

# 샌드블라스팅과 프라이머가 지르코니아와 레진시멘트의 전단결합강도에 미치는 영향

이정행 · 김형섭 · 배아란 · 우이형\*

경희대학교 치과대학 치과보철학교실

**연구 목적:** 최근 지르코니아가 전부도재관의 코어로 많이 사용되고 있다. 지르코니아와 레진 시멘트의 결합 강도를 높이기 위한 기계적, 화학적인 표면 처리 방법들이 연구되고 있다. 이 연구에서 여러 표면 처리 방법에 따른 지르코니아와 레진 시멘트의 전단결합강도를 알아보고자 한다.

**연구 재료 및 방법:** 80개의 지르코니아 (Lava, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) 시편과 80개의 지르코니아/알루미나 복합체 (Zirace, Acucera Co Inc, Korea) 시편을 디스크형태로 제작하여 에폭시레진에 매립하였다. 이들을 각각 4개의 군으로 나누어 50  $\mu\text{m}$  Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sandblasting, 110  $\mu\text{m}$  Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sandblasting, 50  $\mu\text{m}$  Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sandblasting과 프라이머 (Z-PRIME Plus, Bisco Inc, Schaumburg, IL, USA) 사용, 110  $\mu\text{m}$  Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sandblasting과 프라이머 (Z-PRIME Plus) 사용 군으로 나누었다. 표면 처리한 지르코니아 표면에 2가지 레진 시멘 (Calibra, Panavia F) 으로 접착하였다. 그 후 증류수 (37°C)에 24시간 보관 후 전단 결합 강도 실험을 시행하였고, SEM을 사용하여 표면 처리한 표면과 전단강도 실험 후 파절양상을 관찰하였다.

**결과:** ANOVA분석에 따르면, 두 가지 종류의 시편 모두에서, 프라이머 (Z-PRIME Plus)를 사용하여 표면 처리한 군들이 전단 결합 강도가 높았다 ( $P < .05$ ).

**결론:** 기계적 결합 강도와 함께 새로운 프라이머를 사용하는 것이 지르코니아와 레진 시멘트의 접착 강도를 증가시킨다. (대한치과보철학회지 2011;49:49-56)

**주요단어:** 지르코니아, 표면처리, 프라이머, 레진시멘트, 전단결합강도

## 서론

최근 몇 년간 환자들의 심미적 요구의 증가와 도재시스템의 개발로 전부도재 보철물의 사용이 증가하고 있으며, 적합한 기계적 성질을 가지기 위하여 여러 도재시스템이 개발되었다.<sup>1</sup>

지르코니아는 최근 전부도재관의 코어물질로 많이 사용되는 물질 중에 하나이다. 지르코니아는 높은 굽힘 강도 (> 1000 MPa)를 가지며, 적절한 광학적 성질, 마모저항성, 생체 친화성 및 높은 파괴인성을 가진 재료이다.<sup>2,3</sup> CAD/CAM 기술로 지르코니아 수복물들은 정확도가 높아지고, 가공하기 쉬어져 전치 및 구치부 도재 고정성 보철물, 포스트, 임플란트 지대주, 임플란트 몸체, 교정용 브라켓 등에 사용되고 있다.<sup>3,8</sup>

지르코니아는 상온에서 정방정상으로 안정화되도록 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 첨가물로 함유하고 있다. “상변이 (transformation toughening)”는 지르코니아의 특징으로 응력에 의한 균열이 발생시 정방정상의 입자가 단사정상의 입자로 상변이하여 균열의 진행을 막는다.<sup>9</sup> 또한 지르코니아는 silica가 없고, 높은 산 저항성으로 인해 레진 시멘트로 접착이 힘들다는 특징이 있다. 지르코니아를 사용한 전부도재 수복물의 경우 통상적인 치과용 시멘트를 사용할 수 있지만, 보철물에서 레진 시멘트의 사용은 유지력 증가, 변연 적합성, 파절 저항성을 증진시킬 수 있어 추천된다.<sup>2</sup> 위와 같은 이유로 안정적인 지르코니아와 레진시멘트의 결합을 위해서

는 기계적 처리방법과 화학적 결합방법이 연구되어 왔다.

여러 연구에서 기계적 처리방법인 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입자를 이용한 sandblasting은 지르코니아와 레진시멘트간의 결합 강도를 증가시켰다.<sup>10</sup> 그러나 최근 기계적 처리에 의한 지르코니아의 균열발생에 대한 가능성들이 보고되고 있다.<sup>11,12</sup>

화학적 결합방법으로도 많은 연구가 있었다. 지르코니아는 silica-based 도재와 달리 불산이나 silane agent에 의한 처리가 효과가 없다. 여러 연구에서 sandblasting과 함께 phosphate ester monomer인 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (10-MDP)를 포함하는 프라이머나 레진 시멘트의 사용을 제안하였다.<sup>13-17</sup> 이는 MDP의 phosphate ester group이 지르코니아/금속 산화층에 직접적으로 결합을 하여 높은 결합 강도를 나타내기 때문이다. 다른 연구에서는 지르코니아/금속 산화층과 화학적으로 결합하는 다른 산성 monomer인 4-methacryloxyethyl trimellitic anhydride (4-META), thiophosphoric acid methacrylate (MEPS)을 제안하였다.<sup>18</sup> 새로운 프라이머 (Z-PRIME Plus, Bisco Inc, Schaumburg, IL, USA)는 organophosphate와 carboxylic acid monomer의 혼합물로 이루어져 있다.

본 연구에서는 기계적 처리방법과 화학적 결합 방법을 시행한 후 지르코니아와 레진시멘트를 접착하여 전단결합강도를 측정하였다. 이를 통해 어떠한 표면 처리방법이 지르코니아와 레진시멘트의 접착을 향상시킬 수 있는지 알아보고자 하였다.

\*교신저자: 우이형

130-701 서울 동대문구 회기동 1 경희대학교 치과대학 치과보철학교실 02-958-9340; e-mail, yhwu@khu.ac.kr

원고접수일: 2010년 12월 9일 / 원고최종수정일: 2010년 12월 15일 / 원고채택일: 2011년 1월 8일

## 연구 재료 및 방법

### 1. 연구 재료

본 연구에서 사용한 재료는 Table 1에 나타내었다. 시편으로는 Y-TZP인 지르코니아 (Lava, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA)와 지르코니아/알루미나 복합체 (Zirace, Acucera Co. Inc, Korea)를 사용하였고, 레진시멘트로는 Bis-GMA계열의 레진시멘트인 Calibra (Dentsply DeTrey, Konstanz, Germany)와 MDP가 함유된 Panavia F 2.0 (Kuraray Medical Inc, Okayama, Japan)를 사용하였다. Organophosphate와 carboxylic acid monomer로 구성된 프라이머 (Z-PRIME Plus, Bisco Inc, Schaumburg, IL, USA)를 사용하였다.

### 2. 실험 방법

#### 1) 지르코니아 시편 제작 및 에폭시레진 실린더 제작

부분소결된 지르코니아 실린더 (Lava, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA)를 low-speed cutting saw (Isomet, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA)를 사용하여 주수하에 두께 3 mm로 자르고, 제조사의 지시대로 완전 소결하여, 직경 20 mm, 두께 약 2 mm의 지르코니아 디스크 80개를 제작하였다. 지르코니아/알루미나 복합체 (Zirace, Acucera co Inc, Korea)는 제조사에서 직경 20 mm 두께 2 mm의 원기둥 형태로 80개를 제작하였다.

제작된 지르코니아 디스크를 직경 25 mm, 높이 15 mm의 주형 중앙에 접착면이 바닥을 향하도록 하고, epoxy resin을 부어 24시간 중합하도록 하였다. 중합 후 수주 하에서 600번과 1200번 SiC 연마지를 사용하여 연마하였다.

#### 2) 표면처리 및 접착

160개의 지르코니아 시편은 지르코니아, 기계적 표면처리, 프라이머의 사용유무, 사용한 레진시멘트에 따라 16개의 군으로 나누었다 (N=160, n=10/군). 실험군은 Table 2로 나타내었다.

지르코니아 시편 80개 (제조사별 40개)를 RONDOflex (KaVo, Lake Zurich, Ill, Germany)를 이용하여 2.5 bar의 압력으로 10 mm거리에서 수직으로 15초간 50  $\mu$ m Alumina oxide (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)입자로 sandblasting 하였고, 나머지는 2.5 bar의 압력으로 10 mm거리에서 수직으로 15초간 110  $\mu$ m Alumina oxide (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)입자로 sandblasting 하였다. Sandblasting후 초음파 세척기상에서 96% isopropyl alcohol로 3분동안 세척 후 air-water 시린지로 건조하였다.

프라이머 (Z-PRIME Plus, Bisco Inc, Schaumburg, IL, USA)를 사용한 군에서는 제조사의 지시대로 2회 도포후 5초간 air-water 시린지로 건조하였다.

레진 시멘트는 두 종류를 사용하였다. 통상적인 레진시멘트인 Calibra (Dentsply DeTrey, Konstanz, Germany)와 MDP가 함유된 Panavia F 2.0 (Kuraray Medical Inc, Okayama, Japan)를 사용하였다. Calibra는 제조사의 지시대로 혼합하여 사용하였고, Panavia F 2.0은 ED primer (Kuraray Medical Inc, Okayama, Japan) A와 B를 혼합하여 브러쉬로 도포한 다음 30초후에 시멘트를 혼합하여 사용하고, 3분간 Oxyguard II를 도포하였다. Panavia에서 프라이머 적용한 군에서는 ED primer는 사용하지 않았다.

각 시멘트는 플라스틱 지그 (Ultradent Jig)를 사용하여 직경 2 mm, 높이 3 mm로 지르코니아 접착면에 적용된 후 세 방향에서 20초씩 광중합 하였고, 지그 제거 후 추가로 20초간 광중합 하였다.

#### 3) 전단결합강도 측정

제작된 모든 지르코니아 시편은 24시간동안 37°C 증류수에 보관후 Universal testing machine (EZ Tester, Shimadzu, Japan)을 사용하여 crosshead speed 1 mm/min으로 접착 실패시 까지 최대하중으로 전단결합강도를 측정하였다.

#### 4) 주사전자현미경 관찰

Sandblasting 후의 지르코니아 표면과 접착실패후의 파절양상을 30 nm gold-palladium alloy sputter-coating하여 주사전자현미

**Table 1.** Experimental materials

Materials	Brand	Product	Manufacturer
Zirconia	Lava	ZrO <sub>2</sub> (97 %), Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (3 %)	3M ESPE, St. Paul, MN, USA
	Zirace	ZrO <sub>2</sub> (70.7 %), Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (7.6%), Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (7.5 %), Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (14.2%)	Acucera Co. Inc., Korea
Primer	Z-PRIME Plus	Biphenyl dimethacrylate, Hydroxyethyl methacrylate, ethanol	Bisco Inc, Schaumburg, IL, USA
Resin cement	Calibra	Barium boron fluoroaluminosilicate glass, Bis-GMA, Dimethacrylate resin, Silica, Titanium Dioxide	Dentsply DeTrey, Konstanz, Germany
	Panavia F 2.0	ED Primer; 10-MDP, HEMA, hydrophilic dimethacrylate, CQ, N,N-diethanol p-toluidine, water Cement paste: 10-MDP, bisphenol A polyethoxy dimethacrylate, hydrophobic & hydrophilic dimethacrylate, benzoyl peroxide, Silica, initiator, Diethanol-P-toluidine, sodium trisopropyl benzene sulfinate, silanated barium glass, silanated titanium oxide, sodium fluoride	Kuraray Medical Inc, Okayama, Japan

Bis-GMA: Bisphenol-A diglycidyl methacrylate, HEMA: 2-hydroxyethyl methacrylate, CQ: Camphoroquinone, 10-MDP: 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate.

**Table 2.** Experimental groups

Groups (n = 10)	Zirconia	Sandblasting	Primer (Z-prime plus)	Resin cement	
LC50	Lava	50 $\mu$ m	X	Calibra	
LP50			X	Panavia F	
LC50z			O	Calibra	
LP50z			O	Panavia F	
LC110			110 $\mu$ m	X	Calibra
LP110		X		Panavia F	
LC110z		O		Calibra	
LP110z		O		Panavia F	
ZC50		Zirace		50 $\mu$ m	X
ZP50			X		Panavia F
ZC50z	O		Calibra		
ZP50z	O		Panavia F		
ZC110	110 $\mu$ m		X		Calibra
ZP110			X	Panavia F	
ZC110z			O	Calibra	
ZP110z			O	Panavia F	

경 (S-4700, Hitachi, Japan)을 이용하여 관찰하였다. 파절양상은 지르코니아와 레진시멘트간에 파절된 접착성 실패, 레진시멘트 내에서 파절된 응집성 실패, 접착성 실패와 응집성 실패가 같이 일어난 혼합성 실패로 분류하였다.

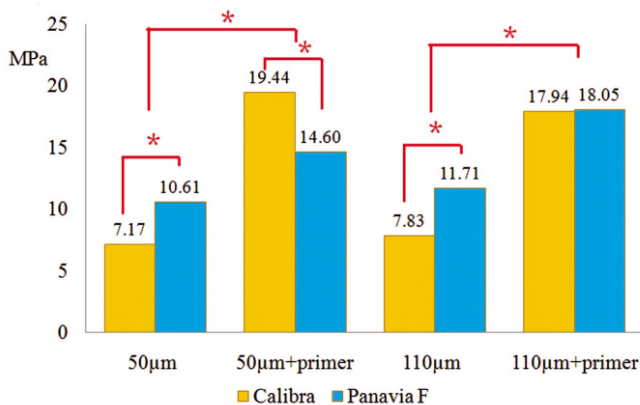
5) 통계분석

PASW Statistics 18.0 for Windows (SPSS Inc., USA)를 이용하여 one-way ANOVA 분석법과 two-way ANOVA 분석법을 사용하고, Tukey 다중범위 검증법을 이용하여 사후 검정하였다 ( $P = .05$ ).

결과

1. 전단결합강도

실험군들에 대한 전단결합강도의 평균과 표준편차를 Table 3



**Fig. 1.** Mean SBS values of groups using Lava (\*:  $P < .05$ ).

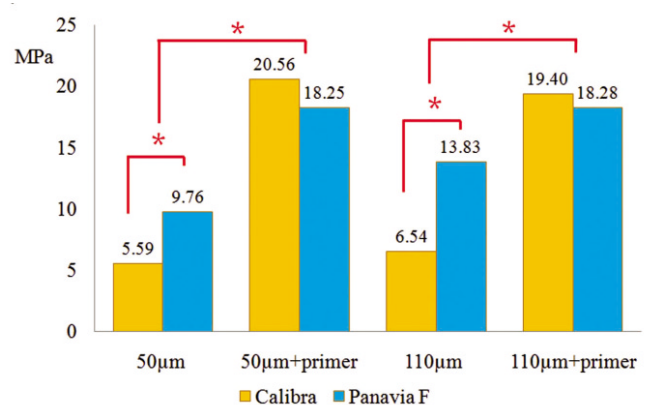
**Table 3.** Shear bond strength means in MPa (SD) by resin cement and surface treatment

	Lava			
	50 $\mu$ m	50 $\mu$ m + Z-prime plus	110 $\mu$ m	110 $\mu$ m + Z-prime plus
Calibra	7.17 (3.09)	19.44 (5.58)	7.83 (2.88)	17.94 (3.86)
Panavia F	10.61 (3.96)	14.60 (3.85)	11.71 (2.34)	18.05 (4.10)
Zirace				
Calibra	5.59 (2.20)	20.56 (3.78)	6.54 (2.44)	19.40 (5.06)
Panavia F	9.76 (3.75)A	18.25 (4.64)	13.83 (4.58)	18.28 (2.67)

에 나타내었다. 전단결합강도의 평균값을 도표로도 나타내었다 (Fig. 1 - 4). Two-way ANOVA 통계에 따르면, 프라이머 (Z-PRIME Plus)의 사용 유무에서 유의차가 존재하였으며 ( $P < .05$ ), 지르코니아, 기계적 표면처리, 레진시멘트와의 상호작용효과는 존재하지 않았다 ( $P > .05$ ). Fig. 1, 2는 각 지르코니아 (Lava, Zirace)에서 표면처리별 레진시멘트간의 차이를 보이는 것으로, sandblasting만 시행한 군들의 비교에서는 같은 크기의 sandblasting시 레진시멘트간의 유의차가 존재하였고 ( $P < .05$ ), 프라이머 사용군들의 비교에서는 LC50z와 LP50z군에만 레진시멘트에 의한 유의차가 있었고 ( $P < .05$ ), 같은 표면처리를 시행한 군의 비교에서 레진시멘트간의 유의차가 없었다 ( $P > .05$ ). Fig. 3, 4는 각 레진시멘트별로 같은 표면처리를 시행한 두 지르코니아군을 비교한 것으로, 사용된 지르코니아 (Lava, Zirace)들의 같은 표면처리시행한 군의 비교에서는 모두 유의차가 없었다 ( $P > .05$ ).

2. 접착 실패 후 파절양상

실험군들의 파절양상의 비율은 Table 4에 나타내었다. 기계적 표면처리만 시행시에 Calibra resin cement의 경우 모두 접착성 실패양상을 보였고, Panavia F의 경우 접착성과 혼합성 실패양상이 함께 나타나는 모습이었고, 프라이머 사용시에는 모두 혼합성 실패양상을 보였다.



**Fig. 2.** Mean SBS values of groups using Zirace (\*:  $P < .05$ ).

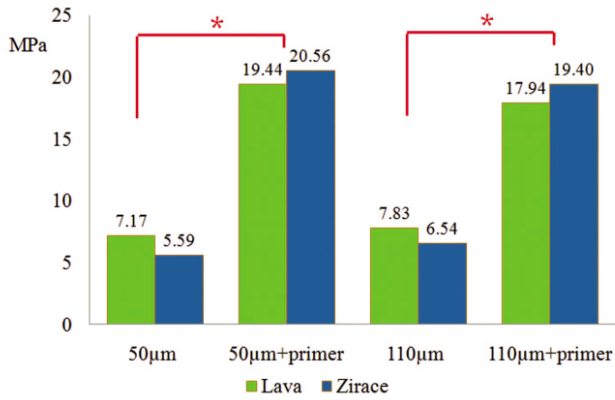


Fig. 3. Mean SBS values of groups using Calibra (\*:  $P < .05$ ).

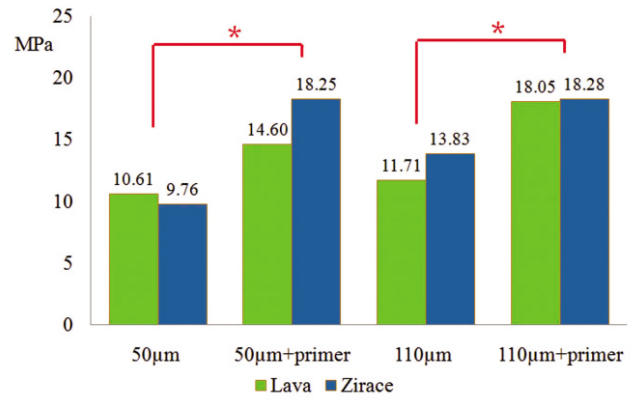


Fig. 4. Mean SBS values of groups using Panavia F (\*:  $P < .05$ ).

Table 4. Failure mode after SBS testing

	Lava							
	LC50	LC110	LP50	LP110	LC50Z	LC110Z	LP50Z	LP110Z
Adhesive	100 %	100 %	40 %	10 %	0 %	0 %	0 %	0 %
Cohesive	0 %	0 %	0 %	0 %	0 %	0 %	0 %	0 %
Mixed	0 %	0 %	60 %	90 %	100 %	100 %	100 %	100 %
	Zirace							
	ZC50	ZC110	ZP50	ZP110	ZC50Z	ZC110Z	ZP50Z	ZP110Z
Adhesive	100 %	100 %	50 %	30 %	0 %	0 %	0 %	0 %
Cohesive	0 %	0 %	0 %	0 %	0 %	0 %	0 %	0 %
Mixed	0 %	0 %	50 %	70 %	100 %	100 %	100 %	100 %

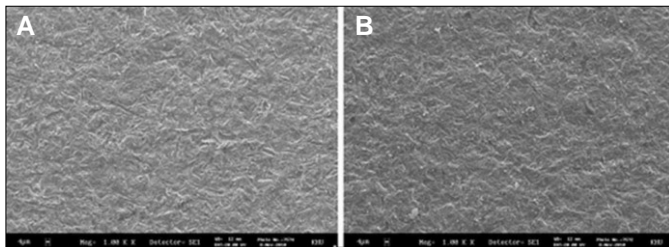


Fig. 5. SEM image of Lava after sandblasting (magnification  $\times 1,000$ ). The roughness of the surface is suitable for the mechanical interlocking between zirconia and resin cement. A: 50 µm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sandblasting, B: 110 µm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sandblasting.

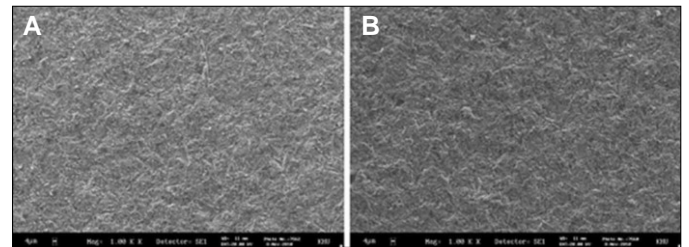


Fig. 6. SEM image of Zirace after sandblasting (magnification  $\times 1000$ ). The pattern morphology is similar between 50 µm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sandblasting (A) and 110 µm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sandblasting (B). A: 50 µm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sandblasting, B: 110 µm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sandblasting.

### 3. 주사전자현미경관찰

Sandblasting 후의 지르코니아 표면 모습이다 (Fig. 5, 6). 110 µm alumina oxide 처리 군이 50 µm alumina oxide 처리 군의 표면보다 좀 더 깊은 굴곡이 보인다. 파절후의 파절양상의 모습은 Fig. 7에 나타내었다.

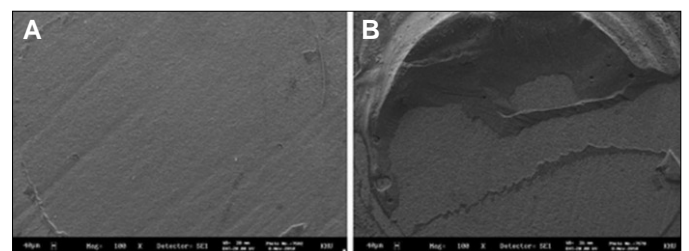


Fig. 7. SEM image of failure mode (magnification  $\times 100$ ). A: Adhesive failure mode, B: Mixed failure mode.

## 고찰

이 연구의 목적은 지르코니아와 레진시멘트의 접착강도를 증가시키기 위하여 기계적, 화학적 표면처리를 시행한 후 레진시멘트를 접착한 후 전단결합강도를 측정하는 것이다 (Table 1).

지르코니아는 일반적인 도재재료와는 달리 실리카성분이 포함되지 않았다. 그리하여 기존의 도재재료와는 다른 접착방법이 계속적으로 연구되고 있다. 임상적으로, 치아에 대한 레진시멘트의 사용이 수복물의 성공을 뜻하지는 않지만, 성공적인 레진시멘트의 접착은 수복물의 유지력과 변연적합성, 수복물과 치아의 파절저항성 등을 증가시킨다.<sup>2</sup> 이러한 장점으로 볼 때 도재수복물은 레진접착을 하는 것이 좋다고 결론지을 수 있다.<sup>9</sup>

기존 도재에서는 도재표면의 silica와 반응하는 silane agent를 사용하는 것이 레진시멘트의 접착력을 증가시킨다고 연구되었다.<sup>19</sup> 하지만, 지르코니아 (Y-TZP)의 경우 실리카가 포함되어 있지 않기 때문에, 기존의 silane agent를 사용하는 방법은 효과가 없다. 그래서 tribochemical silica coating system (Rocatec, 3M ESPE)을 사용하여 silane agent를 지르코니아 표면에 고정시키는 연구들이 이루어졌다.<sup>20</sup> 이 시스템을 silane과 같이 사용하였을 때 높은 초기 접착결과를 보였지만, 장기적으로는 siloxane bond의 hydrolytic degradation에 의한 접착면의 안정성에 영향을 미치는 것으로 밝혀졌다.<sup>21,23</sup> 게다가 Rocatec 처리에 의한 지르코니아 표면에 남는 silica의 양도 접착에는 부족하고 지속적이지 않다고 하였다.<sup>23</sup>

Alumina Oxide를 사용한 sandblasting은 고강도 도재의 표면 거칠기를 만드는 가장 효과적 방법으로 연구되었다.<sup>22,24</sup> 지르코니아에 sandblasting하는 것은 표면에너지, 접착을 위한 표면적, 젖음성 등을 향상시키는 것으로 밝혀졌다.<sup>14,25</sup>

하지만 지르코니아 (Y-TZP)에서 sandblasting은 정방정상에서 단사정상으로의 상변이를 일으킨다. 이러한 상변이는 보통 굴곡강도를 증가시킨다.<sup>26-30</sup> 반면에 sandblasting에 의한 단사정상의 존재는 미세균열을 만들어서 지르코니아의 장기간의 안정성에 영향을 미친다.<sup>27,28,30</sup> 지르코니아는 “저온열화” 현상에 의해서도 이러한 상변이가 일어날 수 있다. 이에 대해서는 더 많은 연구가 필요하겠지만, 이러한 상변이를 방지하고, Y-TZP보다 더 높은 파괴인성을 가진 지르코니아/알루미나 복합체 (Zirace, Acucera co Inc, Korea)가 개발되어서, 이번 연구에서 실험재료로 사용하여 전단결합강도를 시험해보았다. Sandblasting처리와 프라이머의 사용에서 기존 Y-TZP와 유의차 없이 비슷한 결과를 보여주었다.

지르코니아에 대한 레진시멘트의 접착력을 향상시키기 위해 화학적으로 접착하는 방법도 연구되어왔다. 그리하여 최근에 추천되는 효과적인 접착방법은 sandblasting과 함께 MDP monomer가 함유된 레진시멘트를 사용하는 것이다.<sup>15,16,31,32</sup> MDP monomer는 metal oxide에 직접 접착한다.<sup>33,34</sup> 이는 지르코니아 표

면의 hydroxyl군과 MDP monomer의 hydroxyl군사이의 반응에 의할 것이다.<sup>35</sup> 이러한 MDP monomer의 효과는 sandblasting과 함께일 때 더 좋은 접착결과를 보인다. Panavia F는 MDP를 함유하고 있기 때문에 지르코니아 표면과 반응이 일어난다는 것을 이번 연구에서의 혼합성 실패양상을 보인 것으로도 확인할 수 있었다. Sandblasting과 MDP 함유 레진시멘트를 사용한 접착은 장기간의 접착에서도 좋은 결과를 보였다.<sup>210</sup> 다른 acidic monomer (4-META, MEPS, MAC-10, 6-MHPA)들도 연구되어왔고, 이들도 지르코니아 표면과 oxide군이 비슷한 반응을 보인다. 이번 실험에서 사용된 프라이머 (Z-PRIME Plus)는 oragnophosphate와 carboxylic acid monomer가 포함되어 있다. Oragnophosphate monomer는 레진시멘트의 monomer와 co-polymerize할 수 있는 metacrylate군이 있다.<sup>3</sup> 또한 phosphate군은 지르코니아 표면의 oxide와 접착할 것이다. 같이 포함된 carboxylic acid monomer도 접착을 도울 것이다.

본 연구에서도 기존 연구들에서처럼, sandblasting만 시행시에 Bis-GMA성분의 레진시멘트인 Calibra에 비해 MDP가 함유된 Panavia F를 사용한 경우 더 높은 전단결합강도 결과를 보여주었다. 그리고 프라이머를 사용한 군들에서는 Panavia F를 사용한 군들 보다 높은 전단결합강도 차이를 보였다. 이는 oragnophosphate/carboxylic acid monomer를 함유한 프라이머의 지르코니아에 대한 접착력이 뛰어나다는 것을 보여주었다. 프라이머 사용군들에서 sandblasting의 입자크기 차이는 전단결합강도결과에 영향이 없었다. 이는 지르코니아와 프라이머간의 접착실패가 아니라, 프라이머와 레진시멘트 표면사이의 접착실패일수도 있다고 생각되어진다. 비슷한 결과라면 적은 상변이를 일으키는 작은 입자를 사용한 sandblasting을 이용하는 것이 좋을 것이다.<sup>37</sup> 같은 프라이머 (Z-PRIME Plus)를 이용한 이전 연구에서 프라이머 사용시에 Calibra와 같은 Bis-GMA성분의 레진시멘트와 접착시에는 높은 전단결합강도를 보이고, MDP함유의 Panavia F로 시행시에는 상당히 낮은 전단결합강도를 보였다.<sup>36</sup> 하지만 이번 연구에서는 Lava를 사용하고, 50  $\mu$ m sandblasting만 시행한 경우에서만 두 레진시멘트간에 유의한 차이를 보였다. 이전 연구에서는 Bis-GMA의 metacrylate군이 프라이머의 metacrylate와 결합하기 때문에 그러한 결과가 있다고 설명했지만, 이번 연구에서는 그 차이를 보기 힘들었다. 이번연구와 이전의 연구로 미루어 봤을 때 프라이머 (Z-PRIME Plus)를 사용시에는 Bis-GMA성분의 레진시멘트를 사용하는 것이 더 안정적이라고 생각된다.

지르코니아의 접착력을 향상시키기 위해 다양한 기계적, 화학적처리 방법들이 계속 연구되고 있다. 치과영역에서 지르코니아는 계속적으로 영역이 확대되고 있기 때문에 지르코니아의 접착력의 향상은 앞으로 더 중요할 것이다. 접착력향상은 기계적, 화학적 처리방법이 함께 시행되어야 안정적이고, 장기적으로 성공적인 예후를 보일 것이다. 이번 연구에서 사용된 프라이머는 높은 결합강도를 보였지만, 장기간의 안정성, 지속성, 수분에 의한 약화 등을 알 수 없었다. 장기간의 수중보

관이나 thermocycling 등을 시행하여 결합강도가 어떻게 변화되는지 추가적인 연구가 필요하다고 생각된다.

## 결론

본 연구는 기계적표면처리와 화학적으로 접착하는 프라이머의 사용에 따른 지르코니아와 레진시멘트의 접착강도에 대하여 알아보고자 하였고 제한적이지만, 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. Sandblasting만 시행한 군에서 Calibra군보다 MDP함유한 Panavia F군이 전단결합강도가 높았다 ( $P < .05$ ).
2. 프라이머 (Z-Prime plus)를 처리한 군들이 sandblasting만 시행한 군들보다 전단결합강도가 높았다 ( $P < .05$ ).
3. Sandblasting만 시행한 군들은 접착성과 혼합성 실패양상이 나타났지만, 프라이머 (Z-PRIME Plus)로 처리한 경우에는 모두에서 혼합성 실패양상을 보였다.

## 참고문헌

1. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. J Prosthet Dent 2003;89:268-74.
2. Blatz MB, Chiche G, Holst S, Sadan A. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. Quintessence Int 2007;38:745-53.
3. Luthardt RG, Holzhueter M, Sandkuhl O, Herold V, Schnapp JD, Kuhlisch E, Walter M. Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics. J Dent Res 2002;81:487-91.
4. Luthardt R, Weber A, Rudolph H, Schöne C, Quaas S, Walter M. Design and production of dental prosthetic restorations: basic research on dental CAD/CAM technology. Int J Comput Dent 2002;5:165-76.
5. Kakehashi Y, Lüthy H, Naef R, Wohlwend A, Schärer P. A new all-ceramic post and core system: clinical, technical, and in vitro results. Int J Periodontics Restorative Dent 1998;18:586-93.
6. Meyenberg KH, Lüthy H, Schärer P. Zirconia posts: a new all-ceramic concept for nonvital abutment teeth. J Esthet Dent 1995;7:73-80.
7. Yildirim M, Fischer H, Marx R, Edelhoff D. In vivo fracture resistance of implant-supported all-ceramic restorations. J Prosthet Dent 2003;90:325-31.
8. Glauser R, Sailer I, Wohlwend A, Studer S, Schibli M, Schärer P. Experimental zirconia abutments for implant-supported single-tooth restorations in esthetically demanding regions: 4-year results of a prospective clinical study. Int J Prosthodont 2004;17:285-90.
9. Dérand P, Dérand T. Bond strength of luting cements to zirconium oxide ceramics. Int J Prosthodont 2000;13:131-5.
10. Özcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. Dent Mater 2003;19:725-31.
11. Zhang Y, Lawn BR, Malament KA, Van Thompson P, Rekow ED. Damage accumulation and fatigue life of particle-abraded ceramics. Int J Prosthodont 2006;19:442-8.
12. 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;71:381-6.
13. 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;23:45-50.
14. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. Dent Mater 1998;14:64-71.
15. 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;91:356-62.
16. Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. J Prosthet Dent 2006;95:430-6.
17. Tanaka R, Fujishima A, Shibata Y, Manabe A, Miyazaki T. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. J Dent Res 2008;87:666-70.
18. Tsuo Y, Yoshida K, Atsuta M. Effects of alumina-blasting and adhesive primers on bonding between resin luting agent and zirconia ceramics. Dent Mater J 2006;25:669-74.
19. Aida M, Hayakawa T, Mizukawa K. Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions. J Prosthet Dent 1995;73:464-70.
20. Lüthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. Dent Mater 2006;22:195-200.
21. Akgungor G, Sen D, Aydin M. Influence of different surface treatments on the short-term bond strength and durability between a zirconia post and a composite resin core material. J Prosthet Dent 2008;99:388-99.
22. Wegner SM, Kern M. Long-term resin bond strength to zirconia ceramic. J Adhes Dent 2000;2:139-47.
23. Matinlinna JP, Heikkinen T, Ozcan M, Lassila LV, Vallittu PK. Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes. Dent Mater 2006;22:824-31.
24. Kern M, Thompson VP. Sandblasting and silica coating of a glass-infiltrated alumina ceramic: volume loss, morphology, and changes in the surface composition. J Prosthet Dent 1994;71:453-61.
25. Della Bona A, Borba M, Benetti P, Cecchetti D. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. Braz Oral Res 2007;21:10-5.
26. Uo M, Sjögren G, Sundh A, Goto M, Watari F, Bergman M. Effect of surface condition of dental zirconia ceramic (Denzir) on bonding. Dent Mater J 2006;25:626-31.
27. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. J Biomed Mater Res 2000;53:304-13.
28. Guazzato M, Quach L, Albakry M, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. J Dent 2005;33:9-18.
29. Wang H, Aboushelib MN, Feilzer AJ. Strength influencing variables on CAD/CAM zirconia frameworks. Dent Mater 2008;24:633-8.
30. 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; 91:930-7.
31. Kern M, Thompson VP. Bonding to glass infiltrated alumina ceramic: adhesive methods and their durability. *J Prosthet Dent* 1995;73:240-9.
  32. Tanaka T, Nagata K, Takeyama M, Atsuta M, Nakabayashi N, Masuhara E. 4-META opaque resin-a new resin strongly adhesive to nickel-chromium alloy. *J Dent Res* 1981;60:1697-706.
  33. Lindgren J, Smeds J, Sjögren G. Effect of surface treatments and aging in water on bond strength to zirconia. *Oper Dent* 2008; 33:675-81.
  34. Silikas N, Wincott PL, Vaughan D, Watts DC, Eliades G. Surface characterization of precious alloys treated with thione metal primers. *Dent Mater* 2007;23:665-73.
  35. 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;27:99-104.
  36. Magne P, Paranhos MP, Burnett LH Jr. New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements. *Dent Mater* 2010;26:345-52.
  37. Wang H, Aboushelib MN, Feilzer AJ. Strength influencing variables on CAD/CAM zirconia frameworks. *Dent Mater* 2008; 24:633-8.



## Influence of sandblasting and primer on shear bond strength of resin cement to zirconia

Jung-Haeng Lee, DMD, Hyeong-Seob Kim, DMD, MSD, PhD, Ahran Pae, DMD, PhD, Yi-Hyung Woo\*, DMD, MSD, PhD

*Department of Prosthodontics, Division of Dentistry, Graduate School, Kyung-Hee University, Seoul, Korea*

**Purpose:** The aim of this study was to evaluate the effect of mechanical, chemical surface treatments on the zirconia-to-resin cement shear bond strength (SBS). **Materials and methods:** Eighty zirconia discs (Lava, 3M ESPE) and eighty zirconia/alumina composite (Zirace, Acucera) were embedded in an epoxy resin base. Zirconia discs were randomly divided in to four treatment groups(10 for each manufacturer): 50  $\mu\text{m}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  sandblasting (S50), 110  $\mu\text{m}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  sandblasting (S110), 50  $\mu\text{m}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  and primer (Z-Prime Plus, Bisco Inc) (S50z) and 110  $\mu\text{m}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  and primer (Z-Prime Plus) (S110z). Two resin-based luting cements (Calibra, Panavia F) were used to build 2 mm-diameter cylinders onto the zirconia. After 24 h of storage in water, SBS testing was evaluate using a universal testing machine. Bond strength data were analyzed with one-way ANOVA, two-way ANOVA test and post hoc comparison was done using Tukey test ( $\alpha = .05$ ). **Results:** Groups using primer showed the high shear bond strength. The groups that did not use primer presented lower shear bond strengths. **Conclusion:** The use of primer (Z-Prime Plus, Bisco) had significantly higher shear bond strengths. (*J Korean Acad Prosthodont* 2011;49:49-56)

**Keywords:** Zirconia, Surface treatment, Primer, Resin cement, Bond strength

\*Corresponding Author: Yi-Hyung Woo

*Department of Prosthodontics, Division of Dentistry, Graduate School, Kyung Hee University, #1, Hoegi-Dong, Dongdaemun-Gu, Seoul, 130-701, Korea Seoul, Korea*

+82 2 958 9340: e-mail, yhwuoo@khu.ac.kr

*Article history*

*Received December 9, 2010 / Last Revision December 15, 2010 / Accepted January 8, 2011*