www.kjcdh.org

Korean Journal of Clinical Dental Hygiene

Original Article

불산 에칭 표면처리가 지르코니아와 레진시멘트의 전단결합강도에 미치는 영향

강유정
연세대학교 치과대학 보철과학교실

Effect of Hydrofluoric Acid Etching Surface Treatment of Zirconia on the Shear Bond Strength with Resin Cement

Received: June 09, 2021
Revised: June 21, 2021
Accepted: June 21, 2021

You-Jung Kang
Department of Prosthodontics, Oral Science Research Center, College of Dentistry, Yonsei University, Seoul, 03722, Korea

Corresponding Author: 강유정, (03722) 서울특별시 서대문구 연세로 50-1 치과대학 보철과학교실, Tel : (02) 2228-3167, Fax : (02) 312-3598, E-mail : kyj1219@yonsei.ac.kr

ABSTRACT

Objectives: The purpose of this study was to investigate the effect of hydrofluoric (HF) acid surface treatment of zirconia on its shear bond strength (SBS) with resin cement. **Methods:** Based on the surface treatment method, 52 zirconia specimens were divided into four groups which were airborne-particle abrasion treatment group (APA), 9% HF acid etching group (HFE), the group with 9% HF acid gel with hot etching performed once (HFHE1), and the group with 9% HF acid gel with hot etching performed twice (HFHE2). After the primer was applied to the specimens of each group, the resin cement adhered to the zirconia. Thereafter, the SBS was measured using a universal testing machine. The surface of the representative specimens of each group was observed using a scanning electron microscope (SEM). SBS was performed, followed by statistical analysis of the result using One-way ANOVA (α=0.05). **Results:** The HFHE1 group showed a significant difference in SBS compared with the other groups. The SEM analysis found a change in the surface morphology for all surface-treated samples. **Conclusions:** Within the limits of this study, surface treatment with low-concentration of HF acid hot etching formed a uniform microporous structure on the zirconia surface and exhibited high SBS.

Key words: Hydrofluoric acid, Shear bond strength, Surface treatment, Zirconia

색인: 불산, 전단결합강도, 표면처리, 지르코니아

Copyright © 2021 by Korean Journal of Clinical Dental Hygiene. This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License(http://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0)

1. 서론

최근 환자들의 심미적 요구가 높아짐에 따라 CAD/CAM 개발이 이루어졌고, 구강내에서 사용하기 적합한 기계적 성질을 가진 재료 및 시스템이 발전하였다(1). 특히 지르코니아는 전부도재관으로서 심미보철물로 널리 사용되고 있는 재료 중 하나이다. 지르코니아는 900~1,100 MPa의 높은 굴곡강도로 기계적 강도가 매우 강한 재료이며, 마모저항성이 높고 생체친화성이 높아 전치부 및 구치부, 포스트, 임플란트 지대주 및 식립체, 교정용 브라켓 등에 사용되고 있다(2-6).

그러나 임상적으로 지르코니아는 레진시멘트와 결합을 얻는데 어렵다는 단점이 있다. 지르코니아는 silica가 없고 산 저항성이 높기 때문에 레진 시멘트와 접착이 어렵다. 이를 보완하기 위하여 airborne-particle abrasion (APA), 산 처리, 레이저 처리 등 다양한 표면처리가 연구되고 있지만 가장 적합한 지르코니아 표면처리 방법에 대한 논란은 여전히 존재한다(7, 8).

일반적으로 사용되고 있는 APA 표면처리 방법은 지르코니아 표면에 거칠기를 증가시키고 불순물을 제거하여 레진 시멘트와 견고하고 내구성 있는 기계적 결합을 얻을 수 있다(9). 또한 APA 표면처리 방법은 정방정계의 결정구조에서 단사정계로 상변이를 일으켜 기계적 강도가 강해진다는 장점이 있다(10). 그러나 이 방법은 Al_2O_3의 입자 크기, 분사 시간, 분사 거리 등에 대해 영향을 받을 수 있고, 미세 균열을 일으켜 보철물의 장기적으로 안정성이 저하될 수 있다(11).

화학적 표면처리 방법인 산처리는 불산(HF), 황산(H_2SO_4), 질산(HNO_3) 등이 사용되고 있다. 실리카 성분이 없는 지르코니아는 상온에서 불화수소산에 의한 표면 변화가 효과적이지 않기 때문에 다양한 농도와 온도 또는 처리 시간 차이에 따른 다양한 연구가 이루어지고 있다(7, 12). 장시간 고온 처리를 할 때 Zr-O사이의 결합이 끊어져 지르코니아 표면에 에칭이 가능하게 된다고 보고한 바 있다(7). 특히 불산을 사용한 표면처리 후 치과용 지르코니아 표면의 형태와 결정구조 변화에 대한 선행연구에서 80°C에서 9.5% 농도의 HF를 1분동안 표면처리한 것과 25°C에서 9.5% 농도의 HF를 1시간 동안 적용은 지르코니아의 표면에 요철구조가 형성되는 것을 관찰하였고, 48%의 고농도 불산이 지르코니아의 표면에 거칠기를 형성할 수 있음을 보고하였다(12). 이러한 표면변화는 지르코니아와 레진시멘트 사이의 전단결합강도를 높일 수 있다. 그러나 고농도의 불산을 사용하는 것은 임상적으로 사용하기에 안전하지 않다.

이에 본 연구에서는 저농도 불산을 적용한 표면처리에 따른 지르코니아와 레진시멘트 간의 전단결합강도를 측정하였고, 지르코니아와 레진시멘트의 접착에 효과적인 표면처리 방법을 알아보고자 하였다. 본 연구의 귀무가설은 지르코니아의 표면처리에 따라 전단결합강도는 차이가 없다로 설정하였다.

2. 연구대상 및 방법

2.1. 연구대상

본 연구에서는 지르코니아 블록은 6 mol%의 Y_2O_3를 함유하는 정방정 지르코니아 다결체(6Y-TZP: 6 mol% yttria-tetragonal zirconia polycrystal)를 원재료로 하는 상용 CAD/CAM 지르코니아 블록인 Dmax Natura Z-W9812 (DMAX Co., Daegu, Korea)을 사용하였다. 레진시멘트는 Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (MDP)가 포함된 Theracem (BISCO, Schaumburg, Illinois, USA)을 사용하였으며, 프라이머는 Z-Prime Plus (BISCO, Schaumburg, Illinois, USA)를 사용하였다. 지르코니아 표면처리에 사용된 재료는 50-μm Al_2O_3 (Cobra® 50 μm, white; Renfert GmbH, Hilzingen, Germany), 9% 불산겔 (Ceramic Etchant 9, Medifive Co., Ltd., Incheon, Korea)을 사용하였다 (Table 1).

https://doi.org/10.12972/kjcdh.20210009

Table 1. Materials used in this study

Material	Product name	Composition	Manufacturer
Zirconia block	Natura Z-W9812	ZrO_2, HfO_2,Y_2O^3	DMAX Co., Daegu, Korea
Resin cement	TheraCem®	Base Portland cement Ytterbium w/ Barium Glass Ytterbium Fluoride bisphenol A glycol dimethacrylate (BisGMA) Catalyst paste MDP Hydroxyethyl methacrylate (HEMA)	Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA
Zirconia primer	Z-Prime Plus	MDP, HEMA Biphenyl dimethacrylate (BPDM) Ethanol	Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA
Al_2O_3 particle	Cobra	Al_2O_3	Renfert GmbH, Hilzingen, Germany
Hydrofluoric acid	Zirconia Etchant	Hydrofluoric acid gel Hydrofluoric acid thickening agent	Medifive Co., Ltd., Incheon, Korea

2.2. 시편제작

지르코니아 블록은 CAD/CAM 공정을 사용하여 가공한 후 제조사의 조건에 따라 1,530°C에서 2시간 동안 소결하였다(가열속도: 20°C-900°C에서 3시간, 900°C-1,530°C에서 4 시간 후 자연 냉각). 소결된 지르코니아는 1-μm 다이아몬드 페이스트로 연마하여 52개의 육면체 모양(5×5×1.5 mm)의 지르코니아 시편을 제작하였다. 제작된 지르코니아 시편은 레진몰드에 묻고 균일한 표면을 얻기 위해 샌드페이퍼를 사용하여 #400, 600, 1,200순으로 연마하였고, 연마된 시편은 초음파세척기에서 증류수로 10분간 세척 후 건조하였다.

총 52개의 지르코니아 시편은 표면처리에 따라 군을 나누고 다음과 같이 명명하였다. APA군: Airborne-particle abrasion with 50 μm Al_2O_3, HFE군: 9% hydrofluoric acid, HFHE1군: 9% hydrofluoric acid with 100°C heat 1회 실시, HFHE2군: 9% hydrofluoric acid with 100°C heat를 2회 실시한 군으로 정하였다 (Table 2).

Table 2. Classification of study groups

Group	Surface treatment
APA	Airborne particle abrasion with 50 μm Al_2O_3, 0.2 MPa, 10 sec
HFE	9% Hydrofluoric acid gel etching
HFHE1	9% Hydrofluoric acid gel with hot etching performed once
HFHE2	9% Hydrofluoric acid gel with hot etching performed twice

APA군은 소결된 지르코니아의 시편 접착면에 수직으로 10 mm의 거리에서 0.2 MPa의 압력으로 10초동안 Al_2O_3를 분사한 다음 초음파세척기(SH-2100; Saehan Ultrasonic, Seoul, Korea)로 세척하여 air syringe 를 사용하여 20초 동안 건조 시켰다. 불산을 사용하여 표면처리를 한 HFE군은 소결된 지르코니아의 시편 접착면에 9% 불산겔을 10분동안 도포한 후 증류수에서 10분간 초음파세척기로 세척 후 air syringe 를 사용하여 20초 동안 건조 시켰다. 9% HF로 열에칭을 시행한 HFHE1군은 불산겔을 도포한 후 80~90°C에서 10분동안 방치 후 세척하고 초음파세척기로 증류수에서 10분간 세척 후 air syringe를 사용하여 20초 동안 건조시켰다. HFHE2군은 HFHE1군의 과정을 2회 반복하였다.

2.3. 레진 시멘트와의 접착

표면처리 된 지르코니아 시편의 표면에 MDP가 포함된 Z-primer를 도포하고 30초간 건조 후 면적 4.45 mm^2 원기둥 형태의 몰드(Ultradent Jig; Ultradent Products, South Jordan, USA)를 고정하였다. 그리고 MPD가 포함된 이중중합 레진 시멘트를 쌓아 올린 후 20초씩 두 방향에서 1200 mW LED 광중합기(DB-686 Cappu LED Curing Light; Bisco Asia, Seoul, Korea)를 이용하여 광중합을 시행하였다. 몰드를 제거한 후 20초간 추가적으로 광중합을 시행하였다. 경화가 완료된 시편은 섭씨 37°C이 증류수에 24시간 동안 보관하였다.

2.4. 전단결합강도 측정

전단결합강도를 측정하기 위해 만능시험기(Bisco, Schaumburg, IL, USA)에 고정하고 지르코니아와 레진시멘트 접착계면에 하중을 가하였다. 시멘트가 분리될 때까지의 최대 하중(N)이 기록되었고, 아래 식을 사용하여 MPa로 결과값을 도출하였다.

$$\text{Shear bond strength (MPa)} = \frac{F\,(N)}{A\,(mm^2)}$$

2.5. 주사전자현미경 관찰

지르코니아 시편의 표면처리에 따른 표면 변화를 관찰하기 위해 골드 스퍼터링(Cressington High Resolution Sputter Coater 208HR, Cressington Scientific Instruments, Watford, UK) 후 주사전자현미경(JEOL-7800F Schottky, JEOL, Tokyo, Japan)을 사용하여 각 표면처리 군의 대표 표본을 관찰하였다.

2.6. 통계분석

전단결합강도는 통계분석프로그램(SPSS 25.0, IBM SPSS Statistics; SPSS Inc., Chicago, IL, USA)을 이용하여 분석하였다. Kolmogorov-Smirnov 정규성 검정을 시행 하였으며, 정규성을 만족하여 각 군 간의 전단결합강도가 통계적으로 차이를 알아보기 위해 one-way ANOVA 검정을 실시하였다. 사후검정으로는 Bonferroni 검정을 사용하여 각 군 간의 유의성을 확인하였다(α=.05).

3. 연구결과

3.1. 전단결합강도

표면처리에 따라 전단결합강도(F=10.078, p<0.01)는 유의한 차이를 보이는 것으로 나타났다. 각 군의 전단결합강도의 평균과 표준편차는 Table 3에 나타내었다. HFHE1군, APA군, HFE군, HFHE2군 순으로 낮은 값을 보였으며, APA군, HFE군, HFHE2군들 간의 유의한 차이는 없었으나 HFHE1군은 모든 군과 비교했을 때 유의한 차이가 있었다(p<0.05).

Table 3. Result of shear bond test by surface treatment of zirconia (MPa)

Group	Mean ± SD	p-value
APA	17.3 ± 8.2	p<0.001
HFE	16.2 ± 4.1	
HFHE1	26.8 ± 7.2*	
HFHE2	11.9 ± 8.2	

*p<0.05

APA: APA with 50 μm Al_2O_3, HFE: 9% HF acid etching, HFHE1: 9% HF with hot etching performed once, HFHE2: 9% HF with hot etching performed twice

3.2. 주사전자현미경 관찰

SEM을 이용하여 아무 처리하지 않은 지르코니아와 각 군의 표면처리 된 지르코니아 시편의 표면을 60,000배율로 관찰하였다(Figure 1). 표면처리를 시행하지 않은 지르코니아의 표면에서는 비교적 편평하고 매끄러운 형태가 관찰되었고, APA군은 불규칙하고 거친 표면이 관찰되었다. HFE군에서는 불규칙한 패인 표면이 관찰되었지만, 비교적 매끄러운 표면이 관찰되었다. HFHE1, HFHE2 군에서는 균일한 미세 다공성 구조가 관찰되었다. 20,000배율로 관찰한 결과, HFHE1군은 비교적 각이 있는 grain boundary와 grain 사이의 미세하고 균일한 공간이 관찰되었고 HFHE2군은 둥근 형태의 grain과 grain 사이의 넓은 공간이 관찰되었다(Figure 2).

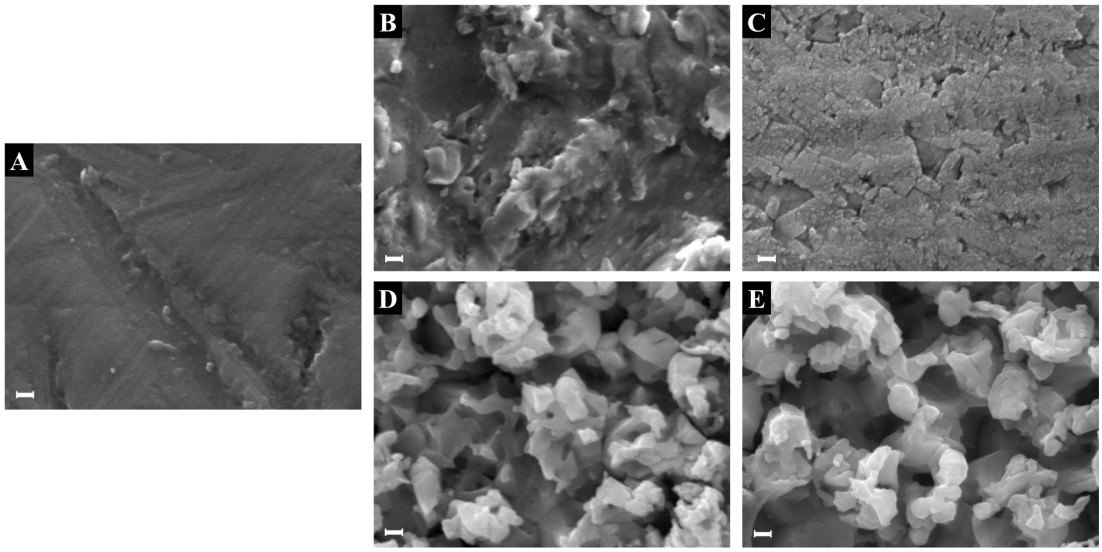


Figure 1. Scanning electron microscopic images of surface-treated zirconia (magnification ×60,000) (A) initial zirconia; (B) airborne-particle abrasion with 50 μm Al_2O_3 (group APA); (C) 9% hydrofluoric acid etching (group HFE); (D) 9% Hydrofluoric acid gel with hot etching performed once (group HFHE1); (E) 9% Hydrofluoric acid gel with hot etching performed twice (group HFHE2)

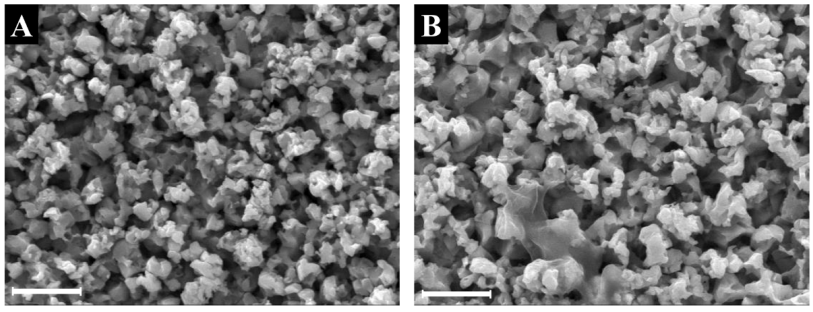


Figure 2. Scanning electron microscopic images of surface-treated zirconia (magnification ×20,000) (A) 9% Hydrofluoric acid gel with hot etching performed once (group HFHE1); (B) 9% Hydrofluoric acid gel with hot etching performed twice (group HFHE2)

https://doi.org/10.12972/kjcdh.20210009

4. 고안

본 연구에서는 지르코니아의 다양한 표면처리방법이 지르코니아와 레진시멘트의 전단결합강도에 미치는 영향을 분석하였으며, 저농도 불산으로 열에칭 1회 적용한 군에서 다른 군 보다 유의하게 높은 전단결합강도를 보였다($p<0.05$). 이에 귀무가설은 기각되었다.

지르코니아의 기계적 결합을 증가시키기 위해 여러 시도가 있어왔다. 일반적으로 사용되고 있는 표면처리 방법인 APA는 표면 에너지, 표면적 및 습윤성을 향상시킬 수 있고 표면 거칠기를 증가시켜 레진시멘트와 전단결합강도를 향상시키는 것으로 보고되고 있다(13, 14). 그러나 표면을 타격할 때 발생하는 응력에 의해 tetragonal에서 monoclinic으로 상변이를 유발하여 보철물의 장기적인 사용에 안정성 문제가 제시되고 있으며, APA 표면처리로 인해 생성된 미세균열은 지르코니아의 기계적 특성을 저하시킬 수 있다(15-17). 따라서 지르코니아의 표면 거칠기를 증가시킬 수 있는 방법으로서 산처리 연구가 많이 보고되고 있다(12, 18).

지르코니아는 실리카 계열이 아니어서 HF에 의한 표면 거칠기 변화가 제한적이다. 그러나 선행연구에 따르면 HF의 농도, 온도 및 적용 시간에 따라 표면의 거칠기를 증가시키고 지르코니아의 상변이를 거의 발생시키지 않는다고 보고되었다(19-21). 40%의 고농도의 HF를 15분 동안 적용은 평균 거칠기가 크게 증가한 반면 5%와 9.5%의 저농도 HF를 15분 적용은 평균 거칠기가 증가하지 않았다(18). 상온에서 48%의 고농도 HF를 30분과 60분 동안 적용한 결과 다공성의 표면변화가 관찰되었다(12). 그러나 치과에서 사용하는 불산은 안전성을 위해 10% 미만의 불산을 사용하기를 권장하고 있다(22). 이에 본 연구에서는 9% 불산 겔을 사용하였다.

본 연구에서는 9%의 저농도 HF의 10분 동안 적용은 표면 변화를 일으키지 않았으며, 낮은 전단결합강도를 보였다. 그러나 9% HF로 열에칭을 1회 적용한 군은 높은 전단결합강도를 보였다. 이 결과는 높은 온도에서 양성자가 이온화가 되면서 높은 산성이 되고 이로 인해 지르코니아와 레진시멘트의 전단결합강도에 영향을 미친 것으로 추측할 수 있다. 또한 저농도 불산을 이용한 열에칭은 지르코니아 표면을 미세 다공성 구조를 형성하여 레진시멘트와 미세한 기계적인 유지력을 증가시킬 수 있었다. HF를 이용한 표면처리 연구 중 온도차이에 따른 지르코니아의 표면 변화에 대한 선행연구에 따르면 9.5%의 저농도 불산을 80°C에서 고온 에칭을 적용한 결과 표면에 미세 다공성 구조가 형성되는 것을 확인하였고, 48%의 불산을 100°C에서 25분동안 적용한 지르코니아 표면처리는 결정상 변형을 일으키지 않고 지르코니아와 레진 시멘트의 접착력을 개선할 수 있다고 보고하였다(12, 21). 고온 열처리 불산 에칭으로 지르코니아의 표면 변화와 결합력을 조사한 Cho등의 연구에 따르면 지르코니아에 불산겔을 도포한 후 80~90°C에서 10분 동안 표면처리는 미세한 거친 표면을 형성 할 수 있고, 이러한 미세요철 구조가 접착력 효과를 높일 수 있음을 확인하였다(23).

HFHE2의 전단결합강도는 가장 낮은 결과를 보였는데, 저농도 불산 열에칭의 2회 적용은 1회만 적용 시 생성되었던 각진 grain boundary와 미세요철구조를 한 번 더 열에칭을 함으로써 둥근 형태의 grain boundary와 균일하지 않은 다공성 구조가 형성되어 전단결합강도에 영향을 미친 것으로 추측할 수 있다.

따라서 본 연구의 결과를 통해 지르코니아와 레진시멘트 사이의 기계적인 결합은 1회의 저농도 불산 열에칭 적용에서 효과적임을 알 수 있다. 이에 저농도 HF를 이용한 열에칭 방법의 미세 구조 형성과 기계적 특성은 임상적으로 의미가 있을 것이라 사료된다. 그러나 치과용 저농도 불산겔을 이용한 열에칭 표면처리 방법을 임상에서 적용하기 전에 지르코니아의 장기적인 안정성 평가를 위한 열순환 효과 등의 추가적인 연구 필요하며, 표면처리에 따른 기계적 강도의 변화와 표면 거칠기에 대한 평가도 필요할 것으로 사료된다.

5. 결론

지르코니아의 다양한 표면처리에 따른 지르코니아와 레진시멘트의 전단결합강도를 비교, 분석한 결과 본 연구의 한계 내에서 다음과 같은 결론을 얻었다.

지르코니아의 저농도 불산 열에칭을 1회 적용한 표면처리 방법은 균일한 미세 다공성 구조를 형성하였고, 지르코니아와 레진시멘트의 미세 기계적인 유지력을 향상시킬 수 있었다.

Acknowledgement

This work was supported by Dental hospital research funds from Yonsei University in 2020.

References

1. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. J Prosthet Dent 2003;89(3):268-274. 10.1067/mpr.2003.50.
2. Nettleship I, Stevens R. Tetragonal zirconia polycrystal (TZP)-a review. Int J High Technol Ceram 1987;3(1):1-32. 10.1016/0267-3762(87)90060-9.
3. Ardlin BI. Transformation-toughened zirconia for dental inlays, crowns and bridges: chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure. Dent Mater 2002;18(8):590-595. 10.1016/s0109-5641(01)00095-1.
4. Tinschert J, Natt G, Mohrbotter N, Spiekermann H, Schulze KA. Lifetime of alumina- and zirconia ceramics used for crown and bridge restorations. J Biomed Mater Res B Appl Biomater 2007;80(2):317-321. 10.1002/jbm.b.30599.
5. Zinelis S, Thomas A, Syres K, Silikas N, Eliades G. Surface characterization of zirconia dental implants. Dent Mater 2010;26(4):295-305. 10.1016/j.dental.2009.11.079.
6. Kittipibul P, Godfrey K. In vitro shearing force testing of the Australian zirconia-based ceramic Begg bracket. Am J Orthod Dentofacial Orthop 1995;108(3):308-315. 10.1016/s0889-5406(95)70026-9.
7. Casucci A, Osorio E, Osorio R, Monticelli F, Toledano M, Mazzitelli C et al. Influence of different surface treatments on surface zirconia frameworks. J Dent 2009;37(11):891-897. 10.1016/j.jdent.2009.06.013.
8. 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(9):745-753.
9. Yun JY, Ha SR, Lee JB, Kim SH. Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic. Dent Mater 2010;26(7):650-658. 10.1016/j.dental.2010.03.008.
10. 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(6):426-433. 10.1016/s0109-5641(99)00070-6.
11. Sato H, Yamada K, Pezzotti G, Nawa M, Ban S. Mechanical properties of dental zirconia ceramics changed with sandblasting and heat treatment. Dent Mater J 2008;27(3):408-414. 10.4012/dmj.27.408.
12. Sriamporn T, Thamrongananskul N, Busabok C, Poolthong S, Uo M, Tagami J. Dental zirconia can be etched by hydrofluoric acid. Dent Mater J 2014;33(1):79-85. 10.4012/dmj.2013-243.

13. Aboushelib MN, Matinlinna JP, Salameh Z, Ounsi H. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. Dent Mater 2008;24(9):1268-1272.
14. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. Dent Mater 1998;14(1):64-71. 10.1016/s0109-5641(98)00011-6.
15. Wolfart M, Lehmann F, Wolfart S, Kern M. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. Dent Mater 2007;23(1):45-50. 10.1016/j.dental.2005.11.040.
16. Okutan Y, Yucel MT, Gezer T, Donmez MB. Effect of airborne particle abrasion and sintering order on the surface roughness and shear bond strength between Y-TZP ceramic and resin cement. Dent Mater J 2019;38(2):241-249. 10.4012/dmj.2018-051.
17. 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(2):930-937. 10.1002/jbm.b.31477.
18. Smielak B, Klimek L. Effect of hydrofluoric acid concentration and etching duration on select surface roughness parameters for zirconia. J Prosthet Dent 2015;113(6):596-602. 10.1016/j.prosdent.2015.01.001.
19. Lee JH, Lee CH. Effect of the surface treatment method using airborne-particle abrasion and hydrofluoric acid on the shear bond strength of resin cement to zirconia. Dent J (Basel) 2017;5(3):23. 10.3390/dj5030023.
20. Lee MH, Son JS, Kim KH, Kwon TY. Improved resin-zirconia bonding by room temperature hydrofluoric acid etching. Materials (Basel) 2015;8(3):850-66. 10.3390/ma8030850.
21. Liu D, Tsoi JK, Matinlinna JP, Wong HM. Effects of some chemical surface modifications on resin zirconia adhesion. J Mech Behav Biomed Mater 2015;46:23-30. 10.1016/j.jmbbm.2015.02.015.
22. Alex G. Preparing porcelain surfaces for optimal bonding. Compend Contin Educ Dent 2008;29(6):324-335.
23. Oh NS, Lee MH, Kim WH, Kim HJ, Cho SC, Ham MH. Comparative study of shear bond strength of resin cements and zirconia surfaces using various pre-treatment method. J Korean Acad Adv Gen Dent 2018;7(2):45-50. 10.23034/jkaagd.2018.7.2.45.