

All-in-one adhesive의 다층적용이 미세인장결합강도에 미치는 영향

손성애* · 허 복

부산대학교 치과대학 보존학교실

ABSTRACT

THE EFFECT OF MULTIPLE APPLICATION ON MICROTENSILE BOND STRENGTH OF ALL-IN-ONE DENTIN ADHESIVE SYSTEMS

Sung-Ae Son*, Bock Hur

Department of Conservative Dentistry, College of Dentistry, Pusan National University

The purpose of this study was to evaluate the effect of multiple application of all-in-one dentin adhesive system on microtensile bond strength using confocal laser scanning microscope and microtensile bond strength test. Flat occlusal dentin surfaces were prepared using low-speed diamond saw. In group I, Scotchbond Multipurpose (SM) was applied by manufacturer's recommendation. In group II, after Adper Prompt L-Pop was applied for 15s and light cured for 10s, the second coat was re-applied and light-cured. In group III, after light-curing the second layer, the third coat was re-applied and light-cured. Specimens bonded with a resin-composite were sectioned into resin-dentin stick for measuring the adhesive layer thickness by confocal laser scanning microscope and evaluating micro-tensile bond strength.

The adhesive layers of three-step dentin adhesive system, 3 coats of Adper Prompt L-Pop had significantly thicker than SM, 2 coats of Adper Prompt L-Pop ($p < 0.05$). However, there was no significant differences in bond strengths between SM and 3 coats of Adper Prompt L-Pop ($p > 0.05$). And SM, 3 coats of Adper Prompt L-Pop had significantly higher than 2 coats of Adper Prompt L-Pop in bond strengths ($p < 0.05$). [J Kor Acad Cons Dent 29(5):423-429, 2004]

Key words : All-in-one dentin adhesive, Micro-tensile bond strength, Confocal laser scanning microscope

I. 서 론

1955년 Buonocore¹⁾에 의해 법랑질에 대한 acid-etch tech.이 소개된 이후 상아질 접착이 개발되어 왔다. 상아질은 세관구조를 가지며 친수성을 보여 상아질 접착을 보다 어렵게 한다²⁻⁴⁾. Nakabayashi⁵⁾는 이런 친수성의 다공 구조를 가지는 상아질에 대한 접착기전은 탈회된 상아질 표면의

노출된 교원 섬유질 사이로 monomer의 침투에 의한 혼성층의 형성에 있다고 하였다. 상아질 접착에는 기본적으로 etching, priming, bonding의 3가지 과정이 필요하다.

그러나 최근에는 two-step, single-step으로 간소화된 제품이 나오면서 접착재료의 적용시 술자 마다 또는 각 단계마다 일어날 수 있는 오차의 가능성을 줄이는 것을 최종 목표로 임상적 과정을 보다 간단히 하는 쪽으로 접착재료의 발달이 이어지고 있는 추세이다⁶⁾. Two-step의 경우 산처리 및 수세과정을 필요로하는 self-priming 상아질 접착제⁷⁻⁹⁾와 수세과정이 생략된 self-etching 상아질 접착제로 다시 분류된다¹⁰⁾. Kanca^{8,9)}와 Giwinnett 등¹¹⁾은 이 두 가지 방법 모두 탈회된 상아질의 collagen collapse를 방지하고 혼성층 형성에 유리하여 결합력이 개선된다고 하였다.

* Corresponding author: **Sung-Ae Son**

Department of Conservative Dentistry,
College of Dentistry, Pusan National University
1-10 Ami-dong, Seo-gu, Pusan, Korea, 602-739
Tel : 82-51-240-7454
E-mail: song-ae@hanmail.net

All-in-one 상아질 접착제는 사용 직전 친수성과 소수성 레진 구성물질을 혼합한 후 곧바로 치질에 적용하는 것으로¹²⁾ 상아질 접착을 위한 복잡한 시술 과정을 대체할 수 있다. 또한 Ciucchi 등은 각기 다른 술자가 상아질 접착제를 사용했을 때 결합력이 차이를 보인다고 보고하면서 상아질 접착제의 적용방법이 술자에 따라 달라질 수 있으며 이것이 상아질 접착에 영향을 준다고 하였는데 all-in-one 상아질 접착제는 다단계 상아질 접착제의 사용시 술자에 따라 발생할 수 있는 과도한 건조와 과도한 습윤의 가능성을 줄이고 상아질 접착의 단계마다 발생할 수 있는 시술 상 오차를 줄일 수 있는 장점이 있다¹³⁾. 그러나 젖음성, 산도, 상아질로의 침투능력 모두를 만족시키는 효과적인 상아질 접착제의 구성성분을 하나의 화학 성분으로 제조하기에는 어려움이 있다¹⁴⁾.

Unfilled all-in-one 상아질 접착제인 Adper Prompt L-Pop (3M Dental Product, St. Paul, MN, U.S.A)의 경우 초기에는 compomer 수복에만 사용되었으며 법랑질에 대해서는 total etch multi-step과 견줄만한 결합 강도를 보였고^{6,15,16)}, 최근에는 compomer 뿐 만 아니라 복합레진에도 사용이 가능하며 상아질에 대해서도 적용이 가능하다¹⁴⁾. 그러나 all-in-one 상아질 접착제에 대한 보고에서 multi-step system과 비교할 때 상아질에 대한 젖음성과 안정성 및 결합강도가 낮았으며^{2,17,18)} two-step self etching system보다 결합 강도가 낮다고 하였다^{19,20)}. 또한 all-in-one 상아질 접착제에 대해서는 아직 시술상의 기술에 관련된 정보는 부족한 상황으로²¹⁾ 이들 dentin bonding agent의 임상적 사용에 있어서 정답은 없는 상태이다²²⁾.

이에 all-in-one 상아질 접착제를 상아질에 적용할 때 다양한 임상적인 시도가 계속되고 있다. Pashley 등¹²⁾은 unfilled all-in-one adhesive를 two application 했을 때 결합강도에 미치는 영향을 연구하였으며 Frankenberger

등¹⁴⁾은 all-in-one adhesive와 여러 가지 two-step 상아질 접착제를 함께 적용했을 때 결합 강도에 미치는 영향을 연구하였다. 그 결과 all-in-one 상아질 접착제를 다층 적용하면 단층 적용했을 때에 비해 상아질 결합강도가 높아진다고 하였다^{12,14)}. All-in-one 상아질 접착제에 있어 각 제조사들도 적절한 etched dentin과 oxygen layer의 상쇄 등을 위해 다층 적용을 더 추천한다²²⁾.

본 실험에서는 최근 소개된 unfilled all-in-one 상아질 접착제인 Adper Prompt L-Pop을 다층 적용 했을 때의 효과를 알아보려고 공초점 레이저 주사 현미경을 이용한 adhesive 두께의 측정과 미세인장결합강도를 측정하였다.

II. 연구재료 및 방법

1. 시편 제작

우식에 이환 되지 않은 건전한 9개의 상, 하악 구치를 사용하였다. 상아질 접착제로는 three-step 상아질 접착제인 Scotchbond Multi-Purpose (3M ESPE, Dental Products, St Paul, MN, U.S.A.)와 All-in-one 상아질 접착제인 Adper Prompt L-Pop (3M Dental Product, St. Paul, MN, U.S.A)을 사용하였고, 충전용 레진으로는 Z-250 (3M Dental Product, St. Paul, MN, U.S.A)을 사용하였다.

모든 치아를 저속 diamond disc (Isomet, Buehler, Ltd, U.S.A)를 이용하여 주수하에 치관부 법랑질을 제거하고 편평한 교합면 상아질을 노출시켰다. 9개의 치아를 무작위로 3개씩 3개의 군으로 분류하였다.

실험에 사용된 상아질 접착제의 성분은 Table 1과 같고 Table 2와 같은 방식으로 적용하였다. 첫 번째 군 (SM군)은 Scotchbond Multi-Purpose (SM)를 제조회사의 지시

Table 1. Dentin bonding system used in this study

Dentin bonding agent	Composition
Scotchbond Multi-Purpose	Conditioner - 35% phosphoric acid
	Primer - HEMA, polyalkenoic acid, co-polymer, water
	Adhesive resin - Bis-GMA, HEMA
Adper Prompt L-Pop (composite and compomer version)	Liquid 1 (red blister)
	Methacrylated phosphoric esters
	Bis-GMA
	Initiators based on camphorquinone, Stabilizers
	Liquid 2 (yellow blister)
	Water, 2-HEMA Polyalkenoic acid, Stabilizer

Table 2. Adhesive system tested in the study and application protocol

Treatment group	Application protocol
Scotchbond Multi-Purpose (SM)	acid etching : 15sec washing : 15sec ; dry primer application and gently air dry adhesive (rhodamine B labeled) and light curing : 20sec
Adper Prompt L-Pop 2 coats (2 coats)	apply scrubbing continuously for 15sec (rhodamine B labeled) gently air dry ; light curing for 10sec apply consecutive coats without waiting between application (rhodamine B labeled) gently air dry ; light curing for 10sec
Adper Prompt L-Pop 3 coats (3 coats)	apply second coat apply consecutive coats without waiting between application (rhodamine B labeled) gently air dry ; light curing for 10sec

대로 사용하였고, 이 때 adhesive resin에는 rhodamine B를 첨가하였다. 두 번째 군 (2 coats군)은 Adper Prompt L-Pop을 제조사의 지시대로 15초간 적용후 조심스럽게 공기 건조한 후 10초간 광조사 한 후 이어 두 번째 층을 적용하고 10초간 광조사 하였다. 세 번째 군 (3 coats군)은 Adper Prompt L-Pop을 2 coat 적용한 이후 세 번째 층을 적용하고 역시 10초간 광조사 하였다. 이때 adhesive resin에는 rhodamine B를 첨가하였다. 각각의 상아질 접착제 처리 후, 광중합 레진인 Z-250을 10 mm 높이로 충전하였다. 충전 후 각 치아는 주수 하에 저속 diamond saw를 이용하여 가로×세로의 길이가 1 × 1 mm인 막대 모양의 절편이 되도록 치아 장축을 중심으로 협설 방향과 근원심 방향으로 각각 절단하였다.

2. 공초점 레이저 주사현미경 관찰

위와 같이 처리된 시편을 공초점 레이저 주사현미경 (Olympus fluoview 300, Olympus, Tokyo, Japan)을 사용하여 관찰하였다. 이 때, adhesive resin에 혼합된 rhodamine B가 확산된 양상을 통하여, 형성된 adhesive layer의 형태를 관찰하고 그 두께를 측정하였다. Adhesive layer의 두께는 그 시편에서 가장 균일하게 형성된 부위를 측정하였다.

3. 미세인장결합강도 측정

막대모양의 시편을 미세인장결합강도측정계 (Micro ten-

sile tester, Bisco Inc., Schaumburg, USA)에 위치시키고, 각 끝을 Cyanoacrylate (Zapit, MDS Products Co., U.S.A.)를 적용하여 고정하였다. 1 mm/min의 속도로 인장력을 가하여 시편이 분리될 때 측정값 (load)을 기록하였다.

4. 통계분석

개별 실험군의 평균값과 표준편차를 구한 후, 각 군의 adhesive layer의 두께와 미세인장결합강도를 각각 one-way ANOVA를 사용하여 분석하였고 사후 검증은 Duncan's Multiple Range Test를 이용하여 시행하였다.

Ⅲ. 연구결과

1. 공초점 레이저 주사현미경을 이용한 Adhesive layer의 두께

각 실험군당 Adhesive layer의 두께는 Table 3과 같으며, three-step 상아질 접착제인 Scotchbond Multi-Purpose (SM)군은 62.35 μm 이었고 (Figure 1), all-in-one 상아질 접착제인 Adper Prompt L-Pop의 2 coats (2 coats)군은 19.72 μm 로 측정되었다 (Figure 2). Adper Prompt L-Pop의 3 coats (3 coats)군은 76.25 μm 로 측정되었다 (Figure 3). 세 군간의 Adhesive layer의 평균값은 3 coats군이 가장 두꺼웠으며 그 다음으로 SM군, 2 coats군 순위로 두께가 얇아졌고 유의한 차이가 있었다 ($p < 0.05$).

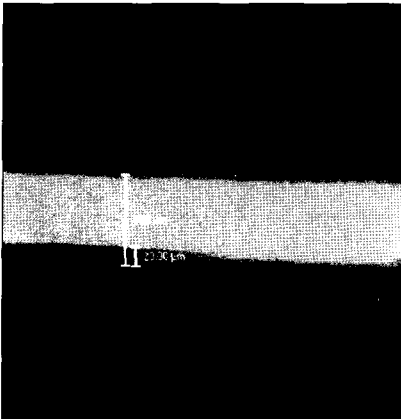


Figure 1. Confocal micrograph of specimen prepared with Scotchbond Multi-Purpose. The adhesive layer appeared by red color, is continuous across the interface.

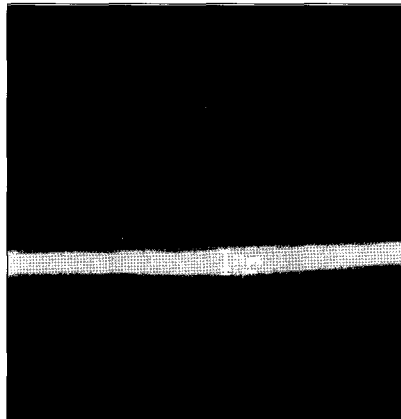


Figure 2. Confocal micrograph of specimen prepared with two application of Adper Prompt L-Pop. The adhesive layer is appeared by red color.

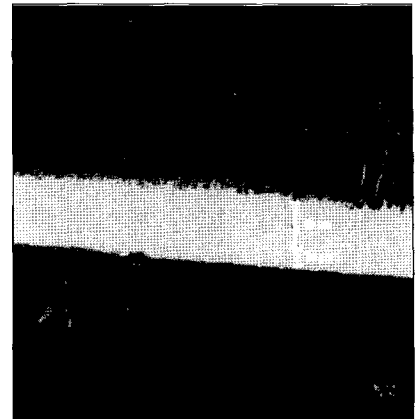


Figure 3. Confocal micrograph of specimen prepared with three application of Adper Prompt L-Pop. It provides a more thick adhesive interface than 2coats of Adper Prompt L-Pop.

Table 3. Thickness of adhesive layer (TAL) and microtensile bond strength (MTBS) (Mean ± SD)

Groups	TAL (μm)	MTBS (MPa)
SM	(n = 51) 62.35 ± 14.71	(n = 30) 20.09 ± 5.19
2 coat	(n = 36) 19.72 ± 5.97	(n = 30) 15.07 ± 4.01
3 coat	(n = 36) 76.25 ± 19.47	(n = 30) 19.26 ± 6.36

2. 미세인장결합강도 측정

각 실험군당 측정된 미세인장결합강도는 Table 3과 같으며, SM군은 20.09 MPa, 2 coats군은 15.07 MPa이었고, 3 coats군은 19.26 MPa이었다. SM군과 3 coats군은 유의한 차이가 없었고 ($p > 0.05$), 2 coats군의 결합강도는 SM군과 3 coats군보다 유의하게 낮았다 ($p < 0.05$).

IV. 총괄 및 고찰

상아질 결합에는 복합레진의 축조 이전 혼성층 형성과 관련해 상아질 접착제의 도포와 중합, 수복물의 화학적 기계적 그리고 열적 stress와 중합 수축 정도, 복합레진과 치아간 열팽창 계수의 차이점 등이 영향을 준다²³⁻²⁶. 이중 중합 수축력은 중합시 치아와 수복물 사이 계면에 집중된다^{27,28}. 만약 상아질에 대한 이들 stress가 결합강도를 초과하면 레진-수복물간 결합이 실패하게 된다. 임상적 상황에서는 이런 결합의 실패로 인해 상아질 파민, 치수자극, 이차우식 등

이 유발된다²⁹. 중합수축에 대해 혼성층의 elasticity의 역할과 중합수축에 대한 완충작용으로 adhesive의 역할에 대한 연구가 다양하다. Sunsangiam과 Van³⁰은 adhesive layer의 두께를 증가시켜서 stress 분산의 기여도를 파악하였는데 결합력을 증가시킬 수 있다고 하였다. 이때 adhesive layer는 중합시 발생하는 수축의 일부를 완화하며 계면의 미세누출을 감소시키는 기능을 한다²². Kemp-Scholte, Davidson 등^{28,31,32}은 중합수축을 조절하는 임상적 방법의 하나로 resin-adhesive의 두께를 두껍게 하여 중합시 발생하는 수축력을 완충하려고 하였다. 그러나 Craig 등은 복합레진에 대해 adhesive의 물성이 약하므로 가능한 adhesive layer의 두께는 최소화하는 것이 유리하다 하였다³³. 결합강도와 adhesive 두께와의 관계에 대해 논란이 있으며 각각의 연구에 사용된 상아질 접착제에 따라서도 차이를 보인다.

결합 강도와 fracture toughness에 있어 adhesive 두께의 효과는 사용된 상아질 접착제에 따라 다를 수 있지만^{34,35} 일단 최적의 결합을 위해서는 adhesive가 노출된 상아질을 피개 해야하는 것이 중요하다^{36,37}. Unfilled adhesive인 Adper Prompt L-Pop의 도포시 점도가 낮아 adhesive의 두께가 얇으며 이로 인해 중합 수축력이 커지게 되고 결합강도가 감소해 미세 누출을 일으킬 수 있는데 다층 적용은 adhesive 두께를 증가시켜 adhesive의 두께가 얇아진 곳을 보상에 상아질 표면에 균일하게 adhesive가 적용되도록 하며 중합수축에 대한 영향을 감소시킨다. 특히 3 coats군은 SM군과 미세인장결합강도면에서 유의하게 차이가 없었으며 SM군보다 두꺼운 adhesive두께를 보였다.

All-in-one 상아질 접착제의 다층 적용에서 보다 높은 상아질 결합강도를 보이는 또 다른 이유로 oxygen inhibition layer의 상쇄를 들 수 있다. 현재 사용되는 대부분의 monomer system과 중합조건에서는 산소가 inhibitor로 작용한다고 알려져 있다^{38,39)}. 이런 산소의 중합을 방해하는 능력은 수복재료의 분자식과 연관이 있고⁴⁰⁾ 실내 공기와 접촉하는 resin의 표층에 inhibited zone을 형성한다. inhibited zone의 두께는 단량체의 구성성분과 activating system과 관련이 있으며 저점도일 때 중합 방해층의 두께가 두꺼워진다^{39,41)}. 저점도인 unfilled all-in-one adhesive인 Adper Prompt L-Pop은 혼성층 표면과 상아세관내로 중합 방해층을 침투시킬 가능성이 크다⁴²⁾. 그러나 임상적으로 air-inhibition layer로 충분한 중합이 일어나지 못한 adhesive layer에 부가적인 adhesive layer나 resin을 도포하는 것은 uncured resin을 봉쇄하게 되고 resin내 개시제와 남아있는 산소의 자유 라디칼이 경쟁적으로 반응하게 해 결국 중합 방해층은 overlying adhesive나 composite layer로 대체되게 된다⁴¹⁾.

제조사는 Adper Prompt L-Pop의 사용시 15초 적용후 용매로 사용된 수분의 증발을 위해 공기로 건조시킬 것을 권장한다. 만약 이 과정이 조심스럽게 행해지지 않으면 이곳의 bonding agent 두께가 성공적인 중합을 이루기에는 너무 얇아질 수 있다⁴⁴⁾. Causton과 Sefton⁴³⁾은 Air-thinning은 adhesive의 두께를 감소시키고 중합 방해층의 확산에 기여해 혼성층에서의 중요한 중합 반응을 방해하게 되어 결합력에 영향을 미친다고 하였다. 그리고 air stream이 adhesive layer로 oxygen diffusion의 비율을 강화시키는 방향으로 영향을 미쳐 brush thinning에 비해 보다 더 깊게 중합 방해층이 침투하도록 한다³³⁾. Hilton과 Schwartz³³⁾는 adhesive의 air thinning이 전단결합강도에 미치는 영향을 연구하였는데 air-thinning이 전단결합강도를 감소시킨다고 하였다. Adper Prompt L-Pop이 과도한 공기건조에 의해 adhesive의 두께가 너무 얇아지면 중합 방해층의 영향이 보다 커지게 되고 다층 적용의 경우 adhesive layer의 thickness를 증가시켜 이런 문제들을 해결하게 된다. 임상적으로 Adper Prompt L-Pop의 사용시 공기로 건조할 때 용매의 증발만 유도할지 공기 건조가 과도해 adhesive의 thinning이 일어날 지에 대한 명확한 기준은 없는 상태이다. 또한 공기건조가 적절하지 않아 용매로 사용된 수분의 충분한 증발이 없을 때에도 상아질에 대한 결합강도에 영향을 미치므로 용매의 증발을 위한 공기건조에 관한 추가적인 연구가 필요하리라 생각된다. Adper Prompt L-Pop의 3 coats시 그 두께가 76.25 μm 로 air-thinning과 oxygen inhibition layer의 효과가 상당히 감소되었다 생각된다.

본 실험을 통해 상아질에 대한 미세인장결합강도 측정시 all-in-one 상아질 접착제의 3-coats 다층적용이 three-step 상아질 접착제와 비교해 보았을 때 비교적 좋은 결합력을 가지고 있음을 알 수 있었고 이것은 all-in-one 상아질 접착제의 다층 적용이 단층 적용했을 때에 비해 보다 높은 상아질 결합강도를 보이는 이전의 실험과 일치하였다^{12,14)}. All-in-one 상아질 접착제를 사용시 단층 적용 보다 다층 적용이 상아질 결합력에 보다 유리함을 알 수 있으나 임상적으로 이런 추가적인 접착제의 적용은 all-in-one 상아질 접착제의 가장 큰 장점인 시술상 간편하다는 것에는 반하는 것일 수 있다. 앞으로 all-in-one 상아질 접착제의 다양한 제품과 다른 변수들에 대한 더 많은 연구가 필요하리라 생각된다.

V. 결 론

Three-step 상아질 접착제와 all-in-one 상아질 접착제를 다층 적용해 사용한 경우 adhesive layer의 두께와 상아질에 대한 미세인장결합강도에 미치는 영향을 알아보고자 최근 발거된 9개의 치아를 3개의 군으로 나누어, Scotchbond Multi-Purpose와 All-in-one 상아질 접착제인 Adper Prompt L-Pop을 사용하여 각각 수복하였다. 상아질과 접착제의 계면을 공초점 레이저 주사현미경으로 관찰하여 adhesive layer의 두께를 측정하고 미세인장결합강도를 측정된 결과 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. Adhesive layer의 두께를 측정된 결과

Scotchbond Multi-Purpose군은 62.35 \pm 14.71 μm 이었고, Adper Prompt L-Pop의 2 coats군은 19.72 \pm 5.97 μm 로 측정되었다. Adper Prompt L-Pop의 3 coats군은 76.25 \pm 19.47 μm 로 측정되었다. 세 군간의 Adhesive layer의 평균값은 3 coats군이 가장 두꺼웠으며 그 다음으로 SM군, 2 coats군 순위로 두께가 얇아졌고 유의한 차이가 있었다 ($p < 0.05$).

2. 미세인장결합강도를 측정된 결과

Scotchbond Multi-Purpose군은 20.09 \pm 5.19 MPa, Adper Prompt L-Pop의 2 coats군은 15.07 \pm 4.01 MPa이었고, Adper Prompt L-Pop의 3 coats군은 19.26 \pm 6.36 MPa이었다. Scotchbond Multi-Purpose군과 Adper Prompt L-Pop의 3 coats군은 유의한 차이가 없었고 ($p > 0.05$), Adper Prompt L-Pop의 2 coats군에서는 Scotchbond Multi-Purpose군과 Adper Prompt L-Pop의 3 coats군보다 유의하게 낮은 미세인장결합강도를 가지는 것으로 나타났다 ($p < 0.05$).

참고문헌

1. Bounocore M. A Simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 34:849-853, 1955.
2. Frankenberger R, Kramer N, Petschelt A. Fatigue behaviour of different dentin adhesives. *Clin Oral Investig* 3:11-17, 1999.
3. Tay FR, Gwinnett JA, Wei SH. Micromorphological spectrum of acid-conditioned dentin following the application of a water-based adhesive. *Dent Mater* 14:329-338, 1998.
4. Walshaw PR, McComb D. Clinical considerations for optimal dentinal bonding. *Quintessence Int* 27:619-625, 1996.
5. Nakabayashi N. Resin reinforced dentin due to infiltration of monomers into the dentin adhesive interface. *J Jpn Dent Mat Devices* 1:78-81, 1982.
6. Perdigao J, Lopes M. Dentin bonding--questions for the new millennium. *J Adhes Dent* 1:191-209, 1999.
7. Gwinnett AJ. Moist versus dry dentin: its effect on shear bond strength. *Am J Dent* 5:127-129, 1992.
8. Kanca J 3rd. Resin bonding to wet substrate. 1. Bonding to dentin. *Quintessence Int* 23:39-41, 1992.
9. Kanca J 3rd. Effect of resin primer solvents and surface wetness on resin composite bond strength to dentin. *Am J Dent* 5:213-215, 1992.
10. Tanumiharja M, Burrow MF, Tyas MJ. Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. *Dent Mater* 16:180-187, 2000.
11. Gwinnett AJ. Dentin bond strength after air drying and rewetting. *Am J Dent* 7:144-148, 1994.
12. Pashley EL, Agee KA, Pashley DH, Tay FR. Effects of one versus two applications of an unfilled, all-in-one adhesive on dentine bonding. *J Dent* 30:83-90, 2002.
13. Frankenberger R, Kramer N, Petschelt A. Technique sensitivity of dentin bonding: effect of application mistakes on bond strength and marginal adaptation. *Oper Dent* 25:324-330, 2000.
14. Frankenberger R, Perdigao J, Rosa BT, Lopes M. "No-bottle" vs "multi-bottle" dentin adhesives—a microtensile bond strength and morphological study. *Dent Mater* 17:373-380, 2001.
15. Rosa BT, Perdigao J. Bond strengths of nonrinsing adhesives. *Quintessence Int* 31:353-358, 2000.
16. Blunck U, Roulet JF. Marginal adaptation of compomer Class V restorations in vitro. *J Adhes Dent* 1:143-151, 1999.
17. Frankenberger R, Kramer N, Oberschachtsiek H, Petschelt A. Dentin bond strength and marginal adaptation after NaOCl pre-treatment. *Oper Dent* 25:40-45, 2000.
18. Swift EJ Jr, Wilder AD Jr, May KN Jr, Waddell SL. Shear bond strengths of one-bottle dentin adhesives using multiple applications. *Oper Dent* 22:194-199, 1997.
19. Fritz UB, Finger WJ. Bonding efficiency of single-bottle enamel/dentin adhesives. *Am J Dent* 12:277-282, 1999.
20. Bouillaguet S, Gysi P, Wataha JC, Ciucchi B, Cattani M, Godin C, Meyer JM. Bond strength of composite to dentin using conventional, one-step, and self-etching adhesive systems. *J Dent* 29:55-61, 2001.
21. Platt JA, Almeida J, Gonzalez-Cabezas C, Rhodes B, Moore BK. The effect of double adhesive application on the shear bond strength to dentin of compomers using three one-bottle adhesive systems. *Oper Dent* 26:313-317, 2001.
22. Choi KK, Condon JR, Ferracane JL. The effects of adhesive thickness on polymerization contraction stress of composite. *J Dent Res* 79:812-817, 2000.
23. Krejci I, Kuster M, Lutz F. Influence of dentinal fluid and stress on marginal adaptation of resin composites. *J Dent Res* 72:490-494, 1993.
24. Duke ES. Adhesion and its application with restorative materials. *Dent Clin North Am* 37:329-340, 1993.
25. Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. *J Dent Res* 66:1636-1639, 1987.
26. Braem M, Lambrechts P, Vanherle G, Davidson CL. Stiffness increase during the setting of dental composite resins. *J Dent Res* 66:1713-1716, 1987.
27. Davidson CL, de Gee AJ, Feilzer A. The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J Dent Res* 63:1396-1399, 1984.
28. Kemp-Scholte CM, Davidson CL. Complete marginal seal of Class V resin composite restorations effected by increased flexibility. *J Dent Res* 69:1240-1243, 1990.
29. Zheng L, Pereira PN, Nakajima M, Sano H, Tagami J. Relationship between adhesive thickness and microtensile bond strength. *Oper Dent* 26(1):97-104, 2001.
30. Sudsangiam S, van Noort R. Do dentin bond strength tests serve a useful purpose? *J Adhes Dent* 1:57-67, 1999.
31. Van Meerbeek B, Willems G, Celis JP, Roos JR, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Assessment by nano-indentation of the hardness and elasticity of the resin-dentin bonding area. *J Dent Res* 72:1434-1442, 1993.
32. Kemp-Scholte CM, Davidson CL. Marginal integrity related to bond strength and strain capacity of composite resin restorative systems. *J Prosthet Dent* 64:658-664, 1990.
33. Hilton TJ, Schwartz RS. The effect of air thinning on dentin adhesive bond strength. *Oper Dent* 20:133-137, 1995.
34. Ai H, Nagai M. Effect of the adhesive layer thickness on the fracture toughness of dental adhesive resins. *Dent Mater J* 19:153-163, 2000.
35. Zheng L, Pereira PN, Nakajima M, Sano H, Tagami J. Relationship between adhesive thickness and microtensile bond strength. *Oper Dent* 26:97-104, 2001.
36. Frankenberger R, Kramer N, Petschelt A. Technique sensitivity of dentin bonding: effect of application mistakes on bond strength and marginal adaptation. *Oper Dent* 25:324-330, 2000.
37. Walshaw PR, McComb D. Clinical considerations for optimal dentinal bonding. *Quintessence Int* 27:619-625, 1996.
38. Oysaed H, Ruyter IE, Sjøvik Kleven IJ. Release of formaldehyde from dental composites. *J Dent Res* 67:1289-1294, 1988.
39. Ruyter IE. Unpolymerized surface layers on sealants. *Acta Odontol Scand* 39:27-32, 1981.
40. Ban S, Hasegawa J. Heat of polymerization of dimethacrylate monomers investigated by isothermal DSC measurement. *Dent Mater* 3:85-92, 1984.

41. Rueggeberg FA, Margeson DH. The effect of oxygen inhibition on an unfilled/filled composite system. *J Dent Res* 69:1652-1658, 1990.
42. Perdigao J, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Braem M, Yildiz E, Yucel T, Vanherle G. The interaction of adhesive systems with human dentin. *Am J Dent* 9:167-173, 1996.
43. Causton BE, Sefton J. Some bonding characteristics of a HEMA/maleic acid adhesion promoter. *Br Dent J* 167:308-311, 1989.