

Smear layer 제거와 금속 이온 처리가 광중합형 글라스아이오노머와 상아질간의 결합강도에 미치는 영향

경희대학교 치과대학 보존학교실

이원섭 · 박상진

- 목 차 -

- I. 서 론
- II. 실험재료 및 방법
- III. 실험성적
- IV. 총괄 및 고안
- V. 결 론
- 참고문헌
- 영문초록

I. 서 론

1970년 대에 개발된 글라스아이오노머 시멘트는 1990년 대에 광중합이 가능한 성분이 첨가되어, Mitra¹⁾에 의해 광중합형 글라스아이오노머 시멘트로 분류되었다.

Powis 등²⁾에 의하면 과거의 화학중합형 글라스아이오노머 시멘트는 재료 자체의 응집성 강도가 70 kgf/cm² 이기 때문에 이론적으로 결합강도가 이 수치를 초과할 수 없으나, Prati 등³⁾의 보고에 따르면 광중합형 글라스아이오노머 시멘트는 압축 강도가 100 kgf/cm² 내지 120 kgf/cm² 으로서 높은 결합강도를 예상할 수 있다.

광중합형 글라스아이오노머 시멘트의 분말 성분은 종래의 화학중합형 글라스아이오노머 시멘트와 유사하나, 액의 성분에는 아크릴릭 산 이외에 10 % 의 HEMA (Hydroxy ethyl methacrylate)를 함유하고 있다³⁾. HEMA 는 친수성 단

량체로서 습기가 있는 상아질내부로 침투가 용이하여 상아질 접착제의 구성성분으로 널리 사용되어 왔다. 따라서 광중합형 글라스아이오노머 시멘트는 HEMA 가 함유되어 있는 상아질 접착제의 결합과 유사한 양상을 나타내어 상아질 접착제의 결합강도를 증가시킬 목적으로 사용되는 상아질 표면 처리 방법을 광중합형 글라스아이오노머 시멘트의 상아질 표면접착에도 적용이 될 수 있다. 이러한 사실은 상아질 표면 처리를 이용한 상아질 접착제의 결합강도 증가에 관한 Asmussen과 Bowen^{4,5)}의 보고를 토대로 Prati 등³⁾은 광중합형 글라스아이오노머 시멘트에서 실험하였고, smear layer의 처리여부에 따라 광중합형 글라스아이오노머의 결합강도는 변화될 수 있다는 사실이 연구 대상이 되기 시작하였다.

그러나 Hinoura 등⁶⁾은 상아질 표면의 단순한 산처리에 의해서는 광중합형 글라스아이오노머 시멘트의 상아질에 대한 결합강도를 증가시킬 수 없다고 보고하였으며, HEMA 성분이 함유된 상아질 접착제 (Gluma^(R), Scotchprep^(R))를 도포한 후 광중합형 글라스아이오노머 시멘트를 접착하였을 경우 결합강도를 증가시킬수 있다고 하여, HEMA 성분에 의한 두 재료간의 친화성을 보고한 바 있다. 그러나 이러한 사용방법은 시술방법이 복잡하기 때문에 실용화 되지 않고 있으며, 아직까지 광중합형 글라스아이오노머 시멘트의 결합강도 증진을 위한 상아질 처리법이 일

반화 내지 표준화되지 못하고 있다.

과거 화학중합형 글라스아이오노머 시멘트에서도 상아질과의 결합강도를 증가시키기 위한 상아질 표면처리에 대한 많은 연구중 산성용액을 이용하여 상아질의 무기질 농도를 감소시키도록 하는 방법과 반대로 무기질 용액을 도포함으로써 킬레이션 반응을 일으키거나 흡착시켜 무기질 농도를 증가시키는 두가지로 분류될 수 있으며, 이들 방법 역시 광중합형 글라스아이오노머 시멘트의 결합강도에 영향을 미칠 수 있다. 즉 두가지 방법 중에서 상아질의 표면을 탈회시키고 smear layer를 제거하는 방법에 관하여는 Welsh와 Hembree⁷⁾, McLean 등⁸⁾ 그리고 Prati 등⁹⁾이 글라스아이오노머 시멘트를 충전시키기 전에 smear layer를 제거하거나 변형시켜야 한다고 주장한 이래 글라스아이오노머 시멘트를 접착시키기전 상아질 표면 처리를 위하여 수많은 종류의 산성 용액에 대하여 연구하기 시작하였다. 그중 Powis 등²⁾은 분자량이 큰 표면처리제가 상아질과 글라스아이오노머 시멘트 간에 수소결합의 능력을 증가시켜 결합강도가 높게 나타난 반면, 기타의 분자량이 작은 킬레이션제는 효과가 없음을 보고한 이래 주로 polyacrylic acid가 상아질 표면 처리제로 사용되었으며, Joynt 등¹⁰⁾, McInnes-Ledoux 등¹¹⁾과 Barakat 등¹²⁾은 시판 상품중 polyacrylic acid로 구성된 각종 표면처리제를 이용한 후 글라스아이오노머 시멘트를 상아질표면에 결합시켰을 때 결합강도가 증가되었다고 보고한 바 있다. 그러나 이와 반대로 Hewlett 등¹³⁾은 polyacrylic acid로 처리된 상아질에 대한 글라스아이오노머 시멘트의 결합강도 증진효과는 없었다고 보고한 후 polyacrylic acid 이외에 다른 표면처리제에 관하여도 연구가 계속되었다. 즉 상아질 표면의 탈회를 위해서 polyacrylic acid 이외에 구연산과 말레인산 그리고 인산에 대한 사용이 보고되었다. 즉 Aboush와 Jenkins¹⁴⁾는 50% 구연산으로 상아질을 표면처리할 경우 글라스아이오노머 시멘트의 결합강도가 증가된다고 보고하였으나, 이 등¹⁵⁾은 구연산과 인산처리에 따른 글라스아이오노머 시멘트와 상아질간의 결합강도에는 영향이 없는 것으로 보고하였다.

또 Ichiki¹⁶⁾가 광중합형 글라스아이오노머 시멘트의 친수성 성분인 HEMA 가 10% 말레인산으로 처리된 상아질에 대해서 결합강도증강 효과를 나타낸다고 보고하였으며, Wendt 등¹⁷⁾은 smear layer 처리제로서 25% 말레인산을 추천한 바 있다.

고농도 인산을 상아질에 사용하는 것은 치수 자극의 원인이 될 수 있기 때문에^{18,19)} 사용되고 있지 않으나, 초기의 상아질 접착제와 글라스아이오노머 시멘트의 결합강도에 관한 연구에서는 smear layer의 효과적인 제거약제로서 이용되어 왔다. 그러나 Lacefield 등²⁰⁾, Hotz 등²¹⁾ 그리고 Causton과 Johnson²²⁾은 글라스아이오노머 시멘트의 상아질간의 접착시킬 경우 전처리제로서 인산에 의한 결합강도 증진 효과는 거의 없는 것으로 보고하였다.

이상과 같이 글라스아이오노머 시멘트를 상아질에 접착시키고자 상아질 표층에 형성된 smear layer를 처리하기 위하여 많은 연구가 이루어졌으며, 이러한 처리방법들이 상아질에 대한 결합강도 증진에 미치는 영향은 크지 않은 것으로 보고되었고, 법랑질에 대해서는 높은 결합강도를 보인다는 연구 결과^{21,23)}를 토대로 상아질의 무기질 함량을 증가시킬 수 있는 방법을 도입하여 우수한 결합력을 얻고자 하는 연구가 시작되었다. 즉 Beech^{24,25)}, Causton 등^{26,27)}, Levine 등²³⁾은 상아질의 무기질 함량을 증가 시킬 목적으로 사용되는 약제들은 calcifying agent로 분류하였고, 이들을 이용한 결합강도의 증가기전을 상아질 표면의 Ca이온의 흡착에 기인된 것으로 보고하였다. 따라서 Ca 이외의 다른 무기질을 상아질에 흡착 또는 흡수시킬 수 있는 방법이 존재할 경우, 상아질에 대한 글라스아이오노머 시멘트의 결합강도를 더욱 증진시킬 수 있을 것이며, 이러한 사실을 기초로 Bowen 등²⁸⁾이 여러가지 상아질 표면흡착성 이온 (mordant ion) 중 ferric 이온이 가장 효과적임을 관찰 보고한 바 있다.

그후 Causton과 Johnson²⁹⁾ 그리고 Hussein 등³⁰⁾은 구연산으로 smear layer를 제거한 후에 Fe, Ca, Al, Sn 이온등을 흡착시키면 상아질에 대한 글라스아이오노머 시멘트의 결합력을 증진시킬 수 있다고 보고하여 상아질표면의 처리방

법을 소개하였고, Inoue 등³¹⁾은 0.5 M 말레인 산으로 상아질 표면을 처리한 후 Fe ion mordant를 도포하는 순차적인 방법을 화학중합형 글라스아이오노머 시멘트의 결합에 응용하였으며, Takarada 등³²⁾은 상아질에 흡착된 Fe 이온에 의해서 단량체의 상아질 내부로의 침투가 증진되기 때문에 결합강도가 증가된다고 보고하였다.

ferric chloride 이용하여 상아질 표면을 순차 처리한 Shalabi 등³⁰⁾의 연구에서 산성용액을 이용하여 smear layer를 1차로 제거한 뒤에 FeCl₃ 용액을 이용하여 상아질 표면을 재처리하면 글라스아이오노머 시멘트의 상아질에 대한 결합강도를 증가시킬 수 있다고 보고한 바 있다.

한편 Bowen 등^{33,34)}과 Bowen과 Cobb³⁵⁾은 ferric oxalate를 이용하여 Fe이온을 상아질 심층부에 침투시켰으며, Richardson 등³⁶⁾은 화학중합형 글라스아이오노머 시멘트에서, 그리고 Prati 등³⁷⁾은 광중합형 글라스아이오노머 시멘트가 ferric oxalate로 재처리된 상아질에 대하여 결합강도가 증가함을 보고하였다. 또 Salvato 등³⁸⁾과 Yeh 등³⁹⁾에 의해서 ferric oxalate는 상아질의 투과성 감소 목적으로 사용되기도 하였다.

그리고 상아질의 투과성을 감소시키는 성질을 지닌 potassium oxalate는 상아세관의 봉쇄효과를 동시에 지니고 있음을 Walker 등⁴⁰⁾에 의하여 보고되었으며, Pashley와 Galloway⁴¹⁾도 상아질을 1차 산성용액으로 처리한 후 2차로 potassium oxalate로 처리한 연구에서 potassium oxalate의 상아질 투과성 감소효과 및 상아세관 봉쇄효과를 보고하였다.

그러나 Richardson 등³⁶⁾과 Prati 등⁴²⁾의 연구에선 potassium oxalate를 smear layer가 제거된 상아질에 도포하였을 경우에도 결합강도의 변화는 확인할 수 없다고 보고하였다.

이상과 같이 글라스아이오노머 시멘트의 상아질 접착을 위해서 구연산, 말레인산, 인산 등이 smear layer의 제거용 처리제로서 이용되어 왔고, 무기질 함량의 증가나 무기결정의 성장을 위해서 ferric chloride와 ferric oxalate 그리고 potassium oxalate 등의 Fe이온과 염(oxalate)등을 사용하고 있다.

그러나 대부분의 연구에서는 과거 화학중합형 글라스아이오노머 시멘트를 대상으로 하였으며, 근래에 사용되고 있는 광중합형 글라스아이오노머 시멘트를 대상으로 한 연구는 희소하다. 이에 본 연구에서는 상아질을 구연산, 말레인산 및 인산으로 1차 처리를 하고 ferric chloride, ferric oxalate와 potassium oxalate로 2차 처리 용액으로 사용하여 광중합형 글라스아이오노머 시멘트와 상아질간의 결합강도와 결합양상을 관찰하여 유의한 결과를 얻었기에 보고하는 바이다.

II. 실험재료 및 방법

1. 실험재료

우식이 없는 발거된 대구치 128개를 실험재료로 선택하여 치아표면에 부착된 유기잔사물과 치석을 제거한 후 냉장 보관하였으며, 그중 112개는 전단결합강도 측정에 사용하였고, 나머지

Table 1. First and second solutions for the dentin surface treatment used in this study

Name of solution	Code	Concentration(%)	Batch number	Manufacturer
Distilled water	DW	-	-	Kyung Hee Univ
Citric acid	CT	50	L82070C	Chameleon Anal. Co.
Maleic acid	MA	10	OH1555	Junsei Chem. Co.
Phosphoric acid	PA	10	27617-8	Yukuri Chem. Co.
Ferric chloride	FC	15	M34888A	Chameleon Anal. Co.
Ferric oxalate	FO	6.8	80441	Kishida Chem. Co.
Potassium oxalate	PO	30	3K0018	Junsei Chem. Co.

16개는 전자현미경 관찰에 이용하였다.

상아질 표면 전처리 제1차 용액으로 증류수, 50% 구연산, 10% 말레인산 그리고 10%인산 수용액을 제조 사용하였으며, 전처리 제2차 용액으로 증류수와 15% ferric chloride, 6.8% ferric oxalate, 그리고 30% potassium oxalate 수용액을 이용하였다 (Table 1). 수용액의 제조시에는 증류수를 이용하였다.

결합강도를 측정하기 위하여 상아질의 표면처리 후 접착에 사용된 광중합형 글라스아이오노머 시멘트는 Vitrabond^(R)(3M Co., USA) 이었다.

2. 실험 방법

① 시편 제작

112 개 대구치를 깊이 2.0 cm, 직경 2.5 cm 의 고무몰드내에 수직으로 세워놓고 치아의 치관부가 노출되도록 아크릴릭 레진을 몰드내로 주입하였다. 레진이 경화된 뒤에 몰드로부터 치아가 수직으로 포매되어 있는 레진블럭을 제거하였으며, 법랑질을 제거하고 레진블럭의 교합면측 평면을 경조직 연마기 (Buehler Co., UK) 로 연마하여, 치아 장축에 대해서 직각을 이루는 상아질 평면이 노출되도록 하였다. 노출된 상아질 평면이 균일한 평활면이 되도록 800 번, 1000 번 그리고 1200 번 Sic 연마지에 순차연마하였다. 모든 상아질의 표면에는 균일한 면적만 노출되도록 직경 4 mm 의 구멍이 뚫려있는 마스킹 테이프를 접착시켰다.

* 실험군의 분류

노출된 상아질면의 표면처리는 1차 및 2차용액을 사용하였으며, 1차 용액으로 처리하기 위하여 112개의 실험치아를 각 군당 28개씩의 치아

가 포함되도록 하여 다음과 같이 4개의 실험군으로 나누었다.

- 1) 실험 1군 : 상아질 표면을 증류수로 처리한 28개 치아를 실험 1군으로하였으며,
- 2) 실험 2군 : 실험군의 28개 치아는 구연산 용액으로,
- 3) 실험 3군 : 실험군의 28개 치아는 말레인산 용액으로,
- 4) 실험 4군 : 실험군의 나머지 28개 치아는 인산 용액으로 전처리를 하였다.

1차 전처리 시간과 수세 및 건조시간은 모든 치아에서 모두 1분으로 하였다.

* 소 실험군의 분류

1차 용액으로 전처리 후, 2차 용액으로 처리하기 위하여 각각의 실험군에 포함된 28개의 치아를 다시 7개씩 포함되도록 각각의 실험군을 4개의 소실험군이 되도록 다시 분류하였다.

즉 실험 1군의 7개 치아는 다시 증류수로 재처리하였고, 또 7개 치아는 ferric chloride 수용액으로, 7개 치아는 ferric oxalate 수용액으로, 나머지 7개 치아는 potassium oxalate 수용액으로 각각 처리를 하였다. 실험 2군, 3군 및 4군 역시 실험 1군과 동일하게 4개의 소실험군으로 나누어서 실험하였으며, 처리시간과 수세 및 건조시간은 모두 1분간으로 하였다.

따라서 4개의 실험군을 다시 4개의 소실험군으로 나누었기 때문에 총 실험군의 수는 Table 2 와 같이 모두 16개 군이 되었으며, 각각의 실험군은 Table 2에서 보는 바와 같이 1차와 2차 용액으로 순차 처리하였다. 각 군당 시편의 수는 7 개로서 총 112개의 시편이 사용되었다.

1차와 2차 용액으로 순차처리 후 상아질 시편에 내경 4.0 mm 깊이 1.0 mm 인 고무몰드를 마

Table 2. Experimental groups were designed following treating with first and second solution on dentin surfaces sequentially

Solution for first treatment	Solution for second treatment			
	Distilled water	Ferric chloride	Ferric oxalate	Potassium oxalate
Distilled water	DW-DW	DW-FC	DW-FO	DW-PO
Citric acid	CT-DW	CT-FC	CT-FO	CT-PO
Maleic acid	MA-DW	MA-FC	MA-FO	MA-PO
Phosphoric acid	PA-DW	PA-FC	PA-FO	PA-PO

스킹 테이프와 일치하도록 부착하고, 광중합형 글라스아이오노머 시멘트인 Vitrabond^(R)를 제조 회사의 지시에 준하여 혼합 주입하고 상면을 유리판으로 눌러 접착시켰다. 이때 분말과 액의 비는 1.4 : 1.0 으로 15초간 혼합하여 몰드에 주입하여 접착 충전시켰으며, 충전후 광조사 시간은 30 초로 하였다.

접착이 완료된 상아질 시편은 글라스아이오노머 시멘트 혼합 1시간 경과후 37±1°C의 증류수에 전단결합강도 측정전까지 24시간을 보관하였다.

② 전단결합강도의 측정

전단결합강도의 측정은 실험군의 112개의 모든 시편의 접착면과 동일한 방향으로 하중이 전달되도록 전단 결합강도 측정용 지그에 시편을 고정하여, 만능강도시험기 (Instron 4202, USA)에서 하중속도 분당 0.5 mm의 속도로 하중을 가하여 상아질로부터 글라스아이오노머 시멘트 시편이 분리될 때까지의 최대하중을 전단결합강도

로 정하였다.

③ 전자현미경관찰

16개의 치아를 상기의 전단결합강도 측정용 시편제작과 동일하게 아크릴릭 레인에 포매하여 범랑질부위를 절단하고, 경조직 연마기로 연마하여 두께 1.0 mm의 교합면측 상아질 원판을 16 개 마련하였다. 각각의 상아질 원판의 표면을 Table 2와 같이 1차 용액과 2차 용액으로 표면처리를 시행한 후, 금이온을 증착시켜 전자현미경 (Hitachi S-40, Japan)으로 5000배 내지 15000배의 배율로 관찰하였다.

III. 실험 성적

1. 전 단 결 합 강 도

Table 3은 상아질 표면을 4가지의 1차 용액으로 전처리 후 다시 4가지의 2차 용액으로 순차처리한 16개 실험군의 평균 전단결합강도를 요약

Table 3. Mean shear bond strengths of light curing glass ionomer cement to dentin following treating with 1st and 2nd solution on dentin surface (unit:Kg/cm²)

First solution	Second solution	Codes	shear bond strength	
			mean	S D
Distilled water	Distilled water	DW-DW	45.8	14.6
	Ferric chloride	DW-FC	22.6	9.6
	Ferric oxalate	DW-FO	37.5	23.4
	Potassium oxalate	DW-PO	21.5	8.0
Citric acid	Distilled water	CT-DW	43.6	24.0
	Ferric chloride	CT-FC	25.5	13.0
	Ferric oxalate	CT-FO	27.8	9.2
	Potassium oxalate	CT-PO	31.6	20.7
Maleic acid	Distilled water	MA-DW	32.2	24.7
	Ferric chloride	MA-FC	19.4	9.2
	Ferric oxalate	MA-FO	52.1	41.6
	Potassium oxalate	MA-PO	26.5	12.0
Phosphoric acid	Distilled water	PA-DW	22.0	11.3
	Ferric chloride	PA-FC	19.9	8.9
	Ferric oxalate	PA-FO	24.1	11.8
	Potassium oxalate	PA-PO	10.4	2.8

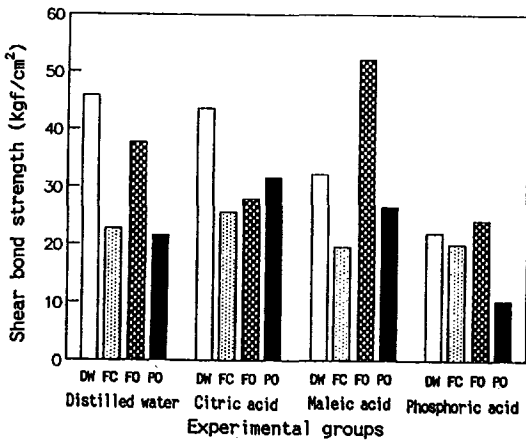


Fig.1. Comparison of mean shear bond strengths of 16 experimental groups after treating with 1st and 2nd solution on dentin surface (DW : Distilled water, FC : Ferric chloride, FO : Ferric oxalate, PO : Potassium oxalate)

한 것이며, Fig.1은 이를 비교한 그림이다.

실험 1군(증류수 1차 처리군) :

상아질 표면을 증류수로 1차 처리한 실험 1군에서는 다시 증류수를 사용하여 2차 재처리하였을 경우 45.8 kgf/cm²의 결합강도를 보였으며, ferric chloride 용액으로 2차 처리하였을 경우는 현저히 낮아진 22.6 kgf/cm²의 결합강도를 나타내었다. Ferric oxalate 용액으로 재처리한 군에서는 37.5 kgf/cm²의 결합강도를, 그리고 potassium oxalate 용액으로 재처리하였을 경우 21.5 kgf/cm²의 결합강도로 측정되었다.

실험 2군(구연산 1차 처리군) :

구연산을 1차 용액으로 사용한 실험 2군에서는 증류수로 2차 처리하였을 경우에서 결합강도가 가장 높은 43.6 kgf/cm²로 나타내었으며, ferric chloride 용액으로 2차 처리하였을 경우 25.5 kgf/cm², ferric oxalate 용액으로 재처리시 27.8 kgf/cm² 그리고 potassium oxalate 용액을 이용한 2차 처리시 31.6 kgf/cm²의 결합강도를 나타내었다.

실험 3군(말레인산 1차 처리군) :

말레인산을 1차 용액으로 사용하고, 증류수로 2차 처리시는 32.2 kgf/cm²를 나타내었으며,

ferric chloride 용액으로 재처리한 결과 19.4kgf/cm²의 결합강도를 나타내었고, ferric oxalate 용액으로 재처리한 경우 52.1 kgf/cm²로 전체 실험 군중에서 가장 높은 결합강도를 보였다. Potassium oxalate 용액에 의한 재처리시 26.5 kgf/cm²의 결합강도를 나타내었다.

실험 4군(인산 1차 처리군)

인산을 1차 용액으로 사용하여 상아질을 전처리한 경우에는 대체로 낮은 결합강도를 보인 반면, 2차 처리용액으로 증류수를 이용한 경우 22.0 kgf/cm²의 결합강도를 나타내었고, ferric chloride 용액에 의한 재처리시 19.9 kgf/cm²의 결합강도로 나타났으며, ferric oxalate 용액에 의한 2차 처리의 경우 24.1 kgf/cm²를, 그리고 potassium oxalate 용액에 의한 재처리 결과 10.4 kgf/cm²의 전 실험군중에서 가장 낮은 결합강도를 나타내었다.

이상의 실험 성적을 16개 실험군 전체를 대상으로 Duncan's multiple range test 한 결과를 요약한 표가 Table 4에 표시되어 있다.

Table 4. Summary of Duncan's multiple range test of shear bond strength in 16 experimental groups

Code	Mean shear bond strengths	Duncan's multiple range test result
PA-PO	10.3	-----
MA-FC	19.4	
PA-FC	19.9	
DW-PO	21.5	
PA-DW	22.0	
DW-FC	22.6	
PA-FO	24.1	
CT-FC	25.5	
MA-PO	26.5	
CT-FO	27.8	
CT-PO	31.6	
MA-DW	32.2	
DW-FO	37.5	
CT-DW	43.6	
DW-DW	45.8	
MA-FO	52.1	

16개 군 중에서 통계학적으로 유의하게 높은 결합강도를 나타낸 경우는 말레인산을 1차 용액으로 사용하여 상아질을 처리한 후, ferric oxalate 용액으로 2차 처리한 상아질 표면(MA-FO)에서 가장 높은 전단결합강도를 보였으며, 증류수 단독으로 처리한 경우(DW-DW)의 순으로 높게 나타났으며, 구연산 용액으로 1차 처리하고 다시 증류수로 재처리한 경우(CT-DW) 세 번째로서 유의하게 높은 결합강도를 보였다.

16개의 실험군을 2차 처리용액으로 처리후 측정된 전단결합강도 수치를 무시하고 1차 처리용액만을 사용한 결과를 대상으로 측정된 전단결합강도를 비교하면, 1차 처리용액으로 증류수를 사용한 실험군 전체의 평균은 30.5 kgf/cm^2 였고, 구연산으로 처리된 상아질에선 32.9 kgf/cm^2 를 나타냈으며, 말레인산으로 처리한 경우에는 33.4 kgf/cm^2 의 결합강도를 그리고 인산으로 1차 처리된 실험군은 20.4 kgf/cm^2 의 결합강도를 나타내었다. 전반적으로 말레인산을 1차 처리용액으로 사용하여 상아질을 처리한 경우가 가장 높은 결합강도를 보였으나, 증류수 처리군 혹은 구연산 처리군과 유의성있는 차이가 없었으며, 인산을 1차용액으로 사용한 경우 가장 낮은 결합강도를 나타냈다. Fig.2는 이상의 결과를 1차 처리용액별로 나타난 결합강도를 비교한 그림이다.

한편 반대로 1차 처리 용액에 의한 전단결합

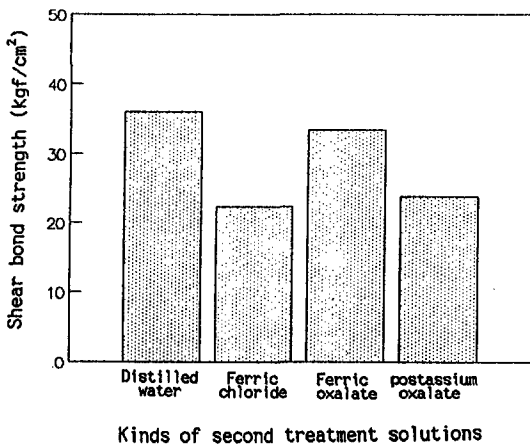


Fig.2. Comparison of shear bond strengths data for the kinds of first treatment solutions.

강도 수치와 무관하게 2차 처리 용액의 전단결합에 미치는 효과에 대하여 비교하여 보면, 증류수를 2 차 처리용액으로 사용하여 상아질을 재처리한 경우 36.0 kgf/cm^2 의 결합강도를 보였으며, ferric chloride 용액을 이용하여 재처리한 경우 22.4 kgf/cm^2 의 결합강도가 측정되었다. Ferric oxalate 용액으로 2차 처리된 상아질에서 33.4 kgf/cm^2 의 결합강도를 나타내었고, potassium oxalate 용액으로 재처리된 경우에는 23.8 kgf/cm^2 의 결합강도를 보였다. 대체적으로 2차 처리 용액으로는 증류수나 ferric oxalate 용액을 사용한 경우 높은 결합강도를 보였으며, ferric chloride나 potassium oxalate 용액으로 재처리할 경우 낮은 결합강도를 보였다. Fig.3에는 2차 처리용액의 종류에 따른 결합강도를 비교한 그림이다.

1차 처리용액과 2차 처리용액의 두가지 처리용액에 대한 것을 변수로 하여 2차원 ANOVA (One Way Analysis of Variance) 분석한 결과는 Table 5에 요약하였다. 그 결과에 의하면 1차와 2차에 걸친 전처리 과정에서 1차 처리 용액인 증류수, 구연산, 말레인산 그리고 인산에 의한 영향은 비교적 적게 나타난 반면, 2차 처리용액인 증류수, ferric chloride, ferric oxalate 그리고 potassium oxalate 용액에 의해서는 영향을 크게 받은 것으로 나타났다.

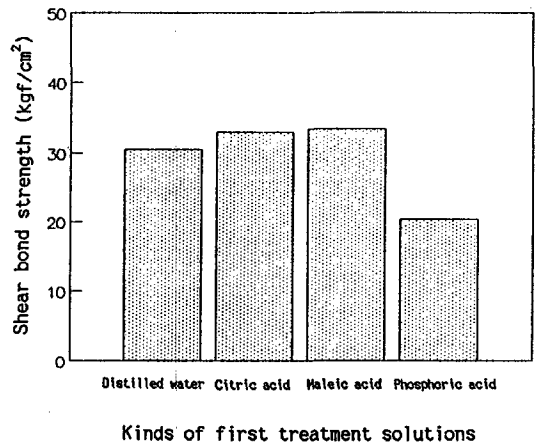


Fig.3. Comparison of shear bond strengths data for the kinds of second treatment solutions.

Table 5. Summary of two way Anova test of treating method between first and second

Source of Variation	Sum of Squares	DF	Mean Square	F	P
Main Effects	5307.783	6	884.623	2.814	.017
FIRST	2561.328	3	853.776	2.716	.052
SECOND	3266.901	3	1088.967	3.464	.021*
2-way Interactions	2847.117	9	316.346	1.006	
FIRST SECOND	2847.117	9	316.346	1.006	
Explained	8154.885	15	543.657	1.729	.066
Residual	20749.327	66	314.384		
Total	28904.182	81	356.842		

* means the statistical differences

DF : Degrees of freedom

F : F ratio

P : Significance of F

2. 전자현미경 관찰

① 실험 1군 (증류수 1차 처리군)

Fig.4는 증류수를 1차 및 2차 용액으로 사용하여 상아질 표면을 처리한 결과로서 smear layer가 상아질의 전 표면을 덮고 있으며, 상아세관의 입구가 폐쇄되어 있는 양상을 보이고 있다. Fig.5는 Fig.4의 확대상으로서 상아세관의 입구가 미세한 입자에 의해 폐쇄되어 있음을 보이고 있다.

Fig.6은 증류수를 1차 용액으로 사용한 후 ferric chloride 용액으로 2차 처리한 소견으로서 smear layer에 균열이 형성된 것을 보이고 있다. Fig.7은 이를 확대한 상이며, 상아세관의 입구가 전혀 개방되고 있지 않다.

Fig.8은 증류수로 1차 처리한 후 ferric oxalate로 2차 처리한 상이다. 역시 smear layer의 변화는 보이지 않고 있다.

Fig.9는 potassium oxalate 용액으로 2차 재처리한 상으로서 calcium oxalate로 사료되는 다각 결정형 석출물들이 smear layer를 덮고 있는 모습을 보이고 있다. 이를 확대한 Fig.10에서는 상아세관의 입구부에 특히 많은 석출물이 덮여 있는 양상을 보이며 미세한 입자들이 바닥면의 smear layer 표면에서 관찰되고 있다.

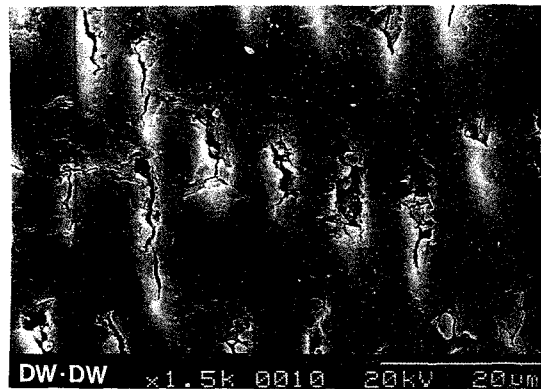


Fig.4. Both of First and second treatment solution was distilled water. (Control) Smear layer was intact and the orifices of dentinal tubules were occluded. (1500 x)

② 실험 2군 (구연산 용액에 의한 1차 처리군)

Fig.11은 구연산을 1차 용액으로 사용한 후 증류수로 2차 처리한 경우로서 smear layer가 완전히 제거되고 상아세관이 명확하게 나타나 있다. 상아세관 내부의 smear layer 하방 구조가 약간 변형되어 있는 모습이 보이고 있다.

Fig.12는 ferric chloride 용액을 2차 용액으로 사용하여 처리한 후의 모습으로서 smear layer의 변형과 아울러 상아세관의 폐쇄효과가 관찰되었다. Fig.13은 Fig.12의 확대상으로서 상아세관의 폐쇄효과를 나타내고 있다.

Fig.14은 ferric oxalate 용액을 2차 처리제로 사용하여 상아질을 재처리한 상으로서 구연산

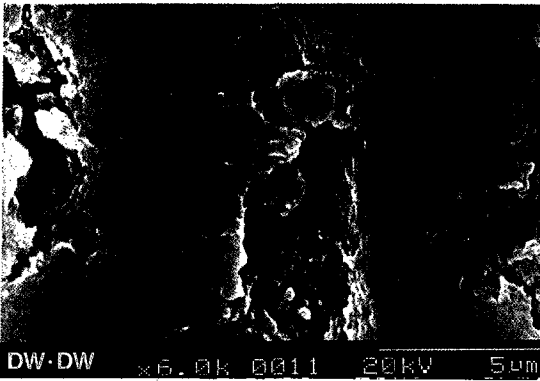


Fig.5. Enlarged view of Fig.4. Tubule orifices were not opened. It is shown that smear layer occluding the orifice was consisted of small particles.(6000 x)

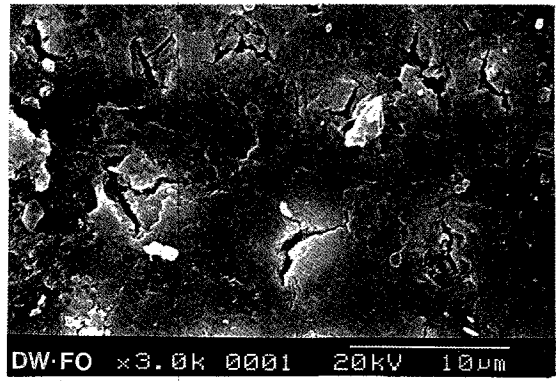


Fig.8. First treatment solution was distilled water and second treatment solution was 6,8 % solution of ferric oxalate. Smear layer was observed unchanged.(3000 x)

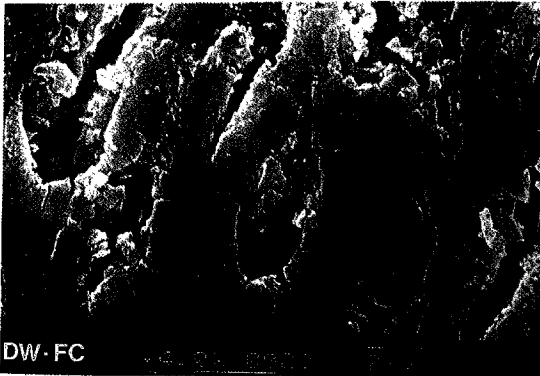


Fig.6. The dentin was treated with first and second solution. First treatment solution was distilled water and second treatment solution was 15% solution of ferric chloride. Note marked cracks on the smear layer. (4000 x)

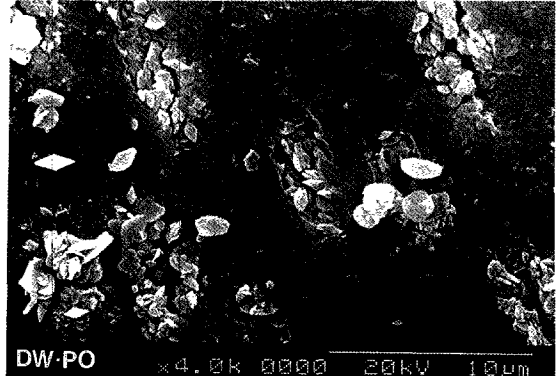


Fig.9. First treatment solution was distilled water and second treatment solution was 30 % solution of potassium oxalate. Unchanged smear layer covered with polygonal crystals considered as calcium oxalate were observed. (4000 x)

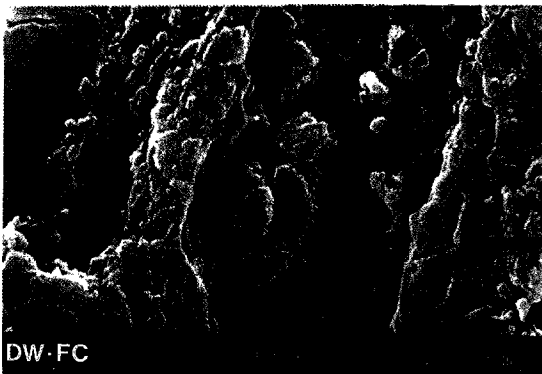


Fig.7. Enlarged view of Fig.6. Orifices of tubules were not still opened. Plenty of particles occluding the orifices were shown. (10000 x)

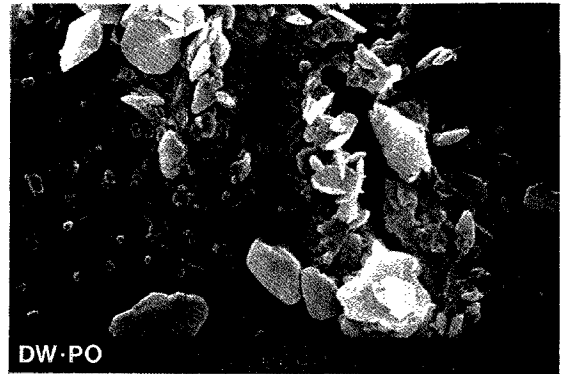


Fig.10. Enlarged view of Fig.9. Calcium oxalate crystals were obstructing the dentinal tubules's openings, and small particles were formed on the smear layer. (10000 x)

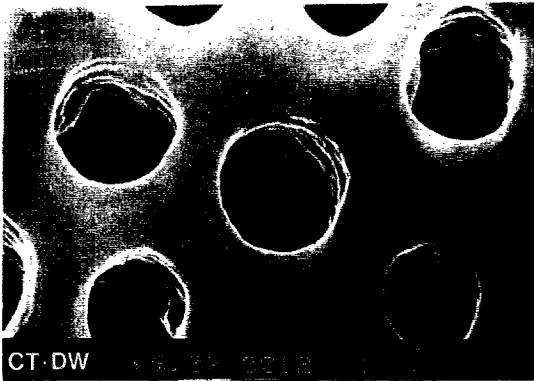


Fig.11. First treatment solution was 50 % solution of citric acid and second treatment solution was distilled water. Smear layer was clearly removed and the openings of dentinal tubules were obvious. Deformation of underlying structure beneath smear layer was observed to some extent. (6000 x)



Fig.13. Enlarged view of Fig.12. Closing effect of 15% solution of ferric chloride on dentinal tubules after treating with 50 % solution of citric acid. (10000 x)



Fig.12. First treatment solution was 50 % solution of citric acid and second treatment solution was 15 % solution of ferric chloride. Changes of smear layer and closing of dentinal tubules were exhibited. (4000 x)

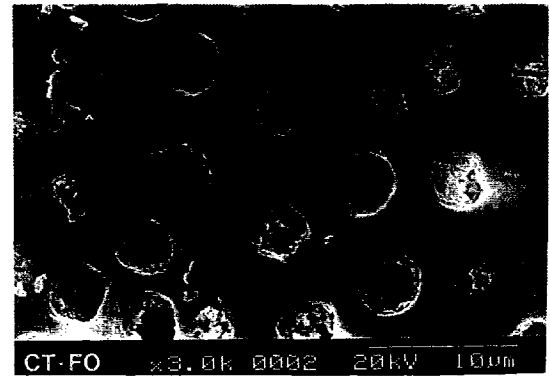


Fig.14. First treatment solution was 50 % citric acid and second treatment solution was 6.8% ferric oxalate. Partial or full obstruction of dentinal tubules opened during first treatment using 50 % solution of citric acid were occurred. (3000 x)

처리로 인하여 개구되었던 상아세관의 입구가 부분적 또는 완전히 폐쇄되어 있다.

Fig.15는 2차 처리용액으로 potassium oxalate 용액을 이용한 경우이며, 다량의 calcium oxalate 결정에 의해 상아세관의 폐쇄가 일어나 있다. Fig.16은 Fig.15의 확대상이다.

③ 실험 3군(말레인산에 의한 1차 처리군)

Fig.17는 말레인산으로 1차 처리를 하고 중류

수로 상아질면을 2차 처리한 경우이다. 상아세관의 개구부가 명확히 노출되어 있고 smear layer의 활택화가 관찰되었다.

Fig.18은 ferric chloride 용액을 2차 처리제로 사용하여 상아질면을 재처리한 상이며, Fig.12, Fig.13에서 관찰되었던 상아세관의 폐쇄효과가 나타나 있다. Fig.19은 이를 확대한 상이다.

Fig.20은 ferric oxalate를 2차 용액으로 상아질면을 처리한 상이다. 결정의 형성이나 상아세관의 폐쇄효과는 관찰되지 않고 있다.

Fig.21과 Fig.22는 potassium oxalate 용액을 2차 처리제로 사용한 경우이며 Fig.9, 10, 15 및

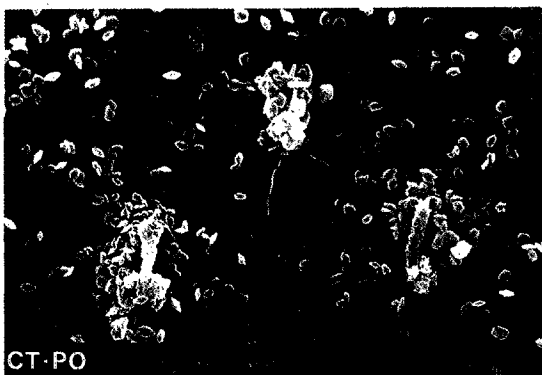


Fig.15. First treatment solution was 50 % citric acid and second treatment solution was 30% potassium oxalate. Opened dentinal tubules were completely closed by forming the plenty of calcium oxalate crystals. (4000 x)

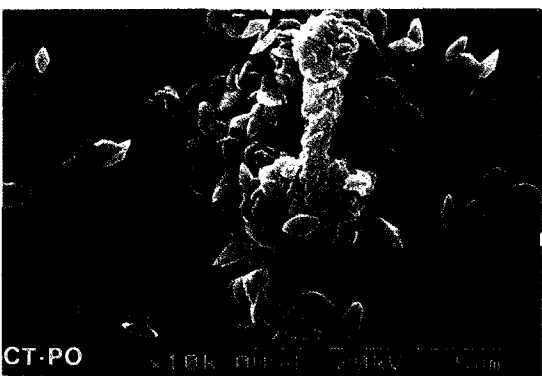


Fig.16. Enlarged view of Fig.15. Closing effect of 30 % solution of potassium oxalate on the dentinal tubules treated with 50 % solution of citric acid were also confirmed. (10000 x)

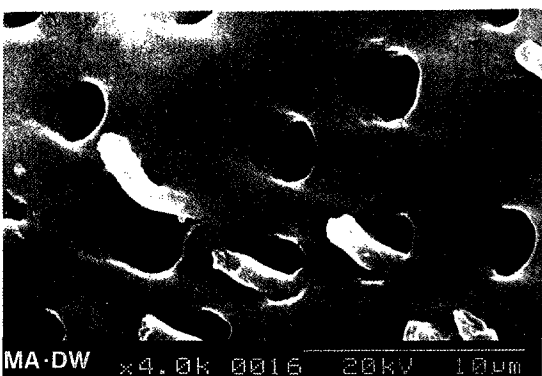


Fig.17. First treatment solution was 10 % maleic acid and second treatment solution was distilled water. Complete opening of dentinal tubules were occurred and some of smoothing effect to smear layer were observed.(4000 x)

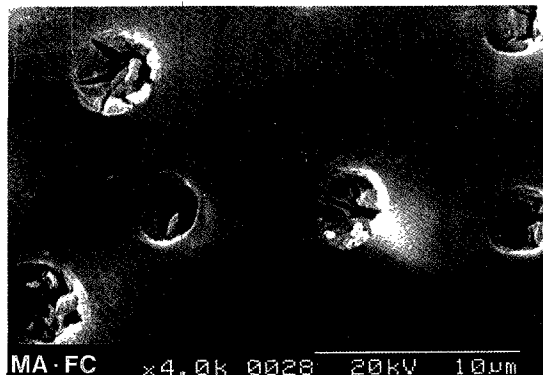


Fig.18. First treatment solution was 10 % maleic acid and second treatment solution was 15% ferric chloride. Closing effect of dentinal tubules opened after treatment with 10. % solution of maleic acid were exhibited. These effects were same with Fig. 12 and theirs enlarged view, Fig.13. (4000 x)

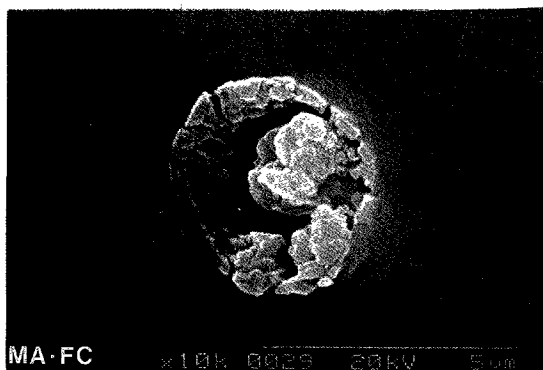


Fig.19. Enlarged view of Fig.18. Substances formed during 15 % solution of ferric chloride were obstructing the orifice of the dentinal tubules. (10000 x)

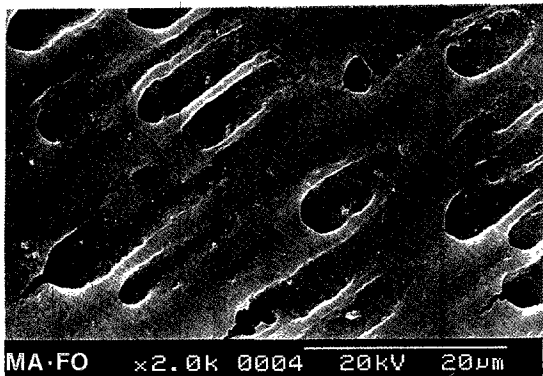


Fig.20. First treatment solution was 10 % maleic acid and second treatment solution was 6.8% ferric oxalate. Closing effect of dentinal tubules opened after treating with 10 % maleic acid or crystal formations were not exhibited. (2000 x)

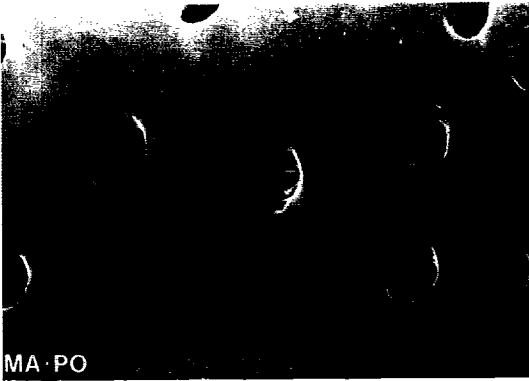


Fig.21. First treatment solution was 10 % maleic acid and second treatment solution was 30% potassium oxalate. Closing effect of dentinal tubules by the crystal formation as shown on Fig.9,10,15,and 16 were not appeared. (4000 x)



Fig.22. Enlarged view of Fig.21. (10000 x)

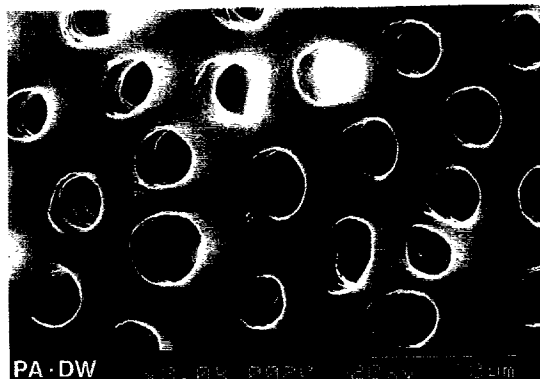


Fig.23. First treatment solution was 10% phosphoric acid and second treatment solution was distilled water. Prominent effects of acid etching were observed. Wide openings of dentinal tubules were occurred. (3000 x)

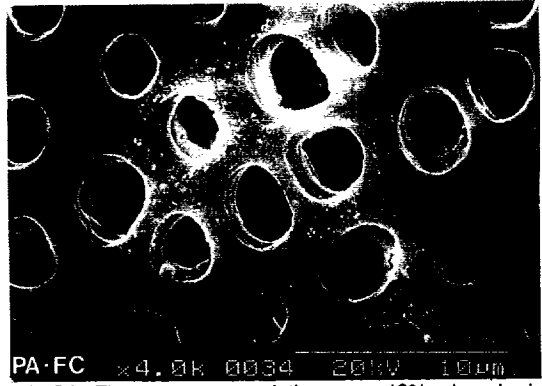


Fig.24. First treatment solution was 10% phosphoric acid and second treatment solution was 15% ferric chloride. A little closing effect of dentinal tubules opened after treatment with 10% solution of phosphoric acid was exhibited. These effects were same with Fig.12 and its enlarged view, Fig.13, however the degree of it was low. (4000 x)

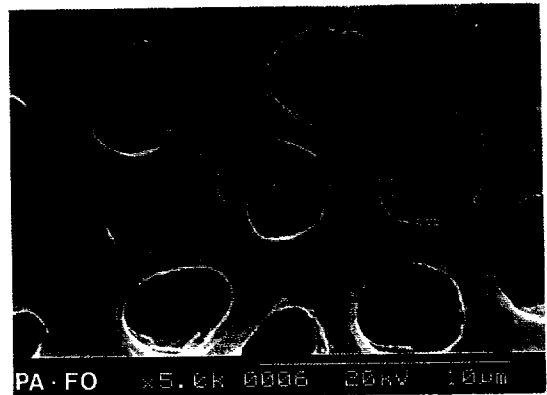


Fig.25. First treatment solution was 10% phosphoric acid and second treatment solution was 6.8% ferric oxalate. No evidence of large crystal formation was confirmed, but on the surface of smear layer, a lot of small white dot like crystals were observed. (5000 x)

Fig.16에서 관찰되었던 결정의 형성이나 이로 인한 상아세관의 폐쇄효과가 나타나지 않고 있다.

④ 실험 4군(인산 용액에 의한 1차 처리군)

Fig.23은 인산 용액을 1차 처리제로 사용한 후 중류수로 2차 처리한 상이다. Smear layer의 제

IV. 총괄 및 고안

치아경조직과 수복재를 영구적으로 결합시킬 수 있는 방법에 대하여 오랫동안 연구되어 왔다. 법랑질부위에선 산부식방법을 이용하여 기계적으로 레진을 치아경조직에 부착시켰으나 상아질의 경우 유기질, 무기질 및 수분으로 구성된 생활조직으로서 특히 보존시술시 상아질 표면에 무구조층인 smear layer가 형성되기 때문에 상아질표면에 상아질 접착제를 접착시키기 위하여 이와같은 무구조층을 제거하거나 변형시킬 필요가 있다.

본 연구에서는 상아질 표면의 smear layer를 말레인산을 1차처리 용액으로 사용한 후 ferric oxalate용액 즉 수산염(蓆酸鹽)의 형태로 재처리하였을 경우 상아질에 대한 광중합형 글라스아이오노머 시멘트의 결합강도가 가장 높은 것으로 나타났다. 이에 대하여 Inoue 등³¹⁾의 연구에서도 상아질의 표면을 0.5 M 말레인 산으로 처리한 후 Fe ion mordant를 도포하여 화학중합형 글라스아이오노머 시멘트의 상아질에 대한 결합강도가 가장 높았다고 보고한 바 있어 본 연구의 결과와 일치하였다. 또 그들의 연구에서는 증류수로 단독 처리하였을 경우 37.6 kgf/cm²의 결합강도를 보고하였고, 말레인산으로 처리한 후에는 31.9 kgf/cm²의 다소 낮아진 결합강도를 보고하여, 본 연구에서도 증류수로 단독 처리하였을 때 45.8 kgf/cm², 그리고 말레인산으로 단독 처리시 32.2 kgf/cm²로 결합강도가 낮게 측정되었다. 그러나 그들의 연구에서는 다시 Fe이온으로 재처리를 하였을 경우 100 kgf/cm²을 초과하는 높은 결합강도가 측정되었다고 보고하였으나, 본 연구에서는 52.1 kgf/cm²의 다소 낮은 결합강도로 나타났으며, 본 연구의 모든 실험군중에서 가장 높은 결합강도로 측정되었다.

이와 같이 상아질면을 수산염(oxalate) 용액에 의한 재처리에 의해서 광중합형 글라스아이오노머 시멘트의 결합강도가 증가되는 소견은 이미 Prati 등³⁷⁾에 의해서 보고된 바 있으며, 결합강도가 증가하게 되는 이유로 Prati 등³⁾은 치아의 표면에 형성된 calcium oxalate가 HEMA와 화학적 유사성을 지녀 글라스아이오노머 시멘트의

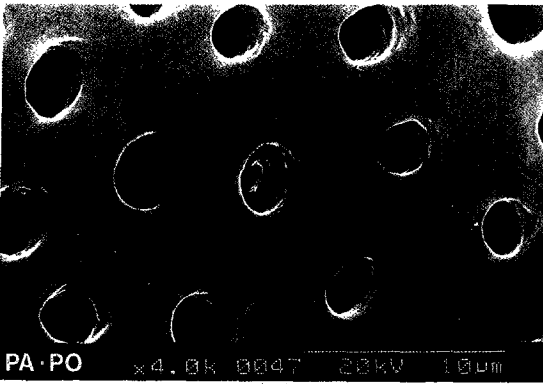


Fig.26. First treatment solution was 10% phosphoric acid and second treatment solution was 30% potassium oxalate. Closing effect of dentinal tubules by the crystal formation shown on Fig.9,10,15 and 16 were not appeared. (4000 x)



Fig.27. Enlarged view of Fig.26. (10000 x)

거 효과라기 보다는 부식효과가 나타나 있으며, 상아세관이 명확히 노출되어 있다.

Fig.24는 2차 용액으로 ferric chloride를 이용한 경우이며, 미약한 정도의 상아세관 폐쇄가 일어나 있다.

Fig.25는 ferric oxalate 용액을 2차 처리제로 사용한 상아질의 모습이며, 역시 결정의 성장은 나타나 있지 않고, smear layer의 바닥면에 미립자들의 백색점이 나타나 있다.

Fig.26과 Fig.27는 potassium oxalate 용액에 의한 효과로서 역시 상아세관의 폐쇄효과는 나타나고 있지 않다.

상아질에 대한 습윤성의 증가와 기계적 결합의 증진을 도모하게 되는 기전에 기인된다고 하였다.

그러나 실제로 본 연구에서 말레인산 단독으로 상아질면을 처리된 결과와 Ichiki¹⁶⁾ 연구에서 50% HEMA의 말레인산으로 처리된 상아질에 대한 글라스아이오노머 시멘트의 결합강도는 유사하게 나타났다.

상아질면을 Fe 이온(ferric ion)으로 처리하였을 경우 Fe 이온(ferric ion)이 상아질 내부로 침투할 수 있는 가능성 여부에 대한 증거로는 Takarada 등³²⁾의 탄닌산을 이용한 보고와 Bowen 등²⁸⁾의 neutron activation 방법을 이용한 확인 보고를 들 수 있다.

본 연구에서 말레인산에 의해 smear layer가 제거된 것으로 관찰되었으며, 이와 동일한 양상은 Inoue 등³¹⁾에 의해 이미 보고된 바 있다. 또 말레인산은 상아질 접착제 사용시의 전처리 용액으로도 사용이 보고되고 있다^{17,43)}.

또 본 연구에서는 증류수 단독으로 상아질표면 처리시 45.8 kgf/cm²의 결합강도를 보인 반면, 구연산 단독 처리의 경우 43.6 kgf/cm²의 결합강도를 나타내어 증류수와 구연산의 효과에는 큰 차이가 없었으나, 인산을 이용한 경우에는 22.0 kgf/cm²으로 가장 낮은 결합강도를 나타내었다. 즉 광중합형 글라스아이오노머 시멘트의 상아질에 대한 접착강화효과는 구연산은 미약하였고 인산의 경우 결합강도를 오히려 저하시켰다. 이러한 결과는 화학중합형에서도 동일한 실험 결과가 발표되었다. 즉 이 등¹⁵⁾의 연구에 의하면, 구연산과 인산으로 처리된 상아질에서 화학중합형 글라스아이오노머 시멘트의 결합강도 증진효과는 없는 것으로 보고하였다. 그 이외에도 글라스아이오노머 시멘트의 접착을 위하여 상아질의 표면을 구연산으로 처리한 연구로는 Powis²⁾, Noort와 Northeast⁴⁴⁾의 보고와 Lacefield 등²⁰⁾, Hotz 등²¹⁾, Causton과 Johnson 등²²⁾의 연구에서도 인산의 접착 증진 효과가 적은 것으로 보고되었다.

본 연구에서 상아질 표면을 1차 용액으로 단독 처리하였을 경우 3가지 처리제중 구연산이 가장 높은 결합강도 증진 효과를 보이는 기전에

대하여 Ichiki¹⁶⁾가 보고한 산처리제에 의한 상아질의 칼시움 용해도를 비교한 연구결과를 인용하면, 말레인산에 의해서는 397 μg , 인산에 의해서는 364 μg , 그리고 구연산에 의해서는 137 μg 의 용해되므로 본 연구의 결과 역시 칼시움의 용해량이 적은 구연산용액으로 단독 처리하여도 높은 결합강도로 나타났을 것으로 생각된다.

카복실레이트 시멘트와 글라스아이오노머 시멘트는 상아질에 대한 결합강도가 범랑질과 비교하여 낮게 나타나는데, 그이유는 커다란 표층의 smear layer가 형성되어 있기 때문이다. 따라서 상아질에 대한 접착강도를 증가시키려는 시도한 연구중 Causton과 Johnson²⁹⁾ 그리고 Hussein 등³⁰⁾은 구연산을 상아질 세척제(cleanser)로서 사용하여 smear layer를 제거한 후에 Fe, Ca, Al, 및 Sn 이온등을 흡착시키면 상아질에 대한 화학중합형 글라스아이오노머 시멘트의 결합강도를 증진시킬 수 있다고 보고하였으나, 본 연구에서 사용된 광중합형 글라스아이오노머 시멘트의 경우는 구연산으로 1차 처리한후, ferric chloride나 ferric oxalate 혹은 potassium oxalate에 의한 결합강도의 증진효과는 확인할 수 없었다.

그러나 최근 상품화되고 있는 상아질 접착제의 사용방법에서는 구연산과 ferric chloride를 혼합하여 동시에 상아질 표면을 처리하도록 권장하고 있다. 즉 Nakabayashi 등⁴⁵⁾의 연구에서는 이러한 구연산-ferric chloride 혼합제로 처리된 상아질과 접착성 레진 단량체를 접착시켰을 경우 hybrid층이 형성되어 강력한 접착을 이룰 수 있다고 보고하고 있다. 따라서 상품화되어 있는 10% 구연산과 3% 염화철용액으로 상아질을 처리하였을 경우 즉 상아질의 조직학적 구조, 화학적 조성, 상아질 표면 처리제의 처리시간 및, 처리제 내의 화학조성을 달리하여 광중합형 글라스아이오노머 시멘트의 상아질에 대한 결합강도 변화에 관하여 계속적인 연구가 필요할 것으로 생각된다.

이에 관한 연구로서 Fukushima와 Horibe⁴⁶⁾ 그리고 Ichiki¹⁶⁾는 10% 구연산과 3% 염화철용액으로 처리된 상아질에 대해서 HEMA를 주성분으로 하는 상아질 접착제의 결합강도가 높아질 수 있음을 보고한 바 있다.

본 연구에서는 ferric chloride 용액으로 2차 처리된 실험군에 비하여 ferric oxalate 용액으로 재처리된 실험군에서 결합강도가 항상 높게 나타났다. 그러나 ferric chloride 용액은 글라스아이오노머 시멘트의 상아질 접착을 위해서 이용하는 것으로 Shalabi 등³⁰⁾에 의해서도 소개된 바 있으며, 그들의 연구에서는 본 연구와 마찬가지로 구연산이나 인산액으로 상아질 표면의 smear layer를 제거한 후 ferric chloride 용액의 농도차이에 따른 결합강도를 비교한 결과, 15% 구연산용액을 사용할 경우 가장 효과적이었음을 보고한 바 있다.

10% 구연산과 3% 염화철용액과 유사한 제제로 Murakami⁴⁷⁾는 탄닌산과 ferric chloride 용액을 소개하고, 10% 구연산과 3% 염화철용액과 유사한 상아질 처리소견을 나타낸다고 보고하였다. 아울러 그는 코발트, 동, 몰리브데늄, 망간, 아연 그리고 철등의 염화물을 시험하여 결합강도의 차이를 비교한 결과 ferric chloride가 가장 우수한 하였음을 보고하여, 임상에서 향후 철염제제의 응용 가능성을 확대하였다.

본 연구에서는 상아질 표면처리시 ferric chloride으로 처리된 실험군에서 평균결합강도가 22.4 kgf/cm²를 보인 반면, ferric oxalate으로 처리된 실험군은 평균결합강도는 33.4 kgf/cm²로서 모든 실험군중 ferric oxalate가 높은 결합강도를 나타내었다. 그러나 ferric oxalate는 상아질 접착제로 사용시 변색의 문제 때문에 최근에는 aluminum oxalate로 대체하여 사용되고 있다⁴⁸⁾.

한편 Salvato 등³⁸⁾과 Yeh 등³⁹⁾은 ferric oxalate 용액에 의하여 상아질 투과성을 감소시키며, 지각과민증 치료목적으로도 사용할 수 있다고 주장한 이론적 근거로서 상아질 표층에 결정의 형성을 보고하였으나, 본 연구의 결과의 전자현미경 관찰소견에서는 이를 확인할 수 없었다.

Ferric oxalate의 또 다른 형태로 Pashley 등⁴⁹⁾과 Blosser와 Bowen⁵⁰⁾은 질산과 혼합한 ferric

oxalate를 소개하였으며, 이는 최근 상아질 접착제의 성분으로 상품화되어 이용되고 있다.

본 연구에서 사용된 구연산, 말레인산 그리고 인산용액 의해서 smear layer가 완전히 제거되는 것으로 관찰되었으며, 특히 Wendt 등¹⁷⁾은 smear layer의 세척제(cleanser)로서 25%의 말레인산을 추천한 바 있고, 본 연구의 전자현미경 관찰 결과와도 이와 유사한 소견으로 나타났다. 또 본 연구에서 구연산에 의한 smear layer제거 효과는 Powis 등²⁾도 보고한 결과와 동일하게 관찰되었다. 또 Ichiki¹⁶⁾도 본 연구에 사용된 3종류의 산성 처리제에 관한 부식효과를 보고한 바 있다.

본 연구의 전자현미경 관찰에서 ferric chloride 용액 사용시 1차 처리용액에 의해 개방되었던 상아세관의 입구가 봉쇄되는 것으로 나타났는데, 이에 대하여 Powis 등²⁾의 연구에서도 ferric chloride가 상아질 표면의 부식효과가 없고 세관 입구밀폐 효과를 보고한 바 있어 본 연구와 유사한 소견이었다.

본 연구에서 potassium oxalate로 재처리시 상아질의 표면과 상아세관의 입구에 결정을 형성하였으나, 결합강도는 오히려 감소되었다. 그러나 Walker 등⁴⁰⁾과 Richardson 등³⁶⁾은 30% potassium oxalate로 처리된 상아질에 대해서 글라스아이오노머 시멘트의 결합강도가 감소되지 않았다고 보고하여 본 연구 결과와의 차이를 나타내었으며 이는 상아질 시편의 다양성과 상아질 전처리제의 처리시간 및 사용농도의 차이때문으로 생각된다.

한편 Greenhill과 Pashley⁵²⁾가 보고한 바와 같이 상아질 지각과민증 치료에 potassium oxalate로 상아질을 전처리한 후 글라스아이오노머 시멘트를 충전시켜 임상에서 널리 사용되고 있다.

본 연구에서는 증류수 단독으로 처리한 경우에는 36.0 kgf/cm²의 결합강도를 보인 반면 potassium oxalate로 처리된 실험군들의 경우, 평균 결합강도는 23.8 kgf/cm²로서 매우 낮아지는 양상을 나타내었으며, 이는 전자현미경 관찰상에서 나타난 바와 같이 결정이 지나치게 성장하여 이것이 또 다른 smear layer로 작용하기 때문으로 사료되며, 본 연구에서의 potassium ox-

alate의 농도를 30% 에서 15% 정도로 낮추어 주면 결합강도의 감소는 예방할 수 있을 것으로 생각된다.

V. 결 론

광중합형 글라스이오노머 시멘트를 상아질과 접착시키기 전에 상아질 표면의 smear layer를 제거하고 Fe 이온으로 처리하여 결합강도의 증가여부를 평가하기 위하여 본 연구에서는 상아질의 표면 처리방법에 따라 4개의 실험군으로 나누어 실험을 실시하였으며, 이중 증류수를 사용하여 처리한 군은 실험 1군으로 대조군으로 하였다. 실험 2군은 구연산을 1차 용액으로 상아질을 처리한 군으로, 실험 3군은 말레인산, 실험 4군은 인산용액을 사용하여 1차 처리한 군으로 하여 smear layer를 1차 처리하였다. 다음 ferric chloride, ferric oxalate, 및 potassium oxalate 용액으로 1차처리된 상아질 표면을 재처리하였다. 2차 처리의 경우 증류수를 이용한 경우 역시 대조군으로 하였다. 이와같이 2차에 걸친 상아질 표면처리 후 광중합형 글라스이오노머 시멘트를 접착시켜 24시간후의 전단 결합강도를 측정하였고, 1차 및 2차 용액으로 처리 후 상아질 표면의 변화를 전자현미경으로 관찰하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 상아질 표면을 말레인산으로 1차 처리한 후 ferric oxalate 로 2차 처리하였을 경우, 광중합형 글라스이오노머 시멘트의 결합강도가 가장 높았다.
2. 말레인산을 1차 처리용액으로 사용하였을 경우 가장 높은 결합강도를 나타내었으며, 인산을 사용시 가장 낮은 결합강도를 나타내었다.
3. Fe이온은 염화염에 비하여 수산화염으로 사용시 결합강도가 높게 나타났다.
4. 구연산, 말레인산, 그리고 인산용액등은 smear layer의 제거효과가 있었으며, 상아세관의 입구를 개방시켰다.
5. Ferric chloride 사용시 개방된 상아세관의 입구가 봉쇄되었다.
6. Potassium oxalate 용액으로 처리시 상아질

의 표면과 상아세관의 입구에 결정을 형성하였으나, 결합강도는 감소되었다.

REFERENCES

1. Mitra,S.B.: Adhesion to dentin and physical properties of a light-cured glass-ionomer liner/base, *J.Dent. Res.*, 70:72-74, 1991.
2. Powis,D.R., Folleras,T., Merson,S.A., and Wilson,A.D.: Improved adhesion of a glass ionomer cement to dentin and enamel, *J.Dent.Res.*, 61:1416-1422, 1982.
3. Prati,G., Montanari,G., Biagini,G., Fava,F., and Pashley,D.H.: Effects of dentin surface treatments on the shear bond strength of Vitrabond, *Dent.Mater.*, 8:21-26, 1992.
4. Asmussen,E., and Bowen,R.L.: Effect of acidic pretreatment on adhesion to dentin mediated by Gluma, *J.Dent.Res.*, 66:1386-1388, 1987.
5. Asmussen,E., and Bowen,R.L.: Adhesion to dentin mediated by Gluma: Effect of pretreatment with various amino acids, *Scand.J.Dent.Res.*, 95:521-525, 1987.
6. Hinoura,K., Miyazaki,M., and Onose,H.: Dentin bond strength of light-curing glass-ionomer cements, *J.Dent.Res.*, 70:1542-1544, 1991.
7. Welsh,E.L., and Hembree,J.H.: Microleakage at the gingival wall with four class V anterior restorative materials, *J.Prosthet.Dent.*, 54:370-372, 1985.
8. McLean,J.W., Powis,D.R., Prosser,H.J., and Wilson,A.D.: The use of glass ionomer cements in bonding composite resins to dentin, *Br.Dent.J.*, 158:410-414, 1985.
9. Prati,C., Nucci,C., and Montanari,G.: Effects of acid and cleansing agents on shear bond strength and marginal microleakage of glass ionomer cements, *Dent.Mater.*, 5:260-265, 1989.
10. Joynt,R.B., Davis,E.L., Wiczkiowski,G., Pierce,L.: Effect of dentinal pretreatment on bond strength between glass-ionomer cement and dentin, *Oper.Dent.*, 15:173-177, 1990.
11. McInnes-Ledoux,P.M., Weinberg,R., and Grogono,A.: Bonding glass-ionomer cements to chemomechanically-prepared dentin, *Dent.Mater.* 5:189-193, 1989.
12. Barakat,M.M., Powers,J.M., and Yamaguchi,R.: Parameters that effect in vitro bonding of glass-ionomer liners to dentin, *J.Dent.Res.*, 67:1161-1163, 1988.
13. Hewlett,E.R., Caputo,A.A., and Wrobel,D.C.: Glass ionomer bond strength and treatment of dentin with polyacrylic acid, *J.Prosthet.Dent.*, 66:767-772, 1991.

14. Aboush, Y.E.Y., and Jenkins, C.B.G.: An evaluation of the bonding of glass-ionomer restoratives to dentine and enamel, *Br.Dent.J.*, 161:179-184, 1986.
15. 이원섭, 민병순, 최호영, 박상진 : 산치리에 따른 상아 질에 대한 Glass ionomer cement의 접착강도에 관한 실험적 연구, *경희대학교 치대논문집*, 9:417-424, 1987.
16. Ichiki, K.: Studies on bonding of light cured bonding agent to dentin, *J.Jpn.Soc.Dent.Mater.Dev.*, 8:818-831, 1989.
17. Wendt, S.L., Jebeles, C.A., and Leinfelder, K.F.: The effect of two smear layer cleansers on shear bond strength to dentin, *Dent.Mater.*, 6:1-4, 1990.
18. Retief, D.H., Austin, J.C., and Fatti, L.P.: Pulpal response to phosphoric acid, *J.Oral Pathol.*, 3:114-122, 1974.
19. Macko, D.J., Rutberg, M., and Langeland, K. : Pulpal response to the application of phosphoric acid to dentin, *Oral Surg.*, 45:930-946, 1978.
20. Lacefield, W.R., Reindl, M.C., and Retief, D.H.: Tensile bond strength of a glass-ionomer cement, *J.Prosthet. Dent.*, 53:194-198, 1985.
21. Hotz, P., McLean, J.W., Sced, I. and Wilson, A.D.: The bonding of glass ionomer cements to metal and tooth substrates, *Br.Dent.J.*, 142:41-47, 1977.
22. Causton, B.E., and Johnson, N.W.: Improvement of polycarboxylate adhesion to dentine by the use of a new calcifying solution, *Br.Dent.J.*, 152:9-11, 1982.
23. Levine, R.S., Beech, D.R., and Garton, B. : Improving bond strength of polyacrylate cements to dentine. A rapid technique, *Br.Dent.J.*, 143:275-277, 1977.
24. Beech, D.R. : Improvement in the adhesion of polyacrylate cements to human dentine, *Br.Dent.J.*, 135:442-445, 1973.
25. Beech, D. : Adhesion in the oral environment: Biophysical and biochemical considerations, *Int.Dent.J.*, 28:338-347, 1978.
26. Causton, B.E., Samara-Wickrama, D.Y.D., and Johnson, N.W. : Effect of calcifying fluid on bonding of cements and composites to dentin in vitro, *Br.Dent. J.*, 140:339-342, 1976.
27. Causton, B.E.: Improved bonding of composite restorative to dentin, *Br.Dent. J.*, 156:93-95, 1984.
28. Bowen, R.L., McClendon, L.T., and Gilles, T.E. : Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues. XV. Neutron activation analysis of dentin sorption of mordant salts, *J.Dent.Res.*, 57:255-260, 1978.
29. Causton, B.E., and Johnson, N.W.: The role of diffusible ionic species in the bonding of polycarboxylate cements to dentin, An in vitro study, *J.Dent. Res.*, 58:1383-1393, 1979.
30. Shalabi, H.S., Asmussen, E., and Jorgensen, K.D.: Increased bonding of a glass-ionomer cement to dentin by means of FeCl₃, *Scand.J.Dent.Res.*, 89:348-353, 1981.
31. Inoue, Y., Fukushima, T., Miyazaki, K., and Horibe, T.: Bond strength of organic cements to tooth structure, Effect of various mordants on bonding to dentin, *Dent.Mater.J.*, 5:276-282, 1986.
32. Takarada, K., Nikaidou, T., Kojima, M., and Nakabayashi, N.: Novel method to observe the interface between adhesive resin and dentin by staining Fe⁺³ with tannic acid, *J.Jpn.Soc.Dent.Mater.Devi.*, 9:363-367, 1990.
33. 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.
34. Bowen, R.L.: Bonding of restorative materials to dentin, *Int.Dent.J.*, 35:155-159, 1985.
35. Bowen, R.L., and Cobb, E.N.: A method for bonding to dentin and enamel, *J.Am. Dent.Assoc.*, 107:734-736, 1983.
36. Richardson, D.W., Tao, L., and Pashley, D.H.: Bond strengths of luting cements to potassium oxalate-treated dentin, *J.Prosthet.Dent.*, 63:418-422, 1990.
37. Prati, C., Pashley, D.H., Solmi, R., and Zucchin, C.: Bond strength of vitrabond: Effect of dentin treatments, *J.Dent.Res.*, 69:366-366, #2060, 1990.
38. Salvato, A., Troullos, E.S., Curro, F.A., Merola, M.R., and Gingold, J.: The effectiveness of ferric oxalate (FO) in relieving dentinal hypersensitivity, *J.Dent. Res.*, 69:169-169, #482, 1990.
39. Yeh, K., Dangler, L., Sena, F., Zientek, L., Denooyer, M., and Weddle, L.: Use of ferric oxalate to reduce dentin permeability, *J.Dent.Res.*, 69:168-168, #479, 1990.
40. Walker, T.M., Jensen, M.E., Killip, D.E.: Evaluation of potassium oxalate cavity liner for glassionomer restorations, *J.Dent.Res.*, 66:212-212, #846, 1987.
41. Pashley, D.H., and Galloway, S.E.: The effects of oxalate treatment on the smear layer of ground surfaces of human dentin, *Arch.Oral Biol.*, 30:731-737, 1985.
42. O'Brien, W.J., Leinfelder, L.F., Fairhurst, C.W., and Ryge, G.: Heat treatment of alloys to be used for the fused porcelain technique: Additional data, *J.Dent.Res.* 43:927-, 1964.
43. Leinfelder, K.F.: Current developments in dentin bonding systems, *J.Am.Dent. Assoc.*, 124:40-42, 1993.
44. Noort, R., and Northeast, S.: The potential clinical consequences of the new dentin bonding resins,

- Br.Dent.J., 161:437-443, 1986.
45. Nakabayashi,N., Ashizawa,M., and Nakamura,M.: Identification of a resin-dentin hybrid layer in vital human dentin created in vivo: durable bonding to vital dentin, *Quint.Int.*, 23:135-141, 1992.
 46. Fukushima,T., and Horibe,T.:Influence of water on bonding of various methacrylates to dentin treated with 10% citric acid-3% ferric chloride solution, *Dent.Mater.J.*, 9:12-18, 1990.
 47. Murakami,Y. : Studies on the adhesion of composite resin to dentin: The effect of various self-etching dentin primers on the adhesion, *Jpn.J.Conserv.Dent.*, 35:333-345, 1992.
 48. Eick,J.D., Robinson,S.J., Cobb,C.M., Chappell,R.P., and Spencer,P.: The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion, Part II, *Quint. Inter.*, 23:43-51, 1992.
 49. Pashley,D.H., Derkson,G.D., Tao,L., Derkson,M., and Kalathoor,S.: The effects of a multi-step dentin bonding system on dentin permeability, *Dent. Mater.*, 4:60-63, 1988.
 50. Blosser,R.L., and Bowen,R.L.: Effects of purified ferric oxalate/nitric acid solutions as a pretreatment for the NTG-GMA and PMDM bonding system, *Dent.Mater.*, 4:225-231, 1988.
 51. Greenhill,J.D., and Pashley,D.H.: The effects of desensitizing agents on the hydraulic conductance of human dentin in vitro, *J.Dent.Res.*, 60:686-698, 1981.

Effect of various cleaners and mordants to bond strength of light curing glass ionomer cements to dentin

Won Seob Lee, D.M.D., M.S.D., Sang-Jin Park, D.D.S., M.S.D., Ph.D.

*Department of Conservative Dentistry, Division of Dentistry, Graduate School,
Kyung Hee University*

128 freshly extracted human molars were used to study the interaction between dentinal smear layer removal with various agents, and the shear bond strength of a light cured glass ionomer cement to dentin.

It was proposed that the removal of smear layers using acidic cleaners followed by incorporation of Fe mordant with dentin could enhanced the infiltration of monomer component in light curing glass ionomer cement and resulted in a high bond strength. For the first treatment process for removal of smear layers on the surfaces of dentin, 50 % citric acid, 10% maleic acid and 10 % phosphoric acid were used, and for the second treatment process, 15% ferric chloride, 6.8% ferric oxalate or 30% potassium oxalate were used. Distilled water was used as a control. After double sequential treatment on dentin, a light curing glass ionomer cement was bonded to dentin. After being immersed in water at 37°C for 24 hours, shear bond strengths were measured Instron testing machine(Model No.4202, USA). Surface changes were also observed using SEM (Hitachi, S-2300, Japan) after treatment process with each agents.

The following conclusions were drawn :

1. Dentin surface cleaned with maleic acid and treated with ferric oxalate showed the highest bond strength with light curing glass ionomer cement.
2. Bond strengths of glass ionomer cement to dentin treated with maleic acid or citric acid were the highest, and that treated with phosphoric acid showed the lowest.
3. The effect of ferric oxalate on shear bond strength to dentin was always higher than that of ferric chloride.
4. The smear layers were clearly removed and the orifices of dentinal tubules were opened widely by the citric acid, maleic acid and phosphoric acid.
5. The orifices of dentinal tubules opened after using the first solution were closed with the treatment of ferric chloride.
6. The precipitate like crystals were formed on dentin surfaces and tubules, but a significant decrease in bond strength of glass ionomer cement to dentin surface treated with potassium oxalate.