding strength, Surface treatment, Zirconia

* 이 논문은 원광보건대학교 교내학술 연구과제(No.2017035)에 의해 연구하였음.

Corresponding author	Name	최 성 민	Tel.	051-510-0594	E-mail	smchoi@cup.ac.kr
	Address	부산광역시 금정구 오륜대로 57 부산가톨릭대학교 치기공학과				
Received	2019. 10. 31	Revised	2019. 12. 23	Accepted	2019. 12. 27	

I. 서론

디지털 치과산업의 발전으로 치과용 캐드캠(CAD/CAM) 기술은 보편화되었고, 세라믹소재를 밀링가공하는 전부도재관보철이 대표적이다. 전부도재관보철물 소재로 사용되는 세라믹은 초기 알루미나를 사용하였으나 근래에는 지르코니아를 사용하면서 관련된 기술도 소개되고 있다(Tinschert et al, 2000; Sundh et al, 2004).

지르코니아 소재를 사용하여 제작하는 전부도재관은 소재를 밀링하여 단일구조관으로 보철을 제작하거나 지르코니아 소재로 하부구조를 제작하고, 상부를 치과도재분말로 추가하는 이중구조관으로 활용된다(Aboushelib, 2005). 지르코니아 소재를 이용한 이중구조관은 보철의 심미적인 재현성과 다양한 물성을 고려하여 사용하고 있다(Aboushelib, 2006; 2008).

지르코니아 소재를 활용한 이중구조 전부도재관은 금속-도재관과 같이 지르코니아와 치관축성 치과도재 소재간의 결합관계가 중요하다. 금속-도재관은 산화물 등의 결합기전을 가지고 있으나(Kim and Choi, 2005), 지르코니아 이중구조 전부도재관은 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). 지르코니아 소재의 이중구조 전부도재관의 결합관계에 관한 연구에서 지르코니아 하부구조에서 상부의 전장도재가 파절되거나 박리가 일어난다고 보고되었다(Derand, 2005). 이러한 결합관계의 보안을 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 μ m 크기의 알루미나를 분사하면 결합력이 향상한다고 보고하였다. 그리고 Aboushelib 등(2008)은 지르코니아의 표면에 전용결합재를 도포하면 표면 조도처리를 실시한

경우보다 결합력이 우수하다고 보고하였다. 그리고 Lee 등(2015)은 지르코니아 소재를 소결 전·후에 표면처리를 실시한 경우 결합력의 차이는 나타나지 않았으나, 전용결합재를 사용한 경우 결합력이 향상된다고 보고하였다.

선행연구들과 같이 지르코니아 소재의 이중구조 전부도재관 제작 시 결합력을 높이기 위해서 표면처리는 필수적인 것을 알 수 있다. 그리고 표면처리를 통하여 결합력을 향상시키는 방법으로 표면조도를 높이거나 전용결합재를 사용하는 방법이 유용한 것으로 판단된다. 하지만 각각의 다양한 조건에서 결합력을 관찰한 결과로 직접적인 비교관찰 연구는 부족한 것으로 판단된다. 따라서 지르코니아 소재의 이중구조 전부도재관 제작 시 실시되는 표면처리방법에 따른 변화를 직접적으로 비교관찰이 필요하다고 판단된다.

본 연구에서는 지르코니아 소재의 이중구조 전부도재관 제작 시 적용되는 표면처리 방법으로 표면조도처리방법 2종과 전용결합재도포방법 2종을 선정하여 지르코니아 소재와 전장용 도재간의 결합강도를 비교관찰하고자 한다. 표면조도처리방법은 알루미나 분사법과 표면부식법을 활용하였으며, 전용결합재도포방법은 조성성분이 다른 2종의 전용결합재를 사용하였다. 이상의 방법으로 표면처리를 실시한 시편의 표면 거칠기와 결합강도 그리고 파절양상을 관찰하여 비교하고자 하였다.

II. 연구 방법

1. 실험 재료

연구에 사용된 지르코니아 소재는 zirconia block(RAZOR, U&C, Korea)을 사용하였으며, 표면처리에 사용된 재료는 표면부식용액(smart etching, YesBioGold, Korea), 결합재A(zirconia adhesive, heraceram, Germany)와 결합재B(zirliner, Ivoclar Vivadent AG, Liechtenstein)를 사용하였다. 그리고 전장용 도재로는 전용도재(Cerabien CZR, Kuraray Noritake Dental Inc., Japan)를 사용하였다.

2. 시편 제작

연구에 사용된 지르코니아 소재의 시편은 저속절단기(Model-650, U.S.A.)를 사용하여 판형(6mm × 6mm × 3mm)으로 절단하였다. 준비된 시편의 표면은 #1,200 SiC 연마지를 사용하여 경면연마를 실시하고 초음파 세척한 뒤 건조 후 소성로(Zirkonofen 600, Zirkonzahn GmbH, Italy)에 넣고 8℃/min의 승온속도로 650~1,500℃까지 올려 2시간 동안 소결시켜 시편을 준비하였다. 표면거칠기관찰 시편과 전단결합강도관찰 시편은 준비된 시편의 표면에 4종의 표면처리를 실시한 실험군과 표면처리를 하지 않은 대조군으로 분류하였다.

대조군 시편(CN)은 표면처리를 실시하지 않았으며, 실험군 시편의 표면처리는 직경 50 μm alumina를 2.5bar의 압력으로 5초간 분사하고 초음파세척을 실시한 방법(ST), 75℃의 표면부식액에 8분간 침전 후 초음파세척을 실시한 방법(ET), 전용결합재액A를 도포하는 방법(AT) 그리고 전용결합재B를 도포하는 방법(LT)으로 표면처리를 실시하였다. 표면처리를 실시한 시편은 일반적인 방법으로 전장용 도재를 축성, 소성하여 결합강도관찰 시편을 각각 10개씩 제작하였다(n=10), (Table 1).

Table 1. Code of shear bonding strength specimens

Code	Surface Treatment
CN	non-treatment
ST	50μm sandblasting
ET	8min, etching
AT	adhesive treatment
LT	liner treatment

3. 표면거칠기 관찰

표면평균 거칠기는 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.

4. 전단결합강도 및 파절양상 관찰

전단결합강도관찰은 준비된 결합강도관찰시편을 지그에 고정할 수 있게 아크릴릭 레진으로 포매(embedding)하여 준비하였다. 실험은 하중이 지르코니아와 결합도재 사이의 결합면과 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. 그리고 전단결합강도 측정 후 파절양상을 알아보기 위해 파절된 계면을 실체현미경(SZX7, Olympus, Japan)을 이용하여 25배율에서 관찰하여 접착형 파절(adhesive failure), 응집형 파절(cohesive failure), 혼합형 파절(mixed failure)의 3가지로 분류하였다.

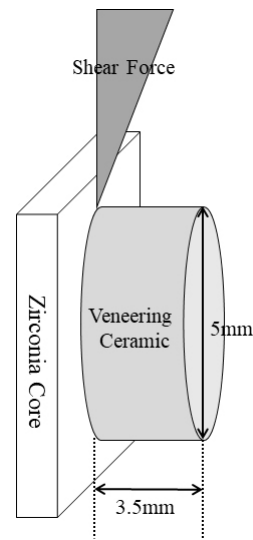


Figure 1. shape of shear bonding strength specimens

5. 통계 분석

SPSS Ver. 21.0 program(SPSS Inc., Chicago, IL, USA)을 이용하여 전단결합강도의 평균값과 표준편차를 구하고, 각 그룹 간의 유의치를 검정하기 위하여 95% 신뢰도 조건에서 일원배치분산분석을 실시하였으며, Scheffe's test로 사후검정을 시행하였다.

III. 결 과

1. 표면거칠기

표면거칠기관찰은 표면처리를 실시하지 않은 대조군과 4종의 표면처리를 실시한 실험군으로 분류하여 결합강도를 관찰하였다. 그 결과 대조군인 CN시편은 2.08 μm 이 측정되었으며, 실험군인 ST시편은 2.67 μm , ET시편은 2.87 μm , AT시편은 2.41 μm , LT시편은 2.44 μm 의 거칠기가 측정되었다(Table 2), (Fig. 2).

Table 2. Surface roughness analysis of specimens(μm)

Code	CN	ST	ET	AT	LT
Ra	2.08	2.67	2.87	2.41	2.44
	± 1.1	± 1.1	± 1.0	± 0.7	± 0.5

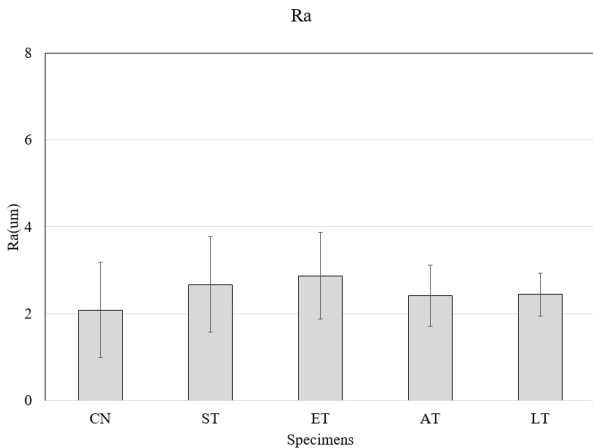


Figure 2. Surface roughness analysis of specimens(μm)

2. 전단결합강도 및 파절양상

전단결합강도관찰은 표면처리를 실시하지 않은 대조군과 4종의 표면처리를 실시한 실험군으로 분류하여 결합강도를 관찰하였다. 그 결과 CN시편은 16.12 MPa, ST시편은 21.27 MPa, ET시편은 21.09 MPa, AT시편은 23.27 MPa, LT시편은 25.09 MPa의 결합강도를 가지는 것으로 산출되었다(Table 3)(Fig. 3).

Table 3. Shear bonding strength (MPa)

Code	CN	ST	ET	AT	LT
SBS	16.12	21.27	21.09	23.27	25.09
	± 1.4	± 1.8	± 2.1	± 2.0	± 1.6

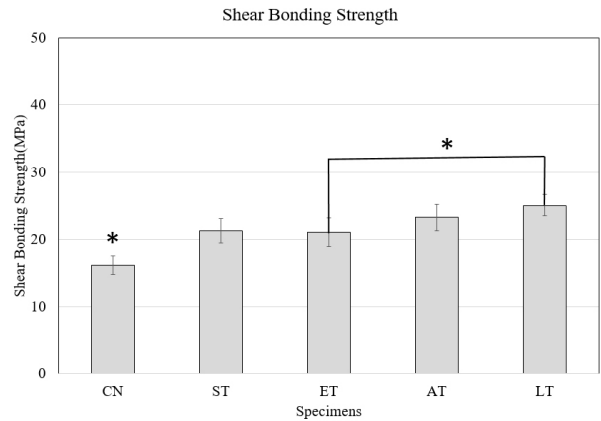


Figure 3. Shear bonding strength of specimens(MPa).

전단결합강도 실험에 사용된 시편에서 지르코니아와 전장도재가 접착되어 있던 면을 중심으로 파절양상을 실체현미경으로 관찰하였다. 그 결과 대조군인 CN시편에서 접착성 파절양상(adhesive failure)과 유사하게 관찰되었으며, 실험군의 ST시편과 ET시편에서 결합면적이 25% 미만의 응집성 파절양상이 관찰되었으며, AT시편과 LT시편에서 결합면적의 50% 미만의 응집성 파절양상(cohesive failure)이 관찰되었다(Fig. 4).

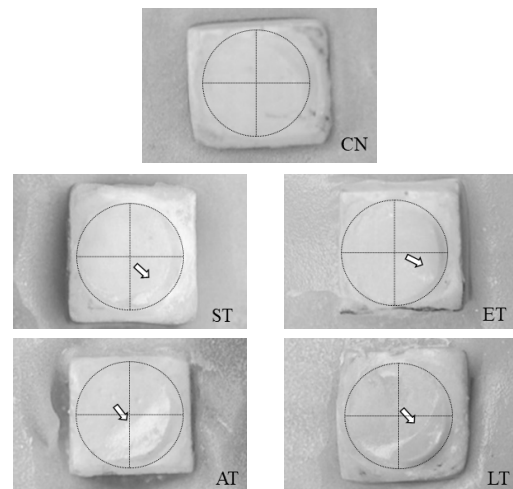


Figure 4. View of a debonded veneered ceramic specimen($\times 25$).

IV. 고찰

지르코니아 소재의 이중구조 전부도재관보철 제작 시 결합력을 높이기 위하여 표면처리가 필수적이다. 지르코니아 이중구조 전부도재관의 표면처리는 표면조도를 높이거나 전용결합재를 사용하는 것이 결합력을 향상시키는 것이라고 보고되었다(Lee and Ahn, 2013; Aboushelib et al, 2008; Lee et al, 2015) 선행연구를 토대로 지르코니아 이중구조 전부도재관의 표면처리방법에 따른 변화를 직접적으로 비교관찰을 하고자 하였다. 그래서 본 연구에서는 지르코니아의 표면에 표면거칠기를 높이는 alumina 분사 표면처리와 산에 의한 부식 표면처리를 실시하였고, 표면에 전용결합재 2종을 도포 처리하여 표면처리를 실시하였다.

표면처리 후 표면거칠기를 관찰한 결과 표면에 부식 액처리를 실시한 ET시편($Ra=2.87 \mu m$)이 가장 높은 것으로 관찰되었으며, 표면에 alumina를 분사한 ST시편($Ra=2.67 \mu m$)이 다음으로 높게 나타났다. 표면조도를 높이기 위하여 표면처리 한 ST시편과 ET시편이 표면에 전용결합재를 도포처리한 AT시편과 LT시편에 비하여 표면거칠기가 높게 나타났다. 하지만 모든 시편에서 유의차는 나타나지 않았다($p>0.05$). 표면처리에 따른 표면특성 및 계면특성에 관한 연구의 결과에서 #1,200 SiC 연마지로 표면처리한 시편의 표면거칠기는 $0.05 \mu m$ 인 것에 비하여(Kim et al, 2013) 본 연구에 사용된 시편의 대조군인 CN시편의 표면거칠기가 $2.08 \mu m$ 로 차이를 보인다. 하지만 소결 전·후 지르코니아 표면처리에 관한 연구에서 #1,200 SiC 연마지로 표면처리 한 시편의 표면거칠기는 $2.03 \mu m$ 로 관찰되었다(Lee et al, 2015). 이는 사용된 지르코니아 소재의 성분 또는 처리 등의 특성으로 판단된다. 따라서 상대적인 관찰이 필요한 것으로 판단된다.

전단결합강도관찰한 결과 전용결합재B를 사용한 LT시편이 가장 높은 결합강도를 가지며 전용결합재A를 사용한 AT시편, alumina 분사 처리한 ST시편, 표면 부식 처리 한 ET시편 그리고 대조군 CN시편 순으로 나타났다. 결합강도에서 전용결합재를 사용한 LT시편과 AT시편이 표면조도를 높이기 위하여 표면처리 한 ST시편과

ET시편에 비하여 결합강도가 높게 나타났으며, LT시편과 ET시편간에 유의한 차이가 나타났다($p<0.05$). 그리고 대조군은 실험군의 모든 시편과 유의한 차이가 나타났다($p<0.05$). 이러한 결과는 지르코니아의 표면에 전용결합재(liner or adhesive)를 도포하면 표면 조도처리를 실시한 경우보다 결합력이 우수하다는 보고와 동일한 결과이다(Aboushelib et al, 2008).

전단결합강도관찰 후 파절양상을 관찰한 결과 전용결합재를 처리한 LT시편과 AT시편에서 전장도재의 파절에 의한 파절양상인 응집성 파절양상(cohesive failure)이 결합면적 50%미만의 차지하는 것으로 관찰되었으며, 표면조도를 높이기 위하여 표면처리 한 ST시편과 ET시편에서도 전장도재의 파절에 의한 파절양상인 응집성 파절양상(cohesive failure)이 결합면적의 25%만을 차지하는 것으로 관찰되었다. 이러한 파절양상은 결합강도와 관련된 것으로 응집성 파절양상이 결합강도와 연계되어있는 것을 판단할 수 있다. 파절양상 분석방법은 금속-도재간의 결합강도를 관찰하기 위한 방법임으로 정성적인 분석으로 판단하였다.

지르코니아의 표면에 표면거칠기를 높이는 alumina 분사 표면처리와 산에 의한 부식 표면처리를 실시하였고, 표면에 전용결합재 2종을 도포 및 표면처리를 실시하여 결합력에 변화를 관찰하고자 하였다. 표면 거칠기와 결합강도 결과를 분석한 결과 본 연구에서 활용된 표면처리 방법으로 표면 거칠기의 변화는 결합강도의 변화에 영향을 미치지 않는 것으로 판단된다. 그러나 표면에 전용결합재 처리는 결합강도의 변화에 영향을 미치는 것으로 판단된다. 그리고 이상의 방법으로 표면처리 후 관찰된 결합강도는 Dundar 등(2007)이 제시한 결합강도 23~41 MPa와 Al-Dohan 등(2004)이 제시한 결합강도 22~31 MPa에 비하여 조금 부족하지만 Al-Dohan 등(2004)이 임상적으로 허용 가능한 결합강도인 13 MPa 보다는 높아 지르코니아 소재의 이중구조 전부도재관으로 사용이 가능할 것으로 판단된다.

지르코니아 표면처리 중 표면조도를 높여 결합력 향상을 위한 연구는 alumina를 분사하는 방법(Wegner and Kern, 2000)과 산 또는 염기를 이용하여 표면을 부식하는 방법(Park et al, 2014) 등이 보고되었는데

이는 불규칙한 표면의 조도가 지르코니아 표면에 표면 에너지를 증가시켜 결합력을 높이는 것으로 판단된다 (Derand, 2005). 그리고 표면에 전용결합재를 처리하여 결합력을 향상시키기 위한 연구에서는 전용결합재로 인하여 결합력이 표면조도를 높인 것보다 향상된다고 보고되었다(Aboushelib et al, 2008; Lee et al, 2015). 이는 Derand(2005)의 보고에 제시한 소결된 지르코니아의 표면에 도재의 젖음성을 향상시키는 방법으로 전용결합재가 사용되었고 그로 인하여 결합력이 향상된다고 보고하였다.

V. 결론

4종의 방법으로 표면처리를 실시한 지르코니아 시편의 표면 거칠기와 결합강도 그리고 파절양상을 관찰한 결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

1. 지르코니아 소재의 표면처리 시편 중 부식액처리 시편의 표면 거칠기가 가장 높게 나타났다.
2. 지르코니아 전용결합재 처리가 결합강도 향상에 영향을 미치는 것으로 나타났다.

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, 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.
- 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.
- Aldohan 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.
- Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. *Dent Mater*, 21(12), 1158-1162, 2005.
- Dündar M, Özcan M, Gökçe B, ÇBömlekoğlu E, Leite F, Valandro LF. Comparison of two bond strength testing methodologies for bilayered allceramics. *Dent Mater*, 23(5), 630-636, 2007.
- De Jager 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.
- 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, Chung IS, Choi, SM. Interface and Surface Properties by Surface Treatment of Zirconia for All Ceramic Crown. *J Kor Aca Den Tec*, 35(2), 137-142, 2013.
- Kim CY, Choi SM. A study on interfacial characteristics of Ni-Cr alloy by Nb content for Porcelain Fused to Metal Crown. *J Kor Aca Den Tec*, 27(1), 97-104, 2005.
- Lee JH, AhnJS. Effect of surface and heat treatment on the bond strength of veneering ceramics to zirconia(Y-TZP). *J Kor Aca Den Tec*, 35(4), 271-280, 2013.

- Lee GY, Hong MH. Effects of Pre-Sintering Surface Treatment and Liner Application on the Shear Bond Strength of Zirconia and Veneer Ceramic. *Korean Journal of Dental Materials*, 41(2), 95-103, 2014.
- Lee GY, Cho MH, Choi SM. Effects of Pre-Sintering Surface Treatment and Uner Application on the Shear Bond Strength of Zirconia and Pressable Ceramic. *J Kor Aca Den Tec*, 37(3), 121-127, 2015.
- Park DR, Kim JM, Jeoung SH, Bae JM, Oh SH. The effect of selective infiltration etching technique on the shear bond strength between zirconia and veneering ceramic. *Korean Journal of Dental Materials*, 41(2), 113-120, 2014.
- 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.