

부식시간이 소의 법랑질 부식깊이와 교정용 레진의 전단결합강도에 미치는 영향

김정훈¹⁾ · 이기수²⁾ · 박영국³⁾

I. 서 론

치아의 법랑질에 대한 치과용 레진재의 접착력을 증가시키기 위하여 인산으로 법랑질을 부식시키는 방법은 수복치과영역¹⁾, 예방치과영역²⁾ 및 치과교정영역³⁾에서 최근에 보편적으로 사용되고 있으며, 지금까지 수많은 부식법, 접착법 및 접착레진재의 연구가 추진되어 왔다. 그러나 치과교정 영역에서 교정장치의 부속물을 법랑질에 접착시키는 것은 치과수복술이나 우식증 예방술에서 기대하는 영구적 접착이 아니라 교정치료기간인 2-3년 동안 교정력이나 교합력에 견뎌야 하며, 치료종료 후 접착물의 철거중에 법랑질에 대한 손상을 최소로 하여야 한다.

Buonocore⁴⁾는 1955년에 치아의 법랑질 표면을 인산부식시켜 수복용 레진의 결합강도를 증가시킬 수 있다는 개념을 최초로 치의학 영역에 소개하였고, 구강내에서 85%의 인산으로 30초간 법랑질을 부식시켰다. 그 이후로 최적의 부식법을 찾기 위하여 많은 연구가 진행되어 왔다. 교정용 브라켓을 최초로 구강내에 접착시킨 Newman⁵⁾은 40% 인산으로 60초간 부식하였으며, Miura들⁶⁾은 65% 인산으로 30초간, Laswell들⁷⁾은 50% 인산으로 45

초간, Retief들⁸⁾은 50% 인산으로 60초간, Dogon⁹⁾과 Young들¹⁰⁾은 37% 인산으로 60초간 부식시켰으며, Moin과 Dogon¹¹⁾은 30%에서 50% 사이의 인산농도로 60초간 부식시키는 것이 이상적이라고 하였고, 시판되는 대부분의 인산부식액은 부식시간이 60초간이다.

한편 금속브라켓을 debonding하는 중에 주요파절부위는 브라켓과 접착제 사이의 파절¹²⁾이나 법랑질과 접착제사이의 파절¹³⁾이지만, 부식표면 법랑질의 미세파절과 접착레진 tag의 잔존¹⁴⁾, 법랑질의 상실¹⁵⁾ 및 법랑질 균열¹⁶⁾과 같은 법랑질 손상이 보고되어 왔다.

법랑질 손상은 감소시키면서 브라켓의 접착력에는 영향을 주지 않는 방법중에서 부식시간의 감소가 미치는 영향이 검토되어 왔다. Gorelick¹⁷⁾은 37% 인산으로 60-90초간 부식시킨 군과 50% 인산으로 120-150초간 부식시킨 군사이에 12개월간 평가한 브라켓 접착부의 파절률(failure rate)에 유의차가 없음을 보고하였고, Brannstrom과 Nordenal¹⁸⁾은 37% 인산으로 15초 및 120초간 부식시킨 후, 주사전자현미경으로 법랑질의 부식표면을 관찰하여 이들사이에 뚜렷한 형태적 차이가 없음을 확인하고, 지금까지 추천되어 온 60초에서 120초사이의 부식시간을 좀 더 짧게 할 수 있음을 시사하였다.

Nordenal들¹⁹⁾은 다시 37%의 인산으로 유치, 청소년 영구치 및 노인 영구치의 법랑질을 15초간과 60초간 부식시키고, 주사전자현미경으로 부식표면의 레진접착가능조건을 평

접수일 : 1993년 2월 1일

1) : 경희대학교 치과대학 교정학교실, 전공의, 개업의

2) : 경희대학교 치과대학 교정학교실, 교수

3) : 경희대학교 치과대학 교정학교실, 조교수

가하여, 유치 및 청소년 영구치는 15초간의 부식시간이 60초간 보다 더 유리하다고 하였다. Beech와 Jalaly²⁰⁾는 50% 인산으로 5초간, 15초간 및 60초간 부식시킨 후, 이들 사이에 전단결합강도에 유의차가 없음을 보고하였고, Barkmeir²¹⁾은 50% 인산으로 15초간 및 60초간 부식시킨 후, 법랑질의 부식형태와 정도 및 전단결합강도에 차이가 없음을 보고하였고, Jacobs²²⁾과 Wang과 Lu²³⁾는 37% 인산으로 15, 30, 60초간 부식시킨 군사이에 결합강도의 차이가 없었다고 하였으며, Carstensen²⁴⁾, Sadowsky²⁵⁾, Viljoen²⁶⁾ 및 Kinch²⁷⁾은 임상 실험에서 브라켓의 접착부의 파절을 검토하고, 37% 인산으로 15초간과 60초간 부식시킨 군사이에 임상적 유의차가 없음을 관찰하고, 법랑질 손상을 줄이는 측면에서 60초간보다는 15초간의 부식시간이 적당하다고 하였으나, 한편 Stephen²⁸⁾, Oliver²⁹⁾, Papagalani³⁰⁾은 20초의 부식시간이 타당한 것으로 보고하였다.

이상의 연구는 기존의 대체적 부식시간인 60초보다 짧은 15초 또는 20초간 부식시켰을 때, 결합강도와 부식표면의 형태적 패턴 및 임상적 효용성에서 차이가 없음을 구명하고 있으나, 법랑질의 부식깊이, 즉 부식에 의한 법랑질의 손실에 관하여는 연구가 미진한 편이었다.

이 연구의 목적은 시판되고 있는 브라켓 접착용 레진과 인산부식액중의 하나를 이용하여, 인산으로 5, 10, 15, 20, 30, 60, 90, 120초간 소의 법랑질을 부식시키고, 부식시간에 따라 브라켓의 전단결합강도 변화와 법랑질 표면의 부식깊이와 부식표면조도를 측정하고, 부식표면의 형태적 특징을 관찰한 후, 이들간의 상호관계를 검토하여, 부식시간이 전단결합강도 및 부식처리중 법랑질의 손실에 미치는 영향을 구명하는데 있다.

II. 실험재료 및 방법

1. 실험재료

실험대상 치아는 소의 하악 중절치이었다. 소의 하악에서 중절치를 발거한 직후에 다이아몬드 디스크로 치관과 치근을 분리하고 씻은 후, 실험에 이용할 때까지 생리식염수 속에 치관을 담구어 섭씨 약 4도의 냉장고 속에 보관하였다.

전단결합강도의 측정장치에 치관을 고정하고 실험중 치관의 취급을 용이하게 하기 위하여 레진블럭을 만들었다. 몰드의 바닥면 중앙에 치관의 순면이 바닥쪽을 향하도록 위치시키고, 폴리에스터 레진(polysolTM, Samwoo Chemical Co., Korea)을 몰드속에 주입하고 중합시켜서, 치관의 순면이 불완전하게 노출된 직경 25mm, 높이 15mm의 원주형 레진블럭을 만들었다.

모든 레진블럭은 치관의 순면이 평활하고 직경 5mm 이상 노출되도록 하기 위하여 600번 사포, 800번 사포, 1000번 사포 및 1200번 사포의 순으로 급수하면서 연마하고, 최종적으로 입자의 크기가 0.05 μ m인 실리카 분말로 급수연마한 후, 실험에 이용할 때까지 생리식염수속에 넣어 냉장고에 보관하였다.

이 실험에 이용된 교정용 레진접착제는 Mono-Lok2TM bonding system(stock number J-3211, Rocky Mountain Orthodontics, USA)이었고, 이것은 비반죽형으로서 primer와 adhesive paste로 구성되어 있고, adhesive paste 속에는 입자의 크기가 5 μ m 이하의 filler가 68.5% 함유되어 있었다. 법랑질 부식액은 중량비로 38%의 인산(batch number : 110491, Rocky Mountain Orthodontics, USA)이었다.

전단결합강도의 측정을 위하여 접착면에 mesh가 부착된 중간크기의 표준형 에즈와이즈 브라켓(stock number : A-5000, Rocky Mountain Orthodontics, USA)을 상기의 레진 접착제로 치면에 부착하였다.

2. 실험방법

치관의 범랑질이 평활하게 연마된 108개의 블럭중에서 무작위로 27개를 선정하여, 부식깊이 실험용으로 남겨두고, 나머지 81개는 다시 9개씩 9개군으로 나누어 38%의 인산부식액으로 0, 5, 10, 15, 20, 30, 60, 90 및 120초간 각각 부식시키고, 20초간 수세하고 건조시킨 후, 각 군의 9개 시편중 8개는 전단결합강도 측정용으로 하였고, 나머지 1개는 주사전자현미경 관찰용으로 하였다.

1) 전단결합강도의 측정과 접착파절패턴의 관찰

부식된 범랑질표면에 브라켓을 접착할 때 접착레진이 브라켓베이스보다 더 넓은 치면에 확산접착되어 전단결합강도에 미치는 영향을 방지하기 위하여, 범랑질의 부식면위에 브라켓을 올려 놓고, 예리한 연필끝으로 브라켓베이스의 외형을 그리고, 이 연필선의 바깥쪽은 왁스 제제인 마스킹 페인트를 도포하였다. 제조회사의 지시에 따라 건조된 치면에 브라켓을 접착하고 15분간 방치하여 중합시킨 후, 치면과 브라켓사이에서 밀려나온 여분의 접착레진을 예리한 스케일러로 제거한 후, 36.5±1℃의 항온수조속에서 24시간 동안 보관 후, 전단결합강도를 측정하였다.

특수제작된 전단결합강도 실험용 지그(zig)에 시편을 고정하고, 만능강도시험기(Instron 1124, USA)로 전단결합강도를 측정하였다. 하중속도는 분당 0.02인치 이었으며, 접착이 파절(failure)될 때의 최고하중을 킬로그램으로 기록하였다. 이 계측치를 브라켓베이스의 면적(0.1126cm²)으로 나누어 평방 센티미터당 하중(kg force/cm²)으로 환산하여, 전단결합강도로 하였다.

브라켓의 접착이 파절된 시편은 실체현미경으로 접착파절패턴을 10배로 확대하여 관찰하여, 범랑질 표면에 크랙형성, 범랑질과 레진접착체사이의 파절, 범랑질과 레진접착체 내부의 동시파절(cohesive/adhesive failure),

접착체 내부의 파절(cohesive failure), 혹은 접착체와 브라켓 베이스 사이의 파절을 감별하여 그 빈도를 기록하였다.

2) 주사전자현미경에 의한 부식 형태의 관찰

각각의 부식군에서 무작위로 선정된 각군당 1개씩의 시편은 임계점온도건조기(model HCP-2, Hitachi Co., Japan)로 건조하고, 금증착기(Eiko Engineering Co., Japan)로 금증착하고, 주사전자현미경(S-2300, Hitachi Co., Japan)에서 가속전압 200kv의 전자빔으로 범랑질의 부식형태를 관찰하였다.

3) 범랑질 부식깊이와 부식표면 조도의 측정

27개의 레진블럭 치아표면 위에 구경 3mm의 구멍이 뚫린 마스킹 테이프를 압접하고, 무작위로 각군에 3개씩 9개군으로 나누고, 노출된 범랑질 표면을 0, 5, 10, 15, 20, 30, 60, 90 및 120초간 부식시키고, 20초간 수세하면서 마스킹 테이프를 핀셋으로 제거하고 건조시켰다. 직경 3mm의 원형부식면에서 중앙 및 상하로 0.7mm 떨어진 선상에 profilometer (Talysurf-10, Rank Taylor Hobson Co., UK)의 stylus(직경 2μm)가 주행하도록 하여, 한 개의 시편에서 3번씩 부위에 따라 부식깊이와 부식표면조도(surface roughness : Ra)를 측정하였다. 부식깊이는 기록지위에 기록된 파형에서 최대 깊이를 마이크로미터(μm)단위로 측정하였고 표면조도(Ra)는 다음의 공식에 의하여 컴퓨터가 산출하도록 하였다.

$$\begin{aligned} \text{표면조도(Ra)} &= \frac{1}{lm} \int_0^m |f(x)| dx \\ &\approx \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |f(x_i)| \end{aligned}$$

이 공식에서 lm은 계측거리이고, n은 요철의 침단 수이며, f(x)는 요철의 중앙선에서 요철의 침단까지의 거리이다.

Table 1. Shear bond strengths of an orthodontic resin to bovine enamel depending on the various etch times.

Etch times (seconds)	Number of specimens	Shear bond strength (kg/cm ²)			Coefficient of variation(%)
		Mean	S.D.	Ranges	
0	8	14.37	8.57	2.66 - 26.64	59.61
90	8	91.57	18.50	69.26 - 126.09	20.20
60	8	94.35	27.85	47.06 - 148.29	29.52
120	8	94.90	14.59	77.26 - 129.64	15.38
5	8	103.12	18.64	86.14 - 141.19	18.08
15	8	110.00	29.23	79.92 - 150.07	26.58
20	8	110.33	26.29	68.38 - 137.64	23.83
10	8	110.33	24.20	86.14 - 163.39	21.93
30	8	122.10	23.44	87.91 - 156.28	19.20

Note : Listed in ascending order of magnitude. Means linked by vertical lines were not significantly different at the 95% confidence level tested by Duncan's multiple ranges test.

4) 통계

전단결합강도, 부식깊이 및 부식표면 조도가 부식시간에 따라 차이가 있는가를 검정하기 위하여 편측분산검정(one way ANOVA)을 시행하였고, 등급서열을 결정하기 위하여 Duncan's multiple range test를 시행하였으며, 전단결합강도와 부식깊이사이의 상관성 검정을 시행하였다. 모든 검정은 5%의 유의수준에서 유의차를 인정하였다.

III. 실험 성적

1. 전단결합강도와 접착파절패턴

부식시간에 따라 측정된 전단결합강도의 실험성적 통계를 Table 1에 제시하였고, 그것의 평균치 변화를 Fig. 1에 도시하였다. 전단결합강도는 부식시킨 군이 부식시키지 않은 0초군보다 현저하게 높았으며, 부식시킨 군은 부식시간에 따라 다소의 차이를 보였다. 가장 높은 전단강도를 나타낸 부식시간은 30초군으로 122.10kg/cm²이었고 이것은 60초군(94.35kg/cm²), 90초군(91.57kg/cm²) 및 120초군(94.90kg/cm²)보다 유의하게 높았다. 그러나 5

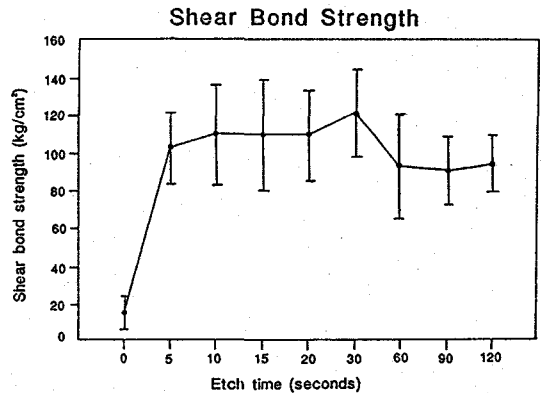


Fig. 1. Shear bond strengths depending on the various etch times. Vertical lines are one standard deviations.

초군(103.12kg/cm²), 10초군(110.33kg/cm²), 15초군(110.00kg/cm²) 및 20초군(110.33kg/cm²)은 서로간에 유의차가 없을 뿐만 아니라, 30초군과 그리고 60초, 90초 및 120초군과도 유의차를 보이지 않았다. 따라서 부식시간이 길어짐에 따라 전단결합강도는 비례적으로 증가하지 않았으며, 오히려 60초 이상의 부식시간에서 감소추세를 보이는 것으로 나타났다.

전단결합강도를 측정된 후, 접착의 파괴에

Table 2. Failure patterns of bracket bondings

Etching time (seconds)	Enamel crack	Adhesive failure	Adhesive/cohesive failure	Cohesive failure	Bracket base interface	Total
0	0	8	0	0	0	8
5	0	7	1	0	0	8
10	1	5	1	0	1	8
15	0	7	1	0	0	8
20	0	5	3	0	0	8
30	0	6	2	0	0	8
60	0	6	2	0	0	8
90	0	6	2	0	0	8
120	0	7	1	0	0	8
Total	1	57	13	0	1	72

의한 접착파절패턴을 관찰한 성적을 Table 2에 제시하였고, 부식시간에 따라 일어나는 접착파절패턴과 전단결합강도의 분포를 Fig. 2에 도시하였다. 10초간 부식군에서만 법랑질 균열과 브라켓만 탈락한 것이 각각 1예씩 나타났고, 모든 부식군에서 접착파절(adhesive failure)과 접착과 응착파절(adhesive/cohesive failure)만을 나타냈으며, 접착파절(adhesive failure)이 전체의 약 80%를, 그리고 접착과 응착파절(adhesive/cohesive failure)이 약 18%로 나타났으며, 접착과 응착파절(adhesive/cohesive failure)이 나타난 것은 대체로 120kg/cm² 이상에서 나타났다(Fig. 2 참조).

2. 법랑질 부식표면의 주사전자현미경 관찰

부식시간에 따라 부식된 법랑질 표면의 주사전자현미경 사진을 Fig. 3에 제시하였다. 모든 부식군에서 법랑질 각주의 중심부가 부식되는 패턴을 나타냈고, 5초, 10초, 15초, 20초군은 거의 균일하고 비슷한 정도의 부식을 나타냈으며, 30초간 부식이후 부터 부식이 증가하여 60초, 90초 및 120초 군으로 갈수록 지나치게 많은 부식소견을 보였다.

Distribution of Failure patterns

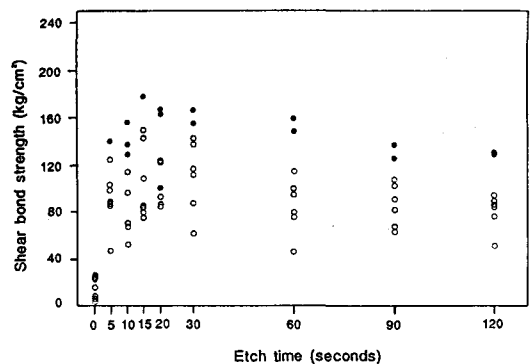


Fig. 2. Distribution of failure patterns. Filled circles show the adhesive/cohesive failures and empty circle, adhesive failures. Note most of the adhesive/cohesive failures are occurred above the 120kg/cm² of shear bond strength.

3. 법랑질 표면의 부식깊이와 부식표면 조도

부식시간에 따른 법랑질 표면의 부식깊이를 Table 3에 제시하였으며, 기록된 부식 표면의 profilogram 중에서 부식시간에 따라 한개씩을 선택하여 한장의 표위에 중첩시켜 부식깊이, 즉 부식중 법랑질의 손실을 Fig. 4에 예시하였고, 부식 깊이의 평균치 변화를 Fig. 5에, 그리고 부식시간과 부식 깊이 사이의

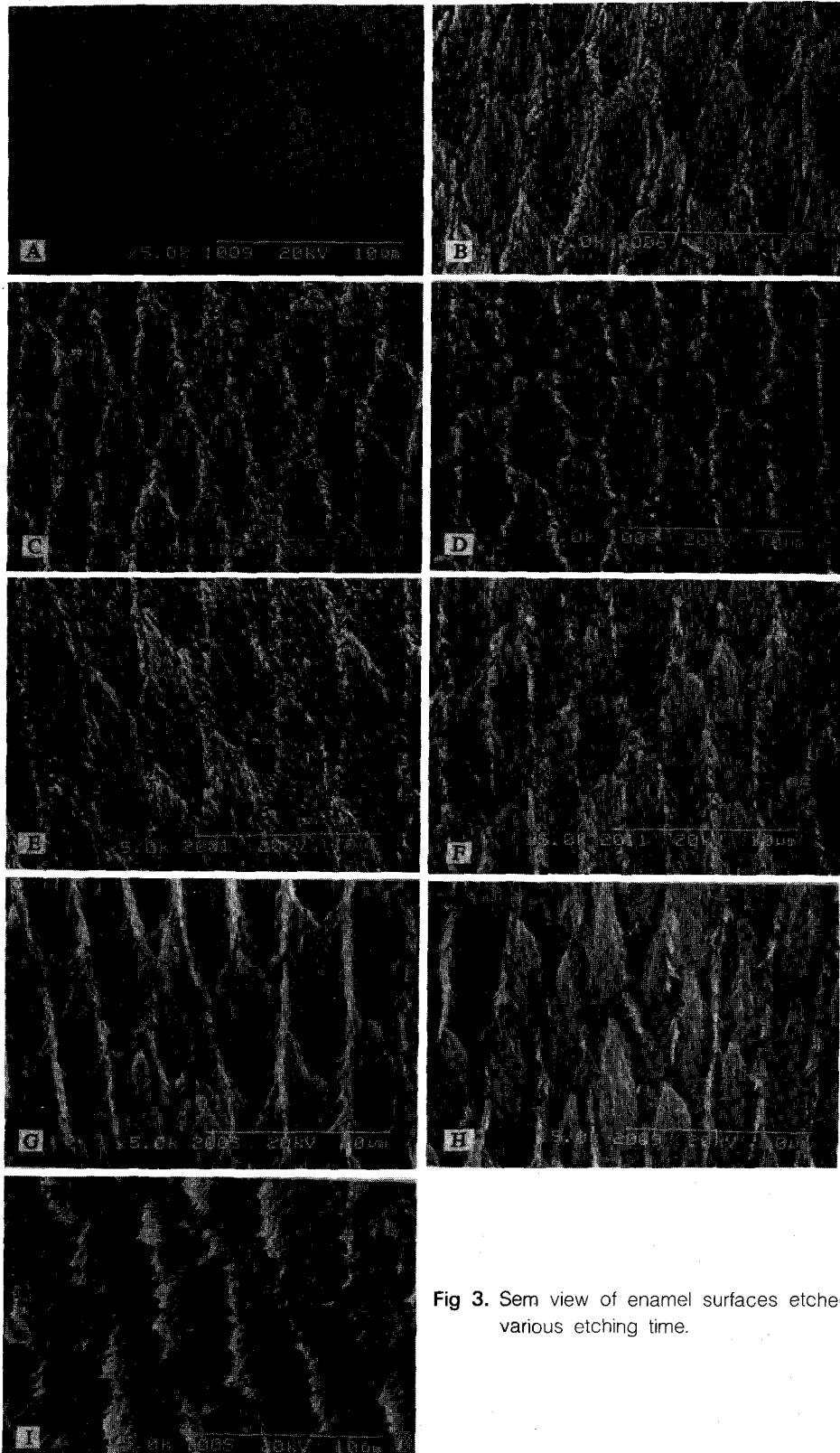


Fig 3. Sem view of enamel surfaces etched for various etching time.

Table 3. Depth of etched enamel surfaces depending on the various etch times.

Etch times (seconds)	Number of measurement	Depth of etch (μm)			Coefficient of variation(%)
		Mean	S.D.	Ranges	
0	9	0.000	0.000	0.0 - 0.0	
5	9	1.611	0.393	1.5 - 2.0	24.4
15	9	2.056	0.393	1.5 - 2.0	17.9
10	9	2.556	0.550	1.5 - 3.5	21.5
20	9	2.833	0.333	2.5 - 3.0	11.8
30	9	4.611	0.774	3.0 - 5.5	16.8
60	9	6.286	0.995	5.0 - 8.0	15.8
90	9	9.444	1.403	7.5 - 12.0	14.9
120	9	9.944	0.797	9.0 - 11.0	8.0

Note : Listed in ascending order of magnitude. Means linked by vertical lines were not significantly different at the 95% confidence level tested by Duncan's multiple rangs test.

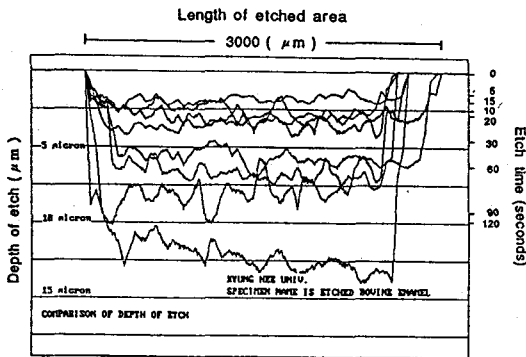


Fig. 4. Superimposition of etched enamel surface profilograms. The depth of etch increased when etch times were longer.

상관성을 보기 위한 산포도를 Fig. 6에 도시하였다.

부식깊이는 부식시간이 길어짐에 따라 유의하게 증가하였다. 부식깊이는 5초군과 15초군 사이에 유의차가 없었고, 10초군과 15초군 및 20초군 사이에 유의차가 없었으나, 5초군과 10초군 및 20초군 사이에는 유의차를 보였고, 90초군과 120초군 사이에는 유의차가 없었다. 그러나 부식깊이와 부식시간 사이에 상관성이 매우 높은 것으로 보아(상관계수 = 0.908) 10초간, 15초간 및 20초간이 한급이라

Depth of Etch

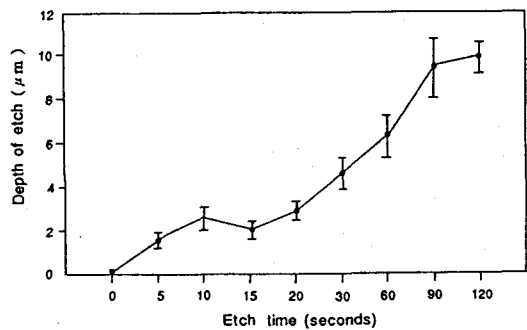


Fig. 5. Changes of Depth of etch by the various etch times. Vertical lines show the ranges of mean 1 standard deviation.

Correlation between Etch Time and Depth of Etch

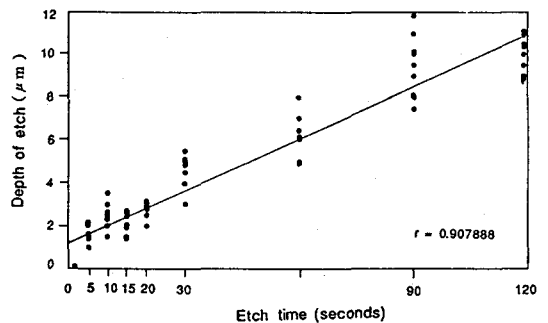


Fig. 6. Correlation between etch time and depth of etch. The correlation coefficient(r) was very high.

Table 4. Etched enamel surface roughness (Ra values)

Etch times (seconds)	Number of measurement	Surface roughness(Ra) (μm)			Coefficient of variation(%)
		Mean	S.D.	Ranges	
0	9	0.17	0.03	0.12-0.24	17.2
10	9	0.19	0.02	0.16-0.23	12.7
30	9	0.25	0.06	0.16-0.37	22.8
20	9	0.30	0.05	0.22-0.37	15.9
15	9	0.30	0.10	0.16-0.50	34.2
60	9	0.32	0.06	0.21-0.40	18.8
90	9	0.51	0.16	0.30-0.87	30.4
120	9	0.57	0.17	0.24-0.86	30.3

Note : Listed in ascending order of magnitude. Means linked by vertical lines were not significantly different at the 95% confidence level tested by Dunckan's multiple rangs test.

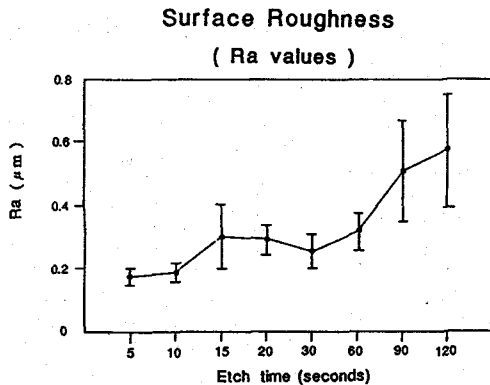


Fig. 7. Etched surface roughness(Ra values) by the etch times. Vertical lines are the ranges of mean \pm 1 standard deviation.

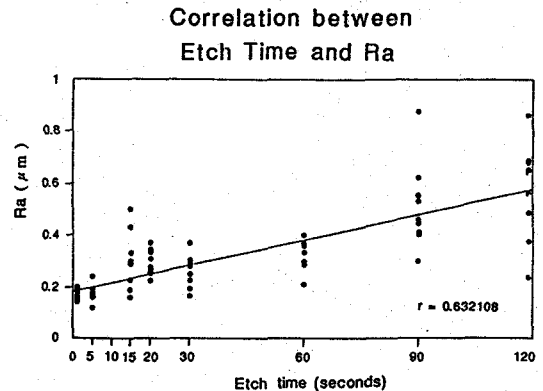


Fig. 8. Scatter diagram of etch time and etched surface roughness(Ra). Correlation between them is low.

고 추정되며, 90초와 120초간이 한급이 되어, 결국 5초군, (10초, 15초, 20초)군, 30초군, 60초군, (90초 및 120초)군의 서열로 부식깊이가 증가하는 것으로 추정된다. 다시 말하면, 5초군의 부식깊이가 약 $1.6\mu\text{m}$ 로 가장 작고, 10초에서 20초간 사이는 부식깊이에 차이가 없고 평균이 약 $2.5\mu\text{m}$ 로 추정되며, 30초군에서 $4.6\mu\text{m}$, 60초군에서 $6.3\mu\text{m}$, 90초와 120초군에서 평균 약 $9.6\mu\text{m}$ 의 부식 깊이를 보였다.

부식 범랑질표면의 조도(Ra)는 profilomer에 연결된 컴퓨터에 의하여 자동 산출되었으며, 부식시간에 따른 부식표면조도의 통계

를 Table 4에 제시하였고, 평균치의 변화를 Fig. 7에, 그리고 부식시간과 표면조도사이의 상관성을 관찰하기 위한 산포도를 Fig. 8에 도시하였다.

표면조도는 대체로 부식시간이 길어짐에 따라 증가 추세를 보이지만 이들 사이에 상관성은 낮았다. 따라서 표면 조도는 (5초와 10초)군, 30초군, (15초, 20초, 60초)군, (90초와 120초)군의 서열로 증가를 나타낼 것으로 추정된다. 또한 부식시간과 부식표면조도 사이의 상관성을 관찰하기 위한 산포도를 Fig. 8에 도시하였다. 부식시간이 증가함에

Depth of Etch and Ra

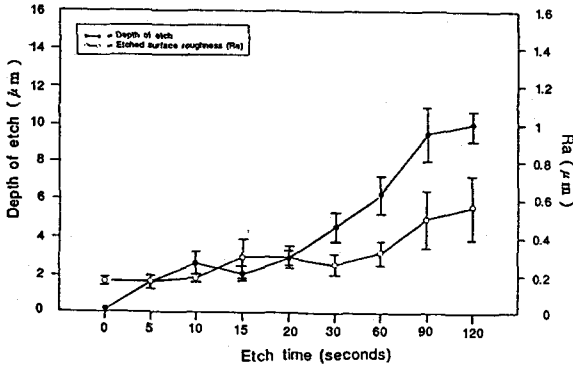


Fig. 9. Depth of etch and etched surface roughness plotted on the same etch times. Changes of depth of etch were not coincident with the changes of etched surface roughness but partially from 5 to 20 seconds of etch time both changes were coincident with each other.

Correlation between Depth of etch and surface roughness

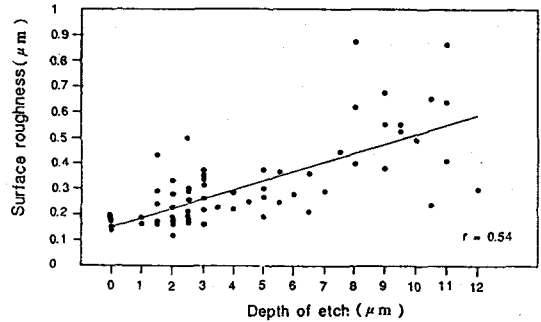


Fig. 10. Scatter diagram of depth of etch and surface roughness, which showing low correlation between them.

Shear Bond Strength and Depth of Etch

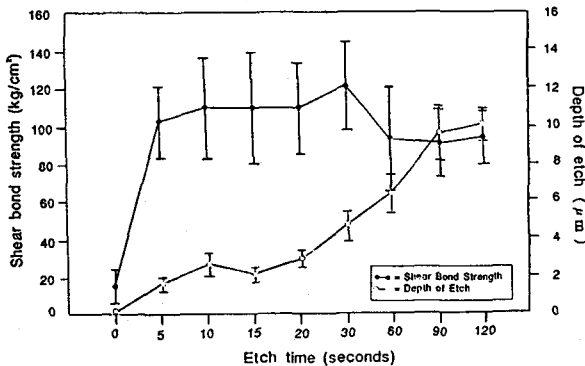


Fig. 11. Changes of shear bond strengths and depths of etch plotted on the same etch times. The changes of shear bond strength were not coincident with changes of depth of etch.

Shear Bond Strength and Ra

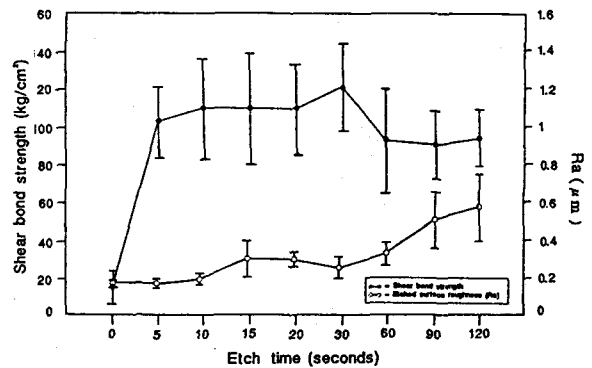


Fig. 12. Change of shear bond strength and etched surface roughness plotted on the same etch times. The changes of them were not coincident with each other.

따라 부식표면조도도 증가 추세를 보이지만 이들 사이에 상관성은 낮은 것으로 나타났다.

Fig. 9는 부식시간을 기준으로 하고 부식 깊이와 부식표면조도를 동시에 기록한 도해이며, 그들 사이의 상관성을 보기 위한 산포도를 Fig. 10에 도시하였다. 부식시간이 길어짐에 따라 양자 모두 증가추세를 보이고 있으나 부식깊이가 부식표면조도보다 더 크게 변화하였다. 따라서 이들 사이에는 대체로

낮은 상관성을 보였다.

전단결합강도와 부식깊이와의 관계를 관찰하기 위하여 전단결합강도와 부식깊이의 평균치 변화곡선을 부식시간에 맞추어 Fig. 11에 도시하였다. 부식시간에 따라 변화하는 두 변수의 변화 패턴이 일치하지 않고 있으므로 부식깊이가 전단결합강도에 전적으로 영향을 주지 않는 것으로 나타났으며, Fig. 12는 전단결합강도와 부식표면조도의 변화곡선을 부식시간에 맞추어 그린 그림으로 변화 패턴의 유사성이 없는 것으로 보아 표면조도가 전단결합강도에 전적인 영향을 주지 않는 것으로 나타났다.

IV. 고 찰

치아의 법랑질표면에 대한 인산처치는 법랑질표면의 유기 오염물을 제거하고, 법랑질을 부식시켜 표면조도와 접촉면적을 증가시키며, 혐수성(hydrophobic) 표면을 친수성(hydrophilic) 표면으로 전환시키고, 자유표면에너지(free surface energy)와 습윤성(wettability)을 증가시킨다.³¹⁻³⁶⁾

치과용 레진접착제가 부식표면에 접촉유지되는 것은 법랑질 부식 표면의 pore 속으로 스며 들어간 레진 태그(tag)와 법랑질 사이의 기계적 결합이며³⁷⁾, 따라서 결합강도는 주로 레진체가 부식표면속으로 스며들어 침투하는 습윤성과 레진 태그자체의 강도에 의존한다^{38, 39)}. 교정용 레진접착제로서 필요로 하는 결합강도를 결정하기는 어려우나, 교정력자체는 1.5킬로그램을 초과하지 않으며, 구강기능중 발생하는 힘 중에서 가장 큰 최대교합력은 평균 70kg/cm²이므로, 결합강도는 60-80kg/cm²가 합당할 것이라고 하였다⁴⁰⁾. 이 실험에서 연마된 소의 법랑질을 38%의 인산으로 5초에서 120초까지 부식시킨 후 측정된 평균 결합강도는 모두 80kg/cm² 초과하였으므로 임상적 효용성이 있을 수 있는 전단강도로 추정된다. 또한 브라켓접착의 파절 패턴에서도 순수한 접착레진사이의 파절인 응착파절이 없었고, 주로 법랑질과 접착레진 사이의 파절(adhesive failure)이었으며, 부분적으로 이들 두가지가 병합된 파절 패턴을 나타내어 브라켓의 결합강도로서 적절함을 시사하였다.

교정장치의 직접부착법에서 구강기능중에 부착물의 탈락을 방지하기 위한 강한 결합강도가 중요할지라도 산부식에 의하여 손실되는 법랑질의 양도 임상적으로 중요하다. Retief⁴¹⁾와 Gottlieb⁴²⁾은 최적의 인산부식법을 결정하는 과정에서 결합강도, 법랑질 부식깊이, 부식표면조도나 부식표면의 형태, 인산과 법랑질의 반응산물, 등을 고려하여야 한다고 하였다. Retief⁴¹⁾는 최적의 인산농도를 결정하기 위하여 연마된 사람 법랑질을 대

상으로 부식시간을 60초로 고정하고 10%에서 85%까지의 여러가지 인산농도로 처리하여, 10%에서 45%까지는 11-12.5 μ m, 50%에서 7 μ m, 60%에서 3.5 μ m, 85%에서 0.8 μ m의 부식깊이가 있음을 관찰하고, 인산농도가 증가하면 부식깊이, 즉 법랑질 손실량은 감소한다고 하였다. 또한 Legler⁴³⁾은 37% 인산으로 연마된 사람의 법랑질을 15초, 30초 및 60초간 부식시키고 각각 8.8 μ m, 16.4 μ m 및 28.0 μ m의 부식깊이를 관찰하고, 부식시간이 증가하면 부식깊이, 즉 법랑질 손실도 증가함을 보고하였다. 이 연구에서도 부식깊이가 부식시간이 길어짐에 따라 증가하여, Legler⁴³⁾의 결과와 측정치는 다르지만, 경향은 일치하였으며, 그들사이의 상관성이 매우 높은 것으로 나타나 거의 비례적인 관계가 있는 것으로 나타났다.

결합강도와 밀접한 관계가 있는 것으로 추정되는 표면조도는 부식시간이 길어짐에 따라 증가하는 추세를 보여 Legler⁴³⁾의 결과와 유사하였으나, 이들사이의 상관성은 낮은 것으로 나타났다. 그러나 이 실험에서 표면조도의 측정에 사용된 Stylus의 직경이 2 μ m이었으므로 레진 접착제가 실제로 형성한 태그의 길이와는 차이가 많을 것으로 사료되며, 주사전자현미경소견에서 볼 수 있는 것처럼 30초 이상의 부식군에서 보인 과부식소견은 stylus로 측정된 소견과 유사하였으므로 부식표면의 형태적 변화추세를 관찰하기 위하여는 도움이 될 것으로 사료된다.

이 실험의 대상치아는 소의 하악중절치이었다. 소와 사람의 법랑질에 대한 레진접착제의 결합강도에 대하여 Cadwell과 Johannesen⁴⁴⁾은 소의 그것이 사람의 그것에 비하여 유의성 있게 낮았다고 하였으나, Nakamichi⁴⁵⁾은 이들사이에 통계적 유의차는 없으나 소의 법랑질에 대한 결합강도가 전반적으로 낮았다고 하였으며, Titley⁴⁶⁾은 소의 법랑질에 대한 실험결과는 사람의 그것에서 얻은 결과와 정확하게 동일하지 않지만, 법랑질표면의 처리방법이 법랑질에 미치는 영향을

평가하는 데는 유용하다고 하였다.

이상의 고찰을 총괄하면, 브라켓을 접착하기전에 Zirconium 분말 반죽으로 rubber cup을 사용하여 치면을 연마할 때 평균 5 μ m의 법랑질 손실⁴⁷⁾이 있었으므로, 이 실험에서 법랑질 손실량과 전단결합강도만으로 평가기준을 세우고 적절한 부식시간을 정한다면, 5초에서 30초사이가 적당할 것으로 추정된다. 그러나 실험대상이 소의 법랑질이었고, 표면을 연마하여 산부식에 저항하는 다량의 불소함유층⁴⁸⁾을 제거한 후의 실험이기 때문에 모든 측정치는 사람의 법랑질을 대상으로 한 실험실 실험이나 임상실험의 결과와는 차이가 있을 것으로 사료된다.

V. 결 론

이 연구는 부식시간이 전단결합강도와 법랑질 표면의 부식깊이에 미치는 영향을 관찰하기 위하여, 시판되고 있는 38%의 인산액으로 표면을 평평하게 연마한 소의 법랑질을 0, 5, 10, 15, 20, 30, 60, 90, 120초간 부식시킨 후, 브라켓 접착의 전단강도와 법랑질 표면의 부식깊이와 조도를 측정하고, 주사전자현미경으로 부식면을 검경하였으며, 이상에서 얻은 자료를 통계처리하고 평가하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 부식시간이 길어지면 전단결합강도는 낮아지는 추세이었다. 5초에서 30초 사이의 부식군의 전단결합강도는 60초에서 120초 사이에서 보다 높았다.

2. 법랑질의 부식깊이, 즉 부식에 의한 상실량은 부식시간이 길어지면서 함께 증가하였으며, 부식시간과 부식깊이 사이의 상관성($r=0.907$)은 매우 높았으나 부식깊이와 전단강도사이의 상관성은 낮았다.

3. 부식시간이 증가하면 부식표면 조도도 증가하였으나 이들 사이에는 상관성이 낮았고, 부식표면조도와 전단결합강도사이에는 상관성이 없었다.

4. 이 실험에서 부식깊이와 전단결합강도

만으로 평가하였을 때 38% 인산액의 적절한 부식시간은 5초에서 30초사이에 있을 것으로 추정된다.

REFERENCE

1. Low, J. and von Fraunhofer, J. A. : The direct use of composite materials in adhesive dentistry, Brit. Dent. J., 141 : 207-213, 1976
2. Buonocore, M. G., and Cueto, E. I. : Sealing of pits and fissures with an adhesive resin ; its use in caries prevention, J. Am. Dent. Assoc., 75 : 121-128, 1967.
3. Zachrisson, B. U. : Bonding in orthodontics, in Graber, T. M. and Swain, B. F.(ed.) ; Orthodontics, current principles and techniques, C. V. Mosby Co. 1985, pp. 485-563.
4. Buonocore, M. G. : A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces, J. Dent. Res., 38 : 849-853, 1955.
5. Newman, G. V. : Epoxy adhesives for orthodontic attachments ; progress report, Am. J. Orthod., 51 : 901-912, 1965.
6. Miura, F., Nakagawa, K., and Masuhara, E. : New direct bonding system for plastic brackets, Am. J. Orthod., 59 : 350-361, 1971.
7. Laswell, H. R., Welk, D. A., and Regenos, J. W. : Attachments of resin restorations to acid pretreated enamel, J. Am. Dent. Assoc., 82 : 558-563, 1971.
8. Retief, D. H., Dreyer, C. J., and Gavron, G. : The direct bonding of orthodontic attachments by means of an epoxy resin adhesive, Am. J. Orthod., 58 : 21-40, 1970.
9. Dogon, I. L. : The influence of viscosity on the penetration of resin into acid etched enamel, J. Dent. Res., 55 : IADR abstr. no. 306, 1976.
10. Young, K. C., Hussey, M., and Stephen, K. W. : Bond strength of fissure sealant to various etched enamel surfaces, J. Dent. Res., 54 : (Special issue A), abstr. no. L 348, 1975.
11. Moin, K., and Dogon, I. L. : Indirect bonding of orthodontic attachments, Am. J. Orthod., 71 : 261-275, 1977.
12. Majjer, R., and Smith, D. C. : Variables influencing the bond strength of metal orthodontic bracket bases, Am. J. Orthod., 79 : 20-34, 1981.
13. Buzzitta, V. A. J., Hallgren, S. E., and Powes, J. M. : Bond strength of orthodontic direct bonding cement bracket systems as studied in vitro, Am. J. Orthod., 81 : 87-92, 1982.
14. Gwinnett, A. J., and Gorelick, L. : Microscopic evaluation of enamel after debonding ; clinical application, Am. J. Orthod., 71 : 651-665, 1977.
15. Jones, M. L. : Enamel loss on bond removal, Brit. J. Or-

- thod., 7 : 39, 1980.
16. Sandison, R. M. : Tooth surface appearance after debonding, *Brit. J. Orthod.*, 8 : 199-201, 1981.
 17. Gorelick, L. : Bonding metal brackets with a self polymerizing sealant-composite ; a 12-month assessment, *Am. J. Orthod.*, 71 : 542-552, 1977.
 18. Brannstrom, M., and Nordenvall, K. J. : The effect of acid etching on enamel, dentin, and the inner surface of the resin restoration ; a scanning electron microscopic investigation, *J. Dent. Res.*, 56 : 917-923, 1977.
 19. Nordenvall, K. J., Brannstrom, M., and Malmgren, O. : Etching of deciduous teeth and young and old permanent teeth, *Am. J. Orthod.*, 78 : 99-108, 1980.
 20. Beech, D. R., and Jalaly, T. : Bonding of polymers to enamel ; influence of deposits formed during etching, etching time and period of water immersion, *J. Dent. Res.*, 59 : 1156-1162, 1980.
 21. Barkmeier, W. W., Gwinnett, A. J., and Shaffer, S. E. : Effects of enamel etching time on bond strength and morphology, *J. Clin. Orthod.*, 19 : 36-38, 1985.
 22. Jacobs, G., Kuflinec, M. M., Showfety, K. J., and von Fraunhofer, J. A. : Bonding characteristics of impacted versus erupted permanent teeth, *Am. J. Orthod.*, 89 : 242-245, 1986.
 23. Wang, W. N., and Lu, T. C. : Bond strength with various etching times on young permanent teeth, *Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop.*, 100 : 72-79, 1991.
 24. Cartensen, W. : Clinical results after direct bonding of brackets using shorter etching times, *Am. J. Orthod.*, 89 : 70-72, 1986.
 26. Sadowsky, P. L., Refief, D. H., Cox, P. R., Hernandez, R., and Rape, G. : Effect of etchant concentration and duration on retention of orthodontic attachments, *J. Dent. Res.*, 67 : 361(abstr. no. 1987), 1988.
 27. Kinch, A. P., Taylor, H., Warltier, R., Oliver, R. G., and Newcombe, R. G. : A clinical study of amount of adhesive remaining on enamel after debonding ; comparing etch times of 15 and 60 seconds, *Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop.*, 95 : 415-421, 1989.
 28. Stephen, K. W., Kirkwood, M., Main, C., Gillespie, F. C., and Campbell, D. : Retention of a filled fissure sealant using reduced etching time, *Brit. Dent. J.*, 153 : 232-233, 1982.
 29. Oliver, R. G. : The effects of differing etch times on the etch pattern on enamel of unerupted and erupted human teeth examined using the scanning electron microscope, *Brit. J. Orthod.*, 14 : 105-107, 1987.
 30. Papagalani, E., Watanabe, L. G., Beck, F. M., and Guess, M. B. : The effects of decreased etching time on bond strength of orthodontic brackets, *J. Dent. Res.*, 67 : 360 (abstr. No.1983), 1988.
 31. Gwinnett, A. J. : Histologic changes in human enamel following treatment with acidic adhesive conditioning agents, *Archs Oral Biol.*, 16 : 731-738, 1971.
 32. Pahlavan, A., Dennison, J. B., and Charbeneau, G. T. : Penetration of restorative resins into acid etched human enamel, *J. Am. Dent. Assoc.*, 93 : 1170-1176, 1976.
 33. Mulholland, R. D., and DeShazer, D. O. : The effect of acidic pretreatment solution on the direct bonding of orthodontic brackets to enamel, *Angle Orthod.*, 38 : 236-243, 1968.
 34. Lee, B. D., Phillips, R. W., and Swartz, M. L. : The influence of phosphoric acid etching on retention of acrylic resin to bovine enamel, *J. Am. Dent. Assoc.*, 82 : 1381-1386, 1971.
 35. Brauer, G. M., and Termini, D. J. : Bonding of bovine enamel to restorative resin ; effect of pretreatment of enamel, *J. Dent. Res.*, 51 : 151-160, 1972.
 36. Gwinnett, A. J., and Buonocore, M. G. : A scanning electron microscope study of pit and fissure surfaces conditioned for adhesive sealing, *Archs Oral Biol.*, 17 : 415-23, 1972.
 37. Gwinnett, A. J., and Buonocore, M. G. : Adhesives and caries prevention ; a preliminary report, *Brit. Dent. J.*, 119 : 77-80, 1965.
 38. Newman, G. V., and Facq, J. M. : The effects of adhesive systems on tooth surface, *Am. J. Orthod.*, 59 : 67-75, 1971.
 39. Mitchem, J. C., and Turner, L. R. : The retentive strength of acid etched retained resins, *J. Am. Dent. Assoc.*, 87 : 1107-1110, 1974.
 40. Reynolds, I. R. : A review of direct orthodontic bonding, *Brit. J. Orthod.*, 2 : 171-178, 1975.
 41. Retief, D. H. : The use of 50 percent phosphoric acid as an etching agent in orthodontics ; a rational approach, *Am. J. Orthod.*, 68 : 165-178, 1975.
 42. Gottlieb, E. W., Retief, D. H., and Jamisoin, H. C. : An optimal concentration of phosphoric acid as an etching agent ; Part. I. tensile bond strength studies, *J. Prosthet. Dent.*, 48 : 48-51, 1952.
 43. Legler, L. R., Retief, D. H., and Bradley, E. L. : Effects of phosphoric acid concentration and etch duration on enamel depth of etch ; an in vitro study, *Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop.*, 98 : 154-160, 1990.
 44. Cadwell, D. E., and Johannessen, B. : Adhesion of restorative materials to teeth, *J. Dent. Res.*, 50 : 1517-1525, 1971.
 45. Nakamichi, I., Iwaku, M., and Fusayama, T. : Bovine teeth as a possible substitutes in the adhesion test, *J. Dent. Res.*, 61 : 1076-1081, 1983.

46. Titley, K. C., Torneck, C. D., Smith, C. D., Smith, D. C., and Adibfar, A. : Adhesion of composite resin to bleached and unbleached bovine enamel, *J. Dent. Res.*, 67 : 1523-1528, 1988.
 47. Pus, M. R., and Way, D. C. : Enamel loss due to orthodontic bonding with filled and unfilled resins using various clean-up techniques, *Am. J. Orthod.*, 77 : 262-283, 1980.
 48. Lehman, R. and Davidson, C. L. : Loss of surface enamel after acid etching procedures and its relation to fluoride content, *Am. J. Orthod.*, 80 : 73-82, 1981.
-

- ABSTRACT -

EFFECTS OF VARIOUS ETCHING TIMES ON DEPTH OF ETCH AND SHEAR BOND STRENGTH OF AN ORTHODONTIC RESIN TO BOVINE ENAMEL

Jeong-Hoon Kim, D.D.S., M.S.D., Ki-Soo Lee, D.D.S., M.S.D., Ph.D., Young-Guk Park, D.D.S., M.S.D., Ph.D.

Department of orthodontics, Division of Dentistry, Graduate school, Kyung Hee University

Recent reports indicate that shorter etching times than 60 seconds can be adopted without affecting the bond strength and clinical disadvantages. The purpose of this in vitro study was to compare the shear bond strength and to measure depth of etch at different etching time length.

One hundred and eight extracted bovine lower central incisors were embedded each in a tooth cup with cold-cure acrylic resin. The facial surfaces of the teeth were ground wet with 600-, 800-, 1000-, and 1200-grit Sic papers, and finally polished with a water slurry of extrafine silicon carbide powder, washed with tap water, and dried with hot air.

Nine groups of nine prepared teeth were etched with a commercial (38% phosphoric acid solution) for 0, 5, 10, 15, 20, 30, 60, 90, and 120 seconds, respectively, rinsed with tap water, and dried with hot air. One conditioned teeth from every group was selected randomly for the scanning electron microscopic examination, and the remaining eight teeth of the groups were used for measuring the push shear bond strength after bonding brackets and immersing them in the 36.5°C water for 24 hours.

Another nine groups of three teeth were used for measuring the depth of etch and surface roughness with a surface profilometer. After pieces of adhesive tape of 3mm inner diameter positioned on the ground enamel surfaces, and etched with the above mentioned.

The data obtained from the above experiments were analysed statistically with one way ANOVA and Duncan's multiple range test with the 95% confidence level.

The results and conclusion of the study were as follows :

1. The results of shear bond strength for the given experimental etching times were not statistically different, but showed the tendency of decreasing shear bond strength after over 60 seconds etching times.
2. On the scanning electron microscopic examination, it was observed that the morphological patterns of etched enamel surface for 5 to 20 seconds were similar and consistent, and those for 30 to 120 seconds showed increasing over-etched patterns depending on the length of etching times.
3. The depth of etch was increased almost proportionally by the length of etching times, but it was not associated with the shear bond strength.
4. The surface roughness increased depending on the length of etching times, but it was not associated with the shear bond strength.
5. This experiment indicated that proper etching time with 38% phosphoric acid solution is in the range of 5 to 30 seconds.