



## 실란과 알칼리 처리가 두 니켈-크롬 합금과 아크릴 레진 간의 전단 결합강도에 미치는 영향

박광식<sup>1</sup>, 권태엽<sup>2,\*</sup>

<sup>1</sup>대구보건대학교 치기공과

<sup>2</sup>경북대학교 치의학전문대학원 치과생체재료학교실 및 경북대학교 생체재료연구소

### Effect of silane and alkali treatment on the shear bond strength between two Ni-Cr alloys and acrylic resin

*Kwang-Sig Park<sup>1</sup>, Tae-Yub Kwon<sup>2,\*</sup>*

<sup>1</sup>*Department of Dental Technology, Daegu Health College, Daegu, Korea*

<sup>2</sup>*Department of Dental Biomaterials, School of Dentistry and Institute for Biomaterials Research & Development, Kyungpook National University, Daegu, Korea*

Sufficient bonding between the framework of the cast alloy and the denture base resin is essential for the clinical success of removable partial dentures. In this study, we investigated whether the silane and alkali treatments improve the chemical bonding between two nickel-chromium alloys and acrylic resin and thus the shear bond strength. A silane solution was prepared using 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane. The alloy specimens were treated with silane and alkali, preparing four experimental groups: untreated (UT), silane treated (ST), alkali treated (AT), and alkali/silane treated (AST) groups. In addition, the contact angles and surface roughness of the alloy surfaces of the four groups were measured. The acrylic resin was bonded to the alloy specimens, and then the resin was polymerized to form a bonded specimen. After measuring the shear bond strength, the failure modes were examined using scanning electron microscopy. Results for all groups were analyzed using two-way ANOVA followed by Tukey's multiple comparison test at a significance level of 0.05. The statistical analysis showed no significant differences in Ra value for all groups ( $p > .05$ ). In the two alloys, the contact angle of the AT group was significantly lower than that of the other groups ( $p < .05$ ), and that of the AST group was significantly higher than that of the ST group ( $p < .05$ ). In both alloys, the ST and AST groups showed the higher shear bond strengths ( $p < .05$ ), while the UT and AT groups showed the lower values. The UT and AT groups showed complete adhesive failure at the fractured surfaces. In this study, the silane treatment was effective to improve the shear bond strength, but the alkali treatment did not show any significant effect.

**Key words:** Alkali, Acrylic resin, Ni-Cr alloy, Shear bond strength, Silane

Kwang-Sig Park (ORCID: 0000-0002-3215-3031)

Correspondence: Tae-Yub Kwon (ORCID ID: 0000-0002-9998-3099)  
2177 Dalgubeol-daero, Jung-gu, Daegu 41940, Republic of Korea  
Affiliation: Department of Dental Biomaterials, School of Dentistry,  
Kyungpook National University, Daegu, Republic of Korea  
Tel +82-53-660-6891, Fax: +82-53-422-9631  
E-mail: tykwon@knu.ac.kr

Received: Nov. 09, 2019; Revised: Nov. 12, 2019; Accepted: Nov. 12, 2019

## 서론

가철성 국소의치의 임상적 성공을 위해서는 주조 합금의 골격(framework)과 의치상용 레진 사이에 충분한 결합이 필수적이다. 금속-레진 계면의 접착 불량은 미세누출과 잠재적인 접착의 파괴를 초래하며, 미세누출은 변색과 얼룩, 미생물의 축적을 야기할 수 있다(1). 의치상용 레진과 가철성 국소의치 금속 골격 사이의 강력하고 안정적인 결합은 기계적, 화학적, 열적 응력의 조합을 견디어내야 하는 수복물의 심미적 외관과 임상적 수명에 큰 영향을 미친다(1, 2). 따라서, 의치상용 레진과 금속 골격 사이에 강력하고 안정적인 결합을 달성하는 효과적인 방법을 고안하는 것이 필요하다.

의치상용 레진을 가철성 국소의치의 금속 골격에 부착시키는 종래의 방법은 루프, 메시, 비드 및 피니시 라인을 포함하며, 이는 거시적인 수준에서 기계적 유지를 위한 하부 구조를 제공한다. 여러 이전 연구들(3-5)은 아크릴 수지와 합금 사이의 결합강도를 향상시키기 위하여 미세기계적인 하부 구조를 형성하는 화학적 부식 방법을 보고하였다. Zurasky와 Duke(6)는 전기화학적으로 부식된 금속 합금 및 폴리메틸메타크릴레이트(PMMA) 수지가 비드 유지를 사용하는 것보다 3.5배 더 강한 결합을 나타내었고 결합의 본질이 완전히 기계적인 것이라고 보고하였다. 다른 연구들(7-9)은 레진과 합금 사이의 결합강도를 향상시키기 위해 합금 표면에 샌드블라스팅 처리를 제안하였다. 수지와 샌드블라스팅된 합금의 결합강도는 화학적 에칭법보다 강한 것으로 나타났다(7, 8). 하지만 이러한 연구에서 표면처리 방법은 레진 및 합금 표면의 기계적 결합에 의존하는데, 이는 화학적 결합 시스템보다 열적 변화에 더 큰 영향을 받았다(9, 10). 또한 실험실 연구 및 임상 데이터는 기계적 결합 시스템이 비교적 약한 금속-레진 결합만을 형성할 수 있음을 보여주었다. 또한 주조 합금에 대한 레진의 결합을 향상시키는 몇 가지 화학적 방법들(접착성 시멘트(11), 접착성 레진(2), 접착성 프라이머(12), 로카텍(13-15), 실리코터(13, 16), 실라노펜(17), 그 밖의 접착 촉진제)이 개발되었다. 이들은 현재 레진과 금속 골격 사이의 화학적 결합에 이용 가능하지만, 주요 단점은 도재 결합과 비교할 때 낮은 결합강도를 보인다는 것이다(18).

고무, 레진, 플라스틱과 같은 유기재료와 금속, 유리 섬유 또는 충전재와 같은 무기재료의 결합을 향상시키는데 있어서 실란 커플링제(이하 실란)의 사용은 치과 문헌에서 이미 광범위하게 보고되었다(19, 20). 실란 용액으로 복합 레진을 치과용 도재에 접착시키는 시스템은 강하고 확실한 결합을 생성하였다(21). 실란은 충전재 표면을 개질하고 충전재 기질을 레진 기질에 단단히 결합시키기 위해 수복용 복합 레진에서 충전재의 표면 처리제로서 사용된다(22). 이들 실란은 수지와 공중합할 수 있는 유기 작용기(비닐, 알킬, 아미노기 등)를 가지며, 가수분해된 후 금속 또는 합금과 같은 무기 기질의 표면 수산기와 반응할 수 있는 3개의 알콕시기(일반적으로 메톡시, 에톡시 또는 아세톡시기)를 갖는다.

화학적 결합에 필요한 수산기는 티타늄, 크롬 및 몰리브덴 표면에서 발견되며 얇은 산화층에 존재하며 알칼리 처리 시 더 효과적으로 생성될 수 있다(23). 합금 표면의 수산기는 합금-수지 결합에 중요한 역할을 하는데, 이는 활성 수산기가 실란과 합금의 결합에서 화학 반응이 시작되는 부분이기 때문이다. 수산기에 대한 다른 연구(24)에서 티타늄과 축성 레진 사이의 결합에 대한 표면 산화의 영향이 보고되었다. Kikuchi 등(25)은 600°C로 가열된 티타늄에서 수산기가 가장 많으며 축성 수지와 가장 강한 결합을 형성한다고 보고하였다. 따라서, 금속 표면의 수산기의 존재는 금속과 레진의 결합에 확실히 유리하다. 본 연구에서는 니켈-크롬 합금과 아크릴 수지 사이의 결합에서 실란 및 알칼리 처리가 화학적 결합을 향상시켜 전단 결합강도를 향상시키는지 알아보았다.

## 재료 및 방법

### 1. 주조 시편 제작

전단 결합강도 시험을 위한 원기둥 형태의 왁스 패턴(직경 3.5 mm, 높이 45 mm)과 접촉각 및 표면 거칠기 시험을 위한 판상의 왁스 패턴(폭 10 mm, 길이 15 mm 및 두께 1 mm)을 실리콘 몰드를 이용하여 제작하였다. 모든 왁스 패턴은 인산염계 매몰제(BC 700, Bukwang, Busan, Korea)

에 매몰 후 두 가지 주조용 니켈-크롬 합금(Table 1)을 제조자의 지시에 따라 원심 주조하였다. 주조체의 표면은 110  $\mu\text{m}$  알루미나 입자로 샌드블라스팅하여 깨끗이 하였다.

전단 결합강도용 합금 시편은 직경 3.5 mm 및 높이 10 mm의 최종 크기로 절단하여 준비하였고, 접촉각 및 표면 거칠기 측정용 시편은 폭 10 mm, 길이 10 mm 및 두께 1 mm로 절단하여 마무리하였다. 모든 시편은 최종적으로 2,000번 연마지로 연마한 후 아세톤과 증류수 내에서 각각 10분간 초음파 세척하여 최종적으로 실온에서 건조하였다.

## 2. 표면 처리

실란 커플링제로는 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPS, Sigma-Aldrich, Steinheim, Germany)를 사용하였다. 10 ml 증류수 및 90 ml 메탄올을 함유하는 용액에 2 ml MPS를 첨가하여 실란 용액을 제조하였고, 1 M 아세트산을 사용하여 pH를 3.6으로 조정된 후 실온에서 24시간 안정화시켰다.

10개의 시편을 25 mL의 실란 용액에 분산시켰다. 이때 시편을 600 rpm으로 실온에서 5시간 자기 막대를 사용하여 교반하였다. 표면으로부터 잉여 실란 용액을 제거하기 위해, 시편을 증류수로 3회 세척한 다음 100°C에서 2시간 건조하였다.

알칼리 처리를 위하여, 시편을 20 mL의 10 M 수산화나트륨(NaOH)에 넣어 60°C에서 24시간 처리한 후, 증류수를 사용하여 세척하고 60°C에서 3시간 건조하였다. 알칼리 처리 후 일부 시편(AST군)에는 실란을 처리하였다. 4개의 군은 미처리(UT)군, 실란 처리(ST)군, 알칼리 처리(AT) 군, 알칼리 및 실란 처리(AST)군으로 명명되었다.

## 3. 표면 특성 분석

증류수(0.6  $\mu\text{L}$ )를 이용하여 실온에서 접촉각을 측정하여 시편 표면의 습윤성을 평가하였다. 접촉각 시스템(OCA 15 plus; Dataphysics Instruments, Filderstadt, Germany)을 SCA 20 소프트웨어(Dataphysics Instruments)와 함께 사용하였다(n=5). 초순수 증류수를 시편 표면에 떨어뜨린 후 10초 내에 물방울의 상을 포착하여 접촉각을 계산하였다.

표면 거칠기는 각 군의 5개 시편의 3개 부위에 대하여 거칠기 측정기(Surfest SV-400, Mitutoyo Instrument, Tokyo, Japan)로 Ra를 측정하였다.

## 4. 전단 결합강도 측정

금속 시편에 결합시킬 레진으로는 열경화성 아크릴 레진(Vertex, Vertex Dental B.V., Zeist, The Netherlands)을 사용하였다. 합금 시편을 몰드에 넣은 후, 제조업체의 지침에 따라 혼합된 레진을 몰드의 나머지 부분에 넣어 합금과 결합하도록 하였다. 합금과 레진이 들어있는 몰드를 100°C로 유지된 수조에서 30분간 처리하여 레진을 중합시켰고, 중합 후 몰드를 공기 중에서 1시간 냉각시켰다.

아크릴 레진에 대한 합금의 전단 결합강도는 만능시험기(3343, Instron, Canton, OH, USA)를 사용하여 1.0mm/분의 크로스헤드 속도로 측정하였다. 파단 하중(N)을 결합 면적으로 나누어 전단 결합강도를 MPa 단위로 계산하였다. 결합 파괴 모드를 평가하기 위해 25배 배율로 주사 전자현미경(SEM, JSM-6700, JEOL, Tokyo, Japan)으로 검사하였다. 파단 모드는 금속 표면에 잔류하는 수지 재료의 백분율을 결정한 후, 접착성(adhesive), 응집성(cohesive) 또는 이들의 조합으로 분류하였다. 또한 AST군 시편 표면의 특정 부위에

**Table 1.** Composition of the two Ni-Cr alloys used

| Brand name                | Manufacturer                         | Lot No. | Composition (wt%)*   |
|---------------------------|--------------------------------------|---------|--|
| Ticonium-Premium 100 hard | Ticonium Co., Albany, NY, USA        | 102307  | Ni (63.0), Cr (16.0), Co (8.0), Mo (5.0), Mn (3.5), Al (3.0), Be (1.5)     |
| Neocast-S                 | Neodontics Inc., Sun Valley, ID, USA | 7236    | Ni (77.0), Cr (14.0), Co (0.3), Mo (5.0), Be (1.7), Ti (0.3), others (1.7) |

\* According to the information provided by the manufacturers.

대하여 고배율 주사 전자현미경 사진을 촬영 후 에너지분산형 분광분석법(EDS)로 검사하여 기본 조성을 분석하였다.

## 5. 통계 분석

모든 통계 분석은 Windows용 SPSS 17.0(SPSS, Chicago, IL, USA)을 사용하여 수행하였다. 모든 군에 대한 결과는 이원 분산분석을 이용하여 분석한 다음 0.05의 유의 수준에서 Tukey의 다중 비교 테스트를 수행하였다.

## 결 과

네 실험군에 대한 표면 거칠기 결과는 Table 2에 제시되어 있다. UT군의 표면 거칠기는 평균 18 nm, ST군은 20 nm, AT군은 22~26 nm, AST군은 18~20 nm이었다. AT군에서 다른 군보다 높은 표면 거칠기를 보였으나, 통계 분석 결과 모든 군에 대하여 또한 두 합금 사이에 Ra 값에 유의한 차이는 없었다( $p > .05$ ).

접촉각 결과는 Table 3에 요약되어 있다. 두 합금에서 AT군은 다른 군에 비해 접촉각이 유의하게 낮았고( $p < .05$ ), AST군은 ST군보다 접촉각이 유의하게 높았다( $p < .05$ ). 두 합금 사이에는 각 표면 처리 내에서 접촉각의 유의한 차이가 없었다( $p > .05$ ).

Table 4는 네 군에 대한 전단 결합강도 결과를 요약한 것이다. 두 합금 모두에서 ST군이 가장 높은 전단 결합강도

를 보였다( $p < .05$ ). 그 다음으로 높은 전단 결합강도를 보인 군은 AST군이었다( $p < .05$ ). UT군과 AT군은 두 합금 모두에서 낮은 전단 결합강도를 나타내었다. ST군에서 Ticonium-Premium 100 Hard 합금의 경우 Neocast-S 합금보다 유의하게 높은 전단 결합강도를 보였다( $p < .05$ ).

Figure 1은 전단 결합강도를 측정된 후의 합금 표면을 주사 전자현미경으로 관찰한 것이다. UT군과 AT군의 경우 파절된 합금의 표면에서 완전한 접착성 파괴를 나타내었다(Figure 1(a) and (c)). 반면 ST군과 AST군의 경우 접착성/응집성 파괴의 혼합 양상을 보이는 것을 알 수 있었다(Figure 1(b) and (d)).

Figure 2는 AST군 시편의 특정 부위에 대한 고배율 주사 전자현미경 사진과 EDS 분석 결과를 나타낸 것이다. 두 사진 모두 혼합 파괴의 양상을 보여주고 있고, 사진의 A와 B 영역은 파절 후 잔존한 아크릴 레진의 존재를 나타내며 이는 EDS 분석 결과에서 많은 탄소의 존재로(특히 A) 명확하게 보인다. 또한 사진의 C 영역은 파절 후에 노출된 금속의 존재를 나타내며, EDS 결과에서 탄소의 양이 적게 나타났다. A와 B 영역 사이에 실리콘 양의 차이는 크지 않았다.

## 고 찰

본 연구에서는 니켈-크롬 합금과 아크릴 레진 사이의 전단 결합강도에 미치는 합금의 화학적인 표면 처리의 효과를 평가하였다. 미처리군과 표면처리군들 사이에서 표면 거칠

**Table 2.** Results (mean  $\pm$  SD) of surface roughness (Ra in nm)

| Group                          | Ticonium-Premium 100 Hard | Neocast-S    | Group comparison <sup>*</sup> |
|--------------------------------|---------------------------|--------------|-------------------------------|
| Untreated (UT)                 | 18 $\pm$ 8,3              | 18 $\pm$ 4,5 | a                             |
| Silane-treated (ST)            | 20 $\pm$ 7,1              | 20 $\pm$ 7,1 | a                             |
| Alkali-treated (AT)            | 22 $\pm$ 8,4              | 26 $\pm$ 5,5 | a                             |
| Alkali/silane-treated (AST)    | 18 $\pm$ 10,1             | 20 $\pm$ 7,1 | a                             |
| Group comparison <sup>**</sup> | A                         | A            |                               |

<sup>\*</sup> Same lowercase letter indicates no significant differences ( $p > .05$ ).

<sup>\*\*</sup> Same uppercase letter indicates no significant differences ( $p > .05$ ).

기의 유의한 차이는 발견되지 않았고(Table 2), 모든 그룹에 대한 표면 거칠기는 매우 낮았다(18-26 nm). 많은 이전의 연구들(3-9)에서, 금속 표면의 기계적 거칠기는 금속-수지 결합 강도를 증가시켰다. 본 연구에서는 미세기계적인 결합을 최소화하고 화학적 결합에 대한 결과를 도출하고자 하였기 때문에, 모든 군에서 전단 결합강도 값은 낮은 편이었다(Table 4).

수복 치과학에서, 실란은 복합 레진의 충전재 표면을 개질하여 레진 기질과 결합시키기 위한 커플링제로 사용된다(26). 알콕시 그룹은 알코올 용액 내에서 산과 반응하여 실라놀기(-Si-OH)를 형성한다. 다음 단계에서 실란 분자는 금속 수산화물의 실라놀기와 OH기 사이에서 형성된 수소 결합을 통해 금속 표면에 흡착된다. 건조 시 Si-O-M(M=금속) 및 Si-O-Si 공유 결합이 계면에 형성되어 금속 기질에 실란이 결합함으로써 최종적으로 소수성을 가지는 금속 표면을 만든다(27).

금속-레진 결합 시스템을 위한 실란 처리는 3가지 유형으로 분류될 수 있다. 첫 번째 유형의 변형 기술에는 열화학 실리카 코팅 시스템(Siloc or Silicoater, Heraeus Kulzer,

Wehrheim, Germany)(13, 16, 17)이 있으며, 두 번째 유형에는 마찰화학적(tribochemical) 실리카 코팅 시스템(Rocatec, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA)(13-15)이 포함된다. 이러한 표면 개질은 금속 상에 규화된(silicified) 층을 생성한다. 따라서 실리카로 코팅된 표면은 MPS 용액으로 실란 화되며, 복합 레진 또는 아크릴 레진이 그 위에서 경화된다(28). 이러한 기술의 사용은 광범위한 금속 유형에 적용하기에 적합하지만, 실제 과정은 매우 복잡하고 따라서 많은 인자들이 관여하게 된다. 프라이머를 금속에 적용하는 세 번째 유형도 유용성이 있다(12). 실란 용액을 사용하는 임상적용에서 레진의 경화는 실온에서 몇 분 내에 일어나므로, 프라이머의 사용은 3가지 유형의 방법 중 가장 단순하며 임상에서 쉽게 사용할 수 있다. 하지만 모든 유형의 치과용 합금에 금속 프라이머가 항상 사용 가능한 것은 아니다. 또한 금속 프라이머의 적용 시간이 짧기 때문에 치과용 금속 합금과 치과용 레진 사이의 안정적인 결합이 불충분하게 이루어질 수 있다(29). 기공소에서 이러한 프라이머를 사용하는 경우 결합 강도를 증가시키기 위해 적용 시간이 연장될 수 있다.

본 연구에서, 가철성 국소의치용 합금은 실란 용액(ST

**Table 3.** Results (mean ± SD) of contact angle (degrees) measurements

| Group                       | Ticonium-Premium 100 Hard    | Neocast-S                 |
|-----------------------------|------------------------------|---------------------------|
| Untreated (UT)              | 73.1 ± 2.5 <sup>1*,a**</sup> | 70.7 ± 2.1 <sup>1,a</sup> |
| Silane-treated (ST)         | 61.0 ± 4.3 <sup>2,a</sup>    | 57.9 ± 1.3 <sup>2,a</sup> |
| Alkali-treated (AT)         | 20.7 ± 3.1 <sup>3,a</sup>    | 24.4 ± 5.3 <sup>3,a</sup> |
| Alkali/silane-treated (AST) | 74.7 ± 5.5 <sup>1,a</sup>    | 74.5 ± 5.5 <sup>1,a</sup> |

<sup>\*</sup>Different superscript numbers indicate significant differences between surface treatment groups within each alloy (p<.05).

<sup>\*\*</sup>Different superscript lowercase letters indicate significant difference between alloys within each surface treatment (p<.05).

**Table 4.** Results (mean ± SD) of shear bond strength test

| Group                       | Ticonium-Premium 100 Hard   | Neocast-S                | Failure mode |
|-----------------------------|-----------------------------|--------------------------|--------------|
| Untreated (UT)              | 0.5 ± 0.2 <sup>1*,a**</sup> | 0.4 ± 0.2 <sup>1,a</sup> | Adhesive     |
| Silane-treated (ST)         | 10.1 ± 3.4 <sup>3,a</sup>   | 6.8 ± 1.1 <sup>3,b</sup> | Combination  |
| Alkali-treated (AT)         | 1.1 ± 0.7 <sup>1,a</sup>    | 1.1 ± 0.5 <sup>1,a</sup> | Adhesive     |
| Alkali/silane-treated (AST) | 5.8 ± 1.6 <sup>2,a</sup>    | 5.5 ± 1.6 <sup>2,a</sup> | Combination  |

<sup>\*</sup>Different superscript number indicates significant differences between surface treatment within each alloy (p<.05).

<sup>\*\*</sup>Different superscript lowercase letter indicates significant difference between alloys within each surface treatment (p<.05).

및 AST군)에서 오랜 시간 동안 처리되어 합금 표면과 실란 사이에 안정적인 결합을 형성한 것으로 보인다. 또한 알칼리 처리(및 AST군)은 니켈-크롬 합금 표면에 많은 수산기를 생성시킨 것으로 보인다. 니켈-크롬 합금의 알칼리 처리 동안, 합금 표면의 산화가 진행되었고 습윤성을 증가시키기 위해 더 많은 수산기가 생성되어 접촉각이 감소하였다 (Table 3). 실란 처리(ST군)는 접촉각을 60° 정도로 증가시켰고, 알칼리 처리 후 실란을 처리하면(AST군) 상에 접촉각을 74° 이상으로 증가시켰다. AST군에서 접촉각의 증가는 MPS 분자의 알킬 사슬의 존재에 기인하며, 이는 합금 표면에서 보다 소수성인 특성을 부여한다.

합금 표면 상에서 수산기의 농도가 증가하면 수산기와 결합하는 MPS 분자 단위의 수가 증가하여, 금속-레진 계면의 전단 결합강도는 표면 산화막 상의 수산기 농도가 증가함에 따라 증가한다(30). 그럼에도 불구하고, 본 연구에서 AST 그룹의 경우 수산기 증가에 따른 MPS 분자의 증가는 합금-레진 계면의 전단 결합강도에 영향을 미치지 않았다(Table 4). 이는 본 연구에서 사용한, 실란 처리 후의 건조 온도 또는 시간에 기인하는 결과일 수 있다. 도재와 레진 결합 시스템에 대한 Hossmand 등(31)의 연구에서, 결합 강도는 합금의 처리 방법(가열 포함)에 민감한 것으로 밝혀졌다. Arkles(32)는 50~120°C의 건조 온도에서 4~12시간의 건조 시간이 금속 표면에 실란이 충분히 결합하는데 필요하다고 하였다. 실란 처리 후 건조 온도 또는 시간이 충분히 높거나 길지 않은 경우, 안정적인 공유 결합이 형성되지 않을 수 있고, 충분한 공유 결합이 형성되지 않으면, 실란 처리된 표면의 결합강도가 낮아질 수 있다. 따라서, AST 조건에서 니켈-크롬 합금과 아크릴 레진 간의 결합 내구성을 향상시키기 위한 추가적인 연구가 필요하다.

미처리군(UT군)과 알칼리 처리군(AT군)에서 파절 후의 금속 표면이 보여주는 주사 전자현미경 사진(Figure 1)은 이들 군이 아크릴 수지를 결합시키는데 부적절한 표면임을 보여주었다. 반면 실란 처리군(ST군과 AST군)의 파절 유형은 실란의 적용을 통해 합금과 아크릴 레진 사이에 더 강한 결합이 확립되었음을 나타낸다. EDS 분석(Figure 2)에서도, 전단 결합 시험 후 실란의 실리콘 원소 성분이 파괴된 레진 부분에서 발견되었다. 합금 표면(C 부분)에서 수행된 원소 분석은 탄소 및 산소의 농도가 감소하고 각 합금 성분의

농도가 증가하여 합금 표면에 실란이 존재하지 않음을 나타내었다. 따라서 실란과 금속 사이의 결합이 전체 결합 강도를 향상시키는 데 중요한 요소일 뿐만 아니라, 실란과 레진 사이의 결합도 중요한 것으로 생각된다.

실란 처리는 기술적으로 매우 예민하여(32, 33), 많은 인자들(pH, 용매의 존재, 건조 온도 및 시간 등)이 실란 분자가 금속 기질에 흡수, 응축되거나 상호작용하는데 영향을 미칠 수 있다. 따라서, 금속-레진의 결합 및 실란의 안정성을 향상시키기 위해 추가적인 연구가 수행되어야 한다. 또한 향후 동일한 시험을 코발트-크롬 합금에 수행하여 합금의 실란과 알칼리 처리가 레진의 결합을 향상시키는지 연구가 필요하다.

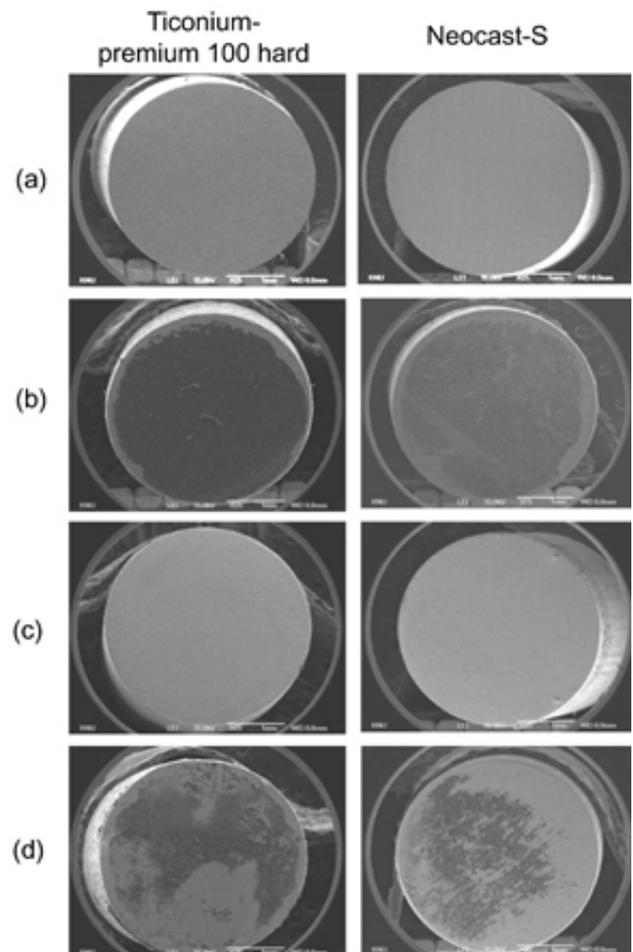
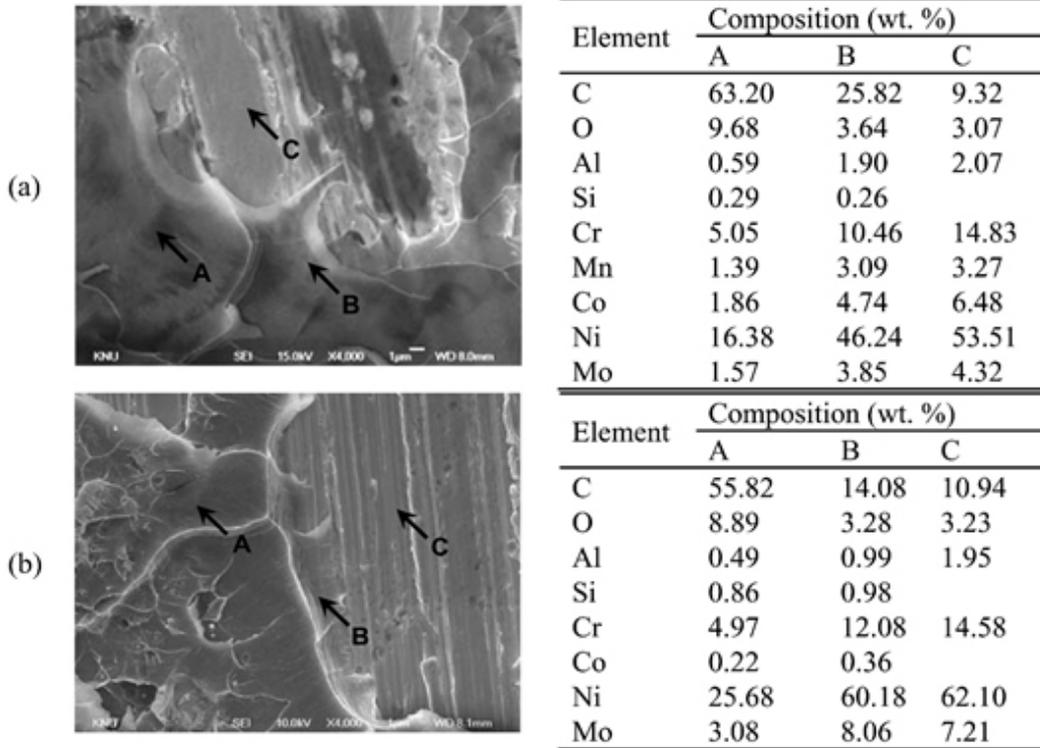


Figure 1. SEM images of the alloy surfaces after debonding: (a) UT, (b) ST, (c) AT, and (d) AST groups.



**Figure 2.** SEM images of the alloys of the AST group after debonding and corresponding EDS results: (a) Ticonium-Premium 100 Hard and (b) Neocast-S.

## 결론

니켈-크롬 합금과 아크릴 수지 사이의 결합에서 실란 및 알칼리 처리가 화학적 결합을 향상시켜 전단 결합강도를 향상시키는지 알아보았다. 본 연구에서 실란 처리는 전단 결합강도를 향상시키는데 효과적이었으나, 알칼리 처리는 뚜렷한 효과를 보이지 않았다.

## 사사

본 연구는 2019년도 중소벤처기업부의 기술개발사업 지원에 의한 연구임(S2741584).

## 참고문헌

1. Zalkind M, Slavik J, Raviv E, Stern N. Bond strength of photocured composite resin facings: clinical versus laboratory procedures. *J Oral Rehabil* 1998;25:694-8.
2. Ishijima T, Caputo AA, Mito R. Adhesion of resin to casting alloys. *J Prosthet Dent* 1992;67:445-9.
3. Livaditis GJ. A chemical etching system for creating micromechanical retention in resin-bonded retainers. *J Prosthet Dent* 1986;56:181-8.
4. Doukoudakis A, Cohen B, Tsoutsos A. A new chemical method for etching metal frameworks of the acid-etched prosthesis. *J Prosthet Dent* 1987;58:421-3.
5. Krueger GE, Diaz-Arnold AM, Aquilino SA, Scandrett FR. A comparison of electrolytic and chemical etch systems on the resin-to-metal tensile bond strength.

- J Prosthet Dent 1990;64:610-7.
6. Zurasky JE, Duke ES. Improved adhesion of denture acrylic resins to base metal alloys. J Prosthet Dent 1987;57:520-4.
  7. Tanaka T, Nagata K, Takeyama M, Atsuta M, Nakabayashi N, Masuhara E. 4-META opaque resin—a new resin strongly adhesive to nickel-chromium alloy. J Dent Res 1981;60:1697-706.
  8. Re GJ, Kaiser DA, Malone WF, Garcia-Godoy F. Shear bond strengths and scanning electron microscope evaluation of three different retentive methods for resin-bonded retainers. J Prosthet Dent 1988;59:568-73.
  9. Mudford L, Curtis RV, Walter JD. An investigation of debonding between heat-cured PMMA and titanium alloy (Ti-6Al-4V). J Dent 1997;25:415-21.
  10. Koizumi H, Furuchi M, Tanoue N, Yanagida H, Yoneyama T, Matsumura H. Bond strength to primed Ti-6Al-7Nb alloy of two acrylic resin adhesives. Dent Mater J 2006;25:286-90.
  11. Atta MO, Smith BG, Brown D. Bond strengths of three chemical adhesive cements adhered to a nickel-chromium alloy for direct bonded retainers. J Prosthet Dent 1990;63:137-43.
  12. Seimenis I, Sarafianou A, Papadopoulou H, Papadopoulos T. Shear bond strength of three veneering resins to a Ni-Cr alloy using two bonding procedures. J Oral Rehabil 2006;33:600-8.
  13. Akişli, I., Özcan M, Nergiz I. Resistance of core materials against torsional forces on differently conditioned titanium posts. J Prosthet Dent 2002;88:367-74.
  14. Kim JY, Pfeiffer P, Niedermeier W. Effect of laboratory procedures and thermocycling on the shear bond strength of resin-metal bonding systems. J Prosthet Dent 2003;90:184-9.
  15. Shimoe S, Tanoue N, Yanagida H, Atsuta M, Koizumi H, Matsumura H. Comparative strength of metal-ceramic and metal-composite bonds after extended thermocycling. J Oral Rehabil 2004;31: 689-94.
  16. Vojvodic D, Jerolimov V, Celebic A, Catovic A. Bond strengths of silicoated and acrylic resin bonding systems to metal. J Prosthet Dent 1999;81:1-6.
  17. Janda R, Roulet JF, Wulf M, Tiller HJ. A new adhesive technology for all-ceramics. Dent Mater 2003;19:567-73.
  18. Petridis H, Garefis P, Hirayama H, Kafantaris NM, Koidis PT. Bonding indirect resin composites to metal: Part 1. Comparison of shear bond strengths between different metal-resin bonding systems and a metal-ceramic system. Int J Prosthodont 2003;16:635-9.
  19. Park DR, Yu SH, Bae JM, Oh SH. The Effect of Silane Coupling Agents on the Reinforcement of Repairing Denture. Kor J Dent Mater 2012;39(3):215-23
  20. Kupiec KA, Wuertz KM, Barkmeier WW, Wilwerding TM. Evaluation of porcelain surface treatments and agents for composite-to-porcelain repair. J Prosthet Dent 1996;76:119-24.
  21. Diaz-Arnold AM, Schneider RL, Aquilino SA. Bond strengths of intraoral porcelain repair materials. J Prosthet Dent 1989;61:305-9.
  22. Yoshida K, Taira Y, Atsuta M. Properties of opaque resin composite containing coated and silanized titanium dioxide. J Dent Res 2001;80:864-8.
  23. Kikuchi T. Clinical application of resin facing titanium crown by the non-retention method - Analysis of hydroxyl volume on the surface of titanium on bonding strength. J Dent Sci Ohu University 2000;27:21-31.
  24. Taira Y, Yanagida H, Matsumura H, Yoshida K, Atsuta M, Suzuki S. Adhesive bonding of titanium with a thione-phosphate dual functional primer and self-curing luting agents. Eur J Oral Sci 2000;108:456-60.
  25. Kikuchi T, Yoshida N, Shimakura M, Ohtani M, Nemoto T, Yokobori M. The clinical application of resin facing

- titanium crown by non-retention method. The influence of heating time on the bond strength. *J Jpn Prosthodont Soc* 1997;41:481-8.
26. Hooshmand T, Daw R, van Noort R, Short RD. XPS analysis of the surface of leucite-reinforced feldspathic ceramics. *Dent Mater* 2001;17:1-6.
  27. Zhu D, van Ooij WJ. Corrosion protection of AA 2024-T3 by bis-[3-(triethoxysilyl)propyl]tetrasulfide in sodium chloride solution.: Part 2: mechanism for corrosion protection. *Corr Sci* 2003;45:2177-97.
  28. Özcan M, Pfeiffer P, Nergiz I. A brief history and current status of metal-and ceramic surface-conditioning concepts for resin bonding in dentistry. *Quintessence Int* 1998;29:713-24.
  29. Yanagida H, Tanoue N, Ide T, Matsumura H. Evaluation of two dual-functional primers and a tribochemical surface modification system applied to the bonding of an indirect composite resin to metals. *Odontology* 2009;97:103-8.
  30. Sakamoto H, Hirohashi Y, Saito H, Doi H, Tsutsumi Y, Suzuki Y, Noda K, Hanawa T. Effect of active hydroxyl groups on the interfacial bond strength of titanium with segmented polyurethane through gamma-mercapto propyl trimethoxysilane. *Dent Mater J* 2008;27:81-92.
  31. Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater* 2002;18:179-88.
  32. Arkles B. Silicone esters. In: Kirk-Othmer, editor. *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*. Fourth Edition Ed.: John Wiley & Sons, Inc.; 1997.
  33. Liu Q, Ding J, Chambers DE, Debnath S, Wunder SL, Baran GR. Filler-coupling agent-matrix interactions in silica/polymethylmethacrylate composites. *J Biomed Mater Res* 2001;57:384-93.

## 실란과 알칼리 처리가 두 니켈-크롬 합금과 아크릴 레진 간의 전단 결합강도에 미치는 영향

박광식<sup>1</sup>, 권태엽<sup>2,\*</sup>

<sup>1</sup>대구보건대학교 치기공과

<sup>2</sup>경북대학교 치의학전문대학원 치과생체재료학교실 및 경북대학교 생체재료연구소

가철성 국소의치의 임상적 성공을 위해서는 주조 합금의 골격과 의치상용 레진 사이에 충분한 결합이 필수적이다. 본 연구에서는 니켈-크롬 합금과 아크릴 수지 사이의 결합에서 실란 및 알칼리 처리가 화학적 결합을 향상시켜 전단 결합강도를 향상시키는지 알아보았다. 전단 결합강도용 합금 시편은 직경 3.5 mm 및 높이 10 mm의 최종 크기로 준비하였고, 접촉각 및 표면 거칠기 측정용 시편은 폭 10 mm, 길이 10 mm 및 두께 1 mm로 만들었다. 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane를 사용하여 실란 용액을 만들었다. 시편을 실란 및 알칼리 처리하여 4개의 군을 미처리(UT)군, 실란 처리(ST)군, 알칼리 처리(AT)군, 알칼리 및 실란 처리(AST)군으로 명명하였다. 또한 표면에 대하여 접촉각과 표면 거칠기를 측정하였다. 합금 시편에 혼합된 아크릴 레진을 결합시킨 다음 레진을 중합시켜 결합 시편을 만들었고, 전단 결합강도를 측정한 후 파절편을 주사 전자현미경으로 관찰하였다. 모든 군에 대한 결과는 이원 분산분석을 이용하여 분석한 다음 0.05의 유의 수준에서 Tukey의 다중 비교 테스트를 수행하였다. 통계 분석 결과 모든 군에 대하여 Ra 값에 유의한 차이는 없었다( $p > .05$ ). 두 합금에서 AT군은 다른 군에 비해 접촉각이 유의하게 낮았고( $p < .05$ ), AST군은 ST군보다 접촉각이 유의하게 높았다( $p < .05$ ). 두 합금 모두에서 ST군과 AST군이 가장 높은 전단 결합강도를 보였고( $p < .05$ ), UT군과 AT군은 두 합금 모두에서 낮은 전단 결합강도를 나타내었다. UT군과 AT군의 경우 파절된 합금의 표면에서 완전한 접착성 파괴를 나타내었다. 본 연구에서 실란 처리는 전단 결합강도를 향상시키는데 효과적이었으나, 알칼리 처리는 뚜렷한 효과를 보이지 않았다.

**색인 단어 :** 알칼리, 아크릴 레진, 니켈-크롬 합금, 전단 결합강도, 실란

---