

열가소성 거타퍼차 근관충전재료의 열분석과 열연화 특성*

한옥성, 문현주, 송요한, 황문진, 송호준, 박영준**

전남대학교 치의학전문대학원 치과재료학교실

DSC/TG Analysis and Temperature-dependent Softening Characteristics of Thermoplastic Gutta-Percha Obturation Materials*

Ok-Sung Han, Hyun-Joo Moon, Yo-Han Song, Moon-Jin Hwang, Ho-Jun Song, Yeong-Joon Park**

Department of Dental Materials, School of Dentistry, Chonnam National University, Gwangju, 500-757, Korea

(Received: Sep. 8, 2014; Revised: Sep. 22, 2014; Accepted: Sep. 22, 2014)

DOI : <http://dx.doi.org/10.14815/kjdm.2014.41.3.215>

ABSTRACT

Various brands of thermoplastic gutta-percha (GP) obturation materials are on the market, and knowledge of their thermal behaviors is of a great interest to clinicians using warm GP technique. In this study, the thermal properties of eleven commercial brands of GP materials were investigated by differential scanning calorimetry (DSC) and thermogravimetric analysis (TGA). The relationship of the thermal properties of the tested materials to their resistance forces against the trigger squeezing action was also evaluated. From the DSC analysis results, all products demonstrated thermal behaviors of typical beta-phase gutta-percha showing major endothermic peaks at 48-50°C and 53-61°C exhibiting beta- to alpha- crystalline transformations and alpha- to amorphous transformation, respectively. The TGA data indicated that remaining weights of B&L-H, Dia-H and Sure-H products after heating up to 600°C were higher than those of their soft type products, B&L-S, Dia-S, and Sure-S materials, respectively. The remaining weights and resistance force to trigger squeezing action of the tested materials were well corresponded with the viscosity-types designated by the suppliers.

KEY WORDS: Endodontic obturation, Thermal property, Thermoplastic gutta-percha, Trigger squeezing force

서 론

근관치료의 성공에 있어서 중요한 요소 중 하나는 복잡한 형태의 근관 내부 공간에 대한 3차원적으로 완벽한 밀폐 및 봉쇄이며(Schilder, 1967), 충전재료는 체적안정성 및 내구성을 가져야 한다(Gutmann 등, 1993). 이를 위해 근관치료 시 최적의 충전방법을 선택하고(Li Peng 등, 2007), 충전재료의 특성과 이를 사용하는 치료기구의 조작 특성과의 관계를 정확히 이해하는 것이 중요하다

(Brosco 등, 2003).

Schilder (1967)에 의해 제안된 가열수직가압충전법 중 한 가지 방법인 열연화주입법은 거타퍼차 충전재료가 갖는 가역적인 열가소성을 이용한 시술방법이다. 이 방법은 충전재료를 전용 가열주입기 내에서 가열시켜 니들 형태의 주입부를 통해 근관 내부에 주입한 후, 수직으로 가압하여 근관을 밀폐하는 충전법이다(Li Peng 등, 2007). 이 충전법은 시술시간이 짧고 비교적 간편한 조작으로 균질한 충전을 수행할 수 있어 많이 이용되고 있으나(Gutmann 등, 1993; Li Peng 등, 2007), 가열된 재료가 냉각 시에 부피수축이 불가피하여(Schilder 등, 1985; Cohen 등, 2007) 재료와 근관 표면과의 부착성 또는 밀착성이 감소하고(ElDeeb, 1985; Brosco 등, 2003), 또한 고온가열에 의한 재료의 열안정성 문제(Maniglia-Ferreira 등, 2008;

* 이 논문은 2011년도 정부(미래창조과학부)의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받아 수행된 연구임(No. 2011-0030121).

** 교신저자 : 광주광역시 북구 용봉동 300번지 (우 500-757) 전남대학교 치의학전문대학원 치과재료학교실 및 바이오미네랄장애연구센터, 박영준 Tel : 062-530-4871, E-mail : yjpark@jnu.ac.kr

Table 1. Thermoplastic root-canal obturating materials tested

Groups	Brand name	Lot No.	Manufacturer
Beefill	Beefill GP cartridge	07611C	VDW GmbH, Munchen, Germany
Obtura	Obtura	33491003	Obtura Spartan, Earth city, MO, USA
B&L-H	B&L beta GP Pellet-Hard	1079B	B&L Biotech, Ansan, Korea
B&L-R	B&L beta GP Pellet-Regular	0248G	
B&L-S	B&L beta GP Pellet-Soft	1014A	
Dia-H	DiaDent GP Obturator-Hard	170809	DiaDent Group International, Cheongwon, Korea
Dia-M	DiaDent GP Obturator-Medium	120110	
Dia-S	DiaDent GP Obturator-Soft	033109	
Sure-H	Sure-endo GP Obturator-Hard	1179D	SureDent Co. Ltd., Seongnam, Korea
Sure-Hv	Sure-endo GP Obturator-Heavy	1179D	
Sure-S	Sure-endo GP Obturator-Soft	1179D	

Cheng 등, 2014) 및 주위 조직에 대한 생물학적 안전성 (Eriksson과 Albrektsson, 1983; Saunders, 1990) 등과 같은 재료의 가열로 인한 문제들도 보고되고 있다.

상용 열가소성 거타퍼차 근관충전재료 제품은 천연 거타퍼차 고분자(trans-1,4-polyisoprene)를 주요성분으로 하여 왁스, 레진 등 가소제 역할을 하는 유기성분(약 25 중량%)과, 필러, 방사선 불투과제, 안료 등의 무기성분(약 75 중량%)으로 구성된 유기-무기 복합체이다(Friedman 등, 1977; Maniglia-Ferreira 등, 2013). 이러한 유기-무기의 성분 각각의 종류와 함량에 따라 최종 제품의 열특성 (Maniglia-Ferreira 등, 2013), 열연화 특성(Friedman 등, 1977) 및 열안정성(Cheng 등, 2014) 등이 차이를 보인다. 이 중 열연화 특성의 차이에 따라 제품별로 2-3가지 점도 등급으로 분류되며, 형성된 근관계의 크기나 모양의 차이, 또는 시술자의 선호도에 의해 적절한 제품을 선택해 사용한다. 따라서 제품간의 교차사용 또는 적절한 점도등급의 제품을 선택하기 위하여 재료의 열특성 및 열안정성의 양상을 비교하고, 이에 따른 임상 시 조작특성과의 관계를 이해하는 것이 성공적인 근관치료를 위해 필수적인 요소이다.

거타퍼차의 열특성과 열안정성을 파악하기 위하여 시차주사열용량분석법(differential scanning calorimetry, DSC)과 열중량분석법(thermogravimetric, TGA)을 통한 연구들이 보고되어 왔다. 거타퍼차에 대한 시차주사열용량분석 연구는 흡열과 발열형태로 표시된 피크해석을 통하여 시료의 결정성-비결정성 구조의 유무와 이들 구조간의 상변화에 관한 연구(Schilder 등, 1974a; Maniglia-Ferreira 등, 2007; Maniglia-Ferreira 등, 2013)와 분해거동을 포함한 열안정성 등에 관한 연구(Friedman 등, 1977; Maniglia-Ferreira 등, 2008; Cheng 등, 2014)가 주로 수행되어 왔다. 거타퍼차에 대한 열중량분석 연구는 온도상승에 따른 무게 감소의 양상을 확인하여 DSC에서 보인 흡열피크와

함께 각 재료들의 열안정성 양상을 파악하는 연구와 (Cheng 등, 2014), 최종 잔류물의 중량을 측정하여 각 충전재료에 포함된 무기성분의 함량비를 평가하여 다른 특성들과의 상관관계가 연구되어 왔다(Maniglia-Ferreira 등, 2013).

하지만 열연화주입법에 사용되는 펠렛타입의 상용 거타퍼차와 특히 국내에서 유통되는 재료들에 대한 이와 관련된 연구는 많지 않다(Tsukada 등, 2004; Chang 등, 2011). 따라서 본 연구에서는 현재 국내에서 유통되고 있는 11종의 열연화주입법에 사용되는 열가소성 거타퍼차 제품의 열특성을 시차주사열량법과 열중량분석법으로 관찰하고, 이 결과를 열연화 정도 차이에 따른 주입기의 조작특성과 비교하기 위해 가열주입기의 설정 온도별 압출저항력을 측정하였다.

재료 및 방법

1. 실험 재료

본 연구를 위하여 Table 1에서 표시된 총 11종의 상용 열가소성 거타퍼차 근관충전재료를 평가하였다. 이들 제품은 모두 국내에서 유통되는 열연화 주입법용 가열주입기에 장전하는 충전재료로서, Beefill GP cartridge (Beefill), Obtura 제품과 같이 단일 유형의 제품 2종과, 연질(soft), 경질(hard), 그리고 중질(regular, medium, or heavy)의 3가지 유형이 제공되는 B&L beta GP Pellet (B&L-), DiaDent GP Obturator (Dia-), Sure-endo GP Obturator (Sure-) 제품 총 9종의 제품에 대해 평가하였다. 이 중 Beefill은 니들형태의 주입부(cannula)가 부착된 금속 카트리지를 내부에 거타퍼차가 내장된 제품으로 카트리지를 개방하여 거타퍼차 재료만을 꺼내어 분석하였고, 이 외의

Table 2. Temperatures (°C) of endothermic peaks (DSC analysis), and remaining weights (%) at 200 and 600°C (TGA analysis)

Groups	Exothermic peaks at (°C), DSC	Remaining weights (%), TGA	
		200°C	600°C
Beefill	39.60, 49.15, 55.24, 120.24	99.7	68.15
Obtura	38.34, 48.92, 58.37, (115.14)*	100.0	77.78
B&L-H	37.02, 49.05, 57.15, (113.50)*	99.6	74.45
B&L-R	(39.84)*, 48.39, 56.76, (113.12)*	99.9	74.99
B&L-S	36.64, 49.05, 53.18, 116.95	99.8	66.98
Dia-H	(36.35)*, 48.69, 58.85, (115.78)*	99.8	84.27
Dia-M	41.92, 49.21, 60.52, (115.62)*	99.7	82.55
Dia-S	40.01, 49.09, 58.01, (112.89)*	99.8	80.90
Sure-H	(36.67)*, 49.06, 57.91,	99.9	74.16
Sure-Hv	(37.07)*, 48.83, 56.31,	99.8	75.01
Sure-S	40.04, 49.85, 59.33,	99.7	68.99

*Data in parentheses showed very small endothermic peaks.

모든 제품은 원통형 펠렛 형태(직경 2.75-2.95 mm, 길이 14-17 mm)로 제공되며, 상온에서 보관한 후 별도의 처리 과정 없이 분석에 사용하였다.

2. 시차주사열량분석

시차주사열량분석은 시차주사열량측정기(differential scanning calorimeter: DSC, VP-DSC Q1000, TA Instrument, USA)를 사용하여 평가하였다. 시료의 분해를 막기 위하여 질소 분위기 하에서 측정하였으며, 5.00±0.5 mg의 시료를 10°C/min의 속도로 승온하는 동안 변화된 흡열 또는 발열반응 피크를 분석하였다.

3. 열중량분석

열중량분석은 열중량분석기(thermogravimetric analyzer: TGA, STARe SW8.10, Mettler-Toledo, USA)를 사용하여 평가하였다. 질소 분위기 하에서 측정하였으며, 5.00±0.5 mg의 시료를 10°C/min의 속도로 600°C까지 승온하는 동안 변화된 무게의 변화를 평가하였다.

4. 트리거 압출저항력 시험

트리거 압출저항력(resistance against trigger squeezing motion)은 가열된 거타퍼차의 연화정도를 평가하기 위해 가열주입기(injection gun)의 트리거를 당길 때 작용하는 저항력으로 정의하고, 이를 전자저울을 이용하여 간접적으로 측정하였다. 가열주입기는 Obtura 시스템(Obtura injection system, Obtura Spartan, Fenton, MO, USA)을 모든 재료에 대해 동일하게 사용하였다. 실버니들(23G; 직경 0.60 mm)이 장착된 가열주입기에 거타퍼차 바를 장전 후 60초 동안 재료를 설정온도(160°C, 180°C, 200°C)에서

유지시킨 다음, 전자저울(AND KB-5000, A&D Co. LTD., Korea)의 중앙부위에 주입기를 위치시키고 트리거의 뒷부분에 힘을 가하여 연화된 재료를 압출하였고, 이 때 저울에 가해진 힘을 측정하였다. 모든 재료에 대한 압출저항력은 동일한 조작자에 의해 각 실험조건에 대해 2회 반복 측정하였다.

결 과

전형적인 시차주사열용량분석 곡선과 열중량분석 곡선을 각각 Figure 1과 Figure 2에 나타내었고, 그 주요 결과를 Table 2에 나타내었다. 시차주사열용량분석에서는 모든 제품이 35-65°C에서 흡열구간을 보이며, 이 구간에서 3개의 흡열피크를 보였다. 각 피크의 최대 흡열온도는 각각 36.35-41.92°C, 48.69-49.85°C와 53.18-60.52°C로 제품에 따라 약간의 온도 차이를 보였다.

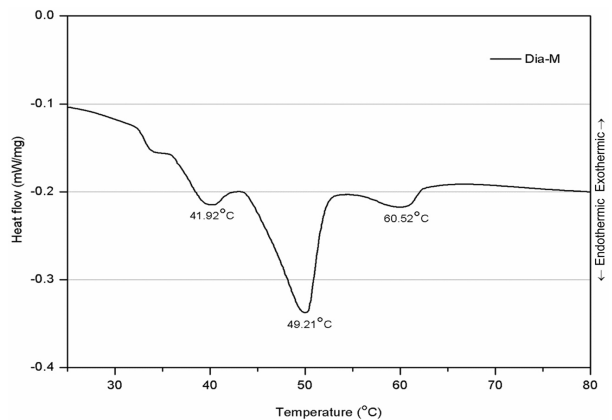


Figure 1. DSC plot showing two typical endothermic peaks at 49.21°C and 60.52°C, which correspond to the phase transformation temperatures of “β to α” and “α to amorphous” transformation (Dia-M).

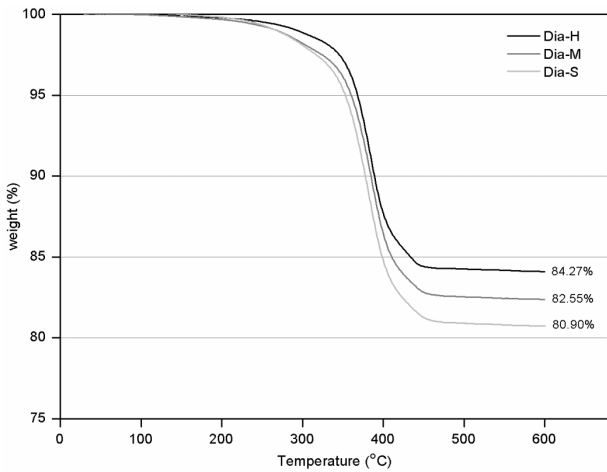


Figure 2. Thermogravimetric analysis determining the weight loss (organic fraction) during the heat cycle (Dia-H, Dia-M, and Dia-S).

열중량분석 결과, Obtura를 제외한 모든 제품에서 150-200°C에서부터 무게가 감소하기 시작하였으며, 모든 제품이 300-450°C 사이에서 유기성분의 소실로 급격한 중량감소가 관찰된 후, 500±10°C 이상의 온도에서는 더 이상의 중량감소를 보이지 않았다. 감소된 중량비는 제품에 따라 초기 중량에 비해 200°C에서 0.0-0.4%, 600°C에서 15.73-33.02% 감소하였다. 600°C에서 B&L-H, Dia-H, Sure-H의 잔유물 중량비(weight% of residue)가 각 제품의 연질형인 B&L-S, Dia-S, Sure-S에 비해 높은 값을 보였다.

트리거를 당겨서 재료를 압출하는 동안 발생하는 트리거 압출저항력은 측정된 모든 가열온도(160°C, 180°C, 200°C)에서 Obtura가 최대, Beefill이 최소값을 보였다. B&L-H, Dia-H, Sure-H의 트리거 압출저항력이 각 제품의 연질형인 B&L-S, Dia-S, Sure-S에 비해 높은 값을 나타냈다. 제품의 유형이 각각 세가지로 분류된 B&L, Dia, Sure

의 경우, 연질(soft-type)재료의 권장가열온도인 160°C에서와, 경질(hard-type)재료의 권장가열온도인 200°C에서의 트리거 압출저항력의 평균값은 2400-3050 g·f 범위의 값을 보였다.

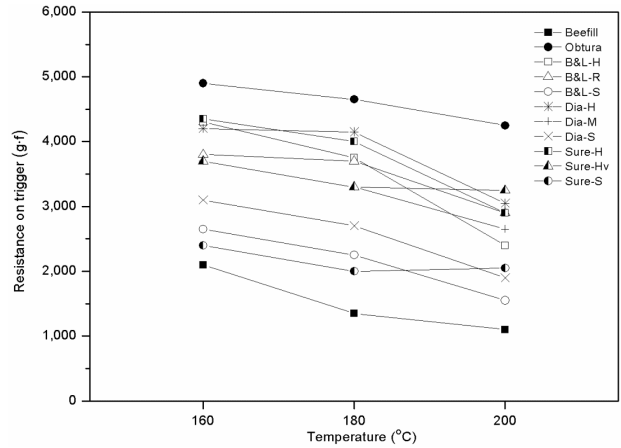


Figure 3. Comparison of the resistance force of the tested thermoplastic obturating materials against squeezing motion of the trigger (Obtura injection gun) at 160°C, 180°C, and 200°C

고찰

시차주사열용량분석에서 거타퍼차 재료가 상변화, 용융, 분해되는 양상은 특정 온도 구간에서 나타나는 흡열피크로 확인할 수 있으며, 이를 통해 여러 제품 간의 상전이 구간과 열안정성의 차이를 비교할 수 있다. 시차주사열용량 측정결과, 모든 제품의 경우 35-65°C구간에서 주된 흡열피크들을 보였다. 또한, Sure 제품군을 제외한 모든 제품에서 110~120°C 구간에서 약한 흡열피크를 보였다

Table 3. Comparison of the resistance of the tested thermoplastic obturating materials against squeezing motion of the trigger (Obtura injection gun) at injection gun setting of 160°C, 180°C, and 200°C

Groups	Mean (SD) values of resistance (g·f) against trigger squeezing motion		
	160°C	180°C	200°C
Beefill	2,100 (141)	1,350 (71)	1,100 (141)
Obtura	4,900 (0)	4,650 (212)	4,250 (71)
B&L-H	4,300 (141)	3,750 (71)	2,400 (141)
B&L-R	3,800 (141)	3,700 (141)	2,900 (141)
B&L-S	2,650 (71)	2,250 (71)	1,550 (71)
Dia-H	4,200 (282)	4,150 (212)	3,050 (71)
Dia-M	3,700 (141)	3,300 (0)	2,650 (71)
Dia-S	3,100 (0)	2,700 (141)	1,900 (141)
Sure-H	4,350 (71)	4,000 (0)	2,900 (141)
Sure-Hv	3,700 (141)	3,300 (0)	3,250 (71)
Sure-S	2,400 (141)	2,000 (141)	2,050 (71)

(Table 2). Figure 1에서 가장 낮은 온도(41.92°C)에서 관찰되는 흡열피크는 소량 첨가된 유기성분 중 왁스와 저분자량 레진 등의 첨가제의 용융에 기인한 흡열피크로 생각되며(Tsukada 등, 2004; Miner 등, 2006), 35~65°C 구간에서 나타난 흡열피크 중 나머지 2개의 피크(49.21°C, 60.52°C)는 베타상 거타퍼차의 주성분인 trans-1,4-polyisoprene의 두 번의 상변화 과정, 즉 베타-알파 상전이와 알파-무정형(amorphous) 상전이에 기인한 피크임을 알 수 있다. 베타상의 거타퍼차는 46~52°C 정도의 온도에서 알파상으로 변환이 되고, 56~62°C 온도에서는 결정구조가 무정형의 용융상태로 변환됨을 보고한 기존의 연구 결과들과 일치함을 알 수 있었다(Schilder 등, 1974a; Maniglia-Ferreira 등, 2007; Maniglia-Ferreira 등, 2013). 본 연구에서 사용된 제품 중 B&L, Dia와 Sure의 경우 각각 3종류의 점도유형을 가짐에도 불구하고, 모든 유형의 제품들에서 40~60°C 구간에서 상변화 양상을 보였다. 실제 이러한 상변화는 거타퍼차 고분자의 분자량, 분자량분포 또는 결정화도(degree of crystallinity)에 따라 조금씩 다른 양상을 보일 수 있다고 알려져 있어(Schilder 등, 1974b), 이들 제품을 구성하는 성분 내에서 거타퍼차 고분자 성분의 화학적 환경은 상당히 유사함을 알 수 있었다. 하지만 다른 성분에서 기인한 피크의 위치가 중첩되어 나타날 수 있고, 피크의 크기도 왁스나 레진과 같은 유기 첨가물이나 불순물에 의해 영향을 받으므로 거타퍼차와 같은 유무기 복합체의 피크해석에 특별한 주의가 필요하다(Schilder 등, 1974a). 이러한 시차주사열용량분석 결과는 실제 근관치료에서 열연화 거타퍼차를 사용할 때 40~60°C 부근에서 결정상에서 무정형상으로의 변화에 따른 거타퍼차의 연화로 인해 유동성이 급격히 증가하는 현상을 설명해 주며, 이렇게 증가한 유동성을 이용해 거타퍼차 충전재료를 주입기에서 압출하여 근관의 충전과 밀폐를 가능하게 한다. Schilder 등 (1985)에 따르면 열가소성 거타퍼차를 연화시키고 근관충전에 이용하기 위해서는 최소 64°C 이상 가열하여야 한다고 보고하였다. 하지만, 가열된 거타퍼차가 냉각하면서 상전이에 따른 부피감소가 필연적으로 발생하므로 거타퍼차의 주입과정(backfilling)과 응축과정(condensation) 시 발생한 수축을 보상하기 위해서는 상전이가 나타나는 온도구간에서 일정 시간 동안 압박을 유지할 필요가 있음이 보고되었다(Cohen 등, 2007). 110~120°C 근처의 약한 흡열피크는 거타퍼차 성분의 열분해 과정에서 기인한 피크로 알려져 있다(Cheng 등, 2014). Merck Index에 따르면 순수한 거타퍼차의 경우 100°C에서 부분적으로 분해가 시작된다고 알려져 있으며(Budavari 등 1996), 근관치료에 사용되는 거타퍼차의 경

우, 통상 100~130°C에서 trans-1,4-polyisoprene의 주사슬에서 과산화물(peroxides)이나 휘발성 저분자량 물질로의 비가역적인 변화가 시작된다고 보고되고 있다(Friedman 등, 1977; Maniglia-Ferreira 등, 2008; Ferrante 등, 2011; Cheng 등, 2014). 이러한 변화는 중량 및 부피 감소와 함께 빈 공간을 형성하여 충전재료와 근관 표면과의 밀폐(sealing) 성능을 저하시키고 재감염 가능성을 증가시킬 수 있어 주의가 필요하다(Maniglia-Ferreira 등, 2008). 따라서, 본 연구에 사용되는 모든 재료들은 일반적으로 160~200°C로 가열하여 사용하므로, 재료의 불필요한 과열을 피하고 가능한 가열유지시간을 짧게 할 필요가 있다. 또한, 성분의 휘발로 인해 발생하는 빈 공간을 제거하기 위한 적절한 가압다짐(compaction) 과정이 필수적이다. 열중량분석결과를 Table 2에 나타내었고, 전형적인 중량감소 곡선을 Figure 3에 나타내었다. 온도 상승에 따른 중량감소, 즉 열분해 양상을 확인한 결과, 제품에 따라 150~200°C에서부터 중량이 감소하기 시작하였으며, 대부분의 제품들이 300~450°C 사이에서 유기성분의 구성물들이 급격히 소실되고 500±10°C에서 더 이상의 중량변화를 보이지 않아 무기성분의 구성물이 잔류물로 남음을 알 수 있다(Figure 3). 선행연구자의 연구에서도 열중량분석 시 잔류물의 함량이 화학적 성분분석 방법(chemical assay)으로 평가된 거타퍼차 근관충전재료의 무기성분 함량과 거의 일치하는 결과를 보임을 확인할 수 있었다(Maniglia-Ferreira 등, 2013). 열중량분석에서 온도증가에 따른 중량감소는 재료 내 구성성분의 분해와 직접적으로 관련이 있으며(Cheng 등, 2014), 시차주사열용량분석결과 100°C 이상에서 몇몇 재료들에서 관찰된 흡열피크와 함께 각 재료들의 열안정성을 평가할 수 있었다(Table 2). 대부분의 제품에서 200°C까지는 중량이 초기의 0.5% 이내에서 감소되었는데, 이는 미량 유기물의 분해 또는 수분 등 저분자체의 증발로 인한 중량감소에 의한 것으로 사료되며, 이러한 결과는 열중량분석에서 승온속도가 분당 10°C이었고 거타퍼차의 분해가 시작되는 온도로 알려진 100°C 이상에서 10분간 노출되었음을 고려하면(Budavari 등, 1996), 모든 제품들이 우수한 열안정성을 갖고 있음을 보여준다. 하지만, 열에 의한 구성성분의 변성이 분해 생성물의 증발로 인한 직접적인 중량감소로 나타나지 않을 수도 있기 때문에, 이들 분해온도 이상에서는 장시간 또는 반복적으로 노출되지 않도록 주의가 필요하다(Ferrante 등, 2011).

최종 잔류물의 중량비를 비교한 결과, Dia 제품 3종은 다른 제품들의 잔류물 중량비(66.98~77.78%)에 비해 모든 유형에서 높은 필러 함량(80.90~84.27%)을 보였으며, Dia-H, Dia-M, Dia-S의 순으로 약 1.5~2% 정도씩 감소하는 양상

을 보였다(Figure 2). 고점도군 제품으로 알려진 Obtura, B&L-H, Sure-H의 최종 잔류량(74.16-77.78%)이 저점도군 제품인 Beefill, B&L-S, Sure-S의 경우(66.98-68.99%)에 비해 5% 이상 높은 차이를 보였다. 반면 B&L-H와 B&L-R 간에, 또 Sure-H와 Sure-Hv간의 잔류량 차이는 1% 이내로 비슷한 함량이었다. 최종 잔류물 중량비 비교에 의해 알 수 있는 제품 내 필러와 같은 무기성분의 함량의 차이는 거타퍼차 용융물의 점도 및 가소성과 같은 열적-기계적 거동에 큰 영향을 미치는 것으로 보고되고 있으며(Marciano 등, 1992; Maniglia-Ferreira 등, 2007; Karabucak 등, 2008), 또한 무기성분의 크기와 형상에 의해서도 영향을 받는다고 알려져 있다(Maniglia-Ferreira 등, 2013). 통상 무기성분의 함량이 높은 재료일수록 용융물의 흐름성이 제한을 받아 점성이 높아진다고 알려져 있다. 이러한 열중량분석결과는 임상적으로 제품의 무기필러 함량에 기인한 점성의 차이에 따라 다양한 근관계 형태에 따라 선택적으로 적용할 수 있음을 설명해 준다(Glickman, 2001). 근관충전 시 상대적으로 높은 무기물 함량의 Obtura, B&L-H, Sure-H 제품은 가열 시 높은 점도와 함께 낮은 흐름특성을 보이며 비교적 넓은 근관의 충전에 유리할 것으로 사료된다. 반면에 낮은 무기물 함량을 보이는 Beefill, B&L-S, Sure-S 제품 경우에는 용융 시 낮은 점도와 함께 높은 흐름성을 보이며 좁은 근관이나 심하게 만곡된 근관의 충전에 보다 효과적으로 사용될 수 있을 것이다.

근관충전재료를 정해진 가열온도에서 가열하여 적절한 점도로 연화한 후, 주입기를 통해 압출할 때의 트리거에 가해지는 저항력을 측정된 결과를 Table 3과 Figure 3에 나타내었다. 이를 통해 가열설정온도에 따른 제품의 흐름성의 차이를 비교할 수 있다. 주입기의 니들을 통해 사출되는 동안 재료에 가해지는 압출저항력은 동일한 측정조건에서 재료의 점도에 따라 달라지며, 높은 점도, 즉 낮은 흐름성의 재료일수록 주입기에 가해지는 주입력이 높아지게 된다.

모든 재료에 대한 온도에 따른 차이를 보면, 200℃에서의 압출저항력은 160℃에서 측정된 값보다 약 1.1~2.0배 감소하였다. 이는 모든 재료가 160℃보다 200℃에서 흐름성이 증가하여 기계적인 저항특성이 감소함에서 기인한 결과로 사료된다. Obtura의 경우 모든 실험온도 조건에서 가장 높은 압출저항력을 보였으며, 반면 Beefill이 가장 낮은 값을 보였다. 점도유형이 분류된 제품의 경우, 상대적으로 높은 무기함량을 보인 B&L-H, Dia-H, Sure-H 등 각각의 고점도 제품군에 대한 결과가 B&L-S, Dia-H, Sure-S 등의 저점도 제품군에 비해 각각 높은 압출저항력을 보여, 제품군들의 무기물 함량비를 보여준 열중량분석

결과와 일치하는 결과를 보였다. 이는 다른 연구자들의 거타퍼차의 열적-기계적 특성을 분석한 결과와도 비슷한 양상을 보였다(Tsukada 등, 2004; Chang 등, 2011).

열중량분석과 트리거 압출저항력 시험결과를 통해 알 수 있듯이, 치과용 열가소성 거타퍼차 재료처럼 높은 함량의 무기성분이 함유된 재료에서는 무기성분이 용융된 거타퍼차의 흐름성을 방해하기 때문에, 시차주사열용량분석을 통해 확인된 용융점(T_m) 이상의 온도에서도 순수한 가소성 고분자에서와 같은 충분한 흐름성은 보이지 않고 일종의 페이스트(paste)상태를 유지한다(Friedman 등, 1977). 따라서 임상적용에 필요한 충분한 흐름성을 제공해주기 위해서는 유기성분의 용융온도보다 높은 온도로의 열연화 과정이 필요하게 되며, 제조사는 일반적으로 연질형의 저점도 재료에 대해서는 150-160℃, 경질형의 고점도 재료에 대해서는 180-200℃의 온도로 가열하도록 권장하며, 충전할 근관의 구조와 시술자의 시술 선호도에 따라 최적의 조작온도가 결정된다. 이때 재료의 흐름성이 적절한 수준이상으로 높으면 근관충전 시 과충전(overfilling)되거나 낮은 점성으로 인해 수직가압과정이 용이하지 않게 된다. 반면에 흐름성이 지나치게 낮으면 근관 내의 복잡하고 미세한 공간 내로의 3차원적인 충전과 밀폐가 어렵고 트리거의 압출저항력이 증가하여 술자의 손에 대한 피로감이 증가하게 된다. 실제 근관치료 실패의 약 60%가 불완전한 근관충전에 기인하며, 과충전 및 미충전 등의 불량한 근관충전이 결과적으로 치근단 누출(apical leakage)을 야기하기 때문이다(Dow 등, 1955; Beatty 등, 1986; Song 등, 2011).

B&L, Dia, Sure제품의 경우 점도유형에 따라 각각 제조사에서 권장한 주입기 가열온도에서 측정된 압출저항력이 2-3 kg·f 범위 내에서 관찰되었다. 이와 같은 결과는 열연화주입법에 의한 근관충전에 사용되는 제품들의 가열온도를 결정하는데 도움이 될 수 있을 것으로 사료된다.

결론

열가소성 거타퍼차 근관충전재료를 열특성과 열연화 주입기의 조작특성에 대한 연구를 통하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 시차주사열용량분석결과, 모든 제품이 35-65℃ 구간에서 전형적인 베타상 거타퍼차의 상변화에 의한 흡열 반응을 보였다. Sure 제품군을 제외한 모든 실험군의 경우 110-120℃ 구간에서 약한 흡열피크를 보이며

미량의 열분해가 있음을 알 수 있었다.

- 열중량분석결과, 모든 제품이 200℃까지 가열 시 0.5% 이내의 무게감소를 보이며 우수한 열안정성을 보였다. 최종 잔류물 함량비는 Obtura, B&L-H, Sure-H의 경우 Beefill, B&L-S, Sure-S에 비해 높아, 제품 내 무기성분의 함량비는 제조사에서 분류한 점도등급과 관련성이 있음을 알 수 있었다.
- 트리거 압출저항력은 동일한 연화온도 조건에서 Obtura가 최대, Beefill이 최소의 값을 보였고, Dia-H, B&L-H, Sure-H제품이 각각의 연질 유형군인 Dia-S, B&L-S, Sure-S제품에 비해 높은 압출저항력을 보였고, 이러한 결과는 열중량분석결과와 관련이 있는 경향을 보였다.

이상의 결과를 통해 열연화주입법에 의한 근관충전에 사용되는 여러 제품들의 열특성 평가결과는 열가소성 근관충전 재료의 임상적용 조건 중의 하나인 주입기의 온도 설정에 따른 연화특성과의 관계를 설명해 주며, 각 임상 조건에 적절한 재료와 가열온도를 결정하는데 도움이 될 수 있을 것으로 사료된다.

참고 문헌

- Beatty R, Vertucci F, Zakariasen K (1986). Apical sealing efficacy of endodontic obturation techniques. *Int Endod J*, 19:237-241.
- Brosco VH, Bernardineli N, Moraes IGd(2003). "In vitro" evaluation of the apical sealing of root canals obturated with different techniques. *J Appl Oral Sci*, 11:181-185.
- Budavari S, O'neil M, Smith A, Heckelman P, Kinneary J (1996). The merck index, an encyclopedia of chemicals, drugs, and biological, 12th edition, New Jersey: Merk Research Laboratories, pp. 7370-7371.
- Chang J, Baek S-H, Lee I-B (2011). Rheological characterization of thermoplasticized injectable gutta percha and resilon. *J Korean Acad Conserv Dent*, 36: 377-384.
- Cheng YA, Huang SH, Hsien HC, Chiang YC, Lin CP (2014). Influence of cyclic heating on physical property and biocompatibility of α -and β -form gutta-percha. *J Formos Med Assoc*, 113:498-505.
- Dow PR, Ingle JI (1955). Isotope determination of root canal failure. *Oral Surg Oral Med, Oral Pathol*, 8: 1100-1104.
- ElDeeb ME (1985). The sealing ability of injection-molded thermoplasticized gutta-percha. *J Endod*, 11:84-86.
- Eriksson A, Albrektsson T (1983). Temperature threshold levels for heat-induced bone tissue injury: a vital-microscopic study in the rabbit. *J Prosthet Dent*, 50:101-107.
- Ferrante MP, Trentini P, Croce F, Petrini M, Spoto G (2011). Thermal analysis of commercial gutta-percha. *J Therm Anal Calorim*, 103:563-567
- Friedman CE, Sandrik JL, Heuer MA, Rapp GW (1977). Composition and physical properties of gutta-percha endodontic filling materials. *J Endod*, 3:304-308.
- Glickman GN (2001). Injectable thermoplasticized gutta-percha systems. *Pract Proced Aesthet Dent*, 13: 477-482.
- Gutmann JL, Saunders WP, Saunders EM, Nguyen L (1993). A assessment of the plastic thermafil obturation technique. Part 1. Radiographic evaluation of adaptation and placement. *Int Endod J*, 26:173-178.
- Karabucak B, Kim A, Chen V, Iqbal MK (2008). The comparison of gutta-percha and resilon penetration into lateral canals with different thermoplastic delivery systems. *J Endod*, 34:847-849.
- Li Peng LY, Hong Tan, Xuedong Zhou (2007). Outcome of root canal obturation by warm gutta-percha versus cold lateral condensation: a meta-analysis. *J Endod*, 33:106-109.
- Maniglia-Ferreira C, Bonecker G, Silva JB, Jr., de Paula RC, Feitosa JP, Souza-Filho FJ (2008). Degradation of trans-polyisoprene after root filling with thermoplasticized techniques. *Int Endod J*, 41:296-302.
- Maniglia-Ferreira C, Gurgel-Filho ED, Silva-Jr JB, Paula RC, Feitosa JP, Gomes BP, Souza-Filho FJ (2007). Brazilian gutta-percha points. Part II: thermal properties. *Braz Oral Res*, 21:29-34.
- Maniglia-Ferreira C, Gurgel-Filho ED, Silva JB, de Paula RC, Feitosa JP, Sousa-Filho FJ (2013). Chemical composition and thermal behavior of five brands of thermoplasticized gutta-percha. *Eur J Dent*, 7:201-206.
- Marciano J, Michalesco P, Charpentier E, Abadie MJM

- (1992). Thermomechanical analysis of dental gutta-percha. *J Endod*, 18:263-270.
- Miner MR, Berzins DW, Bahcall JK (2006). A comparison of thermal properties between gutta-percha and a synthetic polymer based root canal filling material (resilon). *J Endod*, 32:683-686.
- Saunders EM (1990). In vivo findings associated with heat generation during thermomechanical compaction of gutta-percha. Part II. Histological response to temperature elevation on the external surface of the root. *J Endod*, 23:268-274.
- Schilder H (1967). Filling root canals in three dimensions. *Dent Clin North Am*, 723-744.
- Schilder H, Goodman A, Aldrich W (1974). The thermomechanical properties of gutta-percha : II. The history and molecular chemistry of gutta-percha. *Oral Surg Oral Med, Oral Pathol*, 37:954-961.
- Schilder H, Goodman A, Aldrich W (1974). The thermomechanical properties of gutta-percha : III. Determination of phase transition temperatures for gutta-percha. *Oral Surg Oral Med, Oral Pathol*, 38:109-114.
- Schilder H, Goodman A, Aldrich W (1985). The thermomechanical properties of gutta-percha. Part V. Volume changes in bulk gutta-percha as a function of temperature and its relationship to molecular phase transformation. *Oral Surg Oral Med, Oral Pathol*, 59:285-296.
- Song M Kim H, Lee W, Kim E (2011). Analysis of the cause of failure in nonsurgical endodontic treatment by microscopic inspection during endodontic microsurgery. *J Endod*, 37:1516-1519.
- Tsukada G, Tanaka T, Torii M, Inoue K (2004). Shear modulus and thermal properties of gutta percha for root canal filling. *J Oral Rehabil*, 31:1139-1144.