

## 상아질-복합레진 접착계면의 파괴거동에 대한 연구

류길주 · 최기운 · 박상진 · 최경규\*  
경희대학교 대학원 치의학과 치과 보존학 전공

### ABSTRACT

### A STUDY ON FRACTURAL BEHAVIOR OF DENTIN-RESIN INTERFACE

Gil-Joo Ryu, Gi-Woon Choi, Sang-Jin Park, Kyung-Kyu Choi\*  
*Department of Conservative Dentistry, Division of Dentistry, Graduate of Kyung Hee University*

The fracture toughness test is believed as a clinically relevant method for assessing the fracture resistance of the dentinal restoratives. The objectives of this study were to measure the fracture toughness ( $K_{IC}$ ) and microtensile bond strength of dentin-resin composite interface and compare their relationship for their use in evaluation of the integrity of the dentin-resin bond.

A minimum of six short-rod specimens for fracture toughness test and fifteen specimens for microtensile bond strength test was fabricated for each group of materials used. After all specimens storing for 24 hours in distilled water at 37°C, they were tensile-loaded with an EZ tester universal testing machin. Statistical analysis was performed using ANOVA and Tukey's test at the 95% confidence level, Pearson's coefficient was used to verify the correlation between the mean of fracture toughness and microtensile bond strength. FE-SEM was employed on fractured surface to describe the crack propagation.

Fracture toughness value of Clearfil SE Bond (SE) was the highest, followed by Adper Single Bond 2 (SB), OptiBond Solo (OB), ONE-STEP PLUS (OS), ScotchBond Multi-purpose (SM) and there was significant difference between SE and other 4 groups ( $p < 0.05$ ). There were, however, no significant difference among SB, OB, OS, SM ( $p > 0.05$ ). Microtensile bond strength of SE was the highest, followed by SB, OB, SM, OS and OS only showed significant lower value ( $p < 0.05$ ). There was no correlation between fracture toughness and microtensile bond strength values. FE-SEM examination revealed that dentin bonding agent showed different film thickness and different failure pattern according to the film thickness.

From the limited results of this study, it was noted that there was statistically no correlation between  $K_{IC}$  and  $\mu TBS$ . We can conclude that for obtaining the reliability of bond strength test of dentin bonding agent, we must pay more attention to the test procedure and its profound scrutiny. [J Kor Acad Cons Dent 32(3):208-221, 2007]

**Key words:** Fracture toughness, Microtensile bond strength, Short-rod specimen, Dentin-resin composite interface, FE-SEM, Dentin bonding agent

- Received 2007.3.14., revised 2007.4.20., accepted 2007.4.24. -

\* Corresponding Author: **Kyoung-Kyu Choi**

Professor of Division of Dentistry,  
Graduate school of KyungHee University  
1, Hoegi Dong, Dongdaemun Gu, Seoul, Korea, 130-701  
Tel: 82-2-958-9337  
E-mail: choikkyu@khu.ac.kr

### I . 서 론

현대사회에 들어 생활수준이 향상되고 심미수복에 대한 환자들의 요구가 증가됨에 따라 심미치과학과 접착치의학이 차지하는 비중이 점점 증가하고 있다. 그 결과로 치과진료

에 사용되는 무수히 많은 신제품들이 등장하고 있으며, 출시된 상품들도 새로운 제품의 등장으로 수명이 점점 짧아지고 있다.

과거에는 제품의 사용지속기간이 충분하였기 때문에 치과 재료에 대해 장기간에 걸친 임상적 자료를 확보할 수 있었다. 예를 들어, 아말감이나 금수복의 경우 장기간에 걸쳐 성공적으로 사용되어 왔기 때문에 구강 내에서 실제로 저작기능과 내구성에 관한 충분한 자료를 축적할 수가 있었다. 그러나 앞서 기술한 대로 최근 개발되는 재료들은 상품화되어 사용되고 있는 기간이 짧아 충분한 임상 자료를 확보하기가 어렵고 수복의 성패를 예측할 수 없는 것이 현실이다. 그 결과로 임상가들은 단지 실험실 연구를 통해 얻어진 결과를 제품선택의 기준으로 삼을 수밖에 없다. 따라서 올바르게 표준화된 실험방법의 정립이 임상에서 재료선택의 근거를 마련하는 데 중요한 과제라고 할 수 있다.

상아질 접착제의 접착은 일반적으로 상아질이 산에 의해 탈회되었을 때 노출되는 교원섬유 망상구조 사이로 레진이 침투해 들어가 형성된 복합체 ("hybrid layer"<sup>1)</sup> 또는 "interdiffusion zone"<sup>2)</sup>에 의하여 이루어진다. 그 동안 여러 선행학들의 연구들에서 이 계면의 형태적<sup>3-5)</sup>, 화학적<sup>6-8)</sup>, 기계적<sup>9-11)</sup> 특성과 함께 수편의 임상결과에 대한 보고<sup>12-15)</sup>에도 불구하고, 아직까지 접착과 탈락 (de-bonding)의 기전은 완전히 규명되지 않고 있다.

상아질 접착에 대한 초점은 접착계면의 연속성과 결합강도를 평가하는 데 주로 맞추어져 있었으며, 치과영역에서 상아질 접착제의 결합력은 주로 전단 또는 인장결합강도를 이용하여 측정한다<sup>16-18)</sup>. 그러나 실험방법에 따른 결합강도 결과의 편차가 심하고 표준화된 실험방법이 정립되지 않음에 따라 그 결과를 이해하는 데 어려움이 있다<sup>19,20)</sup>. 그리고 실험실에서 측정된 결합강도를 임상에 적용하는 데 신뢰성이 충분하지 않으며, 임상적 다양성을 예측할 수 없다는 단점도 있다<sup>21,22)</sup>. 그 동안 여러 연구가들에 의해 실험실 결과 사이의 비교나 *in vitro*와 *in vivo* 간의 보다 나은 상관관계를 구명하기 위하여 결합강도의 표준화에 대해 노력하여 왔다<sup>19,20,23)</sup>. 그러나 통상적으로 사용되는 전단 또는 인장결합강도 측정 실험은 계면에서의 불균일한 응력 분포로 인하여 의문시 되어 왔다<sup>23-25)</sup>. 접착부위를 평가하기 위해 고안된 실험에서는 재료 내부에 존재하는 결합에 대해 고려해야 하고, 탈락이 계면에서 일어나야 하며, 시편의 형태에 영향을 받지 않아야 한다. 만약 표준화된 결합강도 실험의 목적이 새로운 접착제를 시험한다거나 여러 재료의 상대적 결합능력을 비교할 목적이라면 강도실험으로 평가할 수 있지만, 실험의 목적이 계면에 사용되는 재료 본래의 물리적 성질을 측정하는 것이라면, 균열 전파에 대한 저항성이나 선형탄성 파괴역학 (linear elastic fracture mechanics)과 같은 척

도가 더욱 신뢰성이 있을 것이다. Van Noort 등<sup>23,24)</sup>은 유한요소법을 이용하여 인장결합강도와 전단결합강도 측정치는 시편의 형태, 가해진 응력의 특성, 접착제 flash의 유무, 그리고 재료의 물성 등에 영향을 많이 받는다고 보고하였으며, 결합계면에 응력이 불균일하게 분포한다고 보고하고 결합강도 측정에 사용되는 "평균 응력"이라는 개념에 의문을 제기하였다. 이러한 문제점들에 대하여 보다 객관성이 입증된, 접착 면적을 1 mm<sup>2</sup> 이하로 줄인 미세인장결합강도와 미세전단결합강도 측정법이 개발되었으나, 이 또한 표준 실험방법으로 이용하기에는 여전히 문제점이 있다고 할 수 있다. "파괴인성"은 오래 전에 정립된 개념으로 최근 들어 다양한 재료들 간의 접착계면을 분석하는 데 널리 통용되고 있다<sup>25-29)</sup>. "파괴인성"은 빠른 균열의 전파에 대한 재료의 저항성으로 정의되고, K<sub>1C</sub>라는 하나의 척도로 표현되며, 일반적으로 초기 균열 크기의 영향을 받지 않는다. 이와는 대조적으로 재료의 강도는 특정 시편이나 부분에 존재하는 초기 균열의 크기에 영향을 받으며, 모든 제품의 강도는 제조 공정, 생산, 그리고 조작 시에 발생하는 균열이나 결함에 의해 제한받는다. 따라서 파괴역학을 치과용 재료에 적용하는 것은 신제품의 개발과 생산, 그리고 임상 적용 시 실패를 분석하는 데 있어 매우 중요한 의미를 가진다.

수복재의 물리적 강도에 관한 자료는 고유한 물성을 나타내기 보다는 실험조건에 따라 결정되는 값으로서 재료의 미세구조, 공정과정, 실험환경 및 파괴기전 등을 함께 고려할 때 의미가 있으며, 임상적 유효성을 가질 수 있다<sup>30)</sup>. 고분자 내부 또는 표면에 결함이 있는 경우 기계적 강도보다 훨씬 낮은 응력 하에서도 파괴되며, 주된 파괴의 원인은 균열의 성장에 의한 것이다. 균열은 하중의 형태나 환경조건에 따라 초기에는 서서히 성장하다가 일정 크기에 도달하면 빠른 속도로 전파되어 파괴가 일어난다<sup>31,32)</sup>. 이러한 파괴거동은 응력이 가해져 탄성체의 변형에 의해 저장된 연신에너지 (strain energy)가 새로운 표면 형성 시 소모되는 에너지보다 크면 균열이 계속 성장하여 파괴가 일어난다는 에너지 균형개념 (energy balance approach)과, 균열 주위에 일어나는 응력의 집중정도가 일정 수준에 도달하면 파괴가 일어난다는 응력 집중개념 (stress intensity approach)에 의한 파괴역학적 관점에서 이해하여야 한다. 이들 개념은 파괴 시 전파되는 균열에 대한 고유저항력, 즉 파괴인성을 전자의 경우, 임계연신에너지 발산속도 (critical strain energy release rate, G<sub>1C</sub>)로, 후자의 경우, 임계응력 확대계수 (critical stress intensity factor, K<sub>1C</sub>)로 정의하였다<sup>29,31-33)</sup>.

복합레진과 같은 취성재료의 파괴거동에 대한 기본적인 이해는 중요하며, 이는 임상적 결과와 연관된다. 복합레진 내에서 균열은 일반적으로 중합체의 기질을 통하여 진행된

다<sup>34,35)</sup>. 필러 함량 및 기질계면과의 결합력의 증가는 기질을 강화시키며 파괴인성을 증가시키는 주된 방법으로서 레진 내에 발생된 균열의 경로를 굴곡시켜 새로운 표면을 형성하는 데 소모되는 파괴에너지의 양을 증가시킨다<sup>36)</sup>. Young과 Beaumont<sup>37)</sup>는 silica 입자를 이용한 에폭시 레진의 toughening 기전에 대하여 균열의 진행이 경질입자 사이에서 일시적으로 억제되는 crack pinning 현상이라고 설명하였고, Kim 등<sup>38)</sup>은 치과용 복합레진의 파괴기전을 crack pinning 뿐만 아니라 미세균열의 유입이나 분지 또는 굴절에 의해 파절면의 표면적이 증가되어 이루어진다고 설명하였다.

그 동안 여러 연구가들에 의해 다양한 형태를 가지는 다양한 재료의 파괴인성 값이 보고되었다. Lloyd와 Adamson<sup>39)</sup>은 Single Edge Notch를 가지는 시편을 이용하여 복합레진과 글래스 아이오노머, 그리고 아말감의 파괴인성을 비교하였다. Goldman<sup>40)</sup>은 Double Torsion Technique을 이용하여 수중 복합레진과 글래스 아이오노머의 파괴인성을 측정하였고, 이와 함께 임계연신 에너지 발산속도인  $G_{IC}$ , 그리고 내재적인 결합 크기인  $a_0$ 도 측정하였다. 또 동종 및 이종의 생체재료 계면의 파괴인성에 대한 보고<sup>41)</sup>도 있었으나, 상아질/복합레진 계면의 파괴인성에 대한 보고는 희소한 실정이다.

본 연구는 상아질-복합레진 계면의 파괴인성과 미세인장 결합강도를 측정하고 주사전자현미경을 이용한 접착계면 및 파단면 관찰을 통하여 각 실험의 특성을 비교평가하며, 상호 연관성을 구명하기 위해 시행하였다.

## II. 실험재료 및 방법

### 1. 실험재료

본 연구에서는 2세 전후된 소의 하악절치 (발거 1개월 이내, 냉동 증류수에 보관) 상아질면에 접착과정과 용매가 서로 다른 5종의 상아질 접착제를 이용하여 혼합형 복합레진 (Z250, 3M ESPE, St Paul, MN, USA)을 접착한 후, 이를 상아질 접착제의 종류에 따라 5개의 실험군으로 분류하였다. 상아질 접착제의 종류와 조성은 Table 1에, 각 상아질 접착제의 제조사에서 권장하는 상아질 접착제의 적용방법은 Table 2에 정리하였다.

### 2. 실험방법

#### (1) 파괴인성의 측정

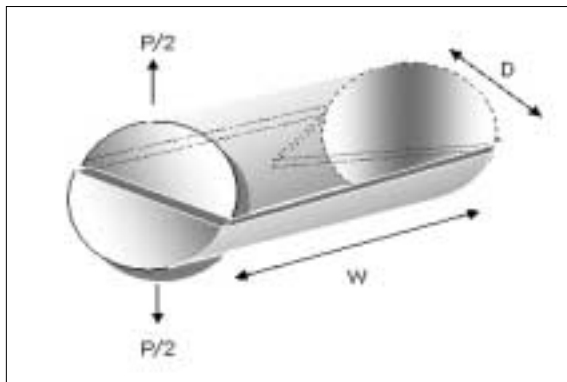
① 파괴인성 시편 제작 - 시편의 중앙을 지나는 평면에 결합면을 가지는 short-rod 시편<sup>42)</sup>을 이용하였다 (Figure 1). 앞서 언급한 파괴인성 측정을 위한 실험 방법 중 이 방법을 선택한 이유는 비교적 쉽게 시편 내부에 치아절편을 위치시켜 레진-상아질 접착면을 형성할 수 있기 때문이다. 치아 절편을 포함하고 있는 1차 시편을 먼저 제작하고 그 후에 접착 시편 (1차 시편에 복합레진을 접착한 시편)을 제작하였으며, 그 과정은 다음과 같다.

**Table 1.** Dentin bonding agents (DBA) used in this study and their compositions

Groups (Code)	Manufacturer (Batch #)	Composition
ScotchBond Multi-purpose (SM)	3M ESPE, St. Paul, USA (Primer : 4AL, Adhesive : 4NN)	Primer: HEMA, water, Copolymer of polyalkenoic acid Adhesive : Bis-GMA, HEMA, CQ
ONE-STEP PLUS (OS)	BISCO, Schaumburg, USA (0600003550)	Bis-GMA, Biphenyl dimethacrylate, HEMA, Acetone, CQ, filler (1 $\mu$ m, 8.5%)
OptiBond Solo (OB)	Kerr, Orange CA, USA (441210)	Bis-GMA, HEMA, GDM, GPDM, EtOH, CQ, ODMAB, BHT, TS530, A174, SP345, Na <sub>2</sub> Si <sub>6</sub> F <sub>6</sub> , filler (0.4 $\mu$ m, 15%)
Adper Single Bond 2 (SB)	3M ESPE, St. Paul, USA (6GH)	Bis-GMA, HEMA, Bis-GMA, Water, UDMA, Polyalkenoic acid copolymer, Ethanol, filler (5 $\mu$ m, 10%)
Clearfil SE Bond (SE)	Kuraray Medical, Japan (Primer : 00568B, Adhesive : 00800B)	Primer: MDP, HEMA, N,N-Diethanol p-toluidine, water Adhesive : MDP, Bis-GMA, HEMA, N,N-Diethanol, p-toluidine, microfiller, CQ

**Table 2.** Instructions for use of dentin bonding agents(DBA)

Groups (Code)	Bonding procedure
ScotchBond Multi-purpose (SM)	etch 15sec → rinse → blot dry → primer application → gentle dry 5sec → adhesive application → light cure 10sec
ONE-STEP PLUS (OS)	etch 15sec → rinse → blot dry → shake for 3 ~ 5sec, coating minimum 2 times → gentle agitate 10 ~ 15sec → air blow → light cure 10sec
OptiBond Solo (OB)	etch 15sec → rinse → blot dry → adhesive application, gentle agitate 15sec → air blow 3sec → light cure 20sec
Adper Single Bond 2 (SB)	etch 15sec → rinse 10sec → blot dry → 2 ~ 3 times application with agitation → air blow 5sec → light cure 10sec
Clearfil SE Bond (SE)	primer application 20sec → air blow gently → adhesive application → light cure 10sec



**Figure 1.** Schematic geography of fracture toughness specimen.

**A. 1차 시편의 제작** - 소 (약 2세 전후)의 하악 절치 (발거한 지 1개월 이내, 냉동 증류수에 보관)의 순면을 저속 diamond saw (Isomet, Buehler, U.S.A.)를 이용하여 0.9 mm의 두께를 가지도록 절단하였다. 이때 한쪽 면은 법랑질, 반대쪽은 상아질이 되도록 한다. 이 절편을 고속 diamond bur를 이용하여 mold에 들어갈 수 있는 크기 (6 × 6 mm)가 되도록 자른다. 상아질 면을 젖은 gauze 위에 놓고 법랑질면은 산부식 후 수세, 건조한 후 각 해당 상아질 접착제를 적용하였다. Acrylic resin으로 제작한 “half-mold”에 복합레진을 충전하고, 준비된 절편의 법랑질면이 복합레진을 향하도록 매몰한 후, slide glass를 덮고 완전한 중합을 위해 한쪽 끝에 40초, 반대쪽에 40초, 그리고 윗면에 40초씩 2회 광중합 하여 1차 시편을 완성하였다 (Figure 1).

**B. 접착 시편의 제작** - 1차 시편의 상아질면을 젖은 #600 SiC paper로 연마한 후 수세, 건조하였다. 각 상아질 접착제에 포함된 산부식 또는 자가부식제를 이용하여

상아질면을 처리하고 spacer를 1차 시편이 들어있는 “half-mold” 위에 올린 후 mold를 조립하였다. 이 spacer는 고도로 연마된 stainless steel로 제작되었으며, 파괴인성 측정 시 응력이 집중될 수 있도록 notch 부위를 따라 사면 (bevel)을 부여하였다 (Figure 2, 3). 이 사면은 파괴인성 측정 시 사전 균열로 작용한다. 전처리된 상아질 면에 microbrush를 이용하여 제조자의 지시에 따라 상아질 접착제를 적용하고 광중합하였다. 그 후 복합레진을 mold의 나머지 부분에 충전하고 반쪽 시편 제작 시와 같은 방법으로 (양쪽 끝 40초씩, 윗면 40초 2회) 광중합하였다. 시편의 중합이 종료된 후 mold를 해체하여 spacer를 제거한 후 추가중합을 위해 Tescera ATL 광중합기 (Bisco, U.S.A.)에 넣어 3분간 추가 광중합하였다. 5개의 각 실험군 당 최소 6개의 시편을 제작하였고, 제작된 모든 시편은 37℃ 증류수에 24시간 동안 보관한 후 파괴인성을 측정하였다.

② 파괴인성의 측정 - 제작된 시편을 ligature wire를 이용하여 universal testing machine (EZ Tester, Shimadzu, Japan)에 부착한 후 0.5 mm/min의 crosshead speed로 인장응력을 가하였다. 파괴인성을 구하는 공식은 다음과 같다.

$$K_{Ic} = \frac{P_c}{D w^{1/2}} Y_m^* \text{ (MPa} \cdot \text{m}^{1/2})$$

여기에서  $P_c$  : 시편이 파절될 때의 최대 응력

$D$  : 시편의 직경

$w$  : 시편의 길이

$Y_m^*$  : 최소응력확대인자계수

(minimum stress intensity factor coefficient)

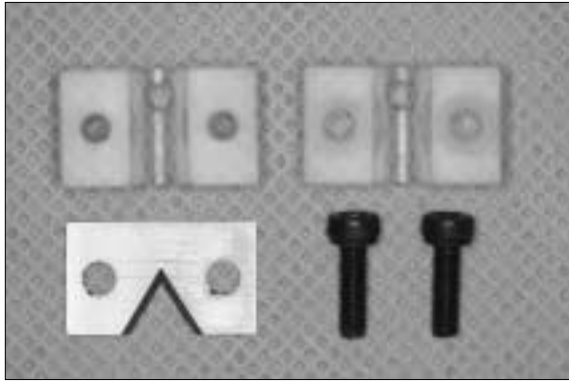


Figure 2. Each component of the mold.

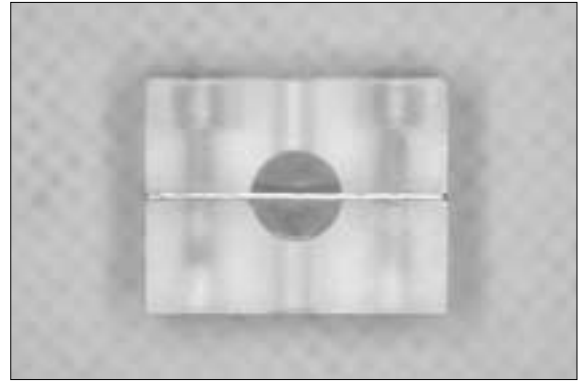


Figure 3. Assembled mold.

위 공식에서 최소응력확대계수인  $Y^*_m$ 은 다음의 공식에 의해 계산되었다.

$$Y^*_m = 28.10 + 58.99a_0 - 122.3a_0^2 + 183.3a_0^3, \\ (W/D = 2.00\text{일 때}) \\ a_0 : a_0/W \\ a_0 : 사전 균열의 길이 \\ (\text{load 적용점으로부터 chevron의 tip까지 거리})$$

위의 공식은 실험을 통해 성립된 실험식이다<sup>43)</sup>. 각각의 파절시편에서 힘점으로부터 chevron notch tip까지의 거리를 측정하여 공식에 대입하였다.

#### (2) 미세인장결합강도의 측정

소의 하악 절치 순면을 연마하여 상아질을 노출시킨 후 #600 SiC paper를 이용하여 최종 연마하였다. 노출된 상아질 면을 제조자의 지시에 따라 상아질 접착제를 적용하고 복합레진 (Z-250, 3M ESPE, U.S.A.)을 이용하여 높이 4 mm의 레진 블록을 축조하였다. 레진 블록이 접착된 시편을 37℃ 증류수에 24시간 동안 보관한 후, 저속 diamond saw (Isomet, Buehler, U.S.A.)를 이용하여 두께 1 mm가 되도록 disc 형태로 절단하였다. 이 disc를 다시 같은 기기를 이용하여 1 mm 폭이 되도록 절단하여, 그 결과 상아질-레진 결합면적이 약 1 mm<sup>2</sup>인 막대 모양의 시편을 각 군당 최소 15개 제작하고, 보다 정확한 측정을 위해 digital caliper를 이용하여 1/100 mm까지 결합면의 가로, 세로 길이를 측정하였다. 이 시편을 미세인장결합강도 측정을 위한 jig에 ZAPIT (Dental Ventures of America, USA)을 이용하여 부착한 후, universal testing machine (EZ Tester, Shimadzu, Japan)을 이용하여 1 mm/min의 속도로 인장응력을 가하여 파괴가 일어날 때의 단위면적당 응력을 미세인장결합강도로 하였다.

#### (3) 통계 분석

파괴인성과 미세인장결합강도 각 항목은 신뢰도 95% 수준에서 ANOVA / Tukey's test를 이용하여 통계분석을 시행하였으며, 각 실험군의 파괴인성과 미세인장결합강도의 상관관계 분석을 위해 Pearson's 상관계수를 계산하였다.

#### (4) FE-SEM (Field-Emission Scanning Electron Microscopy) 관찰

파괴인성 시편 제작 후, 수직으로 절단하여 치아절편과 복합레진이 접착된 부분을 노출시킨 후 #1500, #2000 SiC paper와 ZnO 분말을 이용하여 연마하고, 산부식 3초, NaOCl에 3분 처리한 후 gold sputter (SC 502 sputter coater, VG MICROTECH, England)하여 시편을 준비하였다. FE-SEM (LEO SUPRA 55, Carl Zeiss, Germany ; GENESIS 2000, EDAX, USA)을 이용하여 단면을 관찰하였다. 파괴인성 측정을 마친 시편 (2개의 파절 시편으로 분리)은 실험군당 무작위로 1쌍을 선택하여 gold sputtering 후 관찰하였다 (50 ~ 5,000 배율).

### Ⅲ. 실험성적

#### (1) 파괴인성

5개 실험군의 파괴인성은 Table 3과 Figure 4에 나타나 있다. SE군이 가장 높은 값을 나타냈으며, SB, OB, OS, SM 순으로 나타났다. 통계분석 결과, 가장 높은 값을 보인 SE군은 SM, OS, OB군에 비해 유의하게 높은 값을 나타내었으며 ( $p < 0.05$ ), SE군을 제외한 나머지 실험군 간에는 통계학적 유의차를 나타내지 않았다 ( $p > 0.05$ ).

**Table 3.** Fracture toughness(Mean  $\pm$  S.D., MPa  $\cdot$  m<sup>1/2</sup>) of 5 experimental groups

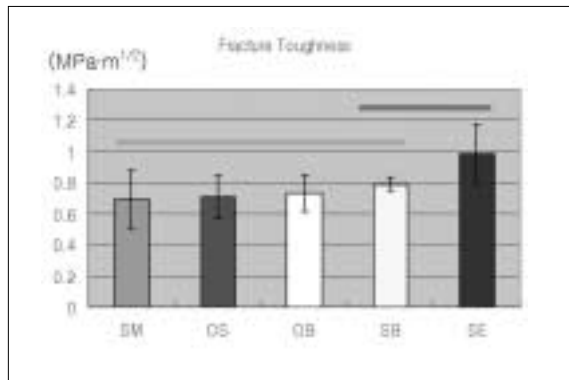
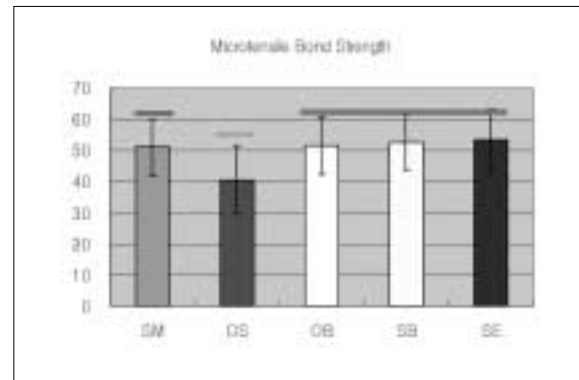
Experimental groups	SM	OS	OB	SB	SE
K <sub>1C</sub>	0.69 $\pm$ 0.19 <sup>b</sup>	0.71 $\pm$ 0.14 <sup>b</sup>	0.73 $\pm$ 0.12 <sup>b</sup>	0.79 $\pm$ 0.04 <sup>a,b</sup>	0.98 $\pm$ 0.19 <sup>a</sup>

· Values with same superscript character for each fracture toughness were not significantly different at the  $p \leq 0.05$  level.

**Table 4.** Microtensile bond strength(Mean  $\pm$  S.D., MPa) of 5 experimental groups

Experimental groups	SM	OS	OB	SB	SE
$\mu$ TBS	51.06 $\pm$ 8.89 <sup>a</sup>	40.69 $\pm$ 10.74 <sup>b</sup>	51.68 $\pm$ 9.19 <sup>a</sup>	52.54 $\pm$ 8.85 <sup>a</sup>	53.25 $\pm$ 10.29 <sup>a</sup>

· Values with same superscript character for each microtensile bond strength were not significantly different at the  $p \leq 0.05$  level.

**Figure 4.** K<sub>1C</sub> value of experimental groups.**Figure 5.**  $\mu$ TBS value of experimental groups.

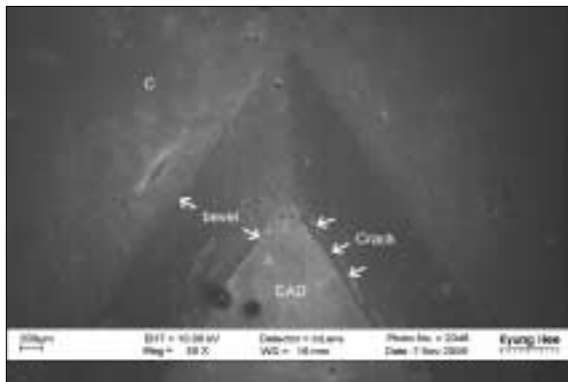
## (2) 미세인장결합강도

5개 실험군의 미세인장결합강도는 Table 4와 Figure 5에 나타나 있고, 이 중 SE군이 가장 높은 값을 나타냈으며, SB, OB, SM, 그리고 OS가 그 뒤를 이었다. SE, SB, OB, SM군 사이에는 통계학적인 유의차가 없었으나 ( $p > 0.05$ ), OS군의 미세인장결합강도는 SE, SB, OB, SM군에 비해 유의하게 낮은 결합강도를 나타내었다 ( $p < 0.05$ ).

각 상아질 접착제의 종류에 따른 파괴인성과 미세인장결합강도 측정치간의 상관관계를 알아보기 위해 Pearson's 상관계수를 측정한 결과, 둘 사이에는 상관관계가 없는 것으로 나타났다 ( $r^2 = 0.223$ ,  $t = 0.927$ ).

## (3) FE-SEM 관찰

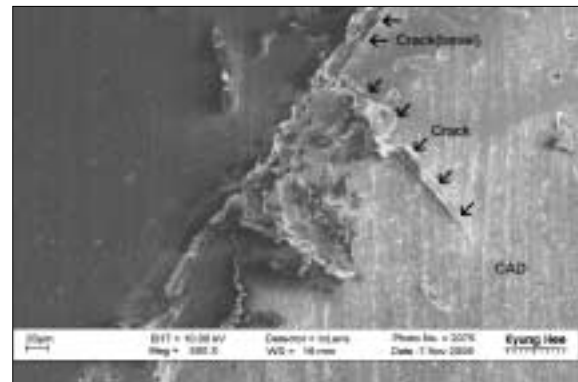
FE-SEM 관찰을 통해 spacer에 의해 인위적으로 형성된 사면 (bevel)을 따라 균열이 진행되는 것을 확인할 수 있었다 (Figure 6). 파절된 시편의 복합레진 면과 상아질 면을 관찰한 결과 spacer에 의해 만들어진 사면을 따라서 초기 균열이 진행되다가 내부 응력이 어느 수준에 이르면 복합레진 또는 접착층 내로 전이되는 양상을 보였다 (Figure 7). 파절시편의 상아질면 관찰을 통해 균열이 시작되는 chevron-notch의 꼭지점 주위에서는 접착층 내에서의 파절이 일어나지만, 균열이 진행되면서 상아질 쪽으로 진행되어 레진 침투층 내에서 파절이 일어나는 것을 확인할 수 있었다 (Figure 8). SM군의 접착단면 관찰에서는 비교적 두



**Figure 6.** The resin surface of fractured K1C specimen of SM group ( $\times 50$ ).

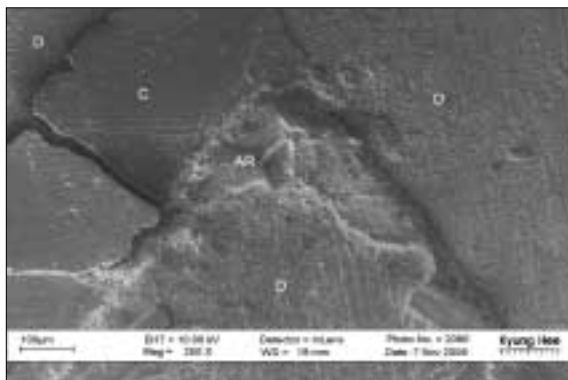
It showed that bevel formed by spacer and crack occurred along the bevel.

C: Composite resin, CAD: Composite adhered to dentin



**Figure 7.** The resin surface of fractured K1C specimen of OB group ( $\times 500$ ).

The arrows showed that crack formed along the bevel move into the adhesive surface (see the black arrows).

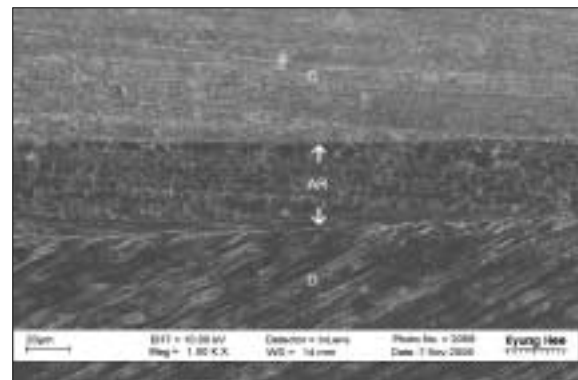


**Figure 8.** The dentin surface of fractured K1C specimen of SB group ( $\times 250$ ).

It revealed that the failure occurred between resin-infiltrated layer and adhesive layer.

At the tip of the bonded surface (white arrow), failure occurred mainly within the adhesive resin layer.

D: dentin, AR: Adhesive resin layer



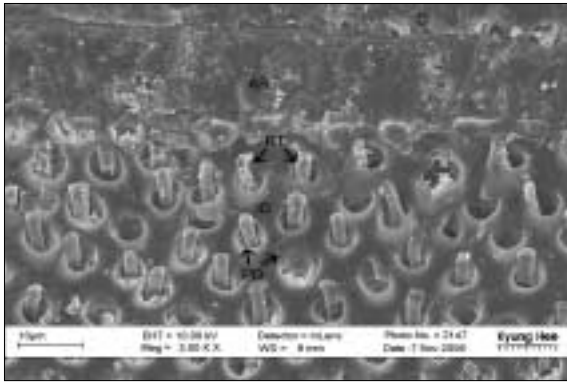
**Figure 9.** The cross-sectional SEM photograph of bonded surface of SM group ( $\times 1,000$ ).

The thickness of adhesive layer was  $40 \sim 55 \mu\text{m}$  and dentinal tubules were running oblique direction.

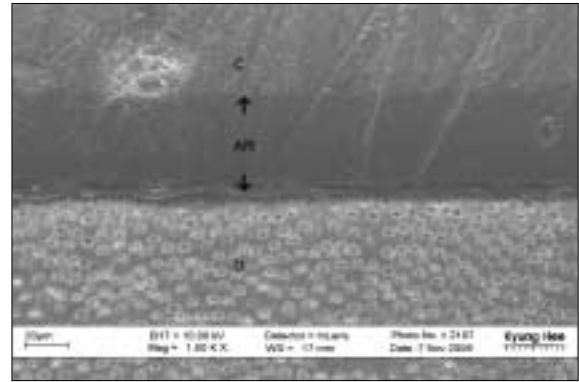
The adhesive layer was relatively thick and uniform.

겉고 균일한 접착층이 관찰되었으며, 측정결과  $40 \sim 55 \mu\text{m}$ 의 두께를 나타내었다 (Figure 9). SB군의 접착단면 관찰에서는  $14 \sim 25 \mu\text{m}$  두께의 접착층을 보였고, 거의 대부분의 상아세관은 resin tag로 채워져 있었으나 일부 비어있는 상아세관도 관찰되었으며, 몇몇 resin tag는 많은 가지들을 가지고 있었다 (Figure 10). SE군의 접착단면 관찰에서는 실험군 중에서 가장 두꺼운  $50 \sim 60 \mu\text{m}$ 의 접착층 두께를 보였으며, 대부분의 상아세관은 resin tag로 채워져 있었다

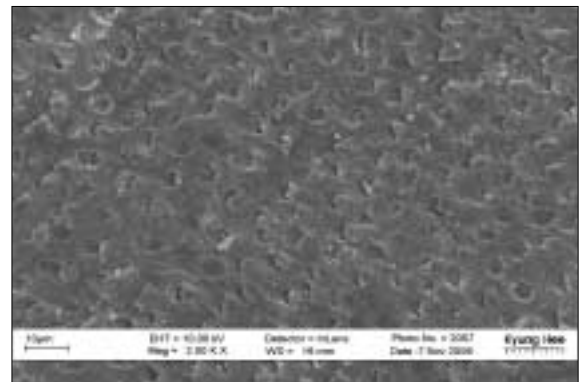
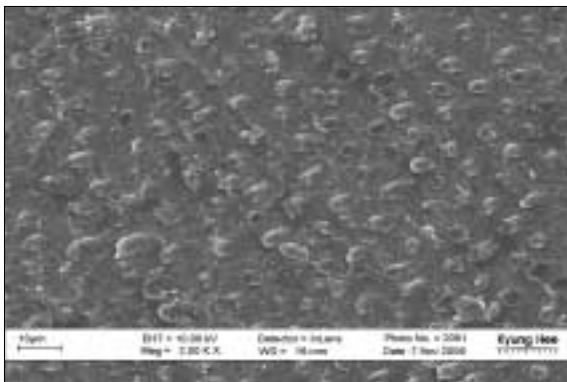
(Figure 11). 또 각 실험군 별로 파절시편을 관찰한 결과, SM군에서는 파절이 주로 접착층과 레진 침투층 사이에서 발생한 양상을 보였으며, resin tag나 상아세관이 명확하게 관찰되지 않았고, 불규칙한 접착층이 관찰되었다 (Figure 12). OS군의 파절시편에서는 레진면과 상아질면 모두에서 파절된 resin tag가 많이 관찰되었으며, resin tag의 파절이 복합레진 측의 레진 침투층에서 발생하여 상아세관에 기둥을 꽂은 듯한 양상이 관찰되었다 (Figure 13). OB군 파



**Figure 10.** The cross-sectional SEM photograph of bonded surface of SB group ( $\times 3,000$ ). The thickness of adhesive layer was  $14 \sim 25 \mu\text{m}$  and the dentinal tubules were filled with resin tags. Some of the dentinal tubules were empty, some of the resin tags had many branches. RT: Resin tag, ID: Intertubular dentin, PD: Peritubular dentin



**Figure 11.** The cross-sectional SEM photograph of bonded surface of SE group ( $\times 1,000$ ). The thickness of adhesive layer was  $50 \sim 60 \mu\text{m}$  and it was the thickest adhesive resin layer among the experimental groups. Most of dentinal tubules were filled with resin tags.



**Figure 12.** The resin surface (left) and dentin surface (right) of fractured SM group ( $\times 2,000$ ).

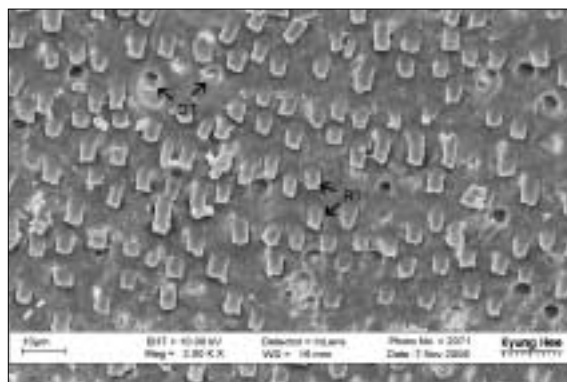
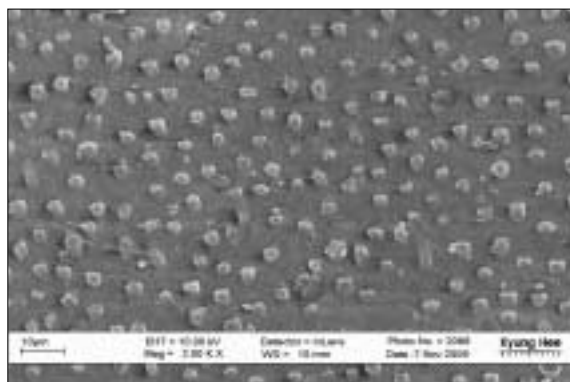
Bond failure occurred predominantly between the resin-infiltrated layer and adhesive resin.

The orifices of dentinal tubules were not seen clearly and irregular adhesive resin layer was showed at the dentin surface of fractured specimen.

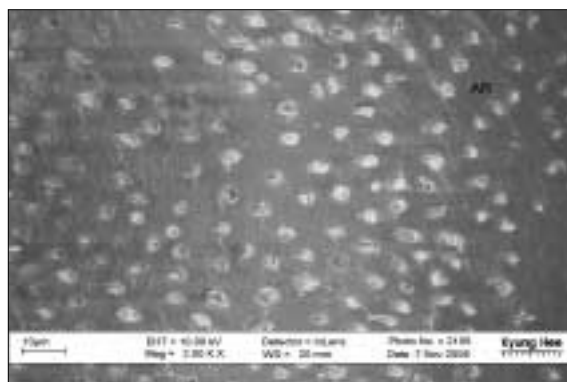
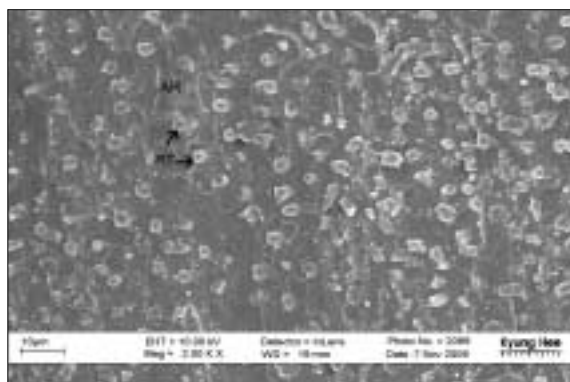
절시편의 레진면에서는 많은 파절된 resin tag와 함께 부분적으로 접착층이 관찰되었다. 상아질면은 비교적 균일한 모습을 나타내었으며, resin tag로 채워진 많은 상아세관들이 관찰되었다. Resin tag의 파절은 주로 상아세관의 입구에서 발생하였다 (Figure 14). SB군의 레진면에서는 비교적 짧게 파절된 resin tag가 관찰되었다. 상아질면에서는 불규

칙한 접착레진과 함께 resin tag로 채워지거나 접착레진으로 덮여있는 상아세관들이 관찰되었다 (Figure 15). SE군은 레진면과 상아질면 모두에서 resin tag나 상아세관이 거의 관찰되지 않았다. 레진면과 상아질면 모두 불규칙한 모습을 나타내었으며, 파괴는 주로 접착층 내에서 발생하였다 (Figure 16).

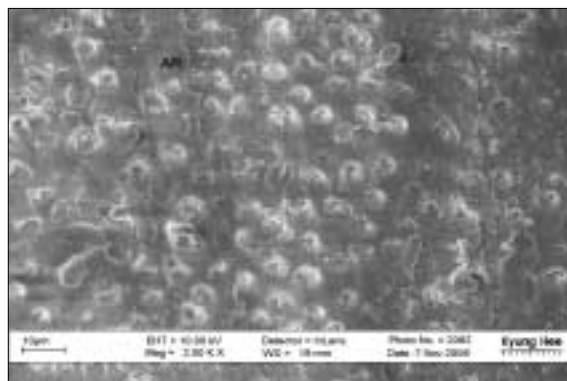
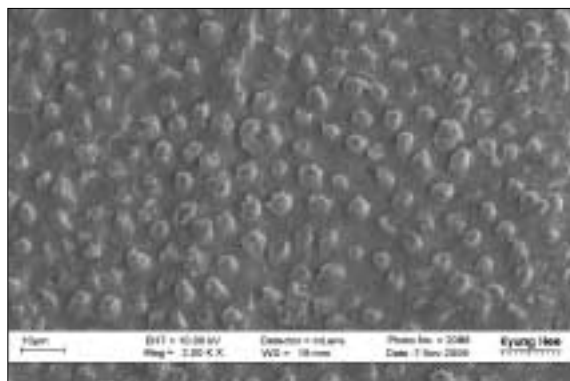




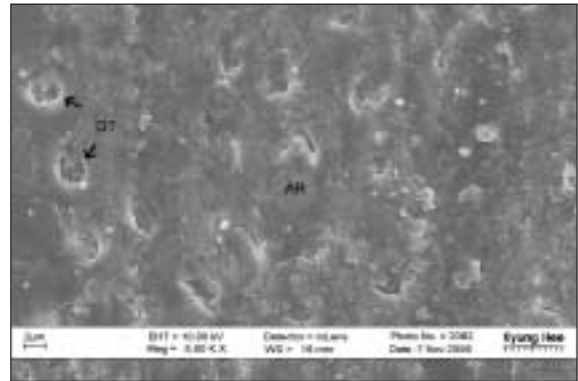
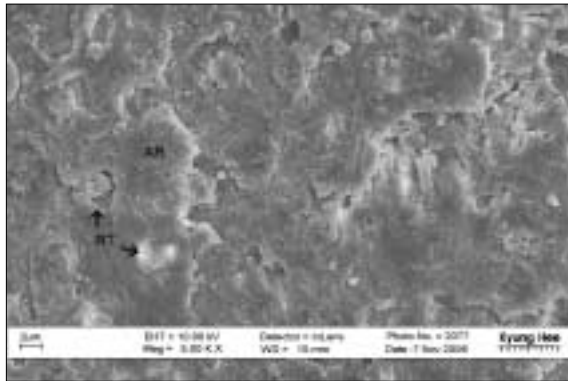
**Figure 13.** The resin surface (left) and dentin surface (right) of fractured OS group ( $\times 2,000$ ). Many broken resin tags were seen on the both specimens, the fracture of the resin tags mainly occurred at the upper part of the resin-infiltrated layer. RT: resin tag, DT: dentinal tubule



**Figure 14.** The resin surface (left) and dentin surface (right) of fractured OB group ( $\times 2,000$ ). On the resin surface, many resin tags and adhesive resin layer was seen partially. The dentin surface of the fractured specimen showed relatively smooth appearance and many dentinal tubules filled with resin tags. The fracture of resin tags were occurred at the orifices of the dentinal tubules. AR: adhesive resin layer, RT: resin tag



**Figure 15.** The resin surface (left) and dentin surface (right) of fractured SB group ( $\times 2,000$ ). Relatively short broken resin tags were seen on the resin side. Irregular adhesive resin layer and dentinal tubules obstructed with resin tag or covered with adhesive resin were seen on the dentin side of the fractured specimen.



**Figure 16.** The resin surface (left) and dentin surface (right) of fractured SE group ( $\times 2,000$ ).

Resin tags and dentinal tubules were seen rarely.

Both sides showed very irregular appearance and bond failure occurred predominantly within the adhesive resin layer.

#### IV. 총괄 및 고안

임상가들이 치과용 수복재를 평가하는 이상적인 지침은 임상적인 평가방법에 의한 것이다. 그러나 실제로 환자의 구강 내에서는 작용하는 응력들의 변화가 다양하기 때문에 어떤 종류의 응력이 수복물의 탈락과의 직접적인 연관 여부를 밝혀내기가 매우 어렵다. 이런 복잡하고 다양한 문제점을 실험실에서 다양한 변수들을 표준화하여 실험하는 방법으로 실제 임상에서 사용 시 발생할 수 있는 오차를 어느 정도 극복할 수 있다. 이러한 연구방법을 통해 얻어진 결과는 치과용 수복재의 적절한 선택과 사용법에 대해 임상가들에게 추천할 수 있다. 일반적으로 실험실에서의 연구는 임상 실험과 달리 비교적 간단하고 빠르며, 새로운 재료와 기법을 경제적으로 시험해 볼 수 있다. 비록 임상적인 상황을 완벽하게 재현하기가 어렵고 때로는 불가능하다고 할지라도, 이러한 실험실에서의 표준화된 연구의 궁극적인 목적은 장기간에 걸친 임상적인 결과를 예측하여 편리성과 신뢰성을 확보할 수 있도록 하는 데 있다<sup>44)</sup>.

상아질-접착 계면을 평가하는 데 유용하고 믿을 만한 방법을 사용한다면 우리는 임상적인 접착 실패를 예견하고 이해하며 평가할 수 있을 것이다. 계면의 파괴인성은 탈락에 대한 접착계면의 저항성을 나타내는 적절한 척도로서, 상아질-접착 계면의 실체 (integrity)를 평가하는 데 이용될 수 있다. 본 연구에서는 수중 상아질 접착제와 상아질의 접착 계면의 파절 저항성을 평가하기 위하여 파괴인성 실험을 시행하였으며, 최근 상아질 접착제를 평가하는 *in vitro* 실험에서 많이 이용되고 있는 미세인장결합강도도 함께 측정하였다.

본 연구에서는 1차 시편과 접착 시편의 탄력성 (compliance)이 일정하다고 가정하였으며, 이를 근거로 계면의 파

괴인성을 계산할 때 균일한 응력 확대율을 적용할 수 있었다. 따라서 실제 실험에 사용된 시편의 탄력성과의 잠재적인 차이를 최소화하기 위해 각 치아 절편의 두께를 비교적 얇게 ( $0.9 \pm 0.05$  mm) 제작하였으며, 탄성계수가 큰 혼합형 복합레진 (Z-250, 12.5 GPa)을 사용하였다<sup>45)</sup>.

일반적으로 복합레진의 파괴인성은 필러 입자의 크기, 필러/기질 계면의 접착 정도, 레진 기질의 조성, 레진 기질의 중합 정도, 그리고 특히 함유된 필러의 부피비에 의해 영향을 받는다고 알려져 있으나<sup>46)</sup>, 본 실험에서는 상아질 접착제에 대한 파괴인성을 측정하였기 때문에 이를 대입할 수는 없었다.

본 실험에서는 SE군이 다른 실험군에 비해 유의하게 높은 파괴인성을 나타내었다 (Table 3). SE군의 Clearfil SE Bond는 pH 2 정도의 약한 자가 산부식 접착제로, 상아질을 부분적으로 탈회시켜 일부 수산화인회석이 교원섬유 사이에 잔존하게 된다. 이런 유형의 상아질 접착제들에는 4-MET (4-methacryloyloxyethyl trimellitic acid), phenyl-P (2-methacryloyloxyethyl phenyl hydrogen phosphate), 10-MDP (10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate) 등의 작용기가 포함되어 있어 다른 상아질 접착제에서 나타나는 기계적 결합 외에 잔존해 있는 수산화인회석과의 화학적 결합도 이루어진다. 그러나 이 화학적 결합이 전체 결합에서 차지하는 비중은 7% 정도에 불과한 것으로 알려져 있기 때문에<sup>47)</sup>, SE군의 높은 파괴인성이나 미세인장결합강도를 설명하기는 부족해 보인다.

본 연구에서는 제조자들에 의해 제시된 것보다 전체적으로 두꺼운 접착층을 나타내었다. 이는 아마도 접착제를 적용한 후 용매를 증발시키는 과정에서 발생한 접착제의 pooling의 결과인 듯하다. 접착단면을 관찰한 시편은 파괴인성이 측정된 시편이기 때문에, 압축공기로 용매를 증발시

킬 때, 접착제가 전체적으로 얇게 퍼지지 못하고 spacer에 의해 막혀 pooling이 되었을 가능성이 높다.

기존의 연구를 통해 접착제의 파괴인성은 필러의 함량과 접착층 두께의 영향을 받는다는 것이 밝혀졌다<sup>48,49</sup>. 본 연구 결과와 비교해 보면 SM군과 SE군이 다른 실험군에 비해 두꺼운 접착층을 보였고 (Figure 9, 11), SM군을 제외한 나머지 실험군에는 접착제에 필러가 포함되어 있었다 (Table 1). SE군의 경우에는 5개의 실험군 중에서 가장 두터운 접착층을 보였으며, 미세입자가 함유되어 있다. 즉, 접착층의 두께가 증가할수록, 필러의 함량이 증가할수록 상아질 접착제의 파괴인성이 증가한다는 이전 연구의 결과<sup>48,49</sup>는 SE군이 가장 높은 파괴인성을 나타낸 본 연구의 결과와 일치한다. 이와는 달리 SM군은 필러를 포함하지 않고 있으며 (Table 1), OS, OB, SB군은 10 ~ 25 $\mu$ m의 비교적 얇은 접착층을 나타내었다 (Figure 10). 이전 연구<sup>50,51</sup>에서는 산소 중합 방해층의 두께가 15 ~ 37 $\mu$ m의 두께를 가지기 때문에 접착제층 하방에 나타나는 레진 침투층의 중합을 방해할 수 있다고 하였다. 이런 이유로 파괴인성 측정 시 응력을 가하면 균열이 접착제 내에 한정되어 전파되는 것이 아니라 중합이 불완전하게 이루어진 레진 침투층을 따라 진행될 수 있다. FE-SEM 관찰 중, OS, OB, SB군 (Figure 13 ~ 15)에서 resin tag와 상아세관이 많이 관찰되는 것은 얇은 접착제층 때문일 것이다. 즉 균열의 전파가 접착제층을 따라 진행되는 것이 아니라, 레진 침투층을 따라 진행되기 때문에 파절된 resin tag가 많이 관찰되는 것으로 생각하였다. SB군은 SE군 다음으로 높은 파괴인성을 나타내었다 (Table 3). 수복재 내에 동일한 양의 필러가 들어가 있다면 보다 작은 필러가 들어 있을 때 전체 필러의 표면적이 더 넓어져서 그만큼 균열이 일직선으로 진행하지 못하고 더 긴 거리를 돌아가야 하기 때문에 균열이 느린 속도로 전파되는 것이다. 본 연구에 사용된 상아질 접착제들의 필러에 대해 살펴보면 ScotchBond Multi-purpose (SM)는 필러가 포함되어 있지 않았으며, ONE-STEP PLUS (OS)는 1  $\mu$ m 크기의 필러를 8.5%, OptiBond Solo (OB)는 0.4  $\mu$ m 크기의 필러를 15%, 그리고 Adper Single Bond 2 (SB)는 5 mm 크기의 필러를 10% 함유하고 있다고 한다 (Table 1). 통계학적 유의차는 없으나 SB군이 얇은 접착층을 가지면서도 비교적 높은 파괴인성을 가지는 이유는 접착제에 함유되어 있는 필러의 역할인 듯하다. SM군은 5개의 실험군 중 가장 낮은 파괴인성을 나타내었다 (Table 3). SM군은 SEM 관찰에서 비교적 두꺼운 접착제층을 보였지만, 다른 상아질 접착제와는 달리 필러를 포함하지 않는다. 비록 OS, OB, SB군과 통계학적 유의차는 없으나, 가장 낮은 파괴인성을 나타내는 것으로 볼 때 접착층의 두께보다는 필러의 함량이 파괴인성에 더 많은 영향을 미치는 것이 아닌가 추

정된다.

결합강도 또한 접착제의 두께와 필러 함량의 영향을 받는다고 보고되고 있다<sup>52~55</sup>. 그러나 이외에도 결합강도는 실험 조건과 파괴유형, 기질의 종류, 시편의 저장조건 등의 영향을 받는 것으로 알려져 있다<sup>56</sup>. 또 상아질 접착제에 포함된 용매의 영향을 받는다는 주장도 제기되고 있다. 본 연구에서 시행한 미세인장결합강도 실험에서는 OS군을 제외한 모든 실험군이 유사한 값을 나타내었으나, OS군만 통계적으로 유의하게 낮은 값을 나타내었다 (Table 4, Figure 5). SE군을 제외한 나머지 실험군들은 산부식과 함께 습윤접착을 시행해야 하는 전체 산부식형 접착제이다. 이 때 “적절한 수분의 양을 어떻게 조절할 것인가?”의 여부는 여전히 해결해야 할 과제로 남아 있으며, 에탄올 (OB군)이나 물 (SM, SB군)을 용매로 사용하는 상아질 접착제는 아세톤을 이용하는 상아질 접착제 (OS군)에 비해 기술 민감성이 낮은 것으로 알려져 있다.

Pearson's 상관계수를 측정한 결과 파괴인성과 미세인장결합강도 사이에는 상관관계가 없는 것으로 나타났다. 그 원인 중의 하나로 생각할 수 있는 것은 시편제작에 사용된 기질이다. 파괴인성 및 미세인장결합강도 실험은 모두 우치의 상아질을 이용하였고, 파괴인성 시편 제작에 이용된 상아질은 범랑질층, 미세인장결합강도 시편제작에 사용된 상아질은 치수층 상아질이었다. 일반적으로 상아세관은 치수에 근접할수록 직경이 커지고, 그에 따라 결합강도 또한 감소하는 것으로 알려져 있다. 하지만 이러한 차이에도 불구하고, OS군이 낮은 미세인장결합강도를 나타낸 것을 제외하면 파괴인성 측정치와 미세인장결합강도 측정치가 유사한 양상을 나타내었다. 이 결과는 이전에 보고된 다른 연구 결과와 일치하는 것이다<sup>27,57</sup>.

기본적으로 파괴인성은 재료의 내재적인 고유의 특성이기 때문이다. 따라서 성질이 다른 재료와 접착된다 하더라도 그 값은 이론적으로 일정한 범위를 가져야 하며, 이를 정확하게 측정하기 위해서는 파괴인성을 측정하고자 하는 재료 내에 정확하게 초기 균열을 미리 형성해 주어야 한다. 반면에 결합강도는 다른 물체와 결합하고 있는 정도를 측정하는 방법이다. 따라서 앞서 기술한 대로 접착대상이 되는 물질의 성질, 접착제면의 상태, 그에 따른 여러 실험조건에 따라 다르게 나타날 수가 있다. 이것이 바로 결합강도가 재료 고유의 특성으로 인정받지 못하는 이유이다. 본 연구는 레진-상아질 접착제면의 파괴인성과 미세인장결합강도를 측정하고 둘 사이의 상관관계를 구명하고자 시행하였다. 균열이 아주 균일하게 접착층 내에서만 진행이 된다면 상아질 접착제 자체의 파괴인성을 측정할 수 있을 것이다. 그러나 전자현미경 하에서도 균열은 접착층 내에서만 진행되는 것이 아니라 레진 침투층 내를 통해서도 진행된다는 것이 확인되었다.

과거 상아질 접착제를 평가하는 데 전단결합강도나 인장 결합강도와 같은 실험방법을 이용한 것은, 상아질 접착제의 결합강도 자체가 높지 않았고, 또 접착계면에서 탈락이 발생되어 단순한 평가가 가능했기 때문이다. 하지만 상아질 접착제가 지속적으로 발전하면서 결합강도 측정 시, 복합레진이나 상아질에서의 응집성 파절도 증가되어, 단순평가가 힘들어 이를 해결하기 위하여 결합면적을 줄여 접착계면에서의 탈락을 유도하는 미세인장결합강도와 미세전단결합강도 측정법이 이용되었다. 그러나 상아질 접착제의 물성이 더욱 발전한다면 이러한 평가방법도 한계에 다다를 것이다.

파괴인성을 이용한 상아질 접착제의 평가는 접착계면에서 파절이 일어난다는 것이 가장 큰 장점이다. 또 본 연구에서 관찰한 것처럼, 파괴인성 측정 후 파괴상에 대한 특징적인 소견을 나타내게 된다. 따라서, 계면의 파괴인성 측정은 레진-상아질 접착을 평가하는 유용한 방법으로, 신뢰성 있는 실험방법으로 자리매김할 것으로 생각하였다.

## V. 결 론

본 연구에서는 실험실에서 시행되는 상아질 접착제의 물리적 성질에 관한 신뢰성 여부를 평가하기 위하여 우치의 상아질 표면에 5종의 상아질 접착제를 적용하고 5개 실험군 (SM, OS, OB, SB, SE)으로 분류하여 접착계면의 파괴인성과 미세인장결합강도 및 FE-SEM 관찰을 통하여 다음과 같은 결론을 얻었다 :

1. 파괴인성은 SE군이 가장 높은 값을 나타냈으며, SB, OB, OS, SM군 순으로 나타났고, SE군은 다른 실험군보다 유의하게 높은 값을 나타내었으나 ( $p < 0.05$ ), 다른 실험군 사이에는 유의차가 없었다 ( $p > 0.05$ ).
2. 미세인장결합강도는 SE군이 가장 높은 값을 나타냈으며, SB, OB, SM, 그리고 OS 순으로 나타났다. SB, OB, SM, SE군 사이에는 통계학적인 유의차가 없었으나 ( $p > 0.05$ ), OS군의 미세인장결합강도는 다른 4개의 실험군에 비해 낮은 값을 나타내었다 ( $p < 0.05$ ).
3. FE-SEM 관찰에서 피막도가 두껍게 나타난 SM군, SE군과 피막도가 얇은 OS군, OB군, SB군 간에 파괴양상이 다르게 나타났다. 즉 전자는 접착층 내 파괴가 일어난 반면, 후자는 resin tag나 레진 침투층 내에서 파절되는 양상을 나타내었다.
4. 파괴인성과 미세인장결합강도 사이에는 통계학적으로 유의한 상관관계가 없었다 ( $r^2 = 0.223$ ,  $t = 0.927$ ).

이와 같은 결과를 토대로, 상아질 접착제의 임상적 효용성을 평가하고자 할 때는 결합강도 뿐만 아니라, 파괴인성도 함께 고려하여 임상적용의 예견성을 높여야 한다고 결론내릴 수 있다.

## 참고문헌

1. Nakabayashi N. Resin reinforced dentin due to infiltration of monomers into the dentin at the adhesive interface. *J Dent Mater* 1:78-81, 1982.
2. Van Meerbeek B, Inokoshi S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J Dent Res* 71:1530-1540, 1992.
3. Eick JD, Robinson SJ, Chappell RP, Cobb CM, Spencer P. The dentinal surface : its influence on dentinal adhesion. Part III. *Quint Int* 24:571-582, 1993.
4. Van Meerbeek B, Dhem A, Goret-Nicaise M, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Comparative SEM and TEM examination of the ultrastructure of the resin-dentin interdiffusion zone. *J Dent Res* 72:495-501, 1993.
5. Tay FR, Gwinnett AJ, Pang KM, Wei SHY. Structural evidence of a sealed tissue interface with a total-etch wet-bonding technique *in vivo*. *J Dent Res* 73:629-636, 1994.
6. Van Meerbeek B, Mohrbacher H, Celis JP, Roos JR, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G : Chemical characterization of the resin-dentin interface by micro-Raman spectroscopy. *J Dent Res* 72:1423-1428, 1993.
7. Eick JD, Miller RG, Robinson SJ, Bowles CQ, Gutshall PL, Chappelow CC. Quantitative analysis of the dentin adhesive interface by Auger spectroscopy. *J Dent Res* 75:1027-1033, 1996.
8. Kruger MB. Raman mapping of the dentin/adhesive interface. *Appl Spectrosc* 50:1500-1504, 1996.
9. Burke FJT and McCaughey AD. The four generations of dentin bonding. *Am J Dent* 8:88-92, 1995.
10. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents : a reviews. *Dent Mater* 11:117-125, 1995.
11. Swift EJ, Perdigão J, Heymann HO. Bonding to enamel and dentin : a brief history and state of the art. *Quint Int* 26:95-110, 1995.
12. Heymann HO, Sturdevant JR, Bayne S, Wilder AD, Sluder TB, Brunson WD. Examining tooth flexure effects on cervical restorations : A two-year clinical study. *J Am Dent Asso* 122:41-47, 1991.
13. Duke ES, Robbins JW, Schwartz RS, Summitt JB, Conn LJ. Clinical and interfacial laboratory evaluation of a bonding agent in cervical abrasions. *Am J Dent* 7:307-311, 1994.
14. van Dijken JWV. Clinical evaluation of four dentin bonding agents in class V abrasion lesions : a four-year follow-up. *Dent mater* 10:319-324, 1994.
15. Van Meerbeek B, Peumans M, Verschueren M, Gladys S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Clinical status of ten dentin adhesive systems. *J Dent Res* 73:1690-1702, 1994.
16. Yamaguchi R, Powers JM, Dennison JB. Parameters affecting *in vitro* bond strength of composites to enamel and dentin. *Dent Mater* 5:153-156, 1989.
17. Charpell RP, Eick JD, Theisen FC, Carracho AJL. Shear bond strength and scanning electron microscopic observation of current dentinal adhesives. *Quint Int* 22:831-839, 1991.
18. Sorenson JA and Dixit NV. *In vitro* shear bond strength of dentin adhesives. *Int J Prosthodont* 4:117-125, 1991.

19. Söderholm KJM. Correlation of *in vivo* and *in vitro* performance of adhesive restorative materials : a report of the ASC MD156 Task Group on Test Methods for the Adhesion of Restorative Materials. *Dent Mater* 7:74-83, 1991.
20. Retief DH. Standardizing laboratory adhesion tests. *Am J Dent* 4:231-236, 1991.
21. Tyas MJ. Guest editorial : reliability and validity in dental materials testing. *J Dent Res* 70:1471, 1991.
22. Jendresen MD, Allen EP, Bayne SC, Hansson TL, Klooster J, Preston JD. Report of the committee on scientific investigation of the American Academy of Restorative Dentistry. *J Prosthet Dent* 68:137-190, 1992.
23. van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. *J Dent* 17:61-17, 1989.
24. van Noort R, Cardew GE, Howard IC, Noroozi S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. *J Dent* 70:889-93, 1991.
25. Wang CT and Pilliar RM. Bond cement bonding - interfacial fracture toughness determination. *Clin Mater* 4:135-153, 1989.
26. Charalambides PG, Cao HC, Lund J, Evans AG. Development of a test method for measuring the mixed mode fracture resistance of bimaterial interfaces. *Mech Mater* 8:269-283, 1990.
27. Tam LE and Pilliar RM. Fracture toughness of dentin/resin-composite adhesive interfaces. *J Dent Res* 72:953-959, 1993.
28. Lin CP and Douglas WH. Failure mechanisms at the human dentin-resin interface : A fracture mechanics approach. *J Biomechanics* 27:1037-1047, 1994.
29. Hertzberg RW. Deformation and fracture mechanics of engineering materials. 2<sup>nd</sup> ed., J. Wiley, New York, 1983.
30. Kelly JR. Perspectives on strength. *Dent Mater* 11(2): 103-110, 1995.
31. Beaumont PWR and Young RJ. Slow crack growth in acrylic bone cement. *J Biomed Mater Res* 9:423-439, 1975.
32. Mecholsky JJ. Fracture mechanics principles. *Dent Mater* 11(2):111-112, 1995.
33. Griffith AA. The phenomena of rupture and flow in solids. *Phil Trans Series A* 221:163-198, 1920.
34. Ferracane JL, Antonio RC, Matsumoto H. Variables affecting the fracture toughness of dental composites. *J Dent Res* 66(6):1140-1145, 1987.
35. Lloyd CH and Mitchell L. The fracture toughness of tooth coloured restorative materials. *J Oral Rehabil* 11:257-272, 1984.
36. Ferracane JL and Berge HX. Fracture toughness of experimental dental composites aged in ethanol. *J Dent Res* 74(7):1418-1423, 1995.
37. Young RJ and Beaumont PWR. Failure of brittle polymers by slow crack growth. Part 2. Failure processes in a silica particle-filled epoxy resin composite. *J Mater Sci* 10:1343-1350, 1975.
38. Kim KH, Park JH, Imai Y, Kishi T. Microfracture mechanisms of dental resin composites containing spherically-shaped filler particles. *J Dent Res* 73(2):499-504, 1994.
39. Lloyd CH and Adamson M. The development of fracture toughness and fracture strength in posterior restorative materials. *Dent Mater* 3:225-231, 1987.
40. Goldman M. Fracture properties of composite and glass ionomer dental restorative materials. *J Biomed Mater Res* 19:771-783, 1985.
41. DeGroot R, Van Elst HC, Peters MC. Fracture-mechanics parameters of the composite-enamel bond. *J Dent Res* 69:31-35, 1990.
42. Barker LM. A simplified method for measuring plane strain fracture toughness. *Eng Fract Mech* 9:361-369, 1977.
43. Bubsey RT, Munz D, Pierce WS, Shannon JL. Compliance calibration of the short rod chevron-notch specimen for fracture toughness testing of brittle material. *Int J Frac* 125-133, 1982.
44. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Adhesion to Enamel and Dentin : Current Status and Future Challenges. *Oper Dent* 28(3):215-235, 2003.
45. Chung SM, Yap AU, Tsai KT, Yap FL. Elastic modulus of resin-based dental restorative materials : a microindentation approach. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 72(2):246-253, 2005.
46. Fujishima A and Ferracane JL. Comparison of four modes of fracture toughness testing for dental composites. *Dent Mater* 12:38-43, 1996.
47. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Shirai K, Inoue S, Shiatani H, Lambrechts P. Chemical bonding potential of adhesive materials to hydroxyapatite. *J Dent Res* 82(Special Issue), 2003.
48. Tam LE, Khoshand S, Pilliar RM. Fracture resistance of dentin-composite interfaces using different adhesive resin layers. *J Dent* 29(3):217-225, 2001.
49. Ai H and Nagai M. Effect of the adhesive layer thickness on the fracture toughness of dental adhesive resin. *Dent Mater J* 19(2):153-163, 2000.
50. Rueggeberg FA and Margeson DH. The effect of oxygen inhibition on the unfilled/filled composite system. *J Dent Res* 69:1652-1658, 1990.
51. Finger WJ, Lee K-S, Podszun W. Monomers with low oxygen inhibition as enamel/dentin adhesives. *Dent Mater* 12:256-261, 1996.
52. Miyazaki M, Ando S, Hinoura K, Onose H, Moore BK. Influence of filler addition to bonding agents on shear bond strength to bovine dentin. *Dent Mater* 11(4):234-238, 1995.
53. Nunes MF, Swift EJ, Perdigão J. Effects of adhesive composition on microtensile bond strength to human dentin. *Am J Dent* 14(6):340-343, 2001.
54. Frankenberger R, Lopes M, Perdigão J, Ambrose WW, Rosa BT. The use of flowable composites as filled adhesives. *Dent Mater* 18(3):227-238, 2002.
55. Retief DH, Wendt SL, Bradley EL. Effect of adhesive thickness on the shear bond strength of Scotchbond 2/Silux to dentin. *Am J Dent* 2(6):341-344, 1989.
56. Leloup G, D'hoore W, Bouter D, Degrange M, Vreven J. Meta-analytical Review of Factors Involved in Dentin Adherence. *J Dent Res* 80(7):1605-1614, 2001.
57. Tantbirojn D, Cheng YS, Versluis A, Hodges JS, Douglas WH. Nominal Shear or Fracture Mechanics in the Assessment of Composite-Dentin Adhesion? *J Dent Res* 79(1):41-48, 2000.

## 국문초록

## 상아질-복합레진 접착계면의 파괴거동에 대한 연구

류길주 · 최기운 · 박상진 · 최경규\*

경희대학교 대학원 치의학과 치과 보존학 전공

파괴인성 실험은 상아질-복합레진 계면의 파절 저항성을 평가할 수 있는 임상적으로 신뢰할 만한 방법이다. 본 연구의 목적은 상아질-레진 계면의 파괴인성과 미세인장결합강도를 측정하여 이 두 실험방법이 상아질-레진 결합을 평가하는데 가지는 유용성을 비교, 평가하는 것이다. 파괴인성 측정에는 short-rod 시편 형태를 이용하였다. 각 시편에서는 소의 하악절치에서 절단한 치아 절편을 포함시켜 결합면을 얻었다.

미세인장 결합강도 또한 소의 하악절치 순면을 연마하여 상아질을 노출시킨 후 상아질 접착제를 도포하고 레진 블록을 축조하여 측정하였다.

각 시편들은 37℃ 증류수에 24시간 보관한 후 각 실험방법에 맞게 인장력을 가하여 측정치를 구하였다. 통계분석은 95% 신뢰수준의 ANOVA와 Tukey's test를 이용하였으며, 두 실험방법의 상관관계를 보기 위해 Pearson's 상관계수를 계산하였다. 전자현미경 검사를 통해 미세구조 또한 관찰하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 파괴인성은 SE군이 가장 높은 값을 나타냈으며, Adper Single Bond 2 (SB), OptiBond Solo (OB), ONE-STEP PLUS (OS), ScotchBond Multi-purpose (SM)군 순으로 나타났고, Clearfil SE Bond (SE)군은 다른 실험군에 비해 유의하게 높은 값을 나타내었으나 ( $p < 0.05$ ), 다른 실험군 사이에는 유의차가 없었다 ( $p > 0.05$ ).
2. 미세인장결합강도는 SE군이 가장 높은 값을 나타냈으며, SB, OB, SM, 그리고 OS 순으로 나타났다. SB, OB, SM, SE군 사이에는 통계학적인 유의차가 없었으나 ( $p > 0.05$ ), OS군의 미세인장결합강도는 다른 4개의 실험군에 비해 낮은 값을 나타내었다 ( $p < 0.05$ ).
3. FE-SEM 관찰에서 피막도가 두껍게 나타난 SM군, SE군과 피막도가 얇은 OS군, OB군, SB군 간에 파괴양상이 다르게 나타났다. 즉 전자는 접착층 내 파괴가 일어난 반면, 후자는 resin tag나 레진 침투층 내에서 파절되는 양상을 나타내었다.
4. 파괴인성과 미세인장결합강도 사이에는 통계학적으로 유의한 상관 관계가 없었다 ( $r^2 = 0.223$ ,  $t = 0.927$ ).

이와 같은 결과를 토대로, 상아질 접착제의 임상적 효율성을 평가하고자 할 때는 결합강도 뿐만 아니라, 파괴인성도 함께 고려하여 임상적용의 예견성을 높여야 한다고 결론내릴 수 있다.

**주요어:** 파괴인성, 미세인장결합강도, short-rod 시편, 상아질-복합레진 계면, FE-SEM, 상아질 접착제