

자가부식형 상아질 접착제와 상아질과의 전단결합강도 비교

노수정* · 김부섭 · 정인성

(부산가톨릭대학교 보건과학대학원*, 부산가톨릭대학교 보건과학대학 치기공학과)

Abstract

Comparison of the shear bond strength of self-etching dentin bonding agents to dentin

Su-Jeong Noh* · Bu-Sub Kim · In-Sung Chung

*Dept. of Dental Lab. Science, Graduate School of Health Science
Catholic University of Pusan, Korea*,
Dept. of Dental Lab. Science, Catholic University of Pusan, Korea*

The purpose of this study was to ascertain the bonding durability of self-etching dentin bonding agents to dentin by means of shear bonding strength. Several acid-etching dentin bonding system (ESPE Z100) and self-etching dentin bonding systems (DEN-FIL, GRADIA DIRET) were used. The occlusion surface of human molars were ground flat to expose dentin and treated with the etch bonding system according to manufactures instruction and followed by composite resin application. After 24hours of storage at 37°C, the shear bonding strength of the specimens was measured in a universal testing machine with a 1mm/min crosshead speed. An one-way analysis of variance and the scheffe test were performed to identify significant differences ($p<0.05$). The bonded interfacial surfaces and treated dentin surfaces were examined using a SEM. Through the analysis of shear bond strength data and micro-structures of dentin-resin interfaces, following results are obtained.

In dentin group, the shear bond strength of DEN-FIL showed statistical superiority in comparison to the other groups and followed by ESPE Z100 and GRADIA DIRECT ($p<0.05$).

- Key word : Acid-etching, Self-etching, Dentin bonding agents, Shear bond strength, Micro-structures.

교신 저자	성명	노수정	전화	010-9878-6589	E-mail	nhy2009@hanmail.net
	주소	부산광역시 금정구 부곡3동 9번지 부산가톨릭대학교 치기공학과				

I. 서 론

최근 환자들의 치아보존과 심미적 욕구에 대한 관심의 증가로 인하여 치아 조직의 삭제를 최소화하면서 치아를 보존할 수 있는 수복물질들이 개발되어 왔다.

수복물과 치아조직이 긴밀하게 접촉하면, 치아조직의 삭제를 줄일 수 있을 뿐만 아니라 변연부 미세누출을 억제하여 세균과 변색 물질의 유입을 방지할 수 있으며, 이에 따른 재발성 우식, 상아질 지각과민증과 치수 병변을 예방함으로써 치아를 건강하게 유지할 수 있다(이기환 등, 1995).

치아에 대한 레진의 접착은 치아수복에서 그 중요성이 더욱 증가되고 있다. Buonocore 등(1968)이 법랑질 뿐만 아니라 상아질에도 산부식으로 결합력이 증가된다는 결과를 보여 준 이래 산부식을 이용한 상아질 접착제는 많은 발전이 있었으며, 임상에서 그 효용성이 확인되었다. 상아질 접착제는 연대기적으로 1세대, 2세대, 3세대, 4세대, 5세대 및 6세대로 분류되며, 3세대 이후의 상아질 접착제는 산부식과 친수성레진을 사용하여 상아질과 높은 결합강도를 보였다(Van Meerbeek 등, 2001).

상아질 접착제는 산부식형과 자가부식형으로 나누어진다.

산부식형 상아질 접착제는 상아질의 도말층과 무기질을 탈회와 수세를 통해 제거하여 교원섬유를 노출시킨 후 레진 monomer를 교원섬유내로 침투 중합시키는 방법으로 레진과 상아질 간의 결합강도의 향상을 가져왔으나 산부식후 상

아질 건조로 인해 노출된 교원섬유의 변화는 결합강도의 저하를 초래할 수 있으며(Toledano 등, 2001), 시술과정이 복잡하고 적용방법에 따른 결합강도의 차이가 많이 나며(Miyazaki 등, 2000), 탈회된 면까지 레진 monomer가 침투하지 못하는 등의 재료자체의 한계점들이 노출되었다. 그러나 자가부식형 상아질 접착제는 도말층을 제거하지 않고 남겨둔 채로 상아질을 탈회시키고 동시에 monomer를 침투 중합시키는 방법으로 산부식형과는 달리 탈회 후 수세하는 과정을 생략하므로 상아질 건조에 의한 교원섬유의 변성가능성을 줄였고, 시술시간을 단축하였으며, 각 과정에서 발생할 수 있는 오류의 가능성을 줄였다(Frankenberger 등, 2000; Miyazaki 등, 2000).

자가부식형 상아질 접착제는 접착과정에 따라 5세대 접착제로 불리는 2단계 자가부식 시스템(two-step self-etching system)과 6세대 접착제로 불리는 1단계 자가부식 시스템(one-step self-etching system)으로 나눌 수 있다(Kugel, 2000). 5세대 접착제는 접착과정을 줄여 산부식후 primer와 bonding을 하나로 처리하는 단일용기형이며, 6세대 접착제는 self etching primer와 bonding agent의 기능을 조합시켜 한 가지 용액으로 일괄 처리하여 접착과정의 단순화는 가져 왔으나 접착력의 증가를 꼭 가져오지는 않아서 이에 대한 연구가 필요한 실정이다(권태엽 등, 2003).

자가부식형 상아질 접착제의 접착력에 대하여 이기환 등(2001)은 1단계 자가부식 시스템이 기존의 2단계 자가부식 시스템보다 우수한 결합강도를 갖는다고 보고하였고, Miyazaki 등(2002)

은 1단계 자가부식 시스템이 2단계 자가부식 시스템보다 낮은 결합강도를 갖는다고 보고하였다. 이런 상반되는 연구결과를 보아 상아질 접착제의 접착과정의 개선이 결합강도에 어떠한 영향을 미치는 지에 대한 연구가 더 필요하다고 생각된다(이재범 등, 2003).

본 연구에서는 상아질 표면에 대하여 산부식형인 4세대 ESPE Z100(3M, USA), 자가부식형인 5세대 DEN-FIL(VERICOM, KOREA)와 6세대 GRADIA DIRET(GC, JAPAN) 상아질 접착제를 사용하여 전처리한 다음, 각 전처리 방법에 따른 상아질과 복합레진과의 전단결합강도 및 상아질-레진 결합계면의 미세구조를 분석하여, 접착시술을 위한 우수한 상아질 접착제를 선택할 수 있는 정보를 제공하고자 하였다.

II. 실험 방법

1. 실험재료 및 시편제작

1) 실험재료

치주질환 및 교정치료를 목적으로 발거된 충치와 수복물이 없는 30개의 대구치를 발거 직후 증류수에 보관 실험에 사용하였다.

상아질 표면처리제와 결합제는 3가지 종류의 4세대 ESPE Z100(3M, USA), 5세대 DEN-FIL(VERICOM, KOREA), 6세대 GRADIA DIRET(GC, JAPAN)을 사용하였다. 재료의 주 성분은 Table 1과 같고 사용방법은 Table 2와 같다.

2) 시편제작

상아질과 상아질 접착제의 전단결합강도를 측정하기 위한 시편은 발치한 자연치아를 30개 준비하여 diamond disk와 point를 사용하여 교합면을 삭제하여 상아질을 노출시켰다. 삭제된 30개의 치아를 240grit의 silicon carbide 연마지로 연마 후 rubber mold에 연마된 상아질면이 하부로 향하도록 에폭시 레진을 이용 die를 제작하였고, 복합레진의 일률적인 두께(3mm×4mm)를 위해 acrylic resin block을 제작하였다.

Table 1. Conditioning the procedure of the dentin bonding systems and porcelain repair system

Product	Manufacturer	etching	primer	bonding
E.Z (3M)	USA	10% maleic acid	HEMA	HEMA Bios-GMA
D.F (VERICOM)	KOREA	10% maleic acid	Methakrilate, Ethanol, Foto - inicijatore	
G.D (GC)	JAPAN	Water, 4-META, Methacrylated phosphoric acid esters, Acetone		
AQ Bond	JAPAN	Methacrylate monomers including 4-META in acetone(40%)/Water(30%) Polyurethane foam containing p-toluene sulfinic acid sodium salt		

E,Z: ESPE-Z100, D,F: DEN-FIL, G,D: GRADIA DIRET

Table 2. Manufacturers' instructions for use of each dentin bonding systems and porcelain repair system

Code	Clinical Procedure
E.Z (3M)	<ol style="list-style-type: none"> 1. etching for 15sec 2. dry for 5sec 3. water and spray 4. dry for 5sec 5. primer and 15sec 6. dry and bonding 7. G-Light for 10sec curing
D.F (VERICOM)	<ol style="list-style-type: none"> 1. etching for 20sec 2. water and spray 3. dry for 5sec 4. primer & bonding 3sec 5. air dry until smooth 6. G-Light for 10sec curing
G.D (GC)	<ol style="list-style-type: none"> 1. self-etching & bonding 10sec 2. dry for 5sec 3. G-Light for 10sec curing
AQ Bond	<ol style="list-style-type: none"> 1. AQ Sponge + Base one drop 2. Coat 2-3 times to wet the surface for 20sec 3. Air blow gently for 3-5 sec 4. 2nd coat 5. Air blow for 5-10sec 6. Light curing for 10sec

E,Z: ESPE-Z100, D,F: DEN-FIL, G,D: GRADIA DIRET

에폭시 레진 die와 치아면이 평행해지도록 저속 다이아몬드 절삭기를 사용 절단하였다. 시편을 연마용 시편 고정장치에 고정시킨 다음 320, 400 grit의 silicon carbide 연마지로 표면연마 하였으며 증류수에서 10분간 초음파 세척하여 건조시켰다.

상아질 접착제로는 ESPE Z100(3M, USA), DEN-FIL(VERICOM, KOREA), GRADIA DIRET(GC, JAPAN)을 사용하여 제조사의 지시 Table 1, 2에 따라 다음과 같이 표면처리한

다음 복합레진을 통법에 의해 3mm×3mm×4mm 크기로 축성하여 시편을 제작하였다.

(1) ESPE Z100(3M, USA)

실온 하에서 제조사의 지시에 따라 상아질 표면에 표면처리제 etching액을 도포한 후 15초간 기다렸다가 물과 공기를 분사하여 5초간 건조시킨 다음 primer 도포한 후 15초 후 부드럽게 건조시켰다. bonding액을 바른 다음 복합레진을 축성 후 G-Light로 10초간 광중합 시켰다.

(2) DEN-FIL(VERICOM, KOREA)

실온하에서 제조사의 지시에 따라 상아질 표면에 etching액을 도포한 후 20초 후 물과 공기를 분사하여 건조시킨 다음, primer & bonding 액을 도포한 후 3초간 기다렸다가 공기로 부드럽게 건조시킨 다음 복합레진을 축성 후 G-Light를 이용 10초간 광중합 시켰다.

(3) GRADIA DIRET(GC, JAPAN)

실온하에서 상아질 표면에 self-etching, bonding액을 도포 후 10초간 기다렸다가 5초간 건조시킨 다음 복합레진을 축성 후 G-Light를 이용 10초간 광중합 시켰다.

(4) AQ Bond(JAPAN)

Activated Liquid는 접착촉진제를 함유하고 있으므로 AQ sponge를 사용하여 1방울은 가능한 빨리 사용하여야 한다. AQ Bond는 self-etching, self primer & bonding 방식의 광중합성 접착 시스템이다. AQ Bond Base liquid 1방울 2-3회 도포한 후 20초간 기다렸다가, 3-5초간 공기를 이용 가볍게 건조시킨 다음 남은 액으로 다시 한번 도포한다. 다시 5-10초간 공기를 가볍게 건조한 다음 복합레진을 축성 후 G-Light를 이용 10초간 광중합 시켰다.

2. 기기분석

1) 전단결합강도 측정 및 통계분석

완성된 시편을 37℃의 증류수하에 24시간 저장 후 만능시험기(instron machine)에 전단장치를 부착하여 cross head speed 1mm/min로 전단결합강도를 측정하였다. 일원배치 분산분석(ANOVA)과 Scheffe-test를 이용하여 통계학적인 유의성을 검증하였다.

2) 미세구조 분석

전단응력에 의해 파절된 시편의 파단면을 24시간 dessicator에 보관한 다음 금 증착(Eiko-ion coater) 후 주사전자현미경(JSM-6480LV, JEOL, Japan)을 사용하여, 10kV로 2,000배 확대 관찰하였다.

Ⅲ. 실험 결과 및 고찰

1. 전단 결합강도 분석

ESPE Z100(3M, USA), DEN-FIL(VERICOM, KOREA), GRADIA DIRET(GC, JAPAN) 상아질 접착제를 사용하여 처리된 시편들의 상아질과 상아질 접착제의 전단결합강도 분석결과를 Table 3, 4 그리고 Figure 1에 나타내었다.

상아질과 상아질 접착제의 전단결합강도 분석 결과, DEN-FIL군이 11.86MPa로 가장 높게 나타났으며, ESPE Z100(9.86MPa), GRADIA DIRET(8.50MPa)순으로 나타나 통계학적으로 유의한 차이를 나타냈다($p < 0.05$).

각 군간의 차이를 살펴보기 위해 scheffe test 결과, DEN-FIL(Mean:11.86MPa, sd; 2.17)은 GRADIA DIRET(Mean:8.50MPa, sd;1.10)보다 전단결합강도가 높은 것으로 나타났으며, 통계학적으로 유의한 차이를 나타냈다($p < 0.05$).

2. 파절 양상

ESPE Z100(3M, USA), DEN-FIL(VERICOM, KOREA), GRADIA DIRET(GC, JAPAN) 상아

Table 3. Shear bond strength of dentin bonding systems bonded to human dentin, as analyzed by one way ANOVA

N	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
E.Z	10	9.8620	2.12872	.67316	8.3392	11.3848	7.44	12.78
D.F	10	11.8600	2.17016	.68627	10.3076	13.4124	9.35	15.48
G.D	10	8.5070	1.10951	.35086	7.7133	9.3007	6.96	10.33
Total	30	10.0763	2.28300	.41682	9.2238	10.9288	6.96	15.48

E,Z: ESPE-Z100, D,F: DEN-FIL, G,D: GRADIA DIRET

	Sum of Squares	DF	Mean Square	F	Sig.
Between Group	56.902	2	28.451	8.151	.002
Within Group	94.249	27	3.491		
Total	151.151	29			

Table 4. Shear bond strength of dentin bonding systems bonded to human dentin, as analyzed by scheffe test

	(I) number	(J) number	Mean Difference(I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence interval for Mean	
						Lower Bound	Upper Bound
Scheffe	E,Z	D,F	-1.99800	.83555	.075	-4.1621	.1661
		G,D	1.35500	.83555	.285	-.8091	3.5191
	D,F	E,Z	1.99800	.83555	.075	-.1661	4.1621
		G,D	3.35300*	.83555	.002	1.1889	5.5171
	G,D	E,Z	-1.35500	.83555	.285	-3.5191	.8091
		D,F	-3.35300*	.83555	.002	-5.5171	-1.1889

*: The mean difference is significant at the .05 level.
E,Z: ESPE-Z100, D,F: DEN-FIL, G,D: GRADIA DIRET

질 접착제를 사용하여 처리된 시편들을 전단응력에 의해 파절시킨 후 파절 양상을 알아보기 위해 상아질과 상아질 접착제의 파단면을 주사전자현미경을 사용하여 분석한 결과를 Figure 2에 나타내었다. 4세대 접착제인 ESPE Z100(3M, USA)과 5세대 접착제인 DEN-FIL(VERICOM,

KOREA), 그리고 6세대 접착제인 GRADIA DIRET(GC, JAPAN), 상아질 접착제를 사용하여 처리된 시편들의 파절양상은 세 시편 모두 primer와 adhesive 기질부위에서 복합적으로 파절되는 mixed failure 양상을 보였으나, 5세대 상아질 접착제인 DEN-FIL에서는 부분적으

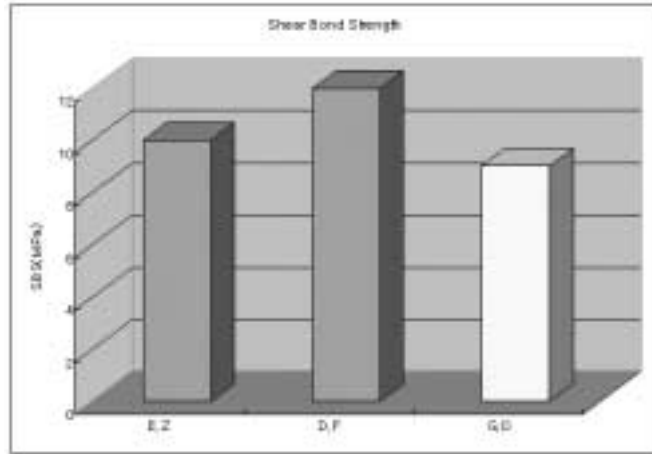
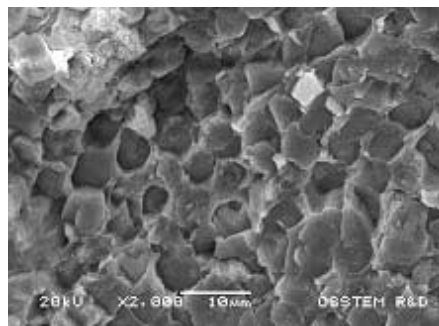
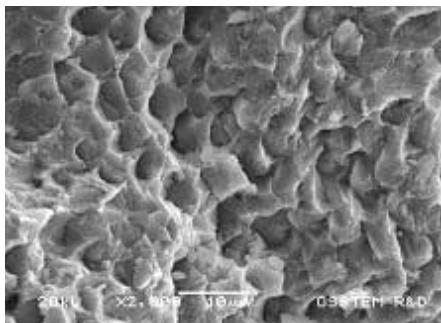


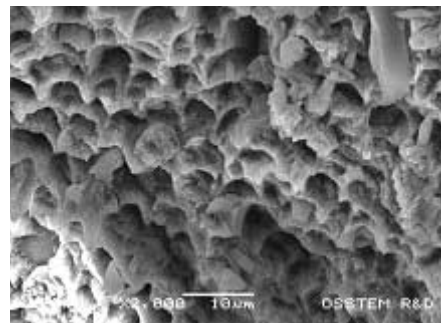
Figure 1. Comparison of shear bond strength according to dentin bonding systems bonded to human dentin.



(a)



(b)



(c)

Figure 2. SEM photographs of fractured dentin side surface of bonded sample. (a) ESPE Z100 (b) DEN-FIL (c) GRADIA DIRET.

로 adhesive와 복합레진 사이에서 cohesive failure 양상을 보였다.

위 실험결과를 종합적으로 분석해 보면 6세대 접착제인 GRADIA DIRET가 5세대 접착제인

DEN-FIL 보다 전단결합강도가 낮은 것으로 나타났는데 이는 법랑질과 상아질을 일괄 처리하는 제 6세대 접착제인 all-in-one 접착제는 이전 세대의 접착제와 비교하여 젖음성과 안정성이 다소 떨어지고 전체적인 접착능력이 감소하는 것으로 보고된 내용(Frankenberger 등, 1999; Swift 등, 1997)과 일치하며, 임창하 등(2003)이 보고한 6세대 접착제는 자체가 약산성을 가지고는 있으나, 35% 농도의 인산과 같이 효과적으로 법랑질을 부식시킬 수 없고 수세 과정을 거치지 않기 때문에 산 또는 용매로 사용되는 물 성분이 접착 계면에 잔류할 수 있으므로 접착능력이 떨어진다는 내용과 일치하며, Miyazaki 등(2002)이 보고한 1단계 자가부식 시스템인 6세대 상아질 접착제가 2단계 자가부식 시스템인 5세대 상아질 접착제보다 결합강도가 낮다는 보고와 일치한다. 그 뿐만 아니라 파단면의 미세구조분석에 의한 결과에서는 5세대와 6세대 상아질 접착제의 파절 양상이 mixed failure 양상을 보여 유사한 것으로 나타났으나, 5세대 상아질 접착제인 DEN-FIL에서는 부분적으로 adhesive와 복합레진 사이에서 cohesive failure 양상을 보여 6세대 상아질 접착제인 GRADIA DIRET보다 결합강도가 강한 것으로 나타났으며, 전단결합강도 결과와 일치한다.

위 결과에서 산부식형이며 4세대 접착제인 ESPE Z100도 자가부식형이며 5세대 접착제인 DEN-FIL보다 전단결합강도가 낮은 것으로 나타났는데 이는 Tay 등(2000)이 산 부식형은 상아질에서 산부식의 적용은 접착력의 향상을 가져왔으나, 상아질의 도말층과 무기질을 제거하

고 교원섬유를 노출시킨다. 산부식후 상아질의 건조로 인한 노출된 교원섬유의 변성은 결합강도의 저하를 초래할 수 있으며, 도말층의 제거와 상아세관의 노출은 치수의 자극과 지각과민성을 일으킬 수 있고, 상아세관액의 역류로 접착에 영향을 줄 가능성이 있다고 보고한 내용과 Tanumiharuja 등(2000)이 7가지 상아질 접착제의 결합강도를 시험하여 산부식형 상아질 접착제보다 자가부식형 상아질 접착제가 높은 결과를 보인다고 보고한 내용, 그리고 Agostini 등(2001)이 유치의 상아질에서도 자가부식형 상아질 접착제가 산부식형 상아질 접착제 보다 우월한 결합강도를 보였다라는 보고내용과 일치한다. 그리고 파단면의 미세구조분석에 의한 결과와도 일치한다.

본 연구에서는 우수한 상아질 접착제를 선택할 수 있는 정보를 제공할 목적으로, 4세대 ESPE Z100, 5세대 DEN-FIL과 6세대 GRADIA DIRET을 사용하여 전단결합강도와 파단면의 미세구조 변화를 통한 파절양상을 비교한 결과 5세대 DEN-FIL이 우수한 것으로 나타났으나, 이상의 결과로 볼 때, 파절양상을 미세구조 변화만으로 분석하지 않고 EDX 분석결과를 포함시켰으면 더욱 확실한 파절양상을 규명할 수 있었다는 아쉬움이 있으며, 앞으로는 심미적 목적으로 도재용착구조관과 전부도재관 파절시 수리용으로 상아질 접착제의 사용가능성을 규명할 필요가 있다고 생각된다.

IV. 결 론

상아질 표면에 대하여 산부식형인 4세대 ESPE Z100(3M USA), 그리고 자가부식형인 5세대 DEN-FIL(VERICOM, KOREA)과 6세대 GRADIA DIRET(GC, JAPAN) 상아질 접착제를 사용하여 전처리한 다음, 각 전처리 방법에 따른 상아질과 복합레진과의 전단결합강도 및 상아질-레진 결합계면의 미세구조를 분석하여, 접착시술을 위한 우수한 상아질 접착제를 선택할 수 있는 정보를 제공하고자 하였는데, 다음과 같은 결과를 얻었다.

상아질과 상아질 접착제의 전단결합강도 분석 결과는 5세대 접착제인 DEN-FIL군이 가장 높게 나타났으며, 4세대 접착제인 ESPE Z100, 6세대 접착제인 GRADIA DIRET 순으로 나타나 통계학적으로 유의한 차이를 나타냈다 ($p < 0.05$).

참 고 문 헌

권태엽, 권용훈, 김교한, 송근배. 상아질 접착제의 적용이 법랑질 접착에 미치는 영향. 대한치과기재학회지, 30(3), 199-208, 2003.

이기환, 임미경. 상아질 접착제의 전단결합강도 및 주사전자현미경적 연구. 원광치과대학 보존학교실, 5(1), 1995.

이재범, 임호남. 기능성 모노머를 포함한 자가부식형 상아질 접착제의 결합강도에 관한 연구. 대한치과기재학회지, 30(4), 421-431,

2003.

임창하, 이용렬, 정영화, 송호준, 박영준. 상아질 결합제의 종류와 처리방법에 따른 전단결합강도와 상아질-레진 결합계면 미세구조에 관한 연구. 대한치과기재학회지, 30(1), 69-85, 2003.

Agostini FG, Kaaden C, Powers JM. Bond strength of self etching primers to enamel dentin of primary teeth. Ped Dent 23, 481-486, 2001.

Buonocore MG, Matsui A, Gwinnett AJ. Penetration of resin dental materials into enamel surfaces with reference to bonding. Arch Oral Biol 13, 61-70, 1968.

Frankenberger R, Kramer N, Petschelt A. Technique sensitivity of dentin bonding: effect of application mistakes on bond strength and marginal adaptation, Oper Dent 25, 324-330, 2000.

Frankenberger R, Sindel J, Kramer N, Petschelt A. Dentin bond strength and marginal adaptation: Direct composite resins vs ceramic inlays. Oper Dent 24, 147-155, 1999.

Kugel G, Ferrari M. The science of bonding: from first to sixth generation J Am Dent Assoc 131, 20-25, 2000.

Miyazaki M, Onose H, Moore BK. Effect of operator variability on dentin bond strength of two-step bonding systems. Am J Dent 13, 101-104, 2000.

- Miyazaki M, Tsubota K, Onose H, Hinoura K. Influence of adhesive application duration on dentin bond strength of single-application bonding systems. *Oper Dent* 27, 278-283, 2002.
- Swift EJ, Wilder AD, May KN, Waddell SL. Shear bond strengths of one-bottle dentin adhesives using multiple applications. *Oper Dent* 22, 194-199, 1997.
- Tanumiharaja M, Burrow MF, Tyas MJ. Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. *Dent Mater* 16, 180-187, 2000.
- Tay FR., Carvalho R, Sano H, Pashley DH. Effect of smear layers on the bonding of a self-etching primer to dentin. *J Adhesive Dent* 2, 99-116, 2000.
- Toledano M, Osorio R, Leonardi G, Rosales-Leal JI, Ceballos L, Cabrerizo-Vilchez MA. Influence of self-etching primer on the resin adhesion to enamel and dentin. *Am J Dent* 14, 205-210, 2001.
- Van Meerbeek B, Inoue S, Perdigao J, Lambrechts P, Vangerle G. Enamel and dentin adhesion. In Summitt JB et al(eds) *Fundamentals of operative dentistry, a contemporary approach*. 2nd ed Illinois Quintessence Publishing Co. 178-23, 2001.