

## 미세-전단 결합 강도 시험을 이용한 상아질 접착제와 수복용 복합 레진의 호환성에 관한 연구

정진호 · 노병덕\*

연세대학교 치과대학 치과보존학교실

### ABSTRACT

#### IN VITRO MICRO-SHEAR BOND STRENGTH OF FIVE COMPOSITE RESINS TO DENTIN WITH FIVE DIFFERENT DENTIN ADHESIVES

Jin-Ho Chung, Byoung-Duck Roh\*

*Department of Conservative Dentistry, College of Dentistry, Yonsei University*

The purpose of this study was to compare and to evaluate the combination use of 5 kinds of dentin adhesive systems and 5 kinds of composite resins using micro-shear bond test. Five adhesive systems (Prime & Bond NT (PBN), Onecoat bond (OC), Excite (EX), Syntac (SY), Clearfil SE bond (CS)) and five composite resins (Spectrum (SP), Synergy Compact (SC), Tetric Ceram (TC), Clearfil AP-X (CA), Z100 (Z1)) were used for this study ( $5 \times 5 = 25$ group,  $n = 14$ /group). The slices of horizontally sectioned human tooth were bonded with each bonding system and each composite resin, and tested by a micro-shear bond strength test. These results were analyzed statistically. The mean micro-shear bond strength of dentin adhesive systems were in order of CS (22.642 MPa), SY (18.368 MPa), EX (14.599 MPa), OC (13.702 MPa), PBN (12.762 MPa). The mean bond strength of self-etching primer system group (CS, SY) in dentin was higher than that of self-priming adhesive system groups (PBN, EX, OC) significantly ( $P < 0.05$ ). The mean bond strength of composite resins was in order of SP (19.008 MPa), CA (17.532 MPa), SC (15.787 MPa), TC (15.068 MPa), Z1 (14.678 MPa). Micro-shear bond strength of SP was stronger than those of other composite resins significantly ( $P < 0.05$ ). And those of TC and Z1 were weaker than other composite resins significantly ( $P < 0.05$ ). No difference was found in micro-shear bond strength of composite resin in self-etching primer adhesive system groups (CS, SY) statistically. However, there was significant difference of micro-shear bond strength of composite resin groups in self-priming adhesive systems group (PBN, EX, OC). The combination of composite resin and dentin adhesive system recommended by manufacturer did not represent positive correlation. It didn't seem to be a significant factor. [J Kor Acad Cons Dent 29(4):353-364, 2004]

**Key words :** Micro-shear bond strength, Dentin adhesive system, Composite resin, Self-etching primer adhesive system, Self-priming adhesive system

### I. 서 론

\* Corresponding author: **Byoung-Duck Roh**

Department of Conservative Dentistry,  
The college of Dentistry, Yonsei University  
134 Shinchon-Dong, Seodaemoon-Gu, Seoul, Korea, 120-752  
Tel : 82-2-361-8700 Fax : 82-2-313-7575  
E-mail : operatys16@yumc.yonsei.ac.kr

1963년 Buonocore<sup>1)</sup>가 법랑질과 상아질에 대한 복합레진의 결합 강도가 차이가 있음을 제시한 이래로 상아질 접착제에 관한 연구는 계속 되어지고 있으며, 이것은 다양한 상아질 접착제의 발전을 이루어 냈고, 다방면으로 이용의 범위가 넓어지고 있다.

상아질이 법랑질에 비해 결합강도가 떨어지는 것은 상아질은 17vol.%의 교원질을 포함하고 있으며 이 교원질은 주변의 hydroxy apatite 결정 때문에 접근이 불가능하기 때문이다<sup>2)</sup>. 상아세관만이 미세 기계 유지를 유도할 수 있는 유일한 통로인데, 상아세관에는 유체와 조상아세포 돌기가 존재하며, 이것은 상아질 접착제의 결합을 방해하는 인자가 된다.

상아질 접착제는 세대를 거듭하며 발전하였고, 현재는 5세대에 이르렀으며, 6세대에 대한 연구가 이루어지고 있다. 5세대 상아질 접착제는 결합단계를 줄이려는 노력이 시도되고 있다. 5세대 상아질 접착제는 두 가지 다른 종류의 재료들이 사용되고 있다. 즉, 전통적인 etching, priming, bonding의 세 단계에서 priming과 bonding를 합친 self-priming adhesive system과 etching과 priming를 합친 self-etching primer adhesive system으로 상아질 접착제가 이용되고 있으며, 6세대는 이 세 단계를 하나의 단계로 줄이려는 노력이 되고 있다<sup>3)</sup>. 또한, 5세대 상아질 접착제에는 혼성층을 강화하고, 중합수축을 줄이기 위해 filler가 다양한 정도로 첨가되고 있다<sup>4)</sup>. 하지만, 이러한 filler가 산부식된 상아질에 적절한 침투를 방해하여, 결합력을 약화시키거나, filler의 첨가가 실험적으로 유의성있는 결합력의 증가를 가져 오지 않았다는 주장도 있다<sup>5)</sup>.

5세대 상아질 접착제는 gap free margin을 만들어 내고 있지만, Sano 등<sup>6)</sup>에 의하면 탈회된 상아질내로 adhesive resin의 불완전한 침투에 기인하여 혼성층 내의 nanometer 크기의 공간을 야기한다고 하였고, 이것을 nanoleakage<sup>7)</sup>라 하였다. 그리고, 최소한의 탈회된 상아질 두께를 통하여 일정한 상아질 접착제의 침투와 완전한 중합을 이루어 내야 할 것이라고 제시하였다.

또한 Miyazaki 등<sup>8)</sup>은 복합레진의 filler 함량이 결합강도에 영향을 끼칠 것이라고 하였으며, 이는 그의 연구에서 충진율이 낮을수록 중합수축이 증가되어 결합강도가 감소할 것이라고 하였고, 이것은 평면보다 와동내에서 더욱 분명하다고 말하고 있다.

Bis-GMA는 단단한 고점성 단량체로 중합도가 낮아 TEGDMA 같은 저점성 단량체로 희석하여 중합도를 높일 수 있다<sup>9)</sup>. UDMA는 Bis-GMA에 비해 좀 더 유연성이 있는 단량체이므로 많은 상업적인 제품에서 Bis-GMA를 완전히 또는 부분적으로 대체하고 있다<sup>10)</sup>. Asmussen과 Peutzfeldt<sup>2)</sup>는 TEGDMA와 UDMA가 증가함에 따라 간접 인장강도가 증가하며 가장 높은 탄성계수를 나타내는 복합레진은 Bis-GMA와 TEGDMA를 UDMA없이 동량으로 혼합했을 때이고, 또 가장 강한 복합레진은 70% UDMA와 30% TEGDMA 혼합했을 때라고 말하고 있다.

즉, 복합레진의 조성은 각 제품마다 다양한 차이가 있으며, 이것은 복합레진의 물리적 성질에 영향을 끼칠 수 있으며, 또한 상아질 접착제의 결합력에도 영향을 끼칠 가능성

이 있다. 그러나, 각 제조사는 복합레진의 matrix 및 filler의 성분에 대해 구체적으로 설명하고 있지 않기 때문에 각 레진이 미치는 영향에 대해 예측하는 것이 쉽지 않은 것이 사실이다.

또한 전치부의 laminate veneer과 core용 복합레진, 포셀린이나 Tescera (Bisco, Schaumburg, IL 60193, U.S.A.) 등을 이용한 심미적 간접 수복물의 접착에 이르기까지 많은 경우에 adhesive dentistry의 영역이 이용되어지고 있다. 특히 수복용 레진을 이용한 ultrasonic cementation이 소개되면서 제조사간 상아질 접착제와 복합레진의 교차사용이 빈번하게 일어 나고 있다. 각 제조사는 자신의 상아질 접착제에 자사 제품의 복합레진을 사용할 것을 전통적으로 추천하고 있다. 그러나, 임상에서는 상아질 접착제와 다른 제조사의 복합레진을 사용하는 경우가 종종 생기는 것이 사실이지만, 이러한 경우 접착성능에 관한 실험적인 증명은 부족한 실정이다.

이번 연구의 목적은 각각 다른 제조사의 다섯 가지 종류의 상아질 접착제와 복합레진의 미세-전단 결합강도를 측정비교하여 각 제조사의 system에 따른 특이성 여부를 판단하는 것이다. 상아질 접착제의 결합강도<sup>11)</sup>를 측정하는 것으로는 전통적으로 인장강도와 전단강도<sup>12)</sup>등이 사용되었고, Sano 등<sup>13)</sup>에 의하여 작은 결합면적을 갖는 결합강도 측정법이 제시되었다. 이 실험에서는 미세-전단 결합 강도<sup>14)</sup>가 사용되었다.

## Ⅱ. 연구 재료 및 방법

### 1. 연구재료

이 실험은 다섯 개의 상아질 접착제와 다섯 개의 복합레진이 평가되었다. 실험에 사용된 상아질 접착제는 Table 1에 정리되어 있다.

복합레진으로는 각 회사별로 추천하는 대표적인 것들이 선택되었다 (Table 2). Z100은 동일 회사의 상아질 접착제가 포함되지 않았지만, ultrasonic cementation시 초기 중합도가 높아 많이 추천되는 제품이기 때문에 이번 실험에 포함시켰다.

### 2. 연구방법

#### 가. 치아 절편 제작

발치된 인간 대구치를 생리 식염수에 보관하고, 저속 다이아몬드 휠 (Minitom, Struers, Copenhagen, Denmark)을 이용하여, 증류수 하에 교합면에 평행하게 2mm 두께로 치아절편을 제작하였다. 상아절편은 220번 사포를 이용하여 물기가 있는 상태에서 연마하였다.

**Table 1.** Dentin adhesive systems

Type	Product	Composition	Code	Manufacturer	Batch No.
self-priming adhesive system	Prime & Bond NT	Priming resin : PENTA, UDMA, resin R5-62-1, T-resin, D-resin, nanofiller, initiator, stabilizer, acetone, cetylaminehydrofluoride	PBN	Dentsply, De Trey, Konstanz, Germany	109000677
	Onecoat bond	HEMA, Hydroxypropylmethacrylate, Glycerol dimethacrylate, Polyalkenoate methacrylized UDMA amorphous silica	OC	Colten /Whaledent, Konstanz, Germany	KJ724
	Excite	HEMA, dimethacrylate, phosphonic acid acrylate, highly dispersed silicon dioxide, alcohol	EX	Vivadent, Schaan, Liechtenstein	D65300
self-etching primer adhesive system	Syntac	Syntac primer	SY	Vivadent, Schaan, Liechtenstein	D06621
		Syntac adhesive			D11936
	Heliobond	Bis-GMA wt. 60%, TEGDMA wt. 40%			D08778
	Clearfil SE bond	Primer	CS	Kuraray, Okayama, Japan	00258A
		Bond			00292A

**Table 2.** Composite resins

Product	%of filler	Composition	code	Manufacturer	Batch No.
Spectrum	57vol%	Bis-GMA-adduct, Bis-EMA, TEGDMA, photoinitiator, stabilizer, bariumaluminumborosilicate ( < 1 $\mu$ m) highly dispersed silicondioxide (0.04 $\mu$ m)	SP	Dentsply, De Trey, Konstanz, Germany	00336
Tetric Ceram	60vol%	matrix : Bis-GMA,UDMA,TEGDMA (20.2%wt) filler : barium glass, ytterbium trifluoride, Ba-Al-Fluorosilicate glass, highly dispersed silicon dioxide spheroid mixed oxide additional contents : catalyst, stabilizer,pigment (0.8%)	TC	Vivadent, Schaan, Liechtenstein	D60911
Synergy Compact	59vol%	Bis-GMA, BisEMA, TEGDMA, silanized strontium glass, silanized barium glass, amorphous silica	SC	Colten /Whaledent, Konstanz, Germany	LE023
Cleafil AP-X	-	unknown	CA	Kuraray, Okayama, Japan	679BC
Z100	66vol%	filler : zirconia/silica, 0.01~3.5 $\mu$ m Bis-GMA, TEGDMA	Z1	3M	20010829

### 나. 접착과정

Post-it (3M)을 두 장 겹쳐 punch를 이용하여 hole을 형성하고, 치아 절편에 붙여서 hole 외에는 치질이 노출되지 않도록 격리시켰다.

PBN, EX, OC 군은 37% 인산 (ETCH™-37, Bisco, USA)으로 10초간 산부식하고, 제조사의 지시대로 상아질 접착제를 도포한 후 광중합기 (Curing Light 2500, 3M Dental Product, Germany)로 40초간 광중합하였다. 광중합기는 주기적으로 광도를 측정하였다. SY, CS 군은 adhesive system의 순서대로 제조사의 지시에 맞게 etching 없이 상아질 접착제를 도포하고 광중합하였다. 그 후

Post-it 한 장을 떼어 내고 내경 0.7 mm, 높이 0.4 mm의 Tube (Tygon ; Norton performance plastics. co. Ohio, USA)를 hole 위에 위치시켰다 (Figure 1).

Table 3에 나오는 조합대로 각 복합레진을 위치시키고 충전 후 광중합하였다. 각 군당 14개의 시편이 측정되었으며, 총 25군 (5 종류의 상아질 접착제 × 5 종류의 복합레진)이 실험에 이용되어 총 시편 수는 350개 (1군당 시편 14개 × 25군)였다. 굵게 표시된 글자는 동일 제조사 제품임을 나타낸다.

Tube와 Post-it을 제거하고 blade를 이용하여 과도한 상아질 접착제를 제거하였다. 이후 시편은 상온의 식염수에 24시간 동안 보관하였다.

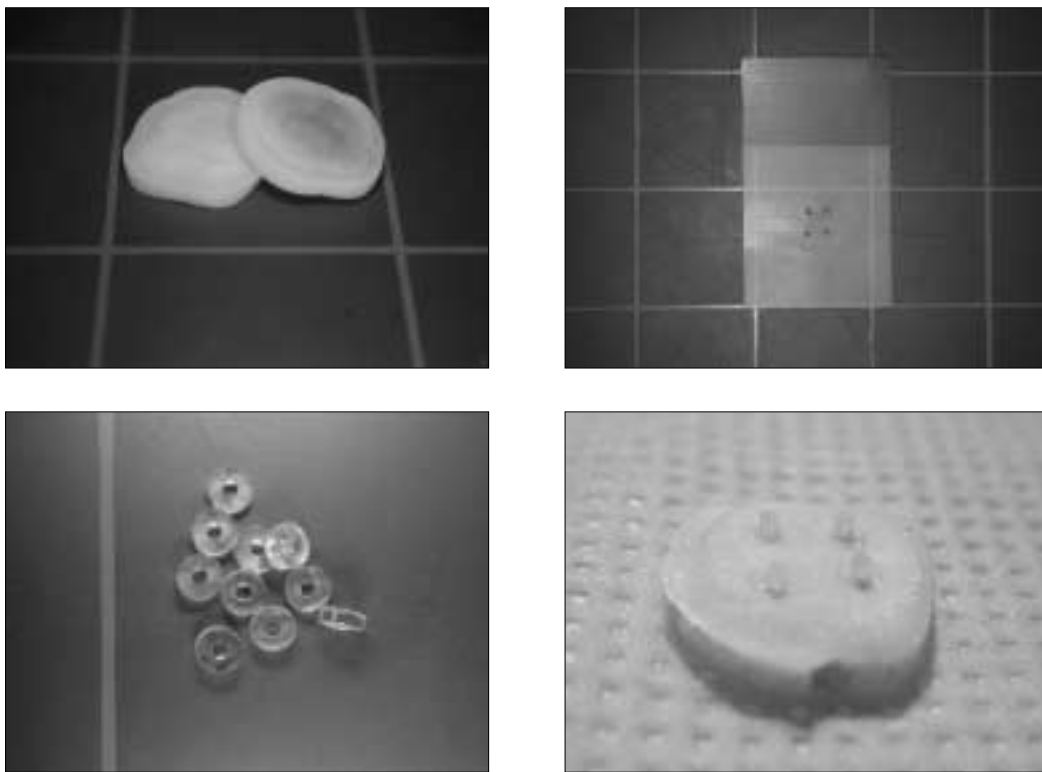


Figure 1. Tooth slice and specimen hole.

Table 3. Experimental groups

Composite resin	Spectrum	Synergy compact	Tetric Ceram	Clearfil AP-X	Z100
Adhesive System					
Prime & Bond NT	<b>PBN-SP군</b>	PBN-SC군	PBN-TC군	PBN-CA군	PBN-Z1군
Onecoat bond	OC-SP군	<b>OC-SC군</b>	OC-TC군	OC-CA군	OC-Z1군
Excite	EX-SP군	EX-SC군	<b>EX-TC군</b>	EX-CA군	EX-Z1군
Syntac	SY-SP군	SY-SC군	<b>SY-TC군</b>	SY-CA군	SY-Z1군
Clearfil SE bond	CS-SP군	CS-SC군	CS-TC군	<b>CS-CA군</b>	CS-Z1군

#### 다. 미세-전단 결합 강도 시험

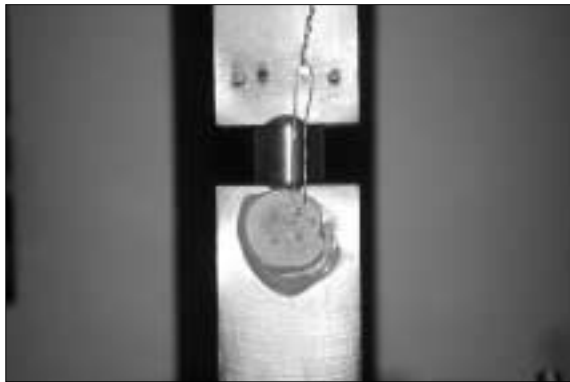
24시간 동안 보관된 치아 시편을 만능시험기(EZ test, Shimadzu, Japan)에 부착하고, 철사를 걸어 (wire-loop method) 시편의 하방을 감싸게 위치시키고<sup>11,15)</sup> cross-head speed 0.5 mm/min의 속도로 힘을 가했다 (Figure 2). 이 때 결합이 파괴될 때까지 힘을 가하고, 컴퓨터에 연결된 WinAGSLite 프로그램을 통하여 결합강도를 측정하였다.

#### 라. 주사 전자 현미경 관찰

파절 양상의 관찰과 분석을 위하여 파절된 시편 중 일부를 선택하여 SEM 관찰하였고, 각 시편의 파절 양상을 관찰하여, 각 상아질 접착제 별, 복합레진 별로 그 분포를 조사하였다.

#### 마. 통계 분석

One way ANOVA와 two way ANOVA로 군간 차이를 측정하고, LSD와 Tukey를 이용하여 신뢰구간 95%에서 사후 분석하였다.



**Figure 2.** Wire-loop method (EZ test, Shimadzu, Japan).

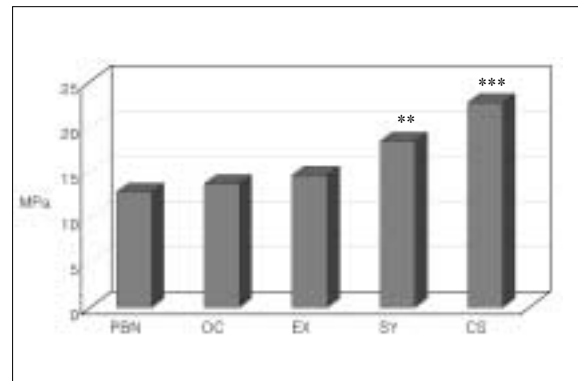
### Ⅲ. 결 과

#### 1. 미세-전단 결합 강도

총 25개 군의 전반적인 미세-전단 결합강도는 Table 4에 나와 있다. CS-SP 군의 조합이 23.9 MPa로 가장 높은 수치를 나타냈고, PBN-Z1 군의 조합이 9.4 MPa로 가장 낮은 결합강도를 보였다. Self-etching primer adhesive system인 CS와 SY는 이 실험에 사용된 어떤 복합레진에도 통계적 유의차를 보이지 않았다. 하지만, self-priming adhesive system 군인 PBN, OC, EX는 사용된 복합레진의 종류에 따라 통계적으로 유의한 차이를 보였다 ( $P < 0.05$ ). 상아질 접착제 간의 통계적 유의차를 보이고 있으며, 복합레진 간에도 유의차를 보였다.

#### 가. 상아질 접착제별 결합강도

각각의 상아질 접착제는 특정 복합레진 뿐 아니라 총 5가지 종류의 복합레진을 사용하여 각 70개의 결과치를 낼 수 있었다. 이것은 오히려 한 가지 복합레진을 사용한 것보다



**Figure 3.** Micro-shear bond strength of dentin adhesive systems.

\*\*\*, \*\*: statistical significance

**Table 4.** Overall view of micro-shear bond strength (MPa)

	Spectrum	Synergy Compact	Tetric Ceram	Clearfil AP-X	Z100	Mean
Prime & Bond NT	16.0 ± 6.6	11.7 ± 3.0	11.5 ± 2.7	15.1 ± 6.3	9.4 ± 4.1	12.8
Onecoat bond	18.4 ± 5.4	13.7 ± 6.6	11.2 ± 3.0	13.2 ± 5.6	12.1 ± 5.4	13.7
Excite	16.0 ± 3.8	14.0 ± 7.3	13.4 ± 4.7	17.9 ± 5.2	11.7 ± 5.3	14.6
Syntac	20.8 ± 7.1	17.6 ± 6.2	17.0 ± 8.2	19.0 ± 8.5	17.4 ± 3.6	18.4
Clearfil SE bond	23.9 ± 8.6	22.0 ± 6.5	22.1 ± 7.0	22.4 ± 8.8	22.8 ± 9.6	22.6
Mean	19.0	15.8	15.1	17.5	14.7	

일반적인 통용성에 대한 평가가 될 수 있는 장점이 될 것이다 (Figure 3).

상아질 접착제 중에서는 self-etching primer adhesive system인 CS와 SY가 통계적 유의차 있게 각각 높은 결합강도를 나타냈다 ( $P < 0.05$ ). 이는 PBN, EX, OC등의 self-priming adhesive system 군과 유의차 있는 결과를 나타냈으며, 세 개의 상아질 접착제 군 사이에는 통계적 유의차가 없었다 ( $P > 0.05$ ). 결합강도는 CS (22.6 MPa), SY (18.4 MPa), EX (14.6 MPa), OC (13.7 MPa), PBN (12.7 MPa)의 순서이다.

#### (1) Prime & Bond NT 군

SP이 16.0 MPa로 유의성 있게 높은 수치를 보였으며, Z1이 9.4 MPa로 유의성 있게 낮은 수치를 보였다. 같은 Dentsply 제품인 PBN-SP 군이 가장 높은 수치를 보였다. 각 상아질 접착제 군에서 동일사 제품끼리 사용했을 때 통계적으로 유의성 있게 나타난 유일한 조합이다 ( $P < 0.05$ ).

#### (2) Onecoat bond 군

이 군에서는 OC-SP이 18.4 MPa로 유의성 있게 가장 높은 수치를 나타냈고, 다른 복합레진들은 통계적 차이를 보이지 않았다. OC와 같은 제조사 (Colten /Whaledent)인 SC는 통계적으로 유의성 있는 결과를 나타내지 않았다. OC-SC는 13.7 MPa였다.

#### (3) Excite 군

EX-CA군이 17.9 MPa로 유의성 있게 높은 결합강도를 보였고, EX-Z1군이 11.7 MPa로 유의성 있게 가장 낮은 수치를 보였다 ( $P < 0.05$ ). EX와 자사 (Vivadent) 제품인 TC은

오히려 평균에 미치지 못하는 양상을 보였다. 그러나, 통계적 유의차는 없었다 (Figure 4).

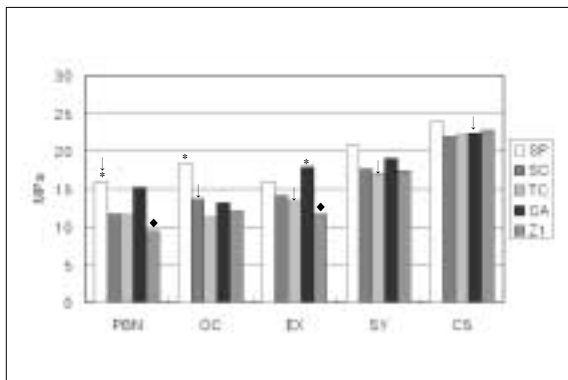
#### (4) Syntac 군

SY는 self-etching primer adhesive system으로, 사용된 어떤 복합레진과도 유의성 있는 차이를 보이지 않았다 ( $P > 0.05$ ). 또한, 자사제품인 TC (17.0 MPa)와 특별한 유의성있는 결합력의 차이를 보이지도 않았다. SY는 세 개의 self-priming adhesive system과 통계적 유의차를 보이며 높은 미세-전단 결합강도를 나타내었으나, CS보다는 유의성 있게 낮은 결과를 보였다 ( $P < 0.05$ ).

#### (5) Clearfil SE bond 군

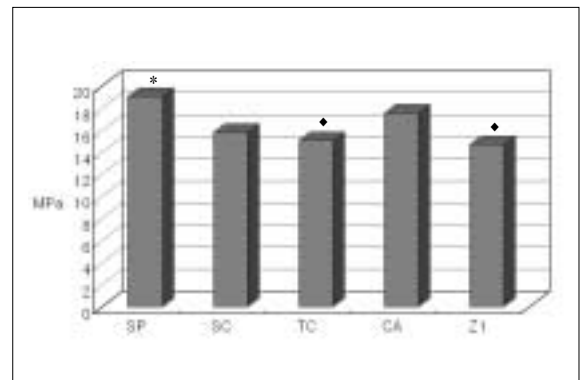
SY와 같이 self-etching primer adhesive system인 이 군은 상아질 접착제 중 가장 유의성 있게 높은 미세-전단 결합강도를 나타냈다 ( $P < 0.05$ ). 마찬가지로 실험에 사용된 5개의 복합레진 어떠한 것에도 통계적 유의차를 보이지 않았다 ( $P > 0.05$ ). 가장 높은 값은 CS-SP의 23.9 MPa이고, 가장 낮은 값은 22.0 MPa의 CS-SC였고, 동일 제조사 제품인 CA도 유의성 있는 차이를 보이지 않았다 ( $P < 0.05$ ).

Figure 4의 ↓는 동일제조사 제품을 가리키며, 단지 PBN-SP 군만이 유의성 있는 높은 미세-전단 결합강도를 나타내고 있으며, 다른 어떤 군에서도 유의성 있는 결과를 보이고 있지 않았다. 같은 상아질 접착제에서도 사용되는 복합레진의 종류에 따라 다른 결합강도를 보이고 있다. 또한, self-priming adhesive system의 경우는 이러한 분포가 통계적으로 유의성 있는 차이를 보이고 있는 반면에, self-etching primer adhesive system에서는 유의차를 보이고 있지 않다.



**Figure 4.** Micro-shear bond strength of composite resins in each adhesive system.

(\* , ◆ : statistical significance, ↓ : same manufacturer)



**Figure 5.** Micro-shear bond strength of composite resins(MPa).

(\* , ◆ : statistical significance)

### 나. 복합레진간 비교

상아질 접착제 뿐 아니라 복합레진 간에도 유의성 있는 차이를 보였다 (Figure 5).

각각 5개군의 상아질 접착제와 결합한 복합레진들은 SP가 19.0 MPa로 가장 높은 수치를 나타냈고 ( $P < 0.05$ ), CA는 다소 높은 수치를 보이며, TC (15.1 MPa)과 Z1 (14.7 MPa)로 유의성 있게 낮은 수치를 보였다 ( $P < 0.05$ ). 이 실험에 사용된 각각의 복합레진들은 상아질 접착제의 조합에 따라 미세-전단 결합강도에 영향을 끼치며, 그 자체도 결합강도의 유의성 있는 차이를 나타냈다. 그리고, 복합레진의 모든 군에서 예외 없이 CS가 유의성 있게 높은 결합강도를 나타내었다 (Figure 6).

#### (1) Spectrum군

SP는 가장 높은 결합강도를 나타내는 군으로, SP-CS가 23.9 MPa로 유의차 있게 가장 높은 값을 보였고 ( $P < 0.05$ ), 그 다음으로 SP-SY가 20.8 MPa로 그 뒤를 이었지만, 다른 상아질 접착제와 통계적 유의차를 보이지는 않았다. 같은 회사 제품인 SP-PBN 군의 결합강도 (16.0 MPa)가 네 번째로 높은 값을 보였는데, 이것은 PBN-SP 군이 PBN 군에서 제일 높은 값을 보인 것과 다른 양상을 보인다.

#### (2) Synergy Compact 군

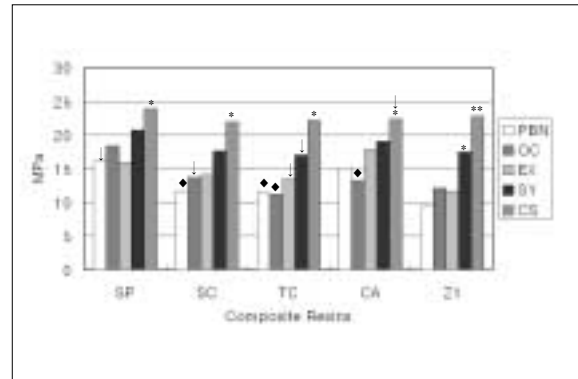
이 군에서도 SC-CS가 유의성 있는 가장 높은 값 22.0 MPa이고, SC-PBN이 11.7 MPa로 유의성 있는 낮은 값을 나타냈다. 다른 값은 통계적 유의차를 보이지는 않았으나, SC-SY (17.6 MPa)가 다소 높은 수치를 보였다. 자사제품인 SC-OC (13.7 MPa)는 SC군 전체 평균보다 오히려 다소 낮은 결과를 보였다.

#### (3) Tetric Ceram 군

TC는 각 상아질 접착제마다 통계적으로 유의성 있는 결과들을 나타냈다. 이 군에서도 역시 TC-CS가 22.1 MPa로 유의성 있게 높게 나타났고, 반면에 TC-PBN은 11.5 MPa, TC-OC는 11.2 MPa로 유의성 있게 낮은 값을 나타냈다. 자사 제품인 TC-EX 군은 13.4 MPa로 유의성 있게 높은 미세-전단 결합강도를 나타내지 않았다 ( $P > 0.05$ ).

#### (4) Clearfil AP-X 군

CA-CS (22.4 MPa)가 가장 유의성 있는 높은 수치를 보였고, CA-OC (13.2 MPa)가 유의성 있게 가장 낮은 수치를 보였다 ( $P < 0.05$ ). 복합레진군에서 제조사가 추천하는 자사 제품의 상아질 접착제와 복합레진을 사용하여 유의성 있게 높은 미세-전단 결합강도를 나타내는 유일한 조합이다.



**Figure 6.** Micro-shear bond strength of dentin adhesive system in each composite resin.

(\*, ◆ : statistical significance, ↓ : same manufacturer)

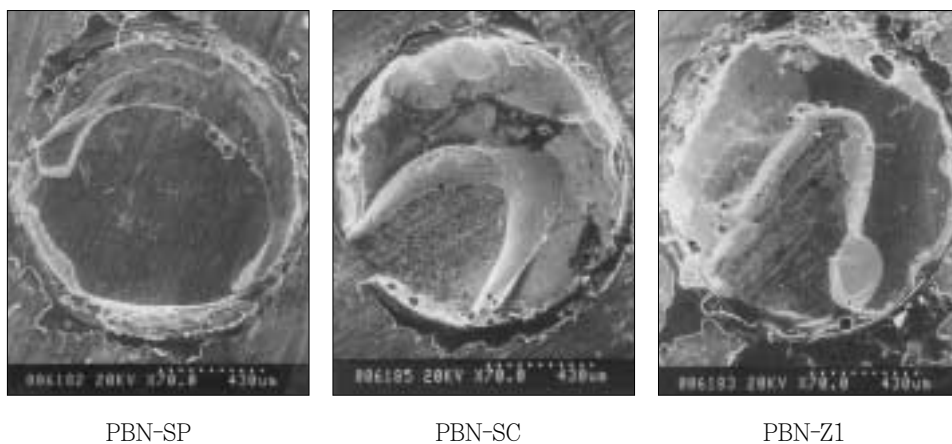
#### (5) Z100 군

Z1은 거의 모든 군에서 낮은 결합강도를 보였다. Z1-CS는 22.8 MPa로 유의차 있게 가장 높은 수치를 보였으며, Z1-SY도 17.4 MPa로 나머지 군에 대해서 유의차 있게 높은 결과를 보였다 ( $P < 0.05$ ). 이것은 결합력에 영향을 끼치는 요소가 복합레진에 의한 것보다 상아질 접착제에 의한 요소가 더 크게 작용할 것이라고 추측해 볼 수 있는 요소이다. Z1-PBN 군은 전체 25개 군 가운데 가장 낮은 결합강도를 보였다.

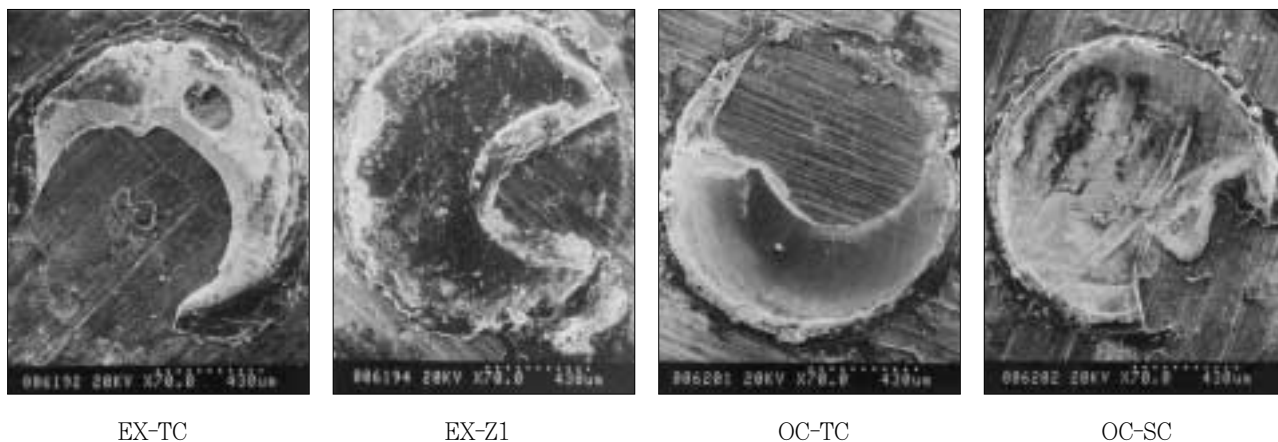
각 군에서 PBN과 OC는 각각 두 개의 군에서 최저 값을 나타냈으며, CS 군은 모두 최상위 값을 나타냈다 ( $P < 0.05$ ).

## 2. 주사 전자 현미경 관찰

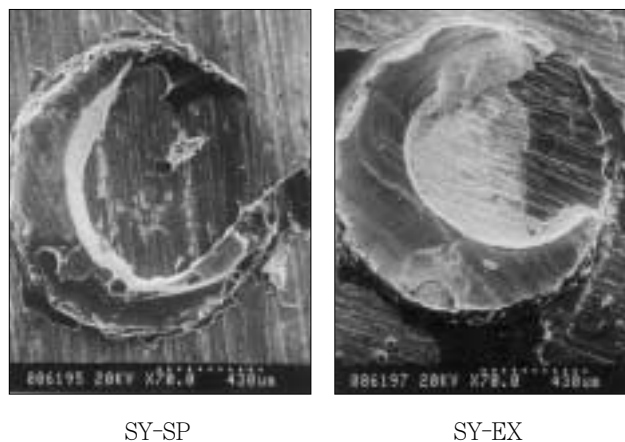
파절의 양상은 self-etching primer adhesive system 군과 self-priming adhesive system 군 사이에는 다른 양상을 보였다. Self-priming adhesive system 군의 경우에는 비교적 복합레진과 치면 사이에서 분명하게 파절된 반면, self-etching primer adhesive system 군은 파절이 한 층에서 이루어지지 않고, 상아질과 상아질 접착제 사이에서 보다 상아질 접착제와 복합레진, 또 복합레진 자체에서 일어난 것이 더 많은 양상이다. 또한 상아질 접착제 층에서 파절된 양상도 한층이 아니라 여러 층의 결이 일어난 양상을 보이고 있다. 그러나, 대부분의 파절단면은 mixed fracture 양상을 나타내었다. 파절된 양상은 다음의 그림과 같다 (Figures 7~10).



**Figure 7.** SEM observations of fracture site of Prime and Bond NT group.



**Figure 8.** SEM observations of fracture site of Excite and Onecoat bond group.



**Figure 9.** SEM observations of fracture site of Syntac group.

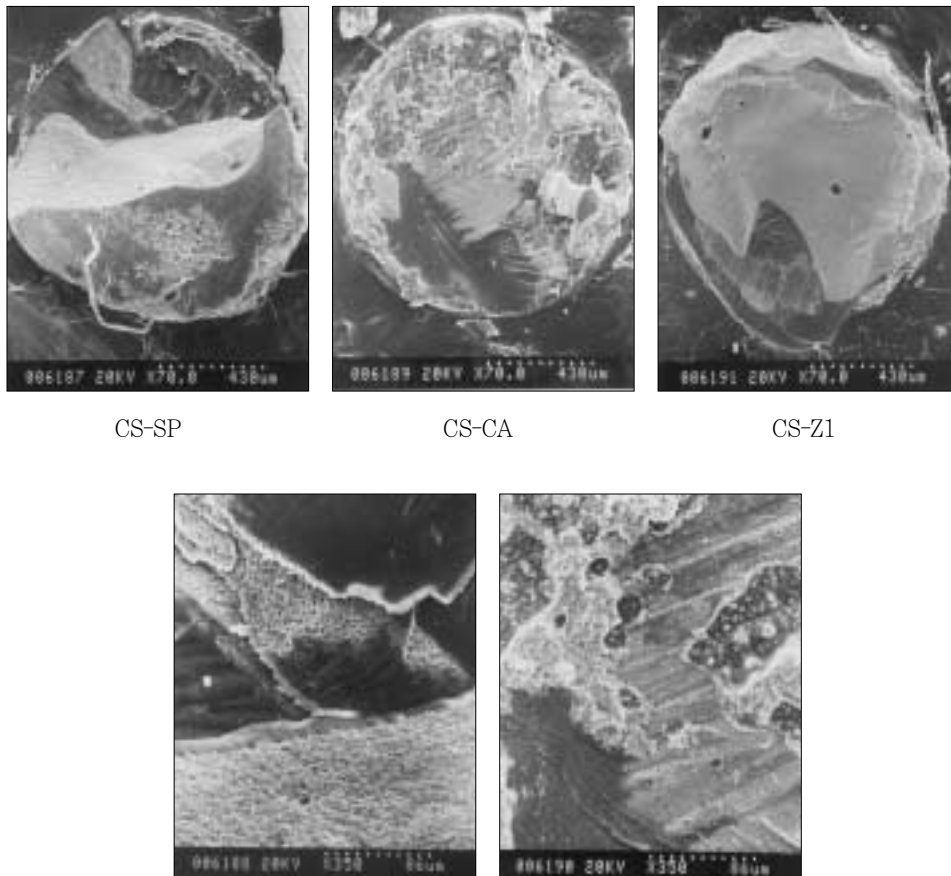


Figure 10. SEM observations of fracture site of Clearfil SE bond group.

#### IV. 총괄 및 고안

결합강도에 영향을 미치는 요소는 다양하다. Miyazaki 등<sup>16)</sup>에 의하면, 치아의 기질 (상아질의 깊이, 방향, 위치, 치아 우식 이환여부, 나이 등) 자체의 조건, 치아의 보관상태, 상아질의 기계적 처리 상태, 상아질의 처리 상태 (conditioner, primer 등), 상아질 접착제 (종류, filler의 함유량, 피막도, 혼성층의 두께 등)의 특성과 복합레진의 filler 함유 정도<sup>8)</sup> 등 여러 요소가 관여하고 있다. 많은 결합강도에 대한 실험들이 이루어지고 있지만, 같은 실험 디자인이라도 그 결과는 다른 양상으로 나타날 수 있다.

이 실험에서는 사람의 치아의 교합면에서 약 2~3 mm 정도의 깊이를 갖는 교합면과 평행한 상아질 표면을 이용하여, 미세-전단 결합 강도 시험을 통하여 결합강도를 측정하였다. 이 실험은 직경 0.7 mm을 갖는 비교적 작은 표면적<sup>12,13,16)</sup>을 이용하여 측정되었는데, Sano 등 (1994)은 미세-인장 강도를 측정할 때, 작은 면적 (0.05~0.12 cm<sup>2</sup>)을 이용한 실험 모델을 제시하였다. 그의 실험에서 그는 결합면적이 감소함에 따라 결합강도가 지수적으로 증가함을 보

였다. 즉, 결합면적이 증가할 수록 결합강도는 감소한다는 것이다. 그 이유는 결합 표면은 실제로 일정한 양상을 띠지 못하며, 공기방울이나, 결합표면이 분리되었거나, 일정한 두께의 피막도를 보이지 못하고, 표면 거칠기가 다름으로 인해 불균일한 응력의 분산이 일어나게 되므로, 결합면적이 넓을 수록 좀더 많은 결합을 갖고 있을 가능성이 많기 때문이다. 따라서, 좀 더 작은 결합면적을 이용하여 실험하는 것이 좀 더 바람직하다고 할 수 있을 것이다.

이 실험에서는 cross head speed를 0.5 mm/min으로 하였다. Miyazaki 등<sup>16)</sup>은 cross head speed가 증가할 수록 결합강도가 증가함을 보고하였다.

먼저, 이 번 실험에서는 5개 종류의 상아질 접착제가 사용되었다. 제조사간의 호환성을 보려고 했던 실험 디자인을 통하여 각 상아질 접착제마다 70개의 측정값이 만들어 졌다. 결과적으로, 각각의 상아질 접착제가 5가지 종류의 복합레진과 교차 사용되면서 오히려 범용적인 결합강도를 측정할 수 있는 좋은 기회가 되었다.

상아질 접착제는 5세대에 이르러, primer와 bonding이 하나로 합쳐진 self-priming adhesive system와 etchant

와 primer가 하나로 된 self-etching primer adhesive system으로 발전하였다. 그리고, self-priming adhesive system은 혼성층을 강화하고, 결합강도를 증가시키기 위해 filler를 첨가하기 시작하였다<sup>4,16)</sup>. 그러나 filler의 함량이 증가하면 점도가 높아져서 흐름성이 낮아지게 되어 산부식된 상아질과 교원질에 적절히 침투하지 못하게 되어 적절한 혼성층을 형성하기 어렵게 된다. 그러나, 만약, 이러한 문제가 해결된다면 filler의 첨가는 중합수축을 감소시키고 혼성층을 강화함으로써 결합력을 증진시킬 수 있게 된다. Miyazaki 등<sup>16)</sup>은 그의 논문에서 Imperva Fluoro Bond Bonding System (Shofu Inc.)에 filler 함량을 달리 했을 때 약 10wt%에서 가장 높은 결합강도를 나타냈음을 소개하고 있다. 즉, 각 제품마다 충진율이 다르고, filler의 모양이나 부피 등이 다르므로 결합강도에 미치는 영향도 각기 다른 양상으로 표현되어질 것이다.

이번 실험에서는 상아질 접착제별 미세-전단 결합강도는 CS (22.6 MPa), SY (18.4 MPa), EX (14.6 MPa), OC (13.7 MPa), PBN (12.8 MPa)의 순서였으며, self-etching primer adhesive system 계통의 CS와 SY이 통계적으로 유의차 있게 높은 결합강도를 나타냈다 (Figure 3). 이 실험을 토대로 보면, 상아질에서의 결합강도는 self-etching primer adhesive system 군이 self-priming adhesive system 군보다 더 높은 것으로 생각된다.

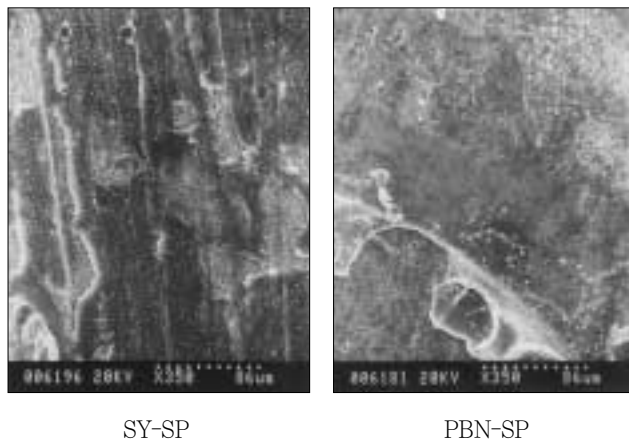
Sano 등<sup>6)</sup>은 그의 실험을 통하여 탈회된 상아질의 깊이 만큼 adhesive resin이 침투하지 못하여 혼성층 내에 nanometer 크기의 공간으로 인한 미세누출로 인하여 nanoleakage<sup>6,7)</sup>가 생긴다고 하였다. 그의 연구에서 최소한의 탈회된 상아질을 통하여 교원질과 hydroxy apatite와 결합성이 우수하여 균일한 침투정도를 이끌어 내고 완전한 중합을 이루어 내는 재료에 대한 연구가 필요하다고 제안하

였다. 또, Elick 등<sup>17)</sup>도 잔존해 있는 수분과, 교원질망의 붕괴, 불완전한 레진 침윤, 불완전한 중합으로 인해 완전한 혼성층을 형성하는 것에 어려움이 있다고 이야기 하고 있다. 사실, self-priming adhesive system은 술자의 숙련도나, 산처리 된 상아질 표면의 젖음성 여부에 따른 편차가 크며, 이 점을 보완하기 위해 self-etching primer adhesive system이 접착제가 개발되게 되었다.

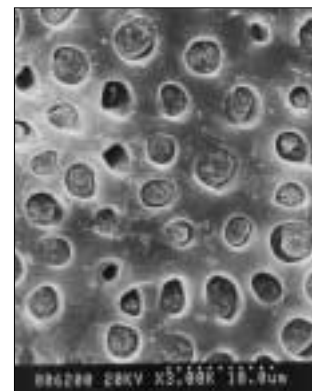
본 실험에서도 self-etching primer adhesive system인 CS가 가장 우수한 결합력을 나타내었다. 이것은 같은 self-etching primer adhesive system인 SY와도 유의성 있는 차이를 보였다. 단일용기 상아질 접착제인 PBN, EX, OC 간에는 PBN이 가장 낮은 결합강도를 나타냈다. 그러나, 통계적 유의차를 보이지 않았다. Li 등<sup>7)</sup>에 의하면 주사전자현미경으로 nanoleakage를 관찰한 결과, PBN은 그 실험에 사용된 다른 상아질 접착제에 비해 은 착색이 혼성층 전층에 걸쳐 나타나기도 하며, 상아 세관내로의 침투도 명백한 것으로 보인다고 하였다. Table 1에서 각 상아질 접착제의 조성을 보면, 단일용기 상아질 접착제 중 PBN 만이 HEMA 대신 PENTA를 사용하였다. Finger와 Fritz<sup>18)</sup>는 UDMA와 HEMA를 acetone과 병용할 경우, 범랑질과 상아질에서 효과적이라고 말하고 있다. 그러나, PENTA가 HEMA에 비해서 더 효과적이라는 증거는 명백하지 않으며, 이것이 낮은 미세-전단 결합 강도와 영향이 있는지는 더욱 연구해 볼 과제이다.

주사전자현미경을 통하여 파절된 양상을 비교하면 self-etching primer adhesive system과 self-priming adhesive system은 다른 양상을 나타낸다. Figure 11은 복합레진 SP-SY와 결합한 SY-PBN의 파절 단면을 확대한 사진이다.

SY-SP군은 한층에서 파절되지 않고, 상아질 접착제 층과



**Figure 11.** Comparison of fracture pattern of self-etching primer adhesive system and self-priming adhesive system.



**Figure 12.** Dentinal tubule orifices of fracture site(OC-TC).

혼성층에서 여러 결로 파절된 것을 알 수 있다. 그리고, 상아세관의 입구의 노출이 다소 불분명하고 상아질 접착제와 혼합되어 있는 듯한 양상을 보인다. 그러나, 반면에 PBN-SP군의 파절면에서는 상아세관이 비교적 분명히 관찰되고 상아질 접착제 부위가 바로 상아질 표면 상방에서 파절된 것을 볼 수 있다.

이것은 같은 self-priming adhesive system인 OC에서도 공통적인 요소이다. Figure 12에서 보면 resin tag가 부러진 채로 상아 세관내에 남아 있는 것을 볼 수 있다. 그러나, 세관간 상아질 부위는 비교적 부드러운 표면을 이루는 것으로 보아 상아질 접착제가 깨끗이 탈락된 것을 알 수 있다.

이것으로 보아 자가 산부식 상아질 접착제가 좀 더 상아질에 대한 친화력이 높음을 추정해 볼 수 있다.

각각의 동일 제조사 제품간의 결합강도가 유의성이 있는 값을 나타내는가, 그것이 결정적인 요소인가 판단하는 것이 이번 실험의 목적이다. 동일제조사 제품의 사용시 통계적 유의차 있게 높은 미세-전단 결합강도를 나타낸 것은 상아질 접착제 군에서는 PBN-SP (Dentsply) 뿐이고, 복합 레진군에서는 CA-CS (Kuraray) 뿐이었다. 다른 어떤 조합에서도 각 상아질 접착제 (Figure 4)와 복합레진 (Figure 6)군에서 동일 제조사 제품간의 조합이 통계적으로 유의성 있는 결과를 나타내지 못했다. 그렇다면, PBN-SP, CA-CS 만이 동일사 제품에 대한 특이적 결합강도를 갖고 있다고 보아야 할 것인가 하는 고민이 생긴다. 그러나, 그렇다고 보기에는 논리적 근거가 약하게 보인다. 왜냐하면, 이번 실험에 사용된 미세-전단 결합강도에는 상아질 접착제와 복합레진이 통계적으로 분석하였을 때, 각각 영향을 끼치고 있다. 즉, PBN 이 상아질 접착제 중에서 가장 낮은 미세-전단 결합강도를 나타내는 군임에도 불구하고, 그 군에서 SP와의 조합에서 가장 높은 결과를 나타내는 것은 SP이 복합레진 군에서 가장 높은 ( $P < 0.05$ ) 미세-전단 결합강도를 나타내고 있기 때문이라고 볼 수 있다 (Figure 5). 마찬가지로 이 실험에 사용된 모든 복합레진과의 결합에서 CS가 유의성 있게 가장 강한 미세-전단 결합강도를 나타내고 있기 때문에 CA-CS 군이 가장 높은 미세-전단 결합강도를 나타낸 것이다. 결국, 동일제조사의 상아질 접착제와 복합레진을 사용하는 것에 일정한 경향성이 없어 보이며, 이것이 미세-전단 결합강도에 미치는 결정적인 요소가 아닌 것이다.

SY는 Variolink II (Vivadent)와 함께 간접 수복물의 접착에 이용되고 있다. 이 실험 결과 사용된 복합레진과의 결합강도에 통계적 유의차가 나타나지 않았으며, 제조사에서 ultrasonic cementation에 추천하고 있는 TC가 오히려 유의차는 없었으나, 가장 낮은 값을 보였다. Ultrasonic cementation시 임상적으로 동일 제조사 제품인 TC만을 사용해야 되는 논리적 근거는 약해 보인다.

실험에 사용된 복합레진 간에도 결합강도의 유의성 있는 차이가 나타났다. SP (19.0 mm)이 유의성있게 가장 높은 값을 나타냈고, Z1과 TC가 유의성 있게 낮은 값을 나타냈다 ( $P < 0.05$ ). Miyazaki 등<sup>8)</sup>은 그의 실험에서 복합레진의 filler의 함량이 결합강도에 영향을 미칠 것이라고 하였다. 이것은 복합레진의 중합수축력이 결합강도를 저하시킬 것이라는 생각에서 기인한 것이다. 제조사의 제품 설명서에 따른 filler의 함량은 (Table 2) 57vol%에서 66vol%까지 다양하다. 하지만, 오히려 filler의 함량이 57vol%인 Spectrum이 66vol%의 Z100보다 훨씬 강한 결합강도를 나타냈다. 비교적 우수한 결합강도를 나타냈던 Clearfil AP-X는 제조사 사용 설명서에 성분이 명시되어 있지 않았다. 결합강도에 영향을 미치는 것에는 filler의 함량 뿐 아니라 다양한 물성이 연관되어 있을 것이다. 그러나, 재료마다 특이성을 갖고 있으며, 그것이 미세-전단 결합강도에 영향을 미친 것으로 생각된다.

모든 복합레진에서 예외없이 CS가 통계적으로 유의성 있게 가장 높은 결합강도를 나타냈다. 그리고, 그 다음 순위도 역시 SY가 기록함으로 인해서 self-etching primer adhesive system이 높은 미세-전단 결합강도를 나타내고 있음을 보여 주고 있다. Self-priming adhesive system인 EX, OC, PBN 등은 “wet bonding” 술식으로 해야 하며, 이것은 상아질 표면의 습도에 민감하므로 좀더 숙련도에 민감하게 영향을 받게 된다. Self-etching primer adhesive system은 보다 술자의 숙련도에 적게 영향을 받는 제품으로 알려져 있으며 이것이 더 안정적인 결과를 예상할 수 있게 되는 것 같다. 하지만, self-etching primer adhesive system은 상아질에 대한 높은 결합강도에도 불구하고, 아직 까지도 법랑질에 대한 결합강도에 대해서 의문을 제기하는 의견들이 많으므로 법랑질에 대한 결합강도에 대한 평가는 더 많은 연구 결과가 있어야 할 것이다.

이 실험의 한계는 결합력에 미치는 영향 요소를 단지 미세-전단 결합강도 시험만을 이용하여 측정했기 때문에 다른 디자인의 실험 조건에서 다른 발견이 있을 수 있을 것이다. 또한 복합레진과 상아질 접착제에 관한 좀 더 자세한 물성에 대한 고찰이 필요하리라 생각된다.

## V. 결 론

이번 연구의 목적은 각각 다른 제조사의 다섯 가지 종류의 상아질 접착제와 복합레진의 미세-전단 결합강도를 측정비교하여 각 제조사의 system에 따른 특이성 여부를 판단하는 것이다. 이 실험에서는 교합면에 평행하게 2 mm 두께로 만들어진 사람의 치아절편을 이용하여 미세-전단 결합 강도를 wire-loop method를 이용하여 만능시험기로 측정하고 주사 전자 현미경을 이용하여 파절 단면을 관찰하였다. 결

과는 다음과 같다.

1. 상아질 접착제의 미세-전단 결합강도는 Clearfil SE bond, Syntac, Excite, Onecoat bond, Prime and Bond NT의 순서였으며, self-etching primer adhesive system이 self-priming adhesive system에 비해 통계적으로 유의차 있게 높은 결합강도를 나타냈다 ( $P < 0.05$ ).
2. 복합레진의 미세-전단 결합강도는 Spectrum, Clearfil AP-X, Synergy Compact, Tetric Ceram, Z100의 순서를 나타냈으며, spectrum이 통계적으로 유의차 있게 가장 높은 수치를 나타냈고, Tetric Ceram과 Z100이 낮은 수치를 보였다 ( $P < 0.05$ ).
3. Self-etching primer adhesive system군인 Clearfil SE bond와 Syntac은 이 실험에 사용된 어떠한 복합레진과의 결합강도에도 통계적 유의차가 없었다 ( $P > 0.05$ ).
4. Self-priming adhesive system 군인 Excite, Onecoat bond, Prime and Bond NT 군에서는 복합레진과의 결합강도에서 통계적 유의성 있는 차이를 보였고 ( $P < 0.05$ ), 이것은 사용된 복합레진에 따라 다른 결합강도를 나타냈으며, 동일제조사 제품 사용에 따른 일정한 경향성을 나타내지 않았다.

위의 결과로 볼 때, 상아질 접착제와 복합레진의 사용시 동일 제조사의 상아질 접착제와 복합레진을 사용하는 것은 미세-전단 결합강도에 영향을 끼치는 결정적인 요소가 아니며, 이는 각각의 상아질 접착제와 복합레진 자체의 특이성에 의해 결정된다고 할 수 있다.

## 참고 문헌

1. Buonocore MG, Rochester NY. Principle of adhesive retention and adhesive restorative materials. *J Am Dent Assoc* 67:382-391, 1963.
2. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of UEDMA, BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. *Dent Mater* 14: 51-56, 1998.
3. Kugel G, Ferrari M. The Science of bonding : From first to sixth generation. *J Am Dent Assoc* 131(June) : 20-25, 2000.
4. Gallo JR, Comeaux R, Haines B, Xu X, Burgess JO. Shear bond strength of four filled dentin bonding systems. *Oper Dent* 26:44-47, 2001.
5. Fanning DE. Effect of a filled adhesive on bond strength in three dentianl bonding system. *General Dentistry* 43(3):256-262, 1995.
6. Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthews WG, Pashley D. Nanoleakage : Leakage within the Hybrid Layer. *Oper Dent* 20:18-25, 1995.
7. Li H, Burrow MF, Tyas MJ. Nanoleakage patterns of four dentin bonding systems. *Dent Mater* 16:48-56, 2000.
8. Miyazaki M, Hinoura K, Onose H, Moore BK. Effect of filler content of light-cured composites on bond strength to bovine dentine. *J Dent* 19:301-303, 1991.
9. Asmussen E. Factors affecting the quantity of remaining double bonds in restorative resin polymers. *Scand J Dent Res* 90:490-496, 1982.
10. Ferracane JL. Status of Research on New Fillers and New resins for dental composites. Advanced Adhesive Dentistry 3rd International Kuraray Symposium 3-4 December:3-29, 1999.
11. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents : A review. *Dent Mater* 11:117-125, 1995.
12. Watanabe LG, Marshall GW, Marshall SJ. Variables influence on shear bond strength testing to dentin. Advanced Adhesive Dentistry 3rd International Kuraray Symposium 3-4 December:75-90, 1999.
13. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, Pashley DH. Relationship between surface area for adhesion and tensile strength-Evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent mater* 10:236-240, 1994.
14. Shimada Y, Antonucci JM, Schumacher GE, McDonough WG, Tagami J. Effects of regional tooth structure and sectioning orientation on micro-shear bond strength. Advanced Adhesive Dentistry 3rd International Kuraray Symposium 3-4 December:91-103, 1999.
15. Erickson RL. Influence of test parameters on dentin bond strength measurements. *Dent Res* 68:374 Abst. No. 1543, 1989.
16. Miyazaki M, Oshida Y, Onose H. Dentin bonding system : Factors affecting bond strength. Modern Trends in Adhesive Dentistry Proceedings of the Adhesive Dentistry Forum '99 in Tsurumi, Yokohama, Japan Feb 20:56-71, 1999.
17. Elick JD, Gwinnett AJ, Pashely DH, Robinson SJ. Current concepts on adhesion to dentin. *Crit Rev Oral Bio Med* 8:306-335, 1997.
18. Finger WJ, Fritz UB. Resin bonding to enamel and dentin with one component UDMA/HEMA adhesives. *Eur J Oral Sci* 105:183-186, 1997.
19. Leirskar J, ilo G, Nordb H. *In vitro* shear bond strength of two resin composites to dentin with five different dentin adhesives. *Quintessence Int* 29:787-729, 1998.
20. Nakabayashi N. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth states. *J Biomed Mat Res* 16:265-273, 1982.