

論文

치아/복합레진 수복부의 중합 수축시 검출된 음향방출의 통계적 검증

구자욱*, 최낙삼**, Kazuo Arakawa***

Statistical Verification of Acoustic Emissions Detected during Polymerization Shrinkage of Resin Restoration in Dental Ring

Ja-Uk Gu*, Nak-Sam Choi** and Kazuo Arakawa***

ABSTRACT

Acoustic emission (AE) signals are detected during the polymerization shrinkage of composite resin restoration in artificial dental ring according to various interfacial treatment conditions. AE amplitudes and the number of AE hit events were compared through the non-parametric statistics of Mann-Whitney method and Kruskal-Wallis method. The AE amplitudes detected from the PMMA and human tooth ring specimens were not significantly different according to adhesive conditions. The stainless steel ring specimen, meanwhile, had a difference in AE amplitude ($p < 0.05$). The quantity of hit events for the human molar dentin specimens of the good bonding state was much less than that for the steel ring specimen but more than that for the PMMA ring specimen. For the same substrate, the better the bonding state, the less the AE hit events ($p < 0.05$). The degree of marginal disintegration measured by SEM was proportional to the amount of AE hit events detected.

초 록

치아의 와동에 수복된 치과용 복합레진을 광(LED) 조사를 통해 경화 수축시키면서 음향방출(acoustic emission, AE) 신호를 검출하였다. 비모수 통계법인 Mann-Whitney법과 Kruskal-Wallis법을 이용하여 시편의 재질과 계면의 접착조건에 따른 AE hit event 수와 최대진폭을 비교 평가하였다. PMMA와 치아시편으로부터 검출된 신호의 최대진폭은 접착조건에 따른 차이가 없었지만 스테인리스 시편으로부터 검출된 신호는 접착조건에 따라 최대 진폭의 차이가 있었다($p < 0.05$). AE hit event 수는 양호한 접착조건에서 시편의 재질에 따라 차이가 있었고($p < 0.05$), 세가지 재질의 시편 모두 접착조건이 양호한 실험에서 AE 신호가 적게 검출되었다. SEM을 이용하여 계면에 생성된 갭을 측정한 결과 AE가 많이 검출되고 검출된 신호의 최대 진폭이 큰 시편에서 갭의 폭이 넓고 형성 비율이 높았다.

Key Words : 복합레진(Composite resin), 중합수축(Polymerization shrinkage), 음향방출(Acoustic emission), 비모수통계(Non-parametric statistics)

1. 서 론

치과용 복합레진(composite resin)은 임상치료시 조작이 용이하여 작업성이 좋고 환자의 치아와 색상 및 모양이 비슷하

여 치아의 심미수복 치료에 많이 사용되는 재료이다. 수복용 복합레진은 빛에 의한 활성화로 중합이 일어나게 되는데, 복합레진이 중합될 때는 모노머(monomer)사이의 거리가 0.3~0.4nm 반데르발스 간격으로부터 약 0.15nm 공유결합 간격으로 변환

접수: 2010년 6월 15일, 수정: 2010년 12월 1일, 게재승인: 2010년 12월 1일

* 한양대학교 기계공학과 대학원

**+ 한양대학교 기계공학과, 교신저자(E-mail: nschoi@hanyang.ac.kr)

*** Research Institute for Applied Mechanics, Kyushu University, Japan

되므로 중합시의 수축은 필연적으로 나타난다. 이와 같은 체적 감소는 치아와 복합레진의 접촉 계면에서 중합수축 응력을 발생시키고 치아의 법랑질(enamel) 또는 상아질(dentin)과 수복용 레진 사이에 갭(gap)을 형성시킨다. 형성된 갭은 시술 후 환자에게 지각과민증을 나타나게 하거나 타액 등의 이물질이 수복물과 치질 사이로 침투하여 이차 우식(second caries)을 유발한다. 또한 박테리아 등의 자극으로 인해 치수에 염증반응을 일으키는 등[1-3] 임상적인 문제의 원인이 된다. 따라서 레진 수복재와 치아질간의 완전한 접착과 이에 대한 평가는 임상적으로 매우 중요하다.

현재 알려진 치아/수복재 계면부의 평가 방법으로는 미소 시험법[4,5] 등이 있으며, SEM(scanning electron microscopy)과 염료 침투법(dye penetration method) 등을 통해 중합수축 갭을 확인하고 있다[6-8]. 그러나 이 실험들을 통한 연구 결과를 살펴보면, 치아의 상아질과 수복재 부분의 계면 강도 평가가 미흡하고 광조사에 따른 레진 수복재의 중합 경화 과정에서 발생하는 계면 결합 발생 메커니즘의 시간적 해석이 없음을 알 수 있다. 저자는 기존의 치아 계면 평가법들을 보완하기 위하여 음향방출을 이용한 평가법을 새롭게 제안하였다[9]. 검출된 각각의 신호에 대하여 파형(wave form)을 비교하고 FFT 변환 후 최대 주파수 값을 비교 분석하였다. 또한 AE hit event, 최대진폭(amplitude) 등을 분석 파라미터로 사용하여 계면부 파손을 평가하였다. AE hit event와 최대진폭을 이용한 분석은 AE법에 적용되는 대표적인 방법이지만 AE 실험 결과들의 평균과 표준편차로 각 실험조건에 따른 AE 측정 결과의 차이 정도를 설명하는데 어려운 점이 있었다. 이 연구는 치아 연구 분야에서 새롭게 제안하는 방법이므로 통계적 차이 정도를 충분히 제시할 필요성이 있다.

한편, 비모수 통계법은 모수에 대한 가정을 전제로 하지 않고 모집단의 형태에 관계없이 주어진 데이터에서 직접 확률을 계산하여 통계학적 검정을 하는 방법으로써, 데이터가 정상 분포가 아니고 테스트 샘플 수가 30개 미만으로 적을 때 집단의 특정변수에 대한 확률 분포가 동일한지 또는 차이가 있는지를 검정하는 방법이다.

본 연구에서는 검출되는 AE hit event 수와 신호의 최대진폭이 시편의 재질과 치아/복합레진 계면 접착 조건에 따라 차이가 있는지에 대하여 비모수 통계법을 이용하여 검정하였다. SEM과 광학현미경을 이용하여 계면에서 발생한 gap의 관찰 결과와 비교한 후 음향방출법이 치아/복합레진 계면 평가의 비파괴 검사법으로 유효한지 확인하였다.

2. 통계적 검정법

2.1 Mann-Whitney 검정법

Mann-Whitney 검정은 두 모집단 사이의 동일성을 검정하기 위한 비모수적 방법[10]으로 절차는 다음과 같다. 먼저

첫번째 모집단의 중위수와 두번째 모집단의 중위수가 같다는 귀무가설을 세운 뒤, 두 모집단의 표본을 합하여 각 데이터의 순위(rank)를 구한다. 이 때 첫 표본의 순위의 합이 검정통계량 W 이며 평균(E)과 분산(V)은 각각 식(1), 식(2)와 같다. 이 값들로부터 유의확률 p 값을 계산할 수 있다.

$$E(W) = \frac{n_1(N+1)}{2} \quad (1)$$

$$V(W) = \frac{n_1 n_2 (N+1)}{12} \quad (2)$$

$$p\text{-value} = 2\Phi \frac{W - E(W) + 0.5}{\sqrt{V(W)}} \quad (3)$$

여기서, n_1 :첫번째 모집단 표본 수, n_2 :두번째 모집단 표본 수, $N = n_1 + n_2$ 이다

2.2 Kruskal-Wallis 검정법

Kruskal-Wallis 검정법은 Mann-Whitney 검정법을 k 개의 모집단에 대한 검정으로 일반화한 것으로 일원배치 분산분석의 비모수적 방법이다[11]. 모집단간의 중위수가 같다는 귀무가설을 세운 후 각 데이터의 순위(rank) R_i 를 구한다. 순위에 동점이 없는 경우에는 kruskal-Wallis의 검정통계량(H)은 다음과 같다.

$$H = \frac{12}{N(N+1)} \sum_{i=1}^k \frac{R_i^2}{n_i} - 3(N+1) \quad (4)$$

여기서, n_i : i 번째 모집단의 표본 수, N : 전체 표본의 합, R_i : i 번째 모집단에서 표본의 순위 합이다.

귀무가설 하에서 Kruskal-Wallis 검정통계량 H 는 근사적으로 카이제곱 $\chi^2(k-1)$ 분포를 따르며 유의확률 p 값은 다음과 같다.

$$p\text{-value} = 1 - \chi^2(k-1, H) \quad (5)$$

두 검정법 모두 p 값이 주어진 유의수준보다 작으면 귀무가설을 기각한다.

3. 실험재료 및 방법

3.1 시편제작

Fig. 1은 복합레진의 수축시 치아 계면의 음향방출 신호를 검출하기 위한 기재(substrate) 링 시편의 형상이다. 내경 6mm, 외경 8mm, 높이 3mm, 깊이 2mm의 비관통형이며 스테인리스 스틸, PMMA, 인간 치아의 3 종류로 제작하였다. 인간 치아는 최근에 발견한 건전한 영구 대구치를 사용하였으며 치

아는 발거 직후 세척하여 0.25% sodium azide(아지드화 나트륨, NaN_3)가 혼합된 링거액에 보관하였다. 인간 치아는 형상이 불규칙하고 발거된 후 약해지므로 Fig. 2와 같이 폴리머를 이용하여 치아를 고정시킨 다음, 시편 내부에 와동(cavity)을 기계 가공을 통해 모사하였다. 외경 4mm와 6mm의 텅스텐-카바이드 엔드밀(EM810040 & EM810060, X-Power, Korea)을 사용하여 가공하였으며, 가공 중 치아의 파손을 막기 위해 초경 엔드밀로 고속회전 및 저속이송을 하여 수냉을 하면서 단계적으로 가공하였다.

3.2 음향방출시험

준비된 시편 링 내부 벽에 접착제를 바르고 접착제가 시편 내벽에 고르게 도포되도록 적절한 공압으로 5-10초간 바람을 불어주었다. 복합레진과 접착 강도를 높이기 위하여 10초간 LED (Pencure Morita, light-emitted diode, 파장 420-480nm, 강도 1000 mW/cm^2)광조사를 실시하여 접착제의 수분과 에탄올을 증발시킨 후, 복합레진을 충전하였다. 시편 외부 바닥면에 액상의 커플런트(vacuum grease couplant)를 바르고 별도로 제작한 고정 장치를 이용하여 wave guide의 한쪽 끝에 시편을 고정하였다(Fig. 3). 시편 윗면에서 수직으로 3mm 떨어진 지점에서 20초간 LED 조사로 중합하여 수복재를 경화시켰다. 고정장치의 steel 덮개의 중앙부에는 직경 7mm의 구멍을 내어 LED가 복합레진부에 잘 닿아 원활한 중합작용이 일어나도록 하였다. AE센서는 시편의 중심으로부터 20mm떨어진 지점에 커플런트와 고정구를 이용하여 부착하였다. 기계적 접촉에 의해 발생할 수 있는 노이즈를 차단하기 위해 AE센서와 고정구 사이, 시편과 고정구 사이에는 두께 0.5mm의 얇은 고무판을 삽입하였다(Fig. 4). 사용한 AE센서의 작동 주파수 대역은 100~600kHz이며 최고감도주파수(peak frequency)는 275kHz이다. 프리앰프(Pre-amp)의 게인값은 40dB로 하였고, 문턱 전압값(threshold level)은 매우 작은 신호도 얻을 수 있도록 25dB로 설정하였다. 신호의 측정은 미국 PAC사의 Mistras시스템과 MI-TRA프로그램을 이용하였으며 검출된 AE 신호 중에서 지속시간(duration time)이 $1\mu\text{s}$ 이하인 신호는 잡음 처리 하였다. AE는 LED 조사 시점으로부터 3시간 동안 측정하였으며, 접착 상태에 따른 신호의 특성 차이를 보기 위해, 시편 내벽에 접착제를 전혀 바르지 않은 실험과 접착제는 바르되 접착제에 10초간의 LED조사를 생략한 실험을 병행하였다. AE실험은 동일한 시험조건에서 4~10개씩 반복 실시하였다.

3.3 통계처리

AE hit event와 신호의 최대진폭이 시편의 재질과 접착상태에 따라 차이가 있는지 알아보기 위하여 AE 데이터에 대한 비모수 통계법을 실시하였다. AE실험 후 실험 조건 별로 발생한 AE hit event 수와 최대진폭의 평균(mean)과 표준편차(standard deviation)를 구하였다. 두 집단간의 유의성 비교에는 Mann-Whitney 검정법을 실시하였고 세 집단의 비교에는 Kruskal-

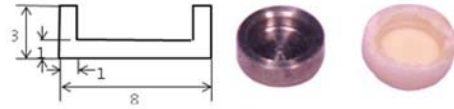


Fig. 1 The non-penetrated ring for acoustic emission detection.

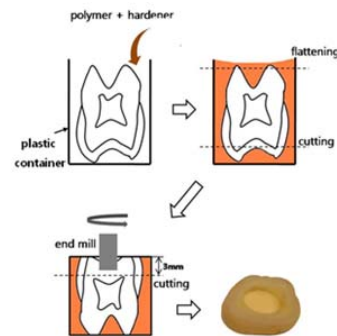


Fig. 2 Preparation of the human tooth specimen.

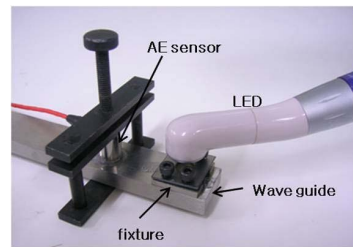


Fig. 3 Acoustic emission measurement in composite restoration using a non-penetrated ring substrate and a wave guide plate.

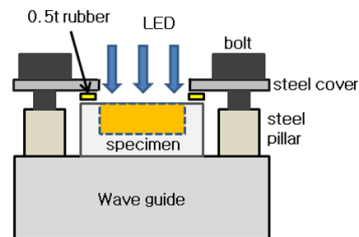


Fig. 4 Schematic of specimen fixture for acoustic emission measurement.

Wallis 검정법을 실시하였다. 유의수준은 0.05로 하여 검정 결과 p값이 0.05보다 작은 경우 모집단 사이에 차이가 있다는 가설을 지지하도록 하였다.

3.4 Gap 측정

음향방출 시험이 끝난 직후, 모든 시편들에 대하여 시편 계면에 생성된 갭의 폭과 길이를 측정하였다. 정확한 측정을 위해 SEM을 이용하였으며 계면에 생성된 모든 미소 크랙

및 갭을 500배와 1000배로 촬영한 후, Isolation Lite 프로그램을 이용하여 마이크로미터 단위로 측정하였다.

4. 결과 및 고찰

4.1 AE 신호의 검출과 해석

Fig. 5는 검출된 AE 신호에 대한 파형(a) 및 주파수 분석(b) 결과이다. 세가지 재질의 시편 링 모두 광중합 수축 시 발생하는 신호의 파형은 돌발형(blast type)이었다. 1차 최대 중심 주파수를 기준으로 100~200kHz의 저주파수와 240~300kHz 고주파수 영역의 신호들로 분류될 수 있었는데 전체적으로 100~200kHz 영역대의 저주파수 신호들이 대다수로 검출되었다. 이 주파수 영역의 특성은 AE가 수지나 계면부 폴리머의 파괴시에 발생했음을 가리킨다[12].

Table 1은 양호한 접착조건에서 세가지 다른 재질의 시편으로부터 검출된 AE 신호의 최대 진폭과 발생한 AE hit event 수 및 최초 신호 발생 시간(*tini*)의 평균과 표준편차를 나타낸 것이다. AE 신호는 PMMA 시편에서 가장 적게 검출되었고 스테인리스 스틸 시편에서 가장 많이 검출되었음을 알 수 있다. 그러나 최대 진폭과 최초 신호 발생 시간은 표준편차가 크기 때문에 재질에 따른 차이를 알기 힘들다. Fig. 6은 치아 시편의 접착 조건에 따른 AE hit event 수와 최대 진폭을 나타낸 것이다. 접착제를 바르고 LED를 조사하여 접착조건이 양호한 실험은 접착조건이 양호하지 않은 실험들보다 AE hit event 수가 적다는 것을 알 수 있다. 그러나 접착조건이 양호하지 않은 실험들간의 AE hit event수의 차이와 접착조건에 따른 최대 진폭들의 차이는 표준편차가 크기 때문에 평균값으로 접착조건에 따른 차별성을 부여하기가 어렵다. 따라서 검출된 모든 시편에서 검출된 신호들의 파라미터 값들을 조건에 따라 비교할 필요가 있다.

Table 1 AE hit events and amplitude for various substrate ring specimens

| Materials | AE hit events | Amplitude(dB) | <i>t ini(sec)</i> |
|-----------------|---------------|---------------|-------------------|
| PMMA | 1.89±1.17 | 36.08±5.73 | 19.23±16.88 |
| Human tooth | 6.75±1.50 | 31.94±3.92 | 43.18±48.78 |
| Stainless steel | 12.00±3.39 | 34.83±10.53 | 25.00±23.60 |

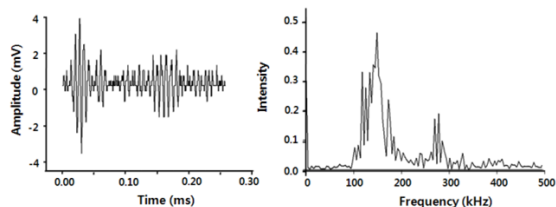


Fig. 5 AE signals detected during polymerization shrinkage: (a) typical waveforms of signals, (b) signal analysis by a FFT.

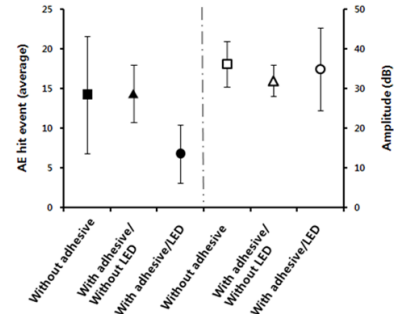


Fig. 6 Results of AE hit events and amplitude for the human molar dentin specimens.

4.2 AE 최대 진폭의 유의성 검정

검출된 신호들은 대부분 최대진폭이 25~40dB이었으며 40~100dB의 신호들이 추가로 검출되었다. 이전 연구에서 치과용 복합레진의 중합수축응력 실험을 통해 광중합 개시 후 1분 동안은 수축응력이 지속적으로 증가하다가 1분 이후부터는 일정한 값을 유지하는 결과를 얻었다[9]. 이에 검출된 신호들을 광 개시 후 1분 동안 검출된 신호와 1분 이후에 검출된 신호들로 나누어 비교하였다. 1분 이후의 신호들은 시편의 재질이나 접착 조건에 관계없이 대부분 25~40dB에 분포되어 있었으며 그 차이를 나타내기가 쉽지 않았다. 그러나 1분 이전의 신호들로부터 실험 조건에 따른 약간의 차이를 발견할 수 있었다. 측정된 최대진폭의 평균값과 실험에 따른 유의성 검정 결과를 Table 2에 나타내었다. PMMA 시편과 인간치아 시편에서 검출된 신호의 최대 진폭들은 Mann-Whitney와 Kruskal-Wallis 검정법을 이용한 결과 p값은 모두 0.05 이상이므로 접착조건에 따라 차별성이 없다고 할 수 있다. 그러나 스테인리스 스틸 시편은 p값이 0.05이하이므로 접착조건에 따라 신호의 최대 진폭에 차이가 있음을 알 수 있었다.

Fig. 7(a)와 (b)는 시편에 접착제를 바르고 LED를 조사한 PMMA와 치아 시편에서 검출된 신호의 최대진폭별 AE 링다운 카운트(ring-down count, 이하 카운트로 약칭함) 분포를 나타낸다. 두 실험 모두 검출된 신호의 진폭은 25~40dB이었으며 AE 카운트는 100 이하였다. 그러나 스테인리스 스틸 시편 내부에 접착제를 바르고 LED를 조사한 실험에서는 최대 진폭이 25~40dB 이면서 AE 카운트가 200 이상인 신호들도 검출되었다(Fig. 7(c)). 시편 내부에 접착제를 바르지 않은 스테인리스 스틸 시편에서는 진폭이 40dB 이상인 신호들도 다수 검출되었으며 이때의 AE 카운트는 위의 세 실험과 비교하여 상당히 많은 것으로 관찰되었다. 일반적으로 재료가 파괴하는 과정은 미소한 파괴 또는 크랙이 집적되어 전체파괴에 이르게 되는데, 전체 파괴에 도달할수록 진폭과 AE 카운트가 높은 신호들이 검출된다. 따라서 접착조건이 양호한 PMMA와 치아 시편에서 검출된 신호들은 진폭이 상대적으로

Table 2 AE signal amplitude and statistic results according to various adhesive conditions

| | Adhesive condition | AE amplitude (dB) (mean±S.D) | Mann-Whitney (p-value) | Kruskal-Wallis (p-value) |
|-----------------|---------------------------|---------------------------------|---------------------------|-----------------------------|
| PMMA | Without adhesive | 33.43±6.97 | 0.479 | 0.702 |
| | With adhesive/Without LED | 33.87±7.02 | | |
| | With adhesive/LED | 31.88±6.42 | | |
| Human tooth | Without adhesive | 36.08±5.73 | 0.569 | 0.773 |
| | With adhesive/Without LED | 31.94±3.92 | | |
| | With adhesive/LED | 34.83±10.53 | | |
| Stainless steel | Without adhesive | 33.59±11.54 | 0.001 | 0.002 |
| | With adhesive/Without LED | 33.90±9.62 | | |
| | With adhesive/LED | 31.95±13.60 | | |

Table 3 AE hit event and statistics results according to different the substrate rings

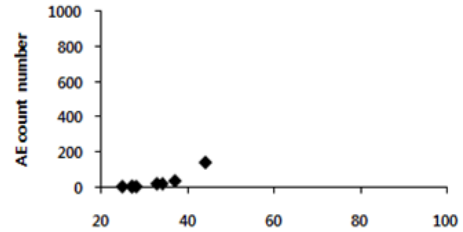
| Materials | n | AE hit events (mean±S.D) | Mann-Whitney (p-value) | Kruskal-Wallis (p-value) |
|-----------------|---|-----------------------------|---------------------------|-----------------------------|
| PMMA | 7 | 1.89±1.17 | 0.0029 | 0.002 |
| Tooth | 4 | 6.75±1.50 | | |
| Stainless steel | 7 | 12.00±3.39 | | |

작고 발생 빈도가 낮으므로 규모가 작은 미소파괴로부터 발생된 것으로 생각할 수 있으며 접착이 양호하지 않은 스테인리스 스틸 시편에서 검출된 신호들은 25~40dB의 미약한 신호뿐만 아니라 40dB 이상의 진폭과 카운트 수가 300 이상인 신호들도 검출되었으므로 미소 크랙으로부터 파괴의 규모가 커지면서 발생한 것으로 판단될 수 있다.

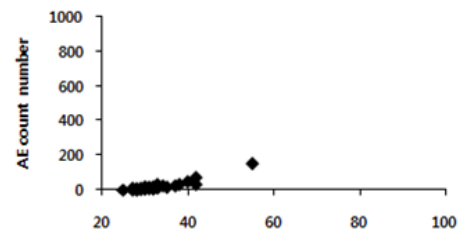
4.3 시편 재질에 따른 AE 사상수 유의성 검증

Table 3은 시편 내부에 접착제를 바르고 LED조사를 실시한 후 복합레진이 충전된 세가지 재질의 시편에서 검출된 AE hit event 수의 평균과 표준편차 및 그에 따른 통계 결과를 나타낸다. Mann-Whitney법을 사용한 검증 결과 PMMA와 치아간의 p값은 0.0058이고 PMMA와 스테인리스 스틸 간의 p값은 0.0029로써 AE hit event 수의 차이가 비교적 강하게 나타났다. 치아와 스테인리스 스틸 간에도 p값이 0.0342로써 AE hit event 수의 차이가 있음을 알 수 있다. Kruskal-Wallis 법을 사용한 결과, P값은 0.002로써 시편의 재질에 따라 AE hit event 수가 다르다고 할 수 있다.

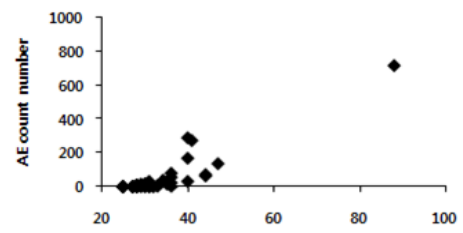
실험에 사용된 Clearfil S3 접착제는 자가 에칭 프라이머(self-etching primer: 상아질 접착 강화제)와 광중합형 본딩재가 혼합되어있는 복합레진용 접착제이다. 자가 에칭 프라이머는 치아 가공면의 외부로 드러난 스메어 층(smear layer)을 분리시키고, 외동의 석회질을 제거하여 접착제가 외동 벽면과 충분한 접착강도를 유지하도록 하며, 광중합형 본딩재는 복합레진과



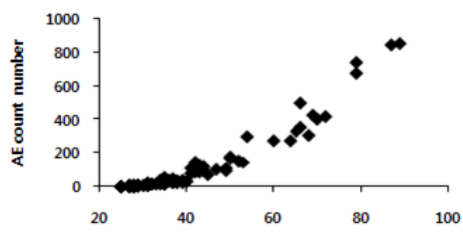
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 7 AE ring-down count number versus amplitude for (a)PMMA specimen with adhesive / LED, (b)human tooth specimen with adhesive / LED, (c)stainless steel specimen with adhesive / LED, (d)stainless steel specimen without adhesive.

반응하여 접착한다. PMMA는 의치에 함유되는 레진의 주성분이므로 PMMA와 접착제 사이의 결합력이 좋다. 또한 강성이 낮아 PMMA 시편 내부에 충전된 복합레진의 수축에 따라 충

분히 압축변형하기 때문에 접착제와 PMMA 사이의 계면에서 크랙의 발생이 적어 AE 신호가 적게 검출되었다. 스테인리스 스틸은 재료의 특성상 표면이 프라이머에 의한 침투 및 처리가 어렵지만 복합레진과 접착제와의 결합은 양호하기 때문에 충전된 복합레진의 중합 수축에 의해 접착제/스테인리스 스틸 계면에서 크랙이 생성되고 다수의 AE 신호가 검출되었다. 인간치아의 와동에 접착제를 도포한 경우, 프라이머와 치질간의 결합은 양호하지만 PMMA링 보다 강성이 크기 때문에 PMMA 시편보다 더 많은 수의 AE 신호가 검출되었다.

4.4 접착 조건에 따른 AE 사상수 유의성 검정

Table 4는 접착 조건에 대한 AE hit event 수의 평균과 표준편차 및 검정 결과를 나타낸다. PMMA 시편은 Mann-Whitney법을 사용하여 유의성을 검증한 결과 접착제를 바르고 LED 조사를 실시한 실험과 LED를 생략한 실험간에는 p값이 유의수준 0.05보다 작은 0.0174이었고 접착제를 바르고 LED를 조사한 실험과 접착제를 전혀 바르지 않은 실험간에는 p값이 0.0018로써 AE hit event 수의 차이가 있었다. 그러나 접착제를 전혀 바르지 않은 실험과 접착제를 바르고 LED조사를 하지 않은 실험간에는 p값이 0.2734로써 AE hit event 수의 차이가 없었다. Kruskal-Wallis법을 이용하여 세가지 접착 조건을 동시에 비교한 결과 p값은 0.013으로써 AE hit event 수의 차이가 있었다.

치아 시편은 모든 접착조건에서 PMMA 보다 많은 AE 신호가 검출되었지만 PMMA와 유사한 검정 결과가 나왔다. Mann-Whitney법을 사용하여 비교한 결과 접착제를 바르고 LED 조사를 실시한 실험과 LED를 생략한 실험간에는 p값이 0.0316이었고 접착제를 바르고 LED를 조사한 실험과 접착제를 전혀 바르지 않은 실험간에는 p값이 0.0262로써 AE hit event 수의 차이가 있었다. 그러나 접착제를 전혀 바르지 않은 실험과 접착제를 바르고 LED조사를 하지 않은 실험간에는 p값이 0.3591이므로 AE hit event 수의 차별성이 없었다. Kruskal-Wallis법을 이용하여 세가지 접착 조건을 동시에 비교한 결과 p값은 0.029로써 AE hit event 수의 차이가 있었다.

Table 4 AE hit events and statistic results according to different adhesive conditions

| | Adhesive condition | n | AE hit events (mean±S.D) | Mann-Whitney (p-value) | Kruskal-Wallis (p-value) |
|-----------------|---------------------------|----|--------------------------|------------------------|--------------------------|
| PMMA | Without adhesive | 9 | 4.33±0.87 | 0.2734 0.0174 | 0.0018 0.013 |
| | With adhesive/without LED | 7 | 3.86±1.57 | | |
| | With adhesive/LED | 7 | 1.89±1.17 | | |
| Human tooth | Without adhesive | 5 | 14.20±7.40 | 0.3591 0.0136 | 0.0262 0.029 |
| | With adhesive/without LED | 6 | 14.33±3.67 | | |
| | With adhesive/LED | 4 | 6.75±3.67 | | |
| Stainless steel | Without adhesive | 10 | 20.60±7.62 | 0.0339 0.7823 | 0.0231 0.021 |
| | With adhesive/without LED | 7 | 12.83±3.71 | | |
| | With adhesive/LED | 7 | 12.00±3.39 | | |

Table 5 The gap percentage and the maximum gap width at the margin of the specimen

| | Stainless steel | | | PMMA | Human tooth |
|-----------------------|------------------|---------------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| Bonding Condition | Without adhesive | With adhesive/Without LED | With adhesive/LED | With adhesive/LED | With adhesive/LED |
| Gap Percentage(%) | 99.21±0.74 | 94.65±2.57 | 88.69±3.47 | 0.78±0.31 | 43.25±4.21 |
| Maximum gap width(μm) | 6.07±1.90 | 5.67±1.87 | 5.07±1.71 | 1.91±0.72 | 2.86±1.01 |

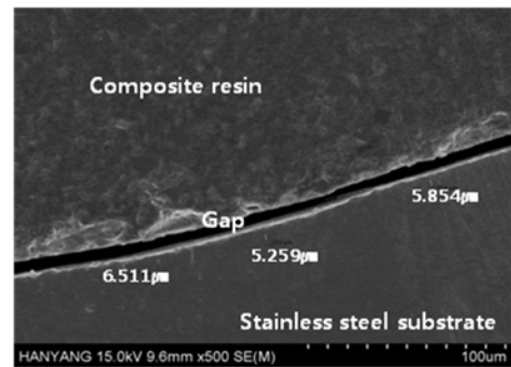


Fig. 8 SEM taken from the marginal region of composite restoration in a steel ring.

스테인리스 스틸 시편은 PMMA와 치아보다 AE hit event 수가 많았지만 통계 결과는 PMMA, 치아와 약간 달랐다. Mann-Whitney법을 사용하여 비교한 결과 접착제를 바르고 LED 조사를 실시한 실험과 LED를 생략한 실험간에는 p값이 0.7823으로 AE hit event 수의 차이가 없는 것으로 나타났다. 접착제를 전혀 바르지 않은 실험의 p값은 접착제를 바르고 LED를 조사하지 않은 실험과 0.0339, 접착제를 바르고 LED를 조사한 실험과 0.0231로써 AE hit event 수의 차이가 있었다. Kruskal-Wallis법을 이용하여 세가지 접착 조건을 동시에 비교한 결과 p값은 0.021로써 AE hit event 수의 차이가 있었다.

접착제를 구성하는 본당재에는 레진과 결합하는 나노 필러 외에 에탄올과 수분 등이 함유되어있다. 접착제가 LED조사를 통해 충분한 건조가 되지 않으면 아세톤 및 수분의 증발이 되지 않으므로 복합레진과 접착제의 나노 필러간 결합에 방해줄 수 있다. 따라서 PMMA와 치아 시편의 10초간의 LED 조사를 생략한 실험에서는 충전된 복합레진의 중합 수축시 복합레진과 접착제 사이에 미소 크랙이 생성되기 쉬우므로 접착제를 바르지 않은 실험 결과처럼 많은 AE 신호가 검출되어 AE hit event 수의 차이가 없었다.

스테인리스 스틸 시편은 재료의 특성상 접착 조건이 양호하더라도 많은 AE hit event가 검출되었으며 접착제를 바르고 LED조사를 하지 않은 실험과는 큰 차이가 없었다. 그러나 접착제를 전혀 바르지 않은 실험에서 AE hit event 수의 차이가 뚜렷하여 Kruskal-Wallis 검정 결과 차이가 있는 것으로 나타났다.

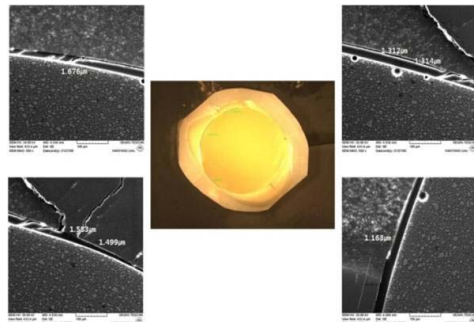


Fig. 9 SEM taken from the marginal region of composite restoration in a human tooth ring.

4.5 Gap 측정 결과

AE측정 실험을 마친 시편에 대하여 SEM을 통해 갭의 폭과 길이 비율을 측정할 값을 Table 5에 나타내었다. 스테인리스 스틸 시편은 접착 조건에 따라 수복재 가장자리 원주의 계면에서 형성된 갭의 비율이 차이가 있었다. 그러나 접착조건이 양호한 시편에서도 형성된 갭의 폭이 $5.07 \pm 1.17 \mu\text{m}$ 이며 모든 접착 조건에서 88% 이상의 갭이 형성되었다(Fig. 8). 한편 접착제를 바르고 LED를 조사한 경우, 시편의 재질에 따라 갭의 비율에 차이가 있었는데 PMMA의 경우 갭의 비율이 불과 0.78%로써 가장 양호한 접착 상태를 보였다. 치아 시편의 갭 비율은 약 43%이었는데 이는 Fig. 9에서 보는 바와 같이 수복재가 치아의 상아질과의 접착력이 낮고 가공 중에 생긴 치아 법랑질의 크랙 때문인 것으로 사료된다. 음향방출 측정법은 재료 내부의 미세한 손상과 균열 발생에 의해 방출되는 탄성파를 검출하는 비파괴 검사법이기 때문에 갭의 폭과 비율이 높을수록 시편/복합레진 계면에 크랙의 발생 및 진전이 많이 일어난 것이며 크랙의 발생은 AE hit event 수와 비례한다고 볼 수 있다.

5. 결론

본 연구에서는 치아를 모사한 시편에 복합레진을 충전한 후 광경화시킬 때 발생하는 AE 신호의 개수와 최대 진폭이 시편의 재질 및 접착 조건에 따라 차이가 있는지 알아보기 위하여 비모수 통계 검정법을 실시하였다. 치아/수복재 계면부에 미소한 크랙이 생성될 때에는 25~40dB의 신호들이 검출되었고, 계면부 파괴가 진전될수록 검출되는 신호들은 카운트 수가 증가하였으며 진폭이 40dB 이상이었다.

접착조건이 양호한 상태에서는 PMMA, 치아, 스테인리스 스틸 시편에서 검출된 AE hit event 수의 유의한 차이가 있었다. Kruskal-Wallis 검정 결과 스테인리스 스틸, PMMA, 치아 시편 모두 세가지 접착 조건에 대한 차별성이 있었으며, 접착 조건을 다르게 한 실험들에서는 접착제를 전혀 바

르지 않은 실험을 제외하고 비교한 결과에서 PMMA와 치아는 접착조건에 대한 유의한 차이가 있었지만, 스테인리스 스틸은 접착조건에 대한 통계학적 유의성이 없었다. 접착조건이 양호한 상태에서는 시편 재질에 따른 AE hit event 수가 유의한 차이를 보였다. SEM을 이용한 계면의 갭 측정 결과는 통계 결과에 타당성을 제시하였으며, 이로부터 음향방출법이 치아/복합레진의 계면평가에 대한 비파괴 검사법으로서 유효함을 알았다.

후 기

본 연구는 2010년도 교육과학기술부 일반연구지원사업(2010-0016698)과 九州大學(日本) 應用力學研究所의 “Highly-Functional Interfaces Science: Investigation of Biomaterials with Highly Functional Interface to Host and Parasite” 지원으로 수행되었습니다.

참고문헌

- 1) Bausch JR, de Lange K, Davidson CL., “Clinical significance of polymerization shrinkage of composite resins”. *Journal of Prosthetic Dentistry*, Vol. 48, issue 1, 1982, pp. 59-67.
- 2) KleverlaanCJ, FeilzerAJ “Polymerization shrinkage and contraction stress of dental resin composites”, *Dental Materials*, Vol. 21, issue 12, 2005, pp. 1150-1157.
- 3) Ilie N, Kunzelmann KH, Hickel R, “Evaluation of micro-tensile bond strengths of composite materials in comparison to their polymerization shrinkage”, *Dental Materials*, Vol. 22, issue 7, 2006, pp. 593-601.
- 4) H. Sano, T. Shono, H. Sonoda, T. Takatsu, Bernard Ciucchi, Ricardo Carvalho, David H. Pashley., “Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength-Evaluation of a micro-tensile bond test,” *Dental Materials*, Vol. 10 (4), 1994, pp. 236-240.
- 5) T. Takemori, H. Chigira, K. Itoh, H. Hisamitsu, “Factors affecting tensile bond strength of composite to dentin,” *Dental Materials*, Vol. 9 (2), 1993, pp. 136-138.
- 6) Krejci I, Besek M, Lutz F, “Clinical and SEM study of Tetric resin composite in posterior teeth: 12-month results”, *American journal of Dentistry*, Vol. 7 (1), 1999, pp. 27-30.
- 7) Tay F, Pang KM, Gwinnett AJ, Wei SH, “A method for microleakage evaluation along the dentin/restorative interface”, *American Journal of Dentistry*, Vol. 8, 1995, pp. 105-108.

- 8) Bedran de Castro AK, Pimenta LA, Amaral CM, Ambrosano GM, "Evaluation of microleakage in cervical margins of various posterior restorative systems", *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, Vol. 14, 2002, pp. 107-114.
- 9) 구자욱, 최낙삼, Kazuo Arakawa, "음향방출법을 이용한 치아/복합레진 수복재의 계면부 파괴해석," 한국복합재료 학회지, 제22권 제6호, 2009, pp. 45-51.
- 10) Mann H.B., Whitney D. R., "On a test of whether one of two random variables is stochastically larger than the other", *Annals of Mathematical Statistics*, Vol. 18, 1947, pp. 50-60.
- 11) William H. Kruskal, W. Allen Wallis, "Use of ranks in one-criterion variance analysis", *Journal of the American statistical association*, Vol. 47 (260), 1952, pp. 583-621.
- 12) Nak-Sam Choi, Sung-Choong Woo, Kyong-Yop Rhee, "Effect of fiber orientation on the acoustic emission and fracture characteristics of composite laminates", *Journal of Materials Science*, Vol. 42, 2007, pp. 1162-1168.