

자가 산 부식 접착제의 pH 변화

연세대학교 대학원

치 의 학 과

허 영 렬

자가 산 부식 접착제의 pH 변화

지도교수 노 병 덕

이 논문을 석사 학위논문으로 제출함

2006년 12월 일

연세대학교 대학원

치 의 학 과

허 영 렬

허영렬의 석사 학위논문을 인준함

심사위원 _____ 인

심사위원 _____ 인

심사위원 _____ 인

연세대학교 대학원

2006년 12월 일

감사의 글

이번 실험과 연구 논문이 완성되기 까지 정성을 다해 가르쳐 주신 지도교수 노병덕 선생님께 진심으로 감사를 드립니다. 그리고 논문의 완성도를 위해 성심껏 지도해 주신 이찬영 선생님, 박정원 선생님께도 감사를 드리며 편집과 정리를 도와주신 박민재 선생님, 지성훈 선생님, 그리고 박준용씨에게 감사의 마음을 전하고 싶습니다.

그리고 지금까지 묵묵히 제 곁을 지켜주고 물심 양면으로 도와준 사랑하는 아내에게 감사하다는 말을 전하고 싶고 부모님과 가족 모두, 그리고 몇 달 후 태어날 저의 아들과 기쁨을 같이 하고 싶습니다.

2006년 12월

저자 씀

차 례

그림 및 표 차례	vi
국문 요약	vii
I. 서 론	1
II. 연구 대상 및 방법	4
III. 연구 결과	6
IV. 총괄 및 고찰	10
V. 결 론	13
참고문헌	14
영문요약	17

그림 및 표 차례

그림 차례

Figure 1. pH Values of products	8
---------------------------------------	---

표 차례

Table 1. Products of Self-etching primer Tested	5
Table 2. pH Values	6
Table 3. pH Values before curing	8

국 문 요 약

자가 산 부식 접착제의 pH 변화

이 연구는 자가 산 부식 접착제 사용시 와동 내에서의 중합 전과 중합 후의 산도를 비교 측정하여 높은 산도의 자가 산 부식 상아질 접착제의 산도 변화과정을 살펴보고 이에 따른 문제들을 생각해 보고자 하였다.

이에 저자는 발치 된 구치의 교합면에 직경 4mm, 깊이 3mm의 원통형의 와동을 diamond cylinder로 일정하게 형성한 후, 현재 시판되고 있는 5개 제품의 자가 산 부식 접착제(G bond™, Clearfil™S3 Bond, AdheSE®, Xenolite™, AQ bond®)와 대조군으로 total etching system인 Excite®를 각 제품의 제조사가 추천하는 용법에 따라 와동 내부 치수강저에 도포 한 후 중합 전후의 pH를 측정하였다. pH 측정은 micropipette을 이용하여 증류수를 20µl로 일정하게 와동 내에 주입한 후 pH 측정기인 pH Spear® (Eutech, Singapore)를 이용하였다.

각 제품에 대해 중합 전과 중합 후 각각 20개의 치아에서 시행을 하였으며 실험 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 자가 산 부식 상아질 접착제는 중합전과 비교하여 중합 후 pH 수치가 높아졌으며 이는 통계학적으로도 유의한 차이를 보였다. ($P < 0.05$)
2. 자가 산 부식 상아질 접착제중 Clearfil™S3 Bond, AdheSE®, 그리고 G bond™는 대조군으로 사용된 total etching system인 Excite® 와 중합 전에 측정한 산도의 비교에 있어서 유의한 차이를 보이지 아니하였으며 ($p > 0.05$), AQ bond®와 Xenolite™는 유의한 차이를 보였다. ($P < 0.05$)
3. 자가 산 부식 상아질 접착제중 Clearfil™S3 Bond, AdheSE®, G bond™ 그리고 AQ bond®는 대조군으로 사용된 total etching system인 Excite® 와 중합 후에 측정한 산도의 비교에 있어서 유의한 차이를 보이지 아니하였으며 ($p > 0.05$),

Xeno III[®]는 유의한 차이를 보였다. ($P < 0.05$)

이상의 결과를 통하여, 초기에 고농도의 산도를 가지는 자가 산 부식 접착제가 중합 후에는 산도가 낮아지며 그 정도는 제품에 따라 다르게 나타나는 것을 볼 수 있었다. 특히 일부 제품들은 대조군인 total etching system 과 유사한 정도로 낮아지는 결과를 보였다.

핵심 되는 말 : 발치 된 구치, 자가 산 부식 접착제, pH, 중합

자가 산 부식 접착제의 pH 변화

지도교수 노 병덕

연세대학교 대학원 치의학과

허 영렬

I. 서 론

치아에 대한 영구적이고 완전한 결합을 얻을 수 있는 이상적인 치과재료에 대한 개발은 치과 의사의 목표이자 연구대상이다. 1955년 Buonocore에 의해 범랑질 산 부식법¹⁾이 소개된 이후 1975년 Lutz는 상아질에 대한 산 부식을 소개하여 본격적인 접착 치과학이란 용어를 사용하게 되었다.

상아질에 대한 접착과정은 산 부식을 통해 상아질 표면에 남아있는 도말층과 무기질을 제거 또는 변형시키고 상아질의 기질을 노출시킨 후 친수성 단량체인 접착 강화제(primer)를 도포하여 노출된 교원 섬유 사이로 스며들게 하여 소위 혼성층(hybrid layer)이 형성되어 이루어진다.²⁻⁶⁾ 이러한 혼성층에서 복합 레진과 상아질의 결합이 이루어지며, 내산성을 가지며 탄력성이 있는 구조로 인해 레진의 중합수축을 보상하는 역할을 한다.

그러나 제 4세대 상아질 접착제의 사용에서는 산 부식, 수세와 습윤 건조, 접착 강화제(primer), 접착제(bonding)도포 등의 여러 단계의 임상과정을 거쳐야 하는 단점과 더불어 술식의 민감성으로 인하여 술자에 따라 접착강도가 현저하게 차이가 날 수 있다는 단점이 있었다. 따라서 제 4세대의 상아질 접착제 이후에서는 접착 술식을 보다 간편하게 개선시키고 접착제의 성능과 문제점을 개선하려는 많은 연구가 진행되어왔다. 그 후에 개발된 제 5세대 이후의 제품은 크게 두 가지 방향으로 발전이 이루어졌다. 즉, total etching system과 self-etching system이다. total etching system은 접착 강화제 (primer)사용과 접착제(bonding)사용의 두

가지 과정을 단일 과정으로 줄이게 되는데 이를 위해 기능성 산성 단량체(acidic functional monomer), 즉 PENTA, HEMA, polyalkenoic acid 등을 첨가 하였다.^{5),7)} 그러나 이 과정 또한 습윤접착의 애매함^{8),9)}, 산 부식 후의 수세과정으로 인한 환자의 불편함⁶⁾, 산 부식층과 레진 침투층 사이에 형성되는 nano-leakage¹⁰⁾ 등의 이유로 산 부식과 상아질 접착을 단일과정으로 처리하는 자가 산 부식 접착제 (self-etching primer)가 개발 되었다.

제 6세대의 자가 산 부식 접착제에서는 접착과정이 단순하게 되어 산성을 띠는 접착 강화제와 접착제를 2개의 용기에서 보관하다가 도포 직전에 섞어서 사용한다. 이 과정은 기능성 단량체가 물과 결합하여 가수분해가 일어나게 하며 이로 인해 자가 산 부식 접착제는 강한 산성을 띄게 되며 이 산에 의하여 산부식이 일어남과 동시에 강화제가 침투하여 혼성층이 완전하게 형성되는 것이 장점으로 거론되었다. 또한 최근에 소개된 7세대 접착제는 단일용기 안에 산 부식 용액, 접착 강화제, 접착제가 모두 포함되어 있는 제품으로서 6세대 접착제에서와 같이 2개의 용액을 혼합하는 과정이 필요 없다. 그러나 Miyazaki¹¹⁾등에 의하면 이러한 자가 산 부식형 접착제는 기존의 인산을 이용한 산 부식형 접착제와 비교하여 약산성이므로 법랑질을 충분히 부식시킬 수 없고 부식형태 또한 명확하지 않아 레진 tag에 의한 기계적 유지 저하로 결합강도가 감소한다고 하였다. 따라서 최근에는 초기의 pH가 2~3인 제품들에 비해 pH를 1~2로 더 낮춘 제품들이 출시되어 법랑질에서의 산부식 문제를 해결 하고자 하는 시도들도 있었다. 반면에 Perdigao¹²⁾ 등은 자가 산 부식 접착제의 법랑질 부식형태가 비록 덜 명확하긴 하지만 전단결합강도와는 상관관계가 없다고 하여 자가 산 부식 접착제의 산도의 관한 논쟁이 지속되고 있다.

대부분의 자가 산 부식 접착제는 물과 HEMA의 혼합체에 인산기와 카르복실기를 갖는 acidic monomer의 농도를 증가시켜 만들었기에 대부분의 제품의 pH는 1에서 2.5사이를 보인다. 물과 acidic monomer간의 반응을 통해 hydronium ion (H_3O^+)을 형성하여 산 부식 과정을 수행하며 그 후 치질성분과의 이온결합을 통해 중화가 되는 것으로 설명하고 있다.¹³⁾ 이와 같은 중화작용으로 인해 치수에 직접적인 영향을 주지 않는 것으로 알려져 있으며, Gregoire⁹⁾등은 10개 제품의

self-etching system의 현미경을 통한 관찰에서 pH는 self-etching system의 물성을 결정짓는 중요한 요인은 아니라고 주장 하였다.

그러나 자가 산 부식 접착제에 대한 연구들은 과거의 total-etching system의 연구에서의 마찬가지로 치질의 칼슘이온과 레진의 결합에 영향을 줄 것이라 생각되는 도말층의 상태⁹⁾, 혼성층의 두께^{9),14)}, 결합계면에서의 미세 다공성 등⁹⁾에 집중이 되어 왔으나 상아질 접착제의 결합 전후의 직접적 산도측정과 강산의 접착제가 중합 전후에 치수에 미치는 영향에 대한 연구는 없었다.

본 연구는 자가 산 부식 접착제 사용시 와동 내에서의 중합 전과 중합 후의 산도를 비교 측정하여 높은 산도의 자가 산 부식 상아질 접착제의 산도 변화과정을 살펴보고 이에 따른 문제들을 생각해 보고자 하였다.

II. 연구 대상 및 방법

발치 된 구치의 교합면에 직경 4mm, 깊이 3mm의 원통형의 와동을 diamond cylinder로 일정하게 형성한 후, 현재 시판되고 있는 5개 제품의 자가 산 부식 접착제 (G bond™, Clearfil™S3 Bond, AdheSE® , XenoIII® , AQ bond®)와 대조군으로 total-etching system인 Excite®를 각 제품의 제조사가 추천하는 용법에 따라 와동 내부 치수강저에 도포 한 후 중합 전과 중합 후의 pH를 측정하였다 (Table 1. 참조).

pH 측정은 micropipette을 이용하여 증류수를 20μl로 일정하게 와동 내에 주입한 후 pH 측정기인 pH Spear® (Eutech , Singapore)를 이용하였다.

각 제품에 대해 중합 전과 중합 후 각각 20개의 치아에서 시행을 하였으며 그리고 실험 결과에 대한 통계분석은 각 제품에서의 중합 전과 중합 후 사이의 비교는 paired t-test를 이용하였고 중합 전과 중합 후의 각 제품간의 비교는 ANOVA analysis를 이용하였다.

또한 각 제품의 원액의 pH 수치를 3번 측정한 결과와 치아의 와동내에서가 아닌 제조사가 제공한 용기에서의 본 실험과 동일한 방법으로 도포 후 증류수를 첨가하여 pH 수치를 3번 측정한 결과를 위에서 측정한 치아 와동 내에서 도포 후의 pH 수치의 비교실험은 Wilcoxon Two-Sample Test를 이용하여 분석하였다.

Table 1. Products of Self-etching primer Tested

Products	components	pH	composition	clinical procedure
G bond™ (G.C., Japan) `	4-MET phosphoric Easter	2.0	1 bottle	application waiting 10 sec drying max.air 10sec light curing 10sec
Clearfill S™ bond (Kuraray Medical, Japan)	10-MDP BIS-GMA HEMA Hydrophobic dimethacrylate	2.7	1 bottle	application waiting 5sec drying high pressure air 5sec light curing 10sec
AdheSE® (Ivoclar Vivadent , Liechtenstein)	primer dimethacrylate Phosphoric acid acrylate initiators, stabilizers in aqueous solution bond HEMA dimethacrylate silicone dioxide	1.4	2 bottles	primer application waiting 30sec air drying bonding apply air drying light curing 10sec
Xeno III® (Dentsply, Germany)	HEMA Ethanol BHT phosphoric Easter	1.4	2 bottles	application waiting 20sec drying gentle air min. 2sec light curing 10sec
AQ bond Plus® (Sun Medical, Japan)	4-META	2.5	1bottle 1sponge	mix base and sponge min. 5sec Application waiting 20sec drying gentle air 10sec drying max. air 10sec light curing 5sec
Excite® (Ivoclar Vivadent , Liechtenstein)	HEMA initiators, stabilizers Dimethacrylate phosphoric acid acrylate highly dispersed - silicone dioxide	2.5	1 bottle	etching (37% phosphoric- acid)15sec Water spray 10sec High vacuum 3sec/gentle air 2sec bonding apply air drying/light curing 20sec

Ⅲ. 연구 결과

각 제품에서의 실험 결과의 평균과 표준편차는 다음과 같다.

Table 2. pH Values (mean±SD)

Products	original solution (n=3)	before curing (n=20)	after curing (n=20)	2 min. after curing (n=20)
G bond™	3.24±0.01	4.11±0.57 ^{(bc)*}	4.79±0.91 ^(AB)	4.58±0.59**
Clearfil™S3 Bond	3.15±0.06	4.31±0.52 ^{(c)*}	5.57±0.63 ^(BC)	5.11±0.59*
AdheSE®	2.48±0.02	4.42±0.63 ^{(c)*}	5.04±0.75 ^(BC)	4.52±0.49*
XenoIII®	2.43±0.02	3.34±0.56 ^{(a)*}	4.26±0.54 ^(A)	4.12±0.43*
AQ bond®	2.48±0.02	3.79±0.58 ^{(ab)*}	4.88±0.66 ^(AB)	4.63±0.46**
Excite®	2.95±0.00	4.32±0.44 ^{(c)*}	5.10±0.75 ^(BC)	5.15±0.61**

n : sample size

* indicates significant differences between left and right value.(p<0.05)

** indicates no significant differences with left value.(p>0.05)

(abcABC) : Different letter indicates different group by Post Hoc Test
after ANOVA analysis

6개의 모든 제품에서 중합 전과 비교하여 중합 후의 pH 수치는 상승하였고 paired t-test를 이용한 통계분석에서 통계학적 유의차를 보였다. (p<0.05)

각 제품의 원액을 증류수를 첨가하지 않고 3번 측정된 값과 중합 전의 pH 수치의 비교 결과 원액의 pH 수치가 더 낮았으며 Wilcoxon Two-Sample test를 통한 분석에서 통계학적 유의차가 있었다. (p<0.05)

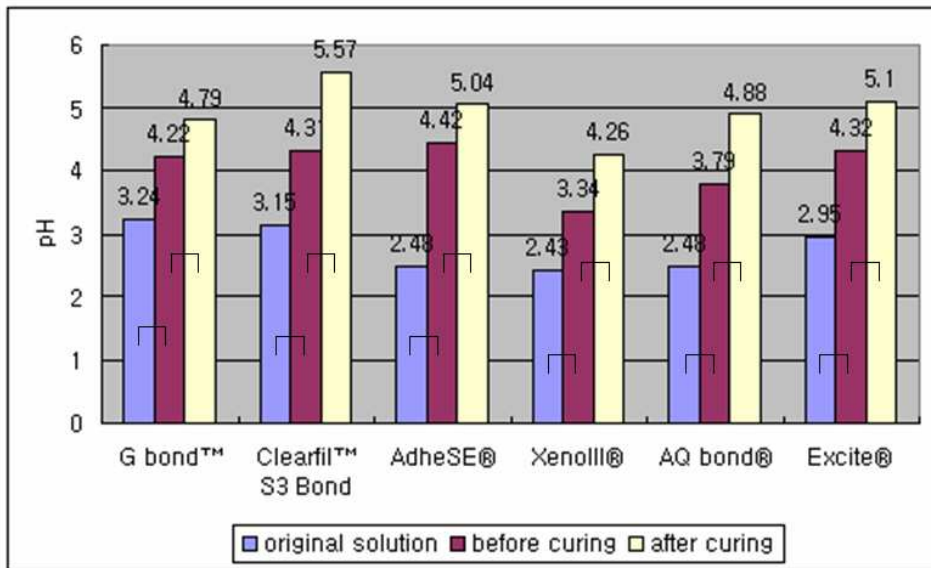
그리고 중합 전 6개 제품의 ANOVA analysis 후 사후검정을 시행한 결과 Clearfil™S3 Bond, AdheSE®, 그리고 G bond™는 대조군으로 사용된 total etching system인 Excite® 와 중합 전에 측정된 산도의 비교에 있어서 유의한 차이를 보이지 아니하였으며 (p>0.05), AQ bond®와 Xeno III®는 유의한 차이를 보였다.

(P<0.05)

중합 후에 측정된 산도의 비교에 있어서는 Clearfil™S3 Bond, AdheSE®, G bond™ 그리고 AQ bond®는 대조군으로 사용된 total etching system인 Excite®와 유의한 차이를 보이지 아니하였으며 (p>0.05), Xeno III®는 유의한 차이를 보였다.

(P<0.05)

또한 중합 후의 pH를 측정된 후 pH meter를 2분동안 와동내에 그대로 유지시킨 후 산도를 측정하였다. 모든 제품에서 산도가 증가하였으나 Clearfil™S3 Bond, AdheSE®, XenoIII®에서만 통계학적 유의차를 보였다. (p<0.05)



□: p < 0.05

Figure 1. pH Values of products

6개의 모든 제품에서 원액과 중합 전, 중합 전과 중합 후의 산도의 비교에 있어서 통계학적 유의차를 보였다. (p<0.05)

Table 3. pH Values before curing (mean±SD)

products	in the given tool (n=3)	in the tooth cavity (n=20)
G bond™	4.15±0.01	4.11±0.57***
Clearfil™S3 Bond	4.32±0.01	4.31±0.52***
AdheSE®	4.44±0.02	4.42±0.63***
XenoIII®	3.75±0.08	3.34±0.56***
AQ bond®	4.17±0.08	3.79±0.58***
Excite®	3.71±0.19	4.32±0.44***

n : sample size

*** indicates no significant differences with left value.(p>0.05)

치아 외동 내면에 도포 하지 않고 각 제조사가 제공한 용기에 제품을 도포한 후 같은 양의 증류수를 첨가하여 3번 측정 한 값과 치아에 도포 후 중합 전의 pH 수치를 비교한 결과는 비슷하였으며 Wilcoxon Two-Sample test를 통한 분석에서 통계학적 유의차가 없었다. ($p>0.05$)

IV. 총괄 및 고찰

self-etching system은 total etching system에 비하여 etching과 접착 강화제, 접착제의 사용 과정을 통합하여 임상시간을 줄이며 편리하게 사용할 수 있고 습윤 정도에 따라 발생하는 결합력의 차이로 인한 technique sensitivity^{8),15)}를 줄일 수 있다는 장점과 acidic polymerizable monomer로 인해 산 부식과 monomer의 침투가 동시에 이루어 지므로 산 부식된 부위까지 완전히 접착제가 침투하여 비교적 완전한 혼성층을 형성하지 못하는 부분과의 차이인 소위 nano-leakage¹⁰⁾를 줄일 수 있다는 것이다.

그러나 범랑질 및 상아질에서의 산 부식을 위해 자가 산 부식 접착제의 낮은 pH로 인해 많은 문제점들이 제기되어 왔다. Sano¹⁷⁾등은 이러한 산성 환경으로 인해 중합과정이 불완전하게 이루어짐을 주장하였고 또한 최근의 연구에서 adhesive system에 포함된 acidic group으로 인해 광중합과 자가중합 모두에서 중합을 방해한다고 주장하고 있다.¹⁸⁾ 또한 De Munck¹⁹⁾등은 자가 산 부식 접착제의 pH 정도에 따라 혼성층의 두께가 달라지고 결국 화학적 결합에서의 결합강도가 달라진다는 주장을 하기도 하였다.

반면 자가 산 부식 상아질 접착제에서 pH는 복합 레진과 치질의 결합 사이에 존재하는 결합력에 관여하는 요인이 아니라는 연구 결과도 발표되었다.^{9),16)}

이러한 많은 논란에도 불구하고 높은 농도의 pH를 띠고 있는 자가 산 부식 접착제가 치수에 손상을 줄 만한 영향을 주지 않는 것은 치아의 와동 내에 남아 있는 물과 기능성 산성 단량체(acidic functional monomer)간에 반응에 의해 산성을 띠어 산 부식 후 일정 시간의 경과 후 치질의 무기질 성분과 이온결합을 통하여 중화되는 과정으로 설명 하고 있다.

따라서 pH가 자가 산 부식 접착제에서 중요한 문제가 될 수 있음에도 불구하고 실제로 사용 후의 와동 내에서의 중합 전후의 pH의 변화에 대해서는 알려지지 않았다.

본 실험에 사용된 6개의 제품에서 중합 전과 중합 후를 비교한 결과 (Table 2.

참조) 모든 제품에서 중합 후의 pH의 측정값이 증가하였고 통계학적 유의차를 보였다 ($P < 0.05$). 이 결과는 고농도의 산도를 가진 접착제 도포 후 중합과정을 통해 산도가 약해지며 이로 인해 레진 수복 후에 치수에 대한 자극을 줄일 수 있다고 볼 수 있었다. 이에 대한 가능한 설명들로는 이전 연구 결과들에서 주장한 치질과 산이온의 반응에 의한 중화 이외에도 기능성 단량체들이 중합과정을 거치면서 중합체 구조내에 포함되어 산이온의 유리가 방해받기 때문으로 생각할 수 있다.

한편 Oliveira²⁰⁾ 등은 중합 후 남아 있는 산도에 의해 혼성층 아래에 탈회 후 접착제가 처리되지 않은 부분의 영향으로 결합강도가 낮아진다는 주장을 하였고 이번 연구에서 부가적으로 시행된 실험에서 중합 후 pH를 측정 후 그대로 pH 측정기를 유지한 후 2분 후의 pH측정을 해본 결과 모든 제품에서 pH 수치가 감소하였고 Clearfil™S3 Bond, AdheSE®, XenoIII®에서는 통계학적 유의차가 있었다 ($p < 0.05$)(Table 2. 참조). 이는 중합 후에도 hydronium ion (H_3O^+)이 유리 되어 나오는 현상으로 볼 수 있었고 유리 이온으로 인해 레진과 치질의 결합을 방해하고 치수에 영향을 주어 술후 과민성 치아의 원인으로 생각 해볼 수 있었다.

그리고 각 제조사가 발표한 pH수치와 실험과정에서 도포 후에 측정된 pH 수치의 차이가 있었다. 또한 각 제품의 원액과 도포 후의 비교의 실험에서 도포 후의 수치가 원액에 비해 높은 pH수치의 결과를 보였으며 통계학적 유의차가 있었다. ($p < 0.05$) (Table 2. 참조) 이러한 결과는 접착제 도포 후 치아 와동 내의 pH 측정방법의 한계로 인해 증류수를 용매로 사용하여 간접적으로 측정하였고 이로 인해 원액의 pH보다는 높은 수치로 회석되었기 때문이라고 생각된다. 하지만 치아가 아닌 제조사가 제공하는 플라스틱 용기에서 원액에 증류수를 채운 후 pH 수치와 치아에 도포한 후 측정된 결과의 차이는 통계학적 유의차가 없었다 (Table 3. 참조). 그러므로 제조사가 주장하는 각 제품의 pH 수치와 치아에 도포 후 중합 전에 측정된 수치는 차이가 있지만 와동 표면에 도포면을 직접 측정할 수 있는 적당한 방법이 없기 때문에 증류수를 이용한 간접적인 측정 방법으로 pH를 측정으로도 중합 전 후의 차이를 보여 줄 수 있다고 보인다.

또한 중합 전후의 산도에 대한 ANOVA analysis 후 사후검정 결과 중합 전에서

는 XenoIII[®]의 산도가 가장 높은 측정값을 보였다. 이는 Gregoire⁹⁾의 주장과 같이 XenoIII[®]의 구성성분인 Phosphoric ester이 강산으로 작용한 결과로 볼 수 있었다. 그러나 G bond[™]에도 마찬가지로 Phosphoric ester가 함유되어 있으나 중합 전에는 사후검정 결과 다른 군으로 분류 되었고 중합 후에는 XenoIII[®]와 비슷한 양상을 보였다 (Table 2. 참조). 이는 유사한 성분이 포함되어 있더라도 성분의 첨가 방식에 따라 산 이온의 유리 방식이 달라지기 때문일 것으로 추정된다.

또한 Excite[®]는 중합 전에서 Clearfil[™]S3 Bond, AdheSE[®]과 비슷한 산도를 보였다. 그리고 중합 후에는 중합 전과 비슷하게 XenoIII[®]의 산도가 다소 높았고 나머지 제품은 Excite[®]와 비슷한 결과를 보였다.

그리고 Sensat⁶⁾등은 자가 산 부식 접착제의 사용시 술후 과민성 치아의 발생이 줄어든다고 보고 하였으며 Spencer^{등²¹⁾}과 Wang^{등²²⁾}은 pH의 차이 보다는 탈회 범위와 레진 단량체(monomer)의 침투의 차이와 술후 과민성 치아가 관련이 있는 것으로 주장하였다.

이번 연구를 종합해보면 대조군으로 사용했던 total etching system인 Excite[®]와 5개 제품의 self-etching system과는 중합 전후의 산도의 면에 있어서는 크게 차이가 나지 않으며 실제 임상에서 자가 산 부식 접착제의 사용시 기존에 많이 사용하였던 total etching system의 여러 제품과 비교하여 낮은 pH로 인한 치수에 대한 영향은 큰 차이가 없을 것으로 생각된다. 따라서 고농도의 자가 산 부식 접착제가 중합 후 산도가 감소한다는 것을 알 수 있으며 total etching system과의 비교시 더 높은 산도를 나타낸다고 말하기가 어렵다.

위에서 언급한 바와 같이 접착제가 도포된 와동 내의 산도의 측정방법에 대해서는 연구가 필요하며, 이를 통해 앞으로 고농도의 산도를 가지고 있는 자가 산 부식접착제의 치수에 미치는 영향에 대한 연구가 필요하다.

V. 결 론

자가 산부식 상아질 접착제의 도포 및 중합 전후의 산도 비교를 통해 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 자가 산 부식 상아질 접착제는 중합전과 비교하여 중합 후 pH 수치가 높아졌으며 이는 통계학적으로도 유의한 차이를 보였다. ($P < 0.05$)
2. 자가 산 부식 상아질 접착제중 Clearfil™S3 Bond, AdheSE®, 그리고 G bond™는 대조군으로 사용된 total etching system인 Excite® 와 중합 전에 측정한 산도의 비교에 있어서 유의한 차이를 보이지 아니하였으며 ($p > 0.05$), AQ bond®와 Xeno III®는 유의한 차이를 보였다. ($P < 0.05$)
3. 자가 산 부식 상아질 접착제중 Clearfil™S3 Bond, AdheSE®, G bond™ 그리고 AQ bond®는 대조군으로 사용된 total etching system인 Excite® 와 중합 후에 측정한 산도의 비교에 있어서 유의한 차이를 보이지 아니하였으며 ($p > 0.05$), Xeno III®는 유의한 차이를 보였다. ($P < 0.05$)

이상의 결과를 통하여, 초기에 고농도의 산도를 가지는 자가 산 부식 접착제가 중합 후에는 산도가 낮아지며 그 정도는 제품에 따라 다르게 나타나는 것을 볼 수 있었다. 특히 일부 제품들은 대조군인 total etching system 과 유사한 정도로 낮아지는 결과를 보였다.

참고문헌

1. Buonocore, M.G. : A simple methods of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. J. Dent. Res. 1955 34:849-853
2. Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M : Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. J. Dent. Res. 1979 58(4):1364-70
3. Nakabayashi N, Takarada K : Effect of HEMA on bonding to dentin. Dent. Mater. 1992 8(2):125-30
4. Marshall Jr GW, Marshall SJ, Kinney JH, Balloch M. : The dentine substrate: structure and properties relate to bonding. J. Dent. 1997 25(6):441-58
5. Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley DH. : Bonding to ground dentin by a phenyl-P-self-etching primer. J. Dent. Res. 1994 73:1212-20
6. Sensat ML, Brakett WW, Meinberg TA, Beaty MW. : Clinical evaluation of two adhesive composite cements for the suppression of dentinal cold sensitivity. J. Prosthet. Dent. 2002 88:50-53
7. Inagaki A, Chigira H, Itch K, Wakumoto S. : Effects of self-etching primers on dentin. Dent. Mater. 1989 5:403-407
8. Frankenberger R, Kramer N, Petschelt A. : Technique sensitivity of dentin bonding : effect of application mistakes on bonding strength and marginal adaptation. Oper. Dent. 2000 25:324-330
9. Gregoire G, Millas A. : Microscopic evaluation of dentin interface obtained with 10 contemporary self-etching systems:correlation with their pH. Oper. Dent. 2005 30(4): 481-91
10. Hashimoto M, De Munck J, Sano H, Oguchi H, Van Meerbeek B,

- Pashley DH. : In vitro effect of nanoleakage expression on resin-dentin bond strength analyzed by microtensile bond test, SEM/EDX and TEM. *Biomaterials* 2004 25(25) 5565-74
11. Myazaki M, Iwasaki K, Onose H, et al. Enamel and dentin bond strengths of single application bonding systems. *Am. J. Dent.* 2001; 14: 361-3662.
 12. Perdigao J, Lopes L, Lambrechts P, et al. : Effects of a self-etching primer on enamel shear bond strengths and SEM morphology. *Am J Dent* 1997; 10: 141-146
 13. Ulrich Salz, Jorg Zimmermann, Frank z., Norbert M. : Hydrolytic Stability of Self-etching Adhesive Systems. *J. Adhes. Dent.* 2005 7:107-116
 14. Hashimoto M, Saho H, Yoshida E, Hori M, Oguchi H, Pashley DH. : Effects of multiple adhesive coatings on dentin bonding. *Oper Dent.* 2004 29(4): 416-23
 15. Nakatsuka K, Okada K, Yamauchi J. : Influence of technical sensitivity of Clearfil SE bond. *J. Dent. Res* 2001 80 Spec No.
 16. John M Powers, Kathy L O'Keefe, Lilliam M Pinzon. : Factors affecting in vitro bond strength of bonding agents to human dentin *Odontology* 2003 91:1-6
 17. Sano H, Yoshikawa T, Pereira PN, Kanemura N, Morigami M, Tagami J, Pashley DH. : Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer in vivo. *J. Dent. Res.* 1999 78:906-911
 18. Sanares AM, Itthagarun A, King NM, Tay FR, Pashley DH. : Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites *Dent. Mater.* 2001 17:542-556
 19. De Munck J, Vargas M, Iraki J, Van Landuyt K, Poitevin A, Lambrechts P, Van Meerbeek B : One-day bonding effectiveness of new self-etch

- adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Oper. Dent.* 2005 30(1):39-49
20. Oliveira S., Sally J. Marshall, Stefan Habelitz, Stuart A. Gansky, Robert S. Wilson, Grayson W. Marshall Jr. : The effect of a self-etching primer on the continuous demineralization of dentin. *Eur. J. Oral Sci* 2004 Aug;112(4):376-83.
21. Spencer P, Wang Y, Walker MP, Wieliczka DM, Swafford JR. : Interfacial chemistry of the dentin /adhesive bond. *J. Dent. Res.* 2000;79:1458-63
22. Wang Y, Spencer P. : Hybridization efficiency of the adhesive/dentin interface with wet bonding. *J. Dent. Res.* 2003;82:141-5

Abstract

pH change of self-etching primer

Young-Youl Hur, D.D.S.

Department of Dentistry, The Graduate School, Yonsei University

(Directed by Professor Byoung-Duck Roh, D.D.S.,M.S.D., ph D.)

This study was to compare and evaluate the pH of self-etching primers before & after polymerization, and to see the change of pH and its potential problems.

A cylinder cavity was made with a diamond cylinder(diameter of 4mm, depth of 3mm) on the occlusal surface of extracted molars. Commercially available 5 self-etching adhesives were selected (G bond™, Clearfil™S3 Bond, AdheSE®, XenoIII®, AQ bond®) and Excite® was selected for control. They were applied on the floor of the cavity following each manufacturer's instructions and pH was measured before & after polymerization. Measurement of pH was performed using the pH Spear® (Eutech , Singapore) by applying 20µl of distilled water into the cavity.

20 teeth were tested on each product and the results are as follows:

1. The pH level of the self-etching primer after polymerization increased compared to its level before polymerization with a statistically significant difference. (P<0.05)

2. In the comparison of pH level before polymerization, there was no significant difference between the total etching system, Excite® and the self-etching primers, Clearfil™S3 Bond, AdheSE®, and G bond™ (P>0.05),

where as significant difference was observed for AQ bond[®] and XenoIII[®]. (P<0.05)

3. In the comparison of pH level after polymerization, there was no significant difference between the total etching system, Excite[®] and the self-etching primers, Clearfil™S3 Bond, AdheSE[®], G bond™ and AQ bond[®] (P>0.05), where as significant difference was observed for XenoIII[®]. (P<0.05)

In conclusion, the high pH level of self-etching primers applied on the tooth surface decreases after polymerization and its degree depends on the product used. The pH level of some products showed similar levels of decrease to the total etching system, the control group.

Key word : extracted molars, self etching primer, pH, polymerization