

산 표면처리후 상아질과 법랑질 표면의 습윤이 결합강도에 미치는 영향

전북대학교 치과대학 치과보존학교실* · 구강생리학교실**
이광원* · 박수정** · 손호현*

Abstract

EFFECTS OF MOISTENING OF ETCHED DENTIN AND ENAMEL SURFACES ON BOND STRENGTH

Kwang-Won Lee*, Soo-Joung Park**, Ho-Hyun Son*
Depts. of Conservative Dentistry and Oral Physiology***
College of Dentistry, Chonbuk National University

I. Shear Bond Strength to Air-dried and Remoistened Dentin..

The effect of air-drying and remoistening of acid-conditioned dentin before priming with the primer of All-Bond 2(BISCO. INC., U. S. A.) on shear bond strength(SBS) was investigated. Ninety freshly extracted sound human molars were divided at random into 9 groups of 10 teeth each. SBSs were measured for acid-conditioned and non-conditioned dentin to which the primer and bonding agent of All-Bond 2 and composite resin(Z-100, 3M Dental Products, U. S. A.) were applied.

The following values(Mean \pm SD, MPa) were obtained for the groups conditioned with 10% phosphoric acid for 15 seconds : Group 1(blot dried) 6.7 \pm 4.1 ; Group 2(10 seconds dried) 16.1 \pm 5.3 ; Group 3(20 seconds dried) 15.4 \pm 4.8 ; Group 4(30 seconds dried) 15.2 \pm 6.3 ; Group 5(10 seconds dried/remoistened) 26.4 \pm 2.6 ; Group 6(20 seconds dried/remoistened) 22.2 \pm 2.7 ; Group 7(30 seconds dried/remoistened) 21.5 \pm 4.1. For the non-conditioned groups the values were : Group 8 (blot dried) 13.3 \pm 2.6 ; Group 9(10 seconds dried) 12.9 \pm 3.5. The data were analyzed using ANOVA. In the acid-conditioned groups, mean values of SBS for the air-dried specimens(Grps. 2, 3 and 4) and the 20 and 30 seconds dried/remoistened specimens(Grps. 6 and 7) were significantly lower than that of blot dried specimens.($p < 0.05$) The value for 10 seconds dried/remoistened specimens(Grp. 5), however, was not statistically different compared to that of blot dried specimens.($p > 0.05$) In the non-conditioned groups, there was no statistical difference between blot dried and 10 seconds dried specimens.($p > 0.05$) The results suggest that the acid-conditioned dentin surface is more vulnerable to dentin bonding when it is air-dried or even remoistened

after long period of drying.

II. Shear bond strength to the moistened and primed enamel.

The effect of moistening and priming of enamel compared to the air-drying of enamel on the shear bond strength of enamel bonding agent was investigated. The experiment was divided into 4 groups each containing 10 caries-free maxillary incisor teeth. Shear bond strength values were measured for the primed and non-primed enamel to which All-Bond 2 and Z-100 were applied. The following values(MPa) were obtained for the primed groups pretreated with 32% phosphoric acid for 15 seconds. : Group 1(10 seconds dried) 29.8 ± 2.2 ; Group 2(moistened) 26.8 ± 5.4 . For the non-primed groups the values were : Group 3(10 seconds dried/primed) 27.6 ± 5.0 ; Group 4(moistened/primed) 28.2 ± 3.5 . The data were subjected to statistical analysis using ANOVA. The results showed that mean shear bond strengths among the experimental groups were not statistically different. ($p > 0.05$) Conclusively, It is suggested that the bonding ability to enamel is not decreased by the moistening and priming of the enamel.

I. 서 론

접착제가 치질위에서 효과적으로 퍼져 습윤(wetting)되기 위해서는 작용될 기질은 높은 표면에너지를 지녀 쉽게 유기성분이 흡착되어질 수 있어야 하며, 반면에 접착제는 낮은 표면 장력과 점도를 가짐으로써 표면적을 넓혀 쉽게 적셔지고 확산될 수 있는 상태이어야 한다.^{1,2)} 이러한 조건들에 상응하기 위해 근래에 들어 상아질 접착제에 대한 많은 연구와 임상 실험을 통해 결합시에 논란의 대상으로 지적되어 왔던 상아질 표면에 형성되어진 도말층의 처리시, 상아질 기질위에 형성된 유기피막이나 도말층을 제거하여 표면에너지를 증가시킬 목적으로 다양한 형태의 산 용액을 이용하고 있다.¹⁾ 또한 산 용액을 이용한 상아질 표면처리는 표면의 거칠기(roughness)를 증가시켜 접착강화제(primer)의 상아질과의 접촉각(contact angle)을 감소시켜 줌으로써 효과적인 퍼짐과 습윤에 기여하며, 타액과 같은 오염 요소들을 제거하는데에도 도움을 주고있다. 산 용액을 이용한 상아질 표면처리 후 상아질내에서의 형태변화에 대해서도 많은 연구³⁾가 있어왔으며 Pashley 등⁴⁾의 전자현미경을 이용한 연구에서 다음과

같은 4층의 존재를 확인하고 있다. 먼저 가장 상층부에는 산 표면처리후 상아질 표층으로부터 도말층과 무기질이 제거되면서 콜라겐이 남게 되고 유지력을 주위로부터 받지 못해 붕괴됨으로써 형성되는 변성된 콜라겐 도말층(denatured collagen smear layer)을 볼 수 있으며 그 하부에는 콜라겐이 붕괴되지 않고 3차원적인 입체 구조를 지니고 있는 탈회 콜라겐층(demineralized collagen fibers layer)을 식별할 수 있다. 또한 이 구조와 탈회과정시 변성되지 않은 심부 상아질(undemineralized dentin) 사이에는 부분적인 상아질의 탈회층(partially demineralized dentin layer)이 생겨나게 된다. Pashley⁴⁾는 이와같은 입체적 구조를 지닌 상아질 표층에 접착강화제를 도포시 침투가 상아질 표층부에 제한되어 레진성분의 상아질내 점유율이 다른 하부층에 미치지 못해 결합에 가장 취약한 부위라고 설명하고 있다. 그러나 이와 같은 주장에 반해 Gwinnett 등⁵⁾은 산 표면처리한 상아질 표층에 수세후 과량의 수분만을 제거하고 건조과정을 피한 경우 상층부의 붕괴된 콜라겐 도말층은 볼 수 없었으며 이를 제외한 3층만을 볼 수 있었다고 주장하였다. 또한 건조되지 않은 상아질 표층에 레진 혼합물(접착

강화제)이 균일하게 침투되어 높은 결합력을 얻을 수 있음을 보고하고 있다. Kanca[®]는 실제로 콜라겐 섬유가 조직의 건조를 위해 만들어지는 외력에 저항할 힘을 지니지 못하며 오히려 접착 강화제의 적용전 지나친 상아질의 건조로 결합강도가 현저히 저하될 수 있음을 보고하고 있다.

이처럼 습윤 상아질에 대한 미세형태의 변화와 결합강도에 대해 많은 연구들이 진행되고 레진 혼합물내의 개개 성분들이 습윤 결합(wet bonding)에 어떠한 과정으로 반응하는가에 관심을 보이고 있다. 이는 접착이 되어질 기질의 표층에 수분이 남겨지는 경우 무기질 표면은 임계 표면장력(표면 에너지)이 감소되어져 후에 적용되어질 접착강화제와의 결합이 더욱 어려워질 수 있음을 쉽게 추측할 수 있기 때문이다.¹⁾ 그러나 최근 대부분의 상아질 접착제내에는 친수성 접착강화제를 함유하고 있어 상아질내의 조직간 그리고 미세공사이에 존재하는 수분에 침투하여 결합할 수 있고 또한 이들의 용매로 이용되는 아세톤과 에탄올들이 일련의 화학반응을 거쳐 수분을 상아질 표층으로부터 증발시켜 결합에 기여할 수 있다.^{7,8)} 그러나 상아질의 습윤이 결합력을 증진시킬 수 있다는 위와 같은 결과들을 무작정 실제 임상에 적용하는 데에는 복잡함과 어려움이 있다. 이는 건조시간의 변화에 따라 결합력에 차이를 가질 수 있고, 또한 법랑질은 상아질에 비해 수분의 함량이 적고 무기질이 많아 산 부식법⁹⁾이 소개된 이래 법랑질 표면은 철저히 건조시켜 결합을 유도하고 있으므로 상아질의 재습윤시 원래 습윤 상아질에 대한 결합강도가 어떻게 변화되어지는지 알 수 없기 때문이다. 이와같이 구조와 성분 및 함습정도의 차이를 인정하여 법랑질을 철저히 건조시키면서, 상아질은 습윤된 상태를 유지시키는 임상시술이 실제로는 불가능하기 때문이다. 이에 본 연구에서는 아세톤을 함유한 상아질 접착제를 건조된 상아질에 적용시 건조 시간의 증가에 따른 결합력의 감소정도를 측정 한 뒤 동일한 조건에서 재습윤시 결합력의 회복 유무를 조사하고, 또한 상아질 접착제를 습윤된 법랑질에 적용할 경우

결합강도의 증감을 관찰해 보고자 한다.

II. 실험재료

실험재료

상아질 시편을 제작하기 위해 우식증과 교모가 심하지 않고 발거된지 일주일 경과되지 않은 90개의 대구치를 이용하였고, 법랑질 시편 제작을 위한 치아들로는 상악 중절치와 측절치 40개를 선택하여 치아표면에 부착된 유기 잔사와 치석을 제거한 뒤 실험치아로 사용하였다. 상아질 접착제는 아세톤을 용매로 사용하고 도말층의 제거와 상아질 표면처리를 위해 10%와 32% 인산용액을 함유하는 All Bond 2(Bisco. Inc., USA)를 이용하였으며, 복합 수복레진으로는 Z-100(shade ; A3.5 : 3M Dent. Prod., USA)을 내경 5.0mm, 높이 7.5mm의 원형캐슬에 충전하여 결합강도 측정을 위한 resin post로 이용하였다.

실험방법

* 상아질 시편 제작

치아의 협설면중 고르기가 일정하고 편평한 면이 넓은 쪽을 직경 2.5cm, 높이 3.0cm의 테플론 몰드내의 기저에 형으로 위치시킨뒤 자가중합형 아크릴릭 레진을 일정 비율로 혼합하여 몰드내로 주입하였다. 모델 크리머상에서 치아를 연마하여 표층상아질을 노출시킨뒤 결합을 위한 표면적을 확보하기 위해 상아질 연마를 점차 확대하였다. 노출된 상아질 표면은 600grit의 연마지에 수분을 적셔 30초간 연마한뒤 생리식염수로 채워진 용기속에 넣어 37°C oven에 24시간 위치시켜 치아가 충분히 수화될 수 있게 한 뒤 치아들을 무작위로 선택하여 다음과 같이 8군으로 분류하였다.

• 실험 1군(대조군) : 상아질면을 오일이 함유되지 않은 압축공기로 10초간 건조한 뒤 10% 인산겔(All-Etch)을 상아질면에 15초간 적용시켰다. 상아질 표면을 20초간 수세한 뒤 건조시키지 않고 과량의 물만을 제거하기 위하여 얇은 화장지를 가볍게 눌러 수분을 빨아들였다. 의도적으로 상아질 표면에 수분을 잔존시켜

Table 1. The treatment groups on exposed dentin surfaces(n=10)

Acid-conditioned groups (10% H ₃ PO ₄ , 15 seconds)		Non-conditioned groups	
Group 1	wet control(blot dried)	Group 8	wet(blot dried)
Group 2	10s dried	Group 9	10s dried
Group 3	20s dried		
Group 4	30s dried		
Group 5	10s dried/remoistened		
Group 6	20s dried/remoistened		
Group 7	30s dried/remoistened		

건조시보다 윤택한 표면이 나타나도록 하였다.

- 실험 2군 : 산표면처리후 상아질면을 실험1군과 동일한 요령으로 처리하였으나 상아질면을 20초간 수세한 뒤 습윤시키지 않고 강한 압축공기로 10초간 건조하였다.
- 실험 3군 : 산표면처리후 상아질면을 20초간 수세한 뒤 압축공기를 이용 20초간 건조하였다.
- 실험 4군 : 산표면처리후 상아질면을 20초간 수세한 뒤 압축공기를 이용 상아질면을 30초간 건조하였다.
- 실험 5군 : 실험 2군과 동일한 요령으로 처리한 뒤, 상아질 표면을 10초간 재수세하였으며 건조시키지 않고 얇은 화장지를 가볍게 눌러 과량의 수분만을 제거하였다.(재습윤)
- 실험 6군 : 실험 3군과 동일한 요령으로 처리한 뒤, 상아질 표면을 10초간 재수세하고 과량의 수분만을 제거하였다.(재습윤)
- 실험 7군 : 실험 4군과 동일한 요령으로 처리한 후, 상아질 표면을 10초간 재수세하고 과량의 수분만을 제거하였다.(재습윤)
- 실험 8군 : 상아질 표면에 형성되었던 도말층을 제거하지 않고 잔존시키기 위해 산용액을 이용한 표면처리를 시행하지 않았다. 상아질 표면을 20초간 수세한 뒤 건조시키지 않고 얇은 화장지를 이용하여 과량의 물만을 제거하였다.
- 실험 9군 : 실험 7군과 동일한 요령으로 산표면처리는 시행하지 않았다. 다만 상아질 표면을 20초간 수세한 뒤 압축공기를 이용 10초간 건조하였다.

상기와 같은 요령으로 각 군의 상아질 표면을 처리한 뒤 All Bond 2의 primer A 2방울과 primer B 2방울을 용기내에서 혼합한 뒤 상아질 표면에 5회 연속 도포하였으며 도포사이에 건조는 시행하지 않았다. 도포 후 상아질 면을 5-6초이상 충분히 건조시켜 물과 아세톤이 휘발될 수 있게 하였으며 건조 후 상아질 면이 윤택하지 않고 건조된 부위(dry spot)가 잔존되어 남아있는 경우 1-2회 혼합된 접착강화제를 재도포하였다. 이후 접착레진(bonding agent)를 접착강화제가 도포된 상아질 면에 균일한 층으로 적용한 뒤 20초간 광중합하였으며 압축공기를 이용하여 접착제를 얇게 균일화하려는 시도는 행하지 않았다. 접착제 도포 후 원형캡슐에 Z-100 수복레진을 충전하여 상아질 표면에 위치시킨뒤 400mw/cm²의 강도를 지닌 Visilux 2(3M Dent. Prod., USA)를 사용하여 40초간 광중합하였다.

* 법랑질 시편 제작

상악 중절치나 측절치의 치근을 절제한 뒤 치관부 순면을 직경 2.5cm, 높이 3.0cm의 테플론 몰드내의 기저에 지그를 이용하여 편평하게 위치시키고 자가 중합형 아크릴릭 레진을 혼합하여 몰드내로 주입하였다. 모델 트리머상에서 표층을 연마하여 법랑질을 노출시킨 뒤 결합을 위한 표면적을 확보하기 위해 600grit의 연마지 상에서 심층연마하였다. 이후 37°C oven에 생리식염수와 법랑질 시편을 24시간 위치시킨 다음 치아들을 무작위로 선택하여

Table 2. The treatment groups on exposed enamel surfaces(n=10)

Non-primed groups		Primed groups (Primer A/B of All Bond 2, 5-6 times)	
Group 10	10s dried(control)	Group 12	10s dried/primed
Group 11	wet(blot dried)	Group 13	blot dried/primed

다음과 같이 4군으로 분류하였다.

- 실험 10군(대조군) : 법랑질 표면을 압축공기를 이용 10초간 건조한 뒤 32% 인산젤을 15초간 적용하였다. 법랑질 표면을 다시 20초간 수세한 뒤 강한 압축공기를 이용 10초간 건조하였다. 이후 접착레진을 산 표면처리 된 법랑질 표면에 균일한 층으로 적용하고 20초간 광중합한 뒤, 원형 캡슐에 Z-100 수복레진을 충전하여 법랑질 표면에 위치시킨 뒤 400mw/cm²의 강도를 지닌 Visilux 2를 사용하여 40초간 광중합하였다.

- 실험 11군 : 실험 1군에서와 동일한 요령으로 시편을 제작하였으나 산 표면처리제의 적용과 수세후 법랑질 표면을 건조시키지 않고 흡습성 화장지를 이용해 과량의 수분만을 제거하였다.

- 실험 12군 : 노출된 법랑질 표면을 건조한 후 32% 인산젤을 15초간 적용시켜 산 표면처리하였으며 법랑질 표면을 20초간 수세한 뒤 강한 압축공기로 10초간 건조하였다. 법랑질 표면에 접착강화제 도포가 결합강도에 미치는 영향을 알아보기 위하여 All Bond의 primer A 2방울과 primer B 2방울을 용기내에서 혼합한 뒤 표면에 5회 연속 도포하였으며 도포사이에 건조는 시행하지 않았다. 건조 후 법랑질 표면이 윤택하지 않고 건조된 부위가 남아있는 경우 1-2회 혼합된 primer를 제도포하였다. 이후 접착레진과 수복레진을 실험 1군과 동일하게 적용하여 resin post를 측정하였다.

- 실험 13군 : 실험 3군과 동일한 과정을 거쳐 표면을 처리하여 실험하였다. 다만 산 표면처리제의 적용과 수세 후 건조 과정없이 흡습성 화장지를 이용 과량의 수분만을 제거하였다.

접착이 완료된 상아질 시편과 법랑질 시편들을 생리식염수로 채워진 용기속에 넣어 37℃ oven에서 24시간 보관한 뒤 상아질이나 법랑질

접착면의 인접부위에 접착면과 평행한 방향으로 전단이 되어질 수 있도록 전단 결합강도 측정용 지그에 시편을 고정한 뒤 만능 시험기에서 crosshead speed 5mm/min의 하중으로 결합강도를 측정하였다. 개개 실험군의 평균값과 표준 편차를 환산한 뒤 각 군간의 통계학적 유의성을 상아질 실험군과 법랑질 실험군 모두 one way ANOVA를 이용하였다. 전단되어진 상아질과 법랑질 시편들은 다시 광학 금속 현미경과 주사전자 현미경하에서 파절의 형태와 위치를 결정하였다.

III. 실험결과

1. 전단 결합강도 측정

* 상아질에 대한 결합강도

시편 처리 차이에 따른 전단 결합강도를 Table 3, 4, 5에 요약하였다. 먼저 상아질을 습윤시켜 처리한 대조군이 건조시켜 처리한 2, 3, 4군에 비해 높은 결합력(P<0.05)을 나타내었으며 건조시간의 차이에 따른 2, 3, 4군간의 통계학적 유의성은 구할 수 없었다. (p>0.05) 동일한 조건에서 각군의 건조시편을 다시 재습윤시킨 5, 6, 7군들중 10초 건조후 재습윤시킨 5군에서만 대조군과 유사한 수치의 결합강도의 회복을 보인 반면, 나머지 두군에서 결합강도의 회복은 상당한 수준을 보였지만, 대조군에 비해 통계학적으로 낮은 결합력(p<0.05)을 나타내었다. 상아질을 산 표면처리하지 않은 8군과 9군 역시 대조군에 비해 낮은 결합력(p<0.05)을 보였으며 산 표면처리를 시행하지 않은 실험군 사이에 습윤된 시편과 건조된 시편간에 유의한 결합력의 차이는 보이지 않았다.

* 법랑질에 대한 결합강도

Table 3. Shear bond strength(Mpa) to the etched & dried dentin(n=10)

Group	Mean± S. D
Group 1 Wet control(blotted)	26.7± 4.1
Group 2 10s dried	16.1± 5.3*
Group 3 20s dried	15.4± 4.8*
Group 4 30s dried	15.2± 6.3*

(*statistically different : p<0.05)

Table 4. Shear bond strength(Mpa) to the remoistened dentin.(n=10)

Group	Mean± S. D
Group 1 Wet control(blotted)	26.7± 4.1
Group 5 10s dried/remoistened	26.4± 2.6*
Group 6 20s dried/remoistened	22.2± 2.7*
Group 7 30s dried/remoistened	21.5± 4.1*

(*statistically different : p<0.05)

Table 5. Shear bond strength(Mpa) to the non-conditioned dentin.(n=10)

Group	Mean± S. D
Group 1 Wet control(conditioned)	26.7± 4.1
Group 8 Wetted(non-conditioned)	13.3± 3.6*
Group 9 10s dried(non-conditioned)	12.9± 3.5*

(*statistically different : p<0.05)

Table 6. Shear bond strength(Mpa) to the enamel conditioned with 32% H₃PO₄ 15 seconds(n=10)

Group	Mean± S. D
Group 10 10s dried(control)	29.8± 2.2
Group 11 wet(blotted)	26.8± 5.4
Group 12 10s dried/primed	27.6± 5.0
Group 13 wet/primed	28.2± 3.5

(*statistically different : p<0.05)

건조된 법랑질 표면에 접착레진을 적용한 대조군에서 가장 높은 결합력을 보였지만, 법랑질의 습윤이나 상아질 접착강화제의 법랑질 적용에 따른 결합력의 유의성있는 감소는 실험군들간에 나타나지 않았다. (p>0.05) 다만 법랑질을 습윤시키는 경우 접착레진 도포전에 접착강화제의 적용이 바람직하였는데 그 이유로 상아질 접착강화제 사용없이 접착레진을 습윤된 법랑질에 적용시 부분 건조된 부위(dry spot)의

발생빈도가 높아졌기 때문이다. (table 6)

2. 전자현미경 관찰

파절된 치아면의 광학 현미경 및 주사 전자 현미경 관찰 결과 습윤된 상아질에 접착강화제를 도포한 처리군에서 모든 시편이 깊은 상아질내 응집성 파절을 보이 반면, 10초간 건조시킨 시편에서는 단지 1개만이 응집성 파절을 나타내었다. 20초와 30초 건조시킨 시편들 역시

부분적으로 혼합성 파절 양상을 보이는 시편이 2-3개씩 각 실험군에서 관찰되었지만 미약하여 응집성 파절로 분류할 수 없었다. 10초간 건조 후 재습윤시킨 시편들중 8개에서, 20초와 30초동안 건조 후 재습윤시킨 시편들에서는 각각 6개와 5개에서 응집성 파절을 나타내었으며 산 표면처리를 시행하지 않은 모든 시편들에서는 부착성 파절 양상을 보여주었다.

Fig 1은 10초동안 건조후 재습윤시킨 시편의 전단후 파절된 모습으로서 깊은 상아질내 응집성 파절을 보여주고 있으며, Fig 2는 30초동안 건조시킨 시편의 처리군으로 상아질과 결합레진간의 계면에서 부착성 파절이 되어진 모습이나, 형성된 resin tag이 상아세관과 긴밀하게 접촉된 부분도 볼 수 있다. Fig 3, 4는 산 표면처리를 시행하지 않고 건조와 습윤시킨 시편들로서 resin tag의 형성도 미약하고 대부분 접착레진내에서 파절이 되어진 모습들을 보여주고 있다. Fig 5는 범랑질 표면을 10초간 건조후 접착강화제를 도포하지 않고 결합레진만을 적용한 시편으로 명확한 프리즘속(prism core)과 외면(prism periphery)을 갖춘 깊은 범랑질내 응집성 파절을 보여주고 있으며, Fig 6은 이에 반해 습윤시킨 시편으로 결합레진에서 파절이 되어진 양상을 나타내고 있다. Fig 7은 10초동안 건조후 접착강화제를 도포한 시편으로서 프리즘 속내에서 파절이 되어져 남아있는 미세한 resin tag의 모습을 볼 수 있다. Fig 8은 습윤시킨후 접착강화제를 도포한 시편으로 Fig 7에서와 같은 파절된 resin tag의 모습을 볼 수 없으며 프리즘 속내로 파절후 남아있는 입자들을 보여주고 있으나 이들의 구조를 명확하게 이해하기 어렵다.

IV. 총괄 및 고안

접착제와 치질간의 계면에는 다양한 결합형태가 존재할 수 있다. 이를 큰 범주로 분류하여보면 Van der Waal's force와 수소 결합과 같은 물리적 결합(chemical bonding), 그리고 undercuts나 표면의 미세 요철을 이용한 기계적 결합(mechanical bonding)으로 나누어 볼 수

있다^{10,11)}. 이러한 결합중 공유결합이나 배위공유결합과 같은 화학결합이 가장 강하고 안정되며 내구성있는 결합의 형태라 볼 수 있으나 FTIR/PAS¹²⁾, ESCA¹³⁾등을 이용한 여러 연구 문헌들에서 치질과 접착제간에 위와 같은 결합의 존재를 입증치 못하고 있다. 화학 결합중 이온 결합은 수분에 의한 가수분해 현상에 의해 내구성을 보장받을 수 없고 Van der Waal's 힘과 같은 물리적 결합은 10-100Å 거리 이상으로 두 분자만의 거리가 멀어지면 그 전체적인 힘이 미미해지며 수소결합은 공유 결합 1/20정도의 힘을 보이지 못함¹⁴⁾으로써 실제로 치질과 접착제간의 결합에는 기계적 결합력의 주된 부분을 시사하여 주고 있다. 특히 최근에는 기계적 결합중 상아질을 산부식이나 표면처리에 의해 변형시켜 얻은 결합의 형태를 미세 기계적 결합(micro-mechanical bonding)¹⁰⁾이라는 용어로 사용하고 있다. 이전에는 이러한 산 표면처리에 의한 미세기계적 결합이 범랑질에 있어서만 적용받을 수 있다고 주장하였지만 점차 상아질에서도 산 용액의 치수에 대한 생물학적 안전성^{15,16)}을 인정받아 대부분의 상아질 접착제에서 범랑질과 동일하게 산 표면처리제를 이용하고 있다.

그러나 사용되는 산표면처리제의 종류에 따라 상아질 표면은 다양한 표면 변화를 보일 수 있으며 또한 탈회된 PDD(partially demineralized dentin)층까지의 두께도 다르게 나타날 수 있음을 보고 하고 있다. 특히 Van Meerbeek^{17,18)}은 산 표면처리후 얼마만큼의 깊이로 탈회되어 PDD층이 생기면 이상적일까하는 의문점에 대해 대략 3μm정도의 탈회 깊이를 추천하고 있으며 더불어 인산에 의한 상아질 표면처리는 3-10μm이상으로 상아질이 너무 깊게 탈회되어 레진 혼합물이 탈회된 깊이만큼 들어가지 못해 수분과 함께 힘없이 있는 노출된 콜라겐 구조가 있는 부분에서 파절이 쉽게 일어날 가능성이 높음을 주장하고 있다. 그러나 이에 대해 Gwinnett¹⁹⁾은 접착강화제가 친수성이고 또한 점도가 낮으며 분자량이 적어 확산에 필요한 조건들을 갖춘 경우 탈회된 콜라겐층(demineralized collagen layer)을 잘 통과할 수 있으

므로 충분히 3 μm 이상의 깊이를 침투하여 높은 결합력을 제공할 수 있다고 주장하고 있다. 본 실험에서도 산 표면처리를 시행하지 않은 실험군들에서의 결합강도는 미약하였으며 산 표면처리를 시행하지 않은 상태에서 상아질 시편의 흡윤과 건조 상태는 의미가 없음을 나타내 보여주었다. 그러나 Gwinnett²⁰⁾은 산 표면처리하지 않은 실험군에서도 흡윤된 시편에 비해 건조시킨 시편에서 결합력이 유의성있게 감소되었다고 보고함으로써 본 실험과 상이한 결과를 보여주고 있다.

이처럼 산 표면처리 후 표층에 남게되는 탈회 콜라겐층내의 콜라겐들을 안정화(stabilization)시키는 것이 매우 중요한 요소이며 특히 Van Meerbeek¹⁸⁾은 레진성분이 탈회 콜라겐내의 콜라겐들과 부분 탈회층(partially demineralized layer)내의 잔여 수산화인회석 구조들을 많이 감쌀수록 수복레진 적용 후 발생하는 중합수축에 의한 응력을 최소화할 수 있는 유연성(flexibility)과 탄성(elasticity)을 제공받을 수 있게되며 가수분해에 의한 영향을 받지 않게 되어 더욱 내구성있는 결합을 만들 수 있다고 주장하고 있다. 이와같은 표층의 변화를 막는 일환으로 상아질을 흡윤시켜 콜라겐의 입체적 구조를 유지시키고 여기에 아세톤이나 알코올을 용매로 사용하는 강한 친수성 접착강화제들을 적용시켜 높은 결합력의 증진을 꾀하려하고 있다. 흡윤 결합에 관여하는 접착강화제내 성분들로서는 크게 아세톤이나 에탄올과 같은 용매와 레진 혼합물내 친수성 단량체들로 나누어 볼 수 있다. 아세톤이나 에탄올등이 수분과 상호 반응하여 결합에 관여하는 기전은 몇가지로 세분화시켜 설명할 수 있다. 첫째로 아세톤이나 에탄올이 물과 혼합되어졌을때 서로 용화되지 않고 물을 외측으로 분산시키게 되며 그자리에 레진 혼합물이 남아 접착이 되어질 수 있게하는 기초를 이룬다.²⁾ 둘째로 아세톤이나 에탄올이 물과 직접 수소결합을 이룬뒤 일련의 화학반응을 거쳐 함께 휘발되는 기전으로서, 일반적으로 액체들은 고유의 증기압(끓는점)에 따라 분별증류가 가능하다. 그러나 휘발성이 강한 두 액체(예 : 아세톤과 물)를

혼합시 이러한 규칙에 적용되지 않고 일정온도 영역에서 끓는 점이 낮아지는 현상을 볼 수 있는데 이를 minimum boiling azeotrophism이라 하며 그러한 화합물을 공비화합물(azeotrope)이라 한다. 위와같은 화학 반응의 결과로 아세톤이나 알코올의 끓는 점은 상대적으로 높아지고 물의 끓는 점은 낮아져 두 액체가 쉽게 휘발되어짐으로써 레진 성분만이 표면에 남게 되어 흡윤 결합에 기여 할 수 있다.²¹⁾ 셋째로 아세톤은 위와같은 기능들 이외에도 물의 표면장력을 낮춤으로써 쉽게 아세톤과 레진 혼합물이 물이 있는 곳을 따라 들어갈 수 있게 하며, 이는 물을 뒤쫓는 격이 되어 판간 상아 질층과 상아세관 내부로 깊게 침투하여 적합도를 증진시키고 따라서 결합력을 향상시키는 결과를 낳는다²²⁾. 레진 성분내에서 흡윤 결합에 기여하는 친수성 단량체들은 개개 상품화된 상아질 접착제마다 각기 다른 종류를 사용하고 있으며 흡윤 결합과 연관시켜 개괄적으로 분류하여보면 수산화기(hydroxyl group)를 함유하는 친수성 단량체(예 : HEMA)와 카르복실기(carboxyl group)를 함유하는 친수성 접착강화제(예 : BPD, 4-META, PMGD 등), 그리고 카르복실기의 변형형태인 anhydride를 함유하는 친수성 접착강화제(예 : 4-META)들로 분류하여 볼 수 있다.

본 실험에서도 타 실험군에 비해 대조군으로서 이용된 흡윤 시편 실험군들에서 높은 결합력을 나타내었고, 또한 건조된 시편들을 재흡윤시킨 결과 결합력이 대조군에 대응될 정도로 상당한 회복을 보여줌으로써 위의 이론들을 뒷받침해 주고 있다. 이는 Gwinnett²⁰⁾의 실험결과와 유사하였으나 본 실험에서는 건조시간의 증가에 따른 결합력의 현저한 감소는 나타나지 않음으로써 짧은 시간의 건조과정에 의해 표층 콜라겐 구조들의 변성이 쉽게 이루어질 수 있음을 암시하고 있다. 또한 재흡윤에 의한 결합력의 회복에 있어서도 건조시간의 차이에 관계없이 모두 대조군에 근접되게 증진되었지만 본 실험에서도 30초 이상의 지나친 건조후 재흡윤에 의한 결합력의 회복은 크지 않음을 보여주고 있다. 더불어 Gwinnett²⁰⁾의

실험에서는 산 표면처리를 시행하지 않는 실험군간에도 습윤과 건조에 따른 결합력의 차이를 보고하였지만 본 실험에서는 통계적으로 유의한 차이를 나타내지 못함으로써 산 표면처리를 전제로 하지 않는 습윤 결합은 의미를 지니지 못함을 시사하고 있다.

수복레진을 이용한 임상시술시 법랑질 접착제의 소수성으로인해 법랑질을 산부식하고 수세한뒤 건조된 시술야를 유지하기 위해 방습처리에 대해 많은 주의를 기울여 왔다. 실제 술자는 하얀 서리가 내린 형태(white frost appearance)의 법랑질 건조정도를 육안으로 식별한 뒤 다음 시술과정에 임하도록 교육받아 왔다. 그러나 습윤 결합의 도입과 증진된 결합력의 보고가 점차 많아지면서 법랑질에 대한 결합이 어려움으로 대두되었다. 법랑질에서 대한 습윤 결합이 실제 결합력을 현저히 감소시킬 것이라는 추측에 대해 본 실험은 이와 일치되지 않는 결과를 보이고 있다. Table 5에서 보는 것처럼 습윤된 법랑질에 접착레진을 도포한 실험군에서 결합력이 감소되어짐을 보였으나 통계학적으로 유의성을 지니지는 못하였다. 그러나 실제 실험과정중에 함습된 법랑질에 접착레진(bonding agent)을 도포시 건조 부위(dry spot)의 발생이 증가되고 또한 적절한 습윤도(wettability)를 지니지 못하는 시편의 수가 다른 실험군에 비해 많아짐으로써 법랑질을 습윤시키는 경우 접착레진 도포전에 상아질 접착강화제를 적용하는 것이 바람직함을 실험결과에서 보여주고 있다.

상아질과 법랑질에 대한 동시 시술방법(total etch technique)이 점차 보편화되어가고 있으며 이를 통해 치질과 레진간에 상호반응을 촉진시켜 강한 결합을 얻고자 노력하고 있다. 그러나 이러한 상호 결합에 다양한 요소들이 관계되어짐을 이해하여야 하며 수분에 의한 역할 역시 중요한 요소중의 하나로 인식되어야 한다. 손상되지 않는 치수를 가진 치아는 상아세관내에 수분을 함유하고 있어 상아질을 항시 습윤된 상태로 유지시키고 있으며 이러한 상아세관액의 외측 이동으로 임상시술시 상아질을 건조시키는데 많은 어려움이 있다. 이때문에 상아질 접착제가 함습된 상아질에 쉽게 결합할

수 있는 강한 친수성 접착강화제를 함유한다면 최적의 결합강도를 지니는데 큰 이점을 가질 수 있으며 본 실험에서도 습윤 결합의 타당성을 입증하고 있다. 그러나 아직도 상아질에 대한 산 표면처리시 이용되는 산용액들의 생물학적이고찰과 적절한 탈회깊이의 정도, 시편의 건조와 습윤에 따른 하이브리드층내의 미세구조에 대한 연구가 미약한 실정이므로 이에대한 단계적이고 심층적인 연구가 필요하리라 사료된다.

V. 결 론

1. 상아질 표면의 건조와 재습윤에 따른 전단 결합강도의 변화

산 표면처리된 상아질에 접착강화제 도포전 상아질 표면의 건조와 재습윤이 결합강도에 미치는 영향을 연구하기 위하여 최근에 발거된 90개의 대구치를 9군으로 분류하여 실험하였다. 아세톤을 함유한 All Bond 2 (Bisco, Inc., USA) 상아질 접착제를 산 표면처리한 상아질과 표면처리하지 않은 상아질에 각기 나누어 도포하였으며 산 표면처리한 상아질은 다시 10초와 20초, 30초 동안 건조 시간을 달리하여 적용한 실험군과, 또한 건조시간을 달리한 동일한 상아질 시편을 재습윤시켜 적용한 실험군으로 분류하였다. 결합력을 측정하고 ANOVA를 이용하여 분석한 뒤 전단되어진 시편들을 다시 광학 금속 현미경과 주사 전자 현미경(Hitachi, Japan)하에서 파절의 형태와 위치를 관찰하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 산 표면처리한 실험군들중 상아질 표면을 건조시킨 실험군들(10초와 20초, 30초)과 20초와 30초동안 건조후 재습윤시킨 실험군들의 전단 결합강도는 습윤시킨 실험군에 비해 낮은 결합강도를 보였다. ($P < 0.05$)
2. 상아질 표면을 10초동안 건조후 재습윤시킨 실험군과 습윤시킨 실험군사이에는 유의한 전단 결합강도의 차이를 보이지 않았다. ($P > 0.05$)
3. 산 표면처리를 시행하지 않은 실험군사이에서 습윤된 시편과 건조된 시편간의 유의한 결합력의 차이는 보이지 않았다. ($P > 0.05$)

2. 법랑질 표면의 습윤과 접착강화제 도포에 따른 결합강도의 변화

건조된 법랑질 표면에 비해 법랑질 표면의 습윤과 접착강화제 도포가 결합강도에 미치는 영향을 연구하기 위하여 건전하고 최근에 발견된 상악 중절치와 측절치 40개를 4군으로 분류하여 실험하였다. 실험군은 상아질 접착강화제 도포군과 비도포군으로 분류한 뒤 다시 각 도포군내에서 법랑질 표면을 건조시킨 실험군과 습윤시킨 실험군으로 나누었으며 상아질 시편과 동일하게 All Bond 2 접착제와 Z-100(3M Dent. Prod., USA) 수복레진을 법랑질 표면에 적용한 후 전단결합강도를 측정하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 접착강화제 비도포군내에서 법랑질 표면을 건조시킨 실험군에 비해 습윤시킨 실험군에서 현저한 결합강도의 감소는 볼 수 없었다. ($P>0.05$)
2. 접착강화제 도포군내에서 법랑질 표면을 건조시킨 실험군과 습윤시킨 실험군들 사이에 유의성있는 결합력의 변화를 볼 수 없었으며, 접착강화제의 법랑질의 도포에 따른 결합강도의 감소도 볼 수 없었다. ($P>0.05$)

참고문헌

1. Baier R. E. Principles of adhesion. *Oper. Dent.* 1992 ; (supple. 5) : 1-9
2. Suh B. I, Cincione F. A. All Bond 2 : The fourth generation bonding system. *Esthet. Dent. Update*, 1992 ; 3(3)61-66.
3. Chiba M, Itoh K, Wakumoto S. Effect of dentin cleansers on the bonding efficacy of dentin adhesive. *Dent. Mater.* 1989 ; 8 : 76-85.
4. Pashley D. H, Ciucchi B, et al. Permeability of dentin to adhesive agents., *Quint. Int.*, 1993 ; 24(9) : 618-631.
5. Tay F, Gwinnett AJ, Pang KM, et al. Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J. Dent. Res.* 1992 ; 71 : 1530-1540.
6. Kanca J. Effect of drying on bond strength. *J. Dent. Res.* 1991 ; 70 : 304(Abstr 1029).
7. Swift E, Triolo PT. Bond strength of Scotchbond Multipurpose to moist dentin and enamel. *Am. J. Dent.* 1992 ; 5 : 318-320.
8. Gwinnett AJ. Moist versus dry dentin : Its effect on shear bond strength. *Am. J. Dent.* 1992 ; 5 : 127-129.
9. Buonocore MG : A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J. Dent. Res.* 1955 ; 34 : 849-853.
10. Sturdevant C. M et al. The art and science of operative dentistry. 3rd edition, 1995, Mosby Co. pp 246-248.
11. Eick J. D, Robinson S. J, et al. Adhesives and non-shrinking dental resins for the future. *Quint. Int.* 1993 ; 24(9) : 632-640.
12. Spencer P, Byerley T. J, et al. Chemical characterization of the dentin/adhesive interface by Fourier Transform Infrared Photoacoustic Spectroscopy. *Dent. Mater.* 1992 ; 8 : 10-15.
13. Erickson R. L. Surface interactions of dentin materials. *Oper. Dent.* 1992 ; (Supple 5) : 81-94.
14. 안운선 · 대한화학 · 탐구당 출판사, 1993 ; 2 : 158-159.
15. Stanley H. R. Pulpal considerations of adhesive materials. 1992 ; (Supple 5) : 151-164
16. Cox C. F. Effects of adhesive resins and various dental cements on the pulp. 1992 ; (Supple 5) : 165-176.
17. Van Meerbeek B, Inokoshi S, et al. Micro-morphologic aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin

- adhesive systems. *J. Dent. Res.* 1992 ; 71 : 1530–1540.
18. Van Meerbeek B, Dhem A, et al. Comparative SEM and TEM examination of the ultrastructure of resin–dentin interdiffusion zone. *J. Dent. Res.* 1993 ; 72–495–501.
 19. Gwinnett A.J. Bonding basics : What every clinician should know. *Esthet. Dent. Update*, 1994 ; 6(2) : 35–41.
 20. Gwinnett A.J. Dentin bond strength after air drying and rewetting. *Am. J. Dent.* 1995 ; 7 : 144–148.
 21. Kanca J. Resin bonding to wet substrate. I. Bonding to dentin. *Quint Int.* 1992 ; 23 : 39–41.

Explanation of figures

- Fig. 1. Fractured resin-dentin interface in which deep cohesive failure into the dentin was appeared within the remoistened specimen after dental air-drying of 10 seconds. SEM×1500.
- Fig. 2. Fractured resin-dentin interface of the 30 seconds dried specimen after acid-conditioning of dentin. SEM×1500.
- Fig. 3. Fractured resin-dentin interface of the non-conditioned and 10 seconds dried dental specimen. SEM×1500.
- Fig. 4. Fractured resin-dentin interface of the non-conditioned and moistened dental specimen. SEM×1500.
- Fig. 5. Fractured resin-enamel interface in which deep cohesive failure into the enamel was appeared within the 10 seconds dried and non-primed specimen. SEM×1500.
- Fig. 6. Fractured resin-enamel interface of the moistened and non-primed enamel specimen. SEM×1500.
- Fig. 7. Fractured resin-enamel interface of the 10 seconds dried and primed enamel specimen. SEM1500.
- Fig. 8. Fractured resin-enamel interface of the moistened and primed enamel specimen. SEM×1500.

논문사진부도 ①

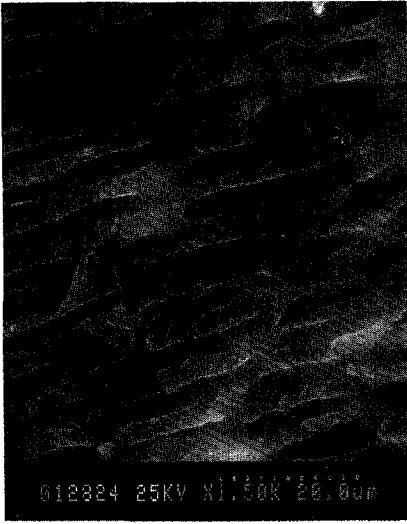


Fig. 1

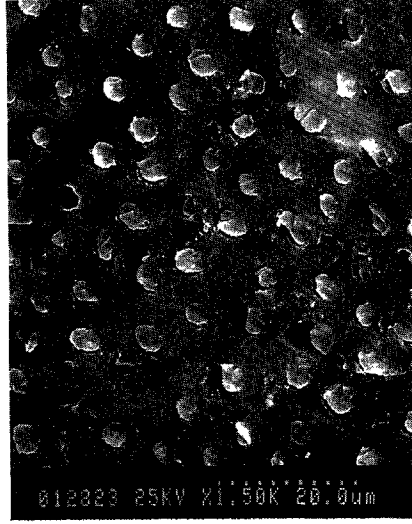


Fig. 2



Fig. 3

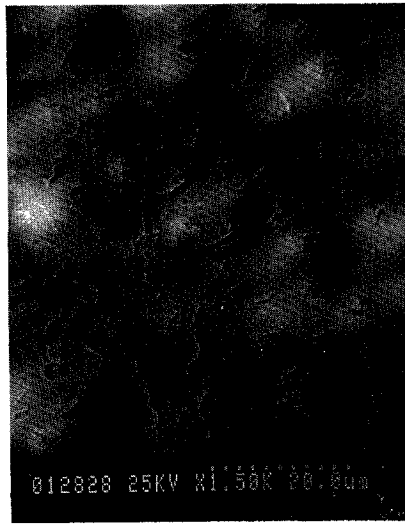


Fig. 4

논문사진부도 ②

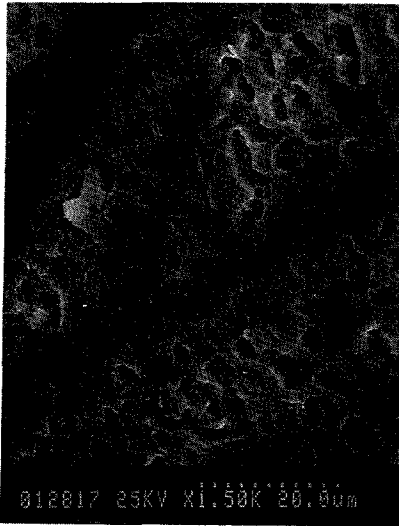


Fig. 5

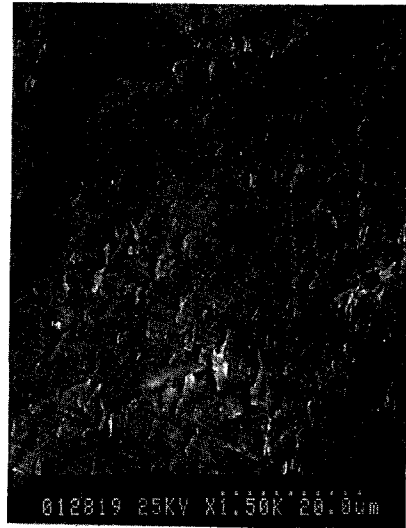


Fig. 6

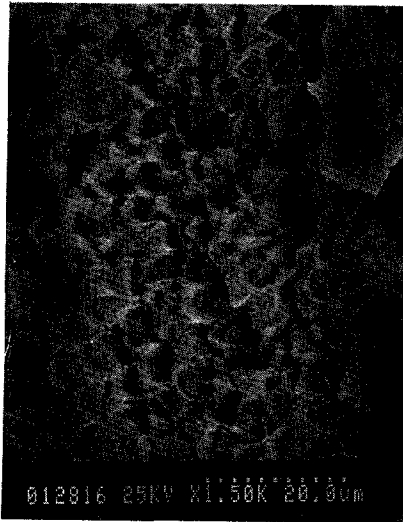


Fig. 7

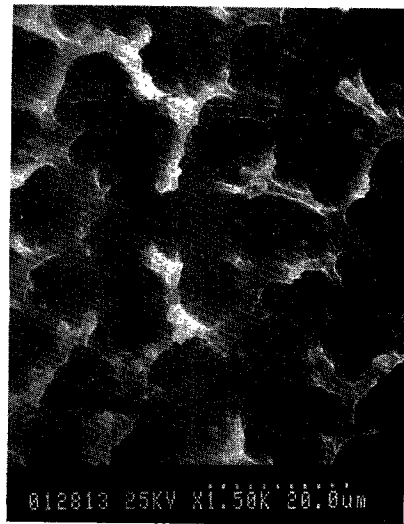


Fig. 8