

광중합형 치면열구전색제에
나노 하이드록시아파타이트와
베타-트리칼슘포스페이트,
이상칼슘포스페이트를 첨가시
전단결합강도와 탈회저항성

연세대학교 대학원

치 의 학 과

이 수 진

광중합형 치면열구전색제에
나노 하이드록시아파타이트와
베타-트리칼슘포스페이트,
이상칼슘포스페이트를 첨가시
전단결합강도와 탈회저항성

지도 최 형 준 교수

이 논문을 석사 학위논문으로 제출함

2010년 6월 일

연세대학교 대학원

치 의 학 과

이 수 진

이수진의 석사 학위논문을 인준함

심사위원 _____ 인

심사위원 _____ 인

심사위원 _____ 인

연세대학교 대학원

2010년 6월 일

감사의 글

실험 설계에서부터 논문이 완성되기까지 모든 과정을 하나하나 지도해 주시고, 격려해 주시고, 같이 고민해 주신 최형준 지도 교수님께 가장 큰 감사의 마음을 전해 드립니다. 논문 심사 과정에서 부족한 점을 세심하게 지적해 주시며 논문 완성을 격려해 주신 이제호 교수님, 최병재 교수님, 또 실험의 진행을 처음부터 끝까지 지도해 주시고 아낌없이 조언해 주신 치과 재료학 교실의 이용근 교수님께도 진심으로 감사드립니다. 그리고 늘 관심은 가지고 지켜봐 주시는 손홍규 교수님, 김성오 교수님, 송제선 교수님, 담임반 심준성 교수님께도 깊은 감사를 드립니다.

실험을 진행하고 논문을 작성하는 데에 큰 힘이 되어준 고마운 김준혁 선생님과 실험의 기술적인 부분에 도움을 주신 치과 재료학 교실의 홍민호 선생님께 감사드리며 실험의 어려운 시기에 선뜻 도움을 준 동기 송대석 선생님께도 고마움을 전합니다.

마지막으로 가족이라는 울타리 안에서 사랑으로 저를 지켜봐 주시고 어려울 때는 믿음으로 큰 힘이 되어주는 사랑하는 부모님과 동생 부부에게도 감사와 사랑을 전해 드리며, 항상 든든하게 제 곁을 지켜주는 사랑하는 남편과 이 세상을 살아가는 가장 큰 기쁨이 되어주는 우리딸 지유에게도 무한한 사랑의 마음을 전하며 제 주위의 모든 고마운 인연들과 함께 이 작지만 소중한 결실을 나누고자 합니다.

2010년 6월

저자 씬

차 례

그림 차례	iii
표 차례	iv
국문요약	v
I. 서론	1
II. 실험 재료 및 방법	5
1. 실험 재료	5
2. 실험 방법	8
가. 표본 준비	8
나. International Standard Organization 기본실험	9
(1) 중합깊이	9
(2) 주변광에 대한 민감도	10
다. 전단결합강도와 Scanning Electronic Microscope(SEM)을 이용한 파절면 관찰	11
라. 탈회저항성 실험과 Confocal Laser Scanning Microscope(CLSM)을 이용한 탈회면 관찰	13
마. 통계학적 분석	15

III. 결과	16
1. International Standard Organization 기본실험	16
가. 중합깊이	16
나. 주변광에 대한 민감도	17
2. 전단결합강도	18
3. 전단결합강도 측정 후 SEM을 이용한 파절면 관찰	20
4. CLSM을 이용한 탈회면 관찰	22
IV. 고찰	24
V. 결론	29
참고문헌	31
영문요약	38

그림 차례

Figure 1. Concise TM (3M/ESPE, USA)	6
Figure 2. Elipar TM TriLight (3M/ESPE, USA)	6
Figure 3. Medical grade extra pure nano powder hydroxyapatite (OssGen Inc., Korea)	7
Figure 4. Medical grade extra pure nano powder β - tricalcium phosphate (OssGen Inc., Korea)	7
Figure 5. Sample for the investigation of shear bonding strength	12
Figure 6. Shear bonding strength (mN/mm ²)	19
Figure 7. SEM image of fractured surface after measuring shear bonding strength (x200)	21
Figure 8. Sectional surface of the interface between tooth and sealant under CLSM after demineralization	23

표 차례

Table 1. Sample identification of dental fissure sealant	8
Table 2. Content's ingredients of acid buffer solution (pH 5.0)	14
Table 3. Depth of cure (mm)	16
Table 4. Shear bonding strength (mN/mm^2)	19

국문요약

광중합형 치면열구전색제에 나노 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트, 이상칼슘포스페이트를 첨가시 전단결합강도와 탈회저항성

치면열구전색술은 우식 발생 위험도가 높은 교합면의 좁고 깊은 소와 및 열구를 인위적으로 폐쇄시키는 효과적인 우식 예방법이지만 술식 상의 문제나 전색제 재료 자체의 물성으로 인해 임상적인 실패가 많아 전색제에 생체친화성 물질인 칼슘포스페이트 제재를 첨가하여 물성을 개선시키기 위한 연구가 계속되고 있다.

하이드록시아파타이트는 치아 법랑질과 골조직의 주요 구성 성분으로 생체 조직과의 유사성으로 인하여 치의학 분야에서는 골대체재나 치아 수복재 등으로 사용하기 위하여 많은 연구가 진행되고 있으며 탈회된 치아 표면의 재광화 물질로도 활용되고 있다. 베타-트리칼슘포스페이트도 하이드록시아파타이트와 마찬가지로 법랑질과 골조직에서 생물학적 아파타이트를 구성하는 물질로 법랑질에서의 재광화를 촉진시킨다. 이 두 가지를 혼합한 이상칼슘포스페이트는 하이드록시아파타이트의 좋은 물리적 성질과 베타-트리칼슘포스페이트의 장점인 용해성을 함께 가진다.

이번 연구의 목적은 생체 활성을 가지는 나노 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트, 이상칼슘포스페이트를 치면열구전색제에 첨가하여 치아와의 전단결합강도와 법랑질 표면의 탈회저항성의 변화를 비교하기 위함이다.

15% 나노 하이드록시아파타이트를 포함한 ConciseTM(실험군1), 15% 나노 베타-트리칼슘포스페이트를 포함한 ConciseTM(실험군2), 15% 나노 이상칼슘포스페이트를 포함한 ConciseTM(실험군3)의 실험군과 첨가물이 없는 순수 치면열구전색제인 대조군에 대해 중합깊이, 주변광에 대한 민감도, 전단결합강도를

시험하였고 전단결합강도 측정 후 파절면을 SEM으로 관찰하고, 탈회 후 CLSM으로 탈회면을 관찰하여 다음의 결론을 얻었다.

1. 중합깊이 실험에서는 모든 군에서 ISO 6874:2005(E) 규정에 따른 치면열구 전색제의 기본 성질을 만족하였다.
2. 모든 군에서 주변광에 대한 민감도는 관찰되지 않았다.
3. 전단결합강도 실험에서는 4개의 그룹 간에 통계학적으로 유의성 있는 차이는 없었다($P>0.05$).
4. 전단결합강도 측정 후 파절면을 SEM으로 관찰한 결과 대조군에서는 법랑질과 치면열구전색제 사이의 계면파절이 관찰되었고 실험군들에서는 법랑질과 치면열구전색제 사이의 계면파절과 치면열구전색제 내의 응집파절이 혼재되어 나타났으며 대조군에 비해 응집파절이 더 많이 관찰되었다.
5. 3일간 탈회 후 CLSM을 이용하여 시편의 탈회면을 관찰한 결과 대조군에 비해 모든 실험군에서, 특히 이상칼슘포스페이트를 첨가한 실험군에서 탈회저항을 보였다.

이번 연구 결과 나노 하이드록시아파타이트와 나노 베타-트리칼슘포스페이트와 같은 칼슘포스페이트 물질을 치면열구전색제에 첨가하면 치면열구전색제로서의 기본 성질을 만족하면서 생체 친화성 아파타이트 물질로부터 기대하는 탈회저항성이 향상되는 것을 알 수 있다.

광중합형 치면열구전색제에 나노 하이드록시아파타이트와
베타-트리칼슘포스페이트, 이상칼슘포스페이트를 첨가시
전단결합강도와 탈회저항성

<지도교수 최 형 준>

연세대학교 대학원 치의학과

이 수 진

I. 서 론

1987년 미국 NIDR(National Institute of Dental Research)에서 실시한 학령기 어린이의 치아우식증 실태 조사 결과 치아우식증의 50%가 교합면의 소와 및 열구에서 발생한 것으로 나타났다. 이처럼 치아우식증이 소와 및 열구에서 높은 빈도로 발생하는 것은 소와 및 열구가 구조적으로 음식물이 축적되기 쉽고 그 기저부가 법랑-상아 경계부 근처에 위치하여 일반적인 치면세균막 관리법으로는 세척되기 어렵기 때문이다(소아청소년치과학, 2007). 또한 이전의 여러 연구에서 우식 예방 효과를 입증받은 불소도 평활면에서 발생하는 우식을 예방하는 데는 효과적이거나 교합면에서는 그 고유한 형태적 특징으로 인해 우식 예방 효과를 거의 나타내지 못한다는 한계가 있어(Backer DO, 1963 ; Rugg-Gunn AJ 등, 1973) 이를 보완하기 위해 치면열구전색술이 개발, 소개되었다.

치면열구전색술은 좁고 깊은 소와 및 열구를 인위적으로 폐쇄시킴으로써 열구 내부와 구강의 소통을 원천적으로 차단하여 열구 내의 세균 증식을 억제하고 세척이 용이하도록 하여 교합면 우식증을 예방하는 효과적인 방법으로(Simonsen RJ, 2002) 현재까지 어린이들의 구치부 치아우식증의 이환율을 감소시키는데 큰 역할을 하고 있다. 하지만 시술시 타액에 의한 오염이나 중합수축, 열팽창계수의 차이, 교합력 등으로 인한 전색제의 파절이나 탈락 등 임상적인 실패가 많은 것이 현실적인 문제로 지적되고 있다(이상호, 2006 ; Simonsen RJ, 1991 ; Primosch RE 등, 2001).

치면열구전색제의 임상적 성공률을 높이기 위해 전색제에 여러 가지 첨가물을 넣어 물성을 개선시키기 위한 연구가 계속되고 있다.

필러를 첨가하여 접촉면에서의 미세누출을 줄이고 마모저항성 및 파절저항성을 높였으나 상대적으로 흐름성이 떨어져 좁은 열구 내로 잘 흘러들어가지 못하게 되고 또 마모저항성이 높아지면서 도포 후 교합조정이 필요하다는 단점이 부가적으로 생기게 되었다(Tilliss TSI 등, 1992). 또 여러 가지 형태의 불소를 첨가하여 재광화 및 우식 억제 효과를 높이려고 하였으나 불소를 첨가하는 과정에서 용해성이 문제되었고(Swartz ML 등, 1976 ; Zitz A 등, 1981) 불소를 유리하는 기간도 짧아 기존의 전색제와 비교해 봤을 때 크게 우수한 효과가 입증되지 않았다(Moffa JP, 1982). 불소를 방출하고 치질과 화학적으로 결합하는 글라스아이오노머 시멘트 전색제를 사용하기도 하였으나 미세누출이 많아 이차우식의 발생 가능성이 높고 잘 탈락되는 경향이 있어 부분적으로 맹출한 영구구치나 완전한 방식이 어려운 경우 등 후에 레진 전색제를 도포해주는 것을 전제로 한 임시적인 전색 목적으로만 사용하도록 추천되었다(Simonsen RJ, 2002). 따라서 치면열구 전색제의 자체의 물성을 높이기 위한 여러 첨가물에 대한 연구가 계속 이루어지고 있다.

하이드록시아파타이트는 인간의 치아 법랑질 및 골조직의 주요 구성 성분 중 하나로 생체친화성을 가지고 있어 골이식 및 재생 치료 재료, 탈회된 치아 표면의 재광화 재재 등으로 사용되고 있으며(Marcacci M 등, 1999 ; 김 등, 2006 ; Gu YW 등, 2005) 이런 생체친화성 외에도 자연치와 유사한 경도, 방사선 불투과성 등의 장점을 가지고 있어 최근에는 치과 수복재의 첨가물로도 큰 관심을 받게 되었다(Arcis RW 등, 2002 ; Santos C 등, 2001). 하이드록시아파타이트를 레진이나 글라스아이오노머 시멘트 같은 치과 재료에 첨가하면 기존 치과 수복재의 기계적 성질을 향상시키며 (Santos C 등, 2001 ; Yoon 등, 2005) 또한 함유하고 있는 칼슘과 인 등이 동물과 인간의 법랑질 하표면의 재광화를 증진시키기도 한다(Anderson P 등, 2004). 또 껌이나 치약, 구강세정제에 하이드록시아파타이트를 첨가하여 법랑질에 대해 재광화 효과를 향상시켰다는 여러 연구 결과도 발표되었다(Itthagarun A 등, 2005 ; Jeong SH 등, 2006 ; Kuilong LV 등, 2007).

베타-트리칼슘포스페이트도 법랑질과 골조직에서 생물학적인 인회석을 구성하는 물질로 많은 칼슘과 인산염을 포함하고 있어 법랑질에서의 재광화를 촉진한다. 그러나 순수한 베타-트리칼슘포스페이트는 하이드록시아파타이트에 비해 물성이 떨어지기 때문에 순수한 하이드록시아파타이트와 순수한 베타-트리칼슘포스페이트를 혼합한 이상칼슘포스페이트가 사용되었고 Ellinger 등이 처음 사용한 이상칼슘포스페이트라는 용어는 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트를 혼합하여 구성된 바이오세라믹을 의미한다(Samir K 등, 2007).

이전 연구에서 치면열구전색제에 마이크로미터 입자 크기의 하이드록시아파타이트를 첨가하여 기존의 물성을 약화시키지 않으면서 전단결합강도의 증가 및 재광화 효과가 있다는 결과가 보고되었는데(Park SW 등, 2005) 최근에는 나노기술이 발전되면서 치의학 분야에도 접목되어 새로운

시도가 이루어지고 있다. 마이크로미터 입자를 나노미터 입자로 변환하는 것이 가능해져 입자 크기를 작게 하여 같은 재료로부터 새로운 물리적 성질을 얻을 수 있게 되고 화학적 조성도 달라지게 되었다(Jeong 등, 2006 ; 김 등, 2006). 마이크로미터 크기의 입자에 비해 나노미터 입자크기의 하이드록시아파타이트는 훨씬 작아서 치아에 존재하는 광물질과 유사하며, 표면적이 크고(Arcis RW 등, 2002) 용해도가 높아서(Domingo C 등, 2001) 탈회된 법랑질 표면의 미세공극을 채우고 칼슘과 인 등의 무기질 이온을 공급하는데 더 유리하다(Huang M 등, 2003). 최근에는 구강 양치액에 마이크로미터 입자크기의 하이드록시아파타이트보다 나노미터 입자크기의 하이드록시아파타이트를 넣었을 때 보다 효과적인 탈회저항성과 전단결합강도의 개선을 보였다는 연구도 발표되었다(김 등, 2006).

이번 연구의 목적은 생체활성을 가지는 나노 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트, 이상칼슘포스페이트를 치면열구전색제에 첨가하여 치아와의 전단결합강도와 법랑질 표면의 탈회저항성의 변화를 비교하기 위함이다.

II. 실험 재료 및 방법

1. 실험 재료

시판용 치면열구전색제인 Concise™(3M/ESPE, USA)와 치면열구전색제 제조사의 지시에 따라 같은 회사의 제품인 광중합기 Elipar™ TriLight (3M/ESPE, USA)를 사용하였다(Fig.1, Fig.2). Concise™는 non-filler 형태의 레진 계열 치면열구전색제로 주성분은 Bis-GMA이며, 희석제로 TEGDMA가 들어있다.

나노 하이드록시아파타이트는 Medical grade extra pure nano powder hydroxyapatite(OssGen Inc., Korea)를 사용하였으며(Fig.3) 분자식은 $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ 이고 평균 입자크기는 100~150nm이다.

나노 베타-트리칼슘포스페이트는 Medical grade extra pure nano powder β -tricalcium phosphate(OssGen Inc., Korea)를 사용하였으며(Fig.4) 분자식은 $\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ 이며 평균 입자크기는 50~100nm이다.



Figure 1. Concise™(3M/ESPE, USA)



Figure 2. Elipar™ TriLight(3M/ESPE, USA)



Figure 3. Medical grade extra pure nano powder hydroxyapatite
(OssGen Inc., Korea)

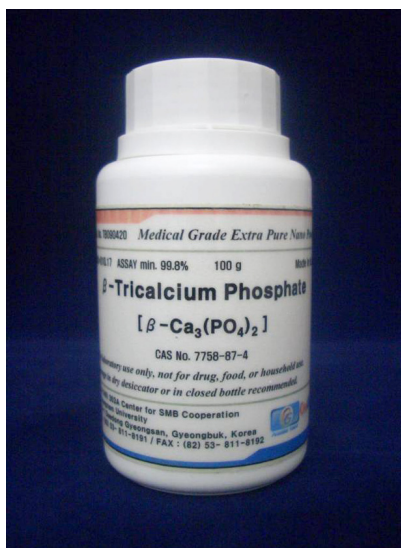


Figure 4. Medical grade extra pure nano powder β -tricalcium
phosphate (OssGen Inc., Korea)

2. 실험 방법

가. 표본 준비

실험군은 15% 나노 하이드록시아파타이트(nHA)를 포함한 시판용 치면 열구전색제와 15% 나노 베타-트리칼슘포스페이트(n β -TCP)를 포함한 시판용 치면열구전색제, 15% 나노 이상칼슘포스페이트(nBCP)를 포함한 시판용 치면열구전색제로 구분하였다. 15% 이상칼슘포스페이트는 나노 하이드록시아파타이트와 나노 베타-트리칼슘포스페이트를 6:4의 비율로 혼합하였다(Table 1).

기존의 연구 결과 15% 전후의 질량비일 때 가장 적절한 물성을 보여 각 재료를 첨가 시 15%의 질량비가 되도록 혼합하였으며 균일한 혼합을 위해 Ball mill(Samwoo scientific CO., Korea)을 이용하여 400rpm 하 24시간동안 시행하였다.

대조군은 첨가물이 없는 순수한 시판용 치면열구전색제인 Concise™을 사용하였다.

Table 1. Sample identification of dental fissure sealant

Sample I.D	Sealant	Wt % of calcium phosphate
normal sealant (control)	Concise™	0
nHA (exp.1)	Concise™	15% nHA
n β -TCP (exp.2)	Concise™	15% n β -TCP
nBCP (exp.3)	Concise™	15% nBCP

나. ISO 기본실험

ISO 6874:2005(E) 규정에 따라 광중합형 치면열구전색제의 기본적인 성질인 중합깊이, 주변광에 대한 민감도 실험을 하였다.

Concise™(대조군), 15% 나노 하이드록시아파타이트를 포함한 Concise™(실험군1)와 15% 나노 베타-트리칼슘포스페이트를 포함한 Concise™(실험군2), 15% 나노 이상칼슘포스페이트를 포함한 Concise™(실험군3)에 대하여 제조사의 지시에 따라 일정한 분말/액 비를 준수하여 실험을 하였다.

(1) 중합깊이

첫 번째 슬라이드 유리판 위에 투명한 필름지를 놓고 6mm 높이와 4mm 직경의 몰드를 위치시켰다. 제조사의 지시에 따라 기포가 생기지 않도록 주의하여 치면열구전색제를 약간 과잉 충전한 다음, 다시 투명한 필름지를 덮고 두 번째 슬라이드 유리판을 덮어 압박하여 여분의 재료를 제거하였다. 한쪽의 필름지를 덮고 있는 슬라이드 유리판을 제거하고 이 필름지 위에 광중합기의 배출창을 가볍게 올려두고 제조사의 지시에 따라 20초간 광중합하였다. 광조사가 끝난 후 즉시 시편을 몰드에서 제거하고 중합되지 않은 재료를 플라스틱 스파툴라로 제거하여 중합된 재료의 높이를 측정하였다. ISO 규정에 따라 이 값을 2로 나눈 후 기록하였으며 각 군에 대해 동일한 과정을 3회 시행하였다. 세 번의 결과 모두 1.5mm 이상이 되면 재료는 광중합형 치면열구전색제로서의 요구 조건을 만족한 것으로 간주하였다.

(2) 주변광에 대한 민감도

암실에서 30mg의 재료를 구형이 되도록 하여 현미경 슬라이드 위에 올려놓고 8000 lux의 제논 램프에 30초간 노출시켰다. 광원을 제거한 후 즉시 시료 슬라이드 위에 두 번째 현미경 슬라이드를 위치시키고 압력을 가해 약간의 진단력을 가하였다. 시각적으로 균일한 면이 형성되었는지 검사하였다. 각 군에 대해 동일한 과정을 3회 시행하였다.

다. 전단결합강도와 SEM을 이용한 파절면 관찰

첨가물에 따른 치면열구전색제의 범랑질에 대한 전단결합강도를 측정하기 위해 각 군당 5개씩의 치아 시편을 준비하였다. 발거된 인간의 영구대구치의 가장 평편한 범랑질 면을 골라 이 면이 상방에 위치하도록 epoxy-resin mold에 매몰하고 rubber를 사용하여 치아 면을 연마하였다. 범랑질 면을 35% 인산 처리한 후 수세 건조하고 직경 6mm, 높이 4mm의 폴리에틸렌 튜브를 사용하여 각 재료를 치아에 접착시켰다. 모든 술식은 제조사의 지시에 따라 진행하였다.

표본을 37°C, 100% 습도를 유지하여 24시간 보관한 후 만능시험기 (Instron, UK)를 이용하여 cross head speed 1mm/min의 속도로 파절강도를 측정하였다. 전단결합강도는 파절강도와 결합면적의 비로 계산하여 mN/mm^2 단위로 평가하였다.

전단결합강도 측정 후 주사전자현미경(S3000, Hitachi, Japan)을 이용하여 파절면을 관찰하였다. 파절면은 치면열구전색제와 범랑질 사이에서 일어나는 계면파절(adhesive failure), 치면열구전색제 내부 또는 범랑질 내부에서 일어나는 응집파절(cohesive failure)로 분류하였다.



(a) Before measuring shear bonding strength



(b) After measuring shear bonding strength

Figure 5. Sample for the investigation of shear bonding strength

라. 탈회저항성 실험과 CLSM을 이용한 탈회면 관찰

치아우식증이 없는 발거된 인간의 영구대구치의 법랑-백악 경계를 따라 고속의 핸드피스 bur를 이용해 박스 형태의 와동(6mm x 2mm x 1.5mm)을 형성하고 와동의 변연은 저속의 핸드피스 fissure bur로 마무리하여 cavo-surface angle이 90°가 되도록 형성하였다. 광중합 시 중합수축이 일어나는 것을 고려해 와동에 재료를 약간 과잉 충전한 후 광중합기로 20초간 광중합한 후 Sof-Lex™ disk로 연마하였다.

내산성의 varnish를 치아 표면 와동 변연에서 1mm 떨어진 곳까지 창문 형태로 2번씩 도포하고 건조한 뒤 치아를 25ml의 acid buffer solution(pH 5.0)에 넣은 후 37°C에서 3일간 보관하였다. 산용액은 24시간마다 교체하였다. 3일 뒤 치아를 epoxy-resin에 매몰하여 EXAKT diamond band saw(EXAKT Co., Germany)를 사용하여 수복재료의 중앙을 지나도록 치아의 장축 방향에 평행하게 절단하여 시편을 제작하였다. 절단된 시편은 confocal laser scanning microscope(CLSM) (LSM510, Carl Zeiss Meditec AG, Germany)를 이용하여 재료 인접부위의 법랑질 탈회 양상에 대한 관찰을 시행하였다. CLSM 촬영을 위해 표본을 0.1mM Rhodamine B solution으로 1시간동안 염색하고 증류수로 수세한 후 건조시켰다. CLSM은 543nm 여기 파장(excitation wave length)을 갖는 He-Ne 레이저와 560nm의 long pass barrier filter를 사용하여 탈회된 병소가 있는 법랑질에서 형광을 나타낸다.

Table 2. Content's ingredient of acid buffer solution (pH 5.0)

Materials	Molecular weight (g/mol)	Vol(ml)	Weight(g)	Concent(mM)
CaCl ₂	110.98	1500	0.3662472	2.2
NaH ₂ PO ₄ ·2H ₂ O	156.01	1500	0.51	2.2
CH ₃ COOH	60.05	1500	4.503942	50

마. 통계학적 분석

SAS 9.1 version(SAS Institute Inc., Cary, NC, USA)을 이용하였다.

전단결합강도 실험에 대해 모수적 방법으로 4개의 그룹을 비교하는 one-way ANOVA(analysis of variance) test를 하였고, 두 그룹씩 비교하는 다중비교 방법으로는 Scheffe 방법을 이용하였다.

결과는 평균값(mean)과 범위(range)로 정리하였다.

III. 결과

15% 나노 하이드록시아파타이트(실험군1), 15% 나노 베타-트리칼슘포스페이트(실험군2), 15% 나노 이상칼슘포스페이트(실험군3)를 첨가한 실험군과 첨가물이 없는 순수 치면열구전색제(대조군)를 비교하였다.

1. ISO 기본실험

가. 중합깊이

대조군의 중합깊이는 평균 2.97mm이었으며, 실험군 1은 2.98mm, 실험군 2는 2.97mm, 실험군 3은 2.95mm의 평균값을 보였다(Table 3).

실험군, 대조군 모두 ISO 6874:2005(E) 규정에 따른 치면열구전색제로서의 기본 성질을 만족시켰다.

Table 3. Depth of Cure (mm)

	Range	Mean
Normal sealant(control)	2.97~2.98	2.97
nHA (exp.1)	2.98~2.99	2.98
n β -TCP (exp.2)	2.97~2.98	2.97
nBCP (exp.3)	2.94~2.96	2.95

나. 주변광에 대한 민감도

모든 군에서 실험 후 균열이나 빈곳 없이 균일한 면이 관찰되었고 주변광에 대한 민감도는 어떠한 군에서도 관찰되지 않았다.

2. 전단결합강도

전단결합강도 실험에서는 대조군에서는 평균 2080.73mN/mm^2 의 전단결합 강도를 보였고, 실험군 1은 2401.58mN/mm^2 , 실험군 2는 2176.23mN/mm^2 , 실험군 3은 2518.47mN/mm^2 의 평균값을 보였다(Table 4, Fig. 6). One-way ANOVA(analysis of variance) test 분석 결과 $p=0.4742$ 로 4개 그룹 간에는 통계학적으로 유의성 있는 차이가 없는 것으로 나타났다.

Table 4. Shear bonding strength (mN/mm²)

(n=5)

	Range	Mean
Normal sealant(control)	1865.30 ~ 2333.85	2080.73
nHA(exp.1)	1967.16 ~ 3153.81	2401.59
nβ-TCP (exp.2)	1560.99 ~ 3212.38	2176.22
nBCP (exp.3)	2070.29 ~ 3116.89	2518.47

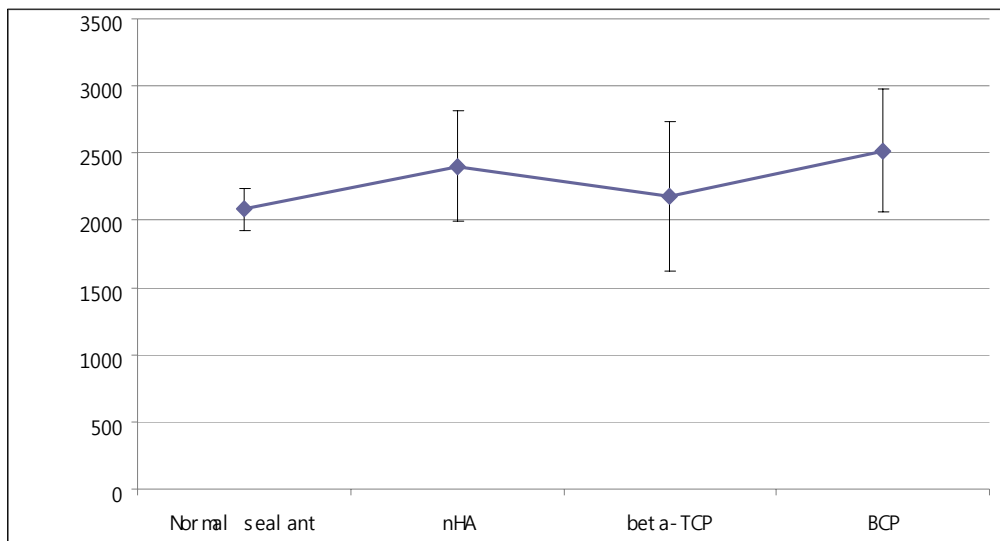
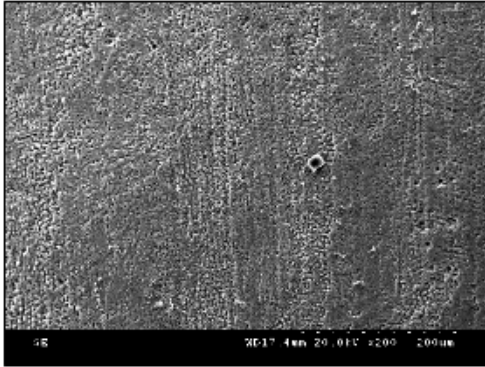


Figure 6. Shear bonding strength (mN/mm²)

3. 전단결합강도 측정 후 SEM을 이용한 파절면 관찰

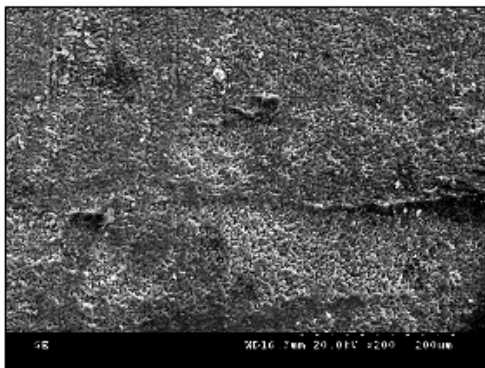
전단결합강도를 측정한 후 SEM을 이용하여 시편의 파절면을 관찰한 결과 치면열구전색제와 법랑질 사이의 계면파절과 치면열구전색제 내의 응집 파절이 모두 나타났다. 응집 파절은 치면열구전색제 내에서만 발생하였으며 법랑질 내에서는 발생하지 않았다. 대조군에서는 전색제가 법랑질 면에서 깨끗하게 탈락되었으며 약간의 미세공극의 폐쇄가 관찰되었다. 대조군과 비교해서 실험군들에서는 더 많은 응집파절이 나타났는데 3개의 실험군에서 약간 다른 양상을 보였다. 실험군 1에서는 전색제의 일부가 파절면에 잔존하며 대조군처럼 약간의 미세공극의 폐쇄가 관찰되었다. 실험군 2에서는 전색제가 얇은 막처럼 파절면 표면에 잔존하는 양상을 보였으며 대조군에 비해 미세공극의 폐쇄가 전체적으로 더 많이 일어난 것으로 관찰되었다. 실험군 3에서는 전색제가 덩어리를 형성하여 남아 있는 부분과 완전히 탈락한 부분이 혼재되어 있으며 잔존한 부분은 재료가 균일하게 접착되어 있는 양상으로 다각형의 접착면을 형성하는 것으로 보였다(Fig.7).



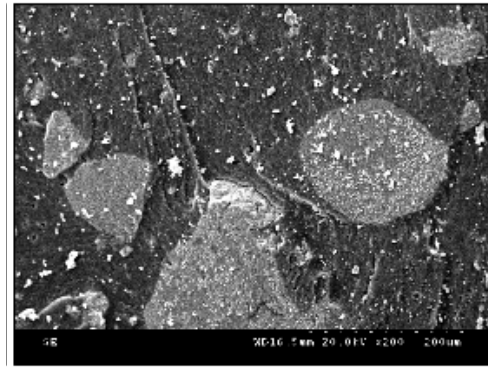
(a) normal sealant



(b) nHA-sealant



(c) nβ-TCP-sealant



(d) nBCP-sealant

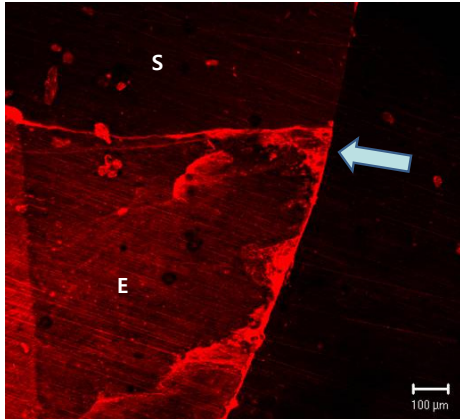
Figure 7. SEM image of fractured surface after measuring bonding strength (x200)

4. CLSM을 이용한 탈회면 관찰

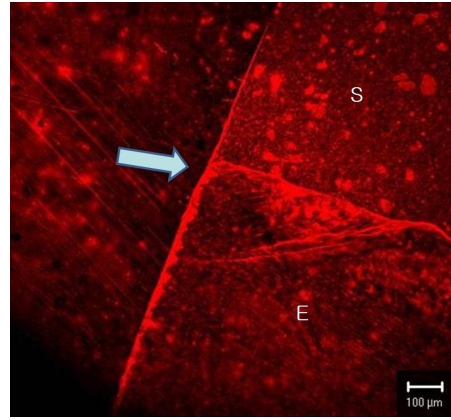
범랑질을 acid buffer solution(pH5)로 3일 동안 탈회시킨 후 시편을 Rhodamine B solution으로 염색하여 CLSM으로 촬영하면 탈회된 공간은 붉은색을 띄게 되어 관찰이 용이하다.

대조군에서 가장 넓은 탈회면이 관찰되었고, 실험군 모두에서 탈회가 감소된 양상을 보이며 특히 실험군 3에서 탈회 면적의 감소가 관찰되었다 (Fig.8).

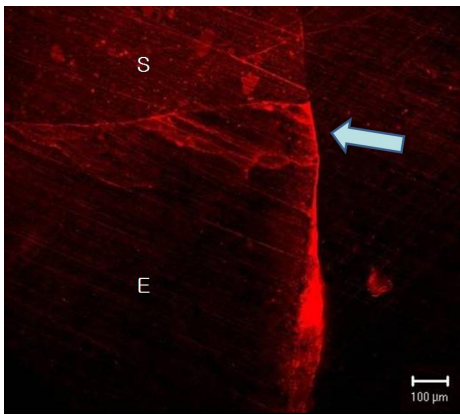
실험군 1에서는 균일한 정도의 탈회가 관찰되나 대조군보다는 적게 나타났다으며 실험군 2에서는 수복물 주위에서는 탈회가 억제되는 양상을 보였으나 좀 떨어진 곳에서는 탈회가 관찰되었다. 실험군 3에서는 미약한 탈회가 얇은 띠로 관찰되었으나 전체적으로는 탈회 저항성이 향상된 것으로 보인다.



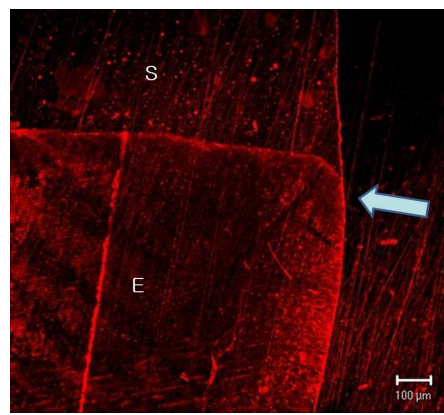
(a) normal sealant



(b) nHA-sealant



(c) nβ-TCP-sealant



(d) nBCP-sealant

Figure 8. Sectional surface of the interface between tooth and sealant under CLSM after demineralization

IV. 고 찰

1929년 Bodecker가 교합면 우식의 예방을 위해 소와 열구를 세척하고 옥시포스페이트라는 치과용 시멘트를 이용하여 소와 및 열구를 봉쇄하는 소위 치면열구전색의 개념을 처음 도입한 이래 1965년 Cueto와 Buonocore가 소와 및 열구에서의 산부식 후 레진 전색제를 도포하는 한층 더 발전된 치면열구전색술로 발전시켰다(Cueto EI, Buonocore MG, 1967). 이후 임상에서 치면열구전색술의 사용은 꾸준히 증가해 왔으며 현재는 치아우식증의 예방에 있어 가장 효과적인 방법 중 하나로 자리잡았다. 하지만 술식 상의 문제나 전색제 재료 자체의 성질 등으로 인해 변연 누출, 탈락이 발생하여 이차 우식이 생길 수 있다는 현실적인 한계점이 있어(Hansen EK, 1982 ; Simons EW 등, 1976) 이를 보완하여 더 나은 우식 예방 효과를 얻기 위한 기술 방법의 발전, 물성의 개선 등에 대한 연구가 계속 이루어지고 있다.

이러한 노력의 일환으로 전색제 자체의 물성을 개선하기 위한 첨가물로서의 칼슘포스페이트에 대한 관심이 높아지게 되었다. 칼슘포스페이트, CPP-ACP, 하이드록시아파타이트 등은 치아 경조직의 재광화를 유발할 수 있는 생체친화성 물질로(Itthagarun A, 2005 ; Reynolds EC, 1998 ; Reynolds EC 등, 2003) 이 중 하이드록시아파타이트는 치아 법랑질과 골조직의 주요 구성 성분이며 생체 조직과의 유사성으로 인하여 치의학 분야에서는 골대체재나(Saito M 등, 1994) 치아 수복재료(Santos C 등, 2002) 등으로 사용하기 위하여 많은 연구가 진행되고 있으며 탈회된 치아표면을 재광화시키는 물질로도 활용되고 있다(Anderson P 등, 2004). 하이드록시아파타이트를 치아 수복재에 첨가하면 마모도, 기계적 성질을 향상시키며,

연마성을 좋게 하고 내부적인 방사선 불투과성을 가지게 해 치아 수복재의 필러로서 적합한 성질을 가진다(Domingo C, 2001). 하이드록시아파타이트를 레진이나 글라스아이오노머 시멘트 같은 치과용 수복재료에 적정량 첨가한 경우 굽힘강도와 경도, 압축강도와 전단결합강도 등의 물리적 성질이 향상되었으며(Arcis RW 등, 2002 ; Yoon 등, 2005) 광중합형 글라스아이오노머 시멘트에 하이드록시아파타이트를 첨가하여 물리적 성질 뿐만 아니라 탈회저항성과 전단결합강도도 개선되었다(김 등, 2008). 하이드록시아파타이트의 재광화 효과는 하이드록시아파타이트가 광물질의 저장고로 작용하여 칼슘과 인 이온, 그리고 하이드록실기 이온으로 분해되어 탈회된 법랑질 면에 무기 이온을 공급해 주기 때문이다(Huang M 등, 2003).

베타-트리칼슘포스페이트도 법랑질과 골조직에서 생물학적 아파타이트의 구성 물질로 법랑질에서의 재광화를 촉진시킨다. 하지만 순수한 베타-트리칼슘포스페이트는 순수한 하이드록시아파타이트에 비해 물성이 떨어지므로 이 둘의 혼합물인 이상칼슘포스페이트가 연구의 대상이 된다(H.Yuan, 2002).

같은 물질이라도 마이크로미터 입자보다 나노미터 입자가 되면 물성을 향상시킬 수 있다는 보고에서와 같이(Suzuki S, 2004) 나노미터 크기의 첨가물들은 더 큰 표면적을 가지고 용해도도 높아서 탈회된 법랑질 표면의 0.1마이크로미터 크기의 미세 공극을 채우고 칼슘포스페이트와 같은 무기 이온들을 공급하여 더 나은 물성을 보이리라 기대할 수 있다.

이번 연구에 사용된 시판용 치면열구전색제는 non-filler 형태의 레진계 열 전색제인 Concise™(3M/ESPE, USA)이며 주성분은 Bis-GMA로 충전용 레진과 비슷하지만 좁은 치면 열구에 더 쉽게 침투할 수 있도록 흐름성을 높이기 위해 점도가 높은 Bis-GMA 단량체에 희석제인 TEGMDA가 혼합되어 있다. 치면열구전색제에는 filler 형태와 non-filler 형태가 있는데

non-filler 형태가 첨가물의 혼합이 용이하고 첨가물과 필러 사이의 상호 작용이 없어 첨가물의 효과를 확인하기에 더 좋을 것으로 사료되어 연구 재료로 선택하였다.

실험군 1은 15% 나노 하이드록시아파타이트, 실험군 2는 15% 나노 베타-트리칼슘포스페이트, 실험군 3은 15% 나노 이상칼슘포스페이트를 포함한 시판용 치면열구전색제로 구분하였고 대조군은 첨가물이 없는 순수한 시판용 치면열구전색제인 Concise™을 사용하였다.

먼저 ISO 6874:2005(E) 규정에 따라 광중합형 치면열구전색제의 기본적인 성질인 중합깊이와 주변광에 대한 민감도 실험을 하였다.

중합깊이는 대조군이 평균 2.97mm, 실험군 1, 2, 3이 각각 2.98mm, 2.97mm, 2.95mm의 평균값을 나타내어 네 그룹 모두 중합 깊이 1.5mm 이상이었으며 의도하지 않은 빛에 의한 중합 개시 여부나 재료의 균질성 유지 여부 등을 확인하기 위한 단계인 주변광에 대한 민감도 실험 역시 모든 군에서 노출된 광원에 의한 중합 개시는 일어나지 않은 것으로 보아 실험군 모두가 ISO 6874:2005(E) 규정에 적합하여 실험군들을 광중합형 치면열구전색제로 임상적으로 적용시에도 문제가 없을 것으로 보인다.

전단결합강도 시험에서는 대조군에 비해 실험군에서 전단결합강도의 증가를 보였다. 이전 연구에서 전단결합강도의 증가를 설명하는 기전은 명확치는 않지만 나노 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트에서 용해된 칼슘 이온이 치아와 재료사이의 활발한 이온 교환을 하여 더 강력한 이온 결합을 하기 때문이라 생각할 수 있다(Lucas ME 등, 2003). 대조군과 비교해 하이드록시아파타이트를 첨가한 군에서 전단결합강도가 증가하였으며 베타-트리칼슘포스페이트를 첨가한 군에서는 대조군보다는 약간 증가하였으나 하이드록시아파타이트를 첨가한 군보다는 감소하는 양상을 보였다. 그리고 이 둘의 혼합물인 이상칼슘포스페이트를 첨가한 군에서 가

장 높은 전단결합강도의 증가를 보였다. 이전의 실험들에서는 베타-트리칼슘포스페이트를 첨가한 경우 하이드록시아파타이트를 첨가한 경우보다 더 높은 전단결합강도를 보였는데 이는 용해도가 높은 베타-트리칼슘포스페이트가 하이드록시아파타이트보다 이온 교환이 더 활발히 이루어져 더 강한 이온 결합을 한 것으로 볼 수 있었지만 시편을 SBF 용액에 보관했던 이전 실험 설계와는 달리 이번 연구에서는 24시간 100% 습도에 보관한 후 전단결합강도를 측정하였기 때문에 이런 전단결합강도를 증가시킬 수 있는 기본 전제인 이온 교환의 환경이 제한되었기 때문에 이전 연구 결과와는 다른 결과가 나온 것이 아닐까 조심스럽게 추측해 볼 수 있다. 또 SBF 용액에서 하이드록시아파타이트나 베타-트리칼슘포스페이트의 이온 교환 시 2주후 칼슘포스페이트 결정이 형성되었다는 보고가 있었는데 (Duan YR 등, 2005) 이번 연구에서는 중합 후 24시간 후의 전단결합강도를 측정하였기 때문에 아파타이트의 생체 활성은 얻기에는 짧은 기간이 아니었나 생각해 볼 수 있다. 하지만 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트를 혼합한 이상칼슘포스페이트를 첨가한 실험군에서 가장 높은 전단결합강도의 증가를 보였다는 결과를 통해 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트의 장점을 높일 수 있는 효과를 알 수 있었다. 하지만 대조군과 실험군들 사이에서의 전단결합강도 차이는 통계적으로는 유의성이 없는 것으로 나타났기 때문에 치면열구전색제에 아파타이트 물질의 첨가로 형성되는 골유사아파타이트의 장점을 부각시키기 위해서는 보관 용액, 보관 기간 등의 변수를 조절한 연구가 부가적으로 시행되어야 할 것으로 보인다.

전단결합강도 측정 후 SEM을 이용하여 파절면을 관찰하였다. 파절면은 형태에 따라서 접착제와 피착제의 계면에서의 실패로 인한 계면파절, 피착제 내부, 또는 접착제 내부에서의 실패로 인한 응집파절로 나눈다. 이번 실험 결과 치면열구전색제와 법랑질 사이에서의 계면파절, 치면열구전색제

내부에서의 응집과절의 양상이 모두 혼재되어 나타났으며 범랑질 내부에서의 응집과절은 없었다. 범랑질에서의 과절이 일어나면 표면이 거칠어져 치태가 축적되면서 이차 우식이 발생하여 치면열구전색제의 임상적 실패를 가져올 수 있기 때문에 범랑질 내부에서의 응집과절이 나타나지 않은 것은 치면열구전색제로서의 중요한 장점이라 할 수 있다. 실험군에서는 두 과절 양상이 혼재되어 있으나 계면과절보다 응집과절의 양상이 더 많게 나타났는데 이는 치질과 재료 사이의 결합이 재료 내부의 응집력보다 더 강하다는 이전의 연구 결과를 뒷받침한다(Lucas ME 등, 2003). SEM 상 대조군의 과절면은 범랑질의 탈회된 미세공극을 전색제가 폐쇄하고 있는 양상이 관찰되었는데 대조군보다 실험군들에서는 더 많은 미세공극의 폐쇄를 볼 수 있었다.

탈회저항성 시험에서는 탈회된 시편을 CLSM으로 관찰하였다. 대조군에서 가장 넓은 탈회면이 관찰되었고 실험군 모두에서 탈회 양상이 감소된 양상을 보이며, 이러한 탈회저항은 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트를 혼합한 이상칼슘포스페이트를 첨가한 실험군에서 더 명확히 관찰되었다. 이는 아파타이트 물질로부터 유리된 칼슘, 인 등의 무기 이온이 탈회된 범랑질의 재광화를 촉진시키고(Huang M 등, 2003 ; Mazzaoui SA 등, 2003 ; Domingo C, 2001) 100~150nm 크기의 아파타이트 입자가 탈회된 범랑질의 0.1마이크로미터 크기의 미세공극을 메움으로써 범랑질 표면으로부터 용출되는 칼슘, 인 등의 이온의 이동을 막을 수 있기 때문으로 생각된다(김 등, 2006).

이상의 시험 결과를 종합해 보면 나노입자크기의 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트와 같은 아파타이트 물질을 치면열구전색제에 첨가하면 치면열구전색제로서의 기본 성질을 만족하면서 생체 친화성 아파타이트 물질로부터 기대하는 탈회저항성의 증가라는 큰 장점을 가지게 된다.

V. 결론

교합면 치아우식증의 효과적인 예방 술식인 치면열구전색술은 우수한 우식 예방 효과를 보이지만 여러 요인으로 인한 전색제의 탈락으로 이차 우식을 유발할 수 있다는 임상적 한계를 가진다. 이러한 한계를 극복하기 위해 치면열구전색제의 물성을 향상시키기 위한 노력의 일환으로 15% 나노하이드록시아파타이트, 15% 베타-트리칼슘포스페이트와 15% 이상칼슘포스페이트를 치면열구전색제에 첨가하여 순수 치면열구전색제와 비교하여 ISO 6874의 기본 성질과 치아와의 전단결합강도, 그리고 탈회저항성의 변화를 알아보려고 하였다.

1. 중합깊이 실험에서는 모든 군에서 ISO 6874:2005(E) 규정에 따른 치면 열구전색제의 기본 성질을 만족하였다.
2. 모든 군에서 주변광에 대한 민감도는 관찰되지 않았다.
3. 전단결합강도 실험에서는 4개의 그룹 간에 통계학적으로 유의성 있는 차는 없었다($P>0.05$).
4. 전단결합강도 측정 후 파절면을 SEM으로 관찰한 결과 대조군에서는 법랑질과 치면열구전색제 사이의 계면파절이 관찰되었고 실험군들에서는 법랑질과 치면열구전색제 사이의 계면파절과 치면열구전색제 내의 응집파절 이 혼재되어 나타났으며 대조군에 비해 응집파절이 더 많이 관찰되었다.

5. 3일간 탈회 후 CLSM을 이용하여 시편의 탈회면을 관찰한 결과 대조군에 비해 모든 실험군에서, 특히 이상칼슘포스페이트를 첨가한 실험군에서 탈회저항을 보였다.

이번 연구 결과 기존의 치면열구전색제에 나노입자크기의 하이드록시아파타이트, 베타-트리칼슘포스페이트, 이상칼슘포스페이트를 첨가시 전단결합강도에서는 통계학적인 유의차가 없었으나 더 높은 탈회저항성을 보이는 것을 알 수 있었다.

이상의 시험 결과를 종합해 보면 나노입자크기의 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트와 같은 아파타이트 물질을 치면열구전색제에 첨가하면 치면열구전색제로서의 기본 성질을 만족하면서 생체 친화성 아파타이트 물질로부터 기대하는 탈회저항성의 증가라는 큰 장점을 가지게 된다.

참고문헌

김민영, 권호근, 김백일 : 나노 및 마이크로 수산화인회석 함유 구강양치액의 재광화 효과 비교. 대한구강보건학회지, 30:325-333, 2006.

김지희, 이용근, 최병재, 최형준 : 광중합형 글라스아미오노머 시멘트의 탈회저항성과 전단결합강도에 대한 나노미터 입자의 하이드록시아파타이트의 효과. Seoul: Graduate School, Yonsei University, 2008.

대한소아치과학회 : 소아청소년치과학, 제4판, 신흥인터넷서널사, 166-167, 2007

마연주, 이용근, 최병재, 최형준: 나노입자크기의 하이드록시아파타이트와 베타트리칼슘포스페이트를 첨가한 광중합형 글라스아이오노머 시멘트의 탈회저항과 전단결합강도. Seoul: Graduate School, Yonsei University, 2009.

이효설, 최병재, 이제호, 이용근 : 나노하이드록시아파타이트를 첨가한 치면 열구전색제의 탈회저항성. Seoul: Graduate School, Yonsei University, 2008.

이정진, 이용근, 최병재, 김성오: 글래스 아이오머 시멘트에 첨가된 하이드록시아파타이트 입자 크기에 따른 탈회 저항성과 전단결합강도의 비교. Seoul: Graduate School, Yonsei University, 2008.

이상호 : 치면열구전색의 유지력, 대한소아치과학회지, 33:336-346, 2006.

Anderson P, Bollet-Quivogne FR, Dowker SE, Elliott JC : Demineralization in enamel and hydroxyapatite aggregates at increasing ionic strength. *Arch Oral Biol*, 49(3): 199-207, 2004.

Arcis RW, Lopez-Macipe A, Toledano M, Osorio E, Rodriguez-Clemente R, Mutra J, Fanovich MA, Pascual CD : Mechanical properties of visible light-cured resins reinforced with hydroxyapatite for dental restoration. *Dent Mater*, 18:49-57, 2002.

Backer Dirks O : The assessment of fluoridation as a preventive agent in relation to dental caries. *J Br Dent*, 114:211-216, 1963.

Cueto EI, Buonocore MG : Sealing of pits and fissures with an adhesive resin : its use in caries prevention. *J Am Dent Assoc*, 75:121-128, 1967.

Domingo C, Arcis RW, Lopez-Macipe A, Osorio R, Rodriguez-Clemente R, Mutra J, Fanovich MA, Toledano M : Dental composites reinforced with hydroxyapatite: mechanical behavior and absorption/elution characteristics. *J Biomed Mater Res*, 56:297-305, 2001.

Duan YR, Zhang ZR, Wang CY, Chen JY, Zhang XD : Dynamic study of calcium phosphate formation on porous HA/TCP ceramics. *J Mater Sci Mater Med*, 16:795-801, 2005.

Ghosh SK, Nandi SK, Kundu B, Datta S, De DK, Roy SK, Basu D. : In vivo response of porous hydroxyapatite and beta-tricalcium phosphate prepared by aqueous solution combustion method and comparison with bioglass scaffolds. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 86:217–227, 2008.

Gu YW, Yap AUJ, Cheang P, Khor KA: Effect of incorporation of HA/ZrO₂ into glass ionomer cement (GIC). *Biomaterials*, 26:713–720, 2005.

Hansen EK: Visible light-cured composite resins : polymerization contraction, contraction, contraction pattern and hygroscopic expansion. *Sand J Dent Res*, 90:329–335, 1982.

Huang M, Feng J, Wang J, Zhang X, Li Y, Yan Y : Synthesis and characterization of nano-HA/PA66 composite. *J Mater Sci Mater Med*, 14(7):655–660, 2003.

International Standard Organization : Reference number ISO 6874:2005(E). www.iso.org, 2005.

Itthagaran A, King NM, Yiu C, Dawes O : The effect of chewing gums containing calcium phosphates on the remineralization of artificial caries-like lesions in situ. *Caries Res*, 39(3):251–254, 2005.

Jeong SH, Jang SO, Kim KN, Kwon HK, Park YD, Kim BI: Remineralization potential of new toothpaste containing nano-hydroxyapatite. *Key Eng Mater*, 309-311:537-540, 2006.

Kim BI, Jeong SH, Hang SO, Kim KN, Kwon HK, Park TD : Tooth whitening effects of tooth paste containing nano-hydroxyapatite. *Key Eng Mater*, 309-311, 541-544, 2006.

Kuilong LV, ZhangJ, Meng X, Li X: Remineralization effect of the nano-HA toothpaste on artificial caries. *Key Eng Mater*, 330-332: 267-270, 2007.

Lucas ME, Arita K, Nishino M : Toughness, bonding and fluoride-release properties of hydroxyapatite-added glass ionomer cement. *Biomaterials*, 24:3787-3794, 2003.

Marcacci M, Kon E, Zaffagnini S, Giardino R, Rocca M, Corsi A, Benvenuti A, Bianco P, Quarto R, Martin I, Muraglia A, Cancedda R : Reconstruction of extensive long-bone defects in sheep using porous hydroxyapatite sponges. *Calcif Tissue Int*, 64:83-90, 1999.

Mazzaoui SA, Burrow MF, Tyas MJ, Dashper SG, Eakins D, Reynolds EC : Incorporation of Casein phosphopeptide-amorphous calcium phosphate into a glass-ionomer cement. *J Dent Res*, 82:914-918, 2003.

Moffa JP : Biological effects of Nickel-containing dental alloys. J Am Dent Res, 104:501-505, 1982.

Park SW, Lee YK, Kim YU, Kim MC, Kim KN, Choi BJ, Choi HJ : The effect of hydroxyapatite on the remineralization of dental fissure sealant. Key Eng Mat, 284-286:35-38, 2005.

Primosch RE, Barr ES : Sealant use and placement techniques among pediatric dentists. J Am Dent Assoc, 132:1442-1451, 2001.

Reynolds EC : Anticariogenic complexes of amorphous calcium phosphate stabilized by casein phosphopeptides : a review. Spec Care Dentist, 18:8-16, 1998.

Reynolds EC, Cai F, Shen P, Walker GD : Retention in plaque and remineralization of enamel lesions by various forms of calcium in a mouthrinse or sugar-free chewing gum. J Dent Res, 82:206-211, 2003.

Rugg-Gunn AJ, Holloway PJ, Davies TGH : Caries prevention by daily fluoride mouthrinsing. J Br Dent, 135:353-360, 1973.

Saito M, Marouka A, Mori T, Sugano N, Hino K : Experimental studies on a new bioactive bone cement: hydroxyapatite composite resin. Biomaterials, 15:156-160, 1994.

Santos C, Clarke RL, Braden M, Guitian F, Davy KW : Water absorption characteristics of dental composites incorporating hydroxyapatite filler. *Biomaterials*, 23(8):1897-1904, 2002.

Santos C, Luklinska ZB, Clarke RL, Davy KWM : Hydroxyapatite as a filler for dental composite materials: mechanical properties and in vitro bioactivity of composites. *J Mater Sci Mater Med*, 12:565-573, 2001.

Simons EW, Barghi N, Muscott JF : Thermocycling of pit and fissure sealants. *J Dent Res*, 55:606-610, 1976.

Simonsen RJ : Pit and fissure sealant : review of the literature. *Pediat Dent*, 24:393-414, 2002.

Simonsen RJ : Retention and effectiveness of dental sealants after 15 years. *J Am Dent Assoc*, 122:34-42, 1991.

Suzuki S : In vitro wear of nano-composite denture teeth. *J Prosthodont*, 13:238-243, 2004.

Swartz ML, Phillips RW, Norman RD, Eliason S, Rhodes BF, Clark HE : Addition of fluoride to pit and fissure sealants - a feasibility study. *J Dent Res*, 55:757-771, 1976.

Tilliss TSI, Stach DJ, Hatch RA, Cross-Poline GN : Occlusal discrepancies after sealant therapy. *J Prosthet Dent*, 68:223-228, 1992.

Yoon SI, Lee YK, Kim YU, Kim MC, Kim KN, Kim SO, Choi HJ :
The effects of hydroxyapatite on shear bonding strength between dental
luting cement and human teeth. Key Eng Mater 284-286:953-956, 2005.

Yoon SI, Lee YK, Kim KN, Kim SO, Son HK, Kwak JY, Kim JY, Choi
HJ : Comparison of the bone-like apatite formation potency between
hydroxyapatite and β -tricalcium phosphaaate in Glass ionomer dental
luting cement. Key Eng Mater 309-311:885-888, 2006.

Zitz A, Gedalia I, Grajower R : Addition of fluoride compounds to
acrylic resin plastes-shear bonding strength and fluoride release. J Oral
Rehab, 8:37, 1981.

Abstract

The demineralization resistance and shear bonding strength of light-cured dental fissure sealant containing nano-sized hydroxyapatite, beta-tricalcium phosphate and biphasic calcium phosphate

Soo Jin, Lee

Department of Dentistry

The Graduate school, Yonsei University

(Directed by Professor Hyung-Jun, Choi, D.D.S., Ph.D.)

Dental fissure sealant is one of the most effective method for prevention of dental caries but because of errors during procedures and physical property of sealant material itself, dental fissure sealant can fail. To improve this, many studies that try to improve sealant's physical property by adding calcium phosphate are in progress.

Hydroxyapatite(HA) is a major component of bone and teeth in the human body and due to its biocompatibility, HA is used as a bone alternative materials or dental restorative materials and remineralization materials on dental enamel. Also beta-tricalcium phosphate(β -TCP) is a component of biological apatite in bone and teeth and it enhances remineralization on tooth enamel. Biphasic calcium phosphate(BCP) that is

mixed HA and β -TCP has favorable physical property of HA and better solubility of β -TCP at same time.

The purpose of this study was to compare the shear bonding strength and demineralization resistance of dental fissure sealant containing HA, β -TCP and BCP within each group.

In order to investigate the curing depth, the sensitivity to ambient light and shear bonding strength, 15% nano-HA(exp.1), 15% nano- β -TCP(exp.2) and 15% nano-BCP(exp.3) were used as experimental groups and control group was ConciseTM. The specimens were observed under SEM after measuring shear bonding strength and under CLSM after demineralization.

1. The curing depth test shows that all groups satisfied the basic standard, ISO 6874:2005(E).
2. None of the groups were sensitive to ambient light.
3. In shear bonding strength test, there was no statistically significant difference($P>0.05$).
4. SEM image of fractured surface after measuring shear bonding strength shows adhesive failure between enamel and dental fissure sealant in control group and in experimental groups, both adhesive failure between enamel and dental fissure sealant and cohesive failure within dental fissure sealant existed.

5. Observation under CLSM after 3 day-demineralization shows demineralization resistance in all experimental groups, especially in exp.3 that containing nano-BCP.

The results from this study was that dental fissure sealant which contains apatite such as HA and β -TCP satisfied the basic standard as dental fissure sealant and moreover, was increased in resistance of demineralization.

Keywords : light-cured dental fissure sealant, nano-sized hydroxyapatite, nano-sized β -tricalcium phosphate, nano-sized biphasic calcium phosphate, shear bonding strength, demineralization resistance