

자가부식형 상아질접착제와 레진시멘트와의 적합성에 관한 연구

김도완 · 박상진 · 최경규*

경희대학교 대학원 치의학과 치과보존학교실

ABSTRACT

COMPATIBILITY OF SELF-ETCHING DENTIN ADHESIVES WITH RESIN LUTING CEMENTS

Do-Wan Kim, Sang-Jin Park, Kyoung-Kyu Choi*

Department of Conservative Dentistry, Division of Dentistry, Graduate School, Kyung Hee University

This study was performed to investigate the compatibility between 4 dentin adhesives and 4 resin luting cements.

Dentin adhesives used in this study were All-Bond 2 (Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA), Clearfil SE-Bond (Kuraray Medical Inc, Osaka, Japan), Prompt L-Pop (3M Dental Products, St. Paul, MN, USA), One-Up Bond F (Tokuyama corp., Tokyo, Japan). Resin luting cements used in this study were Choice (Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA), Panavia F (Kuraray Medical Inc, Osaka, Japan), RelyX ARC (3M Dental Products, St. Paul, MN, USA), Bistite II DC (Tokuyama corp., Tokyo, Japan). Combination of each dentin adhesive and corresponding resin cement was made to 16 experimental groups.

Flat dentin surfaces was created on mid-coronal dentin of extracted mandibular third molars, then dentin surface was polished with 320-grit silicon carbide abrasive papers.

Indirect resin composite block (Tescera, Bisco) was fabricated. Its surface for bonding to tooth was polished with silicon carbide abrasive papers. Each dentin adhesive was treated on tooth surface and resin composite overlay were luted with each resin cement. Each bonded specimen was poured in epoxy resin and sectioned occluso-gingivally into 1.0 mm thick slab, then further sectioned into 1.0 × 1.0 mm² composite-dentin beams. Microtensile bond strength was tested at a crosshead speed of 1.0 mm/min. The data were analysed by one-way ANOVA and Duncan's multiple comparison tests.

The results of this study were as follows:

2-step self-etching dentin adhesive which has additional bonding resin is more compatible than 1-step self-etching dentin adhesive. [J Kor Acad Cons Dent 30(6):493-504, 2005]

Key Word : Compatibility, Self-etching dentin adhesives, Resin luting cements, Microtensile bond strength, Indirect resin composite block, Dentin

- Received 2005.8.9., revised 2005.10.6., accepted 2005.10.20. -

I. 서 론

* Corresponding Author: Kyoung-Kyu Choi

Department of Conservative Dentistry,
Division of Dentistry, Graduate School, Kyung Hee University
1, Hoegi Dong, Dongdaemun Gu, Seoul, Korea, 130-702
Tel: 82-2-958-9337
E-mail: choikkyu@khu.ac.kr

치과용 레진 시멘트는 금속과 비금속 인레이, 온레이, veneer, crown, 교정용 브라켓 및 post 등에 이르기까지 모든 수복의 접착에 이용되고 있다¹⁻⁵⁾. 상아질 접착제와 레진 시멘트의 사용은 비접착성 시멘트와 비교할 때 치아구조물과 수복물에 접착하는 능력이 우수하고 용해성이 낮으며,

생역학적으로 정확도를 보인다⁶⁾. 복합레진을 이용한 간접 수복물은 직접 수복에 비해 수축응력이 작아 술후 민감성을 감소시킬 수 있다. 그러므로 치아의 결손이 큰 경우 간접 수복물이 우선적으로 고려될 수 있으며 이때 상아질 접착제 및 레진시멘트의 사용이 필요하다⁷⁾.

상아질 접착제는 도말층의 처리방법의 변화, 결합강도의 증가, 접착과정의 단순화, 필러에 의한 접착제의 강화등으로 지속적인 발전이 이루어지고 있다^{8,9)}. 치아에 전처치 없이 자가-접착하는 레진 시멘트 (예, RelyX Unicem, 3M ESPE, St Paul, MN, USA)를 제외하고 대부분의 레진 시멘트는 전체 산부식형 또는 자가부식형 상아질 접착제를 필요로 한다¹⁰⁾. 현재의 상아질 접착제는 3-step (4세대), 2-step (5세대), 1-step (6세대) 시스템이 사용된다¹¹⁾. 전통적인 3-step 상아질 접착제는 산부식, 프라이밍, 접착의 과정으로 구성된다. 2-step 상아질 접착제는 별도의 산부식에 이어 접착과정이 이루어지는 self-priming adhesives (자가프라이밍 접착제)와 산부식과 프라이밍을 동시에 시행한 후 부가적인 접착을 하는 self-etching adhesives (자가부식형 접착제)로 나뉘어진다¹²⁾. 또한 1-step은 이러한 모든 과정을 단순화하여 3단계의 접착과정을 단일과정으로 단축시킨 일종의 자가부식형 접착제이다. 전체 산부식 (total etching) 과정을 거치는 3-step 시스템과 자가프라이밍 접착제는 수세, 건조과정에 따른 습윤 접착 (wet bonding)이 필요한데 도말층 및 표층 상아질의 탈회후 교원섬유 건조에 의한 붕괴가 발생되어 결합강도가 약화될 수 있는 단점이 있다. 반면 자가부식형 접착제는 치아표면의 산부식과 전처리를 동시에 함으로써 접착제의 퍼짐성을 향상시키고 도말층을 제거하지 않아 상아세관으로부터 세균액의 유출을 감소시키고 습윤 접착과정이 배제된다. 또한 탈회된 상아질내 레진이 불완전하게 침투되는 층의 형성을 감소시켜 술후 과민반응을 줄이고 효과적이고 내구성있는 접착을 가능하게 한다¹³⁾. 자가부식형 접착제는 water-HEMA primer에 산성 모노머 (acidic monomer)를 첨가하여 사용하므로 결국 산도가 높아지게 되고 친수성에 의한 수분을 유도하게 된다¹⁴⁾. 6세대인 1-step 자가부식형 접착제는 5세대 자가부식형 접착제보다 산도와 친수성이 더 높아 상아질에 투과성이 증가하게 되어 결합강도를 약화시키는 원인이 될 수 있다고 보고된 바 있으며^{15,16)} 5세대 전체 산부식형 상아질 접착제와 단일 접착과정을 갖는 6세대 1-step 자가부식형 상아질 접착제는 접착제의 잔류 산성모노머와 자가/이중 중합 레진시멘트내 염기성의 삼차아민이나 BPO등의 개시제와 산-염기의 반응을 일으켜 중합반응을 방해하여 접착강도를 감소시킨다고 보고된 바있다^{15,16)}. 한편, Cheong 등¹⁷⁾은 5세대 자가부식형 상아질 접착제는 6세대와는 달리 중간접착 레진 (intermediate bonding resin)을 사용하여 자가/이중 중합 복합레진과 부적합성이 없다고

보고하였다.

레진 시멘트는 유기질 매트릭스에 무기질 필러를 함유하고 있으며 수복용 콤포지트 레진과 조성 및 특성이 비슷하다. 레진 시멘트는 중합형태에 따라 광중합, 이중중합, 자가중합 (화학중합)의 3가지로 분류된다¹⁸⁾. 광중합 레진시멘트는 색상, 밀도, 조성 등이 다양하고 임상적으로 충분한 작업 시간을 갖고 짧은 광노출후 빠른 경화를 가능케하여 간편하게 사용될 수 있다. 이중중합 레진 시멘트도 또한 긴 작업시간을 가지며 광중합과 자가중합의 특성을 모두 가지게 된다¹⁸⁾. 대부분의 이중중합 레진 시멘트는 광중합을 필요로 하고 만일 이 과정이 생략된다면 결합강도가 저하된다^{19,20)}. 자가중합 레진 시멘트는 고정된 작업시간 및 경화시간을 나타낸다.

필러함량이 적은 레진 시멘트는 흐름성 및 표면젖음성이 증가하며 수복물을 정확한 위치에 적합시키기 용이하다²¹⁾. 그러나 필러를 많이 함유할수록 결합강도는 증가하며²²⁾, Hahn 등은 고점도 레진 시멘트를 사용할 때 상아질/레진 계면에서의 미세누출이 적다고 보고하였다²³⁾. 이와같이 필러함량에 따라 레진 시멘트의 특성 또한 달라지게 된다.

접착제에 대한 결합강도 측정은 실험실에서 예민한 결과를 나타내며 결합강도와 접착계면에 대한 평가가 어려운 실정이다. Sano 등²⁴⁾은 미세인장 결합강도 측정법을 개발하여 상아질 접착제의 결합강도 측정에 이용하였다. 미세인장 결합강도 측정은 한정적이고 국부적인 부위에 대한 결합력을 측정하므로써 특정부위의 치아표면에 대한 결합강도의 측정에 유용하다. 상아질 접착제의 효능을 평가하는 실험에서 과거에 주로 이용하던 전단결합강도 측정에 비하여 미세인장 결합강도 측정은 효과적인 것으로 인정되고 있다.

본 연구는 수종의 상아질 접착제 시스템 (4세대 3-step 상아질접착제, 2-step, 1-step 자가부식형 상아질 접착제)과 4가지 레진 시멘트를 조합시켜, 미세인장 결합강도 및 접착계면에 대한 주사전자 현미경 관찰을 통하여 적합성 여부를 규명하고자 시행하였다.

Ⅱ. 실험재료 및 방법

1. 실험재료

우식이 없고 건전한 제3대구치를 발치하여 생리식염수에 보관한 후 결합강도 측정 및 주사전자현미경 (SEM) 관찰용 시료로 사용하였다.

본 연구에 사용한 상아질 접착제는 All-Bond 2 (Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA), Clearfil SE-Bond (Kuraray Medical Inc, Osaka, Japan), Prompt L-Pop (3M Dental Products, St. Paul, MN, USA), One-Up Bond F (Tokuyama corp., Tokyo, Japan)의 4가지이

고, 각각의 주요 구성성분은 Table 1과 같다.

레진시멘트는 Choice (Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA), Panavia F (Kuraray Medical Inc, Osaka, Japan), RelyX ARC(3M Dental Products, St. Paul,

MN, USA), Bistite II DC (Tokuyama corp., Tokyo, Japan)의 4가지이고, 각각의 주요 구성성분은 Table 2와 같다.

Table 1. Dentin adhesives used in this study

Dentin Adhesive System	Type	Composition	Lot Number
All-Bond 2 (Bisco, USA)	3-step adhesive	Primer A: 2% NTG-GMA, acetone, ethanol, water Primer B: 24% BPDMA, CQ, acetone D/E bonding resin: Bis-GMA, UDMA, HEMA	0000011967 0000011968 0000007876
Clearfil SE-Bond (Kuraray, Japan)	2-step self-etching adhesive	Primer: MDP, HEMA, water, initiator Adhesive: MDP, HEMA, initiator, dimethacrylate, microfiller	003A
Prompt L-Pop (3M, USA)	1-step self-etching adhesive	Water, stabiliser, parabenes, metacrylated phosphoric acid esters, fluoride complex Photoinitiator (BAPO)	FW0062849
One-Up Bond F (Tokuyama, Japan)		Water, MMA, HEMA, coumarin dye, metacryloyloxyalkyl acid phosphate, metacryloxyundecane dicarboxylic acid (MAC-10), multifunctional methacrylic monomer, fluoroaluminosilicate glass, photoinitiator (aryl borate catalyst)	23074510902

Table 2. Resin cements used in this study

Resin Luting Cement	Type	Component and Composition	Lot Number
Choice (Bisco, USA)	Dual-cure	Adhesive paste : strontum glass, amorphous silica, Bis-GMA, UDMA, photoinitiator Dual-cure catalyst paste : amorphous silica, Bis-GMA, TEGDMA, Benzoyl peroxide	0000011679 0000007490
Panavia F (Kuraray, Japan)		ED primer A: HEMA, MDP, 5-NMSA, water, accelerator ED primer B: 5-NMSA, accelerator, water, sodium benzene sulphinate Univesal paste: Hydrophobic aromatic dimethacrylate, hydrophobic aliphatic dimethacrylate, hydrophilic dimethacrylate, sodium aromatic sulfinate, silanated barium glass Catalyst paste: MDP, hydrophobic aromatic dimethacrylate, hydrophobic aliphatic dimethacrylate, hydrophilic dimethacrylate, silanated silica, photoinitiator, dibenzoyl peroxide	00139B 00025B 00102A 00035B
RelyX ARC (3M, USA)		Bis-GMA, TEGDMA, dimethacrylate polymer, zirconia/silica glass	BHBH
Bistite II DC (Tokuyama, Japan)		Primer 1A: Phosphoric acid monomer, acetone, water Primer 1B: Initiator, alcohol, water Primer 2: HEMA, acetone, water, Dual-cured resin cement Paste A and B: MAC-10, methacrylic monomers, initiators, silica-zirconia filler, Bis-MPEPP, NPGDMA, camphoroquinone, initiator	118 212 3133 84B-08R

2. 실험방법

1) 실험군

4가지의 레진 시멘트와 4가지의 상아질 접착제를 각각 조합하여 16개의 실험군으로 분류하였다.

실험군은 Table 3과 같다.

2) 시편제작

A. Tooth Preparation

제3대구치를 Tymol 용액에 보관하고 발한지 한달 이내에 사용하였다. low-speed diamond saw (ISOMET, Buehler, Lake Bluff, USA)를 이용하여 평탄한 치관상아질을 형성한후, 상아질 표면을 320-grit silicon carbide abrasive paper로 연마하여 표준 도말층을 형성하였다.

B. Composite overlay preparation

2 × 2 cm² Teflon mold (Electron Microscopy Sciences, Fort Washington, PA, USA)에 복합레진 (Tescera, Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA)을 두께 6 mm로 형성한 뒤 mold를 processing chamber (Nitro-Therma-

Lite: Bisco, Inc)에 위치시켰다. 10분동안 125℃에서 80psi nitrogen 압력으로 광활성시켜 기포와 산소억제층이 없는 복합레진 블록을 형성하였다. Low-speed diamond saw를 이용하여 복합레진 블록 (Tescera, Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA)을 6 × 6 × 6 mm³ 크기로 삭제한 뒤, 순차적으로 #180, #320, #400, #600 SiC 표준연마지로 연마하고 20 - 50 μm 산화알루미늄으로 10초간 샌드블라스팅하였다.

C. Bonding of indirect composite overlays

레진시멘트와 상아질 접착제는 제조사의 지시에 따라 (Table 4, Table 5) 혼합하고, 4가지의 레진시멘트와 상아질 접착제를 각각 조합하여 치아표면에 적용하고 복합레진 overlay를 접착시켰다. 접착된 시편을 37℃ 증류수에 24시간동안 보관하였다.

3) 미세 인장결합강도 측정 (measurement of micro-tensile bond strength)

각 접착된 시편을 자가중합 epoxy 레진을 이용하여 acrylic ring (직경 20 mm, 높이 15 mm)에 포매한후 low-

Table 3. Experimental Groups

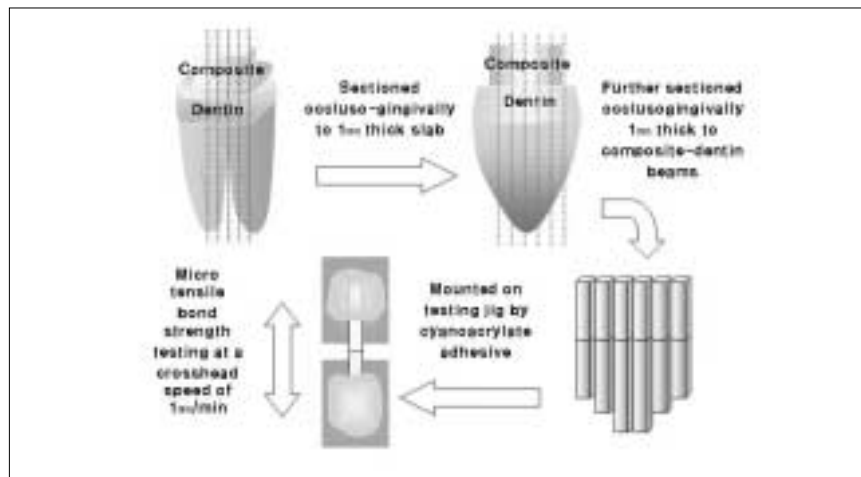
	All-Bond2 (AB)	Clearfil SE Bond (SE)	Prompt L-Pop (PL)	One-up Bond F (OU)
Choice (CH)	AB-CH	SE-CH	PL-CH	OU-CH
Panavia F (PA)	AB-PA	SE-PA	PL-PA	OU-PA
RelyX ARC (RE)	AB-RE	SE-RE	PL-RE	OU-RE
Bistite II (BI)	AB-BI	SE-BI	PL-BI	OU-BI

Table 4. Instruction for dentin adhesive systems

Dentin adhesives	Bond procedure
All-Bond2 (AB)	1. etch for 15s, wash and blot dry 2. apply mixture of primer A and B 3. apply D/E resin and light cure for 20s
Clearfil SE Bond (SE)	1. gently dry dentin surface 2. apply primer and dwell for 20s, gently dry to evaporate solvent 3. apply adhesive and light cure for 10s
Prompt L-Pop (PL)	1. 15s actively rub 2. gently dry and light cure for 10s
One-up Bond F (OU)	1. mix bonding agent A and B 2. apply for 20s and light cure for 10s

Table 5. Instruction for resin cements

Resin cement	Luting procedures
Choice (CH)	1. mix equal volume of adhesive paste and dual-cure catalyst paste 2. light cure for 30s
Panavia F (PA)	1. mix paste A and B, protect with oxyguard II to ensure anaerobic polymerization 2. light cure for 20s
RelyX ARC (RE)	1. mix equal volume of base and catalyst paste 2. light cure for 40s
Bistite II (BI)	1. mix paste A and B 2. light cure for 30s

**Figure 1.** Schematic representation of micro-tensile bond strength test.

speed diamond saw (ISOMET, Buehler, Lake Bluff, USA)를 이용하여 주수하에 교합-치은방향으로 두께 1.0 mm로 절단하고 직각으로 회전시켜 또 다시 절단하여 1.0 × 1.0 mm²의 composite-dentin beam을 형성하였다 (Figure 1). 이렇게 제작된 시편의 개수는 16 - 46개로 다양했다. 이 방법은 Shono 등²⁵⁾이 보고한 미세인장결합강도 측정방법의 'Non-trimming' 형식을 이용하였다.

이 시편들을 cyanoacrylate adhesive (Zapit, DVA, Lewis Ct. Corona, USA)을 이용하여 미세 인장결합강도 측정 jig에 부착하였다. Universal testing machine (EZ-Test, Shimadzu, Japan)을 이용하여 Crosshead speed 1 mm/분으로 하중을 가하여 미세인장결합강도를 측정하였다.

각 실험군의 측정값을 각각 one-way ANOVA / Duncan's multiple comparison test를 사용하여 유의수준 0.05에서 통계 분석하였다.

4) 주사전자현미경 관찰 (SEM examination)

레진-상아질 접착면을 관찰하기 위해 치아를 접착면에 대하여 수직으로 절단, 분리하여 epoxy resin에 포매하고 #2000 SiC paper까지 순차연마한후 diamond paste를 이용하여 연마하였다. 37% 인산에 30초간 처리하고 이를 다시 1.5% NaOCl에 5분간 처리하여 접착계면 근처의 상아질을 일부 제거하였다. 건조 및 금이온 증착하여 가속전압 20kvp에서 주사전자 현미경 (S-3200, Hitachi Co., Japan)으로 2,000배로 관찰하였다.

Ⅲ. 실험성적

1. 미세인장 결합강도

Table 6은 4종류의 레진 시멘트와 4종류의 상아질 접착제를 조합하여 결합시킨 16개의 실험군의 미세인장 결합강도를 측정한 결과를 보여준다. One-way ANOVA로부터 결합강도 측정결과가 접착제의 종류 및 레진시멘트 ($p < 0.05$)에 의하여 유의한 영향을 받는 것으로 나타났다.

레진시멘트로 Choice (CH)를 사용한 군에서 결합강도는 2-step 자가부식형 접착제인 Clearfil SE Bond (SE)가 가장 높았으며 3-step 상아질 접착제인 All-Bond 2 (AB), 1-step 자가부식형 접착제인 One-Up Bond F (OU), Prompt L-Pop (PL)순으로 나타났다. CH와 동일한 제조사인 AB를 기준으로 볼때, SE는 유의성있는 차이가 없는 것으로 나타났으며 ($p > 0.05$), OU와 PL은 통계학적으로 유의성있게 낮은 결합강도를 나타내었다 ($p < 0.05$, Figure 2).

레진시멘트로 Panavia F (PA)를 사용한 군에서 결합강도는 AB가 가장 높았으며 SE, OU, PL순으로 나타났다.

PA와 동일한 제조사인 SE를 기준으로 볼때, AB, OU는 유의성있는 차이가 없었으며 ($p > 0.05$), PL은 유의성있게 낮은 결합강도를 나타내었다 ($p < 0.05$, Figure 3).

RelyX ARC (RE) 레진시멘트를 사용한 군에서는 SE가 가장 높은 결합강도를 보였으며 AB, PL, OU순으로 결합강도를 나타내었다. RE와 동일한 제조사인 PL을 기준으로 하면, AB, OU는 유의성있는 차이가 없었으며 ($p > 0.05$), SE는 유의성있게 높은 결합강도값을 보였다 ($p < 0.05$, Figure 4).

Bistite II (BI) 레진시멘트를 사용한 군에서는 SE가 가장 높은 결합강도를 보였으며 AB, OU, PL순으로 결합강도를 나타내었다. BI와 같은 제조사인 OU를 기준으로하면, PL은 유의성있는 차이가 없었으며 ($p > 0.05$), AB와 SE는 유의성있게 높은 결합강도값을 보였다 ($p < 0.05$, Figure 5).

Figure 6에서 보듯이 AB와 SE 접착제와 각 레진시멘트를 사용할 때 결합강도는 전체적으로 높은 값을 보였으며 PL과 OU 접착제와 각 레진시멘트를 사용할때는 전체적으로 낮은 값을 보였다. AB, SE, OU를 사용하였을 때 결합강도는 PA에서 가장 높은 값을 나타내었다.

Table 6. Micro-tensile bond strength of dentin adhesives with resin luting cements (Mean strength \pm SD MPa)

	All-Bond2 (AB)	Clearfil SE bond (SE)	Prompt L-Pop (PL)	One-up Bond F (OU)
Choice (CH)	30.90 \pm 9.67 ^{ABC}	34.31 \pm 15.22 ^C	22.49 \pm 6.40 ^D	26.90 \pm 11.36 ^{ABD}
Panavia F (PA)	36.00 \pm 9.63 ^C	35.78 \pm 12.29 ^C	23.33 \pm 7.67 ^D	33.29 \pm 13.12 ^{BC}
RelyX ARC (RE)	26.99 \pm 9.04 ^{ABD}	32.31 \pm 12.64 ^{BC}	25.03 \pm 12.07 ^{AD}	24.49 \pm 6.72 ^{AD}
Bistite II (BI)	31.83 \pm 11.80 ^{BC}	33.42 \pm 15.28 ^{BC}	22.53 \pm 9.48 ^D	22.77 \pm 8.80 ^D

Groups with the same superscripts are not statistically significant ($p = 0.05$).

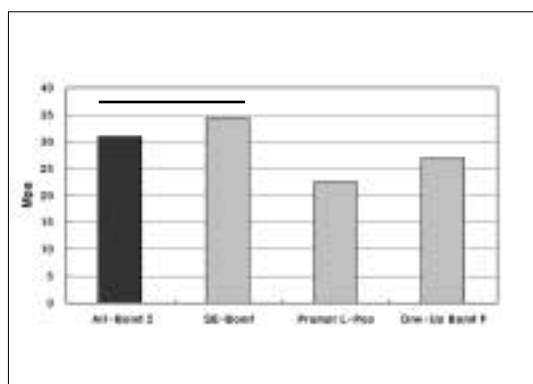


Figure 2. Micro-tensile bond strengths with CH resin cement.

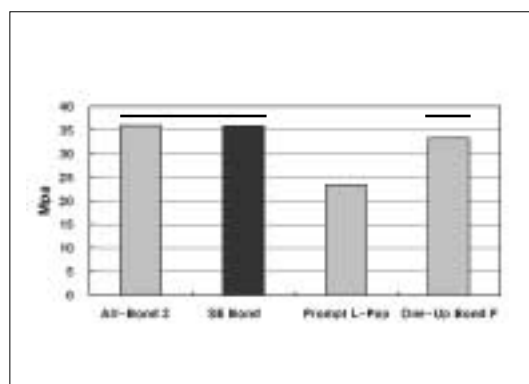


Figure 3. Micro-tensile bond strengths with PA resin cement.

2. 주사전자현미경 관찰

주사전자현미경 관찰에서 상아질 접착시스템에 따라 차이를 발견할 수 있었다. 3-step 상아질 접착제인 AB는 4 - 5 μm 의 일정하고 두꺼운 혼성층을 이루었으며 resin tag 또한 길이 30 μm 로써 상아세관내로 잘 발달되어 있었다 (Figure 7, 8).

2-step 자가부식형 접착제인 SE는 혼성층이 얇고(1 - 2 μm) 일정한 층을 나타냈으며 resin tag도 AB와 유사한 길이를 보였으며 그 수는 AB에서 보다 많이 나타났음을 확인할 수 있었다 (Figure 9, 10).

1-step 자가부식형 접착제인 PL은 혼성층이 얇고(약 1 μm) 일정하지 않았으며 resin tag는 2 - 5 μm 의 길이를 보였으며 그 수도 SE 및 AB와 비교할 때 매우 적었다 (Figure 11, 12).

1-step 자가부식형 접착제인 OU는 혼성층과 resin tag의 발달이 매우 미약한 것으로 나타났다 (Figure 13, 14).

본 연구에서 AB및 SE에 비하여 PL과 OU는 상대적으로 접착계면의 형상이 불완전한 것으로 나타났다.

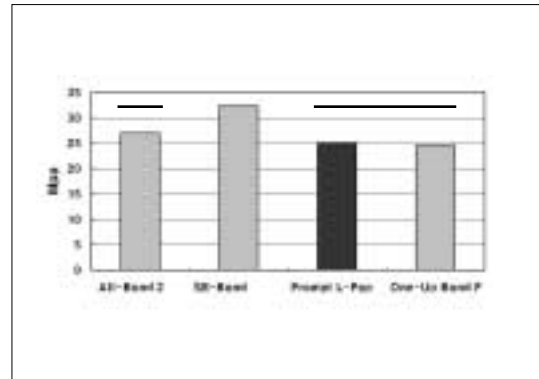


Figure 4. Micro-tensile bond strengths with RE resin cement.

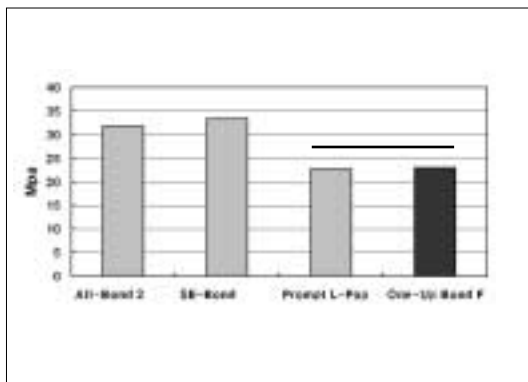


Figure 5. Micro-tensile bond strengths with BI resin cement.

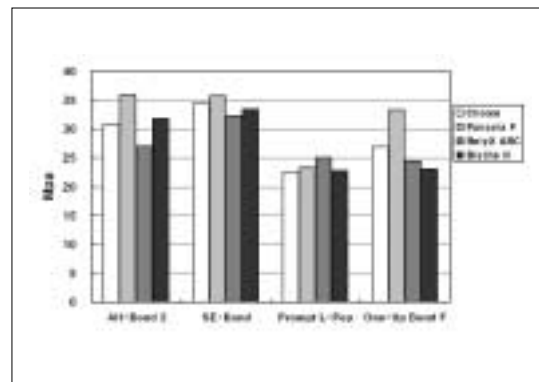


Figure 6. Micro-tensile bond strengths of each dentin adhesive coupled with four resin cements.

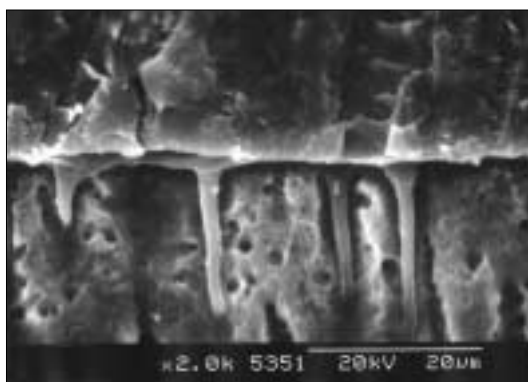


Figure 7. SEM photograph of the adhesive interface of CH-AB. Hybrid layer is well formed and resin tags are infiltrated into dentinal tubules deeply.

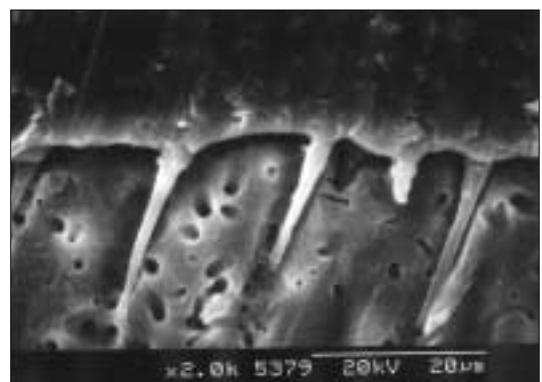


Figure 8. SEM photograph of the adhesive interface of BI-AB. Hybrid layer is well formed and resin tags are infiltrated into dentinal tubules deeply.

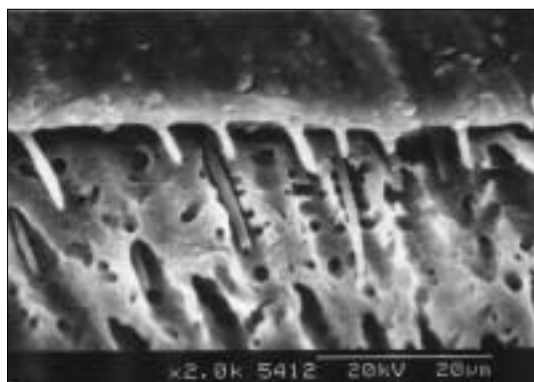


Figure 9. SEM photograph of the adhesive interface of PA-SE. Hybrid layer is well formed and resin tags are infiltrated into dentinal tubules deeply.

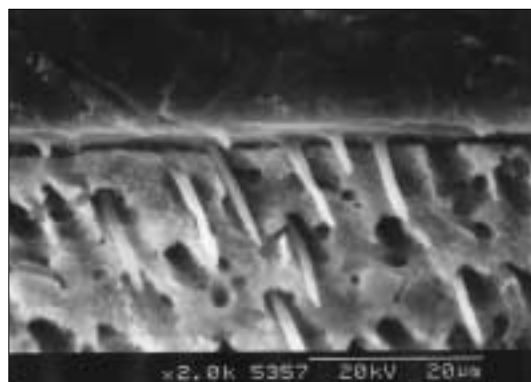


Figure 10. SEM photograph of the adhesive interface of RE-SE. Hybrid layer is well formed and resin tags are infiltrated into dentinal tubules deeply.

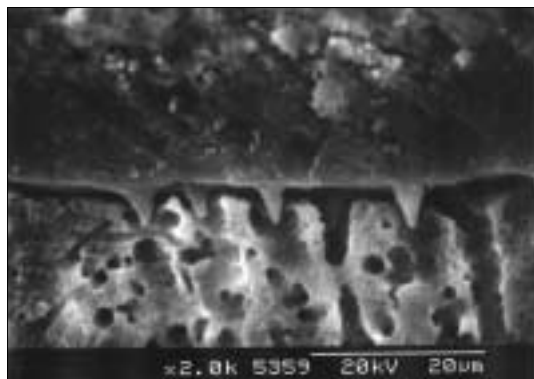


Figure 11. SEM photograph of the adhesive interface of PA-PL. Hybrid layer is relatively thin, resin tags are rare and short.

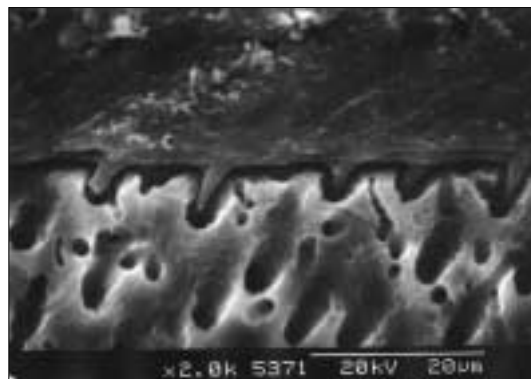


Figure 12. SEM photograph of the adhesive interface of RE-PL. Hybrid layer is formed limitedly and resin tags are rare.

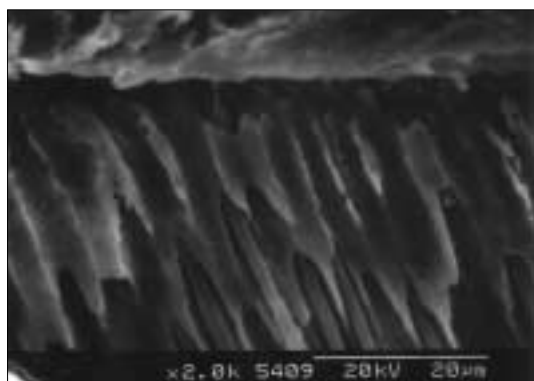


Figure 13. SEM photograph of the adhesive interface of CH-OU. Resin tags are poorly formed.

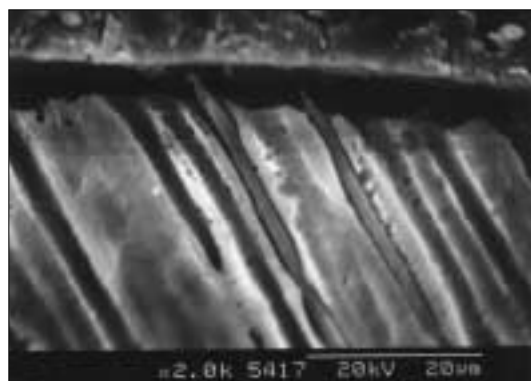


Figure 14. SEM photograph of the adhesive interface of BI-OU. Few resin tags are observed.

IV. 총괄 및 고안

치과용 레진 시멘트 및 상아질 접착제의 지속적인 발전은 접착치과학을 진보시켰으며 안정된 결합, 정확한 변연 봉쇄성 등을 가능케 하였다. 최근 상아질 접착제의 발전으로 접착과정에 있어서 과거 복잡한 기전과 술식으로부터 단순화되고 있으며 이에 대한 임상가의 기대와 선호도도 증가하고 있다. 본 연구는 conventional 3-step 산부식형 상아질 접착제와 자가부식형 상아질 접착제를 레진시멘트와 결합시켜 그 적합성 여부를 조사하여 임상적용에 있어 도움이 되고자 하였다.

최근의 상아질 접착제는 상아질같은 친수성 기질에 적합도를 향상시키기 위해 중성 또는 산성의 친수성 레진 모노머를 포함하고 있다. 2-hydroxyethyl metacrylate (HEMA)는 수산기를 가진 수용성이고 중성의 친수성 모노머이며, 산성모노머는 카르복실기를 가진 4-META, 인산기를 가진 PENTA, sulphonic 기를 가진 AMPS 등으로 분류된다²⁶⁾. 친수성과 산성의 레진모노머를 함유하는 primer를 사용하는 전체 산부식형 접착제는 탈회된 콜라겐 기질의 젖음성과 상아세관내 레진 결합을 향상시켜 산부식되어 탈회된 상아질에 효과적인 접착을 가능케 한다²⁷⁾. 한편, 자가부식형 접착제는 도말층으로 덮여진 상아질을 용해/변형시켜 결합하도록 고안되어져 있는데, 도말층을 부식할 수 있도록 충분히 산도를 지녀 하부 상아질과 결합을 가능하도록 한다²⁸⁾.

1-step 자가부식형 접착제인 PL과 OU는 실험에 사용된 이중중합 레진시멘트와 조합시에 낮은 미세인장 결합강도를 나타내었다 (Table 6). Figure 11, 13에서 보듯이 주사전자 현미경상에서는 PL, OU군에서 레진 tag가 발달이 매우 미약하였으며 혼성층의 두께가 일정하지 않아 결합강도 측정결과를 뒷받침해 주었다. 이러한 접착제들을 사용할 경우 접착층 상방의 산소억제층에 존재하는 미중합 산성모노머가 이중중합 레진 시멘트의 화학중합 개시제인 염기성 삼차아민과 산-염기 반응을 일으키게 되어 부적절한 중합이 이루어져 결국은 접착층이 투과성막으로 작용하게 된다²⁹⁾. 이러한 투과성 막을 통하여 수화된 상아질로부터 수분이 이동하여 접착층에 'water trees'라 불리는 water-filled channel을 형성하게 된다³⁰⁾. 수분이 이 water-filled channel을 통하여 삼투압에 의해 중합된 접착층을 통과하게 되고 레진-접착층계면으로 이동한 수분은 소수성의 레진 시멘트에 의해 water blister를 형성하게 된다¹⁴⁾. 이런 부적절한 산-염기 반응과 접착제의 투과성이 1-step 자가부식형 접착제의 이중중합 레진시멘트와의 부적합성을 야기시키는 결과를 초래하였다.

자가/이중 중합레진 시멘트와 이런 부적합성을 극복하기 위해 최근 일부 1-step 자가부식형 상아질 접착제는 개시제

로서 aryl suphinate salts, barbituric acid, tertiary butyl peroxy maleic acid같은 3가 개시제 (tertiary redox initiator)를 포함하고 있다^{31,32)}. 그러나, 실험에 사용한 OU에서는 산-염기 반응을 줄이기 위해 aryl borate catalyst 같은 3가 개시제를 포함하고 있으나 Panavia F와 결합을 제외하고 그 효과는 미비한 것으로 나타났다. 이중 중합 레진 시멘트는 완전히 경화되기까지 어느정도 시간이 필요한데, 이때 접착층의 투과성이 증가되어 레진과 접착층의 부적합성을 야기했다고 볼 수 있다.

반면, conventional 3-step 전체 산부식형접착제인 AB와 2-step 자가부식형 접착제인 SE는 실험에 사용된 레진 시멘트와 조합시에 높은 미세인장 결합강도를 나타내었다 (Table 6). 주사 전자 현미경 관찰시에도 이를 관찰할 수 있는데, AB에서는 Figure 7, 8에서 볼 수 있듯이 일정하고 두꺼운 혼성층을 볼 수 있었고, SE에서는 Figure 9, 10에서 볼 수 있듯이 얇지만 일정한 혼성층을 관찰할 수 있었고 AB 및 SE에서 모두 resin tag도 많은 수를 보였으며 25 - 30 μ m 정도의 길이를 보여 강한 결합강도를 보임을 알 수 있었다. SE는 자가부식형 상아질 접착제로써 산성 모노머를 함유한 프라이머를 사용하고 있으나, 공기건조에 의하여 탈수되어 얇은층으로 형성되고, 비친수성 접착레진이 프라이머 처리된 상아질에 부가적으로 도포되어 OU나 PL같은 1-step 자가부식형 접착제와 비교시 투과성이 줄어들게 된다¹⁷⁾. 이로 인해 SE가 3-step 상아질 접착제인 AB와 유의차가 없는 미세인장 결합강도를 보였다.

본 연구는 AB-CH, SE-PA, PL-RE, OU-BI와 같이 동일한 제조사별로 상아질 접착제와 레진 시멘트를 조합하여 실험을 하여 미세인장 결합강도도 조사하였다. 그러나 Figure 2 - 5에서 볼 수 있듯이 제조사와는 관계없이 상아질 접착제의 종류에 따라 다른 결과가 나타났다. 3-step 상아질 접착제와 2-step 자가부식형 접착제는 1-step 자가부식형 접착제와 비교시 유의성있게 높은 미세인장 결합강도를 나타내었다. 다만 예외적으로 OU는 다른 레진 시멘트를 사용할 때와는 달리 PA를 사용할 때 비교적 높은 미세인장 결합강도를 나타내었다.

임상적으로 볼때 1-step 자가부식형 접착제는 자가/이중 레진 시멘트와 조합시에 친수성과 투과성이 증가되어 수분 흡착을 가속화시키며 친수성 레진 성분들의 가수분해가 발생하여 간접수복물의 결합의 예후가 불량해 질 수 있게 된다³³⁾.

접착제의 발달과 임상가의 편의성 추구로 인해 더욱더 접착과정의 단순화가 이루어지고 있다. 레진시멘트의 사용에 있어 접착제의 선택은 매우 중요하며 특히 접착과정의 단축에 따른 부작용을 최소화하기 위한 노력은 필수적이다. 본 실험에 사용한 2-step 자가부식형 접착제는 상대적으로 소수성의 중간레진층(intermediate resin layer)을 형성하여

conventional 3-step 접착제와 필적할 만한 결과를 보였으며 1-step 자가부식형 접착제와 달리 이중중합 레진시멘트와 적합성을 보였다. 그러나 자가부식형 접착제를 사용하였을 때 접착의 내구성에 대해서는 최근 논란의 여지가 있다. 1-step 자가부식형 접착제와 레진시멘트의 조합은 아직은 신뢰할 수 없으며 향후 이러한 한계를 극복하기 위한 노력과 함께 중간레진층의 사용에 대한 심도있는 연구가 필요할 것으로 사료된다.

V. 결 론

자가부식형 상아질 접착제와 레진시멘트간의 적합성 여부를 규명하고자 3-step conventional 상아질 접착제와 2-step 자가부식형 상아질 접착제, 1-step 자가부식형 상아질 접착제를 4가지 레진 시멘트와 결합시켜 미세인장 결합강도를 측정하고 접착계면에 대한 주사전자현미경(SEM) 관찰을 통하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. Choice, RelyX ARC, Bistite II DC 레진시멘트가 사용되었을 때 2-step 자가부식형 상아질 접착제인 Clearfil SE Bond가 1-step 자가부식형 상아질 접착제보다 유의성있게 높은 미세인장 결합강도를 보였다 ($p < 0.05$).
2. 1-step 자가부식형 상아질 접착제는 이 실험에 사용된 모든 레진시멘트와 결합하였을 때 낮은 미세인장 결합강도를 보였다.
3. 2-step 자가부식형 상아질 접착제인 Clearfil SE Bond는 3-step conventional 상아질 접착제인 All-Bond 2와 유의성있는 미세인장 결합강도차이를 나타내지 않았다 ($p > 0.05$).
4. 접착계면에 대한 주사전자현미경 관찰에서 Clearfil SE Bond와 All-Bond 2를 사용하였을 때 1-step 상아질 접착제보다 명확하고 잘 발달된 혼성층 및 레진 tag를 나타내었다.

간접 수복물에서 레진 시멘트와 함께 사용하는 상아질 접착제의 선택은 매우 중요하다. 비친수성의 중간레진층을 지닌 2-step 자가부식형 상아질 접착제와 3-step 상아질 접착제는 1-step 자가부식형 상아질 접착제에 비하여 접착층의 투과도를 감소시키고 레진시멘트와의 결합강도 및 적합성이 우수한 것으로 평가되었다.

참고문헌

1. Manhart J, Scheibenhogen FA, Chen HY, Hiekel R. A 2-year clinical study of composite and ceramic inlays. *Clin Oral Invest* 4:192-198, 2000.
2. Peumans M, Van Meerbeek B, Lambrechts P, Vanherle G. Porcelain Veneers: a review of the literature. *J Dent* 28:163-177, 2000.
3. Mitchell CA, Abbariki M, Orr JF. The influence of luting cement on the probabilities of survival and modes of failure of cast full-covered crowns. *Dent Mater* 16:198-206, 2000.

4. Knox J, Kralj B, Hubsch PF, Middleton J, Jones ML. An evaluation of the influence of orthodontic adhesive on the stresses generated in a bonded bracket finite element model. *Am J Ortho Dent Orthop* 119:43-53, 2001.
5. el-Mowafy O, Rubo MH. Retention of a posterior resin-bonded fixed partial denture with a modified design: an in vitro study. *Int J Prosthodont* 13:425-431, 2000.
6. Platt JA. Resin cements into the 21st century. *Comp Cont Educ Dent* 20:1173-1188, 1999.
7. Dias-Arnold AM, Vargas MA, Haselton DR. Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent* 81:135-141, 1999.
8. Lopes GC, Baratieri LN, de Andrada MA, Vieira LC. Dental adhesion: present state of the art and future perspectives. *Quintessence Int* 33:213-224, 2002.
9. Choi KK, Kim SW, Choi HY. Effect of filler addition to bonding agents on the physical properties and the bond strength to bovine teeth. The First International Congress on Adhesive Dentistry(IAD, Program and Abstracts):434, 2002.
10. Carvalho RM, Pegoraro TA, Tay FR, Pegoraro LF, Pashley DH. Adhesive permeability affects coupling of resin cements that utilise self-etching primers to dentine. *J Dent* 32:55-65, 2004.
11. Kugel G, Ferrari M. The science of bonding: from first to sixth generation. *J Am Dent Assoc* 131(Suppl.):20S-25S, 2000.
12. Tanumihara M, Burrow MF, Tyas MJ. Microntensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. *Dent Mater* 16:180-187, 2000.
13. Prati C, Chersoni S, Mongiorgi R, Pashley DH. Resin-infiltrated dentin layer formation of new bonding systems. *Oper Dent* 23:185-194, 1998.
14. Tay FR, Sano H, Carvalho RM, Pashley EL, Pashley DH. An ultra-structural study of the influence of acidity of self-etching primers and smear layers thickness on bonding to intact dentin. *J Adhes Dent* 2:83-98, 2000.
15. 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* 3:207-225, 2001.
16. Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A. Single-step adhesives are permeable membranes. *J Dent* 30:371-382, 2002.
17. Cheong C, King NM, Pashley DH, Ferrari M, Toledano M, Tay FR. Incompatibility of self-etch adhesives with chemical/dual-cured composites: two-step vs one-step systems. *Oper Dent* 28:747-755, 2003.
18. Kramer N, Lohbauer U, Frankenberger R. Adhesive luting of indirect restorations. *Am J Dent* 13:60-76, 2000.
19. Hasegawa EA, Boyer DB, Chan DC. Hardening of dual-cured cements under composite resin inlays. *J Prosthet Dent* 66:187-192, 1991.
20. el-Badrawy WA, el-Mowafy OM. Chemical versus dual curing of resin inlay cements. *J Prosthet Dent* 73:515-524, 1995.
21. Blackman R, Barghi N, Duke E. Influence of ceramic thickness on the polymerization of light-cured resin cement. *J Prosthet Dent* 66:187-192, 1991.

22. Kato H, Matsumura H, Atsuta M. Effect of etching and sandblasting on bond strength to sintered porcelain of unfilled resin. *J Oral Rehabil* 27:103-10, 2000.
23. Hahn P, Attin T, Grofke M, Hellwig E. Influence of resin cement viscosity on microleakage of ceramic inlays. *Dent Mater* 17:191-196, 2001.
24. Sano H, Ciucchi B, Mathews WG, Pashley DH. Tensile properties of mineralized and demineralized human and bovine dentin. *J Dent Res*, 73: 1205-1211, 1994.
25. Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvalho RM, Pashley EL, Pashley DH. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. *J Dent Res* 78:699-705, 1999.
26. Suh BI, Feng L, Pashley DH, Tay FR. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part III. Effect of acidic resin monomers. *J Adhes Dent* 5:267-282, 2003.
27. Attal JP, Asmussen E, Degrange M. Effects of surface treatment on the free surface energy of dentin. *Dent Mater* 10:259-264, 1994.
28. Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater* 17:296-308, 2001.
29. Sanares AM, Itthagarun A, King NM, Tay FR, Pashley DH. Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. *Dent Mater* 17:542-556, 2001.
30. Tay FR, Pashley DH. Water treeing-a potential mechanism for degradation of dentin adhesives. *Am J Dent* 16:6-12, 2003.
31. Tay FR, Pashley DH, Yiu CK, Sanares AM, Wei SH. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etching adhesive. *J Adhes Dent* 5:27-40, 2003.
32. Tay FR, Suh BI, Pashley DH, Prati C, Chuang SF, Li F. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part II. Single-bottle, total-etch adhesive. *J Adhes Dent* 5:91-105, 2003.
33. Tanaka J, Ishikawa K, Yatani H, Yamashita A, Suzuki K. Correlation of dentin bond durability with water asorption of bonding layer. *Dent Mater* 18:11-18, 1999.

국문초록

자가부식형 상아질접착제와 레진시멘트와의 적합성에 관한 연구

김도완 · 박상진 · 최경규*

경희대학교 대학원 치의학과 치과보존학교실

본 연구는 상아질 접착제와 레진 시멘트의 적합성 여부를 알아보고자 시행하였다. 발거한 제3대구치의 상아질 표면을 노출시킨 후 Tescera ATL 복합레진 시편을 상아질 접착제 [All Bond 2 (Bisco), Clearfil SE Bond (Kuraray), Adper Prompt L-POP (3M), One-Up Bond F (Tokuyama)]와 레진시멘트 [Choice (Bisco), Panavia F (Kuraray), RelyX ARC (3M), Bistite II DC (Tokuyama)]로 접착하고 미세인장 결합강도 및 주사전자 현미경 관찰을 시행한 결론은 다음과 같다.

1. Clearfil SE Bond와 All-Bond 2가 Prompt L-Pop과 One-Up Bond F 보다 높은 미세인장 결합강도를 보였다($p < 0.05$).
2. Clearfil SE Bond와 All-Bond 2 사용시 1-step 상아질 접착제보다 혼성층이 두껍고 레진 tag가 길었다.

주요어 : 자가부식형 상아질접착제, 레진시멘트, 적합성, 미세인장 결합강도, 혼성층, 복합레진 시편