

나노 입자 크기의 하이드록시아파타이트와
베타-트리칼슘포스페이트를 첨가한 광중합형
글라스아이오노머 시멘트의 탈회저항과 결합강도

연세대학교 대학원

치 의 학 과

마 연 주

나노 입자 크기의 하이드록시아파타이트와
베타-트리칼슘포스페이트를 첨가한 광중합형
글라스아이오노머 시멘트의 탈회저항과 결합강도

지도 최 병 재 교수

이 논문을 석사 학위논문으로 제출함

2009년 6월 일

연세대학교 대학원

치 의 학 과

마 연 주

마연주의 석사 학위논문을 인준함

심사위원_____인

심사위원_____인

심사위원_____인

연세대학교 대학원

2009년 6월 일

감사의 글

논문이 완성되기까지 연구의 계획에서부터 각 연구의 단계마다 아낌없이 격려를 해주시고 지도를 해주신 최병재 지도 교수님, 논문 심사 과정에서 많은 지도와 격려와 자상하게 조언을 해 주셨던 최형준, 이제호 교수님, 항상 관심을 보여 주셨던 손흥규, 김성오, 송제선 교수님께 감사를 드립니다. 또한 실험의 계획과 진행 과정, 논문 심사과정에서 조언을 아끼지 않으시고 세심하게 도와주신 치과재료학교실의 이용근 교수님께도 깊은 감사를 드립니다.

실험과 논문작성 중 많은 조언을 해주신 김지희 선생님과 동기로서 어려운 일이 있을 때마다 힘이 되어준 이정은 선생님, 바쁜 병원 생활 속에서도 깊은 관심과 도움을 준 김승혜 선생님을 비롯한 소아치과 의국원들, 실험의 기술적 부분에 도움을 주신 치과재료학교실 홍민호 선생님, 임상의학 연구센터의 김상미 선생님께 감사드립니다.

마지막으로 변함없는 사랑으로 저를 지켜봐 주시는 부모님과 동생, 우리 가족에게 고마움과 사랑의 마음을 전합니다.

2009년 6월

마 연 주 드림

차 례

그림 차례	iii
표 차례	iv
국문 요약	v
I. 서론	1
II. 재료 및 방법	4
1. 실험 재료	4
2. 실험 방법	6
가. 표본 준비	6
나. International organization for standardization 기본 실험	8
(1) 중합깊이	8
(2) 주변 광에 대한 민감도	9
(3) 굽힘강도	9
다. 치아 탈회 실험과 confocal laser scanning microscope 을 이용한 탈회면 관찰	11
라. 결합강도	13
마. 통계학적 분석	15

III. 결과.....	16
1. International organization for standardization 기본 실험.....	16
가. 중합깊이.....	16
나. 주변 광에 대한 민감도.....	18
다. 굽힘강도.....	18
2. Confocal laser scanning microscope 를 이용한 탈회면 관찰	20
3. 결합강도.....	22
IV. 고찰.....	24
V. 결론.....	28
참고문헌.....	30
영문요약.....	42

그림 차례

Fig. 1. Fuji II Light cured glass ionomer cement.....	5
Fig. 2. Medical grade extra pure nano powder hydroxyapatite.....	5
Fig. 3. Medical grade extra pure nano powder beta-tricalcium phosphate	5
Fig. 4. Sample for the investigation of bonding strength.....	12
Fig. 5. Depth of cure.....	17
Fig. 6. Flexural strength.....	19
Fig. 7. Sectioned surface of the interface between tooth and material under confocal laser scanning microscope after demineralization	21
Fig. 8. Bonding strength.....	23

표 차례

Table 1. Sample identification of GIC.....	7
Table 2. Content's ingredients of acid buffer solution.....	12
Table 3. The components of simulated body fluid.....	14
Table 4. Depth of cure.....	17
Table 5. Flexural strength.....	19
Table 6. Bonding strength.....	23

국문요약

나노 입자 크기의 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트를 첨가한 광중합형 글라스이오노머 시멘트의 탈회저항과 결합강도

글라스이오노머 시멘트(Glass ionomer cement, GIC)는 불소 이온을 방출하고 항우식성을 가지고, 생체친화적이며, 치아와 기계적인 결합뿐 아니라 화학적인 결합도 이루는 장점을 가지지만 물리적 성질이 낮고 수분에 민감하다는 단점을 가지고 있어 이를 보강하기 위하여 칼슘포스페이트 제재를 첨가하는 연구가 진행되고 있다.

하이드록시아파타이트(Hydroxyapatite, HA)는 GIC에 첨가시 골유사아파타이트를 형성하여 치아와 결합력을 증가시키고 탈회된 치아 표면을 재광화시키므로 치과 분야에서 활용되고 있다. 베타-트리칼슘포스페이트(beta-tricalcium phosphate, beta-TCP) 또한 치아와 골조직에서 생물학적 인회석을 구성하며 높은 용해성을 가져 칼슘과 인산염 이온을 방출시켜 재광화를 촉진할 수 있다. 이 두가지를 혼합한 이상칼슘포스페이트(Biphasic calciumphosphate, BCP)는 HA의 물성과 beta-TCP의 높은 용해성, 두가지 특성 모두를 가진다. 나노 크기의 칼슘포스페이트 입자는 마이크로미터 입자에 비해 크기가 작고 표면적이 크며 용해도가 높아 탈회된 법랑질 표면의 미세공극을 채우고 칼슘과 인 등의 무기질 이온을 공급하는데 보다 나은 효과를 나타낼 것으로 보인다.

실험은 네 그룹으로 나누어 진행하였고 대조군으로는 Fuji II 광중합형 GIC, 실험군 1은 15% 나노 크기의 HA를 포함한 Fuji II GIC, 실험군 2는 15% 나노 크기

의 beta-TCP를 포함하는 Fuji II GIC, 실험군 3 은 15% 나노 크기의 BCP를 포함하는 Fuji II GIC로 설정하였다. 중합깊이, 주변 광에 대한 민감도, 굽힘 강도에 대한 실험을 시행하였고, 탈회시킨 치아 시편을 절단하여 confocal laser scanning microscope(CLSM)을 사용하여 재료 인접부 법랑질의 탈회 양상에 대하여 관찰하였다. 결합강도 측정을 위해 재료를 치아에 부착하여 37℃의 유사체액(simulated body fluid, SBF)에 2주간 보관한 후 전단결합강도 측정을 시행하였다.

1. 중합 깊이는 실험군 1, 실험군 3, 실험군 2, 대조군 순으로, 굽힘강도는 실험군 3, 실험군 2, 실험군 1, 대조군 순으로 증가했다. 모든 결과는 ISO 기본 기준을 만족하였다.

2. 탈회 후 CLSM을 이용한 절단면 관찰 결과 실험군에서 대조군에 비해 탈회가 적게 일어난 것을 확인할 수 있었고 실험군 내에서는 실험군 2, 실험군 1, 실험군 3의 순서로 탈회면이 적게 발생하였으며 탈회저항성이 높아졌다.

3. 결합강도는 대조군, 실험군 1, 실험군 3, 실험군 2 순으로 증가했고 대조군과 실험군 사이에 유의성 있는 차이를 보였으며 beta-TCP를 첨가할수록 증가하였다.

이번 연구의 목적은 광중합형 GIC에 나노 크기의 HA, beta-TCP, BCP를 첨가하였을 때 물리적 성질과 탈회저항, 결합강도의 차이를 비교하기 위함이다.

핵심되는 말 : 광중합형 글라스아이오노머 시멘트, 나노 하이드록시아파타이트, 나노 베타-트리칼슘포스페이트, 나노 이상칼슘포스페이트, 탈회저항, 결합강도

나노 입자 크기의 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트를 첨가한 광중합형 글라스아이오노머 시멘트의 탈회저항과 결합강도

<지도 교수 : 최병재>

연세대학교 대학원 치의학과

마 연 주

I. 서론

글라스아이오노머 시멘트(Glass ionomer cement, GIC)는 30여년 이전에 처음으로 소개된 이래 지금까지 발전되어 왔고 임상적으로 널리 사용되고 있다. 글라스아이오노머 시멘트는 단지 기계적인 결합뿐만 아니라 화학적으로도 치아와 결합하는 장점을 가진다. 다른 수복재료들과 비교하였을 때 글라스아이오노머 시멘트는 생체친화적이고 지금까지 구강내에서 유의성있게 위해한 작용은 없었다고 보

고되었다(최 등, 2008). 또한 글라스아이오노머 시멘트는 불소 이온을 지속적으로 방출하는 재료로 항우식성을 가지며(김, 2008), 임상에서의 글라스아이오노머의 사용은 상대적으로 물리적 성질이 낮고 수분에 민감하다는 한계를 가진다(Mount GJ, 1999). 최근 임상적으로 유용하게 사용되고 있는 글라스아이오노머는 재생에 대한 적용시 약간의 결점을 갖는데 그것은 골유사아파타이트의 생성으로 인한 골세포 기능을 조절하는 골원성 잠재력이 약할 뿐 아니라 주로 강도(strength)와 인성(toughness)과 같은 기계적인 물성의 취약성을 갖는다는 것이다(최, 2008).

이러한 결점을 극복하기 위한 연구로 글라스아이오노머 시멘트에 아파타이트 물질을 첨가하는 연구가 진행되고 있으며 일례로 글라스아이오노머 시멘트에 칼슘포스페이트를 첨가하면 항우식 특성이 증가된다고 하였다(김, 2008).

이전 연구에 따르면 하이드록시아파타이트(Hydroxiapatite, HA)를 글라스아이오노머 시멘트에 첨가하면 골유사아파타이트가 형성되어 인간 치아와의 결합력이 증가한다고 보고되었으며(윤, 2005) 마이크로 크기 입자보다 크기가 작은 나노 크기 입자의 하이드록시아파타이트를 포함하였을 때 결합력이 더 증가한다는 연구 결과도 있었다(이, 2007; 김, 2008).

베타-트리칼슘포스페이트는 법랑질과 골조직에서 생물학적인 인회석을 구성하는 물질로 많은 칼슘과 인산염을 포함하고 있는데 이는 법랑질에서 재광화를 촉진할 수 있다. 그러나 순수한 베타-트리칼슘포스페이트(beta-tricalcium phosphate, beta-TCP)는 하이드록시아파타이트와 비교하여 낮은 물리적 성질을 가진다. 그러므로 순수한 하이드록시아파타이트와 순수한 베타-트리칼슘포스페이트를 혼합한 이상칼슘포스페이트(biphasic calcium phosphate, BCP)를 사용하였으며, 바이오글라

스와 바이오글라스-세라믹, 그리고 하이드록시아파타이트, 베타-트리칼슘포스페이트, 이상칼슘포스페이트와 같은 다른 칼슘포스페이트 세라믹을 포함하는 많은 종류의 생체활성 세라믹 기반의 재료들이 질병이 있거나 손상된 골과 조직을 재건하고 회복시키기 위해 발전되어 왔다. 이상칼슘포스페이트라는 용어는 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트를 혼합하여 구성된 바이오세라믹으로 설명되며 Ellinger 등에 의해 처음 사용되었다(Samir K. Ghosh, 등, 2007).

최근에는 나노 기술이 치과계를 포함하여 다양한 분야에서 사용되고 있다. 나노 기술은 작은 입자 크기의 베타-트리칼슘포스페이트를 더 작게 만들었고 그것은 나노 크기의 베타-트리칼슘포스페이트가 글라스아이오노머 시멘트에 첨가되었을 때 법랑질 표면에서 항우식 효과를 더 낼 수 있다는 것을 의미한다(윤, 2009).

이 연구의 목적은 생체활성이 있는 나노 크기의 하이드록시아파타이트와 용해성이 높은 나노 크기의 베타-트리칼슘포스페이트를 사용하여 치아와 계면 사이에서 골유사아파타이트의 침착을 증가시켜 법랑질 표면의 재광화 효과를 높이고 치아와 계면 사이에서 글라스아이오노머 시멘트의 결합강도를 증가시키는지 연구하기 위함이다.

II. 재료 및 방법

1. 실험 재료

광중합형 글라스아이오노머 시멘트와 나노 입자 크기의 하이드록시아파타이트, 나노 입자 크기의 베타-트리칼슘포스페이트를 사용하였으며 광중합형 글라스아이오노머 시멘트로는 Fuji II LC(GC Co., Japan) 를 사용하였다(fig. 1).

나노미터 입자 크기의 하이드록시아파타이트는 Medical grade extra pure nano powder hydroxyapatite (OssGen Inc., Korea)를 사용하였으며(fig. 2) 분자식은 $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ 이고 평균 입자 크기는 100 ~ 150 nm 이다.

나노미터 입자 크기의 베타-트리칼슘포스페이트는 Medical grade extra pure nano powder beta-Tricalcium phosphate(OssGen Inc., Korea)을 사용하였고(fig. 3) 분자식은 $\text{beta-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ 이며 평균 입자 크기는 50 ~ 100 nm 이다.



Fig. 1. Fuji II LC GIC (GC Co., Japan).

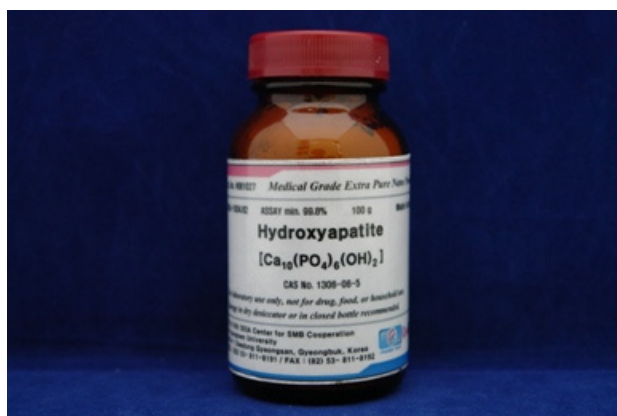


Fig. 2. Medical grade extra pure nano powder HA



Fig. 3. Medical grade extra pure nano powder beta-TCP

2. 실험 방법

가. 표본 준비

15% 나노 입자 크기의 하이드록시아파타이트를 포함한 Fuji II 광중합형 글라스아이오노머 시멘트와 15% 나노 입자 크기의 베타-트리칼슘포스페이트를 포함하는 Fuji II 광중합형 글라스아이오노머 시멘트, 15% 나노 입자 크기의 이상칼슘포스페이트를 포함하는 Fuji II 광중합형 글라스아이오노머 시멘트를 사용하였으며 85 : 15 의 비율로 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트를 혼합하였다.

각 재료의 첨가시 15%의 질량비가 되도록 혼합하였으며 균일하게 혼합하기 위하여 Ball mill(Samwoo Scientific Co., Korea) 을 이용하여 400rpm 하 24시간동안 시행하였다.

순수한 Fuji II 광중합형 글라스아이오노머 시멘트를 대조군으로 하였고 실험군 1은 15% 나노 입자 크기의 하이드록시아파타이트를 포함한 Fuji II 광중합형 글라스아이오노머 시멘트, 실험군 2는 15% 나노 입자 크기의 베타-트리칼슘포스페이트를 포함하는 Fuji II 광중합형 글라스아이오노머 시멘트, 실험군 3은 15% 나노 입자 크기의 이상칼슘포스페이트를 사용하였다(table 1).

Table 1. Sample identification of GIC

Sample I. D.	GIC	wt% of Apatite
LC GIC (control)	Fuji II	0
Nano HA-LC GIC (exp. 1)	Fuji II	15 % HA
Nano beta-TCP-LC GIC (exp. 2)	Fuji II	15% beta-TCP
Nano BCP-LC GIC (exp. 3)	Fuji II	15% BCP

나. ISO 기본 실험

ISO 9917-2:1998(E) 규정에 따라 치과용 수성 광중합형 시멘트가 가져야 하는 기본적인 성질인 중합 깊이와 주변 광에 대한 민감도, 굽힘 강도에 대한 실험을 대조군과 실험군에서 시행하였다. 순수한 Fuji II LC GIC, 15% 나노 크기의 하이드록시아파타이트를 포함하는 Fuji II LC GIC, 15% 나노 크기의 베타-트리칼슘포스페이트를 포함하는 Fuji II LC GIC, 그리고 15% 나노 크기의 이상칼슘포스페이트를 포함하는 Fuji II LC GIC가 일정한 분액비로 사용되었다.

(1) 중합깊이

먼저 광중합형 글라스아이오노머 시멘트를 gun을 이용하여 길이가 6mm이고 지름이 4mm인 원주상 몰드에 채우고 두 장의 슬라이드 유리판 사이에 몰드와 투명한 매트릭스 스트립을 놓고 압박하여 여분의 재료를 제거하였다. 한 쪽의 필름을 덮고 있는 슬라이드 유리판을 제거하고 이 필름에 외부 광중합 에너지원의 배출창을 가볍게 놓는다. 제조사의 지시에 따라 20초간 광중합시키고 광조사가 끝난 후 즉시 몰드에서 시험편을 제거하고 플라스틱 스파툴라로 경화되지 않은 재료를 제거한다. 마이크로미터로 경화된 재료의 원기둥 높이를 측정하고 이 값은 2로 나눈 후 기록하였으며 각 재료에 대해 3회 시행하였다.

(2) 주변 광에 대한 민감도

암실에서 8,000 lx 의 밝기를 제공할 수 있는 높이에 색 변환과 자외선 필터를 삽입한 제논 램프 아래에 조도계 셀을 놓는다. 검은색 매트 덮개로 셀을 덮고 현미경 슬라이드 위에 30 mg 의 재료를 구형이 되도록 올려놓고, 슬라이드를 셀에 올려놓고 30초간 빛에 노출시킨다. 시료 슬라이드를 광 조사 지역에서 꺼내고 곧바로 두 번째 슬라이드를 재료 표면에 가벼운 전단 작용을 주면서 눌러서 얇은 층으로 만든다. 재료가 균일한지 여부를 육안으로 검사한다. 각각의 시료에 대해 3회 시험을 실시하였다.

(3) 굽힘 강도

25 mm x 2 mm x 2 mm 크기의 몰드를 이용하여 시편을 준비하였다. 제조사의 지시에 따라 재료를 준비하고 즉시 몰드에 채워넣었다. 그 위에 매트릭스 스트립을 얹고 슬라이드 유리판으로 덮는다. 여분의 재료를 짜내기 위해 압력을 가하고 시험편의 중심선상에 유리판을 개재한 상태에서 외부 에너지의 출구를 위치시킨다. 제조사가 추천한 시간동안 광조사를 시행하고 외부 광원의 출구가 이전 부위와 중첩되도록 중심선을 따라 이동시킨 다음 적절한 시간 동안 광조사하였다. 그 상태에서 15분간 37°C 항온 수조에 넣었다가 꺼내어 몰드에서 시편을 분리하고 시험 전 37°C 의 증류수에 24시간 동안 보관하였다. 광조사를 시작한지 24시간이 경과한 다음 마이크로미터로 시편의 치수를 측정한다. 시편을 항온수조에서 꺼낸

지 10초 이내에 시험기계(Instron, UK) 로 0.75 mm/min로 하중을 가하여 파절될 때까지 지속하였다. 5회 시험을 시행하였다. 시편이 파절될 시에 가해진 힘이 기록되었고 굽힘강도(σ)를 다음의 수식을 이용하여 MPa 로 계산하였다.

$$\sigma = 3FI/2bh^2$$

F = 시편에 가해진 최대 하중(N)

I = 지지점 사이의 거리(mm)

b = 시험 전에 측정한 시편의 폭(mm)

h = 시험 전에 측정한 시편의 두께(mm)

다. 치아 탈회 실험과 CLSM을 이용한 탈회면 관찰

치아 우식증이 없는 발거된 인간의 영구 대구치의 법랑-백악경계를 따라서 고속의 핸드피스 버를 이용하여 6 mm x 2 mm x 1.5 mm 크기로 와동을 형성하였다. 와동의 변연부는 저속의 핸드피스 fissure 버로 마무리하여 cavo-surface angle 이 90° 에 가깝게 형성하였다. 광중합시 중합수축이 일어나는 것을 고려하여 와동에 재료가 조금 넘치도록 채우고 광중합기로 20초간 광중합시켰다. 중합 후 Sof-Lex™ disk 로 연마하였다.

산-저항성을 가지는 varnish를 치아 표면에 와동 변연에서 1 mm 떨어진 곳에 창문 형태로 2번씩 적용하고 건조시킨 후 25 ml 의 acid buffer solution (pH 5.0)(table 2)에 넣었다. Acid buffer solution은 2.2 mM CaCl₂, 2.2 mM NaH₂PO₄, 그리고 50 mM acetic acid 로 구성되었으며 준비한 치아 시편을 용액에 담그고 37°C 에서 4일간 보관하였다. ABS 용액은 24시간마다 교체하였다.

4일 후, 치아를 원통형 epoxy-resin에 묻고 슬라이드 시편으로 만들었다. EXAKT diamond band saw (EXAKT Co., Germany)를 이용하여 수복재료의 중앙을 지나도록 치아의 장축 방향에 평행하게 절단하였다. 절단된 시편은 confocal laser scanning microscope (CLSM) (Leica, Germany)를 이용하여 재료 인접부위의 법랑질 탈회 양상에 대한 관찰을 시행하였다.

CLSM으로 관찰하기 위해 시편은 0.1 mM Rhodamine B solution으로 1 시간동안 염색하고 증류수로 세척한 후 건조시켰다. CLSM 으로 관찰하면 탈회된 병소가 있는 법랑질에서 형광을 나타낸다.

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

Materials	Molecular weight (g/mol)	Vol (ml)	Weight (g)	Concent (M)
CaCl_2	110.98	1500	0.3662472	2.2 mM
$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	156.01	1500	0.51	2.2mM
CH_3COOH	60.05	1500	4.503942	50mM

라. 결합 강도

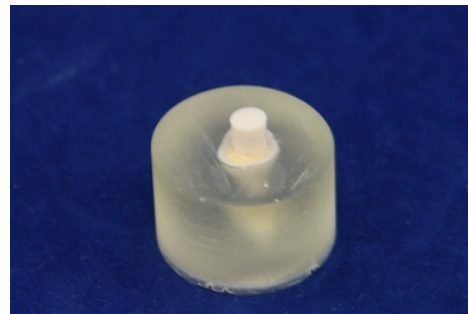
결합 강도를 측정하기 위해 각 군당 7개씩의 치아 시편을 준비하였다. 먼저, 28개의 치아를 원통형의 epoxy-resin mold (25 mm x 25 mm x 25 mm)에 몰드의 바닥쪽으로 부착할 표면이 향하도록 매몰하고 수복재료를 부착할 충분한 상아질 면을 노출시키기 위해 치관부를 치아장축에 수직이 되도록 편평하게 삭제하였다. 노출된 표면은 smear layer 를 제거하기 위해 35% 인산으로 산처리 하였다(fig. 4a). 폴리에틸렌 튜브(직경 6mm, 높이 6mm)를 사용하여 상아질 표면에 각 재료를 부착하고 20초간 광중합하였다(fig. 4b). 글라스아이오노머 시멘트와 아파타이트-글라스아이오노머 시멘트의 네 그룹 모두 시편의 경화가 끝난 후 37℃ 에서 pH 7.4 인 유사체액(simulated body fluid, SBF)(table 3)에 2주간 보관하였고 용액은 1주일마다 교체하여 주었다. 2주 뒤 네 그룹의 결합 강도를 측정하기 위해 각 표본마다 만능시험기 (Instron, UK) 를 이용하였으며 1 mm/min 의 속도로 전단결합강도를 측정하고 파절강도와 결합면적의 비로 계산하여 mN/mm^2 로 정리하였다.

Table 3. The components of simulated body fluid(SBF) in this study

List	Material	500ml (g)
1	NaCl	3.998
2	NaHCO ₃	0.175
3	KCl	0.112
4	K ₂ HPO ₄ .3H ₂ O	0.087
5	MgCl ₂ .6H ₂ O	0.1525
6	1M-HCl	20 ml
7	CaCl ₂	0.139
8	Na ₂ SO ₄	0.0355
9	NH ₂ C(CH ₂ OH) ₃	3.0285



(a)



(b)

Fig. 4. Sample for the investigation of bonding strength.

마. 통계학적 분석

통계 분석은 SAS 9.1 version(SAS Inc., North Carolina) 으로 시행하였고 글라스 아이오노머 시멘트와 아파타이트-글라스아이오노머 시멘트 그룹 각각에 대해 중합 깊이, 굽힘 강도, 결함강도에 차이가 있는지를 알아보았다. One-way ANOVA test를 시행하여 각각의 그룹간 통계학적인 유의차를 분석하고 (p value=0.05) bonferroni 방법으로 사후 검정을 시행하였다. 결과는 평균 값과 범위로 정리하였다.

III. 결과

1. ISO 기본 실험

가. 중합깊이

15% 나노 크기의 하이드록시아파타이트 (실험군 1), 15% 나노 크기의 베타 트리칼슘포스페이트 (실험군 2), 15% 나노 크기의 이상칼슘포스페이트 (실험군 3)를 순수한 글라스아이오노머 시멘트 (대조군)와 비교하였다. 대조군은 3.010 mm 의 깊이를 보였고 실험군 1은 그보다 작은 2.330 mm 를 보였다. 실험군 2는 2.830 mm, 실험군 3은 2.380 mm 로 측정하였다(table 4, fig. 5).

통계학적인 분석 방법으로 one-way ANOVA test 를 사용하였고 분석 결과 네 그룹간에 유의성있는 차이가 있었으며($p < 0.005$) 사후 검정한 bonferroni test에서 대조군과 실험군 1, 대조군과 실험군 3, 실험군 2와 실험군 3, 실험군 1과 실험군 2 사이에 유의성있는 차이를 보였다($p < 0.0001$).

모든 그룹이 ISO 9917-2:1998(E) 에 따른 중합깊이 기준인 1 mm 이상을 만족하였다.

Table 4. Depth of cure (mm)

	GIC	HA-GIC	Beta-TCP-GIC	BCP-GIC
Mean	3.010	2.230	2.830	2.380
Range	2.975	2.300	2.735	2.280
	~ 3.035	~ 2.455	~ 2.890	~ 2.500

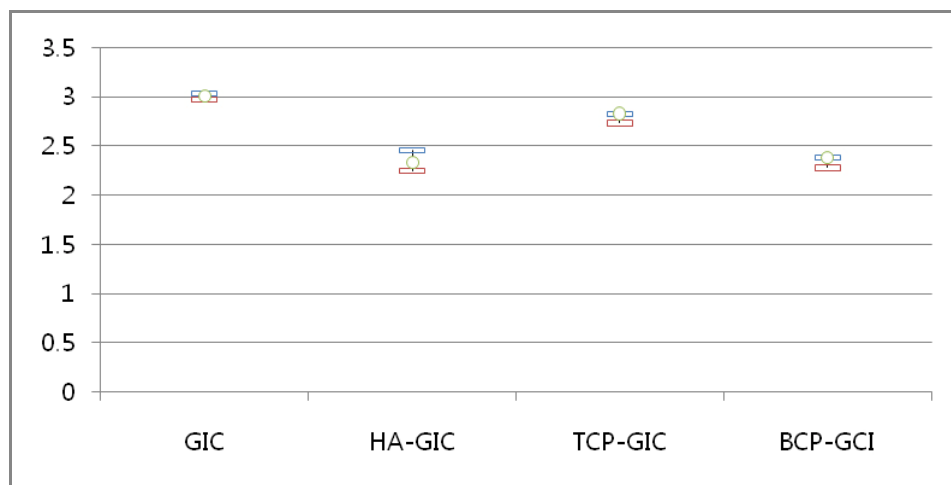


Fig. 5. Depth of cure (mm)

나. 주변 광에 대한 민감도

모든 그룹에서 시험완료 후 균열이나 빈 곳이 없이 균질성을 유지하였고 주변 광에 대한 민감도는 어떠한 군에서도 관찰되지 않았다.

다. 굽힘강도

대조군은 66.240 MPa, 실험군 1은 49.380 MPa, 실험군 2는 46.478 MPa, 그리고 실험군 3은 44.205 MPa 을 기록하였다. One-way ANOVA test를 통해 4 그룹간에 유의차가 존재하여($p = 0.0007$) bonferroni 로 사후 검정한 결과 대조군과 각 실험군들 사이에 유의할만한 차이가 있었다. 대조군과 실험군 1 ($p = 0.0011$), 대조군과 실험군 2 ($p = 0.0117$), 대조군과 실험군 3 ($p = 0.0031$) 사이에 유의할만한 차이가 존재하였고 실험군 1, 2, 3 사이에는 유의할만한 차이가 없었다($p > 0.05$)(table 5, fig. 6).

모든 그룹은 ISO 9917-2:1998(E) 의 굽힘강도 기준인 20 MPa 이상을 만족시켰다.

Table 5. Flexural strength (MPa) (P=0.007)

	GIC	HA-GIC	Beta-TCP-GIC	BCP-GIC
Mean	66.240	49.380	46.478	44.205
Range	59.550 ~ 81.253	44.813 ~ 58.200	37.988 ~ 60.188	39.600 ~ 48.563

(최소 굽힘강도 = 20 MPa)

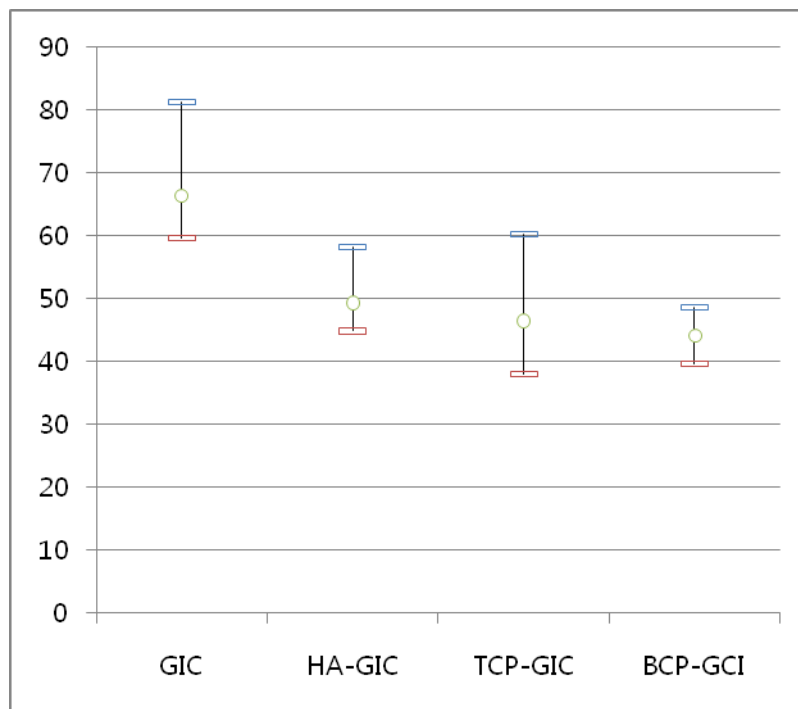
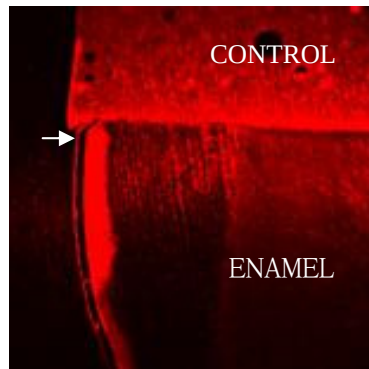


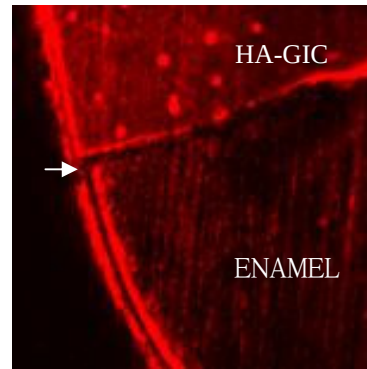
Fig. 6. Flexural strength (MPa)

2. Confocal laser scanning microscope 을 이용한 탈회면의 관찰

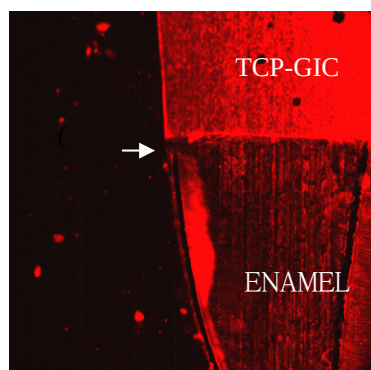
CLSM 은 탈회된 공간을 붉은색을 띠게 하여 관찰을 용이하게 한다. 실험군들에 비해 대조군에서 탈회면이 가장 넓었으며 그 다음으로는 실험군 2, 실험군 1, 실험군 3 의 순서로 적은 탈회면을 보였다(fig. 7). 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트 등의 아파타이트 물질들이 포함되어 있을수록 탈회면이 더 얇은 붉은 띠의 형태로 형성되며 재료와 인접 법랑질 부위에서 붉게 염색되지 않은 간격을 두고 탈회된 부위가 나타나는 것을 관찰하였다.



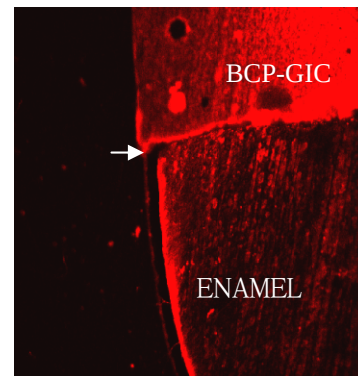
(a) Control (LC GIC)



(b) 15% nano HA-LC GIC



(c) 15% nano beta-TCP-LC GIC



(d) 15% nano BCP-LC GIC

Fig. 7. Sectioned surface of the interface between tooth and material under confocal laser scanning microscope (CLSM) after demineralization (x 10).

3. 결합강도

결합강도는 실험군 2, 실험군 3, 실험군 1, 대조군 순으로 높게 나타났으며 실험군들 간 차이가 적었으나 one-way ANOVA test 분석 결과 통계학적으로는 유의성 있는 차이를 보였다($p = 0.0002$). 대조군과 실험군 사이에는 통계학적으로 유의성 있는 차이를 보였고 bonferroni 사후 검정에서 대조군과 실험군 1 ($p = 0.0011$), 대조군과 실험군 2 ($p = 0.0013$), 대조군과 실험군 3 ($p = 0.0007$) 간에는 유의한 차이가 보였다.

대조군에서는 442.000 mN/mm^2 , 실험군 1에서는 1706.100 mN/mm^2 , 실험군 2에서는 1782.400 mN/mm^2 , 실험군 3에서는 1724.800 mN/mm^2 이었다(table 6, fig. 8).

Table 6. Bonding strength (mN/mm²)

	GIC	HA-GIC	Beta-TCP-GIC	BCP-GIC
Mean	442.800	1706.100	1782.400	1724.800
Range	318.471	1164.190	1493.277	1019.108
	~ 736.022	~ 2009.908	~ 2551.309	~2912.243

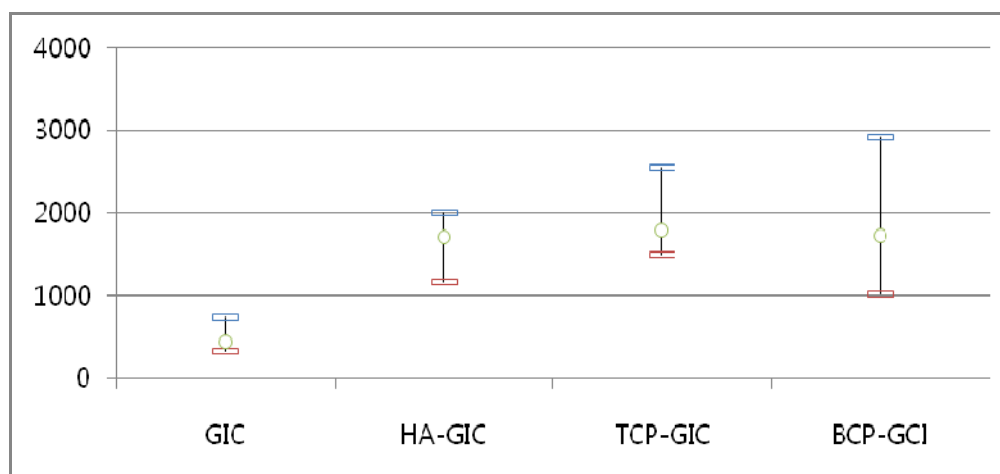


Fig. 8. Bonding strength (mN/mm²)

IV. 고찰

치아와 화학적으로 결합하고 불소를 방출하는 장점을 지닌 글라스아이오노머 시멘트는 널리 사용된다. 광중합형 글라스아이오노머 시멘트의 열팽창계수와 미세변연 누출은 레진성분의 첨가로 화학 중합형 글라스아이오노머 시멘트에 비하여 크지만 복합레진과 비교하면 열팽창계수가 낮고 치질 적합성이 우수하다(Klickowski 등, 1989; Lopez, 1980; 김, 1997). 또한 글라스아이오노머 시멘트의 경화시 글라스아이오노머 기질과 HEMA의 기질 성분이 침투성 결합을 형성하여 중합되므로 두 기질이 이온결합과 공유결합되어 구조가 치밀하게 되므로 화학 중합형에 비해 결합강도가 향상되었으며 시간에 따른 강도도 증가되었다(김, 1997). 그러나 레진과 비교하여 약한 강도와 약한 치아와의 결합력이 치아와의 계면에서 재료의 파절이나 이차 우식증을 유발할 수 있다.

아파타이트는 많은 칼슘포스페이트 미네랄 중 하나로 인간의 뼈와 치아를 이루는 주요 구성성분이다. 법랑질과 뼈에서 97%와 65% 의 아파타이트로 구성된다. 뼈와 치아의 아파타이트는 주로 극히 적은 양의 칼슘 이온과 금속 이온, 그리고 불소 이온을 갖는 하이드록시아파타이트를 구성하고 그래서 생물학적인 아파타이트라고 불린다.

이번 연구에서는 글라스아이오노머의 물성을 개선하기 위해 나노 입자 크기의 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트, 이상칼슘포스페이트, 즉 하이드록시아파타이트와 높은 생체활성이 있다고 알려진 베타트리칼슘포스페이트를 혼합하여 사용하였다(H. Yuan, 2002). 나노 입자 크기의 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트는 마이크로 입자에 비해 더 큰 표면적을 가지고 용해도

를 가져 탈회된 법랑질 표면에 존재하는 미세공극을 채우고 칼슘포스페이트와 같은 무기 이온들을 공급하여 더 나은 물성을 보이는 것을 기대할 수 있다. 이전 연구에서 하이드록시아파타이트를 첨가하는 것이 또한 수중에서 보관한 글라스아이오노머 시멘트의 초기 굽힘강도에 있어서 증가를 촉진한다는 것을 보여주었다 (Lucas ME, 2002). 마이크로에서 나노 크기로 입자 크기를 줄이는 것이 최종 강도에 영향을 주지 않고 시멘트의 경화와 강화를 가속시킨다는 보고도 있다(Ginebra 등, 2004) 이전의 연구에서 15% 나노 입자 크기의 하이드록시아파타이트를 포함한 Fuji II 광중합형 글라스아이오노머 시멘트가 가장 좋은 물성을 보였기에 본 연구에서도 같은 비율을 사용하여 비교하였다.

먼저 ISO 기본 실험을 시행하였는데 중합깊이, 주변 광에 대한 민감도, 굽힘강도에 대해 측정하였다.

중합깊이는 대조군에서 3.01 mm, 실험군 1 에서 2.33 mm, 실험군 2 에서 2.83 mm, 실험군 3에서 2.38 mm 로 측정되었다. 모두 ISO 의 기본 기준 1 mm 이상은 만족하였다. 대조군에 비해 실험군에서 깊이가 유의성있게 감소한 것은 나노 크기의 입자인 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트에 의한 빛의 산란때문으로 추측해볼 수 있다.

주변 광에 대한 민감도 측정 결과 모든 그룹에서 노출된 광원에 의한 광중합 개시는 없었다. 이는 의도하지 않은 빛에 의한 중합 개시 여부 및 균질성 등을 유지하는지 여부를 확인하는 단계로 볼 수 있다.

굽힘강도의 측정은 시멘트의 내구성 확인 및 강도 측정의 기본으로 볼 수 있는데 본 연구에서는 대조군과 실험군 간 유의성 있는 차이를 보였다. 순수한 글라스

아이오노머 시멘트에서 가장 높은 66.24 MPa 을 나타내었고 그 다음으로 하이드록시아파타이트 그룹(49.38 MPa), 베타-트리칼슘포스페이트 그룹(46.48 MPa), 이상칼슘포스페이트 그룹(44.20 MPa) 순이었다. 크기가 작고 용해도가 큰 나노 입자들이 크기가 큰 아이오노머 매트릭스 내로 들어가 packing effect는 커지고(Gu 등, 2005) 과도하게 packing 된 입자들로 인해 오히려 글라스아이오노머 입자의 cross linking을 방해하는 작용을 초래할 수 있다.

아파타이트 물질의 첨가로 인해 형성되는 골유사아파타이트는 글라스아이오노머 시멘트의 결합강도를 약 15% 정도 증가시키고 방사선 불투과성, 연마성, 마모저항을 증가시키며 다른 무기 filler보다 저렴하다는 등의 장점이 있다. 그러나 하이드록시아파타이트의 용해도가 낮고 베타-트리칼슘포스페이트의 물성이 낮은 이유로 bone-like apatite이 형성되는 양이 제한되어 결합강도의 증가가 제한되고, 또 중합 깊이가 감소되는 등 물리적 성질 개선에 있어서 한계를 가진다.

실험군들을 탈회 후 CLSM 하에서 관찰하였을 때 대조군에 비해 법랑질표면에서 재광화효과를 보여 탈회공간의 감소가 발생한 것으로 생각해볼 수 있다. 이는 산의 유입과 재료에서의 용해 물질의 방출에 따라 coupled diffusion 이 일어나 발생한 것으로 볼 수 있을 것이다(Anderson, 2004). 인접 법랑질 부위에서 탈회에 대해 효과를 보이는 미네랄과 이온이 글라스아이오노머 그룹을 제외한 나머지 그룹에서 첨가한 물질로부터 방출되었다는 것을 의미한다. 또한 나노 크기의 입자들이 탈회된 법랑질 공간으로의 침착이 유리했을 것이고, 이렇게 탈회된 공간에 미네랄, 무기질 이온 등이 들어가 막음으로써 법랑질 표면으로부터의 칼슘 이온의 소실을 막을 수 있었을 것이다. 용해성이 큰 베타-트리칼슘포스페이트

트를 함유하고 하이드록시아파타이트를 함유할수록 탈회저항성이 큰 것을 알 수 있다.

이번 연구에서 재료를 부착한 치아 시편을 SBF 용액에 2주간 담근 뒤 결합강도 측정을 시행하였고 이는 다른 연구들이 4주간 담그었던 것과는 다른 방식이었는데, SBF 용액에서 하이드록시아파타이트나 베타-트리칼슘포스페이트의 이온교환시 2주후에 칼슘포스페이트 결정이 형성되었다는 보고에 따라 시행하였다(Duan 등, 2005).

결합강도를 살펴보면 대조군에 비해 실험군이 높은 결합강도를 가지는 것을 알 수 있다. 실험군들 사이에는 큰 차이를 보이지는 않으나 실험군 2 가 가장 높고 그 다음으로 실험군 3, 실험군 1 의 순서로 높았다. 이 결과는 이전 연구에서 마이크로 입자 크기의 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트로 실험했던 연구와 유사한 결과를 보여준다(윤, 2009). 베타-트리칼슘포스페이트를 첨가할수록 결합강도의 증가를 보였고 그 다음으로는 하이드록시아파타이트를 첨가할수록 결합강도가 크게 측정되었다. 통계학적인 유의차를 보인 그룹은 대조군과 실험군 1, 대조군과 실험군 2, 대조군과 실험군 3 사이에서 나타났다. 대조군에 비해 실험군에서 결합강도가 크게 측정이 된 것은 하이드록시아파타이트의 용해로 인해 SBF 용액에서 활발한 이온교환이 이루어진 결과로 설명될 수 있다(T. Kokubo, 1991). 이번 연구에서는 하이드록시아파타이트보다 더 높은 용해성을 갖는 베타-트리칼슘포스페이트가 더 활발한 이온교환으로 풍부한 골유사아파타이트 물질을 생성하고 그 결과 더 높은 결합강도를 보이는 것으로 생각해볼 수 있다.

V. 결론

글라스아이노머 시멘트는 치아와 화학적으로 결합하고 불소를 방출하는 것과 같은 장점을 가지지만 수분민감도와 낮은 물성에 대한 한계를 가져 개선할 필요가 있고 이를 극복하기 위해 글라스아이노머 시멘트에 생체활성이 있는 나노 크기의 하이드록시아파타이트와 용해성이 높은 나노 크기의 베타-트리칼슘포스페이트를 사용하여 치아와 계면 사이에서 법랑질 표면의 재광화 효과를 높이고 치아와 계면 사이에서 결합강도의 증가를 비교하고자 하였다.

재료 자체의 변화와 인간의 치아와의 계면에서 변화를 관찰하기 위해 15% 질량 비로 나노 크기의 하이드록시아파타이트, 베타트리칼슘포스페이트, 이상칼슘포스페이트를 광중합형 글라스아이노머와 혼합하였다. 중합깊이, 주변 광에 대한 민감도, 굽힘강도를 측정하였고 치아 시편은 37°C, SBF 용액에서 2주간 유지하여 상아질과의 결합강도를 측정하였다. 4일간의 탈회 후 CLSM 을 이용하여 법랑질의 탈회정도를 비교하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 15% 나노 크기입자의 하이드록시아파타이트, 베타트리칼슘포스페이트, 이상칼슘포스페이트를 첨가한 경우 글라스아이노머 시멘트에 비해 중합깊이가 작았으나 통계학적으로 유의성 있는 차이를 보였다. 그리고 모든 시편의 중합깊이는 ISO 9917-2:1988(E) 기준을 만족시켰다($p=0.0001$).

(최소 중합깊이 = 1mm)

2. 굽힘강도는 대조군과 실험군 사이에 통계학적으로 유의성있는 차이를 보였으며($p = 0.0007$) 글라스아이노머 시멘트, 하이드록시아파타이트 함유한

그룹, 베타-트리칼슘포스페이트 함유한 그룹 그리고 이상칼슘포스페이트를 함유한 그룹 순서로 강도가 높게 나타났으나 각 실험군들 사이에 유의차는 없었다. 그리고 모든 시편은 ISO 9917-2:1998(E)의 굽힘강도에 대한 기준을 만족시켰다(최소굽힘강도 = 20MPa).

3. 4일간의 탈회 후 CLSM 하에서 관찰하였을 때 글라스아이오노머 그룹에서 가장 두꺼운 탈회면을 볼 수 있었고 그 다음으로는 베타-트리칼슘포스페이트 그룹, 하이드록시아파타이트 그룹, 이상칼슘포스페이트 그룹의 순서로 붉게 염색된 부위가 감소하였다.
4. 결합강도에서 글라스아이오노머 그룹과 실험군 사이에 유의차가 있었고($p = 0.0002$) 실험군들 간에는 유의차가 없었으나 가장 높게 측정된 것은 베타-트리칼슘포스페이트 그룹, 그 다음으로는 이상칼슘포스페이트 그룹, 그리고 하이드록시아파타이트 그룹, 글라스아이오노머 그룹 순으로 베타-트리칼슘포스페이트가 많이 함유될수록 결합강도가 높았다.

이번 연구에서 글라스아이오노머 시멘트에 나노 크기의 베타-트리칼슘포스페이트를 많이 첨가할수록 결합강도에 있어서 증가가 나타났고 나노 크기의 베타-트리칼슘포스페이트와 나노 크기의 하이드록시아파타이트를 같이 첨가하였을 때 탈회 저항성이 더 높게 나타나는 것을 관찰하였다.

VI. 참고 문헌

이정진, 김성오, 최병재, 이용근 : 글라스아이오노머 시멘트에 첨가된 하이드록시 아파타이트의 입자 크기에 따른 탈회저항과 결합강도의 비교, The Graduate School, Yonsei University, 2008.

Ab-Ghani Z, Ngo H, McIntyre J. : Effect of remineralization/ demineralization cycles on mineral profiles of Fuji IX Fast in vitro using electron probe microanalysis. Aust Dent J. 52:276-81, 2007.

Alkinmade, A.: Adhesion of glass-polyalkenoate cement to collagen . J. Dent. Research 73, 633, 1994.

Anderson P, Bollet-Quivogne FR, Dowker SE, et al. : Dimineralization in enamel and hydroxyapatite aggregates at increasing ionic strength. Arch Oral Biol. 49 : 199-207, 2004.

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.

Bohner M, Lemaître J. : Can bioactivity be tested in vitro with SBF solution? Biomaterials. 30:2175-9, 2009.

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.

Chadwick BL, Evans DJ. : Restoration of class II cavities in primary molar teeth with conventional and resin modified glass ionomer cements: a systematic review of the literature. Eur Arch Paediatr Dent. 8:14-21, 2007.

Chae MH : The effect of hydroxiapatite on bonding strength in light curing glass ionomer dental cement, The Graduate School, Yonsei University, 2005.

Cho, E., Kopel, H., White, S. N.: Moisture susceptibility of resin-modified glass-ionomer materials. Quint. Int. 26: 351-358, 1995.

Choi JY, Lee HH, Kim HW. : Bioactive sol-gel glass added ionomer cement for the regeneration of tooth structure. J Mater Sci Mater Med. 19:3287-94.2008.

Choi K, Oshida Y, Platt JA, et al. : Microtensile bond strength of glass ionomer cements to artificially created carious dentin. Oper Dent. 31:590-7, 2006.

Costa, C. A. S., Giro, E. M., Nascimento, A. B. L, et al. : Short-term evaluation of the pulpo-dentin complex response to a resin-modified glass-ionomer cement and a bonding agent applied in deep cavities. Dent. Mater. 19: 739-746, 2003.

Cox M, Trussell B, Ward J, Tucci M, Benghuzzi H. : Effect of TCP sintering temperatures on MRC-5 fibroblast proliferation and viability. Biomed Sci Instrum. 38:173-8, 2002.

de Carvalho FG, de Fucio SB, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L, Puppim-Rontani RM. : Confocal laser scanning microscopic analysis of the depth of dentin caries-like lesions in primary and permanent teeth. Braz Dent J. 19:139-44, 2008.

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.

dos Santos EA, Farina M, Soares GA, Anselme K. : Chemical and topographical influence of hydroxyapatite and beta-tricalcium phosphate surfaces on human osteoblastic cell behavior. J Biomed Mater Res A. 89:510-20, 2009 .

Duan YR, Zhang ZR, Wang CY, et al. : Dynamic study of calcium phosphate formation on porous HA/TCP ceramics. Journal of materials science. Materials in medicine, 16:795-801, 2005.

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.

Gao, W. and Smales, R. J.: Fluoride release/uptake of conventional and resin-modified glass ionomers, and compomers. J. Dent. 29: 301-306, 2001.

Garcia-Godoy F. : Dentin surface treatment and shear bond strength of a light-cured glass ionomer. Am J Dent. 5:283-5, 1992.

Geiger, S. B. and Weiner, S.: Fluoride carbonatoapatite in the intermediate layer between glass ionomer and dentin. Dent. Mater. 9:33-36, 1993.

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. 86:217-27, 2008.

Ginebra MP, Driessens FC, Planell JA : Effect of the particle size on the micro and nanostructural features of a calcium phosphate cement: a kinetic analysis. *Biomaterials*. 25:3453-62, 2004 .

Gladys, S., Van Meerbeek, B., Braem, M., Lambrechts, P., Vanherle, G.: Comparative physico-mechanical characterization of new hybrid restorative materials with conventional glass-ionomer and resin composite restorative materials. *J. Dent. Res.* 76: 883-894, 1997.

Glasspoole, E. A., Ericson, R. L., Davidson, C. L.: Effect of surface treatments on the bond strength of glass ionomers to enamel. *Dent. Mater.* 18: 454-462, 2002.

Gu, Y. W., Yap, A. U. J., Cheang, P., and Khor, K. A.: Effect of incorporation of HA/ZrO₂ into glass ionomer cement (GIC). *Biomaterials* 26: 713-720, 2005.

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.

Irie M, Maruo Y, Nishigawa G, Suzuki K, Watts DC : Class I gap-formation in highly-viscous glass-ionomer restorations: delayed vs immediate polishing. *Oper Dent.* 33:196-202, 2008.

Itthagarun, 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.

Jalota S, Bhaduri SB, Tas AC. : In vitro testing of calcium phosphate (HA, TCP, and biphasic HA-TCP) whiskers. *J Biomed Mater Res A.* 78:481-90. 2006.

Jeong, S. H., Jang, S. O., Kim, K. N., Kwon, H. K., Park, Y. D., Kim, B. I.: Remineralization potential of new toothpaste containing nano-hydroxyapatite. *Key Eng. Mater.* 309-311: 537-540, 2006.

Kim JH : The effects of nano-sized hydroxiapatite on demineralization resisance and bonding strength in light-cured glass ionomer dental cement, The Graduate School, Yonsei University, 2008.

Kim, B. I., Jeong, S. H., Jang, S. O., Kim, K. N., Kwon, H. K., Park, T. D.: Tooth whitening effect of toothpastes containing nano-hydroxyapatite. *Key Eng. Mater.* 309-311, 541-544, 2006.

Kuilong, L. V., Jiuxing Zhang, Xiangcai Meng, Xingyi Li.: Remineralization effect of the nano-HA toothpaste on artificial caries. *Key Eng. Mater.* 330-332: 267-270, 2007.

Leyhausen, G., Abtahi, M., Karbakhsch, M., Sapotnick, A., and Geurtsen, W.: Biocompatibility of various light-curing and one conventional glass-ionomer cement. *Biomaterials* 19: 559-564, 1998.

Lin A, McIntyre NS, Davidson RD : Studies on the adhesion of glass-ionomer cements to dentin. *J Dent Res.* 71:1836-41, 1992.

Link DP, van den Dolder J, Wolke JG, Jansen JA. : The cytocompatibility and early osteogenic characteristics of an injectable calcium phosphate cement. *Tissue Eng.* 13:493-500, 2007.

Lowenstam, H. A., Weiner, S.: *On biomineralization.* Oxford: Oxford University Press, 1989.

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.

Lucas, M. E.: Flexural strength of hydroxyapatite-added glass ionomer cement. *J. Dent. Res.* 81: 36, 2002.

Moshaverinia A, Ansari S, Moshaverinia M, Roohpour N, Darr JA, Rehman I. : Effects of incorporation of hydroxyapatite and fluoroapatite nanobioceramics into conventional glass ionomer cements (GIC). *Acta Biomater.* 4:432-40, 2008.

Mount, G. J.: Glass ionomers: a review of their current status. *Oper. Dent.* 24: 115-124, 1999.

Ngo HC, Mount G, Mc Intyre J, Tuisuva J, Von Doussa RJ. : Chemical exchange between glass-ionomer restorations and residual carious dentine in permanent molars: an in vivo study. *J Dent.* 4:608-13, 2006.

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.

Oliveira SR, Rosenbach G, Brunhard IH, Almeida MA, Chevitarese O. : A clinical study of glass ionomer cement. *Eur J Orthod.* 26:185-9, 2004.

Pereira LC, Nunes MC, Dibb RG, Powers JM, Roulet JF, Navarro MF : Mechanical properties and bond strength of glass-ionomer cements. *J Adhes Dent.* 4:73-80, 2002.

Peutzfeldt A. Compomers and glass ionomers: bond strength to dentin and mechanical properties. Am J Dent. 9:259-63, 1996.

Saini R, Azmi AS, Ghani NB, Al-Salihi KA : Microscopic features of enamel and dentinal caries under confocal laser scanning microscopy (CLSM) and image analyzer: preliminary experimental study. Med J Malaysia. 62(3):238-40, 2007.

Santos, C., Luklonska, Z. B., Clatke., R. L., Davy, K., W., M.: Hydroxyapatite as a filler for dental composite materials: mechanical properties and in vitro bioactivity of composites. J. Mater. Scien. 12: 565-573, 2001.

Schmidlin PR, Zehnder M, Pasqualetti T, Imfeld T, Besek MJ. : Penetration of a bonding agent into De- and remineralized enamel in vitro. J Adhes Dent 6:111-5, 2004.

Sennou, H. E., Lebugle, A. A., Gregorie, G. L.: X-ray photoelectron spectroscopy study of the dentin-glass ionomer cement interface. Dent. Mater. 15: 229-237, 1999.

Shibata Y, He LH, Kataoka Y, Miyazaki T, Swain MV. : Micromechanical property recovery of human carious dentin achieved with colloidal nano-beta-tricalcium phosphate. J Dent Res. 87:233-7, 2008.

Sidhu SK, Watson TF. : Resin-modified glass ionomer materials. A status report for the American Journal of Dentistry. Am J Dent. 8:59-67, 1995.

Tantbirojn D, Feigal RJ, Ko CC, Versluis A. : Remineralized dentin lesions induced by glass ionomer demonstrate increased resistance to subsequent acid challenge. Quintessence Int. 37:273-81, 2006.

Tay FR, Smales RJ, Ngo H, Wei SH, Pashley DH : Effect of different conditioning protocols on adhesion of a GIC to dentin. J Adhes Dent. 3:153-67, 2001.

ten Cate JM, van Duinen RN. : Hypermineralization of dentinal lesions adjacent to glass-ionomer cement restorations. J Dent Res. 74:1266-71, 1995.

Thean HP, Mok BY, Chew CL. : Bond strengths of glass ionomer restoratives to primary vs permanent dentin. ASDC J Dent Child. 67:112-6, 82, 2000.

Umino A, Nikaido T, Tsuchiya S, Foxton RM, Tagami J : Confocal laser scanning microscopic observations of secondary caries inhibition around different types of luting cements. Am J Dent. 18:245-50, 2005.

von Wilmsky C, Vairaktaris E, Pohle D, Rechtenwald T, Lutz R, Münster H, Koller G, Schmidt M, Neukam FW, Schlegel KA, Nkenke E. : Effects of bioactive glass and beta-TCP containing three-dimensional laser sintered polyetheretherketone composites on osteoblasts in vitro. J Biomed Mater Res A. 87:896-902, 2008.

Xie D, Brantley WA, Culbertson BM, Wang G. : Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements. Dent Mater. 16:129-38, 2000.

Yesilyurt C, Bulucu B, Sezen O, Bulut G, Celik D. : Bond strengths of two conventional glass-ionomer cements to irradiated and non-irradiated dentin. Dent Mater J. 27(5):695-701, 2008.

Yip HK, Tay FR, Ngo HC, Smales RJ, Pashley DH. : Bonding of contemporary glass ionomer cements to dentin. Dent Mater. 17:456-70, 2001.

Yoon, S. I., Lee, Y. K., Kim, Y. U., et al. : The effects of hydroxyapatite on bonding strength between dental luting cement and human teeth. Key Eng. Mater. 284-286: 953-956, 2005.

Yoon, S. I. : Comparison of the bone-like apatite formation potency between Hydroxyapatite and β -Tricalcium phosphate in Glass ionomer dental luting cement. The Graduate School, Yonsei University , 2009.

Abstract

The resistance of demineralization and bonding strength
of light-cured glass ionomer dental cement filled with
nano-sized hydroxyapatite and beta-tricalcium phosphate

Yon Joo, Mah

*Department of Dentistry
The Graduate School, Yonsei University
(Directed by Professor Byung-Jai Choi, D.D.S., Ph.D.)*

Compared with the other restorative materials, GICs are biocompatible in the mouth, with no significant harmful reactions being reported so far. There are many studies adding calcium phosphate materials to GICs because the use of GICs is limited due to its relatively inferior mechanical characteristics and sensitivity to moisture, which has biocompatible characters, anti-cariogenic effect with releasing the fluoride ions, chemical bonding to the teeth as well as mechanical bonding.

According to a previous study, hydroxyapatite, when added to the glass ionomer cement, increases the bonding strength with human

teeth by forming bone-like apatite. A kind of bioceramics, which elicits a specific biological response at the interface of the material and the living bone-tissue including different calcium phosphate ceramics like hydroxyapatite (HA), beta-tricalcium phosphate (beta-TCP), and biphasic calcium phosphate (BCP) have been developed to repair and reconstruct diseased or damaged bones or tissues.

In order to investigate changes in the material itself and between the interface with the human tooth, 15 wt % nano-sized HA(exp.1), beta-TCP(exp.2), BCP(exp.3) were mixed with LC-GIC. Observing under the CLSM after 4 days of demineralization, in order of exp.2, exp.1, exp3. showed little degree of the demineralization layer which was thinner than that of the control group.

The depth of cure, the sensitivity to ambient light, and the flexural strength and bonding strength with dentin test specimens were maintained at 36.5 ° C in SBF for 2 weeks. The curing depth, the light sensitivity and the flexural strength satisfied the standard value. The bonding strength of exp.2 was the greatest. Exp.3 and exp.1 showed almost similar values, and pure GIC group showed the lowest values. There were statistically significant difference between them were present.

The aim of this study was to enhance the bonding strength of

glass ionomer cement at the interspaces with teeth, by utilizing bioactivities of nano sized HA and high solubility of nano sized beta-TCP, which result in increased apposition of bone-like apatite at the interspaces with the teeth and to confirm better remineralization effect on the enamel surface.

Keywords : Light cured glass ionomer cement, nano-saized hydroxyapatite, nano-saized beta-tricalcium phosphate, nano-sized biphasic calcium phosphate, resistance to demineralization, bonding strength