

## 포세린 소성시 냉각속도가 지르코니아 코어 세라믹의 특성에 미치는 영향

조미향<sup>1</sup>, 설효정<sup>2,\*</sup>

<sup>1</sup>원광보건대학교 치기공과

<sup>2</sup>부산대학교 치의학전문대학원 치과재료학교실

---

### Effect of the cooling rate on characteristics of zirconia core ceramics during porcelain firing

*Mi-Hyang Cho<sup>1</sup>, Hyo-Joung Seol<sup>2,\*</sup>*

<sup>1</sup>*Department of Dental Lab, Wonkwang Health Science University, Iksan-si, Jeonbuk, Republic of Korea*

<sup>2</sup>*Department of Dental Materials, School of dentistry, Pusan National University, Yangsan-si, Gyeongsangnam-do, Republic of Korea*

The effect of the cooling rate on changes in hardness, flexural strength, and microstructure of zirconia core ceramics was investigated during simulated porcelain firing without layering porcelain on the zirconia core ceramic. Three cooling rates were tested: 227.5 °C/min, which is the rate suggested by the manufacturer, Stage 0 (taking the ceramic out of the firing chamber immediately after firing and bench cooling to room temperature), and Stage 3 (cooling to 600 °C with the firing chamber closed and then bench cooling to room temperature (33 °C/min)). In the Stage 0 group and the group cooled at the rate suggested by the manufacturer, the hardness increased compared to the group before firing ( $p < 0.001$ ). The hardness of the Stage 3 group was not different from that of the group before firing ( $p > 0.05$ ). The grain size of the specimen groups whose hardness increased after firing was reduced by recrystallization, but the Stage 3 group had coarsened grains. In all test groups before and after firing, only the tetragonal phase was observed. In particular, a metastable phase (T') in which the axial ratio ( $c/a$  ratio =  $c/\sqrt{2}a$ ) was closer to 1 coexisted with the tetragonal phase. The flexural strength of the zirconia core did not exhibit a significant difference with respect to the cooling rate ( $p > 0.05$ ).

**Key words:** Zirconia core ceramic, Simulated firing, Cooling rate

---

Mi-Hyang Cho (ORCID: 0000-0003-1005-470X)

Correspondence: Hyo-Joung Seol (ORCID: 0000-0002-6177-2616)

49 Busandaehak-ro Mulgeum-eup, Yangsan-si, Gyeongsangnam-do 50612, Republic of Korea

Affiliation: Department of Dental materials, School of Dentistry, Pusan National University, Yangsan-si, Gyeongsangnam-do, Republic of Korea

Tel: +82-51-510-8229, Fax: +82-51-510-8228

E-mail: seol222@pusan.ac.kr

Received: Feb. 24, 2021; Revised: Mar. 17, 2021; Accepted: Mar. 17, 2021

## 서론

전부 지르코니아 수복물은 재료 특유의 불투명성으로 인해 전치부 심미성을 만족하기에는 한계가 있으므로 임상에서는 일반적으로 전치부 제작 시 지르코니아를 수복물의 코어로 제작하고 치과용도재를 전장에 소성하는 방법을 사용하여 자연치의 반투명도를 재현하고 있다. 그러나 이러한 방법은 도재의 낮은 인장강도와 지르코니아와의 열팽창계수의 차이 등으로 인해 도재가 파절되거나 탈락 등을 유발할 수 있다(1). 도재 파절의 원인중 하나인 인장응력은 구강내 저작 운동시 굽힘력에 의해 발생되며 발생된 최대인장응력은 보철물의 표면에서 발생하므로 표면결함은 세라믹의 강도를 결정짓게 된다(2). 지르코니아 코어와 전장도재 간의 부적절한 열팽창계수 차이는 도재 내 잔류응력을 발생시키며 이로 인해 도재가 파절되는 것으로 보고되었다(3). 지르코니아에 전장도재 축성을 위해 소성 후 실온으로 식힐 때의 냉각속도 역시 전장도재 내부의 잔류응력에 중요한 영향을 미치는 요인으로 알려져 있으며(3), 이는 지르코니아-도재 수복물에서 도재 chipping의 원인 중에서도 하나인 것으로 보고되었다. Koenig 등은 코어 재료로 사용한 지르코니아의 파절 빈도는 매우 낮으나 상부에 소성되는 전장도재의 chipping으로 인한 파절은 지르코니아-도재 수복물이 실패하는 가장 큰 원인으로 보고하였다(4).

순수한 지르코니아는 대기압하에서 단사정(monoclinic), 정방정(tetragonal), 입방정(cubic)의 세가지 형태를 나타내며 이와 관련된 상전이는 온도변화에 따라서 일어나는 것으로 잘 알려져 있다. 이중 단사정상은 상온에서 안정하며, 고온에서 얻어지는 상인 정방정상과 입방정상은 원자가가 다른 산화물형태를 띠는 안정화제의 첨가에 의해 상온에서 얻을 수 있다(5, 6). 특히 정방정 지르코니아는 응력을 받는 경우 단사정상으로의 상전이(상전이)가 일어나면서 부피가 팽창하므로 균열의 진행을 막아 인성을 크게 강화하는 것으로 알려져 있다. 고온상인 정방정상과 입방정상을 안정화시키기 위한 상안정화제로는  $Y_2O_3$ , CaO, MgO, CeO<sub>2</sub> 등이 주로 사용되고 있다(7). 이 중에서 특히  $Y_2O_3$ 의 첨가로 얻어지는 지르코니아는 물성이 우수하며 제조가 용이한 이유로 치과용으로는  $Y_2O_3$ 가 첨가된 지르코니아가 가장 많이 사용되고 있다. 그러나 지르코니아는 세라믹스에 속하기 때문에 금속

재료에 비해 파괴인성이 낮으며 기계적 충격 등에 약한 특징을 가지고 있다. 특히 정방정 지르코니아는 저온에서 장시간 사용하면 정방정상에서 단사정상으로의 자발적인 상변이가 일어나, 이에 따른 부피 팽창이 시편 내에 미세균열을 유발하여 강도의 급격한 저하가 일어나는 저온열화(low temperature degradation) 현상이 발생한다(8).

지르코니아의 강도와 인성을 증가시키는데 대한 여러 연구가 진행되어 왔으나(9-11), 지르코니아 코어 세라믹이 포세린 소성을 위해 가열후 냉각을 거칠 때 냉각속도에 따라 지르코니아 코어 세라믹의 특성의 변화는 아직 명확히 밝혀져 있지 않다. 이트리아 함량이 약 4 mol %인 지르코니아는 다목적용 즉, 코어용으로도 사용되고 포세린 축성 없이 단독(monolithic)으로도 사용되고 있다. 이러한 지르코니아 코어용으로 사용되는 경우, 포세린을 축성한 후 고온에서 여러 번의 소성과정을 거치게 된다. 금속-세라믹 금관의 경우, 금속 하부구조에 포세린을 축성후 소성할때 냉각속도에 따라 금속의 경도와 미세구조가 달라지는 것이 보고되어 있다(12-14). 포세린 소성시 지르코니아를 코어로 사용한 경우에도 냉각속도의 차이에 따라 지르코니아의 물성에 변화가 있을 것으로 예상되었다. 이를 알아보기 위하여 본 연구에서는 지르코니아 코어 세라믹에 포세린을 축성하지 않고 모의 소성 시 냉각 속도를 달리하여 통상적인 소성과정을 진행한 후, 냉각 속도의 차이가 경도, 굴곡강도 및 미세구조의 변화에 미치는 영향에 대해 관찰하였다. 이를 위하여, 각 소성 단계를 진행한 후 경도 시험, 3점 굴곡강도 시험을 진행하고 이와 관련된 미세구조와 결정구조를 조사하였다.

## 재료 및 방법

### 1. 시편 제작

이트리아 함량이 약 4 mol% (Table 1)인 다목적용 지르코니아 블록(RAZOR 1100, U&C International, Seoul, Korea)을 반소결 상태에서 다이아몬드 휠을 장착한 절단기(Accutom-100, Struers Company, Copenhagen, Denmark)로 절단하였다. 절단한 시편을 제조회사의 지시에 따라 소결

로(Tiger speed, GMD BIO, Seoul, Korea)에서 1,530 °C에서 120분 동안 계류하여 총 6시간 40분의 소요시간을 거쳐 소결하였다(Table 2). 소결이 완료된 시편의 최종크기는 15.6 mm×4.1 mm×1.23 mm(굴곡강도 시험용, ISO 6872)와 7.5 mm×7.5 mm×1.23 mm(경도 시험용)이었으며, 이를 증류수로 세척 후 상온에서 24시간 보관하였다. 굴곡강도 시험용 시편은 군별 10개씩 총 40개의 시편을 준비하였고, 경도시험용 시편은 군별 3개씩 총 12개의 시편을 준비하였다.

## 2. 모의 소성

Table 2에 따라 소결된 지르코니아 시편을 Table 3에 따라 도재소성로(Multimat 2 Torch, Dentsply, Bensheim, Germany)에서 포세린 축성 없이 모의 소성 하였다. 소성 스케줄(Table 3)은 지르코니아용 포세린 분말(CZR, Kuraray Noritake, Nagoya, Japan)의 소성 스케줄에 해당한다. 이때, 냉각속도에 따라 3그룹으로 나누었는데, 제조회사에서 제시된 냉각속도인 분당 227.5 °C로 냉각한 그룹과, Table 4에 제시된 냉각 속도 중 가장 빠른 냉각속도인 Stage 0(소성이 끝나면 바로 소성로에서 꺼내어 실온까지 벤치쿨링)으로 냉각한 그룹, 그리고 가장 느린 냉각속도인 Stage 3(소성로를

닫은 상태에서 600 °C까지 냉각 후 실온까지 벤치쿨링, 33 °C/min)으로 냉각한 그룹으로 나누어 실험을 시행하였다.

## 3. 경도 시험

모의 소성 전후의 경도시험용 시편을 미소경도계(MVK-H1, Akashi Co., Kawasaki, Japan)를 사용하여 하중 1 kgf, 부하 시간 10초의 조건 하에서 Vickers 경도를 측정하였다. 각 군당 시편의 개수는 3개이며, 시편마다 경도를 5회씩 측정하여 평균과 표준편차 값을 산출하였다.

## 4. 전계방출 주사전자현미경 관찰

모의 소성 전후의 경도시험용 시편을 그대로 사용하여 전계방출 주사전자현미경(JSM-7200F, Jeol, Akishima, Japan) 관찰을 시행하였다. 시편을 90초간 백금으로 코팅한 후 전계방출 주사전자현미경을 사용하여 가속 전압 10 kV의 조건 하에서 미세구조를 관찰하였다.

## 5. X-선 회절 분석

모의 소성 전후의 경도시험용 시편을 그대로 사용하여 시편의 결정구조 형태를 X선 회절 장치(HR-XRD, X'Pert<sup>3</sup>-

**Table 1.** Chemical composition of the pre-sintered zirconia block

Composition	ZrO <sub>2</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Na <sub>2</sub> O
Wt.%	88-90	7-8	<0.01	<0.001	<0.007	<0.004

**Table 2.** Zirconia sintering schedule recommended by the manufacturer

Temperature (°C)	Time
R,T*~1,000	100 min
1,000~1,300	40 min
1,300~1,530	30 min
1,530	120 min holding
1,530~700	60 min
700~R,T*	50 min

\*R,T: Room Temperature.

**Table 3.** Simulated porcelain-firing cycles

Firing cycles	Pre-drying (min)	Heat rate (°C/min)	Start temp. (°C)	Final temp. (°C)	Hold time (min)	Vacuum level (cm/HG)	Start vacuum (°C)	Vacuum release (°C)
Dentin firing	7	45	600	930	1	55	600	930
Glaze firing	5	50	600	930	0	-	-	-

**Table 4.** Cooling rate during simulated porcelain-firing cycles

Cooling rate	Stage 0	Stage 1	Stage 2	Stage 3
Condition	Firing chamber moves immediately to upper end position	Firing chamber opens about 70 mm	Firing chamber opens about 50 mm	Firing chamber remains closed

powder; PANalytical, Amsterdam, Netherlands)로 분석하였다. Ni 필터를 통과한 CuK  $\alpha$ 선을 이용해 관전압 40 kV 및 관전류 30 mA에 step size는 0.026°, 주사 속도 1°(2 $\theta$ /min)의 조건 하에서 X선 회절 분석을 진행하였다.

### 6. 3점 굴곡강도시험

모의 소성 전후의 3점 굴곡강도 시험용 시편을 만능재료 시험기(Instron 3345, Grove city, PA, USA)를 사용하여 3점 굴곡강도 시험을 시행하였다. 지지대간 거리는 12 mm거리로 고정하고 다음 0.5 mm/min의 크로스헤드 속도로 수직으로 압축력을 가해서 파절될 때의 강도를 측정하여 평균과 표준편차 값을 산출하였다.

### 7. 통계 분석

통계 프로그램인 SPSS 25.0 (Statistical Product and Service Solutions 25.0, IBM Co., Armonk, NY, USA)을 이용하여 경도와 3점 굴곡강도 시험 결과를 분석하였으며, 0.05의 통계적 유의 수준이 유의미한 것으로 간주되었다. 시험 결과값의 분석은 일원배치 분산 분석(one-way ANOVA)을 이용하여 분석하고 Tukey HSD로 다중 비교하였다. 소성 전 후의 경도값 비교는 paired *t*-test로 분석하였다.

## 결 과

### 1. 경도의 변화

Figure 1은 각 시편을 Table 3에 제시된 소성단계에 따라 소성하여 그에 따른 경도 변화를 나타낸 결과이다. 이때, 냉각속도는 3그룹으로 나누었는데, 제조회사에서 제시된 냉각속도인 분당 227.5 °C로 냉각한 그룹과, Table 4에 제시된 냉각 속도 중 가장 빠른 냉각속도인 Stage 0으로 냉각한 그룹, 그리고 가장 느린 냉각속도인 Stage 3으로 냉각한 그룹으로 나누어 실험을 시행하였다. 이를 통계 처리한 결과를 Table 5에 나타내었다. 그 결과 냉각속도가 Stage 0인 그룹과 제조회사에서 제시한 속도로 냉각한 그룹(As recommended)이 냉각속도가 Stage 3인 그룹보다 높은 경도를 나타내었다( $p < 0.001$ ). 소성 전 후의 경도를 비교한 결과, 냉각속도가 Stage 0인 그룹과 제조회사에서 제시한 속도로 냉각한 그룹에서는 소성 전 시편[(1,320 ± 29.8) HV]에 비해 경도가 상승한 것으로 나타났으며( $p < 0.001$ ), 냉각속도가 Stage 3인 그룹의 경도는 소성전의 경도와 차이가 없는 것으로 나타났다( $p > 0.05$ ).

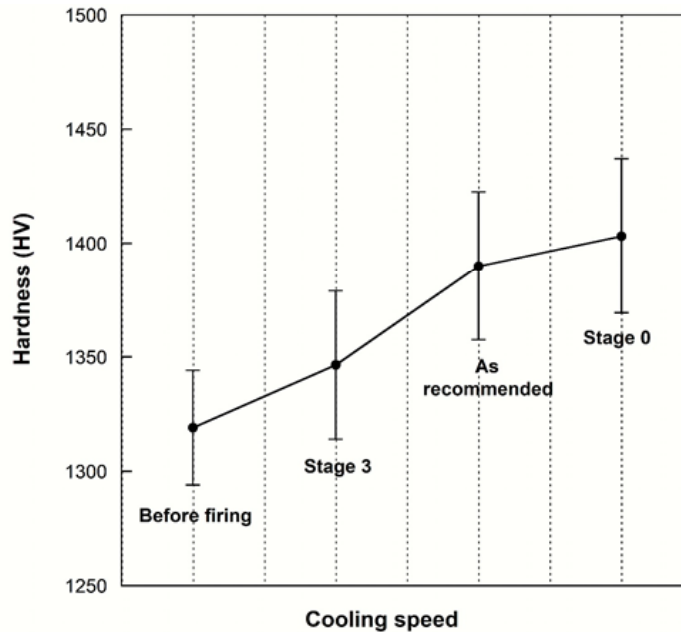
### 2. 미세구조의 변화

Figure 2는 소성에 따른 미세구조 변화를 전계방출 주사전

**Table 5.** Statistics of hardness as a function of cooling speed

Group	Stage 0	As recommended	Stage 3
Microhardness (HV)	1,403±33.9 <sup>b</sup>	1,390±32.5 <sup>b</sup>	1,347±32.5 <sup>a</sup>

\* The values were expressed as mean ± standard deviation, Same superscript letters mean no significant difference between values.



**Figure 1.** Changes in hardness of the specimens after the porcelain-firing simulation (with the standard deviation marked in).

자현미경을 이용해 관찰한 결과이다. Stage 0의 냉각속도와 제조사에서 제시한 냉각속도로 냉각된 시편에서는 소성전의 시편에 비해 결정립이 미세하였으며, Stage 3로 냉각시킨 시편에서는 소성전의 시편과 유사하게 결정립의 크기가 증가된 것이 관찰되었다.

### 3. 모의 소성에 따른 결정구조의 변화

Figure 3는 모의 소성에 따른 각 시편의 결정구조 변화를 관찰한 것이다. 면심입방인 형석(CaF<sub>2</sub>)구조와의 비교를 쉽게 하기 위해 정방정 지르코니아의 격자 상수와 면지수는 종종 면심정방격자로 설명되었으나, 본 연구에서는 보다 일반적인 체심정방격자로 설명하였다(15). 실험 결과 소성 전과 소성후의 모든 시편에서 큐빅상(C)이나 단사정상(M)은 관찰되지 않았으며, 정방정상의 피크형태만 관찰되었다.

특히 정방정상(T)보다 축비( $c/a$  ratio= $c/\sqrt{2}a$ )가 1에 더욱 가까운 준안정상(T')이 정방정상과 공존하는 것이 관찰되었다. 소성시 냉각속도에 따른 결정구조의 변화는 관찰되지 않았다. 본 실험에서 얻어진 정방정상(T)은 격자상수가  $a=3.605 \text{ \AA}$ ,  $c=5.178 \text{ \AA}$ 이었으며, 준안정상(T')은 격자상수가  $a=3.622 \text{ \AA}$ ,  $c=5.152 \text{ \AA}$ 이었다.

### 4. 굴곡강도 분석

Table 5는 모의 소성에 따른 각 시편의 굴곡강도변화를 측정하기 위해 3점 굽힘시험을 시행한 결과이다. 냉각속도를 달리하여 포세린 모의소성을 진행한 결과, 냉각속도에 따른 지르코니아의 굴곡강도는 통계적으로 유의한 차이를 나타내지 않았으며, 소성 전의 굴곡강도와도 유의차가 없었다( $p>0.05$ ).

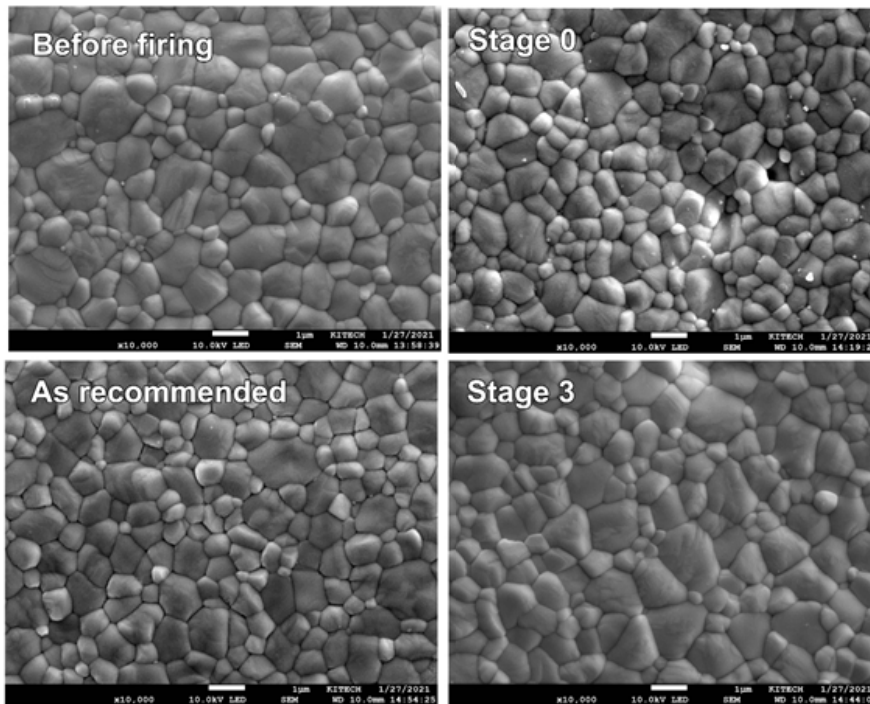


Figure 2. Changes in microstructure of the specimens after the porcelain-firing simulation ( $\times 10,000$ ).

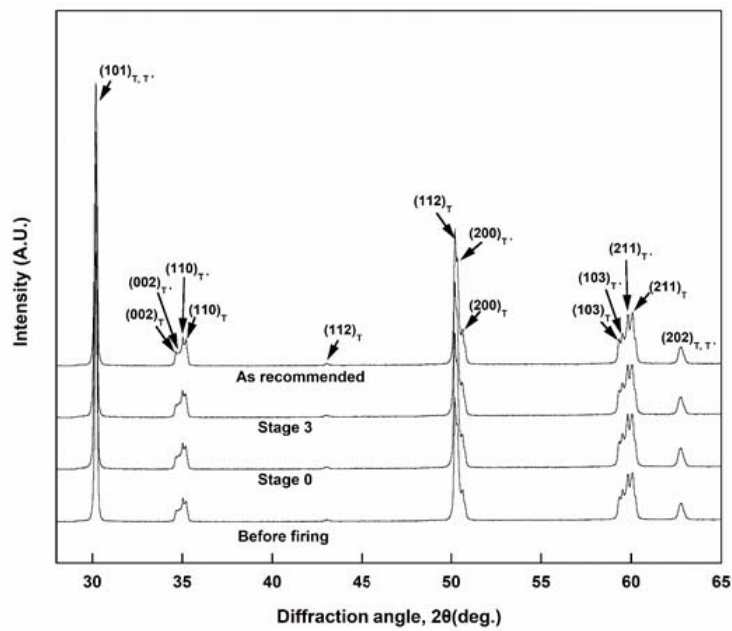


Figure 3. XRD patterns of the specimens after the porcelain-firing simulation.

Table 6. Statistics of flexural strength as a function of cooling speed

Flexural strength (MPa)	Before firing	Stage 0	As recommended	Stage 3
Mean $\pm$ SD	903 $\pm$ 153	911 $\pm$ 227	851 $\pm$ 139	919 $\pm$ 130

## 고 찰

치과용 지르코니아는 심미적이면서도 높은 강도와 인성을 나타냄으로 인해 금속-세라믹 금관용 합금을 대체하여 코어용 재료로 사용되고 있다. 상안정화제인 이트리아 함량이 약 4 mol%인 지르코니아는 이트리아 함량이 약 3 mol%인 지르코니아보다 심미적인 대신 강도는 상대적으로 낮은 특징이 있다. 이런 이유로 이트리아 함량이 약 4 mol%인 지르코니아는 다목적용 즉, 코어용으로도 사용되고 포세린 축성 없이 단독으로도 사용되고 있다. 이트리아 함량이 약 4 mol%인 지르코니아가 코어용으로 사용되는 경우, 포세린을 축성한 후 고온에서 여러 번의 소성과정을 거치게 된다. 금속세라믹 금관의 경우, 금속 하부구조에 포세린을 축성 후 소성할 때 냉각속도에 따라 금속의 경도와 미세구조가 크게 달라지는 것이 보고되어 있다(12-14). 포세린 소성 시 지르코니아를 코어로 사용한 경우에도 냉각속도의 차이에 따라 지르코니아의 물성에 변화가 있을 것으로 예상되었다. 이를 알아보기 위하여 본 연구에서는 지르코니아 코어에 포세린 없이 다양한 냉각속도에서 모의 소성하고 이에 따른 지르코니아 코어 세라믹의 물성의 변화를 알아보았다. 냉각속도는 제조회사에서 제시된 냉각속도(227.5 °C/min) 외에 Table 4에 제시된 냉각 속도 중 가장 빠른 냉각속도인 Stage 0(소성이 끝나면 바로 소성로에서 꺼내어 실온까지 벤치쿨링)과 가장 느린 냉각속도인 Stage 3(소성로를 닫은 상태에서 600 °C까지 냉각 후 실온까지 벤치쿨링, 33 °C/min)으로 선정하였다. 각 시편을 Table 3에 제시된 소성단계에 따라 소성하여 냉각속도에 따른 경도 차이를 알아본 결과(Figure 1, Table 5), 냉각속도가 Stage 0인 그룹과 제조사에서 제시한 속도로 냉각한 그룹(As recommended)이 냉각속도가 Stage 3인 그룹보다 높은 경도를 나타내었다( $p < 0.001$ ). 소성 전 후의 경도를 비교한 결과, 냉각속도가 Stage 0인 그룹과 제조사에서 제시한 속도로 냉각한 그룹에서는 소성 전 시편 [(1320 ± 29.8) HV]에 비해 경도가 상승한 것으로 나타났으며( $p < 0.001$ ), 냉각속도가 Stage 3인 그룹의 경도는 소성전의 경도와 차이가 없는 것으로 나타났다( $p > 0.05$ ).

지르코니아의 경도변화와 관련된 미세구조 변화를 관찰한 결과(Figure 2), Stage 0과 제조사에서 제시한 냉각속도로 냉각된 시편에서는 소성전의 시편에 비해 결정립이 더욱

미세하게 바뀌었으나, Stage 3으로 냉각된 시편에서는 소성전의 시편과 유사하게 결정립이 상대적으로 조대하였다. Stage 0과 제조사에서 제시한 냉각속도로 냉각된 시편에서 결정립이 소성 전의 지르코니아에 비해 미세하게 바뀐 것로부터 포세린 소성과정에서 지르코니아의 재결정이 일어난 것으로 생각되었다. 금속재료에 있어서는 고온에서의 소둔 열처리 결과 재결정 현상이 일어나는 것이 일반적이지만 지르코니아와 같은 세라믹재료에서는 이러한 재결정 현상은 드물며, 미세한 표면 스크래치와 같은 표면 손상이 있는 경우에는 적절한 온도에서 소둔함에 따라 재결정이 일어날 수 있는 것으로 보고되었다. Whalen 등은 이트리아를 2.45 mol% 함유한 지르코니아의 표면 재결정 현상을 연구한 결과, 지르코니아 표면을 0.07 μm의 다이아몬드 연마제로 경면 연마한 경우는 900 °C 이상의 온도로 소둔처리 시 재결정이 일어나지 않았으나 지르코니아 표면을 220 mesh의 다이아몬드 휠로 깎은 경우에는 소둔처리 시 표면에 재결정이 일어났으며, 이로 인해 결정립 크기가 상당히 줄어든 것을 관찰하였다(16). 특히 재결정 전후에 따른 지르코니아의 굴곡강도에는 차이가 없었으나, 200 °C와 같은 낮은 온도에서 장시간 시효처리 후 굴곡강도를 측정된 결과 재결정으로 결정립의 크기가 감소된 지르코니아는 더 높은 굴곡강도를 나타내었고 이는 미세한 결정립에서 정방정상이 더욱 안정해지는 것에 기인하였다(16). 본 실험에서는 포세린 모의소성 시행 전의 시편에 비해 모의소성된 시편중 빠른 속도로 냉각된 시편들에서만 결정립이 미세화되는 현상이 관찰되었다. 이는 930 °C에서 재결정이 진행되었으나, 상대적으로 느린 냉각속도인 Stage 3으로 냉각된 시편에서는 재결정화 이후 결정립의 성장이 진행되어 조대화가 일어난 것에 기인한다고 생각되었다. 재결정화로 인해 결정립의 크기가 감소된 시편들은 경도가 상승하였으나, 재결정화 후 결정립이 조대화된 Stage 3 그룹의 경도는 소성전의 경도와 차이가 없었다.

모의 소성에 따른 각 시편의 결정구조 변화를 관찰한 결과(Figure 3), 소성전과 소성후의 모든 시편에서 입방정상이나 단사정상은 관찰되지 않았으며, 정방정상의 피크만 관찰되었다. 특히 정방정상(T)보다 축비( $c/a$  ratio =  $c/\sqrt{2a}$ )가 1에 더욱 가까운 준안정상(T')이 정방정상과 공존하는 것이 관찰되었다. 이러한 결과는 소성전의 시편에서도 동일하였

으며, 소성 후 다양한 냉각속도로 냉각한 시편 모두에서 공통적으로 나타났다. 정방정상(T)은 격자상수가  $a=3.605 \text{ \AA}$ ,  $c=5.178 \text{ \AA}$ 이었으며  $c/a$  비율은 1.0156이었다. 이는 정방정 구조의 순수한 지르코니아의 격자상수 및 3 mol% 이트리아를 함유한 지르코니아의 격자상수와도 유사하였다(17). 준안정상(T')은 격자상수가  $a=3.622 \text{ \AA}$ ,  $c=5.152 \text{ \AA}$ 이었으며,  $c/a$  비 [ $c (\text{ \AA}) / \sqrt{2}a (\text{ \AA})$ ]는 1.0058이었다. 준안정상(T')은 지르코니아-이트리아 2원상태도(18) 내의 입방정과 정방정으로 이루어지는 2상공존영역에서 빠른속도로 급랭시키는 경우 관찰되는 것으로 보고되었으며(19), 입방정상과의 격자상수의 차이가 적어 정방정상보다 투명도가 높으며 저온열화에 더욱 저항성을 갖는다.

냉각속도를 달리하여 포세린 모의소성을 진행하고 굴곡강도변화를 측정하기 위해 3점 굽힘시험을 시행한 결과 (Table 5), 냉각속도에 따른 지르코니아의 굴곡강도는 통계적으로 유의한 차이를 나타내지 않았으며, 소성전의 굴곡강도와도 유의차가 없었다( $p>0.05$ ). 따라서 재결정 전 후의 시편의 굴곡강도는 차이가 없는 것으로 나타났다. 이는 Whalen 등의 결과와도 일치하였다(16). 그러나 일반적으로 지르코니아는 결정립크기가 미세할수록 우수한 기계적 특성을 나타내는 것으로 알려져 있다(20). 본 실험에서는 냉각속도별로 군당 10개씩의 시편을 사용하여 굴곡강도를 측정하였으며, Stage 0군에서 굴곡강도의 최저값이 가장 낮게 나와 편차가 가장 크게 나타났다. 이로 인해 Stage 0군의 굴곡강도의 평균값이 많이 낮아졌으므로, 이와 관련하여 더욱 명확한 결과를 얻기 위해서는 굽힘시험용 시편의 두께와 개수를 늘려서 추가적인 연구가 필요하다고 생각된다. 본 연구에서 도출된 결과로부터 임상에서 이러한 지르코니아 코어를 사용한 올세라믹 보철물 제작시 포세린 소성후의 냉각속도가 지르코니아 코어내부의 결정립 크기를 변화시킬 수 있으며, 이때 냉각속도가 너무 낮을 경우 미세한 결정립을 유지하는데 효과적이지 않다고 판단된다.

## 결론

본 연구에서는 지르코니아 코어 세라믹에 포세린을 축성하지 않고 모의 소성 시 냉각 속도의 차이가 경도, 굴곡강도

및 미세구조의 변화에 미치는 영향에 대해 알아보았다. 냉각속도가 Stage 0인 시편과 제조사에서 제시한 속도로 냉각한 시편에서는 포세린 모의 소성 전 시편에 비해 경도가 상승하였으며( $p<0.001$ ), 결정립이 미세화되는 현상이 관찰되었다. 소성전과 소성후의 모든 시편에서 정방정상(T)보다 축비( $c/a \text{ ratio}=c/\sqrt{2}a$ )가 1에 더욱 가까운 준안정상(T')이 정방정상과 공존하였다. 냉각속도에 따른 지르코니아의 굴곡강도는 통계적으로 유의한 차이를 나타내지 않았으며, 소성전의 굴곡강도와도 유의차가 없었다( $p>0.05$ ).

## 사사

본 연구는 2020년도 원광보건대학교 교내 연구비지원에 의해서 이루어진 논문임.

## 참고문헌

1. Jager N De, Pallav P, Feilzer AJ. The influence of design parameters on the FEA-determined stress distribution in CAD/CAM produced all-ceramic dental crowns. *Dent Mater.* 2005;21(3):242-51.
2. Anusavice K, Shen C, Rawls HR. *Phillips' Science of Dental Materials*. 12th Ed. St. Louis, Missouri: Elsevier saunders; 2013;439.
3. Gostemeyer G, Jendras M, Dittmer MP, Bach FW, Stiesch M, Kohorst P. Influence of cooling rate on zirconia/veneer interfacial adhesion. *Acta Biomater.* 2010;6(12):4532-8.
4. Koenig V, Vanheusden AJ, SO Le Goff, AK Mainjot. Clinical risk factors related to failures with zirconia-based restorations: an up to 9-year retrospective study. *J Dent.* 2013;41(12):1164-74.
5. Nam KW. Mechanical Characteristics and Crack-Healing of ZIRCONIA( $ZrO_2$ ) Composite Ceramics with SiC and  $TiO_2$ . *Trans Kor Soc Mech Eng A.* 2016; 40(3):267-73.



6. Kang JB. Mechanical Properties Observation of Ce-TZP Ceramics by Quantity Change of CeO<sub>2</sub>. *J Kor Ceram Soc*. 2010;47(5):439-44.
7. Xiwen S, Min X, Fen Z, Xihong H. High-temperature thermal properties of yttria fully stabilized zirconia ceramics. *J Rare Earths*. 2011;29(2):155-9.
8. Chevailer J, Cales B, Drouin JM. Low-temperature aging of Y-TZP ceramics. *J Am Ceram Soc*. 1999;82:2150-54.
9. Qeblawi DM, Muñoz CA, Brewer JD, Monaco EA. The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a resin cement. *J Prosthet Dent*. 2010;103(4):210-20.
10. Soylemez B, Sener E, Yurdakul A, Yurdakul H. Fracture toughness enhancement of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystalline ceramics through magnesia-partially stabilized zirconia addition. *J Sci Adv Mater Dev*. 2020;5(4):527-34.
11. Mohammadi-Bassir M, Babasafari M, Rezvani MB, Jamshidian M. Effect of coarse grinding, overglazing, and 2 polishing systems on the flexural strength, surface roughness, and phase transformation of yttrium-stabilized tetragonal zirconia. *J Prosthet Dent*. 2017;118(5):658-65.
12. Kim MJ, Shin HJ, Kwon YH, Kim HI, Seol HJ. Effect of ice-quenching after oxidation treatment on hardening of a Pd-Cu-Ga-Zn alloy for bonding porcelain. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2018;79:83-91.
13. Shin HJ, Kwon YH, Seol HJ. Effect of ice quenching after oxidation with or without vacuum on the hardness of Pd-Ag-Au-In alloy during porcelain firing simulation. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2019;94:93-109.
14. Kim MJ, Shin HJ, Kwon YH, Kim HI, Seol HJ. Effect of cooling rate on precipitation hardening of a Pd-Cu-Ga-Zn metal-ceramic alloy during porcelain firing simulation. *Korea J Dent Mater*. 2017;44(3):207-16.
15. Teufer G. The crystal structure of tetragonal ZrO<sub>2</sub>. *Acta Cryst*. 1962;15:1187.
16. Whalen PJ, Reidinger F, Antrim RF. Prevention of Low-Temperature Surface Transformation by Surface Recrystallization in Yttria-Doped Tetragonal Zirconia. *J Am Ceram Soc*. 1989;72(2):319-21.
17. Eun HT, Whang CM. Phase Transformation of 2 Components(CaO-, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-) and 3 Components(MgO- ZrO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Zirconia by X-ray Diffraction and Raman Spectroscopy. *J Kor Ceram Soc*. 1997;34(2):145-56.
18. Scott HG. Phase relationships in the zirconia-yttria system. *J Mater Sci*. 1975;10:1527-35.
19. Kim HK. Effect of A Rapid-Cooling Protocol on the Optical and Mechanical Properties of Dental Monolithic Zirconia Containing 3-5 mol % Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *Materials*. 2020;13(8):1923.
20. Kim HG, Kim KT. Densification behavior and grain growth of zirconia powder compacts at high temperature. *Trans Kor Soc Mech Eng A*. 1997;21(8):1175-87.

## 포세린 소성시 냉각속도가 지르코니아 코어 세라믹의 특성에 미치는 영향

조미향<sup>1</sup>, 설효정<sup>2,\*</sup>

<sup>1</sup>원광보건대학교 치기공과

<sup>2</sup>부산대학교 치의학전문대학원 치과재료학교실

본 연구에서는 지르코니아 코어 세라믹에 포세린을 축성하지 않고 모의 소성 시 냉각 속도의 차이가 경도, 굴곡강도 및 미세구조의 변화에 미치는 영향에 대해 알아보았다. 냉각속도는 제조사에서 제시한 속도인 분당 227.5 °C로 냉각한 그룹과, Stage 0(소성이 끝나면 바로 소성로에서 꺼내어 실온까지 벤치쿨링)으로 냉각한 그룹, 그리고 Stage 3(소성로를 닫은 상태에서 600 °C까지 냉각 후 실온까지 벤치쿨링, 33 °C/min)으로 냉각한 그룹으로 나누었다. 냉각속도가 Stage 0인 시편과 제조사에서 제시한 속도로 냉각한 시편에서는 소성 전 시편에 비해 경도가 상승하였으며( $p < 0.001$ ), 냉각속도가 Stage 3인 시편은 소성전 시편의 경도와 차이가 없었다( $p > 0.05$ ). 소성 후 경도가 상승한 시편들은 재결정화로 인해 결정립의 크기가 감소되어 있었으나, 소성후 경도가 상승하지 않은 Stage 3 시편은 결정립이 조대화되어 있었다. 소성전과 소성후의 모든 시편에서 입방정상이나 단사정상은 관찰되지 않았으며, 정방정상의 피크만 관찰되었다. 특히 정방정상( $T$ )보다 축비( $c/a$  ratio= $c/\sqrt{2a}$ )가 1에 더욱 가까운 준안정상( $T'$ )이 정방정상과 공존하는 것이 관찰되었다. 3점 굽힘시험을 시행한 결과 냉각속도에 따른 지르코니아의 굴곡강도는 통계적으로 유의한 차이를 나타내지 않았다( $p > 0.05$ ).

**색인 단어 :** 지르코니아 코어 세라믹, 모의 소성, 냉각 속도

---