

## 琺鄧質 表面에 미치는 酸性弗素磷酸溶液의 耐酸效果

慶熙大學校 齒科大學

崔 有 鎮

### THE EFFECT OF ACID FLUORIDE-PHOSPHATE SOLUTION IN REDUCING THE SOLUBILITY OF ENAMEL SURFACE.

Eugene Choi, D.D.S., M.S.D., Ph.D.

College of Dentistry, Kyung Hee University.

#### Abstract

The effects of enamel solubility by the varying concentration of fluoride and phosphate as well as pH of the acid fluoride-phosphate solutions were tested and compared with the 8% stannous fluoride solution.

The smooth surfaces of the sound permanent 1st premolars were demineralized by the Buttner's method.

And the phosphorus extracted from the 1st premolars were analyzed by the Fiske and Subbarow's method.

Enamel smooth surfaces treated with the acid fluoride-phosphate solution and the 8% stannous fluoride solution were observed electron-microscopically by the Filmy Replica method.

The results of this study were summarized as follows:

1. The least enamel dissolution rate was observed at the acid fluoride-phosphate solution contained 1.25% fluorine, 0.5% phosphate, and pH 4.
2. The anti-cariogenic effects comparison between the acid fluoride-phosphate solution and 8% stannous fluoride, the former was higher.

#### —目 次—

I. 緒 言

II. 實驗材料 및 實驗方法

III. 實驗 結果

IV. 考 察

#### V. 結 論

##### 參考文獻

##### I. 緒 言

現在 齒牙齲蝕症 預防用 弗化物의 局所塗布劑로서 弗

\* 本研究는 1973年度 文教部 研究造成費에 依하여 이루어 졌음.

化소다나 弗化第1錫은 잘 알려져 있으며 또한 臨床에서 빈번히 利用되고 있는 것 들이다.

이러한 局所塗布劑의 實驗室內 効果測定은 主로 無機物의 脫灰量을 利用하여 施行되었으<sup>1)6)9)19)23)</sup>며 臨床調查成積은 塗布後 一定期間內 齒牙齲蝕症의 新生度 또는 擴大度를 對照群과 比較하므로서<sup>5)17)21)</sup> 획득된 것이다.

약 25年前 Bibby<sup>1)</sup>는 弗化소다에 酸을 加하여 局所塗布 해주므로서 이 方法이 弗化소다 單獨塗布보다 齒牙齲蝕症의豫防効果를 보다 더 높일 수 있다고 보고한 이에 Roberts<sup>16)</sup> Tempestini<sup>20)</sup> Rickles et al<sup>15)</sup> 등도 다투어 追試를 行하였으며 最近 Brudevold<sup>2)</sup>는 酸性 弗化소다 溶液을 局所塗布할 경우 琥珀質의 弗素吸着量은 현저히 증가됨을 주장하기에 이르렀다. 여기서 일보 前進하여 Wellock<sup>22)</sup> 등은 弗化소다 單獨塗布보다는 酸性 弗化소다 溶液에 磷酸을 첨가할 경우 齒牙齲蝕症豫防効果를 더욱 높일 수 있다고 주장하였으며 Muhler와 그의 共同研究者들은<sup>12)</sup> 弗化第1錫 溶液에 磷酸을 첨가하면 酸性 弗化소다液에 磷酸을 첨가했을 경우 보다 齒牙齲蝕症豫防効果를 더욱 높일 수 있다고 報告하기에 이르렀다.

1963年 Brudevold<sup>2)</sup>가 酸—弗素—磷酸의 체계를 局所塗布劑로서 紹介한 이례로 이에 대한 臨床的 調查結果 齒蝕豫防効果가 높이 평가되었음에도 불구하고 불과 몇 편의 報告<sup>12)14)</sup>外에는 아직充分한 追加研究가 실시되지 않고 있다.

著者는 酸性弗素磷酸溶液의 齒牙齲蝕症抑制効果測定을 實驗室內에서 實施하므로서 齒牙齲蝕症豫防劑의 多角的評價에多少라도 도움이 되고자 한다.

## II. 實驗材料 및 實驗方法

實驗用 齒牙로서는 矯正治療를 為하여 拔去되는健全한 永臼齒 第1小白齒를 使用하였다. 同一 頸骨에서 新鮮하게 拔去된 2개의 第1小白齒는 拔去 즉시 齒冠部表面의 異物을 除去하고 pumice로 깨끗이 닦은 후 琥珀質表面만 露出시키고 나머지 部位는 paraffin wax로 包埋한 後 1개 齒牙는 對照群으로 하고 1개 齒牙는 實驗群으로 使用하였다.

豫備實驗을 通하여 酸性弗素磷酸溶液의 酸度는 pH 3.0, 弗素의 濃度는 1.25%, 磷酸의濃度는 0.5%를 基準으로 하였으며 再蒸溜水를 加하여 全體溶量을 100ml가 되도록 하였다. 이에 酸度의 調節은 3N. HCl과 3N. NaOH를 이용하였으며 弗素의濃度變化는 40% 弗化水素酸의 加減으로 調節하였고 磷酸濃度는 8.5% 正磷

酸溶液을 사용하여 調節하였다.

酸性弗素磷酸溶液과 比較하기 위하여 8% 弗化第1錫이 利用되었으며 이 경우 pH 3, 4, 5가 각각 實驗되었다.

이상의 弗化物은 乾燥된 實驗群의 齒牙에 37°C에서 4分間 塗布後 30ml의 再蒸溜水를 噴霧시켜 洗滌하였으며 그後 齒牙脫灰를 거쳐 溶出되는 磷을 定量하여 相互比較하였다.

齒牙의 脫灰는 Buttner et al<sup>14)</sup>의 方法을 利用하였으며 磷의 定量은 Fiske and Subbarow<sup>9)</sup>의 方法을 따랐다.

脫灰部位에 對한 電子顯微鏡의 觀察은 同一人에게서 拔去된 4개의 第1小白齒健全 琥珀質 平滑面에서 實施되었다.

이에 1개 齒牙는 對照群으로 하였으며 나머지 3개의 齒牙를 實驗群으로 하여 1개는 蒸溜水로 4分間 塗布하고 1개는 弗素 1.25% 磷酸 0.5% pH 4.0의 酸性弗素磷酸溶液으로 4分間 塗布하였으며 나머지 1개 齒牙는 8% 弗化第1錫液으로 4分間 塗布後 對照群 및 實驗群齒牙는 다시 水洗 및 0.05% 鹽酸으로 10초간 脫灰를 實施하고 30分間 細呂는 물에 水洗를 行한後 70% ethanol에서 부터 absolute alcohol에 이르기까지 단계적으로 脱水를 實施하였으며 電子顯微鏡의 觀察은 Casting型 2段階 Filmy Replica法을 적용하였다.

여기 사용된 acethyl cellulose 薄膜은 두께가 0.034 mm였으며 溶劑로서는 methyl acetate를 使用하였고 shadowing metal로서는 chromium을 使用하였으며 shadowing後에 carbon coating을 실시하였다. 蒸着膜이 불은 acethyl cellulose film은 aceton에서 녹았으며 다시 蒸溜水와 aceton 1:1의 溶液을 거친後에 蒸溜水에 옮겨 蒸着膜은 蒸溜水內에서 mesh로 떠내어 乾燥시켜 이를 試料로 한 후 電子顯微鏡으로 比較檢鏡하였다.

## III. 實驗結果

酸性弗素磷酸溶液中の 弗素濃度만을 變化시켰을 경우 琥珀質의 脫灰에서 溶出되는 磷의量은 表에서 A群의 1~7에 보이는 바와 같다.

弗素의濃度를 0.01%에서 1.5%로 變화시켰을 경우 磷의 溶出減小量은 相互현저한 差異를 보이지는 않았으나 1.25%에서 磷의 溶出減小効果가 가장 높게 나타났으며 弗素濃度 0.01%의 경우 磷의 溶出量 減小効果는 顯著하게 低下되었다.

酸性弗素磷酸溶液의 磷酸濃度를 變化시켰을 경우 B群의 9에서와 같이 脫灰抑制効果는 磷酸濃度 0.5%에

Table 1 Enamel Solubility Studies using Different Anti-Cariogenic Agents.

Group	Treatment (%)	pH	Mean $\mu\text{g P}$		Mean % Red.
			Control	Treated	
A	1 F (1.5) + $\text{H}_3\text{PO}_4$ (0.5)	3	84.3	31.1	63.1
	2 F (1.25) + $\text{H}_3\text{PO}_4$ (0.5)	3	72.1	19.7	72.7
	3 F (1.0) + $\text{H}_3\text{PO}_4$ (0.5)	3	91.9	29.9	67.5
	4 F (0.5) + $\text{H}_3\text{PO}_4$ (0.5)	3	65.0	20.5	68.4
	5 F (0.7) + $\text{H}_3\text{PO}_4$ (0.5)	3	82.6	31.3	62.1
	6 F (0.05) + $\text{H}_3\text{PO}_4$ (0.5)	3	54.8	21.9	60.0
	7 F (0.01) + $\text{H}_3\text{PO}_4$ (0.5)	3	67.5	34.4	49.1
B	8 F (1.25) + $\text{H}_3\text{PO}_4$ (0.25)	3	92.4	31.0	66.4
	9 F (1.25) + $\text{H}_3\text{PO}_4$ (0.5)	3	68.9	18.8	72.7
	10 F (1.25) + $\text{H}_3\text{PO}_4$ (1.0)	3	51.7	19.2	62.9
C	11 F (1.25) + $\text{H}_3\text{PO}_4$ (0.5)	3	73.4	20.0	72.7
	12 F (1.25) + $\text{H}_3\text{PO}_4$ (0.5)	4	101.3	24.7	75.6
	13 F (1.25) + $\text{H}_3\text{PO}_4$ (0.5)	5	68.7	27.3	60.3
	14 F (1.25) + $\text{H}_3\text{PO}_4$ (0.5)	6	53.3	26.5	50.2
D	15 SnF <sub>2</sub> (8.0)	3	72.6	25.9	64.3
	16 SnF <sub>2</sub> (8.0)	4	57.2	22.3	61.0
	17 SnF <sub>2</sub> (8.0)	5	66.4	37.3	43.8

서 가장 높게 나타났으며 0.25 및 1.0%에서는 그보다 낮게 나타났다.

C群의 11~14는 酸性弗素磷酸溶液의 酸度를 變化시켰을 때 溶出되어 나오는 磷의 量을 對照群과 比較한 것이다. 전제적으로 酸性일수록 磷의 溶出抑制效果는 높은 傾向이었으나 가장 效果가 높은 것은 pH4.0으로 나타났다. 이 상의 酸性弗素磷酸溶液과 對照하기 위하여 弗化第1錫 8%의 脱灰抑制效果도 實驗되었는데 그結果는 D群에서 보이는 바와 같다.

弗化第1錫의 脱灰抑制效果는 酸度가 높을수록 보다 높게 나타났으나 全體의으로 酸性弗素磷酸溶液보다는 琥珀質表面의 脱灰抑制效果가 낮음을 볼수있다.

Fig. 1은 健全齒牙 琥珀質 平滑面에서 Replica法으로 觀察한 電子顯微鏡像이다. 全體의으로 無構造의 像을 보여주고 있으며 結晶像이 大體로 繖密하고 均等한 것을 볼수있다.

Fig. 2는 酸性弗素磷酸溶液을 局所塗布 한 후 脱灰를 補施한 琥珀質表面의 電子顯微鏡像으로서 Replica法에 의해 觀察된 것이다. 全體의으로 琥珀質表面은 작은 結晶形態가 나타나거나 또는 微細한 結晶의 異脫部位가 나타나 Fig. 1에서의 正常的인 琥珀質表面의 電子顯微鏡像과는 差異를 보이고 있으며 對照群인 Fig. 4와 比較해서는 顯著한 脱灰抑制效果를 인정할수 있다.

8% 弗化第1錫으로 局所塗布한 후 脱灰를 實施한 琥



Fig. 1. Smooth Surface of Sound Enamel.  
Showing the Non-structural Appearance. ( $\times 10,700$ )

珀質表面의 電子顯微鏡像是 Fig. 3과 같다. 정상 琥珀質表面의 石灰化表面을 觀察한 Fig. 1과 比較했을 때 脱灰에 의해 약간 거친像으로 보이고 있으나 對照群인 Fig. 4에 比하여 表面의 變化가 거의 없다고 보아도 무방할 程度로 脱灰에 對하여 抵抗이 있는 것으로 나타났다. Fig. 2와 比較하여 보면 오히려 脱灰에 對한抵抗이 높은것으로 보이고 있다.

Fig. 4는 弗化物의 局所塗布를 實施하지 않고 純粹 脱



Fig. 2. The Enamel Surface treated with A-F-P Solution for 4min and Etched with 0.05% HCl for 10 sec. ( $\times 22,500$ )



Fig. 3 The Enamel Surface treated with 8%  $\text{SnF}_2$  for 4min. and Etched with 0.05% HCl for 10 sec. ( $\times 22,500$ )

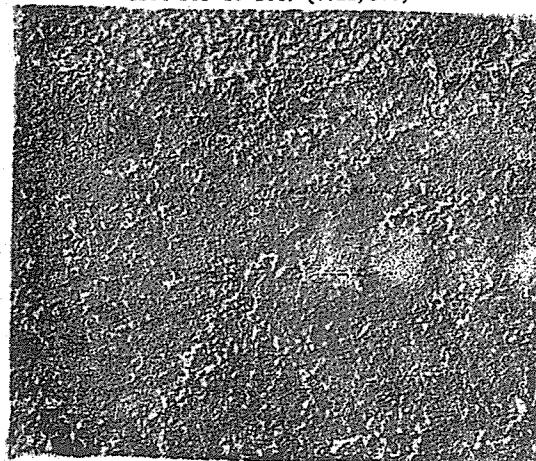


Fig. 4. Etched Enamel Surface with 0.05% HCl for 10 sec. ( $\times 10,700$ )

灰化後 Replica 法으로 觀察한 琥珀質 脫灰面의 電子顯微鏡像이다 全體的으로 電子密度가 높은 脱灰部位가 均等하게 分布되어 있으며 Fig. 1, 2, 3의 어느 경우 보다도 높은 脱灰像이 거칠게 나타나고 있다.

#### IV. 考 案

琥珀質 溶解度에 관한 實驗을 實施할 경우 琥珀質을 粉末로 만들어 使用하거나 齒牙 自體를 그대로 使用하는 方法이 있다. 각기 長短點이 있어 琥珀質 粉末을 使用할 경우에는 一定量의 琥珀質 粉末로서 實驗하게 되므로 純粹한 琥珀質의 正確한 資料를 얻을수 있으나 琥珀質 粉末 製作過程에서 대개 齒科用 diamond stone을 使用하게 되므로 加熱로 因하여 琥珀質 自體에 脱水現像을 초래하는 缺點이 있으며 한편 齒牙自體 그대로 使用할 경우는 齒牙無機質의 變化는 없으나 實驗에 使用되는 琥珀質의 量을 確實히 測定하기 어려운 缺點이 있다.

本 實驗에서는 齒牙 自體를 그대로 사용하였는데 이 때 使用되는 齒牙의 對照群과 實驗群 사이의 齒牙脫灰量의 差異를 最少로 줄이기 위하여서 同一人同一頸骨의 小白齒를 利用하였으므로 成長過程에서의 弗素攝取量 또는 對照群齒牙와 實驗群齒牙와의 琥珀質 弗素 含有量의 差異등을 考慮하여야 하는 煩雜性을 피할수 있 있으며 脱灰되는 無機質의 量을 測定함에 있어 磁의 定量分析을 實施 하므로 脱灰 無機質의 量을 推定하는 方法을 採擇하였다.

Fig. 1에서 보면 酸性弗素磷酸 溶液의 脱灰抑制効果는 弗素濃度 1.25% 磷酸濃度 0.5% pH 4에서 가장 높게 나타났으며 弗素濃度 0.5~1.5% 磷酸濃度 0.25~0.5% pH 3 및 4의 範圍內에서는 酸性弗素磷酸 溶液의 脱灰抑制効果는 弗化第一錫보다 항상 높게 나타났음이 注目된다. 그러나 이 範圍內에서는 酸性弗素磷酸 溶液에 있어 酸度의 變化, 弗素濃度의 變化 및 磷酸濃度의 變化에 따라 脱灰量의 抑制에 一定한 傾向을 가진은 結果가 나타나지 않았다는 것은 이 部分에 對하여 앞으로 보다 더 細密히 研究해 보아야 할 餘地가 있다고 생각된다.

8% 弗化第 1錫液은 現在 廣範圍하게 使用되고 있는 齒牙齲蝕症豫防用 局所塗布劑이다. Table. 1 D群에서 보면 弗化第 1錫液을 酸性化 했을 경우 脱灰抑制効果가 높게 나타났음도 앞으로 考慮하여 설계 應用面에 適用해야 할 要素가 아닌가 생각된다.

酸性弗素磷酸 溶液과 弗化第 1錫液의 脱灰像에 對한 電子顯微鏡의 觀察에서는 弗素 1.25% 磷酸 0.5% pH 4.0의 酸性弗素磷酸 溶液 塗布群인 Fig. 2에서 8% 弗化

第1錫 塗布群인 Fig. 3보다 오히려 脱灰가 많이 이루어 진 像으로 나타났는데 이것은 弗化第1錫液의 局所塗布時 齒牙 琥珀質 表面에 薄膜을 形成한다는 Cooley<sup>6)</sup>, Scott<sup>10)</sup>등의 報告와一致되어 나타난 現像이 아닌가 생각된다. 이에 대하여서는 弗化第1錫의 考察者인 Muhler<sup>11)</sup> 자신도 밝혔듯 弗化第1錫의 琥珀質 內로의 浸透性은 弱하므로 初期 脱灰에는 耐酸性이 强하나 長期 脱灰에는 오히려 耐酸性이 弱하다는 報告와, 弗化錫은 初期 脱灰에 있어 弗化소다에 比해 1.5~2倍 가량의 酸에 對한 抑制效果를 보인다는 Bibby<sup>1)</sup>, Buttner<sup>4)</sup>의 報告 및 本脫灰 實驗에 있어 弗化第1錫보다 酸性弗素磷酸溶液의 耐酸效果가 높게 나타나는 結果 등으로 미루어 本實驗에서 使用된 0.05% HCl의 10초간 이라는 짧은 脱灰에서 나타난 現像이며 齒牙齲蝕症이란 長期間의 脱灰現像에 있어서는 酸性弗素磷酸溶液이 보다 더욱 높은 齒牙齲蝕症豫防效果를 나타내리란 것을 推定할 수 있었다.

## V. 結論

著者は 酸性弗素磷酸溶液의 酸度, 弗素濃度 및 磷酸濃度를 變化 시켰을 때 이 溶液이 永久齒 琥珀質의 溶解度에 미치는 影響을 8% 弗化第1錫 溶液과 比較하여 實驗 및 觀察한 結果 다음과 같은 結論을 얻었다.

1. 酸性弗素磷酸溶液은 弗素濃度 1.25% 磷酸濃度 0.5% 및 pH 4 일 때 酸에 對한 琥珀質 表面의 脱灰 抑制效果가 가장 높다.
2. 酸性弗素磷酸溶液의 齒牙齲蝕症豫防效果는 8% 弗化第1錫보다 높다.

## REFERENCES

1. Bibby, B.G.: Effectiveness of Various Fluoride Preparations in Reducing Tooth Solubility, *J. Dent. Res.*, 23 : 202, 1944.
2. Brudevold, F., Savory, A., Gardner, D.E., Spinili, M., and Speirs, P.: A Study of Acidulated Fluoride Solutions. I. In Vitro Effects on Enamel, *Arch. Oral Biol.*, 8 : 167, 1963.
3. Buonocore, M. G., and Bibby, B.G.: Effect of Various Ions on Enamel Solubility, *J. Dent. Res.*, 24 : 103, 1945.
4. Buttner, G., and Muhler, J.C.: The Solubility of Intact Dental Enamel Surfaces Treated with Potential Anticariogenic Agents, *J. Dent. Res.*, 37 : 412, 1958.
5. Cheyne, V. D.: Human Dental Caries and Topically Applied Fluorine: A Preliminary Report, *J. A.D.A.*, 29 : 804, 1942.
6. Cooley, W.E.: Reactions of Tin and Fluoride Ions with Etched Enamel, *J. Dent. Res.*, 40 : 1199-1210, 1961.
7. Fischer, E.E.: Inhibition of Enamel Demineralization by Repeated Treatment with Sodium and Stannous Fluoride Solutions, *J. Dent. Res.*, 41 : 392-397, 1962.
8. Fiske, C. H., and Subbarow, Y.: The Colorimetric Determination of Phosphorus, *J. Biol. Chem.*, 66 : 375, 1925.
9. Jeansonne, B. G., and Feagin, F. F.: Effect of Various Topical Fluorides on Subsequent Mineralization and Dissolution of Enamel, *J. Dent. Res.*, 9 : 767, 1972.
10. Muhler, J. C.: The Effect of Different Fluorides on the Solubility of Intact Dental Enamel Surfaces, *J. Dent. Res.*, 36 : 889-894, 1957.
11. Muhler, J. C. and Buttner, W.: The Effect of the Topical Application of Stannous Fluoride on Enamel Solubility when Pretreated with Sodium Fluoride, *J. Dent. Res.*, 5 : 1053, 1959.
12. Muhler, J. C., Stookey, G. K. and Bixler, D.: Evaluation of the Anticariogenic Effect of Mixtures of Stannous Fluoride and Soluble Phosphates, *J. Dent. Children*, 32 : 154, 1965.
13. Phillips, R. W., and Muhler, J. C.: Solubility of Enamel as Affected by Fluorides of Varying pH, *J. Dent. Res.*, 26 : 109, 1947.
14. Pameijer, J. H. N., Brudevold, F., and Hunt, E.E., Jr.: A Study of Acidulated Fluoride Solutions, *Arch. Oral Biol.*, 8 : 183, 1963.
15. Rickles, N. H.: The Effect of an Acid and a Neutral Solution of Sodium Fluoride on the Incidence of Dental Caries in Young Adults, *J. Dent. Res.*, 30 : 757, 1951.
16. Roberts, J. F., Bibby, B. G., and Wellock, W. D.: The Effect of an Acidulated Fluoride Mouthwash on Dental Caries, *J. Dent. Res.*, 27 : 497, 1948.
17. Scola, F. P., Nielsen, A. G., and Ostrom, C. A.: Clinical Evaluation of Stannous Fluoride, I.

- A. D. R., 41 : 120, 1963 (Abst.).
18. Scott, D. B.: Electron Microscopic Evidence of Fluoride-Enamel Reaction, J. Dent. Res., 39 : 1117, 1960.
19. Shannon, I. L.: Enamel Solubility Reduction by Topical Application of Combinations of Fluoride Compounds, J. Oral Med., 25 : 12, 1970.
20. Tempestini, O.: Problems of Fluoride in Individuals and Public Health Control of Caries, Riv. Ital. Stomat., 4 : 323, 1949.
21. Tusnova, M. N.: Fluoridation of Teeth for Prophylactic Purposes Against Caries, Stoma-
- tologia, 2 : 11, 1950.
22. Wellock, W. D., and Brudevold, F.: A Study of Acidulated Fluoride Solutions.
- II. The Caries Inhibiting Effect of Single Annual Topical Applications of an Acidic Fluoride and Phosphate Solution, Arch. Oral Biol., 8 : 176, 1963.
23. 최유진 : 물화소다가 법랑질의 용해도에 미치는 영향에 대한 실험적 연구, 현대의학, 7 : 845, 1967.
24. 최유진 : 치아우식증의 최초발생 부위에 관한 전자현미경적 연구, 대한 치과의사 협회지, 9 : 151, 1971.

>>> 여려先生님께서 依頼하신 <<<

>>> 各種 技工物을 迅速, 正確, 精密하게 <<<

>>> 誠心껏 製作해 드리겠습니다. <<<

## 삼 광 치 과 기 공 소

代 表 權 寧 哲

서울特別市 鐘路區 鐘路 4街 10番地

電 話 (74) 4 2 8 3

## 大明齒科材料商會

金 漢 述

전화 (92) 2 6 2 4 (구: 광명)