

주조 금속 표면과 열 중합 수지 표면간의 결합 강도에 관한 연구

서울대학교 치과대학 보철학교실

이용석 · 장익태

I. 서 론

금속과 수지간의 결합을 기계적인 접착에 의해서 형성하는 방법은 mesh, bead, undercut, lattice, loop, strut, hole, slot, corrosion pit, auxiliary post, wire, bar 등의 유지 장치를 이용하여 수지와와의 결합을 증진시킨다.^{4,5,12,17,20,22,32,38,39,40,41,44,45,49} 이 방법에 의해 제작된 보철물은 구강내 환경 변화에 따른 마모에 의해 수지-금속 계면에 20 μ m의 틈이 발생되어 미세 누출이 일어나 변색, 수지 탈락의 결과가 초래된다. 또 유지장치를 위한 공간때문에 보철물 형태가 커져야 하는 단점도 발생되었다. 또 다른 기계적 접착 법으로 금속 표면의 전기 화학적 식각법, 화학적 식각법, sandblasting법^{12,14,29,47}도 소개되어 사용되어 왔다. 전기화학적 식각법은 기술적으로 매우 민감하고 특수한 장비를 필요로 하며 비귀금속 합금에만 사용되어야 하는 문제점이 있고,^{7,11,13,16,27,60} 화학적 식각법^{5,8,10,12,22,24,26},^{28,31,35,37,50,56}은 식각 처리시 화학액의 오염이 결합력에 영향을 미칠 수 있다는 단점이 지적되고 있다.

화학적 접착법은 4-META함유의 아크릴계 또는 인산 에스테르계 콤포지트 시멘트를 이용하는 방법, silicoating을 이용하는 방법,^{3,4,9,15,19,21,23,30,34,35,50,58} 주석 도금법,⁵¹ 열처리법^{29,46,60} 등이 있으며 합금의 종류와 이용되는 부분에 따라 선택되어 사용될 수 있다. Tanaka등⁴⁷은 4-

META(4-methacryloxyethyl trimelitate anhydride)를, Omura등⁵⁴은 MDP(10-methacryloxydecyl dihydrogen phosphate)^{2,48,53}를 접착 촉진제로 이용하여 치과용 주조 합금과 수지간의 결합 강도를 증가시켰다고 보고한 바 있다. 그러나 몇몇 연구들에 의해 이러한 재료는 비귀금속 합금과 수지간의 결합 강도는 증가시키지만 귀금속 합금에는 큰 결합력을 부여하지 못하는 것으로 보고되었다.^{4,34,55}

귀금속 합금에 대한 화학적 접착법이 개발되어 Watanabe등⁵¹은 금합금에 주석 전석처리를 하여 수지 접합 수복물에 대한 레진시멘트의 결합 강도가 증가하였음을 보고하였고, Tanaka등⁴⁶은 귀금속 합금 표면에 single 또는 double heating으로 산화막을 형성시킨 후 4-META 레진과의 향상된 결합 강도를 보고하였다. 또 Tanaka등⁴²은 금속 표면에 ion sputtering을 시행한 후 수지와 귀금속 및 비귀금속 합금 간의 증가된 결합 강도 및 지속적인 결합력 유지를 보고 하였다.

1984년 Musil과 Tiller에 의해 처음 소개된 silicoating법은 불꽃에 의한 방법²⁹으로, 형성되는 silicate층이 균일하지 못하여 결합력에 영향을 미치는 단점을 보여 silicate층을 가열로에서 소결하는 방법(Silicoater MD)이 개발되었다. Silicoating법은 ceramic interfacial bonding을 이용하는 것으로, 금속면에 형성된 약 0.5 μ m 두께의 SiO_x-C층은 금속 산화막과 화학

적 결합을 하고 그 위에 silane bonding을 위한 Si-OH 또는 Al-OH군을 제공하여 금속과 수지와의 화학적 결합을 가능하게 한다. 전통적인 기계적 접착법에 비해 수지와 금속간의 틈이 거의 없어, 변연부 누출이나 변색의 문제점이 줄어들는 등의 많은 장점이 있으나 다른 화학적 접착법과 달리 구강내 보수는 불가능하고 특별한 장치가 필요하다는 단점이 있다.

Silicoating법을 Musil과 Tiller가 처음 소개할 때는 아크릴계 수지를 사용하였으나 이후로는 고정성 보철물에 전장용이나 접착용 콤포지트 레진을 적용하는 것이 silicoating 사용 증례의 대부분을 이루어왔다. 그러나 가철성 보철물 제작자가 중합용 아크릴계 수지를 사용하여 의치상을 형성하거나 무치악 환자에게 임플란트 보철물 구조물에 열 중합 수지를 사용하는 등, 의치 구조물 구조 금속과 아크릴계 수지간의 silicoating 처리 증례의 임상적 적용도 보고되고 있다.

이에 저자는 silicoating법을 이용한 주조금속과 열 중합 수지간의 접착시 표면연마에 사용되는 다른 입자 크기의 산화 알루미늄과 귀 금속 합금, 비귀금속 합금의 주조금속을 비교 변수로 하여 금속-수지간 결합강도를 조사하고 파절 양상을 관찰한 후 다소의 지견을 얻었기에 이에 보고하는 바이다.

II. 실험 재료 및 방법

가. 실험 재료

본 실험에서 금속 시편을 위한 합금으로는 제4형 금 합금(DM66)과 코발트-크롬합금(Nobilium)을 사용하였고, 금속 표면연마에 사용한 산화 알루미늄은 50 μ m과 250 μ m 크기의 입자를 갖는 것을 사용하였으며, 열중합 수지는 Paladent 20을 사용하였다(Table 1).

나. 실험 방법

1. 실험군의 분류

사용한 산화 알루미늄의 입자 크기와 주조금속의 종류에 따라 다음과 같이 실험군을 분류하였다. 50 μ m 산화 알루미늄으로 표면 연

Table 1. Major materials, composition and manufacturers

Alloys		
DM66-Au	66%	Pd 4.5%, Pt 3.5% Ag 12%
Dong myoung Industries, Korea		
Nobilium-Cr	30%	Co 62%, Mo 6%
Nobilium/American Gold, USA		
Al ₂ O ₃		
50 μ m-Dentaurum,	Germany	
250 μ m-Renfert GmbH & Co.,	Germany	
Bonding agent		
Sililink-SiOx-C		
Heraeus Kulzer GmbH & Co., Germany		
Siliseal-silane		
Heraeus Kulzer GmbH & Co., Germany		
Dentacolor Opaker-opaque resin		
Heraeus Kulzer GmbH & Co., Germany		
Paladent 20-heat-curing acrylic resin		
Heraeus Kulzer GmbH & Co., Germany		

마한 금 합금군을 1군, 250 μ m 산화알루미늄으로 표면 연마한 금 합금군을 2군, 50 μ m 산화알루미늄으로 표면 연마한 코발트-크롬 합금군을 3군, 250 μ m 산화 알루미늄으로 표면 연마한 코발트-크롬 합금군을 4군으로 분류하였다(Table 2).

Table 2. Experimental groups

Group	Metal	Sandblasting
1	DM66	50 μ m Al ₂ O ₃
2	DM66	250 μ m Al ₂ O ₃
3	Nobilium	50 μ m Al ₂ O ₃
3	Nobilium	250 μ m Al ₂ O ₃

2. 시편 제작

1) 금속 시편의 제작

금속 시편은 각 실험군당 10개씩 총 40개를 제작하였다. 7×7mm의 수지접착부 면적을 갖고 만능 물성 실험기의 grip에 고정될 수 있도록 T자 모양의 형태를 갖는 금속 mold(Fig. 1)에서 Pattern resin(G.C. Co., Japan)을 이용하여 레

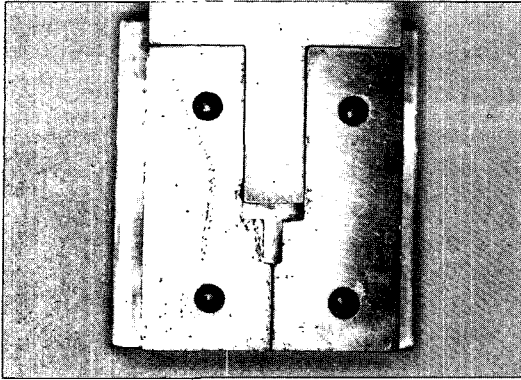


Fig. 1. The metal mold

진모형(Fig. 2)을 제작하였다. 수지 접착면을 편평하게 유지하기 위해 silicon carbide 연마지에서 바닥과 평행하도록 연마하였다.

완성된 레진 모형은 통법에 따라 진공 매몰하여 각각 주조하였다. 매몰재는 금 합금의 경우 귀금속 합금용 인산염계 매몰재인 Deguvest HFG(Degussa AG, Germany)를 사용하였으며 코발트-크롬 합금의 경우 인산염 매몰재 Multivest (Dent-sply/York Division, U.S.A.)를 사용하였다. 주조된 금속 시편은 carborundum disc로 주입선을 절단하고 silicon carbide point로 연마한 후 초음파 세척기에서 10분간 세척하였다.

2) 금속 시편의 처리

1군과 3군의 시편 각각 10개에는 50 μ m 산화 알루미늄으로, 2군과 4군의 시편 각각 10개에는 250 μ m 산화 알루미늄으로 sandblaster(Penblaster, WooSung Co., Ltd., Korea)를 이용하여 금속 시편에 분사 연마하였다. 금 합금은 15초간 4기압의 압력으로 분사하였으며 코발트-크롬 합금은 30초간 4기압의 압력으로 분사하였다. 표면을 육안 관찰하여 부족한 경우 수초간 더 분사하였다.

분사 연마한 금속 시편은 silicoating을 하기 전에 먼저 에틸아세테이트 용액(Siliclean)으로 세척을 하고 건조시켰다. SiOx-C층 형성을 위해 실리카 용액(Sililink)을 금속 시편의 수지 접착면에 얇게 도포하고 silicoating machine(Sili-

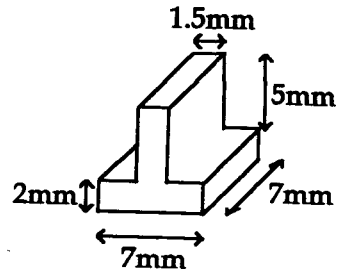


Fig. 2. Schematic representation of metal specimen.

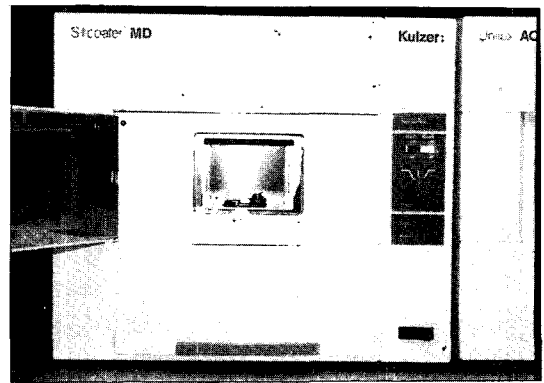


Fig. 3. The silicoating machine

coater MD) (Fig. 3)내에서 300 $^{\circ}$ C까지 열처리를 하였다. 열처리된 시편은 공기 중에서 식힌 후 silane(Siliseal)을 얇게 도포하고 2분간 건조시켰다.

모든 금속 시편의 수지 접착면에 opaque 레진을 도포하고 광중합기(Unilux AC, Heraeus Kulzer GmbH, Germany)에서 중합시킨 후, 한번 더 반복하여 2번의 opaque 레진 도포를 완성하였다.

Opaque 레진이 도포된 시편을 레진 모형 제작에 사용한 금속 mold에 위치시키고, opaque 레진위에 파라핀 왁스를 사용하여 길이 15mm의 납형을 제작하였다. 통법에 따라 flasking, 왁스 제거후 분리재를 발랐다. 열 중합 수지(Paladent20)를 제조회사의 지시사항(분말/액 비율=20g/7ml)에 따라 혼합한 다음, dough stage가 될 때까지 기다려 수지 전입 후

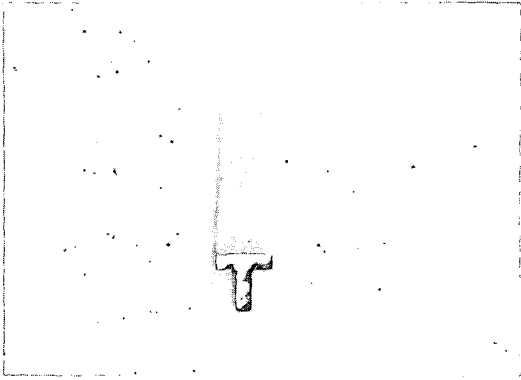


Fig. 4. The specimen.
(Silicoater MD system).

2단계 가압을 하고 온성장치(Hanau curing unit, Teledyne Hanau, U.S.A.)에서 9시간 온성시켰다. 온성과정 완료 후 deflasking을 하고 경화된 여분의 수지는 bur로 제거하여 완성된 실험 시편을 얻었다(Fig. 4).

3) Thermocycling

인장 강도를 측정하기 전에 각 시편들을 thermocycling machine의 수조 속에 위치시켜 5°C와 55°C사이에서 30초씩 1000회 교대 침수시켰다.

4) 인장 결합 강도 측정과 파절면 관찰

시편을 만능 물성 시험기(Universal testing machine, Instron Ltd., Buckinghamshire, England)에서 분당 2mm의 crosshead speed로 금속 시편이 분리될 때까지 인장력을 가한 후(Fig. 5) 결합 강도를 측정하였고 분리된 시편의 파절 양상을 육안 관찰하였다.

5) 통계 처리

각 실험군의 금속-수지간 결합 강도의 평균값과 표준 편차를 ANOVA와 Duncan 다중 비교 검증을 이용하여 통계 처리하였다.

III. 연구 결과

가. 금속과 수지 간의 인장 결합 강도

결합 강도 측정 후의 결과는 1군은 $9.063 \pm 1.902 \text{ kg/cm}^2$, 2군은 $20.835 \pm 3.073 \text{ kg/cm}^2$, 3군은

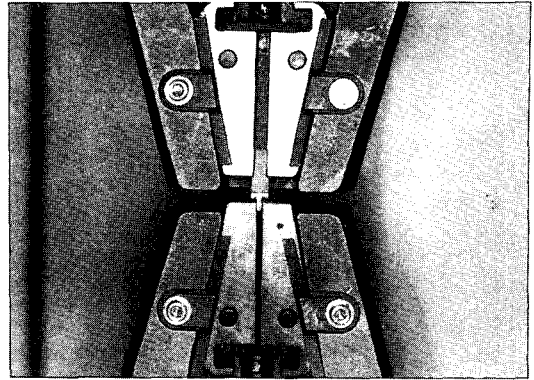


Fig. 5. The universal testing machine.

$18.239 \pm 7.734 \text{ kg/cm}^2$, 4군은 $14.185 \pm 4.947 \text{ kg/cm}^2$ 의 평균값을 보여 금속-수지간의 인장 결합 강도는 2군, 3군, 4군, 1군의 순으로 평균값의 감소를 보였다(Fig. 6).

금 합금(DM66)은 50μm보다 250μm 산화알루미늄으로 표면 처리한 실험군에서 통계학적으로 유의하게 높은 결합 강도를 보였고($p < 0.05$), 코발트-크롬 합금(Nobilium)은 50μm과 250μm 산화 알루미늄으로 표면 처리한 실험군간에 통계학적으로 유의한 차이를 보이지 않았다($p > 0.05$) (Fig. 7, Table 3).

50μm 산화 알루미늄은 금 합금보다 코발트-크롬 합금을 사용한 실험군에서 통계학적으로 유의하게 높은 결합 강도를 보였고($p < 0.05$), 250μm 산화 알루미늄은 코발트-크롬 합금보

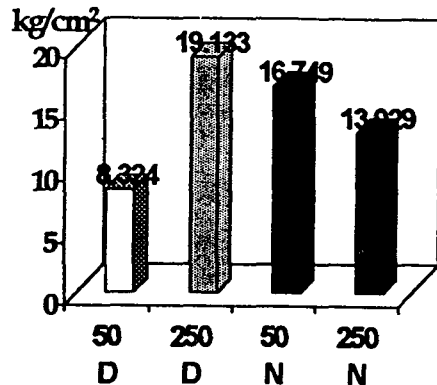


Fig. 6. Tensile bond strength with silicon-coated alloys.

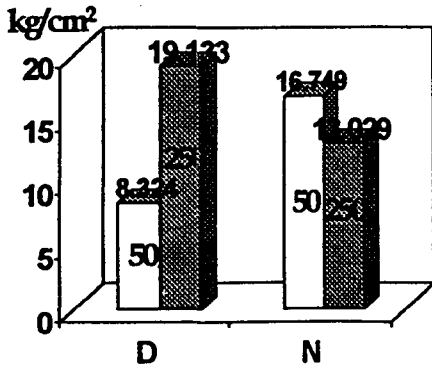


Fig. 7. Bond strength comparison for two Al₂O₃ particle sizes.

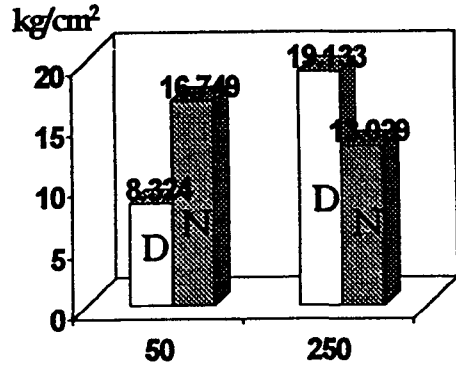


Fig. 8. Bond strength comparison for two alloys.

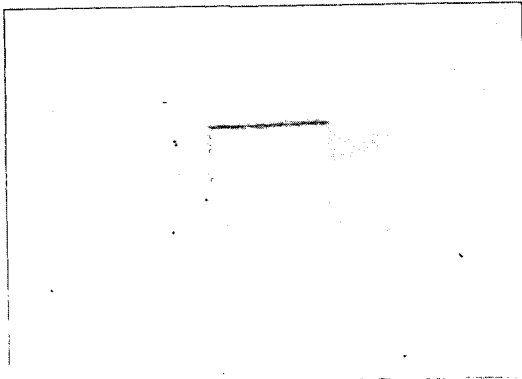


Fig. 9. The fractured surface (Group 1,2,4)

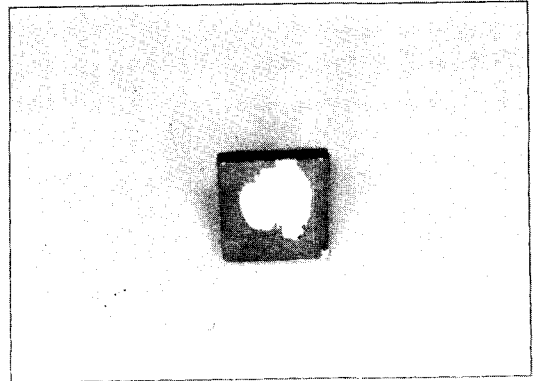


Fig. 10. The fractured surface (Group 3).

Table 3. Comparison between each group

Mean	Group	1	4	3	2
9.063	1				
14.185	4	*			
18.239	3	*			
20.835	2	*	*		

(*)Denotes pairs of groups significantly different at the 0.05 level

Group 1 : 50 μ m+DM66

Group 2 : 250 μ m+DM66

Group 3 : 50 μ m+Nobilium

Group 4 : 250 μ m+Nobilium

다 금 합금을 사용한 실험군에서 통계학적으로 유의하게 높은 결합 강도를 보였다($p < 0.05$)

(Fig. 8, Table 3).

또 1군은 다른 세 실험군에 비해 통계학적으로 유의하게 가장 낮은 결합 강도를 보였고 ($p < 0.05$), 2군과 3군간에는 통계학적으로 유의한 차이를 보이지 않았다($p > 0.05$) (Fig. 6, Table 3).

나. 파절 양상

1군, 2군, 4군에서는 금속과 opaque 레진사이에서 접착성 파절 양상을 나타냈다(Fig. 9).

그러나 50 μ m 산화 알루미늄으로 표면 처리한 코발트-크롬 합금군의 경우 opaque 레진이 시편의 수지 접착면에 부분적으로 남아있었다 (Fig. 10).

IV. 총괄 및 고찰

일반적으로 의치 구조물 금속과 열 중합수 지간의 유지를 증진시키는 방법은 mesh, lattice, hole, bead 등의 유지 장치를 응용하는 것이다. 이러한 기계적 접착법은 구강내 온도 변화로 미세 누출이 발생되어 변색의 가능성이 있고, 정출된 대합치에 의해 구치부 공간이 협소한 경우 유지장치가 차지하는 공간때문에 의치 제작이 용이하지 않다.^{23,39)} 화학적 접착법은 이러한 기계적 접착법의 단점을 해결하기 위해 개발되었다.

화학적 접착법 중 열 처리법은 적당한 온도로 금속을 가열하여 금속 표면에 산화막을 형성시켜 수지와 의 결합력을 증가시키는 방법이고, 주석 도금법은 전기화학적으로 금속의 수지접착면에 0.5 μm 정도의 주석층을 침착시켜 미세한 기계적 유지를 얻거나, 주석 도금법 시행 후 열 처리나 EZ Oxidor, potassium permanganate 처리로 산화막을 형성시켜 수지와 의 화학적 접착을 증진시키는 방법이다.^{1,29)} 그러나 이 방법은 귀금속에서만 안정된 결합을 나타내는 것으로 보고되어 있다. 또 4-META의 사용도 개발되었는데, 이것은 MMA-4-META-based resin이 금속면을 향해 배열되어 산화막에 있는 산소나 수산화기와 수소결합을 하여 금속과 화학적 결합을 하게 되는 것이다.^{4,43)}

또 다른 화학적 접착법인 silicoating법은, SiOx-C층을 형성하여 금속 산화막과 화학적 결합을 시키고 또 opaque 레진과의 직접적 결합을 위해 coupling agent인 silane을 도포하여 수지와 화학적 결합이 가능하도록 하는 것이다. 그리고 이 silicate층은 탄소나 수산화기가 첨가되면 금속피착면에 탄성이 생겨 온도 변화에 따른 변형과 구강내에서 일어나는 전단력을 분산시켜 수지-금속간 접착 소실을 막아준다.^{4, 21,23,35,50)}

Silicoating의 전단계인 sandblasting은 금속 표면의 기계적 세척과 연마로 금속의 표면적과 표면 에너지를 증가시키고 미세요철구조를 형성하여 수지와 의 결합력을 높이는 술식이다.^{25,61)}

⁶²⁾ Silicoating의 성공 여부는 분사 연마에 의해

영향을 받는다고 보고되었다. 제조회사는 250 μm 이상 입자 크기의 산화 알루미늄을 4기압 이상의 압력으로 분사하도록 지시하고 있다. Peutzfeldt와 Asmussen³⁵⁾은 수종의 합금과 레진 시멘트의 접착 강도를 측정한 연구에서 금, 백금 합금의 경우 400 μm 보다 250 μm 산화 알루미늄을 사용했을 때 높은 결합력을 나타낸다고 보고하였다. 은-팔라듐 합금에서는 250 μm 보다 50 μm 에서 높은 결합력을 보인다고 하였으며, 코발트-크롬 합금에서는 입자 크기에 따른 차이를 볼 수 없었다고 보고하였다. 또 William과 Wiltshire⁵²⁾는 비귀금속 합금에 alumina blasting시 110 μm 이나 250 μm 입자 크기의 산화 알루미늄으로 연마했을 때 50 μm 산화 알루미늄을 사용했을 때 보다 높은 결합 강도를 보인다고 하였다. 최와 방⁶³⁾의 연구에서는 니켈-크롬 합금과 50 μm , 250 μm 산화 알루미늄을 사용한 결과 50 μm 과 250 μm 산화 알루미늄으로 연마한 실험군간에 유의한 차이를 관찰할 수 없다고 하였다. 본 실험에서는 50 μm 과 250 μm 입자 크기의 산화 알루미늄을 사용하였는데, 금 합금의 경우에는 50 μm 보다 250 μm 의 산화 알루미늄 사용시 통계학적으로 유의하게 높은 결합 강도를 보였고, 비귀금속 합금인 코발트-크롬 합금의 경우 두 입자 크기간에 유의한 차이를 볼 수 없었다. 이것은 위에서 기술한 Peutzfeldt와 Asmussen³⁵⁾의 연구 결과와 같이 코발트-크롬 합금에서는 입자 크기가 결합력에 현저히 영향을 미치지 못한다고 생각되고, 또 최와 방⁶³⁾의 연구에서는 50 μm 과 250 μm 산화 알루미늄간에 유의한 차이를 볼 수 없었던 이유를, 표면이 단단한 비귀금속 합금에서는 sandblast 입자 크기가 표면적 증가에 영향을 주지 않은 것으로 생각된다고 하였다.

Laufer등²³⁾은 Silicoater system사용시 alumina blasting뿐 아니라 SiOx-C 분자에 화학적 결합을 할 수 있는 금속 산화막의 종류와 양도 결합 강도에 영향을 미칠 수 있다고 하였다. 합금 종류에 따른 결합력의 차이는, Twesme등⁵⁰⁾은 은-팔라듐 합금이나 금 합금에 비해 니켈-크롬 합금이 레진 시멘트와 더 강하게 결합한다고 보고하였고, Peutzfeldt와 Asmussen

²⁰⁾도 은-팔라듐 합금과 금 합금보다 코발트-크롬 합금이 결합 강도가 더 높다고 보고하였다. 또 Hansson¹⁵⁾도 금 합금에 비해 코발트-크롬 합금과 티타늄 합금이 결합 강도가 더 높다고 하였고, Ishijima등¹⁹⁾도 코발트-크롬 합금이 금합금을 포함한 여러 다른 합금에 비해 높은 결합 강도를 보인다고 보고하였다. 신등⁵⁸⁾도 50 μm 산화 알루미늄을 사용한 실험에서 금합금에 비해 니켈-크롬 합금의 결합 강도가 더 높다고 보고하였다. 그러나 Hummel등¹⁸⁾은 Silicoater system중 불꽃에 의한 방법에서는 비귀금속 합금이, 소결하는 방법(Silicoater MD system)에서는 귀금속 합금이 더 높은 결합 강도를 나타낸다고 하였다. Laufer등²³⁾도 레진 시멘트와 silicoating한 합금 간의 접착 강도 실험 결과, 금 합금이 니켈-크롬 합금이나 팔라듐계 합금보다 높은 수치를 관찰할 수 있었다고 보고하였다. 본 실험 결과, 50 μm 산화 알루미늄으로 표면 처리 한 경우 코발트-크롬 합금군이 금 합금군보다 통계학적으로 유의하게 높은 결합 강도를 보였고, 250 μm 산화 알루미늄을 사용한 경우 코발트-크롬 합금군보다 금 합금군에서 통계학적으로 유의하게 높은 결합 강도를 얻을 수 있었다. 50 μm 산화 알루미늄 사용시 코발트-크롬 합금군에서 더 높은 결합 강도를 보인 것은, 신등⁵⁸⁾의 연구에서와 마찬가지로 산화 알루미늄이 비귀금속 합금 표면에 분사된 후에는 더 날카로운 표면 상태를 얻게 되기 때문에 결합이 강해지는 것으로 사료된다. 또 250 μm 산화 알루미늄 사용시 금 합금군이 높은 결합강도를 보인 것은, Laufer등²³⁾이 보고한 것처럼 비귀금속 합금에 비해 상대적으로 더 무른 귀금속 합금의 표면 연마시 더 깊은 요철이 형성되는 것으로 사료된다.

본 실험에서 실험기간 변수로 설정하지는 않았지만 thermocycling은 시편을 5 $^{\circ}\text{C}$ 와 55 $^{\circ}\text{C}$ 의 수조에서 1000회 교대 침수시켜 시행하였다. thermocycling과정의 온도변화는 금속과 수지 간의 열 팽창계수가 다르기 때문에 금속-수지 계면에 응력을 야기하고 수분이 확산되어 들어 결합 강도를 저하시킨다고 Peutzfeldt와 Asmussen³⁰⁾등이 보고 한 바 있다. 하지만 Mu-

sil과 Tiller,³³⁾ Chang등,⁸⁾ Twesme등⁵⁰⁾은 thermocycling이 silicoating된 시편에 통계학적으로 유의한 결과를 야기하지 않았다고 하였다. 또 森등⁵⁷⁾은 silicoating을 시행한 시편이 하지 않은 시편에 비해 thermocycling에 영향받는 정도가 작다고 하였다. 본 실험을 위한 예비실험에서 thermocycling후 금속 시편과 opaque 레진간의 접착이 완전히 소실되어 인장 강도 측정 전에 완전히 분리된 시편을 관찰할 수 있었다.

Silicoating후의 파절 양상에 관한 문헌 고찰에서 Kolodney등²¹⁾과 Caeg등⁶⁾은 모든 시편에서 응착성(cohesive) 파절 양상을 볼 수 있었다고 하였고, Laufer등,²³⁾ Naegeli등,³⁴⁾ 양과 베⁵⁹⁾는 대부분의 시편에서 응착성 파절을 보였지만, 때때로 소수의 시편에서는 접착성(adhesive) 파절과 응착성 파절을 동시에 관찰할 수 있었다고 보고하였다. 또 신 등⁵⁸⁾은 전반적으로 접착성 파절과 응착성 파절을 동시에 관찰할 수 있었다고 하였고, 최와 방⁶³⁾은 접착성 파절 양상을 관찰하였다고 보고하였다. 본 실험에서 파절면관찰시 1군, 2군, 4군에서는 모두 접착성 파절 양상을 보였지만, 50 μm 산화 알루미늄으로 표면 처리한 코발트-크롬 합금군의 경우 금속의 수지접착면에 부분적으로 opaque 레진이 남아있는 것이 관찰되었다. 대부분의 문헌에 보고된 파절 양상은 주로 수지내에서 파절이 일어나는 응착성 파절 양상으로 silicoating의 우수함을 결론으로 제시했지만, 본 실험에서 1, 2, 4군에서 전부 접착성 파절 양상을 보인 것은 실험 재료가 상이해서 일어난 결과로 사료된다. 즉 이전의 연구 재료는 거의 전부 레진 시멘트와 전장용 콤포짓트 레진을 사용했지만, 본 실험에서는 열 중합 수지를 사용하여 75 $^{\circ}\text{C}$ 까지의 온도에서 9시간의 장시간 온성을 시행하였기 때문에 이 때 발생된 금속과 수지 계면에서의 응력 확산이 결합 강도에 영향을 미쳤으리라 사료된다.

50 μm 산화 알루미늄으로 표면 처리한 코발트-크롬 합금군에서는 접착성 파절과 응착성 파절이 동시에 발생하였다. 각 실험군의 결합 강도를 분석했을때 이 실험군이 다른 세 실험군에 비해 표준편차가 훨씬 크게 나타났다. 즉

응착성 파절 양상이 더 넓은 부위에서 나타난 시편은 결합 강도가 높게 나왔고, 접착성 파절 양상이 더 넓은 부위에서 나타난 시편은 결합 강도가 낮게 나왔다. 최와 방⁶³⁾의 연구 결과 주사 전자 현미경적 관찰에서 니켈-크롬 합금표면에 50 μ m 산화 알루미늄으로 분사 연마한 경우에는, 250 μ m 산화 알루미늄을 사용한 경우보다 더 예리하고 미세한 요철 구조가 관찰된다고 보고한 바 있다. 위 연구 결과를 참고로 하면 opaque 레진이 50 μ m 산화 알루미늄으로 연마한 코발트-크롬 합금 표면의 미세하고 예리한 요철 구조에 잘 채워지면 파절후 응착성 파절 양상을 보이며 높은 결합 강도를 보이고, 잘 채워지지 않으면 파절후 접착성 파절양상을 보이며 낮은 결합강도를 보이게 되어 결론적으로 재료 자체의 성질이 연구결과와 같은 현상을 야기한 것으로 사료된다.

V. 결 론

본 연구에서는 의치 구조물 주조금속 표면에 Silicoater MD system을 이용하여 열중합 수지를 결합시킨 후, 인장 결합 강도를 측정하기 위하여 50 μ m 산화 알루미늄으로 표면처리한 금 합금군을 1군, 250 μ m 산화 알루미늄으로 표면처리한 금 합금군을 2군, 50 μ m 산화 알루미늄으로 표면처리한 코발트-크롬 합금군을 3군, 250 μ m 산화 알루미늄으로 표면처리한 코발트-크롬 합금군을 4군으로 분류하고, 각 실험군마다 금속 시편 제작, 표면 연마, silicoating, opaque 레진 도포, 열 중합 수지 온성의 과정을 거쳐 시편을 완성한 후 thermocycling을 5 $^{\circ}$ C와 55 $^{\circ}$ C에서 1000회 실시하였다. 그리고 각 실험군에 대해 결합강도의 평균값과 표준편차를 구하고 파절 양상을 관찰하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 결합 강도의 평균값은 2군, 3군, 4군, 1군의 순으로 감소를 보였다.
2. 50 μ m 산화 알루미늄으로 표면처리한 경우에는 금 합금보다 코발트-크롬 합금을 사용한 실험군에서 통계학적으로 유의하게 높은 결합 강도를 보였다($p < 0.05$). 또 250 μ m

산화 알루미늄으로 표면처리한 경우에는 코발트-크롬 합금보다 금 합금을 사용한 실험군에서 통계학적으로 유의하게 높은 결합 강도를 보였다($p < 0.05$).

3. 금 합금은 50 μ m보다는 250 μ m의 산화 알루미늄으로 표면 처리한 경우에서 통계학적으로 유의하게 높은 값을 보였다($p < 0.05$). 코발트-크롬 합금은 50 μ m 산화 알루미늄과 250 μ m 산화 알루미늄을 사용한 실험군간에 통계학적으로 유의한 차이를 보이지 않았다($p > 0.05$).
4. 파절면 관찰시 1, 2, 4군에서는 접착성 파절 양상을 보여 모든 시편이 금속과 수지 사이에서 분리되었으나, 50 μ m 산화 알루미늄으로 표면처리한 코발트-크롬 합금군에서만 opaque 레진이 금속면에 부분적으로 남아 있어 접착성 파절 양상과 응착성 파절양상을 동시에 보여 주었다.

참고문헌

1. Atsuta M, Matsumura H, Tanaka T : Bonding fixed prosthodontic composite resin and precious metal alloys with the use of a vinyl-thiol primer and an adhesive opaque resin. J Prosthet Dent 67 : 296, 1992.
2. Atta MO, Smith GN, Brown D : Bond strengths of three chemical adhesive cements adhered to a nickel-chromium alloy for direct bonded retainers. J Prosthet Dent 63 : 137, 1990.
3. Bahannan SA, Connelly ME, Mueninghoff LA : Application of silica coating technique for removable prosthodontics. A clinical report. J Prosthet Dent 65 : 1, 1991.
4. Barzilay I, Mayers ML, Cooper LB, Graser GN : Mechanical and chemical retention of laboratory cured composite to metal surfaces. J Prosthet Dent 59 : 131, 1988.
5. Brady T, Doukoudakis A, Rasmussen ST : Experimental comparison between per-

- forated and etched-metal resin-bonded retainers. *J Prosthet Dent* 5 : 361, 1985.
6. Caeg C, Leinfelder KF, Lacefield WR, Bell W : Effectiveness of a method used in bonding resins to metal. *J Prosthet Dent* 64 : 37, 1990.
 7. Cassidy AJ, Storie DQ : Saliva contamination and resin bonding of etched metal restoration. *J Prosthet Dent* 57 : 29, 1987.
 8. Chang JC, Powers JM, Hurt D : Bond strength of composite to alloy treated with bonding systems. *J Prosthet Dent* 2 : 110, 1993.
 9. Creugers NHJ, Welle PR, Vrijhoef MMA : Four bonding systems for resin-retained cast metal prostheses. *Dent mater* 4 : 85, 1988.
 10. Diaz-Arnold AM, Mertz JM, Aquilino SA, Ryther JS, Keller JC : A comparison of the tensile strength of four prosthodontic adhesives. *J Prosthet Dent* 2 : 215, 1993.
 11. Dilorenzo SC, Duke ES, Noring BK : Influence of laboratory variables on chrome-cobalt alloy. *J Prosthet Dent* 55 : 27, 1986.
 12. El-sherif MH, EL-Messery A, Halhoul MN : The effects of alloy surface treatments and resins on the retention of resin-bonded retainers. *J Prosthet Dent* 65 : 782, 1991.
 13. Eshleman JR, Moon PC, Barnes RF : Clinical evaluation of cast metal resin-bonded anterior fixed partial dentures. *J Prosthet Dent* 51 : 751, 1984.
 14. Gates WD, Diaz-arnold AM, Aquilino SA : Comparison of the adhesive strength of a BIS-GMA cement to tin-plated and non-tin-plated alloys. *J Prosthet Dent* 69 : 12, 1993.
 15. Hansson O : Strength of bond with Comspan Opaque to three silicoated alloys and titanium. *Scand J Dent Res* 98 : 248, 1990.
 16. Hill GL, Zidan O, Gomez-Marin O : Bond strengths of etched base metals : Effects of errors in surface area estimation. *J Prosthet Dent* 56 : 41, 1986.
 17. Hudgins JL, Moon PC, Knap FJ : Particle-roughened resin-bonded retainers. *J Prosthet Dent* 53 : 471, 1985.
 18. Hummel S, Pace L, Marker VA : A comparison of two silicoating techniques. *J Dent Res* 72 : 124, 1993.
 19. Ishijima T, Caputo AA, Mito R : Adhesion of resin to casting alloys. *J Prosthet Dent* 67 : 445, 1993.
 20. Jones RM, Morre BK, Goodacre CJ, Munoz-Viveros CA : Microleakage and shear bond strength of resin and porcelain veneers bonded to cast alloys. *J Prosthet Dent* 65 : 221, 1991.
 21. Kolodney H, Puckett AD, Brown K : Shear strength of laboratory-processed composite resins bonded to a silane-coated nickel-chromium-beryllium alloy. *J Prosthet Dent* 67 : 419, 1992.
 22. LaBarre EE, Ward HE : An alternative resinbonded restoration. *J Prosthet Dent* 52 : 247, 1984.
 23. Laufer B-Z, Nicholls JL, Townsend JD : SiO_x-C Coating : A composite-to-metal bonding mechanism. *J Prosthet Dent* 60 : 320, 1988.
 24. Lawson JR : Alternative alloys for resin-bonded retainers. *J Prosthet Dent* 65 : 97, 1991.
 25. Lin TH, Chang HJ, Chung KH : Inter-facial strengths of various alloy surface treatments for resin-bonded fixed partial dentures. *J Prosthet Dent* 64 : 158, 1990.
 26. Livaditis GJ : A chemical etching system for creating micromechanical retention in resinbonded retainers. *J Prosthet Dent* 56 : 181, 1986.
 27. Livaditis GJ, Thompson VP : Etched cas-

- tings : An improved retentive mechanism for resin-bonded retainers. *J Prosthet Dent* 47 : 52, 1982.
28. Love LD, Breitman JB : Resin retention by immersion-etched alloy. *J Prosthet Dent* 53 : 623, 1985.
 29. Matsumura H, Kawahara M, Tanaka T, Atsuta M : Surface preparations for metal frameworks of composite resin veneered prostheses made with an adhesive opaque resin. *J Prosthet Dent* 66 : 10, 1991.
 30. May KB, Russell MM, Razzoog ME, Lang BR : The shear strength of polymethylmethacrylate bonded to titanium partial denture framework material. *J Prosthet Dent* 70 : 410, 1993.
 31. Meiers JC, Jensen ME, Mayclin T : Effect of surface treatments on the bond strength of etched-metal resin-bonded retainers. *J Prosthet Dent* 53 : 185, 1985.
 32. Mondelli J, Bastos MT, Ishikiriyama A, Navarro MF : Tensile strength of five types of retention for resin-bonded prostheses. *J Prosthet Dent* 66 : 759, 1991.
 33. Musil R, Tiller HJ : Die molekulare Koppelung der Kunststoff-Verblendung an die legierungsOberfl. che. *Dental-labor XXXII*, Heft : 1155, 1984.
 34. Naegeli DG, Duke ES, Schwartz R, Norling BK : Adhesive bonding of composites to a casting alloy. *J Prosthet Dent* 60 : 279, 1988.
 35. Peutzfeldt A, Asmussen E : Silicoating : evaluation of a new method of bonding composite resin to metal. *Scand J Dent Res* 96 : 171, 1988.
 36. Re GJ, Kaiser DA, Malone WFP, Garcia-Godoy F : Shear bond strengths and scanning electron microscope evaluation of three different retentive methods for resin-bonded retainers. *J Prosthet Dent* 59 : 568, 1988.
 37. Reilly B, Davis EL, Joynt RB, Quevedo J : Shear strength of resin developed by four bonding agent used with cast metal restoration. *J Prosthet Dent* 68 : 53, 1992.
 38. Rochette AL : Attachment of a splint to enamel of lower anterior teeth. *J Prosthet Dent* 30 : 418, 1973.
 39. Shue SL, Nicholls JI, Townsend JD : The effect of metal retentive designs on resin veneer prostheses, *J Prosthet Dent* 58 : 297, 1987.
 40. Stokes AN, Tidmarsh BG : Porous metal coatings for resin-bonded systems. *J Prosthet Dent* 56 : 170, 1986.
 41. Taleghani M, Leinfeldt KF, Taleghani AM : An alternative to cast etched retainers. *J Prosthet Dent* 58 : 424, 1987.
 42. Tanaka T, Hirano M, Kawahara M, Matsumura H, Atsuta M : A new ion-coating surface treatment of alloys for dental adhesive resins. *J Dent Res* 67 : 1376, 1988.
 43. Tanaka T, Nagata K, Takeyama M, Atsuta M, Nakabayashi N, Masuhara E : 4-META opaque resin-A new strongly adhesive to nickel-chromium alloy. *J Dent Res* 60 : 697, 1981.
 44. Tanaka T, Atsuta M, Uchiyama Y, Kawashima I : Pitting corrosion for retaining acrylic resin facings. *J Prosthet Dent* 42 : 282, 1979.
 45. Tanaka T, Atsuta M, Uchiyama Y, Nakabayashi N, Masuhara E : Spherical powder for retaining thermosetting acrylic resin veneers. *J Prosthet Dent* 39 : 295, 1978.
 46. Tanaka T, Atsuta M, Nakabayash E : Surface treatment of gold alloy for adhesion. *J Prosthet Dent* 60 : 271, 1988.
 47. Tanaka T, Fujiyama E, Shimizu H, Takaki A, Atsuta M : Surface treatment of nonprecious alloys for adhesion-fixed partial dentures. *J Prosthet Dent* 55 : 456, 1986.
 48. Thompson VP, Grolman KM, Liao R : Bo-

- nding of adhesive resins to various nonprecious alloys. *J Prosthet Dent* 64 : 314, 1985.
49. Tuner CH, Sinclair L : Sprayed opaque porcelain as a retentive surface for resin-bonded restorations. *Int J Prosthet* 3 : 384, 1990.
 50. Twesme DA, Lacefield WR, O'Neal SJ : Effects of thermocycling, silicoating and etching on composite bonding to Cu, Au and Ni base alloys. *J Dent Res* 66 : 206, [Abstract] # 799, 1987.
 51. Watanabe F, Power JM, Lorey RE : In vitro bonding of prosthodontic adhesives to dental alloys. *J Dent Res* 67 : 479, 1988.
 52. William A, Wiltshire B : Tensile bond strengths of various alloy surface treatments for resin bonded bridges. *Quint Dent Technol* 10 : 227, 1986.
 53. Williams VD, Diaz-Arnold, Aquilino SA : Bond versus rebond strengths of three luting agents for resin-bonded fixed partial dentures. *J Prosthet Dent* 67 : 289, 1992.
 54. Yamauchi J, Omura I, Harada I : Adhesive and mechanical properties of a new dental adhesives. *J Dent Res* 63 : 314, 1984.
 55. Yoshida K, Taira Y, Matsumura H, Atsuta M : Effect of adhesive metal primers on bonding a prosthetic composite resin to metals. *J Prosthet Dent* 69 : 357, 1993.
 56. 박상원, 양홍서 : 식각된 비귀금속 합금과 범랑질간의 접착 인장강도에 관한 연구. *대한치과보철학회지* 25 : 303, 1987.
 57. 森 榮, 河村訓陸, 岩井正彦, 加藤治正, 長谷川二郎 : シリコー法によろ金屬とレジソの接着強さの評價. *愛院大齒誌* 25 : 170, 1989.
 58. 신현수, 한동후, 이근우 : Silicoating이 수지접합 수복물의 결합력에 미치는 영향에 관한 실험적 연구. *대한치과보철학회지* 27 : 101, 1989.
 59. 양진경, 배정식 : Silicoating후 시간지연이 금속과 레진 시멘트 간의 접착강도에 미치는 영향. *대한치과보철학회지* 33 : 1, 1995.
 60. 이근우 : 수지접합 수복물용 합금의 피착면 처리에 따른 결합력에 관한 실험적 연구. *대한치과보철학회지* 29 : 13, 1991.
 61. 정금태, 양재호, 이선형, 정현영 : 반복주조된 치과용 합금의 피착면 처리방법에 따른 접착성 수지와와의 접착강도에 관한 실험적 연구. *대한치과보철학회지* 28 : 53, 1990.
 62. 정애리, 방몽숙 : 파절된 도재전장관의 표면처리 방법에 따른 수복레진의 접합강도에 관한 연구. *대한치과보철학회지* 29 : 117, 1991.
 63. 최낙준, 방몽숙 : 레진전장관의 금속면 처리방법-레진과 금속간 접착강도에 미치는 영향. *대한치과보철학회지* 32 : 471, 1994.

Abstract

A STUDY ON THE BOND STRENGTH OF HEAT-CURING ACRYLIC RESIN BONDED TO A SURFACE OF CASTED ALLOY

Yong-Seok Lee, IK-Tae Chang

Dept. of Prosthodontics, College of Dentistry, Seoul National University

Bonding of resin to cast alloy has traditionally been provided by mechanical retention. But, chemical bonding methods such as silicoating, tin plating, heat treatment, application of 4-META adhesives, have been developed to overcome the problems of the mechanical bonding methods. Silicoating has been used availably in fixed prosthodontics, but is also reported to be used in removable prosthodontics.

The aim of this study is to measure the tensile bond strength between resin and metal, and compare the effect of the type of metal and the grain size of the aluminum oxide on the bond strength, after metal surface roughening, coating of the opaque resin, and curing of heat-curing resin were performed.

The test groups were divided into 4 groups according to the cast alloys and the aluminum oxide particles used.

Group 1 : Type 4 gold alloy(DM66) blasted with 50 μ m Al₂O₃

Group 2 : Type 4 gold alloy(DM66) blasted with 250 μ m Al₂O₃

Group 3 : Co-Cr alloy(Nobilium) blasted with 50 μ m Al₂O₃

Group 4 : Co-Cr alloy(Nobilium) blasted with 250 μ m Al₂O₃

* 10 test specimens were made on each group.

The specimens were thermocycled, and Instron Universal testing machine was used to measure the tensile bond strength of the finished specimens.

The results were as follows :

1. Bond strengths showed that the group of gold alloy blasted with 250 μ m aluminum oxide particle had higher bond strength, and the group of gold alloy blasted with 50 μ m aluminum oxide particles had lower bond strength than any of the other groups.
2. Gold alloy had significantly higher bond strength when blasted with 250 μ m aluminum oxide particles than 50 μ m, but Co-Cr alloy showed no statistically significant difference between the two particle sizes.
3. When blasted with 50 μ m aluminum oxide particles, Co-Cr alloy showed significantly higher bond strength than gold alloy. And, when blasted with 250 μ m aluminum oxide particles, gold alloy had significantly higher bond strength than Co-Cr alloy.
4. On the examination of the fractured sites, only the group of Co-Cr alloy blasted with 50 μ m aluminum oxide particles showed a part of residual opaque resin, but all the samples of the other groups fractured between the resin and the metal.

Key words : silicoating heat-curing resin, aluminum oxide, tensile bond strength.