

One-bottle 상아질 접착제의 전단결합강도와 접착성에 관한 부식시간의 효과

박광수 · 박일윤 · 조영곤

조선대학교 치과대학 치과보존학교실

ABSTRACT

THE EFFECT OF ETCHING TIME ON SHEAR BOND STRENGTH AND ADAPTIBILITY OF ONE-BOTTLE DENTIN ADHESIVE

Kwang-Soo Park, Il-Yoon Park, Young-Gon Cho

Department of Conservative Dentistry, College of Dentistry, Chosun University

The purpose of this study was to evaluate the effect of different etching time on the shear bond strength and adaptibility of composite to enamel and dentin when used one-bottle adhesive Prime & Bond™ 2.0. The proximal and occlusal surfaces of 88 extracted human molars were ground to expose enamel(n=44) and dentin(=44) using diamond wheel saw. Teeth were randomly assigned to four test groups(n=11) and received the following treatments : Control group were conditioned with 36% phosphoric acid for 20 sec. according to the manufacturer's directions. Experimental 10 sec. group, 30 sec. group and 60 sec. group were conditioned with 36% phosphoric acid for 10 sec., 30 sec. and 60 sec., respectively. Teeth were rinsed and dried for 2 sec. Prime & Bond™ 2.0 were applied according to the manufacturer's directions and Spectrum™ TPH composite resins were bonded to enamel and dentin surfaces. All specimens were stored in distilled water for 24 hours. Eighty specimens were sheared in a Universal Testing Machine with a crosshead speed of 5mm/minute. One way ANOVA and LSD test were used for statistical analysis of the data.

Failure modes of all specimens after shear bond strength test were examined and listed. Also, representative postfracture modes and eight specimens were examined under scanning electron microscope.

The results of this study were as follows:

1. The shear bond strength to enamel was the highest value in 30 sec. group ($20.68 \pm 8.54\text{MPa}$) and the lowest value in 10 sec. group ($14.92 \pm 6.07\text{MPa}$), so there was significant difference of shear bond strength between two groups ($p < 0.05$). But there was no significant difference among other groups ($p > 0.05$).

With longer etching time to enamel from 10 sec. to 30 sec., higher the shear bond strength was obtained, but the shear bond strength was decreased at 60 sec. etching time.

2. The shear bond strength to dentin was the highest value in control group ($13.08 \pm 6.25\text{MPa}$) and the lowest value in 60 sec. group ($9.47 \pm 3.35\text{MPa}$), but there was no significant difference among the all groups ($p > 0.05$). The etching time over 20 sec. decreased the shear bond strength to dentin.

3. In SEM observation, the enamel and resin interfaces were showed close adaptation with no relation to etching time of enamel. And the dentin and resin interfaces were showed close adaptation at 20 sec. and 30 sec. etching time, but showed some gaps at 10 sec. and 60 sec. etching time.

Accordingly, these results indicated that a appropriate etching time in Prime & Bond™ 2.0 was required to be 30 sec. in enamel and 20 sec. in dentin for the high shear bond strength and good adaptation between the composite resin and tooth substance.

I. 서 론

Bowen⁴⁾에 의해 치과계에 소개된 복합레진은 수복학 분야에서 혁신적인 변화를 초래하였다. 복합레진은 심미성과 우수한 물리, 화학적 성질을 가지고 있어 치질의 보존적인 수복과 잔존치질을 강화해줄 수 있기 때문에 다른 수복재보다 훨씬 많이 사용되고 있다³¹⁾.

이러한 복합레진과 관련된 가장 큰 문제점중의 하나는 복합레진의 치질에 대한 직접적인 접착이었다. 그러나 법랑질에서의 이러한 문제는 Buonocore⁵⁾가 소개한 산부식법을 도입함으로써 쉽게 해결할 수 있었다. 법랑질의 산부식은 법랑소주와 법랑소주간 물질(interprismatic material)을 선택적으로 제거하여 미세한 침와(undercuts)를 형성하게 되고 여기에 레진 접착제가 도포되면 수많은 침와(undercuts)에 레진이 침투되어 기계적 유지력을 이루게 되므로써 복합레진과 법랑질이 직접 접착될 수 있다^{22,35)}. 따라서 이러한 술식은 복합레진을 위한 수복술식중 중요한 일부가 되고 있다.

상아질은 법랑질에 비해 수분과 콜라겐을 함유하고 있어 상아질에 대한 복합레진의 직접적인 접착을 위해서는 많은 노력과 시간이 필요하였다. 상아질과 복합레진 접착의 개선은 상아질의 표면처리를 위한 total etching^{6,13,20,21)}의 개념과 상아질 접착제에 의한 상아질과 복합레진간에 혼화층의 형성^{26,27)}에 의한다고 할 수 있다. 인산을 이용한 상아질의 표면처리는 도말층을 제거할 뿐아니라 상아기질내의 수산화인회석(hydroxyapatite)을 선택적으로 제거하게 된다. 여기에 접착강화제(primer)와 접착제가 도포되면 탈회된 상아질 기질에 레진이 침투되고, 콜라겐 섬유는 레진에 의해 완전히 둘러 쌓이게 되어 콜라겐 섬유와 레진 모노머(monomer)가 혼합된 약 10 μ m 두께의 혼화층이 형성되므로써 복합레진과 상아질간에는 긴밀한 접착이 이루어지게 된다³⁴⁾.

치질의 표면처리를 위한 산부식제로는 여러 가지 산이 이용되고 있으나 이 중 인산은 구입이 쉽고 가격이 저렴하여 가장 널리 사용되고 있다^{14,20)}. 인산을 이용한 부식처리후 치질의 표면변화와 복합레진과의 접착관계에 관해 많은 연구 결과가 보고되고 있다. Franchi 등¹¹⁾은 37% 인산에 의한 법랑질과 상아질의 표면변화에 관하여 보고하였으며, Gwinnett와 Kanca¹⁷⁾ 그리고 Sidhu³⁰⁾는 상아질을 37%의 인산으로 15초간 부식처리한 경우가 부식처리하지 않는 경우보다 우수한 변연 접합도를 나타냈다고 하였다. 또한 인산을 이용한 법랑질의 부식시간에 따른 미세누출의 연구에서 Gilpatrick 등¹⁵⁾은 15초와 30초의 부식시간이 5초에서 보다 훨씬 낮은 미세누출을 보였다고 하였다. Kanca²⁰⁾는 37%의 인산으로 20초간 상아질을 처리한 군이 처리하지 않는 군보다 통계적으로 우수한 전단결합강도를 나타냈다

고 보고하였다.

새로운 세대의 복합레진 시스템이 계속적으로 개발되어 치과계에 소개되고 있다. 최근에는 접착강화제(primer)와 접착제(adhesive)가 혼합된 one-bottle 시스템이 공급되고 있다³²⁾. 제조회사에 의하면 이러한 시스템은 이전에 사용되었던 접착과정보다 단순하고 시술시간이 단축되면서 높은 결합강도를 제공한다고 주장하고 있다.

Prime & BondTM 2.0은 이전에 사용되어 왔던 ProbondTM의 화학적인 성분에 기초를 두고 있으며, 이는 PENTA와 elastomeric dimethacrylate 레진, 아세톤, 광개시제 및 안정제(stabilizer)를 함유한다³²⁾. 이 시스템에서는 법랑질과 상아질의 표면처리를 위해 36%의 인산으로 20초동안 적용하도록 권고하고 있다⁹⁾.

접착강화제와 접착제를 분리하여 사용하는 여러 접착시스템은 법랑질과 상아질을 동시에 산부식 처리할 경우 농도가 낮은 인산의 사용과 짧은 부식시간을 추천하고 있다. 그러나 이러한 부식시간이 one-bottle 시스템에서도 좋은 결과를 나타내지는 아직까지 보고되어 있지 않다.

본 연구는 하나의 병으로 공급되는 Prime & BondTM 2.0 접착제의 사용시 법랑질과 상아질에 대한 인산의 서로 다른 적용시간이 복합레진의 전단결합강도와 접착성에 어떠한 영향을 미치는가를 확인하기 위하여 법랑질과 상아질 표면에 산부식제를 각각 10초, 20초, 30초 및 60초간 적용한 후 Prime & BondTM 2.0 접착제에 의해서 복합레진을 접착시켜 각 군의 전단결합강도와 접착성을 평가한 결과 다소의 지견을 얻었기에 이에 보고하는 바이다.

II. 실험재료 및 방법

A. 실험재료

산부식 시간에 따른 법랑질과 상아질에 대한 하나의 병으로 공급된 접착제의 전단결합강도를 측정하기 위하여 교합면과 인접면에 우식병소가 없는 최근에 발거된 상, 하악 대구치 80개를 사용하였다. 또한 산부식 시간에 따른 법랑질과 상아질에 대한 복합레진의 접착양상을 주사전자현미경으로 관찰하기 위하여 교합면과 인접면에 우식병소가 없는 상, 하악 대구치 8개를 사용하였다.

상아질 접착제와 복합레진은 각각 Prime & BondTM 2.0과 SpectrumTMTPH (Dentsply Detrey, Germany)를 사용하였다.

B. 실험방법

1. 시편제작

a. 법랑질과 상아질 표면의 노출 및 균 분류

증류수에 보관된 발거된 상, 하악 대구치 80개를 선택하여 실험직전에 치아표면에 부착된 이물질을 curette과 cav-itrone로 깨끗이 제거하였다. 내경 20mm와 높이 45mm의 투명한 플라스틱 관에 tray 레진(Harry J. Bosworth Co., U.S.A.)을 혼합하여 가득 채운 후 각 치아의 법랑-백악 경계부 상방의 치관이 노출되도록 치근을 수직으로 매몰하였다. 플라스틱 관에 매몰된 80개의 치아는 법랑질과 상아질 표면을 노출시키기 위하여 각각 40개씩 분배하였다. 법랑질 표면의 노출을 위해서는 대구치의 인접면을 사용하였고, 상아질 표면의 노출을 위해서는 대구치의 교합면을 사용하여 Diamond Wheel Saw(South Bay Technology Co., U.S.A.)로 삭제하였다.

법랑질과 상아질이 각각 노출된 40개의 치아는 산부식 시간에 따른 전단결합강도를 측정하기 위한 시편을 제작하기 위하여 무작위로 10개씩 선택하여 4개의 군으로 분류하였다(Table 1).

(1) 대조군(20초 군)

대조군은 제조회사의 사용지시에 따라 치면을 20초간 산부식 처리한 군으로서 삭제된 법랑질 또는 상아질 표면에 36%의 인산을 20초간 적용하여 산부식 처리하고(Table 1), 압축된 air-water spray를 이용하여 15초간 세척한 다음 치아 표면에 남아있는 과다한 물은 압축공기로 2초 정도 건조시켰다. 공급된 솔에 직접 Prime & Bond™ 2.0을 충분히 적셔 법랑질 또는 상아질 표면에 도포하고 30초간 방치하였다. 압축공기로 약 3.8cm의 거리에서 10초간 조심스럽게 건조시킨 다음 Prime & Bond™ 2.0을 광조사기(XL 3000, 3M Dent. Prod., U.S.A.)로 10초간 조사하였다. 솔에 남아있는 Prime & Bond™ 2.0을 법랑질 또는 상아질 표면에 도포하고 즉시 상기와 같은 방법으로 건조시킨 후 광조사하였다.

(2) 실험군

(a) 10초 군 - 삭제된 법랑질 또는 상아질 표면에 36%의 인산을 10초간 적용한 군으로서(Table 1) 나머지 과정은 대조군과 동일하게 시행하였다.

(b) 30초 군 - 삭제된 법랑질 또는 상아질 표면에 36%의 인산을 30초간 적용한 군으로서(Table 1) 나머지 과정은 대조군과 동일하게 시행하였다.

(c) 60초 군 - 삭제된 법랑질 또는 상아질 표면에 36%의 인산을 60초간 적용한 군으로서(Table 1) 나머지 과정은 대조군과 동일하게 시행하였다.

Table 1. Group classification by different etching time of enamel and dentin surfaces

Groups	Number of specimens		Etching time
	Enamel	(Dentin)	
Control(20 sec.) group	10	(10)	20sec.
10 sec. group	10	(10)	10sec.
30 sec. group	10	(10)	30sec.
60 sec. group	10	(10)	60sec.

b. 부식처리된 법랑질과 상아질 표면에 대한 복합레진의 접착

직경 5mm, 높이 4mm의 gelatin 캡슐내부 약 2mm정도에 복합레진 Spectrum™TPH(shade No. A3)를 일차적으로 충전하여 40초간 광조사하였다. 캡슐의 나머지 2mm에 Spectrum™TPH를 약간 과다하게 충전하여 법랑질 또는 상아질 표면에 지압을 가하여 접착시킨 후 캡슐 주변의 법랑질 및 상아질 표면으로 나온 과다한 복합레진은 explorer를 이용하여 제거하고 모든 방향에서 각각 40초간 광조사하여 복합레진을 접착시켰다.

2. 전단결합강도의 측정과 파괴양상의 기록

접착이 완료된 각 군의 시편은 실온의 증류수에 24시간 동안 보관하였다. 각 시편에 대한 전단결합강도는 만능시험기(AGS-1000 4D, Shimadzu Co., Japan)에 전단장치를 부착하고 용량 100kg의 load cell을 이용하여 분당 5mm의 crosshead speed에서 측정하여 각 군의 법랑질과 상아질에 대한 전단결합강도치를 기록하였다(Table 2, 3).

또한 전단결합강도를 측정한 각 시편의 법랑질 및 상아질에 대한 복합레진의 파괴양상은 확대경으로 검사하여 부착성(adhesive), 혼합성(mixed), 응집성(cohesive) 파괴(failure)로 기록하였다(Table 4, 5).

각 군의 측정된 전단결합강도치의 통계처리는 one-way ANOVA를 이용하여 유의성 검정을 시행한 후 LSD로 사후 검정하여 각 군간의 유의성을 평가하였다(Table 2, 3)

3. 접착양상과 파괴양상의 주사전자현미경 관찰

산부식 시간에 따른 법랑질 및 상아질 표면과 복합레진 계면간의 접착양상을 관찰하기 위하여 발거된 상, 하악 대구치 8개를 선택하여 tray 레진과 플라스틱관에 매몰하였다. Diamond Wheel Saw로 인접면과 교합면의 법랑질과 상아질을 각각 4개씩 노출시킨 후 상기한 각 군의 방법에 따라 치아 표면을 처리하였다. 각 군의 처리된 법랑질과 상아질 표면에 2mm두께의 복합레진을 접착시켜 광중합시킨 후

24시간 동안 증류수에 보관하였다. 법랑질과 상아질에 접착된 복합레진은 Diamond Wheel Saw를 이용하여 복합레진의 중앙을 따라 각각 법랑질 시편에서는 근원심 방향으로, 상아질 시편에서는 협설 방향으로 수직 절단하여 이분하였다. 절단된 시편은 현미경적인 관찰을 위해 고속의 diamond bur를 이용하여 작은 절편으로 만들었다.

상기한 시편의 법랑질 및 상아질 표면과 복합레진 계면간의 접착양상과 전단결합강도를 측정할 시편중 각 군에서 대표적인 시편의 파괴양상을 주사전자현미경적으로 관찰하기 위하여 각 치아절편은 황동으로 된 stub에 부착시켜 2KV와 20mA의 전압과 4×10^{-2} bar/pa의 진공상태에서 1분 동안 225Å의 두께로 금도금 처리하였다. 각 시편은 저배율과 고배율의 주사전자현미경 (JSM-840A Scanning Microscope JEOL Ltd., Japan)하에서 관찰하여 Polaroid 667 필름(Kodak Co., U.S.A.)으로 촬영하였다.

III. 실험성적

1. 전단결합강도

법랑질과 상아질에 대한 각 군의 전단결합강도치는 각각 Table 2과 Table 3에 기록되어 있다. 법랑질 표면에서 산부식 시간에 따른 접착제의 전단결합강도는 10초 군에서 14.92 ± 6.07 MPa로 가장 낮은 전단결합강도를 나타냈으며, 30초 군에서 20.68 ± 8.54 MPa로 가장 높은 전단결합

강도를 나타내어 10초에서 30초까지는 산부식 시간이 길어질수록 전단결합강도의 증가를 나타냈으나 60초의 산부식 시간에서는 오히려 감소하였다. 10초 군과 30초 군간에는 통계학적으로 유의한 차이를 나타냈으나($p < 0.05$), 다른 모든 군간에는 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았다($p > 0.05$) (Table 2).

전단결합강도를 측정한 각 시편의 법랑질에 대한 복합레진의 파괴양상은 Table 4에 기록되어 있다. 법랑질과 복합레진 계면간의 파괴양상중 부착성 파괴(adhesive failure)는 10초 군과 60초 군에서 각각 2개와 1개를 나타냈으며, 응집성 파괴(cohesive failure)는 30초 군과 대조군에서 각각 9개와 8개를 나타내었다(Table 4).

상아질 표면에 대한 산부식 시간에 따른 접착제의 전단결합강도는 산부식제를 20초간 적용한 대조군에서 13.08 ± 6.25 MPa로 가장 높은 전단결합강도를 나타내었고, 60초 군에서는 9.47 ± 3.35 MPa로 가장 낮은 전단결합강도를 나타내어 산부식제의 적용시간이 20초보다 더 길어질수록 전단결합강도치가 점차 감소되는 경향을 나타내었으나 모든 군간에는 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았다($p > 0.05$) (Table 3).

전단결합강도를 측정한 각 시편의 상아질과 복합레진 계면간의 파괴양상은 Table 5에 기록되어 있다. 상아질에 대한 복합레진의 파괴양상중 부착성 파괴는 60초 군에서 5개로 다른 군에 비해 가장 많이 나타났으며, 대조군이 2개로 가장 적게 나타났다. 또한 혼합성 파괴와 응집성 파괴는 대조군에서 각각 2개와 6개를 나타내어 다른 군에 비해 가장

Table 2. Enamel shear bond strength (MPa) for the different groups

Groups	Number of specimens	Shear bond strength	
		Mean \pm S.D.	Range (max-min)
Control(20 sec.) group	10	17.40 \pm 4.36	24.75-11.65
10 sec. group	10	14.92 \pm 6.07 *	25.22- 7.77
30 sec. group	10	20.68 \pm 8.54 *	29.73- 8.28
60 sec. group	10	16.64 \pm 3.88	20.20- 8.98

LSD indicated that the 30 sec. group(*) exhibited a significantly higher shear bond strength ($p < 0.05$) than the 10 sec. group(*)).

Table 3. Dentin shear bond strength (MPa) for the different groups

Groups	Number of specimens	Shear bond strength	
		Mean \pm S.D.	Range (max-min)
Control(20 sec.) group	10	13.08 \pm 6.25	24.78-6.03
10 sec. group	10	12.60 \pm 4.55	17.74-3.76
30 sec. group	10	12.60 \pm 4.57	17.49-4.92
60 sec. group	10	9.47 \pm 3.35	13.88-3.32

There was no significant difference in dentin shear bond strength between the all groups ($p > 0.05$).

Table 4. Failure modes of the different groups in enamel

Group	Number of specimens	Failure mode		
		adhesive	mixed	cohesive
Control (20 sec.) group	10	0	2	8
10 sec. group	10	2	2	6
30 sec. group	10	0	1	9
60 sec. group	10	1	2	7

많이 나타났으며, 60초 군에서는 4개의 혼합성 파괴와 1개의 응집성 파괴를 나타내어 가장 적게 나타났다(Table 5).

2. 주사전자현미경적인 소견

전단결합강도를 측정된 각 군의 시편중 법랑질과 상아질에 대한 복합레진의 대표적인 파괴양상은 Fig. 1과 Fig. 2에 나타내었다. 산부식 시간에 따른 법랑질 및 상아질 표면과 복합레진 계면간의 접착양상은 Fig. 3 - 10에 나타내었다. 법랑질 표면과 복합레진의 계면은 산부식 시간과는 무관하게 모든 군에서 긴밀한 접착관계를 나타내었다(Fig. 3-6). 또한 산부식 시간에 따른 상아질 표면과 복합레진 계면간의 접착양상은 20초간 산부식제를 적용한 대조군과 30초 군에서 긴밀한 접착관계를 나타내었다(Fig. 8, 9). 그러나 10초 군에서는 상아질과 복합레진의 계면간에 미세한 간격을 나타냈고(Fig. 7), 60초 군에서는 복합레진과 상아질 계면간에 15 μ m 정도의 균일한 간격을 나타냈다(Fig. 10).

IV. 총괄 및 고찰

복합레진 수복을 위한 치질의 산부식 처리는 치질을 선택적으로 제거하여 미세한 공포(voids)를 형성하므로써 복합레진과의 기계적인 접착을 가능하도록 한다⁷⁾. 인산을 이용한 산부식법은 처음에는 법랑질에서만 적용되었으나 이의 효과는 상아질의 표면처리에도 영향을 미치게 하였다. 인산에 의한 상아질의 산부식 처리는 Fusayama 등¹²⁾이 최초로 소개한 바 있다. 그러나 이와 같은 상아질의 처리는 치수반응을 유발시키는 것으로 간주되어 상당기간 동안 수용되지 못하였다⁹⁾. 그 후 상아질 처리에 대한 지속적인 연구의 결과로서 상아질의 산부식 처리는 세균을 함유하고 있는 도말층을 제거하고 또한 복합레진이 상아질에 기계적으로 접착될 수 있는 유용한 표면을 제공하는 것으로 알려지게 되었으며, Walshaw와 McComb³⁵⁾은 상아질의 산처리가 레진과 상아질의 성공적인 접착에 중요한 요소가 된다고 보고하였다.

Table 5. Failure modes of the different groups in dentin

Group	Number of specimens	Failure mode		
		adhesive	mixed	cohesive
Control (20 sec.) group	10	2	2	6
10 sec. group	10	3	4	3
30 sec. group	10	3	4	3
60 sec. group	10	5	4	1

치질에 대한 복합레진의 접착은 복합레진의 중합수축에 의해 손상을 받을 수 있다. 따라서 치질과 복합레진간의 안정된 접착이 이루어지기 위해서는 중합수축력보다 훨씬 큰 결합강도가 필요하다. Munksgaard 등²⁵⁾은 중합수축에 의해 야기되는 스트레스에 저항하기 위해서 복합레진과 치질간의 결합강도는 최소한 17MPa가 되어야 한다고 보고하였다. 최근의 보고에 의하면 법랑질과 복합레진의 전단결합강도는 16 - 24MPa의 범위를 나타내고 있으며^{1,2)} 상아질에 대한 전단결합강도는 6 - 20MPa를 나타내어^{1,24)} 상아질에서 다소 낮은 결합강도를 나타내고 있다.

법랑질과 상아질의 산부식 효과는 산의 농도와 적용시간 등에 의해 많은 영향을 받게 된다¹⁵⁾. 치질에 대한 산부식제의 사용에 관하여 Fusayama¹³⁾는 40%의 인산과 30초에서 60초의 부식시간을 추천하였다. 그러나 최근에는 약산과 짧은 부식시간을 이용하여 법랑질과 상아질을 동시에 처리하는 경향으로 흐르고 있다^{22,28)}. 문헌에 의하면 산부식제의 이와 같은 사용은 치면의 과도한 손상이나 불필요한 오염을 방지하고 치료시간을 단축시킬 수 있다고 보고되어 있다²²⁾. 그러나 치질의 산부식 시간에 의한 부식효과에 관하여서는 아직까지도 상반된 의견이 제시되고 있다.

법랑질의 산부식 시간에 관하여 Crim과 Shay⁸⁾ 그리고 Shaffer 등²⁹⁾은 법랑질을 15초간 산부식 처리하여 복합레진으로 수복한 군과 긴 시간동안 부식처리하여 수복한 군의 법랑질과 수복물 계면간에는 비슷한 미세누출을 보였다고 하였으며, Gilpatrick 등¹⁶⁾도 법랑질에 대한 5초의 부식시간은 15초와 60초에서와 비슷한 전단결합강도를 나타냈다고 보고하였다. 한편 Triolo 등³³⁾의 연구에서는 제조회사가 추천한 15초의 부식시간에서 10%의 말레익산은 긴 부식시간을 적용한 경우보다 통계학적으로 낮은 결합강도를 나타냈다고 하였다.

본 연구에 사용된 산부식제는 제조회사에 의하면 법랑질과 상아질의 표면처리를 위해 36%의 인산을 20초간 적용하도록 권장하고 있다. 상기에서와 같이 부식시간에 따른 연구결과가 서로 상이하게 나타므로 본 연구에서는 하나의 병으로 공급되는 Prime & Bond™ 2.0 접착제를 사용할

경우 범랑질과 상아질에 대한 서로 다른 부식시간의 적용이 (10초, 20초, 30초 및 60초) 복합레진의 전단결합강도와 접착관계에 어떠한 변화를 주는가를 평가하였다.

본 연구에서 범랑질 표면의 산부식 시간에 따른 전단결합강도는 10초 군에서 $14.92 \pm 6.07 \text{MPa}$ 로 가장 낮은 전단결합강도를 나타내었고, 30초 군에서 $20.68 \pm 8.54 \text{MPa}$ 로 가장 높은 전단결합강도를 나타내어 10초 군과 30초 군간에는 통계학적으로 유의한 차이를 나타내었다($p < 0.05$). 그러나 20초, 30초 및 60초의 부식시간 간에는 통계학적으로 유의한 차이를 보이지 않았다($p > 0.05$) (Table 2).

본 연구에서 범랑질에 대한 부식시간의 변화는 전단결합강도의 변화를 일으키는 것으로 나타났다. 본 연구의 결과에서는 10초에서 30초까지는 부식시간이 길수록 전단결합강도가 꾸준히 증가하였지만 60초의 부식시간에서는 오히려 감소하는 경향을 나타내었다.

또한 본 연구에서는 전단결합강도를 측정할 각 시편의 범랑질과 복합레진 계면간의 파괴양상을 평가하였는데 30초 군에서 90% (9/10)의 응집성 파괴를 나타냈고 부착성 파괴는 나타나지 않았다(Table 4). 이와 같은 결과는 Prime & Bond™ 2.0 접착제를 도포하기 전에 범랑질을 36%의 인산으로 30초간 부식처리하는 것이 범랑질에 대한 최대의 접착을 이룰 수 있음을 의미한다고 할 수 있다.

Holtan 등¹⁸⁾은 범랑질의 산부식 시간에 따른 전단결합강도에 관한 연구에서 35%의 인산으로 15초, 30초 및 60초간의 부식처리는 부식시간이 증가될수록 결합강도가 꾸준히 증가하였다고 보고하여 본 연구의 결과와 다소 상이한 차이를 나타냈다. Gilpatrick 등¹⁵⁾은 범랑질을 인산으로 5초, 15초 및 30초 동안 부식처리한 후 미세누출을 측정할 결과 5초에서 가장 큰 미세누출을 보여 15초와 30초의 부식시간과는 통계학적으로 큰 미세누출을 나타냈으나 15초와 30초간에는 유의한 차이를 나타내지 않았다고 하여 본 연구와 유사한 결과를 나타냈다.

본 연구에서 범랑질의 부식시간에 따른 범랑질 표면과 복합레진간의 계면은 전자현미경하에서 모든 군이 긴밀한 접착관계를 나타내어 전단결합강도에서 얻은 결과와는 달리 산부식 시간에 의해 영향을 받지 않는 것으로 나타났다.

상아질과 레진 접착제 시스템간의 지속적인 결합은 복합레진 수복물의 성공을 향상시키는데 아주 중요하다. 상아질에 대한 레진의 접착은 범랑질에 비해 복잡하고 예측이 힘들다. 상아질의 풍부한 유기성분과 상아세관의 구조 및 상아질액의 유동성은 상아질에 대한 복합레진의 접착을 곤란하게 하여 범랑질에서 보다 낮은 접착력을 초래한다.

상아질 접착에 대한 최근의 발전은 화학적으로 변형된 상아질 표면에 대한 레진의 침투에서 기인된다. 이러한 미세기계적인 접착은 도말층의 제거와 외층의 상아질을 탈회시키기 위한 상아질의 산처리와 함께 탈회된 상아질로의 레진

침투를 촉진시키는 양극성(amphiphilic)인 접착촉진제의 사용에 의해 유발되며 차후에 사용되는 접착제는 복합레진과 상아질의 중간에 혼화층을 형성하게 되며 이는 상아질에 대한 접착시스템의 접착에 기본이 된다. 따라서 최근의 접착시스템은 상아질의 산처리에 의해 콜라겐의 풍부한 노출과 함께 습윤성이 좋은 프라이머(primer)를 이용하여 혼화층을 얻는데 초점이 맞추어 지고 있다³⁴⁾.

상아질의 산부식 시간에 관하여 Fusayama¹³⁾는 40%의 인산과 60초간의 상아질 부식은 상아질의 생리적인 재광화로 인해 콜라겐에 뚜렷한 손상을 주지않는다고 보고하였다. 반면 Kanca²⁰⁾는 37%의 인산과 20초의 상아질 부식은 결합강도를 뚜렷이 증가시킨다고 하였고, Sidhu³⁰⁾도 37%의 인산과 15초간의 상아질의 부식처리는 복합레진의 변연접합성을 개선하였다고 보고하였다.

본 연구에서는 total-etch의 원리를 적용하므로서 범랑질에서 사용된 산의 농도(36%)와 적용시간을 상아질에서도 동일하게 시행하였다. 4세대 접착시스템의 전단결합강도에 대한 폭넓은 범위의 결합강도가 보고되고 있지만 이들의 전단결합강도가 20MPa 이상을 초과하는 경우는 흔치 않다³²⁾. 상아질의 부식시간에 따른 본 연구에서 측정된 결합강도는 9 - 13MPa를 나타내어 20MPa보다 훨씬 낮은 수치를 나타냈다.

본 연구에서 상아질 표면의 산부식 시간에 따른 전단결합강도는 산부식제를 20초간 적용한 대조군에서 $13.08 \pm 6.25 \text{MPa}$ 로 가장 높은 전단결합강도를 나타내었고, 60초 군에서는 $9.47 \pm 3.35 \text{MPa}$ 로 가장 낮은 전단결합강도를 나타내어 산부식제의 적용시간이 20초보다 더 길어 질수록 전단결합강도치가 점차 감소되는 경향을 나타내었으나 모든 군간에는 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았다($p > 0.05$) (Table 3).

상아질의 산처리후 상아질 접착제가 콜라겐 망상구조로 완전히 확산되지 않은 것에 대한 관심이 고조되고 있다. Nakabayashi 등²⁶⁾은 콜라겐 망상구조에 대한 레진의 불완전한 침투는 상아질의 접착력을 저하시키기 때문에 상아질에 최소한의 탈회대를 형성할 수 있도록 하여야 한다고 보고하였다. Vargas 등³⁴⁾은 37%의 인산을 이용하여 상아질을 부식시간에 따라 처리한 후 주사전자현미경으로 관찰한 결과 30초에서는 $2 \mu\text{m}$, 60초에서는 $3.5 \mu\text{m}$ 두께의 탈회층이 형성됨을 관찰하고 산에 의한 장시간의 노출은 두꺼운 탈회층을 형성하므로서 레진의 침투를 어렵게 하여 레진과 상아질 계면간의 접착을 저해할 수 있다고 하였다. 상기의 보고는 본 연구에서 20초보다 긴 부식시간에서 전단결합강도가 점차 감소되는 이유를 설명할 수 있을 것이며, Prime & Bond™ 2.0 접착제를 사용할 경우 상아질의 산부식 시간은 20초에서 최대의 접착강도를 나타낼 것으로 사료된다.

본 연구에서 전단결합강도를 측정할 각 시편의 상아질에

대한 복합레진의 파괴양상은 20초의 부식시간을 적용한 대조군은 60% (6/10)의 응집성 파괴를 나타냈고, 10초 군과 30초 군 모두에서는 30% (3/10)의 응집성 파괴를 나타내었으며, 60초 군에서는 10% (1/10)의 응집성 파괴를 나타내어 이러한 파괴양상은 상아질의 전단결합강도치와 상호관련성이 있는 것으로 나타났다 (Table 5).

본 연구에서 상아질 표면과 복합레진 계면간의 접촉관계는 20초간 산부식제를 적용한 대조군과 30초 군에서 긴밀한 접촉관계를 나타냈다(Fig. 8, 9). 그러나 10초 군에서는 상아질과 복합레진의 계면간에 미세한 간격을 나타냈고 (Fig. 7), 60초 군에서는 15 μ m 정도의 균일한 간격을 나타냈다(Fig. 10). 따라서 상아질과 복합레진의 접촉관계에서 상아질에 대한 60초의 부식시간은 적당하지 않은 것으로 나타났다.

본 연구결과를 종합하여 볼 때 Prime & Bond™ 2.0 접착제를 사용할 경우 36%의 인산을 이용한 부식시간은 법랑질에서 30초, 상아질에서 20초의 부식시간이 최대의 전단결합강도와 최적의 접촉관계를 나타낸 것으로 나타났다. 치질에 대한 복합레진의 적절한 접착은 산부식 처리에 의한 접착제의 적절한 침투는 물론 복합레진 자체의 기계적인 성질에 영향을 받을 수 있기 때문에 이에 대한 연구도 진행되어야 할 것으로 사료된다.

V. 결 론

접착강화제와 접착제를 혼합하여 하나의 병으로 공급되는 Prime & Bond™ 2.0 접착제의 사용시 법랑질과 상아질에 대한 서로 다른 산부식제의 적용시간이 복합레진의 전단결합강도와 접착성에 미치는 영향을 평가하기 위하여 최근에 발거된 상,하악 대구치 80개를 이용하여 각각 40개씩 법랑질과 상아질 상아질 표면을 노출시켜 4개의 군으로 분류한 다음 법랑질과 상아질 표면에 산부식제를 각각 10초, 20초, 30초 및 60초간 적용하고 Prime & Bond™ 2.0과 Spectrum™ TPH를 접착시켰다.

법랑질과 상아질에 대한 복합레진의 전단결합강도는 만능 시험기를 이용하여 100kg의 load cell과 분당 5mm의 crosshead speed에서 시행하였고 각 군의 전단결합강도치는 one-way ANOVA와 LSD를 이용하여 통계처리하였다. 또한 전단결합강도를 측정할 각 시편의 복합레진과 법랑질 및 상아질 계면간의 파괴양상은 확대경으로 관찰하여 평가하였다.

전단결합강도 측정후 제작된 시편과 8개의 상,하악 대구치에서 제작된 시편에서 각 군의 법랑질 및 상아질에 대한 복합레진 계면간의 파괴양상과 복합레진 계면간의 접촉관계를 주사전자현미경적으로 관찰한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 법랑질에 대한 전단결합강도는 30초 군에서 20.68 \pm 8.54MPa로 가장 높은 전단결합강도를 나타내었으며, 10초 군에서 14.92 \pm 6.07MPa로 가장 낮은 전단결합강도를 나타내어 통계학적으로 유의한 차이를 나타내었다 (p<0.05). 그러나 다른 모든 군간에는 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았다(p>0.05). 법랑질에서의 전단결합강도는 10초에서 30초까지는 산부식 시간이 길어질수록 높은 전단결합강도를 나타내었으나 60초에서는 오히려 감소하였다.
2. 상아질에 대한 전단결합강도는 인산을 20초간 적용한 대조군에서 13.08 \pm 6.25MPa로 가장 높은 전단결합강도를 나타내었고, 60초 군에서는 9.47 \pm 3.35MPa로 가장 낮은 전단결합강도를 나타내었으나 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았다(p>0.05). 상아질에서의 전단결합강도는 인산을 20초보다 더 길게 적용한 경우 전단결합강도치가 점차 감소되는 경향을 나타내었다.
3. 주사전자현미경적인 관찰에서 법랑질 표면과 복합레진간의 계면은 산부식 시간과는 무관하게 모든 군에서 긴밀한 접촉관계를 나타내었다. 또한 상아질 표면과 복합레진간의 계면은 대조군과 30초 군에서 긴밀한 접촉관계를 나타냈으나, 10초 군과 60초 군에서는 간격이 나타났다.

이상의 결과를 종합하여 볼 때 Prime & Bond™ 2.0 접착제를 이용할 경우 산부식은 법랑질에서 30초, 상아질에서 20초의 적용시간이 복합레진과의 결합강도와 접촉관계에 좋은 결과를 나타낼 것으로 사료된다.

참 고 문 헌

1. Barkmeier, W.W. and Cooly, R.L.: "Laboratory evaluation of adhesive system," Oper. Dent. Supplement, 5:50-61, 1992.
2. Barkmeier, W.W., Shaffer, S.E. and Gwinnett, A.J.: "Effect of 15 vs 60 second enamel acid conditioning on adhesion and morphology," Oper. Dent., 11:111-116, 1986.
3. Bertolotti, R. L.: "Total etch-The rational dentin bonding protocol," J. Esth. Dent., 3(1):1-6, 1991.
4. Bowen, R.L.: US patents 4,474,459, inserts for composite dental restorations, 1988.
5. Buonocore, M.G.: "A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces," J. Dent. Res., 34:849-853, 1955.
6. Byung, I.S.: "All-bond -Fourth generation dentin bonding systems," J. Esth. Dent., 3:139-147, 1991.
7. Cheung, G.S.P.: "A scanning electron microscopic investigation on the acid-etched cervical margin of Class II cavities," Quint. Int., 21(4):299-302, 1987.
8. Crim, G.A. and Shay, J.S.: "Effect of etchant time on microleakage," J. Dent. Child., 54:339-340, 1987.
9. Densply detrey, TPHTM spectrum system starter pack, direction for use

10. Falian, H., Dexin, Z., Weizhong, J. and Guangming, Z.: "Bonding resinous filling materials to acid-etched teeth: a scanning electron microscopic observation," *Quint. Int.*, 20(1):27-30, 1990.
11. Franchi, M., and Breschi, L.: "Effects of acid-etching solutions on human enamel and dentin," *Quint. Int.*, 26:431-435, 1995.
12. Fusayama, T., Nakamura, M., Kurosaki, N., and Iwaku, M.: "Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin," *J. Dent. Res.*, 58:1364-1379, 1979.
13. Fusayama, T.: "Optimal cavity wall treatment for adhesive restorations," *J. Esth. Dent.*, 2:95-99, 1990.
14. Garcia-Godoy, F. and Malone, W.F.P.: "Penetration of acid gel etchants into cavity walls: a SEM evaluation," *Quint. Int.*, 18:481-485, 1987.
15. Gilpatrick, R.O., Kaplan, I. and Roach, D.: "Microleakage of composite restorations with various etching times," *Oper. Dent.*, 25(8):573-576, 1994.
16. Gilpatrick, R.O., Ross, J.A. and Simonsen, R.J.: "Resin-to enamel bond strengths with various etching times," *Quint. Int.*, 22:47-49, 1991.
17. Gwinnett, A.J. and Kanca, J.: "Morphological relationship between resin and dentin in vivo and in vitro," *Am. J. Dent.*, 5:19-23, 1992.
18. Holtan, J.R., Nystrom, G.P., Phelps, R.A., Anderson, T.B. and Becker, W. S. : "Influence of different etchants and etching times on shear bond strength," *Oper. Dent.*, 20:94-99, 1995.
19. Joynt, R.B., Davis, E.L., Wiczowski, G., and Yu, X.Y.: "Dentin bonding agents and the smear layer," *Oper. Dent.*, 16:186-191, 1991.
20. Kanca, J.: "A method for bonding to tooth structure using phosphoric acid as a dentin-enamel conditioner," *Quint. Int.*, 22:285-290, 1991.
21. Kurosaki, N., Kubota, M., Yamamoto, Y. and Fusayama, T.: "The effect of etching on the dentin of the clinical cavity floor," *Quint. Int.*, 21(2):87-92, 1990.
22. Leinfelder, K.: "Dentin adhesives: The newest generation," *Esth. Den. Update*, 5(2):50-52, 1994.
23. Legler, L.R., Retief, D.H. and Russell, C.M.: "Effects of phosphoric acid concentration and etch duration on enamel depth of etch," *Am. J. Ortho. Dentofac. Orthop.*, 98:154-160, 1990.
24. Mandras, R.S., Retief, D.H. and Russell, C.M. "Shear bond strengths of 10 dental bonding restorative systems," *Gen. Dent.*, 41:133-137, 1993.
25. Munksgaard, E.C., Irie, M. and Amussen, E.: "Dentin-polymer bond promoted by Gluma and various resins," *J. Dent. Res.*, 63:1409-1411, 1985.
26. Nakabayashi, N., Ashizawa, M. and Nakamura, M.: "Identification of a resin dentin hybrid layer in vital human dentin created in vivo: durable bonding to vital dentin," *Quint. Int.*, 23:135-141, 1992.
27. Nakabayashi, N., Nakamura, M. and Yasuda, N.: "Hybrid layer as a dentin-bonding mechanism," *J. Esth. Dent.*, 6:133-138, 1991.
28. Pashley, D.H.: "The effect of acid etching on the pulp-dentin complex," *Oper. Dent.*, 17:229-242, 1992.
29. Shaffer, S.E., Barkmeier, W.W. and Kelsey, W.P.: "Effect of reduced acid conditioning time on enamel microleakage," *Gen. Dent.*, 35:278-280, 1987.
30. Sidhu, S.K.: "The effect of acid-etched dentin on marginal seal," *Quint. Int.*, 25:797-800, 1994.
31. Sturdevant, C.M., Roberson, T.M., Heymann, H.O. and Sturdevant, J.R.: *The Art of Science of Operative Dentistry*, 3rd ed., Missouri: Mosby-Year Book, Inc., 1995, pp. 558-590.
32. Swift, E.J., Wilder, A.D., May, K.N. and Waddell, S.L.: "Shear bond strengths of one-bottle dentin adhesives using multiple applications," *Oper. Dent.*, 22:194-199, 1997.
33. Triolo, P., Mudgil, A. and Levine, A.: "A comparison of bond strengths of Scotch-bond Multipurpose with alternative etchants," *J. Dent. Res.*, 72 Abstracts of papers, p134, 1993.
34. Vargas, M., Cobb, D.S. and Armstrong, S.R.: "Resin-dentin shear bond strength and interfacial ultrastructure with and without a hybrid layer," *Oper. Dent.*, 22:159-156, 1997.
35. Walshaw, P.R., and McComb, D.: "SEM characterization of the resin-dentine interface produced in vivo," *J. Dent.*, 23:281-287, 1995.

사진부도 설명

- Fig. 1. A representative enamel failure mode of a specimen treated with 36% phosphoric acid for 30 seconds. Note that cohesive failure is showed in the picture . SEM $\times 12$.
- Fig. 2. A representative dentin failure mode of a specimen treated with 36% phosphoric acid for 60 seconds. Note that adhesive failure is showed in the picture. SEM $\times 10$.
- Fig. 3. Cross section of interface between composite(R) and enamel(E) substrate treated with 36% phosphoric acid for 10 seconds. No gap is present. SEM $\times 350$.
- Fig. 4. Cross section of interface between composite (R) and enamel (E) substrate treated with 36% phosphoric acid for 20 seconds. No gap is present. SEM $\times 350$.
- Fig. 5. Cross section of interface between composite (R) and enamel (E) substrate treated with 36% phosphoric acid for 30 seconds. No gap is present. SEM $\times 350$.
- Fig. 6. Cross section of interface between composite (R) and enamel (E) substrate treated with 36% phosphoric acid for 60 seconds. No gap is present. SEM $\times 350$.
- Fig. 7. Cross section of interface between composite (R) and dentin (D) substrate treated with 36% phosphoric acid for 10 seconds. Minute gap is present. SEM $\times 350$.
- Fig. 8. Cross section of interface between composite (R) and dentin (D) substrate treated with 36% phosphoric acid for 20 seconds. No gap is present. SEM $\times 350$.
- Fig. 9. Cross section of interface between composite (R) and dentin (D) substrate treated with 36% phosphoric acid for 30 seconds. No gaps is present. SEM $\times 350$.
- Fig. 10. Cross section of interface between composite (R) and dentin (D) substrate treated with 36% phosphoric acid for 60 seconds. 15 μm gap is present. SEM $\times 350$.

사진부도 ①

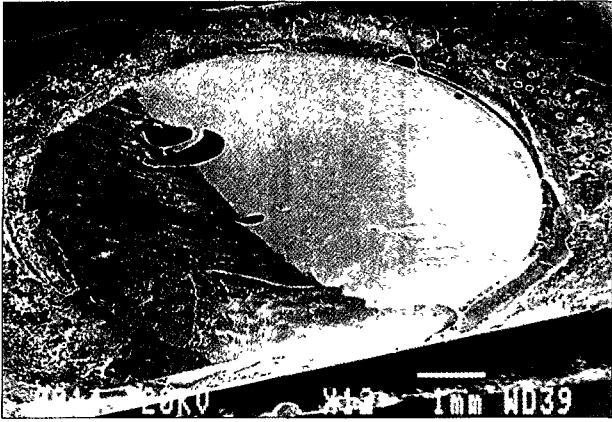


Fig. 1

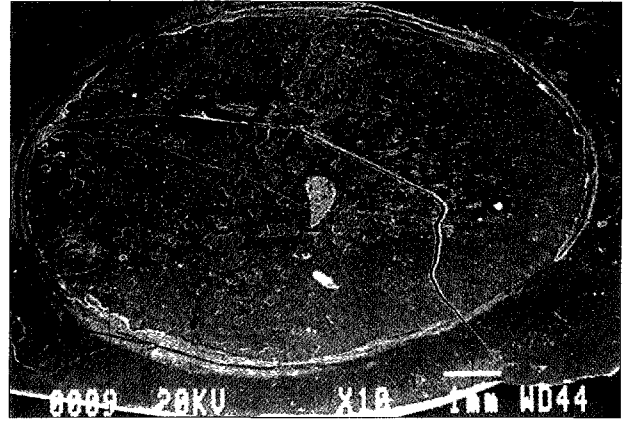


Fig. 2

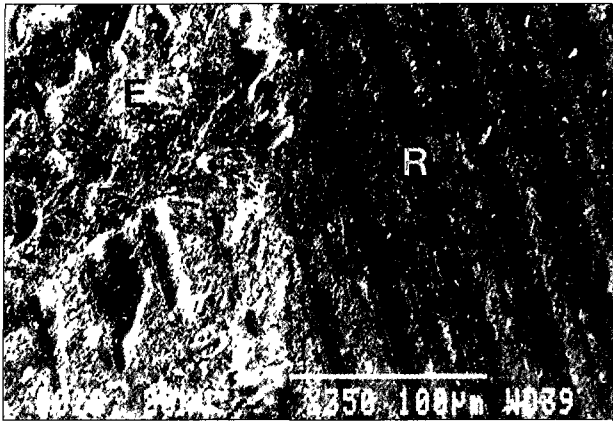


Fig. 3

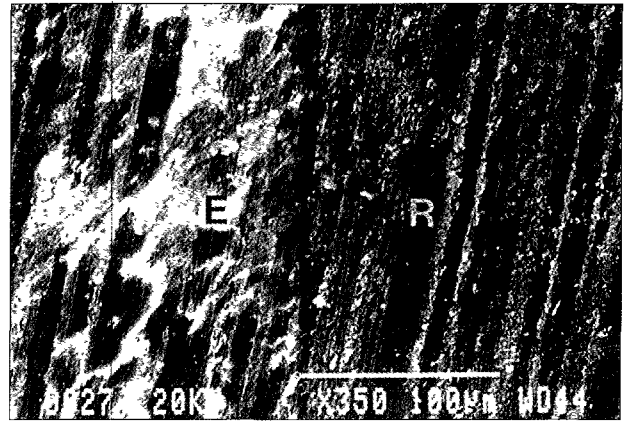


Fig. 4



Fig. 5

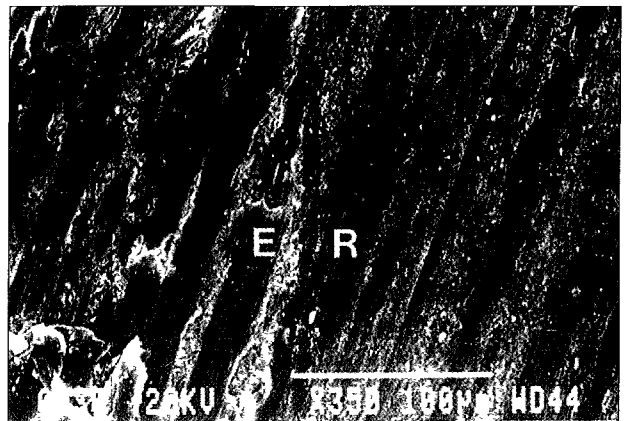


Fig. 6

사진부도 ②

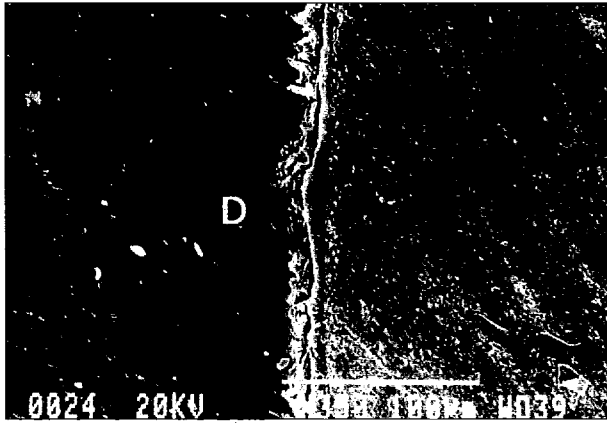


Fig. 7

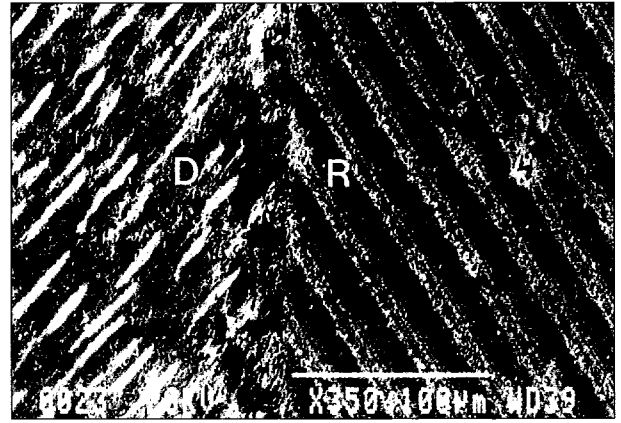


Fig. 8

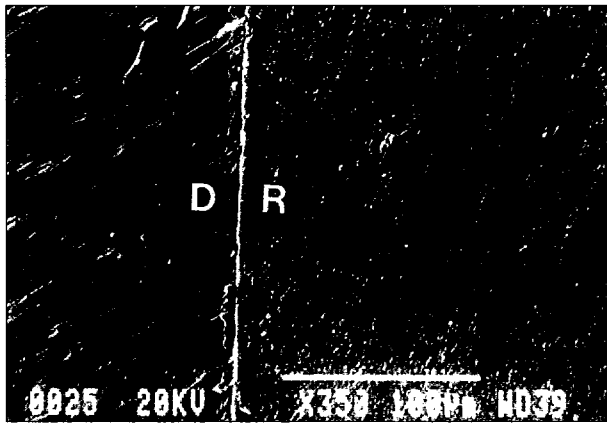


Fig. 9

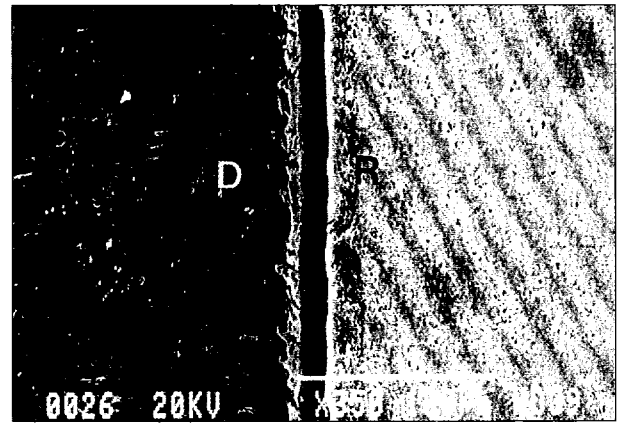


Fig. 10