

인산 부식액의 수세가 교정용 접착레진의 전단결합강도에 미치는 영향

김 회 균¹⁾ · 이 기 수²⁾ · 박 영 국³⁾

산부식된 법랑질표면의 오염은 브라켓의 레진 접착력에 영향을 미친다고 보고되어 왔다. 이 연구의 목적은 인산액이 법랑질과 반응하여 수용성염 및 불수용성염을 형성하는 경우와 부식표면이 타액오염된 경우에, 이의 수세시간이 브라켓의 레진접착 전단결합강도에 미치는 영향을 관찰하기 위하여 시행되었다.

치과 교정치료를 목적으로 발거된 총 234개의 상하악 소구치를 대상으로 37% 인산액으로 60초간 부식한 군, 20% 인산액으로 60초간 부식한 군, 37% 인산액으로 60초간 부식하고 타액오염시킨 군으로 나누고, 인산부식군은 각각 0초, 5초, 10초, 20초간 수세하고, 타액오염군은 0초, 20초, 30초 수세하거나, 재부식후 5초, 10초, 20초간 수세한후 레진접착제로 브라켓을 접착하였다. 5각군의 법랑질표면을 주사전자현미경과으로 검경하고, 전단결합강도를 측정하여 비교검토한 결과 다음의 결과를 얻었다.

- 1) 산부식후 수세를 하지않으면 레진접착제의 전단결합강도가 현저히 감소 하였다.
- 2) 37% 인산부식액으로 부식시키고 5초, 10초, 및 20초간 수세한후의 접착레진 전단결합강도 사이에는 차이가 없었다.
- 3) 20% 인산액으로 부식시키고 5초, 10초, 및 20초간 수세한 후의 전단결합강도사이에는 차이가 없었으나, 5초간 수세후의 전단결합강도는 측정치의 변이가 매우 컸다.
- 4) 부식후 타액으로 오염된 법랑질 표면은 5초, 20초간 및 30초간 수세후 및 재부식 한 후의 브라켓접착레진의 전단결합강도사이엔 차이가 없었으나, 5초간 수세만한 군의 전단결합강도는 변이가 매우 컸다.

이상의 결과에 의하면 수용성 염이 생성되는 농도의 인산액으로 부식하고 5초간 수세후 불수용성 염이 생성되는 농도의 인산액으로 10초간 수세후에, 그리고 타액오염된 부식표면을 재부식없이 20초간 수세후에 브라켓을 접착하면 임상적으로 유용한 브라켓 접착레진의 전단 결합강도를 얻을수 있을 것으로 추정된다.

(주요단어 : 인산부식, 수세시간, 전단결합강도)

1. 서 론

레진접착제의 접착력을 증가시키기 위해서 Buonocore¹⁾가 85%의 인산으로 법랑질 표면을 부식시키는 방법을 소개하였고, 치과교정영역에서 처음으로 Newman²⁾이 산부식법을 이용하여 치아법랑질에 플라스틱제 교정장치부속물을 직접 접착하는 방법을

발표한 이래, 이 방법은 치과교정영역에서 널리 사용되고 있다.

치아법랑질을 산으로 부식시키는 목적은 법랑질표면을 청정하게 만들고, 레진접착제와 결합하는 법랑질의 표면적과 습윤성을 증가시키고, 레진테그(tag)가 형성될수 있는 미세공간이나 미세공을 형성하여 기계적인 결합을 증가시키기 위함이다.³⁻⁹⁾

법랑질 표면에 대한 레진접착제의 결합강도에 영향을 미치는 요인으로 부식산의 종류와 농도, 부식시간, 부식액의 형태, 수세시간과 수세수의 량, 수분과 타액의 오염등이 보고되었다.¹⁰⁻¹⁵⁾

¹⁾ 경희대학교 치과대학 교정학교실.

²⁾ 경희대학교 치과대학 교정학교실 교수.

³⁾ 경희대학교 치과대학 교정학교실 부교수.

법랑질 부식후, 표면의 잔여부식액과 침전물은 부식된 법랑질과 레진접착제의 결합을 방해하기때문에 부식된 법랑질을 철저히 수세하는 것은 바람직한 결합을 얻기위한 중요한 단계라고한다.¹⁶⁻¹⁸⁾

수세방법에 관한 연구는 주로 수세시간, 수세수의 량, 사용된 부식액의 형태, 수세기술등에 초점이 맞춰져 진행되었다.^{15,19-24)}

수세시간이 접착강도에 미치는 영향에 관한 연구에서 Soetopo들²²⁾은 60초간의 수세가 15초간의 수세보다 인장결합강도가 더 높다고 보고하였다. 반면에 Mixson들²⁰⁾은 10초간 수세는 20초, 30초, 60초간 수세와 전단결합강도의 통계학적 유의차가 없었다고 보고하였고, Bates들²³⁾은 부식 법랑질의 주사전자현미경관찰에서 5초간 수세로는 반응물질이 완전히 제거되지 않았지만 충분한 결합강도를 얻을 수 있다고 보고하였다.

타액으로 오염된 부식법랑질 표면의 처리에 관한 연구에서 Diedrich¹⁵⁾은 타액 오염된 부식법랑질 표면을 주사전자현미경으로 관찰한 후, 부식된 표면이 부분적으로 타액의 당단백질층 (glycoprotein)으로 덮여있어 레진접착제가 부식된 법랑질구조에 기계적으로 결합하는것을 방해한다고 하였다. Hormati들²⁴⁾은 타액오염된 법랑질 부식표면을 10초간 재부식할것을 추천하였으나, 반면에 Bates들²³⁾은 법랑질을 재부식하지않고 5초간 수세만으로도 타액오염을 효과적으로 제거할 수 있다고 보고하였다.

인산부식액의 농도는 Buonocore¹⁾가 85 %를 사용하였으나, 60초간 부식할때 인산부식액의 최적농도는 30-50 %라는 연구보고가 있으며²⁵⁻²⁷⁾, 현재의 시중 상품들은 대체로 이 범위의 인산액을 사용하고 있다. 그러나 최근에는 높은 농도의 인산부식액에 의한 법랑질 표면의 손실을 줄이기 위하여 인산부식액의 농도를 낮추려는 연구가 진행되고 있다.²⁸⁻³¹⁾ Chow와 Brown³²⁾은 인산액의 농도가 27 w/w % 이상에서는 인산과 법랑질의 반응산물인 침전물이 수용성 염을 형성하며, 27 w/w % 이하에서는 불수용성 염을 형성한다고 하였다. 종래에 사용된 30-50 %의 인산액은 수용성 염을 형성하여 수세가 용이하나 부식액의 인산농도를 낮추었을때 형성된 불수용성 염은 수세가 어려울 것이 예상된다.

이 연구는 법랑질과 작용하여 불수용성 염이 침전한다는 농도의 인산액으로 부식시킨 법랑질 표면의 수세시간이 브라켓접착의 전단결합강도에 미치는 영향을 구명하며, 타액에 오염된 부식법랑질에 대한 타

액오염의 처리방법을 구명하는데 목적이 있다.

II. 실험 재료 및 방법

1. 실험 재료

이 실험에 이용된 치아는 교정치료를 위해 발거된 상하악 소구치중 협면에 충전이나 우식증이 없고 균열, 발육부전 혹은 반상치와 같은 형태학적으로 이상이 없는 건전한 소구치이었다.대상치아는 발거후 표면에 붙어있는 치석과 이물질등을 완전히 제거하고 흐르는 물로 깨끗이 세척한 후, 생리식염수속에 넣어 실험에 이용할 때까지 섭씨 4도의 냉장고에 보관하였다.

전단결합강도의 측정시 치관의 취급을 용이하게 하기 위해서 원주형의 레진블록을 제작하였다. 몰드의 바닥면의 중앙에 치관의 순면이 바닥쪽을 향하도록 위치시키고 폴리에스터 레진 (Polysol Samwoo Chemical Co., Korea)을 몰드속에 주입하고 중합시켜서 치관의 순면이 노출된 직경 25mm, 높이 15mm의 원주형 블록을 제작하였다.

실험에 사용된 교정용 레진접착제는 Mono-Lok2^(TM) (Stock number J-3211, Rock Mountain Orthodontics, USA)이었으며 adhesive paste속에는 입자의 크기가 5 μ m 이하의 filler가 68.5% 함유된 비반죽형이었다.

부식액은 중량비 20 % 인산액과 37 % 인산액을 사용하였으며, 타액오염 실험에서는 환자로부터 채취된 타액을 사용하였다.

브라켓은 전통적으로 많이 사용되는 금속제중 접착면에 미세철망이 부착된 표준형 에즈와이즈브라켓 (Rocky Mountain Orthodontics, Inc., USA)을 선정하였으며, 상악 소구치용 브라켓의 접착면 넓이는 0.100cm²이었고, 하악 소구치용 브라켓의 그것은 0.105cm²이었다

2. 실험방법

실험에 이용된 치아는 모두 234개였으며, 무작위로 18개씩 13군으로 나누었다.

실험에 사용된 모든 치아들은 물을 섞은 고운 (fine) 퍼미스(Pumice^(TM), Whip Mix. Co. USA)를 러버컵에 묻혀 분당 500회전 속도로 10초동안 법랑질 표면을 세마하고 충분한 수도물로 씻어내고, 온풍건조기

Table 1. Acid etching and washing procedures.

Experimental Group	Phosphoric acid concentration (w/w %)	Wash (sec.)	Contamination of saliva (sec.)	Wash (sec.)	Re-etch (sec.)	Re-wash (sec.)
1	1	37	0	-	-	-
	2	37	5	-	-	-
	3	37	10	-	-	-
	4	37	20	-	-	-
2	1	20	0	-	-	-
	2	20	5	-	-	-
	3	20	10	-	-	-
	4	20	20	-	-	-
3	1	37	5	30	0	-
	2	37	5	30	5	-
	3	37	5	30	20	-
	4	37	5	30	30	-
	5	37	5	30	5	10

(Clean Warmer IITM, Sejin Co., Korea)로 15초동안 건조시킨 후, 실험목적으로 정해진 농도의 인산액으로 60초간 부식을 하였으며, 그후 실험 수세시간동안 물/공기스프레이로 치면을 수세하고, 온풍건조기로 건조시킨 후, 교정용 접착레진으로 브라켓을 치면에 접착시켰다. 각 실험군의 실험조건은 다음과 같다 (Table 1).

1군은 37 w/w % 인산액으로 부식후 0초, 5초, 10초, 그리고 20초간 수세하였으며, 수세시간에 따라 각각 1-1, 1-2, 1-3, 1-4군으로 하였다.

2군은 20 w/w % 인산액으로 부식후 0초, 5초, 10초, 그리고 20초간 수세하였으며, 수세시간에 따라 각각을 2-1, 2-2, 2-3, 2-4군으로 하였다.

3군은 37 w/w % 인산액으로 부식하고 타액을 오염시킨 후, 0초, 5초, 20초, 30초간 수세하였으며, 수세시간에 따라 각각을 3-1, 3-2, 3-3, 3-4군 으로 하고, 재부식을 3-5군으로 하였다.

1) 전단결합강도의 측정

부식된 법랑질 표면에 브라켓을 접착할 때, 레진접착이 브라켓 베이스보다 더 넓은 치면에 확산되어 전단결합강도에 미치는 영향을 방지하기 위하여, 법랑질의 표면위에 브라켓을 올려 놓고, 예리한 연필끝으로 브라켓의 외형을 그리고, 이 연필선의 바깥쪽은 왁

스 제제인 마스킹 페인트를 도포하였다. 부식된 치면에 브라켓을 접착하고 치면과 브라켓사이에서 밀려나온 여분의 접착레진을 예리한 스케일러로 제거한 후, 15분간 방치하여 중합시킨 다음 섭씨 37도의 항온수조속에 24시간 동안 보관 후, 전단결합강도를 측정하였다.

특수 제작된 전단결합강도 측정용 지그(zig)에 시편을 고정하고 만능강도시험기(Instron 4467TM, USA)로 전단결합강도를 측정하였다. 하중속도는 분당 1mm의 속도로, 하중은 치면에 평행하게 작용시켰고 탈락시의 최고하중을 평방센티미터당 킬로그램(kgf/cm²)으로 환산하였다.

2) 주사전자현미경 관찰

각 군당 3개의 시편을 배정하고, 정해진 실험방법과 동일하게 법랑질 표면을 처리한 후, 법랑질 부식면의 수세가 잘되었는지를 주사전자현미경으로 관찰하였다. 각 시편을 임계점온도건조기 (Model HCP-2, Hitachi Co., Japan)로 건조하고, 금중착(Eiko Engineering Co. Japan)하여 주사전자현미경 (S-2300, Hitachi Co., Japan)에서 가속전압 20킬로볼티지로 법랑질 부식표면을 관찰하였다.

Table 2. Shear bond strength of the metal brackets experimented with different washing times and saliva contamination and different washing times.

Experimental Group	Shear Bond Strength (kgf/cm ²)				
	Mean *	S.D.	C.V.	Range	
1	1	30.30	14.48	47.83	0.00-46.00
	4	196.31	46.66	23.83	146.27-340.40
	3	197.62	44.74	22.64	128.81-294.65
	2	198.27	59.50	30.17	111.54-303.07
2	1	35.52	32.43	91.34	6.77-115.39
	2	155.23	57.59	37.19	38.51-224.00
	3	198.04	38.44	19.43	124.68-239.15
	4	201.67	43.04	21.36	153.84-302.97
3	1	159.51	77.90	48.81	26.53-354.06
	2	195.20	66.18	33.92	78.87-335.69
	3	201.34	53.72	26.68	116.05-289.58
	4	206.15	69.37	33.65	105.11-323.07
	5	227.90	58.30	25.57	125.42-336.17

* : Mean linked by vertical lines were not significantly different at the 95 % confidence level by Duncan's multiple range test.

3) 접착파절패턴

전단결합강도 측정후, 시편을 실체현미경으로 20배 확대하여 접착파절패턴을 관찰하였다. 평가방법은 전단결합강도 측정후, 치면에 남아있는 레진의 정도를 다음과 같은 Artun과 Bergland³³⁾의 접착제 잔류지수 (Adhesive Remnant Index)를 이용하여 점수화하였다.

- 0점 ; 치면에 접착제가 남지않은 경우
- 1점 ; 치면에 접착제가 반이하로 남은 경우
- 2점 ; 치면에 접착제가 반이상으로 남은 경우
- 3점 ; 치면에 모든 접착제가 남은 경우.

4) 통계처리

전단결합강도의 평균치, 표준편차, 변이계수, 최소 최대치 범위를 산출하였고, 각 군사이의 유의차를 검정하기 위하여 편측분산검정(one-way ANOVA)과, Duncan의 다중범위검정(multiple range test)을 5 %의 유의수준에서 시행하였다.

III. 연구성적

1) 브라켓접착의 전단결합강도

각 군의 전단결합강도 측정치는 평균치, 표준편차, 변이계수, 최소, 최대치 범위 및 통계적 검정을 Table 2와 3에 제시하였고, 각 군의 평균치와 표준편차를 막대그림으로 표현하여 Fig. 1-A, 1-B에 도시하였다.

편측분산검정의 결과에 의하면 각 군사이에 현저한 유의차가 있음이 나타났다(P < 0.000). Table 2와 3에 표시한 수직선분은 5 %의 유의수준에서 평가된 다중범위검정 (Duncan's multiple range test)의 결과이며, 선분안에 포함된 측정치 사이에 유의차가 없음을 나타낸다.

37% 인산액으로 부식한 1군의 실험성적과 통계처리결과는 5초(1-2), 10초(1-3), 20초(1-4)간 수세한 군의 전단결합강도사이에서는 유의차가 없었으며 0초간 수세 군(1-1)은 유의성 있게 작았다 (Table 2).

20 % 인산액으로 부식한 2군의 실험성적과 통계처리결과는 10초수세 군 (2-3)과 20초간 수세한 군 (2-4)의 전단결합강도사이에는 유의차가 없었고 가장 컸으며, 5초수세 군(2-2)과 0초수세 군(2-1)의 순서로 유의성 있게 작아졌다(Table 2).

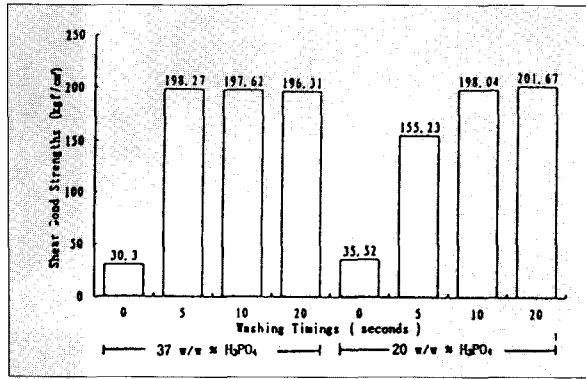


Fig. 1-A. Histogram of the mean bond strengths of bonded brackets with each different washing times, after etching with solution of 20 w/w % and 37 w/w % phosphoric acid.

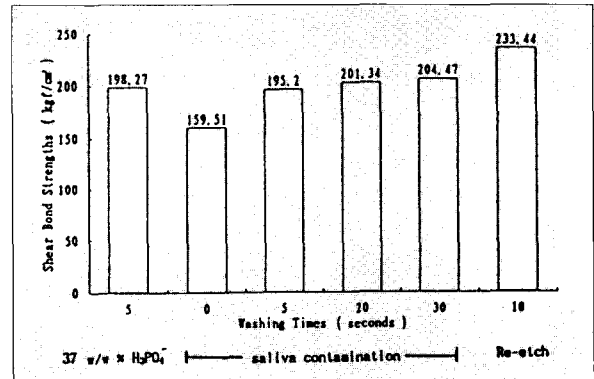


Fig. 1-B. Histogram of the mean bond strengths of bonded brackets on etched enamel surface with each different washing times, and re-etching, after they were contaminated with saliva.

Table 3. Shear bond strengths of the metal brackets experimented with different acid concentrations and different washing times and with saliva contamination and different washing times.

Experimental Group	Shear Bond Strengths(kgf/cm ²)			
	Mean*	S.D.	C.V.	Range
1-1	30.30	14.48	47.83	0.00-46.00
2-1	35.52	32.43	91.34	6.77-115.39
2-2	155.23	57.59	37.19	38.51-224.00
3-1	159.51	77.90	48.81	26.53-354.06
3-2	195.20	66.18	33.92	78.87-335.69
1-4	196.31	46.66	23.83	146.27-340.40
1-3	197.62	44.74	22.64	128.81-294.65
2-3	198.04	38.44	19.43	124.68-239.15
1-2	198.27	59.50	30.17	111.54-303.07
3-3	201.34	53.72	26.68	116.05-289.58
2-4	201.67	43.04	21.36	153.84-302.97
3-4	206.15	69.37	25.57	105.11-323.07
3-5	227.90	58.30	25.57	125.0-336.17

* : Mean linked by vertical lines were not significantly different at the 95 % confidence level by Duncan's multiple range test.

타액오염의 처리를 실험한 3군의 전단결합강도는 0초(3-1), 5초(3-2), 20초(3-3), 30초간(3-4) 수세 군들 사이에 유의차가 없었고, 또한 5초(3-2), 20초(3-3), 30초(3-4) 및 10초간의 재부식한(3-5) 군들 사이에도 유의차가 없었다. 다만, 0초수세 군(3-1)과 10초 재부식한 군(3-5) 사이에서만 유의차가 있었다(Table 2).

이상의 3개의 군을 종합하여 평가해보면(Table 3),

20 % 인산액 0초간수세 군(2-1)과 37 % 인산액 0초간수세 군(1-1)은 다른 군에 비하여 전단결합강도가 유의성 있게 낮고, 변이계수가 높으며 최대치도 매우 낮았다. 20 % 인산액 5초간 수세 군(2-2)의 전단결합강도는 37 % 인산액 5초간 수세 군(1-2)의 전단결합강도보다 유의성 있게 작았다.

20 % 인산액 10초(2-3), 20초(2-4)와 37 % 인산액

Table 4. Incidence of Adhesive Remnant Index (ARI)

Group	0	1	2	3	Mean
1	14(0)	4(4)	0(0)	0(0)	0.22
	0(0)	4(4)	8(16)	6(18)	2.11
	0(0)	5(5)	4(8)	9(27)	2.22
	0(0)	3(3)	12(24)	3(9)	2.00
2	10(0)	8(8)	0(0)	0(0)	0.44
	1(0)	12(12)	5(10)	0(0)	1.22
	1(0)	6(6)	4(8)	7(21)	1.94
	0(0)	5(5)	8(16)	5(15)	2.00
3	4(0)	12(12)	1(2)	1(3)	0.94
	0(0)	6(6)	11(22)	3	1.72
	0(0)	5(5)	11(22)	2(6)	1.83
	0(0)	5(5)	10(20)	3(9)	1.89
	0(0)	4(4)	9(18)	5(15)	2.05

() indicates the number of ARI
 Score 0 : No adhesive left on the tooth
 Score 1 : Less than half of the adhesive left on the tooth
 Score 2 : More than half of the adhesive left on the tooth
 Score 3 : All adhesive left on the tooth with distinct impression of the bracket base

5초(1-2), 10초(1-3), 20초(2-4)간 수세사이에는 유의차가 없었고 변이계수는 작았다.

타액오염후 0초(3-1), 5초(3-2), 20초(3-3), 30초(3-4)간 수세한 군은 37 % 인산액 5초수세 군(1-2)과 유의차가 없었으나, 타액오염후 5초수세 군의 최소계측치는 26.53kgf/cm²이고 10초수세 군은 78.87kgf/cm² 이고 변이계수는 높았다. 그리고 타액오염후 재부식한 군의 전단결합강도 평균치가 가장 높았다.

2) 주사전자현미경 관찰

37 % 인산액과 20 % 인산액으로 법랑질 표면을 부식하고 수세시간을 달리하여 부식법랑질 표면을 수세한 후, 각 실험군의 법랑질 표면을 주사전자현미경으로 관찰하고, 특징적인 소견을 2000배로 촬영한 주사

전자현미경 사진을 Fig. 2-A.와 2-B.에 제시하였다.

20 % 인산액과 37 % 인산액으로 부식후 수세하지 않은 경우는 부식법랑질 전면에 걸쳐 인산과 법랑질의 반응 산물인 결정체가 덮여있으며, 20 % 인산액에서는 길이가 약 4μm인 층판구조의 결정체가 (Fig. 2,A), 37 % 인산액에서는 길이가 약 30μm인 꽃모양의 결정체가 (Fig.2,D) 관찰되었다.

20 % 인산액으로 부식후 5초간수세한 법랑질 표면은 부식면위에 침전물이 남아있어 불완전한 수세상을 보여주었으며 (Fig.2,B), 10초간 수세한 법랑질 표면은 깨끗하였다 (Fig.2,C).

37 % 인산액으로 부식후 5초간, 10초간 수세한 법랑질 표면은 깨끗하였다. 즉 5초간 수세로도 깨끗한 부식법랑질 표면을 관찰할수있다 (Fig.2,E).

타액에 오염된 후, 0초간 수세한 실험군은 부식법랑질 표면위에 오염물질이 부분적으로 남아있었고 (Fig. 2,F), 5초 수세와 10초간 재부식한 군에서는 오염물질을 관찰 할 수 없었다(Fig.2,G,H).

3) 접착파절 패턴

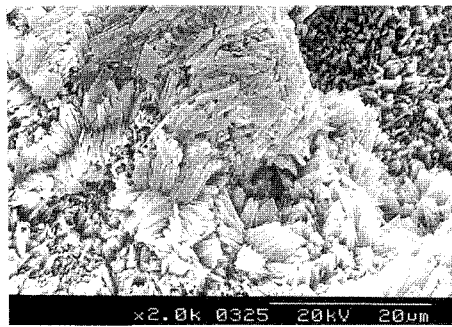
브라켓 접착파절패턴을 실제 현미경으로 20배 확대하여 관찰한 잔류지수의 빈도및 점수를 Table 4에 제시하였다.

20 %와 37 % 인산액으로 부식한 각 실험군에서 수세하지 않은 (1-1,2-1)군의 잔류접착레진은 법랑질 표면에 없거나 적었으며 (지수평균 : 0.44, 0.22), 20 % 인산액으로 부식하고 5초간 수세한 군 (지수평균 : 1.22)과 37 % 인산액으로 부식하고 타액오염후 수세하지 않은 군 (지수평균 : 0.94)은 다른 군에 비하여 지수평균이 낮았으며, 이는 법랑질 표면과 접착레진 사이에 결합력이 낮은것을 의미하며, 37 % 인산액으로 부식하고 타액오염된 후 5초간 수세한 군도 여타의 군에 비하여 낮았다.

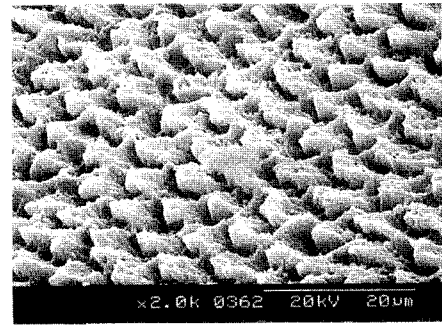
IV. 총괄 및 고찰

수세시간이 전단결합강도에 미치는 영향

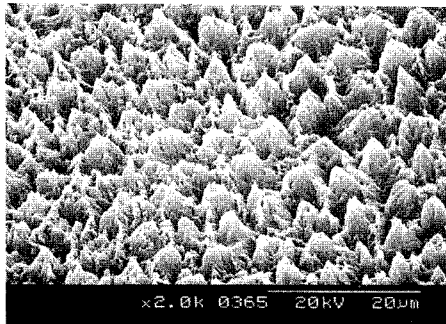
교정장치부속물을 치아 법랑질에 직접 접착한 경우, 필요로하는 결합력의 크기는 영구적인 접착이 요구되는 것이 아니라 교정치료기간인 2 - 3년 동안 교정력이나 교합력에 견딜 수 있는 크기이면 임상적으로 받아들여진다. 교정력 자체는 1.5 kg을 초과하지



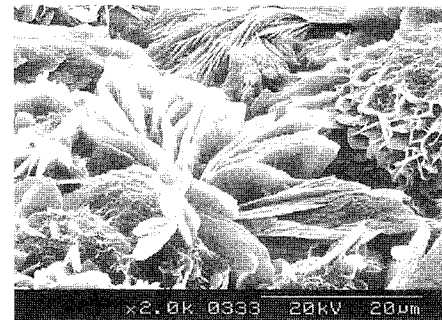
A: 20w/w%, 0sec.washing.



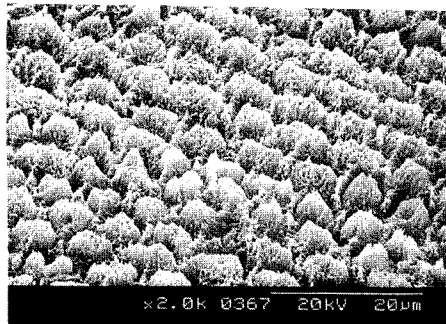
B: 20w/w%, 5sec.washing.



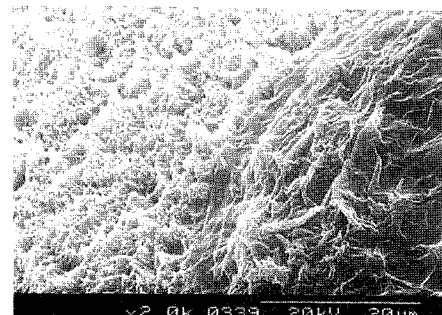
C: 20w/w%, 10sec.washing.



D: 37w/w%, 0sec.washing.



E: 37w/w%, 5sec.washing.



F: saliva contamination, 0sec.washing.



G: saliva contamination, 5sec.washing.



H: saliva contamination, 10sec. re-etching.*

Fig. 2. Scanning electron photomicrographs of human bicuspid enamel(magnification x2000,x3000*) etched for 60seconds with 37w/w% and 20w/w% of phosphoric acid solutions and etched but contaminated with saliva.

않으며 구강 기능중에 발생할 수 있는 교합력의 범위는 60 -80 kg/cm² 정도 될것이라고 하였고, 이는 브라켓접착의 전단결합강도가 이것보다는 높아야 할것이라고 사료된다.³⁴⁾

부식 범랑질에 알맞는 수세시간을 찾는 실험연구는 지금까지 대체로 30w/w% 이상의 농도에서 시행되었다. 수세시간이 증가할수록 결합력이 커진다고 Soetopo들²³⁾이 보고하였지만, Bates들²³⁾은 5초수세, Beech와 Jalaly³⁵⁾는 2ml의 수세, Mixson들²⁰⁾은 10초수세에서도 충분한 결합강도를 나타낸다고 보고하였다. 본 실험에서는 37% 인산액을 범랑질표면을 60초간 부식후 5초수세부터 교합력보다 높은 충분한 결합강도를 보였으며, 이는 Bates들²³⁾의 실험과 일치하였다.

27% 이하의 낮은 농도로 부식된 범랑질에 알맞는 수세시간을 찾는 실험연구는 아직까지 미흡한 상태이며, Soetopo들²²⁾은 16%의 농도에서 60초의 수세가 15초의 수세보다 높은 인장결합강도를 보인다는 결과를 보고한 바 있다. 본 실험에서는 20% 인산액 5초수세 군의 전단결합강도는 10초간 수세 군의 그것보다 유의성 있게 작았고, 변이계수가 크며, 최소계측치가 교합력보다 낮았으므로, 5초간의 수세는 부적합하고, 10초이상의 수세가 바람직한 것으로 사료된다. 타액에 오염된 부식범랑질의 수세효과에 관한 실험에서는 Hormati들²⁴⁾은 10초의 재부식을 해야한다고 하였고, Bates들²³⁾은 5초의 수세만으로도 충분한 결합강도를 얻을 수 있다고 하였다. 본 실험결과 타액에 오염된 부식 범랑질은 5초수세와 그 이상의 수세 군에서 전단결합강도가 통계학적으로 유의차가 없었으며, 이는 Bates들²³⁾의 결과와 일치하였다. 그러나, 5초간의 수세 군은 변이계수가 높은 편이며, 최소계측치가 교합력보다 작으므로 5초보다 더 많은 수세시간이 필요할 것으로 사료된다.

본 실험의 연구결과 20% 인산액 0초수세 군과 37% 인산액 0초수세 군의 평균결합강도는 교합력에 미치지 못하므로 적합하지 않았고, 20%인산액 5초수세 군과 타액오염후 수세하지 않은 군과 타액오염후 5초 수세 군의 평균결합강도는 교합력을 초과하지만 변이계수가 크고 최저치가 교합력의 크기보다 매우 낮은것으로 보아 임상적으로 부적합할 것으로 사료된다.

대체적으로 그외 다른 군들의 평균 결합강도는 유사한 다른 연구들과 비교했을 때 큰 차이가 없고 임상적으로 사용하기에 충분한 전단결합강도를 가지고 있는것으로 사료된다.

수세시간의 효과에 대한 주사전자현미경 관찰

Mixson들²⁰⁾은 27% 이상의 인산액을 사용했을 때 10초간 이상의 수세시편에서 결합에 적합한 전형적인 부식형태를 갖는다고 하였으며, Bates들²³⁾은 37% 농도로 5초간 수세시 잔여 부식액과 침전물이 완전히 제거되지 않았고 10초 이상 수세부터 깨끗한 부식범랑질 표면이 관찰되었다고 하였다. 그러나 Diedrich¹⁵⁾는 50%의 농도를 사용하여 5초 이상 수세시 잔여 부식액과 침전물이 완전히 제거되는 양상을 보인다고 하여 서로 일치하지 않으며, Beech와 Jalaly³⁵⁾도 2ml 수세수의 양을 사용하면 레진이 기계적으로 결합하기에 적합한 부식상태를 보인다고 하였다. 본 실험에서 37% 인산액 5초수세와 그 이상의 수세에서 침전물이 완전히 제거된 양상을 보여주며, 이는 Diedrich¹⁵⁾의 실험결과와 일치하였다. 하지만 불수용성 염이 형성되는 20% 인산액을 사용했을때 5초수세에서는 침전물의 일부분이 남아있으며, 10초이상 수세부터 침전물이 완전히 제거된 깨끗한 부식 범랑질 표면소견을 관찰할수 있었다. 이것은 낮은 농도의 인산액을 사용했을때가 높은 농도의 인산액을 사용했을때보다 수세하기가 어렵다고한 Chow와 Brown³²⁾의 의견과 일치하였다.

Diedrich¹⁵⁾는 부식범랑질에 타액이 오염되었을때 레진접착체가 결합할 수 있는 미세공을 오염물질이 덮어 결합력을 감소시킨다고 하였다. Hormati들²⁴⁾은 타액에 오염된 부식범랑질에 15초간 수세하였을때 오염물질이 완전히 제거되지 않았으며, 10초와 60초간 재부식을 하였을 때에는 타액이 오염되지 않은 정상적인 부식범랑질과 유사한 소견을 보인다고 보고하였으나, Bates들²³⁾은 타액오염된 부식범랑질에 5초수세후 타액오염이 효과적으로 제거된다고 보고하였다. 본 실험에서는 타액에 오염된 부식범랑질은 5초간 수세한후 깨끗한 부식범랑질 표면을 관찰할수 있었으며 그 이상의 수세시간과 재부식후도 좋은 부식범랑질 표면이 관찰되었다.

접착파절패턴을 사용한 수세효과 관찰

Mixson들²⁰⁾은 부식후 수세하지 않은 시편에서만 범랑질-레진계의 접촉면에서 파절이 일어났고 10초 이상 수세한 시편에서는 파절부위가 범랑질,레진접착제,접촉면 또는 상기한 3 면에서 동시에 일어났다고 보고하였고, Bates들²³⁾은 5초이상 수세에서 인장결합

강도 측정시 파절부위가 레진접착제 또는 법랑질-레진제의 접촉면의 일부분에서 일어났다고 보고하였다. 본 실험에서도 20%와 37% 인산액으로 부식후 수세하지 않은 시편에서는 법랑질-레진제의 접촉면에서 파절이 일어난 빈도가 높았으며, 20%농도의 5초 수세와 타액오염후 수세하지 않은 시편에서는 파절부위의 반 이상이 법랑질-레진제의 접촉면에서 일어났으며 그 외의 다른 시편에서는 접촉면, 법랑질, 레진제 또는 상기의 3면에 동시에 걸친 파절양상을 보여준다.

이상의 고찰을 총괄하면, 37%인산액으로 부식한 군은 5초간, 10초간, 20초간 수세후, 브라켓전단결합강도의 차이에 통계적 유의성이 없었고, 전자현미경 관찰에서도 부식표면이 깨끗한 소견을 얻었으므로 5초이상 20초간 수세는 전단결합강도에 영향을 미치지 않는다고 사료된다. 인산부식액이 법랑질과 반응하여 불수용성 염을 생성하는 27%이하인 20% 인산액으로 부식한 군은 5초간 수세 후 평균전단결합강도가 교정력과 교합력을 견딜수 있는 강도를 나타냈으나, 계측치의 최소치가 매우 낮고 변이계수가 상대적으로 높으며, 전자현미경관찰에서도 미량이지만 염이 존재하는 것으로 보아 임상적으로 부적합할 것으로 사료되며, 10초에서 20초간은 수세해야할 것으로 생각된다.

부식표면에 타액이 오염된 군은 수세하지 않은 군과 5초간 수세한 군에서 임상적으로 의미있는 높은 전단결합강도를 보였으나, 계측치의 최소치가 교합력보다 낮고 변이계수도 높으며, 특히 수세하지 않은 군의 부식표면에서 오염물질이 존재하고 있었으므로 임상적으로 부적합한 수세시간이며, 재부식 없이 5초 이상 수세하여도 임상적으로 적당한 전단결합강도를 얻을 것으로 사료된다.

V. 결 론

인산과 법랑질이 반응하여 수용성 염을 형성하는 37% 인산액과 불수용성 염을 형성하는 20% 인산액으로 법랑질표면을 부식한 후, 수세시간이 브라켓접착의 전단결합강도에 미치는 영향과, 부식표면에 타액을 오염시킨후 수세시간과 재부식이 브라켓접착의 전단결합강도에 미치는 영향을 실험적으로 구명하여 임상적으로 의미있는 최소의 수세시간과 타액오염된 부식표면의 재부식 여부를 확정하기 위하여, 부식된 법랑질 표면을 0초, 5초, 10초, 20초간 수세하고, 타액

오염된 부식표면을 0초, 5초, 20초, 30초간 수세하고, 그리고 10초간 재부식하고 20초간 수세한 후, 브라켓을 접착하였다. 브라켓접착의 전단결합강도를 측정하고, 수세후의 부식표면을 주사전자현미경으로 관찰하고, 브라켓접착의 파절양상을 관찰한 후, 통계처리하고 분석평가하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 37% 인산액으로 법랑질을 부식시키고 5초간 수세후의 브라켓접착의 전단결합강도는 10초간 및 20초간 수세후의 그것과 유의차가 없었다.
2. 20% 인산액으로 법랑질 표면을 부식시키고 5초간 수세후의 브라켓접착의 전단결합강도는 교합력에 견딜수 있는 평균결합강도를 나타 냈으나 변이가 심하고, 부식표면의 수세가 불완전하며 임상적으로 부적합할 것으로 추정되었다.
3. 20% 인산액으로 법랑질 표면을 부식시키고 10초간 및 20초간 수세 후의 브라켓접착의 전단결합강도는 37%인산액 5초간 수세후의 그것과 유의차가 없었다.
4. 타액오염된 부식표면은 5초간의 수세만으로 교합력에 견딜 수 있는 충분한 전단결합강도를 나타냈으나, 계측치의 변이가 크므로 임상적으로 부적합할 것으로 추정되었다.
5. 타액오염된 부식표면은 재부식 없이 20초간의 수세만으로 임상적으로 적합한 전단결합강도를 나타낼 것으로 추정되었다.

REFERENCES

1. Bounocore, M.G. : A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces, *J.Dent.Res.*, 38 : 849-853, 1955.
2. Newman, G.V. : Epoxy adhesive for Orthodontic attachments : progressive report, *Am.J.Orthod.*, 51 : 901-912, 1965.
3. Gwinnett, A.J. : Histologic changes in human enamel following treatment with acidic adhesive conditioning agents, *Archs Oral Biol.*, 16 : 731-738, 1971.
4. 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.
5. 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.
6. 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.
7. Gwinnett, A.J. : Bonding-Factors in technique which influence clinical success, *NY state dent.J.* 48 : 223-226, 1982.
 8. 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.
 9. 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 : 415-423, 1972.
 10. Brastrom, M., Malangren, O., and Nordenvall KJ : Etching of young permanent teeth with an acid gel, *Am. J. Orthod.*, 82 : 379-383, 1982.
 11. Bramstrom, M., Nordenvall, K.J., and Malangren, O. : The effect of various pretreatment methods of the enamel in bonding procedure, *Am.J.Orthod.*, 74 : 552-530, 1978.
 12. Retief, D.H. : The use of 50% Phosphoric acid as an etching agent in orthodontics, *Am.J.Orthod.*, 68 : 165-178, 1975.
 13. Carstensen, W. : Clinical results after direct bonding of brackets using shorter etching times, *Am.J. Orthod.* 89 : 70-82, 1986.
 14. Galil, K.A., and Wright, G.Z. : Acid etching patterns on bucal surfaces of permanent teeth, *Pediatr.Dent.*, 1 : 230-234, 1979.
 15. Diedrich, P. : Enamel alterations from bracket bonding and debonding, a study with SEM, *Am.J. Orthod.*, 79 : 500-522, 1981.
 16. Gwinnett, A.T. : Acid etching for composite resin, *Dent. Clin.North Am.* 25 : 271-289, 1981.
 17. Williams, B.F. and von Fraunhofer, J.A. : The influence of the time of etching and washing on the bond strength of fissure sealants applied to enamel, *J.Oral Rehabil.*, 4 : 139-143, 1977.
 18. Sheykholeslam, E. and Brandts : Some factors effecting the bonding of orthodontic attachments to tooth surface, *J.Clin.Orthodon.*, 11 : 734-743, 1977.
 19. Mixson, J.M., Erick, D.E., Tira, R.P. Chappell and Moore, D.L. : Effect of rinse volumes and pressures on enamel bond strength, *J.Dent.Res.* 67 : 284 (Abstr. No. 1369), 1988.
 20. Mixson, J.M. : The effects of variable wash times and techniques on enamel-composite resin bond strength, *Quintessence Int.* 19 : 279-285, 1988.
 21. Williams, B.F. and von Fraunhofer, J.A. : Possible factors in the adhesion of fissure sealants to enamel, *J. Oral Rehabil.* 6 : 345-352, 1979
 22. Soetopo, Beech, D.R., and Hardwick, J.L. : Mechanism of adhesion of polymers to acid-etched enamel. *J. Oral Rehabil.*, 5 : 69-80, 1978.
 23. Bates, D., Retief, D.H., Jamison, H.C., and Denys, F.R. : effects of acid etch parameters on enamel typography and composite resin enamel strength, *Pediatr.Dent.* 4 : 106-110, 1982.
 24. Hormati, A.A., Fuller, J.T., and Denehy, G.E. : Effects of contamination and mechanical disturbance on the quality of acid etched enamel, *J.Am. Dent.Asso.*, 100 : 34-38, 1980.
 25. Moin, K., and Dogon, I.L. : Indirect bonding of orthodontic chments, *Am.J.Orthod.*, 72 : 261-275, 1977.
 26. Gorelick, L. : bonding metal brackets with a self-polymerizing sealant-composite : a 12 month assessment, *Am.J.Ortho.*, 71 : 542-553, 1977.
 27. Silverstone, L.M. : Fissure sealants : laboratory studies, *Caries Res.*, 8 : 2-26, 1974.
 28. Bryant, S., Ratief, D.H., Russell, C.M., and Denys, F.R. : Tensile bond strengths of orthodontic bonding resins and attachmentss to etched enamel, *Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop.*, 92 : 225-231, 1987.
 29. Sadowsky, P.L., Ratief, 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.
 30. Gottlieb, E.W., Retief, D.H., and Jamison, H.C. : An optimal concentration of phosphoric acid as an etching egent : Part I. tensil bond strength studies, *J.Prosthet.Dent.*, 48 : 48-51, 1982.
 31. Zidan, H., G. : Phosphoric acid concentration ; enamel surface loss and bond strength, *J.Prosthet. Dent.*, 55 : 388-392, 1986.
 32. Chow, L.C., and Brown, W.E. : Phosphoric acid conditioning of teeth for pit and fissure sealants, *J.Dent. Res.*, 52 : 1158, 1973.
 33. Artun, J., and Bergland, S. : Clinical trials with crystal growth conditioning as an alternative to acid-etch enamel pretreatment, *Am.J.Orthod.*, 85 : 333-340, 1984.
 34. Reynolds, I.R. : A review of direct orthodontic bonding, *Brit.J.Orthd.*, 2 : 171-178, 1975.
 35. Beech, D.R., and Jalaly, T. : Bonding of polimer to enamel : Influence of deposits formed during etching, etching time and period of water immersion, *J. Dent. Res.* 59 : 1156-1162, 1980.

-ABSTRACT-

THE EFFECT OF WASHING PHOSPHORIC ACID ETCHANT ON SHEAR BOND STRENGTH OF AN ORTHODONTIC ADHESIVE

Hee-Kyun Kim, D.M.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, College of Dentistry, Kyung Hee University

The aim of present study in vitro was to evaluate and compare the effects of different washing times of enamels etched with low phosphoric acid solution which makes insoluble salts and etched but contaminated with saliva on shear bond strength of an orthodontic adhesive to enamel, and to observe the washing effect on the etched enamel surface by scanning electron microscope.

All brackets were bonded with Mono-Lok2™ on the labial surface of extracted human bicuspids after etching with 20w/w% and 37w/w% phosphoric acid solution for 60seconds and then washing for 0,5,10 and 20seconds respectively. After etching with 37w/w% phosphoric acid solution and contaminating with saliva for 30seconds and then washing for 0,5,20 and 30seconds and re-etching for 10seconds.

After 24hours passed in the 37°C water bath, the shear bond strengths were measured on Universal Test Machine.

The data were evaluated and tested by ANOVA and Duncan's multiple range test, and those results were as follows.

1. There was no significant differences between ($P>0.05$) shear bond strength of bonded brackets with 5, 10, 20seconds washing etched enamel using 37%w/w% phosphoric acid solution.
2. The shear bond strength of bonded brackets with 20w/w% phosphoric acid and then washing for 5seconds showed bonded strength durable to occlusal force but its coefficient score was high and etched surface was not cleaned completely and therefore it was assumed that its clinical application is not applicable.
3. There was no significant differences between ($P>0.05$) shear bond strengths of bonded brackets with washing for 5seconds etched enamel using 37w/w% phosphoric acid solution and 10,20 seconds washing etched enamel using 20w/w% phosphoric acid solution.
4. The shear bond strength of washing for 5seconds etched enamel which was contaminated with saliva showed sufficient bonded strength durable to occlusal force but its coefficient score was high and therefore its clinical application was not applicable.
5. After etching, the sample contaminated with saliva showed the sufficient shear bond strength even washing 20seconds without re-etching.

KOREA. J. ORTHOD. 1996 ; 26 : 497-507

※ **Key words** : etching, wash time, shear bond strength.