

## 지르코니아 세라믹과 레진 시멘트의 결합강도

전북대학교 치과대학 치과보철학교실

장문숙 · 김지혜 · 조석규 · 복원미 · 송광업 · 박주미

### I. 서 론

지르코니아는 높은 마모저항성과 생체 적합성을 가진 재료로 최대 굽힘 강도는 900~1,200 MPa로 매우 크고 파괴인성 또한 높아 파절에 강하다.<sup>1-3)</sup> 최근 심미 수복에 대한 요구가 증가하면서 강한 부하를 받는 구치 부위까지 세라믹으로 수복하려는 경향 때문에<sup>4)</sup> 지르코니아 같은 우수한 성능을 가진 세라믹이 수복치과에서 사용되고 있다. 지르코니아 세라믹은 세라믹 코아나 포스트는 물론 단일 세라믹관과 세라믹 브릿지까지 다양하게 사용되고 있으며, 이들 재료의 물성과, 임상적 특징으로 보아 앞으로 그 사용이 더욱 증가할 것이다.<sup>2,5)</sup>

그러나, 지르코니아 세라믹과 접착용 레진사이의 결합에 관한 연구는 많지 않아 지르코니아 세라믹의 표면처리 방법과 접착용 레진에 관한 자료가 부족한 실정이다.<sup>5)</sup> 전통적인 장석 도재는 실리카를 함유하고 있기 때문에 불산 부식과 실란 처리가 가능하여 레진 시멘트와 높은 결합강도를 얻을 수 있었으나,<sup>6-8)</sup> 실리카를 포함하고 있지 않은 지르코니아 세라믹에서는 불산 부식과 실란처리가 결합강도 증가에 큰 도움이 되지 않는다.<sup>1,9,10)</sup> 따라서, 지르코니아의 접착을 위한 다른 접착 방법이 필요하다.<sup>5)</sup>

Kern과 Wegner<sup>11)</sup>는 불산 부식과 silanization이 지르코니아 세라믹과 레진사이의 접착강도를 증가시키지 못한다고 하였고, Derand와 Derand<sup>10)</sup>는 표면처

리에 관계없이 Superbond C&B가 가장 높은 접착강도를 보인다고 하였다. Wegner와 Kern<sup>11)</sup>은 지르코니아 세라믹을 110 μm 알루미나 입자로 10 mm 떨어진 거리에서 2.5 bar의 압력으로 13 초간 sandblasting한다고 하였다. Blatz 등<sup>12)</sup>과 Sadan 등<sup>13)</sup>은 sandblasting 후에 Panavia 21을 사용한다고 하였고, Janda 등<sup>5)</sup>은 Pyrosil-Pen technology는 지르코니아와 접착용 컴포지트 사이에 좋은 결합을 얻기 위한 효과적인 방법이라고 하였다.

Pyrosil-Pen technology는 1984년에 개발된 Silicoater technology에 기초를 두고 있다.<sup>14,15)</sup> 초기에 이 시스템은 비·귀금속과 레진사이에 매우 강하고 오래 지속되는 결합을 가능하게 했다.<sup>16)</sup> 최근에는 이 기술을 지르코니아나 알루미나 세라믹과 레진 시멘트의 결합에 사용해왔다. Pyrosil-Pen은 실란(테트라에톡시 실란)과 부탄 가스 혼합물을 연료로 사용하고 있으며, 이것으로 5 s/cm<sup>2</sup>씩 불꽃 처리하면 물체 표면에 SiOx-C 층이 형성된다. 이 층은 매우 얇고 (~0.1 μm), 유리와 같은 성질을 갖으며, 3-메타아크릴로프로필 트리메톡시 실란으로 실란처리 할 수 있으며, 아크릴 그룹과 중합할 수 있다.<sup>5)</sup>

이 연구에서는 지르코니아 세라믹의 표면처리 방법에 따른 레진 시멘트와의 전단 결합강도를 비교하고, 이를 통해 지르코니아 세라믹과 레진 시멘트의 결합을 위한 적절한 표면처리 방법을 알아보고자 한다.

## Ⅱ. 연구 재료 및 방법

### 1. 연구 재료

이 실험에서 직경 11 mm, 두께 2 mm 지르코니아 세라믹 디스크 (Adens, Korea) 45개를 양면 사용하였고, 레진 시멘트는 이원 중합형인 Panavia F (Kuraray Medical Inc., Japan), 자가 중합형인 Superbond C&B (Sun Medical Inc., Japan)를 사용하였다. Pyrosil-Pen technology를 위해서는 Silano-Pen (Bredent, Germany, Fig. 1)을 사용하였다. (Table I)

### 2. 연구 방법

#### 1) 컴포지트 실린더 제작

내부 직경 3 mm, 높이 5 mm의 투명 아크릴릭 튜브를 컴포지트 레진(Filtek™ Flow, shade A3; 3M

ESPE, U.S.A.)으로 채워 컴포지트 실린더를 제작하였다.<sup>17)</sup>

#### 2) 도재 시편 표면 처리

도재시편을 실험군 (5군)과 대조군으로 나누고 다음과 같이 표면처리 하였다. 실험군은:

- (1) 1군 (SA): 지르코니아 시편 표면을 110 μm 알루미나 입자를 사용하여 10 mm 떨어진 거리에서 3 bar의 압력으로 13 초간 Sandblasting 하였다.
- (2) 2군 (SI): 지르코니아 시편 표면을 Silano-Pen으로 5 s/cm²간 불꽃 처리하였다.
- (3) 3군 (DI): Diamond bur을 이용하여 5방향으로 주행하는 표면 요철을 형성하였다.
- (4) 4군 (SA+SI): 110 μm 알루미나 입자를 사용하여 10 mm 떨어진 거리에서 3 bar의 압력으로 13 초간 Sandblasting한 후 Silano-Pen으로 5 s/cm²간 불꽃 처리하였다.

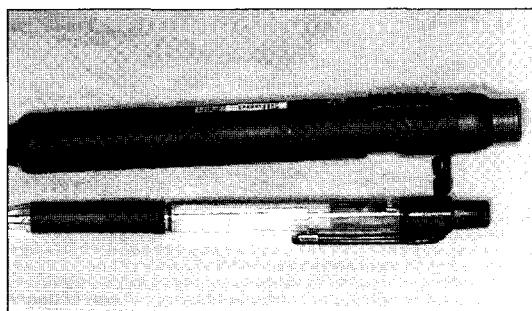


Fig. 1. Silano-Pen.

Table I. Material used in this study

|                       | Brand   | Manufacturer             |
|-----------------------|---|--------------------------|
| Ceramic               | Industrially manufactured zirconia ceramic disc (Y-TZP) | Adens (Korea)            |
| Resin cement          | Panavia F   | Kuraray Medical (Japan)  |
|                       | Clearfil Porcelain Activator<br>Clearfil Se Bond Primer | Kuraray Medical (Japan)  |
| Superbond C&B         | Porcelain Liner M                                       | KurarayY Medical (Japan) |
| Composite             | Filtek™ Flow  | 3M ESPE (U.S.A)          |
| PyrosilPen-Technology | Silano-Pen  | Bredent (Germany)        |
| Diamond bur           | Komet 848018  | Brasseler (Germany)      |

(5) 5군 (DI+SI): 5방향 diamond bur scratch 형 성한 후 Silano-Pen으로 5 s/cm<sup>2</sup>간 불꽃 처리하였다.

제조사에서 받아 어떠한 표면처리도 하지 않은 상태의 지르코니아 세라믹 디스크를 대조군으로 사용하였다.

위와 같이 표면 처리가 완료된 실험군과 대조군 시편을 증기 세척하고 증류수를 이용 10 분간 초음파 세척한 뒤 건조하였다.

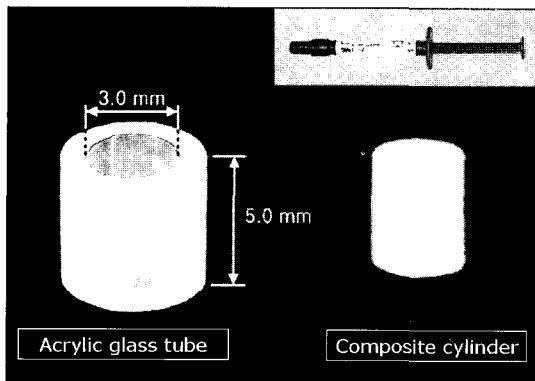


Fig. 2. Clear acrylic tube and completed composite cylinder.

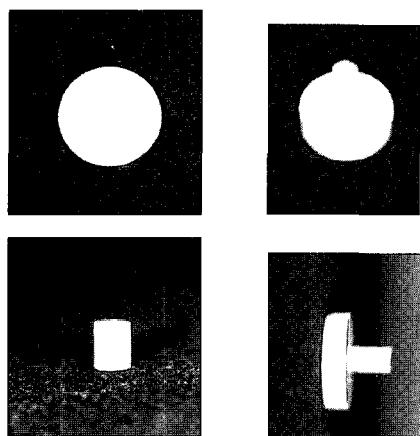


Fig. 3. Cementation of composite cylinder and zirconia ceramic using resin cement.

### 3) 도재 시편과 컴포지트 실린더의 접착

표면 처리가 완료된 지르코니아 시편과 컴포지트 실린더를 Superbond C&B와 Panavia F를 이용 일정한 하중 하에<sup>18)</sup> 제조사의 지시에 따라 접착하였고 24 시간 동안 실온에 방치하였다(Fig. 3).

### 4) 전단 결합 강도 측정

전단결합 강도 실험 전에 시편을 광학 현미경 ( $\times 30$ )하에서 검사하여 결합부위에 틈, 기포, 결함이 있는지 확인하였다. 하중이 도재시편과 레진 시멘트 사이의 접착면과 동일한 방향으로 전달되도록 전단 결합강도 측정용 지그에 고정한 뒤, 인스트론 만능시험기 (model 4201, Instron Co., Massachusetts, U.S.A.)에서 1 mm/min의 속도로 접착면에 하중을 가하여 컴포지트 실린더가 도재 시편에서 분리될 때 까지의 최대 하중을 측정하였다(Fig. 4, 5).

### 5) 주사전자현미경 관찰

표면처리에 따른 세라믹 표면 형태와 각 시편의 파질 양상을 관찰하기 위해 시편을 골드 코팅한 후 주사전자현미경 (JSM-5900, JEOL Ltd., Tokyo, Japan)을 이용하여 관찰하였다.

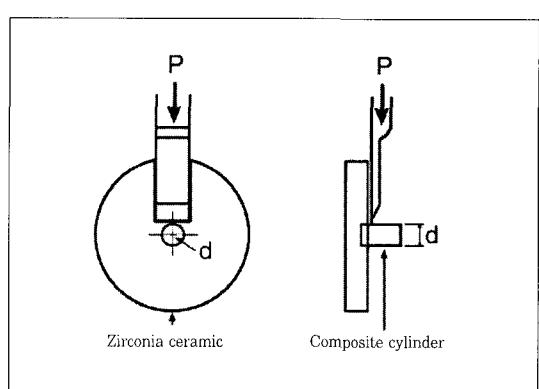


Fig. 4. Schematic diagram of shear bond testing. P: failure load, d: diameter of composite cylinder

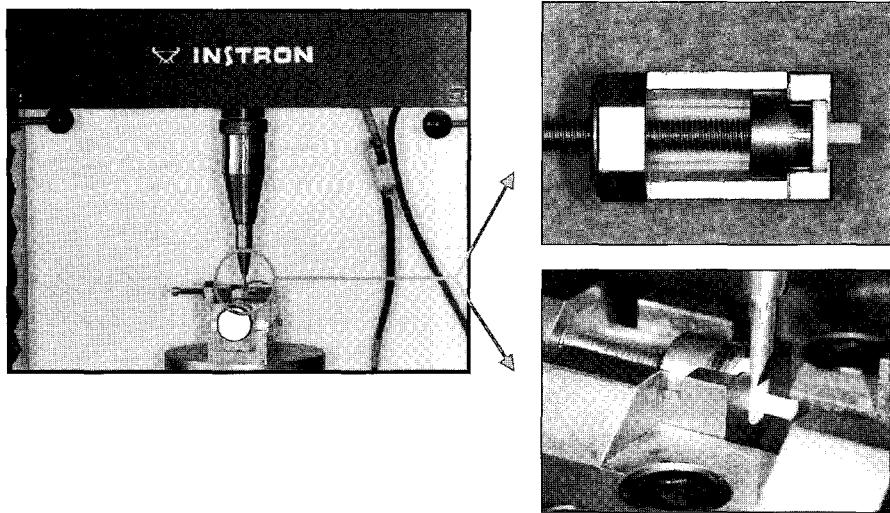


Fig. 5. Aligned test specimen on universal testing machine.

### 6) 통계 처리

실험에서 측정된 최대 전단 하중 값을 전단 결합강도 산출 공식 ( $\tau = 4P/\pi d^3$ )<sup>(9)</sup>에 대입하여 전단 결합강도를 산출하였다. 각 군의 결합강도간의 유의성을 검증하기 위해 SPSS 통계 프로그램 (SPSS 10.0 for Windows, SPSS Inc., Illinois, U.S.A.)에서 oneway ANOVA test를 시행하였고, Tukey 다중범위검증법을 이용하여 각 표면 처리 방법과 레진 시멘트에 따른 결합강도 사이의 유의성을 사후 검증하였다 ( $P<.05$ ).

### III. 결 과

각 실험군에 대한 전단결합강도의 평균과 표준편차는 Table II와 같으며, Fig. 6, 7, 8에 각 그룹별 평균값을 그래프로 정리하였다. 각 실험군 간의 전단 결합강도 차이를 검정하기 위해 일원분산분석을 시행한 결과 각 실험군 별로 전단결합강도에 유의한 차이가 있었다( $P<.05$ )(Table III, IV).

Superbond C&B 그룹에서, SA+SI군이 27.42 MPa로 결합강도가 가장 높았고, SI군이 12.2 MPa로 가장 낮았다(Fig. 6). Panavia F 그룹에서는 DI+SI군이 16.1 MPa로 가장 높은 수치를, DI군이

6.04 MPa로 가장 낮은 수치를 보였다(Fig. 7). Sandblasting이 결합강도에 미치는 영향을 살펴보면, Superbond C&B, Panavia F 모두 대조군에 비해 통계적으로 유의한 차이는 없었다( $P>.05$ ). Diamond bur scratch를 형성하는 경우, Superbond C&B 그룹은 대조군에 비해 통계적으로 유의한 차이를 보였으나, Panavia F 그룹은 유의한 차이가 없었다. Silano-Pen 처리하는 경우, Superbond C&B 그룹에서 SI군은 통계적으로 유의한 차이가 없었으나, SA+SI, DI+SI군은 유의한 차이를 보였고, Panavia F 그룹에서 SI, SA+SI군은 통계적으로 유의한 차이가 없었으나, DI+SI군은 유의한 차이를 보였다 ( $P<.05$ ).

이상의 표면 처리의 영향을 종합하면, Superbond C&B 그룹에서는 DI, SA+SI, DI+SI군이, Panavia F 그룹에서는 DI+SI군이 높은 결합강도를 보였다. Superbond C&B와 Panavia F를 비교하면, 모든 군에 Superbond C&B가 높게 나타났으며, SI군을 제외하고는 통계적으로 유의한 차이를 보였다(Fig. 8).

지르코니아 세라믹의 표면 처리 전과 후의 도재 표면을 전자 현미경으로 관찰하고, 세라믹과 레진시멘트 사이의 파절양상도 관찰하였다. 표면처리 하지 않은 지르코니아 시편에서는 지르코니아 입자들 사

**Table II.** Summary of mean shear bond strength with SD

|         | Shear bond strength(MPa): mean(standard deviation) |           |
|---------|--|-----------|
|         | Superbond C&B                                      | Panavia F |
| SA      | 18.6(1.5)  | 8.9(0.6)  |
| SI      | 12.2(3.1)  | 7.5(1.7)  |
| DI      | 21.8(3.7)  | 6.0(1.8)  |
| SA+SI   | 27.4(3.8)  | 9.6(2.2)  |
| DI+SI   | 25.6(0.7)  | 16.2(1.9) |
| control | 15.0(3.4)  | 9.0(2.6)  |

**Table III.** The result of one-way ANOVA

|             | Sum of Squares | DF | Mean Square | F value | Pr   |
|-------------|----------------|----|-------------|---------|------|
| Inter-group | 4020.7         | 11 | 365.5       | 57.8    | .000 |
| Intra-group | 530.8          | 84 | 6.3         |         |      |
| Total       | 4551.6         | 95 |             |         |      |

DF: Degree of freedom, Pr: Probability

**Table IV.** Difference of Shear bond strengths between groups

|         | control |    | SA |    | SI |    | DI |   | SA+SI |   | DI+SI |   |
|---------|---------|----|----|----|----|----|----|---|-------|---|-------|---|
|         | S       | P  | S  | P  | S  | P  | S  | P | S     | P | S     | P |
| control | S       | *  |    |    |    |    |    |   |       |   |       |   |
|         | P       |    |    |    |    |    |    |   |       |   |       |   |
| SA      | S       | NS | *  |    |    |    |    |   |       |   |       |   |
|         | P       | *  | NS | *  |    |    |    |   |       |   |       |   |
| SI      | S       | NS | NS | *  | NS |    | NS |   |       |   |       |   |
|         | P       | *  | NS | *  | NS | NS |    |   |       |   |       |   |
| DI      | S       | *  | *  | NS | *  | *  | *  |   |       |   |       |   |
|         | P       | *  | NS | *  | NS | *  | NS | * |       |   |       |   |
| SA+SI   | S       | *  | *  | *  | *  | *  | *  | * | *     | * |       |   |
|         | P       | *  | NS | *  | NS | NS | NS | * | NS    | * |       |   |
| DI+SI   | S       | *  | NS | *  | NS | *  | NS | * | NS    | * | NS    |   |
|         | P       | NS | *  | NS | *  | NS | *  | * | *     | * | *     | * |

\* Significantly different at the 0.05 level ( $P<.05$ )

NS: No significant difference exists between groups

S: Superbond C&amp;B, P: Panavia F

One-way-ANOVA &amp; Tukey's multiple comparison test

이의 마이크로캡이 관찰되며, 110  $\mu\text{m}$  알루미나로 sandblasting한 지르코니아 시편에서는 얇고 불규칙한 표면요철이 관찰되었다(Fig. 9). Superbond C&B 시멘트 그룹의 전자현미경 사진에서는 다수의

군에서 지르코니아 시편에 붙어 있는 레진 시멘트가 관찰되었으며(Fig. 10, 11, 12), Panavia F 시멘트 그룹에서는 세라믹과 레진 시멘트가 비교적 깨끗하게 분리되었다(Fig. 13, 14, 15).

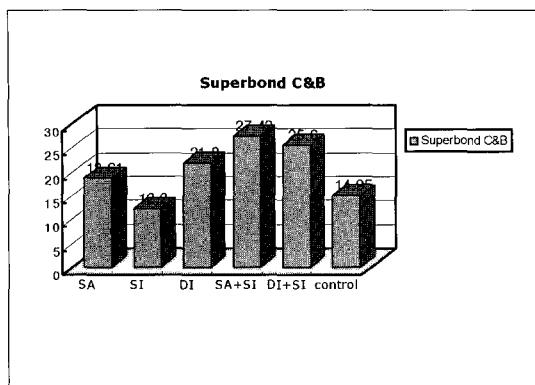


Fig. 6. Shear bond strengths of Superbond C&B group.

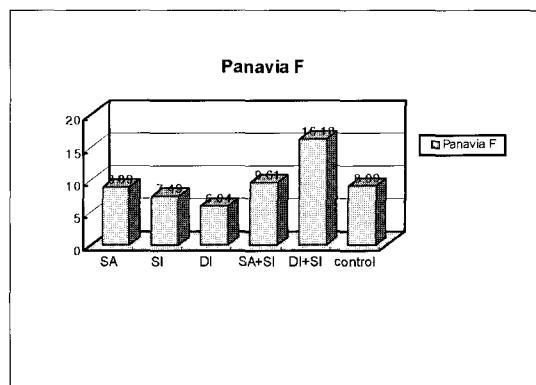


Fig. 7. Shear bond strengths of Panavia F group.

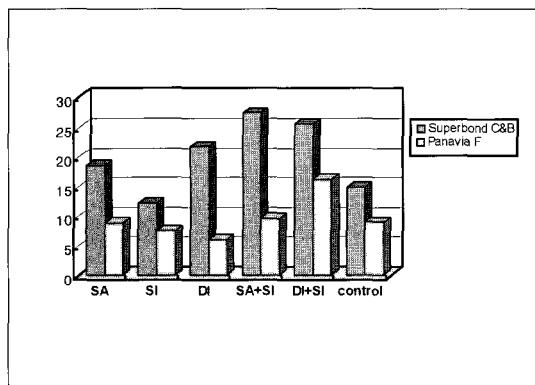


Fig. 8. Shear bond strengths of all test groups.

#### IV. 고 찰

치과 영역에서는 최근 심미성에 대한 요구증가로 인해 강한 부하를 받는 부위까지 세라믹으로 수복하려는 경향 때문에 지르코니아 도재의 응용범위가 점차 확대되고 있다. 특히, 치과 영역에서의 CAD-CAM을 이용한 보철물 제작시 정밀도와 편리성이 향상되어 이를 이용한 지르코니아 수복물이 점차 증가하는 추세이다.<sup>4)</sup>

지르코니아는 3가지 동소체를 갖는 다형(poly-morphic)의 재료로 외적으로 적용된 스트레스에 의해 정방정계의 상(tetragonal phase)에서 단사정의 상(monoclinic phase)으로 변형될 수 있으며, 상의 변형과 함께 3~5% 체적확장으로 인해 발생한 압축응

력이 균열을 막고 도재를 강화시킨다.<sup>2,20)</sup> 순수한 지르코니아는 실온에서 매우 불안정한 상태를 보이며, 이를 안정화시키기 위해 적당량의  $Y_2O_3$ 을 첨가하면 실온에서 준 안정화 상태를 유지하는 YPSZ (Yttrium-oxide-Partially-Stabilized-Zirconia ceramic)가 형성된다.<sup>4)</sup> 이러한 YPSZ는 최대 굽힘강도가 900~1200 MPa로 매우 크고 파괴인성 또한 높아 파절에 강하고 밀링 작업이 가능하기 때문에 CAD-CAM을 이용하여 보철물을 제작할 수 있다.<sup>1,2)</sup>

도재와 레진시멘트 사이의 접착 시 sandblasting을 적용하여 결합강도를 증진한다는 것은 잘 알려진 사실이며 이는 여러 연구를 통해 증명되었다.<sup>1,3,11)</sup> 그러나, Borges 등<sup>3)</sup>의 연구에 따르면 직경 50  $\mu m$  알루미나 입자로 sandblasting하였을 때 IPS Empress, IPS Empress II는 얇은 표면요철이 형성되지만, In-Ceram Alumina나 In-Ceram Zirconia는 표면 형태가 변하지 않는다고 하였으며, 이 연구를 위한 사전 실험에서도 50  $\mu m$  알루미나 입자를 이용하여 지르코니아 세라믹을 sandblasting 하였을 때 표면 형태 변화를 관찰할 수 없었다. Kern과 Wegner<sup>1)</sup>, Wegner와 Kern<sup>11)</sup>의 연구에서 지르코니아 세라믹을 110  $\mu m$  알루미나 입자를 이용하여 sandblasting 하였으며, 이 연구를 위한 사전 실험에서 110  $\mu m$  알루미나 입자로 sandblasting 하였을 때 표면 변화를 관찰할 수 있었기에 지르코니아 세라믹 표면처리에 110  $\mu m$  알루미나 입자를 사용하기로 하였다. Sandblasting시의 압력, 입자 크기, 입자 모양, 시간 등의 다양한 변수

들이 존재하며 이를 또한 sandblasting 결과에 영향을 미칠 것이다.<sup>21)</sup> 이 연구에서 SA군은 지르코니아 세라믹을 110  $\mu\text{m}$  알루미나 입자로 10 mm 떨어진 3 bar의 압력으로 13 초간 sandblasting 하였다. 이 후 sandblasting 처리한 지르코니아 세라믹 시편과 컴포지트 실린더를 Superbond C&B와 Panavia F를 이용하여 접착한 후 대조군과 비교하였다. Superbond C&B 시멘트 이용 시 SA군(18.6 MPa)이 대조군(15.0 MPa) 보다 결합강도가 높았으나 통계적으로 유의한 차이가 없었고( $P>.05$ ), Panavia F 이용 시 SA군(9.0 MPa)은 대조군과 같은 결합강도를 보였다. 따라서, sandblasting 단독 처리는 지르코니아 세라믹과 레진 시멘트 사이의 결합강도 증진에 도움을 주지 못하였으며, 강도가 높은 YPSZ는 sandblasting 적용 시 표면이 일부 변화되지만 금속에 비하여 제한된 수준의 요철이 형성되고 이는 레진 시멘트와의 안정적인 결합을 형성하는데 도움을 주지 못한다고 한 Kern과 Wegner<sup>11)</sup>, Wegner와 Kern<sup>11)</sup>의 연구와 일치하였다.

DI군에서는 지르코니아 세라믹 시편에 diamond bur를 이용하여 5방향으로 주행하는 스크래치를 형성하였다. 기존의 몇몇 연구에서 diamond bur scratch를 형성하여 실험하였으며, 일정한 선형의 스크래치는 지르코니아 세라믹과 레진 사이의 결합력 향상에 도움을 주지 못했다. 이 연구에서는 일정한 선형이 아닌 여러 방향으로 주행하는 스크래치를 형성하여 좀 더 나은 미세 기계적 결합을 얻어 보고자 하였다. Superbond C&B 시멘트 이용 시 DI군(21.8 MPa)이 대조군(15 MPa)보다 높은 결합강도를 보였으며 이들 사이에는 통계적으로 유의한 차이를 보였고( $P<.05$ ), Panavia F 시멘트를 이용한 경우에는 DI군(6 MPa)이 대조군보다 낮은 결합강도를 보였으나, 통계적으로 유의한 차이는 없었다( $P>.05$ ). 세라믹 표면을 diamond bur로 grinding한 경우에 sandblasting 처리한 경우보다 더 거친 표면이 형성되어 다소 높은 기계적 결합을 얻을 수 있었다. 그러나, 지르코니아 세라믹과 레진 시멘트간의 결합력에 대해 표면 거칠기가 미치는 영향은 레진시멘트의 종류에 따라 다르다 할 수 있다.

실리카를 포함하고 있는 도재는 불산 부식과 실란 처리가 Bis-GMA 레진시멘트와의 결합강도를 증가

시킨다. 그러나 지르코니아 세라믹의 경우 실리카를 포함하고 있지 않기 때문에 불산 부식에 의한 요철을 형성할 수 없다. 실란 결합은 세라믹 표면에 있는 실리카를 매개로 하기 때문에 실리카가 없는 지르코니아 세라믹에서는 레진 시멘트와의 결합력 증가에 아무런 도움이 되지 않는다.<sup>9,10)</sup> Kern과 Wegner<sup>11)</sup>는 Bis-GMA 레진 시멘트와 지르코니아 세라믹 접착 시 실란 처리 전에 실리카 코팅이 필요하다고 하였다.

PyrosilPen-Technology는 1984년에 개발된 Silicoater Technology에 기초를 두고 있다.<sup>14,15)</sup> Silicoater는 금속이나 세라믹에 불꽃 처리하는 기공실 장비로 연료가스는 대기산소와 부탄, 테트라에톡시 실란이며, 불꽃 처리한 물체 표면이 SiOx-C 층으로 덮이게 된다. 이 층은 매우 얇고 (~0.1  $\mu\text{m}$ ), 유리와 같은 성질을 갖으며, 3-메타아크릴로프로필 트리메톡시 실란으로 실란처리 할 수 있으며, 아크릴릭이나 메타아크릴릭 그룹과 중합할 수 있다. 그러나, Silicoater-Technology는 다소 복잡하고, 비싸며, 조작이 어렵고, 진료실내에서 적용할 수 없다. Silicoater-Technology의 발명가 중의 한 사람인 Tiler가 이 기술을 계속 개발하고 최적화하여 Pyrosil-Pen을 개발하였다. Janda 등<sup>5)</sup>은 Pyrosil-Pen을 이용한 연구에서 도재와 접착용 컴포지트 사이의 좋은 결합력을 얻기 위한 최적의 처리시간을 5 s/cm<sup>2</sup>이라고 하였다.

이 연구에서는 표면처리 하지 않은 지르코니아 세라믹, sandblasting 처리한 시편, diamond bur scratch 형성한 시편을 각각 Silano-Pen(Bredent, Germany)을 이용하여 5 s/cm<sup>2</sup> 씩 불꽃처리 한 후, Superbond C&B와 Panavia F 부속 실란 용액으로 실란 처리 하였다. Superbond C&B 시멘트 이용 시 Silano-Pen 단독 처리한 경우(18.6 MPa) 대조군(15 MPa)에 비해 높은 결합강도를 보였으나, 통계적으로 유의한 차이는 없었다( $P>.05$ ). 그러나, sandblasting(27.4 MPa)하거나 diamond bur scratch(21.8 MPa)을 형성하여 표면 처리한 후 Silano-Pen 처리한 경우에는 대조군에 비해 높은 결합 강도를 보였으며, 통계적으로도 유의한 차이를 보였다( $P<.05$ ). 이는 Pyrosil-Pen 단독 처리만으로는 최적의 결합력을 얻지 못하며 불꽃처리 전에 미세 기계결합 형성을 위한 표면처리가 필요할 것이라고 한 Janda 등<sup>5)</sup>의

결과와도 일치하는 것이다.

Superbond C&B와 Panavia F 시멘트 사이의 결합력을 비교해 보았을 때 모든 실험군에서 Superbond C&B 시멘트 그룹의 값이 커졌으며, 이들 값 사이에는 통계적으로 유의한 차이를 보였다( $P<.05$ ). 이것은 Superbond C&B 내에 포함된 4-META 성분의 모노머 확산 능력과 강력한 결합력 때문일 것으로 보여지며, 이와 함께 자가 중합형인 Superbond C&B와는 달리 이원 중합 방식인 Panavia F의 광중합 시, 레진 시멘트의 중합 수축으로 인한 응력이 지르코니아와 Panavia F 사이의 결합을 저해하는 방향으로 작용하였을 것이라 생각 된다.<sup>21,22)</sup>

Superbond C&B 시멘트를 이용하여 지르코니아 세라믹을 접착할 때에는 diamond bur로 스크래치(21.8 MPa)를 형성하거나, diamond bur scratch 형성 후 Silano-Pen 처리(25.6 MPa), 또는 110  $\mu\text{m}$  알루미나 입자를 이용한 sandblasting 후 Silano-Pen 처리(27.4 MPa)가 결합력 증가에 도움을 준다. Diamond bur scratch를 형성하는 경우에 미세 기계 결합을 제공하여 Superbond C&B의 결합력을 증가시켰다. 그러나, Silano-Pen을 이용하여 실리시움층을 형성하려 할 때에는 sandblasting 처리하는 경우가 더욱 균일하고 안정된 층을 형성할 수 있어 더 높은 결합력을 보였으리라 생각된다.

이 연구에서는 지르코니아 세라믹을 표면처리 한 후 레진 시멘트와의 결합강도를 측정하였다. 이 연구 결과에 한정할 때 지르코니아 세라믹 접착 시 sandblasting 후 Silano-Pen 처리하고 Superbond C&B로 접착하면 좋은 결합력을 얻을 수 있을 것이라 생각한다. 그러나, 실제 임상에서는 이 실험에서 고려하지 못한 다양한 요인들이 영향을 미칠 것이다. 따라서 앞으로 이와 관련된 보다 다양한 표면처리 방법 및 레진 시멘트를 사용한 연구가 필요하리라 생각한다.

## V. 결 론

지르코니아 세라믹의 표면처리 방법이 레진 시멘트와의 결합강도에 미치는 알아보고 각각의 경우 세라믹의 미세구조변화를 관찰하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 모든 실험군에서 Panavia F군에 비해 Superbond C&B군이 높은 결합강도를 보였다( $P<.05$ ).
2. Superbond C&B 시멘트 이용 시 sandblasting<sup>o</sup>나 Silano-Pen 단독 처리는 별다른 효과를 나타내지 못했으며, diamond bur scratch, sandblasting 후 Silano-Pen, diamond bur scratch 형성 후 Silano-Pen 처리한 경우에는 높은 결합강도를 보였다. 이 중 sandblasting 후 Silano-Pen 처리한 군이 가장 높은 결합강도를 보였다.
3. 이 실험에 한정된 표면처리 방법 중 지르코니아 세라믹을 110  $\mu\text{m}$  알루미나 입자로 3 bar의 압력으로 13 초간 sandblasting한 후, Silano-Pen으로 5 s/ $\text{cm}^2$ 간 처리하여 silicoating하고 Porcelain Liner M으로 실란 처리하여 Superbond C&B 시멘트로 접착하였을 때 가장 높은 결합강도를 보였다.

## 참고문헌

1. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: Adhesion methods and their durability. Dent Mater 1998;14:64-71.
2. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. Dent Mater 1999;15:426-433.
3. Borges GA, Sophr AM, de Goes MF, Sobrinho LC, Chan DCN. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. J Prosthet Dent 2003;89:479-488.
4. Park JH, Hwang JW, Shin SW. The study of flexural strength of various zirconia ceramics. J Korean Acad Prosthodont 2004;42:142-152.
5. Janda R, Roulet JF, Wulf M, Tiller HJ. A new adhesive technology for all-ceramics. Dent Mater 2003;19:567-573.
6. Matsumura H, Kato H, Atsuta M. Shear bond strength to feldspathic porcelain of two luting cements in combination with three

- surface treatments. *J Prosthet Dent* 1997; 78:511-517.
7. Kato H, Matsumura H, Tanaka T, Atsuta M. Bond strength and durability of porcelain bonding systems. *J Prosthet Dent* 1996;75:163-168.
  8. Aida M, Hayakawa T, Mizukawa K. Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions. *J Prosthet Dent* 1995;73:464-470.
  9. Ozcan M, Valittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater* 2003;19:725-731.
  10. Derand P, Derand T. Bond Strength of luting cements to zirconium oxide ceramics. *Int J Prosthodont* 2000;13:131-135.
  11. Wegner SM, Kern M. Long-term resin bond strength to zirconia ceramic. *J Adhes Dent* 2000;2:139-147.
  12. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: A review of the literature. *J Prosthet Dent* 2003;89:268-274.
  13. Sadan A, Kern M, Blatz MB. Adhesive cementation of high-strength ceramic restoration: Clinical and laboratory guidelines. *Quintessence Dent Technol* 2003;47-55.
  14. Hummel SK, Pace LL, Marker VA. A comparison of two silicoating techniques. *J Prosthodont* 1994;3:108-113.
  15. Mazurat RD, Pesun S. Resin-metal bonding systems: A review of the silicoating and Kevloc systems. *J Can Dent Assoc* 1998; 64:503-507.
  16. Kern M, Simon MHP, Strub JR. Clinical evaluation of all-ceramic zirconia posts. A pilot study. *J Dent Res* 1997;76:293.
  17. Blatz MB, Sadan A, Martin J, Lang B. *In vitro* evaluation of shear bond strengths of resin to densely-sintered high-purity zirconium-oxide ceramic after long-term storage and thermal cycling. *J Prosthet Dent* 2004;91:356-362.
  18. Mandani M, Chu FCS, McDonald AV, Smales RJ. Effects of surface treatments on shear bond strengths between a resin cement and an alumina core. *J Prosthet Dent* 2000;83:644-647.
  19. Kim KN, Kim GH, Kim HI, Park YJ, Bae TS, Lim HN, et al. Dental materials. 1st ed. Koonja publishing Inc., 1995, pp.45-46.
  20. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater* 2004;20:449-456.
  21. Kim CH, Jeon YC, Jung CM, Lim JS. Effect of surface treatments of zirconia ceramic on the bond strength of resin cements. *J Korean Acad Prosthodont* 2004;42:386-395.
  22. Kato H, Matsumura H, Ide T, Atsuta M. Improved bonding of adhesive resin to sintered porcelain with the combination of acid etching and a two-liquid silane conditioner. *J Oral Rehabil* 2001;28:102-108.

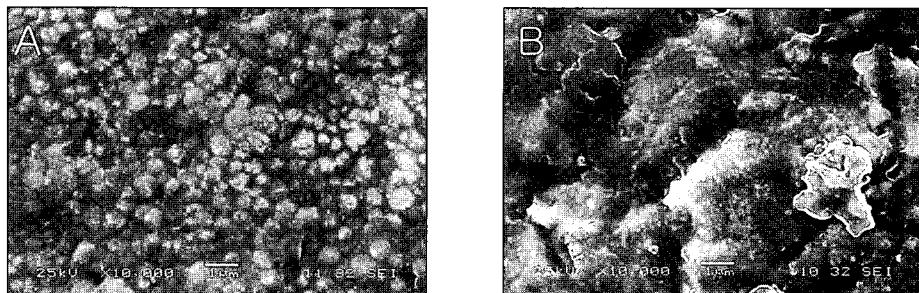
---

**Reprint request to:**

**Kwang-Yeob Song, D.D.S., M.S.D., Ph.D.**

Department of Prosthodontics, School of Dentistry, Chonbuk National University  
664-14 Dukjin-Dong, Dukjin-Gu, Jeonju, 561-756, Korea  
[skydent@moak.chonbuk.ac.kr](mailto:skydent@moak.chonbuk.ac.kr)

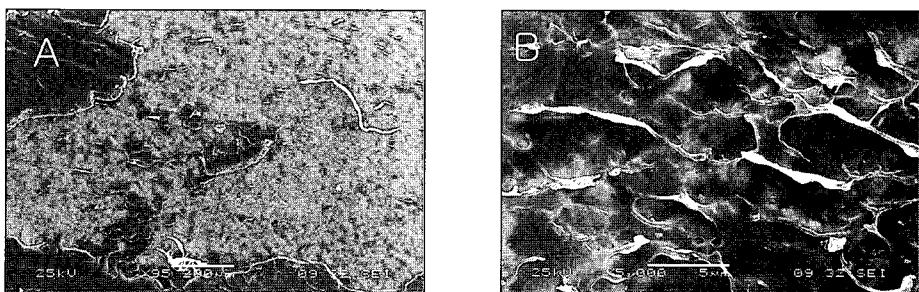
## FIGURES ①



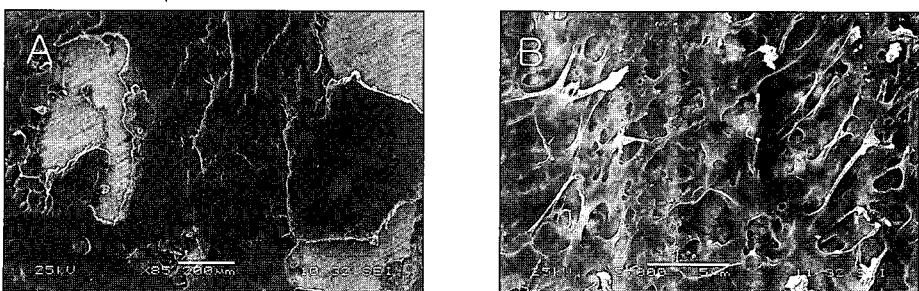
**Fig. 9.** SEM pictures of Zirconia ceramic (magnification  $\times 10,000$ ).  
A, as received. B, airborne particle abrasion with  $110\mu\text{m}$  alumina



**Fig. 10.** SEM pictures of DI group of Superbond C&B.  
A: Original magnification  $\times 85$ . B: Original magnification  $\times 5,000$ .

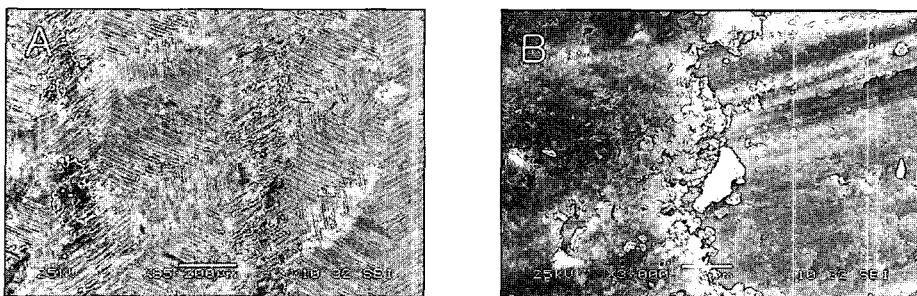


**Fig. 11.** SEM pictures of SA+SI group of Superbond C&B.  
A: Original magnification  $\times 95$ . B: Original magnification  $\times 5,000$ .

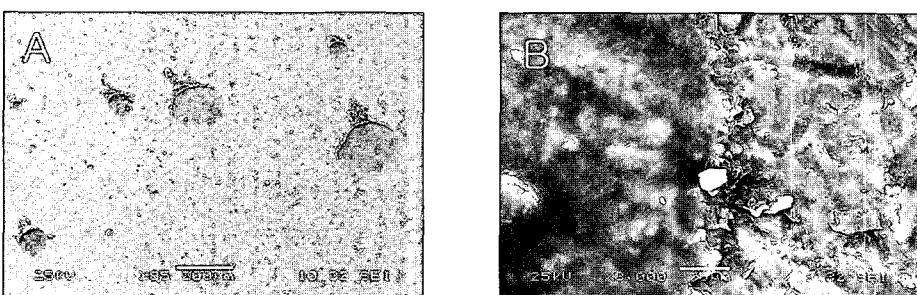


**Fig. 12.** SEM pictures of DI+SI group of Superbond C&B.  
A: Original magnification  $\times 85$ . B: Original magnification  $\times 5,000$ .

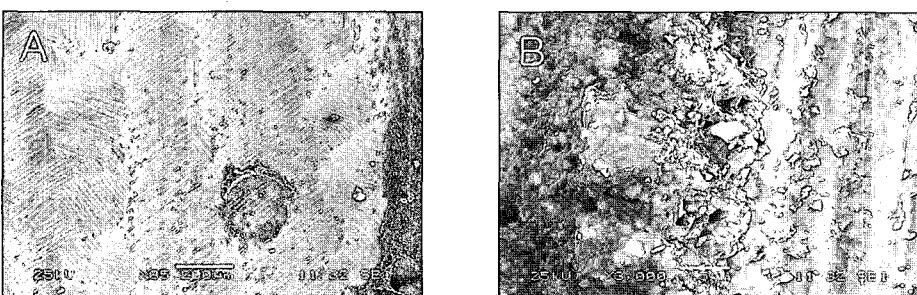
## FIGURES ②



**Fig. 13.** SEM pictures of DI group of Panavia F.  
A: Original magnification  $\times 85$ . B: Original magnification  $\times 3,000$ .



**Fig. 14.** SEM pictures of DI+SI group of Panavia F.  
A: Original magnification  $\times 85$ . B: Original magnification  $\times 3,000$ .



**Fig. 15.** SEM pictures of SA+SI group of Panavia F.  
A: Original magnification  $\times 85$ . B: Original magnification  $\times 3,000$ .

## ABSTRACT

# BOND STRENGTH OF RESIN CEMENTS TO ZIRCONIA CERAMIC

Mun-Suk Chang, D.D.S., Ji-Hye Kim, D.D.S., M.S.D.

Suck-Kyu Cho, D.D.S., M.S.D., Won-Mi Bok, D.D.S., M.S.D.

Kwang-Yeob Song, D.D.S., M.S.D., Ph.D., Ju-Mi Park, D.D.S., M.S.D., Ph.D.

*Department of Prosthodontics, School of Dentistry, Chonbuk National University*

**Statement of problem:** Although zirconium oxide ceramics are more and more commonly used in restorative dentistry, for many clinical applications only limited data can be found in the literature. However, it is quite clear that hydrofluoric acid etching is impossible with zirconia ceramics. Therefore, other bonding techniques are required in order to lute these materials adhesively.

**Purpose:** The purpose of this study was to evaluate the effects of surface treatments on shear bond strengths between two resin cements and a zirconia ceramic.

**Materials and methods:** Experimental industrially manufactured yttrium–oxide –part ialy–stabilized zirconia ceramic discs (Adens, Korea) were used for this study. The ceramic specimens divided into five experimental groups and a control group (as received). Five surface treatments were studied. 1) sandblasting with 110  $\mu\text{m}$  Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> at 3 bars pressure 13 seconds at a distance of 10 mm, 2) flame–treated with the Silano–Pen for 5 s/cm<sup>2</sup>, 3) grinding with a diamond bur, 4) sandblasting + Silano–Pen treatment, 5) diamond bur preparation + Silano–Pen treatment. Acrylic plastic tube (5 mm in height and 3 mm in diameter) were filled with composite to fabricate composite cylinders. The composite cylinders were bonded to the ceramic specimens with either Superbond C&B or Panavia F resin luting agents. All cemented specimens were tested under shear loading until fracture on universal testing machine at a crosshead speed 1mm/min: the maximum load at fracture was recorded. Shear bond strength data were analyzed with oneway analysis of variance and Tukey HSD tests ( $P<.05$ ). Treated ceramic surfaces and fracture surfaces after shear testing were examined morphologically using scanning electron microscope.

**Results:** Ceramic surface treatment with Silano–Pen after sandblasting improved the bond strength of Superbond C&B resin cement. Superbond C&B resin cement at Silano–Pen after sandblasting( $27.4 \pm 3.8$  MPa) showed statistically higher shear bond strength than the others.

**Conclusion:** Within the limitation of this study, Superbond C&B resin cement are suitable for cementation of zirconia ceramics and flame–treated with the Silano–Pen after sandblasting is required to enhance the bond strength.

---

**Key words :** Zirconia ceramics, Pyrosil–Pen, Shear bond strength, Sandblasting