

2010년 2월
석사학위 논문

수분의 양에 따른 두 단계 산부식
접착제의 상변화

조선대학교 대학원

치 의 학 과

김 선 재

수분의 양에 따른 두 단계 산부식 접착제의 상변화

Phase change of two-step total etching adhesives
by water

2010년 2월 일

조선대학교 대학원

치 의 학 과

김 선 재

수분의 양에 따른 두 단계 산부식
접착제의 상변화

지도교수 민 정 범

이 논문을 치의학 석사학위신청 논문으로 제출함.

2009년 11월 일

조선대학교 대학원

치 의 학 과

김 선 재

김선재의 석사학위논문을 인준함.

위원장 조선대학교 교수 황 호 길 인

위 원 조선대학교 교수 김 희 중 인

위 원 조선대학교 교수 민 정 범 인

2009년 11월 30일

조선대학교 대학원

목 차

표목차	ii
도목차	iii
영문초록	iv
I. 서론	1
II. 실험재료 및 방법	3
III. 실험성적	6
IV. 총괄 및 고안	10
V. 결론	13
참고문헌	14

표 목 차

Table 1. Brand, composition, manufactures of adhesives used in this study	3
Table 2. Contact angle values of three adhesives on slide glass	9
Table 3. Amount of Volatile part in adhesive components	9

도 목 차

Figure 1. An analysis of contact angle.....	4
Figure 2. Light microscopic images of OptiBond Solo Plus	6
Figure 3. Light microscopic images of Single Bond Plus	7
Figure 4. Light microscopic images of Excite	7
Figure 5. Drop images captured of three adhesives with DROPimage Advanced	8

ABSTRACT

Phase change of two-step total etching adhesives by water

Kim, Sun-Jae

Advisor : Prof. Min, Jeong-Bum D.D.S, Ph.D.

Department of Dentistry

Graduate School of Chosun University

The objective of this study was to investigate on phase change of two step total etching system by water.

Three commercial two-step total etching adhesives-OptiBond Solo Plus (OPB), Single Bond Plus(SB) and Excite(EX) were used. Three adhesives were mixed with 1, 2, 3, 4 and 5 $\mu\ell$ distilled water(d/w) respectively. Control group was not mixed with d/w. After mixing(10s) and air-drying(30s), these samples were observed under light microscope(LM) for examination of phase change. 10 consecutive drops of adhesives were deposited on slide glass. Images were captured immediately after deposition with Standard goniometer(ramé-hart instrument co., Netcong, USA). The DROPimage Advanced software(ramé-hart instrument co., Netcong, USA) provided the value of contact angle. The amount of volatile part in adhesives was determined by a precision balance(OHAUS Co., 19A Chapin Road, Pine Brook, NJ 07058 USA).

In LM examination, OPB and Ex were observed with phase changes, but SB was not. The contact angles of OPB and Ex were higher than SB. There were no significant differences among these three experimental groups.

Due to hydrophobicity of OPB and EX, they showed the phase change in less wet condition. In conclusion, OptiBond Solo Plus and Excite are expected to be more sensitive to over-wet condition in wet bonding technique.

I. 서론

현재 사용되는 치과용 상아질 접착제 중 이단계 산부식 접착제는 인산과 친수성 프라이머와 소수성 접착레진이 혼합된 접착제로 구성된다. 이 접착제의 특징은 인산으로 산부식 후 탈회된 상아질에 접착제를 적용하여 복합레진을 접착하는 것이다. 이 때 탈회된 상아질은 건조와 습윤에 의해 민감하게 영향을 받는다. 상아질이 과도하게 건조되었을 때 노출된 교원섬유가 수축해 접착의 실패를 야기하게 된다. 따라서, 상아질에서 두단계 산부식 접착제를 사용할 경우 적정량의 수분을 남겨두는 습윤 접착술이 요구된다.

습윤 접착술은 탈회된 상아질 표면에 일정 양의 수분을 잔존시켜 노출된 교원 섬유들이 팽창된 상태에서 단량체가 섬유들 사이의 공간 내로 잘 확산될 수 있도록 유도하는 술식이다. 이때 수분은 콜라겐 섬유들 사이의 수소결합을 끊어 콜라겐 섬유들을 지탱하고 팽창된 상태를 유지하는데 중요한 역할을 한다¹⁾. 이런 이유로 습윤 상태의 유지는 필수적이며, 임상에서 이를 위해 가볍게 공기 건조시키거나 blot dry 방법 등을 통해 습윤 상태를 유지한다²⁾. 그러나 적정량의 습윤 상태를 유지하는 것은 매우 민감하고 어려운 과정이다.

임상에서 습윤 상태의 상아질을 유지하기 위해 산부식 처리 후 수세과정을 거치고 수분을 남기는데 대부분의 경우 과량의 수분을 남기게 될 가능성이 높아진다. 이런 경우 상아세관액의 흐름이 증가하고, 상아세관의 폐쇄는 힘들어지며, 접착제의 투과성이 높아지게 된다. 결국 과량의 수분이 수포를 형성하고 결합강도를 감소시키는 과수분 (over-wet)상태를 만들게 된다¹⁾.

습윤 접착술 시, 산부식된 상아질의 노출된 교원 섬유사이로 접착제가 깊이 침투하여 결합강도를 높이기 위해서는 친수성 성질이 필요하다³⁾. 제조사들은 접착제에 친수성 단량체들이나 용매를 첨가하여 친수성을 띠게 한다. 두 단계 산부식 접착제의 경우 이를 위해 HEMA, 4-META, 10-MDP같은 친수성 단량체나 물이나 아세톤, 에탄올 같은 용매를 첨가하였다.

접착제의 친수성에 대한 평가는 접촉각 측정을 통해 알 수 있다. 접촉각은 고체 표면에 대한 액체의 젖음성(wettability)을 반영하는 척도로서 접촉각이

0°에 가까워지면 액체가 고체 표면에 완전한 젖음성을 갖게 된다. 젖음성(wettability)와 친수성(hydrophilicity)간에는 밀접한 관계가 있는데 친수성일수록 젖음성이 높아진다⁴⁾.

두단계 산부식 접착제는 친수성으로 알려져 있지만 접착제 간의 차이는 알려져 있지 않다. 또한 습윤 접착술 시 수분의 양에 따른 접착제들 간의 상변화에 대한 보고도 부족한 실정이다. 이에 본 연구의 목적은 수분의 양에 따른 에탄올을 용매로 사용하는 두 단계 산부식 접착제들의 상변화를 관찰하는 것이며 접착제의 친수성 정도를 평가하기 위해 접촉각 및 휘발성 용매의 양을 측정하였다.

II. 실험재료 및 방법

1. 실험재료

본 연구에서는 에탄올을 용매로 사용되는 두 단계 산부식 접착제들이 사용되었다. 세 종류의 접착제들을 사용하여 3개의 실험군으로 나누었다 (Table 1).

Table 1. Brand, composition, manufactures of adhesives used in this study

Adhesives(Lot#)	Manufacturer	Composition
OptiBond Solo Plus (3100068)	Kerr, Orange, CA, USA	Adhesive: Bis-GMA, HEMA, GDMA, GPDM, ethanol, CQ, ODMAB, BHT, filler(fumed SiO ₂ , barium-aluminoborosilicate, Na ₂ SiF ₆), coupling factor A174 (approximately 15 wt% filled)
Adper Single Bond Plus(9XW)	3M ESPE, St Paul, USA	Adhesive: dimethacrylates, HEMA, polyalkenoid acid copolymer, 5nm silane treated colloidal silica, ethanol, water, photo-initiator
Excite (556608AN)	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	adhesive: UDMA, HEMA, 4-META, modified polyacrylic acid, ethanol, water, photo-initiator, stabilizers

2. 실험방법

2.1 상변화 관찰

상온에서 슬라이드 글라스 (76 mm X 26 mm, 1mm in thickness, Marienfeld, Paul Marienfeld GmbH & Co., Lauda-Knigshofen, Germany) 위

에 micropipette (Discovery, HTL, Warsaw, Poland)을 사용하여 각각의 접착제 10 μl 에 단계적으로 1, 2, 3, 4, 5 μl 의 증류수를 첨가하였다. 10초 동안 microbrush를 이용하여 혼합한 후, hair dryer를 사용해 6 m/s의 속도로 30초 동안 건조하였다. 대조군은 각각의 접착제를 실험군과 동일한 양을 슬라이드 글라스에 적용한 후 증류수와 혼합하지 않은 상태로 건조하였다. 혼합된 용액의 상변화를 평가하기 위해 광학현미경 (Olympus BX41TF, Tokyo, Japan)을 이용하여 100배의 배율로 관찰하였다.

2.2 접착각의 측정

슬라이드 글라스 상에 micropipette을 이용하여 접착제를 10 μl 씩 떨어뜨린 후, Standard goniometer (Model no. 200-00/ramé-hart instrument co., Netcong, USA)를 이용하여 관찰하였다. DROPimage Advanced software를 이용하여 액체 방울의 좌측과 우측의 접착각을 평균하여 측정하였다. 각각의 접착제에서 10회씩 반복하여 시행하였다 (Figure 1).

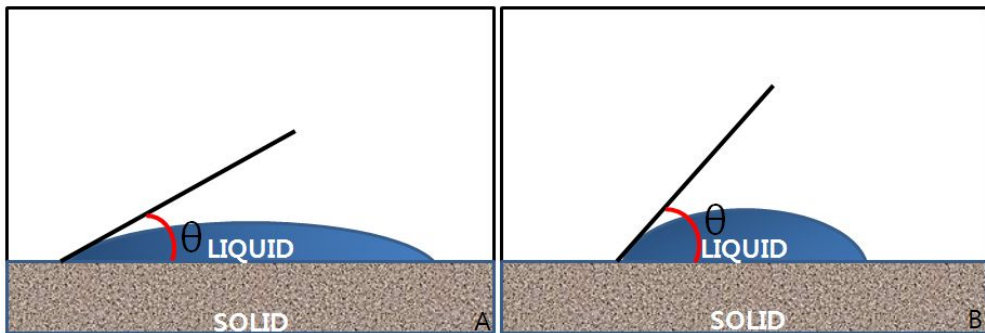


Figure 1. An analysis of contact angle. Images obtained from a Standard goniometer and analyzed from DROPimage Advanced.

θ : contact angle, A: Hydrophilic surface, B: Hydrophobic surface

2.3 휘발성분의 양 측정

정밀 저울 (OHAUS Co., Pine Brook, USA)을 이용하여 커버 글라스의 무게(A)를 측정한 후, micropipette을 이용하여 슬라이드 글라스 위에 3 μl 의 접착제(B)를 떨어뜨리고 다시 무게(A+B)를 측정한다. 각각의 접착제를 5회씩

반복하여 측정 한 후, 암실 상태의 dry oven에 24시간동안 보관하여 휘발성분이 완전히 증발된 다음 최종 무게(C)를 측정하였다. 휘발 성분의 양은 다음과 같은 계산법으로 산출하였다.

$$\text{Volatile part (\%)} = (A+B-C)/B \times 100$$

2.4 통계 분석

접착제간의 접착각 값과 휘발성분의 양의 유의성 검증을 위해 One-way ANOVA 가 이용되었으며, 사후 검정은 Scheffe test 를 이용하여 95% 유의 수준에서 분석하였다.

III. 실험 성적

1. 상변화 관찰

OptiBond Solo Plus의 대조군에서는 상변화가 관찰되지 않았다 (Figure 2a). 1 μl 의 증류수를 첨가한 실험군에서는 대조군과 동일한 양상을 보였고, 2~5 μl 의 증류수를 첨가한 실험군에서는 증류수가 증가하면서 기포 발생과 불투명성이 증가하는 상변화가 관찰되었다 (Figure 2c-2f).

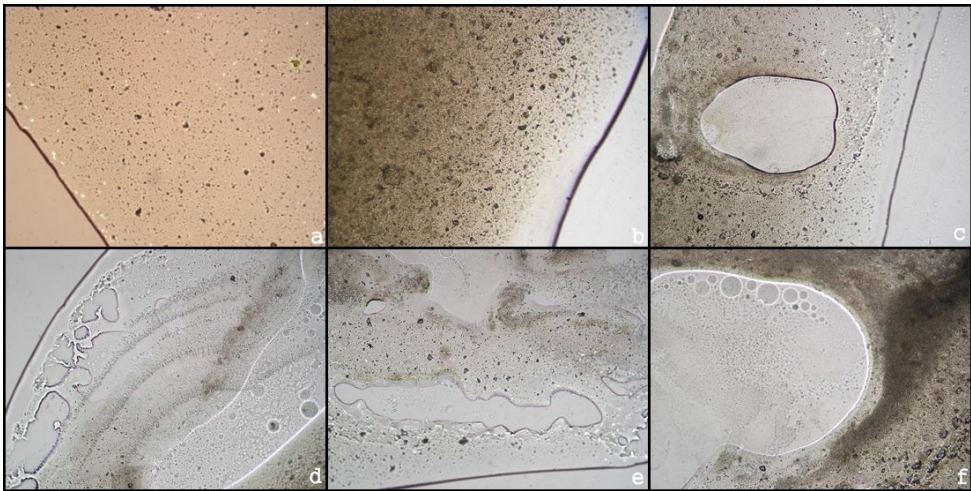


Figure 2. Light microscopic images of the OptiBond Solo Plus.

a: control, b: 1 μl d/w, c: 2 μl d/w, d: 3 μl d/w, e: 4 μl d/w, f: 5 μl d/w.

Single Bond Plus에서는 대조군과 1~4 μl 의 증류수를 첨가했을 때 상변화가 관찰되지 않았으나 (Figure 3a-3e), 5 μl 의 증류수를 첨가했을 때 상변화가 나타났다 (Figure 3f).

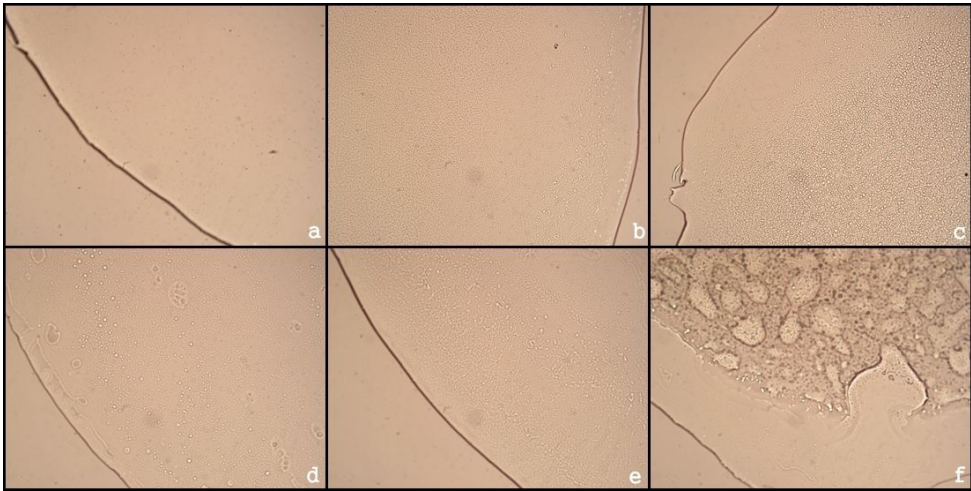


Figure 3. Light microscopic images of the Single Bond Plus(SB).
a: control, b: 1 μl d/w, c: 2 μl d/w, d: 3 μl d/w, e: 4 μl d/w, f: 5 μl d/w.

Excite 에서는 대조군과 1~2 μl 에서는 상변화가 관찰되지 않았으나 (Figure 4a-4c), 3~5 μl 의 증류수를 첨가했을 때는 상변화가 관찰되었다 (Figure 4d-4f).

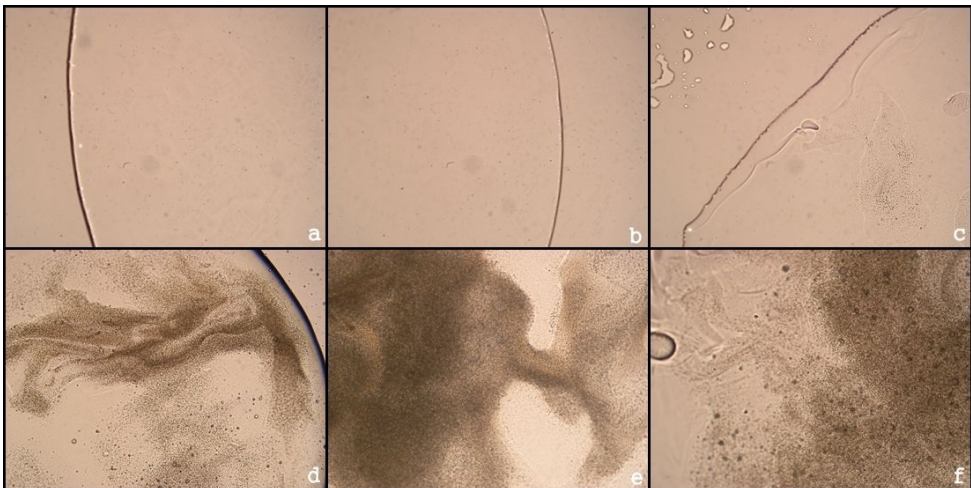


Figure 4. Light microscopic images of the Excite(EX).
a: control, b: 1 μl d/w, c: 2 μl d/w, d: 3 μl d/w, e: 4 μl d/w, f: 5 μl d/w.

2. 접촉각 측정

각 접착제의 접촉각을 측정한 결과는 다음과 같다 (Figure 5, Table 2). Single Bond Plus에서의 접촉각은 평균 $13.18(\pm 2.68)^\circ$ 였고, OptiBond Solo Plus에서는 $37.26(\pm 1.64)^\circ$, Excite에서는 $36.64(\pm 1.17)^\circ$ 로 나타났다. Single Bond Plus에서 OptiBond Solo Plus와 Excite보다 통계적으로 유의하게 낮은 접촉각이 나타났다 ($p < 0.05$). 그러나 OptiBond Solo Plus와 Excite사이에서는 통계적으로 유의한 차이가 관찰되지 않았다.

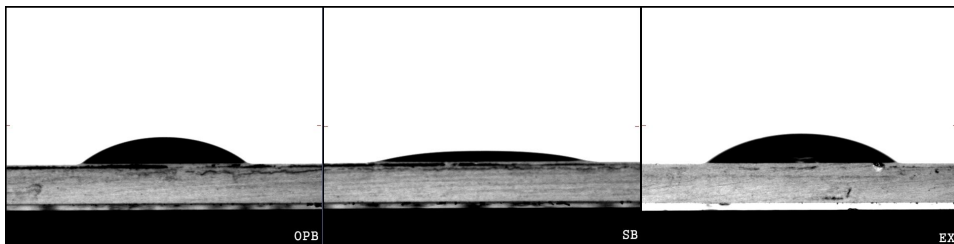


Figure 5. Drop images captured of 3 adhesives with DROPimage Advanced. The contact angles of OPB and EX were observed higher than one of SB.

OPB: OptiBond Solo Plus, SB: Single Bond Plus, EX: Excite

Table 2. Contact angle values of three adhesives.

	Contact angle(°)		
	OPB	SB	EX
1	37.1	12	36.7
2	35.6	10.7	37.9
3	36.3	9.7	37.9
4	37.9	16	37.3
5	34.6	14.2	35.7
6	38.5	10.7	34.2
7	37.7	18.1	37.6
8	39.1	14.1	37.1
9	36	11.6	36.1
10	39.8	14.7	35.9
Mean(S.D.)	37.26 ^a (±1.64)	13.18 ^b (±2.68)	36.64 ^a (±1.17)

OPB: OptiBond Solo Plus, SB: Single Bond Plus, EX: Excite
 Different small letters denote statistically significant ($p < 0.05$)

3. 휘발 성분의 양

각각의 접착제를 24시간 동안 dry oven에 넣은 후 측정된 휘발성분의 양은 다음과 같다 (Table 3). OPB의 휘발성분의 양은 접착제 무게에서 32.7%를 차지하고, SB는 34.23%, EX는 33%를 차지하였다. 세 종류의 접착제에서 휘발 성분이 차지하는 비율 간에 통계적으로 유의한 차이는 관찰되지 않았다.

Table 3. Amount of volatile part in three adhesives.

	Cover glass(A)	Adhesi- ves(B)	Total (A+B)	After 24h(C)	VP (A+B-C)	RVP(%)
OPB	.182706	.003172	.185878	.184842	.00104	32.66
SB	.183066	.00333	.186396	.185256	.00114	34.23
EX	.181220	.00371	.18493	.183706	.00122	32.99

OPB: OptiBond Solo Plus, SB: Single Bond Plus, EX: Excite.

VP: Volatile part of adhesive.

RVP: Ratio of volatile part

IV. 총괄 및 고안

치과용 상아질 접착제의 개발에서 최신 경향 중 하나는 접착과정의 통합에 의한 단순화이다. 이런 단순화의 첫 모델이 두단계 산부식 접착이다. 두단계 산부식 접착제는 친수성 프라이머와 소수성 접착 레진이 혼합된 접착제로 구성된다. 그러나 단순화 과정을 통해 문제점들이 나타나기 시작했는데, 이중 하나가 상분리 현상 (phase separation)이다.

All-in-one system에서 고농도의 물은 산성 단량체의 이온화를 위해 없어서는 안 될 중요한 요소이다. 물은 자가부식 (self-etching activity)을 위해 필요하다^{5,6)} 하지만 이로 인해 접착제의 구성 성분 간에 상분리 현상이 발생한다.

두단계 산부식 접착 시스템에서는 접착제 내에서는 상분리 없이 안정된 상태로 존재한다. 그러나 접착 시 적당한 수분이 필요하며 실제 임상에서는 과수분 상태가 발생하기도 하는데 이로 인해 결합강도의 감소, 미세누출 등의 문제가 발생한다고 보고되었지만 아직까지 과수분에 의한 상분리 관한 자세한 연구는 보고되지 않았다.

두단계 산부식 접착제는 적은 양의 물에서 결합 강도의 향상을 보이지만 슬식에 매우 민감하다²⁾. 본 연구에서는 과량의 수분 상태에서 두단계 산부식 접착제에 미치는 영향에 대해 실험하였다. 시판되는 접착제-OptiBond Solo Plus, Single Bond Plus, Excite에 다양한 양의 증류수를 첨가하여 광학 현미경 하에서 관찰하였다. 실험 결과 OPB는 2~5 μl 의 증류수를 첨가한 경우 (Fig. 2b~2f)와 EX는 3~5 μl 의 증류수와 첨가할 경우 (Fig. 4c~4f) 상분리 현상이 관찰되었지만, SB에서는 5 μl 에서만 관찰되었다 (Fig. 3f). 이는 OPB와 EX가 SB에 비해 적은 양의 수분에서도 상변화가 나타나는 것으로 보아 수분에 더욱 민감함을 보여준다.

촉각 측정은 고체 표면의 성질, 젖음성, 극성과 분산 표면 에너지, 표면 장력, 표면 오염, 표면 거칠기 등을 탐지할 때 사용된다⁷⁾. 접촉각이 커질수록 접착성과 젖음성이 떨어지고 고체 표면 자유 에너지 (solid surface free energy)가 낮아지며 더욱 소수성을 띠게 된다. 접착제가 친수성일수록 수분과의 혼

합이 잘 이루어지기 때문에 접착제와 수분의 혼합은 접착제의 친수성(hydrophilicity)에 영향을 받는다. 접착제의 친수성 정도를 평가하기 위해 접착각을 측정하였다. OPB와 EX의 접착각 평균은 각각 $37.26(\pm 1.64)^\circ$ 와 $36.64(\pm 1.17)^\circ$ 이고 SB에서는 $13.18(\pm 2.68)^\circ$ 로 SB가 다른 두 접착제에 비해 유의하게 낮은 값을 나타냈다 ($p < 0.05$). 따라서 OPB와 EX는 SB에 비해 더욱 소수성을 띤다고 할 수 있다. 접착제에 따라 접착각이 다른 원인은 화학조성이 다르기 때문이다. 접착제 내의 Bis-GMA, GDMA, UDMA같은 소수성 단량체에 의해 접착제의 퍼짐을 방해한다. 접착제가 접착각이 커질수록 소수성을 갖게 되고 표면과의 접착성이 낮아지기 때문에 이를 보완하기 위해 표면 처리를 하게 된다^{4,8}). 상아질 표면을 산부식 처리한 경우 단순히 표면 연마만 시행한 표면에 비해 접착각이 더 낮아진다. 본 연구에서 접착각과 관련하여 접착제들의 상변화를 평가하였을 때, 접착각이 높은 접착제일수록 더 적은 양의 수분에서 상변화가 나타난 것으로 보아 접착제가 소수성일수록 수분의 양에 민감함을 알 수 있다.

상분리 현상 (phase separation)은 접착제와 수분을 혼합하면 수포가 형성되는데, 이때 접착제는 투명성을 상실하며 탁하게 변한다⁹). 이는 소수성 단량체와 수분이 잘 섞이지 않기 때문에 발생하게 된다. 상아질 표면을 과수분(over-wet)상태로 만들 경우, 접착제를 소수성과 친수성의 두 개의 상으로 분리될 가능성이 더욱 높아진다¹⁰). 따라서 상분리 현상을 방지하기 위해서는 적정량의 수분을 유지하여 소수성 단량체가 수분과 잘 섞이도록 해야 하며 이를 위해 이용되는 것이 접착제에 물, 아세톤, 에탄올과 같은 용매를 포함시키거나 HEMA(2-hydroxyethyl methacrylate)와 같은 수용성 단량체를 첨가하는 것이다. 본 연구에서 광학현미경의 관찰 결과 접착제에서 기포의 발생과 불투명성이 증가하는 상변화가 관찰되었는데, 이는 상분리 현상에 의한 것이라 할 수 있다.

접착제 내에 존재하는 상분리 현상이 발생하면서 다공성의 혼성층을 야기하게 된다. 이로 인해 소수성 단량체가 탈광화된 상아질로 완전하게 침투하지 못하게 되고 잠재적으로 불안정한 친수성 단량체에 둘러싸인 무방비의 교원질 섬유(unprotected collagen fibrils)만 남게 되어 구강액에 의해 가수분해

또는 효소분해(enzymatic degradation)되기 쉬운 상태가 된다. 또한 친수성 단량체에 의한 수분 흡수는 접착제의 기계적 강도를 감소시켜 장기간의 레진-상아질 결합 내구성을 떨어뜨린다^{1,11,12}).

상아질 접착제에서 친수성 레진 단량체는 아세톤이나 에탄올같은 휘발성 용매에 용해되어 있다. 휘발성 용매의 첨가는 상아질 표면으로부터 수분의 치환과 노출된 산부식 교원 섬유망의 미세구멍으로 레진 단량체의 투과를 쉽게 한다. 또한 결합강도를 향상시킨다고 보고되었다¹). 그러나 두단계 산부식 접착제의 접착층에서 용매의 불완전한 제거는 레진의 중합을 방해하고 접착층 내에 균열을 형성하여 조기 결합실패를 야기한다^{1,13,14}).

접착제 내의 용매의 양은 접착제의 친수성에 영향을 미친다¹). 즉, 용매의 양이 많을수록 더욱 친수성을 갖게 된다. 그러나 본 연구에서는 휘발성분의 양 측정 시, OPB는 32.66%, SB는 34.23%, EX는 32.99%로 접착제 사이에 통계적으로 유의한 차이가 관찰되지 않았다 (Table 3). 따라서 접착제 내에 혼합되어 있는 용매의 양이 접착제의 친수성에 미치는 영향은 적고 접착제 간에 차이가 없을 것이다.

접착 단계의 단순화는 친수성의 증가를 야기하고 결과적으로 장기간 결합 강도를 감소시킨다¹⁵). 친수성과 가수분해에 대한 안정성은 상반되는 성질이기 때문에 증가된 친수성 단량체의 증가는 결합 내구성을 떨어뜨릴 수 있다. 친수성의 증가는 높은 수분 흡수와 용해도를 야기하여 레진 수복물의 변연부 변색과 중합체의 화학적 분해에 영향을 미치게 된다. 반대로 소수성 성분이 증가할수록 수분 흡수가 감소하게 되고 결과적으로 가수분해 속도의 감소를 야기하게 된다¹⁵). 그러나 소수성의 증가 시, 접착제의 침투가 어렵고 수분에 따른 상분리 현상에 민감해지게 된다. 따라서 친수성과 소수성 성분 간의 적절한 혼합이 요구된다.

두단계 산부식 접착제가 갖는 상분리 현상에 관해서 더욱 정확한 실험을 위해서는 화학적 성분을 알 수 있는 실험실적 접착제의 사용이 필요하다. 이는 제조사마다 접착제 내의 구성성분의 조성이 다르기 때문에 성분에 따른 차이를 확인하는데 한계가 있기 때문이다. 따라서 정확한 구성 성분과 정량화된 용매와 물을 통한 실험이 필요할 것으로 생각된다.

V. 결론

본 연구에서는 치과용 접착제로 많이 사용되는 두단계 산부식 접착제의 습윤 접착술에서 사용되는 수분이 접착제 내의 상변화에 미치는 영향을 평가하고자 하였다. 이를 위해 시판되고 있는 에탄올을 용매로 사용하는 접착제를 이용하여 상변화를 관찰과 접촉각 측정, 그리고 휘발성분의 양을 측정하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. OptiBond Solo Plus와 Excite에서 Single Bond Plus에 비해 더 적은 양의 수분에서 상분리 현상이 관찰되었다.
2. 접촉각 측정에서 OptiBond Solo Plus와 Excite에서 Single Bond Plus에 비해 통계적으로 유의하게 높은 접촉각을 얻었다 ($p < 0.05$).
3. 휘발성분의 양 측정에서 세 종류 접착제 사이에서 통계적으로 유의한 차이가 관찰되지 않았다.

상변화 관찰에서 접착제들 간에 차이를 보였으며 Single Bond Plus보다 더 소수성을 띤 OptiBond Solo Plus와 Excite가 더 적은 양의 수분에서 상변화가 관찰되었다. 따라서 OptiBond Solo Plus와 Excite는 습윤 접착술 시 과수분 상태에 더욱 민감할 것으로 생각되므로 습윤 접착술 시 최소한의 수분을 남기는 주의가 필요할 것으로 생각된다.

참고 문헌

1. Yiu CK, Pashley EL, Hiraishi N, King NM, Goraccic C, Ferrari M, Carvalho RM, Pashley DH, Tay FR ; Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation. *Biomaterials*, 26:6863-6872, 2005.
2. Jacobsenl T, Siiderholm KJ ; Some effects of water on dentin bonding. *Dent Mater* 11:132-136, 1995
3. Malacarne J, Carvalho RM, Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR, Yiu CK, Oliveira Carrilho MR ; Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater* 22:973-980, 2006.
4. Rosales JI, Osorio R, Holagdo-Terriza JA, Cabrerizo-Vilchez MA, Toledano M ; Dentin wetting by four adhesive systems. *Dent Mater* 17:526-532, 2001.
5. Van Landuyt KL, Snauwaert J, Peumans M, Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B ; The role HEMA in one-step self-etch adhesives. *Dent Mater* 24:1412-1419, 2008.
6. Finger WJ, Shao B, Hoffmann M, Kanehira M, Endo T, Komatsu M ; Does application of phase-separated self-etching adhesives affect bond strength. *J Adhes Dent* 9:169-173, 2007.
7. Jong HP, Van Pelt AWJ, Arends J ; Contact angle measurements on human enamel an in vitro study of influence of pellicle storage period. *J Dent Res* 61(1):11-13, 1982.
8. Rosales JI, Marshall GW, Marshall SJ, Watanabe LG, Toledano M, Cabrerizo MA, Osorio R ; Acid-etching and hydration influence on dentin roughness and wettability. *J Dent Res* 78(9):1554-1559, 1999.
9. Van Landuyt KL, Munck J, Snauwaert J, Coutinho E, Potevin A, Yoshida Y, Inoue S, Peumans M, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B ; Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. *J Dent Res* 84(2):183-188, 2005

10. Spencer P, Wang Y ; Adhesive phase separation at the dentin interface under wet bonding conditions. *J Biomed Mater Res* 62:447-456, 2002.
11. Carrilho MR, Carvalho RM, Tay FR, Pashley DH. ; Effects of storage media on mechanical properties of adhesive systems. *Am J Dent* 17:104-108, 2004.
12. Carrilho MR, Tay FR, Pashley DH. ; Mechanical stability of resin-dentin bond components. *Dent Mater* 21:232-241, 2005.
13. Cho BH, Dickens SH. ; Effects of the acetone content of single solution dentin bonding agents on the adhesive layer thickness and the microtensile bond strength. *Dent Mater* 20:107-115, 2004.
14. Ikeda T, De Munck J, Shirai K, Hikita K, Inoue S, Snao H, Lambrechts P, Van Meerbeek B ; Effect of air-drying and solvent evaporation on the strength of HEMA-rich versus HEMA-free one-step adhesives. *Dent Mater* 24:1316-1323, 2008.
15. Reis AF, Giannini M, Rereira PNR ; Influence of water-storage time on the sorption and solubility behavior of current adhesives and primer/adhesive mixtures. *Oper Dent* 32(1):53-59, 2007.

저작물 이용 허락서

학 과	치의학과	학 번	20087240	과 정	석사
성 명	한글: 김 선 재 한문: 金 善 宰 영문: Kim, Sun - Jae				
주 소	전라남도 순천시 용당동 현대 아파트 108동 1001호				
연락처	E-MAIL : bigeyes08@hanmail.net				
논문제목	한글: 수분의 양에 따른 두단계 산부식 접착제의 상변화 영문: Phase change of two-step total etching adhesives by water				

본인이 저작한 위의 저작물에 대하여 다음과 같은 조건아래 조선대학교가 저작물을 이용할 수 있도록 허락하고 동의합니다.

- 다 음 -

1. 저작물의 DB구축 및 인터넷을 포함한 정보통신망에의 공개를 위한 저작물의 복제, 기억장치에의 저장, 전송 등을 허락함
2. 위의 목적을 위하여 필요한 범위 내에서의 편집·형식상의 변경을 허락함. 다만, 저작물의 내용변경은 금지함.
3. 배포·전송된 저작물의 영리적 목적을 위한 복제, 저장, 전송 등은 금지함.
4. 저작물에 대한 이용기간은 5년으로 하고, 기간종료 3개월 이내에 별도의 의사표시가 없을 경우에는 저작물의 이용기간을 계속 연장함.
5. 해당 저작물의 저작권을 타인에게 양도하거나 또는 출판을 허락을 하였을 경우에는 1개월 이내에 대학에 이를 통보함.
6. 조선대학교는 저작물의 이용허락 이후 해당 저작물로 인하여 발생하는 타인에 의한 권리 침해에 대하여 일체의 법적 책임을 지지 않음
7. 소속대학의 협정기관에 저작물의 제공 및 인터넷 등 정보통신망을 이용한 저작물의 전송·출력을 허락함.

2009 년 12월 일

저작자: 김 선 재 (서명 또는 인)

조선대학교 총장 귀하