



저작자표시-비영리-변경금지 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

- 이 저작물을 복제, 배포, 전송, 전시, 공연 및 방송할 수 있습니다.

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.



비영리. 귀하는 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 없습니다.



변경금지. 귀하는 이 저작물을 개작, 변형 또는 가공할 수 없습니다.

- 귀하는, 이 저작물의 재이용이나 배포의 경우, 이 저작물에 적용된 이용허락조건을 명확하게 나타내어야 합니다.
- 저작권자로부터 별도의 허가를 받으면 이러한 조건들은 적용되지 않습니다.

저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#)

자가부식 접착제의 광중합 시기 및  
시간에 따른 유동성 복합 레진과  
상아질의 전단결합강도 비교

연세대학교 대학원  
치 의 학 과  
주 배 운

자가부식 접착제의 광중합 시기 및  
시간에 따른 유동성 복합 레진과  
상아질의 전단결합강도 비교

지도교수 노 병 덕

이 논문을 석사 학위논문으로 제출함

2016 년 12 월 일

연세대학교 대학원

치 의 학 과

주 배 운



## 감사의 글

이 논문이 완성되기까지 학문적 지도와 따뜻한 배려로 가르쳐 주신 노병덕 지도 교수님께 진심으로 감사 드리며, 바쁘신 와중에도 큰 관심으로 부족한 논문을 세심하게 살펴주신 신유석 교수님께 깊이 감사 드립니다.

부족한 저에게 보존학에 입문할 수 있는 기회를 주시고, 논문 지도를 비롯한 학문적 가르침뿐만 아니라 항상 올바른 방향으로 잡아주시며 격려해 주신 윤태철 선생님께 고개 숙여 감사의 인사를 드립니다. 가르침 받들어 자만하지 않고 항상 겸손한 자세로 꾸준히 노력하겠습니다.

지난 3년 의국 생활 동안 큰 힘이 되어 주신 정유주, 박은혜 선배님과 우혜문, 김소연 선생에게도 고마운 마음을 전합니다. 그리고 수련기간 동안 함께한 모든 일산병원 의국원들에게도 고맙다는 말을 전하고 싶습니다.

마지막으로 지금까지 부족한 저를 믿고 항상 응원해주시는 부모님과 친자식처럼 지지해주시고 큰 힘이 되어 주신 고모님에게 감사하고 사랑하는 마음을 전합니다.

2016년 12월

주 배 운

# 차례

표 차례	iii
그림 차례	iv
국문 요약	v
<b>I. 서론</b>	<b>1</b>
<b>II. 연구 재료 및 방법</b>	<b>5</b>
1. 연구 재료	5
2. 연구 방법	5
(1) 실험군 분류	5
(2) 시편제작	5
(3) 전단 결합강도 측정	6
(4) 접착면의 파절 양상 평가	6
3. 통계 분석	7
<b>III. 연구 결과</b>	<b>9</b>
1. 광중합 시기 및 동시광중합 시간에 따른 전단결합강도 비교	
2. 공동 광중합의 광중합 시간에 따른 전단결합강도 비교	
3. 접착제 종류간 광중합 시기 및 동시광중합 시간에 따른 전단결합강도 비교	

4. 자가부식 접착제 시스템간 전단결합강도 비교
5. 파절 양상 평가

IV. 고찰.....	16
V. 결론.....	22
참고 문헌.....	24
영문 요약.....	27

## 표 차례

Table 1. Composition of materials used in this-study .....	8
Table 2. Application procedure of self-etch adhesive systems .....	8
Table 3. Mean shear bond strength (Mpa) and the standard deviation for all experimental groups .....	12

## 그림 차례

Figure 1. Mean shear bond strength (Mpa) for all experimental groups .....	13
Figure 2. Distribution of the failure modes (%) in AdheSE <sup>®</sup> .....	14
Figure 3. Distribution of the failure modes (%) in Tetric N bond universal <sup>®</sup> .....	14
Figure 4. Distribution of the failure modes (%) in Single bond universal <sup>®</sup> .....	15
Figure 5. Representative SEM(Scanning Electron Microscope) micrographs(x30) of the adhesive failure mode, the cohesive failure mode and the mixed failure mode .....	15

## 국 문 요 약

# 자가부식 접착제의 광중합 시기 및 시간에 따른 유동성 복합 레진과 상아질의 전단결합강도 비교

본 연구는 한 종류의 2단계 자가부식 접착제와 2종류의 단일 단계 자가부식 접착제를 이용하여 제조사의 지시대로 접착제를 도포한 후 진행되었다. 접착제를 도포하고 광중합한 사전중합군과 광중합 없이 복합 레진충전 후 동시에 광중합한 동시중합군의 접착력을 비교하였다. 동시중합 그룹의 광중합 시간을 각 20초, 30초, 40초, 50초, 60초로 분류하여 총 18개 군, 실험군당 6개의 시편을 제작하여 전단결합강도를 측정하였고 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 3종류 접착제 모두 동시중합 할 경우 광중합 시간이 증가함에 따라 전단결합강도도 상승하였다( $p < 0.001$ ).
2. 3종류 접착제 모두 사전중합 군에 비해 동시중합 20초, 30초, 40초 군에서 통계적으로 유의한 결합력 감소를 보였다( $p < 0.001$ ).
3. 3종류 접착제의 전단결합강도는 동시중합 20초와 60초 군을 제외한 모든 그룹에서 유의차를 나타냈다( $p < 0.001$ ). 접착제 별 모든 동시중합 20초 군은 매우 낮은 전단결합

합강도가 측정되었으며, AD와 TBU는 동시중합 50초에서 사전중합 군과 동일한 전단결합강도로 측정되었고 동시중합 60초 군에서 AD와 TBU이 사전중합 군에 비해 높은 전단결합강도가 측정되었다( $p<0.001$ ).

4. 단일 단계 자가부식 접착제의 전단결합강도는 2단계 자가부식 접착제와 비교했을 때, 동시중합 20초 군을 제외하고 모두 높게 측정되었으며 보다 단시간 내에 높은 상승률을 보였다( $p<0.05$ ).

이상의 연구 결과에 따르면 실제 임상에서 자가부식 상아질 접착제를 이용한 레진의 직접수복시, 자가부식 접착제를 사전에 광중합 하는 경우에서 복합 레진과 동시에 중합하는 경우보다 단 시간 내에 결합력이 상승하며, 동시중합 할 경우 최소 50초 이상의 광중합이 필요할 것으로 사료된다

---

핵심 되는 말: 단일 단계 자가부식 접착제, 전단결합강도, 광중합 시간, 동시중합

# 자가부식 접착제의 광중합 시기 및 시간에 따른 유동성 복합 레진과 상아질의 전단결합강도 비교

연세대학교 대학원 치의학과

(지도 노 병 덕 교수)

주 배 운

## I. 서론

레진 접착은 1955년 Buonocore에 의해 시작된 이래, 접착기술의 발전과 더불어 괄목할 만한 성장을 이루어 왔다. 다양한 접착제가 개발되었으며 현재 사용되는 접착 시스템은 크게 total etch와 자가부식 접착제 시스템으로 분류할 수 있으며 적용 과정은 각기 두 단계, 세 단계 혹은 단일 단계로 다양하다 (Van Meerbeek et al., 1998).

기본적인 접착 기전은 치질의 산 부식을 통하여 미네랄을 제거하고 형성된 빈 공간에 레진 단량체가 침윤되면서 미세-기계적 결합이 발생하는 것이다(Nakabayashi, 1982). 그러나 상아질은 높은 유기물과 수분 함량으로 인하여 범랑질에 비해 접착이 제한적이다(Perdigao and Lopes, 1999).

접착 치의학은 접착력의 저해 없이 임상 술식 과정을 간소화하기 위한 개발에 초점을 두었고 그 중 자가부식 접착제가 대표적이다. 이는 상아질 접착 단계를 단순화하기 위하여 산성 단량체와 접착 물질을 혼합한 것이다 (Hasegawa et al., 1989). 이러한 산성 단량체는 smear layer를 제거하여 상아질을 탈회시키는 동시에, 단량체가 상아질의 탈회된 부분으로 침투 하여 탈회된 상아질은 레진 단량체로 침윤된다 (Perdigao and Lopes, 1999). 이러한 접착제의 장점으로서는 적용 시간이 짧아지고, 세척을 하지 않으며, 특히 상아질 면의 습윤 접착 (wet bonding)과 같은 민감한 술식이 없어지고, 상아질의 탈회 깊이와 혼성화 (hybridization) 깊이 차이로 인한 위험성이 감소되는 점이다.

근래에는 완전부식과 자가부식 두 가지 방식으로 모두 적용 가능한 “Universal”, “Multi-purpose”, “Multi-mode”등의 다용도 단일 단계 자가부식 접착 시스템이 개발되었다(Hanabusa et al., 2012). 접착 술식 시간을 단축하고 단순화된 접착과정으로 인하여 최근 임상에서 많이 사용된다.

현재 시판되는 자가부식 접착제는 도포 직후, 즉 레진 수복 전 광중합이 요구된다. 상아질 접착제와 복합레진을 동시에 중합시키는 경우, 접착제가 미중합된 상태에서 복합 레진이 축조되거나 수복물이 장착될 때의 압력에 의해 접착제와 상아질의 혼성층이 함몰되어 낮은 결합강도를 초래할 수 있기 때문이다(Dietschi and Spreafico, 1998).

상아질 접착제의 광중합 시기에 따른 접착력의 변화와 미세누출에 관한 연구를 포함하여 술식 시간의 단축과 더불어 상아질 접착력의 향상을 위한 접착제의 개발과 다양한 적용방법이 연구되고 있다(el-Din and Abd el-Mohsen, 2002).

Tulunoglu의 total etch와 자가부식 상아질 접착제를 5급 와동에서 사전중합 및 동시중합 하였을 때의 미세누출량을 비교 조사한 연구에 의하면, total etch 상아질 접착제의 변화는 없는 반면, 자가부식 상아질 접착제의 미세누출량은 동시중합시에 유의한 증가를 나타냈다 (Tulunoglu et al., 2000).

2007년 Chapman은 자가부식 상아질 접착제의 사전중합 군과 복합레진과 40초 동시중합한 군 간의 전단 결합강도를 비교한 연구에서 범랑질에서의 변화는 없었으나 상아질에서의 결합강도는 유의하게 감소하였다(Chapman et al., 2007). 유치로 동일한 실험을 실시한 Viswanathan과 Lim의 연구에서도 역시 유사한 결과를 보고하였다(Lim et al., 2014; Viswanathan et al., 2011).

앞서 언급한 연구들을 포함하여 상아질 접착제와 복합 레진간 동시중합(co-cure)시 접착력에 대한 연구는 모두 광중합 시간이 일정하였다. 하지만 동시중합(co-cure)의 광중합 시간 변화에 따른 접착력에 대한 연구는 보고된바 없으며, 비교적 새로 개발된 단일 단계 자가부식 접착제의 동시중합(co-cure)에 따른 접착력의 변화에 대한 연구도 없는 상태이다.

따라서 본 연구는 한 종류의 2 단계 자가부식 접착제와 두 종류의 단일 단계 자가부식 접착제를 제조사의 지시대로 접착제를 도포한 후 ‘사전광중합(pre-cure)을 시행한 군’과 접착제 도포 후 유동성 레진을 축조하여 각 20초, 30초, 40초, 50초, 60초 ‘동시중

합(co-cure)을 시행한 군'으로 분류하여 상아질에 대한 전단결합강도를 비교하기 위함이며, 귀무가설은 아래와 같다.

- 1) 접착제 조사 시기에 따른 사전중합(pre-cure)군과 동시중합(co-cure)군의 전단결합력의 차이가 없을 것이다.
- 2) 동시중합(co-cure)군의 광중합 시간 변화에 따른 전단결합력의 차이가 없을 것이다.
- 3) 접착제 종류간 전단결합력의 차이는 없을 것이다.

## II. 연구 재료 및 방법

### 1. 연구 재료

본 연구에 상아질 접착제로 2-step self-etching system인 AdheSE<sup>®</sup> (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)와 universal adhesive인 Tetric N bond universal<sup>®</sup> (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)과 Single bond universal<sup>®</sup> (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)을 사용하였고, 복합레진은 metafilflow<sup>®</sup> (Sun Medical, Japan)를 사용하였다. 제품의 구성 성분과 분류는 table 1과 같다.

### 2. 연구 방법

#### (1) 실험군 분류

3 종류 상아질 접착제를 도포한 후 중합 시기에 따라 복합레진 적용 전 사전 중합을 시행한 군 (pre-cure)과 복합레진 적용 후 동시 중합한 군 (co-cure)으로 분류하였으며, 동시 중합한 군(co-cure)은 중합 시간에 따라 20초, 30초, 40초, 50초, 60초 그룹으로 재 분류하여 총 18개의 실험군을 구성하였다.

#### (2) 시편 제작

Diamond disk를 사용하여 54개의 대구치 법랑질을 교합면으로부터 제거하여 상아질 표면을 노출시키고 #600 grit SiC paper로 연마하였다. 제작한 시편은 진단강도 측정을

위한 몰드에 자가 중합 레진을 사용하여 상아질 표면이 노출되도록 제작하였다.

Post-it (3M)에 punch를 이용하여 hole을 형성하고, 상아질 표면에 붙여서 hole외에는 치질이 노출되지 않도록 격리 시킨 후 제조사의 지시에 따라 접착제를 도포하였다 (table 2). 사전중합군 (pre-cure)은 LED light unit(Mr. Light<sup>®</sup>, Dent Zar, Tarzana, CA, U.S.A.) 480w/cm<sup>2</sup>의 광도로 10초간 사전 중합한 후 상아질 표면에 내경 2mm, 높이 2mm의 Tygon tube<sup>®</sup> (Saint-Gobain Performance Plastic Co., Beaverton, MI, U.S.A.)를 위치시킨 다음, 유동성 레진 (Metafilflow<sup>®</sup>, 색조-A3)을 충전하고 20초간 광조사하였다. 각 상아질 표면에 2개의 유동성 레진을 접착하여 각 군당 총 6개의 유동성 레진을 접착하였다. 동시 중합군 (co-cure)은 사전중합군 (pre-cure)과 같은 방법으로 접착제 적용 후 광중합 과정을 거치지 않고 유동성 레진을 충전한 뒤 각각 20초, 30초, 40초, 50초, 60초 광조사 하였다. 유동성 레진에 부착된 Tygon tube<sup>®</sup>와 Post-it을 #15 blade로 제거하였다. 결합강도를 측정하기 전 제작된 시편은 실온의 증류수에 24시간 동안 보관하였다.

### (3) 전단 결합강도 측정.

제작된 시편은 전단 결합강도 측정을 위한 jig 에 고정한 뒤 shear bond testing machine (shear bond tester, Bisco, Inc. Schaumburg, IL. U.S.A.)에서 1mm/min 의 crosshead speed 로 전단력을 가해 상아질 표면에서 유동성 레진이 분리될 때의 결합강도를 측정하였다.

### (4) 현미경으로 파절 양상 관찰

전단결합강도 측정 후 상아질 접착면 파절 양상을 평가하기 위하여 1 차적으로 광학현미경(Zeiss, Primo star, Germany)으로 15 배 확대하여 시편을 관찰하였고, 파절

양상 별로 대표적인 시편들을 골라 Ion Coater(Eiko IB-3, Japan)를 이용하여 30nm 두께로 gold coating 한 후 주사전자현미경(FE-SEM, HITACHI S-800, JAPAN)으로 관찰하였다

### 3. 통계 분석

본 연구에서 시편 제작 및 전단결합강도 측정은 동일한 연구자가 시행하였다. 접착제 종류마다 사전 광중합 시와 동시중합 시 전단 결합강도의 평균값과 표준편차를 구한 후, 접착제 종류별 사전중합과 동시중합 시간 변화에 따른 차이, 사전중합과 동시중합 시의 접착제 종류간의 차이, 동시중합 시 시간에 따른 차이, 광중합 시기와 시간에 따른 자가부식 접착제 시스템 간의 차이를 비교하였다. Kruskal-Wallis 검정을 통하여 접착제 종류와 접착제 간 광중합 시기 및 광중합 시간의 차이, 그리고 동시중합 시간 변화에 따른 차이를 분석하였다. 자가부식 접착제의 시스템간 차이는 Mann-Whitney U test 를 사용하여 분석하였다. 허용유의수준은 0.05 로 설정하였고 모든 통계분석은 SPSS (version 23.00;SPSS Inc., Chicago, IL, USA)를 사용하였다.

**Table1. Compositions of material used in this-study**

<b>Material</b>	<b>code</b>	<b>pH</b>	<b>Composition</b>	<b>LOT</b>
<b>AdheSE®</b> (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)	AD	1.6	Primer: phosphoric acid acrylate, bis-acrylamide, water, initiators and stabilizers Bonding: dimethacrylates, hydroxyl ethyl methacrylate, highly dispersed silicon dioxide, initiators and stabilizers	F53302
<b>Single bond universal®</b> (3M ESPE, St.Paul, MN, USA)	SBU	2.7	10-MDP, HEMA, silane, dimethacrylate, Vitrebond copolymer, filler, ethanol, water, photoinitiators	04628
<b>Tetric N bond universal®</b> (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)	TBU	2.5-3.0	MDP, HEMA, bis-GMA, MCAP, D3MA, ethanol, water, silicon dioxide, initiators and stabilizers	V03077
<b>Metafil flow®</b> (Sun Medical. Japan)			2,2-Bis Propane, Other- bi-functional methacrylate monomers, Barium/silica-glass, silica, amorphous, 3-(trimethoxysilyl) propyl methacrylate	LX5

Bis-GMA, bisphenol glycidyl methacrylate; HEMA, 2-hydroxyethyl methacrylate; MDP, methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate; 4-MET, 4-methacryloxyethyltrimellitate anhydride; MEPS, methacryloyloxyalkyl thiophosphate; D3MA. Decaniol dimethacrylate; MCAP, methacrylated carboxylic acid polymer

**Table2. Application procedures of self-etch systems**

<b>Adhesive</b>	<b>Application procedure</b>
<b>AD</b>	Apply primer for 30 sec. Disperse primer with a strong stream of air Apply bonding agent. Light-cure the bonding agent for 10s.
<b>SBU</b>	Apply with rubbing for 20 sec. Air Dry for 5 sec. Light cure for 10 sec.
<b>TBU</b>	Apply with rubbing for 20 sec. Air Dry for 5 sec. Light cure for 10 sec.

Application procedures of the materials are provided by the manufacturers.

### III. 연구 결과

#### 1. 광중합 시기 및 동시광중합 시간에 따른 전단결합강도 비교

모든 접착제는 동시중합(co-cure) 20 초, 30 초, 40 초 군에서 사전중합(pre-cure) 군에 비해 통계적으로 유의하게 전단결합강도가 낮게 측정되었으며, 특히 동시중합(co-cure) 20 초군은 사전중합(pre-cure) 군에 비해 전단결합강도가 1/3 정도로 매우 낮게 측정되었다( $p < 0.001$ ; Table3, Figure1).

AD 와 TBU 군은 동시중합(co-cure) 50 초에서 사전중합 (pre-cure) 군과 동일한 결합강도가 측정되었고 오히려 동시중합(co-cure) 60 초에서는 사전중합(pre-cure) 군보다 높은 값이 측정되었다. Kruskal-Wallis test 로 접착제 종류 별 광중합 시기와 광중합 시간에 따른 모든 군을 통계 분석하였을 때의 전단결합강도는 모두 통계적으로 유의한 차이를 나타냈다( $p < 0.001$ ).

#### 2. 동시중합의 광조사 시간에 따른 전단결합강도 비교

Kruskal-Wallis test 분석 결과, 모든 접착제에서 동시중합(co-cure) 시간 변화에 따른 전단결합강도는 광중합 시간이 증가함에 따라 통계적으로 유의하게 상승하였다( $p < 0.001$ ).

### 3. 접착제 종류 간 광중합 시기 및 동시중합 시간에 따른 전단결합강도 비교

모든 접착제의 동시중합(co-cure) 20 초 군과 60 초 군의 전단결합강도는 통계적인 유의차가 없었으나 나머지 그룹에서는 모두 유의차를 나타냈다 ( $p<0.05$ ). 동시중합 20 초 군은 모두 매우 낮은 전단결합강도가 측정 되었으며 동시중합 60 초 군은 사전중합 그룹에 비해 더욱 높거나 유사하게 측정되었다. 사전중합 군에서 제일 높은 전단결합강도가 측정된 것은 Single bond universal<sup>®</sup> 이었고, 동시중합 30 초군은 Tetric N bond universal<sup>®</sup>, 동시중합 40 초 및 50 초군은 각 Single bond universal<sup>®</sup>, Tetric N bond universal<sup>®</sup> 이었다.

### 4. 자가부식 상아질 접착제 시스템간 전단결합 강도 비교

2 단계 자가부식 상아질 접착제인 AdheSE<sup>®</sup> 와 단일 단계 상아질 접착제인 Tetric N bond universal<sup>®</sup>, Single bond universal<sup>®</sup> 의 광중합 시기 및 동시중합 시간 별 전단결합강도를 Mann-Whitney U test 를 통해 통계 분석하였다.

분석 결과, 동시중합 20 초 군에서는 모두 유사하게 매우 낮은 전단결합강도가 측정되었으며 통계적인 유의차도 없었다. 하지만 나머지 다른 모든 군에서는 통계적으로 유의한 차이를 보였으며( $p<0.05$ ), 그 중에서도 AdheSE<sup>®</sup> 의 전단결합강도가 Tetric N bond universal<sup>®</sup>와 Single bond universal<sup>®</sup>에 비해 비교적 낮은 값이 측정되었다.

## 5. 파절 양상

AdheSE<sup>®</sup>의 사전중합 군과 동시중합 60 초 군에서 접착 파괴와 혼합 파괴 각 절반씩 발생 하였으며 기타 모든 군에서는 혼합 파괴 위주로 관찰 되었다. 응집 파괴는 AdheSE<sup>®</sup>의 동시중합 50 초 군에서 1 개, Tetric N bond universal<sup>®</sup>의 동시중합 40 초, 50 초, 60 초 군에서 각 1 개 씩 그리고 Single bond universal<sup>®</sup>의 동시중합 40 초, 60 초 군에서 각 1 개 씩 관찰 되었다(Figure2,3,4,5).

**Table3. Mean shear bond strength(Mpa) and the standard deviation for all experimental groups (n=6 for each group)**

Curing method Adhesive	Pre-cured	Co-cured					p-value <sup>1</sup> , p-value <sup>2</sup>
		20s	30s	40s	50s	60s	
<b>AD</b>	13.6±0.78 <sup>aA</sup>	5.04±0.55 <sup>bA</sup>	6.32±0.44 <sup>cA</sup>	9.91±0.62 <sup>dA</sup>	13.13±0.67 <sup>aA</sup>	15.43±0.94 <sup>eAC</sup>	p<0.001
<b>TBU</b>	14.89±1.06 <sup>aB</sup>	5.54±0.34 <sup>bA</sup>	9.11±0.49 <sup>cB</sup>	12.96±1.08 <sup>dB</sup>	15.76±0.81 <sup>aeB</sup>	16.87±0.10 <sup>eBC</sup>	
<b>SBU</b>	17.41±0.71 <sup>aC</sup>	5.22±0.42 <sup>bA</sup>	7.45±0.60 <sup>cC</sup>	12.93±0.49 <sup>dB</sup>	15.14±0.47 <sup>eB</sup>	16.27±0.89 <sup>fC</sup>	
<b>p-value<sup>3</sup></b>	0.01	0.219	0.01	0.03	0.02	0.88	
<b>p-value<sup>4</sup></b>	0.04	0.223	0.01	0.01	0.01	0.044	

Different superscript lower case letters indicate significant differences between the rows (p<0.01).

Different superscript upper case letters indicate significant differences between the columns (p<0.05).

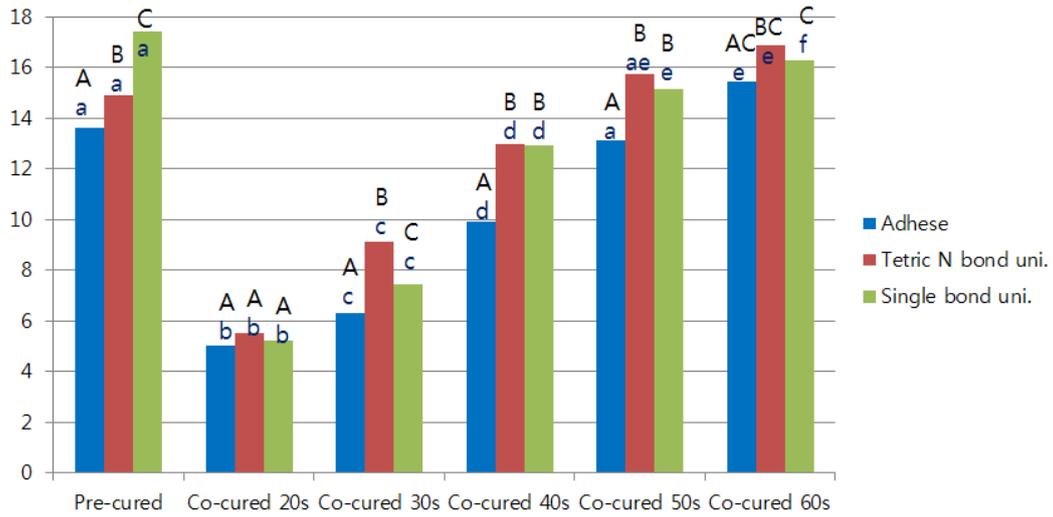
p-value<sup>1</sup>: 접착제 종류별 광중합 시기 및 공동 광중합 시간에 따른 비교. Kruskal-Wallis test

p-value<sup>2</sup>: 접착제 종류별 공동 광중합군의 광중합 시간별 비교. Kruskal-Wallis test

p-value<sup>3</sup>: 접착제간 광중합 시기 및 공동 광중합 시간에 따른 비교. Kruskal-Wallis test

p-value<sup>4</sup>: 접착제 시스템간 (AD vs. TBU, SBU) 광중합 시기 및 공동 광중합 시간에 따른 비교. Mann-Whitney U test

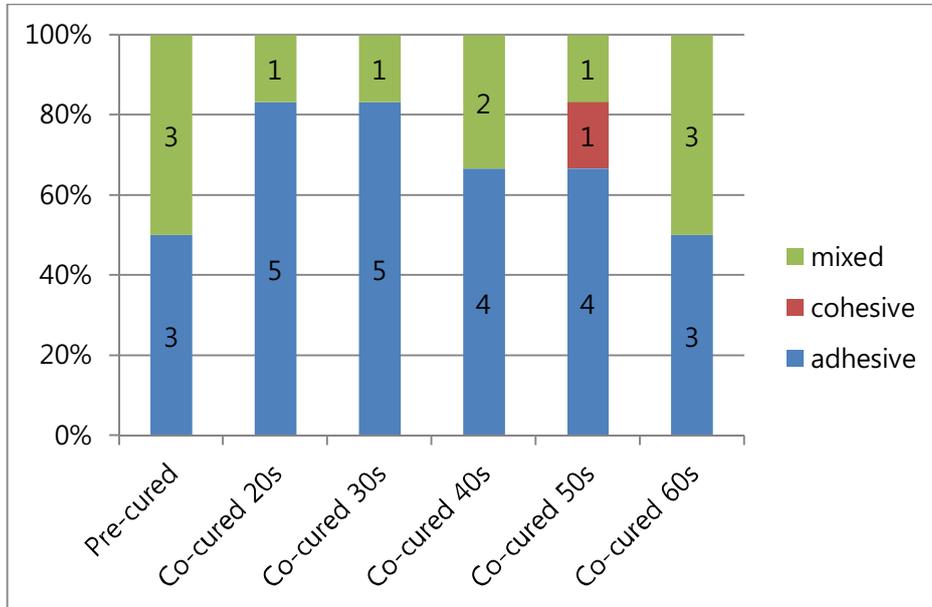
**Figure 1. Mean shear bond strength (Mpa) for all experimental groups**



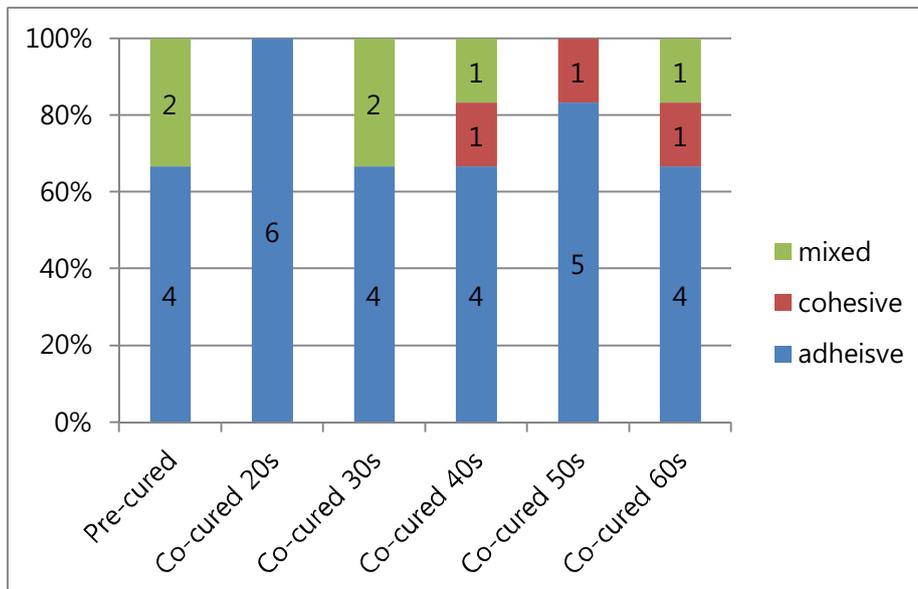
Different superscript upper case letters indicate significant differences between the adhesives ( $p < 0.05$ ).

Different superscript lower case letters indicate significant differences between the curing time ( $p < 0.001$ ).

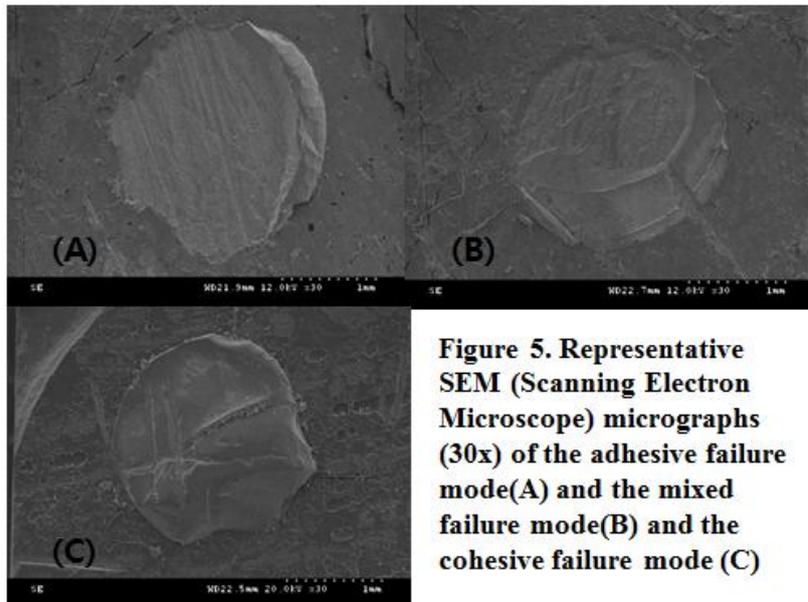
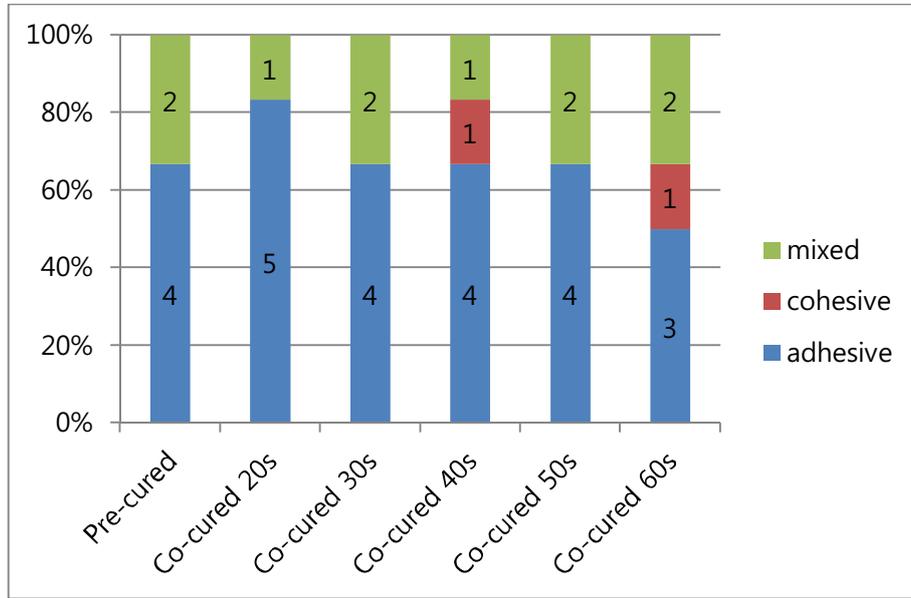
**Figure2. Distribution of the failure modes (%) in AdheSE®**



**Figure3. Distribution of the failure modes (%) in Tetric N bond universal®**



**Figure 4. Distribution of the failure modes (%) in Single bond universal®**



**Figure 5. Representative SEM (Scanning Electron Microscope) micrographs (30x) of the adhesive failure mode(A) and the mixed failure mode(B) and the cohesive failure mode (C)**

## IV. 고찰

상아질 접착제와 복합 레진의 동시중합(co-cure)에 대한 연구는 많지 않다. 대부분의 연구 결과에서 범랑질의 접착력은 일정하지만 상아질에서의 접착력은 확연히 감소하였으며 이러한 연구의 동시중합 시 광조사 시간은 총 40 초 이내이다 (Chapman et al., 2007; McCabe and Rusby, 1994; Viswanathan et al., 2011). 이전 연구에서의 결과들과 마찬가지로 본 연구에서도 상아질 접착제와 복합 레진 간 전단결합강도는 사전중합(pre-cure) 군에 비하여 동시중합(co-cure) 군은 20 초, 30 초, 40 초 군이 통계적으로 유의하게 감소한 반면, 50 초 군 이후로는 SBU 그룹을 제외한 모든 접착제에서 상승하였다. 각 조건 별 세 가지의 접착제를 비교 하였을 때, 동시중합(co-cure) 20 초 군과 60 초 군을 제외한 모든 군에서 통계적으로 유의차를 나타냈다. 또한, 접착제 시스템간 비교에서도 동시중합(co-cure) 20 초 군을 제외한 모든 군에서 통계적인 유의차를 나타냈다. 따라서 본 연구에서 설정한 귀무가설은 모두 기각 할 수 있다.

사전중합(pre-cure) 군의 광중합 시간은 상아질 접착제 도포 직후와 복합 레진 축조 이후로 나뉘며 각 10 초와 20 초로 총 30 초이다. 동시중합(co-cure) 30 초 군은 사전중합(pre-cure) 군과 비교하였을 때, 모든 상아질 접착제에서 유의하게 낮은 결합력을 나타냈다. 통계적인 유의차는 없었으나, TBU 동시중합 30 초 군은 AD 동시중합(co-cure) 40 초 군과 유사한 정도의 높은 결합력이 측정되었다. 또한, 단일단계 자가부식 접착제인 TBU 와 SBU 의 각 동시중합 40,50 초 군에서 전단결합강도는

2 단계 자가부식 접착제인 AD 의 동시중합 50,60 초 군에 해당하는 높은 값이 측정되었고, 동시중합 60 초 군에서도 TBU 와 SBU 이 AD 보다 높은 전단결합강도가 측정되었다. 본 연구에서는 동시중합 시 단일단계 자가부식 접착제는 2 단계 자가부식 접착제보다 비교적 단시간에 접착력이 상승하였다.

제조사는 상아질 접착제의 사전중합(pre-cure)을 권장한다. 상아질 접착제의 사전중합은 균일한 혼성층을 형성하여 복합 레진의 중합 수축력을 일부 흡수하는 와동의 탄력적인 장벽 역할을 수행하여 변연 적합도가 향상되고 수복물의 미세누출은 감소하며(Maleknejad et al., 2009; Uekusa et al., 2006) 결합력이 증가한다는 연구가 있다(McCabe and Rusby, 1994; Viswanathan et al., 2011).

반면, 상아질 접착제의 사전 중합 과정을 생략하고 복합 레진 간 동시중합(co-cure)을 시행할 경우, 미중합 상태의 접착제 상방으로 복합 레진이 축조되는 압력에 의해 접착제와 상아질의 혼성층이 함몰되어 낮은 결합강도를 초래할 수 있으며(Dietschi and Spreafico, 1998) 복합 레진의 중합과정에서 발생하는 중합 수축력을 견디지 못한다(Chapman et al., 2007). 복합레진 하방에 위치한 접착제는 수복물의 두께에 의하여 불충분한 빛 투과로 불완전한 중합을 야기 하여 결합력이 저하될 우려가 있다(el-Mowafy et al., 1999; Kilinc et al., 2011). 또한, Chen 등은 상아질 접착제의 불충분한 중합은 결합력의 저하뿐만이 아니라, 세포독성 효과를 나타내어 치수에 자극을 야기할 수 있다고 하였다(Chen et al., 2001).

접착제의 중합에 영향을 미치는 요소는 접착제 자체에 포함된 유기용매, 친수성 물질(HEMA) 등과 같은 구성 성분에 의한 것으로 (Stansbury and Dickens, 2001), 단일

단계 자가부식 접착제에는 에탄올이나 아세톤과 같은 유기용매가 포함되어 있는 경우가 많다(Holmes et al., 2007). 유기용매가 잔존할 경우 접착제의 중합을 저해하므로 충분한 공기 분사로 광중합 전에 모두 증발시켜야 한다(Cadenaro et al., 2009). 그러나 에탄올과 물은 아세톤과 비교하여 증기압이 낮으므로 이를 증발시키기 위해선 보다 긴 시간이 소요된다(Yiu et al., 2005). 또한, 2007년 Breschi의 상아질 접착제 중합률에 대한 실험에 의하면, 자가부식 상아질 접착제는 완전한 중합을 이루기까지 제조사의 권장 광중합 시간보다 훨씬 오랜 시간이 요구 되었다(Breschi et al., 2007). 따라서, 본 실험에서 사용한 접착제 모두 에탄올과 물을 포함한 제품들로 광중합 시간이 증가함에 따라서 접착제의 중합률이 상승하고(Tay et al., 2005) 유기용매와 수분이 증발하여 결합강도가 상승 하였을 것으로 사료된다.

레진-상아질간의 이상적인 결합강도를 얻기 위해서는 적절한 혼성층의 형성(Gwinnett, 1993)과 접착층의 기계적 성질(Van Meerbeek et al., 1993)이 중요하다. TBU 와 SBU 는 pH 2~3 정도로 AD 의 pH 1.6 에 비해 약한 산도를 띈다. 산도가 약할수록 상아질을 탈회시키는 깊이가 줄어들어 혼성층의 두께가 얇아진다(Wang and Spencer, 2004). 자가부식 접착제가 형성하는 혼성층의 두께는 산도에 따라 다양하며, 약한 산도의 경우 0.5~1.0 $\mu\text{m}$  정도이고 높은 산도의 경우 1.2~2.2  $\mu\text{m}$  및 2.5~5 $\mu\text{m}$  이다(Reis et al., 2005). 그러나 혼성층의 두께와 접착력의 직접적인 상관관계는 없다.

접착제의 광중합 후 접착층에는 oxygen inhibited layer(OIL)가 형성되며 미반응 단량체가 잔존하게 된다. 추후 복합 레진의 광중합 시 라디칼과 반응하여 상호침입

망상구조를 형성하고 접착에 중요한 영향을 미친다 (Finger et al., 1996; Vankerckhoven et al., 1982).

Kim 의 연구에 따르면, total etch 상아질 접착제의 광중합 시간을 연장할 경우, 접착층의 oxygen inhibited layer (OIL)의 감소가 관찰되었으며 이것으로 인한 미반응 단량체의 감소로 오히려 복합 레진과 상아질간 미세인장결합 강도는 감소하였다고 보고하였다(Kim et al., 2006). 본 연구에서 동시중합 시간이 증가함에 따라 전단결합 강도가 증가한 것은, 상아질 접착제와 유동성 복합 레진을 동시중합 하였으므로 접착제 계면의 OIL 형성 없이 각 부분에 존재하는 반응물의 충분한 화학적 결합으로 degree of conversion 의 동반 상승으로 인해(Feitosa et al., 2013) 결과적으로 결합력도 상승하였을 것으로 사료된다. 이것은 상아질 접착제와 유동성 복합 레진을 동시중합 하였을 때 oxygen inhibited layer 의 감소로 두터운 중간층이 형성되어 변연봉쇄력이 향상되었다는 Unterbrink 의 연구 결과와 일치한다 (Unterbrink and Liebenberg, 1999). 또한, 본 연구에서 사용한 유동성 레진의 두께는 2mm 이내로, 단일 광중합형 레진 세멘트의 중합은 세라믹 디스크의 두께가 2~3mm 이내일 경우 영향을 받지 않는다는 연구 결과를 토대로(el-Mowafy et al., 1999) 광중합을 위한 빛 투과에 영향을 미치지 않았을 것으로 생각된다.

빛의 투과가 제한적인 간접 수복물 실험에서, 상아질 접착제의 사전중합 없이 간접 복합레진 수복물과 동시중합 후 미세인장결합강도를 측정하였을 때, 상아질 접착제에 self-cure activator 를 병용한 그룹이 병용하지 않은 그룹에 비해 결합강도가 유의하게 증가하였다(Kim, 2010). 그러므로 동시중합으로 저하된 결합력 일지라도 수복물 하방에 위치한 접착제에 충분한 양의 빛이 조사되는 상태에서 광중합 시간이 연장될

경우, 향상된 접착제의 중합률과 더불어 유동성 레진과의 degree of conversion 이 상승하여 탄성률과 용해도와 같은 물리화학적 속성이 향상됨에 따라 결과적으로 결합력이 증가하였을 것으로 사료된다.

동시중합 20 초 군을 제외한 모든 AD 군의 전단결합강도는 TBU 군과 SBU 군에 비해 비교적 낮게 측정되었는데, TBU 와 SBU 에 공통적으로 포함된 MDP 성분 때문일 것이다. 이것은 acid-functional monomer 로, HEMA 와 적절히 혼합할 경우 상아질의 수산화인회석 결정체와 상호 작용하여 보다 나은 접착력을 나타내고(Moszner et al., 2005), 혼성층의 가수분해에 대한 안정성으로 인하여 결과적으로 장기간의 결합력을 갖는다(Inoue et al., 2005). 또한, SBU 에 함유된 Vitrebond copolymer 는 수산화인회석 무기물과 화학적 상호반응을 통해 접착응력의 소멸과 특정한 온도와 습도에서 보다 나은 copolymer monomer 네트워크를 형성하여 습도에 의한 변성에 대해 높은 안정성과 접착력을 갖는다(Cardoso et al., 2014).

파절 양상은 3 종류 접착제에서 대부분 상아질과 접착제 사이에서 발생한 접착 파절이었다. AD 군은 사전 광중합 군과 공동 광중합 60 초 군에서 접착 파절과 혼합 파절이 반씩 나타났으며, 공동 광중합 50 초 군에서 1 개의 시편에서 응집 파괴가 관찰되었다. TBU 군은 공동중합 40 초, 50 초, 60 초 군에서 각 1 개씩의 응집 파괴가 관찰되었으며 SBU 군은 공동 광중합 40 초와 60 초 군에서 각 1 개씩의 응집파괴가 관찰되었다. 단일 단계 자가부식 접착제에서 응집파괴가 비교적 많이 발생하였으며, 이 역시 단일 단계 자가부식 접착제를 사용한 군에서 전단결합강도가 높게 나타난 연구 결과를 반영하는 것이다.

임상적으로 직접 레진 수복의 와동 충전 시 출혈 조절이 어려운 상황에서 상아질 접착제의 광중합은 혈액과 수분으로 오염된 접착제 층을 형성할 위험성이 높다. 하지만 본 연구 결과를 바탕으로 비록 보다 장시간이 소요되더라도 상아질 접착제와 복합 레진을 동시 광중합 한다면 결합력의 저해 없이 이러한 위험성을 낮출 수 있을 것으로 생각되며 이를 뒷받침 할 만한 추가 연구가 필요하다.

본 연구의 한계점으로 광중합 시간의 변화는 동시중합 군에만 국한 되어있다. 따라서 사전중합 군의 광중합 시간 변화에 대한 결합력의 비교는 불가하며 후속 연구에서 추가 조사가 필요하다. 또한 본 연구에서는 자가부식 접착제를 사용하여 상아질과 유동성 레진의 전단결합강도만을 비교 측정하였다. 실제 구강 내 환경은 100% 습도를 유지하고 잦은 온도 변화와 강한 저작력이 발생하여 복합 레진의 기계적 물성을 유지하기 어려운 조건이다. 그러므로 실험실에서의 연구는 한계가 존재하며 후속 연구에서는 시편의 열 순환처리와 반복피로검사 등을 실행하여 최대한 구강과 유사한 환경을 조성하는 것과 주사전자현미경, 투과전자현미경 등을 통한 혼성층과 레진 tag 의 관찰이 실험의 현실성을 향상 시키고 분석에 더욱 유리할 것으로 사료된다.

## V. 결론

본 연구 결과를 바탕으로 아래와 같은 결론을 얻었다.

1. 3종류 접착제 모두 동시중합 할 경우 광중합 시간이 증가함에 따라 전단결합강도도 상승하였다( $p < 0.001$ ).
2. 3종류 접착제 모두 사전중합 군에 비해 동시중합 20초, 30초, 40초 군에서 통계적으로 유의한 결합력 감소를 보였다( $p < 0.001$ ).
3. 3종류 접착제의 전단결합강도는 동시중합 20초와 60초 군을 제외한 모든 그룹에서 유의차를 나타냈다( $p < 0.001$ ). 접착제 별 모든 동시중합 20초 군은 매우 낮은 전단결합강도가 측정되었으며, AD와 TBU는 동시중합 50초에서 사전중합 군과 동일한 전단결합강도로 측정되었고 동시중합 60초 군에서는 AD와 TBU이 사전중합 군에 비해 높은 전단결합강도가 측정되었다( $p < 0.001$ ).
4. 단일 단계 자가부식접착제의 전단결합강도는 2단계 자가부식접착제와 비교했을 때, 동시중합 20초 군을 제외하고 모두 높게 측정되었으며 보다 단시간 내에 높은 상승률을 보였다( $p < 0.05$ ).

이상의 연구결과에 따르면 실제 임상에서 자가부식 상아질 접착제를 이용한 레진의 직접수복 시, 자가부식 접착제를 사전에 광중합 하는 것이 복합 레진과 동시에 중합하는 경우보다 단 시간 내에 결합력이 상승하며, 동시중합 할 경우 최소 50 초 이상의 광중합이 필요하다.

## 참고 문헌

- Breschi L, Cadenaro M, Antonioli F, Sauro S, Biasotto M, Prati C, et al.: Polymerization kinetics of dental adhesives cured with LED: correlation between extent of conversion and permeability. *Dent Mater* 23(9): 1066-1072, 2007.
- Cadenaro M, Breschi L, Rueggeberg FA, Suchko M, Grodin E, Agee K, et al.: Effects of residual ethanol on the rate and degree of conversion of five experimental resins. *Dent Mater* 25(5): 621-628, 2009.
- Cardoso SA, Oliveira HL, Münchow EA, Carreño NL, Junior AG, Piva E: Effect of shelf-life simulation on the bond strength of self-etch adhesive systems to dentin. *Applied Adhesion Science* 2(1): 1, 2014.
- Chapman JL, Burgess JO, Holst S, Sadan A, Blatz MB: Precuring of self-etching bonding agents and its effect on bond strength of resin composite to dentin and enamel. *Quintessence Int* 38(8): 637-641, 2007.
- Chen RS, Liuiw CC, Tseng WY, Hong CY, Hsieh CC, Jeng JH: The effect of curing light intensity on the cytotoxicity of a dentin-bonding agent. *Oper Dent* 26(5): 505-510, 2001.
- Dietschi D, Spreafico R: Current clinical concepts for adhesive cementation of tooth-colored posterior restorations. *Pract Periodontics Aesthet Dent* 10(1): 47-54; quiz 56, 1998.
- el-Din AK, Abd el-Mohsen MM: Effect of changing application times on adhesive systems bond strengths. *Am J Dent* 15(5): 321-324, 2002.
- el-Mowafy OM, Rubo MH, el-Badrawy WA: Hardening of new resin cements cured through a ceramic inlay. *Oper Dent* 24(1): 38-44, 1999.
- Feitosa VP, Watson TF, Vitti RP, Bacchi A, Correr-Sobrinho L, Correr AB, et al.: Prolonged curing time reduces the effects of simulated pulpal pressure on the bond strength of one-step self-etch adhesives. *Oper Dent* 38(5): 545-554, 2013.
- Finger WJ, Lee KS, Podszun W: Monomers with low oxygen inhibition as enamel/dentin adhesives. *Dent Mater* 12(4): 256-261, 1996.
- Gwinnett AJ: Quantitative contribution of resin infiltration/hybridization to dentin bonding. *Am J Dent* 6(1): 7-9, 1993.

- Hanabusa M, Mine A, Kuboki T, Momoi Y, Van Ende A, Van Meerbeek B, et al.: Bonding effectiveness of a new 'multi-mode' adhesive to enamel and dentine. *J Dent* 40(6): 475-484, 2012.
- Hasegawa T, Manabe A, Itoh K, Wakumoto S: Investigation of self-etching dentin primers. *Dent Mater* 5(6): 408-410, 1989.
- Holmes RG, Rueggeberg FA, Callan RS, Caughman F, Chan DC, Pashley DH, et al.: Effect of solvent type and content on monomer conversion of a model resin system as a thin film. *Dent Mater* 23(12): 1506-1512, 2007.
- Inoue S, Koshiro K, Yoshida Y, De Munck J, Nagakane K, Suzuki K, et al.: Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res* 84(12): 1160-1164, 2005.
- Kilinc E, Antonson SA, Hardigan PC, Kesercioglu A: The effect of ceramic restoration shade and thickness on the polymerization of light- and dual-cure resin cements. *Oper Dent* 36(6): 661-669, 2011.
- Kim JS, Choi YH, Cho BH, Son HH, Lee IB, Um CM, et al.: Effect of light-cure time of adhesive resin on the thickness of the oxygen-inhibited layer and the microtensile bond strength to dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 78(1): 115-123, 2006.
- Lim W, Messer LB, Palamara JE: Bonding of resin composite precured or postcured to primary dentin. *Pediatr Dent* 36(4): E111-117, 2014.
- Maleknejad F, Moosavi H, Shahriari R, Sarabi N, Shayankhah T: The effect of different adhesive types and curing methods on microleakage and the marginal adaptation of composite veneers. *J Contemp Dent Pract* 10(3): 18-26, 2009.
- McCabe JF, Rusby S: Dentine bonding--the effect of pre-curing the bonding resin. *Br Dent J* 176(9): 333-336, 1994.
- Moszner N, Salz U, Zimmermann J: Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review. *Dent Mater* 21(10): 895-910, 2005.
- Nakabayashi N: [Bonding mechanism of resins and the tooth]. *Kokubyo Gakkai Zasshi* 49(2): 410, 1982.
- Perdigao J, Lopes M: Dentin bonding--questions for the new millennium. *J Adhes Dent* 1(3): 191-209, 1999.
- Reis A, Grandi V, Carlotto L, Bortoli G, Patzlaff R, Rodrigues Accorinte Mde L, et al.:

- Effect of smear layer thickness and acidity of self-etching solutions on early and long-term bond strength to dentin. *J Dent* 33(7): 549-559, 2005.
- Stansbury JW, Dickens SH: Determination of double bond conversion in dental resins by near infrared spectroscopy. *Dent Mater* 17(1): 71-79, 2001.
- Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Hiraishi N, Yiu CK: Water treeing in simplified dentin adhesives--deja vu? *Oper Dent* 30(5): 561-579, 2005.
- Tulunoglu O, Uctash M, Alacam A, Omurlu H: Microleakage of light-cured resin and resin-modified glass-ionomer dentin bonding agents applied with co-cure vs pre-cure technique. *Oper Dent* 25(4): 292-298, 2000.
- Uekusa S, Yamaguchi K, Miyazaki M, Tsubota K, Kurokawa H, Hosoya Y: Bonding efficacy of single-step self-etch systems to sound primary and permanent tooth dentin. *Oper Dent* 31(5): 569-576, 2006.
- Unterbrink GL, Liebenberg WH: Flowable resin composites as "filled adhesives": literature review and clinical recommendations. *Quintessence Int* 30(4): 249-257, 1999.
- Van Meerbeek B, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G: [Adhesion of composite to dentin. Mechanical and clinical results]. *Ned Tijdschr Tandheelkd* 100(11): 489-494, 1993.
- Van Meerbeek B, Perdigao J, Lambrechts P, Vanherle G: The clinical performance of adhesives. *J Dent* 26(1): 1-20, 1998.
- Vankerckhoven H, Lambrechts P, van Beylen M, Davidson CL, Vanherle G: Unreacted methacrylate groups on the surfaces of composite resins. *J Dent Res* 61(6): 791-795, 1982.
- Viswanathan R, Shashibhushan KK, Subba Reddy VV: Short communication: pre- and co-curing effect of adhesives on shear bond strengths of composite resins to primary enamel and dentine: an in vitro study. *Eur Arch Paediatr Dent* 12(6): 308-311, 2011.
- Wang Y, Spencer P: Physicochemical interactions at the interfaces between self-etch adhesive systems and dentine. *J Dent* 32(7): 567-579, 2004.
- Yiu CK, Pashley EL, Hiraishi N, King NM, Goracci C, Ferrari M, et al.: Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation. *Biomaterials* 26(34): 6863-6872, 2005.

## ABSTRACT

### **Comparison of dentin shear bond strength of self-etching adhesives by using different curing method and prolonged co-curing time in direct resin filling**

Baewoon Joo, D.D.S

Department of Dentistry

Graduate School of Yonsei University

(Directed by Prof. Byoung-Duck,Roh, D.D.S., M.S.D., Ph. D.)

This study is to evaluate and compare the shear bond strength of 3 self-etching adhesive (one 2-step,AD ; two one-step, TBU and SBU) to dentin when the adhesive is light cured before the application of flowable composite resin (pre-cure) or light curing together with the flowable composite resin (co-cure) with different light-curing time(20s, 30s, 40s, 50s, 60s). Total 18 experimental groups were used and for each experimental group, 6 specimens were used to measure shear bond strength. The following results were acquired.

1. In comparison with dentin shear bond strength within the co-curing groups, as increasing time of the light-curing, all adhesives groups increasing with produced significantly higher bond strength ( $p < 0.001$ ).
2. When compared with the dentin shear bond strengths “pre-curing” and “co-curing” groups, the co-curing groups of 20s, 30s and 40s of all adhesives decreasing with produced significantly lower shear bond strengths ( $p < 0.001$ ).
3. When compared with the dentin shear bond strengths among all kinds of adhesives used in this study, except for the co-curing 20s and 60s groups there were no statistically significant differences, but the rest of other groups were statistically significant difference was observed. The co-curing 20s groups have shown the lowest SBS, and the co-curing 60s groups have produced higher or similar bond strength to dentin as did the pre-curing groups ( $p < 0.001$ ).
4. In comparison with dentin shear bond strength of different self-etch adhesive systems, the shear bond strength of AD groups (2-step self-etch adhesive) were significantly lower than TBU and SBU groups(1-step self-etch adhesives), except for the co-curing 20s groups ( $p < 0.05$ ).

Based on the results of this study, when directly filling the cavity with composite resin in clinical situation, “pre-curing” the self-etch adhesive helps to reduce the time to get higher bond strength than “co-curing” the adhesive and composite resin. The co-curing method requires the light-curing time more than 50 secs at least.

---

Key words: self-etching adhesives, shear bond strength, light-curing time, co-curing