# 세라믹 전장 지르코니아의 굴곡강도에 미치는 수열처리의 영향

## 신재우\*

전북대학교 일반대학원 바이오나노시스템공학과, Shin's dental Lab.

## Effect of hydrothermal treatment on the flexural strength of ceramic-veneered zirconia

### Jae-Woo Shin\*

Dept. of Bio-Nano System Engineering, Graduate School, Chonbuk National University, JeonJu 561-756, Korea Shin's dental Lab. 859-1 Duam-dong, Buk-gu, GwangJu 500-809, Korea (Received: Nov. 25, 2013; Revised: Dec. 20, 2013; Accepted: Dec. 24, 2013)

### ABSTRACT

The purpose of this study was to evaluate the bond strength and the effect of hydrothermal treatment on the flexural strength of ceramic veneered zirconia. Five types of commercially available veneering ceramics (IPS e.max ZirPress: EZ; Cerabien ZR: CZ; Vintage ZR: VZ; Lava Ceramic: LC; ICE Zirkon Ceramic: IZ) and one 3Y-TZP (3%mol Y2O3 - Tetragonal Zirconia Polycrystalline) ceramic were used as experimental materials. The debonding/crack initiation strengths between 3Y-TZP and veneering ceramics were measured according to ISO 9693. Bi-axial flexural test of veneering ceramics and 3-point flexural test of ceramic veneered 3Y-TZP specimens were performed at crosshead speed of 0.5 mm/min. The effect of low temperature degradation on the strength of veneering ceramics was evaluated in artificial salavia of 134°C for 2 hours. The highest debonding/crack initiation strength was observed in the VZ group  $(38.2\pm3.4 \text{ MPa})$  and the lowest value was observed in the CZ group  $(29.6\pm3.7 \text{ MPa})$ . Moreover, the VZ group showed the significant differences with IZ group and CZ group (P(0.05)). The three point bending strength of 3Y-TZP ceramics showed the lowest value at 250°C. Bi-axial flexural strengths of veneering ceramics reduced after hydrothermal treatment. In addition, the significant differences between dry groups and hydrothermal groups showed in group EZ and group LC (P(0.05)). The three point flexural strength of all veneering ceramics on the 3Y-TZP showed the decrease after hydrothermal treatment. Especially, the significant decrease was shown in group EZ and group CZ ( $P\langle 0.05 \rangle$ ).

The flexural strength of veneering ceramics for 3Y-TZP deteriorated with hydrothermal degradation.

Key Words: Debonding/Crack Initiation Strengths, Hydrothermal Treatment, Flexural Strength, Ceramic-Veneered Zirconia

## │. 서 론

all-ceramic 수복재료는 심미성이 우수할 뿐만 아니라 종래의 금속을 사용한 고정성 국소의치에 비해서 조직적 합성이 우수하다(Kelly, 1997). 근래 기계적 성질이 우수한 정방정 지르코니아 다결정체(tetragonal zirconia polycrystalline: TZP)가 도입되었을 뿐만 아니라 CAD (computeraided design)/CAM (computer-aided milling) 기법의 도 입으로 수복물 제작과정이 보다 단순하고 정확한 절차가 됨에 따라서 지르코니아 세라믹을 사용한 수복물 제작이 증가하고 있다(Kosmac 등, 2008; Denry와 Kelly, 2008).

지르코니아는 금속원소인 지르코늄(zirconium, Zr)의 산 화물(ZrO2)을 일컫는 말로서, 순수 지르코니아는 온도가 상승함에 따라서 1,170℃까지는 단사정(monoclinic), 1,170℃ 로부터 2,370℃까지는 정방정(tetragonal), 그 이상의 온도 로부터 녹는점인 2680℃까지는 입방정(cubic) 상으로 존 재하고, 온도를 내리면 다시 입방정, 정방정, 단사정 상으 로 상변태가 일어난다(Christel 등, 1989). 이들 중 정방정

<sup>\*</sup> 교신저자 : 전북대학교 일반대학원 바이오나노시스템공학과, 신재우

-단사정 상변태는 급냉으로도 억제할 수 없는 매우 빠른 마르텐사이트 상변태를 나타내지만, MgO, CaO 및 Y2O3 등의 희토류 금속산화물을 적당량 첨가한 다음 입방정 영 역에서 소결하고 이것을 다시 입방정과 정방정이 공존하 는 영역에서 열처리하면 입방정 기지 내에 정방정이 석출 되어 온도변화에 따른 상전이를 억제하는 것이 가능하다 (Evans와 Heuer, 1980; Messing 등, 2006).

3Y-TZP는 일정 온도 이하에서는 준안정상태를 유지하 지만, 연마나 분사처리 등에 의해서 응력이 가해지면 준 안정 상태의 정방정이 단사정으로 상전이 되며 3~5% 부 피팽창이 일어나기 때문에 표면에 잔류 압축응력층이 생 성되어 파절에 대한 저항성이 개선된다(Kosmac 등, 1999; Luthardt 등, 2002; Ban, 2008). 이러한 이유로 인해서, 3Y-TZP는 상온에서 우수한 강도와 파괴인성을 나타낸다. 3Y-TZP는 65-500℃ 온도범위의 액상환경에 노출되었을 때 표면에서 정방정-단사정 상전이가 일어나서 표면에 잔 류 압축응력층이 생성되므로 단기간에 걸쳐서는 강도의 개선에 기여한다. 그렇지만, 장기간에 걸친 시효 중에 일 어나는 상전이는 물성의 열화로 이어져서 강도의 저하를 초래한다(Lawson, 1995). 구강 내에 장착된 all-ceramic 고정성 국소의치(Fixed Partial Dentures)는 교합과 저작과 정에서 작용하는 기계적인 반복응력과 함께 침식성이 있 는 타액환경에서 반복적인 온도의 변화를 장기간에 걸쳐 서 겪으므로(Addison 등, 2003), 수복물의 내구수명에 미 치는 시효의 영향에 대한 평가가 요구된다.

전치부 지르코니아 all-ceramic crown은 종래의 all-ceramic crown들과 마찬가지로 지르코니아 하부 코어와 상부 비 니어 세라믹으로 이루어진 이층구조를 이루고 있다. 이러 한 이층구조는 심미적이기는 하지만, 취약한 비니어 재료 로 인해서 낮은 인장응력이 작용하는 상태에서 쉽게 파절 이 일어날 수 있으며, 수복의 실패로 이어지는 균열은 비 니어 재료의 표면에서 개시되거나 코어와의 계면에서 개 시될 수 있다(Kelly 등, 1995; Larsson 등, 2006). 비니어 재료의 강도는 적층법을 적용한 경우보다 열가압성형법을 적용한 경우에 더욱 우수한 것으로 보고된 바 있다(Dong 등, 1992). 본 연구에서는 3Y-TZP 세라믹에 열가압성형법 과 적층법을 적용하여 치관용 세라믹을 전장한 다음 건조 와 인공타액 중에서 가속시효처리를 한 상태에서 치관 전 장용 세라믹의 파절강도를 비교하였다.

## □. 연구재료 및 방법

## 1. 연구재료

본 연구에서 코어용의 3Y-TZP는 CAD/CAM 가공용의 블록을 사용하였고, 전장용 재료로는 열가압성형법을 적 용하는 1종의 글라스-세라믹 IPS e.max ZirPress: EZ (Ivoclar vivadent, Schaan, Liechtenstein)와 적층법을 적 용하는 지르코니아 전용의 분말 4종류 Cerabien ZR: CZ (Noritake, Nagoya, Japan), Vintage ZR: VZ (Shohu, Kyoto, Japan), Lava ceram: LC (3M ESPE, Seefeld, Germany), ICE Zirkon Ceramic: IC (Steger, Ahrntal, Italy)을 사용하 였다(Table 1).

## 2. 시편제작

### 1) 3점 굴곡용 지르코니아 시편의 준비

3Y-TZP 블록을 절단하여 4.0 mm × 24.0 mm × 0.5 mm 시편을 준비하였다. 표면의 균일화와 두께의 미세조절을 위해서 #400,#600,#800,#1000 SiC 연마지로 시편의 양면 을 순차적으로 연마한 다음 승온속도 8.3 ℃/min으로 온 도를 1450℃로 올려서 2시간 동안 유지하고서 상온이 될 때까지 가열로에서 서냉 하였다.

### 2) 결합력 측정용 시편 제작

ISO9693에 의거한 결합력 측정용 시편(Fig. 1)을 제작 하기 위해서 준비한 50개 3Y-TZP 시편의 중앙부 8 mm 부분에 평균입경 50 # 알루미나 연마제(Hi-aluminas, Shofu, Japan)를 사용하여 10 mm 떨어진 위치에서 압력 3 기압 으로 분사처리 하였다. 이후 분사처리 과정에서 생성된 단사정상을 정방정상으로 회복시키기 위해서 승온속도 50 ℃/min으로 온도를 1000℃로 올려서 10분 동안 유지한 다음 가열로에서 서냉하였다. 준비한 10개 3Y-TZP 시편 의 중앙부 8 mm 부분에 인레이 왁스로 두께가 1.1±0.1 mm가 되도록 형성하였고, 이어서 주입선을 부착하고서 fluoroapatite 계의 글라스-세라믹인 e.max ZirPress를 열 가압 성형하였다. 지르코니아 시편에 인레이 왁스를 조각 하여 전체 두께가 1.1±0.1 mm가 되도록 조절을 하였고, 이어서 주입선을 부착하고서 제조회사가 추천한 조건에 따라서 매몰과 열가압성형을 하였다. 이어서 시편의 표면 에 부착되어 있는 매몰재를 제거하기 위해서 글라스 비드 를 2기압으로 분사 처리하였다.

적충법의 경우 나머지 40개 3Y-TZP 시편을 무작위로 10개씩 4개의 군으로 분류한 다음 중앙부 8±0.1 mm 부분

에 4종류 지르코니아 전용의 A3 shade body 포세린을 적용하였다. 포세린 분말을 전용액으로 혼합한 다음 vibration and blotting technique으로 축성하고서 제조회사가 추천하는 소성절차(Table 2)에 따라서 1차 소성을 하였 다. 이어서 두께를 1.1±0.1 mm가 되도록 조절한 다음 부 족한 부분에 포세린을 추가하고서 소성을 하였다.

# 3) 글라스-세라믹과 전장용 포세린의 2축 굴곡시험용 원판상 시편의 준비

e.max ZirPress와 각각(Table 1)의 포세린 분말을 사용 하여 직경 15±0.5 mm × 두께 1±0.1 mm의 원판상 시편 10개씩을 준비하였다. e.max ZirPress 시편을 제작하기 위해서, 내경 15.5 mm × 두께 1.2 mm의 금속제 금형으로 인레이 왁스 패턴을 제작한 다음 제조회사가 추천하는 조 건에 따라서 매몰을 하고서 열가압성형을 하였다. 포세린 시편을 제작하기 위해서, 각각의 포세린 분말을 전용액으 로 혼합하여 slurry로 만든 다음 내경 21 mm × 두께 1.8 mm의 금속제 금형에 vibration and blotting technique으로 축성을 하고서 제조회사가 추천하는 소성조건에 따라서 소성을 하였다. 이후 각각의 시험 시편의 표면을 #400, #600, #800, #1,000, #2,000의 SiC 연마지로 순차적으로 연마한 다음 인장을 받는 표면의 미세 결함을 제거하기 위해서 1 µm의 다이아몬드 페이스트(Beuhler Ltd, USA)로 마무리 연마를 하였다.

## 4) 글라스세라믹 및 포세린 전장 지르코니아 시편의 제작

세라믹의 전장처리 전 준비한 지르코니아 시편 100개 의 표면거칠기를 증가시키기 위해서 10 mm 떨어진 위치 에서 수직하게 평균입경 50 µm 알루미나 분말을 압력 3 기압으로 5초 동안 분사처리를 하였다. 이후 분사처리 과 정에서 생성된 단사정상을 정방정상으로 회복시키기 위해 서 승온 속도 50 ℃/min으로 온도를 1000℃로 올려서 10 분 동안 유지한 다음 가열로에서 서냉 하였다.

준비한 지르코니아 시편 20개에는 인레이 왁스를 두께 가 1.1±0.1 mm가 되도록 균일하게 형성한 다음 상기와 동일한 절차에 따라서 IPS e.max ZirPress를 열가압 성형 하고서 글라스 비드를 2기압으로 분사 처리하여 매몰재를 제거하였다. 나머지 80개의 시편은 무작위로 20개씩 4개 의 군으로 분류한 다음 4종류의 지르코니아 전용의 A3 shade body 포세린을 균일하게 vibration and blotting technique으로 축성하고서 전장용 포셀린 각 제조회사가 추천한 조건에 따라서 1차 소성을 하였다. 이어서 부족한 부분에 포세린을 추가하여서 전체두께가 1.1±0.1 mm가 되 도록 조절하였다.

## 3. 수열처리

준비한 시편들의 가속 시효처리를 위해서, Autoclave (Ilshin Autoclave Co, Ltd, Korea) 탱크 내의 인공타액 (Taliva Solution, Hanlim Pharm Co, Ltd, Yongin, Korea)에 준비한 시편을 넣고서 134℃에서 2시간 동안 유지하였다. 인공타액 1 ℓ에는 카르복시메틸셀룰로오스 나트륨 10 g, D-소르비틀 30 g, 염화나트륨 840 mg, 염 화칼륨 1200 mg, 염화칼슘 150 mg, 염화마그네슘 50 mg, 인산일수소칼륨 340 mg이 포함되어 있다.

## 4. 강도시험

### 1) 2축 굴곡시험

원판상 시편의 강도측정은 치과용 세라믹 재료의 강도 평가 시 널리 적용되고 있는 시험방법의 하나로서 ISO 6872 에서 규정하고 있는 2축 굴곡시험을 적용하였다. 재 료시험기(4201, Instron, USA)에 2축 굴곡시험용 하중장치 를 고정한 다음 직경 12 mm의 유지원주상에 직경 1.5 mm 의 강구 3개가 등간격으로 위치되어 있는 시편유지장치를 장착하였다. 이어서 준비한 시편이 중앙부에 오도록 위치 시킨 다음 직경 1.6 mm의 하중을 사용하여 crosshead speed 0.5 mm/min으로 압축력을 가하였으며, 시편에서 파 절이 일어나는 순간의 하중을 측정하였다. 2축 굴곡강도 ( $\sigma$ )는 식 (1)~(3)를 적용하여 계산하였다.

$$S = -0.2387 \frac{P(X-Y)}{d^2} \quad (1)$$

$$X = (1+\nu)\ln(r_2/r_3)^2 + [(1-\nu)/2](r_2/r_3)^2$$
 (2)

$$Y = (1+\nu)[1+\ln{(r_1/r_3)^2}] + (1-\nu)(r_1/r_3)^2 \quad (3)$$

여기에서, S는 최대굴곡강도(MPa), P는 시편의 파절하중 (N), v는 Poisson 비(0.25로 설정), r1은 지지원의 반경 (mm), r2는 하중부의 원주반경(mm) 및 r3는 시편의 반경 (mm) 이다.

#### 2) 3점 굴곡시험

지르코니아에 세라믹을 전장한 시편의 3점 굴곡시험 후 포세린의 파절강도는 합성보(composite beam) 이론을



Fig. 1. Composite beam (a) and transformed area with same elastic modulus (b).

적용하여 계산하였다. 탄성계수가 서로 다른 두 재료 즉, 상부 지르코니아(재료 1)와 하부 비니어 세라믹(재료 2) 으로 이루어진 합성보를 탄성계수가 동일한 하나의 재료로 환산하면, 접합부 계면에 발생하는 응력(ज)과 하부 세라 믹의 파절강도(जp)는 다음의 식으로 표시된다(Fig. 1 참조).

여기에서, M은 굽힘 모멘트, yc는 시편의 하면으로부터 단면중심까지의 거리, It는 환산단면의 중립축에 대한 2차 모멘트, h1과 h2는 각각 재료 1과 2의 두께, 그리고 y1 은 재료 1의 단면중심까지의 거리이다.

Fig. 2를 이용하여 시편의 하면으로부터 단면중심까지 의 거리 yc와 단면의 2차 모멘트 It를 계산하면 식 (4)와 식 (5)로 주어진다.

$$y_c = \frac{bh_1 \times h_1/2 + bnh_2 \times (h_1 + h_2/2)}{bh_1 + bnh_2}$$
(4)

Table 1. Veneering materials used in the study

 $\sigma_p = \frac{My_c}{I_t} \quad (2)$ 

 $\sigma_i = \frac{M(h_1 - y_1)}{I_t} \quad (3)$ 

Veneering Materials	Code	Manufacturer	Ceramic type
e.max ZirPress	EZ	Ivoclar vivadent, Schaan, Liechtenstein	Lithium disilicate, Glass-ceramic
Cerabien ZR	CZ	Noritake, Nagoya, Japan	Feldspathic
Vintage ZR	VZ	Shofu, Kyoto, Japan	Feldspathic
Lava Ceramic	LC	3M ESPE, Seefeld, Germany	Feldspathic
ICE Zirkon Ceramic	IZ	Steger, Ahrntal, Italy	Feldspathic

Table 2.	Firing	schedules	of	veneering	ceramic	materials
----------	--------	-----------	----	-----------	---------	-----------

Materials	Code	Pre-Drying		TRI	FT	14	1/0	HT
		ST (℃)	DT (min)	(°c/min)	(ວ)	VI	V2	(min)
Cerabian ZR	CZ	450	8	45	930	450	930	1
Vintage ZR	VZ	500	7	45	930	500	920	1
Lava ceramic	LC	500	7	45	920	500	910	1
ICE Zirkon ceramic	IZ	300	7	40	920	300	920	2

\*ST: starting temperature; DT: drying time; FT: final temperature; TRI: temperature rate increase; V1: vacuum on; V2: vacuum off; HT: holding time

Material code		Dry	Hydrothermal		
	M±SD (MPa)	Fracture number	M±SD (MPa)	Fracture number	
EZ	103.5±11.0 <sup>A</sup>	3.4±0.5	83.6±10.3ª	3.7±0.6	
CZ	86.2±5.9 <sup>AB</sup>	2.1±0.4	76.6±2.7 <sup>ab</sup>	2.2±0.4	
VZ	61.4±9.6 <sup>D</sup>	2.0±0.0	53.0±9.6 <sup>d</sup>	2.2±0.4	
LC	75.9±7.3 <sup>BC</sup>	3.0±0.5	57.8±7.6°	2.3±0.5	
IZ	75.9±11.4 <sup>BC</sup>	2.7±0.5	68.8±8.3 <sup>bc</sup>	2.5±0.5	

Table 3. Bi-axial flexural strength values of veneering ceramics

\* Means in each column designated with the same superscript letter were not significantly different (P>0.05).

Table 4. 3-Point flexural strength values of veneered ceramics on 3Y-TZP.

Material code	Dry (MPa)	Hydrothermal (MPa)
EZ	88.1±7.6 <sup>A</sup>	59.4±4.1 <sup>ab</sup>
CZ	52.6±2.6 <sup>c</sup>	47.1±2.7 <sup>bc</sup>
VZ	45.7±6.7 <sup>c</sup>	42.4±10.8 <sup>c</sup>
LC	57.1±4.9 <sup>c</sup>	53.9±7.2 <sup>ab</sup>
IZ	69.5±11.3 <sup>B</sup>	65.9±10.5ª

\* Means in each column designated with the same superscript letter were not significantly different (P>0.05).

$$\begin{split} I_t &= I_1 + nI_2 \\ &= \frac{1}{12}bh_1^3 + bh_1(y_c - \frac{h_1}{2})^2 + \frac{1}{12}bnh_2^3 + bnh_2(h_1 + \frac{h_2}{2} - y_c)^2 \end{split}$$
(5)

여기에서, b는 시편의 폭이고, n은 재료 1과 2의 탄성 계수 비이다. 지르코니아와 지르코니아 전용 포세린의 탄 성계수는 각각 210 GPa과 75 GPa로 설정하였다(Guazzato 등, 2004).

## Ⅲ.결 과

 Fig. 2는 폭 4 mm × 두께 0.5 mm × 길이 25 mm의

 3Y-TZP 시편을 준비한 다음 ISO 9693에 의거하여 전장

 용 세라믹과의 결합력을 측정한 결과이다. 결합력은

 VZ(Table 1참고)군에서 38.2±3.4 MPa로서 가장 크고 CZ군

 에서 29.6±3.7 MPa로서 가장 작은 값을 보였으며, Tukey

 test 결과, VZ군은 CZ군 및 IZ군과 통계학적으로 유의한

 차이를 보였다(P(0.05).

Fig. 3은 폭 4 mm × 두께 0.5 mm × 길이 25 mm로 제작 된 3Y-TZP 시편을 140-300℃ 범위에서 2시간 동안 수열 처리를 한 다음 3점 굴곡강도를 측정한 결과로서, 수열처 리의 온도가 상승함에 따라서 250℃에서 가장 낮은 굴곡 강도를 보였으며, 나머지 모든 시험군들과 통계학적으로 유의한 차이를 보였다(P(0.05).



Fig. 2. Debonding/crack initiation strengths between zirconia and veneering ceramics.



Fig. 3. Relationship between aging temperature and transverse strength of 3Y-TZP ceramics.



Fig. 4. Bi-axial flexural strength values of veneering ceramics.

Fig. 4는 가속시효처리가 지르코니아 전장용 세라믹의 파절강도에 미치는 영향을 평가하기 위해서, 5종의 세라 믹으로 직경 15 mm × 두께 1 mm의 원판상 시편을 준비한 다음 건조와 134℃에서 2시간 동안 수열처리를 한 후의 2축 굴곡강도를 도시한 것이고, Table 3은 그의 결과치를 나타낸 것이다. 모든 시험군에서 수열처리 후 강도의 저 하를 보였으며, 건조처리군과 비교한 결과, EZ군과 IC군 에서 통계학적으로 유의한 차이를 보였다(P(0.05). 또한 수열처리군의 전장재료에 따른 파절강도의 차이를 비교한 결과, 가장 높은 강도를 보인 EZ군은 CZ군을 제외한 나 머지 시험군들과 통계학적으로 유의한 차이를 보였다 (P(0.05).



Fig. 5, 3-Point flexural strength values of veneered ceramics on 3Y-TZP.

Fig. 5는 폭 4 mm × 두께 0.5 mm × 길이 25 mm의 3Y-TZP 시편을 준비한 다음 5종의 지르코니아 전용 세라 믹을 전장하고서 측정한 3점 굴곡강도이고, Table 4는 그 의 결과치를 나타낸 것이다. 전장용 세라믹의 파절강도는

모든 시험군에서 수열처리 후 강도의 감소를 보였으며, 건조처리군과의 비교 결과, EZ군과 CZ군에서 통계학적으 로 유의한 감소를 보였다(P(0.05). 또한 수열처리군의 전 장재료에 따른 파절강도의 차이를 비교한 결과, 가장 높 은 강도를 보인 IZ군이 CZ군 및 VZ군과 통계학적으로 유의한 차이를 보였다(P(0.05).

## Ⅳ.고 찰

지르코니아 all-ceramic 수복물 제작 시 심미성이 요구 되는 전치부에서는 종래의 all-ceramic 수복물 제작 시와 마찬가지로 심미성이 낮은 지르코니아 코어에 심미성이 우수한 세라믹을 전장하는 방식이 적용되고 있다. 이층구 조의 지르코니아 all-ceramic crown에서는 하부 코어의 높은 강도에도 불구하고 전장용 세라믹의 낮은 파절강도 로 인한 수복실패가 문제점으로 지적되고 있다(Albakry 등, 2003). 지르코니아 코어와 전장용 세라믹 사이에서 일어나는 계면파절의 원인에 대해서는 많은 연구가 이루 어지고 있지만, 지르코니아 코어와 전장용 세라믹 사이의 낮은 젖음성과 결합력, 열팽창계수 차이로 인한 결합계면 의 잔류응력 및 지르코니아의 t→m 상변태 등이 주된 원인이라고 보고되고 있다(De Jager 등, 2005).

본 연구에서 지르코니아 코어와 전장용 세라믹 사이의 결합력을 측정하기 위해서 열가압 성형법을 적용하는 1종 의 글라스-세라믹과 적충법을 적용하는 4종의 포세린을 시험군으로 하여 ISO 9693에 의거하여 소부처리하고서 결합력을 측정하였다. 지르코니아 표면에 50 µm 알루미나 연마재를 3기압으로 분사처리한 다음 세라믹을 전장했을 때 얻어진 결합력은, 열가압 성형법을 적용한 EZ군에서 33.5±1.6 µPa로서 적충법을 적용하여 얻어진 결합력 29.6-38.2 µPa 범위의 값을 보였으며, 상호간에 통계학적으로 유의한 차이를 보이지 않았다(P)0.05).

열화는 표면에서 내부로 진행하면서 점차적으로 강도가 저하되는 과정으로서, 지르코니아의 저온열화는 물이 존 재하는 상태에서 일어나는 t→m 상변태에서 기인하며 주로 65-300℃ 범위에 걸쳐서 일어난다. t→m 상변태는 200-250℃ 부근에서 최대속도를 나타내며 단사정상의 함량 증가와 함께 가장 큰 강도의 저하를 나타낸다(Lawson, 1995; Chevalier 등, 2007; Cattani-Lorente 등, 2010). 본 연구에서 Y-TZP 세라믹을 140-300℃ 범위에서 시효처리 를 실시한 결과, 3점 굴곡강도는 250℃에서 가장 큰 저하 를 보여서 Lawson (1995)의 결과와 일치하는 결과를 나 타냈다. 구강 내 환경에서 all-ceramic 수복물의 내구수명을 예 측하기 위한 방법의 하나로서 가속시효처리가 제안되었 다. Chevalier 등 (1999)은 all-ceramic 수복물의 내구수명 을 예측하기 위해서 134℃의 인공타액에서 가속시효처리 하는 방법을 제안하였는데, 이 온도에서 1시간 동안 처리 하는 것은 생체 내에서 2-3년에 상당한다고 보고하였다. Kosmac 등 (2008)은 134℃의 인공타액에서 가속시효처리 를 하였을 때 건조군에 비해서 10-15%의 강도 감소를 나 타냈는데, 이러한 강도 감소는 응력부식이 그의 주요 원 인이라고 보고하였다.

본 연구에서는 지르코니아 all-ceramic crown의 임상을 가정한 상황에서의 파절강도를 예측해 보기 위해서 13 4℃에서 2시간 동안 가속시효처리를 하고서 가속시효처리 가 파절강도에 미치는 영향에 관하여 조사를 하였다. 일 차적으로 지르코니아 전용의 전장용 세라믹을 사용하여 원판상 시편을 준비한 다음 건조처리군과 가속시효처리군 의 2축 굴곡강도를 비교해 본 결과, 가속시효처리 후 건 조처리군에 비해서 9.4-23.8%의 강도 저하를 보였으며, 그 영향은 글라스-세라믹 재료인 EZ군과 LC군에서 크게 나타났다. 이들 재료군에서 관찰된 유의한 강도의 저하는 수열처리의 과정에서 응력부식의 영향이 다른 전장용 세 라믹 재료에 비해서 크게 나타났기 때문으로 생각된다.

2축 굴곡시험 후 시편의 파절 양상을 살펴보면, 최대강 도를 보인 EZ군의 경우 34 조각으로 나뉘어졌지만, 최저 강도를 보인 VZ군을 포함한 나머지 시험군의 경우 2-3 조각으로 나뉘어지는 파절 양상을 보였다. 이것을 ASTM C 1449에 따라서 분류해 보면, 전장용 세라믹 재료는 파 절강도가 상대적으로 낮은 재료에서 일어나는 파절 형태 를 나타냈다. 그렇지만, 강도가 증가할수록 다수의 조각 으로 분리되는 양상을 보여 취성의 증가를 나타냈다.

실리카계 세라믹 재료는 내수성이 뛰어나고 산이나 알 칼리에 의해서도 쉽게 침식이 일어나기 어렵지만, 액상환 경에서 인장응력이 작용하게 되면, 응력부식에 의한 침식 작용으로 인하여, 표면의 결함부에서 지속적으로 균열진 전이 일어나므로 파절강도의 저하가 일어나게 된다. Sherrill과 O'Brien (1974)은 세라믹 재료의 파절강도는 대 기중에서보다 수중에서 측정한 경우에 더 크게 저하된다 고 하였고, Southan과 Jorgensen (1974)은 수중에서 정적 시험을 실시하였을 때, 인장응력의 작용시간이 증가함에 따라서 파절강도가 더 크게 저하된다고 하였다. Smyth와 Magida (1983)는 유리상이 결정상에 비해서 응력부식이 일어나기 쉬우므로 활성환경에서 상대적으로 더 빠르게 강도의 저하가 일어난다고 하였고, Morena 등 (1995)은 장석계 포세린에 포함된 글라스 성분으로 인해서 활성환 경에서 균열진전이 일어나 파절강도가 저하한다고 하였다.

지르코니아 all-ceramic crown의 임상을 가정한 상황에 서의 파절강도를 예측해 보기 위해서 지르코니아에 전장 용 세라믹을 적충한 구조의 3점 굴곡용 시편을 제작한 다음 134℃에서 2시간 동안 가속시효처리를 실시한 결과, 열가압성형법을 적용한 글라스-세라믹 재료인 EZ군에서 32.6%로서 가장 큰 강도 저하를 보였고, 적층법을 적용 한 포세린의 경우에는 5.6-10.5% 강도 저하를 보였다. 가 속시효처리 후 EZ군에서 가장 큰 강도의 저하를 보인 것 은 다른 재료에 비해서 실리카 함량이 높으므로 수열처리 의 과정에서 응력부식의 영향이 가장 크게 나타났기 때문 으로 생각된다.

## Ⅴ.결 론

본 연구에서는 3Y-TZP 세라믹에 열가압성형법을 적용 하는 1종의 글라스-세라믹 IPS e.max ZirPress:EZ (Ivoclar vivadent, Schaan, Liechtenstein) 와 적층법을 적용하는 지르코니아 전용의 분말 4종류 Cerabien ZR: CZ (Noritake, Nagoya, Japan), Vintage ZR: VZ(Shohu, Kyoto, Japan), Lava ceram: LC(3M ESPE, Seefeld, Germany), ICE Zirkon Ceramic: IC (Steger, Ahrn tal, Italy) 를 적용하 여 세라믹을 전장한 다음 ISO 9693에 의거한 결합력 측 정 및 건조와 134℃에서 2시간의 가속시효처리 후 가속 시효처리가 전장용 세라믹의 파절강도에 미치는 영향을 조사한 결과, 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 3Y-TZP 세라믹과 전장용 세라믹 사이의 결합력은 VZ 군에서 38.2±3.4 ₩₽로서 가장 크고 CZ군에서 29.6±3.7
   ₩₽로서 가장 작은 값을 보였으며, Tukey test 결과, VZ군이 CZ군 및 IZ군과 통계학적으로 유의한 차이를 보였다(P(0.05).
- 2. 3Y-TZP 세라믹의 3점 굴곡강도는 수열처리의 온도가 상승함에 따라서 250℃에서 가장 낮은 값을 보였다.
- 전장용 세라믹의 2축 굴곡강도는 수열처리 후 감소를 나타냈으며, 건조처리군과 비교한 결과, EZ군과 IC군 에서 통계학적으로 유의한 차이를 보였다(P(0.05).
- 4. 세라믹 전장 3Y-TZP 시편에서 전장용 세라믹의 3점 굴곡강도는 모든 시험군에서 수열처리 후 감소를 나타 냈으며, 건조처리군과 비교한 결과, EZ군과 CZ군에서 통계학적으로 유의한 차이를 보였다(P(0.05).

지르코니아 전장용 세라믹의 굴곡강도는 수열처리 중에 일어나는 열화로 인하여 저하를 보였다.

# 참 고 문 헌

- Addison O, Fleming GJ, Marquis PM (2003). The effect of thermocycling on the strength of porcelain laminate veneer materials. *Dent Mater* 19:291-297.
- Albakry M, Gluazzato M, Swain MV (2003). Fracture toughness and hardness evaluation of three pressible all-ceramic dental materials. *J Dent* 31:181-188.
- Ban S (2008). Reliability and properties of core materials for all-ceramic dental restorations. *Jpn Dent Sci Rev* 44:3-21.
- Cattani-Lorente M, Scherrer SS, Ammann P, Jobin M, Anselm Wiskott HW (2010). Low temperature degradation of a Y-TZP dental ceramic. *Acta Biomaterialia* 7:858-865.
- Chevalier J, Cales B, Drouin JM (1999). Low temperature aging of Y-TZP ceramics. *J Am Ceram Soc* 82:2150-2154.
- Chevalier J, Gremillard L, Deville S (2007). Lowtemperature degradation of zirconia and implications for biomedical implants. *Annu Rev Mater Res* 37:1-32.
- Christel P, Meunier A, Heller M, Torre JP, Peille CN (1989). Mechanical properties and short-term invivo evalution of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia. J Biomed Mater Res 23:45-61.
- Denry I, Kelly R (2008). State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater* 24:299-307.
- De Jager N, Pallav P, Feilzer AJ (2005). The influence of design parameters on the FEA-determined stress distribution in CAD/CAM produced all-ceramic dental crowns. *Dent Mater*. 21:242-51.
- Dong JK, Luthy H, Wohlwend A, Scharer P (1992). Heat-pressed ceramics: technology and strength. *Int J Prosthodont* 5:9-16.
- Evans AG, Heuer AH (1980). Review-transformation toughening in ceramics: martensitic transformations in crack-tip stress fields. *J Am Ceram Soc* 63: 241-248.

- Kelly, JR (1997). Ceramics in restorative and prosthetic dentistry. *Annu Rev Mater Sci* 27:443-468.
- Kelly JR, Tesk JA, Sorensen JA (1995). Failure of all-ceramic fixed partial dentures in vitro and in vivo: analysis and modelling. *J Dent Res* 74: 1253-1258.
- Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L (1999). The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent Mater* 15: 426-433.
- Kosmac T, Oblak C, Marion L (2008). The effect of dental grinding and sandblasting on aging and fatigue behavior of dental zirconia (Y-TZP) ceramics. *J Eur Ceram Soc* 28:1085-1090.
- Larsson C, von Steyem PV, Sunzel B, Nilner K (2006). All-ceramic two- and five-unit implant-supported reconstructions. A randomized, prospective clinical trial. *Swed Dent J* 30:45-53.
- Lawson S (1995), Environmental degradation of zirconia ceramics. *Journal of European Ceramic Society* 15: 485-502
- Luthardt RG, Holzhüter M, Sandkuhl O, Herold V, Schnapp JD, Kuhlisch E, Walter M (2002). Reliability and properties of ground Y-TZP zirconia ceramics. J Dent Res 81:487-491.
- Messing GL, Hirano S, Gauckler L (2006). Ceramic processing science. J Am Ceram Soc 89:1769-1770.
- Morena R, Lockwood PE, Fairhurst CW (1995). Fracture toughness of commercial dental porcelains. *Dent Mater* 2:58-62
- Sherrill CA, O'Brien WJ (1974). Transverse strength of aluminous and feldspathic porcelain. *J Dent Res* 53:683-690
- Smyth KK, Magida MB (1983). Dyanmic fatigue of a machinable glass- ceramic. *J Amer Ceram Soc* 66: 500-505.
- Southan DE, Jörgensen KD (1974). The endurence limit of dental porcelain. *Aust Dent J* 19:7-11