DOI: 10.5395/JKACD.2010.35.5.321

상아질 접착제의 용매 증발이 접착 효율에 미치는 영향

조민우 · 김지연 · 김덕수 · 최경규*
경희대학교 대학원 치의학과 치과보존학교실

ABSTRACT

The effect of solvent evaporation of dentin adhesive on bonding efficacy

Min-Woo Cho, Ji-Yeon Kim, Duck-Su Kim, Kyoung-Kyu Choi*
Division of Dentistry, Department of Conservative Dentistry, Graduate of Kyung Hee University, Seoul, Korea

Objectives: The purpose of this study is to evaluate bonding efficacy by means of measuring the effect of remained solvent on Degree of conversion(DC) and μTBS and FE-SEM examination.

Materials and Methods: Two 2-step total etching adhesives and two single-step self etching adhesives were used in this study. First, volume weight loss of 4 dentin adhesives were measured using weighting machine in process of time in normal conditions and calculate degree of evaporation (DE). Reaction/reference intensity ratio were measured using micro-Raman spectroscopy and calculate DC according to DE. Then 2 experimental groups were prepared according to air-drying methods (under, over) and control group was prepared to manufacturer's instruction. Total 12 groups were evaluated by means of micro tensile bond strength and FE-SEM examination.

Results: Degree of evaporation (DE) was increased as time elapsed but different features were observed according to the kind of solvents. Acetone based adhesive showed higher DE than ethanol and butanol based adhesive. Degree of conversion (DC) was increased according to DE except for S^3 bond. In μTBS evaluation, bond strength was increased by additional air-drying. Large gaps and droplets were observed in acetone based adhesives by FE-SEM pictures.

Conclusions: Additional air-drying is recommended for single-step self etching adhesive but careful consideration is required for 2-step total etching adhesive because of oxygen inhibition layer. Evaporation method is carefully chose and applied according to the solvent type. [J Kor Acad Cons Dent 2010;35(5):321-334.]

Key words: Bonding efficacy; Degree of conversion; Degree of evaporation; Dentin adhesive; Raman spectroscopy; Residual solvent

-Received 28 April 2010; revised 19 June 2010; accepted 29 June 2010-

서 론

접착 치의학은 1990년대 습윤접착술과 3단계 산부식형 접착제의 소개로 상아질과 접착 강도 및 안정성이 확보되면서 더욱 발전하게 되었다.[1-3] 이후 상아질 접착제는 적용 과정을 단순화시켜 기술적 민감도를 감소시키는 방향으로 발전되었다.[4,5] 3단계 산부식형 접착제 다음으로 5세대 2단계 산부식형 접착제와 2단계 자가부식형 접착제가 소개되었

Cho MW, *DDS*, *PhD*, *Student*; Kim JY, *DDS*, *PhD*, *Student*; Kim DS, *DDS*, *PhD*, *Clinical Instructor*; Choi KK, *DDS*, *PhD*, *Professor,* Division of Dentistry, Department of Conservative Dentistry, Graduate of Kyung Hee University, Seoul, Korea
***Correspondence to Kyoung-Kyu Choi, DDS, PhD.**
Professor, Division of Dentistry, Graduate school of Kyung Hee University, 1, Hoegi-dong, Dongdaemun-gu, Seoul, Korea 130-702
Tel, +82-2-958-9337; Fax, +82-2-960-5108; E-mail, choikkyu@khu.ac.kr

고, 6, 7세대 단일과정 자가부식형 접착제가 개발되었다.

모든 상아질 접착제는 필수적으로 접착제 용기 안에서 단량체와 상분리 없이 혼합된 상태로 유지되는 용매를 함유하는데,[4,6] 산부식형 접착제의 혼성층을 형성하는 과정에서 5세대 접착제는 친수성 프라이머와 소수성 접착 레진이 한 번에 적용되기 때문에 4세대 보다 잔류 용매의 영향이 더 크고 침투된 접착 레진의 중합이 불완전하게 된다.[4,6-10]

빠른 증발에 적합한 유기 용매로는 아세톤 (증기압 174.764 mmHg; 20℃)이 있으며 휘발성이 높기 때문에 교원섬유 내부의 수분을 추적하고 치환시킨 후 증발되는 능력이 뛰어나지만,[11,12] 교원섬유의 붕괴가 일어났을 때 재팽창을 시키는 능력은 없기 때문에 적절한 습윤 상태가 전제되어야 하며 기술적 민감도가 높은 편이다.[8,12,13]

현재까지 상아질 접착제의 유기 용매로는 에탄올 (증기압 42.979 mmHg; 20℃)이 추천되고 있으며 휘발성이 크지 않기 때문에 부가적으로 용매의 증발과 침투를 위한 배려가 필요하지만, 교원섬유를 재팽창 시킬 수 있는 능력이 있으며 상대적으로 기술적 민감도가 낮다.[8,12]

자가부식형 접착제의 접착 기전은 산성 기능성 단량체를 통해 산부식과 침투가 동시에 일어나는 것이다.[14,15] 사용된 단량체의 종류에 따라 접착제의 성질, 강도, 내구성 등이 결정되며,[15,16] 수소이온 (H^+)을 형성하기 위해서는 반드시 물에 용해되어야 하므로 자가부식형 접착제의 용매는 기본적으로 많은 양의 물을 함유하게 된다.[17-19]

6세대 접착제에서는 두 개의 용기를 사용하기 때문에 소수성 접착 레진을 분리하여 보관할 수 있어 산성 기능성 단량체를 위한 용매로는 물만 사용되었으나, 7세대 접착제에서는 단일 용기를 사용하기 때문에 소수성 접착 레진과의 혼합을 위해서 유기 용매인 아세톤이나 에탄올이 첨가되었다.

산부식형 접착제는 접착 레진의 침투 및 혼성층의 형성에 이중기능성단량체인 HEMA (hydroxyethylmethacrylate)와 용매의 휘발성, 침투 능력이 기여하지만 자가부식형 접착제는 기본적으로 산성 기능성 단량체의 능력과 성질에 따라 탈회 및 레진 침투가 동시에 일어나기 때문에[8,15,16] 용매의 기여도는 확실하지 않다.

이러한 이유로 최근의 7세대 접착제의 경우 HEMA를 조합하지 않는 제품도 소개되고 있으며, 접착제를 혼합하기 위해 첨가된 물과 유기 용매도 접착 효율의 증진을 위해 감소의 필요성이 제시되고 있다.

상아질 접착제의 접착 효율을 평가하기 위해서는 (1) 탈회된 교원질 망 (collagen network) 안으로 침투하는 접착 레진의 정도와 (2) 침투된 접착 레진의 기계적인 성질을 파악해야 한다.[14,20-22]

이러한 두 가지 접근 방식을 용매의 관점에서 살펴보면, 전자는 접착 레진의 침투 정도에 용매의 특성 (이중극자모멘트, 유전상수, 증기압)이 기여하는 바를, 후자의 경우는 잔류 용매에 따른 접착 레진의 중합률과 기계적인 강도의 상관성을 평가하는 것이다.

임상에서 상아질 접착제를 적용 후 용매를 증발시키는 과정은 매우 중요하며, 만약 용매가 충분히 증발되지 않았을 때 중합이 이루어지면 용매가 차지하는 공간 때문에 단량체의 성장이 제한되어 접착 레진의 전환률이 떨어진다.[20,23] 또한 용매의 잔류로 인한 희석 효과는 결합 강도를 감소시키고 결과적으로 접착 효율을 저하시키게 된다.[20,24-26]

이에 본 연구에서는 접착제의 증발률 (degree of evaporation; DE)과 전환률 (degree of conversion; DC)과의 관계를 산부식형 접착제와 자가부식형 접착제로 구분하여 측정하였고, 접착제를 상아질에 적용 후 용매의 건조 정도에 차이를 두어 미세인장결합강도와 FE-SEM을 관찰하였다. 이를 통하여 잔류 용매의 양이 접착 레진의 기계적 성질과 접착 효율에 미치는 영향을 평가하고자 하였다.

실험 재료 및 방법

1. 실험재료

본 연구에서는 5세대 2단계 산부식형 접착제인 One-Step (Bisco Inc, Schaum-burg, IL, USA), XP bond (Dentsply De trey, Konstanz, Germany)와 7세대 단일과정 자가부식형 접착제인 S^3 bond (Kuraray Medical Inc, Tokyo, Japan), G bond (GC Corporation, Tokyo, Japan)를 사용하였다 (Table 1).

미세인장결합강도 실험과 FE-SEM 관찰을 위해서 발치된 48개의 우식이 없는 건전한 제3대구치를 Tymol 용액에 보관한 후 실험에 사용하였다.

산부식을 위해 35% 인산 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)을 사용하였고 복합 레진은 Filtek Z250 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)을 사용하였다.

2. 실험방법

먼저 자연건조 상태에서 4가지 상아질 접착제의 증발률 (DE)을 측정한 후, 이를 이용하여 각 접착제의 증발률이 10%, 30%, 50%, 80%가 되는 시점 (DE10, DE30, DE50, DE80)에서 전환률 (DC)을 측정하였다.

다음으로 상아질에 접착제를 적용 후 용매를 증발시키는 공기건조 (air-drying) 방법에 따라 under, control, over 군으로 구분한 후 미세인장결합강도를 측정하였다. 이 접착계면을 FE- SEM을 통해 관찰하였다 (Figure 1).

2.1. 증발률 (DE) 측정

암실에서 측정이 가능한 최소한의 조명하에서 슬라이드

Table 1. Adhesives used in this study

Adhesive	Type	Composition	Lot No.
One-Step (Bisco)	2-step total etching	bis-GMA, HEMA (hydroxyethylmethacrylate), biphenyl dimethacrylate, CQ, acetone, p-dimethylaminobenzoic acid (co-initiator)	900006142
XP bond (Dentsply)		Carboxylic acid modified dimethacrylate, phosphoric acid, modified acrylate resin, UDMA, TEGDMA, HEMA, butylated benzenediol, etyl-4-dimethylamino benzoate, CQ, amorphous silica, t-butanol	802001649
S^3 bond (Kuraray)	single-step self etching	bis-GMA, HEMA, MDP, silanized colloidal silica, ethanol, water, dl-CQ, accelerator	00109A
G bond (GC)		4-MET, phosphate ester, UDMA, acetone, water, initiator	810031

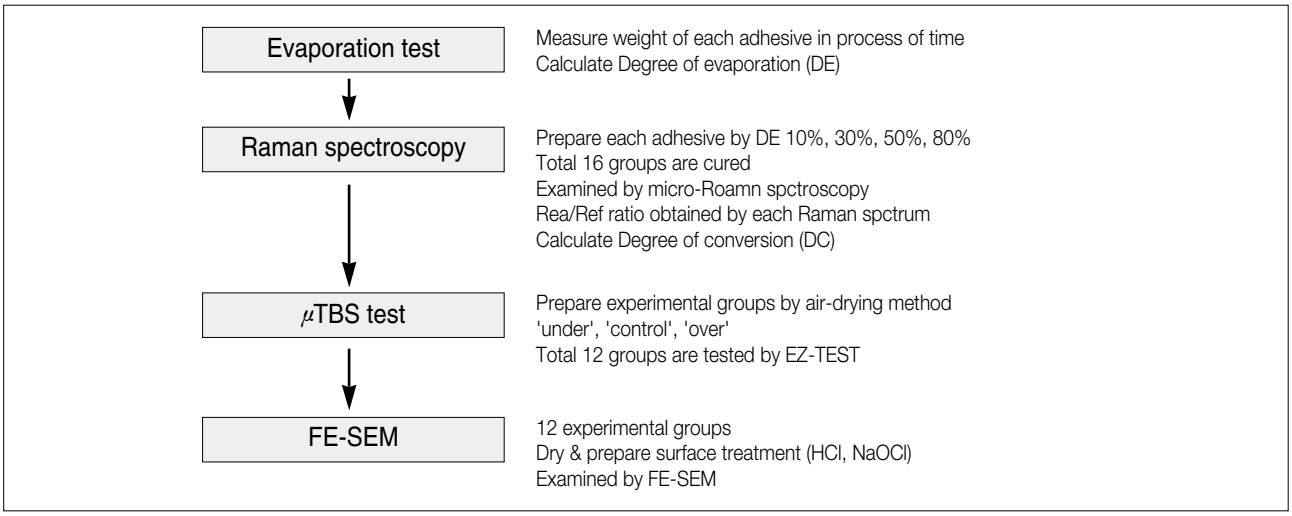

Figure 1. Flowchart of experiment.

글라스 (Marienfeld, Paul, Mareinfeld GmbH & Co., Lauda-Kingshofen, Germany)의 무게를 전자저울 (Libror AEX-200B, Shimadzu, Japan)을 사용하여 측정하였고 (S), 슬라이드 글라스에 각 접착제 두 방울을 떨어뜨린 후 최초 무게를 측정하였다 (SA_{First}).

이후 자연건조 상태에서 시간의 흐름에 따른 무게의 변화를 측정하였으며 측정 시간은 2, 5, 10, 15, 20, 25, 30분으로 하였다 (SA_{time}). 30분 후의 변화는 크지 않았기 때문에 하루에 한번씩 5일간 측정하였다. 측정 중간 대기 시간에는 빛을 차단하였고 총 용매의 양 (Total solvent weight; TSW)은 더 이상의 무게 변화가 없는 상태(SA_{Last})에서 결정하였다. 각 접착제당 5회 반복 측정하였으며 다음의 식에 따라 증발률 (DE)을 계산하였다.

$$TSW = (SA_{First} - S) - (SA_{Last} - S)$$

$$DE(\%) = \frac{(SA_{First} - S) - (SA_{Last} - S)}{TSW} \times 100$$

2.2. 전환률 (DC) 측정

암실에서 측정이 가능한 최소한의 조명하에서 지름 11 mm, 높이 6.5 mm의 원통형 치과주조금속 (Unimetal VH, Shofu, Japan)의 초기 무게를 측정하고, 각 접착제 두 방울을 떨어뜨린 후 무게를 측정하였다. 앞서 측정한 각 접착제의 TSW와 증발률을 이용하여 DE10, DE30, DE50, DE80이 되는 무게를 계산하고 그 시점에서 10초간 광중합 하였다 (Elipar FreeLight 2, 3M ESPE). 50% 이상의 증발을 위해서는 hair dryer의 냉풍을 사용하여 증발을 촉진하였다.

중합된 각 시편을 암실에서 24시간동안 보관한 후 micro-Raman spectroscopy를 이용하여 전환률을 측정하였다 (LabRam HR, Jobin-Yvon, France; focal length 800 nm). 632.8 nm He-Ne laser를 사용하여 2 mW의 강도로 120초 동안 누적 조사하였다. 각 시편 당 무작위로 5 point를 측정한 후, 산출된 Raman spectrum을 1550

cm^{-1}에서 1770 cm^{-1}를 기준으로 base line 조정을 하였다.

각 spectrum에서 reference peak (1608 cm^{-1}, aromatic ring C = C stretch)와 reaction peak (1638 cm^{-1}, aliphatic C = C stretch; residual monomer)의 intensity를 측정하고 Rea/Ref ratio (reaction peak intensity/reference peak intensity)를 계산하였다.[27-31]

Rea/Ref ratio를 다음의 식에 대입하여 전환률 (DC)을 계산하였다.

$$DC\ (\%) = \left\{ 1 - \frac{(Rea/Ref)_{cured}}{(Rea/Ref)_{uncured}} \right\} \times 100$$

2.3. 실험군의 분류

각 접착제를 상아질에 적용한 후 용매를 증발시키는 공기건조 (air-drying) 방법에 차이를 두어 제조사 지침에 따르는 control군과 증발이 부족한 under군, 증발을 많이 시킨 over군으로 구분하여 총 12개의 실험군으로 분류하였다.

본 연구에서 사용한 5세대 산부식형 접착제와 7세대 자가부식형 접착제는 적용 방법에서 확연한 차이를 보인다. 그러므로 under군과 over군을 동일한 기준으로 적용할 수는 없으며 각 세대별로 표준화하고 구분하였다. 이 기준은 Table 2, 3에 제시되었다.

2.4. 미세인장결합강도 측정

건전한 제3대구치의 교합면 법랑질을 저속 diamond saw (Isomet, Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA)로 제거하여 상아질 표면을 노출시킨 후 상아질 표면을 #320 SiC paper를 이용하여 연마하고 표준 도말층을 형성하였다. Tables 2, 3의 적용 방법에 따라 각 접착제를 적용하고, 일반적인 적층 방식에서 발생할 수 있는 추가 용매의 증발을 방지하고 가급적 동일한 압력으로 적용하고자, 복합 레진을 슬라이드 글라스 위에 쌓아 모든 접착면에 한 번에 적용시키고 20초간 광중합 하였다 (Elipar FreeLight 2, 3M ESPE). 이후 통상적인 방식으로 약 5 mm 까지 적층하였다.

저속 diamond saw (Isomet, Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA)를 이용하여 치아 장축으로 1 mm 두께의 slab으로 절단하고 이를 다시 수직 절단하여 1 mm^2의 단면적을 가지는 막대형 시편을 제작하였다. 절단된 시편을 측정용 jig에 Zapit (Palladium, USA)을 이용하여 부착한 후 universal testing machine (EZ Tester, Shimadzu, Japan)을 사용하여 1 mm/min의 속도로 인장력을 가해 결합강도를 측정하였다.

2.5. FE-SEM 관찰

상아질과 접착 계면의 관찰을 위해서 접착면에 수직으로 절단하여 시편을 제작하였다. #1500 SiC paper를 사용하여 표면을 연마한 후 35% 인산으로 산부식을 3초, NaOCl을 3분 처리하고 수세 후 24시간 동안 건조하였다. Gold sputter (SC 502 sputter coater, VG Microtech, England)로 코팅을 하고 FE-SEM (Leo Supra 55, Carl Zeiss, Germany)을 이용하여 관찰하였다.

Table 2. Experimental groups of 2-step total etching adhesive

Adhesive	Group	Application method
One-Step (Bisco)	control	1. acid etching 15s and rinse 15s
		2. wet bonding surface formation
		3. apply adhesive & gently agitate during 10s & apply adhesive secondly
		4. gentle air-dry approximately 3-4s, form no more shape of wave and even shiny surface
		5. light cure 10s
XP bond (Dentsply)	control	1. acid etching 15s and rinse 15s
		2. wet bonding surface formation
		3. apply adhesive and leave 20s
		4. gentle air-dry more than 5s, form no more shape of wave and even shiny surface
		5. light cure 10s
common to all	under	1. same with control group 1-3
		2. gentle air-dry approximately 1-2s, over excess remove and a little spread only
		3. light cure 10s
	over	1. same with control group 1-4
		2. gentle air-dry additionally 10s, but shiny surface still remained finally
		3. light cure 10s

Table 3. Experimental groups of single-step self etching adhesive

Adhesive	Group	Application method
S^3 bond (Kuraray)	control	1. wash & dry dentin surface 2. apply adhesive and leave 20s 3. strong air-dry 5s 4. light cure 10s
G bond (GC)	control	1. wash & dry dentin surface 2. apply adhesive and leave 10s 3. strong air-dry 5s 4. light cure 10s
common to all	under	1. same with control group 1-2 2. gentle air-dry approximately 1-2s, over excess remove only 3. light cure 10s
	over	1. same with control group 1-3 2. strong air-dry additionally 10s 3. light cure 10s

Table 4. Degree of evaporation (DE) of each adhesive (Mean ± SD, %)

Minute	2	5	10	15	20	25	30
One-Step	50.73 ± 1.62	61.53 ± 1.79	65.24 ± 2.82	66.33 ± 4.60	66.90 ± 2.59	68.09 ± 0.61	68.28 ± 1.11
XP bond	12.20 ± 1.90	23.46 ± 1.75	31.69 ± 1.39	35.42 ± 0.76	35.92 ± 1.09	36.03 ± 0.49	36.61 ± 0.32
S^3 bond	6.00 ± 0.76	10.92 ± 0.55	16.86 ± 0.86	20.85 ± 0.81	24.46 ± 1.26	27.53 ± 0.83	29.42 ± 1.46
G bond	34.45 ± 2.11	51.87 ± 2.99	65.15 ± 2.70	71.91 ± 2.26	77.09 ± 1.62	79.84 ± 2.34	81.80 ± 1.67
Day	1	2	3	4	5	TSW in bottle	
One-Step	88.25 ± 4.36	95.59 ± 1.34	97.33 ± 0.91	98.54 ± 1.57	100	69.45 ± 1.62	
XP bond	69.51 ± 3.65	87.04 ± 2.42	95.63 ± 1.92	99.13 ± 1.24	100	60.43 ± 0.61	
S^3 bond	63.26 ± 1.46	75.10 ± 1.08	84.15 ± 1.86	90.39 ± 1.60	100	49.5 ± 0.54	
G bond	97.52 ± 2.16	98.83 ± 0.42	98.66 ± 0.14	99.65 ± 0.31	100	55.01 ± 1.08	

2.6. 통계분석

측정된 값을 통해 계산된 전환률 (DC)과 미세인장결합강도에 대해 one-way ANOVA, Duncan's multiple comparison test를 시행하였다 ($p < 0.05$).

실험성적

1. 증발률 (DE)

자연건조 상태에서 시간 경과에 따른 증발률의 변화는 Table 4, Figure 2와 같다. 아세톤을 용매로 사용하는 One-Step과 G bond의 경우 초기 5분 안에 용매의 50% 이상이 증발되는 양상을 보여주었으며, 에탄올과 부탄올을 용매로 사용하는 S^3 bond와 XP bond에서는 30분까지 40% 이하의 증발률을 보여주었다 (Table 4, Figure 2).

접착제 용기 안의 총 용매의 양 (TSW)은 같은 세대를 기준으로 아세톤을 사용한 접착제군에서 더 많았다. One-

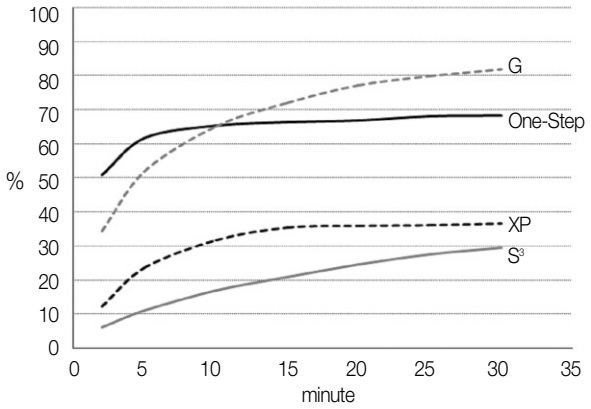

Figure 2. Comparison of DE for each adhesive.

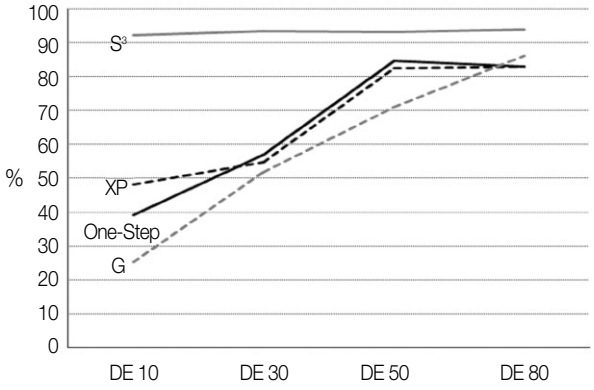

Figure 3. Comparison of DC for each adhesive according to DE.

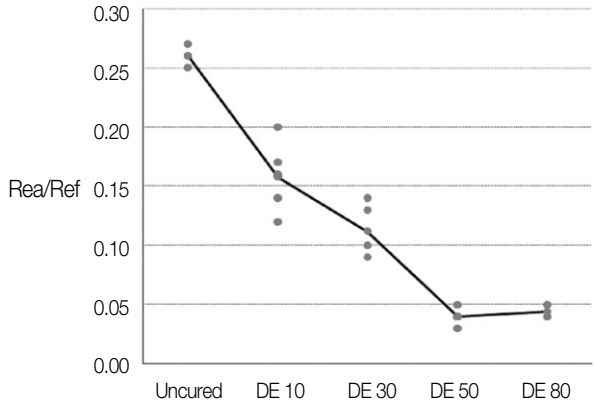

Figure 4. Rea/Ref ratio of One-Step.

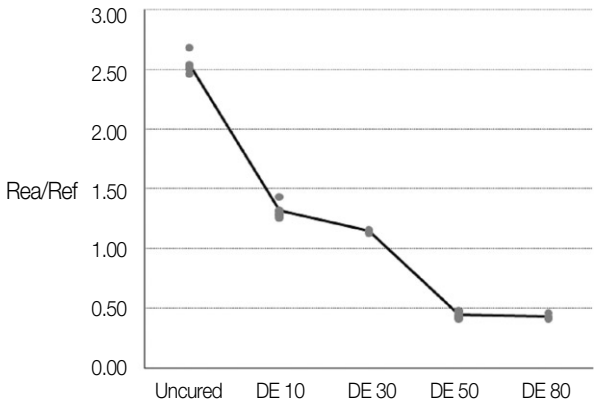

Figure 5. Rea/Ref ratio of XP bond.

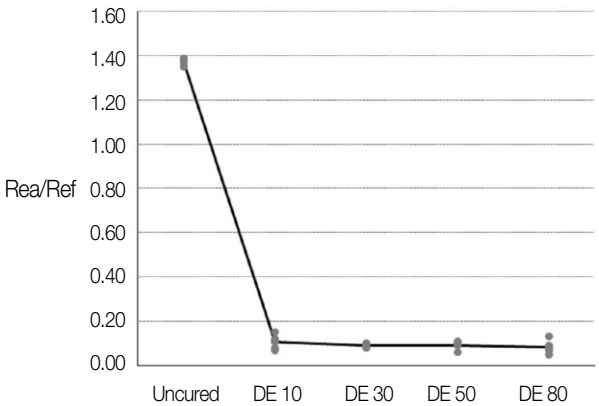

Figure 6. Rea/Ref ratio of S^3 bond.

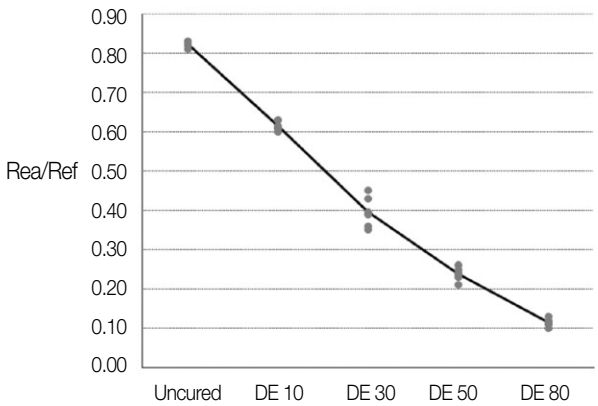

Figure 7. Rea/Ref ratio of G bond.

Table 5. Degree of conversion (DC) of each adhesive (Mean ± SD, %)

Type		DE10	DE30	DE50	DE80
2-step total etching	One-Step	39.23 ± 11.67[a]	56.92 ± 8.43[b]	84.62 ± 2.72[c]	83.08 ± 2.11[c]
	XP bond	48.11 ± 2.65[d]	54.81 ± 0.45[bd]	82.41 ± 1.14[e]	83.04 ± 0.74[e]
single-step self etching	S^3 bond	92.26 ± 2.34[A]	93.43 ± 0.52[A]	93.28 ± 1.40[A]	93.87 ± 2.17[A]
	G bond	25.24 ± 1.63[B]	51.94 ± 5.26[C]	71.12 ± 2.33[D]	86.17 ± 1.38[E]

*The same superscript letters in each adhesive type are statistically not significant.

Table 6. μTBS for each experimental group (Mean ± SD, MPa)

Type		under	control	over
2-step	One-Step	48.32 ± 19.87[a]	59.89 ± 10.43[b]	61.01 ± 17.54[b]
total etching	XP bond	40.38 ± 17.56[a]	60.86 ± 10.53[b]	73.21 ± 11.18[c]
single-step	S^3 bond	26.14 ± 12.51[A]	35.01 ± 9.35[B]	45.97 ± 9.44[C]
self etching	G bond	6.18 ± 4.37[D]	28.04 ± 9.02[AB]	55.05 ± 10.14[E]

*The same superscript letters in each adhesive type are statistically not significant

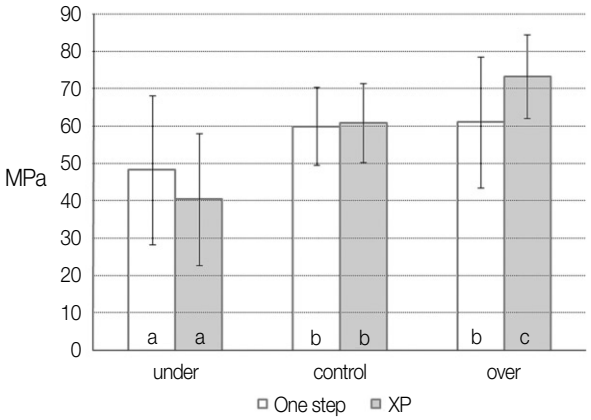

Figure 8. μTBS of experimental group (2-step total etching adhesive).
*The same letters within graph are statistically not significant, *Error bar means SD.

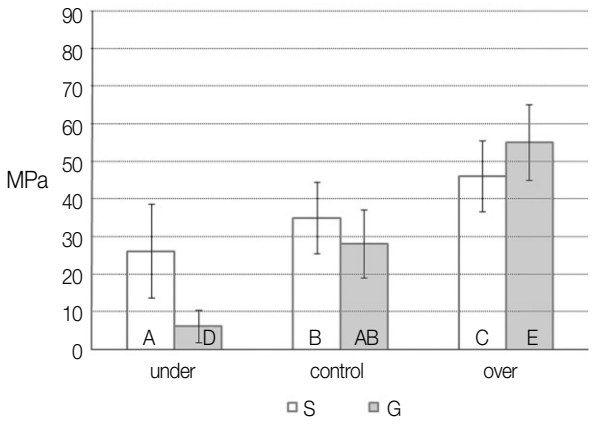

Figure 9. μTBS of experimental group (single-step self etching adhesive).
*The same letters within graph are statistically not significant, *Error bar means SD.

Step의 경우 69.45%로 가장 많았고, XP bond는 60.43%, G bond 55.01%, S^3 bond 49.50%의 순으로 측정되었다 (Table 4).

2. 전환률 (DC)

증발률 (DE10, DE30, DE50, DE80)에 따라 중합된 각 시편에서 5개의 Raman spectrum을 얻은 후 측정된 Rea/Ref ratio는 Figures 4-7과 같다. 이 비율을 통해 계산된 전환률 (DC)은 다음과 같다 (Table 5, Figure 3).

Rea/Ref ratio는 미중합 상태를 기준으로 하여 증발률이 커질수록 값이 떨어지는 양상을 보여주었으며, 이는 전환률과 역의 관계를 가진다 (Figures 4-7). 모든 접착제에서 증발률이 낮을 때 측정된 값의 편차가 크게 나타났다 (Figures 4-7).

대체로 증발률이 커질수록 전환률이 커지는 양상을 보이지만, S^3 bond의 경우 증발률에 영향을 받지 않고 높은 전환률을 보여주었다 ($p > 0.05$, Table 5). One-Step에서는 DE50, DE80 사이에 유의차가 없었으며 ($p > 0.05$, Table 5), XP bond는 DE10, DE30 사이와 DE50, DE80 사이에 유의차가 없었다 ($p > 0.05$, Table 5). G bond는 증발률이 커질수록 전환률이 유의성을 보이며 증가하였다 ($p < 0.05$, Table 5).

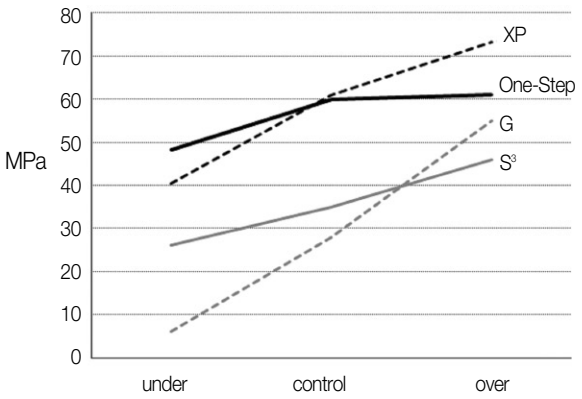

Figure 10. Comparison of μTBS for each experimental group.

3. 미세인장결합강도 (μTBS)

모든 접착제에서 증발이 많이 될수록 결합강도가 증가하는 경향을 보였으며 (Table 6, Figure 10), 증발이 부족한

under군이 control군보다 결합강도가 낮고 표준편차가 커지는 양상을 보여주었다 (Table 6, Figures 8-10).

One-Step의 경우 control, over군 사이에서 유의차가 없었으며 ($p > 0.05$), over군에서 표준편차가 커지는 현상을 보여주었다 (Table 6, Figures 8 and 10). XP bond에서는 under군에서 control군, over군으로 갈수록 유의성을 보이며 결합강도가 증가하였다 ($p < 0.05$, Table 6, Figures 8 and 10). G bond와 S^3 bond의 경우도 under군에서 control군, over군으로 갈수록 유의성 있는 결합강도의 증가가 관찰되었다 ($p < 0.05$, Table 6, Figures 9 and 10).

G bond의 under군은 매우 낮은 결합강도를 보였으며, S^3 bond의 under군과 비교하여 유의성있는 차이를 보여주었다 ($p < 0.05$, Table 6, Figures 9 and 10).

4. FE-SEM 관찰

One-Step의 under군에서는 레진 tag의 형성이 제한적이며 혼성층이 불규칙하고 복합 레진이 섞여 혼재되는 불완전한 형태가 관찰되었다 (Figure 11). control군에서는 전형적으로 결함부가 없는 안정된 혼성층이 관찰되었다 (Figure 12). over군에서는 접착 레진층을 구별하기 힘든 혼성층과 레진 tag의 형성이 관찰되었고, 접착 계면에서 연속적인 gap을 관찰할 수 있었다 (Figure 13). XP bond의 경우 under군에서 레진 tag 상방으로 접착 레진층이 2-3 ㎛의 두께로 관찰되었고, control, over군에서는 접착 레진층과 복합 레진이 잘 융합된 혼성층의 모습을 보여주었다 (Figures 14-16). S^3 bond는 under군에서 미약한 레진 tag의 형성이 관찰되었고, contol, over군에서는 좀 더 확실하였다. 5세대 접착제와 비교하여 레진 tag의 형성은 매우 빈약하고 산부식형과 같은 전형적인 혼성층의 형태는 관찰되지 않지만, 복합 레진과 상아질 간에 치밀하게 결합된 모습을 보여주었다. control군과 over군 사이에 형태학적으로 큰 차이가 관찰되지 않았다 (Figures 17-19). G bond의 under군에서는 접착 계면에 gap이 형성된 곳이 많으며 접착 레진층에 다수의 기포 형태가 관찰되었다 (Figure 20). control, over군에서는 같은 세대 S^3 bond와 비슷하게 미약한 레진 tag가 형성되었고, 복합 레진과 상아질 간에 치밀한 결합이 관찰되었다. control군과 over군에서 형태학적으로 큰 차이가 관찰되지 않았다 (Figures 21 and 22).

총괄 및 고안

상아질 접착제의 용매는 용기 내에서 단량체의 상분리를 방지하고 탈회된 상아질에서 교원질 망 (collagen network) 안으로 확산 및 침투하는 역할을 하는 중요한 성분이지만, 접착 효율의 관점에서는 역할을 마친 후 반드시 제거해야 한다.[20,32,33]

상아질 접착제를 적용시키고 용매를 증발시키기 위해서 일반적으로 3-way syringe를 사용하여 공기건조 (air-drying)를 한다. 이를 통해 접착제의 표면이 반짝이고 (shiny), 움직임이 없는 상태 (no more wave form)가 임상적인 최적 상태라 여겨지고 있다.[34] 하지만 이 상태가 용매의 증발이 모두 일어난 것은 아니며 부가적인 공기건조 (air-drying)를 통해 용매의 증발이 가능하다.

모든 접착제에서 under군의 결합강도는 control군보다 낮으며 표준편차도 컸다. 증발률과 전환률 실험 결과에 의해, 이것은 용매의 증발이 부족하기 때문에 접착 레진의 전환률이 낮아진 것으로 해석할 수 있다. 여기에 더해 다량의 잔류 용매로 인해 접착 레진이 희석되어 결합강도의 감소가 유발된 것으로 생각할 수 있다. 표준편차가 커지는 이유는 공기건조 (air-drying)의 영향을 더 받은 부위에서 증발이 더 이루어져 결합강도가 증가한 것으로 볼 수 있다.

공기건조 (air-drying)를 증가시킨 실험군에서 결합강도가 증가하는 양상을 보여주었는데, 이는 앞서 용매가 증발할수록 (증발률이 커질수록) 전환률이 증가한다는 실험 결과에 대한 임상적인 확인이라 할 수 있다.

아세톤을 포함하는 5세대 산부식형 접착제는 *in vitro* 환경에서 높은 접착력을 보여주지만, 임상에서는 탈회 상아질의 습윤 상태 유지를 위한 기술적 민감도가 지적되곤 하였다.[11,35] 여기에 추가로 용매의 증발 방법에 따라서도 불리한 상황이 생길 가능성이 있다는 것이 이번 연구에서 확인되었다.

One-Step은 over군에서 표준편차가 커지고 결합강도는 control군과 유의차가 없는 결과를 보여주었다. 이에 대해 아세톤의 강한 휘발성을 원인으로 생각해 볼 수 있다. 부가적으로 공기건조 (air-drying)를 더 하였을 때 표면의 반짝이는 상태가 유지된다 해도 두께가 얇아졌을 것이라고 짐작할 수 있는데, 전자현미경 사진에서 control군과 달리 over군에서는 복합 레진과 경계를 구별하기 힘든 혼성층이 관찰되는 것으로 확인할 수 있었다. 얇아진 접착층은 산소중합억제층의 영향으로 중합이 제한되기 때문에 결합강도가 감소되는 효과가 발생하고, 공기건조 (air-drying)의 효과가 부위마다 다를 수 있기 때문에 표준편차가 증가한다고 해석할 수 있다. 전자현미경 사진에서 gap이 형성된 것 역시 얇은 접착층을 원인으로 생각할 수 있을 것이다. 이에 따라 One-Step의 경우는 부가적인 공기건조 (air-drying)가 결합강도의 증가에 도움을 주지 못하고 기술적 민감도를 증가시킨다는 것을 알 수 있었다.

G bond의 under군에서는 매우 낮은 결합강도가 나타났고 전자현미경 사진에서도 gap과 함께 접착 레진부위에 기포와 같은 형태를 확인할 수 있었다. 이것은 용매의 증발이 불완전한 상태에서 광중합이 되었기 때문에, 단량체들이 상

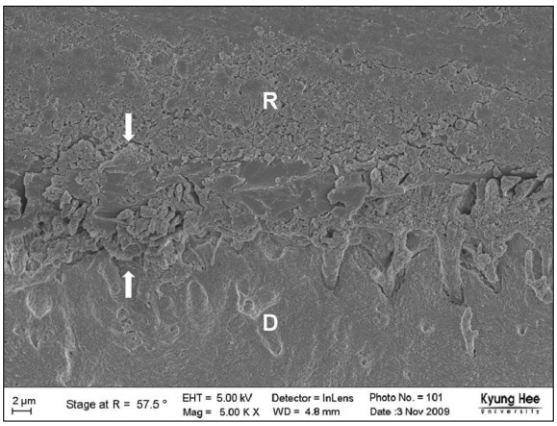

Figure 11. One-Step under (×5,000).
Incomplete hybrid layer was observed (between vertical arrow). Resin tags were poorly formed (R, composite resin; D, dentin).

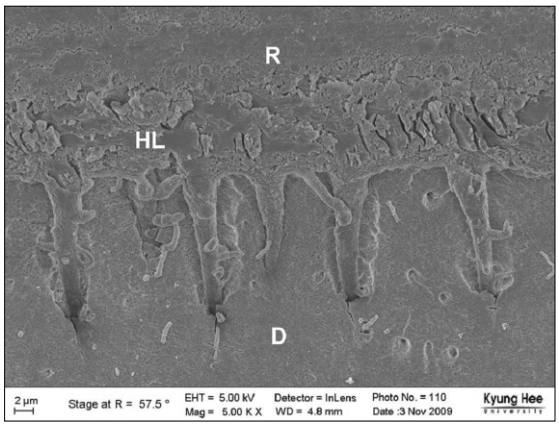

Figure 12. One-Step control (×5,000).
Complete hybrid layer and uniform resin tags could be noticed (R, composite resin; D, dentin; HL, hybrid layer).

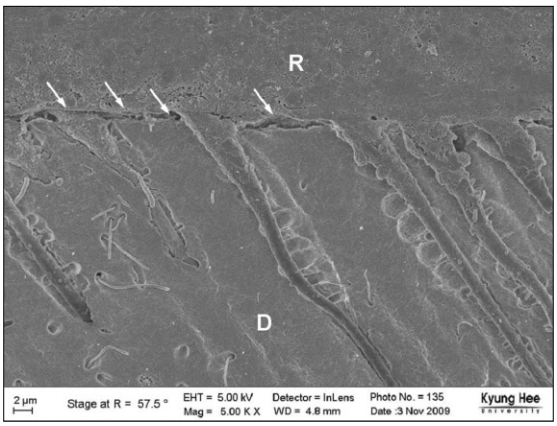

Figure 13. One-Step over (×5,000).
Resin tags were well formed but adhesive resin was not certain. Notice continuous gap between composite resin and dentin (oblique arrows)(R, composite resin; D, dentin).

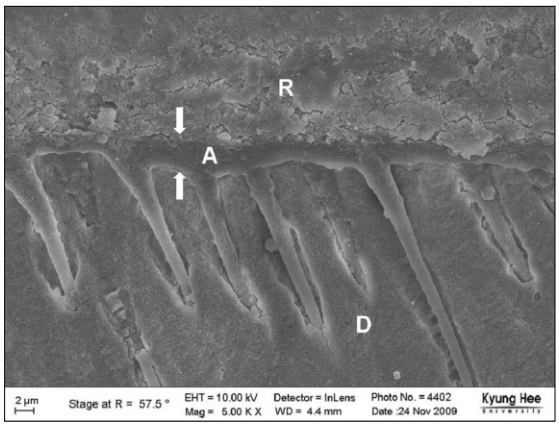

Figure 14. XP bond under (×5,000).
Resin tags were well formed. The thickness of adhesive resin was 2-3 ㎛ and clearly distinct (between vertical arrow)(R, composite resin; D, dentin; A, adhesive resin).

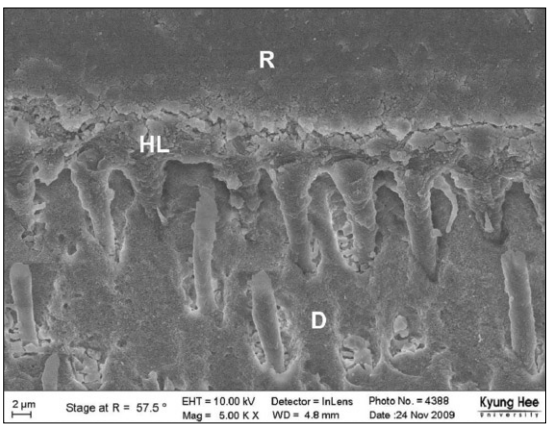

Figure 15. XP bond control (×5,000).
Complete hybrid layer and uniform resin tags could be noticed (R, composite resin; D, dentin; HL, hybrid layer).

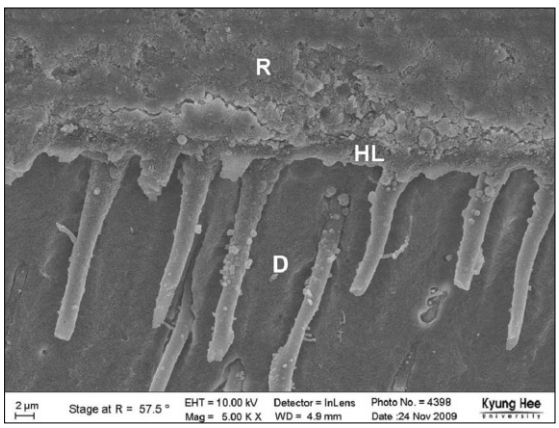

Figure 16. XP bond over (×5,000).
Complete hybrid layer and uniform resin tags could be noticed. adhesive resin was thinner than under group (R, composite resin; D, dentin; HL, hybrid layer).

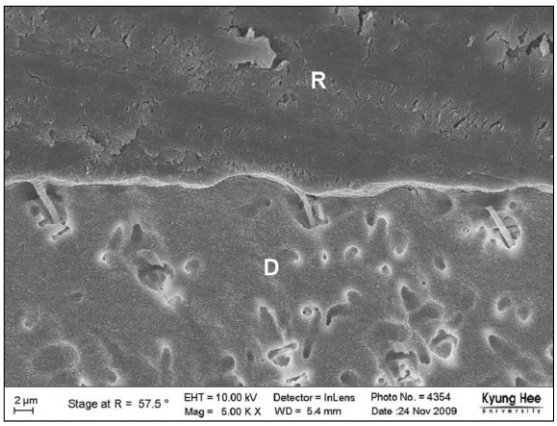

Figure 17. S^3 bond under (×5,000).
Hybrid layer was not certain but tight connection could be noticed. The small number of slender resin tags were observed (R, composite resin; D, dentin).

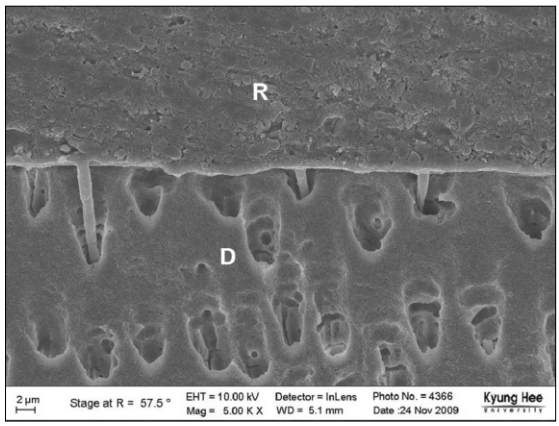

Figure 18. S^3 bond control (×5,000).
The number of resin tags were slightly higher than under group but there was no clear difference between control and under group (R, composite resin; D, dentin).

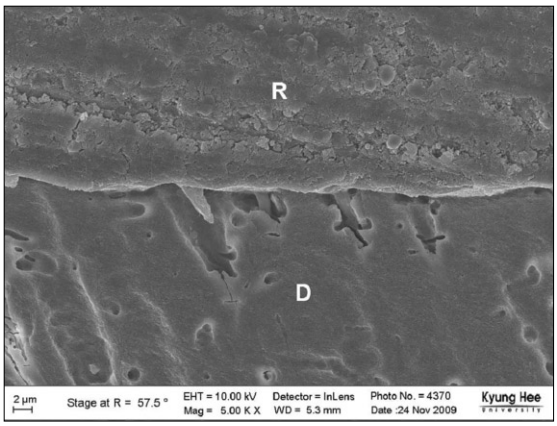

Figure 19. S^3 bond over (×5,000).
There was no clear difference between control and over group (R, composite resin; D, dentin).

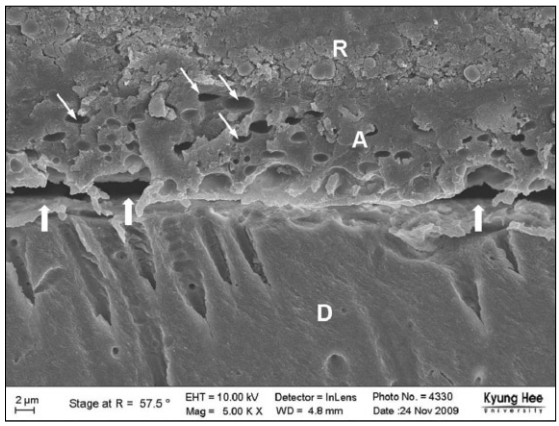

Figure 20. G bond under (×5,000).
Large and continuous gap was formed (vertical arrows), droplets were formed in adhesive resin (oblique arrows) (R, composite resin; D, dentin; A, adhesive resin).

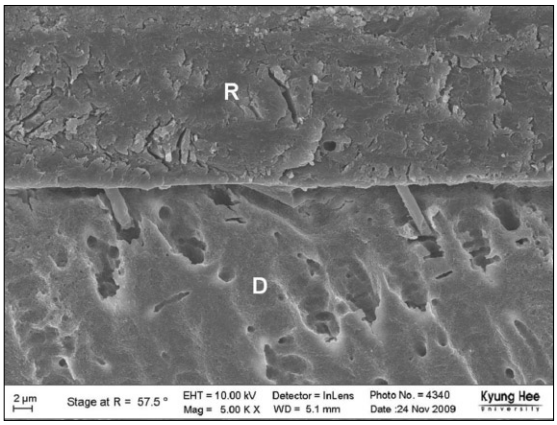

Figure 21. G bond control (×5,000).
Hybrid layer was not certain but tight connection could be noticed. The small number of resin tags were observed (R, composite resin; D, dentin).

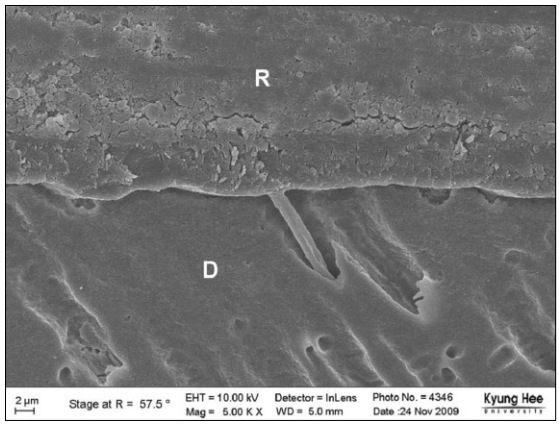

Figure 22. G bond over (×5,000).
There was no clear difference between control and over group (R, composite resin; D, dentin).

분리를 일으키고 droplet을 형성한 흔적일 것이라 생각된다.[19,36,37]

S^3 bond의 under군에서의 결합강도는 G bond의 under군과 비교하여 높은 수치를 보여주었다. 본 연구와 실험 방법이 비슷하거나 부분적으로 비슷한 연구들에서도 S^3 bond는 용매의 증발과 관련하여 같은 세대의 다른 접착제보다 비교적 영향을 덜 받는 것을 확인할 수 있었다.[14,17,24] 이번 연구에서 S^3 bond가 증발률에 영향을 받지 않고 높은 전환률을 보이는 특성을 가지기 때문이라는 설명을 추가할 수 있을 것이다.

전체적으로 모든 실험군에서 2단계 산부식형 접착제의 결합강도는 단일과정 자가부식형 접착제보다 높은 것을 확인할 수 있었다.

상아질 접착제에서 용매의 역할은 대체로 규명되었으나 7세대 접착제에서는 아직 확실하지 않다. Ikemura 등은 산성 기능성 단량체와 Ca의 결합 능력이 단일과정 자가부식형 접착제의 결합력과 내구성에 중요한 요소라 하였다.[16] 산성 기능성 단량체에 의해 산부식과 침투가 동시에 일어나는 것이 기계적 결합의 측면인데 반해 Ca과의 화학적 결합을 강조한 것이며, 7세대 접착제의 접착 기전에서 화학적 결합이 보조적인 역할이 아니라 주요 요인이라는 점을 지지하고 있다. 제조사의 지침 역시 강한 압력으로 공기건조 (air-drying)를 해서 접착제의 작용 후 용매의 철저한 제거를 강조하고 있다. 때문에 7세대 자가부식형 접착제의 용매의 역할은 산부식형 접착제에서의 침투 기여와는 달리 용매의 기본적인 기능인 접착제의 혼합과 기능성 단량체의 활성화에 무게를 두고 있다고 봐야 할 것이다.

치과용 접착제로 사용되는 대표적인 용매로는 물, 아세톤, 에탄올이 있다. 각 용매의 특성에 따라 휘발 능력 및 침투 능력이 달라지며 이러한 특성은 이중극자모멘트 (dipole moment), 유전상수 (dielectric constant), 증기압 (vapor pressure)에 의해서 결정된다.[12]

물은 분자구조가 대칭형이 아니므로 이중극자모멘트가 생기는 극성 용매 (polar solvent, protic)이다. 유전상수 (80)가 크기 때문에 강한 극성을 보이며 분자 간 결합력이 강하다. 이 때문에 증기압이 낮고 휘발성이 적은 특징을 가진다. 레진 단량체는 비극성 물질이기 때문에 극성 용매인 물에 용해되지 않는다.[12]

아세톤은 극성 용매 (polar solvent, aprotic)이지만 유전상수 (21)가 작기 때문에 약한 극성 혹은 비극성의 특성을 가지고 레진 단량체를 녹일 수 있고 극성 용매인 물과도 섞일 수 있다. 한편 약한 극성으로 높은 증기압을 가지기 때문에 휘발성이 큰 특징을 보이게 된다.[11,12]

에탄올은 극성 용매 (polar solvent, protic)이고 작은 유전상수 (30)를 가진다. 약한 극성으로 인해 증기압이 높고 휘발성을 보인다. 물과 에탄올은 둘 다 protic 용매이므로 수소결합을 통해 일반적인 극성 용매 간 혼합보다 더 강한 결합을 하게 되고 공비혼합물 (azeotrope)을 형성한다 (에탄올 95.6%, 물 4.4%). 이 때문에 에탄올은 물을 일부 함유하여 교원질을 재팽창 시킬 수 있는 능력을 가지게 된다. 약한 극성으로 인해 비극성의 특성을 보일 수 있으며 레진 단량체를 용해시킬 수 있다.[12,38]

본 연구에서 용매의 증발 방식은 자연건조로 이루어졌으며 임상적이거나 실험적인 다른 조건을 배제한 채 오직 접착제의 잔류 용매의 양과 전환률과의 관계를 규명하였다. 이를 통해 접착제의 구성 성분인 용매를 제거하지 않을 경우에도 전환률은 낮아지고 접착 자체의 실패를 야기할 수 있다는 것이 확인되었다.

본 연구를 통해서 접착제의 형태와 증발률, 전환률의 관계에 대한 몇 가지 이론과 해석을 찾을 수 있었다. 5세대 접착제에서 유기 용매의 증발률이 일정 수준을 넘어 잔류 용매의 양이 적어지면 단량체의 성장을 방해하는 효과가 감소한다고 추정해 볼 수 있다.

물은 강한 극성 용매이기 때문에 비극성인 레진 단량체가 성장할 때 물 분자가 단량체 주변을 차지하는 극성 공간만큼 방해하는 효과를 나타낼 수 있다. 이에 비해 아세톤이나 에탄올 등의 약한 극성을 가지는 용매는 분자 간 인력이 약하기 때문에 단량체의 성장을 방해하는 힘이 물과 달리 약하고 이 때문에 일정 수준 이상 용매가 증발되면 잔류 용매의 방해 효과는 적거나 사라진다고 가정할 수 있는 것이다. 본 연구에서 5세대 접착제의 전환률이 DE10에서 약 40-50%이고 DE50과 DE80의 전환률의 유의차가 없다는 점은 위 가정에 부합한다 할 것이다.

이것은 5세대 접착제의 용매가 물이 첨가되지 않은 유기 용매 한 종류이기 때문에 보이는 현상으로, 7세대 접착제인 G bond와 비교하였을 때 좀 더 극명해진다. G bond는 물이 주된 용매이며 소수성 접착 레진을 혼합하기 위하여 아세톤을 첨가한 형태이다. 아세톤은 약한 극성으로 비극성의 성질도 가지므로 레진 단량체를 용해시킬 수 있는데, 일단 증발이 시작되면 약한 극성의 (강한 휘발성) 아세톤이 먼저 증발이 되고 용매에는 물이 잔류하여 용해되지 못하는 레진 단량체들이 상분리를 일으키게 된다. 즉 증발률이 높아질수록 접착제 안의 잔류 용매는 물에 수렴하기 때문에 높은 증발률에서는 용매로서의 물의 효과와 유사하게 전개되어 지속적으로 전환률이 상승하는 모습을 보이는 것이다.

접착제의 잔류 용매와 전환률과의 관계를 용매의 극성 혹은 순수 용매의 측면에서 해석하는 유기 화학적인 관점은 많은 가능한 해석을 이끌어 낸다.

하지만 S^3 bond의 결과에는 여전히 설명하기 힘든 부분이 남아있다. Jacobsen 등은 S^3 bond가 공기건조 (air-drying)가 부족한 상태에서도 cohesive failure를 보이고 높은 결합력을 보이는 것은 의문이라 하였고 다만 개시제나 단량

체들의 상호작용을 의심할 수 있다고 하였다.[14] Furuse 등은 mild pH와 더불어 MDP의 우수성으로 합리적인 시간 안에 Ca과 안정적인 킬레이션을 이루는 것에서 그 이유를 찾았다.[17] Ikeda 등은 공기건조 시간을 늘렸을 때 낮은 증발률을 보이는 S^3 bond가 높은 인장강도 (μTS)를 나타내는 이유로 G bond와 ibond에서는 HEMA가 없으며 이를 보상하기 위해 많은 양의 아세톤이 물에 첨가되었을 것이라 가정하면서, 그에 비해 S^3 bond는 HEMA의 양이 많기 때문에 상분리를 보이지 않고 인장강도 (μTS)가 높다고 설명하였다.[24] 이번 연구에서는 낮은 증발률에서도 높은 전환률을 보이는 것이 관찰되었다.

일반적으로 용매가 존재할 때 레진 단량체의 중합이 방해를 받는다는 사실은 수분이 존재할 때 방해를 많이 받고 유기 용매의 경우에서는 그보다 덜하다고 할 수 있다. 즉 레진 단량체의 성장을 방해하는 것은 용매의 극성 혹은 비극성의 정도에 의해 결정되며, S^3 bond가 낮은 증발률에서도 높은 전환률을 보이는 것은 이 용매가 비극성에 가까운 성질을 가지기 때문이라고 추정해 볼 수 있을 것이다.

본 연구에서는 증발률과 전환률의 관계를 평가할 때, 공기건조 (air-drying) 방법과 결합강도와의 관계를 이용하여 임상적인 의미를 부여했지만 실제 각 실험군 및 control군의 정확한 증발률은 측정되지 않았다. 향후 상아질에 접착제를 적용 후 건조 방식에 따른 증발률과 전환률에 대한 연구가 필요할 것으로 생각된다. 또한 S^3 bond의 증발률의 영향을 받지 않는 높은 전환률에 대하여 더 많은 연구가 필요할 것으로 생각된다.

결 론

본 연구는 상아질 접착제의 잔류 용매가 접착 효율에 미치는 영향을 알아보고자 (1) 용매의 증발이 전환률에 미치는 영향을 평가하였고, (2) 상아질 접착제의 적용 후 용매의 공기건조 (air-drying) 방법에 따른 미세인장결합강도를 측정하였고 접착 계면을 FE-SEM을 이용하여 관찰하였다.

이 연구에서 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 시간에 따라 접착제의 증발률은 증가하지만 접착제의 종류에 따라 증가 양상이 서로 다른 모습을 나타내었다.
2. 전환률은 증발률에 비례하는 경향을 나타내지만 S^3 bond는 예외적으로 증발률에 상관없이 일정한 전환률을 나타내었다.
3. 공기건조 방법에 따라 결합강도는 under군, control군, over군 순으로 증가하는 양상을 나타내었으나, One-Step의 control군과 over군 사이에서는 유의차가 없었다.
4. FE-SEM에서 아세톤을 용매로 사용하는 접착제는 용매의 공기건조 방법에 따라 droplet이나 gap의 형성이 관찰되었다.

본 연구에서 사용된 7세대 접착제의 적용 방식은 강한 공기건조 (air-drying)이기 때문에 부가적인 건조를 행하는 것에 대한 기술적인 민감도는 거의 없다고 볼 수 있으므로, 임상에서 허용되는 정도로 건조 시간을 늘리는 것을 추천할 수 있다. 5세대 접착제에서는 공기건조 시간을 늘리는 것에 대해, 용매의 증발로 인해 얻는 전환률의 증가와 접착층이 얇아짐으로 해서 생기는 산소중합억제층의 부정적 효과에 대한 적절한 판단이 필요하다.

상아질 접착제의 잔류 용매는 접착 레진의 전환률 (DC)을 감소시키고 결합강도를 감소시키는 등 접착 효율에 부정적인 영향을 미치기 때문에, 상아질 접착제의 선택과 사용 시 용매의 종류와 특징에 대한 적절한 이해가 필요할 것이다.

References

1. Kanca J. Effect of resin primer and surface wetness on resin composite bond strength to dentin. *Am J Dent* 1992;5:213-215.
2. Gwinnett AJ. Moist versus dry dentin: its effect on shear bond strength. *Am J Dent* 1992;5:127-129.
3. Kanca J. Improving bond strength through acid etching of dentin and bonding to wet dentin surfaces. *J Am Dent Assoc* 1992;123:35-43.
4. Pashley DH, Carvalho RM. Dentin permeability and dentin adhesion. *J Dent* 199725:355-372.
5. Van Meerbeek B, Perdigao J, Lambrechts P, Vanherle G. The clinical performance of adhesives. *J Dent* 1998;26:1-20.
6. Reis AF, Oliveria MT, Giannini M, de Goes MF, Rueggeberg FA. The effect of organic solvents on one-bottle adhesives' bond strength to enamel and dentin. *Oper Dent* 2003;28:700-706.
7. Jacobsen T, Soderholm KJ. Some effects of water on dentin bonding. *Dent Mater* 1995;11:132-136.
8. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: Methods and results. *J Dent Res* 2005;84:118-132.
9. Ikeda T, De Munck J, Shirai K, Hikita K, Inoue S, Sano H, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Effect of evaporation of primer components on ultimate tensile strengths of primer-adhesive mixture. *Dent Mater* 2005;21:1051-1058.
10. Carvalho RM, Mendonca JS, Santiago SL, Silveira RR, Garcia FC, Tay FR, Pashley DH. Effects of HEMA/solvent combinations on bond strength to dentin. *J Dent Res* 2003;82:597-601.
11. Tay FR, Gwinnett JA, Wei SH. Relation between water content in acetone/alcohol-based primer and interfacial ultrastructure. *J Dent* 1998;26:147-156.
12. Graham Solomons TW, Fryhle CB. Organic chemistry 8th edition. John Wiley & Sons, Inc., 2004.
13. Chapell RP, Cobb CM, Spencer P, Eick JD. Dentinal tubule anastomosis: a potential factor in adhesive bonding? *J Pros Dent* 1994;72:183-188.
14. Jacobsen T, Finger WJ, Kanehira M. Air-drying time of self-etching adhesives vs bonding efficacy. *J Adhes*

Dent 2006;8:387-392.
15. Moszner N, Salz U, Zimmermann J. Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systemic review. *Dent Mater* 2005;21:895-910.
16. Ikemura K, Tay FR, Hironaka T, Endo T, Pashley DH. Bonding mechanism and ultrastructural interfacial analysis of a single-step adhesive to dentin. *Dent Mater* 2003;19:707-715.
17. Furuse AY, Peutzfeldt A, Asmussen E. Effect of evaporation of solvents from one-step, self-etching adhesives. *J Adhes Dent* 2008;10:35-39.
18. Hiraishi N, Nishiyama N, Ikemura K, Yau JYY, King NM, Tagami J, Pashley DH, Tay FR. Water concentration in self-etching primers affects their aggressiveness and bonding efficacy to dentin. *J Dent Res* 2005;84:653-658.
19. Chiba Y, Yamaguchi K, Miyazaki M, Tsubota K, Takamizawa T, Moore BK. Effect of air-drying time of single-application self-etching adhesives on dentin bond strength. *Oper Dent* 2006;31:233-239.
20. Loguercio AD, Loeblein F, Cherobin T, Ogliari F, Piva E, Reis A. Effect of solvent removal on adhesive properties of simplified etch-and-rinse systems and on bond strengths to dry and wet dentin. *J Adhes Dent* 2009:213-219.
21. Takahashi A, Sato Y, Uno S, Pereira PN, Sano H. Effects of mechanical properties of adhesive resins on bond strength to dentin. *Dent Mater* 2002;18:263-268.
22. Yanagawa T, Finger WJ. Relationship between degree of polymerization of composite resin and bond strength to Gluma-treated dentin. *Am J Dent* 199;47:157-160.
23. Giannini M, Arrais CAG, Vermelho PM, Reis RS, Santos LPS, Lrite ER. Effects of the solvent evaporation technique on the degree of conversion of one-bottle adhesive systems. *Oper Dent* 2008;33:149-154.
24. Ikeda T, De Munck J, Shirai K, Hikita K, Inoue S, Sano H, Lambrchts P, Van Meerbeek B. Effect of air-drying and solvent evaporation on the strength of HEMA-rich versus HEMA-free one-step adhesives. *Dent Mater* 2008;24:1316-1323.
25. 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* 1999;27:209-214.
26. Yiu CK, Pashley EL, Hiraishi N, King NM, Goracci C, Ferrari M, Carvalho RM, Pashley DH, Tay FR. Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation. *Biomaterials* 2005;26:6863-6872.
27. Pianelli C, Devaux J, Bebelman S, Leloup G. The micro-Raman spectroscopy, a useful tool to determine the degree of conversion of light-activated composite resins. *J Biomed Mater Res* 1999;48:675-681.
28. Miyazaki M, Onose H, Iida N, Kazama H. Determination of residual double bonds in resin-dentin interface by Raman spectroscopy. *Dent Mater* 2003; 19:245-251.
29. Zou Y, Armstrong SR, Jessop J LP. Apparent conversion of adhesive resin in the hybrid layer, Part I: Identification of an internal reference for Raman spectroscopy and the effects of water storage. *J Biomed Mater Res* 2008;86(A):883-891.
30. Zou Y, Jessop J LP, Armstrong SR. Apparent conversion of adhesive resin in the hybrid layer, Part II: In situ studies of the resin-dentin bond. *J Biomed Mater Res* 2009;89(A):355-362.
31. Cadenaro M, Breschi L, Rueggeberg FA, Suchko M, Grodin E, Agee K, Di Lenarda R, Tay FR, Pashley DH. Effects of residual ethanol on the rate and degree of conversion of five experimental resins. *Dent Mater* 2009;25:621-628.
32. Dickens SH, Cho BH. Interpretation of bond failure through conversion and residual solvent measurements and Weibull analyses of flexural and micro-tensile bond strength of bonding agents. *Dent Mater* 2005;21:354-364.
33. Hashimoto M, Tay FR, Svizero NR, de Gee AJ, Feilzer AJ, Sano H, Kaga M, Pashley DH. The effort of common errors on sealing ability of total- etching adhesives. *Dent Mater* 2006;22:560-568.
34. Choi KK. Adhesion and esthetic restoration 1st edition. Myungmun publishing Co., 2009.
35. Pashley DH, Carvalho RM, Tay FR, Agree KA, Lee KW. Solvation of dried dentin matrix by water and other polar solvents. *Am J Dent* 2002;15:97-102.
36. Van Landuyt KL, De Munck J, Snauwaert J, Coutinho E, Poitevin A, Yoshida Y, et al. Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. *J Dent Res* 2005;84:183-188.
37. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Coutinho E, Poitevin A, Yoshida Y, et al. Origin of interfacial droplets with one-step adhesives. *J Dent Res* 2007;86:739-744.
38. Maciel KT, Carvalho RM, Ringle RD, Preston CD, Russell CM, Pashley DH. The effect of acetone, ethanol, HEMA, air on the stiffness of human decalcified dentin matrix. *J Dent Res* 1996;75:1851-1858.

국문초록

상아질 접착제의 용매 증발이 접착 효율에 미치는 영향

조민우 · 김지연 · 김덕수 · 최경규*

경희대학교 대학원 치의학과 치과보존학교실

연구목적: 본 연구는 상아질 접착제의 잔류 용매가 접착 효율에 미치는 영향을 평가하고자 하였다.

연구 재료 및 방법: 본 연구에서는 5세대 2단계 산부식형 접착제와 7세대 단일과정 자가부식형 접착제를 사용하였다. 상아질 접착제의 증발률과 전환률, 적용 후 용매의 공기건조 방법에 따른 미세인장결합강도를 측정하였으며 접착 계면을 FE-SEM을 이용하여 관찰하였다.

결과: 1. 시간에 따라 접착제의 증발률은 증가하나 접착제의 종류에 따라 증가 양상이 서로 달랐다. 2. 대부분 전환률은 증발률에 비례하는 경향을 나타내었다. 3. 공기건조 방법에 따라 결합강도는 대부분 under군, control군, over군 순으로 증가하는 양상을 나타내었다. 4. FE-SEM에서 아세톤을 용매로 사용하는 접착제는 공기건조 방법에 따라 droplet이나 gap이 관찰되었다.

결론: 상아질 접착제의 잔류 용매는 접착 효율에 부정적인 영향을 미치기 때문에, 상아질 접착제의 선택과 사용 시 용매의 종류와 특징에 대한 적절한 이해가 필요할 것이다.

주요단어: 라만분광기; 상아질 접착제; 잔류 용매; 전환률; 접착효율; 증발률