

산부식 전처리에 따른 2단계 자가부식 접착제의 연마 법랑질에 대한 미세인장결합강도

김유리 · 김지환 · 심준성 · 김광만* · 이근우

연세대학교 치과대학 보철과학교실, *치과생체재료공학교실

자가부식 접착제는 사용하기 쉽고, 술식 민감성이 적은 장점이 있으나 특히 산도가 약한 자가부식 접착제의 법랑질에 대한 결합력은 논란이 되고 있다. 본 연구에서는 2단계 자가부식 접착제인 Clearfil SE Bond (Kuraray, Okayama, Japan)의 연마 법랑질에 대한 미세인장결합강도를 측정하여 3단계 산부식수세 접착제인 Scotchbond Multi-Purpose (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) 및 1단계 자가부식 접착제인 iBond (Heraeus Kulzer GmbH, Hanau, Germany)의 결합강도와 비교하고자 하였고, 2단계 자가부식 접착제에 산부식 전처리를 시행하는 것이 법랑질에 대한 결합강도를 높일 수 있는지 알아 보고자 하였다.

실험군은 2단계 자가부식 접착제인 Clearfil SE Bond만 사용한 비산부식 군과 35% 인산 (Scotchbond Etchant, 3M ESPE)으로 산부식 후 Clearfil SE Bond를 사용한 산부식 군, 그리고 1단계 자가부식 접착제인 iBond를 사용한 군으로 나누었다.

대조군은 3단계 산부식수세 접착제인 Scotchbond Multi-Purpose를 사용한 군으로 정하였다.

Bovine 전치의 순면을 십자가형으로 4등분하여 각 군으로 무작위로 배분하였다. 각 치아의 순면을 800-grit 실리콘 카바이드 지로 연마한 후 삭제된 법랑질면에 제조사의 설명서에 따라 각 군의 접착제를 적용하고 Light-Core (Bisco)로 적층 충전하였다. 시편은 37 iÉ, 증류수에 일주일 동안 보관한 후 low speed precision diamond saw (TOPMENT Metsaw-LS, R&B, Daejeon, Korea)를 이용하여 약 0.8×0.8mm 단면이 되도록 시편을 절단하여 미세시편을 제작하였다. 일주일마다 증류수를 교환하면서 한 달, 세 달 동안 37 iÉ, 증류수에 미세시편을 보관한 후 각각의 미세인장결합강도를 측정하였다. 미세인장결합강도 (MPa)는 파절 시에 가해진 힘 (N)을 접착면적 (mm²)으로 나누어 계산하였다. 접착계면에서의 파절 양상은 실물현미경 (Microscope-Bocular, Nikon)을 이용하여 분류하였다. 미세인장결합강도에 대한 통계분석은 one-way ANOVA를 이용하여 유의수준 5%에서 검정하였고, 사후검정은 Least Significant Difference 방법을 이용하였다.

중합 후 1개월 뒤 측정된 각각의 접착제의 평균 미세인장결합강도는 유의수준 5%에서 모든 접착제 간에 유의한 차이가 없었다. 3개월 뒤 측정된 각각의 접착제의 평균 미세인장결합강도는 유의수준 5%에서 iBond 와 Clearfil SE Bond 비산부식 군과 Scotchbond Multi-Purpose 간에는 각각 유의한 차이가 없었다.

본 연구에서는 2단계 자가부식 접착제인 Clearfil SE Bond의 연마 법랑질에 대한 미세인장결합강도가 3단계 산부식수세 접착제인 Scotchbond Multi-Purpose 와 비교하여 유의한 차이가 없었으며 (P>0.05), 3개월 후의 결과에서 Clearfil SE Bond 비산부식 군의 미세인장결합강도가 Clearfil SE Bond 산부식 군보다 유의하게 낮았다 (P<0.05). 즉 35% 인산으로 산부식 전처리를 시행한결과 Clearfil SE Bond의 법랑질에 대한 결합강도가 증가하였다. (대한치과보철학회지 2008;46:148-56)

주요단어 : 상아질, 치아 접착, 복합 레진, 법랑질, 산부식

서론

최소한의 삭제로 치아의 심미적 수복을 원하는 경우가 많아짐에 따라 심미수복물과 연관된 접착기법이 발전되어 왔다. 수복치과 영역에서 사용되고 있는 상아-법랑질

접착제 (dentin-enamel adhesive)는 결합기전, 임상적인 적용 방법과 적용 단계의 수 등에 따라 크게 산부식수세 접착제 (etch-and-rinse adhesive)와 자가부식 접착제 (self-etch adhesive)로 분류할 수 있다.^{1,3}

산부식수세 접착제는 산부식과 수세의 과정을 포함한

교신저자: 심준성

120-752 서울 서대문구 신촌동 134 연세대학교 치과대학 치과보철학교실 02-2228-8720: e-mail, jfshim@yuhs.ac

원고접수일: 2008년 1월 22일 / 원고최종수정일: 2008년 4월 16일 / 원고채택일: 2008년 4월 17일

※ 본 연구는 연세대학교 치과대학 2007년도 장기해외연수연구비에 의하여 이루어졌음.

것을 의미하는데 주로 30%-40% 인산을 적용한 후 수세의 과정을 거친다. 3단계 산부식수세 접착제는 이러한 산부식 단계를 거친 후 프라이밍 단계와 접착 레진 (adhesive resin)을 적용하는 본딩 단계를 따른다. 단순화된 2단계 산부식수세 접착제는 ‘one-bottle’ system이라고도 하는데 산부식 단계를 거친 후 프라이머와 접착 레진이 혼합된 용액을 적용하는 것이다. 반면 자가부식 접착제는 산부식과 프라이밍을 동시에 하는 비수세 산성 모노머를 사용하는 것을 말한다. 자가부식 접착제는 접착 레진의 포함 유무에 따라 다시 1단계와 2단계로 나눌 수 있으며, 2단계 자가부식 접착제는 산부식과 프라이밍을 동시에 하는 친수성 프라이머를 적용한 후 보다 소수성인 접착 레진을 적용하는 단계를 따른다. 1단계 자가부식 접착제는 ‘all-in-one’이라고도 하는데 혼합 후에 범랑질과 상아질에 적용되는 두 가지 용액을 포함한다. 이 경우에도 아직 두 개의 용액을 혼합해서 사용하여야 하는 번거로운 문제가 있다. 이를 더 단순화하여 산부식, 프라이밍과 본딩을 위한 모든 성분들이 한 가지 용액으로 공급되는 iBond (Heraeus Kulzer), Brush & Bond (Sun Medical Inc.)와 같은 접착제가 있다.^{4,6}

3단계 산부식수세 접착제는 범랑질과 상아질에 대한 결합에 있어서 장기적으로 가장 안정적인 결합을 이루는 것으로 알려져 있다.^{2,3,7} 일부제품 (All-bond 2; acetone-based adhesive)의 경우는 ‘wet bonding’을 요구하는데 이는 술자의 기술력에 의존도가 높은 술식이다. 자가부식 접착제는 산부식과 프라이밍을 동시에 하는 비수세 산성 모노머를 사용하므로 산부식 처리 후 수세의 과정이 필요하지 않아서 산부식수세 접착제에 비하여 사용하기 쉽고, 임상적용 시간을 줄이며, 술자에 따른 술식 민감도 상당히 감소시킨다. 또한 자가부식 접착제는 자가부식 과정과 동시에 레진의 침투가 일어나므로 두 과정 사이에 차이가 발생할 위험이 거의 존재하지 않는다. 산도

가 약 pH2정도 약한 2단계 자가부식 접착제는 두께가 대략 1 μm 정도인 혼성층을 형성하며 노출된 콜라겐 주위에 수산화 인회석 결정이 부분적으로 남아 있어서 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (10-MDP) 등의 기능성 모노머와 부가적인 화학적 결합을 이루어 전통적인 3단계 산부식수세 접착제에 근접한 결합강도를 가지며 임상적으로도 안정적인 결합력을 보였다.^{2,3,5,8}

2단계 자가부식 접착제의 상아질에 대한 결합강도는 임상적으로 수용할 수 있는 것으로 보이나, 산도가 약한 2단계 자가부식 접착제는 보다 중요한 결합인 미세기계적 결합을 위한 범랑질에 대한 산부식 능력이 약하다.^{9,12} 자가부식 접착제는 비삭제 범랑질이나 경화상아질에 대한 결합력이 낮은 것으로 알려져 있으며, 일부 제조사는 범랑질, 특히 비삭제 범랑질의 경우에는 본딩 시 인산을 부가적으로 사용할 것을 추천하기도 하였다.^{5,13} Van Landuyt 등은 산부식 전처리가 2단계 자가부식 접착제의 범랑질에 대한 결합강도를 증가시켰다고 보고한 반면,⁹ Van Meerbeek 등은 2년간의 임상 실험에서 범랑질을 선택적으로 산부식하는 것이 2단계 자가부식 접착제의 결합력에 크게 영향을 미치지 않았다고 보고하였다.¹⁴ 이와 같이 2단계 자가부식 접착제의 범랑질에 대한 결합강도는 아직 논란이 되고 있다.^{3,9,11}

본 연구에서는 2단계 자가부식 접착제의 연마 범랑질에 대한 미세인장결합강도를 측정하여 3단계 산부식수세 접착제 및 1단계 자가부식 접착제의 결합강도와 비교하고자 하였고, 2단계 자가부식 접착제에 산부식 전처리를 시행하는 것이 범랑질에 대한 결합강도를 높일 수 있는지 알아보하고자 하였다. 임상적으로 의미 있는 결과를 얻기 위하여 미세시편 (microspecimen)을 제작하여 3개월 간에 걸쳐서 37 °C, 증류수에서 보관한 후 각 접착제의 연마 범랑질에 대한 결합력을 미세인장결합강도를 측정하여 평가하고자 하였다.

Table I. Batch numbers and manufacturers of the dentin-enamel adhesives tested

Adhesive	Batch No.	Manufacturers
Scotchbond Multi-Purpose	Primer: 6BE	3M ESPE, St. Paul, MN, USA
	Adhesive: 6PR	
	Etchant: 7JG	
Clearfil SE Bond	Primer: 00725A Bond: 01039A	Kuraray, Okayama, Japan
iBond	10085	Heraeus Kulzer GmbH, Hanau, Germany

Table II. Adhesive application procedure and composition

Adhesive : Code	Application procedure	Composition
Scotchbond Multi-Purpose : S	1. Etching: Apply the etchant. Wait 15seconds. Rinse for 15seconds. Dry for 5seconds. 2. Priming: Apply the primer. Dry gently for 5seconds. 3. Adhesive application. 4. Light curing for 10seconds.	Etchant: 35% phosphoric acid Primer: HEMA, water, copolymer of acrylic and itaconic acids Adhesive: HEMA, Bis-GMA
Clearfil SE Bond : C-NE	1. Apply primer for 20seconds, then gently air-dry. 2. Apply bonding agent. 3. Air flow gently. 4. Light-cure for 10seconds.	Primer: 10-MDP, HEMA, hydrophilic DMA, photo-initiator, aromatic tertiary amine, water Bond: 10-MDP, Bis-GMA, HEMA, hydrophobic DMA, photo-initiator, aromatic tertiary amine, silanated colloidal silica
Prior acid etching + Clearfil SE Bond : C-E	1. Apply Scotchbond Etchant (35% phosphoric acid). Wait 15seconds. Rinse for 15seconds. Dry for 5seconds. 2. C-NE 1~4.	Bond: 10-MDP, Bis-GMA, HEMA, hydrophobic DMA, photo-initiator, aromatic tertiary amine, silanated colloidal silica
iBond : iB	1. Apply 3 layers of adhesive. Wait for 30seconds, while slightly agitating. 2. Gentle air-drying for a few seconds. 3. Glossy surface (if not, apply additional coats of iBond). 4. Light-cure for 20seconds.	UDMA, 4-MET, glutaraldehyde, acetone, water, photo-initiator, stabilizer

HEMA, 2-hydroxyethyl methacrylate; Bis-GMA, bis-phenol A diglycidylmethacrylate; 10-MDP, 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate; DMA, dimethacrylate; UDMA, urethane dimethacrylate; 4-MET, 4-methacryloyloxyethyl trimellitic acid.

재료 및 방법

1주 전에 발치된 우식에 이환되지 않고 마모가 적은 bovine 전치 10개를 구하여 초음파 기구와 큐렛을 이용하여 치석을 제거하고 치면을 러버컵과 불소가 함유되어 있지 않은 퍼미스로 치치하고 시편제작 시까지 증류수에 담가서 4 ℃ 이하에서 냉장 보관하였다.

실험군은 2단계 자가부식 접착제인 Clearfil SE Bond (Kuraray, Okayama, Japan)만 사용한 비산부식 군 (Clearfil SE Bond non-etch)과 35% 인산 (Scotchbond Etchant, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA)으로 산부식 후 Clearfil SE Bond 를 사용한 산부식 군 (Clearfil SE Bond etch), 그리고 1단계 자가부식 접착제인 iBond (Heraeus Kulzer GmbH, Hanau, Germany)를 사용한 군으로 나누었다. 대조군은 3단계 산부식수세 접착제인 Scotchbond Multi-Purpose (3M ESPE,

St. Paul, MN, USA)를 사용한 군으로 정하였다.

수복용 복합레진으로는 Light-Core (Bisco, Schaumburg, IL, USA)를 사용하였고, 광중합기로는 Elipar FreeLight 2 (3M ESPE, Seefeld, Germany)를 사용하였다.

10개의 bovine 전치의 순면을 십자형으로 4등분하여 각 군으로 무작위 배분하였다. 각 치아의 순면은 러버컵과 불소가 함유되어 있지 않은 퍼미스로 전치치 하였으며 800-grit 실리콘 카바이드 지로 흐르는 물 아래서 연마 삭제되었다. 삭제된 법랑질 면에 제조사의 설명서에 따라 4개 군의 접착제를 적용하고 (Table II) Light-Core로 약 2 mm씩 2회 이상 적층 충전하였다. 각 시편은 모든 면에서 1분 이상 충분히 광중합 되었다. 4개의 군에 대하여 각각 10개씩의 시편을 준비하였다.

시편은 37 ℃, 증류수에 일주일 동안 보관한 후 low speed precision diamond saw (TOPMET Metsaw-LS, R&B,

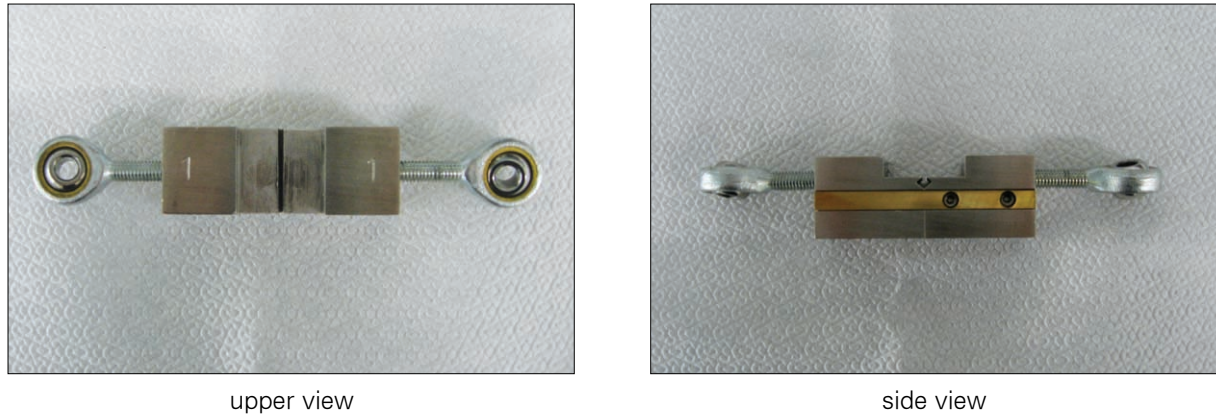


Fig. 1. Specimen holder.

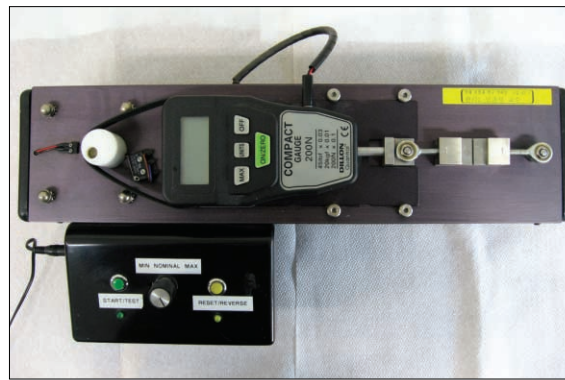


Fig. 2. Microtensile tester.

Daejeon, Korea)를 이용하여 약 0.8×0.8 mm 단면이 되도록 시편을 절단하여 미세시편 (microspecimen)을 제작하였다.

일주일 마다 증류수를 교환하면서 한 달과 세 달의 기간동안 37°C , 증류수에 미세시편을 보관한 후 각각의 미세인장결합강도를 측정하였다. 미세시편의 접촉면적은 디지털 캘리퍼스 (Dial Caliper D, Girsch Dental GmbH, Pforzheim, Germany)를 이용하여 0.01 mm까지 가로, 세로의 길이를 구한 후 곱한 값 (mm^2)으로 계산하였다. 그 후 미세시편을 Zapit cyanoacrylate glue (Dental Ventures of America, Corona, CA, USA)를 이용하여 specimen holder (Fig. 1)에 부착하였고, Microtensile tester (Dillon Quantrol, Data Weighing Systems, Elk Grove Village, IL, USA) (Fig. 2)를 이용하여 인장력을 가한 후 파절시의 힘을 N단위로 구하였다. 미세인장결합강도 (MPa)는 파절 시에 가해진

힘 (N)을 접촉면적 (mm^2)으로 나누어 계산하였다. 접촉면에서의 파절 양상은 실물현미경 (Microscope-B ocular, Nikon, Japan)을 이용하여 분류하였다.

미세인장결합강도에 대한 통계분석은 one-way ANOVA를 이용하여 유의수준 5%에서 검정하였고, 사후검정은 Least Significant Difference 방법을 이용하였다.

결과

중합 후 1개월 뒤 측정된 각각의 접착제의 평균 미세인장결합강도는 Table III과 같다. 통계학적으로 유의수준 5%에서 모든 접착제 간에는 유의성이 없었다.

3개월 뒤 측정된 각각의 접착제의 평균 미세인장결합강도는 높은 값으로부터 iBond (iB), Clearfil SE Bond etch (C-E), Clearfil SE Bond non-etch (C-NE), Scotchbond Multi-

Table III. Microtensile bond strengths to enamel (MPa)

Group	1 month		3 months	
	n	Bond strength-Mean (SD)	n	Bond strength-Mean (SD)
ScotchBond Multi-Purpose	40	32.86 (16.28) ^a	40	21.85 (8.34) ^b
Clearfil SE Bond non-etch	40	31.18 (13.51) ^a	40	23.12 (10.07) ^b
Clearfil SE Bond etch	42	32.89 (12.06) ^a	40	28.79 (11.31) ^a
iBond	41	30.89 (12.89) ^a	40	30.54 (9.57) ^a

· n = number of microspecimens
 · Groups with different superscript letters significantly different, one-way ANOVA, Multiple Comparison Test (Least Significant Difference method), P < 0.05

Table IV. Failure patterns of microtensile bond strength specimens

Failure type	1 month				3 months			
	S	C-NE	C-E	iB	S	C-NE	C-E	iB
Adhesive	24	13	24	21	0	11	23	32
Mixed	5	8	12	11	18	28	5	4
Cohesive in enamel	11	19	6	9	22	1	10	4
Cohesive in resin	0	0	0	0	0	0	2	0

· S: Scotchbond Multi-Purpose
 · C-NE: Clearfil SE Bond non-etch
 · C-E: Clearfil SE Bond etch
 · iB: iBond

Purpose (S) 순으로 높았다 (Table III). 통계학적으로 유의 수준 5%에서 S와 C-E, S와 iB 간에는 유의성을 보였고, C-NE와 C-E, C-NE와 iB 간에도 유의성을 보였으며, S와 C-NE 간에는 유의성이 없었고, C-E와 iB 간에도 유의성이 없었다.

S와 C-NE에서는 3개월 후 측정된 평균 미세인장결합강도가 1개월 후 측정된 값보다 유의하게 낮았으며 (P<0.05), C-E와 iB에서는 1개월 후 측정된 평균 미세인장결합강도와 3개월 후 측정된 값 사이에 유의한 차이가 없었다 (P>0.05).

미세인장결합강도 측정 후 각 접착 계면에서의 파절양상을 관찰한 결과는 Table IV와 같다.

고찰

본 연구에서는 산부식 전처리가 2단계 자가부식 접착제의 연마 범랑질에 대한 결합강도에 미치는 영향을 평가하기 위하여 4개의 군의 접착제를 이용하여 미세시편을 제작하여 3개월간에 걸쳐서 37 °C, 증류수에서 보관한 후 미세인장결합강도를 측정하였다.

Bovine 치아가 사용되었는데 bovine 치아는 실험실 연구에서 사람 치아의 만족할 만한 대체물로 여겨지고 있다.^{11-13,20} Bovine 치아는 공급이 용이하고, 전치의 경우 수면이 넓어서 범랑질에 대한 미세인장결합강도 측정 시 치아 당 많은 수의 미세시편을 제작할 수 있는 장점이 있다. 한편 bovine 전치는 범랑질의 두께가 얇아서 시편제작 시 조작에 주의가 필요하였다.

미세인장결합강도를 측정하기 위하여 시편을 증류수에 보관하였는데, 임상적으로 의미 있는 결과를 얻기 위하여 가장 흔히 사용하는 aging 법인 장기 물에 보관하는 방법을 사용하였다. 장기간 물에 보관하는 것이다.³ 본 연구에서는 aging을 촉진하기 위하여 0.8×0.8 mm 단면의 미세시편을 제작하여 증류수에 담가서 보관하였고, 상온이 아닌 37 °C에서 보관하였으며, 증류수를 1주일마다 교환하는 방법을 사용하였다. 그 결과 일부 제품에서 3개월 후 측정된 평균 미세인장결합강도가 1개월 후 측정된 값보다 감소함을 관찰할 수 있었다.

중합 후 1개월 뒤 측정된 각각의 접착제의 평균 미세인장결합강도는 유의수준 5%에서 모든 접착제 간에는 유의성이 없었다. 3개월 뒤 측정된 각각의 접착제의 평균

미세인장결합강도는 유의수준 5%에서 iBond와 Clearfil SE Bond etch가 Clearfil SE Bond non-etch와 Scotchbond Multi-Purpose보다 유의하게 높았으며, iBond와 Clearfil SE Bond etch, Clearfil SE Bond non-etch와 Scotchbond Multi-Purpose 간에는 각각 유의성이 없었다. 3단계 산부식수세 접착제는 법랑질과 상아질에 대한 결합에 있어서 장기적으로 가장 안정적인 결합을 이루는 것으로 알려져 있는데^{2,3,7} 이는 본 연구의 결과와 차이를 보인다. Brackett 등은 삭제 법랑질에 대한 미세인장결합강도를 측정된 결과 Clearfil SE Bond와 Scotchbond Multi-Purpose는 유의하게 다르지 않았으며, 이들은 iBond보다 유의하게 높은 결합강도를 보였다고 보고하였다.¹⁹ 본 연구에서는 1단계 자가부식 접착제인 iBond의 결합강도가 높게 나오고 3단계 산부식수세 접착제인 Scotchbond Multi-Purpose의 결합강도가 낮게 나왔다. 3개월 후의 평균 미세인장결합강도가 높았던 iBond와 Clearfil SE Bond etch에서는 접착과피 (adhesive failure)가 많았으나 결합강도가 낮았던 Clearfil SE Bond non-etch와 Scotchbond Multi-Purpose에서는 혼합과피 (mixed failure)가 많았고 특히 Scotchbond Multi-Purpose의 경우는 법랑질에서의 응집과피 (cohesive failure)가 많았다.

3개월 후 측정된 Clearfil SE Bond non-etch의 미세인장결합강도가 23.12 MPa로 Clearfil SE Bond etch (28.79 MPa)보다 유의하게 낮았다 ($P < 0.05$). 이러한 결과는 법랑질에 산부식 전처리를 시행한 경우에 2단계 자가부식 접착제인 Clearfil SE Bond의 결합강도가 증가하였다고 보고한 이전의 연구들^{9,13,20} 과 일치한다.

그러나 Van Meerbeek 등은 법랑질에 산부식 전처리를 시행한 것과 그렇지 않은 것에 Clearfil SE Bond를 이용하여 복합레진 수복을 시행한 임상실험 결과 두 개의 군의 2년간 임상 성공률이 모두 100%였다고 보고하였다.¹⁴ 두 개의 군 사이에 유의한 차이는 없었으나, Clearfil SE non-etch 군에서 법랑질에서의 변연부 결합이 더 많이 관찰되었다. 그러나 이러한 차이는 임상적으로 무시할 만하다고 하였다. Turkun은 2년간의 임상실험에서 Clearfil SE Bond의 2년간의 유지율이 93%였다고 보고하였다.²¹ Peumans 등도 법랑질에 산부식 전처리를 시행한 것과 그렇지 않은 것에 Clearfil SE Bond를 이용하여 복합레진 수복을 시행한 임상실험에서 두 개의 군의 3년간의 유지율이 모두 100%였다고 보고하였으며 (3년간의 임상 성공률은 Clearfil SE non-etch 군에서 100%였고 Clearfil SE etch 군에서 98%였으며 그 차이는 통계학적으로 유의하지 않았다), 법랑질에 산부식 전처리를 시행하는 것이 그 임상적 성과에 영향을 미치지 않았다고 하였다.²²

상아-법랑질 접착제에서 법랑질 접착의 주요한 작용기전은 미세기계적 결합으로, 산 부식으로 접촉면적이 넓어지고 잘 중합된 레진이 표면으로 침투하여 일어난다.^{5,19} Clearfil SE Bond는 2단계 자가부식 접착제로, 이의 자가부식형 프라이머는 기능성 모노머로서 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (10-MDP)를 포함하고 있다. 10-MDP는 수산화 인회석과 강력한 화학적 결합을 이루며 칼슘과의 결합도 가수분해에 안정됨을 보였다. 또한 거의 무기질 성분으로 구성된 법랑질에서도 10-MDP는 화학적으로 결합한다.^{1,3,7,8} Clearfil SE Bond의 장기간의 높은 임상적 성공률을 설명하는 요인으로는 미세기계적 결합 이외에 그 화학적 결합기전을 들 수 있다.^{1,3,7,8} 그 외의 다른 요인으로는 10wt%의 필러를 함유한 접착 레진이 있다. Clearfil SE Bond는 nano-filler (20 nm, according to technical information provided by Kuraray)를 포함하므로, 더 두꺼운 접착층을 형성하고 stress-absorber 역할을 하는 보다 유연한 계면을 형성한다.¹⁴

보다 장기적인 임상연구가 필요하기는 하나 위에서 기술한 Clearfil SE Bond의 2-3년간의 높은 임상적 성공률로 볼 때, 법랑질에 대한 산부식 전처리 시 2단계 자가부식 접착제의 법랑질에 대한 결합강도가 증가하였다고 하여 임상적으로 법랑질에 대한 선택적인 산부식 과정이 필요하다고 결론을 내릴 수는 없다.

Van Landuyt 등은 법랑질에 산부식 전처리를 시행한 경우는 Clearfil SE Bond의 결합강도가 증가하였으나, 상아질에 산부식 전처리를 시행한 경우에는 결합강도가 감소했다고 보고하였다.⁹ 따라서 산 부식은 법랑질에 국한되어야 하며, 상아질에 산 부식을 시행한 경우 nanoleakage를 일으키는 질이 낮은 혼성층을 형성하므로 피해야 한다고 하였다. 산부식 전처리 시 법랑질에 대한 결합강도는 증가, 상아질에 대한 결합강도는 감소라는 결과는 다른 연구에서도 보고되었다.^{9,20}

따라서 2단계 자가부식 접착제에서 산부식 전처리를 고려할 때 주의가 필요할 것으로 사료된다. 단 비삭제 법랑질이나 경화상아질에 대한 접착에서는 산부식 전처리나 물리적 표면처리를 통하여 결합력을 증가시키는 방법을 고려하여야 한다.

결론

본 연구에서는 2단계 자가부식 접착제인 Clearfil SE Bond의 연마 법랑질에 대한 결합강도를 3단계 산부식수세 접착제인 Scotchbond Multi-Purpose 및 1단계 자가부식 접착제인 iBond의 결합강도와 비교하고, Clearfil SE Bond

에 35% 인산으로 산부식 전처리를 시행하는 것이 범랑질에 대한 결합강도를 높일 수 있는지 알아 보고자 미세 시편을 제작하여 3개월간에 걸쳐서 37 °C, 증류수에서 보관한 후 미세인장결합강도를 측정하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 중합 후 1개월 뒤 측정된 각각의 접착제의 평균 미세인장결합강도는 유의수준 5%에서 모든 접착제 간에 유의한 차이가 없었다.
2. 3개월 뒤 측정된 각각의 접착제의 평균 미세인장결합강도는 iBond와 Clearfil SE Bond etch가 Clearfil SE Bond non-etch와 Scotchbond Multi-Purpose보다 유의하게 높았으며 ($P < 0.05$), iBond와 Clearfil SE Bond etch, Clearfil SE Bond non-etch와 Scotchbond Multi-Purpose 간에는 각각 유의한 차이가 없었다 ($P > 0.05$).
3. Scotchbond Multi-Purpose와 Clearfil SE Bond non-etch에서는 3개월 후 측정된 평균 미세인장결합강도가 1개월 후 측정된 값보다 유의하게 낮았으며 ($P < 0.05$), Clearfil SE Bond etch와 iBond에서는 1개월 후 측정된 평균 미세인장결합강도와 3개월 후 측정된 값 사이에 유의한 차이가 없었다 ($P > 0.05$).

이상의 결과를 종합해 볼 때 2단계 자가부식 접착제인 Clearfil SE Bond의 연마 범랑질에 대한 미세인장결합강도는 3단계 산부식수세 접착제인 Scotchbond Multi-Purpose와 비교하여 유의한 차이가 없었으며, 35% 인산으로 산부식 전처리를 시행한 결과 Clearfil SE Bond의 범랑질에 대한 결합강도는 1개월 후에는 유의한 차이가 없었으나 3개월 후에는 증가하였다. 따라서 장기적으로 보았을 때 35% 인산으로 산부식 전처리를 시행하는 것이 Clearfil SE Bond의 범랑질에 대한 결합강도를 높일 수 있는 것으로 사료된다.

참고문헌

1. Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P, Vanherle G. Adhesives and cements to promote preservation dentistry. *Oper Dent* 2001;26:119-44.
2. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent* 2003;28:215-35.
3. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue : methods and results. *J Dent Res* 2005;84:118-32.
4. Frankenberger R, Tay FR. Self-etch vs etch-and-rinse adhesives : effect of thermo-mechanical fatigue loading on marginal quality of bonded resin composite restorations. *Dent Mater* 2005;21:397-412.
5. Park YJ. Current adhesive dentistry for dental restoratives. *J Korean Dental Association* 2003;41:478-91.
6. Leem SH, Lee JH. Shear bond strength of self-etching adhesives to enamel. *J Korean Dental Association* 2004;42:790-7.
7. Peumans M, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Clinical effectiveness of contemporary adhesives : A systematic review of current clinical trials. *Dent Mater* 2005;21:864-81.
8. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayami Y, Okazaki M, Shintani H. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res* 2004;83:454-8.
9. Miguez PA, Castro PS, Nunes MF, Walter R, Pereira PNR. Effect of acid-etching on the enamel bond of two self-etching systems. *J Adhes Dent* 2003;5:107-12.
10. Armstrong SR, Vargas MA, Fang Q, Laffoon JE. Microtensile bond strength of a total-etch 3-step, total-etch 2-step, self-etch 2-step, and a self-etch 1-step dentin bonding system through 15-month water storage. *J Adhes Dent* 2003;5:47-56.
11. Perdigo J, Geraldini S. Bonding characteristics of self-etching adhesives to intact vs. prepared enamel. *J Esthet Restor Dent* 2003;15:32-42.
12. Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, Sano H, Van Meerbeek B. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to dentin. *J Adhes Dent* 2001;3:237-45.
13. Van Landuyt KL, Kanumilli P, De Munck J, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bond strength of a mild self-etch adhesive with and without prior acid-etching. *J Dent* 2006;34:77-85.
14. Van Meerbeek B, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Peumans M. A randomized controlled study evaluating the effectiveness of a two-step self-etch adhesive with and without selective phosphoric-acid etching of enamel. *Dent Mater* 2005;21:375-83.
15. Nakamichi I, Iwaku M, Fusayama T. Bovine teeth as possible substitutes in the adhesion test. *J Dent Res* 1983;62:1076-81.
16. Miyazaki M, Hirohata N, Takagaki K, Onose H, Moore BK. Influence of self-etching primer drying time on enamel bond strength of resin composites. *J Dent* 1999;27:203-7.
17. Reeves GW, Fitchie JG, Hembree JH, Puckett AD. Microleakage of new dentin bonding systems using human and bovine teeth. *Oper Dent* 1995;20:230-5.
18. Reis AF, Giannini M, Kavaguchi A, Soares CJ, Line SRP. Comparison of microtensile bond strength to enamel and dentin of human, bovine, and porcine teeth. *J Adhes Dent* 2004;6:117-21.

19. Brackett WW, Ito S, Nishitani Y, Haisch LD, Pashley DH. The microtensile bond strength of self-etching adhesives to ground enamel. *Oper Dent* 2006;31:332-7.
20. Torii Y, Itou K, Nishitani Y, Ishikawa K, Suzuki K. Effect of phosphoric acid etching prior to self-etching primer application on adhesion of resin composite to enamel and dentin. *Am J Dent* 2002;15:305-8.
21. Turkun SL. Clinical evaluation of a self-etching and a one-bottle adhesive system at two-years. *J Dent* 2003;31:527-34.
22. Peumans M, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Three-year clinical effectiveness of a two-step self-etch adhesive in cervical lesions. *Eur J Oral Sci* 2005;113:512-8.

The micro-tensile bond strength of two-step self-etch adhesive to ground enamel with and without prior acid-etching

You-Lee Kim, DDS, MSD, Jee-Hwan Kim, DDS, MSD, June-Sung Shim, DDS, PhD,

Kwang-Mahn Kim*, DDS, MSD, PhD, Keun-Woo Lee, DDS, MSD, PhD

Dept. of Prosthodontics, College of Dentistry, Yonsei University, Seoul, Korea

**Dept. and Research Institute of Dental Biomaterials and Bioengineering, College of Dentistry, Yonsei University, Seoul, Korea*

Statement of problems: Self-etch adhesives exhibit some clinical benefits such as ease of manipulation and reduced technique-sensitivity. Nevertheless, some concern remains regarding the bonding effectiveness of self-etch adhesives to enamel, in particular when so-called 'mild' self-etch adhesives are employed. This study compared the microtensile bond strengths to ground enamel of the two-step self-etch adhesive Clearfil SE Bond (Kuraray) to the three-step etch-and-rinse adhesive Scotchbond Multi-Purpose (3M ESPE) and the one-step self-etch adhesive iBond (Heraeus Kulzer).

Purpose: The purpose of this study was to determine the effect of a preceding phosphoric acid conditioning step on the bonding effectiveness of a two-step self-etch adhesive to ground enamel. **Material and methods:** The two-step self-etch adhesive Clearfil SE Bond non-etch group, Clearfil SE Bond etch group with prior 35% phosphoric acid etching, and the one-step self-etch adhesive iBond group were used as experimental groups. The three-step etch-and-rinse adhesive Scotchbond Multi-Purpose was used as a control group. The facial surfaces of bovine incisors were divided in four equal parts cruciformly, and randomly distributed into each group. The facial surface of each incisor was ground with 800-grit silicon carbide paper. Each adhesive group was applied according to the manufacturer's instructions to ground enamel, after which the surface was built up using Light-Core (Bisco). After storage in distilled water at 37°C for 1 week, the restored teeth were sectioned into enamel beams approximately 0.8*0.8mm in cross section using a low speed precision diamond saw (TOPMET Metsaw-LS). After storage in distilled water at 37°C for 1 month, 3 months, microtensile bond strength evaluations were performed using microspecimens. The microtensile bond strength (MPa) was derived by dividing the imposed force (N) at time of fracture by the bond area (mm²). The mode of failure at the interface was determined with a microscope (Microscope-B ocular, Nikon). The data of microtensile bond strength were statistically analyzed using a one-way ANOVA, followed by Least Significant Difference Post Hoc Test at a significance level of 5%. **Results:** The mean microtensile bond strength after 1 month of storage showed no statistically significant difference between all adhesive groups ($P>0.05$). After 3 months of storage, adhesion to ground enamel of iBond was not significantly different from Clearfil SE Bond etch ($P>0.05$), while Clearfil SE Bond non-etch and Scotchbond Multi-Purpose demonstrated significantly lower bond strengths ($P<0.05$), with no significant differences between the two adhesives. **Conclusion:** In this study the microtensile bond strength to ground enamel of two-step self-etch adhesive Clearfil SE Bond was not significantly different from three-step etch-and-rinse adhesive Scotchbond Multi-Purpose, and prior etching with 35% phosphoric acid significantly increased the bonding effectiveness of Clearfil SE Bond to enamel at 3 months.

Key words: Dentin, Enamel, Composite resin

Corresponding Author: June-Sung Shim

Department of Prosthodontics, College of Dentistry, Yonsei University,

134 Sinchon-dong, Seodaemun-gu, Seoul, 120-752, Korea

+82 2 2228 8720: e-mail, jfshim@yuhs.ac

Received January 22, 2008: Last Revision April 16, 2008: Accepted April 17, 2008.