

치과용 라미네이트 도재의 피로파괴에 관한 실험적 연구

* 전북대학교 치과대학 보철학교실

** 전북대학교 치과대학 재료학교실

박찬운* · 배태성** · 이상돈*

I. 서 론

심미성 수복의 한 방법으로 도재면을 불산용액으로 부식시켜 도재와 레진을 실란으로 결합시키는 도재 라미네이트(porcelain laminate) 술식이 소개된 이후¹⁻²⁾, 레진 라미네이트의 단점인 마모와 변색 등을 개선할 수 있다는 장점때문에 임상에서 그 응용이 증가되고 있다.

도재는 심미성, 내마모성과 생체적합성이 우수하고, 구강내에서 용해되지 않기 때문에 다양한 심미적 수복 방법이 적용되고 있으나, 도재는 소성과 준비 과정에서 표면과 내부에 많은 기공과 결함을 포함하고 취성이 크기때문에, 도재의 구강내 파절은 주로 이같은 결함부에서 발생한다. 구강내 도재의 파절은 도재의 불균일한 소성으로 인한 잔류응력, 레진 시멘트의 접착시 중합과정에서 발생하는 레진 수축에 의한 응력, 구강내 온도변화에 의한 열응력, 저작에 의한 인장응력 및 습기 등이 작용하여 결함부에서 균열의 생성과 전파가 일어나 도재의 파절이 일어난다. 따라서 도재 수복물의 임상적 성공을 위해서는 도재의 균열전파 특성을 이해하는 것이 중요하다고 생각된다³⁻⁸⁾.

도재 라미네이트에 관한 현재까지의 연구를 검토해 보면, 도재 라미네이트와 레진 시멘트의 접착강도에 영향을 끼치는 인자들-도재내면의 상태⁹⁻¹⁰⁾, 산부식 정도¹¹⁻¹²⁾, 실란의 처리¹³⁻¹⁴⁾, 화학중합 레진의 사용¹⁵⁻¹⁶⁾, 조사된 빛이 도재를 통과하는 동안의 광량 변화¹⁷

¹⁸⁾, 라미네이트의 두께와 종류, 부식액, 광조사 시간 및 경과시간의 영향¹⁹⁾등-에 관한 연구가 대부분이며, 라미네이트 도재의 파괴특성에 관한 연구는 거의 이루어지지 않은 실정이다. 그렇지만, 취성이 큰 도재의 파괴특성에 관한 연구는 파괴역학적 여러 인자들-균열전파 특성¹⁹⁻²⁵⁾, 파괴인성(fracture toughness)¹⁹⁻³²⁾, 정적 및 동적피로 시험에 의한 균열성장 지수의 결정³³⁻⁵²⁾, 편진응력(pulsating stress) 및 양진응력(completely reversed stress)하의 피로특성³³⁻³⁶⁾등-에 관한 많은 연구가 이루어졌다.

압흔시에 형성되는 균열에 관하여, Lawn등¹⁹⁾, Marshall과 Fuller²⁰⁾는 Vickers pyramid 압흔시 압흔부의 소성변형(plastic deformation) 영역 하부에 median/lateral crack이 형성됨을 보고하였고, Speiser등²¹⁾은 alumina의 표면에 diamond pyramid 압흔시 대각선의 반길이(a)와 초기균열 길이(c)의 비가 $c/a < 3$ 일때 Palmqvist crack이 형성됨을 보고하였으며, Dabbs등²⁴⁾은 silica glass fiber의 압흔하중에 따른 초기균열길기와 파절강도를 조사하여 압흔하중과 초기균열길이 사이에 높은 상관관계를 가지며, 압흔하중이 radial crack을 형성하는 한계하중을 초과할 경우 파절강도가 급격히 감소됨을 보고하였다. 또한 Cook과 Pharr²⁵⁾는 4종의 glass와 7종의 ceramic을 대상으로 indenter의 형태와 하중의 크기에 따른 균열양상을 관찰하여 압흔시에 형성되는 균열의 형상과 균열발생과정에 관하여 연구하였다.

* 이 논문은 1992년도 교육부지원 한국학술진흥재단의 자유공모(지방대학육성)과제 학술연구 조성비에 의하여 연구되었음.

파괴인성은 파괴에 대한 저항성의 크기를 표시하는 수치로, 취성재료의 균열전파와 파괴응력은 파괴인성에 크게 의존한다. Irwin²⁶⁾은 인장균열 끝의 취성 파괴 이론으로부터 파괴인성을 정의하였고, Lawn¹⁹⁾, Evans²⁷⁾는 압흔시에 형성된 초기균열길이의 함수로 파괴인성을 표시하였으며, Anstis²⁸⁾은 파괴 역학적 시편으로부터 얻은 결과와 압흔법에 의해 얻은 결과를 비교할 수 있도록 수정을 가하였다. Petrovic과 Mendiratta²⁹⁾는 Knoop와 Vickers pyramid 압흔시의 응력확대계수(stress intensity factor)를 계산하여 압흔에 의해 형성된 균열부에 굽힘응력 작용시의 파괴인성을 측정하였으며, Marshall과 Fuller²⁰⁾는 Knoop와 Vickers pyramid 압흔시의 파괴인성을 비교하여 Vickers pyramid 압흔시의 결과가 더 잘 일치함을 보고하였다.

Morena³⁰⁾은 lucite 결정을 다량 포함한 frit에서 lucite 결정이 균열성장을 억제하여 파괴인성이 증가한다고 보고하였고, Anusavice와 Lee⁵⁾는 도재의 소성온도에 따른 파괴인성치를 비교하였으며, Taira³¹⁾은 수종의 치과용 도재에 diamond pyramid를 압흔시 radial/median crack이 형성되는 하중의 크기와 파괴인성을 조사하였다. Rosenstiel과 Porter³²⁾는 Knoop cone의 압흔에 의하여 각각 도재 전장주조관(porcelain fused to metal crown)용 도재와 도재관용(porcelain jacket crown) 도재의 파괴인성을 조사하였다.

도재와 같이 취성이 큰 재료의 피로파괴는 응력과 습기의 작용으로 미세균열 끝단에서 저속균열 성장을 일으켜 일어나며, 일정 하중하에서는 정적피로(static fatigue)를, 시간에 따라 하중이 변화할 때는 동적 피로를 일으킨다.

Evans와 Charles³³⁾는 glass의 정하중과 반복하중하의 균열진전 특성을 조사하여 반복하중의 효과가 나타나지 않음을 보고하였으나, Krohn과 Hasselman³⁴⁾, 星出³⁵⁾, 川久³⁶⁾는 세라믹 재료의 파괴시 반복하중의 효과가 존재함을 보고하였다.

Hasselman³⁷⁾은 정적피로에서 흡수된 습기가 균열끝에서 균열성장에 필요한 활성화 에너지를 낮춘다고 하였고, Ritter³⁸⁻⁴¹⁾, Southan^{42, 43)}은 유리 표면과 수증기의 화학적 반응으로 지연파괴를 일으킨다고 하였으며, Evans⁴⁴⁾와 Rice^{45, 46)}는 균열의 크기가 200 μm 이하에서도 도재의 강도에 영향을 미칠수

있다고 보고하였다. Camerant⁴⁷⁾는 입자의 흡착에 의한 유리의 강도감소를, Southan과 Jørgensen⁴³⁾, Kingery⁴⁸⁾은 응력부식과 표면의 산부식으로 균열 저부가 둥글게 될 경우 강도가 증가한다고 보고하였다. Rocker와 Pletka⁴⁹⁾, Pletka와 Wiederhorn⁵⁰⁾, Conley⁵¹⁾은 동적 피로시험에 의하여 glass ceramic의 피로파괴 특성을 평가하였고, Morena⁵²⁾은 동적 피로시험에 의하여 균열성장지수와 피로수명을 조사한 다음 도재수복물이 구강내 응력수준에서 5년 이내에 파괴가 일어날 수 있음을 보고하였다.

thermocycling이란 구강온도와 유사한 조건하에 시험체를 위치시킨 다음 구강내에서 볼 수 있는 한 계적 온냉의 상태를 모방하여 온도변화에 따른 재료의 물성변화를 평가하는 방법이다. thermocycling시의 계류시간은 15초-3분까지 다양하게 보고되고 있으며⁵³⁻⁵⁶⁾, 온도변화 구간은 최저 4-8°C, 최고 45-60°C가 적절하다고 보고하였다⁵⁷⁾. Davidson과 Feilzer⁵⁸⁾는 레진의 중합수축력, 온도변화 동안의 열팽창, 물흡수 등으로 수복물간의 결합력이 다르게 나타난다고 보고하였고, Jesnen과 Chan⁵⁹⁾은 thermocycling후의 microleakage를 평가하였다.

상술한 바와 같이 라미네이트 도재와 레진간의 접착에 관한 연구 및 몇몇 도재전장주조관용과 도재관용 도재의 파괴인성을 평가하려는 많은 연구가 이루어졌으나, 라미네이트 도재의 균열전파와 반복하중하의 피로특성을 규명한 연구는 미흡한 실정이다. 이에 본 연구에서는 라미네이트 도재의 균열전파와 피로특성 및 도재에 레진 시멘트를 접착한 효과를 평가하기 위하여, 도재와 레진시멘트의 탄성계수 및 diamond pyramid 압흔시의 균열길이를 측정하였고, 도재면 중앙에 9.8N의 압흔하중을 가하여 균열을 형성한 다음 파괴인성과 반복굽힘응력하의 피로수명을 측정하였으며, 5°C와 55°C에서 계류시간 15초의 조건으로 thermocycling시의 균열전파 양상을 측정한 결과, 다소의 지견을 얻었기에 그 결과를 보고하는 바이다.

II. 실험재료 및 방법

1. 실험재료

라미네이트 도재는 shade DA₂의 G-Cera porcelain system(G-C Dental Industrial Co.)을, 레진 시멘

트는 G-Cera bonding system(G-C Dental Industrial Co.)을 사용하였다.

Table 2.1 Materials used in this study

Materials	Brand	Shade	Manufacture
Laminate porcelain	G-Cera porcelain system	DA ₂	G-C Industrial Co.
Light cured resin	G-Cera bonding system	Universal	G-C Industrial Co.

2. 실험방법

1) 시편의 제작

라미네이트 도재와 레진 시멘트 시편을 제작하기 위하여 단면 형상이 원통형과 장방형인 금형을 이용하였다.

라미네이트 도재의 탄성계수를 측정하기 위한 시편은 도재분말을 압축 성형할 수 있도록 고안한 내경 12mm의 원통형 금형을, 도재면에 Vickers pyramid 압흔시의 균열전파와 파괴인성, 3점굽힘시의 피로수명 및 thermocycling시의 균열전파 양상을 평가하기 위한 시편은 단면 형상이 가로 26mm×세로 8mm인 장방형의 금형을 이용하였다. 도재를 성형하기 위하여 도재에 5% PVA(polyvinyl alcohol) 용액을 결합제로 첨가하여 세라믹 유발에서 충분히 혼합하였으며, 1mg까지 측정 가능한 전자저울(Chyo Balance Co.)을 이용하여 탄성계수 측정용 시편은 소성된 높이가 약 5.5mm가 되도록 1.1g씩, 균열전파와 피로특성을 평가하기 위한 시편은 약 1.2mm가 되도록 0.45g씩 계측하여 29.4MPa의 압력하에서 도재를 성형하였다. 측정된 도재를 두께 0.15mm의 백금박(Doo Seong Metal Ind. Co, Ltd.)상에 올려 놓은 상태에서 제조자가 지시한 소성과정에 따라 도재를 3회 소성하였다(Fig.2.1).

Table 2.2에서 볼 수 있듯이, 측정된 도재를 650℃에서 10분간 건조시킨 다음 승온속도 50℃/min, 소성온도 960℃의 조건으로 3회의 반복소성을 시행하였다. 소성된 라미네이트 도재 시편을 240grit의 SiC 연마지(Beuhler Ltd.)로 연마하여 두께를 조절한 다음 320, 400, 600grit의 SiC 연마지로 표면연마하였으며, 이어서 scratch를 제거하기 위하여 1.0, 0.3, 0.1μm alumina로 연마하여 탄성계수 측정용 시편은 두께 5mm, 균열전단 및 피로특성을 평가하기

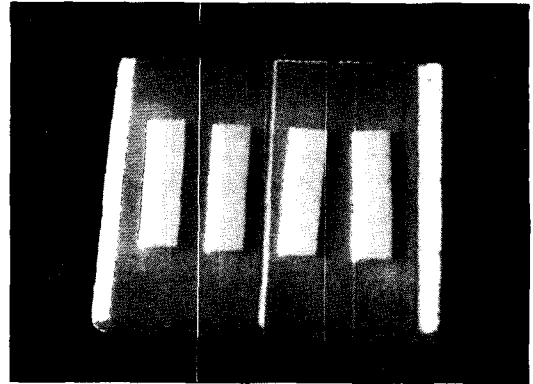


Fig. 2.1 Laminate porcelain specimens after firing.

Table 2.2 Firing condition of laminate porcelain

Dry Time	10 min
Idle Temperature	650℃
Heat Rate	50℃/min
Vacuum Pressure	72cmHg
Firing Temperature	960℃
Cooling Time	6min
High Temperature Holding Time	30sec

위한 시편은 1mm가 되도록 준비하였다. 준비된 도재 시편을 아세톤으로 세척하여 불순물을 제거한 다음 증류수하에서 초음파 세척하여 습기가 차단된 건조기내에 보관하였다.

레진시멘트의 탄성계수와 압흔 양상을 측정하기 위한 시편제작은 내경 10mm의 원통형 금형을 이용하였다. 레진의 내부에 기공이 형성되지 않도록 1mm두께씩 packing하여, 탄성계수 측정용 시편은 두께가 5.5mm, 압흔 양상을 평가하기 위한 시편은 두께가 1.5mm가 되도록 광중합시켰으며, 라미네이트 도재와 동일한 방법으로 표면연마하여 두께가 각각 5mm와 1mm가 되도록 준비하였다.

2) 탄성계수의 측정

밀도를 측정하기 위하여 원통형 시편의 치수와 질량을 측정하였다. 도재의 치수는 0.005mm까지 정확하게 측정할 수 있는 measuring microscope(Union Optical Co., Ltd., Model TMZ)를, 질량은 전자저울을 이용하여 계측하였으며, 모든 시편은

측정 전 건조기내에서 3일간 보관하였다.

탄성계수는 동적 측정방법인 초음파 펄스법을 적용하여 측정하였다. 도재의 탄성계수는 pulse-echo 법을 적용하여 측정하였으나, 레진 시멘트는 시편 내부에서 초음파의 감쇄가 심하여 through-transmission 법을 적용하였다.

Fig. 2.2는 pulse-echo법과 through-transmission 법에 의한 측정시의 block diagram이다. 시편을 phenyl salicylate couplant를 사용하여 직경 6.35mm 석영탐촉자(KB-Aerotec Co.)에 고정한 다음 초음파

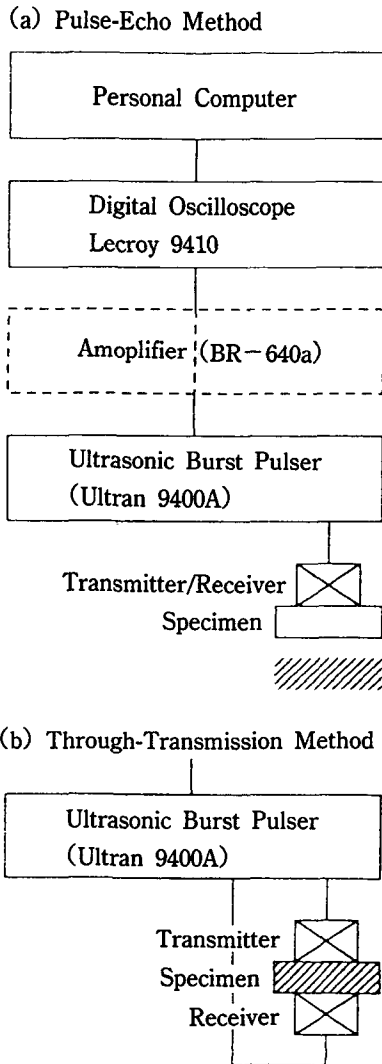


Fig. 2.2 Schematic diagram to illustrate ultrasonic test.

분석장치(Ultra Laboratories, Inc., Model Ultran 9400A)에 결선한다. 진동수 10MHz의 펄스를 석영 탐촉자에 인가하면 압전효과에 의해서 동일한 주파수의 초음파가 발생되고, 이때 발생한 초음파가 시편을 통하여 지나는 시간이 증폭기(Ultra Laboratories, Inc., Model BR-640A)에서 증폭되어 150MHz 오실로스코프(LeCroy 9410)에서 계측되며, 또한 컴퓨터로 그 결과를 도출할 수 있다. pulse-echo법에서는 시편을 통한 신호의 속도 측정을 위해 신호가 시편을 왕복하는 시간을 측정하지만, through-transmission법에서는 시편을 통한 초음파의 감쇄가 크므로 시편이 있는 상태와 없는 상태에서의 지연 시간을 측정하여 속도를 측정한다. 도재의 탄성계수는 초음파의 반사속도와 등방탄성이론을 적용한 식(2.1)로부터 계산할 수 있다^{6,60-62}.

종탄성계수(Longitudinal Modulus) $C_1 = \rho V_1^2$
 전단탄성계수(Shear Modulus) $G = \rho V_1^2$
 체적탄성계수(Bulk Modulus) $K = C_1 - 4G/3$
 Young's Modulus $E = 9KG/(3K + G)$ (2.1)
 Poisson's Ratio $\nu = (E/2G) - 1$
 여기에서,
 ρ = 밀도
 V_1 = 종파(longitudinal wave)의 전파속도
 V_1 = 횡파(shear wave)의 전파속도를 표시한다.

3) Vickers pyramid 압흔시의 균열전파 양상과 파괴인성의 측정

압흔시의 균열전파와 파괴인성의 측정은 능각 136°의 Vickers pyramid를 이용한 압흔방법을 적용하였다. 압흔하중은 최대 9.8N의 하중을 가할 수 있는 미소경도 측정기(Matsuzawa Seiki Co., Ltd., Fig. 2.3)와 최대 98.0N의 압흔하중을 가할 수 있는 Vickers 경도기(Zwick, Model Härteprüfgerät)를 이용하여 유지시간 30초의 조건으로 균열을 형성하였으며, 측정 오차를 줄이기 위하여 압흔하중을 가한 1분 후에 표면에 형성된 초기균열길이를 계측하였다.

Fig. 2.4는 diamond pyramid 압입시의 압흔양상을 도식한 것으로서, 압흔부의 영구변형의 크기를 표시하는 대각선의 반길이 a와 초기균열길이 c를 2.94 N-49.03N의 하중을 가하여 측정하였고, 파괴인성은

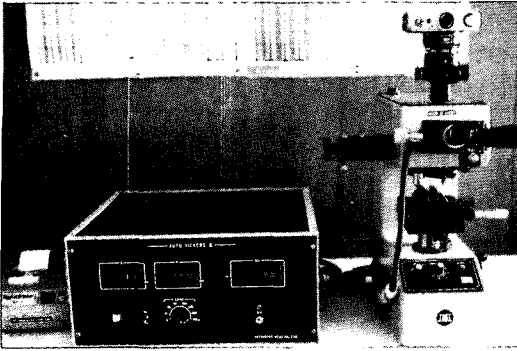


Fig. 2.3 Microhardness tester(Matsuzawa Seiki Co., Ltd., Model MHT-1).

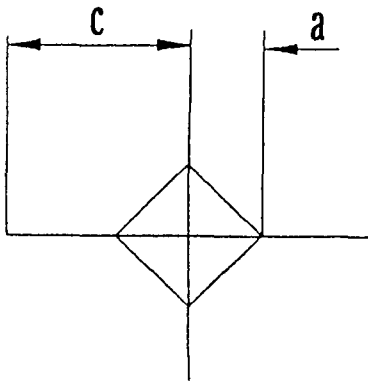


Fig. 2.4 Surface trace dimensions used to measure the half-diagonal(a) and the initial crack length(c).

9.8N의 하중하에서 형성된 균열로부터 계산하였다.

두께 1mm의 라미네이트 도재에 두께 0.2mm의 레진시멘트를 접착한 다음 균열전파와 파괴인성에 미치는 영향을 평가하였다. 도재면에 레진시멘트를 접착하기 위하여, 광이 투과되고 레진과 접착되지 않는 투명한 판을 상하에 겹친 다음 1.96N의 균일한 압력을 가한 상태에서 80초간 광중합(3M Co., Visilux II)을 시행하였다.

도재면에 Vickers pyramid 압흔시의 경도(H)는 식(2.2)로 표시된다^{8, 82)}.

$$H = 0.4635P/a^2 \text{ [kg/mm}^2\text{]} \quad (2.2)$$

여기에서,

P=압흔하중

a= 표면에 형성된 압흔상의 대각선의 반길이다.

Vickers pyramid 압흔시의 파괴인성(K_{Ic})은 가장 보편화 된 식(2.3)을 적용하여 계산하였다⁸⁾.

$$K_{Ic} = 0.016(E/H)^{1/2}(P/c^{3/2}) \quad (2.3)$$

여기에서,

E=Young's modulus

P=압흔하중

c=압흔에 의하여 형성된 초기균열길이를 표시한다.

4) 라미네이트 도재의 피로파괴

라미네이트 도재의 파절강도와 피로에 의한 균열 전파 양상을 평가하기 위하여, 실제 도재에 내재하는 결함과 유사한 날카로운 균열을 쉽게 형성할 수 있는 Vickers pyramid의 압흔에 의한 controlled flow crack법을 적용하였다. 또한, 레진 시멘트의 접착이 균열전파에 미치는 영향을 평가하기 위하여 두께 1mm의 라미네이트 도재와 라미네이트 도재에 두께 0.2mm의 레진 시멘트를 접착한 경우를 비교하였다.

라미네이트 도재의 비활성 조건하에서의 3점굽힘 파절강도를 측정하기 위하여, 두께 1mm의 라미네이트 도재 시편과 라미네이트 도재에 0.2mm의 레진시멘트를 접착한 시편의 도재면 중앙에 9.8N의 압흔하중을 가하여 초기균열을 형성한 다음, 재료 시험기(Instron Co., Model 4201)에 3점굽힘시험용 장치를 부착하여 cross head speed 0.5mm/min에서 파절강도를 측정하였다(Fig. 2.5). 3점굽힘시 양지 점간의 거리가 l , 시험편의 폭이 b , 높이가 h 인 경우, 3점굽힘 파절강도는 식(2.4)로 표시된다⁸³⁾.

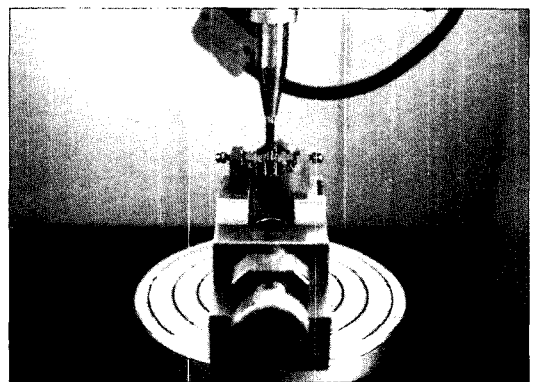


Fig. 2.5 Three point flexure test(Instron Co., Model 4201).

$$\sigma_t = \frac{3\ell}{2bh^2} \quad (2.4)$$

라미네이트 도재 하부에 0.2mm의 레진 시멘트를 접착한 경우의 3점굽힘 파절강도는 Young's modulus가 다른 2재료로 구성된 합성 단면보의 3점굽힘 응력을 계산하는 식(2.5)로부터 계산할 수 있다⁶⁹⁾.

$$\sigma_t = \frac{My}{I_t} \quad (2.5)$$

여기에서,

I_t = 환산 단면의 중립축에 관한 moment

M = 굽힘 moment

y = 중립축으로 부터의 거리를 표시한다.

라미네이트 도재의 피로파괴 양상을 평가하기 위하여, 도재면 중앙에 9.8N의 압흔하중을 가하여 초기균열을 형성한 다음, 하중점에 최대 굽힘응력이 발생하는 3점굽힘시험에 의하여 피로수명을 측정하였다. 피로시험은 피로시험기에 3점굽힘응력을 가할 수 있는 장치를 부착한 다음, 균열형성된 도재면에 반복 인장응력을 가할 수 있도록 정현파(sine wave) 형의 편진하중을 작용시켰다.

Fig. 2.6은 본 실험을 위해 설계 제작한 동전형(electro-dynamic type) 피로시험기로, 구동코일에서 최대 49.03N의 동력을 얻을 수 있으며, 하중장치를

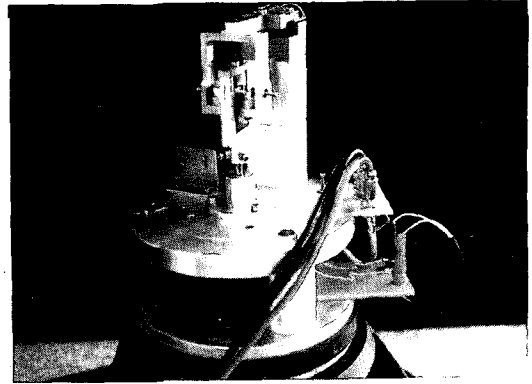


Fig. 2.6 Electro-dynamic type fatigue testing machine.

바꿈에 따라 피로하중의 형태를 인장-압축과 평면 굽힘 피로시험 방식으로 전환하는 것이 가능하다. function generator에서 입력 주파수와 입력 파형의 형태를 조절할 수 있으며, speaker amplifier에서 작용력의 크기와 하중의 형태를 양진형과 편진형으로 조절할 수 있는 장점이 있다. 본 실험에서는 반복 굽힘응력에 의한 도재 시편의 피로파괴 양상을 평가하기 위하여 3점굽힘장치를 피로시험기에 고정한다음 정현파형의 편진 피로하중을 가하였다.

Fig. 2.7은 피로시험기의 작동원리를 설명하는 구성도이다. function generator(TMI Co, Model T102 C)의 입력이 speaker amplifier에서 증폭되어 power DC amplifier로 입력되며, 그의 출력이 구동 코일에

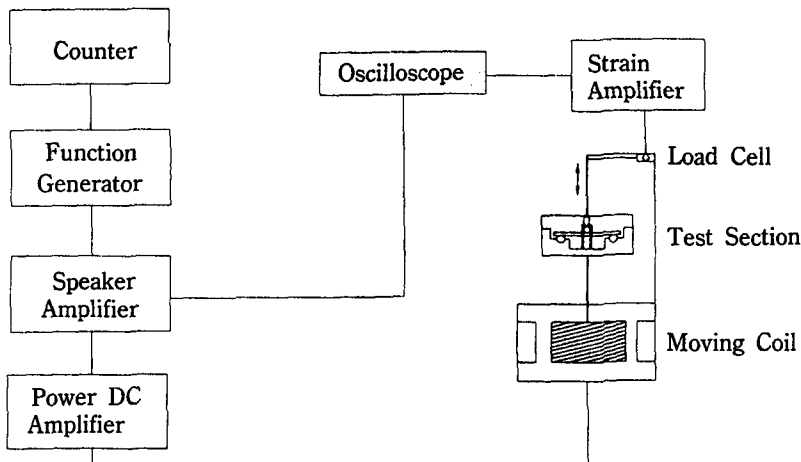


Fig. 2.7 Block diagram to illustrate the fatigue test.

작용하여 가진력을 얻는다. 시험편에 외력이 작용하면 load cell상의 wheatstone bridge의 저항이 변하게 되고, 이 신호를 differential strain amplifier에서 200-2000배 증폭함으로써 하중의 크기가 측정되며, 또한 하중의 반복회수는 function generator에 연결된 counter에서 작용된 pulse의 수를 기록함으로써 얻어진다. 입력과 출력신호는 50MHz digital storage oscilloscope(Hitachi Dinshi, Ltd., Model VC-605)를 이용하여 20mV-50V의 범위에서 측정된다.

Fig. 2.8은 작용력과 load cell상의 전압의 관계를 1000배의 배율에서 측정하여 도시한 것으로, load cell상의 출력전압과 작용력은 $V = 0.022 + 9.478P$ 의 선형적인 관계를 나타냈다.

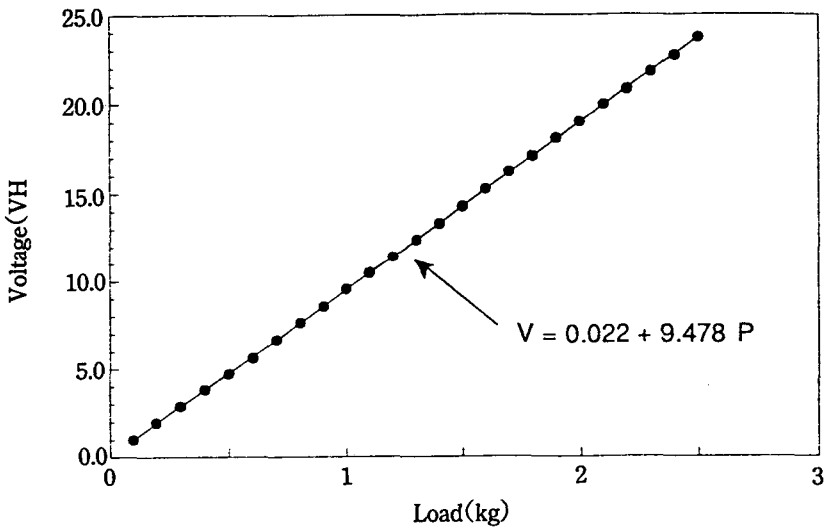


Fig. 2.8 The Relation between applied load and voltage of load cell.

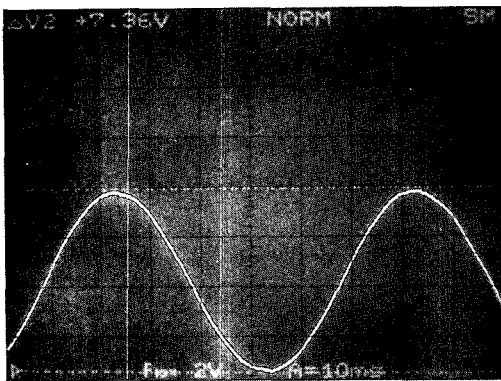


Fig. 2.9 Oscilloscope image for the pulsating stress.

Fig. 2.9는 정현파형의 편진 굽힘하중이 작용하고 있음을 보여주는 oscilloscope image로, 0-7.40N의 편진하중이 작용함에 따라 전압이 0-7.36V 범위에서 변동함을 볼 수 있다.

5) thermocycling시의 균열전파

반복되는 열응력하에서의 균열전파 양상을 평가하기 위하여, 두께 1mm의 라미네이트 도재 시편과 라미네이트 도재에 두께 0.2mm의 레진 시멘트를 접착한 시편의 중심에 9.8N의 압흔하중을 가하여 균열을 형성하였으며, 5°C와 55°C에서 계류시간 15초, 배수 후 계류시간 15초의 조건으로 1000회의 thermocycling을 시행하면서 매 100회 마다의 균열전파 양상을 관찰하였다.

반복 열응력에 의한 균열진전이 파절강도에 미치는 영향을 평가하기 위하여 thermocycling 전후의 3점 굽힘강도를 측정하였으며, 식(2.4)를 적용하여 3점 굽힘강도를 계산하였다.

6) 현미경 관찰

라미네이트 도재에 diamond pyramid 압흔시의 균열전파 양상을 평가하기 위하여, 9.8N의 하중을 가하여 균열을 형성한 다음 광학현미경(Nikon, Model Optiphot)으로 관찰하였고, 3점굽힘 피로시험 후 압흔부를 중심으로 한 파면을 주사전자현미경(Hi-

tachi X-650)으로 관찰하였다.

7) 통계적 분석

각 군간의 통계적 유의성을 t-test와 분산분석(one way analysis)을 통하여 검증한 다음 Scheffé의 다중범위검증법(multiple range test)에 의하여 평균치를 개별 비교하였다.

III. 실험성적

1. 초음파 전파특성

960°C에서 3회 소성된 라미네이트 도재 시편과 광중합시켜 형성된 레진시멘트 시편에 진동수 10 MHz인 종파와 횡파의 초음파를 전파시켜 초음파의

전파속도를 측정하였다(Fig. 3.1-Fig. 3.2, Table 3. 1).

Fig. 3.1은 pulse-echo 방법으로 얻은 반사파형의 제적으로 1st echo와 2nd echo의 지연시간을 측정하여 신호가 시편을 통하여 왕복하는 시간을 결정하였다. 횡파는 종파에 비하여 심한 감쇄를 나타냈고, 종파의 반사파형은 감쇄가 심하지 않았으나, 기공 등의 결함부에서 비롯된 echo signal의 영향으로 파형이 감쇄되는 양상을 보였으며, 심한 경우 반사파형의 측정이 어려웠다.

Fig. 3.2는 through-transmission 방법으로 얻은 레진 시멘트를 통한 신호의 시간제적으로 종파와 횡파 공히 감쇄가 심하여 pulse-echo법에 의한 측정이 불가능하였다. Fig. 3-2(a)와 (c)는 시편이 없는 상

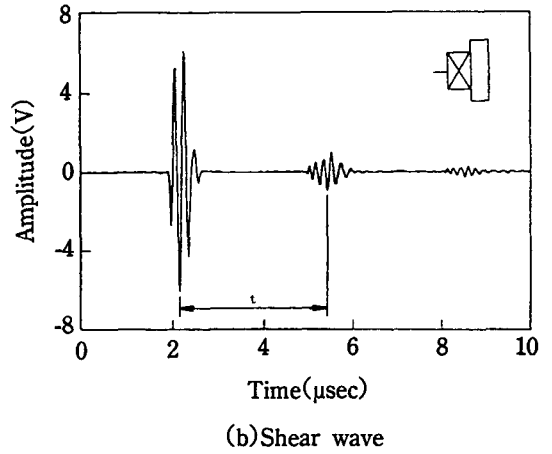
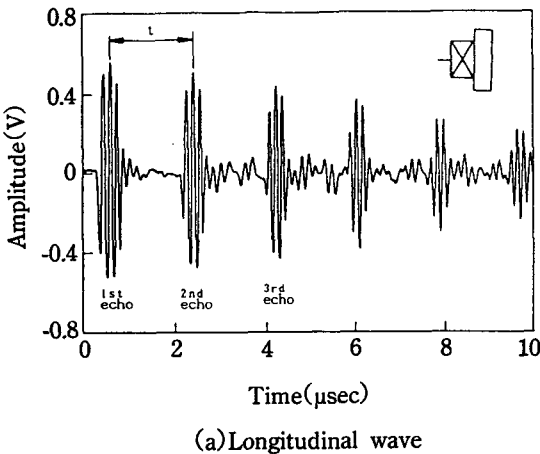
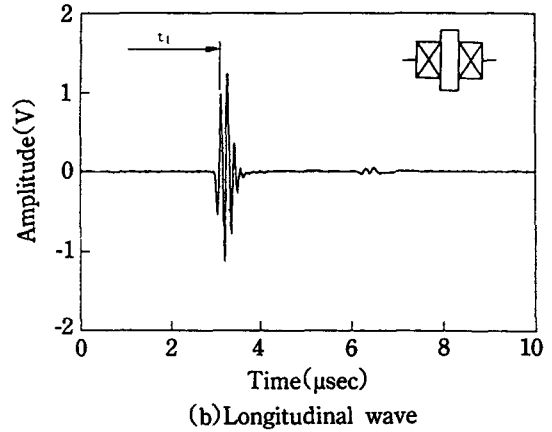
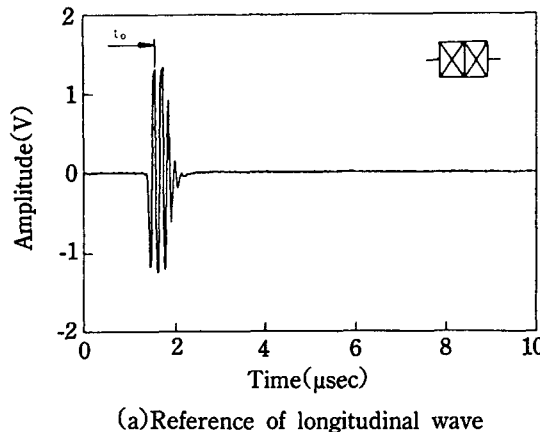


Fig. 3.1 Real-time oscilloscope trace of G-Cera laminate porcelain by pulse-echo method.



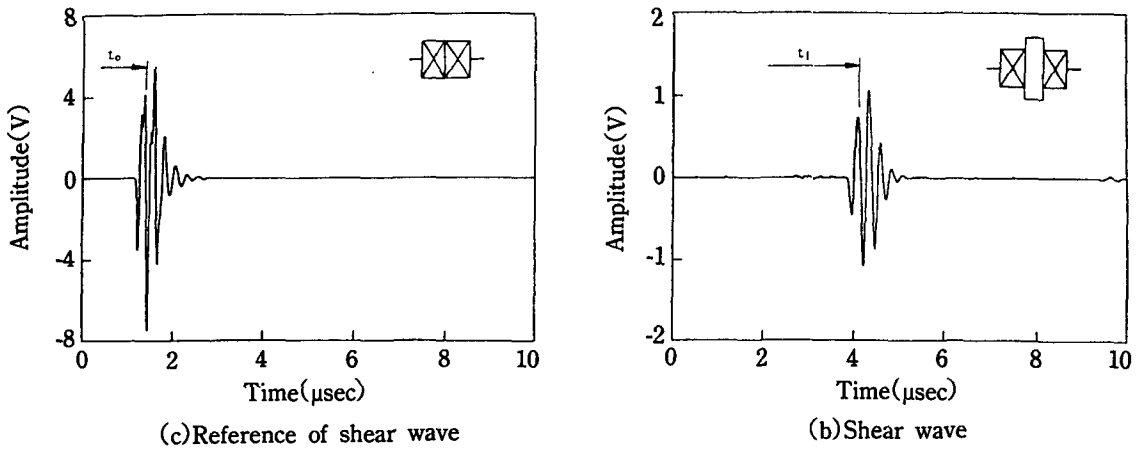


Fig. 3.2 Real-time oscilloscope trace of G-Cera resin cement by through-transmission method.

Table 3.1 Propagation velocities of shear and transverse wave of G-Cera laminate porcelain and resin cement ($\times 10^3$ m/s).

Material	N	Longitudinal Wave	Shear Wave
Laminate Porcelain	5	5.569 ± 0.012	3.166 ± 0.129
Resin Cement	5	3.357 ± 0.018	1.853 ± 0.005

Table 3.2 Densities and elastic moduli of G-Cera laminate porcelain and resin cement.

Material	N	Density (g/cm^3)	Young's Modulus (MPa)	Poisson's Ratio
Laminate Porcelain	5	2.477 ± 0.009	62.56 ± 3.79	0.228 ± 0.028
Resin Cement	5	1.707 ± 0.005	15.01 ± 0.12	0.283 ± 0.003

태에서 두 탐촉자를 접촉시켜 얻은 종파와 횡파의 시간적으로 신호의 peak가 trigger 위치로부터 지연된 시간 t_0 를 측정할 수 있으며, Fig. 3.2(b)와 (d)는 두 탐촉자 사이에 시편을 부착하였을 때 나타나는 종파와 횡파의 시간적으로 신호의 peak가 trigger 위치로부터 지연된 시간 t_1 을 측정할 수 있다. 따라서 신호가 시편을 통과하는 시간은 $t = t_1 - t_0$ 로 계산된다.

신호가 시편을 통과하는 시간으로부터 종파와 횡파의 초음파 전파속도를 계산한 결과, 라미네이트 도재의 경우 $V_1 = 5.57 \times 10^3$ m/s, $V_2 = 3.17 \times 10^3$ m/s, 레진 시멘트의 경우 $V_1 = 3.36 \times 10^3$ m/s, $V_2 = 1.85 \times 10^3$ m/s로서, 종파와 횡파의 전파속도 및 라미네이트 도재와 레진 시멘트의 전파속도간에 큰 차이를 보였다(Table 3.1).

2) 밀도와 탄성계수의 측정

라미네이트 도재와 레진 시멘트의 밀도와 탄성계수를 측정하여 Table 3.2에 표시하였다. 밀도는 라미네이트 도재에서 $2.477 \pm 0.009 g/cm^3$, 레진 시멘트에서 $1.707 \pm 0.005 g/cm^3$ 으로 나타났고, Young's modulus는 라미네이트 도재에서 $62.56 \pm 3.79 GPa$, 레진 시멘트에서 $15.01 \pm 0.12 GPa$ 로 나타났으며, Poisson's ratio는 라미네이트 도재에서 0.228 ± 0.028 , 레진 시멘트에서 0.284 ± 0.003 으로 나타났다(Table 3.2).

3) 균열전파 양상과 파괴인성의 평가

라미네이트 도재에 Vickers pyramid 압흔시 영구 변형의 크기를 표시하는 대각선의 반길이의 정도 및 초기균열길이를 2.94N-49.03N의 압흔하중을 가하여 측정하였으며, 파괴인성의 계산에 이용되는 변수

$P/c^{3/2}$ 값과 파괴인성을 계산하였다(Fig. 3.3-Fig. 3.5, Table 3.3-Table 3.4).

Fig. 3.3은 압흔하중(P)과 압흔상의 대각선의 반길이(a)를 로그좌표에 도시한 것이다. 식(2.2)에서 볼 수 있듯이 $P/a^2 \propto H$ 의 관계가 성립되므로, $\log a - \log P$ 의 관계로 도시할 경우 직선의 기울기는 1/2이 되어야 한다. 측정결과의 회귀분석 결과, 라미네이트 도재는 $\log a = 1.527 + 0.511 \log P$ ($r^2 = 0.99$), 레진 시멘트는 $\log a = 1.993 + 0.479 \log P$ ($r^2 = 0.99$)의 관계를 보였다.

라미네이트 도재와 레진 시멘트의 Vickers 경도를 조사한 결과, 라미네이트 도재는 $430.92 \pm 24.98 \text{ kg/mm}^2$, 레진 시멘트는 $47.18 \pm 1.79 \text{ kg/mm}^2$ 으로 나타났다(Table 3.3).

Fig. 3.4는 두께 1mm의 라미네이트 도재 시편과 라미네이트 도재에 두께 0.2mm의 레진 시멘트를 접착한 경우의 압흔하중(P)과 초기균열길이(c)의 관계를 로그좌표에 도시한 것이다. 식(2.3)에서 볼 수 있듯이 $P/c^{3/2} \propto K_{Ic}$ 의 관계가 성립하므로 $\log c - \log P$ 의 관계로 도시할 경우 직선의 기울기는 2/3로 표시된다. 측정 결과의 회귀분석 결과, 라미네이트 도재시편의 경우 $\log c = 1.852 + 0.665 \log P$, 레진 시멘트를 접착한 시편의 경우 $\log c = 1.862 + 0.590 \log P$ 의 관계를 보여, 라미네이트 도재 시편에서는 0.665로 이론치 0.666과 거의 일치함을 보였으나, 레진 시멘트를 접착한 시편에서는 0.590으로 감소를 보였다.

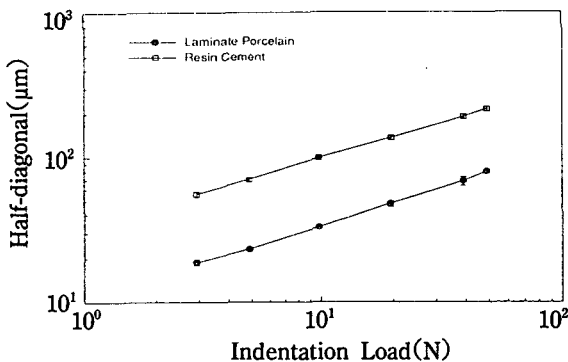


Fig. 3. 3 Half-diagonal(a) vs. indentation load(P) for G-Cera laminate porcelain and resin cement.

Fig. 3.5는 파괴인성의 계산을 위한 변수 $P/c^{3/2}$ 과 압흔하중의 관계를 도시한 것이다. 라미네이트 도재 시편의 경우 $P/c^{3/2}$ 값은 압흔하중 4.90N-19.61N의 범위에서 거의 일정한 수치를 나타내고 있으나, 레진

Table 3.3 Vickers hardness number of G-Cera laminate porcelain and resin cement.

Material	N	Vickers Hardness Number (VHN) (kg/mm ²)
Laminate Porcelain	5	430.62 ± 24.98
Resin Cement	5	47.18 ± 1.79

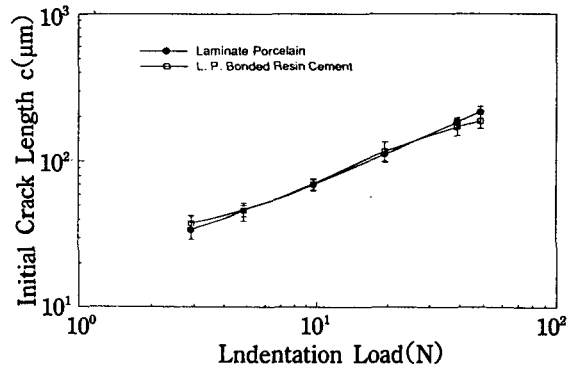


Fig. 3.4 Initial crack size(c) vs. indentation load (P) for G-Cera laminate porcelain and laminate porcelain bonded resin cement.

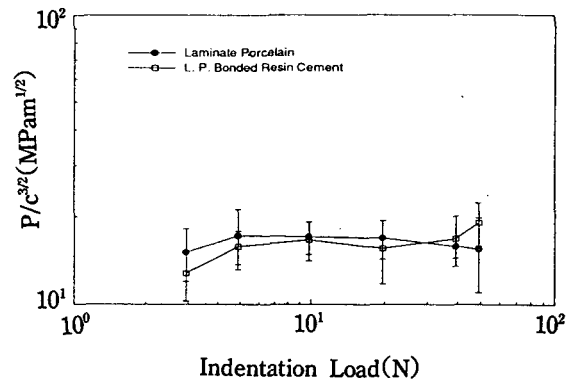


Fig. 3. 5 Load-crack size parameter, $P/C^{3/2}$, as a function of load.

Table 3.4 Initial crack length(c) and fracture toughness(K_{IC}) of G-Cera laminate porcelain.

Material	N	Crack Size (μm)	Fracture Toughness ($\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$)
Laminate Porcelain	5	69.19 ± 5.84	1.065 ± 0.156

시멘트를 접착한 시편에서는 압흔하중에 따라 변화하는 양상을 보였다.

라미네이트 도재의 파괴인성의 계산을 위하여 측정된 탄성계수, 경도 및 9.8N의 압흔하중하에 형성된 초기균열길이를 식(2.3)에 대입하였다. 9.8N의 압흔하중하의 초기균열길이는 $69.19 \pm 5.84 \mu\text{m}$, 파괴인성은 $1.065 \pm 0.156 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 을 나타냈다(Table 3.4).

4) 라미네이트 도재의 피로파괴

두께 1mm의 라미네이트 도재 시편과 라미네이트 도재에 두께 0.2mm의 레진 시멘트를 접착한 시편의 피로파괴 양상을 평가하기 위하여, 도재면의 중앙에 9.8N의 압흔하중으로 Vickers pyramid를 압입하여 균열을 형성하였으며, 3점굽힘 파절강도를 측정한다음 주파수 18Hz의 편진응력을 가하여 피로수명을 측정하였다(Table 3.5, Fig. 3.6).

라미네이트 도재의 3점굽힘 파절강도 $52.56 \pm 13.14 \text{MPa}$, 최대수직변위는 $95.63 \pm 2.71 \mu\text{m}$, 레진 시멘트를 접착한 시편의 3점굽힘 파절강도는 $52.66 \pm 15.30 \text{MPa}$, 최대수직변위는 $85.63 \pm 6.59 \mu\text{m}$ 를 보였다. 통계적 유의성을 검증한 결과, 3점굽힘 파절강도는 유의한 차이를 보이지 않았으나 ($P > 0.05$), 최대수직변위는 통계학적으로 유의한 차이를 보였다($P < 0.05$).

라미네이트 도재 시편의 피로수명은 35.30MPa 이상의 굽힘응력하에서는 굽힘응력의 감소에 따라 피로수명이 증가하는 반비례의 관계를 보였으나,

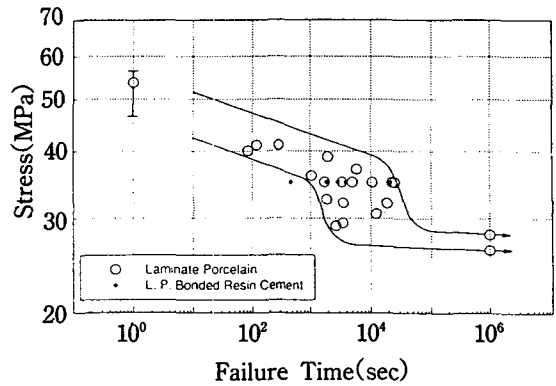


Fig. 3.6 Fatigue stress vs. failure time for G-Cera laminate porcelain.

응력수준 27.46~35.30MPa의 응력 범위에서는 거의 일정한 파괴범위를 나타냈다.

라미네이트 도재 시편과 레진 시멘트를 접착한 시편에 굽힘응력 34.32MPa의 조건으로 피로수명을 비교한 결과, 레진 시멘트를 접착한 시편에서 조기에 파절되어 피로수명이 감소하는 경향을 나타냈다(Fig. 3.6).

5) thermocycling시의 균열전파

두께 1mm의 라미네이트 도재 시편과 라미네이트 도재에 0.2mm의 레진 시멘트를 접착한 시편에 반복 열응력을 가하였을 때의 균열전파 양상을 평가하기 위하여 5°C와 55°C에서 계류시간 15초, 배수후 계류시간 15초의 조건으로 1000회의 thermocycling을 시행하면서 균열전파 양상을 관찰하였으며, 균열성장장이가 파절강도에 미치는 영향을 평가하기 위하여 thermocycling 전후의 파절강도를 비교하였다(Table 3.6, Fig. 3.7~Fig. 3.8).

thermocycling 회수의 증가에 따라 균열길이가 증가하였으며, 또한 라미네이트 도재에 레진 시멘트를 접착한 시편에서 균열이 더 빠르게 성장하는

Table 3.5 Three point flexure strength and maximum vertical displacement of G-Cera laminate porcelain.

Material	N	Fracture Strength ((MPa)	Vertical Displacement (μm)
Laminate Porcelain	7	52.56 ± 13.14	95.63 ± 2.86
L.P. Bonded Resin Cement	7	52.66 ± 15.30	85.63 ± 8.59

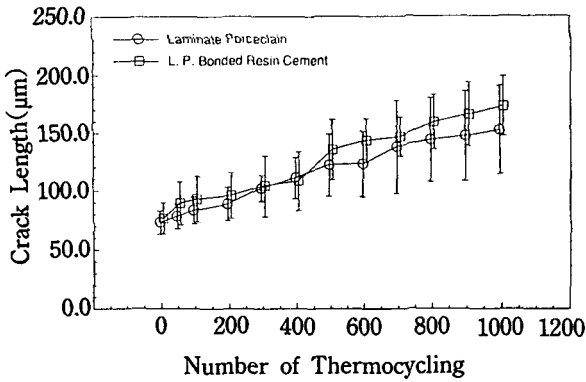


Fig. 3. 7 Crack propagation in thermocycling test of G-Cera laminate porcelain and laminate porcelain bonded resin cement.

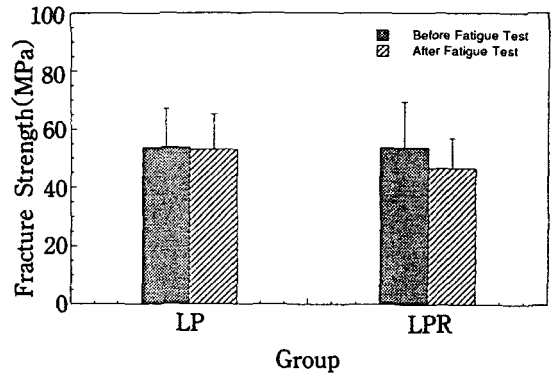


Fig. 3. 8 Three point flexure strength before and after thermocycling test.

Table 3.6 Three point flexure strength before and after thermocycling test.

Material	N	Before (MPa)	After (MPa)
Laminate Porcelain	7	52.56±13.14	51.78±11.87
L.P. Bonded Resin Cement	7	52.66±15.30	45.50±10.20

양상을 보였다(Fig. 3.7). 3점굽힘 파절강도는 라미네이트 도재 시편의 경우 $51.78 \pm 11.87 \text{MPa}$, 레진 시멘트를 접착한 시편의 경우 $45.50 \pm 10.20 \text{MPa}$ 로 레진 시멘트를 접착한 군에서 더 큰 강도의 감소를 보였으나, 통계학적으로 유의한 차이를 보이지는 않았다($P > 0.05$), Table(3.6).

6) 현미경 관찰

라미네이트 도재에 diamond pyramid를 압입시의 균열전파와 파괴양상을 평가하기 위하여 9.8N의 압흔하중 하에서 균열을 형성한 다음, 압흔부의 균열양상을 광학현미경으로 관찰하였고, 반복 굽힘응력을 가하였을 때의 파면을 주사전자현미경으로 관찰하였다(Fig. 3.9~Fig. 3.11).

Fig. 3.9는 9.8N의 압흔하중을 가하여 형성된 균열형상을 광학현미경을 이용하여 200배의 배율에서 사진촬영한 것으로, diamond pyramid의 압입에 의하여 형성된 소성변형 영역 및 균열양상이 관찰되며, 대각선 방향으로 성장한 균열길이가 유사한 점으로 미루어 radial/median(half-penny) crack 양상이 관

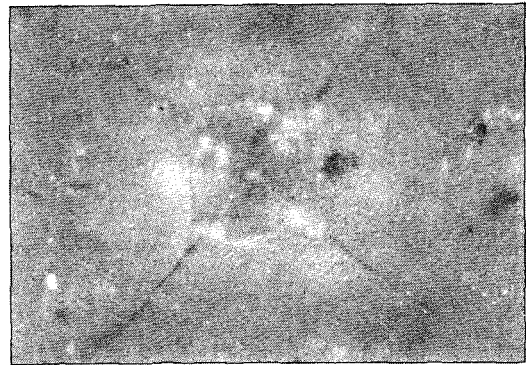
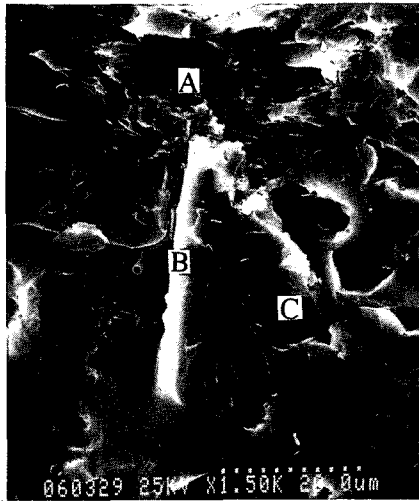


Fig. 3. 9 Vickers indentation pattern of G-Cera laminate porcelain ($P=1\text{kg}$, $\times 200$)

찰되었다.

Fig. 3.10은 두께 1mm의 도재면 중앙에 균열을 형성한 후의 균열부와 반복응력을 가하였을 때의 파절면을 주사전자현미경으로 관찰한 것이다. Fig. 3.10(a)는 압흔부를 1500배의 배율에서 관찰한 것으로, diamond pyramid의 형상과 표면을 따라서 형성된 균열, 압흔부 직하방의 소성변형 영역, 소성변형부하부에 반경방향으로 형성된 수직균열과 반원형의 영역에서 깃털영역(macroscopic crack branching region)이 관찰되며, 소성변형부 가장자리에서 시작된 표면과 평행하게 형성된 lateral crack이 관찰되고 있다. 또한, 반원형으로 형성된 깃털영역의 반경은 표면에 형성된 초기균열길이의 거의 일치를 보여 9.8N의 하중으로 diamond pyramid를 압흔시 라미네이트 도재표면에 half-penny형의 균열이 형성



(a) Fracture surface under Vickers indentation of 9.8 N ($\times 1500$).

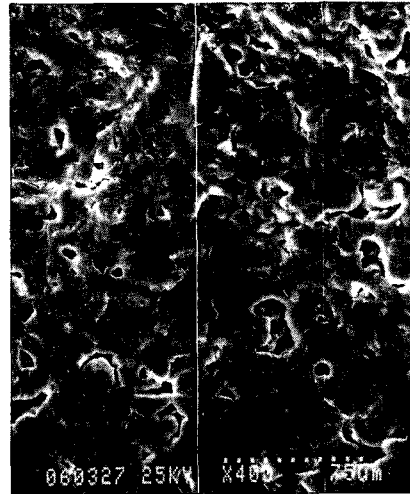
*A : Plastic deformation region

B : Radial crack

C : Macroscopic crack branching region



(b) Vickers indentation pattern of the fracture surface ($\times 2000$).



(c) Fracture surface under cyclic flexure load ($\times 400$).

Fig. 3. 10 Fracture surfaces of G-Cera lamiante porcelain when a cyclic flexure load was applied after indentation.

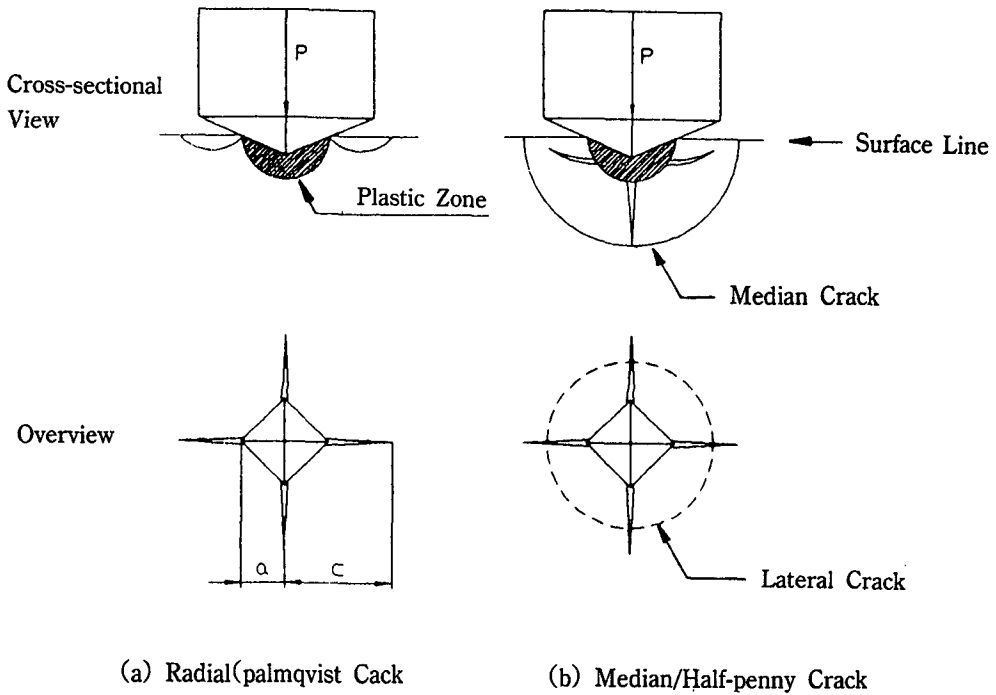


Fig. 3. 11 Schematic illustration of Vickers indentation cracks.

됨을 알 수 있다. Fig. 3.10(b)는 3점굽힘 피로시험 후의 파면에서 압흔부를 중심으로 2000배의 배율에서 관찰한 것으로, 반복굽힘응력이 도재표면에 인장응력을 가함에 따라 취성이 큰 도재의 압흔시에 형성된 균열부에서 응력집중에 의한 지속적인 균열성장을 일으켜 파절되는 양상을 나타냈다. Fig. 3.10(c)는 압흔부를 중심으로 한 파면을 400배의 배율에서 관찰한 것으로, 압흔시에 형성된 표면의 균열부에 굽힘으로 인한 인장응력이 집중되어 벽개면을 따라 균열이 전파되며, 기공 등의 결함과 결합되어 파절되는 양상을 보였다.

Fig. 3.11은 diamond pyramid 압흔시에 형성되는 균열형상을 도식적으로 표시한 것으로, 압흔하중이 작을 때는 radial(Palmqvist) crack이 형성되지만 ((Fig. 3.11 (a)), 압흔하중이 증가함에 따라 소성 변형 영역의 하부에 수직한 반경방향의 균열이 형성되며 median/half-penny형의 균열로 성장되며, 소성변형부 가장자리에서 시작된 lateral crack이 표면과 평행하게 형성되는 양상을 보였다((Fig. 3.11 (b)).

IV. 고찰

도재는 심미성과 내마모성 및 생체적합성이 우수하므로 다양한 적용기법이 응용되고 있으나, 소성과 준비과정에서 기공과 불완전 소성으로 인한 다양한 결함을 포함하므로 구강내 수복물의 파절은 주로 이같은 결함부의 균열성장으로 일어난다. 도재의 파절특성은 도재자체의 강도, 화학적 조성, 기공율, 젖음성, 도재의 소성온도와 소성시의 냉각속도 등에 의존하며, 구강내 온도변화에 의해 반복적으로 작용하는 열응력, 저작과정에서 발생하는 반복응력 및 레진시멘트의 접착과정에서 발생하는 레진의 수축에 의한 잔류응력 등이 복합적으로 작용하여 도재의 파절이 일어나므로, 반복응력하의 균열전파와 피로 파괴 특성을 이해하는 것이 요구된다³⁻⁹⁾.

라미네이트 도재와 레진 시멘트의 접착에 관한 연구를 살펴보면, Stangel 등¹¹⁾은 도재 라미네이트와 레진 시멘트의 접착강도에 영향을 미치는 여러 요인중 도재내면의 산부식 정도가 결합강도에 가장 큰 영향을 미친다고 하였고, Sheth 등⁹⁾과 Lacy 등¹⁰⁾은

도재의 내면처리가 접착용 레진과의 결합강도에 미치는 영향을 조사하였으며, Nicholls¹⁴⁾는 도재면의 실란처리가 도재와 레진간의 결합강도를 증진시킨다고 보고하였다. Strang 등¹⁷⁾은 조사된 광이 도재 라미네이트 층을 통과하는 과정에서 광원으로부터 생성된 광량의 40% 내지 50%가 흡수되어 레진의 중합을 저해할 수 있음을 지적하였고, Blackman 등¹⁸⁾은 도재 라미네이트의 두께에 따른 Vickers 경도를 측정하여 도재층을 통과하는 동안의 광량감소로 인해 중합이 억제됨을 보고하였으며, 김 등¹⁶⁾은 도재층의 두께, 도재의 종류, 부식액의 종류, 광조사 시간, 시간경과와 화학중합성분 등의 요인들이 도재와 광중합 레진 및 이중중합레진의 결합강도에 미치는 영향에 관하여 보고하였다. 또한, 平井 등⁶⁴⁾은 도재 라미네이트 시술 1년 내지 4년후 도재의 파절, 레진과의 분리 및 치수피사를 일으킬 수 있다고 보고하였다. 도재 라미네이트는 주로 교합력이 작용하지 않는 전치부에 이용되었으나 최근에는 많은 교합하중을 받는 견치설면이나 구치교합면의 수복에도 그 응용이 확장되고 있는데, Ibsen과 Yu⁶⁵⁾, Glaser와 Nagy⁶⁶⁾는 도재 라미네이트를 이용하여 견치유도를 형성하는 임상증례를 보고하였고, Rawlinson과 Winstanley⁶⁷⁾는 구치부 교합면 침식부를 도재 라미네이트로 수복하는 임상증례를 보고하였다. 본 연구에서는 도재 시편의 접착면을 50 μ m alumina로 blasting 후 불산으로 5분간 부식하였으며, 세정, 건조된 표면에 실란처리를 한 다음 광조사 시간 80초의 조건으로 레진 시멘트를 접착하였다.

파괴인성을 측정하는 방법으로, 응력확대계수(K)와 균열전파속도로부터 파괴인성을 측정하는 DT(Double Tortion)법, SENB(Single Edge Notched Beam)법, DCB(Double Cantilever Beam)법 등의 파괴역학적 시편을 이용한 측정법과 diamond pyramid의 압흔에 의한 측정법이 적용되고 있다. 파괴역학적 시험편을 이용하는 large crack model은 균열의 크기가 미세조직의 입자에 비하여 크기 때문에 균열의 크기 및 성장의 제어가 용이하지 않아서 파괴인성치의 오차의 범위가 커지며, 또한 도재는 투명한 재료와는 달리 균열관찰이 용이하지 않으므로 균열길이, 균열성장속도 등을 관찰하지 않고도 파괴인성을 결정하는 방법을 선택하여야 한다. 이같은 문제점으로 최근에는 diamond cone을 이용하여 파

괴인성치를 쉽게 구하는 indentation 방법이 많이 이용되고 있는데, 이 방법은 시편의 모양, 크기에 구애를 받지 않으며, 1개의 작은 시편에서도 여러번 측정이 가능한 효율적인 방법이다^{6, 68)}.

취성 재료의 표면에 Vickers pyramid 압흔시 압흔부 하방에는 비탄성적인 변형영역이 형성되고, 하중이 증가함에 따라 반경 방향의 원형 수직 균열이 돌연히 발생하여 소성변형 영역 하부에 radial/median(half-penny) crack이 형성된다.

Lawn 등¹⁹⁾은 Vickers pyramid 압흔시 충분히 발달된 median crack에서 압흔부의 대각선 방향으로 형성된 균열 길이를 측정하여 압흔하중과 균열길이의 크기가 파괴인성과 비례관계가 성립함을 보고하였고, Evans와 Charles³⁰⁾는 초기해석 결과를 수정하였으며, Anstis 등²⁸⁾은 파괴역학적 시편으로부터 얻은 결과와 비교할 수 있도록 상수를 수정하였다. 압흔법에 의한 파괴인성의 계산시 탄성계수, 경도, 압흔하중, 초기균열길이를 알고 있어야 하며, 또한 라미네이트 도재에 레진 시멘트를 접착한 시편의 굽힘응력 계산시 도재와 레진의 탄성계수가 필요하므로, 본 연구에서는 초음파 펄스법을 적용하여 탄성계수를 측정하였다.

탄성계수 측정법에는 정적 측정법과 측정법이 있다. 정적 측정법은 인장, 압축, 굽힘, 비틀림 시험에 의한 측정법이 적용되고 있는데, strain gauge를 응용한 도재의 탄성계수 측정시 4점굽힘시험이 널리 적용된다. 이는 굽힘시험시 하중점 사이에서 균일한 인장응력이 발생하기 때문이며^{63, 66)}, 측정의 정밀도를 높이기 위하여 시험편의 형상과 치수를 제한하고 있다. 동적 측정법은 resonance법과 초음파 펄스법이 응용되고 있는데, 초음파 펄스법은 시편을 통하여 종파와 횡파의 초음파 펄스가 통과하는 시간으로부터 탄성계수를 측정하는 방법으로, 시편의 크기가 작고 변형이 미소한 경우에 대해서도 비교적 높은 정밀도로 탄성계수를 측정하는 것이 가능하다⁸⁾. 본 연구에서는 라미네이트 도재와 레진 시멘트로 용이하게 시편을 제작하고 측정할 수 있는 초음파 펄스법을 적용하였다. 신호의 반사파형이 뚜렷한 도재 시편은 pulse-echo법을, 신호의 반사파형이 거의 나타나지 않는 레진 시편은 through-transmission법을 적용하여 신호의 통과속도를 측정하였다.

취성재료의 파괴특성을 파괴역학적인 방법으로

규명하기 위하여 파괴인성의 측정법이 응용되고 있다. 파괴인성은 재료의 파괴에 대한 저항성을 표시하는 수치로서, 균열이 빠른 성장을 시작하는 때의 응력확대계수(K_I)의 값을 의미하며, 도재와 같은 취성재료는 연성이 큰 재료보다 낮은 파괴인성치를 나타낸다. Irwin²⁶⁾은 인장균열 끝단의 취성파괴 조건(mode I)과 파괴에너지 흡수의 입장에서 기술한 Griffith⁷⁾의 이론을 동일시하여 응력확대계수 K_I 이 한계치 K_{Ic} 에 도달할 때 균열이 빠른 성장을 일으켜 불안정 파괴를 일으킨다고 하였다.

피로파괴란 정적인 인장응력하에서는 충분히 안전하여 파괴될 염려가 없는 낮은 응력수준에서도 반복적이거나 주기적인 응력을 받게 되면 재료의 물성이 저하되어 균열의 발생과 전파로 인해 파괴가 일어나는 경우를 일컫는다. 반복 응력하의 피로수명은 일반적으로 재료가 파절될 때까지의 응력의 반복회수로 표시하지만, glass나 세라믹 재료에서는 정피로시와 비교할 수 있도록 반복회수보다 응력의 작용시간으로 표시하기도 한다. 피로파괴 특성은 작용응력과 파괴될 때까지의 반복회수를 구하며, 필요에 따라서는 삼각파, 사각파, random파를 작용시키기도 한다. 또한, 응력진폭의 범위에 따라 양진응력과 편진응력으로 분류하며, 피로하중의 작용방식에 따라 인장압축, 평면굽힘, 회전굽힘 및 비틀림 피로시험 장치가 이용된다^{62, 63)}. 본 연구에서는 라미네이트 도재와 도재에 레진 시멘트를 접착한 시편의 도재면 중앙에 9.8N의 압흔하중을 가하여 초기균열을 형성한 다음 정현파형의 편진굽힘응력을 가하여 피로수명을 측정하였다.

피로하중의 작용방식에 따라 인장압축, 평면굽힘, 회전굽힘 및 비틀림 피로시험 장치가 이용된다^{62, 63)}. 본 연구에서는 라미네이트 도재와 도재에 레진 시멘트를 접착한 시편의 도재면 중앙에 9.8N의 압흔하중을 가하여 초기균열을 형성한 다음 정현파형의 편진굽힘응력을 가하여 피로수명을 측정하였다.

thermocycling이란 구강내 한계적 온냉의 상태를 모방한 온도에 사료를 위치시켜 온도변화에 따른 재료의 물성변화를 평가하는 방법이다. thermocycling시의 순환조건에 대하여, Ben-Amar 등⁶⁹⁾, Fayyad와 Shortall⁷⁰⁾, Fuks 등⁷¹⁾, Hembree와 Taylor⁷²⁾는 실험실적 thermocycling시 계류시간 1분의 조건이 적절하다고 하였고, Staninec 등⁷³⁾은 3분 정도, Dar-

byshire 등⁷⁴⁾, Gordon 등⁷⁵⁾, Retief 등⁷⁶⁾은 30초 정도, 그리고 Munksgaard 등⁵³⁾, Retief 등⁵⁴⁻⁵⁵⁾, Wendt⁵⁶⁾은 15초의 계류시간이 적절하다고 하였으며, 또한 Wendt 등⁵⁷⁾은 thermocycling시의 온도범위를 조사한 결과 최저 4~8°C, 최고 45~60°C의 온도범위에서 행하여졌던 것을 고려하여, 구치부 복합레진 수복시의 microlakage에 관한 실험에서 5°C와 50°C에서 계류시간 15초의 조건으로 250회의 thermocycling을 시행하였다. 본 연구에서는 반복되는 열응력하에서 균열전파 양상을 평가하기 위하여 두께 1mm의 라미네이트 도재 시편과 도재에 두께 0.2mm의 레진 시멘트를 접착한 시편에 9.8N의 압흔하중을 가하여 균열을 형성한 다음, 5°C와 55°C에서 계류시간 15초, 배수 후 계류시간 15초의 조건으로 1000회의 thermocycling을 시행하면서 매 100회시의 균열길이를 측정하였다.

도재의 밀도에 관하여, McLean⁶⁾과 Craig⁴⁾는 도재전장주조관용 도재의 경우 2.4g/cm³로 보고하였고, Leinfeld³⁾는 치과용 도재의 밀도가 2~5g/cm³로 보고하였으며, Brady 등⁷⁷⁾은 레진 시멘트의 밀도가 2.02g/cm³로 나타남을 보고하였다. 본 연구에서 라미네이트 도재와 레진 시멘트의 밀도를 측정된 결과, 라미네이트 도재는 2.477 ± 0.009g/cm³, 레진 시멘트는 1.707 ± 0.005g/cm³로 나타났다(Table 3.2).

도재와 레진의 Young's modulus(E)와 Poisson's ratio(ν)에 관하여 Kase 등⁷⁸⁾은 Ceramco사의 도재전장주조관용 도재의 경우 Young's modulus가 68.0~69.9 GPa, Poisson's ratio가 0.19, Vita사의 도재에서 Young's modulus가 68.0~69.4 GPa, Poisson's ratio가 0.19임을 보고하였고, Craig⁴⁾는 도재의 탄성계수가 69.0 GPa로 나타남을 보고하였다. Dennison과 Thompson⁷⁹⁾, Craig⁴⁾는 복합레진의 Young's modulus가 16.6 GPa, 아크릴릭 레진의 Young's modulus가 2.34 GPa임을 보고하였다. 본 연구의 결과, Young's modulus는 라미네이트 도재의 경우 62.56 ± 3.79 GPa, 레진시멘트의 경우 15.01 ± 0.12 GPa로 도재와 레진간의 큰 차이를 보였으며, Poisson's ratio는 라미네이트 도재의 경우 0.228 ± 0.028, 레진시멘트의 경우 0.283 ± 0.003을 보였다(Table 3.2).

Vickers pyramid 압흔시에 형성되는 영구변형의 크기와 균열길이에 관하여, Lawn과 Marshall²²⁾은 소다회유리의 표면에 Vickers pyramid를 압흔시 압

흔하중 (P)과 초기균열길이(c)의 2/3승 사이에는 비례관계가 성립함을 보고하였고, Marion²²⁾은 수종의 glass ceramic에서 이들의 상관관계를 조사하였으며, Dabbs 등²⁴⁾은 Vickers pyramid 압흔시 영구 변형의 크기를 표시하는 대각선의 반길이 (a)와 압흔하중 간에는 $a \propto (P/H)^{1/2}$ 의 관계가 성립하고, 초기균열길이(c)와 압흔하중간에는 $C \propto (P/K_{IC})^{2/3}$ 의 관계가 성립함을 보고하였다.

본 연구에서는 2.94N-49.03N의 압흔하중하에서 이들의 관계를 조사한 결과, 대각선의 반길이와 압흔하중 간에는 라미네이트 도재 시편의 경우 $\log a = 1.527 + 0.511 \log P$ ($r^2=0.99$), 레진 시멘트 시편의 경우 $\log a = 1.993 + 0.479 \log P$ ($r^2=0.99$)의 결과를 보였다. 라미네이트 도재 시편에서는 기울기가 0.511로서 거의 이론치 0.5와 일치를 보이지만 레진 시멘트 시편에서는 0.479로서 감소를 보였다. 그 이유는 레진 시편을 Vickers pyramid로 압흔시 탄소성 변형을 일으켜, 하중이 제거됨에 따라 변형의 일부가 회복되었기 때문으로 생각된다(Fig. 3.3).

도재와 도재에 레진 시멘트를 접착한 시편의 압흔하중에 따른 균열전파는 라미네이트 도재 시편의 경우 $\log c = 1.852 + 0.665 \log P$, 레진 시멘트를 접착한 시편의 경우 $\log c = 1.862 + 0.590 \log P$ 의 관계를 보였다. 도재 시편에서는 이론치의 2/3승과 유사하게 나타났으나 레진 시멘트를 접착한 시편에서는 감소를 보였는데, 그 이유는 19.61N이하의 작은 하중으로 압흔시, 레진의 접착과정에서 발생한 중합수축에 의한 잔류응력이 도재표면의 균열에 인장응력으로 작용하여 더 큰 균열이 형성되었으며, 19.61N이상의 큰 하중으로 압흔시는 연성이 큰 하부의 레진이 취성이 큰 도재의 균열성장을 억제하였기 때문에 이같은 감소를 나타내었다고 생각된다(Fig. 3.4).

Vickers pyramid 압흔시 나타나는 균열형상에 관하여, Lawn 등¹⁹⁾, Marshall과 Fuller²⁰⁾, Evans²⁷⁾는 압흔부의 소성변형 영역하부에 median/lateral crack이 형성됨을 보고하였고, Cook과 Pharr²⁵⁾는 4종의 glass와 7종의 ceramic에 대하여 indenter의 형태와 하중에 따른 균열형상과 균열발생 과정을 조사한 결과, plastic contact시 indenter의 날카로운 끝을 따라서 radial crack이 형성되고, elastic-plastic contact시 소성변형부 하부에 절단된 원형의 median

crack이 형성되며, 압흔부에 최종적으로 half-penny crack이 형성되지만, radial crack이 하방으로 성장하였는지, median crack이 상부로 성장하였는지는 불분명하다고 하였다. 본 연구에서는 두께 1mm, 폭 7mm의 도재면 중앙에 9.8N의 압흔하중을 가하여 형성된 균열을 관찰한 결과, 표면에서는 대각선 방향으로 형성된 균열의 길이가 유사한 양상으로 보아 radial/median(half-penny) crack 양상을 보였고, 파절면에서는 소성변형 영역의 하부에서 반경방향의 수직한 균열과 유리와 세라믹 재료의 압흔파면에서 관찰되는 깃털영역⁸⁰⁻⁸²⁾이 반원형의 영역에서 관찰되었으며, 이 영역의 반경이 압흔시 표면에 형성된 초기균열길이와 거의 유사하게 나타나는 점으로 미루어 9.8N의 압흔하중하에서 half-penny crack이 형성됨을 알 수 있었다(Fig. 3.9-Fig. 3.10(a)).

파괴인성의 계산시 diamond pyramid를 압입할 도재 표면에 잔류응력이 존재하게 되면 파괴인성을 계산하기 위한 식(2.3)의 변수 $P/c^{3/2}$ 의 값이 하중에 따라 변하게 된다⁵⁾. 본 연구의 결과, 라미네이트 도재 시편의 경우 $P/c^{3/2}$ 값은 4.90~19.61N의 범위에서 거의 일정한 수치를 나타내고 있으나, 레진 시멘트를 접착한 시편에서는 압흔하중에 따라 변화하는 양상을 보여 도재 표면에 레진의 접착에 따른 잔류응력의 영향이 나타남을 알 수 있다(Fig. 3.5).

도재의 파괴인성에 관하여, Morena 등³⁰⁾은 Ceramco사의 glass frit에서는 파괴인성이 0.80~0.85 MPa·m^{1/2}으로 나타났으나, lucite 결정을 다량 포함시킨 frit에서는 lucite 결정이 균열성장을 억제하여 파괴인성이 1.3MPa·m^{1/2}으로 증가된다고 하였고, Anusavice와 Lee⁵⁾는 압흔하중 3.9~19.6N으로 압입시 파괴인성치는 유의한 차이를 보이지 않는다고 하였으며, 19.6N의 압흔하중 조건에서 측정된 파괴인성은 Ceramco 도재를 온도범위 887~985°C으로 소성할 경우 1.14~1.43MPa·m^{1/2}, Vita 도재를 온도범위 836~934°C으로 소성할 경우 1.02~1.45 MPa·m^{1/2}로 나타남을 보고하였다.

Taira 등³¹⁾은 파괴인성이 1.5~2.1MPa·m^{1/2}로 범위를 갖는 치과용 장식 도재의 경우 98.1N 이상의 압흔하중이 필요하고, 파괴인성이 0.9~1.8MPa·m^{1/2} 범위인 자연치 법랑질과 apatite-based castable glass-ceramic에서는 9.8N이하의 압흔하중하에서도 파괴인성의 측정이 가능함을 보고하였다. Rosens-

tiel과 Porter³²⁾는 금속과 도재가 융합된 시편에서 도재의 결보기 파괴인성이 증가함을 보고하였으며, 또한 도재전장판에 이용되는 도재의 결보기 파괴인성은 Cerestore가 $1.79\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 으로 가장 낮고, Dicor의 경우 $2.10\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 로 가장 높게 나타난다고 보고하였다. 본 연구에서 9.8N 의 압흔하중을 가하여 라미네이트 도재의 파괴인성을 측정된 결과, $1.065 \pm 0.156\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 으로 나타났다(Table 3.4).

도재의 굽힘강도에 관하여, Craig⁴⁾는 장식도재의 경우 $62 \sim 90\text{MPa}$, aluminous core porcelain의 경우 138MPa 로 나타남을 보고하였으며, Leinfelder³⁾는 대부분의 치과용 도재에서 $30 \sim 70\text{MPa}$ 로 나타남을 보고하였다. 또한 Quinn³⁵⁾은 세라믹 재료의 3점 굽힘강도가 4점 굽힘강도보다 15% 정도 크고, 인장강도보다 4점 굽힘강도는 15%, 3점 굽힘강도는 30% 정도 더 크게 나타남을 보고하였다. 본 연구에서 도재면 중앙에 9.8N 의 압흔하중을 가하여 균열을 형성한 다음 3점 굽힘시험을 한 결과, 라미네이트 도재 시편의 3점굽힘 파절강도는 $52.56 \pm 13.14\text{MPa}$, 최대수직변위는 $95.63 \pm 2.71\mu\text{m}$, 레진 시멘트를 접착한 시편의 3점 굽힘 파절강도는 $52.66 \pm 15.30\text{MPa}$, 최대수직변위는 $85.63 \pm 6.59\mu\text{m}$ 를 보였다. 통계적 유의성을 검증한 결과, 3점 굽힘 파절강도는 유의한 차이를 보이지 않았으나($P < 0.05$), 최대수직변위는 통계학적으로 유의한 차이를 보였다($P < 0.05$)(Table 3.5).

도재와 같이 취성이 큰 재료의 피로파괴는 응력파습기의 작용으로 미세 균열부 끝단에서 저속균열성장을 일으켜 일어나며, 일정하중하에서는 정적피로를, 시간에 따라 하중이 변화할 때는 동적피로를 일으킨다. 도재수복물은 구강내에서 습기에 노출되어 있고, 불균일한 소성과 접착과정에서 발생하는 잔류응력, 구강내 온도변화에 의한 열응력 및 저작에 의한 인장응력 등이 복합적으로 작용하여 표면에 존재하는 미세 결함부의 균열끝단에 인장응력이 집중됨에 따라 균열끝단의 화학적 반응성 증가로 저속균열성장에 의한 피로파괴를 일으킨다. glass와 도재의 정적 피로 과정은 응력부식(stress corrosion) 과정과 활성입자(active species)의 흡착이 관계가 된다. 응력부식 과정은 금속의 응력부식에 의한 균열전파와 유사한 현상으로, 환경중에 부식매체가 존재할 때 인장응력을 받게 되면 균열끝단의 화학적

반응성의 증가로 부식속도가 상대적으로 빠르게 되어 날카롭고 깊은 균열형성에 의하여 파괴를 일으킨다. 활성입자의 흡착에 의한 표면에너지 감소로 파괴표면적을 감소시켜 강도의 감소를 야기시키는데, 이것은 흡착된 입자와 도재간의 탄성율, 열팽창계수의 차이 및 흡착된 입자 주위의 국소적 부식 등이 관계된다고 하였다⁴⁶⁾. Camerant⁴⁷⁾는 입자의 흡착에 의한 유리의 강도 감소의 원인은 흡착된 입자와 유리간의 탄성율과 열팽창계수의 차이 및 입자주위의 국소적 부식 등이 관계된다고 하였다. Southan과 Jørgensen⁴⁸⁾은 도재에 정적 및 동적하중이 작용할 때 균열진전을 일으키지 않는 낮은 응력하에서 습기와 화학적 반응으로 균열저부가 둥글게 되어 파괴가 일어나지 않는 영역이 존재함을 보고하였으며, Kingery 등⁴⁹⁾은 유리표면을 부식시키면 표면의 균열이 제거되고 균열 기저부가 둥글게 되어 응력집중이 감소되므로 시편의 강도가 증가한다고 보고하였다.

세라믹 재료의 피로파괴에서 반복응력의 최대값(σ_{\max})과 파괴까지의 시간(t) 사이에는 $\sigma_{\max} \cdot t = \text{const}$ 의 관계가 성립한다. 최대응력의 크기가 동일할 경우 정피로하중하의 피로수명이 정현파형의 편진하중이나 양진하중하의 피로수명보다 더 짧게 되어 S-N 곡선이 응력 주파수에 거의 영향을 받지 않는다는 이론적 근거로부터, 피로특성을 평가하기 위해 정피로시험에 의한 많은 연구가 이루어져 왔다⁸⁴⁾.

Evans와 Charles³³⁾는 glass의 정하중과 반복 하중하의 균열진전 특성을 조사하여 반복하중의 효과가 나타나지 않음을 보고하였으나, Krohn과 Hasselman³⁴⁾은 알루미늄 소결체가 $0.1 \sim 40\text{Hz}$ 에서 피로수명이 저하함을 보고하였고, 星出 등³⁵⁾은 질화규소(NS-Si₃N₄)에서 반복하중의 효과가 존재함을 보고하였으며, 川久³⁶⁾는 소결 질화규소에 편진하중을 가하여 4점굽힘 피로시험을 한 결과, 높은 응력수준에서는 정피로 시험으로 부터 추정된 결과와 거의 일치하지만 낮은 응력수준에서는 그보다 피로수명이 저하됨을 보고하였다. 본 연구에서 라미네이트 도재 시편의 중앙에 9.8N 의 압흔하중을 가하여 초기균열을 형성한 다음 주파수 18Hz 의 편진응력을 가하여 피로수명을 측정된 결과, 35.30MPa 이상의 굽힘응력하에서는 반복응력의 감소에 따라 피로수명이 증가하는

반비례의 관계를 보였으나, 27.46~35.30MPa의 응력 범위에서는 거의 일정한 시간한도내에서 피로 파괴가 일어났다. 라미네이트 도재시편과 레진 시멘트를 접착한 시편에 34.32MPa의 일정한 굽힘응력을 가하여 피로수명을 비교한 결과, 레진 시멘트를 접착한 시편의 피로수명이 감소하는 양상을 보였다 (Fig. 3.6). 또한, 피로파면의 관찰 결과, diamond pyramid의 압흔시 형성된 half-penny crack에 굽힘으로 인한 인장응력이 집중됨에 따라 벽개면을 따라 저속균열성장을 일으키고, 내부에 포함된 기공 등의 결함 등과 결합하여 균열이 성장하며, 균열의 크기가 임계치에 도달할 때 빠르게 전파되어 파절되었다고 생각된다(Fig. 3.9(b), (c)).

라미네이트 도재와 레진 시멘트를 접착한 시편의 반복 열응력 작용시의 균열전파 양상을 평가하기 위하여 5°C와 55°C에서 계류시간 15초, 배수후 계류시간 15초의 조건으로 1000회의 thermocycling을 시행한 결과, thermocycling회수의 증가에 따라 균열의 길이가 증가하였으며, 라미네이트 도재 시편보다 레진 시멘트를 접착한 시편에서 균열이 더 빠르게 성장하는 양상을 보였다. 이는 thermocycling시 레진 시멘트의 열팽창계수가 라미네이트 도재보다 크므로 도재면에 인장응력이 발생하여 균열이 더 빠르게 성장하였다고 생각되며, 피로시험 후 레진 시멘트를 접착하지 않은 시편보다 접착한 시편의 굽힘 강도가 더 크게 감소한 것파도 일치되고 있다 (Fig. 3.7~Fig. 3.8, Table 3.6).

이상의 결과를 미루어 볼때, 도재 라미네이트 표면과 내부에 존재하는 미세 결합부에서 저속균열성장을 일으켜 구강내 도재파절이 일어날 수 있으며, 라미네이트 도재의 파괴특성을 보다 명확히 규명하기 위해서는 소성과 접착과정에서 발생하는 잔류응력 및 충격하중하의 균열전파를 포함한 보다 많은 연구가 필요하리라고 생각된다.

V. 결 론

본 연구에서는 라미네이트 도재의 피로파괴와 레진 시멘트의 접착효과를 평가하기 위하여, 도재와 레진 시멘트의 탄성계수 및 diamond pyramid 압흔시의 균열길이를 측정하였고, 도재면 중앙에 9.8N의 압흔하중을 가하여 균열을 형성한 다음 파괴인성파

반복 굽힘응력하의 피로수명을 측정하였으며, 5°C와 55°C에서 계류시간 15초의 조건으로 thermocycling 시의 균열전파 양상을 측정하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. Young's modulus는 라미네이트 도재에서 62.56 ± 3.79 GPa, 레진시멘트에서 15.01 ± 0.12 GPa로 나타났다.
2. 라미네이트 도재에 9.8N의 하중으로 diamond pyramid 압흔시 초기균열 길이는 69.19 ± 5.94 μ m, 파괴인성은 1.065 ± 0.156 MPa \cdot m^{1/2}으로 나타났다.
3. 라미네이트 도재의 피로수명은 응력수준 27.46~35.30MPa에서 거의 일정한 파괴범위를 나타냈다.
4. 라미네이트 도재의 피로수명은 레진 시멘트 접착시 감소되는 양상을 보였다.
5. thermocycling시 레진 시멘트를 접착한 시편에서 균열이 더 빠르게 성장하는 양상을 보였다.
6. 라미네이트 도재에 9.8N의 하중으로 diamond pyramid 압흔시 파면에서는 소성변형 영역의 하부에 반경방향의 수직 균열과 횡방향 균열 및 반원형의 깃털영역이 관찰되었다.

참 고 문 헌

1. Calamia, J.R. : Etched porcelain facial veneers : A new treatment modality on scientific and clinical evidence. N.Y.J. Dent., 53 : 255, 1983.
2. Horn, H.R. : Porcelain Laminate veneers bonded to Etched Enamel. Dent. Clin. North Am., 27 : 657, 1983.
3. Leinfelder, K.F. and Lemons, J.E. : Clinical restorative materials and techniques. LEA & FEBIGER, p297, 1988.
4. Craig, R.G. : Restorative dental materials. Mosby Co., 6th ed., 1989.
5. McLean, J.W. : Dental Ceramics : Proceeding of the first international symposium on ceramics. Quint. Pub. Co., Inc., 1983.
6. Anusavics, K.J. and Lee, R.B. : Effect of firing temperature and water exposure on crack pro-

- pagation in unglazed porcelain, *I. Dent. Res.*, 68 : 1075, 1989.
7. Griffith, A. A. : The phenomenon of rupture and flow in solids. *Phil. Trans. Roy. Soc. London*, 221 : 163, 1920.
 8. 西田俊彦, 安田榮一 編著 : 세라믹스의力學的特性評價. 日刊工業新聞社, 1985.
 9. Sheth, J., Jensen, M., and Tolliver, D. : Effect of surface treatment on etched porcelain bond strength to enamel. *Dent. Mater.*, 4 : 328, 1988.
 10. Lacy, A. M., Laluz, J., Watanabek, L. G., and Dellinges, M. : Effect of porcelain surface treatment on the bond to composite. *J. Prosthet. Dent.*, 60 : 288, 1988.
 11. Stangel, I., Nathanson, D., and Hsu, C. S. : Shear strength of the composite bond to etched porcelain. *J. Dent. Res.*, 66 : 1460, 1987.
 12. 조경, 이호용 : 도재의 부식 정도에 따른 접합 강도에 관한 실험적 연구. *대치보철.*, 24 : 177, 1986.
 13. Calamia, J. R. and Simonsen, R. J. : Effect of coupling agents on bone strength. *J. Dent. Res. Abst No.* 79, 1984.
 14. Nicholls, J. I. : Tensile bond of resin cements to porcelain veneers. *J. Prosthet. Dent.*, 60 : 443, 1988.
 15. 이종갑 : Etched porcelain laminate의 접합 강도에 관한 연구. *대치협지.*, 24 : 243, 1986.
 16. 김성일, 임호남, 박남수 : 라미네이트 도재와 복합레진 시멘트의 결합 강도에 관한 연구. *대치보철.*, 29 : 91, 1991.
 17. Strang, R., McCrosson, J., Muirgead, G. M., and Richardson, S. A. : The set of visible light cured resins beneath etched porcelain veneers. *Br. Dent. J.*, 63 : 149, 1987.
 18. Blackman, R., Barghi, N., and Duke, E. : Influence of ceramic thickness on polymerization of light cured resin cement. *J. Prosthet. Dent.*, 63 : 295, 1990.
 19. Lawn, B. R., Evans, A. G., and Marshall, D. B. : Elastic/plastic indentation damage in ceramics. *Teh Mddian/Radial Crack System*, *J. Am. Ceram. Soc.*, 63 : 574, 1980.
 20. Marshall, D. C. and Fuller, E. R. : Controlled flawa in ceramics : A comparison of knoop and vickers indentation. *J. Am. Ceram. Soc.* 66 : 127, 1983.
 21. Sperisen, T., Carry, C., and Mocellin, A. : Microfracture behavior of time grained alumina studied by indentation and acoustic emission in various environments. in "Fracture Mechanics of Ceramics 12", Plenum Press · New York-London, p69, 1986.
 22. Marion, R. H. : Use of Indentation Fracture to Determine Fracture Toughness. in "Fracture Mechanics Applied to Brittle materials", ASTM STP 678, ed. Freiman, S. W., American Society for testing and Materials, p103, 1979.
 23. Lawn, B. R. and Marshall, D. B. : Indentation fracture and strength degradation in ceramics. in "Fracture Mechanism of Ceramic 3", Plenum Press. New York-London, p205, 1978.
 24. Dabbs, T. P., Marshall, D. B., and Lawn, B. R. : Flaw generation by indentation in glass fibers. *J. Am. Cram Soc.*, 63(304) : 224, 1980.
 25. Cook, R. F. and Pharr, G. M. : Direct observation and analysis of indentation cracking in glasses and ceramics., *J. Am. Ceram. Soc.*, 73 : 787, 1990.
 26. Irwin, G. R. : *Handbuch der physik*, Vol. 6, Springer Verlag, Berlin, 1958.
 27. Evans, A. G. : Fracture toughness : The role of indentation techniques. in "Fracture Mechanics Applied to Brittle Materials", Freiman, S. W., ed., ASTM STP 678, p112, 1979.
 28. Anstis, G. R., Chantikul, P., Lawn, R. R., and Marshall, D. B. : A critical evaluation of indentatior techniques for measuring fracture toughness : I. Crack Measurements. *J. Am. Ceram. Soc.*, 64 : 533, 1981.
 29. Petrovic, J. J. and Mendiratta, M. G. : Fracture from controlled surface flaws. in "Fracture Mechanics Applied to Brittle Materials", ed. Freiman, S. W., ASTM STP 678, p83, 1979.

30. Morena, R., Lockwood, P. E., Mackert, J. R., and Fairhurst, C. W. : Fracture toughness and crack-microstructure interaction of a dental porcelain. *J. Dent. Res.*, 63 : 234, Abst. No. 573, 1984.
31. Taira, M., Nomura, Y., Wakasa, K., Yamaki, M., and Matrui, A. : Studies on fracture toughness of dental ceramics. *J. Oral. Rehabil.*, 17 : 551, 1990.
32. Rosenstiel, S. F and Poter, S. S. : Apparent fracture toughness of dental porcelain with a metal substructure. *Dent. Mater.*, 4 : 187, 1988.
33. Evans, A. G. and Charles, E. A., *J. Am. Ceram. Soc.*, 59 : 371, 1976.
34. Krohn, D. A. and Hasselman, D. H., *J. Am. Ceram. Soc.*, 55 : 208, 1972.
35. 星出敏彦, 永瀬農, 山田敏郎, 疲労シンポジウム前別集, 17 : 72, 1985.
36. 川久保隆, 材料學會 第178回 疲労部門委員會研究討論會資料, p7, 1985.
37. Hasselman, D. P. : Proposed theory for the static fatigue behaviour of brittle ceramics. *Ultra fine grine ceramics*, New York Syracuse Univ. Press., p297, 1968.
38. Ritter, J. E. : Deep submersibel vehicles. *Glass indust.*, Official publication, Soc. Glass, p603, 1977.
39. Ritter, J. E. : Static fatigue acid-etched, soda-lime-silica glass rods. *Physics and Chem. of glasses*, 11 : 16, 1970.
40. Ritter, J. E., Vigedomine, M., Breder, K., and Jakus, K. : Dynamic fatigue of indented soda-lime glass as a Function of temperature. *J. Mater. Sci.*, 28 : 2868, 1985.
41. Ritter, J. E. : Engineering design and fatigue failure of ceramics. in "Fracture Machanics of Ceramics", Vol. 4 : 667, 1985.
42. Southan, D. E. : Dental porcelain, scientific aspects of dental materials. ed. Von Fraunhofer. Butterworth, p277, 1975.
43. Southan, D. E. and Jörgensen, K. D. : The endurance limit of dental porcelain. *Aust. Dent. J.*, 19 : 7, 1974.
44. Evans, A. G. : Structural reliability, A processing-dependent pheno-menon. *J. Am. Ceram. Soc.*, 65 : 127, 1982.
45. Rice, A. G. : Processing induced sources of mechanical failure in ceramics. *Processing of Crystalline Ceramics*, p303, 1978.
46. Rice, A. G. : Failure initiation in ceramics : Challenges to NDE and processing, *Mater. Sci. Forum.*, 34 : 1057, 1978.
47. Carmerant, N. M., *Glass Technol.*, 9, 14 and 121, 1968.(cited by, 金炳勳 外 : 세라믹스 총론, 하권, 半島出版社), 235, 1987.
48. Kingery, W. D., H. K., and Uhlmann, D. R. : *Introduction to Ceramics*, Cambridge, 1975.
49. Rockar, E. M. and Pletka, B. J. : Fracture mechanics of alumina in a simulated biological environment. in "Fracture Mechanics of Ceramics 4", Plenum Press · New York-London, p 725, 1980."
50. Pletka, B. J. and Wiederhorn, S. M. : Subcritical crack growth in glass-ceramics. in "Fracture Mechanics of Ceramics 2", Plenum Press · New York-London, p745, 1977.
51. Conley, P. H., Chandan, H. C., and Bradt, R. C. : Dynamic fatigue of foamed glass. in "Fracture Mechanics Ceramics 8", Plenum Press New York-London, p761, 1983.
52. Morena, R., Beaudreau, G. M., Lockwood, P. E., and Fairhurst, C. W. : Fatigue of dental ceramics in a simulated oral environment. *J. Dent. Res.*, 65 : 993, 1986.
53. Munksaard, E. C., Itoh, K., and Jörgensen, K. D. : Dentin-polymer bond in resin fillings tested in vitro by thermo-and load-cycling. *J. Dent. Res.*, 64 : 144, 1985.
54. Retief, D. H., O'Brien, J. A., Smith, L. A., and Marchman, J. L. : In vitro investigation and evaluation of dentin bonding agents. *Am. J. Dnet (Spec. Iss.)*, 1 : 176, 1988.
55. Retief, D. H. : Dentin bonding agents : A deterrent to micro-leakage. in "Quality evluation

- of dental restorations-criteria for placement and replacement”, ed. Anusavice, K., Quing. Pub. Co., Inc., 1989.
56. Wendt, S. L. : A laboratory and clinical evaluation of a heat-cured composite resin inaly. A Thesis, University of Alabama School of Dentistry, Birmingham, AL., 1988.
 57. Wendt, S. L., McInnes, P. A., and Dickinson, G. L. : The effect of thermocycling in microleakate analysis. *Dent. Mater.*, 8 : 181, 1992.
 58. Davidson, C. L. and Feilzer, A. : The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J. Dent. Res.*, 63 : 1396, 1984.
 59. Jensen, M. E. and Chan, D. C. N. : Polymerization shrinkage and microleakage. in “International symposium on posterior composite resin dental restorative materials”, ed. Vanherle, G., Smith, D. C., Peter Szulc Pub. Co., Netherlands., p243, 1985.
 60. Bhardwaj, M. C. : Principles and methods of ultrasonic characterization of materials. *Advanced Ceramic Materials*, 1 : 4, 1986.
 61. Cracknell, A. P. : Ultrasonics. The Wykeham Science Series, p11, 1980.
 62. 廉永夏 : “材料試驗法”, 東明社, 1978.
 63. 吳世旭 : 材料力學., 東明社, 1985.
 64. 平井義人, 池田喜徳, 小島武彦, 石川達也. : ポーセレンラミネートベニア修復の臨床觀察, 日齒保誌, 32 : 393-397, 1989.
 65. Ibsen, R. L. and Yu, X. Y. : Establishing cuspid-guided occlusion with bonded porcelain. *J. Esthet. Dent.*, 1 : 80, 1989.
 66. Gluser, C. G. and Nagy, W. W. : Restoration of canine disocclusion by using etched porcelain onlays. *J. Prosthet. Dent.*, 65 : 338, 1991.
 67. Rawlinson, A. and Winstanley, R. B. : The management of severe dental eroison uisng posterior occlusal porcelain veneers and an anterior overdenture. *Restor. Dent.*, 4 : 10m 1989.
 68. 조경목, 박병학, 백성기 : 세라믹-파괴특성의 측정. *요업재료의 과학과기술*. 4 : 49, 1989.
 69. Ben-Amar, A., Liberman, R., Nordenberg, D., Renert H., and Gordon M. : The effect on marginal microleakage of using a combination of cavity varnishes and calcium hydroxide intermediary bases-an in vitro study. *Quint. Int.*, 12 : 821, 1985.
 70. Fayyad, M. A. and Shortall ACC. : Microleakage of dentin-bonded posterior composite restorations. *J. Dent.*, 15 : 67, 1987.
 71. Fuks, A. B., Herschfield, Z., and Grajower, R. : Marginal leakage of cervical resin restorations with a bonding agent. *J. Prosthet. Dent.*, 54 : 654, 1985.
 72. Hembree, J. H. and Taylor, T. : In vitro marginal leakage of composite resin restrorations using a combination of conventional and microfilled resins. *Quint. Int.*, 12 : 813, 1985.
 73. Staninec, M., Mochizuki, A., Tanizaki, K., Fukuda, K., and Tsuchitani, Y. : Interfacial space, marginal leakage and enamel cracks around composite resins. *Oper. Dent.*, 11 : 14, 1986.
 74. Darbyshire, P. A., Messer LB., and Douglas WH. : Microleakage in class II composite restorations bonded to dentin using thermal and load cycling. *J. Dnet. Res.*, 67 : 583, 1988.
 75. Gordon, M., Plasschaert, A. J. M., Soelberg, K. B., and Bogdan, M. S. : Microleakage of four composite resins over a glass ionomer cement base in class V restorations. *Quint. Int.*, 12 : 817, 1985.
 76. Retief, D. H., Rutland, J. R., and Jamison, H. C. : Microleakage of conventional and microfilled composite restorative resins. *J. Biomed. Mater. Res.*, 16 : 901, 1982.
 77. Brady, A. P., Lee, H., and Orlowski, J. A. : Thermal conductivity studies of composite dental restroative materials., *J. Biomed. Mater. Res.* 8 : 471, 1974.
 78. Kase, H. R., Tesk, J. A., and Case, E. D. : Elastic constraints of two dental porcelains. *J. Mater. Sci.*, 20 : 534, 1985.
 79. Dennison, J. B. and Thompson, W. H. : Unpub-

lished data., University of Michigan School of Dentistry, Ann Arbor.

80. Lawn, B. R. : The indentation crack as a model surface flaw. in "Fracture Mechanics of Ceramics 5", Plenum Press · New York London, p1, 1983.
81. Mecholsky, J. J. and Freiman, S. W. : Determination of fracture mechanics parameters through fractographic analysis of ceramics. in "Fracture mechanics applied to brittle mate-

rials", ASTM STP 678, ed. Freiman, S. W., American Society for Testing and Materials, p136, 1979.

82. 이동녕, 김정수, 이성근 : 변형 및 파괴역학. 제 3판, 喜重堂, 1992.
83. Quinn, G. D. : Design data for Engineering Ceramics A review of the flexure test. J. Am. Ceram. Soc., 74 : 2037, 1991.
84. セラミックスの機械的性質., 社団法人, 窯業協會, 1980.

Abstract

AN EXPERIMENTAL STUDY ON THE FATIGUE FRACTURE
OF LAMINATE PORCELAIN

Charn-Woon Park, D. D. S., Ph. D*., Tae-Sung Bae, Ph. D.**
Sang-Don Lee, D. D. S., M. S. D.*

**Dept. of Prosthodontics, College of Dentistry, Chonbuk National University*

**Dept. of Dental Material, College of Dentistry, Chonbuk National University*

The purpose of this study was to evaluate the fracture characteristics and the effect of resin bonding of laminate porcelain.

In order to characterize the indentation-induced crack, Young's moduli and characteristic indentation dimensions were measured. The fatigue life under three point flexure test was measured using the electro-dynamic type fatigue machine, and the crack propagation with thermocycling was investigated on the condition of 15 second dwell time each in 5°C and 55°C bath. The Vickers indentation pattern and the fracture surface were examined by an optical microscope and a scanning electron microscope (SEM).

The results obtained were summarized as follows ;

1. Young's moduli(E) of the laminate porcelain and the resin cement used in this experiment were 62.56 ± 3.79 GPa and 15.01 ± 0.12 GPa, respectively.
2. The initial crack size of the laminate porcelain was 69.19 ± 5.94 μ m when an indentation load of 9.8N was applied, and the fracture toughness was 1.065 ± 0.156 MPa \cdot m^{1/2}.
3. The fatigue life of laminate porcelain showed the constant fracture range at the stress level 27.46–35.30 MPa.
4. When a cyclic flexure load was applied, the fatigue life of resin-bonded laminate porcelain was more decreased than that of laminate porcelain.
5. When a thermocycling was conducted, the crack growth rate of resin-bonded laminate porcelain was more increased than that of laminate porcelain.
6. Fracture surface showed the radial crack, the lateral crack, and the macroscopic crack branching region beneath the plastic deformation region when an indentation load of 9.8N was applied.