

3Y-ZrO₂ 세라믹과 교정용 브라켓계에서 세라믹의 표면 조건에 따른 접착 거동의 변화

오 선 미, 김 진 성, 이 채 현
배재대학교 재료공학과

Effect of Surface Condition on the Bonding Characteristics of 3Y-ZrO₂-Metal Bracket System

Seon-Mi O, Jin-Seong Kim, Chae-Hyun Lee
Department of Materials Engineering, Paichai University

[Abstract]

Purpose: To investigate shear bonding strength between dental zirconia ceramics with different surface treatment and metal bracket.

Methods: Zirconia ceramics(LAVA, 3M ESPE, USA) were divided to 4 groups according to their surface treatment; no surface treatment(G1), sand blasting(G2), silane coating(G3), and sand blasting+silane coating(G4). Specimens were bonded to metal bracket using resin bond(TransbondTMXT, 3M Unitek, USA). Shear bond strength was measured using universal test machine(3366 INSTRON. U.S.A) with cross head speed of 1 mm/min. Microstructural investigation for fracture surface was performed after shear test.

Results: Shear bonding strengths of single surface treatment groups (G2 and G3) were higher than no treatment group(G1). Combined Treatment Group (G4) showed the highest shear bond strength of 9.15MPa. Microstructural observation shows that higher shear bonding strength was obtained when debonding was occurred at metal bracket/resin interface rather than zirconia ceramic/resin interface.

Conclusion: Surface treatment of zirconia is necessary to obtain higher bonding strength. Combined treatment can be more effective when surface the surfaces are kept clean and homogeneous.

○Key words : 3Y-ZrO₂, bracket, bonding characteristics, surface condition

교신저자	성명	이 채 현	전화	010-2302-5622	E-mail	chlee@pcu.ac.kr	
	주소	대전광역시 서구 연자 1길 14 배재대학교 대학원 재료공학과					
접수일	2011. 2. 10		수정일	2011. 3. 4		확정일	2011. 3. 10

I. 서 론

치과 보철 재료는 높은 강도와 생체 친화성 그리고 심미성에 대한 요구를 만족시키기 위하여 금속 보철에서 금속 소부 도재 보철이 개발되고 더 나아가 다양한 종류의 전부 도재 보철 시스템이 개발 되어 환자들의 심미적인 만족도를 높여 주고 있다. 그 중 지르코니아 세라믹은 파절 강도가 1000-1300MPa에 이르고 마모 저항성, 생체 친화성, 심미성을 가진 재료이다(Piconi & Maccauro, 1999). 이로 인해 크라운, 브릿지, 임플란트 상부구조 등으로 사용영역이 점차 증가되고 있다.

이와 같이 보철 시스템이 발달함에 따라 교정학의 재료와 술식에도 발달을 가져왔다. 과거에는 아말감, 금속합금, 금합금 등의 보철물에 교정 장치인 브라켓을 부착하는 경우가 많았으나 점점 레진, 도재 등의 심미적인 보철물에 부착하는 경우가 늘어나고 있다. 도재의 경우에는 표면에 glazing 처리가 되어 있어서 교정용 장치의 접착이 어렵기 때문에 교정 장치의 접착력을 높이기 위해 도재 표면의 처리방법에 대한 연구가 행하여졌다. Ghasemi-Tary(1979)가 도재표면을 사포로 거칠게 하고, 도재프라이머인 실란을 도포한 후 레진으로 접착할 것을 추천한 이래 다양한 노력들이 이어져 왔다. 그 대표적인 방법들에는 기계적으로 도재 표면을 거칠게 만드는 방법(Wood 등, 1986; 고진환 과 이기주, 1992)과 산을 이용한 산부식법(김광만, 1987; Edris 등, 1990), 그리고 프라이머인 실란을 도포해 화학적으로 접착 강도를 증가시키는 방법(Johnson, 1980; Newman, 1983; 백명주 등, 1992)이 있다. 이들 방법은 도재 표면 처리 방법에 관한 것으로 결합력을 증가시키기 위해 접착제인 레진이나 도재의 종류에 따른 접착강도의 변화에 대한 결과를 제시하고 있다. 그러나 레진과 도재와의 접착강도가 너무 클 경우 교정용 직접부착 장치인 브라켓 제거 시 도재의 파절이 일어날 수도 있다.

한편 지르코니아 세라믹이 보철분야의 획기적인 재료로 대두되면서 지르코니아 세라믹 보철에 교정 장치인 브라켓을 직접 부착하는 경우도 생기고 있다. 이 경우에도 도재의 경우에서와 같이 지르코니아 세라믹의 표면 거칠기가 접착강도에 영향을 미칠 수 있을 것으로 보이나 이에

대한 연구는 미미한 상황이다. 본 연구에서는 도재와 교정용 메탈 브라켓의 접착강도 연구를 토대로 지르코니아 세라믹과 교정용 메탈 브라켓의 전단 접착강도를 증가시키는 방법의 연구를 위해 지르코니아 세라믹의 표면거칠기를 변화시키면서 접착강도를 측정하고 파단부를 현미경으로 관찰하였다.

II. 연구 방법

1. 연구 재료

본 연구에서 지르코니아는 Y-TZP (LAVA, 3M ESPE, USA) 블럭을 컷팅하여 사용하였다. Fig. 1은 소성 전의 지르코니아의 미세구조를 보여주고 있다. 브라켓은 상악 중절치용 메탈 브라켓(VICTORY SERIES™MBT™Rx, 3M Unitek Corporation, USA)을 사용하였다. 샌드 블라스팅은 50 μ m의 Al₂O₃(Strahlmittel, Renfert, Germany)를 분사하였고, 도재 프라이머로 실란(Pone-Etch, Reliance Ortho Prod. Inc, USA)을 도포하였고, 브라켓 접착용 본드는 광중합 본드(Transbond™XT, 3M Unitek, USA)를 사용하였다.

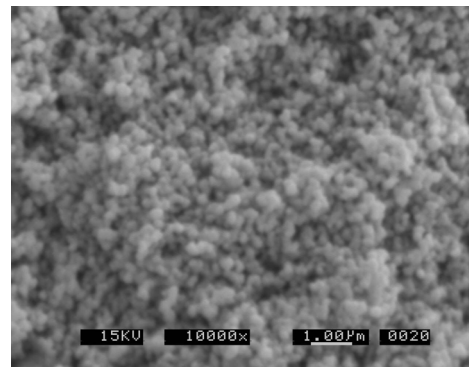


Fig. 1. Fractured surface of Y-TZP before sintering.

2. 연구방법

1) 시편 제작 및 표면처리

Y-TZP 블럭을 컷팅하고 소성하여 1cm×1cm×3mm의 블록을 제작하고 시편의 노출면을 #220 사포로 균일하게 연마한 후 초음파 세척기에서 10분간 세척 후 건조시켰다. 그리고 Vinyl Polysiloxane Impression Material

Putty(3M ESPE, Express™ STD)를 이용해 원기둥 형태의 음형을 채득하고 그 안에 지르코니아 시편을 넣고 경석고를 부어 원기둥형태의 양형을 채득하였다. 지르코니아 시편을 4군으로 나누어 각각 다른 표면처리를 하였다.

제1군(G1)은 무처리 군으로, 초음파 세척 후 건조한 시편을 그대로 사용하였다. 제2군(G2)은 샌드블라스팅 군이며 50µm 알루미나 입자를 1cm 정도 떨어진 거리에서 20초 동안 일정한 압력으로 접착면에 직각으로 분사한 후 증류수에서 초음파 세척 후 건조하였다. 제3군(G3)은 실란도포 군으로 지르코니아 표면에 실란을 1-2회 얇은 층으로 바르고 30초 경과 후 공기를 약하게 불어주었다. 제4군(G4)은 샌드블라스트 후 실란도포 군으로 제2군과 동일한 샌드블라스팅 처리를 한 지르코니아 표면에 제3군과 같은 방법으로 실란처리를 하였다. Table 1은 표면처리 방법에 따른 시편의 구분을 보여준다.

Table 1. Method of surface treatment

Group	Method of surface treatment
G1	No surface treatment
G2	Sand blasting(Al ₂ O ₃)
G3	Silane coating
G4	Sand blasting(Al ₂ O ₃) + Silane

2) 브라켓의 접착

제1군과 2군의 표면에는 Transbond™XT primer를 2회 얇게 바르고 전방면에서 10초간 광중합 한 다음 Transbond™XT paste를 중절치 브라켓에 일정량을 올리고 시적 후 과잉레진을 제거한 후 브라켓을 접착한 전방면에서 10초씩 광중합 후 10분간 방치 후 실온에서 3시간 보관하였다.

3) 전단 접착강도 측정

Fig. 2는 만능시험기와 접합강도 측정 방법을 보여주고 있다. 석고형에 매립된 시편의 접착면이 만능시험기(3366 INSTRON, U.S.A)의 하중방향과 평행하게 놓이도록 Fig. 2(b)와 같이 시편을 위치시킨 후 1mm/min의 cross-head speed가 유지되도록 하중을 증가시키고 접착된 브라켓이 지르코니아 블록에서 분리되는 순간의 하중을 측정된 후 이 값을 브라켓 베이스 면적으로 나누어

접합강도를 계산하였다.

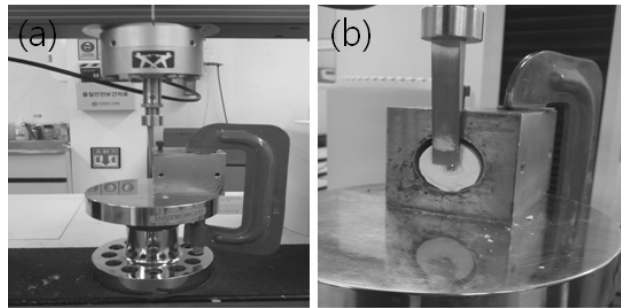


Fig. 2. Instron 3366(a) and configuration of shear test(b).

4) 파절면의 관찰

접합강도를 측정한 후 파절된 시편을 회수하여 육안으로 지르코니아 세라믹의 파절이 있는지 관찰한 후, 파절이 일어난 두 면을 모두 주사전자현미경(Topcon, ABT-32, Japan)으로 관찰하여 파절이 일어난 양상을 관찰하여 비교하였다.

III. 결 과

1. 전단접착강도와 브라켓 탈락 양상

Fig. 3은 레진을 이용하여 금속 브라켓을 접착하기 위하여 준비된 지르코니아 시편의 표면을 관찰한 사진이다. (a)는 무처리 군의 표면으로, 표면에 사포에 의한 표면 scratch를 보여주고 있다. (b)는 (a) 시편을 샌드블라스팅 처리한 시편으로 샌드블라스팅에 의한 침식의 결과로 표면이 (a)에 비해 거칠고 사포에 의한 scratch도 많이 보이지 않음을 알 수 있다. (c)는 연마 후 silane으로 표면처리한 시편이다. (d)는 샌드블라스팅한 시편에 silane처리한 시편의 표면을 관찰한 것으로, 사진상으로는 구별이 되지는 않으나 표면처리 후에는 silane 층이 형성되어 있었다.

Table 2에 전단접착강도의 측정결과를 나타내었다. 무처리 군(G1)의 평균 전단접착강도는 모든 실험군 중에서 가장 낮았다. 단독표면처리군(G2, G3)은 무처리 군보다 높은 평균 전단접착강도를 나타내었으며, 단독표면처리군 중 실란처리군(G3)이 샌드블라스팅 군(G2)보다 높게 나타났다. 모든 표면처리군 중 복합처리군(G4)의 전단접착강도가 가장 높았다.

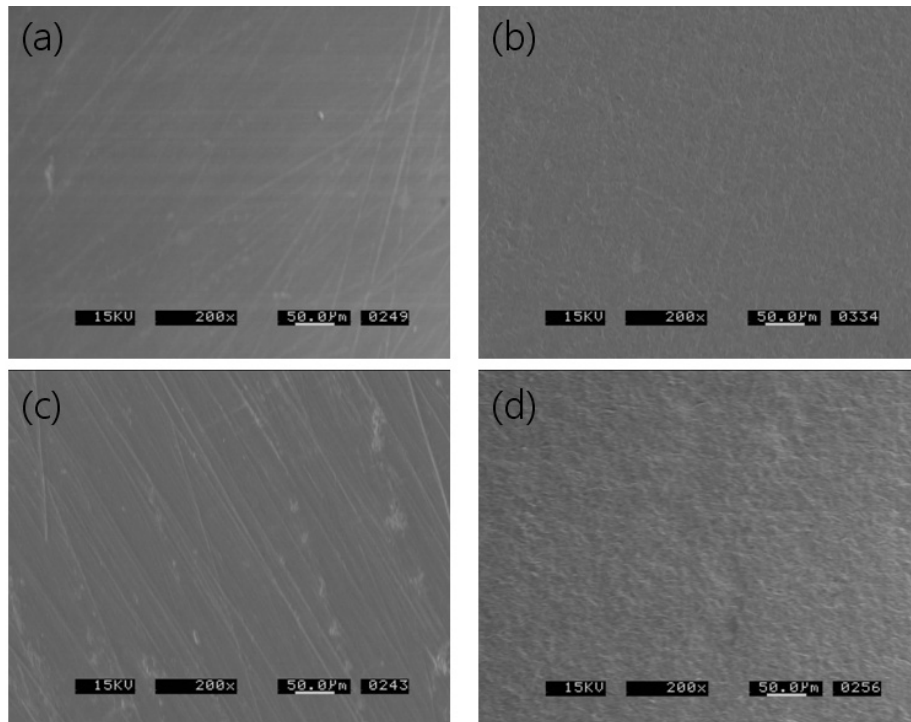


Fig. 3. SEM micrographs showing zirconia surfaces; (a) as polished(G1), (b) after sand blasting(G2), (c) after silane treatment(G3), and (d) after sand blasting+silane treatment(G4).

각 군의 브라켓 탈락 양상을 관찰하고 지르코니아 세라믹에 잔존하는 레진 시멘트를 관찰한 결과 무처리 군에서 레진시멘트가 잔존하였다.

Table 2. Shear Bonding Strength

(unit: MPa)

Test \ Group	G1	G2	G3	G4
1	5.05	5.82	10.16	6.21
2	4.66	4.68	9.86	13.55
3	3.36	9.61	5.30	7.12
4	6.40	10.26	6.92	8.92
5	4.70	-	7.56	9.94
Average	4.83	7.59	7.96	9.15
(Standard deviation)	(1.09)	(2.76)	(2.05)	(2.86)

2. 파단면의 현미경 관찰 결과

Fig. 4는 샌드블라스팅+silane 처리된 시편(G4)에서 접착 강도 측정 후 레진이 붙어있는 상태의 시편을 절단하여 계면을 관찰한 사진이다. 사진에서 접착제와 지르코니아 세라믹 사이에 얇은 연속층이 존재함을 알 수 있는데, 이는 silane 처리에 따라 생성된 코팅 층으로 보이며

고배율로 관찰한 결과 코팅층의 두께는 약 10~20µm 정도가 되는 것으로 보인다

Fig. 5는 연마 후 아무 처리도 하지 않은 시편(G1)을 사용하여 레진으로 금속 브라켓을 접착한 후 전단 강도를 측정 후 분리된 면을 관찰한 결과이다. 이 경우 전단 시험에 의한 debonding은 대부분 지르코니아/레진 계면에서 나타났으나((a)-(c)), 일부 시편에서는 레진/금속 브라켓 계면에서도 관찰되었다(d). 지르코니아/레진 계면에서 debonding이 일어난 경우의 접합 강도가 레진/금속 브라켓 계면에서 debonding이 일어난 경우에 비하여 낮은 값을 나타내었다. (a)는 지르코니아/레진 계면에서 debonding이 일어난 경우에 대하여 지르코니아 표면을 관찰한 것이고, (b)와 (c)는 같은 경우에 대하여 레진의 표면을 관찰한 것이다.

(a)에서 scratch에 해당하는 부분이 오목하게 되어 있는 반면에 (b)와 (c)에서는 같은 부분이 볼록하게 나타나는 것으로 보아 scratch 부분에 레진이 침투되었다가 분리된 것임을 알 수 있다. 레진/금속 브라켓 계면에서 debonding이 일어난 경우, 접착이 잘 되도록 하는 금속 브라켓의 요철 무늬가 잘 드러남을 알 수 있다.

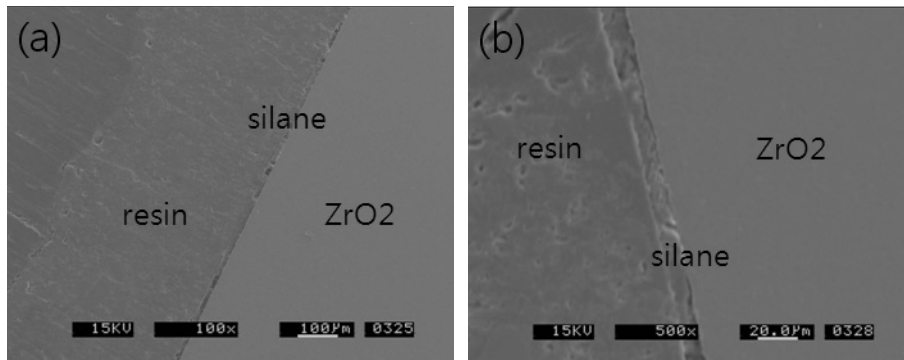


Fig. 4. Cross section view of zirconia-resin interface(a) and its enlarged view(b).

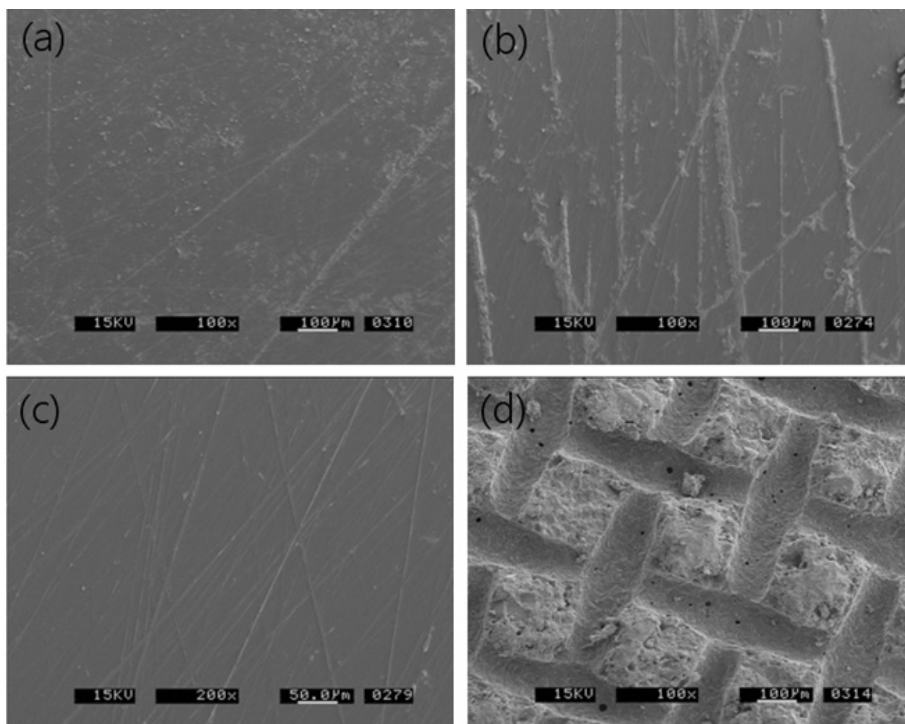


Fig. 5. Debonded surface after shear test using as polished specimen(G1). Debonding occurred both zirconia/resin interface (a-c) and resin/metal bracket interface(d).

Fig. 6은 샌드블라스팅 처리한 시편(G2)에 대한 전단 시험 후 분리된 면을 관찰한 것이다. (a)는 debonding후 지르코니아 시편에 붙어있는 레진의 표면을 관찰한 것이고 (b)는 금속브라켓의 표면을 관찰한 것이다. 이 경우 debonding은 대부분 레진/금속 브라켓의 계면에서 나타났고, 얻어진 강도값은 처리를 하지 않은 경우에 비하여 높은 값을 보임을 알 수 있었다. 이는 Fig. 3의 사진에서도 알 수 있는 바와 같이 샌드블라스팅 처리에 의해 지르코니아 시편의 표면이 거칠어지면서 레진과의 접착이 잘 이루어진 결과라고 생각된다. 그러나 (b)를 보면 금속 브

라켓 격자 내부에는 레진이 남아 있지 않은 것으로 관찰되었다.

Fig. 7은 silane 처리한 시편(G3)에 대한 전단 시험 후 분리된 면을 관찰한 것이다. (a)는 debonding후 지르코니아 시편에 붙어있는 레진의 표면을 관찰한 것이고 (b)는 금속브라켓의 표면을 관찰한 것이다. 역시 debonding은 대부분 레진/금속 브라켓의 계면에서 나타났음을 확인할 수 있었고 얻어진 강도 값도 샌드블라스팅에서 얻은 결과와 유사한 경향으로 아무 처리를 하지 않은 경우에 비하여 높은 값을 나타내었다. silane 처리한 경우에는 표면

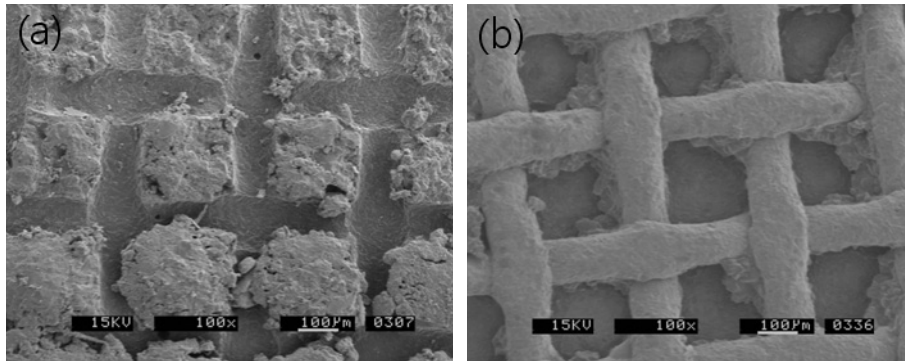


Fig. 6. Debonded surface after shear test using sand blasted specimens(G2); (a) resin surface and (b) metal bracket surface.

의 거칠기가 샌드블라스팅한 경우와 같이 크게 변화하는 것은 아니지만, 지르코니아에 코팅된 silane층의 존재하에서 접착강도가 증가하는 것으로 보아 코팅된 silane층이 레진과의 접착에 도움을 주는 것으로 판단된다.

Fig. 8은 샌드블라스팅+silane 처리된 시편(G4)에 대한 전단 시험 후 분리면을 관찰한 결과이다. 이 경우 샌드블라스팅에 의한 표면거칠기 효과와 silane 처리에 의한 접착력 증진효과를 동시에 얻을 수 있었으며, 이는 강도 결과에서도 확인할 수 있다. 이 경우에 대해서도 (a)는 debonding후 지르코니아 시편에 붙어있는 레진의 표면을 관찰한 것이고 (b)는 금속브라켓의 표면을 관찰한 것이다. (c)는 레진이 붙어있는 시편을 아세톤에 넣고 초음파를 가하여 레진을 분리한 후 지르코니아/레진의 계면을 관찰한 것이다. 레진의 표면에서 샌드블라스팅 처리에 따라 거칠어진 면을 잘 보여주고 있다.

이상과 같이 전단 시험 후 debonding이 일어난 계면을

관찰한 결과 지르코니아/레진 계면에서 debonding이 일어나지 않은 경우에서 분리면은 표면 처리를 거친 세 경우가 모두 비슷한 형태로 나타나지만, 레진 표면에 새겨진 금속 브라켓의 요철 무늬와 금속 브라켓에 붙어 있는 레진의 모양은 약간 다른 양상을 보임을 알 수 있다. 레진의 표면에 나타나 있는 금속 브라켓의 요철 무늬는 샌드블라스팅 처리한 경우에 깊게 나타난 반면에 silane 처리한 경우에는 그 홈의 모양이 선명하지만 깊이는 샌드블라스팅 처리한 경우가 더 깊은 것으로 관찰되었다. 반면에 샌드블라스팅+silane처리한 경우는 홈의 깊이가 얇고 무늬가 두 경우에 비하여 희미하게 나타났음을 알 수 있다. 반면에 금속 브라켓 부분은 샌드블라스팅 처리한 경우는 홈에 레진이 거의 남아있지 않았던 반면, silane 처리 및 샌드블라스팅+silane처리한 경우에는 홈에 레진이 채워져 있으며, 그 정도는 샌드블라스팅+silane 처리한 경우에서 더 크게 나타났다.

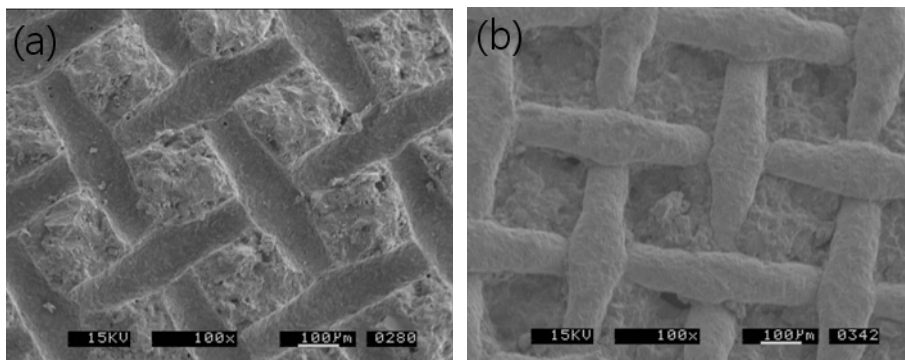


Fig. 7. Debonded surface after shear test using silane treated specimens(G3); (a) resin surface and (b) metal bracket surface.

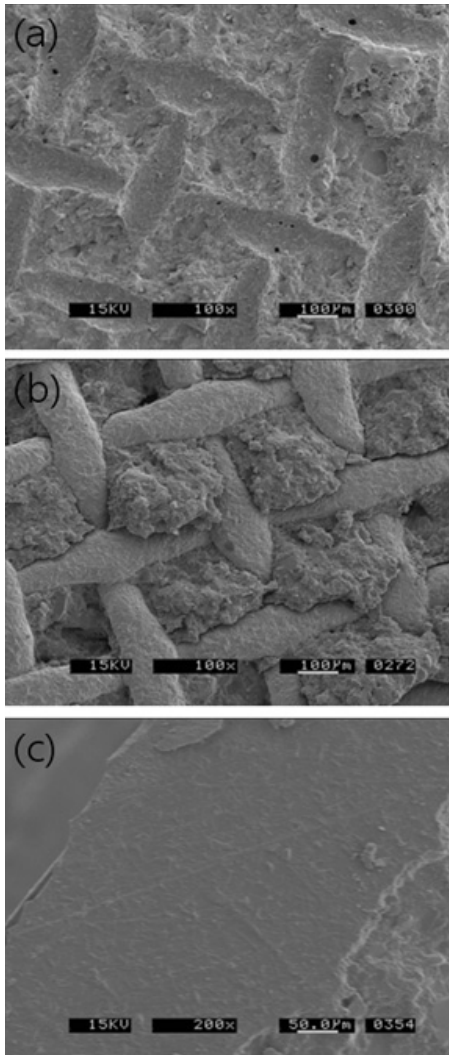


Fig. 8. Debonded surface after shear test using sand blasting+silane treated pecimens(G4); (a) resin surface, (b) metal bracket surface, and (c) resin/ceramic surface.

IV. 고 찰

치과 영역에서 지르코니아의 사용 범위는 점점 넓혀져 가고 있다. 지르코니아 블록상태에서 코어를 깎고 소성 후 다시 포세린 파우더를 올려 소성하는 방법에서 이제는 포세린 파우더를 따로 올리지 않고 CAD/CAM System 으로 깎아내는 것으로 마무리하는 방식의 보철물도 생겨났다. 그러나 이것은 최근의 일이라 이런 지르코니아 보철물에 표면처리를 하여 브라켓을 부착하는 연구가 다양하게 이루어지지 못하여 아직 정설은 없는 실정이다.

Reynolds(1997)는 최소 5.9-7.9MPa의 전단접착강도가 정상적인 교정력을 지탱할 수 있다고 하였고, McCarthy 와 Hondrum(1994)은 7MPa이라고 하였다. 본 실험 결과에 의하면 무처리 군은 정상적인 교정력을 지탱할 수 없다고 판단이 된다. 이정남과 이철원(1998)은 실란의 단독처리 군에서 접착강도가 4.10MPa로 나와 실란 단독처리로는 접착강도가 임상적용이 어렵다고 하였지만 본 실험에서는 7.96MPa로 샌드블라스트 단독처리군 보다 높게 나와, 구강 내에서 샌드블라스팅을 행하는 불편함을 겪지 않고 실란 단독처리로도 임상 적용 시 충분한 강도로 보이나, 시편 준비 과정에서 모든 시편에 #220 사포를 사용하여 연마하였기 때문에 기계적인 거칠기가 증가했을 수 있어 실제 glazing이나 stain 처리를 행하는 임상과는 차이가 있을 수 있다. 이정남과 이철원(1998)은 도재에 샌드블라스팅 후 실란도포 군이 7.54 MPa의 강도를 나타낸다고 하였고, Schmage 등(2003)은 샌드블라스팅 후 실란도포 군이 15.8MPa의 결과를 보고하였다. 본 실험에서는 평균 9.15MPa의 결과를 나타내었으며, 최고 13.55MPa의 결과를 나타내었다.

브라켓 탈락시 지르코니아의 파절은 하나도 볼 수 없었던 것으로 보아 지르코니아 보철의 파절은 우려하지 않아도 될 것으로 보이며, 브라켓 탈락 양상을 보면 이정남과 이철원(1998)의 실란 단독처리군에서 브라켓의 탈락이 도재와 접착면에서 일어났고 샌드블라스팅 후 실란처리에서는 접착재와 브라켓 사이에서 일어났다는 결과와는 달랐다.

무처리 군과 실란 단독처리 군에 비해 샌드블라스팅 군 샌드블라스팅 후 실란처리군의 전단접착강도의 표준편차가 크게 나타났는데 시편의 사포 처리 시 한 방향으로 균일하게 연마되지 않았거나, 알루미나 분사 시 50µm알루미나 입자를 20초 동안 일정한 압력으로 접착면에 1cm정도 떨어진 거리에서 분사 하였는데 시간이 너무 길어 알루미나 분사가 고르게 이루어지지 않은 것으로 판단되며 알루미나 입자의 크기와 분사 시간과 거리의 차이에 따른 결과에 대한 연구가 더 필요할 것으로 생각된다.

V. 결 론

지르코니아 세라믹의 표면처리방법에 따른 교정용 메탈 브라켓과의 전단접착강도를 측정하기 위하여 Y-TZP 블록을 연마하여 4군으로 나눈 후, 임상에서의 통상적인 술식으로 브라켓을 접착한 후 각 군의 전단접착강도를 측정 한 결과 무처리 군(G1)의 전단접착강도 평균값이 가장 낮게 나타났다. 단독처리군(G2, G3)중 실란처리군(G3)이 샌드블라스팅 군(G2)보다 전단접착강도 평균값이 높게 나타났고 복합처리군(G4)의 전단접착강도 평균값이 모든 군중 가장 높게 나타났다.

이들 시편의 파절면을 관찰한 결과, 무처리 군(G1)에서의 브라켓의 탈락은 대부분 지르코니아/레진 사이에서 일어났으며, 처리군(G2, G3, G4)에서는 금속브라켓/레진 사이에서 일어났다. 강도측정 결과와 비교할 때 브라켓의 탈락이 브라켓/레진 사이에서 일어난 경우의 강도가 지르코니아/레진 사이에서 일어난 경우의 강도보다 높았다.

이상의 결과를 종합하면 지르코니아 세라믹에 브라켓을 접착할 때 적절한 접착강도를 얻기 위해 표면처리를 해야 하며, 단독처리보다는 복합 표면 처리가 높은 접착 강도를 얻을 수 있으나, 표면 처리를 행할 시에 각 단계마다 불순물이 섞이지 않도록 깨끗하게 유지해야하며 표면을 균일하게 처리해야 하는 것으로 나타났다.

참 고 문 헌

고진환, 이기수. 도재에 대한 교정용 브라켓 접착 레진의 전단 접착강도에 관한 연구. 대한치과교정학회지, 22, 43-64, 1992.

김광만. 불화수소산에 의한 치과용 도재의 표면 부식에 관한 실험적 연구. 연세시대 논문집, 4, 59-71, 1987.

백명주, 박주미, 배태성, 박찬운. 도재표면처리제가 복합 레진과 도재와의 결합에 미치는 영향. 대한치과보철학회지, 30, 55-63, 1992.

이정남, 이철원. 도재 표면 처리에 따른 세라믹 브라켓의 전단접착강도 및 탈락양상. 대치교정지, 285, 1-

15, 1998.

Edris AA, Jabr AA, Cooley RL, Barghi N. SEM evaluation of etch patterns by three etchants on three porcelains. J Prosthet Dent, 64, 734-739, 1990.

Ghasemi TB. Direct bonding to porcelain: An in vitro study. Am J Orthod, 76, 80-83, 1979.

Johnson RG. A new method for direct bonding orthodontic attachments to porcelain teeth using a silane coupling agent: An in vitro evaluation. Am J Orthod, 78, 233-234, 1980.

McCarthy MF, Hondrum SO. Mechanical and bond strength properties of light-cured and chemically cured glass iomer cements. Am J Orthod Dentofac Orthop, 105, 135-41, 1994.

Newman GV. Bonding to porcelain. J Clin Orthod. 17, 53-55, 1983.

Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic bio-material. Biomaterials, 20(1), 1-25, 1999.

Reynold I. A review of direct orthodontic bonding attachment base. Am J Orthod, 77, 669-78, 1977.

Schmage P, Nerqiz I, Hermann W, Ozcan M. Influence of various surface-conditioning methods on the bond strength of metal brackets to ceramic surfaces. Am J Orthod Dentofac Orthop. 123, 540-6, 2003.

Wood DP, Jordan RE, Way DC, Galil KA, Bonding to porcelain and gold. Am J Orthod, 89, 194-205, 1986.