

## 치과 보철/수복재료의 기계적 특성에 대한 규격화 시험법과 응용

임용운<sup>1)</sup>, 전수경<sup>1)</sup>, 김시철<sup>1,2)</sup>, 김동애<sup>1)</sup>, 김규리<sup>3)</sup>, 김남석<sup>1)</sup>, 이해형<sup>1,4)\*</sup>

단국대학교 치과대학 생체재료학교실<sup>1)</sup>, 혜전대학 치기공학과<sup>2)</sup>, 김천대학교 치기공학과<sup>3)</sup>, 단국대학교 조직재생공학연구소<sup>4)</sup>

〈Abstract〉

### Standardized test methods for mechanical properties of dental prosthetic/restorative materials and their applications

Yong-Woon Im<sup>1)</sup>, Soo-Kyung Jun<sup>1)</sup>, Si-Chul Kim<sup>1,2)</sup>, Dong-Ae Kim<sup>1)</sup>, Gyu-Ri Kim<sup>3)</sup>,  
Nam-Suck Kim<sup>1)</sup>, Hae-Hyoung Lee<sup>1,4)\*</sup>

Department of Biomaterials Science, College of Dentistry, Dankook University<sup>1)</sup>, Department of Dental Laboratory Technology, Hyejeon College<sup>2)</sup>, Department of Dental Laboratory Technology, Gimcheon University<sup>3)</sup>, Institute of Tissue Regeneration Engineering, Dankook University, Cheonan, Korea<sup>4)</sup>

A number of mechanical test protocols have been developed to evaluate the mechanical properties for dental prosthetic and conservative materials. This review article presents and discusses internationally standardized test methods including uniaxial and biaxial flexural test, compressive and diametral tensile tests, Weibull reliability test, fracture toughness tests, and their applications. There has been little information on the relationship between the results from standardized tests and clinical performance for dental materials. Thus, the mechanical properties resulting from standard tests can merely be used in evaluation of mechanical quality among various candidates. For more practical evaluation of mechanical performance of dental materials, there are needs for developing a quasi-clinical test protocol under considerations with stress concentration and distribution and clinical complexity. Furthermore, those results should be compared with the mechanical properties resulting from standardized tests.

*Key words* : Dental prosthetic and restorative materials, Mechanical properties, flexural strength, fracture toughness, Weibull analysis, Quasi-clinical

## I. INTRODUCTION

치과 보철·수복 재료들은 구강 내에서 사용되고 있기 때문에 정상적/비정상적 그리고 정적/반복적 교합압에 견뎌내야 한다. 따라서 치과 수복물들은 화학적 안전성과 심미성도 있어야 하지만 기본적으로 높은 기계적 특성을 지녀야 한다.

그럼에도 그간 치과용 수복물에 대한 임상 조사에 따르면 재료만의 문제는 아니나 수복물의 파절(fracture)은 주 실패원인임을 나타내고 있다; 아크릴 의치(Darbar et al., 1994; Dhiman and Chowdhury, 2009), 복합레진 수복물(Opdam et al., 2010; Da Rosa Rodolpho et al., 2011; Demarco et al., 2012; Astvaldsdottir et al., 2015), 세라믹 수복물(da Costa et al., 2013; Oilo and Gjerdet, 2013; Oilo et al., 2015) 등. 이와 같은 상황은 치과재료의 기계적 특성이 선택에 매우 중요함을 나타내고 있으며, 여기에 대응하여 기계적 특성과 기능성을 개선한 새로운 치과 수복재들은 계속 등장하고 있다

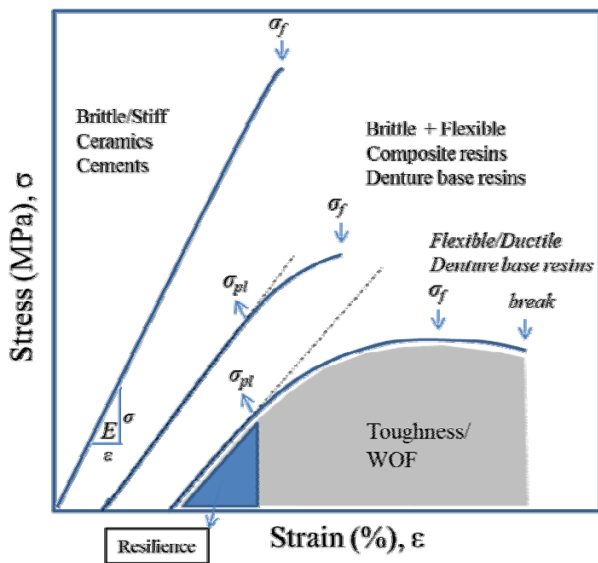
\* Correspondence: 이해형  
충남 천안시 동남구 단대로 119 (우)330-714  
Tel: +82-41-550-1925  
E-mail: haelee@dku.edu

Received: Sep 02, 2015; Revised: Sep 28, 2015; Accepted: Sep 28, 2015

(Denry and Kelly, 2014).

재료의 기계적 특성이란 외력으로 인하여 발생하는 변형, 파절 등 물리적 변화에 대한 재료의 저항성을 수치화 한 것을 말한다. 따라서 일반적으로 정형화된 시편에 힘을 가하여 단위 면적당 응력(stress)을 산출하고 이를 강도(strength)라 한다. 또한 이때 일어난 시편의 변형량을 원래의 크기에 대하여 변형률(strain)로 표시한다. 이 응력과 변형률은 가해지는 힘의 방향에 따라 단순하게 압축(compressive), 인장(tensile), 전단(shear)으로 구분하며, 굽힘(flexure), 비틀림(torsion) 응력들은 기본 응력들이 복합적으로 작용하는 것이다 (Bayne and Thompson, 2006).

Figure 1은 치과용 세라믹, 폴리머, 복합레진 즉 취성재료와 비취성, 연성 재료들의 전형적인 응력-변형률 곡선(stress-strain curve)이다. 재료들은 이와 같이 고유의 응력에 대한 각각 변형률 관계를 갖는다. 따라서 기계적 특성의 시험은 각 재료 고유의 특성에 따라 각각의 형태와 방법을 정하여 실시하여야 한다. 이들 재료들의 기계적 특성은 시편의 크기, 형태, 하중 방향, 하중 속도에 따라 또한 큰 차이를 보일 수 있으며, 시편의 표면 상태(smooth vs. rough), 시험 환경(dry vs. wet)도 중대한 영향을 준다(Craig, 2006; Anusavice et al., 2013). 본 논문은 현재 치과용 보철/수복 재료에 대하여 국제 규격에



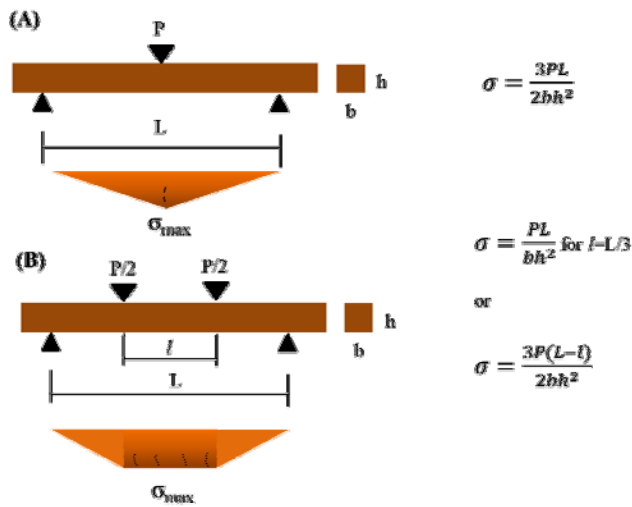
**Figure 1.** Typical stress-strain curves of various materials.  $\sigma_{pl}$ , proportional limit,  $\sigma_f$ , fracture stress, and WOF, work of fracture (toughness).

서 실시되고 있는 각종 강도 시험법과 파괴인성 시험법을 소개하고, 시험법의 응용 시 주의사항에 대하여 논하고자 한다. 또한 강도 결과의 와이블 신뢰도와 그 의의에 대하여 설명한다.

## 1. 굽힘강도 시험법(Flexural strength test)

대부분의 치과 수복재료는 취성을 가지며 압축 응력보다 인장 응력에 의하여 파괴가 일어난다. 이러한 재료는 일반적으로 덤벨(dumbbell) 모양의 시편을 제작하고 인장강도 시험의 대상이 되어야 하나, 취성을 갖는 치과 재료의 인장시험은 시편의 제작이 어렵고 크기의 제한이 있으며 또한 양단에서 시편의 고정 시 파손이 발생되게 쉽다. 이러한 이유로 수복재료의 인장 응력에 대한 저항성의 평가는 인장시험보다 주로 굽힘강도 시험으로 이루어진다(Anusavice et al., 2013). 또한 구강 내에서 교합압에 의하여 보철수복물에 발생하는 응력은 순수한 인장응력이라기 보다 압축, 전단 응력과 혼합된 상태의 굽힘 응력 상태로 나타난다.

굽힘강도는 문헌에서 transverse strength, bending strength, modulus of rupture 등 여러 가지 용어로 불리고 있으며, 우리 말로는 휨강도, 꺾임강도 등 다양하게 사용되고 있으나, 굽힘강도(FS, flexural strength)가 가장 일반적으로 사용되고 있다 (Braem et al., 1989; Sabbagh et al., 2002; Jun et al., 2013). 굽힘 시험은 3점굽힘강도(3PFS) 또는 4점굽힘강도(4PFS) 시험법이 있다(Figure 2). 동일 재료를 동일 크기로 시험 할 때 일반적으로 평균 4PFS는 3PFS보다 낮다. 그 이유는 3PFS의 경우 시편의 인장면 가압 직하부에서 응력의 집중이 일어나는 반면, 4PFS시험은 재료에서 인장응력이 작용하는 지역(내부 지점간 거리의 하부)이 상대적으로 크며, 따라서 시편의 고유 결함에서 발생하는 응력 집중의 가능성이 높기 때문이다. 따라서 첨단 세라믹의 ASTM 규격(C1161) 또는 많은 연구에서는 3PFS에 비하여 4PFS를 선호하는 경향이 있다. 그러나 치과재료, 복합레진 수복재(ISO 4049, ISO 10477), 의치상 레진(ISO 20795, 구 1567)은 3PFS만의 사용을 제시하고 있고, 치과용 세라믹 재료(ISO 6872)는 두 시험법 모두를 추천하고 있다. 치과용 시멘트의 기계적 성질 평가에서도 국제규격(ISO 9917)에는 포함되어 있지 않지만 글라스 아이오노머



**Figure 2.** Configurations of three- (A) and four-point (B) flexural strength test. Dotted lines indicate possible crack initiation site under tensile stress.

시멘트 등 연구에서 굽힘강도 시험이 자주 이용되고 있다 (Molina et al., 2013; Kim et al., 2014; Dehurtevent et al., 2015).

FS는 시편의 모양, 크기 및 그 비율에 따라 굽힘 모멘트가 달라지고 FS 값이 크게 영향을 받는다. 따라서 시편과 시험법의 형상(configuration)을 가급적 동일하거나 유사해야 시험 결과간 비교가 가능하다. ISO 규격에서 복합레진은 2×2×25 mm의 시편 크기와 스팬 길이 20 mm를 제시하고 있다. 치과용 세라믹 수복재료(ISO 6872)는 (1,2-3.0)×4×(20-44) mm, 스팬 길이는 12-40 mm를 제시하고 있다. 이상적으로는 첨단 세라믹스의 굽힘강도시험을 위한 ASTM C1161에서 제시하는 스팬(span) 길이 3×4×50 mm, 스팬 길이 40 mm의 4PFS 시험을 추천하고 있다.

폴리머 재료인 의치상 레진은 3.3×10×65 mm, 스팬 길이는 50 mm를 추천하고 있다. 실제 굽힘시험에 사용하는 시편의 크기가 규격과 다를 경우, 굽힘 시험 결과의 오류를 줄일 수 있는 가장 중요한 요소는 시편의 두께(h)와 스팬 길이(L)의 비이다. 일반적인 FS시편의 L/h(support span-to-depth ratio)은 최소 10이상이 되도록 하는 것이 좋으며, 굽힘이 큰 의치상과 같은 폴리머 재료에서는 L/h=16을 추천하고 있다(ASTM D790). 이와 같은 형상 범위 내에서 상아질과 같은 치아 경조직 굽힘 시편(1.5×0.5×~10 mm, span

length 6 mm)을 제작하여 미니 굽힘시험 치구를 제작하고 굽힘 특성을 측정하기도 한다(Majd et al., 2012; Lee et al., 2014).

굽힘 시험 시 얻어지는 응력-변형률 곡선(SSC; stress-strain curve)으로부터 재료의 비례한도(PL; proportional limit) 및 파절 하중으로부터 FS( $\sigma_f$ )를 결정한다. 어떤 재료는 최대 하중점을 지나도 파절이 일어나지 않는 경우도 있으며, 이때는 최대 하중 점에서 FS값을 구한다(Figure 1). 또는 또한 재료의 굽힘 탄성계수(FM, flexural modulus) 또는 Young's modulus를 구할 수 있다. FM은 다음 식에 의하여 결정한다:  $E=L^3m/4bh^3$ , 여기서 m은 SSC의 직선부에 대한 기울기로 N/mm의 값, L/b/h은 Figure 2의 값과 같다(Lee et al., 2012; Jun et al., 2013). 그러나 굽힘 시험에 의한 탄성계수 값은 초음파 측정법 등 비접촉식 측정법에 의한 값보다 낮게 측정됨을 유의해야 한다(Braem et al., 1989; Sabbagh et al., 2002). 굽힘 시험에 의한 SSC로부터 얻을 수 있는 또 다른 중요한 굽힘 특성은 탄성 에너지율(RE, resilience)과 인성(toughness)이다. RE는 영구적 변형에 대한 재료의 저항성을 나타내며, 일반적으로 재료가 비례한도까지 필요한 에너지의 총량으로 삼각형의 형상이므로 다음 식에 의하여 얻는다;  $RE=1/2 \times \epsilon \times E$ , 여기서  $\epsilon$ 는 변형률, E는 탄성계수이다(Craig, 2006).

시편 파절까지 재료가 흡수하는 총 에너지의 합은 인성이 라고 한다. 즉 SSC 아래 전체의 면적을 뜻한다. 인성은 그러나 소성 변형구간이 포함되기 때문에 단순 계산으로 산출하기 어렵고 적분을 통하여 그래프 면적을 구한다. 이 총 에너지를 시편의 단면적으로 나눈 것을 WOF(work-of-fracture)라고 하며 다음 식에 의하여 계산한다(Xu, 2000);  $WOF_f = U/(bh)$ , U는 SSC하부의 면적(J). WOF는 복합 재료에서 필러의 첨가에 의한 파절 저항성의 평가에 주로 이용되고 있다. 의치상 레진이나 복합레진의 WOF는 굽힘 탄성계수와 반비례를 보인다(Lee et al., 2012; Jun et al., 2013).

## 2. 이축 굽힘강도(biaxial flexural strength)

3PFS나 4PFS의 일축 굽힘강도(uniaxial flexural strength)에 비하여, 디스크 형태의 재료를 Figure 3과 같이 시험하는 것을 이축 굽힘강도(BFS, biaxial flexural strength)로 분류한

다. 일축 굽힘시험은 시편의 가장자리 결함에 큰 영향을 받는 반면, BFS 시험은 이러한 영향이 거의 없고, 또 시편의 제작이 상대적으로 용이하다는 장점이 있다. 한편으로 BFS는 상대적으로 응력의 분포가 복잡하며, 역학적으로 정확한 굽힘 강도의 계산이 어렵고, 모든 재료의 적용이 어렵다는 단점도 있다 (Shetty et al., 1983). 그러나 전술한 바와 같이 구강내 응력은 한 방향이 아니고 여러 방향이 혼재된 양상이다. 따라서 치과용 보철수복재료의 기계적 특성 평가에 일축강도시험보다 이축강도시험이 더 적합하다는 의견이 제기되어 왔다(Ban and Anusavice, 1990).

BFS 시험에도 형상에 따라 여러 가지가 있다: piston-on-three-ball (P3B), ball-on-three-ball (B3B), ball-on-ring (BOR), ring-on-ring (ROR), uniform-pressure-on-disk biaxial tests (Morrell, 2007). 이 가운데 가장 일반적으로 사용되고 있는 것은 치과용 세라믹 재료를 위한 ISO 6872에 소개되어 있는 P3B법과 이 시험법에서 가압을 볼로 변경하는 B3B이다 (Figure 3). 디스크 시편은 3개의 강구(hardened steel)가 120° 간격으로 10-12 mm의 원을 구성하는 지지링(support ring) 위에 올려 놓고 직경 1.4±0.2 mm의 금속제 핀 형태의 피스톤으로 하중을 전달하여 시편이 파괴될 때까지의 하중을 측정한다. P3B 이축강도는 다음 식으로 결정한다.

$$\sigma_{BFS} = -0.2387P(X - Y)/t^2$$

$$X = (1 + u)\ln(b/c)^2 + [(1 + u)/2](b/c)^2$$

$$Y = (1 + u)[1 + \ln(a/c)^2] + (1 - u)(a/c)^2$$

여기서  $u$ 는 재료의 프러송비(세라믹 재료에서 실측비를 모를 경우 0.25를 사용할 수 있음),  $a$ 는 시편 지지링의 반경,  $b$ 는 하중 지역의 반경(하중 핀의 반경),  $c$ 는 시편의 반경,  $t$ 는 시편의 두께를 나타낸다.

BFS 측정을 위한 디스크 시편은 가급적 높은 평행도를 유지해야 강도의 신뢰성이 높다. ISO 6872는 시편의 평행도를 0.05 mm 내에서 유지하도록 권하고 있다. 또한 이축강도 시험의 올바른 적용을 위하여 시편의 두께( $t$ )와 지지링의 직경( $D$ )의 비에 대한 가이드 라인으로  $t \leq 0.2D$ 의 조건이 되어야 하며, 시편 중심부에서 하중에 의한 휨은  $< 0.5t$ 가 되어야 한다 (Shetty et al., 1980).

FS값은 시편의 두께의 값에 따라 큰 차이를 보이므로, 가급적 시편 크기는 3지점 이상에서 정밀도 ±0.01 mm 수준으로 측정하여 평균 값을 취하는 것이 바람직하다. 높은 취성을 갖는 재료를 가는 직경의 피스톤으로 가압 시 시편과의 접촉 부위에서 심한 응력의 집중이 일어나므로, 이 접촉 응력의 분산을 위하여 일반적으로 0.05 mm의 polyethylene 또는 금속

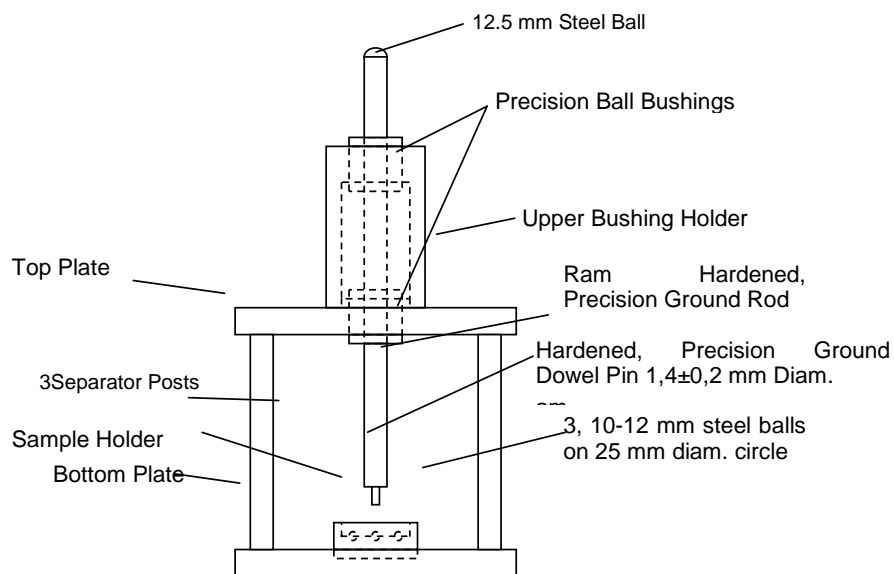
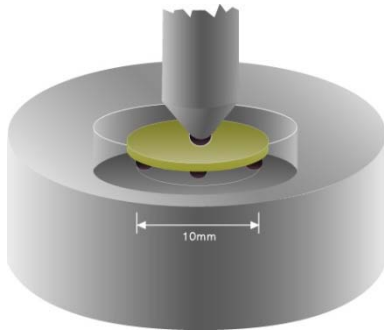


Figure 3. Example of fixture for piston-on-three-ball biaxial flexural strength test (ISO 6872).



**Figure 4.** Schematic diagram of ball-on-three-ball biaxial flexural test.

필름을 개재시킨다. 경우에 따라서 금속 핀 대신 강철구로 하중을 가하여 이축강도를 측정할 수 있으며 이러한 시험법을 B3B 시험법이라고 한다(Figure 4). 이때 강도의 계산식에서  $b$ 는 유효접촉면적의 반경( $\bar{b} = \sqrt{1.6b^2 + t^2} - 0.675t$ )식을 사용한다(Shetty et al., 1980).

시편을 3개의 볼로 지지하는 BFS시험법은 시편과 볼의 접촉이 이루어진다면 약간 흰 시편의 시험도 가능하다는 장점이 있다. 그러나 하부의 시편에서 응력분산의 불확실성이 존재하여 강도 값의 정밀도가 의문이다. 이러한 현상은 Figure 3과 같은 비교적 정밀한 시험 장치를 사용한다고 하더라도 피할 수 없다. 따라서 이 시험법은 정확한 파절 강도를 측정하는 목적보다 제품의 품질 관리 또는 재료의 특성 비교 목적에 더 적합하다고 볼 수 있다. 이축강도 시험은 시험의 형태상 취성재료에 적합하여 치과용 세라믹(Jin et al., 2004; Anusavice et al., 2007) 및 일부 복합 레진 재료(Palin et al., 2003; Chung et al., 2004; Pick et al., 2010)의 굽힘강도 평가에 많이 이용해 왔으며, 최근에는 의치상 레진의 굽힘강도 측정에도 사용하였다(Ko et al., 2013). Shetty(1980) 등은 세라믹 재료의 이축강도 측정법 중 ball-on-ring test 결과가 실험적으로도 가장 예측가능하고 응력 계산이 가장 정확할 수 있다고 하였다.

### 3. 강도 값의 신뢰도(Reliability of strength value)

어떤 재료의 평균 강도 값을 안다고 해도 그 재료의 강도를 실제 측정해 보면 평균 보다 아주 낮거나 높을 수 있다. 특히 세라믹 등 취성 재료들에서는 이렇게 강도의 확률을 예측하기

힘들며 일반적으로 가우시안 분포에 따르지 않고 때로는 비정상적 분포를 보인다. 따라서 이런 재료들의 기계적 특성에 대한 비교는 강도 값과 표준 편차의 단순 비교보다는 와이블(Weibull) 분산 함수를 이용한 분석이 강도의 신뢰도 분석에 이용된다(Weibull, 1951).

와이블 분석이란 취성 재료의 파괴는 응력이 집중되는 지역에서 재료에 내재한 결함(flaw)과 연결되어 일어나는 것으로 설명하는 ‘weakest link theory’에 근거한다(Weibull, 1951; Quinn and Quinn, 2010). 즉 강도의 결과들을 시편이 가지고 있는 가장 큰 결함의 분포에 따른다고 볼 수 있으므로 평균 값의 비교보다는 그 분포의 정도를 분석 비교해야 한다. 와이블 분석은 다음의 2-변수 누적실패율 함수에 대입하여 와이블 계수(Weibull modulus,  $m$ )와 누적실패율 63.2%에서의 특성 강도(characteristic strength,  $\sigma_0$ ) 값을 구한다.

$$P_f = 1 - \exp\left[-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right]$$

여기서  $P_f$ 는 누적 실패율로 강도 값의 순위에 따른다,  $P_f = (i - 0.5)/N$ ,  $i$ 는 강도 순위,  $N$ 는 총 시편개수. 을 구하기 위하여 보통 전용 소프트웨어를 사용할 수도 있으나, 와이블 함수 식을 자연로그로 이중 처리하여 다음의 식으로 변환하여  $\ln\ln[(1/1-P_f)]$  값과  $m \ln \sigma$  값의  $y = mx + b$  그래프를 그리고 그 기울기에서  $m$  값을 얻을 수 있다. 특성 강도 값은  $y$ 값을 0으로 설정하여 절편인  $m \ln \sigma_0$ 로부터 계산할 수 있다.

와이블 계수가 낮다는 것은 강도 값의 분포가 커서 그 재료의 강도 값에 대한 신뢰도가 낮음을 의미한다. Figure 5는 치과용 지르코니아 세라믹의 와이블 분석에 대한 예이다. 일반적으로 세라믹 재료들은 낮게는 3~5, 높게는 ~18 가까이 측정되는 경우도 있다. 결함에 대하여 예민하게 작용하므로 시편을 소성으로부터 제작한 것들보다 공장에서 잉곳 형태로 제작한 CAD-CAM용 소재들이 결함이 존재할 가능성이 작아 와이블 계수가 더 높다. 와이블 계수는 또한 시험 형태(3PFS, 4PFS, BFS)에 따라 달리 나타나며, 측정 시편 수에 따라 결과가 달라질 수 있으므로 주의해야 한다(Quinn and Quinn, 2010). ISO 6872는 와이블 분석을 위하여 최소 15개 이상, 바람직하게는 30개 이상의 독립 시편에 대한 시험을 권장하고 있다. 금속과

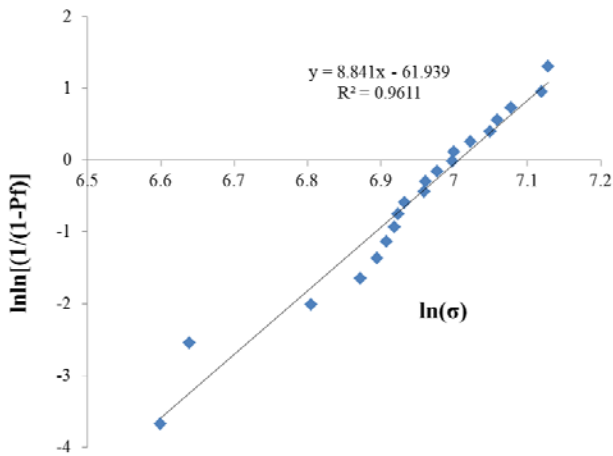


Figure 5. Examples of strength values distributed under Weibull function.

같은 연성 재료는 20 이상의 m 값을 가지나 측정 의미가 낮아 거의 실시하지 않는다. 또한 시편 내부에 복합적 응력이 작용하는, 즉 시편의 파괴 요인을 특정하기 어려운 압축강도나 결합강도 데이터에 대해서는 일반적으로 와이블 분석을 실시하지 않는다.

#### 4. 압축강도(compressive strength) 및 간접인장강도(diametral tensile strength)

압축강도(CS; compressive strength)와 간접인장강도(DTS; diametral tensile strength) 시험은 실린더 형태의 재료에 대하여 수직적(vertical) 방향의 외력을 가하여 측정하는 것으로, FS나 FT에 비하여 상대적으로 시편의 제작이 쉽고 측정법이 단순하다. 그러나 두 시험법 모두 응력을 받는 재료 내부에서는 압축/인장/전단 응력이 복잡하게 작용하여 시험법의 적용은 간단하지 않다(Figure 6-7). 두 시험법은 일반적으로 취성 재료에 적용되어야 하나, 치과용 포세린과 같이 취성이 매우 높거나 반대로 연성이 높은 폴리머 계열 수복재료에는 적용하기 어렵다.

CS시험법은 구강 내에서 저작작용은 외관적으로 압축응력을 발생시키기 때문에 수복재료의 기계적 특성 평가에 자주 사용되어 왔다(Wang et al., 2003). CS의 계산은 파괴 하중을 단면적으로 나눈 것으로 표시하며, 시편의 높이는 계산하지

않는다(Figure 6). 따라서 시편의 크기, 길이(L)와 직경(d)의 비율(L/d)에 따라 다른 결과를 만들 수 있으므로 주의를 해야 한다. 일반적으로 CS 시편의 L/d는  $\geq 0.5$ 가 좋다. CS를 채택하는 유일한 규격인 치과용 시멘트를 위한 ISO 9917는 시편의 직경을( $4.0 \pm 0.1$ ) mm, 높이를 ( $6.0 \pm 0.1$ ) mm의 크기로 만들도록 규정하고 있다. 시편의 제작 시 가장 중요한 요소는 상면과 하면이 이루는 평행도이다. 약간의 경사라도 시편에 존재 시 응력이 한쪽으로 집중되면 정상적 시편보다 낮은 강도를 산출하기 때문이다. 복합레진과 같은 일부 폴리머계 시편들은 압축력에 의하여 파괴가 일어나지 않는다. 이때는 응력변형률 곡선에서 변형률 0.2의 항복강도( $\sigma_{0.2}$ )를 구하여 시편간 강도 값 결정의 일관성을 확보해야 한다.

DTS 시험법은 재료에 압축력을 가하지만, 시편은 정중선을 중심으로 파단되는 인장력을 측정하여 indirect tensile strength test라고도 하며 우리말 용어의 간접인장강도는 이 용어를 번역한 것이다(Figure 7). DTS는 재료의 파절 하중을 실린더 형태의 시편 표면적으로 나눈 것이다( $DTS=2P/\pi DT$ , D는 시편의 직경, T는 시편의 길이). 그러나 DTS 역시 시편이 둘로 쪼개지면서 파절되지 않으면, 오히려 시편 내부에서 복잡한 응력양상이 형성되어 정확한 측정이 어렵게 된다(Palin et al., 2003). 현재 DTS 시험법은 어떠한 치과 재료의 규격 시험법에서는 사용되고 있지 않다. 그럼에도 DTS시험은 시편과 시험과정이 수월하여 치과용 시멘트, 석고, 아말감 등의 수복재료에 많이 적용되어 왔다. 치과용 복합 레진에서 CS는 다른 기계적 특성과 거의 상관성이 없었으나 DTS는 CS에 비하여 탄성계수, 경도와 높은 상관성을 보였다(Jun et al., 2013). 그간 많은 연구에서 치과용 복합 레진에 대하여도 DTS 시험을 실시해왔으며 유용성도 일부 입증되어왔으나(Penn et al., 1987), 어떤 재료에서는 인장응력이 발휘되기 전 압축응력에 의하여 재료가 눌리는 경우가 있다. 이런 경우에는 DTS이외의 시험법 사용을 고려해야 한다.

#### 5. 파괴인성(Fracture toughness) 시험법

재료의 실질적 파괴는 결합부에서 응력이 집중되며 발생한 균열의 전파에 의한이다. 특히 취성 재료에서 균열의 전파는 구조물 전체의 즉각적인 파절로 이어진다. 재료마다 균열의

전파에 대한 양상과 정도는 다르며 이러한 균열전파에 대한 저항성을 나타낸 것이 파괴인성(FT, fracture toughness)이다. FT는 critical stress intensity라고도 하며 기호는  $K_{Ic}$  ( $I = one$ )를 사용하며 단위는  $MPa \cdot m^{1/2}$ 로 표시한다. FT의 측정법은 세라믹 재료와 폴리머 재료 별로 매우 다양한 방법들이 있으나, 대표적으로 3점굽힘시험을 이용하는 single-edge-V-notch-bending (SEVNB) 시험이 사용되고 있다. 치과용 수복 재료에서는 치과용 세라믹 수복재(ISO 6872)와 의치상 레진

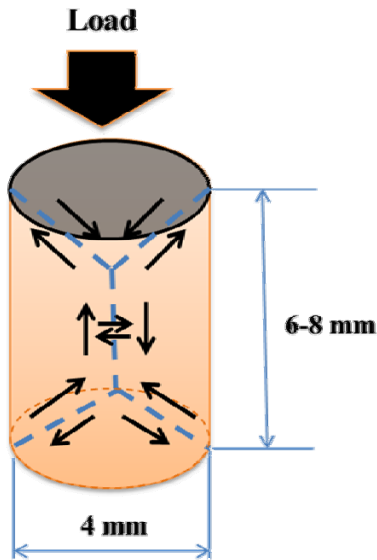


Figure 6. Stress distributions of compressive test specimen and typical specimen's size for dental cements.

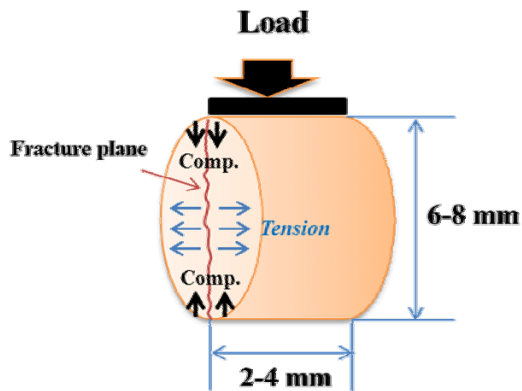


Figure 7. Stress distributions of diametral tensile test specimen and typical specimen's size for dental materials showing compressive and tensile stresses.

(ISO 20795)이 FT 시험의 적용 대상이다. Figure 8은 ISO 20795의 의치상 레진에 대한 FT 시험의 형상과 크기를 나타낸다. Figure 9는 균열을 따라 파절이 일어난 FT시험의 사진이다.

이와 같은 폴리머 재료의 ISO 시험의 크기는 ASTM D5045에서 요구하는 SEVNB 시험의 표준 형상( $l=2b$ ,  $a/l= 0.45\sim 0.55$ , Span length  $l=4b$ )의 기준에 맞춘 것이다. 따라서 시험의 크기에 제한이 있더라도 이 기준의 범위 내에서 변경시켜야 한다. 세라믹 재료의 시험 크기는 규격 ASTM C1162에

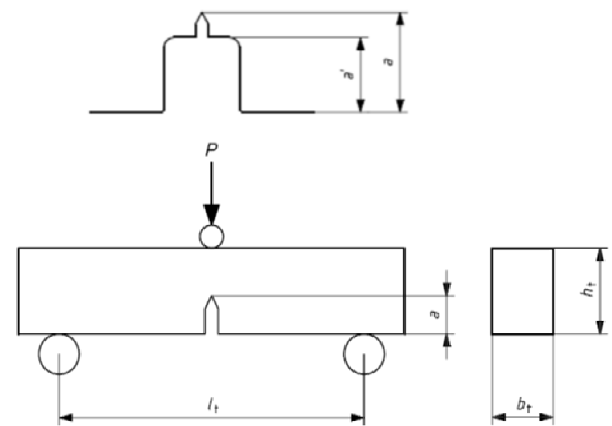


Figure 8. Typical specimen configuration of fracture toughness of denture base polymer (ISO 20795).  $h_t$  (8.0 mm),  $b_t$  (4.0 mm),  $a$ , precrak (3.0 mm),  $a$  crack length (3.5 mm),  $l_t$ , span (32.0 mm).

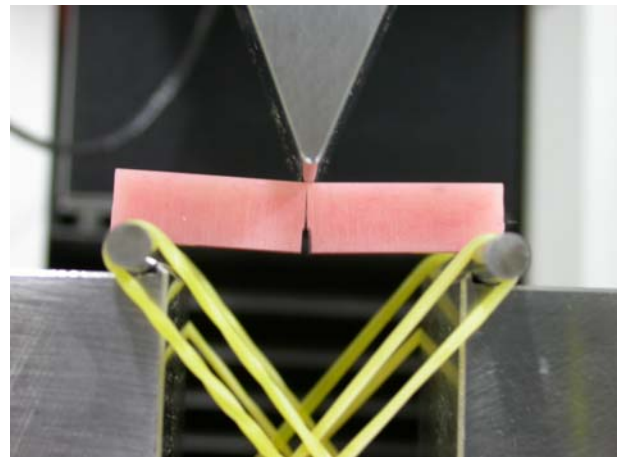


Figure 9. Fracture toughness test for acrylic resin specimen according to ISO 20795.

준한 ISO 6872의 굽힘강도 시편 크기를 사용하는 것이 좋다. 시편의 미세균열은 다이아몬드 휠로 형성한 시편의 사전균열(precrack)에 글리세롤을 떨어트린 다음에 날카로운 면도날 등을 이용하여 슬라이딩 동작으로 만든다. 이때 형성되는 균열의 길이는 0.1~0.4 mm면 충분하다. 균열의 길이는 시험 후 파절 시편에서 광학현미경을 이용하여 측정한다. 시편들은 초음파 세척 후 7일간 37°C 수중에 보관하고, 측정 직전 꺼내어 23°C 1시간 보관 후 측정한다. FT 값은 다음 식에 의하여 결정된다.

$$K_{Ic} = (fP_{max}l/hb^{1.5}) \times \sqrt{10^{-3}}$$

$$f(x) = 3x^{0.5} \frac{[1.99 - x(1-x)(2.15 - 3.93x + 2.7x^2)]}{2(1+2x)(1-x)^{1.5}}$$

여기서  $P_{max}$ 는 최대하중 (kN),  $l$ 는 Figure 6의 스패길이 (mm),  $h$ ,  $b$ 는 시편 높이와 폭 (mm),  $f$ 는  $x=a/h$ 에 따른 시편 형상요소이다. 균열  $a$ 의 길이는 파절 시편의 3지점에서 측정하여 그 평균값을 취하여 대입한다. ASTM D5045 규격의 FT 계산식은 위의 식과 약간 다르나 결과 값은 서로 근사하다. FT 시험 결과는 균열의 길이 형태에 매우 예민하여 시편 제작에 주의를 기울여야 한다. 또한 위 식은 스패길이/시편의 높이 ( $l/h$ )가 4일 때 사용을 하는 것이 원칙이다.

FT 측정 시 얻을 수 있는 또 하나의 특성 값은 총 파괴에너지( $WOF_t$ ,  $J/m^2$ )이다. 이것은 FT 측정 시 생기는 하중-변위 곡선 하부 면적은 전체 시편이 파절되는 에너지 ( $U$ ,  $J$ )를 단면적의 두배로 나누어 표시한다;  $WOF_t = U/[2b(h-a)]$ . FT값이 균열의 기시에 대한 저항성을 나타낸다면,  $WOF_t$ 는 균열의 성장에 대한 저항성을 의미한다고도 볼 수 있다. 폴리머 재료에서 파괴인성과  $WOF_t$ 는 높은 상관성을 지니고 있다(Jun et al., 2013).

PMMA 의치상 재료에서  $K_{Ic}$  값은 충격강도보다 내충격성을 더 분명하게 나타낸다고 밝혀졌다(Zappini et al., 2003). 치과용 아크릴 의치상 재료는  $K_{Ic} = 1.9 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ ,  $WOF_t$  900  $J/m^2$  이상이 요구된다(ISO 20795). 세라믹 수복재의 국제규격 ISO 6872에서 FT 값은 요구 사항은 아니나 용도 별 재료에 따라  $K_{Ic} = 0.7 \sim 5.0 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  이상을 추천하고 있다. 한 연구에서 복합레진의 FT는 5급외동의 임상적 우수성에 대한 유용한 지

표임을 보고한 바 있다(Tyas et al., 1990). 그러나 현재 치과용 복합 레진의 국제 규격(ISO 4049)에는 FT시험 값을 요구하지 않는다.

## 6. 다른 파괴인성 측정법

세라믹스와 같은 취성 재료들은 SEVNB법 같은 파괴인성 시험용 시편을 만들기가 까다롭다. 따라서 세라믹 재료들의 위한 다양한 파괴인성 측정법이 개발되어 사용되고 있다(Scherrer et al., 1998). 세라믹스 표면에 비커스 경도기를 이용하여 하중을 가하면 비커스 압흔 네 코너에서 균열이 발생한다. 세라믹에서의 비커스 균열은 압흔 전체를 관통하는 동전 반쪽 모양의 median 균열과 압흔 코너에서 시작하는 Palmqvist 균열의 두 종류로 나뉘어진다(Figure 10)(Niihara, 1983). 이때 발생하는 균열의 길이는 재료 고유의 균열 전파에 대한 저항성이라고 볼 수 있다. 즉 Figure 11에서처럼 입자를 함유하지 않은 치과용 포세린(A)과 달리 입자가 분산된 포세린(B)에서는 균열이 입자들에 의하여 휨, 반사, 소멸이 발생한다. 따라서 균열의 길이와 재료의 탄성계수, 경도의 관계에서  $K_{Ic}$ 를 경험적으로 산출할 수 있으며, 이것을 비커스 압입 파괴인성(VIF; Vickers indentation fracture toughness) 측정법 또는 indentation fracture (IF)법이라고 한다(Quinn and Bradt, 2007).

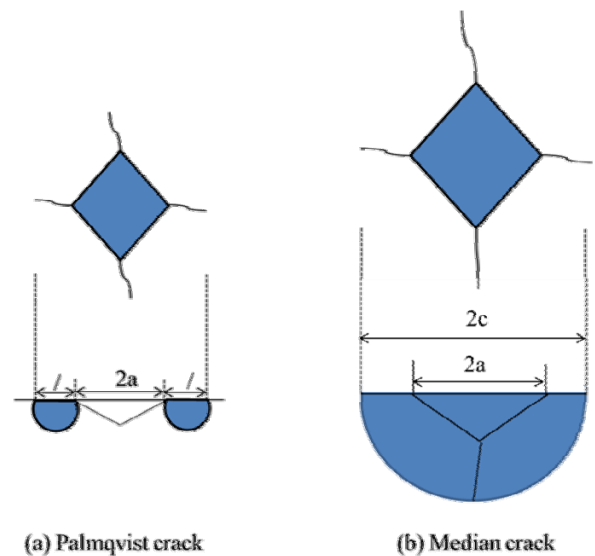
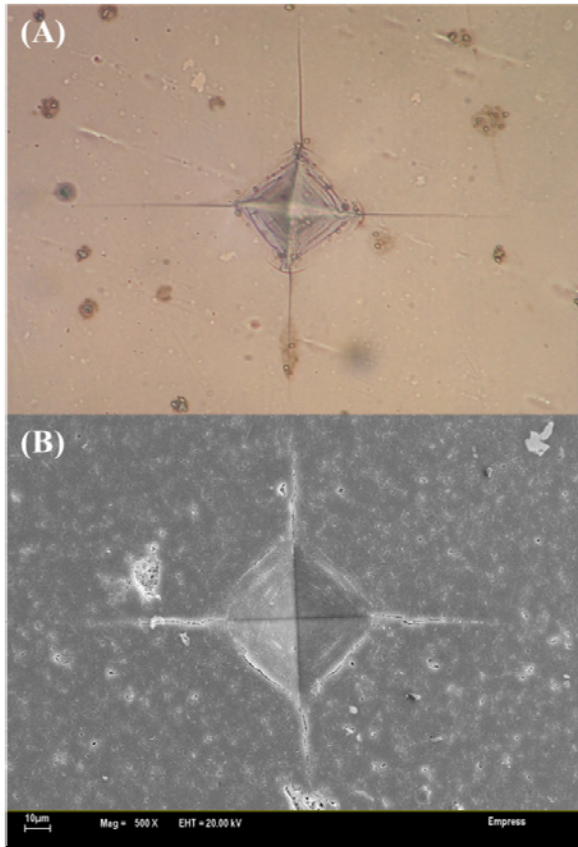


Figure 10. Geometry of cracks emanating Vickers indentations.





**Figure 11.** Light microscope photograph of dental porcelain containing no crystals (A) and scanning electron microscope photograph of leucite-containing porcelain showing crack deflection.

그간 세라믹 재료의 VIF법에 의한 파괴인성에 대해서는 수많은 계산식이 보고되어 왔으나 Anstis 등(1981)의 다음 식이 가장 일반적으로 사용되고 있다(Anstis et al., 1981):

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

여기서  $E$ 는 재료의 탄성계수,  $P$ 는 사용 하중(9.8 ~ 19.8 N),  $c$ 는 Figure 10에서의 균열 길이이다.  $H$ 는 경도 값으로 보통 균열이 발생하지 않는 낮은 하중영역을 이용하여 측정한다 ( $H=0.5P/a^2$ ). 재료의  $E$ 값은 참고 문헌 값을 사용하거나 초음파 측정법에 의하여 결정한다.

또 다른 파괴 인성 측정법은 indentation strength (IS) 법으로 Chantikul 등(1981)에 의하여 소개되었다(Chantikul et al.,

1981). 세라믹스의 굽힘 시편 중앙에 비커스 압흔을 형성하고 굽힘 강도를 측정하는 것이다. 이때 시편의 파괴는 비커스 압흔에 의한 균열에 일어나야 한다. IS법에 의한 파괴인성은 압흔의 하중과 압흔 시편의 굽힘강도( $\sigma_f$ )를 이용하여 다음 식에 의하여 계산하다:

$$K_{Ic} = 0.59(E/H)^{1/8}(\sigma_f P^{3/4})^{3/4}$$

이러한 비커스 압입을 이용한 FT측정법은 국제규격에서 채택되고 있지 않지만, 측정이 간편하여 그간 많은 치과용 세라믹의 평가에 이용되어 왔다(Seghi et al., 1995; Scherrer et al., 1998; Lee et al., 1999). Scherrer 등(1988)은 치과용 포세린에서 IF/IS/SEVNB 법에 의하여 파괴인성을 측정하고 비교해 보았을 때, 비록 SEVNB 파괴인성이 값의 편차는 가장 작았으나 전체적으로 파괴인성 값은 10% 이내에서 일치하였다. 그러나 SiC같은 고인성 재료의 IF법의 파괴인성은 SEVNB법에 의한 값보다 현저히 낮아, Quinn과 Brat(2007)은 세라믹 재료의 파괴인성 측정에 IF(VIF) 법을 사용해서는 안 된다고 주장하였다. 따라서 비커스 균열 측정에 의한 파괴인성 결과의 해석은 상당한 주의를 요한다(Kruzic et al., 2009). 이 측정법이 필요하다면 오직 동일 하중, 동일 계산식을 사용한 결과만으로 파괴 인성의 상대적 비교 목적으로 사용해야 한다. 또한 IS법에 의한 파괴인성 값은 하중 속도(crosshead speed)에 따라 유의한 차이를 보이므로 주의해야 한다(Wang et al., 2007).

## II. CONCLUSIONS

치과용 보철/수복재료의 기계적 특성에 대하여 많은 시험법이 개발되어 사용되어 왔다. 본고에서는 일축 및 이축 굽힘 강도, 압축강도, 간접인장 강도, 강도의 신뢰도 분석 및 파괴인성에 대하여 국제적으로 규격화된 시험법과 또 그 응용법에 대하여 살펴보았다. 그러나 치과재료의 규격시험에 의한 기계적 특성들과 임상적 성능과의 실질적 관련성은 그간 알려진 바가 거의 없다. 따라서 규격화 시험 결과들은 임상적 기능성, 수명을 평가한다기 보다 국제 규격으로서 재료의 품질의 평가

에만 사용할 수밖에 없다. 치과 재료의 올바른 평가를 위해서는 실제 구강 내 상황과 수복물 형태에서 응력 집중과 분산을 고려해야 함이 강조되어 왔다(Kelly, 1999; Kelly et al., 2014). 이에 따라 각종 치과용 보철/수복 재료에 대하여 단순 형태의 규격시험에만 그칠 것이 아니라, 실제 형태에 기초한 유사 임상적(quasi-clinical) 시험법이 개발되어야 한다. 또한 그 결과들의 상호 관련성을 분석하여 치과재료의 규격시험에 대한 효용성의 검토가 필요하다.

## REFERENCES

- Anstis GR, Chantikul P, Lawn BR, Marshall DB (1981). A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements. *J Am Ceram Soc* 64(9):533-538.
- Anusavice KJ, Kakar K, Ferree N (2007). Which mechanical and physical testing methods are relevant for predicting the clinical performance of ceramic-based dental prostheses? *Clin Oral Implants Res* 18 Suppl 3 218-231.
- Anusavice KJ, Shen C, Rawls HR (2013). Mechanical properties of dental materials. In: Philip's Science of dental materials, KJ Anusavice editor. St. Louis, Mo: Saunders, pp. 48-68.
- Astvaldsdottir A, Dagerhamn J, van Dijken JW, Naimi-Akbar A, Sandborgh-Englund G, Tranaeus S *et al.* (2015). Longevity of posterior resin composite restorations in adults - A systematic review. *J Dent* 43(8):934-954.
- Ban S, Anusavice KJ (1990). Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. *J Dent Res* 69(12):1791-1799.
- Bayne S, Thompson JF (2006). Biomaterials. In: Sturdevant's art and science of operative dentistry JF Roberson, HH Heymann and EJ Swift editors. St. Louis: Mosby, pp. 144-145.
- Braem M, Finger W, Van Doren VE, Lambrechts P, Vanherle G (1989). Mechanical properties and filler fraction of dental composites. *Dent Mater* 5(5):346-348.
- Chantikul P, Anstis GR, Lawn BR, Marshall DB (1981). A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: II, Strength Method. *J Am Ceram Soc* 64(9):539-543.
- Chung SM, Yap AU, Chandra SP, Lim CT (2004). Flexural strength of dental composite restoratives: comparison of biaxial and three-point bending test. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 71(2):278-283.
- Craig RG (2006). Mechanical properties. In: Craig's restorative dental materials. RL Sakaguchi and RL Powers editors. St. Louis, Missouri: Mosby, pp. 51-96.
- da Costa DC, Coutinho M, de Sousa AS, Ennes JP (2013). A meta-analysis of the most indicated preparation design for porcelain laminate veneers. *J Adhes Dent* 15(3):215-220.
- Da Rosa Rodolpho PA, Donassollo TA, Cenci MS, Loguércio AD, Moraes RR, Bronkhorst EM *et al.* (2011). 22-Year clinical evaluation of the performance of two posterior composites with different filler characteristics. *Dental Materials* 27(10):955-963.
- Darbar UR, Huggett R, Harrison A (1994). Denture fracture--a survey. *Br Dent J* 176(9):342-345.
- Dehurtevent M, Deveaux E, Hornez JC, Robberecht L, Tabary N, Chai F (2015). Influence of heat and ultrasonic treatments on the setting and maturation of a glass-ionomer cement. *Am J Dent* 28(2):105-110.
- Demarco FF, Correa MB, Cenci MS, Moraes RR, Opdam NJ (2012). Longevity of posterior composite restorations: not only a matter of materials. *Dent Mater* 28(1):87-101.
- Denry I, Kelly JR (2014). Emerging ceramic-based materials for dentistry. *J Dent Res* 93(12):1235-1242.
- Dhiman RR, Chowdhury SK (2009). Midline Fractures in Single Maxillary Complete Acrylic vs. Flexible Dentures. *Med J Armed Forces India* 65(141-145).
- Jin J, Takahashi H, Iwasaki N (2004). Effect of test method on flexural strength of recent dental ceramics. *Dent*

- Mater J* 23(4):490-496.
- Jun SK, Kim DA, Goo HJ, Lee HH (2013). Investigation of the correlation between the different mechanical properties of resin composites. *Dent Mater J* 32(1):48-57.
- Kelly JR (1999). Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations. *J Prosthet Dent* 81(6):652-661.
- Kelly JR, Rungruanunt P, Hunter B, Vailati F (2010). Development of a clinically validated bulk failure test for ceramic crowns. *J Prosthet Dent* 104(4):228-238.
- Kim DA, Abo-Mosallam HA, Lee HY, Kim GR, Kim HW, Lee HH (2014). Development of a novel aluminum-free glass ionomer cement based on magnesium/strontium-silicate glasses. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl* 42:665-671.
- Ko YH, Kim GR, Im YW, Lee HH (2013). Effect of curing methods on the biaxial flexural strength of denture base resins. *Kor J Dent Mater* 40(4):289-295.
- Kruzic JJ, Kim DK, Koester KJ, Ritchie RO (2009). Indentation techniques for evaluating the fracture toughness of biomaterials and hard tissues. *J Mech Behav Biomed Mater* 2(4):384-395.
- Lee HH, Kon M, Asaoka K (1999). Fracture toughness and durability of chemically or thermally tempered metal-ceramic porcelain. *Biomed Mater Eng* 9(3):135-143.
- Lee HH, Lee CJ, Asaoka K (2012). Correlation in the mechanical properties of acrylic denture base resins. *Dent Mater J* 31(1).
- Lee HH, Majd H, Orrego S, Majd B, Romberg E, Mutluay MM *et al.* (2014). Degradation in the fatigue strength of dentin by cutting, etching and adhesive bonding. *Dent Mater* 30(9):1061-1072.
- Majd H, Viray J, Porter JA, Romberg E, Arola D (2012). Degradation in the fatigue resistance of dentin by bur and abrasive air-jet preparations. *J Dent Res* 91(9):894-899.
- Molina GF, Cabral RJ, Mazzola I, Lascano LB, Frencken JE (2013). Mechanical performance of encapsulated restorative glass-ionomer cements for use with Atraumatic Restorative Treatment (ART). *J Appl Oral Sci* 21(3):243-249.
- Morrell R (2007). Biaxial flexural strength testing of ceramic materials. In: Measurement Good Practice Guide No. 12: NPL.
- Niihara K (1983). A fracture mechanics analysis of indentation-induced Palmqvist crack in ceramics. *Journal of Materials Science Letters* 2(5):221-223.
- Oilo M, Gjerdet NR (2013). Fractographic analyses of all-ceramic crowns: a study of 27 clinically fractured crowns. *Dent Mater* 29(6):e78-84.
- Oilo M, Kvam K, Reisegg K, Gjerdet NR (2015). The Effects of Margin Curvature on Load at Fracture of Ceramic Crowns. *Int J Prosthodont* 28(4):357-359.
- Opdam NJ, Bronkhorst EM, Loomans BA, Huysmans MC (2010). 12-year survival of composite vs. amalgam restorations. *J Dent Res* 89(10):1063-1067.
- Palin WM, Fleming GJ, Burke FJ, Marquis PM, Randall RC (2003). The reliability in flexural strength testing of a novel dental composite. *J Dent* 31(8):549-557.
- Penn RW, Craig RG, Tesk JA (1987). Diametral tensile strength and dental composites. *Dent Mater* 3(1):46-48.
- Pick B, Meira JB, Driemeier L, Braga RR (2010). A critical view on biaxial and short-beam uniaxial flexural strength tests applied to resin composites using Weibull, fractographic and finite element analyses. *Dent Mater* 26(1):83-90.
- Quinn GD, Bradt RC (2007). On the Vickers Indentation Fracture Toughness Test. *J Am Ceram Soc* 90(3):673-680.
- Quinn JB, Quinn GD (2010). A practical and systematic review of Weibull statistics for reporting strengths of dental materials. *Dent Mater* 26(2):135-147.

- Sabbagh J, Vreven J, Leloup G (2002). Dynamic and static moduli of elasticity of resin-based materials. *Dent Mater* 18(1):64-71.
- Scherrer SS, Denry IL, Wiskott HW (1998). Comparison of three fracture toughness testing techniques using a dental glass and a dental ceramic. *Dent Mater* 14(4):246-255.
- Seghi RR, Denry IL, Rosenstiel SF (1995). Relative fracture toughness and hardness of new dental ceramics. *J Prosthet Dent* 74(2):145-150.
- Shetty DK, Rosenfield AR, McGuire P, Bansal GK, Duckworth WH (1980). Biaxial flexure tests for ceramics. *Ceram Bull* 58(12):1193-1197.
- Tyas MJ (1990). Correlation between fracture properties and clinical performance of composite resins in Class IV cavities. *Aust Dent J* 35(1):46-49.
- Wang H, Isgro G, Pallav P, Feilzer AJ (2007). Fracture toughness determination of two dental porcelains with the indentation strength in bending method. *Dent Mater* 23(6):755-759.
- Wang L, D'Alpino PH, Lopes LG, Pereira JC (2003). Mechanical properties of dental restorative materials: relative contribution of laboratory tests. *J Appl Oral Sci* 11(3):162-167.
- Weibull W (1951). A statistical distribution function of wide applicability. *J Appl Mech ASME* 18(3):293-297.
- Xu HH (2000). Whisker-reinforced heat-cured dental resin composites: effects of filler level and heat-cure temperature and time. *J Dent Res* 79(6):1392-1397.
- Zappini G, Kammann A, Wachter W (2003). Comparison of fracture tests of denture base materials. *J Prosthet Dent* 90(6):578-585.