

## 상아질에 적용된 재 습윤제가 미세인장 결합강도에 미치는 영향

강희영 · 조영곤\* · 김종욱 · 박병철 · 유상훈 · 진철희 · 최희영 · 기영재

조선대학교 치과대학 보존학교실

### ABSTRACT

#### EFFECT OF REWETTING AGENT ON DENTINAL MICROTENSILE BOND STRENGTH

Hee-Young Kang, Young-Gon Cho\*, Jong-Uk Kim, Byung-Cheul Park,  
Sang-Hoon Yoo, Cheul-Hee Jin, Hee-Young Choi, Young-Jae Ki  
*Department of Conservative Dentistry, College of Dentistry, Chosun University*

This study investigated that the effect of rewetting agent on dentinal microtensile bond strength ( $\mu$ TBS). Human molars were sectioned to expose the superficial dentin surfaces.

Samples were divided into two groups according to type of adhesives- Single Bond (S) and One-Step (O)], and again subdivided into five groups by different dentin surface treatment- dry for 15s (D), blot dry (BD) or dry for 15s, and rewet with different rewetting agents(distilled water (DW), Gluma Desensitizer (GD) and Aqua-Prep (AP))for 30s. After application of adhesive, composite resin was built up on the bonding surface. Each tooth was sectioned to obtain stick with 1 mm<sup>2</sup> cross sectional area and the  $\mu$ TBS was determined by EZ test.

In the S group, the mean  $\mu$ TBS of GD, AP and BD group was significantly higher than that of DW and D group ( $p < 0.05$ ). In the O group, the mean  $\mu$ TBS of AP, GD, BD and DW group was significantly higher than that of D group ( $p < 0.05$ ).

The data suggested that Gluma Desensitizer and Aqua-Prep could be successfully used as rewetting agents, and Distilled water could be acceptable in acetone based adhesive system only. [J Kor Acad Cons Dent 29(2):153-161, 2004]

**Key words** : Microtensile bond strength, One-bottle adhesive, Rewetting agent, Distilled water, Gluma Desensitizer, Aqua-Prep

### I. 서 론

1970년대 광중합형 복합레진이 치과 영역에 도입된 이후 심미성, 치질과의 접착성 및 물성의 개선으로 인하여 기존의 수복재들을 대체하면서 임상적으로 광범위하게 사용되고 있다.

최근 임상에서 널리 사용되고 있는 단일병 접착 시스템(one bottle adhesive system)은 법랑질과 상아질을 동시에 산부식 처리한 후 프라이머와 접착제를 동시에 적용하는 접착 시스템으로서 치질에 대한 우수한 접착력을 제공하고 있다<sup>1,2)</sup>. 그러나 이 시스템은 산부식 후 세척과 건조 과정에서 술자에 의해 접착 결과가 달라질 수 있으며, 특히 상아질을 건조하는 과정에서 과도한 건조나 과도한 습윤에 의해 접착능이 저하된다<sup>3)</sup>. 따라서 현재 사용되고 있는 친수성 접착 시스템은 산부식 후 상아질이 습윤 상태일 때 접착력이 향상된다는 사실은 이미 여러 연구에서 보고되고 있다. 이와 같은 습윤 접착술을 시행할 경우 수분은 산부식된 상아질 내에서 탈회된 콜라겐 섬유를 기계적으로 지지하게 된

Corresponding author: Young-Gon Cho

Department of Conservative Dentistry,  
College of Dentistry, Chosun University  
375 Susuk-dong, Dong-gu, Gwangju 501-759, Korea  
Tel : 82-62-220-3840 Fax : 82-62-232-9064  
E-mail : ygcho@mail.chosun.ac.kr

다<sup>2,4)</sup>. 또한 접착 시스템에 포함된 휘발성이 높은 용매 (아세톤, 에탄올)가 물을 대체하면서 산부식에 의해 노출된 콜라겐 섬유와 레진 단량체 간에 긴밀한 접착을 이루게 한다<sup>4,5)</sup>.

보통 복합레진을 수복할 때 직면하는 문제점은 상아질을 건조시키지 않으면서 법랑질을 건조시켜야 한다는 것이다. 흔히 법랑질에 대한 적절한 부식 상태의 평가는 법랑질을 건조하여 법랑질에 성애가 낀 모습 (frosted appearance)을 관찰함으로써 알게 된다<sup>6)</sup>. 이렇듯 산부식된 법랑질을 압축공기로 건조할 때 상아질은 과도하게 건조되며, 이로 인해 산부식에 의해 노출된 상아질의 콜라겐 망상구조는 쉽게 붕괴되고 프라이머와 접착제의 침투를 방해한다<sup>3,7,8)</sup>. 그러므로 친수성의 프라이머를 포함하는 아세톤 또는 에탄올 베이스의 접착제에서는 건조 후 접착제를 적용하기 전에 산부식된 상아질 표면을 재 습윤시켜 주는 것이 중요하다<sup>5,6)</sup>.

붕괴된 콜라겐을 재 팽창시킬 수 있는 재 습윤제로 여러 가지가 사용되고 있다. Gwinnett<sup>9)</sup>, Marshall 등<sup>10)</sup>, Tay 등<sup>11)</sup>은 물을 이용한 건조된 상아질의 재 습윤 효과를 결합강도, TEM (Transmission Electron Microscopy) 및 AFM (Anatomic Force Microscopy)를 이용하여 입증하였다. 또한 상아질 지각과민 처치제로 사용되는 Gluma Desensitizer나 Aqua-Prep 같은 재 습윤제가 상아질의 재 습윤을 위해 사용될 수 있다<sup>12,13)</sup>. Gluma Desensitizer는 물과 36.1%의 HEMA (2-hydroxyethyl methacrylate)와 5.1%의 glutaraldehyde를 포함하고, Aqua-Prep은 물과 35% HEMA가 주성분이므로 이들에 포함된 물과 HEMA가 상아질에 대한 레진 단량체의 침투를 촉진시킨다<sup>5,12)</sup>.

Ritter 등<sup>13)</sup>은 건조 상아질, 습윤 상아질 그리고 재 습윤시킨 상아질에 대한 복합레진의 전단 결합강도를 비교한 결과 Gluma Desensitizer로 재 습윤한 상아질은 습윤 상아질과 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았다고 하였으며, Perdigao 등<sup>12)</sup>은 건조 상아질과 습윤 상아질, 건조 후 Aqua-Prep으로 재습윤 처리한 상아질을 주사전자 현미경으로 관찰한 결과 Aqua-Prep으로 처리한 상아질에서 보다

치밀하고 두꺼운 혼성층이 형성되었다고 보고하였다.

기존의 방법을 이용한, 상아질에 대한 복합레진의 전단 결합강도는 시편의 직경이 3-4 mm와 같이 큰 경우에 비교적 낮게 나타났다<sup>14)</sup>. 그러나 최근에 개발된 접착 시스템은 상아질 내에서 응집성 파절 (cohesive failure)을 일으킬 정도로 높은 결합강도를 가지고 있다<sup>15)</sup>. 따라서 기존의 방법을 이용한 결합강도의 측정은 응집성 파절이 미리 발생되어 정확한 강도치를 얻을 수 없기 때문에 이를 해결하기 위해 미세인장 결합강도를 측정하는 방법이 개발되었다<sup>15-18)</sup>. Sano 등<sup>19)</sup>에 의해 개발된 이 방법은 기존의 방법에 비해 시편의 접착 단면적을 0.5-1.5 mm<sup>2</sup>으로 제작하여 복합레진과 치면에 응력을 일정하게 분산시키도록 고안되었다. 그러므로 이 측정 방법은 높은 강도치에 도달된 후, 응집성 파절을 일으키게 되므로 보다 정확한 결합강도의 측정이 가능하다<sup>20)</sup>.

본 연구는 상아질의 수분 상태에 민감한 단일병 접착제인 에탄올/물 베이스의 Single Bond와 아세톤 베이스의 One-Step을 사용할 경우 상아질의 표면 상태 (건조 및 습윤 상태)와 여러 가지 재 습윤제 (증류수, Gluma Desensitizer 및 Aqua-Prep)의 적용에 따른 상아질에 대한 복합레진의 미세인장 결합강도를 비교 평가한 결과 다소의 지견을 얻었기에 보고하는 바이다.

## II. 연구재료 및 방법

### 1. 연구재료

우식병소, 수복물 및 미세균열이 없는 최근에 발거된 상·하악 대구치를 실험 치아로 사용하였다. 본 실험에서 사용된 단일병 접착제와 복합레진은 에탄올/물 베이스 접착제인 Single Bond와 Z 250 (3M Dental Product, St. Paul, MN, USA)과 아세톤 베이스 접착제인 One-Step과 Aelitefil™ (Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA)을 사용하였다 (Table 1). 복합레진의 색조는 모두 A3를 사용하였

**Table 1.** Chemical formulations of the adhesive systems used

Adhesive System	Solvent	Chemical Composition	Composite resin	Manufacturer
Single Bond	Ethanol, Water	Bis-GMA, HEMA, Dimethacrylates, Polyalkenoic acid copolymer, initiator	Z 250(A3)	3M Dental Product, St. Paul, MN, USA
One-Step	Aceton	BPDM, Bis-GMA, HEMA, initiator	Aelitefil(A3)	Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA

Bis-GMA = bisphenol-glycidyl-methacrylate,

HEMA = 2-hydroxyethyl methacrylate, BPDM = biphenyl dimethacrylate

**Table 2.** Chemical formulations of the rewetting agent used

Re-wetting agent	Chemical composition	Manufacturer
Distilled water	H <sub>2</sub> O	Daihan Industry, An-San City, Korea
Gluma Desensitizer	36.1% HEMA, 5.1% Glutaraldehyde, Water	Heraeus Kulzer, South Bend, Germany
Aqua-Prep	35.0% HEMA, Water	Bisco Inc., Schaumburg, IL, U.S.A.

다. 건조된 상아질 표면의 재 습윤 처리를 위해 증류수, Gluma Desensitizer 및 Aqua-Prep을 사용하였다 (Table 2). 재료의 광중합을 위해 광조사기는 Spectrum™ 800 (Dentsply Caulk, USA)을 사용하였고, 500 mW/cm<sup>2</sup>의 광강도를 이용하였다.

## 2. 연구방법

발거된 상·하악 대구치를 선택하여 치아의 표면에 부착된 연조직과 무기물을 scaler를 이용하여 제거한 후, 실험 직전까지 생리식염수에 보관하였다.

### 1) 시편의 초기 제작

각 치아는 치과용 경석고를 이용하여 혈액 채취용 CBC 병 (Sewon Yanghang, Busan, Korea)에 치관의 백악법랑경계부 까지 노출되도록 매몰하였다. 경석고가 경화된 후, 편평한 상아질 면을 얻기 위해 주수 하에 저속의 Diamond Wheel Saw (Isomet; Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA)를 이용하여 치아 장축에 직각으로 치관의 중앙부를 절단하여 교합면 측 법랑질을 포함한 표층 상아질을 제거하였다. 절단된 시편 중 교합면 소와나 열구의 기저부가 포함되거나 치수각이 노출된 치아는 시편에서 제외하였다. 상아질 표면은 균일한 도말층을 얻기 위해 흐르는 물에서 1,000 grit와 1,200 grit의 silicon carbide paper로 처리하여 실험 전까지 24시간 동안 증류수에 보관하였다.

### 2) 시편의 접착과정

산부식 처리하기 전에 각 치아의 상아질 표면은 air-water 시린지로 깨끗이 세척하고 air 시린지로 건조하였다. 32% 인산 (Unietch, Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA)으로 15초간 산부식 처리하고 10초간 수세하였다. 다음과 같이 Single Bond 적용 군 (S 군)과 One-Step 적용 군 (O 군)으로 대 분류하고, 이를 다시 상아질의 표면 상태 (건조(D 군), 습윤(BD 군))와 재 습윤제의 종류 (증류수(DW 군), Gluma Desensitizer(GD 군), Aqua-Prep (AP 군))에 따라 소 분류하였다.

### (1) S 군: Single Bond 적용 군

#### ① S-D (Single Bond; Dry) 군:

상아질 표면에서 직각으로 2 cm 떨어진 거리에서 air 시린지로 강하게 15초간 건조하였다. Microbrush에 Single Bond를 충분히 적서 상아질 표면에 연속적으로 2회 도포하고 air 시린지로 2-5초간 가볍게 건조한 후, 10초간 광조사 하였다. Z 250 (A3)을 2 mm 두께로 축조하여 40초간 광조사 하였으며, 이 과정을 반복하여 복합레진의 전체 두께가 약 4 mm가 되도록 하였다.

#### ② S-BD (Single Bond; Blot dry) 군:

상아질 표면에 남아있는 과잉의 물을 수분에 적신 면구를 이용하여 흡수하였다. S-D 군에서와 동일한 과정으로 접착제를 도포한 후 Z 250을 축조하였다.

#### ③ S-DW (Single Bond; Distilled water) 군:

상아질 표면에서 직각으로 2 cm 떨어진 거리에서 air 시린지로 강하게 15초간 건조하였다. 증류수로 30초 동안 재 습윤 처리한 후 air 시린지로 과잉의 증류수를 제거하고 S-D 군에서와 동일한 과정으로 접착제를 도포한 후 Z 250을 축조하였다.

#### ④ S-GD (Single Bond; Gluma Desensitizer) 군:

상아질 표면에서 직각으로 2 cm 떨어진 거리에서 air 시린지로 강하게 15초간 건조하였다. Gluma Desensitizer로 30초 동안 재 습윤 처리한 후 air 시린지로 과잉의 재료를 제거하고 S-D 군에서와 동일한 과정으로 접착제를 도포한 후 Z 250을 축조하였다.

#### ⑤ S-AP (Single Bond; Aqua-Prep) 군:

상아질 표면에서 직각으로 2 cm 떨어진 거리에서 air 시린지로 강하게 15초간 건조하였다. Aqua-Prep으로 30초 동안 재 습윤 처리한 후 air 시린지로 과잉의 재료를 제거하고 S-D 군에서와 동일한 과정으로 접착제를 도포한 후 Z 250을 축조하였다.

## (2) O 군: One-Step 적용 군

### ① O-D (One-Step; Dry) 군:

상아질 표면에서 직각으로 2 cm 떨어진 거리에서 air 시린지로 강하게 15초간 건조하였다. Microbrush에 One-Step을 충분히 적셔 상아질 표면에 가볍게 문지르면서 연속적으로 2회 도포하고 air 시린지로 10초간 가볍게 건조한 후, 10초간 광조사하였다. Aelitefil™(A3)을 2 mm 두께로 축조하여 40초간 광조사한 후, 이 과정을 반복하여 복합레진의 전체 두께가 약 4 mm가 되도록 하였다.

### ② O-BD (One-Step; Blot dry) 군:

상아질 표면에 남아있는 과잉의 물을 수분에 적신 면구를 이용하여 흡수하였다. O-D 군에서와 동일한 과정으로 접착제를 도포한 후 Aelitefil™을 축조하였다.

### ③ O-DW (One-Step; Distilled water) 군:

상아질 표면에서 직각으로 2 cm 떨어진 거리에서 air 시린지로 강하게 15초간 건조하였다. 증류수로 30초 동안 재습윤 처리한 후 air 시린지로 과잉의 재료를 제거하고 O-D 군에서와 동일한 과정으로 접착제를 도포한 후 Aelitefil™을 축조하였다.

### ④ O-GD (One-Step; Gluma Desensitizer) 군:

상아질 표면에서 직각으로 2 cm 떨어진 거리에서 air 시린지로 강하게 15초간 건조하였다. Gluma Desensitizer로 30초 동안 재습윤 처리한 후 air 시린지로 과잉의 재료를 제거하고 O-D 군에서와 동일한 과정으로 접착제를 도포한 후 Aelitefil™을 축조하였다.

### ⑤ O-AP (One-Step; Aqua-Prep) 군:

상아질 표면에서 직각으로 2 cm 떨어진 거리에서 air 시

린지로 강하게 15초간 건조하였다. Aqua-Prep으로 30초 동안 재습윤 처리한 후 air 시린지로 과잉의 재료를 제거하고 O-D 군에서와 동일한 과정으로 접착제를 도포한 후 Aelitefil™을 축조하였다.

### 3) 미세인장 결합강도 검사를 위한 시편제작

상아질과 복합레진의 접착 계면에서 치근 측으로 4 mm 하방 부위를 저속의 다이아몬드 wheel로 절단하여 복합레진의 두께와 동일한 치질의 두께가 되도록 하였다. 레진 블록에 순간 접착제 Loctite 401 (Loctite Ireland Co. Inc., Ireland)을 사용하여 레진블록과 치아 시편을 접착하였다. 주수하에 저속의 Diamond Wheel Saw (Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA)를 이용하여 치아 외면의 법랑질과 백악질을 제거하고, digital caliper (Mitutoyo Corp., Japan)를 이용하여 1 mm 간격으로 조정하고 결합 계면에 직각이 되도록 (X축) 절단하였다. 각 시편을 홈이 깊게 파진 레진 블록에 순간 접착제를 사용하여 접착하였다. 레진 블록을 Diamond Wheel Saw에 장착하고 Digital caliper (Mitutoyo Corp., Japan)를 이용하여 다시 1 mm 간격으로 접착 계면에 직각이 되도록 (Y축) 절단하여, 상아질과 복합레진 계면의 단면적이 1 mm<sup>2</sup>의 막대 모양 (stick)이 되도록 제작하였다. 제작된 시편은 실험 전까지 24시간 동안 증류수에 보관되었다.

미세인장 결합강도를 측정하기 위하여 각 시편을 testing apparatus에 위치시키고 시편의 양쪽 끝을 cyanoacrylate adhesive (ALTECO Korea Inc., Pyungtaek-City, Korea)로 접착하였다 (Figure 1). Universal testing machine (EZ test, Shimadzu Co., Kyoto, Japan)을 이용하여 상아질과 복합레진의 접착 계면이 파절될 때까지 분당 1.0 mm crosshead speed로 인장 하중을 가하였으며 (Figure 2), 파절 시의 하중 Newton은 MPa로 환산하였다.

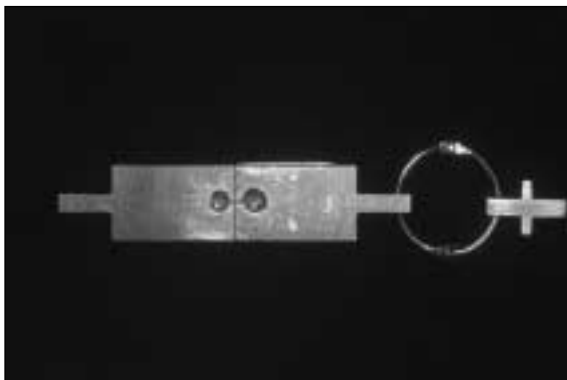


Figure 1. Specimen adhered to the testing apparatus



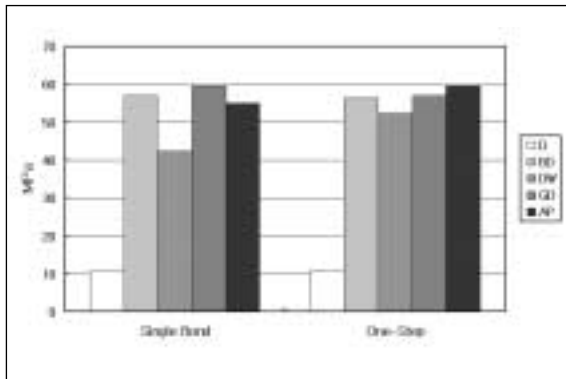
Figure 2. EZ test for microtensile bond strength test

### (3) 통계 분석

각 군의 평균값과 표준편차를 환산한 뒤 각 접착제 군에서 상아질의 표면 상태와 재 습윤제의 적용 (D, BD, DW, GD, AP)에 따른 미세인장 결합강도의 비교, 상아질을 동일하게 처리한 군 내에서 접착제 간의 비교, 그리고 두 접착제 내에서 상아질의 표면 상태와 재 습윤제 적용에 따른 결합강도에 대한 유의성 검증은 통계분석 프로그램인 SPSS (ver. 10.1, Chicago, I.L., USA)에서 one-way ANOVA를 이용하여 비교 분석하였으며, 사후검정은 Tukey HSD test를 이용하여  $p = 0.05$  유의수준에서 분석하였다.

## Ⅲ. 연구성적

실험에 사용된 접착제, 상아질 표면 상태 및 재 습윤제의 적용에 따른 미세인장 결합강도의 평균치와 표준편차 및 각 군 간의 유의성 비교는 Table 3, Figure 3 및 Table 4에



**Figure 3.** Microtensile bond strength (MPa) of each group according to adhesives and dentin surface treatment

**Table 4.** The mean microtensile bond strength (MPa) according to different dentin treatment and statistical analysis

Group	Mean $\pm$ S.D.	Number of specimen
D	$10.89 \pm 3.78^a$	40
BD	$56.64 \pm 8.42^b$	40
DW	$47.23 \pm 8.38^c$	40
GD	$58.26 \pm 7.59^b$	40
AP	$57.25 \pm 8.19^b$	40

Superscripts of the same letter indicate values of no statistical significant difference ( $p > 0.05$ ).

나타내었다.

S 군의 미세인장 결합강도는 S-GD 군 > S-BD 군 > S-AP 군 > S-DW 군 > S-D 군 순으로 높게 나타났으며 (Figure 3), S-GD 군에서  $59.59 \pm 8.16$  MPa로 가장 높게 그리고 S-D 군에서  $10.74 \pm 3.94$  MPa로 가장 낮게 나타났다. S-D 군과 S-DW 군은 평균 결합강도 ( $44.00 \pm 19.63$  MPa)에 못 미쳐 다른 군들과 통계학적으로 유의한 차이를 나타냈고 ( $p < 0.05$ ), S-BD, S-GD, S-AP 군들 간에는 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았다 (Table 3).

O 군의 미세인장 결합강도는 O-AP 군 > O-GD 군 > O-BD 군 > O-DW 군 > O-D 군 순으로 높게 나타났으며 (Figure 3), O-AP 군에서  $59.52 \pm 7.51$  MPa로 가장 높게 그리고 O-D 군에서  $11.04 \pm 3.71$  MPa로 가장 낮게 나타났다. O 군에서는 O-D 군이 평균 결합강도 ( $47.21 \pm 19.46$  MPa)에 못 미쳤으며 다른 군들과 통계학적으로 유의한 차이를 나타냈고, O-BD 군은 O-DW 군, O-GD 군, O-AP 군과 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았다. O-DW 군은 O-AP 군에 비해 평균 결합강도가 낮았으며 통계학적으로 유의한 차이를 나타내었다 (Table 3).

상아질을 동일하게 처리한 군내에서 접착제 간의 비교는 DW에서만 O 군이 S 군보다 통계학적으로 높은 결합강도를 나타냈다 (Table 3,  $p < 0.05$ ).

**Table 3.** The mean microtensile bond strength (MPa) and statistical analysis of each adhesive in different dentin surface treatment

Group	Surface treatment	Mean $\pm$ S.D. (MPa)	Number of specimen
S	D	$10.74 \pm 3.94^a$	20
	BD	$56.97 \pm 9.09^b$	20
	DW	$42.22 \pm 7.04^c$	20
	GD	$59.59 \pm 8.16^b$	20
	AP	$54.98 \pm 8.39^b$	20
	Total	$44.00 \pm 19.63^*$	100
O	D	$11.04 \pm 3.71^a$	20
	BD	$56.32 \pm 7.91^b$	20
	DW	$52.24 \pm 6.47^{b,d}$	20
	GD	$56.93 \pm 6.92^b$	20
	AP	$59.52 \pm 7.51^{b,e}$	20
	Total	$47.21 \pm 19.46^*$	100

S: Single Bond, O: One-Step

Superscripts of the same letter indicate values of no statistical significant difference ( $p > 0.05$ ).

두 접착제 내에서 상아질의 표면 상태와 재 습윤제 적용에 따른 평균 결합강도는 GD 군이  $58.26 \pm 7.59$  MPa로 가장 높게 그리고 D 군이  $10.89 \pm 3.78$  MPa로 가장 낮았으며, GD 군 > AP 군 > BD 군 > DW 군 > D 군 순으로 높게 나타났다. GD 군, AP 군 및 BD 군은 DW 군보다 평균 결합강도가 높게 나타났고 D 군은 DW 군보다 평균 결합강도가 낮게 나타났다 (Table 4,  $p < 0.05$ ).

#### IV. 총괄 및 고안

최근 임상 술식을 단순하게 하기 위해 프라이머와 접착제를 하나의 병에 포함한 단일병 접착 시스템이 많이 사용되고 있다<sup>1,2)</sup>. 이러한 접착 시스템의 상아질에 대한 접착기전은 산부식 처리에 의해 노출된 콜라겐 망상구조에 프라이머와 접착제가 침투되어 형성된 혼성층 (resin-dentin inter-diffusion zone)에 의해 복합레진과 상아질이 미세 기계적인 유지를 얻는 것이다<sup>21-23)</sup>.

많은 실험에서 상아질에 대한 접착 시스템의 결합력을 측정하기 위해 전단 결합강도나 인장 결합강도 검사를 이용하였다. 그러나 이러한 검사는 비교적 낮은 결합강도만을 측정할 수 있기 때문에<sup>14,16,18,24)</sup>, 이를 해결하고자 미세인장 결합강도 측정법이 개발되었다<sup>19)</sup>.

미세인장 결합강도 측정법은 기존 방법에 비해 응력 분산 효과가 뛰어나 높은 수치의 결합강도를 제공하고, 한 치아 내에서 서로 다른 부위나 편평하지 않은 접착면에 대한 결합강도 측정이 가능하다<sup>25,26)</sup>. 또한 표본을 제작하는 과정에서 발생하는 응력이 레진 수복물을 ultra fine diamond bur로 마무리하는 과정에서 발생하는 응력과 유사하여 임상적 상황을 재현할 수 있다<sup>27)</sup>.

미세인장 결합강도 측정법은 최초로 ultra fine diamond bur를 이용하여 모래시계 모양의 시편을 제작하여 결합강도를 측정하였다. 그러나 이러한 모양의 시편은 제작 시 bur로 가해지는 불필요한 외측력에 의해 접착면이 손상될 수 있고, 많은 시간이 소요되며, 여러 개의 시편을 제작하기 힘든 문제점을 가지고 있다<sup>25,28)</sup>. 따라서 최근에는 trimming 하지 않고 막대 (stick) 모양의 시편을 제작하여 미세인장 결합강도를 측정하는 방법이 소개되었다<sup>29-31)</sup>. 이 방법은 digital caliper를 이용하여 시편간의 간격을 조정하므로 실험자의 주관적인 요소가 배제되고, 한 치아에서 다수의 시편을 얻을 수 있는 장점을 가지고 있다. Phrukkanon 등<sup>32)</sup>은 시편을 원통형과 사각형으로 제작하여 접착 단면적 ( $1.1 \text{ mm}^2$ ,  $1.5 \text{ mm}^2$  및  $3.1 \text{ mm}^2$ )에 따른 접착제와 상아질 간의 미세인장 결합강도를 비교하였다. 그 결과 시편의 형태에 따른 강도의 차이는 통계학적인 유의성이 없었으나 작은 단면적 ( $1.1 \text{ mm}^2$ 과  $1.5 \text{ mm}^2$ )이 큰 단면적 ( $3.1 \text{ mm}^2$ )을 갖는 시편보다 높은 결합강도를 나타냈다고 하였으며, 이는

표면적이 적을수록 내부 결합의 수가 적고<sup>29)</sup> 응력이 균일하게 분산되기 때문이라고 하였다<sup>19,27,30,32)</sup>. 본 연구에서는 위의 결과들을 기초로 하여 접착 계면의 단면적이  $1 \text{ mm}^2$ 이면서 단면적의 형태가 사각형인 막대 모양의 시편을 제작하여 실험에 사용하였다.

단일병 접착제 사용 시 범랑질과 상아질을 동시에 산부식 처리한 후 와동을 세척 및 건조하는 과정에서 상아질의 습윤 정도는 복합레진의 결합강도에 영향을 미친다<sup>23,33,34)</sup>. 산부식된 상아질의 과도한 건조는 탈회된 콜라겐 망상구조를 붕괴시켜<sup>13,35)</sup> 레진 단량체의 침투와 혼성층의 형성을 방해한다<sup>3,36)</sup>. 건조 상아질과 습윤 상아질의 결합강도에 관한 연구에서 Gallo 등<sup>37)</sup>은 아세톤과 에탄올 베이스 접착제에서, 그리고 Gwinnet<sup>9)</sup>과 Kanca<sup>38)</sup>는 아세톤 베이스 접착제에서 건조 상아질이 습윤 상아질보다 뚜렷이 낮은 결합강도를 나타냈다고 보고하였다. 본 연구의 결과에서도 에탄올/물 베이스 접착제인 Single Bond와 아세톤 베이스 접착제인 One-Step 모두에서 건조 상아질 (S-D 군, O-D 군)의 미세인장 결합강도가 습윤 상아질 (S-BD 군, O-BD 군)의 미세인장 결합강도보다 약 5배 정도의 낮은 미세인장 결합강도를 보였다 (Table 3). 이러한 결과는 본 실험과 동일한 단일병 접착제를 사용하여 건조 상아질과 습윤 상아질에 대한 미세인장 결합강도를 비교한 결과, 건조 상아질에서 약 4-5배의 낮은 결합강도를 나타냈다고 보고한 Nakajima 등<sup>4)</sup>의 결과와 유사하였다.

에탄올과 아세톤을 용매로 사용하는 상아질 접착제는 상아질이 건조된 경우 탈회된 콜라겐 망상구조를 재 팽창시켜 치질의 표면 에너지를 증가시킴으로써<sup>13,26,39)</sup> 친수성의 레진 단량체가 잘 침투되도록 하기 위해 재 습윤 과정을 필요로 한다<sup>3,5,13,26)</sup>.

건조된 상아질에 대한 재 습윤제의 적용시간에 대하여 Perdigao 등<sup>6)</sup>은 상아질을 15초 건조시킨 후 5초, 15초, 30초 동안 증류수로 재 습윤하여 습윤 접착을 시행한 군의 미세인장 결합강도를 비교한 결과 건조시간의 2배인 30초 동안 재 습윤한 군에서 습윤 접착을 시행한 군과 유사한 수준으로 결합강도가 회복된다고 하였다. 이러한 연구 결과를 바탕으로 하여 본 연구에서도 15초 동안 공기로 건조한 후, 30초 동안 증류수와 Gluma Desensitizer 및 Aqua-Prep을 재 습윤제로 적용하였다.

물과 증류수는 건조 상아질을 재 습윤 시키는데 효과적인 것으로 보고되고 있으며<sup>6,9,13)</sup>, 또한 Gluma Desensitizer와 Aqua-Prep이 재 습윤제로서 이용되고 있다<sup>12,13,21)</sup>.

증류수를 이용하여 건조 상아질을 재 습윤하였을 때 Ritter 등<sup>13)</sup>은 증류수로 재 습윤 처리된 상아질이 건조 상아질보다 더 높은 전단 결합강도를 나타냈다고 보고하였으며, 본 연구의 결과에서도 건조 상아질 (D 군,  $10.89 \pm 3.78$  MPa)에 비해 증류수로 재 습윤 처리한 상아질 (DW 군,

47.23 ± 8.38 MPa)의 결합강도가 약 4배 정도 높게 나타났다 (Table 4).

증류수로 재 습윤 처리한 후 Single Bond를 적용한 군 (S-DW 군)은 오히려 습윤 접착을 시행한 군 (S-BD 군)보다 결합강도가 낮게 나타났지만, One-Step에서는 증류수로 재 습윤한 군 (O-DW 군)이 습윤 접착을 시행한 군 (O-BD 군)만큼의 미세인장 결합강도를 회복하였다. 건조된 상아질에 증류수를 이용하여 상아질 표면을 재 습윤 처리하였을 때 두 접착제에 대한 결합강도의 차이는 Single Bond에서는 구성성분에 포함된 3-8 %의 물이 증류수와 함께 과도한 수분을 상아질 표면에 남기게 되어 레진의 침투를 방해하였고, One-Step에서는 아세톤에 의해 증류수가 증발되면서 상아질 내로 레진이 충분히 침투되었기 때문으로 사료된다.

본 연구에서 재 습윤제의 적용에 따른 미세인장 결합강도의 비교에서 증류수 (47.23 ± 8.38 MPa)에 비해 Gluma Desensitizer (58.26 ± 7.59 MPa)와 Aqua-Prep (57.25 ± 8.19 MPa)이 그 효과가 우수하게 나타났다 (Table 4). 이는 본 실험에 사용된 재 습윤제 모두 구성성분 중에 물을 포함하고 있지만 Gluma desensitizer와 Aqua-Prep 내의 HEMA가 재 습윤제로서 매우 중요한 부분을 차지한다는 것을 의미한다. Gluma Desensitizer와 Aqua-Prep의 구성성분 중에 물은 붕괴된 콜라겐 섬유에 대해 성형효과를 제공하며, HEMA는 이후에 발생할 수 있는 콜라겐 수축을 예방하는 경화제(stiffening) 역할을 한다<sup>35,40</sup>. 또한 HEMA는 상아질 접착을 증진시키는 특성으로 접착 과정 동안 관간 상아질에 침투되고<sup>41</sup>, 잔존 수분이 제거되는 것을 방지하여<sup>5,33</sup> 레진 단량체의 확산과 혼성층의 형성을 용이하게 함으로써<sup>32,42</sup> 범람질과 상아질의 결합강도를 증가시킨다<sup>28,41,43,44</sup>.

본 연구에서 Gluma Desensitizer와 Aqua-Prep을 이용하여 재 습윤한 결과 건조 상아질과 증류수로 재 습윤한 군보다 미세인장 결합강도가 현저히 높게 나타났으나, 습윤 접착을 시행한 군과는 통계학적으로 유의한 차이를 나타내지 않았다. Hansen 등<sup>45</sup>은 Gluma Desensitizer를 건조 상아질에 적용하였을 때 수축간극이 현저히 감소되었으며 그 이유로 HEMA가 상아질 표면을 접착에 유리하게 수분 상태를 유지시키며 glutaraldehyde가 혼성층의 유기 성분들을 강화시켜 콜라겐 섬유들이 교차결합되기 때문이라고 보고하였다. Ritter 등<sup>13</sup>은 건조 상아질에 Gluma Desensitizer와 Aqua-Prep 및 증류수로 재 습윤한 후 Single Bond를 적용하였을 때 Gluma Desensitizer가 가장 높은 전단 결합강도를 나타내었다고 하였으며, Perdigao 등<sup>5</sup>은 건조된 상아질에 One-Step을 적용하기 전 Aqua-Prep으로 재 습윤 처리하면 건조 상아질 보다는 전단 결합강도가 현저히 높아지며 습윤 접착술을 시행한 군과

유사한 수준으로 향상된다고 하였고, 에탄올/물 베이스와 아세톤 베이스 접착제에서도 같은 결과를 보고하였다<sup>12,13</sup>. 본 연구의 결과에서도 Single Bond에서는 Gluma Desensitizer로 재 습윤한 군이 Aqua-Prep로 재 습윤한 군보다, 그리고 One-Step에서는 Aqua-Prep이 Gluma Desensitizer로 재 습윤한 군보다 미세인장 결합강도가 높게 나타났다. 이는 Gluma Desensitizer보다 물의 함량이 더 많은 Aqua-Prep이 에탄올/물 베이스의 접착제인 Single Bond보다 수분에 더 민감한 아세톤 베이스 접착제인 One-Step과 더 잘 반응하였기 때문이라 생각된다.

본 연구의 결과를 요약하면 에탄올/물 베이스의 Single Bond와 아세톤 베이스의 One-Step을 사용할 경우 상아질의 표면 상태 및 여러 가지 재 습윤제의 적용에 따른 미세인장 결합강도를 비교한 결과 건조된 상아질에 Gluma Desensitizer와 Aqua-Prep으로 재 습윤 처리 시 효과적이었고, 증류수로 재 습윤하였을 때에는 One-Step에서 매우 효과적이었다.

미세인장 결합강도 측정법을 이용하여 결합강도를 평가하는 것이 매우 유용하지만, 이 실험 방법만으로 접착 시스템과 재 습윤제의 효과를 판단하는 것은 다소 부족하므로 미세누출이나 파절 양상의 관찰 및 주사전자 현미경을 이용한 연구가 더욱 진행되어야 할 것이다.

## V. 결 론

본 연구는 서로 다른 상아질 표면 상태 및 여러가지 재 습윤제의 적용에 따른 미세인장 결합강도를 상호 비교하였다. 발거된 상·하악 대구치의 표층 상아질을 노출시킨 후, 적용된 접착제의 종류에 따라 2개 군 (S 군: Single Bond, O 군: One-Step)으로 대 분류하고, 다시 상아질의 표면상태와 재 습윤제 적용에 따라 5개 군 (D 군, BD 군, DW 군, GD 군, AP 군)으로 소 분류하였다. D 군은 상아질을 15초 동안 건조시켰으며, BD 군은 수분을 적신 면구로 파잉의 수분을 제거하였다. DW 군은 15초 건조 후 증류수로 30초 동안 재 습윤 처리를 시행하였으며, GD 군과 AP 군은 각각 Gluma Desensitizer와 Aqua-Prep으로 재 습윤 처리를 하였다. 접착제 도포 후 복합레진을 축소하고 주수 하에 저속의 다이아몬드 saw를 이용하여 접착 계면의 단면적이 1 mm<sup>2</sup>가 되도록 절단하여 막대모양 (stick)의 표본을 제작하였으며, 각 군당 20개의 표본을 사용하여 미세인장 결합강도를 측정하였다. 각 군의 결합강도에 대한 유의성 검증은 one-way ANOVA를 이용하여 비교 분석하였으며, 사후검정은 Tukey HSD test를 이용하여 p = 0.05 유의수준에서 분석하였다.

이상의 실험을 통해 얻은 결과는 다음과 같다.

1. 각 접착제 군에서 상아질의 표면 상태와 재 습윤제의 적

용에 따른 미세인장 결합강도를 평가하였을 때 Single Bond에서는 S-GD 군, S-AP 군 및 S-BD 군이 S-DW 군보다 통계학적으로 높은 미세인장 결합강도를 나타내었고, S-D 군은 S-DW 군보다 통계학적으로 낮은 미세인장 결합강도를 나타내었다 ( $p < 0.05$ ).

2. One-Step에서는 O-AP 군, O-GD 군, O-BD 군 및 O-DW 군이 O-D 군보다 통계학적으로 높은 미세인장 결합강도를 나타내었으며, O-DW 군은 O-AP 군보다 통계학적으로 낮은 미세인장 결합강도를 나타내었다 ( $p < 0.05$ ).
3. 증류수로 재 습윤 처리 시 One-Step이 Single Bond보다 현저히 높은 미세인장 결합강도를 나타내었다 ( $p < 0.05$ ).
4. 두 접착제 내에서 상아질의 표면 상태와 재 습윤제 적용에 따른 미세인장 결합강도의 비교 시 BD 군, GD 군 및 AP 군은 DW 군과 D 군보다 통계학적으로 높은 미세인장 결합강도를 나타내었고, D 군은 DW 군보다 통계학적으로 낮은 미세인장 결합강도를 나타내었다 ( $p < 0.05$ ).

본 연구의 결과 상아질의 표면상태와 재 습윤제의 사용은 단일병 접착제의 미세인장 결합강도에 영향을 미쳤다. 건조 상아질에 대하여 Gluma Desensitizer와 Aqua-Prep은 재 습윤제로서 그 효과가 우수하였으며, 증류수는 아세톤 베이스 접착제에서만 재 습윤제로서 효과적인 것으로 나타났다.

## 참고문헌

1. Amaral CM, Hara AT, Pimenta LAF, Rodrigues Jr AL. Microleakage of hydrophilic systems in class V composite restorations. *Am J Dent* 14(1):31-34, 2001.
2. Nakajima M, Sano H, Urabe I. Bond strength of single bottle dentin adhesives to caries-affected dentin. *Oper Dent* 25:2-10, 2000.
3. Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SHY. Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free, acetone-based, single-bottle primer-adhesives. *Dent Mater* 12:236-244, 1996.
4. Nakajima M, Kanemura N, Pereira PNR, Tagami J, Pashley DH. Comparative microtensile bond strength and SEM analysis of bonding to wet and dry dentin. *Am J Dent* 13(6):354-328, 2000.
5. Perdigao J, Swift EJ, Heymann HO, Malek MA. Effect of a re-wetting agent on the performance of acetone-based dentin adhesives. *Am J Dent* 11:207-213, 1999.
6. Perdigao J, Frankenberger R. Effect of solvent and re-wetting time on dentin adhesion. *Quint Int* 32(5):385-390, 2001.
7. Gwinnett AJ. Moist versus dry dentin: its effect on shear bond strength. *Am J Dent* 5:127-129, 1992.
8. Kanca J: Effect of drying on bonding strength. *J Dent Res* 70:304 (Abstract 1029), 1991.
9. Gwinnett AJ. Dentin bond strength after air drying and rewetting. *Am J Dent* 7(3):144-148, 1994.
10. Marshall GW, Watanabe LG, Wu-Magidi IL. AFM study of drying and rehydration of etched dentin. *J Dent Res* 75:390, 1996.
11. Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SHY. Ultrastructure of the resin-dentin interface following reversible and irreversible re-wetting. *Am J Dent* 10:77-82, 1997.
12. Perdigao J, Van Meerbeek B, Lopes MM, Ambrose WW. The effect of a re-wetting agent on dentin bonding. *Dent Mater* 15:282-295, 1999.
13. Ritter AV, Heymann HO, Swift Jr EJ, Perdigao J, Rosa BT. Effects of different re-wetting techniques on dentin shear bond strengths. *J Esth Dent* 12(2):85-96, 2000.
14. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Ciucchi B, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono T, Fernandes CA, Tay F: The micro-tensile bond test: a review. *J Adhes Dent* 1:299-309, 1999.
15. Erickson RL, Glasspoole EA. Bonding to tooth structure: a comparison of glass-ionomer and composite-resin system. *J Esth Dent* 6:227-244, 1994.
16. Chappell RP, Schreiner RF, Glaros AG, Eixk J. Pilot study of determine sample size for micro-tensile testing. *J Dent Res* 76:38 (Abstract 193), 1997.
17. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciccuchi B, Carvalho R, Pashley DH. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength-Evaluation of a microtensile bond test. *J Dent Res* 74:1093-1102, 1995.
18. Schreiner RF, Chappell RP, Glaros AG, Erick JD. Microtensile testing of dental adhesives. *Dent Mater* 14(3):194-201, 1998.
19. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciccuchi B, Horner JA, Pashley DH. Tensile bond strength versus surface area for dentin bonding-Evaluation of a method using limited surface areas. *J Conserv Dent* 37:882-887, 1994.
20. Perinka L, Sano H, Hosoda H. Dentin thickness, hardness, and Ca-concentration vs bond strength of dentin adhesives. *Dent Mater* 8:229-233, 1992.
21. 조영곤, 박일윤, 이영곤. 재습윤제의 적용이 상아질 접착에 미치는 효과. *대한치과보존학회지* 28(1):11-19, 2003.
22. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Res* 6:265-273, 1982.
23. Pioch T, Staehle HJ, Schneider H, Duschner H, Dorfer CE. Effect of intrapulpal pressure simulation in vitro on shear bond strengths and hybrid layer formation. *Am J Dent* 14(5):319-323, 2001.
24. Erick JD, Robinson SJ, Chappell RP, Cobb CM, Spencer P. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion III. *Quint Int* 24(8):571-574, 1993.
25. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. *Dent Mater* 11:117-125, 1995.
26. Perdigao J, Geraldini S, Carmo ARP, Dutra HR. In vivo influence of residual moisture on microtensile bond strength of one-bottle adhesives. *J Esth Rest Dent* 14(1):31-38, 2002.
27. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas P, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Adhesion to enamel and dentin: Current status and future challenges. *Oper Dent* 28:215-235, 2003.
28. Suzuki K, Takahashi M, Nakai H. Treatment of dentin by aqueous solution of amino acid derivatives: HEMA. *J Adhes Dent* 8:43-51, 1990.
29. Cardoso PEC, Braga RR, Carrilho MRO. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strengths of three adhesive systems. *Dent Mater* 14:22-24, 2001.



30. Kwong SM, Cheung GSP, Kei LH, Itthagatun A, Smales RJ, Tay FR. Micro-tensile bond strengths to sclerotic dentin using a self-etching and a total-etching technique. *Dent Mater* 18:359-369, 2002.
31. Nunes MF, Swift EJ, Perdigao J. Effects of adhesive composition on microtensile bond strength to human dentin. *J Dent Res* 75:1851-1858, 1996.
32. Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas M. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. *Dent Mater* 14:212-222, 1998.
33. Kanca J. Effect of resin primer solvents and surface wetness on resin composite bond strength to dentin. *Am J Dent* 5:213-215, 1992.
34. Kanca J. Wet bonding: Effect of drying time and distance. *Am J Dent* 9:273-276, 1996.
35. Carvalho RM, Yoshima M, Pashley EL, Pashley DH. In vitro study on the dimensional changes of human after demineralization. *Arch Oral Biol* 41:369-377, 1996.
36. Tay FR, Gwinnett AJ, Pang KM, Wei SHY. Resin permeation into acid-conditioned, moist, and dry dentin: a paradigm using water free adhesive primers. *J Dent Res* 75:1034-1044, 1996.
37. Gallo JR, Henderson M, Burgess JO. Shear bond strength to moist and dry dentin of four dentin bonding systems. *Am J Dent* 13(5):267-270, 2000.
38. Kanca J. Resin bonding to wet substrate. I. bonding to dentin. *Quint Int* 23(1):39-41, 1992.
39. Jacobsen T, Soderholm KJ. Effect of primer solvent, primer agitation and dentin dryness on shear bond strength to dentin. *Am J Dent* 11(5):225-228, 1998.
40. Maciel KT, Carvalho RM, Ringle RD, Preston CD, Russell CM, Pashley DH. The effects of acetone, ethanol, HEMA, and air on the stiffness of human decalcified dentin matrix. *J Dent Res* 75:1851-1858, 1996.
41. Harashima I, Hirasawa T. Adsorption of 2-hydroxyethyl methacrylate on dentin from aqueous solution. *Dent Mater* 9:36-46, 1990.
42. Nakabayashi N, Takarada K. Effects of HEMA on bonding to dentin. *Dent Mater* 8:125-130, 1992.
43. Nakabayashi N, Watanabe A, Gendusa NJ. Dentin adhesion of modified 4-META/MMA-TBB resin: function of HEMA. *Dent Mater* 8:259-264, 1992.
44. Sugizaki J. The effects of various primers on dentin adhesion of resin composites. SEM and TEM observation of the resin impregnated layer and adhesion promoting effect of the primer. *Jap J Cons Dent* 34:228-265, 1991.
45. Hansen EK, Asmussen E. Improved efficacy of dentin bonding agents. *Europ J Oral Sci* 105(5):434-439, 1997.