

CHOSUN  
UNIVERSITY  
1946

[UCI]I804:24011-200000237723

2009년 2월  
석사학위 논문

이중중합형 접착제가  
상아질 결합강도와 중합률에  
미치는 영향

조선대학교 대학원

치 의 학 과

전 지 훈

이중중합형 접착제가  
상아질 결합강도와 중합률에  
미치는 영향

Influence of dual-cured adhesive system  
on dentin bond strength and degree of conversion

2009년 2월 일

조선대학교 대학원

치 의 학 과

전 지 훈

이중중합형 접착제가  
상아질 결합강도와 중합률에  
미치는 영향

지도교수 민 정 범

이 논문을 치의학 석사학위신청 논문으로 제출함.

2008년 10월 일

조선대학교 대학원

치 의 학 과

전 지 훈

CHOSUN  
UNIVERSITY  
1946



조선  
대학교  
CHOSUN

전지훈의 석사학위논문을 인준함.

위원장 조선대학교 교수 황 호 길 인

위 원 조선대학교 교수 국 중 기 인

위 원 조선대학교 교수 민 정 범 인

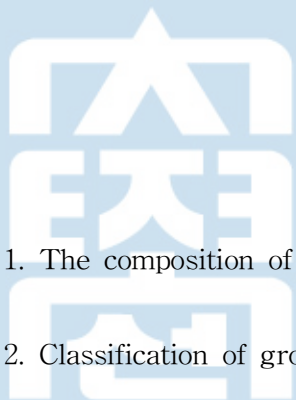
2008년 11월 30일

조선대학교 대학원



## 목 차

표목차 .....	ii
도목차 .....	iii
영문초록 .....	iv
I. 서론 .....	1
II. 실험재료 및 방법 .....	3
III. 실험성적 .....	8
IV. 총괄 및 고안 .....	10
V. 결론 .....	14
참고문헌 .....	15



## 표 목 차

Table 1. The composition of materials used in this study .....	3
Table 2. Classification of group and bonding procedures .....	4
Table 3. Mean microtensil bond strength ( $\mu$ TBS) of each group .....	8
Table 4. Degree of conversion (DC) of each group .....	9



## 도 목 차

Fig. 1. FTIR absorbance spectrum showing C=C stretching absorption bands .....	7
Fig. 2. Pearson Correlation of $\mu$ TBS and DC .....	9

ABSTRACT

Effect of dual-cured adhesive system  
on dentin bond strength and degree of conversion

Cheon, Ji-Hoon

Advisor : Prof. Min, Jeong-Bum D.D.S, Ph.D.

Department of Dentistry

Graduate School of Chosun University

The purpose of this study was to evaluate the microtensile bond strength ( $\mu$ TBS) and degree of conversion (DC) of two light cured adhesive systems [Prime&Bond NT / X-P Bond] used in light-cured and dual-cured versions.

For microtensile bond strength ( $\mu$ TBS) measurement, occlusal dentin surface of 28 human molars were exposed and flattened. Teeth were assigned to 1 of the following 4 groups (n=8) according to adhesive systems: 2 light cured adhesive systems [Prime& Bond NT (P), X-P Bond (X)], 2 dual cured adhesive systems [Prime&Bond NT with Self-cure Activator (PA), X-P Bond with Self-cure Activator (XA)]. The acid etching and adhesive systems were applied according to the manufacturer's directions and composite resin were built-up on the surface. The teeth were stored in distilled water for 24 hours and serially sectioned mesio-distally, bucco-lingually to obtain test blocks ( $1 \text{ mm}^2 \times 8$



mm). The  $\mu$ TBS were measured in a Microtensile tester. The degree of conversion (DC) was monitored with a Fourier transform infrared spectrometer (FTIR) device. Data were analyzed by One-way ANOVA and Tukey HSD test ( $p < 0.05$ ).

The results were as follows:

1. In  $\mu$ TBS test, Mean Microtensile bond strength (MPa) for experimental groups were as follow: 23.68 MPa (P), 21.48 MPa (PA), 27.18 Mpa (X), 24.95 MPa (XA).
2. DC of the groups were as follow: 22.2% (P), 19% (PA), 41% (X), 31% (XA).
3. The light curing groups (P, X) had significantly higher  $\mu$ TBS and DC values than the dual curing groups (PA, XA) ( $p < 0.05$ ).
4. In all adhesive systems, X-P bond (X) had significantly higher  $\mu$ TBS and DC values than the Prime&Bond NT (P) ( $p < 0.05$ ).

In conclusion, adhesive systems mixing with Self-cure Activator was not improved the DC and the bond strength.

## I. 서론

최근 심미적인 치료가 요구됨에 따라 복합레진이 수복 치과학의 주요한 위치를 차지하게 되었다. 복합레진은 치질과 직접 결합한다는 점에서 다른 재료들과 근본적인 차이점을 갖는다. 따라서 임상적인 성공을 위해서는 수복재와 치면간의 신뢰할 만한 접착이 이루어져야 한다. 1955년 Buonocore<sup>1)</sup>에 의해 산부식법이 소개된 이후로 복합레진과 범랑질 결합은 임상적으로 성공할 만한 성과를 얻고 있다. 그러나 상아질은 범랑질과 달리 유기성분이 다량 함유되어있고, 물리적 및 형태적 구조의 다양성에 의해 복합레진과 상아질의 결합은 시행착오를 거쳐 왔다. 이러한 상아질 접착의 어려움을 극복하고 향상시키기 위한 여러 가지 시도가 이루어져왔으며 이상적인 상아질 접착에 대한 많은 연구가 시행되었다<sup>2)-5)</sup>.

과거의 연구에서 이상적인 상아질 접착을 위해서, 상아질 접착제는 적용시 친수성이 높아 상아질 내 침투가 쉽고 중합이 잘 이루어지며 단량체의 분자량이 커서 자체 강도가 높고 중합수축이 적어야 한다고 하였다<sup>6)-7)</sup>.

Nakabayashi<sup>8)</sup> 등에 의해 제안된 혼합층의 개념은 친수성 레진 단량체가 상아질 미세구조 내로 확산, 침투하여 미세 기계적 결합을 형성하는 것이다. 이러한 혼합층은 상아질 접착에 있어서 가장 효과적인 기전으로 알려져 있다<sup>9)</sup>. 투과 전자 현미경을 이용한 상아질 접착의 형태학적인 연구에서 단량체의 투과를 통해 향상된 상아질 접착이 가능함이 보고된 바 있다<sup>10),11)</sup>. 그동안의 연구에서 혼합층의 형태학적 연구에서 결합강도와 봉쇄능은 이 층의 두께보다는 질과 관련이 있음이 밝혀진 바 있다<sup>12)</sup>.

혼성층 내에서 접착제의 물성도 내구성이 강한 결합을 형성하는데 중요한 역할을 한다고 하였다<sup>13)</sup>. 만약 표면의 상아질이 완전하게 탈회되고 단량체가 완전히 침투되었다면 혼성층은 약 70%의 레진과 30%의 교원질 섬유로 구성될 것이다<sup>14)</sup>. 그러나 혼성층의 기저부에서 탈회된 교원질층으로 레진이 침투하지 못하면 약한 레진-상아질 결합이 될 것이며, 탈회된 상아질에서 완전한 침투가 이루어지더라도 혼합층 내 상아질 접착제의 중합률이 낮을 경우 그 결합은 완전하지 않다<sup>15)</sup>. 중합되지 않은 상태로 잔존하는 미반응 단량체는 중

합체를 약하게 만들어 물리적 성질을 저하시키고 산화 반응에 대한 저항성을 감소시켜 결합강도의 약화를 초래한다<sup>16)</sup>. Lee와 Greener<sup>17)</sup> 등은 접착제가 복합레진의 중합 수축 응력에 저항하기 위해 상아질면에서 빠르고 완전하게 중합되어야 하며 충분히 중합되지 않으면 약한 접착층이 형성되어 결합강도가 감소한다고 보고하였다. 또한, 상아질 접착제 내의 용매나 수분은 중합에 부정적인 영향을 미치고 결합 후 수분의 투과성을 증가시켜 결과적으로 상아질 접착을 약하게 할 것이라고 하였다<sup>18)</sup>. 따라서 이상적인 접착제는 상아질내로 잘 침투되고 중합이 잘 이루어져 적절한 자체강도를 가져야한다<sup>6)</sup>.

중합반응은 여러 단량체가 공유결합에 의해 중합체로 변환되는 과정을 말한다. 중합반응은 자유라디칼을 형성하고 교차반응을 진행해 중합체를 형성하는 화학반응으로 열, 빛, 화학물질 등을 통하여 시작된다. 이러한 중합반응은 재료내의 성분이나 중합방법과 같은 다양한 요인들이 복합적으로 작용한다. 따라서 중합률의 향상을 위해 재료의 조성이나 중합방법이 다양하게 개발되고 있다. 최근에는 화학 중합과 광중합이 모두 가능한 이중중합형의 재료가 개발되었다. 이는 화학중합 개시제인 peroxide amine 성분과 광중합 개시제인 camproquinone을 모두 함유하고 있어 광활성 성분에 의해 빠른 초기경화를 제공하며, 광도가 감소되어 충분한 광중합이 일어나지 않는 부위에서는 화학중합이 일어나 중합반응을 완성시킨다. 이러한 이중중합형 재료는 주로 간접수복물이나 근관치료된 치아의 치관부 수복을 위한 포스트의 접착을 위한 시멘트에서 주로 이용되었으며 최근에는 광원이 도달하지 못하는 부위에서 자가중합이 가능한 이중중합형 상아질 접착제가 소개되었다. 이는 광중합형 상아질 접착제에 화학중합을 개시하는 활성제를 혼합하여 광원에 의해서 중합되고 광원이 도달하지 못하는 부위에서는 자가중합이 가능하다.

그동안 광중합형 상아질 접착제의 효율에 대해서는 다수의 보고<sup>19),20)</sup>가 있었으나 최근에 소개된 이중중합형 상아질 접착제와 기존의 광중합형 접착제를 비교한 예는 찾기 힘들어 이러한 관점에서 연구가 필요할 것으로 사료되었다. 이에 광중합형 상아질 접착제에 Self-cure Activator를 혼합하여 이중중합형으로 사용하였을 때 의 중합률과 미세인장 결합강도에 미치는 영향을 평가하기위해 이 연구를 시행하였다.

## II. 실험재료 및 방법

### 1. 실험재료

우식 및 수복물이 없는 상, 하악 대구치를 실험치아로 사용하였다. 상아질 접착제로는 Prime&Bond NT (Dentsply Caulk Milford, DE. USA)와 X-P Bond (Dentsply Caulk Milford, DE. USA)를 이용하였고, 각 접착제에 동일한 제조회사의 Self-cure Activator (Dentsply Caulk Milford, DE. USA) 혼합하여 이중중합형으로 이용하였다. 복합레진은 광중합 복합레진인 Ceram-X (Dentsply Caulk Milford, DE. USA)의 Mono 2 shade 를 사용하였다. 접착제와 복합레진의 광중합을 위해 Spectrum 800 (Dentsply Caulk, Milford, DE. USA)을  $600 \text{ mW/cm}^2$ 의 광강도로 사용하였다. 실험에 이용된 재료와 그 구성은 Table 1 에 제시하였다.

Table 1. The composition of material used in this study

Materials	Component	Manufacturers
<b>Prime&amp;Bond NT</b> (Batch No. 060509)	Di- and trimethacrylate, PENTA, Functionalized amorphous silica, Camphorquinone, Stabilisers, Cetylamine hydrofluoride, Acetone	Dentsply Caulk Milford, DE. USA
<b>X-P Bond</b> (Batch No. 0512004001)	Carboxylic acid modified dimethacrylate, PENTA, UDMA, TEGDMA, HEMA, Functionalized amorphous silica, Camphorquinone, stabilizer, Ethyl-4-dimethylaminobenzoate, t-butanol	
<b>Self-cure Activator</b> (Batch No. 070213)	UDMA, HEMA, catalist, photoinitiator, stabilizer, Aromatic sodium sulfinate, Acetone, Water, Ethanol	

## 2. 실험 방법

### 1) 실험군의 분류와 시편제작

우식 및 수복물이 없는 인간 대구치 28개의 연조직 잔사와 치석을 제거한 후 시편 제작 전까지 생리식염수에 넣어 4℃에서 냉장 보관하였다. 편평한 상아질 표면을 얻기 위해 Isomet low speed diamond saw (Buehler, Lake Bluff, USA)를 이용하여 교합면 1/3을 제거한 후, 600-grit SiC 표준 연마지로 연마하여 직경 5 mm 이상의 상아질 표면을 노출시켰다. 연마된 시편은 세척 후 증류수에 보관하였다.

치아 절편은 상아질 접착제의 종류와 activator의 사용 유무에 따라 4가지 실험군으로 무작위로 분류하였고 각 실험군마다 치아 절편 수를 7개로 하였다.

모든 치아에서 제조회사 지시에 따라 10초간 산부식 처리를 시행하고 상아질 접착제를 처리하였다. 1군은 상아질 접착제로 Prime&Bond NT를 이용하였고 2군은 Prime&Bond NT와 Self-cure Activator를 혼합하여 이용하였다. 3군은 X-P bond를 이용하였고 4군은 X-P Bond와 Self-cure Activator를 혼합하여 이용하였다 (Table 2). 상아질 표면에 각각의 상아질 접착제를 도포하고 Spectrum 800을 이용하여 10초간 광조사 하였다.

Table 2. Classification of group and bonding procedures

Group	Adhesive	Self-cure Activator	Light curing	Polymerization mode
1	Prime&Bond NT	X	O	Light cure
2	Prime&Bond NT	O	O	Dual cure
3	X-P bond	X	O	Light cure
4	X-P bond	O	O	Dual cure

#### 1)-1. 1군

34% tooth conditioner gel로 10초간 산부식 처리 후 15초간 수세하고 air syringe를 이용하여 blot dry하였다. Prime&Bond NT를 상아질 표면에 적용

하고 20초간 방치한 후 air syringe로 가볍게 불어 반짝이는 표면을 얻었다.  
그 후 Spectrum 800을 이용하여 10초간 광조사 하였다.

1)-2. 2군

Prime&Bond NT와 Self-cure Activator를 제조사의 지시에 따라 1 : 1의 비율로 1~2초간 혼합하여 1군과 동일한 방법으로 상아질 표면에 적용하고 광조사 하였다.

1)-3. 3군

X-P Bond를 1군과 동일한 방법으로 상아질 표면에 적용하고 광조사 하였다.

1)-4. 4군

X-P Bond와 Self-cure Activator를 제조사의 지시에 따라 1 : 1로 1~2초간 혼합하여 1군과 동일한 방법으로 상아질 표면에 적용하고 광조사 하였다.

상아질 접착제를 처리한 모든 치아의 상아질 면에 직경 5 mm, 높이 4 mm의 polyethylene tube를 이용하여 Ceram-X Mono 2 shade를 충전한 후 polyethylene tube위에 Mylar strip를 덮고 가압하여 과잉의 레진을 제거하였다. 그 후 교합면 방향과 tube의 측면 네 방향에서 각각 40초씩 광조사를 시행하였다. 레진 수복이 끝난 후 모든 치아를 24시간 동안 증류수에 보관하였다.

## 2) 미세인장 결합강도의 측정

미세인장 결합강도의 측정을 위해 치아의 장축에 평행이 되도록 diamond saw를 위치시키고 근-원심, 협-설 방향으로 주수하에 절단하여 단면 1 mm<sup>2</sup>, 길이 8 mm의 stick을 제작하였다. 절단 시편은 증류수로 세척하고 paper towel을 이용하여 과도한 수분을 제거 하였다.

Microtensile tester (Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA)의 test jaw에 시편

을 올려놓고 시편의 양 끝에 Zabit Base (Dental venture of America inc., Corona, CA, USA)를 각각 두 방울씩 떨어뜨려 시편의 양끝을 덮고, Zabit Base위에 micro brush를 이용하여 Zabit Accelerator (Dental venture of America inc., Corona, CA, USA)를 소량 적용하였다. 이때 이 접착제가 레진-상아질 계면에 묻지 않도록 주의하였다. Zabit Base가 완전히 경화된 후 test jaw를 Microtensile tester에 위치시켜 미세인장 결합강도를 측정하였다. 상아질 표면에서 복합레진이 분리될 때 까지 분당 1 mm의 crosshead speed로 하중을 가하였고 각 시편의 미세 인장 결합 강도는 MPa로 환산하였다.

### 3) 중합률 측정

#### 3)-1. 탄소 이중 결합 농도 측정

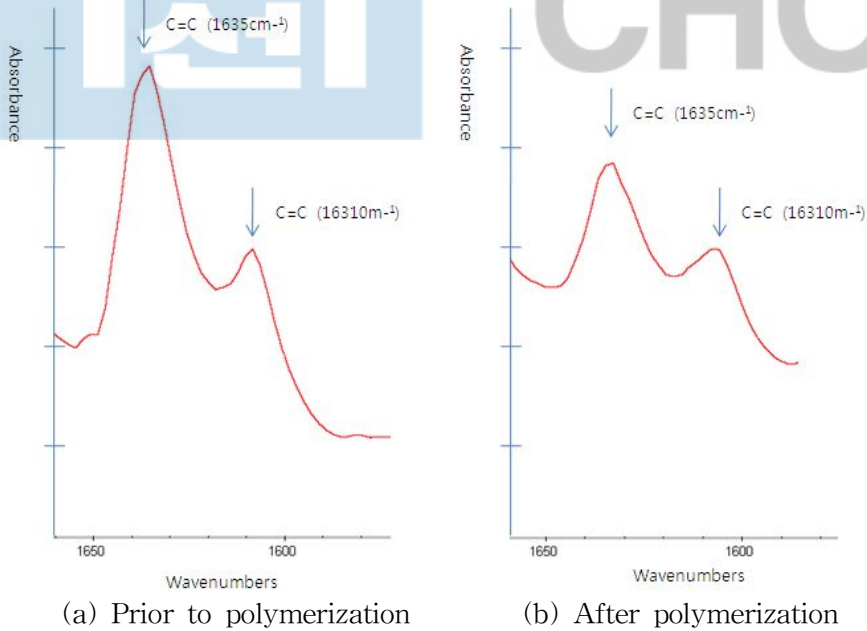
Fuourier 변환 적외선 분광기 (Nicolet 6700 FTIR, Thermo Fisher Scientific Inc., USA)를 이용하여 접착제의 전환율이 평가되었다. 중합전 액체 상태의 접착제를 박막 형태로 만들어 탄소 이중결합 농도를 측정하였고, 이후 접착제를 10초 간 광중합 하여 동일한 방법으로 남아있는 탄소 이중 결합 농도를 측정하였다. Omnic software를 이용하여 scan하였다. 해상도는  $4 \text{ cm}^{-1}$  단위로 하였으며 32회 scan하여 평균치를 기록하였다.  $600 \text{ cm}^{-1}$ 부터  $4400 \text{ cm}^{-1}$  영역을 먼저 scan 한 후  $1500 \text{ cm}^{-1}$ 부터  $1800 \text{ cm}^{-1}$  범위를 확대하여 기록하였다 (Fig. 1).

#### 3)-2. 중합률 계산

과거의 연구에서와 같은 방식으로 탄소 이중결합의  $1635 \text{ cm}^{-1}$ 와 방향족의  $1610 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 peak를 이용하여 전환율이 계산되었다<sup>21)</sup>.

접착레진 내 탄소 이중결합에는 두 가지가 있다. 그중 탄소이중결합의 C=C (aliphatic C=C)는  $1635 \text{ cm}^{-1}$ 의 위치에서 흡수도를 나타내고 방향족 C=C (aromatic C=C)는  $1610 \text{ cm}^{-1}$ 위치에서 흡수도를 나타낸다.  $1610 \text{ cm}^{-1}$ 위치의 방향족 C=C는 단량체 분자의 벤젠링에 있는 aromatic bond로써 중합시 반응하는 부분이 아니며 농도가 변하지 않아 일정한 흡수도를 유지하므로 각 시

편의 농도 및 두께를 계산할 필요가 없도록 해주는 내부 기준점으로 삼는다<sup>22)</sup>. 이와 같이 standard baseline technique을 이용하여 중합전과 후의 탄소이중결합 (aliphatic C=C)과 방향족 이중결합 (aromatic C=C)의 흡수 강도를 비교하여 Ferracane과 Greener<sup>23)</sup>가 만든 아래 식을 이용하여 중합률을 계산 하였다.



**Fig. 1. FTIR absorbance spectrum showing C=C stretching absorption bands.**

$$DC(\%) = \left(1 - \frac{[abs(aliphatic\ C=C)/abs(aromatic\ C=C)]_{polymer}}{[abs(aliphatic\ C=C)/abs(aromatic\ C=C)]_{monomer}}\right) \times 100$$

#### 4) 통계 분석

각 군의 평균 미세인장 결합강도 값의 비교 및 유의성 검증을 위해 One-way ANOVA가 이용되었으며, 사후검정은 Tukey HSD 검정을 이용하였다( $p < 0.05$ ). 또한 미세인장 결합강도와 중합률 사이의 상관관계 분석을 위해 95%의 유의수준에서 Pearson Correlation 분석을 시행하였다.



### III. 실험 성적

#### 1. 미세 인장 결합 강도

각 실험군의 미세인장 결합강도의 평균과 표준편차는 Table 3에 제시되어있다. 각 군의 평균 미세인장 결합강도는 1군에서 24.03 Mpa, 2군에서 21.33 Mpa, 3군에서 27.63 Mpa, 4군에서 25.18 Mpa로 3군에서 가장 높은 미세인장 결합강도를 나타내었다.

Self-cure Activator의 유무에 따라 평가하였을 때 상아질 접착체를 단독으로 광중합형으로 중합한 1군 (24.03Mpa)과 3군 (27.63Mpa)은 Self-cure Activator를 혼합하여 이중중합형으로 사용한 2군 (21.33 Mpa)과 4군 (25.18 Mpa)에 비해 유의하게 높은 미세 인장 결합 강도를 나타냈다 ( $p < 0.05$ ).

상아질 접착제간의 비교에서 X-P Bond를 이용하였던 3군이 Prime&Bond NT를 이용하였던 1군에 비해 유의하게 높은 미세인장 결합강도를 나타냈다 ( $p < 0.05$ ).

Table 3. Mean microtensile bond strength (MPa) of each group

Group	$\mu$ TBS (mean $\pm$ S.D.)	Number of Specimens
1	24.03 $\pm$ 2.45 <sup>b</sup>	20
2	21.33 $\pm$ 2.86 <sup>a</sup>	20
3	27.63 $\pm$ 2.50 <sup>c</sup>	20
4	25.18 $\pm$ 2.64 <sup>b</sup>	20

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

#### 2. 중합률 평가

Ferracane 과 Greener<sup>23)</sup>가 제시한 식을 이용하여 계산한 중합률은 Table 4

와 같다.

Table 4. Degree of conversion (DC) of each group

Group	I	II	III	IV
DC(%)	22%	19%	41%	31%

### 3. 상관관계 분석

Pearson 상관관계 분석법을 이용하여 95%의 유의수준 하에서 중합률과 미세인장 결합강도사이의 상관관계를 분석한 결과, 중합률이 큰 군에서 미세인장 결합강도 역시 높게 관찰되며, 두 변수 사이에 선형의 상관관계가 있는 것으로 관찰되었다.

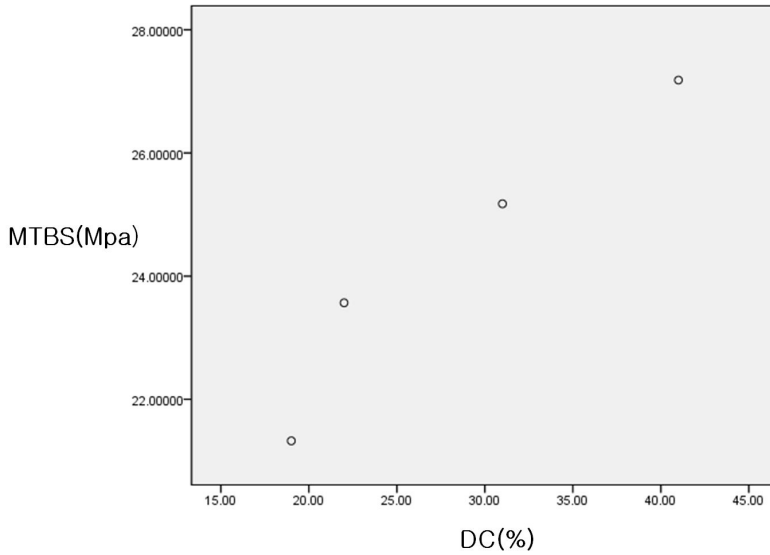


Fig 2. Pearson Correlation of  $\mu$ TBS and DC

## IV. 총괄 및 고안

복합레진은 치질에 직접 결합한다는 점에서 다른 재료들과 근본적인 차이점을 갖는다. 그러므로 임상적인 성공을 위해서는 수복재와 치면간의 신뢰할 만한 접착을 얻을 수 있어야 한다. 상아질의 구성은 수분 12%, 단백질 18%, 무기질 70% 등으로 화학적인 다양성을 지니고 있으며<sup>24)</sup>, 도말층, 상아질 깊이 에 따른 구조적 변화, 수분 및 혈액오염에 대한 감수성, 중합수축에 따른 응력 등에 의해 상아질 결합은 많은 문제점이 있어 개선을 위한 연구와 함께 다양한 접착제가 개발되어왔다. 레진재료의 물성 발현에 있어서 중합된 이후 중합체의 상태가 중요하므로 중합률은 중요한 의미를 지닌다고 할 수 있다.

단량체인 methymethacrylate (MMA)가 개시제에 의하여 연쇄적으로 서로 결합하여 중합체를 형성해가는 반응을 중합반응이라 한다. 중합 개시제는 화학중합형에서는 benzoyl peroxide, 광중합형에서는 camproquinone이 주로 이용된다. 이러한 개시제는 가속제인 amine과 반응하여 자유라디칼을 형성하고 그 라디칼이 단량체에 작용하여 탄소 이중결합 (C=C)이 단일결합 (C-C)으로 변하면서 교차결합을 이루어 중합체를 형성한다. 이와 같이 단량체가 중합체로 전환되는 정도를 전환율 (Degree of conversion)이라 하며 이는 중합률의 지표로 이용된다. 이러한 중합률에는 재료의 성분, 광원과 광조사 시간 등 다양한 요인이 서로 복합적으로 영향을 미친다. 중합도는 광중합 수복의 성공과 직접적인 관련이 있다. 중합과정에서 단량체가 모두 중합체로 전환하여 100%의 중합률을 나타내는 것이 이상적이나 실제 중합시에는 다량의 미반응 탄소 이중결합 (C=C)이 잔류한다. 이 미반응 단량체는 중합체를 연화하여 레진의 물리 기계적 성질을 저하시키고 치수자극이나 구강연조직의 과민반응을 유발할 수 있다<sup>25)</sup>. 그러므로 중합도는 수복물의 강도, 경도, 마모저항성, 색안정성 등 임상적으로 중요한 성질에 영향을 미친다고 볼 수 있다.

중합률을 측정하는 방법은 여러 가지가 있다. 간접적인 측정법으로 표면강도, 투광도, 경도 등을 측정하는 방법이 있다. 이중 경도측정을 이용하는 방법은 재료의 경도가 기계적 강도, 견고성, 구강내 연화성에 대한 저항과 관련

이 있어 일반적으로 높은 정도의 값을 갖는 것은 중합률이 높은 것을 의미한다<sup>26),27)</sup>. 직접적인 측정법은 레진내 미반응 단량체의 양을 측정하여 중합도를 알아보는 것으로서 적외선 분광법, 열량계측법, Raman 분광법, Fourier 변환 적외선 분광법 (FTIR) 등이 있다. 앞서 나열한 방법 중 적외선 분광법이 비교적 간편하고 신뢰도가 높은 것으로 알려져 있어 이 연구에서는 적외선 분광법의 일종인 FTIR을 이용하였다. Rueggeberg<sup>28)</sup> 등은 중합정도를 예상할 수 있는 방법 중에 FTIR로 측정한 중합률이 레진의 경도나 누출과 연관성을 갖는다고 하였다. 이러한 분석법을 이용하여 레진의 중합과정에서 탄소 이중결합이 단일결합으로 변하는 정도를 측정해 중합률을 계산할 수 있다. 이 방법은 소량의 시편만으로도 측정이 가능할 뿐 아니라 고체, 액체, 기체 상태에 관계없이 분석이 가능하다는 장점을 가진다. 이러한 적외선 분광법의 원리는 적외선 파장 내에서 중합체 사슬에 포함된 functional group의 분자가 스펙트럼의 특정 진동수에서 적외선을 흡수하는 것에 기초한 것이다. 중합체, 단량체 그리고 첨가제 내의 functional group (C-C, C=C, C-O, C-H, O-H, N-H)을 적외선 분광 스펙트럼내의 흡수 띠에 대한 특정 진동수로 인지 할 수 있어 탄소 이중결합이 탄소 단일결합으로 변화되는 정도를 측정하여 복합레진의 중합률을 측정할 수 있다. FTIR에서 중합률을 측정하기 위한 시편은 Kbr - pellet법과 thin film법으로 제작이 가능한데, 두 방법사이에서 유의한 차가 없다고 보고되어<sup>29)</sup> 이 연구에서는 실험의 편의와 재료의 특성에 따라 thin film 법을 이용하였다.

최근 중합률의 향상을 위해 재료의 조성이나 중합방법이 다양하게 개발되고 있다. 그 중 광원이 도달하는 부위에서는 광중합이 가능하고, 광원이 도달하지 못하는 부위에서 부가적으로 자가중합이 가능한 이중중합형 상아질 접착제가 소개되고 있다. 이러한 이중중합형 상아질 접착제는 광중합형 상아질 접착제에 화학중합을 개시하는 촉매제를 혼합하여 사용하는데 이번 실험에서는 상아질 접착제를 단독으로 광중합형으로 이용하였을 때와 광중합형 상아질 접착제에 촉매제를 혼합하여 이중중합형으로 사용하였을 때의 중합률과 미세인장 결합강도에 미치는 영향을 평가하고자 하였다.

이번 연구에서 이용된 상아질 접착제에 Self-cure Activator를 혼합하였을

때 전환율의 감소 및 미세인장 결합강도의 감소가 관찰되었고, 이러한 성분을 혼합하여 이중중합형으로 사용하는 것은 상아질 접착제를 단독적으로 광중합형으로 사용하는 것에 비해 상아질 결합을 향상시키지 못했다. 이는 Faria-e-Silva AL<sup>30)</sup> 등의 연구에서 Prime&Bond NT와 Self-cure Activator를 혼합하여 이중중합형으로 이용하였을 경우 전환율이 감소하였던 결과와 일치하였다. 그 이유는 Self-cure Activator 첨가에 따른 상아질 접착제 성분변화의 결과로 유추할 수 있다. Self-cure Activator는 레진 단량체, 중합 촉매제, ethanol이나 물과 같은 용매, benzoyl peroxide, sodium ptoluene sulfate 등으로 구성되어있어 상아질 접착제와 혼합사용 시 다음 현상이 발생할 수 있다. Self-cure Activator는 고농도의 유기 용매를 포함하고 있어 접착제와 혼합시 유기용매의 농도가 높고 단량체의 농도가 낮은 용액을 형성하게 되어 중합단계에서 이러한 유기용매의 잔존으로 접착제 내의 친수성과 소수성 구성분사이의 상분리를 유발하여 중합에 부정적인 영향을 미칠 수 있다. 이는 이전의 연구에서 언급된 바가 있다<sup>31)</sup>. Benzoyl peroxide는 상아질 접착제와 혼합시 부가적인 자가중합반응을 개시하는 역할을 하는데, 이러한 이중중합형 접착제를 초기 광중합하게 되면 재료의 점도가 빠르게 증가되어 분자의 운동을 감소시키므로 부가적인 자가중합반응이 전환율을 유의하게 향상시키지 못하고 중합이 덜된 가용성 단량체는 접착층의 투과성을 증가시켜 상아질 접착을 약화시킬 수 있다. Sodium ptoluene sulfate는 상아질 접착제와의 혼합시 접합성 증진을 위해 이용되는데, 이는 상아질 접착제내의 acidic monomer와 반응하여 자유라디칼을 형성하여 acid monomer의 농도 감소에 영향을 미칠 것이다.

이 연구에서 이용된 접착제 중 X-P Bond를 광중합형으로 이용한 경우 Prime&Bond NT를 이용한 군에 비해 유의하게 높은 미세인장 결합강도를 나타냈다. 이는 X-P bond의 용매와 관련이 깊을 것으로 생각된다. Etch and rinse system에서 용매의 종류는 임상적용에 있어 중요한 영향을 미친다. Prime&Bond NT와 같이 acetone-based system은 acetone이 물을 따라가는 특성 때문에 상아세관 내로 잘 침투하여 들어가지만 상아질 표면의 습윤정도에 민감해 상아질 표면이 과도하게 건조된 경우 부정적인 결과를 야기할 수

있다. 반면 water-based system은 고유의 rewetting property 때문에 상아질의 습윤 정도의 영향을 덜 받지만 물의 낮은 증기압 때문에 용매의 증발을 위해 더 긴 시간을 요하며<sup>32)</sup>, 상아질 접착제의 광중합 전에 용매가 완전하게 증발되지 않으면 혼합층이 약해지고 수복물의 실패를 야기할 수 있다<sup>33)</sup>. 최근에는 ethanol을 용매로 하는 접착제가 다양하게 개발되고 있으며, X-P bond는 tert-butanol (2-methyl-2-propanol)이라는 새로운 용매를 사용하였는데, 이는 C4 body와 alcohol group, 3개의 methyl group으로 구성되어있으며 물과 레진 모두와 혼화되기 쉽다. 비록 t-butanol이 ethanol보다 높은 분자량을 가지지만 20℃에서 증기압은 물이 2330Pa, t-butanol은 4122Pa, ethanol은 5900Pa, acetone은 23300Pa로 t-butanol과 ethanol의 증기압은 거의 비슷하다. 따라서 t-butanol을 용매로 이용하였을 경우 acetone을 이용한 경우보다 접착제 내의 레진 함량이 증가하고 adhesive layer가 두께와 강도를 지니게 되었을 것으로 생각된다. 이러한 용매의 변화로 X-P bond는 다른 군에 비해 더 높은 결합 강도를 가졌을 것으로 유추 해 볼 수 있다.

중합도가 차이를 보이는 이유에 대해서는 위와 같은 추론이 가능하지만, 추후에 추가적인 정성, 정량분석을 통하여 상아질 접착제에 포함되어있는 성분 및 그 조성비, 각각의 역할에 대한 심도있는 평가가 필요할 것으로 생각된다.

이 연구에서 각 군의 전환률과 미세인장결합강도의 측정에서 전환율이 높게 관찰되었던 군에서 미세인장결합강도 값 역시 높게 나타나 전환률과 미세인장결합강도 사이의 상관관계 분석에서 선형의 상관관계가 관찰되었다. 이는 상아질 접착제의 전환율과 결합강도 사이에 직선의 상관관계가 있다는 Kanehira 등<sup>19)</sup>의 연구 결과와 일치 하였다.

임상적인 효용성 평가를 위해 이 실험에 추가적으로 상아질 접착 후 시간의 경과나 열 또는 물리적인 하중 변화에 따른 결합강도 및 중합물의 변화에 대한 후속 연구가 필요할 것으로 생각된다. 또한 이번 실험에서는 두가지 상아질 접착제를 대상으로 하여 Self-cure Activator의 영향을 평가 하였는데 추후 다른 상아질 접착제를 대상으로 한 광범위한 연구가 필요할 것으로 사료된다.

## V. 결론

상아질 접착의 어려움을 극복하기 위해 여러 가지 시도가 이루어져오며, 이상적인 상아질 접착에 대한 많은 연구가 시행되었다. 최근 광원이 도달하지 못하는 부위에서 자가중합이 가능한 이중중합형 상아질 접착제가 소개되었다. 이는 광중합형 상아질 접착제에 화학중합을 개시하는 활성제를 혼합하여 광원에 의해서 중합되고 광원이 도달하지 못하는 부위에서는 자가중합이 가능하여 중합률을 향상시킬 것이라고 기대되었다. 이러한 이중중합형 상아질 접착제와 기존의 광중합형 접착제의 중합률과 상아질 결합을 평가 하기위해 본 연구를 계획하였다. 이번 연구에서 두가지 광중합형 상아질 접착제 (Prime& Bond NT, X-P Bond)에 Self -cure Activator를 혼합하여 이중중합형으로 사용하였을 때 중합률과 미세인장 결합강도를 측정하였으며 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 상아질 접착제를 단독으로 사용한 군은 각 접착제에 Self-cure Activator를 혼합하여 이중중합형으로 사용한 군보다 높은 결합강도와 전환율을 나타냈다 ( $p < 0.05$ ).
2. 접착제 종류에 따른 비교시 X-P bond를 광중합형으로 사용한 군은 Prime&Bond NT를 사용한 군보다 유의하게 높은 결합강도를 나타냈다 ( $p < 0.05$ ).

위의 결과로 보아 상아질 접착제에 Self-cure Activator를 첨가하여 이중중합형으로 이용하였을 경우 상아질 접착제를 단독적으로 광중합형으로 사용하는 것에 비해 전환율 및 상아질 결합강도를 향상 시키지 못하여 향후 그 원인에 대한 체계적인 분석이 필요하며, 상아질 접착 향상을 위한 노력이 계속 되어야 할 것으로 생각된다.

## 참고 문헌

1. Buonocore MG : A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surface. *J Dent Res* 34 : 849-853, 1955.
2. Cho BH, Dickens SH : The effects of the acetone content of single solution dentin bonding agents on the adhesive layer thickness and the microtensile bond strength. *Dent Mat* 20 : 107-115 , 2004
3. Hikita K, Van Meerbeek B, De Munck J : Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. *Dent Mat* 23 : 71-80, 2007.
4. 김병현, 권혁춘 : 수중 상아질 접착제의 접착제의 결합강도와 중합률에 관한 연구. *대한치과보존학회지* 23 : 68-93, 1998.
5. Van Meerbeek B, De Munck J, yoshida Y : Current status and future challenges. *Oper Dent* 28 : 215-235, 2003.
6. 문은재, 김병현, 조병훈, 권혁춘 : 실험적 접착레진의 단량체 조성비에 따른 중합률 및 전단 결합강도 변화에 관한 연구. *대한치과보존학회지* 24 : 26-39, 1999.
7. Finger WJ, Lee KS : Monomers with low oxygen inhibition as enamel/dentin adhesives. *Dent Mat* 12 : 256-261, 1996.
8. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E : Promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mat Res* 16 : 265-273, 1982.



9. Nakabayashi N, Nakamura M, Yasuda N : Hybrid layer as a dentin bonding mechanism. *J Esthet Dent* 3 : 133-138, 1991.
10. Van Meerbeek B, Inokoshi S, Braem M : Morphological aspects of resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J Dent Res* 71 : 1530-1540, 1992.
11. Spencer P, Wang Ym Walker MP, Wieliczka DM : Interfacial chemistry of the dentin/adhesive bond. *J Dent Res* 79 : 1458 -1463, 2000.
12. Tay FR, Gwinnett AJ, Pang KM, Wei SHY : Structural evidence of a sealed tissue interface with a total etch wet bonding technique in vivo. *J Dent Res* 73 : 629-636, 1994.
13. Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Carvalho RM, Russell CM : Bond strength versus dentine structure: a modeling approach. *Arch Oral Biol* 40 : 1109-1118, 1995.
14. Marshall GW : Dentin microstructure and characterization. *Quintessence Int* 24 : 606-617, 1993.
15. Sano H, Yoshikawa T, Pereira PNR : Long term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, in vivo. *J Dent Res* 78 : 906-911, 1999.
16. Ruyter IE : Methacrylate-based polymeric dental material ; conversion and related properties. *Acta Odontol Scand* 40 : 359-376, 1982.

17. Lee SY, Greener EH : Effect of excitation energy on dentin bond strength and composite properties. *J Dent* 22 : 175-181, 1994.
18. Jacobsen T, Soderholm KJ : Some effects of water on dentin bonding. *Dent Mat* 11: 132-136, 1995.
19. Kanehira M, Finger WJ, Hoffmann M, Endo T, Komatsu M : Relationship between degree of polymerization and enamel bonding strength with self-etching adhesives. *J Adhes Dent* 8 : 211-216, 2006.
20. Miyazaki M, Onose H, Iida N, Kazama H : Determination of residual double bonds in resin-dentin interface by Raman spectroscopy. *Dent Mat* 19 : 245-251, 2003.
21. Morgan DR, Kakachandra S, Shobha HK : Analysis of a demethacrylate copolymer(Bis-GMA and TEGDMA) network by DSC and C solution and solid state NMR spectroscopy. *Bio Mat* 21 : 1897-1903, 2000.
22. Chung KH, Greener EH : Degree of conversion of seven visible light cured posterior composites, *J Oral Rehabil* 15 : 555-560, 1998.
23. Ferracane JL, Greener EH : FTIR analysis of degree of polymerization in unfilled resins-methods comparison. *J Dent Res* 63 : 1093-1095, 1984.
24. Marshall GH : Dentin Microstructure and characterization. *Quint Int* 24 : 606-617, 1993.
25. Yab AUJ, Lee HK : Release of methacrylic acid from dental

composites. *Dent Mat* 16 : 172-179, 2000.

26. Asmussen E : Restorative resins : Hardness and strength vs. Quantity of remaining double bonds. *Scand J Dent Res* 90 : 484-489, 1982.

27. Ferracane JL : Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mat* 1 : 11-14, 1985.

28. Rueggeberg FA, Hashinger DT, Fairhurst CW : Calibration of FTIR conversion analysis of contemporary dental resin composite. *Dent Mat* 6 : 241-249, 1990.

29. Ferracane JL, Greener EH : Fourier transformation infrared analysis of degree of polymerization in unfilled resin-methods comparison. *J Dent Res* 63 : 1093-1095, 1984.

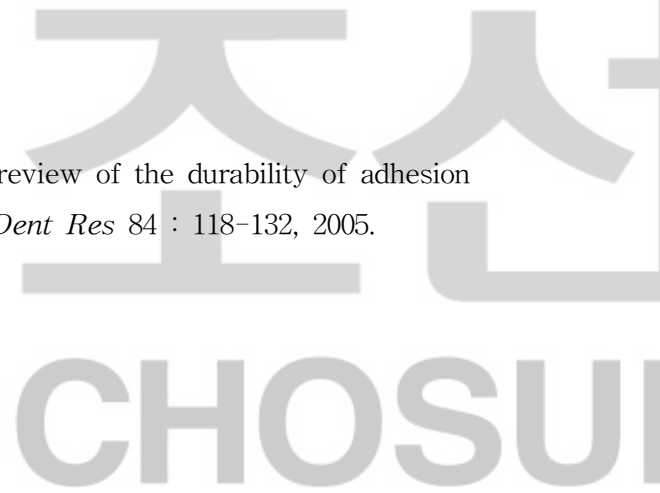
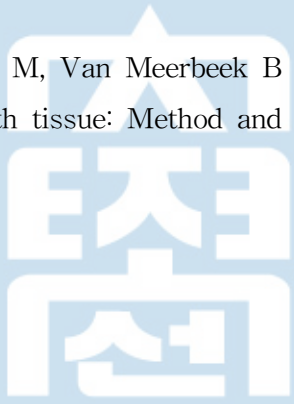
30. Faria-e-Silva AL, Lima GS, Piva E : Kinetic of conversion of tow dual-cured adhesive systems. *J Endo* 34 : 1115-1118, 2008.

31. De memezes MJL et. al. : Influence of light activated and auto- and dual- polymerizing adhesive system on bond strength of indirect composite resin to dentin. *J Prosth Dent* 96 : 115-121, 2006.

32. Van Meerbeek B, Vagas M, Inoue S, Yoshida Y, Perdiao J : Microscopy investigations Technique, result, Limitations. *Am J Dent* 13 : 3-18

33. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P,

Braem M, Van Meerbeek B : Acritical review of the durability of adhesion to tooth tissue: Method and results. *J Dent Res* 84 : 118-132, 2005.



## 저작물 이용 허락서

학 과	치의학과	학 번	20077186	과 정	석사
성 명	한글: 전 지 훈    한문: 全智焄    영문: Cheon, Ji - Hoon				
주 소	광주광역시 북구 두암동 중흥S클래스 102동 1002호				
연락처	E-MAIL : enamel1001@lycos.co.kr				
논문제목	<p>한글: 광중합 및 이중중합형 접착제가 상아질 결합강도에 미치는 영향</p> <p>영문: Influence of light and dual - cured adhesive system on dentin bonding strength.</p>				

본인이 저작한 위의 저작물에 대하여 다음과 같은 조건아래 조선대학교가 저작물을 이용할 수 있도록 허락하고 동의합니다.

- 다 음 -

1. 저작물의 DB구축 및 인터넷을 포함한 정보통신망에의 공개를 위한 저작물의 복제, 기억장치에의 저장, 전송 등을 허락함
2. 위의 목적을 위하여 필요한 범위 내에서의 편집·형식상의 변경을 허락함. 다만, 저작물의 내용변경은 금지함.
3. 배포·전송된 저작물의 영리적 목적을 위한 복제, 저장, 전송 등은 금지함.
4. 저작물에 대한 이용기간은 5년으로 하고, 기간종료 3개월 이내에 별도의 의사표시가 없을 경우에는 저작물의 이용기간을 계속 연장함.
5. 해당 저작물의 저작권을 타인에게 양도하거나 또는 출판을 허락을 하였을 경우에는 1개월 이내에 대학에 이를 통보함.
6. 조선대학교는 저작물의 이용허락 이후 해당 저작물로 인하여 발생하는 타인에 의한 권리 침해에 대하여 일체의 법적 책임을 지지 않음
7. 소속대학의 협정기관에 저작물의 제공 및 인터넷 등 정보통신망을 이용한 저작물의 전송·출력을 허락함.

2008 년 11월 일

저작자: 전 지 훈 (서명 또는 인)

조선대학교 총장 귀하