치과도재의 Glazing 여부에 따른 수분침투 정도와 굽힘강도에 미치는 영향

이주희 · 이채현¹ · 송정환^{1†}

대전보건대학교 치기공과, ¹배재대학교 신소재공학과

Influence of Water Infiltration and Flexural Strength Change with Glazing Treatment of Dental Porcelain

Ju-Hee Lee, Chae-Hyun Lee¹, and Jeong-Hwan Song^{1†}

Department of Dental Laboratory Technology, Daejeon Health Institute of Technology, Daejeon 34504,

¹Department of Materials Science and Engineering, Pai Chai University, Daejeon 35345, Korea

The purpose of this study was to evaluate the influence of water infiltration and flexural strength changes in dental porcelain with glazing treatment. The block specimens were prepared as experimental materials, using feldspar type commercial dental porcelain; then, these were fired at 940°C for 1 minute. The fired specimens were polished with a dimension of 40 × 5.5 × 5 mm. The specimens were distributed to two experimental groups: with and without glazing treatment specimens (n=5), and they were immersed in a solution of pH 7 for 3, 7, and 20 days at 40°C after fabrication. To evaluate the flexural strength changes with water infiltration treatment in specimens with and without glazing, the 3-point flexural test was performed, using a universal testing machine until failure occurred. Starting powder and fired specimens consisted of amorphous and leucite crystalline phase. The Vickers hardness of fired specimens was more than 1.6 times higher than that of the enamel of natural teeth. According to porosimeter results, the specimens without glazing treatment exhibited a porosity of about 14.7%, whereas the glazed specimens exhibited the lowest porosity at about 1.1%. The average flexural strength of glazed specimens was higher than the flexural strength of specimens without glazing treatment ($p < 0.05$). The flexural strength of all specimens with and without glazing treatment deteriorated with accelerated aging in the solution. In addition, significant differences between these two treatment groups were observed in all of the specimens treated at various water infiltration periods ($p < 0.05$). The exposure of internal pores and micro-cracks in the surface due to polishing of the fired specimens influenced mechanical behaviors. Especially, the flexural strength in specimens without glazing treatment has shown significant degradation with the infiltration of water. Therefore, this study suggests that glazing processes can improve mechanical properties of dental porcelain.

Key Words: Dental porcelain, Flexural strength, Glazing, Water infiltration

서론

치과용 수복재료는 구강 내 환경에서 적절한 기능을 하기 위해서 기계적 특성, 심미성, 화학적 내구성 및 생체적합성 등이 우수해야 한다¹⁾. 치과도재는 구강에서 씹는 기능과 심미 기능 개선을 위해 일찍 치과 보철 재료로 개발되어 사용

되고 있다²⁾. 일반적으로 치과도재를 포함하고 있는 세라믹은 화학적 불활성, 내마모성, 내열성과 기계적 성질이 우수하고, 해로운 성분의 용출이 거의 없어 생체친화성이 우수하여 치과용을 비롯한 의료용 재료로 널리 이용되고 있다. 치과도재는 도입 당시에는 충의치에 사용되는 인공치아 제작용이었으나 오늘날에는 임플란트 수복물에 이르기까지

Received: June 26, 2017, Revised: July 17, 2017, Accepted: July 27, 2017

ISSN 1598-4478 (Print) / ISSN 2233-7679 (Online)

†Correspondence to: Jeong-Hwan Song

Department of Materials Science and Engineering, Pai Chai University, 155-40 Baejae-ro, Seo-gu, Daejeon 35345, Korea

Tel: +82-42-520-5916, Fax: +82-70-4850-8458, E-mail: song_jeonghwan@pcu.ac.kr

Copyright © 2017 by Journal of Dental Hygiene Science

© This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

심미보철학 분야가 치과용 도재의 발달사라고 해도 과언이 아닐 정도로 치과도재는 심미 치과 수복재료로서의 우수성과 범용성이 입증되었다³⁾. 심미 치과 보철물의 가장 큰 영역을 차지하는 치과도재의 성분은 장석질 연자기에 속한다⁴⁾. 치과도재는 장석(potash feldspar: $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$)을 주 성분으로 하며, 지난 수십 년간 금속도재관(porcelain fused to metal crown)의 하부구조물인 금속과 기계적 결합 및 열팽창 계수의 조화, 강도의 향상을 목표로 개발 향상되어 왔다^{3,4)}. 또한 심미적 관점의 치과도재 보철물의 최종 목적은 자연치아와 구별되지 않을 정도의 자연스러움을 재현함을 목표로 하고 있다⁵⁾. 치과도재 보철은 내부의 하부 구조물의 재료에 따라 금속도재관과 전부도재관으로 분류되는데 하부 구조물 위에 올라가는 상부 구조물 제작 재료가 일반적으로 지칭하는 장석질 연자기인 치과도재인 것이다.

치과도재는 소성 과정을 거치며 고온에서 열처리된 도재가 냉각과정에서 열 전도성이 낮아 치과도재의 표층과 내부의 온도에 차이가 생기게 되고, 이로 인한 열팽창 차이로 소성된 치과도재 내부에는 미세균열이 존재하게 된다. 이러한 치과도재에 추가소성을 여러 번 반복하면 잔존 응력이 과다해져 치과도재의 파절을 일으킬 수도 있다⁴⁾. 또한 치과도재는 소성 과정을 거치며 내부에는 미세 다공도 존재하게 된다.

치과도재로 치관을 축성 및 소성한 후 탄화규소나 알루미늄 성분의 연삭재를 사용하여 연삭을 통한 치관의 외형 형성을 하고 glazing 처리를 하여 완성한다. 치과도재의 glazing 처리는 자연치와 같은 자연감의 표현뿐만 아니라 구강 내에서 치태 침착을 억제하는 등 기능적인 역할도 중요하며, 치과도재의 기계적 특성에도 영향을 미칠 수 있는 중요한 요인이다. 치과 가공 과정이 마무리되고 치과 진료실 과정에서는 환자 구강 내에서 접촉점, 교합을 조정하는 삭합 과정을 시행하게 된다. 이 과정에서 치과도재가 삭제된 면에 추가적인 glazing 처리 없이 구강 내에 그대로 장착하게 되면 치과도재 제작과정에서 발생한 미세균열과 다공이 노출된 표면으로 타액이 침투되어 치과도재 물성에 영향을 미칠 수 있다.

도재의 실리카 성분은 수분과 반응 활성이 매우 높아 수

분에 노출되는 것이 문제시되어 왔으며, 수분과 반응해서 전체적인 강도저하를 유발한다고 보고되고 있다³⁾. 구강 내 치아 및 보철물은 항상 타액에 젖어있는 상태로 존재하므로 치과도재 소성 과정 중 발생할 수밖에 없는 미세균열이 외형 형성(contouring)의 연삭 과정을 거쳐 표면에 노출된 상태로 구강 내에 존재한다면 타액이 미세균열 및 기공으로 침투할 수밖에 없는 구조인 것이다⁴⁾. 이런 강도의 감소는 보철물의 파절로 이어질 수 있다.

본 연구에서는 치과도재 보철 제작에서 구강 내 타액에 의한 치과도재 내부에 수분 오염이 치과도재 보철물의 강도를 저하시킬 수 있다는 것에 대해 연구하고 glazing 처리 전후 물성 비교를 통해 치과도재 보철의 수명을 연장하는 방안과 glazing 처리의 중요한 의미를 알아보고자 한다.

연구대상 및 방법

1. 연구재료 및 시편제작

1) 연구재료

본 연구에서는 금속도재관용 장석질 치과도재로 투명도재의 상용 분말(Super Porcelain EX-3 LT₀; Kuraray Noritake Dental Inc., Nagoya, Japan)을 별도의 가공 없이 사용하였다. 또한 연마한 치과도재 블록 표면에 glazing 처리를 위한 광택제(Super Porcelain EX-3 Glazing powder; ES liquid; Kuraray Noritake Dental Inc.)를 사용하였다.

2) 시편 제작

치과도재의 굽힘강도 측정용 시편 제작을 위해 플라스틱 케이스 안에 실리콘 주형을 제작하였다. 길이 47 mm×폭 6 mm×두께 5.5 mm의 주형을 제작하였다. 치과도재 분말을 혼수비 0.352 (시편 하나당 1.2 ml/3.4 g)로 도재 전용 혼합용액과 혼합하였다. 초음파 진동응축기(Ceramo Sonic Condenser; Shofu Inc., Kyoto, Japan) 위에서 주형 내에 혼합된 치과도재를 주입하면서 표면으로 올라오는 용액 및 기포를 제거할 때까지 8분간 초음파 진동을 통해 치과도재 입

Table 1. Firing Schedule of Dental Porcelain and Glazing Treatment

	Pre-dry (min)	Low temperature (°C)	High temperature (°C)	Heating rate (°C/min)	Vacuum (mmHg)	Hold time (sec)
First firing	30	600	940	50	750	60
Second firing	30	600	940	50	750	60
Glazing (first)	5	600	920	50	-	30
Glazing (second)	5	600	920	50	-	30

Fig. 1. Photographs of block type specimens: (A) fired specimens and (B) polished specimens.

자 사이를 치밀하게 응축하였다. 실리콘 주형에서 분리한 후 자연건조를 4시간 시행하였다.

건조된 치과도재 시편을 mesh 소성트레이 상단에 소성용 솜을 깔고 그 위에 축성된 도재를 올려 진공 소성로(Vita 6000M; Vita Company, Bad Säckingen, Germany)에서 소성하였다. 축성 건조된 시편을 600°C로 가열된 소성로 입구에서 30분간 예열한 후, 소성로에서 50°C/min의 승온속도로 최고 소성 온도 940°C까지 온도를 올린 상태에서 1분 동안 유지하면서 진공 소성한 다음 소성로에서 자연 냉각하여 소성 시편을 제작하였다. 소성 절차는 Table 1에 나타난 것처럼 2차 소성을 하였다.

소성된 시편들은 3점 굽힘강도를 측정하기 위해 ISO 6872:2014 (Dental Ceramic)에 따라 시편의 크기를 대략 길이 40 mm×폭 5.5 mm×두께 5 mm가 되도록 SiC 연마지 #400, #800으로 순차적 연마를 시행하였다(Fig. 1). 연마한 시편의 최종 크기는 디지털 버니어 캘리퍼스(Mitutoyo Corp., Kawasaki, Japan)를 이용하여 정밀 측정하였다. 소성 및 연마과정에서 시편의 크기가 기준에 적합하지 않고 변형되었거나 결함이 있는 시편은 실험에서 제외했다.

연마한 시편 일부에 glazing 처리를 하여 수분 침투 기간에 따른 강도 변화를 비교하기 위해 glazing 처리 20개와 미처리 시편 20개를 각각 제작하였다. Glazing 처리를 위해 연마한 치과도재 블록 표면에 붓을 이용하여 광택제 현탁액을 바르고 5분간 자연 건조했다. 그 후 건조된 시편을 600°C로 가열된 소성로 입구에서 5분간 예열한 후, 소성로에서 50°C/min의 승온속도로 최고 소성 온도 920°C에서 30초 동안 유지하면서 대기 소성하여 glazing 처리 시편을 제작하였다(Table 1).

3) 수분 침지실험

Glazing 처리하지 않은 연마한 시편과 glazing 처리한 시

Table 2. Assignment of Specimens Used in This Study

	Without water infiltration	With water infiltration		
		3 days	7 days	20 days
Without glazing specimen	5	5	5	5
Artificial glazing specimen	5	5	5	5

편의 수분 침투 기간에 따른 강도 변화를 측정하기 위해 침지실험을 시행하였다. 구강 내 환경을 유지하기 위해 본 연구에서의 침지실험은 타액 대신에 pH 7의 용액을 사용하였다. 각각의 시편에 대한 수분 노출 기간을 가속 시효처리 실험을 시키기 위해 autoclave와 같은 밀폐 용기를 이용하여 40°C에서 시행하였다. 수분 노출 기간에 따른 가속 시효처리 실험조건에 대한 각 시편의 할당은 Table 2에 나타내었다.

2. 물성평가

1) 결정상

장석질 치과도재의 상용 분말의 결정상을 분석하기 위해 X선 회절분석기(SmartLab, Rigaku, Tokyo, Japan)를 사용하였다. 회절 분석 조건은 CuK α 를 타겟으로 하고 스캔 속도는 4°/min, 스캔 범위는 2 θ =10~70°로 하였다.

2) 부피 밀도 및 결보기 기공률

연마한 소성 시편과 glazing 처리한 시편을 각각 한국산업표준 KS L ISO 18754:2012 파인 세라믹스 소결체의 밀도 및 결보기 기공률 시험방법에 따라 측정하고 계산하였다. 시편을 105°C의 항온기에서 건조하고 3시간 간격으로 시편의 중량을 측정하여 3회 이상 일정한 중량 값이 얻어지

면 이를 건조 중량(dry weight: W_1)으로 하였다. 건조무게를 측정한 시편을 증류수에 담가 3시간 이상 끓이고 실온까지 냉각한 후 비중계에서 포수된 시편의 수중 무게(immersion weight: W_2)를 측정하였다. 포수된 시편을 수중에서 꺼내어 젖은 물수건으로 시편의 표면을 닦고, 무게를 달아 포수 무게(water absorption weight: W_3)를 정한 후 다음의 식에 따라 계산하였다.

$$\text{Bulk density (부피밀도, } \rho_b) = \frac{W_1}{W_3 - W_2} \times \rho_1$$

W_1 : 건조 시험편의 질량(g)

W_2 : 포수 시험편의 수중 질량(g)

W_3 : 포수 시험편의 질량(g)

ρ_1 : 포수액의 온도에 따른 밀도(g/cm^3)

$$\text{Apparent porosity (겉보기 기공률, } \pi_o) = \frac{W_3 - W_1}{W_3 - W_2} \times 100$$

또한, 기공에 대해 더욱 세밀한 분석을 위해 세공측정기(porosimeter, AutoPore IV 9520; Micromeritics, Norcross, GA, USA)를 이용하여 거의 모든 물질에 대해 non-wetting 한 수을 가압하여 측정하고자 하는 시료에 관입시키고 압력이 증가할수록 미세기공에 침투가 일어나며 그 관입량으로부터 시료의 기공률, 기공의 크기 및 분포도, 부피밀도 등의 물성 측정을 시행하였다.

3) 미세경도

경도의 측정은 소성 시편을 경면으로 연마한 후에 Vickers 경도시험기(VMT-7; Matsuzawa, Akita Prefecture, Japan)를 이용하여 압자압입법으로 10회 측정하였다. 미세경도 측정은 0.2 kgf를 가하여 압입한 후 10초간 유지하였다. 마름모형 압흔의 대각선 길이를 측정하여 다음의 식을 이용하여 평균치를 계산하였다.

$$Hv = 1.8544 \times \frac{F}{d^2}$$

여기서 Hv는 미세경도, F는 압입시의 하중(kgf) 그리고 d는 압입에 의해 생성된 압흔의 대각선 길이(mm)이다.

4) 3점 굽힘강도

연마한 소성 시편과 glazing 처리한 시편의 수분 침투가 강도 변화에 미치는 영향을 측정하기 위해 모든 시편은 마이크로재료시험기(Instron 5848; Instron, Norwood, MA, USA)를 이용하여 23°C의 온도와 45%의 상대 습도에서 3점 굽힘강도 시험을 시행하였다. 수분 침투 기간마다 처리

한 시편 블록을 각 5개씩 측정한 파절 하중 값을 이용하여 굽힘강도를 산출하였다.

5) 미세조직

Glazing 여부에 따른 실험군 시편에 대해 각각 수분 노출 기간에 따라 가속 시효 처리한 시편들의 자유 파단면 미세조직 관찰을 위해 주사전자현미경(scanning electron microscope [SEM], COXEM EM20; COXEM, Daejeon, Korea)을 이용하여 저배율($\times 300$)에서 관찰하였다.

6) 통계분석

통계적 유의성을 검정하기 위해 IBM SPSS Statistics ver. 19.0 (IBM Co., Armonk, NY, USA)을 이용해 glazing 처리하지 않은 시편과 glazing 처리한 시편의 소결밀도, 기공률, 그리고 굽힘강도의 차이를 t-test 및 ANOVA를 시행하였으며, 모든 유의수준의 판단은 $p < 0.05$ 로 검정하였다.

결 과

1. 결정구조

Fig. 2는 치과도재의 상용 분말과 940°C에서 소성한 시편 블록의 X선 회절분석 결과이다. 치과도재의 사용 분말은 15~35° 사이에서 broad한 비결정질 상과 날카로운 칼럼의 알루미늄 규산염의 일종인 leucite 상(ICDD 38-1423)이 혼재된 것으로 나타났었다. 또한, 이 분말을 이용하여 940°C, 1분간의 짧은 유지시간에서 소성한 시편 블록은 leucite 결정상에 가까운 결정구조를 보였다.

Fig. 2. X-ray diffraction patterns of (A) commercial dental porcelain powder and (B) fired specimen at 940°C. a.u.: arbitrary units.

Table 3. Bulk Density and Apparent Porosity of without and with Glazing Specimen

	W_1 (g)	W_2 (g)	W_3 (g)	Bulk density (g/cm^3)	Apparent porosity (%)
Without glazing specimen	2.5631	1.5089	2.5744	2.40	1.06
	2.2035	1.3049	2.2113	2.42	0.86
	2.5907	1.5336	2.5946	2.43	0.37
	2.4961	1.4770	2.5151	2.40	1.83
	2.6649	1.5793	2.6712	2.43	0.58
				2.42 ± 0.02	0.94 ± 0.56
Artificial glazing specimen	2.4813	1.4650	2.5030	2.38	2.09
	2.2385	1.3200	2.2407	2.42	0.24
	2.3574	1.3913	2.3683	2.41	1.12
	2.4203	1.4283	2.4312	2.41	1.09
	2.5243	1.4911	2.5246	2.44	0.03
				2.41 ± 0.02	0.91 ± 0.82

Values are presented as n only or mean $\pm$ standard deviation.

Fig. 3. Pore size diameter (μm) vs. log differential intrusion (ml/g) of (A) without glazing specimen and (B) glazing specimen.

2. 부피밀도 및 겉보기 기공률

소성하여 glazing 처리하지 않은 시편과 glazing 처리한 시편을 각 5개씩 측정하여 얻은 부피밀도 및 겉보기 기공률의 결과는 Table 3과 같다. 각각 실험군 시편에서의 평균 부피밀도($p=0.587$) 및 평균 겉보기 기공률($p=0.948$)에서는 통계적으로 유의한 차이를 보이지 않았다($p>0.05$). 세공측정기로 측정한 결과를 Fig. 3에 나타내었다. Glazing 처리하지 않은 연마한 소성시편 블록의 겉보기 밀도는 $2.31 \text{ g}/\text{cm}^3$ 였고 수은이 기공에 침투한 양으로부터 기공률은 14.7%였다. Glazing 처리한 시편 블록에서는 겉보기 밀도 $2.41 \text{ g}/\text{cm}^3$ 였고 기공률은 1.1%였다.

3. 미세경도

연마한 동일 시편에 대하여 10점을 측정하여 Table 4와 같이 얻었고 최고와 최저값을 제외한 나머지 값으로 평균치

Table 4. Vickers Hardness of Fired Polishing Specimens

d_1 (μm)	d_2 (μm)	Hv
27.21	26.10	521.86
24.71	25.83	580.78
25.27	25.55	574.45
25.83	25.83	556.07
25.27	25.83	568.22
24.16	25.27	607.17
25.55	25.27	574.45
24.44	24.71	614.05
25.27	24.71	593.76
26.94	26.10	527.34

를 구하였다. Vickers 경도는 압흔의 2방향 대각선의 길이의 측정치로부터 계산하였다. 그 결과, 소성한 시편의 평균 미세경도(Hv)는 572.8이었고, 압흔 자국에 미세균열이 일

Table 5. Mean Flexural Strengths of without and with Glazing Specimen

	Average width (mm)	Average thickness (mm)	Mean flexural strength ±standard deviation (MPa)	p-value
Without glazing specimen	5.79	5.23	80.63±10.42	0.021
Artificial glazing specimen	5.48	5.01	112.10±10.13	0.021

Fig. 4. Mean flexural strengths of (A) without glazing specimen and (B) glazing specimen.

부 발생하여 표준 편차가 22.5로 약간 컸다. 또한 본 연구의 비교 대상인 glazing 처리한 시편은 발라진 광택제로 인해 표면이 거칠어지고 압입 때문에 생긴 압흔 꼭지 부분의 심한 균열로 인해 정확한 측정이 어려우므로 비교 대상에서 제외하였다.

4. 3점 굽힘강도

길이 40 mm×폭 5.5 mm×두께 5 mm 크기의 소성하여 glazing 처리하지 않은 시편과 glazing 처리한 시편에 대한 3점 굽힘강도의 결과는 Table 5와 Fig. 4에 나타내었다. Glazing 처리하지 않은 시편은 평균 굽힘강도가 80.63 MPa (±10.42)이었고, glazing 처리한 시편은 112.10 MPa (±10.13)로 glazing 처리하지 않은 시편보다 통계적으로 유의하게 우수한 굽힘강도를 가지고 있는 것을 알 수 있었다($p < 0.05$).

Fig. 5는 가속 시효처리가 치과도재의 굽힘강도에 미치는 영향을 평가하기 위해서 모든 실험군 시편 블록에 대한 응력-변형률 곡선을 나타낸 것이다. 각 시편의 응력-변형률 곡선에서 glazing 처리 전후의 기울기는 비슷하지만, glazing 처리한 시편의 굽힘강도가 높은 것을 알 수 있었다. 굽힘강도 그래프의 기울기 값은 시편의 굽힘강도에 대한 역학적 에너지양으로 기울기 아래 면적이 클수록 역학적 에너지양이 크며, 이는 시편의 기계적 강도가 높은 것으로 분석할 수 있다. 또한 Fig. 5의 모든 실험군인 glazing 처리하지 않은

시편과 glazing 처리한 시편을 수분 노출 기간에 따라 가속 시효처리를 한 후의 평균 3점 굽힘강도를 도식한 것을 Table 6과 Fig. 6에 나타내었다. 수분 침지 기간별로 glazing 처리하지 않은 시편과 glazing 처리한 시편 간의 비교 결과, 굽힘강도에 유의한 차이를 보였으며 상대적으로 glazing 처리한 시편이 우수한 굽힘강도를 가지고 있었다($p < 0.05$). 또한, 모든 실험군에서 수분 침지 기간이 길어질수록 강도의 감소세를 보였다.

5. 미세조직

Glazing 처리하지 않은 시편과 glazing 처리한 시편에 대해 수분 노출 기간에 따른 가속 시효처리를 한 후, 실험군 시편의 파단면을 관찰한 SEM 이미지를 Fig. 7에 나타내었다. 관찰한 SEM 이미지 상으로는 비교 실험군 간의 유의한 차이는 없어 보이고 비교적 치밀한 구조를 가짐을 확인하였다. 이런 치밀한 구조는 치과도재의 내구성 향상에 기여함을 기대할 수 있었다. 그러나 각 실험군의 수분 노출 기간이 길어질수록 기공의 크기, 분포 등이 증가하는 것을 볼 수 있었다.

고 찰

Goldstein 등⁶⁾과 Patterson 등⁷⁾은 치과도재 보철의 표면 성상을 위한 치과도재의 연마한 표면이 임상적으로 적용할 만하다고 했으나 이는 표면 조도의 문제이지 강도의 문제는 아니라고 하였다. 치과도재 보철은 심미적 관점의 표면 성상도 중요하지만, 기능적 측면의 영구보철로서의 강도를 보장해야 함이 우선이라 할 수 있다.

치과도재의 최종 표면을 연마하여 활택하게 처리하였을 때 표면에는 흠집이 관찰되어 연마가공만으로는 치태가 쉽게 침착될 수 있음을 알 수 있다. 또한, 도재의 활택한 표면과 연마 시 발생하는 흠집을 억제하고 치밀한 표면을 가지게 하는 glazing 처리를 한 도재는 glazing 처리를 하지 않은 경우보다 훨씬 강도가 높고 균열이 적다고 보고하였다⁸⁾. 열처리 없이 연마로 표면을 처리할 경우는 항상 타액으로 젖어있는 구강 내에서 존재하는 수분으로 수복물과 치과 재료의 기계적 특성에 영향을 줄 수 있는 것으로 잘 알려져 있다⁹⁾.

Fig. 5. Flexure stress-strain curves of specimens without and with glazing treatment in 3-point flexure test: (A) 3 days, (B) 7 days, (C) 20 days.

Table 6. Mean Flexural Strengths of the Specimen Treated During Various Water Infiltration Period

Water infiltration	Glazing	Average width (mm)	Average thickness (mm)	Mean flexural strength ±standard deviation (MPa)	p-value
3 days	Without	5.49	4.99	71.63±8.51	0.048
3 days	With	5.62	5.15	107.61±21.82	0.048
7 days	Without	5.44	5.03	64.78±3.41	0.034
7 days	With	5.36	4.90	102.41±23.48	0.034
20 days	Without	5.59	5.00	65.60±6.03	0.036
20 days	With	5.59	5.09	97.76±21.63	0.036

따라서 연마 시 발생하는 표면의 흠집 또는 소성 시 발생하는 미세균열이나 기공의 노출에 의한 수분의 침투로 기계적 특성의 감소가 일어날 것으로 생각되어 이 연구를 시행하게 되었고 본 연구에서 치과도재를 소성하여 연마한 시편에 대한 glazing 처리 여부에 따라 3점 굽힘 시험법에 의한 굽힘 특성을 평가하였다.

본 연구에서 활용한 출발원료인 치과도재의 상용 분말은 순수한 유리가 아니고 일부 leucite를 주상으로 갖는 결정화 분말이었다. 일반적으로 leucite 재료는 치과용 세라믹스의 열팽창 계수 조절, 굽힘강도 증가, 자연치와 비슷한 마모도를 가지도록 조절하는 역할을 하는 것으로 알려져 있다. 또한 leucite 재료는 소성 과정에서 유리상의 형성으로 인해 깨

지기 쉬운 취성과 비방향성 파절을 일으키는 단점을 가지고 있으므로 출발원료를 전부 유리상이 아니고 일부 결정상을 포함함으로써 상기와 같은 단점 해결 및 강도 향상을 위해 이용되고 있다¹⁰⁾.

X-선 회절 분석에서 확인된 leucite계 결정화 유리는 1,000°C에서 1,200°C 범위에서 결정의 용융을 수반하지 않고 점성 유동 현상을 나타내는 것으로 알려져 있으며, 이 과정에서 유리 내 결정의 재배열이 일어나는 것으로 알려져 있다¹¹⁾. 본 연구에서 얻어진 파단면 사진에서는 미세균열은 보이지 않지만 약간의 기공들이 확인되었다. 기공의 모양을

Fig. 6. Mean flexural strengths of the specimen treated during various water infiltration period: (A) 3 days, (B) 7 days, (C) 20 days.

보면 시편이 파절되면서 결정이 떨어져 나가 불규칙하게 형성되는 흔적으로는 보이지 않고 둥근 모양이어서 도재 소성 과정에서 생긴 닫힌 기공으로 생각된다.

한국산업표준 KS L ISO 18754:2012의 시험방법과 세공 측정 방법에 따라 산출된 결과를 비교하면, 두 실험군의 겉보기 밀도는 상기에서 제시된 시험방법에서 산출된 결과와 유의점은 적지만 기공률에서는 차이를 얻을 수 있었다. 증류수로 끓여서 기공을 측정하는 방법보다 수은으로 가압하여 인위적으로 시편의 미세기공까지 관입함으로써 더욱 정확한 기공률과 기공 크기 및 분포를 측정할 수 있었다. 세공 측정기 장비 특성상 360 μm 이상의 기공은 측정할 수 없었지만, glazing 처리하지 않은 시편의 기공 크기는 주로 150 μm 와 200 μm 로 이루어져 있었고 glazing 처리한 시편은 200 μm 가 주를 이루고 일부 1~10 μm 상당의 미세기공이 존재하는 것을 알 수 있었다. 또한 glazing 처리한 시편은 관입된 수은의 양이 상당히 적기 때문에 상대적으로 작은 기공률을 나타내는 것을 알 수 있었다. 따라서 측정된 시편을 소성하고 냉각하는 과정에서 생기는 미세균열 및 기공이 glazing 처리로 소성 시편의 표면을 메우는 역할을 한 것으로 생각한다. 또한 glazing 처리하지 않은 시편이 이러한 큰 기공과 기공률을 가지고 있으므로 상대적으로 겉보기 밀도가 작게 나타나는 것을 알 수 있었다.

일반적으로 자연치 에나멜층의 경우 Vickers 경도가 270

Fig. 7. Scanning electron microscope images of fracture surface of the specimen treated during various water infiltration period: (A, D) 3 days, (B, E) 7 days, (C, F) 20 days: (A~C) without glazing treatment, (D~F) with glazing treatment.

~366 Hv로 그 범위가 넓고 개인별, 치아별로 에나멜층의 경도가 다르다. 치과도재용 에나멜 분말은 자연치와의 마모를 초래하지 않는 범위에서 자연치와 유사하거나 다소 낮은 범위의 경도를 가져야 한다. 본 연구에서는 이런 자연치에 비해 대략 1.6배의 높은 경도치를 나타내었다.

Glazing 처리 여부에 따라 평균 굽힘강도가 glazing을 처리한 시편이 처리하지 않은 시편보다 우수하고 굽힘강도가 증가하는 것을 확인할 수 있었다. 모든 실험군 시편에 대한 수분 침투의 가속 시효처리 결과에 따르면, 수분 노출 기간에 따라 시간이 길어질수록 치과도재의 굽힘강도가 유의하게 낮아지는 경향을 보였다. 각 모든 실험군 시편의 응력-변형률 곡선을 보면 직선적인 관계를 보이는 것으로 소성 변형이 아닌 탄성 범위 내에서의 탄성 변형을 나타내는 것을 알 수 있었다. 치과도재가 기본적으로 취성을 가진 재료로서 취성이 두드러질 경우 소성 변형이 거의 없는 상태에서 바로 재료의 파절을 일으키는 것을 나타내기도 한다. 따라서 glazing 처리하지 않은 시편에서는 수분 노출 기간과는 무관하게 낮은 응력에서 취성이 일어나는 것을 알 수 있었다. 탄성 영역 내에서 인가된 응력에 의하여 재료가 변형될 경우, 즉 재료 내에 축적되는 에너지인 탄성 변형 에너지는 응력-변형률 곡선의 아래 면적을 의미한다. 이런 탄성 변형 에너지 결과를 보면, glazing 처리한 시편의 탄성 변형 에너지가 큰 것을 알 수 있었고 수분 노출 기간이 짧은 시편이 상대적으로 큰 탄성 변형 에너지를 가지는 것을 나타내었다. 따라서 연마 시 발생하는 표면의 흠집 또는 소성 시 발생하는 미세균열이나 기공에 수분이 침투하고, 노출 기간이 길어질수록 기계적 특성의 감소가 일어나는 것을 확인하였다. Park 등³⁾의 연구결과에 따르면 치과도재의 재소성 전 수분이 있는 상태로 재소성을 한 군이 건조 후 재소성한 군보다 강도가 약하다는 결론이었다. 즉, 재소성 후 도재 시편의 강도에 영향을 주는 요소로 재소성 전 수분 함량과 재소성 전 건조시간을 들 수 있다.

장석계 도재 성분 중 실리카(SiO_2)는 65%로 가장 많은 구성 성분이다¹²⁾. 실리카는 수분과 접촉하면 겔(gel) 상태의 반응층을 형성하게 되는데¹³⁾ 이 층으로 실리카의 기계적 강도는 수분과 접촉하지 않았을 때 측정된 이론적인 강도보다 훨씬 낮은 수치를 나타내게 된다^{3,14)}. Morena 등¹⁵⁾은 장석계 세라믹에 포함된 유리 성분으로 인해서 활성 환경에서 균열 진전이 일어나 파절강도가 저하한다고 하였다. Glazing 처리하지 않은 시편의 평균 굽힘강도에 대해서 수분 노출 기간이 3일일 때 10.9%, 7일 19.4%, 20일은 18.4%의 강도 저하를 보였다. 그리고 glazing 처리한 시편의 수분 노출을 3일, 7일, 20일로 가속 시효 처리하는 동안 평균 굽힘강도는

각 4.9%, 8.7%, 14.4%로 강도 저하를 보였다. Glazing 처리한 시편이 치과도재의 활택한 표면과 연마 시 발생하는 흠집을 억제하고 치밀한 표면을 갖게 함에 따라 수분 침투를 억제하여 3점 굽힘강도가 상대적으로 크고 유의한 특성을 나타내었다. Glazing 처리로 인해 시편 표면에 있는 미세 기공들을 막아주는 역할을 하는 것으로 볼 수 있다. 그러므로 치과 기공 과정 이후 치과 진료실에서 환자 구강 내 교합조정 등의 착합 과정 후 물리적인 표면처리로 마무리하기보다는 반드시 추가적인 glazing 처리를 시행해야 함을 강조할 수 있다.

요 약

본 연구에서는 소성한 치과도재 시편에 대해 glazing 처리 여부에 따른 수분 침투와 기계적 물성의 비교분석을 통해 glazing 처리의 중요한 의미를 도출하고자 하였다. 또한, 제한된 가속 시효처리 방법으로 구강 내 환경에서 치과용 수복물의 내구성 예측이 가능하였으며 수분 내에서 가속 시효처리를 통하여 치과도재는 수분 노출로 인한 열화가 일어나고 굽힘강도 저하 현상을 보였다. 치과도재의 glazing 처리를 통해 연마 시 발생하는 시편 표면의 흠집 또는 소성 시 발생하는 미세균열이나 기공의 노출을 억제함으로써 굽힘강도 향상 결과를 보였다. 또한 glazing 처리한 시편이 가속 시효처리의 시간이 증가할수록 강도 저하 현상을 보이긴 하지만 glazing 처리를 하지 않은 시편과 비교하여 볼 때, 열화되는 속도가 작은 것을 알 수 있었다. 따라서 구강 내에서 치과도재 보철의 내구성을 확보하기 위해서 영구장착 전 glazing 처리를 반드시 시행할 것을 권하며, 수분 침투 억제 방법에 대해서도 향후 체계적인 연구가 되어야 할 것으로 생각한다.

감사의 글

본 연구는 2015년 대전보건대학교 연구비 지원에 의하여 수행하였기에 이에 감사드린다.

References

1. Lee JH, Ahn JS: Comparative study in fracture strength of zirconia veneering ceramics. J Dent Hyg Sci 10: 335-340, 2010.
2. Sin CH, Hwang SS, Han GS: Shear bond strength of veneering ceramic and zirconia core according to the surface

- treatments. J Dent Hyg Sci 13: 487-492, 2013.
3. Park HY, Shim JS, Lee KW: Effect of water content on the flexural strength during refiring in dental porcelain. J Korean Acad Prosthodont 41: 656-673, 2003.
4. Kim WC, Lee BG, Lee SW, et al.: Dental ceramics technology I. 3th ed. YENANG INC, Seoul, pp.61-70, 2011.
5. Kim JH, Kim KB: Influence of high temperature of the porcelain firing process on the marginal fit of zirconia core. J Dent Hyg Sci 13: 135-141, 2013.
6. Goldstein GR, Barnhard BR, Penugonda B: Profilometer, SEM, and visual assessment of porcelain polishing methods. J Prosthet Dent 65: 627-634, 1991.
7. Patterson CJ, McLundie AC, Stirrups DR, Taylor WG: Refinishing of porcelain by using a refinishing kit. J Prosthet Dent 65: 383-388, 1991.
8. Williamson RT, Kovarik RE, Mitchell RJ: Effects of grinding, polishing, and overglazing on the flexure strength of a high-leucite feldspathic porcelain. Int J Prosthodont 9: 30-37, 1996.
9. Azar MR, Bagheri R, Burrow MF: Effect of storage media and time on the fracture toughness of resin-based luting cements. Aust Dent J 57: 349-354, 2012.
10. Ko DJ, Park MJ, Kim KN, Lee YG, Kim GM: Evaluation of preparation low-fusing dental porcelain-thermal properties, chemical solubility and flexural strength. J Korea Res Soc Dent Mater 32: 19-26, 2005.
11. Höland W: Biocompatible and bioactive glass-ceramics-state of the art and new directions. J Non-Cryst Solids 219: 192-197, 1997.
12. Giordano R, Cima M, Pober R: Effect of surface finish on the flexural strength of feldspathic and aluminous dental ceramics. Int J Prosthodont 8: 311-319, 1995.
13. Davis KM, Tomozawa M: An infrared spectroscopic study of water-related species in silica glasses. J Non-Cryst Solids 201: 177-198, 1996.
14. Tomozawa M: Fracture of glasses. Annu Rev Mater Sci 26: 43-74, 1996.
15. Morena R, Lockwood PE, Fairhurst CW: Fracture toughness of commercial dental porcelains. Dent Mater 2: 58-62, 1986.