

표면처리 및 thermocycling에 따른 Y-TZP와 교정용 금속 브라켓과의 전단결합강도

최지봉¹, 변선미^{2,*}

¹전북대학교 치과대학 치과생체재료학교실

²이바른치과의원

Shear bond strength between orthodontic metal brackets and Y-TZP according to the various ceramic surface treatments before and after thermocycling

Ji-Bong Choi¹, Seon-Mi Byeon^{2,}*

¹Department of Dental Biomaterials and Institute of Biodegradable material, Institute of Oral Bioscience and BK21 Plus Project, School of Dentistry, Chonbuk National University, Jeonju-si, Republic of Korea

²Dental Clinic of Ebarun, Suncheon-si, Republic of Korea

In this study, clinically applicable methods of improving the bond strength between Y-TZP and the bracket were considered, which the method was confirmed for the durability in a humid oral environment. The bond strength of Y-TZP bonding surface and the surface characteristics were analyzed following the surface treatment of Y-TZP specimens with conditioning by 30 μ m tribochemical silica coating, or tribochemical silica coating with one of the following primers: silane, MDP, or an MDP-containing silane primer. It was found that after surface treatment, the surface roughness of all groups increased ($p < 0.05$), and Si was uniformly distributed on the Y-TZP surface after silica coating. The bond strength value of the group treated with silane primer and tribochemical coating was not significantly different after thermocycling ($p > 0.05$). The group treated with MDP primer and tribochemical silica coating showed a significant difference in bond strength values after thermocycling ($p < 0.05$), and it showed the lowest bond strength values except the untreated groups ($p < 0.05$). The group treated with tribochemical silica coating and MDP-containing silane primer showed the highest bond strength values ($p < 0.05$), and was not significantly different after thermocycling ($p > 0.05$). Therefore, the surface treatments of Y-TZP with MDP-containing silane primer after 30 μ m tribochemical silica coating enhanced the bond strength to the orthodontic metal bracket; such a clinically applicable method may advance studies on the surface treatment of Y-TZP.

Key words: Y-TZP, Tribochemical silica coating, Primer, Shear bond strength, Thermocycling

Ji-Bong Choi (ORCID: 0000-0003-4055-7068)

*Correspondence: Seon-Mi Byeon (ORCID: 0000-0003-3611-7000)

28, Ocheon 7-gil, Suncheon-si, Jeollanam-do, Republic of Korea

Affiliation: Dental Clinic of Ebarun, Suncheon-si, Republic of Korea 54896

Tel: +82-61-741-0275, Fax: +82-61-741-0275

E-mail: sumse1205@naver.com

Received: Mar. 12, 2020; Revised: Apr. 26, 2020; Accepted: Jun. 25, 2020

서론

치과임상에서 지르코니아의 사용 빈도가 증가하면서 결합력을 개선하기 위한 다양한 지르코니아의 표면처리 방법에 대한 검토가 이루어지고 있다(1). 최근, 심미적인 이유로 성인의 교정치료 비율이 증가하면서, 과거 아말감, 금속합금 및 금합금으로 제작된 보철물에 교정용 브라켓을 부착하던 경우보다 지르코니아로 제작된 보철물에 브라켓을 부착하는 경우가 증가하고 있다(2).

Y-TZP (yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal)는 안정한 세라믹이므로 레진과의 결합력이 높지 않다. 이러한 이유 때문에 Y-TZP로 제작된 수복물과 교정용 브라켓 사이의 결합력을 높이기 위한 다양한 표면처리 방법에 대한 연구가 이루어지고 있으며, 근래에 트리보케미칼 실리카 코팅과 프라이머의 적용에 의해 기계적, 화학적인 결합력을 얻는 방법에 대한 연구가 이루어지고 있다. 트리보케미칼 실리카 코팅 방법은 실리카로 코팅된 알루미늄 입자를 지르코니아 표면에 분사하여 미세요철을 생성한다. 또한, 실리카와 지르코니아 사이에 트리보케미칼 반응이 일어나 실리카 코팅 층을 형성하게 된다. 이렇게 형성된 실리카층에 silane을 적용하여 레진과의 기계, 화학적인 결합력을 얻을 수 있다(3).

하지만, Iwasaki 등(4)에 따르면, 실리카-알루미늄으로 처리된 Y-TZP와 콤포짓 레진의 전단 결합 강도 값은 3.0 MPa이었고, 열순환처리 후 0.5 MPa로 감소 한다고 하였다. 이처럼 트리보케미칼 실리카 코팅 방법만으로는 인공적인 시효처리에 대한 내구성을 유지시키기 힘들다. Chen 등(5)은 지르코니아에 실리카 코팅 층이 너무 두껍게 형성되거나 균일하게 형성되지 않아서 레진 시멘트와의 결합력이 떨어질 수 있다고 하였고, 트리보케미칼 실리카 코팅 방법은 기본적으로 분사 처리를 사용하기 때문에 높은 압력으로 분사하게 되면 세라믹 표면에 결합이 생성될 수도 있다고 하였다.

대부분의 결합력 평가는 구강 내와 유사한 침습적 환경인 0°C에서 60-65°C 범위의 온도 변화조건에서 인공적인 시효처리가 이루어졌다(4, 6). 분사처리 및 실리카 코팅과 함께 silane이 적용되었을 때 Y-TZP와 레진 사이의 결합력이 향상되었고, 인공적인 시효처리에 따른 내구성이 개선 되었다고 보고된 바 있다(7, 8). 특히, 트리보케미칼 실리카 코팅

된 지르코니아에 3-methacryloyloxypropyl trimethoxysilane (MPS)-based silane 및 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (MDP)를 포함한 silane 프라이머를 적용하면 내구성 있는 레진 결합력을 얻을 수 있다고 하였다(9, 10).

이에, 본 연구에서는 앞선 연구들의 실험 조건과 달리 30 μm 로 알루미늄 옥사이드 크기를 변경하여 트리보케미칼 실리카 코팅을 진행하였고, silane, MDP 및 MDP를 포함한 silane 프라이머의 적용하고서 교정용 금속 브라켓과의 결합 강도를 측정하였다. 또한, 열순환처리 후 내구성을 실험군에 추가하여 조사하였다.

재료 및 방법

1. 시편 제작 및 표면처리

가소결된 Y-TZP 원판 블록(Zirmon, Kuwotech, Gwangju, Korea)은 증류수가 나오는 고속 절단기(Isomet 5000, Buehler, Lake Bluff, IL, USA)에서 96개의 직육면체 시편으로 절단하여 사용하였다. 직육면체 Y-TZP 시편은 제조사의 지시 하에 소결하여 전단결합 시험용 시편(최종사이즈: $8 \times 8 \times 2 \text{ mm}^3$) 80개(각 군당 10개), 표면 특성 관찰용 시편 16개(각 군당 2개), XPS 분석용 시편 8개(각 군당 1개)와 표면거칠기용 시편 40개(각 군당 5개)(최종사이즈: $8 \times 8 \times 2 \text{ mm}^3$)를 제작하였다. 브라켓이 부착되는 시편의 표면은 #400-1,200 SiC 연마지로 순차적으로 연마하였고, 10분간 초음파를 돌린 후 건조하여 사용하였다.

실리카 코팅된 30 μm 알루미늄 옥사이드 트리보케미칼 분사처리(Rocatec Soft, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA)는 지르코니아 표면에서 10 mm 떨어진 위치에서 나노 실리카가 코팅된 30 μm 알루미늄 입자를 수직하게 0.3 MPa 조건에서 10초 동안 분사하였다. 이어서 트리보케미칼 분사처리된 시편에 silane 프라이머(ESPE Sil, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA), MDP 프라이머(Z-PRIME Plus, Bisco, Schaumburg, IL, USA), MDP와 실란 함유 프라이머(Clearfil Ceramic primer, Kuraray Medical, Tokyo, Japan)를 각각 제조사의 권장방법대로 적용하였다.

표면처리된 지르코니아 시편에 레진 시멘트(Transbond XT, 3M Unitek, Monrovia, CA, USA)로 상악 소구치용 금속 브라켓을(Archist Bracket, Daeseung Medical, Seoul, Korea) 특별히 고안된 constant loading 장비로 5 N의 하중을 가하여 접착하였다. 접착 후 브라켓 주변의 여분 레진은 익스플로어로 제거 하였고, 광조사는 브라켓의 사분면에서 지르코니아 표면과 45° 각도로 각각 10초씩 총 40초 동안 광중합 하였다.

브라켓이 부착된 지르코니아 시편의 절반은 37±1℃ 증류수에 24시간동안 침적하였고, 나머지 절반은 유지온도 5℃와 55℃에서 침적시간 15초(이동 시간 15초)로 5,000회 열순환 처리(INV-TCS-109, Invertech, Gwangju, Korea)를 시행하였다.

표면처리 방법과 열순환 처리 여부에 따라 무작위로 8개의 시험군으로 다음과 같이 분류하였다(Table 1).

2. 표면거칠기

표면처리 방법에 따라 나뉜 시편은 각 군당 5개씩(한 시편당 3번씩) 표면조도 측정기(SV-3000, Mitutoyo, Tokyo, Japan)를 사용하여 표면거칠기를 측정하였고, 표면조도 측정기는 다이아몬드 스타일러스(stylus)를 이용하여 이동거리 5 mm, 0.2 mm/s의 속도로 거칠기 값(Ra)을 측정하였다.

3. 표면 형태와 특성

표면 처리된 지르코니아 시편은 각 군당 2개씩 전계 방출 주사 전자 현미경(FE-SEM; SU-70, Hitachi, Tokyo, Japan)으로 표면 형태를 관찰하였고, 에너지 분산형 X선 분광법(EDS;

EDAX Octane pro, Ametek, USA)으로 시편 표면의 원소 조성 분포를 측정하였다(주요 측정 원소: O, Al, Si, Y, Zr).

4. 화학적 결합 특성

실리카 코팅된 지르코니아와 프라이머의 화학적 결합을 증명하기 위해서 X선 광전자 분광법(XPS; Theta Probe AR-XPS System, Thermo Fisher Scientific, Runcorn, UK)을 사용하였다. 시편은 초고진공 상태의 챔버 내에서 분석되었으며, XPS 시스템의 구성은 X선원(Al-K α: hν=1486.6 eV), X선 빔의 지름(400 μm), X선 에너지(15 kv, 150 W) 조건 하에서 이루어졌다.

5. 전단결합강도

브라켓이 부착된 시편들은 표면 처리된 각 군당 10개씩 재료시험기(Model 4201, Instron, Canton, MA, USA)를 사용하여 전단 결합 강도(Shear bond strength, SBS)를 측정하였다. 재료시험기에 치즐 모양의 금속 지그를 장착한 다음 1.0 mm/min의 속도로 브라켓 부착면에 평행하게 축하중을 가하여 파절 하중을 측정하였다. 전단결합강도 값(MPa)은 다음의 공식으로 계산하여 측정하였다; 파절하중(N)/제조사에서 제시한 브라켓 표면적(15.2 mm²).

6. 통계분석

측정된 값들은 SPSS 12.0 소프트웨어(SPSS, Chicago, IL, USA)를 이용하여 통계 처리하였다. 실험 군들 간의 전단결합강도 차이에 대한 유의성을 검증하기 위해서 일원배치분

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

Groups	Surface treatment & condition (37℃)	Groups	Surface treatment & condition (Thermal cycling: 5-55℃)
P	Polishing	PT	polishing
30SS	30 μm Tribochemical silica coating + silane primer	30SST	30 μm Tribochemical silica coating + silane primer
30SM	30 μm Tribochemical silica coating + MDP primer	30SMT	30 μm Tribochemical silica coating + MDP primer
30SMS	30 μm Tribochemical silica coating + MDP - containing silane primer	30SMST	30 μm Tribochemical silica coating + MDP - containing silane primer

산분석(one-way ANOVA)을 시행하였고, 유의한 차이가 있는 변인에 대해서는 Tukey's multiple comparison 방법으로 사후 검증을 하였다($\alpha = .05$). 열순환처리 전, 후의 비교를 위해서는 독립표본 t-test를 이용하였다($\alpha = .05$).

결 과

Table 2는 표면처리에 따른 Y-TZP의 표면 거칠기 값이다. P군과 비교하여 표면 처리된 나머지 군들은 모두 유의한 차이로 Ra 값이 증가하였다($p < 0.05$). 30SS, 30SM, 30SMS 군들은 프라이머 종류에 따른 표면 거칠기 값에는 유의한 차이가 없었다($p > 0.05$).

이번 연구에 주된 표면처리 방법인 트리보케미칼 실리카 코팅 과정은 Figure 1A에 도식화 하였다. Figure 1은 30 μm 알루미나 입자에 구형의 실리카 나노 입자가 코팅된 가루를 시편에 분사한 후 SEM으로 관찰한 것이고, EDS로 Al와 Si의 분포를 확인하였다(Figure 1G). 트리보케미칼 실리카 코팅된 Y-TZP 표면을 저배율에서 관찰하였을 때,

홈(groove)과 산맥(ridge)의 모양들이 불규칙하게 분포되어 있는 거친 표면을 나타냈다(Figure 1B). 고배율에서 관찰하였을 때는 실리카 나노 입자들이 떨어져 나가지 못한 알루미나 입자들에 코팅되어 있거나(Figure 1C), 알루미나 입자가 떨어져 나간 후 구형의 실리카 나노 입자들이 고르게 분포되어 있는 것을 자세히 관찰할 수 있었다(Figure 1D). 이러한 이유로 Al는 부분적으로 밀집되어 있는 형태로 관찰되었고(Figure 1E), Si는 전체적으로 고르게 분포되어 있는 형태를 보였다(Figure 1F).

Figure 2는 30 μm 트리보케미칼 실리카 코팅처리 후

Table 2. Mean surface roughness values (Ra) after surface treatments

Groups	Surface roughness values (unit, μm)
P	0.034 \pm 0.007 ^a
30SS	0.159 \pm 0.012 ^b
30SM	0.157 \pm 0.029 ^b
30SMS	0.152 \pm 0.034 ^b

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

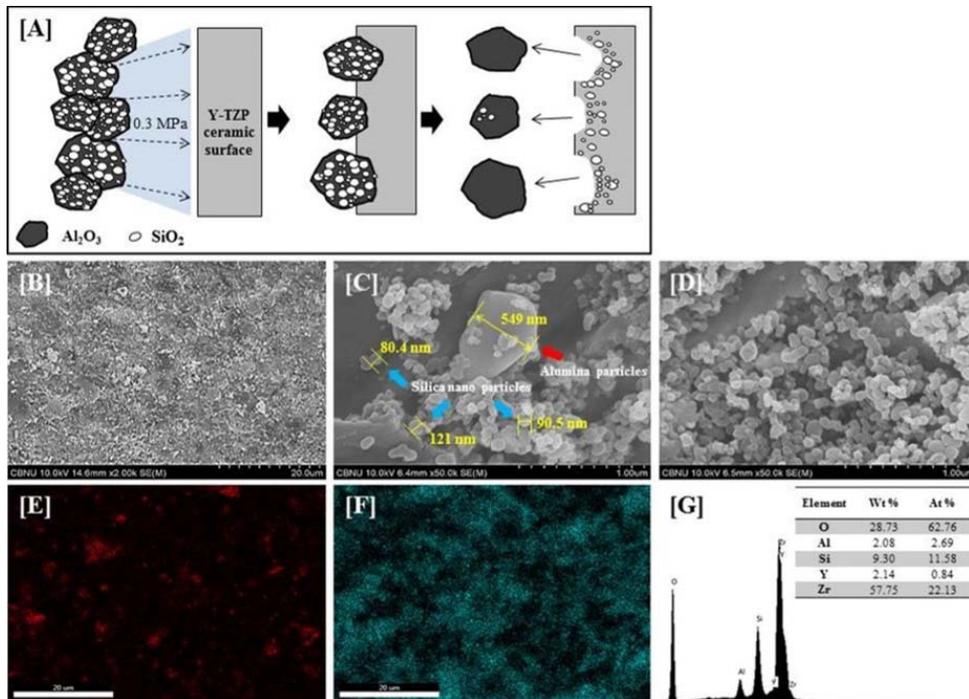


Figure 1. (A) Schematic illustration of tribochemically sandblasted Y-TZP processes, (B) FE-SEM images of 30 μm tribochemically sandblasted Y-TZP, (C) alumina particle (red arrow) with silica nano particles indicated by sky blue arrows, and (D) uniformly distributed silica nano particles, (E) Distribution of Al, (F) Si, and (G) EDS detection on the tribochemically sandblasted Y-TZP.

프라이머 종류에 따라 도포한 Y-TZP 표면을 FE-SEM으로 관찰한 것이다. 트리보케미칼 실리카 코팅 처리에 의해 거칠게 형성된 표면 위로 프라이머가 고르게 도포되어 있는 양상을 보였다.

트리보케미칼 실리카 코팅된 Y-TZP와 프라이머(silane, MDP, MDP-containing silane primer)의 화학적 결합 상태를 확인하기 위해서 XPS로 분석을 시행하였다(Figure 3). Si 2p XPS spectra의 silane 프라이머(102.38 eV), MDP 프라이머(103.28 eV), MDP와 실란 함유 프라이머(102.08 eV)의 피크는 Si-O결합을 나타내며, intensity는 silane 프라이머에서 가장 높게 나타났다(Figure 3A). O 1s XPS spectra의 532.58 eV (MDP 프라이머)와 533.08 eV (MDP와 실란 함유 프라이머) 피크는 Zr-O결합을 나타낸다(Figure 3B). C 1s XPS spectra에서 3종류의 프라이머에서 공통으로 나타난 284.68 eV 피크는 C-C결합이며, intensity는 MDP와 실란 함유 프라이머에서 가장 높게 나타났다(Figure 3C). P 2p XPS spectra의 MDP 프라이머(134.38 eV), MDP와 실란 함유 프라이머(134.08 eV) 피크는 P-O결합이며, intensity는 MDP와 실란 함유 프라이머에서 가장 높게 나타났다(Figure 3D).

표면 처리된 Y-TZP 시편들과 금속 브라켓의 전단결합강도는 열순환처리 전과 후로 나누어 측정하였으며, 전단결합강도의 평균과 표준편차 값은 Figure 4에 나타내었다. 30SMS군(26.70 ± 2.49 MPa)과 30SMST군(25.43 ± 3.78 MPa)의 전단결합강도 값이 유의한 차이로 가장 높게 나타났다($p < 0.05$). 30 μ m 트리보케미칼 코팅 후 silane 프라이머, 30 μ m 트리보케미칼 코팅 후 MDP 함유 silane 프라이머

처리된 각 각의 군들은 열순환처리 후에 전단결합강도 값은 유의한 차이를 보이지 않았다($p > 0.05$).

고찰

Y-TZP 세라믹은 높은 안정성으로 인해 결합력이 낮아 분사처리, 연마와 같은 방법으로 표면 거칠기를 증가시켜 결합력을 향상시키고 있다(11). 표면 거칠기가 증가함에 따라 기계적인 결합력이 증가한다는 논문들(12, 13)의 결과와 같이 본 실험에 사용된 30 μ m의 실리카 코팅된 알루미늄 입자들로 분사 처리된 Y-TZP의 표면 거칠기는 모두 증가하였다. 트리보케미칼 실리카 코팅 방법은 표면 거칠기 증가에 의한 기계적인 결합력도 작용하지만, 분사과정에서 형성된 입자의 운동에너지가 해당 물체에 부딪히면서 마찰열이 발생하여 고에너지 상태로 결합력이 증가된다고 하였다(14, 15). 이 과정은 기계적 에너지를 화학적 결합력으로 증진시켜 표면에 실리카를 완전 밀착시키며, “트리보케미칼 결합(tribochemical adhesion)”이라 불린다(16). 본 실험에서도 30 μ m 트리보케미칼 실리카 코팅 후에 SEM으로 Y-TZP 표면을 관찰한 결과 트리보케미칼 반응에 의해 구형의 나노 실리카 입자들이 부착되어 있는 것을 관찰할 수 있었으며, EDS로 Si의 분포를 관찰한 결과 Y-TZP 표면에 전체적으로 고르게 분포되어 있었다.

트리보케미칼 실리카 코팅은 Y-TZP에 강하게 부착된 실리카 코팅층을 형성하여 레진 시멘트와 결합력을 증가시키고(17), 물에 2달간 침적한 상태에서 1,000회의 열순환처리

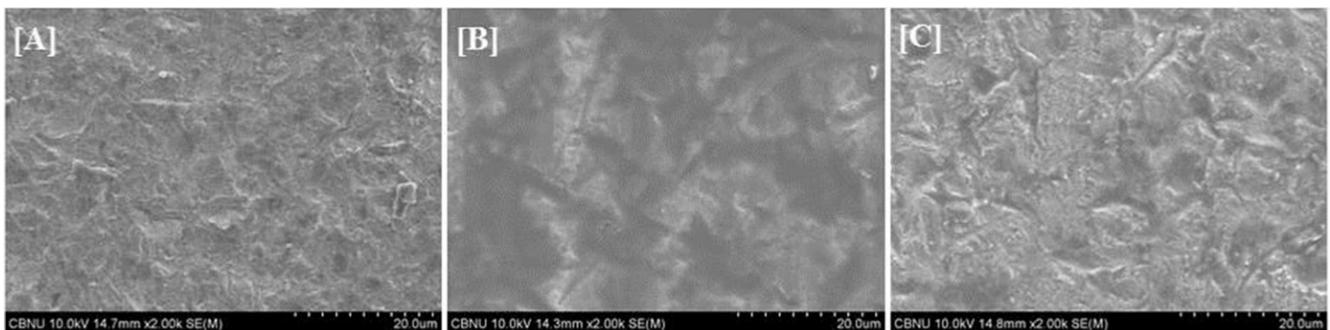


Figure 2. FE-SEM images of Y-TZP after (A) 30 μ m tribochemical sandblasting + silane primer, (B) 30 μ m tribochemical sandblasting + MDP primer, (C) 30 μ m tribochemical sandblasting + MDP-containing silane primer.

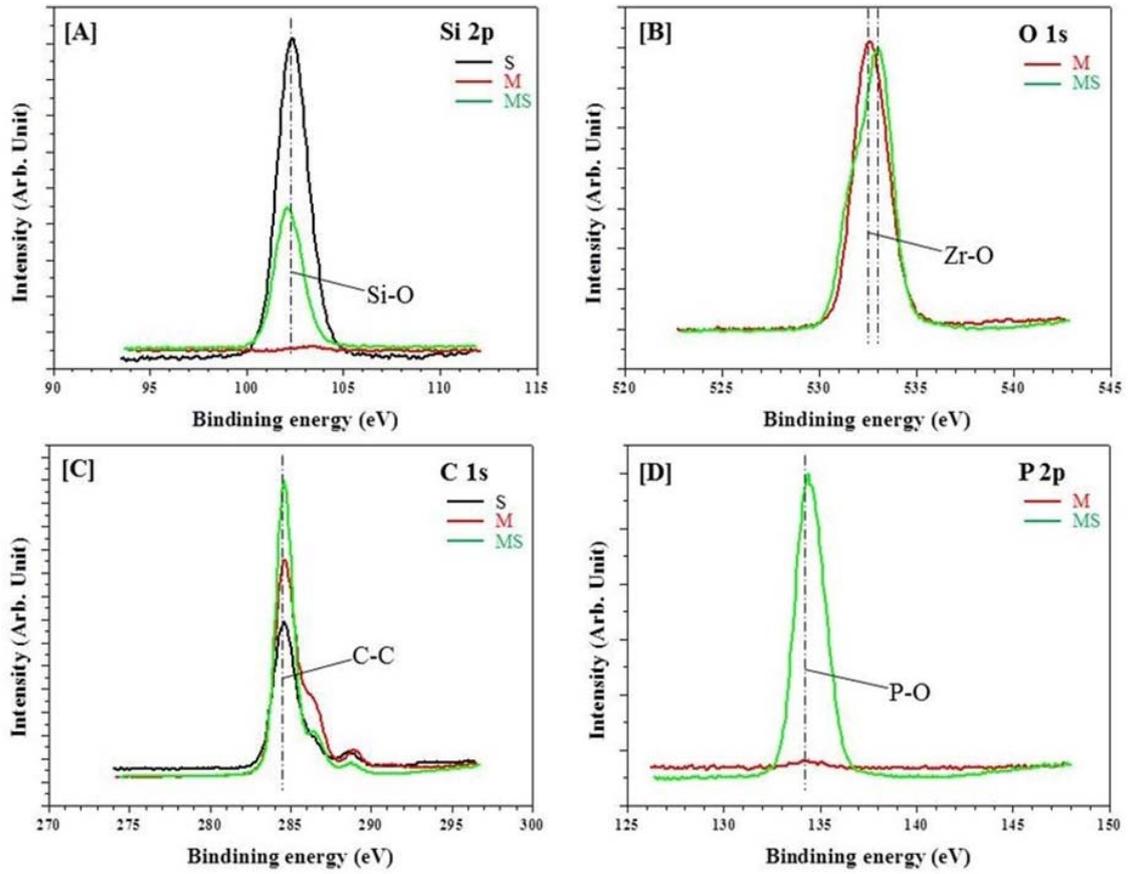


Figure 3. XPS spectra of (A) Si 2p, (B) O 1s, (C) C 1s, and (D) P 2p between tribochemical silica coated Y-TZP and primers (S: Silane primer, M: MDP primer, MS: MDP-containing silane primer).

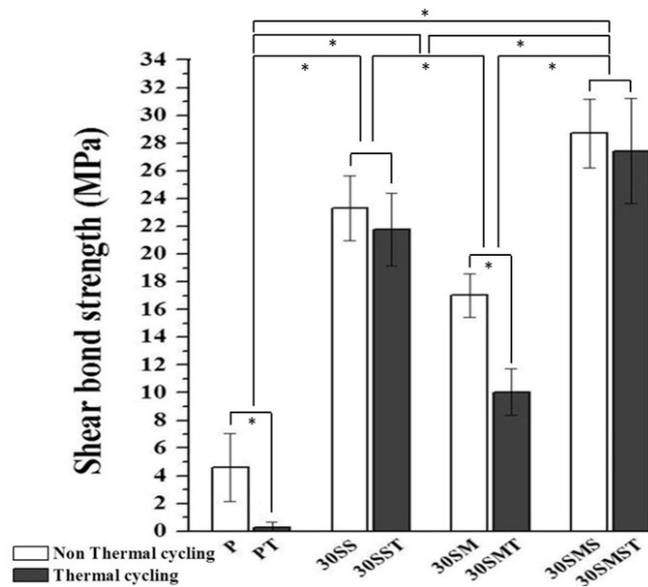


Figure 4. Shear bond strength (SBS) of orthodontic metal bracket bonded to Y-TZP after surface treatments with and without thermal cycling. Bars indicate the standard deviation, One-way ANOVA, Tukey multiple comparison Test, T-test (* : $p < 0.05$).

후에도 시멘트-지르코니아 결합력은 기계적인 전처리가 없는 것에 비해 유지되었다(18).

하지만, Zhu 등(3)은 트리보케미칼 실리카 코팅만으로는 6개월 이상의 장기간 인공적인 시효처리(5,000회)에 따른 유지력이 감소한다고 하였다. 이러한 경우 트리보케미칼 실리카 코팅과 함께 3-TMSPMA이나 MDP 기능성 단량체가 포함된 프라이머를 적용하는 것이 구강 내 내구성 개선에 효과적이라고 하였다(18, 19). 앞선 연구들을 참고하여 본 연구에서는 트리보케미칼 실리카 코팅 방법에서 알루미늄 옥사이드의 크기를 변경하여 실험하였고, 프라이머의 종류도 silane, MDP, MDP 함유 silane 프라이머를 함께 사용하여 표면 처리 방법을 다양하게 적용한 후 실험하였다. 표면 처리된 Y-TZP와 교정용 금속 브라켓의 전단결합강도는 전처리가 이루어지지 않은 군을 제외한 모든 군들에서 정상적인 교정력인 6-10 MPa(20) 이상의 값을 보였다. 열순환처리 후인 30SST군과 30SMST군들의 전단결합강도 값은 열순환 처리 전에 비해 약간 감소했지만, 유의한 차이를 보이지 않아서 내구성이 유지되었다고 할 수 있다.

Silane 프라이머의 alkoxy 그룹은 결합제 역할을 하기 전 약산성의 에탄올-물 용매에서 가수분해 반응을 일으켜 silanol 그룹(Si-OH)을 형성한다(21). 이렇게 형성된 silane의 silanol 그룹과 트리보케미칼 실리카 코팅으로 Si가 Y-TZP 표면에 고르게 분포되면 Si-O 결합(siloxane 결합)이 형성되고, 향상된 결합력을 얻게 된다(22). 본 연구에서도 트리보케미칼 실리카 코팅 후 FE-SEM, EDS를 관찰한 결과 Si가 Y-TZP 표면에 고르게 분포되어 있었고, XPS결과에서는 silane 프라이머를 적용한 후 Si-O 결합(siloxane bonds)이 관찰되었고, 가장 강한 결합을 보였다. 문헌에 따르면 silane은 긴 탄화수소 사슬 구조를 가지고 있어 소수성이고, 구강 내 습도가 높은 환경에서도 내구성 유지가 뛰어나 레진 시멘트와의 결합력 향상에 도움을 준다고 하였다(23).

본 실험에 사용된 MDP가 함유된 프라이머들은 MDP의 methacryloyl 그룹은 레진 시멘트와 결합하고, dihydrogen phosphate 그룹은 지르코늄 옥사이드(zirconium oxides)와 결합하여 화학적 결합력을 증가시킨다(24). 이번 XPS 분석 결과에서도 MDP와 Y-TZP의 화학적 결합을 증명하는 Zr-O 결합이 확인되었다. 시편의 주요 peak인 O 1s XPS spectra의 532.58 eV (MDP 프라이머)와 533.08 eV (MDP와 실란

함유 프라이머)는 Zr-O-P 결합에 기여하고, 이 데이터는 높은 비율의 Zr-O결합으로 ZrO_2 와 MDP의 결합이 잘 형성되었다는 것을 나타낸다.

그러나, da Silva 등(25)은 6개월 이상 물에 침적 시 MDP 프라이머의 내구성이 떨어진다고 하였다. 본 실험의 결과에서도, 트리보케미칼 실리카 코팅과 MDP 프라이머 처리된 군의 전단결합강도는 정상적인 교정력 이상의 값을 보였으나, 열순환처리 후 유의한 차이로 약 2배 감소하였다. 본 실험에서는 MDP 프라이머가 가수분해에 약하여 결합력을 유지시키지 못한다는 연구 결과와 상응한다.

가장 높은 전단결합강도 값은 트리보케미칼 실리카 코팅 후 MDP 함유 실란 프라이머를 적용한 군에서 나타났고, 열순환 처리 후에도 유의한 차이를 보이지 않으며 높은 전단결합강도 값을 유지하였다. MDP함유 실란 프라이머는 앞서 설명한 MDP와 silane의 기능을 모두 가지고 있으므로 트리보케미칼 실리카 코팅된 Y-TZP 및 레진 시멘트와 강한 결합을 보인다. C 1s XPS spectra에서는 3종류의 프라이머에서 공통으로 나타난 284.68 eV 피크는 C-C결합으로 프라이머 내부의 결합을 나타내며(26), intensity는 MDP와 실란 함유 프라이머 > MDP > silane 프라이머 순으로 높게 나타났다. P 2p XPS spectra의 MDP 프라이머(134.38 eV), MDP와 실란 함유 프라이머(134.08 eV) 피크는 P-O결합으로 MDP가 함유된 프라이머 내부의 결합과 일치하며(26), intensity는 MDP와 실란 함유 프라이머에서 높게 나타났다. MDP 함유 실란 프라이머가 열순환 처리 후에도 내구성 유지가 가장 잘되는 이유를 설명할 수 있다.

따라서, Y-TZP에 트리보케미칼 실리카 코팅과 MDP 함유 실란 프라이머를 적용하였을 때 내구성 있는 레진 결합력으로 교정용 금속 브라켓과의 결합력을 향상시킬 수 있었고, 임상에서 적용하기에도 간편한 표면 처리 방법으로 Y-TZP의 표면 처리 연구에 크게 기여할 수 있을 것이라 기대된다.

결론

본 연구는 트리보케미칼 실리카 코팅된 Y-TZP에 silane, MDP 프라이머 및 MDP 함유 silane 프라이머를 적용하고서 교정용 금속 브라켓과의 전단결합강도에 미치는 영향을

조사하였고, 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 30 μm 트리보케미칼 코팅 후 silane 프라이머를 처리한 군의 전단결합강도는 열순환 처리 후에도 유의한 차이를 보이지 않았다($p>0.05$).
2. 30 μm 트리보케미칼 코팅 후 MDP 프라이머를 처리한 군의 전단결합강도는 열순환 처리 후에 유의한 차이를 보였으며($p<0.05$), 표면처리되지 않은 군들을 제외하고 유의한 차이로 가장 낮은 전단결합강도 값을 보였다 ($p<0.05$).
3. 30 μm 트리보케미칼 실리카 코팅 후 MDP 함유 silane 프라이머를 적용한 군들의 전단결합강도가 유의한 차이로 가장 높게 나타났고($p<0.05$), 열순환 처리 후에도 유의한 차이를 보이지 않았다($p>0.05$).

결과적으로, Y-TZP와 교정용 금속 브라켓의 결합력을 향상시키고, 구강 내에서 오랜 기간 내구성을 유지하기 위해서는 트리보케미칼 실리카 코팅과 MDP 함유 silane 프라이머를 함께 처리하는 것이 가장 효과적이다.

참고문헌

1. El-Ghany OSA, Sherief AH. Zirconia based ceramics, some clinical and biological aspects. *Future Den J*. 2016;2(2):55-64.
2. Kwak JY, Jung HK, Choi IK, Kwon TY. Orthodontic bracket bonding to glazed full-contour zirconia. *Restor Dent Endod*. 2016;41(2):106-13.
3. Zhu L, Nikaido T, Kitayama S, Ikeda M. Effect of surface abrasion and silica coating on tensile bond strength of a resin cement to zirconia ceramics. *Int Chin J Dent*. 2009;9:23-30.
4. Iwasaki T, Komine F, Fushiki R, Kubochi K, Shinohara M, Matsumura H. Shear bond strengths of an indirect composite layering material to a tribochemically silica-coated zirconia framework material. *Dent Mater J*. 2016;35(3):461-9.
5. Chen C, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Effect of an experimental zirconia-silica coating technique on micro tensile bond strength of zirconia in different priming conditions. *Dent Mater*. 2012;28(8):e127-e34.
6. Mitov G, Anastassova-Yoshida Y, Nothdurft FP, Von See C, Pospiech P. Influence of the preparation design and artificial aging on the fracture resistance of monolithic zirconia crowns. *J Adv Prosthodont*. 2016; 8(1):30-6.
7. 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):145-53.
8. Matinlinna JP, Lassila LV. Enhanced resin-composite bonding to zirconia framework after pretreatment with selected silane monomers. *Dent Mater*. 2011;27(3): 273-80.
9. Özcan M, Cura C, Valandro LF. Early bond strength of two resin cements to Y-TZP ceramic using MPS or MPS/4-META silanes. *Odontology*. 2011;99(1):62-7.
10. Özcan M, Yetkiner E. Could readily silanized silica particles substitute silica coating and silanization in conditioning zirconium dioxide for resin adhesion?. *J Adhes Sci Technol*. 2016;30(2):186-93.
11. Kosmač T, Oblak Č, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. *J Biomed Mater Res*. 2000;53(4): 304-13.
12. Alao AR, Yin L. Assessment of elasticity, plasticity and resistance to machining-induced damage of porous pre-sintered zirconia using nanoindentation techniques. *J Mater Sci Technol*. 2016;32(5):402-10.
13. Lunt AJ, Mohanty G, Neo TK, Michler J, Korsunsky AM, editors. *Microscale resolution fracture toughness profiling at the zirconia-porcelain interface in dental prostheses*. Proceedings of the SPIE Micro+ Nano Materials, Devices, and Applications Conference; 2015 Dec 6-9; Sydney, Australia: Applications: International

- Society for Optics and Photonics; 2015
14. Heikkinen TT, Lassila LV, Matinlinna JP, Vallittu PK. Effect of operating air pressure on tribochemical silica-coating. *Acta Odontol Scand.* 2007;65(4):241-8.
 15. Jung AN, Kim SM. Effect of surface pre-treatments and adhesive types on the shear bond strength between PEKK and Zirconia. *Korean J Dent Mater.* 2018;45(3):209-20.
 16. de Paula Eduardo C, Bello-Silva MS, Moretto SG, Cesar PF, de Freitas PM. Microtensile bond strength of composite resin to glass-infiltrated alumina composite conditioned with Er, Cr: YSGG laser. *Lasers Med Sci.* 2012;27(1):7-14.
 17. Re D, Augusti G, Merlati G, Gianni AB, Augusti D. Effect of thermal cycling and low pressure sandblasting on the bond strength of a self-adhesive cement to Y-TZP zirconia. *J Adhes Sci Technol.* 2015;29(16):1745-57.
 18. Inokoshi M, De Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Meta-analysis of bonding effectiveness to zirconia ceramics. *J Dent Res.* 2014;93(4):329-34.
 19. 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(4):356-62.
 20. Schmage P, Nergiz I, Herrmann W, Özcan M. Influence of various surface-conditioning methods on the bond strength of metal brackets to ceramic surfaces. *Am J Orthod Dentofac Orthop.* 2003;123(5):540-6.
 21. Ha JY, Son JS, Kim KH, Kwon TY. Simple heat treatment of zirconia ceramic pre-treated with silane primer to improve resin bonding. *J Nanosci Nanotechnol.* 2015;15(1):587-90.
 22. Mahmoodi N, Hooshmand T, Heidari S, Khoshro K. Effect of sandblasting, silica coating, and laser treatment on the microtensile bond strength of a dental zirconia ceramic to resin cements. *Lasers Med Sci.* 2016;31(2):205-11.
 23. Tan F, Qiao X, Chen J, Wang H. Effects of coupling agents on the properties of epoxy-based electrically conductive adhesives. *Int J Adhes Adhes.* 2006;26(6):406-13.
 24. Fonseca RG, Haneda IG, Adabo GL. Effect of metal primers on bond strength of resin cements to base metals. *J Prosthet Dent.* 2009;101(4):262-8.
 25. 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):568-75.
 26. Xie H, Li Q, Zhang F, Lu Y, Tay FR, Qian M, et al. Comparison of resin bonding improvements to zirconia between one-bottle universal adhesives and tribochemical silica coating, which is better?. *Dent Mater.* 2016;32(3):403-11.

표면처리 및 thermocycling에 따른 Y-TZP와 교정용 금속 브라켓과의 전단결합강도

최지봉¹, 변선미^{2,*}

¹전북대학교 치과대학 치과생체재료학교실

²이바른치과의원

심미적인 이유로 성인의 교정치료 비율이 증가하면서 Y-TZP 수복물에 교정용 브라켓을 직접 부착하게 되었다. 그러나, Y-TZP의 높은 안정성으로 인해 결합력을 유지하기 쉽지 않다. 이러한 문제를 해결하기 위해서 Y-TZP의 표면처리 방법에 관한 많은 연구가 진행되고 있다. 본 연구에서는 Y-TZP와 금속 브라켓의 결합력을 향상시키는 데 있어, 임상에서 실제로 적용하기 간편한 방법을 찾고, 침습적 환경인 구강 내에서 내구성을 갖는 표면처리 방법을 확인하고자 하였다. Y-TZP에 표면처리를 시행한 후 결합강도를 측정하였고, 접착성 결합을 성취하기 위한 요인들을 분석하기 위해서 표면 특성의 변화를 관찰하였다. Y-TZP 표면에 30 µm 트리보케미칼 실리카 코팅 후 실란, MDP 및 MDP 함유 실란 프라이머를 적용하였다. 표면 처리 후 모든 군의 표면 거칠기는 증가하였으며($p < 0.05$), 실리카 코팅 후 Y-TZP 표면에 Si가 고르게 분포되어 있었다. 트리보케미칼 코팅 후 silane 프라이머를 처리한 군의 전단결합강도는 열순환 처리 후에도 유의한 차이를 보이지 않았다($p > 0.05$). 트리보케미칼 코팅 후 MDP 프라이머를 처리한 군의 전단결합강도는 열순환 처리 후에도 유의한 차이를 보였으며($p < 0.05$), 표면처리한 세 군 중에서 가장 낮은 전단결합강도 값을 보였다($p < 0.05$). 전단결합강도는 트리보케미칼 실리카 코팅 후 MDP 함유 실란 프라이머를 적용하였을 때 가장 높은 값을 보였고($p < 0.05$), 열순환처리 후에도 유의한 차이를 보이지 않았다($p > 0.05$).

본 연구를 통해 얻은 결과로 Y-TZP에 트리보케미칼 실리카 코팅 후 MDP 함유 실란 프라이머를 적용했을 때 브라켓과의 결합력 향상과 함께 구강 내에서도 내구성을 유지할 수 있고, 임상에서 적용하기에도 간편한 방법으로 Y-TZP의 표면 처리 연구에 크게 기여할 수 있을 것이라 기대된다.

색인 단어 : Y-TZP, 트리보케미칼 실리카 코팅, 프라이머, 전단결합강도, 열순환처리
