

기계적 및 열적 피로가 교정용 접착제의 결합강도에 미치는 영향

신 완 철¹⁾ · 김 중 성²⁾ · 김 정 기²⁾

본 연구의 목적은 기계적 및 열적피로가 전단결합강도에 미치는 영향을 알아보기 위한 것이다. 3종의 비반축형 접착제(Ortho-one, MonoLok², System 1⁺)로 mesh형의 금속 브라켓(Ormesh)을 교정 목적으로 발거된 소구치의 법랑질면을 평탄하게 한 후 부착하고 100만회의 반복비틀림과 1,000회의 thermocycling을 가하였다. 그 후 Instron을 이용하여 전단결합강도를 측정하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 접착제의 Knoop 경도치는 thermocycling 전에는 Monolok²가 64.03kg/mm²으로 가장 크고, System 1⁺가 31.60kg/mm²으로 가장 작았으며, thermocycling 후에도 Monolok²가 38.08kg/mm²로 가장 크고 System 1⁺가 20.87kg/mm²로 가장 작았다. thermocycling 전후 비교시 Ortho-one, Monolok², System 1⁺ 모두에서 유의한 감소를 보였다(P<0.01).
2. 정적 시험군의 전단결합강도는 세 군 간에 유의한 차를 보이지 않았다(P>0.01).
3. 1,000회의 thermocycling 후의 전단결합강도는 Monolok² 군이 19.34MPa로 가장크고 Ortho-one 군이 13.66MPa로 가장 작게 나타났으며, thermocycling 전과 비교시 Ortho-one 군(P<0.01), System 1⁺군(P<0.05)에서 유의한 감소를 보였다.
4. 100만회의 반복 비틀림을 가한 후의 전단결합강도는 세 군에서 유사하였으며, 피로시험전과 비교시 세 군 모두 유의한 감소를 보이지 않았다(P>0.01).
5. 접착제면의 파절양상은 모든 군에서 실험조건에 관계없이 주로 브라켓/레진 계면에서 나타났다.

(주요단어 : 교정용 접착제, 전단결합강도, 기계적 피로, 열적 피로)

I. 서 론

산부식 접착술식의 도입은¹⁾ 교정술식에 있어서 획기적인 변화를 유발하였다. 1965년 Newman²⁾은 에폭시 레진 접착제가 출현함에 따라서 이를 산부식술식을 이용하여 교정용 접착물을 직접 치면에 부착하는데 적용하였으며, 1968년 Smith³⁾는 zinc polyacrylate

(carboxylate) 시멘트를 소개하고 브라켓 접착에 이용했다고 보고한 바 있다.

브라켓 접착에 이용되는 두가지의 기본적인 치과용 레진은 아크릴릭, 다이아크릴레이트(diacrylate) 레진이다. 아크릴릭 레진은 자가중합형 아크릴릭계이며 메틸메타크릴레이트(methylmethacrylate) 단량체와 미세분말로 구성되고, 대부분의 다이아크릴레이트 레진은 acrylic modified 에폭시 레진이며 bis GMA 혹은 Bowen's 레진으로 명명된다. 아크릴릭 레진은 선형중합체(liner polymer)인 반면 다이아크릴레이트 레진은 교차결합(cross-linking)에 의해서도 중합을 하여 3차원적인 그물구조를 형성한다. 이러한 교차결

¹⁾ 전북대학교 치과대학 교정학교실 대학원

²⁾ 전북대학교 치과대학 교정학교실 대학원

³⁾ 전북대학교 치과대학 교정학교실 조교수

합에 의해서 강도가 증가되고 수분흡수와 중합수축이 감소된다⁴⁾.

교정용 접착제는 자외선 중합형의 제 1 세대, 가시광선 중합형의 제 2 세대, two-paste system의 제 3 세대, 비반죽형(no-mix system)의 제 4 세대로 구분될 수 있으며⁵⁾, 현재는 비반죽형 접착제가 많이 이용되고 있다. two-paste system은 작업시간이 짧고 재료소모가 많으며 debonding이 어렵고 치대침착이 많이되는 단점 등이 있으나⁶⁾ 비반죽형 접착제는 debonding이 쉽고, 법랑질 손상이 적고 재료낭비가 적으며 작업시간이 긴 장점 등이 있다⁷⁾. 그러나 비반죽형 접착제도 브라켓의 유동(floatation), 낮은 결합강도^{6,8)}, 액체 활성화제(liquid activator)의 알리지 및 독성 반응 등^{6,9-12)}의 단점이 있다.

교정용 브라켓 접착시 사용되는 복합레진 시멘트는 치아면의 산부식에 의해 교정력 및 구강력에 견딜 수 있는 적절한 결합력을 가지며 조작이 용이하므로 임상에서 널리 이용되고 있으나, 구강환경은 물리화학적, 생물학적 변화가 심한 습윤조건이고, 저작중의 반복응력과 지속적으로 작용하는 교정력 및 온도변이에 따른 열응력 등이 작용하며, 또한 접착계면은 물리적, 기계적 특성이 다른 재료가 결합되어 있으므로 비교적 낮은 응력하에서도 피로와 응력부식에 의한 균열성장(Crack Growth)을 일으켜 파절 및 접착실패 등이 야기될 수 있다. Draughn¹³⁾과 McCabe¹⁴⁾는 일정한 반복하중 조건으로 여러 수준의 반복하중을 가하였을 때 파절강도가 감소됨을 보고하였고, Asmussen과 Jorgensen¹⁵⁾은 복합레진 수복물에 반복 저작응력이 작용함에 따라 압축강도보다 낮은 응력수준에서 파괴가 일어난다고 하였으며, Knoll 등¹⁶⁾은 피로(fatigue)가 교정용 브라켓의 접착실패에 중요한 영향을 미칠 수 있다고 언급한 바 있다.

구강조건과 유사한 한계적 온냉의 상태에 재료를 위치시킨 다음 열팽창계수의 차이에 의한 물성변화를 평가하는 thermocycling 시, 치아와 레진, 레진과 브라켓, 레진기질과 입자(filler) 간의 열팽창계수의 차이로 인한 열응력 및 레진의 열변화로 인하여 물성이 저하될 수 있고, 이로 인하여 기계적 성질이 저하될 수 있다. Paffenbarger 등¹⁷⁾은 레진과 치아 간의 열팽창계수의 차이로 인한 삼출현상을 보고하였고, Hirabayashi 등¹⁸⁾은 thermocycling 시 마모저항과 경도가 감소하며 입자와 레진기질의 계면에서 균열이 형성됨을 보고 하였다. Jassem 등¹⁹⁾은 thermocycling을 한 시료가 37°C의 물에 보관했던 시료보다 상당히

낮은 인장결합강도를 가진다고 보고하였다.

금속 브라켓과 세라믹 브라켓의 결합강도 비교연구, 접착제 종류에 따른 결합강도의 비교연구, 브라켓 접착부의 접착기전에 따른 결합강도의 비교연구, 산농도와 부식시간이 결합강도에 미치는 영향에 관한 비교연구는 많았으나, 열적 및 기계적 피로가 결합강도에 미치는 효과에 관한 연구는 국내의적으로 미흡한 실정이다. 이에 본 연구에서는 기계적 및 열적 피로가 결합강도에 미치는 효과를 평가하기위해 3종의 비반죽형 접착제로 mesh형의 금속 브라켓을 접착한 다음 접착계면에 반복 비틀림과 thermocycling을 시행한 후의 전단결합강도와 레진의 경도를 측정하여 다소의 지견을 얻었기에 그 결과를 보고하는 바이다.

II. 실험재료 및 방법

1. 실험재료

치아는 치관부에 우식병소나 수복물이 없는 건전한 상하악 소구치를, 브라켓은 mesh형의 금속 브라켓인 Ormesh(.022 slot, Ormco)중 하악 절치용을 사용하였다. 접착제는 3종의 비반죽형 접착제를 이용하였으며 table 2.1에 제조회사와 특성을 요약하였다.

Table 2.1 Characteristics of the adhesive systems used in this study

	Ortho-one	Monolok ²	System 1 ¹
Filler (%)	60 - 100	40 - 60	40
Composition of filler	Quartz/silica	Silica	Barium glass/silica
Acid etchant	37% 인산용액	38% 인산용액	43% 인산용액
Company	Bisco	RMO	Ormco

2. 실험 방법

1) 치아시편의 제작

치관부에 우식병소나 수복물이 없는 상하악 소구치를 수거하여 치아에 부착된 잔사물을 제거하고 세균증식을 억제하기위해 70% 에탄올 용액에 보관하였

다. 치과용 고속절삭 다이아몬드 wheel을 이용하여 치근을 절단한 후 치관 법랑질 표면에 직경 약 3-4mm의 평활한 면이 형성되도록 협설면을 #240 grit의 탄화규소 연마지(Beuhler Ltd.)로 연마한 다음, 협설로 치관을 이등분하였다. 레진 블럭용 장치에 연마된 법랑질면이 하부로 향하도록 고정하여 아크릴릭 레진 블럭을 만든 후, 시편의 길이가 약 12mm가 되도록 원형의 저속 다이아몬드절단기(Beuhler Ltd.)로 블럭 하단을 표면과 평행하게 절단하였다. 블럭을 표면연마용 장치에 고정한 다음 320, 400, 600 grit의 탄화규소 연마지로 연마한 다음, $1\mu\text{m}$ alumina(Beuhler Ltd.)단계까지 최종 연마하여 치아면상의 긁힘(scratch)를 제거하였다. 위와 같은 방법으로 만든 블럭을 증류수하에서 10분간 초음파 세척한 후 전단 결합강도 측정용 30개, 정적 비틀림 모멘트 측정용 15개, 반복 비틀림 피로시험용 30개, thermocycling 시험용 30개의 시편을 준비하였다.

2) 브라켓의 접착과 전단결합강도의 측정

준비된 시편에 브라켓을 접착하기 위해 법랑질면을 38% 인산용액으로 30초간 산부식한 다음, 5분간 초음파 세척하여 부식산물을 제거한 후 건조시켰다. 제조자의 지시에 따라 Ormesh 브라켓을 법랑질면에 위치시킨 다음 균일한 하중을 15초 동안 가하여 브라켓을 접착하였으며, 브라켓 주위로 누출된 과잉의 접착제를 스케일러로 제거하였다. 접착이 완료된 시편은 실내에서 15분간 보관한 후 모든 시편을 37°C 증류수에 24시간 저장하였다.

재료시험기(Instron Co. Model 4201)에 전단시험용 장치를 부착한 다음, 분당 0.5mm의 crosshead speed로 용량 50kg의 load cell을 이용하여 전단결합강도를 측정하였다.

3) 반복응력 실험

반복적인 기계적 응력이 결합강도에 미치는 영향을 평가하기 위해 3종의 접착제로 부착한 Ormesh 브라켓에 정적 비틀림 시험으로부터 산출한 비틀림 모멘트를 100만회 작용시킨 다음 전단결합강도를 측정하고 대조군과 비교하였다. 정적 비틀림 시의 파절하중을 산출하기 위해 피로시험 장치의 하중봉을 브라켓 slot에 고정한 다음 분당 0.5mm의 crosshead speed로 파절하중을 측정하였다. 반복응력 실험은 정적 비틀림 시험시의 평균 파절하중의 약 40%인 225g을 피로하중으로 산출한 다음 부하주파수 30Hz의 조건에서

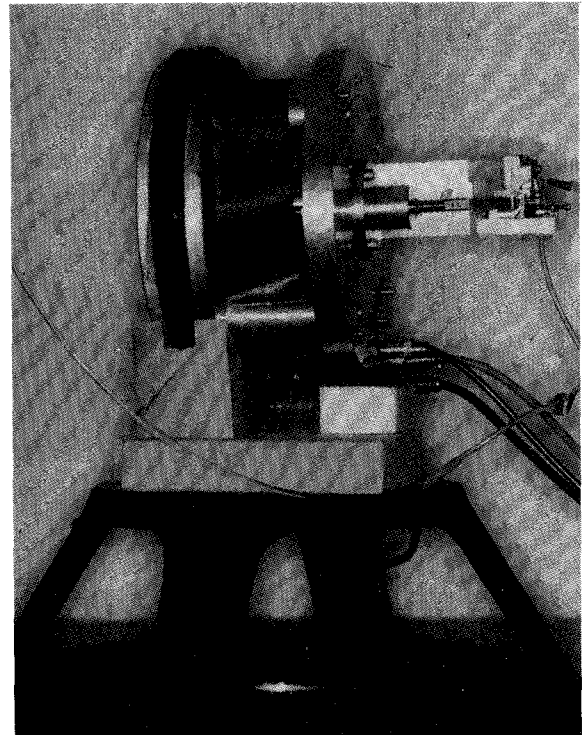


Fig. 2.1. Electro-dynamic type fatigue testing machine.

접착계면에 $17.4 \times 10^2 \sin 2\pi ft |g \cdot \text{cm}$ 의 반복비틀림 모멘트를 가하였다. 여기에서 브라켓 중심으로부터 하중점까지의 거리는 33mm이었다.

figure 2.1은 본 실험에 이용한 동전형(electro-dynamic type) 피로시험기로, 구동코일에서 49.03N의 동력을 얻을 수 있으며 하중장치를 바꿈에 따라 피로하중의 형태를 인장-압축과 평면굽힘 피로시험 방식으로 전환하는 것이 가능하다. figure 2.2는 피로시험기의 작동원리를 설명하는 구성도이다. function generator(TMI Co., Model T102C)의 입력이 speaker amplifier에서 증폭되어 power DC amplifier로 입력되며, 이것의 출력이 구동 코일에 작용하여 가진력을 얻는다. 시험편에 외력이 작용하게 되면 load cell상의 wheatstone bridge의 저항이 변하게 되고, 이 신호를 differential strain amplifier에서 200-2000배 증폭함으로써 하중의 크기가 측정된다. 하중의 반복횟수는 function generator에 연결된 counter에서 작용된 펄스의 수를 기록함으로써 얻어지며, 입력과 출력신호는 50MHz digital stroage oscilloscope(Hitachi Denshi Ltd., Model VC-6025)를 이용하여 20mV-50V의 범위에서 계측된다.

figure 2.3은 정현파형의 비틀림 하중이 작용하고

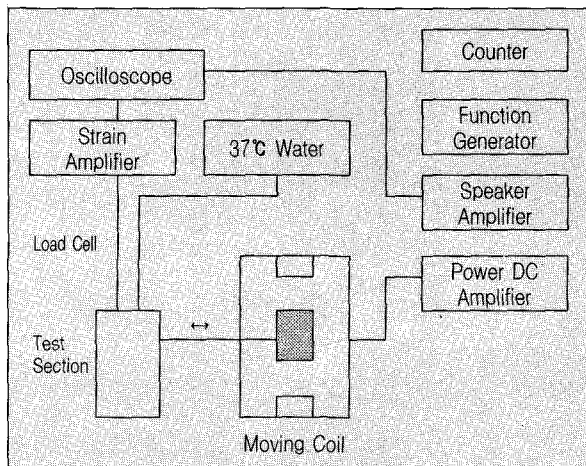


Fig. 2.2. Schematic representation to illustrate the fatigue test

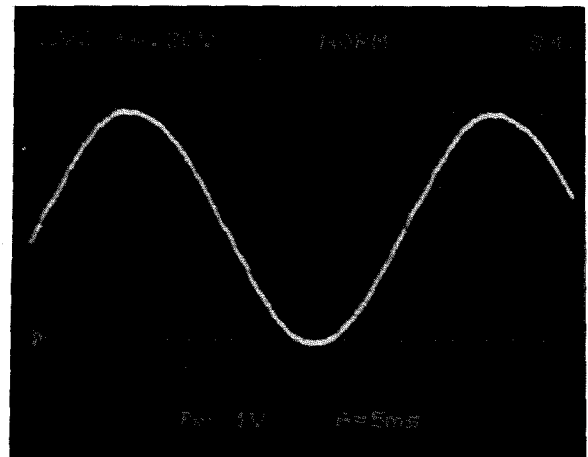


Fig. 2.3. Sine wave of the cyclic stress viewed in the oscilloscope.

Table 3.1 Knoop hardness number(kg/mm²) before and after thermocycling test of adhesives

Adhesives	Before thermocycling		After thermocycling		Significance
	Mean ±SD	Duncan G	Mean ±SD	Duncan G	
Orthonone-one	60.11 ±3.38	A	23.56 ±8.91	A B	*
Monolok ²	64.03 ±7.49	B	38.08 ±3.67	A	*
System 1 ⁺	31.60 ±5.28	C	20.87 ±3.50	B	*

The significance of the difference between means is calculated by means of a *t*-test.

* : P<0.01

있음을 보여주는 Oscilloscope 상으로, 2.16N의 반복 하중이 작용함에 따라 전압이 ±2.1V의 범위에서 변화하고 있음을 알 수 있다.

4) thermocycling 실험

분당 1회씩 1,000회의 thermocycling을 시행하였는데, 5°C와 55°C에서 계류시간 15초, 배수후 계류시간 15초의 조건으로 하였으며 thermocycling 후의 전단 결합강도와 레진의 경도변화를 측정하였다. 미소경도기(Matsuzawa Seiki Ltd., Model MHT-1)를 이용하여 압입하중 50g, 유지시간 30초의 조건으로 Knoop 경도(KHN)를 측정하였다.

5) 현미경 관찰

레진 접착제로 직경 5mm, 두께 2mm의 레진 블럭을 만든 후, 표면을 산부식한 다음 건조하여 주사전자현미경(Hitachi, X-650)으로 관찰하였으며, 전단결합

강도 측정후의 파절면 또한 주사전자현미경으로 관찰하였다. 전단결합강도 측정후의 파절양상을 stereoscope(American Optical Co., Stereo star)로 관찰하여 브라켓/레진 계면 간의 파절, 범랑질/레진 계면 간의 파절로 분류하였다.

III. 실험 결과

3종의 접착제로 직경 5mm, 두께 2mm의 레진 원판을 만들어서 thermocycling 전과 후에 Knoop 경도치를 측정한 결과를 table 3.1에 도시하였다. thermocycling 전에는 Monolok²가 64.03 ±7.49kg/mm²로 가장 크고, System 1⁺가 31.06 ±5.28kg/mm²로 가장 작았고 세 군 간에 유의한 차이를 보였다. thermocycling 후에도 Monolok²가 38.08 ±3.67kg/mm²로 가장 크고, System 1⁺가 20.87 ±3.50 kg/mm²로 가장 작았으며 Monolok² 군과 System 1⁺ 군 간에 유의한 차이를 보

Table 3.2 The shear bond strength(MPa) of each adhesive group before and after 1,000 thermocycles

Adhesives	Before thermocycling		After thermocycling		Significance
	Mean±SD	Duncan G	Mean±SD	Duncan G	
Ortho-one	19.52±2.04	A	13.66±2.23	A	**
Monolok ²	18.44±3.38	A	19.34±2.75	B	NS
System 1 ⁺	18.37±2.31	A	16.19±1.73	C	*

The significance of the difference between means is calculated by means of a *t*-test.

* : P<0.05. ** : P<0.01. NS : nonsignificant

Table 3.3 The shear bond strength(MPa) of each adhesive group before and after 10⁶ loadcycles

Adhesives	Before 10 ⁶ loadcycles		After 10 ⁶ loadcycles		Significance
	Mean±SD	Duncan G	Mean±SD	Duncan G	
Ortho-one	19.52±2.04	A	17.99±2.34	A	NS
Monolok ²	18.44±3.38	A	18.54±2.63	A	NS
System 1 ⁺	18.37±2.31	A	17.36±2.88	A	NS

The significance of the difference between means is calculated by means of a *t*-test.

NS : nonsignificant

Table 3.4 Failure sites analysis of each group

Adhesives	Groups	Resin /Enamel	Resin /Bracket	Total
Bisco	Control	4	6	10
	Torque	1	4	5
	Fatigue	3	7	10
	Thermocycling	3	7	10
Monolok ²	Control	3	7	10
	Torque	0	5	5
	Fatigue	0	5	10
	Thermocycling	4	6	10
System 1 ⁺	Control	3	7	10
	Torque	1	4	5
	Fatigue	4	6	10
	Thermocycling	3	7	10

였다. thermocycling 전후의 Knoop 경도치를 비교해 본 결과 Ortho-one 군, Monolok², System 1⁺ 군 모두에서 유의한 감소를 보였다(P<0.01).

table 3.2는 37℃의 증류수에 24시간 보관 후 전단 결합강도를 측정 한 결과(control group)와 1,000회의 thermocycling을 시행한 후 전단결합강도를 측정 한 결과를 나타낸 것이다. thermocycling 전에는 Ortho-one 군의 전단결합강도가 19.52±2.04MPa로 가장 크고 System 1⁺ 군이 18.37±2.31MPa로 가장 작았으나 세 군 간에 유의한 차이를 보이지 않았다. thermocycling 후에는 Monolok² 군이 19.34±2.75MPa로 가장 크고 Ortho-one 군이 13.66±2.23MPa로 가장 작았으며 세 군 간에 유의한 차이를 보였다. Ortho-one 군은 thermocycling 전에는 가장 큰 결합강도를 보였으나 thermocycling 후에는 가장 작은 결합강도를 보여 thermocycling에 의해서 결합강도가 크게 감소되는 것으로 나타났다. thermocycling 전후의 결합강도 비교시 Ortho-one 군(P<0.01), System 1⁺ 군(P<0.05)에서 유의한 차이를 보였으며 Monolok² 군은 약간 증가

되는 양상을 보였으나 통계적 유의성은 없었다.

table 3.3은 대조군의 전단결합강도와 브라켓 접착부에 $17.4 \times 10^2 \sin 2\alpha \text{ft} \cdot \text{g} \cdot \text{cm}$ 의 반복 비틀림 모멘트를 100만회 가한 후의 전단결합강도를 도시한 것이다. 피로시험후의 전단결합강도는 Monolok² 군이 $18.54 \pm 2.63 \text{MPa}$ 로 가장 크고 System 1⁺ 군이 $17.36 \pm 2.88 \text{MPa}$ 로 가장 작았다. 100만회의 반복비틀림을 가하기 전과 가한 후의 결합강도 비교시 Monolok² 군에서는 거의 변화가 없었으며 Ortho-one 군과 System 1⁺ 군에서는 유의한 차는 없지만 약간 감소되는 양상을 보였다.

table 3.4는 전단결합강도 측정후 브라켓 기저면과 치아면을 stereoscope로 관찰한 다음, 파절영역의 크기에 따라 법랑질과 레진계면의 파절(E/R), 레진과 브라켓 계면의 파절(R/B)로 분류한 결과이다. 접착체에 따른 파절양상의 변화는 없었고 실험조건에 따른 파절양상의 변화도 없었으며 주로 레진과 브라켓 계면의 파절을 보였다.

본 실험에 이용된 Ormesh 브라켓 기저부를 SEM 사진으로 관찰한 결과, 폭 120 μm 의 strip이 300 μm 의 간격으로 규칙배열된 mesh형태의 요철구조를 보였다.

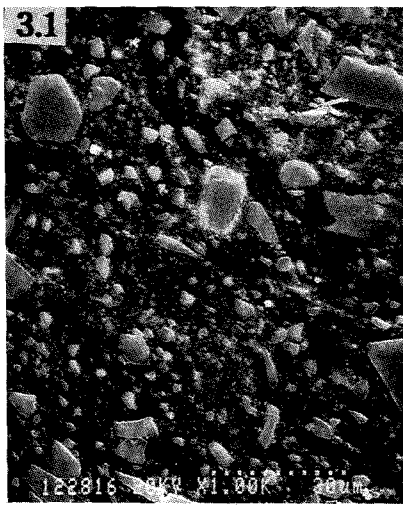


Fig. 3.1 SEM photographs of Ortho-one($\times 1,000$)



Fig. 3.2 SEM photographs of Monolok²($\times 1,000$)



Fig. 3.3 SEM photographs of System 1⁺($\times 1,000$)

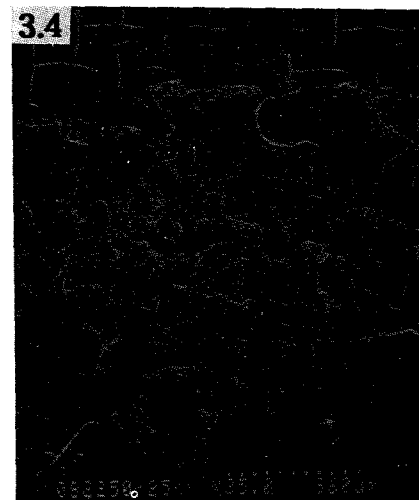


Fig. 3.4 Failure sites of Ortho-one ($\times 35$) after load cycling

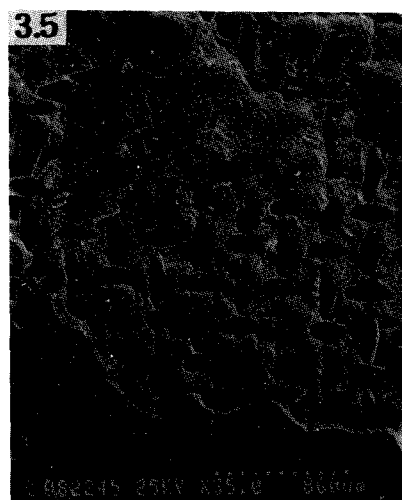


Fig. 3.5 Failure sites of Monolok² ($\times 35$) after load cycling

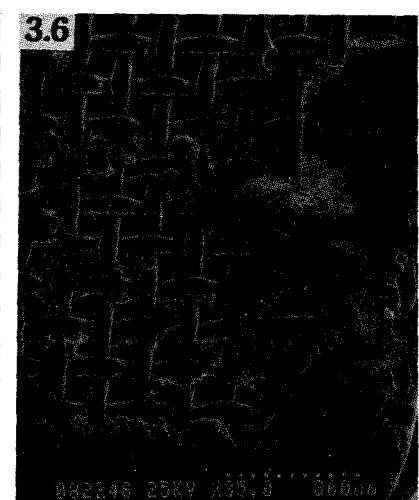


Fig. 3.6 Failure sites of System 1⁺ ($\times 35$) after load cycling

본 실험에 이용된 3종의 비반죽형 접착제의 SEM 사진에서 Ortho-one(Fig. 3.1)과 System 1⁺(Fig. 3.3)는 소수의 큰 입자와 다수의 작은 입자가 관찰되며 Monolok²(Fig. 3.2)의 경우 비교적 균일한 입자가 치밀하게 분포된 양상을 보였다. 입자의 양은 SEM 사진으로 추정해 볼때 Monolok²가 가장 많고 Ortho-one과 System 1⁺는 Monolok²보다는 상당히 적은 것으로 관찰되며 System 1⁺가 가장 적은것으로 관찰된다.

반복비틀림을 가한 후 진단시험을 한 접착제면의 파절양상은 레진과 법랑질, 레진과 브라켓, 레진내 파절이 복합된 양상을 보였으며 Ortho-one 균(Fig. 3.4), Monolok² 균(Fig. 3.5), System 1⁺ 균(Fig. 3.6) 간에 두드러진 차이는 없었다. 또한 대조군과 thermocycling 군에서도 반복비틀림 시험군과 유사한 파절양상을 보였다.

IV. 총괄 및 고찰

이상적인 접착제는 체온근처에서 빠르게 중합되고, 중합수축이 없고, 수분흡수가 적어야 하며 치질에 근접하는 열팽창계수를 가지고 구강환경에서 파괴되지 않는 특성을 지녀야 한다. 그 밖에 교정력 및 저작력에 견딜 수 있는 충분한 결합강도를 지녀야 한다²⁰. 치아면과 레진과의 접착력에 영향을 미치는 요소로는 산부식액의 종류와 농도²¹⁻²³, 산부식 시간²⁴⁻²⁶, 능주층(prismless layer)의 유무²⁷⁻²⁹, 법랑질의 전처리 과정^{30,31}, 부식액을 치면에 적용시키는 방법³², 산부식 후 세척의 정도³³, 그리고 타액의 오염유무와 치면의 건조상태^{34,35} 등이 있다.

Eick 등³⁶은 접착결합(adhesive bond)의 형성과 내구성을 위한 3가지 주요한 요구조건은 1)접착제와 접착물 간의 긴밀한 접촉(wetting); 2)계면에서의 최소한의 응력집중; 3)계면에 대한 환경요소의 배제라고 했다. 습윤성(wettability)에 영향을 미치는 요소는 접착제의 점주도, 치면의 불규칙한 형태, 치면에 대한 접착제의 접촉각등이며³⁷, 접촉각은 접착제의 표면장력, 접착제의 표면자유에너지에 의해서 영향을 받는다³⁸. 점주도는 1)입자의 양, 크기, 형태; 2)희석제의 양, 형태; 3)다른 첨가물에 의해서 영향을 받으며 점주도가 증가되면 primer/paste의 혼합감소, 중합반응이 감소되어 인장결합강도가 감소된다³⁹.

결합강도에 영향을 미치는 구강내 요인에는 타액, 치은 열구액 등의 구강내 용액, 저작력 및 기계적 응력, 급격한 온도 변화 및 산도 변화 등이 있다⁴⁰. 이에

본 연구에서는 저작력 및 기계적 응력의 영향을 평가하기 위해 반복 비틀림 모멘트를 접착제면에 가한 후 결합강도를 측정하였고, 또한 온도변화의 영향을 평가하기 위해 1,000회의 thermocycling을 시행한 후 결합강도를 측정하여 대조군과 비교하였다.

Evans와 Powers³⁹는 접착제의 피막두께가 얇을수록 접착력이 강하다고 했으며 두꺼우면 열팽창, 중합수축, 휘발성 물질의 함입, 틈과 균열 등이 증가되어 결합력이 약해진다고 했다. 또한 비반죽형 접착제는 two paste adhesive와는 달리, 접착제의 점주도, 피막두께, 프라이머 도포 후 구강환경에 노출된 시간에 의해서 결합강도가 영향을 받는다고 하였으며 System 1⁺의 경우 2.5분 경과 후, Monolok²는 1분만 지나도 결합강도가 감소된다고 보고하였다. Bovey 등⁴¹은 비반죽형 접착제의 무입자성 레진 프라이머(unfilled resin primer)의 중합반응이 산소억제(oxygen inhibition)에 의해서 방해될 수 있는데 이는 산소와 단량체 간에 혼성 중합체(copolymer)가 형성되기 때문이라고 하였으며 그 결과 결합강도가 감소될 수 있고 평탄한 순면의 경우 프라이머 층이 매우 얇아서 중합반응이 전층에서 방해될 수 있다고 하였다.

thermocycling 전의 Knoop 경도치는 Monolok²가 가장 크고 System 1⁺가 가장 작았으며 thermocycling 후의 Knoop 경도치도 Monolok²가 가장 크고 System 1⁺가 가장 작았다. Monolok²가 thermocycling 전후 모두에서 가장 큰 경도치를 보인 이유는 SEM 사진상에서 관찰된 많은 입자 함량 때문인 것으로 사료된다. System 1⁺의 경도치가 가장 작은 이유는 입자 함량이 가장 적은 결과로 생각되며 모든 접착제에서 thermocycling 후 경도치가 유의하게 감소된 이유는 반복되는 온도충격(thermal shock)에 의한 열응력, 레진과 입자 간의 열팽창 계수의 차이에 의한 응력 및 수분의 삼출 등이 복합적으로 작용하여 레진기질과 입자 계면에 균열이 형성되어 표면층에서 입자의 탈락이 일어나고, 레진의 용해 및 열화 등으로 인해 표면층으로부터 내부로 진행하여 물성이 저하되기 때문이라고 생각된다.

37°C의 증류수에 24시간 보관 후 진단결합강도를 측정한 결과는 세 접착제군 간에 유의한 차는 없었으며 Ortho-one 군이 가장 크고 System 1⁺가 가장 작은 것으로 나타났다. 입자 함량이 가장 많은 Monolok²보다 입자 함량이 더 적은 Ortho-one이 더 높은 결합강도를 보였는데 이는 접착제의 입자 함량 이외에도 접착제의 점주도, 유지구로의 침투력, 표면장력,

치면의 상태, 치질의 조성 등의 많은 요소들이 결합강도에 영향을 미칠 수 있기 때문인 것으로 사료된다.

thermocycling 시의 온도범위에 대해 Wendt 등⁴²⁾은 최저 4-8°C, 최고 45-60°C의 온도가 적절하다고 하였으며, 온도변화시 물의 순환 조건에 관하여 Ben-Armer 등⁴³⁾은 1분, Munksgaard 등⁴⁴⁾, Retief 등⁴⁵⁾은 15초의 계류시간이 적절하다고 하였다. Bishara 등⁴⁶⁾은 2°C와 50°C의 온도에서 계류시간 30초의 조건으로 12,000회, Britton 등⁴⁷⁾은 5°C와 60°C에서 계류시간 60초의 조건으로 500회, Coreil 등⁴⁸⁾은 15°C와 45°C에서 계류시간 45초의 조건으로 500회의 thermocycling을 시행한 바 있으며 본 연구에서는 5°C와 55°C에서 계류시간 15초, 배수후 계류시간 15초의 조건으로 1,000회의 thermocycling을 시행한 다음 전단결합강도를 측정하였다.

Hirabayashi 등¹⁸⁾은 광중합형 복합레진의 thermocycling 시 압축강도는 큰 변화를 보이지 않으나 굽힘강도, 마모저항 및 경도가 감소하며, 입자와 레진 기질의 계면에서 균열이 형성됨을 보고하였으며 Coy⁴⁹⁾와 Paffenbarger 등¹⁷⁾은 치아와 레진 간의 열팽창계수의 차이로 인한 접착부 삼출현상을 보고하였다. 본 연구에서 정적시험과 1,000회의 thermocycling을 시행한 후의 전단결합강도를 비교해 보면 Monolok² 군은 미소한 증가를 보였고, Ortho-one 군은 $\alpha=0.01$ 에서, System 1⁺ 군은 $\alpha=0.05$ 에서 유의한 감소를 보였다. Monolok² 군은 thermocycling 후에도 결합강도가 감소되지 않았는데 이는 많은 입자가 반복적인 열응력이 가해질 때 나타날 수 있는 레진자체의 물성저하를 방지하기 때문이라고 사료된다. Ortho-one 군과 System 1⁺ 군에서 thermocycling 후 결합강도가 감소된 이유는 레진과 브라켓 간의 열팽창계수의 차이와 적은 입자 함량으로 인해서 레진의 부가적인 증합수축이 크고 이로 인해 접착계면내로 액상이 삼출되고, 또한 반복적인 열응력으로 인하여 레진의 물성이 저하되었기 때문이라고 사료된다.

피로파괴란 정적인 응력하에서는 파괴되지 않을 정도의 하중조건에서도 반복적인 힘이 작용되면 재료의 물성저하와 균열전파로 인해 파괴가 일어나는 현상을 일컫는다. 피로시험은 부하의 작용방식에 따라 인장압축, 굽힘 및 비틀림 피로시험 등으로 분류될 수 있는데^{50,51)}, 본 연구에서는 브라켓 접착부에 정현파형의 반복비틀림 모멘트를 100만회 가한 후 전단결합강도를 측정하고 대조군과 비교하여 이의 영향을 검사하였다.

피로시험은 일반적으로 반복응력수준이 감소할수록 수명이 증가하지만, 응력수준이 어떤 한계 이하가 되면 내구한도는 100만회 이상을 나타내며 피로수명을 예측하는데 오랜 시간이 소요된다⁵²⁾. Huysmans 등⁵³⁾은 100만회는 분당 60-120회 저작시 약 1-3년 동안의 저작횟수라고 하였으며, Graf 등⁵⁴⁾은 매식사당 저작속도 1.25Hz로 450초 동안 저작이 행하여진다고 하였는데, 하루에 3번 식사를 한다고 가정할 때 100만회는 18개월 동안의 저작횟수에 해당된다. 피로시험시의 부하속도는 0.5-37.5Hz까지 다양하게 사용되었으며^{55,56)}, 30Hz 이하의 부하속도를 ASTM standard D671-71에서 추천하였다⁵⁷⁾. 본 연구에서는 부하주파수 30Hz의 조건으로 100만회 반복비틀림을 가한 다음 전단결합강도를 측정하고 대조군과 비교하였으며, 피로시험시의 반복하중은 정적 비틀림시의 평균 파절하중의 약 40%인 2.16N이었다.

브라켓 접착부의 표면특성, 접착제내 입자와 레진 기질의 상태, 부하조건과 속도, 습윤상태, 온도 등에 의해 피로시험시 브라켓 접착제면이 영향을 받을 수 있다. McCabe 등⁵⁸⁾은 복합레진에서 입자의 함량이 적을 때는 반복응력 수준이 감소함에 따라 피로수명이 증가되는 높은 상관관계를 보이지만, 입자의 함량이 많을 때는 이같은 상관관계를 보이지 않고 파괴는 일차적으로 표면과 내부에 존재하는 기공이나 결합에 의존한다고 하였다. Soderholm⁵⁹⁾과 McKinney⁶⁰⁾는 수분이 입자와 접촉하게 되면 입자와 레진기질 간의 결합이 실패되어 레진기질의 강도를 약화시킨다고 하였고, Bascom⁶¹⁾은 반복하중하에서 습기의 영향으로 응력부식에 의한 균열성장을 일으켜 복합레진의 강도가 저하된다고 하였다. Draughn⁶²⁾은 온도보다 습윤상태가 피로수명을 감소시킨다고 하였으며, 본 연구에서는 반복비틀림시 접착제면을 따라 37°C의 증류수를 순환시킴으로써 구강조건과 유사하게 하였다.

본 연구에서 정적시험과 100만회의 반복비틀림 시험후의 전단결합강도를 비교해보면 Monolok² 군에서는 거의 변화가 없었으며 Ortho-one 군과 System 1⁺ 군에서는 유의한 차는 없지만 약간 감소되는 양상을 보였다. 반복비틀림을 가한 후에도 결합강도가 유의하게 감소하지 않은 이유는 금속자체가 연성을 가지므로 반복하중의 일부가 브라켓 자체에서 흡수되고 접착제면의 요철구조가 균열성장을 억제하기 때문이라고 생각된다.

Keizer 등⁶³⁾은 접착제와 브라켓 재료의 화학적, 기

계적 특성, 법랑질과 접착제 간의 결합력, 접착제와 브라켓 간의 결합력 등이 브라켓 접착면의 파절양상에 영향을 미칠 수 있다고 하였다. Harris 등⁽⁶⁴⁾은 debonding 시 이상적인 파절부위는 치아면과 접착제 간이지만 종종 법랑질의 손상이 야기되므로 접착제와 브라켓 계면의 파절이 바람직하다고 하였으며 Oliver⁽⁶⁵⁾는 금속 브라켓에서 레진 접착제의 입자의 함량이 감소되면 파절부위가 법랑질과 레진 계면에서 레진과 브라켓 계면으로 전이될 수 있다고 하였다. O'Brien 등⁽⁶⁶⁾은 mesh base에서의 파절부위는 브라켓과 레진 계면에서 주로 나타나는데 이는 철선 중첩(wire overlap)부위가 돌출되어 있어서 접착제 두께가 일정하지 않으며 응력이 집중되기 때문이라고 하였다. Harris 등⁽⁶⁴⁾은 Ormesh 브라켓이 주로 브라켓과 레진 계면에서 파절되는 양상을 보이는데 이는 금속 브라켓의 변형에 의해서 파절선이 브라켓과 레진계면에서 형성되기 때문이라고 보고하였다. 본 연구에서도 주로 브라켓과 레진계면에서 파절되는 양상을 보였으며 접착제, 실험조건에 따른 파절양상의 변화는 관찰되지 않았다. 이상의 결과로 미루어 볼때 기계적 피로보다는 열적 피로가 레진자체의 강도와 브라켓의 결합강도를 크게 감소시키는 것으로 나타났으며 앞으로의 연구에서는 기계적 및 열적 피로를 동시에 가했을 때의 효과와 급격한 산도 변화의 영향등을 다각적으로 연구해야 할 것으로 사료된다. 또한 유연성이 없는 브라켓을 사용함으로써 반복적인 기계적 응력에 의한 레진 자체의 물성변화를 평가하기 위한 연구가 필요할 것으로 사료된다.

V. 결 론

기계적 및 열적 피로가 전단결합강도에 미치는 영향을 평가하기 위해 3종의 비반죽형 접착제로 mesh형의 금속 브라켓을 접착한 후 계면에 100만회의 반복 비틀림과 1,000회의 thermocycling을 시행한 다음 전단결합강도를 측정하여 대조군과 비교한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 접착제의 Knoop 경도치는 thermocycling 전에는 Monolok²가 64.03kg/mm²으로 가장 크고, System 1⁺가 31.60kg/mm²으로 가장 작았으며, thermocycling 후에도 Monolok²가 38.08kg/mm²로 가장 크고 System 1⁺가 20.87kg/mm²로 가장 작았다. thermocycling 전후 비교시 Ortho-one, Monolok²,

- System 1⁺ 모두에서 유의한 감소를 보였다(P<0.01).
2. 정적 시험군의 전단결합강도는 세 군 간에 유의한 차를 보이지 않았다(P>0.01).
3. 1,000회의 thermocycling 후의 전단결합강도는 Monolok² 군이 19.34MPa로 가장 크고 Ortho-one 군이 13.66MPa로 가장 작게 나타났으며, thermocycling 전과 비교시 Ortho-one 군(P<0.01), System 1⁺(P<0.05)에서 유의한 감소를 보였다.
4. 100만회의 반복 비틀림을 가한 후의 전단결합강도는 세 군에서 유사하였으며, 피로시험전과 비교시 세 군 모두 유의한 감소를 보이지 않았다(P>0.01).
5. 접착계면의 파절양상은 모든 군에서 실험조건에 관계없이 주로 브라켓/레진 계면에서 나타났다.

REFERENCES

1. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling material to enamel surface. J Dent Res 1955; 34:449-53.
2. Newman GV. Epoxy adhesive for orthodontic attachment : Progress report. Am J Orthod 1965;51:901-12.
3. Mizrahi E, Smith DC. Direct cementation of orthodontic brackets to dental enamel. Br Dent J 1969;127:371.
4. Reynolds IR. A review of direct orthodontic bonding. Br J Orthod 1975;2:171.
5. El-Momani AS. The effect of time on bond strength, using two adhesive bonding systems : A comparative study. M.S. thesis, Cairo university, 1990.
6. Zachrisson BU. Bonding in orthodontics. In: Graber TM, Swain BF, eds. Orthodontics : Current principles and techniques. 1st ed. St. Louis: The CV Mosby company, 1985: 485-563.
7. Delpont A, Grobler SR. A laboratory evaluation of the tensile bond strength of some orthodontic bonding resins to enamel. Am J Orthod 1988;93:133-7.
8. Weiss A. Reducing bond failures with a no-mix adhesive. J Clin Orthod 1985;19:139-41.
9. Altuna G, Freeman E. Tissue reaction to primers used in "single-step" bonding system. Am J Orthod 1985;88:308-13.
10. Miller EG, Thompson LR, Zimmerman E, Bowles WH. In vivo studies on the carcinogenic potential of an orthodontic bonding resin. Am J Orthod 1984;86:342-6.
11. Fredericks HE. Mutagenic potential of orthodontic materials. Am J Orthod 1981;80:316-24.
12. Thompson IR, Miller EG, Bowles WH. Leaching of unpolymerized materials from orthodontic bonding resin. J Dent Res 1982;61:989-92.
13. Draughn RA. Compressive fatigue limits of composite resto-

- rative materials. *J Dent Res* 1979;58:1093-6.
14. McCabe JF. In vitro wear testing of composite resins. In: Banberle G, Smith DC, eds. *Posterior composite resins dental restorative materials*. Utrecht : Peter Szulc Publishing Co. 1985:319-30.
 15. Asmussen E, Jorgensen KD. Fatigue strength of some resinous materials. *J Dent Res* 1982;90:76-9.
 16. Knoll M, Gwinnett AJ, Wolf MS. Shear strength of brackets bonded to anterior and posterior teeth. *Am J Orthod* 1986;89:476-9.
 17. Paffenbarger GC, Nelson RJ, Sweeney AB. Direct and indirect filling resins : A review of some physical properties. *JADA* 1953;47:516.
 18. Hirabayashi S, Normoto R, Harashima I, and Hirasawa T. The surface degradation of various light cured composite resins by thermal cycling. *Shik Iniryō. KiKai* 1990;9:53.
 19. Jassem HA, Retief DH, Jamison HC. Tensile and shear strengths of bonded and rebonded orthodontic attachments. *Am J Orthod* 1981;79:661-8.
 20. Retief DH, Dreyer CJ, Gavron G. The direct bonding of orthodontic attachments to teeth by means of an epoxy resin adhesive. *Am J Orthod* 1970;58:21-40.
 21. Silverstone LM. The susceptibility to dissolution of acid etched and subsequently abraded enamel in vitro. *Caries Res* 1977;11:46.
 22. Rock WP. The effect of etching of human enamel upon bond strengths with fissure sealant resins. *Arch Oral Biol* 1974;19:873-7.
 23. Silverstone LM. Fissure sealants : Laboratory studies. *Caries Res* 1974;8:2-26.
 24. Gwinette A. Human prismless enamel and its influence on sealant penetration. *Arch Oral Biol* 1973;18:441-4.
 25. Nordenvall KJ, Bronnstrom M, Malmgren O. Etching of deciduous teeth and young and old permanent teeth. *Am J Orthod* 1980;78:99-108.
 26. Silverstone LM, Saxton CA, Dogon LL, Fejerskow O. Variation in the pattern of acid etching of human dental enamel examined by SEM. *Caries Res* 1975;9:373-87.
 27. Simonsen RJ. Fissure sealants in primary molars : Retention of colored sealants with variable etching times at 12 months. *J Dent Child* 1979;46:383-4.
 28. Bozalis WG, Marshall GW, Cooley R. Mechanical pre-treatments and etching of primary tooth enamel. *J Dent Child* 1979;46:43-9.
 29. Fuks A, Eidelman E, Shapira J. Mechanical and acid treatment of the prismless layer of primary teeth vs acid etching only : An SEM study. *J Dent Child* 1977;44:222-5.
 30. Meola MT, Papaccio G. An SEM study of the effect of etching time and mechanical pretreatment on the pattern of acid etching on the enamel of primary teeth. *Int Dent J* 1986;36:39-52.
 31. Aker DA, Aker JR, Sorensen SE. Effect of method of tooth enamel preparation on the retentive strength of acid-etch compomposite resins. *JADA* 1979;99:185-9.
 32. Bates D. Effects of acid etch parameters on enamel topography and composite resin-enamel bond strength. *Pediat Dent* 1982;4:105-10.
 33. Hormati AA. Effects of contamination and mechanical disturbance on the quality of acid etched enamel. *JADA* 1980;10:34-8.
 34. 서가진, 김진태. 산부식 처리된 법랑질 표면의 타액오염이 레진접착력에 미치는 영향에 관한 연구. *대소치학지* 1987;14:221-39.
 35. 이승중. 산부식처리된 치아 표면에 대한 복합레진의 침투에 관한 실험적 연구. *대치보존지* 1979;5:7-11.
 36. Eick JD, Johnson LN, Fromer JR, Good RJ. Surface topography : Its influence on wetting and adhesion in a dental adhesive system. *J Dent Res* 1972;51:708-88.
 37. Cueto EI, Buonocore MG. Sealing of pits and fissures with an adhesive resin : Its use in caries prevntion. *J Am Dent Assoc* 1967;75:121-8.
 38. Phillips RW. *Skinner's science of dental materials*, 8th ed. Philadelphia, Saunders WB Co. 1982:20-27, 159.
 39. Evans LB, Powers JM. Factors affecting in vitro bond strength of no mix orthodontic cement. *Am J Orthod* 1985;87:508-12.
 40. Newman GV. Adhesion and orthodontic plastic attachments. *Am J Orthod* 1969;56:573-88.
 41. Bovey FA, Kolthoff FM. Inhibition and retardation of vinyl polymerization. *Chem Rev* 1948;42:491-525.
 42. Wendt SL. A laboratory and clinical evaluation of a heat-cured composite resin inlay. Birmingham, University of Alabama, School of dentistry. 1988.
 43. Ben-Amer A, Liberman R, Nordenberg D, Renert H, Gordon M. The effect on marginal microleakage of using a combination of cavity varnishes and calcium hydroxide intermediary bases : an in vitro study. *Quint Int* 1985;12:821.
 44. Munksgaard EC, Itoh K, Jorgensen KD. Dentin-polymer bond in resin fillings tested in vitro by thermo and load cycling. *J Dent Res* 1985;64:144.
 45. Retief DH, Rutland JA, Jamison JC. Microleakage of conventional and microfilled composite restorative resins. *J Biomed Mater Res* 1982;16:901.
 46. Bishara SE, Khowassah MA, Oesterle LJ. Effect of humidity and temperature changes on orthodontic direct-bonding adhesive systems. *J Dent Res* 1975;54:751-8.
 47. Britton JC, McInnes P, Weinberg R, Leodoux WR. Shear bond strength of ceramic orthodontic brackets. *Am J Orthod* 1990;98:348-53.
 48. Coreil MN, McInnes P, Leodoux WR, Weinberg R. Shear bond strength of four orthodontic bonding systems. *Am J Orthod* 1990;97:126-9.
 49. Coy HD. Direct resin fillings. *JADA* 1953;47:537.
 50. 염영하. 재료시험법. 동명사 1978.

51. 오세욱. 재료역학. 동명사 1985.
52. 정화윤, 이관석, 김정기, 한민주. 재료시험. 원창출판사 1993.
53. Huysmans MCDNJM, Peters MCRB, Plasschaert AJM, Van der Varst PGT. Failure characteristics of endodontically treated premolars restored with a post and direct restorative material. *Int Endodont J* 1992.
54. Graf H. Bruxism. *Dent Clin North Am* 1969;13:659-65.
55. Kelly E. Fatigue failure in denture base polymers. *J Prosthet Dent* 1969;21:257-66.
56. Stafford GD, Lewis TT, Huggett R. Fatigue testing of denture base polymers. *J Oral Rehabil* 1982;9:139-54.
57. American society for Testing and Materials. ASTM Book of standards, stand D 671-71. Philadelphia : ASTM. 1973;27:216.
58. McCabe JF, Carrick TE, Chadwick RG, Walls AWG. Alternative approaches to evaluating the fatigue characteristics of materials. *Dent Mater* 1990;6:24.
59. Solderholm KJM. Filler systems and resin interface. In: Vanherle G, Smith DC, eds. *Posterior composite resin dental restorative materials*. Utrecht: Peter Szulc Publishing Co. 1985;139-159.
60. Mckinney JE. Environmental damaging and wear of dental composite restoratives. In: Vanherle G, Smith DC, eds. *Posterior composite resin in dental restorative materials*. Utrecht: Peter Szulc Publishing Co. 1985;331-47.
61. Bascom WD. The surface chemistry of moisture induced composite failure. In: Plueddemann EP, eds. *Interfaces in polymer matrix composites*. New York : Academic Press. 1974:79.
62. Draughn RA. Fatigue and fracture mechanics of composite resins. In: Vanherle G, Smith DC, eds. *Posterior composite resin dental restorative materials*. Minneapolis(MN) : Minnesota Mining & Mfg Co. 1985;299-307.
63. Keizer S, Ten Cate JM, Arends J. Direct bonding of orthodontic brackets. *Am J Orthod* 1976;69:318-27.
64. Harris AMP, Joseph VP, Rossouw PE. Shear peel bond strength of esthetic orthodontic brackets. *Am J Orthod* 1992;102:215-9.
65. Oliver RG. The effect of different methods of bracket removal on the amount of resin adhesive. *Am J Orthod* 1988;93:196-200.
66. O'Brien KD, Watts DC, Read MJF. Residual debris and bond strength : Is there a relationship? *Am J Orthod* 1988;94:222-30.

-ABSTRACT-

THE EFFECTS OF MECHANICAL AND THERMAL FATIGUE ON THE SHEAR BOND STRENGTH OF ORTHODONTIC ADHESIVES

Wan-Cheal Shin, D.D.S., M.S.D., Jong-sung Kim, D.D.S., M.S.D., Jong-Ghee Kim, D.D.S., M.S.D.

Department of Orthodontics, College of Dentistry, Chonbuk National University

The purpose of this study was to examine the effects of mechanical and thermal fatigue on the shear bond strength(SBS) of stainless steel mesh brackets bonded to human premolar teeth with 3 no-mix adhesives. The stainless steel mesh bracket was Ormesh(Ormco, .022 slot) and three types of no-mix adhesives were Ortho-one(Bisco), Monolok²(RMO), System 1⁺(Ormco). The 10⁶ loadcycles of $17.4 \times 10^2 \sin 2\pi ft |g \cdot cm$ and the 1,000 thermocycles of 15 second dwell time in each bath of 5⁰C and 55⁰C were acturated as mechanical and thermal fatigue stress, and SBS were measured after each fatigue test. The fracture sites were analyzed by stereoscope and scanning electron microscope.

The results obtained were summarized as follows;

1. Before thermocycles, Monolok² showed the highest Knoop hardness number(KHN, 64.03kg/mm²) and System 1⁺ showed the lowest value(31.60kg/mm²). After thermocycling, Monolok² also showed the highest KHN(38.03kg/mm²) and system 1⁺ showed the minimum(20.87kg/mm²). The KHN of Ortho-one, Monolok², System 1⁺ significantly decreased after thermocycling(P<0.01).

2. In static shear bond test, three adhesives had no significant differences in the SBS($P>0.01$).
3. After thermocycling test, Monolok² showed the maximum SBS($19.34\pm 2.75\text{MPa}$) and Ortho-one showed the minimum SBS($13.66\pm 2.23\text{MPa}$). The SBS of Ortho-one($P<0.01$) and System 1¹($P<0.05$) significantly decreased after 10^3 thermocycles.
4. The SBS of three adhesives after 10^6 loadcycles were similar and were not significantly decreased compared with static group($P>0.01$).
5. The failure sites were usually bracket/resin interface in all groups irrespective of experimental conditions.

KOREA. J. ORTHOD. 1996 ; 26 : 175-186

*Key words : Orthodontic adhesive, Shear bond strength, Mechanical fatigue, Thermal fatigue