

## 지르코니아의 다양한 표면처리에 따른 지르코니아 표면 특성 및 지르코니아 코어와 베니어 세라믹 사이의 디본딩/크랙 개시 강도

손원배<sup>1</sup>, 권재성<sup>1,2,\*</sup>

<sup>1</sup>연세대학교 치과대학 치과생체재료학교실 및 연구소  
<sup>2</sup>연세대학교 치과대학 BK21 창의치의학융합 교육연구단

### Zirconia surface properties and de-bonding/crack-initiation strength between zirconia core and veneer ceramics according to the various surface treatments of zirconia

*Wonbae Son<sup>1</sup>, Jae-Sung Kwon<sup>1,2,\*</sup>*

<sup>1</sup>*Department and Research Institute of Dental Biomaterials and Bioengineering, Yonsei University College of Dentistry, Seoul, Republic of Korea*  
<sup>2</sup>*BK21 FOUR Project, Yonsei University College of Dentistry, Seoul, Republic of Korea*

Recent research has focused on enhancing the bond strength between zirconia and veneer ceramics through various surface treatment methods aimed at optimizing their coupling mechanism. This study aimed to assess the effects of different zirconia surface treatments on bond strength with veneer ceramics and to identify an effective treatment approach. Zirconia blocks were processed using a 5-axis milling machine and sintered to create 45 specimens for testing surface roughness, contact angle, and morphology, and 30 additional specimens for a de-bonding/crack-initiation strength test in accordance with International Standard ISO 9693-2. Specimens underwent grinding with an abrasive stone point to simulate clinical procedures, which were then divided into three groups: control (ground surface), sandblasted, and hydrofluoric acid etched. Measurements of surface roughness and contact angle were conducted, and surface morphology was observed using scanning electron microscopy (SEM). De-bonding/crack-initiation strength was evaluated after layering and firing veneer ceramics onto the specimens. Results showed no significant difference in de-bonding/crack-initiation strength across all groups ( $p > 0.05$ ). However, significant differences were found in surface roughness and contact angle, with the hydrofluoric acid etched group showing the greatest changes in surface characteristics. Despite these modifications, the overall impact on mechanical bonding strength was minimal, suggesting that the liner application alone on the ground zirconia surface might suffice for achieving adequate bonding with veneer ceramics. This indicates that while surface treatments can alter physical properties, they do not necessarily translate to improved mechanical bond strength.

**Keywords** : Zirconia, Veneer ceramics, Surface treatment, Grinding, Sand blasting, Hydrofluoric acid etching, Liner, Roughness, Contact angle, De-bonding/crack-initiation strength

Wonbae Son (ORCID: 0009-0009-6815-9302)

\*Correspondence: Jae-Sung Kwon (ORCID 0000-0001-9803-7730)  
50-1 Yonsei-ro, Seodaemun-gu, Seoul 03722, Republic of Korea  
Affiliation: Department and Research Institute of Dental Biomaterials and Bioengineering, Yonsei University College of Dentistry, Seoul, Republic of Korea  
Tel: +82-2-2228-3081, Fax: +82-2-2227-7907  
E-mail: jkwon@yuhs.ac

Received: Aug. 08, 2024; Revised: Dec. 16, 2024; Accepted: Dec. 18, 2024

## 서론

치과용 지르코니아는 높은 내마모성, 굽힘강도, 파절인성, 화학적 안정성, 구조적 안정성, 그리고 우수한 생체적합성을 가지고 있어 전부도재관의 하부구조로 널리 이용되고 있다(1,2). 하지만, 이러한 지르코니아 하부구조를 포함하는 전부도재관이라 하더라도 여러 요인에 의해 지르코니아 하부구조와 베니어 세라믹 사이의 계면의 탈락 또는 응력 집중에 의한 파괴가 발생할 수 있다(3).

특히 이와 같은 계면에서의 파괴는 두 세라믹의 두께차이(4), 소결과 냉각에 따른 열수축 및 팽창(5), 그리고 지르코니아의 부적절한 디자인에 따른 잔류응력(6) 등의 요인에 영향을 받는 것으로 알려져 있으며 최근에는 이러한 지르코니아와 베니어 세라믹 사이의 결합력을 개선하기 위해 다양한 물리/화학적 표면처리방법을 적용하여 지르코니아와 베니어 세라믹의 결합을 향상시키는 연구가 진행되었다. 이 연구들은 지르코니아와 베니어 세라믹이 서로 강하고 견고하게 결합되기 위해 접촉면을 증가시키는데 목적이 있었다. 그 중 대표적으로 지르코니아 표면에 거칠기를 증가시키고 언더컷을 부여하여 강한 결합력을 얻기 위한 알루미늄나 분사처리 방법(7)과 산부식 처리방법(8), 이장재 사용(9)이 지르코니아와 베니어 세라믹과의 결합력 개선에 기여할 수 있다고 보고된 바 있다.

알루미늄나 분사처리 방법은 도재 표면에 거칠기를 증가시키는 방법으로 가장 폭넓게 사용되고 있다(10). 하지만, 이 방법은 알루미늄나 연마석 입자크기와 분사거리 등의 다양한 변수에 의해 영향을 받는다. 특히, 큰 입자의 연마석을 근접한 거리에서 분사하였을 때, 지르코니아 표면에 스트레스 및 열의 발생을 야기하고 이로 인하여 저온열화현상이 발생되어 지르코니아의 강도, 취성, 밀도가 감소하게 된다(11).

산부식 처리를 통해 지르코니아 표면의 거칠기를 증가시키고 이를 통해 결합력을 향상시키는 방법도 고려되고 있다(12). 지르코니아 세라믹에 불산처리를 하게 되면 불산은 지르코니아, 이트리아를 용해시키며 그 결과 지르코늄, 이트륨, 불소, 산소 그리고 수산화이온의 복합체가 형성된다(13). 부식은 지르코니아 결정입계에서 먼저 일어나며 천천히 결정립 내부도 용해된다. 이트리아는 불산에 대한 용해도가 매우 낮다. 부식이 시작되면 이트리아에서 해리된 이트리

움 이온과 불소이온이 만나 불화이트리움 결정을 만들어 표면에 석출하게 된다. 지르코니아는 동일한 기전으로 용해되어 불화지르코늄을 형성하지만 반응은 매우 제한적이다. 이와 같은 반응은 불산의 농도와 온도에 크게 영향을 받는다. 일반적으로 온도를 높이거나 불산의 농도를 높이면 반응도가 높아진다. 하지만 고농도의 불산을 사용하는 것은 작업자들의 생명과 안전에 위협이 될 수 있다. 불산의 농도에 따른 표면적 증가율에 관한 연구가 있었다(14-15). 2015년 Smielak 등은 40%, 9.5% 그리고 5% 불산을 이용하여 3% 이트리아(yttria)가 함유된 지르코니아(3Y-TZP)의 표면을 식각하고 거칠기를 비교하였다. 연구에 따르면 40%의 불산과 9.5%의 불산 처리간에는 통계학적 유의성이 없다고 하였다. 하지만 5%농도는 표면적 증가에 제한적인 결과를 보였다고 하였다(15). 이 밖에도 겔 형태의 불산을 사용하는 방법이 소개되고 있다. 특히 겔 형태인 경우 적은 양으로 원하는 부위에 적용할 수 있으며, 겔에 의해 빠른 불산 증기 방출을 억제하는 여러 가지 장점이 있다(16).

위의 두 방법 외에 지르코니아의 색상차단을 위해 사용되는 이장재가 지르코니아와 베니어 세라믹간의 화학적 결합을 유도하여 결합강도가 증대된다는 보고를 하였다(17). 또한, 선행연구에서 지르코니아 표면의 젖음성을 향상시켜 도재가 지르코니아 표면에 균일하고 강하게 결합하는 것이 가능하다고 설명하고 있다(18).

위와 같은 다양한 새로운 방법이 제시되어 있으나 아직 해당 방법들 간의 결합력을 비교한 연구가 진행되지는 않았다. 따라서 본 연구에서는 3Y-TZP 지르코니아를 완전 소결한 후 임상에서의 진행과정을 모사하여 표면 연마를 시행하고 지르코니아 표면에 샌드블라스팅, 9% 불산겔로 산부식 처리를 실시한 후 표면 거칠기, 젖음성 및 형태변화 등에 미치는 효과와 그에 따른 베니어 세라믹과의 결합력을 비교 평가하고자 하였다.

본 연구의 가설은 다음과 같다.

첫번째, 연마 후 9% 불산겔로 산부식 처리를 시행한 지르코니아는 연마 또는 연마 후 샌드블라스팅 처리한 지르코니아의 거칠기와 유의한 차이가 없을 것이다.

두번째, 연마 후 9% 불산겔로 산부식 처리를 시행한 지르코니아는 연마 또는 연마 후 샌드블라스팅 처리한 지르코니아의 젖음성에 유의한 차이가 없을 것이다.

세번재, 연마한 지르코니아, 연마 후 9% 불산젤로 산부식 처리를 시행한 지르코니아 및 연마 후 샌드블라스팅 처리한 지르코니아 위에 이장재 처리 후 베니어 세라믹을 올린 경우, 지르코니아 코어와 베니어 세라믹 사이의 디본딩/크랙 개시강도에 유의한 차이가 없을 것이다.

## 재료 및 방법

### 1. 연구재료

본 연구에서 시편을 만들기 위해 3Y-TZP 지르코니아 블록 (RAZOR Zirconia, UNC International Co., Ltd., Ansan, Korea)을 사용하였고, 베니어 세라믹(IPS e.max Ceram, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein)을 사용하였으며(Table 1), 지르코니아 블록의 표면 연마처리를 위해 Stone point #13 (Abrasive stones, R&D Dental, Seoul, Korea)를 사용하였고, 샌드블라스팅 처리를 위해 110 μm 크기의 알루미늄산화물 입자(Cobra blast, Renfert, Hilzingen, Germany)를

사용하였으며, 9% 불산젤(Zirconia Etchant Cloud System, Medifive Co., Ltd., Seoul, Korea)과 이장재(IPS. e.max ceram Zirliner, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein)를 사용하였다.

### 2. 지르코니아 시편 제작

임상에서 사용되는 보철물의 표면을 동일하게 재현하고자 가소결 상태의 지르코니아 블록을 동시 5축 가공장비 (IDC Mill 5X, Amann Girrbach, Maeder, Austria)를 이용하여 가공한 후 지르코니아 블록 제조사가 제공한 소결 조건 (Figure 1)에 따라 소결로(IDC T1 ZI, Amann Girrbach, Maeder, Austria)에서 완전히 소결하여 거칠기, 접촉각 측정 및 표면관찰을 위하여 20.0 mm×15.0 mm×5.0 mm의 시편을 45개 제작하였다. 또한 ISO 9693-2에 의거하여 디본딩/크랙 개시강도 실험을 위한 시편을 25.0 mm×3.0 mm×0.5 mm 크기로 30개 제작하였다.

모든 시편은 임상에서의 방법과 같이 abrasive stone point 를 사용하여 35,000 rpm 속도로 좌우 왕복 50회에 걸쳐 연마를 시행하였다. 준비된 시편은 증류수 초음파 세척기로

**Table 1.** Composition of the ceramic materials used in this study

	Material	Composition	Manufacturer	Lot No.
Core Ceramic	RAZOR Zirconia	ZrO (89.675%); Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (6.3%); Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (0.047%); SiO <sub>2</sub> (max,0.002%); Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (max,0.002%); ig-Loss (3.98%)	UNC International Co., Ltd., Ansan, Korea	1170413112
Veneer Ceramic	IPS e.max Ceram	SiO <sub>2</sub> (60%-65%); Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (8%-12%); Na <sub>2</sub> O (6%-9%); K <sub>2</sub> O (6%-8%); ZnO (2%-3%); CaO, P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , F (2%-6%); other oxides (2%-8.5%)	Ivoclar Vivadent, Liechtenstein	S35886
	IPS e.max Ceram Zirliner	SiO <sub>2</sub> (50%-60%); Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (16%-22%); Na <sub>2</sub> O (6%-11%); K <sub>2</sub> O (4%-8%); CaO, P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , F (2.5%-7.5%); other oxides (1.5%-8%)	Ivoclar Vivadent, Liechtenstein	N27486

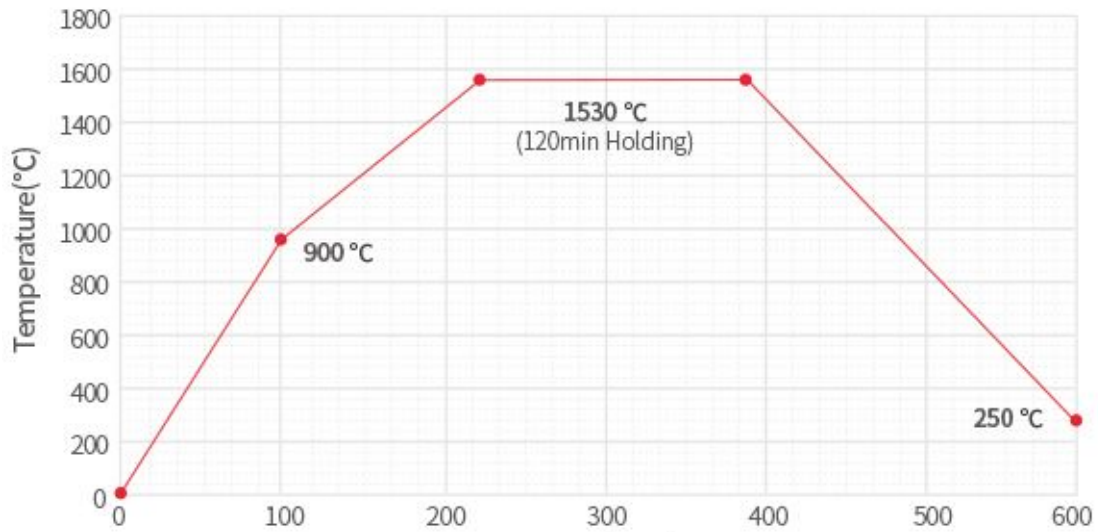


Figure 1. Sintering schedule of zirconia block used in this study.

10분간 세척 후 스팀 클리너로 다시 한번 세척하여 실온에서 자연건조 시켰다.

### 3. 지르코니아 표면 처리

모든 시편들은 abrasive stone point를 사용하여 연마를 한 다음 무작위로 세 그룹으로 나누어 실험을 진행하였다. 1군은 아무 처리도 하지 않은 군(Control), 2군은 Alumina sandblasting 처리군(AS), 3군은 Hydrofluoric acid etching 처리군(HE)으로 나누었다.

AS군은 소결된 지르코니아 시편의 접착면에 110  $\mu\text{m}$ 의  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 를 2 bar의 압력으로 10 mm거리에서 접촉할 부위에 10초 동안 분사하였다. HE군은 소결된 지르코니아 시편의 접착면에 9% 불산겔을 이용하여 제조사의 지시사항에 따라 처리하였다. 준비된 세 군의 시편은 각각의 처리 후 초음파 세척기로 증류수에 10분간 세척 후 스팀클리너로 다시 한번 세척하여 실온에서 자연건조 시켰다.

### 4. 표면 거칠기 실험

지르코니아 표면을 측정하기 위하여 비구면 3차원 측정기를 사용하였다. 거칠기 실험을 위해 준비된 시편을 비구면 3차원 측정기(Form Talysurf PGI 840, Taylor Hobson, Leicester, UK) 테이블 위에 고정시키고 stylus (112-3412-01,

Taylor Hobson, Leicester, UK)를 이용하여 0.1 mm/sec 속도로 2 mm의 범위를 측정하였다.

### 5. 표면 접촉각 실험

지르코니아의 표면 젖음성을 측정하기 위하여 접촉각 측정기(Phoenix-300, SEO, Seoul, Korea)를 이용하였다. 지그 테이블 위에 시편을 위치시킨 후 25 mm 높이에서 8.0  $\mu\text{L}$  증류수를 떨어뜨린 후 20초 후에 표면의 접촉각을 측정하였다.

### 6. 표면 관찰

표면처리 후 각 표면 처리면을 동결건조기(ES-2030, HITACHI, Tokyo, Japan)에서 건조한 다음 ion coater (E-1010, HITACHI, Tokyo, Japan)을 이용하여 100  $\mu\text{m}$  두께로 백금 코팅 한 후 scanning electron microscope (SEM)(S-3000N, HITACHI, Japan)을 이용하여 관찰하였다.

### 7. 베니어 세라믹과의 디본딩/크랙 개시강도

표면 처리된 3종의 지르코니아 시편의 표면 중앙부에 ( $8 \pm 0.1$ ) mm 길이로 이장재를 opaque용 브러쉬로 제조사의 지시사항에 따라 한명의 술자가 지르코니아 시편의 하얀 표면이 가려질 정도로만 얇게 측정하여 도재 소성로(Austomat 644, Dekema, Freilassing, Germany)에 소성하였고, 이어서

그 위에 베니어 세라믹을 도재용 브러쉬로 축성하고 도재 소성로에 1차 소성을 한 후 소성으로 인한 수축을 보상하기 위해 수축된 양 만큼을 다시 축성하여 2차 소성을 진행하여 축성된 도재의 전체 크기가 8.0 mm×3.0 mm×1.1 mm가 되도록 하였다(Figure 2). 모든 소성 스케줄은 제조사의 지시사항(Table 2)에 맞춰 소성하였다. 소성이 끝난 시편은 전자측정기(ABS Digimatic, Mitutoyo, Kanagawa, Japan)로 전체 두께를 확인하여 오차범위 안으로 제작이 되었는지 확인하였다.

준비한 각 지르코니아 시편의 두께를 측정할 후 ISO 9693-2에 의거하여 함수의 요인인 계수  $K$  값을 구하였다. 이때 지르코니아의 Young's Modulus는 200 GPa로 가정하였다.

시편의 span거리 20 mm의 3점 굽힘시험 받침에 베니어 세라믹이 아래 방향을 향하도록 올려 놓고 만능시험기(UTM, Instron 5942, Instron, Norwood, MA, USA)를 이용하여 지르코니아 시편 중앙에 cross-head speed 1.0 mm/min의 속도로 하중을 가하여 3점 굽힘시험을 진행하였다. 지르코니아와 베니어 세라믹 사이에 디본딩/크랙에 의한 파괴가 일어나는 시점의 디본딩/크랙 개시강도( $\tau_b$ )를 아래의 계산식에 따라 구하였다.

$$\tau_b = K \cdot F_{fail}$$

$K$ : 계수(mm<sup>2</sup>)

$F_{fail}$ : 초기 파절 하중(N)

## 8. 통계 분석

본 연구의 주요변수인 디본딩/크랙 개시강도 측정값은 SPSS 통계 프로그램(SPSS Version 27, IBM, Amonk, NY, USA)을 사용하여 일원분산분석(One-way ANOVA test)을 하였고 다중비교검정(Tukey's multiple comparison test) 사후분석을 시행하였다. 통계적 유의수준은 0.05로 정하였다. 추가적으로 표면거칠기(Ra), 접촉각도 같은 방법으로 통계분석 하였다.

## 결 과

### 1. 표면 거칠기

지르코니아의 표면처리 후 거칠기를 보면 abrasive stone point로 연마만 시행한 대조군은 (0.60±0.08) μm 이었다. 연마 후 알루미늄 샌드블라스팅 처리한 AS군은 (0.56±0.06) μm

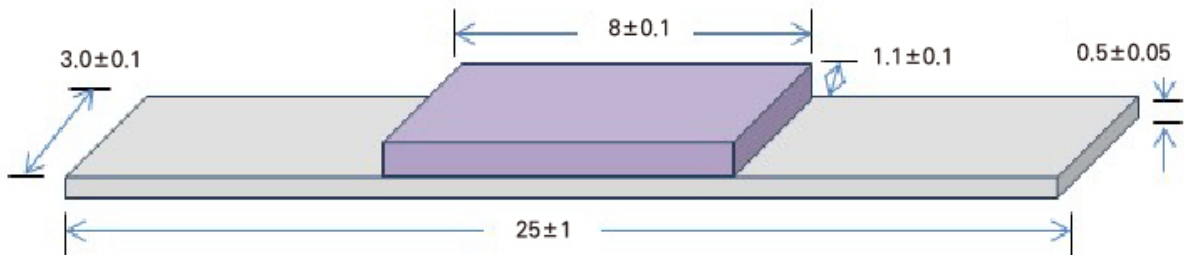


Figure 2. Test specimen configuration.

Table 2. Firing schedule

	Dry (min.)	Start Temp.	°C/min	High Temp.	Hold	Cool (min.)	Vac. On	Vac. Off
Zir Liner	4 min.	403 °C	55 °C/min	960 °C	1 min.	1 min.	450 °C	960 °C
1st firing	6 min.	403 °C	55 °C/min	750 °C	1 min.	1 min.	450 °C	750 °C
2nd firing	4 min.	403 °C	55 °C/min	740 °C	1 min.	1 min.	450 °C	740 °C

**Table 3.** The result of surface roughness and contact angle (Mean±SD)

Experimental group	Surface Roughness	Contact Angle
	Ra (μm)	Degree (°)
Control (Con)	0.60±0.08 <sup>a</sup>	75.93±2.98 <sup>a</sup>
Alumina sandblasting (AS)	0.56±0.06 <sup>a</sup>	41.54±1.27 <sup>b</sup>
Hydrofluoric acid etching (HE)	0.47±0.07 <sup>b</sup>	2.68±1.22 <sup>c</sup>

Different lowercase superscript letters mean statistically significant differences at  $p < 0.05$ , within row.

이였으며, 연마 후 산부식을 처리한 HE 군은 ( $0.47 \pm 0.07$ )  $\mu\text{m}$  로 나타났다. One-way ANOVA로 분석한 결과 대조군과 AS군 사이에 유의한 차이가 없었으며( $p > 0.05$ ), HE군은 대조군 및 AS 군과 각각 유의한 차이가 있었다( $p < 0.05$ ) (Table 3).

## 2. 표면 접촉각

지르코니아의 표면처리 후 접촉각은 대조군( $75.93 \pm 2.98$ )°로 가장 큰 값을 나타냈고 AS군 ( $41.54 \pm 1.27$ )°, HE군 ( $2.68 \pm 1.22$ )° 순서로 낮은 값을 보였다(Table 3). 모든 그룹들 간에서 유의한 차이가 있었다( $p < 0.05$ ).

## 3. 표면 관찰

SEM을 이용한 표면 관찰에서 대조군은 연마형태가 그대로 노출된 표면형상을 보였으며 매우 거친 표면으로 분석되었다. 하지만 AS군은 알루미나 입자의 충돌에 의해 bur의 연마자국이 모두 소실되며 표면 거칠기가 감소한 형태를 나타내었다. HE 군은 연마면의 가장 높은 끝단은 모두 용해되었고 미세한 구멍이 형성된 형상을 나타내었다(Figure 3).

## 4. 베니어 세라믹과의 디본딩/크랙 개시강도

지르코니아의 표면처리 방법이 베니어 세라믹과의 결합 강도에 미치는 영향을 분석한 결과 대조군에서는 ( $20.63 \pm 6.25$ ) MPa, AS군에서는 ( $21.50 \pm 3.41$ ) MPa, HE군에서는 ( $22.00 \pm 3.15$ ) MPa로 나타났으며 모든 그룹들 간의 유의한 차이는 보이지 않았다( $p > 0.05$ )(Figure 4). 그러나 변동계수

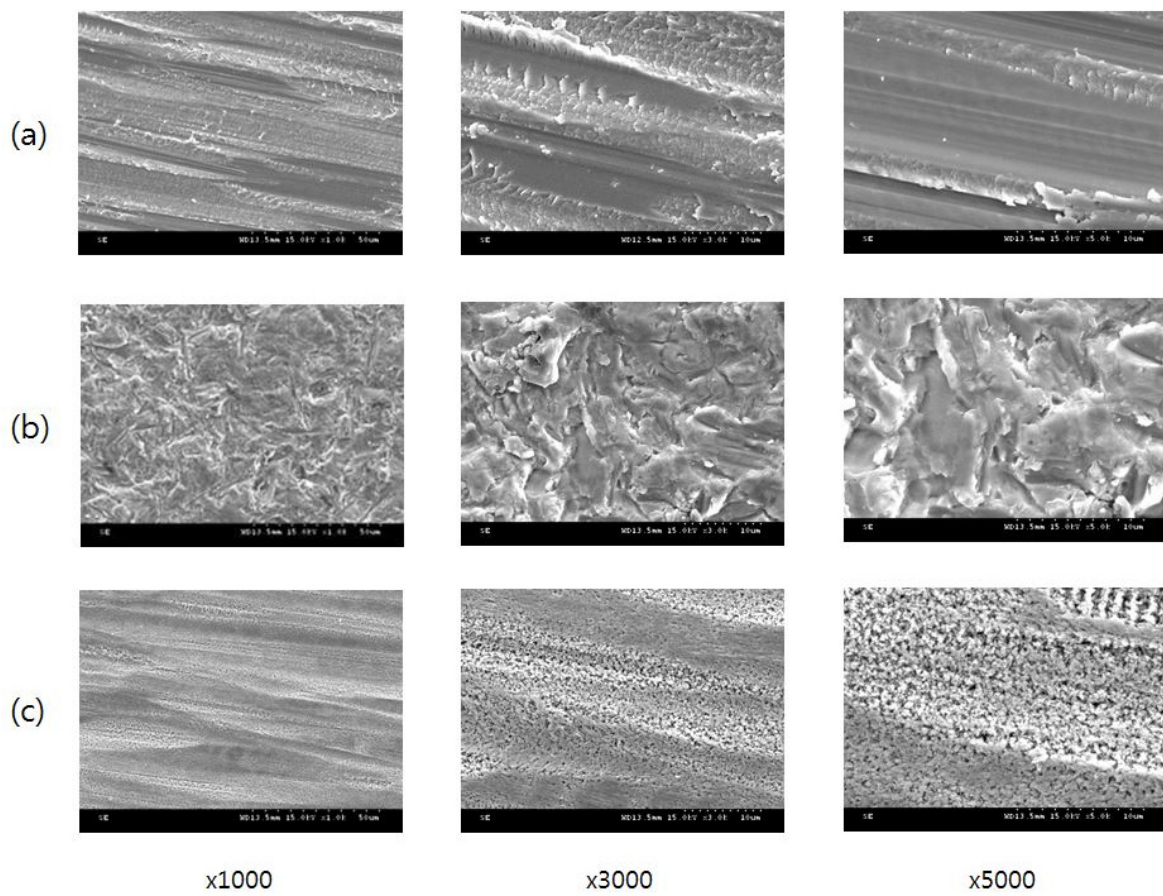
는 대조군 0.30, AS군 0.15 그리고 HE 군에서 0.14로 대조군은 실험군에 비하여 높은 변동계수를 나타냈다(Table 4).

## 고 찰

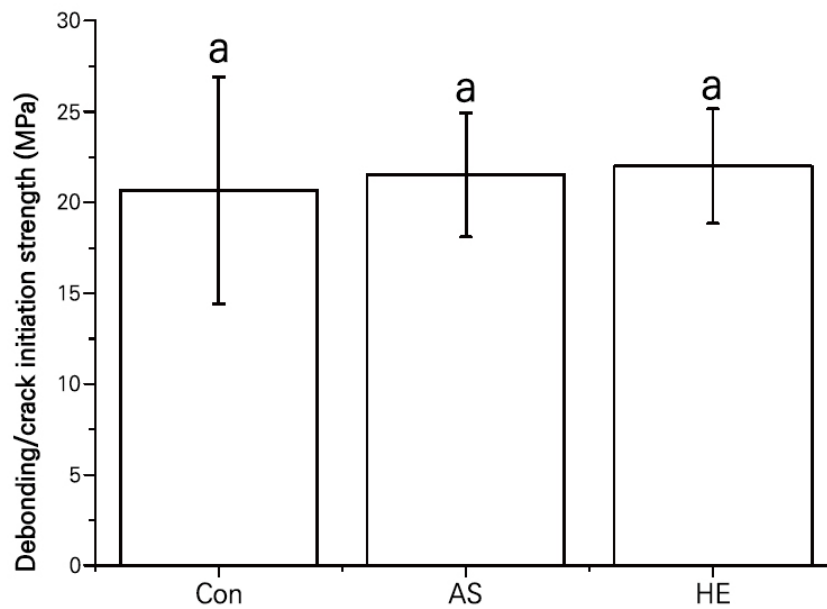
지르코니아는 압축응력에 대한 파절 저항력이 다른 세라믹재료에 비하여 높지만 불투명하기 때문에 심미적인 효과를 얻기 위해서 투명성이 높은 베니어 세라믹의 축성이 필수적이다(19). 하지만 많은 연구에서 지르코니아와 베니어 세라믹간의 파절이 매우 많은 빈도로 보고되고 있기 때문에 이를 개선하기 위한 연구가 필요하다(20).

최근 지르코니아와 베니어 세라믹 사이의 결합력을 개선하기 위한 많은 연구가 이루어지고 있으며(21, 22), 이들 연구들은 지르코니아와 베니어 세라믹의 결합 메커니즘을 최적화하기 위해 다양한 물리/화학적 표면처리방법을 적용하였다. 이러한 방법은 지르코니아와 베니어 세라믹이 서로 강하고 견고하게 결합되기 위해 접촉면을 증가시키는데 목적이 있다(23). 결론적으로, 지르코니아에 베니어 세라믹이 축성된 전부도재관 보철물의 장기적 안정성을 확보하기 위해서는 우수한 계면 결합력을 얻는 것이 반드시 필요하다. 본 연구는 지르코니아와 베니어 세라믹간의 결합력을 향상시키기 위하여 각 표면처리에 따른 거칠기, 젖음성 그리고 표면형태를 관찰하였고, 이장재를 적용한 후 3점 굴곡실험을 통하여 결합력을 측정하였다.

본 연구에 따르면, 표면 거칠기는 abrasive stone point만으로 연마한 군이 가장 큰 값을 보였다. 연마 후 샌드블라스팅



**Figure 3.** Scanning electron micrographic images of the zirconia surface after each treatment; (a) Control, (b) AS, (c) HE.



**Figure 4.** The result of de-bonding/crack-initiation strength. Different lowercase superscript letters mean statistically significant differences at  $p < 0.05$ .

**Table 4.** Mean, standard deviation (SD), and Coefficient of Variation (CV) of de-bonding/crack-initiation strength

Group	Mean±SD (MPa)	CV
Control	20.63±6.25 <sup>a</sup>	0.30
AS	21.50±3.41 <sup>a</sup>	0.15
HE	22.00±3.15 <sup>a</sup>	0.14

Different lowercase superscript letters mean statistically significant differences at  $p < 0.05$ , within row.

하거나 9% 불산겔로 처리하는 경우 오히려 표면 거칠기 값이 감소하였다. 이는 연마에 의해 거칠어진 표면의 끝단이 샌드블라스팅 처리 또는 산처리에 의해 용해된 결과로 해석할 수 있다.

선행 문헌에 의하면 거칠기 값이 증가하는 경우 접촉각에 영향을 미친다(20). 거친 표면은 표면에 많은 공기층을 포함하기 때문에 물에 대한 접촉각을 높하게 되어 베니어 세라믹이 지르코니아 표면에 잘 퍼지지 못하게 된다. 이는 지르코니아와 베니어 세라믹 사이에 보다 긴밀한 결합이 되지 못하여 결합력이 낮아지는 것으로 판단할 수 있겠다.

표면 젖음성 실험에서는 표면의 접촉각을 측정하여 분석하였다. 대조군에서의 접촉각이 가장 높게 나타났으며, AS 군 그리고 HE 군의 순서로 낮게 나타났다. 따라서 추가적인 표면처리가 될수록 친수성 표면으로 변경되는 것을 알 수 있었다. 이는 표면 거칠기가 감소할수록 접촉각이 낮아지는 결과로 선행연구들과 일치하는 값을 보였다(24). 선행 연구들에서도 다양한 강산을 혼합한 불산 용액이 지르코니아 표면에 작고 균일한 거칠기를 제공할 수 있음이 보고되고 있다(12, 25).

산부식 처리는 지르코니아의 거칠기를 증가시키는 방법으로 소개되고 있지만(12, 26), 본 연구와 같이 거친 표면을 산부식 처리 한 경우에는 오히려 거칠기를 감소시키는 효과가 있었다.

표면 관찰에서는 대조군, AS군 그리고 HE 군에서 모두 다른 양상을 관찰 할 수 있었다. 임상에서와 같이 abrasive stone point로 연마 처리한 군에서는 연마형태가 그대로 노출된 표면형태를 보였으며 매우 거친 표면으로 분석되었다. 하지만 알루미나 샌드블라스팅을 처리한 군에서는 알루

미나 입자의 충돌에 의해 bur의 연마자국이 모두 소실되며 표면 거칠기가 감소한 형태를 나타내었다. 특히 산부식 처리한 군에서는 연마면의 가장 높은 끝단이 모두 용해되었고 미세한 구멍이 형성된 형태를 나타내었다. 이는 abrasive stone point로 연마 처리하여 거칠어진 표면이 추가적인 알루미나 샌드블라스팅과 산부식 처리에 의해 거칠기를 감소시킨 결과와 일치하는 것으로 해석된다.

하지만 본 연구에서 서로 다른 표면 거칠기와 접촉각을 갖는 군사이의 디본딩/크랙 개시강도에는 통계학적 유의차가 보이지 않았다( $p > 0.05$ ). 이는 기존의 연구결과에서 결합력의 요인으로 제시되었던 거칠기와 접촉각의 변화가 임상적으로는 큰 효과를 갖지 않는 것으로 해석할 수 있다. 특히 본 연구에서는 모든 표면처리 군에 이장재를 사용하여 처리하였다. 따라서 이장재를 사용하는 경우, 지르코니아의 표면 거칠기와 접촉각의 차이는 이장재의 특성에 따른 결합력 증대효과에 비하여 낮은 효과를 준다고 생각할 수 있다. 이와 기존에 유사한 결과가 보고되었지만 한편으로는 반대로 이장재 적용이 결합강도를 약하게 만든다는 연구결과도 보고된다(27). 본 연구에서는 한가지 종류의 이장재만을 적용해서 실험을 진행하였는데 다양한 이장재의 종류와 성분에 따라서 지르코니아와 베니어 세라믹 간의 어떠한 결합강도를 만드는지에 대해서도 추가적으로 연구할 필요가 있다고 생각된다. 뿐만 아니라 표면 거칠기와 접촉각 같은 물리적 성질을 이장재가 어떠한 요인으로 보완을 하는지에 대한 추가적인 연구가 필요할 것으로 사료되었다. 또한, 특정 표면 처리 기법과 이장재에 대한 연구 결과가 일반화 되기에는 한계가 있을 수 있기 때문에, 임상에서 적용할 때에는 개별 환자의 조건과 사용되는 재료의 특성을 고려하여 적용해야 하겠다.

변동계수는 대조군이 다른 실험군에 비하여 높은 값을 나타냈다. 이는 술자의 작업에 의한 연마처리 보다는 샌드블라스팅과 산부식 처리를 한 지르코니아의 표면이 보다 균일한 결합력을 얻을 수 있을 것으로 판단되었다. 그러므로 본 연구의 가설에 대한 수용 여부는 다음과 같다.

첫번째, 연마 후 9% 불산겔로 산부식 처리를 시행한 지르코니아는 연마 또는 연마 후 샌드블라스팅 처리한 지르코니아의 거칠기와 유의한 차이가 없을 것이라는 기각되었다.

두번째, 연마 후 9% 불산겔로 산부식 처리를 시행한 지르



코니아는 연마 또는 연마 후 샌드블라스팅 처리한 지르코니아의 젖음성에 유의한 차이가 없을 것이라는 기각되었다.

세번째, 연마한 지르코니아, 연마 후 9% 불산겔로 산부식 처리를 시행한 지르코니아 및 연마 후 샌드블라스팅 처리한 지르코니아 위에 이장재 처리 후 베니어 세라믹을 올린 경우, 지르코니아 코어와 베니어 세라믹 사이의 디분딩/크랙 개시강도에 유의한 차이가 없을 것이라는 수용되었다.

## 결론

본 연구의 결과로 지르코니아의 다양한 표면처리는 지르코니아 표면의 거칠기와 접촉각에 영향을 미칠 수 있음을 확인할 수 있었다. 하지만 이장재를 사용하는 경우 지르코니아와 베니어 세라믹간의 디분딩/크랙 개시 강도에 유의차를 보이지 않았다. 이것은 이장재가 지르코니아 표면 거칠기와 접촉각 변화와 같은 물리적인 표면특성과 관계없이 두 세라믹 간의 결합력에 영향을 미치는 것으로 사료되었다. 따라서 이장재를 사용하는 경우, 임상에서 사용되는 abrasive stone point의 연마만으로도 충분한 지르코니아와 베니어 세라믹 간의 결합력을 얻을 수 있으므로 추가적인 샌드블라스팅과 산부식이 불필요할 것으로 사료된다.

## 참고문헌

- Potiket N, Chiche G, Finger IM. In vitro fracture strength of teeth restored with different all-ceramic crown systems. *J Prosth Dent.* 2004;92(5):491-5.
- Balakrishnan A, Panigrahi BB, Sanosh KP, Chu MC, Kim TN, Cho SJ. Effect of high thermal expansion glass infiltration on mechanical properties of alumina-zirconia composite. *B Mater Sci.* 2009;32(4):393-9.
- Su NC, Liao YM, Zhang H, Yue L, Lu XW, Shen JF, Wang H. Effects of core-to-dentin thickness ratio on the biaxial flexural strength, reliability, and fracture mode of bilayered materials of zirconia core (Y-TZP) and veneer indirect composite resins. *J Prosth Dent.* 2017;117(1):150-7.
- Mainjot AK, Schajer GS, Vanheusden AJ, Sadoun MJ. Influence of veneer thickness on residual stress profile in veneering ceramic: measurement by hole-drilling. *Dent Mater.* 2012;28(2):160-7.
- Mainjot AK, Schajer GS, Vanheusden AJ, Sadoun MJ. Influence of cooling rate on residual stress profile in veneering ceramic: measurement by hole-drilling. *Dent Mater.* 2011;27(9):906-14.
- Fukushima KA, Sadoun MJ, Cesar PF, Mainjot AK. Residual stress profiles in veneering ceramic on Y-TZP, alumina and ZTA frameworks: measurement by hole-drilling. *Dent Mater.* 2014;30(2):105-11.
- He M, Zhang Z, Zheng D, Ding N, Liu Y. Effect of sandblasting on surface roughness of zirconia-based ceramics and shear bond strength of veneering porcelain. *Dent Mater J.* 2014;33(6):778-85.
- Ansari S, Jahedmanesh N, Cascione D, Zafarnia P, Shah KC, Wu BM, Moshaverinia A. Effect of an etching solution on the adhesive properties and surface microhardness of zirconia dental ceramic. *J Prosth Dent.* 2018;120(3):447-53.
- Yoon HI, Yeo IS, Y YJi, Kim SH, Lee JB, Han JS. Effect of surface treatment and liner material on the adhesion between veneering ceramic and zirconia. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2014;40:369-74.
- Kitayama S, Nikaido T, Takahashi R, Zhu L, Ikeda M, Foxton RM, Sadr A, Tagami J. Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. *Dent Mater.* 2010;26(5):426-32.
- Karakoca S, Yilmaz H. Influence of surface treatments on surface roughness, phase transformation, and biaxial flexural strength of Y-TZP ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2009;91B(2):930-7.
- Cho JH, Kim SJ, Shim JS, Lee KW. Effect of zirconia surface treatment using nitric acid-hydrofluoric acid on the shear bond strengths of resin cements. *J Adv Prosthodont.* 2017;9(2):77-84.

13. Flamant Q, Marro FG, Rovira JJR, Anglada M. Hydrofluoric acid etching of dental zirconia. Part 1: Etching mechanism and surface characterization. *J Eur Ceram Soc.* 2016;36(1):121-34.
14. Chaiyabutr Y, McGowan S, Phillips KM, Kois JC, Giordano RA. The effect of hydrofluoric acid surface treatment and bond strength of a zirconia veneering ceramic. *J Prosthet Dent.* 2008;100(3):194-202.
15. Smielak B, Klimek L. Effect of hydrofluoric acid concentration and etching duration on select surface roughness parameters for zirconia. *J Prosthet Dent.* 2015;113(6):596-602.
16. Oh NS, Lee MH, Kim WH. Comparative study of shear bond strength of resin cements and zirconia surfaces using various pre-treatment method. *J Korean Acad Adv Gen Dent.* 2018;7(2):45-50.
17. Wattanasirmit K, Srimaneepong V, Kanchanatawewat K, Monmaturapoj N, Thunyakitpisal P, Jinawath S. Improving shear bond strength between feldspathic porcelain and zirconia substructure with lithium disilicate glass-ceramic liner. *Dent Mater.* 2015;34(3):302-9.
18. Wang G, Zhang S, Bian C, Kong H. Interface toughness of a zirconia-veneer system and the effect of a liner application. *J Prosth Dent.* 2014;112(3):576-83.
19. Von Steyern PV, Ebbesson S, Holmgren J, Haag P, Nilner K. Fracture strength of two oxide ceramics crown systems after cyclic pre-loading and thermo-cycling. *J Oral Rehabil.* 2006;33(9):682-9.
20. Kim CY, Chung IS, Choi SM. Interface and Surface Properties by Surface Treatment of Zirconia for All Ceramic Crown. *J Tech Dent.* 2013;35(2):137-42
21. 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.* 2006;22(9):857-63.
22. Ban S, Nawa M, Suehiro Y, Nakanishi H. Mechanical properties of zirconia/alumina nano composite after soaking in various water-based conditions. *Key Eng Mater.* 2006;309-11:1219-22.
23. Abdullah AO, Hui Y, Sun XD, Pollington S, Muhammed FK, Liu Y. Effects of different surface treatments on the shear bond strength of veneering ceramic materials to zirconia. *J Adv Prosthodont.* 2019;11(1):65-74.
24. Strub JR, Beschnidt SM. Fracture strength of 5 different all-ceramic crown systems. *Int J Prosthodont.* 1998;11(6):602-9.
25. Jeon WY, Shin JW. Effect of Surface Treatment Condition on Bond Strength between CAD/CAM Zirconia and Veneering Ceramics. *Kor J Dent Mater.* 2011;38(4):279-86.
26. Casucci A, Osorio E, Osorio R, Monticelli F, Toledano M, Mazzitelli C, Ferrari M. Influence of different surface treatments on surface of zirconia frameworks. *J Dent.* 2009;37(11):891-7.
27. Tinschert J, Natt G, Mautsch W, Augthun M, Spiekermann H. Fracture resistance of lithium disilicate-, alumina-, and zirconia based three-unit fixed partial dentures: a laboratory study. *Int J Prosthodont.* 2001;14(3):231-238.
28. International Organization for Standardization. ISO 9693-2:2016. Dentistry - Compatibility testing - Part 2: Ceramic-ceramic systems. Geneva: ISO: 2016.

## 지르코니아의 다양한 표면처리에 따른 지르코니아 표면 특성 및 지르코니아 코어와 베니어 세라믹 사이의 디본딩/크랙 개시 강도

손원배<sup>1</sup>, 권재성<sup>1,2,\*</sup>

<sup>1</sup>연세대학교 치과대학 치과생체재료학교실 및 연구소

<sup>2</sup>연세대학교 치과대학 BK21 창의치의학융합 교육연구단

근래 지르코니아와 베니어 세라믹 사이의 결합력 개선을 위해 많은 연구가 이루어지고 있으며, 이러한 결합 메커니즘을 최적화하기 위해 물리/화학적 표면처리방법을 적용하였다. 본 연구의 목적은 지르코니아 표면의 다양한 표면처리에 의한 베니어 세라믹과 지르코니아 코어 사이의 결합력을 비교하고 효과적인 표면처리 방법을 제안하는데 있다. 지르코니아 블록을 동시 5축 장비로 가공한 후 소결하고 표면 거칠기와 접촉각 측정 및 표면 관찰을 위하여 20.0 mm×15.0 mm×5.0 mm의 시편을 45개 제작하였다. 또한 ISO 9693-2에 의거하여 디본딩/크랙 개시강도 실험을 위한 시편을 25.0 mm×3.0 mm×0.5 mm 크기로 30개 제작하였다. 모든 시편은 임상에서의 방법과 같이 abrasive stone point를 사용하여 35,000 rpm 속도로 좌우 왕복 50회에 걸쳐 연마를 시행하였다. 1군은 아무 처리도 하지 않은 군(Control), 2군은 alumina sandblasting 처리군(AS), 3군은hydrofluoric acid etching 처리군(HE)으로 나누었다. 준비한 시편은 표면 거칠기와 접촉각을 측정하였고, 전자현미경으로 표면을 관찰하였다. 디본딩/크랙 개시강도 실험을 위해 처리된 3종의 지르코니아 시편의 중앙부에 8.0 mm×3.0 mm×1.1 mm 길이로 이장재와 베니어 세라믹을 축성하고 소성한 후 결합강도를 측정하였다. 표면거칠기(Ra), 접촉각 및 디본딩/크랙 개시강도 측정값은 SPSS 통계 프로그램을 사용하여 일원분산분석(One-way ANOVA test)을 하였고 다중비교검정(Tukey's multiple comparison test) 사후분석을 시행하였다 ( $p < 0.05$ ). 실험 결과 거칠기는 대조군에서 ( $0.60 \pm 0.08$ )  $\mu\text{m}$ , AS군에서 ( $0.56 \pm 0.06$ )  $\mu\text{m}$ 이었으며, HE 군에서( $0.47 \pm 0.07$ )  $\mu\text{m}$ 로 나타났다. 대조군과 AS군 사이에 유의한 차이가 없었으며( $p > 0.05$ ), HE군은 대조군 및 AS 군과 각각 유의한 차이가 있었다( $p < 0.05$ ). 접촉각은 대조군에서 ( $75.93 \pm 2.98$ )°로 가장 큰 값을 나타냈고 AS군에서 ( $41.54 \pm 1.27$ )°, HE군에서 ( $2.68 \pm 1.22$ )° 순서로 낮은 값을 보였다. 모든 그룹들 간에서 유의한 차이가 있었다( $p < 0.05$ ). 표면 관찰에서 대조군은 연마형태가 그대로 노출된 표면형상을 보였으며 매우 거친 표면으로 분석되었다. 하지만 AS군은 알루미나 입자의 충돌에 의해 abrasive stone point의 연마자국이 모두 소실되며 표면 거칠기가 감소한 형태를 나타내었다. HE 군은 연마면의 가장 높은 끝단은 모두 용해되었고 미세한 구멍이 형성된 형상을 나타내었다. 마지막으로 지르코니아와 베니어 세라믹과의 디본딩/크랙 개시강도는 대조군에서 ( $20.63 \pm 6.25$ ) MPa, AS군에서 ( $21.50 \pm 3.41$ ) MPa, HE군에서 ( $22.00 \pm 3.15$ ) MPa 로 나타났으며, 모든 그룹들 간의 유의한 차이는 보이지 않았다( $p > 0.05$ ). 이상의 결과로 지르코니아의 다양한 표면처리는 지르코니아 표면의 거칠기와 접촉각에 영향을 미칠 수 있음을 확인할 수 있었다. 하지만 이장재를 사용하는 경우 지르코니아와 베니어 세라믹간의 디본딩/크랙 개시 강도는 대조군과 실험군 사이에 유의차를 보이지 않았다. 이것은 이장재가 지르코니아 표면 거칠기와 접촉각 변화와 같은 물리적인 표면특성과 관계 없이 두 세라믹간의 결합력에 영향을 미치는 것으로 사료되었다. 따라서, 이장재를 사용하는 경우, 임상에서 사용되는 abrasive stone point의 연마만으로도 지르코니아와 베니어 세라믹간의 충분한 결합력을 얻을 수 있으므로 추가적인 샌드블라스팅과 산부식이 불필요할 것으로 사료된다.

**색인단어** : 지르코니아, 베니어 세라믹, 표면처리, 연마, 샌드블라스팅, 산부식, 이장재, 거칠기 접촉각, 디본딩/크랙 개시강도