

자가부식 프라이머의 적용시간이 법랑질 접착에 미치는 영향

진철희¹ · 조영곤^{1*} · 김수미² · 이명선³

¹조선대학교 치과대학 치과보존학교실, ²서남대학교 의과대학 치과학교실, ³서강정보대학교 치위생과

ABSTRACT

EFFECT OF THE APPLICATION TIME OF SELF-ETCHING PRIMERS ON THE BONDING OF ENAMEL

Cheol-Hee Jin¹, Young-Gon Cho^{1*}, Soo-Mee Kim², Myeong-Seon Lee³

¹Department of Conservative Dentistry, College of Dentistry, Chosun University,

²Department of Dentistry, College of Medicine, Seonam University,

³Department of Dental Hygiene, Seokang College

The purpose of this study was to compare the normal and two times of application time of six self-etching primers applied to enamel using microshear bond strength (uSBS) test and the finding of scanning electronic microscope (SEM).

Crown of sixty human molars were bisected mesiodistally and buccal and lingual enamel of crowns were partially exposed and polished with 600 grit SiC papers. They were divided into one of two equal groups subdivided into one of six equal groups (n = 10) by self-etching primer adhesives.

After the same manufacture's adhesive resin and composites were bonded on the enamel surface of each group, the bonded specimens were subjected to uSBS testing and also observed under SEM.

In conclusion, generally two times of primer application time increased the enamel uSBS, especially with the statistical increase of bond strength in adhesives involving high-pH primers. [J Kor Acad Cons Dent 33(3):224-234, 2008]

Key words: Application time, Self-etching primers, Microshear bond strength, SEM, Enamel

- Received 2008.3.4., revised 2008.4.7., accepted 2008.4.28. -

Ⅰ. 서 론

치질에 대한 복합레진의 긴밀한 접착은 수복물의 성공에 중요한 역할을 한다. 이러한 접착은 복합레진과 치질사이에서

접착제를 사용함으로써 얻을 수 있다. 그동안 여러 종류의 접착제가 개발되어 시판되고 있으며, 접착제는 접착단계에 따라 크게 3단계, 2단계, 1단계로 분류된다¹⁾. 3단계 접착제는 실험실적인 연구와 임상적인 연구 모두에서 법랑질과 상아질에 대해 믿을 수 있는 접착력을 제공하고 있다^{2,3)}. 3단계 접착제의 우수한 접착력에도 불구하고 접착과정을 단순화하기 위한 노력의 결과, 2단계 접착제가 개발되어 현재 임상에서 널리 사용되고 있다. 2단계 접착제는 2종류의 접착제 즉, self-priming 접착제와 자가부식 프라이머 접착제 (self-etching primer adhesive)가 공급되고 있다^{4,5)}. Self-

* Corresponding Author: Young-Gon Cho

Department of Conservative Dentistry,
College of Dentistry, Chosun University
421 Seosuk-dong, Dong-gu, Gwangju, 501-825, Korea
Tel: 82-62-220-3840 Fax: 82-62-232-9064
E-mail: ygcho@chosun.ac.kr

※ 이 논문은 2007년도 조선대학교 학술연구비 지원을 받아 연구되었음.

priming 접착제는 인산으로 부식처리한 후 프라이밍과 접착레진의 기능을 동시에 수행하는 방식을 활용하고 있고, 자가부식 프라이머 접착제는 자가부식 프라이머 (self-etching primer)에 의해 산부식과 프라이밍 기능을 동시에 수행한 후 접착레진 (adhesive resin)을 적용하는 방식을 활용한다⁶⁻⁸⁾.

인산을 사용하는 접착제는 인산에 의해 법랑질 표층에 증가된 공간을 제공함으로써 레진태그의 형성에 의한 미세기계적인 유지를 통해 복합레진과 법랑질 간에 우수한 접착을 제공한다⁹⁾. 그러나 인산과는 달리 자가부식 프라이머는 인산 기나 메타아크릴 산 (methacrylate acid) 기를 2가 알코올에 혼합한 친수성의 산성 단량체를 사용하고 있다^{10,11)}. 프라이머에 포함된 인산성분은 치질의 부식에 관여하고, methacrylate는 접착제와 복합레진에 공중합됨으로써 자가부식 프라이머는 치질의 부식과 프라이밍 과정이 동시에 일어나게 된다¹²⁾. 이러한 과정에서 발생된 반응산물과 잔존 인산에스터 (phosphoric ester)는 나중에 적용되는 접착레진에 의한 접착층에서 중합되므로 물로 세척할 필요가 없게 된다¹³⁾. 또한 자가부식 프라이머 접착제는 법랑질에 대한 미세기계적인 유지뿐만 아니라 10-MDP, 4-MET와 같은 기능성 단량체와 수산화인회석의 칼슘성분 사이에 화학적인 결합반응을 기대할 수 있는 장점을 가지고 있다¹⁴⁾. 이러한 접착제는 두 개의 용기로 공급되며, 하나의 용기에는 친수성 산성단량체와 물로 구성된 자가부식 프라이머와 다른 용기에는 친수성과 소수성의 단량체로 구성된 접착레진이 들어 있다¹²⁾.

자가부식 프라이머는 인산에 비해 높은 pH와 낮은 부식효과를 가져 법랑질에 얇은 groove와 불명확한 부식양상을 나타낸다¹²⁾. 몇몇 연구에서는 삭제된 법랑질 표면에 대한 자가부식 프라이머 접착제와 self-priming 접착제 간에 결합강도의 차이가 없는 것으로 보고되었지만¹⁵⁻¹⁷⁾, Kerby 등¹⁸⁾과 Moura 등¹⁹⁾의 연구에 의하면 삭제된 법랑질에 대한 미세인장 결합강도는 self-priming 접착제가 자가부식 프라이머 접착제보다 높게 나타났다고 하였다.

따라서 법랑질에 대한 자가부식 프라이머 접착제의 결합력을 향상시키기 위한 다양한 연구가 진행되었다. Senawongse 등²⁰⁾은 자가부식 프라이머 접착제는 건전한 법랑질 보다 삭제된 법랑질에서 더 높은 결합강도를 나타내므로 건전한 법랑질의 표층을 삭제한 후 자가부식 프라이머 접착제를 사용할 것을 추천하였다. 또한 Torii 등²¹⁾은 삭제된 법랑질에 자가부식 프라이머를 적용하기 전에 법랑질의 부식효과를 증진시키기 위해 인산을 보조적으로 사용하면 자가부식 프라이머 접착제의 결합강도를 증가시킬 수 있다고 하였다. Cehreli와 Eminkahyagil²²⁾은 건전한 법랑질에서 자가부식 프라이머를 문지르면서 적용하면 법랑질의 부식효능이 개선된다고 하였고, Miyazaki 등²³⁾도 자가부식

프라이머를 문지르면서 적용하면 거친 법랑질 표면의 형성과 함께, 탈회된 법랑질로 프라이머 침투가 향상되므로 프라이머를 그대로 방치한 경우보다 증가된 결합강도를 보인다고 하였다.

다양한 제품의 자가부식 프라이머 접착제가 수복학 분야에 사용되고 있으며, 이들에 포함된 성분도 서로 다르다. 각 제조사는 자가부식 프라이머를 치질에 적용할 경우 15초-30초까지 다양한 적용시간을 추천하고 있으며, 또한 추천된 적용시간 동안 문지르면서 적용하거나 또는 그대로 방치하도록 하고 있다. 따라서 이 연구에서는 자가부식 프라이머의 적용시간이 법랑질 접착에 미치는 영향을 알아보기 위하여 6종의 자가부식 프라이머 접착제를 사용하여 제조사에서 추천한 프라이머 적용시간과 프라이머의 적용시간을 2배로 증가시킨 경우, 미세전단 결합강도와 전자현미경적 소견에 대한 차이를 상호 비교하였다.

II. 실험재료 및 방법

1. 실험재료

치관부에 결함이나 수복물이 없는 최근에 발거된 상·하악 대구치 66개를 실험치아로 사용하였으며, 자가부식 프라이머 접착시스템 (Table 1, 2)과 복합레진 (Table 1)은 각각 6종을 사용하였다. 접착제와 복합레진의 중합을 위한 광조사기는 Spectrum 800 (Dentsply Caulk, Milford, DE, U.S.A.)을 사용하였고 500 mW/cm²의 광 강도를 이용하였다.

2. 실험방법

가. 미세전단 결합강도 측정을 위한 시편제작

(1) 법랑질 시편제작

고속용 다이아몬드 버를 사용하여 60개 상·하악 대구치의 치근을 절단한 후, 치관을 근-원심 방향으로 수직 절단하여 이등분하였다. 절단된 치관의 치수측 치면을 cyanoacrylate 접착제 (ALTECO Korea Inc., Pyungtaek-City, Korea)를 사용하여 레진블록에 접착하였다. 주수 하에서 Isomet Low Speed Saw (Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, U.S.A.)를 이용하여 치관의 협면과 설면의 법랑질 일부를 편평하게 삭제한 후, 다시 법랑질을 포함하여 1.2 mm의 두께의 절편이 되도록 digital caliper (Mitutoyo Corp, Japan)를 조정하고 시편을 근, 원심 방향으로 절단하였다. 각 시편은 법랑질 표면을 600 grit silicone carbide (SiC) paper를 이용하여 연마하였다.

120개의 시편을 무작위로 선택하여 6종의 프라이머를 제

Table 1. Classification by kinds of self-etching primer adhesive systems and composites

Group	Adhesives	Composites	Manufacture
TY, TY-2	Tyrian SPE /One-Step Plus	Micronew	Bisco, Inc., Schaumburg, IL, U.S.A
AD, AD-2	AdheSE	Tetric Ceram	Ivoclar vivadent AG, Schaan, Lichtenstein
OP, OP-2	OptiBond Solo Plus Self-Etch	Premisa	Kerr Co., Orange, CA, U.S.A.
CL, CL-2	Clearfil SE Bond	Clearfil AP-X	Kuraray Medical Inc., Kurashiki, Okayama, Japan
UN, UN-2	Unifil Bond	Gradia direct	GC Co., Itabashi-ku, Tokyo, Japan
CO, CO-2	Contax	Ecusphere-Shine	DMG C.P.F.GmbH, Elbgaustrasse, Hamburg, German

Table 2. Composition and pH of self-etching primer adhesives

Adhesives	Composition		pH of primer
	Primer	Bonding agent	
Tyrian SPE /One-Step Plus	2-Acrylamino-2-methyl propanesulfonic acid, Bis(2-methacryloyloxy)ethyl phosphate, ethanol	BPDM, HEMA, acetone, glass frit, photoinitiator	0.40
AdheSE	DMA, phosphonic acid acrylate, initiator, stabilizers, water	HEMA, DMA, silicone dioxide, initiators	1.40
OptiBond Solo Plus Self-Etch	GPDM, camphoroquinone, ethanol, water	Bis-GMA, GDM, HEMA, GPDM, ethanol	1.48
Clearfil SE Bond	10-MDP, HEMA, water, hydrophilic DMA, photoinitiator	10-MDP, Bis-GMA, HEMA, hydrophilic DMA, microfiller, photoinitiator	1.92
Unifil Bond	4-MET, HEMA, ethanol, water, initiator	UDMA, HEMA, TEGDMA	2.00
Contax	Maleic acid, sodium fluoride, water	Hydrophilic and Bis-GMA based resin matrix, catalyst	2.40

DMA = Dimethacrylate, GPDM = Glycerol phosphate dimethacrylate; 10-MDP = 10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate; HEMA = Hydroxyethylmethacrylate; 4-MET=4-Methacryloyloxyethyl trimellitic acid; BPDM: bisphenyl dimethacrylate; Bis-GMA = Bisphenol-glycidyl methacrylate; GDM = Glycerol dimethacrylate; UDMA=Urethane dimethacrylate; TEGDMA = Triethylene glycol dimethacrylate

조사에서 추천한 적용시간을 따른 군 (정상적인 프라이머 적용시간)과 제조사에서 추천한 적용시간보다 2배로 증가시켜 프라이머를 적용한 군 (2배의 프라이머 적용시간)에 각각 60개씩을 배정하였다. 배정된 시편은 접착제의 종류에 따라 다시 10개씩 배정하여 모두 12개의 군으로 분류하였다 (Table 1, 3). 각 프라이머를 적용하기 전에 법랑질 표면은 air-water 시린지로 깨끗이 세척하고 건조하였다.

(2) 프라이머의 적용시간에 따른 군 분류와 복합레진의 접착

가. 제조사에서 추천한 프라이머의 적용시간에 따른 군 분류

1) TY 군

제조사의 설명서에 따라 Tyrian SPE part A와 part B 용액을 용기에 1방울씩 분배하고 혼합하였다. 법랑질 표면

을 최소 5초간 건조한 후, 혼합용액을 스펀지 (foam pellet)에 적셔 법랑질 표면에 문지르면서 20초 동안 2회 적용하고, 과도한 용액을 스펀지로 가볍게 흡수하였다 (Table 3). One-Step Plus 병을 3-5초간 흔들어 용기에 용액을 분배한 후, Tyrian SPE가 적용된 법랑질 표면에 One-Step Plus 접착제를 10-15초간 가볍게 문지르면서 충분히 적용하였다. air-syringe로 가볍게 건조하고 법랑질 표면에 광택이 있는 가를 확인한 후 Spectrum 800 광조사기로 10초간 광조사하였다.

2) AD 군

AdheSE의 Primer를 용기에 1방울 분배하고 술에 적셔 법랑질 표면에 15초간 적용한 후, 부가적으로 15초간 문지르면서 Primer를 적용한 다음 air-syringe로 강하게 건조하였다 (Table 3). AdheSE Bond를 용기에 1방울 분배하여 술에 적신 후, AdheSE Primer가 적용된 법랑질 표면에 AdheSE Bond를 적용하였다. Air-syringe로 Bond를 가

Table 3. Application time of primer in each group

Group	Application time of primer
TY	1. Application of two coats of Tyrian SPE with slight agitation (20 s) 2. Blot dry with foam sponge
AD	1. Application of AdheSE Primer (15 s) and additional application of Primer with agitation (15 s) 2. Dry with strong stream of air
OP	1. Application of OptiBond Solo Plus Self-Etch Primer with agitation (15 s) 2. Lightly air dry (3 s)
CL	1. Application of Clearfil SE Primer (20 s) 2. Air dry
UN	1. Application of Unifil Bond Self-Etch Primer (20 s) 2. Air dry
CO	1. Application of Contax-Primer (20 s) 2. Air dry
TY-2	1. Application of four coats of Tyrian SPE with slight agitation (40 s) 2. Blot dry with foam sponge
AD-2	1. Application of AdheSE Primer (30 s) and additional application of Primer with agitation (30 s) 2. Dry with strong stream of air
OP-2	1. Application of OptiBond Solo Plus Self-Etch Primer with agitation (30 s) 2. Lightly air dry (3 s)
CL-2	1. Application of Clearfil SE Primer (40 s) 2. Air dry
UN-2	1. Application of Unifil Bond Self-Etch Primer (40 s) 2. Air dry
CO-2	1. Application of Contax-Primer (40 s) 2. Air dry

-2 mean two times of application time than normal primer application time

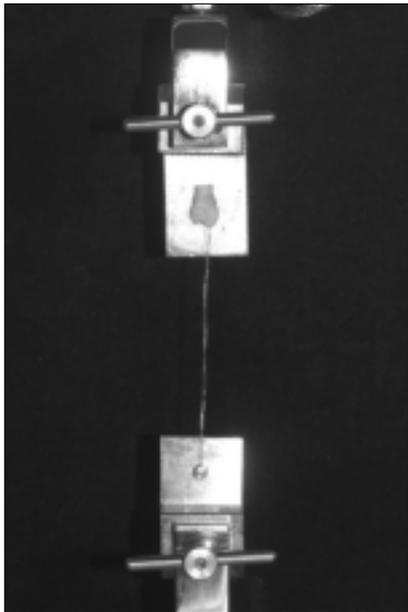


Figure 1. Microshear bond test of specimen.

볍게 붙어 얇게 퍼지도록 하고 Spectrum 800 광조사기로 10초간 광조사하였다.

3) OP 군

OptiBond Solo Plus Self-Etch Primer를 용기에 1방울 분배하고 솔에 Primer를 적셔 법랑질 표면에 15초간 문지르면서 적용한 후, air-syringe로 3초간 가볍게 건조하였다 (Table 3). OptiBond Solo Plus 병을 가볍게 흔들어서 용기에 1방울 분배하여 솔에 적신 후, Primer가 적용된 법랑질 표면에 OptiBond Solo Plus를 가볍게 문지르면서 15초간 적용하였다. Air-syringe로 3초간 가볍게 건조하고 Spectrum 800 광조사기로 10초간 광조사하였다.

4) CL 군

공급된 솔에 Clearfil SE Primer를 적셔 법랑질 표면에 적용하고 20초간 기다린 다음, air 시린지로 Primer를 건조하였다. 새로운 솔에 Clearfil SE Bond를 적셔 Primer가 적용된 법랑질 표면에 적용하였다 (Table 3). Air-syringe로 Bond를 가볍게 붙여 법랑질 표면에 충분히 퍼지도록 하고 Spectrum 800 광조사기로 10초간 광조사하였다.

5) UN 군

Unifil Bond Self-Etching Primer를 용기에 1방울 분배하고 공급된 솔에 적셔 법랑질 표면에 적용하고 20초간 기다린 다음, air-syringe로 가볍게 건조하였다. UniFil Bond Bonding Agent를 용기에 1방울 분배하여 솔에 적셔

Primer가 적용된 법랑질 표면에 즉시 적용하였다 (Table 3). Air-syringe로 Bond를 가볍게 붙여 얇게 퍼지도록 하고 Spectrum 800 광조사기로 10초간 광조사하였다.

6) CO 군

Contax-Primer를 용기에 1방울 분배하고 솔에 적셔 법랑질 표면에 20초간 적용하였다. 법랑질 표면에 광택이 있는가를 확인한 후, Contax-Bond를 용기에 1방울 분배하여 솔에 적셔 Primer가 적용된 법랑질 표면에 20초간 적용하였다 (Table 3). Air-syringe로 Bond를 가볍게 붙여 얇게 퍼지도록 하고 Spectrum 800 광조사기로 20초간 광조사하였다.

나. 2배의 프라이머의 적용시간에 따른 군 분류

Table 3에서와 같이 TY-2 군, AD-2 군, OP-2 군, CL-2 군, UN-2 군 및 CO-2 군은 제조사에서 추천한 시간보다 2배로 증가하여 법랑질 표면에 프라이머를 적용한 후, air-syringe로 건조하였다. 또한 각 군에서 접착제의 적용과 광조사는 상기한 TY 군에서 CO 군까지의 방법과 동일하게 시행하였다.

각 군의 접착제가 적용된 법랑질 표면에 내경 0.5mm, 높이 1mm의 Tygon tube (Saint-Gobain Performance Plastic Co., Beaverton, MI, U.S.A.)를 위치시킨 다음, TY 군과 TY-2 군은 Micronew를, AD 군과 AD-2 군은 Tetric Ceram을, OP 군과 OP-2 군은 Premisa를, CL 군과 CL-2 군은 Clearfil AP-X를, UN 군과 UN-2 군은 Gradia Direct를, CO 군과 CO-2 군은 Ecusphere Shine 복합레진 (Table 1)을 각각 충전하고 20초간 광조사하였다. 이러한 방식으로 각 법랑질 표면에 2-3개의 복합레진을 접착하고 각 군당 총 20개의 복합레진을 접착한 후 미세전단 결합강도를 측정하기 전까지 증류수에 24시간동안 보관하였다.

(3) 미세전단 결합강도의 측정

결합강도를 측정하기 전 복합레진에 부착된 Tygon tube를 #15 blade로 제거하였다. 시험장치에 시편을 cyanoacrylate 접착제로 접착시킨 후, Universal testing machine (EZ test, Shimadzu Co., Kyoto, Japan)의 jig에 시험장치를 고정하고 상부의 복합레진과 하부의 고정부위에 0.3mm 두께의 교정용 철사 (Tomy International Inc., Tokyo, Japan)를 평행하게 걸었다 (Figure 1). 법랑질 표면에서 복합레진이 분리될 까지 분당 1.0mm의 cross-head speed로 전단하중을 가하여 미세전단 결합강도를 측정하였다.

(4) 통계분석

자가부식 프라이머 접착제의 종류 및 프라이머의 적용시간 (제조사에서 추천한 적용시간과 2배의 적용시간)에 따른 법랑질과 복합레진의 미세전단 결합강도 간의 유의성 검정은 통계분석 프로그램인 SPSS (ver. 10.1)에서 two-way ANOVA를 이용하여 비교 분석하였으며, 사후검정은 one-way ANOVA와 Tukey의 HSD 방법과 독립 t-검정을 이용하여 $p = 0.05$ 유의 수준에서 분석하였다.

나. 주사전자현미경 관찰을 위한 시편제작

주사전자현미경 관찰을 위해 6개의 발거된 상·하악 대구치를 사용하였다. 고속용 다이아몬드 버를 사용하여 대구치의 치근을 절단한 후, 치관을 근·원심 방향으로 수직 절단하여 이등분하였다. 치관의 헐면과 설면에 있는 법랑질 일부를 Isomet Low Speed Saw로 편평하게 삭제한 후, 각 법랑질 표면은 600 grit SiC paper를 이용하여 연마하였다.

미세전단 결합강도의 측정을 위한 시편제작과 같은 방법으로 법랑질 표면에 각 군의 프라이머를 적용한 후 (Table 3), 각각 접착레진과 복합레진을 이용하여 법랑질에 접착하였다. 복합레진은 2mm씩 2회 적층으로 축조하였고, 각각 20초간 광조사하였다.

시편을 24시간동안 증류수에 보관한 후, 치질과 복합레진을 사각형태로 만들고 Isomet Low Speed Saw를 이용하여 법랑질-복합레진 계면에 대해 수직으로 절단하여 이등분하였다. 각 시편에서 법랑질과 복합레진의 계면 측에 35% 인산겔 (Bisco, Inc., Schaumburg, IL, U.S.A)을 30초 동안 적용하여 산 부식 처리하고 세척, 건조하였다. 각 시편을 stub에 부착하여 12 KV 전압 하에서 1분 동안 백금을

700Å 두께로 도금하였다. 각 군의 법랑질과 복합레진 계면은 FE-SEM (S-4800: Hitachi High Technologies Co., Tokyo, Japan)을 이용하여 고배율 ($\times 4,500$)로 관찰하였다.

Ⅲ. 실험결과

1. 미세전단 결합강도

각 군의 법랑질에 대한 미세전단 결합강도의 평균치와 표준편차는 Table 4에 표시하였다.

제조사에서 추천한 적용시간에 따른 각 군의 미세전단 결합강도를 Tukey의 HSD로 사후 검정한 결과, CL 군과 UN 군의 결합강도는 TY 군과 CO 군의 결합강도 보다 통계학적으로 높게 나타났고 ($p < 0.05$), TY 군의 결합강도는 OP 군, CL 군, UN 군의 결합강도 보다 통계학적으로 낮게 나타났으며 ($p < 0.05$), AD 군의 결합강도는 다른 모든 군과 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았다 (Table 4).

2배의 프라이머 적용시간에 따른 각 군의 미세전단 결합강도를 Tukey의 HSD로 사후 검정한 결과, CL-2 군과 UN-2 군의 결합강도는 TY-2 군과 AD-2 군, OP-2 군 및 CO-2 군의 결합강도 보다 통계학적으로 높게 나타났고 ($p < 0.05$), TY-2 군의 결합강도는 CL-2 군, UN-2 군, CO-2 군의 결합강도 보다 통계학적으로 낮게 나타났으며 ($p < 0.05$), CO-2 군의 결합강도는 TY-2 군의 결합강도 보다 높게 그리고 CL-2 군과 UN-2 군의 결합강도 보다 낮게 나타났다 ($p < 0.05$, Table 4).

동일한 프라이머를 사용한 군에서 제조사에서 추천한 적

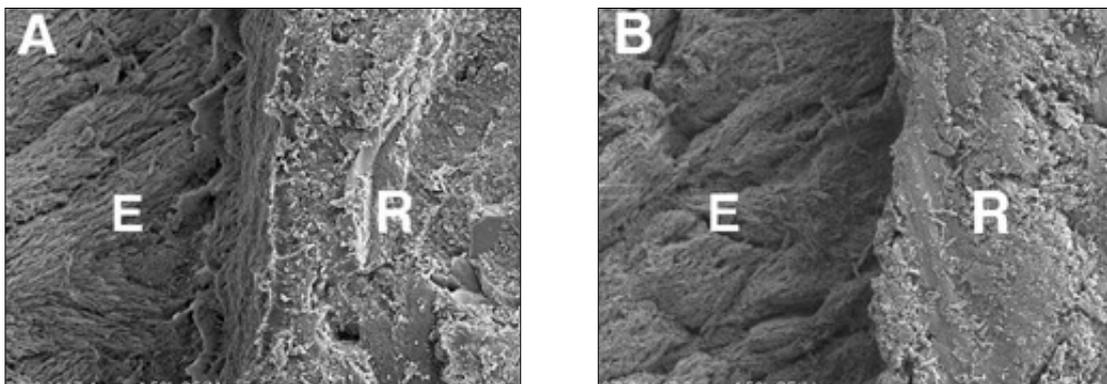


Figure 2. SEM micrographs of interface of enamel (E) and composite resin (R) treated with Tyrian SPE for normal application time (20 s) and two times of application time (40 s). Close adaptation was seen between enamel and resin in both groups, TY group (A) and TY-2 group (B)($\times 4,500$).

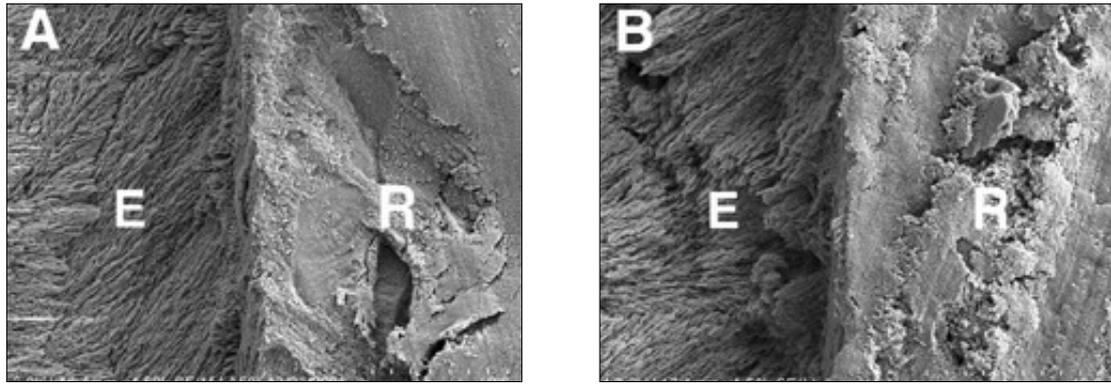


Figure 3. SEM micrographs of interface of enamel (E) and composite resin (R) treated with Contax for normal application time (20 s) and two times of application time (40 s). Close adaptation was seen between enamel and resin in both groups, CO group (A) and CO-2 group (B)($\times 4,500$).

용시간과 2배의 프라이머 적용시간에 따른 법랑질에 대한 미세전단 결합강도는 OP 군과 OP-2군을 제외한 다른 모든 군에서 프라이머를 제조사에서 추천대로 적용한 군에서 보다 프라이머의 적용시간을 2배로 증가시킨 군에서 모두 높게 나타났다 (Table 4). 동일한 프라이머를 사용한 군에서 제조사에서 추천한 적용시간과 2배의 프라이머 적용시간에 따른 법랑질에 대한 미세전단 결합강도를 독립 t-검정한 결과, TY 군과 TY-2 군, AD 군과 AD-2 군, OP 군과 OP-2 군의 결합강도 간에는 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았으나, CL 군, UN 군 및 CO 군은 각각 CL-2 군, UN-2 군 및 CO-2 군보다 통계학적으로 낮은 결합강도를 나타내었다 ($p < 0.05$, Table 4).

2. 주사전자현미경 소견

제조사의 추천에 따라 법랑질에 프라이머를 적용한 군과 프라이머 적용시간을 2배로 증가시켜 복합레진을 접착시킨 군 모두에서 법랑질과 복합레진 계면은 모두 긴밀한 접착관계를 보여주었다. 모든 군중 TY 군과 TY-2 군 및 CO 군과 CO-2 군의 법랑질과 복합레진 계면의 접착관계를 대표적인 현미경소견으로 Figure 2와 3에 나타내었다.

IV. 총괄 및 고찰

법랑질에 대한 복합레진의 접착은 법랑질과 접착레진의 기계적인 결합과 복합레진과 접착레진의 화학적인 결합에 의해 이루어진다¹⁰⁾. 인산을 사용하는 self-priming 접착제와는 달리, 자가부식 프라이머 접착제는 프라이머의 산 성

분에 의한 법랑질의 탈회와 methacrylate 성분에 의한 프라이밍이 동시에 이루어진다. 자가부식 프라이머에 의한 법랑질 탈회는 법랑질의 주성분인 수산화인회석으로부터 용해된 고농도의 칼슘과 인의 이온효과에 의해 제한되며²⁴⁾, 다음에 적용되는 접착레진에 의해 법랑질과 결합을 이루게 된다.

법랑질에 대한 자가부식 프라이머 접착제의 결합력은 프라이머에 의한 법랑질의 탈회와 침투능력에 의해 영향을 받을 수 있다. 이러한 관점에서 프라이머의 적용시간이 법랑질의 결합강도에 영향을 미칠 수 있을 것으로 생각되어 이 연구에서는 6종의 자가부식 프라이머 접착제를 제조사에서 추천한 정상적인 프라이머 적용시간과 프라이머의 적용시간을 2배로 증가시킨 경우 미세전단 결합강도와 전자현미경적 소견을 통하여 자가부식 프라이머의 적용시간이 법랑질 결합강도에 미치는 영향을 알아보았다.

이 연구에서 제조사에서 추천한 프라이머 적용시간에 따른 각 군의 미세전단 결합강도를 통계학적으로 분석한 결과, CL 군 ($27.37 \pm 6.13 \text{ MPa}$)과 UN 군 ($27.06 \pm 6.08 \text{ MPa}$)은 TY 군 ($20.38 \pm 5.69 \text{ MPa}$)과 CO 군 ($21.64 \pm 6.79 \text{ MPa}$)보다 통계적으로 높은 결합강도를 나타냈고 ($p < 0.05$), TY 군은 OP 군 ($25.91 \pm 3.36 \text{ MPa}$)과 CL 군 및 UN 군보다 통계학적으로 낮은 결합강도를 나타냈으며 ($p < 0.05$), AD 군 ($25.04 \pm 5.22 \text{ MPa}$)의 결합강도는 다른 모든 군과 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았다 (Table 4). Lopes 등²⁵⁾은 법랑질에 대한 5종의 자가부식 프라이머 접착제 (Adper Prompt Self-Etch, OptiBond Solo Plus Self-Etch, AdheSE, Tyrian, Clearfil SE Bond)와 Single Bond의 전단결합강도를 비교한 결과, Clearfil SE Bond의 결합강도 ($17.6 \pm 4.5 \text{ MPa}$)는 Single

Bond (17.9 ± 4.4 MPa)와 유일하게 비슷하였으며, 다른 자가부식 프라이머 접착제의 결합강도 ($5.6 - 12.6$ MPa)보다 통계학적으로 높게 나타났다고 보고하였다. 또한 Inoue 등¹⁾의 법랑질에 대한 2단계 접착제의 미세인장 결합강도 비교에서 Clearfil SE Bond와 Unfil Bond의 결합강도는 Single Bond와 통계학적인 차이가 없다고 하였다. 이러한 연구결과들은 이 연구에서 CL 군과 UN 군의 미세전단 결합강도가 다른 군보다 높게 나타난 결과와 유사하였다.

또한 이 연구에서 2배의 프라이머 적용시간에 따른 각 군의 미세전단 결합강도를 통계학적으로 분석한 결과, CL-2 군 (36.23 ± 4.94 MPa)과 UN-2 군 (35.72 ± 4.67 MPa)은 TY-2 군 (23.77 ± 5.31 MPa), AD-2 군 (27.71 ± 5.46 MPa), OP-2 군 (25.17 ± 7.58 MPa) 및 CO-2 군 (29.39 ± 6.01 MPa) 보다 통계학적으로 높은 결합강도를 나타냈고, TY-2 군의 결합강도는 CL-2 군, UN-2 군 및 CO-2 군의 결합강도 보다 통계적으로 낮은 결합강도를 나타냈으며, CO-2 군은 TY-2 군보다 통계학적으로 높지만 CL-2 군과 UN-2 군 보다 낮은 결합강도를 나타내었다 ($p < 0.05$, Table 4).

자가부식 프라이머의 적용방식이 법랑질의 결합강도에 미치는 영향에 관한 연구에서 Miyazaki 등²³⁾은 자가부식 프라이머를 문지르면서 적용한 경우가 프라이머를 적용한 후 그대로 방치한 경우보다 증가된 결합강도를 보였다고 하였으나 Finger와 Tani²⁶⁾는 적용방식에 따른 결합강도의 차이가 없었다고 보고하여 서로 상반된 연구결과를 나타내었다. 이 연구에 사용된 프라이머는 제조사에 의하면 법랑질 표면에 문지르거나 방치하는 적용방식을 추천하고 있다. 이 연구에서 Tyrian SPE, AdheSE 및 OptiBond Solo Plus Self-Etch는 제조사의 설명서에 따라 15초간 문지르면서 법랑질 표면에 적용하였고, Clearfil SE Bond, Unifil Bond 및 Contax는 법랑질 표면에 적용한 후 20초간 방치하였다. 이 연구의 결과에서 프라이머를 제조사의 추천에 따라 적용한 군에서는 프라이머를 문지르거나 방치함에 따른 일관된 결합강도의 증감을 나타내지 않았지만, 프라이머의 적용시간을 2배로 증가시킨 군에서는 프라이머를 방치한 CL-2 군, UN-2 군 및 CO-2 군의 결합강도가 문지르면서 적용한 TY-2 군, AD-2 군 및 OP-2 군의 결합강도보다 높게 나타나 흥미로운 결과를 나타내었다. 그러나 이러한 연구결과가 프라이머의 적용방식에 의한 것인지는 알 수 없었다. 이에 프라이머의 적용시간을 2배로 증가시킨 경우 프라이머의 적용방식이 법랑질 결합강도에 미치는 효과에 관한 연구가 더욱 진행되어야 할 것으로 생각된다.

이 연구에서 Clearfil SE Bond와 UniFil Bond의 프라이머가 다른 군의 프라이머에 비해 높은 pH를 가졌지만 (Table 2), 제조사에서 추천한 적용시간과 2배의 프라이머 적용시간 모두에서 Clearfil SE Bond와 UniFil Bond를

사용한 군이 다른 군보다 높은 결합강도를 나타냈다. 이러한 결합강도의 차이는 자가부식 프라이머 접착제의 독특한 성분에 의한 것으로 생각된다. Clearfil SE Bond의 프라이머와 접착레진 성분에 포함된 MDP는 법랑질의 칼슘이온과 결합되는 2개의 수산기를 가지고 있기 때문에 양호한 접착성 단량체로 알려져 있으며²⁷⁾, 또한 Unifil Bond의 프라이머 성분에 포함된 4-MET의 카복실기가 수산화인회석의 칼슘과 이온결합할 수 있음이 입증되었다²⁸⁾. Hotta 등²⁹⁾은 4-MET가 법랑질소주 주변으로 단량체의 침투를 도움으로써 법랑질과 탁월한 접착을 이룬다고 하였다. 또한 Yoshida 등³⁰⁾은 MDP와 같은 인산계통의 단량체와 4-MET와 같은 카복실 산 계통의 단량체가 수산화인회석의 칼슘과 화학적으로 결합할 가능성을 보고하였다. 이 연구의 Clearfil SE Bond와 UniFil Bond를 사용한 군에서 이러한 부가적인 화학적 결합능력이 법랑질과의 결합강도를 향상시켰을 것으로 생각된다.

Ferrari 등³¹⁾은 5급 와동에서 자가부식 프라이머 접착제인 Clearfil liner Bond 2를 30초간 적용한 경우 보다 60초간 적용한 경우에 법랑질 변연부에서 미세누출이 적게 발생하였다고 보고하고 법랑질 미세누출을 감소시키기 위해서는 프라이머를 2회 도포할 것을 제안하였다. 이 연구에서 동일한 프라이머를 사용한 군에서 OP 군과 OP-2군을 제외한 다른 모든 군에서 프라이머를 정상적으로 적용한 군에서 보다 프라이머의 적용시간을 2배로 증가시킨 군에서 모두 높은 결합강도를 나타냈다 (Table 4).

자가부식 프라이머에 의한 법랑질 표면의 탈회깊이는 프라이머에 포함된 산의 종류와 농도 등에 의해 영향을 받게 된다. 자가부식 프라이머는 산성 레진단량체의 해리지수 (pKa 치)와 농도에 의해 미약한 (pH 2 정도), 중중도 (pH 1.5 정도) 및 강한 침투성 (pH 1 이하)의 프라이머로 분류된다³²⁾. Tay와 Pashley³³⁾는 건전한 법랑질에서 특히 미약한 침투성의 자가부식 프라이머는 강한 침투성의 자가부식 프라이머보다 통계학적으로 낮은 결합강도를 나타내었다고 보고하고 자가부식 프라이머의 부식효과와 복합레진의 강도는 건전한 법랑질에서의 결합강도에 중요한 역할을 한다고 하였다.

이 연구에서 동일한 프라이머를 사용한 군에서 제조사에서 추천한 적용시간과 2배의 프라이머 적용시간에 따른 법랑질에 대한 미세전단 결합강도를 비교한 결과, TY 군과 TY-2 군, AD 군과 AD-2 군 및 OP 군과 OP-2 군의 결합강도 간에는 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았으나, CL-2 군, UN-2 군 및 CO-2 군은 각각 CL 군, UN 군 및 CO 군보다 통계학적으로 높은 결합강도를 나타내었다 ($p < 0.05$, Table 4).

TY 군, AD 군 및 OP 군에서 사용한 프라이머의 pH는 Tyrian SPE (0.40), AdheSE (1.40), OptiBond Solo

Plus Self-Etch (1.48)로서 중증도에서 강한 침투성의 프라이머에 해당되므로 법랑질에 대한 프라이머의 적용시간을 2배로 증가시켜도 통계학적으로 유의한 결합강도의 증가는 없었지만, CL 군, UN 군 및 CO 군의 경우에는 프라이머의 pH가 Clearfil SE Bond (1.92), Unifil Bond (2.00), Contax (2.40)로서 미약한 침투성의 프라이머에 해당되므로 프라이머의 적용시간을 2배로 증가시켰을 때 법랑질의 탈회와 함께 프라이머의 침투가 잘 진행될 수 있는 충분한 시간을 제공함으로써 유의한 결합강도의 증가를 나타냈을 것으로 생각된다. 또한 프라이머의 부식효과 외에도 이 연구에 사용된 복합레진의 종류에 따른 강도가 결합강도에 영향을 미쳤을 것으로 생각된다.

Kanemura 등⁴⁾의 주사전자현미경 연구에서 여러 종류의 자가부식 프라이머 접착제는 건전한 법랑질에서 얇은 부식 양상으로 인하여 낮은 결합강도를 나타냈지만 삭제된 법랑질에서는 모든 접착제와 우수한 접착관계를 나타냈다고 하였으며, Perdigao 등¹⁵⁾은 자가부식 프라이머에 의한 부식양상과 법랑질의 전단결합강도 간에 상관관계가 없다고 하였다. 이 연구에서 제조사에서 추천한 프라이머 적용시간과 2배의 프라이머 적용시간에 따른 법랑질과 복합레진의 접착관계를 전자현미경으로 관찰한 결과, 법랑질에 프라이머를 제조사의 추천에 따라 적용한 군과 프라이머 적용시간을 2배로 증가시켜 복합레진을 접착시킨 군 모두에서 법랑질과 복합레진 간에 긴밀한 접착관계를 보여주었다 (Figure 2, 3).

이 연구를 종합하면, 법랑질에 대한 자가부식 프라이머 접착제의 미세전단 결합강도는 전반적으로 제조사의 추천에 따라 프라이머를 적용한 경우보다 프라이머의 적용시간을 2배 증가시킨 경우 높게 나타났으며, 특히 pH가 높은 자가부식 프라이머를 사용하였을 때 결합강도의 통계학적인 증가가 나타났다. 그러나 주사전자현미경 하에서 법랑질과 복합레진의 결합관계는 모든 군에서 긴밀하게 나타나 프라이머의 적용시간에 따른 차이는 관찰할 수 없었다.

V. 결 론

이 연구는 6종의 자가부식 프라이머 접착시스템에서 제조사에서 추천한 프라이머 적용시간과 2배의 프라이머 적용시간에 따른 법랑질에 대한 미세전단 결합강도와 전자현미경적 소견을 비교하기 위하여 시행하였다.

미세전단 결합강도 측정을 위해 치관을 근-원심 방향으로 이등분한 60개의 발거된 대구치를 사용하였다. 치관의 협면과 설면에 있는 법랑질 일부를 Isomet Low Speed Saw로 편평하게 삭제한 후, 각 시편의 법랑질 표면은 600 grit SiC paper로 연마하였다.

접착제의 종류와 프라이머의 적용시간에 따라 12개 군으

로 배정하였다. 법랑질 표면에 프라이머의 적용시간을 제조사의 추천에 따라 시행한 6개 군 (TY 군-Tyrian SPE와 One-Step Plus를 사용한 군, AD 군-AdheSE를 사용한 군, OP 군-OptiBond Solo Plus Self-Etch와 OptiBond Solo Plus를 사용한 군, CL 군-Clearfil SE Bond를 사용한 군, UN 군-Unifil Bond를 사용한 군, CO 군-Contax를 사용한 군)과 프라이머의 적용시간을 제조사의 추천보다 2배 증가시켜 시행한 6개 군 (TY-2 군, AD-2 군, OP-2 군, CL-2 군, UN-2 군, CO-2 군)으로 분류하였다.

프라이머를 적용한 각 군의 법랑질 표면에 동일한 제조사의 접착레진과 복합레진을 접착한 후, 각 군의 시편에서 미세전단 결합강도를 측정하고 주사전자현미경하에서 계면을 관찰하였다. 이 연구의 결과 법랑질에 대한 자가부식 프라이머 접착제의 결합강도는 제조사에서 추천한 프라이머의 적용시간보다 프라이머의 적용시간을 2배 증가시킨 경우 높게 나타났으며, 특히 pH가 높은 프라이머를 사용하였을 때 통계학적으로 높은 결합강도를 나타내었다. 이는 법랑질에서 pH가 높은 프라이머를 사용할 경우, 제조사에서 추천한 시간보다 더 긴 시간동안 적용하는 것이 결합강도를 증가시킬 수 있을 것으로 생각된다.

참고문헌

1. Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Varherle G, Sano H, Van Meerbeek B. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to enamel. *Am J Dent* 16:329-334, 2003.
2. Van Meerbeek B, De Munck J, Matter D, Van Landuyt K, Lambrechts P. Microtensile bond strength of an etch & rinse and self-etch adhesive to enamel and dentin as a function of surface treatment. *Oper Dent* 28:647-660, 2003.
3. Van Meerbeek B, Peumans M, Gladys S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Three-year clinical effectiveness of four total-etch dentinal adhesive systems in cervical lesions. *Quintessence Int* 26:775-784, 1996.
4. Kanemura N, Sano H, Tagami J. Tensile bond strength to and SEM evaluation of ground and intact enamel surfaces. *J Dent* 27:523-530, 1999.
5. Toledano M, Osorio R, De Leonardi G, Rosales-Leal JI, Ceballos L, Cabrerizo-Vilchez MA. Influence of self-etching primer on the resin adhesion to enamel and dentin. *Am J Dent* 14:205-210, 2001.
6. Kiremitci A, Yalcin F, Gokalp S. Bonding to enamel and dentin using self-etching adhesive systems. *Quintessence Int* 35:367-370, 2004.
7. Vargas M, Cobb D, Denchy G. Interfacial micromorphology and shear bond strength of single-bottle primer/adhesives. *Dental Mater* 13:316-324, 1997.
8. Hipolito VD, de Goes MF, de Oliveira Carriho MR, Chan DCN, Daronch M, Sinhoreti MAC. SEM evaluation of contemporary self-etching primers applied to ground and unground enamel. *J Adhes Dent* 7:203-211, 2005.
9. Shimada Y, Senawongse P, Harnirattisai C, Burrow MF, Nakaoki Y, Tagami J. Bond strength of two adhe-

- sive systems to primary and permanent enamel. *Oper Dent* 27:403-409, 2002.
10. Hannig M, Reinhardt KJ, Bott B. Self-etching primer vs phosphoric acid: an alternative concept for composite-to-enamel bonding. *Oper Dent* 24:172-180, 1999.
 11. Van Meerbeek B, De Munck J, Inoue S, Yoshida S, Peumans M, Lambrechts P, Vanherle G. Adhesives and cements to promote preservation dentistry. *Oper Dent* suppl 6:119-144, 2001.
 12. Daronch M, de Goes FM, Grande RHM, Chan DCN. Antibacterial and conventional self-etching primer system: Morphological evaluation of intact primary enamel. *J Dent for Children* 27:251-256, 2003.
 13. Nakabayashi N, Pashley DH. Hybridization of dental hard tissue. Quintessence Publishing Co., Tokyo, p39-44, 1998.
 14. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, Inoue S, Tagawa Y, Suzuki K, De Munck J, Van Meerbeek B. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res* 83:454-458, 2004.
 15. Perdigao J, Lopes L, Lambrechts P, Leitao J, Van Meerbeek B. Effects of a self-etching primer on enamel shear bond strengths and SEM morphology. *Am J Dent* 10:141-146, 1997.
 16. Toledano M, Osorio R, De Leonardi G, Rosales-Leal JI, Ceballos L, Cabrerizo-Vilchez MA. Influence of self-etching primer on the resin adhesion to enamel and dentin. *Am J Dent* 14:205-210, 2001.
 17. Ikeda T, Uno S, Tanaka T, Kawakami S, Komatsu H, Sano H. Relation of enamel prism orientation to microtensile bond strength. *Am J Dent* 15:109-113, 2002.
 18. Kerby RE, Knobloch LA, Clelland N, Lilley H, Seghi R. Microtensile bond strengths of one-step and self-etching adhesive systems. *Oper Dent* 30:195-200, 2005.
 19. Moura SK, Pelizza A, Bianco KD, de Goes MF, Loguercio AD, Reis A, Grande RH. Does the acidity of self-etching primers affect bond strength and surface morphology of enamel?. *J Adhes Dent* 8:75-83, 2006.
 20. Senawongse P, Sattabanasuk V, Shimada Y, Otsuki M, Tagami J. Bond strength of current adhesive systems on intact and ground enamel. *J Adhes Res Dent* 16:107-115, 2004.
 21. Torii Y, Itou K, Nishitani Y, Ishikawa K, Suzuki K. Effect of phosphoric acid etching to self-etching primer application on adhesion of resin composite to enamel and dentin. *Am J Dent* 15:305-308, 2002.
 22. Cehreli SB, Eminkahayagil. Effect of active pretreatment of self-etching primers on the ultramorphology of intact primary and permanent tooth enamel. *J Dent Children* 73:86-90, 2006.
 23. Miyazaki M, Hinoura K, Honjo G, Onose H. Effect of self-etching primer application method on enamel bond strength. *Am J Dent* 15:412-416, 2002.
 24. Yoshiyama M, Sano H, Ebisu S, Tagami J, Ciucchi B, Carvalho RM, Jonson MH, Pashley DH. Regional strengths of bonding agents to cervical sclerotic root dentin. *J Dent* 75:1404-1413, 1996.
 25. Lopes GC, Marson FC, Vieira LCC, de Andrada MAC, Baratieri LN. Composite bond strength to enamel with self-etching primers. *Oper Dent* 29:424-429, 2004.
 26. Finger WJ, Tani C. Effect of application modes on bonding performance of self-etching adhesives. *Am J Dent* 18:41-44, 2005.
 27. Yamada T, Sugizaki J. Basic properties and clinical application of the Clearfil SE Bond. Processing of the international Kuraray Symposium, Osaka, p1-6, 2000.
 28. Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Perdigao J, Lambrechts P, Vanherle G. Microscopy investigations. Techniques, results, limitations. *Am J Dent* 13:3D-18D, 2000.
 29. Hotta K, Mogi M, Miura F, Nakabayashi N. Effects of 4-MET on bond strength and penetration monomers into enamel. *Dent Mater* 8:173-175, 1992.
 30. Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Snauwaert J, Hellemans L, Lambrechts P, Vanherle G, Wakasa K. Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. *J Dent Res* 79:709-714, 2000.
 31. Ferrari M, Mannocci F, Vichi A, Davidson CL. Effect of two etching timers on the sealing ability Clearfil Liner Bond 2 Class V restorations. *Am J Dent* 10:66-70, 1997.
 32. Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etch adhesives. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater* 17:296-308, 2001.
 33. Tay FR, Pashley DH, King NM, Carvalho RM, Tsai J, Lai SCN, Marquezini L. Aggressiveness of self-etch adhesives on unground enamel. *Oper Dent* 29:309-316, 2004.

국문초록

자가부식 프라이머의 적용시간이 법랑질 접착에 미치는 영향

진철희¹ · 조영곤^{1*} · 김수미² · 이명선³

¹조선대학교 치과대학 치과보존학교실, ²서남대학교 의과대학 치과학교실, ³서강정보대학교 치위생과

이 연구의 목적은 6종의 자가부식 프라이머 접착시스템에서 제조사에서 추천한 프라이머 적용시간과 2배의 프라이머 적용시간에 따른 법랑질에 대한 미세전단 결합강도와 전자현미경적 소견을 비교하기 위하여 시행하였다.

이 연구의 결과 법랑질에 대한 자가부식 프라이머 접착제의 결합강도는 제조사에서 추천한 프라이머의 적용시간보다 프라이머의 적용시간을 2배 증가시킨 경우 높게 나타났으며, 특히 pH가 높은 프라이머를 사용하였을 때 통계학적으로 높은 결합강도를 나타내었다. 이는 법랑질에서 pH가 높은 프라이머를 사용할 경우, 제조사에서 추천한 시간보다 더 긴 시간동안 적용하는 것이 결합강도를 증가시킬 수 있을 것으로 생각된다.

주요어: 적용시간, 자가부식 프라이머, 미세전단 결합강도, 주사전자현미경, 법랑질