

# 산부식후 상아질 표면의 습윤 또는 건조가 상아질 결합에 미치는 영향

양원경 · 권혁준 · 손호현

서울대학교 치과대학 치과보존학교실

## ABSTRACT

### EFFECTS OF DENTIN SURFACE WETNESS OR DESICCATION AFTER ACID ETCHING ON DENTIN BONDING

Won-Kyung Yang, Hyuk-Choon Kwon, Ho-Hyun Son

*Department of Conservative Dentistry, College of Dentistry, Seoul National University*

The purpose of this in vitro study was to evaluate dentin bonding by two different dentin bonding systems(DBS) using acetone based primer or adhesive [All Bond 2(AB2), One Step(OS)] when they were applied by wet or dry bonding technique. Morphology of resin-dentin interface and hybrid layer thickness(HLT) were investigated using Confocal Laser Scanning Microscope(CLSM) and compared to shear bond strength(SBS).

72 extracted sound human molars were randomly divided into 4 groups of 18 teeth each - Group 1.(AW); AB2 by wet bonding, Group 2(AD); AB2 by dry bonding, Group 3.(OW); OS by wet bonding, Group 4.(OD); OS by dry bonding. In 6 teeth of each group, notch-shaped class V cavities(depth 2mm) were prepared on buccal and lingual surface at the cementoenamel juction(12 cavities per group). To obtain color contrast in CLSM observation, bonding resins of each DBS were mixed with rhodamine B and primer of AB2 was mixed with sodium fluorescein. Prepared teeth of each group were treated with AB2, OS, respectively according to the manufacturer's instructions except for dentin surface moisture treatment after acid etching. In group 1 and 3, after acid etching, excess water was removed with wet tissue(Kimwipes), leaving consistently shiny, visibly hydrated dentin surface. In group 2 and 4, dentin surface was dried for 10 seconds at 1 inch distance. The treated teeth were then packed with composite resin( $\Delta$ elitefil) and light-cured. 12 microscopic samples(60~80 $\mu$ m thickness) of each group were obtained after longitudinal section and grinding(Exakt cutting and grinding system). Morphological investigation of resin-dentin interface and HLT measurement using CLSM were done.

For measurement of SBS, remaining 12 teeth of each group were flattened occlusally to remove all enamel and grinded to 500 grit SiC(Pedemet Specimen Preparation Equipment). After applying DBS on the exposed dentin surface, composite resin was applied in the shape of cylinder, which has 5mm diameter, 1.5mm thickness, and light cured. SBS was measured using Instron with a crosshead speed of 0.5mm/min.

It was concluded as follows,

1. HLT of AW(mean: 2.59 $\mu$ m) was thicker than any other group, and followed by AD, OW, OD in descending order(mean: 2.37, 2.28, 1.92 $\mu$ m). Only OD had statistically significant differences( $p<0.05$ ) to AW and AD.
2. There were intimate contact of resin and dentin at the interface in wet bonding groups, but gaps or irregular interfaces were observed in dry bonding groups.
3. The length, diameter, density of resin tags were various even in the same group without significant differences between groups and lots of adhesive lateral branches were observed.
4. There were no statistically significant difference of SBS between AB2 and OS, but SBS of wet bonding groups were significantly higher( $p<0.05$ ) than dry bonding groups.
5. There were no consistent relationships between HLT and SBS.

**Key Words :** Wet bonding, Hybrid layer thickness, Shear bond strength, CLSM

## I. 서 론

상아질과 법랑질을 동시에 산부식시키는 total -etch 개념이 확립된 이후<sup>1)</sup> 새로운 재료들의 지속적인 개발로, 예측하기 어려운 결과를 보여왔던 상아질 접착이 최근 비약적인 발달을 이루었다. 최근에 개발된 상아질 접착제에서는 상아질에 대한 접착력이 법랑질에 대한 접착력에 필적하는 값을 보이고 있음이 보고되기도 하였다<sup>2-4)</sup>. 이는 습윤접착(wet bonding)의 개념에 힘입은바 크다. 습윤접착이란 산부식후 치아 표면을 습윤하게 유지하여 친수성의 레진 단량체를 그 위에 직접 도포하는 술식이다<sup>5-7)</sup>. 소수성인 접착 레진을 사용하던 과거의 상아질 접착제에서는 수분이 상아질 접착을 방해하는 오염원으로 간주되어 상아질 표면을 완전히 건조시킬 것이 요구되었다<sup>8)</sup>. 그러나 실제 임상에 있어서는 다량의 수분을 함유하는 상아질 자체의 특성이나 구강내의 높은 습도 등으로 인해 이러한 완전 건조상태가 불가능하여 차츰 친수성인 상아질 접착제들이 개발되었고, 습윤한 상아질에 대한 접착력이 강화되었다. 최근 개발된 상아질 접착제들에 있어서는 오히려 상아질의 지나친 건조가 접착력의 약화를 가져온다는 실험 결과들이 보고되고 있다<sup>2,5,9-13)</sup>.

현재 resin tag, surface adhesion과 함께<sup>14,15)</sup> 상아질 접착의 중요한 기전으로 받아들여지고 있는 혼성층은<sup>4,16-18)</sup> 산부식으로 탈회된 상아질 표면의 노출된 교원질 망상구조 사이로 친수성의 접착 단량체가 침투하여 중합됨으로써 형성되는 것으로 알려져 있다. 산부식으로 상아질 표면의 수  $\mu\text{m}$ 이 탈회되면 수분이 산에 의해 제거된 무기물들의 자리를 점유함으로써 상아질내 교원질망을 팽창된 상태로 유지하고, 레진의 상아질 침투를 위해 필요한 다공성을 보존하게 된다. 산부식후 상아질이 건조된다면 교원질망을 지지하는 수분이 빠져나가 교원질의 부피가 원래의 30%까지 수축, 붕괴되므로 상아질 접착제의 투과성 또한 감소한다<sup>8,19,20)</sup>. 건조된 탈회 상아질에 다시 물을 첨가하면 수축된 부피가 원래의 거의 100%까지 회복될 수 있다. 적절한 양의 수분은 수축되어 굳어진 교원질을 다시 팽창시킨다<sup>20,21)</sup>. 그러나 과량의 수분은 접착제를 희석하고 중합과정을 방해한다<sup>22,23)</sup>.

아세톤을 용매로 사용하는 상아질 접착제에 있어서는 특히 수분의 존재가 필수적이다. 아세톤은 수분에 친화성을 가지며 습윤한 상아질에 상아질 접착제가 더 깊고 완전하게 침투하는 것을 촉진한다. 아세トン은 휘발성이 강하므로 표면의 수분과 함께 증발되면서 레진 단량체를 교원질망의 미세다공성구조 속으로 효과적으로 운반할 수 있다. 또한 탈회 상아질의 교원질을 고정, 안정화시켜 교원섬유간 공간을 유지함으로써 레진 침투를 용이하게 한다<sup>2,5,10,24)</sup>. 물을 용매로 사용하는 상아질 접착제의 경우, 산부식후 건조된 상아질이라도 접착과정중 교원질의 팽창에 필요한 수분을 다시 공급해줄 수 있다<sup>20,25)</sup>. 그러나 priming후 남은 수분은 광조사 전에 완전히 제거되지 못하면 레진 중합을 방해하거나 레진으

로 채워져야 할 공간을 점유함으로써 접착을 약화시킨다<sup>22)</sup>. 최근의 아세톤을 용매로 사용하는 상아질 접착제를 이용하여 최적의 접착을 얻으려면 매우 민감한 수분의 양의 균형이 요구되므로 이들은 기술 의존적이라 할 수 있다. 적절히 습윤된 상아질 표면을 얻는 방법에는 정확한 지침이 없으며, 주관적이고 술자에 따라 많은 차이가 있다<sup>23,24)</sup>. 적절히 습윤한 상아질 표면은 수분으로 균일하게 덮여 반짝거리는 양상을 보이게 된다<sup>8)</sup>. 1~3초의 짧은 시간동안 적절한 거리에서 압축 공기로 가볍게 건조시키는 방법, 젖은 티슈 등으로 과량의 수분을 닦아내는 방법, 우선 건조시킨 후 면봉이나 브러시로 re-wetting시키는 방법<sup>12,26)</sup> 등이 추천되고 있다.

결합력이 강화된 상아질 접착제의 개발 노력과 더불어서, 상아질 전처리 과정을 좀 더 간단히 하여 복잡하고 시간이 오래 걸리며 기술 의존적인 임상 술식을 개선하기 위한 시도들의 결과가 단일용기 제품들의 개발로 이어졌다. Primer와 접착레진을 하나의 용기에 합한 self -priming 접착제, 산부식과 priming 과정을 한번에 시행할 수 있는 self-etching primer 제제의 개발이 그것으로, 대개 산부식, priming, 접착레진 도포의 3단계로 이루어지는 복잡한 상아질 접착과정을 단순화하려는 시도이다<sup>3,13,27)</sup>. 아울러 이러한 다양한 제품들을 대상으로 접착의 정확한 기전을 밝히고 그 유용성을 평가하기 위한 많은 연구들이 이어지고 있다.

상아질 결합의 연구에 주로 이용되는 방법들로는 주사전자현미경(Scanning Electron Microscope, SEM), 투과전자현미경(Transmission Electron Microscope, TEM), 공초점레이저주사 현미경(Confocal Laser Scanning Microscope, CLSM) 등을 이용한 결합계면의 형태학적 연구, 결합력 측정, 미세변연누출의 측정 등을 들 수 있으며, 이외에도 결합계면의 물리학적, 화학적 성상을 밝히려는 여러 가지 시도들이 있다<sup>28,29)</sup>. 본 연구에서는 아세톤을 용매로 사용하며 각기 다른 상아질 전처리 방식을 가지는 2종류의 상아질 접착제를 산부식후 건조, 또는 습윤한 상아질 표면에 적용하였을 때 상아질-접착제 계면을 공초점 레이저 주사 현미경(CLSM)으로 관찰하고 혼성층의 후경을 측정하였으며, 이를 전단결합강도와 비교함으로써 상아질 결합을 평가하고자 하였다.

## II. 실험 재료 및 방법

### 1. 실험 재료

우식과 충전물이 없고 발거한 지 1개월이 경과하지 않은 72개의 상, 하악 대구치의 표면 부착물을 제거하고 0.5% Chloramine-T 용액에 보관 후 사용하였다. 실험에 사용된 상아질 접착제는 3단계 접착 시스템인 All Bond 2(AB2),

self-priming 접착 시스템인 One Step(OS)이며, 각 제품의 명칭과 구성요소 및 주요 성분, 제조회사명은 Table 1에 표시하였다. 공초점레이저 주사현미경 관찰을 위한 형광 염료로써 sodium fluorescein, rhodamine B(Sigma Aldrich Co., U.S.A.)를, 수복용 레진으로는 Aelitefil(Bisco, Inc., U.S.A.)을 사용하였다. 상아질 접착제와 수복용 레진의 중합에는 가시광선 조사기구인 Visilux 2(3M Co., U.S.A.)를 사용하였다.

## 2. 실험 방법

1) CLSM을 이용한 혼성층 후경의 측정과 계면형태 관찰 24개 치아의 협, 설면 중앙부의 백악법랑 경계부에 고속의 diamond bur(Inlay Preparation set)로 notch 형태의 5급 와동을 형성하였다. 이때 가장 깊은 부위가 약 2mm가 되도록 하였다. 각 실험군별로 24개의 치아를 6개씩(12면) 무작위로 4개의 군으로 나누어 각각 제조 회사의 지시에 따라 상아질 접착제 도포 및 수복용 레진 충전을 시행하였다. 이 때, AB2의 primer A와 B에는 sodium fluorescein을, AB2와 OS의 접착레진에는 rhodamine B를 혼합하여 사용하였다.

### ① 제 1군 : All Bond 2, Wet bonding(AW)

각 치아의 협, 설면 와동을 Uni-Etch(32% phosphoric acid)로 15초간 산부식한 후 10초간 수세하였다. wet tissue(Kimwipes)로 과량의 수분만 제거하여 상아질 표면이 건조되지 않고 반짝이는 것을 눈으로 확인한 후, 형광 염료인 sodium fluorescein과 primer A, B를 혼합하여 5회 연속 도포하였다. 5~6초간 조심스럽게 건조시킨 다음 rhodamine B와 혼합된 접착 레진을 균일하게 도포하여 20초간 광조사 하였다. 수복용 복합 레진인 Aelitefil을 와동 내에 분할 충전하고 각 40초간 광조사 하였다.

### ② 제 2군 : All Bond 2, Dry bonding(AD)

모든 과정은 제 1군과 동일하나 산부식 및 수세 후 상아질 표면을 약 1 inch거리에서 압축 공기로 10초간 건조시켜 primer와 접착 레진을 적용하였다.

### ③ 제 3군 : One Step, Wet bonding(OW)

각 치아의 협, 설면 와동을 Uni-Etch로 15초간 산부식하고 10초간 수세한 후 과량의 수분만 wet tissue로 제거하였다. Rhodamine B와 혼합된 접착 레진을 2회 연속 균일하게 도포하고 10초간 조심스럽게 건조한 다음 10초간 광조사 하였다. Brush에 남은 접착 레진을 한번 더 도포하고 얇게 건조시킨 후 수복용 복합 레진을 충전하고 광조사 하였다.

### ④ 제 4군 : One Step, Dry bonding(OD)

산부식 및 수세 후 상아질 표면을 약 1 inch 거리에서 10초간 건조시킨 것을 제외하고는 제 3군과 동일하게 시행하였다.

이 때 사용된 가시광선 조사기의 강도는 광도측정계(Radiometer, Demetron Research, U.S.A.)로 측정시 550~600mW/cm<sup>2</sup>의 범위에 있음을 확인하였다.

수복된 치아를 교정용 clear resin에 매몰한 후, 수복된 중심 부위를 통과하며 협, 설측의 수복 부위가 하나의 절편에서 모두 관찰되도록 치아 장축에 평행하게 diamond saw로 절단하였다(Exakt Cutting-Grinding system, Exakt Apparatebau, Norderstedt, Germany). 이와 같이 얻어진 150~200μm 두께의 절편을 주수하에 연마기에서 SiC grit 800까지 연마하여 60~80μm 두께의 현미경용 시편을 제작하였다. 현미경 관찰 전까지 시편을 냉동실에 보관하였다. 공초점 레이저 주사 현미경(Carl Zeiss, LSM 410, Germany)으로 상아질 레진 계면을 관찰하고, 상아세관이 계면에 수직으로 절단된 부위에서 혼성층의 후경을 측정하

Table 1. Dentin Bonding Systems used in this study

| Products            | Components    | Composition                  | Manufacturer                            |
|---------------------|---------------|------------------------------|---|
| All Bond 2<br>(AB2) | Etchant       | 32% phosphoric acid          | Bisco, Inc.,<br>Itasca, IL,<br>U. S. A. |
|                     | Primer A      | 2% NTG-GMA                   |   |
|                     | Primer B      | 16% BPDM                     |   |
| One Step<br>(OS)    | Bonding resin | Bis-GMA, UDMA, HEMA          | U. S. A.                                |
|                     | Etchant       | 32% phosphoric acid          |   |
|                     | Bonding resin | Bis-GMA, HEMA, BPDM, acetone |   |

NTG-GMA = N-tolyglycine-glycidyl methacrylate

BPDM = Bisphenyl dimethacrylate

Bis-GMA = Bisphenol-A glycidyl methacrylate

UDMA = Urethane dimethacrylate

HEMA = Hydroxyethyl methacrylate

였다. 이 때 비교적 두께가 균일한 부위에서 5군데를 측정하여 평균한 값을 결과로 삼았다.

## 2) 전단결합강도 측정

48개 치아를 치관부만 남기고 교합면이 몰드 바닥과 평행하도록 교정용 레진에 매몰하고 Pedemet Specimen Preparation Equipment (Struers, Copenhagen/Denmark)로 주수하에 SiC 500 grit까지 연마하여 편평한 상아질 표면을 노출시켰다. 연마면에서 벌랑질이 전혀 남지 않은 것과 노출된 상아질의 면적이 직경 5mm 이상이 되는 것을 확인하였다. 양면 접착 테이프에 직경 5mm의 천공을 만들어 상아질에 접착시키고, 내부 직경 5mm, 후경 1.5mm인 금속 고리를 부착하였다. 치아들을 무작위로 12개씩 4개의 군으로 나누어 각 군마다 상아질 표면 처리를 시행한 후 수복용 레진을 충전하였다. 금속 고리를 제거하고 시편을 24시간동안 상온의 증류수에 보관하였다. ISO 표준에 따라 제작된 시편고정대(mounting jig)에 시편을 고정시킨 후, 만능시험기(Model 4466, Instron Corp., MA, U.S.A.)로 분당 0.5mm 속도의 압축하중을 가하여 상아질로부터 복합레진이 분리될 때의 최대하중(kg)을 구하였고 이를 단위면적당 결합강도(MPa)로 환산하였다.

얻어진 결과는 통계처리 프로그램인 Jandel사의 SigmaStat를 이용하여  $p=0.05$  유의수준에서 one-way ANOVA test를 시행하고, 각 군간의 비교를 위해 Student-Newman-Keuls test를 시행하였다.

Table 2. Thickness( $\mu\text{m}$ ) of hybrid layer (Mean $\pm$ SD, n=12)

| Groups                         | AW              | AD              | OW              | OD              |
|--------------------------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| Mean $\pm$ SD( $\mu\text{m}$ ) | 2.59 $\pm$ 0.47 | 2.37 $\pm$ 0.45 | 2.28 $\pm$ 0.53 | 1.92 $\pm$ 0.29 |

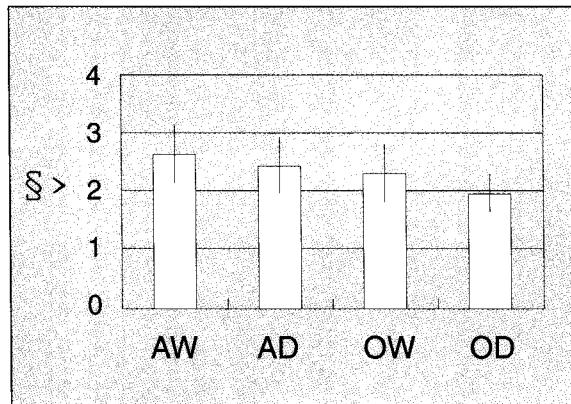


Fig. 1. Hybrid Layer Thickness

## III. 실험 결과

### 1. CLSM을 이용한 혼성층 후경 측정과 계면 형태 관찰

각 군에 따른 혼성층의 후경은 Table 2와 Fig. 1에 제시되어 있다. 혼성층의 후경은 OD와 AW, OD와 AD 사이에만 통계적으로 유의한 차이가 있어( $p<0.05$ ), OD에서 AW나 AD보다 유의성 있게 낮은 혼성층 후경을 가지는 것으로 나타났다. 대체로 AB2에서 OS보다 큰 값을 보이는 경향이 있으나 OD를 제외한 나머지 군들간에는 통계학적으로 유의한 차이가 없었다. Wet bonding을 시행한 군에서는 혼성층과 수복용 레진 사이 계면에서 긴밀한 접착을 보였으며, 혼성층에 형광 색소가 균일하게 침투된 양상이 관찰되었다. Dry bonding을 시행한 군에서는 계면에 1 $\mu\text{m}$  미만에서부터 4~5 $\mu\text{m}$ 정도까지의 간극이 관찰되거나, 계면이 매우 불규칙하게 보이는 시편이 대부분었다. OD에서는 혼성층 내 색소 침투가 불완전하여 혼성층의 기저부와 표면에만 뚜렷한 침투를 관찰할 수 있을 뿐, 중간부위는 색의 발현이 불명확하였다. Resin tag의 경우 길이나 직경, 밀도에 있어서 각 군간의 특별한 차이는 발견할 수 없었고, 같은 군에서도 다양한 양상을 보였는데, 짧게는 10~20 $\mu\text{m}$ 에서 50 $\mu\text{m}$  이상 까지 긴 것도 존재하였다. 상아세판의 측방 분지에 색소가 침투한 모습도 자주 관찰되었다.

Table 3. Shear Bond Strength(MPa) of each group

(Mean $\pm$ SD, n=12)

| Groups                 | AW               | AD              | OW               | OD              |
|------------------------|------------------|-----------------|------------------|-----------------|
| Mean $\pm$ SD<br>(MPa) | 15.03 $\pm$ 4.21 | 9.91 $\pm$ 3.15 | 15.29 $\pm$ 4.20 | 9.74 $\pm$ 3.28 |

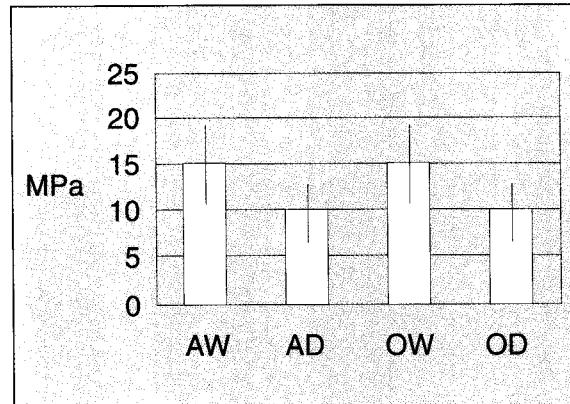


Fig. 2. Shear Bond Strength

## 2. 전단결합강도 측정

각 군의 전단결합강도는 Table 3과 Fig. 2에 제시되어 있다. AW와 OW, AD와 OD 사이에는 통계학적으로 유의할 만한 차이가 없었으나( $p>0.05$ ), AW와 AD, OW와 OD 사이에는 통계학적으로 유의한 차이가 있어서( $P<0.05$ ). 산부식후 상아질 표면을 건조시킨 군에서는 건조시키지 않은 군에 비해 유의성있게 낮은 전단결합강도값을 보였다.

## IV. 총괄 및 고안

상아질 결합에 있어서 산부식후 상아질 표면의 습윤 정도에 의한 영향을 평가하기 위해서는 물을 용매로 포함하지 않는 상아질 접착제의 사용이 요구된다<sup>[30,31]</sup>. 상아질 접착제 자체에 포함된 수분은 산부식후 건조된 상아질을 재습윤시키거나 건조되지 않은 상아질에 과량의 수분을 공급하게 되어, 상아질 표면의 수분 정도에 따른 결과에 영향을 미칠 수 있기 때문이다. 실제로 water-based primer를 사용하는 상아질 접착제에서는 산부식후 상아질 표면의 습윤, 건조 여부가 계면 형태나 결합강도에 별다른 영향을 미치지 않았다는 연구 결과가 다수 보고되었다<sup>[25]</sup>. 본 연구에서는 아세톤을 용매로 사용하는 상아질 접착제를 선택하여, 산부식후 표면처리 방법에 따른 영향을 다른 변수에 의한 영향 없이 파악하고자 하였다. 또한 제 4세대 상아질 접착제로 3단계 접착 시스템인 All Bond 2에 비교해서, 제 5세대 단일용기 제품으로 self-priming 접착 시스템인 One Step의 임상적 효용성을 평가하고자 하였다.

현재 상아질 결합의 주된 연구대상으로 받아들여지고 있는 혼성층의 상아질 결합에서의 역할에 대해서는 아직도 논란의 여지가 많다. 혼성층의 형성이 결합력 증가에 기여한다는 주장<sup>[2,17]</sup>이 있는데 반해, 혼성층의 후경과 결합력과는 관련이 없으며<sup>[13,30,32-35]</sup>, 산부식후 노출된 교원질층을 제거해도 결합력에는 아무런 영향이 없었다는 연구 결과도 있었다<sup>[15,20,36]</sup>. 그러나, 이러한 교원질층 본래 형태의 유지와 습윤한 상태는 레진이 그 하방의 부분 탈회된 상아질로 침투해 상아질과 상호 작용하는데 매우 중요한 역할을 한다고 여겨진다<sup>[37]</sup>. Gwinnett 등은 혼성층의 결합강도에의 양적 기여도에 관한 연구에서, 결합강도의 2/3은 불규칙한 상아질면과 상아질-접착제간의 화학적, 물리학적 상호작용에 의한 것이며, 나머지 1/3만이 상아질내로의 레진 침투에 의한 것이라고 주장했으며, 레진 침투에 의한 결합력의 반은 resin tag, 나머지 반은 관간상아질에서 형성된 혼성층에 의해 얻어진다고 하였다<sup>[18]</sup>. Ferrari는 resin tag와 adhesive lateral branch가 결합강도의 일정 부분에 양적으로 기여한다고 하였다<sup>[38]</sup>. 상아질 표면 부근에서는 혼성층이, 깊은 부위에서는 resin tag가 주로 결합강도에 기여한다고 생각되고 있다<sup>[19]</sup>. 그러나 Nakabayashi는 resin tag의 길이보다는 레진이 상

아세관에 긴밀히 접착되어 밀폐하는 능력이 더욱 중요하며, 상아세관의 1~2μm 정도의 탈회 깊이로도 충분한 결합력을 얻을 수 있다고 하였고<sup>[39]</sup>. Burrow, Van Meer beek 등은 resin tag가 전체 결합력에 기여하는 바는 미미하다고 하였다<sup>[40,41]</sup>. 깊이가 깊지 않더라도 레진이 균일하게 침투한 혼성층에서 높은 결합강도를 보이며, 레진이 침투한 깊이, 즉 체적보다는 접착 표면의 넓이, 즉 균일한 침투와 완전한 중합이 더욱 중요시되고 있다<sup>[19,36,40,42]</sup>. Pioch 등은 산부식 시간이 증가할수록 혼성층의 후경도 증가하지만 결합강도는 오히려 감소하였다는 실험 결과를 발표하였고, 이는 상아질이 과다하게 산부식되어 교원질층이 변성되고 상아질 접착제가 산부식된 부위까지 균일하게 도달하지 못하므로 혼성층의 질적 상태가 저하된 때문이라고 하였다<sup>[43]</sup>. Van Meer beek 등도 이러한 산부식 깊이와 레진 침투 깊이의 위치적 차이가 존재함을 지적하였다<sup>[41]</sup>. Sano 등은 현미경으로 관찰 가능한 간극의 형성 없이도 혼성층내의 nanometer-sized space에서 누출이 존재함을 silver nitrate infiltration으로 확인하고, 이를 nanoleakage라 하였는데<sup>[44]</sup>, 이것은 상아질 접착제가 탈회된 상아질에 침투해 산부식으로 제거된 무기물들의 자리를 완전히 채우지 못하고 다공성 상태를 초래하기 때문에 발생하는 것으로 알려져 있으며, 간극이 존재하지 않더라도 혼성층 내에 이러한 결함이 있을 수 있음을 보여주는 좋은 예이다. 일부에서는 혼성층의 역할이 결합력 증가와만 관계된 것이 아니라, 상아질과 레진 사이에서 완충 역할을 함으로써 중합 수축으로 인한 응력을 보상하고 레진의 유지에 기여한다는 주장도 제기되었다<sup>[15,45]</sup>. 본 연구에서는 혼성층의 후경과 결합강도 사이에 일정한 관계가 없는 것으로 나타났다. 혼성층의 후경은 산부식에 의한 상아질의 탈회 깊이와 레진의 침투 능력, 상아질의 투과성에 좌우된다고 볼 때<sup>[33,36]</sup>, 이번 연구에 사용한 AB2와 OS은 모두 동일하게 32% 인산으로 산부식하였으므로 상아질의 탈회 깊이에 관한 한 동일한 조건이라고 인정할 수 있다. 결과적으로 AB2의 혼성층 후경이 OS보다 약간 더 큰 값을 보이는 경향이 있었던 것은, primer와 접착 레진이 단일 용기로 합쳐진 OS이 AB2의 primer에 비해 높은 점도를 가지기 때문인 것으로 추정된다. 점도가 높을수록 상아질로의 침투 능력은 떨어지리라 예상할 수 있다. 산부식후 상아질 표면의 습윤, 건조 여부가 혼성층의 후경에 통계학적으로 유의한 영향을 미치지 않았으나, 상아질-레진 계면의 형태에 있어서는 뚜렷한 차이점이 관찰되었다. 재료에 관계없이 습윤접착을 시행한 경우에는 혼성층으로의 균일한 접착제 침투와, 혼성층을 사이에 두고 상아질-레진간의 긴밀한 접착을 관찰할 수 있었다. 그러나, 산부식후 상아질 표면을 건조시킨 경우, 혼성층 상방과 수복레진 사이에도 다양한 정도의 간극이 존재하거나 매우 불규칙하고 부분적으로 파괴된 양상을 보여 혼성층내의 접착제 침투가 균일하지 못하고, 혼성층 상방과 기저부에만 선의 형태로 뚜렷한 형광 색

소의 침투가 관찰될 뿐, 중간부위는 흐릿한 양상을 보이기도 하였다. 상아질 접착시 탈회된 상아질을 견조시키면 hybridoid region이라는 이러한 양상의 층이 형성됨이 이미 SEM, TEM을 이용한 여러 형태학적 연구를 통해 밝혀진 바 있다<sup>11,12,19,37,42,45)</sup>. 산부식된 상아질 표면이 견조되면 노출된 교원질 층이 수축, 붕괴되어 레진 단량체에 대한 투과성이 감소하므로 표면과 상아세관의 측방 분지를 통해서 기저부에만 접착레진이 침투되고 중간부위는 침투가 제한되어 이와 같은 층이 형성된다고 알려져 있다. 이러한 계면 형태의 차이로 보아 결합강도 역시 차이가 있을 것으로 예상되었고, 실제로 습윤 접착을 시행한 군이 재료에 관계없이 통계학적으로 유의하게 높은 전단결합강도값을 보였다. 그러나, 전단결합강도값의 변이가 매우 심하여 표준 편차가 큰 편이었다. 그 원인으로는 상아질 구조 자체의 불규칙성과 접착 방법상의 문제점을 생각해볼 수 있다. 동일한 군내에서도 resin tag의 길이나 직경, 밀도 등에 많은 차이가 있고, adhesive lateral branch가 전혀 관찰되지 않는 표본부터 매우 높은 밀도로 관찰되는 표본까지 다양하였다. 이는 접착 방법이나 재료에 관계없이 치아 자체의 변수에 의해 나타난 결과였다<sup>28,42,46,47)</sup>. 또한 습윤 접착법 자체가 표준화되지 않았다는 점을 생각해볼 수 있다. 즉, 가장 적절한 상아질 접착을 얻기 위한 상아질 표면의 수분 정도에 대해서 제조자들이 명확한 지침을 제공하고 있지 못하다. 대개의 경우 술자의 주관적인 판단에 의존하게 되며, 같은 술자에서도 시술시마다 달라질 가능성이 높다<sup>8,23,26)</sup>. 이번 연구에서는 과량의 수분만 wet tissue로 제거하고 균일하게 습윤한 표면을 눈으로 확인하였는데, 모든 표본에서 동일한 상태를 얻었다고 확신할 수는 없었다. 와동에서는 line angle에, 금속 고리 부착시에는 경계 부위와 가운데 부분에 수분이 모이는 경향이 있었고, priming 전 약간만 시간이 경과해도 부분적으로 견조되어 균일한 표면을 얻기가 어려웠다. 이번 연구에서 얻은 전단결합강도값은 지금까지의 여러 실험 결과들에 비교해 볼 때 다소 낮은 편이었으나, 결합계면의 면적, 치아의 상태, 보존 기간, 방법, 시편 제작 방법, 표본제작 후 측정시까지의 시간이나 보관 조건 등이 각 실험마다 다르므로 단순 비교는 바람직하지 않다<sup>47,48)</sup>. 이번 연구에서는 직경이 5mm인 원형의 결합계면에 대한 결합강도를 측정하였으나, 단면적이 작을수록 결합강도는 높아지는 것으로 알려져 있다. 단면적이 작을수록 응력 분포가 균일해지므로 다른 변수들의 영향이 배제되고 순수한 결합강도의 영향만을 측정할 수 있기 때문이다. 실제로 microtensile bond test에서의 결합강도값이 통상적인 방법으로 측정한 값보다 높은 것으로 여러 연구에서 밝혀진 바 있다<sup>47,49)</sup>. 이러한 방법의 또 다른 장점은 같은 표본으로 결합강도 측정과 혼미경 표본 제작을 동시에 할 수 있고, 한 표본에서도 여러 부위의 결합강도를 측정할 수 있다는 점이다. 이로써 계면 형태나 혼성층 후경과 결합강도의 직접적인 연관성을

밝히는데 유리할 것으로 사료된다.

이번 연구의 결과 단일용기 제품인 OS의 결합강도가 AB2에 필적하게 나타나, 시술의 간편함과 시간의 단축 등의 장점들과 함께 임상적 효용성도 있을 것으로 예상되었다. 그러나, OS은 산부식 및 접착레진 도포의 두 단계를 거치므로 진정한 의미의 단일용기 제품이라고 하기는 어렵고, 단일용기 제품이 오히려 더 기술 의존적이라는 주장도 있어<sup>27)</sup>, 상아질 표면의 수분의 영향에 대한 민감도가 적고 덜 기술 의존적이며 적용이 간편한 상아질 접착제의 개발이 요구된다고 하겠다.

이번 연구에 이용된 CLSM은 SEM, TEM과 함께 상아질 접착을 형태학적으로 연구하는데 매우 유용한 방법으로, 80년대 말부터 Watson과 Boyde 등에 의해 치의학 분야에 새로이 도입되었다<sup>52)</sup>. CLSM은 SEM이나 TEM의 표본제작과정에서 요구되는 탈수, 건조, 부식 등으로 인한 변형의 위험성이 적고 비교적 표본제작과정이 간단하며, 접착제의 각 성분의 분포를 형광 염료로 염색하여 따로 관찰할 수 있어 색 대조가 뛰어나다는 장점이 있다<sup>43,50,51)</sup>. 또한, 표면하 100μm까지도 관찰 가능하므로 표본 제작시 발생하는 표면 결함을 배제할 수 있고, 표면하의 각 절편을 3차원적으로 재구성할 수 있는 장점도 있다. 이번 연구에서는 AB2의 primer와 접착레진에 각기 다른 형광색소를 혼합하여 그 분포를 따로 관찰할 수 있었는데, primer는 상아세관의 판간 상아질에, 접착레진은 상아세관 가운데 부위에 주로 분포하였고 상아세관으로 침투한 깊이에는 유의한 차이가 없었으며, 혼성층 내에서는 별다른 차이 없이 모두 균일하게 분포함을 알 수 있었다. CLSM으로 상아질 결합 계면을 관찰시 혼성층의 후경이나 계면의 형태에 있어서 SEM, TEM으로 관찰한 결과와 유의한 차이가 없었다는 연구 결과도 있어, 앞으로 CLSM은 상아질 결합의 연구 방법으로써 중요한 위치를 차지할 수 있을 것으로 사료된다.

## V. 결 론

발거된 사람의 상, 하악 대구치의 협, 설면에 와동 형성 및 산부식 후 견조, 또는 습윤한 상아질에 아세톤을 용매로 사용하는 2가지 종류의 상아질 접착제(All Bond 2, One Step)를 적용하고 복합레진으로 수복, 광조사하였다. 이 때 primer 그리고/또는 접착레진에 형광염료(sodium fluorescein, rhodamine B)를 혼합하여 사용하였다. 치아 장축과 평행하게 절단하여 표본을 제작한 후 공초접레이저주사현미경 (Con-focal Laser Scanning Microscope, CLSM)으로 상아질과 상아질 접착제간의 결합계면의 형태를 관찰하고 혼성층의 후경을 측정, 비교하였다. 또한, 각 상아질 접착제를 각각의 방법에 따라 적용한 군의 전단결합강도를 측정하여 결합계면의 형태와의 관계를 비교한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 혼성층의 후경은 AW가 평균  $2.59\mu\text{m}$ 로써 가장 두꺼웠고 AD, OW, OD의 순으로 각각 2.37, 2.28,  $1.92\mu\text{m}$ 의 값을 보였으나 OD와 AW, OD와 AD 사이에만 통계적으로 유의한 차이를 보였고( $p<0.05$ ), 나머지 군들간에는 통계적으로 유의한 차이가 없었다.
2. 습윤접착을 시행한 군에서는 상아질과 레진 계면이 긴밀한 접착을 이루었으나 나머지 군에서는 간극이 존재하거나 불규칙한 계면이 관찰되었다.
3. Resin tag의 길이와 밀도는 각 군간에 유의한 차이 없이 동일한 군에서도 다양하였고, adhesive lateral branch 형성도 다수 관찰되었다.
4. AB2와 OS간에는 전단결합강도의 유의한 차이가 없었으나( $p>0.05$ ), 재료에 관계없이 습윤접착을 시행한 군이 그렇지 않은 군에 비해 유의성있게 높은 전단결합강도를 보였다( $p<0.05$ ).
5. 혼성층의 후경과 전단결합강도 사이에는 일관적인 연관성을 찾을 수 없었다.

### 참 고 문 헌

1. Bertolotti RL. Total etch-The rational dentin bonding protocol. *J Esthet Dent* 1991; 3:1-6.
2. Gwinnett AJ, Kanca J. Micromorphology of the bonded dentin interface and its relationship to bond strength. *Am J Dent* 1992;5:73-77.
3. Kanca J. One Step bond strength to enamel and dentin. *Am J Dent* 1997;9:5-8.
4. Swift EJ, Perdigao J, and Heymann HO. Bonding to enamel and dentin: A brief history and state of the art. 1995. *Quintessence Int* 1995;26:95-110.
5. Kanca J. Resin bonding to wet substrate I. Bonding to dentin. *Quintessence Int*. 1992;23:39-41.
6. Kanca J. Resin bonding to wet substrate. II. Bonding to enamel. *Quintessence Int*. 1992;23:625-627.
7. Vargas MA. Microleakage of resin compo-sites with wet versus dry bonding. *Am J Dent* 1994;7:187-189.
8. Kanca J. Wet bonding: Effect of drying time and distance. *Am J Dent* 1996;9:273-276.
9. Gwinnett AJ. Moist vs. dry dentin: Its effect on shear bond strength. *Am J Dent* 1992;5:127-129.
10. Kanca J. Effect of resin primer solvents and surface wetness on resin composite bond strength to dentin. *Am J Dent* 1992;5:213-215.
11. Tay FR, Gwinnett AJ, and Wei SHY. Ultrastructure of the resin-dentin inter-diffusion zone following reversible and irreversible rewetting. *Am J Dent* 1997;10:77-82.
12. Perdigao J, Swift EJ, Cloe BC. Effects of etchants, surface moisture, and resin composite on dentin bond strength. *Am J Dent* 1993;6:61-64.
13. Finger WJ, Fritz U. Laboratory evaluation of one-component enamel/dentin bonding agents. *Am J Dent* 1996; 9:206-210.
14. Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Carvalho RM, Russel CM. Bond strength versus dentin structure : A modelling approach. *Archs Oral Biol* 1995;40(12):1109-1118.
15. Uno S, Finger WJ. Function of the hybrid zone as a stress-absorbing layer in resin-dentin bonding. *Quintessence Int* 1995;26:733-738.
16. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrate. *Biomed Mater Res* 1982;17:229-242.
17. Nakabayashi N, Nakamura M, Yasuda N. Hybrid layer as dentin-bonding mechanism. *J Esthet Dent* 1991;3:133-138.
18. Gwinnett AJ. Quantitative contribution of resin infiltration/hybridization to dentin bonding. *Am J Dent* 1993;6:7-9.
19. Pashley DH, and Carvalho RM.. Dentin permeability and dentin adhesion. *J Dent*. 1997; 25:355-372.
20. Gwinnett AJ. Dentin bond strength after air-drying and rewetting. *Am J Dent* 1994;7:144-148.
21. Finger WJ, and Uno S. Bond strength of Gluma CPS using the moist dentin bonding technique. *Am J Dent* 1996;9:27-30.
22. Jacobsen T, Soderholm KJ. Some effects of water on dentin bonding. *Dent Mater* 1995;11:132-136.
23. Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SHY. The overwet phenomenon : An optical, micro-morphological study of surface moisture in the acid-conditioned, resin-dentin interface.. *Am J Dent* 1996;9:43-48.
24. Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SHY. Micro-morphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free, acetone-based, single bottle primer/adhesives. *Dent Mater* 1996;12:236-244.
25. Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, Duke ES, Eick JD, and Robinson SJ. A TEM study of two water-based adhesive systems bonded to dry and wet dentin. *J Dent Res* 1998;77(1):50-59.
26. De Goes MF, Ferrari GC, Garcia-Godoy F. Resin bond strength with different methods to remove excess water from the dentin. *Am J Dent* 1997;10:298-301.
27. Ferrari M, Goracci G, and Garcia-Godoy F. Bonding mechanism of three "one-bottle" systems to conditioned and unconditioned enamel and dentin. *Am J Dent* 1997;10:224-230.
28. Al-Salehi SK., Burke FJT. Methods used on dentin bonding tests: An analysis of 50 investigations on bond strength. *Quintessence Int* 1997;28:717-723.
29. Van Meerbeek B, Mohrbacher H, Celis JP, Roos JR. Chemical characterization of the resin-dentin interface by Micro-Raman Spectroscopy. *J Dent Res* 1993;72(10):1423-1428.
30. Prati C, Chersoni S, Mongiorgi R, and Pashley DH. Resin-infiltrated dentin layer formation of new bonding systems. *Oper Dent* 1998;23(4):185-194.
31. Swift EJ, Bayne SC. Shear bond strength of a new one-bottle dentin adhesives. *Am J Dent* 1997;10(4):184-188.
32. Gwinnett AJ, Tay FR, Pang KM, Wei SHY. Quantitative contribution of the collagen network in dentin hybridization. *Am J Dent* 1996;9:140-144.
33. Finger WJ, Inoue M, and Asmussen E. Effects of wettability of adhesive resins on bonding to dentin. *Am J Dent* 1994;7:35-38.
34. Yoshiyama M, Sano H, Ebisu S, Tagami J. Regional strength of bonding agents to cervical sclerotic root dentin. *J Dent Res* 1996;75(6):1404-1413.
35. Nakabayashi N, and Saimi Y. Bonding to intact dentin. *J Dent Res* 1996;75(9):1706-1715.
36. Gwinnett AJ. Altered tissue contribution to interfacial bond strength with acid conditioned dentin. *Am J Dent* 1994;7:243-246.
37. Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SHY. Relation between water content in acetone/alcohol-based primer and interfacial ultra structure. *J Dent* 1998;26:147-156.

38. Ferrari M, Davidson CD. In vivo resin dentin interdiffusion and tag formation with lateral branches of two adhesive systems. *J Prosthet Dent* 1996;76:250-253.
39. Titley K, Chernecky R, Chan A, Smith D. The composition and ultrastructure of resin tags in etched dentin. *Am J Dent* 1995;8:224-230.
40. Burrow MF, Takakura H, Nakajima M. The influence of age and depth of dentin on bonding. *Dent Mater* 1994; 10:241-246.
41. Van Meerbeek B, Inokoshi S, Braem M, Lambrechts P., Vanherle G. Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J Dent Res* 1992;71:1530-1540.
42. Tay FR, Gwinnett AJ. Resin permeation into acid-conditioned, moist, and dry dentin : A paradigm using water-free adhesive primers. *J Dent Res* 1996;75(4):1034-1044.
43. Pioch T, Stotz S, Buff E, Duschner H, Staehle HJ. Influence of different etching times on hybrid layer formation and tensile bond strength. *Am J Dent* 1998;11: 202-206.
44. Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Herner JA, and Matthews WG, Pashley DH. Nano-leakage : Leakage within the hybrid layer. *Oper Dent* 1995;20:18-25.
45. Van Meerbeek B, Dhem A, Goret-Nicaise M, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Comparative SEM and TEM examination of the ultrastructure of the resin-dentin inter- diffusion zone. *J Dent Res* 1993;72(2):495-501.
46. Rueggenberg FA. Substrate for adhesion testing to tooth structure-Review of the literature. *Dent Mater* 1991;7:2-10.
47. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B. Adhesion testing of dentin bonding agents : A review. *Dent Mater* 1995; 11:117-125.
48. Fortin D, Swift EJ, Denehy GE, Reinhardt JW. Bond strength and microleakage of current dentin adhesives. *Dent Mater* 1994;10:253-258.
49. Sano H, Shono T, Sonoda H. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength-Evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 1994;10:236-240.
50. Schupbach P, Krejci I, and Lutz F. Dentin bonding : Effect of tubule orientation on hybrid layer formation. *Eur J Oral Sci* 1997;105:344-352.
51. Pioch T, Stotz S, Staehle HJ, Duschner H.. Application of confocal laser scanning microscopy to dental bonding. *Adv Dent Res* 1997;11(4):453-461.
52. Watson TF. Applications of confocal scan-ning optical microscopy to dentistry. *British Dent J* 1991;9:287-291.
53. Eick JD, Gwinnett AJ, Pashley DH, and Robinson SJ. Current concepts on adhesion to dentin. *Crit Rev Oral Biol Med* 1997;8(3):306-335.

## 사진부도 설명

CLSM morphology of Resin-Dentin interface of each experimental group ( $630 \times 2$  magnification). "C" and "D" in all of the figures denote composite resin and dentin, respectively.

Fig. 1A. Fluorescent image of group 1(AB2 by wet bonding). The primer, mixed with sodium fluorescein, has infiltrated to the demineralized intertubular dentin and dentinal tubules, lateral branches.

Fig. 1B. Fluorescent image of group 1. The bonding resin, mixed with rhodamine B has infiltrated to the dentin, forming hybrid layer and resin tags(RT).

Fig. 1C. Transmitted image of group 1, showing hybrid layer, dentinal tubules, lateral branches and intimate contact of resin-dentin.

Fig. 1D. Overlay image of 1A, 1B, 1C. Well-defined hybrid layer(HL) and resin tags are visible.

Fig. 2A. Fluorescent(fluorescein) image of group 2(AB2 by dry bonding). Irregular resin-dentin interface and gap formation can be observed.

Fig. 2B. Fluorescent(rhodamine) image of group 2. Poorly infiltrated, hybridoid layer is visible.

Fig. 2C. Transmitted image of group 2.

Fig. 2D. Overlay image of 2A, 2B, 2C.

Fig. 3A. Fluorescent image of group 3(OS by wet bonding). The bonding resin, mixed with rhodamine B has infiltrated to the dentin, forming well-defined hybrid layer and intimate resin-dentin contact.

Fig. 3B. Transmitted image of group 3.

Fig. 3C. Overlay image of 3A, 3B, showing well-defined hybrid layer(HL).

Fig. 4A. Fluorescent image of group 4(OS by dry bonding). Poorly infiltrated hybridoid layer and gap formation can be observed. But intratubular resin infiltration has not been compromised.

Fig. 4B. Transmitted image of group 4.

Fig. 4C. Overlay image of 4A, 4B, showing hybridoid layer(H').

Fig. 5. Fluorescent image of resin-dentin interface of OS, showing numerous adhesive lateral branches(S).

사진부도 ①

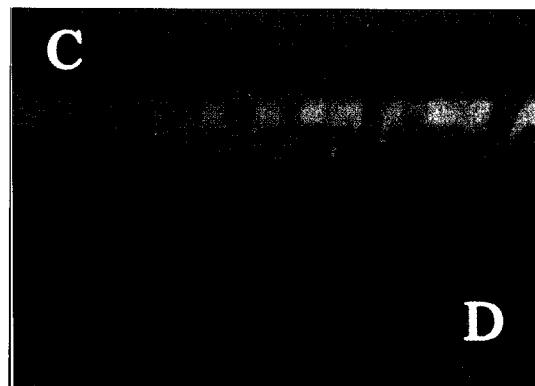


Fig. 1A

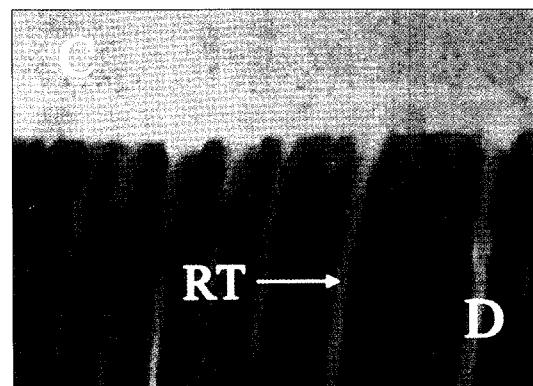


Fig. 1B



Fig. 1C

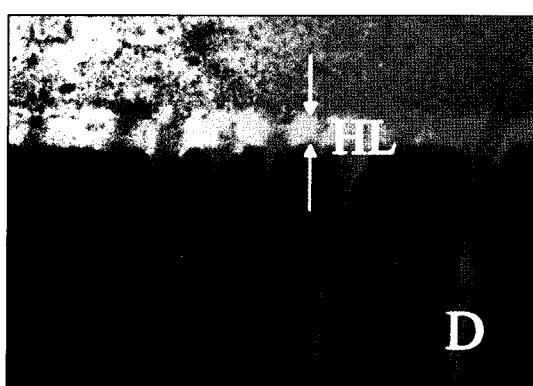


Fig. 1D

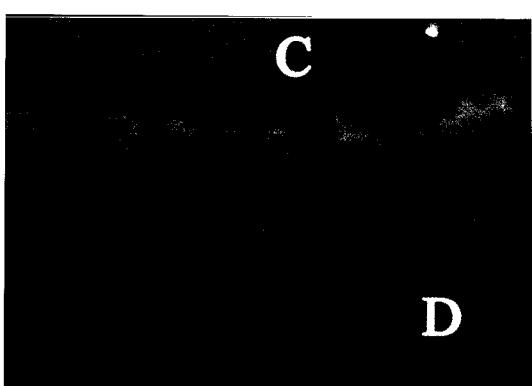


Fig. 2A



Fig. 2B



Fig. 2C



Fig. 2D

사진부도 ②

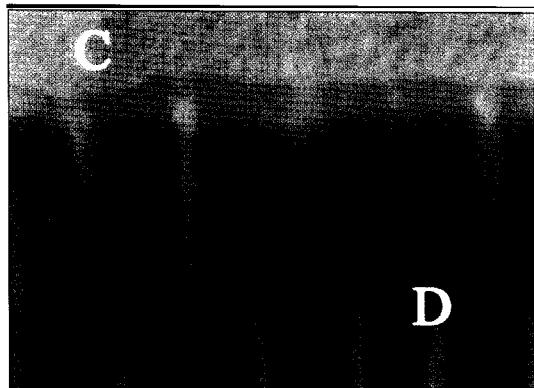


Fig. 3A

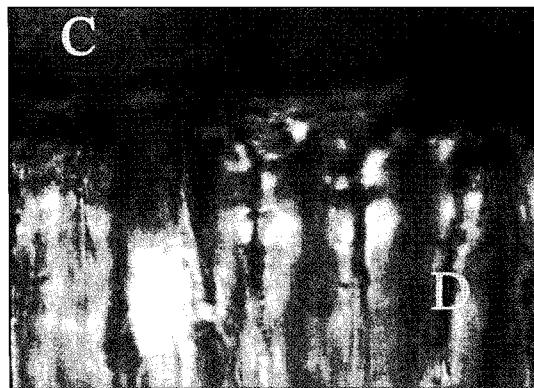


Fig. 3B

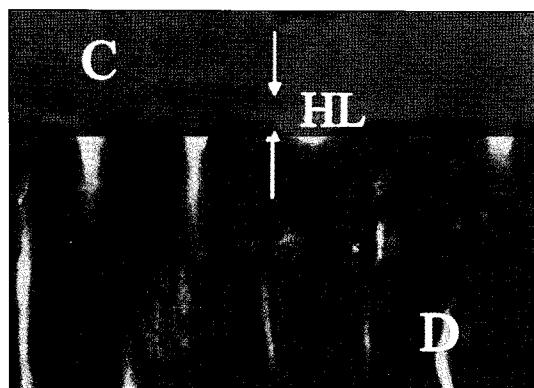


Fig. 3C

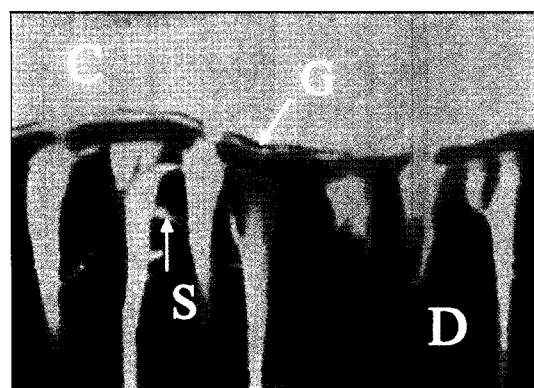


Fig. 4A



Fig. 4B

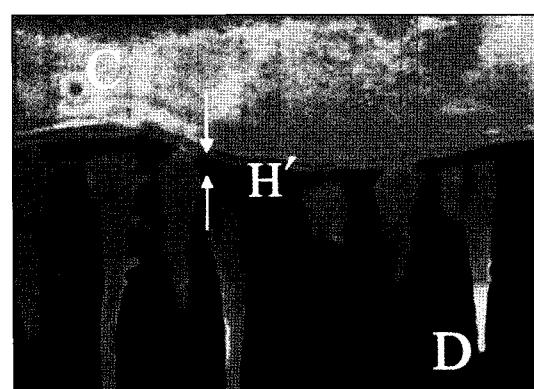


Fig. 4C

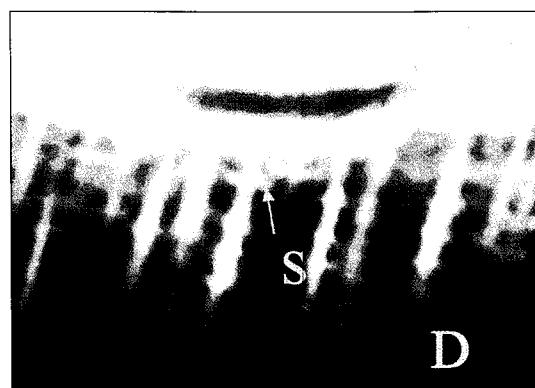


Fig. 5