

## 자가 산부식 프라이머의 적용시간이 상아질의 미세인장 결합강도에 미치는 영향

조영곤\* · 이영곤 · 김종욱 · 박병철 · 김종진 · 최희영 · 진철희 · 유상훈

조선대학교 치과대학 치과보존학교실

### ABSTRACT

#### INFLUENCE OF APPLICATION TIME OF SELF-ETCHING PRIMERS ON DENTINAL MICROTENSILE BOND STRENGTH

Young-Gon Cho\*, Young-Gon Lee, Jong-Uk Kim, Byung-Cheul Park,  
Jong-Jin Kim, Hee-Young Choi, Cheul-Hee Jin, Sang-Hoon Yoo  
*Department of Conservative Dentistry, College of Dentistry, Chosun University*

This study evaluated the influence of application time of self-etching primers on microtensile bond strength ( $\mu$ TBS) to dentin using three self-etching primer adhesive systems.

Dentin surfaces were exposed from forty-eight human molars. They were conditioned with three self-etching primers (Clearfil SE Bond [SE], Unifil Bond [UF], Tyrian SPE + One Step Plus [TY]) and different priming times (10s, 20s, 30s and 40s). Composite resins were bonded to dentin surfaces and specimens were made.  $\mu$ TBS was tested and statistically compared using by one-way ANOVA and Tukey's Test.

The results of this study presented that priming time for 10s in SE and UF groups and for 30s and 40s in TY group was highly decreased  $\mu$ TBS to dentin. [J Kor Acad Cons Dent 29(5):430-438, 2004]

**Key words** : Application time, Self-etching primers, Microtensile bond strength, Self-etching primer adhesive systems, Condition, Dentin surface

### I. 서 론

복합레진과 접착제의 지속적인 개발과 발전은 치질을 최소한으로 삭제할 수 있게 함으로써 더욱 보존적이고 심미적인 수복을 가능하게 하였다. 이로 인하여 과거에는 치아의 결손 부위를 금속 수복물로 수복하였던 것이 점차적으로 복합레진을 이용한 심미수복으로 대체되어 가고 있다.

치질에 대한 복합레진의 접착을 위해 다양한 접착 시스템이 소개되었다. 이러한 접착 시스템은 적용단계에 따라 1, 2, 3 단계 접착 시스템으로 분류되며<sup>1-3)</sup> 이들은 현재 임상에서 모두 사용되고 있다. 이 중에서 2 단계 접착 시스템은 다시 두 가지 방식의 접착 시스템으로 분류된다<sup>4)</sup>. 먼저 단일병 접착 시스템 (single bottle adhesive system)은 치질을 인산으로 부식처리 한 후 프라이머와 접착제가 혼합된 용액을 치질에 적용하는 방식으로 사용되고 있고<sup>5-7)</sup>, 자가 산부식 프라이머 접착 시스템 (self-etching primer adhesive system)은 산성의 단량체와 프라이머 (primer)가 혼합된 용액으로 치질의 산 부식처리와 priming을 동시에 수행한 후 접착제를 적용하는 방식으로 사용되고 있다<sup>8-11)</sup>.

자가 산부식 프라이머 접착 시스템은 접착과정의 차이로 인하여 단일병 접착제가 갖지 못하는 여러 가지 특성을 가

\* Corresponding author: Young-Gon Cho

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

※ 이 논문은 2003년도 조선대학교 학술연구비의 지원을 받아 연구되었음.

지고 있다. 먼저 이러한 접착 시스템은 total etching 후 치질을 건조할 때 일어날 수 있는 상아질의 탈수나 과습윤(overwetting)과 같은 문제점을 해소하였고<sup>12)</sup>, 세척 과정을 생략함으로써 술식을 매우 단순하게 하였다<sup>13)</sup>. 또한 얇은 혼성층의 형성에도 불구하고 건전한 상아질에 대한 높은 일차적 결합강도를 제공하고 있다<sup>14-17)</sup>. 그러나 경화 상아질에 대한 프라이머의 부식효과는 충분하지 못한 것으로 알려지고 있다<sup>12)</sup>. 상아질에 대한 자가 산부식 프라이머 접착제의 기본적인 접착 원리는 상아질의 탈회와 함께 프라이머에 있는 레진 성분이 침투됨으로써 접착제와 상아질간에 연속체를 형성하는 것이다<sup>18)</sup>.

이와 같은 접착제에 대한 대부분의 결합강도 검사는 복합레진에 접착된 치질에 전단이나 인장 응력을 가하여 측정되었다<sup>19)</sup>. 그러나 기존의 전단검사는 20 MPa 이상의 높은 결합강도 치를 나타내는 경우에 치질의 응집성 파절이 흔히 발생되었다<sup>20)</sup>. 응집성 파절은 검사 시 가해지는 응력이 접착제와 치질 계면에서 불충분하게 분산되기 때문에 발생되며<sup>1,7,21)</sup>, 이러한 결과로는 정확한 결합강도가 측정되었다고 볼 수 없다. 더욱이 최근에 접착제의 개선된 접착능력으로 인하여 이러한 검사에 의한 응집성 파절의 빈도는 증가되고 있다<sup>22)</sup>.

따라서 높은 결합강도를 갖는 접착제를 측정하기 위한 새로운 검사법인 미세결합 강도측정법이 개발되었다. Sano 등<sup>23)</sup>에 의해 소개된 이 방법은 기존의 결합강도 검사법에 비해 아주 작은 치질-레진 시편과 치질의 부위에 따른 검사를 가능하게 하였고<sup>1,12,17)</sup> 시편에 따른 다양성을 감소시켰다<sup>24)</sup>. 또한 이는 검사 시 가해지는 응력이 균일하게 분산되므로<sup>25)</sup> 계면에서 대부분 접착성 파절이 일어나게 되어 기존의 검사에 비해 훨씬 높은 강도를 제공하게 된다<sup>24,26)</sup>.

실험실적인 검사를 통하여 간접적으로 임상적인 결과를 평가하기 위한 접착술에 대한 많은 연구가 보고되어 왔다. Hashimoto 등<sup>6)</sup>은 2단계 접착제를 이용하여 부식시간 (15초, 60초, 120초, 180초)에 따른 상아질에 대한 미세 인장 결합강도를 평가하였다. 그들은 산부식 시간의 증가는 결합강도를 뚜렷이 감소시켰고, 또한 부식시간의 증가와 함께 혼성층 부위에서 파절이 증가됨을 보고하였다. Miyazaki 등<sup>27)</sup>은 2단계 접착 시스템을 이용하여 숙련된 술자와 비숙련 술자에 따른 상아질에 대한 결합강도를 비교한 결과, 숙련된 술자에 의해 접착제를 적용하였을 경우 통계학적으로 높은 강도를 나타냈다고 보고하고, 접착술에 따라 상아질에 대한 접착 결과는 매우 다양하게 나타났음을 지적한 바 있다.

자가 산부식 프라이머 접착제의 상아질에 대한 접착은 프라이머에 의한 상아질 표면 처리와 priming에 의해서 많은 영향을 받게 될 것이다. 특히 프라이머의 적용시간은 도말층과 상아질에 대한 산 반응과 프라이머의 침투에 직접적인

영향을 끼칠 수 있으므로 접착 과정에서 아주 중요한 요인으로 생각된다. 자가 산부식 프라이머 접착제를 사용할 경우 대부분의 제조회사에서는 일반적으로 20초간의 프라이머 적용시간을 추천하고 있다. 그러나 어떤 임상적인 상황에서는 추천된 프라이머의 적용시간을 정확하게 따르지 못하게 되어 적용시간을 짧게 하거나 길게 하는 경우가 발생될 수 있을 것이다.

따라서 본 연구에서는 3종의 자가 산부식 프라이머 접착 시스템을 이용하여 각 제조회사에서 추천한 프라이머의 적용시간과 이 보다 짧거나 긴 적용시간이 상아질 접착에 미치는 영향을 알아보려고 상아질에 자가 산부식 프라이머를 각각 10초, 20초, 30초, 40초간 적용하여 접착제의 종류와 프라이머의 적용시간에 따른 미세인장 결합강도를 상호, 비교 평가하였다.

## Ⅱ. 연구재료 및 방법

### 1. 연구재료

치관부에 결합이 없는 최근에 발거된 상·하악 대구치 48개를 실험치아로 사용하였다.

본 실험에 사용된 접착제와 복합레진은 Table 1에서와 같이 3종의 자가 산부식 프라이머 접착제 Clearfil SE Bond, Unifil Bond, Tyrian SPE + One-Step Plus를 사용하였고, 복합레진은 동일 회사제품의 Clearfil AP-X, Unifil F, Aelitefil (색조 A3)을 사용하였다.

접착제와 복합레진의 중합을 위해 광조사기는 Spectrum™ 800 (Dentsply Caulk, Milford, DE, U.S.A.)을 사용하였으며 500 mW/cm<sup>2</sup>의 광강도를 이용하였다.

### 2. 연구방법

#### (1) 군 분류

최근에 발거된 상·하악 대구치 48개의 표면에 부착된 연조직과 무기물을 스켈러로 제거한 후, 실험 직전까지 생리식염수에 보관하였다.

경석고를 혼합하여 내경 20 mm, 높이 45 mm의 투명한 C.B.C. 병 (Complete Blood Count bottle : Sewon Yanghang, Busan, Korea)에 완전히 채운 후, 각 치아는 백악법광경계 상방의 치관부가 노출되도록 치근을 수직으로 매몰하였다.

경석고가 경화된 후, Isomet Low Speed Saw (Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, U.S.A.)를 이용하여 각 대구치의 교합면의 표층 상아질을 노출시켰다. 상아질 표면은 주수하에서 1,000 grit와 1,200 grit의 silicon carbide paper로 연마하여 상아질 표면에 도말층이 형성되도록 하였고,

**Table 1.** Self-etching primer adhesives, components, pH of primers and manufacturers

Adhesives	Components		pH	Manufacturers
	Primer	Bonding agent		
Clearfil SE Bond (SE)	MDP, HEMA, water, hydrophilic DMA, photoinitiator	MDP, HEMA, hydrophilic DMA, microfiller, photoinitiator	1.9	Kuraray Medical Inc., Okayama, Japan
Unifil Bond (UF)	4-MET, HEMA, ethanol, water, initiator	UDMA, HEMA, TEGDMA	2.2	GC Co., Tokyo, Japan
Tyrian SPE + One-Step Plus (TY)	2-acrylamido-2-methyl propanesulfonic acid, Bis (2 methacryloyloxy ethyl) phosphate, ethanol	BPDM, HEMA, acetone, glass frit, photoinitiator	0.4	Bisco, Inc., Schaumburg, IL, U.S.A.

MDP = 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate, DMA = dimethacrylate, HEMA = 2 hydroxyethyl methacrylate, 4-MET = 4-methacryloxyethyl trimellitic acid, UDMA = urethane dimethacrylate, TEGDMA = triethylene glycol dimethacrylate, BPDM = biphenyl dimethacrylate

**Table 2.** Microtensile bond strength (MPa) and statistical analysis according to adhesives and priming times

Group	Priming time	Microtensile strength (mean $\pm$ S.D.)	Number of specimens
SE group	10 seconds	33.78 $\pm$ 7.20 <sup>a</sup>	20
	20 seconds	73.22 $\pm$ 15.10 <sup>b</sup>	20
	30 seconds	62.80 $\pm$ 15.01 <sup>b</sup>	20
	40 seconds	65.53 $\pm$ 18.44 <sup>b</sup>	20
UF group	10 seconds	22.87 $\pm$ 6.53 <sup>c</sup>	20
	20 seconds	40.04 $\pm$ 12.50 <sup>d</sup>	20
	30 seconds	46.28 $\pm$ 9.13 <sup>d</sup>	20
	40 seconds	41.19 $\pm$ 12.00 <sup>d,g</sup>	20
TY group	10 seconds	47.34 $\pm$ 8.19 <sup>d,f</sup>	20
	20 seconds	53.16 $\pm$ 17.95 <sup>f</sup>	20
	30 seconds	33.98 $\pm$ 20.17 <sup>a</sup>	20
	40 seconds	31.25 $\pm$ 13.09 <sup>a,g</sup>	20

S.D.: Standard Deviation. Superscripts of the same letter indicate values of no statistical significant difference ( $p > 0.05$ ).

실험 직전까지 증류수에 24시간이 넘지 않도록 보관하였다.

상아질 표면이 노출된 48개의 치아는 무작위로 16개씩 선택하여 사용된 접착제의 종류에 따라 3개의 군 (SE 군, UF 군, TY 군)으로 대 분류하였다. 각 군은 다시 프라이머의 적용시간에 따라 4개의 군 (10초, 20초, 30초, 40초

군)으로 소 분류하였다 (Table 2).

프라이머를 적용하기 전에 각 치아의 상아질 표면은 air-water 시린지로 깨끗이 세척하고 공기 시린지로 건조하였다. 상아질 표면에 프라이머를 적용한 후, 접착제와 복합레진은 제조회사의 설명서를 따라 사용하였다.

### 1) SE 군

Clearfil SE Bond의 프라이머를 공급된 술에 적셔 상아질 표면에 적용하고 각각 10초, 20초 30초, 40초간 방치한 다음 공기 시린지로 건조하였다. 그 후 접착제를 공급된 술에 적셔 상아질 표면에 적용하고 공기 시린지로 가볍게 붙여 상아질 표면에 충분히 퍼지도록 한 다음 10초간 광조사하였다. 접착제위에 Clearfil AP-X (A3)를 2 mm 두께로 축조하고 40초간 광조사한 후 이 과정을 반복하여 Clearfil AP-X의 전체 두께가 4 mm가 되도록 하였다.

### 2) UF 군

Unifil Bond의 프라이머를 공급된 술에 적셔 상아질 표면에 적용하고 각각 10초, 20초, 30초, 40초간 방치한 다음 공기 시린지로 가볍게 건조한 즉시 접착제를 상아질 표면에 적용한 후 10초간 광조사하였다. 접착제 위에 Unifil F (A3)의 축조 방법과 광조사 시간은 SE 군과 동일하게 하였다.

### 3) TY 군

제조회사의 설명서에 따라 Tyrian SPE를 혼합하여 공급된 스폰지에 Tyrian SPE를 적신 다음, 상아질 표면에 1-2회 적용하여 10초간 문지르거나 적용시간이 10초 이상인 20초, 30초, 40초에서는 10초간 문지른 후 잔여시간 동안 방치하였다. One-Step Plus 병을 3-5초간 흔들어 공급된 용기에 용액을 분배한 후, Tyrian SP가 적용된 상아질 표면에 One-Step Plus를 2회 적용하고 최소한 10초간 공기 시린지로 건조하였다. 표면에 광택이 있는가를 확인한 후 10초간 광조사하였다. 접착제 위에 Aelitefil (A3)의 축조 방법과 광조사 시간은 SE 군과 동일하게 하였다.

(2) 미세인장 결합강도를 위한 시편제작 및 강도 측정  
상아질 표면 위에 축조된 4 mm 두께의 복합레진과 동일한

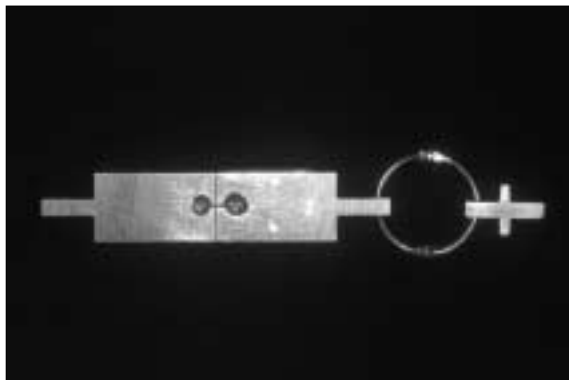


Figure 1. Specimen adhered to the testing apparatus

두께를 얻기 위하여 저속의 다이아몬드 wheel을 사용하여 복합레진과 치아의 결합계면에서 치근측으로 4 mm 두께의 치질이 남아있도록 절단하였다. cyanoacrylate 접착제 (ALTECO KoreaInc., Pyungtaek-City, Korea)를 사용하여 치관의 협면이나 설면을 레진 블록에 접착하였다. Isomet Low Speed Saw (Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, U.S.A.) 를 이용하여 주수 하에서 치아의 법랑질과 백악질을 제거한 후, 시편이 두께가 1 mm 간격으로 시편이 절단되도록 digital caliper (Mitutoyo Corp, Japan)를 조정하고 시편을 수직으로 절단하였다. 각 시편을 홈이 파진 레진 블록에 위치시키고 cyanoacrylate adhesive로 접착하였다. 레진 블록을 Isomet Low Speed Saw에 장착하고 각 시편이 또 다른 수직 방향으로 1 mm 두께의 간격으로 절단되도록 digital caliper를 조정한 후, 각 절편을 절단하였다. 완성된 각 시편의 상아질과 복합레진 계면의 단면적은 1 mm<sup>2</sup>이었으며, 시편의 모양은 막대모양이었다. 각 군 당 80개의 시편을 제작하였으며, 총 240개의 시편이 본 실험에 사용되었다. 시편은 미세인장 결합강도를 측정하기 직전까지 증류수에 보관되었으며, 보관은 24시간을 넘기지 않았다.

미세인장 결합강도를 측정하기 위하여 각 시편을 testing apparatus에 위치시키고 시편의 양쪽 끝을 cyanoacrylate adhesive로 접착하였다 (Figure 1). Universal testing machine (EZ test, Shimadzu Co., Kyoto, Japan, Figure 2)을 이용하여 상아질과 복합레진의 결합계면이 파절될 때까지 crosshead speed 1.0 mm/min으로 인장 하중을 가하였으며, 파절 시의 하중 N (Newton)은 MPa로 환산하였다.



Figure 2. EZ test for microtensile bond strength test

**Table 3.** Statistical analysis of mean microtensile bond strength (MPa) at the same priming time

Priming time	Microtensile bond strength	No. of total specimens
10 seconds	34.66 ± 12.40 <sup>a</sup>	60
20 seconds	55.47 ± 20.42 <sup>b</sup>	60
30 seconds	47.71 ± 19.42 <sup>b,c</sup>	60
40 seconds	45.99 ± 20.54 <sup>c</sup>	60

Superscripts of the same letter indicate values of no statistical significant difference ( $p > 0.05$ ).

### (3) 통계 분석

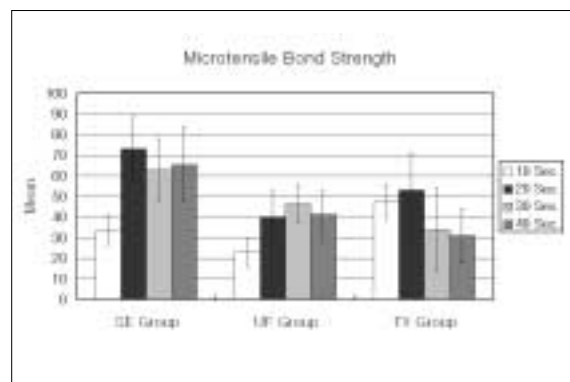
각 군 (SE 군, UF 군, TY 군)에서 프라이머의 적용시간 (10초, 20초, 30초, 40초)에 따른 미세 인장 결합강도와 동일한 프라이머 적용시간에서의 각 군 간의 미세인장 결합강도, 그리고 사용된 접착제의 종류에 관계없이 프라이머의 적용시간 따른 미세인장 결합강도에 대한 유의성 검증은 통계분석 프로그램인 SPSS (ver. 7.5)에서 one-way ANOVA를 이용하여 비교 분석하였으며, 사후검정은 Tukey's 검정을 이용하여  $p = 0.05$  유의수준에서 분석하였다.

## III. 연구결과

사용된 접착제의 종류와 프라이머의 적용시간에 따른 미세인장 결합강도 평균치와 표준편차는 Table 2에 표시하였으며, Figure 3은 이를 그래프로 나타낸 것이다.

SE 군의 미세인장 결합강도는 20초 군 > 40초 군 > 30초 군 > 10초 군 순으로 높게 나타났으며 (Table 2, Figure 3), 10초 군은 20초 군, 30초 군 및 40초 군 보다 통계학적으로 낮은 미세인장 결합강도를 나타냈다 ( $p < 0.05$ , Table 2). UF 군의 미세인장 결합강도는 30초 군 > 40초 군 > 20초 군 > 10초 군 순으로 높게 나타났으며 (Table 2, Figure 3), 10초 군이 20초 군, 30초 군, 40초 군 보다 통계학적으로 낮은 미세인장 결합강도를 나타냈다 ( $p < 0.05$ , Table 2). TY 군의 미세인장 결합강도는 20초 군 > 10초 군 > 30초 군 > 40초 군 순으로 높게 나타났으며 (Table 2, Figure 3), 30초 군과 40초 군이 10초 군과 20초 군 보다 통계학적으로 낮은 미세인장 결합강도를 나타냈다 ( $p < 0.05$ , Table 2).

동일한 프라이머 적용시간에서 각 군의 미세인장 결합강도는 10초에서 TY 군이  $47.34 \pm 8.19$  MPa로 SE 군 ( $33.78 \pm 7.20$  MPa)과 UF 군 ( $22.87 \pm 6.53$  MPa)보

**Figure 3.** Microtensile bond strength (MPa) of each group according to priming times of three self-etching primer adhesives to dentin

다 통계학적으로 높게 나타났으며, 20초, 30초, 40초 모두에서 SE 군은 UF 군과 TY 군보다 통계학적으로 높게 나타났다 ( $p < 0.05$ , Table 2).

사용된 접착제의 종류에 관계없이 프라이머의 적용시간에 따른 미세인장 결합강도는 20초 군 > 30초 군 > 40초 군 > 10초 군의 순으로 높게 나타났으며 (Table 3), 10초 군은 20초 군, 30초 군 및 40초 군과, 20초 군은 10초 군 및 40초 군과, 30초 군은 10초 군과, 40초 군은 10초 군 및 20초 군과 통계학적으로 유의한 차이를 나타냈다 ( $p < 0.05$ , Table 3).

## IV. 총괄 및 고찰

자가 산부식 프라이머는 산성의 기능성 단량체와 그 밖의 성분이 포함된 물과 알코올 혼합물로서 하나의 술식에서 산 부식처리와 priming을 동시에 수행한다<sup>1,28,29</sup>. 이러한 프라이머를 도말층으로 덮힌 상아질에 적용하면 도말층이 용해되고 하방의 상아질 표층이 부분적으로 탈회되면서 콜라겐 섬유가 노출된다<sup>29</sup>. 이러한 과정에서 프라이머는 상아질에 함유된 높은 농도의 인과 칼슘의 이온 효과 및 상아질의 완충력 (buffer capacity)으로 인하여 제한된 깊이의 탈회와 침투 (impregnation)가 일어 난다<sup>30</sup>. 그 후 프라이머를 세척하지 않고 짧게 건조하여 접착 레진을 적용하면, 용해된 도말층을 포함하여 상아질에 알지만 균일한 레진의 침투가 일어나게 된다.

Sano 등<sup>23</sup>에 의해 미세인장 결합검사법이 개발된 이래 여러 가지 방법이 미세인장 결합강도의 측정을 위해 이용되었다<sup>18,31</sup>. 미세인장 강도검사를 위해 제작되는 시편은 원래 trimming 방법<sup>4,32-34</sup>을 이용하여 아령이나 모래시계 모양<sup>1,35</sup>으로 제작되어 사용되었다. 그러나 이러한 방법은 시편 제작을 위한 시간적 소모와 시편 제작 중에 파절이나 미

세과절이 발생하는 등의 단점을 가지고 있다<sup>13)</sup>. 따라서 최근에는 시편을 trimming하지 않고<sup>12,36)</sup> 막대모양 (stick)의 시편을 제작하여 미세인장 강도검사에 사용되고 있다<sup>6,12,19,37,38)</sup>. 이러한 방법은 시편을 trimming하지 않기 때문에 아주 간단하게 시편을 제작할 수 있고, 또한 하나의 치아에서 다수의 시편을 만들 수 있는 장점을 가지고 있다<sup>19)</sup>. Cardoso 등<sup>37)</sup>은 3종의 접착 시스템과 상아질에 대한 결합 강도를 미세인장 강도, 미세전단 강도 및 전단 강도검사를 이용하여 비교하였다. 그 결과 모든 검사는 동일한 순서의 결합강도를 나타냈지만, 3가지의 검사중 미세인장 강도검사에서 통계학적으로 높은 강도치와 적은 변화계수 (coefficient of variation)를 나타냈다고 하였다. Phrukkanon 등<sup>26)</sup>은 절단 모양 (원추형과 사각형 모양)과 절단된 상아질 면의 표면적에 따른 접착제와의 미세인장 강도를 비교한 결과, 절단된 모양에 따른 강도의 차이는 없었으나 작은 표면적 ( $1.1 \text{ mm}^2$ 과  $1.5 \text{ mm}^2$ )이 큰 표면적 ( $3.1 \text{ mm}^2$ )을 갖는 시편 보다 높은 강도를 나타냈다고 하였으며, 이는 작은 표면적의 시편에서 발생하는 결합부가 큰 부위에서 보다 적었기 때문이라고 하였다. 또한 Pashley 등<sup>39)</sup>은 작은 크기의 시편은 응력을 균일하게 분산시키므로 진정한 결합강도를 얻을 수 있다고 하였다.

본 연구에서는 선행들의 이러한 연구결과를 토대로  $1.0 \text{ mm}^2$ 의 작은 표면적을 갖는 막대모양의 시편을 제작하여 미세인장 강도검사에 사용하였다.

상아질에 대한 접착 시스템의 접착능은 여러 가지 요인 즉, 상아질의 상태, 검사방법, 재료에 대한 취급 등에 의해 영향을 받을 수 있을 것이다. 자가 산부식 프라이머 접착 시스템에서 상아질의 처리는 자가 산부식 프라이머에 의해 이루어지므로 프라이머의 적용시간은 상아질에 대한 접착능에 많은 영향을 미칠 수 있을 것으로 생각된다. 따라서 본 연구에서는 3종의 자가 산부식 프라이머 접착제를 이용하여 상아질에 대한 프라이머의 적용시간을 각각 10초, 20초, 30초, 40초로 하여 미세인장 결합강도를 상호 비교하였다.

자가 산부식 프라이머는 산도에 따라 미약한 (mild) 그리고 강한 (strong) 접착제로 분류된다<sup>13,16)</sup>. 미약한 산도의 접착제는 pH 2 정도를 갖는 접착제로서 상아질 표층의 탈회 (약  $1 \mu\text{m}$ 정도)가 부분적으로 일어나며, 수산화인회석이 상아질에 있는 콜라겐에 잔존하게 된다. 그럼에도 불구하고 혼성층 형성에 의한 강한 미세 기계적 결합을 이루게 된다. 콜라겐에 남아 있는 수산화인회석에 관하여 Van Meerbeek 등<sup>40)</sup>은 혼성층 내에 수산화인회석의 존재는 부가적인 화학적 결합을 위한 수용체 (receptor)로서 작용할 수 있다고 하였고, Yoshida 등<sup>41)</sup>은 4-MET와 같은 카르복실산 베이스의 단량체와 MDP와 같은 phosphate 베이스의 단량체가 잔존 수산화인회석의 칼슘과 화학적으로 결합할 가능성을 갖는다고 보고하였다. 한편 강한 산도의 접

착제는 pH 1 이하를 갖는 접착제로서 깊은 탈회효과를 나타내며, 상아질에 있는 수산화인회석을 거의 모두 용해시킨다. 이러한 산도를 갖는 접착제의 접착기전은 인산을 부식제로 사용하는 접착제와 같이 주로 레진의 확산에 기본을 둔다. Inoue 등<sup>2)</sup>에 의하면 이러한 낮은 pH의 자가 산부식 프라이머 접착제는 특히 상아질에서 낮은 결합 강도치를 나타내고, 미세인장 강도검사 시 실패된 시편 수가 증가된다고 하였다. 본 연구에서 사용된 자가 산부식 프라이머의 pH는 각각 Clearfil SE Bond-1.9, Unifil Bond-2.2, Tyrian SPE-0.4 (Table 1)로서 Clearfil SE Bond와 Unifil Bond는 미약한 산도를 갖는 접착제에 해당되고, Tyrian SPE는 강한 산도를 갖는 접착제라고 할 수 있다.

본 연구에서 SE 군의 미세인장 강도는 20초 군 ( $73.22 \pm 15.10 \text{ MPa}$ )에서 가장 높았지만 40초 군 ( $65.53 \pm 18.44 \text{ MPa}$ )과 30초 군 ( $62.80 \pm 15.01 \text{ MPa}$ )과는 유의한 차이를 나타내지 않았다 ( $p > 0.05$ , Table 2). 또한 UF 군의 미세인장 강도는 30초 군 ( $46.04 \pm 9.13 \text{ MPa}$ )에서 가장 높게 나타났지만 40초 군 ( $41.19 \pm 12.00 \text{ MPa}$ )과 20초 군 ( $40.04 \pm 12.50 \text{ MPa}$ )과는 유의한 차이를 나타내지 않았다 ( $p > 0.05$ , Table 2). 그러나 SE 군과 UF 군은 10초 군에서 각각  $33.78 \pm 7.20 \text{ MPa}$ 와  $22.87 \pm 6.53 \text{ MPa}$ 를 나타내어 20초, 30초, 40초 군보다 통계학적으로 낮은 미세인장 강도를 나타냈다 ( $p < 0.05$ , Table 2).

SE 군의 20초 군, UF 군의 30초 군에서 미세인장 강도가 높았던 이유는 SE 군의 프라이머 (pH - 1.9)가 UF 군의 프라이머 (pH - 2.2)의 pH보다 낮아 SE 군이 UF 군보다 좀 더 빨리 상아질 탈회를 진행시켰기 때문으로 생각된다. SE 군과 UF 군에서 20초, 30초, 40초까지의 프라이머 적용시간에 따른 유의한 강도 차이를 나타내지 않았던 이유는 Clearfil SE Bond와 Unifil Bond 모두가 미약한 산도를 갖는 접착제로서 상아질에 함유된 인과 칼슘 등에 의해 제한된 깊이의 탈회가 일어났기 때문으로 생각된다.

SE 군에서는 프라이머의 적용시간이 20초에서 30초, 40초로 증가됨에 따라 미세인장 강도가 감소하였고, UF 군에서는 20초에서 30초까지는 미세인장 강도가 증가하였다가 40초에서는 다시 감소하는 경향을 보였다 (Table 2).

SE 군과 UF 군의 10초군에서 다른 군 (20초 군, 30초 군 및 40초 군)에 비해 통계학적으로 낮은 미세인장 강도를 나타낸 이유는 Clearfil SE Bond와 Unifil Bond에 포함된 프라이머의 미약한 산도와 10초간의 짧은 적용시간으로 도말층의 용해와 상아질 표층의 탈회가 충분하지 못하여 콜라겐 섬유로 레진이 적절히 침투하지 못하였기 때문으로 사료된다.

한편 TY 군은 20초 군 ( $53.16 \pm 17.95 \text{ MPa}$ )의 미세인장 강도가 10초 군 ( $47.34 \pm 8.19 \text{ MPa}$ )보다 높게 나타났으나 유의한 차이는 없었다 ( $p > 0.05$ , Table 2). TY 군의

30초 군 ( $33.98 \pm 20.17$  MPa)과 40초 군 ( $31.25 \pm 13.09$  MPa)의 미세인장 강도는 10초와 20초 군보다 통계학적으로 낮게 나타났다 ( $p < 0.05$ , Table 2). 이러한 결과는 Tyrian SPE의 강한 산도 (pH - 0.4)로 인해 10초에서 20초 까지는 도말층의 용해와 상아질의 탈회와 적절하게 이루어져 높은 인장강도를 보였지만, 30초와 40초간의 긴 적용시간에서는 낮은 pH에 의한 상아질의 과도한 부식 때문에 오히려 낮은 강도를 나타낸 것으로 생각된다. Hashimoto 등<sup>9)</sup>은 단일병 접착제에서 산 부식시간 (15초, 60초, 120초, 180초)에 따른 상아질에 대한 미세인장 강도를 검사한 후 파절편을 관찰한 결과 긴 산 부식시간은 탈회된 상아질 부위에서 파절이 일어났으며, 이러한 과도한 산 부식은 관내 상아질과 관간 상아질 모두에 깊은 탈회를 일으켜 레진 단량체가 탈회 깊이까지 침투될 수 없다고 보고하여 본 연구에서 나타난 30초 군과 40초 군의 낮은 인장 강도에 대하여 간접적으로 설명할 수 있을 것이다.

본 연구에서 동일한 프라이머 적용시간에서 각 군의 미세인장 결합강도는 10초에서 TY 군이 SE 군과 UF 군보다 통계학적으로 높게 나타났다. 이러한 결과는 Tyrian SPE의 낮은 pH로 인해 짧은 적용시간에도 불구하고 인산과 같은 부식효과를 나타내어 레진 접착제가 상아질의 깊은 부위까지 침투되었기 때문으로 사료된다. 한편 동일한 프라이머 적용시간에서 SE 군의 미세인장 강도는 20초, 30초, 40초 군 모두에서 UF 군과 TY 군보다 통계학적으로 높게 나타났다 ( $p < 0.05$ , Table 2). 이러한 결과는 Clearfil SE Bond에 포함된 MDP가 상아질의 칼슘 이온과 화학적으로 결합하는 2개의 수산 기(hydroxyl group)를 가지고 있어<sup>10)</sup> 양호한 접착을 이루었기 때문으로 사료된다.

본 연구에서 사용된 접착제의 종류에 관계없이 프라이머의 적용시간에 따른 미세인장 결합강도는 20초 군 ( $55.47 \pm 20.42$  MPa) > 30초 군 ( $47.71 \pm 19.42$  MPa) > 40초 군 ( $45.99 \pm 20.54$  MPa) > 10초 군 ( $34.66 \pm 12.40$  MPa)의 순으로 높게 나타나 10초 군이 다른 군에 비해 통계학적으로 낮은 미세 인장강도를 나타냈다 ( $p < 0.05$ , Table 3). 이러한 결과는 일반적으로 자가 산부식 프라이머를 사용할 때 10초의 적용시간은 부적절한 것으로 해석할 수 있을 것이다.

본 연구의 결과를 종합하여 보면, 상아질에 대한 자가 산부식 프라이머 접착제의 프라이머 적용시간에 따른 미세인장 결합강도는 SE 군과 UF 군에서 10초간, TY 군에서 30초와 40초간 프라이머를 적용할 경우 크게 저하되는 것으로 나타났으며, 이러한 결과에 대해 미세누출 방법이나 현미경적인 방법을 이용한 연구가 더욱 진행되어야 할 것으로 사료된다.

## V. 결 론

본 연구는 상아질에 대한 자가 산부식 프라이머 접착제의 프라이머 적용시간에 따른 미세인장 결합강도를 상호 비교하였다. 48개의 발거된 상·하악 대구치의 교합면측 상아질을 노출시킨 후 사용된 접착제의 종류에 따라 3개의 군 (SE 군 - Clearfil SE Bond, UF 군 - Unifil Bond, TY 군 - Tyrian SPE)으로 분류하고, 각 군은 다시 프라이머의 적용시간에 따라 10초, 20초, 30초, 40초 군으로 소 분류하였다. 프라이머로 처리된 상아질 표면에 접착제를 적용하고 복합레진을 축조하였다. 각 시편은 Isomet Low Speed Saw를 이용하여 상아질과 복합레진 계면의 단면적이  $1.0 \text{ mm}^2$ 이 되도록 절단하여 막대모양으로 제작하였으며, 각 군당 80개의 시편을 사용하였다.

미세인장 결합강도의 측정은 universal testing machine의 testing apparatus에 시편의 양쪽 끝을 cyanoacrylate adhesive로 접착한 후, 상아질과 복합레진의 접착계면이 파절될 때까지 crosshead speed  $1.0 \text{ mm/min}$ 의 인장 하중을 가하여 시행하였다. 접착제의 종류와 프라이머의 적용시간에 따른 각 군의 미세인장 결합강도에 대한 유의성 검증은 one-way ANOVA와 Tukey 검정을 이용하여  $p = 0.05$  유의수준에서 분석하였다.

이상의 실험에서 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 각 군의 프라이머 적용시간에 따른 미세인장 결합강도는 SE 군에서 20초 군 > 40초 군 > 30초 군 > 10초 군 순으로, UF 군에서는 30초 군 > 40초 군 > 20초 군 > 10초 군 순으로, TY 군에서는 20초 군 > 10초 군 > 30초 군 > 40초 군 순으로 높게 나타났다.
2. 각 군의 프라이머 적용시간에 따른 미세인장 결합강도는 SE 군과 UF 군에서 10초 군이 20초 군, 30초 군, 40초 군보다, TY 군에서 30초 군과 40초 군이 10초 군과 20초 군보다 통계학적으로 낮게 나타났다 ( $p < 0.05$ ).
3. 동일한 프라이머 적용시간에 따른 각 군의 미세인장 결합강도는 10초에서 TY군이 SE군과 UF 군 보다 통계학적으로 높게 나타났으며, 20초 군, 30초 군, 40초 군 모두에서 SE 군은 UF 군과 TY 군보다 통계학적으로 높게 나타났다 ( $p < 0.05$ ).
4. 사용된 접착제의 종류와 관계없이 프라이머의 적용시간에 따른 미세인장 결합강도는 20초 군 > 30초 군 > 40초 군 > 10초 군의 순으로 높게 나타났다.

본 연구의 결과를 요약하면, 상아질에 대한 자가 산부식 프라이머 접착제의 프라이머 적용시간에 따른 미세인장 결합강도는 SE 군과 UF 군에서 10초, TY 군에서 30초와 40초간 프라이머를 적용할 경우 크게 저하되는 것으로 나타났다.

## 참고문헌

- Bouillaguet S, Gysi P, Wataha JC, Ciucchi B, Cattani M, Godin C, Meyer JM. Bond strength of composite to dentin using conventional, one-step, and self-etching adhesive systems. *J Dent* 29(1):55-61, 2001.
- Inoue S, Meerbeek BV, Vargas M, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G. Adhesion mechanism of self-etching adhesives. Advanced Adhesive Dentistry 3rd International Kuraray symposium. p131-148, 1999.
- Miyazaki M, Platt JA, Onose H, Moore BK. Influence of dentin primer application methods on dentin bond strength. *Oper Dent* 21:167-172, 1996.
- Miyazaki M, Iwasaki K, Onose H, Moore BK. Enamel and dentin bond strengths of single application bonding systems. *Am J Dent* 14:361-366, 2001.
- Frankenberger R, Perdigao J, Rosa BT, Lopes M. 'No-bottle' vs multi-bottle dentin adhesive-a microtensile bond strength and morphological study. *Dent Mater* 17:373-380, 2001.
- Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Sano H, Oguchi H, Arki Y, Kubota M. Over-etching effects on micro-tensile bond strength and failure patterns for two dentin bonding systems. *J Dent* 30:99-105, 2001.
- Kazemi RB, Meiers JC, Peppers K. Effect of caries disclosing agents on bond strengths of total-etching and self-etching primer dentin bonding systems to resin composite. *Oper Dent* 27:238-242, 2002.
- 조영곤, 조공철. 자가 산부식 프라이머와 자가 산부식 접착제의 변연 미세누출. *대한치과보존학회지* 27(5):493-501, 2002.
- 조영곤, 이석중, 정진호, 이영곤, 김수미. 치질에 접착된 자가 산부식 프라이머와 자가 산부식 접착제의 형태학적인 양상. *대한치과보존학회지* 28(1):23-33, 2003.
- Kubo S, Yokota H, Sata Y, Hayashi Y. Microleakage of self-etching primers after thermal and flexural load cycling. *Am J Dent* 14:163-169, 2001.
- Perdigao J, Frankenberger R, Rosa RT. New trends in dentin/enamel adhesion. *Am J Dent* 13:25-30, 2000.
- Kwong SM, Cheung GSP, Kei LH, Itthagatun A, Smales RJ, Tay FR. Micro-tensile bond strengths to sclerotic dentin using a self-etching and a total-etching technique. *Dent Mater* 18:359-369, 2002.
- Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas P, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Adhesion to enamel and dentin: Current status and future challenges. *Oper Dent* 28:215-235, 2003.
- Li H, Burrow MF, Tyas MJ. The effect of load cycling on the nanoleakage of dentin bonding systems. *Dent Mater* 18(2):111-119, 2002.
- Prati C, Chersoni S, Mongiorgi R, Pashley DH. Resin-infiltrated dentin layer formation of new bonding systems. *Oper Dent* 23:185-194, 1998.
- Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater* 17:296-308, 2001.
- Yoshiyama M, Carvalho R, Sano H, Horner J, Brewer P, Pashley D. Regional bond strengths of resin human root dentin. *J Dent Res* 24:435-442, 1996.
- Yoshiyama M, Matsuo T, Ebisu S, Pashley D. Regional bond strengths of self-etching/self-priming adhesive systems. *J Dent* 26:609-616, 1998.
- Shimada Y, Senawong P, Harnirattisai C, Burrow MF, Nakaoki Y, Tagami J. Bond strength of two adhesive systems to primary and permanent enamel. *Oper Dent* 27:403-409, 2002.
- Schreiner RF, Chappell RP, Glaros SG, Erick JD. Microtensile testing of dental adhesives. *Dent Mater* 14:194-201, 1998.
- Van Noort R, Cardew GE, Howard IC, Noroozi S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. *J Dent Res* 70:889-893, 1991.
- Erickson RL, Glasspoole EA. Bonding to tooth structure: a comparison of glass-ionomer and composite-resin system. *J Esth Dent* 6:227-244, 1994.
- Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciccuchi B, Horner JA, Pashley DH. Tensile bond strength versus surface area for dentine bonding-Evaluation of a method using limited surface areas. *Japan J Conserv Dent* 37:882-887, 1994.
- Tanumiharja M, Burrow MF, Tyas M. Microtensile bond strengths of glass ionomer(polyalkenoate) cements to dentin using four conditioners. *J Dent* 28:361-366, 2000.
- Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Ciucchi B, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono T, Fernandes CA, Tay F. The micro-tensile bond test: a review. *J Adhes Dent* 1:299-309, 1999.
- Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas M. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. *Dent Mater* 14:212-222, 1998.
- Miyazaki M, Onose H, Moore BK. Effect of operator variability on dentin bond strength of two-step bonding systems. *Am J Dent* 13:101-104, 2000.
- Kanemura N, Sano H, Tagami J. Tensile bond strengths to and SEM evaluation of ground and intact enamel surface. *J Dent* 27:523-530, 1999.
- Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, Nakajima M, Pereira PNR, Tagami J. Effects of different burs on dentin bond strengths of bonding systems. *Oper Dent* 26:375-382, 2001.
- Toledano M, Osorio R, de Leonardi G, Rosales-Leal JJ, Ceballos L, Cabrerizo-Vilchez MA. Influence of self-etching primer on the resin adhesion to enamel and dentin. *Am J Dent* 14(4):205-210, 2001.
- Sano H, Yoshikawa T, Pereira PN, Kanemura M, Morigami M, Tagami J, Pashley DH. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, *in vivo*. *J Dent Res* 78:906-911, 1999.
- Agostini FG, Kaaden C, Powers JM. Bond strength of self-etching primers to enamel and dentin of primer teeth. *Pediatric Dent* 23:481-486, 2001.
- Ferrari M, Mannocci F, Kugel G, Garcia-Godoy F. Standardized microscopic evaluation of the bonding mechanism of NRC/Prime & Bond NT. *Am J Dent* 12:77-83, 1999.
- Rosa BT, Perdigao J. Bond strengths of nonrinsing adhesives. *Quintessence Int* 31:353-358, 2000.
- Nikaido T, Kunzelmann KH, Chen H, Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, Cox CF, Hickel R, Tagami J. Evaluation of thermal cycling and mechanical loading on bond strength of a self-etching primer system to dentin. *Dent Mater* 18:269-275, 2002.
- Shono Y, Ogata T, Terashita M, Carvalho RM, Pashley DH. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. *J Dent Res* 78:699-705, 1999.



37. Cardoso PEC, Braga RR, Carrilho MRO: Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strengths of three adhesive systems. *Dent Mater* 14:394-398, 1998.
38. Nunes MF, Swift JR EJ, Perdigao J. Effects of adhesive composition on microtensile bond strength to human dentin. *Am J Dent* 14:340-343, 2001.
39. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion of testing of dentin bonding agents: a review. *Dent Mater* 11:117-125, 1995.
40. Van Meerbeek B, Yoshiyama M, Inoue S, Vargas M, Fukuda R, Okazaki M, Lambrechts P, Vanherle G. Bonding mechanism and micro-tensile bond strength of a 4-MET-based self-etching adhesive. *J Dent Res* 79(Special Issue) abstract #845, p 249, 2000.
41. Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Snauwaert J, Helleman L, Lambrechts P, Vanherle G, Wakasa K. Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. *J Dent Res* 79:709-714, 2000.