

Neutron Activation Analysis를 이용한 Composite Resin의 변연누출 측정에 관한 실험적 연구

서울대학교 치과대학 보존학교실

김미자 · 이명종

AN EXPERIMENTAL STUDY ON THE MEASUREMENT OF MARGINAL LEAKAGE USING A NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS

Mi Ja Kim, Myung Jong Lee

Department of Operative Dentistry, College of Dentistry, Seoul National University

— Abstract —

The study was designed to establish quantitative method for assessing the marginal leakage of dental restorations.

18 Class V cavities with 45° bevel joint were prepared and replicas of these teeth were made with polyethylene wax. and classified with three groups.

First group was filled with Scotchbond and silux.

Second group was filled with glass ionomer cement:scotchbond/silux.

Third group was filled with Dentin-Adhesit/Heliosit.

After finishing, all specimens were subjected manually to 100 thermal cycles at 0°C and 100°C Samarium nitrate solution, irradiated with flux of 6×10^{12} neutrons/cm²/sec for 11 hours, cooled for 200 hours, counted with the HpGe detector and the tracer uptake was determined by comparison with a standard of samarium (10μg)

The following results were obtained.

- 1) The group filled with glass ionomer cement base showed least marginal leakage.
- 2) The group filled with Dentin-Adhesit/Heliosit showed less marginal leakage than the group filled with scotchbond/silux.

*本 研究는 1987年度 서울대학교 病院 特診研究費로 充當되었음.

— 목 차 —

- I. 서 론
- II. 실험재료 및 방법
- III. 실험성적
- IV. 총괄 및 고안
- V. 결 론
- VI. 참고문헌
영문초록

I. 서 론

치질과의 접착성은 충전물의 변연봉쇄성과 동일한 의미를 나타내며 치아수복의 성공여부에 중요한 요인으로 작용한다. 수복물에 변연누출이 생기면 2차 우식증과 치수자극이 유발되고 지각과민과 변연부 변색, 그리고 구성요소의 파괴가 촉진되어 수복물의 수명을 단축시키게 된다.^{1,2)}

그러나 치질과 완전히 접착되는 이상적인 충전제는 개발되지 못한 실정이다. 복합수복레진의 경우는 산부식법을 사용하여 변연누출을 현저하게 감소시킬 수 있었다.^{3,4)} 그러나 레진수복물의 변연의 법랑·백악질 경계부의 하방에 위치한 와동에서는 문제되며, 레진의 경화수축 및 치질과의 열팽창계수의 차이를 극복할 접착력이 미흡하여 와벽과 충전물 주위에서 변연누출이 나타난다.^{5,6,7)}

glass ionomer cement는 상아질 및 법랑질에 화학적으로 결합하여 치질과의 접착력이 우수하며^{4,8)}, 불소를 방출하여 항우식 작용이 있고^{9,10)}, Poly carboxylate cement와 유사한 정도의 치수반응을 나타낸다.^{11,12)} 그러나 마모 저항성이 적고¹³⁾ 심미성 및 표면평활정도가 레진보다는 열세한 단점이 있다.

Mclean과 phillips등¹⁴⁾은 레진의 단점을 보강하고 glass ionomer cement의 장점을 살려 glass ionomer cement를 이장재로 하여 레진을 충전할 것을 권하였고 sneed등¹⁶⁾과 Hinoura등¹⁵⁾은 glass ionomer cement 표면에 산부식 후 레진을 충전하여 그 결합력을 측정할 결과 glass ionomer cement 자체의 응집력보다 더 크다고 보고했다.

수복물의 변연누출 측정방법으로는, 가장 많이 사

용되는 방법으로 색소^{17,18)}나 방사선 동위원소의 침투를 이용한 측정법, 그리고 미생물의 이용법이 있으나 이는 변연누출의 양적 측정방법이 아니며 객관적이지 못한 단점이 있다. 객관성을 위해 변연누출을 양적 측정하기 위해 사용한 방법이 공기 압력법²¹⁾, 전기화학법^{24,25)}, 방사화 분석법(Neutron Activation Analysis)^{26,27)} 등이 있으며 이외에 SEM^{22,23)}이 있다.

이에 저자는 변연누출의 양적 측정방법의 새로운 시도 및 변연누출을 감소시키는 충전방법의 연구를 위해 방사화 분석법을 이용하여 레진 충전후의 변연누출을 측정하여 그 결과를 이에 보고하는 바이다.

II. 실험재료 및 실험방법

실험에 사용된 치아는 치주질환 및 교정치료를 목적으로 발거된 소구치 중 충치나 충전물이 없는 건전한 치아를 선택했다. 치아는 발거된 즉시 생리 식염수에 보관하였고 보관기간이 한 달 이전의 것을 사용하였다.

치아에 부착된 치석 및 연조직을 제거하고 연마재로 연마하였다. 크기가 비슷한 18개의 치아를 선택하여 각 치아의 협측부위의 백악·법랑질 경계부위에 제 5급 와동을 형성하였다. 와동은 고속용 557번 carbide bur를 주수하에 근·원심 폭경 3mm, 교합·치은 폭경 2mm, 깊이는 교합면쪽은 1.5mm, 치은쪽은 1.0mm가 되도록 형성하였고 저속용 558번 Carbide bur로 최종 처리하였다. 그 뒤 저속용 diamond bur를 사용하여 법랑질 표면에만 폭경 0.5~1.0mm의 45° bevel을 주어 3개의 군으로 분류하였다.

모든 군의 와동 형성이 된 치아를 Silicone impression material을 사용하여 인상을 채득하였다. 여기에 polyethylene wax(동남석유, Korea)를 부어 복제물을 만들었다.

가) Scotchbond-Silux 충전군

치아의 와동에는 제조회사(3M Dental Products, USA)의 지시대로 법랑질 부위만 산부식시키고 Scotchbond와 Silux를 셀룰로오즈 매트릭스 밴드를 대고 충전하였다.

wax로 만든 복제물의 와동에는 Silux를 충전하였다.

나) glass ionomer cement/Scotchbond/Silux 충전군

치아의 와동에 먼저 glass ionomer cement를 제조 회사(Fuji ionomer Type II, G-C Dental Industrial Corp. Japan)의 지시대로 혼합하여 법랑질 부위를 제외한 모든 와동벽에 충전한 뒤 60초 동안 공기중에 방치하였다가 etchant를 법랑질과 glass ionomer cement 위에 도포하여 60초간 산부식 시킨 뒤 45초동안 세척하고 건조시켰다. 그 뒤 Scotchbond를 치질과 glass ionomer cement 표면위에 도포한 뒤 Silux를 충전하였다.

다) Dentin-Adhesit/Heliosit

치아의 와동에는 제조회사(Vivadent 社)의 지시대로 Dentin-Adhesit과 Heliosit를 충전 하였고 wax replica의 와동에는 Heliosit를 충전하였다.

각 군의 시편들은 광중합시 Heliomat H.2 를 이용하였으며 충전한 뒤 24시간 후에 Sof-Lex Polishing disc (3M Dental Products)를 사용하여 연마하였다.

각 군의 치아는 copalite와 매니큐어를 수복물과 변연주위 0.5mm를 제외한 모든 면에 도포하였고 복제물은 변연까지 봉쇄하여 수복물만 남겨놓았다.

Samarium metal(High purity metal, 3N, Johnson & Matthey Co., England)을 질산용액에 녹여 Samarium Nitrate 용액 (1g/100ml)을 만들었다. 모든 시편을 20°C의 Samarium nitrate 용액과 60°C의 용액에서 각각 30초씩 총 100회의 열변화(thermal cycling)를 시행한 뒤 증류수로 씻어 건조시켜 각각의 시편에 대해 오염을 막기 위하여 알루

미늄박에 싼 뒤 표준시료로 만든 Sm 10 μ g과 함께 원자조(Triga Mark III, 에너지 연구소)에 넣어 6×10^{12} neutrons/cm²/sec의 중성자속으로 11시간 동안 조사하여 핵반응을 일으킨 뒤 200시간 동안 냉각시켜 ¹⁵³Sm(반감기: 46.8시간)으로 부터 나온 γ 선(102.94 KeV)을 전산화된 반도체 검출기인 HPGe(고순도 Ge Detector, ORTEC, 원자력 병원)로 측정하여 이미 함량을 알고 있는 표준시료 10 μ g에서 나온 γ 선의 양과 비교하여 치아 당 들어간 Sm의 양(Amount of tracer uptake)을 계산하였다.

III. 실험 성적

치아를 와동 형성후 세개의 군으로 나누어 충전하고 Samarium Nitrate 용액에서 열변화를 시행한 뒤 방사화 분석법을 이용하여 측정된 각 치아에 들어간 Sm양의 평균값은 table 1과 같다.

치아의 평균 총 흡수량(average total uptake by the tooth)은 Scotchbond/silux 가 220, glass ionomer cement/Scotchbond/silux 가 110.5, Dentin Adhesit/Heliosit가 176.0이었다.

충전물질을 포함한 Wax replica에 들어간 양은 silux의 경우 44.0, Heliosit의 경우는 25.0이었다.

변연누출에 의해 흡수된 양(Net uptake=치아에 들어간 양-복사물에 들어간 양)은 Scotchbond/silux는 176 μ g/tooth, glass ionomer cement/scotchbond/silux 군의 경우는 66.5, Dentin Adhesit/Heliosit군의 경우는 151.0이어서 변연누출의 정도는 Scotchbond/silux 군의 경우가 가장 컸고,

Table. 1. Amount of tracer uptake

	Scotchbond/silux		Glass ionomer /scotchbond/ silux	Dentin Adhesit/ Heriosit	
	total uptake (μ g/tooth)	uptake by sorption (μ g/tooth)		total uptake (μ g/tooth)	uptake by sorption (μ g/tooth)
Mean	220	44	110.5	176.0	25.0
Net uptake	176.0		66.5	151.0	

Dentin-Adhesit/Heliosit, glass ionomer cement/scotchbond/silux의 순서였다.

Samarium Nitrate 용액에 담그지 않았던 치아에서는 Sm에 의한 γ 선이 검출되지 않았다.

IV. 총괄 및 고안

법랑질의 경우는 Buonocore가 법랑질 산부식 방법을 도입한 이후로 치아면을 산부식시켜 접착력을 증가시키고 변연누출을 감소시킬 수 있었다. Buonocore, Fusayama 등은 상아질을 산부식시켜 수복물이 접착력을 증가시켰으나 상아질에 대한 산 처리는 상아세관 주위의 파괴와 상아질내로 접합물질의 침투가 일어나 조상아세포의 전위, 치수의 염증, 피사동의 염증성 반응을 야기시켜²⁸⁾ 상아질의 산부식 처리를 금기시 되어 있다. 상아질과의 접착은 변연누출을 감소시킬 수 있고 유지형태를 따로 형성할 필요가 없으므로 치질의 삭제를 적게할 수 있는 장점이 있어 많은 상아질 접착재가 개발중이나 법랑질과는 구성성분이 차이가 있고²⁹⁾ 상아질 면을 완벽하게 건조시킬 수 없는 난점 때문에 복합수복레진과 상아질과의 접착은 매우 어려운 것으로 간주되어 진다. Scotchbond는 Bis-GMA의 chlorophosphorous ester계통으로 접착기전은 확실히 밝혀지진 않았으나 William Douglas³⁰⁾의 "Entanglement-gel theory"에 의하면 Scotchbond는 산성이기 때문에 도말층의 Calcium Hydroxyapatite crystal에 작용하며 상아질의 칼슘과 인이 교원섬유로부터 도말층으로 빠져나오게 하여 Scotchbond가 교원섬유의 망상구조 속으로 들어갈 수 있으며 Scotchbond로 들어간 칼슘은 Scotchbond분자에 의해 작게 분해되어 gel을 형성하여 레진과 결합한다.

glass ionomer cement의 구성성분은 fluoroaluminosilicate glass와 polyacrylic acid이며 상아질과의 접착은 교원섬유에 있는 카아복실기(-COOH)와 암모니아기(-NH₂)와의 결합에 의해서이다.

Dentin-Adhesit³¹⁾는 methylene chloride용액 속의 liquid-containing polyurethane이며 교원섬유에 있는 활성수소이온들(-OH, -NH₂, -COOH)과 반응을 한다.

상아질 접착수복재의 접착력이나 변연누출에 대

해서는 학자마다 차이가 많다. Creo와 Shumaker³⁰⁾는 Scotchbond/silux의 상아질과의 전단응력이 75 Kg/cm², Dentin-Adhesit/Heliosit의 전단응력이 21 Kg/cm²로 Scotchbond가 더 우수하다고 하였고 Broome³²⁾도 상아질과의 전단응력이 Scotchbond/silux의 경우 5.2 MN·M⁻², Detin-Adhesit/Heliosit의 경우는 1.3MN·M⁻²으로 Scotchbond가 더 우수하다고 하였으나 Oden과 lilo³¹⁾는 Dentin Adhesit/Heliosit의 인장력이 Scotchbond/silux보다 더 높았다고 보고하였다. 본 실험에서도 변연누출 정도가 Dentin-Adhesit/Heliosit이 Scotchbond/silux보다 더 적었다.

Hembree³³⁾, Welsh, Hembree등³⁴⁾은 glass ionomer cement로 충전시 변연누출이 더 적었다고 보고했으나 Alperstein³⁵⁾등은 glass ionomer cement의 변연봉쇄성이 다른 레진과 차이가 없다고 보고하였다.

Sneed 등¹⁴⁾과 Hinoura 등¹⁵⁾은 glass ionomer cement의 표면을 산부식 후 그 위에 레진을 충전한 경우 두 충전물 사이의 결합력은 glass ionomer cement 자체의 응집력보다 더 크므로 Philips, Mclean¹⁶⁾ 등의 주장과 같이 레진의 이장재로 glass ionomer cement를 사용한 것을 권하였다. 그러나 Gordon 등³⁶⁾은 glass ionomer cement를 이장재로 사용하고 그 위에 레진 충전시 치은벽의 변연누출이 있었고 이것은 열팽창 계수의 차이와 경화수축 때문에 glass ionomer cement가 상아질에 완전히 접착을 하지 못했기 때문이라고 하였다. 본 실험에서는 glass ionomer cement를 이장재로 사용한 충전군이 다른 충전군들 보다 훨씬 좋은 결과를 나타냈다.

Derand, Johansson 등³⁷⁾은 glass ionomer cement가 상아질과 완전히 결합을 하지는 않으나 수복물 주위에 remineralization line이 나타나고 다른 재료보다 항우식 작용이 크므로 다른 수복재료 보다는 glass ionomer cement를 사용할 것을 권하였다.

본 실험에서 측정된 값은 시편을 용액속에 담그는 시간, 용액의 농도, 와동의 크기, 조사시간, 냉각시간 등에 의해 차이가 나므로 변연누출의 절대적인 양이 아니고 단지 실험방법의 차이나 충전재료의 차이를 비교할 수 있는 상대적인 값이다. 따라서 실험시 작용할 수 있는 여러 요소 및 변수에 대한 연구가 계속 필요할 것으로 사료되며 레진 충전시 glass ionomer cement를 이장재로 사용하면 항우식 작용

과 함께 변연누출의 감소를 기대할 수 있으므로 좋은 수복결과를 기대할 수 있을 것으로 사료된다.

V. 결 론

저자는 현재 사용되고 있는 수복레진의 변연누출을 감소시키는 충전방법의 연구 및 객관성 있는 변연누출 측정방법을 연구하기 위해 발거된 소구치에 제 5급 와동을 형성하고 여기에 Scotchbond/silux, glass ionomer cement/scotchbond/silux, 그리고 Dentin Adhesit/Heliosit으로 충전한 군의 변연누출을 양적으로 측정하여 비교하기 위해 Sm 원소로 이용한 방사화 분석법을 사용한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

① 3개의 충전군 중 glass ionomer cement를 이장재로 사용한 군이 가장 변연누출이 적었다.

② Scotchbond/silux와 Dentin-Adhesit/Heliosit 중에서 Dentin-Adhesit/Heliosit 충전군이 더 변연누출이 적었다.

REFERENCES

1. R.E. Going: Microleakage around dental restorations: A summarizing review, JADA 84:1349, 1972.
2. Martin Brannstrom, Hilding Nyborg: Cavity treatment with a microbicidal fluoride solution: Growth of bacteria and effect on the Pulp, J. Prosth. Dent. 30:303, 1973.
3. Dennis L. Torney, Luiz C. Terxeira: The acid-etch Class III composite resin restoration, J. Prosth. Dent 38(6): 623, 1977.
4. Salomon Entebi Yedid, Kai Chiu Chan: Bond strength of three esthetic restorative materials to enamel and dentin., J. Prosth. Dent, 44(5): 573, 1980.
5. Gordon, M., Plass chaert AJM, Stark MM: Microleakage of several tooth colored restorative materials in cervical cavities. A comparative study in vitro, Dent. Mater, 2:228, 1986.
6. J.H. Hembree: In vitro microleakage of a new dental adhesive system. J. Prosth. Dent. 55(4): 442, 1986.
7. Moshe Gordon, Alphons JM, etc.: Microleakage of Posterior composite resin materials and an experimental urethane restorative material, tested in vitro above and below the CEJ, Quintessence International 17(1): 11, 1986.
8. Alfonso Maldonado, etc.: An in vitro study of certain properties of a glass ionomer cement, JADA, 96:785, 1978.
9. M.L. Swartz, etc: Long-term F release from glass ionomer cements, J. Dent. Res. 63(2): 158-160, 1984.
10. H.E. Brandau, etc: Restoration of cervical contours on non-prepared teeth using glass ionomer cement: a 4½ year report, JADA 104:782, 1984.
11. R.S. Tobias, etc: Pulpal response to a glass ionomer cement, Brit. Dent. J. 144:345, 1978.
12. C.H. Pameizer: Pulpal response to a glass ionomer cement in primates, J. Prosth. Dent. 46:36, 1981.
13. J.E. Mckinney, etc: Wear and microhardness of glass ionomer cements, J. Dent. Res. 66(6): 1134, 1987.
14. Status report on the glass ionomer cements (Council on Dental Materials and Devices) JADA 99:221, 1979.
15. Ko. Hinoura: Tensile bond strength between glass ionomer cement and composite resins, JADA, 114:167, 1987.
16. Sneed WD, Loooper SW: Shear bond strength of a composite resin to an etched glass ionomer, Dent Mat. 1:127, 1985.
17. Craig B. Phair, J.L. Fuller: Microleakage

- of composite resin restorations with cementum margins. *J. Prosth. Dent.* 53:361, 1985.
18. R.J. Loisel: Marginal microleakage-an in vivo assessment, *JADA* 78:758, 1969.
 19. J.H. Hembree, T.J. Taylor: Marginal leakage of visible light-cured composite resin restorations, *J. Prosth. Dent* 52(6): 790, 1984.
 20. M.L. Swartz, R.W. Phillips: In vitro studies on the marginal leakage of restorative materials, *JADA* 62:15, 1961.
 21. G.D. Derkson, etc: Microleakage measurement of selected restorative materials: A new in vitro method, *J. Prosth. Dent* 56(4): 435, 1986.
 22. A.B. Fuks, etc: Marginal adaptation of glass ionomer cements *J. Prosth. Dent* 49(3), 1983.
 23. J.L. Lui, etc: Margin quality and microleakage of Class II composite resin restorations, *JADA* 114:49, 1987.
 24. P.D. Delivanis, K.A. Chapman: Comparison an reliability of techniques for measuring leakage and marginal penetration, *Oral Surg.* 53(4): 410, 1982.
 25. J.A. Von Fraunhofer, etc: Microleakage of composite resin restorations, *J. Prosth. Dent.* 51(2): 209, 1984.
 26. R.E. Going: Quantitative method for studying microleakage in vivo and in vitro, *J. Dent Res.* 47(6), 1228, 1968.
 27. W.H. Douglas, etc: Neutron Activation Analysis of microleakage around a hydrophobic composite restoratives, *J. Dent Res* 59(9): 1507, 1980.
 28. H.R. Stanley, etc.: Human pulp response to acid pretreatment of dentin and to composite restoration. *JADA* 91:817, 1975.
 29. R.W. Phillips: Advancements in Adhesive Restorative Dental Materials, *J. Dent Res.* Supplement No. 6, 45:1663, 1966.
 30. A.L. Creo, D.E. Shumaker, L.M. Stoffels: ScotchbondTM Light Cure Dental Adhesive Product Profile, 1984.
 31. Retief DH, etc.: Tensile bond strengths of dentin bonding agents to dentin, *Dent Mat* 2:72, 1986.
 32. Oden A., Oilo G.: Tensile bond strength of dentin adhesives, *Dent. Mat.* 2:207, 1986.
 33. J.H. Hembree, J.T. Andrews: Microleakage of several class V and restorative materials: a laboratory study, *JADA* 97: 179, 1978.
 34. E.L. Welsh, J.H. Hembree: Microleakage at the gingival wall with four class V anterior restorative materials, *J. Prosth. Dent* 54(3): 370, 1985.
 35. K.S. Alperstein, etc.: Marginal leakage of glass ionomer cement restorations, *J. Prosth. Dent.* 50(3): 803, 1983.
 36. Moshe Gordon, etc.: Microleakage of four composite resins over a glass ionomer cement base in class V restorations, *Quintessence International* 12:817, 1985.
 37. T. Derand, B. Johansson: Experimental secondary caries around restorations in roots, *Caries Res.* 18:548, 1984.