

글라스아이오노머 시멘트에 첨가된  
나노 크기 베타 트리칼슘 포스페이트의 재광화에 대한 영  
향

연세대학교 대학원

치의학과

홍영우

글라스아이오노머 시멘트에 첨가된  
나노 크기 베타 트리칼슘 포스페이트의 재광화에 대한 영  
향

지도교수 최 형 준

이 논문을 석사 학위논문으로 제출함

2008 년 2 월 일

연세대학교 대학원

치 의 학 과

홍 영 우

# 홍영우의 석사 학위논문을 인준함

심사위원\_\_\_\_\_인

심사위원\_\_\_\_\_인

심사위원\_\_\_\_\_인

연세대학교 대학원

2008 년 2 월 일

## 감사의 글

먼저 본 논문의 연구 계획에서 완성에 이르기까지 전 과정을 무사히 마칠 수 있도록 지도 편달해 주신 최형준 선생님께 감사를 드립니다. 아낌없는 격려와 세심한 배려로 지도해주신 이제호 선생님, 최병재 선생님, 손흥규 선생님께도 감사를 드립니다. 조언을 아끼지 않으신 이종갑 선생님께도 진심으로 감사와 존경을 표합니다. 실험 과정과 실험 진행에 많은 도움을 주신 이용근 선생님께도 감사 드리고 실험에 도움을 준 소아치과 의국원들께도 감사드립니다.

마지막으로 저를 위해 기도하시는 양가 부모님, 항상 저의 뒤에서 지원과 격려를 아끼지 않는 부인과 아들에게 사랑과 감사의 마음을 전하고 싶습니다.

저자 씀

## 차례

### 그림 및 표 차례

국문 요약 .....	1
I. 서론 .....	3
II. 재료 및 실험 방법 .....	5
가. 실험재료 .....	5
나. 실험방법 .....	6
1. 표본 준비 .....	6
2. ISO 기본실험 .....	6
1) 피막도 .....	6
2) 경화시간 .....	7
3) 압축강도 .....	8
3. 차아 탈회 실험과 CLSM, SEM을 이용한 탈회면 관찰 .....	9
4. 통계학적 분석 .....	10

III. 결과	11
가. ISO 기본 실험	11
1. 피막도	11
2. 경화시간	12
3. 압축강도	13
나. Confocal Laser Scanning Microscope(CLSM)를 이용한 탈회면 관찰	14
다. Scanning Elecron Microscope(SEM)을 이용한 탈회면 관찰	16
IV. 고찰	21
V. 결론	25
참고문헌	26
영문요약	33

## 그림 차례

그림 1. RelyX™	.....	5
그림 2. 피막도	.....	12
그림 3. 경화시간	.....	13
그림 4. 압축강도	.....	14
그림 5. CLSM으로 관찰한 대조군 탈회시편	.....	15
그림 6. CLSM으로 관찰한 실험군 시편	.....	16
그림 7. SEM으로 관찰한 탈회된 대조군 시편(20000배)	.....	17
그림 8. SEM으로 관찰한 탈회된 대조군 시편(50000배)	.....	18
그림 9. SEM으로 관찰한 탈회된 실험군 시편(20000배)	.....	19
그림 10. SEM으로 관찰한 탈회된 실험군 시편(50000배)	.....	20

## 표 차례

표 1. 피막도	.....	11
표 2. 경화시간	.....	13
표 3. 압축강도	.....	14



## 국문요약

# 글라스아이오노머 시멘트에 첨가된 나노 크기 베타트리칼슘 포스페이트의 재광화에 대한 영향

본 연구에서는 실험용 nano- $\beta$ -tricalcium phosphate를 함유한 치과 접착용 글라스아이오노머 시멘트의 항우식성 그리고 재광화를 평가하기 위해서 시행되었다.  $\beta$ -tricalcium phosphate는 법랑질과 골형성물에 존재하는 인회석이다. Nano- $\beta$ -tricalcium phosphate는 칼슘과 인산염을 다량 함유하고 있기 때문에 사람과 동물에서 법랑질 표면에 병소가 생기는 경우 재광화를 촉진할 수 있다. 이번 실험에 사용된 치과 합착용 시멘트는 RelyX<sup>TM</sup> 글라스아이오노머 시멘트 (3M/ESPE,USA.)이다. 글라스아이오노머 시멘트 단독, 그리고 15% nano- $\beta$ -tricalcium phosphate함유 글라스아이오노머 시멘트의 피막도, 경화시간, 그리고 압축강도를 측정했다. 사람 구치에 상자형태의 와동을 만들고 글라스아이오노머 시멘트만 그리고 15% nano- $\beta$ -tricalcium phosphate가 함유된 글라스아이오노머 시멘트를 충전했다. 각 치아는 4일간 37도에 맞추어진 25ml pH 5.0 버퍼 용액에 저장하였다. 4일 후 각 수복물 중앙에서 100 $\mu$ m의 시편을 만들었다. 각

시편은 scanning electronic microscope(SEM)와 confocal laser scanning microscopy(CLSM)을 이용해서 법랑질 표면에서 나타난 변화를 분석했다. CLSM 상에서 글래스아이오노머 시멘트군과 nano- $\beta$ -tricalcium phosphate 글래스아이오노머 시멘트군 사이의 명확한 차이가 나타났다. CLSM은 약 100 $\mu$ m 크기에서 건강한 법랑질 표면의 탈회된 면을 보였다. 글래스아이오노머 시멘트 군에서는 비교적 두꺼운 형광층이 나타났다. 이에 반해서 nano- $\beta$ -tricalcium phosphate군에서는 형광층이 얇았다. SEM으로 미세한 표면을 관찰한 결과 nano- $\beta$ -tricalcium phosphate함유 글래스아이오노머 시멘트군이 글래스아이오노머 시멘트군에 비해 덜 거친 표면을 관찰할 수 있다. 이상의 결과를 요약하면 nano- $\beta$ -tricalcium phosphate는 법랑질 표면을 산으로 인한 탈회에서 보호하고 재광화를 촉진하는 것으로 여겨진다.

---

핵심되는 말 : 글래스아이오노머 시멘트,  $\beta$  - TCP, 탈회, 항우식 효과, 재광화

# 글래스아이오노머 시멘트에 첨가된 나노 크기 베타트리칼슘 포스페이트의 재광화에 대한 영향

<지도교수 : 최형준>

연세대학교 대학원 치의학과

홍 영 우

## I. 서론

글래스아이오노머 시멘트는 수성의, 치아색의, 화학접착제고 초기에는 치과분야에서 초기 탈회된 부위의 수복에 제한적으로 사용했다. 하지만 현재는 가장 광범위하게 쓰이는 치과재료의 하나로 함착, 라이너, 보존적인 제1,2급 와동의 수복, 코아 제작, 그리고 광중합 수복물 등으로 사용한다. 글래스아이오노머 시멘트는 3가지로 분류한다. 제1형은 함착용 재료, 제2형은 수복 재료, 그리고 제3형은 라이너와 베이스로 분류한다. 제2형 중 전치부의 심미적 수복을 위해 제3급, 제5급 와동 수복에도 쓰인다.

글래스아이오노머 시멘트는 기본적으로 분말 그리고 액으로 구성된다. 분말은 산에 용해가 가능한 calcium fluoroaluminosilicate glass으로 구성되고 입자의 크기는 20 ~ 50 $\mu$ m이다. 액

은 polyacrylic acid, itaconic acid, maleic acid, tricarballic acid 등으로 구성된다.

치과 수복물 주위의 미세누출은 심각한 문제를 야기하고 하방에 있는 치아조직에 치아우식증을 야기한다. 즉, 미세누출은 세균의 침입이 유발하여 2차 치아우식증을 야기한다. 글래스아이오노머 시멘트는 이온을 방출하는 재료이다. 즉, 불소 이온을 지속적으로 약하게 방출하고 이로 인해 글래스아이오노머 시멘트는 항우식성을 가졌다. 많은 연구자들에 의하면 글래스아이오노머 시멘트에 calcium phosphate를 첨가하면 항우식 특성이 증가된다고 하였다.  $\beta$  - Tricalcium phosphate는 치아 법랑질과 골조직에 있는 생물학적인 인회석을 구성하는 물질이다. 그리고  $\beta$  - tricalcium phosphate는 다량의 칼슘과 인산염을 함유하고 있는데 이것은 사람과 동물의 법랑질에 미세병소가 생기는 경우 재광화를 촉진한다.

최근에 나노기술의 발전이 치과를 포함한 여러 분야에서 이용된다. 나노 기술에 의해서  $\beta$ -tricalcium phosphate 입자를 더 작게 만들고 이것을 글래스아이오노머 시멘트에 첨가할 경우 재료의 항우식성 그리고 재광화 특성에 영향을 미칠 수 있을 것이다.

이번 연구에서는 15%의 나노 크기의  $\beta$ -tricalcium phosphate를 글래스아이오노머 시멘트 (RelyX™ 접착용, 3M/ESPE, USA.)에 첨가하였고 첨가된 시멘트의 기계적 그리고 생물학적인 특성을 분석하였다. 이번 연구의 목적은 nano- $\beta$ -tricalcium phosphate가 함유된 글래스아이오노머 시멘트의 항우식 그리고 재광화 효과를 알아보기 위함이었다.

## II. 재료 및 실험 방법

### 가. 실험재료

시판되는 글래스아이오노머 시멘트인 RelyX™ GIC (3M/ESPE, USA) 와 nano-β-tricalcium phosphate를 사용하였다.



그림 1. RelyX™

RelyX™ 는 분말과 용액으로 구성된다. 분말에는 fluoroaluminosilicate glass, 마이크로 캡슐에 넣은 potassium persulfate와 ascorbic acid, 그리고 opacifying agent으로 구성되었다. 용액은 methacrylate group이 붙은 polycarboxylic acid, HEMA, 수분, 경화반응을 지연시키는

소량의 tartaric acid으로 구성된다.

사용한 nano  $\beta$  - tricalcium phosphate는 OssGen.Co.Ltd 에서 만들었고 평균 입자의 크기는 50 ~ 100nm이다.

## 나. 실험방법

### 1. 표본준비

분말 액 비는 제조자의 지시에 따랐으며 중량으로는 1.6:1이며, 동일한 수의 분말 스푼과 액 방울로 얻을 수 있었다.

RelyX™ GIC를 대조군으로 사용하였고 15% nano- $\beta$ -tricalcium phosphate-RelyX™ GIC를 실험군으로 설정하여 비교하였다.

### 2. ISO 기본실험

ISO 9917-1:2003(E) 규정에 따라 치과용 수성 시멘트가 가져야 하는 성질인 피막도, 경화시간, 압축강도에 대한 실험을 대조군과 실험군에서 실행하였다.

#### 1) 피막도

2개의 투명하고 평편한 유리를 접촉한 상태에서 두께를 1 $\mu$ m의 오차 범위까지 정확하게 측

정하고 이를 측정값 A라 한다. 상부의 유리창을 제거하고 (0.1 ± 0.05) mL의 시멘트 혼합물을 하부 유리관 중앙에 위치시키고 하중장치의 직하방 중앙에 위치시킨다. 상부 유리판을 처음과 동일하게 시멘트의 중앙에 오도록 위치시킨다.

제조회사가 제시한 작업시간의 10초 전에 150 ± 2 N의 하중을 상부 유리판을 통하여 수직으로 중앙에 가한다. 시멘트 혼합물이 유리관 사이의 공간에 완전히 퍼졌는지를 확인한다.

하중을 가한 후 최소 10분이 경과하였을 때 하중장치에서 유리판을 제거하고 두개의 유리판과 시멘트 피막의 두께를 측정한다. 이를 측정값 B라 한다.

시멘트 피막을 포함하는 경우와 포함하지 않는 경우의 유리판 두께의 차(측정값 B - 측정값 A)를 피막두께로서 기록한다.

## 2) 경화시간

23±1°C 온도에서 금속몰드(8 x 10 x 5mm)를 알루미늄 호일에 올려놓고 시멘트 혼합물을 일정한 높이까지 채운다. 혼합이 끝나고 60초 후에 금속몰드, 알루미늄 호일, 및 시멘트시편을 포함하는 전체를 금속블록에 올려서 온도를 37 ± 1°C이고 90% 습도를 유지하는 캐비닛에 넣어둔다. 금속몰드, 알루미늄 호일 및 금속블록이 잘 접촉되었는지를 확인한다.

혼합이 끝나고 90초 후에 압흔바늘을 조심스럽게 시멘트 위에 수직으로 내려놓고 5초간 유지한다. 대략의 경화시간을 측정하기 위해 30초 간격으로 압흔침을 시멘트에 위치시켜 완전한 원형의 압흔이 형성되지 않을 때까지 실험을 반복한다. 대략의 경화시간 30초 전부터는

10초 간격으로 반복한다. 혼합이 끝난 시점으로부터 침이 시멘트 내로 침투되지 못하여 완전한 원형의 압흔을 형성하지 못할 때까지 경과한 시간으로 측정하여 순 경화시간으로 정한다. 이 실험을 2회 더 반복한다.

### 3) 압축강도

시멘트의 혼합이 끝난 직후 60초 이내에 시멘트를 분할형 몰드에 살짝 넘치도록 채운뒤 약간의 압력을 가하면서 하부판 위에 올려놓았다. 몰드와 평판을 클램프에 위치시켜 조이고 혼합 직후부터 120초가 경과하기 전에 모든 장비를 온도가  $(37 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ 이고 최소한 30%의 상대 습도를 유지하는 캐비닛에 넣어두었다.

혼합 직후부터 1시간이 경과하면 판을 제거하고 시편을 젖은 400번 실리콘카바이드 연마지를 이용하여 갈아서 평편하게 만들어 시편 장축에 직각이 되도록 하였다.

시편을  $(37 \pm 1)^{\circ}\text{C}$  온도에서  $(23 \pm 0.5)$  시간 동안 보관 후 시편을 만능시험기(Instron, UK)에 위치시키고 시편의 장축방향으로 압축하중을 가하였으며 다음의 공식을 이용하여 압축강도를 MPa 단위로 측정하였다.

$$C = 4p / \pi d^2$$

p= the maximum load applied (N)

d=the measured diameter of the specimen (mm)



### 3. 치아 탈회와 SEM 그리고 CLSM을 이용한 관찰

치아우식증이 없는 발거된 영구 대구치의 백악-법랑 경계를 따라 박스 형태의 와동(6mm x 2mm x 1.5mm)을 형성했다. 와동의 변연은 저속 fissure bur을 이용하여 마무리 하였으며 cavo-surface angle에 90°에 가깝게 형성하였다. 와동들은 15% nano -  $\beta$  - TCP를 함유한 GIC혹은 비함유 GIC로 채웠다. 치아는 상대습도 100%, 37도를 유지하면서 24시간 보관되었다. 각 GIC 표면은 finished, 그리고 polished 되었으며 cavo-surface angle는 광학현미경 하에서 관찰되었다.

산에 저항할 수 있는 varnish를 와동의 변연으로부터 1mm 떨어진 치아면에 2회 발라주었다. 치아는 2.2mM CaCl<sub>2</sub>, 2.2mM NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 그리고 50mM acetic acid(pH5.0)을 함유한 25ml acid buffer에 37도로 4일간 보관하였다. 산용액은 24시간마다 갈아주었다. 4일 후에 치아를 epoxy-resin에 묻은 후 EXAKT diamond BAND SAW(EXAKT Co., Germany)를 사용하여 수복물의 중앙을 지나도록 치아의 장축방향으로 절단하여 100 $\mu$ m 두께의 시편을 제작하였다.

절단한 시편은 confocal laser scanning microscope(CLSM)(LSM 510, Carl zeiss Meditec AG, Germany)와 scanning electron microscope(SEM)(S 2000, Hitachi Japan) 을 사용하여 재료 인접부 법랑질의 탈회 양상 즉, 표면 거칠기에 대한 관찰을 시행하였다.

CLSM 촬영을 위해 표본을 0.1mM Rhodamine B solution으로 1시간 동안 염색하고 증류수로 수세한 후 건조하였다. CLSM은 543nm 의 long pass barrier filter를 사용하여 탈회된 병소가 있는 법랑질에서 형광을 나타낸다.

#### 4. 통계학적 분석

통계분석은 SAS 9.1 version으로 시행하였다. 피막도, 경화시간, 압축강도, 등에 있어서 실험  
군과 대조군 간의 차이가 있는지는 student t - test로 분석하였다(유의수준 < 0.05).

### III. 결과

#### 가. ISO기본 실험

##### 1. 피막도

실험군(15% nano- $\beta$ -tricalcium phosphate 글래스아이오노머시멘트)은 0.006mm로 대조군(pure GIC)은 0.022mm 보다 작은 값을 나타냈다. 두 군 다 ISO 규격인 25 $\mu$ m 보다 적게 나와서 조건을 만족시켰다.

Wilcoxon Two-Sample Test로 분석한 결과 두 군 사이에 유의할 만한 차이가 있었다( $P < 0.05$ ).

표 1. 피막도 실험 결과 (mm)

	control(GI)	15% nano-TCP
1	0.021	0.005
2	0.023	0.007
3	0.022	0.004
4	0.021	0.006
5	0.023	0.007

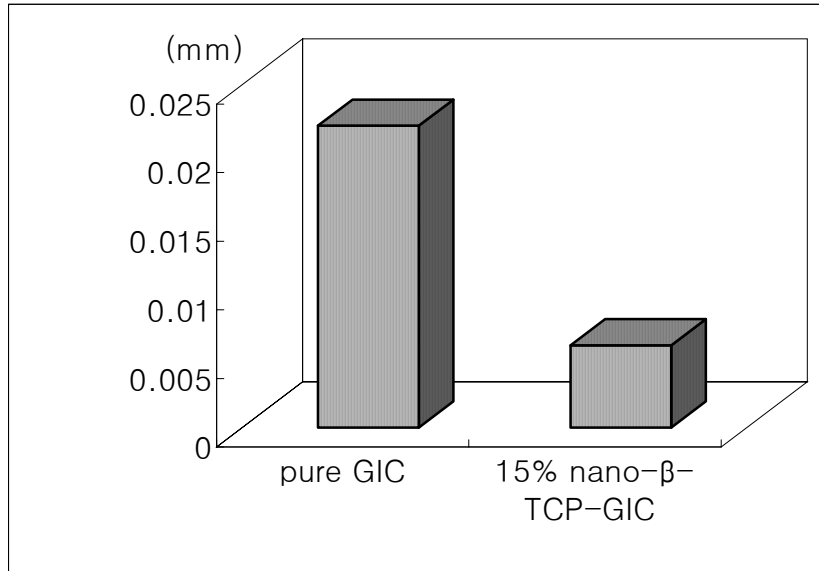


그림 2. 피막도

## 2. 경화시간

실험군은 921초, 대조군은 223초의 경화시간을 보여주었다. Wilcoxon Two-Sample Test 로 분석한 결과 두 군 사이에 유의차가 없는 것으로 나왔다( $P > 0.05$ ). 대조군은 ISO 9917 규정에 있는 경화시간(최소 : 90초, 최대 : 480초)를 만족시켰으나 실험군은 만족시키지 못했다.

표 2. 경화시간(sec)

	control(GI)	15% nano-TCP
1	226	921
2	223	935
3	219	918

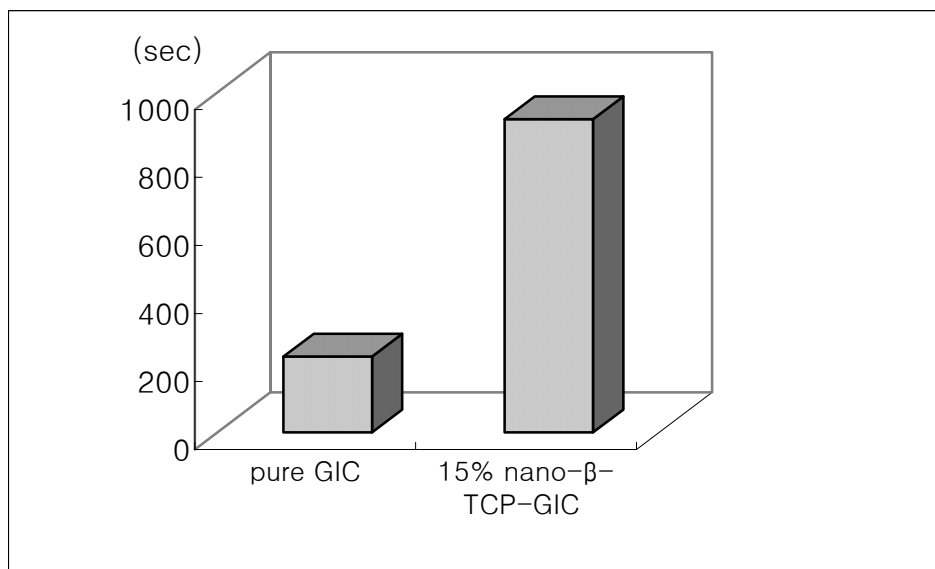


그림 3. 경화시간

### 3. 압축강도

대조군은 88.02Mpa, 실험군은 98.19Mpa를 보였다. Wilcoxon Two-Sample Test 로 분석한 결과 두 군 사이에 유의차를 나타내지는 않았다( $P>0.05$ ). 두 군다 ISO 9917 - 1:2003(E) 에 있는 압축강도의 조건(최소 50MPa)을 만족시켰다.

표 3. 압축강도(MPa)

	control(GI)	15% nano-TCP
1	88.02	89.08
2	93.13	115.2
3	78.78	103
4	79.58	89.02
5	92.26	98.19

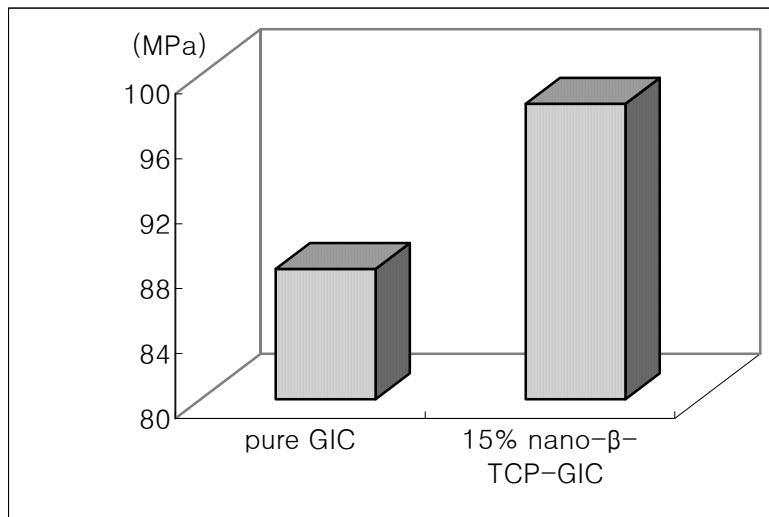


그림 4. 압축강도

#### 나. Confocal laser scanning microscope(CLSM)를 이용한 탈회면 관찰.

CLSM사진에서 붉은색으로 나타난 부위는 탈회된 부위이고 재료(GIC 혹은 15%  $\beta$  - nano

TCP GIC)는 Rhodamine B solution을 많이 흡수해서 붉은색으로 나타났다.

CLSM 사진 관찰 시 실험군에 비해서 대조군에서 탈회가 많이 일어난 것을 볼 수가 있다.

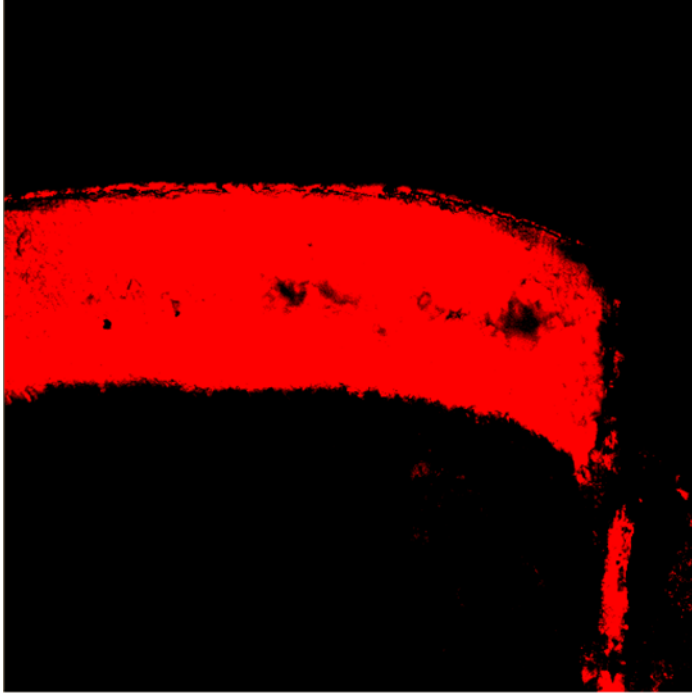


그림 5. 실험군.

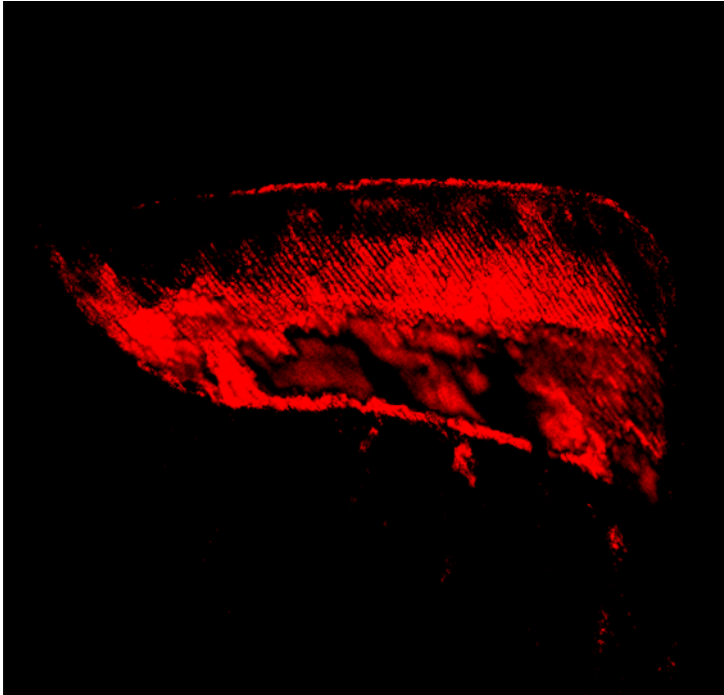


그림 6. 대조군.

#### 다. Scanning electron microscope(SEM)을 이용한 탈회면 관찰

대조군에서는 범랑질의 탈회로 더 많은 빈 공간이 생겼고 표면 입자가 불규칙하였다. 실험군은 15% nano  $\beta$  - TCP GIC 에 의해서 그런지 대조군에 비해서 탈회가 덜 일어났으며 표면 입자의 형태는 더 규칙적이었다.



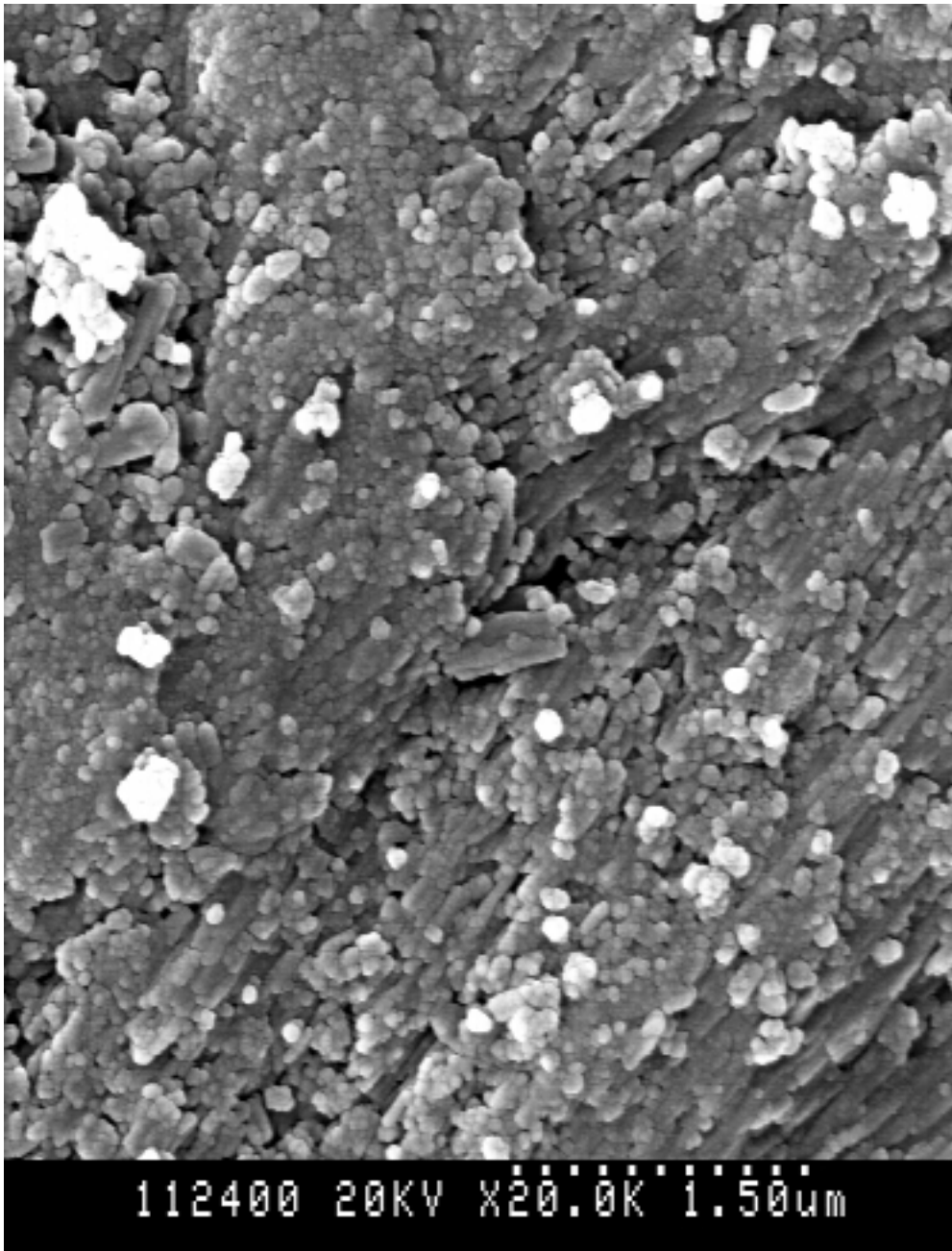


그림 7. 탈회된 대조군 (20000배)

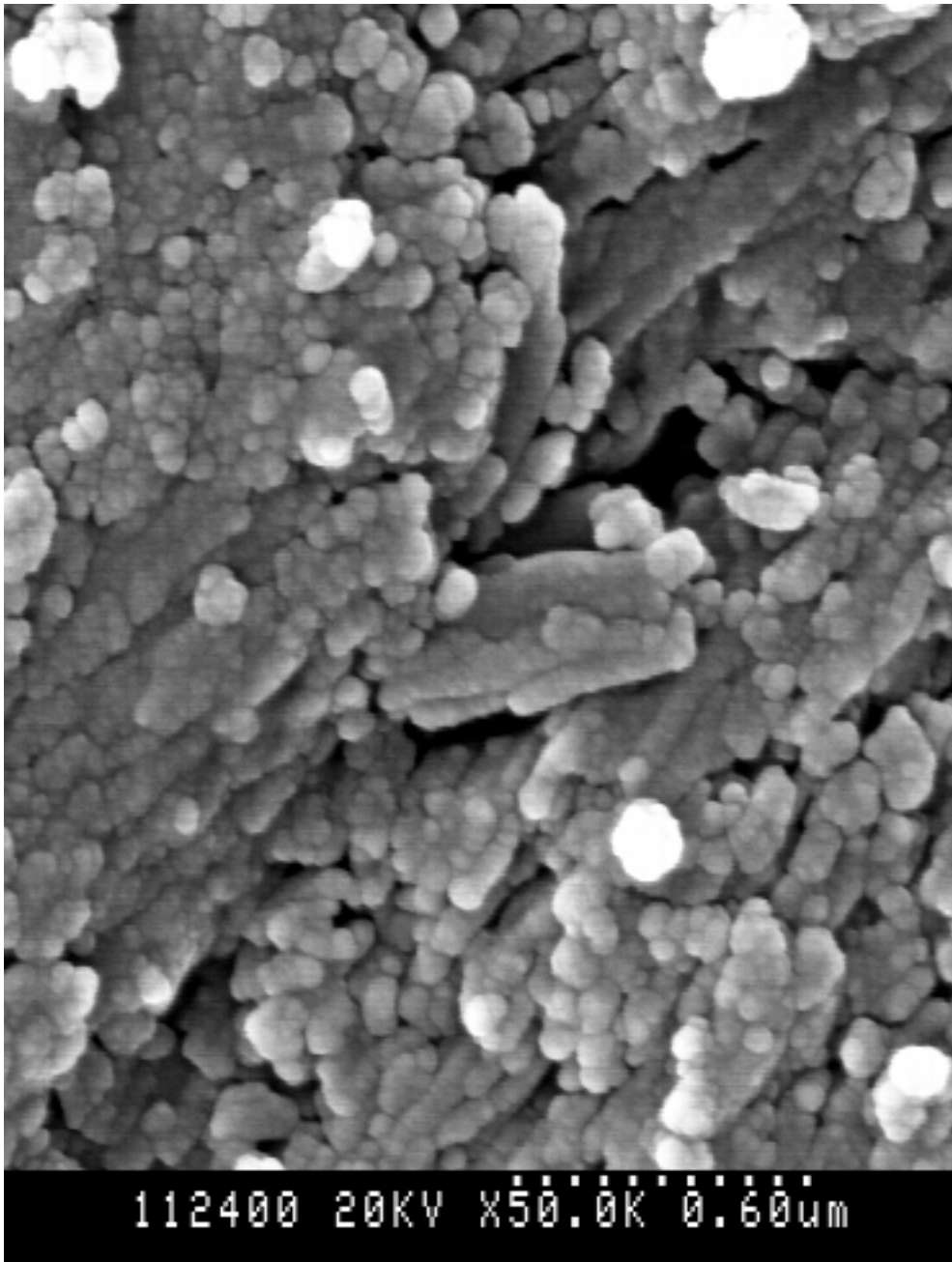


그림 8. 탈회된 대조군 (50000배)

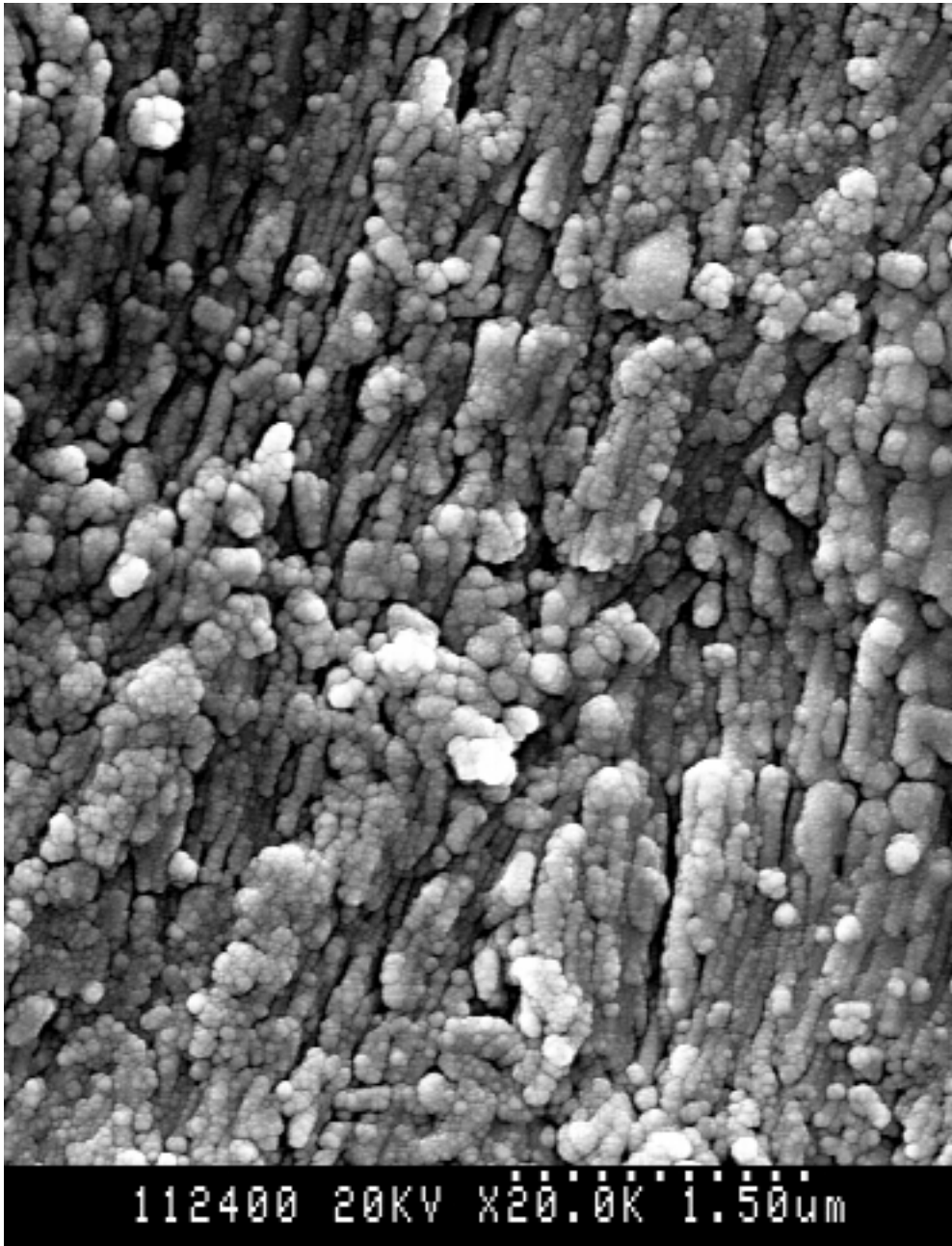


그림 9. 탈회된 실험군 (20000배)

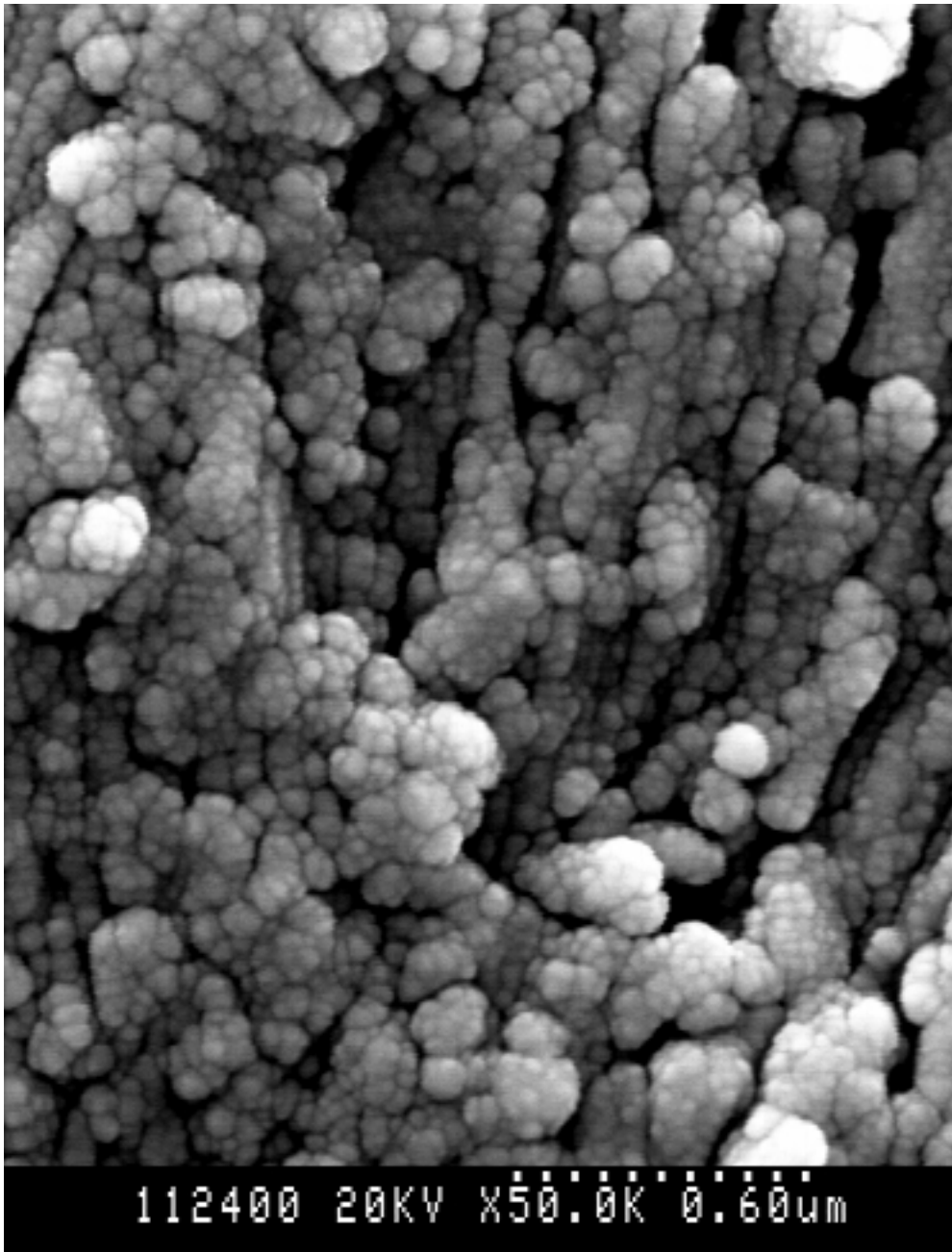


그림 10. 탈회된 실험군 (50000배)

## IV. 고찰

치의학 분야에서는 수많은 재료를 접할 수 있다. 그 중 많이 쓰이게 되는 재료는 인체에 친화적인 재료이다. 글래스아이오노머 시멘트는 치아에 화학적인 결합을 하고 지속적으로 낮은 농도의 불소를 방출하고 치아와 유사한 열팽창계수를 가지고 있다. 이러한 특성을 강화시키고 더 나은 물리적 성질을 얻기 위해서 많은 시도들이 이루어졌다.

Calcium carbonate, Aragonite, Hydroxyapatite, Casein Phosphate-Amorphous Calcium Phosphate,  $\alpha$  - Tricalcium Phosphate 그리고  $\beta$  - Tricalcium phosphate 등을 글래스아이오노머 시멘트에 넣는 실험이 시행되었다. 이들 실험에서는 글래스아이오노머 시멘트의 물리적 성질을 개선되는 효과를 봤다. Hydroxyapatite가 글래스아이오노머 시멘트에 첨가되는 경우 치아주위에 bone-like apatite를 형성한다. Bone-like apatite은 글래스아이오노머 시멘트의 결합강도와 압축강도와 결합강도를 약 15% 정도 증가시킨다. 그리고 방사선 불투과성 그리고 polishability를 증가시키고 마모저항을 증가시키며 다른 무기 filler보다 저렴하다는 등의 장점이 있다. 그러나 Hydroxyapatite의 용해도가 낮기 때문에 bone-like apatite이 형성되는 양이 제한돼서 결합강도와 압축강도가 증가가 제한되고 중합 깊이가 감소되고 cohesive failure이 커지는 등 물리적 성질 개선에 있어서 한계가 있다. 그래서 더 많은 bone-like apatite를 만들기 위해서 다른 재료 첨가에 의한 연구가 이루어졌다.

$\beta$  - Tricalcium Phosphate는 Hydroxyapatite와 같은 apatite system 이지만 용해도가 크기 때문에 글래스이오노머 시멘트의 물리적 성질의 개선을 위한 적합한 첨가물로 여겨지고 있으며 많은 연구가 진행됐다. 이전에 연구된 자료를 살펴본 결과 트리카륨포스페이트와 글래스이오노머 시멘트 에서 베타트리카륨포스페이트의 함량이 증가할수록 결합강도가 증가하였고 Hydroxy apatite와  $\beta$  - tricalcium phosphate를 85 : 15 비율로 혼합한 Biphasic calcium phosphate를 첨가한 해서 물성을 개선한 실험도 있었다. 글래스이오노머 시멘트에 15% hydroxyapatite, biphasic calcium phosphate, 그리고 tricalcium phosphate을 첨가한 실험에서는 tricalcium phosphate를 첨가한 군에서 상아질 표면에 많은 양의 apatite가 형성됐다. 이번 실험에 사용된 RelyX™ 글래스이오노머 시멘트는 레진강화 시멘트로 2종류의 화학반응이 일어나서 경화가 이루어진다. 하나는 산-염기 반응으로 fluoroaluminosilicate glass와 polycarboxylic acid이 반응하는 것으로 진정한 글래스이오노머 setting reaction이다. 다른 하나는 polymer의 methacrylate group와 HEMA(2-hydroxyethylmethacrylate)의 자유라디칼의 중합반응이다. 자유라디칼 중합반응이 광원 없이 일어나기 때문에 광중합 형태가 아라 hybrid glass-ionomer 시멘트로 분류된다.

15% nano  $\beta$  - tricalcium phosphate를 글래스이오노머 시멘트에 첨가했을 때 글래스이오노머의 특성(ISO 9917)을 가지는 지를 알기 위해 기본적인 실험, 즉 피막도, 경화시간, 압축강도에 관한 실험을 실시했다. 피막도 실험에서 15% nano  $\beta$  - tricalcium phosphate군(실험군) 이 순수한 RelyX™(대조군)에 비해서 적게 나왔다. 이것은 작은 크기의  $\beta$  -

tricalcium phosphate가 글래스아이오노머 시멘트의 기질 사이로 많이 들어가서 점도가 낮아지고(Lucas등, 2003) 피막도가 작아진 것으로 여겨졌다.

경화시간은 실험군이 대조군에 비해서 오래 걸렸다. 즉, ISO9917의 경화시간에 대한 규정을 크게 벗어난 값을 보였다. 이것은 첨가된 15% nano  $\beta$  - tricalcium phosphate가 글래스아이오노머 시멘트의 경화반응인 산-염기 반응을 지연시켜서 나타나는 현상인 것 같다(Nicholson 등, 1993). 용해되는 nano  $\beta$  - tricalcium phosphate의 크기가 작기 때문에 이전의 연구에서 나타난 hydroxy apatite등에 의한 반응 지연보다 경화시간이 더 길어졌다고 여겨진다.

압축강도는 실험군이 더 크지만 유의차는 없었다. 실험군의 압축강도가 크게 나온 것은 시멘트의 경화 반응에서 nano  $\beta$  - tricalcium phosphate 에서 나온 칼슘이 polyacrylic liquid와 작용해서 polyacrylate ion을 형성, 강한 이온 결합을 하기 때문으로 여겨진다.

Confocal laser scanning microscope(CLSM)으로 관찰한 결과 대조군이 실험군보다 적색으로 표시된 양이 많았고 탈회된 양이 많음을 보여주었다. Scanning Electron microscope(SEM)을 이용한 탈회면 관찰에서 대조군에서 법랑질 표면이 더 불규칙하고 거칠었으며 법랑 소주간 공극부위의 무기질 손실이 많이 발생했다. 실험군에서는 무기질 손상이 일어났던 미세공극 부위가 nano  $\beta$  - tricalcium phosphate 로 채워져서 대조군 보다 매끄러운 표면을 보였다.

## V. 결론

Tricalcium phosphate를 글래스아이오노머 시멘트에 함유한 이번 실험에서 다음의 사실을 알게 되었다.

1. 글래스아이오노머 시멘트에 첨가된 tricalcium phosphate는 시멘트의 결합강도를 증가시키고 피막도를 감소시켰다.
2. Tricalcium phosphate를 함유한 글래스아이오노머 시멘트는 산에 의한 부식에 저항하는 항탈회 그리고 항우식 능력을 보여주었다.
3. 적절한 tricalcium phosphate의 함량에 대한 연구가 필요하다.
4. Tricalcium phosphate 함유로 지연된 경화 반응에 대한 연구 및 개선에 대한 연구가 필요하다.



## 참고문헌

1. 김민영, 권호근, 김백일: 나노 및 마이크로 수산화인회석 함유 구강양치액의 재광화 효과 비교. *대한구강보건학회지*. 30(3): 325-334, 2006.
2. Akinmade, A. O. and Nicholson, J. W.: Glass-ionomer cements as adhesive. Part I: Fundamental aspects and their clinical relevance. *J. Mater. Sci. Mater. Med.* 4: 93-101, 1993.
3. Anderson, P., Bollet-Quivogne, F. R., Dowker, S. E., and Elliott, J. C.: Demineralization in enamel and hydroxyapatite aggregates at increasing ionic strength. *Arch. Oral Biol.* 49(3): 199-207, 2004.
4. Arcis, R. W., Lopez-Macipe, A., Toledano, M., Osorio, E., Rodriguez-Clemente, R., Mutra, J., Fanovich, M. A., and Pascual, C. D.: Mechanical properties of visible light-cured resins reinforced with hydroxyapatite for dental restoration. *Dent. Mater.* 18: 49-57, 2002.
5. Bullard, R. H., Leinfelder, K. F., and Russell, C. M.: Effect of coefficient of thermal expansion on microleakage. *J. Am. Dent. Assoc.* 116: 871-874, 1998.
6. Domingo, C., Arcis, R. W., Lopez-Macipe, A., Osorio, R., Rodriguez-Clemente, R., Mutra, J., Fanovich, M. A., and Toledano, M.: Dental composite reinforced with hydroxyapatite:

- Mechanical behavior and absorption/elution characteristics. *J. Biomed. Mater. Res.* 56(2): 297-305, 2001.
7. Erickson, R. L. and Glasspoole, E. A.: Bonding to tooth structure: a comparison of glass-ionomer and composite-resin systems. *J. Esthet. Dent.* 6: 227-244, 1994.
  8. Gao, W. and Smales, R. J.: Fluoride release/uptake of conventional and resin-modified glass ionomers, and compomers. *J. Dent.* 29: 301-306, 2001.
  9. Gu, Y. W., Yap, A. U. J., Cheang, P., and Khor, K. A.: Effect of incorporation of HA/ZrO<sub>2</sub> into glass ionomer cement (GIC). *Biomaterials* 26: 713-720, 2005.
  10. Guggenberger, R., May, R., and Stefan, K. P.: New trends in glass-ionomer chemistry. *Biomaterials* 19: 479-483, 1998.
  11. Huang, M., Feng, J., Wang, J., Zhang, X., Li, Y., and Yan, Y.: Synthesis and characterization of nano-HA/PA66 composites. *J. Mater. Sci. Mater. Med.* 14(7): 655-660, 2003.
  12. Infeld, T., Birkheld, D., and Lingstrom, P.: Effect of urea in sugar-free chewing gums on pH recovery in human dental plaque evaluated with three different methods. *Caries Res.* 29: 172-180, 1995.
  13. Itthagaran, A., King, N. M., Yiu, C., and Dawes, C.: 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.
14. Kawano, F., Kon, M., Kobayashi, M., and Miyai, K.: Reinforcement effect of short glass on strength of fibers with CaO-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> glass-ionomer cement. *J. Dent.* 29(5): 377-380, 2001.
  15. Leyhausen, G., Abtahi, M., Karbaksch, M., Sapotnick, A., and Geurtsen, W.: Biocompatibility of various light-curing and one conventional glass-ionomer cement. *Biomaterials* 19: 559-564, 1998.
  16. Lin, A., McIntyre, N. S., and Davidson, R. D.: Studies on the adhesion of glass-ionomer cements to dentin. *J. Dent. Res.* 71: 1836-1841, 1992.
  17. Lucas, M. E., Kenji Arita, and Mizuho Nishino: Toughness, bonding and fluoride-release properties of hydroxyapatite-added glass ionomer cement. *Biomaterials* 24: 3787-3794, 2003.
  18. Mazzaoui, S. A., Burrow, M. F., Tyas, M. J., Dashper, S. G., Eakins, D., and Reynolds, E. C.: Incorporation of Casein phosphopeptide-amorphous calcium phosphate into a glass-ionomer cement. *J. Dent. Res.* 82(11): 914-918, 2003.
  19. Morra, M.: Acid-base properties of adhesive dental polymers. *Dent. Mater.* 9: 375-378, 1993.

20. Mount, G. J.: Glass ionomers: a review of their current status. *Oper. Dent.* 24: 115-124, 1999.
21. Ngo, H., Mount, G. J., and Peters, MCRB.: A study of glass-ionomer cements and its interface with enamel and dentin using a low temperature, high resolution scanning electron microscope technique. *Quintessence Int.* 28: 63-69, 1997.
22. Nicholson, J. W., Hawkins, S. J., and Smith, J. E.: The incorporation of hydroxyapatite into glass-polyalkenoate ( "glass-ionomer" ) cements: a preliminary study, 1993.
23. Nicholson, J. W.: Chemistry of glass-ionomer cements: a review. *Biomaterials* 19: 485-494, 1998.
24. Pachuta, S. M. and Meiers, J. C.: Dentin surface treatment and glass ionomer microleakage. *Am. J. Dent.* 8: 187-190, 1995.
25. Pickel, F. D. and Bilotti, A.: Effect of a chewing gum containing dicalcium phosphate on salivary calcium and phosphate. *Ala. J. Med. Sci.* 2: 286-287, 1965.
26. Reynolds, E. C., Cai, F., Shen, P., and Walker, G. D.: 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.

27. Saito, M., Marouka, A., Mori, T., Sugano, N., and Hino, K.: Experimental studies on a new bioactive bone cement: hydroxyapatite composite resin. *Biomaterials* 15: 156-160, 1994.
28. Santos, C., Clarke, R. L., Braden, M., Guitian, F., and Davy, K. W.: Water absorption characteristics of dental composites incorporating hydroxyapatite filler. *Biomaterials* 23(8): 1897-1904, 2002.
29. Santos, C., Luklinska, Z. B., Clarke, R. L., and Davy, K. W. M.: 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.
30. Shen, P., Cai, F., Nowicki, A., Vincent, J., and Reynolds, E. C.: Remineralization of enamel subsurface lesions by sugar-free chewing gum containing casein phosphopeptide-amorphous calcium phosphate. *J. Dent. Res.* 80: 2066-2070, 2001.
31. Swartz, M. L., Phillips, R. W., and Clark, H. E.: Long-term F release from glass-ionomer cements. *J. Dent. Res.* 63: 158-160, 1984.
32. Titley, K. C., Smith, D. C., and Chernecky, R.: SEM observations of the reactions of the components of a light-activated glass polyalkenoate (ionomer) cement on bovine dentine. *J. Dent.* 24: 411-416, 1996.
33. Wilson, A. D. and Kent, B. E.: A new translucent cement for dentistry. The glass

- ionomer cement. *Br. Dent. J.* 132: 133-135, 1972.
34. Wilson, A. D. and McLean, J. W.: Glass-ionomer cement. Illinois:Quintessence Publishing Co. Inc., 1998.
35. Wilson, A. D., Prosser, H. J., and Powis, D. M.: Mechanism of adhesion of polyelectrolyte cements to hydroxyapatite. *J. Dent. Res.* 62: 590-592, 1983.
36. Xu, H. H. K., Eichmiller, F. C., Antounucci, J. M., Schumacher, G. E., and Ives, L. K.: Dental resin composites containing ceramic whiskers and procured glass ionomer particles. *Dent. Mater.* 16(5): 356-363, 2000.
37. Yoon, S. I., Lee, Y. K., Kim, Y. U., Kim, M. C., Kim, K. N., Kim, S. O., and Choi, H. J.: The effects of hydroxyapatite on bonding strength between dental luting cement and human teeth. *Key Eng. Mater.* 284-286: 953-956, 2005.
38. Yoshida, Y., Meerbeek, B. V., Nakayama, Y., Snauwaert, J., Hellemans, L., Lambrechts, P., Vanherle, G., and Wakasa, K.: Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. *J. Dent. Res.* 79(2): 709-714, 2000.

## Abstract

# The effect of nano-sized $\beta$ – Tricalcium Phosphate on demineralization in Glass ionomer Dental Luting Cement

Young Woo Hong

Department of Dentistry  
The Graduate School, Yonsei University  
(Directed by Professor Hyung Jun Choi, D.D.S., Ph.D.)

This study aimed to evaluate the anticariogenic and remineralization effects of the glass ionomer dental luting cement containing nano- $\beta$ -TCP in vitro. The  $\beta$ -Tricalcium Phosphate ( $\beta$ -TCP) is the components of dental enamel and bone mineral as biological apatites. In addition,  $\beta$ -TCP contains a significant amount of calcium and phosphate, which can promote remineralization of enamel subsurface lesions in animal and human. RelyX™ glass ionomer cement(3M/ESPE, USA) was used as dental luting cement. Film thickness, setting time, and compressive strength was measured for each group of pure glass GIC, 15% nano- $\beta$ -TCP GIC. Human molars were prepared in box-shaped cavities that were filled with the GIC with and without the 15% nano- $\beta$ -TCP were placed in 25ml of pH 5.0 acid buffer for 4 days at 37°C. After 4 days, longitudinal sections (100 $\mu$ m) were obtained through the

center of each restoration. The sections were analyzed using a scanning electronic microscope (SEM) and confocal laser scanning microscopy (CLSM) to identify the change in the enamel surface. A significant difference in the CLSM images between pure GIC and nano- $\beta$ -TCP-GIC. CLSM allows the demineralized surface layers of sound enamel to be visualized down to approximately 100  $\mu$ m. The pure GIC specimens had a relatively thick fluorescent layer. On the other hand, the fluorescent layer of the nano- $\beta$ -TCP-GIC specimens were thinner. The SEM images of micro surfaces demonstrate that nano- $\beta$ -TCP-GIC is less rough than pure GIC. Therefore, the addition of nano- $\beta$ -TCP enhanced protection against acid demineralization and promoted remineralization of enamel surface.

---

**Keywords:** Glass ionomer cement,  $\beta$ -TCP, Demineralization, Anticariogenic effect, Remineralization