

산부식형 상아질 접착제의 접착 내구성에 관한 연구

정미라 · 최기운 · 박상혁 · 박상진*
경희대학교 대학원 치의학과 치과보존학교실

ABSTRACT

THE BONDING DURABILITY OF TOTAL ETCHING ADHESIVES ON DENTIN

Mi-Ra Jung, Gi-Woon Choi, Sang-Hyuk Park, Sang-Jin Park*

Department of Conservative Dentistry, Division of Dentistry, Graduate of Kyung Hee University

The purpose of this study was to evaluate the effect of different etching times on microtensile bond strength (μ TBS) to dentin both initial and after thermocycling with 3 different types of total-etching adhesives.

Fifty four teeth were divided into 18 groups by etching times (5, 15, 25 sec), adhesives types (Scotchbond Multipurpose (SM), Single Bond (SB), One-Step (OS)), and number of thermocycling (0, 2,000 cycles).

Flat dentin surfaces were prepared on mid-coronal dentin of extracted third molars. After exposed fresh dentin surfaces were polished with 600-grit SiC papers, each specimen was acid-etched with 35% phosphoric acid (5, 15, 25 sec) and bonded with 3 different types of total etching adhesives respectively. Then, hybrid composite Z-250 was built up. Half of them were not thermocycled (control group) and the others were subjected to 2,000 thermocycle (experimental group). They were sectioned occluso-gingivally into $1.0 \times 1.0 \text{ mm}^2$ composite-dentin beams and tested with universal testing machine at a crosshead speed of 1.0 mm/min .

Within limited data of this study, the results were as follows

1. There was no statistically significant difference in μ TBS between the thermocycled and non-thermocycled groups, except for both SM and SB etched for 25 sec.
2. In thermocycled SM and SB groups, bond strength decreased by extended etching time.

In total etching systems, adhesive durability for dentin could be affected by type of solvents in adhesive and etching time. Especially, extended etching time may cause deteriorate effects on bond strength when ethanol-based adhesive was used. [J Kor Acad Cons Dent 32(4):365-376, 2007]

Key words: μ TBS, Etching time, Type of adhesive, Thermocycling, Total-etching systems, Ethanol-based adhesive

- Received 2007.4.10., revised 2007.5.7., accepted 2007.6.17.-

* Corresponding Author: Sang-Jin Park

Department of Conservative Dentistry,
Division of Dentistry, Graduate of Kyung Hee University
1, Hoegi Dong, Dongdaemun Gu, Seoul, 130-702, Korea
Tel: 82-2-958-9335
E-mail: psangjin@khu.ac.kr

I. 서 론

상아질과 수복 재료 사이의 완벽한 접착은 수복 치과학의 과제로 남아있다. 2차 우식, 변색, 파절이 복합레진 수복물 실패의 가장 큰 원인이며¹⁾, 이 실패는 수복물과 와동 사이의 계면에서 형성된 공극을 통한 세균과 구강액의 침투에 의해

일어난다. 특히, 산부식이 과도하거나 접착제의 침투력이 부족한 경우 접착제가 탈회된 콜라겐 기질 내로 불완전하게 들어가 혼성층과 상아질 사이는 물론, 혼성층 내에도 가수 분해에 취약한 층이 형성된다²⁻⁴⁾. 이것이 수복물과 치아 사이에 미세누출 (microleakage)을 야기하고 결국 복합레진 수복물 실패의 원인이 된다.

상아질 표면의 산부식 시 산의 종류, 농도, 부식시간 및 상아질의 특성에 따라 다른 깊이로 부식된다⁵⁾. Uno와 Finger⁶⁾에 따르면, 상아질 탈회 깊이는 산의 농도와 처리시간에 따라 대수 (logarithmic) 관계로 증가한다고 하였다. 10 - 15 μm 범위의 탈회깊이도 레진 단량체가 효과적으로 침투할 수 있는 깊이가 아니라고 보고되었다⁷⁾. Pashley 등⁸⁾은 상아질 산부식의 목적이 도말층을 제거해 관간 상아질과 관주상아질을 노출시키고, 잔사를 깨끗하게 제거하여, 표면 상아질을 탈회해 상아질 표면 내로 레진의 침투를 용이하게 하기 위함이라고 보고하였다. 산부식이 상아질의 hydroxyapatite 결정을 제거해 콜라겐 섬유 배열 간에 공간을 형성하고, 이렇게 노출된 콜라겐 섬유는 쉽게 붕괴될 수 있다^{9,10)}.

상아질의 탈회 깊이가 깊을수록, 더 많은 콜라겐 섬유가 접착레진이 침투되지 않은 채로 남아, 접착레진과의 계면에서 광범위하게 노출된 콜라겐 네트워크가 붕괴를 일으킬 가능성이 커질 것이다. Amer 등¹²⁾은 산부식 시간을 5초, 15초 및 30초의 영향을 비교하여, 접착제 용매의 종류와 접착 방법에 따라 다르지만, 상아질에 있어 15초 이상의 산부식은 과도하다고 보고하였다. 특히, water-base 접착제는 ethanol 및 acetone-base 접착제보다 침투력이 약해 15초 이상 산부식시 결합강도가 감소됨을 확인하였다. 또한, 접착제의 점도, 접촉각, 용해성 등의 물리적 및 화학적 성질을 개선하여 탈회된 상아질 내로 불완전하게 침투했던 문제를 극복할 수 있다고 주장하였다¹³⁾.

전체 산부식 시스템의 결합강도를 향상시키기 위해서는 습윤접착법을 추천하고 있으며, 이는 콜라겐 섬유사이 공간을 유지시켜 접착 레진 단량체의 침투를 개선시키기 위한 방법이다^{14,15)}. 그러나, 용매가 각각 다른 접착 시스템의 적절한 습도에 대한 기준은 아직 명확하지 않은 논쟁거리이다. 어떤 상태가 이상적인 표면 상태인지에 대한 개념과 함께 연구자들과 접착제 제조사의 지시등에서 다양하게 제시되고 있어 명확한 기준은 정해져 있지 않다. 최근 Reis 등¹⁶⁾은 접착 시스템의 결합강도에 상아질 표면 습도가 미치는 영향을 조사하여, 각 시스템의 사용된 용매에 따라 각각 다른 습도에서 적절한 결합강도를 보고한 바 있다. 따라서, 결합강도의 증가는 용매, 단량체 및 표면 습도의 적절한 사용으로 이루어질 수 있다고 할 수 있다¹⁷⁾.

최근 상아질 접착의 초기 결합강도뿐 아니라 내구성에도 관심이 증대되고 있다. Erick 등¹⁸⁾은 상아질 접착 시스템의

장기간 성공은 탈회된 상아질에 접착레진이 얼마나 완전하고 균일하게 침투된 혼성층을 형성하는지에 좌우된다고 보고하였다. 즉, 수복물과 치아 사이의 미세누출 및 접착계면에서의 극미세누출 (nanoleakage)이 발생되지 않도록 산부식 처리에 의해 노출된 콜라겐 섬유 사이나 부분 탈회된 무기결정 사이 및 노출된 상아세관이 화학적 결합이 가능한 레진에 의해 채워져야 충분한 혼성층이 형성된다고 할 수 있다^{19,20)}.

임상 연구에서, 최신 개발된 접착제로 접착한 수복물의 2-3년 후 유지율은 거의 100%까지 향상되었다고 보고하고 있다²¹⁾. 반면에, 접착의 내구성에 대한 생체 및 실험실상 연구는 수개월 또는 수년간 구강액이나 수중 침식 실험 후 레진-상아질 계면의 접착 파괴 발생을 보고하였다²²⁻²⁶⁾. 한편 2단계 전체 산부식 시스템을 이용해 레진-상아질 계면을 4년간 수분에 간접적 노출 시 (예를 들어, 범랑질 변연의 와동) 직접 노출된 경우와 비교하여 접착계면의 파괴 발생이 적었음을 보고하였고, 노출된 범랑질이 레진-상아질 계면을 파괴로부터 보호한다는 것을 주장하였다²³⁾. 이에 대한 생체 내 연구 보고는 거의 없었지만, Sano 등²⁵⁾은 원숭이 실험을 통하여 자가 부식 시스템이 레진-상아질 접착의 결합강도는 낮지만, 1년 정도의 안정적 결합이 유지되었음을 보고하였다. 결합강도 측정 후 파단면의 주사전자현미경 관찰에서 시간 경과에 따라 혼성층 상방과 접착 레진층 내에 빈공간이 증가했음을 관찰하였다. 또, Hashimoto 등²⁶⁾의 인체 치아의 레진-상아질 계면에 대한 연구에서, 1 - 3년 후 3단계 전체 산부식 접착제 사용 시 시간 경과에 따라 결합강도가 감소하였고 파단 유형과는 명확한 관계가 있음을 보고하였으며, 이는 시간이 경과하면서 혼성층이 파괴된다는 것을 의미한다. 또 다른 연구에서는, 원숭이 치아 실험에서 자가 부식 접착제 사용 시 1년 후 주사전자현미경 관찰에서 혼성층 내 레진 성분의 빈 공간이 증가함을 관찰하였고, 이는 구강 환경에서 혼성층이 분해된다는 것을 나타낸다⁴²⁾.

상아질-레진 계면의 파괴는 온도 변화에 따른 응력 발생으로 촉진된다고 할 수 있다²⁷⁾. 열순환은 구강내 환경을 재현하여 치아기질과 수복재료 간에 응력이 가해지도록 설정하는 방법이다⁸⁾. 즉 열순환 방법이 다단계 상아질 접착 시스템의 결합강도에 미치는 영향과 응력 발생 정도는 열순환 횟수와 사용한 접착 시스템의 종류에 의해 결정된다고 보고되었다^{29,30)}.

산부식 시간에 따른 초기 결합강도 실험이나 접착제의 종류에 따른 내구성 실험은 다양하게 보고되었으나, 산부식 시간에 따른 접착 내구성 연구는 희소한 실정이다. 따라서 본 연구에서는 용매 및 접착과정이 서로 다른 3종의 산부식형 상아질 접착제를 이용하여 초기 결합강도를 측정하고 열순환 시효처리 후, 변화되는 결합강도를 측정하였으며, 주사전자현미경 (FE-SEM)으로 접착계면을 관찰하여 상아

질 접착제의 적절한 산부식 시간과 침투능력에 대하여 규명하고자 시행하였다.

II. 실험재료 및 방법

1. 실험재료

1) 실험치아

우식이 없고 건전한 제3대구치 54개를 발치하여 tymol 용액에 보관한 후 미세인장 결합강도 측정 및 주사전자현미경 관찰에 이용하였다.

2) 상아질 접착제

본 연구에 사용한 상아질 접착제는 3단계 상아질 접착제인 Scotchbond MP (3M ESPE, St. Paul, MN, USA), 2단계 산부식형 상아질 접착제 One-Step (Bisco Inc, Schaumburg, IL, USA)과 Single Bond (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) 등 총 3종을 이용하였고, 각 상아질 접착제의 분류와 구성성분은 Table 1에서 보는 바와 같다.

2. 실험방법

1) 실험군의 분류

저속 diamond saw (Isomet, Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA) 를 이용하여 54개의 제3대구치의 교합면 측 법랑질을 제거한 후, #600 SiC paper로 연마하여 건전한 상아질 표면을 노출시켰다. 상아질 접착제의 종류, 산부식 시간 (5초, 15초, 25초), 열순환 처리 여부 (즉시,

2,000회)에 따라 각 군당 3개의 치아로 구성된 18개의 실험군으로 분류하였고, 열순환 처리하지 않은 즉시군은 대조군으로 하였다 (Figure 1). 산부식 시간을 제외한 모든 접착술식은 제조자의 지시에 따라 시행하고 광중합하였다 (Table 2). 혼합형 복합레진인 Z250 (3M ESPE, St Paul, MN, USA) 를 이용하여, 실험군의 접착제를 도포한 상아질 상부에 각 1 mm씩 적층하고 광도 600 mW/cm² 광중합기 (Spectrum 800; Dentsply, USA)를 사용하여 40초간 광중합하였다. 복합레진의 총 두께는 총 4 mm로 하였다.

제작된 시편은 37°C 증류수에서 24시간 보관한 후, 대조군 (Group immediate) 은 열순환처리하지 않았고, 열순환 2,000회군 (Group 2,000 cycles)의 시편은 열순환 처리하였다. 본 실험에 사용한 열순환기 (항온수조기, TaeWon Tech, Seoul, Korea)는 5°C 및 55°C의 항온 수조로 구성되며, 시편이 수조에 머무르는 시간은 각각 15초이며, 이동 시간은 6초가 소요되었다. 모든 열순환 과정은 프로그램에 의하여 자동으로 제어되도록 하였다 (Figure 2).

2) 미세인장 결합강도 측정

저속 diamond saw (Buehler, USA)를 이용하여 18개 실험군의 총 54개 시편을 치아의 장축을 따라 1 mm 두께로 절단한 후, 이를 다시 수직절단하여 단면적 약 1 mm²이 되도록 막대형 시편을 제작하였다. 절단된 시편 중 각 치아의 중앙부의 시편을 선택하여 실험군당 20개의 막대형 절편을 제작하여 미세인장 결합강도를 측정하였다. Universal testing machine (EZ-test; Shimadzu, Japan)의 tensile zig에 시편을부착하고 cross head speed 1 mm/min로 인장력을 가하여, 시편이 파단될 때까지 최대응력을 단위면

Table 1. 3 adhesives used in this study

Type	Adhesives (codes)	Compositions	Manufacturer
3-step total etching systems	Scotchbond MP (SM)	Primer (water, HEMA (2-Hydroxyethyl methacrylate), Polyalkenoic acid copolymer)	3M (St. Paul, USA)
		Adhesive (HEMA, Bis-GMA (bisphenol A glycidyl methacrylate), CQ (camphorquinone), EDMAB (ethyl N, N-dimethylaminobenzoic acid), DHEPT (2,2'-dihydroxyethyl-para-toluidine))	
2-step total etching systems	Single Bond (SB)	Adhesive (HEMA, Bis-GMA, Polyalkenoic acid copolymer, water, UDMA (urethane dimethacrylate), ethanol, CQ)	3M (St. Paul, USA)
	One-Step (OS)	Adhesive (Bis-GMA, Biphenyl dimethacrylate, HEMA, acetone, CQ)	BISCO (Schaumburg, USA)

Table 2. Experimental modes of bonding procedure of 3 adhesives

Adhesive	Modes of bonding procedure
SM	etching, primer, air dry 5s, adhesive, light-cure 10s
SB	etching, adhesive (2 coats), air dry 5s, light-cure 10s
OS	etching, adhesive (2 coats), air dry, light-cure 10s

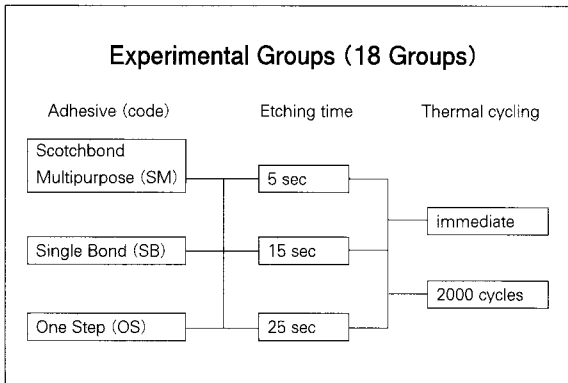


Figure 1. Classification of experimental groups by the preparation procedures.

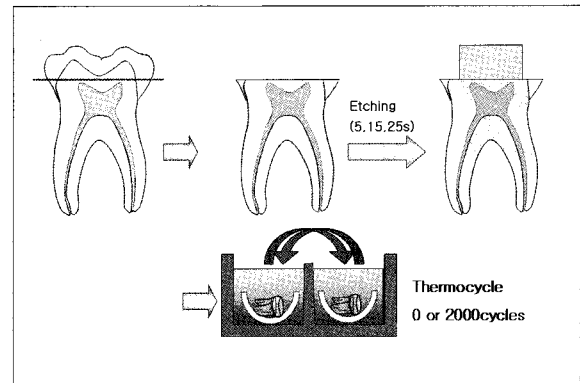


Figure 2. Specimen preparation for thermocycling.

적으로 환산하여 미세인장 결합강도를 산출하였다. 산부식 시간과 상아질 접착제의 영향을 분석하기 위하여 0.05% 유의수준에서 ANOVA / Duncan's test로 통계분석하였고, 열순환 처리 전과 후를 비교하기 위하여 Mann-Whitney test로 통계분석하였다.

3) 주사전자현미경 (FE-SEM) 관찰

미세인장 결합강도 측정 후, 파단된 시편의 상아질측 파단면을 평가하기 위하여 주사전자현미경 (FE-SEM)으로 관찰하였다. 먼저 시편을 건조한 후, aluminum stub에 고정하고 gold sputter (SC 502 sputter coater, VG MICROTECH, England) 코팅하여 주사전자현미경 관찰용 시편을 준비하였다. FE-SEM (LEO SUPRA 55, Carl Zeiss, Germany ; GENESIS 2000, EDAX, USA)을 이용하여 100배와 2,000배의 배율로 파단면을 관찰하였다.

III. 실험성적

1. 미세인장 결합강도

Table 2는 각 상아질 접착제의 형태 및 열순환 횟수에 따른 미세인장 결합강도의 측정 결과로 18개 실험군의 평균

값 및 표준편차를 도표로 나타낸 것이다. 모든 열순환 실험군은 열순환하지 않은 대조군에 비해 결합강도가 감소하였다. SM군의 25초 간 산부식한 군과 SB군의 25초 간 산부식한 군은 열순환하지 않은 대조군에 비해 열순환 후 미세인장 결합강도가 통계학적으로 유의성 있게 감소하였다 ($p < 0.05$). SM군과 SB군은 5초 및 15초 간 산부식 시행 시, 열순환 여부에 따른 영향이 없는 것으로 나타났고, OS군의 경우 5, 15 및 25초 산부식의 경우에서 열순환에 따른 미세인장 결합강도의 차이가 나타나지 않았다 (Table 2, Figure 3). 열순환 처리 하지 않은 대조군 사이에 상아질 접착제의 종류, 산부식 시간에 따른 미세인장 결합강도의 유의성 있는 차이가 나타나지 않았다 ($p > 0.05$). 그러나, 열순환 실험군 사이에는 SM군의 25초 간 산부식한 군과 SB군의 25초 간 산부식한 군이 다른 실험군보다 통계학적으로 유의성 있게 낮은 결합강도를 나타내었다 ($p < 0.05$). OS군에서는 산부식 시간에 의하여 미세인장 결합강도의 변화가 나타나지 않았다 (Figure 3).

2. 주사전자현미경 (FE-SEM) 관찰

SM군의 15초 산부식한 대조군에서는 상아세관 내 레진 tag가 잔존된 접착성 파괴와 사진의 우측 상부에는 복합레진의 응집성 파괴가 함께 존재하는 혼합형 파괴의 양상을

Table 2. Microtensile Bond Strengths (MPa, mean ± SD) of 18 Experimental groups

Etching time (sec)	Scotchbond multipurpose (SM)			Single Bond (SB)			One Step (OS)		
	5	15	25	5	15	25	5	15	25
Immediate (no thermocycle)	37.7 ± 9.1 ^a	34.3 ± 10.9 ^a	30.5 ± 7.5 ^a	34.6 ± 10.1 ^a	33.8 ± 7.6 ^a	35.3 ± 9.9 ^a	34.3 ± 7.6 ^a	31.3 ± 8.5 ^a	35.8 ± 11.0 ^a
2,000 thermocycles	33.4 ± 9.3 ^a	34.0 ± 9.9 ^a	20.0 ± 5.2 ^b	34.0 ± 10.5 ^a	30.6 ± 5.4 ^a	21.5 ± 6.7 ^b	28.2 ± 7.8 ^a	29.1 ± 8.6 ^a	28.2 ± 9.4 ^a

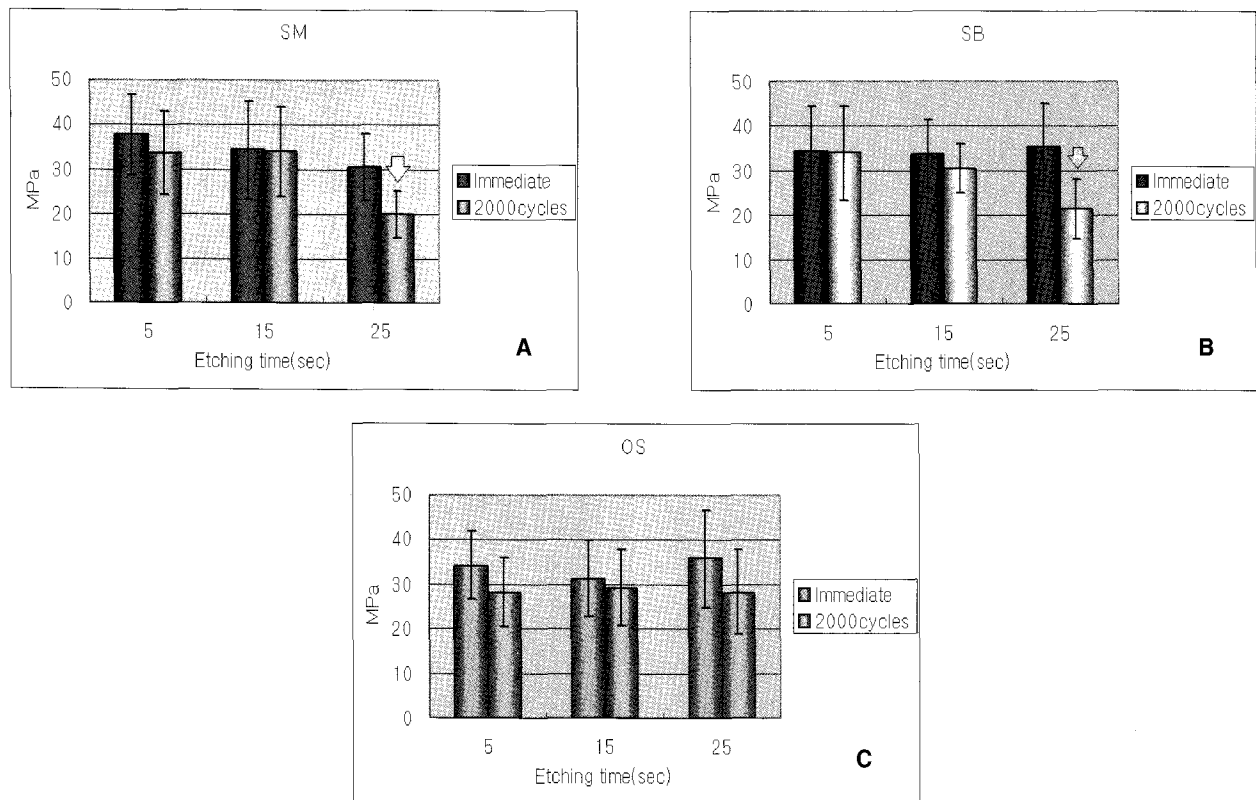


Figure 3. The microtensile bond strength before and after thermocycling by different etching time. A. Scotchbond Multipurpose (SM), B. Single Bond (SB), C. One Step (OS). Arrow indicates significant different ($p < 0.05$).

보였다 (Figure 4-A, B). 25초 산부식 후 2,000회 열순환시킨 SM군은 접착성 파괴양상으로, 노출된 상아세관 내 레진 tag가 탈락 또는 파절된 상이 나타나고 있다 (Figure 4-E, F).

SB군은 5초 산부식한 대조군 (Figure 5-A)과 15초 산부식한 대조군 (Figure 5-C)에서 혼합형 파괴 양상이 관찰되었으나, 25초 산부식하고 2,000회 열순환시킨 SB군 (Figure 5-E)에서는 접착성 파괴 양상이 관찰되었으며 파단면은 2000배로 관찰 시, 상아세관이 노출되어 있고, 레진

tag가 파절되거나 상아세관에서 탈락된 상이 관찰되었다 (Figure 5-F).

OS군의 상아질측 파단면의 주사전자현미경상인, 15초 간 산부식한 대조군 (Figure 6-A, B)과, 5초 간 산부식하고 2,000회 열순환한 OS군 (Figure 6-C, D)과, 25초 간 산부식하고 2,000회 열순환한 OS군 (Figure 6-E, F) 모두에서 접착성 파괴양상과 상아세관 내 레진 tag가 관찰되며, 산부식 시간이 증가한 경우 혼성층 하방에서 파괴가 일어났고, 보다 굵은 레진 tag를 나타내었다.

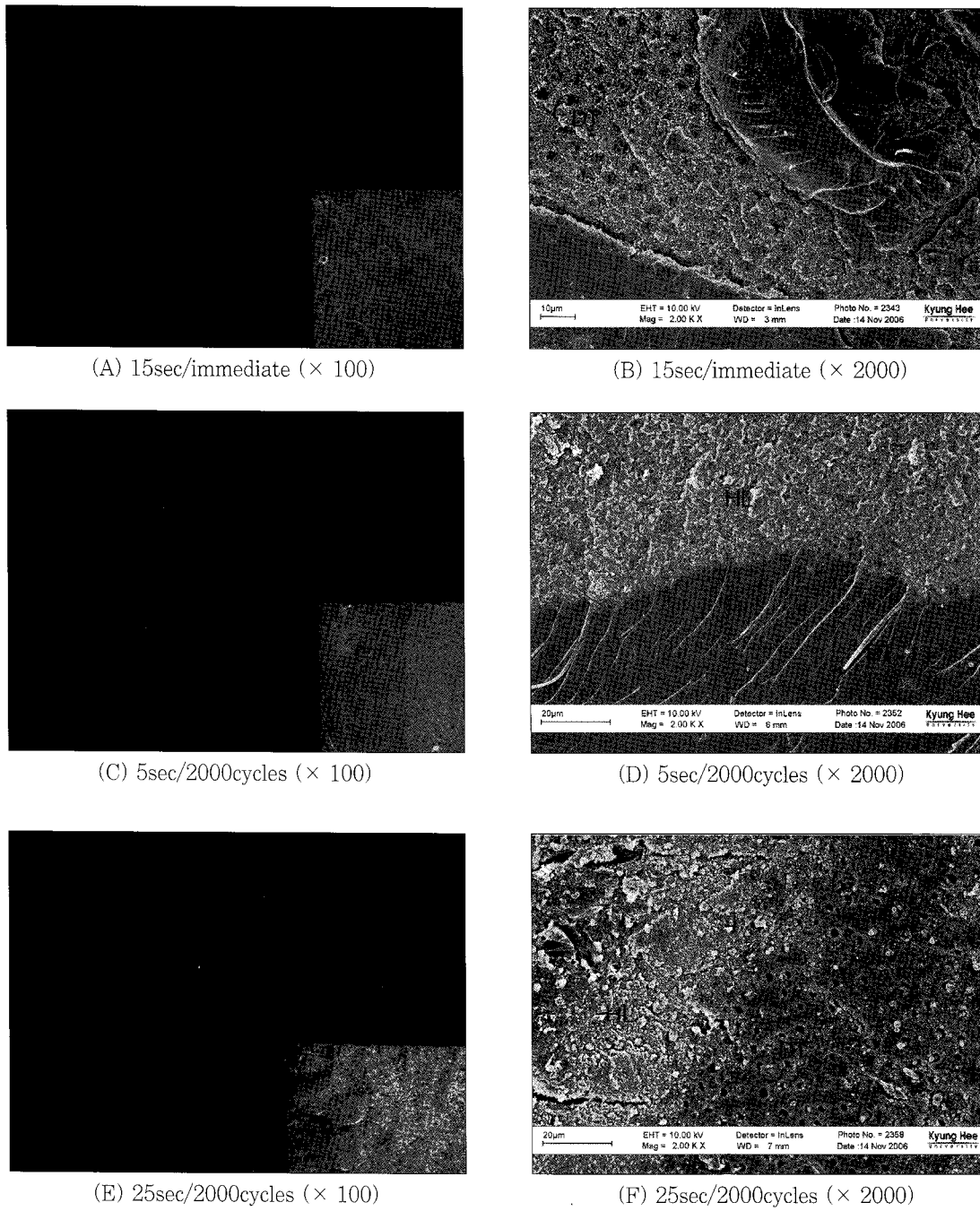
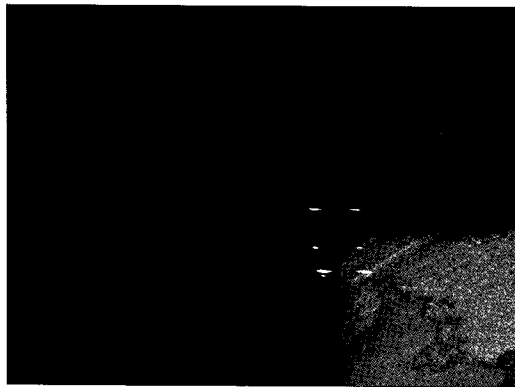
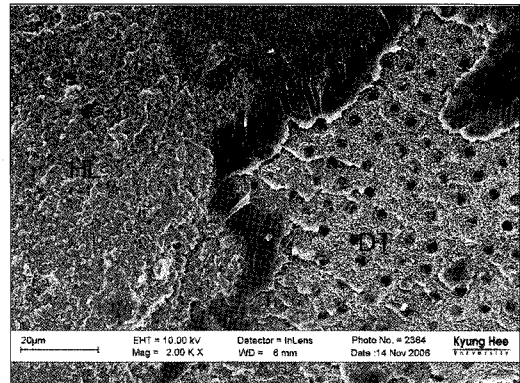


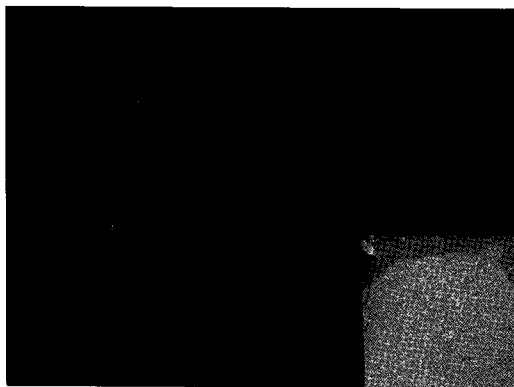
Figure 4. FE-SEM images of fractured surfaces after microtensile bond strength testing of SM. B,D show mixed failure. F shows adhesive failure at the bottom of hybrid layer and resin tag are broken or left out of dentinal tubules (DT: dentinal tubule, C: composite resin, HL: hybrid layer, RT: resin tag)



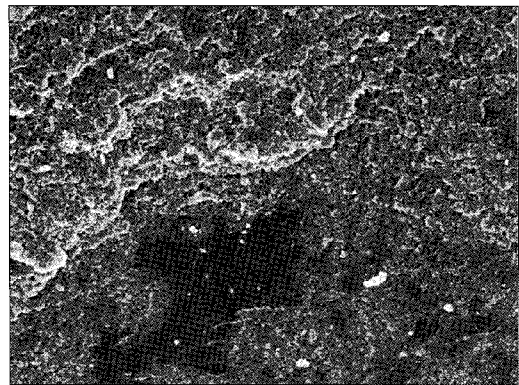
(A) 5sec/immediate (× 100)



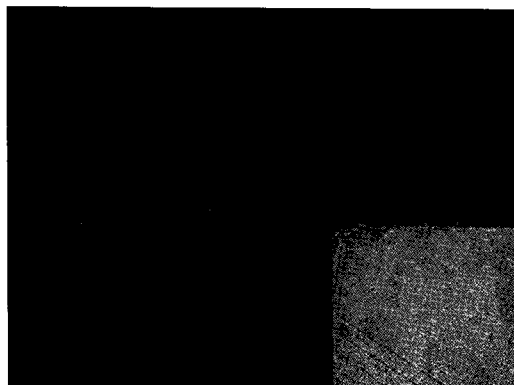
(B) 5sec/immediate (× 2000)



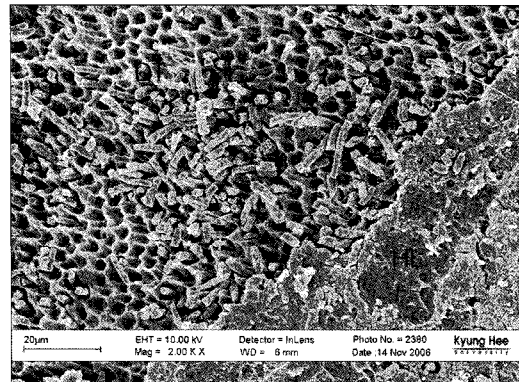
(C) 15sec/immediate (× 100)



(D) 15sec/immediate (× 2000)

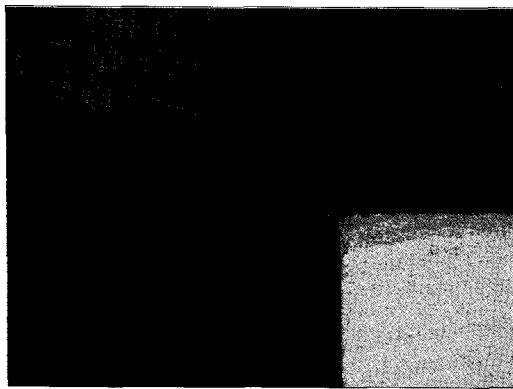


(E) 25sec/2000cycles (× 100)

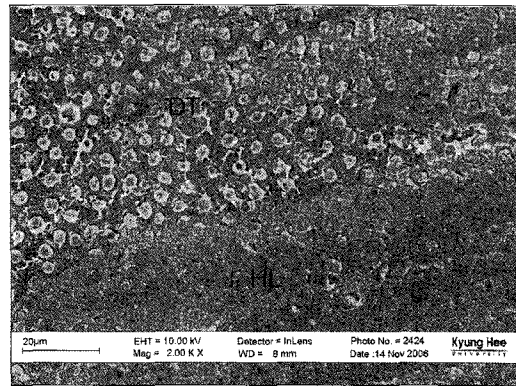


(F) 25sec/2000cycles (× 2000)

Figure 5. FE-SEM images of fractured surfaces after microtensile bond strength testing of SB. B,D show mixed failure. F shows adhesive failure at the bottom of hybrid layer and resin tag are broken or left out of dentinal tubules (HL: hybrid layer, DT: dentinal tubule)



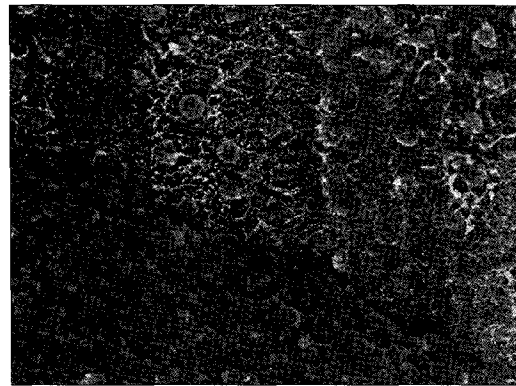
(A) 15sec/immediate ($\times 100$)



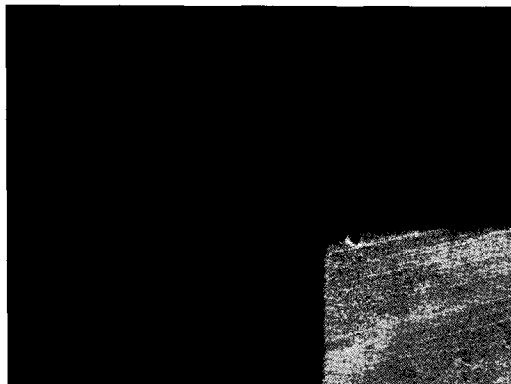
(B) 15sec/immediate ($\times 2000$)



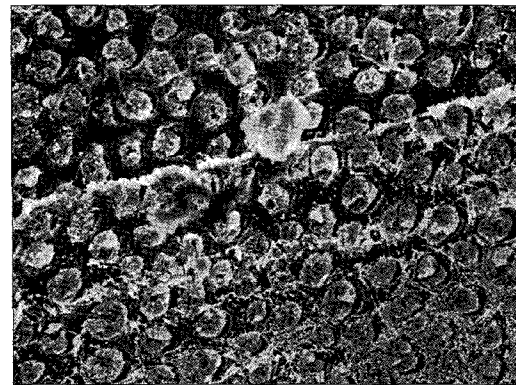
(C) 5sec/2000cycles ($\times 100$)



(D) 5sec/2000cycles ($\times 2000$)



(E) 25sec/2000cycles ($\times 100$)



(F) 25sec/2000cycles ($\times 2000$)

Figure 6. FE-SEM images of fractured surfaces after microtensile bond strength testing of OS. F shows adhesive failure at the bottom of hybrid layer and tubules are occluded by fractured resin tags (DT: dentinal tubule, HL: hybrid layer, C: composite resin)

IV. 총괄 및 고안

치아와 복합레진 사이 접착의 안정성은 접착성 수복물의 임상적 내구성에 중요한 요소이다. 법랑질에 대한 결합은 산부식형 접착제 사용 시 믿을 만한 수준이고 충분한 내구성을 갖는 것으로 인정되고 있다³¹⁾. 최근 법랑질에 비하여 결합이 상대적으로 약한 레진-상아질 결합은 물에 장기간 보관 후 계면에서의 붕괴가 일어나 상아질 결합강도가 감소된다고 보고되었다^{23,24,32,33)}.

상아질에 대한 접착은 다양한 변수에 의해 영향을 받는다. 산부식 시간을 포함한 접착과정은 술자의 직접적인 조절이 가능하지만, 상아질의 조성, 두께, 상아세관의 방향, 나이 등은 조절이 불가능하다.

한편, 산의 종류, 부식 시간, 농도, 산의 pH 및 상아질의 완충 능력 등에 따라 산부식제가 상아질 표면을 다른 깊이로 탈회시킨다고 보고되었다^{34,35)}.

본 실험에서 대조군 (열순환하지 않은 군)의 결합강도는 30.5 - 37.7 MPa 범위였고, 2,000회 열순환 후 평균 결합강도는 20.0 - 34.0 MPa 범위로 나타나, 열순환으로 결합강도가 감소됨을 관찰하였다. 그러나 통계학적으로는 SM군의 25초 간 산부식한 군과 SB군의 25초 간 산부식한 군에서만 대조군에 비해 열순환 후 결합강도의 감소가 나타났다 ($p < 0.05$).

SM군, SB군, OS군 모두에서 5초 및 15초 간 산부식 시행 시 열순환 여부에 따른 영향이 없는 것으로 나타났으며, 이는 15초 이하의 산부식 시간은 상아질 접착에 부정적인 영향이 없다고 보고한 Amer와 Valeria³⁶⁾의 연구와 일치한다. 그의 연구에서 (300회 열순환 시행) 특히 water base 접착제 (Syntac Single Component) 사용 시 5초 산부식군이 15초 및 30초 산부식군보다 높은 결합강도를 나타냈으며, 이는 수분이 ethanol이나 acetone보다 상아질 침투력이 약해 탈회된 상아질 내로 단량체를 충분히 침투시키지 못하기 때문이라 주장한 바 있다.

SM의 25초 산부식, 2,000회 열순환군과 SB의 25초 산부식, 2,000회 열순환 군에서 결합강도가 대조군에 비해 통계학적으로 유의성 있게 감소하였다. 이는 25초 간 산부식 후 탈회된 깊이만큼 접착레진이 침투하지 못하여, 이러한 차이로 인해 시간이 지나면서 노출된 교원섬유가 가수분해되고, 접착제의 물 흡수로 인하여 상아질과 접착제 계면의 결합강도가 저하되었기 때문으로 생각된다. 그러나 OS군에서 산부식 시간에 따른 결합강도의 변화가 나타나지 않은 것은, acetone이 산부식된 치아 표면으로 레진 단량체를 운반하는 최상의 용매라고 보고한 여러 연구의 결과와 일치한다^{37,38)}. Mauro 등³⁷⁾은 10%와 37% 인산을 사용하여 산부식 후 초기 결합강도를 측정한 실험에서 acetone base 상아질 접착제 (Prime & Bond NT)만이 37% 인산 사용

시, 10%보다 높은 결합강도를 나타냈다고 보고하여, acetone이 ethanol보다 37% 인산 산부식으로 탈회되어 형성된 깊은 콜라겐 네트워크 속으로 더 잘 침투한다고 주장하였다.

또한, 주사전자현미경 관찰에서도 SM의 25초 산부식, 2,000회 열순환 군과 SB의 25초 산부식, 2,000회 열순환 군에서 파단면의 대부분이 노출된 상아세관으로 구성되어 있으며, 레진 tag가 파절되거나 상아세관에서 탈락되어 있는 모습이 관찰되었다. 이는 접착레인에 의해 보호받지 못한 교원섬유로부터 가수분해가 시작된 것으로 추측된다.

본 연구에서 전체 산부식형 상아질 접착제는 15초 이하의 산부식 시간에서는 접착제 종류와 무관하게 비교적 안정적인 결합강도를 나타냈으며, 25초 산부식 시에는 acetone base 접착제인 OS군은 안정적인 결합강도를 유지하였으나, ethanol base인 SM군과 SB군은 결합강도가 감소하였다. 결국, 상아질의 산부식 시간은 15초 이하로 제한하는 것이 바람직하며, 이는 미세누출을 감소시켜 상아질-레진 결합을 장기적으로 안정시킬 것으로 여겨진다.

본 연구에서의 열순환에 의한 시효 효과는 2,000회 정도를 시행한 결과이기 때문에 인장 결합강도에 관한 결과를 임상에 적용하기에는 한계가 있다고 생각한다. 또한 임상적 상황에서 수복물은 즉시 응력이 발생될 뿐만 아니라 교합압이 가해지기 때문에 기계적인 하중도 동시에 적용하여 효과를 평가하여야 할 것이다.

V. 결 론

용매 및 접착과정이 서로 다른 3종의 산부식형 상아질 접착제 (SM, SB, OS)를 이용하여 산부식 시간 (5초, 15초, 25초)에 따른 상아질에 대한 결합강도와 열순환 2,000회 시효 처리한 후 실험군과 열순환하지 않은 대조군의 결합강도를 측정하고, 접착이 파괴된 파단면에 대한 주사전자현미경 (FE-SEM) 관찰을 통하여 다음과 같은 결론을 얻었다

1. 실험군은 대조군에 비하여 결합강도가 감소하였으며, 특히 25초 산부식한 SM 및 SB군에서는 통계학적 유의차를 나타내었다.
 2. 접착제의 종류와 산부식 시간에 따른 대조군의 결합강도에는 통계학적으로 유의한 차이가 보이지 않았다 ($p > 0.05$).
 3. 열순환 처리한 SM군과 SB군의 경우, 25초 간 산부식한 군이 5초 간 산부식한 군과 15초 간 산부식한 군에 비해 유의성 있게 낮은 결합강도를 나타냈다 ($p < 0.05$).
 4. OS군의 경우, 산부식 시간 및 열순환 여부에 따른 유의성 있는 차이가 나타나지 않았다 ($p > 0.05$).
- 상아질 접착의 내구성은 접착제의 용매와 산부식 시간에

의해 영향을 받으며 특히, ethanol-base adhesive를 사용할 때 과도한 산부식은 유의해야 한다.

참고문헌

- Mjor IA, Moorhead JE, Dahl JE. Reasons for replacement of restorations in permanent teeth in general dental practice. *Int Dent J* 50:360-366, 2000.
- Titley K, Chernecky R, Maric B, Smith D. Penetration of a dentin bonding agent into dentin. *Am J Dent* 7:190-194, 1994.
- Van Meerbeek B, Inokoshi S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive system. *J Dent Res* 71:1530-1540, 1992.
- Nakabayashi N, Nakamura M, Yasuda N. Hybrid layer as a dentin-bonding mechanism. *J Esthet Dent* 3:133-138, 1991.
- Gwinnett AJ. Chemically conditioned dentin: A comparison of conventional and environmental SEM finding. *Dent Mater* 10:150-155, 1994.
- Uno S, Finger WJ. Effects of acidic conditioners on dentine demineralization and dimension of hybrid layers. *J Dent* 24:211-216, 1996.
- Erickson RL. Surface interactions of dentin adhesive materials. *Oper Dent* 5:81-94, 1992.
- Pashley DH, Horner JA, Brewer PD. Interactions of conditioners on the dentin surface. *Oper Dent Suppl* 5:137-150, 1992.
- Pashley DH. The effect of acid etching on the pulp-dentin complex. *Oper Dent* 17:229-242, 1992.
- Inokoshi S, Hosoda H, Harnirattisai C, Shimada Y. Interfacial structure between dentin and seven dentin bonding systems revealed using argon ion beam etching. *Oper Dent* 18:8-16, 1993.
- Giannini M, Seixas CAM, Reis AF, Pimenta LAF. Six-month storage-time evaluation of one-bottle adhesive systems to dentin. *J Esth Rest Dent* 15:43-8, 2003.
- Amer A, Valeria V. Evaluation of etching time on dentin bond strength using single bottle bonding systems. *J Adhes Dent* 6:105-110, 2004.
- Titley K, Chernecky R, Maric B, Valiquette N, Smith DC. The morphology of the demineralized layer in primed dentin. *Am J Dent* 7:22-26, 1994.
- Tay FR, Gwinnett JA, Wei SH. Relation between water content in acetone/alcohol-based primer and interfacial ultrastructure. *J Dent* 26:147-156, 1998.
- Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, Duke ES, Eick JD, Robinson SJ. TEM study of two water-based adhesive systems bonded to dry and wet dentin. *J Dent Res* 77:50-59, 1998.
- Reis A, Loguercio AD, Azevedo CLN, Carvalho RM, Singer JM, Grande RHM. Moisture spectrum of demineralized dentin for different solvent-based adhesive system. *J Adhes Dent* 5:183-192, 2003.
- Carvalho RM, Mendonca JS, Santiago SL, Silveira RR, Garcia FCP, TayFR, Pashley DH. Effects of HEMA/solvent combinations on bond strength to dentin. *J Dent Res* 82:597-601, 2003.
- Erick JD, Gwinnett AJ, Pashley DH, Robinson SJ. Current concepts on adhesion to dentin. *Crit Rev Oral Biol Med* 8:306-335, 1997.
- Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthews WG, Pashley DH. Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. *Oper Dent* 20:18-25, 1995.
- Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Snauwaert J, Hellemans L, Lambrechts P, Vanherle G, Wakasa K. Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. *J Dent Res* 79:709-714, 2000.
- Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P, Vanherle G. Adhesives and cements to promote preservation dentistry. *Oper Dent* 26:119-144, 2001.
- Armstrong SR, Keller JC, Boyer DB. The influence of water storage and C-factor on the dentin-resin composite microtensile bond strength and debond pathway utilizing a filled and unfilled adhesive resin. *Dent Mater* 17:268-276, 2001.
- De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, Lambrechts P, Vanherle G. Four year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res* 82:136-140, 2002.
- Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Tay FR, Kaga M, Kudou Y, Oguchi H, Araki Y, Kuboda M. Micromorphological changes in resin-dentin bonds after 1 year water storage. *J Biomed Mater Res* 63:306-311, 2002.
- Sano H, Yoshikawa T, Pereira PNR, 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* 78:906-911, 1999.
- Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Kudo K, Sano H, Oguchi H. In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res* 79:1385-1391, 2000.
- Koshiro K, Inoue S, Tanaka T, Koase K, Fujita M, Hashimoto M, Sano H. In vivo degradation of resin-dentin bonds produced by a self-etch vs. a total etch adhesive system. *Eur J Oral Sci* 112:368-375, 2004.
- Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedure for laboratory testing of dental restorations. *J Dent* 27:89-99, 1999.
- Kubo S, Yokota H, Sata Y, Hayashi Y. Microleakage of self-etching primers after thermal and flexural load cycling. *Am J Dent* 14:163-169, 2001.
- Cardoso PE, Placido E, Moura SK. Microleakage of four simplified adhesive systems under thermal and mechanical stresses. *Am J Dent* 15:164-168, 2002.
- Frankenberger R, Kramer N, Petschelt A. Long-term effect of dentin primers on enamel bond strength and marginal adaptation. *Oper Dent* 25:11-19, 2000.
- Gwinnett AJ, Yu S. Effect of long-term water storage on dentin bonding. *Am J Dent* 8:109-111, 1995.
- Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Oguchi H. In vitro degradation of resin-dentin bonds analyzed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy. *Biomaterials* 24:3795-3803, 2003.
- Camps J, Pashley DH. Buffering action of human dentin in vitro. *J Adhes Dent* 2:39-50, 2000.
- Kinney JH, Balooch M, Hauot JrDI, Marshall SJ, Marshall JrGW. Mineral distribution and dimensional changes in human dentin during demineralization. *J Dent Res* 74:1179-1184, 1995.
- Amer AH, Valeria VG. Evaluation of etching time on dentin bond strength using single bottle bonding systems. *J Adhes Dent* 6:105-110, 2004.
- Mauro FN, Edward JS, Jorge P. Effects of demineral-

- ization depth on microtensile bond strength to human dentin. *J Adhes Dent* 3:137-143, 2001.
38. Kanca J. Effects of resin primer solvents and surface wetness on resin composite bond strengths to dentin. *Am J Dent* 5:213-215, 1992.
39. Alessandra R, Alessandro DL, Ricardo MC, Rosa HM. Durability of resin dentin interfaces: effects of surface moisture and adhesive solvent component. *Dent Mater* 20:669-676, 2004.
40. Pashley EL, Zhang Y, Lockwood PE, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effects of HEMA on water evaporation from water-HEMA mixtures. *Dent Mater* 14:6-10, 1998.
41. Paul SJ, Leach M, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effect of water content on the physical properties of model dentine primer and bonding resins. *J Dent* 27:209-214, 1999.

국문초록

산부식형 상아질 접착제의 접착 내구성에 관한 연구

정미라 · 최기운 · 박상혁 · 박상진*

경희대학교 대학원 치의학과 치과보존학교실

본 연구의 목적은 3종의 전체산부식 상아질 접착 시스템에서 적절한 산부식 시간과 접착제의 침투 능력에 대해 규명하고자 하였다.

우식이 없는 54개의 제3대구치의 상아질 표면을 5, 15, 25초 동안 산부식하고 산부식형 접착제 3종 (Scotchbond multipurpose, Single Bond, One Step) 을 도포한 후 복합레진을 충전하였다. 각 시편은 0회 (대조군) 또는 2000회 열순환 (5℃ - 55℃) (실험군) 후 미세인장강도를 측정하고 파단면을 관찰하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 실험군은 대조군에 비하여 결합강도가 감소하였으며, 특히 25초 산부식한 SM 및 SB군에서는 통계학적 유의차를 나타내었다.
2. 열순환 처리한 SM군과 SB군의 경우, 25초 간 산부식한 군이 5초 간 산부식한 군과 15초 간 산부식한 군에 비해 유의성 있게 낮은 결합강도를 나타냈다 ($p < 0.05$).
3. OS군의 경우, 산부식 시간 및 열순환 여부에 따른 유의성 있는 차이가 나타나지 않았다 ($p > 0.05$).

상아질 접착의 내구성은 접착제의 용매와 산부식 시간에 의해 영향을 받으며 특히, ethanol-based adhesive를 사용할 때 과도한 산부식은 유의해야 한다.

주요어: μ TBS, 산부식 시간, 접착제의 종류, 열순환, 전체산부식 상아질 접착제, Ethanol-based adhesive