유기조성물을 이용한 페이스트형 일반도재 시스템

서울대학교 치과대학 보철학교실, *요업(세라믹)기술원, **제일치과기공소

한중석·이명현*·김대현**·정헌영

Development of Organic Paste Porcelain for Fixed Prostheses

Jung-Suk Han, *Myung-Hyun Lee, **Dae-Hyun Kim, Hun-Young Chung

Department of Prosthodontics, College of Dentistry, Seoul National University
*Next Generation Enterprise Group, Korea Institute of Ceramic Engineering & Technology
** Jeil Dental Laboratory

INTRODUCTION: The build-up method has been used for application of porcelain powder on the metal framework to make final tooth shape conventionally. This method takes time and need skill to mimic final shade and shape of porcelain fused to metal crown. The purpose of this study was to develop standard shape and shade laminating porcelain forms to reduce build-up time.

METHODS: To make tooth form porcelain paste, several liquid organic compounds were added to conventional feldspathic porcelain. The amount of additives and rheologic property were tested to find out best composition. Comparison of mixing methods to reduced porosity, proper heating schedule, and measurement of shrinkage amount and residual organic materials were performed to set-up standard procedures. Finally, biaxial flexural strength and color of preformed laminated paste porcelain were compared with those of porcelain which fabricated by the conventional build-up method.

RESULTS: There was no significant difference in physical properties and color stability between two fabrication methods after various testing methods.

Conclusion: This new build-up method can be applied to fabricate the PFM crown and bridge without any loss of strength and optical properties.

*본 연구는 보건의료기술연구개발사업의 지원(02-PJ1-PG3-20507-0039)에 의해 수행된 것입니다. 이에 감사드립니다.

유기조성물을 이용한 페이스트형 일반도재 시스템

서울대학교 치과대학 보철학교실, *요업(세라믹)기술원, **제일치과기공소

한중석·이명현*·김대현**·정헌영

Ⅰ. 서 론

손상되거나 상실된 치아를 수복하기 위하여 인공치관을 금 합금으로만 수복하거나 하부금속구조물 위에 도재를 소성하여 치아색과 유사하게 제작하거나 심미성을 위하여 금속이 없는 전부도재관 등이 사용되고 있다[1-3]. 구치부는 주로 금속관이 많이 사용되나 심미성이 중요시되는 전치부나 소구치부는 자연치아색조를 재현하기 위하여 도재를 이용한 보철물로 수복된다. 이 같은 추세는 경제여건의 개선과 함께 그 수요가 폭발적으로 늘고 있는 추세이다. 참고로 1990년 한 해 동안에 미국에서 약 3,500만 개의 크라운이 제작되었고 그 중의 70%가 도재를 이용한 수복물이다. 우리나라도 이와 비슷하다고 볼 수 있으며, 정확하지는 않으나 최소한 매년 약 500만 개 이상 (치과의사 20,000명 × 20개 × 12달)이 제작되는 것으로 추정된다,

이러한 도재관을 제작하기 위해서는 치아형태에 맞게 치과기공사가 일일이 치아색과 일치하는 도재 분말을 젤 형태로 만든 후 붓으로 올려 형상을 잡고 소성하게 된다. 자연치의 상아질과 법랑질을 재현하려면 여러 단계에 걸쳐 수작업으로 이루어지므로 많은 시간과 노력을 필요로 하고 제작자의 능력에 따른 개인차가 많게 된다. 특히 불투명재, 덴틴재 및 에나멜재를 축성하는 과정은 각각 30분~60분 정도가 소요되며, 작업의 특성에 따라 더 많은 시간이 소요될 수도 있다. 또한 이러한 축성방법은 수작업을 하는 술자의 역량 및 경험 정도에 따라 달라지며, 각각의 도재 축성시 도재분말에 혼합하여 사용되는 물이나 용액의 증발 등의 외부변화요인에 따라서도 다른 결과를 가져오게 된다. 이러한 이유로 최종 결과물에 있어서 자연스럽고 심미적인 치아재현과 치아의 물질적 강도를 얻는데 불확실성이 대두된다. 즉, 경험이 많은 숙련자가 최상의 작업조건하에서만 심미성과 강도가 우수한 도재축성을 할 수 있으며, 상황에 따라 많은 변화 요인을 가지므로 도재관을 제조하는데 아직까지 많은 어려움이 있다.

현재까지 위에서 언급한 문제점을 해결하는 방안으로 제시된 것은 없다. 즉 도재관의 제작은 기공사의 심미적인 안목과 경험에 의한 수작업에 좌우되므로 제작에 시간이 많이 걸리고 결과도 일정하지 않아 형태 및 색조의 부조화로 인하여 종종 환자와의 마찰이 일어나고 있다.

이러한 제작을 간편하게 하기 위하여 금속이나 도재를 CAD-CAM을 이용하여 제작하려는 시도가 있었고[4-6] 실제로 제품도 나와 있으나 형상을 재현하기 위한 고가의 scanner 및 CNC milling machine 장비설치가 필요하다. 또한 정밀도에 있어서도 기존의 수작업 방법보다 우수하다고 할 수 없다. 따라서 일반적으로 사용하기에는 아직 고가이며 해결해야 하는 문제점을 많이 가지고 있다.

최근에는 금속색을 차단하기 위한 불투명 도재를 보다 편리하고 균일하게 적용하기 위해 도재 분말을 미리 용매에 현탁하여 연고형으로 제작하여 시판하고 있으며 편리성으로 인하여 사용량이 점차 증가하고 있다[7]. 그러나 덴틴 도재나, 에나멜 도재 등의 일반도재에는 그 적용이 이루어지지 않고 있

다. 덴틴도재나 에나멜도재에도 페이스트 공정을 도입하여 적절한 색을 가진 일정한 paste 상태로 만들어 금속위에 적용하면 제작된 금속코아에 도재를 축성하고 소성하는데 소요되는 1시간 내지 2시간이 소요되는 시간을 절약할 수 있으며 강도 및 색조도 균일하게 할 수 있다. 결과적으로 적은 노력과 시간으로 더 우수하고 심미적인 도재 수복물을 제작할 수 있다.

본 개발연구에서는 일반도재를 페이스트화하여 제조공정의 용이성과 일관성을 확보하고자 하였으며, 페이스트 조성 및 공정기술을 적용하였다.

Ⅱ. 연구재료 및 방법

페이스트 일반도재 시스템에 적용되는 도재분말로는 vintage halo 시스템(Shofu. Inc., Japan)의 dentine 도재(A3B), enamel 도재(58), translucent 도재(opal)와 vita Omega 900 시스템(Vita Gmbh, Germany)의 dentine 도재(2M2), enamel 도재(EN2), translucent 도재(T2)를 사용하였다. 도재분말의 평균입경 및 분포는 Laser diffraction method에 의한 입도분석기(Model master sizes, Malvern, U.S.A)를 사용하였다. 비표면적은 단위무게 분말의 표면적을 나타내며, 고체표면에 질소가스를 단일층으로 흡착시켜서 사용된 가스의 부피변화를 관찰하는 BET법에 의한 비표면적 측정기(ASAP 2010, Micromeritics, USA)를 사용하여 측정하였다.

도재입자와 균일 혼합하여 성형성 및 유동성을 발현하게 하는 vehicle에는 액상유기혼합물들 중 취급이 용이하고 무독성이 확인된 special liquid인 CM(creation modelling liqid), VM(vita modelling liquid) 및 UV(creation universal liquid)를 사용하였다. 도재분말을 paste화하는 과정에서 유기용매의 종류 및 함량에 따른 점성 거동을 관찰하기 위해 viscometer (Programmable DV-Ⅲ+ Rheometer, Brookfield, USA)를 이용하여 확인하였다. 이 때 spindle은 SC4-27을 사용하였으며 측정조건은 0.1 rpm(sec^{-1})에서 출발하여 30초간의 안정화를 지정하여 2 rpm(sec^{-1})만큼 증가시키면서 viscosity를 측정하였다. 그리고 전체 loop을 50회로 지정하여 측정하였다. 이 때 온도는 25℃를 유지하였다.

paste의 혼합은 수작업과 Conditioning mixer를 이용한 방법을 각각 적용하였다, 전통적으로 도재를 혼합하고 축성하는 모든 공정은 수작업에 의해 이루어진다. 투명한 유리판에 도재분말을 올려놓은 후 원하는 함량의 유기물을 용량별로 유리판 위해 천천히 떨어뜨린다. 이때 spatula를 이용하여 도재 분말을 약 10분 정도 혼합하였다. 또한 특성개선을 위해 Conditioning mixer (standard AR-250, thinky, Japan)를 이용하여 혼합 하였다. 이는 조성물을 고속 회전시켜 원심력을 이용하여 혼합하고 탈포하는 방법으로 단시간 내에 균일하며 결함이 최소화된 혼합이 이루어진다. 혼합된 페이스트는 아크릴 mold에서 vibration and blotting technique으로 도재분말과 액상의 균일한 분포가 달성되도록 하였으며, 표면 liquid를 제거하여 일정한 모양의 성형체를 제조하였다. laminate structure를 제조하기 위하여 미리 제조한 각 layer를 밀폐 보관하였다가 필요한 시점에 개봉하여 적층 및 성형하였다. 원하는 크기와 모양은 몰드성형 또는 punching하여 제조하였다.

소성온도는 제조사가 제시한 최종 소성온도를 기준으로 하여 열처리조건을 최적화하였고, 이때 소성로는 VACUMAT 40 furnace를 사용하였다. 액상첨가제의 종류에 따른 수축률 변화를 비교 조사하였으며 또한 액상첨가제의 함량에 따른 수축률을 조사하였다. 소성 전, 후의 가로, 세로에 대한 각각의 길이 변화를 측정하여 수축률 변화량을 계산하였다.

색 안정성을 평가하기 위해서 spectrophotometer (color-eye 3100, Gretag Macbeth)를 사용하였으며 3자극 색차계를 이용하였다. X, Y, Z filter방식의 CIE 표준 C광원을 이용하였으며 측정방법은 2광로 교조측정방식에 의한 적분구식 0~45법이었고 측정경은 3mm였다. 이때 시야각은 10°로 하였다. 색조측정을 위하여 광학부에 흡광통을 놓고 영점 조정을 한 후, 표준 백색판(standard white reflector plate)을 사용하여 표준 조정을 하였고 영점 조정과 표준조정이 끝난 후 시편을 광학부에 밀착시키고 색조를 측정하였다. 이때, 시편 수는 각 5개씩 준비하였으며 한 시편당 서로 다른 5군데 색을 측정한 후 그 평균 값을 이용하여 CIE 표색계의 L^*, a^*, b^*값을 산출하였으며 평균값 L^*, a^*, b^*값으로부터 $\triangle E^*$ 값을 계산하였다.

색조 차이인 $\triangle E^*$ 값의 산출식은 다음과 같다.

$$\triangle E^* = [(\triangle L^*)^2 + (\triangle a^*)^2 + (\triangle b^*)^2]^{1/2} \quad (2)$$

$\triangle E^*$: 시편의 색조 차이값.

$\triangle L^*$: 시편 2의 명도(L_2)와 시편 1의 명도(L_1)의 차이 (black-white)

$\triangle a^*$: 시편간의 적색과 녹색의 정도 차이 (red-green)

$\triangle b^*$: 시편간의 황색과 청색의 정도 차이 (blue-yellow)

시편 중의 잔류탄소는 탄소/황 원소분석기 (carbon/sulfur determinator, CS-2000, ELTRA, Germany)를 이용하였다.

강도측정은 Fig. 1(a)에 도시한 biaxial-strength test-fixture를 이용하여 측정하였다. 측정 시 crosshead 속도는 ASTM 표준 그래프(Fig. 1(b))에 의해 결정하였으며[8], 시편표면과 ram tip 사이에 응력이 균일하게 분포할 수 있도록 polyethylene film을 사용하였다. 실험 후 강도 값은 다음 식들을 이용하여 결정하였다[9].

$$\sigma = -0.2387 \times P \times \frac{(X - Y)}{d^2} \quad (3)$$

$$X = (1+\nu)\ln\left(\frac{r_2}{r_3}\right)^2 + \left[\frac{(1-\nu)}{2}\right]\left(\frac{r_2}{r_3}\right)^2 \quad (4)$$

$$Y = (1+\nu)\left[1+\ln\left(\frac{r_1}{r_3}\right)^2\right] + (1-\nu)\left(\frac{r_1}{r_3}\right)^2 \quad (5)$$

ν : 포이슨 비

r_1 : bottom plate내의 3개의 steel ball들이 이루는 원의 반지름 (mm)

r_2 : ram tip의 반지름 (mm)

r_3 : 시편의 반지름 (mm)

σ : 강도 (MPa)

P : 파단시 하중 (N)

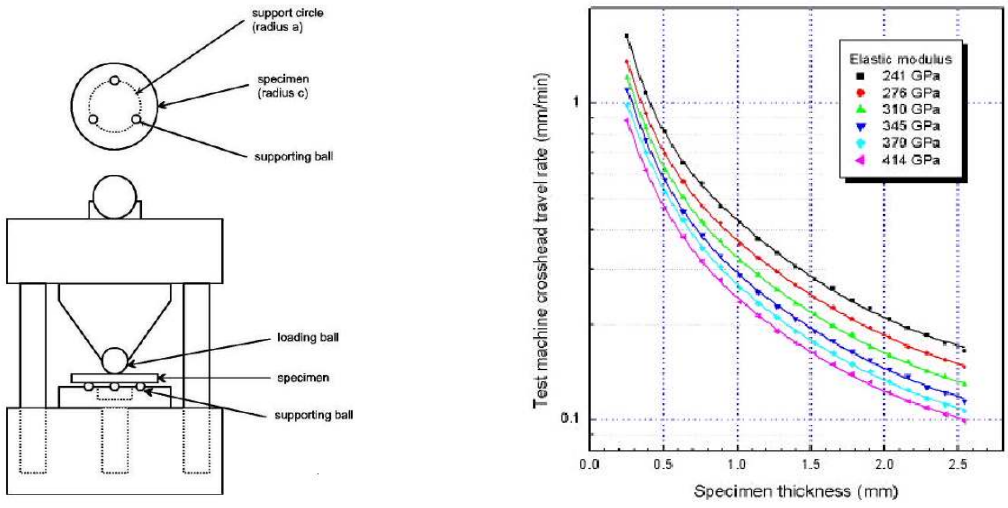
d : 시편의 두께 (mm)

도재 페이스트는 vibration and blotting technique으로 성형한 후 소결하여 다이아몬드 휠(wheel)로 1㎛ 양면 경면 가공하여 두께 1.5mm, 반지름 0.8mm의 디스크 형 시편을 제작하였다.

Ⅲ. 결과 및 고찰

1. 도재분말의 입경 및 분포분석

Fig 2는 일반도재 시스템 중에서 물성이 안정적이고 많이 활용되는 대표적인 일반도재 시스템인



(a) (b)

Fig. 1. (a) Fixture of biaxial strength test. (b) ASTM standard graph for cross head speed

vintage halo 시스템(Shofu. Inc., Japan)과 vita Omega 900 시스템(Vita Gmbh, Germany)의 도재분말을 페이스트 도재 제조에 활용하기 위하여 입도분석을 실시한 결과이다. Omega 900 시스템의 dentine 도재(2M2), enamel 도재(EN2), translucent 도재(T2) 분말은 각각 20.12㎛, 20.52㎛, 21.13㎛의 평균입경 값을 나타내었으며 0.6 ~ 100㎛까지의 범위에 분포하였고 각 도재의 분포곡선은 동일한 분포와 형상을 유지하여 입경과 입도분포가 정밀하게 제어되어 있음이 관찰되었다. vintage halo 시스템(Shofu. Inc., Japan)의 dentine 도재(A3B), enamel 도재(58), translucent 도재(opal) 분말도 각각 21.40㎛, 20.17㎛, 20.17㎛의 평균입경을 나타내어 비슷한 평균입경을 나타냄을 알 수 있었고, 이러한 평균입경 값은 Omega 시스템의 평균입경 값과도 유사하였다. 그러나 분포에 있어서는 halo 시스템에서는 omega 시스템에서와 달리 도재별로 차이를 나타내었다. 특히 에나멜 도재(58)는 0.1㎛ 이하의 분포도 나타내었다. 두 시스템의 입도분석 결과를 비교할 때 평균입경은 시스템 또는 도재의 종류에 상관없이 유사하였으나, 분포 제어는 시스템에 따라서 다름을 확인하였다. 분포에 있어서 정확하게 일치하지는 않지만 일정한 경향을 유지하였으며 평균입경의 크기가 약 20㎛로 유사하기 때문에 두 도재시스템을 일반도재 페이스트의 재료로 사용하는 데 있어서 유동특성에 미치는 영향은 거의 없을 것으로 판단되었다.

Fig. 3은 도재입자의 형상 확인을 위해 Omega 900 시스템의 dentine 도재(2M2)와 vintage halo 시스템의 dentine 도재(A3B)을 주사전자현미경(JSM 6700F, JEOL, Japan)으로 촬영한 사진이다. 관찰결과 도재입자들은 laser diffraction method에 의한 관찰에서 확인된 바와 같이 서브㎛로부터 100㎛의 분포를 가지며 입자 형상들은 angularity가 매우 높은 불규칙적인 입자의 형태를 지니고 있었다.

분말의 비표면적특성은 입자크기, 모양, 입도분포, 표면상태 및 개기공 등과 같이 여러 가지 요인이 복합적으로 연관되며, vehicle 등 성형성 및 유동성 부여를 위해 필요한 유기물의 첨가량에 직접적으로 영향을 미치기 때문에 매우 중요하다. 입도분포에 의하면 각 도재분말은 평균입경이 20㎛로 매우 크며 주사전자현미경에 의한 직접관찰 등에 의하면 입자들의 표면이 용융체의 분쇄면 이므로 비표면적이 매우 낮을 것으로 예상되었었다. 질소흡착에 의한 비표면적 측정결과 Vita omega 900 dentine 도재(2M2)의 비표면적은 $0.7m^2/g$ 이었고. Vintage halo dentine 도재(A3B)의 비표면적은 $0.5m^2/g$이었다. 측정된 비표면적의 차이는 $0.2m^2/g$으로 비표면적이 낮고 그 차이도 매우 작으므로 비표면적에 의존하는 특성변화에 큰 영향을 미치지 못할 것으로 판단되었다.

이러한 직접 및 간접관찰법을 통한 분석을 통해서 도재분말의 입도분포 및 형상 등에 대한 정확한 정보를 획득할 수 있었으며 획득된 정보는 분말의 특성에 전적으로 의존하는 paste의 점성거동 및 소결체의 특성 등을 해석하고 공정을 제어하는 자료로 활용하였다.

2. 점성거동관찰 및 조성최적화

도재입자와 균일 혼합하여 성형성 및 유동성을 발현하게 하는 vehicle에는 형태, 휘발점, 휘발속도, 발화점, 표면장력 등에서 다양한 특성의 것이 존재하는데, 최적 유기 vehicle 시스템 선정에 있어서 액상유기혼합물들 중 취급이 용이하고 무독성이 확인된 special liquid인 CM(creation modelling liquid), VM(vita modelling liquid) 및 UV (creation universal liquid)을 사용하였다.

페이스트 제조에 사용된 각 유기첨가제들은 도재분말에 대하여 25wt%를 첨가하고 기존의 방법(hand mixing)으로 혼합하였으며, 유기물 첨가에 따른 물성 변화 등을 비교하기 위하여 증류수(DS)를 사용한 paste도 같은 방법으로 제조하여 비교 평가하였다. Fig. 4(a)는 이들 유기물을 첨가하여 제조한 페이스트에 있어서, 적용 유기물의 점성 유지 기능을 확인하기 위하여 시간경과에 따른 점성변화를 관찰한 결과이다. 기존의 방식에서도 페이스트의 점성은 혼합에서 적용시점까지 유지 되어야 하므로 중요한 인자이나, 신공정에 의한 방식에서는 페이스트를 제조한 후 필요에 따라 장시간 저장하거나 이후 공정단계에서 일정시간 동안 노출될 수 있기 때문에 점성유지 기능은 가장 중요한 요구특성 중의 하나이다. 증류수로 혼합한 페이스트는 45분경과 시 점도가 증가하기 시작하였고, VM과 CM 유기물을 혼합한 페이스트들은 2시간 경과 후에 점도

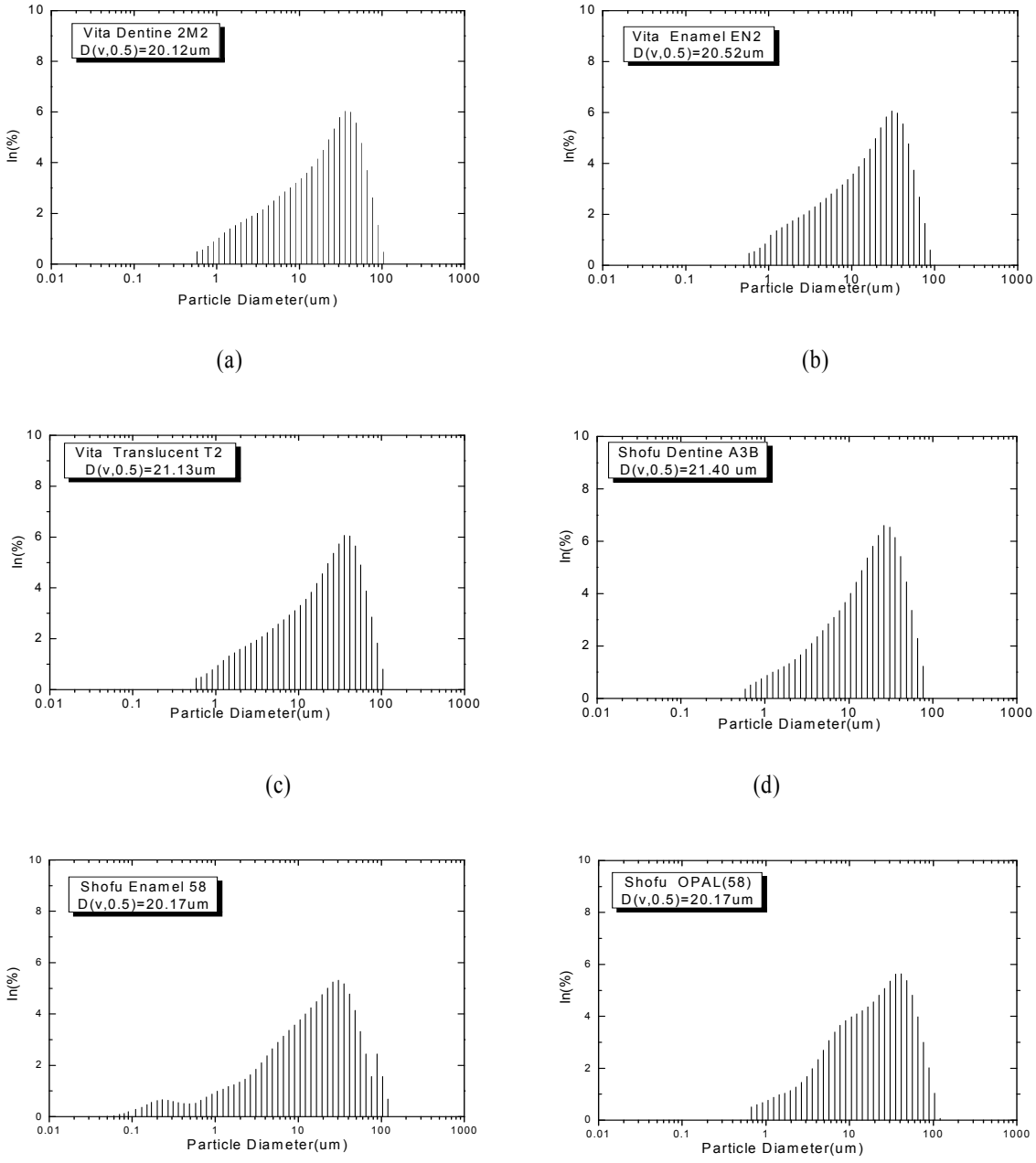


Fig. 2. Vita Omega 900 시스템의 입도분포 (a) dentine 도재(2M2), (b) enamel 도재(EN2), (c) translucent 도재(T2)와 Shofu vintage halo 시스템의 입도분포 (d) dentine 도재(A3B), (e) enamel 도재(58) (f), translucent 도재(opal).

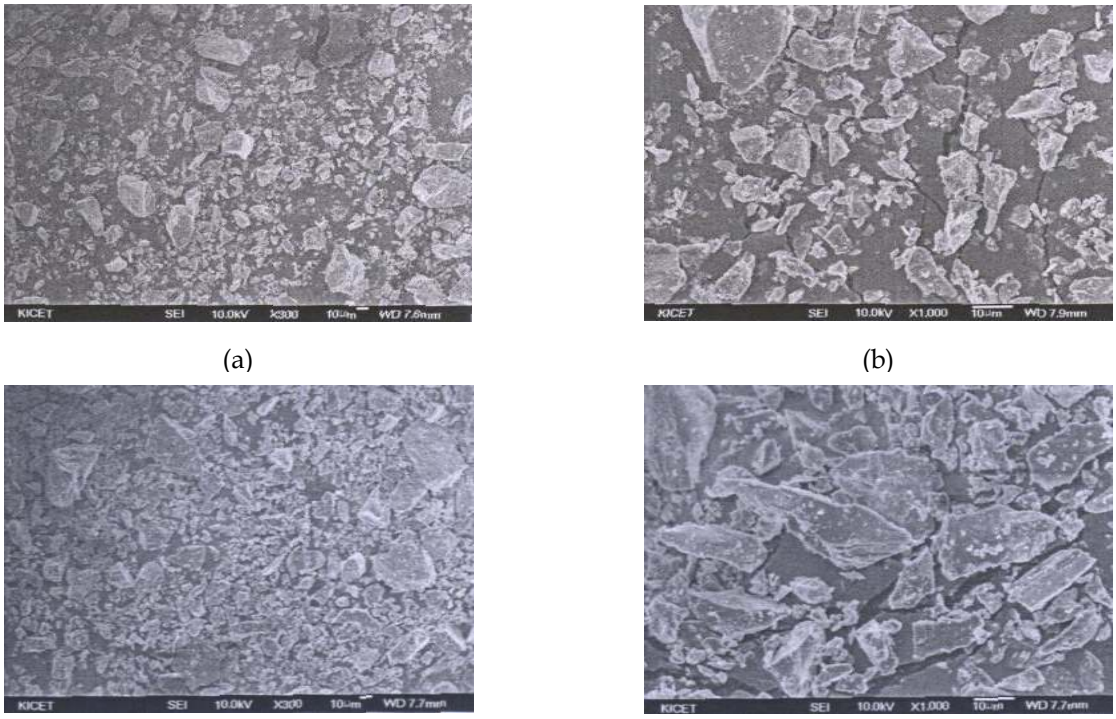


Fig. 3. Vita Omega 900 시스템 dentine 도재(2M2) 분말의 주사전자현미경 관찰 (a)×300 (b)×1000 및 Shofu vintage halo dentine 도재(A3B) 분말의 주사전자현미경 관찰 (c)×300 (d)×1000

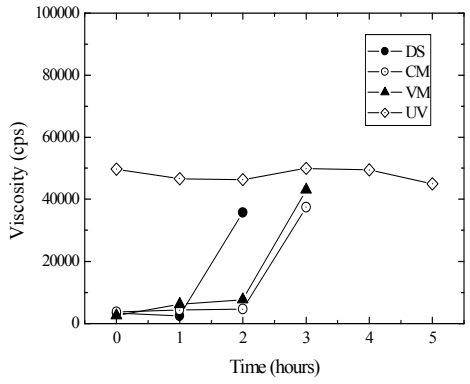
가 증가하기 시작하였다. 한편 UV 유기물을 혼합한 페이스트는 측정이 이루어진 5시간동안 50,000cps의 점도를 유지하였다. 이러한 결과는 증류수 및 유기물을 상온분위기에서 방치하며 무게변화를 관찰한 결과와 일치한다(Fig. 4(b)). 이에 따르면 UV 유기물을 제외한 CM, VM, DS는 시간에 따른 무게감소를 나타내었고 24시간 이후에는 모두 건조되었다. 따라서 증류수를 비롯한 CM과 VM은 Paste 제조용 vehicle로서 적당하지 못함을 확인하였다. 그러나 UV 용액은 장시간 방치하여도 무게변화가 거의 없었으며 성형하는데도 적절한 점성을 나타내었다. 따라서 paste용 액상첨가제로서 UV 용액을 선정하였다.

페이스트의 유동성을 제어하기 위하여 첨가물 조성 최적화 실험을 수행하였고 이에 따른 점성거동을 관찰하였다(Fig. 4(c)). 넓은 범위에서 액상첨가물의 함량을 조절하며 페이스트 제조를 시도하였으나 도재분말의 유사한 입경 및 분포로 인해 유동성에 있어 큰 차별성을 나타내지 못하였다. 그러나 페이스트 제조시 액상 첨가물이 19wt% 이하인 조건에서는 분말에 대한 액상 첨가량이 충분치 않아 샤베트처럼 되어 작업성을 확보할 수 없었다. 또한 액상이 30wt% 이상인 조건에서는 혼합물의 점성이 너무 낮아 형상을 부여하기 어려웠다. 따라서 일정한 형태를 지닌 성형체를 제작할 수 있는 액상 첨가량의 범위는 19 ~ 30 wt% 였다.

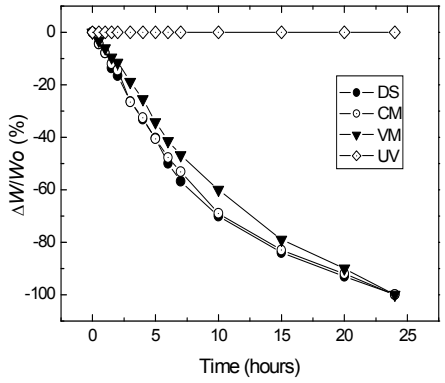
3. 혼합공정 및 소성공정 최적화

심미적 도재수복물의 제조시, 도재를 손으로 혼합하고 축성하는 전통적인 방법에는 제작에 소요되는 시간과 제조공정 중에 발생할 수 있는 구조 및 조성상의 불균일성에 대한 문제가 내포되어있다. 이를 해결하기 위하여 Conditioning mixer(standard AR-250, thinky, Japan)를 이용하여 혼합공정을 수행하였다. conditioning mixer는 조성물을 고속 회전시켜 원심력을 이용하여 혼합하고 탈포하는 방법으로 단시간 내에 균일하며 결함이 최소화된 혼합이 이루어진다.

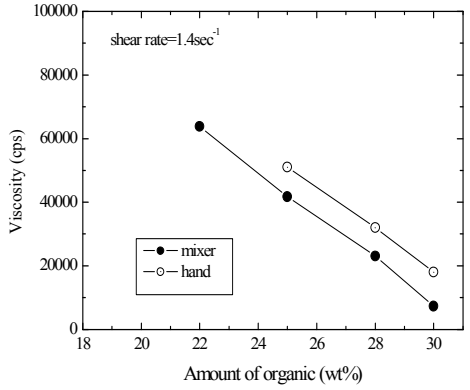
수작업으로 10분간 혼합한 실험군과 conditioning



(a)



(b)



(c)

Fig. 4. (a) vehicle 변화에 따른 페이스트의 점성 거동
(b) vehicle의 종류에 따른 무게변화
(c) 용매 함량에 따른 페이스트의 점성 거동

mixer를 사용한 실험군을 점도측정 하였다. 도재분말에 같은 양의 용매를 첨가한 페이스트를 제조한 경우에도 혼합방법에 따라 최고 10,000cps 정도의 차이가 관찰되었다(Fig. 4(c)).

혼합의 균일성 향상은 미세구조의 결함분포 및 이에 따른 물성 향상에도 영향을 미치리라 예상되어 수작업으로 혼합한 시험군과 혼합기로 수행한 시험군의 파단면과 polishing면을 전자주사현미경으로 관찰하였다(Fig. 5).

각 시편에 대한 미세구조 관찰결과, 수작업과 혼합기로 작업한 시험편의 파단면에서는 10㎛정도의 큰 기공들의 존재가 확인되었다. 혼합기를 이용하여 제조한 시편에서 기공의 분포가 조금 적었다. polishing 면의 관찰에서는 미세결함의 존재가 뚜렷이 확인되었다. 수작업으로 혼합한 시험군에서는 많은 잔류 결함기공들이 분포함을 확인할 수 있었으나, 혼합기로 수행한 시험군에서는 잔류 결함기공들이 거의 존재하지 않음을 관찰할 수 있었다. 따라서 잔류 결함을 최소화하기 위해서 고속회전혼합기를 이용한 혼합공정이 도입되어야함을 확인하였다. 유동성 제어 및 점성거동 관찰에 의해 페이스트 제조에 필요한 유기물의 함량은 25wt%로 최적화하였다.

성형 및 혼합을 위해 첨가된 유기물성분의 잔류를 방지하기 위하여 탈지 및 소성공정시 열분해구간 및 소성구간의 설정이 중요하다. paste 도재로 성형한 시험편을 porous한 알루미나 tray 상에서 열처리하였다. 시험에 사용한 halo 덴틴도재를 금속 framework에 축성하여 열처리하는 경우에는 920℃에서 소성이 이루어지나, 동일한 도재를 사용하여 페이스트로 혼합하고 다층구조로 축성하여 알루미나 tray 상에서 열처리하는 경우에는 같은 온도에서 완전 소성이 이루어지지 못하였다. 이는 페이스트 공정을 이용하여 제조한 다층구조 성형체의 열처리시 지지기판으로 사용하고 있는 알루미나와 금속 framework과의 열용량 차이에 기인하는 것으로 판단되어 이를 고려한 최적화 실험을 통하여 완전소성 조건은 950℃임을 확인하였다. vita omega 덴틴 도재도 동일한 과정의 반복을 통하여 900℃에서 소성되나 완전 소성조건이 930℃임을 확인하였다. 따라서 vita 덴틴도재의 열처리 조건은 최종소성온도 930℃, 승온속도 50/min, 유지시간 90초이며 halo 덴

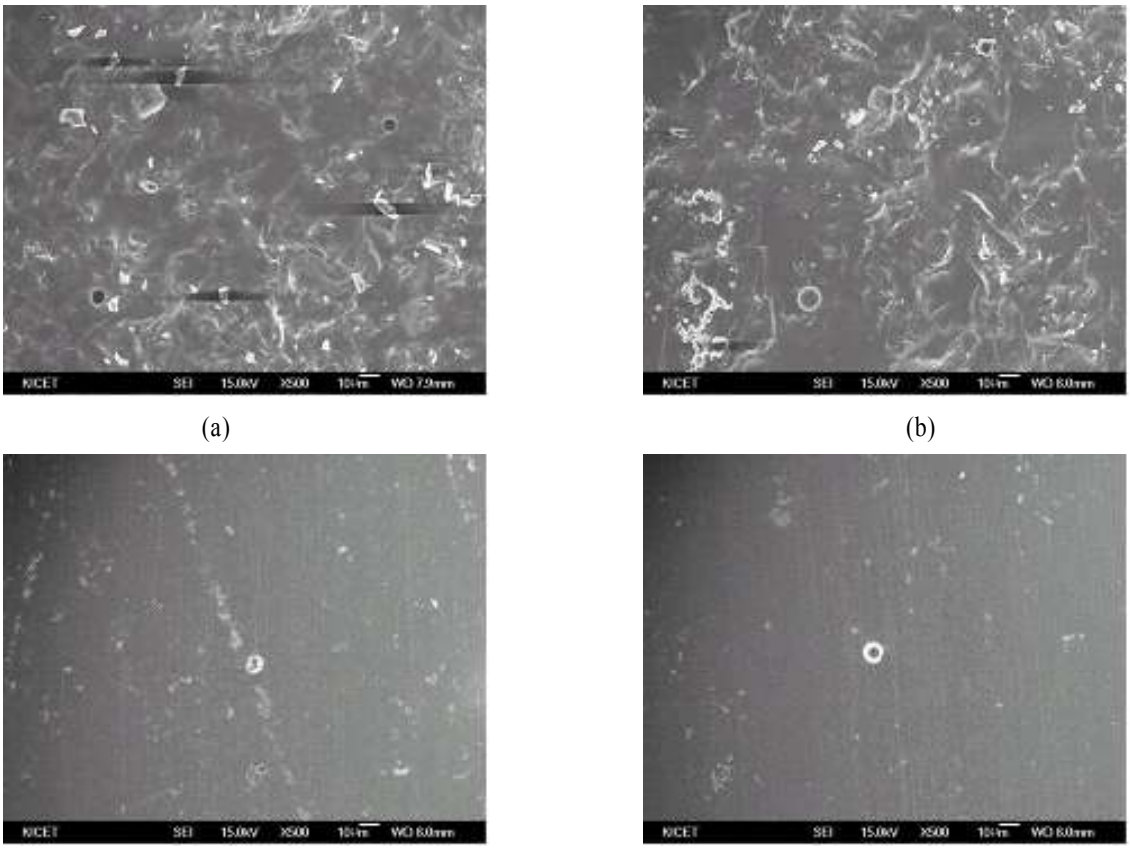
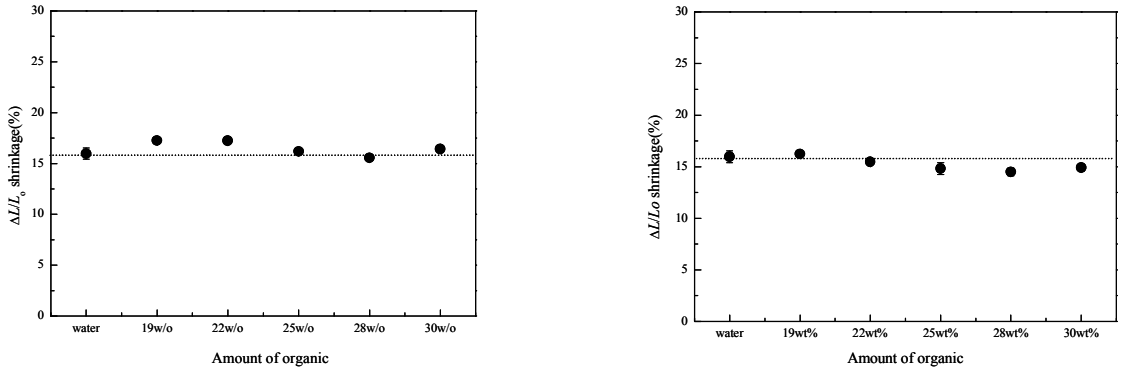
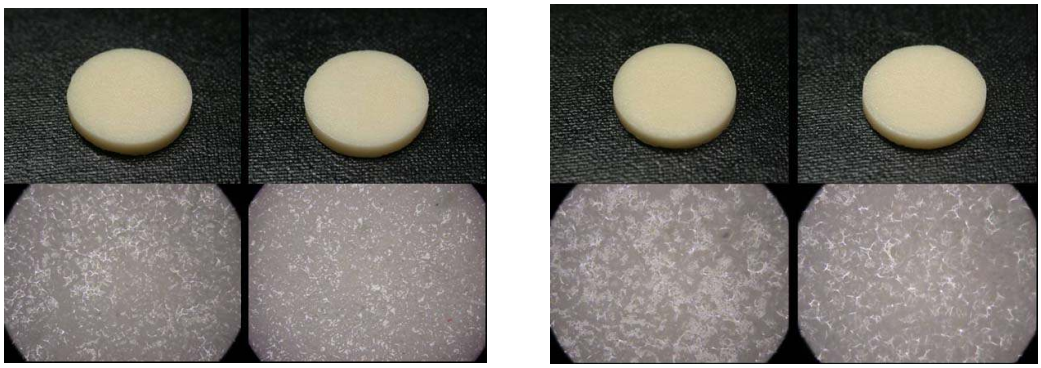


Fig. 5. 혼합공정에 따른 시험군의 기공분포 (a) 수작업에 의한 실험군의 파단면, (b) 혼합기에 의한 실험군의 파단면, (c) 수작업에 의한 실험군의 polishing면, (d) 혼합기에 의한 실험군의 polishing면.



(a) (b)

Fig. 6. vintage halo dentine 도재(A3B)의 소성수축률 (a)수작업으로 제조한 페이스트의 소성수축률, (b)혼합기로 제조한 페이스트의 소성수축률



(a) (b) (c)) (d)

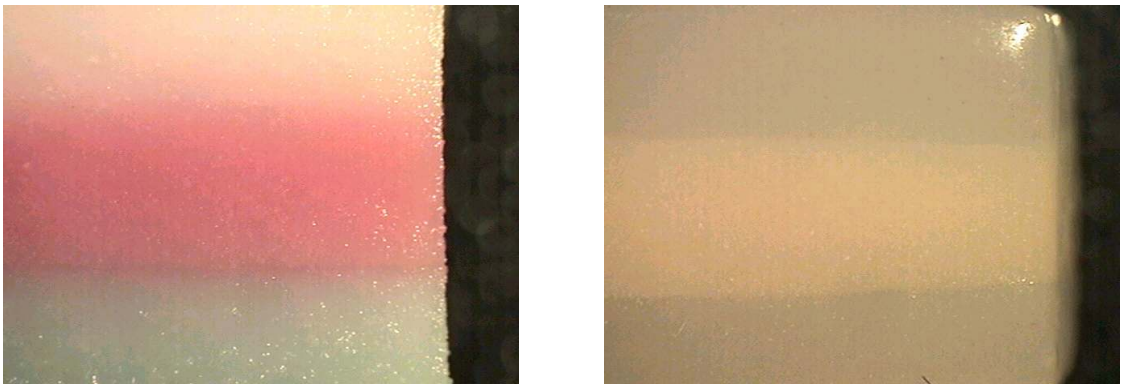
Fig. 7. 페이스트 도재(omega 900 dentine) (a) 혼합용매로 물을 사용한 소성체, (b) 혼합용매로 UV를 사용한 소성체와 페이스트 도재(vintage halo dentine) (c) 혼합용매로 물을 사용한 소성체, (d) 혼합용매로 UV를 사용한 소성체 (광학현미경×100)

틴도재의 열처리 조건은 최종 소성온도 950℃. 승온속도 50/min, 유지시간 60초로 결정하였다

4. 수축률제어 및 다층 구조물 성형

Fig. 6은 최적화된 열처리 공정에 의해 도재 페이스트를 소성할 때 발생하는 소성 수축률을 확인한 결과이다. 손으로 혼합한 페이스트의 경우 액상의 첨가량을 변화함에 따라 약 16.5%±1.1의 수축률을 나타내었다(Fig. 6(a)). 동일한 방법으로 물을 첨가하여 제조한 페이스트도 약 16.0%를 나타내었으며, 이러한 수축률은 일반도재의 평균수축률에 해당하는 값으로 도재 페이스트의 적용에 있어서 유기물 첨가에 따른 수축률의 영향은 거의 없는 것으로 확인되었다. 혼합기로 혼합한 페이스트의 경우에도 액상의 첨가량을 변화함에 따라 약 15.2%±1.0의 수축률을 나타내어 혼합공정에 따른 수축률의 변화에서도 유의차를 나타내지 않았다. (Fig. 6(b))

수축률 관찰 등 열처리공정 최적화 연구에서 적용된 몰드는 아크릴재질로 길이는 40mm, 너비는 10mm로 제작되었으며, 강도 및 색상평가에 사용된 몰드는 아크릴 재질로 내경 18mm×높이 3mm로 제작되었다. 각 시험편 제조에 있어서, 도재 paste의 조성 및 공정이 최적화되지 못하였을 때 소성전 성형체는 시간이 지남에 따라 형상이 유지되지 못하고 허물어지는 현상이 관찰되었다. 조성 최적화 연구와 동시에 따라서 균일한 혼합 및 성형체를 이루기 위해 vibration and blotting technique을 이용하였



(a) (b)

Fig. 8. 최적화된 페이스트로 제조한 층상구조 (a) 소성전, (b) 소성후.

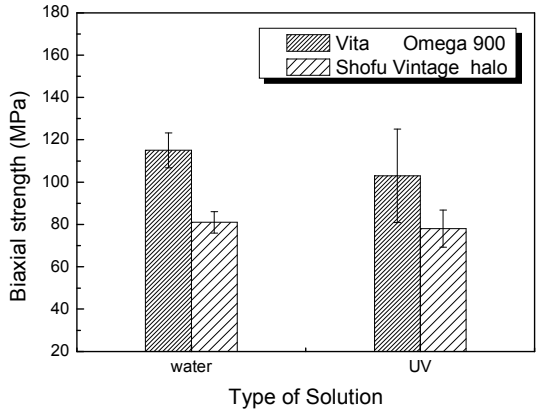


Fig. 9. 혼합용액의 종류와 도재시스템에 따른 이축강도

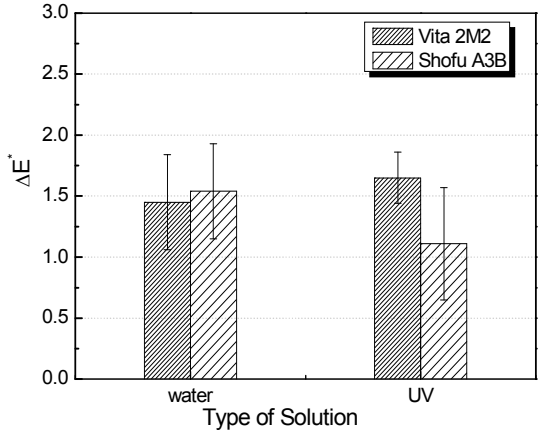


Fig. 10. 혼합용액의 종류와 도재시스템에 따른 △E*값

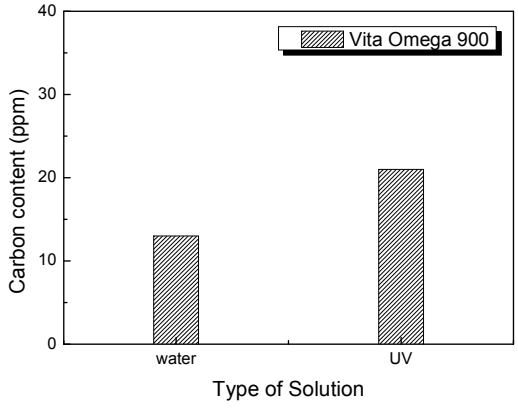


Fig 11. 혼합용액의 종류에 따른 잔류탄소량

다. 이러한 방법에 의해 표면 liquid를 제거함으로서 일정한 형태의 성형체를 제조가 가능하였다. 그러나 최적 조성의 페이스트는 균일한 혼합이 이루어지고 적정유기물이 첨가되어 여분의 유기물을 제거하기 위한 vibration and blotting technique 적용 없이 시험편의 성형이 가능하였다.

또한 페이스트 제조시 각 용액의 함량을 일정하게 첨가하여 시편을 제조하였으며, Fig. 7은 혼합용액과 도재시스템에 따른 페이스트 소성체의 표면 관찰 결과이다. 육안관찰과 100배의 배율로 광학현미경으로 관찰했을 때 각 결합제 시스템의 차이에 따른 변화는 관찰되지 않았다

최적화된 조성과 공정으로 제조된 덴틴, 에나멜, 투명 도재 페이스트를 이용하여 도재층상구조물을 구성하였다. 일차로 덴틴, 에나멜, 투명 도재 layer를 각각 1차적으로 제조하고, 이를 적층하여 일체의 층상구조를 형성하였으며(Fig. 8(a)), 소성 후 층간결합이 안정적으로 이루어진 구조물 제조가 가능함을 확인하였다(Fig. 8(b)).

5. 강도 및 색도관찰

vita omega 900 2M2 도재분말을 물을 이용하여 혼합하여 제조한 소성체와 UV vehicle를 이용하여 혼합하여 제조한 소성체의 이축굽힘강도를 측정한 결과(Fig. 9) 혼합용액 물일 경우 70 MPa±10의 강도 값을 나타내었고 혼합용액이 UV의 경우 80 MPa±8 MPa로 UV vehicle를 이용하여 제조한 소성체의 강도 값이 높게 나타남을 확인하였다.

Fig. 9는 혼합용액으로서 UV 용액과 물을 각각 적용하여 제조한 페이스트를 이용하여 성형 및 소성한 시편의 강도측정 결과이다. 혼합용매로서 물을 사용하였을 때 소성체는 115MPa의 강도를 나타내었거, 혼합용매로서 UV를 사용했을 때 소성체는 103MPa의 강도 값을 나타내었다. Shofu vintage halo의 경우에는 혼합용매로서 물을 사용하였을 때는 81MPa를 나타내었고 혼합용매로 UV를 사용했을 때는 78MPa의 강도 값을 나타내었다.

용매 적용에 따른 색조의 안정성 저하 정도를 평가하기위해 분광광도계를 이용하여 물과 유기용매를 이용한 소성체의 색안정성 및 색조차이인 ΔE* 값을 비교하였다.

Fig. 10(a)은 물과 유기용매(UV)를 이용하여 제조한 vita omega 900 시스템의 dentin 도재(2M2)와 shofu vintage halo 시스템의 dentine 도재(A3B) 소성체의 ΔE^*값을 비교한 결과로 ΔE^*값이 1.65 이하임을 확인할 수 있었고 ΔE^*값의 임상적 가능 한계(ΔE^*값 2)[10]를 넘지 않고 있는 것을 확인할 수 있다.

유기물 첨가로 인해 소성 과정에서 유기물 또는 소성잔류물의 제거가 완전히 이루지 못하면 색 안정성에 영향을 주므로 소성 잔류물이 완전 제거가 이루어졌는지 확인이 필요하다. 따라서 최종 소성 후, 잔류 탄소 함량 여부를 확인하기 위한 작업으로 세라믹, 금속 등의 재료가 고온 분해 될 때 발생하는 CO_2, SO_2 가스양을 IR detector로 측정하여 시료 중의 C, S 원소를 정량화 하는 원소분석기(carbon/sulfur determinator, CS-2000, ELTRA, Germany)를 이용하였다. Fig. 11에서는 유기물에 따른 잔류 탄소량을 보여주고 있다. 물과 UV의 경우 각각 13.5 ppm, 21.8 ppm의 잔류탄소함량을 나타내었었다. 매우 낮은 잔류함량을 나타내는 물과 UV용액의 경우에는 색 안정성에 영향을 미치지 못할 것으로 판단된다.

Ⅳ. 요 약

덴틴, 에나멜, 투명 일반도재를 페이스트화 하여 치아의 색상, 투명도 및 구조를 고려한 복합층구성물을 미리 제조하여 심미수복물을 용이하게 제작하는 공정을 개발하였다. 페이스트 상태에서 성형성과 유동특성이 확보되고, 소성 후 색도, 및 강도 등의 제특성들을 만족시킬 수 있는 결합제 시스템으로서 UV (creation universal liquid)를 선정하였고 조성 및 최적화가 이루어졌다. 페이스트는 24시간까지도 점성 및 작업성이 유지되었고, 이를 이용하여 복합층구성물의 용이한 성형이 가능하였다. 소성수축률은 15.2%로 기존의 방법으로 제조한 시편에 비해 0.8% 낮았으나 유의차는 없었다. spectrophotometer에 의한 색도특성 관찰결과 덴틴재를 기존 제조방식으로 제조한 시편과 페이스트형 도재 시스템으로 제조한 시편에서 L^*, a^*, b^*가 각각 60 ~ 80, -1.5 ~ +1.5, 5 ~ 20 사이의 값을 나타냄을 확인하였다. 측정값으로부터 구해진 제조방식에 따른 시편 간의 색차(ΔE^*)는 0.156으로 극히 근소한 차이를 나타냄을 확인하였다. 유기물 첨가에 따른 소성 후 잔류물 함량은 검출 오차범위 내에 있었으며, 기존의 제조방식으로 제조한 소성체와 페이스트형 도재 시스템을 이용한 소성체의 강도는 각각 70±4MPa, 74±3MPa으로 유의차가 없이 근사한 물성을 나타내었다.
페이스트형 도재를 이용한 도재축성법을 기존방법과 비교분석한 결과, 기계적 또는 광학적 특성의 변화없이 적용이 가능하였다.

참 고 문 헌

1. Campbell SD. A comparative strength study of metal ceramic and all-ceramic esthetic materials : modulus of rupture. J Prosthet Dent 1989; 62(4) : 476-479.
2. Chiche GJ, Pinault A. Esthetics of Anterior Fixed Prosthodontics. Quintessence Publishing Co. Inc. 1994 : 75-79.
3. Giordano RA. Dental ceramic restorative system. Compend Contin Educ Dent 1996 ; 17 : 779-782, 784-786.
4. Radz GM. A new CAD/CAM esthetic crown system. Compend Contin Educ Dent 1998 ; 19(6) : 560-5652 , 564-566.
5. van der Zel JM, Vlaar S, de Ruiter WJ, et al. The CICERO system for CAD/CAM fabrication of full ceramic crowns. J Prosthet Dent 2001 ; 85(3) : 261-267.
6. LoPresti JT, David SB. New concepts in restorative dentistry. The CEREC CAD/CAM system. N Y State Dent J 1994 ; 60(9) : 39-42.
7. 김광만, 고대진, 김사학, 김경남. 연고형불투명 도재의 분석, 대한치과기재학회지 2000 ; 27(3) : 237-243.
8. ASTM Standard F394-78, pp.466-450 in ASTM Annual Book of Standards, Vol. 15.02, Section 15. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1996.
9. Marshall DB. An Improved Biaxial Flexure Test for Ceramics. Ceram. Bull. 1980 ; 59(5) : 551-553.
10. Seghi RR., Hewlett ER., Kim J. Visual and instrumental colorimetric assessments of small color differences on translucent dental porcelain. J Dent Res 1989 ; 68(12) : 1760-1764.