

齒科用 아말감의 破壞靶性에 관한 研究

서울大學校 齒科大學 齒科保存學 教室

許玄道 · 金英海

目 次

- I. 緒 論
- II. 實驗材料 및 實驗方法
- III. 實驗成績
- IV. 總括 및 考按
- V. 結 論
- 參考文獻
- 寫真附圖
- 英文抄錄

I. 緒 論

齒科用 아말감은 臼齒部 充填材로서 가장 많이 使用되어 왔지만 破壞, 二次齲蝕, 變色 및 腐蝕 등에 의해 臨床的 失敗를 가져오기도 한다. 이는 大部分 不適切한 窩洞形成 및 材料操作에 起因하지만 아말감의 固有한 物理的 性質과도 關係가 있다. 따라서 아말감의 主된 失敗要因인 破壞와 關聯된 여려가지의 物理的 性質에 對하여 研究가 되어왔다. 充填材는 口腔內에서 咬合壓에 견딜 수 있는 充分한 強度를 維持해야 한다는 意味에서 壓縮·引張 및 屈曲強度등에 對한 研究¹⁻⁹⁾가 行여졌고, 아말감의 臨床的 邊緣破壞와 相關性이 있는 것으로 推定되는 creep 及 腐蝕에 關한 研究¹⁰⁻¹⁵⁾와 反復되는 咀嚼力과 關聯하여 疲勞擊動¹⁶⁻¹⁹⁾등이 報告되었다.

固體의 破壞는 龜裂의 發生과 傳播로 이루어지며, 龜裂이 發生하면 그 部位에 應力集中이 일어나 材料의 破壞應力은 낮아진다. 특히 破壞時에 塑性變形이 거의 없는 脆性材料의 경우, 龜裂의 存在에 아주 敏感하여 상당히 낮은 外部應力에서도

急激한 龜裂傳播로 因한 破壞가 發生한다. 따라서 龜裂이 없는 試片에서 測定한 強度試驗結果는, 材料의 破壞에 對한 抵抗性을 評價함에 있어서 充分한 基準이 되지 못한다.

固體의 破壞現像은 多数는 破壞力學의 發達로, 固體의 破壞는 龜裂先端에서의 應力狀態에 의하여 큰 影響을 받으며 龜裂先端附近의 應力狀態는 外部應力과 龜裂의 길이에 의해 決定되는 應力擴大係數(stress intensity factor, K)로 表示함)를 通하여 一般化할 수 있음이 밝혀졌다. 應力擴大係數란, 龜裂先端附近에 分布하는 應力(stress)의 強度(intensity)를 意味하며 이를 알면 龜裂先端附近의 應力場을 알 수 있다. 龜裂先端에서의 應力과 變形이 臨界值 즉 臨界應力擴大係數에 到達하면 龜裂擴張에 의한 破壞가 發生하며, 이 값은 試片의 두께에 따라 变하고, 試片의 두께가 充分히 두꺼워져 龜裂先端에서 두께方向으로는 變形이 일어나지 않는 平面變形狀態가 되면 두께와 無關한 一定한 값을 갖게 된다. 이를 平面變形破壞靶性(plane strain fracture toughness)이라 하고 K_{IC} 로 表示한다. 즉 平面變形破壞靶性이란, 甚한 引張拘束下에 龜裂이 存在하는 狀況에서 材料의 破壞에 대한 抵抗度를 意味하며 材料의 常數로 取扱한다.

$$\sigma_F = \frac{K_{IC}}{\sqrt{\pi a}} \quad K_{IC} = \sigma_F \sqrt{\pi a} \quad \begin{array}{l} \sigma_F : \text{failure stress} \\ a : \text{size of crack} \end{array}$$

위의 式에서 보듯이 K_{IC} 값을 根據로하여 어떤 龜裂크기에서의 破壞强度를 豫測할 수 있고, 또한 주어진 應力下에서 材料가 견딜 수 있는 龜裂의 길이를 豫想할 수도 있다.

齒科材料의 平面變形破壞靶性에 대한 研究는 처

* 본 논문은 1989년도 서울대학병원 특진연구비로 이루어짐.

음으로 1977 年 Roberts 등²⁰⁾이 修復用 레진에 대하여 報告한 以來 義齒床用 레진^{21,22)}과 複合레진^{23,29)}에 대하여 研究되었고, 특히 1987 年 Lloyd 와 Adamson³⁰⁾은 白齒部 修復材로 使用되는 複合레진과 glass ionomer, 아말감의 平面變形破壞韌性을 測定比較한 바 있다. 齒科用 아말감에 대해서는 1978 年 Roberts 등³¹⁾이 單一切痕(single edge notch)試片을 使用한 三點屈曲法으로 平面變形破壞韌性을 測定報告하였고, Bruckhurst 와 Murray³²⁾는 double torsion bend 法을 利用한 바 있으며, Cruickshank-Boyd 와 Lock³³⁾은 三點屈曲法과 short-rod 法을 比較하고 前者가 더 理想的인 方法이라 報告하였다. 한편 1985 年 Lloyd 와 Adamson³⁴⁾은 以前의 研究에 서보다 많은 種類의 아말감에 대하여 平面變形破壞韌性을 測定하고 그 差異를 組成變化에 따른 微細構造의 相異性으로 說明하였다.

最近 들어 壓痕法(Indentation Method)에 의한 破壞韌性의 測定이 注目을 받고 있으며, 이는 Vickers 硬度器의 壓子에 의해 形成된 壓痕과 龜裂로부터 破壞韌性을 計算하는 方法으로, 平面變形破壞韌性의 測定에 使用되는 試片製作이 困難한 窯業材料에 많이 利用되고 있다. 齒科分野에서는 齒牙琺瑯質^{35,36)}, 齒科用陶材³⁷⁾, 金屬陶材修復物³⁸⁾, 白齒部 레진³⁹⁾등의 破壞韌性研究에 壓痕法이 使用된 바 있으며 1986 年 Hassan 등⁴⁰⁾은 이 方法으로 아말감의 破壞韌性에 대하여 研究 報告한 바 있다.

이에 著者는 數種의 齒科用 아말감을 對象으로 單一切痕試片(single edge notch specimen)을 使用한 三點屈曲法에 의하여 平面變形破壞韌性을 測定

하고, 同一한 條件으로 製作한 試片으로 壓痕法에 의한 破壞韌性을 測定한 結果 多少의 知見을 얻었기에 報告하는 바이다.

II. 實驗材料 및 實驗方法

1. 實驗材料

本 實驗을 위하여 2種의 低銅아말감合金과 2種의 高銅混合型 및 2種의 高銅單一組成型아말감合金을 選擇하였으며 각각의 粒子形態, 組成 및 水銀一合金比는 Table I 과 같다.

2. 實驗方法

가. 三點屈曲法에 의한 平面變形破壞韌性 測定

1) 試片製作

길이 20mm, 폭 4mm, 두께 2mm, 切痕 2mm의 單一切痕試片을 製作하기 위하여 Fig.1 과 같은 金屬鑄型을 製作하였다. 鑄型下部에 形成한 홈에

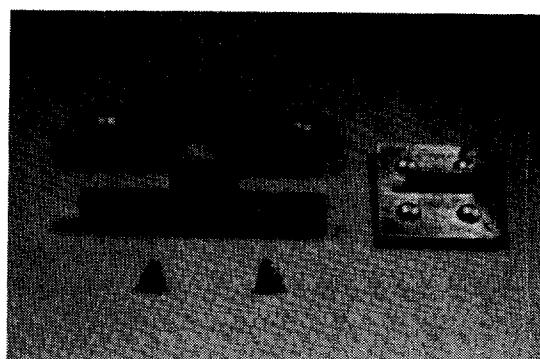


Fig 1. Mould used for single edge notch specimen.

Table I . The amalgam alloys investigated

Code	Alloys	Morphology	Major elements			Hg to alloy ratio(%)	Manufacturer
			Ag	Sn	Cu		
Ar	Aristaloy	L	68.4	26.7	4.3	50	Engelhard
Sp	Caulk Spherical	S	68-70	26-28	2-4	46	L.D.Caulk
No	Nogama 2	L+S	68-70	18-19	11-12	52	Silmet
A21	Aristaloy-21	L+S	45	31	24	50	Engelhard
Ty	Tytin	S	60	27	13	43	S.S.White
Ve	Veraloy	L	45	30	25	50	Engelhard

L : Lathe - cut, S : Spherical

면도칼을 切斷 固定하여 試片에 切痕이 形成되도록 하였으며, 鑄型下部를 上方으로 밀어올려 水銀이 많은 試片上層 1mm를 除去할 수 있도록 考察하였다.

製造會社의 指示에 따른 水銀 - 合金比 및 鍊和時間으로 mechanical amalgamator(Varimix III, Caulk Co.)를 使用하여 鍊和한 後, 金屬鑄型에 注入하고 Instron universal testing machine(Model-1125)을 使用하여 分當 1mm의 荷重速度로 2030 psi의 壓力を 加하여 凝縮시켰다. 鑄型下部를 上方으로 밀어서 突出된 部分을 면도칼로 除去하고 試片이 初期硬化하도록 約 20分間 放置하였다. 試片을 鑄型에서 分離하고 37°C 恒溫調節器에서 1週日間 保管한 後 試片의 上下面을 emery paper # 1200까지 研磨하였다. 아말감 各種類當 10個씩 總 60個의 試片을 製作하였으며 製作된 試片形態는 Fig 2와 같다.

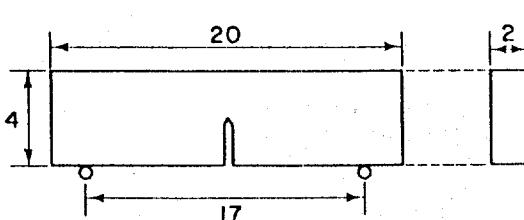


Fig 2. The single edge notch specimen and 3-point bending used in this study.

2) 三點屈曲法

下部 두 點間의 間隔을 17mm로 하고 Instron universal testing machine(Model-1125)을 使用하여 分當 1mm의 荷重速度로 室溫에서 三點屈曲法으로 破壞시켰다. 破壞後 digital measuring microscope (Fusoh社)를 利用하여 試片의 두께(B), 폭(W) 및 切痕길이(a)를 正確히 測定하고 다음과 같은 計算式으로 平面變形破壞韌性值을 求하였다.

$$K_{Ic} = \frac{3PS\sqrt{a}}{2BW^2} \left[1.93 - 3.07\left(\frac{a}{W}\right) + 14.53\left(\frac{a^2}{W}\right) - 25.11\left(\frac{a^3}{W}\right) + 25.80\left(\frac{a^4}{W}\right) \right]$$

P : force at failure, S : span length, A : notch length
B : specimen thickness, W : specimen width

또한 破壞後에 나타난 破壞面을 走查電子顯微鏡 (JSM-35)으로 觀察하였다.

나. 壓痕法에 의한 破壞韌性 測定

1) 試片製作

三點屈曲法에서와 同一한 方法으로 製作하였으며 試片製作後 表面을 0.05μm Al₂O₃浮遊溶液을 使用하여 研磨布 위에서 最終研磨하였다. 각 合金當 5개의 試片을 製作하였다.

2) 壓痕法

Vickers硬度器(Tokyo Testing社)를 使用하여 荷重 10kg, 負荷時間 30秒로 壓痕과 龜裂을 形成시키고 即時 光學顯微鏡으로 壓痕의 對角線길이와 龜裂의 길이를 測定하여(Fig 3) 다음과 같은 計算式으로 破壞韌性值을 求하였다.

$$K_c = \frac{H\sqrt{a}}{\phi} \times 0.39 \left(\frac{c}{a} \right)^{-\frac{3}{2}}$$

H : Vickers hardness number

φ : constraint factor (≈ 3)

a : half of indentation diagonal

c : crack length

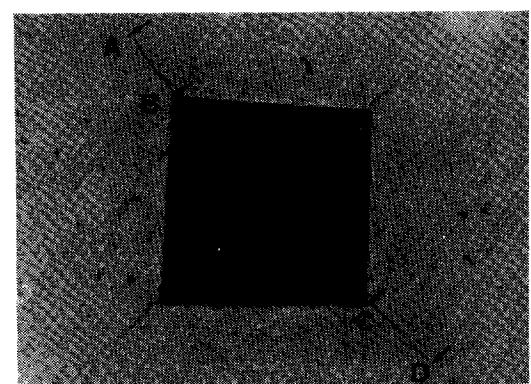


Fig 3. Indentation and crack in amalgam.(B-C : 2A, A-D : 2C)

試片當 10個의 壓痕과 龜裂을 形成하여 總 50個의 平均值을 取하였으며, 試片表面에 나타난 龜裂을 走查電子顯微鏡으로 觀察하였다.

III. 實驗成績

本實驗에서 測定된 아말감의 平面變形破壞韌性值와 아말감各群間의 統計學的 比較는 Table II, III, Fig 4 와 같으며, 壓痕法에 의하여 測定된 破壞韌性值 및 그들의 統計學的 比較는 Table IV, V. Fig 4 와 같다. 또한 三點屈曲法에 의한 破壞後에 나타난 破壞面과 Vickers 硬度器에 의해 發生한 龜裂의 走查電子顯微鏡的觀察의 結果는 Fig 7 과 Fig 8 과 같다.

Table II. Plane strain fracture toughness(K_{IC})

Alloys	K_{IC} (MNm $^{-3/2}$)
Aristaloy	1.563 ± 0.093
Caulk spherical	1.650 ± 0.101
Nogama 2	1.280 ± 0.077
Aristaloy-21	1.155 ± 0.063
Tytin	1.414 ± 0.081
Veraloy	1.211 ± 0.041
mean \pm S.D	

Table III. Statistical comparison of plane strain fracture toughness

Ar	Sp	No	A21	Ty	Ve
		*	*	*	*
		*	*	*	*
*	*		*	*	*
*	*	*		*	
*	*	*	*		*
*	*	*	*		

(*) Denotes pairs of groups significantly different at the 0.050 level

Table IV. Fracture toughness(K_c) from indentation

Alloys	K_c (MNm $^{-3/2}$)
Aristaloy	1.246 ± 0.096
Caulk spherical	1.313 ± 0.098
Nogama 2	1.198 ± 0.107
Aristaloy-21	0.966 ± 0.113
Tytin	1.229 ± 0.138
Veraloy	1.062 ± 0.083
mean \pm S.D	

Table V. Statistical comparison of fracture toughness from indentation

	Ar	Sp	No	A21	Ty	Ve
Ar			*	*	*	*
Sp			*	*	*	*
No	*	*		*	*	*
A21	*	*	*		*	*
Ty		*	*	*		*
Ve	*	*	*	*	*	*

(*) Denotes pairs of groups significantly different at the 0.050 level

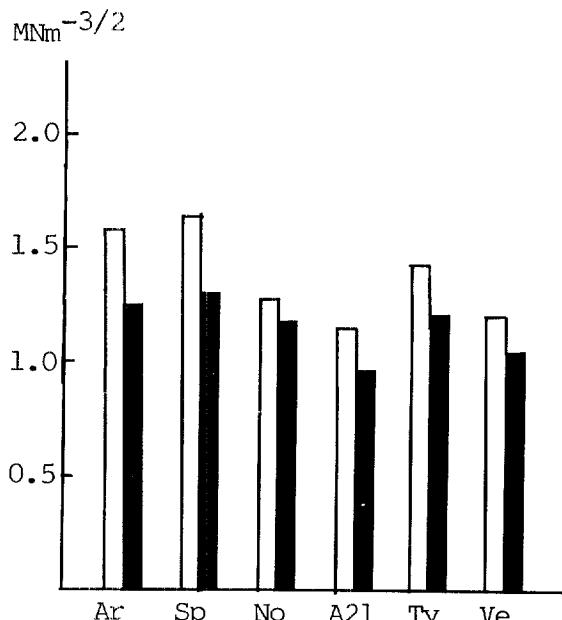


Fig 4. Comparison between two methods.

□ : K_{IC} from 3-point bending

■ : K_c from indentation

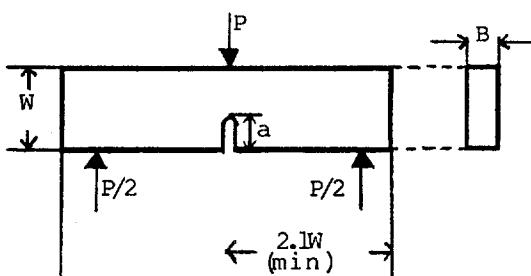
單一切痕試片을 使用한 三點屈曲法에 의한 平面變形破壞韌性(K_{IC}) 値은 $1.155 \sim 1.650$ MNm $^{-3/2}$ 이었으며, 低銅球狀型 아말감인 Sp 에서 가장 높았고 高銅混合型아말감의 하나인 A21 아말감에서 가장 낮았다. 全體的으로 低銅아말감이 高銅아말감보다 높은 K_{IC} 值을 보였으며 高銅아말감間에도 銅含量 및 銅의 添加方式에 따른 差異를 보였다. 95 % 信賴水準에서 Scheffee 檢定에 의한 統計的 比較結果 Sp 와 Ar, Ve 와 A21間에는 有意한 差異가

없었다.

壓痕法에 의하여 测定한 아말감의 破壞靶性值는 $0.966 \sim 1.313 \text{ MNm}^{-\frac{3}{2}}$ 으로서 三點屈曲法에 의한 K_{Ic} 보다 낮은 數值였으나 아말감間의 全體的인 順位는 同一하였다. 또한 統計的比較結果 Sp와 Ar, Ty와 Ar間에는 有意味한 差異가 없었다.

IV. 總括 및 考按

어떤 材料의 平面變形破壞靶性(K_{Ic})이란, 龜裂이 存在하는 狀況에서 急激한 龜裂傳播 즉 破壞에 대한 抵抗度를 意味하며 材料의 固有常數라고 앞에서 言及하였다. 원래 應力擴大係數의 概念은 彈性體의 線形彈性破壞力學(Linear elastic fracture mechanics)에 의해 導入된것이나 龜裂先端에 약간의 塑性域이 있는 경우에도 適用될 수 있음이 밝혀졌다. 平面變形破壞靶性은, 龜裂先端에서의 塑性域의 크기가 龜裂의 길이나 試片의 두께에 비해 輒씬 작은 條件下에서 計算되는 것이므로 测定한 K_{Ic} 값이 妥當性을 갖기 위해서는 試片의 值數가 平面變形破壞靶性試驗規格⁴¹⁾을 滿足해야 한다(Fig. 5).



$$a, B \geq 2.5 \left(\frac{K_{Ic}}{y_s} \right)^2, \quad y_s: \text{yield strength}$$

$$B = \frac{W}{2}, \quad 0.45 W < a < 0.55 W$$

Fig. 5. Standard specimen for 3-point bending.

本 實驗에서 降伏强度는 测定하지 않았지만 Roberts 등³¹⁾의 研究報告를 根據로 計算해보면 試片의 最小두께(B)는 $0.18 \sim 0.41 \text{ mm}$ 로서 本 實驗에서의 試片두께 2mm는 規格을 滿足하는 數值이었다. 한편 規格에 의하면, 試片에 锐利한 龜裂을 形成하기 위하여 starter notch로부터 疲勞에 의한 龜

裂을 發生시키도록 规定하고 있으나 아말감이나 電線과 같은 脆弱한 材料의 疲勞試驗은 상당한 어려움이 있으므로 鑄型에 固定한 면도칼에 의해 切痕이 形成되도록 考案하였다.

本 實驗에서 测定된 平面變形破壞靶性值와 다른 研究結果를 比較해보면, 實驗에 選擇한 아말감의 種類와 試片製作條件等이 相異하여 數值의 比較가 困難하지만 Aristaloy의 例를 들면, Cruickshank-Boyd 와 Lock³³⁾은 荷重速度가 分當 1mm 일 때의 K_{Ic} 가 $1.74 \text{ MNm}^{-\frac{3}{2}}$ 라고 報告하였고, Lloyd 와 Adamson³⁴⁾은 分當 6mm의 荷重速度에서 $1.40 \text{ MNm}^{-\frac{3}{2}}$ 의 K_{Ic} 값을 報告하였던 바 荷重速度가 빠르면 K_{Ic} 값이 낮아진다는一般的傾向을 考慮할 때 本 實驗에서 分當 1mm의 荷重速度에서 测定된 $1.563 \text{ MNm}^{-\frac{3}{2}}$ 은 이들의 實驗值와 類似하다 하겠다.

아말감의 破壞靶性에 影響을 줄 수 있는 變數로서, 合金의 組成, 合金粒子의 形態 및 크기, 水銀-合金比, 鍊和時間, 檢縮壓力등을 考慮할 수 있으며 이에 따른 아말감의 各相의 種類 및 相對的인 量, 크기, 形態등의 相異性으로 因하여 破壞靶性에 差異가 있을 수 있다. 本 實驗에 의하면 아말감合金의 組成 특히 銅의 含量에 따라 破壞靶性에 差異가 있었다. 全體的으로 低銅아말감이 高銅아말감보다 더 높은 K_{Ic} 값을 보여 龜裂이 存在할 때 低銅아말감이 破壞에 대한抵抗이 더 큼을 알 수 있었다. 반면 低銅아말감中에서도 球狀型인 Sp 아말감이 切削型인 Ar 아말감보다 더 높은 K_{Ic} 값을 나타내었으나 統計的으로 有意味한 差는 없었다. 또한 高銅아말감間에서도 平面變形破壞靶性值의 差異를 보였고, 銅含量이 11~13%인 No와 Ty 아말감이 銅含量 24~25%인 A21과 Ve 아말감보다 더 높았다. 類似한 銅含量에서도 高銅混合型과 單一組成型아말감間에 破壞靶性의 差異를 보였다. 즉 混合型인 No 아말감과 單一組成型인 Ty 아말감은 銅含量이 각각 11~12%와 13%로서 서로 類似하지만 單一組成型인 Ty 아말감의 K_{Ic} 가 더 높았으며, 混合型인 A21 아말감과 單一組成型인 Ve 아말감을 比較하면 역시 單一組成型인 Ve 아말감이 더 높았다.

다른 研究들^{31,34)}에서도 低銅아말감이 高銅아말감보다 破壞靶性이 더 크다고 報告한 바 있으나, 實驗에 使用된 合金의 種類 및 試驗條件에 따라

多少의 相異點들을 發見할 수 있다. Roberts 등³¹⁾은 試片製作 24 時間後 分當 0.05mm 와 0.5mm 의 荷重速度로, 또 1個月後에 分當 0.5mm 의 荷重速度로 아말감의 K_{Ic} 값을 測定하여 荷重速度 0.05mm 에서는 低銅球狀型인 Spheralloy 가 가장 높았고 低銅切削型인 New True Dentalloy 는 高銅아말감인 Tytin 과 Dispersalloy 보다 오히려 낮은 값을 보였으며 荷重速度 0.5mm/min 에서 測定했을 때는期間에 關係 없이 New True Dentalloy 가 가장 높았다고 하였다. Cruickshank-Boyd 와 Lock 등³³⁾은 低銅아말감인 Aristaloy 가 가장 높고 銅含量이 높은 (30%) Sybraloy 가 가장 낮은 破壞韌性值를 보였다고 報告하였다. 한편 Lloyd 와 Adamson³⁴⁾은 以前의 研究에서보다 훨씬 많은 種類의 아말감을 對象으로 分當 6mm 의 荷重速度로 K_{Ic} 를 測定한結果, 銅含量에 따라서 큰 差異를 보이며, 高銅아말감間의 比較에서는 混合型이 單一組成型보다 破壞韌性이 더 크다고 報告하여 單一組成型이 混合型보다 더 크게 測定된 本 實驗의 結果와 相反되었다. 또한 Roberts 등³¹⁾과 Cruickshank-Boyd 와 Lock 등³³⁾의 研究에서는 Tytin 보다 Sybraloy 가 破壞韌性이 낮은 것으로 報告되었으며, Lloyd 와 Adamson³⁴⁾의 研究에서는 Sybraloy 가 Tytin 보다若干 높게 測定되었으나 이에 대한 言及은 없었다.

아말감間에 破壞韌性의 差異를 보이는 原因에 對하여 Cruickshank-Boyd 와 Lock³³⁾은, 아말감의 creep 抵抗과 破壞韌性사이에 逆關係가 있으므로 龜裂에 대한 敏感度를 減少시키는 役割을 하는塑性變形過程과 creep 變形을 일으키는 過程이 類似하며 이에 의하여 低銅아말감이 높은 creep 變形과 破壞韌性을 보인다고 報告하였다. 한편 Lloyd 와 Adamson³⁴⁾은, 銅含量이 增加함에 따라 γ 粒子內에 $\varepsilon(\text{Cu}_6\text{Sn}_5)$ 相이 增加하며 만약 ε 相이 γ 相보다 破壞抵抗度가 낮다면 銅含量의 增加에 따른 ε 相의 增加로 因하여 γ 粒子의 破壞抵抗度는 낮아지며 粒子破壞가 發生한다고 報告하였다. 또한 高銅아말감에서 形成되는 $\eta(\text{Cu}_6\text{Sn}_5)$ 相은 가장 硬度가 높은 相이지만 反面에 가장 脆弱할 수 있으므로 η 相이 γ 基質에 많이 分布되어 있지 않는 高銅混合型아말감이 高銅單一組成型보다 破壞韌性이 더 크다고 說明하였지만, 本 實驗에서는 類似한 銅含量인 경우 單一組成型의 破壞韌性이 더 큰 것으로 나타나

또 다른 理由가 있거나 試驗條件의 相異함에 起因한 것으로 思料된다.

아말감의 破壞韌性值 測定에 影響을 줄 수 있는 다른 要因으로서 試驗速度와 溫度, 試驗環境, 試片의 保管期間 및 環境 등의 試驗條件를 考慮할 수 있다. 荷重速度가 빠르면一般的으로 K_{Ic} 값이 낮아지며 Roberts 등³¹⁾의 實驗結果를 根據로 하여 荷重速度의 增加에 따른 K_{Ic} 의 減少程度를 計算해 보면, 分當 0.05mm 의 荷重速度에서와 分當 0.5mm 의 荷重速度에서의 K_{Ic} 값을 比較할 때 高銅混合型인 Dispersalloy 는 약 11.6%, 高銅單一組成型인 Tytin 은 약 21.7%의 K_{Ic} 값의 減少를 보여 아말감種類에 따라 荷重速度에 대한 敏感度의 差가 있는 것으로 推測된다. 單一組成型이 混合型보다 荷重速度의 增加에 따른 K_{Ic} 값의 減少程度가 더 큰 것이 事實이라면, 分當 1mm 의 荷重速度로 測定하여 單一組成型의 K_{Ic} 가 混合型보다 높게 나타난 本 實驗結果와 分當 6mm 의 荷重速度로 實驗하여 混合型의 K_{Ic} 가 더 높다고 報告한 Lloyd 와 Adamson³⁴⁾의 研究結果와의 相異性을 說明할 수 있다.

試驗時의 溫度에 따른 影響에 대하여 아직 報告된 바 없으나, Reisbick 과 Caputo⁹⁾는 荷重速度와 溫度가 아말감의 屈曲強度에 미치는 影響에 관하여 研究한 結果 60°C 와 21°C 에서 測定한 아말감間의 屈曲強度順位가 서로 相異함을 報告한 바 있어 試驗時의 溫度가 K_{Ic} 測定에 影響을 미칠 것으로 思料된다.

試片의 保管期間에 따른 破壞韌性의 差異에 대하여 Roberts 등³¹⁾은 24 時間後와 1個月後의 K_{Ic} 를 測定比較한 바 有意한 差는 없다고 報告하였으며 Lloyd 와 Adamson³⁰⁾은 Sybraloy 를 對象으로 期間別로 測定한 結果 2日째에 最高值에 到達하고 以後 점차 減少되었으며, 이는 鍊和後 初期에는 아말감化反應이 계속되면서 破壞韌性이 增加하지만 γ 基質이 平衡에 到達함에 따라 점차 脆性를 나타낸다고 報告하였다.

破壞後에 나타난 破壞面을 走查電子顯微鏡으로 觀察한 바, 低銅切削型인 Ar 아말감(Fig 7-A)의 破壞面은 全體的으로 거칠며 γ 粒子로 推測되는 不規則한 陷沒과 突出이 觀察되었으며, 低銅球狀型인 Sp 아말감(Fig 7-B)의 경우에도 거칠은 破壞面과 球狀의 陷沒과 突出을 觀察할 수 있어 이러한 破

壞樣相이 低銅아말감의 높은 破壞韌性과 關係있을 것으로 思料된다. 반면 高銅아말감의 破壞面은 低銅아말감에 비하여 全體的으로 平滑한 形態를 보이는 바 破壞가 粒子内部를 많이 通過하는 것으로 推測되며, 高銅混合型인 No 아말감에서는(Fig 7-C) 球狀의 陷沒과 突出이 一部 觀察되는 바 球狀의 分散粒子周圍로 龜裂傳播가 發生하는 것으로 思料된다.

三點屈曲法에 의한 平面變形破壞韌性試驗의 結果와 比較하기 위하여 同一한 條件으로 製作한 試片을 使用하여 壓痕法에 의한 破壞韌性을 測定하였다. 壓痕法이란, Vickers硬度器에 의하여 壓痕周圍에 發生된 龜裂이 破壞韌性과 關係있을 것이라는 經驗的認識下에서 出發한 方法으로서 理論 및 實驗的 檢討가 계속되어 왔다. Vickers硬度器의 壓子에 의한 壓痕과 龜裂의 發生過程은 Fig 6 과 같다. 壓痕法에 의한 破壞韌性測定의 長點으로는, 試片의 크기가 작으며 試片數도 적은데 반해 많은 測定値를 얻을 수 있고 實驗時間이 적게 所要된다는 점등을 들 수 있으며 短點으로서는, 表面狀態에 敏感하기 때문에 研磨를 充分히 하여야하고 壓子除去後 即時 壓痕과 龜裂을 測定하여야 한다는 것이다.

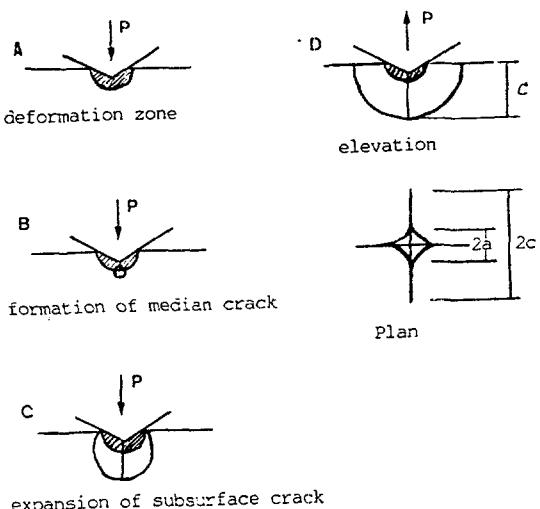


Fig 6. Formation of indentation and crack

齒科分野에서 壓痕法을 利用한 破壞韌性研究로서는, Hassan 등³⁵⁾과 Okazaki 등³⁶⁾의 齒牙琺瑯質에 대한 研究와 Morena 와 Lockwood³⁷⁾, Rosentiel 와 Porter³⁸⁾등의 齒科用 陶材에 대한 研究등이 있으며 Yoshimoto 등³⁹⁾은 壓痕法으로臼齒部에의 破壞韌性을 測定한 結果 平面變形破壞韌性值와 큰 差異가 없었다고 報告한 바 있다.

1986年 Hassan 등⁴⁰⁾은 아말감의 破壞韌性研究에 壓痕法을 使用한 바 있고, 그들은 圓錐型試片을 製作하고 邊緣部와 中央部로 區分하여 破壞韌性을 測定한 結果 中央部에서는 아말감間에 有意한 差가 없었으나 邊緣部에서는 아말감間에 큰 差가 있었다고 報告하며 아말감의 臨床的 邊緣破壞와의 關聯性을 提示한 바 있다. 또 그들이 報告한 破壞韌性值는 $0.65\sim0.7\text{ MNm}^{-\frac{3}{2}}$ 으로 本 實驗에서 測定된 $0.9\sim1.3\text{ MNm}^{-\frac{3}{2}}$ 보다 낮은 値이었는데 이는 試片製作의 差異도 있겠으나 實驗에 使用한 荷重이 相異함에 起因한 것으로 思料된다. 즉 本 實驗에서는 10kg의 荷重으로 測定하였고 그들은 5kg의 荷重으로 測定하였으며, Hassan 등은 齒牙琺瑯質에 대한 研究³⁵⁾에서, 使用하는 荷重이 크면 試片의 表面殘留應力이 克服되어 더 높은 値이 測定된다고 報告한 바 있다.

三點屈曲法에 의한 平面變形破壞韌性值와 壓痕法에 의한 破壞韌性值을 比較하면 後者가 낮았으나 아말감間의 全體的인 順位는 前者와 同一하였다. Lewis 등⁴²⁾은 Si_3N_4 陶材合金에 대한 研究에서, 壓痕法에 의한 破壞韌性值가 平面變形破壞韌性值에 比해 약 1.4倍정도 낮음을 報告한 바 있다. 따라서 아말감의 破壞韌性에 대한 研究에 있어 壓痕法은, 測定된 絶對數值에는 큰 意味가 없으나 破壞韌性의 相對的인 比較 觀察에는 簡單하고 効率的인 方法이라 思料된다.

壓痕法에 의해 發生된 龜裂傳播의 樣相을 觀察하면, 低銅切削型아말감인 Ar(Fig 8-A)의 경우 不規則한 γ 粒子에 의하여 全體的으로 龜裂이 屈曲되어 있고 γ 基質內를 通過할 때도 약간씩 屈曲되어 있음을 觀察할 수 있으며 低銅球狀型아말감인 Sp (Fig 8-B)에서도 類似한 樣相이 觀察되었다. 반면에 高銅아말감의 경우, 龜裂이 γ 粒子內를 通過하여 全體的으로 直進性을 보였다. 또한 같은 高銅混合型아말감인 No 와 A21間에도 龜裂傳播의 相異함이

觀察되는 바 銅含量이 적은 No(Fig 8-C)의 경우 球狀의 分散粒子(Ag-Cu)를 避하여 龜裂이 傳播되었으나, 銅含量이 많은 A21(Fig 8-D)의 경우에는 分散粒子내로 龜裂이 傳播되며, 粒子내를 通過할때 거의 屈曲이 없는 直線形態를 이루고 있음이 觀察되어, A21아말감의 分散粒子는 龜裂阻止에 큰 役割을 하지 못하는 것으로 推測되며 A21아말감의 낮은 破壞韌性과 關聯있는것으로 料된다.

以上의 實驗結果를 臨床에 適用할때, 試驗時의 條件과 口腔內의 條件이 서로 다를 수 있음을 念頭에 두고 慎重을 기하여야 한다. 앞서 言及한 바와 같이 荷重速度와 溫度가 平面變形破壞韌性의 測定值에 影響을 줄 수 있으며 또한 口腔內에서는 反復되는 咀嚼力에 의해 實際로는 臨界應力擴大係數(K_c)보다 훨씬 낮은 應力擴大係數에서도 龜裂은 擴張될 수 있고 口腔內의 腐蝕性環境을 考慮할때 그러한 龜裂擴張은 더욱 增加할 것이기 때문이다.

또한 破壞는 龜裂의 發生과 龜裂의 傳播로 이루어지므로 龜裂의 發生에 대해서도 充分히 考慮하여야 한다. 아말감의 경우 疲勞나 腐蝕에 의하여 龜裂이 發生할 수 있으며, Zardiackas 와 Bayne 등^{17,18)}은 아말감의 壓縮疲勞試驗에서 아말감内部의 龜裂을 觀察하였으며 高銅單一組成型인 Sybraloy 가 疲勞抵抗이 높음을 報告한 바 있고, Mateer 와 Reitz¹⁹⁾는 拔去된 齒牙에서 아말감을 觀察하고 腐蝕에 의한 龜裂이 存在한다고 報告하였다.

아말감은 合金粒子의 汚染으로 因한 粒子와 基質間의 結合力弱化 및 凝縮過程과 硬化反應過程에서 發生되는 内部氣泡 등과 같은 本質的인 内部缺陷이 存在할 수 있으며 疲勞와 腐蝕등에 의해 發生된 龜裂이 存在할 수 있다. 또한 複雜한 窪洞 및 pin 아말감修復등으로 因한 應力集中의 增加로 낮은 咬合壓에서도 急激한 龜裂傳播가 發生할 수 있으므로 아말감의 破壞와 關聯하여 破壞韌性의 概念을 導入해야한다는 充分한 必要性이 있다고 料된다. 向後 아말감의 新開發이나 改善時에 強度와 creep, 腐蝕 등과 같은 物理的性質과 아울러 破壞韌性에 對해서도 반드시 考慮해야 할 것이다.

V. 結論

아말감의 破壞韌性을 究明하기 위하여, 單一切

痕試片을 製作하고 1週後에 分當 1mm의 荷重速度로 三點屈曲法으로 平面變形破壞韌性(K_{IC})을 測定하고 同一한 條件下에 製作한 試片을 對象으로 荷重 10kg, 負荷時間 30秒로 Vickers硬度器을 使用한 壓痕法에 의해서 破壞韌性을 測定한 結果 다음과 같은 結論을 얻었다.

1. 아말감의 平面變形破壞韌性值 및 壓痕法에 의한 破壞韌性值는, 低銅아말감이 高銅아말감보다 높았다.
2. 高銅아말감에서도 銅含量이 높을수록 破壞韌性은 낮아지는 傾向을 보였다.
3. 高銅單一組成型아말감이 高銅混合型아말감보다 높은 破壞韌性을 보여, 銅의 添加方式에 따라 破壞韌性에 差異가 있었다.

REFERENCES

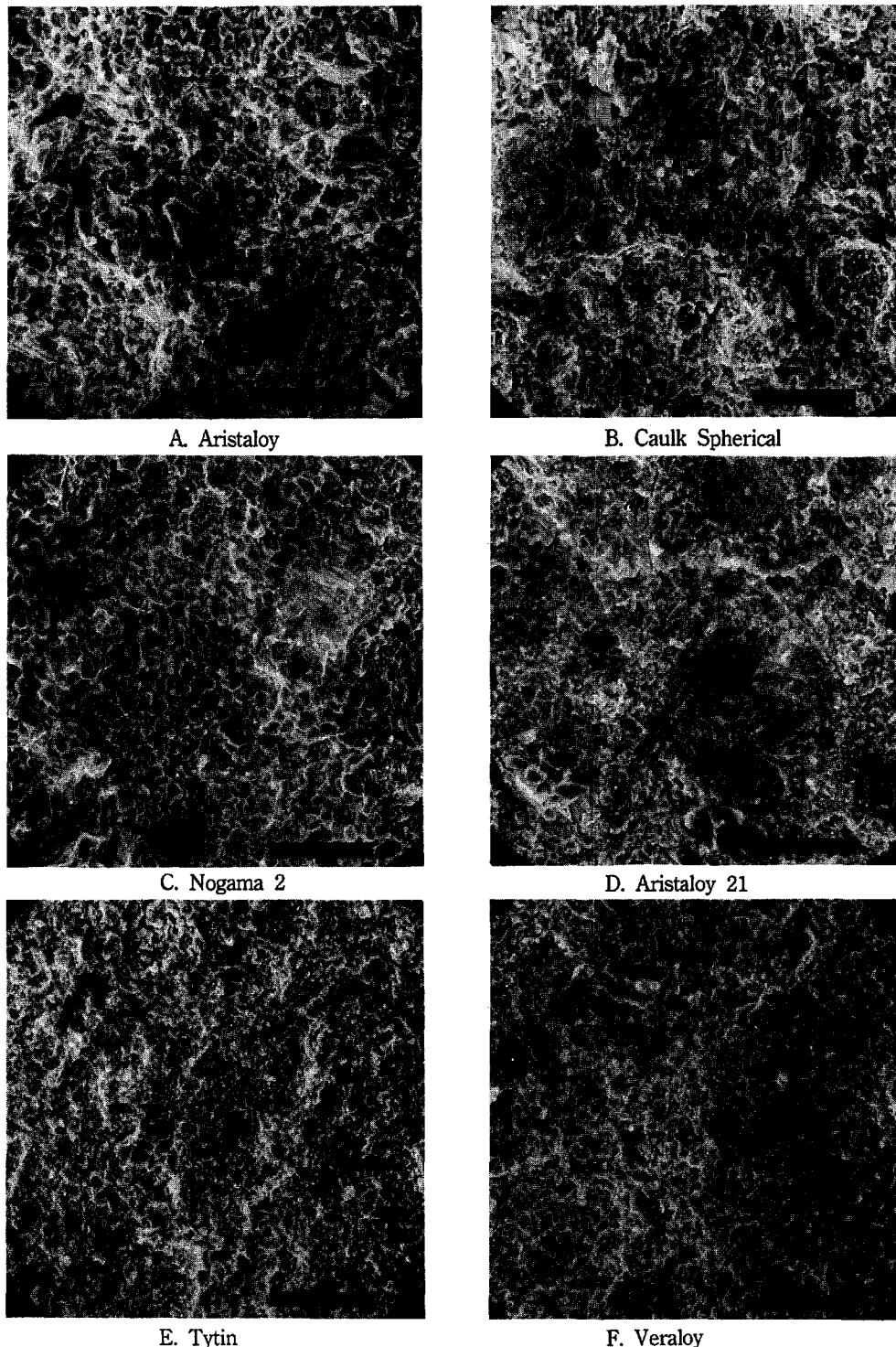
1. Taylor, N.O., Sweeney, W.T., Mahler, D.B., and Dinger, E.J.: The effects of variable factors on crushing strengths of dental amalgams, J Dent Res, 28 : 228, 1949.
2. Rodriguez, M.S., and Dickson, George : Some tensile properties of amalgam J Dent Res 41 : 840, 1962.
3. Swartz, M.L., and Philips, R.W. : Residual mercury content of amalgam restorations and its influence on compressive strength J Dent Res 35 : 458, 1956.
4. Mahler, D.B. and Mitchem, J.C. : Transverse strength of amalgam, J.Dent.Res., 43 : 121 - 130, 1964.
5. Nagai, K. and Ohashi, M. : Studies on the tensile properties of spherical amalgam, Nihon Univ. Sch. Dent. Vol 10, No. : 2 : 39 - 51, 1968.
6. Malhotra, M.L. and Asgar, K. : Physical properties of dental silver-tin amalgams with high and low copper contents, JADA. Vol 96 : 444 - 450, 1978.
7. Vaidyanathan, T.K. and Schulman, A. : In vitro deformation failure analysis of dental amalgams, J. Biomed. Mat. Res. Vol 13, 281 - 298, 1979.
8. Cruickshanks-Boyd, D.W. : Physical metallurgy of dental amalgams, 3, Transverse strength and fracture behavior during setting J Dent Vol 11, No 3 : 214 - 223, 1983.

9. Reisbick, M.H. and Caputo, A.A. : Loading rate and temperature as variables in amalgam bending J Dent Res 56(8) : 933 - 936, 1977.
10. Mahler, D.B., Marantz, R.L., and Engle, J.H. : A predictive model for the clinical marginal fracture of amalgam. J Dent Res 59 : 1420 - 1427, 1980.
11. Bryant, R.W. : Marginal fracture of amalgam restoration. A Review, Aust Dent J 26(3) : 162 - 166, 222 - 224, 1981.
12. Mahler, D.B., Terkla, L.G., VanEysden, J., and Reisbick, M.H. : Marginal fracture vs. mechanical properties of amalgam, J Dent Res 49 : 1452 - 1457, 1970.
13. Herø, H. : On creep mechanisms in amalgams J Dent Res 62 : 44 - 50, 1983.
14. Sarkar, N.K., Osborne, J.W., and Leinfelder, K.F. : In Vitro corrosion and in vivo marginal fracture of dental amalgams J Dent Res 61 : 1262 - 1268, 1982.
15. Mahler, D.B., Adney, J.D., and Marek, M. : Creep and corrosion of amalgam J Dent Res 61 : 33 - 35, 1982.
16. Wilkinson, E.G. and Haack, D.C. : A study of the fatigue characteristics of silver amalgam J Dent Res 37 : 136, 1958.
17. Zardiackas, L.D. and Bayne, S.C. : Fatigue characterization of nine dental amalgams Biomaterials 6 : 49 - 54, 1985.
18. Bayne, S.C., Zardiackas, L.D., and Carlson, M.D. : Fatigue fracture analysis of amalgam by SEM - EDS Dent Mat 2 : 53 - 57, 1986.
19. Young, F.A. and Draughn, R.A. : Compressive fatigue limits of high copper and conventional amalgams IADR Prog. & Abst. 60. No. 680, 1981.
20. Roberts, J.C., Powers, J.M. & Craig, R.G. : Fracture toughness of composite and unfilled restorative resins, J. Dent Res 56(7) : 748 - 753, 1977.
21. Hargreaves, A.S. : The effect of environment on the crack initiation toughness of dental poly (methyl methacrylate), J Biomed Res 15 : 757 - 768, 1981.
22. Hill, R.G. and Bates, J.F. : Fracture toughness of acrylic denture base, Biomaterials, Vol 4, 112 - 120, 1983.
23. Lloyd, C.H. and Iannetta, R.V. : The fracture toughness of dental composites : I : The development of strength and fracture toughness, J Oral Rehab Vol 9 : 55 - 66, 1982.
24. Lloyd, C.H. : The fracture toughness of dental composites, II, The environmental and temperature dependence of the stress intensification factor, Vol 9 : 133 - 138, 1982.
25. Lloyd, C.H. : The fracture toughness of dental composites. III. The effect of environment upon the stress intensification factor after extended storage. J Oral Rehab Vol 11 : 393 - 398, 1984.
26. Lloyd, C.H. & Mitchell, L. : The fracture toughness of tooth colored restorative materials, J Oral Rehab Vol 11 : 257 - 272, 1984.
27. Pillar, R.M., Smith, D.C. & Maric, B. : Fracture toughness of dental composite determined using the short - rod fracture toughness test, J Dent Res 65(11) 1308 - 1314, 1986.
28. Pillar, R.M., Vowles, R. & Williams, D.F. : The effect of environmental aging on the fracture toughness of dental composites, J Dent Res 66(3) : 722 - 726, 1987.
29. Ferracane, J.L., Antonio, R.C. & Matsumoto, H. : Variables affecting the fracture toughness of dental composites, J Dent Res 66 : (6) : 1140 - 1145, 1987.
30. Lloyd, C.H., and Adamson, M. : The development of fracture toughness and fracture strength in posterior restorative materials, Dent Mater 3 : 225 - 231, 1987.
31. Roberts, J.C., Powers, J.M. & Craig, R.G. : Fracture toughness and critical strain energy release rate of dental amalgam, J Mat Sci 13 : 965 - 971, 1978.
32. Bruckhurst, P.J. and Murray, M.J. : Fracture toughness of restorative materials using double torsion bend test J Dent Res 58 IADR Abst 44 1979.
33. Cruickshanks - Boyd, D.W. and Lock W.R. : Fracture toughness of dental amalgams, Biomaterials

- Vol 4 :234 - 242, 1983.
- 34. Lloyd, C.H., and Adamson, M. : The fracture toughness(K_{IC}) of amalgam J Oral Rehab, Vol 12 : 59 - 68, 1985.
 - 35. Hassan, R., Caputo, A.A., & Bunshah, R.F. : Fracture toughness of human enamel J Dent Res 60(4) : 830 - 827, 1981.
 - 36. Okazaki, K., Nishimura, F. & Nomoko. S. : Fracture toughness of human enamel. 歯科材料器械, Vol 8, No 3 : 382 - 387, 1989.
 - 37. Morena, R., Lockwood, P.E. & Fairhurst, C.W. : Fracture toughness of commercial dental porcelains Dent Mat 2 : 58 - 62, 1986.
 - 38. Rosentiel, S.F. and Porter, S.S. : Apparent fracture toughness of metal ceramic restorations with different manipulative variables, J Prosth Dent 61 : 185 - 191, 1989.
 - 39. Yoshimoto, S., Nakajima, N., Kubota, A., and Iwamoto, T. : Fracture toughness of posterior composite resin J Dent Res 64 : 179, Abst. No.37, 1985.
 - 40. Hassan, R., Vaidyanathan T.K., and Schulman A. : Frature toughness determination of dental amalgams through microindentation J Biomed Mat Res Vol 20 : 135 - 142, 1986.
 - 41. ASTM E399, Standard test method for plane strain fracture toughness of metallic materials.
 - 42. Lewis, M.H. and R. Fung : Indentation plasticity and fracture of Si_3N_4 ceramics alloy. J Mat Sci 16 : 3437 - 3446, 1981.
 - 43. Mateer, R.S. and Reitz, C.D. : Corrosion of amalgam restorations J Dent Res 49 : 399 - 407, 1970.

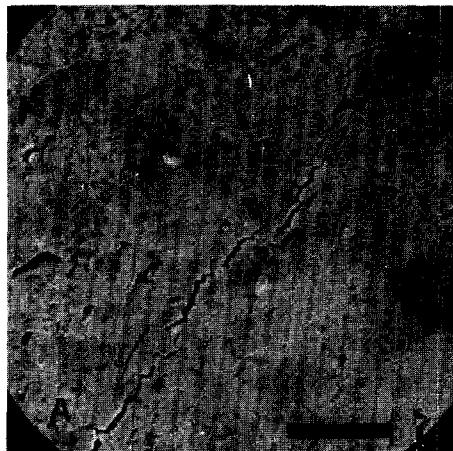
論文 寫真附圖①

Fig 7. Fracture surfaces of the amalgams as seen in a scanning electron microscope. Bar = $20\text{ }\mu\text{m}$

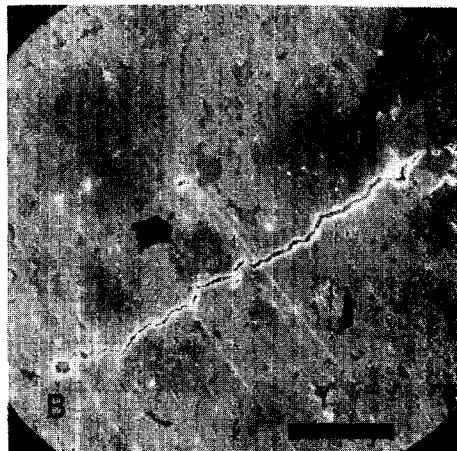


論文 寫真附圖 ②

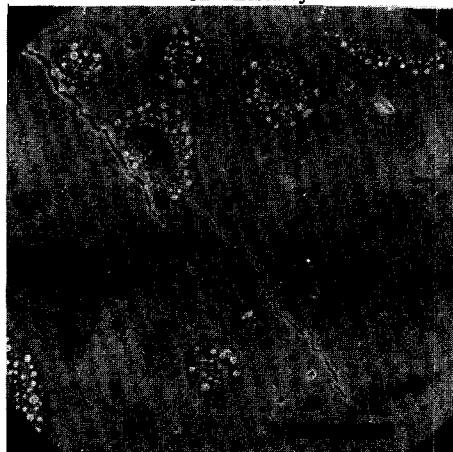
Fig 8. SEM micrograph of indentaion crack. Bar=20 μm



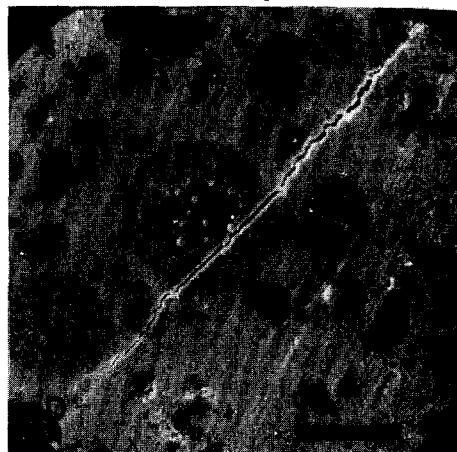
A. Aristaloy



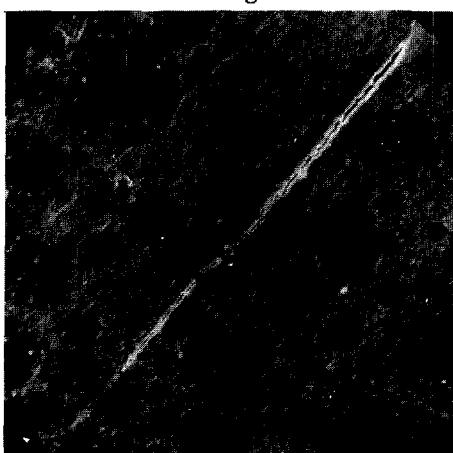
B. Caulk Spherical



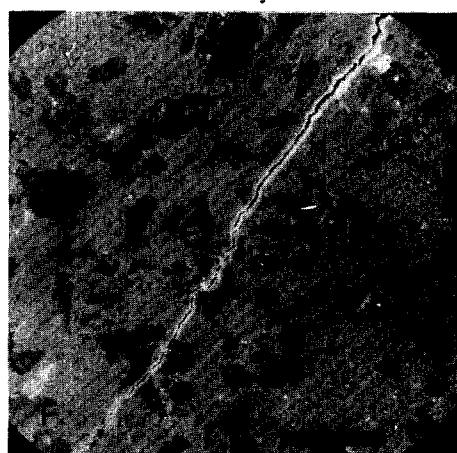
C. Nogama 2



D. Aristaloy 21



E. Tytin



F. Veraloy

—Abstract—

A STUDY ON THE FRACTURE TOUGHNESS OF DENTAL AMALGAMS

Hyeon Do Huh, Yung Hai Kim

Dept. of Conservative Dentistry, College of Dentistry, Seoul National University

The plane strain fracture toughness of a material characterize the resistance to fracture in the presence of a sharp crack under severe tensile condition. Fracture toughness can be determined by indentation method.

The purpose of this study was to investigate the fracture toughness of dental amalgams by measuring the plane strain fracture toughness and the fracture toughness from indentation method.

Two conventional and four high copper amalgam alloys were employed for this study. The amalgams were prepared according to the A.D.A. spec. No. 1 and inserted into the specially designed mould with the single edge notch specimen to use in 3-point bending method. The specimens (20mm long, 4mm wide, 2mm thick) were stored at 37°C for 1 week, and tested in 3-point bending by means of Instron at a cross-head speed of 1mm/min. In indentation method, the specimens were made in same manner as single edge notch specimens. The test was conducted with Vickers hardness tester at 10kg load.

The following results were obtained.

1. The plane strain fracture toughness and the fracture toughness from indentation method were higher in the low copper amalgams than the high copper amalgams.
2. In high copper amalgams, the fracture toughness of amalgams decreases according as the copper contents increase.
3. In similar copper contents, the single composition amalgams have a higher fracture toughness than the admixed amalgams.