

2단계 자가 산부식 접착제와 결합된  
광중합과 화학중합 복합레진의  
법랑질 접착

Enamel adhesion of light- and chemical-cured composites  
coupled by two step self-etch adhesives

2006년 2월 일

조선대학교 대학원

치 의 학 과

김 은 성

2단계 자가 산부식 접착제와 결합된  
광중합과 화학중합 복합레진의  
범랑질 접착

지도교수 조 영 곤

이 논문을 치의학 박사학위 논문으로 제출함.

2005년 12월 일

조선대학교 대학원

치 의 학 과

김 은 성

김은성의 박사학위 논문을 인준함.

위원장 조선대학교 교수 윤 창 룩 인

위 원 전남대학교 교수 오 원 만 인

위 원 조선대학교 교수 조 영 곤 인

위 원 조선대학교 교수 황 호 길 인

위 원 조선대학교 교수 최 한 철 인

2005년 12월 일

조선대학교 대학원

# 목 차

영문초록 .....	iii
I. 서론 .....	1
II. 실험재료 및 방법 .....	4
III. 실험결과 .....	9
IV. 총괄 및 고찰 .....	11
V. 결론 .....	15
참고문헌 .....	17

## 표 목 차

Table 1. The components of two-step self-etching primer adhesives and pH of primers .....	4
Table 2. Mean microshear bond strength (MPa) of Z 250 and Luxacore Smartmix Dual to enamel in each group and statistical analysis .....	10
Table 3. Statistical comparison between $\mu$ SBS (MPa) of Z 250 and Luxacore Smartmix Dual within the same adhesives by t-test .....	10

## 도 목 차

Fig. 1. Histogram showing microshear bond strengths of Z 250 and Luxacore Smartmix Dual adhered to enamel by self-etching primer adhesives —	10
Fig. 2. Clearfil SE Bond and Z 250 adhered to enamel-----	20
Fig. 3. AdheSE and Z 250 adhered to enamel-----	20
Fig. 4. Tyrian SPE/One-Step Plus and Z 250 adhered to enamel-----	20
Fig. 5. Contax and Z 250 adhered to enamel-----	20
Fig. 6. Clearfil SE Bond and Luxacore Smartmix Dual adhered to enamel—	21
Fig. 7. AdheSE and Luxacore Smartmix Dual adhered to enamel-----	21
Fig. 8. Tyrian SPE/One-Step Plus and Luxacore Smartmix Dual adhered to enamel-----	21
Fig. 9. Contax and Luxacore Smartmix Dual adhered to enamel-----	21

# ABSTRACT

## Enamel adhesion of light- and chemical-cured composites coupled by two step self-etch adhesives

Eun-Soung Kim, D.D.S., M.S.D.

Advisor : Young-Gon Cho, D.D.S., M.S.D., Ph.D.

Department of Dentistry, Graduate School, Chosun University

This study was to compare the microshear bond strength ( $\mu$ SBS) of light- and chemical-cured composites to enamel coupled with four 2-step self-etch adhesives and also evaluate the incompatibility between 2-step self-etch adhesives and chemical-cured composite resin.

Crown segments of extracted human molars were cut mesiodistally, and 1 mm thickness of specimen was made. They were assigned to four groups by adhesives used: SE group (Clearfil SE Bond), AdheSE group (AdheSE), Tyrian group (Tyrian SPE/One-Step Plus), and Contax group (Contax). Each adhesive was applied to cut enamel surface as per manufacturer's instruction. Light-cured (Filtek Z 250) or chemical-cured composite (Luxacore Smartmix Dual) was bonded to enamel of each specimen using Tygon tube. After storage in distilled water for 24 hours, the bonded specimens were subjected to  $\mu$ SBS testing with a crosshead speed of 1 mm/minute. The mean  $\mu$ SBS (n=20 for each group) was statistically compared using two-way ANOVA, Tukey HSD, and t test at the 0.01 probability level. Also the interface of enamel and composite was evaluated under FE-SEM.

The results of this study were as follows;

1. The  $\mu$ SBS of SE Bond group to enamel was significantly higher than that of AdheSE group, Tyrian group, and Contax group in both light-cured and chemical-cured composite resin ( $p < 0.05$ ).
2. There were not significantly different among AdheSE group, Tyrian group,

and Contax group in both light-cured and chemical-cured composite resin.

3. The  $\mu$ SBS of light-cured composite resin was significantly higher than that of chemical-cured composite resin when same adhesive was applied to enamel ( $p < 0.01$ ).
4. The interface of enamel and all 2-step self-etch adhesives showed close adaptation, and so the incompatibility of chemical-cured composite resin did not showed.

# I. 서론

인산을 이용한 3단계 접착제가 법랑질과 상아질 모두에서 우수한 접착능력을 갖는 것으로 입증된 이래<sup>1)</sup>, 여러 단계의 접착과정을 단순화하려는 노력이 진행되었다. 그 중 자가 산부식 프라이머 (self-etching primer)는 치질의 부식과 침투를 동시에 수행하는 친수성의 산성 단량체를 사용함으로써 법랑질의 전 처치를 단순화할 수 있도록 하였다<sup>2-4)</sup>. 접착과정 시 자가 산부식 프라이머는 접착제와 함께 2단계로 나누어 사용하므로 이러한 접착제를 2단계 자가 산부식 접착제 (two step self-etch adhesive)라고도 한다<sup>5)</sup>.

일반적으로 자가 산부식 프라이머에 포함된 반응성 성분은 인산, 인산 유도체 및 methacrylic acid와 함께 2가의 알코올로부터 유래된 ester이다<sup>6-9)</sup>. 프라이머에 포함된 인산 성분은 법랑질과 상아질을 동시에 부식하고, methacrylate 성분은 접착제와 복합레진과 공중합하기 위해 사용된다<sup>10)</sup>. 이러한 2단계 자가 산부식 접착제의 장점으로서는 자가 산부식 프라이머 사용 후 발생된 반응산물이나 잔존 인산 ester를 세척할 필요가 없고<sup>5,11)</sup>, 인산과 비교할 때 자가 산부식 프라이머는 상대적으로 높은 pH를 갖고 있어 훨씬 낮은 부식효과를 갖지만<sup>7,8,12)</sup> 인산을 이용한 접착제의 법랑질에 대한 결합강도와 비슷한 것으로 보고되고 있다<sup>13,14)</sup>. 또한 이는 여러 임상적 연구에서 복합레진의 높은 유지율이 증명되고 있다<sup>15)</sup>.

2단계 자가 산부식 접착제와 법랑질의 접착은 자가 산부식 프라이머에 의해 형성된 법랑질의 미세기공 (microporosity)에 레진 단량체가 침투되고 접착 레진이 중합됨으로써 미세기계적인 접착이 이루어진다<sup>14)</sup>. 이와 같은 접착은 높은 강도와 최소의 미세누출을 보이는 견고한 접착 수복물을 제공한다<sup>16,17)</sup>. 법랑질에 대한 결합강도는 주로 법랑질 결정체와 법랑질 사이에 침투되는 레진의 능력이 관련되며, 레진테그의 길이는 큰 영향을 주지 않는 것으로 보고되고 있다<sup>14)</sup>.

광중합 복합레진은 보관의 안정성, 연장된 조작시간, 증가된 전환율, 혼합 시 발생하는 공포의 감소 및 향상된 물리적 성질과 같은 장점을 제공하므로 심미수복 분야에 주로 사용되고 있다<sup>18,19)</sup>. 그러나 화학중합 복합레진 또한 현재 수복학 분야에서 여전히 사용되고 있다. 화학중합 복합레진은 천천히 중합되므로 재료의 흐름 (flow)에 의해 수복물에 응력 (stress)을 감소시키는 장점을 가지고 있다<sup>18)</sup>. 이러한 화학

중합 복합레진은 여전히 광선이 쉽게 도달되지 않는 부위나 코어축조를 위한 수복재, 그리고 간접수복물, crown bridge 및 근관용 포스트를 위한 합착재로 사용되고 있다<sup>20,21</sup>.

산성의 레진 단량체와 광중합 복합레진 간의 비적합성 (incompatibility)은 일반적으로 일어나지 않는다. 그러나 광중합 복합레진이 광조사되기 전에 오랫동안 중합된 접착제 위에 남아 있을 때 단일 단계 접착제와 광중합 복합레진 간의 역 상호작용 (adverse interaction)이 보고되었다<sup>21</sup>. Tay 등<sup>22</sup>은 이러한 결과에 대하여 단일 단계 접착제와 광중합 복합레진 간의 화학적인 비적합성보다는 접착제가 용액을 투과시킴으로써 중합된 접착제에 삼투성 수포 (osmotic blister)가 발생하여 접착제와 광중합 복합레진의 결합 (coupling)을 방해하기 때문으로 설명하였다.

산성의 레진 단량체를 포함하는 접착제와 화학중합 복합레진 간의 비적합성은 2단계 단일병 접착제에서 보고되었다. Sanares 등<sup>18</sup>은 산도가 다른 2단계 단일병 접착제와 결합된 광중합과 화학중합 복합레진의 상아질에 대한 결합강도와 SEM 연구를 통해 광중합 복합레진은 화학중합 복합레진보다 통계학적으로 높은 결합강도를 보였고 화학중합 복합레진은 산도가 증가 할수록 결합강도가 감소하여 광중합 복합레진보다 45-90%까지 감소하였다고 하였으며, 이는 산소저해층의 미중합 산성 단량체와 화학중합 복합레진의 성분간에 역 표면 상호작용 (adverse surface interaction) 때문이라고 하였다. 또한 Tay 등<sup>23</sup>은 상아질에 접착된 단일병 접착제의 침투성은 화학중합 또는 이원중합 복합레진과의 결합을 저하시킨다고 보고하였다. 단일 단계 접착제와 화학중합 또는 이원중합 복합레진이 상아질과 결합될 때 결합강도를 감소시키는 원인에 대하여 Tay 등<sup>24</sup>은 복합레진과 접착제의 촉매제 (catalyst) 성분 간의 역 화학적 상호작용이 주된 원인이며, 접착제의 침투성은 미약한 원인이 된다고 하였다.

한편 Cheong 등<sup>20</sup>은 단일 단계와 2단계 자가 산부식 접착제로 접착된 화학중합 복합레진의 상아질에 대한 결합강도는 단일 단계 접착제에서는 광중합 모드가 화학중합 모드로 중합될 때 보다 높은 결합강도를 나타냈으나, 2단계 자가 산부식 접착제에서는 광중합 모드와 화학중합 모드 간에 통계학적인 결합강도의 차이가 없었다고 하였다.

이상과 같이 단순화된 접착제와 광중합 및 화학중합 복합레진의 상아질에 대한 결

합강도와 비적합성에 관한 연구는 많이 이루어졌으나 범랑질에 대한 광중합과 화학중합 복합레진의 결합강도와 비적합성에 관한 연구는 부족한 상태이다. 따라서 이 연구에서는 4종의 2단계 자가 산부식 접착제를 이용하여 범랑질에 대한 광중합과 화학중합 복합레진의 결합강도 차이를 비교하고, 또한 현미경적인 관찰을 통하여 범랑질에서 2단계 자가 산부식 접착제가 화학중합 복합레진과 비적합성을 나타내는가를 알아보기 위해 시행되었다.

## II . 실험재료 및 방법

### 1. 실험재료

치관부에 우식증이나 수복물 및 미세한 금이 없는 최근에 발거한 상·하악 대구치 30개를 실험치아로 사용하였다.

접착제는 2 단계 자가 산부식 프라이머 접착제인 Clearfil SE Bond, AdheSE, Tyrian SPE/One-Step Plus와 Contax를 사용하였다 (Table 1). 복합레진은 광중합 복합레진인 Filtek Z 250 (3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, U.S.A.)과 이원중합 복합레진인 Luxacore Smartmix Dual (DMG GmbH, Eldgaustraße, Hamburg, Germany)을 사용하였다. 접착제와 복합레진의 중합을 위한 광조사기는 Spectrum 800 (Dentsply Caulk, Milford, DE, U.S.A.)을 사용하였고 500 mW/cm<sup>2</sup>의 광 강도를 이용하였다.

Table 1. The components of two-step self-etching primer adhesives and pH of primers

Adhesives	Components		pH	Manufacturers
	Primer	Bonding agent		
Clearfil SE Bond	MDP, HEMA, water, DMA, initiator	MDP, HEMA, DMA, microfiller, initiator	1.9	Kuraray Medical Inc., Okayama, Japan
AdheSE	DMA, phosphonic acid acrylate, initiator	HEMA, DMA, silicone dioxide, initiator	1.5	Ivoclar Vivadent AG, Schann, Liechtenstein
Tyrian SPE/One-Step Plus	2-acrylamido-2-methyl propanesulfonic acid, Bis(2 methacryloyloxy ethyl) phosphate, ethanol	BPDM, HEMA, acetone, glass frit, initiator	1.0	Bisco, Inc., Schumburg, IL, U.S.A.
Contax	water, maleic acid, sodium fluoride	hydrophilic and acidic Bis-GMA-based resin matrix, catalyst	1.3	DMG, Elbgaustraße, Hamburg, Germany

MDP=10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate, HEMA=2 hydroxyethyl methacrylate, DMA=dimethacrylate, BPDM=biphenyl dimethacrylate, Bis-GMA=Bisphenol glycidyl methacrylate

## 2. 실험방법

### 1) 시편제작과 군 분류

발거 대구치의 치근을 저속의 다이아몬드 휠 (Komet, Germany)로 절단한 후, 각 치관의 협면이나 설면을 cyanoacrylate 접착제 (ALTECO Korea Inc., Pyungtaek, Korea)로 레진블록에 접착하였다. 각 치아가 1 mm의 간격으로 절단되도록 digital caliper (Mitutoyo Corp, Japan)를 조정한 후, 주수 하에서 Isomet Low Speed Saw (Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, U.S.A.)를 이용하여 치아를 근-원심 방향으로 절단하였다.

치아의 절편들은 4개의 군으로 분류하여 1개의 군에 20개의 절편을 배정하였다. 실험재료를 접착하기 전, 법랑질 표면은 air-water 시린지로 깨끗이 세척, 건조하였다. 각 재료는 제조사의 설명서에 따라 아래와 같이 사용하였으며, 각 군에서 복합레진은 광중합 복합레진 (Filtek Z 250)과 이원중합 복합레진 (Luxacore Smartmix Dual)을 사용하여 법랑질 표면에 접착하였다.

#### (1) SE Bond 군

Clearfil SE Primer를 공급된 솔에 적셔 법랑질 표면에 적용하고, 20초간 방치한 다음 공기 시린지로 건조하였다. 그 후 Clearfil SE Bond를 공급된 솔에 적셔 법랑질 표면에 적용하고 공기 시린지로 가볍게 붙여 법랑질 표면에 충분히 퍼지도록 한 다음, Spectrum 800으로 10초간 광조사하였다. 각 절편 중 법랑질의 두께가 가장 두꺼운 2 부위를 선택하여 내경 0.7 mm, 높이 1 mm의 Tygon tube (Saint-Gobain Performance Plastic Co., U.S.A.)를 위치시킨 다음, Filtek Z 250 (A3 색조)을 충전하고 Spectrum 800으로 20초간 광조사하였다. 또한 Luxacore Smartmix Dual (A3 색조)을 사용한 경우 Clearfil SE Bond를 법랑질 표면에 적용하고 Spectrum 800으로 10초간 광조사한 후 Tygon tube를 위치시키고 Luxacore Smartmix Dual을 충전하여 화학중합 되도록 하였다. 이렇게 하여 법랑질 표면에 각각 20개씩의 Filtek Z 250과 Luxacore Smartmix Dual을 접착하였다 (Table 1).

#### (2) AdheSE 군

AdheSE Primer를 공급된 솔에 적셔 법랑질 표면에 30초 동안 적용한 다음, 공기 시린지로 강하게 건조하였다. 그 후 AdheSE Bond를 공급된 솔에 적셔 법랑질 표

면에 적용하고 공기 시린지로 가볍게 불어 법랑질 표면에 충분히 퍼지도록 한 다음, Spectrum 800으로 10초간 광조사하였다. 접착제를 적용한 법랑질 표면에 Z 250과 Luxacore Smartmix Dual의 접착은 SE Bond 군과 같은 방법으로 시행되었다.

### (3) Tyrian 군

Tyrian SPE를 제조사의 설명서에 따라 혼합한 후, 공급된 스폰지에 Tyrian SPE를 적신 다음 법랑질 표면에 1-2회 적용하고 10초간 문질렀다. One-Step Plus 병을 3-5초간 흔들어서 공급된 용기에 용액을 분배한 후, Tyrian SPE가 적용된 법랑질 표면에 One-Step Plus를 2회 적용하고 최소한 10초간 공기 시린지로 건조하였다. 표면에 광택이 있는가를 확인한 후 10초간 Spectrum 800으로 광조사하였다.

접착제를 적용한 법랑질 표면에 대한 Filtek Z 250과 Luxacore Smartmix Dual의 접착은 SE Bond 군과 같은 방법으로 시행되었다.

### (4) Contax 군

Contax 군에서는 법랑질 표면에 Z 250과 Luxacore Smartmix Dual을 충전할 때 약간 다른 접착과정을 시행하였다. 먼저 Z 250을 충전한 경우, Contax-Primer를 1회용 brush에 묻혀 법랑질 표면에 적용하고 20초간 방치하였다. Contax-Bond를 1회용 brush에 묻혀 법랑질 표면에 적용하고 20초간 방치한 다음, 공기 시린지로 과도한 접착제를 얇게 펼치고 Spectrum 800으로 20초간 광조사하였다. Luxacore Smartmix Dual을 충전한 경우에는 법랑질 표면에 Contax-Primer를 1회용 brush에 묻혀 법랑질 표면에 적용하여 20초간 방치하였다. Contax-Bond와 Contax-Activator를 혼합용기에 1방울씩 분배한 후 5초간 혼합하여 혼합액을 1회용 brush에 묻혀 법랑질 표면에 적용하고 20초간 방치한 후, 공기 시린지로 과도한 접착제를 얇게 펼친 후 20초간 Spectrum 800으로 광조사하였다. 그후 접착제를 적용한 법랑질 표면에 대한 Filtek Z 250과 Luxacore Smartmix Dual의 접착은 SE Bond 군과 같은 방법으로 시행되었다.

미세전단 결합강도를 측정하기 전, 모든 시편은 실온의 증류수에서 24시간동안 보관하였다.

## 2) 미세전단 결합강도의 측정

실험직전 no. 15 blade (Paragon, Sheffield, England)를 이용하여 Z 250과 Luxacore Smartmix Dual을 감싸고 있는 Tygon tube를 제거하였다. 각 시편을 건

조하여 cyanoacrylate 접착제로 제작된 검사장치에 접착한 후, universal testing machine (EZ test, Shimadzu Co., Kyoto, Japan)의 zig에 고정하였다. 상부의 고정부위와 하부의 복합레진에 0.3 mm 두께의 고정용 철사 (Tomy International Inc., Tokyo, Japan)를 평행하게 걸고, 복합레진이 법랑질 표면에서 파절될 때까지 분당 1.0 mm의 crosshead speed로 전단하중을 가하였다. 측정된 각 시편의 미세 전단 결합강도는 MPa로 환산하였다.

### 3) 주사전자 현미경 관찰

주사전자 현미경 관찰을 위하여 8개의 발거한 상·하악 대구치를 사용하였다. 대구치의 치근을 저속의 다이아몬드 휠로 절단한 후, 각 치관의 협면이나 설면을 cyanoacrylate 접착제를 사용하여 레진블록에 접착하였다. 협면이나 설면의 법랑질의 일부를 Isomet Low Speed Saw를 이용하여 절단하였다. Digital caliper를 이용하여 치아가 3 mm 두께로 절단되도록 조정된 후, 주수 하에서 Isomet Low Speed Saw를 이용하여 치아를 근-원심 방향으로 절단하였다.

절단된 8개의 시편은 접착과정을 시해하기 전에 법랑질 표면을 air-water 시린지로 깨끗이 세척, 건조하였다. 각 법랑질 표면에 각각의 자가 산부식 프라이머 접착제를 상기한 방법에 따라 적용한 후, 2종의 복합레진을 3mm 두께로 각각 축조하고 Z 250은 Spectrum 800으로 40초간 광조사하였으며 Luxacore Smartmix Dual은 화학중합이 되도록 하였다. 그 후 시편은 실온의 증류수에서 24시간 동안 보관하였다. 저속의 다이아몬드 휠을 이용하여 각 시편의 근심면과 원심면의 법랑질 및 복합레진의 표면을 평평하게 다듬었다. 주수 하에서 Isomet Low Speed Saw를 이용하여 각 시편의 중앙을 협설 방향으로 절단하여 1개의 군에 2개의 시편을 얻었다. 절단 시 법랑질과 복합레진 표면에 남아 있는 삭편을 제거하기 위하여 초음파 세척기 (JAC-Ultrasonic 1505, Kodo Technical Research Co., LTD, Whasung, Korea)에서 시편들을 5초간 세척하였다.

주사전자 현미경적인 관찰을 위해 각 시편을 stub에 부착하고 12 KV 전압 하에서 1분간 700 Å의 두께로 백금으로 도금하였다. FE-SEM (S-4700: Hitachi High Technologies Co., Tokyo, Japan)을 사용하여 각 군의 법랑질과 복합레진의 계면을 고배율로 관찰하였다.

#### 4) 통계분석

자가 산부식 프라이머 접착제와 Z 250 그리고 Luxacore Smartmix Dual을 각각 법랑질에 접착시킨 각 군의 평균 미세전단 결합강도치에 대한 유의성 검증은 통계분석 프로그램인 SPSS (ver. 10.1)에서 two-way ANOVA를 이용하여 비교 분석하였으며, 사후검정은 Tukey HSD 검정을 이용하여 분석하였다. 동일한 접착제를 사용한 경우 법랑질에 대한 Z 250과 Luxacore Smartmix Dual의 평균 미세전단 결합강도치의 비교는 독립표본 t 검정을 이용하여  $p=0.05$  유의수준에서 분석하였다.

### Ⅲ. 실험결과

4종의 자가 산부식 프라이머 접착제와 2종의 복합레진 (Z 250과 Luxacore Smartmix Dual) 을 각각의 법랑질에 접착시킨 각 군의 미세전단 결합강도의 평균치와 표준편차는 Table 2와 Fig. 1에 나타내었다.

법랑질에 Z 250을 접착시킨 각 군의 미세전단 결합강도는 SE Bond 군에서  $10.81 \pm 2.46$  MPa, AdheSE 군에서  $8.01 \pm 2.92$  MPa, Tyrian 군에서  $8.54 \pm 1.31$  MPa, Contax 군에서  $8.90 \pm 2.72$  MPa를 나타내어 SE Bond 군이 가장 높게 나타났다 (Table 2, Fig.1). 법랑질에 Luxacore Smartmix Dual을 접착시킨 각 군의 미세전단 결합강도는 SE Bond 군에서  $7.13 \pm 1.63$  MPa, AdheSE 군에서  $4.97 \pm 1.22$  MPa, Tyrian 군에서  $4.38 \pm 1.14$  MPa, Contax 군에서  $5.33 \pm 1.65$  MPa를 나타내어 SE Bond 군이 가장 높게 나타났다 (Table 2, Fig. 1). 법랑질에 자가 산부식 프라이머 접착제와 Z 250 및 Luxacore Smartmix Dual을 접착시킨 각 군의 미세전단 결합강도를 Tukey HSD 검정을 이용하여 분석한 결과, SE Bond 군의 미세전단 결합강도는 Z 250과 Luxacore Smartmix Dual 모두에서 나머지 3개의 군 보다 통계학적으로 높게 나타났으며 ( $p < 0.05$ ), AdheSE 군, Tyrian 군, Contax 군의 미세전단 결합강도 간에는 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았다 (Table 2).

동일한 접착제를 사용한 경우 법랑질에 대한 Z 250과 Luxacore Smartmix Dual의 평균 미세전단 결합강도치를 t 검정을 이용하여 비교한 결과, 모든 군에서 Z 250이 Luxacore Smartmix Dual보다 통계학적으로 높은 미세전단 결합강도를 나타내었다 ( $p < 0.01$ ) (Table 3).

주사전자 현미경 소견에서 SE Bond 군과 AdheSE 군은 모두 법랑질과 Z 250 및 Luxacore Smartmix Dual 사이에 두꺼운 접착층 (Adhesive layer)과 함께 긴밀한 접착이 관찰되었다 (Fig. 2, 3, 6, 7). Tyrian 군은 SE Bond 군과 AdheSE 군에 비해 Z 250과 법랑질 사이에 얇은 접착층이 관찰되었고, Luxacore Smartmix Dual과 법랑질 사이에 접착층이 관찰되지 않았으나 법랑질과 복합레진 계면에서 긴밀한 접착이 관찰되었다 (Fig. 4, 8). Contax 군은 법랑질과 Z 250 및 Luxacore Smartmix Dual 사이에 접착층이 관찰되지 않았으나 법랑질과 복합레진 계면에서

긴밀한 접착이 관찰되었다 (Fig. 5, 9).

Table 2. Mean microshear bond strength (MPa) of Z 250 and Luxacore SmartMix Dual to enamel in each group and statistical analysis

Group	$\mu$ SBS (mean $\pm$ S.D.)		No. of Specimens
	Z 250	Luxacore	
SE Bond	10.81 $\pm$ 2.46 <sup>a</sup>	7.13 $\pm$ 1.63 <sup>c</sup>	20
AdheSE	8.01 $\pm$ 2.92 <sup>b</sup>	4.97 $\pm$ 1.22 <sup>d</sup>	20
Tyrian	8.53 $\pm$ 1.31 <sup>b</sup>	4.38 $\pm$ 1.14 <sup>d</sup>	20
Contax	8.90 $\pm$ 2.72 <sup>b</sup>	5.33 $\pm$ 1.65 <sup>d</sup>	20

Superscripts of the other letter indicate values of statistically significant difference by Tukey HSD ( $p < 0.05$ ).

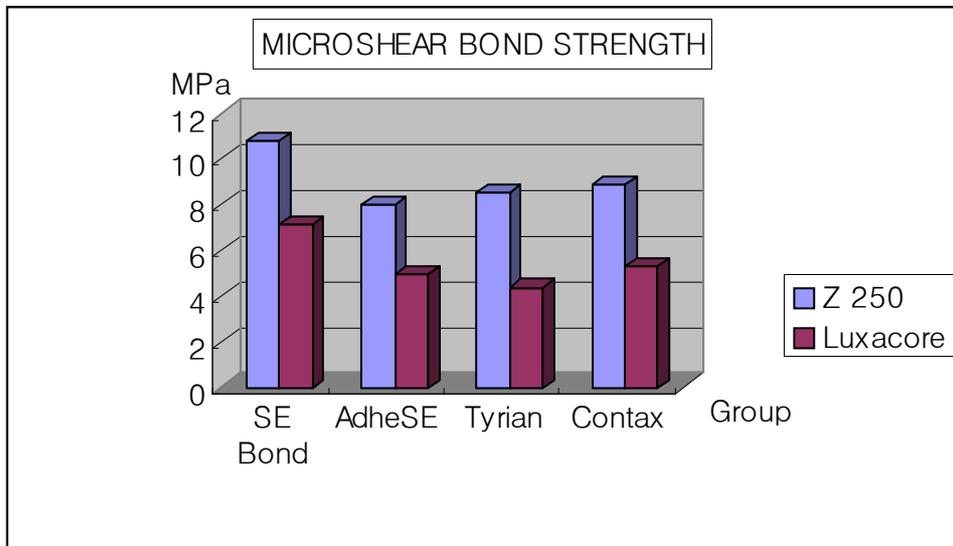


Fig. 1. Histogram showing microshear bond strengths of Z 250 and Luxacore Smartmix Dual adhered to enamel by self-etching primer adhesives

Table 3. Statistical comparison between  $\mu$ SBS of Z 250 and Luxacore SmartMix Dual within the same adhesives by t-test

Adhesive	$\mu$ SBS (mean $\pm$ S.D.)		t	p
	Z 250	Luxacore		
SE Bond	10.81 $\pm$ 2.46	7.13 $\pm$ 1.63	5.59	0.00
AdheSE	8.01 $\pm$ 2.92	4.97 $\pm$ 1.22	4.29	0.00
Tyrian	8.53 $\pm$ 1.31	4.38 $\pm$ 1.14	11.11	0.00
Contax	8.90 $\pm$ 2.72	5.33 $\pm$ 1.65	4.709	0.00

## IV. 총괄 및 고찰

접착제는 사용이 편리하고 법랑질과 상아질 모두에서 잘 접착되어야 한다. 2단계 자가 산부식 접착제는 자가 산부식 프라이머의 성분에 포함된 산성성분이 법랑질 표면을 용해함으로써 3차원적으로 미세한 기계적 유지표면을 제공하고<sup>8)</sup>, 동시에 단량체의 침투를 촉진한다<sup>7,16)</sup>. 법랑질에 적용한 프라이머는 세척을 하지 않고 단지 공기만으로 건조하기 때문에 법랑질을 이루고 있는 수산화인회석으로부터 용해된 칼슘과 인 이온이 프라이머 용액에 떠있게 된다<sup>7)</sup>. 이러한 고 농도의 칼슘과 인은 이온효과로 인하여 수산화인회석을 더 이상 용해시키지 않아 법랑질 탈회의 깊이를 제한한다<sup>25)</sup>. 따라서 프라이머에 의한 법랑질의 탈회와 접착제의 침투는 동일한 깊이를 이루게 되고<sup>9)</sup>, 결과적으로 광중합된 레진 접착제와 복합레진의 공중합으로 인하여 법랑질 표면과 복합레진 간에 연속적인 결합을 이루게 된다<sup>10)</sup>.

Sano 등<sup>26)</sup>에 의해 미세결합강도를 검사하는 방법이 개발된 이래, 미세결합강도 검사는 대부분 인장결합강도의 측정을 위해 사용되었다<sup>8,13)</sup>. 그러나 미세인장 결합강도 검사를 위해 제작되는 시편은 트리밍 과정이 필요하였고, 특히 법랑질 시편을 제작하는 과정에서 법랑질은 취약하여 깨지기 쉽고 또한 미세한 잔금이 생길 가능성이 높다<sup>14)</sup>. 따라서 법랑질과의 미세결합강도를 검사할 경우 전단결합강도 검사는 시편제작이 용이하고 다수의 시편을 쉽게 제작할 수 있는 장점이 있다<sup>27)</sup>. 따라서 이 연구에서는 법랑질과 접착제 및 복합레진과의 결합강도를 측정하기 위해 미세전단 결합강도 검사방법을 이용하였다.

이 연구에서 법랑질에 Z 250을 접착시킨 각 군의 미세전단 결합강도는 SE Bond 군에서  $10.81 \pm 2.46$  MPa를 나타내어 나머지 3개의 군보다 통계학적으로 높게 나타났다 ( $p < 0.05$ ) (Table 2, Fig.1). 또한 법랑질에 Luxacore Smartmix Dual을 접착시킨 각 군의 미세전단 결합강도에서도 SE Bond 군이  $7.13 \pm 1.63$  MPa를 나머지 3개의 군보다 통계학적으로 높은 미세전단 결합강도를 나타내었다 ( $p < 0.05$ ) (Table 2, Fig. 1).

한편 이 연구에서 법랑질에 대한 AdheSE 군, Tyrian 군, Contax 군의 미세전단 결합강도는 Z 250과 Luxacore Smartmix Dual 모두에서 각 군간 통계학적인 유의 차이를 나타내지 않았다 (Table 2, Fig. 1).

이러한 결과는 우치의 법랑질에서 Clearfil SE Bond의 전단결합강도가 AdheSE와 Tyrian/One-Step Plus의 전단결합강도보다 통계학적으로 높다고 보고한 Lopes 등<sup>30)</sup>의 연구결과와 유사하였다. Yamada와 Sugizaki<sup>31)</sup>는 Clearfil SE Bond가 다른 2단계 자가 산부식 접착제에 비해 높은 결합강도를 나타낸 이유에 대하여 Clearfil SE Bond에 포함된 MDP (10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate)가 법랑질의 칼슘이온과 결합하는 2개의 수산기를 갖고 있기 때문이라고 하였다.

법랑질 접착에 필요한 미세기계적인 유지는 부식 처리된 법랑질내에 레진이 침투됨으로써 일어나게 된다. 자가 산부식 프라이머에 포함된 접착성 산성 단량체는 적절한 결합강도를 얻기 위해 법랑질을 탈회하면서 동시에 법랑질에 침투된다<sup>16)</sup>. 법랑질의 탈회는 산 종류와 농도, 부식시간, 그리고 법랑질 표면의 화학적인 성분에 따라 다르게 나타날 수 있다.

Perdigao 등<sup>32)</sup>은 자가 산부식 프라이머와 여러 종류의 산을 이용하여 법랑질을 산 처리한 후 법랑질에 대한 평균결합강도는 18.1-25.9 MPa로 나타나 자가 산부식 프라이머 만을 사용하여도 비슷한 평균결합강도를 보여 산에 의한 접착력의 향상효과는 없었다고 보고하였다. 또한 Reifeis 등<sup>33)</sup>도 인산과 4종의 산 (말레익산, 질산, 구연산, 옥살산)으로 처리한 법랑질에 대한 결합강도를 비교한 결과 산에 따른 결합강도의 차이가 없음을 보고하였다.

이 연구에서 사용된 2단계 자가 산부식 프라이머의 pH는 Clearfil SE Bond가 1.9, AdheSE가 1.7, Tyrian SPE가 1.0, Contax가 1.3 (Table 1)으로 Clearfil SE Bond의 프라이머가 다른 군의 프라이머에 비해 높은 pH를 갖고 있음에도 불구하고 가장 높은 결합강도를 나타낸 것을 고려할 때 자가 산부식 프라이머의 pH에 의한 부식효과는 결합강도와 크게 관련되지 않는 것으로 생각되었다. 따라서 이 연구에서 미세전단 결합강도가 서로 다르게 나타난 이유는 자가 산부식 프라이머에 포함된 성분의 차이 때문으로<sup>30,31)</sup> 생각된다.

Swift 등<sup>34)</sup>은 법랑질에 접착된 One-Step Plus는 Clearfil SE Bond보다 낮은 결합강도를 보였으며 이러한 결과는 One-Step Plus에 필러의 함량이 많아 (8.5%) 고점도이기 때문이라고 하였다. 이 연구에서 Tyrian 군이 SE Bond 군보다 낮은 결합강도를 나타낸 이유는 One-Step Plus에 포함된 필러 (glass frit)의 함량과 관련이 있을 수 있으며, 또한 법랑질에 대한 Tyrian SPE의 적용시간 (10초)이 Clearfil SE 프라이머의 적용시간 (20초)보다 짧은 것도 하나의 요인이 될 수 있을

것으로 생각되었다.

이 연구에서 화학중합 복합레진 (Luxacore Smartmix Dual)에 결합된 모든 접착제의 법랑질에 대한 미세전단 결합강도는 4.38~7.13 MPa로 나타나 광중합 복합레진 (Z 250)과 결합된 접착제에 비해 모든 군에서 통계학적으로 낮은 결합강도를 나타내었다 ( $p < 0.01$ ) (Table 3). 이러한 결과는 화학중합 복합레진의 강도가 광중합 복합레진의 강도보다 낮기 때문으로 사료된다.

화학중합 복합레진은 일반적으로 과산화물 (peroxide)과 3차 아민으로 구성된 binary redox catalytic system을 이용한 산-염기 반응에 의해 중합된다<sup>28)</sup>. 화학중합 복합레진이 이러한 반응에 의해 서서히 중합될 때 접착제의 표층에 남아 있는 산성 단량체는 3차 아민의 중합을 방해할 수 있다<sup>29)</sup>. 상아질에 대한 화학중합 복합레진과 접착제의 비적합성은 단일 단계와 2단계의 total-etch 접착제에서 보고되고 있다<sup>18,23,24)</sup>.

이 연구의 주사전자 현미경 소견에서 광중합 복합레진 (Z 250)과 법랑질 사이에 접착층이 SE Bond 군, AdheSE 군, Tyrian 군 모두에서 관찰되었고 Contax 군에서는 관찰되지 않았으나 법랑질과 긴밀한 접착을 이루었다 (Fig. 2, 3, 4, 5). 또한 화학중합 복합레진 (Luxacore Smartmix Dual)과 법랑질 사이에 접착층이 SE Bond 군과 AdheSE 군에서 관찰되었고, Tyrian 군과 Contax 군에서는 관찰되지 않았으나 법랑질과 긴밀한 접착을 이루어 (Fig. 6, 7, 8, 9) 화학중합 복합레진과 2단계 자가 산부식 접착제 간에 비적합성은 나타나지 않았다.

Cheong 등<sup>20)</sup>은 상아질에 2단계 자가 산부식 접착제 (Clearfil SE Bond와 Tyrian SPE/One-step plus)와 단일 단계 접착제 (Xeno III, AQ Bond)를 화학중합 복합레진으로 접착시켜 투과전자현미경으로 관찰한 결과, 2단계 자가 산부식 접착제는 화학중합 복합레진과 상아질 계면에서 단일 단계 접착제에서 나타난 접착되지 않는 복합레진과 접착층내에 water tree가 나타나지 않았다고 하였다. 이러한 결과는 물을 함유하고 있는 자가 산부식 프라이머가 공기에 의해 탈수되어 혐기성의 레진층으로 덮혀지기 때문이라고 추측하였다. 또한 Tay 등<sup>21)</sup>은 상아질에서 발생하는 접착제의 투과성은 물의 함량이 낮은 법랑질에서는 일어나지 않을 것이라고 하였다.

이 연구는 단지 법랑질에 대한 2단계 자가 산부식 접착제와 광중합 및 화학중합 복합레진의 결합강도와 주사전자현미경을 통한 접착관계를 평가한 것으로 앞으로 이에 대한 임상적인 연구가 계속 진행되어야 할 것으로 생각된다.

이 연구를 종합하면, 법랑질에 접착시킨 2단계 자가 산부식 접착제의 미세전단 결합강도는 광중합과 화학중합 모두에서 SE Bond 군이 다른 3개의 군보다 통계학적으로 높게 나타났으며, 모든 군에서 광중합 복합레진의 미세전단 결합강도가 화학중합 복합레진보다 통계학적으로 높게 나타났다. 또한 모든 접착제와 법랑질 계면은 긴밀한 접착을 나타내어 화학중합 복합레진과 접착제 간에 비적합성이 나타나지 않았다.

## V. 결론

이 연구의 목적은 2단계 자가 산부식 접착제를 이용하여 법랑질에 대한 광중합과 화학중합 복합레진의 결합강도 차이를 비교하고, 또한 현미경적인 관찰을 통하여 2단계 자가 산부식 접착제가 법랑질에서 화학중합 복합레진과 비적합성을 나타내는가를 알아보기 위해 시행하였다.

미세전단 결합강도를 측정하기 위하여 Isomet Low Speed Saw를 이용하여 발거한 대구치를 근, 원심 방향으로 1 mm 두께가 되도록 절단하여 여러 개의 절편을 만들었다. 치아의 절편들을 4개의 군으로 분류한 후, 사용된 접착제에 따라 SE Bond 군, AdheSE 군, Tyrian 군 및 Contax 군으로 분류하였다. 각 군의 접착제를 각 절편의 법랑질 표면에 적용한 후, Tygon tube를 이용하여 광중합형 복합레진 (Z 250) 또는 화학중합 복합레진 (Luxacore Smartmix Dual)을 접착하였다. 실온의 증류수에 24시간 동안 보관한 후, universal testing machine을 이용하여 각 시편의 복합레진과 법랑질의 접착계면이 파절될 때까지 분당 1 mm의 crosshead speed를 가하여 미세전단 결합강도를 측정하였다. 각 군의 미세전단 결합강도치에 대한 유의성 검증은 two-way ANOVA와 Tukey HSD 검정 및 독립표본 t 검정을 이용하여  $p=0.05$  유의수준에서 분석하였다.

또한 주사전자 현미경 관찰을 위해 발거한 대구치의 협면이나 설면의 법랑질 일부를 Isomet Low Speed Saw로 절단한 후 각 군의 접착제와 광중합 복합레진 또는 화학중합 복합레진을 축조하여 각 군당 2개의 시편을 제작하였다. 주사전자 현미경 하에서 법랑질과 접착제 및 복합레진 계면을 관찰하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 광중합과 화학중합 복합레진 모두에서 SE Bond 군의 법랑질에 대한 미세전단 결합 강도는 다른 3개의 군보다 통계학적으로 높게 나타났다 ( $p < 0.05$ ).
2. 광중합 복합레진 또는 화학중합 복합레진 모두에서 AdheSE 군, Tyrian 군, Contax 군의 법랑질에 대한 미세전단 결합강도는 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았다.
3. 동일한 접착제를 사용한 경우, 모든 군에서 법랑질에 대한 광중합 복합레진의 미세전단 결합강도는 화학중합 복합레진보다 통계학적으로 높게 나타났다 ( $p < 0.01$ ).

4. 주사전자 현미경소견에서 모든 접착제와 법랑질 계면은 긴밀한 접착을 나타내어 화학중합 복합레진과 접착제 간에 비적합성이 나타나지 않았다.

## 참 고 문 헌

1. Bouillaguet S, Gysi P, Wataha JC, Ciucchi B, Cattani M, Godin CH, Meyer JM. Bond strength of composite to dentin using conventional, one-step, and self-etching adhesive systems. *J Dent* 29:55-61, 2001.
2. Miyazaki M, Sato M, Onose H. Durability of enamel bond strength of simplified bonding systems. *Oper Dent* 25:75-80, 2000.
3. De Munck J, Van Meerbeek B, Satoshi I, Vargas M, Yoshida Y, Armstrong S, Lambrechts P, Vanherle G. Microtensile bond strengths of one- and two-step self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Am J Dent* 16:414-420, 2003.
4. Miyazaki M, Hinoura K, Honjo G, Onose H. Effect of self-etching primer application method on enamel bond strength. *Am J Dent* 15:412-416, 2002.
5. Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, Sano H, Van Meerbeek B. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to enamel. *Am J Dent* 16:329-334, 2003.
6. Toledano M, Osorio R, de Leonardi G, Rosales-Leal JI, Ceballos L, Cabrerizo-Vilchez MA. Influence of self-etching primer on the resin adhesion to enamel and dentin. *Am J Dent* 14:205-210, 2001.
7. Hannig M, Reinhardt KJ, Bott B. Self-etching primer vs phosphoric acid: an alternative concept for composite-to-enamel bonding. *Oper Dent* 24: 172-180, 1999.
8. Kanemura N, Sano H, Tagami J. Tensile bond strength to and SEM evaluation of ground and intact enamel surfaces. *J Dent* 27:523-530, 1999.
9. Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley DH. Bonding to ground dentin by a Phenyl-P self-etching dentin primer. *J Dent Res* 73:1212-1220, 1994.
10. Hayakawa T, Kikutake K, Nemoto K. Influence of self-etching primer treatment on the adhesion of resin composite to polished dentin and enamel. *Oper Dent* 14:99-105, 1998.
11. Kiremitci A, Yalcin F, Gokalp S. Bonding to enamel and dentin using self-etching adhesive systems. *Quintessence Int* 35:367-370, 2004.
12. Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching

- systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater* 17:296-308, 2001.
13. Tay FR, Pashley DH, King NM, Carvalho RM, Tsai J, Lai SCN, Marquezini L. Aggressiveness of self-etch adhesives on unground enamel. *Oper Dent* 29:309-316, 2004.
  14. Frankenberger R, Kramer N, Petschelt A. Long-term effect of dentin primers on enamel bond strength and marginal adaptation. *Oper Dent* 25 :11-19, 2000.
  15. Latta MA, Barkmeier WW, Triolo PT, Cavel WT, Blankenau RJ. One year clinical evaluation of the Clearfil Liner Bond 2 system *J Dent Res* 76: 162 (Abstract no. 1186), 1997.
  16. Kubo S, Yokota H, Sata Y, Hayashi Y. Microleakage of self-etching primers after thermal and flexural load cycling. *Am J Dent* 14:163-169, 2001.
  17. 조영곤, 조공철. 자가 산부식 프라이머와 자가 산부식 접착제의 변연 미세누출. *대한치과보존학회지* 27:493-501, 2005.
  18. Sanares AM, Itthagarun A, King NM, Tay FR. Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. *Dent Mater* 17:549-556, 2001.
  19. Hu X, Marquis PM, Shortall AC. Two-body in vitro wear study of some current dental composites and amalgam. *J Prostho Dent* 82:214-220, 1999.
  20. 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.
  21. Tay FR, Pashley DH, Peters MC. Adhesive permeability affects composite coupling to dentin treated with a self-etch adhesive. *Oper Dent* 28:610-621, 2003.
  22. Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Miller MB. Single-step self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization. Part I. Bond strength and morphologic evidence. *Am J Dent* 17:271-278, 2004.
  23. 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-bottle self-etching

- adhesive. *J Adhes Dent* 5:27-40, 2003.
24. Tay FR, Suh BI, Pashley DH, Prati C, Chuang SF, Li F. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and self-cured or dual-cured composites. Part II. Single-bottle, total-etch adhesive. *J Adhes Dent* 5:91-105, 2003.
  25. Yoshiyama M, Sano H, Ebisu S, Tagami J, Ciucchi B, Cavalho RM, Johnson MH, Pashley DH. Regional strengths of bonding agents to cervical sclerotic dentin. *J Dent Res* 75:1404-1413, 1996.
  26. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho RM, Pashley DH. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength-evaluation of a microtensile bond test. *Dent Mater* 10: 236-240, 1994
  27. 조영곤, 김종진. 법랑소주 방향에 따른 접착제의 미세전단 결합강도. *대한치과보존학회지* 30:344-351, 2005.
  28. 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.
  29. Yamauchi J. Study of dental adhesive containing phosphoric acid methacrylate monomer. *Jap J Dent Mater* 5:144-154, 1986.
  30. Lopes GC, Marson FC, Vieira LCC, de Andrada MAC, Baratieri LN. Composite bond strength to enamel with self-etching primers. *Oper Dent* 29:424-429, 2004.
  31. Yamada T, Sugizaki J. Basic properties and clinical application of the Clearfil SE Bond. Preceeding of the International Kuraray Symposium, Osaka, p1-6, 2000.
  32. Perdigao J, Lopes L, Lambrechts P, Leitao J, Van Meerbeek B. Effects of a self-etching primer on enamel shear bond strengths and SEM morphology. *Am J Dent* 10:141-146, 1997.
  33. Reifeis PE, Cochran MA, Moore BK. An in vitro shear bond strength study of enamel/dentin bonding systems on enamel. *Oper. Dent.* 20:174-179, 1995.
  34. Swift EJ Jr, Perdigao J, Heymann HO, Ritter AV. Shear bond strength of one-bottle adhesives to moist enamel. *Adhes Dent* 11:103-107, 1999.

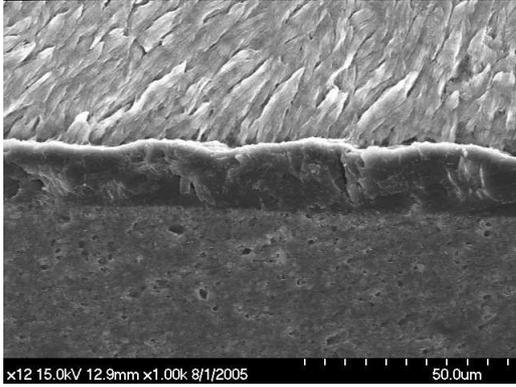


Fig. 2. Clearfil SE Bond and Z 250 adhered to enamel

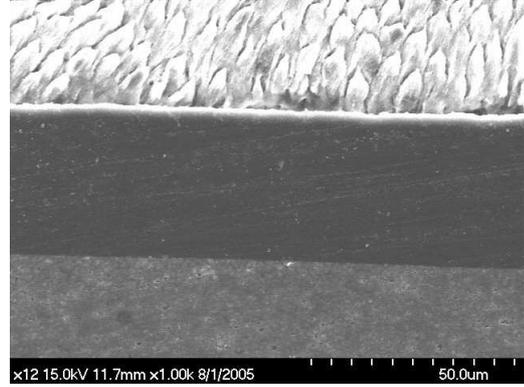


Fig. 3. AdheSE and Z 250 adhered to enamel

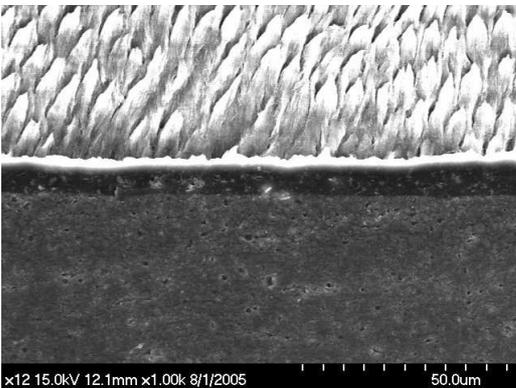


Fig. 4. Tyrian SPE/One-Step Plus and Z 250 adhered to enamel

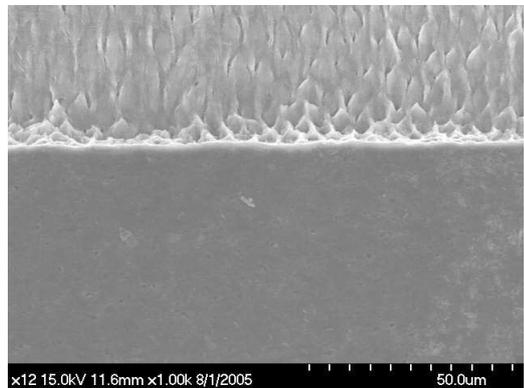


Fig. 5. Contax and Z 250 adhered to enamel

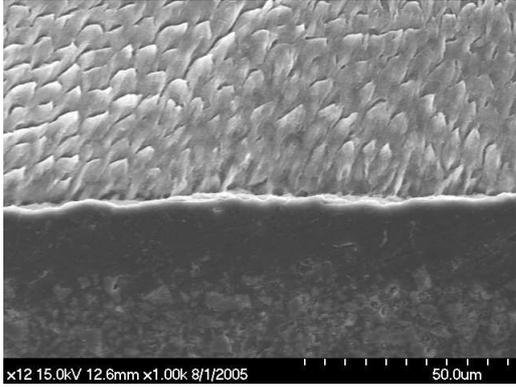


Fig. 6. Clearfil SE Bond and Luxacore Smartmix Dual adhered to enamel

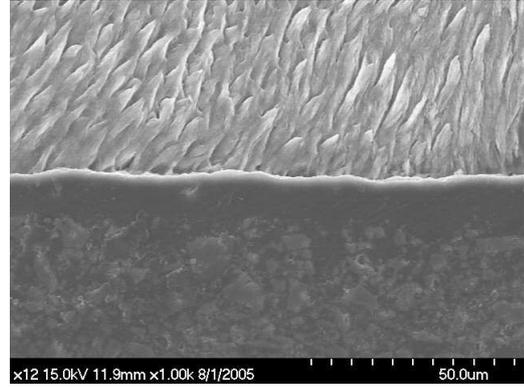


Fig. 7. AdheSE and Luxacore Smartmix Dual adhered to enamel

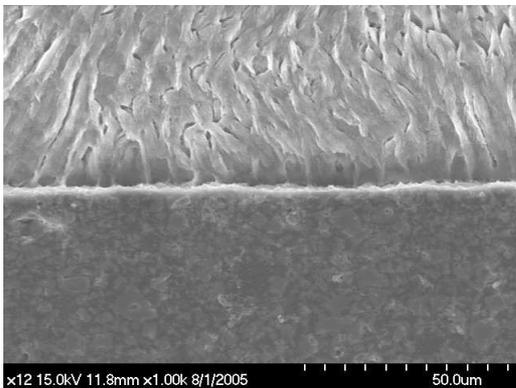


Fig. 8. Tyrian SPE/One-Step Plus and Luxacore Smartmix Dual adhered to enamel

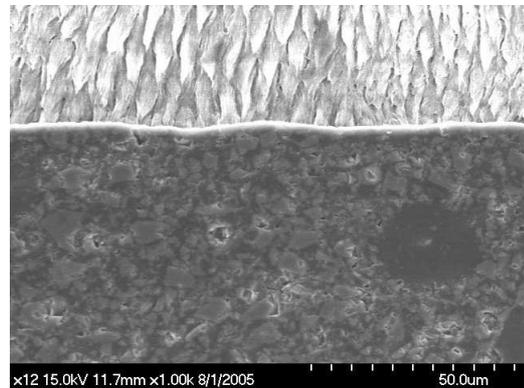


Fig. 9. Contax and Luxacore Smartmix Dual adhered to enamel