

광중합형 글라스아이오노머 시멘트에  
첨가한 나노 이상인산칼슘의 비율에 따른  
저작시험 전후의 변연적합성과  
탈회저항성의 비교

연세대학교 대학원

치 의 학 과

김 준 혁

광중합형 글라스아이오노머 시멘트에  
첨가한 나노 이상인산칼슘의 비율에 따른  
저작시험 전후의 변연적합성과  
탈회저항성의 비교

지도교수 최 형 준

이 논문을 석사 학위논문으로 제출함

2011년 12월 일

연세대학교 대학원

치 의 학 과

김 준 혁

# 김준혁의 석사 학위논문을 인준함

심사위원 \_\_\_\_\_ 인

심사위원 \_\_\_\_\_ 인

심사위원 \_\_\_\_\_ 인

연세대학교 대학원

2011년 12월 일

## 감사의 글

이 논문이 완성되기까지 부족한 저를 지도해주시고 따뜻한 격려로 이끌어주신 최형준 교수님께 존경을 표합니다. 또한 부족하던 저를 이끌어주신 치과재료학 교실의 이용근 교수의 지도가 없었다면 감히 연구를 시작하지도 못했을 것입니다. 두 교수님께, 다시 한번 깊은 감사를 드립니다.

부모와 같은 사랑으로 제자들을 가르치시고, 이끌어주시는 손흥규 교수님, 최병재 교수님, 이제호 교수님, 김성오 교수님, 송제선 교수님께 감사하다는 말씀을 드립니다. 의국원들을 아껴주시는 김승혜 선생님께도 감사의 마음을 전합니다.

같이 공부하며 고락을 함께한 우리 동기들 혜진, 수영, 지현에게도 고마움을 전합니다. 옆에서 용기를 북돋아주던 소중한 친구들에게도 진심으로 고맙다는 말을 하고 싶습니다.

마지막으로, 세상 무엇과도 바꿀 수 없는 아내 정희인, 제 인생의 가장 든든한 후원자이자 버팀목이 되어주시는 부모님께, 존경과 사랑을 담아 이 논문을 드립니다.

저 자 씀

# 차 례

그림 차례 .....	iii
표 차례 .....	iv
국문 요약 .....	v
I. 서론.....	1
II. 실험 재료 및 방법.....	7
1. 실험 재료.....	7
2. 실험 방법.....	7
가. 표본 준비 .....	7
나. 결합강도 관찰 .....	10
다. Chewing simulator 를 통한 변연적합성 시험 .....	12
라. 탈회저항성 실험과 CLSM 을 이용한 탈회단면 관찰 ....	14
마. 통계학적 분석 .....	16
III. 결과.....	17

1. 결합강도 .....	17
2. Chewing simulator 를 통한 변연적합성 실험 .....	19
3. CLSM 을 이용한 탈회면 관찰 .....	23
IV. 고찰 .....	26
V. 결론 .....	36
Reference .....	38
영문 요약 .....	50

## 그림 차례

Fig. 1. Fuji II LC™ .....	9
Fig. 2. Schematic design of sample for bonding strength....	11
Fig. 3. CS-4.8 chewing simulator.....	13
Fig. 4. Bonding strength of glass-ionomer cement to the enamel of the bovine tooth.....	18
Fig. 5. IM% of the sample before and after loading.....	20
Fig. 6. Stereomicroscope image of glass-ionomer cement filled margin, before and after loading.....	21
Fig. 7. Interface between tooth and cement observed under CLSM after acid demineralization.....	24

## 표 차 례

Table 1. Sample identification of light-cured glass ionomer cement .....	9
Table 2. Content's ingredient of pH 5.0 acid buffer solution .....	15
Table 3. Bonding strength of glass-ionomer cement to the enamel of the bovine tooth .....	18
Table 4. The ratio of Imperfect Margin (IM%) of the sample .....	20
Table 5. Results of repeated measured one-way ANOVA, comparison of before and after chewing simulator application.....	22
Table 6. Area of demineralized lesion adjacent to the GIC...	25



## 국 문 요 약

### 광중합형 글라스아이오노머 시멘트에 첨가한

### 나노 이상인산칼슘의 비율에 따른

### 저작시험 전후의 변연적합성과 탈회저항성의 비교

글라스아이오노머 시멘트는 시멘트의 구성 성분을 혼합하면 경화 후 상당량의 불소이온이 유리되는 장점을 지니고 있다. 이상인산칼슘은 수산화인회석과 베타-인산삼칼슘을 혼합하여 구성된 바이오세라믹을 의미하며 글라스아이오노머 시멘트에 인산칼슘 제재를 첨가하는 경우 압축강도, 전단결합강도의 개선이 관찰되어, 이상인산칼슘의 첨가로 물성의 개선이 기대되었다.

이 연구의 목적은 글라스아이오노머에 무게비로 15%, 30%의 나노 이상인산칼슘을 첨가하여 결합강도 및 저작시험시의 변연적합성의 변화를 측정하고 탈회시험 시 저항성을 나타낼 수 있는지 확인하고자 함이었다.

대조군으로 순수한 글라스아이오노머와 실험군으로 15%와 30% 나노 이상인산칼슘을 포함한 글라스아이오노머를 사용하였다. 우치 순면에 재료를 접착 후 탈락시켜 접착강도를 평가하였으며, 와동을 형성하여 재료로 충전, 가중 시험 전후의 변연적합성을 비교하였다. 또한, 탈회 용액을 적용 후 CLSM 으로 촬영하여 탈회 저항성의 정도를 평가하였다.

1. 결합강도 실험에서는 대조군과 실험군 1, 대조군과 실험군 2 의 그룹 간에 통계학적으로 유의성 있는 차이가 관찰되었다 ( $p < 0.05$ ).
2. Chewing simulator 적용 후의 변연을 실체현미경으로 촬영하여 변연 적합성을 전후비교한 결과 대조군과 실험군 1 에서 통계학적으로 유의성 있는 차이가 관찰되었다 ( $p < 0.05$ ).
3. 3 일간 탈회 후 CLSM 을 이용하여 시편의 탈회면을 관찰, 면적을 비교한 결과 대조군에 비해 실험군 1 에서 통계학적으로 유의성 있는 탈회 면적의 감소를 보였다 ( $p < 0.05$ ).

이 연구의 결과 15% 이상인산칼슘을 첨가한 글라스아이오노머에서 탈회 면적의 감소가 나타났으며 결합강도의 증가와 변연적합성의 개선을 나타냈다. 30% 이상인산칼슘을 첨가한 글라스아이오노머의 경우 탈회 면적의 감소가 관찰되지 않았다.

---

핵심되는 말: 글라스아이오노머, 인산칼슘, 나노 크기의 이상인산칼슘, 결합강도, 저작시험, 변연적합성, 탈회저항성

광중합형 글라스아이오노머 시멘트에 첨가한  
나노 이상인산칼슘의 비율에 따른  
저작시험 전후의 변연적합성과 탈회저항성의 비교

<지도교수: 최형준>

연세대학교 대학원 치의학과

김준혁

## I. 서론

글라스아이오노머 시멘트(Glass Ionomer Cement)는 Wilson과 Kent가 보고한 이래로 치과영역에서 흔하게 사용되는 용어가 되었다(Wilson과 McLean, 1988). 시멘트의 구성 성분을 혼합하면 중화반응을 포함하는 경화 과정이 진행되며, 경화 후 상당량의 불소이온이 부피의 감소 없이 유리되는 장점을 지니고 있다(Croll과 Nicholson, 2002). 또한 글라스아이오노머 시멘트는 치아와 기계적으로 결합할 뿐만 아니라 화학적으로도 결합하며, 생체적합성이 높으며 치아와 열팽창율이 비슷하다는 장점을 가진다(Croll과 Nicholson, 2002).

글라스아이오노머 시멘트에서 방출된 불소 이온은 인접 법랑질과 상아질에 흡수되어 치아의 용해도를 낮추고 미생물의 산 형성을 방해하여 미생물의 활성을 떨어뜨리고 재광화 과정을 촉진시킨다(Coogan 과 Creaven, 1993; Ewoldsen 과 Herwig, 1998; Mitra 와 Creo, 1989; Shelburne 등, 1997; Tam 등, 1997). 이 불소 방출 효과는 8 년까지 지속된다는 보고가 있다 (Forsten, 1977, 1998).

그러나 글라스아이오노머 시멘트의 임상적용 시 다른 재료에 비해 상대적으로 물성과 심미성이 나쁘다는 약점을 지니고 있으며, 고전적인 글라스아이오노머 시멘트를 개선한 레진 강화형 글라스아이오노머 시멘트 역시 변연적합성과 마모도가 낮다는 단점을 지니고 있다(Sidhu, 2011). 따라서 글라스아이오노머 시멘트에 다양한 재료를 혼합하여 물성을 개선하고자 하는 연구들이 이루어져왔으며, CPP-ACP, spherical silica filler 등의 첨가를 시도하여 좋은 결과를 얻은 연구들이 보고되어 왔다(Mazzaoui 등, 2003; Tjandrawinata 등, 2005). 특히 인산칼슘 제재를 첨가하는 경우 압축강도, 전단결합강도의 개선이 관찰되었다(김남혁, 2009; 김현욱, 2010; 마연주, 2009; 이정은, 2009; Hong 등, 2007; Kim 등, 2010; Lee 등, 2010; Yoon 등, 2006).

결정화된 인산칼슘은 다양한 형태로 존재하며, 대표적으로 인산이칼슘 (Dicalcium Phosphate Dihydrate), 인산삼칼슘(Tricalcium Phosphate), 옥타-인산칼슘(Octacalcium Phosphate), 수산화인회석(Hydroxyapatite) 등의 형태로 존재한다.

수산화인회석은 인간의 치아 법랑질 및 골조직의 주요 구성 성분 중 하나로 생체친화성을 가지고 있어 골이식 및 재생 치료 재료 등으로 사용되고 있다(김민영 등, 2006). 수산화인회석을 기존 치과 재료에 첨가한 경우 기존 치과 수복재료의 기계적 성질이 향상되는 것이 보고되었다(Santos 등, 2001; Yoon 등, 2006). 껌이나 치약 등에 수산화인회석을 첨가 시 법랑질에 대해 재광화 효과를 나타냈다는 여러 연구 결과가 발표된 바 있다(Itthagaran 등, 2005; Lv 등, 2007). 수산화인회석을 글라스아이오노머 시멘트에 첨가하는 경우, 파괴인성이 강화되며 접착력이 높아짐이 보고된 바 있다(Lucas 등, 2003). 또한 치약이나 구강양치액 등에 첨가하여 사용했을 때 탈회된 법랑질의 재광화 효과를 나타내는 것으로 보고되었다(김민영 등, 2006). 글라스아이오노머 시멘트에 수산화인회석이 첨가된 경우 골유사 인회석이 형성되어 치아와의 결합력이 증가한다고 보고된바 있다(Yoon 등, 2006).

인산삼칼슘 또한 치과영역에서 관심을 받고 있는 인산칼슘 결정체의 하나이다. 인산삼칼슘은 세가지 형태를 지니며, 저온에서 형성되는 베타-인산삼칼슘( $\beta$ -TCP), 고온에서 형성되는 알파-인산삼칼슘( $\alpha$ -TCP)와 알파'-인산삼칼슘( $\alpha'$ -TCP)이 그것이다(Carrodeguas 와 De Aza, 2011).

알파-인산삼칼슘은 수산화인회석에 비해 용해도가 매우 높다(Chow, 1991). 반응성이 높고 용해가 잘 되는 특징을 지니며 일반적으로 가루의 형태로 공급된다. 치의학과 정형외과학에서 다양한 분야에 응용되고 있으며, 치주

결손부의 처치, 상악동 거상시, 임플란트 매식시, 낭종 제거 후 결손부의 처치, 골 증여부의 결손부 처치, 척추 협착 등에 폭넓게 활용되고 있다. 빠른 흡수를 보이는 특징 때문에 이상적인 임플란트 표면 처치재로서 연구되고 있다(Carrodeguas 와 De Aza, 2011).

베타-인산삼칼슘은 수산화인회석의 전구물질로 많은 칼슘과 인산염을 포함하고 있으며 생체적합성이 높고 생체활성을 지닌다(Karlinsey 등, 2010). 베타-인산삼칼슘은 수산화인회석에 비해 높은 용해도를 지니나 다른 인산칼슘 제제보다는 용해도가 낮다(Chow, 1991). 최근 연구에서 베타-인산삼칼슘과 계면활성제(sodium lauryl sulfate)를 기계화학적 분쇄를 통하여 “활성화된” 형태로 변형시켜 불소와 함께 혼합하여 우치 법랑질에서 재광화 효과를 관찰한 실험에서 불소 단독으로 처치한 군보다 더 높은 미세경도 값을 보여주었다(Karlinsey 등, 2010). 그러나 아직 재광화 효과에 대한 연구는 충분하지 않은 것으로 보인다(Cochrane 등, 2010).

또한 베타-인산삼칼슘은 수산화인회석에 비해 작은 입자와 더 큰 표면적을 갖고 높은 용해도를 가져 탈회된 법랑질 표면에 존재하는 미세공극을 채우고 인산칼슘과 같은 무기이온들을 공급하여 더 나은 물성을 보일 것으로 기대할 수 있다(김현옥, 2010). Yoon 의 연구에 의하면 수산화인회석은 용해도가 낮아 골유사인회석이 비교적 적게 형성되며, 용해도가 높은 베타-인산삼칼슘의 혼합비가 높아짐에 따라 글라스아이오노머 시멘트의 결합강도가 높아짐이

관찰되었다. 절단면을 전자현미경으로 관찰한 바, 골유사인회석의 생성량이 더 많았다(Yoon 등, 2006).

그러나 베타-인산삼칼슘은 수산화인회석에 비해 반응성, 체적안정성 등에서 단점이 발견되어 수산화인회석과 베타-인산삼칼슘을 혼합한 이상인산칼슘(Biphasic Calcium Phosphate)이 사용되기 시작하였다(Kohri 등, 1993). 이상인산칼슘이라는 용어는 Nery 등에 의해 처음 사용되었으며(Ellinger 등, 1986; Nery 등, 1990), 수산화인회석과 베타-인산삼칼슘을 혼합하여 구성된 바이오세라믹을 의미한다. 이상인산칼슘의 사용은 인산삼칼슘의 연구를 위해 사용했던 재료가 X 선 회절 분석상 실제로는 20%의 수산화인회석과 80%의 베타-인산삼칼슘의 혼합물이었음이 밝혀지면서부터였다(LeGeros, 1988; LeGeros 등, 2003; Nery 등, 1975). 이후 Daculsi 등의 연구에 의해 수산화인회석과 베타-인산삼칼슘의 비율에 따라 생체 활성이 달라짐이 보고되었다(G Daculsi 등, 1989; Nery 등, 1992). 현재 Ceratite (NGK Spark Plug, Japan), MBCP (Biomatlante, France), Tribone 80 (Biomatlante, France) 등의 다양한 상업용 이상인산칼슘이 출시되어 있으며, 수산화인회석과 베타-인산삼칼슘의 비가 20%:80%와 60%:40%인 제품이 대다수를 차지하고 있다. 산성 용액에서 이상인산칼슘의 용해도는 수산화인회석보다 높으며 베타-인산삼칼슘과 유사하며, 수산화인회석의 비율이 높아질수록 용해도는 낮아진다(LeGeros, 1991, 1993).

또한 최근 나노미터 크기 입자로 인산칼슘 결정을 획득하는 연구가

지속적으로 이루어졌으며, 기본적으로 작은 결정 크기를 가질수록 표면적이 넓어 반응성이 높다는 장점을 지닌다(Barralet 등, 2004). 또한 나노미터 입자 크기의 수산화인회석은 마이크로미터 크기의 입자에 비해 크기가 훨씬 작으며 치아에 존재하는 광물질과 유사하고, 미세공극을 채울 수 있을 것으로 기대된다(김민영 등, 2006). 마이크로미터 크기의 수산화인회석에 비해 용해도가 높으며(Domingo 등, 2001) 중합체와 결합하여 처리한 경우 칼슘과 인 등의 무기질 이온을 공급하는데 더 유리하다는 연구도 보고되었다(Huang 등, 2003). 마이크로미터 크기 입자보다 작은 나노미터 크기의 수산화인회석을 글라스아이오노머에 혼합시킨 경우 치아와의 결합력이 더 증가한다는 연구 결과가 있었다(Kim 등, 2010; Lee 등, 2010). 이상을 종합할 때 글라스아이오노머 시멘트의 부형제로 나노 입자 크기의 이상인산칼슘이 좋은 연구대상이 될 것으로 기대된다.

이전 실험에서 이상인산칼슘을 글라스아이오노머 시멘트에 첨가시 결합강도의 증가와 탈회 면적의 감소가 관찰되었으며(마연주, 2009), 수산화인회석과 베타-인산삼칼슘의 양성을 모두 띠는 이상인산칼슘의 특성상 최적의 재료일 것으로 판단되었으나 별도로 연구된 적은 없다.

이 연구의 목적은 글라스아이오노머에 무게비로 15%, 30%의 나노 이상인산칼슘을 첨가하여 결합강도 및 저작시험시의 변연적합성의 변화를 측정하고 탈회시험 시 저항성을 나타낼 수 있는지 확인하고자 함에 있다.



## II. 실험 재료 및 방법

### 1. 실험 재료

시판용 광중합형 글라스아이오노머인 Fuji II LC™ (GC Co., Japan)와 나노미터 입자 크기의 이상인산칼슘 그리고 광중합기로 Valo® (Ultradent, USA)를 연구에 사용하였다.

소에서 발거한 영구중절치를 연구에 사용하였다.

### 2. 실험 방법

#### 가. 표본 준비

대조군은 첨가물이 없는 순수한 시판용 글라스아이오노머인 Fuji II LC™ (GC Co., Japan)을 사용하였다.

실험군은 15%와 30% 나노 이상인산칼슘을 포함한 글라스아이오노머로 구분하였다. 이상인산칼슘은 나노 수산화인회석과 나노 베타-인산삼칼슘이

6:4 의 비율로 혼합된 재료를 사용하였다(Table 1). 베타-인산삼칼슘이 80%인 이상인산칼슘에 비하여 베타-인산삼칼슘이 38%인 이상인산칼슘에서 수산화인회석 유사 인산칼슘 결정의 침착 비율이 높았다는 과거 연구에 기반하여 상업적으로 쉽게 구할 수 있는 이상인산칼슘의 농도로 대상을 결정하였다 (Kohri 등, 1993).

기존의 연구 결과 이상인산칼슘이 탈회저항성 및 접착강도 향상 모두를 나타내는 것으로 관찰되어 실험군으로 사용하였으며(마연주, 2009) 15%와 30%는 인산삼칼슘에 대한 이전 실험에서 적정용량과 과용량으로 판단된 용량으로(김남혁, 2009) 실험군의 배합비로 결정하였다. 균일한 혼합을 위해 Ball mill (Samwoo scientific CO., Korea)을 이용하여 400rpm 하 24 시간 동안 혼합하였다.



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

**Table 1.** Sample identification of light-cured glass ionomer cement

Sample I.D.	GIC	Wt% of BCP
Control	Fuji II™	0
15% BCP	Fuji II™	15
30% BCP	Fuji II™	30

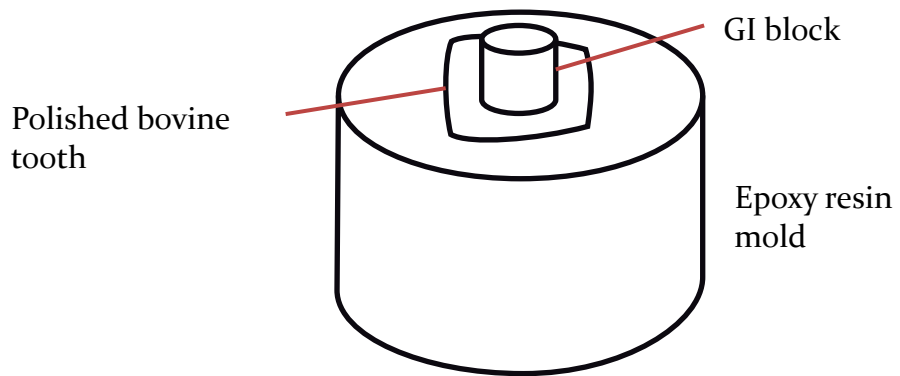
GIC = Glass-Ionomer Cement

BCP = Biphasic Calcium Phosphate

## 나. 결합강도 관찰

첨가물의 비율에 따른 글라스아이오노머의 법랑질에 대한 결합강도를 측정하기 위해 각 군당 10 개씩의 우치 시편을 준비하였다. 발거된 소의 영구전치의 가장 평편한 법랑질 면을 골라 이 면이 상방에 위치하도록 epoxy-resin mold에 매몰하고 rubber 및 600, 800, 1200, 2000 grit silicone disk를 사용하여 치아 법랑질 면을 평편하게 연마하였다. 법랑질 면을 20 초 동안 35% 인산 처리한 후 수세 건조하고 직경 6mm, 높이 4mm의 폴리에틸렌 튜브를 사용하여 각 재료를 치아에 접착시켰다(Fig. 3.). 모든 술식은 제조사의 지시에 따라 진행하였다.

표본을 37°C 온도 조건 하에 SBF 용액에 넣어 2주 동안 보관한 후 만능 시험기(Instron, UK)를 이용하여 cross head speed 1mm/min의 속도로 표본의 글라스아이오노머 시편에 측방력을 가해, 탈락하는 순간의 파절강도를 측정하였다. 전단결합강도는 파절강도와 결합면적의 비로 계산하여 Pa 단위로 평가하였다.



**Fig. 2.** Schematic design of sample for bonding strength

#### 다. Chewing simulator를 통한 변연적합성 시험

각 군당 4 개씩의 치아우식증이 없는 발거한 소의 영구전치의 순면 중심부에 고속의 핸드피스 bur를 이용해 박스 형태의 와동(5mm x 5mm x 1.5mm)을 형성하고 와동의 변연은 저속의 핸드피스 fissure bur로 마무리하여 cavo-surface angle이 90° 가 되도록 형성하였다. 20 초간 37% 인산을 적용 후 수세 및 건조하였다. 대조군 및 실험군을 제조사의 지시대로 혼합하여 충전하였다. 광중합 시 중합수축이 일어나는 것을 고려해 와동에 재료를 약간 과잉 충전한 후 광중합기로 20 초간 광중합한 후 Sof-Lex™ disk로 연마하였다.

실체현미경을 사용하여 배율을 70 배로 하여 전체 와동 변연을 따라 촬영하여 충전물 변연의 전체 상을 얻었다. 전체 상을 NIH ImageJ software (<http://rsbweb.nih.gov/ij/>)를 통하여 배열한 후 적합한 변연(perfect margin, PM)과 부적합한 변연(imperfect margin, IM)의 길이를 NIH ImageJ software를 통하여 측정하였다. 틈이 존재하는 경우, 범랑질, 상아질, 충전재의 파절이 관찰되는 경우, 선상파절이 관찰되는 경우 모두를 부적합 변연으로 분류하였다. IM의 % 비율(IM%)은 다음 식으로 계산하였다(Kwon 등, 2010).

$$IM/(PM + IM) \times 100$$

아크릴 레진으로 몰드에 시편을 고정하여 chewing simulator (CS-4.8, SD Mechatronik, Germany)에 위치시켜 5kg 의 하중과 1.3Hz 의 속도, 5°C - 55°C 의 열순환 조건 하에 300,000 회의 교합압을 가하였다.

가압 후, 시편을 몰드에서 분리하여 실체현미경을 사용하여 동일 배율 하 가압 전과 동일한 측정을 시행하였다.

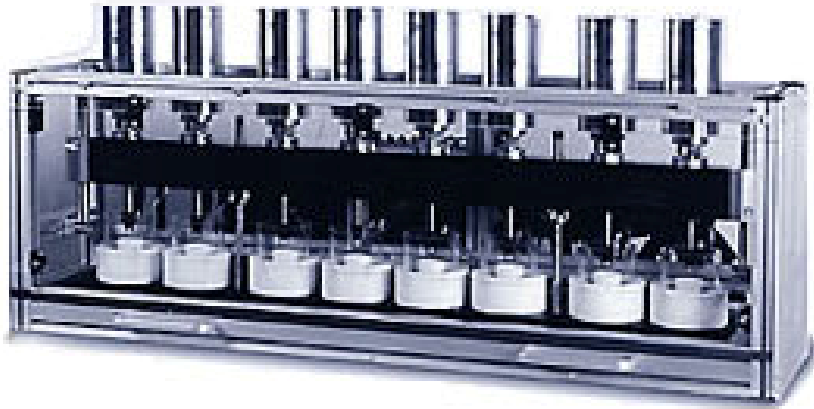


Fig. 3. CS-4.8 chewing simulator

## 라. 탈회저항성 실험과 CLSM 을 이용한 탈회단면 관찰

각 군당 8개씩의 치아우식증이 없는 발거한 소의 영구전치의 법랑-백악 경계 상방 1mm를 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. 대조군 및 실험군을 제조사의 지시에 따라 충전하였다. 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, table 2)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 1시간 동안 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 범랑질에서 형광을 나타낸다. 탈회 면적을 NIH ImageJ software를 사용하여 구하였으며(Wu 등, 2010) 범위는 Mazzaoui의 실험에 따라 충전재 변연에서부터 568 $\mu$ m 떨어진 지점 내에 있는 범위 내에서 측정하였다(Mazzaoui 등, 2003). 측정은 CLSM 이미지를 동일 threshold를 적용하여 형광이 낮은 부분을 제외시키고, 탈회되어 형광이 일정 이상이 되는 부분만을 추출하여 탈회 부분에서의 면적을 측정하였다.

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

Materials	Molecular weight (g/mol)	Vol (ml)	Weight (g)	Content (mM)
CaCl <sub>2</sub>	110.98	1500	0.37	2.2
NaH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> ·2H <sub>2</sub> O	156.01	1500	0.51	2.2
CH <sub>3</sub> COOH	60.05	1500	4.50	50

## 마. 통계학적 분석

PASW 17.0 version (SPSS Inc., USA)을 이용하였다.

결합강도 및 탈회 면적에 대해 모수적 방법으로 3 개의 그룹을 비교하는 one-way ANOVA (analysis of variance) test 를 하였고, 두 그룹씩 비교하는 사후 검정 (post hoc) 방법으로는 Tukey 검정을 시행하였다. 유의수준  $p < 0.05$  를 사용하였다.

Chewing simulator 를 이용한 변연적합성 전후 비교 시 IM%에 대해 반복측정 one-way ANOVA test 를 시행하였으며, 사후 검정 방법으로는 Tukey 검정을 시행하였다. 각 군의 가중 전후 비교는 대응표본 t 검정을 시행하였다. 유의수준  $p < 0.05$  를 사용하였다.

결합강도, 탈회면적의 결과는 평균값(mean)과 표준편차(standard deviation), 범위(range)로 정리하였다. 저작시험 전후 비교의 결과는 평균값(mean)과 표준편차(standard deviation)로 정리하였다.

### Ⅲ. 결과

15% 이상인산칼슘 (실험군 1)와 30% 이상인산칼슘 (실험군 2)를 첨가한 실험군과 첨가물이 없는 순수 글라스아이오노머 시멘트 (대조군)를 비교하였다.

#### 1. 결합강도

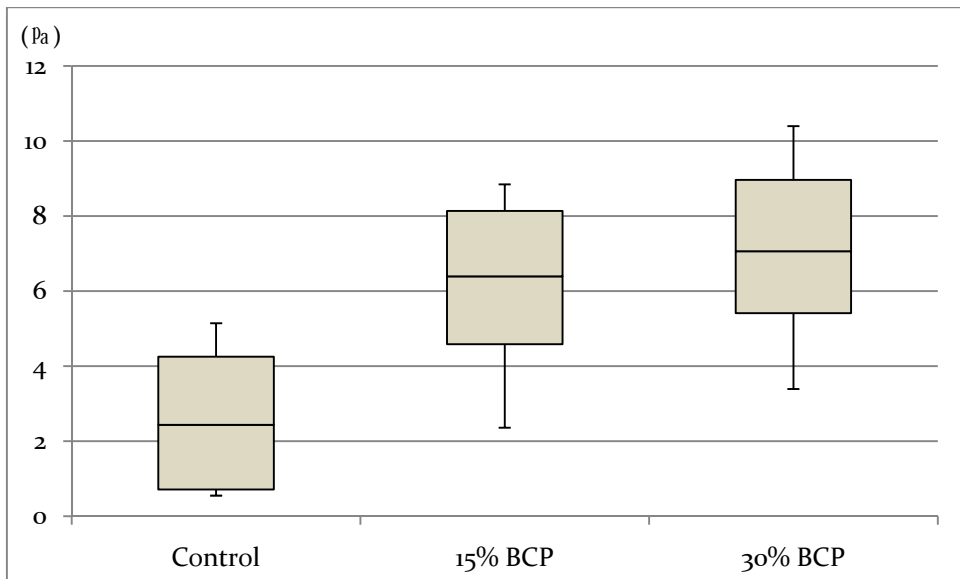
결합강도 실험에서는 대조군에서는 평균 2.43Pa의 결합강도를 보였고, 실험군 1은 6.39Pa, 실험군 2는 7.06Pa의 평균값을 보였다(Table 3, Fig. 4). One-way ANOVA test 분석 결과 3개 그룹 간에는 통계학적으로 유의성 있는 차이가 있는 것으로 나타났다. Tukey 방법을 이용한 사후 검정시 대조군과 실험군 1, 대조군과 실험군 2 간 각각 통계학적으로 유의성 있는 차이가 있는 것으로 나타났으나 실험군 1과 실험군 2 간은 통계적으로 유의성 있는 차이는 존재하지 않았다.

**Table 3.** Bonding strength of glass-ionomer cement to the enamel of the bovine tooth

(n = 10)

	Mean (Pa)	Standard deviation	Range (Pa)
Control <sup>a</sup>	2.43	1.83	0.55 – 5.14
15% BCP <sup>b</sup>	6.39	2.23	2.36 – 8.85
30% BCP <sup>b</sup>	7.06	2.25	3.39 – 10.40

<sup>a,b</sup>Same letters are not significant in Tukey's multiple comparison as  $\alpha = 0.05$



**Fig. 4.** Bonding strength of glass-ionomer cement to the enamel of the bovine tooth

## 2. Chewing simulator 를 통한 변연적합성 실험

Chewing simulator 적용 전후의 변연적합성을 비교한 실험에서는 저작시험 전 대조군, 실험군 1, 실험군 2의 IM%의 평균이 각각 31.06%, 19.88%, 17.60%였다. 저작시험 후 각 군의 IM% 평균은 각각 100%, 80.18%, 7.74%로 변화하였다(Table 4, Fig. 5., Fig. 6.). 대조군의 저작시험 후 시편은 변연 전체에서 모두 틈이 관찰되었다. 반복측정 one-way ANOVA로 통계분석한 결과 가중 전후의 IM%에 통계적으로 유의한 차이가 있었으며 군과 반복측정 요소 간 상관관계가 존재하였다(Table 5). 사후분석에서 세 군간의 IM%에서 대조군과 실험군 1, 실험군 1과 실험군 2, 대조군과 실험군 2 간에 통계적으로 유의한 차이가 존재하였다. 대조군과 실험군 1에서 저작시험 전후에 통계적으로 유의한 차이가 존재하였으나, 실험군 2에서는 저작시험 전후에 통계적으로 유의한 차이가 존재하지 않았다 (Table 4).

**Table 4.** The ratio of Imperfect Margin (IM%) of the sample

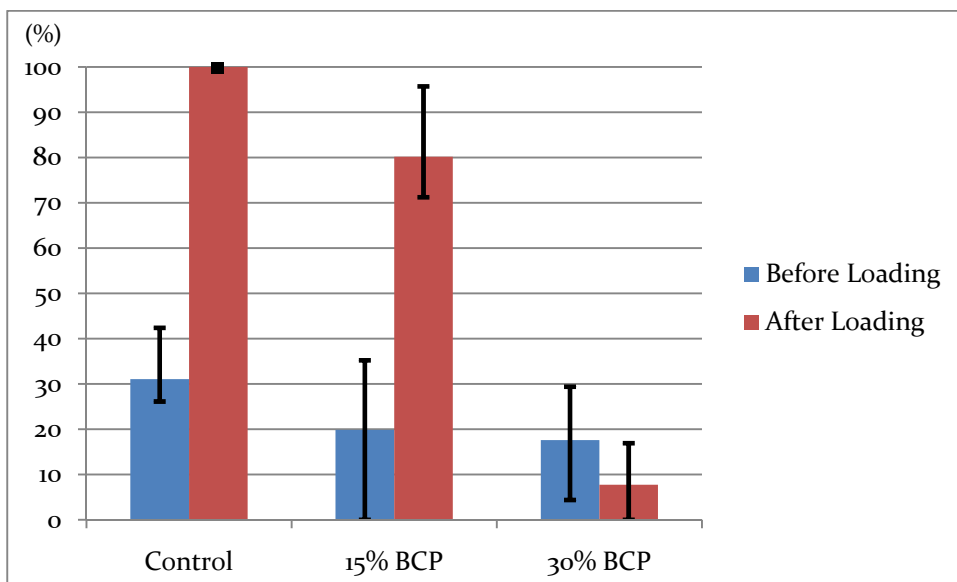
(n = 4)

	Before Loading (%)	After Loading (%)
Control <sup>*a</sup>	31.06 (7.70)	100 (0)
15% BCP <sup>*b</sup>	19.88 (14.62)	80.18 (10.73)
30% BCP <sup>c</sup>	17.60 (10.26)	7.74 (9.01)

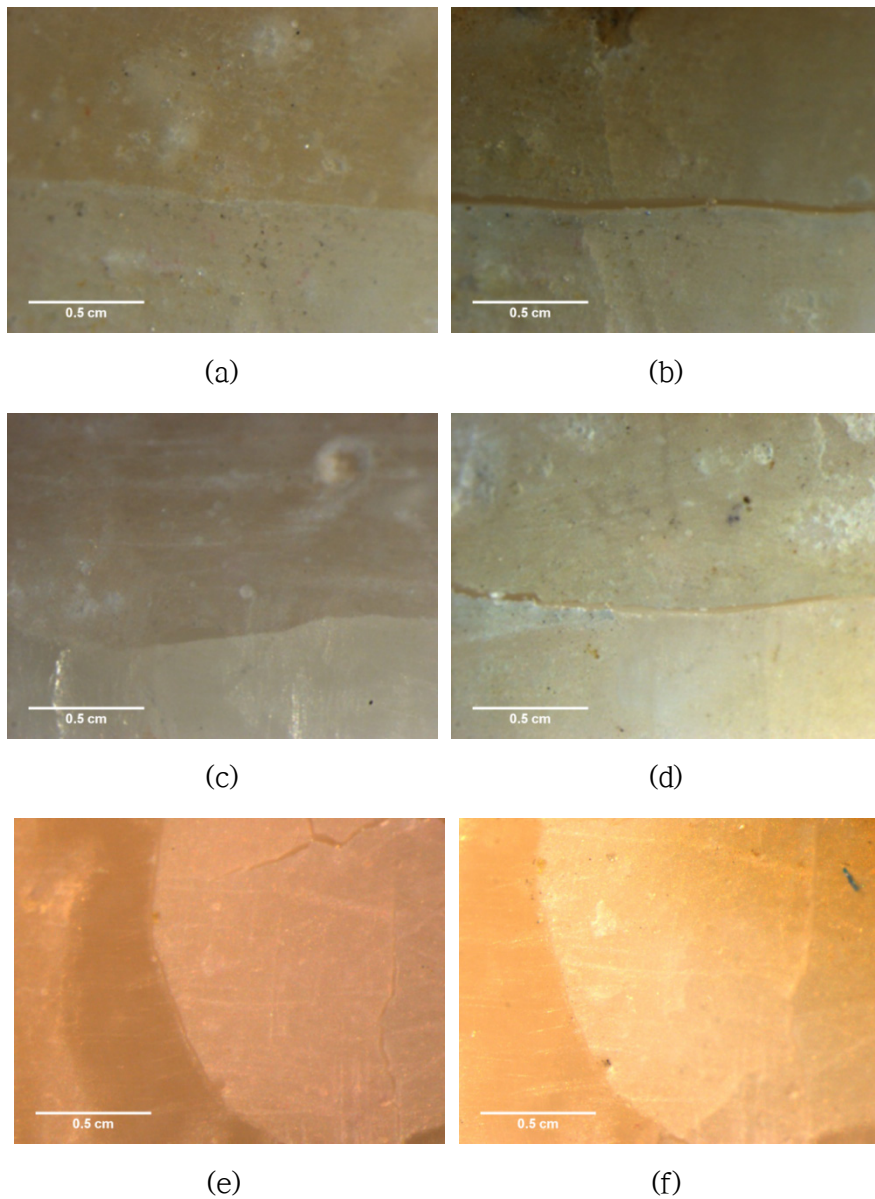
All values denote the Mean (Standard deviation)

\* indicates significant difference in IM% at  $p = 0.05$  level between each group's before loading and after loading data

<sup>a,b,c</sup> Same letters are not significant in Tukey's multiple comparison as  $\alpha = 0.05$



**Fig. 5.** IM% of the sample before and after loading



**Fig. 6.** Stereomicroscope image of glass-ionomer cement filled margin, before and after loading (x 70, same sample and location): (a) Control, before loading, (b) Control, after loading, (c) 15% BCP group, before loading, (d) 15% BCP group, after loading, (e) 30% BCP group, before loading, (f) 30% BCP group, after loading

**Table 5.** Results of repeated measured one-way ANOVA, comparison of before and after chewing simulator application

Source	Sum of square	df	Mean square	F	<i>p</i> -value
Intra-group analysis					
Loading	9499.830	1	9499.830	70.217	0.000
Loading*group	7470.624	2	3735.312	27.609	0.000
Error (Loading)	1217.637	9	135.293		
Inter-group analysis					
Slice	43847.868	1	43847.868	778.789	0.000
Group	11815.891	2	5907.946	104.932	0.000
Error	506.723	9	56.303		

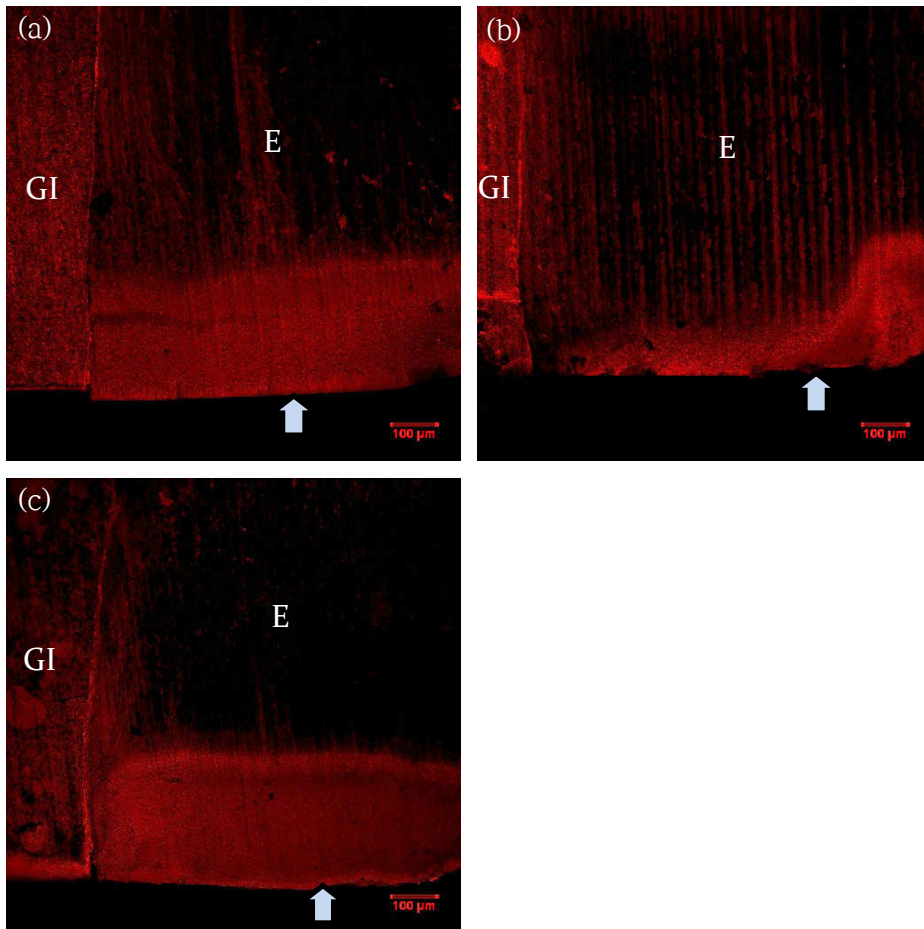


### 3. CLSM을 이용한 탈회면 관찰

법랑질을 acid buffer solution (pH 5.0)으로 3 일 동안 탈회시킨 후 시편을 Rhodamine B solution으로 염색하여 CLSM으로 촬영하면 탈회되어 미세공극이 발생한 공간은 붉은색을 띄게 되어 관찰이 용이하다.

대조군에서 넓은 탈회면이 관찰되었고, 실험군 1에서 탈회 면적이 감소된 양상을 보인다. 실험군 2는 대조군과 탈회면이 유사하다(Fig. 7.).

탈회 면적에 대한 one-way ANOVA test 분석 결과 3개 그룹 간에는 통계학적으로 유의성 있는 차이가 있는 것으로 나타났다. 사후검정 시 대조군에서 충전제에 인접한 탈회 면적은  $0.106 \pm 0.024\text{mm}^2$  (n = 8)으로, 실험군 1은 통계적으로 유의차를 보였으나( $0.077 \pm 0.018\text{mm}^2$ , n = 8) 실험군 2는 대조군과 통계적인 유의차가 없었으며, 면적 평균값도 거의 유사하였다( $0.104 \pm 0.011\text{mm}^2$ , n = 8) (Table 6).



**Fig. 7.** Interface between tooth and cement observed under CLSM after acid demineralization (x 10, E means bovine tooth enamel, arrow indicates demineralized area) (a) Control, (b) 15% BCP group, (c) 30% BCP group

**Table 6.** Area of demineralized lesion adjacent to the GIC

(n = 8)

	Mean (mm <sup>2</sup> )	Standard deviation	Range (mm <sup>2</sup> )
Control <sup>a</sup>	0.106	0.024	0.074 – 0.143
15% BCP <sup>b</sup>	0.077	0.018	0.036 – 0.093
30% BCP <sup>a</sup>	0.104	0.011	0.091 – 0.120

<sup>a,b</sup>Same letters are not significant in Tukey's multiple comparison as  $\alpha = 0.05$

## IV. 고찰

글라스아이오노머 시멘트가 수복치과학에서 널리 사용되는 이유는 법랑질, 상아질, 복합레진 등과 화학적으로 결합하고(Akinmade와 Nicholson, 1993) 치아와 유사한 열팽창 계수를 가지면서 생체친화성이 있고 불소를 방출하는 장점이 있기 때문이다.

글라스아이오노머 시멘트의 다양한 장점에도 불구하고, 경화시간이 길고 조작이 어려우며 물리적 성질이 떨어져 장기간의 예후가 불량하다는 점이 수복물로서 글라스아이오노머 시멘트를 선택하는 데에 있어 장애로 작용하는 요소가 되어왔다(Croll과 Nicholson, 2002). 따라서 글라스아이오노머 시멘트에 다양한 첨가물을 넣어 물성을 강화하고, 추가적인 효과를 얻을 수 있는지에 대한 연구가 이루어져 왔다(김남혁, 2009; 김현옥, 2010; 마연주, 2009; 이정은, 2009; Hong 등, 2007; Kim 등, 2010; Lee 등, 2010; Lucas 등, 2003; Mazzaoui 등, 2003; Tjandrawinata 등, 2005; Yoon 등, 2006). 첨가물로서 연구되어지는 재료 중, 인산칼슘 제재는 치아 경조직의 재광화를 유발할 수 있는 생체친화성 물질이다(Cochrane 등, 2010; Itthagarun 등, 2005; Kumar 등, 2008; Mazzaoui 등, 2003; Reynolds, 1998).

재광화라는 용어는 법랑질 표면에 광물질이 침착되는 것을 포함하여 광물질량이 증가하는 것으로 정의되며, 이는 칼슘과 인산염이 치아 외부에서

공급되어 결정 공극이 침착으로 채워져 총 광물량이 증가하는 것을 가리킨다(Cochrane 등, 2010). 따라서 다량의 칼슘과 인산염 공급원이 구강 내에 존재하는 경우 재광화를 기대할 수 있다고 생각되었다. 실제로 우식활성도가 다른 아동에 비해 더 낮은 아동의 경우 치태의 칼슘 및 인산염 양이 더 많았다(Shaw 등, 1983)는 보고나, 하악 전치부의 우식 발생률이 낮은 이유가 치태 내의 칼슘 및 인산염 양이 다른 부위에 비해 많기 때문(Dawes와 Jenkins, 1962)이라는 연구도 존재하며, 칼슘과 인산염 총량이 재광화에 있어 중요한 역할을 할 것으로 기대되었다. 그러나, 칼슘과 인산염 양이 증가하면 두 이온은 결합하여 인산칼슘의 형태로 침착된다(Cochrane 등, 2010). 반면, 타액 단백질이 존재하는 경우 이 기전이 저해됨이 관찰되었으며, 특히 statherin (Schlesinger와 Hay, 1977), proline-rich phosphorproteins (Oppenheim 등, 1971)의 경우가 대표적인 예로서 보고되었다. 이들은 칼슘, 인산염과 결합하여 침착에 필요한 크기로 이온 군집이 성장하는 것을 방지하는 역할을 한다. 즉, 타액단백질에 의한 칼슘과 인산염의 안정화는 조기에 이온이 타석을 형성하여 표면에서 침착되는 것을 막고 저광화된 부위에 이온을 공급하는 데에 있어서 중요한 역할을 수행한다. 다른 관점에서 보자면, 재광화를 일으키기 위한 다양한 연구에서 칼슘과 인산염의 용해도가 문제가 되어 왔으며, 이를 해결하기 위한 전달체로서 인산칼슘 결정체가 주목을 받게 되었다(Cochrane 등, 2010).

수산화인회석은 치아 법랑질과 골조직의 주요 구성 성분이며 생체 조직과의 유사성이 높다. 치의학 분야에서 치아표면의 탈회와 재광화를 연구하기 위한 목적으로 사용되기도 하고(Anderson 등, 2004), 수산화인회석을 레진에 혼합하여 신생골 형성 유도를 확인한 연구도 존재한다(Saito 등, 1994). 또한, 치아 수복재료에 첨가하여 강도가 증가되었다는 보고도 있었다(Santos 등, 2001). 수산화인회석을 치아 수복재에 부형제(filler)로 첨가시 마모도와 기계적 성질을 향상시키며, 연마성을 좋게 하고 방사선 불투과성을 띄게 하는 등의 장점을 가지나 수화 시 용해되는 단점을 보였다(Domingo 등, 2001). 수산화인회석을 레진과 같은 치과용 수복재료에 첨가하였을 때 경도와 압축강도 등의 물리적 성질이 향상되는 것이 관찰되었다(Arcis 등, 2002).

광중합형 글라스아이오노머 시멘트에 나노 수산화인회석을 첨가하여 탈회 저항성과 결합강도가 개선됨을 관찰하였다(Kim 등, 2010). Reynolds 는 CPP-ACP 를 대상으로 한 연구에서 인산칼슘 제재의 재광화 효과는 인산칼슘 결정이 광물질의 저장고로 작용하여 칼슘과 인산염, 인산수소칼슘 등이 유리되어 탈회된 법랑질 면에 무기 이온을 공급하며, 이들이 탈회병소의 수산화인회석 포화도를 증가시키는 데에 기인한다고 하였다(Reynolds, 1998).

베타-인산삼칼슘도 법랑질과 골조직에서 생물학적 인회석의 구성 물질로 글라스아이오노머 시멘트에 혼합하여 탈회저항성을 나타냄이 관찰되었다(김남

혁, 2009; 김현옥, 2010). 단 수산화인회석을 첨가했을 때와는 달리 결합강도의 개선은 현저하지 않았다.

수산화인회석에 인산삼칼슘이 혼합된 이상인산칼슘은 화학적인 조성 뿐 아니라 미세구조 및 다공성에서 차이를 보이며, 골 유도능에 있어 더 뛰어난 효과를 보인다(Yuan 등, 2002). 현재 이상인산칼슘은 큰 골결손부나 치주병소, 기형부의 재건, 척수 협착, 척추만곡증의 교정, 수완부 내연골종의 수복, 안와 부 매식제로 이용되고 있다(Basle 등, 1993; G Daculsi, 1998; G. Daculsi 등, 1992; G Daculsi와 Passuti, 1990; G Daculsi 등, 1990; Ellinger 등, 1986; Gauthier 등, 1998; Hashimoto-Uoshima 등, 1995; Nery 등, 1990; Nery 등, 1992; Ransford 등, 1998; Trecant 등, 1994). 또한, 수산화인회석은 생체내 불용성을 보이며 베타-인산삼칼슘은 빠른 시간 내에 분해되어 소실된다. 세 재료의 안정성에 대한 연구(Kohri 등, 1993)에서, 12 주 동안 수산화인회석과 베타-인산삼칼슘, 이상인산칼슘(38% TCP와 80% TCP를 포함한 두 가지 성분)을 Ringer's solution과 Phosphate buffered Ringer's solution에 보관하여 전자현미경으로 관찰한 결과 베타-인산삼칼슘은 시간이 지남에 따라 침상 결정(needle-like crystal)으로 변화하였으며 빠른 속도로 용해되었다. 반면 수산화인회석은 거의 용해되지 않았으며, 이상인산칼슘은 베타-인산삼칼슘의 혼합비에 따라 용해 속도가 달랐다. 부형제로서 사용되기 위하여 사용되는 재료는 어느 정도의 체적안정성을 지닐 필요가 있으며, 이에 베타-인산삼칼슘보다 장

기적인 안정성을 위해 이상인산칼슘을 부형제로 사용하는 것이 이상적이라고 하겠다.

또한 결정체의 입자 크기를 고려할 때, 레진 중합체를 대상으로 한 연구에서 나노미터 입자 크기의 레진으로 제작한 치아가 마이크로미터 입자 크기의 레진으로 제작한 치아보다 더 강성이 높고 마모저항성이 강함이 보고되었다(Suzuki, 2004). 부형제로 사용하기 위한 재료로서 마이크로미터 크기 입자의 재료보다 나노미터 입자 크기의 재료가 더 유리한 부분이 있을 것으로 생각되어지며, 수산화인회석을 대상으로 한 연구에서 실제로 나노입자 크기의 재료가 더 좋은 결과를 나타내었다(Kim 등, 2010). 또한 나노미터 크기의 첨가물은 표면적이 더 크고 용해도가 높아 탈회된 법랑질 표면에 형성된 0.1 마이크로미터 크기의 미세 공극을 채울 수 있으며 칼슘과 인산염 등의 무기 이온의 공급원이 된다(이수진, 2010). 즉, 나노 입자 크기의 이상인산칼슘이 가장 적절한 부형제로 판단된다.

본 실험에서, 실험군 1 은 15% 나노입자 크기의 이상인산칼슘을 포함한 시판용 광중합형 글라스아이오노머 시멘트, 실험군 2 는 30% 나노입자 크기의 이상인산칼슘을 포함한 시판용 광중합형 글라스아이오노머 시멘트로 구분하였고 대조군은 첨가물이 없는 순수한 시판용 광중합형 글라스아이오노머 시멘트인 Fuji II LC™을 사용하여 실험을 진행하였다.

결합강도 시험에서는 대조군에 비해 실험군에서 명확한 결합강도의 증가를 보였다. 이는 이전 연구에서의 결과와 일치하며, 나노 베타-인산삼칼슘에서는 결



합강도의 증가가 크지 않았던 이전 연구(김남혁, 2009; 김현옥, 2010; 마연주, 2009)와 비교할 때 이상인산칼슘 혼합의 장점을 보여준다. 결합강도의 증가를 설명할 수 있는 기전은 아직 밝혀져 있지 않다. 그러나 나노미터 입자크기의 인산칼슘 결정에서 용해된 칼슘 이온이 치아와 재료 사이의 활발한 이온 교환을 하여 더 강력한 이온 결합을 하기 때문인 것으로 유추할 수 있다(Lucas 등, 2003).

대조군과 비교해 실험군에서 모두 결합강도가 증가하였으며 이상인산칼슘의 혼합량이 많을수록 결합강도는 증가하였으나 혼합량에 따라 강도 증가량이 비례하지는 않았다. 즉, 실험군 간의 통계적인 유의차는 관찰되지 않았으며, 평균값은 실험군 2 에서 가장 높은 값을 나타내었다. 수산화인회석과 베타-인산삼칼슘, 그리고 이상인산칼슘을 글라스아이오노머 시멘트에 첨가하여 결합강도를 측정한 실험에서 이상인산칼슘을 첨가시 가장 높은 결합강도의 증가가 나타났으며 수산화인회석과 베타-인산삼칼슘의 각각의 장점을 모두 취할 수 있는 것으로 보인다(마연주, 2009).

이전 실험에서 실험 조건을 37°C, 100% 습도 조건만 만족시킨 경우 대조군과 실험군들 사이에서의 결합강도 차이는 통계적으로는 유의성이 없는 것으로 나타났다(김현옥, 2010; 이수진, 2010). 반면, SBF 용액에서 수산화인회석이 나 베타-인산삼칼슘의 이온 교환 시 2 주 후 인산칼슘 결정이 형성되었다는 보고가 있으며 (Duan 등, 2005) 여기에서 발생하는 골유사 인회석이 결합강도 증가에 영향을 미치는 것으로 보인다.

글라스아이오노머와 치질과의 결합기전은 아직 확실하지 않으며, 몇 가지 가설이 제시되어 있다. Polyalkenoic acid가 치아에 침투해 인산염 이온을 방출하고 치아의 칼슘 이온과 결합해 전기적 중성을 유지하고 이런 이온이 중간층을 형성하여 치면과 견고히 결합한다. 이런 polyalkenoic acid의 기질 표면의 확산 및 분자간 결합에 의한 흡착으로 접착이 일어난다고 보고된 바 있으며 (Akinmade와 Nicholson, 1993) 치아의 무기질 부분에 있는 수산화인회석과 이온 교환을 통해 polyacrylic acid가 결합한다는 가설(Lin 등, 1992; Mount, 1991; Titley 등, 1996; Wilson과 McLean, 1988)이 있다. 또한 폴리산의 카르복실기와 법랑질이나 상아질의 수산화인회석에서 방출된 칼슘 이온과의 킬레이션에 일차적으로 의존한다는 설이 있다(Anusavice, 2003). X선 광전자분광법을 사용하여 상아질과 글라스아이오노머 사이에 존재하는 중간층을 관찰하여 광물과 유기물의 교환으로 재료와 치아 기질 사이에 접착이 가능하다는 것이 보고되었다(Sennou 등, 1999) 또한 폴리산의 카르복실기가 수산화인회석의 칼슘 이온과의 이온 결합을 확인하였다(Yoshida 등, 2000). 수산화인회석은 산성용액에 용해되며, 이상인산칼슘도 polyacrylic acid와 혼합될 때 칼슘이온이 용출될 것으로 기대된다. 따라서 이상인산칼슘과 글라스아이오노머의 결합은 치아와 글라스아이오노머가 이루는 결합양상과 유사할 것으로 생각된다.

Chewing simulator를 사용한 변연적합성 실험에서는 저작시험을 통한 가중 전후의 변연을 실체현미경으로 촬영하여 전체 변연의 길이 중 부적합 변연

의 길이의 비를 확인하였다. 대조군에서는 chewing simulator 적용 후 모든 시편에서 전체적으로 변연부의 틈이 관찰되었다. 이상인산칼슘을 혼합한 실험군에서는 열기계적 가중 후 발생하는 부적합 변연의 양이 대조군에 비해 감소하였으며, 30% 이상인산칼슘 혼합군에서는 오히려 가중 전보다 가중 후에 부적합 변연이 감소한 시편도 관찰되었다. 단, 30% 이상인산칼슘 혼합군에서는 가중 전후의 부적합 변연의 전체 변연에 대한 비율 변화량에서 통계적인 유의차는 없었다.

먼저 수화된 글라스아이오노머 시멘트가 24시간까지 지연된 경화반응을 나타내므로, 전체적인 부적합 변연량은 일단 감소하는 경향을 보일 것으로 예측할 수 있다. 이후 저작시험을 시행함에 따라 하중이 가해지면서 변연에서 틈이 발생한다. 따라서 우선 통계적으로 유의미하지 않은 실험군 2에서의 부적합 변연의 감소는 부적합 변연이 실제로 감소했다기 보다는 지연된 경화반응이 나타나 감소한 부적합 변연이 저작시험 이후 유지되고 있음을 가정해볼 수 있다. 또한, 이전 실험 및 본 실험의 결합강도 실험에서 인산칼슘을 혼합한 글라스아이오노머에서 결합강도가 증가했음은 이미 확인되었으므로(마연주, 2009), 변연에서의 결합강도가 증가하여 부적합 변연의 증가량이 감소했음을 가정할 수 있다. 5°C와 55°C의 열순환 조건으로 수복재의 중합반응이 추가로 진행되며, 이때 인산칼슘 부형제에서 유리되는 칼슘이 핵으로 작용해 결합이 증가했을 가능성이 있다. 이 실험결과는 임상적으로 유의미한 의미를 지닌다

고 하겠다. 즉, 이상인산칼슘을 첨가함으로써 변연적합성을 증가시킬 수 있음이 확인할 수 있었다. 글라스아이오노머의 단점으로 지적되는 상대적으로 낮은 강성과(Nicholson, 1998) 변연적합성(Sidhu, 2010) 이상인산칼슘의 첨가로 보강할 수 있을 것으로 보인다.

탈회저항성 시험에서는 탈회된 시편을 CLSM 으로 관찰하였다. 대조군에서 넓은 탈회면이 관찰되었고 실험군 1에서 탈회 면적이 감소된 양상을 보이며, 이는 인회석 물질로부터 유리된 칼슘, 인 등의 무기 이온이 탈회된 법랑질의 재광화를 촉진시키고 (Cochrane 등, 2010; Domingo 등, 2001; Mazzaoui 등, 2003) 100~150nm 크기의 인회석 입자가 탈회된 법랑질의 0.1마이크로미터 크기의 미세공극을 메움으로써 법랑질 표면으로부터 용출되는 칼슘, 인산염 등의 이온의 이동을 막을 수 있기 때문으로 생각된다(김민영 등, 2006).

칼슘 이온과 인산염이 용해되면 구강 내에서 무정형 인산칼슘(Amorphous calcium phosphate)을 형성하며, 불소가 존재하는 경우 무정형 불화인산칼슘(Amorphous calcium fluoride phosphate)을 형성한다. 이들은 매우 불안정하여 더 열역동학적으로 안정한 수산화인회석이나 불화수산화인회석과 같은 결정체로 바로 형성하게 된다. 그러나 상변화 전에, 이들이 법랑질의 표면하 병소의 재광화를 나타낼 수 있다(Cochrane 등, 2010). 두경부 방사선치료를 받고 있는 고위험 위험군을 대상으로 한 불소 함유 치약과 무정형 불화인산칼슘 함유 치약의 임상연구에서, 무정형 불화인산칼슘을 함유한 치약을 사용한 군에서 불

소만 함유한 치약을 사용한 군보다 치근 우식증 발생률이 낮았다는 보고가 있다(Papas 등, 2008).

본 실험에서 실험군 2에서 탈회 면적의 감소가 관찰되지 않았음을 고찰해 볼 때, 인회석 물질의 총량이 증가하였으므로 칼슘, 인산염의 무기 이온의 양은 증가하였을 것으로 가정할 수 있으나, 글라스아이오노머 시멘트의 양이 감소함에 따라 불소의 양이 감소하였음을 추측해 볼 수 있다. 구강 내에 존재하는 유리된 불소, 칼슘, 인산염이 복합적으로 형성하는 무정형 불소인산칼슘은 일차적으로 열역학적으로 안정한 불화수산화인회석으로 결정화되나, 결정을 이루기 전 범랑질 재광화를 일으킬 수 있다는 가설(Cochrane 등, 2010)을 긍정할 수 있는 결과로 사료된다. 즉 칼슘과 인산염만 존재하는 경우 반응산물인 인산칼슘 이온과 수산화인회석, 인산염 자체는 재광화 비율을 낮춘다는 실험 결과(Reynolds, 1998)를 고려할 때, 적정량의 칼슘, 인산염, 불소가 존재하는 것이 중요한 것으로 보이며(Cochrane 등, 2010) 30% BCP 를 혼합한 군의 경우의 탈회 면적 결과를 설명해 줄 수 있을 것으로 보인다. 단, 구강내 타액에는 불소가 존재하며 불소함유 치약, 불소 도포 등으로 불소를 공급할 수 있으므로, 실제 환자의 구강 내에서는 다른 결과가 나타날 것을 생각해 볼 수 있다.

이상의 시험 결과를 종합해 보면 나노입자 크기의 이상인산칼슘을 글라스아이오노머 시멘트에 첨가하면 결합강도의 증가와 변연적합도의 개선, 생체 친화성 인회석 물질로부터 기대하는 탈회저항성의 증가라는 큰 장점을 가지게 된다.

## V. 결론

이 연구는 글라스아이오노머에 나노미터 입자의 이상인산칼슘을 첨가하여 결합강도, 변연적합성, 탈회저항성의 변화를 실험하였다. 대조군은 Fuji II LC™였으며 실험군은 Fuji II LC™에 나노미터 입자 크기의 BCP를 15%, 30%의 무게비로 첨가한 2 개의 군을 설정하였다.

15% 나노입자 크기의 이상인산칼슘을 포함한 글라스아이오노머 시멘트(실험군 1), 30% 나노입자 크기의 이상인산칼슘을 포함한 글라스아이오노머 시멘트(실험군 2)의 실험군과 대조군에 대해 결합강도, Chewing simulator를 적용한 전후의 변연적합성을 시험하였고 탈회 후 CLSM으로 탈회면을 관찰하였다.

1. 결합강도 실험에서는 대조군과 실험군 1, 대조군과 실험군 2 의 그룹 간에 통계학적으로 유의성 있는 차이가 관찰되었다( $p < 0.05$ ). 이상인산칼슘의 혼합량이 증가함에 따라 결합강도가 증가함이 관찰되었다.
2. Chewing simulator 적용 전후의 변연을 실체현미경으로 촬영하여 변연적합성을 전후비교한 결과 대조군과 실험군 1 에서, 그리고 전체 실험의 가중 전후의 실험값에서 통계학적으로 유의성 있는 차이가 관찰되

었다( $p < 0.05$ ). 대조군에서는 가중 후 부적합변연이 시편 전체로 확대되었다. 또한 30% 이상인산칼슘을 혼합한 군에서는 오히려 부적합 변연이 감소한 군도 관찰되었으나 통계적인 유의차는 없었다( $p > 0.05$ ).

3. 3 일간 탈회 후 CLSM 을 이용하여 시편의 탈회면을 관찰, 면적을 비교한 결과 대조군에 비해 실험군 1 에서 통계학적으로 유의성 있는 탈회 면적의 감소를 보였다( $p < 0.05$ ). 실험군 2 에서는 탈회 면적이 대조군과 통계적으로 유의성 있는 차이를 보이지 않았다( $p > 0.05$ ).

이번 연구에서 탈회저항성 실험에서는 15% 이상인산칼슘 군에서 탈회 면적의 감소가 나타났으며 결합강도의 증가와 변연적합성의 개선을 나타냈다. 30% 이상인산칼슘 군에서는 탈회 면적의 감소가 관찰되지 않았으며, 결합강도 및 변연적합성의 개선이 15% 이상인산칼슘 군과 비교하여 유의미한 차이를 보이지 않았다. 임상적 적용을 위하여 물성 개선 및 탈회저항성 모두를 획득하기 위한 이상인산칼슘 배합 농도를 확인하고 이온 용출을 확인하여 칼슘과 인산염, 불소의 비율을 확인할 필요가 있을 것으로 보인다.

## Reference

- 김남혁 : 나노 하이드록시아파타이트의 첨가 비율에 따른 광중합형 글라스이오노머의 결합강도와 탈회저항성의 변화 비교. 연세대학교 대학원, 서울, 2009.
- 김민영, 권호근, 김백일: 원저 : 나노 및 마이크로 수산화인회석 함유 구강양치액의 재광화 효과 비교. *大韓口腔保健學會誌* 30(3): 325-334, 2006.
- 김현옥 : 광중합형 글라스이오노머 시멘트에 첨가한 나노 베타-트리칼슘포스페이트의 비율에 따른 전단결합강도와 탈회저항성. 연세대학교 대학원, 서울, 2010.
- 마연주 : 나노 입자 크기의 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트를 첨가한 광중합형 글라스이오노머 시멘트의 탈회저항과 결합강도. 연세대학교 대학원, 서울, 2009.
- 이수진 : 광중합형 치면열구전색제에 나노 하이드록시아파타이트와 베타-트리칼슘포스페이트, 이상칼슘포스페이트를 첨가시 전단결합강도와 탈회저항성. 연세대학교 대학원, 서울, 2010.
- 이정은 : 유치에서 하이드록시아파타이트를 첨가한 광중합 글라스이오노머 시멘트의 탈회저항과 결합강도. 연세대학교 대학원, 서울, 2009.
- Akinmade A, Nicholson J: Glass-ionomer cements as adhesives. *J Mater Sci Mater Med* 4(2): 95-101, 1993.



- Anderson P, Bollet-Quivogne F, Dowker S, Elliott J: Demineralization in enamel and hydroxyapatite aggregates at increasing ionic strengths. *Arch Oral Biol* 49(3): 199-207, 2004.
- Anusavice K : Phillips' science of dental materials: 2003, pp. 474-475, Saunders Philadelphia.
- Arcis R, Lopez-Macipe A, Toledano M, Osorio E, Rodriguez-Clemente R, Murtra J, Fanovich M, Pascual C: Mechanical properties of visible light-cured resins reinforced with hydroxyapatite for dental restoration. *Dent Mater* 18(1): 49-57, 2002.
- Barralet J, Lilley K, Grover L, Farrar D, Ansell C, Gbureck U: Cements from nanocrystalline hydroxyapatite. *J Mater Sci Mater Med* 15(4): 407-411, 2004.
- Basle M, Chappard D, Grizon F, Filmon R, Delecrin J, Daculsi G, Rebel A: Osteoclastic resorption of Ca-P biomaterials implanted in rabbit bone. *Calcif Tissue Int* 53(5): 348-356, 1993.
- Carrodeguas R, De Aza S: alpha-Tricalcium phosphate: synthesis, properties and biomedical applications. *Acta Biomater* 7(10): 3536-3546, 2011.
- Chow L: Development of self-setting calcium phosphate cements. *J Ceram Soc Japan* 99(1154), 1991.

- Cochrane N, Cai F, Huq N, Burrow M, Reynolds E: New approaches to enhanced remineralization of tooth enamel. *J Dent Res* 89(11): 1187-1197, 2010.
- Coogan M, Creaven P: Antimicrobial effects of eight dental cements. *Int Endod J* 26(6): 355-336, 1993.
- Croll T, Nicholson J: Glass ionomer cements in pediatric dentistry: review of the literature. *Pediatr Dent* 24(5): 423-429, 2002.
- Daculsi G: Biphasic calcium phosphate concept applied to artificial bone, implant coating and injectable bone substitute. *Biomater* 19(16): 1473-1478, 1998.
- Daculsi G, Bagot AM, Corlieu P, Gersdorff M: Macroporous biphasic calcium phosphate efficiency in mastoid cavity obliteration: experimental and clinical findings. *Ann Otol Rhinol Laryngol* 101(8): 669, 1992.
- Daculsi G, LeGeros R, Nery E, Lynch K, Kerebel B: Transformation of biphasic calcium phosphate ceramics in vivo: ultrastructural and physicochemical characterization. *J Biomed Mater Res A* 23(8): 883-894, 1989.
- Daculsi G, Passuti N: Effect of the macroporosity for osseous substitution of calcium phosphate ceramics. *Biomater* 11: 86, 1990.

- Daculsi G, Passuti N, Martin S, Deudon C, Legeros R, Raher S: Macroporous calcium phosphate ceramic for long bone surgery in humans and dogs. Clinical and histological study. *J Biomed Mater Res* 24(3): 379-396, 1990.
- Dawes C, Jenkins GN: Some inorganic constituents of dental plaque and their relationship to early calculus formation and caries. *Arch Oral Biol* 7: 161-172, 1962.
- Domingo C, Arcis R, Lopez-Macipe A, Osorio R, Rodriguez-Clemente R, Murtra J, Fanovich M, Toledano M: Dental composites reinforced with hydroxyapatite: mechanical behavior and absorption/elution characteristics. *J Biomed Mater Res* 56(2): 297-305, 2001.
- Duan Y, Zhang Z, Wang C, Chen J, Zhang X: Dynamic study of calcium phosphate formation on porous HA/TCP ceramics. *J Mater Sci Mater Med* 16(9): 795-801, 2005.
- Ellinger R, Nery E, Lynch K: Histological assessment of periodontal osseous defects following implantation of hydroxyapatite and biphasic calcium phosphate ceramics: a case report. *Int J Periodontics Restor Den* 6(3): 22-33, 1986.

- Ewoldsen N, Herwig L: Decay-inhibiting restorative materials: past and present. *Comped Contin Educ Dent* 19(10): 981-984, 986, 988 passim; quiz 992, 1998.
- Forsten L: Fluoride release from a glass ionomer cement. *Scand J Dent Res* 85(6): 503-504, 1977.
- Forsten L: Fluoride release and uptake by glass-ionomers and related materials and its clinical effect. *Biomater* 19(6): 503-508, 1998.
- Gauthier O, Bouler J, Aguado E, Pilet P, Daculsi G: Macroporous biphasic calcium phosphate ceramics: influence of macropore diameter and macroporosity percentage on bone ingrowth. *Biomater* 19(1-3): 133-139, 1998.
- Hashimoto-Uoshima M, Ishikawa I, Kinoshita A, Weng H, Oda S: Clinical and histologic observation of replacement of biphasic calcium phosphate by bone tissue in monkeys. *Int J Periodontics Restor Den* 15(2): 205, 1995.
- Hong YW, Kim JH, Lee BH, Lee YK, Choi BJ, Lee JH, Choi HJ: The effect of nano-sized beta-tricalcium phosphate on remineralization in glass ionomer dental luting cement. *Key Eng Mater* 361-363, 861-864, 2007
- Huang M, Feng J, Wang J, Zhang X, Li Y, Yan Y: Synthesis and characterization of nano-HA/PA66 composites. *J Mater Sci Mater Med* 14(7): 655-660, 2003.

- Itthagarun A, King N, Yiu C, 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.
- Karlinsey R, Mackey A, Walker E, Frederick K: Surfactant-modified beta-TCP: structure, properties, and in vitro remineralization of subsurface enamel lesions. *J Mater Sci Mater Med* 21(7): 2009-2020, 2010.
- Kim JH, Lee YK, Kim SO, Song JS, Choi BJ, Choi HJ: (The) effects of nano-sized hydroxyapatite on demineralization resistance and bonding strength in light-cured glass ionomer dental cement. *大韓小兒齒科學會誌* 37(1): 24-34, 2010.
- Kohri M, Miki K, Waite D, Nakajima H, Okabe T: In vitro stability of biphasic calcium phosphate ceramics. *Biomater* 14(4): 299-304, 1993.
- Kumar V, Itthagarun A, King N: The effect of casein phosphopeptide amorphous calcium phosphate on remineralization of artificial caries like lesions: an in vitro study. *Aust Dent J* 53(1): 34-40, 2008.
- Kwon OH, Kim DH, Park SH: The influence of elastic modulus of base material on the marginal adaptation of direct composite restoration. *Oper Dent* 35(4): 441-447, 2010.

- Lee JJ, Lee YK, Choi BJ, Lee JH, Choi HJ, Son HK, Hwang JW, Kim SO:  
Physical properties of resin-reinforced glass ionomer cement modified  
with micro and nano-hydroxyapatite. *J Nanosci Nanotechnol* 10(8):  
5270-6, 2010
- LeGeros R: Calcium phosphate materials in restorative dentistry: a review.  
*Adv Dent Res* 2(1): 164, 1988.
- LeGeros R: Calcium phosphates in oral biology and medicine. *Monogr Oral  
Sci* 15: 1, 1991.
- LeGeros R: Biodegradation and bioresorption of calcium phosphate ceramics.  
*Clin Mater* 14(1): 65-88, 1993.
- LeGeros R, Lin S, Rohanizadeh R, Mijares D, LeGeros J: Biphasic calcium  
phosphate bioceramics: preparation, properties and applications. *J  
Mater Sci Mater Med* 14(3): 201-209, 2003.
- Lin A, McIntyre N, Davidson R: Studies on the adhesion of glass-ionomer  
cements to dentin. *J Dent Res* 71(11): 1836-1841, 1992.
- Lucas M, Arita K, Nishino M: Toughness, bonding and fluoride-release  
properties of hydroxyapatite-added glass ionomer cement. *Biomater*  
24(21): 3787-3794, 2003.

- Lv K, Zhang J, Meng X, Li X: Remineralization effect of the nano-HA toothpaste on artificial caries. *Key Eng Mater* 330: 267-270, 2007.
- Mazzaoui S, Burrow M, Tyas M, Dashper S, Eakins D, Reynolds E: Incorporation of casein phosphopeptide-amorphous calcium phosphate into a glass-ionomer cement. *J Dent Res* 82(11): 914-918, 2003.
- Mitra S, Creo A: Fluoride release from light-cure and self-cure glass ionomers. *J Dent Res* 68: 274, 1989.
- Mount G: Adhesion of glass-ionomer cement in the clinical environment. *Oper Dent* 16(4): 141-148, 1991.
- Nery E, Lee K, Czajkowski S, Dooner J, Duggan M, Ellinger R, Henkin J, Hines R, Miller M, Olson J: A Veterans Administration Cooperative Study of biphasic calcium phosphate ceramic in periodontal osseous defects. *J Periodontol* 61(12): 737, 1990.
- Nery E, Legeros R, Lynch K, Lee K: Tissue response to biphasic calcium phosphate ceramic with different ratios of HA/beta TCP in periodontal osseous defects. *J Periodontol* 63(9): 729, 1992.
- Nery E, Lynch K, Hirthe W, Mueller K: Bioceramic implants in surgically produced infrabony defects. *J Periodontol* 46(6): 328-347, 1975.

Nicholson J: Chemistry of glass-ionomer cements: a review. *Biomater* 19(6): 485-494, 1998.

Oppenheim F, Hay D, Franzblau C: Proline-rich proteins from human parotid saliva. I. Isolation and partial characterization. *Biochemistry* 10(23): 4233-4238, 1971.

Papas A, Russell D, Singh M, Kent R, Triol C, Winston A: Caries clinical trial of a remineralising toothpaste in radiation patients. *Gerodontology* 25(2): 76-88, 2008.

Ransford A, Morley T, Edgar M, Webb P, Passuti N, Chopin D, Morin C, Michel F, Garin C, Pries D: Synthetic porous ceramic compared with autograft in scoliosis surgery: a prospective, randomised study of 341 patients. *J Bone Joint Surg Br* 80(1): 13, 1998.

Reynolds E: Anticariogenic complexes of amorphous calcium phosphate stabilized by casein phosphopeptides: a review. *Spec Care Dentist* 18(1): 8-16, 1998.

Saito M, Maruoka A, Mori T, Sugano N, Hino K: Experimental studies on a new bioactive bone cement: hydroxyapatite composite resin. *Biomater* 15(2): 156-160, 1994.



- Santos C, Luklinska Z, Clarke R, Davy K: Hydroxyapatite as a filler for dental composite materials: mechanical properties and in vitro bioactivity of composites. *J Mater Sci Mater Med* 12(7): 565-573, 2001.
- Schlesinger D, Hay D: Complete covalent structure of statherin, a tyrosine-rich acidic peptide which inhibits calcium phosphate precipitation from human parotid saliva. *J Biol Chem* 252(5): 1689-1695, 1977.
- Sennou H, Lebugle A, Gregoire G: X-ray photoelectron spectroscopy study of the dentin-glass ionomer cement interface. *Dent Mater* 15(4): 229-237, 1999.
- Shaw L, Murray J, Burchell C, Best J: Calcium and phosphorus content of plaque and saliva in relation to dental caries. *Caries Res* 17(6): 543-548, 1983.
- Shelburne C, Gleason R, Mitra S: Measurement of microbial growth inhibition and adherence by glass ionomers. *J Dent Res* 76: 40, 1997.
- Sidhu S: Clinical evaluations of resin-modified glass-ionomer restorations. *Dent Mater* 26(1): 7-12, 2010.
- Sidhu S: Glass-ionomer cement restorative materials: a sticky subject? *Aust Dent J* 56 Suppl 1: 23-30, 2011.
- Suzuki S: In Vitro Wear of Nano Composite Denture Teeth. *J Prosthodont* 13(4): 238-243, 2004.

- Tam L, Chan G, Yim D: In vitro caries inhibition effects by conventional and resin-modified glass-ionomer restorations. *Oper Dent* 22(1): 4-14, 1997.
- Titley K, Smith D, Chernecky R: SEM observations of the reactions of the components of a light-activated glass polyalkenoate (ionomer) cement on bovine dentine. *J Dent* 24(6): 411-416, 1996.
- Tjandrawinata R, Irie M, Suzuki K: Effect of 10 wt% spherical silica filler addition on the various properties of conventional and resin-modified glass-ionomer cements. *Acta Odontol Scand* 63(6): 371-375, 2005.
- Trecant M, Delecrin J, Royer J, Goyenvalle E, Daculsi G: Mechanical changes in macro-porous calcium phosphate ceramics after implantation in bone. *Clin Mater* 15(4): 233-240, 1994.
- Wilson A, McLean J : Glass-ionomer cement. 1998, pp. 76-77, Chicago: Quintessence Pub. Co.
- Wu J, Donly Z, Donly K, Hackmyer S: Demineralization Depth Using QLF and a Novel Image Processing Software. *Int J Dent* 2010: 958264, 2010.
- Yoon SI, Lee YK, Kim KN, Kim SO, Son HK, Kwak JY, Kim JY, Choi HJ: A comparison of the bone-like apatite formation potency between Hydroxyapatite and  $\beta$ -Tricalcium phosphate in Glass ionomer dental luting cement. *Key Eng Mater* 309-311(2): 885-890, 2006.

Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Snauwaert J, Hellemans L, Lambrechts P, Vanherle G, Wakasa K: Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. *J Dent Res* 79(2): 709-714, 2000.

Yuan H, Van Den Doel M, Li S, Van Blitterswijk C, De Groot K, De Bruijn J: A comparison of the osteoinductive potential of two calcium phosphate ceramics implanted intramuscularly in goats. *J Mater Sci Mater Med* 13(12): 1271-1275, 2002.

## ABSTRACT

The comparison of marginal integrity and demineralization resistance of light-cured glass-ionomer cement containing nano-sized biphasic calcium phosphate applying chewing simulator

Junhewk Kim  
Department of Dentistry  
The Graduate school  
Yonsei University

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

Biphasic calcium phosphate is bioceramic which consisted of a mixture of hydroxyapatite and beta-tricalcium phosphate. Some studies demonstrated the improvement of compressive strength and bonding strength when calcium phosphate was added to the glass-ionomer cement.

The purpose of this study was to measure the bonding strength, alteration of marginal integrity after applying chewing simulator, and demineralization resistance of glass-ionomer cement that contains 15% and 30% nano-sized biphasic calcium phosphate.

1. In bonding strength test, there was a statistically significant difference between control group and experimental groups ( $p < 0.05$ ).
2. Marginal integrity was compared before and after loading with chewing simulator using stereomicroscope images of the margin, and there was a statistically significant difference between control group and 15% BCP group ( $p < 0.05$ ).
3. Observation under CLSM after 3 days of demineralization showed a statistically significant decrease in the area of demineralization in 15% BCP group ( $p < 0.05$ ).

In the experimental result, glass-ionomer cement containing 15% nano-sized biphasic calcium phosphate showed decreased area of demineralization, increased bonding strength, and improved marginal integrity. There was no significant difference in demineralization resistance of glass-ionomer cement containing 30% nano-sized biphasic calcium phosphate.

---

Keyword: Glass-ionomer, Calcium phosphate, Nano-sized biphasic calcium phosphate, Bonding strength, Marginal integrity, Demineralization resistance