

상아질 표면 처리에 의한 상아질과 복합레진의 결합에 관한 연구

경희대학교 치과대학 보존학교실

윤동호 · 박상진

목 차

- I. 서 론
- II. 실험재료 및 방법
- III. 연구성적
- IV. 총괄 및 고안
- V. 결 론
- 참고 문헌
- 영문 초록

I. 서 론

복합레진은 Buonocore¹⁾가 소개한 인산부식법으로 법랑질과 충분한 결합강도를 얻을 수 있으나, 상아질과는 결합이 부족하기 때문에 수복물 주위의 변연누출과 치수병변을 나타내어, 복합레진과 상아질사이에 형성된 gap이 세균의 침입경로로 많은 임상적인 문제점을 일으킬 수 있으며, 상아질에 대한 복합레진의 적용이 제약을 받게 된다.

법랑질과 동일한 방법으로 상아질표면을 인산부식시킬 경우, 상아질과 복합레진간의 결합강도가 오히려 감소하였고²⁾ 치수 자극을 유발할 수 있기 때문에³⁾, Berry와 Osborne⁴⁾은 상아질표면을 인산으로 부식하는 것은 금기능이라고 결론지었다.

95%이상 calcium phosphate apatite로 이루

어진 법랑질과 달리, 상아질에는 수분(13%)과 collagen(18%)이 존재하기 때문에 복합레진과의 결합기전이 법랑질과는 다르고, 상아질만의 독특한 구조인 상아세관의 밀도와 직경에 따라서 결합강도가 변화할 수 있다.

상아질 절삭시 표면에 형성되는 smear layer는 유기 및 무기질로 이루어진 오염층으로 구성되며⁵⁾, 0.5 내지 15마이크론 정도의 오염입자 크기와 1 내지 5마이크론 정도의 두께를 가지고 치밀하지 못한 구조를 이루고 있다. 이러한 smear layer는 그 자체가 상아질과 결합이 불안정하고, 칼슘의 농도가 법랑질에 비하여 적으며, 구성성분중 단백질이 레진과의 반응성이 낮으며, 자체의 수분함량이 많고, 기계적 성질이 법랑질에 비해 열등하기 때문에, 복합레진과 상아질의 결합을 방해하는 중요한 요인이다. Wendt⁶⁾과 Duke⁷⁾도 이러한 smear layer를 반드시 제거한 후 상아질과 복합레진의 결합을 추천하였다.

기계적으로는 smear layer의 제거가 불가능하기 때문에, 부식성약제인 NaOH⁸⁾, NaOCl, phosphoric acid^{9,10)}, Tannic acid¹¹⁾, EDTA¹²⁾, acrylic acid⁷⁾, maleic acid⁹⁾ 등이 smear layer의 제거 목적으로 사용되었으며^{13,14)}, Peerings 등¹⁵⁾, Brännström과 Johnson¹⁶⁾, Gwinnett와 Jendresen¹⁷⁾, Duke 등⁷⁾, Retief 등¹⁰⁾ 그리고 Meryon 등¹³⁾은 smear layer를

제거할 경우, 상아질과 복합레진의 우수한 결합을 보고하였고, 상아세관내에서 복합레진이 직접 접촉되도록 하여야 한다고 주장하였다.

그러나 smear layer의 제거시, citric acid와 phosphoric acid에 의한 치수자극이 야기됨을 보고하였고¹⁸⁾, smear layer의 제거로 상아질의 투과성증가¹⁹⁾와 이로 인한 치수병변이 유발될 수 있음이 밝혀졌다^{9,20-22)}.

한편 Surmont 등²³⁾, Ishioka와 Caputo²⁴⁾ 그리고 Yamaguchi 등²⁵⁾의 연구에서는 smear layer를 잔존시킨 조건에서도 우수한 결합강도를 보고하였으나, Pashley²⁶⁾, Tao와 Pashley²⁷⁾ 등은 smear layer의 제거에 의해 상아세관이 노출되어, 상아질면의 투과성 증가와 상아질표면수분의 증가로 인하여 복합레진과의 결합이 방해받기 때문에 낮은 결합강도를 보고한 바 있다. 이에 Tao 등²⁸⁾은 ferric oxalate 염을 부착시켜(Mordant) 상아질의 투과성을 감소시키는 방법으로 우수한 결합강도를 얻을 수 있음을 주장하였고, Causton 등^{29,30)}이 mineralizing 용액으로 상아질의 투과성을 감소시킬 수 있음을 보고하였다.

이와 유사한 관점에서 Tao와 Pashley⁹⁾는 상아질표면의 삭제시 상아세관내 smear plug가 형성되며, 이 smear plug는 잔존시킨 상태로 놓아두고, 취약한 smear layer만 제거하고 상아질 표면을 강화시키기 위한 약제인 mordant로서 Fe, Cu, Zn, Al, Co, Ni 등의 금속 이온이 소개되었으며³¹⁾, ferric oxalate와 ferric chloride 그리고 10% citric acid와 3% ferric chloride도 사용되었으며^{32,33)}, calcium hydroxide³⁴⁾와 cyanoacrylate³⁵⁾ 그리고 silane과 butylacrylate³⁶⁾, silver nitrate³⁷⁾, fluoride³⁸⁾도 개발되었다. 이들은 상아질을 내산성화시키고, 표층의 반응 활성화 그리고 재석회화를 일으키기 때문에 표면활성제 혹은 상아질표면 강화제, 석회화제제로 명명되고 있다.

한편 상기의 무기성분을 이용하는 방법 이외에, 반응성향이 강한 유기성분을 상아질 표면에 도포, 처리하여 표면의 강화 및 반응성을 증가시키고자, Bowen³⁹⁾은 N-phenylglycine과

glycidyl methacrylate를 합성하여 NPG-GMA를 개발하였고, Lee와 Brauer⁴⁰⁾는 isocyanate를, Bowen 등⁴¹⁾은 NPG-GMA와 NTG-GMA를 소개하였고, Munksgaard와 Asmussen⁴²⁾은 Glutaraldehyde/HEMA를 개발하였으며, Tagami 등³³⁾은 친수성 4-META를 소개하였고, Lee 등⁴³⁾은 Triazine을, 그리고 Brauers 등⁴⁴⁾은 cyanoacrylate esters를 소개하였다. 이중 실용화된 것은 NPG-GMA^{29,30)}, FNP(Ferric oxalate, NPG-GMA, PMDM)⁴⁵⁾, 그리고 Maleic acid와 HEMA의 혼합물(self etching primer)⁴⁶⁾ 등이다.

현재 사용되고 있는 상아질표면처리제는 Kanca⁴⁷⁾에 의한 상아질표면처리제의 개발순서와 성분에 따라 1) NPG-GMA & cyanoacrylate를 이용한 것, 2) phosphate ester를 이용한 것과 3) Aldehyde를 이용한 것등으로 분류하며, 결합방식에 따라서는 phosphate ester를 이용하여 치아 구조의 apatite의 calcium과 결합하도록 한 것(Clearfil New Bond®, Scotchbond 2®)과 상아질의 hydroxyl group과 polyurethane이 결합하도록 한 것(Dentin Adhesit®) 그리고 collagen-glutaraldehyde complex를 형성시켜 HEMA와의 결합을 유도한 것(Gluma®, Universal Bond 2®) 등이 있다^{23,48)}.

상아질표면처리제가 복합레진과 상아질의 결합강도 관련여부에 관한 연구로는, Oden과 Oilo⁴⁹⁾ 그리고 Retief 등¹⁰⁾이 상아질표면처리제가 인장결합강도에 미치는 영향을 비교하였고, Suzuki와 Finger⁵⁰⁾ 그리고 Tagami 등³³⁾은 상아질의 부위에 따른 결합강도를 비교하였다. Tao와 Pashley⁹⁾는 표면 처리가 전단결합강도에 미치는 영향을 비교하였고, Yamaguchi 등²⁵⁾은 광중합형 상아질표면처리제의 사용시 나타날 수 있는 결합강도의 변화에 대하여 연구하였으며, Tao와 Pashley²⁷⁾는 smear layer와 상아질의 투과성이 결합강도에 미치는 영향을, Hasegawa 등⁵¹⁾은 aldehyde를 이용한 상아질 표면처리제의 결합내구성을 평가하였고, Fasbinder 등⁴⁵⁾은 시간경과에 따른 결합강도의 변화를, Hansen과 Munksgaard⁵²⁾은 수

분이 상아질표면처리제의 결합강도에 미치는 영향을 연구하였다. Chan 등⁵³⁾도 시간경과에 따른 결합의 내구성을 관찰하였으며, Pashley 등⁵⁴⁾은 상아질투과성과 결합강도의 관계를, 그리고 Finger 등⁵⁵⁾은 상아질 표면거칠기와 결합강도의 관계를 비교연구하였다.

한편 Bowen 등⁵⁶⁾과 Davidson 등⁵⁷⁾이 수복용 복합레진이 중합되는 동안에 수축응력이 발생하면, 이론상 응집파괴를 일으킬 수 있다고 하였으며 Feizer 등⁵⁸⁾은 입체의 경우, 선 수축량의 세배가량이 나타날 수 있다고 하였고, Davidson 등⁵⁹⁾은 접착용 글래스아이오노머 시멘트와 복합레진에서 나타나는 수축응력의 양을 측정하여, 이 수축량에 의해서 결합강도가 영향을 받을 수 있다고 하였다.

한편 Bowen 등⁶⁰⁾은 중합수축과 수화팽창과의 관계를 비교 연구하였다.

Komatsu와 Finger⁶¹⁾, Finger 등⁵⁵⁾ 그리고 Zidan과 Aljabab⁶²⁾은 중합수축력이 대부분 중합 초기에 나타나기 때문에 초기 결합강도가 레진 수복물의 성패여부를 결정한다고 보고하였다.

복합레진의 중합수축력과 중합방향에 따라 와동저에 gap이 나타날 수 있으며, Hender-son 등⁶³⁾과 Zidan 등⁶⁴⁾은 상아질표면처리제를 사용하였을 경우 gap이 발생하지 않음을 보고하였으며, Suzuki 등⁶⁵⁾ 상아질표면처리제를 사용해도 gap은 발생되어 복합레진과 상아질의 결합은 믿을 수 없다고 보고하였고, Hansen과 Asmussen⁶⁶⁾는 레진의 수화팽창에 의한 gap의 감소를 기대했으나 역시 확인할 수 없었다고 보고하였다. Torstenson과 Oden⁶⁷⁾ 그리고 Dijken과 Horstedt⁶⁸⁾ 등은 incremental 방법을 이용하여 수복할 경우 와동저에 gap이 발생하지 않는다고 하였고, Munksgaard 등⁶⁹⁾은 반복하중을 가할 경우 gap의 발생을 관찰하였다.

국내에서는 상아질과의 결합에 관한 연구는 Park 등⁷⁰⁾이 상아질에 대한 복합레진의 인장 결합강도를 측정하여, Cho 등⁷¹⁾은 10% citric acid와 3% ferric chloride에 의한 smear layer의 제거 효과와 resin tag의 형성

을 관찰한 바 있다.

본 연구는 상아질표면처리제로 처리된 상아질과 복합레진간의 결합을 연구하기 위하여 화학중합형과 광중합형 상아질표면처리제를 상아질에 도포한 후, 화학중합형과 광중합형 수복용 복합레진을 결합후 초기결합강도와 24시간 후 결합강도를 비교하였고, 상아질표면처리제에 대한 광조사 및 상아질의 EDTA 처리 그리고 광중합 상아질표면처리제중 sealer만 이용한 경우등의 초기결합강도를 측정하였고, 또한 시편의 두께 및 화학중합형 복합 레진의 촉매와 기재의 혼합비가 초기결합강도에 미치는 영향등을 분석하여 다소의 지견을 얻었기에 보고하는 바이다.

II. 실험재료 및 방법

1. 실험재료

(가) 본 실험에 사용된 복합레진과 상아질 표면처리제

수복용 복합레진은 전치용 화학중합형인 Clearfil F II (CF, Kuraray Co., Ltd., Japan)와 전치용 광중합형인 Photo Clearfil Bright (PC, Kuraray Co., Ltd., Japan)를 택하였고, 상아질표면처리제는 화학중합형인 New Bond (NB, Kuraray Co., Ltd, Japan)와 광중합형인 Gluma (GM, Bayer Dental Co., FRG), Scotchbond 2 (SB, 3M Co., USA), 그리고 Universal Bond 2 (UB, Caulk Dentsply, USA)를 사용하였다 (Table 1).

(나) 치아

우식이 없는 발거된 193개의 상하악 대구치를 택하여 실험하였다.

2. 실험방법

상아질과 복합레진의 전단결합강도의 측정 발거된 상하악 대구치 193개를 4°C에 냉장보관한 뒤, polyester 레진에 포매하여, 직경 2.5cm, 높이 1.5cm의 원주형 레진 블럭이 되도록

Table 1. Composite resins and dentin bonding agents used in this study

	Products	Code	Batch No. (B)		Type	Manufacturer
Composite resin	Clearfil F II	CF	Catalyst	FC-1393	C	Kuraray
			Base	FO-1492		
	Photo C Bright	PC		1314-E	L	Kuraray
Dentin bonding agents	New Bond	NB	Catalyst	753	C	Kuraray
			Base	858		
	Gluma	GM	Primer	0080-F	L	Bayer
		GMS*	Sealer	5654		
Scotchbond 2	SB	Primer	CHY	L	3 M	
	SBS*	Adhesive	1EL			
Universal Bond 2	UB	Primer	090189	L	Caulk	
	UBS*	Adhesive	091889			

Type C : Chemical curing type

Type L : Light curing type

* : Codes used for the experimental condition in which sealer or adhesive resins was tested without the application of primer in light curing dentin bonding agents.

록 하였다. 레진에 포매된 치아를 #600SiC로 연마후, 험면 치경부의 상아질이 직경 3.5mm 이상 노출되도록 한 뒤, #800과 #1000SiC에서 연마하고, 그후 모든 시편을 #1200 SiC로 최종연마하여 상아질 표면의 거칠기에 따른 상아질과 복합레진간의 전단결합강도가 표준화되도록 하였다.

연마로 인하여 발생된 상아질표면의 smear layer는 제거하지 않았고, 연마가 종료된 시편은 복합레진을 결합시켜 실험할 때까지 수중에 보관한 뒤, 실험시 실온 대기중(23±2°C)에서 12시간동안 건조시켜 실험에 사용하였다.

복합레진이 충전될 수 있는 와동으로서 내경 3.5mm, 높이 0.65mm의 원형 구멍이 뚫려 있는 금속링을 상아질의 표면에 고정하여 상아질 전처리제 도포 및 복합레진을 충전하도록 하였고, 이때 충전후 수중 보관시 결합강도에 영향을 가하지 않도록 수용성 접착제를 사용하였다.

1) 초기전단결합강도 측정

48개의 치아를 상아질 처리제의 종류에 따라 NB, GM, SB 및 UB 군등 4개군으로 나누어 상아질 표면에 NB, GM, SB 그리고 UB 상

아질 표면처리제를 도포하였다. 즉 NB군은 화학중합형 상아질표면처리제인 NB를 제조회사지시대로 혼합, 도포하였고, GM, SB 및 UB군은 광중합형 상아질표면처리제인 GM, SB 그리고 UB primer를 먼저 상아질에 도포한 뒤, 여분의 primer를 압축공기로 가볍게 불어 제거하고, sealer(adhesive) 레진을 얇게 도포한 후 20초간 광조사하였다. 동일한 상아질표면처리제가 도포된 각군의 12개씩의 치아를 다시 두개의 소군으로 나누어 각 소군당 6개의 치아에는 화학중합형 복합레진(CF)의 촉매와 기재를 1:1로 혼합, 상기의 제작된 금속링내에 충전하고, 나머지 6개의 치아에는 광중합형 복합레진(PC)으로 충전하여 60초간 광조사(Heliomat, Vivadent)하였다.

복합레진이 결합된 상아질시편을 37°C 수중에 2시간동안 보관한 후, 만능시험기(Instron 1122)에 위치시켜 분당 1mm의 속도로 하중을 가하여 측정되는 응력을 60mm/min의 속도로 기록하였고, 기록된 최대응력을 그 시편의 2시간후 초기전단결합강도로 정하였다.

2) 24시간후 전단결합강도 측정

상아질과 결합된 복합레진을 37°C 수중에 보

관하여 2시간 뒤 측정된 초기결합강도를 24시간후에 측정되는 결합강도와 비교하기 위하여, 24개의 치아를 4개군으로 나누어 상기의 방법과 같이 4종류의 상아질표면처리제를 도포한 후에 모든 시편에 화학중합형 복합레진(CF)을 충전하고 37°C 수중에 24시간동안 보관한 뒤 전단결합강도를 측정하여 앞의 실험에서 얻어진 초기전단결합강도와 비교하였다.

3) 광조사시간에 따른 전단결합강도 측정

광중합형 상아질표면처리제를 도포한 18개의 치아를 GM군, SB군 그리고 UB군등 3개군으로 나누어 각각 GM, SB 그리고 UB를 도포한 후, 60초간 광조사하여, 화학중합형 복합레진(CF)을 충전하였을 때 얻어진 전단결합강도를 앞서의 초기결합강도실험에서 20초간 광조사하였을 때 얻어진 전단결합강도와 비교하였다.

4) 상아질 EDTA 처리여부에 따른 전단결합강도 측정

상아질 표면에 대한 EDTA 처리가 전단결합강도에 미치는 효과를 확인하기 위하여, 24개의 치아에 0.5M EDTA(Batch 5655-E, Gluma Co.)를 30초동안 접촉시킨 뒤, 60초간 수세, 건조하고, 도포한 상아질처리제에 따라 4개군으로 나누어 각각 NB군, GM군, SB군 그리고 UB군으로 나누었고, 상아질표면은 20초간 광조사하였으며, 화학중합형 복합레진(CF)을 충전하여 37°C의 수중에 2시간 동안 보관한 뒤 전단결합강도를 측정하여, 앞서 측정하여 EDTA 무처리 시편에서의 측정된 전단결합강도와 비교하였다.

5) Primer 무도포에 따른 전단결합강도 측정

광중합형 상아질표면처리제의 구성내용물중 primer를 도포하지 않고, sealer(adhesive)만을 도포한 시편의 결합강도를 측정하기 위하여, 18개의 치아를 3개의 군으로 나누어 각군의 치아에 primer를 도포하지 않고, GMS, SBS 그리고 UBS만을 도포한 뒤 20초간 광조사하고, 화학중합형 복합레진(CF)을 충전하여

37°C 수중에 2시간 보관한 뒤, 전단결합강도를 측정하였다.

6) 복합레진의 두께에 따른 전단결합강도의 측정

충전되는 복합레진의 두께가 결합강도에 미치는 영향을 확인하기 위하여, 36개의 치아를 두개군으로 나누어 각각 화학중합형 상아질표면처리제(NB)와 광중합형 상아질표면처리제(SB)를 도포하였으며, 상아질표면처리제가 도포된 각군을 다시 3개의 소군으로 나누어 두께가 0.65mm, 1.30mm, 1.95mm인 금속링을 각각 부착하여 충전되는 복합레진의 두께가 다르도록 하였다.

화학중합형 상아질표면처리제(NB)를 도포한 군에는 화학중합형 복합레진(CF)을 그리고 광중합형 상아질표면처리제(SB)를 도포한 군에는 광중합형 복합레진(PC)을 각각 충전하였고, 37°C 수중에 2시간 보관한 뒤, 전단결합강도를 측정하였다.

7) 화학중합형 촉매 : 기재비율에 따른 전단결합강도 측정

화학중합형 복합레진(CF)에서 촉매와 기재의 혼합비가 전단결합강도에 미치는 영향을 관찰하기 위하여 18개의 치아에 NB 상아질표면처리제를 도포한 뒤, 이를 3개의 군으로 나누어, 각 군에 촉매 : 기재의 비율이 0.5, 1.0 및 1.5가 되도록 복합레진을 혼합 충전하여, 37°C 수중에 2시간 보관한 뒤, 전단결합강도를 측정하여 촉매 : 기재혼합비율에 따른 결합강도를 비교하였다.

III. 실험성적

상아질과 복합레진의 전단결합강도

1) 화학중합형 복합레진과 광중합형 복합레진의 초기전단결합강도의 비교

4종의 상아질표면처리제를 도포한 뒤, 각각 화학중합형 복합레진과 광중합형 복합레진을

결합시킨 뒤, 2시간후 초기전단결합강도를 측정 한 결과는 Table 2, 3 및 Fig. 1과 같다.

화학중합형 복합레진(CF)을 결합시킨 시편 중 상아질의 표면에 화학중합형 상아질표면처리제인 NB(157.9kgf/cm²)를 도포해준 경우, 가장 높은 전단결합강도를 나타내었고, 광중합형 상아질표면처리제중 SB(113.0kgf/cm²)가 비교적 높은 전단결합강도를 나타내었다. 다른 광중합형 상아질표면처리제인 GM(45.8kgf/cm²)과 UB(9.5kgf/cm²)의 경우 매우 낮은 결합강도를 보였다.

광중합형 복합레진(PC)을 결합시킨 경우, 유사한 초기전단결합강도를 보여 유의한 차이를 나타내지 않았는데, 화학중합형 상아질표면

처리제인 NB(64.3kgf/cm²)가 광중합형 상아질표면처리제인 GM(47.5kgf/cm²), SB(52.3 kgf/cm²), UB(62.0kgf/cm²)의 경우에 비하여 약간 높은 수치를 나타내었다.

NB와 SB로 처리된 상아질에 대해서는 화학중합형 복합레진(CF)이 광중합형 복합레진(PC)에 비해 높은 초기전단결합강도를 나타내었고, GM으로 처리된 상아질에서는 유사한 전단결합강도를 나타내었으며, UB는 광중합형 복합레진(PC)의 경우 더 높은 초기전단결합강도를 나타내었다.

2) 24시간후의 전단결합강도

Table 4는 24시간 후에 측정된 전단결합강

Table 2. Comparison of shear bond strength (after 2 hours) for chemical and light curing composite resins to dentin treated with 4 kinds of dentin bonding agents

Restorative Composite Resins	Dentin Bonding Agents	Bond Strength (kgf/cm ²)	Standard Deviation (kgf/cm ²)
CF	NB	157.9	28.0
	GM	45.8	12.6
	SB	113.0	31.7
	UB	9.5	10.3
PC	NB	64.3	24.4
	GM	47.5	9.1
	SB	52.3	17.9
	UB	62.0	22.0

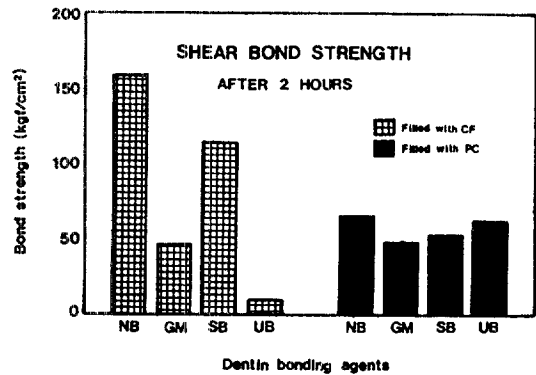


Fig. 1. Comparison of shear bond strength (after 2 hours) for chemical and light curing composite resins to dentin treated with 4 kinds of dentin bonding agents

Table 3. p-values of t-test between experimental groups for shear bond strength (after 2 hours) of chemical and light curing composite resins to dentin treated with 4 kinds of dentin bonding agents

	CF-NB	CF-GM	CF-SB	CF-UB	PC-NB	PC-GM	PC-SB	PC-UB
CF-NB								
CF-GM	0.0001							
CF-SB	0.039	0.001						
CF-UB	0.0001	0.001	0.0001					
PC-NB	0.0001	0.165	0.022	0.001				
PC-GM	0.0001	0.804	0.001	0.0001	0.183			
PC-SB	0.0001	0.522	0.004	0.001	0.400	0.609		
PC-UB	0.0001	0.184	0.015	0.001	0.882	0.204	0.463	

도이며, Fig. 2는 초기전단결합강도와 24시간 후 결합강도를 비교한 것이다. 초기결합강도가 낮게 나타났던 GM(45.8kgf/cm² vs. 138.6 kgf/cm², p<0.001)과 UB(9.5kgf/cm² vs. 81.0kgf/cm², p<0.001)는 결합강도가 증가하였고, 초기결합강도가 높게 나타났던 NB(157.9kgf/cm² vs. 138.6kgf/cm², p=0.422)와 SB(113.0kgf/cm² vs. 99.1kgf/cm², p=0.501)는 거의 변화가 없게 나타났다(Table 5).

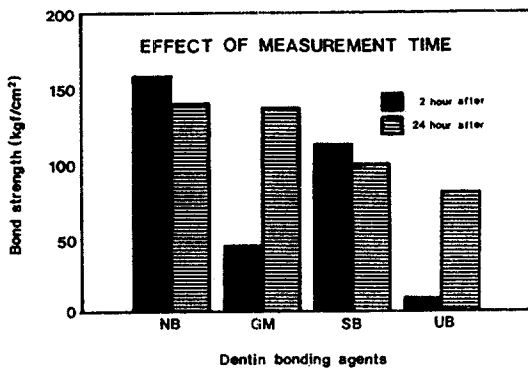


Fig. 2. Comparison of shear bond strength measured after 24 hours with that of 2 hours after, for chemical curing composite resin to dentin treated with 4 kinds of dentin bonding agents.

Table 4. Mean shear bond strength measured after 24 hours after, for chemical curing composite resin to dentin treated with 4 kinds of dentin bonding agents

Restorative Composite Resins	Denting Bonding Agents	Bond Strength (kgf/cm ²)	Standard Deviation (kgf/cm ²)
CF	NB	138.6	43.0
	GM	136.6	19.5
	SB	99.1	30.9
	UB	81.0	1.4

3) 광조사시간에 따른 전단결합강도

Table 6은 광중합 상아질표면처리제를 도포한 후 60초간 광조사를 하였을 때 나타나는 결합강도이며, 이것을 20초간 광조사하였을 때

Table 5. p-values of t-test between experimental groups for shear bond strength (after 24 hours), for chemical curing composite resin to dentin treated with 4 kinds of dentin bonding agents

	CF-NB	CF-GM	CF-SB	CF-UB
CF-NB				
CF-GM	0.924			
CF-SB	0.127	0.045		
CF-UB	0.014	0.0001	0.219	

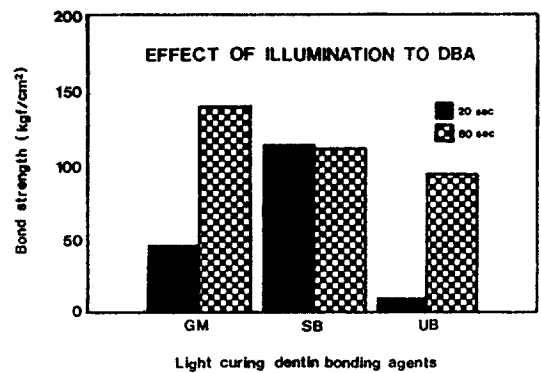


Fig. 3. Effect of 60's illumination on the 3 kinds of light curing dentin bonding agents to the shear bond strength of chemical curing composite resin and comparison with the result by 20's illumination.

측정된 전단결합강도와 비교한 것이 Fig. 3이다. 광조사에 의해 전단결합강도가 증가한 것은 GM(45.8kgf/cm² vs. 138.3 kgf/cm², p<0.001)과 UB(9.5kgf/cm² vs. 93.2 kgf/cm², p=0.002)였고 SB(113.0 kgf/cm² vs.

Table 6. Effect of 60's illumination on the 3 kinds of light curing dentin bonding agents to the shear bond strength of chemical curing composite resin

Restorative Composite Resins	Dentin Bonding Agents	Bond Strength (kgf/cm ²)	Standard Deviation (kgf/cm ²)
CF	GM	138.3	12.5
	SB	109.8	22.7
	UB	93.2	44.1

109.8 kgf/cm² p=0.861)는 큰 변화가 없게 나타났다(Table 7).

Table 7. p-values of t-test between experimental groups for shear bond strength, for chemical curing composite resin to dentin treated with 3 kinds of light curing dentin bonding agents illuminated for 60's.

	GM	SB	UB
GM			
SB	0.035		
UB	0.053	0.472	

4) EDTA 처리에 따른 전단결합강도의 변화

Table 8은 상아질 표면을 EDTA로 처리하

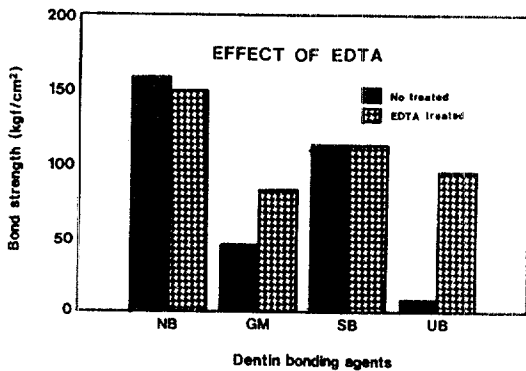


Fig. 4. Shear bond strength of chemical curing composite resin to dentin treated with 4 kinds of dentin bonding agent after being treated with EDTA and comparison with the result from the dentin surface untreated.

Table 8. Shear bond strength of chemical curing composite resin to dentin treated with 4 kinds of dentin bonding agent after being treated with EDTA

Restorative Composite Resins	Dentin Bonding Agents	Bond Strength (kgf/cm ²)	Standard Deviation (kgf/cm ²)
CF	NB	148.0	21.3
	GM	82.1	12.0
	SB	112.3	16.2
	UB	94.9	42.7

였을 때 나타나는 전단결합강도이며, Fig. 4는 무처리 경우에 나타나는 전단결합강도를 비교한 것이다. GM(45.8kgf/cm² vs. 82.1 kgf/cm², p=0.001)과 UB(9.5kgf/cm² vs. 94.9 kgf/cm², p=0.001)는 EDTA 처리에 의해 전단결합강도가 증가하였으며, NB(157.9 kgf/cm² vs. 148.0 kgf/cm², p=0.544)와 SB(113.0kgf/cm² vs. 112.3 kgf/cm², p=0.965)는 EDTA 처리에 거의 영향을 받지 않게 나타났다(Table 9).

Table 9. p-values of t-test between experimental groups for shear bond strength, for chemical curing composite resin to dentin treated with 4 kinds of dentin bonding agents after EDTA treat.

	NB	GM	SB	UB
NB				
GM	0.0001			
SB	0.014	0.008		
UB	0.032	0.534	0.416	

5) Primer 무도포시 전단결합강도

Primer의 도포없이 adhesive resin(sealer)만 도포한 후 결합강도를 측정한 결과, 광중합형 상아질표면처리제중 UB(66.2 kgf/cm²)는 높은 전단결합강도를 나타내었으며, GM(7.1 kgf/cm²)과 SB(8.0kgf/cm²)는 거의 결합이 이루어지지 않게 나타났다(Table 10, 11 및 Fig. 5).

6) 복합레진의 두께(시편의 두께)가 전단결합강도에 미치는 영향

Table 12와 Fig 6은 시편두께의 증가에 따른 전단결합강도의 변화를 나타낸 것이다. 화학중합형 복합레진(CF)은 시편의 두께가 두꺼울수록 전단결합강도가 감소하였고(157.9 kgf/cm², 66.5 kgf/cm², 62.5 kgf/cm²), 광중합형 복합레진(PC)은 시편의 두께에 의해 전단결합강도가 거의 영향을 받지 않는 것으로 나타났다(52.3 kgf/cm², 53.2 kgf/cm², 59.4 kgf/cm²) (Table 13).

Table 10. Shear bond strength to dentin treated only with sealer (adhesive) except the application of primer included in 3 kinds of light curing dentin bonding agents

Restorative Composite Resins	Dentin Bonding Agents	Bond Strength (kgf/cm ²)	Standard Deviation (kgf/cm ²)
CF	GM	7.1	5.1
	SB	8.0	10.6
	UB	66.2	18.8

Table 11. p-values of t-test between experimental groups for shear bond strength, for chemical curing composite resin to dentin treated only with sealer (adhesive) except the application of primer included in 3 kinds of light curing dentin bonding agents.

	GM	SB	UB
GM			
SB	0.873		
UB	0.0001	0.0001	

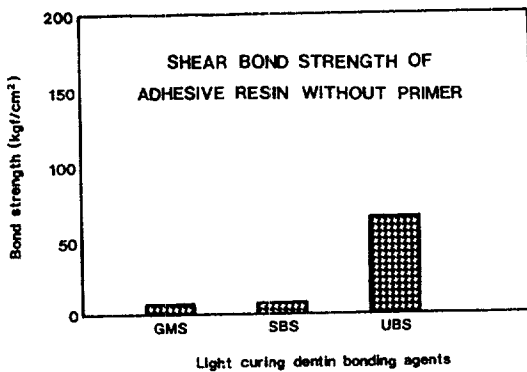


Fig. 5. Shear bond strength to dentin treated only with sealer (adhesive) except the application of primer included in 3 kinds of light curing dentin bonding agents.

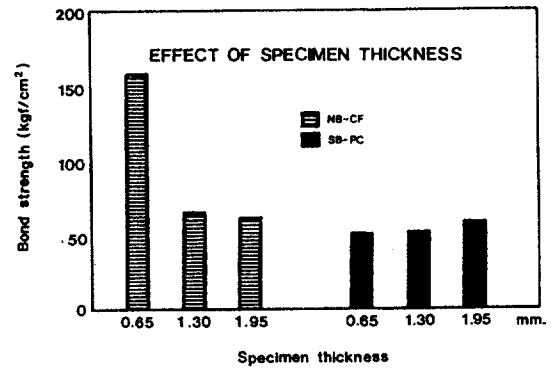


Fig. 6. Comparison of the effect of the thickness of composite resin specimens for shear bond strength of chemical curing composite resin and light curing composite resin to dentin.

Table 12. Effect of the thickness of composite resin specimens for shear bond strength of chemical curing composite resin and light curing composite resin to dentin

Restorative Composite Resins	Dentin Bonding Agents	Specimen Thickness (mm)	Bond Strength (kgf/cm ²)	Standard Deviation (kgf/cm ²)
CF	NB	0.65	157.9	28.0
	NB	1.30	66.5	16.1
	NB	1.95	62.5	11.9
PC	SB	0.65	52.3	17.9
	SB	1.30	53.2	10.9
	SB	1.95	59.4	29.1

Table 13. p-values of t-test between experimental groups for shear bond strength affected by the thickness of composite resin specimens of chemical curing composite resin and light curing composite resin to dentin

	CF-0.65	CF-1.30	CF-1.95	PC-0.65	PC-1.30	PC-1.95
CF-0.65						
CF-1.30	0.0001					
CF-1.95	0.0001	0.669				
PC-0.65	0.0001	0.219	0.314			
PC-1.30	0.0001	0.151	0.214	0.933		
PC-1.95	0.0001	0.645	0.829	0.652	0.658	

Table 14. Effect of catalyst paste: base paste weight ratio on the shear bond strength of chemical curing composite resin to dentin treated with chemical curing dentin bonding agent (NB)

Restorative Composite Resins	Dentin Bonding Agents	Catalyst / Base ratio	Bond Strength (kgf/cm ²)	Standard Deviation (kgf/cm ²)
CF	NB	0.5	101.8	49.3
	NB	1.0	157.9	28.0
	NB	1.5	152.8	52.9

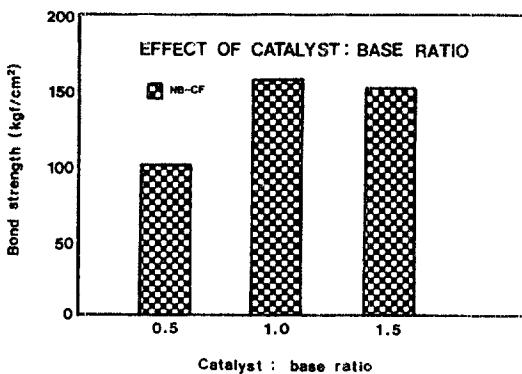


Fig. 7. Effect of catalyst paste : base paste weight ratio on the shear bond strength of chemical curing composite resin to dentin treated with NB chemical curing dentin bonding agent.

7) 화학중합형의 Catalyst paste : Base paste 비율이 전단결합강도에 미치는 영향

Table 14와 Fig. 7에 나타난 바와 같이 화학중합형 복합레진(CF)에서는 혼합되는 촉매의 양이 많을수록 전단결합강도가 증가하였다 (101.8 kgf/cm², 157.9 kgf/cm², 152.8 kgf/cm²) (Table 15).

Table 15. p-values of t-test between experimental groups for shear bond strength affected by affected by catalyst paste: base paste weight ratio of chemical curing composite resin to dentin treated with NB chemical curing dentin bonding agent

	0.5	1.0	1.5
0.5			
1.0	0.052		
1.5	0.146	0.854	

IV. 총괄 및 고안

상아질 표면과 복합레진의 결합을 방해하는 상아질의 collagen chondroitin, sulfinic acid, citric acid, lipids로 이루어진 방해층을 NaOH나 EDTA로 제거코자 하였다^{12,39)}. 근래에 이 방해층은 smear layer라고 알려져 있으며, 이의 제거와 이용에 관하여 많은 연구가 거듭되고, 논란의 대상이 되고 있다.

상아질의 표면 자체의 취약한 기계적 성질과 필연적으로 형성되는 smear layer를 강화시키기 위해서 mordant를 침착시켜 상아질의 성질을 강화시키고자 하였으며, Bowen³¹⁾은 이러한 침착 이온으로서 Fe, Cu, Zn, Al, Co, Ni등의 금속이온을 상아질의 구조에 침투시키고자 이로부터 얻어진 것이 ferric oxalate와 ferric chloride였고 Tagami³³⁾과 Ichiki³²⁾에 의해서 10% citric acid와 3% ferric chloride의 혼합물들이 소개되어 내산성 상아질이 형성됨을 보고하였으며, Ca, P 그리고 Br의 침착된 층을 확인하였다. 이에 착안하여 Mair³⁷⁾는 silver nitrate로 Ag를 침착시키고자 하였고, Nystron³⁸⁾은 불소를 침착시키고자 하였다. 이러한 제제들은 구조물의 침착을 유도하였기 때문에 mordant라는 용어로 호칭되기 시작하였으며, 강화를 시킨다는 관점에서 mineralizing용액으로 불리워지게 되었다. 한편 Fukushi와 Fusayama³⁵⁾는 cyanoacrylate를 이용하여 상아질 표층을 강화시키고자 하였으며, Nation³⁶⁾은 silane과 butylacrylate를 이용하여 무기질 성분과의 결합을 유도하였다. 무기질 이외에 유기질로 상아질 표면을 강화시키면, 표면의 활성화를 동시에 시킬 수 있을 것으로 생각한 Bowen³⁹⁾은 N-phenylglycine과 glycidyl methacrylate를 합성하여 NPG-GMA를 만들었으며, 이들의 성질을 이용하여 상아질의 표면에 형성된 smear layer로 침투시켜 smear layer를 강화시키고자 surface active comonomer로 명명하였고, Causton²⁹⁾에 의해서 NPG-GMA가 상아질 표면의 강화목적 처리제로서 검토되었다. 이때 상아질

표면 활성제로 사용된 것이 stearic acid, sarcosine, 2-hydroxypropyl methacrylate 그리고 methyl methacrylate ethanol등이 있다.

Scotchbond[®]가 처음 시판된 이래 6.8% ferric oxalate, 10% N-tolyl glycine(NTG), 그리고 pyromellitic dianhydride와 2-hydroxyethyl methacrylate(HEMA)용액의 반응물(5% PMDM)⁴¹⁾로 구성되는 FNP system이 새로운 상아질표면처리제로서 소개되었으며, Tenure[®]라는 상품명으로 시판되고 있다. 이 두 상아질표면처리제에 의한 복합레진의 결합강도는 O'sullivan^등⁷²⁾에 의해 비교되었는데, FNP상아질표면처리제가 현저히 높은 인장결합강도를 보였다고 보고한 바 있고, Pashley^등⁷³⁾도 역시 ferric oxalate를 도포한 후 NTG-GMA와 PMDM을 다시 도포해 주는 것이 가장 우수한 결합강도를 보였다고 보고하였다.

본 연구에서는 EDTA실험군 이외에는 표층의 smear layer를 전혀 제거하지 않았으나, 복합레진이 상아질과 최대결합강도를 얻기 위해서 상아질 표층의 smear layer를 부식시켜서 완전히 제거하지 않고, 약간 제거해 주어야 한다는 주장에 입각하여 제 2세대 상아질표면처리제였던 Scotchbond[®]와 Prisma bond[®] 경우 상아질 표면 세척제가 포함되지 않았으나, 제 3세대 상아질표면처리제인 Gluma bond[®], Scotchbond 2[®] 그리고 Tenure[®]에서는 상아질 표면 세척제도 함께 포함되고 있다.

Duke^등⁷⁴⁾은 smear layer의 제거에 polyacrylic acid(Durelon[®]liquid)가 효율적이며 시간의 경과에 따라 smear layer의 제거량이 좌우된다고 하였고, Wendt^등⁶¹⁾은 polyacrylic acid와 maleic acid를 혼합하여 상아질 표면 세척제로 사용후 전자현미경 관찰을 통하여 용이하게 상아세관의 입구를 개방시킬 수 있음을 보고하였다.

Eliades와 Vougiouklakis⁴⁸⁾은 기능성 dimethacrylate와 phosphate유도체가 상아질의 hydroxy apatite의 calcium과 이온결합을 하고, 복합레진과는 carbon-carbon 이중 결합을 형성할 수 있으며 특히 phenyl phosphate ester가 상아질의 collagen과 반응성향이 높음

을 밝히고, chlorosubstituted phosphate group을 monomer에 첨가하여, collagen의 -OH와 -NH₂와 이온결합을 할 수 있다고 하였으며, 그중 MPP(methacryloxy-ethyl-phenyl-phosphate)가 상품화되어 New Bond®라는 이름으로 시판되고 있다. 본 연구에서는 이 종류의 상아질표면처리제가 비교적 높은 결합강도를 보일 수 있는 것으로 나타나 있으나, 이 결합은 물에 의해 가수분해될 수 있어 향후 내수성에 관한 연구가 필요하다.

본 연구에서도 phenyl phosphate제제가 우수한 결합강도를 나타내고 있는데, 이는 Hansen등⁷⁴⁾의 연구에서 인산계 상아질표면처리제가 상아질과 반응시 HCl을 형성하여 smear layer를 용해시킬 수 있기 때문에 우수한 결합강도를 나타낼 수 있다고 하였다. Eliades와 Vougiouklakis⁴⁸⁾은 이때 형성된 Cl 이온이 smear layer의 가수분해반응을 유도할 수 있음을 EPMA로 확인하였다.

Gluma®는 primer가 HEMA(hydroxyethyl-methacrylate) (35%)와 glutaraldehyde(5%) 그리고 물(60%)로 이루어져 있으며 sealer로 사용되는 레진은 polyfunctional methacrylic acid esters(98.5%)로 이루어져 있다^{75,76)}.

상아질표면처리제로서 Gluma의 작용 기전은 Glutaraldehyde에 amino, imino 혹은 amido group을 첨가하여 상아질을 collagen과 반응케 하며, HEMA의 hydroxy group과 collagen-glutaraldehyde adduct간의 반응이 이루어져 즉 HEMA의 acrylate group이 collagen에 결합되고, 이 acrylate group이 추가되는 복합레진과 공중합을 이루게 된다.

이 공중합의 속도와 범위는 레진과 Gluma로 처리된 표면 사이의 반응억제제와 반응개시제의 농도에 의해 영향을 받게 된다. 따라서 상아질표면처리제 도포후 sealer로 사용되는 레진의 조성은 공중합이 불완전하게 일어나는 경우에 결합강도에 큰 영향을 미칠 수 있는 것이다. 본 연구의 결과에서 Gluma는 초기결합강도가 매우 낮게 나타난 반면, 도포후 60초간 광중합시킨 경우와 24시간후 측정된 경우등에서는 높은 결합강도를 나타내었다.

Gluma를 대상으로 하여 측정된 본 연구의 결과와도 절대값에서 차이를 보이고 있는것은 위에 밝힌 바와 같이 Gluma는 상아질의 collagen과 반응을 유도하고 있기 때문에, 시료로 사용한 치아의 보관방법이나 보관기간에 따라서 상아질의 collagen조건이 변화하게 되므로 결합강도가 차이가 나타날 수 있다.

근래 금속과 레진의 결합에 사용되었던 4-META(4 methacryloxyethyl trimellite anhydride)를 Nagata등⁷⁷⁾이 상아질과 결합시켜 우수한 결합강도를 나타냄을 보고한 후, 이를 기재로 한 Superbond C & B®가 Tagami등³³⁾에 의해 소개되었다. 그의 연구에 의하면 기존의 상아질표면처리제가 100kgf/cm²정도의 결합강도를 나타낸 반면 4-META는 150kgf/cm²내지 200kgf/cm²의 결합강도를 보여 매우 높은 결합강도를 나타내고 있다. 4-META계통의 처리제에서는 상아질의 표면을 10% citric acid 3% ferric chloride로 smear layer를 제거하도록 하고 있으며, 4-META로 하여금 그의 특성을 이용하여 관간상아질과 관주상아질 사이로 침투하도록 하며 그위에 분달로된 polymer와 TBB-O(oxidized tributylborane)을 도포하도록 하고 있다. 이 레진은 중합속도가 느리기 때문에 중합수축력에 의해 레진의 수축이 일어나는 것을 자신의 flow로서 보상할 수 있고 상아질의 수분과 중합이 기시되기 때문에 더욱 결합강도가 높게 나타날 수 있는 것으로 알려져 있다.

4-META는 레진 tag를 이용하여 상아질과 기계적 결합을 하거나, 친수성 특성 때문에 smear layer와 관간 및 관주상아질 사이의 구조사이로 침투하여 미세한 기계적 결합을 이룬다.

인산계 상아질표면처리제가 smear layer의 자가부식능력은 매우 중요한 것으로 연구의 대상이 되며, Hasegawa등⁷⁸⁾은 HEMA에 acidic monomer로서 MES(monomethacryloxyethyl succinate), DMEP(dimethacryloxyethyl phosphate), TBAS(tertiary butylacrylamide sulfonic acid), 4-META(4-methacryloxyethyl trimellite anhydride)를 첨가하였을 때

smear layer의 제거와 상아질내로 침투성이 증가함을 밝히고 이를 self etching primer로 서 명명하였다.

GLUMA®와 New Bond®의 장점만을 이용하기 위해, Munksgaard등⁷⁹⁾은 Gluma®와 함께 enamel bond를 사용한 경우에 비하여, Gluma와 함께 New Bond®를 도포한 경우에 더 우수한 상아질 적합성을 보였음을 관찰하였고, 그 이유로는 New Bond®의 성분중 Catalyst와 HEMA 그리고 methacrylates등에 의한 중합 및 상아질과 반응시 형성되는 methacryloxyethylphenylphosphate때문이라고 하여 HEMA를 주성분으로 하는 Gluma®와 함께 New Bond®의 우수성을 강조한 바 있다. 본 연구에서도 Gluma®와 New Bond®가 유사한 정도의 높은 결합강도를 나타내고 있어 이들의 견해와 유사한 결과를 나타내고 있으며 또 Hasegawa등⁵¹⁾과 Zidan과 Aljabab⁶²⁾도 유사한 실험을 한 바 있다.

본 연구에서 primer없이 sealer만 도포한 경우 Universal Bond®는 66kgf/cm²의 결합강도를 나타낸 것은 이는 상아질 접착에 필요한 81 kgf/cm²의 결합강도에 상당히 접근하는 수치인 것으로 사료된다.

본 연구 결과에서 초기 결합강도와 24시간후 결합강도를 비교한 결과를 보면, New Bond®와 Scotch Bond 2®는 초기부터 적절한 강도를 나타내고 있는 반면, Gluma®와 Universal Bond 2®는 24시간 경과후에 최대 강도를 나타내고 있다. 이와같이 최대 강도가 다소 늦게 나타나는 Gluma®에서의 양상은 Wendt등⁶⁾의 연구보고와 일치한다.

본 연구에서는 GLUMA®를 도포한 뒤 광조사시간을 20그리고 60초로 달리하였을 경우, 20초에서는 50kgf/cm²정도의 결합강도를 나타내었으나, 60초에서는 140kgf/cm²의 높은 결합강도를 나타내었다. 상아질표면처리제 도포 후 sealer로 사용된 성분중 propanol계의 화합물이 환원제로 작용할 경우 상아질표면처리제의 중합이 완벽하고 높은 결합강도와 레진 자체의 응집성 파괴 그리고 상아질과 복합레진 사이에 gap을 형성하지 않기 때문이라고 사료

된다. 본 연구의 결과는 1차 도포되는 레진의 환원제 성분에 의한 상아질표면처리제의 중합효과는 추가되는 광조사에 의해서도 얻을 수 있음을 나타내고 있다. 이와 동일한 양상의 효과는 Universal Bond 2®에서도 나타나고 있다. 그러나, Scotch Bond 2®는 Gluma®나 Universal Bond 2®와는 달리 광조사에 의해 결합강도가 영향을 받지 않았다.

Yamaguchi등²⁵⁾의 연구에서도 본 연구의 목적과 동일한 목적을 가지고 광중합형 상아질표면처리제 중 Photo Bond®(Kuraray, Japan)를 사용으로 하여 광조사해준 군과 광조사 않은 군을 대상으로 결합강도를 측정비교한 바, 두군 모두 200 kgf/cm²의 정도의 결합강도를 보여 광조사 조건이 결합강도를 변화시키지 않음을 관찰하였다.

Suzuki와 Finger⁶⁰⁾, Tagami 등³³⁾의 연구에 의하면 상아세관의 수가 증가하여 투과성이 증가하면서 결합강도는 감소한다고 하였다. 그 이유는 Tagami 등³³⁾은 상아질 투과성의 증가로 인한 수분의 증가와 상아질 고유의 수분함유량의 증가때문이라고 하였고, HEMA를 재료로 한 재료에 비하여, 4-META를 이용한 재료가 더욱 상아질의 깊이에 대해서 더 민감하다고 하였으며, New Bond®에서는 상아질 위치변화에 대하여 영향이 없다고 하였다. 따라서 어느 정도의 균일한 상아질의 깊이를 부여한 본 실험에서는 상아질의 깊이에 의한 결합강도의 변화는 별로 작용되지 않았을 것으로 사료된다.

상아질표면처리제를 도포하고 복합레진을 결합시켰을 때는, 상아질과 복합레진 사이에 나타나는 gap의 폭과 인장결합강도간에 서로 상관성을 가질 수 있으며, gap이 전혀 나타나지 않는 경우에는 24시간후에 230kgf/cm²의 인장결합강도와 170 kgf/cm²의 전단결합강도를 얻을 수 있는 것으로 알려져 있다. Suzuki 등⁶⁵⁾도 본 연구에서 사용한 재료인 Universal Bond 2®를 대상으로 gap이 크게 나타났음을 보고하고, 결합이 불확실한 것으로 지적하였다.

상아질표면처리제에 관한 결합강도측정의 표

준화를 위해서 Van Noort 등⁸⁾은 상아질표면 처리제를 먼저 도포하고 금속링을 부착한 경우와 금속링을 부착한 후 상아질표면처리제를 도포한 경우에 나타나는 결합강도를 유한 요소법과 실측법을 이용하여 분석하여, 이들 두 조건간에 약 2배가량의 결합강도의 차이가 있음을 확인하고, 실험방법의 표준화와 규격화를 이루어야 한다고 주장하였다. 본 연구에서는 상아질표면처리제를 도포한 후 금속링을 부착하는 방법을 이용하였으며, 이 방법에 의해서 전반적으로 결합강도가 증가하였을 가능성이 있다고 사료된다.

V. 결 론

상아질표면처리제로 처리된 상아질과 복합레진간에 형성되는 결합강도의 양상을 연구하고자 전단결합강도를 측정하였다. 즉 초기결합강도(2시간후)와 24시간후 결합강도를 측정 비교하고, 광조사 및 상아질의 EDTA 처리 그리고 primer 유무에 따른 sealer 도포한 경우등의 전단결합강도를 측정하였다. 아울러 시편의 두께 및 화학중합형 복합레진의 촉매 : 기재의 혼합비가 초기결합강도에 미치는 영향등을 평가하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 전단결합강도는 화학중합형 복합레진에서 상아질표면처리제 도포후 초기에 높게 나타났으나, 시간경과 및 EDTA의 처리후 감소되었다.
2. 광중합형 복합레진은 SB군을 제외한 상아질표면처리제 도포후 시간경과, 광조사시간 연장 및 EDTA의 처리에 의해 현저한 전단결합강도의 증가를 나타내었다.
3. 시편 두께의 증가에 따라 화학중합형 복합레진은 상아질표면처리제 도포후, 현저한 결합강도의 감소를 나타내었다.
4. 광중합형 복합레진에서 상아질표면처리제 도포후 전단결합강도의 변화가 적게 나타났다.
5. 화학중합형 복합레진의 경우, 촉매와 기재의 혼합비가 1 : 1인 경우 전단결합강도가 가장 크게 나타났다.

6. 광중합복합레진에서 상아질표면처리제를 도포하지 않은 경우, UBS군에서 가장 높은 전단결합강도를 나타내었다.

REFERENCES

1. Buonocore M.G.: A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J. Dent. Res.*, 34:849-852, 1955.
2. Rider M., Tanner A.N., and Kenny B.: Investigation of adhesive properties of dental composite materials using an improved tensile test procedures and scanning electron microscopy. *J. Dent. Res.*, 56: 368-378, 1977.
3. Stanley H.R., Going R.E., and Chauncey J.J.: Human pulp response to acid pre-treatment of dentin and to composite restoration. *J. Am. Dent. Assoc.*, 91:817-, 1975.
4. Berry T.G., and Osborne J.W.: Dentin bonding vs. enamel bonding of composite restorations: A clinical evaluation. *Dent. Mater.*, 5:90-92, 1989.
5. Pashley D.H.: Smear layer, physiological considerations. *Oper. Dent.*, 3:13-29, 1984.
6. Wendt S.L.: The effect of two smear layer cleansers on shear bond strength to dentin. *Dent. Mater.*, 6:1-4, 1990.
7. Duke E.S., Phillips R.W., and Blumershine R.: Effects of various agents in cleaning out dentin. *J. Oral Rehabil.*, 12:295-302, 1985.
8. Ruyter I.E., and Svendsen S.A.: Remaining methacrylate groups in composite restorative materials. *Acta Odontol. Scand.*, 36: 75-82, 1978.

9. Tao L., and Pashley D.H.: Shear bond strengths to dentin: effects of surface treatments, depth and position. *Dent. Mater.*, 4:371-378, 1988.
10. Retief D.H., Gross J.D., Bradley E.L., and Denys F.R.: Tensile bond strengths of dentin bonding agents to dentin. *Dent. Mater.*, 2:72-77, 1986.
11. Bitter N.C.: Tannic acid for smear layer removal: Pilot study with scanning electron microscope. *J. Prosthet. Dent.*, 61:503-507, 1989.
12. Bowen R.L.: Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues. IV. Bonding to dentin, enamel, and fluorapatite improved by the use of a surface-active comonomer. *J. Dent. Res.*, 44:906-911, 1965.
13. Meryon S.D., Tobias R.S., and Jakeman K.J.: Smear removal agents: a quantitative study in vivo and in vitro. *J. Prosthet. Dent.*, 57:174-179, 1987.
14. Jodaikin A., and Auston J.C.: Smear layer removal with chelating agents after cavity preparation. *J. Prosthet. Dent.*, 46:171-174, 1981.
15. Peerlings R.H.J., Plasmans P.J.J.M., and Vrijhoef M.M.A.: Transverse resistance of composite resin restorations on dentin. *Dent. Mater.*, 5:27-30, 1989.
16. Brännström M., and Johnson G.: Effects of various conditioners and cleaning agents on prepared dentin surfaces: A scanning electron microscope investigation. *J. Prosthet. Dent.*, 31:422-430, 1974.
17. Gwinnett A.J., and Jendresen M.D.: Micro-morphologic features of cervical erosion after acid conditioning and its relation with composite resin. *J. Dent. Res.*, 57:543-549, 1978.
18. Berry E.A., William N.L., and Herrin H.K.: Dentin surface treatments for the removal of the smear layer: an SEM study. *J. Am. Dent. Assoc.*, 115:65-67, 1987.
19. Pashley D.H., Michelich V., and Kehl T.: Dentin permeability: effects of smear layer removal. *J. Prosthet. Dent.*, 46:531-537, 1981.
20. Pashley D.H.: Dentin-predentin complex and its permeability :physiologic overview. *J. Dent. Res.*, 64:613-620, 1985.
21. Hegdahl T., and Gjerdet N.R.: Dentin-predentin complex and its permeability: pathology and treatment overview. *J. Dent. Res.*, 64:621-627, 1985.
22. Dippel H.W., Borggreven J.M.P.M., and Hoppenbrouwers P.M.M.: Morphology and permeability of the dentinal smear layer. *J. Prosthet. Dent.*, 52:657-662, 1984.
23. Surmont P., Martens L., Mareels S., and Moors M.: A scanning electron microscopic and tensile bond strength evaluation of Gluma dentin bond application, as a function of dentinal pretreatment. *Dent. Mater.*, 5:224-229, 1989.
24. Ishioka S., and Caputo A.A.: Interaction between the dentinal smear layer and composite bond strength. *J. Prosthet. Dent.*, 61:180-184, 1989.
25. Yamaguchi R., Powers J.M., and Dennison J.B.: Parameters affecting in vitro bond strength of composites to enamel and dentin. *Dent. Mater.*, 5:153-156, 1989.
26. Pashley D.H., Andringa H.J., Derkson G.D., Derkson M.E., and Kalathoor S.R.: Regional variability in the permeability of human dentin. *Arch Oral Biol.*, 32:519-523, 1987.
27. Tao L., and Pashley D.H.: The relationship between dentin bond strengths and dentin permeability. *Dent. Mater.*, 5:133-139,

- 1989.
28. Tao L., Pashley D.H., and Boyd L.: Effect of different types of smear layers on dentin and enamel shear bond strengths. *Dent. Mater.*, 4:208-216, 1988.
 29. Causton B.E., Daymon M., and Johnson N.W.: The influence of mineralizing solutions on the bonding of composite restorations to dentin: pre-treatment with N-phenylglycine-glycidyl methacrylate adduct. *J. Dent. Res.*, 60:1321-1324, 1981.
 30. Causton B.E., and Johnson N.W.: The influence of mineralizing solutions on the bonding of composite restorations to dentin. Cyanoacrylate pre-treatment. *J. Dent. Res.*, 60:1315-1320, 1981.
 31. Bowen R.L.: Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues. XXII. The effects of a cleanser, mordant, and poly-SAC on adhesion between a composite resin and dentin. *J. Dent. Res.*, 59:809-814, 1980.
 32. Ichiki K.: Studies on bonding of light cured bonding agent to dentin. *J. Jpn. Soc. Dent. Mater.*, 8:818-831, 1989.
 33. Tagami J., Tao L., and Pashley D.H.: Correlation among dentin depth, permeability, and bond strength of adhesive resins. *Dent. Mater.*, 6:45-50, 1990.
 34. Pashley D.H., Kalathoor S., and Burnham D.: The effects of calcium hydroxide on dentin permeability. *J. Dent. Res.*, 65:417-420, 1986.
 35. Fukushi Y., and Fusayama T.: Effect of cyanoacrylate treatment of cavity walls. *J. Dent. Res.*, 59:662-669, 1980.
 36. Nation W., Jedrychowski J.R., and Caputo A.A.: Effects of surface treatments on the retention of restorative materials to dentin. *J. Prosthet. Dent.*, 44:638-641, 1980.
 37. Mair L.H.: An investigation into the permeability of composite materials using silver nitrate. *Dent. Mater.*, 5:109-114, 1989.
 38. Nystron G.P., Holtan J.R., Olin P.S., and Douglas W.H.: Technical note: fluoride pre-treatment effects on microleakage of a resin bonding agent. *Dent. Mater.*, 5:359-360, 1989.
 39. Bowen R.L.: Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues. 3. Bonding to dentin improved by pre-treatment and the use of surface-active comonomer. *J. Dent. Res.*, 44:903-905, 1965.
 40. Lee C.H., and Brauer G.M.: Oligomers with pendant isocyanate groups as adhesives for dentin and other tissues. *J. Dent. Res.*, 68:484-488, 1989.
 41. Bowen R.L., Cobb E.N., and Rapson J.E.: Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues: improvement in bond strength to dentin. *J. Dent. Res.*, 61:1070-1076, 1982.
 42. Munksgaard E.C., and Asmussen E.: Bond strength between dentin and restorative resins mediated by mixtures of HEMA and glutaraldehyde. *J. Dent. Res.*, 63:1087-1089, 1984.
 43. Lee C.H., Liu X.Q., and Gong X.Q.: Triazine monomers and their adhesion to dentin. *J. Dent. Res.*, 65:1402-1405, 1986.
 44. Brauer G.M., Jackson J.A., and Termini D.J.: Bonding of acrylic resins to dentin with 2 cyanoacrylate esters. *J. Dent. Res.*, 58:1900-1907, 1979.
 45. Fasbinder D.J., Burgess J.O., Robbins J.W., and Theobald D. : Tensile bond strength of dental adhesives to dentin and enamel. *Dent. Mater.*, 5:272-275, 1989.
 46. Inagaki A., Chigira H., Itoh K., and Waku-

- moto S. : Effects of self-etching primers on dentin. *Dent. Mater.*, 5:403-407, 1989.
47. Kanca J. III.: Microleakage of five dentin bonding systems. *Dent. Mater.*, 5:415-416, 1989.
 48. Eliades G.C., and Vougiouklakis G.J.: ³¹P-NMR study of P-based dental adhesives and electron probe microanalysis of simulated interfaces with dentin. *Dent. Mater.*, 5:101-108, 1989.
 49. Oden A., and Oilo G.: Tensile bond strength of dentin adhesives. *Dent. Mater.*, 2:207-213, 1986.
 50. Suzuki T., and Finger W.J.: Dentin adhesives: site of dentin vs. bonding of composite resin. *Dent. Mater.*, 4:379-383, 1988.
 51. Hasegawa T., Manabe A., Itoh K., and Wakumoto S. : Bonding stability and shelf life of GLUMA. *Dent. Mater.*, 5:150-152, 1989.
 52. Hansen E.K., and Munksgaard E.C.: Saliva contamination vs. efficacy of dentin-bonding agents. *Dent. Mater.*, 5:329-333, 1989.
 53. Chan D.C.N., Reinhardt J.W., and Boyer D.B.: Composite resin compatibility and bond longevity of a dentin bonding agent. *J. Dent. Res.*, 64:1402-1404, 1985.
 54. Pashley E.L., Tao L., Darkson G., and Pashley D.H.: Dentin permeability and bond strengths after various surface treatments. *Dent. Mater.*, 5:375-378, 1989.
 55. Finger W.J., Manabe A., and Alker B.: Dentin surface roughness vs. bond strength of dentin adhesives. *Dent. Mater.*, 5:319-323, 1989.
 56. Bowen R.L., Nemoto K., and Rapson J.E.: Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues: forces developing in composite materials during hardening. *J. Am. Dent. Assoc.*, 106:475-477, 1983.
 57. Davidson C.L., de Gee A.J., and Feilzer A. : The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J. Dent. Res.*, 63:1396-1399, 1984.
 58. Feilzer A.J., De Gee A.J., and Davidson C.L.: Increased wall to wall curing contraction in thin bonded resin layers. *J. Dent. Res.*, 68:48-50, 1989.
 59. Davidson C.L., Van Zeghbroeck L., and Feilzer A.J.: Destructive stresses in adhesive luting cements. *J. Dent. Res.*, 70: 880-882, 1991.
 60. Bowen R.L., Rapson J.E., and Dickson G. : Hardening shrinkage and hygroscopic expansion of composite resins. *J. Dent. Res.*, 61:645-, 1982.
 61. Komatsu M., and Finger W.: Dentin bonding agent. Correlation of early bond strength with margin gaps. *Dent. Mater.*, 2:257-262, 1986.
 62. Zidan O., and Aljabab A.: Evaluation of the bond mediated by eight DBA's to enamel and dentin. *Dent. Mater.*, 6: 158-161, 1990.
 63. Henderson L.J., and Chantler P., Soh G.: Gluma dentin adhesive: Effectiveness and shelf life. *Dent. Mater.*, 5:306-309, 1989.
 64. Zidan O., Gomez-Marin O., and Tsuchiya T.: A comparative study of the effects of dentinal bonding agents and application techniques on marginal gaps in Class V cavities. *J. Dent. Res.*, 66:716-721, 1987.
 65. Suzuki M., Gwinnett A.J., and Jordan R.E.: Relationship between composite resins and dentin treated with bonding agents. *J. Am. Dent. Assoc.*, 118:75-77, 1989.
 66. Hansen E.K., and Asmussen E.: Marginal adaptation of posterior resins : effect of

- dentin-bonding agent and hygroscopic expansion. *Dent. Mater.*, 5:122-126, 1989.
67. Torstenson E., and Oden M. : Effects of bonding agents and incremental techniques on minimizing contraction gaps around resin composites. *Dent. Mater.*, 5:218-223, 1989.
 68. Van Dijken J.W.V., and Horstedt P.: The effects of GLUMA and GLUMA/Scotch-bond on in vivo marginal adaptation of a composite resin to dentin. *Dent. Mater.*, 5:165-167, 1989.
 69. Munksgaard E.C., and Irie M.: Effect of load-cycling on bond between composite fillings and dentin established by Gluma and various resins. *Scand. J. Dent. Res.*, 96:579-583, 1988.
 70. Park S.J., Choi H.Y., and Park S.J.: An experimental study on the tensile strength of composite resin to etched dentin surface. *Kyung Hee Univ. Dent. J.*, 4:343-350, 1982.
 71. Cho J.H., Choi H.Y., Min B.S., and Park S.J.: Morphological changes of dentin surface treated with various dentin surface conditioners. *Kyung Hee Univ. Dent. J.*, 10:173-, 1988.
 72. Sullivan B.P.O., Johnson P.F., Blosser R.L., Rupp N.W., and Li S.H.: Bond strength of a luting composite to dentin with different bonding systems. *J. Prosthet. Dent.*, 58: 171-175, 1987.
 73. Pashley D.H., Derkson G.D., Tao L., Derkson M., and Kalathoor S.: The effects of a multi-step dentin bonding system on dentin permeability. *Dent. Mater.*, 4:60-63, 1988.
 74. Hansen E.K., Munksgaard E.C., and Asmussen E.: Improved efficacy of some phosphate-based dentin-bonding agents. *Dent. Mater.*, 5:334-338, 1989.
 75. Munksgaard E.C., and Asmussen E.: Dentin-Polymer bond mediated by Glutaraldehyde. *Scand. J. Dent. Res.*, 93:463-466, 1985.
 76. Jorgensen K.D., Itoh K., Munksgaard E.C., and Asmussen E.: Composite wall-to-wall polymerization contraction in dentin cavities treated with various bonding agents. *Scand. J. Dent. Res.*, 93:276-, 1985.
 77. Nagata K., Lundeen T.F., and Turner D.T.: Improved photochemical bonding of composites to dentin using 4 methacryloxyethyl trimellitate anhydride. *J. Bio. Mater. Res.*, 18:1089-1103, 1984.
 78. Hasegawa T., Manabe A., Itoh K., and Wakumoto S.: Investigation of self-etching dentin primers. *Dent. Mater.*, 5:408-410, 1989.
 79. Munksgaard E.C., Itoh K., Asmussen E., and Jorgensen K.D.: Effect of combining dentin bonding agents. *Scand. J. Dent. Res.*, 93:377-380, 1985.
 80. Van Noor R., Cardew G.E., Howard I.C., and Noroozi S.: The effect of local interfacial ceometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. *J. Dent. Res.*, 70:889-893, 1991.

— ABSTRACT —

STUDIES ON THE BOND BETWEEN COMPOSITE RESIN AND DENTIN TREATED BY DENTIN BONDING AGENTS

Dong - Ho Youn, D. M. S., M. S. D., Sang - Jin Park, D. D. S., M. S. D., Ph. D.

Department of Operative Dentistry, College of Dentistry, Kyung Hee University

The purpose of this study was to compare the shear bond strengths to ground dentin surfaces of four dentinal bonding agents in 193 teeth. Various dentin surfaces treated with four dentin bonding agents were attached with two restorative composite resins. The effectiveness of the bonding were tested by the monitoring the shear bond strength. The shear bond strengths were measured after 2 hours and 24 hours after surface conditioning with four dentin bonding agents. Effects of EDTA, the additive illumination, and sealer treatments without primer on bond strength to dentin surfaces were assessed. In addition the effects of the thickness of specimens ranging from 0.65 mm to 1.95 mm and the ratio of catalyst and base paste on the bond strength of chemical cure composite resin were estimated. The shear bond strength was determined by testing specimens in the Instron universal testing machine (Model No. 1122) at a crosshead speed of 1.0 mm/min.

Following conclusions were drawn:

1. The highest mean shear bond strengths of chemical cure composite resin to dentin conditioning with dentin bonding agents aged 2 hours were obtained, and then that was decreased with time followed by EDTA treatment.
2. In light cure composite resin, the shear bond strength was increased following dentin conditioning with bonding agents with time, irradiation time and EDTA treatment except in SB group.
3. The thicker the composite resin specimen was, the less the shear bond strength in chemical cure composite resin was.
4. In light cure composite resin, there was a little change in shear bond strength following dentin conditioning with bonding agents.
5. In chemical cure composite resin, the shear bond strength was the highest in the ratio of 1/1 of catalyst and base part.
6. Without a dentin primer, shear bond strength to dentin conditioned only with UB sealer was the highest among four sealers in light cure composite resin.