

# 글라스 용융침투 처리가 지르코니아와 초저온 소성 도재와의 전단결합강도에 미치는 영향

임은경 · 박상원\*

전남대학교 치의학전문대학원 치과보철학교실

## Effect of glass-infiltration treatments on the shear bond strength between zirconia and ultra low-fusing porcelain veneer

Eun-Kyung Yim, Sang-Won Park\*

Department of Prosthodontics, School of Dentistry, Chonnam National University, Gwangju, Republic of Korea

**Purpose:** This study examined the effects of glass infiltration treatments on the shear bond strength (SBS) between zirconia core and ultra low-fusing porcelain veneer. **Materials and methods:** The zirconia specimens were classified into 4 groups (n = 12): Untreated zirconia (group Z), zirconia coated ZirLiner (group ZL), glass-infiltrated zirconia (group ZG), glass-infiltrated and sandblasted zirconia (group ZGS). A cylinder of ultra low-fusing veneer porcelain was build up on each disk (6 mm × 3 mm). SBS was measured using a universal testing machine. Scanning electron microscope and Energy Dispersive X-ray spectroscopy were used to evaluate the surface of zirconia and failure pattern after SBS. **Results:** SBS value of group ZGS was significantly lower than that of other groups ( $P < .05$ ). No significant differences were detected among group ZL, group Z and group ZG. **Conclusion:** Glass infiltration is not effective to the bond strength between zirconia and ultra low-fusing porcelain veneer. Sandblasting also dramatically decreased the bonding strength. (*J Korean Acad Prosthodont* 2018;56:269-77)

**Keywords:** Glass infiltrated zirconia; Ultra low-fusing porcelain; Sandblasting; Shear bond strength; Failure pattern

## 서론

오늘날 전치부 뿐만 아니라 구치부까지 심미적 수복치료에 대한 환자의 기대치가 급증하면서 생체적합성과 높은 강도, 파절 저항성을 갖춘 치과재료에 대한 개발과 연구가 지속되어 왔다.<sup>1-3</sup> 기존의 금속-도재 수복물(metal ceramic restoration)은 현재까지 활발하게 사용되고 있으나, 불투과성으로 인한 비심미성과 금속의 생체위해성 등의 문제로 최근에는 우수한 생체안정성과, 높은 굴곡강도를 가지고 있는 지르코니아가 높은 평가를 받고 있

다.<sup>4,6</sup> 그러나 특유의 불투명성으로 임상에서 사용 시 자연스러운 색상 재현이 어렵다는 단점이 있어 치아색의 재현과 투명성을 부여하기 위해서는 전장 도재의 소성과정이 필요하다.<sup>7</sup>

그러나 지르코니아 전부도재관(zirconia-based ceramic)은 전장도재의 낮은 인장응력이나 결합계면에서 발생하는 도재의 미세결함, 열팽창 계수(CTE)의 차이, 전장도재의 낮은 젖음성 등의 원인으로 도재의 파절이나 탈락(delamination)을 일으킬 수 있다.<sup>8,9</sup> 보철물의 임상적 실패(clinical failure)에 관한 연구에서 지르코니아 도재관의 파절율이 금속도재관 보다 유의하게 높은

\*Corresponding Author: Sang-Won Park

Department of Prosthodontics, Dental Science Research Institute, School of Dentistry, Chonnam National University, 33, Yongbong-ro, buk-gu, Gwangju 61186, Republic of Korea  
+82 (0)62 530 5631; e-mail, psw320@jnu.ac.kr

Article history: Received April 23, 2018 / Last Revision July 16, 2018 / Accepted July 18, 2018

©2018 The Korean Academy of Prosthodontics

©This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

※This work was supported by National Research Foundation of Korea (NRF) grant funded by the Korea government (MSIP) (no. 2015RIA2A2A01008148).

것으로 보고되어 왔다. Heintze와 Rousson<sup>10</sup>에 따르면 금속도재관 파절율은 3년에서 34%인 반면 지르코니아 전부 도재관은 54%인 것으로 보고되었다. 따라서 임상적 실패를 줄이기 위해 지르코니아와 도재의 결합력을 향상시키는 것이 매우 중요하며 이를 위해 다양한 지르코니아 표면처리 방법이 시행되고 있다. 그 중 가장 광범위하게 알려진 방법은 Sandblasting, Grinding, 불산을 이용한 지르코니아 표면 부식, 결합력과 색조 개선을 위한 Zirconia Liner 등을 들 수 있다.<sup>11-13</sup>

그러나 지르코니아 표면처리에 대한 선행연구는 매우 다양한 결과를 보고하고 있다. Aboushelib 등<sup>13</sup>은 Liner가 전장도재와의 결합력을 2배 증가시킨다고 보고하였으나 Fischer 등<sup>14</sup>과 Kim 등<sup>15</sup>은 ZirLiner 적용이 결합강도를 저하시킨다고 하였다. Fischer 등<sup>14</sup>은 Sandblasting은 전장도재와의 결합력 상승에 영향을 미치지 못하기 때문에 불필요하다고 보고하였으며, Yoon 등<sup>16</sup>은 Sandblasting과 ZirLiner를 복합처리 했을 때 유의하게 결합력이 향상된다고 보고하였다. 이처럼 지르코니아 표면처리는 전장도재와의 화학적, 기계적 결합에 대한 매커니즘이 명확하게 밝혀진 바가 없지만 많은 제조사들은 Sandblasting이나 Liner와 같은 표면처리를 권장하고 있다.

최근 소개되고 있는 글라스 용융침투 지르코니아(glass infiltrated zirconia)는 내구성과 심미성, 전장도재와의 결합력 향상을 위해 개발되었다. 다공성으로 이루어진 예비소결(presintering) 지르코니아 표면에 실리카계 글라스를 용융 침투시켜 글라스층과 혼합층이 결정화 과정 중 열팽창계수를 변화시키고 잔류응력을 발생시켜 강도를 증가시킨다. 또한 탄성계수(elastic modulus)와 경도의 증가로 chipping 저항성과 우수한 굴곡강도를 보이며 지르코니아 치밀화로 인한 수축 감소, 전장도재와의 결합력 상승을 기대할 수 있다.<sup>17,18</sup>

그러나 글라스 용융침투 지르코니아의 전장도재와의 결합강도에 대한 연구는 부족한 실정이며 일반적으로 사용되는 화학적, 기계적 표면처리와의 비교분석도 필요하다. 따라서 본 연구는 글라스 용융침투 지르코니아의 Sandblasting처리가 기존의 지르코니아 전부도재관과 비교하여 전장도재와의 결합력에 미치는 영향을 평가하고자 하였다. 또한 표면처리된 지르코니아와 전장도재 사이의 결합계면을 관찰하고, 도재의 파절양상(failure pattern)을 분석하여 글라스 용융침투 지르코니아의 임상 활용가능성을 평가하고자 하였다.

## 재료 및 방법

### 1. 지르코니아 시편 제작

이트리아 안정화가 포함되어 있는 지르코니아 분말(Zpex, Tosoh, Tokyo, Japan)을 직경 20 mm의 원형금형에 장입한 다음 분말 성형용 프레스(Powder compacting press SW-15-MC, Samwon, Korea)로 단위면적당 1 ton의 압력으로 가압성형하였다. 예비소결을 위해 대기분위기의 소환로(OVMAT 2009, Manfredi, Torino, Italy)에서 승온속도 1°C/min으로 1040°C에서 90 분간 유지 후 로냉하여 직경 20 mm, 두께 3 mm 크기의 지르코니아 디스크 48개를 제작하였다.

### 2. 글라스 분말

본 연구에서 사용된 새로운 글라스는 금속산화물(metal oxide mixture)을 사용하여 Table 1의 조성으로 혼합하였으며 도가니(furnace)에서 승온 속도(heating rate) 10°C/min으로 1450°C까지 온도를 올려 2시간 동안 유지한 다음 급랭(quenching)하였다. 1시간 동안 습식 Ball mill (Pulverisette 6, Fritsch, Germany) 후 500 mesh (25 µm) 통과 분말을 제조하였다.

### 3. 지르코니아 시편 표면처리

지르코니아 시편을 각각 12개씩 총 4개의 군으로 나누어 준비하였다. 대조군(Z군)은 예비소결된 지르코니아를 제조사의 지시에 따라 소성로(Kavo Therm, Biberach, Germany)에서 승온속도 5°C/min으로 1450°C에서 2시간 동안 유지하여 완전소결 하였다(Z Group). ZL군은 완전소결된 지르코니아에 일종의 bonding porcelain인 ZirLiner (IPS e.max ZirLiner, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)를 제조사의 지시에 따라 0.1 mm 두께로 축성하였다. ZG군은 예비소결된 지르코니아에 증류수와 글라스 분말(15:1)의 혼합액에 침지하여 완전소결 하였다. ZGS군은 지르코니아에 글라스 용융침투 후 50 µm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 0.3 MPa의 압력으로 10 mm 거리에서 10초간 Sandblasting 처리하였으며 모든 시편은 표면처리 후 알코올과 증류수로 각각 10분 동안 세척하고 건조하였다.

**Table 1.** Chemical composition and coefficient of thermal expansion (CTE) of materials used in this study

Material	Manufacturer	Main components (wt%)	CTE (10 <sup>-6</sup> /K <sup>-1</sup> )
IPS e.max Ceram	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtension	SiO <sub>2</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -ZnO <sub>2</sub> -Na <sub>2</sub> O-K <sub>2</sub> O-ZrO-CaO-P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ,	9.5
ZirLiner		Fluoride and pigments	9.8
Glass Composition	-	SiO <sub>2</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -BaO-CaO -Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> -MgO-TiO <sub>2</sub> -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Na <sub>2</sub> O	10.12
Zirconia powder	Zpex, Tosoh, Tokyo, Japan	ZrO <sub>2</sub> -Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -HfO <sub>2</sub> -Others	11.2

#### 4. 전장용 도재 축성

축성용 도재는 IPS e.max ceram dentin A2 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)를 사용하였으며 시편마다 동일한 접착면과 크기의 도재 축성을 위해 원통형의 메탈지그를 이용하여 제작하였다. 도재의 수축량을 최소화 하기 위해 2회에 걸쳐서 제조사(ESGAIA, J. Morita, Kyoto, Japan)의 소성스케줄에 따라 소성하였으며 최종적으로 전장도재가 지름 6 mm × 두께 3 mm의 원통형의 형태가 되도록 하였다.

#### 5. 표면관찰

지르코니아 시편의 표면처리 후 표면관찰은 Scanning electron microscope (SEM, S-4700, Hitachi, Tokyo, Japan)과 Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDX, EX-200, Horiba, Kyoto, Japan)를 사용하여 분석하였다.

#### 6. 결합계면 관찰

표면처리된 지르코니아 시편의 결합계면 관찰을 위해 시편을 고속다이아몬드 톱(RB 205 Metsaw-LS, R&B, Daejeon, Korea)으로 절단하여 #400-3000 Diamond 연마지로 연마한 후 Diamond spray (3, 1, 0.5  $\mu$ m)로 최종 연마하였다. 초음파 세척기에서 알코올과 증류수로 각각 10분 동안 세척하고 건조한 다음 SEM의 Back scattered electron (BSE) mode를 사용하여 관찰하였다.

#### 7. 전단결합강도 측정

지르코니아 시편과 전장 도재의 전단결합강도는 만능시험기 (Model 4302, Instron, Norwood, MA, USA)를 이용하여 측정하였다. 축성용 금속 지그를 이용하여 시편을 고정하고 지르코니아와 전장도재의 결합계면에 crosshead speed 0.5 mm/min의 속도로 응력을 가하여 파절 시의 순간 최대하중을 측정한 후 계면의 단면적을 이용하여 MPa 단위로 환산하였다.

#### 8. 도재 파절면 분석

전단결합강도 측정 후의 지르코니아 표면의 도재 파절양상은 SEM과 EDX를 사용하여 분석하였다.

- 1) 접착성 파절(adhesive failure): 지르코니아 표면(혹은 글라스층)에서 전장도재의 탈락
- 2) 응집성 파절(cohesive failure): 지르코니아 혹은 전장도재 내에서 파절 발생
- 3) 혼합성 파절(mixed failure): 지르코니아 표면에서 접착성 파절과 응집성 파절이 혼합되어 발생

#### 9. 통계분석

전단결합강도의 평균과 표준편차를 계산하고, 각 군의 차이를 통계학적으로 검정하기 위해 일원배치 분산 분석(one way ANOVA)과 Tukey 다중비교분석(IBM SPSS version 21, Chicago, IL, USA)으로 검증하였다. 통계적 유의성은  $P < .05$ 로 설정하였다.

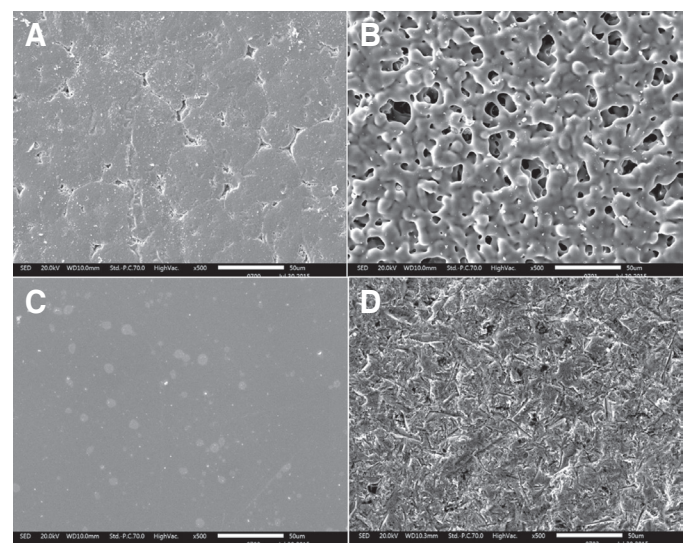
### 결과

#### 1. 표면 관찰

ZL군은 다공성의 표면을 보였으며 ZG군이 가장 매끄러운 표면을 보였고 ZGS그룹은 불규칙한 입자의 가장 거친 표면을 보였다 (Fig. 1). 지르코니아 표면처리 후 EDX 성분분석을 실시한 결과 ZGS군에서 Si성분이 ZL군과 ZG군에 비해 각각 10배, 7배 감소한 반면 Zr성분은 6배, 16배 증가하였다 (Fig. 2).

#### 2. 결합계면 양상

글라스를 용융침투시킨 ZG군과 ZGS군은 지르코니아 입자 사이로 글라스가 채워진 것을 볼 수 있었으며 대조군과 ZL군의 지르코니아 입자상과는 확연한 차이를 보였다. 대조군은 지르코니아와 전장도재 등의 2중 구조로 이루어졌으며 ZG군, ZGS군은 지르코니아층, 글라스층(Liner층), 전장도재층 등으로 이루어진 3중 구조로 이루어져 있었다. 대조군과 ZL군의 결합계면은 지르코니아와 전장도재(Liner)가 물리적 결합을 이루



**Fig. 1.** Representative SEM image of different surface treatment on zirconia specimen ( $\times 500$ ). (A) Group Z, (B) Group ZL, (C) Group ZG, (D) Group ZGS.



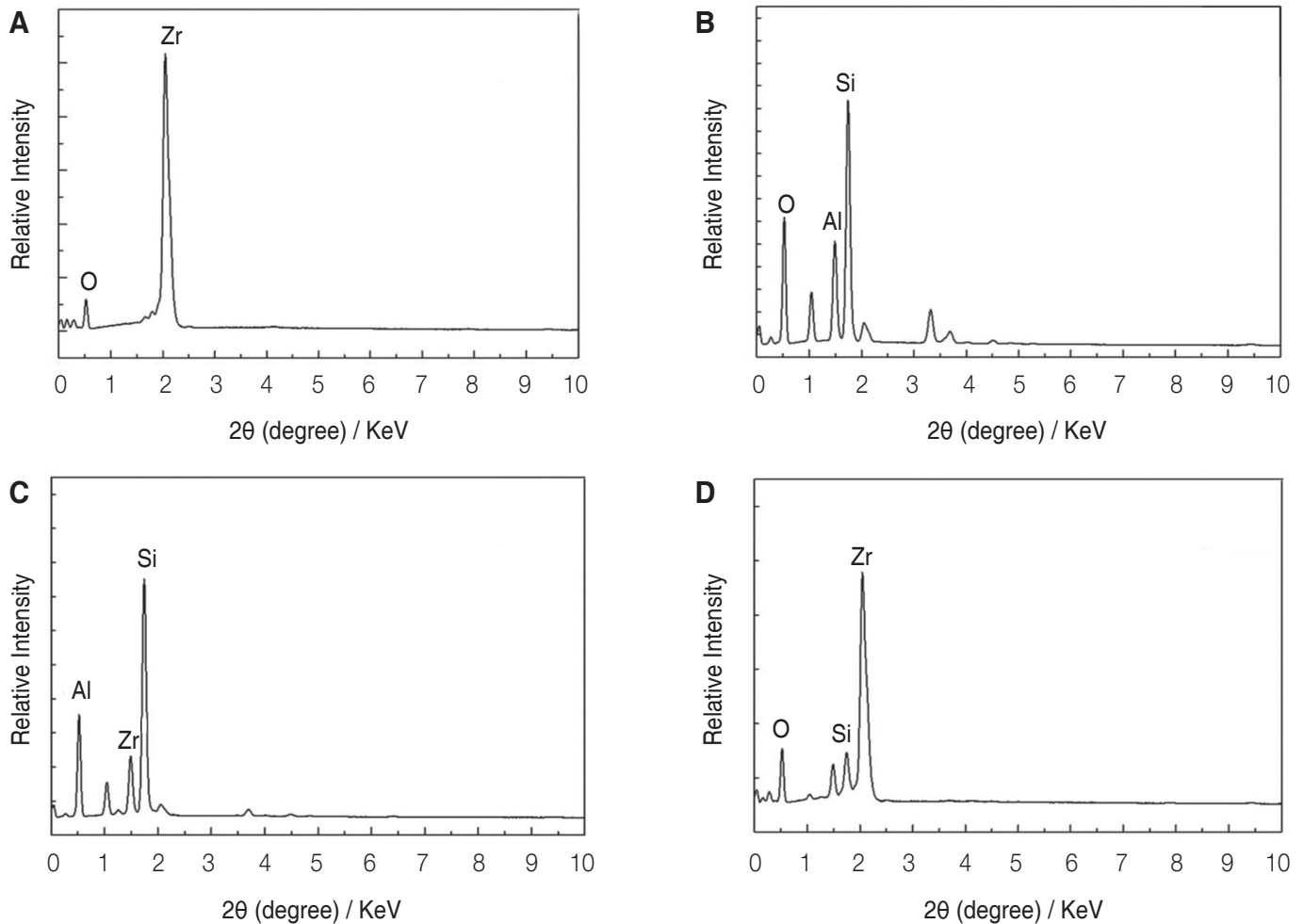


Fig. 2. EDX of different surface treatment on zirconia specimen. (A) Group Z, (B) Group ZL, (C) Group ZG, (D) Group ZGS.

고 있었으나 3중 구조로 이루어진 ZL군에서 거의 유사한 조성으로 구성된 Liner와 도재층은 화학적 결합을 이루고 있었다. 그러나 ZG군에서의 글라스층은 전장도재와의 완벽한 결합이 이루어지지 못해 경계라인이 있는 것을 관찰할 수 있었다. ZGS군은 Sandblasting처리로 중간층인 글라스는 거의 소멸되어 지르코니아 입자 사이에만 글라스가 남아 있었으며 전장도재와의 경계면은 완벽하게 분리되어 있는 것으로 관찰되었다 (Fig. 3).

### 3. 전단결합강도

지르코니아와 전장도재 사이의 평균 전단결합강도는 ZL군( $12.54 \pm 1.65$  MPa)이 가장 높았으며 대조군( $11.84 \pm 1.93$  MPa), ZG군( $11.44 \pm 1.67$  MPa), ZGS군( $3.94 \pm 2.4$  MPa)순으로 나타났다 ( $P < .05$ ). Tukey's 사후검정 결과 대조군과 ZL군, ZG군은 통계학적으로 유의한 차이가 없었으나 ( $P > .05$ ) ZGS군은 다른 모든 실험군(Z군, ZL군, ZGS군)에 비해 통계학적으로 유의하게 낮은 전단결합강도를 보였다 ( $P < .05$ ) (Fig. 4).

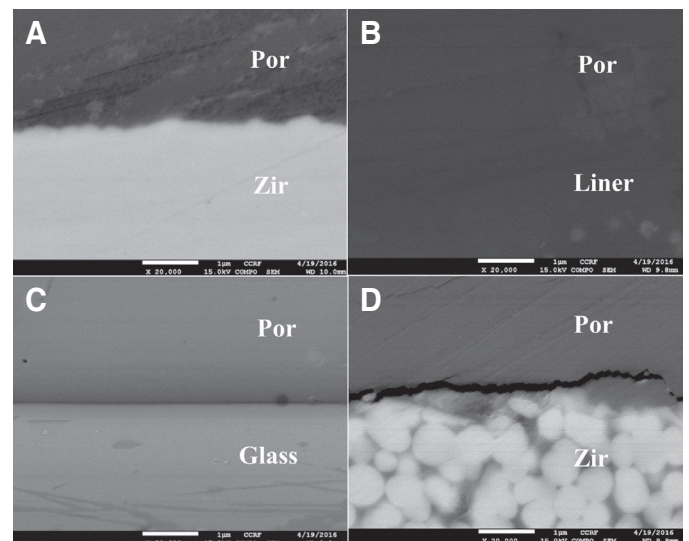


Fig. 3. Representative SEM image of interface between zirconia and veneering porcelain ( $\times 20,000$ ). (A) Group Z, (B) Group ZL, (C) Group ZG, (D) Group ZGS.

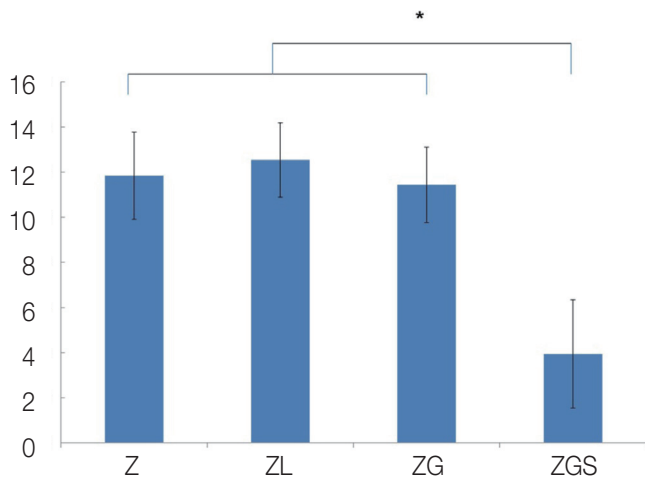


Fig. 4. Mean and standard deviation of Shear bond strength (\* significant at  $P < .05$ ).

#### 4. 도재 파절 양상

지르코니아와 전장도재의 전단결합강도 측정 후 도재파절면을 FE SEM으로 관찰한 결과 대조군과 ZL군, ZG군은 혼합성 파절(mixed failure)이 관찰되었다. SEM을 통해 육안으로 관찰 시 전장도재는 원형의 띠를 이루며 외측에만 도재가 남아있었으며 내측은 도재가 깨끗하게 떨어져 나간 양상을 보였다. ZGS군에서는 접착성 파절양상을 보였는데 SEM 관찰 시 다른 군과 달리 극히 일부의 도재만 남아있을 뿐 원통형의 전장 도재가 거의 완벽하게 떨어져 나간 양상을 보였다 (Fig. 5).

#### 고찰

임상적으로 지르코니아 전부도재관의 실패는 충분하지 못한 도재의 두께와 코어의 낮은 젖음성, 화학적 결합, 기계적 결합, 열팽창계수의 차이 등의 다양한 요인들이 영향을 미친다.<sup>19-22</sup> 또한 제작과정 중의 도재 내부의 미세결합이나 하부구조물과 도재 간의 물리적 성질과 구조적 결합 등으로 지르코니아 실패는 수복물 전체 파절보다는 전장도재가 파절 되는 경향이 많다.<sup>23,24</sup> 이러한 문제점을 해결하기 위해 지르코니아 코어와 전장용 도재 간의 결합력 향상을 위한 기계적, 화학적 표면처리 방법이 보고되었다.<sup>11-13</sup> 그 중 가장 일반적으로 사용되는 방법은 지르코니아 표면에 인공적인 거칠기를 형성하기 위해 알루미늄 입자를 고압 분사하는 Sandblasting으로 이는 코어에 요철구조를 형성하고 전장도재와의 접촉면적을 증가시킨다.<sup>11</sup> 다른 화학적 표면처리 방법인 Zirconia Liner는 불투명한 코어의 색조개선과 도재와의 결합력을 위해 전장도재 축성 전에 적용하는 방법으로 각 제

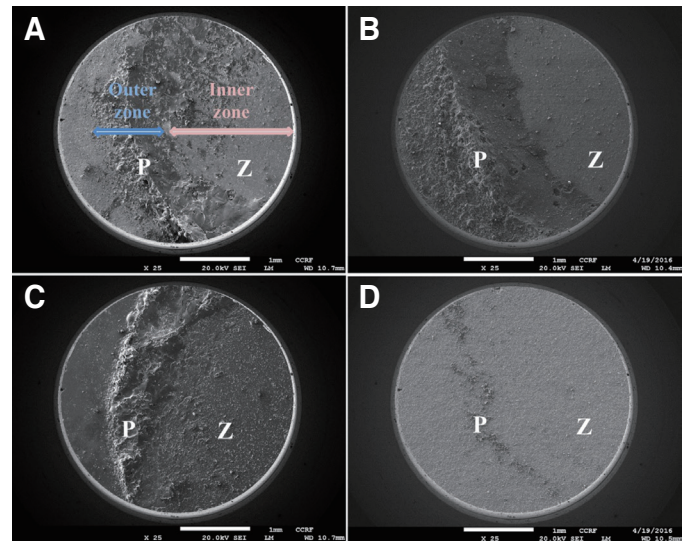


Fig. 5. Representative SEM images of fractured zirconia specimen. (A) Group Z, (B) Group ZL, (C) Group ZG, (D) Group ZGS ( $\times 25$ ).

조사에 따라 선택적으로 출시되고 있다. IPS e.max ZirLiner는 Glass-ceramic과 불화인회석 결정 기질로 뛰어난 광전달성, 우수한 색조 안정성과 함께 소성 후 지르코니아와의 균일한 결합을 위해 제조사에서 권장하고 있다.

본 연구 결과 ZirLiner 적용 시 대조군에 비해 6%의 결합력 상승을 보였으나 통계학적으로 유의하지는 않았다 ( $P > .05$ ). 본 실험에 사용된 Liner의 화학적 구성 성분은  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-ZnO}_2\text{-Na}_2\text{O-K}_2\text{O-ZrO-CaO-P}_2\text{O}_5$ , Fluoride 이다. 제조사에 따라 Liner의 구성 성분은 다양하지만 주된 성분은  $\text{SiO}_2$ 로 전장 도재와 유사하다. 따라서 전장도재와의 화학적 결합을 유도하여 지르코니아와 전장도재 계면에서 결합을 줄이고 불투명한 지르코니아의 색조를 개선시킬 수 있다. 그러나 Kim 등<sup>15</sup>은 Liner는 코어와 도재의 결합계면에서 완벽한 분리를 일으킨다고 보고하였고 Aboushelib 등<sup>13</sup>은 Cercon 시스템에서 미세인장강도 측정결과, Liner는 결합력을 2배 가까이 향상시킨다고 하였다. 이는 Liner의 적용이 매우 민감한 테크닉이며 실험적 방법이나 제조사의 종류 등 다양한 원인에 의해 영향을 받는다는 것을 입증한다.

글라스 용융침투(glass infiltration)는 예비 소결된 다공성 지르코니아에 글라스 침투 후 완전소결을 시행하며 이 과정에서 유리침투와 지르코니아 치밀화가 동시에 이루어진다. 1450°C의 고온에서의 용융침투는 지르코니아와 글라스가 혼합된 층을 생성시키고 이 혼합층은 글라스층과 강하게 결합된다. 글라스 역시 전장도재와 유사한 성분으로 구성되어 있어 도재와 우수한 결합이 이루어질 수 있다고 알려져 있다. 더불어 글라스의 금속 산화물은 입자상에서 다른 원소와의 반응으로 발색이 가능한데 그 중 산화철은 다른 착색제에 비해 첨가량의 폭이 넓어 함유량에 따라 다채로운 색감을 표현할 수 있다.<sup>17,18,25</sup> 따라서 글라스가

용융침투된 지르코니아는 상부 전장도재의 두께를 감소시키면서도 지르코니아의 불투명한 색상을 자연치에 가깝게 재현할 수 있다. 또한 지르코니아에 침투된 저탄성, 저경도의 글라스층은 전장도재에서 지르코니아로 균열이 확산되는 것을 방지할 수 있으며 대합치의 마모 가능성 역시 줄일 수 있다.<sup>18,25</sup>

본 연구 결과, 글라스 용융침투를 이용한 ZG군은 대조군에 비해 3% 감소된 결합력을 보였으나 역시 유의한 차이를 보이지 않았다 ( $P > .05$ ). Liu 등<sup>26</sup>은 글라스층이 지르코니아와 전장도재의 열팽창계수 차이를 줄여 chipping 저항성을 향상시키고 화학적 결합을 유도하여 전단결합강도가 160% 상승하였다고 보고하였다. 지르코니아 글라스 복합체와 전장도재의 강력한 결합력은 일반적으로 지르코니아 전장도재 계면에서 발생하는 균열을 방지하여 chipping이나 파절의 위험성을 줄인다고 보고하였다. 이는 본 실험결과와는 다소 차이를 보이나 절단계면에서의 결합양상을 관찰한 결과 글라스층과 전장도재 사이에는 부분적인 융합을 하고 있음을 확인할 수 있었다 (Fig. 3). 또한 실험에 사용된 글라스 성분과 두께, 상부 전장도재의 소성 온도에 따른 차이 등이 실험결과에 영향을 미쳤을 것으로 보인다. IPS e.max ceram은 도재의 색상변색 가능성을 낮추고 자연치의 마모를 줄일 수 있다는 장점을 가지고 있다. 그러나 용융점이 750°C인 초저온용 융형 IPS e.max ceram은 Liu 등의 연구에 사용된 전장도재에 비해 용융온도가 160°C 낮아 용융점이 1100 - 1200°C인 글라스와 완벽한 융합이 이루어지지 못했을 것으로 생각된다. Wattanasirmkit 등<sup>27</sup>은 지르코니아에 Lithium disilicate glass liner를 적용한 연구에서 소성온도가 글라스의 결정상과 미세구조에 영향을 미치며 적정온도로 소성된 전장도재가 글라스층 내부의 기공으로 침투하여 충분한 융합이 이루어진다고 보고한 내용이 이를 뒷받침한다고 볼 수 있다.

글라스 용융침투 후 Sandblasting (ZGS)군은 기존의 표면처리 방법처럼 Sandblasting 후에 화학적 처리를 적용하는 방법이 아닌 글라스 침투 후에 Sandblasting 처리하였다. 이는 글라스 침투 후에 기계적인 처리로 요철구조를 형성할 때 결합력에 영향이 있을 것이라는 가정 하에 시행되었으나 도재와의 결합력이 67% 감소한 것으로 나타났다. Fig. 1D에서 Sandblasting 처리된 지르코니아는 거칠고 불규칙한 표면을 만들어 도재와의 결합이 용이할 것으로 보였으나 3.94 MPa의 결합강도 수치는 전장도재가 전혀 융합하지 못했음을 추측할 수 있으며 Fig. 3D에서의 SEM 결과 역시 전장도재와 지르코니아층과 완벽히 분리되어 있는 것을 확인할 수 있었다. 이는 선행연구에서 보고하였던 결과와 상반된 것으로 다공성의 지르코니아 소결체와 글라스 용융침투 지르코니아가 도재와의 결합양상에서 구조적인 차이가 있음을 예상할 수 있다. 지르코니아 전부도재판에서 도재와의 결합은 기계적인 결합(mechanical interlocking)에 의존하기 때문에 지르코니아 표면의 거칠기 증가를 위해 알루미늄 입자를 압축된 공기를 이용하여 분사시키는 sandblasting이나 연삭(grinding)처리를 일반적인 표면처리 방법으로 들 수 있다.<sup>11-13</sup> 이는 지르코니아 표면에 균열을 유발시켜 이 때 발생하는 응력으로 인한 상변이

가 초래되어 그 과정에서 발생하는 압축응력으로 미세균열을 막고 전장도재와의 결합력을 상승시킨다.<sup>28,29</sup> 반면, 글라스 용융침투 지르코니아는 다공성 지르코니아의 기공을 글라스가 채우고 상부의 글라스층과 전장도재는 유사한 성분으로 소성 시 결합력이 증가한다. 그러나 글라스 용융침투 후 Sandblasting 처리는 대부분의 글라스층을 제거시키고 혼합층 표면에 미량의 글라스 성분만 남아 있기 때문에 인공적인 거칠기를 부여하더라도 이미 혼합층 내부의 기공이 글라스로 채워진 상태에서 표면에 남아있는 미량의 Si 성분은 초저온 소성 도재와의 화학적 결합이 이루어지지 못한 것으로 보인다. ZGS군의 표면처리 후 EDX 성분 분석 결과 Zr 성분은 대조군과 유사할 정도의 높은 비율을 보인 반면 Si 성분은 거의 사라지고 미량만 남아있었다. 결과적으로 글라스 용융침투 지르코니아에 Sandblasting 적용 시 초저온 전장도재와의 기계적인 결합은 물론 화학적인 결합 역시 기대할 수 없는 것으로 판단된다. 그러나 Liu 등<sup>26</sup>의 연구에서는 글라스 용융침투 지르코니아에 불산 처리 후 표면의 미세구조를 관찰한 결과 지르코니아 입자사이의 기공이 발생하여 전장도재와의 화학적 결합을 증가시킨다고 보고하였다. 이는 용융침투 후 전장도재와의 결합력 상승을 위해서는 기계적인 거칠기 부여보다 화학적인 표면처리 방법이 적절할 것으로 예상된다.

본 연구에서 전단결합강도는 11 - 12 MPa의 수치로 비교적 낮은 결과를 보였다. 일반적으로 금속-도재 수복물의 적절한 결합력은 25 MPa 이상이라고 보고되고 있으며<sup>30</sup> Wattanasirmkit 등<sup>27</sup>은 지르코니아에 Lithium disilicate glass liner를 적용했을 때 31 - 59 MPa, Liu 등<sup>26</sup>은 글라스 용융침투 지르코니아에서 24 MPa의 결합강도결과를 보고하였다. 그러나 본 연구에 사용된 IPS e.max ceram을 이용한 전단결합강도 비교연구들에서 보고된 결과는 11.5 - 16 MPa로 비교적 본 연구와 비슷한 수치를 보였다.<sup>31,32</sup> 또한 전단결합강도 실험에 영향을 주는 요인으로는 하중 속도, 응력분산유형, 결합면의 면적 등을 들 수 있는데<sup>33</sup> 이러한 요인이 본 실험 결과와 선행연구 간의 결합강도 차이로 이어졌을 것으로 판단되며 향후 전장도재의 용융점 차이를 고려한 추가적인 실험과 글라스 용융침투 지르코니아의 화학적 표면처리 방법에 대한 추가적인 연구가 필요할 것으로 생각된다.

## 결론

글라스 용융침투 처리가 지르코니아와 초저온 소성 도재와의 전단결합강도에 미치는 영향을 비교, 분석하여 다음의 결론을 얻었다.

1. 지르코니아 표면처리 방법에 따라 전장도재와의 결합강도가 ZL군, 대조군, ZG군의 순으로 나타났으나 통계적으로 유의한 차이는 없었다.
2. ZGS군은 다른 모든 군에 비해 유의하게 낮은 전단결합강도를 보였다.
3. 표면처리된 지르코니아 시편의 결합계면 관찰 시 ZGS군은 지르코니아와 전장도재가 완전히 분리된 양상을 보였다.



이상의 결과로 글라스 용융침투 지르코니아의 Sandblasting 처리는 초저온 소성 전장도재와의 현저한 결합력 감소를 야기시키므로 사용이 제한되어야 할 것으로 사료된다.

## ORCID

Eun-Kyung Yim <https://orcid.org/0000-0001-5430-8578>

Sang-Won Park <https://orcid.org/0000-0002-9376-9104>

## References

1. Bindl A, Lüthy H, Mörmann WH. Thin-wall ceramic CAD/CAM crown copings: strength and fracture pattern. *J Oral Rehabil* 2006;33:520-8.
2. 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;20:449-56.
3. Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Fracture toughness and hardness evaluation of three pressable all-ceramic dental materials. *J Dent* 2003;31:181-8.
4. Luthardt RG, Holzhüter 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.
5. Meyenberg KH, Lüthy H, Schärer P. Zirconia posts: a new all-ceramic concept for nonvital abutment teeth. *J Esthet Dent* 1995;7:73-80.
6. Della Bona A, Kelly JR. The clinical success of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc* 2008;139:8S-13S.
7. Braga RR, Ballester RY, Daronch M. Influence of time and adhesive system on the extrusion shear strength between feldspathic porcelain and bovine dentin. *Dent Mater* 2000;16:303-10.
8. De Jager N, Pallav P, Feilzer AJ. The influence of design parameters on the FEA-determined stress distribution in CAD-CAM produced all-ceramic dental crowns. *Dent Mater* 2005;21:242-51.
9. Hämmerle CH. Success and failure of fixed bridgework. *Periodontol* 2000 1994;4:41-51.
10. Heintze SD, Rousson V. Survival of zirconia- and metal-supported fixed dental prostheses: a systematic review. *Int J Prosthodont* 2010;23:493-502.
11. Kirmali O, Akin H, Ozdemir AK. Shear bond strength of veneering ceramic to zirconia core after different surface treatments. *Photomed Laser Surg* 2013;31:261-8.
12. Peterson IM, Pajares A, Lawn BR, Thompson VP, Rekow ED. Mechanical characterization of dental ceramics by hertzian contacts. *J Dent Res* 1998;77:589-602.
13. Aboushelib MN, de Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. *Dent Mater* 2005;21:984-91.
14. Fischer J, Stawarczyk B, Sailer I, Hämmerle CH. Shear bond strength between veneering ceramics and ceria-stabilized zirconia/alumina. *J Prosthet Dent* 2010;103:267-74.
15. Kim JW, Bhowmick S, Hermann I, Lawn BR. Transverse fracture of brittle bilayers: relevance to failure of all-ceramic dental crowns. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2006;79:58-65.
16. Yoon HI, Yeo IS, Yi YJ, Kim SH, Lee JB, Han JS. Effect of surface treatment and liner material on the adhesion between veneering ceramic and zirconia. *J Mech Behav Biomed Mater* 2014;40:369-374.
17. Zhang Y. Overview: Damage resistance of graded ceramic restorative materials. *J Eur Ceram Soc* 2012;32:2623-32.
18. Zhang Y, Kim JW. Graded structures for damage resistant and aesthetic all-ceramic restorations. *Dent Mater* 2009;25:781-90.
19. Fischer J, Grohmann P, Stawarczyk B. Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites. *Dent Mater J* 2008;27:448-54.
20. Fischer J, Stawarczyk B, Sailer I, Hämmerle CH. Shear bond strength between veneering ceramics and ceria-stabilized zirconia/alumina. *J Prosthet Dent* 2010;103:267-74.
21. Isgrò G, Pallav P, van der Zel JM, Feilzer AJ. The influence of the veneering porcelain and different surface treatments on the biaxial flexural strength of a heat-pressed ceramic. *J Prosthet Dent* 2003;90:465-73.
22. Scherrer SS, Kelly JR, Quinn GD, Xu K. Fracture toughness (K<sub>Ic</sub>) of a dental porcelain determined by fractographic analysis. *Dent Mater* 1999;15:342-8.
23. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. Part II: Zirconia veneering ceramics. *Dent Mater* 2006;22:857-63.
24. Sundh A, Molin M, Sjögren G. Fracture resistance of yttrium oxide partially-stabilized zirconia all-ceramic bridges after veneering and mechanical fatigue testing. *Dent Mater* 2005;21:476-82.
25. Zhang Y, Kim JW. Graded zirconia glass for resistance to veneer fracture. *J Dent Res* 2010;89:1057-62.
26. Liu R, Sun T, Zhang Y, Zhang Y, Jiang D, Shao L. The effect of graded glass-zirconia structure on the bond between core and veneer in layered zirconia restorations. *J Mech Behav Biomed Mater* 2015;46:197-204.
27. Wattanasirmit K, Srimaneepong V, Kanchanatawewat K, Monmatrapoj N, Thunyakitpisal P, Jinawath S. Improving shear bond strength between feldspathic porcelain and zirconia substructure with lithium disilicate glass-ceramic liner. *Dent Mater J* 2015;34:302-9.
28. Vagkopoulou T, Koutayas SO, Koidis P, Strub JR. Zirconia in dentistry: Part I. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. *Eur J Esthet Dent* 2009;4:130-51.
29. Porter DL, Heuer AH. Mechanisms of Toughening Partially Stabilized Zirconia (PSZ). *J Am Ceram Soc* 1977;60:183-4.

30. Craig RG. Mechanical properties in restorative dental materials. 11th ed. New York; Mosby; 2002. p. 551-92.
31. Guess PC, Kulis A, Witkowski S, Wolkewitz M, Zhang Y, Strub JR. Shear bond strengths between different zirconia cores and veneering ceramics and their susceptibility to thermocycling. *Dent Mater* 2008;24:1556-67.
32. Diniz AC, Nascimento RM, Souza JC, Henriques BB, Carreiro AF. Fracture and shear bond strength analyses of different dental veneering ceramics to zirconia. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl* 2014;38:79-84.
33. Choi BK, Han JS, Yang JH, Lee JB, Kim SH. Shear bond strength of veneering porcelain to zirconia and metal cores. *J Adv Prosthodont* 2009;1:129-35.



# 글라스 용융침투 처리가 지르코니아와 초저온 소성 도재와의 전단결합강도에 미치는 영향

임은경 · 박상원\*

전남대학교 치의학전문대학원 치과보철학교실

**목적:** 본 연구는 글라스 용융침투 처리가 지르코니아와 초저온 소성 전장도재와의 전단결합강도에 미치는 영향을 평가하였다.

**재료 및 방법:** 표면처리 방법에 따라 대조군 (처리 안함), ZirLiner처리군 (ZL군), 글라스 용융침투처리군 (ZG군), 글라스 용융침투 후 Sandblasting 처리군 (ZGS군)으로 분류하였다 (n = 12). 모든 실험군은 초저온 소성 전장도재를 사용하여 지름 6 mm × 두께 3 mm가 되도록 축성하고 소성하였다. 지르코니아와 전장도재 사이의 결합강도는 만능시험기를 이용하여 측정하였고 지르코니아 시편의 결합계면, 도재파절 양상은 SEM과 EDX로 관찰하였다.

**결과:** 지르코니아 표면처리 방법에 따라 전장도재와의 결합강도가 ZirLiner군, 대조군, 글라스 용융침투군 순으로 나타났으나 통계학적으로 유의한 차이는 없었다 ( $P > .05$ ). 글라스 용융침투 후 Sandblasting 처리군은 다른 모든 군에 비해 유의하게 낮은 전단결합강도를 보였다 ( $P < .05$ ).

**결론:** 글라스 용융침투 지르코니아의 Sandblasting처리는 초저온 소성 전장도재와의 현저한 결합력 감소를 야기시키므로 사용이 제한되어야 할 것으로 사료된다. (대한치과보철학회지 2018;56:269-77)

**주요단어:** 글라스 용융침투 지르코니아; 초저온 소성 전장도재; 샌드블라스팅; 전단결합강도; 도재파절 양상

\*교신저자: 박상원

61186 광주 북구 용봉로 33 전남대학교 치의학전문대학원 치과보철학교실

062 530 5631; e-mail, psw320@jnu.ac.kr

원고접수일: 2018년 4월 23일 / 원고최종수정일: 2018년 7월 16일 / 원고채택일: 2018년 7월 18일

© 2018 대한치과보철학회

CC 이 글은 크리에이티브 커먼즈 코리아 저작자표시-비영리 3.0 대한민국 라이선스에 따라 이용하실 수 있습니다.

※본 연구는 정부의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받아 연구되었음 (no. 2015RIA2A2A01008148).