지르코니아 강화형 Glass-Ceramic의 기계적 성질

원광대학교 치과대학 치과보철학교실, 치과생체재료학교실*
건양대학교 공과대학 화학공학교실**

박은의·동진근·이해형*·송기창**·오상천

Mechanical Properties of Zirconia Reinforced Glass-Ceramic

Eun-Eui Park, Jin-Keun Dong, Hae-Hyoung Lee*,
Ki-Chang Song**, Sang-Chun Oh

Department of Prosthodontics, College of Dentistry, Wonkwang University
Department of Dental Biomaterials, College of Dentistry, Wonkwang University*
Department of Chemical Engineering, Engineering College, Konyang University**

This study was to investigate the reused possibility of zirconia reinforced glass-ceramic(IPS Empress Cosmo ceramic) with sprue button in the flexure strength and fracture toughness. 40 disk-shaped ceramic specimens (20 specimens: as-pressed material; 20 specimens: reused material) with approximately 1.7 mm thickness and 15 mm diameter were prepared by "lost wax" technique. The remnants(sprue buttons) were used for repressing. The surface treatments for the discs were gradually abraded with 320, 800, 1200, and 2000 grit SiC sandpaper. The specimens were evaluated their flexure strength with the biaxial flexure jig(ball-on-three balls) and their fracture toughness with Vickers Indentation-microfracture test. The Weibull moduli were calculated for biaxial flexural strength. The mean flexure strength and fracture toughness of each group were 122.2±18.3 MPa, 1.00±0.09 MPa·$m^{0.5}$ (as-pressed ceramics), and 113.5±20.3 MPa, 1.01 ±0.10 MPa·$m^{0.5}$ (reused ceramics). There were no significant differences in the strength and the fracture toughness between the as-pressed and the reused IPS Empress Cosmo ceramic ($P>0.05$). This implied zirconia reinforced glass-ceramic(IPS Empress Cosmo ceramic) could be used one more time by reusing of sprue button in the flexure strength and fracture toughness.

지르코니아 강화형 Glass-Ceramic의 기계적 성질

원광대학교 치과대학 치과보철학교실, 치과생체재료학교실*
건양대학교 공과대학 화학공학교실**

박은의·동진근·이해형*·송기창**·오상천

Ⅰ. 서 론

새로운 전부도재관 시스템들이 1980년대 후반부터 소개되어 임상에 보급되면서 임상 치관이 크게 상실된 전치부 치아들의 심미적 전부도재관 수복을 위해 전통적인 금속 코어 대신 좀더 치질과 시각적 효과가 유사한 새로운 포스트와 코어 재료의 필요성이 대두되었다.

세라믹은 생체적합성 뿐만 아니라 우수한 심미성이 주된 장점이며 세라믹의 반투명성과 색조가 상아질의 색조와 비슷하여 투과광의 확산과 흡수가 자연스럽게 이루어지는 특성을 지닌다.[1] 이러한 점을 활용하기 위해 초기 세라믹 코어는 전문용이 아닌 일반 전부도재관 시스템을 응용하면서 시작되었다. 일부에서는 유리-세라믹을 왁스소환법으로 수복물 형태를 일시에 얻는 Dicor system을 응용했고,[2] 이는 비교적 간편한 술식과 투명성 확보라는 장점은 있었으나 낮은 파절강도로 인해 안정적 사용에는 한계를 보였다. 또한 미세한 alumina oxide가 90%이상 함유된 현탁액을 slip casting하는 In-Ceram system이 응용되기도 하였는데,[3] 파절강도는 안정되었으나 제작시간이 길고 기술이 까다롭다는 단점이 있었다. Dicor와 유사한 제작기법인 왁스소환법으로 백류석이 강화된 유리-세라믹을 열가압하는 IPS Empress system도 응용되었으나,[1] 이 역시 자연치와 유사한 시각적 특성과 제작의 간편성은 돋보였으나 200 MPa 이하인 그들의 낮은 파절강도로 인해 적극적인 임상활용에는 한계가 있었다.

최근에는 기존의 간편한 IPS Empress 제작기법을 그대로 활용하는 IPS Empress CosmoPost와 Cosmo Ceramic이 소개되었는데[4] 이러한 세라믹 포스트와 코어 시스템의 등장은 심미성(반투명성)이 우수한 전부도재관의 적용범위가 포스트와 코어가 필요한 치아에까지 확장되는 계기가 되었다.

본 연구는 지르코니아 강화형 유리-세라믹(IPS Empress Cosmo Ceramic)의 물성과 그들의 재활용 가능성을 가늠하기 위해 IPS Empress Cosmo Ceramic의 굽힘강도를 평가하였다.

Ⅱ. 연구 재료 및 방법

1. 시편제작

파라핀 왁스를 이용하여 직경 15㎜, 두께 1.7㎜의 원판형 왁스시편을 제작하였다. 이를 IPS Empress 2 system의 매몰재를 이용하여 제조회사의 지시대로 매몰하였으며, 예열(잉곳은 제외), 소환, 압출 성형, 매몰재 제거과정을 거쳐 IPS Empress Cosmo ceramic 원판형 시편을 20개 만들었다. 그런 후, 주입이 완성되고 남은 잔존 잉곳에서 주입선을 절단한 후 heatless stone bur를 이용하여 원통형의 잉곳을 더욱 원통형으로 형태를 정리하고 아세톤과 증

* 본 논문은 한국과학재단 목적기초연구사업(2000-2-20500-006-3)의 지원에 의한 것임.

류수를 이용해 초음파 세척하여 주변의 이물질과 오염물을 제거한 후 전자의 과정을 반복하여 재사용된 세라믹의 시편을 20개 제작하였다. 균일하고 활택한 표면을 얻기 위해 320, 800, 1,200, 2,000 grit SiC 연마지를 이용하여 단계적으로 연마한 후 1㎛ 다이아몬드 현탁액으로 인장면을 경면 연마하였다. 초음파세척 후 실리카겔이 담긴 용기에 3일간 보관하였다.

2. 굽힘강도 및 파괴인성 측정, Weibull 분석

본 실험을 위해 이축굽힘시험법, 즉 ball-on-three ball법을 활용하여 굽힘파절강도를 실온의 대기 중에서 측정하였다. 직경 15㎜의 시편이 안착될 수 있는 원통형 jig의 안쪽에 직경 3.2㎜의 강구 3개를 중앙에서 동일한 거리로 정삼각형의 꼭지점에 해당하는 곳에 위치시키고 그 위에 시편을 얹어 만능시험기(Zwick Z202, Germany) 상에서 cross head speed 1.0㎜/min의 조건으로 직경 10㎜의 supporting circle의 중앙점에 하중을 가하여 파절 순간의 하중치(N)를 기록하였다. 이때 원판형 시편의 표면에 좀더 균일한 하중을 가하기 위해 시편과 ball사이에 약 50 ㎛의 plastic film을 개재시켰으며, 파절 시 부하 하중값을 얻은 후 아래와 같은 공식 1[5]을 이용하여 시편하부의 중심점에서 파괴응력인 굽힘파절강도(σ)를 구하였다.

$$\sigma = -0.2387P(X-Y)d^2$$

σ: flexure strength(MPa) & maximum center tensile stress
P: total load causing fracture(Newtons)
X: $(1+n)\ln(B/C)^2 + [(1-n)/2](B/C)^2$
Y: $(1+n)[1+\ln(A/C)^2]+(1-n)(A/C)^2$
n: Poisson's ratio(0.25)
A: radius of supporting circle(㎜)
B: radius of loaded area(㎜)
C: radius of specimens(㎜)
d: specimen thickness at fracture origin(㎜)

두 그룹의 파괴인성(fractrure toughness)을 각 그룹의 평균강도에 근사한 파절시험편 10개씩에서 비커스 압입파괴시험법 (Vickers Indentation-microfracture test)으로 측정하여 비교하였다.[6] 미소경도기(MXT-70, Matsuzawa, Japna)를 이용하여 시편 당 7회의 비커스 압입시험을 9.8 N의 하중과 유지시간 15 s 의 조건으로 시행하였다. 비커스 압흔에서 전파되는 균열의 길이를 경도시험기에 부착된 x40 현미경으로 측정하고 파괴인성을 다음 식에 의하여 결정하였다. 각 그룹 10개의 시험편의 평균 파괴인성이 비교되었다. 각 시편의 E/H 값은 시편당 3회의 누프(Knoop) 압입에 의하여 결정하였다.[7]

$$K_{IC} = 0.016(E/H)^{0.5}(P/c^{1.5})$$

K_{IC} = fracture toughness
E/H = elastic modulus-to-hardness ratio
P = 9.8 N
c= crack length

그리고 도재와 같이 분산이 큰 파절강도의 분산성을 확률 통계적으로 분석하기 위하여 Weibull 분석을 실시했다. 동일 조건하에 결과를 크기 순으로 배열할 때 파절강도 σ인 재료가 이 응력 하에서 파괴될 확률(P_f)을 계산하였다.

$$P_f = 1 - \exp\ [-(\sigma/\sigma_0)^m]$$

여기에서 m = Weibull계수,
σ_0 = 특성강도(Characteristic Strength)이다.

위 식을 $\ln\ln\ [1/(1-P_f)]$ 와 $\ln\ \sigma$의 관계로 변환시킨 후, 파괴확률과 강도의 관계로 도시하였으며, 회기분석에 의해 Weibull계수(m)와 특성강도값(σ_0)을 구하였다.

Ⅲ. 연구성적

열가압된 IPS Empress Cosmo glass ceramic의 평균 굽힘파절강도는 처음 사용 시에는 122.2 MPa, 재사용된 경우는 113.5 MPa로 나타났으며, 파괴인성은 처음 사용한 경우가 1.00 $MPa{\cdot}m^{0.5}$, 재 사용한 경우가 1.01 $MPa{\cdot}m^{0.5}$을 보였다 (Table 1). 이를 독립 t 검정을 했을 때 굽힘파절강도 사이에 통계학적인 차이는 없었으며 ($P>0.05$), 파괴인성 간에 통계

Table 1. Flexure Strength(MPa) and Fracture Toughness(MPa·m0.5)of IPS Empress Cosmo ceramic

Group	No.	Flexure Strength		No.	Fracture Toughness	
		Mean	SD		Neab	SD
As-pressed	20	122.2	18.3	10	1.00	0.09
Reused	20	113.5	20.3	10	1.01	0.10

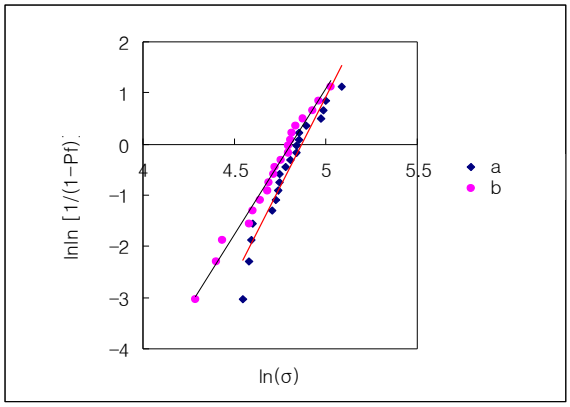


Fig. 1. Weibull plots of biaxial flexure strength. a: as-pressed group; b: reused group.

Table 2. Result of Weibull analysis

Group	m-value	σ_0
As-pressed	7.1	130.1
Reused	5.7	122.5

m : Weibull modulus ; σ_0 : Characteristic strength(MPa)

학적인 차이도 없었다 (P>0.05).

Weibull 분석 결과, 특성강도는 처음 사용 시와 재사용간의 유의성 있는 차이는 보이지 않았으며, Weibull 계수는 재사용 군이 처음 사용한 군보다 낮아, 재사용한 경우가 더욱 균일하지 못한 범주에서 파절이 일어났음을 알 수 있었다 (Fig. 1, Table 2).

Ⅳ. 총괄 및 고찰

전부도재관의 출현에 따라 포스트와 코어가 필요한 전치에서 그들의 심미성이 유감없이 표현되기 위해서는 그들의 반투명성의 특징을 상쇄시키지 않는 새로운 코어 재료의 필요성이 대두되었다. 즉 일반적인 금속 코어 위에 반투명성이 좋은 전부도재관으로 수복한 임상치관이 심하게 손상된 전치 실활치에서 내부의 금속과 불투명도재의 불투과성 때문에 전부도재관의 시각적 특성이 십분 발휘될 수 없었다. 물론 시멘트의 두께와 투명도에 의한 영향도 고려될 수 있겠으나 금속 코어의 차단효과에 관계없이 다소의 전부도재관의 투과성 감소를 피할 수는 없었다.[8] 게다가 이러한 금속-도재 수복물은 금속의 색깔 및 불투과성이 변연치은에 grayish-blue한 변색을 야기하고 치경부 치은과 치근에 그림자를 형성하며, 입술선이 상방에 위치한(high lip line) 환자에 있어 통상적인 금속 포스트와 코어 역시 치은 및 치경부에서 심미적 결함을 초래하였다.[9] 이런 금속 코어의 대안으로 컴포지트 레진 코어를 들 수 있겠으나, 지르코니아 포스트에 직접 컴포지트 레진을 축성하여 코어를 축조할 경우 지대치에 큰 부하가 가해지는 치은 연하의 변연 설정은 위험하며, 레진 코어는 자연치보다 큰 열팽창률을 가지므로 중합 수축에 따른 미세누출이 야기되고 기능 부하에 의해 변형을 일으킬 가능성이 높다는 점이 지적된다.[10,11] 또한 컴포지트 레진 코어 사용 시 이를 최소화하기 위해 상아질 결합재가 추천되지만 아말감 코어에 비해 더 많은 미세누출[12]과 높은 체적 불안정성이 보고되고[13,14] 더욱이 컴포지트 레진 코어는 장기간 수분흡수로 인해 재료의 상실과 변연누출이 가속화될 염려[15]가 크므로 치관 상실부가 클 경우는 피해야 된다.

최근에는 전치부 임상치관이 크게 상실되어서 포스트와 코어의 도움으로 심미적인 전부도재관을 적용할 경우, 금속과 컴포지트 레진 코어의 단점을 극복하기 위한 전용 세라믹 포스트와 코어가 추천된다. 1997년에 Ivoclar사는 강한 지르코니아 포스트와 시각적 특성이 우수한 유리-세라믹 코어가 결합된

새로운 전부 도재 포스트와 코어 시스템을 소개하였다.[16,17] 지르코니아 포스트에 합체되는 Cosmo glass-ceramic 코어는 SiO_2 (54-59)%, ZrO_2 (15-19)%, Al_2O_3 (3-7)%, Li_2O (7-10)%, P_2O_5 (4-7)%, Na_2O (2-5)%, K_2O (3-7)%, F (0.5-2)%, 색소 (0-2)%의 조성을 지니는데, Schweiger 등[18]은 이 유리-세라믹이 Li_3PO_4 crystals에 의해 또는 glass network structure에서 복잡한 $[ZrO_4]$구조단위의 형태로 많은 부분을 차지하는 Z^{4+}이온에 의해서 미세구조가 뒤틀려져 있기 때문에 일반 유리보다 훨씬 높은 3점 굽힘강도(164±26 MPa)를 보이는 것으로 보고하였다. 이 유리-세라믹은 ZrO_2 포스트에 결합되면서 더욱 안정성이 강화되는데, 이는 두 재료간에 약간의 차이를 보이는 열팽창계수에 의한 것으로, 유리-세라믹(9.5 ±0.5 10^{-6}/K)이 ZrO_2 ceramic(10.0±1.0 10^{-6}/K)보다 약간 더 낮은 열팽창계수를 보유하여 냉각 수축 시 ZrO_2 post의 주변 유리-세라믹에서 접선 방향의 압축응력이 형성되기 때문인 것으로 사료되었다. Leibrock 등[19]은 유리-세라믹 재료인 IPS Empress를 이용하여 제작한 포스트와 코어의 파절강도가 80-287N 까지 다양한 값을 보이는 것으로 보고하였다.

유리-세라믹에 대한 재사용의 연구는 국내외적으로 아직 드문 상태이다. 이는 재료와 적용분야가 한정되기 때문에 아직 많은 관심을 기울이지 못한 까닭으로 판단되며, 그간 국내에서 IPS Empress 잉곳의 재사용 가능성을 확인하기 위해 물성에 대한 일련의 연구가 진행되었다. 1997년 송 등[20]은 재사용된 IPS Empress잉곳의 주조정확도에 관해 연구한 결과 1차, 2차, 3차 반복 사용한 경우에서 주조정확도는 세 가지 경우 모두 95% 이상의 높은 정확도를 보임으로 재사용 시 주조정확도에는 별 문제가 없을 것으로 보고하였으며, 진 등[21]은 반복 사용된 IPS Empress의 색 안정성에 관한 연구를 통하여 2차, 3차 재사용 한 잉곳에서는 미세한 색변화를 보였으나 임상적으로는 재사용이 가능한 것으로 보고하면서 미세한 색변화는 반복된 열처리에 의한 유리기질 내에서의 백류석 양의 변화에 따른 구조적인 변화에 기인한 것으로 추측하였다. 또한 진 등[22]은 반복 사용된 IPS Empress의 굽힘강도에 관해서도 연구를 하였는데 2차 열가압 시에는 강도가 약간 증가하였고 3차 열가압 시에는 약간 감소하였으나 통계학적으로 유의한 차이가 없이, 모든 경우에서 110 MPa 이상의 파절강도를 보임으로 재사용 가능성을 시사하였다. 김 등[23]은 반복 사용된 IPS Empress 도재의 법랑질에 대한 마모도의 변화와 반복 사용할 때에 가해진 열과 압력이 IPS Empress 도재의 미세구조에 미치는 영향을 알아본 연구에서 IPS Empress 잉곳의 재사용은 2회까지는 사용이 가능하였으나 3회 이상의 반복 사용은 마모저항성 및 강도 등의 물성이 급격히 약화될 것으로 예상되어 사용을 제한하도록 권유하였다.

세라믹 재료는 강한 이온결합과 공유결합으로 이루어져 있으므로, 소성변형을 일으킬 수 없으며 취성파괴를 나타낸다. 즉 세라믹은 파괴없이 변형되지 않으며 따라서 세라믹의 파괴인성은 균열전파에 대한 저항성으로 나타나며 재료선택의 중요한 척도가 된다. 본 연구에서 다루었던 지르코니아 강화형 유리-세라믹, IPS Empress Cosmo Ceramic은 처음과 재사용 시 파괴인성의 차이가 없어 파괴인성 측면에서 재사용에 대한 신뢰도가 높음을 알 수 있었고 굽힘강도 측면에서도 상호간 유의성있는 차이가 없어 1회 재사용은 가능할 것으로 판단되었다. 그러나 열가압 후 ingot의 형태가 처음의 실린더 형태와는 다르게 남게 됨으로써 이를 재차 이용하기 위해서는 plunger에 맞는 원통형의 잉곳 형태로 다시 다듬어야 하고 남은 조각을 여러 개 이용할 경우 완전히 일체화되지 못한 주조체의 결함도 우려되었으며 재사용에 따른 오염 방지에 어려움이 있었다. 또한 재사용 가능성에 대한 다각적인 평가를 위해서 재사용에 따른 지르코니아 포스트와의 결합성, 색상의 안정성 등의 다각적인 추가적 연구도 필요할 것으로 사료되었다.

V. 결 론

본 연구는 지르코니아 강화형 유리-세라믹인 IPS Empress Cosmo Ceramic의 재활용 가능성을 평가하고자, 처음 사용된 IPS Empress Cosmo Ceramic과 재사용된 IPS Empress Cosmo Ceramic의 기계적 성질 중 굽힘강도와 파괴인성을 측정하였으며, 그 결과 IPS Empress Cosmo Ceramic의 처음 사용과 재사용 간에 굽힘강도와 파괴인성 측면에서 통계학적 유의성이 없어($P>0.05$) 재활용 가능성이 시사되었다. 그

러나 Weibull계수는 재사용 군이 처음 사용 군보다 낮아서 파절강도가 처음 사용한 군보다는 균일하지 못했다.

참 고 문 헌

1. Pissis P. Fabrication of a metal-free ceramic restoration utilizing the monoblock technique. Pract Periodont Aesthet Dent 1995;7(5):83-94.
2. Kwiatkowski S, Geller WA. Preliminary consideration of the glass ceramic dowel post and core. Int J Prosthodont 1989;2:51-55.
3. Kern M, Knode H. Stiftkernaufbauten aus In-Ceram-Direkte und Indirekte Methode. Quintessez zahntech 1991;17:917-925.
4. Sorensen JA, Mito WT. Rationale and clinical technique for esthetic restoration of endodontically treated teeth with the CosmoPost and IPS Empress Post system. Quintessence Dent Technol 1998;21:81-90.
5. Wagner WC. Biaxial flexural strength and indentation fracture toughness of three new dental core ceramics. J Prosthet Dent 1996;76:140-144.
6. Anstis GR, Chantikul P, Lawn BR, Marshall DB. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I. direct crack measurements. J Am Ceram Soc 1981;64:533-8
7. Marshall DB, Noma T, Evans AG. A simple method for determining elastic-modulus-to-hardness ratios using Knoop indentation measurements. Comm Am Ceram Soc 1982;C-175-C176
8. Spiros OK, Matthias K. All -ceramic posts and cores. The state of the art Quintessence Int 1999;6:383-392.
9. Meyenberg KH, Luthy H, Scharer P. Zirconia Posts: A New All-Ceramic Concept for Nonvital Abutment Teeth. J Esthet Dent 1995;7:73-80.
10. Tjan AHL, Dunn JR, Lee JKY. Fracture resistance of amalgam and composite resin cores retained by various intradentinal retentive features. Quintessence Int 1993;24:211-217.
11. Tjan AHL, Grant BE, Dunn JR. Microleakage of composite resin cores treated with various dentin bonding systems. J Prosthet Dent 1991;66:24-29.
12. Hormati AA, Denehy GE. Microleakage of a pin-retained amalgam and composite resin bases. J Prosthet Dent 1980;44;526-30.
13. Oliva RA, Lowe JA. Dimensional stability of composite used as a core material. J Prosthet Dent 1986;56:554-61.
14. Oliva RA, Lowe JA. Dimensional stability of silver amalgam and composite used as a core materials. J Prosthet Dent 1987;57:554-9.
15. Pearson GJ. Long-term water sorption and solubility of composite filling materials. J Prosthet Dent 1979;7:64-8.
16. Ivoclar. CosmoPost und IPS Empress CosmoRohling Technikanleitung. 1997.
17. Kakehashi Y, Luthy H. A new all-ceramic post and core system:clinical, technical, and in vitro results. Int J Periodont Rest Dent 1998;18:587-593.
18. Schweiger M, Frank M. Microstructure and properties of a pressed glass ceramic core to a zirconia post. Quintessence Dent Technol 1998; 21:73-80.
19. Leibrock A, Herrmann G, Behr M et al. Fracture strength of IPS-Empress all-ceramic posts and cores[abstracts 377]. J Dent Res 1996;75:65.
20. 송병권, 박현배, 오상천, 진태호. 재사용된 IPS Empress ingot의 pressing accracy 에 관한 연구. 대한치과보철학회지 1997;35:357-64.
21. 진태호, 박현배. 반복사용된 IPS Empress ceramic의 물리적 성질에 관한 연구 Part I.색안정성에 관한 연구. 원광치의학 1997;7:133-8.
22. 진태호, 김희진. 반복사용된 IPS Empress 의 물리적 성질에 관한 연구 Part II. 굽 힘강도에 관한 연구. 대한치과보철학회지 1998;36:524-9.
23. 김상돈, 동진근. IPS Empress도재의 반복사용에 따른 마모도와 미세구조에 관한 연구. 원광치의학 1998; 8(3):21-35.