

접착시스템의 종류에 따른 유동성 레진과 법랑질의 미세전단 결합강도

김정호 · 조영곤*

조선대학교 치과대학 치과보존학교실

ABSTRACT

Microshear bond strength of a flowable resin to enamel according to the different adhesive systems

Jeong-Ho Kim, Young-Gon Cho*

Department of Conservative Dentistry, Chosun University School of Dentistry, Gwangju, Korea

Objectives: The purpose of this study was to compare the microshear bond strength (uSBS) of two total-etch and four self-etch adhesive systems and a flowable resin to enamel.

Materials and Methods: Enamels of sixty human molars were used. They were divided into one of six equal groups ($n = 10$) by adhesives used: OS group (One-Step Plus), SB group (Single Bond), CE group (Clearfil SE Bond), TY group (Tyrian SPE/One-Step Plus), AP group (Adper Prompt L-Pop) and GB group (G-Bond).

After enamel surfaces were treated with six adhesive systems, a flowable composite resin (Filek Z 350) was bonded to enamel surface using Tygon tubes. the bonded specimens were subjected to uSBS testing and the failure modes of each group were observed under FE-SEM.

Results:

1. The uSBS of SB group was statistically higher than that of all other groups, and the uSBS of OS, SE and AP group was statistically higher than that of TY and GB group ($p < 0.05$).
2. The uSBS for TY group was statistically higher than that for GB group ($p < 0.05$).
3. Adhesive failures in TY and GB group and mixed failures in SB group and SE group were often analysed. One cohesive failure was observed in OS, SB, SE and AP group, respectively.

Conclusions: Although adhesives using the same step were applied the enamel surface, the uSBS of a flowable resin to enamel was different. [J Kor Acad Cons Dent 2011;36(1):50-58.]

Key words: Adhesive systems; Enamel; Failure modes; Flowable resin; Microshear bond strength

-Received 25 October 2010; revised 11 November 2010; accepted 4 December 2010-

서 론

치아경조직의 손상을 더욱 보존적이고 심미적으로 치료하기 위한 수요의 증가로 인하여 접착제와 복합레진, 글래스

아이오노머 시멘트, 콤포머 및 유동성 복합레진과 같은 치색재료의 사용이 점차 늘어나고 있다.

1996년 후반, 낮은 점도를 지닌 혼합형 복합레진이 소개되면서 유동성 복합레진(flowable composite resin)이라는

Kim JH, DDS, PhD, Graduate student, Cho YG, DDS, MSD, PhD, Professor, Chosun University Dept. of Dentistry, Gwangju, Korea

*Correspondence to Young-Gon Cho, DDS, MSD, PhD.

Professor, Dept. of Conservative Dentistry, Chosun University School of Dentistry, 421 Seosuk-dong Dong-gu, Gwangju, Korea 501-825

TEL, +82-62-220-3845; FAX, +82-62-220-223-9064; E-mail, ygcho@mail.chosun.ac.kr

*이 논문은 2010년도 조선대학교 학술연구비의 지원을 받아 연구되었음.

용어가 처음으로 사용되기 시작하였다.¹ 유동성 복합레진은 대부분 혼합형 복합레진의 일종으로서, 기존 혼합형 복합레진의 입자크기는 그대로 유지하였지만 레진기질의 양을 증가시키고 필러의 양을 감소시켜 점도를 낮게 하였다.¹ 이러한 레진은 표면 평활도가 좋아 심미성이 우수할 뿐만 아니라, 기존 혼합형 복합레진의 30-50% 정도의 낮은 탄성계수로 인하여 치아에 가해지는 응력을 흡수하거나 분산시켜 치아가 췌 때 함께 췌 수 있고,² 레진을 많이 포함하기 때문에 큰 인성(toughness)을 기대할 수 있다.^{3,4} 또한 낮은 점도와 편리한 적용방식으로 인하여 임상에서 조작성과 접근성이 뛰어나며,⁵ 재료의 특성상 와동의 바닥이나 벽에 있는 미세결함이나 큰 결함과 긴밀히 결합하여 향상된 접착력을 보이고, 불소를 포함하는 장점을 가지고 있다.³ 반면, 유동성 복합레진의 가장 큰 문제점은 필러의 양이 적어 중합수축이 크고 강도가 낮다는 것이다.⁶

1955년 Buonocore에 의해 법랑질의 산부식술이 소개된 이후 접착제에 대한 연구가 계속 진행되어 왔다.⁷ 인산을 이용한 3단계 접착제가 법랑질과 상아질 모두에서 우수한 접착능력을 갖는 것으로 입증된 이래, 여러 단계의 접착과정을 단순화 하려는 노력이 시도되었다.⁸ 접착과정은 기본적으로 산부식 처리, 프라이밍 및 접착 단계를 거치는 3단계 접착시스템과 산부식 처리 후 프라이머와 접착제가 혼합된 단일병 용액을 적용하거나 산부식 처리와 프라이밍을 동시에 시행하고 접착제를 적용하는 2단계 접착시스템 및 세 과정을 동시에 시행하는 단일단계 접착시스템으로 크게 분류할 수 있다.⁹ 또한 이는 치질을 산부식 처리하는 방법에 따라 인산을 이용한 전부식(total-etch) 접착시스템과 산성 단량체를 이용한 자가부식(self-etch) 접착시스템으로 분류할 수 있다.^{10,11} 자가부식 접착제는 세척을 하지 않기 때문에 전부식 접착제 사용 시 문제점으로 지적되는 습윤접착(wet-bonding)이나 상아질의 건조에 의한 콜라겐의 붕괴와 같은 민감한 술식을 피할 수 있게 되었다.¹²

그동안 전부식 접착제와 자가부식 접착제의 법랑질에 대한 부식깊이와 결합강도를 비교하기 위한 다수의 연구가 진행되었다. Shimada 등은 자가부식 프라이머 접착제(Clearfil SE Bond)와 단일병 접착제(Single Bond)로 처리한 법랑질 표면의 부식정도와 미세전단 결합강도를 평가한 결과, 자가부식 프라이머로 처리된 법랑질은 약 1 μm , 인산으로 처리된 법랑질은 10 μm 의 깊이로 부식되었으며, 이와 같은 법랑질 표면의 부식깊이의 차이에도 불구하고 자가부식 프라이머 접착제가 오히려 단일병 접착제보다 높은 미세전단 결합강도를 나타냈다고 보고하였다.¹³ 반면 Torii 등,¹⁴ Kanemura 등,¹⁵ Hannig 등¹⁶ 및 Toledano 등¹⁷은 삭제된 법랑질에서 전부식 접착제와 자가부식 접착제 사용 시 산부식 양상은 차이가 있지만 결합강도의 차이가 없었고, Perdigao 등은 법랑질에 자가부식 접착제를 사용할

경우 전부식 접착제를 사용했을 때보다 낮은 결합력을 보인 다¹⁸고 하여 서로 상반된 결과를 보고하였다. 한편 Breschi 등¹⁹과 Vargas²⁰는 주사전자현미경하에서 자가부식 접착제(Prompt L-Pop)에 의한 법랑질의 부식양상은 인산에 의해 형성된 것과 아주 유사하다고 보고한 바 있다.

이상과 같이 전부식 접착제와 자가부식 접착제를 이용하여 법랑질에 복합레진을 적용할 경우 법랑질에 대한 결합강도는 서로 상반된 결과를 보여주고 있다. 유동성 복합레진은 법랑질 우식증과 같은 초기 우식증의 수복을 위해 많이 사용되고 있지만,^{2,3} 접착제의 종류에 따른 유동성 복합레진과 법랑질의 결합강도를 비교한 연구는 부족한 실정이다. 따라서 본 연구는 유동성 복합레진 사용 시 전부식 접착제와 자가부식 접착제가 법랑질의 결합력에 미치는 영향을 알아보기 위하여 2종의 전부식 접착제와 4종의 자가부식 접착제를 이용하여 법랑질에 대한 미세전단 결합강도와 파절양상을 상호 비교하였다.

실험재료 및 방법

1. 실험재료

치관부에 결함이나 수복물이 없는 최근에 발거된 상·하악 대구치 60개를 실험치아로 사용하였으며, 접착시스템으로는 2단계 전부식 접착제인 One-Step Plus (Bisco, Inc., Schaumburg, IL, USA)와 Single Bond (3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA), 2단계 자가부식 접착제인 Clearfil SE Bond (Kuraray Medical Inc., Okayama, Japan)와 Tyrian SPE/ One-Step Plus (Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA), 그리고 1단계 자가부식 접착제인 Adper Prompt L-Pop (3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA)와 G-Bond (GC Corporation, Tokyo, Japan)를 사용하였고(Table 1), 유동성 레진(flowable resin)은 A2 색조의 Filtek Z 350 flowable resin (3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA)을 사용하였다.

접착제와 유동성 레진의 중합을 위해 Spectrum 800 광조사기(Dentsply Caulk, Milford, DE, USA)를 사용하였으며, 광강도는 500 mW/cm^2 를 이용하였다.

2. 실험방법

가. 미세전단 결합강도 측정을 위한 시편제작

(1) 법랑질 시편제작

고속용 다이아몬드 버를 사용하여 60개 상·하악 대구치의 치근을 절단한 후, 치관의 험면이나 설면을 cyanoacrylate 접착제(ALTECO Korea Inc., Pyungtaek-City,

Korea)를 사용하여 레진블록에 접착하였다. 주수 하에서 Isomet Low Speed Saw (Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, U.S.A.)를 이용하여 치관의 협면이나 설면의 법랑질 일부를 편평하게 삭제한 후, 1.2 mm의 두께의 절편이 되도록 digital caliper (Mitutoyo Corp, Japan)를 조정하여 시편을 근, 원심 방향으로 절단하였다. 각 시편은 법랑질 표면을 600 grit silicone carbide (SiC) paper를 이용하여 법랑질 표면을 연마하였다. 각 접착시스템을 법랑질 표면에 적용하기 전에 법랑질 표면은 air-water 시린지로 깨끗이 세척하고 건조하였다.

60개의 시편을 10개씩 무작위로 선택하여 사용된 접착시스템의 종류에 따라 다음과 같이 6개의 군으로 분류하였다 (Tables 1 and 2).

(2) 접착제의 종류에 따른 군 분류와 유동성 레진의 접착
1) OS 군(One-Step 군)

제조사의 설명에 따라 Uni-Etch (Bisco Inc.)를 법랑질 표면에 적용하여 15초간 산부식 처리하고 air-water 시린지로 철저히 세척하고 2-3초간 공기시린지로 건조하였다. One-Step Plus 병을 3-5초간 흔들어주고 브러쉬에 One-

Table 1. Composition and pH of adhesive systems

Adhesive system	Composition		pH (etchant, primer)
	Etching agent or Primer	Bonding agent	
One-Step Plus	Uni-Etch : 32% Phosphoric acid,	BPDM, HEMA, acetone, glass frit, photoinitiator	0.1
Single Bond	Scotchbond etchant : 35% Phosphoric acid, water, silica	Bis-GMA, HEMA, DMA, ethanol water, polyalkenoic acid, filler copolymer	0.02
Clearfil SE Bond	10-MDP, HEMA, water, hydrophilic DMA, photoinitiator	10-MDP, Bis-GMA, HEMA, hydrophilic DMA, microfiller, photoinitiator	1.9
Tyrian SPE/ One-Step Plus	2-Acrylamino-2-methyl propanesulfonic acid, ethanol, Bis (2-methacryloyloxy)ethyl phosphate.	BPDM, HEMA, acetone, glass frit, photoinitiator	0.4
Adper Prompt L-Pop	Compartment 1: methacrylate phosphoric esters, Bis-GMA, CP, stabilizers, Compartment 2: water, HEMA, polyalkenoic acid copolymers, stabilizers		0.4
G-Bond	4-MET, phosphate ester, monomer, UDMA, silica, water, acetone, photoinitiator		2.0

BPDM, bisphenyldimethacrylate; HEMA, hydroxyethylmethacrylate; Bis-GMA, bisphenol-glycidyl methacrylate; DMA, dimethacrylate; 10-MDP, 10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate; CP, camphoroquinone; 4-MET, 4-methacryloyl ethyl trimellitate; UDMA, urethane dimethacrylate.

Table 2. Group classification and adhesive systems

Group	Adhesive system	Manufacturers	Lot No.
OS	One-Step Plus	Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA	6008003834
SB	Single Bond	3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA	6JJ
SE	Clearfil SE Bond	Kuraray Medical Inc., Okayama, Japan	Primer 00720A Bond 01032A
TY	Tyrian SPE/One-Step Plus	Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA	600000852
LP	Adper Prompt L-Pop	3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA	A31654
GB	G-Bond	GC Corporation, Tokyo, Japan	507271

Step Plus를 충분히 적셔 2-3회 법랑질 표면에 적용하였다. 최소한 10초간 공기시린지로 건조하고, Spectrum 800 광조사기로 10초간 조사하였다.

2) SB 군(Single Bond 군)

제조사의 설명에 따라 Scotchbond etchant (3M ESPE Dental Products)로 법랑질 표면을 15초간 산부식 처리하고 air-water 시린지로 10초간 세척하고 공기시린지로 건조하였다. Single Bond를 브러쉬에 충분히 적셔 법랑질 표면에 2회 연속적으로 적용하였다. 공기시린지로 2-5초간 가볍게 건조하고, Spectrum 800 광조사기로 10초간 조사하였다.

3) SE 군(Clearfil SE Bond 군)

제조사의 설명에 따라 Clearfil SE Bond의 프라이머를 공급된 솔에 적셔 법랑질 표면에 적용하고 20초간 방치한다. 공기 시린지로 프라이머를 가볍게 건조하였다. Clearfil SE Bond의 접착제를 공급된 솔에 적셔 법랑질 표면에 적용하고, 공기 시린지로 가볍게 불어 법랑질 표면에 충분히 퍼지도록 한 다음 Spectrum 800 광조사기로 10초간 조사하였다.

4) TY 군(Tyrian SPE/One-Step Plus 군)

제조사의 설명에 따라 Tyrian SPE part A와 part B 용액을 용기에 1방울씩 분배하고 혼합하였다. 혼합용액을 스펀지(foam pellet)에 적셔 20초간 법랑질 표면에 문지르면서 2회 적용하고, 과도한 용액을 스펀지로 가볍게 흡수하였다. One-Step Plus 병을 3-5초간 흔들어서 용기에 용액을 분배한 후, Tyrian SPE가 적용된 법랑질 표면에 One-Step Plus 접착제를 10-15초간 가볍게 문지르면서 충분히 적용하였다. Air-syringe로 가볍게 건조하고 법랑질 표면에 광택이 있는 가를 확인한 후 Spectrum 800 광조사기로 10초간 조사하였다.

5) AP 군(Adper Prompt L-pop 군)

제조사의 설명에 따라 빨간 reservoir와 노란 reservoir에 들어 있는 용액을 혼합하여 applicator에 접착제를 적셔 법랑질 표면에 15초간 압력을 가하면서 문지렀다. 공기시린지로 접착제가 얇은 막이 되도록 불어준 다음, Spectrum 800 광조사기로 10초간 조사하였다.

6) GB 군(G-Bond 군)

제조사의 설명에 따라 G-Bond를 법랑질 표면에 적용하고 10초간 기다린 다음, 공기시린지로 강하게 건조하고 Spectrum 800 광조사기로 10초간 조사하였다.

각 군의 접착제가 적용된 법랑질 표면에 내경 0.7 mm, 높이 1 mm의 Tygon tube (Saint-Gobain Performance Plastic Co., Beaverton, MI, U.S.A.)를 위치시킨 다음, 유동성 레진(Filtek Z 350 flowable resin, 색조-A2)을 충전하고 Spectrum 800 광조사기로 10초간 조사하였다. 각 법랑질 표면에 2개의 유동성 레진을 접착하여 각 군당 총 20개의 유동성 레진을 접착하고 실온의 증류수에 24시간동안 보관하였다.

(3) 미세전단 결합강도의 측정

결합강도를 측정하기 전 복합레진에 부착된 Tygon tube를 #15 blade로 제거하였다. 시험장치에 시편을 cyanoacrylate 접착제로 접착시킨 후, Universal testing machine (EZ test, Shimadzu Co., Kyoto, Japan)의 jig에 시험장치를 고정하고 상부의 유동성 레진과 하부의 고정부위에 0.3 mm 두께의 교정용 철사(Tomy International Inc., Tokyo, Japan)를 평행하게 걸었다. 법랑질 표면에서 유동성 레진이 분리될 때 까지 분당 1.0 mm의 cross-head speed로 전단하중을 가하여 미세전단 결합강도를 측정하였다.

(4) 통계분석

접착제의 종류에 따른 법랑질과 유동성 레진의 미세전단 결합강도 간의 유의성 검정은 통계분석 프로그램인 SPSS (ver. 11.0)에서 one-way ANOVA를 이용하여 비교하였으며, Tukey의 HSD 방법을 이용하여 각 군 간의 결합강도를 $p = 0.05$ 유의수준에서 분석하였다.

나. 파절양상의 관찰

미세전단 결합강도를 측정된 각 군의 각 시편을 stub에 부착하여 12 KV 전압 하에서 1분 동안 백금을 700 Å 두께로 도금한 후, FE-SEM (S-4800: Hitachi High Technologies Co., Tokyo, Japan)을 이용하여 저배율($\times 100-130$)에서 각 시편의 파절양상을 관찰하였다.

실험결과

1. 미세전단 결합강도

각 군의 법랑질에 대한 미세전단 결합강도의 평균치와 표준편차는 Table 3에 표시하였다. 각 군의 미세전단 결합강도는 SB 군이 가장 높은 결합강도(34.92 ± 3.10 MPa)를 나타냈으며, GB 군이 가장 낮은 결합강도(17.38 ± 2.63 MPa)를 나타냈다(Table 3).

각 군 간의 미세전단 결합강도를 Tukey의 HSD로 사후검정한 결과, SB 군의 결합강도는 다른 모든 군보다 통계학적으로 높게, GB 군의 결합강도는 다른 모든 군의 결합강

Table 3. Microshear bond strength (MPa) and failure mode analysis of each group

Group	Microshear bond strength	Failure mode			No. of specimen
		Adhesive	Mixed	Cohesive	
OS	25.23 ± 3.52 ^b	11 (55%)	8 (40%)	1 (5%)	20
SB	34.92 ± 3.10 ^a	5 (25%)	14 (70%)	1 (5%)	20
SE	27.25 ± 3.57 ^b	8 (40%)	11 (55%)	1 (5%)	20
TY	21.73 ± 1.81 ^c	17 (85%)	3 (15%)	0 (0%)	20
AP	25.20 ± 2.45 ^b	9 (45%)	10 (50%)	1 (5%)	20
GB	17.38 ± 2.63 ^d	16 (80%)	4 (20%)	0 (0%)	20

Different letters (^{a,b,c,d}) indicate statistically significant difference between groups at $p=0.05$ (by Tukey HSD).

도 보다 통계학적으로 낮게 나타났다($p < 0.05$). OS 군과 SE 군 및 AP 군의 결합강도는 SB 군보다 낮게 TY 군과 GB 군보다 통계학적으로 높게 나타났고($p < 0.05$), TY 군의 결합강도는 OS 군, SB 군, SE 군, AP 군보다 통계학적으로 낮게, GB 군보다 통계학적으로 높게 나타났다(Table 3).

2. 파절양상

주사전자현미경 하에서 각 군에서 접착성 파절(adhesive failure)은 OS 군에서 11개, SB 군에서 5개, SE 군에서 8개, TY 군에서 17개, AP 군에서 9개, GB 군에서 16개를 나타냈고, 혼합파절(mixed failure)은 OS 군에서 8개, SB 군에서 14개, SE 군에서 11개, TY 군에서 3개, AP 군에서 10개, GB 군에서 4개를 나타냈고, 응집성 파절(cohesive failure)은 OS 군, SB 군, SE 군 및 AP 군에서 각각 1개를 나타내었다(Table 3, Figures 1-6).

총괄 및 고찰

범랑질에 대한 접착제의 긴밀한 접착은 복합레진 수복물의 수명에 영향을 주는 중요한 요소 중 하나이다. 전부식 접착제에서 사용되는 30-40%의 인산은 범랑질 표면에 3-50 μm 의 미세한 함몰부를 형성하고, 이 부위에 접착레진이 흘러 들어가 범랑질과 미세기계적인 결합을 이루게 된다.²¹ 반면에 인산에 비해 훨씬 높은 pH를 사용하는 자가부식 접착제는 친수성의 산성 단량체를 사용함으로써 범랑질의 부식처리와 단량체의 침투를 동시에 수행한다.²² 이는 자가부식 접착제의 성분에 함유된 인산 에스테르(phosphate ester), 카르복실 산(carboxylic acid)과 메타아크릴릭 산(methacrylic acid)과 같은 산성 단량체에 포함된 인산 기에 의해서는 범랑질이 부식되고, 산성 단량체에 포함된 methacrylate 기에 의해서는 접착제와 복합레진과 공중합 함으로써 접착을 이루게 된다.¹⁶

Sano 등에 의해 미세결합강도를 검사하는 방법이 개발된

이래, 이는 주로 인장강도를 측정하기 위해 사용되었다.²² 그러나 미세인장 결합강도 검사를 위해 제작되는 시편은 트리밍 과정이 필요하고, 특히 범랑질 시편을 제작하는 과정에서 범랑질이 취약하여 깨지기 쉽고, 미세한 잔금이 생길 가능성이 높은 문제점을 가지고 있다.²³ 따라서 범랑질에 대한 복합레진의 미세결합강도를 검사할 경우, 시편의 제작이 용이하고 다수의 시편을 제작할 수 있는 전단결합강도 검사법이 사용되었고, 본 연구에서도 유동성 복합레진의 범랑질에 대한 결합강도를 측정하기 위하여 미세전단 결합강도 검사방법을 이용하였다.

초기의 복합레진은 낮은 물성으로 인한 높은 마모도가 문제점으로 지적되었지만, 필러의 크기를 줄이고 함량을 증가 시킴으로써 마모를 해결하게 되었고, 그 후 접착제의 발달로 복합레진과 치질 간에 높은 결합강도를 얻을 수 있게 되었다. 그러나 복합레진의 중합수축과 미세누출은 복합레진 수복물의 주요 실패요인으로 지적되었고,²⁴ 이러한 미세누출을 감소시키기 위해 유동성 복합레진이 개발되었다. 유동성 복합레진을 범랑질에 적용할 때 결합강도는 임상적으로 수용할 수 있는 것으로 보고되고 있지만,²⁵ 유동성 복합레진은 주로 부식된 상아질 면에 사용되었다. 최근 치아의 보존적인 수복을 위해 범랑질 우식증과 같은 초기 우식병소에 유동성 복합레진이 흔히 사용되고 있다.²³ 따라서 본 연구는 유동성 복합레진을 이용하여 다양한 접착제로 처리한 범랑질에 대한 결합강도를 측정하여 접착제에 따른 결합강도를 비교하였다.

본 연구에서 범랑질에 대한 유동성 복합레진의 미세전단 결합강도는 SB 군이 34.92 ± 3.10 MPa를 나타내어 가장 높게 나타났고 GB 군은 17.38 ± 2.63 MPa를 나타내어 가장 낮게 나타나 다른 모든 군과 통계학적으로 유의한 차이를 나타내었다($p < 0.05$). 그러나 OS 군, SE 군 및 AP 군의 결합강도는 상호 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았다($p > 0.05$).

접착제에는 레진이 치질로 잘 침투되도록 아세톤, 에탄올, 물과 같은 용매를 함유하고 있다. Reis 등은 에탄올/물 배

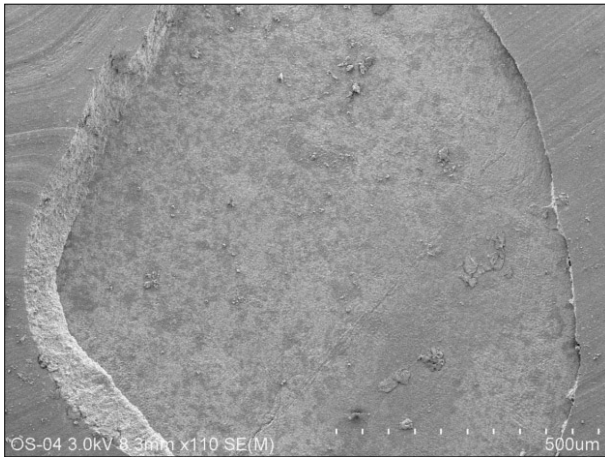


Figure 1. Representative adhesive failure to enamel surface in OS group ($\times 110$).

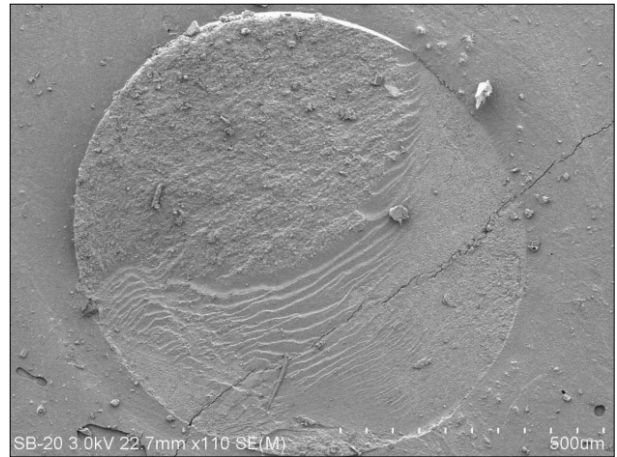


Figure 2. Representative mixed failure to enamel surface in SB group ($\times 110$).

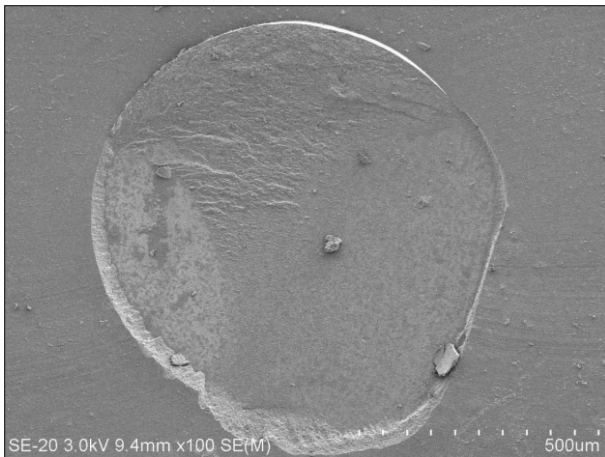


Figure 3. Representative mixed failure to enamel surface in SE group ($\times 100$).

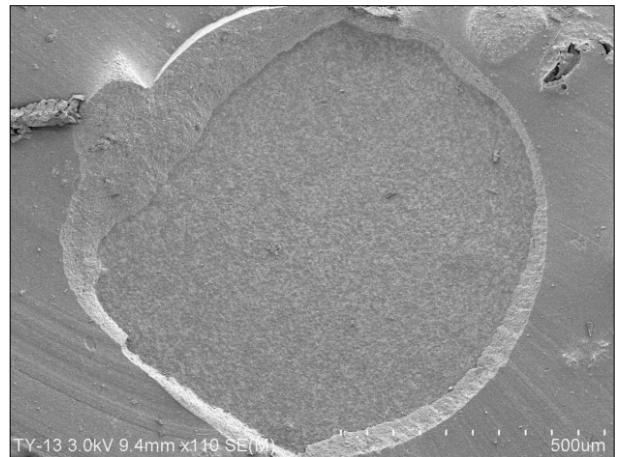


Figure 4. Representative adhesive failure to enamel surface in TY group ($\times 110$).



Figure 5. Representative mixed failure to enamel surface in AP group ($\times 120$).

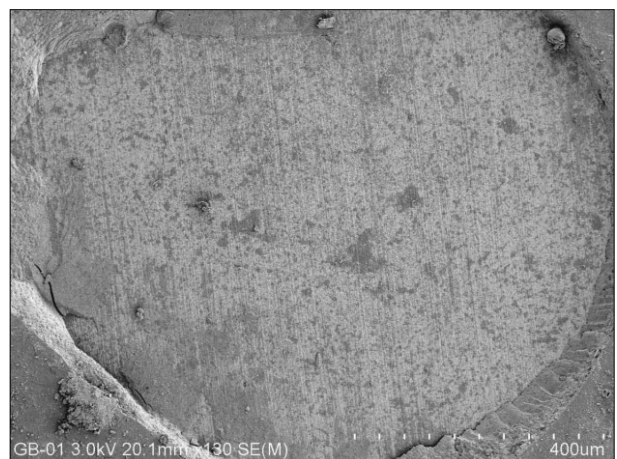


Figure 6. Representative adhesive failure to enamel surface in GB group ($\times 130$).

이스의 단일병 접착제(Single Bond)와 아세톤 베이스의 단일병 접착제(Prime&Bond 2.1)의 용매 유무에 따른 미세인장 결합강도를 평가한 결과, 범랑질의 결합강도는 유기용매의 존재 유무에 따라 큰 영향이 없었으나 상아질의 결합강도는 유기용매가 없으면 현저히 저하된다고 보고하였다.²⁶ 본 연구에서 접착과정이 동일한 접착제에서 아세톤을 함유하지 않은 SB 군, SE 군 및 AP 군이 아세톤을 함유한 OS 군, TY 군 및 GB 군 보다 통계학적으로 높은 결합강도를 보였으며, 이러한 결과는 접착제 성분에 포함된 용매가 범랑질에 대한 결합강도에 영향을 줄 수 있음²⁶을 시사한다. 따라서 접착제에 포함된 용매에 따른 범랑질의 결합강도에 관한 연구가 향후 더욱 진행되어야 할 것으로 생각된다.

본 연구에서 Single Bond는 다른 접착제에 비해 통계적으로 높은 결과를 나타내었으며 이러한 결과는 본 연구의 전자현미경 소견에서 SB 군이 다른 군에 비해 훨씬 적은 수의 접착성 파절과 많은 수의 혼합형 파절을 통하여 확인할 수 있었다(Table 2, Figure 2). Inoue 등⁹, Shimada 등²⁷ 및 Perdigao 등²⁸은 범랑질에 대한 복합레진의 미세전단 결합강도는 전부식 접착제와 자가부식 접착제에 따른 차이가 없다고 보고하여 본 연구의 결과와 다르게 나타났다.

본 연구에서 사용한 Clearfil SE primer의 pH는 1.9로 미약한 자가부식 접착제에 해당되고, Tyrian SPE primer의 pH는 0.4로 강한 자가부식 접착제에 해당된다. 프라이머의 산도만을 비교했을 때 Tyrian SPE primer가 범랑질의 표면을 더욱 깊게 부식함으로써 TY 군이 SE 군보다 더 높은 결합강도를 나타낼 것으로 예상할 수 있다. 그러나 이러한 두 접착제의 부식양상과 결합강도에 대한 Moura 등의 연구에 의하면, 미약한 자가부식 접착제인 Clearfil SE Bond는 범랑질 표면에 미약한 부식양상을 나타냈음에도 불구하고 훨씬 유지적인 부식양상을 보인 강한 자가부식 접착제인 Tyrian SPE/One-Step Plus보다 높은 미세결합강도를 보였다고 보고하고 이는 범랑질 표면의 산부식 양상 외에 어떠한 요소가 결합강도 치에 영향을 줄 수 있다고 하였다.²⁹ 또한 Cho와 Dickens의 연구에 의하면 낮은 pH를 갖는 두 단계 자가부식 접착제는 폴리머 내에 있는 용매를 통해 결합력을 현저하게 약화시켜 범랑질에 대한 결합강도를 저하시킨다고 보고하였다.³⁰ Clearfil SE Bond는 물에 용해된 기능성 단량체로서 10-MDP를 포함하며, 이는 수산화인회석과 화학적인 작용을 하는 것으로 알려져 있다.³¹ 본 연구에서 SE 군이 TY 군보다 통계학적으로 높은 결합강도를 보였는데, 이는 프라이머의 pH 보다는 오히려 Clearfil SE Bond에 포함된 10-MDP에 의해 범랑질과 화학적인 접착은 물론 기계적인 접착을 이루었기 때문으로 생각된다. 또한 주사전자현미경 하에서 접착성 파절이 SE 군에서 8개, TY 군에서 17개를 나타내어 SE 군이 적은 수의 접착성 파절을 보여 결합강도가 높게 나타남을 알 수 있다(Table

2, Figures 3 and 4).

본 연구에서 AP 군의 결합강도는 GB 군보다 통계학적으로 높게 나타났으며, 현미경적인 소견에서도 AP은 GB 군보다 적은 수의 접착성 파절이 관찰되었다(Table 2, Figures 5 and 6). Adper Prompt L-Pop의 pH는 0.4로서 이전 버전인 Prompt L-Pop에 HEMA와 Bis-GMA를 첨가하였다.⁹ 이는 산성 단량체로 metacrylate phosphoric acid ester와 polyalkenoic acid를 사용하고 있다. 본 연구에서 AP 군이 GB 군보다 높은 결합강도를 보인 이유는 GB 군에 비해 범랑질에 대한 부식효과가 우수하고 성분에 포함된 polyalkenoic acid에 의해 접착력이 향상되었기 때문⁹일 것으로 생각된다.

본 연구는 범랑질에 대한 미세전단 결합강도와 파절양상을 평가한 것으로, 본 연구의 결과를 임상에 적용하기 위해서는 향후 추가적인 실험적 연구와 임상적 연구가 더욱 진행되어야 할 것으로 생각된다. 본 연구를 종합하면 범랑질 표면에 접착된 유동성 복합레진의 결합강도는 Single Bond가 가장 높게 나타났고, G-Bond가 가장 낮게 나타났다. 또한 동일한 접착과정의 접착제라도 범랑질에 대한 결합강도는 크게 다르게 나타났다.

결 론

본 연구는 2종의 전부식 접착제와 4종의 자가부식 접착제를 이용하여 유동성 레진을 범랑질에 접착할 경우, 접착제에 따른 미세전단 결합강도와 파절양상을 비교하기 위하여 시행하였다.

발거된 60개의 대구치 치관의 협면이나 설면에 있는 범랑질을 Isomet low speed saw를 이용하여 1.2 mm의 두께로 절단 한 후, 각 범랑질 표면을 600 grit SiC paper를 이용하여 연마하였다. 60개의 절편을 10개씩 선택하여 사용된 접착시스템의 종류에 따라 6개의 군: OS 군(One-Step), SB 군(Single Bond), SE 군(Clearfil SE Bond), TY 군(Tyrian SPE와 One-Step Plus), AP 군(Adper prompt L-Pop), GB 군(G-Bond)으로 분류하였다. 각 군의 범랑질 표면에 배정된 접착시스템을 적용하고 광조사한 후, Tygon tube를 이용하여 1개의 범랑질 절편에 2개의 유동성 레진(Filtek Z 350 flowable resin)을 접착하였다. 제작된 시편은 미세전단 결합강도를 측정하기 직전까지 증류수에 24시간동안 보관하였다. 각 군의 시편을 시험장치에 접착시킨 후 universal testing machine을 이용하여 범랑질 표면에서 복합레진이 분리될 때까지 분당 1.0 mm의 cross-head speed로 전단하중을 가하였다. 각 군의 미세전단 결합강도는 one-way ANOVA와 Tukey의 HSD 방법을 이용하여 비교 분석하였다.

또한 강도검사를 수행한 각 시편은 FE-SEM하에서 파절

양상을 관찰 및 평가하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. SB 군의 결합강도는 다른 모든 군보다 통계학적으로 높게 나타났으며, OS 군과 SE 군 및 AP 군의 결합강도는 TY 군과 GB 군보다 통계학적으로 높게 나타났다 ($p < 0.05$).
2. TY 군의 결합강도는 GB 군보다 통계학적으로 높게 나타냈다 ($p < 0.05$).
3. 접착성 파절은 TY 군과 GB 군에서 가장 많이 나타났고, 혼합파절은 SB 군과 SE 군에서 가장 많이 나타났으며, 응집성 파절은 OS 군, SB 군, SE 군 및 AP 군에서 각각 1개씩 나타났다.

References

1. Bayne SC, Thompson JY, Swift Jr EJ. A characterization of first-generation flowable composite. *J Am Dent Assoc* 1998;129:567-577.
2. Rada RE. The versatility of flowable composite resins. *Dentistry Today* 1998;17:78-83.
3. Estafan AM, Estafan D. Microleakage study of flowable composite resins. *Compendium Contin Educ Dent* 2000;21:705-712.
4. Bonner PB. New developments in composite resins. *Dentistry Today* 1997;14:44-47.
5. Korkmaz Y, Ozel E, Attar N. Effect of flowable composite lining on microleakage and internal voids in class II composite restorations. *J Adhes Dent* 2007;9:189-194.
6. Burgess JO, Norling BK, Rawls HR, Ong JL. Directly placed esthetic restorative materials-The continuum. *Compendium Contin Educ Dent* 1996;17:731-734.
7. Buonocore MC. Simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 1955;34:849-853.
8. Besnault C, Attal JP. Influence of a simulated oral environment on dentin bond strength of two adhesive systems. *Am J Dent* 2001;14:367-372.
9. Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Varherle G, Sano H, Van Meerbeek B. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to enamel. *Am J Dent* 2003;16:329-334.
10. Cardoso PFC, Meloncini MA, Placido E, Lima JDO, Tavares AU. Influence of the substrate and load application method of the shear bond strength of two adhesive systems. *Oper Dent* 2003;28:388-394.
11. Dickens SH, Milos MF. Relationship of dentin shear bond strengths to different laboratory test designs. *Am J Dent* 2002;15:185-192.
12. Zheng L, Pereira PNR, Nakajima M, Sano H, Tagami J. Relationship between adhesive thickness and microtensile bond strength. *Oper Dent* 2001;26:97-104.
13. Shimada Y, Senawongse P, Harnirattisai C, Burrow MF, Nakaoki Y, Tagami J. Bond strength of two adhesive systems to primary and permanent enamel. *Oper Dent* 2002;27:403-409.
14. Torii Y, Itou K, Hikasa R, Iwata S, Nishitani Y. Enamel tensile bond strength and morphology of resin enamel interface created by acid etching system with or without moisture and self etching priming system. *J Oral Rehabil* 2002;29:528-533.
15. Kanemura N, Sano H, Tagami J. Tensile bond strength to and SEM evaluation of ground and intact enamel surfaces. *J Dent* 1999;27:523-530.
16. Hannig M, Reinhardt KJ, Bott B. Self-etching primer vs phosphoric acid: an alternative concept for composite-to-enamel bonding. *Oper Dent* 1999;24:172-180.
17. Toledano M, Osorio R, De 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* 2001;14:205-210.
18. Perdigao J, Geraldini S. Bonding characteristics of self etching adhesives to intact versus prepared enamel. *J Esthet Restor Dent* 2003;15:32-41.
19. Breschi L, Perdigao J, Mazzotti G. Ultramorphology and shear bond strengths of self-etching adhesives on enamel. *J Dent Res* 1999;78:Abstract #2957, p475.
20. Vargas MA. Interfacial ultrastructure of a self-etching primer/adhesive. *J Dent Res* 1999;78:Abstract #950, p224.
21. Ferrari M, Mason PN, Vichi A, Davidson CL. Role of hybridization on leakage and bond strength. *Am J Dent* 2000;13:329-336.
22. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho RM, Pashely DH. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength evaluation of a microtensile bond test. *Dent Mater* 1994;10:236-240.
23. Frankenberger R, Karmer N, Petsechelt A. Long-term effect of dentin primers on enamel bond strength and marginal adaptation. *Oper Dent* 2000;25:11-19.
24. Nam KY, Kim JB, Jang BC, Kwin TY, Kim KH. Effect of dentin bonding agents on bonding durability of a flowable composite to dentin. *Dental Mater J* 2007;26:224-231.
25. Han L, Okamoto A, Fukushima M, Okiji T. Enamel micro-cracks produced around restorations with flowable composites. *Dent Mater J* 2005;24:83-91.
26. Reis AF, Oliviera MT, Giannini M, De Goes MF, Rueggeberg. Effect of organic solvents on one-bottle adhesives, bond strength to enamel and dentin. *Oper Dent* 2003;28:700-706.
27. Shimada Y, Iwamoto N, Kawashima M, Burrow MF, Tagami J. Shear bond strength of current adhesive systems to enamel, dentin, dentin-enamel junction region. *Oper Dent* 2003;28:585-590.
28. Perdigao J, Gomes G, Duarte Jr S, Lopes MM. Enamel bond strengths of pairs of adhesives from the same manufacturer. *Oper Dent* 2005;30:492-499.
29. Moura SK, Pelizza A, Bianco KD, de Goes MF, Loguercio AD, Reis A, Grande RH. Does the acidity of self-etching primers affect bond strength and surface morphology of enamel? *J Adhes Dent* 2006;8:75-83.
30. Cho BH, Dickens SH. Effect of acetone content of single solution dentin bonding agents on the adhesive layer thickness and microtensile bond strength. *Dental Mat* 2004;20:107-115.
31. Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Pneumans M, Lambrechts P, Vanherle G. Adhesives and cements to promote preservation dentistry. *Oper Dent Suppl* 2000;6:119-144.

국문초록

접착시스템의 종류에 따른 유동성 레진과 법랑질의 미세전단 결합강도

김정호 · 조영근*

조선대학교 치과대학 치과보존학교실

연구목적: 이 연구는 2종의 전부식 접착제와 4종의 자가부식 접착제를 이용하여 유동성 레진을 법랑질에 접착할 경우, 접착제에 따른 미세전단 결합강도와 파절양상을 비교하기 위하여 시행하였다.

연구 재료 및 방법: 발거된 60개의 대구치 치관의 법랑질을 이용하였고, 사용된 접착시스템의 종류에 따라 6개의 군: OS 군 (One-Step), SB 군(Single Bond), SE 군(Clearfil SE Bond), TY 군(Tyrian SPE와 One-Step Plus), AP 군(Adper prompt L-Pop), GB 군(G-Bond)으로 분류하였다. 각 군의 법랑질 표면에 배정된 접착시스템을 적용한 후, Tygon tube를 이용하여 법랑질 표면에 유동성 레진(Filtek Z 350 flowable resin)을 접착하였다. 각 군의 미세전단 결합강도를 측정된 후 주사전자현미경하에서 파절양상을 비교하였다.

결과:

1. SB 군의 결합강도는 다른 모든 군보다 통계학적으로 높게 나타났고, GB 군의 결합강도는 다른 모든 군의 결합강도 보다 통계학적으로 낮게 나타났다($p < 0.05$).
2. OS 군과 SE 군 및 AP 군의 결합강도는 SB 군보다 낮게 나타났지만, TY 군과 GB 군보다 통계학적으로 높게 나타났다 ($p < 0.05$).
3. TY 군의 결합강도는 GB 군보다 통계학적으로 높게 나타났다($p < 0.05$).
4. 접착성 파절은 TY 군과 GB 군에서 가장 많이 나타났고, 혼합파절은 SB 군과 SE 군에서 가장 많이 나타났으며, 응집성 파절은 OS 군, SB 군, SE 군 및 AP 군에서 각각 1개씩 나타났다.

결론: 접착 단계가 같은 접착시스템이라 해도 법랑질에 대한 유동성 레진의 미세전단 결합강도는 서로 다르게 나타났다.

주요단어: 미세전단 결합강도; 법랑질; 유동성 레진; 접착시스템; 파절양상