

지르코니아의 표면처리가 교정용 금속 브라켓과의 전단결합강도에 미치는 영향

변선미, 원티취양, 이민호, 배태성*

전북대학교 치의학전문대학원 치과생체재료학교실 및 구강생체과학연구소, BK21 PLUS 사업

〈Abstract〉

Effect of surface treatment conditions of zirconia on the shear bond strength of orthodontic metal bracket

Seon-Mi Byeon, Thuy-Duong Thi Nguyen, Min-Ho Lee, Tae-Sung Bae*

Department of Dental Biomaterials and Institute of Biodegradable material, Institute of Oral Bioscience and BK21 plus project, School of Dentistry, Chonbuk National University, Jeonju, Korea

The purpose of this study was to examine the effects of various surface treatments of zirconia on the shear bond strength of orthodontic metal brackets after thermal cycling process. Zirconia specimens were fabricated as a cuboids ($8 \times 8 \times 9 \text{ mm}^3$) and divided into 8 groups depending on the surface treatments and thermal cycling process after bonding of metal brackets: 1) Polishing (P group), 2) $110 \mu\text{m Al}_2\text{O}_3$ blasting (B group), 3) $110 \mu\text{m Al}_2\text{O}_3$ blasting + Silane primer (BS group), 4) $110 \mu\text{m Al}_2\text{O}_3$ blasting + MDP/Silane primer (BSM group), 5-8) Thermal cycling process ($5-55^\circ\text{C}$, 5000 cycles) after the surface treatments (PT, BT, BST, and BSMT groups). Specimens were measured the changes in surface roughness after surface treatments. Specimens were bonded to metal brackets using resin cement, and shear bond strength was measured by a universal testing machine. After mechanical test, the zirconia and metal bracket surfaces were observed by SEM and optical microscopy. After thermal cycling, surface roughness of the B, BS, BSM groups were significantly higher than P group ($p < 0.05$). The averages of shear bond strength in groups were recorded as following order: $P < B < BS < BSM$. After the thermal cycling process, all groups were significantly decreased in shear bond strength ($p < 0.05$). From observations of zirconia and metal bracket surfaces, failure modes of P, PT, B, BT, and BST groups showed adhesive failures, BS group showed a mixed failure (adhesive failure + cohesive failure), meanwhile BSM and BSMT groups showed cohesive failures. All of the results taken together suggest that the $110 \mu\text{m Al}_2\text{O}_3$ blasting + MDP/Silane primer treatment was suitable for use in clinics due to its high bonding strength even after the thermal cycling treatment.

Key words : Orthodontic metal bracket, Shear bond strength, Surface treatment, Thermal cycling, Zirconia

I . INTRODUCTION

* Correspondence: Tae-Sung Bae

Department of Dental Biomaterials and Institute of Biodegradable material, Institute of Oral Bioscience and BK21 plus project, School of Dentistry, Chonbuk National University, Jeonju, Korea.

Tel: +82-63-270-4041, Fax: +82-63-270-4040

E-mail: bts@jbnu.ac.kr

Received: Oct 29, 2015; Revised: Dec 07, 2015; Accepted: Dec 07, 2015

심미성에 대한 요구가 증가하면서 성인들의 교정치료 비용이 증가하고 있다. 하지만 환자들은 다양한 보철물을 장착하고 있고, 특히 최근 들어서 생체적합성과 기계적 성질이 우수한 지르코니아 세라믹을 사용한 보철이 증가하고 있으며 (Schmage 등, 2003; Bayram 등, 2011), 이 경우 지르코니아 세라믹의 높은 안정성으로 인해 레진과의 결합이 용이하지 않으므로 자연 치아에 브라켓을 부착 할 때에는 달리 결합력을 높이기 위한 대책이 요구된다(Papia 등, 2014).

* 이 논문은 2011년도 정부(미래창조과학부)의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받았으며(No. 2014R1A4A1005309), 중소기업청에서 지원하는 2015년도 산학연협력 기술개발사업(No. C0275257)의 연구수행으로 인한 결과물임.

지르코니아는 심미보철에서 고정성 보철물의 코어나 프레임 재료로(Powers와 Sakaguchi, 2012) 사용되기도 하지만, 최근에는 full zirconia crown의 형태로 적용되기도 하며, 이 경우 지르코니아와 브라켓의 낮은 결합력이 문제가 될 수 있지만 아직 이 분야의 연구는 미흡한 실정이다. 지르코니아의 표면처리를 위해 지금까지 연마, 분사처리, 글라스 코팅 처리, 산부식 처리 및 레이저 처리 등의 표면처리가 검토된 바 있다(Bayram 등, 2011; Casucci 등, 2010; Melgaço 등, 2011; Papia 등, 2014; Shin 등, 2014).

분사처리법은 결합력을 높이기 위해 알루미나 입자를 지르코니아 표면에 분사하여 미세요철을 생성하는 방법이며(Mattiello 등, 2013; Papia 등, 2014; Yi 등, 2015), 실란이나 접착성 프라이머를 적용할 경우 지르코니아에 대한 화학적 결합이 이루어지므로 결합력이 개선된다는 연구도 있었다(Tsuo 등, 2006; Yun 등, 2010). 특히, MDP를 함유한 실란 결합제에서 MDP(10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate)는 10개의 탄소가 이어져있고, 소수성을 지니고 있어 수분 환경에서 안정된 접착성과 내구성을 발휘한다고 했으며(Fukegawa 등, 2006), 분사처리된 지르코니아 표면과 화학적으로 결합하여 강한 레진 결합을 형성한다고 보고 되어 있다(Kern와 Wegner, 1998).

또한 구강 내 수분 노출과 온도 변화에 따른 지르코니아와 브라켓 사이의 결합력에 미치는 영향을 재현하고자 열순환 처리(thermal cycling)(Blatz 등, 2007; Ehlers 등, 2015; Sciasci 등, 2015)를 시행하기도 하였으며, 장기간 수중에 침적하는 등의 시효처리의 영향이(Shahin와 Kern, 2010; Aboushelib, 2011) 결합력에 미치는 영향에 대한 평가 등이 이루어졌다.

일반적으로 브라켓과의 결합력을 측정하기 위해 전단과 인장 등의 방법이 적용되어 왔다(Fischer 등, 2008). 특히, 전단 시험은 지지부를 형성하기 어려운 경우에도 손쉽게 결합강도를 측정할 수 있어서 더 빈번하게 적용이 되었으며, 결합계면에서의 파절 양상에 대한 분석도 함께 이루어져 왔다(Sakaguchi와 Powers, 2012).

이에 본 연구에서는, '지르코니아의 표면처리 및 열순환 처리가 금속 브라켓과의 전단결합강도에 영향을 미치지 않을 것이다'를 귀무가설로 설정하고서, 지르코니아의 분사처리와 결합제 처리 및 열순환 처리가 교정용 금속 브라켓과의 전단

결합력에 미치는 영향에 관하여 조사 하였다.

II. MATERIALS AND METHODS

1. 시편 준비 및 표면 처리

가소결된 3Y-TZP 지르코니아 원판 블록(Zirmon, Kuwotech Co., Korea)을 절단하고 소결하여 $8 \times 8 \times 9 \text{ mm}^3$ 의 직육면체 시편을 준비하였으며, 브라켓을 부착할 표면은 # 400-1200 SiC 연마지로 순차적으로 연마했다. 금속 브라켓은 상악 중절치(Edgewise standard, Daeseung medical co., Korea) 부착용을 사용하였다. 제조사에서 제시한 브라켓 베이스의 표면적은 8.05 mm^2 였다. 분사처리는 $110 \mu\text{m}$ 알루미나 분말을 사용하였고, 결합을 유도하기 위해 실란 처리제(ESPE Sil, 3M ESPE, USA)와 MDP와 실란 함유 결합제(Clearfil Ceramic primer, Kuraray Medical Inc., Japan)를 사용하였다.

제작된 시편들은 초음파 세척기에서 증류수를 사용하여 10분 동안 세척하고 건조한 후 표면처리를 시행하였다. 분사처리는 지르코니아 표면에서 10 mm 떨어진 위치에서 $110 \mu\text{m}$ 알루미나 분말을 수직하게 4기압으로 10초 동안 분사하였다. 분사처리 과정에서 생성된 표면층의 단사정상을 정방정상으로 회복하기 위해 상승온도 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 으로 900°C 까지 온도를 올려서 10분간 열처리를 하였다. 이어서 실란 처리제와 MDP와 실란 함유 결합제를 각각 제조사의 권장방법대로 적용하였다. 표면처리 후 지르코니아 시편에 Transbond XT primer를 도포하고 air syringe로 여분의 양을 제거하였고, 브라켓 기저부에 Transbond XT light-curing adhesive paste를 적용한 후 손가락 힘으로 지르코니아 시편에 위치시키고서 익스플로러로 여분의 레진을 제거했다. 광조사는 브라켓의 사분면에서 10 mm 이내의 거리에서 지르코니아 표면과 45° 각도로 각각 10초씩 총 40초 동안 광중합 하였다.

브라켓의 부착 후 모든 시편은 유지온도 5°C 와 55°C 에서 침적시간 15초로 5,000회 열순환 처리(INV-TCS-109, Invertech Co., Korea)를 하였다.

표면처리 방법과 열순환 처리 여부에 따라 시험군은 무작위로 각 군당 11개씩 8개의 군으로 다음과 같이 분류하였다

(Table 1); 1) #1,200 SiC 연마(P군), 2) 110 μm 알루미나 분사 처리군(B군), 3) 분사처리 후 실란으로 처리한 군(BS군), 4) 분사처리 후 MDP와 실란 함유 결합제로 처리한 군(BSM군), 5-8) 상기의 각각의 군들에 대해서 열순환 처리를 한 군들(PT군, BT군, BST군, BSMT군).

2. 표면 거칠기 측정

준비된 시편에 각각의 표면 처리를 하고서 24시간 동안 37°C 오븐에 보관한 다음 표면 거칠기를 비교하기 위해 원자힘 현미경(Atomic Force Microscope, AFM)(Multimade-8, Bruker Co., USA)과 표면조도 측정기(SV-3000, Mitutoyo Manufacturing Ltd., Japan)를 이용하여 관찰하였다.

3. 전단결합강도 측정

브라켓을 부착한 시편들은 (37 \pm 1)°C 증류수에 침적한 상태에서 24시간 보관한 것과 5°C와 55°C의 수조에 15초간 교대로 침적하는 방식으로 5,000회 열순환 처리를 한 시편에 대해 전단시험을 실시하였다. 재료시험기(Model 5569, Instron Co., USA)에 전단결합강도(Shear bond strength, SBS) 측정용 지그를 장착한 다음 브라켓 부착면에 평행하게 축하중을 가하여 파절 하중을 측정하였다.

4. 접착제 잔류 지수 평가

전단결합강도 측정 후 접착면의 파절 양상을 알아보기 위

해 지르코니아 시편의 표면을 광학현미경(DM 2500, Leica Microsystems Co., Germany)으로 10배 확대하여 관찰하였으며, 시편의 표면에 남아있는 레진의 양에 따라 Adhesive remnant index(ARI)로 점수화 하였다. 또한, 지르코니아 시편의 표면처리 전과 후 및 파면을 주사전자현미경(Scanning Electron Microscope, SEM)(JSM-5900, Jeol Ltd., Japan)으로 관찰하였다.

5. 통계 분석

측정된 모든 값들은 SPSS 12.0(SPSS Inc., Chicago, USA) 프로그램을 이용하여 통계 처리 하였으며, 유의수준 $p=0.05$ 로 평가하였다. 표면 거칠기와 전단결합강도 결과는 유의성을 검증하기 위해서 One-way ANOVA test을 시행하였고, 유의한 차이가 있는 변인에 대해서는 Tukey's multiple comparison test로 사후 검증을 하였다. 또한 ARI 결과는 Kruskal-Wallis test를 실시하였고, Mann-whitney test로 사후 검증을 하였다.

III. RESULTS

1. 표면 거칠기 및 표면 양상 관찰 결과

표면 처리된 지르코니아의 표면 거칠기 평균값은 Table 2에 표기하였으며, 표면형태는 SEM과 AFM 이미지로 Figure

Table 1. Groups of the different treated zirconia surface in the study

Groups	Surface treatment & condition (37°C)	Groups	Surface treatment & condition (Thermal cycling: 5-55°C)
P	Polishing	PT	Polishing
B	110 μm Al ₂ O ₃ blasting	BT	110 μm Al ₂ O ₃ blasting
BS	110 μm Al ₂ O ₃ blasting + silane primer	BST	110 μm Al ₂ O ₃ blasting + silane primer
BSM	110 μm Al ₂ O ₃ blasting + MDP monomer containing silane primer	BSMT	110 μm Al ₂ O ₃ blasting + MDP monomer containing silane primer

Table 2. Mean (standard deviation) surface roughness values (Ra)

Groups	Surface roughness values / unit, nm
P	5.22(0.02) ^a
B	63.5(0.05) ^b
BS	52.1(0.07) ^b
BSM	15.8(0.05) ^c

^{a, b, c} Groups shown with different letters were significantly different ($p < 0.05$).

1(각 각 A-D and E-H)에 나타내었다. 표면 연마된 P군을 제외한 B, BS, BSM군의 표면 거칠기 평균값은 유의하게 증가하였고($p < 0.05$), B군과 BS군간에 유의한 차이는 없었다($p > 0.05$)(Table 2). 110 μm 알루미나 입자로 분사처리된 B, BS, BSM군은 불규칙한 거친면이 생성되었고(Figure 1, B-D, F-H), 실란 처리제를 도포한 BS군(Figure 1, C and G)과 MDP와 실란 함유 결합제로 처리한 BSM군(Figure 1, D and H)에서는 표면층이 결합제로 덮여있는 양상을 보이며 거칠기 평균값이 유의하게 감소되었다($p < 0.05$).

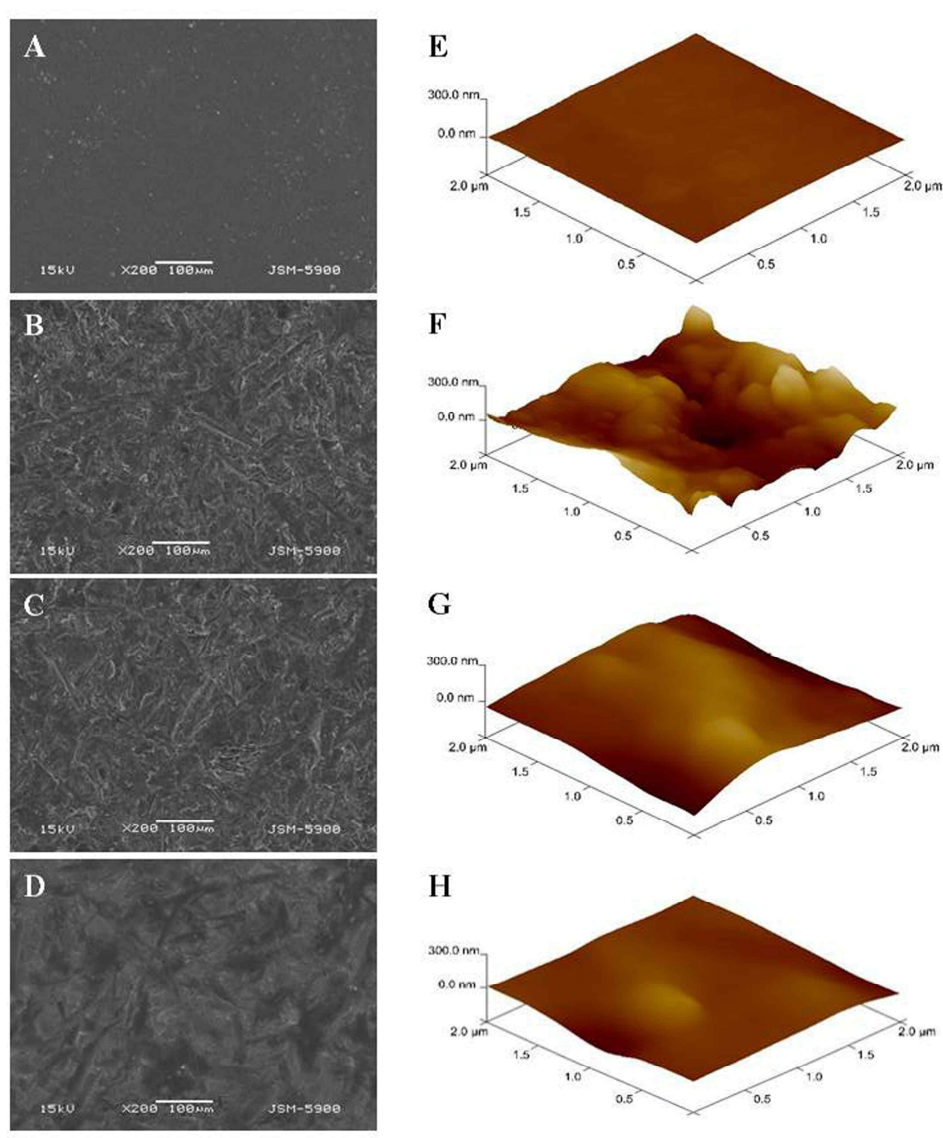


Figure 1. SEM images (x200 magnification) and AFM images (spot size $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$). (A and E) Polishing, (B and F) $110 \mu\text{m}$ Al_2O_3 blasting, (C and G) $110 \mu\text{m}$ Al_2O_3 blasting and silane primer, (D and H) $110 \mu\text{m}$ Al_2O_3 blasting and MDP containing silane primer.

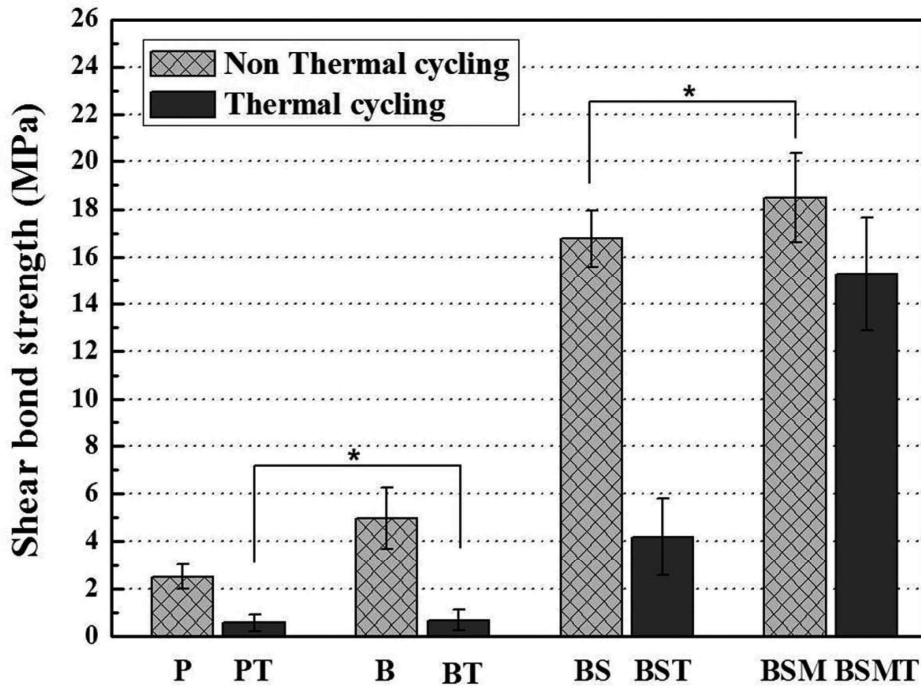


Figure 2. Mean shear bond strength of orthodontic bracket bonded to zirconia pretreatment surface with and without thermal cycling. Bars indicate the standard deviation, Groups shown with asterisk (*) was no significant difference ($p > 0.05$).

2. 전단결합강도 측정 결과

전단결합강도 측정 결과는 Figure 2에 나타내었다. 표면처리 후 (37 ± 1) $^{\circ}\text{C}$ 증류수에 담가서 24시간 보관한 P군 (2.50 ± 0.52 MPa), B군(4.98 ± 1.28 MPa), BS군(16.77 ± 1.18 MPa), BSM군(18.49 ± 1.86 MPa) 순으로 높은 전단결합강도를 보였지만, BS군과 BSM군 간에 유의한 차이는 없었다 ($P > 0.05$). 열순환 처리 후 PT, BT, BST, BSMT군들은 모두 유의한 차이로 감소하였다($P < 0.05$).

3. 파절 양상 관찰 결과

지르코니아와 브라켓 접착면의 파절 시험 후 접착제잔량지수를 Table 3에 표기 하였고, 그 표면의 SEM 사진들을 Figure 3에 나타냈다. P군(Figure 3.A and E)과 PT군에서 접착제잔량지수는 0이 100%, B군(Figure 3.B and F)은 0이 70%, 1이 30%, BT군은 0이 100%로 계면파괴 양상을 나타내었다. BS군(Figure 3.C and G)은 2가 50%, 3이 50%로 계면파괴와 응집

파괴가 혼재된 양상을 보였고, BST군(Figure 3.Ct and Gt)은 0이 60%이고 1이 40%로서 계면파괴 양상을 나타냈고, 통계적으로 유의한 차이를 보였다($p < 0.05$). BSM군(Figure 3.D and H)과 BSMT군(Figure 3.Dt and Ht)은 3이 90% 이상으로 응집 파괴 양상을 보였다.

IV. DISCUSSION

본 연구에서는 지르코니아 세라믹의 다양한 표면처리와 열순환 처리가 교정용 금속 브라켓과의 전단결합강도에 미치는 영향을 평가하고자 하였다. 실험 결과를 바탕으로 볼 때, 지르코니아 표면에 110 μm 알루미나 입자의 분사처리, 실란처리제 및 MDP와 실란 함유 결합제를 이용한 기계적, 화학적 표면처리에 따른 교정용 금속 브라켓과의 전단결합강도는 표면연마를 시행한 군에 비해 유의하게 증가되었으며($p < 0.05$), 열순환 처리를 하지 않은 군들에 비해 열순환 처리를 한 군들에서

Table 3. Percentage of the adhesive remnant index (ARI) scores after shear bond strength test

Groups (n=10)	Adhesive remnant index (ARI) scores				Significance
	0	1	2	3	
P	10(100%)	-	-	-	a
B	7(70%)	3(30%)	-	-	a
BS	-	-	5(50%)	5(50%)	b
BSM	-	-	-	10(100%)	b
PT	10(100%)	-	-	-	a
BT	10(100%)	-	-	-	a
BST	6(60%)	4(40%)	-	-	a
BSMT	-	-	1(10%)	9(90%)	b

ARI scores: no adhesive left on the zirconia surface = 0, less than 50% of adhesive left on the zirconia surface = 1, more than 50% of adhesive left on the zirconia surface = 2, all adhesive left on the zirconia surface = 3

^{a, b} Groups shown with different letters were significantly different ($p < 0.05$).

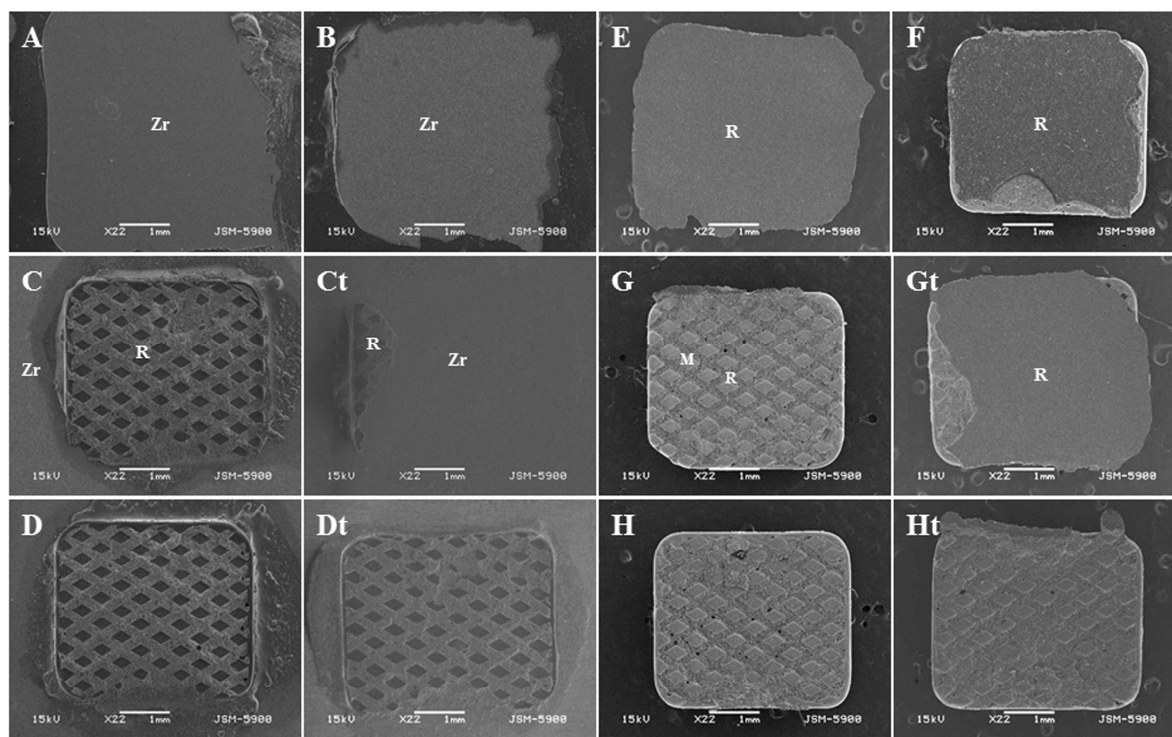


Figure 3. SEM images ($\times 22$ magnification) of de-bonded zirconia surface (A-Dt) and orthodontic metal bracket surface (E-Ht) after shear bond strength test. (A and E) Polishing, (B and F) $110 \mu\text{m}$ Al_2O_3 blasting, (C and G) $110 \mu\text{m}$ Al_2O_3 blasting and silane primer, (Ct and Gt) Thermal cycling after $110 \mu\text{m}$ Al_2O_3 blasting and silane primer, (D and H) $110 \mu\text{m}$ Al_2O_3 blasting and MDP containing silane primer, (Dt and Ht) Thermal cycling after $110 \mu\text{m}$ Al_2O_3 blasting and MDP containing silane primer.

Zr: Zirconia oxide ceramic, R: Resin cement, M: Orthodontic metal bracket

유의하게 전단결합강도의 감소를 나타내어($p < 0.05$), 설정한 귀무가설은 기각되었다.

열순환 처리 과정은 그 처리 횟수에 대한 논쟁이 다양한데, 온도변화가 결합력에 미치는 영향은 초기에 나타나므로 열순환 처리 횟수의 증가는 불필요하다고 언급되었고(Rossomando와 Wendt, 1995), 또 반대로 다른 연구들에서는 열순환 처리 횟수가 증가할수록 결합력이 감소하는 시효의 효과가 나타난다고 하였다(Wegner 등, 2001; Papia 등, 2014). 이러한 문헌들을 바탕으로 본 연구에서는 5000회 열순환 처리를 통하여 인공적인 시효처리가 접착 내구성에 미치는 영향을 조사하였다.

교정용 브라켓의 접착력이 정상적인 교정력을 지탱하려면 6-10 MPa는 되어야 하며(Akin-Nergiz 등, 1996; Schmage 등, 2003), Maijer와 Smith(1981)에 따르면 교정용 금속 브라켓이 치아와 알맞은 결합력을 유지하기 위해서는 최소 전단결합강도 허용범위는 5.9-7.9 MPa이라고 하였다.

본 실험에서 분사 처리한 B군의 표면 거칠기의 평균값은 연마된 P군에 비하여 유의하게 증가되었고(Table 2), 전단결합강도(4.98 ± 1.28 MPa)도 증가되었으나, 열순환 처리 후 BT군의 전단결합강도(0.67 ± 0.44 MPa)는 B군에 비하여 유의한 차이를 보이며 4배 이상 감소되었다(Figure 2). 표면 연마한 경우보다 분사처리 후 전단결합강도는 증가되었으나, 열순환 처리 과정에서 결합력이 유지되지 않았으며, 교정용 브라켓이 정상적인 교정력을 지탱하기 위한 최소 전단결합강도에도 미치지 못하였다.

분사처리 과정에서 분사 압력, 분사에 사용하는 입자의 모양이나 분사 시간 등에 따라 변수가 발생할 수 있지만, 분사처리로 인한 지르코니아의 표면 거칠기 증가는 기계적인 유지력을 높이거나 젖음성을 증가시켜 레진 시멘트와의 결합 강도를 증가시키는 것으로 보고된 바 있다(Karakoca와 Yılmaz, 2009). 하지만, 본 실험 결과와 마찬가지로 분사처리가 레진 시멘트와 결합력을 크게 개선하지 못하고 있고, 열순환 처리 과정에서 안정적인 결합을 보여주지 못하는 것은 기존의 연구들과 일치하고 있다(Lindgren 등, 2008; Perdigão 등, 2013).

지르코니아는 실리카를 함유하지 않아 실란을 단독으로 사용하여 처리하는 경우 레진과의 결합력 증가에 도움 되지 않기 때문에(Kern와 Thompson, 1995; Özcan와 Vallittu, 2003),

실란처리제 및 MDP와 실란 함유 결합제를 도포 하기 전에 기계적인 결합을 유도하기 위해서 110 μ m 알루미나 입자로 분사처리를 시행 하였다. 그 결과, 분사처리한 B군에 비하여 실란 처리제를 도포한 BS군의 전단결합강도(16.77 ± 1.18 MPa)는 유의한 차이로 증가했으며(Figure 2), 정상적인 교정력을 유지하기에 충분한 결합력을 보였다. 이는 분사처리 후 실란처리제를 도포했을 때 표면 거칠기의 증가와 실란커플링제가 지르코니아 표면의 젖음성을 개선시켜 레진 시멘트와의 결합력이 증가된다는 연구와 일치하고 있다(Lung와 Matinlinna, 2012). 하지만 열순환 처리 후 BST군은 수분 환경에서 전단결합강도(4.19 ± 1.60 MPa)가 75%의 유의한 차이로 크게 감소하며(Figure 2), 결합의 내구성을 향상 시키지 못하였다.

특히, MDP와 실란 결합제를 도포한 BSM군의 전단결합강도(18.49 ± 1.86 MPa)가 가장 높았으며, 표면 거칠기의 평균값은 유의하게 증가하였고(Table 2), MDP와 실란 결합제에 의한 표면 활성을 보였다(Figure 1.D). 열순환 처리 후 BSMT군의 전단결합강도(15.28 ± 2.38 MPa)는 BSM군에 비하여 17.3%의 감소율을 보였지만, 결합력의 저하가 적어 정상적인 교정력을 유지할 수 있는 우수한 내구성을 보였다(Figure 2). MDP 함유 실란 결합제를 도포 했을 때 함유된 phosphate ester가 지르코니아 표면의 hydroxyl 그룹들과 화학적 결합을 이루며 내구성 증가에 도움을 주며 안정적인 결합력을 이룰 수 있다는 기존의 연구 결과로 뒷받침 할 수 있다(Özcan 등, 2008). 또한 기존에 보고 되었던 연구들에서도 지르코니아 표면 처리로 MDP 함유 결합제의 효용성이 확인되었으며, 열순환 처리 전과 후에서도 안정적인 결합력을 이뤘다고 보고 되었다(Kern와 Wegner, 1998).

일반적으로 파절 양상은 계면파괴(adhesive failure)와 응집파괴(cohesive failure)로 나눌 수 있다. 전단결합강도 측정 결과 결합력이 약하면 계면 파괴양상을 보이지만, 결합력이 강하여 접착부위의 레진과 강도가 유사해진다면 접착 부위의 파절보다 레진 부위의 파절인 응집 파괴양상을 보인다(Anusavice 등, 2012). 지르코니아와 브라켓 접착면의 파절 양상 결과(Table 3 and Figure 3)는 전단결합강도의 결과를 반영하고 있다(Figure 2). 표면 연마한 P군, 분사 처리한 B군과 열순환 처리 후 PT군과 BT군은 모두 계면파괴를 보였고, 이는 정상적인 교정력을 유지할 수 없었던 전단결합강도 결과

를 증명한다. 분사처리 후 실란처리제를 도포한 BS군의 전단 결합강도는 분사처리 후 MDP 함유 실란 결합제를 도포한 BSM군과 유의한 차이는 없었으나 감소 했기 때문에 계면파괴와 응집파괴가 혼재된 혼합파괴양상을 보였고(Figure 3.C and G), BSM군은 응집파괴를 보였다(Figure 3.D and H). 또한, 열순환 처리 후 BST군은 전단결합강도의 결과와 마찬가지로 결합력이 감소하면서 계면파괴를 보였고(Figure 3.Ct and Gt), BSMT군은 열순환 처리 전과 유의한 차이 없이 응집파괴를 보였다(Figure 3.Dt and Ht).

따라서, 지르코니아 보철물과 교정용 금속 브라켓의 결합 강도를 증진시키고 구강 내 환경에서도 결합력을 유지시키기 위해서는 분사처리와 더불어 MDP/실란 함유 결합제를 처리하는 것이 도움을 줄 수 있을 것으로 사료된다. 앞으로의 연구에서는 좀 더 다양한 표면처리 방법을 이용한 평가가 필요하고, 접착 실패의 원인이 될 수 있는 요인들을 고려한 종합적인 연구와 임상연구가 진행되어야 할 것이다.

V. CONCLUSIONS

본 연구에서 # 1,200 SiC 연마처리(P군), 110 μm 알루미늄 분사처리군(B군), 분사처리 후 실란으로 처리(BS군), 분사처리 후 MDP와 실란 함유 결합제 처리(BSM군)의 4가지 표면처리와 열순환 처리(PT, BT, BST, BSMT 군들)를 통해서 교정용 금속 브라켓과의 전단결합강도에 미치는 영향을 조사한 결과, 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 표면 연마된 P군과 비교하여 표면 처리한 B, BS, BSM군들의 표면 거칠기 평균값은 모두 유의하게 증가하였다 ($p < 0.05$).
2. 지르코니아 표면처리에 따라 P군 < B군 < BS군 < BSM군 순으로 높은 전단결합강도 값을 보였으며, 열순환 처리 후 모든 군에서는 유의한 차이로 감소하는 값을 보였다($p < 0.05$).
3. 지르코니아와 금속 브라켓 접촉면의 파절 양상에서 P군, PT군, B군, BT군, BST군은 계면파괴가 나타났고, BS군은 계면파괴와 응집파괴가 혼재된 혼합양상을 보였으며, BSM군과 BSMT군은 응집파괴 양상을 보였다.

4. 지르코니아와 금속 브라켓 사이의 적절한 결합강도를 얻기 위해서는 110 μm 알루미늄 분사처리 후 실란처리제나 MDP와 실란 함유 결합제를 도포하여 사용하는 것이 좋지만, 열순환 처리 후에도 교정용 브라켓과 정상적인 결합력을 유지하기 위해서는 110 μm 알루미늄 분사처리와 MDP와 실란 함유 결합제를 함께 처리하는 것이 효과적이었다.

VI. REFERENCES

- Aboushelib MN (2011). Evaluation of zirconia/resin bond strength and interface quality using a new technique. *J Adhes Dent* 13:255-260.
- Akin-Nergiz N, Nergiz I, Behlfelt K, Platzer U (1996). Shear bond strength of a new polycarbonate bracket-an in vitro study with 14 adhesives. *Eur J Orthodont* 18:295-301.
- Anusavice KJ, Shen C, Rawls HR (2012). *Phillips' science of dental materials*. 12th ed. St Louis: Elsevier.
- Bayram M, Yeşilyurt C, Kuşgöz A, Ülker M, Nur M (2011). Shear bond strength of orthodontic brackets to aged resin composite surfaces: effect of surface conditioning. *Eur J Orthod* 33:174-179.
- Blatz MB, Chiche G, Holst S, Sadan A (2007). Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. *Quintessence Int* 38:745-753.
- Casucci A, Mazzitelli C, Monticelli F, Toledano M, Osorio R, Osorio E, Papacchini F, Ferrari M (2010). Morphological analysis of three zirconium oxide ceramics: Effect of surface treatments. *Dent Mater* 26:751-760.
- Ehlers V, Kampf G, Stender E, Willershausen B, Ernst CP (2015). Effect of thermocycling with or without 1 year of water storage on retentive strengths of luting cements for zirconia crowns. *J Prosthet Dent*

113:609-615.

- Fischer J, Grohmann P, Stawarczyk B (2008). Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites. *Dent Mater J* 27:448-454.
- Fukegawa D, Hayakawa S, Yoshida Y, Suzuki K, Osaka A, Van Meerbeek B (2006). Chemical interaction of phosphoric acid ester with hydroxyapatite. *J Dent Res* 85:941-944.
- Karakoca S, Yılmaz H (2009). Influence of surface treatments on surface roughness, phase transformation, and biaxial flexural strength of Y-TZP ceramics. *J Biomed Mater Res Part B* 91:930-937.
- Kern M, Thompson VP (1995). Bonding to glass infiltrated alumina ceramic: adhesive methods and their durability. *J Prosthet Dent* 73:240-249.
- Kern M, Wegner SM (1998). Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater* 14:64-71.
- Lindgren J, Smeds J, Sjögren G (2008). Effect of surface treatments and aging in water on bond strength to zirconia. *Oper Dent* 33:675-681.
- Lung CYK, Matinlinna JP (2012). Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: an overview. *Dent Mater* 28:467-477.
- Maijer R, Smith D (1981). Variables influencing the bond strength of metal orthodontic bracket bases. *Am J Orthod* 79:20-34.
- Mattiello RDL, Coelho TMK, Insaurralde E, Coelho AAK, Terra GP, Kasuya AVB, Favarão IN, Gonçalves LDS, Fonseca RB (2013). A review of surface treatment methods to improve the adhesive cementation of zirconia-based ceramics. *ISRN Biomater* 2013.
- Melgaço CA, Andrade GGD, Araújo MTDS, Nojima LI (2011). Shear bond strength evaluation of metallic brackets using self-etching system. *Dent Press J Orthod* 16:73-78.
- Özcan M, Vallittu PK (2003). Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater* 19:725-731.
- Özcan M, Nijhuis H, Valandro LF (2008). 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* 27:99-104.
- Papia E, Larsson C, Toit M, Steyern PV (2014). Bonding between oxide ceramics and adhesive cement systems: a systematic review. *J Biomed Mater Res Part B* 102:395-413.
- Perdigão J, Fernandes S, Pinto A, Oliveira F (2013). Effect of artificial aging and surface treatment on bond strengths to dental zirconia. *Oper Dent* 38:168-176.
- Rossomando KJ, Wendt SL (1995). Thermocycling and dwell times in microleakage evaluation for bonded restorations. *Dent Mater* 11:47-51.
- Powers JM, Sakaguchi RL (2012). Craig's restorative dental materials. 15th ed. St. Louis: Elsevier; pp. 444-461.
- Schmage P, Nergiz I, Herrmann W, Özcan M (2003). Influence of various surface-conditioning methods on the bond strength of metal brackets to ceramic surfaces. *Am J Orthod Dentofac Orthop* 123:540-546.
- Sciasci P, Abi-Rached FO, Adabo GL, Baldissara P, Fonseca RG (2015). Effect of surface treatments on the shear bond strength of luting cements to Y-TZP ceramic. *J Prosthet Dent* 113:212-219.
- Shahin R, Kern M (2010). Effect of air-abrasion on the retention of zirconia ceramic crowns luted with different cements before and after artificial aging. *Dent Mater* 26:922-928.
- Shin YJ, Shin YS, Yi YA, Kim JH, Lee IB, Cho BH, Son HH, Seo DG (2014). Evaluation of the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic after different surface treatments. *Scanning* 36:479-486.
- Tsuo Y, Yoshida K, Atsuta M (2006). Effects of alumina-blasting and adhesive primers on bonding between resin luting agent and zirconia ceramics. *Dent Mater*

J 25:669-674.

Wegner SM, Gerdes W, Kern M (2001). Effect of different artificial aging conditions on ceramic-composite bond strength, *Int J Prosthodont* 15:267-272.

Yi YA, Ahn JS, Park YJ, Jun SH, Lee IB, Cho BH, Son HH, Seo DG (2015). The effect of sandblasting and different primers on shear bond strength between

yttria-tetragonal zirconia polycrystal ceramic and a self-adhesive resin cement, *Oper Dent* 40:63-71.

Yun JY, Ha SR, Lee JB, Kim SH (2010). Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic. *Dent Mater* 26:650-658.