

Sinfony 간접복합수지와 비귀금속합금간의 전단결합강도와 파절양상

민 병 록, 정 인 성

부산가톨릭대학교 보건과학대학 치기공학과

Shear Bond Strength and Failure Mode between Sinfony Indirect Composite Resin and Non Precious Metal

Byung-Rok Min, In-Sung Chung

Department of Dental Laboratory Science, College of Health Science, Catholic University of Pusan, Busan

[Abstract]

The purpose of this study was to investigate the effect retention element formed by metal surface treatment method on the bond strength of indirect composite resin and metal.

The metal specimens were cast from Ni-Cr alloy(Rexillum® III). They were divided into 5 groups by applied retention element: 50 μm aluminium oxide sandblasting group, 250 μm aluminium oxide sandblasting group, 0.2 mm retention crystal group, 10% H₂SO₄ solution etching group, 110 μm Rocatec™ Plus system group. Total 50 metal specimens were veneered with Sinfony indirect composite resin system.

Specimens were tested for shear bond strength on an Instron universal testing machine and fracture mode of fractured specimens were analyzed by SEM and EDS.

1. 0.2 mm retention crystals were most effective in improving the resin-metal shear bond strength ($p < 0.05$).

2. Sandblasting by 250 μm aluminium oxide were more effective than sandblasting by 50 μm aluminium oxide in improving the resin-metal shear bond strength($p < 0.05$).

3. Fracture mode of resin-metal fractured surface were cohesive failure mode in 0.2mm retention crystal, mixed failure mode in sandblasted specimens, etched specimens and the specimens sandblasted with 110 μm Rocatec™ Plus system.

◉Key word : Surface treatments, Sinfony, Shear bond strength, Fracture pattern

교신저자	성명	민 병 록	전화	010-8786-7619	E-mail	min4731@hanmail.net
	주소	부산광역시 금정구 부곡동 9, 부산가톨릭대학교 보건과학대학 치기공학과				

I. 서 론

심미수복용 간접복합레진은 1980년대 개발되어 사용되었으나, 임상적으로 많은 실패를 보였다. 그러나 1990년에 소개된 2세대 간접복합레진은 심미적으로 우수하며, 자연치와 마모도가 비슷하고, 파절시 간단하게 수리할 수 있으며, 모든 종류의 치과용 금속에 사용할 수 있으며, 도재용착구조관의 단점을 보완할 수 있다는 점에서 완전피개관, 라미네이트, 인레이, 온레이, 금속-레진 수복물, 섬유강화형 복합레진 수복물 등 다양한 방법으로 적용되고 있다(Setz and Engel, 1997; Cesar et al., 2001).

금속-레진 수복물의 경우 금속과 레진의 계면에서 발생하는 결합력의 소실로 레진과 하부 금속과의 결합강도는 금속-도재 수복물보다 낮은 것으로 보고되고 있으며(Barzilay et al., 1988; Shue et al., 1987), 레진과 금속 간의 결합력 부족으로 인한 계면에서의 결합실패가 가장 큰 문제점으로 지적되고 있다(Setz et al., 1997; Matsumura et al., 1991).

레진과 금속간의 결합력을 증진시키기 위한 방법으로는 기계적인 방법과 화학적인 방법이 있으며, 화학적인 방법에는 인산 에스테르계 컴포지트 레진 시멘트 도포법(Ishijima et al., 1992), 주석도금법(Matsumura et al., 2001), silica-coating법(Watanabe et al., 1999), Rocatec™ system(Robin et al., 2002) 등이 있으며, 기계적인 방법에는 loop, nail head, mesh, undercut finish line(NaBadalung et al., 1998), 유지구슬(retention bead) 이용법, sandblasting(Lin et al., 1990), 화학적 식각(Shue et al., 1987), 전기 화학적 식각(Livaditis et al., 1982) 등이 있다. 또한, 기계적 유지력과 금속표면의 화학적 처리를 통한 유지력을 동시에 이용하여 결합강도를 증진시키기 위한 방법들이 소개되고 있다(Shue et al., 1987; Watanabe et al., 1999; Robin et al., 2002).

기계적인 방법 중 유지구슬 이용법은 간단하고 우수한 기계적 유지력을 제공하므로 가장 흔히 사용되는 방법이지만(Hudgins et al., 1985), 적용된 유지구슬의 두께에 의해 색조재현이 어렵다는 단점이 있어 작은 크기의 유지구슬을 적용하여 결합강도를 증진시키는 방법이 필요하

다고 보고하였으며(Barzilay et al., 1988; Laufer et al., 1988), 샌드블라스팅에 관해서는 Peutzfeldt 등(1988)이 금 합금, 백색합금 및 Cr-Co 합금에서 표면처리 후 접착성 레진 시멘트와의 결합력차이를 실험한바 400 μ m의 산화알루미늄을 이용하여 표면 처리한 것보다 250 μ m 산화알루미늄으로 표면 처리한 것이 결합력이 강했다고 보고하는 등 산화알루미늄의 입자크기가 결합강도에 영향을 미치는 것으로 보고하였다. 산 처리에 관해서는 Shue 등(1987)이 금속표면처리방법에 따른 레진전장구조관의 유지에 관한 연구에서 10% 황산과 90%의 메탄올의 혼합물로 산 처리한 시편이 0.27mm의 유지구슬을 사용한 시편과 동일한 결합강도를 보였다고 보고하였다. 이와 같이 금속의 표면처리방법이 금속-간접복합레진의 결합강도에 관련이 있음을 시사하고 있다. 그러나 금속의 표면처리방법 즉 샌드블라스팅에 사용되는 산화알루미늄의 입자크기 변화, 110 μ m Rocatec™ Plus system, 0.2mm retention crystal, 10% H₂SO₄용액을 이용한 산 처리 방법 간의 결합강도를 비교한 연구 보고는 거의 없는 실정이므로 이에 대한 연구가 필요하다.

이에 본 연구는 금속면의 표면처리방법에 따른 간접복합레진과 금속간의 결합강도를 알아보기 위해 50 μ m sandblasting, 250 μ m sandblasting, 110 μ m Rocatec™ Plus system, 0.2mm retention crystal, 10% H₂SO₄ solution etching을 적용하여 금속-레진 시편을 제작한 다음 전단결합강도 실험과 SEM관찰 그리고 EDS 분석을 통해 금속-간접복합레진의 결합강도와 파절양상을 비교 분석하여 금속표면처리방법과 간접복합수지의 결합강도와의 상관관계를 규명하고자 하였다.

II. 실험 방법

1. 실험재료 및 시편제작

1) 실험재료

Sinfony(3M, ESPE, AG)와 비 귀금속 합금인 Rexillum[®] III(Jeneric[®]/pentron[®], Walligford, CT, USA)를 사용하였다.

2) 시편제작

(1) 금속시편 제작

Silicone mold를 사용하여 직경 12mm, 두께 2mm의 레진 disk와 15mm 길이의 plastic sprue를 연결한 뒤 C2군은 Retention Adhesive(Bredent, Senden, Germany)를 바른 뒤 접시에 담긴 유지요소를 부착시키고 나머지 군은 통법에 의해 인산염계 매물재를 이용하여 매물하고 Rexillium[®] III alloy로 주조하여 50개의 금속시편을 제작하였다. C2군을 제외한 나머지군은 표면을 400, 600, 800, 1000, 1200 grit의 silicon carbide 연마지로 균일하게 한 후 diamond paste로 최종 연마를 하였다.

S50군의 시편들은 50 μ m의 산화알루미늄 분말(Cobra, Renfert, Germany)로 10mm 거리에서 30초간 2.8 기압의 압력으로 처리하고 증류수에서 10분간 초음파 세척하였다.

S250군의 시편들은 250 μ m의 산화알루미늄 분말(Cobra, Renfert, Germany)로 10mm 거리에서 30초간 2.8 기압의 압력으로 처리하고 증류수에서 10분간 초음파 세척 하였다.

RC군의 시편들은 110 μ m의 Rocatec[™] Plus(3M ESPE AG, Seefeld, Germany)로 10mm 거리에서 30초간 2.8 기압의 압력으로 처리하고 air cleaning 하였다.

C2군의 시편들은 disk에 retention adhesive(Bredent, Senden, Germany)를 바른 뒤 접시에 담긴 0.2mm retention crystal을 부착시키고 인산염계 매물재를 이용하여 매물하고 Rexillium[®] III alloy로 주조한 다음 250 μ m 산화알루미늄 분말(Cobra: Renfert, Germany)로 2기압의 압력으로 매물재를 제거한 후 증류수에서 10분간 초음파 세척 하였다.

HS군의 시편들은 10% H₂SO₄용액, 100 $^{\circ}$ C에서 5분간 etching 시킨 후 증류수에서 10분간 초음파 세척 하였다. 금속 표면 처리방법에 관한 내용은 Table 1, Fig. 1과 같다.

Table 1. Classification of experimental group

Group	Surface Treatment	N
S50	50 μ m Al ₂ O ₃ blasting	10
S250	250 μ m Al ₂ O ₃ blasting	10
RC	110 μ m Rocatec [™] system	10
C2	0.2mm retention crystal	10
HS	10% H ₂ SO ₄ solution in etching	10

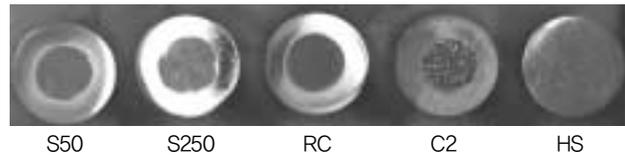


Fig. 1. Metal specimens with applied treatments

(2) 레진 전장 (Sinfony[3M ESPE])

2세대 강화형 복합레진으로 제조사의 추천방식에 따라 적용 하였다. 각 시편에 ESPE-Sil을 바르고 5초간 건조시킨 후 opaque resin을 혼합하여 도포 후 Visio Alfa 중합기로 5초 사이클로 2번 광중합한 후 body resin을 직경 6mm, 두께 4mm로 적용한 후 Visio Beta Vario 중합기에서 1분간 빛에 노출시키고 14분간 진공상태에서 광중합을 하였다.

2. 기기분석

1) 전단결합강도 측정

완성된 시편을 37 $^{\circ}$ C의 증류수하에서 24시간 저장 후 만능시험기(Universal Testing Machine Model 8871; Instron, USA)에 전단장치를 부착하여 cross head speed 1mm/min로 전단결합강도를 측정하였다.

2) 통계분석

결합강도 값의 다양성에 대하여 SPSS Ver. 14.0 for Win(SPSS Inc., Chicago, IL, USA)을 이용하여 일원배치분석(One way ANOVA analysis)을 시행하였다. 각 군의 유의성 검증을 위하여 TukeyHSD를 이용하여 95% 유의수준에서 검증하였다.

3) 미세구조 및 EDS 분석

전단응력에 의해 파절된 시편을 주사현미경(JSM-6480LV, JELO, Japan)을 사용하여 10kV로 13배 확대하여 파절양상을 관찰하고 EDS(Energy dispersive X-ray spectroscopy)를 이용하여 파절면의 성분을 분석하였다.

Ⅲ. 실험 결과 및 고찰

1. 전단결합강도 분석

표면 처리된 시편에 Sinfony 간접복합레진을 적용한 금속-간접복합레진 수복물의 전단결합강도 분석결과를 Table 2와 Figure 2에 나타내었다.

Sinfony 간접복합레진과 금속간의 전단결합강도 분석 결과, 0.2mm retention crystal을 사용하여 표면 처리한 C2군이 90.916MPa로 가장 높게 나타났으며, 110µm Rocatec™ system에 의해 표면 처리한 RC군(65.666MPa), 10%의 H2SO4 용액에서 5분간 산 처리한 HS군(57.482MPa), 250µm 산화알루미늄으로 샌드블라스팅 처리한 S250군(37.01MPa), 50µm 산화알루미늄으로 샌드블라스팅 처리한 S50군(20.89MPa) 순으로 나타났다.

각 군 간의 통계학적 유의차를 살펴보기 위한 Tucky HSD test 결과, 0.2mm retention crystal을 사용하여 표면 처리한 C2군이 90.916MPa로 가장 높게 나타났으며 (p<0.05), 산화알루미늄을 이용한 샌드블라스팅 처리법에서는 250µm 산화알루미늄으로 샌드블라스팅 처리한 S250군(37.01MPa)이 50µm 산화알루미늄으로 샌드블라스팅 처리한 S50군(20.89MPa)보다 높게 나타났다(p<0.05). 그리고 110µm Rocatec™ system에 의해 표면 처리한 RC군(65.666MPa)은 250µm 산화알루미늄으로 샌드블라스팅 처리한 S250군(37.01MPa)과 50µm 산화알루미늄으로 샌드블라스팅 처리한 S50군(20.89MPa)보다 높게 나타났고 (p<0.05), 10%의 H2SO4 용액에서 5분간 산 처리한 HS군(57.482MPa)은 250µm 산화알루미늄으로 샌드블라스팅 처리한 S250군(37.01MPa)과 50µm 산화알루미늄으로 샌드블라스팅 처리한 S50군(20.89MPa)보다 높게 나타났으며 (p<0.05), 110µm Rocatec™ system에 의해 표면 처리한 RC군(65.666MPa)은 10%의 H2SO4 용액에서 5분간 산 처리한 HS군(57.482MPa) 보다 높게 나타났으나, 통계학적 유의차는 없었다.

기계적 유지방법인 유지구슬에 관한 연구로 Shue 등 (1987)은 Dentacolor의 경우 유지구슬의 크기가 작은 경

Table 2. Shear bond strength of Sinfony composite resin bonded to non-precious metal, as analyzed by one way ANOVA

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
S50	10	20.8880	6.79167	2.14771	16.0295	25.7465	15.87	33.42
S250	10	37.0100	2.70471	.85531	35.0752	38.9448	34.44	41.88
RC	10	65.6660	11.24045	3.55454	57.6251	73.7069	52.20	83.32
C2	10	90.9160	6.43717	2.03561	86.3111	95.5209	85.50	100.85
HS	10	57.4820	11.65541	3.68577	49.1442	65.8189	42.12	71.69
Total	50	54.3924	25.62155	3.62343	47.1108	61.6740	15.87	100.85

	Sum of Squares	DF	Mean Square	F	Sig.
Between Group	28953.057	4	7238.264	101.355	.000
Within Group	3213.682	45	71.415		
Total	32166.739	49			

S50; 50µm Al2O3 blasting, S250; 250µm Al2O3 blasting RC; 110µm Rocatec™ system, C2; 0.2mm retention crystal, HS; 10% H2SO4 solution in etching

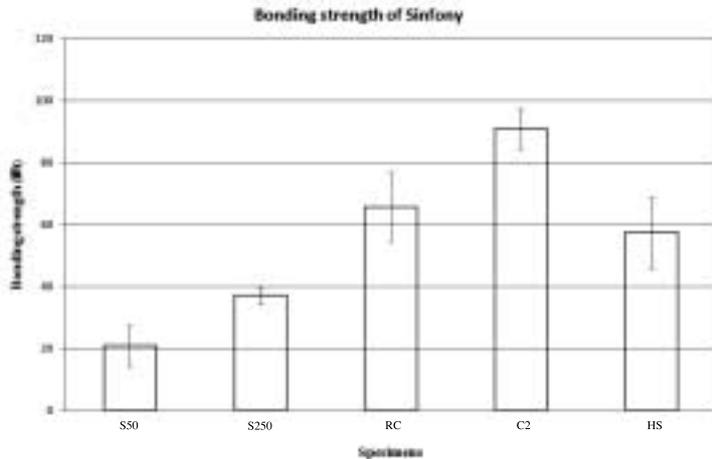


Fig. 2. Shear bond strengths between Sinfony composite resin and Rexillum® III after various surface treatments(민병록, 2008). S50: 50 μ m Al₂O₃ blasting, S250: 250 μ m Al₂O₃ blasting RC: 110 μ m Rocatec™ system, C2: 0.2mm retention crystal, HS: 10% H₂SO₄ solution in etching

우에 인장결합강도가 높게 나타났다고 보고하였으며, Jones 등(1991)은 유지구슬에 의한 유지력이 화학적인 결합방식보다 높다고 보고하였는데, 본 연구에서도 0.2mm retention crystal을 사용하여 표면 처리한 C2군이 가장 높게 나타났으며, 다른 처리 군과 통계학적으로 유의한 차이를 나타냈다($p < 0.05$). 그러나 유지구슬을 이용한 방법은 구강 내 온도변화로 미세누출과 변색가능성이 있고 유지구슬의 두께에 의한 치아 순면을 추가적으로 삭제하여야 하는 단점을 지적할 수 있다.

샌드블라스팅에 관한 연구로 Mukai 등(1995)은 샌드블라스팅이 금속의 표면에 미세한 요철부위를 형성하여 레진의 접촉면적을 증가시키고 표면흡착성을 향상시키며, 동시에 금속의 표면을 순간적으로 용해시켜 금속산화물을 형성함으로써 화학적 결합에도 관여한다고 하였다. 하지만 샌드블라스팅 시 산화알루미늄의 입자크기가 결합력에 미치는 영향에 관한 보고는 상이하다. William과 Wiltshire (1986)에 의하면 110 μ m나 250 μ m로 분사한 경우의 결합력이 50 μ m로 처리한 경우보다 더 높은 결합강도를 보인다고 보고하였으나, 최와 방(1994)은 Ni-Cr 합금에서 입자크기가 결합력에 영향을 미치지 못한다고 하였으며, Peutzfeldt와 Asmussen(1988)은 Co-Cr 합금에서 산화알루미늄의 입자크기가 결합력에 영향을 미치지 못한다고 보고하였다. 그러나 본 연구에서는 250 μ m 산화알루미늄으로 샌드블라스팅 처리한 S250군이 50 μ m 산화알루미늄으로 샌드블라스

팅 처리한 S50군보다 높게 나타났으며, 통계학적으로 유의한 차이를 나타냈다($p < 0.05$).

2. 파절 양상

파절양상은 파절의 부위가 레진과 합금의 계면에서 발생하는 접착성 파절과 레진의 내부에서 발생하는 응집성 파절 및 복합파절로 분류할 수 있으며, 파절이 레진과 합금의 계면에서 발생하는 지 레진 내부에서 일어나는 지를 평가함으로써 결합실패를 분석할 수 있는 방법이다.

표면 처리된 시편에 Sinfony 간접복합레진을 적용한 금속-간접복합레진 수복물들을 전단응력에 의해 파절시킨 후 파절양상을 알아보기 위해 금속-간접복합레진의 파단면을 SEM과 EDS를

통해 분석한 결과를 Fig. 3, 4에 나타내었다.

SEM과 EDS 분석결과, 0.2mm retention crystal을 사용하여 표면 처리한 C2군과 110 μ m Rocatec™ system에 의해 표면 처리한 RC군은 레진 내의 파절선이 adhesive-opaque-body resin 층을 지나는 응집성 파절이 관찰되었고, 샌드블라스팅 처리한 S50군과 S250군, 그리고 10%의 H₂SO₄ 용액에서 5분간 산 처리한 HS군에서는 adhesive-opaque resin 층을 지나거나 opaque층 내에서 파절이 일어나는 복합파절이 관찰되었다. EDS를 통해 파절면의 성분 분석 결과, 탄소(C)의 중량비가 0.2mm retention crystal을 사용하여 표면 처리한 C2군에서 40.53wt%로 가장 높게 나타났으며, 110 μ m Rocatec™ system에 의해 표면 처리한 RC군(28.82 wt%), 10%의 H₂SO₄ 용액에서 5분간 산 처리한 HS군 (16.93 wt%), 250 μ m 산화알루미늄으로 샌드블라스팅 처리한 S250군 (13.62wt%), 50 μ m 산화알루미늄으로 샌드블라스팅 처리한 S50군(7.73wt%) 순으로 나타나, SEM과 EDS의 결과가 일치하는 것으로 나타났다.

본 연구결과 110 μ m Rocatec™ system과 250 μ m 산화알루미늄으로 샌드블라스팅 처리한 방법과 10%의 H₂SO₄ 용액에서 5분간 산 처리방법만으로는 0.2mm retention crystal 처리법의 결합강도를 재현할 수 없기 때문에 기계적 처리법과 화학적 처리법의 병용을 통한 해결방안을 모색해야 한다고 생각한다.

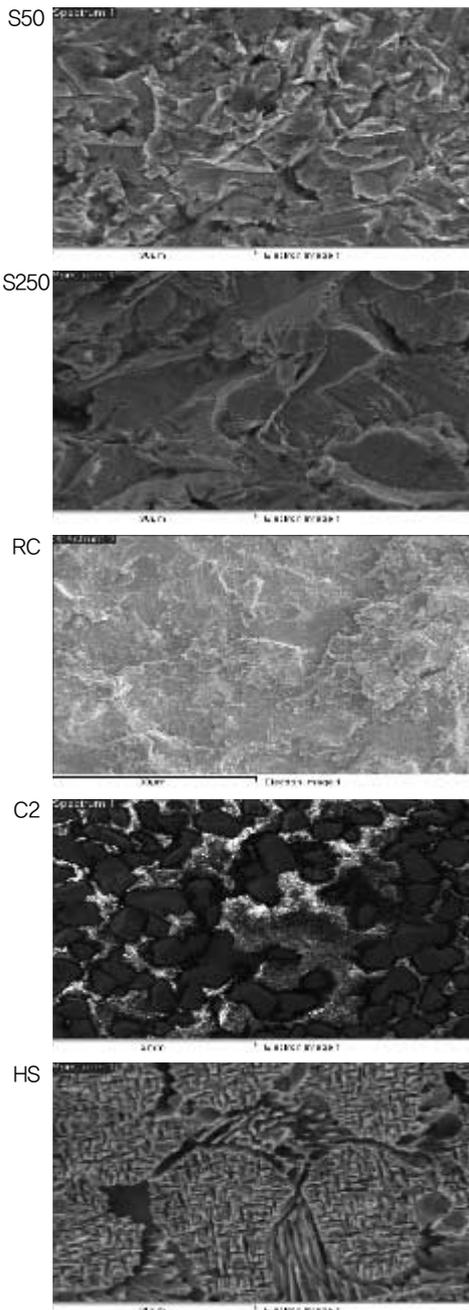


Fig. 3. SEM photomicrograph of debonded surface after shear bond test

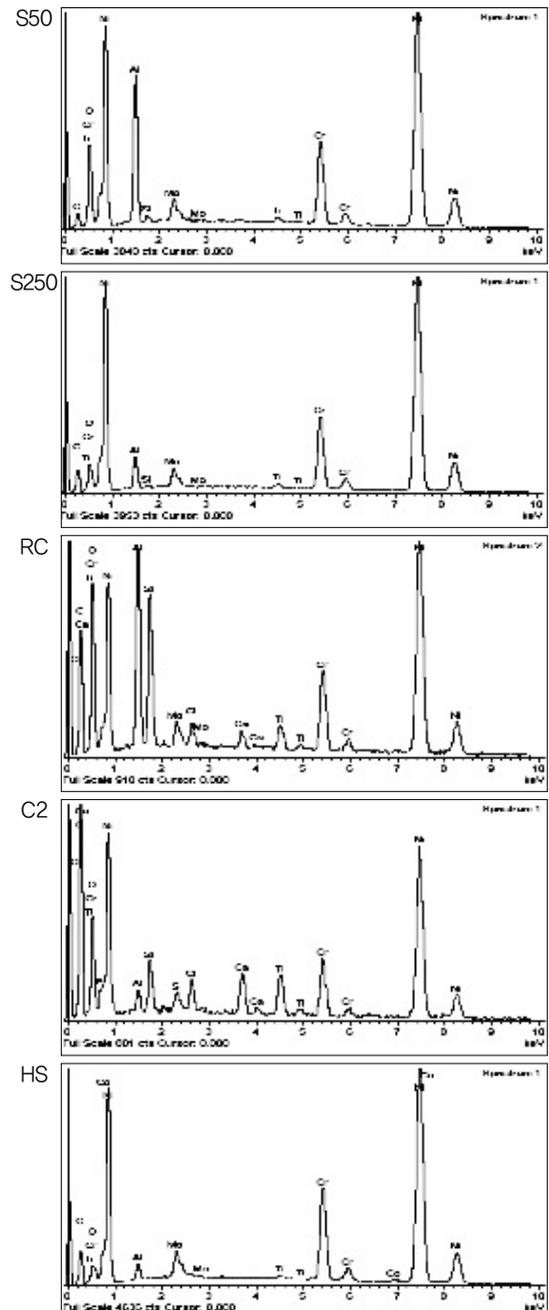


Fig. 4. EDS analysis of debonded surface after shear bond test

IV. 결 론

본 연구는 금속면의 표면처리방법에 의해 형성된 유지의 형상이 Sinfony 간접복합레진과 비귀금속합금간의 결합강도에 미치는 영향을 알아보려 하였다.

비귀금속합금은 Rexillum® III를 사용하였으며, 시편을

유지형상에 따라 50 μ m sandblasting군, 250 μ m sandblasting군, 0.2mm retention crystal군, 10% H₂SO₄ solution etching군, 110 μ m Rocatec™ Plus system 군으로 분류하고 Sinfony로 전장하여 총 50개의 금속-간접복합레진 시편을 제작하였다. 만능시험기를 이용하여 전단결합강도를 측정하였고, 파절양상을 분석하

기 위해 SEM과 EDS 분석을 한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 전단결합강도는 0.2mm retention crystal을 사용한 표면 처리방법에서 가장 높게 나타났다($p < 0.05$).
2. 샌드블라스팅 처리법에서는 250 μ m 산화알루미늄으로 샌드블라스팅 처리방법이 50 μ m 산화알루미늄으로 샌드블라스팅 처리방법보다 전단결합강도가 높게 나타났다($p < 0.05$).
3. 금속-간접복합레진의 파단면의 파절양상은 0.2mm retention crystal을 사용한 시편에서는 응집성 파절양상을 보였으며, 샌드블라스팅 처리한 시편과 산 처리한 시편, 그리고 110 μ m Rocatec™ system으로 표면 처리한 시편에서는 복합 파절 양상을 보였다.

참 고 문 헌

- 민병록. 표면처리방법이 간접복합수지와 금속간의 전단 결합강도에 미치는 영향. 부산가톨릭대학교보건과 학대학원 이학석사 학위논문, 2008.
- 최낙준, 방몽숙. 레진 전장관의 금속면 처리 방법이 레진 과 금속간 접착 강도에 미치는 영향. 대한치과보철 학회지. 32, 471, 1994.
- Barzilay I, Myers ML, Cooper LB, Graser GN. Mechanical and chemical retention of laboratory cured composite to metal surface. J Prosthet Dent, 59, 131-7, 1998.
- Cesar PF, Miranda WG, Braga RR. Influence of shade and storage time on the flexural strength, flexural modulus, and hardness of composites used for indirect restorations. J Prosthet Dent, 86, 89-96, 2001.
- Hudgins JL, Moon PC, Knap FJ. Particle-672 roughened resin-bonded retainers. J Prosthet Dent, 53, 471-61, 1985.
- Ishijima T, Caputo AA, Mito R. Adhesion of resin to casting alloys. J Prosthet Dent, 67, 445-9, 1992.
- Jones RM, Moore BK, Goodacre CJ, Munoz-Viveros CA. Microleakage and shear bond strength of resin and porcelain veneers bonded to cast alloys. J Prosthet Dent, 65, 221-8, 1991.
- Laufer BZ, Nicholls JI, Townsend JD. SiO_x-C coating: A composite-to-metal bonding mechanism. J Prosthet Dent, 60, 320-7, 1988.
- Lin TH, Chang HJ, Chung KH. Interfacial strengths of various alloy surface treatments for resin-bonded fixed partial dentures. J Prosthet Dent, 64, 158-62, 1990.
- Livaditis GJ, Thompson VP. Etched castings an improved retentive mechanism for resin-bonded retainers. J Prosthet Dent, 47, 52-58, 1982.
- NaBadalung DP, Powers JM, Connelly ME. Comparison of bond strengths of the denture base resins to treated nickel-chromium alloy. J Prosthet Dent, 80, 354-361, 1998.
- 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, 10-5, 1991.
- Matsumura H, Yanagida H, Tanoue N, Atsuta M, Shimoe S. Shear bond strength of resin composite veneering material to gold alloy with varying metal surface preparations. J Prosthet Dent, 86, 315-9, 2001.
- Mukai M, Fukui H, Hasegawa J. Relationship between sandblasting and composite resin-alloy bond strength by a silica coating. J Prosthet Dent, 74, 151, 1995.

- Peutzfeldt A, Asmussen E. Silicoating: Evaluation of a new method of bonding composite resin to metal. *Scand J Prosthet Dent*, 59, 568, 1988.
- Robin C, Scherrer SS, Wiskott HWA, Rijk WG, Belser UC. Weibull parameters of composite resin bond strengths to porcelain and noble alloy using the Rocatec system. *Dent Mater*, 18, 389-95, 2002.
- Setz J, Engel E. In vivo color stability of resin-veneered telescopic dentures: a double blind pilot study. *J Prosthet Dent*, 77, 486-91, 1997.
- Shue SL, Nicholls JI, Townsend JD. The effect of metal retentive designs on resin veneer retention. *J Prosthet Dent*, 58, 297-305, 1987.
- Watanabe I, Kurtz KS, Kabcenell JL, Okabe T. Effect of sandblasting and silicoating on bond strength of polymer-glass composite to cast titanium. *J Prosthet Dent*, 82, 462-7, 1999.
- William A, Wiltshire B. Tensile bond strengths of various alloy surface treatments for resin-bonded bridge. *Quint Dent Technol*, 10, 227, 1986.