

식각된 비귀금속 합금과 법랑질간의 접착 인장강도에 대한 연구

전남대학교 치과대학 보철학교실

박상원·양홍서

목 차

- I. 서 론
- II. 실험재료 및 방법
- III. 실험성적
- IV. 총괄 및 고안
- V. 결 론
- 참고문헌
- 영문초록
- 사진부도

I. 서 론

Resin bonded retainer 는 다량의 치질 삭제 를 요하는 종래 가공의치의 문제점을 해결하면서, 심미성, 치료시간 단축 및 경제적 부담감소 등의 장점때문에 결손치아의 수복, 치주 고정, 교정 치료후의 보정장치 등으로 이용되고 있다. ³⁰⁾ 그러나 법랑질 표면을 탈회시켜 접착성 레진시멘 트를 이용하여 retainer 를 접착시키기 때문에 금속피착면의 처리방법, 법랑질의 적절한 탈회여 부, 유지부의 설계, 접착제의 물리적 성질, 접착 기법 및 조작과정 등에 따라 유지력이 변하는 문 제점이 남아있다. ^{2,35)}

1973년 Rochette 가 ²³⁾ perforated retainer 를 산 처리된 법랑질 표면에 레진으로 접착시켜 처음으로 Resin bonded retainer 를 이 용한 이래로, Thompson ^{33,34,35)} 등은 비귀금속 합금으로 제작한 retainer 의 표면을 전기화학적

으로 식각시켜 레진과 금속간의 결합력을 증진시 켜 줌으로써 perforated retainer 가 갖는 여 러 문제점들을 해결하였고 이후 임상에 많이 이 용되어왔으며 이를 Maryland bridge 라 부르고 있다.

1980년 Yamashita ³⁶⁾ 등은 MMA-4META-TBB-O 접착성 resin 의 개발에 힘입어 치면 과 금속피착면을 화학적 기계적으로 처리하여 접착강도와 접착내 수성이 증가된 adhesion bridge 를 개발하였으며 이후 금속 및 법랑질과 화학적으로 결합하는 인산 에스테르계 복합레진이 Panavia 가 개발되어 adhesion bridge 에 이용 되어 왔다. 종래의 Bis-GMA계 복합레진이 기계적 결합력에 의해서만 유지력을 얻는 반면에 Panavia 는 법랑질과 금속표면의 미세한 요철구조에 대한 기계적 결합력과 분자간력, Van der Waal's 력 및 수소 결합력 등에 의해 얻는다.

Maryland bridge 는 microretention 을 얻기 위해 전기화학적으로 식각처리하는 복잡한 기 공과정과 식각된 금속표면의 오염으로 인한 구조체의 탈락 그리고 비귀금속 합금만이 만족스럽게 식각된다는 등의 단점이 있다. ³⁰⁾

최근에는 유지면을 쉽게 눈으로 확인할 수 있으며 조작시 오염이 적고 복잡한 전기화학적 식각 과정을 거치지 않으며 귀금속 합금도 이용가능한 macroretentive system 과 화학적 처리만으로 금속을 식각시켜 기공과정을 단순화한 방법 등이 연구되고 있다. ^{15,16,17,20,31)}

Macroretention 을 이용한 방법은 retainer 내면에 mesh 를 형성해 준 Duralingual bon-

ded bridge 이후, Hanson¹²⁾ 등은 교정용 brackets에 미세한 stainless steel 입자를 firing하여 요철면을 형성하였고, Stokes과 Tidmarsh³¹⁾은 금속피착면에 작은 금속입자로 porous coating을 형성한 retainer를 제작하였다. Moon과 Knap²⁴⁾은 자가중합 레진으로 납형 제작시 소금분말을 이용하여 금속표면에 요철을 형성하였고, La Barre와 Ward¹⁶⁾는 retention bead를 이용한 retainer를 제작하였다. Love와 Breitman²⁰⁾은 화학부식액을 이용한 금속 식각방법을 소개하였으며, Livaditis¹⁷⁾도 화학적으로 식각시킨 retainer의 사용을 보고하였다.

1955년 Buonocore⁴⁾가 법랑질 표면을 인산으로 탈회하여 레진을 접착시킨 이래로 법랑질 탈회후 법랑질과 복합레진사이의 접착인장강도는 10-60% 농도에서는 별 차이가 없었으나 70%에서는 상당히 감소한다 하였고, Manson-Raemtulla²¹⁾는 인산처리시 표층부 법랑질이 상실된 후 하부의 법랑질이 선택적으로 탈회되는데 하부의 법랑질은 탈회후에도 재석회화가 가능하지만 불소가 풍부한 표층부 법랑질은 일단 상실되면 회복이 되지 않는다고 보고하였다. Zidan^{38,39)}은 수복레진과 탈회 법랑질간의 파절부위는 대부분 경계부위와 매우 근접한 레진부위에 파절되었으며 파절후 법랑질면에 평균 1-2 μ m길이의 레진 tag가 잔존되어, 이와같은 레진-법랑질간의 파절부위로 고려하여 볼 때 레진의 접착력은 tag길기와 거의 무관하다고 하여 Mc Cabe²³⁾등과 일치된 의견을 보였다. Hormati¹⁴⁾등은 법랑질과 레진의 파절부위가 reetching 없이도 재부착시 접착력이 높다고 하였다.

저자는 임상에서 resin bonded retainer의 주된 실패원인이 접착력 부족이라는 점에 착안하여, 피막후경과 금속피착면 처리법에 따른 접착강도에 대한 연구를 시행하였다. Ni-Cr-Be 계합금인 Verabond로 제작된 금속시편을 인산에 스텔게 레진시멘트인 Panavia로 법랑질에 접착한 후 (1) Panavia의 피막후경 증가가 접착인장

강도에 미치는 영향, (2) 금속피착면 처리방법이 접착인장강도에 미치는 영향, (3) 금속피착면에 대한 현미경적 관찰 등을 통해 흥미있는 지견을 얻었기에 이에 보고하는 바이다.

II. 실험재료 및 방법

1. 법랑질 시편의 처리

발치된 대구치 중 우식과 충전물이 없는 건전한 법랑질을 갖고 있는 치아 70개를 선택하여 치근을 절단한 후 인장강도 시험을 위해 1.5 cm \times 1.5 cm \times 1 cm의 silicone mold 내에 협면이 상방으로 향하게 하여 자가중합 레진으로 포매하였다. 시편의 노출된 협면을 diamond disk (Shofu, Japan)을 이용하여 water spray 하에서 4 mm \times 4 mm (50개)와 4 mm \times 6 mm (20개)의 편평한 법랑질이 얻어질 때까지 삭제하였다.

2. 금속시편의 처리

금속시편의 제작은 레진의 피막후경에 따른 인장강도 시험을 위한 4 mm \times 6 mm (20개)의 시편과 금속피착면 처리방법에 따른 실험을 위한 4 mm \times 4 mm (50개)의 2종류의 시편을 제작하였다 (Fig.1) 시편 제작방법은 납형을 제작한 후 인산염 매물재인 Hi-Temp(Whip Mix Corp., Louisville, U.S.A.)로 0.14의 혼수비로 Vacuum mixer (J.Morita Co. Japan)을 이용하여 진공매물하였다. Ring을 한 시간동안 방치한 후 실온의 전기로에 넣고 처음 30분 동안에 500 $^{\circ}$ F까지 올린 다음 30분동안 계류(holding)시키고, 다시 1550 $^{\circ}$ F까지 올려 30분동안 계류시킨 후 유도주조기(Centrifugo:Kerr Mfg.Co., U.S.A.)를 이용하여 Ni-Cr-Be합금인 verabond로 주조하였다. 주조되어 나온 시편은 50 μ m aluminum oxide(Biobond aluminum oxide:Dentsply International Inc., U.S.A.)로 blasting하였고 실제의 도재소성 과정과 동일한 처리를 위해 1800 $^{\circ}$ F까지 4회가 열하였다.^{1,35)} 금속피착면은 다음의 4 방식으로 처리하였다.

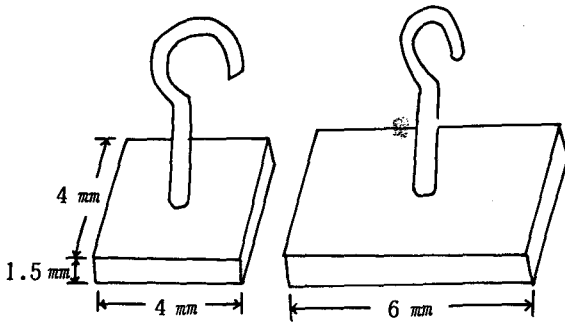


Fig 1 Diagram of metal specimen.

1) 전기 화학적 식각법

식각처리할 면을 $50\mu\text{m}$ aluminum oxide 로 blasting 하여 금속 산화물을 제거하고 수세한 다음 Bego-Eltrokor (Bego D., Bremen, Western Germany) 를 이용하여 10% 황산용액에서 $300\text{mA}/\text{cm}^2$ 의 전류로 3분간 처리하였다. ^{18,35)} 처리된 시편은 수세후 18% 염산용액에서 10분간 초음파 세척하였고, 수세건조후 x60 stereomicroscope 로 금속의 적절한 식각여부를 확인하였다. ³⁰⁾

2) 소금분말 이용법

편평한 유리판위에 Duralay 분리제를 바른 다음 125-250 μm 의 sieved salt (U.S. standard testing sieve: W. S. Tyler Co., Ohio., U.S. A.) 를 뿌리고 여분의 소금분말을 가볍게 두드려 제거하여 한층의 소금입자만 남게 한 다음, 소입자의 고정을 위해 30-45 cm 거리에서 락카칠 (동서화학, 인천) 을 과량 도포되지 않도록 주의하면서 분무하였다. ¹⁵⁾ No.1 sable brush 에 Duralay monomer 를 적신 후 붓끝에 powder 를 묻혀 작은 덩어리를 형성한 다음 소금입자가 움직이지 않도록 주의하면서 도포하였고 위 과정을 반복하여 레진납형을 제작하였다. 레진이 curing 되면 납형을 제거하여 4 mm x 4 mm 크기로 절단하고 표면을 50 μm 의 aluminum oxide 로 blasting 한 다음 흐르는 물로 수세하여 소금입자를 제거하였으며 압축공기로 건조시킨 후 소금입자가 완전히 제거되었는가를 stereomicrosc-

ope 로 확인하였다. 소금입자가 완전히 제거되지 않은 경우, blasting, 수세, 건조를 반복하였고 이때 형성된 요철이 everblasting 으로 마모되지 않도록 주의하였다. 인장강도 시험을 위한 고리부분을 wax 로 제작하여 부착시킨 다음 Duralay 의 표면장력을 감소시키기 위해 물과 isoproyl alcohol 을 동일량 섞어 No.1 sable brush 로 피착면에 발라주었고 즉시 진공 매물 하였다. ¹⁵⁾

3) EZ-oxiser 를 이용한 전해 산화법

4 mm x 4 mm 로 구조되어 나온 금속시편의 피착면을 50 μm aluminum oxide 로 5 mm 거리에서 5초간 blasting 한 후 증류수로 초음파 세척하였다. EZ-oxiser 의 clip 으로 시편의 한 끝을 잡고 붓끝에 10% 과류산 암모니움 처리액 ((NH₄)₂S₂O₈) 을 충분히 적셔 시편에 발바준 다음 스위치를 눌러 램프가 켜있는 상태에서 붓끝이 시편 내면에 닿게하여 30초간 유지시켜 주었다. 처리된 시편은 증류수로 3분간 초음파 세척하였다. ³⁶⁾

4) 화학적 식각처리법

4 mm x 4 mm 의 금속시편에서 식각될 면을 제외한 모든면을 sticky wax 로 피개한 50 μm aluminum oxide 로 blasting 하고 수세하였다. 염산과 메탄올을 1:1 로 혼합한 용액에 동일량의 질산을 섞어 부식액을 제작하였고, 시편은 비이커에 넣고 시편의 처리면이 비이커와 접촉되지 않도록 주의하면서 시편당 5ml 정도의 부식액을 부어 5분간 처리하였다. 5분후 흐르는 물에서 sticky wax 를 제거하고 18% 염산용액에서 10분간 초음파 세척을 시행하였다. ²⁰⁾

3. 접착인장강도 시험

70개의 범랑질과 금속시편을 I, II, III 군으로 분류하여, I 군은 20개의 4 mm x 6 mm 시편과 10개의 4 mm x 4 mm 시편을 사용하여 피막후경 증가에 따른 접착강도를 측정하였고, II 군은 30개의 4 mm x 4 mm 시편을 사용하여 금속피착면 처리방법에 따른 접착강도를 측정하였으며, III 군은 10개의 4 mm x 4 mm 시편을 카복실레이트 시멘트로 접착

하여 접착강도를 비교하였다.

I군은 모든 금속시편을 전기화학적식각법으로 처리하였으며, 10개의 $4\text{ mm} \times 4\text{ mm}$ 시편은 대조군으로 사용하였고, $4\text{ mm} \times 6\text{ mm}$ 시편중 10개의 시편에는 $50\mu\text{m}$ 두께의 금속판을, 나머지 10개의 시편에는 $100\mu\text{m}$ 두께의 금속판을 $4\text{ mm} \times 6\text{ mm}$ 범랑질시편 양측 1 mm 부위로 지나가게 한 다음 그 양끝을 cyanoacrylate adhesive(Alteco-Ace :Alpha Techno Co., Japan)로 접착 고정하여 $4\text{ mm} \times 6\text{ mm}$ 의 범랑질면 양측 1 mm 씩이 금속판으로 피개되어 $4\text{ mm} \times 4\text{ mm}$ 범랑질면만이 노출되게 하였고, 여기에 $4\text{ mm} \times 6\text{ mm}$ 금속시편의 양측 1 mm 씩이 금속판 위에 놓이게하여 finger pressure 하에서 Panavia EX(Kuralay Co., Japan)로접착시켰다(Fig.2). 피마후경 조절을 위한 금속판과 접착된 $4\text{ mm} \times 6\text{ mm}$ 시편의 양측 1 mm 씩은 인장강도 시험전 water spray하에서 disk로 절단하였다.

피마후경을 확인하기 위하여 10개씩의 각 소군에서 2개씩 모두 6개의 시편을 무작위 추출하여 cross section 한 후 절단면을 주사전자 현미경으로 관찰하여 대조군으로 사용한 $4\text{ mm} \times 4\text{ mm}$ 시편들은 평균 $30\mu\text{m}$, $50\mu\text{m}$ 금속판을 사용한 시편들은 평균 $80\mu\text{m}$, $100\mu\text{m}$ 금속판을 사용한 시편들은 평균 $130\mu\text{m}$ 의 피마후경을 갖고 있음을 확인하였다(Fig.4,5,6).

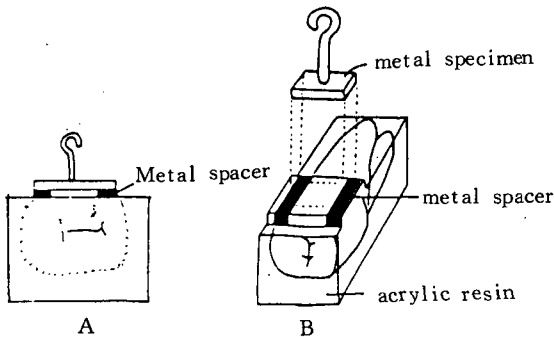


Fig. 2. Diagram specimen for test of film thickness.

II군은 30개의 $4\text{ mm} \times 4\text{ mm}$ 시편을 화학적식각법, EZ-oxisor, 소금분말 이용법으로 각각 10

개씩 처리하여 finger pressure 하에서 Panavia로 접착하였고, I군의 $4\text{ mm} \times 4\text{ mm}$ 대조군과 인장강도를 상호 비교하였다. III군은 전기 화학적으로 처리한 10개의 $4\text{ mm} \times 4\text{ mm}$ 시편을 카복실레이트 시멘트인 Hy-Bond(Shofu Inc. Kyoto, Japan)로 finger pressure 하에서 접착하여 I군의 $4\text{ mm} \times 4\text{ mm}$ 대조군과 인장강도를 비교하였다.

모든 범랑질 시편은 Panavia의 액체형 인산으로 90초간 탈회하고 충분히 수세 건조하였으며, ³⁶⁾ Panavia로 시편 접착시 finger pressure 하에서 6분간 유지하였고 교반으로 부터 10분에 실온의 수조에 넣고 24시간 방치하였다. 접착인장강도는 만능 물성 실험기인 Shimadzu autograph(model DSS-10 T-S, Japan)을 이용하여 $1\text{ mm}/\text{min}$ 의 cross head speed로 측정하였다(Fig.3).

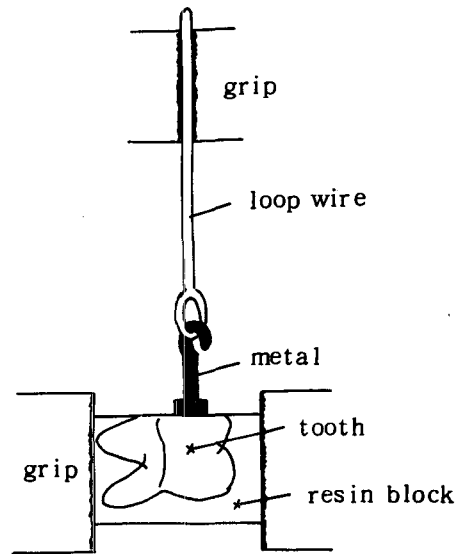


Fig. 3. Diagram illustrating test method for determining tensile breaking force.

4. 현미경적 관찰

시편의 표면에 금이온 sputter(JFC-1100, JEOL. U. S. A.)를 이용하여 1.2 kv , 0.8 mA

로 3분 50초 동안 금 증착 후, 주사전자현미경 (JSM 35 C, JEOL. U. S. A.) 으로 15kv의 가압전류로 전기화학적으로 처리한 면과 화학적 식각처리한 면 그리고 aluminum oxide로 blasting 처리한 면을 500 배, 2000 배로 관찰하였다. 소금 처리한 면은 x25 stereomicroscope로 관찰하였다.

III. 실험성적

1. 인장강도

비귀금속 합금인 verabond로 시편을 제작하여 탈회시킨 범랑질 표면에 Panavia로 접착시킨후 접착인장강도를 시험한 결과 30 μ m, 80 μ m, 130 μ m피막후경에서 접착인장강도를 각각 평균 179.69 kg/cm², 187.85kg/cm², 182.82 kg/cm² 이었고, chemical, salt, oxisor 처리법의 접착인장강도는 각각 평균 130.58 kg/cm², 177.8kg/cm², 141.88 kg/cm² 였으며, 카복실레이트 시멘트인 Hy-Bond로 접착시킨 경우는 평균 18.44 kg/cm² 였다 (Table 1,2,3).

각 조건들 사이에 통계학적인 유의성을 검정하기 위하여 Duncan multiple range test를 시행한 결과 30 μ m, 80 μ m, 130 μ m 피막후경을 갖는 시편들의 접착인장강도 상호간에는 유의한 차이가 없었고 (p > 0.05), electrolytic, salt, oxisor, chemical로 처리한 시편들의 접착인장강도 사이에도 유의한 차이가 없었으나 (p > 0.05), Panavia와 Hy-Bond의 접착인장강도 사이에는 유의한 차이가 있었다 (p < 0.01).

2. 현미경 소견

주사전자 현미경상의 소견은 전기화학적으로 식각된 금속시편의 경우 수지상 결정구조 사이의 식각이 약간 불충분하였고 gamma prime phase가 명확하지 않은 부위가 많았으며, 화학적으로 식각된 금속표면은 식각이 전체적으로 많이 일어나 수지상 결정구조가 빠져 나가고 결정구조 사이의 공융합금부위가 남아있는 형태로 나타났 다 (Fig.7,8,9,10). 50 μ m aluminum oxide로 blasting한 금속표면에서는 미세한 crack과 요철구조를 볼 수 있었다 (Fig.11).

소금처리한 금속면의 Stereomicroscope 소견은

Table 1. Tensile bond strength in different film thickness Specimen.

Thickness Specimen	(kg/cm ²)		
	30 μ m	80 μ m	130 μ m
1	206.25	203.12	190.62
2	93.75	140.62	121.88
3	181.25	112.50	209.38
4	150.00	318.75	200.00
5	268.75	246.88	200.00
6	137.50	218.90	171.88
7	168.75	125.00	21.88
8	231.25	137.00	150.00
MEAN	179.69	187.85	182.82
SD	55.38	71.97	32.87

* Duncan multiple range test: not significant at P > 0.05.

Table 2. Tensile bond strength according to treating method of metal surfaces.

		(kg/cm ²)			
Method Specimen	chemical	salt	oxisor	electrolytic	
1	262.50	71.00	100.00	206.25	
2	137.50	165.00	175.00	93.75	
3	68.75	140.00	150.00	181.25	
4	100.00	343.00	162.50	150.00	
5	75.00	218.00	112.50	268.75	
6	87.00	93.00	87.50	137.50	
7	131.25	168.00	256.25	168.75	
8	100.00	225.00	62.50	231.25	
9	168.75	187.00	218.75	—	
10	175.00	168.00	93.75	—	
MEAN	130.58	177.80	141.88	179.69	
SD	59.21	75.72	62.16	55.38	

* Duncan multiple range test: not significant at P < 0.05.

Table 3. Tensile bond strength of Panavia and Hy-Bond.

		(kg/cm ²)	
Cement Specimen	Panavia	Hy-Bond	
1	206.25	21.88	
2	93.75	25.00	
3	181.25	12.50	
4	150.00	28.12	
5	268.75	34.38	
6	137.50	6.25	
7	168.75	23.44	
8	231.25	7.81	
9	—	15.62	
10	—	9.38	
MEAN	179.69	18.44	
SD	55.38	9.51	

* Duncan multiple range test: significant at P < 0.01.

소금입자가 2-3개정도 함께 모여 요철이 형성된 부위가 가끔 있었으며 변연부위에 소금입자가 존재했던 부위에서는 변연이 매끄럽지 못했다(Fig. 12).

IV. 총괄 및 고안

Maryland bridge 에 사용되고 있는 Bis-GMA계 복합레진은 기계적 결합력에 의해서 유지력을 얻기 때문에 미세한 요철구조를 잘 wetting시키기 위하여 bonding agent의 사용이 추천되어 왔지만 Forsten,⁹⁾ Thompson과 Livaditis³²⁾ 등은 bonding agent의 사용이 미세한 요철구조에 대한 적합성을 증진시켜 접착력이 증가한다고 주장한 반면 Asmussen,³⁹⁾ Hormati¹⁴⁾ 등은 bonding agent의 사용여부가 접착강도에 큰 영향을 미치지 않는다고 하였다. 또한 Pre'vost²⁸⁾은 교반직후의 복합레진에는 중합화되지 않은 액상의 층이 존재하여 bonding agent의 기능을 한다고 하는 등 논란이 계속되고 있다. Bis-GMA계 복합레진과 탈회된 법랑질간의 접착강도는 $84-170\text{kg/cm}^2$, 복합레진 자체의 접착강도는 $340-600\text{kg/cm}^2$, 레진과 식각된 금속간의 접착강도는 280kg/cm^2 으로 보고되고 있다.^{6,18,27)}

본 실험에 사용한 Panavia는 bonding agent를 사용하지 않으며 Panavia의 탈회 법랑질과의 결합력은 140kg/cm^2 , sandblast 후 산처리한 비귀금속 합금과의 결합력은 360kg/cm^2 , 탈회 상아질과의 결합력은 85kg/cm^2 로 보고되어 있다.³⁶⁾

전기화학적 식각법은 retainer를 얇게 제작 가능하고, 레진의 식각된 금속면과의 결합력이 레진의 탈회 법랑질과의 결합력보다 3-4배 크며, 중요한 변연부위가 견고히 접착된다는 등의 장점이 있으나, 비귀금속 합금만이 만족스럽게 식각되며, 식각된 금속면의 부식 가능성과 biocompatibility에 대한 지식이 부족하며, 육안으로는 적절한 식각여부를 구별하기 힘들다는 등의

단점을 갖고 있다.^{2,31)} Cassidy와 Storie⁵⁾는 식각된 금속 표면에 bonding agent를 바른 후 일단 bonding agent가 curing된 후에는 타액에 노출되더라도 타액에 오염되지 않은 상태와 비교하여 전단강도에 차이가 없다고 보고 하였으며, Zidan과 Hill³⁸⁾은 Ni-Cr-Be계 금속의 전기화학적 식각시 overetching이 underetching보다 접착강도가 감소한다고 하였다. Marinello²²⁾ 등은 전기화학적 식각처리시 열처리된 Ni-Cr-Be계 합금을 주조직후의 합금과 비교하여 식각이 양호하다고 한 반면에, Dilorenzo⁷⁾ 등은 도재소성 과정이나 식각처리 과정에서 금속에 가해지는 어떤 자극도 레진의 전단결합강도에 영향을 줄 정도로 금속의 식각정도에 큰 영향을 미치지 않는다고 하였다.

본 실험에서 전기화학적 식각법에 의한 시편의 평균 인장강도는 179.69kg/cm^2 로 국내의 박¹⁾ 등의 연구결과와 일치하였으며, Bis-GMA계 레진을 이용한 Zardiackas³⁷⁾의 결과와도 유사하여 전기화학적 식각법 사용시는 Bis-GMA계 레진과 Panavia 사이에 접착력에 차이는 없으므로 사료되었다. 또한 인장강도 시험시 파절은 법랑질과 레진의 경계부에서 대부분 발생하여 법랑질과 레진 사이의 경계부위가 가장 취약부위로 보여졌으며 평균 인장강도 179.69kg/cm^2 은 Panavia의 법랑질과의 결합력 140kg/cm^2 보다 크게 증가하지 않았다.

EZ-oxisor는 10% 과류산-암모늄용액을 이용하며 0.3mA의 미약한 전류로 금속에 전위를 주어 금속표면의 부동태화와 식각을 하는 화학적 결합을 위한 간이 산화 처리장치이다. EZ-oxisor처리 전 금속피착면을 aluminum oxide로 blasting하는 것은 금속피착면에 미세한 요철과 crack을 형성하여 피착면적을 증가시켜 기계적 결합에 의한 접착력을 증진시키며, 금속피착면에 Slip step을 야기시켜 실온에서도 일과성의 전자방사가 금속표면으로부터 발생하는 Exoelectron 현상을 일으키며 이 전자는 금속표면에서 여러 화학반응에 관여하여 접착강도를 향상

시킨다고 하였다. ³⁶⁾ Yamashita³⁶⁾는 50 μ m 입자 크기의 aluminum oxide 를 이용하여 금속면과 5 mm거리에서 5 초간 분사한 경우에 가장 안정된 구조를 볼수 있었다고 하였다. 본 실험에서 50 μ m aluminum oxide 로 blasting 한 후 EZ-oxisor 로 처리한 시편의 접착인장강도는 전기화학적 처리된 시편의 접착인장강도와 차이가 없었고, 이는 Thompson³⁴⁾ Pegoraro²⁶⁾ 등의 보고와도 일치하였다. 이상의 결과를 고려하여 볼 때 Panavia 사용시는 aluminum oxide blasting 처리만으로도 높은 접착력을 얻을 수 있어 복잡한 전기화학적 식각과정 없이도 resin bonded retainer 를 쉽게 이용할 수 있으리라 사료된다.

소금분말 이용법은 Hudgins¹⁵⁾ 등의 방법에 따라 시편을 제작하였는데 본 실험에서 이들의 접착력은 다른 처리방법들과 유사하였지만 변연부위에 소금입자가 존재하는 경우에는 변연이 거칠었으며 산으로 식각처리하는 것보다는 금속이 두꺼워야 하는 단점이 남아 있었다. La Barre와 Ward¹⁶⁾ 는 retention bead 를 이용한 retainer 의 유지력은 전기화학적 식각법과 유사하지만 설측의 overcontouring 과 작은 grooves 나 rests 에는 bead 가 잘 맞지 않는 단점을 갖고 있다고 보고하였다.

화학적 식각법에 대해 Love²⁰⁾ 등은 Ni-Cr-Be 계 합금인 Rexillum III 를 화학부식액으로 식각처리시 전기화학적으로 식각된 경우와 접착인장강도에 차이가 없음을 보고하였으며, Livaditis 도 Assure-etch(Williams gold refining Co. Inc.N.Y.) 를 이용하여 retainer 를 화학적 식각처리하여 전기화학적으로 식각된 경우와 유지력에 차이가 없음을 보고하였는데 이들은 본 실험의 결과와 동일하였다.

시멘트의 피막후경은 분체의 입자크기, 액체내의 분체 농도, 시멘트의 점도등에 의해 변하며, 수복물의 적합도 및 접착시의 압력, 형성된 와동벽의 경사도에 의해서도 어느정도 결정되고, 시멘트 유지력은 접착제의 기계적 성질, 시멘트 층

내의 응력분산에 영향을 주는 지대치 형성방법과 수복물의 형태, 접착면에 대한 시멘트의 접착력, 시멘트의 내구성에 따라 달라진다. ⁶⁾ A.D.A. 규격에 따르면 시멘트의 피막후경은 얇아서 수복물 장착시 장애가 되지않아야 하며 Type I 은 25 μ m 이하, Type II 은 40 μ m 이하, 식각 주조체에 사용하는 레진은 25 μ m 이하여야 한다고 되어있다. ⁶⁾ Gordon¹⁰⁾ 등은 접착제의 피막후경이 감소하면 일반적으로 접착전단강도는 triaxial stress concentration 에 의해 증가하기 때문에 피막후경이 매우 얇은 경우 접착강도는 접착제 자체의 강도를 훨씬 초과한다고 하였다. 본 실험에서 30 μ m, 80 μ m, 130 μ m 피막후경 사이에서는 인장강도의 차이를 발견할 수 없었지만, 피막후경이 증가하게 되면 수복물에 의해 설측의 overcontouring 이 초래되며 변연부 레진의 구강내 노출이 많아짐에 따라 구강내 solvent 등에 의해 레진이 영향을 받게되므로 주조체의 적합성은 중요하다 하겠다. Panavia 의 피막후경은 19 μ m 로 문헌상에 보고되어 있지만 ³⁶⁾ 본 실험에서는 평균 30 μ m 정도였으며, 인장강도뿐만 아니라 전단강도에 의한 비교연구의 필요성을 느꼈다.

법랑질의 표층은 수 μ m 의 무구조 법랑질로 되어있고 그 하층은 비교적 무기질이 많은 소주부분과 유기질이 많은 소주간질로 구성되어 있어, 표층부 가까이의 법랑질은 주로 소주간질이 탈회되고 소주결정은 거의 영향을 받지 않지만 심부의 법랑질은 주로 소주간질이 탈회되고 소주결정은 거의 영향을 받지 않지만 심부의 법랑질은 모든 법랑질이 탈회되며 특히 소주부분의 탈회가 현저하다. ³⁶⁾ 때문에 높은 접착강도를 얻기 위해서 Yamashita 는 유지형태와 심한 overcontour 를 피하기 위한 소량의 법랑질 삭제 외에는 법랑질 표층을 가능한 삭제하지 않는 설계가 필수적이며 삭제된 치아부위는 90 초의 탈회시간이 필요하다고 하였다. ³⁶⁾ 본 실험에서는 편평한 법랑질면을 얻기 위해 법랑질을 다량 삭제하였기 때문에 90 초간 탈회시켰다. 유지부 설계의 원칙은 적절한

유지 및 저항 형태를 부여하며 이용 가능한 치면을 최대한 이용하는 것으로, Pegoraro²⁶⁾ 등은 유지부의 occlusal rest가 하나인 경우와 둘인 경우에 유지력의 차이는 없지만 견고성을 위해서는 두개의 occlusal rest가 추천된다고 하였고, Murakami²⁵⁾ 등은 proximal extension design을 갖는 전치부에서 인장강도는 평균 73.1 Ib, 설측교두를 피개한 소구치 설계에서는 평균 156.1Ib의 인장강도를 가져, Lorey와 Myers¹⁹⁾가 금속 die 상에서 제작한 절단면과 인접면 grooves를 갖는 전치부 3/4 crown의 평균 57.6Ib, 소구치 3/4 crown의 평균 92Ib 보다 높은 인장강도를 갖는다 하였다.

일반 시멘트와의 비교를 위해 사용한 카복실레이트 시멘트인 Hy-Bond는 Panavia의 약 1/10의 접착력을 갖고있는 것으로 나타났는데 탈락시 대부분 시멘트내에서 파절되어 Hy-Bond의 기계적 성질 특히 인장강도가 Panavia 보다 낮기 때문인 것으로 사료되었다.

Ni-Cr-Be 합금을 전기화학적으로 (10% 황산, 300mA/cm, 3분) 처리하였을때 micromechanical retention은 lamellar interdendritic phase의 대부분의 상실과 소량의 intradendritic gamma prime phase의 제거에 의하여 얻어진다. ^{3,30)} Simonsen³⁰⁾은 Ni-Cr-Be 합금과 resin과의 결합력은 수지상 결정구조내에 생기는 gamma prime phase relief 보다는, 수지상 결정구조 사이에 존재하는 lamellar phase가 빠져나감으로써 얻어지며, 미세구조의 기계적 undercut 보다는 전체적으로 넓혀진 표면적 때문인 것 같다고 하였다. 그러나 한번 사용되었던 금속으로 재 주조시는 구성성분이 증발되어 결정구조가 바뀌고 interdendritic eutectic 이감소하기 때문에 만족스럽게 식각되지 않는다. ³⁰⁾

본 실험에서 전기화학적으로 식각시킨 금속표면을 주사전자현미경으로 관찰시 수지상 결정구조 사이의 식각이 약간 불충분하였고 gamma prime phase가 명확하지 않은 부위가 많았으며, 화학적으로 식각시킨 금속표면은 식각이 전

체적으로 많이 일어나 수지상 결정구조가 빠져나가고 결정구조 사이의 부위가 남아있는 형태로 나타났지만 이들사이에 유지력의 차이는 없었다 (Fig.7,8,9,10).

본 실험에서 피막후경 130 μ m 이하에서 Panavia의 접착인장강도는 차이가 없었지만 전단강도에 의한 비교 연구와 피막후경의 임상적 허용 한계에 대해서는 앞으로도 연구가 필요하다고 사료된다. 금속 처리방법에 따른 접착인장강도도 차이는 발견되지 않았지만 macroretentive System 이용시는 overcontouring과 변연의 처리문제에 좀 더 주의를 기울여야 하겠고, 화학적 식각처리법은 처리과정은 단순하지만 적절한 식각조건에 대한 연구가 좀 더 필요하며, Panavia의 개발은 금속에 대한 복잡한 식각과정 없이도 resin bonded retainer의 사용이 가능하게 된 것 같다. 그러나 역시 접착력에 가장 큰 영향을 주는 부분은 레진과 법랑질의 경계부위이고, 법랑질, 레진, 금속피착면의 세 요소 외에도 유지력에 영향을 줄 수 있는 구강내 환경요인에 대한 연구 검토도 진행되어야 할 것으로 사료된다.

V. 결 론

본 실험은 레진 시멘트의 피막후경과 금속피착면 처리방법이 접착인장강도에 미치는 영향을 연구하기 위하여, Verabond로 금속시편을 제작하고 이를 I, II, III군으로 나누어 탈회시킨 법랑질 표면에 접착시켰다. I군은 전기화학적으로 식각 처리된 금속시편을 30 μ m, 80 μ m, 130 μ m의 피막후경으로 Panavia를 이용하여 접착시켰고, II군은 전기화학적 식각법, 화학적 식각법, EZ-oxidizer 처리법, 소금분말 이용법의 4방법으로 금속표면을 처리하여 Panavia로 접착시키고 인장강도를 측정하였다. III군은 전기화학적 식각처리된 금속시편들을 카복실레이트 시멘트인 Hy-Bond로 접착하여 인장강도를 Panavia와 비교하였다.

또한 주사전자현미경으로 피막후경을 확인하였

고 4 방법으로 처리된 금속피착면을 관찰하여 다음의 결과를 얻었다.

1. 레진시멘트인 Panavia 로 30 μ m, 80 μ m, 130 μ m 피막후경으로 접착된 시편들의 접착인장강도는 상호 유의한 차이를 보이지 않았다.

2. 금속피착면을 처리한 전기화학적 식각법, 화학적 식각법, EZ-oxisor 처리법, 소금분말 이용법의 4 방법 사이에 인장강도의 유의한 차는 없었다.

3. 동일한 조건하에서 Hy-Bond와 Panavia 로 접착하였을때 Panavia 의 인장강도가 크게 나타났다.

4. 주사전자 현미경으로 관찰시 전기화학적으로 처리한 금속면은 수지상 결정구조사이의 공융합금부위가 식각된 반면, 화학적으로 처리된 금속면은 수지상 결정구조까지 식각되어져 식각정도가 심하였다.

5. 50 μ m alumiunum oxide로 blasting 한 금속표면의 주사전자현미경적 소견은 미세한 crack 과 요철구조를 보여 주었다.

참고문헌

1. 박현석, 이선형, 양재호, 장완식 : 식각된 비귀금속 합금과 범랑질을 복합레진계 시멘트로 접착시킨 경우의 접착인장강도에 관한 연구, 대한치과보철학회지, 24:85, 1986.
2. 양재호 : Maryland Bridge 의 적용분포 및 결합실패에 관한 임상적연구(1). 대한치과보철학회지, 24:17, 1986.
3. 정현영, 이선형 : 치과용 비귀금속 합금의 식각표면에 대한 주사 현미경적 연구, 대한치과보철학회지, 23:83, 1985.
4. Buonocore, M.G.: Simple method of increasing the adhesion of acrylic resin filling materials to enamel surface. J. Dent. Res., 34: 849, 1955.
5. Cassidy, A.J., and Storie, D.Q.: Saliva contamination and resin bonding of etched metal retainers. J. Prosthet. Dent., 57: 29, 1987.
6. Craig, R.G.. Restorative dental materials. 7th ed. Chicago, 1985, The C.V. Mosby Company, p. 165.
7. Dilorenzo, S.C.; Duke, E.S., and Norling, B.K.: Influence of laboratory variables on the resin bond strength of an etched chrome-cobalt alloy. J. Prosthet. Dent., 55: 27, 1986.
8. Eshleman, J.R., Moon, P.D., and Douglas, H.B.: Retentive strength of acid etched fixed prostheses. J. Dent. Res., 60: 349, 1981 (Abstr. No. 153).
9. Fostern, L.: Effect of different factors on the marginal seal of composites. J. Dent. Res., Abstract 427, 1977.
10. Gordon, B., Fleming, J.E., Bayne, S.C., and Faison, S. Thickness effects of bonding agents on interfacial fracture of composites. J. Dent. Res., Abstract 468, 1983.
11. Gottlieb, E.W.: An optimal concentration of phosphoric acid as an etching agent. Part I: Tensile bond strength studies. J. Prosthet. Dent., 48: 48, 1982.
12. Hanson, G.H., Gibbon, W.M., Eng, P., and Shimizu, H.: Bonding bases coated with porous metal powder.: A comparison with foil mesh. Am. J. Orthod., 83: 1,1983.
13. Hill, G.L., Zidan, O., and Gomez-Marin, O.: Bond strengths of etched base metals: Effects of errors in surface area estimation. J. Prosthet. Dent., 56: 41, 1986.
14. Hormati, A., Denehy, G.E., and Fuller, J.L.: Retentives of enamel-resin bonds using unfilled and filled resins. J. Prosthet. Dent., 47: 502, 1982.
15. Hudgins, J.L., Moon, P.C., and Knap, F.J.: Particle-roughened resin-bonded retainers. J. Prosthet. Dent., 53: 471, 1985.
16. La Barre, E.E., and Ward, H.E.: An alternative resin-bonded restoration. J. Prosthet. Dent., 52: 247, 1984.
17. Livaditis, G.J.: A chemical etching system for creating micromechanical retention in resin-bonded retainers. J. Prosthet. Dent., 56: 181, 1986.
18. Livaditis, G.J., and Thompson, V.P.: Etched casting: An improved retentive mechanism for resin-bonded retainers. J. Prosthet. Dent., 47: 52, 1982.

19. Lorey, R.E., and Myers, G.E.: The retentive qualities of bridge retainers. *J. Am. Dent. Assoc.*, 76: 158, 1968.
20. Love, L.D., and Breitman, J.B.: Resin retention by immersion etched alloy. *J. Prosthet. Dent.*, 53: 623, 1985.
21. Manson-Rahemtulla, B., Retief, D.H., and Jamison, H.C.: Effect of concentrations of phosphoric acid on enamel dissolution. *J. Prosthet. Dent.*, 51: 495, 1984.
22. Marinello, C.P., Luthy, H., and Scharer, P.: Influence of heat treatment on the surface texture of an etched cast nickel-chromium base alloy.: An evaluation by profilometric records. *J. Prosthet. Dent.*, 56: 431, 1986.
23. Mc Cabe, J.F., and Storer, R.: Adaptation of resin restorative materials to etched enamel and the interfacial work of fracture. *Brit. Dent. J.*, 148: 155, 1980.
24. Moon, P.C., and Knap, F.J.: Acid-etched bridge bond strength utilizing a new retention method. *J. Dent. Res.*, 62 (special issue), 1983 (Abstr No. 296).
25. Murakami, I., and Barrack, G.M.: Relationship of surface area and design to the bond strength of etched cast restorations.: An in vitro study. *J. Prosthet. Dent.*, 56: 539, 1986.
26. Pegoraro, L.F., and Barrack, G.: A comparison of bond strength of adhesive cast restorations using different designs, bonding agents, and luting resins. *J. Prosthet. Dent.*, 57: 133, 1987.
27. Phillips, R.W.: *Skinner's science of dental materials*, 8th ed. Philadelphia, 1982, W.B. Saunders Co., p. 216.
28. Prevost, A.P.: Composite and intermediate resin tag formation in acid etched enamel. *J. Prosthet. Dent.*, 52: 204, 1984.
29. Rochette, A.L.: Attachment of a splint to enamel of lower anterior teeth. *J. Prosthet. Dent.*, 30: 418, 1973.
30. Simonsen, R., Thompson, V., and Barrack, G.: *Etched cast restorations: Clinical and laboratory techniques*. Chicago, 1983, Quintessence publishing Co, p. 15.
31. Stokes, A.N., and Tidmarsh, B.G.: Porous metal coatings for resin-bonding systems. *J. Prosthet. Dent.*, 56: 170, 1986.
32. Thompson, V.P., and Livaditis, G.J.: Etched casting acid etch composite bonded posterior. *Ped. Dent.*, 4(1): 38, 1982.
33. Thompson, V.P., Grolman, K., Liao, R.: Electrolytic etching of Co-Cr alloy for resin bonded restoration. *J. Dent. Res.*, 63: 320, 1984 (Abstr. No. 1346).
34. Thompson, V.P., Grolman, K.M., and Liao, R.: Bonding of adhesive resins to various nonprecious alloy. *J. Dent. Res.*, 64: 314, 1985 (Abstr. No. 1258).
35. Thompson, V.P., Del Castillo, E., and Livaditis, G.J.: Resin-bonded retainers. Part I: Resin-bond to electronically etched nonprecious alloys. *J. Prosthet. Dent.*, 50: 771, 1983.
36. Yamashita, A.: *A dental adhesive and it's clinical applications*. Quintessence Publishing Co., Tokyo, 1983.
37. Zardiackas, L.D.: Tensile adhesion of composite resin cements to etched alloy and enamel. *Quintessence Int.*, 17: 483, 1986.
38. Zidan, O., and Hill, G.: Phosphoric acid concentration.. Enamel surface loss and bonding strength. *J. Prosthet. Dent.*, 55: 388, 1986.
39. Zidan, O., Asmussen, E., and Jorgensen, K.D.: Microscopical analysis of fractured restorative resin/etched enamel bond. *Scand. J. Dent. Res.*, 90: 286, 1982.

– Abstract –

A STUDY ON THE TENSILE BOND STRENGTH OF ETCHED BASE METALS

Sang-Won Park., D.D.S., Hong-So Yang, D.D.S., M.S.D., Ph.D.

*Department of Prosthodontics, College of Dentistry, Chan-Nam National University
Kwang-Ju, Korea*

The purpose of this study was to evaluate the effect of resin film thickness on the tensile bond strength and to compare the tensile bond strengths of 4 differently treated metal surfaces.

For the experiment, seventy metal specimens were cast with Verabond and divided into I, II, III, groups. The metal specimens in group I were electrolytically etched and cemented with Panavia under finger pressure. Cement film thickness was regulated with metal spacers. The metal specimens in Group II were treated by 4 methods, such as electrolytic etching method, salt-roughened method, EZ-oxisor method, chemical etching method and cemented with Panavia. In group III, electrolytically etched metal specimens were cemented with Hy-Bond.

The etched surface of metal specimens and the cement film thickness were examined under the scanning electron microscope.

Results were as follows;

1. The tensile bond strength showed no significant difference between 30 μ m, 80 μ m, 130 μ m film thickness specimens.
2. There was no significant difference in the tensile bond strength between the 4 differently treated metal specimens.
3. The tensile bond strength showed significant difference between Panavia and Hy-Bond.
4. Scanning electron microscope photograph revealed that the interdendritic eutectic was removed in electrolytically etched metal surfaces but even dendritic arm was removed in Chemically etched metal surfaces.
5. The metal surfaces which were air-abraded with 50 μ m aluminum oxide showed roughness and small crack on scanning electron microscope photograph.

논문사진부도 ①

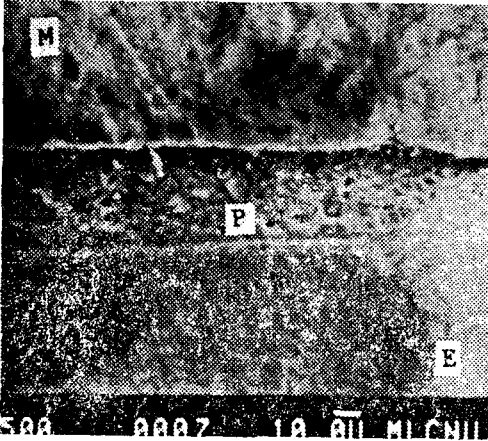


Fig. 4. A SEM photomicrograph showing 30µm film thickness specimen. (x500)
(M: metal, P: panavia, E: enamel)

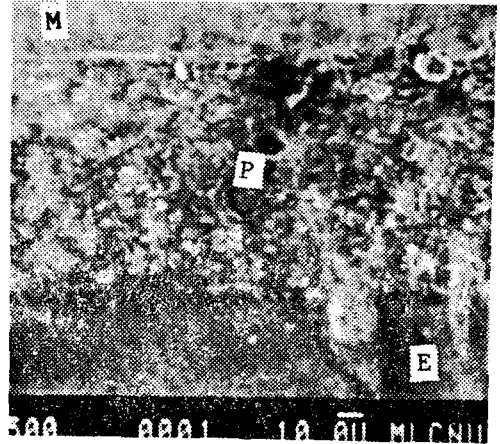


Fig. 5. A SEM photomicrograph showing 80µm film thickness specimen. (x500)

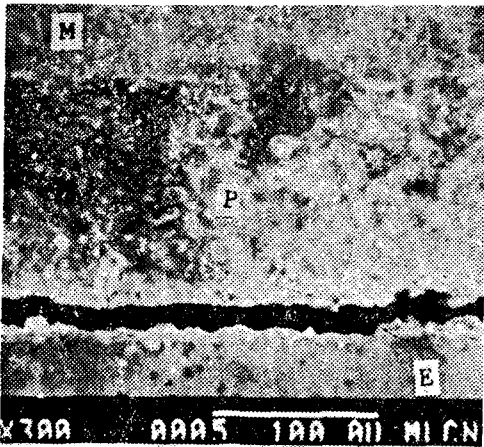


Fig. 6. A SEM photomicrograph showing 130µm film thickness specimen. (x300)

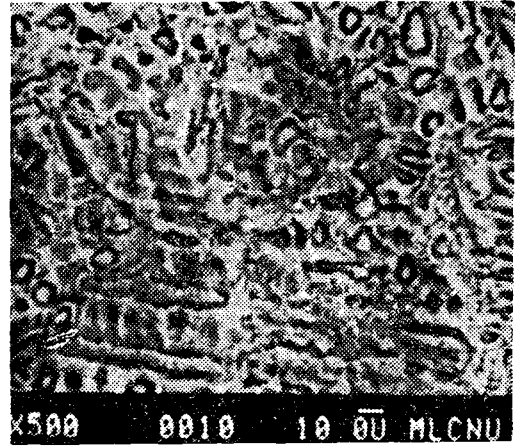


Fig. 7. A SEM photomicrograph showing electrolytically etched metal surface. (x500)

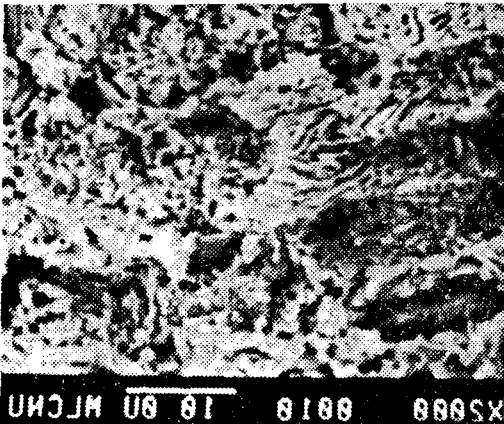


Fig. 8. A SEM photomicrograph showing electrolytically etched metal surface. (x2000)

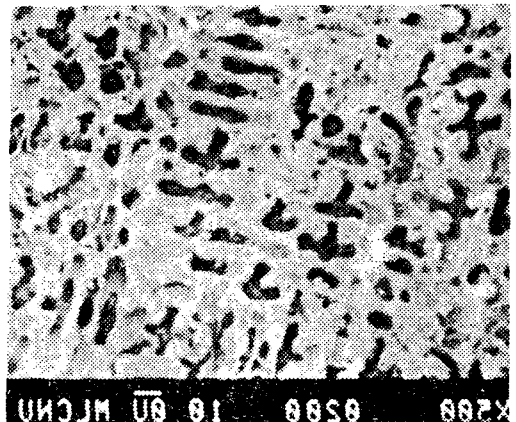


Fig. 9. A SEM photomicrograph showing chemically etched metal surface. (x500)

논문사진부도 ②

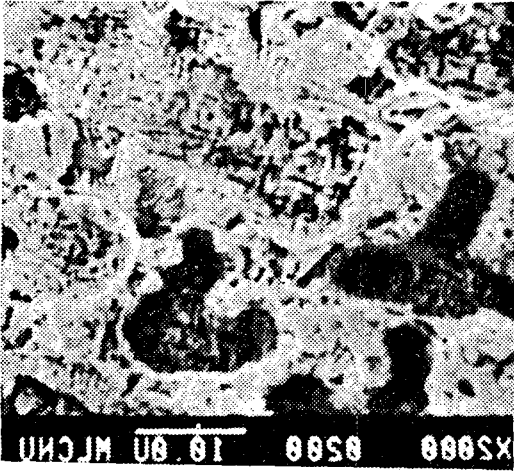


Fig. 10. A SEM photomicrograph showing chemically etched metal surface. (x2000)

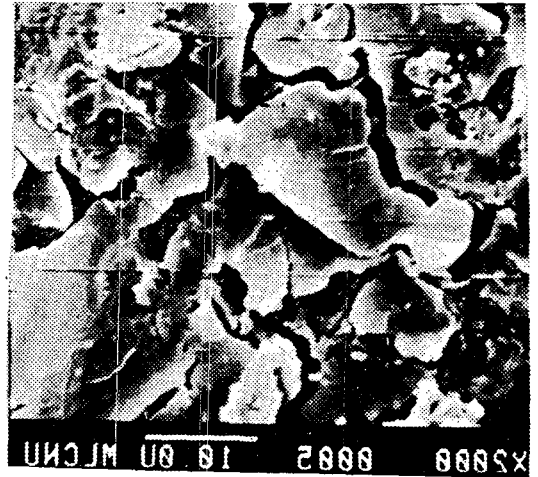


Fig. 11. A SEM photomicrograph showing air-abraded metal surface with 50µm aluminum oxide. (x2000)

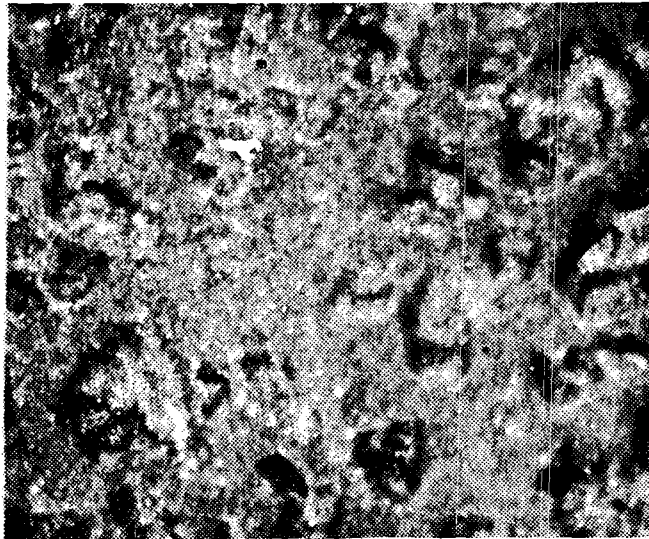


Fig. 12. A stereomicroscopic photomicrograph showing salt roughened metal surface. (x25)