



저작자표시-비영리-변경금지 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

- 이 저작물을 복제, 배포, 전송, 전시, 공연 및 방송할 수 있습니다.

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.



비영리. 귀하는 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 없습니다.



변경금지. 귀하는 이 저작물을 개작, 변형 또는 가공할 수 없습니다.

- 귀하는, 이 저작물의 재이용이나 배포의 경우, 이 저작물에 적용된 이용허락조건을 명확하게 나타내어야 합니다.
- 저작권자로부터 별도의 허가를 받으면 이러한 조건들은 적용되지 않습니다.

저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#)

치의과학석사 학위논문

UV 표면처리한 지르코니아와  
수복용 레진의 전단결합강도 연구

2020 년 8 월

서울대학교 대학원  
치의과학과 치과보철학 전공  
이 상 훈



# 국 문 초 록

## 1. 서 론

지르코니아는 실리카를 함유하지 않는 높은 결정화 구조로, 산에 대한 저항이 높아 레진과의 결합에 제한이 있다. 이를 개선하기 위한 방법으로 알루미늄의 분사 처리나 표면의 실리카 코팅, 기능성 모노머를 함유한 접착성 프라이머 혹은 본딩제의 사용 등이 제시되어 있다. 한편 최근 증가하는 환자들의 심미적인 기대와 발맞춰 투명도를 개선시킨 5Y-TZP 지르코니아 블록이 출시되고 있다. 본 연구는 5Y-TZP 지르코니아와 복합레진의 전단결합강도에 대한 UV -C 조사와 다양한 처리 방법의 영향을 알아보고자 한다.

## 2. 방 법

지르코니아의 표면 처리에 따른 레진과의 결합력을 조사하기 위해 90 개의 5Y-TZP 지르코니아(Rainbow High Shine, GENOSS., Gyeong-gi Do, Korea)블록을 디스크 형태로 시편을 제작하였다. 이후 이 시편들을 (1)표면처리 하지 않은 군(C), (2) 50  $\mu\text{m}$  Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 샌드블라스트링 처리한 군(S) (3) 50  $\mu\text{m}$  Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 샌드블라스트링 처리 후 지르코니아 프라이머(Zirconia Liner, Sun Medical Co., Japan)를 도포하는 군(SP), 총 3 개의 군으로 나누었다. 각 표면처리군을 다시 3 개의 실험군(N=10)으로 나누어, UV-C 램프의 광조사 시간을 달리하여 처리하였다. (처리하지 않음(U0), 10 분(U10), 30 분(U30))

이후 위와같이 최종 표면처리가 완료된 각 군의 시편에 MDP monomer(10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate)를 함유한 본딩 레진(Clearfil SE bond, Kuraray Medical Inc., Japan) 및 복합레진(Filtek Z350 XT Universal, 3M ESPE, USA)를 중합시키고, 시편을 증류수에 48 시간 보관한 뒤 전단결합강도를 측정하였다.

일원배치 분산분석(One-way ANOVA)과 이원배치 분산분석(Two-way ANOVA)를 이용하여 각 군별 결합강도 값을 비교하였으며, 사후 분석으로 Tukey HSD 검정을 시행하였다( $\alpha = .05$ ). 파절면을 자세히 관찰하기 위해 FE-SEM 전자현미경을 이용하여 표면과 실패양상을 관찰하였다.

### 3. 결 과

5Y-TZP 지르코니아와 레진의 접착을 위한 다양한 표면 처리 방법을 실시한 후 측정된 전단결합강도 결과값을 분산분석 통계처리한 결과, 표면처리 방법과 UV 광조사시간 모두 결합강도에 유의한 효과를 갖는 것으로 나타났다. ( $P < .05$ )

가장 큰 전단결합강도 값은 샌드블라스팅 및 UV 30 분 조사 후, 프라이머 처리한 군 (SP)에서 나타났다. ( $P < .05$ ) 그러나 UV 의 조사 시간의 영향은 표면처리 방법에 따라 다르게 나타났으며, 샌드블라스팅만 처리한 군(S)과 아무 표면처리도 하지 않은 군(C)에서는 UV 를 조사하지 않은 대조군에 대하여 UV 조사의 영향이 유의하게 관찰되지 않았다. ( $P > .05$ ) 표면 처리 방법에서는 샌드블라스팅과 프라이머를 처리한 군이 샌드블라스팅만 시행하거나 처리 하지 않은 군(C)에 비해 높은 값을 보였다.

전자현미경 관찰결과 UV-C 를 조사한 표면에서 특징적인 변화를 찾을 수 없었다. 실패양상에서는 대부분 접착성 과절이 관찰되었으며 프라이머를 사용한 군에서 혼합성 과절의 비율이 증가하였다.

### 4. 결 론

1. 5Y-TZP 지르코니아 표면을 샌드블라스팅하고, UV 를 30 분 조사한 뒤 프라이머를 도포하는 경우, UV 를 10 분간 조사하거나 조사하지 않은 경우에 비해 지르코니아와 복합레진 간 유의한 결합력의 증가를 보였다. 10 분간 조사한 경우는 결합력을 증가시키지 않았다.

2. 아무 처리도 하지 않거나, 샌드블라스팅 단독 시행 시 UV 조사의 정도는 전단결합강도에 유의한 결과값 차이를 가져오지 않았다. ( $P > .05$ )

---

주요어 : UV-C, 지르코니아, 5Y-TZP, 전단결합강도, 복합 레진

학 번 : 2018-24662

# 목 차

1. 서 론	5 p
2. 본 론	6 p
재료 및 방법	6 p
1. 시편의 제작	6-9 p
2. 전단결합강도 측정	10 p
3. 현미경 관찰	11 p
4. 통계 분석	11 p
결 과	12 p
1. 전단결합강도	12-15 p
2. 접착 실패 후 파절양상	16 p
3. 주사전자현미경 관찰	17-18 p
고 찰	19-22 p
3. 결 론	22 p
참 고 문 헌	23 p
Abstract	27 p

## 표 목 차

Table 1	-----	7p
Table 2	-----	11 p
Table 3	-----	12 p
Table 4	-----	13 p
Table 5	-----	14 p
Table 6	-----	15 p
Table 7	-----	16 p

## 그 림 목 차

Figure 1	-----	8 p
Figure 2	-----	9 p
Figure 3	-----	10 p
Figure 4	-----	12 p
Figure 5	-----	17 p
Figure 6	-----	18 p
Figure 7	-----	18 p

# 1. 서 론

부분안정화 지르코니아 세라믹(partially stabilized zirconia)은 심미성과 생체 적합성, 높은 강도, 낮은 열전도성, 높은 화학적 안정성, 낮은 박테리아 부착 등의 장점으로 인하여 자연치 및 임플란트 보철 모두에서 널리 이용되고 있다.<sup>12</sup> 일반적으로 치과용 지르코니아가 가장 많이 사용되는 형태는 3 mol%의 yttrium oxide를 첨가한 yttria stabilized tetragonal zirconia(3Y-TZP)인데, 3Y-TZP는 특징적인 polycrystalline 미세구조로 인하여 일반적인 글래스-세라믹에 비해 불투명한 백색을 띄게 된다.<sup>3</sup> 이에 최근 증가하는 환자들의 심미적인 기대와 발맞추어 지르코니아의 투명성을 개선하기 위한 시도들이 지속되어 왔다. 포함된 yttrium oxide의 함량을 5mol%까지 높임으로써, 입방정 상(cubic phase)의 상대적인 비율 증가를 통한 고투명의 지르코니아 블록을 생산할 수 있다.<sup>4</sup>

비니어가 없는 지르코니아 전부도재관이 근래에 많이 이용되고 있는 추세지만, 그럼에도 지르코니아 자체는 다른 치과용 세라믹보다 불투명한 재료이므로 지르코니아 상부에 비니어 재료를 축조한 지지체/framework)로서 더 널리 사용된다.<sup>5</sup> 지르코니아 세라믹의 높은 성공률 보고에도 불구하고, 이러한 상부 비니어 재료의 파절이나 인접면 접촉점의 열림 등이 흔히 발생한다.<sup>6</sup> 포세린 비니어의 대안으로서 간단하고 경제적인 이점을 갖는 복합레진을 이용한 수리, 또는 복합 레진 비니어가 제시되기도 하였다.<sup>78</sup> 그러나 부분안정화 지르코니아 세라믹은 실리카를 함유하지 않는 높은 결정화 구조로 인하여 산에 대한 높은 저항을 가지고 있으며, 레진과의 접착을 위한 별도의 표면처리가 요구된다.<sup>9</sup> 샌드블라스팅은 50-110  $\mu$ m 사이의 알루미늄나 파티클을 근거리에서 분사하는 것으로, 지르코니아와 같은 고강도 세라믹에서 미세기계적 결합력과 접착 표면적을 증가시키는데 효율적인 방법으로 보고되고 있다.<sup>2</sup> 한편 지르코니아와 레진의 접착향상을 위하여 10-MDP 등의 기능성 모노머가 함유된 지르코니아 전용 프라이머나 본딩제가 다양한 제조사에서 출시되어 있다. 이외의 방법으로 표면의 실리카 코팅, 레이저, 플라즈마 처리 등이 제시되어 있으나 샌드블라스팅, 기능성 모노머의 단독 혹은 병용 사용이 일반적으로 가장 많이 알려져 있다.<sup>2, 10-12.</sup>



한편 치과용 재료의 표면처리 방법 중 하나로써 자외선(UV) 광조사가 있다. 자외선은 파장에 따라 UV-A/B/C의 3가지 영역으로 나뉘는데, 315-400nm 파장을 갖는 UV-A, 280-314nm 사이의 파장을 갖는 UV-B, 그리고 300nm 미만의 단파장을 갖는 UV-C가 있다.<sup>15</sup> UV-C를 비롯한 자외선을 재료표면에 광조사함으로써 이온과 아미노산, 단백질 등의 표면 반응성 증가<sup>16</sup>, 표면 탄화수소량 감소 등 다양한 효과들이 보고되어 있다.<sup>14-22</sup> Park 등은 티타늄 디스크 표면에 UV-C를 광조사하여, 탄화수소 오염물의 감소 및 물과의 유의한 접촉각의 감소를 보고하였다.<sup>18</sup> 이와 같이 자외선 광조사시 소수성의 재료 표면을 친수성으로 변화시킬 수 있어 임플란트 분야에서 그 효과를 주목받고 있다. 한편, 표면 탄화수소의 감소나 표면에너지의 증감은 고체 표면에 대한 접착에 밀접한 영향을 미친다.<sup>19</sup> 따라서 앞선 자외선이 표면 특성에 미치는 다양한 연구 결과들을 비추어 볼때, 특정 물질과의 접착에 대한 영향 또한 기대해 볼 수 있다. 그러나 현재 자외선 표면처리한 지르코니아와 레진의 접착에 관한 연구는 거의 없는 상태이다.

본 연구의 목적은 5Y-TZP 지르코니아와 복합레진의 전단결합강도에 대한 UV-C 광조사와 다양한 표면처리 방법의 영향을 알아보자 한 것이다.

## 2. 본 론

### 재료 및 방법

#### 1. 시편의 제작

##### 1) 지르코니아 시편 제작

부분소결된 5Y-TZP 지르코니아 블록(Rainbow High Shine, GENOSS, Gyeong-gi Do, Korea)을 밀링하여 디스크 모양의 시편 90개를 제작하고, 제조사의 지시에 따라 완전소

결을 시행하였다. (Ø 12mm x 2mm disk) 제작된 지르코니아 시편을 유리판 위에서 접착면이 바닥을 향하도록 하고, 내경 25mm, 높이 10mm의 아크릴 주형에 tray resin(Quicky tray resin, Nissin, Japan)을 부어 포매하였다. 지르코니아 표면 연마는 흐르는 물에서 400, 800, 1000방 실리콘 카바이드 연마지를 사용하여 시행하였다. 초음파 세척기와 95% 알코올을 이용하여 세척, 건조하였다.

## 2) 표면처리

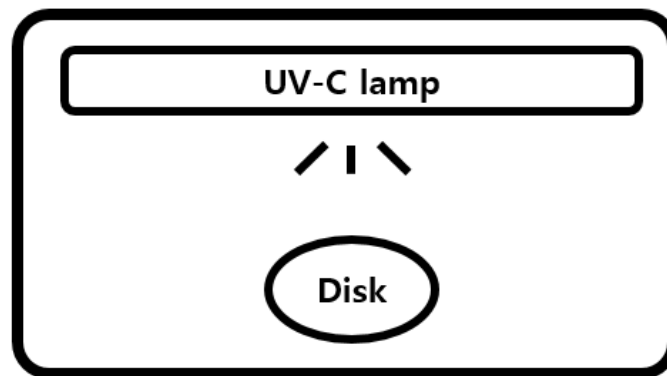
90개의 시편을 UV 광조사 시간 및 광조사 전후 표면처리 방법에 따라 총 9개의 군으로 나누었다(N=10). (table1) 샌드블라스팅 처리는 50  $\mu$ m 알루미늄 옥사이드로 2.5 기압, 10mm 거리 하에서 수직으로 7초간 시행하였으며 이후 5분간 초음파세척 후 건조하였다.

**Table1.** Groups of the study

	No UV (Control)	UV 10min	UV 30min
Control	C0	C10	C30
Sand	S0	S10	S30
Sand+primer*	SP0	SP10	SP30

\* UV treatment was done before applying primer

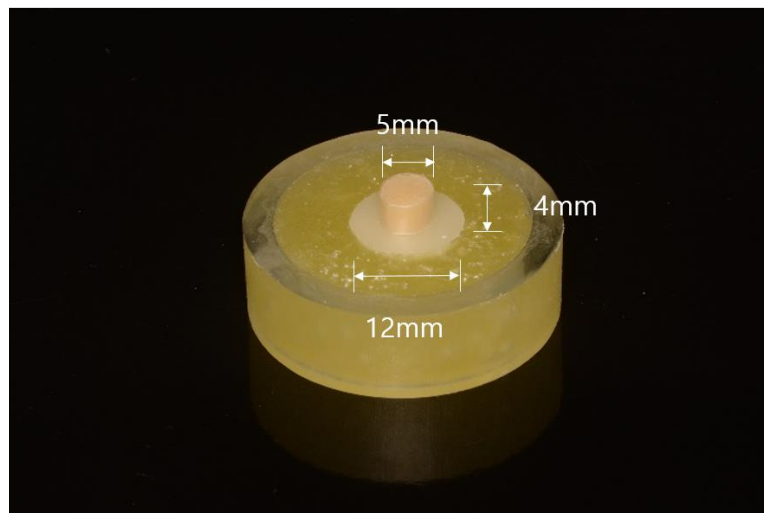
UV-C 광조사(Fig.1)는 253.7nm의 파장을 갖는 4W 출력의 UVC 램프(Philips G4T5, Poland) 를 이용하였다. 사각형 박스모양의 내부의 빛을 차폐할수 있는 장치를 고안하여, 10mm 거리에 5Y-TZP disk를 놓고 소그룹에 따라 0, 10분, 30분의 조사시간을 부여하였다. UV-C 광조사 후 프라이머 군에서 지르코니아 전용 프라이머 (Zirconia liner, Sun medical, Japan)를 제조사의 지시에 따라 도포하였으며, 약 5초 후 건조시켰다.



**Fig. 1** UV-C treatment to zirconia disk with UV-C lamp in a light-blocked device. (UV-C light irradiation was 10mm distance from 4W UV-C lamp,  $\lambda = 253.7\text{nm}$ .)

### 3) 복합레진 접착, 시편 완성 (Fig. 2)

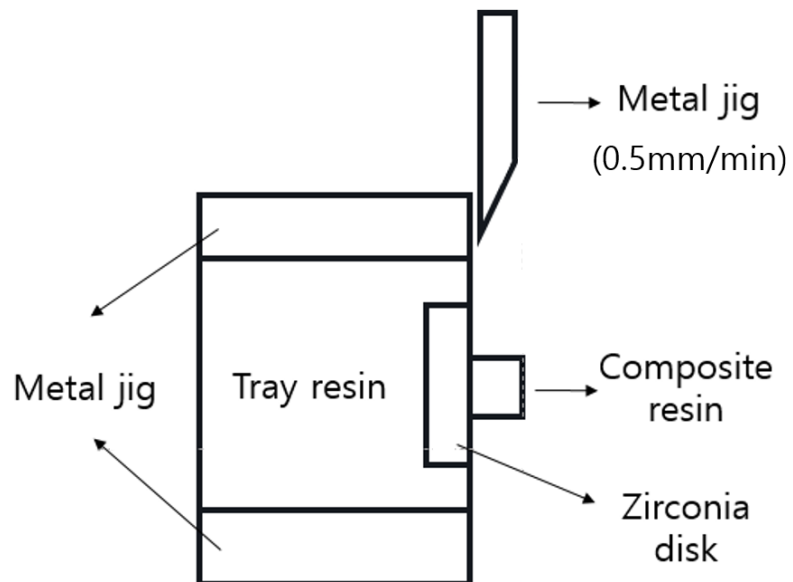
최종 표면처리가 완료된 각 군의 시편에 MDP를 함유한 본딩 레진(Clearfil SE bond, Kuraray Medical Inc. Japan)을 얇게 도포하고 제조사의 지시에 따라 광중합 하였다. 투명 아크릴 스트로우를 이용하여 직경 5mm, 높이 4mm의 형태로 복합레진(Filtek Z350 XT Universal, Shade A3, 3M ESPE, USA)를 적층 충전하고, 잉여 부위를 기공용 나이프로 제거하였다. 제조사의 지시에 따라 네 방향에서 40초씩 광중합 하였다. (Elipar Deep Cure-S, 3M, USA).



**Fig. 2** Zirconia disk( $\varnothing$  12mm)& composite resin rod was embedded in tray resin

## 2. 전단결합강도 측정 (Fig.3)

접착이 완료된 90개의 시편을 37 °C의 증류수에서 48시간 보관한 후, 만능시험기(TW-D102, TAEWON TECH CO, Korea) 를 이용하여 0.5mm/min 속도로 전단결합강도를 측정하였다.



**Fig. 3** Shear bond test was conducted by universal testing machine(TW-D102, TAEWON TECH CO, Korea), speed by 0.5mm/min

### 3. 현미경 관찰

3D Surface Confocal Laser Scanning Microscope (Apreo S LoVac , Thermo Fisher Scientific Inc , Waltham, MA, USA) 를 이용한 표면 관찰, Failure mode 분석을 시행하였다.

### 4. 통계 분석

IBM SPSS Statistics 22 (IBM SPSS Inc, USA)를 이용하여 표면처리 방법들과 UV 조사 시간의 상호작용효과를 보기 위한 Two-way ANOVA 분석, 각 표면처리 방법들과 UV 조사 시간의 영향을 보기 위하여 one-way ANOVA 분석을 사용하였고 사후검정으로 Tukey HSD 검정을 이용하였다. ( $\alpha = .05$ )

Table 2. Experimental materials

Materials	Product name	Composition	Manufacturer
Zirconia	Rainbow High Shine	ZrO <sub>2</sub> (95%), Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (5%)	GENOSS. Gyeong-gi Do, Korea
Primer	Zirconia liner	MMA, 4-META	Sun Medical, Moriyama, Japan
Bonding resin	Clearfil SE Bond	10-MDP, Bis-GMA, HEMA, initiator, dimethacrylate, microfiller	Kuraray, Okayama, Japan
Composite resin	Filtek Z350 XT Universal	UDMA, Bis-GMA, Bis-EMA, TEGDMA	3M ESPE, St. Paul, MN, USA

\*MMA: methylmethacrylate; 4-META: 4-methacryloyloxyethyltrimellitate anhydride; UDMA: Urethane dimethacrylate; Bis-GMA: Bisphenol A-glycidyl methacrylate; Bis-EMA: Bisphenol A ethoxylate dimethacrylates; TEGDMA: Triethylene glycol; MDP: 10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate; HEMA (2-hydroxyethyl methacrylate)

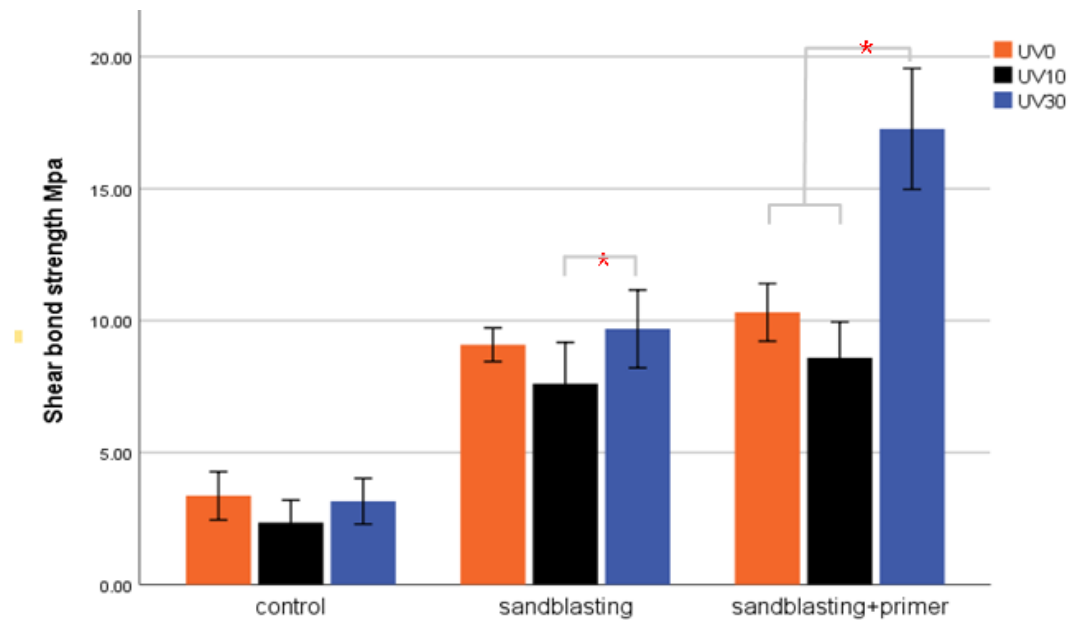
## 결 과

### 1) 전단결합강도

각 군의 전단결합강도의 통계분석 결과를 표(Table3) 및 막대그래프(Fig 3) 로 표시하였다.

**Table 3.** The mean of shear bond strength in each group (MPa)

Group	Mean(MPa)	SD
C0	3.37	1.28
C10	2.35	1.19
C30	3.16	1.21
S0	9.09	0.89
S10	7.61	2.18
S30	9.68	2.06
SP0	10.31	1.53
SP10	8.59	1.9
SP30	17.26	3.2



**Fig 4.** Mean shear bone strength by Surface treatment (MPa)

이원분산분석(Table4)결과 표면처리 방법과 UV 광조사시간 모두 결합강도에 유의한 효과를 갖는 것으로 나타났다. ( $P < .05$ ) 또한 표면처리와 UV 광조사의 상호작용효과도 유의한 값으로 관찰되었다. 이에 사후검정을 실시한 결과, 표면처리 방법에서는 프라이머 까지 처리한 군, 샌드블라스팅만 처리한 군, 아무 처리 하지 않은 군 순으로 전단결합강도의 차이가 나타났다 ( $P < .05$ ). 반면에 UV 조사 시간에 대해서는 30분 광조사 시에만 유의하게 높은 결합강도를 보이는 것으로 나타났다.

Table 4. Two-way ANOVA

Dependent Variable Mpa					
Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Surface treatment	1274.862	2	637.431	188.039	0.000
UV	227.990	2	113.995	33.628	0.000
Surface treatment * UV	222.283	4	55.571	16.393	0.000
Error	274.581	81	3.390		
Corrected Total	1999.716	89			

a. R Squared = .863 (Adjusted R Squared = .849)



표면처리 방법 별 UV 광조사 시간에 따른 영향의 결과값을 보기 위하여 일원분산분석을 시행하였을 때에는, 표면처리하지 않은 군(control)을 제외한 나머지 두 군에서 통계적 유의성이 나타났다 (P<. 05). 사후분석 시행한 결과(table5), 해당 군에서 UV 30분 광조사(SU30P)시 17.26±3.2 MPa로 10분 광조사(SU10P) 혹은 광조사하지 않을 때(SU0P)보다 유의하게 높은 전단응력 값을 나타냈다 (P<.05). 샌드블라스팅 단독 처리한 군에서는 UV 10분(SU10)과 30분 광조사(SU30) 사이에 전단응력값의 유의한 차이가 나타났지만, 광조사하지 않은 군(SU0)과 통계적 차이는 없었다. 표면처리 하지 않은 군에서는 UV 광조사시간별 차이는 나타나지 않았다.

**Table 5.** Tukey HSD post hoc test (by surface treatment)

Tukey HSD					
Surface treatment	(I) UV	(J) UV	Mean difference(I-J)	S.E	CTT sig.
control	UV0	UV10	1.02	0.55	0.172
		UV30	0.21	0.55	0.925
	UV10	UV30	-0.81	0.55	0.319
sandblasting	UV0	UV10	1.47	0.81	0.182
		UV30	-0.60	0.81	0.742
	UV10	UV30	-2.07	0.81	0.042
sandblasting+primer	UV0	UV10	1.72	1.04	0.239
		UV30	-6.95	1.04	0.000
	UV10	UV30	-8.67	1.04	0.000

\*, P=.05

UV 조사 시간 별로 3가지 표면처리에 따른 전단결합강도를 일원분산분석을 시행하였을 때에는 모두 유의한 차이가 나타났다 (P<.05). 사후 분석을 시행한 결과(table6) , 샌드블라스팅과 프라이머 모두 처리한 군, 샌드블라스팅만 처리한 군, 아무 처리도 하지 않은 군 순으로 전단결합강도가 크게 나타났다. UV를 조사하지 않은 경우나 10분간만 조사한 경우에는 프라이머까지 처리한 군과 샌드블라스팅만 처리한 군에서 유의한 차이가 나타나지 않았다.

**Table 6.** Tukey HSD post hoc test (by UV time)

UV	(I) Surface treatment	(J) Surface treatment	Mean difference(I-J)	S.E	CTT sig.
UV0	control	sandblasting	-5.72	0.56	0.000
		sandblasting+primer	-6.95	0.56	0.000
	sandblasting	sandblasting+primer	-1.23	0.56	0.093
UV10	control	sandblasting	-5.26	0.81	0.000
		sandblasting+primer	-6.24	0.81	0.000
	sandblasting	sandblasting+primer	-0.98	0.81	0.459
UV30	control	sandblasting	-6.53	1.03	0.000
		sandblasting+primer	-14.11	1.03	0.000
	sandblasting	sandblasting+primer	-7.58	1.03	0.000

\*. P=.05

## 2) 접착 실패 후 파절양상

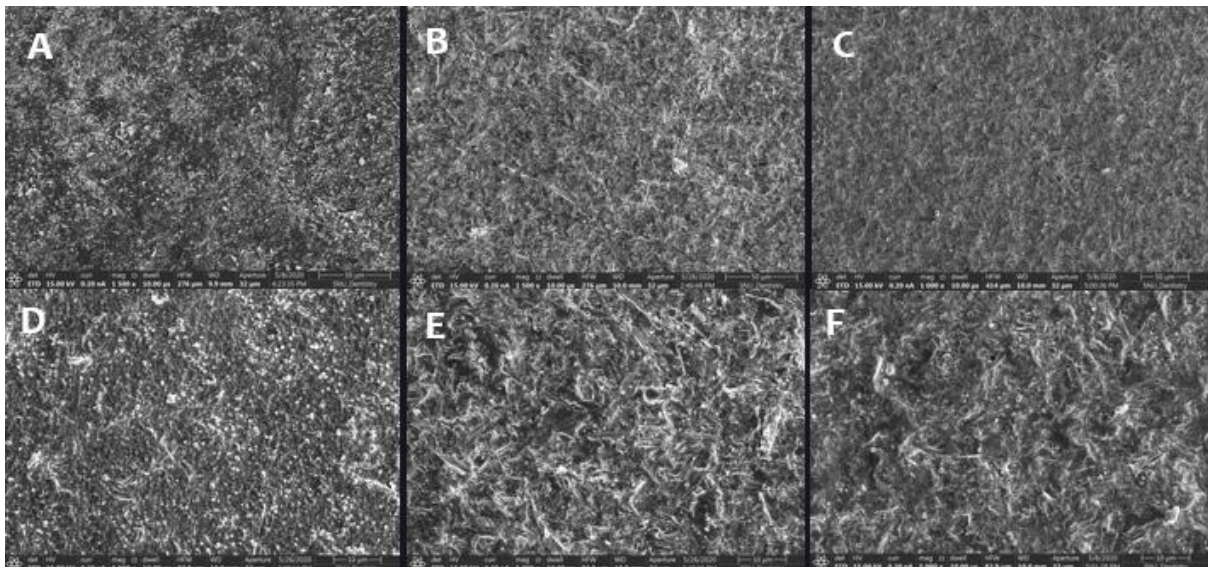
대부분 접착성 파절이 관찰되었으며, 프라이머를 사용한 군에서 혼합성 파절의 비율이 증가하였다. UV 30분 광조사후 프라이머까지 처리한 군에서 혼합성 파절이 가장 높은 비율로 관찰되었다(Table 7).

**Table 7.** Failure modes of after shear bond test

Group	Adhesive	Cohesive	Mixed
C0	100%	0%	0%
C10	100%	0%	0%
C30	100%	0%	0%
S0	90%	0%	10%
S10	100%	0%	0%
S30	90%	0%	10%
SP0	80%	0%	20%
SP10	90%	0%	10%
SP30	70%	0%	30%

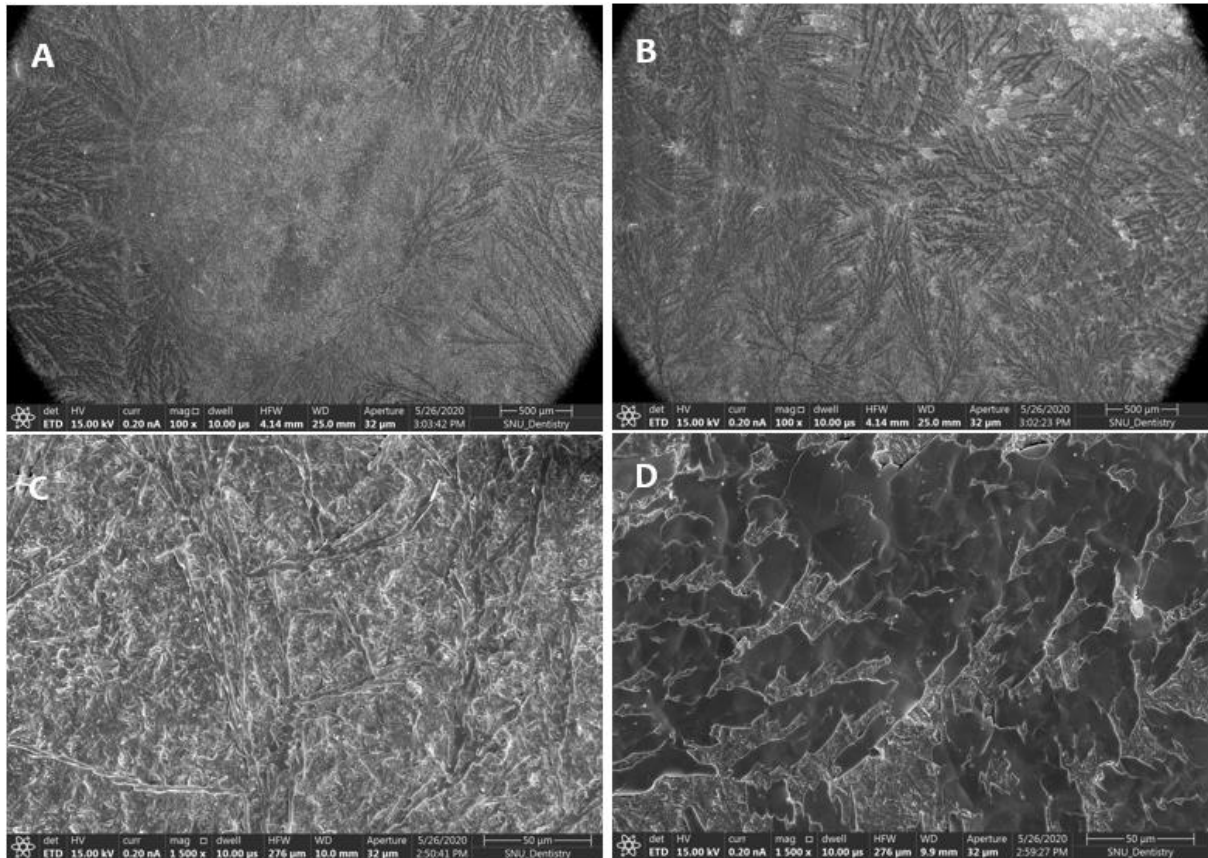
### 3) 주사전자현미경 관찰

먼저 처리하지 않은 깨끗한 지르코니아 표면, 샌드블라스팅 후, 샌드블라스팅+ UV 30분 조사 직후의 모습을 관찰하였다. (Fig. 5). 샌드블라스팅 후 표면에서 좀더 거친 표면이 관찰된다. UV 조사 직후의 영향은 육안으로 구별하기 어려웠다. UV-C 30분 광조사 유무에 따른 샌드블라스팅과 프라이머 도포한 표면의 모습을 관찰하였다(Fig. 6). 특징적인 가지 모양 구조물이 관찰되며, UV 처리하지 않은 군(A,C)에 비하여 처리한 군(B,D)에서 조금더 고른 분포가 관찰된다. 파절후 파절양상의 모습을 Fig. 7에 나타내었다.

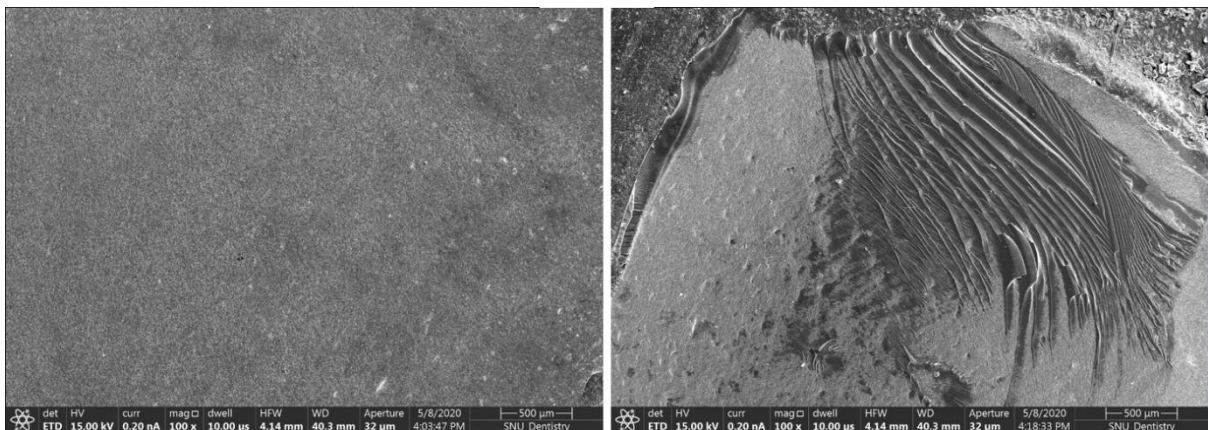


**Fig 5.** SEM image of 5Y-TZP disk (A,B,C : magnification x1500, D,E,F : x 5000). A,D: no treatment,  
B,E: 50  $\mu$ m Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sandblasting, C,F: 50  $\mu$ m Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sandblasting+ UV treatment 30min.

The roughness of the surface is seen after sandblasting. There is little difference between E(sandblasting only) and F(sandblasting + UV treatment)



**Fig 6.** SEM image of 5Y-TZP disk after primer (A,B: magnification  $\times 100$ , C,D:  $\times 1500$ ).  
 A,C: Sandblasting + primer, B,D: Sandblasting + UV 30min + primer.  
 The specific dendrite appearance is clearly visible in B,D (with UV treatment)



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

## 고 찰

지르코니아는 고밀도의 결정으로 이루어진 세라믹으로서 에칭이 되지 않으며, 레진과의 접착을 위해 다른 별도의 표면처리 방법들이 필요하다.<sup>23</sup> 산화알루미늄 입자를 이용한 샌드블라스팅은 표면의 요철구조를 기계적으로 형성하는데 효과적인 방법으로, 다양한 연구에서 실험적인 레진 결합강도의 증가를 보여주었다.<sup>24-26</sup> 본 연구에서도 UV 광조사 정도와 관계없이, 샌드블라스팅 시행시 표면처리 하지 않은 대조군에 비해 결합강도의 유의한 증가를 보였다. Naichuan 등<sup>27</sup>은 지르코니아의 샌드블라스팅 조건을 제각기 달리 한 후 레진과의 결합강도를 비교한 실험에서, 같은 샌드블라스팅이라도 산화알루미늄 입자의 크기, 압력, 조사 시간에 따라 유의하게 다른 결과값을 보일 수 있다고 하였다. 특히 본 연구에 앞서 실시한 예비 실험에서는 샌드블라스팅 시간에 따라 확연한 결과 값 차이를 나타내었다. 따라서 본 실험에서는 실험군에 균일한 샌드블라스팅 조건을 부여하기 위하여 분사 영역과 거리, 시간을 일정하게 통제하기 위해 노력하였다.

레진과의 접착을 위한 지르코니아의 표면처리 방법 중, 화학적인 방법으로 기능성 모노머가 함유된 프라이머나, 본딩제의 사용 또한 제시되어 왔다. 본 연구에서는 10-MDP가 함유된 본딩제(Clearfil SE bond)를 사용하였는데, 10-MDP는 지르코니아 표면의 수산화기(hydroxyl group)와 반응하여 수소결합을 이룬다. In vitro 실험에서 10-MDP 함유 시 다른 기능성 모노머에 비하여 우수한 결합강도를 갖는 결과들이 보고되어 있다.<sup>28-30</sup> 그러나 본 연구의 모든 실험군에서 10-MDP가 함유된 본딩제를 동일하게 사용하였음에도, 샌드블라스팅 처리하지 않은 대조군에서는 5MPa 미만의 낮은 결합강도 값이 측정되었다. 이를 통해 볼 때 지르코니아와 복합레진과의 결합강도에 있어서 본딩제(Clearfil SE bond)에 함유된 10-MDP의 단독 효과는 제한적이며, 샌드블라스팅을 통한 미세기계적 표면처리가 필수적임을 추측할 수 있다. 일련의 연구들에서 유사한 결과를 보고하고 있다.<sup>24-26, 31</sup>

본 연구에서는 지르코니아와 레진과의 결합강도를 평가함에 있어 직접 수복용복합 레진을 사용하였다. 복합 레진을 통한 수리의 장점은 간편하며, 저렴하고 수리시간이 짧은 데에 있다.<sup>32</sup> 기존의 연구들은 레진시멘트를 이용한 지르코니아의 접착을 목적으로 하는

연구들이 대부분이다. 레진 시멘트도 유기질 성분인 기질과 무기질의 필러를 성분으로 하며, 수복용 복합 레진과 성분이 비슷하다. 그러나 복합레진은 레진 시멘트에 비해 일반적으로 필러함량이 더 많고, 흐름성과 표면 젖음성이 감소하며 고점도의 특성을 띄게 된다.<sup>33</sup> 한편 대부분의 복합 레진은 처음부터 지르코니아와의 부착을 염두하여 개발된 제품이 아니거나, 제품에 따라 실험적인 결과값 차이가 존재하며,<sup>34</sup> 장식계 도재로 수리할 때보다 결합 강도는 떨어지게 된다.<sup>35</sup> 이와 같은 한계를 보완하기 위하여 장식계 도재로 지르코니아 표면을 코팅하거나<sup>36</sup>, 고점도의 본딩제를 추가로 도포하는 방법<sup>37</sup> 등이 보고되어 있다.

자외선을 이용한 표면처리시 지르코니아 표면층의 탄화수소 제거, 친수성의 증가, 세포 부착과 성장 등의 효과들이 보고되어 있다.<sup>15-18,43</sup> 지르코니아를 이용한 임플란트 연구에서는 골의 치유를 가속시키거나, 골-임플란트 접촉의 증가가 나타났다.<sup>18</sup> 이와 같은 표면 특성의 변화는 지르코니아 표면의 젖음성을 변화시킴으로써, 접착 계면에서 복합 레진과 지르코니아의 반응에 영향을 줄 수 있다.<sup>38</sup> 이번 연구에서 흥미로운 점은 샌드블라스팅만 시행한 군에서는 UV-C 처리가 결합강도에 유의한 차이를 보이지 않았으나, UV-C 30분 처리후 지르코니아 프라이머를 적용한 군에서는 유의하게 결합강도가 증가하는 모습을 보인 것이다.

지르코니아 표면에 자외선을 조사함으로써 발생하는 표면의 화학적 변화는, 자외선의 에너지 만큼에 해당하는 자유 전자가 지르코니아 표면에 발생하는 것으로부터 시작되는 것으로 알려져 있다.<sup>342</sup> 243nm의 단파장영역에 해당하는 UV-C의 고에너지 조사를 통하여 0.5nm 이하의 지르코니아 표면이 이온화되며, 이는 Zr-O 결합을 분리시키게 된다.<sup>42,43,44</sup> 이어서 이온화된 산소족(Oxygen species)과 대기중의 가수분해과정(hydrolysis)의 동시 반응(parallel reaction)을 통하여 표면의 수산화기(-OH)가 증가되고, 결과적으로 표면은 초친수성(Superhydrophilicity)을 띄게 된다.<sup>42</sup>

한편 지르코니아 프라이머(Zirconia Liner)는 상아질 접착제의 성분으로 쓰이는 친수성기를 포함한 4-META를 기능성 모노머로 포함하고 있다. 4-META는 상아질과 레진과의 접착에서도 널리 사용되는 상아질 접착제의 포함 성분중 하나로<sup>45</sup> 한쪽 말단은 소수성, 한쪽 말단에는 친수성기를 포함하고 있다. 반면 사용한 본딩제(Clearfil SE bond)의

Adhesive는 주성분인 bis-GMA, HEMA 뿐만 아니라 함유한 기능성 모노머인 10-MDP 모두 소수성 성분이며 흐름성도 매우 낮다. 따라서, 본 연구 결과를 근거로 한다면 UV-C 광조사를 통한 지르코니아 표면의 친수성 증가가 친수성 기능기를 가지고 있는 프라이머의 작용에 유의미한 영향을 주었을 것이라고 추측해 볼 수 있다. SEM 사진 (Fig6)에서, UV-C 광조사한 시편 (Fig 6 B,D)이 조사하지 않은 시편 (Fig6 A,C)에 비해 프라이머로 추정되는 물질이 관찰 영역에 비교적 더 넓게 퍼진 양상 (Fig. 6 B)을 확인할 수 있다.

본 연구에서는 다양한 표면처리 방법에 대하여 규격이 명시된 UV-C 램프를 이용, 비교적 근거리 (10mm)에서 UV-C 광조사 시간을 0분 (조사하지 않음), 10분, 30분의 세가지로 구분하였다. 현재 치과재료의 자외선 조사 실험시, 빛의 강도나 조사 시간 등 조건에 대한 합의는 되지 않은 상태이다. 사용한 자외선의 파장만 명시하거나, 램프의 규격, 혹은 발생장치의 제품명만 표시한 경우도 있었다.<sup>15-18,39,40</sup> 세포 부착 실험 연구에서는 최소 10분에서 최대 24시간까지의 자외선 조사를 시행하였다. 표면 산소의 화학활성 효과는 1시간 이상에서 유의한 차이가 없었다고 하였으며<sup>41</sup>, 접촉각 연구에서는 40분 이상부터는 유의한 증가가 나타나지 않았다고 보고하였다.<sup>15</sup> 본 연구의 조건 설정시 위와 같은 기존 연구 결과를 참조하여, 1시간을 넘어가지 않는 짧은 시간 범위 안에서 임상에서의 적용 가능성을 확인하고자 하였다. 한편, 이번 연구에서 10분간 광조사시 광조사하지 않은 군에 비하여 유의한 결합강도 차이를 나타내지 않았다. 광조사 시간의 증가에 따른 표면 접촉각의 유의한 변화량 및 탄화수소 오염원들의 유의한 감소가 보고되어 있다.<sup>18,39</sup> 또한 파장이 더 길고 낮은 광자에너지를 갖는 UV-A를 이용한 연구<sup>20</sup>에서, 접촉각의 변화나, 탄화수소 잔여물의 변화량이 조사 시간이나 대조군에 대하여 유의한 차이를 보이지 않았다. 이 같은 기존 연구들을 통해 미루어 봤을 때, UV-C의 광조사가 접착을 위한 표면 특성을 변화시키는 과정에 있어, 일정 시간 이상의 광조사량이 필요한 것으로 생각된다.

본 연구의 한계로는 다음과 같다. UV-C 처리 후 표면 젖음성 증가 여부에 대한 평가가 부재한 점, 표면 처리 후 성분에 대한 정성적 분석이 없어 표면 분포 물질을 알 수 없는 점, aging 조건 불충분으로 장기적인 효과는 알 수 없는 점, 실험재료의 구성성분을 다양화하지 못하여 결과를 일반화하기 어려운 점 등을 들 수 있다. UV-C 광조사 결과 나타



날 수 있는 물성과 표면형태의 분석 및 및, 다수의 프라이머, 본딩제 사용시의 영향에 대한 후속연구가 필요하다고 생각된다.

### 3. 결 론

본 연구는 UV-C 조사한 5Y-TZP 지르코니아와 직접수복용 복합레진과의 전단결합강도를 분석하고자 하였으며, 제한된 조건 하에서 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 5Y-TZP 지르코니아 표면을 샌드블라스팅하고, UV를 30분 조사한 뒤 프라이머를 도포하는 경우, UV를 10분간 조사하거나 조사하지 않은 경우에 비해 지르코니아와 복합레진 간 유의한 결합력의 증가를 보였다. 10분간 조사한 경우는 결합력을 증가시키지 않았다.

2. 아무 처리도 하지 않거나, 샌드블라스팅 단독 시행 시 UV 조사의 정도는 전단결합강도에 유의한 결과값 차이를 가져오지 않았다. ( $P>.05$ )

## 참 고 문 헌

- 1) Little DA, Graham L. Zirconia: Simplifying Esthetic Dentistry. *Compend Contin Educ Dent*. 2004 Jun;25(6):490-4.
- 2) Karthigeyan S, Ravindran AJ, Bhat RTR, Nageshwarao MN, Murugesan SV, Angamuthu V. Surface Modification Techniques for Zirconia-Based Bioceramics: A Review. *J Pharm Bioallied Sci*. 2019;11(Suppl 2):S131-S134. doi:10.4103/JPBS.JPBS\_45\_19
- 3) Massimiliano Guazzato 1, Mohammad Albakry, Simon P Ringer, Michael V Swain. Strength, Fracture Toughness and Microstructure of a Selection of All-Ceramic Materials. Part II. Zirconia-based Dental Ceramics. *Dent Mater*. 2004 Jun;20(5):449-56.
- 4) L Mao , M R Kaizer, M Zhao , B Guo , Y F Song , Y Zhang . Graded Ultra-Translucent Zirconia (5Y-PSZ) for Strength and Functionalities. *J Dent Res*. 2018 Oct;97(11):1222-1228.
- 5) Della Bona A, Kelly J. The clinical success of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc* 2008;139(suppl):8S-13S.
- 6) Piconi C, Maccaoro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. A review. *Biomaterials* 1999;20:1-12.
- 7) Komine F, Kobayashi K, Blatz MB, Fushiki R, Koizuka M, Taguchi K, Matsumura H. Durability of bond between an indirect composite veneering material and zirconium dioxide ceramics. *Acta Odontol Scand* . May-Jul 2013;71(3-4):457-63.
- 8) Komine F, Kobayashi K, Saito A, Fushiki R, Koizumi H, Matsumura H. Shear bond strength between an indirect composite veneering material and zirconia ceramics after thermocycling. *J Oral Sci*. 2009;51(4):629-634. doi:10.2334
- 9) Wegner SM, Kern M. Long-term resin bond strength to zirconia ceramic. *J Adhes Dent* 2000;2:139-47.
- 10) Goia TS, Leite FP, Valandro LF, Ozcan M, & Bottino MA (2006) Repair bond strength of a resin composite to alumina-reinforced feldspathic ceramic *International Journal of Prosthodontics* 19(4) 400-402.
- 11) Brentel AS, Ozcan M, Valandro LF, Alarc , a LG, Amaral R, & Bottino MA (2007) Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions *Dental Materials* 23(11) 1323-1331.
- 12) Fazal R, Nur SI. Effect of ultraviolet light irradiation on bond strength of fiber post: Evaluation of surface characteristic and bonded area of fiber post with resin cement. *Eur J Dent*. 2015 Jan-Mar; 9(1): 74-79
- 13) Amaral R, Özcan M, Bottino MA, Valandro LF .Microtensile bond strength of a resin

cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. *Dent Mater* 2006. 22:283–290

14) Ogawa T. Ultraviolet photofunctionalization of titanium implants. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2014;29(1):e95-e102. doi:10.11607/jomi.te47.

15) Al Qahtani MS, Wu Y, Spintzyk S, et al. UV-A and UV-C light induced hydrophilization of dental implants. *Dent Mater*. 2015;31(8):e157-e167. doi:10.1016/j.dental.2015.04.011

16) Zhao G, Schwartz Z, Wieland M, Rupp F, Geis-Gerstorfer J, Ccochran DL, et al. High surface energy enhances cell response to titanium substrate microstructure. *J Biomed Mater Res*. 2005;A74:49–58.

17) Sawase T, Jimbo R, Baba K, Shibata Y, Ikeda T, Atsuta M. Photo-induced hydrophilicity enhances initial cell behavior and early bone apposition. *Clin Oral Implants Res*. 2008;19:491–6

18) Park KH, Koak JY, Kim SK, Han CH, Heo SJ. The effect of ultraviolet-C irradiation via a bactericidal ultraviolet sterilizer on an anodized titanium implant: a study in rabbits. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2013;28(1):57–66. doi:10.11607/jomi.2638

19) Tuna T, Wein M, Swain M, Fischer J, Att W. Influence of ultraviolet photofunctionalization on the surface characteristics of zirconia-based dental implant materials. *Dent Mater*. 2015;31:e14–24

20) Noro A, Kaneko M, Murata I, Yoshinari M. Influence of surface topography and surface physicochemistry on wettability of zirconia (tetragonal zirconia polycrystal). *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2013;101(2):355-363. doi:10.1002/jbm.b.32846

21) Zhong B, Zhang Y, Zhou J, Chen L, Li D, Tan J. UV irradiation improves the bond strength of resin cement to fiber posts. *Dent Mater J*. 2011;30:455–60. (fiber post)

22) Keisuke Y . Yohei O, Yasuhiko A , Kazuhiro T . Effective UV/Ozone Irradiation Method for Decontamination of Hydroxyapatite Surfaces. *Heliyon* . 2017 Aug 1;3(8):e00372.

23) Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater* 2003;19:725–31.

24) Kulunk S, Kulunk T, Ural C, Kurt M, Baba S. Effect of air abrasion particles on the bond strength of adhesive resin cement to zirconia core. *Acta Odontol Scand* 2011;69:88–94.

25) Phark JH, Duarte S Jr, Blatz M, Sadan A. An in vitro evaluation of the long-term resin bond to a new densely sintered high purity zirconium-oxide ceramic surface. *J Prosthet Dent* 2009;101: 29–38.

26) 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.

27) N Su, Li Y. 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 Jun;7(3):214–23. doi: 10.4047

- 28) Lima RBW, Barreto SC, Alfrisany NM, Porto TS, De Souza GM, De Goes MF. Effect of silane and MDP-based primers on physico-chemical properties of zirconia and its bond strength to resin cement. *Dent Mater.* 2019;35(11):1557-1567. doi:10.1016/j.dental.2019.07.008
- 29) da Silva EM, Miragaya L, Sabrosa CE, Maia LC. Stability of the bond between two resin cements and an yttria-stabilized zirconia ceramic after six months of aging in water. *J Prosthet Dent.* 2014;112(3):568-575. doi:10.1016/j.prosdent.2013.12.003
- 30) Özcan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent.* 2015;17(1):7-26. doi:10.3290/j.jad.a33525
- 31) 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.
- 32) Çınar S, Kırmali Ö. Repair bond strength of composite resin to zirconia restorations after different thermal cycles. *J Adv Prosthodont.* 2019;11(5):297-304. doi:10.4047/jap.2019.11.5.297
- 33) Blackman R, Barghi N, Duke E. Influence of ceramic thickness on the polymerization of light-cured resin cement. *J Prosthet Dent* 66:187-192, 1991.
- 34) Han IH, Kang DW, Chung CH, Choe HC, Son MK. Effect of various intraoral repair systems on the shear bond strength of composite resin to zirconia. *J Adv Prosthodont.* 2013;5(3):248-255. doi:10.4047/jap.2013.5.3.248
- 35) Kumchai H, Juntavee P, Sun AF, Nathanson D. Comparing the Repair of Veneered Zirconia Crowns with Ceramic or Composite Resin: An in Vitro Study. *Dent J (Basel).* 2020;8(2):E37.
- 36) Futoshi Komine, Jörg R. Strub, Hideo Matsumura, Bonding between layering materials and zirconia frameworks, *Japanese Dental Science Review* 2012, Vol. 48, Issue 2, 153-161p
- 37) Fushiki R, Komine F, Blatz MB, Koizuka M, Taguchi K, Matsumura H. Shear bond strength between an indirect composite layering material and feldspathic porcelain-coated zirconia ceramics. *Clin Oral Investig.* 2012;16(5):1401-1411. doi:10.1007/s00784-011-0641-9
- 38) Noro A, Kameyama A, Haruyama A, Takahashi T. Influence of hydrophilic pre-treatment on resin bonding to zirconia ceramics. *Bull Tokyo Dent Coll.* 2015;56(1):33-39. doi:10.2209/tdcpublication.56.33
- 39) Al Qahtani, M. S. A.; Wu, Y.; Spintzyk, S.; Krieg, P.; Killinger, A.; Schweizer, E.; Stephan, I.; Scheideler, L.; Geis-Gerstorfer, J.; Rupp, F. UV-A and UV-C light induced hydrophilization of dental implants. *Dent. Mater.* 2015, 31, e157-e167.
- 40) Yang, Y.; Zhou, J.; Liu, X.; Zheng, M.; Yang, J.; Tan, J. Ultraviolet light-treated zirconia with different roughness affects function of human gingival fibroblasts in vitro: The potential surface modification developed from implant to abutment. *J. Biomed. Mater. Res., Part B* 2015, 103, 116-124.
- 41) Desforges, J.; Robichaud, L.; Gauvin, S. Determination of Optical Properties of Thin Films from Ketteler-Helmholtz Dispersion Relations: Application to the Case of Ultraviolet

Irradiated Zirconium Oxide. *Adv. Mater. Sci. Eng.* 2017, 2017, 1.

42) Tsuchiya M, Ramanathan S. Effect of photon irradiation on structure of yttria-doped zirconia thin films grown on semiconductor substrates. *Applied Physics Letters* 2007. 91 (25), 253104

43) Aifang H, Hao D, James T, Satoshi I, Jukka PM, Zhuofan C. Prolonged UV-C Irradiation Is a Double-Edged Sword on the Zirconia Surface. *ACS Omega* . 2020 Mar 5;5(10):5126–5133.

44) Kreidl, N. J.; Hensler, J. R. Formation of color centers in glasses exposed to gamma radiation. *J. Am. Ceram. Soc.* 1955, 38, 423–432.

45) Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now?. *Dent Mater.* 2011;27(1):71-82. doi:10.1016

## Abstract

# The shear bond strength of UV surface treated zirconia and composite resin

Sanghoon Lee, *D.D.S.*

Department of Prosthodontics,

The Graduate school,

Seoul National University

*(Directed by Professor Jae-young Kwak, D.D.S., M.S., Ph. D.)*

Zirconia has high crystallization structure without silica. This limits adhesion between zirconia and resin. There were some methods to improve bonding strength of zirconia; alumina spraying, silica coating, adhesive primers or bonding agents containing functional monomers, have been suggested. Meanwhile, a high-translucent 5Y-TZP zirconia block has been released in line with the aesthetic expectations of patients. The aim of this study is to investigate the effect of UV-C irradiation and various treatment methods on the shear bond strength of 5Y-TZP zirconia and composite resins.

To investigate the bond strength between the resin and various surface treated zirconia, ninety of zirconia disks were prepared from the 5Y-TZP zirconia block. (Rainbow High Shine, GENOSS., Gyeong-gi Do, Korea). The specimens were divided into three groups : 1) untreated surface (C), 2) 50  $\mu\text{m}$  Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sandblasting group (S) 3) 50  $\mu\text{m}$  Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sandblasting treatment followed by zirconia primer

(Zirconia Liner, Sun Medical Co. , Japan) was applied (SP). Each group was further divided into three subgroups (N=10), treated by the different time of UV light irradiation. (0min,10 min, 30 min) Subsequently, a bonding resin (Clearfil SE bond, Kuraray Medical Inc., Japan) and a composite resin (Filtek Z350 XT Universal, 3M ESPE, USA) containing MDP monomer (10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate) were polymerized on the specimen. After contained under 37 °C distilled water in 48h, shear bond strength was measured with universal testing machine. Binding strength values of each group were compared using one-way ANOVA and two-way ANOVA, and Tukey HSD test was performed by post-analysis ( $\alpha=.05$ ). The surface of the specimen and failure modes were observed by FE-SEM electron microscope .

As a result, both the surface treatment method and the UV light irradiation time were found to have a significant effect on the shear bond strength. ( $P<.05$ ) The largest shear bond strength values were found in the primer treated group (SP30) after sand blasting and UV 30 min irradiation. ( $P<.05$ ) However, the effect of UV irradiation time was different depending on the surface treatment method. The effect of UV irradiation was not significant on the control group (no treatment,  $P>.05$ ) In the surface treatment method, the sandblasted and primer treated groups showed higher values than the sandblasted(S) or control group (C).

By electron microscope, no characteristic change of surfaces was found treated with UV-C. The adhesive failures were dominant, and mixed fractures increased when using primers.

On the limitation of this study, 1. After sandblasting the 5Y-TZP zirconia surface and applying the primer after UV-C treatment for 30 minutes, the shear bond strength between zirconia and the composite resin was significantly increased compared to the 0 or 10 minutes of UV treatment. In the groups with 10 minutes of UV-C treatment, the bond strength was not increased.

2. In the group with sandblasting alone or no surface treatment (control) group did not show a significant difference in bond strength by the time of UV irradiation. (P>.05)

---

**Keywords** : UV-C, zirconia, 5Y-TZP, Shear Bond Strength, Composite resin

**Student number** : 2018-24662