

## Bovine teeth에 대한 수 증 상아질 접착제의 미세인장결합강도

송은주 · 김재문 · 김 신 · 정태성

부산대학교 치의학전문대학원 소아치과학교실

### 국문초록

전통적인 3단계 total-etching 시스템인 제 4세대 상아질 접착제로부터 술식의 단순화를 이루며 진화한 제 5, 6세대 및 최근에 소개된 제 7세대 상아질 접착제를 상아질 표면처리방식과 적용단계별로 구분하여 bovine teeth 상아질에 대한 미세인장결합강도를 측정하여 그 효용성을 비교평가하였다.

Bovine incisor의 상아질 표면을 노출시키고, 적절한 표면처리 후 제조사의 지시에 따라 5종의 상아질 접착제: 제 4세대로 Scotch Bond™ Multipurpose(3M ESPE, USA), Adper™ Single Bond 2(3M ESPE, USA), 제 5세대 Clearfil® SE Bond(KURARAY, JAPAN), 제 6세대 AQ Bond™(SUN MEDICAL, JAPAN), 제 7세대 Clearfil® tri-S Bond(KURARAY, JAPAN)를 각각 적용하여 미세인장결합강도를 측정하고 접착계면의 파절양상을 관찰하였다.

연구결과 미세인장결합강도는 Clearfil® SE Bond군에서 가장 높았으며 다음으로 Scotch Bond™ Multipurpose군, Adper™ Single Bond 2군, AQ Bond™군, Clearfil® tri-S Bond군의 순으로 나타났다. 계면의 파절양상은 상대적으로 미세인장강도가 높게 나타난 Scotch Bond™ Multipurpose, Adper™ Single Bond2, Clearfil® SE Bond군은 레진의 응집성 파절이 많이 발생하였고 상대적으로 미세인장강도가 낮은 AQ Bond™, Clearfil® tri-S Bond 군의 경우에는 대부분 접착성 파절이 관찰되었다.

이상의 결과를 종합하면 상아질 접착제의 미세인장결합강도는 각 접착시스템별로 다소의 차이를 보이며, 특히 제 6, 7세대 상아질 접착제가 이전 세대보다 낮은 것으로 나타났다.

**주요어** : 미세인장결합강도, Bovine teeth, 상아질 접착제

### I. 서 론

1955년 Buonocore<sup>1)</sup>는 사람의 법랑질을 85% 인산으로 30초간 부식시킨 후 아크릴릭 레진을 접착시켜 높은 접착력을 얻었다고 보고하였는데, 이것이 접착 치과학의 시초가 되었고, 이후 접착 시스템은 지속적인 개발을 통해 발전을 거듭하고 있다.

법랑질에 대한 접착은 산부식을 통해 표면의 미세 다공성을 부여하고 접착성 단량체가 침투하여 미세기계적으로 유지되는 것으로 임상적으로 신뢰할 만한 수준에 이르렀다. 그러나 치료 술식에 따라 법랑질만을 대상으로 하는 경우도 있으나 대부분의 치료가 법랑질 및 상아질을 동시에 다루며 특히 외연 부위가 법랑질이 아닌 경우도 있다. 조직학적으로 상아질은 법랑질에 비해 많은 유기질을 포함하고 있으며, 상아세관의 미세구조와 광화 및 습윤의 정도에 따라 다양한 접착의 양태를 보이기 때문에 상아질 접착은 법랑질에 비해 어렵고 예측하기 힘들다<sup>2)</sup>.

상아질에 대한 복합레진의 접착 과정은 기본적으로 산부식 처리를 포함한 치면 컨디셔닝(conditioning), 프라이밍(priming), 접착(bonding)의 3단계를 통하여 이루어진다. 상아질층

교신저자 : 정 태 성

부산광역시 서구 아미동 1-10번지

부산대학교 치의학전문대학원 소아치과학교실

Tel: 051-240-7451 Fax: 051-247-0740

E-mail: tsjeong@pusan.ac.kr

의 기계적 삭제 후 형성된 도말층(smear layer)이 산부식 등에 의해 제거되면 상아질 표면에 노출된 교원질이 과건조 또는 탈수로 인하여 3차원적 구조가 붕괴되고 결합강도가 저하되므로 적절한 수분의 유지가 필요하다<sup>3)</sup>. 이러한 상아질 접착과정에서 접착단계를 간편화하는 것은 시간을 단축시킬 뿐 아니라 기술적 민감성을 줄이는 장점을 가지고 있다. 이러한 시도로 개발된 제 5세대 접착 시스템<sup>4)</sup>의 첫 번째 형태로는 단일병 접착 시스템(one-bottle system, self-priming adhesive)으로 범랑질과 상아질을 동시에 산부식(total etching)한 후 프라이머와 접착제를 혼합하여 단일병 형태로 적용하는 방법이다<sup>5)</sup>. 제 5세대 접착제의 다른 형태는 자가 산부식 시스템(self-etching system)으로서 산부식과 프라이밍이 동시에 이루어지고 그 후에 접착제를 도포하는 시스템이다<sup>6)</sup>. 이 방법은 술식을 간편하게 하는 동시에 상아질 표면에서 교원질 수축의 위험을 줄여 습윤 접착시의 모호함과 과도한 산부식으로 인한 결합력 약화 등의 시술시 발생할 수 있는 문제점을 최소화 할 수 있는 장점을 가지고 있다.

이후 연속적으로 개발된 제 6세대 접착제는 접착 과정이 더욱 단순화된 단일 단계 접착 시스템을 채용하고 있으며, 대개의 경우 2개의 용기에 따로 보관되어 있고 사용직전에 혼합하여 도포한다. 이러한 형태는 제 5세대 자가 산부식 시스템의 변형으로 볼 수 있으며 장점으로 기존의 산부식, 프라이밍, 본딩의 세 가지 단계를 base와 catalyst를 혼합 한 후 한 번에 적용함으로써 적용 단계를 단순화한 것을 들 수 있다<sup>7)</sup>.

최근에 Freedman<sup>8)</sup>은 접착과정을 더욱 단순화 하여 용액 별도의 혼합과정이 필요 없는 자가부식형 접착제를 제 7세대 상아질 접착제라고 명명하였다. 이 방법은 술식의 간편성으로 소아나 유아에게 적용하기 쉬운 장점이 있으나 복잡한 구강 내 환경 및 기존의 상아질 접착제와 비교, 평가를 통한 유용성에 대해서는 논쟁의 여지가 있는 것이 사실이다.

이 연구에서는 전통적인 3단계 total-etching 시스템인 제 4세대 상아질 접착제로부터 술식의 단순화를 이루며 진화한 제 5, 6세대 및 최근에 소개되어 임상사용이 증가하고 있는 제 7세대 상아질 접착제를 bovine teeth 상아질에 적용 후 미세인장결합강도를 측정하고 파절 양상을 평가함으로써 임상환경에서 상아질 접착제의 효용성을 간접적으로 평가하고 임상응용에 대한 기초 자료를 제공하고자 하였다.

## II. 연구재료 및 방법

### 1. 연구재료 및 시편제작

발거 후 1개월이 경과하지 않은 상태로 냉동 증류수에 보관된 5개의 bovine lower incisor순면을 피착 재료로 사용하였다. 제 4세대부터 제 7세대 상아질 접착제 5종을 실험에 사용하였으며 접착술식에 따라 다음과 같은 군으로 세분하였다: SM군; Scotch Bond™ Multipurpose(3M ESPE, USA), SB군;

Adper™ Single Bond 2(3M ESPE, USA), SE군; Clearfil® SE Bond(KURARAY, JAPAN), AQ군; AQ Bond™(SUN MEDICAL, JAPAN), TS군; Clearfil® tri-S Bond(KURARAY, JAPAN)실험에 사용된 상아질 접착 시스템의 종류와 성분은 Table 1에 나타나 있다. 적층용 복합레진으로 Z-250(3M ESPE, St Paul, MN, USA, Shade A2)를 사용하였다.

편평한 상아질 표면 획득을 위해 치아 순면은 상아질이 노출되도록 trimmer를 이용하여 삭제한 후, 600-grit 실리콘 카바이드(SiC) 페이퍼를 이용하여 최종 연마하였다. 시편제작을 위하여 각각의 상아질 접착제를 준비된 bovine teeth 상아질 면에 제조사의 지시에 따라 각각 접착제를 적용하고(Table 2), 상부에 2 mm 높이의 복합레진을 2회 적층하여 총 4 mm 높이의 레진 블록을 축조하였다. 복합레진과 결합된 시편을 37°C 증류수에 24 시간 동안 보관 후 저속 diamond saw(Isomet, Buehler, U.S.A.)를 이용하여 단면적이 1 mm<sup>2</sup>가 되도록 절단하여 시편을 제작하였다(Fig. 1).

### 2. 미세인장결합강도 측정

완성된 시편은 미세인장강도 측정에 앞서 37°C의 증류수에 48시간 동안 보관하였다. 미세인장강도 측정 전에 시편 단면적의 차이에 의한 오차를 보정하기 위하여 시편 밑면의 가로, 세로 길이를 digital calipers를 이용하여 1/100 mm까지 계측하여 기록하였다. 수분을 제거한 시편은 만능시험기(EZ Tester, Shimadzu, Japan)를 이용하여 1.0 mm/min의 cross head speed로 인장력을 가하고 레진-치면 결합 파괴에 필요한 힘은 Kgf로, 인장 강도는 MPa로 표시하였다(Fig. 2).

### 3. 레진-치면 결합 파괴 유형 판별

미세결합강도 측정 후 파절 면은 공기로 건조시킨 후 각 접착계면에서의 파절 부위를 광학현미경(Nikon SMZ-U, Japan)으로 관찰하고 파절양상을 다음과 같이 분류하였다.

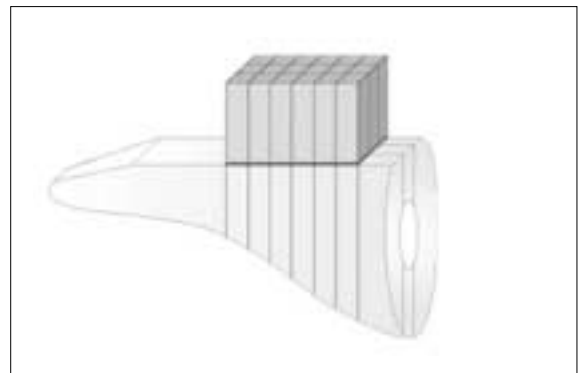


Fig. 1. Schematic drawing of specimen preparation.

**Table 1.** The composition of adhesive systems used in this study

Materials	Code	Generation	Composition	Manufacture
Scotch Bond™ Multipurpose	SM	4th	Etchant: 35% phosphoric acid Primer: HEMA, water, Copolymer of polyalkenoic acid Adhesive: Bis-GMA, HEMA, CQ	3M ESPE. St. Paul. MN, USA
Adper™ Single Bond2	SB	5th	Etchant: 35% phosphoric acid Adhesive: HEMA, Bis-GMA, Water, UDMA, Polyalkenoic acid copolymer, Ethanol, filler(5 mm, 10%)	3M ESPE. St. Paul. MN, USA
Clearfil® SE Bond	SE	5th	Primer: MDP, HEMA, hydrophilic dimethacrylate, dl-camphroquinone, N-N-diethanol-p-toluidine, water Bond: MDP, HEMA, bis-GMA, hydrophobic dimethacrylate, dl-camphroquinone, N-N-diethanol-p-toluidine, silanated colloidal silica	Kuraray Dental. Osaka, Japan
AQ Bond™	AQ	6th	Base: 4-META, UDMA, water, acetone, initiator Sponge: PTS, polyurethane foam	Sun Medical Co. Ltd Moriyama, shiga, Japan
Clearfil® tri-S Bond	TS	7th	10-MDP, HEMA, bis-GMA, hydrophobic dimethacrylate, dl-camphroquinone, ethyl alcohol, water, silanated colloidal silica	Kuraray Dental. Osaka, Japan

**Table 2.** Instructions for adhesive systems used in this study

Approach	No. of steps	Materials	Code	application step		
				1 <sup>st</sup>	2 <sup>nd</sup>	3 <sup>rd</sup>
Total-etching	3 steps	Scotch Bond™ Multipurpose	SM	etching for 15s, rinse for 10s, gently air dry for 3s	primer	adhesive
	2 steps	Adper™ Single Bond2	SB	etching for 15s, rinse for 10s, gently air dry for 3s	adhesive apply for 10s	
Self-etching	2 steps	Clearfil® SE Bond	SE	primer apply for 20s air dry	adhesive apply for 10s	
	1 step	AQ Bond™	AQ	AQ sponge + Base 1 drop 1st coat for 20s gently air blow for 3-5s 2nd coat air blow for 5-10s		
	1 step	Clearfil® tri-S Bond	TS	adhesive apply for 20s strong air blow for 5s		

A(Adhesive) : 상아질과 접착제 사이의 계면에서 접착성 파절이 발생한 경우

R(Resin) : 레진 내에서 응집성 파절이 발생한 경우

D(Dentin) : 상아질 내에서 응집성 파절이 발생한 경우

4. 주사전자현미경 관찰

미세인장결합강도 측정을 위하여 복합레진과 결합된 시편을 노출된 상아질면에 수직으로 절단하여 상아질과 복합레진의 접착부분을 노출시킨다. 다음으로 에폭시 레진에 포매 후 1500, 2000 grit SiC 페이퍼와 ZnO분말을 이용하여 연마하고 초음파 세척기에 5 분 동안 세척하여 최종 시편을 준비하였다. 주사전자현미경 관찰에 앞서 인산으로 5 초간 산부식, 5% NaOCl로 5 분간 처리 후 시편을 완전히 건조시켰다. 치아-복합레진

절단면과 미세인장결합강도 측정을 마친 시편의 상아질측, 복합레진측 파절면을 aluminium stub에 mounting하고 진공상태로 gold sputter하여 주사전자현미경(S-2400, HITACHI, Japan)하에서 혼성층의 양태 및 레진 태그의 형태와 상아질 내 침투 양상을 관찰하였다.

5. 통계처리

실험에 의해 얻어진 미세인장결합강도 값을 개별 실험군의 평균값과 표준편차를 환산한 뒤 통계분석 프로그램인 SAS에서 일원변량분석(one-way ANOVA)을 이용하여 각 군 간의 유의성을 검정하고 유의수준 5%에서 Tukey HSD으로 사후 검정하였다.

Ⅲ. 연구 성적

1. 미세인장결합강도 측정

측정된 각 군의 미세인장결합강도는 Table 3 및 Fig. 3과 같다. 미세인장결합강도는 SE, SM, SB, AQ, TS군 순으로 높은 것으로 나타났다. SE군과 SM군 간에는 유의한 차이가 인정되지 않았으나 두 군 모두 SB, AQ, TS군 보다 미세인장결합강도가 유의하게 높은 것으로 나타났다(p<0.05). 또 AQ, TS군은 SE, SM, SB군 보다 미세인장결합강도가 유의하게 낮은 것으로 나타났다(p<0.05).

2. 레진-치면 결합 파괴면의 유형

인장력에 의한 레진과 치면의 결합부위 파절 양상은 Table 3과 같다. 미세인장결합강도가 상대적으로 높게 나타난 SM, SB, SE군에서는 응집성 파절이 높은 비율로 나타났으며, 상대



Fig. 2. Measurement of microtensile bond strength on universal testing machine.

Table 3. Mean microtensile bond strength( $\mu$ TBS) and mode of fracture

Approach	No. of steps	code	Mean $\mu$ TBS $\pm$ SD(MPa)	Mode of fracture			
				A (%)	R (%)	D (%)	Total (%)
Total-etching	3 steps	SM	48.32 $\pm$ 8.79 <sup>a</sup>	15 (42.9)	8 (22.9)	12 (34.2)	35 (100)
	2 steps	SB	40.25 $\pm$ 8.48 <sup>b</sup>	12 (38.7)	1 (3.2)	18 (58.1)	31 (100)
Self-etching	2 steps	SE	51.34 $\pm$ 11.20 <sup>a</sup>	16 (51.6)	3 (9.6)	12 (38.8)	31 (100)
		AQ	25.50 $\pm$ 9.63 <sup>c</sup>	24 (72.7)	0 (0.0)	9 (27.3)	33 (100)
	1 step	TS	24.04 $\pm$ 8.31 <sup>c</sup>	22 (100.0)	0 (0.0)	0 (0.0)	22 (100)

Superscripts of the same letter indicate values of no statistical significant difference

Mode of fracture : A, Adhesive failure; R, Cohesive failure in resin; D, Cohesive failure in dentin

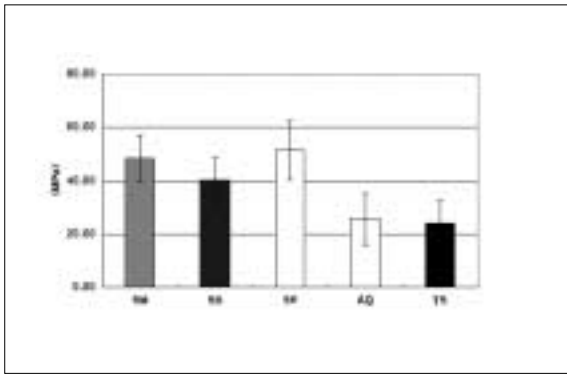


Fig. 3. Microtensile bond strength of adhesives on bovine dentin surface.

적으로 미세인장결합강도가 낮은 AQ, TS군에서는 응집성 파절이 낮은 비율로 나타났다. 또한 가장 낮은 미세인장결합강도를 보인 TS군에서는 혼합형 파절을 포함한 접착성 파절만 관찰되었다.

#### IV. 총괄 및 고찰

치아에 대한 수복제 등의 접착 기술은 50년 전 처음 도입된 이후 지속적인 연구와 개발을 통하여 빠른 속도로 발전하고 있다. 치아의 상아질 접착기술은 상아질 표면 처리 방식에 따라 total-etching system과 self-etching system의 두 가지 접근 방법이 있고, 최근에는 적용 단계의 단순화를 위한 노력이 진행되고 있다<sup>9)</sup>. 첫 번째 상아질 처리 방식은 total-etching개념으로 산부식제로 치면 삭제 후 남아있는 도말층을 완전히 제거하여 법랑질과 상아질을 인산으로 일괄 처리하는<sup>10)</sup> 방법으로 제 4 및 5세대 단일병(one-bottle) 접착 시스템의 상아질 접착제에서 채택하고 있는 상아질 처리 방식이다. 이는 과도하게 상아질을 부식시킬 수 있다는 점에서 처음에는 받아들여지기 힘든 개념이었으나 이중기능성(bi-functional) 프라이머의 도입과 함께 상아질에 대한 접착은 신뢰성이 크게 향상되어 점차 상아질 접착에 대한 성공적인 결과가 보고 되었다<sup>11)</sup>. 탈회된 상아질내로 레진이 침투하여 혼성층(hybrid layer)이 형성되는데, 이는 1982년 Nakabayashi 등<sup>12)</sup>에 의해 처음으로 자세히 보고 되었다. 이 과정에서 산부식제의 수세 후, 교원섬유의 붕괴를 막고 레진이 침투할 수 있는 환경을 만들기 위한 습윤 상태의 유지가 필수적이며, 이를 습윤 접착법(wet-bonding)이라고 한다. 다른 상아질 처리 방식은 self-etching system으로 산부식-프라이머-접착제 도포의 과정 중 산부식-프라이머를 단일 과정으로 처리한 상태로 접착제를 도포하는 것이다. 습윤 접착의 모호함을 배제하고, 수세 건조 과정이 없으므로 환자의 불편감을 줄이며, 상아세관액의 이동을 감소시키고, 교원질의 탈수를 막으며, 탈회층과 레진침투층간에 발생하는 nanoleakage<sup>13)</sup>가 없는 장점을 갖는다.

단일단계적용시스템(all-in-one)은 자가 산부식 시스템을 기초로 하여 모든 단계를 일체화하여 상아질 접착 술식을 획기적으로 간편화 한 제품이다. Dunn<sup>14)</sup>은 접착 술식의 단순화로 술자의 임상 술식에 따른 차이를 감소시킬 수 있고, 전단결합강도와 변연부 봉쇄 등의 특성은 제 5세대와 제 6세대 상아질 접착제 간에 큰 차이가 없다고 보고한 바 있다. 이 등<sup>15)</sup>에 의한 제 7세대 상아질 접착제의 미세누출에 관한 연구에 의하면 제 7세대 상아질 접착제가 통계적으로 유의하지 않으나 이전세대와 비교하여 미세누출의 증가를 보였으며, 제 4세대 상아질 접착제와 비교 시 미세누출이 유의하게 증가하였다고 보고한 바 있다.

이 연구에서는 상아질 표면 처리방식과 적용방법이 다른 제 4세대부터 제 7세대 상아질 접착제를 사용하여 bovine teeth에 대한 미세인장결합강도 및 파절양상을 관찰하였다. 통상 사람의 치아을 이용한 연구에서 발거한 치아는 보존기간, 보존 상태, 보존액의 사용유무 등의 여러 가지 환경조건에 따라 화학적 및 생리적 변화를 겪게 되며 이것은 실험 결과에 영향을 미칠 수 있다. 즉, 발거 후 경과한 시간과 상아질 접착력 간에는 상관관계가 있으며, 발거한 직후의 치아보다 발거한지 오래된 치아에서 결합력이 높게 나타난다고 보고한 바 있다<sup>16)</sup>. 또 사람의 치아를 이용한 대부분의 *in vitro* 실험에서 나타날 수 있는 오류, 즉 발거되는 시점의 연령에 따른 상아세관의 미세구조 차이, 보존 기간 및 보존 조건의 차이 등에서 발생할 수 있는 오차를 최대한 배제하기 위한 노력이 필요하다. 기본적으로 모든 포유류의 치아는 조직학 및 비교 해부학 연구에서 근본적으로 유사하며<sup>17)</sup>, Nakamichi 등<sup>16)</sup>은 법랑질과 천부 상아질층(superficial dentin layer)에 대한 접착 실험에서 비록 bovine teeth의 결과치가 약간 낮게 나타나기는 하지만 통계적인 차이가 없어 사람 치아의 대응으로 결합력 실험에 유용하게 쓰일 수 있다고 보고 하였다. Bovine teeth를 실험재료로 사용할 때에는 주로 절치가 선호되는데, Schilke 등<sup>18)</sup>에 의하면 구치부 치아 열구의 복잡한 구조로 치관부 상아질의 적절한 길이를 얻기 어렵기 때문이라고 하였다. 따라서 이 연구에서는 사람의 치아를 이용한 실험에서 발생할 수 있는 오차를 배제하기 위한 노력의 일환으로 도살후 1개월이 경과하지 않은 2세 전후의 bovine incisor teeth를 실험재료로 사용하였다.

사람의 치아를 사용한 실험과 비교해 보면 bovine teeth의 경우 한 개의 치아에서 제작할 수 있는 시편의 개수는 더 많았으나, 응집성 파절비율이 높아 통계처리의 균질성 확보를 위하여 응집성 파절 양상이 많았던 군의 시편을 추가로 제작해야 하는 등의 어려움이 있었다. 그러나 실험 결과가 사람의 치아를 이용한 선행 연구자들의 결과와 유사하게 나타나고<sup>19,20)</sup>, 실험 결과자료의 안정성이 높아 군 당 표준편차 차이가 적고 실험적 오차를 줄이는 측면에서는 bovine teeth가 더 유용할 것으로 생각된다.

상아질 접착제를 평가하기 위해 다양한 실험실적 검사방법들이 시행되고 있으며, 이 중 결합강도 검사법은 치질에 대한 접

착력을 평가하는데 있어서 효과적인 방법 중 하나로 흔히 이용되고 있다<sup>21)</sup>. 여러 연구에서 접착 시스템의 결합력을 측정하기 위해 간단한 형태의 전단강도 시험이나 인장강도 시험을 사용했다. 기존의 방법은 측정되는 시편 계면의 면적이 넓었으나 미세인장결합강도 시험은 시편을 최소 면적으로 만들게 되어 이론적으로 시편에 스트레스를 더욱 일정하게 분산시키도록 고안되었다<sup>22)</sup>. Pashely 등<sup>23)</sup>은 미세인장결합강도 시험은 시편의 균열(crack)형성을 발생시키는 국소적인 스트레스 집중을 발생시키는 내부적인 요소를 줄여줌으로써 기존의 시험방법에서 나타났던 낮은 수치에서 발생하던 응집성 파절의 가능성을 줄이게 되어 더 높은 결합력을 보인다고 하였다. Phrukkanon 등<sup>24)</sup>은 시편의 모양과 접착면적에 따른 미세인장결합강도는 시편의 모양에 따라 차이가 없었으나 1.1 mm<sup>2</sup>의 접착면적을 가진 시편이 3.1 mm<sup>2</sup>의 접착면적을 가진 시편에 비해 통계적으로 높게 나타났다고 보고하였다. 따라서 이 연구에서도 단면적 1 mm<sup>2</sup>으로 제작하여 실험에 사용하였다.

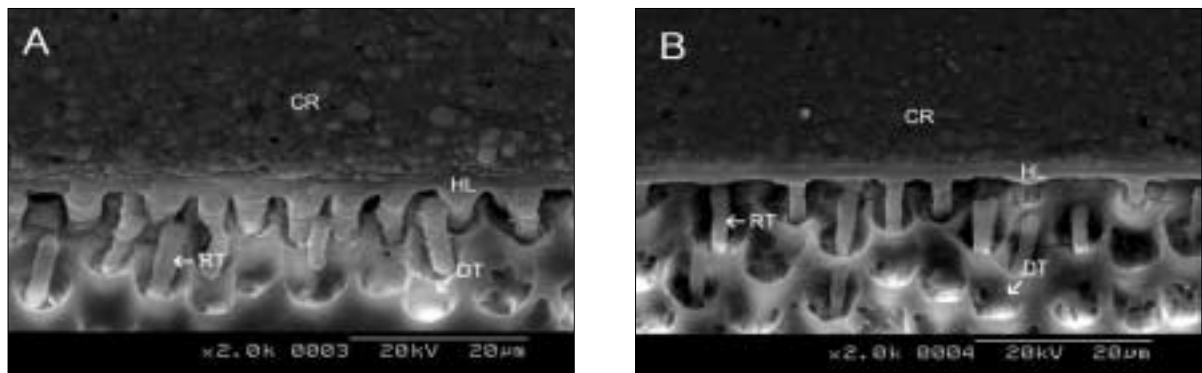
이 실험에서 측정된 미세인장결합강도를 토대로 고찰해보면 단일단계적용시스템(all-in-one)의 미세인장결합강도가 2단계나 3단계의 적용시스템에 비해 낮게 나타났다. 또한 동일한 상아질 컨디셔닝 시스템에서도 단순화된 적용시스템이 더 낮은 미세인장결합강도를 나타내었다. 즉 total-etch 시스템의 경우 2단계 적용시스템이 3단계 적용시스템에 비해 미세인장결합강도가 낮게 나타났으며, self-etch 시스템에서도 1단계 적용시스템이 2단계 적용시스템보다 미세인장결합강도가 낮게 나타났다. 따라서 제 5세대는 상아질 접착력의 손상 없이 적용단계를 간편화한 효과를 볼 수 있었으나, 단일단계적용시스템(all-in-one) 즉, 제 6세대와 제 7세대의 상아질 접착제의 경우 획기적인 적용 간편화라는 장점에도 불구하고 접착 효율 면에서 이전 세대에 비해 인장결합강도가 저하된 것을 관찰 할 수 있었다.

또 제 5세대 단일병 형태의 상아질 접착제인 Adper™ Single

Bond 2의 미세인장결합강도가 제 4세대의 Scotch Bond™ Multipurpose나 제 5세대 중 자가산부식시스템을 사용하는 Clearfil® SE Bond군에 비해 낮은 것으로 나타났으나, Soares 등<sup>25)</sup>은 오히려 Clearfil® SE Bond보다 Adper™ Single Bond 2의 미세인장결합강도가 더 높다고 보고하였다. 이와 같은 차이는 상아질 습윤정도를 조절하는 문제가 임상에서 뿐만 아니라 in vitro 실험에서도 중요한 변수로 작용하는 것으로 생각된다.

이 실험에서 관찰된 바에 의하면 이전 세대의 상아질 접착제에 비해 제 6세대 및 제 7세대 접착제, 즉 단일단계적용시스템의 상아질 접착제의 미세인장결합강도가 낮은 것으로 나타났다. 그 이유로는 다음과 같은 것을 들 수 있다. 먼저, 레진 및 부속 재료를 치아에 효과적으로 접착시키기 위한 접착제에는 젖음성, 산도, 투과능, 강도 등 여러 가지 물성이 요구되는데<sup>26)</sup>, 이러한 성질을 단일한 화학적 구성으로 얻는다는 것은 극히 힘든 일이다. Swift 등<sup>27)</sup>도 범랑질과 상아질을 일괄 처리하는 제 6세대 접착제의 경우 이전의 접착제와 비교해서 젖음성과 안정성 등이 다소 떨어지고 전체적인 접착 능력이 감소하는 것으로 보고한 바 있다. 또한 Pashley<sup>28)</sup>는 친수성인 단일 단계 자가 부식 시스템은 물을 잘 흡수하여 water-filled channels(water tree)를 형성할 수 있는데 이 경우 결합력은 매우 낮아진다고 하였다. 단일단계 적용시스템의 상아질 접착제가 다른 실험군에 비해 낮은 미세인장결합강도를 나타낸 이 연구의 결과는 선행들의 보고와 대부분 일치하는 결과를 보였다.

접착계면의 파절양상을 관찰한 연구에서 G. Leloup 등<sup>29)</sup>은 결합 강도가 높을수록 레진이나 상아질 내부에서 발생하는 응집성 파절이 일어나는 비율이 높아진다고 하였는데, 본 연구에서도 미세인장결합강도가 상대적으로 높은 Scotch Bond™ Multipurpose, Adper™ Single Bond 2, Clearfil® SE Bond군의 경우 상대적으로 높은 응집성 파절 비율을 보였다. 또한



**Fig. 4.** SEM photograph of bonded surface (×2,000).  
 A: SB group, B: SE group.  
 The thickness of hybrid layer was 3-5 μm(A) and 1-2 μm(B).  
 CR, Composite Resin; HL, Hybrid Layer; RT, Resin Tag; DT, Dentinal Tubule

De Munk 등<sup>30)</sup>이 3종의 단일단계접착제의 상아질에 대한 평균 미세인장결합강도는 15.5 MPa에서 23.0 MPa의 범위로 나타났고, 대부분의 시편에서 접착성 파절이 나타났다고 보고한 바와 같이 결합강도가 상대적으로 낮은 AQ bond™, Clearfil® tri-S bond 군의 경우에는 상대적으로 높은 접착성 파절 비율을 보였다.

치아와 접착제의 계면에서 생성되는 혼성층의 영향에 대한 관찰 결과, Nakabayashi 등<sup>12)</sup>은 상아질 접착강도는 산부식 후 상아세관 내부로 침투하는 레진 태그(Tag)의 형성에 의해 전체 접착강도의 1/3이, 그리고 관간 상아질의 혼성층 형성이 접착강도의 2/3을 담당하는 것으로 보고하였다. Nakabayashi<sup>31)</sup>는 다른 연구에서 상아질에 대한 접착을 강화를 위한 두꺼운 혼성층을 형성하기 위해서는 모노머의 침투성과 상아질의 모노머 확산성이 매우 중요하고, 기존 접착시스템의 경우, 산처리 및 그 이후에 사용되는 프라이머의 역할이 중요하다고 하였다. 초기 접착시스템에서 상아세관 내로 들어간 레진은 레진 태그를 형성하지만 중합과정에서 수축하여 상아세관벽과 강력한 결합을 얻지 못하였다. 관간 상아질에서의 레진의 침투에 의한 혼성층의 형성이 상아질 접착에 중요한 것과 같이, 상아세관으로 침투한 레진이 상아세관 내벽으로 침투하여 상아세관벽에 혼성층을 형성함으로써 더욱 강한 접착력을 얻을 수 있다고 보고하였다. 상아질을 부식하는 전형적인 접착시스템은 약 2-5 μm 두께의 혼성층을 형성하고 자가 산부식 시스템은 약 1-2 μm 두께의 혼성층을 형성한다고 알려져 있으나<sup>32)</sup>, 상아질 접착에 있어서 다층적용 등을 통한 혼성층의 두께를 증가시키는 방법은 반드시 접착강도와 비례하지는 않는다는 보고도 있다<sup>33)</sup>. 이 연구에서도 자가산부식 시스템의 Clearfil® SE Bond가 total-etching으로 상아질 표면을 처리한 Scotch Bond™ Multipurpose, Adper™ Single Bond 2에 비해 혼성층의 두께가 더 얇고, 레진 태그가 더 가늘고 짧게 형성되어 있었으나 오히려 total-etching을 시행한 상아질 접착제와 비교했을 때 유사하거나 오히려 높은 미세인장강도를 보였다(Fig. 4). 이에 대해 Pioch 등<sup>34)</sup>은 혼성층의 두께가 증가함에 따라 현저한 비율로 부적절한 혼성이 증가하여, 접착강도를 감소시키게 될 가능성이 있음을 보고하였다. 따라서 이 연구에서 나타난 혼성층은 레진의 침투가 충분하지 않거나 SEM 관찰을 위해 건조되어 응축된 다공성의 탈회 상아질을 포함할 수 있다고 생각되었다.

최근 제 7세대 상아질 접착제를 연구한 이 등<sup>15)</sup>의 보고와 동일하게 제 4세대 상아질 결합제에 비해 적용과정이 단순화된 장점이 있는 최근의 제 6세대와 제 7세대 상아질 결합제의 bovine teeth에 대한 결합력은 이전의 경우보다 낮은 것으로 나타났으며 술식 과정에서도 이전과 비교하여 수 초정도 단축된 차이 외에 명확한 장점이 없으므로 앞으로 물성과 편이성의 획기적인 개선 없이는 임상 사용을 널리 추천하는 것은 어렵다고 생각되었다. 아울러 bovine teeth를 이용한 이 연구에서 얻어진 결과들은 실제 구강 내 환경에 적용시 레진-상아질 결합에 영향을 미칠 수 있는 요인들, 즉 pulpal fluid pressure, 중합

수축에 의한 응력, 지속적인 수분에서의 노출, 또는 와동벽의 위치 등 다양한 구강내 조건 등에 대한 고려가 부족하다. 따라서 사람의 구강 내 치아와 동일한 결과를 기대하기 위해서는 다양한 구강 내 환경을 고려한 추가적인 연구가 필요할 것으로 생각되었다.

## V. 결 론

본 연구를 통하여 상아질 표면 처리방식과 적용방법이 다른 5종의 상아질 접착제의 bovine teeth 상아질에 대한 미세인장결합강도를 조사하고, 그 파절 양상을 관찰한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 미세인장결합강도는 Clearfil® SE Bond군에서 가장 높았으며 다음으로 Scotch Bond™ Multipurpose군, Adper™ Single Bond 2군, AQ Bond™군, Clearfil® tri-S Bond군의 순으로 나타났다.
2. Clearfil® SE Bond군과 Scotch Bond™ Multipurpose군 간에는 미세인장결합강도의 차이가 인정되지 않았으나 Adper™ Single Bond 2군에 비하여 유의하게 높은 것으로 나타났다. AQ Bond™군과 Clearfil® tri-S Bond군의 미세인장결합강도는 Adper™ Single Bond 2군에 비하여 낮게 나타났다(p<0.05).
3. 계면의 파절양상을 관찰한 결과 상대적으로 미세인장강도가 높게 나타난 Scotch Bond™ Multipurpose, Adper™ Single Bond 2, Clearfil® SE Bond군은 레진의 응집성 파절이 많이 발생하는데 비하여 상대적으로 미세인장강도가 낮게 나타난 AQ Bond™, Clearfil® tri-S Bond 군의 경우에는 대부분 접착성 파절이 관찰되었다.

이상의 결과를 요약하면 최근 소개된 제 6, 7세대 상아질 접착제는 미세인장강도 측면에서 이전과 비교하여 낮은 것으로 나타났으며, 각 접착시스템별로 다소의 차이를 보이므로 개별적인 상아질 접착제의 특성을 고려하는 것이 더욱 합리적인 것으로 생각된다.

## 참고문헌

1. Buonocore DH : A Simple Method of Increasing the Adhesion of Acrylic Filling Materials to Enamel Surfaces. J Dent Res, 34:849-853, 1955.
2. White GJ, Beech DR, Tyas MJ : Dental smear layer. An Asset & a Liability for Bonding. Dent Mater, 5(6):379-383, 1989.
3. Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SH : The overwet Phenomenon: An Optical, Micromorphological Study of Surface Moisture in Acid-conditioned, Resin-dentin Interface. Am J Dent, 9(1):43-48, 1996.
4. Medina VO, Shinkai K, Shirono M, et al. :

- Histopathologic Study on Pulp Response to Single-bottle and Self-etching Adhesive Systems. *Oper Dent*, 27:330-342, 2002.
5. Ferrri, M, Goracci G, Garcia-Godoy F : Bonding Mechanism of Three "One-bottle" Systems to Conditioned and Unconditioned Enamel and Dentin. *Am J Dent*, 10:224-230, 1997.
  6. Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley DH : Bonding to Ground Dentin by a Phenyl-P Self-etching Primer. *J Dent Res*, 73:1212-1220, 1994.
  7. Brunton PA, Cowan AJ, Wilson MA, et al. : A Three-year Evaluation of Restorations Placed with Smear-layer-mediated Dentin Bonding Agent in Non-cariou Cervical Lesions. *J Adhes Dent*, 1(4):333-341, 1999.
  8. Freedman G : Seventh-Generation Adhesive Systems. *Dent Today*, 21(11):106-111, 2002.
  9. S Uekusa, K Yamaguchi, M Miyazaki, et al. : Bonding Efficacy of Single-step Self-etch Systems to Sound Primary and Permanent Tooth Dentin. *Oper Dent*, 31(5):569-576, 2006.
  10. Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, et al. : Non-pressure Adhesion of a New Adhesive Restorative Resin. *J Dent Res*, 58:1364-1370, 1979.
  11. Gwinnet AJ, Ripa LW : Penetration of pit and fissure sealants into conditioned enamel in vivo. *Arch Oral Biol*, 18:435-439, 1973.
  12. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E : The Promotion of Adhesion by the Infiltration of Monomers into Tooth States. *J Biomed Mater Res*, 16:265-273, 1982.
  13. Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, et al. : Nanoleakage: Leakage within the Hybrid Layer. *Oper Dent*, 20(1):18-25, 1995.
  14. Dunn JR. : i-bond: The Seventh-generation, One-bottle Dental Bonding Agent. *Compend Contin Educ Dent*, 24(2):14-8, 2003.
  15. 이상엽, 이광희, 김대업 : 7세대 결합제의 미세누출에 관한 연구. *대한소아치과학회지*, 33:422-428, 2006.
  16. Nakamichi I, Iwaku M, Fusayama T : Bovine Teeth as Possible Substitutes in the Adhesion Test. *J Dent Res*, 62(10):1076-1081, 1983.
  17. Suga S, Kondo M, Onodera A, et al. : Electron Microprobe Analyses of the Distributions of Cl, Mg and Na, in the Enamels of Various Animals. *Jpn J Oral Biol*, 13:85-94, 1971.
  18. Schilke R, Bauss O, Lisson JA, et al. Bovine dentin as a substitute for human dentin in shear bond strength measurements. *Am J Dent*, 12(2):92-96, 1999.
  19. Satoshi I, Marcos A, Yasuiko A, et al. : Microtensile Bond Strength of Eleven Contemporary Adhesives to Dentin. *J Adhes Dent*, 3:237-245, 2001.
  20. Sidhu SK, Omata Y, Tanaka T, et al. : Bonding characteristics of newly developed all-in-one adhesives. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 80(2):297-303, 2007.
  21. Toledano M, Perdigao J, Osorio E : Influence of NaOCl Deproteinization on Shear Bond Strength in Function of Dentin Depth. *Am J Dent*, 15:252-255, 2002.
  22. Sano H, Sonoda H, Shono J, et al. : Relationship Between Surface Area for Adhesion and Tensile Bond Strength - Evaluation of a Microtensile Bond Test. *Dent Mater*, 10(4):236-40, 1994.
  23. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, et al. : Adhesion Testing of Dentin Bonding Agents: A Review. *Dent Mater*, 11:117-125, 1995.
  24. Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ : The Influence of Cross-sectional Shape and Surface Area of the Microtensile Bond Test. *Dent Mater*, 14:212-221, 1998.
  25. Soares FZ, Rocha Rde O, Raggio DP, et al. Microtensile bond strength of different adhesive system to primary and permanent dentin. *Pediatr Dent*, 27(6):457-62, 2005.
  26. Frankenberger R, Sindel J, Krämer N, et al. : Dentin Bond Strength and Marginal Adaptation: Direct Composite Resins vs Ceramic Inlays. *Oper Dent*, 24:147-155, 1999.
  27. Swift EJ, Wilder AD, May KN, et al. : Shear Bond Strengths of One-bottle Dentin Adhesives Using Multiple Applications. *Oper Dent*, 22:194-199, 1997.
  28. Pashley DH : The Evolution of Dentin Bonding. *Dent Today*, 22:112-119, 2003.
  29. Leloup G, D'Hoore W, Bouter D, et al. : Meta-analytical review of factors involved in dentin adherence. *J Dent Res*, 1605-14, 2001.
  30. De Munck J, Van Meerbeek B, Satoshi I, et al. : Microtensile Bond Strengths of One- and Two-step Self etch Adhesives to Bur-cut Enamel and Dentin.



- Am J Dent, 16:414-420, 2003.
31. Nakabayashi N : Resin Reinforced Dentin Due to Infiltration of Monomers Into Dentin at the Adhesive Interface. Dent Mater J, 1:78-81, 1982.
  32. VanMeerbeek B, Inokoshi S, Braem M, et al. : Morphological Aspects of the Resin-dentin Interdiffusion Zone with Different Dentin Adhesive Systems. J Dent Res, 71:1530-1540, 1992.
  33. 박헌동, 이난영, 이창섭 : 접착제의 다층적용이 복합레진의 전단결합강도에 미치는 영향. 대한소아치과학회지, 33(3):377-387, 2006.
  34. Pioch T, Stotz S, Buff E, et al. : Influence of Different Etching Times on Hybrid Layer Formation and Tensile Bond Strength. Am J Dent, 11:202-206, 1998.

## Abstract

**MICROTENSILE BOND STRENGTH OF DENTIN BONDING  
ADHESIVES ON BOVINE TEETH**

Eun-Ju Song, Jae-Moon Kim, Shin Kim, Tae-Sung Jeong

*Department of Dentistry, School of Dentistry, Pusan National University*

The purpose of this study was to compare the microtensile bond strength to bovine dentin of several adhesives (SM, Scotch Bond™ Multipurpose; SB, Adper™ Single Bond 2; SE, Clearfil® SE Bond; AQ, AQ Bond™; TS, Clearfil® tri-S Bond). Except SM and SB, they have a simplified one- or two-step application protocols in compare with the dentin adhesives conventional three-step protocols. For the microtensile bond strength test, the labial surfaces of bovine incisors were used. Following exposure of dentin layer, according to their manufacturer's directions, each dentin adhesives were applied and composite resin blocks were constructed. The teeth were sectioned for specimen and tested microtensile bond strength. Also observed the fracture mode of interface. The obtained results were as follows :

1. The microtensile bond strength values ranged from 51.34 to 24.04 MPa on dentin(in decreasing order, SE, SM, SB, AQ and TS).
2. The highest microtensile bond strength was by SE and SM on bovine dentin, and the lowest by AQ and TS.
3. SM, SB and SE showed cohesive failures and adhesive failure but AQ, TS presented almost adhesive failures.

In summary, microtensile bond strengths of single-step adhesives (AQ and TS) on bovine dentin were significantly lower than those of multi-step adhesives (SM, SB and SE) ( $p < 0.05$ ).

**Key words** : Microtensile strength, Bovine teeth, Dentin adhesive