

# 지르코니아 표면 처리와 인공타액의 pH에 따른 지르코니아와 레진시멘트의 전단결합강도

신성진<sup>1</sup>, 오동석<sup>1</sup>, 박다령<sup>2</sup>, 오승한<sup>2,3</sup>, 배지명<sup>2,3,4\*</sup>

원광대학교 치과대학<sup>1</sup>, 원광대학교 치과대학 치과생체재료학교실<sup>2</sup>,  
원광대학교 생체재료·매식연구소<sup>3</sup>, 원광대학교 골격계질환연구소<sup>4</sup>

〈Abstract〉

## Effect of the Surface Treatment of Zirconia and the pH of Artificial Saliva on Shear Bond Strengths Between Zirconia and Resin Cement

Seong-Jin Shin<sup>1</sup>, Dong-Suk Oh<sup>1</sup>, Da-Ryeong Park<sup>2</sup>, Seung-Han Oh<sup>2,3</sup>, Ji-Myung Bae<sup>2,3,4\*</sup>

College of Dentistry, Wonkwang University<sup>1</sup>, Department of Dental Biomaterials, College of Dentistry, Wonkwang University<sup>2</sup>, Institute of Biomaterial-Implant<sup>3</sup> and Institute of skeletal disease<sup>4</sup> of Wonkwang University

Surface treatment of zirconia is important for the adhesion with adhesive resin cement. Solubility of resin cement is affected to the intraoral pH condition. The aim of the present study was to evaluate the effect of the pH of artificial saliva and the surface treatment of zirconia on shear bond strengths between zirconia and resin cement.

Zirconia blocks (Mazic Zir, Vericom) were sintered at 1500°C for 2 hours. The surface of zirconia was treated by sandblasting (SB), 48% hydrofluoric acid (HF), and combination of sandblasting and HF (SB+HF). Self-adhesive resin cement (Rely X U200, 3M ESPE) was applied on the zirconia surface and the specimens were stored under the different pH of 4, 7 and 10 at 37°C for 24 hours. The shear bond strengths between zirconia and resin cement were measured with a universal testing machine (Z020, Zwick) at a cross-head speed of 1 mm/min. Results were statistically analyzed with two-way ANOVA, Kruskal-Wallis test, Duncan's multiple range test ( $\alpha=0.05$ ) and Pearson correlation analysis.

The shear bond strengths were significantly affected by different surface treatments and by pH conditions ( $P<0.05$ ). For the surface treatment of zirconia, the shear bond strengths of SB+HF were higher than other groups ( $P<0.05$ ). For pH condition, DW, pH4 and pH7 showed higher shear bond strengths than pH 10 ( $P<0.05$ ). Therefore, when an adhesive resin cement is applied to a zirconia surface, it is recommended to treat the zirconia with sandblasting followed by HF etching.

*Key words*: Zirconia, Resin cement, Shear bond strength, Surface treatment, pH condition

## I. INTRODUCTION

순수한 지르코니아는 실온에서 단사정 구조를 갖기 때문에 다수의 미세균열이 생길 수 있다. 따라서 지르코니아가 정방정 구조를 갖도록  $Y_2O_3$ 을 첨가하여 실온에서 안정한 상태로 만든 Yttrium-Oxide-Partially-Stabilized-Zirconia(YPSZ)를 사용한다(Xie 등, 2016). YPSZ는 굽힘강도가 900~1200 MPa로 금속과 비슷하며, 파괴인성이 높아서 파절저항성이 높다

\* Correspondence: 배지명 (ORCID ID: 0000-0002-8607-8604)  
(54538) 전북 익산시 익산대로 460, 원광대학교 치과대학  
치과생체재료학교실  
Tel: +82-63-850-6859, Fax: +82-63-850-6859  
E-mail: baejimy@wku.ac.kr

Received: Aug. 8, 2016; Revised: Oct. 6, 2016; Accepted: Oct. 6, 2016.

(Christel 등, 1989; Kern 등, 1998). 또한 milling machine 이 용이 가능하여 CAD-CAM 시스템으로 정밀하고 복잡한 보철물 제작이 가능하다(Wang 등, 2008). 그러므로 YPSZ는 크라운과 브릿지 등에 많이 사용되고 있는 재료이다(Ban 2008). 하지만 YPSZ는 레진시멘트와 결합이 잘 되지 않는 단점을 가지고 있다(Stefani 등, 2015.) 또한 지르코니아 특유의 불투명도 때문에 지르코니아 위에 도재를 올려 굽거나, 지르코니아 표면에 다양한 색상을 첨가하여 지르코니아의 심미성을 개선하려는 시도가 있었다(Kim 등, 2016).

지르코니아의 표면처리 방법에는 샌드블라스팅, 불산처리, 프라이머, 레이저 처리, 알루미늄 코팅 처리 등이 있다(Amaral 등, 2006; Atsu 등, 2006; Jevnikar 등, 2010; Noda 등, 2010; Miyazaki 등, 2013; Shin 등). 샌드블라스팅은 지르코니아 세라믹과 레진 시멘트의 결합을 기계적으로 증가시킨다(Yun 등, 2010). 지르코니아 표면에 샌드블라스팅 시 알루미늄의 크기와 상관없이 전단결합강도가 증가한다(Tsuo 등, 2006). 불산처리는 기존의 실리카 베이스 세라믹의 표면 거칠기와 상을 변화시켜서 레진시멘트와의 기계적 결합을 증가시킨다(Blatz 등, 2003). 지르코니아의 경우 실리카가 없기 때문에 기존 실리카 베이스 세라믹처럼 산으로 표면처리가 불가능하다고 알려졌으나, 최근 연구에 의하면 150  $\mu$ m alumina로 sandblasting 한 다음 47% 불산으로 15분 동안 산부식한 것과, 48%의 불산에 25분 동안 침전시 표면처리가 됨을 알 수 있다(Toshihiko 등, 2013; Sriamporn 등, 2014). 프라이머 처리에 대해서는 alloy 프라이머를 지르코니아 표면에 적용하면 레진과의 결합력이 증가된다고 보고되었다(Miyazaki 등, 2013). Nd:YAG 레이저를 통한 표면처리는 지르코니아 표면의 산소를 감소시켜 지르코니아의 기계적 특성을 감소시키므로 정방정계의 지르코니아에는 사용하지 않는 것이 좋다(Noda 등, 2010). 알루미늄 코팅 처리를 YPSZ 지르코니아 세라믹 표면에 하면 레진과의 결합이 잘 유지되므로 알루미늄 코팅 처리는 미래에 매우 효과적인 표면처리 방법이 될 가능성이 있다(Jevnikar 등, 2010).

지르코니아는 우수한 기계적 특성과 적절한 결합을 얻기 위해 주로 레진시멘트로 합착을 한다(나종찬 등, 2010). 치과용 시멘트의 용해도는 pH에 따라서 달라질 수 있다(Yanikoglu 등, 2007). 자가접착 레진시멘트의 성분인 phosphoric acid

methacrylate는 적용 초기 pH 1 정도의 낮은 환경과 친수성의 성질을 제공한다. 중합이 진행되면서 phosphoric acid methacrylate는 필러의 알칼리성 성분과 함께 중화반응을 일으켜 pH 6 정도로 상승한다(Behr 등, 2004; Radovic 등, 2008). 자가접착 레진시멘트의 중화가 빠르게 일어날수록, 레진시멘트의 용해도가 줄어들고 굴곡강도가 증가한다(Zorzin 등, 2012). 구강 내의 pH는 섭취한 음식에 따라 다양한 변화를 보인다. 산성 음료를 섭취하였을 때의 pH는 3 이하로 내려갈 수 있고, 제산제 등의 약품을 섭취하였을 때의 pH는 10 이상으로 까지 올라갈 수 있다(Fraunhofer 등, 2004; Feurle 1975). 이러한 pH 변화는 self-adhesive 레진시멘트의 중화속도에 영향을 주어 레진시멘트와 지르코니아의 전단결합강도에 차이를 줄 수 있다(Zorzin 등, 2012).

지르코니아의 다양한 표면처리가 지르코니아와 레진시멘트의 결합강도에 미치는 영향에 대한 연구는 많이 있었다(Jevnikar 등, 2010; Yun 등, 2010; Miyazaki 등, 2013; Usumez 등, 2013; Lee 등, 2015). 하지만 구강 내 다양한 pH조건과 지르코니아 표면처리 방법을 조합하여 결합강도를 평가한 실험은 없었다. 따라서 pH 조건과 지르코니아 표면처리 방법이 지르코니아와 레진시멘트의 결합강도에 미치는 영향을 알아보는 것이 필요하다.

본 실험의 목적은 지르코니아 표면을 샌드블라스팅, 불산, 그리고 이 두 가지의 조합으로 표면처리를 하고, 다양한 pH 조건에서 지르코니아와 레진시멘트와의 결합강도를 측정하여 최대 결합강도를 보이는 조건을 찾고자 하는 것이다.

## II. Materials and methods

### 1. 지르코니아 시편 제작

지르코니아 블록(MAZIC Zir, Vericom)을 8 mm x 8 mm로 자른 다음 200번, 400번, 600번, 1000번, 2000번 SiC paper를 이용하여 순차적으로 Grinder(Metaserv grinder-polisher, Buehler, England)로 연마하였다. 그 후 지르코니아 전용 소결로(Zirkonofen 600, Zirkonzahn, Bruneck, Italy)에서 1500°C 에서 2시간 소결하였다. 소결된 시편은 금속 몰드(직경 22 mm x 높이 16 mm)에 교정용 아크릴릭 레진(Ortho-Jet,

Lang Dental Manufacturing co, Wheeling, USA)으로 지르코니아가 중앙에 위치하도록 포매하였고, SiC paper 200번, 400번, 600번, 1000번, 2000번을 이용해 지르코니아 표면을 순으로 순차적으로 연마하였다.

## 2. 지르코니아 표면처리

지르코니아 표면처리 방법은 Table 1에 나와 있다. SB 군은 50  $\mu\text{m}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$ 로 3.5 bar 압력으로 10 mm 간격으로 30초 동안 sandblasting 실행한 후 94% 에탄올에 4분동안 초음파 세척 후 건조하였다. HF 군은 48% HF(Sigma Aldrich, Germany)로 15분 동안 산부식 후 증류수로 세척하였다. SB + HF 군은 50  $\mu\text{m}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$ 로 3.5 bar 압력으로 10 mm 간격으로 30초 동안 sandblasting 후 94% 에탄올에 4분동안 초음파 세척 후 건조하였다. 이후에 48% HF로 15분간 산부식하였다.

## 3. 주사전자현미경 관찰

각각의 시편을 10분간 초음파 세척하였다. 표면 처리의 효과를 보기 위해 그 후 아무것도 처리하지 않는 지르코니아와 표면 처리한 지르코니아의 표면을 1000 배율에서 주사전자현미경(Scanning Electron Microscope: SEM, JSM6360, JEOL, Japan)으로 관찰하였다.

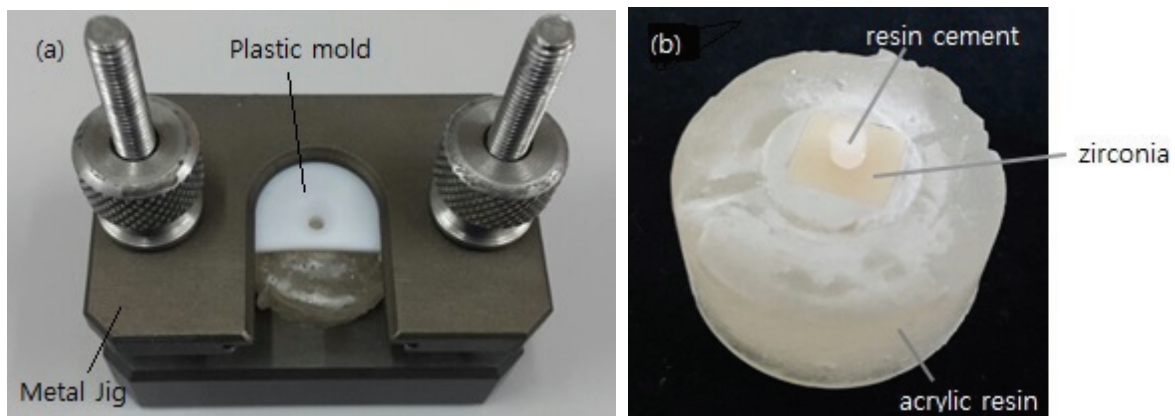
**Table 1.** Classification of each group according to the surface treatment and pH condition

	Code	Explanation for codes
Surface treatment	SB	Sandblasting with 50 $\mu\text{m}$ -alumina
	HF	Etching with 48% HF for 15 min
	SB + HF	Sandblasting with 50 $\mu\text{m}$ -alumina and Etching with 48% HF for 15min
pH condition	DW	Distilled water
	A4	Artificial saliva adjusted pH 4
	A7	Artificial saliva adjusted pH 7
	A10	Artificial saliva adjusted pH 10

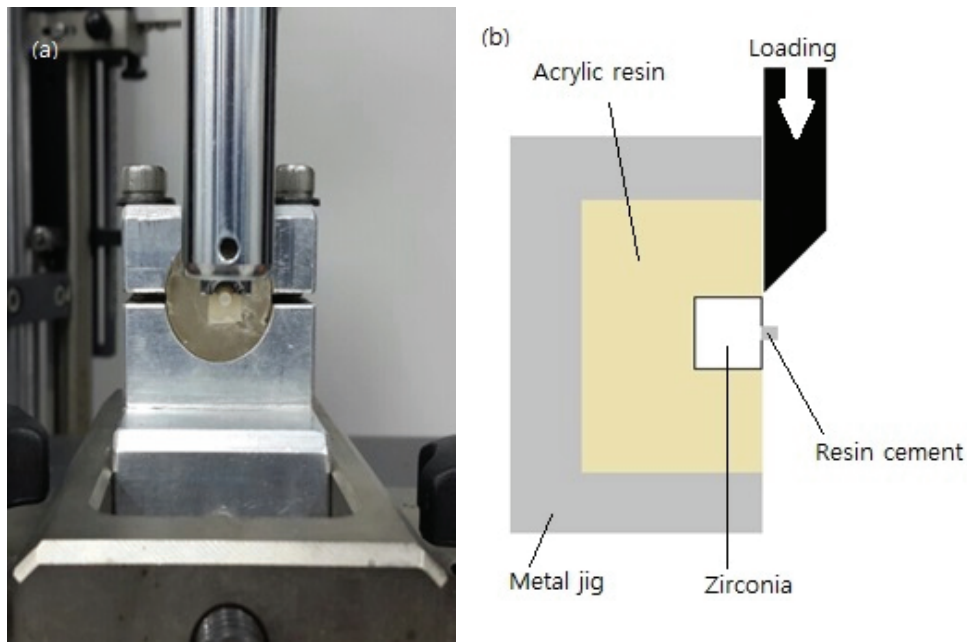
## 4. 레진시멘트와의 접착

레진시멘트(Rely X U200, 3MESPE, Germany)를 직경 2.38 mm, 높이 2 mm의 플라스틱 주형에 적용하고(Fig. 1, a), 광중합기(Elipar Trilight, 3M ESPE, Seefeld, Germany)를 이용하여 40 초간 윗면에 중합시키고, 각 옆면을 4 등분하여 20 초씩 2 번 중합하였다(Fig. 2, b).

이후 인공타액(NaCl, 0.4 g; KCl, 0.4 g;  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , 0.795 g;  $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , 0.78 g;  $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , 0.005 g;  $\text{NH}_2\text{CONH}_2$ , 1.0 g; distilled water, 1,000 mL)(Iijima 등, 2013)을 제작하였고, HCl로 인공타액의 pH를 4로, NaOH로 인공타액의 pH를 7과 10으로 조절하였다. 대조군으로는 증류수를 사용하였다. 시편은 증류수와 인공타액에 넣어 37°C dry oven (FO-600M, Jeotech, Korea)에 24시간 보관하였다. 인공타액의 pH 조건은 Table1에 나타나 있다.



**Figure 1.** Process of applying resin cement on zirconia surface, (a) Metal jig located with white plastic mold on zirconia specimen impregnated in acrylic resin, (b) Specimen removed from white plastic mold after photo-polymerization of resin cement.



**Figure 2.** Testing method of the shear bond strengths between zirconia and resin cement on a universal testing machine, (a) Photograph of hemi-circular blade located above the resin cement specimen, (b) Schematic diagram of the cross section of the photograph

## 5. 전단결합강도 측정

지르코니아와 레진시멘트의 전단결합강도는 2000N load cell을 가진 만능시험기(Z20, zwick, Ulm, Germany)로 반원형 날을 이용하여 1 mm/min의 cross-head speed로 측정하였다.

## 6. 통계처리

통계처리는 SPSS 프로그램 (SPSS 23.0: SPSS IBM, Armonk, USA)을 사용하였다. 결합강도에 대한 표면처리와 pH 조건의 영향을 알아보기 위해 Two way ANOVA로 분석하였고( $\alpha=0.05$ ), 사후검정으로 Duncan's multiple range test를 시행하였다. 결합강도는 Kruskal-Wallis test로 신뢰수준 95%에서 분석하였고, 사후검정으로 Duncan's multiple range test를 시행하였다. 또한 결합강도와 표면처리 또는 pH 조건 사이에 상관관계가 있는지를 알아보기 위해 Pearson 상관관계 분석을 실시하였다.

## III. Results

### 1. 전단결합강도

Two-way ANOVA 분석 결과는 Table 2와 Table 3에 나타나 있다. 표면처리 방법 간에는 유의성 있는 차이가 있었으며 ( $P=0.000$ ), pH 조건에 따라서도 유의성 있는 차이가 있었다 ( $P=0.007$ ). 표면처리와 pH 조건은 서로 교호작용을 보였다 ( $P=0.000$ ). 표면처리 조건별로 분석해보면, SB+HF 군의 결합강도가 SB 군, HF 군보다 높았으며( $P<0.05$ ), pH 조건별로는 DW, A4, A7의 결합강도가 A10보다 유의성 있게 높았다 ( $P<0.05$ ).

Kruskal-Wallis test로 표면처리와 pH 조건에 따른 전단결합강도를 각각 분석한 결과는 Figure 3에 나타나 있다. 같은 pH 조건 내에서 표면처리에 따른 효과를 비교해 보았을 때, DW와 A4 조건에서는 SB+HF 군의 전단결합강도가 가장 높게 나왔다( $P<0.05$ ). 각 표면처리군 내에서는 SB+HF 군 내에서만 pH 조건에 따른 전단결합강도의 차이는 있었는데 ( $P<0.05$ ), DW와 A4 조건에서 결합강도가 유의성 있게 높았다( $P<0.05$ ).

**Table 2.** The result of two way ANOVA analysis

Source	Type III Sum of squares	df	Mean Square	F	Sig.	Partial Eta square
Corrected Model	1340,261 <sup>a</sup>	11	121,842	11,806	,000	,714
Intercept	9159,303	1	9159,303	887,538	,000	,945
Surface treatment	571,382	2	285,691	27,683	,000	,516
pH condition	139,160	3	46,387	4,495	,007	,206
Surface treatment x pH condition	601,175	6	100,196	9,709	,000	,528
Error	536,635	52	10,320			
Total	11578,161	64				
Corrected Total	1876,896	63				

a. R Squared = .714 (Adjusted R Squared = .654)

**Table 3.** Shear bond strengths (MPa) between zirconia and resin cement expressed in Mean (Standard deviation) and ranking among the average of each row and column by two way ANOVA

Group	SB	HF	SB + HF	Average	Ranking
D,W	9,8 (2,0)	8,9 (2,4)	21,8 (3,6)	14,0	b
A4	10,4 (2,0)	7,4 (1,6)	20,3 (3,9)	12,7	b
A7	8,9 (0,5)	13,9 (6,4)	14,8 (0,7)	12,8	b
A10	11,0 (2,9)	9,3 (1,4)	8,3 (1,9)	9,53	a
<b>Average</b>	10,0	10,4	16,6		
<b>Ranking</b>	A	A	B		

Different lowercase letters are significantly different among the average values of each pH condition (row). Different uppercase letters are significantly different among the average values of each surface treatment group (column) by two way ANOVA and Duncan's multiple range test at  $\alpha=0,05$ .

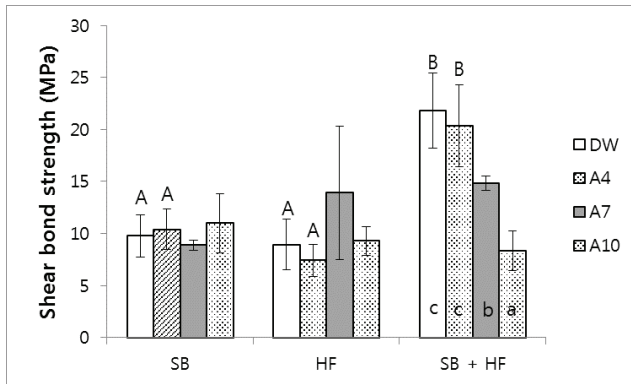
**Table 4.** Result of Pearson correlation analysis

		Bond strength	Surface treatment	PH
Bond strength	Pearson Correlation	1	,491**	-,268*
	Sig. (2 tailed)		,000	,032
	N	64	64	64
Surface treatment	Pearson Correlation	,491**	1	-,027
	Sig. (2 tailed)	,000		,835
	N	64	64	64
PH	Pearson Correlation	-,268*	-,027	1
	Sig. (2 tailed)	,032	,835	
	N	64	64	64

\* Correlation is significant at the 0,05 level (2 tailed).

\*\* Correlation is significant at the 0,01 level (2 tailed).





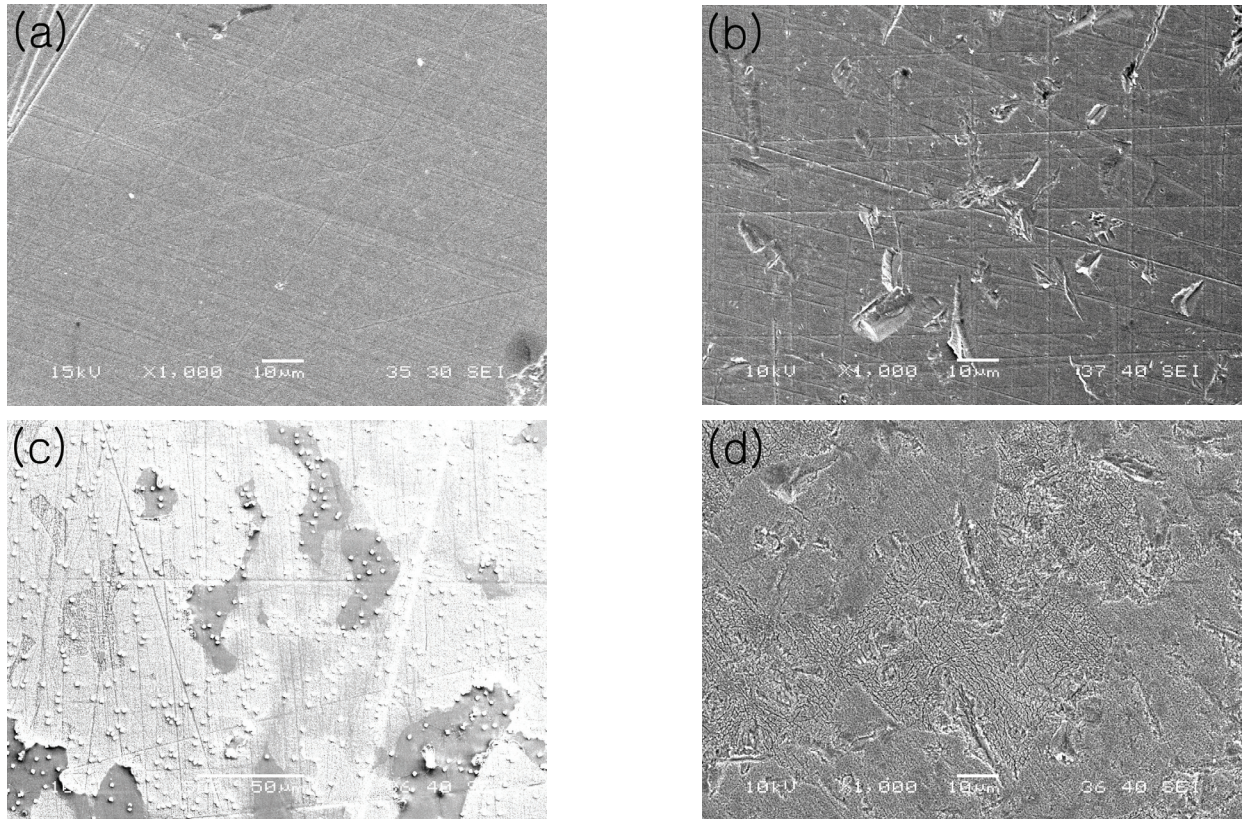
**Figure 3.** Shear bond strengths (MPa) of zirconia to resin cement according to the surface treatment and pH condition. Different uppercase letters are significantly different among the surface treatments within the same pH condition and different lowercase letters are significantly different among the pH conditions within the same surface treatment group by Kruskal-Wallis test and Duncan's multiple range test at  $\alpha=0.05$ .

피어슨 상관관계 분석 결과, 결합강도는 표면처리와 약한

상관관계가 있었고, pH 조건과는 매우 약한 음의 상관관계가 있었다 ( $P < 0.05$ ). 표면처리가 pH 조건보다는 결합강도에 더 큰 영향을 미쳤다.

## 2. 주사전자현미경(SEM) 관찰

지르코니아의 표면처리 후 SEM 사진이 Figure 4에 나타나 있다. 표면처리하지 않은 지르코니아 표면은 상대적으로 매끈한 표면을 보였다(Fig. 4, a). SB 군의 지르코니아 표면은  $Al_2O_3$ 에 의해 표면이 패어나간 양상을 보였다(Fig. 4, b). HF로 처리한 지르코니아 표면은 부식된 부분과 함께 HF에 의해 녹아나온 입자들이 관찰되었다(Fig. 4, c). SB+HF 군은 표면이 거칠게 패어나간 면과 부식된 두 가지 양상이 함께 보였다(Fig. 4, d).



**Figure 4.** Scanning electron microscopic (SEM) observation of zirconia after different surface treatment, (a) Control, (b) Sandblasting, (c) Etching with 48% HF, (d) Combination of sandblasting and etching with 48% HF.

## IV. Discussion

본 연구에서는 지르코니아에 여러 가지 표면처리방법 (Sandblasting, 48% HF 산부식, sandblasting+HF 산부식)이 여러 pH 조건(증류수, pH 4, pH 7, pH 10의 인공타액) 하에서 지르코니아와 레진시멘트의 전단결합강도에 미치는 영향을 알아보려고 하였다. Two-way ANOVA 분석결과, pH 조건에 상관없이 표면처리방법 간의 평균을 비교 분석했을 때, 지르코니아의 표면을 sandblasting+HF 산부식 처리했을 때의 전단결합강도가 가장 유의성 있게 높았다. 표면처리방법에 상관없이 pH 조건별로 평균을 비교 분석했을 때는 증류수와 pH 4, pH 7의 인공타액의 경우가 pH 10 인공타액보다 더 높은 전단결합강도를 보였다.

SB+HF로 표면처리한 군의 결합강도가 가장 높았던 이유로는 sandblasting이나 HF 산부식 단독보다 두 가지를 병합해서 처리한 군이 지르코니아 표면의 요철을 증가시켰기 때문일 것이다. 이전 연구들을 조사해보면, sandblasting 후 지르코니아의 표면거칠기(Ra)가 증가하였고, 12달 후 레진시멘트와 지르코니아의 전단결합강도도 증가하였다(Silva 등, 2016). 지르코니아를 9.5% HF로 90초 처리한 군과 110  $\mu\text{m}$  alumina로 sandblasting을 한 군의 표면 거칠기는 대조군의 표면 거칠기와 통계적으로 차이가 없었다(Casucci 등, 2009). 반면 지르코니아 표면을 150  $\mu\text{m}$  alumina로 sandblasting한 뒤 48%의 불산으로 15분 동안 산부식한 것은 150  $\mu\text{m}$  alumina로 sandblasting만 한 것보다 표면거칠기가 증가하였다고 보고되었다(Iijima 등, 2014). 불산 농도가 10%, 20%, 30%로 증가할수록, 처리한 시간이 5분에서 30분으로 증가할수록 지르코니아 표면의 젖음성이 증가하였고, 레진과의 결합력도 증가하는 경향을 보였다(Lee 등, 2015).

예비실험에서 실험군 외에 지르코니아의 표면에 아무 처리도 하지 않은 군은 대부분의 시편이 플라스틱 주형에서 중합 후 시편을 제거하는 도중 레진시멘트가 지르코니아 표면에서 탈락이 일어나 결과에서 배제했다. 따라서 지르코니아를 레진시멘트로 합착하기 위해서는 반드시 표면처리가 필요함을 알 수 있었다.

본 실험에서는 시편을 인공타액에서 보관하였고, 대조군으로 증류수를 사용하였다. 그 결과 증류수와 pH 7 인공타액에

서 보관한 시편의 전단결합강도는 차이가 없었다. 시편을 보관할 때 증류수와 인공타액은 실험마다 다양한 견해가 있다. 증류수와 인공타액 사이의 복합레진의 용해도는 유의성 있는 차이가 없었다(Toledano 등, 2005). 이중중합형 레진시멘트를 광중합을 시키지 않았을 때 증류수보다는 인공타액에 더 잘 용해되었으나 광중합시켰을 때 용해도의 차이는 없었다(Silva 등, 2013). 복합레진의 비커스 경도를 측정하기 위해 증류수와 인공타액조건에서 1일, 7일, 20일, 40일간 보관했을 때, 인공타액에 보관했을 때의 비커스 경도가 증류수에 보관했을 때보다 더 높았다(Okada 등, 2001). 하지만 연구들마다 인공타액의 성분이 다르기 때문에 타액의 어떤 성분이 레진시멘트와 반응하여 결합강도에 영향을 미치는지에 대한 추가적인 연구가 필요하다.

레진 시멘트는 변연부에서 구강 내 타액에 노출되어 있고, 구강 내의 pH 변화는 레진시멘트의 용해도에 영향을 주어 결합강도에 영향을 미칠 수 있다. 본 연구에서는 two-way 분석결과 DW, A4, A7 군의 결합강도가 A10보다 더 높았다. Cilli 등(2012)의 연구에 의하면 염기성 pH 조건에서 시간이 지날수록 복합레진의 Knoop 경도가 약해지고 표면은 더 거칠어지는데, 그 이유는 상대적으로 다른 조건에서보다 OH 이온이 더 많이 존재하여 레진의 가수분해가 촉진되었기 때문이다. 반면 Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA, TEGDMA같은 dimethacrylate 단량체는 낮은 pH 환경에서 분해가 된다(Göpferich, 1996). PH 3.1의 산성 음료에 복합레진을 넣었을 때 복합레진의 용해도는 증류수에 넣었을 때보다 높았다(Rahim 등, 2012). 사람의 상아질과 복합레진의 미세인장강도는 pH 4의 젖산에서 보관했을 때가 인공타액에서 보관했을 때보다 낮았다(Silva 등, 2012). 하지만 본 연구에서 Kruskal-Wallis 분석결과 SB+HF 표면처리군 내에서 pH 4 인공타액 보관군이 pH 7 인공타액 보관군보다 결합강도가 높게 나타났으며, 표면처리군에 상관없이 pH 조건별로 평균을 분석한 two-way ANOVA의 경우 pH 4와 pH 7의 차이가 없었다. 이것은 산성 용액에 노출시킨 시간의 차이로 보인다. Rahim 등(2012) 연구에서는 복합레진을 40일 동안 용액에 노출시켰고, Silva 등(2012) 연구에서는 4일 동안 노출시켰다. 하지만 본 실험에서는 시편을 24시간 동안만 보관용액에 노출시켰기 때문에 노출된 시간이 상대적으로 짧아서 낮은 pH에 의한 효과

를 충분하게 볼 수 없었다고 사료된다. 차후 추가 연구로는 각 pH 조건에 충분한 시간동안 노출시켜서 실험하는 것이 필요하다.

실제 구강 내에서는 온도차이나 반복적인 저작압 등이 지르코니아와 레진시멘트의 접착강도에 영향을 미칠 수 있다. 이러한 요소들을 재현한 thermocycling이나, 반복하중 하에서 결합강도를 측정하는 연구들이 필요하다고 생각된다.

본 실험의 한계 내에서 표면처리방법이 pH 조건보다 지르코니아와 레진시멘트의 전단결합강도에 더 큰 영향을 미쳤고, 표면처리 방법 중에서는 SB+HF가 가장 높은 결합강도를 보였다.

## V. Conclusion

본 연구에서는 지르코니아의 표면을 다양한 방법으로 (Sandblasting, 48% HF 산부식, Sandblasting 후 HF 산부식) 표면처리를 하였고, 다양한 pH 조건 하에서(증류수와 pH4, pH7, pH10의 인공타액) 지르코니아와 레진시멘트 사이의 전단결합강도를 측정하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 표면처리 군 중에서 가장 결합강도가 높았던 것은 SB+HF 군이었다.
2. 증류수와 pH 4, pH 7 인공타액에 보관시 전단결합강도가 pH10 인공타액에서보다 유의성 있게 높았다.
3. 지르코니아의 표면처리는 SB+HF로 하고, 구강 내의 pH는 알칼리 조건을 피하는 것이 바람직하다.

## ACKNOWLEDGEMENT

이 논문은 2015년도 원광대학교의 교비지원에 의해서 수행됨.

## VI. REFERENCES

나중찬, 허수복, 최재운, 이상훈, 양형철, 임범순 (2010). 치과용 지르코니아 표면 특성이 레진시멘트와의 결합강도에

주는 영향. 대한치과기재학회지 37:9-20.

Amaral R, Özcan M, Bottino MA, Valandro LF (2006). Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. *Dent Mater* 22:283-290.

Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS (2006). Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent* 95:430-436.

Ban S (2008). Reliability and properties of core materials for all-ceramic dental restorations. *Japanese Dental Science Review* 44:3-21.

Behr M, Rosentritt M, Regnet T, Lang R, Handel G (2004). Marginal adaptation in dentin of a self-adhesive universal resin cement compared with well-trying systems. *Dent Mater* 20:191-197.

Blatz MB, Sadan A, Kern M (2003). Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent* 89:268-274.

Christel P, Meunier A, Heller M, Torre JP, Peille CN (1989). Mechanical properties and short-term in vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res* 23:45-61.

Cilli R, Pereira JC, Prakki A (2012). Properties of dental resins submitted to pH catalyzed hydrolysis. *J Dent* 40:1144-1150.

Feurle GE (1975). Effect of rising intragastric pH induced by several antacids on serum gastrin concentrations in duodenal ulcer patients and in a control group. *Gastroenterology* 68:1-7.

Göpferich A (1996). Mechanisms of polymer degradation and erosion. *Biomaterials* 17:103-114.

Iijima M, Hashimoto M, Kohda N, Nakagaki S, Muguruma T, Endo K, Mizoguchi I (2013). Crystal growth on bioactive glass sputter-coated alumina in artificial saliva. *Dent Mater J* 32:775-780.

Iijima T, Homma S, Sekine H, Sasaki H, Yajima Y, Yoshinari M (2013). Influence of surface treatment of



- yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal with hot isostatic pressing on cyclic fatigue strength. *Dent Mater J* 32:274-280.
- Jevnikar P, Krnel K, Kocjan A, Funduk N, Kosmač T (2010). The effect of nano-structured alumina coating on resin-bond strength to zirconia ceramics. *Dent mater J* 26:688-696.
- Kern M, Wegner SM (1998). Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater J* 14:64-71.
- Kim HK, Kim SH, Lee JB, Han JS, Yeo IS, Ha SR (2016). Effect of the amount of thickness reduction on color and translucency of dental monolithic zirconia ceramics. *J Adv Prosthodont* 8:37-42.
- Lee MH, Son JS, Kim KH, Kwon TY (2015). Improved resin-zirconia bonding by room temperature hydrofluoric acid etching. *Materials* 8:850-866.
- Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S, Kobayashi T (2013). Current status of zirconia restoration. *J Prosthodont Res* 57:236-261.
- Noda M, Okuda Y, Tsuruki J, Minesaki Y, Takenouchi Y, Ban S (2010). Surface damages of zirconia by Nd: YAG dental laser irradiation. *Dent mater J* 29:536-541.
- Okada K, Tosaki S, Hirota K, Hume WR (2001). Surface hardness change of restorative filling materials stored in saliva. *Dent mater* 17:34-39.
- Radovic I, Monticelli F, Goracci C, Vulicevic ZR, Ferrari M (2008). Self-adhesive resin cements: a literature review. *J Adhes Dent* 10:251-8.
- Rahim TNAT, Mohamad D, Akil HM, Rahman IA (2012). Water sorption characteristics of restorative dental composites immersed in acidic drinks. *Dent Mater* 28:e63-e70.
- Shin YJ, Shin Y, Yi YA, Kim J, Lee IB, Cho BH, Seo DG (2014). Evaluation of the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic after different surface treatments. *Scanning* 36:479-486.
- Silva EM, Almeida GS, Poskus LT, Guimarães JG (2012). Influence of organic acids present in the oral biofilm on the microtensile bond strength of adhesive systems to human dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 100:735-41.
- Silva EM, Noronha-Filho JD, Amaral CM, Poskus LT, Guimarães JG (2013). Long-term degradation of resin-based cements in substances present in the oral environment: influence of activation mode. *J Appl Oral Sci* 21:271-7.
- Silva GAF, da Luz EC, dos Reis Goyatá, F da Silva Concilio LR, Neves ACC, Vitti RP, Cunha LG (2016). Influence of surface treatments on topography and bond strength of densely-sintered zirconium-oxide ceramic. *Ceram Int* 42:8136-8139.
- Sriamporn T, Thamrongananskul N, Busabok C, Poolthong S, Uo M, Tagami J (2014). Dental zirconia can be etched by hydrofluoric acid. *Dent Mater J* 33:79-85.
- Stefani A, Brito RB, Kina S, Andrade OS, Ambrosano GMB, Carvalho AA, Giannini M (2015). Bond Strength of Resin Cements to Zirconia Ceramic Using Adhesive Primers. *J Prosthodont* 25:380-5.
- Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R (2011). Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dent Mater J* 27:71-82.
- Toledano M, Osorio R, Osorio E, Aguilera FS, Romeo A, De La Higuera B, García-Godoy F (2006). Sorption and solubility testing of orthodontic bonding cements in different solutions. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 76:251-256.
- Tsuo Y, Yoshida K, Atsuta M (2006). Effects of alumina-blasting and adhesive primers on bonding between resin luting agent and zirconia ceramics. *Dent Mater J* 25:669-674.
- Usumez A, Hamdemirci N, Koroglu BY, Simsek I, Parlar O, Sari T (2013). Bond strength of resin cement to

- zirconia ceramic with different surface treatments, *Lasers Med Sci* 28: 259-266.
- von Fraunhofer JA, Rogers MM (2004). Dissolution of dental enamel in soft drinks. *Gen Dent* 52:308-312.
- Wang H, Aboushelib MN, Feilzer AJ (2008). Strength influencing variables on CAD/CAM zirconia frameworks. *Dent Mater J* 24:633-638.
- Xie H, Gu Y, Li Q, Qian M, Zhang F, Tay FR, Chen C (2016). Effects of multiple firings on the low-temperature degradation of dental yttria-stabilized tetragonal zirconia. *J Prosthet Dent* 115:495-500.
- Yanikoglu N, Yesil Duymus Z (2007). Evaluation of the solubility of dental cements in artificial saliva of different pH values. *Dent mater J* 26:62-67.
- Yun JY, Ha SR, Lee JB, Kim SH (2010). Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic. *Dent Mater J* 26:650-658.
- Zorzini J, Petschelt A, Ebert J, Lohbauer U (2012). pH neutralization and influence on mechanical strength in self-adhesive resin luting agents. *Dent Mater* 28:672-679.