齒科用 水酸化칼슘 시멘트의 硬化反應에 關한 赤外線分析學的 硏究

慶熙大學校 齒科大學 保存學敎室

金仲鍾 · 閔丙淳 · 崔浩永 · 朴尙進

— 目 次 —

Ⅰ. 緖 論
Ⅱ. 硏究材料 및 方法
Ⅲ. 硏究成績
Ⅳ. 總括 및 考按
Ⅴ. 結 論
參考文獻
英文抄錄

Ⅰ. 緖 論

齒科保存學領域에서 使用되는 修復物은 恒常 象牙質과 齒髓에 刺戟을 주고 있기 때문에 이들 齒科材料의 齒質에 對한 損傷을 防止하기 위하여 效果的인 方法이 必要하다.

保存施術時 齒髓가 露出될 境遇, 齒髓의 生活力을 維持시킨 狀態로 正常的인 生理的 機能을 할 수 있도록 함이 保存治療의 最大의 目標이다. 물론 모든 刺戟에 對한 가장 防御力이 優秀한 것은 殘存象牙質이 가장 效果的으로 對處할 수 있다.

그러나 窩洞이 正常보다 더 깊어질 경우, 形成된 窩洞底와 齒髓間 base 또는 liner가 필요하며 이들은 齒髓에 刺戟을 加하지 않고 修復物을 支持할 수 있으며 主된 所要性質은 溫度遮斷效果가 優秀하여야 한다.[4]

base 또는 liner로 使用할 수 있는 材料는 窩洞의 깊이, 殘存象牙質의 두께, 齲蝕 또는 齒髓疾患의 進行程度, 修復物의 種類에 따라 臨床的으로 選擇基準이 多樣하다.

Seltzer[23]는 liner로서 水酸化칼슘製劑는 口腔液에 비교적, 不溶性이며 象牙質에 塗布時 機械的 防御組織으로서 役割을 하고 象牙細管內 sclerosis을 惹起시키며 特히 Levin外 2人[16]은 Ca^{++}ion이 Adenosine triphosphatase(ATP ase)을 活性化시켜 象牙質의 無機質形成을 促進시킨다고 報告하였다.

또 水酸化칼슘製制는 silicate cement나 zinc phosphate cement下方에서 酸度를 中和시키는 chemical barrier의 役割을 하여 齒髓內의 酸浸透를 防止하여 露出되지 않는 齒髓의 境遇, 間接覆髓劑로도 使用된다.

Gadner[12]는 水酸化칼슘製劑를 齒髓에 適用할 境遇 2次象牙質形成을 刺戟(stimulate) 시킨다고 報告하였으며, Mitchell과 Shankwalker[18]는 水酸化칼슘이 白鼠의 結締組織內에서 hetero-topic 骨形成을 誘導시키는 潛在力을 지니고 있으나 monkey의 tibia에서 적은 外科的損傷部位의 治療를 遲延시킨다고 報告하여 水酸化칼슘의 適用狀態에 따라 多樣한 效果를 나타냄을 알 수 있다.

또 Leung外 2人[15]은 $Ca(OH)_2$을 齲蝕部位에 適用後 脫灰象牙質의 再石灰化뿐만 아니라 殺菌作用을 觀察하였으며, Stanley와 Lundy[24]도 水酸化칼슘製劑가 生活齒髓切斷術時에도 利用하여 dentin bridge形成을 促進시킨다고 報告하였다.

水酸化칼슘製劑는 臨床에서 通常 水酸化칼슘製劑와 알콜과 salicylate의 ester反應으로 硬化하는 型 即 Calcium phosphate(tribasic) 31.4% Calcium tungstate(17.6%) 및 zinc oxide 8.7%를 glycolsalicylate 基材內에 含有시키고, 觸媒劑는 Calcium

Hydroxide 51%, zinc oxide 9.23% 및 zinc stearate 0.29%를 N-ethyl toluene sulfonamide內에 包含시킨 Dycal(L. D Caulk Co., Milford, Delaware)이 널리 使用되고 있다.

Dycal은 水酸化칼슘製劑가 水分과 接觸時 Ca^{++} ion과 OH^{-}ion이 遊離되고 salicylate ion이 放出되어 不安定하다. 따라서 水酸化칼슘製劑가 分解되어 高度의 塩基性을 나타내며 殺菌力 및 齲蝕象牙質의 石灰化를 促進시킨다.

Dycal도 2개 軟膏狀製劑로서 構成되어 있으며 酸과 塩基의 反應을 하는 시멘트로서 Calcium Hydroxide paste을 base paste라 하고 phenolic ester가 포함된 paste를 acid paste 또는 catalyst라 한다. 이 中 有機成分은 赤外線分光分析機(infra-red spectrophotometer)에 依해 그 感度特性이 나타날 수 있다.

本研究에서 Dycal의 Calcium Hydroxide와 glycol salicylate cement의 硬化過程中 構造的變化에 關한 化學的構成成分을 赤外線分光分析法에 依하여 分光分布를 檢査 觀察하였으며 分子構造 및 化學的浸蝕作用에 대한 多少의 知見을 얻었기에 報告하는 바이다.

Ⅱ. 研究材料 및 方法

1. 研究材料

本研究에 使用된 研究材料는 水酸化칼슘 製劑인 Dycal(L. D. Caulk Co., Milford, Delaware) 로서 基劑와 觸媒劑로 된 軟膏狀製劑이다.

2. 研究方法

上記의 基劑와 觸媒劑를 23±2℃ 下에서 重量比로 3:1로 1分間 均一하게 混合(mixing)하였다. 이와같이 混合된 Dycal混合物을 attenuated total reflectance(ATR) cell에 塗布하고 3分, 5分, 10分, 30分, 1時間, 5時間, 24時間 및 72時間 經過에 따른 分光分布(spectra)를 入射角(incidenceangle) 55°에서 infra-red sppctra을 求하여 相互比較하였으며 한편 內層構造變化를 調査키 爲하여 混合된 Dycal製劑에 赤外線을 透過시켜 經時的變化를 分析하였다.

ATR cell은 半球狀 KRS-5 crystal(5-Thallium-Bromide-Iodide hemicycle)로 된 RⅡC model TR5 이었으며 赤外線分光分布는 透過相 (Transmission mode)과 吸收相(absorption mode)을 同時에 求하여 band를 檢索하였다. 赤外線分析裝置는 laser 光을 reference로 利用한 赤外線分光分析機(MX-1FT IR Spectrophotomer ; Nicolet Instrument corporation)와 同會社의 data processor(Model IR 80)을 利用하여 記錄 分析하였다.

Ⅲ. 研 究 成 績

Dycal의 base paste(Base) 및 acid paste(Catalyst)에 對한 赤外線分光分布 및 分光吸收相(spectra absorption mode)은 Fig. 1, 2 및 3에서 나타나고 있다. 特히 base paste에서는 frequency 3655cm^{-1}에서 IR spectrum의 強한 吸收相을 볼 수 있다.

Dycal 混合後 赤外線透過相에서 混合 3分後부터 24時間까지의 frequency 3655cm^{-1}의 O-H stretch mode는 混合 3分後에서 Fig. 2의 base 狀態보다 band가 顯著히 減少現象을, 混合後 5分까지 減少現象이 活潑하였다. (Fig. 4, 5 參照)

그러나 混合後 10分에서는 5分에 比하여 frequency 3655cm^{-1}에서의 band 吸收相이 顯著히 進行되지 않았으며(Fig. 6 參照), 30分 1時間 經過에서도 뚜렷한 進展은 나타나지 않았다. (Fig. 7, 8 參照)

混合後 3時間 및 24時間 經過의 境遇, 5分에 比하여 赤外線吸收 band의 減少가 進行되고 있음이 明瞭하였다(Fig. 9, 10 參照). 이 band는 混合後 72時間 經過에서 많이 消失되어 약간 殘存하고 있었다(Fig. 12 參照).

한편 透過方法(transmission technic)에 依한 混合後 赤外線分光 照射에서 frequency 3655cm^{-1}의 band외에 frequency 1720－1730cm^{-1}와 1680－1695 cm^{-1}의 band도 顯著한 變化를 보였다. 이러한 變化는 acid paste 單獨의 infra-red spectra에서 나타난 band의 強度(Fig. 1 參照)에 比하여 混合後 24時間까지 時間經過에 比例하여 顯著하게 減少하였고 (Fig. 4～10 參照) 混合後 72時間의 ATR technic에 依한 infra-red spectra에서는 frequency 1720-1730 cm^{-1}의 spectra는 觀察할 수 없었으며 frequency 1680－1690cm^{-1}에서는 band가 觀察되었다(Fig. 13參照). 또한 frequency 1540－1560cm^{-1}에서는 새로운 band가 混合後 72時間까지의 時間經過에 따라 發達하고 있었다.

混合後의 transmission technique에 依한 混合後 IR 分光相(Fig. 4～10 參照)과 ATR technique에 依한 混合後 30分 및 72時間 分光相(Fig. 11, 12 參照)의 全體的인 line mode spectra 比較에서 비록 infra-red spectra의 吸收相에서 差異가 나타났으나 重要

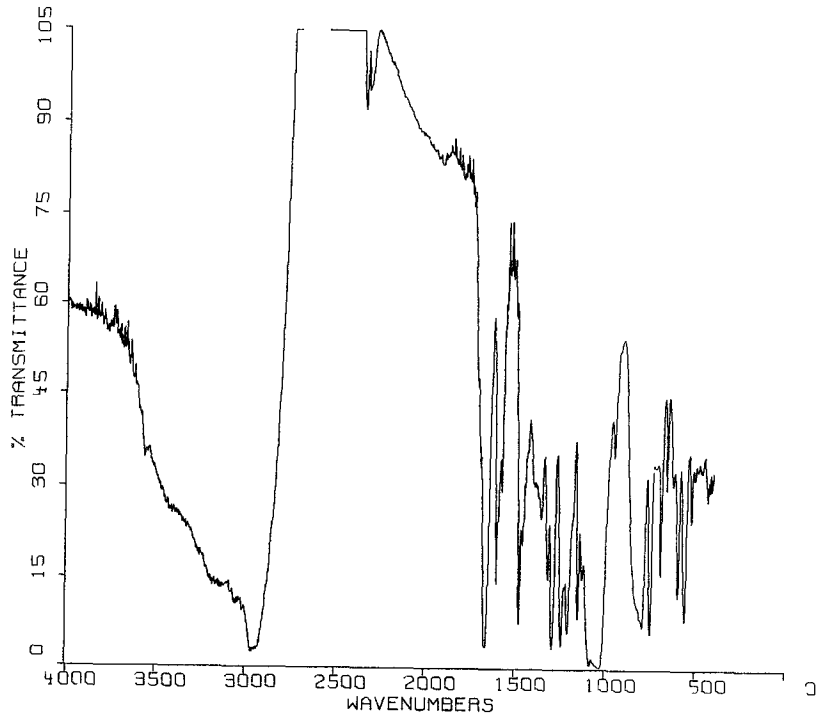

Fig. 1. A T R spectra of acid paste (catalyst) in Dycal.®

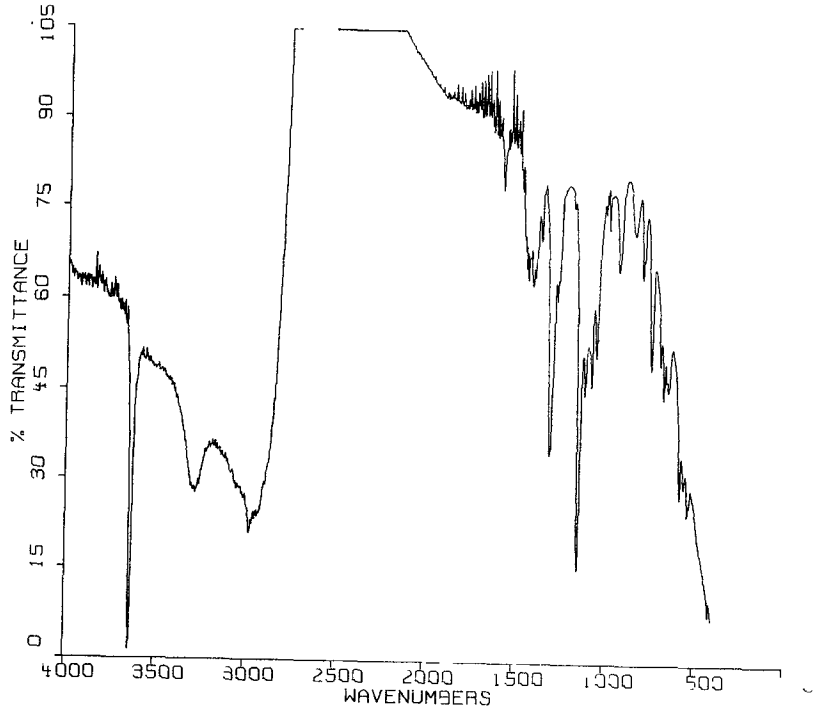

Fig. 2. A T R spectra of base paste (base) in Dycal.®

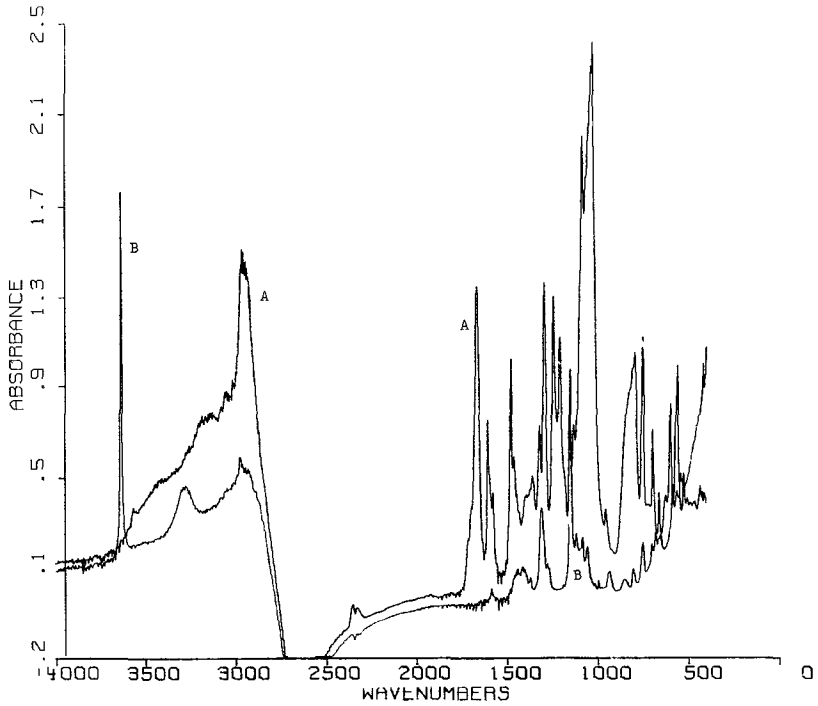

Fig. 3. Infrared absorption spectra of set Dycal.®
A: acid paste (catalyst) B: base paste

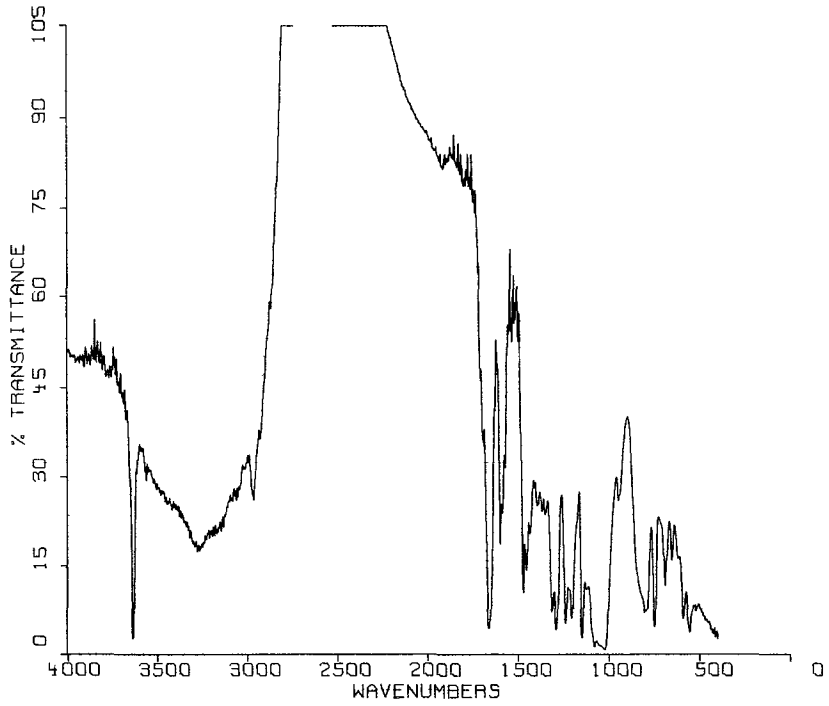

Fig. 4. Infrared transmission spectra of set Dycal® at 3 minutes.

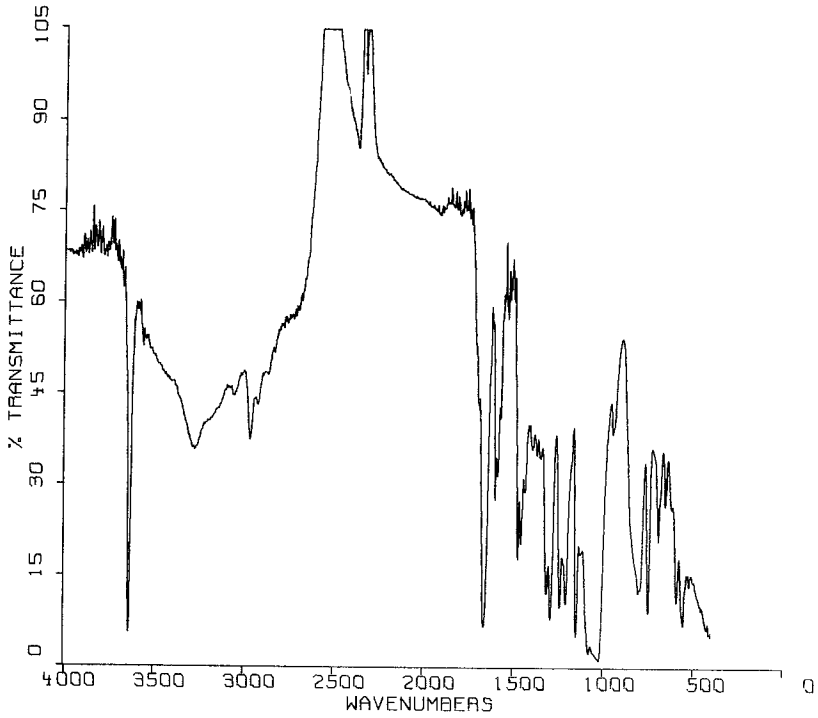

Fig. 5. Infrared transmission spectra of set Dvcal® at 5 minutes.

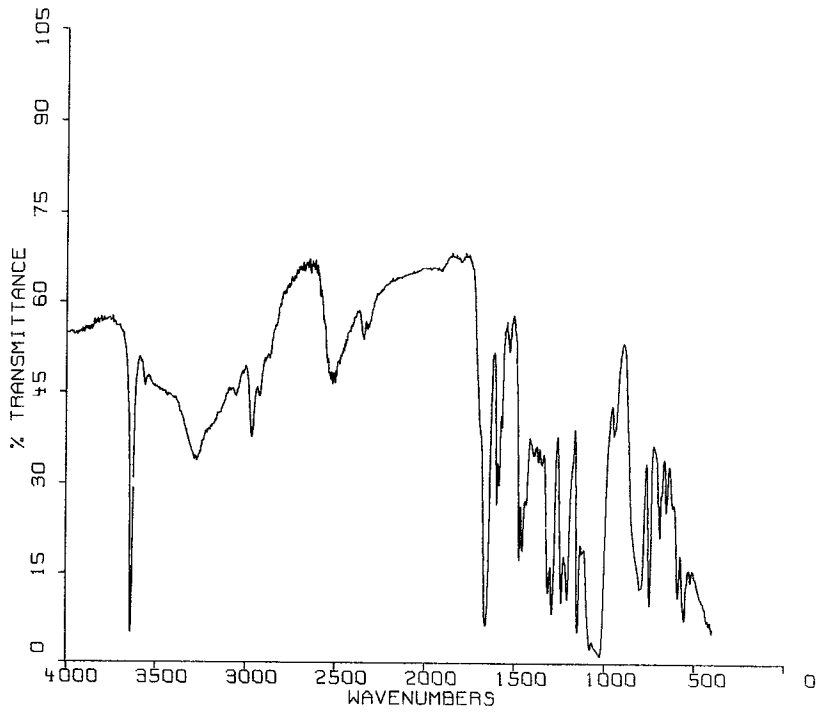

Fig. 6. Infrared transmission spectra of set Dycal® at 10 minutes.

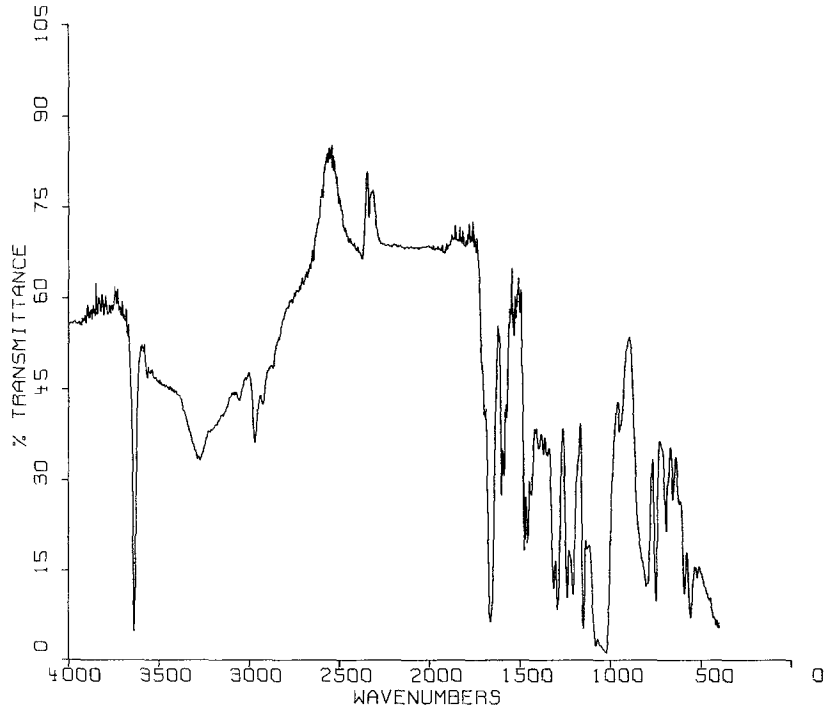

Fig. 7. Infrared transmission spectra of set Dycal® at 30 minutes.

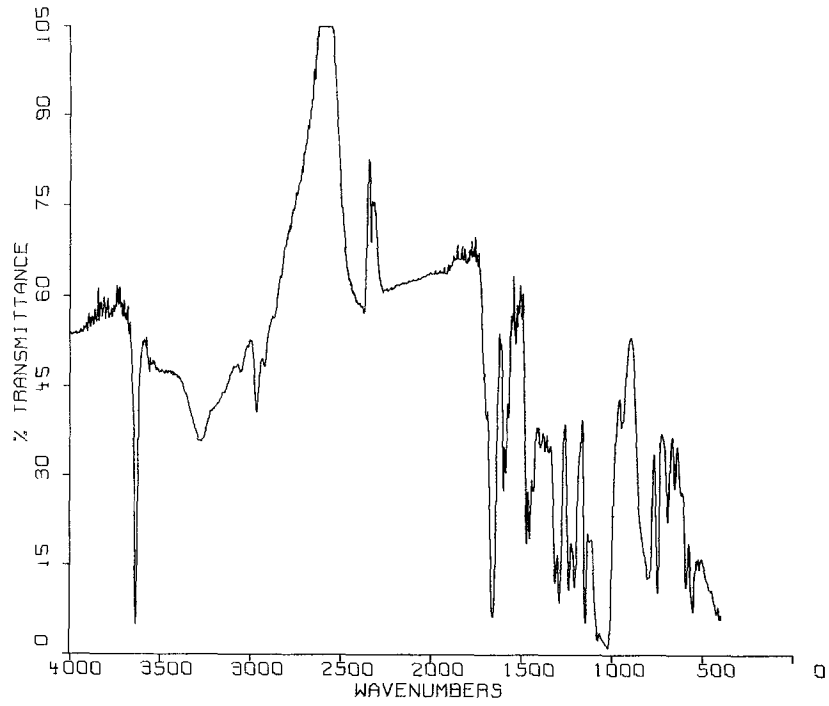

Fig. 8. Infrared transmission spectra of set Dycal® at 1 hour.

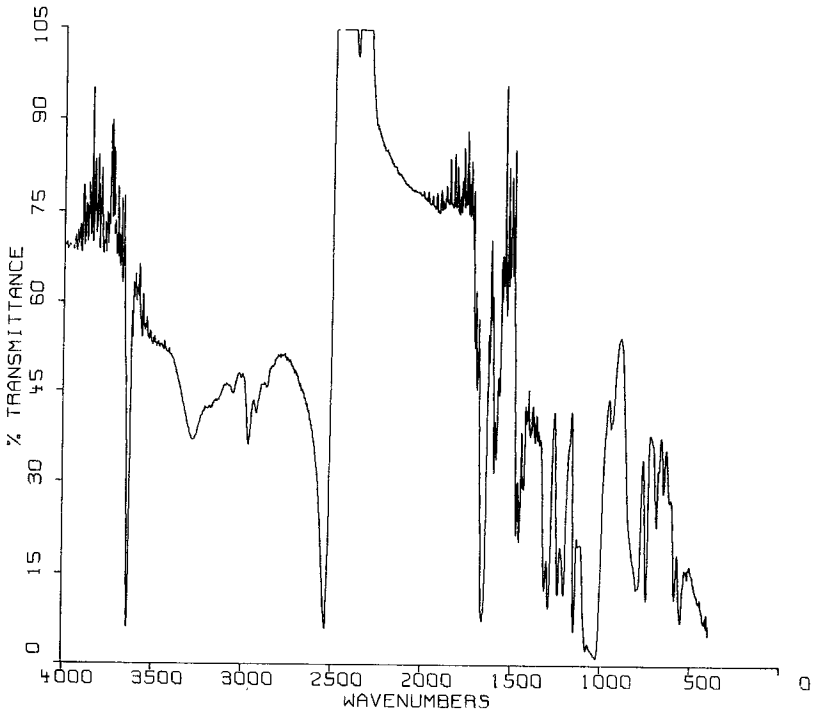

Fig. 9. Infrared transmission spectra of set Dycal® at 3 hours.

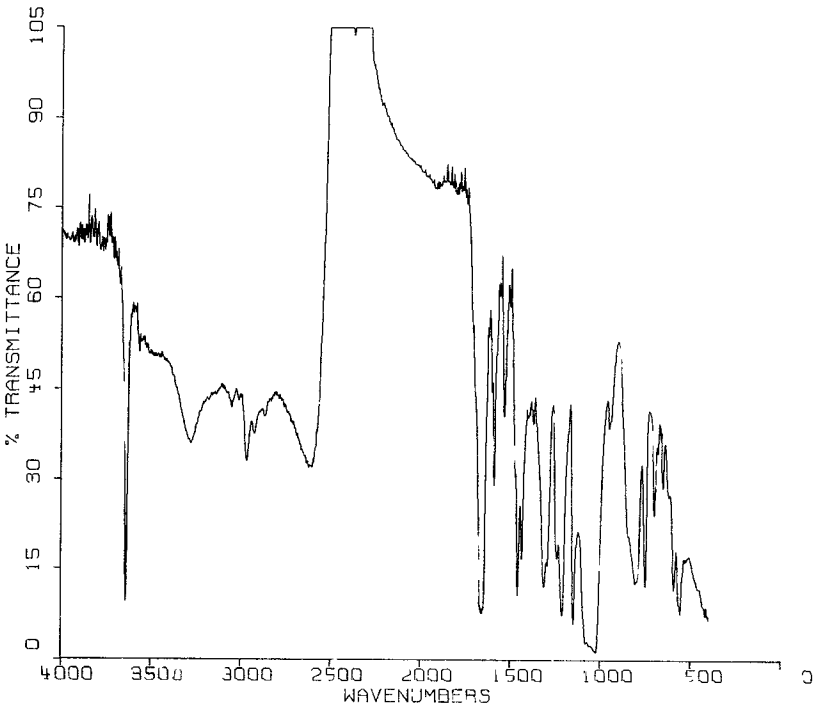

Fig. 10. Infrared transmission spectra of set Dycal® at 24 hours.

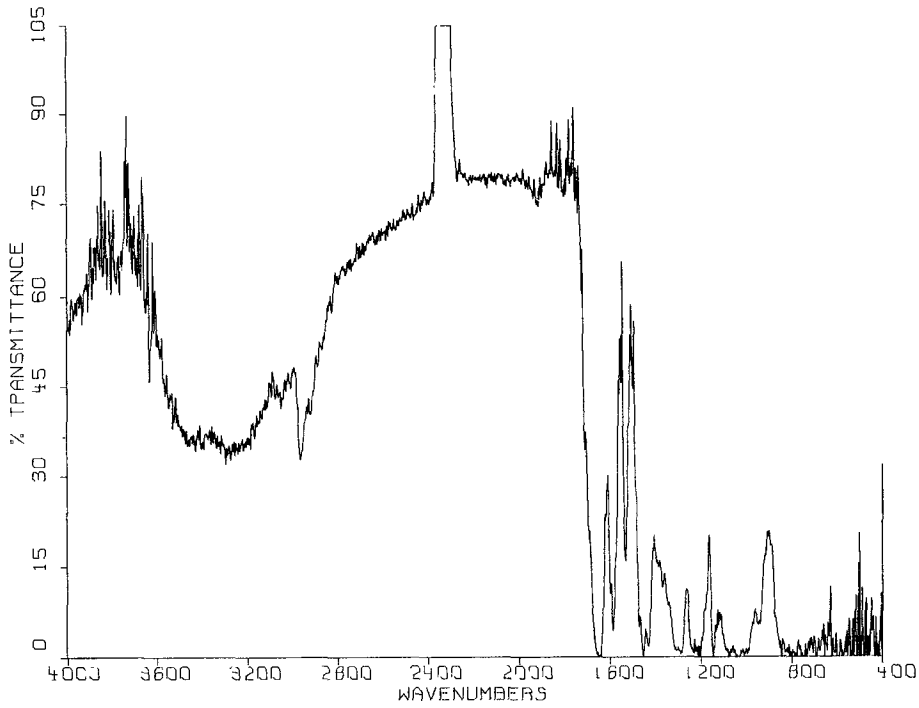

Fig. 11. A T R spectra of set Dycal® at 30 minutes.

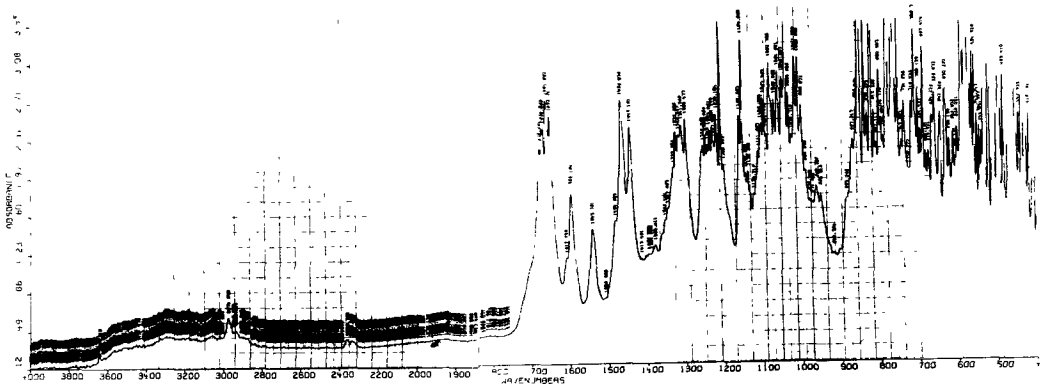

Fig. 12. A T R spectra of set Dycal® at 72 hours.

band의 比較強度에서 類似性을 보이고 있었다.

Fig. 13(Fig. 13 參照)은 Dycal의 base paste 와 acid paste를 混合後 10分 및 30分 經過時의 赤外線分光(infra-red spectra)을 ATR Technique 으로 求하여 擴大한 後 同時에 重疊시켜 놓은 것이다.여기서 infra-red spectra는 frequency 1540cm^{-1} 에서 band가 混合 10分에 比하여 30分에서 增加되고 있음을 볼 수 있다.

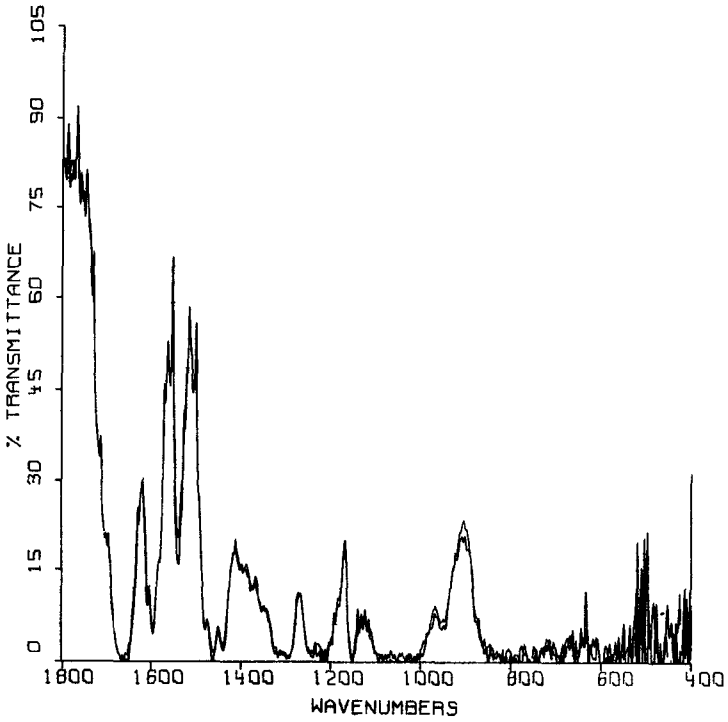

Fig. 13. A T R spectra of set Dycal® at 10 minutes and 30 minutes.

Ⅳ. 總括 및 考按

樹脂材料와 함께 metal oxide와 alkaline calcium hydroxide를 混合시켜 使用하는 水酸化製劑도 酸에 對한 中和作用能力뿐만 아니라 物理的性質도 賦與해 준다[4].

Dougherty[8]가 처음 이와같은 軟膏狀의 시멘트를 紹介한 以來 Negm外 2人[19]은 水酸化칼슘의 粉末을 polyacrylic acid와 混和시켜 均一한 混合物로 使用한 結果, 齒髓에도 親和力이 있다고 報告하였으며, Tate[25]와 Bloch와 Austin[2]은 齒髓에 對한 水酸化칼슘製劑의 反應을 觀察, 報告한 바 있다. 또한 Hyakusoku[13], Laws[14] 및 Rowe[22]등은 水酸化칼슘製劑가 齒根端組織에 對한 反應을 報告하여 根管充塡材로서 使用與否를 評價한 바 있다. 물론 水酸化칼슘製劑는 構成成分 및 硬化反應에 따라 臨床的用途가 달라질 수 있다. 水酸化칼슘製劑의 化學成分 및 硬化反應은 溶解度 및 그 物質의 特性을 左右하기 때문에 硬化反應을 分析 評價하기 爲하여 赤外線分光分析方法을 利用하여 水酸化칼슘製劑인 Dycal의 硬化에 따른 分光分布를 調査 分析하였다.

赤外線分光分析法은 Miller外 3人[17]이 eugenol의 純度分析, Brune와 Evje[3]가 silicate cement의 酸度減少 및 耐酸性을 增進시키기 위해 赤外線을 利用하였고 Crisp外 2人[6]이 赤外線分析方法을 zinc polycarboxylate cement의 溶液과 侵蝕過程을 化學的으로 硏究하는데 利用하였으며, Douglas[9] 및 Wilson과 Mesley[26]는 infra-red spectra를 利用하여 Z. O. E의 硬化過程과 加水分解過程을 分析하였고, Crisp外 4人[7]도 infra-red spectra 分析方法으로 Z. P. C.의 結晶過程을 觀察하였다.

以上과 같은 infra-red spectra 分析方法은 吸收相 또는 透過相을 觀察하여 比較함으로써 line mode의 peak 또는 band의 optical density을 測定하여 反應産物의 比較濃度를 測定할 수 있다.

本硏究에서 transmission technic과 ATR technic에 依해 觀察된 變化는 類似하였으나 frequency $2000-4000cm^{-1}$에서는 transmission technique의 減少가 오히려 良好하였다. transmission spectra와 ATR spectra에서의 所見을 比較해 보면 시멘트內部와 表面에서의 反應이 類似함을 알 수 있었다.

Dycal cement의 acid paste와 base paste의 重量比가 1 : 1.18로 混和할 境遇 硬化時間이 1分程度라고 製造會社에서 指示하고 있으나 本研究에서 는 作業時間 및 硬化反應時間을 延長시키기 위하여 acid paste와 base paste의 重量比를 1 : 3으로 調節하여 硬化時間을 5分으로 延長시킬 수 있었다.

Dycal cement의 acid paste와 base paste 및 그 混合物에 對한 infra-red spectra를 求하기 위하여 通常 KBr pellet을 製作하나 本研究에서 이를 利用하지 않은 理由는 KBr pellet의 正確한 重量을 測定하기도 困難하지만, KBr자체가 吸收性材料(Hygroscopic material)이기 때문에 spectrum內 water band가 나타났을 때 標本이 自體的으로 所有하고 있는지 또는 KBr에 의해 外部로부터 獲得된 것인지 混同할 可能性이 있고 KBr과 Dycal間 構成成分이 結合될 수 있기 때문에 KBr pellet의 使用을 避하였다.

本研究에서 base paste의 infra-red spectra 가 frequency 3655cm^{-1}에서 強한 吸收相을 나타냄은 Prosser外 2人[21]이 base paste의 frequency 3655 cm^{-1}에서 觀察된 infra-red absorption band는 Calcium Hydroxide가 包含되어 있다는 것을 證明한다는 報告와 一致하는 것이다.

本研究 所見(Fig. 2, 4~10)에서 frequency 3655cm^{-1}에서 infra-red spectra band가 混合後 10分內에서 急激히 減少함은 Dycal內에서 Calcium Hydroxide의 化合物 自體가 減少되어 다른 物質로 變하는 過程을 意味하며 同時에 이 減少速度는 結合反應速度라고 解析할 수 있다. 即 混合後 24時間에서 frequency 3655cm^{-1}에 O-H band의 存在는 아직도 未反應 Ca(OH)$_2$가 殘存함을 意味한다. 이 band는混合後 72時間 經過에서는 매우 減少하였으며 未反應 Ca(OH)$_2$가 少量 存在함을 알 수 있다.

이러한 結果는 Ca(OH)$_2$粉末과 acid paste內 methyl salicylate와 反應時 未反應 methyl salicylate가 殘存함을 意味한다. 또 混合後 72時間 經過 所見에서 frequency 3655cm^{-1}에서 아직도 Ca(OH)$_2$가 殘存하고 있음은(Fig. 12 參照) Prosser外 2人[20] 도 水酸化칼슘(Ca(OH)$_2$) 시멘트에서 硬化된 시멘트는 無定型의 Calcium disalicylate salt와 未反應 Ca(OH)$_2$를 含有한다고 報告한 바와 一致한다.

Fisher[10], Fisher와 McCabe[11]에 의하면, 이 未反應 Ca(OH)$_2$가 殘存하여 齲蝕象牙質部位에서 殺菌力을 나타내고 象牙質 再石灰化(remineralization)를 誘導한다고 報告하였다. 따라서 臨床에서 이 未反應 Ca(OH)$_2$의 存在는 重要함을 알 수 있다.

transmission technique에 依한 infra-red spectra와 ATR Technique에 依한 infra-red spectra의 重要 band의 比較強度가 類似함은(Fig. 4~12 參照) acid paste와 base paste의 反應이 硬化過程에서 表面과 內部의 反應이 差異가 없음을 나타내고 있다.

Prosser外 2人[21]은 acid paste의 主成分이 salicylate의 carboxyl group의 band는 frequency 1720 -1730cm^{-1}과 1680-1695cm^{-1}에서 混合後 時間經過에 따라 Ca(OH)$_2$와의 反應으로 漸次 減少하며 frequency 1540-1560cm^{-1}에서 새로운 反應物質에 依해 band가 生成됨을 報告하였으며 本研究 結果에서도 frequency 1720-1730cm^{-1}에서 iffra-red spectra는 混合前 acid paste의 frequency 1720-1730cm^{-1}의 infra-red 吸收 band 強度에 比하여 混合後 時間經過에 따라 漸次 減少되었으며 72時間 後에는 나타나지 않았다.

또 frequency 1680-1690cm^{-1}에서의 band도 減少現象을 보였음은 結果的으로 methyl salicylate의 有效成分도 Ca(OH)$_2$와의 結合으로 漸次 消失됨을 意味하며 frequency 1540-1560cm^{-1}에서 混合後 時間經過에 따른 새로운 peak의 發達도 asymmetric C-O streching mode가 새로 形成된 複合物과 metal polyacrylates에서 chelation 形態로 나타난다는Bellamy와 Branch[1], Crisp外 2人[5]의 研究報告와 一致한다고 思料된다.

Prosser外 2人[21]은 Calcium Hydroxide와 disalicylate의 反應은 frequency 1540cm^{-1}에서 band의 發達은 carboxyl band의 發達을 意味하며 이것이 바로 chelation反應의 進展을 意味한다고 指摘하였다.

本 研究成績에서도 同一한 現像으로서 混合後 10分 및 30分의 比較에서 frequency 1540cm^{-1}에서 時間經過에 따른 band의 發達을 觀察할 수 있었으며 (Fig. 14 參照) 이는 Bellamy와 Branch[1], Crisp外 2人[6] 및 Prosser外 2人[20]等이 究明한 acid paste와 base paste의 有效成分인 methyl salicylate와 Ca(OH)$_2$間 chelation 反應에 依한 現像으로 看做되었다

V. 結　　論

著者는 齒科用 水酸化칼슘시멘트製劑의 硬化反應에 따른 化學的 構成成分의 變化를 究明하기 위하여 base paste와 acid paste의 混合物에 對하여 赤外線分析學的 研究를 實施하였다. Transmission Technic과 ATR Technic을 使用하여 Calcium Hydro-

ide와 methyl salicylate間 硬化過程에서 infra-red spectra를 利用하여 化學的 構成成分의 分光分布를 比較하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. Base paste와 Acid paste의 結合反應은 混合後 10分以內에서 急速히 進行되었으며 그 後 72時間까지는 徐徐히 進行되었다.
2. 混合後 72時間 經過된 시멘트內에서 未反應 methyl salicylate와 $Ca(OH)_2$가 殘存해 있었다.
3. 시멘트 結合反應 및 反應速度는 表面과 內面에서 共히 類似하게 나타났다.
4. Calcium Hydroxide와 methyl salicylate間의 結合反應은 chelation反應이었다.

REFERENCES

1. Bellamy, L.J., and Branch, R.F.: The Infrared Spectra of Chelate Compounds. Part II. Metal Chelate Compounds of B-diketones and of salicyl aldehyde, J Chem Soc 4491-4494, 1954.
2. Bloch, W.W., and Austin, J.C.: Response of the Exposed Dental Pulp to a Corticosteroid Paste, J Dent Res. 55:538, Abstract No. 6 South African Division, 1976.
3. Brune, D., and Evje, D.M.: Initial Acidity of Dental Cements, Scand J Dent Res 92: 156-160, 1984.
4. Charbeneau, G.T., and et al: Principles and Practice of Operative Dentistry, p 212-220, Lea & Febiger, 2nd Ed. Philadelphia, 1981.
5. Crisp, S., Lewis, B.G., and Wilson, A.D.: Zinc Polycarboxylate Cements: A Chemical Study of Erosion and its Relationship to Molecular Structure, J Dent Res 55:299-308, 1974.
6. Crisp, S., Lewis, B.G., and Wilson, A.D.: Zinc Polycarboxylate Cements: A Cehmical Study of Erosion and its Relationship to Molecular Structure, J Dent Res 55:299-308, 1974.
7. Crisp, S., O'Neill, I.K., Prosser, H.J., Stuart, B., and Wilson, A.D.: Infrared Spectroscopic Studies on the Development of Crystallinity in Dental Zinc phosphate Cements, J Dent Res 57:245-254, 1978.
8. Dougherty, E.W.: Dental Cement Material, U.S. Patent 3047408, 1962.
9. Douglas, W.H.: The Metal oxide/Eugenol cements, II. A Diffuse Reflectance Spectrophotometric Study of the Setting of Zinc Oxide and Magnesium Oxide Cements, J Dent Res 57:805-809, 1978.
10. Fisher, F.T.: The Effect of Three Proprietary Lining Materials on Microorganisms in Carious Dentin, An in vivo investigation, Brit Dent J 143:231-235, 1977.
11. Fisher, H.J., and McCabe, J.F.: Calcium Hydroxide Base Materials, An Investigation into the relationship between Chemical Structure and Antibacterial properties, Brit Dent J 144:341-344, 1978.
12. Gadner, D.E., Mitchell, D.F., and McDonald, R.E.: Treatment of pulps of Monkeys with Vancomycin and Calcium Hydroxide, J Dent Res 50:1273-1277, 1971.
13. Hyakusoku, H.: Effect of Filling material on Healing of Periapical tissues in Treatment of human infected root canal, Tokyo Dental Coll Bull Oral Pathol, 4:51-78, 1959.
14. Laws, A.J.: Calcium Hydroxide as a possible Root Filling Material, New Zealand Dent J 58:199-215, 1962.
15. Leung, R.L., Loesche, W.T., and Charbeneau, G.T.: Effect of Dycal on Bacteria in deep Carious lesions, J Am Dent Assoc 100:193-197, 1980.
16. Levin M.P., Yearwood, L.L., and Carpenter, W.N.: The Desensitizing Effect of Calcium Hydroxide and Magnesium Hydroxide on Hypersensitive Dentin, Oral Surg. 35:741-746, 1973.

17. Miller, R.A., Russel, N.E., Ricketts, C.K., and Jordi, H.: Analysis and Purification of Eugenol, J Dent Res 58:1394-1400, 1979.
18. Mitchell, D.F., and Shankwalker, G.B.. Osteogenic Potential of Calcium Hydroxide and other Material in Soft Tissue and Bone Wounds, J Dent Res 37:1157-1163, 1958.
19. Negm, M.M., Combe, E.C., and Grant, A.A.: New Cements for Lining and Pulp Capping, Brit Dent J 147:273-274, 1979.
20. Prosser, H.J., Groffman, D.M., and Wilson, A.D.: The Effect of Composition on the Erosion Properties of Calcium Hydroxide Cements, J Dent Res, 61:1431-1435, 1982.
21. Prosser, H.J., Stuart, B., and Wilson, A.D.: An Infra-red Spectroscopic Study of the Setting Reaction of a Calcium Hydroxide Dental cement, J Mater Sci 14:2894-2900, 1979.
22. Rowe, A.H.R.: Effect of Root Fillin Materials on the Periapical Tissues, Bri Dent J 7:98-102, 1967.
23. Seltzer, S., and Bender, L.G.: The Denta Pulp, p226-227, J.B. Lippincott Co. 3rd Ed Philadelphia, 1984.
24. Stanly, H.R., and Lundy, T.: Dycal Therap for Pulp Exposures, Oral Surg. 34:818-827 1972.
25. Tate, G.W.: Tissue Reactions to Calciun Hydroxide, J Dent Res 55:522, Abstrac ANZ Division No. 24, 1976.
26. Wilson, A.D., and Mesley, R.J.: Zinc oxid Eugenol cements; III. Infra-red Spectrosco pic Studies, J Dent Res 51:1581-1588 1972.

– ABSTRACT –

AN INFRA-RED SPECTROPHOTOMETRIC STUDY OF THE REACTION IN CALCIUM HYDROXIDE DENTAL CEMENT

Choong Jong Kim, Byung Soon Min, Ho Young Choi, Sang Jin Park

Department of Operative Dentistry, Kyung Hee University

The purpose of this study was to evaluate the transmission spectrum of the set calcium hydroxide dental cement (Dycal, L.D. Caulk Co. Milford, Del.) Cement was prepared for A T R spectra at a low powder-to-liquid ratio of 3.0gm/ml in order to retard the reaction and facilitate the manipulation of loading the cement into the cell.

Spectra were recorded on an I R Spectrophotometer (MX-1, FT) at an agle of incidence of 55.

The A T R cell was a RIIc Model TR5 with a hemisperical KRS-5 (Thallium-Bromide-Iodide).

A spectrum was recorded within 3 minutes. Further spectra were recorded after 5,10,30 minutes and 1,5,24, 72 hours.

The results were as follows;

1. The setting reaction between acid paste and base past would take place fastly within 10 minutes after mix, and that would be slow until 72 hours after mix.
2. In the set cements, some methyl salicylate and calcium hydroxide remained unreacted until 72 hours after mix.
3. The setting reaction and the reaction rate occuring at the surface and in the bulk cements were similar.
4. The chelates were bound together between calcium hydroxide and methyl salicylate.