

다양한 세대별 치과용 상아질 접착제의 미세누출과 미세인장접착강도 평가

김용일, 윤정훈, 이상혁, 쟁양핑, 이상훈, 양형철, 임범순*

서울대학교 치의학대학원 치과생체재료과학교실 치학연구소

Microleakage and Microtensile Bond Strength Evaluation of the Various Generations of Dentin Bonding Agents

Yong-Il Kim, Jung-Hun Yoon, Sang-Hyuk Lee, Yanping Cheng, Sang-Hoon Rhee, Hyeong-Cheol Yang, Bum-Soon Lim*

Dept. of Dental Biomaterials Science, Dental Research Institute, School of Dentistry, Seoul National University, Seoul, Korea.

(Received: May 1, 2012; Revised: May 14, 2012; Accepted: May 16, 2012)

ABSTRACT

The purpose of this study was to evaluate bonding durability for the various generation of dentin bonding agents. Eight dentin bonding agents were tested. One hundred twenty non caries extracted human molars were used. Microleakage and microtensile bond strength (MTBS) test were performed. The specimens were bonded with dentin bonding adhesive systems according to manufacturer's instruction. The specimens were cut to stick-shape and stressed in tension at a crosshead speed of 1 mm/min. Results were analyzed using Weibull analysis. Scotchbond MP (3M ESPE) showed the least microleakage, and the other groups showed the similar microleakage. The MTBS of experimental groups varied from 30.80 to 39.54 MPa. Single Bond (3M ESPE) had the highest Weibull modulus (6,543) and Clearfil S3 Bond (Kuraray) had the lowest value (3,832). The simplified dentin bonding adhesives (7th generation) showed acceptable bond strength in comparison with the three-step adhesives (4th generation).

KEY WORDS: dentin bonding agents, microleakage, MTBS, self-etching, generation

서론

대부분 무기질인 수산화인회석으로 구성된 법랑질은 산-부식처리로 표면을 거칠게 하고 접착 레진을 침투시켜 접착력을 얻는 반면, 유기질을 25 vol% 정도 함유하고, 상아 세관의 노출로 습윤한 상태가 유지되고 있는 상아질에는 접착기전이 복잡하고 다양한 요소가 접착력에 영향을 줄 수 있어 법랑질에 대한 접착과는 달리 예측하기 어려운 문제가 있다 (Nakabayashi와 Saimi, 1996). 상아질 접착에 영향을 줄 수 있는 요소로는 치질의 조성, 도말층

(smear layer), 수분, pH, 혼성층 (hybrid layer), 광기시제의 종류, 잔존 무기질의 양, 필러의 크기와 양 및 중합 수축 등이 있다. 상아질에 치과용 수복물 또는 보철물을 효과적으로 접착시킬 목적으로 사용하는 상아질 접착제는 젖음성, 산도 (pH), 투과능 (permeability) 및 기계적 강도 등 다양한 특성이 요구되고 있다 (Meerbeek 등, 2003; Vaidyanathan과 Vaidyanathan, 2009; Perdigao, 2010).

상아질 접착제는 접착기전에 따라 여러 단계로 발전되어 왔고 현재까지 사용되고 있는 제 4세대 상아질 접착제부터는 산-부식처리 후 친수성 프라이머를 적용하여 향상된 접착력을 얻을 수 있었으며, 법랑질과 상아질의 일괄-부식 (total etch)처리가 가능하게 되었다. 그러나 제 4세대 상아질 접착제의 경우 3-단계 술식이 요구되어 사용이 번거롭고, 시술자에 따라 접착력에 큰 편차가 있는 문제가 제기되었다. 아직 접착 계면에서 분해되는 기전이

* 교신저자 : 서울시 종로구 연건동 28 서울대학교 치과대학 치과생체재료과학교실, 임범순

Tel : 02-740-8692, E-mail : nowick@snu.ac.kr

* 본 연구는 2011년도 식품의약품안전청 용역연구개발과제의 연구개발비지원 (11172미래평501)에 의해 수행되었습니다.

확실하게 이해되지는 못하고 있지만 접착 계면에서의 오염이 접착력을 약화시킨다는 연구 보고가 있다 (Meerbeek 등, 2010). 임상 시술과정에서 완벽한 방식을 유지하는 것이 쉬운 일은 아니며, 완벽한 방식이 되더라도 노출된 상아세관으로 배출되고 있는 수분에 대한 대책은 아직 없다. 이러한 이유로 상아질에서 우수한 접착을 얻는 것은 쉽지 않다. 복잡한 다단계 술식을 간소화하며 수분 오염의 가능성을 최소화 하는 노력으로 접착력과 내구성 등에 대한 한계를 극복하고자 상아질 접착제는 세대를 거쳐 지속적으로 개선되고 있다.

치과용 상아질 접착제의 분류에서 보통 “세대 (generation)” 라는 표현을 사용하는데 4세대 접착제 (4th generation dentin bonding adhesives)는 산-부식처리한 치질 표면에 혼성층 (hybrid layer)과 레진 태그 (resin tag)를 형성하여 미세기계적 결합을 얻는다. 4세대 접착제는 산-부식제 (etchant), 프라이머 (primer) 및 접착레진 (bonding resin)으로 구성되었지만 5세대 접착제는 산부식제와 프라이머를 결합한 자가부식 프라이머 (self-etching primer) 형태 또는 프라이머와 접착레진을 결합한 형태로 단순화되었다. 다만 연구자에 따라서는 자가부식 프라이머를 6세대로 분류하는 경우도 있다. 6세대와 7세대 상아질 접착제에서는 산-부식제, 프라이머, 접착레진을 하나로 결합한 “one-bottle system”으로 더욱 단순화되었다.

또한 상아질 접착제는 임상적용 술식에 따라서도 분류하고 있는데, 통상적으로 산-부식, 프라이머 및 접착레진 적용 단계를 분리하여 실시하는 3-단계 시스템 (All-Bond, Bisco; Pro-Bond, Caulk; Opti-Bond, Kerr; Scotchbond Multi-Purpose Plus, 3M)이 아직 표준 적용법 (gold standard)으로 사용되고 있다. 2-단계 시스템은 산 부식처리 후 프라이머와 접착레진 기능이 결합된 레진을 적용하는 시스템 (XP Bond, Dentsply; All-Bond 3, Bisco; Single Bond, 3M/ESPE)과 자가-부식 프라이머를 도포한 후 접착레진을 적용하는 시스템 (All Bond SE, Bisco; Adper SE Plus, 3M/ESPE; Clearfil SE Bond, Kuraray) 등 2가지가 임상에서 사용되고 있다. 다음으로는 산 부식, 프라이머 및 접착레진이 하나로 합쳐진 1-단계 시스템 (Prompt L-Pop, ESPE, iBond, Heraeus)이 있다. 이와 같은 자가-부식 접착제는 적용과정 중에 추가적인 수세와 건조 과정이 필요하지 않기 때문에 임상가들에게 매력적일 수 있지만 간소화된 접착제의 특성과 발생될 수 있는 문제점들은 평가해 볼 필요가 있다.

상아질 접착제를 평가하는 가장 간단한 방법은 치질 (상아질 또는 법랑질)에 대한 접착력을 직접 측정하는 것이다. 접착강도를 평가하기 위한 macro 접착강도시험법은 상아질에 지름 5 mm 정도의 원통형 콤포짓트 레진을 접착

한 다음 전단응력 또는 인장응력을 가하여 접착부위가 분리되는 순간의 응력을 단위면적당으로 계산하는 방법을 사용하고 있다 (McCabe와 Walls, 1986; Phrukkanon 등, 1998; Braga 등, 2010). 그러나 macro 측정법은 측정 편차가 크고 접착부위에서 발생하는 부적절한 응력 편중 또는 응력 집중 때문에 정확한 접착력 평가의 문제가 제기되었으며, 이 문제들을 해결하고자 미세인장접착강도 (microtensile bond strength, MTBS) 시험법이 소개되었다. Sano 등 (1994a)이 소개한 MTBS 시험법은 macro 시험법과 달리 시편의 접착면적이 1 mm² 이하로 매우 작다. Micro 시험법을 위해서는 치아에 콤포짓트 레진을 접착한 후 시편을 제작하는 추가 정밀 가공과정이 필요한데, 이 과정 중 시편 파절 가능성이 높고 기술 의존도가 심한 문제가 있지만 그 사용 빈도는 증가하고 있는 추세이다.

MTBS 시험법은 하나의 치아에서 다수의 시편을 얻을 수 있고, 접착계면에 적절한 응력분산을 유도하여 치아 또는 콤포짓트 레진 내부에서 일어날 수 있는 응집파절 (cohesive failure)을 최소화할 수 있다. 또한 동일한 치아 내에서 접착 부위에 따른 접착력 차이를 비교할 수도 있으며, 치아 간 또는 치아 내의 다양성 평가 가능, 다양한 와동면에 대한 평가 및 치근 상아질 또는 우식 상아질 등 매우 작은 표면의 평가 뿐 아니라 응집파절 가능성 감소, 부가적인 실험 설계 가능 및 짧은 확산거리 때문에 환경 노출에 의한 효과 평가 등에 유용한 장점이 있다. 단점으로는 장시간 소요되는 시편 준비과정, 섬세한 제작 숙련도 요구, 접착강도가 낮은 경우 측정 불가, 상아질 시편의 탈수와 손상 가능성 및 일정한 형태의 시편 제작의 어려움 등은 아직 해결하여야 할 과제로 남아 있다 (Tanumiharja 등, 2000; Burrow 등, 2002; Sadek 등, 2006; Sarr 등, 2010).

MTBS 시험에 다양한 형태의 측정용 시편이 적용되고 있는데 각 형태에 따라 기술의존도와 난이도에 큰 차이가 있다. 우선 시편 제작 공정에 따라 ‘trimmed’ 또는 ‘non-trimmed’ 시편으로 분류할 수 있는데, 막대형인 ‘non-trimmed’ 시편은 쉽고 빠르게 제작할 수 있는 장점이 있고, 모레시계형 (hour-glass) 또는 덤벨형인 (dumbbell) ‘trimmed’ 시편은 접착계면 부위에 홈을 형성시켜 접착 계면에 응력을 집중시킬 수 있는 장점이 있지만 제작과정이 어려운 문제가 있다. 시편의 trimming과정에서 주의하지 않으면 접착계면에 결합이 형성되어 접착강도를 감소시킬 수 있게 된다. 이러한 시편의 형태에 따른 장·단점들 때문에 아직 MTBS 시편에 대한 합의가 부족하여 단일 형태의 시편으로 표준화되지 못한 상태이다.

Bauer와 Henson (1972)은 미세누출을 박테리아, 유동체 및 화학물질들이 치질과 수복물 계면을 통과하는 것으로 정

의하였는데, 이는 치아의 변색, 2차 우식, 치수염증뿐 아니라 수복물 탈락의 원인이 되기도 한다. Kemp-Scholte와 Davidson (1988)은 5급 와동 수복물이 상아질 변연부를 완전히 봉쇄하지 못한다고 하였는데, 따라서 백악질/상아질 변연을 갖는 치은측 와동벽에서의 미세누출은 수복물의 내구성을 좌우할 수 있다고 하였다. Gale 등 (1994)은 미세누출이 전혀 없는 수복물은 거의 없으며, 미세누출은 3차원적으로 존재한다고 하였다. 치질과 접착제 계면에서 완전한 접착을 얻으려는 연구가 지속적으로 진행되고 있지만, 아직 미세누출 (microleakage)이 발생되지 않는 접착제는 거의 없는 것으로 보인다. 수복물과 치질간의 계면에 형성된 미세한 틈 (micro gap)으로 이물질이 침투되어 확산될 수 있는 것을 미세누출이라고 하는데 미세누출에 대한 연구는 일반적으로 접착제가 임상에서 사용될 수 있는지 평가하는 방법이 될 수 있다 (Reeves 등, 1995). 치질과의 결합 실패로

발생하는 치질과 수복물 사이의 미세누출은 수복물의 내구성 유지에 큰 영향을 줄 수 있으므로 (Wieczkowski 등, 1992), 상아질 접착제의 접착성능을 평가하는 방법으로 미세누출을 평가법을 적용할 수 있다고 하였다.

본 연구에서는 현재 임상에서 사용되고 있는 다양한 세대의 상아질 접착제를 대상으로 상아질에 대한 접착 특성을 평가하였다. 각 세대별 상아질 접착제에 대한 미세누출 (microleakage)과 미세인장강도 (MTBS)를 평가하여 술식이 단축된 상아질 접착제가 콤포지트 레진 수복제의 접착력에 주는 영향을 알아보려고 하였다.

재료 및 방법

현재 임상에서 사용하고 있는 상아질 접착제 중에서 4세대

Table 1. Dentin bonding adhesive systems tested in this study

Code; Material	Classified	Components	Manufacturer
SM; Scotchbond Multi-Purpose	4th generation, 3-step, etch & rinse	<ul style="list-style-type: none"> etchant = phosphoric acid 35% primer = water, HEMA, PCA copolymer bond = bis-GMA, HEMA, CQ 	3M ESPE, Germany
SB; Adaper Single Bond Plus	5th generation, 2-step, etch & rinse	<ul style="list-style-type: none"> etchant = phosphoric acid 35% primer/bond = water, ethanol, BisGMA, HEMA, polyalkenoic acid copolymer, dimethacrylate 	3M ESPE, USA
CE; Clearfil SE Bond	5th generation, 2-step, self-etch	<ul style="list-style-type: none"> etchant = phosphoric acid 35% primer/bond = water, ethanol, 10-MDP, BisGMA, HEMA, polyalkenoic acid copolymer, dimethacrylate; (pH 2) 	Kuraray, Japan
CS; Clearfil S3 Bond	7th generation, 1-step, self-etch	<ul style="list-style-type: none"> ethanol, water, 10-MDP, bis-GMA, HEMA, di-CQ, colloidal silica; (pH 2.7) 	Kuraray, Japan
GB; G-Bond	7th generation, 1-step, self-etch	<ul style="list-style-type: none"> acetone, water, 4-MET, phosphate monomer, UDMA, silica filler, photoinitiator; (pH 2) 	GC, Japan
IB; iBond	7th generation, 1-step, self-etch	<ul style="list-style-type: none"> acetone, water, 4-META, UDMA, TEGDMA, gultaraldehyde; (pH 2.1) 	Kulzer, Germany
EB; Adaper Easy Bond	7th generation, 1-step, self-etch	<ul style="list-style-type: none"> ethanol, water, HEMA, bis-GMA, methacrylated phosphoric esters, 1,6hexanediol dimethacrylate, methacrylate functionalised polyalkenoic acid, finely dispersed bonded silica filler with 7 nm primary particle size, CQ 	3M ESPE, USA
UB; U Bond	7th generation, 1-step, self-etch	<ul style="list-style-type: none"> acetone, water, 4-META, UDMA, fumed silica 	Vericom, Korea

Note: The self-etch systems might be classified into the 6th generation instead of the 5th generation in some research papers.

상아질 접착제 (3-단계)인 Scotchbond Multi-Purpose (3M ESPE, Germany), 5세대 상아질 접착제 (2-단계)로 프라이머-접착레진 혼합형인 Adper Single Bond Plus (3M ESPE, USA)와 자가-부식형인 Clearfil SE Bond (Kuraray, Japan) 및 7세대 상아질 접착제 (1-단계)로 자가-부식형인 Clearfil S³ Bond (Kuraray, Japan), G-Bond (GC, Japan), iBond (Kulzer, Germany), Adaper Easy Bond (3M ESPE, USA), U-Bond (Vericom, Korea) 등 총 8종의 상아질 접착제를 시험에 사용하였다(Table 1).

미세누출과 미세인장접착강도 등의 접착성능 평가를 위하여 1개월 이내에 교정 목적으로 발치된 대구치 120개를 수집하여 시험에 사용하였다. 치아는 발치 후 즉시 흐르는 물에 세척하여 모든 혈액과 부착된 조직들을 제거한 후 0.5% 클로라민 용액(chloramine-T trihydrate solution)에 1주일간 보관하였고, 그 후에는 증류수에 넣어 4℃ 냉장고에 보관하였다.

미세누출 시험을 위하여 대구치의 협면 중앙부에서 지름 3 mm, 상아질의 깊이 최소 1 mm인 와동을 형성하였다. 형성된 와동에 상아질 접착제 제조사의 설명서에 따라 접착제를 도포한 후 콤포지트 레진(Denfil, Vericom, Korea)을 충전하고 광조사하여 실험군당 10개의 미세누출 시험용 시편을 준비하였다. 시편은 37℃ 물에 24시간 보관한 후, 2% methylene blue 색소 용액에서 30초간 처리한 다음, 저속 다이아몬드 절단기를 사용하여 물로 냉각시키면서 와동의 중앙선 양측에서 치아의 장축을 따라 절단하였다. 와동벽을 따라 색소가 침투된 정도를 실제 현미경으로 10배 확대하여 평가하였는데, 미세누출 정도는 다음 정량화 방법에 따랐다(Figure 1). 침투가 관찰되지 않은

경우는 "0", 와동벽의 법랑질만 침투한 경우는 "1", 와동의 치수 측벽을 제외한 상아질까지 침투한 경우는 "2", 와동의 치수 측벽을 포함하여 침투한 경우는 "3"으로 하였다.

상아질 접착제 당 5개의 치아를 무작위로 배분하였고, 각 치아는 치정부 하방 5 mm까지 잠기도록 경석고 (15 mm × 15 mm × 10 mm)에 포매하여 시편 준비과정에서 용이하도록 하였다. 포매한 치아는 모델 트리머로 치관부분을 삭제하여 편평한 상아질 표면을 노출시켰다. 노출된 치아 표면에 각 상아질 접착제를 제조사 설명서에 따라 적용한 다음, 콤포지트 레진 (Denfil, Vericom, Korea)을 1.5 mm 두께로 3회에 걸쳐 적층 충전하고 광중합 하였다. 완성된 시편은 증류수 (37℃)에 약 24시간 저장한 후 저속 다이

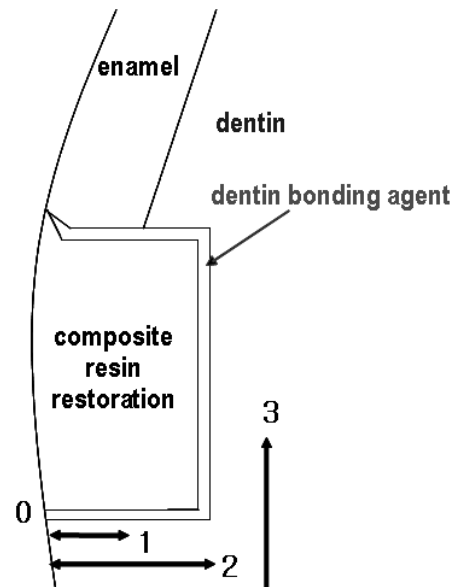


Figure 1. Score of microleakage decision.

Table 2. Score of microleakage test for experimental groups

	SM	SB	CE	CS	GB	IB	EB	UB
1	0	1	1	1	1	1	2	1
2	1	1	1	1	0	1	1	1
3	1	1	1	2	2	2	2	1
4	0	2	0	1	2	2	1	1
5	1	2	0	2	1	2	2	2
6	1	1	2	2	1	1	1	2
7	0	1	1	0	2	1	2	2
8	0	2	2	1	3	1	1	2
9	2	1	2	0	1	1	0	0
10	1	1	1	1	2	1	2	1

note : no penetration = "0", penetrate only enamel section in the cavity = "1",
penetrate dentin section except pulp side = "2", penetrate dentin section with pulp side.

아몬드 톱 (Isomet 1000, Buehler, USA)으로 단면이 약 1 mm × 1 mm가 되는 막대형 시편으로 절단하였다. 접착 단면의 가로와 세로를 디지털캘리퍼로 측정하여 기록한 후 시편을 순간접착제 (cyanoacrylate adhesive, YooSun, Korea)를 사용하여 Instron에 장착한 zig에 접착하였다. 측정용 zig는 시편에 인장응력이 편평한 접착 계면에 90°로 정확하게 적용될 수 있도록 장착하였고, 시편을 zig에 고정시키는 동안 휨 응력이나 회전력이 가해지지 않도록 주의하였다. 접착된 부분이 분리될 때까지 1 mm/min의 하중속도로 응력을 가하고 접착된 부위가 분리되는 순간의 최대응력을 기록하여 접착강도를 계산하였으며 Weibull analysis로 분석하여 비교하였다.

결 과

치아에 형성한 와동을 각 상아질 접착제와 콤포지트 레진으로 충전한 후 24시간 37°C 증류수에 보관한 다음 평가한 미세누출 결과는 Table 2와 같다. 4세대 상아질 접착제인 SM의 미세누출 정도는 5세대 또는 7세대 상아질 접착제 실험군 보다 낮게 관찰되었다. 5세대 상아질 접착제 실험군인 SB와 CE의 경우도 SM 보다는 다소 높은 미세누출을 보였으나 7세대 상아질 접착제 실험군 보

다는 약간 낮은 미세누출을 보였다. 시술과정이 많이 단축된 7세대 상아질 접착제의 경우는 4세대 상아질 접착제인 SM 보다 상대적으로 높은 미세누출이 관찰되었다.

다양한 세대의 상아질 접착제로 접착한 상아질의 MTBS 측정값을 Weibull 분석한 결과는 Table 3과 같다. 측정값의 안정성을 나타내는 와이블 상수 (m)는 5세대 상아질 접착제인 SB군과 7세대인 GB군이 각각 6.54과 6.20로 높았으며, 7세대 상아질 접착제인 CS군이 3.83으로 가장 낮은 값을 보였다. 접착강도의 평균값은, σ_f (avr), 대조군인 4세대 상아질 접착제인 SM군이 39.54 MPa로 가장 높았으며, 5세대 상아질 접착제의 경우 프라이머-접착 레진 결합형인 SB군의 접착강도가 31.73 MPa로 낮았으나 자가-부식형인 CE군은 38.54 MPa의 높은 접착강도를 보였다. 5세대 상아질 접착제에서 특수 기능기인 MDP를 함유한 CE군은 높은 접착강도를 보인 반면, 특수 기능기를 함유하지 않은 SB는 낮은 접착강도를 보였다. 7세대 상아질 접착제의 경우는 30.80-35.52 MPa 범위의 접착강도를 보였으나 EB군 (30.80 MPa)을 제외하면 유의한 차이는 없었다 (p>0.05).

7세대 상아질 접착제중 4-META 기능기를 함유하고 있는 GB, IB 및 UB군의 접착특성강도 (σ_0)는 각각 37.87, 37.56 및 37.03 MPa로 유사하였으며, MDP 기능기를 함유하고 있는 CS군은 이보다 다소 낮은 접착강도 (36.65 MPa)를 보였으나 유의한 차이는 없었다. 또한 methacrylated phosphoric esters 단량체를 함유한 EB가 33.18 MPa로 가장 낮은 접착강도를 보였다.

Table 3. Weibull analysis data of MTBS for experimental groups

Group Para	SM	SB	CE	CS	GB	IB	EB	UB
$\alpha_f(0.5)$	39.16	31.24	38.23	33.30	35.70	34.90	30.63	34.84
m	4.81	6.54	5.67	3.83	6.20	4.99	4.60	6.01
σ_0	42.27	34.54	41.08	36.65	37.87	37.56	33.18	37.03
r^2	0.977	0.946	0.961	0.958	0.963	0.945	0.980	0.947
$\alpha_f(avr)$	39.54 ^a	31.73 ^b	38.54 ^a	34.06 ^b	35.52 ^{a,b}	34.90 ^{a,b}	30.80 ^b	34.84 ^{a,b}
SD	7.93	5.04	6.75	8.42	5.88	5.61	6.62	5.89
N	18	20	19	17	22	22	22	22

note: $\sigma_f(0.5)$ = median fracture strength ($P_f = 50.0\%$) in MPa

m = Weibull modulus

σ_0 = characteristic strength ($P_f = 63.2\%$) in MPa

r^2 = Weibull distribution regression coefficient squared

$\sigma_f(avr)$ = mean fracture strength in MPa

SD = standard deviation

N = number of samples

the same superscript letters within the $\sigma_f(avr)$ row are not significantly different (p>0.05)

총괄 및 고찰

1965년 Bis-GMA에 N-phenylglycine glycidyl methacrylate (NPG-GMA) 화학적 커플링제를 추가한 Cervident (SS White, USA)가 소개되었는데, 산-부식 처리한 상아질에 기계적 결합을 시도한 1세대 상아질 접착제로 실제 접착력은 매우 낮아 임상 적용 결과는 만족스럽지 못하였다고 알려졌다. 1980년 전·후에 상아질에 화학적 결합을 시도한 2세대 상아질 접착제들이 소개되었다. 1983년 소개된 Scotchbond (3M, USA)는 Bis-GMA의 chlorophosphate에 기초한 것으로 산-부식처리 없이 상아질의 도말층에 적용되었으며, 도말층을 제거하지 않아 상아질에 대한 접착력은 매우 낮았다. Nakabayashi (1982)가 도말층의 구조와 특성에 관한 연구 결과를 발표한 이후 상아질에 우수한 접착을 얻기 위하여 약산으로 상아질 표면에 잔류하는 도말층의 부분적인 제거나 변형 등 도말층에 대한 적절한 처리 필요성이 알려졌다. 1987년 3세대 상아질 접착제인 Scotchbond 2 (3M, USA)가 소개되었는데, 이는 미국치과의사협회 (ADA)에서 인증한 최초의 상아질 접착제이다.

4세대 상아질 접착제는 3-단계 술식, 일괄-부식 (total etching), 습윤접착 (wet bonding) 및 다목적용 (multipurpose) 등 4가지 특성이 있다. 소수성인 콤포짓 레진 수복물을 접착하기 전에 접착면을 가능하면 소수성으로 변환시켜 긴밀한 접착이 일어날 수 있도록 3-단계 술식을 사용하는 것이다. 산-부식제로 사용하는 35% 인산은 절삭된 상아질 표면의 도말층을 제거하고 유기 콜라겐 섬유망을 노출시켜서 점도가 낮은 친수성 레진이 상아질로 침투할 수 있도록 하여 혼성층과 레진 태그의 형성으로 우수한 접착이 될 수 있도록 한다. 산 부식처리 후에는 상아질 표면을 충분히 세척하고 적절한 습윤 상태를 유지하여 노출된 콜라겐 섬유망사이로 레진 침투가 용이하도록 해야 한다. 3-단계 4세대 접착제인 Scotchbond MP는 상아질 접착제 실험군중 가장 높은 MTBS를 보였다(39.54 MPa). Scotchbond MP에 함유된 HEMA는 친수성인 상아질 표면에서 노출된 콜라겐 망상구조의 깊은 부위까지 잘 침투하기 때문에 적절한 혼성층과 레진 태그 형성에 유리하며, 용매로 물을 사용하는 water-based 접착제의 경우 증기압이 낮아 용매 증발에 상대적으로 장시간이 요구되어 임상적용과정이 지연되는 단점이 있지만, 치아 표면이 과하게 건조되어 콜라겐 망상구조가 붕괴된 경우 함유된 물이 콜라겐 망상구조를 다시 복원시킬 수 있어서 과도한 건조에 따른 접착실패 위험을 감소시킬 수 있다고 한다

(Hitmi 등, 2002; Silva 등, 2010).

4세대 접착제의 번거로운 3-단계 술식을 2-단계로 단축하여 임상 시술자의 숙련도 차이에 따른 technique sensitivity를 감소하기 위하여 5세대 상아질 접착제가 소개되었다. 본 연구에서 평가한 5세대인 Single Bond Plus는 프라이머와 접착 레진이 혼합된 시스템으로 다른 실험군 보다 MTBS는 유의하게 낮았으나, 편차가 적어 상대적으로 기술의존도가 높지 않은 것으로 보였다. Single Bond Plus에 포함된 물은 산 부식된 친수성 상아질 표면으로 단량체가 원활하게 침투할 수 있도록 하고 세척, 건조과정에서 발생할 수 있는 수분 조절 실패를 어느 정도 보완해 줄 수 있으며, 함께 포함된 에탄올은 water-chaser 역할을 하며 습윤 상태에 덜 민감하게 하고 젖음성을 좋게 하는 역할을 한다. 이 유형의 상아질 접착제는 처음에 단일 용액형 (one-bottle)으로 소개되어 사용자들에게 많은 혼란을 야기 시켰는데, 접착을 위하여 산-부식 처리가 필요하기 때문에 2-단계 접착제이다. 1995년 Prime & Bond 2 (Dentsply, USA)를 시작으로 이러한 유형의 접착제들이 출시되어 Prime & Bond NT (Dentsply, USA), One-step과 One-Step Plus (Bisco, USA), Single Bond와 Single Bond 2 (3M ESPE, USA) 등이 임상에서 사용되었다.

5세대 접착제의 두 번째 유형으로 일괄-부식을 대체하는 자가-부식 개념이 도입되는 큰 변화가 있었는데, 일괄-부식을 좀 더 간편하게 하기 위한 목적이 있었지만 근본적으로는 일괄-부식에서 야기되는 습윤 접착 문제를 해결하기 위한 목적도 있었다. 산성 단량체 함량을 30-40 wt%로 증가시켜 pH를 1-2 정도로 낮추면 법랑질과 상아질 표면의 도말층을 투과하여 하방의 법랑질과 상아질을 부식시키면서 침투할 수 있을 것으로 예측하였으나, 자가-부식 프라이머가 법랑질, 특히 삭제하지 않은 (uncut) 법랑질의 접착에 비효과적일 가능성도 있어서 제조자에 따라서는 삭제하지 않은 법랑질에는 별도의 산-부식처리를 추천하기도 하였다. 자가-부식 프라이머는 pH와 상아질에 작용되는 깊이를 기준으로 4 가지로 분류할 수 있다고 한다 (Munck 등, 2005). 첫 번째, strong 자가-부식 접착제는 pH 1이하이고, 3-단계 접착제와 유사한 계면 형태인 3-4 μm 정도 깊이의 탈회된 혼성층을 형성할 수 있다. 두 번째, moderate 자가-부식 접착제는 pH 1.5 정도로 1-2 μm 정도의 혼성층을 형성하며 잔류된 수산화인회석이 관찰되는 경우도 있다. 세 번째, mild 자가-부식 접착제는 pH 2 정도이고 혼성층이 1 mm이하 두께로 형성되며 탈회는 부분적으로만 진행되는 정도이다. 네 번째, ultra mild 자가-부식 접착제는 pH 2.5 이상으

로 상아질 표면의 도말층이 제거되지 않고 변형만 시키는 정도이다 (Koshiro 등, 2006). 이 유형의 접착제로 1993년 Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray, Japan)가 소개되었으나, 본격적인 제품은 1999년 같은 회사에서 출시된 Clearfil SE Bond가 주요 제품이다.

6세대 상아질 접착제에서는 부식제, 프라이머 및 접착 레진 등 3가지 성분 모두가 하나의 용액으로 혼합되어 있어 접착 술식을 더욱 단순화하였으며, 2-단계 자가-부식 시스템인 5세대 2유형과 구별되는 1-단계 자가-부식형 접착제이다. 자가-부식 프라이머와 접착 레진 기능을 병합시켜 한 가지 용액으로 치질을 일괄 처리하여 적절한 접착을 얻을 수 있는 6세대 상아질 접착제가 개발되었지만, 이 경우에도 분리되어 포장된 2개의 용액을 혼합해서 사용하여야 하는 번거로운 문제는 해결되지 못하였다. 즉, 6세대 접착제는 하나의 포장으로 되어 있지만 2가지 성분이 서로 격리된 상태로 공급되고 임상 적용직전에 혼합하여 사용하여야 한다. 출시된 제품으로는 One Up Bond (Tokuyamao, Japan)와 Prompt L-pop (3M, Germany) 등이 있다.

화학적 안정성의 문제로 격리된 상태로 공급되어 실제 적용시 혼합이 필요한 6세대 접착제에서 제조기술이 향상되어 나온 것이 7세대 접착제로 "all-in-one system"으로 혼합과정이 필요 없는 단일 용기에 단일 용액으로 출시된 1-단계 자가-부식형 접착제이다. 7세대 상아질 접착제는 접착과정을 단순화하여 시술 시간을 더욱 감소하였고, 4세대와 5세대 상아질 접착제가 요구하는 습윤결합에 대한 부담이 없으며, 6세대 상아질 접착제의 혼합 과정을 생략하여 시술 민감성을 감소할 수 있다고 하였다.

7세대 접착제는 6세대 접착제에 비하여 술식이 다소 단순해진 장점은 있으나 실제 접착 효과가 향상되었다는 보고는 많지 않은데, 그 원인으로 단일 용기에 친수성과 소수성 성분이 함께 있어 이들 접착제들로 형성된 최종 표면층이 친수성을 갖기 때문에 소수성인 콤포지트 레진과의 접착에 불리할 수 있다고 한다. 하지만 7세대 상아질 접착제의 접착력이 크게 향상되지 않았다고 하더라도 현재 사용되고 있는 상아질 접착제중에서 적용 술식이 가장 간편하므로 그 사용이 크게 증가하고 있는 상황이다. 본 연구에서는 술식이 단순화된 상아질 접착제가 4세대 상아질 접착제와 유사한 접착성능을 보인다면 임상과정에 편의성을 도모하면서 동시에 적절한 임상결과를 유지할 수 있을 것으로 기대하여 적용 술식과 구성 성분이 다른 다양한 세대의 상아질 접착제의 접착성능을 비교 평가하였다.

본 연구에서 다양한 상아질 접착제의 접착력 평가를 위하여 MTBS 시험법을 이용하였다. MTBS 시험법은 최근 사용 빈도가 증가하고 있는 접착강도 측정법으로 1개

의 치아에서 다수의 시편을 얻을 수 있고, 복잡한 시험 설계가 가능하며, 접착계면에 응력을 균일하게 분포시킬 수 있다는 장점이 있다 (Burrow 등, 2002). MTBS 시험법에서 시험과 관련된 몇 가지 요소는 접착강도 측정 결과에 영향을 줄 수 있다. 시편 형태는 응력의 집중과 분산 형태를 변화시켜 접착강도에 영향을 줄 수 있다 (Betamar 등, 2007). 초기 시편 형태는 모래시계형 (hour-glass)으로 Sano 등 (1994a)이 제안하였다. 접착계면에 모래시계 중간부분의 홈이 있어서 접착계면 이외의 부위에서 의도하지 않는 파괴가능성을 방지할 수 있다고 한다 (Sano 등, 1994b). 다른 시편 형태로는 판자형 (rectangular), 막대형 (bar), 덤벨형 (dumbbell) 시편 등이 제안된 바 있다 (Amstrong 등, 2010). 아직까지는 MTBS 측정용 시편 형태에 대한 합의가 부족하고 'trimming' 시편의 경우 제작 중에 시편이 파절될 가능성이 높기 때문에 일부 연구자들은 'non-trimming' 시편인 막대형 시편을 추천하고 있다 (Pashley 등, 1999; Bouillaguet 등, 2001). 모래시계형 시편은 다른 형태보다 접착계면에 응력을 집중시킬 수 있기 때문에 막대형 또는 덤벨형 시편보다 접착강도가 낮게 측정될 수 있다고 한다. 또한 시편 제작에 많은 시간과 노력이 요구되고, 제작과정 중 시편에 결함이 형성될 수 있어 접착강도가 낮게 측정될 수도 있다고 한다. 한편, 막대형 시편은 준비 과정이 상대적으로 간단하고, 덤벨형 시편과 유사한 접착강도, 응력집중 및 파절위치 등을 보인다고 한다 (Meerbeek 등, 2010; Armstrong 등, 2010).

시편의 접착계면에 수직 방향으로 응력이 가해져야 정확한 접착강도를 측정할 수 있는데, 응력이 가해지는 방향에 오차가 있을 경우 접착계면 내에 응력분산 양상이 변형되어 측정결과에 큰 영향을 줄 수 있다. 시편을 측정 장치에 장착하는 방법도 접착강도 측정 결과에 영향을 줄 수 있다. 시편을 부착하는 방법에는 순간접착제를 이용하는 active gripping법과 순간접착제를 이용하지 않고 부가 장비를 이용하는 passive gripping법이 있다. Passive gripping법은 시편 고정을 위하여 부가 장비를 이용하기 때문에 정밀 기계로 정확하게 동일한 시편으로 가공하여야 하는 단점이 있다. 반면에 순간접착제를 이용하는 경우에는 접착을 위한 시편 건조 문제, 접착제가 경화시 발생될 수 있는 응력 문제, 액상인 접착제가 시편의 접착계면에 침투될 수 있는 문제, 준비과정이 오래 소요되는 문제 및 접착제의 낮은 탄성계수로 파절 전 변형이 발생할 수 있는 문제 등이 제기되고 있다 (Amstrong 등, 2010). 시편에 가하는 하중속도 (crosshead speed)가 접착강도 측정값에 주는 영향을 분석한 결과에서 0.01-10.0 mm

/min 범위에서는 하중속도가 MTBS에 영향을 주지 않는다고 하였다. Poitevin 등 (2008)에 의하면 시편에 가해주는 하중속도가 감소될수록 최대응력과 파괴응력 간에 큰 차이를 보인다고 하였지만 균일한 응력-시간 양상을 얻기 위하여 1 mm/min 하중속도를 추천하고 있다. 본 연구에서는 MTBS 시험에 trimming하지 않은 막대형 시편을 제작하여 순간접착제로 지그에 접착한 active gripping법을 이용하였으며, 1 mm/min의 하중속도로 시편에 하중을 가하여 접착강도를 비교하였다.

본 연구에서는 자가-부식 시스템으로 5세대 2-단계 접착제인 Clearfil SE Bond와 7세대 1-단계 접착제 5종 (Clearfil S³ Bond, G-Bond, iBond, Adaper Easy Bond 및 U-Bond)의 접착 성능을 평가하였다. 본 연구에 사용한 자가-부식 시스템의 산도는 pH 2.0-2.7 범위로 mild 자가-부식 접착제로 분류할 수 있는데, mild 자가-부식 접착제의 경우는 자가-부식 후 콜라겐 섬유 주변에 수산화인회석 결정이 잔류될 수 있어 접착계면이 분해되는 것을 억제하여 콜라겐을 보호할 수 있다고 한다 (Yoshida 등, 2004).

상아질 접착제의 경우도 접착력 향상을 위하여 4-methacryloxyethyl trimellitate anhydride (4-META) 또는 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (MDP)와 같은 특수 기능기를 함유하기도 한다 (Landuyt 등, 2007). 5세대인 Clearfil SE Bond와 7세대인 Clearfil S³ Bond는 MDP 특수 기능성 단량체를 포함하는데, MDP는 상아질 내부의 콜라겐 섬유에 잔류하는 수산화인회석 결정과 안정된 화학결합을 한다고 한다 (Yoshida 등, 2004). 계면에서 형성된 강한 화학결합은 가수분해에 대한 저항성을 증진시켜 장기간 수복물의 변연봉쇄 상태를 유지할 수 있다고 하였는데 (Inoue 등, 2005), 본 연구에서 시험한 Clearfil SE Bond의 접착성능이 3-단계 상아질 접착제와 유사하게 관찰된 것도 이러한 이유로 보인다. 7세대인 Clearfil S³ Bond의 접착 성능은 Clearfil SE Bond 보다 다소 낮은 것으로 관찰되었는데, Clearfil S³ Bond의 pH가 2.7로 Clearfil SE Bond (pH 2.1) 보다 부식 효과가 낮았기 때문으로 보였다.

All-in-one system으로 불리는 1-단계 7세대 상아질 접착제는 산-부식과 수세과정을 생략함으로써 상대적으로 기술의존적인 가능성을 감소시키고, 탈회와 레진 침투를 동시에 진행하여 적절한 혼성층이 형성되도록 하였다. 또한 3세대 상아질 접착제의 구성품인 프라이머 보다 레진 단량체 함량을 증가시켜 접착 레진 역할을 충분히 할 수 있도록 하였을 뿐 아니라 레진 함량이 증가되었어도 친수성 단량체와 아세톤 용매를 사용하여 탈회된 상아질 내부로 레진 침투가 용이하게 하여 적절한 혼성층을 형성할 수 있도록 하였다.

iBond는 특수 기능기 역할을 하는 4-META와 glutaraldehyde를 함유하고 있는데, 이는 치질의 무기성분 뿐 아니라 유기성분과 화학적 결합을 형성하는 역할을 한다. 4-META는 상아질 표면의 수분과 반응하여 카르복실산으로 변환되어 치질의 칼슘 이온과 킬레이트 결합을 하고 상아질 표면의 콜라겐과도 결합을 할 수 있다고 하며 첨가 성분인 glutaraldehyde 역시 상아질 유기성분의 아미노기와 반응하여 결합할 수 있다고 한다. 그러나, iBond에 용매로 함유된 아세톤은 빠르게 증발하면서 상분리를 유도할 수 있으며, glutaraldehyde의 친수성은 osmosis-induced droplet 형성을 유도할 수 있어 접착성능에 나쁜 영향을 줄 수 있다고 하였다(Landuyt 등, 2009). 본 연구에서 시험한 G-Bond와 U-Bond 실험군도 특수 기능기 역할을 하는 4-META를 함유하고 있어 iBond와 유사한 접착성능이 관찰된 것으로 보였다. 반면에 특수 기능기를 함유하지 않은 5세대인 Single Bond Plus와 7세대인 Easy Bond 실험군의 접착성능은 실험군 중에서 유의하게 낮은 값을 보였으며, 따라서 상아질 접착제에도 치질과 화학 결합에 도움을 줄 수 있는 특수 기능성 단량체가 필요한 것으로 확인되었다.

치질에 대한 심미 수복재의 성공적인 접착은 수복물의 탈락 방지를 위하여 반드시 필요하며 접착 계면에서의 미세누출은 2차 우식 방지뿐 아니라 수복물의 내구성 유지에도 매우 중요한 역할을 하고 있다. 미세누출을 측정하는 방법에는 색소 또는 박테리아를 이용한 침투법, 인공우식법, 주사전자현미경을 이용한 변연적합도 측정법, 중성자 활성화 분석법, 유체이동 측정법 및 전기전도도 측정법 등 다양한 시험법 (Gordon 등, 1986)이 적용되고 있으나 측정결과에 많은 변수들이 영향을 줄 수 있어 정확한 평가에 많은 어려움이 있다고 알려져 있다. 색소 침투법의 경우 분석을 위하여 시편을 절단해서 절단면을 관찰하는 파괴 검사법이라는 것과 측정자의 주관이 개입될 수 있는 문제가 제기되고 있지만, 최근까지 미세누출 측정에 가장 많이 사용되고 있다. 본 논문에서도 methylene blue를 이용한 색소 침투 측정법을 사용하였는데, 이 방법으로 미세누출 정도를 정량적으로 평가할 수 있지만 구체적인 미세누출의 시작 부위에 관한 정보는 얻을 수 없었다. 정확한 미세누출 경로에 관한 정보는 질산은 염료액을 침투시킨 후 주사전자현미경으로 분석하여 은이온 침투 관찰로 평가하는 방법이 추천되고 있으며, 세균과 유사한 직경을 갖는 tracer 사용도 추천되고 있다. 콤포짓트 레진의 접착강도와 미세누출과의 관계는 아직 논란이 있다. 직접적인 반비례 관계를 보이지 않으며 (Prati 등, 1990), 상관성이 없다는 연구 보고도 있는데 (Fortin 등, 1994), 미세누출에

는 치질과의 접착강도 외에 와동의 기하학적 요소와 술자의 숙련도 등도 영향을 줄 수 있다고 한다 (Tsai 등, 1990). 접착강도는 밀봉능력을 제시하기 보다는 유지능력을 나타내는 것으로 볼 수 있으므로 (Monteiro 등, 1986), 수복물의 내구성을 예측하기 위하여는 접착강도뿐 아니라 미세누출 평가도 함께 시행하는 것이 필요하다고 생각한다. 또한 접착력의 내구성 예측을 위하여는 열순환처리 또는 증류수에서 장기간처리 후 접착강도를 평가하는 것도 필요할 것으로 보인다.

결론

본 논문에서는 현재 임상에서 사용 중인 다양한 세대의 상아질 접착제를 대상으로 점차 단순화되는 상아질 접착제의 구성과 적용방식이 콤포지트 레진과의 접착력에 어떠한 영향을 주는지 비교하였다. 현재 상아질 접착제의 gold standard로 사용되고 있는 3-단계 4세대 상아질 접착제인 Scotchbond Multi-Purpose가 가장 우수한 접착성능을 보였고, 2-단계 5세대 상아질 접착제로 자가-부식 시스템인 Clearfil SE Bond는 Scotchbond MP와 통계적으로 유의한 차이가 없는 접착성능을 보였다. 또한 4-META 또는 MDP 등과 같은 특수 기능기를 함유하고 있는 1-단계 7세대 상아질 접착제인 Clearfil S³ Bond, G-Bond, iBond 및 U-Bond 등도 Scotchbond MP에 근접한 접착성능을 보인 반면, 특수 기능성 단량체를 함유하지 않은 2-단계 5세대 상아질 접착제인 Single Bond Plus와 1-단계 7세대 상아질 접착제인 Easy Bond의 접착성능은 Scotchbond MP 보다 유의하게 낮은 것으로 관찰되었다. 따라서 현재 임상에서 사용되고 있는 상아질 접착제는 세대에 따라 접착성능에 큰 차이가 있는 것이 아니라, 각 상아질 접착제의 구성 성분이 접착성능에 중요한 역할을 하고 있는 것을 알 수 있었다.

참고문헌

Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LH, Soares CJ, Yamagawa J (2010). Adhesion to tooth structure: a critical review of “micro” bond strength test methods. *Dent Mater* 26:e50-e62.
 Bauer JF, Henson JL (1972). Microleakage around dental restorations: a summarizing review. *J Am*

Dent Assoc 87:1349-1357.
 Betamar N, Cardew G, van Noort R. (2007). Influence of specimen designs on the microtensile bond strength to dentin. *J Adhes Dent* 9:159-168.
 Bouillaguet S, Ciucchi B, Jacoby T, Wataha JC, Pashley D (2001). Bonding characteristics to dentin walls of Class II cavities, in vitro. *Dent Mater* 17:316-321.
 Braga RR., Meira JBC, Boaro LCC, Xavier TA (2010). Adhesion to tooth structure: A critical review of “macro” test methods. *Dent Mater* 26:e38-e49.
 Burrow MF, Nopnakeepong U, Phrukkanon S (2002). A comparison of microtensile bond strengths of several dentin bonding systems to primary and permanent dentin. *Dent Mater* 18:239-245.
 de Munck J, Vargas M, Iracki J, van Landuyt K, Poitevin A, Lambrechts P, van Meerbeek B (2005). One-day bonding effectiveness of new self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Oper Dent* 30:39-49.
 Fortin D, Swift EJ Jr, Denehy GE, Reihhardt JW (1994). Bond strength and microleakage of current dentin adhesives. *Dent Mater* 10:253-258.
 Gale MS, Darvell BW, Cheung GS (1994). Three dimensional reconstruction of microleakage pattern using a sequential grinding technique. *J Dent* 22:370-375.
 Gordon M, Plasschaert AJM, Stark MM (1986). Microleakage of several tooth-colored restorative materials in cervical cavities. a comparative study in vitro. *Dent Mater* 2:228- 231.
 Hitmi L, Bouter D, Degrange M (2002). Influence of drying and HEMA treatment on dentin wettability. *Dent Mater* 18:503-511.
 Inoue S, Koshiro K, Yoshida Y, de Munck J, Nagakane K, Suzuki K, Sano H, Van Meerbeek B (2005). Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res* 84:1160-1164.
 Kemp-Scholte CM, Davidson CL (1988). Marginal sealing of curing contraction gaps in Class V composite resin restorations. *J Dent Res* 67:841-845.
 Koshiro K, Sidhu SK, Inoue S, Ikeda T, Sano H (2006). New concept of resin dentin interfacial adhesion: the nanointeraction zone. *J Biomed Mater Res B: Appl Biomater* 77:401-408.
 McCabe JF, Walls AWG. The treatment of results for tensile bond strength testing. *J Dent* 1986;14: 165-168.
 Monteiro S Jr, Sigurjons H, Swartz ML, Phillips RW, Rhodes BF (1986). Evaluation of materials

- and techniques for restoration of erosion area. *J Prosthet Dent* 55:434-442.
- Nakabayashi N (1982). Resin reinforced dentine due to infiltration of monomers into dentine at the adhesive interface. *Dent Mater J* 1:78-81.
- Nakabayashi N, Saimi Y (1996). Bonding to intact dentin. *J Dent Res* 75:1706-1715.
- Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, Fernandes CA, Tay F (1999). The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent* 1:299-309.
- Perdigao J (2010). Dentin bonding - Variables related to the clinical situation and the substrate treatment. *Dent Mater* 26:e24-e37.
- Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ (1998). The influence of cross-sectional shape and surface area on the micro-tensile bond test. *Dent Mater* 14:212-221.
- Poitevin A, de Munck J, van Landuyt K, Coutinho E, Peumans M, Lambrechts P, van Meerbeek B (2008). Critical analysis of the influence of different parameters on the microtensile bond strength of adhesives to dentin. *J Adhes Dent* 10:7-16.
- Prati C, Nucci C, Davidson CL, Montanari G (1990). Early marginal leakage and shear bond strength of adhesive restorative systems. *Dent Mater* 6:195-200.
- Reeves GW, Fitchie JG, Hembree JH Jr, Puckett AD (1995). Microleakage of new dentin bonding systems using human and bovine teeth. *Oper Dent* 20:230-235.
- Sadek FT, Monticelli F, Muench A, Ferrari M, Cardoso PE (2006). A novel method to obtain microtensile specimens minimizing cut flaws. *J Biomed Mater Res B: Appl Biomater* 78:7-14.
- Sano H, Ciucchi B, Matthews WG, Pashley DH (1994b). Tensile properties of mineralized and demineralized human and bovine dentin. *J Dent Res* 73:1205-1211.
- Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, Pashley DH (1994a). Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength - evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 10:236-240.
- Sarr M, Kane AW, Vreven J, Mine A, van Landuyt KL, Peumans M, Lambrechts P, van Meerbeek B, de Munck J (2010). Microtensile bond strength and interfacial characterization of 11 contemporary adhesives bonded to bur-cut dentin. *Oper Dent* 35:94-104.
- Silva e Souza MH Jr, Carneiro KG, Lobato MF, Silva e Souza Pde A, de G es MF (2010). Adhesive systems: important aspects related to their composition and clinical use. *J Appl Oral Sci* 18:207-214.
- Tanumiharja M, Burrow MF, Tyas MJ (2000). Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. *Dent Mater* 16:180-187.
- Tsai YH, Swartz ML, Phillips RW, Moore BK (1990). Comparative study: bond strength and microleakage with dentin bond systems. *Oper Dent* 15:53-60.
- Vaidyanathan TK, Vaidyanathan J (2009). Recent advances in the theory and mechanism of adhesive resin bonding to dentin: a critical review. *J Biomed Mater Res B: Appl Biomater* 88:558-578.
- van Landuyt KL, Mine A, De Munck J, Jaecques S, Peumans M, Lambrechts P, van Meerbeek B (2009). Are one-step adhesives easier to use and better performing? Multifactorial assessment of contemporary one-step self-etching adhesives. *J Adhes Dent* 11:175-190.
- van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P, van Meerbeek B (2007). Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials* 28: 3757-3785.
- van Meerbeek B, de Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G (2003). Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent* 28:215-235.
- van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, van Ende A, Neves A, de Munck J (2010). Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater* 26:e100-e121.
- Wieczkowski G, Joynt RB, Davis EL, Yu XY, Cleary K (1992). Leakage patterns associated with glass-ion-omer-based resin restorations. *Oper Dent* 17:21-25.
- Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, Inoue S, Tagawa Y, Suzuki K, de Munck J, van Meerbeek B (2004). Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res*, 83:454-458.