

치과용복합레진과의 결합에 있어, 상아질 내 교원섬유의 역할에 관한 연구

연세대학교 치과대학 치과보존학교실

박성호

Abstract

TITLE : THE ROLE OF COLLAGEN FIBER IN DENTIN BONDING

Seong-Ho Park

Department of Conservative Dentistry, College of Dentistry, Yonsei University

The purpose of this study was to investigate the effects of moistening methods of dentin on the morphologic states of hybrid layers and on the interfacial bond strength between dentin and composite.

Specimens were divided into 6 groups based on the surface moistening methods and materials used.

After the dentin surface was conditioned with 10% phosphoric acid and irrigated :

1. The dentin surface was dried. Then bonding agent and composite were applied.
2. The dentin surface was blot-dried. Then primer, bonding agent and composite were applied.
3. The dentin surface was dried first. Within 20 seconds, the surface was rewetted, then primer, bonding agent and composite were applied.
4. The dentin surface was dried. Then primer, bonding agent and composite were applied.
5. The dentin surface was dried first. After 24hrs, the surface was rewetted, and then primer, bonding agent and composite were applied.
6. The surface was conditioned with NaOCl for 5min. Then primer, bonding agent and composite were applied.

* 본 연구는 1995년 연세학술연구비의 지원을 받아 수행되었습니다.

To reveal the hybrid layer, scanning electron microscopy was used after the samples were ion beam etched. The shear bond strength of each group was compared by ANOVA.

In groups 2, 3 and 4, the hybrid layer was clearly visible, but the width was more limited in group 4.

In group 1 and 5, the hybrid layer was not found, and a gap was formed between dentin and composite.

In group 6, the hybrid layer was not found, but the interface between the dentin and composite was intimate.

The shear bond strength of each group was as follows : Group 1 : 4MPa, Group 2 : 14MPa, Group 3 : 12MPa, Group 4 : 14MPa, Group 5 : 5MPa, Group 6 : 9MPa.

I. 서 론

상아질은 법랑질에 비하여 무기질의 함량이 낮고, 상아질 내 교원 섬유가 더 풍부하며, 상아세관 내에 상아세액이 존재하기 때문에, 치과용 복합레진과의 효과적인 접착을 위해서는 법랑질과는 다른 방법이 필요하다. 최근 시판되고 있는 많은 상아질 접착제는 여러 종류의 산, 친수성 단량체인 primer와 접착제(Bonding agent)로 구성되어 있어서, 약산을 이용하여 상아질 표면의 smear layer를 제거시킨 후, 수분함량이 많은 상아질에 효과적으로 스며들 수 있는 친수성단량제(Primer)로 처리하고 접착제를 도포하여 상아질과의 접착을 증진시키는 방법이 추천되었다^{1,2,7)}. 이것은 smear layer가 제거된 후 노출되는 교원섬유 부위로 복합레진이 흘러 들어가서 상아질과 교원섬유가 혼재하여 존재하는 Hybrid layer가 형성되기 때문이며⁹⁾ 이때 교원섬유의 물리적인 상태가 특히 중요하다고 하였다¹⁰⁾. 즉 노출된 교원섬유가 곧 수축을 한다면 친수성 단량제의 상아질 내로의 침투는 방해받을 수 있다. 이러한 교원섬유의 수축을 막을 수 있다면, 친수성 단량제가 상아질의 교원섬유를 잘 침투하여 결합강도를 더욱 높일 수 있을 것이다. 이러한 교원섬유의 수축을 방지하여 주는 물질로 염화철¹⁰⁾과 물 등이 제시되고 있다. 이 중 물의 역할을 고려하여 상아질의 표면을 완전히 건조시키지 않고,

습기가 있는 상태로 유지하며 친수성 단량제를 도포하는 방법을 이용할 경우 결합강도를 높일 수 있었다고 하며^{3,7,12)} 이러한 방법을 Wet Bonding Technique이라고 한다⁸⁾.

Gwinnett⁴⁾은 일반적인 wet bonding의 기법으로 상아질을 처리하는 방법과 상아질을 일단 건조시킨 후, 그 표면을 물로 다시 적셔주고 primer와 접착제를 도포하였을 경우의 결합강도를 비교하였을 때 차이가 없다고 하였으며, primer 성분내에 물을 포함하고 있는 All Bond II의 경우 상아질의 표면이 건조된 상태에서 처리하여도 wet bonding와 같은 효과가 나타난다는 보고도 있다^{13,14)}. 그런데 상아질의 표면을 건조시킬 때 나타나는 교원섬유의 수축현상이 임상과정에서와 같은 짧은 시간동안에도 일어날 수 있는지, 또한 일단 수축된 교원 섬유가 상아질의 표면을 물로 적셔주기만 해도 원래의 상태로 회복될 수 있는 것인지 구체적으로 관찰되지는 못하였는데, 이것은 Hybrid layer의 존재를 주사전자현미경을 통하여 객관적으로 관찰하기 어려웠기 때문이었다. 그런데 최근 이러한 Hybrid layer를 비교적 객관적으로 관찰할 수 있는 방법이 제시되었는데 이 방법은 상아질과 레진의 접착 부위에 일정시간동안 Argon ion beam을 이용하여 부식시켜 주사전자현미경으로 관찰할 때 그 경계부위의 상을 쉽게 관찰 할 수 있도록 한 방법이다⁵⁾.

이번 연구를 통하여 All bond II를 일반적인 wet bonding의 방법, rewetting방법, 상아질을

건조시킨 후 도포하는 방법을 이용하여 치아에 각각 처리한 후 나타나는 hybrid layer의 상태를 ion beam etching을 이용하여 알아보고, Rewetting 방법을 이용할 경우, rewetting시키는 시간을 달리 함으로서 그 영향을 살펴보았다. 또한 교원섬유를 화학적으로 처리하여 제거한 후, All Bond II 처리를 하고 ion beam etching을 이용하여 관찰하여 교원섬유가 있는 경우와 비교하며 위의 각 조건에서 상아질과의 결합강도를 측정한다.

II. 실험재료 및 방법

발치된 치아는 발치한 당일 치아에 부착된 연조직을 물리적으로 제거한 후 교합면의 중심좌에서 3-4mm 떨어진 부위를 microtome을 이용하여 치아 장축에 수직으로 자른다. 자른 면은 물로 적셔 주면서 1000번 SiC paper를 이용하여 표면을 연마한다.

상아질 접착제로는 All Bond II(BISCO, Inc. 1500 W. Thorndale, Itasca, IL 60143, USA)를 이용하며 각 군은 다음의 처리 과정을 거친다 (Table 1).

1군-노출된 절편의 상아질에 10% 인산용액으로 15초간 처리한 후 60초간 물로 세척 후 건조하고, 접착제(bonding agent)을 도포하고 다시 20초간 광중합 한 후, 복합레진을 1mm 두께로 덮고 60초간 광중합시켰다.

2군-노출된 절편의 상아질에 10% 인산용액으로 15초간 처리한 후, 60초간 증류수로 세척하고 가볍게 건조시킨 후, 표면이 젖어 있는 상태에서 Primer액을 5-6회 도포하고 건조시켜 상아질 표면이 반짝거리는 상태를 확인 한 후,

접착제를 도포하고 20초간 광중합시켰다. 그 상부에 복합레진을 1mm 두께로 덮고 60초간 광중합시켰다.

3군-노출된 절편의 상아질에 10% 인산용액으로 15초간 처리하고 60초간 증류수로 세척한 후 일단 건조시키고, 20초 이내에 상아질의 표면을 면봉을 이용하여 다시 증류수로 적신 후, Primer액을 5-6회 도포하고 건조시켜 상아질 표면이 반짝거리는 상태를 확인 한 후, 접착제를 도포하고 20초간 광중합시켰다. 그 상부에 복합레진을 1mm 두께로 덮고 60초간 광중합시켰다.

4군-노출된 절편의 상아질에 10% 인산용액으로 15초간 처리하고 60초간 증류수로 세척한 후 건조시키고, 20초 이내에 상아질의 표면에 Primer액을 5-6회 도포하고 건조시켜 상아질 표면이 반짝거리는 상태를 확인 한 후, 접착제를 도포하고 20초간 광중합시켰다. 그 상부에 복합레진을 1mm 두께로 덮고 60초간 광중합시켰다.

5군-노출된 절편의 상아질에 10% 인산용액으로 15초간 처리하고 60초간 물로 세척한 후, 일단 건조시킨다. 24시간 후에 상아질의 표면을 면봉을 이용하여 다시 증류수로 적신 후, Primer 액을 5-6회 도포하고 건조시켜 상아질 표면이 반짝거리는 상태를 확인 한 후, 접착제를 도포하고 20초간 광중합시켰다. 그 상부에 복합레진을 1mm 두께로 덮고 60초간 광중합시켰다.

6군-노출된 절편의 상아질에 10% 인산용액으로 15초간 처리한 후 60초간 증류수로 세척하고 NaOCl 용액에 5분간 침전시킨다. 그 후 증류수로 다시 세척하고 표면이 젖어 있는 상

Table 1. Summary of the descriptions of the test groups

	Etching	Irrigation	NaOCl	Blot drying	Drying	Rewetting	Priming	Bonding
Group 1	○	○			○			○
2	○	○		○			○	○
3	○	○			○	○ (<20sec)	○	○
4	○	○			○		○	○
5	○	○			○	○ (24hr later)	○	○
6	○	○	○	○			○	○

태에서 Primer액을 5-6회 도포하고 건조시켜 상아질 표면이 반짝거리는 상태를 확인 한 후, 접착제를 도포하고 20초간 광중합시켰다. 그 상부에 복합레진을 1mm 두께로 덮고 60초간 광중합시켰다.

각 군에 대하여 20개씩, 총 120개의 치아를 배정하였으며 각 군에 배정된 20개의 치아중 15개는 전단 결합 강도의 측정을 위하여 사용하였고 5개는 ion beam etching 법을 이용한 주사전자현미경 관찰을 위하여 배정하였다.

ion beam etching법을 이용한 주사전자현미경 관찰을 위하여, 처리된 치아를 자가 중합형 레진에 포매한 후 24시간 동안 방치한 후, microtome을 이용하여 치아 장축에 평행하며 시편의 중심부를 관통하게 시편을 잘랐다. 노출된 시편의 표면을 600,1200,4000번의 SiC paper를 이용하여 연마를 하고, 초음파세척기에 5분간 세척하고 건조시켰다. 시편을 ion coater(Eiko IB-3, Tokyo, Japan)에 위치시키고, 진공상태에서 냉각시키면서 stainless steel target을 이용하여 4mA로 4시간동안 부식시킨 후, gold sputtering하고 주사 전자현미경(Hitachi S-800, Tokyo, Japan)으로 X500, X1000배율하에 관찰하여 각군의 hybrid layer의 두께를 측정 한 후 이들의 평균을 구하고 ANOVA와 shaffe test를 이용하여 각 군의 비교를 하였다.

전단 결합 강도의 측정을 위해선 직경 3mm, 높이 2mm의 투명한 plastic mold에 복합 레진(Brilliant Ethetic line, Coltene, Switzerland)을 충전하고 이를 접착제 까지 도포된 각 군의 시편에 직각으로 부착 시킨 후 1분간 광중합시켰다. 3일간 100% 상대습도하에서 보관한 후 이를 Instron에 부착시키고 cross head speed 0.5mm/min의 속도로 힘을 가하여 그 전단결합강도를 측정하였다. 각 군의 전단 결합 강도를 측정 한 후 ANOVA를 이용하여 비교하였다.

III. 실험결과

가. 전자현미경 관찰

1군-Hybrid layer는 관찰되지 않았고 모든 시편에서 치아와 접착제와의 사이에 간격이 발생했다(Fig. 1).

2군-5-7um의 균일한 hybrid layer가 관찰되었다(Fig. 2).

3군-5-7um의 균일한 hybrid layer가 관찰되었다(Fig. 3).

4군-3-5um의 균일한 hybrid layer가 관찰되었다(Fig. 4).

5군-Hybrid layer는 관찰되지 않았고 모든 시편에서 치아와 접착제와의 사이에 간격이 발생했다(Fig. 5).

6군-Hybrid layer는 관찰되지 않았지만 시편과 Primer, 접착제 등은 긴밀히 접촉하고 있었다(Fig. 6).

나. 전단결합강도

Primer를 사용하지 않은 1군과, 산으로 교원섬유를 노출시킨지 24시간 후 Primer와 접착제를 처리한 5군이 가장 적은 결합강도를 나타냈다. NaOCl을 이용하여 교원섬유를 제거한 6군의 경우는, 교원섬유를 다양한 방법으로 처리한 2, 3, 4군에 비하여 낮은 결합강도를 나타냈다(Table 2).

IV. 총괄 및 고찰

이번 실험에서는 Argon ion beam etching법 대신 Stainless steel ion beam을 이용하였다. 원리는 같으나 Argon ion beam etching법을 이용하기 위해서는 별도의 기기가 필요하지만 Stainless steel ion beam etching법은 주사전자현미경의 Gold Sputter대신 Stainless steel

Table 2. Shear bond strength of test groups.

Group	1	2	3	4	5	6
MPa	4(2)a	14(8)c	12(8)c	14(8)c	5(3)a	9(6)b

Shear bond strength with standard deviations in parentheses.

a, b, c is based on statistical analysis at 95% level of confidence

Sputter로 갈아 끼움으로서 간단히 사용할 수 있다. 하지만 Argon ion beam etching법에 비하여 시간이 많이 소요된다.

1군의 경우는 hybrid layer도 관찰되지 않았다. 4군의 경우, priemr 처리를 하였다는 점 이외에는 모든 점에서 1군과 동일한데, hybrid layer가 나타난 것으로 보아 친수성의 priemr 처리가 hybrid layer형성에 중요한 관건이 된다는 것을 알 수 있다. 또한 1군과 5군의 모든 시편에서, 치아와 접착제 사이에 간격이 발생했는데, 간격은 gold sputtering 또는 ion beam etching과정에서 발생하는 열때문에 시편이 변형되어서 생긴것이며, 결합강도가 높게 나타난 2, 3, 4, 6군 등에서는 이러한 간격은 나타나지 않았다.

이번 연구에서 관찰된 Hybrid layer의 상태는, 2, 3, 4군의 경우 이전의 연구 결과^{6,15)}와 대체로 일치한다. 2군과 3군의 hybrid layer의 형태나 두께는 전자현미경상으로는 차이가 없는 곳으로 나타났다. 이것은 상아질에 대한 산처리 후, 일단 완전히 건조시키고, 20초 이내에 다시 표면을 물로 적셔줄 경우에, 건조과정에서 수축되었던 교원섬유가 다시 회복된다는 것을 의미한다. 그런데 4군의 경우 hybrid layer는 2, 3군에 비하여 좁고 긴밀한 모습으로 나타났다. All Bond 2의 경우 Primer성분내에 물이 포함되어 있어서, 상아질 표면이 건조하더라도 primer 내에 함유된 물의 작용으로 wet bonding에서와 같은 효과를 얻을 수 있다고 보고되었는데^{13,14)}, 이번 연구의 결과로 판단하면, Primer 성분내에 함유된 물이 교원섬유의 수축을 막아주는 하지만, wet bonding 기법을 행하였을 경우 만큼 충분하지는 못한것으로 사료된다.

5군에서 hybrid layer는 나타나지 않았는데, 이것은 24시간동안 방치된 교원섬유에 수축과 변성이 일어나서, 물을 이용하여도 본래의 모습으로 다시 회복되지 않고 수축된 상태로 남아, 결국 친수성 primer로 처리해도 hybrid layer를 형성하지 못한 것으로 사료된다.

3군과 5군사이에 차이가 나타난 것으로 보아, 일단 수축된 교원섬유에 즉시 물을 투여하면

교원섬유는 다시 회복되지만, 물의 투여 시간이 지연되는 경우, 원래대로 회복되지 않는다는 것을 알 수 있다. 5군의 경우 24시간 후 물로 다시 적셔주어 비교했기 때문에, 임상적인 면과는 차이가 있을 것이며, 임상적인 면과 유사한 조건을 재현하기 위해선 추가적인 연구가 필요할 것이다.

NaOCl을 이용하여 교원섬유를 제거한 6군의 경우 2,3,4군에서 나타난 것과 같은 hybrid layer는 나타나지 않았으나 상아질과 복합레진은 primer 및 접착제에 의하여 긴밀히 밀착되어 있었다. 1군 및 5군과는 달리 치아와 복합레진 간에 간격이 발생하지 않은 것은 primer가 부분탈회층으로 침투하여 증합됨으로서 치아와 단단히 결합되었기 때문인 것으로 사료된다.

Gwinnett⁴⁾은 NaOCl을 이용하여 산으로 부식된 상아질 표면에서 노출된 교원섬유를 제거한후 결합강도를 측정하였을 경우 교원섬유를 이용하여 hybrid layer를 형성하도록 유도한 군과 차이가 없으며, Hybrid layer보다는 부분탈회층(Partially decalcified area)으로 Primer가 얼마나 잘 침투하느냐가 중요하다고 하였다. 하지만 이번 연구에서, NaOCl을 이용하여 교원섬유를 제거한 6군의 결합강도는 1군과 5군보다는 크지만 2,3,4군 보다는 낮게 나타났다. 이것은 부분탈회층으로의 primer의 침투가 접착력의 증가에 중요한 역할을 하지만, 교원섬유를 통해서 얻어지는 hybrid layer에 의하여 추가적인 접착력의 증가를 얻을 수 있다는 것을 암시한다. Hybrid layer 부위는 상아질 보다 훨씬 탄성이 있어서 복합레진의 증합수축시 발생하는 stress를 보다 잘 해소해 줄 수 있기 때문에 접착력의 증가에 기여할 수 있을 것이다^{11,16)}.

치아와 상아질 접착제 간의 결합강도 측정에 대한 일관성을 높이기 위하여 치아의 표면을 #1000 sandpaper로 연마하는 것이 추천되었다. 이번 연구에서도 전 치아의 시편을 #1000 sandpaper로 연마 후 실험을 하였으나, 시편 간의 결합강도는 여전히 많은 차이를 나타냈으며, 이와 같은 시편간의 편차는 특히 2,3,4군 간에 많이 나타났다. 4군의 경우 전자현미경

상으로는 2,3군과 차이를 보였지만 전단결합 강도의 차이는 나타나지 않았는데, 그 이유는 확실치 않다.

V. 결 론

상아질 표면을 산 부식 시킨 후, 물로 수세 하고 일단 건조 시킨후, 20초 이내에 다시 표면을 물로 적셔주고 All bond II의 primer와 접착제를 도포하면, 일반적인 wet bonding 기법을 사용하였을 때와 같은 두께의 hybrid layer 층이 나타났다. 그러나 상아질을 건조시킨 후 다시 물로 적셔줄 때까지 24시간이 경과하였을 경우에는 물로 다시 처리하여도 Hybrid layer 층은 관찰되지 않았다. 건조된 상아질 표면에 All Bond II의 primer와 접착제를 도포하였을 경우 Hybrid layer는 수축된 모습으로 나타났다. 전단결합 강도는 접착제만을 사용한 군에서 제일 낮게 나타났다. primer와 접착제를 모두 사용하였을 경우에는 교원섬유를 화학적으로 제거한 군의 결합강도가 그렇지 않은 군보다 더 낮게 나타났다.

References

- Bertolotti RL(1991). Total etch-the rational dentin bonding protocol. J Esthet Dent 3 : 1-6
- Fusayama T(1992). Total etch technique and cavity isolation. J Esthet Dent 4 : 105-109
- Gwinnett AJ(1992). Moist versus dry dentin : Its effect on shear bond strength. Am J Dent 5 : 127-129
- Gwinnett AJ(1994). Dentin bond strength after drying and rewetting. Am J Dent 7 : 144-148
- Inokoshi s, Hosoda H, Harnirattisai C, Shimada Y(1993). Interfacial structure between dentin and seven dentin bonding systems revealed using argon ion beam etching. Oper Dent 18 : 8-16
- Kanka JIII(1991). Effect of drying on bond strength. j Dent res 70 : 304(Abstr 1029)
- Kanka JIII(1991). A method for bonding to tooth structure using phosphoric acid as a dentinenamel conditioner. Quintessence Int 22 : 285-290
- kanka JIII(1992). Improving bond strength through acid etching of dentin and bonding to wet dentin surfaces. J Am Dent Assoc 123 : 35-43
- nakabayashi N(1982). Resin reinforced dentin due to infiltration of monomers into dentin at the adhesive interface. J Japan Dent Mater Devices 78-81
- nakabayashi N(1984). Biocompatibility and promotion of adhesion to tooth substrates. Critical reviews in biocompatibility. Boca Raton, CRC Press, 25-52
- Prati C, Biagini G, Nucci C, Castaldini C, Zucchini C(1990). Effects of chemical preparations on dentin bonding. AM J Dent 3 : 199-206
- Swift E, Triolo PT (1992). Bond strength of Scotchbond Multipurpose to moist dentin and enamel. Am J Dent 5 : 127-129
- Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SHY (1996). The overwet phenomenon : A scanning electron microscopic study of surface moisture in the acid-conditioned, resin-dentin interface. Am J DEnt 9 : 109-1144
- Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SHY (1996). The overwet phenomenon : An optical, micromorphological study of surface moisture in the acid-conditioned, resin-dentin interface. Am J Dent 9 : 43-48
- Van Meerbeek B, Inokoshi s, Bream M, Lambrechts P, Vanherle G(1992). Morphological aspects of the resin-dentin-interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. j Dent Res 71 : 1530-1540
- Van Meerbeek B, Willems G, Celis JP,

Roos JR, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G(1993). Assessment by nano-indentation of the hardness and elasticity of the

resin-dentin bonding area. J Dent Res 72 : 1434–1442

사진부도설명

- Fig. 1. SEM photomicrograph produced in group 1. Hybrid layer is not observed and gap is formed between dentin(D) and bonding agent(B). C=Composite resin
- Fig. 2. SEM photomicrograph illustrating the hybrid layer (H) produced in group 2. It is evenly formed and the thickness is about 5-7 μm . D=dentin; B=bonding agent; C=Composite resin.
- Fig. 3. SEM photomicrograph illustrating the hybrid layer (H) produced in group 3. It is evenly formed and the thickness is about 5-7 μm . D=dentin; B=bonding agent; C=Composite resin.
- Fig. 4. SEM photomicrograph illustrating the hybrid layer (H) produced in group 3. It is evenly formed, but the thickness is about 3-5 μm , more limited than in group 2 or 3. D=dentin; B=bonding agent; C=Composite resin.
- Fig. 5. SEM photomicrograph produced in group 5. Hybrid layer is not observed and gap is formed between dentin (D) and bonding agent (B). C=Composite resin
- Fig. 6. SEM photomicrograph produced in group 6. Hybrid layer is not observed but the interface between dentin (D) and bonding agent (B) is very close. C=Composite resin

사진부도

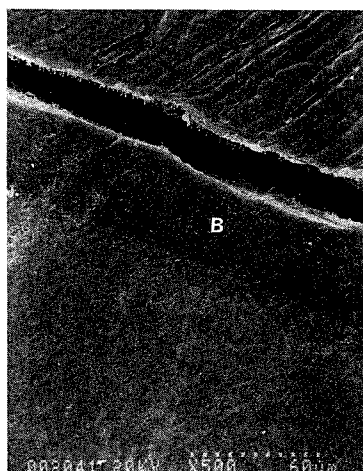


Fig. 1

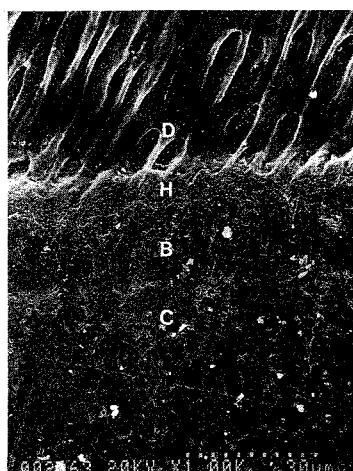


Fig. 2

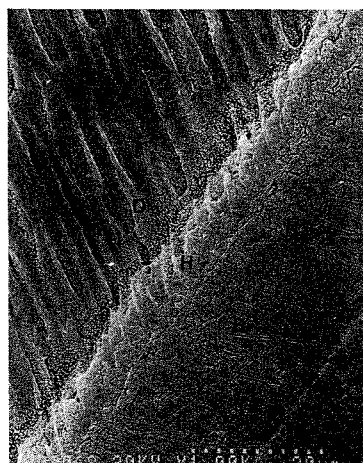


Fig. 3

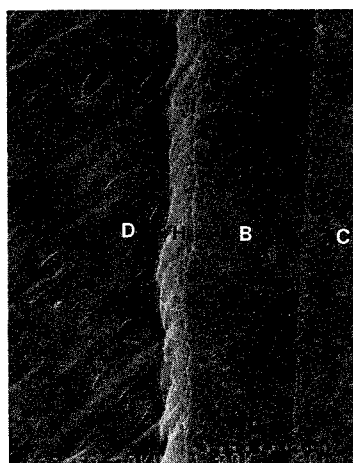


Fig. 4

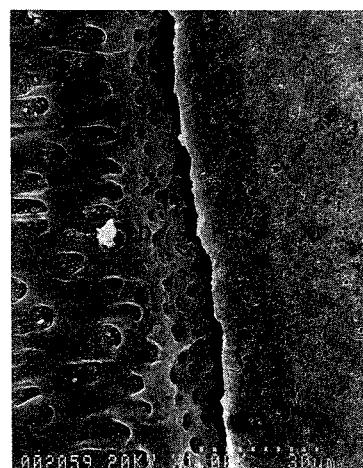


Fig. 5

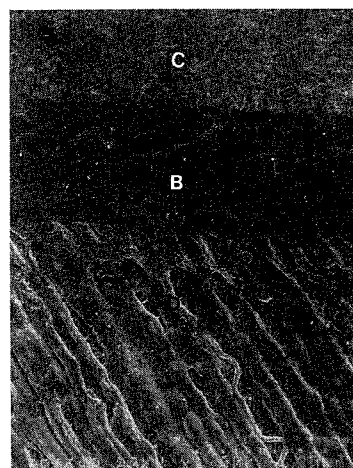


Fig. 6