

## 數種 表面處理劑에 依한 象牙質 表面의 形態 變化에 關한 研究

慶熙大學校 齒科大學 保存學教室

趙鎮浩 · 崔浩永 · 閔丙淳 · 朴尙進

### - 目 次 -

- I. 緒論
- II. 實驗材料 및 方法
- III. 實驗成績
- IV. 總括 및 考按
- V. 結論
- 參考文獻
- 英文抄錄
- 寫眞附圖說明
- 寫眞附圖

### I. 緒論

齒科修復學 分野에 Bowen<sup>1)</sup>에 依해 開發되어 널리 使用하고 있는 콤포짓드 레진은 從來의 methyl-methacrylate系 레진에 比해 物理 化學的 性質이 크게 改善되었으나 아직도 滿足할만한 水準에 이르지 못하고 있다.

Buonocore<sup>2)</sup>가 酸腐蝕法을 利用하여 齒質에 對한 레진 修復法을 紹介한 以來, 이 方法은 콤포짓드 레진 修復時에도 使用되고 있다.

그러나 酸腐蝕法을 適用시켜 콤포짓드 레진을 修復해도 辺緣漏出의 發生은 恒常나타나며 辺緣封鐵性을 左右하는 것은 콤포짓드 레진 自體의 粘度, 表

面張力, filler의 種類 및 量에 따라 收縮 및 齒質과의 接着力의 差異 等에 依해 크게 影響을 받는다.

齒質과의 接着은 辺緣漏出을 防止할 수 있는 最善의 方法이지만, 琥珀質 部位와 달리 象牙質 部位에서 同一한 酸腐蝕法을 利用할 수 없어 機械的인結合을 期待하기 어렵다.

即 象牙質은 琥珀質과 달리 象牙細管이 存在하고 이 細管內 造象牙細胞突起가 있어 象牙質에 對한 酸腐蝕時 齒髓에 危害한 反應이 나타날 수 있다.

Bränström과 Nordenwall<sup>3)</sup>, Eriksen과 Leidal<sup>4)</sup>, Gwinnett<sup>5)</sup>, Gwinnett와 Jendresen<sup>6)</sup>도 實際 酸處理된 象牙質 部位에 레진 修復時 象牙細管內 侵透된 레진을 觀察한 바 있으며, Auvenskine과 Eames<sup>7)</sup>, Inokoshi外 2人<sup>8)</sup> 및 Stanley外 2人<sup>9)</sup>等은 象牙質 部位의 酸處理로 因한 齒髓反應을 報告하였으며 Vojinovic外 2人<sup>10)</sup>은 窩洞內壁을 酸處理時 象牙細管이 廣大되어 細菌侵入이 容易하게 되어 齒髓炎 및 局所的인 壞死를 일으켜 齒髓保護가 必要함을 強調하였다.

한편 Bränström 外 2人<sup>11)</sup>은 콤포짓드 레진 修復時 被膜狀인 liner의 使用으로도 充分히 齒髓保護가 可能하다고 報告한 바 있다.

그러나 Hey等<sup>12)</sup>은 콤포짓드 레진 自體보다 既存의 齒髓 程度에 따라 齒髓 反應이 다르게 나타남을 觀察하였으며, Stanley等<sup>13)</sup>도 콤포짓드 레진을構成하고 있는 各成分을 個別的으로 適用할 때 齒髓에 無害함을 報告하여 콤포짓드 레진의 齒髓 刺激性有

無에 對한 確實한 原因은 밝혀지지 않고 있다.

한편 Cotton과 Siegel<sup>14</sup>은 拘緣酸을 象牙質에 適用 시 時間 經過에 따라 齒齦反應이 輕減을 觀察하여 象牙質 部位에도 特定 酸溶液使用이 可能함을 提示하였다.

그러나 象牙質 部位에서 이와같은 酸腐蝕法을 利用해도 器械的 結合力이 不充分하다. Phillips<sup>15</sup>는 레진 修復物과 象牙質面 間의 接着力이 弱한 原因은 象牙質 部位는 有機質과 無機質 apatite 成分의 複雜한 構成을 하고 있어 非均一性 構造와 象牙細管의 微細한 開口部로 因하여 表面이 平坦하지 못하고, 窩洞形成 等 表面切削 過程에서 薄膜(pellicle)인 汚染層(以下 smear layer)이 恒常 存在하며 蛋白樣 液體性 水分의 存在 및 象牙質을 構成하고 있는 蛋白質의 낮은 表面에너지로 反應性(reactivity)이 낮아 修復物 特히 콤포짓드 레진과의 接着力이 低下되 있어 象牙質과의 接着力을 向上시키기 為해 새로운 方法이 提示되어야 한다고 主張하고 있다.

따라서 象牙質과 接着을 改善시키기 為해선, 齒質과의 反應性이 높은 材料의 開發과 smear layer를 利用하는 效果의in 方法을 찾아내는 것이다.

Bowen<sup>16</sup>과 Lee 外 3人<sup>17</sup> 等은 酸溶液의 smear layer를 除去시키는 效果의in 方法이라고 報告하였으며, Bowen 外 2人<sup>18</sup>, Eick 外 4人<sup>19</sup>, Eick 外 3人<sup>20</sup>, Fusayama 外 3人<sup>21</sup>은 磷酸溶液으로 smear layer가 除去되어 露出된 象牙質의 膠原質과 接着強化剤(primer 또는 adhesive)間의 共有結合(covalent linkage)이 可能하게 되어 接着力이 強化된다고 報告하였다.

또 最近 商品化된 Scotch bond<sup>®</sup> (3M Co.)는 象牙質에 水分이 存在하여도 反應할 수 있는 HEMA(hydroxyethylmethacrylate), 마레인산(malic acid)이 包含된 接着強化剤(primer)로 構成되어 있어 smear layer가 存在하여도 이를 侵透해 下部基質과 接着하거나 象牙細管內로 透過해 레진 tag를 形成시킬 수 있는 可能性을 提示하였으며 Bowen 外 2人<sup>18</sup>은 疏水性 接着強化剤(hydrophobic primer)에 acetone을 混合시켜 象牙質과 잘 結合할 수 있도록 하여 使用하였으며, Fusayama 外 3人<sup>21</sup>은 레진을 alcohol에 溶解시켜 쉽게 레진層이 象牙質 表面에 附着될 수 있도록 한 바 있다.

Munksgaard와 Asmussen<sup>22</sup>, Munksgaard 外 2人<sup>23</sup>,

Munksgaard 外 3人<sup>24</sup> 等은 數種 象牙質 接着強化剤의 높은 接着強度를 觀察하였으며, Asmussen<sup>25</sup>, Asmussen과 Bowen<sup>26</sup>은 Gluma(glutaldehyde와 HEMA의 水溶液)의 pH 變化에 따른 smear layer 除去效果와 象牙質에 對한 接着能力을 觀察한 바 있다.

Bowen<sup>27</sup>, Bowen 外 2人<sup>18</sup> 等은 NPG-GMA와 silane과 같은 接着強化剤를 利用하여 레진과 象牙質間의 接着強度를 增加시킬 수 있다고 報告하였다.

그밖에 Bowen과 Cobb<sup>28</sup>는 5% ferric oxalate 溶液으로 象牙質을 處理하여 smear layer와 結合시켜 人工的인 smear layer인 複合物質을 象牙質 表面에 形成시켜 強力한 接着力이 나타남을 觀察하였다.

또 Nakabayashi<sup>29</sup>, Nakabayashi 外 2人<sup>30</sup>도 象牙質 接着強化剤를 開發하여 象牙質內 Ca 이온이 接着強化剤層에 擴散되거나 接着強化剤 自體가 象牙細管內로 侵透重合되어 接着能力을 向上시키는 方法을 報告하였으나 그 機轉은 實實히 究明되지 못하고 있다.

以上의 研究報告에서 smear layer와 象牙質 表面에 對한 處理剤 및 接着強化剤의 研究가 未治하여 著者는 把去된 白齒에서 象牙質을 露出시켜 數種 象牙質 表面處理剤 및 接着強化剤를 涂布한 後 象牙質 表面의 形態學的 變化를 觀察하여 多少의 所見을 얻었기에 報告하는 바이다.

## II. 實驗材料 및 方法

### 1) 實驗材料

拔去된 總 36個의 上下顎 大臼齒를 實驗齒牙로 擇하였으며 象牙質 表面處理剤로는 5% NaOCl 溶液, 30% phosphoric acid 및 10% citric acid와 3% Ferric chloride의 混合液(以下 10-3溶液)을 使用하였으며 象牙質 接着強化剤로는 Dentin Adhesit와 New bond(bonding agent), 콤포짓드 레진은 Photo Clearfil-Bright(Kuraray Co.)을 使用하였다.(Table 1)

### 2) 實驗方法

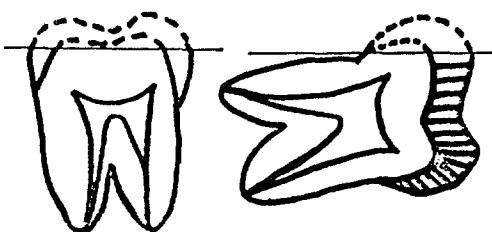
#### 1. 試片製作

36個의 拔去된 大臼齒를 拔去 直後 實驗前까지 4°C 生理食鹽水內에 保管하였다.

**Table 1.** Materials used in this study

Tooth	36 human molars
Storing solution	4°C physiological saline
Cleansing agent	5% NaOCl
Etching agent	30% phosphoric acid (Kuraray Co.) EG 021 *10-3 solution (Batch No. 70101 Sun Medical Co.)
Dentin adhesives	Dentin Adhesit (Vivadent Co.) B 624801
Bonding agent	Clearfil Photo Bond (Kuraray Co.) Univ 201 Catalyst x901
Composite resin	Photoclearfil Posterior Bright (Kuraray Co. B 055003)

\* 10-3 solution, 10% citric acid- 3 % FeCl<sub>2</sub> solution



**Fig. 1.** Schematic diagram of prepared dentin surface for surface treatment

齒牙의 咬合面과 齒牙의 長軸面의 象牙質이 露出될때까지 diamond point로 注水下에 平坦하게 削除하였으며 (Fig. 1)

削除面이 上部로 位置하게 brass-ring內 self-curing resin(G.C. dental Co.)으로 埋没하였다. 그後 削除面을 平坦하고 標準化하기 為해 自動研磨機(wingo.co.)에서 #180과 #600의 silicon carbide 研磨紙로 最終研磨後 試片으로 使用하였으며 下記와 같이 削除 研磨된 象牙質 表面의 處理 方法에 따라 9個의 群으로 分類하여 實驗을 實施하였다. (Table 2)

1群：對照群으로 象牙質 表面을 無處理한 群

2群：30% 磷酸溶液으로 象牙質을 60秒間 腐蝕

시킨後 30秒間 水洗하고 20秒間 air로 乾燥시킨 群

3群：10% citric acid와 3% FeCl<sub>2</sub> 溶液(以下 10-3 溶液)으로 象牙質을 60秒間 處理하고 30秒間 水洗後 20秒間 air로 乾燥

4群：5% NaOCl 溶液으로 象牙質을 30秒間 洗條한後 10秒間 水洗하고 20秒間 air로 乾燥시킨 群

5群：象牙質面에 Dentin Adhesit®을 塗布하고 20秒間 air로 乾燥시킨 群

6群：4群과 同一하게 象牙質을 處理한 後 Dentin Adhesit을 塗布하고 20秒間 air로 乾燥시킨 群

7群：1群과 同一하게 無處理된 象牙質面에 Clearfil Photo Bond를 塗布하고 Photo Clearfil Posterior Bright를 適用하여 光重合照射器(Day light lamp II. SDL-150 II. Shofu co.)로 重合시킨 群

8群：2群과 同一하게 30% 磷酸溶液으로 象牙質을 腐蝕시킨後 Clearfil Photo Bond를 塗布하고

**Table 2.** Experimental treatment procedures on dentin surfaces in 9 groups

Group	Dentin Surface Treatment
1	Unetched (control) dentin after grinding with #600 silicon carbide abrasive paper
2	Etched with 30% phosphoric acid for 60 seconds
3	Etched with 10-3 solution for 60 seconds
4	Cleaned with 5% NaOCl
5	Applied Dentin Adhesit®
6	Cleaned with 5% NaOCl followed by applying the Dentin Adhesit®
7	Applied Photo Bond on the unetched dentin followed by applying Photo-Clearfil Posterior Bright®
8	Etched with 30% phosphoric acid followed by Clearfil Photo Bond and Photo-Clearfil Posterior Bright®
9	Etched with 10-3 solution followed by applying Clearfil Photo Bond and Photo-Clearfil Posterior Bright®

Photo Clearfil Posterior Bright를適用하여 7群과同一하게 光重合시킨 群

9群：3群과同一하게 10-3溶液으로 象牙質面을處理한 後 Clearfil Photo bond를 基布하고 Photo Clearfil Posterior Bright를適用하여 7群과同一한方法으로 光重合시킨 群

## 2. 象牙質表面 및 割斷面의 觀察

各群의 齒牙試片은 37°C 50%相對濕度下에 24時間 保管後 象牙質 表面과 表層部의 變化像을 觀察하기 為하여 表面은 原來대로 觀察하였고, 表層部는 象牙質表面과 直角되게 齒牙를 長軸과 平行되게 從割斷하여 表層部의 變化를 觀察하였으며, 레진 tag의 形成을 確認하기 為하여 10% HCl 溶液으로 10秒間 處理하였고 모든 試片은 金蒸着(Eiko ion coater, Eiko engineering Co.)後 走查電子顯微鏡(Hitachi S-430 SEM)에 依한 加速電壓 15kV로 象牙質表面과 割斷面을 觀察하였다.

## III. 實驗成績

象牙質表面에 對한 洗滌剤 및 酸腐蝕剤에 對한 効果와 象牙質 接着強化剤에 對한 象牙質表層部의 變化像은 다음과 같다.

1群：象牙細管의 入口와 表面에 研磨時 發生된 切削痕과 smear layer로 덮혀있으며(Fig. 2), 直角割斷面에서 2~10μm 깊이까지 切削片과 其他 debris로 생각되는 dentinal plug가 壓入된 無構造樣層이形成되어 있으며, 粗度가 크고 象牙細管 入口는 開口되지 않고 있다(Fig. 3).

2群：30% 磷酸溶液에 依한 象牙質表面의 酸腐蝕效果는 微弱하였으며 切削痕과 smear layer가 殘存되어 있으며(Fig. 4) 象牙細管도 明確히 開口되지 않았으나 割斷面像에서는 酸에 依한 表層部의 溶解된 像을 나타내었고, 그밖에 象牙細管은 正常의 인構造를 하고 있다(Fig. 5)

3群：10-3溶液에 依한 象牙質 表層部 變化는 表面에서부터 5-15μm 깊이까지 깔대기모양(funnel shape)으로 腐蝕溶解된 象牙細管의 形態變化가 割斷面에 나타나고 있으며(Fig. 6) 5-10μm 깊이의 管周 및 管間象牙質이 全部 溶解消失된 像을 나타내었으며 表面의 象牙細管의 入口는 直徑 約 3μm 程度

明確히 開口되어 있었다(Fig. 7).

4群：5% NaOCl 溶液으로 30秒間 象牙質 表面을 洗滌한 境遇, 1群(對照群)과 같은 表面의 切削痕과 smear layer가 觀察되며(Fig. 8), 割斷面의 擴大像에서는 15μm 깊이까지 無構造樣層인 dentinal plug의 象牙細管內 壓入된 象이 나타났다(Fig. 9).

5群：Dentin Adhesit®로 #600 SIC 研磨紙로 研磨된 表面을 基布한 群에서는 Dentin Adhesit®層으로 認定되는 附着物이 象牙細管의 入口周圍 表面에 散在된 像을 나타내고 있으며(Fig. 10), 割斷面의 強擴大像에서는 象牙細管 内로 Dentin Adhesit®의 侵入된 像을 確認할 수 없었다(Fig. 11).

6群：5% NaOCl 溶液으로 研磨된 象牙質 表面을 洗滌한 後 Dentin Adhesit®을 基布 乾燥시킨 境遇로서 割斷面像에서 表面에는 Dentin Adhesit®層이 觀察되나 象牙細管 内로 Dentin Adhesit®가 侵透된 像은 觀察할 수 없었다(Fig. 12). 表面은 5% NaOCl 溶液으로 研削層과 smear layer가 除去되어 象牙細管의 入口가 完全 開口되었으며 表面의 거칠음과 部管周象牙質의 破壞는 試片 製作 過程에서 10% HCl 溶液에 依한 溶解된 像으로 發生된 것이다(Fig. 13)

한편 또 다른 割斷面에서도 象牙細管의 入口는 完全 開口되어 있으나 Dentin Adhesit®에 依한 象牙細管内 레진 tag의 形成을 確認할 수 없었으며(Fig. 14) 表面과 割斷面에서도 切削片과 smear layer는 除去되어 있으나 이는 NaOCl 溶液에 依한 것이 아니라 10% HCl 溶液에 依한 脱灰된 像이며, Dentin Adhesit®의 表層部 附着된 像은 나타나지 않았다(Fig. 15).

7群：研磨된 象牙質 表面을 酸處理하지 않고 Clearfil New Bond를 基布하고 Photo Clearfil Posterior Bright®을 附着시킨 群에서는 象牙質 表面에 Clearfil Photo Bond와 Photo Clearfil Bright의 層으로 덮혀 있으며 HCl 溶液으로 處理에 依한 脱灰된 象牙質은 認定할 수 있는 象牙細管의 形態는 確認할 수 없으나 10~15μm 깊이의 레진 tag의 形成으로 그 形態를 나타내고 있다(Fig. 16, 17).

8群：30% 磷酸溶液으로 象牙質 表面을 60秒間 處理하고 Clearfil Photo Bond를 基布 後 Photo Clearfil Posterior Bright®을 附着시킨 境遇(Fig. 18, 19)에서는 象牙細管의 走行位置와 同一하게 레진 tag이 形成되어 있으며 길이 約 20μm 程度이며 大

部分은 짧으며 引張破壞에 依한 破斷된 像을 나타내고 있다.

9群 : 10-3 溶液으로 象牙質 表面을 處理하고 Clearfil Photo Bond를 塗布한 다음 Photo Clearfil Bright<sup>®</sup>을 附着시킨 境遇, 레진 tag의 形成이 小量으로 짧게 形成되어 있으며 (Fig 20), 割斷面 像에서도 少少 不規則하지만 짧은 레진 tag의 形成을 確認할 수 있다 (Fig 21).

#### IV. 總括 및 考按

保存 施術時 削除된 齒牙 表面에는 硬組織 切削片, 血液, 唾液, 細菌 및 飲食物 殘渣 等이 残存되어 있어 齒質의 表面 形態, 表面의 化學的-物理的 性質을 變化시켜 表面의 接着力, 吸收力, 侵透力 및 硬度에 影響을 미쳐 修復物의 維持가 不良해지고, 边緣漏出이 發生하여 齒髓에 病變을 招來할 수 있다.

특히 切削 表面이 象牙質인 境遇, 琥珀質과 달리水分과 有機質含量 및 構造 等의 差異로 接着力이 不良하다. 따라서 象牙質 表面 또는 表層에 附着되거나 壓入되어 있는 debris, 有機 또는 無機 成分을 選擇的으로 除去, 洗滌시킬 수 있는 酸, 塩基, 酵素等의 象牙質 表面 處理剤와 修復物과 象牙質 表面間의 接着을 強化시킬 수 있는 接着 強化剤의 使用이 必要하다.

象牙質과의 接着力을 增加시키기 위하여는 表層部에 存在하는 smear layer를 除去시켜, 象牙細管 입구가 開放되어 레진 修復物이 細管內 侵入, 重合되어 表面 接着力을 增加시킬 必要가 있다.

本研究에서는 5% NaOCl로 洗滌時 表層面의 smear layer가 除去되지 않았으며 (Fig. 8,9), 30% 磷酸溶液으로도 無構造樣 smear layer를 除去시키지 못하였으나 (Fig. 4,5), Brannström外 2人<sup>31</sup>은 E DTA 溶液으로 smear layer를 除去시킬 수 있음을 觀察하였다. 그러나 smear layer를 除去함으로써 細菌이 容易하게 象牙細管 内로 侵入할 수 있기 때문에 smear plug를 除去하지 않고 表面 smear layer만 選擇的으로 除去시킬 수 있는 方法이 必要하다고 생각된다. Pashley<sup>32</sup>는 象牙質表層에 smear layer가 存在하기 때문에 裝置剤(cavity liner)의 效果가 훨씬 增加한다고 報告한 바 있다.

本研究에서 #600 silicon carbide 研磨紙로 象牙

質 表面을 研磨시킨 (Fig. 2,3.) 理由는 diamond point를 利用하여 象牙質을 切削할 境遇와 類似한 廣範開하고 表面 附着力이 強한 smear layer를 發生시킨다고 보고한 Brännstrom外 2人<sup>33</sup>의 觀察을 士臺로 象牙質 表面에 一定한 smear layer를 發生시키도록 하여 本研究를 實施하기 위함이었다.

한편 象牙質을 切削時 切削表面은 高度로 石灰化된 有機成分이 적은 管周象牙質이 露出되어 切削作用으로 表面 smear layer와 表層部 蛋白質이 切削熱에 依한 凝固(heat coagulation)된 層으로 構成되어 있어 本研究에서 使用된 洗滌剤나 30% 磷酸溶液만으로 smear 層이 除去되지 않았다.

또 本研究에서 10-3 溶液으로 象牙質 表面 處理時 10-30μm 깊이까지 管周象牙質을 脱灰시켜 (Fig. 6,7)이 部位에 레진 修復物의 機械的 結合力이 增加될 수 있음을豫想할 수 있으나 Vojinovic外 2人<sup>10</sup>은 脱灰된 象牙細管 部位는 水分 含量이 增加되고 管間象牙質의 有機質膜을 残存시켜 結局 修復物의 象牙質 表面에 對한 維持力を 低下시키는 結果가 된다고 報告하여 充分한 接着力은 期待할 수 없다고 생각된다. 따라서 象牙質 部位는 琥珀質의 境遇와는 달리 機械的 結合과 함께 化學的 結合이 要求된다.

象牙質 接着強化剤(dentin adhesives)는 象牙質 表面과 化學的 結合이 要求된다. 象牙質 接着強化剤(dentin adhesives)는 象牙質 表面과 化學的 結合이 可能하며 이온結合 또는 共有結合이 同時に 일어날 수 있다. 그러나 本研究에서 象牙質表面에 Dentin Adhesive<sup>®</sup>을 單獨 塗布한 群 (Fig. 10)과 5% NaOCl 溶液으로 表面洗滌後 Dentin Adhesive<sup>®</sup>을 塗布한 群 (Fig. 12-15)의 SEM所見에서 뚜렷한 레진 tag의 形成을 觀察할 수 없었다. 이와 같은 所見은 象牙質 表層部에 形成 残存되는 smear layer가 NaOCl 溶液으로 充分히 除去되지 않고 오히려 Dentin Adhesive<sup>®</sup>의 象牙細管內로 侵透하는 것을 防害해서 나타난 結果로 생각된다. Duke外 2人<sup>34</sup>은 polyacrylic acid가 smear layer 除去 效果가 優秀함을 報告하였고, Asmussen과 Munksgaard<sup>35</sup>, Causton<sup>36</sup>, Solomon과 Beech等<sup>37</sup>은 象牙質의 膠原纖維內 Ca部分과 結合할 수 있는 數種 象牙質 接着剤를 象牙質 表面에 塗布한 後 接着力을 測定한 바 있으며, Bowen外 2人<sup>18</sup>은 키레이트 潛在力(chelating potential)을

지난 4-META라는 象牙質 接着剤와  $\text{FeCl}_2$ 를 含有한 酸腐蝕剤를 함께 使用하여 象牙細管의 入口를 開口시키며 良好한 接着力을 報告한 바 있다. 물론 그 機轉은  $\text{FeCl}_2$ 가 包含된 酸腐蝕의 이온이 象牙質 表層內로 侵透하여 Ca部分과 結合한 後 4-META 成分을 잘 接着시킬 수 있는 複雜한 反應潛在力を 지니고 있기 때문으로 생각할 수 있다.

Bowen<sup>38)</sup>과 Jedrychowski外 2人<sup>39)</sup>도  $\text{FeCl}_2$ 含有酸腐蝕剤와 NPG-GMA를 使用하여 콤포짓드 레진 修復物의 接着力이 增加됨을 報告하였으며, Nakabayashi外 2人<sup>40)</sup>도 이와 同一한 酸腐蝕 處理 後 콤포짓드 레진의 象牙質에 對한 18MPa의 높은 接着力을 얻은바 있으나, 齒牙를 黑變시킬 수 있는 危劍性이 있음을 경고한 바 있다. 本研究에서 10-3 溶液으로 象牙質 處理 後 Clearfil Photo Bond와 Photo Clearfil Bright를 附着시켜 光重合시킨 境遇 (Fig. 20, 21) 10% HCl 溶液으로 處理하였기 때문에 象牙質의 構造的 變化는 確認할 수 없었으나 10-3溶液에 依한 獨特한 脱灰像은 觀察되었다 (Fig. 6, 7). Lee外 3人<sup>40)</sup>은 脱灰像을 觀察하지 못했음을 報告하여 本研究와 다른 所見을 發表하였으며 그 理由는 實驗에 使用한 酸의 濃度 및  $\text{FeCl}_2$ 의 混合比의 差異로 써 나타난 結果로 생각된다.

또 本研究에서 酸腐蝕剤의 使用 與否에 關係 없이 레진 tag가 形成된 像이 나타난 것 (Fig. 16-21)은 Hoppenbrouwers外 2人<sup>41)</sup>도 이와 類似한 所見을 觀察하여 象牙質 外表面에서의 象牙細管內로 侵透하는 것은 毛細管現象으로서 液狀인 象牙質 接着材가 齒髓側으로 移動되기 때문으로 思料된다. 또 本研究에서 表面 洗滌剤인 5%NaOCl 溶液과 30% 磷酸 溶液의 象牙質 表面에 對한 效果는 別다른 差異를 發見할 수 없었으나 10-3溶液의 效果는 30-50 $\mu\text{m}$  깊이까지 象牙細管의 깔대기 모양으로 擴大되었으며 管間 및 管周象牙質의 消失로 나타난 10-3溶液의 效果를 發見할 수 있었으며 이는 Brånnstrom과 Johnson<sup>42, 43)</sup>과 Gwinnett<sup>42)</sup> 및 Lee外 3人<sup>40)</sup>等이 研究한 結果와 同一한 所見을 나타내었다. 그러나 脱灰된 象牙細管의 깔대기 모양의 基底部까지 象牙質 接着剤 또는 bonding agent의 侵透가 可能한지는 疑問이다. Gwinnett<sup>42)</sup>는 레진 tag이 200 $\mu\text{m}$  깊이까지 形成됨을 觀察하였으나 本研究에서는 이와 같은 所見을 確認할 수 없었으며 特定 象牙質 表面 洗滌剤

에 따른 象牙細管의 入口 開放效果 및 表層部 깊이의 變化 效果도 決定할 수 없었다. 그러나 레진 tag 形成이 多量일 境遇 接着力이 增加하리라고豫想할 수 있으나 引張應力 下에서 tag의 어느 位置에서 破斷이 일어나는가를 注意깊게 分析할 問題로 생각된다. 물론 이 境遇 레진 自體의 주위 환경에 따른 變化, 例를 들면 温度 變化에 따른 收縮과 膨脹 및 咀嚼力 等 外力에 依한 變化要素에 따라 그 變化는 多樣하게 나타날 것이며, 實驗條件, 即 抜去齒의 把去後 經過時間, 保存方法, 試片製作方法 및 使用洗滌剤 및 接着強化剤의 種類에 따라 나타나는 象牙質層의 形態變化도 多樣할 것이다. 特히 實驗에서 觀察된 象牙質의 位置 即 咬合面側 또는 齒髓로부터 얼마만큼 距離에 位置하는가에 따라 象牙質의 構造, 象牙細管의 數, 形態, 配列 및 크기의 差異에 따라 훨씬 더 큰 變化像이 나타날 것으로 思料된다.

現在 수많은 象牙質 洗滌剤와 接着 強化剤가 商品化되어 있으나 象牙質 部位에서는 琥珀質 部位에 比해 接着 強度가 30%밖에 이르지 못하고 있는 實情이다. 따라서 앞으로 實驗室內의 研究結果와 臨床 結果에서 優秀한 接着力을 나타낼 수 있는 洗滌剤 및 接着 強化剤에 對한 研究가 繼續 必要하다고 思料된다.

## V. 結論

象牙質 削除面에 對한 洗滌剤 및 接着強化剤의 效果를 觀察하기 為하여 #600 Silicon carbide 研磨紙로 露出 象牙質을 研磨한 後 5% NaOCl溶液, 30% 磷酸溶液 및 10-3溶液으로 象牙質 表面을 處理하여 水洗, 乾燥시킨 後 Dentin Adhesit®, Clearfil New Bond® 및 Photo Clearfil Posterior Bright®等을 附着시켜 9個群으로 나누어 實驗을 實施하여 (Table2) SEM으로 觀察, 分析한 結果, 다음과 같은 結論을 얻었다.

1. 象牙質을 研磨 後 아무런 處理를 하지 않은 對照群에서 表面과 表層部에 Smear層이 存在하였다.
2. 5% NaOCl溶液과 30% 磷酸溶液의 Smear層除去效果는 나타나지 않았다.
3. 10-3溶液은 뚜렷한 Smear層 除去效果를 나

타내았다.

4. Bonding agent<sup>唾布</sup>시는 레진 tag를 形成하였으나 Dentin Adhesit®의 境遇, 形成되지 않았다.

## REFERENCES

1. Bowen, R.L.: Dental filling material comprising vinyl-silane treated fused silica and a binder consisting of the reaction product of bisphenol and glycidyl methacrylate, U.S. Patent office, 3,006,112, 1962.
2. Buonocore, M.G.: A simply method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces, *J. Dent. Res.*, 34:849-853, 1955.
3. Bränström, M., and Nordenvall, K.J.: The effect of acid etching on enamel, dentin and inner surface of the resin restoration: A scanning electron microscopic investigation *J. Dent. Res.*, 56:917-923, 1977.
4. Eriksen, H.M., and Leidal, T.I.: Monkey pulpal response to composite resin restorations in cavities treated with various cleansing agents, *Scan. J. Dent. Res.*, 87: 309-317, 1979.
5. Gwinnett, A.J.: The morphological relationship between dental resins and etched dentin, *J. Dent. Res.*, 56:1155-1160, 1977.
6. Gwinnett, A.J., and Jendresen, M.D.: Micromorphological features of cervical erosion after acid conditions and its relationship with composite resin, *J. Dent. Res.*, 57:543-549, 1978.
7. Auvenksine, R.C., and Eames, W.B.: Pulpal response of monkeys to modifications of a Bisphenol A composite resin and cement, *J. Dent. Res.*, 51:1062-1066, 1972.
8. Inokoshi, S., Iwaku, M., Fusayama, T.: Pulpal response to a new adhesive restorative resins, *J. Dent. Res.*, 61:1014-1019, 1982.
9. Stanley, H.R., Going, R.E. and Chauncey, H.H.: Human pulp response to acid pre-treatment of dentin and to composite restoration, *J. Am. Dent. Assoc.*, 91:817-825, 1975.
10. Vojinovic, O., Nyborg, H., and Bränström, M.: Acid treatment of cavities under resin fillings: Bacterial growth in dentinal tubules and pulpal reaction, *J. Dent. Res.*, 52: 1189-1193, 1973.
11. Bränström, M., Nordenvall, K.J., Torstenson, B., Hedstrom, K.G., and Wahlstrom, H.: Protective effect of polystyrene liners for composite resin restorations, *J. Prosthet. Dent.*, 49:331-336, 1983.
12. Heys, R.J., Heys, D.R., Cox, C.F., and Avery, J.K.: The histological effect of composite resin materials on the pulp of monkey teeth, *J. Oral Pathol.*, 6:63-81, 1977.
13. Heys, R.J., Heys, D.R., Cox, C.F., and Avery, J.K.: The histological effect of composite resin materials on the pulp of monkey teeth, *J. Oral Pathol.*, 6:63-81, 1977.
14. Stanley, H.R., Bowen, R.L., and folio, J.: Compatibility of various materials with oral tissue. II. Pulp responses to composite ingredients, *J. Dent. Res.*, 58:1507-1517, 1979.
15. Cotton, W.R., and Siegel, R.L.: Human pulpal response to citric acid cleanser, *J. Am. Dent. Assoc.* 96:639-644, 1978.
16. Bowen, R.L.: Adhesive bonding of various materials to hard tooth-solubility of dentinal smear layer in dilute acid buffers, *Int. Dent. J.*, 28:97-107, 1978.
17. Lee, H.L., Cupples, A.L., Schubert, R.W.

- and Swartz, M.L.: An adhesive dental restorative material, *J. Dent. Res.*, 50:125-132, 1971.
18. Bowen, R.L., Cobb, E.N., and Rapson, J.E.: Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues: Improvement in bond strength to dentin, *J. Dent. Res.*, 61:1070-1076, 1982.
  19. Eick, J.D., Johnson, L.N., Fromer, J.R., Good, R.J., and Neuman, A.W.: Surface topography, its influence on wetting, and adhesion in dental adhesive system, *J. Dent. Res.*, 51:780-788, 1972.
  20. Eick, J.D., Wilko, R.A., Anderson, C.H., and Sorensen, S.E.: Scanning electron microscopy of cut tooth surfaces and identification of debris by use of the electron microprobe, *J. Dent. Res.*, 49:1359-1368, 1970.
  21. Fusayama, T., Nakamura, M., Kurosaki, N., and Iwaku, M.: Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin, *J. Dent. Res.*, 58:1364-1370, 1979.
  22. Munksgaard, E.C., and Asmussen, E.: Bond strength between dentin and restorative resins mediated by mixtures of HEMA and glutaldehyde, *J. Dent. Res.*, 63:1087-1089, 1984.
  23. Munksgaard, E.C., Hausen, E.K., and Asmussen, E.: Effect of fine adhesives on adaptation of resin in dentin cavities, *Scand. J. Dent. Res.*, 92:544-548, 1984.
  24. Munksgaard, E.C., Itoh, K., and Jorgensen, K.D.: Dentin-polymer bond in resin fillings tested in vitro by thermo and load cycling, *J. Dent. Res.*, 64:144-146, 1985.
  25. Asmussen, E.: Clinical relevance of physical, chemical, and bonding properties of composite resin, *Operative Dentistry*, 10:61-73, 1985.
  26. Asmussen, E., and Bowen, R.L.: Effect of acidic pretreatment on adhesion to dentin mediated by gluma, *J. Dent. Res.*, 66:1386-1388, 1987.
  27. Bowen, R.L.: Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissue II. Bonding to dentin promoted by a surface active comonomer, *J. Dent. Res.*, 44:895-902, 1965.
  28. Bowen, R.L., and Cobb, E.N.: A method for bonding to dentin and enamel, *J. Am. Dent. Assoc.*, 107:734-736, 1983.
  29. Nakabayashi, N.: Bonding of restorative materials to dentin-the present status in Japan, *Int. Dent. J.*, 35:145-154, 1985.
  30. Nakabayashi, N., Kgima, K., and Masuhara, E.: The promotion of adhesion by the infiltration of monomer into tooth substrates, *J. Biomed. Mat. Res.*, 16:265-273, 1982.
  31. Bränström, M., Nordenvall, K.J., and Glantz, P.O.: The effect of EDTA-containing surface active solutions on the morphology of prepared dentin. An in vivo study, *J. Dent. Res.*, 59:1127-1131, 1980.
  32. Pashley, D.H.: Smear layer physiological considerations, *Operative Dentistry*, Supplement (3):13-29, 1984.
  33. Bränström, M., Glantz, P.O., and Nordenvall, K.J.: The effect of some cleaning solutions on the morphology of dentin prepared in different ways: an in vitro study, *Journal of dentistry for children*, 46:19-23, 1979.
  34. Duke, E.S., Phillips, R.W., and Blumershine, R.: Effects of various agents in cleaning cut dentin *J. Oral. Rehab.*, 12:295-302, 1985.
  35. Asmussen, E., and Munksgaard, E.C.: Formaldehyde as bonding agent between dentin and restorative resins, *Scand. J. Dent.*

- Res., 92:480-483, 1984.
36. Causton, B.E.: Improved bonding composite restorative to dentin, Br. Dent. J., 156:93-95, 1984.
37. Solomon, A., and Beech, D.R.: Bond strengths of composites to dentin using primers, J. Dent. Res., Special Issue: Abstr. No. 253, 1983.
38. Bowen, R.L.: Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissue: V. The effect of a surface active comonomer on adhesion to diverse substrates, J. Dent. Res., 44: 1369-1373, 1965.
39. Jedrychowski, J.R., Caputo, A.A., and Prola, J.: Influence of a Ferric chloride mordant solution on resin-dentin retention, J. Dent. Res., 60(2): 135-138, 1981.
40. Lee, H.L., Orlowski, J.A., Scheidt, G.C., and Lee, J.R.: Effect of acid etchants on dentin, J. Dent. Res., 52:1228-1232, 1973.
41. Hoppenbrouwers, P.M.M., Driessens, F.C.M., and Stadhouders, A.M.: Morphology, composition, and wetting of dentin cavity walls, J. Dent. Res., 53:1255-1262, 1974.
42. Brännström, M., and Johnson, G.: Effects of various conditioners and cleaning agents on prepared dentin surfaces: A scanning electron microscopic investigation, J. Prosthet. Dent., 31:422-430, 1974.
43. Gwinnett, A.J.: Structural changes in enamel and dentin of fractured anterior teeth after acid conditioning in vitro, J. Am. Dent. Assoc. 86:117-122, 1973.

**- ABSTRACT -**

**MORPHOLOGICAL CHANGES OF DENTIN SURFACE TREATED  
WITH VARIOUS DENTIN SURFACE CONDITIONERS**

**Ik Nam Joo, Sang Jin Park, Byung Soon Min, Ho Young Choi**

*Dept. of Operative Dentistry, Division of Dentistry, Kyung Hee University*

The purpose of this study was to observe the effect of dentin surface conditioners on the dentin surfaces.

Freshly extracted human molars were used in this study. They were stored at 4°C saline solution before experiment.

The crown portions of the teeth were cut in various directions by means of wet diamond point to expose dentin which include transverse, vertical oblique, horizontal and oblique cut to the long axis (Fig. 1).

Each tooth was then mounted with self curing acrylic resin in brass ring to expose the flattened dentin surfaces.

Final finish was accomplished by grinding the dentin specimens with wet No. 180 and No. 600 grit silicon carbide abrasive paper until a 6.0mm in diameter on a dentin surface was exposed without pulp exposure.

The specimens were divided into 9 groups according to the modes of dentin treatment procedure.

The following surface treatments were applied on these preparation surfaces;

Group 1: unetched (control group) after finish with No. 600 silicon carbide abrasive paper.

Group 2: etched with 30% phosphoric acid for 60s

Group 3: etched with 10-3 solution for 60s

Group 4: Cleaned with 5% NaOCl for 30s

Group 5: applied Dentin Adhesit

Group 6: cleaned with 5% NaOCl followed by applying the Dentin Adhesit®

Group 7: applied Photo Bond on the unetched dentin followed by applying the Photo Clearfil Bright

Group 8: Etched with 30% phosphoric acid followed by applying Photo Bond and Photo Clearfil Bright

Group 9: etched with 10-3 solution followed by applying Photo Bond and Photo Clearfil Bright

All the specimens were stored in 37°C under 50% relative humidity for 24 hours before observations.

The specimens in 7, 8, and 9 group, omitting the group 1 to 6, were demineralized in 10% HCl for 10s in order to observe the resin tags. All the specimens in each group were then dried at room temperature.

The dried specimens were ion coated with Eiko ion coater (Eiko-engineering Co.), and observed in Hitachi S-430 Scanning electron microscope (Hitachi, Co. Tokyo) at 15KV.

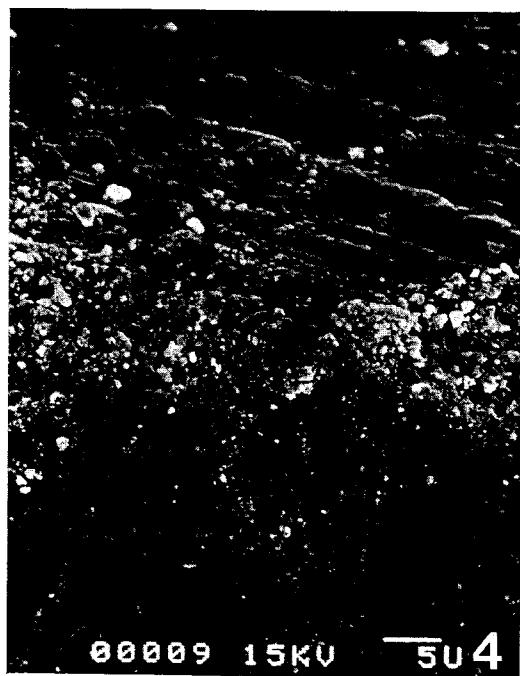
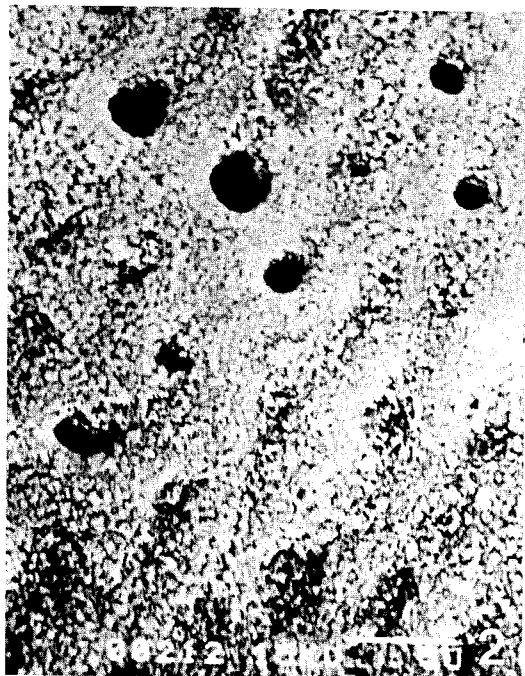
The following results were obtained as follows;

1. The smear layers were still remained in group 1,2,4,5, and 6.
2. There is no effect of 5% NaOCl and 30% phosphoric acid on the changes of dentin morphology
3. The dentin treated with 10-3 solution, indicating the tubules opened when the smear layer and the dental plug dissolved.
4. In case of applying the bonding agents the resin tag was not formed at the deep area of dentinal tubules, but in case of applying the Dentin Adhesit<sup>®</sup> that was not.

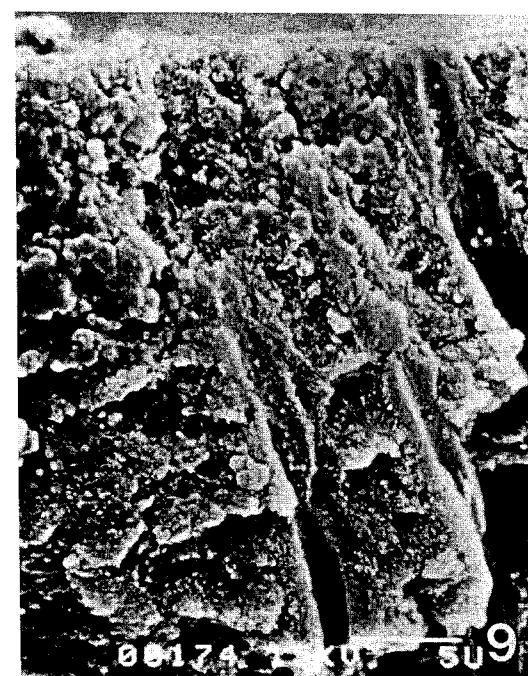
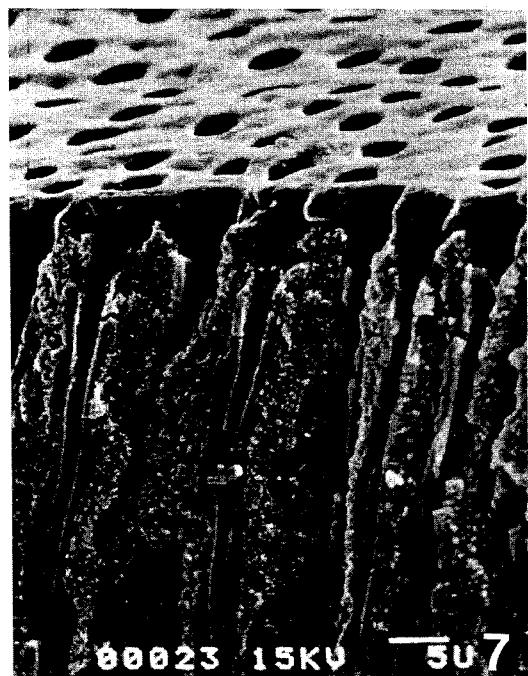
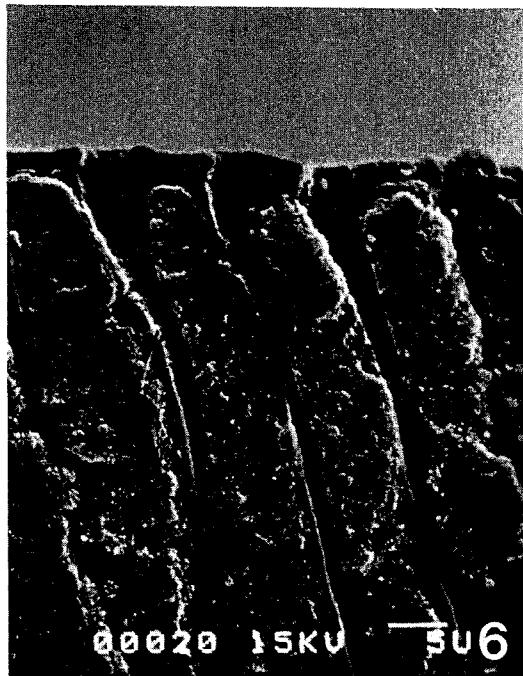
## EXPLANATION OF FIGURES

- Fig. 2.** Dentin surface ground with No. 600 grit SIC abrasive paper. The surface is covered with a fairly thick smear layer. x2000
- Fig. 3.** Dentin surface and edge of sectioned surface in Fig. 2. A thick smear layer covers the surface and the tubules are normal feature. x 2000
- Fig. 4.** Dentin surface treated with 30%  $H_3PO_4$ . A thick smear layer covers the surface. x 2000
- Fig. 5.** Sectioned dentin surface treated with 30%  $H_3PO_4$ . A thin smear layer covers surface but in places the position of the tubules are packed into with dentinal plug. x 2000
- Fig. 6.** Sectioned dentin surface treated with 10-3 solution. Fully patent funnel shaped widened dentinal tubule apertures. x 2000
- Fig. 7.** Another view of the specimen in Fig. 6. Dentinal tubules are opened and are not occluded even at deep area. x 2000
- Fig. 8.** Dentin surface cleaned with 5% NaOCl. A thin smear layer covers the surface but the feature of tubules are intact in sectioned specimen. x 2000
- Fig. 9.** Details of the specimen in Fig. 8. Peritubular and intertubular dentin is structureless in depth of 20 $\mu m$  and debris plugs into the tubules in sectional dentin surface. x 4000
- Fig. 10.** Dentin surface applied with Dentin Adhesit<sup>®</sup>. The surface covered with the layer of Dentin Adhesit<sup>®</sup>. x 4000
- Fig. 11.** Sectioned aspects of the specimen in Fig. 10. A thick layer of Dentin Adhesit<sup>®</sup> covers the dentinal surface. x 2000
- Fig. 12.** A layer of Dentin Adhesit<sup>®</sup> covers the cleaned dentin surface with 5% NaOCl. x 1000
- Fig. 13.** Another view of the specimen in Fig. 12. Many irregular opened tubules after demineralization with 10% HCl for 10 sec. Dentin Adhesit<sup>®</sup> do not block the tubule opening. x 1000
- Fig. 14.** Dentinal surface applied the Dentin Adhesit<sup>®</sup> after cleaning with 5% NaOCl. Tubular opening is resulted with demineralization with 10% HCl for 10 sec. x 500
- Fig. 15.** Another view of the specimen in Fig. 14. There is a layer of Dentin Adhesit<sup>®</sup> on the dentinal surface cleaned with 5% NaOCl. x 2000
- Fig. 16.** A long resin tag of the Photo Bond corresponding the pressing into the dentinal tubule after grinding the dentin surface with No. 600 grit SIC abrasive paper. x 2000
- Fig. 17.** Another view of the specimen in Fig. 16. Partially demineralized dentin with 10% HCl for 10 sec. x 2000
- Fig. 18.** Resin tags of the Photo Bond adhesive were formed after etching the dentin surface with 30%  $H_3PO_4$ . x 1000
- Fig. 19.** Details of the specimen in Fig. 18. x 2000
- Fig. 20.** Dentin surface treated with 10-3 solution followed by applying the Photo Bond and Photo-Clearfil Bright. Resin materials pressed into the dentinal tubules which were opened and widened by 10-3 solution. x 1000
- Fig. 21.** Details of resin tags in Fig. 20. There is short tags corresponding to the dentinal tubules. x 2000

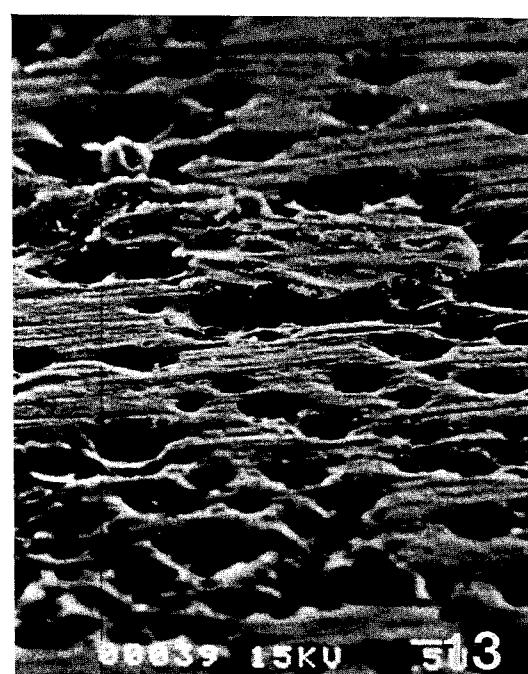
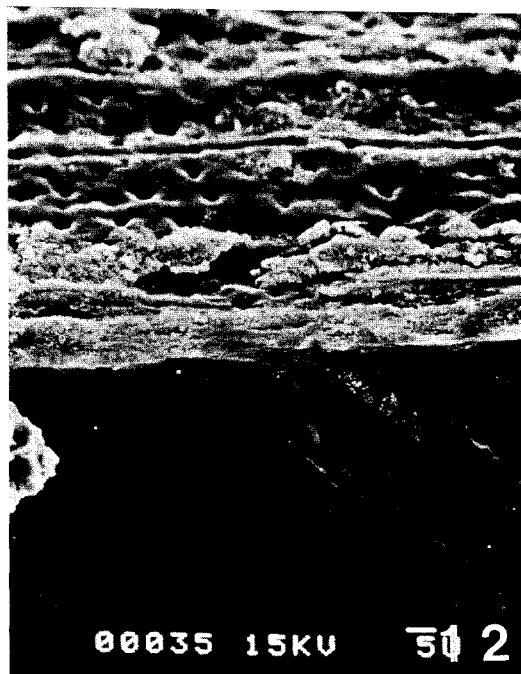
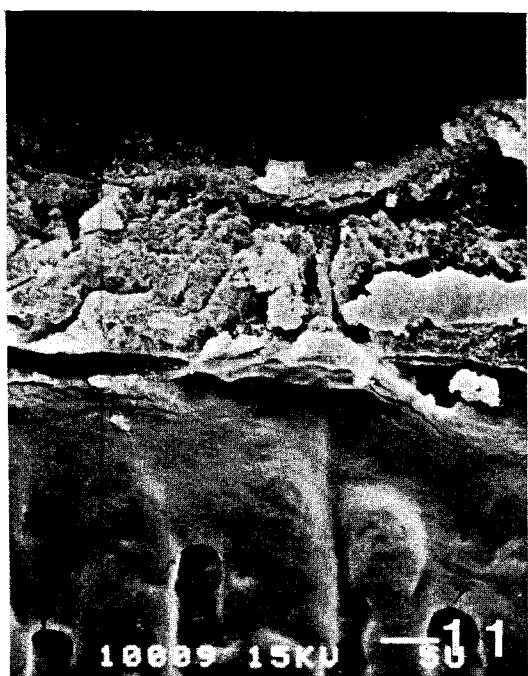
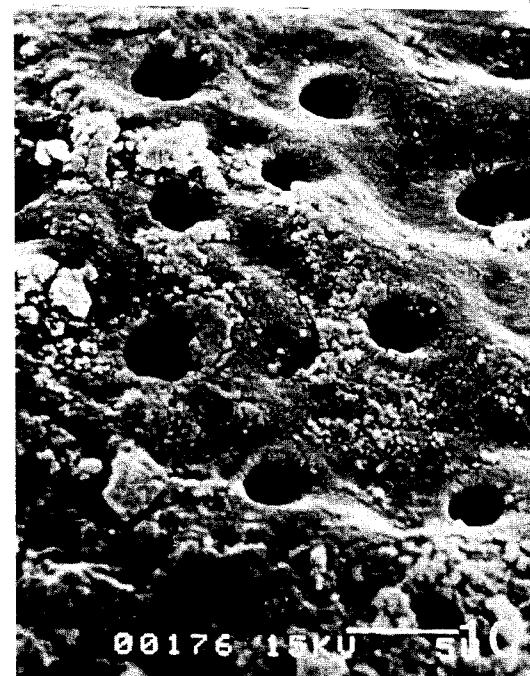
논문 사진부도 ①



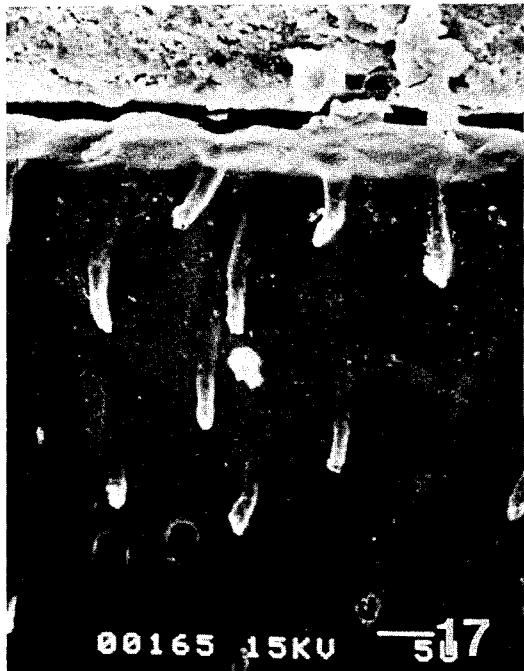
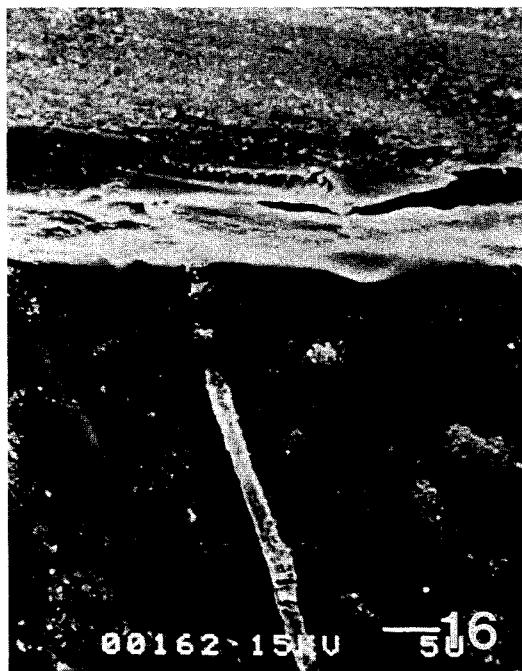
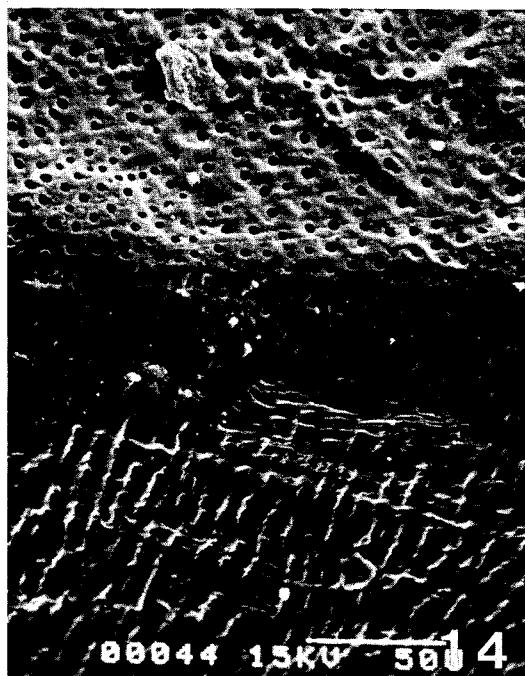
논문 사진부도 ②



논문 사진부도 ③



논문 사진부도 ④



논문 사진부도 ⑤

