

다양한 세대의 지르코니아 CAD/CAM 블록의 접착강도에 표면처리가 주는 영향

조만종¹, 송선웅⁴, 정신혜^{1,2}, 박영석^{2,3}, 임범순^{1,2,*}

¹서울대학교 치의학대학원 치과생체재료과학교실

²서울대학교 미래치의학센터

³서울대학교 치의학대학원 구강해부학교실

⁴선문대학교 건강보건대학 치위생학과

Effect of surface treatments on the bond strength for different generation of zirconia CAD/CAM blocks

Man-Jong Cho¹, Sunwoong Song⁴, Shin Hye Chung^{1,2},
Young-Seok Park^{2,3}, Bum-Soon Lim^{1,2,*}

¹Department of Dental Biomaterials Science, School of Dentistry and Dental Research Institute, Seoul National University, Seoul, Republic of Korea

²Center for Future Dentistry, Seoul National University, Seoul, Republic of Korea

³Department of Oral Anatomy, School of Dentistry and Dental Research Institute, Seoul National University, Seoul, Republic of Korea

⁴Department of Dental Hygiene, College of Health Science, Sun Moon University, Asan-si, Chungcheongnam-do, Republic of Korea.

In this study, five zirconia blocks of different generations used in clinical dentistry were selected to evaluate the difference in bond strength between two surface treatments and silane primer application, and to compare the adhesion of five currently used universal adhesives. The zirconia surfaces were polished to a smooth surface and the microstructure was examined by field emission scanning electron microscope. The zirconia surfaces were sandblasted with alumina, and some were treated again with 4.5% hydrofluoric acid for 120 s. The surface roughness, contact angle, and surface energy were analyzed with a confocal laser scanning microscope and contact angle analyzer. The surface treated zirconia blocks were further categorized according to whether silane primer was applied or not, and each was bonded with a flowable composite resin (2 mm in diameter) with universal adhesive, stored in a 37 °C water bath for 24 hours, and the shear bond strength was measured using a universal testing machine. The measured values were statistically analyzed by ANOVA and Tukey-multiple comparison test ($\alpha = 0.05$), and the following results were obtained. For most of the zirconia surfaces sandblasted or additionally hydrofluoric acid-treated, there were no significant differences in contact angle, surface energy, and adhesive strength between zirconia types, with the surface roughness of (Y, Nb)-YZP being significantly higher. It has also been observed that the adhesion of the universal adhesive used for bonding varies depending on its composition and content. When bonding to zirconia with a universal adhesive, it may not be necessary to apply an additional silane primer. If the zirconia surface was further hydrofluoric acid-treated after sandblasting, the adhesion tended to decrease.

Keywords : Different generation of zirconia block, Sandblasting, Hydrofluoric acid etching, Universal adhesive, Silane primer, Shear bond strength

Man-Jong Cho (ORCID: 0009-0009-0480-7884)
Sunwoong Song (ORCID: 0009-0006-2049-6885)
Shin Hye Chung (ORCID: 0000-0002-9037-1950)
Young-Seok Park (ORCID: 0000-0002-0148-7848)

*Correspondence: Bum-Soon Lim (ORCID: 0000-0003-3112-0227)
101 Daehak-ro, Jongno-gu, Seoul 03080, Republic of Korea
Affiliation: Department of Dental Biomaterials Science and School of Dentistry and Dental Research Institute, School of Dentistry, Seoul National University, Seoul, Republic of Korea
Tel: +82-2-740-8692, Fax: +82-2-740-8775
E-mail: nowick@snu.ac.kr

서론

지르코니아는 심미성, 기계적 특성 및 생체적합성 등이 우수하여 단일 치관부터 다양한 유형의 bridge까지 심미적으로 수복할 수 있는 금속대체 세라믹 소재이다. 치과용으로 처음 사용된 1세대 지르코니아인 3 mol% 이트리아(Y_2O_3)를 함유한 3Y-TZP (tetragonal zirconia polycrystal)는 미세구조가 대부분 tetragonal상 구성되었으며 높은 파괴인성과 굴곡강도 등 기계적 특성이 매우 우수하다. 그러나 반투명도(translucency)가 부족하여 금속프레임 대체재로만 사용되었고, 필요한 경우 심미성을 위해 지르코니아에 포세린이나 글라스-세라믹 비니어(veneer)를 추가하여 적용하였다. 포세린 비니어 지르코니아 수복물은 심미성 측면에서 만족스러웠지만, 포세린 비니어 층이 상대적으로 취약한 것이 단점으로 지적되었다. 최근까지 지르코니아 투광도 등 심미성은 지속적으로 개선되고 있으며, 2014년부터는 보철물 전체를 단일구조(monolithic)형 지르코니아 수복물로 적용하는 경향이 증가되고 있다(1).

지르코니아에 첨가되는 이트리아와 알루미늄(Al_2O_3) 등의 함량은 지르코니아의 기계적 및 광학적 특성에 큰 영향을 줄 수 있다. 이들의 함량에 따라 지르코니아는 여러 세대(generation)로 분류할 수 있다. 1세대 지르코니아로 분류되는 기존 3Y-TZP는 상 안정화제로 3 mol% (4.5-5.6 wt%) 이트리아와 물성에 개선하기 위한 알루미늄(0.25 ± 0.1 wt%)를 포함하고 있는데, 대부분 tetragonal상으로 구성되며(cubic상 < 15%), 결정입자 크기는 $0.5-1 \mu m$ 정도이다(2). 1세대 지르코니아는 높은 굴절률을 보이며, 빛이 통과해야 하는 결정입자가 매우 작기 때문에 많은 빛의 산란으로 불투명하게 보이지만, 높은 굴곡강도($1-1.5$ GPa)와 파괴인성($3.5-4.5$ MPa · m^{0.5})을 가진다. 이러한 1세대 지르코니아의 성분과 소결온도 등을 조절하여 투명도를 향상시키는 시도를 하였다(3). 소결온도, 고온에서의 체류시간 및 온도 증가나 감소되는 속도 등의 소결과정은 지르코니아의 투명도에 영향을 줄 수 있다. 소결온도의 범위가 클수록 투명도는 높아지며, 특정 영역에 도달하면 입자 크기가 증가하고 재료의 강도는 감소하게 된다. 일반적으로 $1,600^\circ C$ 이상의 소결온도는 굴곡강도 감소를 초래할 수 있다(4, 5). 1세대 지르코니아의 투명도를 높여 단일구조 수복물로 사용하려는 시도

는 기계적 강도와 장기 안정성 등과 관련된 부정적인 문제로 크게 성공하지 못하였다.

2012-2013년경에 2세대 지르코니아가 개발되어 소개되었는데, 1세대보다 알루미늄 입자의 크기와 함량(수)이 감소하였고, 미세구조 내 알루미늄 입자들의 배치도 변화되었다. 2세대에서 이트리아 함량은 1세대와 유사한 3 mol%로 유지되었지만, 알루미늄 함량은 0.05 ± 0.02 wt%로 크게 감소되었다. 또한, 지르코니아의 굴절률과 차이가 큰 알루미늄 입자는 결정입계(grain boundary)에 재배치되어 우수한 장기 안정성, 강도 및 반투명도 등을 동시에 달성할 수 있게 되었다(6). 2세대 지르코니아는 우수한 반투명도뿐 아니라 다양한 인공 시효처리 후에도 높은 강도를 유지하였는데, 1세대 지르코니아 보다는 조금 낮은 $0.9-1.3$ GPa의 굴곡강도를 보였다. 반투명도의 증가로 2세대 지르코니아부터 구치부용 단일구조 보철물에 사용되기 시작하였다.

2세대 지르코니아의 경우처럼 알루미늄 함량을 감소하고 다공성을 줄이는 것만으로는 3Y-TZP의 투명도 측면에서 환자의 요구를 충족하기에 충분하지 않아서 지르코니아 블록 제조사에서는 치과용 지르코니아의 투과율을 개선하기 위해 다른 접근방식을 시도하였다(7, 8). 새로운 세대의 지르코니아는 단일구조 수복물에 적용하기 위해 이트리아 함량을 4 및 5 mol%로 증가시켜 심미적 특성을 개선한 고-반투명 지르코니아로 개발되었다(9). 이러한 세대에는 약 30-50%의 cubic상 입자가 포함되어 기존의 3Y-TZP보다 반투명도가 개선되었고, 저온열화에도 덜 민감하게 되었다(10). 그러나 우수한 강도의 핵심 요소인 상변환 강화 기전은 이러한 지르코니아에서는 충분히 진행되지 않아 기계적 특성의 감소로 임상 적응증이 single-unit, 부분 적용, 교합하중이 제한된 단경간(short-span) 고정성 치과 보철물 등으로 제한될 수 있다(11, 12).

2015년에는 이트리아 함량을 5 mol%로 증가시키고 알루미늄 함량은 0.01 wt% 이하로 하여 반투명도가 더욱 개선된 3세대 지르코니아(5Y-PSZ, partially stabilized zirconia)가 소개되었는데, cubic-tetragonal상 미세구조를 가진 완전히 안정화된 지르코니아로 'cubic 지르코니아'라고도 한다(9, 13). 5Y-PSZ는 cubic상 함량이 약 53%로 증가하여 저온열화를 방지하고, 결정입계와 잔류 가공에서 빛 산란을 감소시켜 투명도를 향상시켰다(14, 15). 3세대 지르코니아는 1세대

또는 2세대보다 기계적 성능은 낮지만, 심미적 특성이 우수하여 전치부 심미 크라운에 적용할 수 있다(16, 17). 즉, 3세대 지르코니아의 화학적 및 결정학적 변화는 리튬 디실리케이트 글라스-세라믹보다 훨씬 높은 굴곡강도(0.5-0.9 GPa)와 파괴인성(2.3-3.5 MPa · m^{0.5}) 및 리튬 디실리케이트 글라스-세라믹과는 유사한 반투명도로 이어졌다(18, 19) 이 지르코니아는 상-변환(phase transition)이 가능할 뿐만 아니라 최대 53%의 cubic상을 가지며, cubic상과 tetragonal상이 혼합되어 부분적으로 안정화된 특성을 나타낸다. Cubic상은 tetragonal상에 비해 부피가 더 커서 결정입계와 잔류 기공에서 빛의 산란이 적고, 등방성 더 크기 때문에 입사광이 모든 공간 방향으로 균일하게 방출될 수 있어 더 반투명한 특성을 얻을 수 있다. 3세대 지르코니아는 개선된 반투명도로 구치부 뿐만 아니라 전치부 단일구조 보철물에도 적용할 수 있어 고강도 글라스-세라믹을 대체할 수 있는 심미성 소재가 되었다(20, 21).

단일구조 지르코니아 수복물의 적용증 범위를 확대시키기 위해 다양한 성분 변화로 지르코니아 특성을 최적화하려는 노력이 계속되어 2017년에는 4세대 지르코니아가 출시되었다. 3세대 지르코니아는 장경간(long-span) 치과 수복물에 대한 기계적 요구사항을 충족하지 못했기 때문에 2세대와 3세대 지르코니아의 절충안으로 tetragonal상에 비례하여 약 30%의 cubic상을 갖는 새로운 4세대 지르코니아(4Y-PSZ)가 개발되었다(22, 23). 4세대에서는 이트리아 함량이 4 mol%로 감소하여 기계적 특성은 다시 향상되고 광학적 특성은 다소 감소되었다.

기계적 특성이 우수한 지르코니아 수복물도 임상에서 적절한 성능과 내구성을 유지하기 위하여 치질과의 우수한 접착이 필수적이다. 실리케이트계 세라믹 수복물의 접착과 관련된 연구들에서 불산(hydrofluoric acid)을 이용한 산-처리가 접착력 개선에 긍정적인 영향을 준다고 보고되었는데, 불산으로 처리할 경우 미세기계적 유지력이 제공될 뿐만 아니라 표면 에너지도 증가되어 접착력이 크게 향상되었다고 한다(12). 반면, 대부분의 CAD/CAM용 하이브리드 컴포지트 세라믹 블록 제조사에서는 접착력을 향상시키기 위해 샌드블라스팅-처리를 추천하고 있다. 50 μm 알루미나 입자를 0.1-0.2 MPa의 공기압으로 처리하는 전처리가 접착 내구성을 위해 가장 효과적인 방법으로 보고되었으나, 블록 표면

아래에 생성될 수 있는 미세균열(1-10 μm)은 블록의 내구성에 영향을 줄 수 있다고 한다(24, 25).

지르코니아 수복물과 레진시멘트의 접착력 증가 방법을 찾기 위하여 여러 연구들이 수행되었다(26, 27). 알루미나 또는 실리카 분말을 이용한 샌드블라스팅-처리로 미세기계적 유지력을 높이는 기존의 방법은 균열 개시제로 작용할 수 있는 미세 균열 및 기공 등과 같은 표면 변형을 유발하여 지르코니아 접착력을 약화시킬 뿐만 아니라 불필요한 상-변환을 유도할 수 있다. 따라서 이 방법은 신뢰할 수 있는 지르코니아/레진시멘트 미세기계적 유지력을 얻는 데 적합하지 않을 수 있다는 보고도 있다(28). 지르코니아 수복물의 표면을 처리하는 다른 방법으로 선택적 침투 에칭(selective infiltration etching), 고온화학 에칭 및 불산-처리 등이 제안되었다(29-31). 불산은 치과용 실리카계 세라믹의 표면처리에 일반적으로 사용되지만, 3Y-TZP는 불산으로 처리해도 표면이 변화되지 않는 것으로 보고되어(32), 3Y-TZP의 불산-처리는 일반적으로 효과가 없을 것으로 여겨졌다. 그러나, 최근 연구에 따르면 불산의 농도, 침지시간 및 처리온도 등의 조건을 조절하여 3Y-TZP의 불산-처리가 가능할 수 있다고 한다(32-34). Chaiyabutr 등(2008)은 3종(Cerabien CZR, Lava Ceram 및 Zirox)의 지르코니아를 9.5% 불산으로 처리한 후 표면 거칠기와 범랑질과의 접착강도를 평가한 결과 유의한 차이가 관찰되었다고 하였다(35). Liu 등(2015)에 따르면, 100 °C에서 25분간 고농도 불산 용액과 실리카 코팅을 이용한 표면처리는 접착을 위한 미세기계적 유지력 형성에 효과적이며, 3Y-TZP 표면에서 상-변환 없이 레진과 3Y-TZP간의 접착을 향상시킬 수 있다고 하였다(36). Yu 등(2021)은 3Y-TZP 표면을 tribochemical silica coating한 실험군보다 고농도(40%) 불산으로 처리한 실험군이 열-순환처리 후 상-변환 정도와 접착력 감소 정도가 모두 낮게 관찰되어 3Y-TZP 표면의 고농도 불산-처리는 3Y-TZP와 MDP 함유 레진시멘트간의 결합에서 신뢰성과 내구성을 모두 달성할 수 있는 대안이 될 수 있다고 하였다(37).

수복물과 레진의 적절한 접착력을 얻기 위해서는 우수한 젖음성(wetting)이 중요하며, 내구성 있는 접착을 위해서는 미세기계적 유지력과 화학적 접착이 모두 필요하다. 세라믹 수복물을 접착시키는 경우 일반적으로 세라믹의 표면 에너지와 젖음성을 화학적으로 증가시키기 위해 실란 프라이머를

사용하고 있다. Hydroxyl기 및 organofunctional기를 포함하는 실란은 실리카와 레진과의 접착력을 향상시킬 수 있는데, 실란 프라이머는 접착촉진제 역할 뿐 아니라 젖음성을 개선하여 세라믹 수복물과 컴포지트 레진을 화학적으로 결합시키는 역할을 할 수 있다(37, 38). 임상 편의성 개선을 위해 개발된 universal adhesive는 치질(범랑질, 상아질), 직접 수복물(컴포지트 레진) 및 간접 수복물(지르코니아, 금속, 글라스-세라믹 및 컴포지트 레진) 등과 접착할 수 있다고 한다. 대부분의 universal adhesive는 MDP 등과 같은 기능성 단량체를 포함하고 있으며, 이러한 접착 시스템으로 실란 프라이머를 추가로 적용하지 않아도 다양한 소재의 치과용 수복물과 접착할 수 있다고 한다(39). 그러나, 글라스를 많이 함유하는 세라믹의 경우 접착력을 향상시키기 위하여 실란 프라이머를 추가로 적용하거나, 실란이 함유된 universal adhesive를 적용하기도 한다.

현재 임상에서 사용하고 있는 다양한 세대의 지르코니아 블록들은 구성 성분과 미세구조 등의 차이에 따라 접착력이 영향을 받을 수 있다. 본 연구에서는 임상에서 사용되는 다양한 세대의 지르코니아 CAD/CAM용 블록 5종을 선택하여 2가지 표면처리법과 실란 프라이머 적용 여부에 따른 접착력 차이를 평가하였고, 현재 사용 중인 universal adhesive 5종의 접착력도 비교하고자 하였다.

재료 및 방법

1. 재료

국내·외 제조업체에서 개발한 다양한 세대의 지르코니아 CAD/CAM 블록 5종을 선택하였으며, 이들의 유형과 제조사 등은 Table 1에 정리하였다. 1세대 지르코니아로 분류할 수 있는 CMZ, 2세대 지르코니아인 PZH, 3세대 지르코니아인 SZL, 4세대 지르코니아인 PFS 및 가공성이 크게 개선된 PFF 등 다양한 지르코니아 블록의 접착력을 평가하기 위하여 현재 임상에서 사용하는 국내·외 universal adhesive 제품 5종(All Bond Universal, Prime & Bond Universal, Single Bond Universal, EZ Bond Universal, Hi-Bond Universal)을 선정하였고, 그들의 상세한 정보들은 Table 2에 정리하였다.

예비 소결처리된 지르코니아 블록(CMZ, PZH, SZL 및 PFS)은 저속 다이아몬드 톱(Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, USA)으로 가로 15 mm와 세로 15 mm 크기로 절단한 후, 제조사가 제시한 방법으로 최종 소결처리한 다음, 자가-중합형 아크릴 레진으로 포매하였다. 최종 소결처리된 PFF 블록은 저속 다이아몬드 톱으로 두께 8 mm 크기로 절단한 후, 자가-중합형 아크릴 레진으로 포매하였다. 포매한 시편의 표면을 #600, #800, #1,000 및 #1,200 SiC 연마지로 순차적으로 연마하였다(n=20개/실험군).

Table 1. Zirconia CAD/CAM blocks used in this study

Code	Block	Types of Block	Manufacturer
CMZ	Ceramill Zi	Pre-sintered 3Y-TZP (1 st generation)	Amann Girrbach, Herrschaftswiesen, Austria
PZH	Perfit ZR HT	Pre-sintered 3Y-TZP (2 nd generation)	Vatech, Hwaseong-si, Korea
SZL	Shofu Disk ZR Lucent	Pre-sintered 5Y-PSZ (3 rd generation)	Shofu Inc., Kyoto, Japan
PFS	Perfit ST	Pre-sintered 4Y-TZP (4 th generation)	Vatech, Hwaseong-si, Korea
PFF	Perfit FS	Fully sintered zirconia (Y, Nb)-TZP	Vatech, Hwaseong-si, Korea

Table 2. Universal adhesives used in this study

Code	Universal Adhesive	Main Components	Manufacturer
ABU	All-Bond Universal	10-MDP, Bis-GMA, HEMA, ethanol, water, unfilled	Bisco, Schaumburg, IL, USA
PBU	Prime&Bond Universal	PENTA, 10-MDP, isopropanol, water, unfilled	Dentsply Sirona, Fair Lawn, NJ, USA
SBU	Single Bond Universal	10-MDP, HEMA, dimethacrylate, Vitrebond copolymer, ethanol, water, silane, filler	3M ESPE, St. Paul, MN, USA
EZU	EZ Bond Universal	10-MDP, Bis-GMA, TEGDMA, UDMA, HEMA, ethanol, silica filler	MetaBiomed, Osong-eup, Korea
HBU	Hi-Bond Universal	10-MDP, PVP, ethanol, water, silanized BAG	Mediclus, Cheongju-si, Korea

2. 방법

다양한 지르코니아 블록의 미세구조를 관찰하기 위하여 SiC 연마지로 연마한 시편을 알루미늄 연마용액(Premium Alumina Powder, 0.3 μm Metallurgical Supplies, USA)과 다이아몬드 연마용액(DP-Suspension P, 0.1 μm , Struers, Denmark)으로 미세 연마한 다음 시편 표면을 상온에서 30% 불산으로 2 분간 처리한 다음 초음파세척기로 세척하고 건조하였다. 전계방출형 주사전자현미경(Apreo S, Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, USA)을 이용하여 20,000 및 50,000 배율로 시편의 미세 구조 등을 관찰하여 비교하였다.

첫 번째(SB) 실험군은 시편의 표면에서 일정한 거리(약 10 mm)에서 Al_2O_3 입자(90 μm)를 이용하여 수직으로 샌드블라스팅(0.2 MPa 공기압) 처리하였다. 샌드블라스팅 처리한 시편은 증류수에서 5분간 초음파 세척하고, 건조기에서 24시간 건조하였다. 두 번째(SB+HF) 실험군은 샌드블라스팅-처리한 표면을 4.5% HF용액(IPS Ceramic Etching Gel, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein)으로 90초간 처리하고 증류수에서 5분간 초음파 세척한 다음, 건조기에서 24시간 건조하였다.

표면처리한 시편의 표면 거칠기는 공초점주사현미경(LSM 800, Carl Zeiss, Jena, Germany)으로 각 실험군당 시편 5개를 측정하였다. Gaussian 필터를 이용하여 $20 \times$ 배율로 균일한 형상을 보이는 면적($320 \mu\text{m} \times 320 \mu\text{m}$)에서

일정한 간격으로 2차원 평균 거칠기 Ra 값을 3부위에서 모두 15회 측정하여 평균과 표준편차를 구하였다.

표면처리한 시편의 표면 에너지를 평가하기 위하여 표면 거칠기 측정을 완료한 시편 5개를 대상으로 젖음성(wettability)을 측정하였다. 시편 표면에서 증류수 방울의 접촉각(θ)을 Contact Angle Analyzer (Phoenix 300x, SEO, Korea)를 사용하여 각 시편당 3회씩 측정하였다. 낙하 표면을 지속적으로 모니터링하였으며, 증류수 낙하물이 정지하고 20초 후에 접촉각(왼쪽과 오른쪽의 평균)을 측정하였고, 내장된 컴퓨터 프로그램으로 표면에너지를 계산하여 기록하였다.

2가지 방법으로 표면처리한 지르코니아 시편을 실란 프라이머(Porcelain Primer, Bisco, USA) 추가 적용 여부에 따라 다시 2개 실험군으로 재분류하였다. 첫 번째 실험군은 시편 표면에 실란 프라이머 추가로 적용하지 않고 universal adhesive가 균일하게 코팅되도록 마이크로 브러시로 1회 도포하고 광-중합하였다. 두 번째 실험군은 표면처리한 시편에 pre-hydrolyzed 실란 프라이머를 적용한 후 건조시킨 다음 universal adhesive를 균일하게 코팅되도록 마이크로 브러시로 1회 도포하고 광-중합하였다.

적용한 universal adhesive 층이 중합되면 ISO 29022: 2013에서 추천된 구멍 안지름이 2.38 ± 0.03 mm인 테프론 몰드(part #34228, Ultradent Products Inc., USA)를 올려놓고, 유동형 컴포지트 레진(AnyCom Flow, Mediclus, Cheongju, Korea)을 충전하였다. 이때 컴포지트 레진을

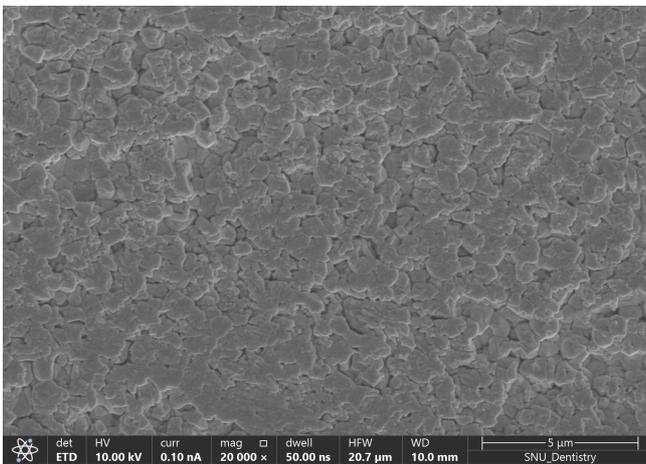
몰드의 약 75% 정도만 충전하고 30초간 광조사하여 접착시켰다. 접착을 완료한 시편들은 수조(37 °C)에서 24시간 보관한 다음 만능시험기(Instron 8871, Norwood, MA, USA)에 시편을 장착하여 접착한 컴포지트 레진이 지르코니아에서 분리될 때까지 접착계면에 하중을 1.0 ± 0.1 mm/min의 하중 속도로 가하였다. 전단접착강도 측정에 사용된 블레이드는 날의 형태가 원형 시편에 딱 들어맞는 둥근 홈이 파진 블레이드를 사용하였으며, 블록에서 컴포지트 레진이 분리될 때 가해진 최대 힘으로 전단접착강도를 계산하였다.

표면 거칠기와 접착각 시험은 각 실험군당 5개 시편을 대상으로 3회 반복한 측정값 15개 측정값으로, 전단접착강도 시험은 실험군당 15개 측정값으로 평균과 표준편차를 구하였으며, One-way Analysis of Variance와 Tukey-multiple comparison test ($\alpha = 0.05$)로 통계 분석하였다.

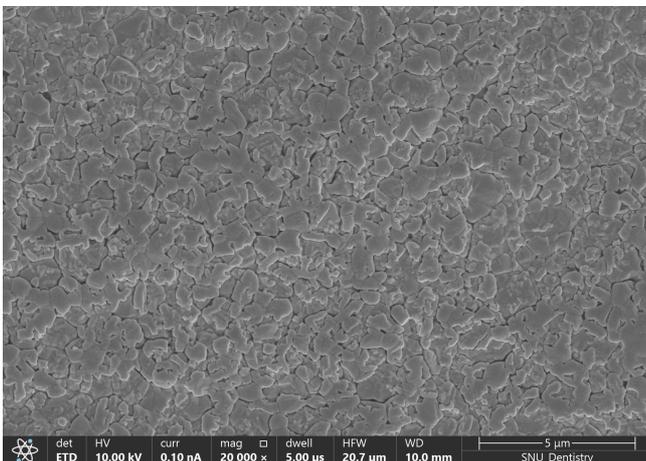
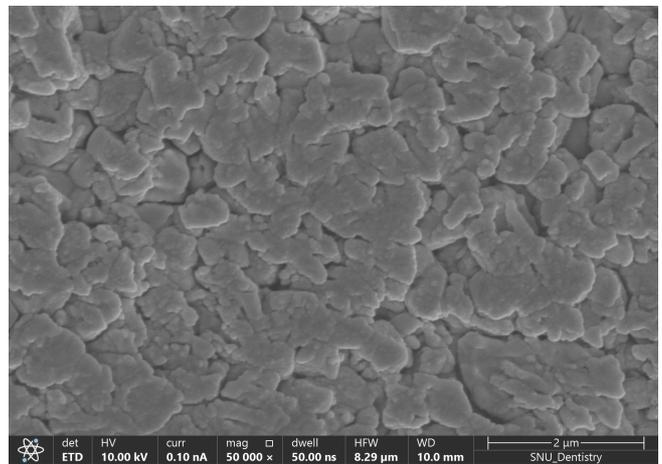
결 과

미세 연마한 지르코니아 시편을 FE-SEM으로 관찰한 사진(좌측은 20,000배, 우측은 50,000배)은 Figure 1과 같다. 1세대(CMZ) 및 2세대(PZH) 지르코니아의 미세 구조는 결정 입자 형상과 크기 등이 유사하게 관찰되었고, 3세대(SZL) 및 4세대(PFS) 지르코니아의 미세 구조는 1세대와 2세대 지르코니아와 달리 결정입자 형상과 크기가 다르게 관찰되었다. 가공성을 개선된(Y, Nb)-TZP는 다른 실험군들과는 전혀 다른 결정입자 형상과 크기의 상이한 미세 구조를 보였다.

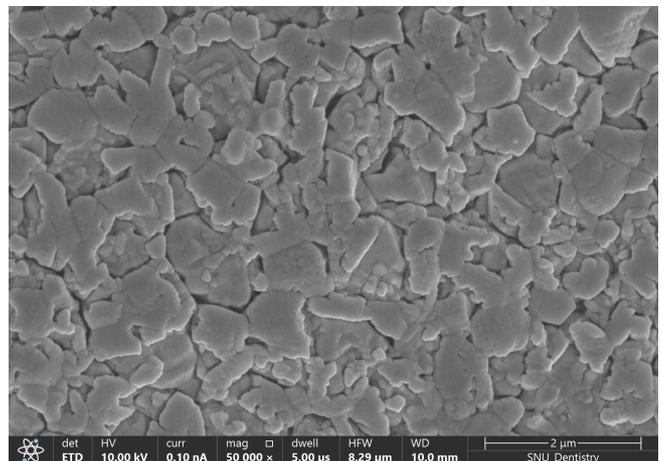
샌드블라스팅-처리 및 샌드블라스팅 후 추가로 불산-처리한 지르코니아 표면의 표면 거칠기(Ra)를 측정한 결과는 Table 3과 같다. 샌드블라스팅-처리한 각 세대별 지르코니아

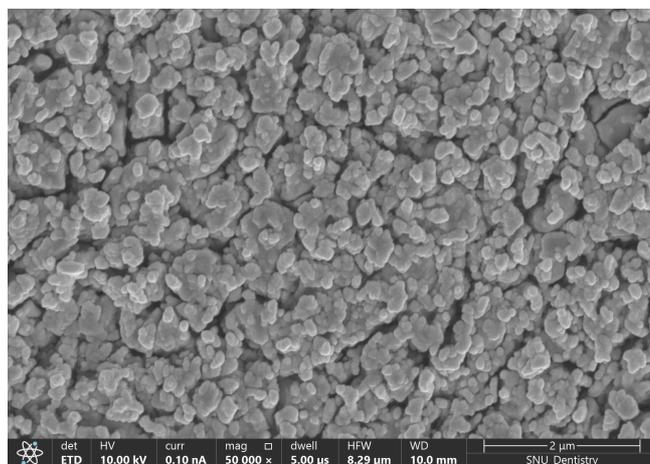
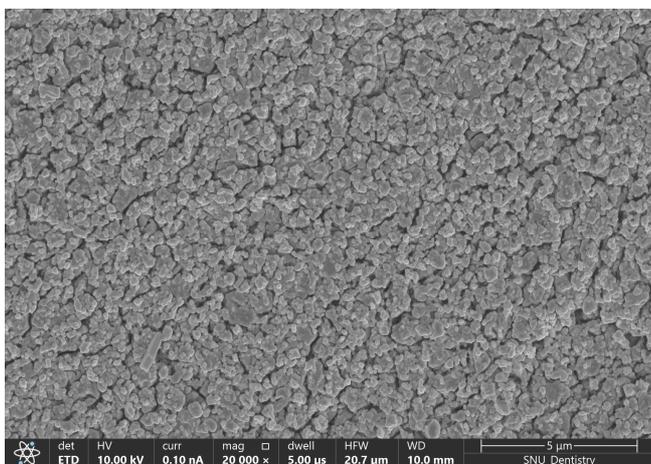


CMZ (1st generation)

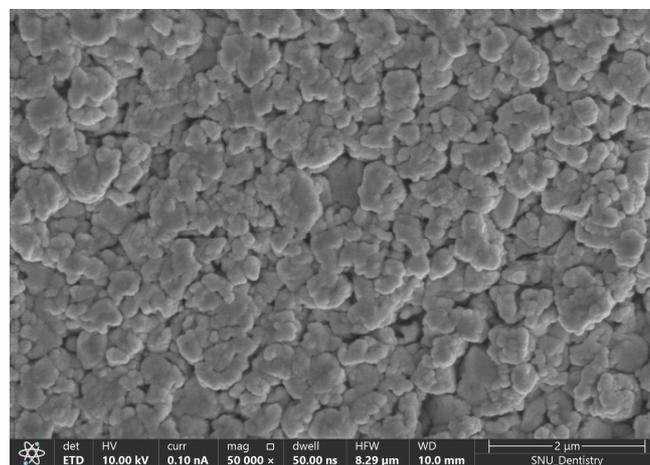
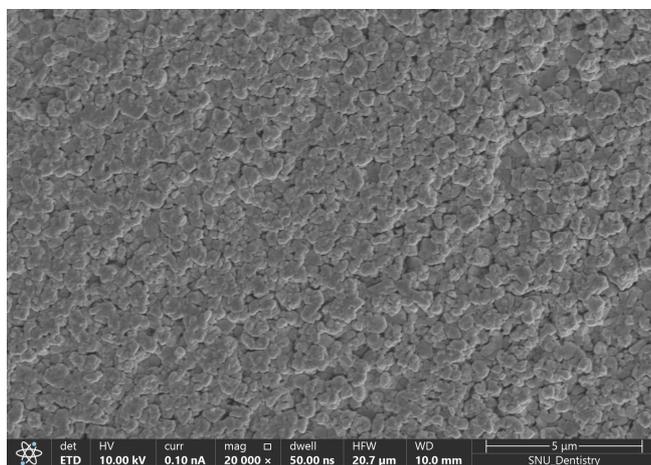


PZH (2nd generation)

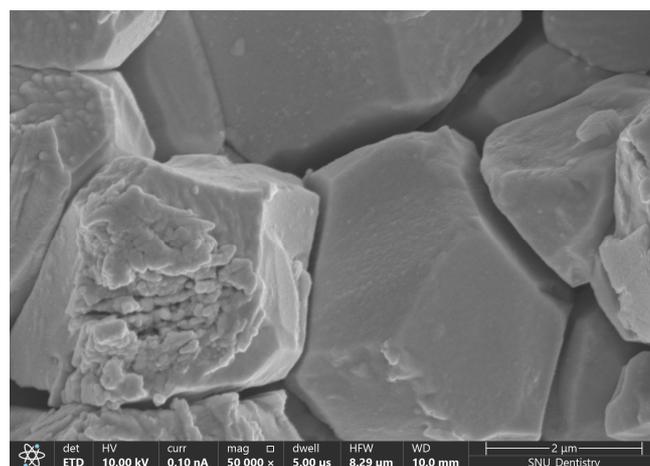
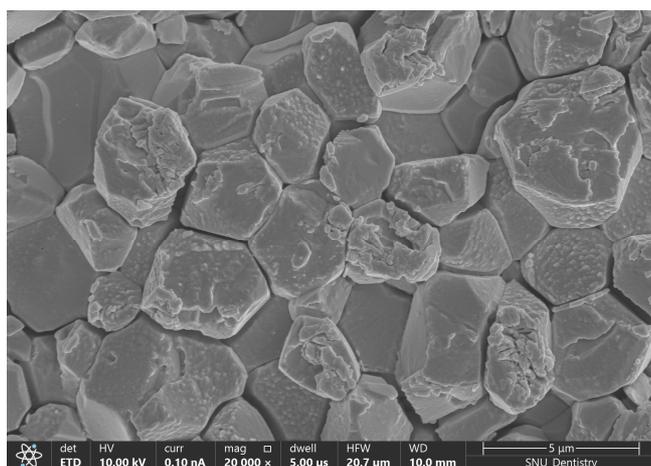




SZL (3rd generation)



PFS (4th generation)



PFF [(Y, Nb)-TZP]

Figure 1. Microstructure of zirconia blocks after polishing [left ($\times 20,000$), right ($\times 50,000$)].

Table 3. Surface roughness (Ra, μm) of the zirconia blocks after surface treatments

Blocks	Sandblasting	SB + HF-acid	t-test (SB / SB+HF)
CMZ	0.519(0.050) ^a	0.549(0.083) ^c	$p = 0.241$
PZH	0.531(0.058) ^a	0.550(0.065) ^c	$p = 0.405$
SZL	0.488(0.054) ^a	0.512(0.075) ^c	$p = 0.323$
PFS	0.485(0.082) ^a	0.519(0.070) ^c	$p = 0.232$
PFF	0.961(0.135) ^b	0.872(0.103) ^d	$p = 0.052$

Note: Means within columns with the same superscript letter were not different ($p > 0.05$).

Table 4. Contact angle ($^\circ$) of the zirconia blocks after surface treatments

Blocks	Polishing	Sandblasting	SB + HF acid
CMZ	67.52(7.25) ^a	65.05(9.17) ^b	66.32(6.94) ^c
PZH	68.85(8.32) ^a	66.40(6.23) ^b	67.32(7.04) ^c
SZL	69.16(8.70) ^a	67.30(8.57) ^b	66.57(6.78) ^c
PFS	68.70(7.82) ^a	65.72(8.65) ^b	67.97(7.90) ^c
PFF	69.17(8.56) ^a	67.11(6.92) ^b	65.34(5.79) ^c

Note: Means within columns with the same superscript letter were not different ($p > 0.05$).

Table 5. Surface energy (mN/m) of the zirconia blocks after surface treatments

Blocks	Polishing	Sandblasting	SB + HF acid
CMZ	27.65(8.54) ^a	30.48(9.98) ^b	29.01(7.84) ^c
PZH	25.94(9.77) ^a	28.97(7.19) ^b	27.86(8.22) ^c
SZL	25.58(9.98) ^a	27.77(9.84) ^b	28.75(7.84) ^c
PFS	26.17(8.99) ^a	29.59(9.89) ^b	27.04(9.12) ^c
PFF	25.62(9.93) ^a	28.09(7.74) ^b	30.23(6.72) ^c

Note: Means within columns with the same superscript letter were not different ($p > 0.05$).

의 표면 거칠기(0.485–0.531 μm)는 유의한 차이가 없었으며, 가공성이 개선된 PFF (0.961 μm)만 유의하게 큰 거칠기를 보였다($p < 0.05$). 샌드블라스팅 후 추가로 불산-처리한 지르코니아 시편 대부분은 평균 거칠기가 다소 증가하는 양상을 보였고, 가공성이 개선된 PFF의 경우는 평균 거칠기가 감소하는 양상을 보였으나, 추가로 실시한 불산-처리가 다양한 지르코니아의 표면 거칠기에는 유의한 영향을 주지 못한 것으로 보였다($p > 0.05$).

연마만 실시한 실험군(polishing), 샌드블라스팅-처리(sandblasting) 및 추가로 불산-처리한(SB+HF-acid) 지르코니아 표면에서 측정한 접촉각(contact angle)과 표면에너지(surface energy) 결과는 Table 4 및 5와 같다. 지르코니아 시편 표면을 연마-처리만 실시한 경우 1세대 지르코니아인 CMZ의 평균 접촉각(67.52 $^\circ$)이 가장 낮았으나, 다른 실험군(68.70 $^\circ$ –69.17 $^\circ$)과 유의한 차이는 보이지 않았다($p > 0.05$). 각 지르코니아 시편에서 3 가지 표면처리에 따른 접촉각

측정값들은 유의한 차이를 보이지 않았다($p>0.05$). 샌드블라스팅-처리 또는 샌드블라스팅 후 추가로 불산-처리가 다양한 유형의 지르코니아 접착각에는 유의한 영향을 주지 못한 것으로 보였다. 지르코니아 시편 표면을 연마-처리만 실시한 경우 1세대 지르코니아인 CMZ의 평균 표면 에너지(27.65 mN/m)이 가장 높았으나, 다른 실험군(25.58-26.17 mN/m)과 유의한 차이는 보이지 않았다($p>0.05$). 각 지르코니아 시편에서 3 가지 표면처리에 따른 접착각 측정값들은 유의한 차이를 보이지 않았다($p>0.05$). 샌드블라스팅-처리 또는 샌드블라스팅 후 추가로 불산-처리가 다양한 지르코니아의 표면 에너지에는 유의한 영향을 주지 못한 것으로 보였다.

지르코니아 시편 표면을 샌드블라스팅-처리한 후 추가로 실란 프라이머를 적용하지 않거나(no) 또는 적용한(yes) 다음 5종의 universal adhesive로 컴포ジット 레진을 접착시켜 측정된 전단접착강도 값은 Table 6에 정리하였다. 실란 프라이머를 적용하지 않은 경우 전단접착강도는 실험군에 따라 최소 17.18 MPa에서 최대 23.25 MPa을 보였고, 실란 프라이머를 적용한 경우에도 전단접착강도는 큰 변화 없이 최소 18.52 MPa에서 최대 21.84 MPa을 보여 실란 프라이머의 추가 적용에 따른 접착력 증가 효과는 관찰되지 않았다.

지르코니아 세대별 및 성분 차이에 따른 접착강도는 대부분 유의한 차이를 보이지 않았다($p>0.05$). EZU와 PBU를 적용한 경우 평균 접착강도는 다소 낮게(17.18-21.78 MPa) 관찰되었고, SBU를 적용한 경우 평균 접착강도는 다소 높게(20.83-23.43 MPa) 관찰되었지만, 적용한 universal adhesive에 따른 접착력은 유의한 차이를 보이지 않았다($p>0.05$).

샌드블라스팅-처리한 지르코니아 표면을 추가로 불산으로 처리한 후 실란 프라이머를 적용하지 않거나(no) 또는 적용한(yes) 다음 5종의 universal adhesive로 컴포ジット 레진을 접착시켜 측정된 전단접착강도 값은 Table 7에 정리하였다. 샌드블라스팅-처리한 지르코니아 표면을 추가로 불산-처리한 실험군에서는 샌드블라스팅-처리 실시한 경우보다 접착력이 감소되는 양상을 보였다. 실란 프라이머를 적용하지 않은 경우 전단접착강도는 실험군에 따라 최소 15.20 MPa에서 최대 18.89 MPa을 보였고, 실란 프라이머를 적용한 경우에도 전단접착강도는 큰 변화 없이 최소 14.05 MPa에서 최대 17.76 MPa을 보여 실란 프라이머의 추가 적용에 따른 접착력 증가 효과는 관찰되지 않았다. 지르코니아 세대별 및 성분 차이에 따른 접착강도는 대부분 유의한 차이를 보이지 않았다($p>0.05$). PBU를 적용한 경우 평균 접착강도

Table 6. Shear bond strength of the sandblasted (SB) zirconia blocks

Blocks	Silane Primer	Universal Adhesive				
		ABU	PBU	SBU	EZU	HBU
CMZ	no	20.69(4.30) ^{a,1,2}	18.94(3.94) ^{b,c,2}	23.25(3.43) ^{d,1}	18.56(3.71) ^{e,2}	20.25(3.82) ^{f,1,2}
	yes	20.53(2.90) ^{a,3}	19.87(3.71) ^{b,c,3}	20.68(3.47) ^{d,3}	19.69(3.58) ^{e,3}	21.76(3.89) ^{f,3}
PZH	no	20.87(3.91) ^{a,4}	19.78(3.95) ^{b,c,4}	21.46(3.92) ^{d,4}	19.74(3.65) ^{e,4}	20.93(3.75) ^{f,4}
	yes	21.23(4.22) ^{a,5}	18.52(3.60) ^{b,c,5}	20.83(3.65) ^{d,5}	19.72(3.86) ^{e,5}	21.36(3.55) ^{f,5}
SZL	no	19.14(4.11) ^{a,9,10}	17.18(3.93) ^{c,10}	22.45(3.55) ^{d,9}	19.77(3.15) ^{e,9,10}	18.95(3.30) ^{f,9,10}
	yes	20.81(4.51) ^{a,11}	18.43(3.61) ^{b,c,11}	21.76(3.98) ^{d,11}	19.69(3.51) ^{e,11}	20.13(3.80) ^{f,11}
PFS	no	20.61(3.83) ^{a,6,7}	18.21(2.98) ^{b,c,7}	22.46(3.62) ^{d,6}	18.43(4.79) ^{e,7}	20.03(3.72) ^{f,6,7}
	yes	20.92(3.76) ^{a,8}	19.78(3.84) ^{b,c,8}	21.73(4.55) ^{d,8}	19.34(3.15) ^{e,8}	21.09(3.96) ^{f,8}
PFF	no	21.70(4.77) ^{a,12}	19.91(3.83) ^{b,c,12}	23.43(3.51) ^{d,12}	19.84(3.49) ^{e,12}	20.95(3.91) ^{f,12}
	yes	21.37(3.70) ^{a,13}	21.78(4.09) ^{b,13}	20.73(4.48) ^{d,13}	19.58(3.54) ^{e,13}	21.84(3.33) ^{f,13}

Note: Means within columns with the same superscript letter were not significantly different ($p>0.05$), and means within rows with the same superscript number were not significantly different ($p>0.05$).

Table 7. Shear bond strength of the HF-treated zirconia blocks subsequent to SB-treatment

Blocks	Silane primer	Universal adhesive				
		ABU	PBU	SBU	EZU	HBU
CMZ	No	15.20(3.91) ^{a,1}	15.49(3.15) ^{b,1}	17.39(3.07) ^{c,1}	16.03(3.95) ^{d,1}	16.70(3.45) ^{e,1}
	Yes	17.73(3.89) ^{a,2}	14.41(3.22) ^{b,2}	16.30(3.75) ^{c,2}	17.59(3.26) ^{d,2}	17.76(4.10) ^{e,2}
PZH	No	17.14(3.57) ^{a,3}	16.53(3.15) ^{b,3}	17.62(3.07) ^{c,3}	15.50(4.37) ^{d,3}	16.88(3.79) ^{e,3}
	Yes	17.31(3.91) ^{a,4}	15.75(3.39) ^{b,4}	16.41(4.11) ^{c,4}	16.93(3.23) ^{d,4}	17.32(4.01) ^{e,4}
SZL	No	16.25(4.14) ^{a,7}	16.54(3.20) ^{b,7}	17.66(2.85) ^{c,7}	16.22(4.30) ^{d,7}	17.73(3.12) ^{e,7}
	Yes	17.58(4.52) ^{a,8}	14.05(4.94) ^{b,8}	17.75(3.81) ^{c,8}	17.14(3.42) ^{d,8}	17.65(3.87) ^{e,8}
PFS	No	17.08(3.85) ^{a,5}	17.46(4.35) ^{b,5}	18.89(4.42) ^{c,5}	15.81(3.98) ^{d,5}	16.26(3.78) ^{e,5}
	Yes	17.41(3.91) ^{a,6}	15.49(2.94) ^{b,6}	16.77(3.88) ^{c,6}	17.19(2.35) ^{d,6}	17.36(4.03) ^{e,6}
PFF	No	17.87(4.24) ^{a,9}	17.42(3.51) ^{b,9}	17.99(3.54) ^{c,9}	16.43(3.69) ^{d,9}	17.05(3.33) ^{e,9}
	Yes	16.03(3.43) ^{a,10}	15.43(2.42) ^{b,10}	17.24(3.22) ^{c,10}	17.20(3.67) ^{d,10}	17.45(4.31) ^{e,10}

Note: Means within columns with the same superscript letter were not significantly different ($p > 0.05$), and means within rows with the same superscript number were not significantly different ($p > 0.05$).

Table 8. Result of the paired t-test for shear bond strength of zirconia blocks between the sandblasted(SB) and the hydrofluoric acid-treated subsequent to sandblasting with different universal adhesives without silane primer application.

Zirconia Blocks	Universal Adhesive				
	ABU	PBU	SBU	EZU	HBU
CMZ	$p = 0.001$	$p = 0.013$	$p < 0.001$	$p = 0.063$	$p = 0.012$
PZH	$p = 0.011$	$p = 0.019$	$p = 0.006$	$p = 0.052$	$p = 0.006$
SZL	$p = 0.065$	$p = 0.629$	$p < 0.001$	$p = 0.086$	$p = 0.307$
PFS	$p = 0.018$	$p = 0.586$	$p = 0.022$	$p = 0.179$	$p = 0.010$
PFF	$p = 0.028$	$p = 0.074$	$p < 0.001$	$p = 0.033$	$p = 0.006$

는 다소 낮게(14.05-17.46 MPa) 관찰되었고, SBU를 적용한 경우 평균 접착강도는 다소 높게(16.30-18.89 MPa) 관찰되었지만, 적용한 universal adhesive에 따른 접착력은 유의한 차이를 보이지 않았다($p > 0.05$).

지르코니아 블록 표면을 샌드블라스팅-처리한 실험군과 샌드블라스팅-처리한 다음 불산-처리한 실험군의 접착강도를 paired t-test로 분석한 결과는 Table 8에 정리하였다.

상대적으로 높은 평균 접착력을 보인 SBU로 접착한 실험군의 경우 지르코니아의 세대(성분)에 관계없이 모두 샌드블라스팅 후 추가로 불산-처리한 실험군들이 샌드블라스팅-처리만 실시한 실험군보다 낮은 접착력을 보였다.

1세대 지르코니아인 CMZ와 2세대 지르코니아인 PZH는 EZU ($p=0.063$, $p=0.052$) 접착제를 제외한 4종의 접착제 (ABU, PBU, SBU 및 HBU)를 적용한 경우에서 추가로 불산-

처리한 실험군의 접착강도가 샌드블라스팅-처리만 실시한 경우보다 유의하게 낮게 관찰되었다($p < 0.05$). 3세대 지르코니아인 PFS는 PBU($p = 0.586$)와 EUZ($p = 0.179$) 접착제를 적용한 경우에 비록 추가로 불산-처리에 따른 평균 접착강도는 낮게 관찰되었으나, 샌드블라스팅-처리만 실시한 실험군과 유의한 차이는 없었고($p > 0.05$), ABU, SBU 및 HBU 접착제를 적용한 경우에는 추가로 불산-처리한 실험군이 샌드블라스팅-처리만 실시한 실험군보다 유의하게 낮은 접착강도를 보였다($p < 0.05$). 4세대 지르코니아인 SZL은 SBU($p < 0.001$)를 제외한 4종의 접착제(ABU, PBU, EZU 및 HBU)를 적용한 경우에서 추가로 불산-처리한 실험군의 평균 접착강도는 낮게 관찰되었으나, 샌드블라스팅-처리만 실시한 경우와 유의한 차이는 없었다($p > 0.05$). (Y, Nb)-TZP인 PFF는 PBU($p = 0.074$) 접착제를 제외한 4종의 접착제(ABU, SBU, EZU 및 HBU)를 적용한 경우는 추가로 불산-처리한 실험군의 접착강도가 샌드블라스팅-처리만 실시한 실험군보다 유의하게 낮았다($p < 0.05$).

고 찰

처음 소개된 1세대 지르코니아(3Y-TZP)는 기계적 특성과 생체적합성이 우수하여 유망한 치과용 수복재료로 사용되고 있지만, 성공적인 임상 효과를 얻기 위하여 추가로 해결해야 할 문제가 있었다. 첫 번째는 3Y-TZP의 상대적인 낮은 반투명도로 심미성이 불충분하다는 점이다. 최근에는 전체 해부학적(full anatomical) 형상을 가지는 단일구조 지르코니아 수복물 제작을 위하여 결정입자 크기 감소, 밀도 증가, cubic상 증가 및 착색 산화물 첨가 등 미세 구조를 변형시켜 1세대 지르코니아의 반투명도를 개선하려는 연구들이 보고되었다(13, 15, 40). 이렇게 개발된 2세대 지르코니아는 Al_2O_3 함량을 감소하고 소결 조건 등을 조절하여 반투명도가 다소 개선되었으나 심미성 확보에는 아직 충분하지 못하였다(40). 이후 상온에서 cubic상 구조를 안정화하기 위해 첨가하는 Y_2O_3 함량을 증가시켜 개발한 고-반투명 지르코니아인 4Y-PSZ 및 5Y-PSZ가 소개되었다. 등방성(isotropic)인 cubic상 함량이 증가하여 결정입계에서 빛 산란이 감소하여 투명도가 크게 향상되었지만, 상-변환 강화의 필수조건인

tetragonal상 함량이 제한되어 고-반투명 지르코니아의 기계적 특성은 감소되었다. 임상 적용 시 이들의 감소된 기계적 특성이 다소 우려되었지만, cubic상을 포함하는 부분-안정화 지르코니아의 향상된 반투명도는 글라스-세라믹 비니어 추가 없이 심미 수복물 제작을 가능하게 하였다(41, 42). 지르코니아 수복물의 두 번째 문제는 지르코니아의 접착력 부족으로 수복물의 임상 성능 및 내구성이 감소될 수 있다는 점이다. 특히, 고-반투명 지르코니아의 접착에 대한 정보는 매우 적으며, 적절한 접착을 위한 표면처리 방법 및 그에 따른 굴곡강도 감소 가능성 등에 대한 우려도 제기되었다(42, 43). 고-반투명 지르코니아는 3Y-TZP에 비해 미세 구조의 변화 등으로 기계적 및 광학적 특성이 상이할 수 있다는 보고가 있었지만(15, 40), 실제 접착력을 비교 평가한 연구는 매우 드문 것으로 보인다. 임상에서 지르코니아 수복물의 접착을 위하여 주로 사용하는 표면처리 방법은 지르코니아 수복물의 내부 표면을 알루미늄 입자로 샌드블라스팅-처리하는 것이다(44). 샌드블라스팅-처리로 미세기계적 결합을 위한 깨끗하고 거친 표면을 얻을 수 있으며, 또한 접착 면적, 젖음성 및 표면 에너지 증가 등의 효과를 기대할 수 있다(45). 그러나 알루미늄 입자의 크기와 형상, 공기압력, 작업시간, 거리 및 충격각도 등의 샌드블라스팅 조건에 따라 접착력은 큰 차이를 보일 수 있다(46-50). 샌드블라스팅-처리는 3Y-TZP에서 불필요한 상-변환을 유발시킬 수 있으며, 과도한 경우에는 지르코니아 표면을 손상시켜 기계적 특성을 감소시킬 수 있다(46, 50, 51).

Zhao 등은 샌드블라스팅에 사용한 알루미늄 입자 크기가 클수록 일반 지르코니아 뿐 아니라 고-반투명 지르코니아의 표면이 거칠어져 전단접착강도가 증가했다고 보고하였다(45). Kim과 Ahn은 다양한 샌드블라스팅용 알루미늄 입자 크기(25, 50, 90, 110 및 125 μm)가 지르코니아 3종(3Y-TZP, 4Y-PSZ 및 5Y-PSZ)의 표면형상과 잔류압축응력에 주는 영향을 평가한 결과 각 지르코니아들의 표면형상, 상-변형 및 압축응력 등은 알루미늄 입자 크기에 따라 다른 의존성을 보였다고 하였다(53). 실제 임상에서 주로 적용하고 있는 샌드블라스팅 조건(압력, 0.2 MPa; 시간, 10 s/cm²; 거리, 10 mm; 입사각도, 90°)에서 3Y-TZP의 경우 110 μm 크기의 알루미늄 입자 사용이 권장될 수 있고, 4Y-PSZ의 경우는 표면결합을 최소화하면서 표면형상의 더 큰 변화를 얻기

위해 90 μm 알루미늄 입자 사용이 권장될 수 있으며, 5Y-PSZ의 경우는 지르코니아 표면의 손상 가능성을 감소하기 위해 25 μm 알루미늄 입자 사용을 권장할 수 있다고 하였다. 125 μm 알루미늄 입자를 사용한 경우 3가지 유형의 지르코니아 모두에서 90 μm 알루미늄 입자로 샌드블라스팅한 경우보다 표면 거칠기가 적게 낮게 관찰되었는데, 이는 알루미늄 입자가 클수록 표면에서 재료 손실이 발생하기 때문일 수 있다(54). 고-반투명 지르코니아인 4Y-PSZ와 5Y-PSZ가 기존 3Y-TZP보다 더 빨리 마모되는 것으로 나타났으며, 이는 Zhao 등의 연구 결과와 유사하였다(45). 고-반투명 지르코니아는 기존 3Y-TZP에 비해 낮은 기계적 특성으로 알루미늄 입자가 표면 형상을 변화시키는데 필요한 에너지가 더 적었을 것으로 추정하고 있다(41). 5Y-PSZ의 경우 알루미늄 입자크기가 클수록 다른 유형의 지르코니아보다 표면형상에 더 많은 변화가 발생하였고 빠른 속도로 표면 변화가 증가하였는데, 이러한 결과는 5Y-PSZ의 가장 낮은 기계적 특성에 기인한 것으로 보인다. Khanlar 등(2022)은 다양한 유형의 입자(알루미늄, 실리카 코팅 알루미늄 및 글라스 비드)로 샌드블라스팅-처리한 5Y-PSZ의 표면 특성과 접착력에 주는 영향을 평가하였다(5). 이들은 글라스 비드를 사용한 샌드블라스팅-처리는 5Y-PSZ의 표면 형태에는 영향을 미치지 않았지만, 5Y-PSZ의 표면 화학 및 자유에너지를 변화시키는 것이 관찰되었으며, 글라스 비드나 실리카 코팅 알루미늄 입자로 샌드블라스팅한 5Y-PSZ는 추가로 실란 프라이머를 적용하는 것이 필요하다고 하였다. MDP를 함유한 universal adhesive는 알루미늄으로 샌드블라스팅-처리한 지르코니아에 효과적인 접착을 얻을 수 있다고 하였는데, 글라스 비드로 샌드블라스팅-처리한 경우 5Y-PSZ의 기계적 특성을 저해할 수 있는 표면 미세 균열이 생성되지 않고 우수한 접착력을 얻을 수 있다고 하였다(55, 56). 본 연구에서는 다양한 유형의 지르코니아 표면을 90 μm 알루미늄 입자로 샌드블라스팅하여 표면 거칠기를 비교하였는데, 세대별(1-4세대) 지르코니아의 표면 거칠기에는 유의한 차이를 보이지 않았다($p>0.05$). 즉, 1-4세대 지르코니아의 경우 기계적 특성 차이에 따른 샌드블라스팅 효과 차이로 생성된 표면 거칠기의 유의한 차이는 관찰되지 않았다. 반면, 가공성을 개선한 (Y, Nb)-TZP의 경우는 2배 정도 큰 표면 거칠기를 보인 것으로 관찰되었는데, 가공성을 개선하

기 위하여 기계적 특성을 감소시킨 결과에 따른 것으로 보였다.

샌드블라스팅-처리로 인해 생성된 미세균열은 지르코니아 수복물의 기계적 특성을 저하시킬 수도 있기 때문에 지르코니아의 표면 거칠기를 증가시키는 대체 방법으로 불산-처리 연구가 보고되고 있다(57, 58). 실리카를 함유하지 않는 지르코니아는 불산-처리로 표면 거칠기 효과를 기대할 수 없지만, 선행연구에 따르면 불산의 농도, 온도 및 적용시간에 따라 표면 거칠기가 증가되고 지르코니아의 상-변환은 거의 진행되지 않는다고 보고되었다(59, 60). 40%의 고농도 불산을 15 분간 적용하면 표면 거칠기가 크게 증가하였지만, 5%와 9.5%의 저농도 불산을 15분간 적용한 경우는 표면 거칠기가 증가하지 않았다고 한다(57). 특히, 상온에서 48%의 고농도 불산을 3 0분 또는 60분간 적용한 결과 지르코니아에서 다공성의 표면변화가 관찰되었다고 하였다(58). 고농도 및 고온의 불산에 지르코니아를 장시간 침지하면, Zr-O 결합이 끊어지면서 지르코니아 표면처리가 가능하게 된다는 보고가 있는데(60), 고농도 불산을 고온에서 사용하는 경우 작업자들의 안전이 위협받을 수 있기 때문에 안전성 확보를 위해 임상에서는 10% 미만의 저농도 불산 사용을 권장하고 있다(61).

Ruales-Carrera 등은 고-반투명 지르코니아(5Y-PSZ)가 기존의 3Y-TZP에 비해 레진시멘트와의 접착력이 낮은 것으로 관찰되었지만, 샌드블라스팅-처리로 고-반투명 지르코니아의 접착력을 적절하게 향상시킬 수 있다고 하였다(62). Inokoshi 등은 알루미늄 입자로 샌드블라스팅-처리가 고-반투명 지르코니아의 굴곡강도에 미치는 영향을 평가하여 샌드블라스팅-처리에 따른 미세 균열 및 표면 압축응력 형성이 굴곡강도를 증가 또는 감소시킨다고 하였다(44). 샌드블라스팅-처리는 모든 유형의 지르코니아 표면 거칠기를 크게 증가시켰으며, 샌드블라스팅-처리로 생성된 잔류응력의 양은 지르코니아의 유형과 샌드블라스팅에 사용한 알루미늄 입자 크기에 따라 차이를 보였다고 하였다(8). Zhao 등은 3Y-TZP와 비교하여 5Y-PSZ에서 적절한 수준의 표면 거칠기를 얻으려면 충돌하는 입자의 운동에너지가 더 적어야 한다고 제안하였다(45). Kim 등은 3Y-TZP와 5Y-PSZ를 대상으로 레진시멘트(Panavia V5)와의 결합력을 비교 평가하였는데, 50 μm 알루미늄 입자로 샌드블라스팅-처리하고

MDP 함유 세라믹 프라이머를 적용한 실험군에서 3Y-TZP와 5Y-PSZ의 전단접착강도는 유의한 차이가 없었다고 하였다(63).

본 연구에서는 4.5% 불산 겔을 샌드블라스팅-처리한 시편에 추가로 불산-처리하는데 사용하였다. 샌드블라스팅-처리한 지르코니아 표면을 세척하고, 불산-처리가 표면 거칠기에 주는 영향을 평가하였다. 14세대 지르코니아의 경우는 평균 거칠기가 다소 증가하는 양상을 보였고, 가공성이 개선된 PFF의 경우는 평균 거칠기가 감소하는 양상을 보였으나, 추가로 실시한 불산-처리가 지르코니아의 표면 거칠기에는 유의한 영향을 주지 못하였다. 그러나, 샌드블라스팅-처리 후 추가로 불산-처리한 경우 대부분의 실험군에서 접착력은 유의하게 감소하는 양상을 보였는데, 감소된 정도는 적용한 universal adhesive에 따라 차이를 보였다. 추가로 불산-처리한 경우 표면 거칠기에서는 유의한 차이가 없어서 미세기계적 유지력에 의한 접착력 차이가 아니라 화학 결합 차이에 의한 접착력 차이에 따른 것으로 추정할 수 있지만, 본 연구에서 평가한 접촉각과 표면에너지 측정 결과에서도 추가로 불산-처리로 따른 변화는 관찰되지 않아 화학 결합 변화가 접착력에 영향을 주지 않는 것으로 보였다.

지르코니아 표면의 샌드블라스팅-처리로 미세기계적 유지력을 얻을 수 있다. 특히, MDP와 같은 소수성 인산 단량체의 적용과 관련된 샌드블라스팅 또는 tribochemical 실리카 코팅은 지르코니아 수복물을 위한 신뢰할 수 있는 접착 프로토콜로 제시되고 있다(64-67). 지르코니아 프라이머는 중합 중에 반응할 수 있는 중합가능 작용기(polymerizable functional group, PG), 접착제에 결합할 수 있고 황 원자, 카르복실레이트 또는 인산염기로 구성될 수 있는 접착 촉진기(adhesion promoting group, AG) 및 카르복실레이트 또는 인산염 함유 단량체가 치과 경조직과 비귀금속 합금에 결합될 수 있는 PG와 AG 사이의 연결 고리 역할을 하는 연결기 등 3가지 요소로 구성된다(68). Y-TZP에 강력한 화학적 상호작용을 촉진하기 위해 다양한 결합제가 개발되었는데, 지르코니아 수산기에 화학적으로 부착할 수 있는 특정 기능성 모노머를 포함한다. 이전 연구에서 10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (10-MDP), 6-methacryloxyhexylphosphonoacetate (6-MHPA) 및 glycerol phosphate dimethacrylate (GPDM) 등 인산염 모노

머가 포함된 프라이머를 적용하면 레진 재료에 지르코니아 접착력을 개선할 수 있다고 한다(69, 70). 샌드블라스팅-처리한 지르코니아의 표면 젖음성이 증가하여 인산염 모노머가 지르코니아 표면의 산화물과 화학 결합할 수 있게 된다(71). 인산 단량체가 포함된 universal adhesives가 지르코니아의 접착 프로토콜로 제안되고 있는데(68), 접착제에 추가된 기능성 MDP 단량체는 지르코늄 인산염을 형성함으로써 지르코니아와 화학결합을 기대할 수 있다(67, 72). 화학적 표면처리법인 MDP 함유 접착제 적용은 MDP 단량체의 phosphoryl group과 지르코니아 표면의 hydroxyl group 사이에서 이중결합을 형성하고, 이로 인해 접착력이 증가하는 기전이다(73). Chuang 등에 따르면 실란 프라이머만 단독으로 사용하면 지르코니아의 전단 결합강도나 결합 내구성이 향상되지 않았다(74). 또한 10-MDP와 실란 프라이머의 조합은 지르코니아 접착에 시너지 효과를 나타내지 못했다는 연구 보고가 있다(75, 76). 또한 여러 연구에 따르면 실란 프라이머는 지르코니아 같은 비실리카계 세라믹을 화학적으로 결합하는 데 효과적이지 않다는 연구 결과들이 보고된 바 있다(77, 78). 본 연구에서도 지르코니아 표면처리 후 적용한 실란 프라이머가 모든 실험군에서 접착력을 유의하게 증가시키지 못한 것으로 관찰되었다.

Kim 등과 Lima 등은 기존의 MDP 함유 지르코니아 프라이머와 비교하여 MDP 함유 universal adhesive가 지르코니아와 레진 접착에 우수한 효과를 보였다고 하였다(79, 80). 전반적으로 universal adhesive는 인산염 기반 프라이머보다 10-MDP의 wt% 함량이 더 높다. 일부 연구에서는 지르코니아에 대한 10-MDP의 화학적 친화도는 10-MDP 용액 10 wt%를 사용할 때만 최적이라고 한다(80). 그러나 대부분의 경우 10-MDP 농도를 포함한 구성 성분들에 관한 구체적인 정보를 공개하지 않고 있다. 10-MDP 분자는 수소결합을 통해 산화지르코늄 표면과 화학적으로 반응하거나 P-OH와 Zr-OH 그룹 또는 P-O와 부분적으로 양이온인 Zr 사이의 이온 상호작용을 통해 반응한다(73). Universal adhesive는 메타크릴레이트와 디메타크릴레이트 단량체(HEMA, bis-GMA 및 UDMA), Vitrebond 공중합체, 실란 및 필러 등으로 구성되어 있다. 이러한 화학 성분은 지르코니아 표면 젖음성을 증가시키고 수분 안정화 효과를 제공하여 지르코니아에 대한 접착력을 향상시킬 수 있다(74, 79, 80). 본 연구에서

사용된 모든 universal adhesive는 10-MDP를 주요 기능 성분으로 포함하고 있는데, 구성 성분의 화학적 가변성으로 인해 접착 성능에는 차이가 있을 수 있다. Salem 등은 기계적 표면처리와 MDP 함유 universal adhesive의 연관성을 강조하였고(81), Yagawa 등은 MDP를 함유한 프라이머로 얇은 고-반투명 지르코니아의 접착력을 크게 향상시킬 수 있다고 하였다(82). 그러나 고-반투명 지르코니아의 접착 특성을 기존 지르코니아와 비교한 연구는 매우 드물었다.

유형이 다른 지르코니아를 동일한 표면처리법으로 처리한 경우 접착력에 유의한 차이가 있으려면 각 유형(세대)별 지르코니아간 구성 성분과 미세 구조 차이에 따른 미세기계적 유지력, 표면 젖음성, MDP와 지르코니아 사이의 이중결합 수/단위면적 및 결합종류 등에 차이가 있어야 한다. Shin과 Lee는 이트리아 함량이 다른 치과용 지르코니아(3Y-TZP, 4Y-PSZ 및 5Y-PSZ)를 동일한 조건으로 절삭과 연마를 실시한 다음 시편의 표면 거칠기, 상-분을 변화 및 표면구조 등을 비교하였다. 연구 결과에서 이트리아 함량의 차이는 지르코니아 연마 시 표면 거칠기에 유의한 영향을 미치지 않았고, 모든 실험군에서 임상적으로 허용할 만한 표면 거칠기를 보였으며, 지르코니아 연마는 지르코니아 종류에 관계없이 표면의 상-변환을 발생시키지 않았다고 하였다. 따라서 임상적으로 지르코니아 연마 버(bur)는 지르코니아 종류에 관계없이 적용할 수 있는 것으로 제안하였다(83). 즉, 기계적 특성에 차이가 있는 다양한 세대별 지르코니아의 표면 거칠기는 처리법에 따른 차이가 없는 것으로 추정할 수 있다. 본 연구 결과에서는 동일하게 표면처리를 적용한 경우에는 각 세대별 지르코니아에 대한 접착력이 대부분 통계적으로 유의한 차이를 보이지 않는 것으로 관찰되었다. 이는 지르코니아 미세 구조 특성이 파괴인성과 반투명도 등에 유의한 영향을 줄 수 있지만, 전단결합강도에는 영향을 주지 않는 것으로 보였으며, 이는 다른 연구자들의 결과와 유사하였다(84, 85).

본 연구에서는 지르코니아 표면처리에 현재 치과에서 사용하고 있는 저농도(4.5%) 불산을 사용하였는데, 만약 고농도(40% 이상) 불산으로 처리할 경우에는 접착강도 평가에서 상이한 결과를 보일 수 있으므로 그에 대한 추가적인 연구가 필요할 것으로 보인다.

결론

현재 임상에서 사용하고 있는 다양한 세대의 지르코니아 블록들은 구성 성분과 미세 구조 등의 차이에 따라 표면처리 방법과 그에 따른 접착력에 영향을 줄 수 있을 것으로 예상하였는데, 본 연구 결과에서는 적절하게 샌드블라스팅-처리하고 MDP 함유 universal adhesive로 접착시킬 경우 유의한 차이가 없는 것으로 관찰되었다. 또한 샌드블라스팅-처리 후 추가로 실란 프라이머를 적용하여도 접착력의 유의한 증가는 없었으며, 추가로 불산-처리한 경우에는 오히려 접착력이 감소되는 양상을 보여 샌드블라스팅-처리한 지르코니아 표면을 불산으로 세척하는 작업은 접착력에 도움이 되지 않는 것으로 보였다. 본 연구에서 접착한 5종의 universal adhesive는 모두 MDP를 주요 기능성 단량체로 함유하고 있지만, 정확한 MDP 함량이나 다른 구성 성분이 상이하여 접착력에서 유의한 차이를 보였다.

사사

본 연구는 정부의 재원으로 2024년 산업통상자원부(의료기기 사업화 촉진사업)의 지원을 받아 수행된 연구임

참고문헌

1. Hwang JW. Practicality and prospect of full-zirconia restoration. *J Korean Acad Esthet Dent*. 2015;24(2):101-21.
2. Kim SH. Development of dental zirconi. *J Korean Acad Esthet Dent*. 2023;32(1):4-7.
3. Stawarczyk B, Özcan M, Hallmann L, Ender A, Mehl A, Hämmerlet CH. Effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size and contrast ratio. *Clin Oral Investig*. 2013;17(1):269-74.
4. Stawarczyk B, Emslander A, Roos M, Sener B, Noack F, Keul C. Zirconia ceramics, their contrast ratio and

- grain size depending on sintering parameters. *Dent Mater J.* 2014;33(5):591-8.
5. Tosoh Corporation. Herstellerangaben von eigenen Untersuchungen der Gefügeumwandlung in monokline Phase [Manufacturer's data on in-house studies of structural transformation in the monoclinic phase]. Tokyo: Toshoh Corporation, 2014.
 6. Stawarczyk B, Frevert K, Ender A, Roos M, Sener B, Wimmer T. Comparison of four monolithic zirconia materials with conventional ones: contrast ratio, grain size, four-point flexural strength and two-body wear. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016;59:128-38.
 7. Chevalier J, Liens A, Reveron H, Zhang F, Reynaud P, Douillard T, et al. Forty years after the promise of <<ceramic steel?>>: Zirconia-based composites with a metal-like mechanical behavior. *J Am Ceram Soc.* 2020;103:1482-513.
 8. Cesar PF, Miranda RBP, Santos KF, Scherrer SS, Zhang Y. Recent advances in dental zirconia: 15 years of material and processing evolution. *Dent Mater.* 2024; 40(5):824-36.
 9. Güth J-F, Stawarczyk B, Edelhoff D, Liebermann A. Zirconia and its novel compositions: what do clinicians need to know? *Quintessence Int.* 2019;50(7):512-20.
 10. Spies BC, Zhang F, Wesemann C, Li M, Rosentritt M. Reliability and aging behavior of three different zirconia grades used for monolithic four-unit fixed dental prostheses. *Dental Mater.* 2020;36(11):e329-39.
 11. Jerman E, Lümekemann N, Eichberger M, Zoller C, Nothelfer S, Kienle A, Stawarczyk B. Evaluation of translucency, Marten's hardness, biaxial flexural strength and fracture toughness of 3Y-TZP, 4Y-TZP and 5Y-TZP materials. *Dent Mater.* 2021;37(2):212-22.
 12. Zhang Y, Lawn B. Novel zirconia materials in dentistry. *J Dent Res.* 2018;97(2):140-7.
 13. Souza ROBF, de Araujo GM, Miyashita E, Bottino MA, de Melo RM, Zhang Y. Ultra-thin monolithic zirconia veneers: reality or future? Report of a clinical case and one-year follow-up. *Oper Dent.* 2018;43(1):3-11.
 14. Stawarczyk B, Keul C, Eichberger M, Figge D, Edelhoff D, Lümekemann N. Three generations of zirconia: from veneered to monolithic. Part I. *Quintessence Int.* 2017; 48(5):369-80.
 15. Zhang F, Inokoshi M, Batuk M, Hadermann J, Naert I, et al. Strength, toughness and aging stability of highly-translucent Y-TZP ceramics for dental restorations. *Dent Mater.* 2016;32(12):e327-37.
 16. Zhang Y. Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent. *Dent Mater.* 2014;30(10):1195-203.
 17. Kwon SJ, Lawson NC, McLaren EE, et al. Comparison of the mechanical properties of translucent zirconia and lithium disilicate. *J Prosthet Dent.* 2018;120(1): 132-7.
 18. Pereira GKR, Guilardi LF, Dapieve KS, Kleverlaan CJ, Rippe MP, Valandro LF. Mechanical reliability, fatigue strength and survival analysis of new polycrystalline translucent zirconia ceramics for monolithic restorations. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2018;85: 57-65.
 19. Harada K, Raigrodski AJ, Chung KH, Flinn BD, Dogan S, Mancl LA. A comparative evaluation of the translucency of zirconias and lithium disilicate for monolithic restorations. *JProsthetDent.* 2016;116(2): 257-63.
 20. Stawarczyk B, Keul C, Eichberger M, Figge D, Edelhoff D, Lümekemann N. Three generations of zirconia: from veneered to monolithic. Part II. *Quintessence Int.* 2017;48(6):441-50.
 21. Shahmiri R, Standard OC, Hart JN, Sorrell CC. Optical properties of zirconia ceramics for esthetic dental restorations: A systematic review. *J Prosthet Dent.* 2018;119(1):36-46.
 22. Nassary Zadeh P, Lümekemann N, Sener B, Eichberger M, Stawarczyk B. Flexural strength, fracture toughness, and translucency of cubic/tetragonal zirconia materials. *J Prosthet Dent.* 2018;120(6):948-54.

23. Jansen JU, Lümekemann N, Letz I, Pfefferle R, Sener B, Stawarczyk B. Impact of high-speed sintering on translucency, phase content, grain size, and flexural strength of 3Y-TZP and 4Y-TZP zirconia materials. *J Prosthet Dent* 2019;122(4):396-403.
24. Murillo-Gómez F, Palma-Dibb RG, De Goes MF. Effect of acid etching on tridimensional microstructure of etchable CAD/CAM materials. *Dent Mater*. 2018;34(6): 944-55.
25. Yoshihara K, Nagaoka N, Maruo Y, Nishigawa G, Irie M, Yoshida Y, et al. Sandblasting may damage the surface of composite CAD-CAM blocks. *Dent Mater*. 2017;33(3):e124-35.
26. Ilie N, Ruse ND. Shear bond strength vs interfacial fracture toughness - Adherence to CAD/CAM blocks. *Dent Mater*. 2019;35(12):1769-75.
27. Wegner SM, Kern M. Long-term resin bond strength to zirconia ceramic. *J Adhes Dent*. 2000;2(2):139-47.
28. 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(1):45-50.
29. Zhang Y, Lawn BR, Rekow ED, Thompson VP. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2004;71(2):381-6
30. Özcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater*. 2003;19(8):725-31.
31. Lee JJ, Kang CK, Oh JW, Seo JM, Park JM. Evaluation of shear bond strength between dual cure resin cement and zirconia ceramic after thermocycling treatment. *J Adv Prosthodont*. 2015;7(1):1-7.
32. Ruyter EI, Vajeeston N, Knarvang T, Kvam K. A novel etching technique for surface treatment of zirconia ceramics to improve adhesion of resin-based luting cements. *Acta Biomater Odontol Scand*. 2017;3(1): 36-46.
33. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent*. 2003;89(3): 268-74.
34. Kim HE, Lim MJ, Yu MK, Lee KW. Changes in bond strength and topography for Y-TZP etched with hydrofluoric acid depending on concentration and temperature conditions. *Medicina (Kaunas)* 2020;56 (11):568.
35. 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.
36. Liu D, Tsoi JK, Matinlinna JP, Wong HM. Effects of some chemical surface modifications on resin zirconia adhesion. *J Mech Behav Biomed Mater* 2015;46:23-30.
37. Yu MK, Oh EJ, Lim MJ, Lee KW. Change of phase transformation and bond strength of Y-TZP with various hydrofluoric acid etching. *Restor Dent Endod*. 2021;46(4):e54.
38. Lung CY, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: an overview. *Dent Mater*. 2012;28(5):467-77.
39. Matinlinna JP, Lassila LV, Özcan M, Yli-Urpo A, Vallittu PK. An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. *Int J Prosthodont*. 2004;17(2): 155-64.
40. Alex G. Universal adhesives: the next evolution in adhesive dentistry. *Compend Contin Educ Dent*. 2015;36(1):15-26.
41. Tong H, Tanaka CB, Kaizer MR, Zhang Y. Characterization of three commercial Y-TZP ceramics produced for their high-translucency, high-strength and high-surface area. *Ceram Int*. 2016;42(1 Pt B):1077-85.
42. Tabatabaian, F. Color aspect of monolithic zirconia restorations: A review of the literature. *J Prosthodont*. 2019;28(3):276-87.
43. McLaren EA, Lawson N, Choi J, Kang J, Trujillo C. New high translucent cubic phase containing zirconia:

- clinical and laboratory considerations and the effect of air abrasion on strength. *Compend Contin Educ Dent*. 2017;34(6):1-9
44. Inokoshi M, Shimizu H, Nozaki K, Takagaki T, Yoshihara K, Nagaoka N, Zhang F, Vleugels J, Van Meerbeek B, Minakuchi S. Crystallographic and morphological analysis of sandblasted highly translucent dental zirconia. *Dent Mater*. 2018;34(3):508-18.
 45. Zhao P, Yu P, Xiong Y, Yue L, Arola D, Gao S. Does the bond strength of highly translucent zirconia show a different dependence on the airborne-particle abrasion parameters in comparison to conventional zirconia? *J Prosthodont Res*. 2020;64(1):60-70.
 46. Özcan M, Nijhuis H, Valandro LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. *Dent Mater J*. 2008;27(1):99-104.
 47. Hallmann L, Ulmer P, Reusser E, Hämmerle CH. Effect of blasting pressure, abrasive particle size and grade on phase transformation and morphological change of dental zirconia surface. *Surf Coatings Technol*. 2012;206:4293-302.
 48. Su N, Yue L, Liao Y, Liu W, Zhang H, Li X, Wang H, Shen J. The effect of various sandblasting conditions on surface changes of dental zirconia and shear bond strength between zirconia core and indirect composite resin. *J Adv Prosthodont*. 2015;7(3):214-23.
 49. Ghodsi S, Zeighami S, Gheidari A, Mahgoli H, Rohanian A. Effect of sandblasting angle and distance on biaxial flexural strength of zirconia-based ceramics. *J Contemp Dent Pract*. 2017;18(6):443-7.
 50. Hallmann L, Ulmer P, Wille S, Polonskyi O, Köbel S, Trottenberg T, Bornholdt S, Haase F, Kersten H, Kern M. Effect of surface treatments on the properties and morphological change of dental zirconia. *J Prosthet Dent*. 2016;115(3):341-9.
 51. Okada M, Taketa H, Torii Y, Irie M, Matsumoto T. Optimal sandblasting conditions for conventional-type yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystals. *Dent Mater*. 2019;35(1):169-75.
 52. Chintapalli RK, Rodríguez ÁMM, Marro FG, Anglada M. Effect of sandblasting and residual stress on strength of zirconia for restorative dentistry applications. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2014;29:126-37.
 53. Kim HK, Ahn B. Effect of Al₂O₃ sandblasting particle size on the surface topography and residual compressive stresses of three different dental zirconia grades. *Materials (Basel)*. 2021;14(3):610.
 54. Abi-Rached FO, Martins SB, Campos JA, Fonseca RG. Evaluation of roughness, wettability, and morphology of an yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal ceramic after different airborne-particle abrasion protocols. *J Prosthet Dent*. 2014;112(6):1385-91.
 55. Khanlar LN, Abdou A, Takagaki T, Mori S, Ikeda M, Nikaido T, Zandinejad A, Tagami J. The effects of different silicatization and silanization protocols on the bond durability of resin cements to new high-translucent zirconia. *Clin Oral Investig*. 2022;26(4):3547-61.
 56. Khanlar LN, Takagaki T, Abdou A, Inokoshi M, Ikeda M, Takahashi A, Yoshihara K, Nagaoka N, Nikaido T, Blatz MB, Tagami J. Effect of air-particle abrasion protocol and primer on the topography and bond strength of a high-translucent zirconia ceramic. *J Prosthodont*. 2022;31(3):228-38.
 57. Sriamporn T, Thamrongananskul N, Busabok C, Poolthong S, Uo M, Tagami J. Dental zirconia can be etched by hydrofluoric acid. *Dent Mater J*. 2014;33(1):79-85.
 58. 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.
 59. Lee JH, Lee CH. Effect of the surface treatment method

- using airborne-particle abrasion and hydrofluoric acid on the shear bond strength of resin cement to zirconia. *Dent J (Basel)*. 2017;5(3):23.
60. Lee MH, Son JS, Kim KH, Kwon TY. Improved resin-zirconia bonding by room temperature hydrofluoric acid etching. *Materials (Basel)* 2015;8(3): 850-66.
 61. Alex G. Preparing porcelain surfaces for optimal bonding. *Compend Contin Educ Dent*. 2008;29(6): 324-35.
 62. Ruales-Carrera E, Cesar PF, Henriques B, Fredel MC, Ozcan M, Volpato CAM. Adhesion behavior of conventional and high-translucent zirconia: Effect of surface conditioning methods and aging using an experimental methodology. *J Esthet Restor Dent*. 2019;31(4):388-97.
 63. Kim YS, Choi JW, Kim HK. Effect of various surface treatment methods of highly translucent zirconia on the shear bond strength with resin cement. *J Korean Acad Prosthodont*. 2023;61(3):179-88.
 64. Alnassar T, Ozer F, Chiche G, Blatz MB. Effect of different ceramic primers on shear bond strength of resin-modified glass ionomer cement to zirconia. *J Adhes Sci Technol*. 2016;30(22):2429-38.
 65. Tanaka R, Fujishima A, Shibata Y, Manabe A, Miyazaki T. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. *J Dent Res*. 2008;87(7): 666-70.
 66. Nakayama D, Koizumi H, Komine F, Blatz MB, Tanoue N, Matsumura H. Adhesive bonding of zirconia with single-liquid acidic primers and a tri-n-butylborane initiated acrylic resin. *J Adhes Dent*. 2010;12(4): 305-10.
 67. May LG, Passos SP, Capelli DB, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Effect of silica coating combined to a MDP-based primer on the resin bond to Y-TZP ceramic. *J Biomed Mater Res Part B Appl Biomater*. 2010;95(1):69-74.
 68. Ikemura K, Endo T, Kadoma Y. A review of the developments of multi-purpose primers and adhesives comprising novel dithiooctanoate monomers and phosphonic acid monomers. *Dent Mater J*. 2012; 31(1):1-25.
 69. 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.
 70. Klaisiri A, Krajangta N, Phumpatrakom P, Sriamporn T, Thamrongananskul N. The effect of curing mode in universal adhesive on zirconia and resin cement shear bond strength. *J Int Dent Med Res*. 2021;14(3): 896-900.
 71. Maneenacarith A, Rakmanee T, Klaisiri A. The influence of resin cement thicknesses on shear bond strength of the cement-zirconia. *J Stomatol*. 2022; 75(1):7-12.
 72. Xie H, Li Q, Zhang F, Lu Y, Tay FR, Qian M, Chen C. Comparison of resin bonding improvements to zirconia between one-bottle universal adhesives and tribochemical silica coating, which is better? *Dent Mater*. 2016;32(3):403-11.
 73. Nagaoka N, Yoshihara K, Feitosa VP, Tamada, Irie M, Yoshida Y, Van Meerbeek B, Hayakawa S. Chemical interaction mechanism of 10-MDP with zirconia. *Sci Rep*. 2017;30:45563.
 74. Chuang SF, Kang LL, Liu YC, Lin JC, Wang CC, Chen HM, Tai CK. Effects of silane- and MDP-based primers application orders on zirconia-resin adhesion-A ToF-SIMS study. *Dent Mater*. 2017;33(8):923-33.
 75. VanStipdonk MJ, Schweikert EA. On the formation of polyatomic ions from solid surfaces. *Nucl Instrum Methods Phys Res B*. 1994;88:55-60.
 76. Rickman RD, Verkhoturov SV, Balderas S, Bestaoui N, Clearfield A, Schweikert EA. Characterization of surface structure by cluster coincidental ion mass spectrometry. *Appl Surf Sci*. 2004;231-232:106-12.

77. Matinlinna JP, Lung CYK, Tsoi JKH. Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: A review. *Dent Mater.* 2018;34(1):13-28.
78. Kwon SM, Min BK, Kim YK, Kwon TY. Influence of sandblasting particle size and pressure on resin bonding durability to zirconia: A residual stress study. *Materials.* 2020;13(24):5629.
79. Kim JH, Chae SY, Lee Y, Han GJ, Cho BH. Effects of multipurpose, universal adhesives on resin bonding to zirconia ceramic. *Opera Dent.* 2015;40(1):55-62.
80. Lima RBW, Silva AF, da Rosa WLO, Piva E, Duarte RM, De Souza GM. Bonding efficacy of universal resin adhesives to zirconia substrates: Systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent.* 2023;25(1):51-62.
81. Salem R, Naggat GE, Aboushelib M, Selim D. Microtensile bond strength of resin-bonded high-translucency zirconia using different surface treatments. *J Adhes Dent.* 2016;18(3):191-6.
82. Yagawa S, Komine F, Fushiki R, Kubochi K, Kimura F, Matsumura H. Effect of priming agents on shear bond strengths of resin-based luting agents to a translucent zirconia material. *J Prosthodont Res.* 2018;62(2):204-9.
83. Shin HS, Lee JS. Comparison of surface topography and roughness in different yttrium oxide compositions of dental zirconia after grinding and polishing. *J Adv Prosthodont.* 2021;13(4):258-67.
84. Scaminaci Russo D, Cinelli F, Sarti C, Giachetti L. Adhesion to zirconia: a systematic review of current conditioning methods and bonding materials. *Dent J(Basel).* 2019;7(3):74.
85. Shimizu H, Inokoshi M, Takagaki T, Uo M, Minakuchi S. Bonding efficacy of 4-META/MMA-TBB resin to surface-treated highly translucent dental zirconia. *J Adhes Dent.* 2018;20(5):453-59.

다양한 세대의 지르코니아 CAD/CAM 블록의 접착강도에 표면처리가 주는 영향

조만중¹, 송선웅⁴, 정신혜^{1,2}, 박영석^{2,3}, 임범순^{1,2,*}

¹서울대학교 치의학대학원 치과생체재료과학교실

²서울대학교 미래치의학센터

³서울대학교 치의학대학원 구강해부학교실

⁴선문대학교 건강보건대학 치위생학과

본 연구에서는 임상에서 사용되는 다양한 세대의 지르코니아 블록 5종을 선택하여 2가지 표면처리법과 실란 프라이머 적용 여부에 따른 컴포지트 레진과의 접착력 차이를 평가하였고, 현재 사용 중인 universal adhesive 5종의 접착력도 비교하였다. 지르코니아 블록 표면을 매끈하게 연마한 후 미세구조를 field emission scanning electron microscope로 분석하였다. 지르코니아 표면을 알루미늄으로 샌드블라스팅-처리하였고, 일부는 다시 4.5% HF로 120초간 처리하여 표면 거칠기, 접촉각 및 표면 에너지 등을 confocal laser scanning microscope와 contact angle analyzer로 분석하였다. 표면처리한 블록에 실란 프라이머를 추가로 적용 여부에 따라 다시 분류하고, 각각 유동형 컴포지트 레진(지름 2 mm)을 universal adhesive로 접착시켜 37 °C 수조에서 24시간 보관한 다음 만능시험기를 이용하여 전단접착강도를 측정하였다. 측정값들은 ANOVA와 Tukey-multiple comparison test ($\alpha = 0.05$)로 통계 분석하여 다음의 결과를 얻었다. 지르코니아 표면을 샌드블라스팅 또는 추가로 불산-처리한 대부분의 경우 지르코니아 유형에 따른 접촉각, 표면 에너지 및 접착강도의 유의한 차이가 없었고($p > 0.05$), 표면 거칠기는 (Y, Nb)-YZP가 유의하게 높았다($p < 0.05$). 접착에 적용한 universal adhesive는 구성 성분 및 함량에 따라 접착력 차이를 보인 경우도 관찰되었다. 지르코니아에 universal adhesive로 접착하는 경우 추가로 실란 프라이머를 적용하는 것이 필요하지 않을 수 있다. 지르코니아 표면을 샌드블라스팅 후 추가로 불산-처리한 경우 접착력은 오히려 감소하는 경향을 보였다.

색인단어 : 세대별 지르코니아 블록, 샌드블라스팅, 불산-처리, universal adhesive, silane, 접착강도
