2011년 8월 박사학위논문 Adper™ Easy Bond의 적용방식이 인산으로 처리된 상아질의 결합강도에 미치는 영향 김 혜 정

2011년 8월
박사학위논문

Adper™ Easy Bond의 적용방식이 인산으로 처리된 상아질의 결합강도에 미치는 영향

조선대학교 대학원

치 의 학 과

김 혜 정

[UCI]I804:24011-200000241849

Adper™ Easy Bond의 적용방식이 인산으로 처리된 상아질의 결합강도에 미치는 영향

Influence of agitation or non-agitation on bond strength of Adper™ Easy Bond to pre-etched dentin

2011년 8월 25일

조선대학교 대학원

치 의 학 과

김 혜 정

Adper™ Easy Bond의 적용방식이 인산으로 처리된 상아질의 결합강도에 미치는 영향

지도교수 조 영 곤

이 논문을 치의학 박사학위 신청으로 제출함.

2011년 4월

조선대학교 대학원

치 의 학 과

김 혜 정

김혜정의 박사학위 논문을 인준함.

위원장 조선대학교 교수 윤 창 륙 인

위 원 전남대학교 교수 오 원 만 인

위 원 전남대학교 교수 김 흥 중 인

위 원 조선대학교 교수 안 종 모 인

위 원 조선대학교 교수 조 영 곤 인

2011년 6월

조선대학교 대학원

목 차

ABSTRACT ····· iv

Ⅰ. 서 론 ····· 1

Ⅱ. 실험재료 및 방법 ····· 3

Ⅲ. 실험결과 ····· 8

Ⅳ. 총괄 및 고찰 ····· 10

Ⅴ. 결 론 ····· 14

참고문헌 ····· 16

사진부도 ····· 21

표 목 차

Table 1. Materials and manufacturers. ····· 3

Table 2. Group classification by moist or dry dentin surfaces after etching and agitation or non-agitation during application of self-etching adhesive systems. ····· 4

Table 3. Microshear bond strength (MPa) to dentin and failure mode. ····· 8

도 목 차

Fig. 1. SEM photograph. ····· 21

Fig. 2. SEM fractography. ····· 22

ABSTRACT

Influence of agitation or non-agitation on bond strength of Adper™ Easy Bond to pre-etched dentin

Hae-Jung Kim, D.D.S, M.S.D.
Advisor : Young-Gon Cho, D.D.S., M.S.D., Ph.D.
Department of Dentistry,
Graduate School of Chosun University

The purpose of this study was to evaluate the influence of agitation or noagitation of Adper™ Easy Bond on the microshear bond strength (μSBS) to pre-etched dentin.

Thirty five extracted human molar teeth were exposed the occlusal dentinal surfaces and ground with 600 silicon carbide papers. The samples were divided into five groups according to agitation (A) or non-agitation (NA) of Adper™ Easy Bond (3M ESPE Dental Products, Seefeld, Germany)on pre-etched moist (MD) or dry dentin (DD). Control group : Adper™ Easy Bond was applied on dentin surfaces according to manufacturers instruction. Group 1 : MD + A, Group 2 : MD + NA, Group 3 : DD + A, Group 4 : DD + NA. Filtek Z 350 (3M ESPE Dental Products) were adapted to dentin surfaces of each group using Tygon tubes (Saint-Gobain Performance Plastics Co., U.S.A.).

The samples were subjected to μSBS testing 24 hours after bonding. Statistical analysis was carried out by a one-way ANOVA and Tukey post hoc test ($p=0.05$). In addition, scanning microscopic evaluation was made on fractured specimens after μSBS testing

and the resin-dentin interfaces.

The results of this study were as follows:

1. The μSBS of control group and group 1 was significantly higher than that of group 2, group 3, and group 4 ($p < 0.05$).
2. Group 1 and group 2 showed close adaptation, funnel-shaped short resin tags and networks of long resin tags at the interface of composite and dentin.
3. Group 3 and group 4 showed gaps and funnel-shaped short resin tags at the interface of composite and dentin
4. Control group, group 1 and group 2 showed mixed failures (60-70%), group 3 was showed adhesive (45%) and mixed failures (45%), group 4 showed adhesive failure (60%).

It was concluded that agitation of Adper™ Easy Bond on pre-etched moist dentin improved the bond strength and adaptation of resin, but agitation or non-agitation on pre-etched dry dentin was not affected .

Ⅰ. 서 론

자가 부식 접착시스템 (self-etching adhesive system)은 치질에 자가 부식 프라이머 (self-etching primer)를 적용한 후 접착제를 적용하는 2단계 자가 부식 접착시스템과 치질의 산부식 처리와 프라이밍 및 접착과정을 한 과정으로 완성하는 단일 단계 자가 부식 접착시스템이 있다[1-3].

단일 단계 자가 부식 접착시스템은 전부식 접착시스템 (total etching adhesive system) 만큼 임상적으로 신뢰할 수 있는 접착시스템은 아니지만[4,5], 산부식 처리와 세척과정이 필요 없어 사용이 간편하고, 적용시간이 짧으며, 술식에 대한 민감성이 낮은 임상적인 장점을 가지고 있다[4,6-9]. 또한 이 접착시스템은 상아세관을 개방하지 않기 때문에 전부식 접착시스템에 비해 비교적 술후 민감성이 낮은 것으로 평가되고 있다[10-13]. 그러나 단일 단계 자가 부식 접착시스템은 치질의 표면을 적절히 산부식 처리하기 위하여 보다 높은 농도의 산성 단량체 (monomer)를 함유하고 있고, 또한 2단계 자가 부식 접착시스템보다 친수성이 높아 물 흡수 (water sorption)에 민감한 단점을 가지고 있어[13,14] 접착부위에서 수포 (water blister)와 나노 누출 (nanoleakage)이 많이 관찰되는 문제점을 가지고 있다[15].

그 동안의 많은 연구에서 자가 부식 접착시스템은 인산을 사용하는 전부식 접착시스템에 비해 법랑질에 대한 결합강도가 낮은 것으로 보고되었다[16-19]. 따라서 pH가 높은 자가 부식 접착시스템을 사용할 경우, 법랑질에 대한 부식 효과를 향상시키기 위하여 인산을 이용하여 법랑질을 선택적으로 부식 처리하는 술식 (selective etching technique)이 소개되었고[4,17], 이에 대한 효과를 비교하기 위해 그 동안 많은 실험실적 및 임상적인 연구가 진행되어 왔다[6,7,16,20,21]. Erison 등[21]은 4종의 자가 부식 접착시스템과 1종의 전부식 접착시스템의 법랑질에 대한 전단결합강도를 비교한 결과 자가 부식 접착제 모두는 전부식 접착제보다 결합강도가 낮게 나타났지만, 법랑질을 35% 인산으로 15초간 적용한 후 자가 부식 접착시스템을 적용한 경우 결합강도가 27-86% 향상되었다고 하였다. 그러나 Van Meerbeek 등[6]은 5급 와동에서 법랑질 변

연을 40% 인산으로 선택적으로 산부식 처리한 후 Clerfil SE Bond를 적용한 경우와 Clerfil SE Bond만을 적용한 경우에 대한 2년 동안의 임상적인 비교에서 통계학적인 차이가 없다고 보고하였다.

전부식 접착시스템을 사용할 경우 습윤 접착술 (wet-bonding technique)은 산부식 후 노출된 콜라겐 망상구조에 접착제가 잘 침투될 수 있는 환경을 제공하여 상아질과 긴밀한 접착을 이룰 수 있도록 하기 때문에 상아질 접착에서 중요한 술식 중 하나이다[22,23]. 또한 단일 단계 자가 부식 접착시스템을 치질에 적용할 경우 제조회사에 따라 접착시스템을 20초 동안 문지르면서 또는 그대로 방치하여 적용할 것을 추천하고 있다. 따라서 이러한 접착시스템을 치질에 적용할 경우 적용방식은 접착력에 영향을 미칠 것으로 예상된다.

Adper™ Easy Bond를 사용할 경우, 법랑질의 처리를 위한 선택적 산부식술은 법랑질과 상아질로 구성되어 있는 와동에서 인산에 의해 상아질도 함께 부식될 수 있다. 따라서 본 연구는 선택적 산부식술을 사용할 때 상아질도 동시에 부식될 수 있다는 가능성을 생각하여, Adper™ Easy Bond를 적용하기 전에 인산으로 상아질 표면을 산부식 처리한 후 상아질의 표면상태 (습윤 또는 건조)에 따라 Adper™ Easy Bond를 일정 시간동안 문지르는 방식과 그대로 방치하는 방식이 상아질에 대한 접착에 어떠한 영향을 미치는가를 평가하기 위하여 본 연구를 시행하였다.

Ⅱ. 실험재료 및 방법

1. 실험재료

치관부에 우식이나 수복물이 없는 발거된 상·하악 대구치 35개를 실험치아로 사용하였다. 실험재료는 단일 단계 자가 부식 접착시스템 Adper™ Easy Bond (3M ESPE Dental Products, Seefeld, Germany)와 복합레진 Filtek™ Z 350 (3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, U.S.A.) 및 32% 인산 (UNI-ETCH: Bisco. Inc., Schumburg IL, U.S.A.)을 사용하였다 (Table 1).

접착시스템과 복합레진의 중합을 위해 광조사기 Spectrum 800 (Dentsply Caulk, Milford, DE, U.S.A.)을 사용하였고 중합 시 500 mW/cm^{2}의 광 강도를 이용하였다.

Table 1. Materials and manufacturers.

Materials		Manufacturers
Self-etching adhesive system	Adper™ Easy Bond	3M ESPE AG Dental Products, Seefeld, Germany
Resin composite	Filtek™ Z 350	3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, U.S.A.
32% phosphoric acid	UNI-ETCH	Bisco. Inc., Schumburg, IL, U.S.A.

2. 실험방법

발거된 상·하악 대구치 35개를 선택하여 scaler를 이용하여 치아표면에 부착된 연조직과 이물질 등을 제거하였다. 경석고를 혼합하여 내경 20 mm, 높이 45 mm의 투명한 병에 채운 후, 각 대구치의 교합면을 지면과 평행하게 위치하여 치근을 매몰한 후 30개는 미세전단 결합강도를 측정하기 위해, 5개는 상아질과 복합레진의 계면을 관찰하기 위해 사용하였다.

가. 미세전단 결합강도의 측정과 파절양상 관찰

1) 치관의 상아질 표면 노출

Isomet Low Speed Saw (Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, U.S.A.)를 이용하여 경석고에 매몰된 30개의 대구치는 교합면 측에 있는 법랑상아경계 직하방의 상아질을 절단한 다음, 다시 치관을 1.2 mm 두께로 절단하여 타원형의 절편을 제작하였다. 600 grit silicone carbide (SiC) papers (Buehler R&B Inc., DaeJeon, Korea)에 물을 적신 후 각 절편의 교합면 측 상아질 표면을 연마하였다.

2) 상아질 표면의 처리방법에 따른 군 분류

30개의 절편을 무작위로 선택하여 table 2와 같이 인산처리한 후 상아질 표면의 습윤 및 건조 상태와 자가 부식 접착시스템의 적용방식 (agitation 또는 non-agitation)에 따라 5개의 군으로 분류하였고, 각 군당 6개의 절편을 배정하였다.

Table 2. Group classification by moist or dry dentin surfaces after etching and agitation or non-agitation during application of self-etching adhesive systems.

Groups	Dentin surface after etching	Application method of adhesive systems	No. of samples	No. of measurements
Control	no etching	non-agitation	6	30
1	moist	agitation	6	30
2	moist	non-agitation	6	30
3	dry	agitation	6	30
4	dry	non-agitation	6	30

대조군은 제조회사의 설명서에 따라 Adper™ Easy Bond를 상아질 표면에 적용한 군이다. 상아질 표면을 air 시린지로 건조한 후, 혼합용기에 분배한 Adper™ Easy Bond를 1회용 applicator에 묻혀 상아질 표면에 20초간 적용하였다. 접착제를 약 5초간 air 시린지로 불어 얇게 퍼지도록 하고 Spectrum 800 광조사기로 10초간 중합하였다.

실험 1군은 상아질 표면을 air 시린지로 건조한 후, 32% 인산 (UNI-ETCH: Bisco. Inc., Schumburg IL, U.S.A.)으로 10초간 산부식 처리하였다. Water 시린지로 인산을 세척한 후, 상아질 표면에 약간 수분이 남아있도록 air 시린지로 건조하였다. 약간의 수분이 있는 상아질 표면에 Adper™ Easy Bond를 문지르면서 (agitation) 20초간 적용하였다. 실험 2군은 실험 1군과 동일하게 상아질 표면을 처리하하였으나, 실험 1군과의 차이는 상아질 표면에 Adper™ Easy Bond를 적용 시 문지르지 않고 (non-agitation) 20초간 그대로 방치하였다.

실험 3군은 상아질 표면을 32% 인산으로 10초간 산부식 처리한 후. water 시린지로 세척하고 air 시린지로 상아질 표면에 있는 수분을 완전히 건조하였다. 그 후 건조된 상아질 표면에 Adper™ Easy Bond를 문지르면서 20초간 적용하였다. 실험 4군은 실험 3군과 동일하게 상아질 표면을 처리하였으나, 실험 3군과의 차이는 상아질 표면에 Adper™ Easy Bond를 문지르지 않고 20초간 그대로 방치하였다.

각 군의 상아질 표면에 적용한 Adper™ Easy Bond는 약 5초간 air 시린지로 불어 얇게 퍼지도록 하고 광조사기로 10초간 중합하였다.

3) 처리된 상아질 표면에 복합레진의 접착

각 군의 상아질 표면에 내경 0.7 mm, 높이 2 mm의 Tygon tube (Saint-Gobain Performance Plastic Co., U.S.A.)를 위치시키고, 색조 A3의 Filtek™ Z 350 (3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, U.S.A.)을 Tygon tube의 안에 충전한 후 광조사기로 20초간 중합하였다. 이러한 방식으로 하여 1개의 상아질 절편에 5개의 복합레진을 접착하여 각 군당 총 30개의 복합레진을 접착하였다 (Table 2). 각 군의 시편은 미세전단 결합강도를 측정하기 직전까지 실온의 증류수에 24시간 동안 보관하였다.

4) 미세전단 결합강도의 측정과 파절양상 관찰

No. 15 blade로 Tygon tube를 제거한 후 각 군의 미세전단 결합강도를 측정하였다. 미세전단 결합강도의 측정을 위해 시편을 시험장치에 공업용 접착제를 이용하여 부착한 다음, 만능시험기 (EZ test: Shimadzu Co., Kyoto, Japan)의

jig에 시험장치를 고정하였다. 0.3 mm 두께의 교정용 철사 (Tomy International Inc., Tokyo, Japan)를 시험장치의 상부 고정부위와 하부 복합레진에 평행하게 위치시킨 다음, 철사가 복합레진이 접착된 상아질 면에 밀착되도록 하여 복합레진이 파절될 때까지 분당 0.5 mm의 crosshead speed로 전단하중을 가하였다.

각 군의 파절된 양상은 저배율의 FE-SEM (S-4800: Hitachi High Technologies Co., Tokyo, Japan)하에서 관찰하여 접착성 (adhesive), 응집성 (cohesive) 및 혼합성 (mixed) 파절로 분류하여 기록하였다.

5) 통계분석

각 군의 미세전단 결합강도는 통계 package SPSS (ver. 14.0)에서 one-way ANOVA를 이용하여 비교 분석하였으며, 사후검정은 Tukey post-hoc 검정을 이용하여 $p=0.05$ 유의수준에서 분석하였다.

나. 상아질과 복합레진 계면의 관찰

1) 치관의 상아질 표면 노출과 군 분류

경석고에 매몰된 5개의 대구치를 결합강도 측정을 위한 시편제작 방법과 동일하게 Isomet Low Speed Saw (Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, U.S.A.)를 이용하여 치관의 법랑상아경계 직하방의 상아질을 절단하였다. 노출된 상아질 표면은 물이 공급된 상태에서 600 grit SiC paper로 연마하였다. 각 군당 1개를 배정하고 table 2와 동일한 방법으로 각 군의 상아질 표면을 처리하고, 접착제를 적용하였다.

2) 복합레진의 접착

접착제가 적용된 상아질 표면에 약 2 mm 두께의 Filtek^{TM} Z 350을 축조하고 광조사기로 20초간 중합한 후 다시 2 mm 두께의 Filtek^{TM} Z 350을 축조하여 20초간 광중합하였다. 각 군의 시편은 주사전자현미경 관찰을 위한 시편을 제작하기 전에 실온의 증류수에 24시간 동안 보관하였다.

3) 상아질과 복합레진 계면의 관찰

경석고가 채워진 병의 상방에 있는 치관을 Isomet Low Speed Saw를 이용하여 절단하였다. Acrylate 접착제 (ALTECO Korea Inc., Pyungtaek-City, Korea)와 레진블록을 이용하여 시편을 접착한 후, Isomet Low Speed Saw를 이용하여 시편의 근, 원심방향으로 약 2mm 두께로 절단하여 1개의 군에서 4개의 절편을 얻어냈다. 각 절편의 표면은 600 grit SiC paper로 연마한 후 초음파세척기 (JAC-Ultrasonic 1505, Kodo Technical Research Co., LTD, Whasung, Korea)에서 30초간 세척하였다. 각 시편을 6N HCL에 5분간 탈회하고 물로 세척한 다음 2.5% 차아염소산 나트륨 용액에 15분간 탈 단백하였다.

각 시편은 stub에 부착하여 12 KV 전압 하에서 1분 동안 백금을 700 Å 두께로 도금하였다. FE-SEM (S-4800: Hitachi High Technologies Co., Tokyo, Japan)을 이용하여 각 군의 상아질과 복합레진 계면의 결합양상을 고배율로 관찰하였다.

Ⅲ. 실험결과

1. 미세전단 결합강도와 통계학적인 비교

인산처리 후 상아질 표면의 습윤 및 건조 상태와 Adper^{TM} Easy Bond의 적용 방식 (agitation 또는 non-agitation)에 따른 각 군의 미세전단 결합강도 평균치와 표준편차는 table 3에 나타내었다.

각 군 간의 결합강도를 one-way ANOVA와 Tukey post-hoc 방법을 이용하여 비교한 결과, 대조군의 미세전단 결합강도 (34.53 ± 10.10 MPa)와 실험 1군의 미세전단 결합강도 (31.42 ± 6.95 MPa)는 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았다 (Table 3). 대조군과 실험 1군의 미세전단 결합강도는 실험 2군, 실험 3군 및 실험 4군의 미세전단 결합강도보다 통계학적으로 높게 나타났다 ($p < 0.05$, Table 3).

실험 2군, 실험 3군 및 실험 4군의 미세전단 결합강도 간에는 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았다 (Table 3).

Table 3. Microshear bond strength (MPa) to dentin and failure mode.

Group	μSBS(mean ± SD)	Failure mode			No. of measurements
		adhesive	mixed	cohesive	
Control	34.53 ± 10.10a	2(10%)	14(70%)	4(20%)	20
1	31.42 ± 6.95a	1(5%)	12(60%)	7(35%)	20
2	22.00 ± 4.65b	4(20%)	12(60%)	4(20%)	20
3	20.48 ± 7.78b	9(45%)	9(45%)	2(10%)	20
4	21.11 ± 6.44b	12(60%)	8(40%)	0(0%)	20

Superscripts of the same letter indicate values of no statistically significant difference by one-way ANOVA and Tukey HSD statistics.

2. 주사전자현미경적 소견

1) 상아질과 복합레진 계면의 소견

각 군의 주사전자현미경적 소견은 다음과 같이 관찰되었다. 대조군은 복합레진-

상아질의 계면에서 긴밀한 접착을 이루었고, 복합레진에서 상아질 쪽으로 막대모양의 짧은 레진테그가 소수 관찰되었다 (Fig. 1, A). 실험 1군은 복합레진-상아질의 계면에서 긴밀한 접착을 이루었고, 복합레진에서 상아질 쪽으로 깔때기 모양의 짧은 레진테그와 망상구조를 이룬 긴 레진테그가 다수 관찰되었다 (Fig. 1, B). 실험 2군은 복합레진-상아질의 계면에서 긴밀한 접착을 이루었고, 복합레진에서 상아질 쪽으로 깔때기 모양의 짧은 레진테그와 망상구조를 한 긴 레진테그가 다수 관찰되었지만, 실험 1군에 비해 망상구조에 포함된 레진테그의 수는 적게 관찰되었다 (Fig. 1, C). 실험 3군은 복합레진-상아질의 계면에서 300 ㎛의 큰 간극이 관찰되었고, 복합레진에서 간극을 향해 깔때기 모양의 짧은 레진테그가 다수 관찰되었다 (Fig. 1, D). 실험 4군은 복합레진-상아질의 계면에서 150-200 ㎛의 간극이 관찰되었고, 복합레진에서 간극을 향해 깔때기 모양의 짧은 레진테그가 소수 관찰되었다 (Fig. 1, E).

2) 파절양상

미세전단 결합강도를 측정한 후 주사전자현미경을 통하여 관찰한 각 군의 접착성, 응집성 및 혼합성 파절은 table 3에 나타내었다. 대조군과 실험 1군, 실험 2군은 혼합성 파절이 높은 빈도 (60-70%)로 관찰되었고 (Figs. 2. A-C), 실험 3군은 접착성 파절과 혼합성 파절이 동일한 빈도 (45%)로 관찰되었으며 (Fig. 2, D), 실험 4군은 접착성 파절이 높은 빈도(60%)로 관찰되었다 (Fig. 2, E).

Ⅳ. 총괄 및 고찰

치질에 대한 복합레진의 접착을 향상시키기 위하여 제조회사들은 지난 수 십 년 동안 여러 접착시스템을 개발하여 왔다. 다른 접착시스템에 비해 최근에 소개된 단일 단계 자가 부식 접착시스템 또는 7세대 접착시스템은 접착과정이 매우 단순하여 임상가들이 즐겨 사용하고 있다. 이러한 접착시스템은 성분에 포함된 산성 단량체가 도말층을 통과하여 하방에 있는 건전한 상아질의 유기성분을 최소로 탈회하고 동시에 접착성 단량체가 침투함으로써 상아질과 접착을 이루게 된다[13,24].

단일 단계 자가 부식 접착시스템은 중합할 수 있는 산성의 성분과 농도에 따라 다양한 산도를 갖으며[25], 이는 접착용액의 pH에 따라 강한 (pH가 1.0이하), 중간 (pH가 1.0-2.0) 그리고 미약한 (pH가 2.0이상) 접착시스템으로 분류된다[13]. 따라서 이러한 접착시스템의 pH는 치질에 대한 부식효과에 영향을 미치며, 본 연구에서 사용된 Adper™ Easy Bond는 pH 2.6으로써 미약한 단일 단계 자가 부식 접착시스템에 해당되며, 이와 같은 접착시스템은 인산 부식제만큼 법랑질을 탈회하지 못하는 것으로 보고되고 있다[26].

본 연구에서 상아질 표면을 인산으로 부식처리한 실험 2군과 실험 3군 및 실험 4군은 제조회사의 설명서에 따라 Adper™ Easy Bond를 적용한 대조군은보다 통계학적으로 낮은 미세전단 결합강도를 나타내었다 ($p < 0.05$). 이러한 결과는 자가 부식 접착제를 적용하기 전에 상아질의 인산처리는 결합강도를 현저히 감소시켰다고 보고한 Van Landuyt 등[7]의 연구결과와 유사하게 나타났다.

본 연구에서 상아질을 인산으로 부식처리한 후 습윤한 상태에서 Adper™ Easy Bond를 20초간 문지르면서 적용한 실험 1군은 문지르지 않고 20초간 그대로 방치한 실험 2군에 비해 미세전단 결합강도가 통계학적으로 높게 나타나 ($p < 0.05$), 인산으로 부식처리한 후 습윤 상아질에서 Adper™ Easy Bond의 적용방식은 상아질에 대한 결합강도에 영향을 미치는 것으로 나타났다. 한편 본 연구의 주사전자현미경적 소견에서 실험 1군과 실험 2군은 모두 복합레진과 상아질 계면에서 긴밀한 접착을 이루었고 상아질로 침투된 다수의 레진테그가 관찰되었으나.

실험 1군은 실험 2군에서 보다 망상구조를 이룬 긴 레진테그가 다수 관찰되었다 (Figs. 1, B,C).

본 연구의 결과는 3종의 단일 단계 자가 부식 접착시스템의 적용방식에 따른 결합력에 대한 평가에서 모든 자가 부식 접착시스템은 문지르면서 적용하는 방식이 문지르지 않고 적용하는 방식보다 즉시와 6개월 후 모두에서 증가된 결합강도를 보였다고 한 do Amaral 등[26]의 연구결과와 미약한 자가 부식 접착시스템을 문지르면서 적용할 때 통계학적으로 높은 레진-상아질 결합강도를 나타냈다고 보고한 Chan 등[27]의 연구결과와 유사하게 나타났다. 한편 Miyazaki 등[28]은 그들의 연구를 통하여 자가 부식 접착시스템을 문지르면서 적용하는 것은 하방의 상아질과 화학적인 상호작용은 물론 미세기계적인 상호작용을 향상시킬 수 있다고 하였다.

다수의 연구에서 상아질을 인산으로 부식처리한 후 습윤한 상태에서 접착하는 방법은 상아질과 접착제의 결합강도를 향상시키는 것으로 보고되고 있다[22,29,30]. 상아질을 습윤한 상태로 유지시켜주는 물은 탈회된 상아질의 콜라겐 섬유공간을 유지하여 콜라겐 기질내로 레진침투를 허용하도록 하는데 중요한 역할을 한다[31]. 한편 단일 단계 자가 부식 접착시스템은 그 성분에 친수성과 혐수성의 단량체, 용매, 물, 첨가제가 혼합되어 있다[13]. 물은 도말층을 용해하고 상아질을 탈회하기에 충분한 산성 단량체를 이온화시키기 위하여 필수적인 성분이지만[32], 반면에 물은 레진의 침투를 위해서 또한 제거되어야 한다. 따라서 물을 제거하기 위해 단일 단계 자가 부식 접착시스템에는 에탄올과 아세톤 같은 용매가 첨가된다. 상아질 표면에 접착제를 적용한 후 용매를 증발시키기기 위한 방법으로는 압축공기를 사용하거나 문지르면서 적용하는 방법이 있다. 접착제를 문지르면서 적용하는 방법은 용매의 증발을 촉진하고, 동시에 도말층을 통해 상아질의 기저부에 신성한 단량체를 옮겨 단량체의 확산을 촉진함으로써 도말층과 상아질 간에 우수한 상호작용을 조장하게 될 것이다[27,28,33].

본 연구를 통하여 상아질을 인산으로 부식처리한 후 단일 단계 자가 부식 접착시스템을 적용할 때는 상아질을 습윤한 상태로 유지하는 것과 물과 용매의 증발을 위해 문지르면서 적용하는 방식이 상아질에 대한 결합강도를 향상시킬 수 있음을 알 수 있었다.

그러나 본 연구의 결과에서 습윤 상아질에서 접착시스템을 문지르지 않고 그대로

방치한 실험 2군이 실험 1군보다 낮은 결합강도를 나타낸 이유는 습윤 상아질과 접착시스템에 포함된 과도한 물을 접착부위에서 효과적으로 제거하지 못함으로써 접착제가 불완전하게 중합되었기 때문으로 생각된다[34]. 본 연구에서 사용된 Adper™ Easy Bond는 에탄올을 용매로 사용하고 있다. Nunes 등[35]은 에탄올 용매는 물의 제거를 위한 효과가 미약하며 이는 상아질에 접착제의 확산을 방해한다고 하였고, Al Qahtani 등[34]은 습윤 상아질에서 에탄올 용매보다는 아세톤 용매가 들어 있는 단일 단계 자가 부식 접착제 사용 시 높은 전단결합강도를 나타낸다고 보고하였다.

본 연구에서 상아질을 인산으로 부식처리한 후 건조 상아질에서는 Adper™ Easy Bond를 20초간 문지르면서 적용한 실험 3군과 문지르지 않고 그대로 20초간 방치한 실험 4군의 미세전단 결합강도는 통계학적인 차이를 나타내지 않아 건조 상아질에서는 접착시스템의 적용방식이 결합강도에 큰 영향을 미치지 않으며, 인산으로 산부식 처리한 후 건조 상아질에 대한 Adper™ Easy Bond의 적용은 결합력을 저하시키는 것으로 나타났다.

전부식 접착시스템을 이용한 여러 연구에서 인산으로 부식처리한 상아질 표면을 건조하는 것은 결합강도를 감소시키는 주된 원인으로 보고되고 있으며, 이는 탈회대에 있는 콜라겐 망상구조를 붕괴하여 레진의 침투를 감소시키기 때문이다[27,28]. 본 연구의 실험 3군과 4군에서도 인산에 의한 상아질의 탈회 후 상아질의 건조는 상아질에 있는 콜라겐 섬유의 붕괴와 수축을 일으켜[29] 비록 그 후 Adper™ Easy Bond를 어떠한 방식으로 적용한다 하여도 이미 붕괴되고 수축된 상아질 망상구조로 접착성 레진이 충분히 침투되지 못하였기 때문에 결합강도가 저하되었을 것으로 생각된다. 이러한 결과는 본 연구의 실험 3군과 실험 4군의 주사전자현미경소견에서 상아질과 복합레진 계면에서 관찰된 간극과 소수의 짧은 레진테그 침투를 통하여 확인할 수 있었다 (Figs 1, D,E). 또한 본 연구의 파절시편에서도 실험 3군은 접착성 파절과 혼합성 파절이 동일한 빈도 (45%)로 관찰되었고 (Fig. 2, D) 실험 4군은 접착성 파절이 높은 빈도(60%)로 관찰되었다 (Fig. 2, E).

Gregoire 등[30]은 단일 단계 자가 부식 접착시스템의 상아질 표면상태에 따른 주사전자현미경적인 연구에서 제조회사의 설명서에 따라 접착시스템을 상아질에 문지르면서 적용한 군은 규칙적인 혼화층과 다수의 레진테그가 관찰된 반면, 상아질을 건조한 군에서는 불규칙한 혼화층과 함께 혼화층이 접착제로부터 분리되었고,

짧고 작은 수의 레진테그가 관찰되었다고 보고하여 본 연구의 현미경적인 소견과 유사하게 나타났다. 한편 Karim 등[36]은 Adper™ Easy Bond를 제조회사의 설명서에 따라 사용한 대조군과 인산 부식처리 후 습윤 상아질과 건조 상아질에서 Adper™ Easy Bond를 적용한 군에 대한 미세전단 결합강도를 비교한 연구에서 대조군과 실험군 간에 통계학적인 차이가 없었다고 보고하였다. 본 연구의 결과와 다르게 나타난 이유는 결합강도를 측정하는 방법의 차이 때문으로 사료된다.

본 연구의 결과를 종합하여 보면, Adper™ Easy Bond를 적용하기 전에 상아질을 인산으로 부식처리한 경우, 습윤 상아질에서는 접착제를 문지르면서 적용하는 방식이 상아질과 복합레진의 결합강도와 접합도를 향상시켰지만, 건조 상아질에서는 적용방식에 따른 영향이 없었다.

V. 결 론

이 연구는 상아질 표면에 Adper™ Easy Bond를 적용하기 전에 상아질 표면을 인산으로 부식처리한 후, 상아질의 표면상태에 따라 접착제의 적용방식(문지르면서 적용 또는 적용 후 방치)이 상아질 접착에 어떠한 영향을 미치는가를 평가하기 위하여 시행하였다.

35개의 발거된 대구치의 상아질을 노출시킨 후, 1.2 mm의 두께의 절편을 제작하여 무작위로 5개의 군에 배정하였다. 시편은 상아질 표면에 Adper™ Easy Bond를 제조회사의 설명서에 따라 적용한 대조군과 32% 인산으로 상아질 표면을 처리한 후 Adper™ Easy Bond를 적용하는 4개의 실험군으로 분류하였다. 실험 1군과 실험 2군은 습윤 상아질에 접착제를 각각 문지르면서 적용하거나 적용 후 방치하였고, 실험 3군과 실험 4군은 건조 상아질에 접착제를 각각 문지르면서 적용하거나 적용 후 방치하였다. 각 군의 상아질 표면에 Tygon tube를 이용하여 Z 350을 접착하고 24시간동안 증류수에 보관하였다. 각 군의 시편은 universal testing machine을 이용하여 미세전단 결합강도를 측정하였고, 측정된 각 시편의 파절양상은 저배율의 주사전자현미경하에서 관찰하였다. 각 군의 미세전단 결합강도는 one-way ANOVA와 Tukey post-hoc 검정을 이용하여 분석하여 비교하였다. 또한 복합레진과 상아질 계면을 관찰하기 위해 5개의 발거된 대구치를 이용하였으며, 결합강도 측정 시와 같이 5개의 군으로 분류하여 절단된 상아질 표면을 처리한 후 복합레진을 축조하고 시편을 제작하여 주사전자현미경으로 관찰하였다.

각 군의 결합강도와 현미경적인 소견을 비교한 결과 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 대조군과 실험 1군의 미세전단 결합강도는 실험 2군, 실험 3군 및 실험 4군의 미세전단 결합강도보다 통계학적으로 높게 나타났다 ($p < 0.05$).
2. 실험 1군과 실험 2군은 복합레진-상아질의 계면에서 긴밀한 접착을 이루었고, 깔때기 모양의 짧은 레진테그와 망상구조를 이룬 긴 레진테그가 관찰되었다.

3. 실험 3군과 4군은 복합레진-상아질의 계면에서 간극이 관찰되었고, 깔때기 모양의 짧은 레진테그가 관찰되었다.
4. 대조군과 실험 1군, 실험 2군은 혼합성 파절이 높은 빈도 (60-70%)로 관찰되었고, 실험 3군은 접착성 파절과 혼합성 파절이 동일한 빈도 (45%)로 관찰되었으며, 실험 4군은 접착성 파절이 높은 빈도(60%)로 관찰되었다.

이 연구의 결과를 종합하면, Adper™ Easy Bond를 적용하기 전에 상아질을 인산으로 처리한 경우, 습윤 상아질에서는 접착제를 문지르면서 적용하는 방식이 상아질과 복합레진의 결합강도와 접합도를 향상시켰지만, 건조 상아질에서는 적용방식에 따른 영향이 없었다.

참 고 문 헌

1. Tsujimoto A, Iwasa M, Shimamura Y, Murayama R, Takamizawa T, Miyazaki M. Enamel bonding of single-step self-etch adhesives: Influence of surface energy characteristics. *J Dent* 38:123-130, 2010.
2. Carvalho RM, Chersoni S, Frankenberger R, Pashley DH, Prati C, Tay FR. A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etch adhesives. *Biomaterials* 26:1035-1042, 2005.
3. Kubo S, Yokota H, Yokota H, Hayashi Y. Two-year clinical evaluation of one-step self-etch systems in non-carious lesions. *J Dent* 37:149-155, 2009.
4. Osorio R, Aguilera FS, Otero PR, Romero M, Osorio E, Garcia-Godoy F, Toledano M. Primary dentin etching time, bond strength and ultra-structure characterization of dentin surfaces. *J Dent* 38:222-231, 2010.
5. Brackett WW, Covey DA, St Germam HA. One-year clinical performance of a self-etching adhesive in class V resin composites cured by two methods. *Oper Dent* 27: 218-222, 2002.
6. Van Meerbeek B, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Peumans M. A randomized controlled study evaluating the effectiveness of a two-step self-etch adhesive with and without selective phosphoric-acid etching of enamel. *Dent Mater* 21:375-383, 2005.
7. Van Landuyt KL, Kanumilli P, De Munck J, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bond strength of a mild self-etch

adhesive with and without prior acid-etching. *J Dent* 34:77-85, 2006.

8. Frey O. Creating a reliable bond. An all-in-one system. *Am J Dent* 13:85D-87D, 2000.
9. Hirashi N, Breschi L, Prati C, Ferrari M, Tagami J, King NM. Technique sensitivity associated with air-drying of HEMA-free, single-bottle, one-step self-etch adhesives. *Dent Mater* 23:498-505, 2007.
10. Swift Jr EJ. Dentin/enamel adhesives :review of the literature. *Pediatr Dent* 24:456, 2002.
11. Swift Jr EJ. Dentin bonding: What is the state of the art? *Compend Contin Educ Dent* 22:4-7, 2001.
12. Chistensen GJ. Preventing postoperative tooth sensitivity in class I, II and V restorations. *J Am Dent Assoc* 133:229-231, 2002.
13. Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. Part I. Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater* 73:296-308, 2001.
14. Tay FR, Pashley DH, Yoshiyama M. Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives. *J Dent Res* 81:472-476, 2001.
15. Tay FR, Hashimoto M, Pashley DH, Peters MC, Lai SCN, Yiu CK. Aging affects two modes of nanoleakage expression in bonded dentin. *J Dent Res* 82:537-541, 2003.
16. Erickson RL, Barkmeir WW, Kimmes NS. Bond strength of self-etch adhesives to pre-etched enamel. *Dent Mater* 25:1187-1194, 2009.
17. Erickson RL De Gee A, Feilzer AJ. Fatigue testing of enamel bonds with self-etch and total-etch adhesive systems. *Dent Mater* 22:981-987, 2006.

18. Kim JH, Cho YG. Microbond strength of a flowable resin to enamel according to the different adhesive systems. *J Korean Academy Cons Dent*, 36:50-58, 2011.
19. Cho YG, Yoo SH. Comparative bond strength between light- and dual-cured composites bonded by self-etching adhesives. *J Korean Academy Cons Dent*, 32:1-8, 2007.
20. Abdalla AI, Garcia-Godoy F. Clinical performance of a self-etch adhesive in Class V restorations made with and without acid etching. *J Dent* 35:558-563, 2007.
21. Erickson RL, Barkmeir WW, Latta MA. The role of etching in bonding to enamel: A comparison of self-etching and etch-and-rinse adhesive systems. *Dent Mater* 25:1459-1467, 2009.
22. Kanca III J. Improving bond strength through acid etching of dentin and bonding to wet dentin surfaces. *J Am Dent Assoc* 123:35-43, 1992.
23. Kang HY, Cho TG, Kim JU, Park BC, Yoo SH, Jin CH, Choi HY, Ki YJ. Effect of rewetting agent on dentinal microtensile bond strength. *J Korean Academy Cons Dent* 29:153-161, 2004.
24. Pashley DH, Tay FR. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II. Etching effects of unground enamel. *Dent Mater* 17:430-444, 2001.
25. Gregoire G, Ahmed Y. Evaluation of the enamel etching capacity of six contemporary self-etching adhesives. *J Dent* 35:388-397, 2007.
26. do Amaral RC, Stanislawczuk R, Zander-Grande C, Michel MD, Reis A, Loguerico AD. Active application improves the bonding performance of self-etch adhesives to dentin. *J Dent* 37:82-90, 2009.
27. Chan KM, Tay FR, King NM, Imazato S, Pashley DH. Bonding

of mild self-etching primers/adhesives to dentin with thick smear layers. *Am J Dent*, 225-228, 1998.

28. Miyajacki M, Hinoura K, Kanamareu T, Koga K, Iwauchi H, Onose H. Study on light cured composite resin-influence of pretreated procedures for dentin surfaces on shear bond strength to dentin *Jap J Conserv Dent*, 34:734-741, 1991.
29. Gwinnet AJ. Chemically conditioned dentin: a comparison of conventional and environmental scanning electron microscopy findings. *Dent Mater* 10:150-155, 1994.
30. Gregoire G, Guignes P, Nasr K. Effects of dentine moisture on the permeability of total-etch and one-step self-etch adhesives. *J Dent* 37:691-699, 2009.
31. Van Landuyt K, De Munk J, Snauwaert J, Coutinho E, Poitevin A, Yoshida Y. Monomer-solvent phase-separation in ons-step self-etch adhesives. *J Dent Res* 84:183-188, 2005.
32. Tay FR, Sano H, Carvalho R, Pashley EL, Pashley DH. An ultrastructural study of the influence of acidity of self-etching primers and smear layer thickness on bonding to intact dentin. *J adhes Dent* 2:83-98, 2000.
33. Dal-bianco K, Pellizzaro A, Patzlaft R, de Oliviera Bauer JR, Loguercio AD, Reis A. Effects of moisture degree and rubbing action on the immediate resin-dentin bond strength. *Dent Mater* 22:1150-1156, 2006.
34. Al Qahtani MQ, Al Shethri SE. Shear bond strength of one-step self-etch adhesives with different co-solvent ingredients to dry or moist dentin. *The Saudi Dental Journal* 1-5, 2010.
35. Nunes TG, Garcia FC, Osorio R, Carvalho R, Toledano M. Polymerization efficacy of simplified adhesive systems studied by NMR and MRI techniques. *Dent Mater* 22:963-972, 2006.

36. Karim N, Russell VA, Shukla BA, Thalacker C, Velamakanni SS. Adper easy bond in total-etch mode on dentin. *Dent Mater* 26:e146, 2010.

사 진 부 도

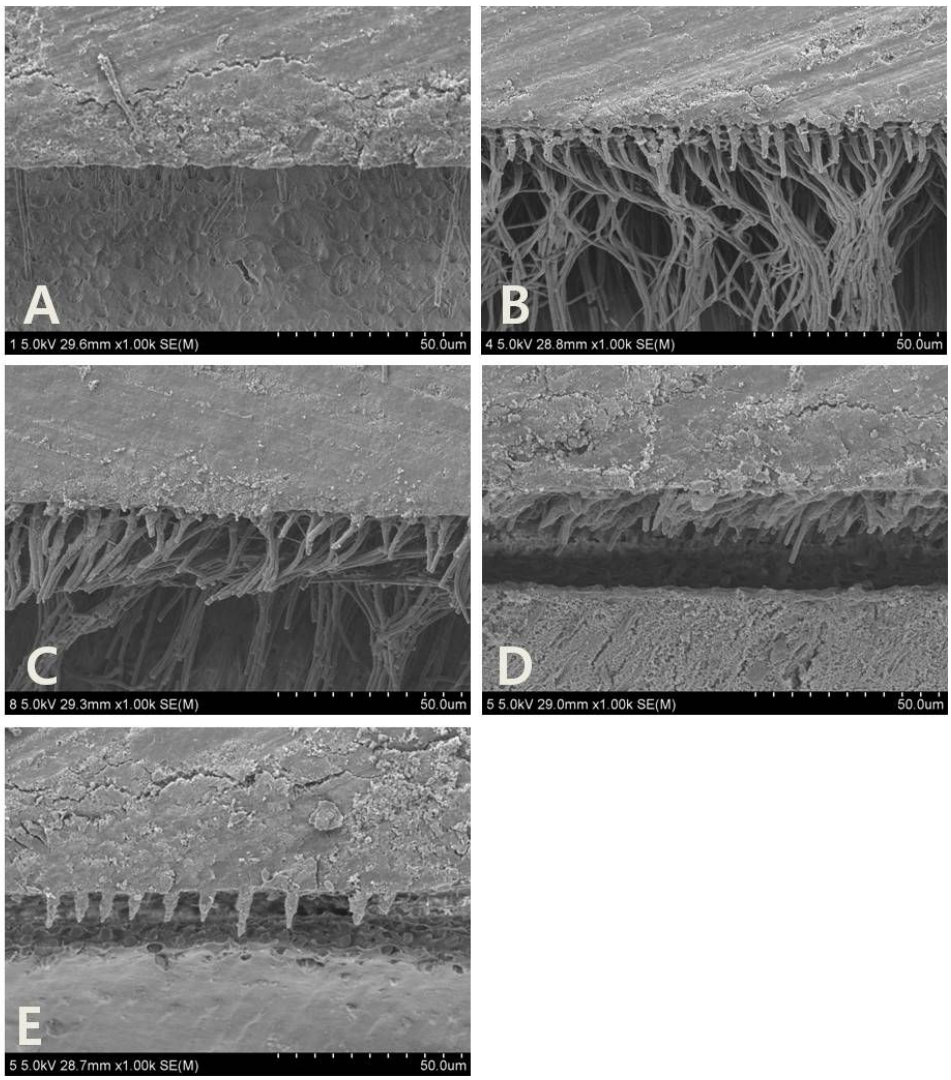

Fig. 1. SEM photograph. A: showing the close adaptation and a few short rod-shaped resin tags in control group. B: showing the close adaptation and short funnel-shaped and networks of long resin tags in group 1. C: showing the close adaptation and short and long funnel-shaped resin tags in group 2. D: showing the numerous short funnel-shaped resin tags and 300 ㎛ of gap at the interface of resin-dentin in group 3. E: showing a few short funnel-shaped resin tags and 150-200㎛ of gap at the interface of resin-dentin in group 4.

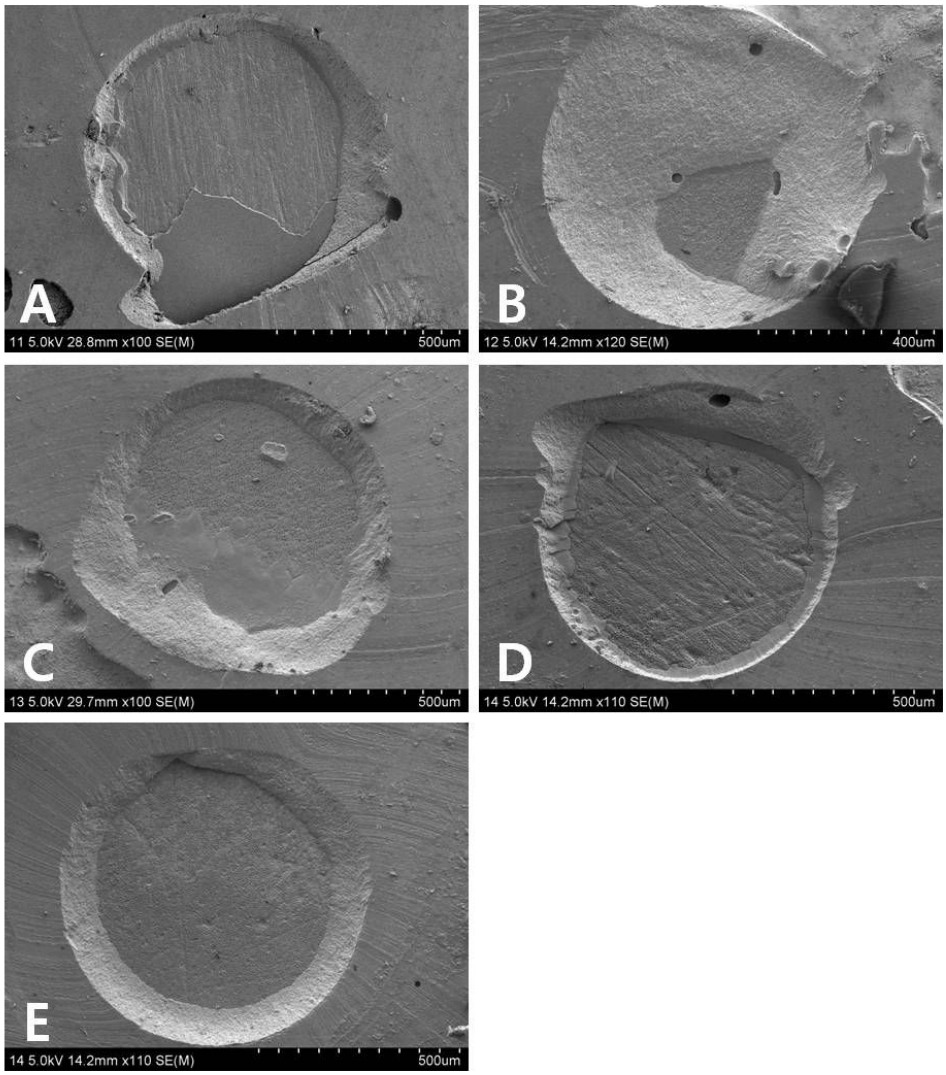

Fig. 2. SEM fractography. A: showing a representative mixed failure in control group. B: showing a representative mixed failure in group 1. C: showing a representative mixed failure in group 2. D: showing a representative adhesive failure in group 3. E: showing a representative adhesive failure in group 4.