수중 보관이 접착용 레진의 물리적 성질에 미치는 영향

전북대학교 치과대학 치과보존학교실

김원찬 · 이광원 · 이정 · 유미경 · 김정희*

Ⅰ. 서 론

현재 대부분의 상품화된 접착용 레진들은 중합 직후나 물속에서 24시간 보관한 후에도 상아질에 대한 높은 접착 강도를 보인다. 그러나 레진-상아질 접착의 내구성에 대한 몇몇 연구들에서 오랜 기간 물에 보관한 후 결합강도가 감소함을 보고하였으며, 접착의 수명은 아직도 접착 치의학의 관심거리 중의 하나이다.

미세누출은 수복물과 치질의 계면에서 발생하며, 여러 가지 접착 시스템들에서 산부식 후 친수성 단량체를 이용한 혼성층 형성으로 이러한 누출을 없애고자 하였다. 하지만 Sano 등[1]은 marginal gap이 전혀 존재하지 않는 혼성층에서도 탈회된 상아질을 통해 누출이 일어난다고 하였으며, 이를 *nanoleakage*라고 하였다. 이렇게 혼성층을 통해 누출이 일어날 경우 레진과 교원질 모두 변성이 일어날 수 있으며, 어떤 성분이 변성에 가장 취약한지는 아직 많은 논쟁이 있다. Armstrong 등[2]은 가수분해에 가장 취약한 부분이 혼성층의 아래쪽 절반이라고 하였으며, 접착용 레진이 충분히 스며들지 않으면 산에 의해 노출된 교원질의 가수분해가 일어난다고 하였다. Hashimoto 등[3]은 복합레진을 충전한 치아를 몇 년 후에 발거하여 주사전자현미경으로 관찰하였는데, 혼성층의 교원질과 접착용 레진 모두에서 외형적 변성을 나타났음을 보고하였다. Sano 등[4]은 원숭이를 이용한 레진-상아질 접착의 내구성에 대한 연구에서 6개월과 1년이 지난 후에도 미세인장결합강도는 통계적으로 유의성 있는 변화를 보이지 않았으나, 혼성층의 윗부분인 접착용 레진 내부에서 시간에 따라 다공성이 유의성 있게 증가하였음을 보고하였다.

Maciel 등은 접착부위에 서서히 흡수된 수분은 레진과 교원질에 연화 작용을 일으켜 접착강도를 떨어뜨릴 수 있다고 하였으며, Burrow 등[5]은 접착용 레진이 상당한 양의 물을 흡수하며, 이는 레진의 팽창을 유발하여 레진과 상아질 사이의 작은 공간들을 감소시키는 데는 도움이 되지만 물리적 성질에 영향을 주어 수복물의 수명에도 영향을 줄 수 있다고 하였다.

Hasegawa 등[8]은 인장결합강도와 contraction gap 사이의 관계를 연구하였는데, 인장결합강도 및 기계적 성질과 변연 적합도 사이의 관계는 찾지 못하였으나 기계적 성질이 결합강도에 통계적으로 유의할 만한 영향을 미친다고 보고하였다. Takahashi 등[9]은 미세인장결합강도와 접착용 레진의 기계적 성질 사이의 관계에 대한 연구에서 미세인장결합강도는 유의한 수준으로 미세인장강도와 비례관계를 보였으나 nano-hardness나 탄성계수와는 비례하지 않는다고 하였다.

이렇듯 접착용 레진의 기계적 성질과 레진-상아질 결합강도 사이에는 유의한 상관관계가 존재함을 알 수 있으며 접착용 레진의 성질이 변한다면 수복물의 결합력에도 영향이 있을 것이라고 생각해볼 수 있다. 수분에 의해 레진-상아질 접착의 내구성에 변화가 일어나게 되면 접착의 수명에 직접적인 영향을 미치게 되고, 이는 곧

접착수복물의 수명과도 연관성을 가지게 된다.

본 연구의 목적은 total-etch system인 All-Bond 2와 self-etch system인 Clearfil SE bond 두 가지 접착용 레진을 이용하여 각각 1개월과 3개월 동안 물속에 저장했을 때, 레진-상아질 접착의 결합력과 관련이 있는 기계적 성질인 미세인장강도와 탄성계수에 미치는 영향을 조사하여 그 변화를 알아보는 것이다.

Ⅱ. 실험 재료 및 방법

1. 실험 재료

Stainless steel wire를 15 × 15 × 0.9mm 크기로 유리판에 접착시켜 미세인장강도를 측정할 시편을 만들기 위한 mold를 제작하였다(Fig. 1). 또한 탄성계수를 측정할 시편을 만들기 위하여 중심부 단면이 폭 2.0mm, 높이 1.5mm인 금형을 따로 제작하였다(Fig. 2). 시편은 두 가지 접착 시스템을 이용하여 각각 제작하였다(Table 1).

Table 1. Materials used in this study

Materials (Manufacturer)	Components	
	Primer	Adhesive resin
All-Bond 2 (Bisco, USA) : AB	2% NTG-GMA 16% BPDM acetone	Bis-GMA UDMA HEMA
Clearfil SE Bond (Kuraray, Japan) : SE	MDP HEMA water	MDP HEMA dimethacrylates filler

2. 실험 방법

1) 미세인장강도 측정용 시편의 제작

① All-Bond 2(AB) : primer A와 B를 동량 섞어서 mold를 절반 정도 채운 후 60초 정도 두었다가 약하게 압축공기를 불어준 후 60초 이상 그대로 두어 용매가 증발하도록 하였다. 접착용 레진을 7~8방울 떨어뜨려 혼합한 후 투명한 OHP 필름을 덮고 600mW/㎠로 네 부분으로 나누어 각각 60초씩(Optilux 501, Demetron/Kerr, USA) 광조사하였다(Fig. 3).

② Clearfil SE Bond(SE) : primer로 mold의 바닥을 채운 후 All-Bond 2와 같은 방법으로 용매가 증발하도록 하고 광중합하여 시편을 제작하였다.

중합 후에 두 종류의 접착용 레진 slab을 절반으로 자르고, fine diamond bur로 모래시계 형태로 다듬어서 미세인장강도를 측정하기 위해 사용하였다(Fig. 4-5). 측정을 위한 표본의 절단면은 면적이 1.0㎟를 넘지 않도록 하였고, digital caliper(CD-15CP, Mitutoyo Co., Japan)로 0.01㎜ 단위로 측정하였다. 각 재료마다 40개 정도의 표본을 제작하였고 표본들을 무작위로 나누어 다음의 세 가지 조건으로 분류하여 보관하였다: 대조군(24시간), 1개월, 3개월. 각 군당 10~12개의 표본이 사용되었다.

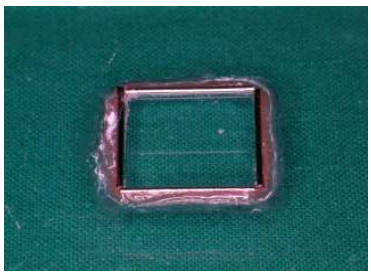

Fig. 1. Mold for specimen of micro-tensile strength

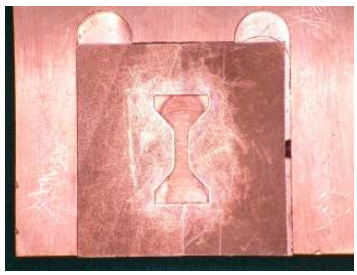

Fig. 2. Metal mold for specimen of elastic modulus

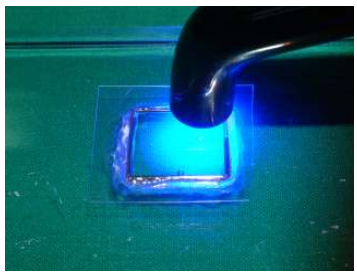

Fig. 3. Light-curing of adhesive resin

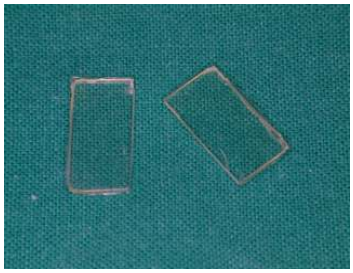

Fig. 4. Section of adhesive resin slab

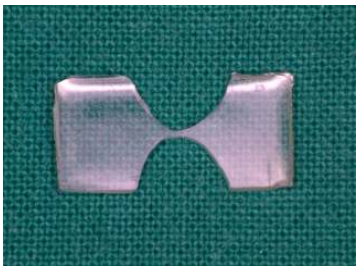

Fig. 5. Adhesive resin specimen for micro-tensile strength

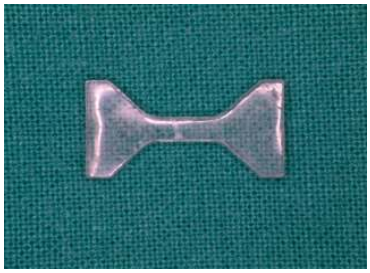

Fig. 6. Adhesive resin specimen for elastic modulus

2) 탄성계수 측정용 시편의 제작

시편 제작을 위해 만든 모래시계 형태의 금형에 분리제를 바르고 미세인장강도 시편을 제작할 때와 같은 방법으로 각각 시편을 제작하였다(Fig. 6). 마찬가지로 세 가지 조건으로 나누어 보관하였으며, 각 군당 5~6개의 표본이 사용되었다.

3) 대조군의 시편 측정

37℃ 증류수에 24시간 보관한 후에 미세인장강도와 탄성계수를 각각 측정하였다.

미세인장강도의 측정은 각 시편을 Micro Tensile Tester(Bisco, USA)의 test jaw에 cyanoacrylate 접착제(ZAPIT, Dental Ventures of America, USA)를 사용하여 부착한 후 1.0㎜/minute의 인장력을 가하여 시편이 파절된 후에 maximum load 값을 기록하였으며(Fig. 7-8), 파절된 시편은 test jaw에서 제거하여 파절면을 digital caliper(CD-15CP, Mitutoyo Co., Japan)로 0.01㎜ 단위로 측정하여 면적을 계산하였다.

탄성계수의 측정은 먼저 시편의 중앙에 Strain Gauge(Kyowa, Japan)를 cyanoacrylate로 접착한 후 인스트론 만능 시험기(model 4201, Instron Co., Massachusetts, USA)의 grip에 시편을 부착하여 0.5㎜/minute의 인장력을 가하면서 하중과 변형률 값을 기록하였으며, 파절된 단면적을 계산하여 응력 값을 구한 뒤 응력-변형률 곡선으로 변환하였다(Fig. 9-11). 이 곡선에서 가장 가파른 부분의 기울기 값을 탄성계수로 측정하였다. 모든 값의 표기는 MPa로 표시하였다.

4) 실험군의 시편 측정

37℃의 증류수에 밀봉하여 보관하였으며, 각각 1개월과 3개월에 꺼내어 대조군과 같은 방법으로 미세인장강도와 탄성계수를 측정하였다.



Fig. 7. Micro Tensile Tester

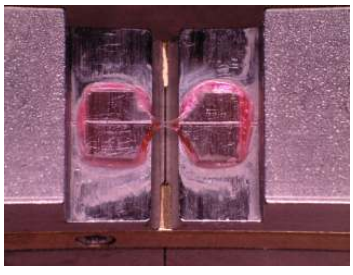

Fig. 8. Specimen glued to jig

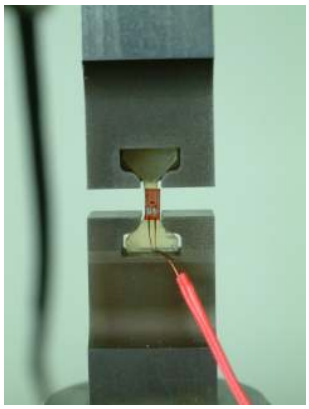

Fig. 9. Strain gauge glued to specimen



Fig. 10. Testing machine



Fig. 11. Strain meter

5) 통계분석

One-way ANOVA를 사용하여 각 군 간의 통계적 유의성을 비교하였으며, Tukey's test를 사용하여 사후검정 하였다.

Ⅲ. 결 과

수중 보관 시간에 따른 두 종류의 접착용 레진의 미세인장강도와 탄성계수의 평균값과 표준편차는 Table 2와 3에 표시하였다.

AB와 SE 모두 수중 보관 기간이 1개월과 3개월인 경우 대조군과 비교하여 미세인장강도가 통계학적으로 유의성 있게 감소하였다($P<0.05$). 그러나 1개월과 3개월 사이에서는 통계학적으로 유의성 있는 차이를 나타내지 않았다($P>0.05$).

Table 2. Micro-tensile strength(MTS) as water storage time

Water storage time	Adhesive system	
	AB	SE
24 hours	68.77 ± 14.58	85.61 ± 10.93
1 month	56.95 ± 5.31	58.84 ± 6.44
3 months	50.62 ± 8.30	51.06 ± 8.29

Table 3. Young's modulus(E) as water storage time

Water storage time	Adhesive system	
	AB	SE
24 hours	613.50 ± 220.61	1467.31 ± 455.37
1 month	474.89 ± 135.33	1270.98 ± 614.46
3 months	407.57 ± 72.67	1050.29 ± 292.51

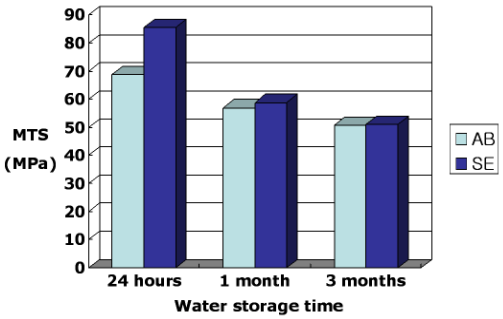

Fig. 12. Micro-tensile strength(MTS) as water storage time

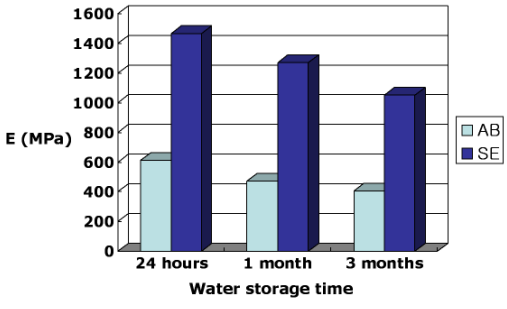

Fig. 13. Young's modulus(E) as water storage time

탄성계수는 AB와 SE 모두 각각 1개월과 3개월에서 대조군과 통계학적으로 유의성 있는 차이를 보이지 않았다(P>0.05). 그러나 두 가지 재료 모두에서 탄성계수의 값은 감소하는 경향을 보였다(Fig. 13).

수중 보관이 두 종류의 접착용 레진의 미세인장강도에서는 통계학적으로 유의성 있는 감소를 일으켰다.

Ⅳ. 고 찰

접착용 레진과 상아질 사이의 접착의 내구성은 접착 수복물의 수명에 직접적으로 영향을 줄 수 있으므로 매우 중요하다. 새로운 접착 시스템들의 소개와 기존 재료들의 발전으로 현재 대부분의 접착 시스템들은 상아질에 대한 높은 결합강도를 보이고 있지만, 시간이 지남에 따라서 또는 수분에 장시간 노출되면 레진-상아질 접착의 결합력에 변화가 일어날 수 있다. 특히 최근 들어 nanoleakage나 Water trees 같은 현상들의 연구결과들에 대한 관심이 높아지면서 접착레진 층에 간격(gap)이나 미세누출(microleakage)이 존재하지 않는 상태에서도 지속적으로 수분에 노출될 수 있고, 그 영향으로 접착의 내구성에 문제가 생길 수 있다는 의견들이 제시되었다[12,13,15,16,25,26,27,28].

1995년 Sano 등[1]에 의해 혼성층 내에서의 nanoleakage가 처음 보고되었으며, 이는 산부식 후 프라이머와 접착용 레진을 사용하는 total-etch system에서 산부식 후 프라이머가 산부식된 깊이의 끝까지 침투하지 못해 나타나는 것이라고 생각되었다. 또한 레진-상아질 계면 하방에 다공성 층을 남길 수 있고, 이 층이 상아세관액 또는 구강액이 서서히 침투하도록 하여 접착용 레진을 분해할 수도 있다고 하였다. 비슷한 의미로 Paul 등[7]은 인위적으로 산부식 시간을 길게하면 nanoleakage는 증가하나 결합강도는 변화가 없음을 보고하기도 하였다. Armstrong 등[2]은 산부식에 의해 노출된 교원질에 접착용 레진이 충분히 침투하지 못하거나 완전히 중합되지 않는다면, 시간에 따라 교원질의 가수분해가 일어나 접착을 약화시킬 수 있다고 보고하였다. 이러한 연구들은 90년대 중반부터 시작된 self-etch system의 개발 배경이 되었으며, 이론적으로 self-etching primer는 산부식과 priming이 동시에 일어나므로 산부식된 깊이와 같은 두께의 혼성층이 형성되어 술 후 과민증이나 누출(leakage) 등의 문제점을 줄일 수 있다.

하지만 Tay 등은 self etchant 내에서도 nanoleakage가 나타난다고 보고하였으며 많은 실험결과들을 통해서 이러한 내용을 증명하였다[12,13,15,16]. 모든 self-etch system은 효과적인 탈회를 위해서 산성모노머를 이온화시킨 상태로 존재하게 하여야 하므로 물을 함유하고 있다. 이 수분이 acetone-base에서는 높은 vapor pressure 때문에 쉽게 제거되나, ethanol-base에서는 수분제거가 쉽지 않다. Tay는 그 이유가 에탄올이 물과 수소결합을 형성하는 능력이 아세톤보다 더 강하기 때문이라고 하였으며, 주로 물과 에탄올을 용매로 사용하며 친수성 레진 성분이 증가하고 있는 현재의 self-etch adhesives들에서는 레진-상아질 결합의 분해가 더 증가할 수 있다고 하였다[12]. 재료가 발전하면서 술자의 입장에서는 편해진 single-step, self-etch system의 장점들에도 불구하고 그러한 장점들이 레진-상아질 접착의 내구성을 약화시키는 결과로 얻어지는 것일 수도 있는 것이다. 또한 Tay와 Pashley[16]는 Water trees 현상에 대하여 보고하면서 Water trees가 시간이 지남에 따라 레진-상아질 접착의 가수분해의 통로가 될 수 있다고 하였다.

잦은 새로운 접착 시스템들의 소개는 시간에 따른 접착의 내구성에 대한 연구 결과를 서로 비교하는 것을 어렵게 하지만, 대부분의 연구들에서 장기간의 수중 보관 후 접착수복물의 상아질에 대한 결합강도가 약해졌음을 보고하였다[4,5,24,29]. Hashimoto 등[3]은 구강 내에서 수년 간 기능한 수복물의 접착계면을 관찰하였는데, 접착용 레진 내부에 기포(voids)가 발생하였음을 보고하였고, 이러한 공간이 접착용 레진층이나 혼성층 내부의 미중합된 레진이 소실되면서 생기는 것으로 생각하였다. Paul 등[7]은 중합 후의 수분흡수 또는 수용성 미반응 모노머 혹은 올리고머

의 용출이 HEMA의 인장강도를 떨어뜨릴 수 있다고 하였다.

Sano 등[18]의 연구에 의하면 레진-상아질 접착의 결합강도에 직접적인 연관이 있는 혼성층의 구성요소 중 접착용 레진 층은 탈회된 상아질 내부로 침투한 레진보다 인장강도가 낮은 것으로 알려져 있으므로, 접착계면의 약한 구성성분이 될 수 있으며 이 층의 내구성이 접착의 수명에도 중요함을 생각해 볼 수 있다.

앞의 여러 연구들에 의하면 nanoleakage나 Water trees 같은 현상에 의해 접착용 레진 층이 수분에 노출되는 환경이 생길 수 있는데[12,13,15,16,25,26,27,28], 이에 본 연구는 수분에 노출된 접착용 레진에 변화가 생긴다면 접착력이나 접착의 수명에도 영향을 줄 것이라는 가정 하에서 수분이 접착용 레진의 성질에 미치는 영향에 초점을 맞추어 실험을 진행하였다.

Hasegawa 등[8,9]은 복합레진을 이용하여 인장결합강도를 측정하였는데 대부분의 표본이 cohesive failure를 보였기 때문에 접착용 레진의 기계적 성질인 인장강도 등이 인장결합강도와 연관이 있다고 하였으며, Takahashi 등[9]도 미세인장결합강도와 접착용 레진의 미세인장강도의 비례관계를 보고한 바 있다. 즉, 접착용 레진의 기계적 성질이 약화되면 결합강도도 약해질 수 있으며 수복물의 수명에도 영향을 미칠 수 있을 것이다.

Carrilho 등[17]의 실험에서는 저장 용매(storage media)를 달리 했을 때 시간에 따른 접착용 레진의 기계적 성질의 변화를 연구하였는데, 수중보관 하였을 때는 각각 3개월, 6개월에서 인장강도 및 탄성계수가 유의한 수준으로 감소하였으나 대조적으로 mineral oil에 보관 시에는 그대로이거나 오히려 두 값이 증가하는 양상을 보였다. 저자는 물의 존재 하에서 짧은 기간 내에도 접착레진의 기계적 성질이 유의하게 감소하였다고 하였다.

본 연구에서는 Carrilho 등[17]의 실험방법과 같은 방법을 사용하여 total etch system인 All-bond 2와 self-etch system인 Clearfil SE bond 두 가지 재료를 사용하여 실험을 하였는데, 두 가지 재료 모두 Carrilho 등의 실험기간보다 훨씬 짧은 기간인 수중보관 1개월, 3개월이 지난 후에도 미세인장강도가 유의성 있게 감소하였다($P<0.05$). 하지만 탄성계수는 두 가지 재료 모두에서 감소하는 경향은 보였으나 대조군과 통계학적으로 유의성 있는 차이는 없었다($P>0.05$).

장기간의 수중보관 후에 미세인장강도 같은 기계적 성질의 저하는 폴리머의 가수분해 때문으로 생각할 수 있으며[10,11], Beatty 등[30]이 몇몇 복합레진의 기계적 성질의 저하는 물의 연화효과에 의한 것이라는 결과를 보고한 바도 있다. 이러한 결과는 수복용 레진에 대한 것이지만, 접착용 레진은 unfilled 또는 lightly filled 레진이기 때문에 물 흡수성이 더 높으므로 그 결과를 적용해 볼 수 있다[5]. 다른 연구들에 의하면 nonenzymetic passive hydrolysis는 매우 천천히 일어나는 것으로 알려져 있으므로 본 실험에서처럼 수중보관 기간이 짧은 경우에는 전적으로 가수분해에 의한 것이라기보다는 물 흡수가 polymer network의 팽창을 일으켜 polymer chain들 사이의 마찰력을 감소시킴으로써 나타나는 결과일 수도 있다[6, 31].

본 실험에서 AB군과 SE군의 미세인장강도 값은 대조군에서는 SE군이 더 컸으나 수중보관 후 두 재료에서 인장강도 값은 비슷한 수치로 나타났다. 예비실험에서 시편을 제작할 때 프라이머를 먼저 적용하고 건조시키는 과정에서 프라이머 양이 과도하면 빠른 시간 내에 건조가 되지 않아 용매가 남아있어 약한 시편이 제작되었다. All-bond 2는 비교적 건조가 잘 되었으나 Clearfil SE bond는 쉽게 건조가 되지 않았고, 결국 본 실험에서는 프라이머 층을 얇게 적용하여 시편을 제작하였다. 두 재료 모두 그 위에 접착용 레진을 적용하였으므로 시편 두께의 대부분이 접착용 레진으로 구성되어 두 재료의 근본적 차이점을 나타내는 프라이머 층이 얇아서 수분에 의한 영향의 차이가 크지 않아서 나타난 결과일 수 있다. 본 실험에서는 최근 많이 사용되고 있는 single step self-etching adhesives는 시편제작에 사용되지 않았는데, 탄성계수 측정을 위한 시편처럼 두꺼운 시편 제작 시 단일구성으로 되어있어

용매의 증발이 쉽지 않았고 충분히 건조되지 않을 경우 시편이 너무 물러져서 다루기가 어려웠으며 시편제작에 너무 많은 시간이 소요되어 이번 실험에서는 제외하였다.

SE군의 탄성계수 값이 AB군보다 더 높게 나타난 것은 접착용 레진 성분에 필러(filler)가 포함되어 있기 때문으로 생각되며, 탄성계수의 값이 감소하는 경향을 보였으나 미세인장강도만큼 확연한 차이가 나지 않았던 것은 표본 크기의 차이가 커서 물이 폴리머 기질(matrix)을 통해 완전히 침투하는데 시간이 다르게 나타난 것도 원인 중에 하나였을 것으로 생각된다[5].

두 재료 모두에서 수중보관 후 탄성계수가 감소하였는데, 탄성계수가 낮은 것이 수복물이 받는 stress에 대한 완충 역할을 하여 오히려 수복물의 탈락을 방지할 수도 있지 않겠는가하는 의문을 가질 수 있다. 하지만 그렇다하더라도 접착층의 성질이 변한다는 것은 접착용 레진 폴리머의 분해가 일어나고 내구성에 이상이 생길 수 있다는 것을 의미하므로 완충 역할을 할 수도 있지만 접착 수복물의 탈락을 일으킬 가능성도 있을 것으로 생각된다[19,21].

기계적 성질이 높은 수복재가 반드시 내구성 있는 재료라 할 수는 없지만 접착용 레진의 기계적 성질은 접착수복물의 수명에 중요한 역할을 할 수 있으므로 제조자들의 연구개발과 더불어 실제 임상에서도 이를 보장하기 위한 술자들의 노력 또한 필요하다. 이미 대부분의 술자들이 알고 있듯이 접착용 레진을 적용할 때 잠재적으로 수분에 의한 내구성의 약화를 일으킬 수 있는 접착용 레진 층이 두껍게 형성되지 않도록 주의해야 한다. 특히 line angle이나 point angle 부위는 임상에서 술자들의 세심한 주의가 요구되며 공기를 불거나 brush를 사용하여 pooling되는 것을 막을 수 있다. 특히 self-etch system의 경우 앞의 여러 가지 이유로 수분에 더 쉽게 영향을 받을 수 있으므로 더욱 주의해야 한다.

실제 구강 내에서의 폴리머의 분해는 전적으로 물에 의한 것으로 볼 수는 없는데 구강 내에서는 교합력, 온도 변화, pH 변화 등이 복합적으로 작용하므로 다양한 요소들이 시간에 따라 접착계면에 영향을 줄 수 있기 때문이다. 하지만 친수성 모노머를 포함하는 접착 시스템이 주류를 이루고 있는 상황에서 접착용 레진이 수분의 침투로부터 자유로울 수는 없으며, 접착용 레진의 기계적 성질이 stress를 견디는 중요한 역할을 하므로 앞으로도 수분의 영향은 중요하게 평가되어야 할 것이다. 다양한 재료에 대한 연구와 더불어 보다 장기간의 *in vitro* 연구 및 임상적 연구가 필요할 것으로 생각된다.

Ⅴ. 결 론

본 연구에서는 접착용 레진인 All-bond 2와 Clearfil SE bond를 사용하여 시편을 제작하고 수중보관한 후 24시간, 1개월, 3개월에 각각 미세인장강도와 탄성계수를 측정하였으며, 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 미세인장강도는 수중 보관기간이 1개월과 3개월인 경우 대조군과 비교하여 통계학적으로 유의성 있게 감소하였다($P<0.05$).
2. 탄성계수는 두 가지 재료 모두에서 1개월과 3개월 후에 감소하는 경향을 보였으나 대조군과 통계학적으로 유의성 있는 차이를 보이지는 않았다($P>0.05$).
3. 혼성층 내에서의 nanoleakage나 Water trees 같은 현상들에 의해서 접착용 레진이 수분에 지속적으로 노출될 수 있다. 접착용 레진이 수분에 장기간 노출될 경우 미세인장강도 같은 물리적 성질의 저하를 일으킬 수 있으며, 이는 레진-상아질 접착의 내구성의 변화를 일으켜 접착을 약화시킬 수 있고 수복물의 수명에도 부정적인 영향을 미칠 수 있다.

참 고 문 헌

1. Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthew WGs, Pashley DH. Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. *Oper Dent* 20:18-25, 1995.
2. Armstrong SR, Keller JC, Boyer DB. The influence of water storage and C-factor on the dentin-resin composite microtensile bond strength and debond

pathway utilizing a filled and unfilled adhesive resin. *Dent Mater* 17:268-276, 2001.

3. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. Resin-tooth adhesive interfaces after long-term function. *Am J Dent* 14:211-215, 2001.
4. Sano H, Yoshikawa T, Pereira PNR, Kanemura N, Morigami M, Tagami J, Pashley DH. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, *in vivo*. *J Dent Res* 78:906-911, 1999.
5. Burrow MF, Inokoshi S, Tagami J. Water sorption of several bonding resins. *Am J Dent* 12:295-298, 1999.
6. Ferracane JL, Berge HX, Condon JR. *In vitro* aging of dental composites in water - Effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling. *J Biomed Mater Res* 42:465-472, 1998.
7. Paul SJ, Leach M, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effect of water content on the physical properties of model dentine primer and bonding resins. *J Dent* 27:209-214, 1999.
8. Hasegawa T, Itoh K, Koike T, Yukitani W, Hisamitsu H, Wakumoto S, Fujishima A. Effect of mechanical properties of resin composites on the efficacy of the dentin bonding system. *Oper Dent* 24:323-330, 1999.
9. Takahashi A, Sato Y, Uno S, Pereira PNR, Sano H. Effects of mechanical properties of adhesive resins on bond strength to dentin. *Dent Mater* 18:263-268, 2002.
10. Santerre JP, Shajii L, Leung BW. Relation of dental composite formulatinos to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. *Crit Rev Oral Biol Med* 12:136-151, 2001.
11. Ferracane JL, Condon JR. Rate of elution of leachable components from composite. *Dent Mater* 6:282-287, 1990.
12. Tay FR, Pashley DH, Yoshiyama M. Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives. *J Dent Res* 81:472-476, 2002.
13. Tay FR, Pashley DH, Peters MC. Adhesive permeability affects composite coupling to dentin treated with a self-etch adhesive. *Oper Dent* 28:610-621, 2003.
14. Cheong C, King NM, Pashley DH, Ferrari M, Toledano M, Tay FR. Incompatibility of self-etch adhesives with chemical/dual-cured composites: two-step vs one-step systems. *Oper Dent* 28:747-755, 2003.
15. Tay FR, Hashimoto M, Pashley DH, Peters MC, Lai SCN, Yiu CKY, Cheong C. Aging affects two modes of nanoleakage expression in bonded dentin. *J Dent Res* 82:537-541, 2003.
16. Tay FR, Pashley DH. Water treeing - A potential mechanism for degradation of dentin adhesives. *Am J Dent* 16:6-12, 2003.
17. Carrilho MRO, Carvalho RM, Tay FR, Pashley DH. Effects of stroage media on mechanical properties of adhesive systems. *Am J Dent* 17:104-108, 2004.
18. Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Russell CM, Pashley DH. Tensile properties of resin-infiltrated demineralized human dentin. *J Dent Res* 74:1093-1102, 1995.
19. Shono Y, Terashita M, Shimada J, Carvlho RM, Russell CM, Pashley DH. Durability of resin-dentin bonds. *J Adhesive Dent* 1:211-218, 1999.
20. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, Fernandes CA. The microtensile bond test: a review. *J Adhesive Dent* 1:299-309, 1999.
21. Takemori T, Chigira H, Itoh K, Hisamitau H, Wakumoto S. Factors affecting tensile bond strength of composite to dentin. *Dent Mater* 8:136-138, 1998.
22. Tanumiharja M, Burrow MF, Tyas MJ. Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. *Dent Mater* 16:180-187, 2000.
23. Braga RR, Cesar PF, Gonzaga CC. Tensile bond strength of filled and unfilled adhesives to dentin. *Am J Dent* 13:73-76, 2000.
24. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. *In vivo* degradation fo resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res* 79:1385-1391, 2000.
25. Li H, Burrow MF, Tyas MJ. Nanoleakage patterns of four dentin bonding systems. *Dent Mater* 16:48-56, 2000.
26. Li H, Burrow MF, Tyas MJ. The effect of long-term storage on nanoleakage. *Oper Dent* 26:609-616, 2001.
27. Sano H, Yoshiyama M, Ebisu S. Comparative SEM and TEM observations of nanoleakage within the hybrid layer. *Oper Dent* 20:160-167, 1995.
28. Li HP, Burrow MF, Tyas MJ. The effect of long-term storage on nanoleakage. *Oper Dent* 26:609-616, 2001.

29. Pereira PN, Okuda M, Nakajima M. Relationship between bond strengths and nanoleakage: Evaluation of a new assessment method. *Am J Dent* 14:100-104, 2001.
30. Beatty MW, Swartz ML, Moore BK, Phillinps RW, Roberts TA. Effect of crosslinking agent content, monomer functionally, and repeat unit chemistry on properties of unfilled resins. *J Biomed Mater Res* 27:403-413, 1993.
31. Gopferich A. Mechaniism of polymer degradation and erosion. *Biomaterials* 12:292-304, 1991.

Corresponding Author: Jeong-Hee Kim
Department of Conservative Dentistry, School of Dentistry, Chonbuk National University
Geumam-Dong, Deokjin-Gu, Jeonju, Jeonbuk, 561-712, Korea
Tel: 82-63-250-2119
Fax: 82-63-250-2049
E-mail: endo95@naver.com

ABSTRACT

The Influence of Water Storage on Mechanical Properties of Adhesive Resin

Won-Chan Kim, Kwang-won Lee, Jeong Lee, Mi-Kyoung Yu, Jeong-Hee Kim*

Department of Conservative Dentistry, School of Dentistry, Chonbuk National University

Objective

To evaluate the influence of water storage on the mechanical properties of dental adhesives over 1 and 3 months.

Materials and Methods

Adhesive resin sheets were prepared by pouring either All-bond 2(AB), Clearfil SE Bond(SE) into a mold measuring 15 × 15 × 0.9 mm. After solvent in primer evaporation, the adhesives were light-cured and removed from the mold and divided in two pieces, trimmed to hourglass shape that were used to determine the micro-tensile strength(MTS). Another hourglass shaped metal mold measuring 2.0 × 1.5 mm in cross-section area was made to determine the Young's modulus(E). Adhesive specimens for Young's modulus(E) were prepared in the same method. Specimens were stored at 37℃ in distilled water and tested after 1 and 3 months. The data were analyzed by one-way ANOVA and Tukey's test.

Results

Water storage significantly decreased the micro-tensile strength(MTS) of AB and SE specimens after 1 and 3 months($P<0.05$). The Young's modulus(E) were also decreased after water storage for 1 and 3 months, but statistically not significant in each group of AB and SE group respectively.

Conclusions

Long-term exposure of adhesive resin to water can cause reduction of mechanical properties. It may compromise resin/dentin bonds and affect longevity of restorations.

Key words : water storage, adhesive resin, micro-tensile strength, Young's modulus, mechanical properties