

Guaiacol 조성비에 따른 친수  
경화성 수산화인회석 근관충전재의  
물성의 비교

연세대학교 대학원

치 의 학 과

김 인 결

Guaiacol 조성비에 따른 친수  
경화성 수산화인회석 근관충전재의  
물성의 비교

지도 김 경 남 교수

이 논문을 박사 학위논문으로 제출함

2000년 6월 일

연세대학교 대학원

치 의 학 과

김 인 결

# 김인걸의 박사 학위논문을 인준함

심사위원\_\_\_\_\_인

심사위원\_\_\_\_\_인

심사위원\_\_\_\_\_인

심사위원\_\_\_\_\_인

심사위원\_\_\_\_\_인

연세대학교 대학원

2000년 6월 일

## 감사의 글

본 논문을 완성함에 있어 시종 지도 편달하여 주신 김경남 지도교수님께 충심으로 감사드리며, 근관충전재 개발의 기획과 미세누출 실험에 지도편달을 주신 이승중 교수님, 물성검사에 지도편달을 주신 김광만 교수님, 논문완성에 많은 조언을 주신 배현경 교수님, 이용근 교수님께 깊은 감사의 말씀을 올립니다. 아울러 본 연구의 주성분이 되는 수산화인회석과 관련된 자료와 조언을 주신 한국자원연구소 김문영 박사님과 실험을 도와주신 치과재료학 교실원 여러분, 그리고 통계처리와 세포독성 실험을 도와주신 이상배 선생님께 진심으로 감사를 드립니다.

논문을 준비하는 동안 항상 사랑과 격려를 주신 가족 모두와 김건미, 서정예 간호사에게도 감사의 마음을 전합니다.

2000년 6월

김인걸 드림

# 목 차

그림 및 표 목차 .....	iii
국문요약 .....	iv
<b>I. 서론</b> .....	<b>1</b>
<b>II. 연구재료 및 방법</b> .....	<b>5</b>
가. 연구재료 .....	5
나. 연구방법 .....	5
1. 경화시간 .....	6
2. 압축강도 .....	6
3. 흐름도 .....	6
4. 피막도 .....	7
5. 방사선 불투과성 .....	7
6. 용해도 .....	7
7. 세포독성 시험 .....	8
8. 치근단 미세누출 시험 .....	8
다. 통계처리 .....	9
<b>III. 연구성적</b> .....	<b>10</b>
가. 경화시간 .....	10
나. 압축강도 .....	11
다. 흐름도 .....	11
라. 피막도 .....	12

마. 방사선 불투과성 .....	13
바. 용해도 .....	14
사. 세포독성 시험 .....	14
아. 치근단 미세누출 시험 .....	15
<b>IV. 총괄 및 고찰 .....</b>	<b>17</b>
<b>V. 결론 .....</b>	<b>25</b>
참고문헌 .....	27
영문요약 .....	31

## 그림 및 표 목차

Fig. 1. The graph of setting time on hydroxyapatite root canal sealers···	11
Fig. 2. The graph of compressive strength on hydroxyapatite root canal sealers ···········	11
Fig. 3. The graph of flow on hydroxyapatite root canal sealers ·········	12
Fig. 4. The graph of film thickness on hydroxyapatite root canal sealers·	13
Fig. 5. The graph of radiopacity on hydroxyapatite root canal sealers ···	13
Fig. 6. The graph of solubility on hydroxyapatite root canal sealers ····	14
Fig. 7. The graph of cytotoxicity on hydroxyapatite root canal sealers ··	15
Fig. 8. The graph of apical leakage on hydroxyapatite root canal sealers·	15
Fig. 9. Stereomicroscopic view of apical leakage test. a;Exp 1, b;Exp 2, c;Cont ···········	16
Table 1. The components of experimental root canal sealer ··········	5
Table 2. The mean and standard deviations of hydrophilic settable hydroxyapatite root canal sealers ···········	10

## Guaiacol 조성비에 따른 친수 경화성 수산화인회석 근관충전제의 물성의 비교

치근천공시 비외과적인 치료방법으로 사용되는 근관충전제는 과충전에 의한 치주 재부착의 장애를 막고 천공부의 백악질 형성을 유도하기 위해서 수복재료를 피복하기 전에 internal matrix 층을 형성할 필요가 있다. 천공된 치근단의 폐쇄를 유도할 목적으로 지금까지 사용되어 온 수산화인회석 근관충전제는 생체친화성과 물리적 성질이 우수하고 습윤한 조건에서도 경화가 일어나지만 임상에서는 조작성과 유지력(retention) 등 물리적 성질의 개선이 필요하다. 따라서 본 연구에서는 수산화인회석, 산화마그네슘, 차탄산비스무스가 무게비 5:3:2인 분말과, guaiacol과 rosin의 무게비 1:0.4(Exp 1군)와 1:0.5(Exp 2군)인 액으로 구성된 실험적 근관충전제를 조제하였다. 대조군으로 Finapec® APC(Kyocera Co., Kyoto, Japan)를 선택하였고 혼합비율은 액/분말=0.5 ml/1g로 시험군과 동일하게 하였다. 국제표준(ISO) 규격 6876, 3107, 7405에 준하여 경화시간, 압축강도, 흐름도, 피막도, 방사선 불투과성, 용해도, 세포독성검사, 치근단 미세누출을 측정하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 모든 시험군의 경화시간은 대조군보다 유의성 있게 짧았으며( $P < 0.05$ ), rosin은 경화시간을 연장시켰다( $P < 0.05$ ).
2. 시험군의 압축강도는 대조군보다 유의성 있게 높았으며( $P < 0.05$ ), Exp 1군과 Exp 2군간에는 유의성이 있는 차이가 없었다( $P > 0.05$ ).
3. 모든 시험군과 대조군의 흐름도는 유의성이 있는 차이가 없었다( $P > 0.05$ ).
4. 모든 시험군의 피막도는 대조군보다 유의성 있게 크게 나타났다( $P < 0.05$ ).
5. Exp 1군은 충분한 방사선 불투과성을 나타냈으나, Exp 2군과 대조군은 불충분하게 나타났다.



6. 모든 시험군과 대조군의 용해도는 낮은 값을 나타냈다.
7. Exp 1군과 대조군의 세포독성은 중등도, 그리고 Exp 2군은 고등도를 각각 나타냈다.
8. 치근단 미세누출 시험에서 모든 시험군의 밀폐능력은 대조군보다 좋았으며 ( $P < 0.05$ ), Exp 1군과 Exp 2군은 유의성이 있는 차이가 없었다( $P > 0.05$ ).

이상의 결과로 guaiacol은 습윤상태에서 경화할 수 있는 친수 경화성 수산화 인회석 근관충전재에서 중요한 역할을 하며 rosin과의 비율을 조절하면 우수한 물성을 가질 것으로 생각되었다.

---

핵심되는 말: 수산화인회석, 천공, 근관충전재, 기계적 성질, 세포독성, 치근단 미세누출.

# Guaiacol 조성비에 따른 친수 경화성 수산화인회석 근관충전재의 물성의 비교

연세대학교 대학원 치의학과

(지도 김 경 남 교수)

김 인 결

## I. 서론

근관치료의 주된 실패는 치근천공, 불완전한 근관충전 그리고 과충전으로 일어난다. 치근천공은 의인성, 치아우식증, 치근흡수 등으로 치근관이 치주조직이나 구강으로 인공 개방되는 것을 의미한다. 분지부(furcation)와 치근단 부위의 천공은 내부 및 외부의 치근흡수, 치수강저 부위의 우식성 병소, post나 pin 형성 또는 제거할 때, 잘못된 치수강 개방이나 석회화된 근관 위치를 찾을 때, 그리고 근관치료 기구의 조작미숙으로 일어난다. 이렇게 치근이 천공되는 발생빈도는 post에 의해 53% 그리고 근관치료와 관련되어 47% 일어난다. 그중 근관치료와 관련해서는 석회화된 근관의 개방시도로 42%, 기구조작 중에 35%, 그리고 석회화된 근관의 위치를 찾는데 23%가 일어난다<sup>9)</sup>.

천공부를 수복(repair)하는 목적은 상아질 결손부를 밀폐시켜 치주부착부를 재생 또는 유지시키는 것이다. 이는 예방 및 즉각 밀폐가 가장 좋은 치료방법이고, 외과적인 방법과 외과적 접근이 어려운 경우에 수복재료를 사용하는 비외과적인 방법이 있다. 비외과적인 방법으로는 gutta-percha, 산화아연-유지놀 시멘트, 아말감, 글라스아이오노머 시멘트, composite resin 등과 같은 수복재료가 사용되고 있다. 그러나 이러한 재료들을 사용한다 하더라도 충전의 기술적인 문제로 인하여 조직 치유의 장애가 일어날 수 있다. 과충전을 막고 백악질 형성을 유도하기 위해

수복재료를 피복하기 전에 internal matrix 층을 형성할 필요가 있다<sup>9,19)</sup>. 이를 위해 지금까지 indium foil, 탈회냉동건조골(DFDB), 수산화칼슘, Polytetrafluoro-ethylene(Teflon) membranes, 인산칼슘계의 수산화인회석(hydroxyapatite)과 인산 제 3칼슘(tricalcium phosphate), 콜라겐, 황산칼슘, 상아질삭편 및 mineral trioxide aggregate(MTA)의 사용이 시도되었고, 그밖에 티타늄, 탄탈 등이 동물 및 인체에서 실험적으로 응용되고 있다. internal matrix 층을 형성하는 근관충전재는 완전한 밀폐능력, 비흡수성과 생체친화성의 겸비, 출혈에 의한 오염을 피할 수 있고, 과충전이나 저충전을 막을 수 있으며, 취급의 용이함, 낮은 세포독성, 저렴한 가격 등의 조건을 요구하고 있다. 그러나 지금까지 모든 술식은 한정된 성공을 나타내고 있으며 이상적인 수복이나 이식(graft)재료 역시 개발되지 못하고 있다.

한편 수산화인회석  $[Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2]$ 은 1971년 Monroe 등<sup>22)</sup>이 임플란트 용도로 치과계에 소개한 이래, 경조직 대체재료 및 각종 치과용 제품의 원료로 주목을 받고 있다. 구강외과와 치주영역에서는 치과용 임플란트의 피복, 골 이식, 치면세마제, 치조용선 회복, 치조골 결손부의 형성재료, 치과보존영역에서는 치수복조재, 천공부위의 수복, 근관충전재로 사용되고 있으며 정형외과에서는 인공골로 응용되고 있다.

Kato 등<sup>18)</sup>은 골내 매식실험에서 수산화인회석이 신생골과 직접 접촉되는 것을 보고하였고, Morikawa 등<sup>23)</sup>은 형태적 및 생화학적 반응으로 우수한 생체친화성을 보고하였으며, Pissiotis 등<sup>27)</sup>은 16주 이상의 하악골에서, Callis 등<sup>7)</sup>은 180일째 피하조직에서 흡수되지 않는 것을 관찰하였다.

입경차이에 따라 치근이개 천공부위를 수복한 동물실험에서, Hinoide 등<sup>14)</sup>은 48주째 5~10  $\mu$ m군에서 그리고 Sawada 등<sup>29)</sup>은 3개월째 10  $\mu$ m보다 100~250  $\mu$ m군에서 치조골 결손부의 골 재생의 촉진과 조직반응을 관찰하였다. 그러나 Balla 등<sup>4)</sup>은 치근 분지부위의 천공치료에서 경조직 형성이 없고 염증이 있는 불량한 조직반응으로 완전히 치유가 되지 않아 수복재가 부적절하게 밀폐되는 소견을 보고하였다. 임상연구로는 Roane 등<sup>28)</sup>은 아말감과 Periograf(Cook-Waite, New York, USA)를 수복(repair)재료로 사용하여 graft 유지와 조직의 재부착에 관한 21개월

째 임상성공 1증례를 보고하였고 Lemon<sup>19)</sup>은 Periograf와 Calcite(Calcitek, California, USA)를 사용한 3증례를 보고하여 수복술식의 성공적인 사용 가능성을 보여주었다.

지금까지 수산화인회석을 주성분으로 하는 근관충전재의 조작성과 유지력(retention) 등의 물리적 성질을 개선시키려는 시도가 계속되어 왔다. Yoshida 등<sup>36)</sup>은 수산화인회석을 단독사용한 치근단 미세누출 시험에서 근관벽 전체에 색소가 투과되는 것을 관찰하였다. 그래서 Callis 등<sup>7)</sup>은 collagen gel, 인산칼슘, 수산화인회석 등을 사용하여 치근단 주위조직의 골침착을 유도하였고, Pissiotis 등<sup>27)</sup>은 수산화인회석에 collagen을 첨가하여 혼합조작과 유지력을 개선시켰다. Owadally 등<sup>26)</sup>은 IRM에 수산화인회석 첨가량의 차이가 있어도 항균작용과 세포독성은 유의성이 없었고 대조군 IRM에 비해 작업시간, 경화시간, 압축강도, 분해율 등 물리적 성질은 저하되었으나 임상적 유의성은 없는 것으로 보고하였다<sup>25)</sup>. Bilginer 등<sup>6)</sup>은 TCP에 수산화인회석을 혼합하여 쥐 피하조직에 매식시킨 뒤 우수한 생체친화성 및 치근단 누수는 첨가량과 무관함을 관찰하였다. 이 등<sup>1)</sup>은 Finapec® APC 근관충전재에 황산칼슘 분말을 섞어 용해도, 압축강도, 변연누수검사, 동물실험 등을 시행한 바 더 양호한 물성 및 치주조직 반응과 약간 감소된 변연부 밀폐능력을 보고하였다. Aoki<sup>3)</sup>는 산화마그네슘과 guaiacol의 경화계에 수산화인회석(1100°C, 5 μm) 분말을 첨가하여 개의 근단 천공부 주위조직에서 경조직이 형성되는 장, 단기간 조직병리학적 변화를 관찰하였다. 그리고 Gambarini 등<sup>10)</sup>은 산화아연-유지놀 실러에 수산화인회석 분말 16%가 첨가된 근관충전재 Bioseal(Ogna, Laboratori Farmaceutici, Milan, Italy)을 제조하여 치근단 밀폐시험을 시행한 결과 첨가성분의 유해한 영향이 없는 것을 보고하였고, Gerosa 등<sup>11)</sup>은 2일과 3일이 제외된 1주제와, 2주제의 사람 치은 섬유아세포의 중등도 세포독성을 보고하였다.

최근 분말은 수산화인회석(45%), 산화마그네슘(20%), 차탄산비스무스(25%), 기타(10%)로 구성되고 용액은 guaiacol(50%), rosin(20%), eucalyptol oil(15%), 기타(15%)로 구성되는 근관충전재 Finapec® APC(Kyocera Co., Kyoto, Japan)가 일본에서 개발되었다. 이 재료는 1000°C전후 소성된 작은 입자크기의 수산화인회석을 주성분으로 하고 산화마그네슘과 guaiacol을 주경화제로 첨가하며, 방사선조

영제 역할을 하는 차탄산비스무스와, gutta-percha와 결합제 역할을 하는 eucalyptol oil 외에 rosin 등으로 구성된다. 中川 등<sup>37,38)</sup>은 Finapec® APC의 우수한 조직친화성과 생물학적 안정성, 적절한 경화시간, 우수한 흐름도와 경화시 적은 수축, 적당한 방사선 조영성, 낮은 세포독성, 그리고 동물 및 임상실험을 통해 합병증이나 부작용이 없는 것을 관찰하였다. Akama 등<sup>2)</sup>은 Finapec® APC에 대해 국제표준규격(ISO) 제6876호의 실험내용 외에 물흡수도, 압축강도, 경화수축, 상아 질과의 접착능력, 충전능력, 항균작용을 포함하는 12종목의 실험을 하였으며, Minagawa 등<sup>21)</sup>은 Finapec® APC의 우수한 미세누출 효과를 관찰하였다. Maseki 등<sup>20)</sup>은 쥐 복강내 과충전된 재료의 탐식과정 in vitro 연구에서 Finapec® APC의 친수성과 낮은 세포독성 및 높은 대식세포의 탐식률이 보고하였고, Kato 등<sup>18)</sup>은 Finapec® APC의 쥐 골조직 반응에서 2주에 신생골의 형성이 시작되었고 8주에는 염증없이 신생골로 채워지는 것을 관찰하였다. 그리고 Yamaguchi<sup>35)</sup>는 임상에서 96% 성공률과 32일 후 신생 경조직에 의한 근단공 밀폐를 보고하였으며, Nakagawa 등<sup>24)</sup>은 치수염 군에서 94.3% 성공률과 근관이 감염된 치주염 군에서 88% 성공률을 보고하였다.

본 연구에서는 혈액이나 조직액 등과 접촉하는 습윤한 조건의 천공된 치근단 부위를 수복할 목적으로 수산화인회석을 주성분으로 하고 산화마그네슘과 guaiacol용액을 주경화제로 구성하는 근관충전재를 제조하여 물리적 기계적 및 생물학적 특성을 연구하여 그 결과를 보고하는 바이다.

## II. 연구재료 및 방법

### 가. 연구재료

평균 입자분포 10~30  $\mu\text{m}$ 의 구형 수산화인회석, 산화마그네슘, 그리고 차탄산 비스무스를 5:3:2의 무게비로 섞은 다음 유리 용기에 담아 냉암소에 보관하여 준비하였다. 용액은 guaiacol과 rosin을 1:0.4(Exp 1군)와 1:0.5(Exp 2군)의 무게비로 각각 혼합하여 준비하였다(Table 1).

Table 1. The components of experimental root canal sealer

Component	Manufacturer
Hydroxyapatite	Taihei Chemical Industrial, Osaka, Japan
Magnesium oxide	Yakuri Pure chemicals, Osaka, Japan Test No. 20923811
Bismuth subcarbonate	Aldrich chemical, WI, USA, Lot 11022PQ
Guaiacol	Sigma-Aldrich Chemie GmbH, Steinheim, Germany Lot 17H3448
Rosin	Sigma chemical Co., Inc., MO, USA Lot 33H1149

### 나. 연구방법

Finapex® APC를 대조군(Cont)으로 선택하고 근관충전재의 혼합비율을 액/분말=0.5 ml/1g로 혼합하였다. 습근관 상태를 가상한  $37\pm 1^\circ\text{C}$  온도와 100% 습도에 서 ISO 6876<sup>(5)</sup>, 3107<sup>(6)</sup>, 7405<sup>(7)</sup> 규격 등에 준하여 다음의 실험을 하였다.

### 1. 경화시간

약 1 mm 두께의 평면 유리판 위에 내경 10 mm, 높이 2 mm stainless steel 원형 주형을 준비하고 실온에서 실험재료를 혼합하여 채웠다. 혼합시작 120±10초 후, 최소 크기 8×20×10 mm의 금속주형 위에 실험재료가 채워진 주형을 올린 뒤 37±1℃ 온도와 100% 상대습도가 유지되는 항온조로 옮겼다. 재료의 수평면에 질량 100±0.5 g, 직경 2±0.1 mm의 Gilmore 침을 수직으로 조심스럽게 하강시키는데 압흔이 육안으로 보이지 않을 때까지 반복하고 혼합시작부터 경과된 시간을 기록하였다.

### 2. 압축강도

실온에서 실험재료를 혼합 시작 1분 내에 내경 4 mm, 높이 6 mm의 split 주형에 약간 넘치게 채운 뒤 5 mm 두께의 유리판으로 압접하여 C형 조임쇠로 고정하였다. 혼합 시작 2분 내에 주형을 37±1℃ 온도와 100% 상대습도를 유지하는 항온조로 옮겼다. 1시간 후 연마지를 이용하여 시편의 양끝에 습기를 유지하면서 양끝면이 장축에 직각이 되게 연마하였다. 표면처리를 하고 주형에서 제거한 완성시편 10개를 37±1℃ 증류수에 24시간 넣어 보관한 뒤에 만능시험기(Instron 6022, U.K.)를 사용해 1.00 mm/min의 cross-head speed로 실험용 재료의 압축강도를 측정하였다.

### 3. 흐름도

혼합된 근관충전재 0.075 ml를 최소 50×50×5 mm의 유리판에 사이에 놓고 연화개시 3분 후에 2.5 kg의 하중을 가하였다. 혼합시작 10분 후 하중을 제거하고 연화반죽이 퍼지는 원판의 최고와 최저 직경을 측정하고 그 평균을 흐름도로 기록하였다.

#### 4. 피막도

접촉면적이 200 mm<sup>2</sup>되는 5 mm 두께의 유리판 2장의 두께를 측정하 뒤, 유리판 사이에 연화반죽을 넣고 연화개시 3분 후에 15 kg 하중을 가하였다. 혼합시작 10 분 후 micrometer (Mitutoyo, Japan)로 근관충전재의 피막과 유리판 2장의 전체 두께를 측정하였다. 이 두 개 값의 차를 통해 피막도를 측정하였다. 유리판 두께의 차이가 있으므로 피막도를 3번 측정하여 얻은 평균값을 재료의 피막도로 근사치 5 μm까지 기록하였다.

#### 5. 방사선 불투과성

Stainless steel 원형 주형으로 직경 10 mm, 두께 1 mm의 원판상 시편을 만들었다. 1~10 mm 범주의 두께, 99.5% 순도의 알루미늄으로 제작된 Aluminium step wedge와 시편을 speed group D의 교합필름(AGFA Dentatus M2 Comfort, Mortsels, Belgium) 위에 놓고 관전압 65kVp로 약 300 mm의 target film거리에서 0.4초간 방사선을 조사하고 노출된 필름을 현상, 고정, 건조를 하였다. 흑화도계(PDA-100, Konica, Japan)를 사용해 시편의 방사선상, step wedge의 각 계단, 그리고 완전 노출된 필름의 흑화도를 각각 측정하고 알루미늄 step wedge의 상과 비교하여 시편과 동등한 방사선 불투과성을 갖는 알루미늄의 두께를 계산하였다.

#### 6. 용해도

내경 20 mm, 높이 1.5 mm인 주형을 편평 유리판에 놓고 무게를 측정하고, 혼합된 근관충전재를 채운 뒤 37±1℃ 온도와 95% 이상 상대습도의 항온조에서 경화 시간을 1.5배 연장하여 시편을 경화시켰다. 유리판과 주형의 무게를 뺀 시편의 무게를 본래무게로 하여 0.001 g까지 측정하였다. 직경 90 mm, 최소 체적 50 ml의 petri dish의 무게를 측정하 뒤 2개의 시편을 위치시켰다. dish에 증류수 50±1



ml를 첨가하고 덮개를 덮어 37±1℃하에서 24시간 동안 저장한 뒤, 소량의 물로 시편을 세척한 뒤에 시편을 제거했다. 150℃에서 균일하게 dish를 건조한 다음에, 건조제(Silicagel, Duksan Pure Chemicals Co. LTD., Kyungkido, Korea)가 함유된 건조기에서 dish를 실온까지 냉각시킨 뒤에 무게를 0.001 g까지 측정하였다. 각 재료마다 실험을 2번 시행하였다. 시편에서 소실된 무게는 petri dish의 본래 무게와 최종 무게간의 평균 차이를 근사치 0.001 g까지 기록하였다. 시편의 본래 무게에 대한 소실된 재료의 무게를 백분율로 (근사치 0.1%까지) 계산하여 재료의 용해도를 얻었다.

## 7. 세포독성 시험

직경 10 mm, 두께 1 mm 크기의 시편을 각각 제조하고 실험 전에 ethylene oxide gas로 소독하였다. 통법에 따라 L-929세포의 부유액(3×10<sup>5</sup>/ml)을 만든 후 직경 90 mm의 petri dish에 세포 부유액 10 ml를 첨가한 후 24시간 배양하였다. 단층으로 배양되었는지를 확인 후 petri dish로 부터 배양액을 제거하고 45~50℃의 Eagle's Agar medium 10 ml를 각각의 petri dish에 첨가하였다. 실온에서 30분간 방치하여 고체화 된 Eagle's Agar medium의 중앙부위에 neutral red vital stain 용액 10 ml를 천천히 첨가하여 전면이 염색액이 퍼지도록 한 후 30분간 방치하였다. 그 후 과잉의 염색액을 제거하고 시편과 양성 및 음성대조군이 가능한 한 빨리 한천에 밀착되도록 얹은 후 37℃, 5% CO<sub>2</sub> 배양기 안에서 24시간 배양하였다. Petri dish를 백지위에 놓고 탈색된 범위의 크기를 관찰하여 영역지수를 구하고 위상차 현미경(CK2, Olympus, Japan)으로 탈색된 부위 내에서 세포의 사멸된 비율을 계산하여 사멸지수를 얻었다. 이것을 각각 Zone index 및 Lysis index로 표시하며 시편의 평균을 구하여 이로부터 세포반응지수를 얻었다(Response index = Zone index / Lysis index). 양성 대조군은 PVC, 그리고 음성 대조군은 Polyethylene을 사용하였다.

## 8. 치근단 미세누출 시험

발거된 상.하악 치아의 직선 근관 46개를 실험대상으로 하여 치근표면의 유기물 잔사를 제거하고 치경부 및 치근단 부위의 심한 만곡부를 절단한 후에 Gates bur(#6)(Mani, Japan)로 치근단공의 단면 폭경이 일정한 두께가 되도록 근단 천공부위를 형성하였다. 근관형성이 완료된 치아를 무작위로 2종류의 시험군과 대조군은 12개씩, 천공부를 완전히 개방한 양성군 및 완전히 밀폐한 음성군에 각각 5개씩 분류하였다. Lentulo spiral을 이용해 준비된 각 근관충전재를 치근단 부위에 단독충전하고 나머지 치관부 와동은 wax로 밀봉하였다. 100% 습도와 37±1℃ 온도가 유지되는 항온조에 3일간 보관하여 시험재료를 경화시켰다. 치근단 천공면을 제외한 치근외면에 nail varnish를 2번 도포하고 시험치아의 치경부를 철사로 결찰한 뒤 2% methylene blue용액에 치근단부가 침잠되도록 매달았다. 37±1℃ 항온조에 2일동안 보관한 후 흐르는 물에서 1일간 세척하였다. 시험치아의 장축을 따라 협설측 방향으로 이분하고 근침에서 치관부 방향으로 색소의 침투길이를 입체현미경으로 측정하여 근관충전재의 치근단 폐쇄효과를 관찰하였다.

## 9. 통계처리

Kruskal-Wallis test와 Tukey's studentized range test를 이용하여 각 실험 항목 내 시험군간의 유의성을 SAS ver. 6.12를 사용하여 95% 신뢰도로 통계학적 검정을 하였다.

### III. 연구성적

시험한 연구성적의 평균과 표준편차 그리고 통계처리 결과는 Table 2와 같다.

Table 2. The mean and standard deviations of hydrophilic settable hydroxyapatite root canal sealers

	Exp 1	Exp 2	Cont
Setting time(min.)	8.7±0.6 <sup>B</sup>	14.0±1 <sup>C</sup>	19.7±1.5 <sup>A</sup>
Compressive strength(MPa)	24.7±13.1 <sup>B</sup>	33.2±19.4 <sup>B</sup>	5.3±2.4 <sup>A</sup>
Flow(mm)	35.6±1.6 <sup>A</sup>	37.3±1.4 <sup>A</sup>	33.5±2.5 <sup>A</sup>
Film thickness(μm)	52±2 <sup>B</sup>	55±2 <sup>C</sup>	27±1 <sup>A</sup>
Radiopacity(mm)	5.3±1.3 <sup>A</sup>	2.4±0.3 <sup>B</sup>	2.4±0.5 <sup>B</sup>
Solubility(%)	1.0±0.2	1.4±0.1	1.0±0.0
Cytotoxicity	2/4	5/3	2/3
Apical leakage test(mm)	1.0±0.5 <sup>B</sup>	1.5±0.8 <sup>B</sup>	3.2±1.8 <sup>A</sup>

A, B, C (rows) : Significantly different among products in each test(P<0.05).

#### 가. 경화시간

모든 군은 유의성을 나타내며 Exp 1군과 Exp 2군은 대조군보다 경화시간이 유의성 있게 단축되었고(P<0.05), Exp 1군은 Exp 2군보다 경화시간이 유의성 있게 짧았다(P<0.05, Fig. 1).

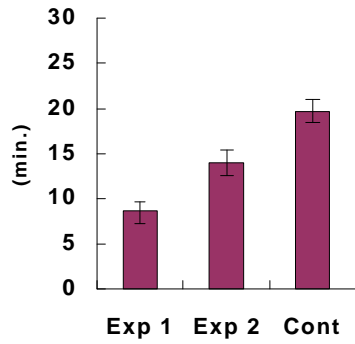


Fig. 1. The graph of setting time on hydroxyapatite root canal sealers.

나. 압축강도

Exp 1군과 Exp 2군의 압축강도는 유의성이 있는 차이가 없었고( $P>0.05$ ), 대조군은 Exp 1와 Exp 2군에 비해 압축강도가 아주 낮게 나타났다( $P<0.05$ , Fig. 2).

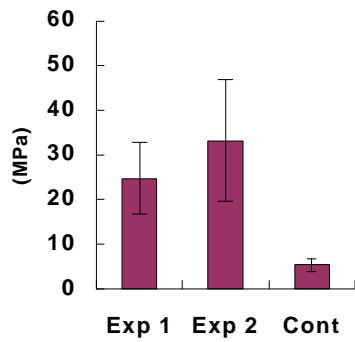


Fig. 2. The graph of compressive strength on hydroxyapatite root canal sealers.

다. 흐름도

경화된 모든 시험군과 대조군은 20 mm 이상의 흐름성으로 ISO 규격 6876에 적합하였으며 유의성이 있는 차이가 없었다( $P>0.05$ , Fig. 3).

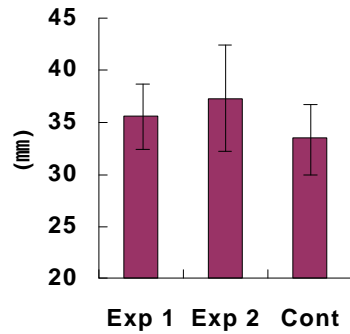


Fig. 3. The graph of flow on hydroxyapatite root canal sealers.

#### 라. 피막도

모든 군은 유의성이 있는 차이를 나타냈고( $P<0.05$ ), rosin의 배합비를 증가시키면 피막두께는 유의성 있게 증가하였다( $P<0.05$ ). 단지 대조군만 ISO규격( $50 \mu\text{m}$  이하)에 적합하였고 Exp 1와 Exp 2군은 ISO규격보다 약간 두꺼워 규격에 적합하지 못했다(Fig. 4).

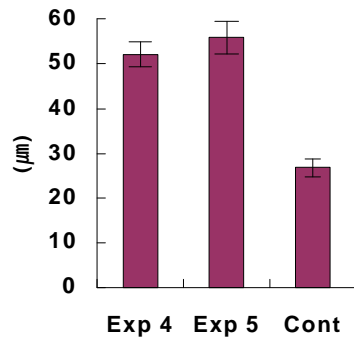


Fig. 4. The graph of film thickness on hydroxyapatite root canal sealers.

마. 방사선 불투과성

대조군과 Exp 2군은 각각  $2.4 \pm 0.5$  mm와  $2.4 \pm 0.3$  mm의 알루미늄 두께로 불투과성은 ISO 규격 6876에 미흡하였다. Exp 1군은  $5.3 \pm 1.3$  mm의 두께로 ISO규격에 적합한 3 mm이상의 불투과성을 나타냈다. Exp 1군은 Exp 2군과 대조군에 비해 유의성 있게 높았고( $P < 0.05$ ), Exp 2군과 대조군간에는 유의성 있는 차이가 없었다( $P > 0.05$ , Fig. 5).

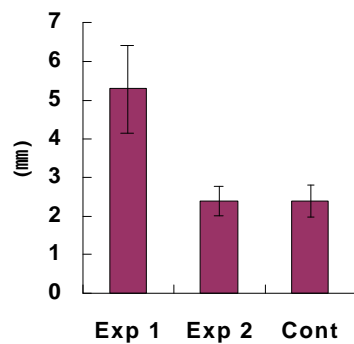


Fig. 5. The graph of radiopacity on hydroxyapatite root canal sealers.

바. 용해도

1일후 용해도는 rosin의 배합비가 증가할수록 용해도가 증가하였는데 모든 시험군과 대조군은 ISO규격(질량 3% 이하)에 적합하였다(Fig. 6).

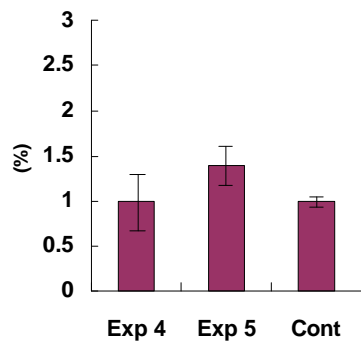


Fig. 6. The graph of solubility on hydroxyapatite root canal sealers.

사. 세포독성 시험

대조군과 Exp 1군은 중등도 세포독성을 나타내었고, Exp 2군은 고등도의 세포독성을 나타냈다(Fig. 7).

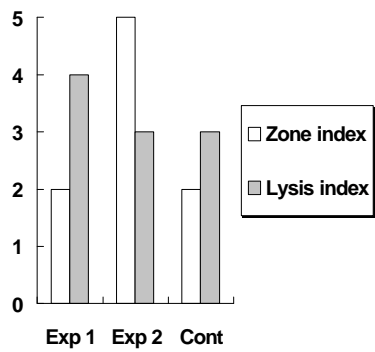


Fig. 7. The graph of cytotoxicity on hydroxyapatite root canal sealers.

아. 치근단 미세누출 시험

Exp 1군과 Exp 2 군은 rosin의 첨가량에 따른 미세누출 효과는 유의성 있는 차이가 없었으며( $P>0.05$ ), Exp 1군과 Exp 2군은 대조군에 비해 유의성 있게 낮았다( $P<0.05$ )(Fig. 8, Fig. 9). 양성군은 색소의 완전한 누출을 나타냈고 음성군은 완전한 밀폐를 나타냈다.

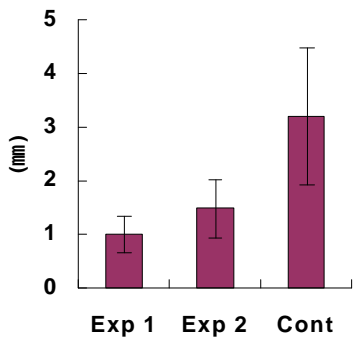


Fig. 8. The graph of apical leakage on hydroxyapatite root canal sealers.



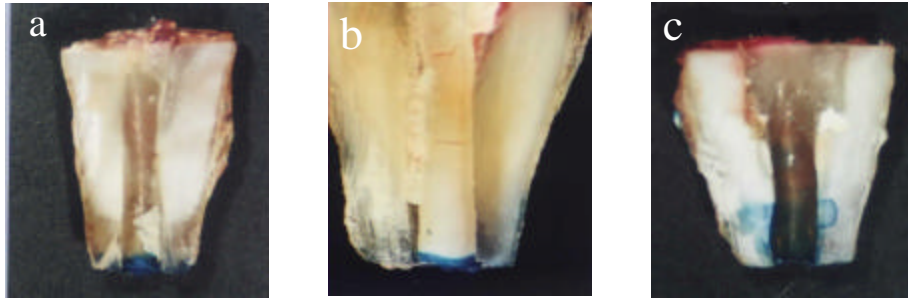


Fig. 9. Stereomicroscopic view of apical leakage test. a;Exp 1, b;Exp 2, c;Cont

#### IV. 총괄 및 고찰

통상 감염되지 않은 근단 천공부의 치료는 extra canal의 개방된 근단을 밀폐 하듯이 시행하는데, 근관내 조직액의 저류를 방지하고 감염경로를 차단하여 치근 단 창상의 보호 및 치유를 촉진할 목적으로 시행한다. 비록 천공수복에는 이상적인 방법이 없지만, internal matrix를 도포한 후에는 제거가 불가능하므로 매식재의 기준에 합당한 재료를 선택해야 한다. 비외과적인 방법은 crestal bone 하방에 위치하는 기구도달이 가능한 치근 중앙 또는 근단 1/3 지점에 위치하는 천공이 적응증이다. 급기증은 matrix 설정이 힘든 천공(즉, strip perforation)과 치조골 상방에 위치하는 치근외면의 천공이 해당된다. 천공된 시점과 수복치료를 시행한 시점 간의 경과된 시간, 천공크기, 치주인대 및 뼈와 관련된 손상, 천공의 위치, 결손부의 밀폐능력 등은 장기간 치유 예후에 영향을 주는 요소들이다. 치료의 성공과 실패는 매주 임상증상 관찰, 초기 몇 주간 치주상태 관찰 및 3~6개월간 방사선 소견으로 판단하게 된다<sup>19)</sup>.

본 연구에 사용된 경화성 수산화인회석 근관충전재의 구성성분을 고찰하면, 먼저 주성분이 되는 수산화인회석은 치아의 구성성분이며 생체친화성이 우수하여 수종의 근관충전재 중 가장 적절한 재료로 평가받고 있다. 본 연구에서는 근관충전재 용도로 평균 입자분포 10~30  $\mu\text{m}$ 의 백색 구형 수산화인회석 분말을 선택하였다. 경조직 형성능이 있는 생체활성 시멘트로서 수산화인회석은 경조직 침착에 의하여 근단공의 밀폐를 촉진시킬 수 있는데 이때 수산화인회석의 소성온도(890~1300 $^{\circ}\text{C}$ )와 입자크기가 영향을 미친다. 먼저 소성온도에서 경조직 형성능은 소성온도가 낮을수록 높아진다<sup>37)</sup>. 치수복조재 용도로는 작은 입자(40  $\mu\text{m}$ )보다 큰 입자(300  $\mu\text{m}$ )주위에서 osteodentin과 상아질의 경조직이 형성되었는데, 큰 입자 크기는 더 빠른 흡수, 더 큰 표면적, 그리고 골형성시 우수한 보상성 경조직형성의 중요한 인자로 나타났다<sup>13)</sup>.

산화마그네슘은 산과 친화성이 없고 재료의 유동성을 개선시켜 연화시 항상 매끄러운 반죽을 이루는 역할을 하는데 경화 후에 수산화인회석 입자간의 기질을

구성한다.

Guaiacol은 분자량이 124.14이고 무색 또는 연노랑의 농축된 액상이다. 방향성이 있고 빛과 공기에 노출되면 검게 된다. 방부와 살균 및 국소 진통효과가 있다. 본 연구에 사용된 근관충전재는 산화마그네슘과 guaiacol이 주경화제를 이루는데, 경화 후 guaiacol은 초기에 자극성이 있지만 나중에는 적어져 근관충전재와 접하는 창상 면의 진정효과가 다소 기대된다.

본 연구에 사용된 rosin의 pH는 3.7~5.6 범위에 속하며 실험용 근관충전재 용액의 첨가제로서 특성을 조절하는데 이용하였다. 천연 또는 합성된 rosin은 첨가제로서 시멘트의 접착성을 제공하고 첨가량에 따라 경화시간과 치근단 주위조직에 영향을 준다. Rosin을 첨가하지 않으면 경화시간이 연장되고 경화되어도 부슬부슬한(friable) 경화체가 관찰된다. Rosin은 경화체(body)의 응집(coherence)과 시멘트의 고형화 및 용해의 감소 역할을 한다<sup>12)</sup>. 치과에서 사용되는 rosin의 pH는 4.5~7.9인데 6.2이하는 경화시간을 촉진시키고 7이상은 지연시킨다. 알칼리성이 높아지면 실험기간 내에 시멘트의 경화가 실제로 지연되고 산성이 높을수록 경화반응이 가속된다. rosin내의 불순물인 무기입자량의 증가로 rosin 내 물의 혼입이 증가되어 일어나는 팽창은 근관충전재와 근관벽 간에 이루는 불량한 접합으로 임상에서는 변연부 미세누출 측면에서 근관충전재의 수축보다는 약간 팽창을 선호한다<sup>30)</sup>.

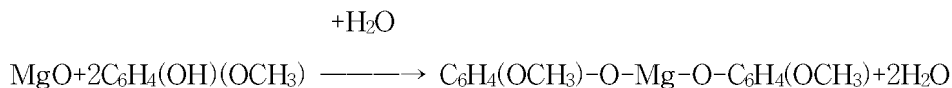
그밖에 생물학적 안정성과 임상 취급상의 문제점을 고려할 때 본 실험용 근관충전재는 취급시 다음 유의사항을 준수해야 한다. 분말과 액을 혼합할 때는 수산화인회석에 의해 깎여진 금속성 spatula의 금속분말이 섞이는 것을 막기 위해 plastic spatula를 사용해야 한다. 다근관에서 수산화인회석 입자에 의한 원치 않는 근관의 영구적인 봉쇄가 일어날 수 있고 구강용으로 인증된 용매가 없으므로 조심스럽게 사용해야 한다. 혼합된 재료의 작업시간은 충분히 보장되나 주경화제는 수분에 의해 반응이 촉진되는 성질이 있으므로 근관충전을 할 때는 근관내의 충분한 세척과 건조가 필요하다. 용액성분의 guaiacol은 페놀 유도체로 resin의 중합반응을 억제하므로 함께 사용하지 않아야 하며 냉암소에 보관해야 한다. 마지막으로 치은이나 구강점막에 묻지 않도록 하고 묻었을 때는 불쾌증상을 막기 위해 즉각

흡수솜으로 닦은 다음에 에탄올이나 글리세린으로 세척하거나 깨끗한 물로 헹구어 낸다<sup>38)</sup>.

본 연구는 위와 같은 구성성분으로 guaiacol에 대한 rosin의 비율을 달리하여 근관충전재를 제조하고 그 특성을 시험하였다. 그리고 그 결과를 Finapex® APC 제품을 대조군으로 선택하여 비교하였으며 中川 등<sup>38)</sup>과 Akama 등<sup>2)</sup>의 측정결과와 치의공학적으로 분석하였다.

경화시간은 충전술식의 용도와 조작에 필요한 작업시간에도 영향을 미친다. 경화시간에 영향을 주는 요소로는 액/분말 비, 온도와 습도, 재료의 제품번호간 차이, 제품의 시효, 보관상태, 재료의 입자크기, 그리고 일부 조작특성이 있다. 본 연구에서 조제된 근관충전재는 표면층의 얇은 초기 경화징후를 나타내고 심부층은 비경화를 보였다. Gambarini 등<sup>10)</sup>은 수산화인회석이 첨가된 근관충전재의 표면층의 신속한 경화를 보고하였고, Wiener와 Schilder<sup>33)</sup>는 통상 근관충전재의 초기 경화를 보고하였다. 그리고 본 연구는 37±1℃ 온도와 100% 상대습도에서 시험을 하였는데 근관내의 조건은 실내의 유리 혼합판보다 온도와 습도가 높으므로 경화가 더 빠르게 이루어졌다<sup>32)</sup>.

산화마그네슘과 유지놀의 경화기전을 참고하여<sup>8)</sup> 산화마그네슘과 guaiacol의 경화반응을 추정하면, 산화마그네슘은 동역학적으로 조절되고 킬레이트 반응이 아닌 산화물 표면의 알칼리 성질에 의존한다. 경화의 1단계는 산화마그네슘의 전자가 guaiacol의 페놀성 수소가 쉽게 제거되는 산소원자에 주로 나타난다. 경화의 2단계는 마그네슘 원자간의 작은 전자밀도가 산소로 움직이는 전자운동으로 마그네슘 이온은 산화물 표면에 쉽게 옮겨온다. 산화물 표면에 남아 있던 마그네슘 이온은 마지막 반응단계에서 guaiacol로 완전히 덮여지는 core 구조를 이룬다. 그러나 경화 반응기전에 관한 연구가 없는 실정이므로 지속적인 연구가 필요할 것으로 사료된다.



Exp 1군과 Exp 2군의 경화시간은 대조군보다 짧았으며(P<0.05) 특히 Exp 1

군이 가장 짧았다. 대조군의 경화시간은 19.7분으로 Akama 등<sup>2)</sup>의 7.5분과 中川 등<sup>38)</sup>의 23.2분의 중간값을 보였으므로 실험방법의 정당성을 확인할 수 있었다. 본 실험의 대조군 역시 경화시간이 짧은 편인데, ISO규격에도 절대적인 경화시간이 정해져 있지 않고 단지 제조자가 요구하는 경화시간의  $\pm 10\%$ 이내여야 하며 30분 이상인 재료는 예외로 언급되고 있다. 임상에서 구체적인 경화시간에 대한 보고가 없이 단지 서서히 경화되는 것으로만 표현되고 있는데 대충 그 시간은 30분 이상으로 언급되고 있다<sup>2)</sup>. 본 실험의 근관충전재는 신속하게 경화되는 얇은 표면막이 형성되고 심부층은 경화가 덜 이루어져 있었다. Gilmore 칩을 가하면 금이 꺾꽂가서 시편에 균열과 부스러짐이 나타났다. 시험동안에 내부의 덜 굳은 시료가 쪼개진 걸 경화표면의 틈 밖으로 나와서 경화시간 측정이 어려웠고 특히 rosin 첨가량이 적을 때는 더 어려웠다. 그래도 1:0.4비율의 Exp 1군은 경화시험 동안에 시료의 얇은 경화표면이 처음부터 부서지는 현상이 줄어들었다. 모든 군에서 수분과 접하는 상부 경화면은 평활하게 관찰되었다. 표면층의 조기경화로 근관충전 조작시간의 부족과 경화된 근관충전재의 부스러짐을 막기 위해 임상에서 대구치는 각 근관마다 분리혼합 사용을 추천하였다<sup>10)</sup>. 한편 본 연구 실험군의 실온조건에 대한 예비실험을 Akama 등<sup>2)</sup>의 실험결과와 비교하면 실온에서 보다 경화시간이 약 1시간 반 정도까지 지연되었다. 그리고 본 연구는 온도 의존성이 높은 경화반응으로서, 37°C, 100% 습윤한 조건에서 조기 경화되는 특성을 이용한다면 천공부위에 우수한 근관충전재로 역할이 기대된다.

ISO 규격 6876에서 근관충전재의 작업시간은 연화개시 3분 후의 흐름도 값을 기준으로 시간경과에 따라 흐름도가 10% 감소될 때까지 걸리는 시간으로 측정되는데 Akama 등<sup>2)</sup>은 Finapex® APC의 작업시간을 25분으로 측정하였다. 모든 재료를 일률적인 방법으로 적용하기에는 부적절하다고 피력하였다. 즉 실험내용에서 실험재료간 흐름도는 변이가 심하므로 모든 충전재료에서 일정한 흐름도에 도달하는 시간을 작업시간으로 채택해야 한다고 주장하였다. 그래서 본 연구의 실험재료들은 타 근관충전재보다 실제 흐름도가 충분하므로 임상에서 조작시간 여유가 충분한 것으로 사료되어 실험항목에서 제외하였다.

ISO 3107 규격을 따라 본 연구에서 Exp 1은  $24.7 \pm 13.1$  MPa와 Exp 2군은

33.2±19.4로 대조군보다 높은 압축강도를 나타냈다(P<0.05). 그리고 대조군은 본 실험에서 5.3±2.4 MPa의 압축강도를 얻었고, Akama 등<sup>2)</sup>은 직경 6 mm, 높이 12 mm 시편으로 0.20 MPa이상의 압축강도를 얻었다. ISO 3107의 2형 1급(영구접착 용도)과 비교하면 너무 낮은 강도로 규격의 허용 요구치(performance requirements)와 상응하지 않았다. 압축강도가 클수록 영구적 근관충전재로 유리한 반면에, 예후가 불량한 임상증례에서는 근관충전재 제거의 용이성이 요구되고 있으며 그 강도는 0.10~0.20 MPa로 주장되고 있다<sup>2)</sup>. 본 실험에서는 천공부위에 실험재료를 경화시켜 영구적으로 근관을 밀폐하는 목적으로 사용하는 경우로 재료의 제거를 고려되지 않아도 될 것으로 사료된다. 아울러 본 실험의 모든 실험군과 대조군의 시편을 제작할 때 유동성이 좋아 주형 밖으로 쉽게 흘러나가 시편내에 기포가 많이 발생되는데 이로 측정값의 편차를 크게 나타냈다.

모든 실험군과 대조군의 흐름도는 ISO 규격(20 mm 이상)을 만족시켰고 Exp 1군(35.6±1.6)과 Exp 2군(37.3±1.4) 및 대조군 모두는 유사한 값을 나타냈다(P>0.05). 대조군은 본 실험에서 33.5 mm의 흐름도를 얻어 다소 낮은 값을 보였고, ISO 규격 6876을 따라 Akama 등<sup>2)</sup>은 50 mm 이상을 얻었으며, 中川 등<sup>38)</sup>은 41.1 mm를 얻었다. 산화마그네슘과 guaiacol을 경화제로 하는 근관충전재 모두는 양호한 점주도를 나타냈다. ISO 규격은 30×30 mm 유리판의 사용을 요구하였으나 본 연구의 근관충전재들은 그 보다 더 높은 흐름성을 나타내어 50×50 mm 유리판을 사용하여 문제를 극복하였다. 그러나 입자는 흐름도에서 중요한 역할 하므로 크기가 적을수록 높은 흐름도를 나타낸다. 높은 흐름도는 모든 미세부위에 흘러 들어갈 수 있지만 유동성이 너무 높으면 조절이 어렵고 근침을 넘칠 수 있다. 최대값과 최소값을 만족하는 흐름도의 범주를 정할 순 없다<sup>31)</sup>. 본 실험은 단독 충전을 위한 연구이지만 흐름도가 우수하므로 임상에서 고행 충전재와 병용 충전하면 근관충전재 여분의 배출이 용이하므로 근관내 밀폐능력이 우수하게 될 것으로 사료된다.

본 실험에서 rosin 양을 증가시킨 Exp 1군과 Exp 2군은 ISO 규격을 벗어나 대조군보다 더 높은 피막도를 나타냈다(P<0.05). 대조군은 본 실험에서 27 μm의 피막도를 얻었고, ISO 규격을 따라 Akama 등<sup>2)</sup>은 25 μm 이하를 얻었으며, 中川 등<sup>38)</sup>은 24.5 μm를 얻었다. 이는 모두 ISO규격(50 μm 이하) 범주 내에 해당되었다. 사

용된 평균입경 10~30  $\mu\text{m}$ 의 구형 수산화인회석과 rosin양의 증가는 피막도에 대한 영향으로 추측할 수 있었다. 그러나 피막도와 용해도는 비교적 단기간의 실험이므로 충분한 결과를 도출해내는 데는 한계가 있다. 충전재의 얇은 피막은 두꺼운 피막보다 더 효율성이 있으며 고품 충전재와 병용할 때 완전한 치근단 밀폐의 파손과 충전재의 수축 가능성을 감소시킨다<sup>33)</sup>. 고품 충전재와 병용할 때에는 피막두께가 문제되거나 근관충전재의 단독 충전은 크게 중요치 않으며 근관 밀폐에 도움을 주는 요인으로 사료되었다.

본 실험에서 Exp 1군과 Exp 2군은 약  $5.3 \pm 1.3$  mm와  $2.4 \pm 0.3$  mm의 두께를 나타냈다. Exp 2군과 대조군은 ISO 규격치(3 mm이상)에 미달한 불투과성을 나타냈고( $P > 0.05$ ), Exp 1군만 ISO 규격치 이상의 충분한 값을 얻었다. 대조군은 본 실험에서  $2.4 \pm 0.5$  mm의 방사선 불투과성을 얻었고, ISO 6876 규격을 따라 Akama 등<sup>2)</sup>은 3 mm 이상의 알루미늄판 두께와 상응하는 방사선 조영성을 얻었다. 근관충전재의 질을 비교하는 방법으로 만족하는 불투과도의 하한값을 얻는 것은 임상에서 근관내 하한값의 위치와 상관관계가 있다. 그리고 재료의 불투과성과 표준이 되는 하한값과의 관계를 결정짓는데 육안에 의한 관찰과 등급부여 방법은 부적절하므로 흑화도계를 사용해야 한다<sup>5)</sup>. 여기서 방사선 불투과성은 근관충전의 임상성패를 확인하는데 유용하나 제품에 따라 차이가 많아 규격치 이하도 있을 수 있다. 불투과성 정도는 기재성분의 종류보다는 방사선 조영제의 양을 많이 첨가하면 강한 불투과성을 나타낼 수 있다. 그러나 中川 등<sup>38)</sup>은 단독 근관충전할 때 근관내 차탄산비스무스의 충분한 조영성을 보고하였다. 미세기포가 있고 비동질성인 충전물은 불투과성이 높은 재료에서는 치밀충전을 보여주며 불투과성이 낮은 재료에서는 소량 충전된 부위는 관찰되지 않는다. 한편 임상에서 사람 치아의 상아질 불투과성은 1 mm두께의 알루미늄 판과 상응하므로 ISO규격치 이하의 근관충전재라도 상아질과 식별이 충분히 가능하다고 보고되어 있다<sup>2)</sup>.

본 실험에서 rosin의 양을 증가시킨 Exp 1군과 Exp 2군의 용해도는 대조군과 더불어 ISO 범주 내에 해당되었다. 그리고 대조군은 본 실험에서 1% 용해도로 Akama 등<sup>2)</sup>의 2w/w% 이하와 함께 ISO 규격(3% 이내) 범주 내에 해당되었고, 中川 등<sup>38)</sup>은 3.40%로 ISO 규격을 벗어났다. 용해도의 표준규격은 정확하고 재현 가

능한 결과로 임상과 관련된 성질을 평가하는 방법으로 인체의 조직액과 용출량이 다른 증류수가 선택되었다.  $37\pm 1^{\circ}\text{C}$ 에서 1일간의 시편의 무게상실 차이와 용해되지 않은 분해정도가 기록되는 실험으로 용해도는 증류수 배양동안에 근관충전재 시편에서 떨어져 나간 재료의 성분요소, 용해된 재료를 보상하는 물흡수, 그리고 실험 끝 부분에 시행되는 건조과정은 재료내 휘발성분의 증발을 보여주었다. 용해도값이 낮은 재료는 구강내에서 더 내구력이 있는 것으로 알려져 있는 반면에 높은 재료는 구강내에서 쉽게 미란되므로 단지 임시 충전재로 적당하다<sup>34)</sup>. 재료의 임상이용과 관련이 있고 화학적 및 물리적 안정성에 관한 이론상 장점이 있어도 용해도를 이용한 임상 연구자료는 거의 없는 실정이다. 근관충전재의 용해도를 낮추려는 노력은 근관충전재에서 용출되는 성분이 인근조직에 만족치 못한 생물학적 효과를 주고 근관내 근관충전재의 보존에 의존하는 밀폐능력에 영향을 주기 때문이다.

근관충전재의 생물학적 안전성을 검사하는 세포독성 시험으로 한천평판법을 본 연구에 사용하였다. Exp 1군과 대조군은 중등도, 그리고 Exp 2군은 고등도의 세포독성을 나타냈다. 배합 성분가운데 rosin의 양을 증가하면 세포독성이 증가되는 것으로 사료되었다. Gerosa 등<sup>11)</sup>은 in vitro 술식의 사용 목적을 조직반응의 관찰이 아닌 독성을 관찰하는 것으로, 술식의 감각반응과 조직반응에 영향을 주는 요소로 보고하였다. 용액내의 세포독성을 줄일 수 있는 용매를 찾으려는 노력이 필요하다고 생각된다.

치근단 미세누출 시험에서 Rosin양을 증가시킨 Exp 1군과 Exp 2군 서로의 유의성 있는 차이가 없었고 대조군보다 우월한 밀폐능력을 보여주었다( $P<0.05$ ). 대조군은 3.2 mm, Exp 1군은 1.0 mm, 그리고 Exp 2군은 1.5 mm의 누수를 나타냈다. 그리고 치근단 역충전에 많이 사용되고 있는 IRM(L.D. Caulk, USA)을 추가적으로 실험하여 7.2 mm의 미세누출을 측정하였는데 이는 대조군보다 2배 이상 낮은 밀폐능력을 나타냈다. 근관충전재 성분중 수산화인회석은 밀폐효과에 영향을 주지 않는 것으로 보고되어 있다<sup>10)</sup>. 앞에서 rosin 양의 증가에 따른 흐름도의 차이는 없는 것으로 관찰되었으나 본 실험의 근단부까지 재료를 주입하는 과정에서는 취급상 흐름도의 차이가 나타났다. 실험과정에서 대조군과 Exp 1군은 상악치아의 위



치에서 근단공 밖으로 기포처럼 얇게 약간 밖으로 나오던 재료가 중력에 의해 하방에 위치하는 근관내로 재유입되는 흐름도가 실험을 통해 관찰되었다. 이런 실험 위치에서 Exp 2군은 흐름도에 의한 근단공 부위에서 근관내 재유입은 거의 보이지 않았다.

## V. 결 론

본 연구는 혈액이나 조직액 등과 접촉하는 습윤한 조건의 치근단 천공부를 수복할 수 있고 생체 친화성, 유지력 및 조작성이 우수한 경화성 수산화인회석 근관충전재를 개발하기 위해, 수산화인회석, 산화마그네슘, 차탄산비스무스가 무게비 5:3:2인 분말과, guaiacol과 rosin이 무게비 Exp 1와 Exp 2인 액으로 구성된 실험적 근관충전재를 조제하였다. 대조군으로 Finapac® APC(Kyocera Co., Kyoto, Japan)를 선택하였고 시험군의 혼합비율은 액/분말=0.5ml/g로 혼합하였다. ISO 6876, 3107, 7405 규격에 준하여 재료의 경화시간, 압축강도, 흐름도, 피막도, 방사선 불투과성, 용해도, 세포독성시험, 치근단 미세누출을 측정하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 모든 시험군의 경화시간은 대조군보다 유의성 있게 짧았으며( $P<0.05$ ), rosin은 경화시간을 연장시켰다( $P<0.05$ ).
2. 시험군의 압축강도는 대조군보다 유의성 있게 높았으며( $P<0.05$ ), Exp 1군과 Exp 2군간에는 유의성 있는 차이가 없었다( $P>0.05$ ).
3. 모든 시험군과 대조군의 흐름도는 유의성 있는 차이가 없었다( $P>0.05$ ).
4. 모든 시험군의 피막도는 대조군보다 유의성 있게 크게 나타났다( $P<0.05$ ).
5. Exp 1군은 충분한 방사선 불투과성을 나타냈으나, Exp 2군과 대조군은 불충분하게 나타났다.
6. 모든 시험군과 대조군의 용해도는 낮은 값을 나타냈다.
7. Exp 1군과 대조군의 세포독성은 중등도, 그리고 Exp 2군은 고등도를 각각 나타냈다.
8. 모든 시험군의 치근단 미세누출 시험은 대조군보다 높은 밀폐능력이 좋았으며 ( $P<0.05$ ), Exp 1군과 Exp 2군은 유의성 있는 차이가 없었다( $P>0.05$ ).

이상의 결과로 guaiacol은 습윤상태에서 경화할 수 있는 친수 경화성 수산화

인회석 근관충전재에서 중요한 역할을 하며 rosin과의 비율을 조절하면 우수한 물성을 가질 것으로 생각되었다.

## 참고문헌

1. 이승중, 김경남: Calcium sulfate-hydroxyapatite 혼합재의 물성 및 치근천공 치유효과에 관한 연구. 대한치과보존학회지 22(2):739-750, 1997.
2. Akama, Y., Kikuchi, T., Honma, M., and Noguchi, H.: Evaluation of dental root canal sealing materials according to ISO specifications. J. Jap. Soc. Dent. Appar. Mater. 6(6):846-855, 1987.
3. Aoki, H.: Histo-pathological studies of the evaluation of hydroxyapatite root canal cements. Shikwa Gakuho 86:541-585, 1986.
4. Balla, R., LoMoaco, C.J., Skribner, J., and Lin L.M.: Histologic study of furcation perforations treated with tricalcium phosphate, hydroxylapatite, amalgam, and Life. J. Endodon. 17(5):234-238, 1991.
5. Beyer-Olsen, E.M., and Orstavik, D.: Radiopacity of root canal sealers. Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol. 51(3):320-328, 1981.
6. Bilginer, S., Timur Esener, I., Soylemezoglu, F., and Tiftik, A.M.: The investigation of biocompatibility and apical microleakage of tricalcium phosphate based root canal sealers. J. Endodon. 23(2):105-109, 1997.
7. Callis, P.D., and Santini, A.: Response of rat and guinea-pig subcutaneous tissue to implanted human roots containing collagen/hydroxyapatite preparations, Int. Endo. J. 18:267-273, 1985.
8. Douglas, WH.: 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(7-8):805-809, 1978.
9. Fuss, Z., and Trope, M.: Root perforations: classification and treatment choices based on prognostic factors. Endod. Dent. Traumatol. 12:255-264, 1996.
10. Gambarini, G., and Tagger, M.: Sealing ability of a new

- hydroxyapatite-containing endodontic sealer using lateral condensation and thermatic compaction of gutta-percha, in vitro. *J. Endodon.* 22(4):165-167, 1996.
11. Gerosa, R., Menegazzi, G., Borin, M., and Cavalleri, G.: Cytotoxicity evaluation of six root canal sealers. *J. Endodon.* 21(9):446-448, 1995.
  12. Grossman, L.I.: The effect of pH of rosin on setting time of root canal cements. *J. Endodon.* 8(7):326-327, 1982.
  13. Higashi, T., and Okamoto, H.: Influence of particle size of calcium phosphate ceramics as a capping agent on the formation of a hard tissue barrier in amputated dental pulp. *J. Endodon.* 22(6):281-283, 1996.
  14. Hinoide, M., Nakamura, K., Hara, Y., Furusawa, M., Yamanouchi, M., Nakagawa, K., Ito, A., and Asai, Y.: Supplemental studies of periodontal tissue reactions after furcation perforations treated with various inorganic biomaterials in dog's teeth -Observation of long term cases using hydroxyapatite. *Japan J. Conservat. Dent.* 29(2):752-761, 1986.
  15. ISO: International standard 6876. Dental root canal sealing materials, 1986.
  16. ISO: International standard 3107. Dental zinc oxide/eugenol cements and zinc oxide non-eugenol cements, 1988.
  17. ISO: International standard 7405. Dentistry - Test methods for dental materials, 1997.
  18. Kato, H., Suzuki, Y., Watanabe, U., Yamaguchi, K., Kato, S., Arhзуми, Y., Nakagawa, K., and Asai, Y.: Biological evaluation of endodontic materials in vivo bone tissue response to various calcium phosphate ceramic cements. *Japan J. Conservat. Dent.* 32(3):833-842, 1989.
  19. Lemon, R.R.: Nonsurgical repair of perforation defects. *Dent. Clin. North Am.* 36(2):439-457, 1992.
  20. Maseki, T., Yasumura, K., Nanba, I., Kobayashi, F., Nakamura, H.: Alterations in macrophages after exposure to root canal filling materials. *J.*

- Endodon. 22(9):450-454, 1996.
21. Minagawa, M., Yamaguchi, K., Tobe, O., Yuzawa, K., Yoshida, T., Furusawa, M., Nakagawa, K.I., and Ito, A.: Experimental studies on the sealing properties of various kinds of root canal sealers in vitro (Parts 3). *Shikwa Gakuho* 89:669-679, 1989.
  22. Monroe, E.A., Votava, W., Bass, D.B., and McMullen, J.: New calcium phosphate ceramic material for bone and tooth implants. *J. Dent. Res.* 50:860-861, 1971.
  23. Morikawa, K., Kurumada, F., Ui H., Watanuki, K., Miyazawa, C., and Shimizu, T.: Effect of hydroxyapatite ceramic granules on mouse peritoneal macrophages. *Japan J. Conservat. Dent.* 31:1679-1688, 1988.
  24. Nakagawa, K.I., Arhзуми, Y., Aoki, H., Yamaguchi, K., Ito, A., Asai, Y., Morikawa, K., Kanno, E., Endo, Y., Nonaka, S., Ui, H., and Watanuki, K.: Clinical evaluation of a new hydroxyapatite root canal sealer "Finapec® APC" in root canal filling. *Japan J. Conservat. Dent.* 31(2):594-606, 1988.
  25. Owadally, I.D., Chong, B.S., Pitt Ford, T.R., and Wilson, R.F.: Biological properties of IRM® with the addition of hydroxyapatite as a retrograde root filling material. *Endod. Dent. Traumatol.* 10:228-232, 1994a.
  26. Owadally, I.D., and Pitt Ford, T.R.: Effect of addition of hydroxyapatite on the physical properties of IRM. *Int. Endo. J.* 27:227-232, 1994b.
  27. Pissiotis, E., and Spångberg, L.S.W.: Biological evaluation of collagen gels containing calcium hydroxide and hydroxylapatite. *J. Endodon.* 16(10):468-473, 1990.
  28. Roane, J.B., and Benenati, F.W.: Successful management of a perforated mandibular molar using amalgam and hydroxylapatite. *J. Endodon.* 13(8):400-404, 1987.
  29. Sawada, M., Tachibana, T., Sato, K., Endo, M., Watanabe, K., Ishida, T., Takeda, Y., and Ishibashi, M.: Experimental study of endodontic treatment

- for furcation perforation - Application of hydroxyapatite granules. *Japan J. Conservat. Dent.* 29(5):1537-1542, 1986.
30. Sousa-Neto, M.D., Guimaraes, L.F., Saquy, P.C., and Pecora, J.D.: Efect of different grades of gum rosins and hydrogenated resins on the solubility, disintegration, and dimensional alterations of Grossman cement. *J. Endodon.* 25(7):477-480, 1999.
31. Weisman, M.I.: A study of the flow rate of ten root canal sealers. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol.* 29(2):255-261, 1970.
32. Wiener, B.H., and Schilder, H.: A comparative study of important physical properties of various root canal sealers I. Evaluation of setting times. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol.* 32(5):768-777, 1971a.
33. Wiener, B.H., and Schilder, H.: A comparative study of important physical properties of various root canal sealers II. Evaluation of dimensional changes. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol.* 32(6):928-937, 1971b.
34. Wilson, A.D.: Specification test for the solubility and disintegration of dental cements: A critical evaluation of its meaning. *J. Dent. Res.* 55(5):721-729, 1976.
35. Yamaguchi, K.: Biologival evaluation of new Hydroxyapatite endodontic cement in vivo histological observation. *Shikwa Gakuho* 89:761-792, 1989.
36. Yoshida, T., Shibata, T., Yoshida, T., and Sekine, I.: A study on the sealing ability of apical barrier. *Japan J. Conservat. Dent.* 38(6):1512-1516, 1995.
37. 中川寛一, 有泉祐吾, 青木宏道, 浅井康宏. ヘイドロキシアペタイトを基材とする新処方<sup>®</sup>の根管充填材 FINAPEC<sup>®</sup> APCをめぐって 1. その生物學的背景. *日本齒科評論* 572(6):127-136, 1990a.
38. 中川寛一, 有泉祐吾, 古澤正仁, 山口和彦, 伊藤彰人, 浅井康宏. ヘイドロキシアペタイトを基材とする新処方<sup>®</sup>の根管充填材 FINAPEC<sup>®</sup> APCをめぐって - 2. 特徴と臨床應用. *日本齒科評論* 573(7):137-147, 1990b.

## ABSTRACT

### Comparison of properties according to the ratio of guaiacol in hydrophilic settable hydroxyapatite

InGeol Kim, D.D.S, M.S.D.

*Department of Dentistry, The Graduate School, Yonsei University*

(Directed by Kyoung-Nam Kim, D.D.S., M.S.D., Ph.D.)

The perforation of furcation is an artificial communication between the root canal and the periodontal ligament through the floor of pulp chamber. Repair is usually complicated by the fact that the defect may allow extensive extrusion of material into the furcation and periodontal ligament space, as the control of the repair material is difficult. It was required the use of root canal sealer that acts as controls bleeding into canal and a internal matrix layer prior to cover repairing material.

To investigate the possibility to use hydroxyapatite root canal sealers, experimental root canal sealers (hydroxyapatite : magnesium oxide : bismuth subcarbonate = 5:3:2) were prepared into a ratio of guaiacol/rosin liquid composition (Exp 1 and Exp 2) respectively. And these experimental sealers were compared to a commercial Finapec® APC(Kyocera Co., Kyoto, Japan) for setting time, compressive strength, flow, film thickness, radiopacity, solubility, cytotoxicity and apical leakage.

The results were obtained as follows;

1. The setting times of all experimental groups were significantly shorter than control categorized with short setting group( $P<0.05$ ), and increased ratios of rosin component were extended its( $P<0.05$ ).



2. Compressive strength of all experimental groups was significantly stronger than control( $P<0.05$ ), and it was not showed significant difference between Exp 1 and Exp 2 groups( $P<0.05$ ).
3. Flow of all experimental and control groups was not showed significant difference( $P>0.05$ ).
4. Film thickness of all experimental groups was showed significantly higher than those of control group( $P<0.05$ ).
5. Radiopacity of Exp 1 group was observed significantly more than Exp 2 and control groups( $P<0.05$ ).
4. The solubility of all experimental groups and control was placed at the range of low values.
5. Cytotoxicity using agar overlay method was found moderate for Exp 1 and control, and severe for Exp 2 group respectively.
6. Apical leakage of Exp 1 and Exp 2 groups using dye was significantly penetrated less than control( $P<0.05$ ). The apical sealing effect of Exp 1 and Exp 2 groups were not measured significantly( $P>0.05$ ).

In conclusion, when guaiacol/rosin ratios and related properties could be controlled properly, it was considered that hydrophilic settable hydroxyapatite root canal sealers have been excellent properties.

---

Key Words: hydroxyapatite, perforation, root canal sealers, mechanical property, cytotoxicity, apical leakage.