

상아질에 대한 자가 산부식 접착제의 전단결합강도와 SEM 분석 비교

조영곤* · 노기선 · 김수미 · 이영곤 · 정진호 · 기영재

조선대학교 치과대학 보존학교실

ABSTRACT

SHEAR BOND STRENGTH OF SELF-ETCHING ADHESIVES TO DENTIN AND SEM ANALYSIS

Young-Gon Cho*, Kee-Sun Roh, Soo-Mee Kim, Young-Gon Lee,
Jin-Ho Jeong, Young-Jae Ki

Department of Conservative Dentistry, College of Dentistry, Chosun University

The purpose of this study was to compare shear bond strength and interfacial pattern of composite bonded to dentin using self-etching adhesive systems.

Sixty extracted human molars with exposed occlusal dentin were divided into four groups and bonded with four adhesives and composites: Single Bond/Filtek Z 250(SB), Tyrian SPE-One-Step Plus/Aelitefil(TY), Prompt L-Pop/Filtek Z 250(LP), and One-Up Bond F/Palfique Toughwell(OU).

The results of this study were as follows:

1. Shear bond strength for OU was significantly lower than that of other groups($p<0.05$). No significant difference was founded among SB, TY, and LP.
2. Failure modes to dentin showed adhesive and mixed for SB, TY, and LP, but them for OU showed adhesive in all specimens.
3. Dentin-resin interface showed close adaptation for SB, TY, and LP, but it showed gap for OU.
4. The hybrid layers for TY, LP, OU were thinner than that of SB. Adhesive layers were observed between composite and hybrid layer, which were 5 μm thick for TY and 10 μm thick for OU.

Key words : Shear bond strength, Self-etching adhesive, SEM analysis, Failure mode, Interfacial patterns, Composite

I. 서 론

복합레진은 치질과 직접 접착되지 않기 때문에 반드시 접착제를 사용하여야 한다. 접착제의 지속적인 개발로 인하여 법랑질과 복합레진의 접착은 신뢰할 만한 수준에 도달하였다¹⁾. 그러나 상아질에 대한 접착은 상아질의 구조나 상아세관 액과 같은 특성으로 인하여 아직까지 이상적인 상태에 도달하지 못하였다²⁾. 이와 같이 상아질의 부족한 접착에도 불구하고 환자들의 심미적인 요구가 증가됨에 따라 금속 수

복물의 대체물로서 새로운 심미 수복재에 대한 연구가 지속되고 있다.

인산을 이용한 total etching 술식은 치질과 복합레진의 강한 접착을 제공하므로써 현재 수복학 분야에서 많이 이용되고 있다^{3,4)}. 그러나 이러한 술식을 이용한 접착술은 술자에 따라 그 결과가 달라지는 문제점을 가지고 있다^{5,6)}. 산 처리에 의한 상아질의 과도한 부식은 상아질의 침투성을 증가시키고, 탈회된 상아질 기저부의 콜라겐 섬유에 레진이 불완전하게 침투되어 접착을 약하게 한다^{3,7)}. 또한 상아질의

※이 논문은 2002년도 조선대학교 학술연구비의 지원을 받아 연구되었음

과도한 건조로 인한 콜라겐의 붕괴와 과습윤(overwetting)도 접착력의 저하를 초래한다^{7,8)}. 따라서 술식에 대한 민감성을 피하고, 접착술을 단순하게 하기 위하여 자가 산부식 접착 시스템인 자가 산부식 프라이머와 all-in-one 접착제가 출현하게 되었다^{6,9-14)}. 이러한 접착제는 인산을 사용하는 접착제와는 달리 세척이 필요치 않으며^{15,16)}, 부식 처리를 위한 반응성분으로 두 종류의 산성 단량체, 즉 phosphate 단량체와 polycarboxyl 단량체를 현재 사용하고 있다^{5,17)}. 이러한 친수성의 단량체는 도말층의 무기성분을 용해하고 하방의 건전한 상아질까지 침투하여 혼성층(hybrid layer)을 형성한다^{18,19)}. 자가 산부식 접착 시스템의 기본적인 접착 원리는 치질의 탈회와 레진의 침투가 동시에 이루어지도록 하여 치질과 접착제간에 연속체를 형성하는 것이다^{2,15)}.

상아질에 대한 단일병 접착제와 자가 산부식 접착제의 접착에 관하여 결합강도와 주사전자 현미경적인 방법을 이용한 비교 연구가 많이 진행되었다. 상아질에 대한 단일병 접착제와 자가 산부식 접착제의 결합강도에 관한 연구에서 Miyazaki 등⁶⁾은 단일병 접착제(Single Bond)가 자가 산부식 프라이머(Fluorobond)에 비해 더 낮은 전단결합강도를 나타냈다고 보고하였다. 또한 Kazemi 등²⁰⁾은 단일병 접착제(Prime & Bond NT)가 all-in-one 접착제(Prompt L-Pop)보다 더 높은 결합강도를 보였다고 하였고, Toledano 등²¹⁾은 자가 산부식 프라이머(Clearfil SE Bond)가 all-in-one 접착제(Etch & Prime)보다 통계학적으로 높은 전단결합강도를 나타냈다고 하였다.

상아질에 대한 자가 산부식 접착제의 침투에 관한 주사전자 현미경적 연구에서 Yoshiyama 등²²⁾은 접착 레진이 도말층을 통하여 하방의 건전한 관간 상아질에 0.1~0.2 μ m 깊이로 침투됨을 보고하였고, Santini 등¹⁾은 인산을 사용하는 단일병 접착제에 비해 자가 산부식 접착제는 얇은 부식 깊이와 레진 태그의 형성이 충분치 못하였다고 보고하였다.

상아질에 대한 단일병 접착제와 자가 산부식 접착제의 결합강도 및 주사전자 현미경적인 연구에서 Yoshiyama 등¹⁹⁾

은 Single Bond는 FluoroBond보다 통계학적으로 높은 결합강도를 보였으며, 상아질과 접착제 계면에서 Single Bond는 5 μ m 두께의 혼성층과 전형적인 레진 태그가 관찰되었고 FluoroBond는 1 μ m 두께의 혼성층과 비교적 짧은 레진 태그가 관찰되었다고 보고하였다. Pereira 등²³⁾은 Single Bond와 Clearfil Liner Bond 2V의 결합강도는 통계적인 차이가 없다고 하였으며, 상아질과 접착제의 계면에서 Single Bond는 3.0 \pm 0.9 μ m 두께의 혼성층과 Clearfil Liner Bond 2V는 0.5 \pm 0.3 μ m 두께의 혼성층이 관찰되었다고 하였다.

이상에서와 같이 자가 산부식 접착제와 단일병 접착제의 상아질에 대한 결합강도는 사용된 접착제의 종류에 따라 다양한 결과를 보이고 있으며, 상아질과 접착제 계면에서의 혼성층 형성은 자가 산부식 접착제가 단일병 접착제에 비해 얇은 것으로 알려져 있다. 최근에 소개된 자가 산부식 접착 시스템인 Tyrian SPE/One-Step Plus, Prompt L-Pop, One-Up Bond F의 상아질에 대한 결합강도와 상아질과 이들 접착제 계면에서의 주사전자 현미경적인 소견을 비교 연구한 논문은 아주 적은 실정이다.

본 연구의 목적은 이러한 자가 산부식 접착제(Tyrian SPE/One-Step Plus, Prompt L-Pop, One-Up Bond F)의 상아질에 대한 전단결합강도와 상아질과 접착제 계면에서의 접착양상을 단일병 접착제(Single Bond)와 함께 상호 비교하기 위함이다.

Ⅱ. 실험재료 및 방법

1. 실험재료

자가 산부식 접착제의 상아질에 대한 전단결합강도와 접착양상을 평가하기 위하여 우식병소가 없는 발거된 상·하악 대구치 60개를 실험치아로 사용하였다.

실험에 사용된 접착제와 복합레진은 Table 1에서와 같이 대조군으로서 단일병 접착제인 Single Bond와 Filtek Z

Table 1. Group classification of an one-bottle adhesive and three self-etching adhesives/composite resins used in this study.

Group	Adhesives	Composite Resins	Manufacturers
SB	Single Bond	Filtek Z 250	3M Dental Products., St. Paul, MN, U.S.A.
TY	Tyrian SPE/ One-Step Plus	Aelitefil	Bisco, Inc., Scumburg, IL, U.S.A.
LP	Prompt L-Pop	Filtek Z 250	3M Dental Products., St. Paul, MN, U.S.A.
OU	One-Up Bond F	Palfique Toughwell	Tokuyama Corp., Tokyo, Japan

250과 자가 산부식 접착제인 Tyrian SPE/One-Step Plus와 Aelitefil, Prompt L-Pop과 Filtek Z 250, One-Up Bond F와 Palfique Toughwell을 사용하였다.

접착제와 복합레진의 광중합을 위해 광조사기는 광 강도 $500\text{W}/\text{cm}^2$ 의 Spectrum™ 800(Dentsply Caulk, Milford, U.S.A.)를 사용하였다.

2. 실험방법

1) 전단결합강도의 측정과 파절양상의 관찰

발거된 상·하악 대구치 40개를 선택하여 치아 표면에 있는 이 물질을 스켈러로 제거하였다. 석고를 혼합하여 내경 20mm, 높이 45mm의 투명한 CBC(Complete Blood Counting) 병에 완전히 채운 후, 각 대구치의 치근부위를 수직으로 매몰하였다. 석고가 경화된 후, 각 대구치의 교합면은 Diamond Wheel Saw(South Bay Technology Inc., San Clemente, California, U.S.A.)를 이용하여 교합면에 평행하게 법랑질 직하방의 상아질을 노출시켰다. 주수하에서 600 grit silicon carbide paper로 절단된 상아질 표면을 연마하였다. 각 군당 10개의 치아를 무작위로 배정한 후 사용된 재료에 따라 다음과 같이 4개의 군으로 분류하였다.

(1) SB군

대조군으로서 절단된 상아질 표면에 산부식제를 15초간 적용한 후 10초간 물로 세척하고 과도한 물을 면구로 흡수하였다. 공급된 솔에 단일병 접착제 Single Bond를 충분히 적셔 상아질 표면에 연속적으로 2회 도포하고 에어 시린지로 가볍게 건조한 후, Spectrum™ 800으로 10초간 광조사하였다.

상아질 표면의 중앙부에 직경 5mm와 높이 4mm의 투명한 젤라틴 캡슐을 고정하고 Filtek Z 250을 약 2mm 정도 충전한 후, 캡슐 밖으로 빠져 나온 과도한 레진을 explorer로 제거하고 교합면 측에서 Spectrum™ 800으로 40초간 광조사하였다. 복합레진 위에 있는 캡슐의 나머지 부위에 Filtek Z 250을 이차 충전하고 교합면 측에서 40초 동안 광조사한 후, 다시 협설과 근원심 방향에서 각각 40초간 광조사하였다.

(2) TY군

상아질 표면을 세척한 후 에어 시린지로 최소한 5초간 건조하였다. 제조회사의 설명서에 따라 Tyrian SPE를 혼합하여 공급된 스폰지에 Tyrian SPE를 적신 다음 상아질 표면에 최소한 10초간 문지르면서 1~2회 적용하였다.

One-Step Plus 병을 3~5초간 흔들어 공급된 용기에 용액을 분배한 후, 상아질 표면에 도포된 Tyrian SPE 위에

One-Step Plus를 2회 적용하고 최소한 10초간 에어 시린지로 건조하였다. 표면에 광택이 있는가를 확인한 후 Spectrum™ 800으로 10초간 광조사하였다. 상아질 표면에 대한 캡슐의 적용과 Aelitefil의 충전 및 광조사는 SB군과 같은 방법을 이용하였다.

(3) LP군

상아질 표면을 세척, 건조한 후 제조회사의 설명서에 따라 Prompt L-Pop을 눌러 혼합하여 applicator에 적신 접착제를 상아질 표면에 중증도의 압력을 가하여 15초간 문질렀다. 상아질 표면에 있는 접착제를 에어 시린지로 불어 충분히 피지도록 하고 표면에 광택이 있는가를 확인한 후 Spectrum™ 800으로 10초간 광조사하였다. 상아질 표면에 대한 캡슐의 적용과 Filtek Z 250의 충전 및 광조사는 SB군과 같은 방법을 이용하였다.

(4) OU군

상아질 표면을 세척한 후 에어 시린지로 건조하였다. One-Up Bond F는 제조회사의 설명서에 따라 Bonding agent A와 Bonding agent B를 혼합용기에 한 방울씩 분배하고 핑크 색이 될 때까지 혼합하여 공급된 applicator에 접착제를 적신 다음, 상아질 표면에 적용하여 20초간 기다렸다. 에어 시린지로 가볍게 건조하고 Spectrum™ 800으로 핑크 색의 접착제가 밝은 갈색으로 변할 때까지 10초간 광조사하였다. 상아질 표면에 대한 캡슐의 적용과 Palfique Toughwell의 충전 및 광조사는 SB군과 같은 방법을 이용하였다.

각 군의 모든 시편은 실온의 증류수에 48시간 동안 보관한 후 5℃와 55℃의 증류수에서 1분 간격으로 500회 열 순환하였다. 만능시험기(AGS-1000 4D, Shimadzu Co., Kyoto, Japan)에 전단장치를 부착하고 용량 100 kg의 load cell을 이용하여 분당 1mm의 crosshead speed에서 각 시편의 전단결합강도를 측정하였고, 각 군의 전단결합강도에 대한 상호간의 유의성 검증은 ANOVA를 이용하여 시행하였으며, 사후검정은 Tukey's test를 이용하여 $p=0.05$ 유의수준에서 분석하였다.

전단결합강도를 측정한 각 시편의 상아질에 대한 복합레진의 파절양상은 저 배율의 광학 입체현미경(PM-10AK3, Olympus, Tokyo, Japan)하에서 관찰하여 그 양상을 기록하였다(Table 2).

2) 주사전자 현미경적인 관찰

발거된 상·하악 대구치 20개를 선택하여 치아 표면에 있는 이 물질을 스켈러로 제거한 후, 전단결합강도의 측정을 위한 시편제작과 마찬가지로 각 치아를 CBC 병에 매몰하고 법랑질 직하방의 상아질을 노출시켰다. 절단된 상아질

표면은 주수하에서 600grit silicon carbide paper로 연마하였다. 각 군당 5개의 치아를 무작위로 배정한 후 사용된 재료에 따라 4개의 군으로 분류하였다. 각 군의 상아질 표면처리와 접착제의 적용은 절단면 전체의 상아질 표면에서 적용하는 것을 제외하고 전단결합강도의 측정을 위한 시편에서와 동일한 방법으로 시행하였다. 각 군에 해당하는 복합레진을 접착제가 도포된 상아질 표면의 상방에 4mm 정도의 두께가 되도록 적층으로 축조하였다.

Diamond Wheel Saw를 이용하여 각 수복물의 중앙부가 양분되도록 치아의 근 원심 방향으로 절단한 후, 주수하에서 diamond disk를 이용하여 각 치아의 치근부를 제거하였다. 각 시편의 양분된 표면은 주수하에서 600grit silicon carbide paper로 연마하였다.

각 군의 시편은 50% 인산에 5시간 침적한 후, 흐르는 물에 세척하고 20% 차아 염소산 나트륨에 48시간 동안 보관하여 시편의 탈회와 탈단백 (deproteinization)을 시행하였다.

각 시편을 건조한 후, 전자현미경 관찰을 위해 각 시편을 stub에 부착하여 2 KV, 20 mA의 전압과 전류, 4×10^{-2} mbar/pa의 진공상태에서 1분 동안 225Å 두께로 금도금하였다. 주사전자 현미경(JSM-840A, Scanning Microscope JEOL LTD., Tokyo, Japan)하에서 각 군의 복합레진과 상아질 계면을 관찰하여 Polaroid 667 필름 (Kodak Co., Cambridge, MA, U.S.A.)으로 촬영하였다.

Ⅲ. 실험결과

1. 전단결합강도와 파절양상

자가 산부식 접착제와 단일병 접착제의 상아질에 대한 전단결합강도의 평균치와 통계학적 유의성은 Table 2에 표시하였다. 상아질에 대한 자가 산부식 접착제의 전단결합강도는 TY군에서 12.12 ± 3.46 MPa, LP군에서 $15.89 \pm$

4.54MPa를 나타내어 단일병 접착제인 SB군(13.96 ± 6.44 MPa)과 유의한 차이를 나타내지 않았다. 한편 OU군의 전단결합강도는 1.47 ± 1.02 MPa로 모든 군에서 가장 낮게 나타나 다른 군과 유의한 차이를 나타냈다 ($p < 0.05$).

상아질 표면에 대한 복합레진의 파절양상은 TY군, LP군, SB군의 시편 모두에서 비슷한 수의 부착성 파절(adhesive failure)과 혼합성 파절 (mixed failure)을 보인 반면, OU군의 모든 시편에서 부착성 파절이 관찰되었다 (Table 2).

2) 주사전자 현미경적 조건

각 군의 상아질에 대한 접착관계와 혼성층 및 레진 태그의 양상은 다음과 같이 나타났다.

(1) SB군

상아질과 Single Bond는 긴밀한 접착을 이루었고, 상아질과 복합레진의 계면에 $2 \sim 4 \mu\text{m}$ 두께의 혼성층이 관찰되었다. Z 250에서 상아질 방향으로 일정한 간격을 두고 $10 \mu\text{m}$ 길이의 taper한 레진 태그가 관찰되었다(Fig. 1, 2). 레진 태그의 표면은 거칠게 나타났으며, 레진 태그에서 측방으로 나가는 짧은 측지가 관찰되었다 (Fig. 3).

(2) TY군

Aelitefil과 Tyrian SPE/One-Step Plus사이 $5 \mu\text{m}$ 두께의 접착층 (adhesive layer)이 나타났고, 접착제와 상아질은 긴밀한 접착을 이루었다 (Fig. 4). 접착층과 상아질 계면에 $1.5 \mu\text{m}$ 정도의 혼성층이 관찰되었으며, 복합레진에서 상아질 방향으로 치밀한 레진 태그($5 \sim 10 \mu\text{m}$)가 관찰되었다 (Fig. 5). 레진 태그의 표면은 거칠게 나타났으며, 레진 태그에서 측방으로 짧은 측지가 관찰되었다(Fig. 6).

(3) LP군

상아질과 Prompt L-Pop은 긴밀한 접착을 이루었고, 상아질과 복합레진의 계면에 $2 \mu\text{m}$ 정도의 혼성층이 관찰되었

Table 2. Shear bond strength (MPa) to dentin and failure mode after the test

Group	Specimen	Shear bond strength		Failure mode		
		Mean \pm S.D.	Range(max-min)	adhesive	mixed	cohesive
SB	10	13.96 ± 6.44	18.90-10.30	6	4	0
TY	10	12.12 ± 3.46	17.70-7.20	5	5	0
LP	10	15.89 ± 4.54	23.10-9.80	6	4	0
OU	10	$1.47 \pm 1.02^*$	3.80-0.25	10	0	0

*: there was statistically significant difference among groups by Tukey's test ($p < 0.05$).

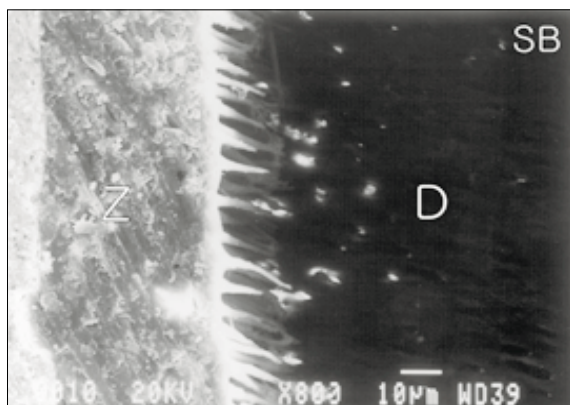


Fig. 1. Dentin (D) and Z 250 (Z) interface showed close adaptation in Single Bond (SB) group. (SEM $\times 800$)

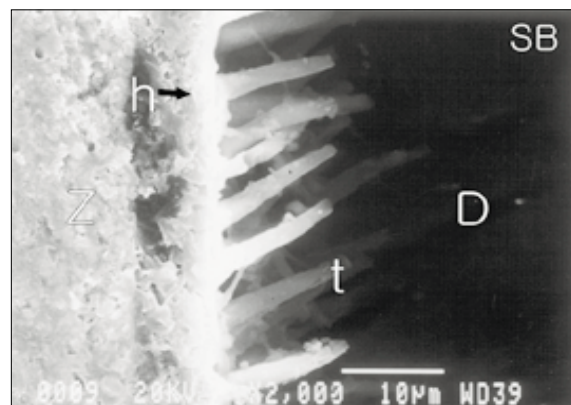


Fig. 2. SB group showing 2-4 µm thick hybrid layer (h) with taper resin tags (t) which were 10 µm long and had regular interval. (SEM $\times 2,000$)

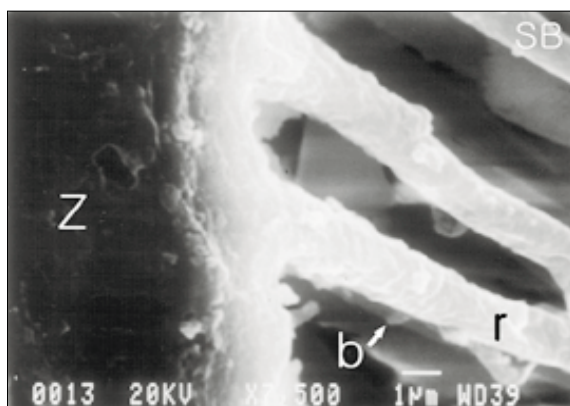


Fig. 3. Higher magnification of SB group showing resin tags with rough surface (r) and short lateral branches (b). (SEM $\times 7,500$)

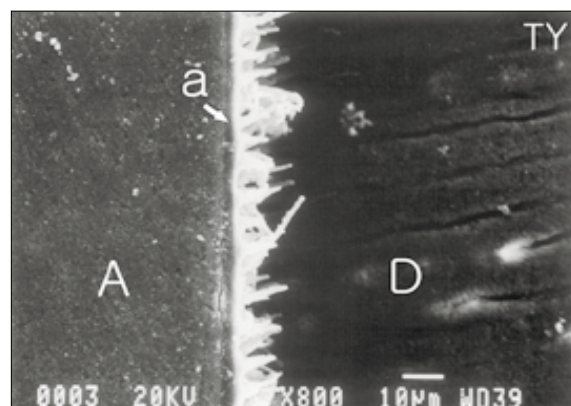


Fig. 4. Dentin (D) and Aelitefil (A) interface showed close adaptation and 5 µm thick adhesive layer (a) in Tyrian SPE (TY) group. (SEM $\times 800$)

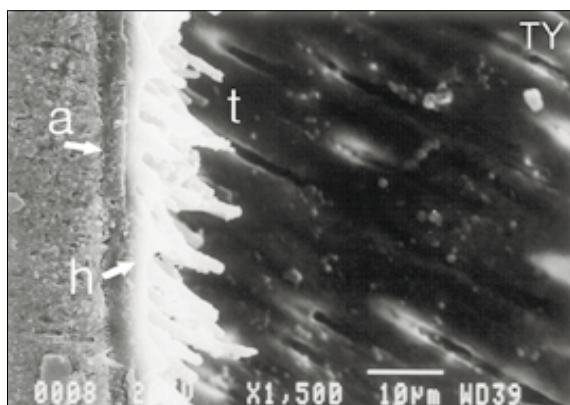


Fig. 5. TY group showing 1.5 µm thick hybrid layer (h) and numerous resin tags (t) which were 5-10 µm long and dense. (SEM $\times 1,500$)

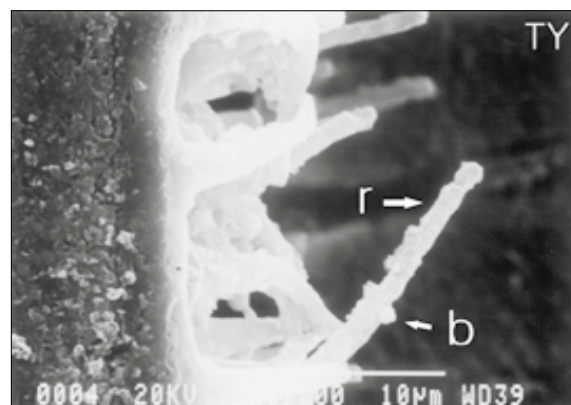


Fig. 6. Higher magnification of TY group showing resin tags with rough surface (r) and short lateral branches (b). (SEM $\times 3,700$)

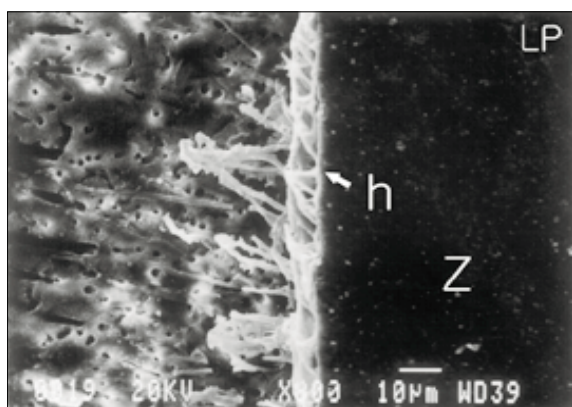


Fig. 7. Dentin and Z 250 (Z) interface showed close adaptation and 2 μ m thick hybrid layer (h) in Prompt L-Pop (LP) group. (SEM \times 800)

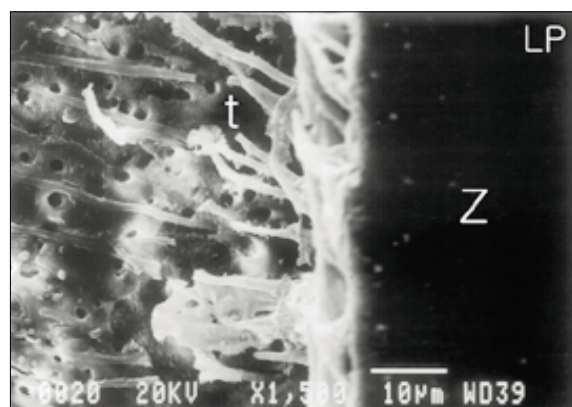


Fig. 8. LP group showing short and long resin tags (t) which were 5–15 μ m long. (SEM \times 1,500)

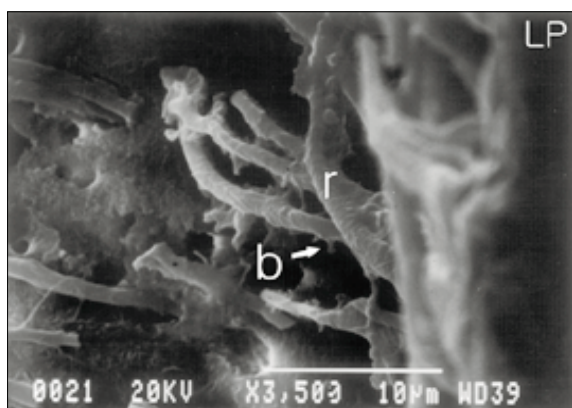


Fig. 9. Higher magnification of LP group showing resin tags with rough surface (r) and short lateral branches (b). (SEM \times 3,500)

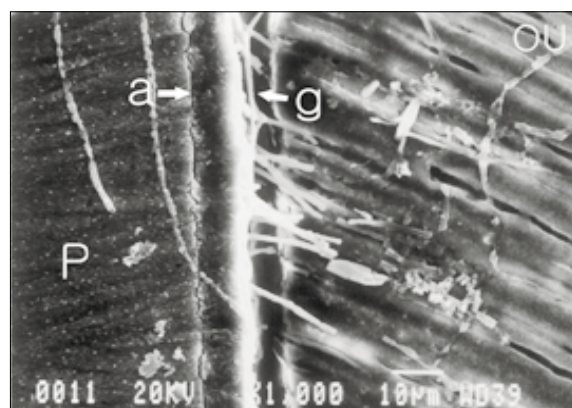


Fig. 10. Dentin and Palfique Toughwell (P) interface showed gap (g) and 10 μ m thick adhesive layer (a) in One-Up Bond F (OU) group. (SEM \times 1,000)

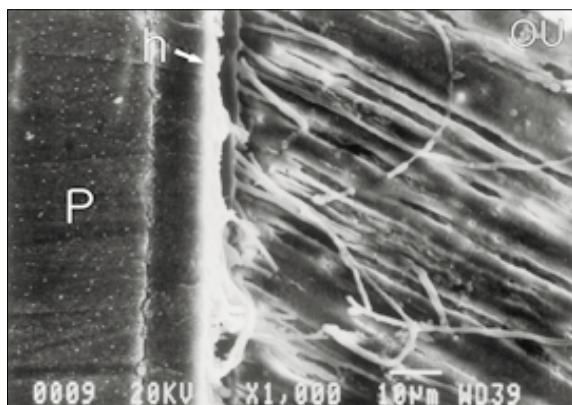


Fig. 11. OU group showing 2 μ m thick hybrid layer (h) and few resin tags which were short and very long.

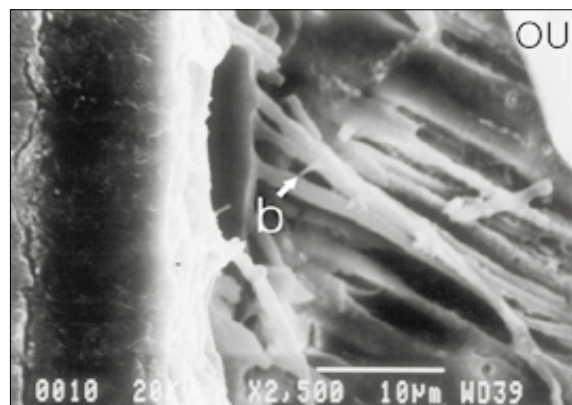


Fig. 12. Higher magnification of OU group showing short lateral branches (b). (SEM \times 2,500)

다(Fig. 7). SB군과는 달리 Z 250에서 상아질 방향으로 불규칙하게 5~15 μ m 길이의 짧고 긴 레진 테그가 관찰되었다(Fig. 8). 레진 테그의 표면은 거칠게 나타났으며, 레진 테그에서 측방으로 짧은 측지가 관찰되었다(Fig. 9).

(4) OU군

Palfique Toughwell과 One-Up Bond F사이에 10 μ m 두께의 접착층이 나타났고, Palfique Toughwell과 상아질 사이에 간극(gap)이 관찰되었다(Fig. 10). 접착층에서 상아질 방향으로 2 μ m 정도의 혼성층과 함께 짧고 아주 긴 레진 테그가 관찰되었다(Fig. 11). 레진 테그에서 측방으로 나가는 짧은 측지가 관찰되었다(Fig. 12).

IV. 총괄 및 고안

복합레진을 이용한 수복물의 성공적인 결과를 얻기 위한 상아질 접착제의 역할은 단지 복합레진을 와동에 유지시키는 것만이 아니라, 복합레진의 중합수축에 저항할 수 있고 적절한 계면봉쇄(interfacial sealing)를 위해 강하고 안정적인 접착을 제공하여야 한다. 이것은 임상적으로 미세누출과 슬후과민증을 감소시키고, 이차우식증의 발생을 방지하는데 아주 중요하다.

상아질 접착제는 상아질과의 상호작용 방식과 임상적인 적용단계에 의해 다음과 같이 분류할 수 있다⁵⁾. 단일병 접착제는 인산을 이용하여 도말층을 완전히 제거하는 방식으로 상아질과 접착을 이루며, 프라이머와 접착제를 하나의 용액에 혼합하여 기존의 3단계의 적용과정을 2단계로 감소시켰다^{8,11,18)}. 또한 자가 산부식 접착제는 약한 산성 단량체를 이용하여 도말층을 용해하므로써 상아질과 접착을 이루며, 자가 산부식 프라이머(self-etching primer)를 적용한 후 접착제를 적용하는 2단계 접착 시스템과 상아질의 처리, 프라이밍, 접착제의 3가지 기능을 동시에 수행하는 1단계 또는 all-in-one 접착 시스템으로 다시 분류된다²²⁻²⁵⁾. 이러한 자가 산부식 접착 시스템은 HEMA와 물을 기본적인 성분으로 포함하고 있으며, HEMA는 습윤한 환경에서 높은 확산성을 갖는 습윤제(wetting agent)로서 그리고 물에 잘 용해되지 않는 다른 단량체를 위한 co-solvent로서 역할을 하며, 물은 산성 단량체의 이온화와 경조직을 탈회하는 역할을 한다^{5,15,26)}. 본 연구에서는 이와 같이 도말층의 처리 방식과 적용과정이 서로 다른 단일병 접착제(Single Bond)와 자가 산부식 프라이머(Tyrian SPE/One-Step Plus) 그리고 all-in-one 접착제(Prompt L-Pop과 One-Up Bond F)의 상아질에 대한 전단결합강도와 접착계면에서의 양상을 상호 비교, 평가하였다.

미세 기계적인 유지는 상아질에 대한 복합레진의 접착을 위해 가장 중요한 기전으로 알려져 있다⁷⁾. 이러한 유지는

복합레진과 상아질 계면의 긴밀한 접착은 물론이고, 레진 단량체가 탈회된 상아질 면으로 완전히 침투되어 혼성층을 형성할 때 일어날 수 있다^{16,19,27,28)}. 다수의 연구에서 상아질과 접착제 계면에 형성된 혼성층의 두께는 사용된 접착제의 종류에 따라 다르게 나타나고 있다. Abdalla와 Garcia-Godoy²⁷⁾는 4종의 단일병 접착제에 대한 혼성층의 두께는 1~5 μ m의 범주로 관찰되었으며, 이중 Single Bond의 혼성층 두께는 3~5 μ m라고 하였다. Prati 등¹⁸⁾은 단일병 접착제(Single Bond)와 자가 산부식 프라이머(Clearfil KB 1300)의 혼성층의 두께는 각각 4~6 μ m와 1.0~2.0 μ m 두께를 나타내 자가 산부식 프라이머가 단일병 접착제에 비해 더 얇은 혼성층을 형성하였다고 보고하였다. 본 연구에서 단일병 접착제를 사용한 SB군의 레진과 상아질 계면에서의 혼성층은 2~4 μ m 두께로 다른 군에 비해 가장 두껍게 나타났으며, 자가 산부식 프라이머를 사용한 TY군의 혼성층 두께는 1.5 μ m로 나타나 단일병 접착제에 비해 얇은 혼성층을 나타내 이들의 연구 결과와 유사하였다.

본 연구에서 all-in-one 접착제를 사용한 LP군과 OU군의 혼성층 두께는 모두 2 μ m로 나타났으며, 이는 자가 산부식 프라이머를 사용한 TY군보다는 약간 두껍게 나타났지만 SB군보다는 얇게 나타났다. Tay와 Pashley²⁹⁾는 3종의 접착제와 상아질 도말층의 유무에 따른 혼성층의 두께를 평가한 결과, 자가 산부식 프라이머인 Clearfil SE Bond와 NRC/Pime & Bond NT에서는 각각 0.4~0.5 μ m와 1.2~2.2 μ m 두께의 혼성층이 관찰되었고, all-in-one 접착제인 Prompt L-Pop에서는 2.5~5 μ m를 나타내어 all-in-one 접착제가 자가 산부식 프라이머보다 더 두꺼운 혼성층을 형성하였고, 혼성층의 두께는 각 접착제를 적용하기 전에 형성된 도말층의 두께에 의해 영향을 받는다고 보고하였다. 또한 Miyazaki 등²⁵⁾은 단일병 접착제(Single Bond)와 all-in-one 접착제(One-Up Bond F)의 혼성층의 두께는 Single Bond에서 3~4 μ m, One-Up Bond F에서 0.5~1.5 μ m로 관찰되었다고 하였다. 이러한 연구들의 결과는 본 연구에서 사용된 자가 산부식 프라이머와 두 종류의 all-in-one 접착제 및 단일병 접착제의 혼성층 두께에 대한 차이와 일치된 결과를 나타내었으며, 사용된 접착 시스템의 종류에 따라 상아질과 접착제 계면에서 형성된 혼성층의 두께는 각각 다르게 나타났다. 이러한 혼성층 두께의 차이는 각 접착 시스템에서 상아질을 처리할 때 사용하는 산의 종류, 산처리 여부, 접착제의 pH 및 화학적인 성분 차이 때문으로 사료된다²⁶⁾.

본 연구에서 각 군의 상아질과 접착제 계면에서의 접착양상을 비교하여 보면, LP군과 TY군은 단일병 접착제인 SB군에서와 마찬가지로 접착제와 상아질 계면에서 긴밀한 접착을 보였다. 그러나 OU군에서는 접착제와 상아질 계면에서 간극이 관찰되어 적용단계를 같이하는 두 종류의 all-in-

one 접착제간에도 상아질과 접착제 계면의 접착양상이 다르게 나타났다. Telles 등²⁸⁾은 교합면측 상아질에 대한 Prompt L-Pop과 Single Bond의 접착계면 양상을 주사전자 현미경으로 관찰한 결과, Prompt L-Pop은 상아질과의 계면에서 간극이 관찰되었으나 Single-Bond에서는 어떠한 간극이 나타나지 않았다고 보고하고 이러한 이유로는 Prompt L-Pop에서 혼성층이 형성되지 않았기 때문이라고 설명하였다. 이러한 결과는 본 연구의 결과와는 아주 상이하게 나타났다.

본 연구에서 레진 테그의 양상을 비교하여 보면, SB군은 일정한 간격으로 10 μ m 길이의 전형적인 taper 모양의 레진 테그가 관찰되었으며, TY군은 치밀한 5~10 μ m의 레진 테그가 관찰되었다. 그러나 LP군과 OU군의 레진 테그는 TY군과 SB군에 비해 치밀하지 않았으며, 짧고 긴 레진 테그(5~15 μ m)가 함께 관찰되었다. 따라서 본 연구에서 관찰된 레진 테그는 단일병 접착제와 자가 산부식 프라이머 간에, 그리고 두 종류의 all-in-one 간에 유사한 양상으로 나타났다.

상아질에 대한 여러 접착제의 결합강도는 상아질의 표면 상태, 도말층의 특성, 상아질의 위치 등에 의해서 영향을 받지만^{18,24,30)}, 결합강도 검사는 접착제의 물리적인 내구성을 실험실적으로 간단하게 평가하는 가장 효과적인 방법으로 이용되고 있다^{25,30)}. 본 연구에서 상아질에 대한 결합강도는 LP군에서 15.89 \pm 4.54MPa로 가장 높게 나타났으며, TY군(12.12 \pm 3.46 MPa)과 SB군(13.96 \pm 6.44 MPa)은 LP군보다 약간 낮은 결합강도를 나타냈으나 이들 군간의 결합강도는 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았다. 그러나 OU 군의 결합강도는 1.47 \pm 1.02MPa로 다른 군에 비해 통계학적으로 가장 낮게 나타났다($p<0.05$).

Gallo 등³¹⁾은 Single Bond의 상아질에 대한 전단결합강도는 13.0MPa를 나타냈다고 보고하였는데 이는 본 연구의 결과에서 나타난 SB군의 결합강도와 유사하였다. Kazemi 등²⁰⁾은 단일병 접착제(Prime & Bond NT), 자가 산부식 프라이머 (Clearfil SE Bond)와 all-in-one 접착제 (Prompt L-Pop)의 상아질에 대한 전단결합강도를 측정한 결과 Prompt L-Pop이 가장 낮은 결합강도를 나타냈다고 하였으며, Tay 등²⁶⁾은 Prompt L-Pop과 One-Up Bond F의 결합강도를 비교한 결과 One-Up Bond F가 더 높은 결합강도를 나타냈다고 보고하여 본 연구의 결과와 다르게 나타났다. 한편, Bouillaguet 등⁷⁾은 단일병 접착제(Single Bond)와 자가 산부식 프라이머(Clearfil Liner Bond 2V)의 상아질에 대한 결합강도는 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았다고 보고하여 본 연구의 결과와 유사하였다.

본 연구에서 접착강도를 측정한 후 각 시편의 파단면을 관찰하였는데, SB군과 LP군은 둘 모두에서 10개의 시편 중 6개의 접착성 파절과 4개의 혼합성 파절을 보였으며, TY군

은 각각 5개씩의 접착성 파절과 혼합성 파절을 나타냈다. 그러나 OU군은 모든 시편에서 접착성 파절을 나타냈다.

본 연구에서 OU 군이 다른 군보다 낮은 결합강도를 나타낸 이유는 접착제와 상아질 계면에 형성된 간극과 적은 수의 레진 테그, 그리고 모든 시편의 파단면에서 나타난 접착성 파절과 관련이 있는 것으로 사료된다. 이와 같이 One-Up Bond F의 낮은 결합강도는 비록 적용과정이 단순하다고 해도 아직까지는 2 단계 접착 시스템에 비해 상아질과 효과적으로 접착을 이루지 못하는 문제점을 가지고 있는 것으로 나타났다. 아울러 동일한 all-in-one 접착제에서의 차이는 Prompt L-Pop(pH-1.17)에 비해 One-Up Bond F(pH-2.57)의 높은 pH로 인해²⁶⁾ 상아질과 화학적인 반응을 이룰 수 있는 시간이 부족하거나 서로 다른 적용방법에 의해 발생될 수 있으므로 이에 대한 추가적인 연구가 필요하다고 사료된다.

접착층은 탄성의 결합층으로서 shock absorber로 작용하여 복합레진의 중합수축시 야기되는 응력을 감소시키는 것으로 알려져 있다^{4,5)}. 본 연구에서 접착층은 TY군에서 5 μ m 두께와 OU군에서 10 μ m 두께로 관찰되었다. 이러한 접착층은 TY군에서 사용된 One Step Plus에 함유된 필러와 OU군에 함유된 fluoro-aluminosilicate glass에 의해 형성되는 것으로 사료된다. 본 연구에서 TY군과 OU군간의 결합강도 차이를 감안하여 보면 접착층은 사용된 접착제의 종류에 따라서 결합강도와의 관련성이 서로 다르게 나타났다⁴⁾. 또한 본 연구의 결과에서 혼성층의 두께와 결합강도 간에는 뚜렷한 상관관계가 없는 것으로 나타났으며, Prati 등¹⁸⁾과 Ferrari 등³²⁾은 이들 간에 상관관계가 없음을 이미 보고한 바 있다.

본 연구를 종합하여 보면, 상아질에 대한 결합강도는 OU 군이 다른 군에 비해 통계학적으로 낮게 나타났다. 또한 상아질과 접착제 계면에서의 접착양상은 SB군, TY군, LP군에서 긴밀한 접착을 이루었으나 OU군은 간극이 나타났으며, 자가 산부식 접착제의 혼성층의 두께는 단일병 접착제에 비해 얇게 나타났다.

자가 산부식 접착 시스템은 술식에 민감하지 않고, 접착술이 단순한 재료로 알려져 있으나 본 연구의 결과를 보았을 때 상아질에 대한 효과적인 접착을 위해서는 보다 더 우수한 접착 시스템의 개발이 필요할 것으로 생각되며, 향후 이들 시스템에 대한 임상적 연구를 통해 본 연구의 실험실적인 결과와 비교가 이루어져야 할 것으로 사료된다.

V. 결 론

본 연구에서는 상아질에 대한 자가 산부식 접착제의 전단결합강도와 접착양상을 상호 비교하였다. 60개의 발거된 상·하악 대구치의 교합면 상아질을 노출하여 사용된 접착

제와 복합레진에 따라 4개의 군으로 분류하였다. SB군은 대조 군으로서 Single Bond와 Filtek Z 250을 사용하였고, TY군은 Tyrian SPE/One-Step Plus와 Aelitefil, LP군은 Prompt L-Pop과 Filtek Z 250, OU군은 One-Up Bond F와 Palfique Toughwell을 사용하였다.

각 군당 10개의 상아질 표면 중앙에 젤라틴 캡슐과 함께 각 군에 해당되는 접착제와 복합레진을 접착한 후 전단결합 강도를 측정하였고, 저 배율의 광학입체 현미경하에서 강도를 측정한 각 시편의 파절양상을 관찰하였다.

각 군당 5개의 상아질 표면에 각 군에 해당되는 접착제를 적용한 후 복합레진을 4mm 두께로 접착하였다. 시편을 제작하여 주사전자 현미경하에서 상아질과 복합레진 계면을 관찰하였다.

이상의 실험을 통해 얻은 결과는 다음과 같다.

1. TY군과 LP군의 결합강도는 SB군과 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았으며, OU군의 결합강도는 다른 군에 비해 통계학적으로 가장 낮게 나타났다 ($p<0.05$).
2. 상아질에 대한 복합레진의 파절양상은 SB군, TY군, LP군에서 비슷한 수의 접착성과 혼합성 파절을 나타냈으며, OU군에서는 모두 접착성 파절을 나타냈다.
3. TY군, LP군, OU군의 혼성층 두께는 SB군보다 얇게 나타났으며, TY군과 OU군에서 각각 $5\mu\text{m}$ 과 $10\mu\text{m}$ 의 접착층이 관찰되었다.
4. 복합레진과 상아질 계면에서 SB군, TY군, LP군은 긴 밀한 접착을 보였으나 OU군은 간극이 관찰되었으며, SB군과 TY군은 다수의 레진 태그, 그리고 LP군과 OU군은 적은 수의 레진 태그가 관찰되었다.

참고문헌

1. Santini A, Plasschaert AJM and Mitchell S: Effect of composite resin placement techniques on the microleakage of two self-etching dentin-bonding agents. *Am J Dent* 14(3):132-136, 2001.
2. Perdigão J, Frankenberger R, Rosa BT and Breschi L: New trends in dentin/enamel adhesion. *Am J Dent Special issue* 13:25-30, 2000.
3. Sonoda H, Sasafuchi Y, Kitasako Y, Arakawa M, Otsuki M and Tagami J: Pulpal response to a fluoride-releasing all-in-one resin bonding system. *Oper Dent* 27:271-277, 2002.
4. Zheng L, Pereira PNR, Nakajima M, Sano H and Tagami J: Relationship between adhesive thickness and microtensile bond strength. *Oper Dent* 26:97-104, 2001.
5. Inoue S, Van Meerbeek B, Vargas M, Yoshida Y, Lambrechts P and Vanherle G: Adhesion mechanism of self-etching adhesives. *Advanced Adhesive Dentistry 3rd international Kuraray symposium* 131-148, 1999.
6. Miyazaki M, Onose H and Moore BK: Effect of operator variability on dentin bond strength of two-step bonding systems. *Am J Dent* 13(2):101-104, 2000.
7. Bouillaguet S, Gysi P, Wataha JC, Ciucchi B, Cattani M, Godin CH and Meyer JM: Bond strength of composite to dentin using conventional, one-step, and self-etching adhesive systems. *J Dent* 29:55-61, 2001.
8. Tay FR, Gwinnett JA and Wei SHY: Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free, acetone-based, single bottle primer/adhesives. *Dent Mat* 12:236-244, 1996.
9. 조영근과 조공철: 자가 산부식 프라이머와 자가 산부식 접착제의 변연 미세누출. *대한치과보존학회지* 27(5):493-501, 2002.
10. Agostini FG, Kaaden C and Powers JM: Bond strength of self-etching primers to enamel and dentin of primary teeth. *Am J Ped Dent* 23(6):481-486, 2001.
11. Brackett WW, Covey DA, St. and Germain HA: One-year clinical performance of a self-etching adhesive in class V resin composites cured by two methods. *Oper Dent* 27:218-222, 2002.
12. Frey O: Creating a reliable bond. An all-in-one system. *Am J Dent Special issue* 13:85-87, 2000.
13. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H and Oguchi H: Fractographical analysis of resin-dentin bonds. *Am J Dent* 14(6):355-360, 2001.
14. Li H, Burrow MF and Tyas MJ: The effect of load cycling on the nanoleakage of dentin bonding systems. *Dent Mat* 18:111-119, 2002.
15. Pontes DG, de Melo AT and Monnerat AF: Microleakage of new all-in-one adhesive systems on dentinal and enamel margins. *Quint Int* 33(2):136-139, 2002.
16. Yoshiyama M, Matsuo T, Ebisu S and Pashley D: Regional bond strengths of self-etching/ self-priming adhesive systems. *J Dent* 26:609-616, 1998.
17. Hannig M and Fu B: Effect of air abrasion and resin composite on microleakage of class V restorations bonded with self-etching primers. *J Adhes Dent* 3:265-272, 2001.
18. Prati C, Chersoni S, Mongiorgi R and Pashley DH: Resin-infiltrated dentin layer formation of new bonding systems. *Oper Dent* 23:185-194, 1998.
19. Yoshiyama M, Urayama A, Kimochi T, Matsuo T and Pashley DH: Comparison of conventional vs self-etching adhesive bonds to caries-affected dentin. *Oper Dent* 25:163-169, 2000.
20. Kazemi RB, Meiers JC and Peppers K: Effect of caries disclosing agents on bond strengths of total-etch and self-etching primer dentin bonding systems to resin composite. *Oper Dent* 27:238-242, 2002.
21. Toledano M, Osorio R, de Leonardi G, Rosales-Leal, JI, Ceballos L and Cabrerizo-Vilchez MA: Influence of self-etching primer on the resin adhesion to enamel and dentin. *Am J Dent* 14(4):205-210, 2001.
22. Yoshiyama M, Carvalho R, Sano H, Horner JA, Brewer PD and Pashley DH: Regional bond strengths of resins to human root dentine. *J Dent* 24:435-442, 1996.
23. Pereira PNR, Okuda M, Nakajima M, Sano H, Tagami J and Pashley DH: Relationship between bond strengths and nanoleakage: evaluation of a new assessment method. *Am J Dent* 14(2):100-104, 2001.
24. Croll TP: Self-etching adhesive system for resin bonding. *J Dent Child* :176-181, 2000.
25. Miyazaki M, Iwasaki K, Onose H and Moore BK: Enamel and dentin bond strengths of single application

- bonding systems. *Am J Dent* 14(6):361-366, 2001.
26. Tay FR, King NM, Shu BI and Pashley DH: Effect of delayed activation of light-cured resin composites on bonding of all-in-one adhesives. *J Adhes Dent* 3:207-225, 2001.
27. Abdalla AI and Garcia-Godoy F: Morphological characterization of single bottle adhesives and vital dentin interface. *Am J Dent* 15(1):31-34, 2002.
28. Telles PDS, Machado MAAM and N r JE: SEM study of a self-etching primer adhesive system used for dentin bonding in primary and permanent teeth. *Am Ac Ped Dent* 20(4):315-319, 1998.
29. Tay FR and Pashley DH: Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mat* 17:296-308, 2001.
30. Nikaido T, Kunzelmann KH, Chen H, Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, Cox CF, Hickel R and Tagami J: Evaluation of thermal cycling and mechanical loading on bond strength of a self-etching primer system to dentin. *Dent Mat* 18:269-275, 2002.
31. Gallo JR, Henderson M and Burgess JO: Shear bond strength to moist and dry dentin of four dentin bonding systems. *Am J Dent* 13(5):267-270, 2000.
32. Ferrari M, Mason PN, Vichi A and Davidson CL: Role of hybridization on marginal leakage and bond strength. *Am J Dent* 13(6):329-336, 2000.

조 영 곤

조선대학교 치과대학 보존과 교수

광주광역시 동구 서석동 421번지 조선대학교 치과대학 보존학교실

Tel : 062-220-3840 Fax : 062-220-9064

E-mail : ygcho@mail.chosun.ac.kr