

열순환이 상아질 접착제의 결합 내구성에 미치는 영향

문영훈 · 김종률 · 최경규 · 박상진*
경희대학교 대학원 치의학과 치과보존학교실

ABSTRACT

THE EFFECT OF THERMOCYCLING ON THE DURABILITY OF DENTIN ADHESIVE SYSTEMS

Young-Hoon Moon, Jong-Ryul Kim, Kyung-Kyu Choi, Sang-Jin Park*
Department of Conservative Dentistry, Division of Dentistry, Graduate of Kyung Hee University

The objectives of this study was to evaluate the effect of thermocycling on the μ TBS (microtensile bond strength) to dentin with four different adhesive systems to examine the bonding durability.

Freshly extracted 3rd molar teeth were exposed occlusal dentin surfaces, and randomly distributed into 8 adhesive groups: 3-steps total-etching (Scotchbond Multi-Purpose Plus; SM, All Bond-2; AB), 2-steps total-etching (Single Bond; SB, One Step plus; OS), 2-steps self-etching (Clearfil SE Bond; SE, AdheSE; AD) and single-step self-etching systems (Promp L-Pop; PL, Xeno III; XE). Each adhesive system in 8 adhesives groups was applied on prepared dentin surface as an instruction and resin composite (Z250) was placed incrementally and light-cured. The bonded specimens were sectioned with low-speed diamond saw to obtain 1 × 1 mm sticks after 24 hours of storage at 37 °C distilled water and proceeded thermocycling at the pre-determined cycles of 0, 1,000 and 2,000. The μ TBS test was carried out with EZ-tester at 1 mm/min. The results of bond strength test were statistically analyzed using one-way ANOVA/ Duncan's test at the $\alpha < 0.05$ confidence level. Also, the fracture mode of debonded surface and the interface were examined under SEM.

The results of this study were as follows:

1. 3-step total etching adhesives showed stable, but bond strength of 2-step adhesives were decreased as thermocycling stress.
2. SE showed the highest bond strength, but single step adhesives (PL, XE) had the lowest value both before and after thermocycling.
3. Most of adhesives showed adhesive failure. The total-etching systems were prone to adhesive failure and the single-step systems were mixed failure after thermocycling.

Within limited results of this study, the bond strength of adhesive system was material specific and the bonding durability was affected by the bonding step/ procedure of adhesive. Simplified bonding procedures do not necessarily imply improved bonding performance. [J Kor Acad Cons Dent 32(3):222-235, 2007]

Key words: Thermocycling, Bond strength, μ TBS, Type of solvent, Total-etch, Self-etch

* Corresponding Author: Sang-Jin Park

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

- Received 2007.3.2., revised 2007.4.24.,
accepted 2007.4.30. -

I. 서 론

건강한 치질을 최소한 회생하면서 치아를 수복하는 것은 오늘날 수복치과학의 목표이며, 이를 위해 잔존 치질과 강력하고 내구성 있는 결합을 유지하는 것은 필수적이다. 법랑질 부위에서는 산부식에 의해 표면의 미세요철을 부여하고 레진을 침투시켜 미세기계적 결합을 시도하였고 이는 접착치의학 대동의 원동력이 되었다. 법랑질에 대한 레진의 결합은 장기간 경과 후에도 결합의 내구성에 문제가 없는 것으로 밝혀졌다^{1,2)}.

상아질부위에서도 접착제는 단기적, 장기적으로 안정적인 결합을 유지하여야 한다. 상아질 접착제 사용의 장기적 성공여부는 상아질과 레진 사이의 강력한 결합, 수복물과 치아 사이의 미세누출 (microleakage), 접착 계면에서의 극미세누출 (nanoleakage)이 없도록 산부식 처리에 의해 노출된 콜라겐 섬유 사이나 부분 탈회된 무기결정 사이 및 노출된 상아세관이 화학적 결합이 가능한 레진에 의해 채워져야 한다^{3,4)}.

산부식형 접착제의 인산에 의한 상아질 처리는 도말층 및 상아질의 무기질을 탈회시키고 후에 적용되는 접착 레진이 침투할 수 있도록 콜라겐 구조를 노출시키지만, 접착레진이 탈회된 깊이만큼 침투되지 못 할 수 있다^{5,6)}.

이러한 차이로 인하여 시간이 지나면서 노출된 교원섬유는 가수분해되고, 또한 접착제의 물 흡수로 인하여 상아질과 접착제 계면에서의 결합강도는 저하된다⁷⁾. 그러나 자가부식형 접착제는 상아질의 탈회와 접착레진의 침투가 동시에 이루어지므로 탈회와 침투의 깊이 차이로 인한 교원섬유의 노출 가능성은 상대적으로 적어진다⁸⁾.

접착레진과 상아질 사이의 결합 내구성은 처리된 상아질 표면의 상태, 수복재의 물리적 화학적 성질, 수복재의 적용의 제한성, 시술조건, 구강 내 환경과 교합 조건 등에 의하여 영향을 받는다⁹⁻¹⁴⁾. 상아질에 대한 결합강도의 감소는 접착레진과 콜라겐에 있어서 수분의 연화효과 (plasticizing effect)와 접착레진의 수분 흡수 또는 가수분해, 혼성층 기저부에 있는 콜라겐의 가수분해로부터 기인한다^{13,15)}. 시간 경과에 따라 혼성층의 결합이 약화되면 술 후 과민반응이나 복합레진 수복물의 변연 변색, 이차우식증 및 탈락과 같은 임상적인 문제가 나타나게 된다. Li 등¹⁶⁾은 산부식형 접착제와 자가부식형 접착제를 장기간 생리식염수에 저장한 후 접착계면을 TEM 관찰한 실험에서, 극미세누출이 12개월의 저장기간 동안 모든 접착제에서 점차 증가하였고 극미세누출 양상이 서로 다르게 나타났다고 보고하였다.

Tay 등¹⁷⁾은 산부식형 접착제와 자가부식형 접착제에 의해 형성된 상아질의 혼성층에서 접착제층으로 연장된 water tree상을 관찰하고, 이는 시간이 지나면서 레진 상아질 접착의 가수 분해를 위한 통로로써 작용하여 상아질 접착제의

결합강도를 저하시킬 것이라고 주장하였다.

관간상아질 탈회와 콜라겐 섬유 내 공간의 유지는 상아질로 레진단량체의 침투와 혼성층 형성에 필요하다.

산부식 및 수세 후 과도한 상아질 건조는 콜라겐 구조를 붕괴시켜 레진의 침투를 제한하고 결합강도를 낮추게 된다^{18,19)}. 서로 다른 용매를 갖는 산부식형 접착제를 사용할 때 상아질의 적당한 습윤 상태 및 충분한 용매의 휘발을 위한 건조는 어느 정도인가에 대한 기준이 각 접착제의 형태 및 종류에 따라 다르기 때문에 임상적용에 있어 기술적 민감성이 아직도 어려움으로 남아있다²⁰⁾. Reis 등²¹⁾은 용매가 서로 다른 3종의 2단계 산부식형 접착제를 이용하여 상아질 표면의 습윤 정도가 결합강도에 미치는 영향에 대하여 실험한 결과, 각각의 접착제의 최대 결합강도 유지를 위한 서로 다른 적정 습윤 정도에 대하여 보고하였다. 즉, 상아질의 결합강도는 표면 습윤과 접착제 용매 형태의 적당한 조합에 영향을 받는다는 것을 시사하고 있다.

2단계 자가부식형 상아질 접착제의 상아질에 대한 결합은 비교적 안정된 것으로 알려져 있다. Takahashi 등²²⁾은 원숭이를 이용한 생체실험에서 1년이 경과한 후 접착레진 내에 porosity는 증가하지만 결합강도의 유의한 감소는 없었다고 보고하였고, Miyazaki 등²³⁾은 열순환 30,000회까지는 결합강도가 감소하지 않았다고 하였으며, Nikaido 등²⁴⁾은 온도 및 교합 응력을 동시에 가했을 때 결합강도의 통계학적 유의한 감소는 없었다고 하였다. 그러나 1단계 자가부식형 상아질 접착제의 결합 내구성에 대해서는 접착제의 실험기간이 짧고 실험재료가 적기 때문에 논란의 여지가 있다. 수중에 1년 이상 침지하였을 때 다른 형태의 접착제에 비하여 결합강도는 현저하게 감소되었으며 대부분의 시편은 실험을 지속할 수 없을 정도로 나타났다²⁵⁾.

따라서 자가 산부식 접착제의 장기간의 결합강도의 저하는 물에 의한 가수분해의 결과로 생각할 수 있으며, 2단계 자가부식형 접착제는 1단계 접착제에 비하여 안정적인 결합능력을 갖는다고 할 수 있다²⁶⁾.

결합의 내구성을 평가하는 일반적인 방법의 하나는 37 ℃ 수중보관으로 이루어지는 시효처리 (aging by storage)이다. 고분자 기질 내로 수분이 침투하여 고분자 사슬의 마찰력을 감소시키고 기질을 팽창 (swelling)시켜 물리적 성질이 저하되며 미중합 단량체를 용출시킴으로써 시간 경과에 따라 상아질 접착제는 변성되거나 가수분해되어 레진-상아질 간의 결합이 실패한다^{13,27)}. 내구성 평가를 위해 사용하는 또 다른 방법은 냉온변화를 가하는 열순환 방법이다. ISO TR 11450 표준²⁸⁾에 의하면 인공적 시효증진을 위해서는 5 ~ 55 ℃의 수중에서 500회 열순환이 적절하다고 제시하고 있으나, 이 기준은 장기간 상아질 결합의 효율성을 검증하기에는 부족한 것으로 평가하고 있다¹²⁾. 열순환에 의한 인공적 시효 기전은, 온수가 접착계면의 가수분해를 촉진시

키고 수분이 흡수되어 미중합 단량체를 추출하며^{23,29)}, 치질과 수복재 사이에 열팽창계수의 차이로 인해 접착계면에 반복적인 수축과 팽창응력이 가해져 계면의 균열을 유도하여 구강액을 침투/이동(percolation)시키는 것이다.

레진계 재료의 성질은 구강 내의 온도 변화에 의하여 변형될 수 있다³⁰⁾. 구강내의 온도변화와 유사한 냉·온 순환을 이용한 열순환 방법은 치아에 레진결합 수복물의 지속적인 밀폐능력을 평가하는데 비교적 유용한 방법이라고 인식되고 있다^{8,31,32)}. Krejci와 Lutz³³⁾는 열순환 후에 범랑질 결합강도는 변하지 않았으나 상아질 결합강도는 온도변화에 의한 응력의 영향을 받았고, 상아질과 레진 사이의 밀폐가 소실되었다고 보고하였다.

이와 같이, 상아질 접착의 내구성에 대한 현재까지 연구결과는 접착제의 종류 및 적용방법, 시효 방법, 결합 능력의 평가 등에서 다양하게 제시되었으나 이를 체계적으로 규명한 연구는 드물다. 본 연구에서는 용매 및 접착과정이 서로 다른 산부식형 및 자가부식형 상아질 접착제를 이용하여 초기 결합강도를 측정하고 열순환 시효 처리한 후 변화되는 결합강도를 측정하였으며, 파단면의 파괴양상 및 접착계면의 변화를 비교 분석하여 상아질 접착의 내구성에 대하여 알아보하고자 하였다.

II. 실험재료 및 방법

1. 실험재료

우식이 없고 건전한 제3대구치를 발치하여 tymol 용액에 보관한 후 미세 인장 결합강도 측정 및 주사전자 현미경 관찰에 이용하였다. 저속 diamond saw (Isomet, Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA)를 이용하여 대구치의 교합면 측 범랑질을 제거한 후, 건전한 상아질 표면을 #600 SiC paper를 이용하여 연마하였다.

본 연구에서는 3단계 상아질 접착제 All-Bond 2 (Bisco Inc, Schaumburg, IL, USA)와 Scotchbond MP (3M ESPE, St. Paul, MN, USA), 2단계 산부식형 상아질 접착제 One-Step Plus (Bisco Inc, Schaumburg, IL, USA)와 Single Bond (3M ESPE, St. Paul, MN, USA), 2단계 자가부식형 상아질 접착제 Clearfil SE Bond (Kuraray Co. Ltd., Osaka, Japan)와 AdheSE (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), 1단계 자가부식형 상아질 접착제 Adper Prompt L- Pop (3M ESPE, Seefeld, Germany)와 Xeno III (Dentsply, Konstanz, Germany) 등 총 8종을 이용하였고, 각 상아질 접착제의 분류와 구성성분은 Table 1에서 보는 바와 같다.

2. 실험방법

A. 실험군의 분류

제3대구치 120개의 교합면 범랑질을 제거하고 연마하여 상아질을 노출시킨 후, 무작위로 8개군으로 분류하고, 각 상아질 접착제를 제조자의 지시에 따라 도포하고 광중합하였다 (Table 1).

혼합형 복합레진인 Z250 (3M ESPE, St Paul, MN, USA)를 이용하여 각 1 mm 씩 적층하고 광도 600 mW/cm² 광중합기 (Spectrum 800; Dentsply, USA)를 사용하여 40초 간 광중합하였다. 복합레진의 두께는 총 4 mm로 하였다.

제작된 120개 시편은 37 ℃ 증류수에서 24시간 보관한 후, 각각의 상아질 접착제를 이용한 8개군을 다시 열순환을 시행하지 않은 즉시군 (Group immediate), 열순환 1,000 회군 (Group 1000cycles), 열순환 2,000회군 (Group 2000cycles)으로 나누어 총 24개의 실험군으로 분류하였다. 본 실험에 사용한 열순환기 (항온수조기, TaeWon Tech, Korea)는 5 ℃ 및 55 ℃의 항온 수조로 구성되며, 시편이 수조에 머무르는 시간은 각각 15초이며 이동 시간은 6초가 소요되었다. 모든 열순환 과정은 프로그램에 의하여 자동으로 제어되도록 제작하였다 (Figure 1).

B. 미세인장결합강도 측정

저속 Diamond Saw (Buehler, USA)를 이용하여 치아의 장축을 따라 1 mm 두께로 절단한 후, 이를 다시 수직절단하여 단면적 약 1 mm²이 되도록 막대 형 시편을 제작하였다 (Figure 1). 절단된 시편 중 각 치아의 중앙부의 시편 4 - 6 개를 선택하여 각 실험군당 약 20개의 시편을 제작하여

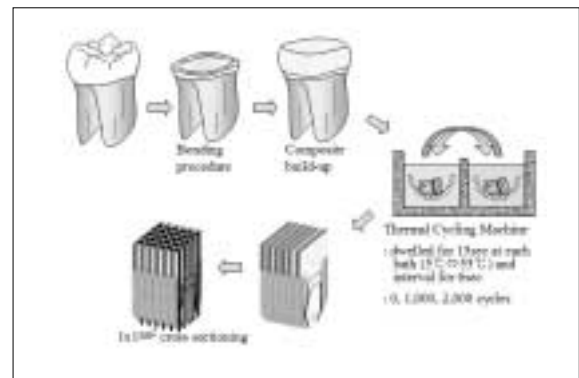


Figure 1. Specimen preparation for microtensile bond testing. Composite bonding on dentin surface and vertical slice with 1 mm thickness.

Table 1. The 8 adhesives used in this study

Type	Adhesives(codes)	Composition	Application mode
3-step total etching systems	All-Bond 2 (AB)	PrimerA:- NTG-GMA (N(p-tolyl)glycine-glycidyl methacrylate), acetone, ethanol, water	a, b1, c1, e, f
		Primer B: BPDM (biphenyl dimethacrylate), photoinitiator, acetone	
		D/E bonding resin: Bis-GMA (bisphenol A glycidyl methacrylate), UDMA(urethane dimethacrylate), HEMA (2-Hydroxyethyl methacrylate), CQ (camphorquinone)	
		Scotchbond MP (SM)	HEMA, Polyalkenoic acid copolymer, Bis-GMA
2-step total- etching- systems	One-Step (OS)	Bis-GMA, BPDM, HEMA, Acetone, CQ	a, d, c1, e, f
	Single Bond (SB)	Bis-GMA, HEMA, Bisphenol A glycerolate dimethacrylate, Water, UDMA, Polyalkenoic acid copolymer, Ethanol	a, d, c1, e, f
2-step self etching- systems	Clearfil SE Bond (SE)	MDP (10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate), HEMA, N,N-Diethanol p-toluidine, water, Bis-GMA, HEMA, N,N-Diethanol p-toluidine, microfiller, CQ	b2, d, c2, e, f
	AdheSE(AD)	Phosphoric acid ether acrylate, Hydrolytically stable bisacrylamide, Water, Initiators and stabilizers, Bis-GMA, GDMA (glycerol dimethacrylate), HEMA, Highly dispersed silica filler	b2, d, c2, e, f
Single-step self-etching systems	Adper- Prompt L-pop (PL)	Water, stabilizer, parabenes, methacrylated phosphoric acid esters, fluoride complex, photoinitiator BAPO (bisacylphosphine oxide)	e, d, c2, f
	Xeno III (XE)	Water, ethanol, HEMA, methacryloxyethyl-pyrophosphate, F-releasing phosphazene, UDMA, micro-filler, CQ	e, d, c2, f

a - acid etch for 15 sec and rinse, b1 - primer, b2 - SEP (self-etch primer), c1 - moist surface properly, c2 - dry, d - dwell for 10 - 40 sec, e - adhesive, f - light cure (10sec, 600 mW/cm²)

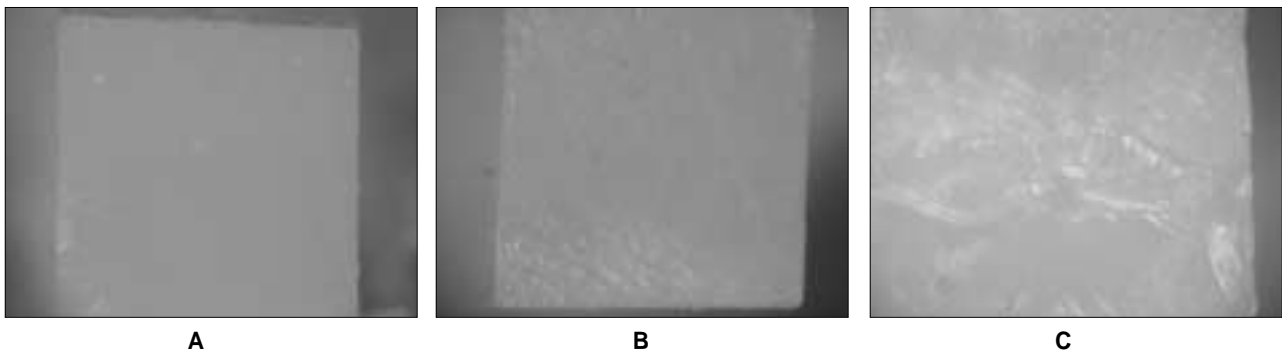


Figure 2. Failure modes of the fractured specimens.
A. adhesive failure, B. mixed failure, C. cohesive failure

총 480개 실험군의 시편을 측정하였다. Universal testing machine (EZ-test; Shimadzu, Japan)의 tensile zig 에 시편을 부착 하고 cross head speed 1 mm/min로 인장력을 가하여 판단될 때까지 최대응력을 단위면적으로 환산하여 미세인장 결합 강도를 산출하였고 유의수준 0.05 level에서 ANOVA / Duncan's test로 통계분석 하였다.

C. 파단면의 관찰

미세인장결합강도를 측정한 시편의 상아질 및 복합레진 측 파단면을 광학 현미경 (Stereomicroscope Olympus Co., Japan)에서 60배로 관찰, 분석하여 Nakajima 등 34)에 의한 분류방식에 따라 전체 접착면적 중 90 - 100% 파괴가 접착 계면에서 일어난 경우; 접착성 파괴 (adhesive failure), 복합레진에서 90 - 100% 파괴가 일어난 경우; 레진의 응집성 파괴 (cohesive failure in resin), 상아질에서 90 - 100% 파괴가 일어난 경우; 상아질의 응집성 파괴 (cohesive failure in dentin), 혼합되어 나타난 경우; 혼합형 파괴 (mixed failure) 등으로 분류하였다.

D. 주사전자현미경 관찰

상아질 측 파단면과 접착계면에 대한 주사전자현미경 관찰을 시행하였다. 접착계면 관찰을 위한 시편은 결합강도 측정을 위한 시편과 동일한 방법으로 제작하고 열순환 시행하였다. 접착된 상아질 시편의 접착계면 관찰을 위하여 치아를 접착면에 대하여 수직으로 절단, 분리하고 epoxy resin에 포매하였다. 노출된 접착표면을 #2,000 SiC paper까지 순차연마하고 diamond paste를 이용하여 연마한 후 상아질의 무기질 및 유기질을 용해하기 위하여 37%

인산에 30초간 처리하고 이를 다시 1.5% NaOCl에 5분간 처리하였다. 건조 및 금이온 증착하여 가속 전압 20 kVp에서 주사전자현미경 (S-3200, Hitachi Co., Japan)으로 관찰하였다.

Ⅲ. 실험성적

1. 미세인장 결합강도

Table 2와 Figure 3은 각 상아질 접착제의 형태 및 열순환 정도에 따른 미세인장 결합강도의 측정 결과로 각 군의 평균값 및 표준편차와 함께 이를 도표로 나타낸 것이다. 가장 높은 평균 결합강도를 나타낸 군은 열순환 하지 않고 24 시간 후에 측정한 SE 군으로 48.5 MPa이었으며, 가장 낮은 결합강도는 단일과정 접착제로서 열순환 2,000회를 시행한 XE군으로 13.5 MPa을 나타내었다.

대부분의 상아질 접착제의 결합강도는 열순환에 의하여 감소를 나타내었고, 일변량 분산분석을 통한 개체 간 효과 검정결과 통계학적으로 유의한 변화를 보였다 ($p < 0.01$).

2. 파단면 양상

상아질 접착제 및 열순환에 따른 미세인장 결합강도 측정 후 파단면 관찰을 통한 파괴양상의 분석결과는 Figure 5와 같다. 모든 상아질 접착제가 열순환 결과 주로 접착성 파괴를 보였으며, 다음으로 혼합형 파괴 및 복합레진의 응집성 파괴가 관찰되었고 상아질의 응집성 파괴는 거의 관찰되지 않았다. 상아질 접착제의 형태에 따라 산부식형 상아질 접착제는 열순환 후 접착성 파괴가 증가하였고 자가부식형 접

Table 2. μ TBS (MPa, mean \pm SD) of each groups before and after thermocycling. Multiple comparison tests were performed within each adhesive type. Same superscript means no statistically difference in each adhesive type at $\alpha \leq 0.05$ confidence level. TEA: Total etching adhesive, SEA: Self etching adhesive

Thermo cycling	Adhesive	3 step TEA		2 step TEA		2 step SEA		1 step SEA	
	SM	AB	OS	SB	SE	AD	PL	XE	
Immediate	34.4 ± 14.4	36.4 ± 12.8	36.9 ± 14.2 ^c	36.5 ± 9.9 ^c	48.5 ± 10.2 ^D	34.1 ± 16.6 ^B	24.1 ± 8.4 ^f	22.4 ± 7.2 ^e	
1,000 cycles	39.1 ± 11.1	32.1 ± 15.3	33.0 ± 14.1b ^c	28.4 ± 7.4 ^{ab}	44.4 ± 15.0 ^{CD}	25.1 ± 6.3 ^A	21.7 ± 7.9 ^{gh}	15.5 ± 6.9 ^d	
2,000 cycles	35.3 ± 15.0	29.6 ± 12.6	26.4 ± 10.4 ^{ab}	21.0 ± 8.2 ^a	36.5 ± 10.1 ^{BC}	28.0 ± 7.2 ^{AB}	18.7 ± 6.9 ^{gh}	13.5 ± 9.7 ^c	

착제는 열순환 후 접착성 파괴가 약간 감소하는 경향을 나타내었다. 반면, 혼합형 및 응집성 파괴는 각 접착제의 종류에 따라 다양한 양상을 나타내었다.

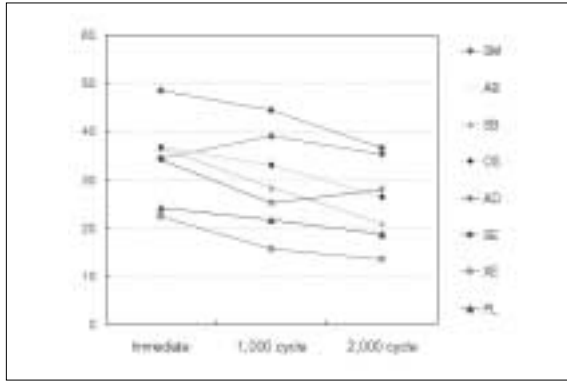


Figure 3. Multiple comparison of microtensile bond strength for each adhesive as thermocycling.

3. 주사전자현미경 관찰

접착제면에 대한 주사전자현미경 관찰에서 3단계 산부식형 접착제 SM의 즉시 균과 열순환 2,000회 시행한 군 모두에서 두꺼운 접착제층과 더불어 균질의 혼성층이 형성되어 있고 레진 tag가 잘 형성되어 있었으며 차이를 발견할 수 없었다. 파단면 관찰을 통한 파괴양상은 혼성층의 상하에서 분리된 접착성 파괴를 나타내었다 (Figure 6).

2단계 산부식형 접착제 OS 역시 균질의 혼성층이 형성되었으며 상아세관 및 부세관내로 접착제의 레진으로 침투되어 있었다. 열순환 2,000회 시행 후, 혼성층의 상부에 약간의 균열과 거친 표면이 관찰되었다 (Figure 7-A, B).

Figure 7-C는 혼합형 파괴시편으로 사진의 상부에는 혼성층 상하에서 접착성 파괴를, 하부에는 복합레진의 응집성 파괴양상을 나타내었다.

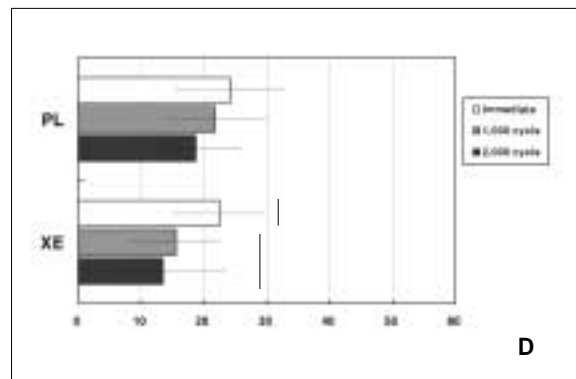
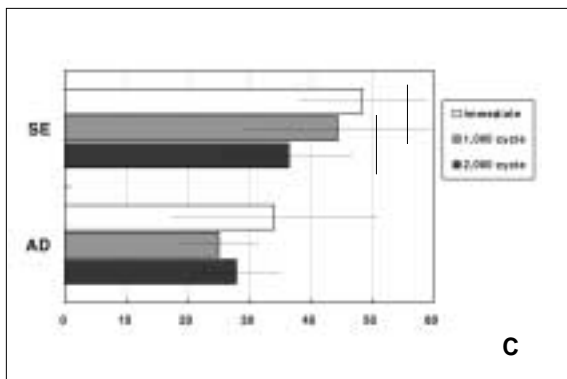
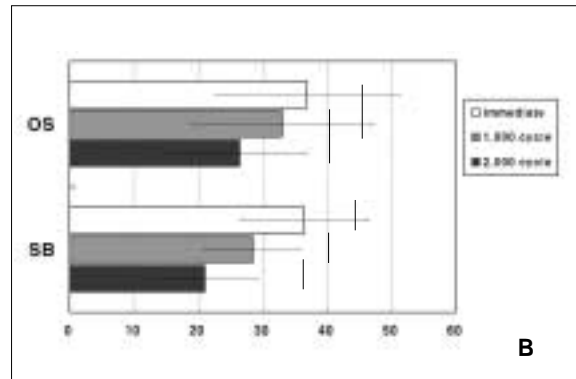
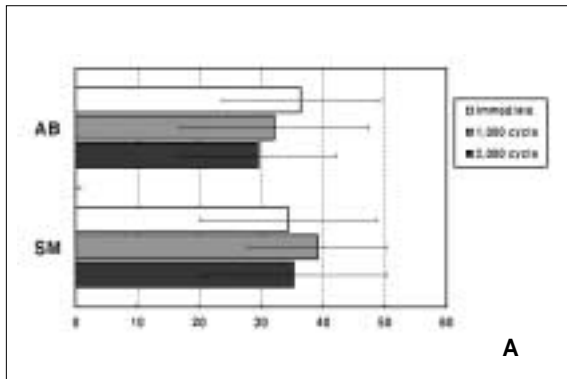


Figure 4. Bar charts showing the microtensile bond strength according to thermocycling for each adhesive type.

A. 3 step adhesive, B. 2 step total-etching adhesive, C. 2 step self-etching adhesive, D. 1 step self-etching adhesive. Vertical bar means the statistical significance in same adhesive.

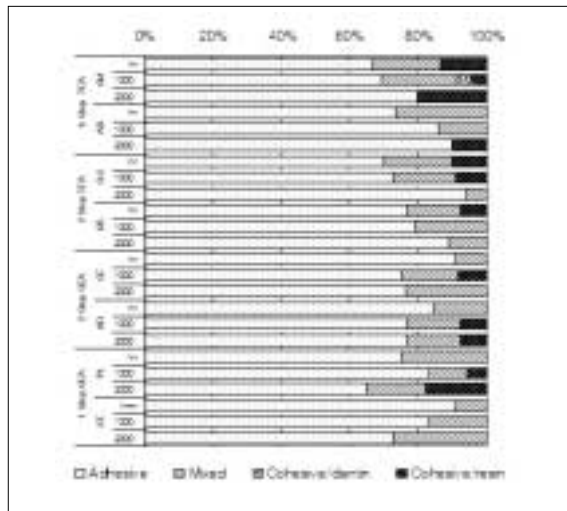


Figure 5. Failure modes of the fractured specimens.

2단계 자가부식형 접착제 AD의 즉시 군에서, 얇은 혼성층이 관찰되었고 접착제층-혼성층-레진 tag 등 일련의 계면은 연속성으로 나타났으며 상아세관 내로 충분한 레진이 침투된 양상이 관찰되었다. 열순환 2,000회 시행한 군에서 부러진 레진 tag와 함께 혼성층 하방에 불연속층이 관찰되었다 (Figure 8). 1 단계 자가부식형 접착제 PL의 즉시군에서 접착계면은 두껍고 분명한 경계를 갖는 혼성층과 상아세관 및 부세관으로 레진의 침투된 상이 관찰되었다. 파단면은 관주상아질이 부분적으로 남아있는 접착성 파괴양상과 함께 일부 표면에서는 접착제층의 투과성이 관찰되었다. 열순환 2,000회 시행한 군 (XE)은 접착제층과 혼성층 사이에 균열이 관찰되었다 (Figure 9).

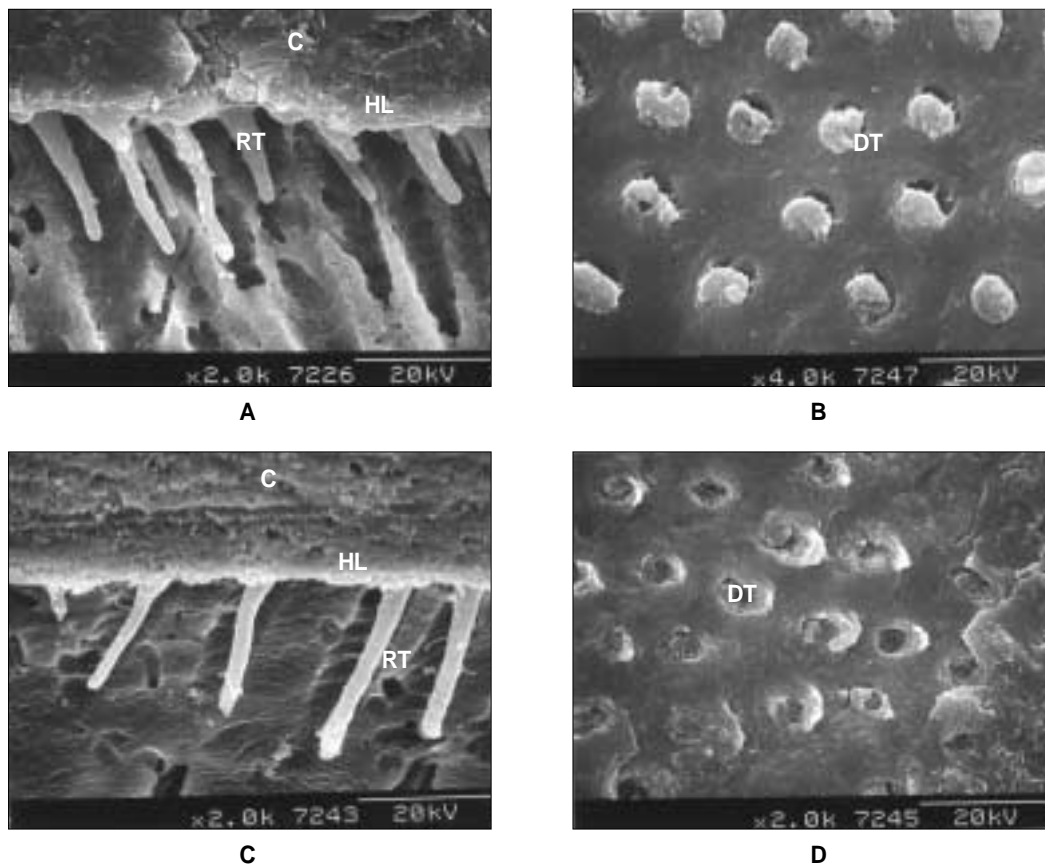


Figure 6. SEM image of interfaces bonded with SM and fractured surfaces.

A,B. Immediate tested specimen. C,D. A specimen after 2,000 thermocycling.

The adhesive resin is not deeply infiltrated into dentinal tubules so that resin tags are blunt, but relative thicker hybrid layer are examined. There is no specific difference between both groups. Both fractured surfaces show adhesive failure at mainly the base of hybrid layer and tubules are occluded by fractured resin tags (HL: Hybrid Layer, C: Composite Resin, RT: Resin Tag, DT: Dental Tubule).

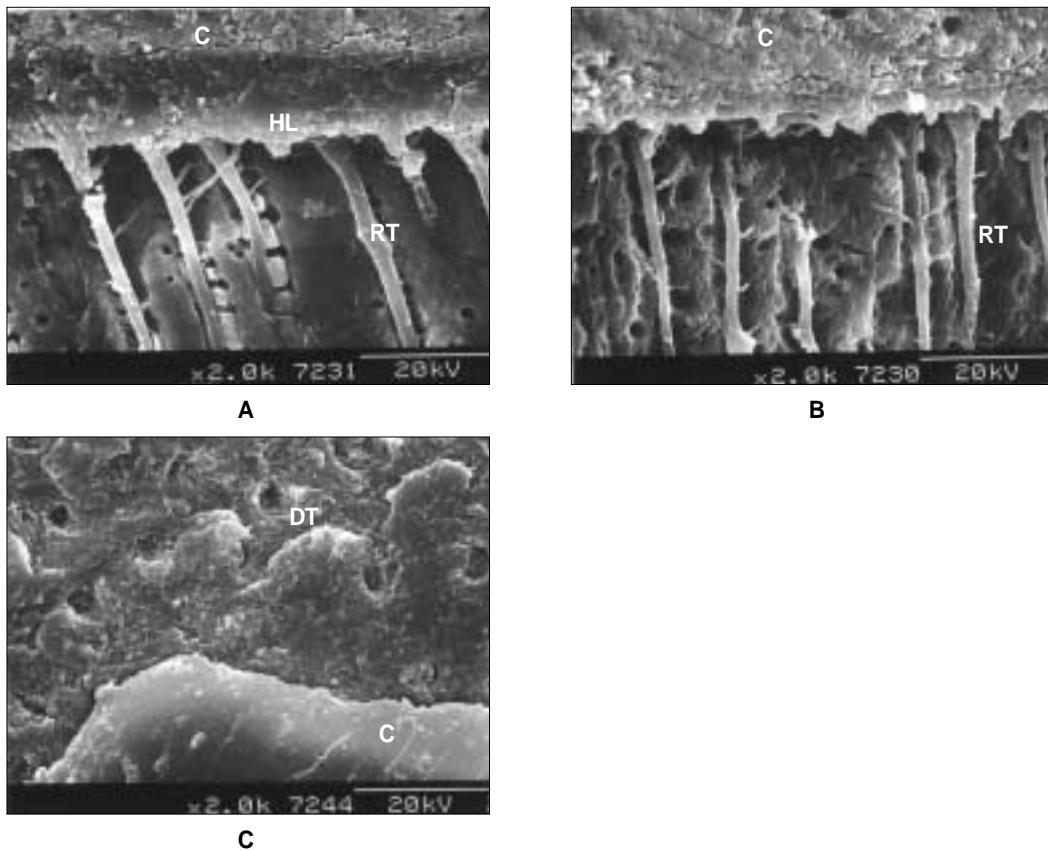


Figure 7. The adhesive interfaces bonded with OS and fractured surface.

A. Immediate tested specimen. Hybrid layer was formed uniformly and resin tags were deeply infiltrated into dentinal tubules so that formed lateral braches. B. A specimen after 2,000 thermocycling. Note some gaps on the top of hybrid layer. C. Mixed failed surface that adhesive failure at the top or bottom of hybrid layer in upper side and cohesive failure of composite in lower side of micrograph (HL: Hybrid Layer, C: Composite Resin, RT: Resin Tag, DT: Dental Tubule).

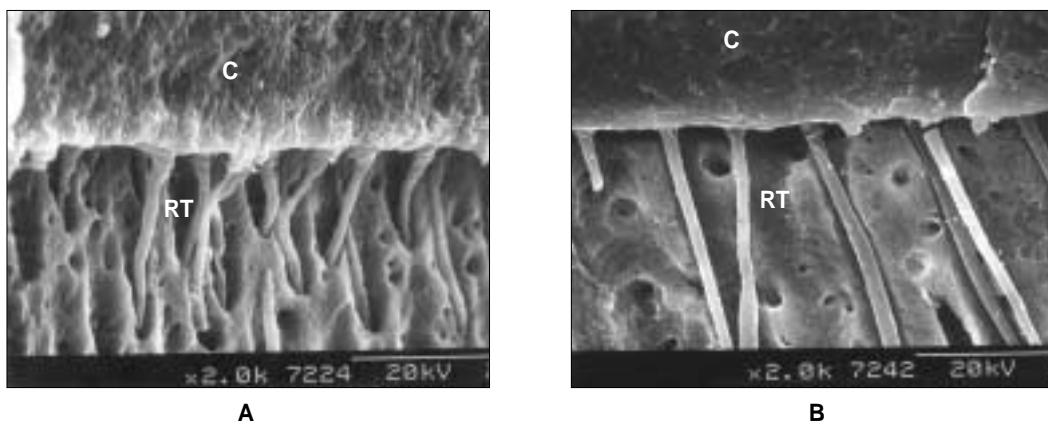


Figure 8. The adhesive interfaces bonded with AD.

A. Immediate tested specimen. Relative thin hybrid layer that was well integrated without defect was formed uniformly and resin tags were deeply infiltrated into dentinal tubules. B. A specimen after 2,000 thermocycling. Some broken resin tags below hybrid layer were observed though long tags were formed (HL: Hybrid Layer, C: Composite Resin, RT: Resin Tag, DT: Dental Tubule).

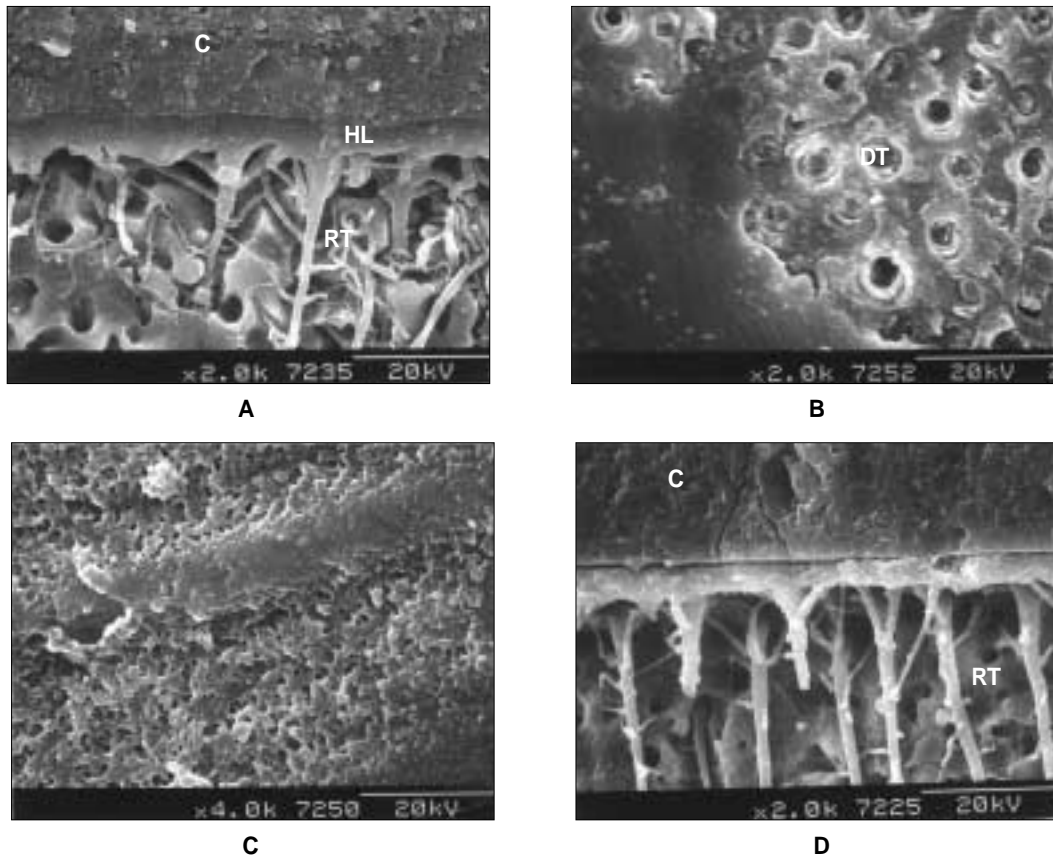


Figure 9. SEM image of interfaces bonded with single-step adhesives.

A. Immediate tested specimen bonded with PL. Relative thicker hybrid layer was formed uniformly and well demarcated from adhesive layer and greater number of resin tags were deeply infiltrated into dentinal tubules that was connected each other by lateral braches. B. Fractured surface of PL after 2,000 thermocycling shows adhesive failure that peritubular dentin is remained partially. C. Adhesive failed surface of PL 2,000 group. Adhesive layer is a worm-eaten appearance that allows water movement between the interface and the underlying hydrated dentin. D. A specimen after 2,000 thermocycling. Note some gaps between adhesive layer and top of hybrid layer (HL: Hybrid Layer, C: Composite Resin, RT: Resin Tag, DT: Dentinal Tubule).

IV. 총괄 및 고안

최근 10여 년간 접착치과학의 눈부신 발전에는 상아질 접착기술의 진보가 근간을 이루고 있다. 과거 약하고 예측할 수 없었던 상아질에 대한 결합은 친수성 접착제의 도입으로 괄목할 만한 결합력의 증가를 이루었고, 이와 함께 접착과정을 단축하여 사용자의 편의성을 증진하려는 경향을 갖는다. 도말층을 제거하고 레진을 침투시키는 산부식 방법 또는 도말층을 변형/강화시켜 접착하는 자가부식 방법의 상아질 접착제를 통하여 접착의 본질 (신뢰성)과 내구성을 유지하고, 적절한 중합수축 응력을 조절하는 것은 레진계 수복의 임상적 성공을 예측할 수 있는 요인이 되었다³⁵⁾.

상용하는 상아질 접착제의 결합강도는 매우 높게 알려져 있으나 이는 주로 초기 결합강도의 측정에 지나지 않는다. 본 실험에서 역시 2단계 또는 3단계 접착제의 상아질에 대한 초기 평균 결합강도는 34.1 - 48.5 MPa에 이르는 높은 값을 보이고 있다. 그러나, 열순환 2,000회를 시행한 이후에는 21.0 - 36.5 MPa로 약 25 - 38%가 감소되었다. 더욱이 1단계 자가부식형 접착제에서는 최대 약 40% (XE)가 감소되었다. 따라서, 상아질 접착제의 결합강도는 각 접착제에 따라 다르게 나타나며 성공 여부를 평가하기 위해서는 초기 결합강도 측정보다는 결합내구성에 대한 평가가 이루어져야 한다^{12,36)}.

본 실험에서 3단계 산부식형 상아질접착제 SM 및 AB의

결합강도는 열순환에 의하여 통계학적으로 유의한 차이가 나타나지 않았다 ($p > 0.05$). 이들 접착제는 레진의 침투를 위한 친수성 프라이머와 계면의 기계적 안정성을 위한 상대적인 소수성 접착레진으로 구성되어 있다. 따라서 프라이머는 친수성 상아질 내로 침투를 돕고 접착레진은 소수성 복합레진과의 결합 뿐 아니라 가수분해에 의한 파괴를 감소시키기 때문에 접착계면에서 안정적이라고 할 수 있다. Frankenberger 등³⁷⁾은 각종 산부식형 접착제를 이용한 6년간 내구성 실험에서 3단계 접착제가 2단계에 비하여 결합강도 및 변연연속성에서 보다 효과적이었다고 보고하였다. 또한 3단계 접착제에는 단축형 접착제에 포함된 산성 기능성 단량체를 포함하지 않기 때문에 중성을 유지하여 이중 또는 자가중합형 복합레진과도 안정된 결합을 확인할 수 있다³⁸⁾. 전자현미경을 이용한 파단면 관찰에서 24시간 후와 비교할 때 열순환 2,000회를 실시한 경우 상아세관의 주변에 거친 파괴면과 더불어 세관 내 깔대기 모양 (funnel-shape) (Figure 6-C)이 관찰되었으며 이는 접착제의 용해로 인한 것으로 생각된다.

2단계 산부식형 접착제인 OS와 SB의 결합강도는 열순환에 의하여 감소하였고 특히 2,000회 열순환을 시행한 경우 통계학적 유의한 감소를 나타내었다 ($p < 0.05$). 이들 접착제는 탈회된 상아질의 교원질 구조 내로 완전히 침투시키거나 모든 용매를 제거하기가 어렵고 친수성 단량체를 다량 포함하고 있기 때문에 혼성층의 형성이 제한된다. 따라서 열순환 시행 후, 가수분해성 파괴 (hydrolytic degradation)로 인한 결합강도의 저하 또는 변연누출 등이 일어나기 쉽다³⁷⁾. 미세인장 결합강도 측정 후 파단면 관찰을 통한 파괴양상의 분석 결과, 산부식형 상아질 접착제는 열순환에 의하여 접착성 파괴가 점차 증가하는 양상을 나타내었다. Armstrong 등³⁹⁾은 상아질 접착 후 수중에서 15개월 보관하고 미세인장 결합강도를 측정한 결과, 2단계 산부식형 접착제 (SB)의 결합강도는 3단계 (SM) 또는 2단계 자가부식형 접착제 (SE)에 비하여 시간 경과에 따라 약한 결합강도를 나타내었으며, 파괴양상은 접착제에 따라 다르지만 2단계 산부식형 접착제는 시간 경과에 따라 접착성 파괴가 증가하였다고 보고하였다.

습윤접착법을 이용하여 적절한 혼성층을 형성해야 하며 이 과정에서 포함된 용매의 역할은 중요하다. 아세톤을 용매로 사용한 접착제 (AB, OS)는 에탄올/물 용매 (SM, SB)에 비하여 상대적으로 기술적 민감도 (window of opportunity)가 높은 특징을 갖는다. 반면, 습윤접착 과정에서 부분적으로 교원침투가 건조된 경우 에탄올 용매는 자체에 포함된 수분에 의하여 약간의 재습윤 능력이 있기 때문에 일반적으로 넓은 허용치 (tolerance)를 갖는다^{21,40)}. 본 실험에서는 SB를 제외한 모든 결합강도 측정값이 이와 일치하였다. 이는 SB가 OS에 비하여 상대적으로 두꺼운 접

착층 형성으로 인하여 용매를 제거하기 어렵고 다량의 친수성 단량체 (HEMA)를 포함하기 때문인 것으로 생각된다.

자가부식형 상아질 접착제는 수세과정 및 습윤 접착과정 없이 기술적 민감성이 적고 적용시간이 짧아 임상가에게 선호도가 증가하고 있다. 2단계 자가부식형 상아질 접착제는 산도가 낮은 자가부식제를 도포한 후 소수성 접착레진을 도포하기 때문에 혼성층이 얇고 (0.5 - 1.0 μm) 상아세관의 개방능력이 적다 (Figure 8). 가장 높은 결합강도를 나타낸 SE는 열순환에 의하여 결합강도가 유의차 있게 감소하였으나 ($p < 0.05$), 상대적으로 낮은 결합강도를 나타낸 AD는 열순환 효과에 따른 차이가 없었다 (Figure 4-C). 즉 SE의 높은 결합강도가 높게 나타난 이유는 기능성 단량체 MDP (10-methacryloyloxydeoyl dihydrogen phosphate)의 잔존 수산화인회석과의 우수한 결합 및 두꺼운 소수성 접착레진층에 기인한다. 이는 레진의 중합과정에서 발생하는 응력을 완화할 수 있으며 가수분해에 대한 안정성을 갖기 때문이다^{41,42)}. Shirai 등²⁵⁾은 1급 와동 (C-factor 부여)에 수종의 상아질 접착제를 이용하여 상아질에 결합하고 1년 경과한 경우, 3단계는 중합수축 응력과 수분에 의한 변성이 없었고, 2단계 자가부식형 SE는 높은 결합능력을 유지했으나 1년 경과 후 약간 감소했음을 보고하였고, Burrow 등⁴³⁾은 자가부식형 접착제 (Liner Bond II)는 산부식형 (Super bond D-Liner plus)에 비해 시간 경과 (7년)에 따라 결합력 감소와 파괴양상의 변화가 적게 나타났다고 보고하였다. 본 실험의 결과 역시 선행학들의 연구와 유사한 경향의 결합 내구성을 나타내었다.

임상에서 시술과정의 단순화 및 편의를 위해 개발되어 이용되고 있는 단일과정 접착제는 많은 장점을 갖는 반면, 접착 신뢰성과 내구성에 문제가 있음을 지적 받고 있다³⁵⁾. 본 실험에서 사용한 단일과정 접착제 PL과 XE는 실험군중 가장 낮은 결합강도를 보였고 열순환에 의하여 모두 감소하였고 특히, XE는 통계학적으로 유의하게 감소하였다 ($p < 0.05$). 이러한 결과는 1단계 PL이 와동형태와 수중 시효에 매우 민감하였다고 보고한 선행학의 결과와 일치하였다³⁹⁾. *In vitro* 실험에서 산도가 높은 1단계 자가부식형 접착제의 내구성은 2단계형에 비하여 낮은 것으로 보고하고 있으며, 이는 임상적 접착능력 평가에 주로 이용하는 5급 와동에 대한 임상 연구에서 입증되고 있다. 즉 1단계 자가부식형 접착제 (PL)의 1년 유지율은 65%를 나타낸 반면, SE는 2년 후에도 높은 유지율이 보고되었다^{44,45)}. Hashimoto 등⁴⁶⁾은 단일과정 접착제 One-Up Bond는 시간이 지나면서 결합강도가 감소하고 접착성 파괴가 증가하였고, 산부식형 접착제를 건조 또는 습윤접착의 경우 건조 상태의 접착강도는 초기로부터 시간경과에 따라 급격한 감소를 보였으나 습윤접착에서는 상대적인 결합강도가 높으며 시간 경과에 따라 서서히 감소되었다고 보고하였다.

혼성층에서 레진의 용출 (extraction, elusion)이 발생하는 접착제 내 고분자 파괴에 대한 기전은 아직 명확하게 밝혀지지는 않았지만 각종 기능성 단량체와 용매의 화학적 조성은 결합의 내구성에 영향을 미칠 것으로 생각된다. 본 실험에서 전자현미경을 이용한 파단면 관찰 (Figure 9-C)에서 접착제층의 투과성이 관찰되었다. 이는 상아질과 복합레진 사이에 단일과정 접착제가 완전한 밀폐를 이루지 못하고 일종의 반투과성 막과 같은 역할을 하기 때문에 접착제 상층에 형성되는 삼투경사에 의하여 상아질로부터 수분이 이동한 경로로 작용하기 때문으로 알려져 있다^{8,17)}.

단일과정 접착제를 제외하면 대개의 경우 광중합형 복합레진의 접착과정에는 이러한 현상이 최소한 것으로 알려져 있다⁴⁷⁾. 접착시간의 지연, 불완전한 건조 또는 부적절한 접착제의 중합 등이 원인으로 추정된다.

자가부식형 접착제의 용매인 물은 자가부식 반응의 개시 및 활성화를 위해 필수적인 성분이며, 접착과정에서 건조를 통해 완전히 제거되어야 한다. 그러나 이 수분은 접착제에 포함된 친수성 단량체와 함께 존재하며 상아질에 포함된 수분과 더불어 완전한 제거가 어렵다. 최근 다양한 실험레진을 이용하여 접착제의 친수도가 상아질 접착에 미치는 영향에 관해 연구한 다수의 보고가 있다. El Zohairy 등⁴⁸⁾은 친수성 단량체를 포함하는 접착제는 시간 경과에 따라 물을 흡수하기 때문에 도재 수복물의 접착내구성에 부정적 영향을 미친다고 보고하였고, Carrilho 등⁴⁹⁾은 접착제를 중합한 후 물에 장기간 보관하였을 경우 기계적 성질은 현저히 감소되며 이는 레진-상아질 간 결합 및 접착성 수복물의 내구성을 약화시킬 수 있다고 주장하였다. Yiu 등^{50,51)}은 레진의 친수성 증가는 수분의 흡수 정도를 결정하는 중요한 요소로서 시간경과에 따라 레진의 기계적 성질을 저하시키고 이는 접착의 내구성을 감소시킬 수 있음을 시사한다. 이와 같은 접착내구성의 감소원인은 물분자가 수소결합을 통해 고분자 기질 내 극성부위에 지속적으로 결합하여 확산되며, 더욱이 접착레진 내 포함된 유기용매가 잔류하는 경우, 단량체의 전환을 방해하고 중합된 레진을 소성화시킬 수 있기 때문이다.

한편 상아질 접착제의 지속적인 발전과 함께 접착과정의 단축은 수요자인 치과의사와 시대의 요구이다. 그러나 접착과정의 단축으로 인한 편리함의 이면에는 접착의 신뢰성에 대한 지속적인 의문이 제기되고 있다. 접착에 있어 상아질에 대한 완전한 이해와 기술적 민감도에 관한 제반 문제는 아직까지 해결되지 못하고 있는 실정이다. 이와 같이 상아질-레진의 접착제면은 불안정하고 취약한 구조를 가지고 있으며 특히, 접착과정이 단축된 접착제는 높은 친수성으로 인하여 수분의 투과가 우려되며 내구성이 의문시되고 있다. 단일 접착과정의 접착제는 복합레진과의 결합에 있어 더욱 불리한 조건을 나타내며 특히, 자가중합 또는 이중중합형

복합레진과의 적합의 안정성에 의문이 제시되고 있다.

본 연구에서의 열순환에 의한 시효 효과는 최대 2,000회를 시행한 결과이기 때문에 그 결과를 임상에 적용하기에는 한계가 있다고 생각된다. 또한 열순환과 교합압을 동시에 적용하여 보다 임상 환경에 가깝게 연구를 시행하는 것이 상아질 접착의 실험실적 내구성 평가를 위해 필요하며, 향후 이러한 연구가 계속 진행되어야 할 것이다.

V. 결 론

용매 및 접착과정이 서로 다른 산부식형 및 자가부식형 8종의 상아질 접착제를 이용하여 상아질에 대한 초기 결합강도를 측정하고 열순환 1,000회 및 2,000회 시효 처리한 후 변화되는 결합강도를 측정하였으며, 파단면의 파괴양상 및 접착제면에 주사전자현미경 관찰을 통하여 다음과 같은 결론을 얻었다;

1. 열순환 후 단축형 상아질 접착제에서 결합강도는 감소되었고, 산부식형 접착제의 용매와 결합강도 간의 상관관계는 확인되지 않았다.
2. 3단계 상아질 접착제의 결합강도는 열순환에 따른 변화가 나타나지 않았다 ($p > 0.05$).
3. 2단계 산부식형 상아질 접착제의 결합강도는 열순환 후 감소되었다 ($p < 0.05$).
4. 2단계 자가부식형 상아질 접착제 SE의 결합강도는 가장 높았고, 단일과정 접착제인 PL과 XE는 실험군중 가장 낮은 결합강도를 보였다. 열순환 후 모두 감소하였고, XE는 통계학적으로 유의하게 감소되었다 ($p < 0.05$).
5. 모든 상아질 접착제에서 주로 접착성 파괴가 발생하였고, 열순환에 의하여 산부식형 접착제는 접착성 파괴가 증가하였고, 단일과정 자가부식형 접착제에서는 혼합형 파괴가 증가하는 양상이었다.

상아질 접착제의 초기 결합강도는 각 재료에 따라 다양한 결과를 나타내었으며 단일과정 접착제의 결합강도는 상대적으로 낮았다. 열순환에 의하여 대부분의 접착제는 결합강도가 감소되었다. 따라서 접착과정의 단순화가 반드시 접착에 효과적이라고 할 수 없다. 즉 접착과정의 단축은 상아질 접착제의 결합능력 및 내구성의 개선을 의미하는 것은 아니기 때문에 임상적으로 접착제의 올바른 선택과 신중한 적용이 이루어져야 할 것이다.

참고문헌

1. Raskin A, Mechotte-Theall B, Vreven J, Wilson NH. Clinical evaluation of a posterior composite 10-year report. *J Dent* 27:130-19, 1999.
2. Wilder AD, May KN, Bayne SC, Taylor DF, Leinfelder KF. Seventeen year clinical study of ultraviolet-cured

- posterior composite class I and II restorations. *J Esthetic Dent* 11:135-142, 1999.
3. Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthews WG, Pashley DH. Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. *Oper Dent* 20:18-25, 1995.
 4. Yoshida Y, Van Meerbeeck B, Nakayama Y, Snauwaert J, Hellemans L, Lambrechts P, Vanherle G, Wakasa K. Evidence of chemical bonding at biomaterial/hard tissue interfaces. *J Dent Res* 79:709-714, 2000.
 5. Primenta LAF, Amaral CM, Bredane de Castro AKB, Ritter AV. Total-etch, deproteinization and self-etching. *Oper Dent* 29:592-598, 2004.
 6. Paul SJ, Welter DA, Ghazi M, Pashley DH. Nanoleakage at the dentin adhesive-interface vs. microtensile bond strength. *Oper Dent* 24:181-188, 1999.
 7. Giannini M, Seixas CAM, Reis AF, Pimenta LAF. Six-month storage-time evaluation of one-bottle adhesive systems to dentin. *J Esth Rest Dent* 15:43-49, 2003.
 8. Tay FR, Pashley DH, Yoshiyama M. Two monodes of nanoleakage expression in single-step adhesives. *J Dent Res* 81:472-476, 2002.
 9. Carracho AJL, Chappell RP, Glaros AG, Purk JH, Erick JD. The effect of storage and thermocycling of the shear bond strength of three dental adhesive. *Quintessence Int* 22:745-752, 1991.
 10. Marshall GW, Marshall SJ, Kinney JH, Balooch M. The dentine substrate: structure-and properties related to bonding. *J Dent* 25:441-458, 1997.
 11. Ferracane JL, Berge JR, Condon JR. *In vitro* aging of dental composites in-water-effect of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling. *J Biomed-Mater Res* 42:465-472, 1998.
 12. Gale MS, Darvel BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent* 27:89-99, 1999.
 13. Sano H, Yoshikawa T, Pereira PNR, Kanemura N, Morigami M, Tagami J, Pashley. Long-term Durability of dentine bonds made with a self-etching primer, *in vivo*. *J Dent Res* 78:906-911, 1999.
 14. Tanumiharja M, Burrow MF, Tyas MJ. Microtensile bond strengths of seven-dentine adhesive systems. *Dent Mater* 16:180-187, 2000.
 15. Burrow MF, Satoh M & Tagami J. Dentine bond durability after three years using a dentin bonding agent with and without priming. *Dent Mater* 12(5):302-307, 1996.
 16. Li HP, Burrow MF, Tyas MJ. The effect of long-term storage on nano-leakage. *Oper Dent* 26:609-616, 2001.
 17. Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A. Single-step adhesives are permeable membranes. *J Dent* 30:371-382, 2002.
 18. Kanca 3rd J, Gwinnett AJ. Successful marginal adaptation of a dentin-enamel bonding system *in vitro* and *vivo*. *J Esthet Dent* 6:286-94, 1994.
 19. Nakajima M, Kanemura N, Pereira PN, Tagami J, Pashley DH. Comparative microtensile bond strength and SEM analysis of bonding to wet and dentin. *Am J Dent* 13:324-8, 2000.
 20. Reis A, Loguercio AD, Carvalho RM, Grande RH. Durability of resin dentin interfaces: effects of surface moisture and adhesive solvent component. *Dent Mater* 20(7):669-76, 2004.
 21. Reis A, Loguercio AD, Azevedo CLN, Carvalho RM, Siger JM, Grande RHM. Moisture spectrum of demineralized dentin for different solvent-based adhesive system. *J Adhes Dent* 5:183-192, 2003.
 22. Takahashi A, Inoue S, Kawamoto C, Ominato R, Tanaka T, Sato Y, Pereira PNR, Sano H. *In vivo* long-term durability of the bond to dentin using two adhesive systems. *J Adhes Dent* 4:151-159, 2002.
 23. Miyazaki M, Sato M, Onose H, Moore BK. Influence of thermal cycling on dentin bond strength of two-step bonding systems. *Am J Dent* 11:118-122, 1998.
 24. Nikaido T, Kunzelman KH, Chen H, Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, Cox CF, Hickel R, Tagami J. Evaluation of thermal cycling and mechanical loading on bond strength of a self-etching primer system to dentin. *Dent Mater* 18:269-275, 2002.
 25. Shirai K, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Lambrechts P, Suzuki K, Shintani H, van Meerbeek B. Effect of cavity configuration and ageing on the bonding effectiveness of six adhesives to dentin. *Dent Mater* 21:110-124, 2005.
 26. 조영곤, 반일환, 유미경. 상아질 접착 후 저장기간에 따른 접착제의 접착력의 변화. *대한치과보존학회지* 30(3):204-205, 2006.
 27. Kato G, Nakabayashi N. The durability of adhesion to phosphoric acid etched, wet dentine substrates. *Dent Mater* 14:347-352, 1998.
 28. International Organization for Standardization. ISO TR 11405, Dental materials-guidance on testing of adhesion to tooth structure. 1994.
 29. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. *In vivo* degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res* 79:1385-1391, 2000.
 30. Fumiaki K, Takafumi O, Tetsuo I, Naoyuki M. Influence of thermal cycles in water on flexural strength of laboratory-processed composite resin. *J Oral Rehabil* 703-707, 2001.
 31. Hakimeh S, Vaidyanathan J, Houpt ML, Vaidyanathan TK, Hagen SV. Microleakage of compomer class V restorations: effect of load cycling, thermal cycling, and cavity shape differences. *J Prosthet Dent* 83:194-203, 2000.
 32. Wendt SL, McInnes PM, Dickinson GL. The effect of thermocycling in microleakage analysis. *Dent Mater* 8:181-184, 1992.
 33. Krejci I, Lutz F. Mixed class V restorations: the potentials of dentine bonding agent. *J Dent* 18:263-270, 1990.
 34. Nakajima M, Ogata M, Okuda M, Tagami J, Sano H, Pashley DH. Bonding to caries-affected dentin using self-etching primers. *Am J Dent* 12:309-314, 1999.
 35. Tay FR, Pashley DH. Dental adhesives of the future. *J Adhes Dent* 4:91-103, 2002.
 36. 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* 84(2):118-32, 2005.
 37. Frankenberger R, Strobel WO, Lohbauer U, Kramer N, Petschelt A. The effect of six years of water storage on resin composite bonding to human dentin. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater* 69(1):25-32, 2004.
 38. 장영인, 최경규, 박상진. 복합레진에 대한 자가부식형 접착제의 적합성에 관한 연구. *대한치과보존학회지* 31(in process), 2006.
 39. Armstrong SR, Vargas MA, Fang Q, Laffoon JE.

- Microtensile bond strength of a total-etch 3-step, total-etch 2-step, self-etch 2-step, and a self-etch 1-step dentin bonding system through 15-month water storage. *J Adhes Dent* 5:47-56, 2003.
40. Tay FR, Gwinnett JA, Wei SH. Relation between water content in acetone/alcohol-based primer and interfacial ultrastructure. *J Dent* 26:147-156, 1998.
41. Choi KK, Condon JR, Ferracane JL. The effects of adhesive thickness on polymerization contraction stress of composite. *J Dent Res* 79:812-817, 2000.
42. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, Inoue S, Tagawa Y, Suzuki K, De Munck J, Van Meerbeek B. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res* 83(6):454-8, 2004.
43. Burrow MF, Harada N, Kitasako Y, Nikaido T, Tagami J. Seven-year dentin bond strengths of a total-and self-etch system. *Eur J Oral Sci* 113(3):265-70, 2005.
44. Brackett MG, Dib A, Brackett WW, Estrada BE, Reyes AA. One-year clinical performance of a resin- modified glass ionomer and a resin composite restorative material in unprepared Class V restorations. *Oper Dent* 27(2):112-6, 2002.
45. Türkün SL. Clinical evaluation of a self-etching and a one-bottle adhesive system at two years. *J Dent* 31:527-534, 2003.
46. Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Oguchi H. Degradation patterns of different adhesives and bonding procedures. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater* 66(1):324-30, 2003.
47. Tay FR, King NM, Suh BI, Pashley DH. Effect of delayed activation of light-cured resin composites on bonding of all-in-one adhesives. *J Adhes Dent* 3(3):207-25, 2001.
48. El Zohairy AA, De Gee AJ, Hassan FM, Feilzer AJ. The effect of adhesives with various degrees of hydrophilicity on resin ceramic bond durability. *Dent Mater* 20:778-787, 2004.
49. Carrilho MR, Carvalho RM, Tay FR, Pashley DH. Effects of storage media on mechanical properties of adhesive systems. *Am J Dent* 17(2):104-8, 2004.
50. Yiu CK, King NM, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, CarrilhoMR, Tay FR. Effect of resin hydrophilicity and water storage on resin strength. *Biomaterials* 25:5789-96, 2004.
51. Yiu CK, King NM, Carrilho MR, Sauro S, Rueggeberg FA, Prati C, Carvalho RM, Pashley DH, Tay FR. Effect of resin hydrophilicity and temperature on water sorption of dental adhesive resins. *Biomaterials* 27(9):1695-703, 2006.

국문초록

열순환이 상아질 접착제의 결합 내구성에 미치는 영향

문영훈 · 김종률 · 최경규 · 박상진*

경희대학교 대학원 치의학과 치과보존학교실

이 논문의 목적은 열순환이 4종 상아질 접착 시스템의 결합 내구성에 미치는 영향을 측정하는 것이다. 제3대구치의 상아질층을 노출시킨 후, 무작위로 8개군으로 나눈다: 3 단계 산부식 시스템 (Scotchbond Multi-Purpose Plus; SM, All Bond-2; AB), 2 단계 산부식 시스템 (Single Bond; SB, One Step plus; OS), 2단계 자가부식 시스템 (Clearfil SE Bond; SE, AdheSE; AD), 1 단계 자가부식 시스템 (Promp L-Pop; PL, Xeno III; XE). 8개 군에 각 상아질 접착제를 제조사의 지시에 따라 도포하고 복합레진 (Z250)을 적층한 후, 광조사한다. 37 °C 증류수에서 24시간 보관한 후, 각 군마다 정해진 프로그램으로 0, 1000, 2000회 열순환한 후, 저속 diamond saw로 1 × 1 mm 막대형 시편을 제작한다. Universal testing machine (EZ-test; Shimadzu, Japan)으로 미세인장 결합강도를 측정하였고, 유의수준 0.05 level에서 ANOVA / Duncan's test로 통계분석 하였다. 상아질측 파단면과 접착계면에 대한 주사전자현미경 관찰을 시행하였다.

이 연구의 결과는 다음과 같다;

1. 3단계 상아질 접착제의 결합강도는 열순환 전후에 통계학적으로 유의한 변화를 나타내지 않았다. 2단계 산부식형 상아질 접착제의 결합강도는 열순환 처리에 의하여 유의하게 감소되었다.
2. 2단계 자가부식형 접착제 (SE)의 결합강도가 가장 높았고, 1단계 자가부식 접착제 (PL, XE)는 실험군 중 가장 낮은 결합강도를 보였다.
3. 모든 접착제는 주로 접착성 파괴가 발생하였고, 열순환에 의하여 산부식형 접착제는 접착성 파괴가, 1단계 자가부식형 접착제에서는 혼합형 파괴가 증가하는 경향을 나타내었다.

이상의 결과로, 상아질 접착제의 접착단계/과정이 결합내구성에 영향을 미침을 알 수 있었다. 따라서 접착과정의 단순화가 반드시 접착에 효과적이라고 할 수 없다.

주요어: 상아질접착제, 열순환, 결합강도, μ TBS, 산부식형, 자가부식형