

치과용 도재의 재소성 과정중 수분 함량이 강도에 미치는 영향

연세대학교 치과대학 보철학교실

박혜양 · 심준성 · 이근우

I. 서 론

장석형 치과 도재는 장석(potash feldspar: $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$)을 주성분으로 하며, 지난 수십 년간 도재용착 구조관의 금속 coping과의 기계적 결합 및 금속과의 열팽창 계수의 조화, 심미성, 강도의 향상을 목표로 개발 향상 되어 왔다.^{1,2)} 그 결과 자연치에 가까운 심미성을 요구 하는 전치부에서 전부 도재관 수복이 활성화되고 있는 최근의 추세에도 불구하고 파절 등의 수복물의 기계적 실패 및 수명과 연관시켜 구치부를 포함한 광범위한 심미적 수복 및 임플란트 수복 치료에서는 도재 용착 구조관의 적용이 당연시 되고 있다.³⁾

그러나 임상적인 측면에서 평가하자면 도재는 그 특성인 brittle한 성질 때문에 인장응력에 대해 파절이 발생하기 쉽다는 점은 이미 많은 문헌들에서 다루어져 왔다.⁴⁻¹⁰⁾

응축과 소성을 마친 완성된 도재 수복물은 임시 합착 기간동안이나 임플란트 도재 수복물의 정기 검사 시 균열, 파절이 발견되는 경우는 다시 소성(correction firing)을 요하는 경우가 있는데 수정을 위한 소성 중에도 종종 도재층 내에서 폭발이 일어나는 듯한 파괴가 일어나는 것을 볼 수 있다. 이러한 실패의 원인에 대해 지금까지 문헌에서 직접 언급되지는 않았으나 임시합착 기간에 비례하여 실패의 확률이 높아지는 것을 발견할 수 있다.^{11,12)}

구강 내에 장기간 사용되던 도재 수복물을 재소성을 통해 수리해야 하는 경우, 소성시 도재층 내에서

균열이나 폭발이 일어나지 않도록 극도의 주의가 필요하다. 현재는 소성전 도재관 표면의 오염물질을 강산을 이용해 제거하고 소성전 건조를 통해서 실패를 방지하기 위한 노력을 하고 있다. 그러나 이러한 실패의 원인에 대해 구체적으로 밝혀지지 않은 이상 도재층내에서 일어나는 균열이나 폭발을 완전히 방지하기는 어렵다고 할 수 있다. 현재까지 치과 재료학이나 도재수복물의 축성을 다룬 문헌을 살펴보면 도재관 축성 단계에서 응축(condensatioin)방법이 소성수축과 결과적인 도재수복물의 강도에 중요한 영향을 미친다고 언급하고 있다.^{3,13)} 하지만 이러한 응축의 중요성에 대한 설명만으로는 도재축성 전 분말을 혼합하는 과정에서 도재분말의 frit을 결합시키기 위해 촉매 역할을 하는 수분의 영향과 그 역할에 대해서는 충분한 이해가 불가능하다. 응축은 도재와 혼합액의 혼합물에서 과도한 수분을 제거하는 과정이고 이 때의 수분은 도재의 분말의 도재화 과정에 없어서는 안 되는 필수불가결한 요소이다. 수분을 반응에 적절한 수준으로 조절하는 과정이 매우 중요하지만 이는 현재까지 달성하기 어려운 목표일 뿐이다.

본 연구에서는 도재 용착 구조관 내부의 수분이 재소성시의 소성 실패를 유발한다는 가설을 토대로 도재용착 구조관용 장석형 도재를 1차 소성 후 포수시켜서 2차 소성 후, 포수시키지 않은 군과 강도를 비교하였고 적외선 분광법(Fourier Transform Infrared Spectroscopy: FT-IR)과 주사전자 현미경 분석을 통해 재소성 후 도재시편에서 수분과 관련된 성분들의 변화를 추적하여 이에 보고하고자 한다.

II. 연구재료 및 방법

가. 연구재료

도재용착 주조관용 장식형 도재로 불투명 도재 (Vintage Metalbond porcelain, PA2O, Shofu Inc., Kyoto, Japan)와 투명 도재(Vintage Metal bond porcelain, No.58, Shofu Inc., Kyoto, Japan)를 사용하였다.

나. 시편 제작 및 연마

치과용 도재의 굽힘강도 측정용 시편 제작을 위해 스테인레스 스틸 주형을 제작하였다.

도재 분말을 혼수비 0.335(0.67ml/ 2.0gm)로 증류수와 혼합하여 주형 내에 주입하고 초음파 진동 응축기(Ceramo Sonic Condenser, Shofu, Japan)상에 주형과 같이 올려 10분간 응축을 시행하였다. 응축 후 시편 표면으로 올라온 물을 티슈와 붓으로 닦아내고 날카로운 기공용 나이프를 이용하여 주형으로부터 분리하였다.

주형으로부터 분리해 낸 도재 축성을 벌집형 소성 트레이 상에 놓고 530℃에서 12분간 소성전 건조를 거쳐 제조자가 지시한 소성 주기(Table I)에 따라 1차 소성하였다. ISO 6872 8.3.1.2항²⁰⁾에 준하여 시편의 폭과 두께를 각각 5mm, 2mm가 되도록 삭제하였다. 단계별 연마를 하여 시편의 최종 표면 거칠기가 20μm가 되도록 mesh #600 diamond (De Beers Co. Iceland)로 연마하였다. 정밀 측정기(CD-15CP Mitutoyo Corp. Japan)로 측정된 최종 시편의 크기는 길이 27.35±0.38 mm, 폭 5.01±0.02 mm, 두께 2.02±0.02 mm 였다. 연마과정에서 시편의 크기가 기준에 적합하지 않거나 결함(crack)이 있는 시편

은 실험에서 제외시켰다.

다. 겉보기 기공률 산출 및 시편의 포수량

연마 직후 시편을 1시간 동안 초음파(Biosonic UC100, Whaledent Co, U.S.A.) 세척한 후 한국 공업규격 KS L 3114 내화벽돌의 겉보기 기공률 측정 방법²⁷⁾에 준하여 시편을 105℃의 항온기(Dry Oven 고려화학, 한국)에서 건조하였다. 24시간 간격으로 시편의 중량을 측정(Sartorius Analytic Scale, Germany)하여 3회 이상 일정한 중량치가 얻어지면 이를 건조 중량(dry weight: W_1)으로 하였다. 건조 중량을 얻기까지는 총 12회의 측량이 필요했다.

건조무게를 측정한 시편중 Fig. 1와 Table II의 분류대로 대조군(C)을 제외한 나머지 포수시킬 군(SR, DR)의 시편을 증류수에 담그어 3시간 이상 끓이고 실온까지 냉각한 후 비중계에서 포수된 시편의 수중무게(immersion weight: W_2)를 측정하였다.

포수된 시편을 수중에서 꺼내어 젖은 물수건으로 시편의 표면을 닦고 중량을 측정하여 이를 포수 중량(water absorption weight: W_3)을 정한 후 다음의 식에 따라 겉보기 기공률(apparent porosity: P_0)을 산출하였다.

$$P_0(\%) = \frac{W_3 - W_1}{W_3 - W_2} \times 100$$

포수시킬 시편을 상온(28℃)의 증류수에 담겨 24시간 간격으로 중량을 측정하여 3회 이상 일정한 중량이 반복되면 이를 최대포수 중량(W_4)으로 하였다. 최대 포수 중량은 10회의 측량을 통해 측정되었다. 최대 포수 중량과 건조 중량으로부터 포수군 시편의 포수량($W_d = W_4 - W_1$)을 산출하였다.

Table I. Firing schedule

	Predry (min)	Low Temp (°C)	High Temp (°C)	Heating rate (°C/min)	Vacuum (mmHg)
Opaque Porcelain	1	680	960	50	730
Opal Porcelain	5	680	940	50	730
Refiring	experimental condition	680	925	50	730

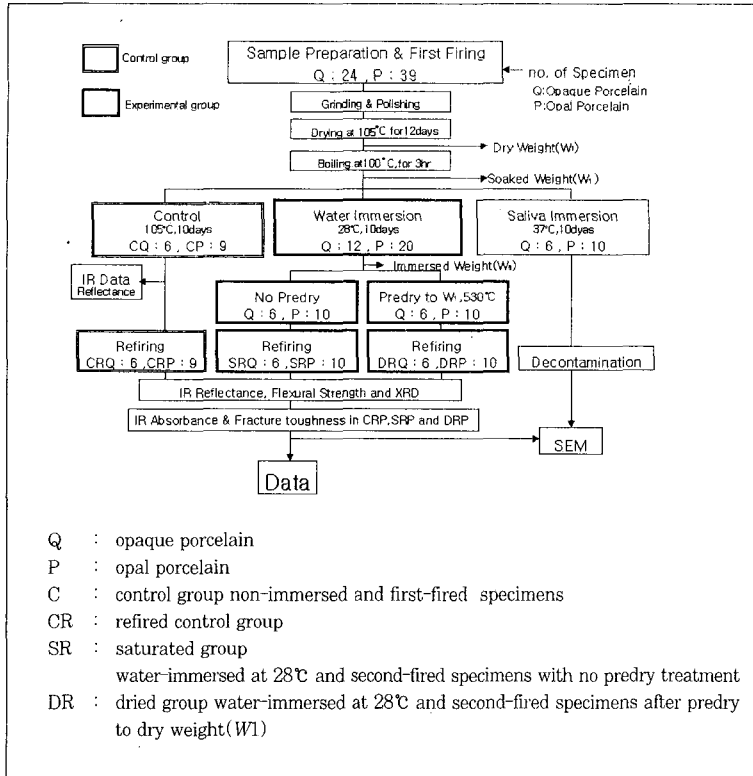


Fig. 1. Schematic diagram for method and experimental group

Table II. Specimen classification and number of specimens

Group	Code	no.
C	CQ	6
	CP	9
CR	CRQ	6
	CRP	9
SR	SRQ	6
	SRP	10
DR	DRQ	6
	DRP	10

라. 2차 소성 및 적외선 분광도(FT-IR) 측정

포수군의 시편이 최대 포수에 도달한 후 2차 소성 전 중량을 측정하여, SR군의 시편은 최대 포수 상태에서 소성 전 건조를 하지 않고 2차 소성을 하였고, DR군은 최대 포수 후 530°C에서 10분 이상 소성 전 건조를 통해 건조 중량(W)까지 건조시킨 후 2차

소성 하였다. 이 때 제조자가 지시한 소성주기(Table I)에 준하여 소성하였으며, 이는 도재 용착 주조관 제작시 색조 도재와 투명 도재를 1차 소성한 후 형태 수정이 필요한 경우에 시행하는 correction firing에 해당한다.

1. 적외선 분광 반사도(Reflectance) 측정

2차 소성 후 각 군당 3개의 시편에서 표층의 수분으로 인한 성분상의 변화를 보기 위해 FT/IT-300E (Jasco Co., Japan)와, 10° 반사용 보조 장치 (10° Specular Reflectus, Pike Tech., U.S.A)를 이용하여 IR 반사도를 측정하였다(resolution: 1cm⁻¹, accumulation:30, gain: 2.0, scan speed: 2mm/sec).

반사도 측정시는 2차 소성 전 대조군(C), 2차 소성 후 대조군(CR), 포수군(SR, DR)의 4개 군에서 비교가 가능했으며 H₂O 분자 간 결합과 연관이 있는 wave number 3300~3600cm⁻¹의 위치와 1600 cm⁻¹부근의 2개 band의 위치를 읽었다(Fig. 2).

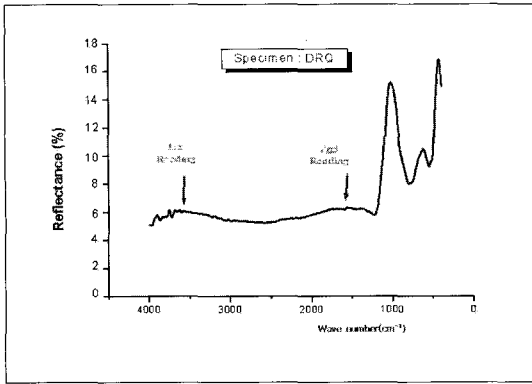


Fig. 2. IR reflectance data reading

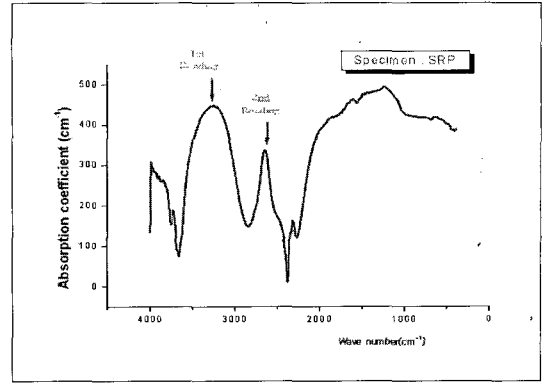


Fig. 3. IR absorbance data reading

2. 적외선 흡수도 (Absorbance) 측정

투명도재 시편에서는 IR radiation 투과가 가능하여 3개 군(CRP, SRP, DRP군)의 흡수도를 측정할 수 있었다. Nicolet Avata 360 (Nicolet Co., U.S.A) 장치를 이용하였다(resolution: 4cm⁻¹, accumulation: 32, gain:1.0, scan speed : 2 mm/sec). 흡수도를 각 시편의 두께로 나누어 Fig. 2의 Y 축에 plot 한 후 H₂O의 성분 결합과 연관이 있는 wave number 3400cm⁻¹, 2600cm⁻¹ 부근의 2개 peak의 위치를 읽었다(Fig. 3).

마. 굽힘강도 및 파괴인성 실험

1. 굽힘강도 실험

Instron 4501 universal testing machine(Instron, USA)을 이용해서 3점 굽곡 실험으로 측정된 파절 load값과 다음의 공식을 이용하여 굽힘강도를 산출하였다(crosshead speed = 1.5mm/sec).

$$M = \frac{3Wl}{2bd^2}$$

W : breaking load

l : test span

b : 시편의 폭경

d : 시편의 두께

2. 파괴인성 시험

압침방법을 이용하여 microhardness testing device(MMT-3, JT TOSHI Co., Japan)상에서 vickers indenter로 98N의 하중을 20초의 하중시간

(loading time)동안 가하고 방사상 균열(radial crack)의 길이 *c*를 측정했다. 한 시편에서 5회 측정 후 평균을 구하고, Lawn과 Fuller의 식²⁸⁾에 의하여 파괴인성, *K_{IC}*를 산출했다.

$$K_{IC} = (1/\pi^{3/2} \tan \theta)(P/c^{3/2}) \\ = 0.0726(P/c^{3/2})$$

vickers 압침(2θ = 136°)의 경우

θ : 사용된 압침의 반각 (half angle)

P : 압침에 가한 하중

c : 압침에 의해 생긴 균열의 반경

바. 도재 시편의 주사 전자 현미경 분석

2차 소성 후 각 군에서 형성된 결정을 관찰하기 위해 시편의 표면을 0.5μm 거칠기로 최종 연마한 후 (mesh #10000 diamond, De Beers Co. Iceland), 4% hydrofluoric acid (Porcelain Echant, Bisco, U.S.A.)로 2분간 산부식시켜 주사 전자 현미경(Hitachi S-2700 scanning electron microscope, Hitachi, Japan)으로 관찰 하였다.

사. 통계분석

ANOVA Test로 군 간의 유의차 유무를 검증하였다. 유의차가 있는 경우 Levene statistics로 각 군 간의 유의차 검증을 위한 사후 검증을 하였고 등분산의 경우 Tukey test, 등분산이 기각된 경우 Tamhane test로 각 군 간의 유의차를 확인하였다.

Ⅲ. 연구 성적

가. 겉보기 기공률 산출 및 시편의 포수량

대조군을 제외한 포수군에서 얻은 겉보기 기공률과 수분 흡수량은 Table III와 같다.

전체 시편의 겉보기 기공률은 $0.77 \pm 1.07\%$ 였으며, 불투명 도재군의 겉보기 기공률이 투명 도재군에 비해 3배에 가까운 평균치를 나타내어 불투명 도재 시편의 기공이 많았음을 알 수 있었다(Table III).

나. 적외선 분광도(FT-IR) 측정

1. 반사도(Reflectance) 측정

가) 불투명 도재 시편

불투명 도재군의 IR reflectance에서 Table IV의

wave number에서 나타난 broad band의 최고 반사도(Fig. 4)를 읽었다.

$3510 \sim 3350 \text{cm}^{-1}$ 에서의 broad band의 reading 결과, 군 내의 분산에 대한 군 간의 분산치의 비율을 나타내는 F값은 266.37로, 군 간의 유의차가 높은 것으로 나타났다($p=0.000$). 이 band는 Tukey test 결과 CQ, CRQ, SRQ, DRQ의 4개 군에서 모든 군 간의 유의차를 보였다(Table V). DRQ군에서 band의 반사도가 가장 높았고, CQ, SRQ, CRQ군의 순으로 나타났다($p<0.05$)(Table V, Fig. 5).

$1582 \sim 1536 \text{cm}^{-1}$ 파장에서의 반사도에 대한 통계 분석 결과, F값 293.79로 평균간 유의차가 높았으며($p=0.000$), Tukey test 결과 1차 소성 후(CQ)에 비해 2차 소성시(CRQ) 반사도가 높았고, 포수시킨 군(SQ, DQ)이 포수시키지 않은 군(CRQ)보다 높게 나타났다으며, 건조 후 2차 소성한 군(DQ)이 포수 직후

Table III. Specimen mean weight and apparent porosity

Group	W ₁ (g)	W ₂ (g)	W ₃ (g)	W ₄ (g)	W _d (g)	P ₀ (%)
P	$0.66 \pm .05$	$0.39 \pm .05$	$0.66 \pm .05$	$0.66 \pm .01$	$.0012 \pm .0003$	0.44 ± 0.11
Q	$0.75 \pm .02$	$0.49 \pm .02$	$0.76 \pm .02$	$0.76 \pm .02$	$.0025 \pm .0026$	1.30 ± 1.61
mean±SD	$0.70 \pm .05$	$0.43 \pm .05$	$0.70 \pm .05$	$0.70 \pm .05$	$.0017 \pm .0017$	0.77 ± 1.07

W₁ : dry weight

W₂ : immersion weight

W₃ : water absorption weight

W₄ : maximum water absorption weight

W_d : W₄ - W₁(gm water absorption)

P₀ : % apparent porosity

SD : standard deviation

P : opal porcelain

Q : opaque porcelain

Table IV. Peak wave number in opaque IR reflectance

	Wave number (cm ⁻¹)	
	1st band	2nd band
CQ	3410~3389	1561
CRQ	3367~3345	1570~1582
SRQ	3335~3354	1570~1561
DRQ	3635~3626	1570~1536

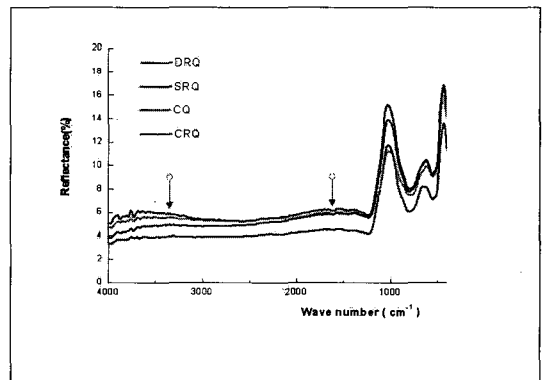
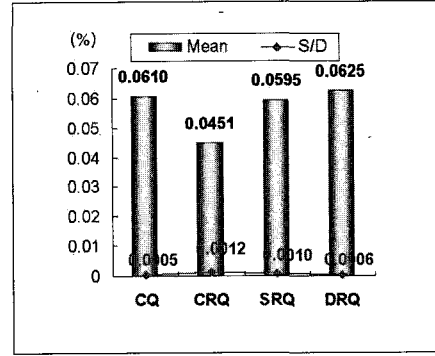
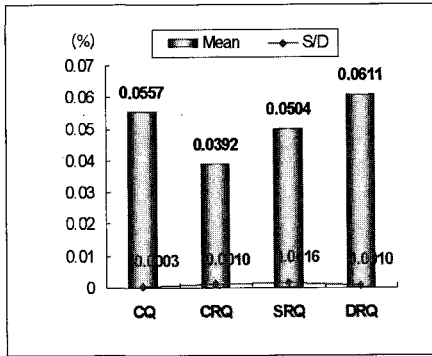


Fig. 4. Example of IR absorbance reading in opaque group. Examined wave numbers are indicated with arrows.

Table V. IR reflectance at 3335~3510 cm⁻¹ in opaque group

Group	no.	mean(%)	SD	significance(p)									
CQ	3	5.57×10 ⁻²	0.30 × 10 ⁻³	<table border="1"> <tr> <td>0.000</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>0.001</td> <td>0.000</td> <td></td> </tr> <tr> <td>0.001</td> <td>0.000</td> <td>0.000</td> </tr> </table>	0.000			0.001	0.000		0.001	0.000	0.000
0.000													
0.001	0.000												
0.001	0.000	0.000											
CRQ	4	3.92×10 ⁻²	1.04 × 10 ⁻³										
SRQ	3	5.04×10 ⁻²	1.60×10 ⁻³										
DRQ	3	6.11×10 ⁻²	0.98 × 10 ⁻³										



a. IR reflectance at 3335~3510cm⁻¹

b. IR reflectance at 1582~1536cm⁻¹

Fig. 5. IR reflectance in opaque group

Table VI. IR reflectance at 1582~1536cm⁻¹ in opaque group

Group	no.	mean(%)	SD	significance(p)									
CQ	3	6.10×10 ⁻²	5.38×10 ⁻⁴	<table border="1"> <tr> <td>0.000</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>0.000</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>0.000</td> <td>0.012</td> <td></td> </tr> </table>	0.000			0.000			0.000	0.012	
0.000													
0.000													
0.000	0.012												
CRQ	4	4.51×10 ⁻²	11.72×10 ⁻⁴										
SRQ	3	5.95×10 ⁻²	9.64×10 ⁻⁴										
DRQ	3	6.25×10 ⁻²	6.08×10 ⁻⁴										

2차 소성한 군(SQ)보다 높은 반사도를 나타냈다 (p<0.05)(Table VI, Fig. 5).

나) 투명 도재 시편

투명 도재군의 반사도 측정 결과에서 Table VII의

wave number에서 나타난 peak의 최고 반사도를 읽었다(Fig. 6). DP군에서 처음 나타나는 band의 위치가 왼쪽으로 shift되어 나타났고 두 번째 band는 CRP군에서 왼쪽으로 shift를 나타냈다(Table VII, Fig. 6). 3590~3310cm⁻¹에서의 broad band의

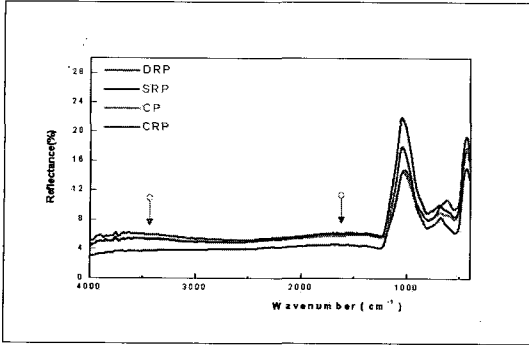
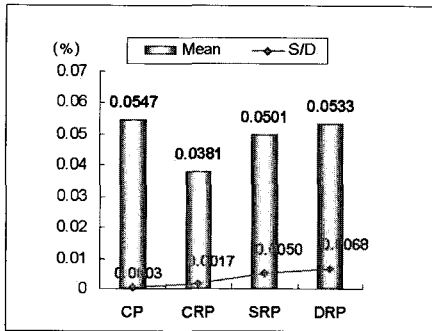


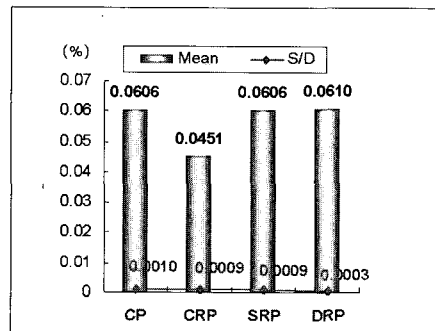
Fig. 6. Example of IR reflectance reading in opal group. Examined wave numbers are indicated with arrows.

Table VII. Peak wave number in opaque IR reflectance

	Wave number (cm ⁻¹)	
	1st band	2nd band
CP	3422~3400	1570~1561
CRP	3375~3355	1649~1640
SRP	3355~3310	1579~1561
DRP	3590~3568	1570~1561



a. IR reflectance at 3590~3310cm⁻¹



b. IR reflectance at 1649~1561cm⁻¹

Fig. 7. IR reflectance in opal group

reading 결과, F값은 23.73으로 군 간의 평균차가 군 내의 평균차보다 높았다($p=0.000$). Tamhane test로 각 군 간 평균치의 유의성을 판정한 결과 이 band는 CP군과 CRP군, SRP군과 DP군 간에 각각 유의차를 나타냈다($p<0.05$) (Table VIII, Fig. 7). 1649~1561cm⁻¹파장에서 나타나는 band의 반사도는 F값이 280.10으로 평균간 유의차가 높았으며 ($p=0.000$), Tukey test 결과 CP군과 CRP군, CRP군과 SRP, CRP군과 DRP군에서 각각 유의차를 보였다($p<0.05$) (Table IX, Fig. 7).

2. 투명도재 시편의 흡수도 측정

IR radiation 투과가 가능한 투명 도재군(CRP, SRP, DRP)에서 2차 소성 후 다음의 파장에서 흡수도를 측정하였다. Peak의 최고점(Fig. 8)에 해당하는 파장의 평균과 표준편차는 Table X과 같다.

투과도 측정 결과는 첫 번째 peak(평균 파장: 3297.68±44.26)와 두 번째 peak(평균 파장: 2653.07±6.73) 모두, 포수시킨 군(SRP, DRP)과 건조군(CRP)간에 유의차가 있었다($p<0.05$) (Table XI, X III). F값은 각각 6.41, 6.08로 95% 유의수준에서 군 간 유의차가 높았다(Fig. 9).

Table VIII. IR reflectance at 3590~3310cm⁻¹ in opal group.

Group	no.	mean(%)	SD	significance(p)
CP	4	5.47×10 ⁻²	0.28×10 ⁻³	0.002
CRP	3	3.81×10 ⁻²	1.67×10 ⁻³	
SRP	4	5.01×10 ⁻²	4.99×10 ⁻³	
DRP	4	5.33×10 ⁻²	6.76×10 ⁻³	

Table IX. IR reflectance at 1649~1561cm⁻¹ in opal group

Group	no.	mean(%)	SD	significance(p)
CP	4	6.06×10 ⁻³	9.95×10 ⁻⁴	0.000
CRP	3	4.51×10 ⁻²	9.4×10 ⁻⁴	
SRP	4	6.06×10 ⁻²	9.36×10 ⁻⁴	
DRP	4	6.10×10 ⁻²	3.26×10 ⁻⁴	

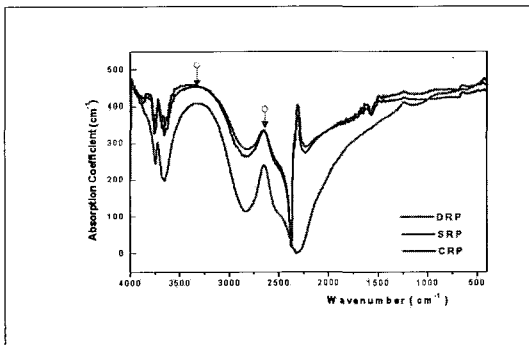
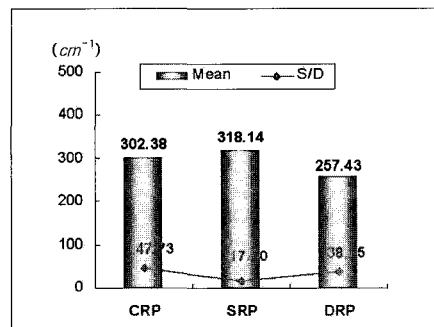
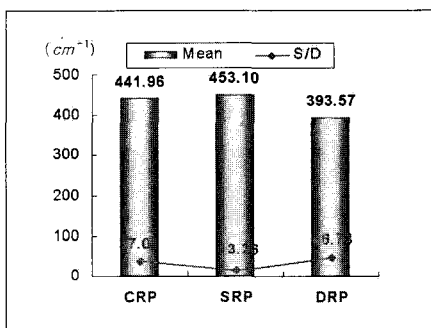


Fig. 8. Example of IR absorbance reading in opal group. Examined wave numbers are indicated with arrows.

Table X. Peak wave number in opal IR absorbance

	Wave number (cm ⁻¹)	
	1st band	2nd band
CRP	3309.13±45.88	2654.38±6.91
SRP	3317.22±36.43	2650.89±7.10
DRP	3272.36±40.68	2653.91±6.50
Mean	3297.68±44.26	2653.07±6.73



a. IR absorption coefficient near 3298cm⁻¹

b. IR absorption coefficient near 2653cm⁻¹

Fig. 9. IR absorption coefficient in opal group

다. 굽힘강도

불투명 도재군에서는 군 간의 유의차가 없었다 ($p > 0.05$). 투명 도재군에서는 F 값이 11.28 였고, 군 간의 유의차를 나타냈다 ($p = 0.000$). CRP군과 DRP군, SRP군과 DRP군의 평균간 유의차를 보였다 ($p < 0.05$) (Table XIII, Fig. 10).

Table XI. IR absorption coefficient near 3298cm⁻¹ in opal group

Group	no.	mean(cm ⁻¹)	SD	significance(p)
CRP	7	441.96	37.02	0.025
SRP	8	453.1	13.26	
DRP	8	393.57	46.73	

라. 파괴인성

불투명 도재군은 2차 소성 후 표면 거칠기가 심하여 압침을 한 표면에서 발생하는 radial crack을 구분할 수 없었다. 따라서 파괴인성은 균열 측정이 가능했던 투명 도재군에서만 측정되었다. 투명 도재군의 파괴 인성은 F 값이 5.16으로 95% 유의수준에서 CRP군과 DRP군에서 유의차를 보였다 ($p < 0.05$) (Table XV, Fig. 11).

Table XII. IR absorption coefficient near 2653cm⁻¹ in opal group

Group	no.	mean(cm ⁻¹)	SD	significance(p)
CRP	7	302.38	47.73	0.008
SRP	8	318.14	17.5	
DRP	8	257.43	38.05	

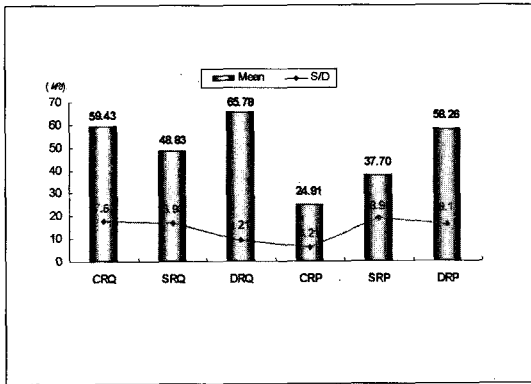


Fig. 10. Flexural strength

Table XIII. Flexural strength

Group	no.	Mean(Mpa)	SD	Significance(p)
CRQ	6	59.43	17.62	
SRQ	6	48.83	16.93	
DRQ	6	65.78	9.21	
CRP	8	24.91	6.21	0.000
SRP	9	37.7	18.91	
DRP	10	58.26	16.11	0.018

Table XIV. Fracture toughness in opal group

Group	no.	Mean(N/m ²)	SD	Significance(p)
CRP	9	45.04	5.77	0.01
SP	10	48.15	4.61	
DP	10	52.72	5.38	

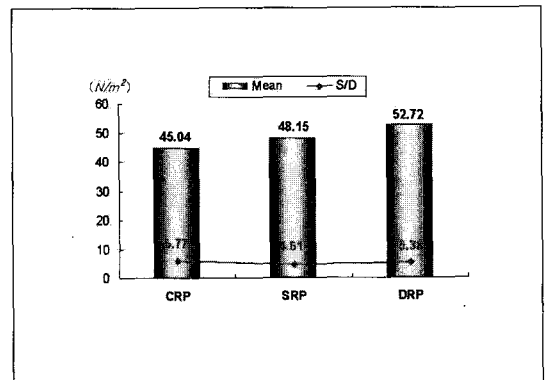
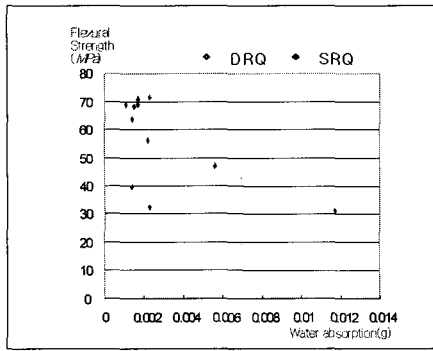
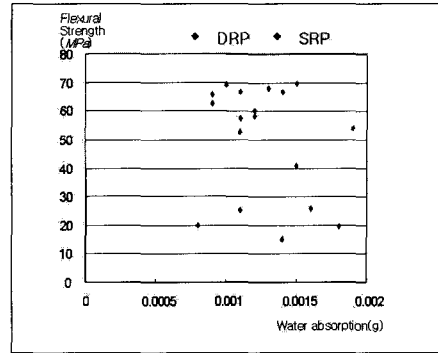


Fig. 11. Fracture toughness in opal group



a. Opaque group



b. Opal group

Fig. 12. Flexural strength and water absorption(g)

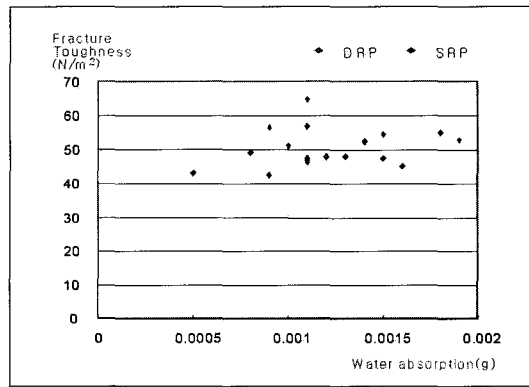


Fig. 13. Fracture toughness and water absorption

마. 강도와 포수량

1. 굽힘 강도와 포수량

포수량에 따른 실험군의 강도차이를 분석한 결과 포수시킨 후 재소성한 DR군과 SR군에서 모두 흡수량이 많은 시편에서 강도가 낮아지는 것을 볼 수 있다.(Fig. 12-a, b). 재소성 전 건조를 한 D군에서는 흡수하고 있던 수분이 재소성 전 건조과정을 통해 없어진 상태로 재소성 되었으나, Fig. 12에 나타나는 바와 같이 흡수량의 증가에 따라 재소성 전 건조를 하지 않은 SR군에서와 마찬가지로 강도가 낮게 나타나는 현상이 관찰되었다.

2. 파괴 인성과 포수량

수분 함량에 따른 파괴 인성의 변화는 굽힘강도에 비

해 수분의 영향을 덜 받는 것으로 나타났다(Fig. 13).

바. 도재 시편 표면의 관찰

투명도재와 불투명 도재는 저배율($\times 1000$)로 관찰한 표면 주사 전자 현미경 사진에서 유리질과 결정량의 차이를 나타내었다(Fig. 17, 18). 유리질이 많은 투명도재 표면과 결정이 많은 불투명 도재의 표면이 결정구조의 차이를 나타내었다. 불투명 도재 시편의 고배율($\times 10000$) 소견에서는 포수 후 소성 전 건조를 한 군과 대조군에서 크기가 다른 결정 성장이 관찰되었는데, 포수 후 건조를 했던 군은 평균 32~35 μm 크기의 결정이 관찰되었고, 대조군에서는 이보다 작은 12~20 μm 크기의 결정이 관찰되었다(Fig. 14, 16).

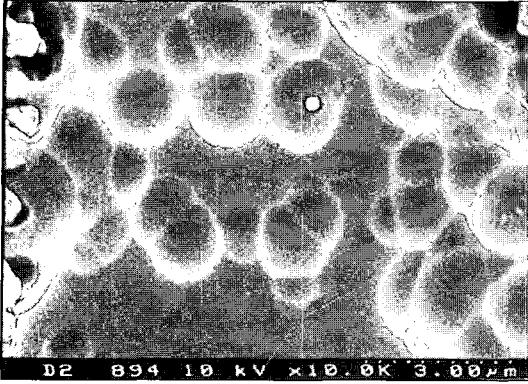


Fig. 14. Scanning electron microscopic feature for a refired opaque specimen without water immersion (CRQ, ×10000). Relatively small crystal size (12~20 μm) is noted.

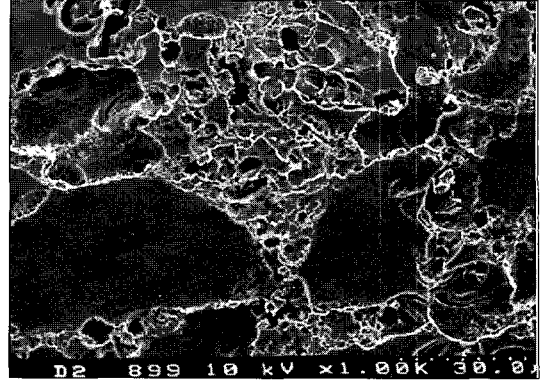


Fig. 15. Scanning electron microscopic feature for a refired opal specimen without water immersion (CRP, ×1000). Irregularities caused by fallen-out crystals and homogeneous glassy zones are noted.

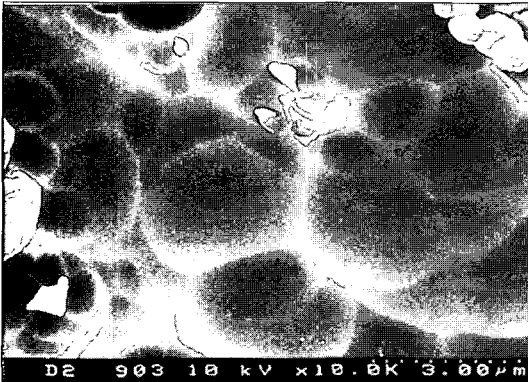


Fig. 16. Scanning electron microscopic feature for an immersed and refired opaque specimen with predry treatment (DRQ, ×10000). Approximately 32~35 μm grain size is noted.

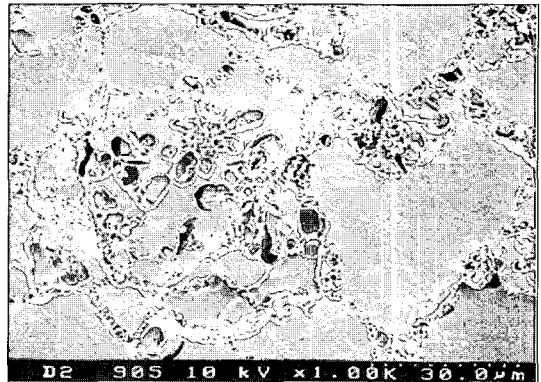


Fig. 17. Scanning electron microscopic feature for an immersed and refired opaque specimen with no predry treatment (SRQ, ×1000).

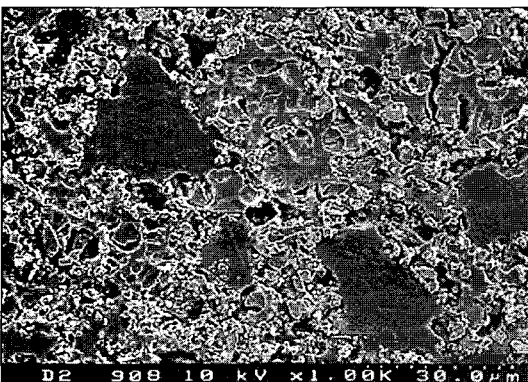


Fig. 18. Scanning electron microscopic feature for an immersed and refired opal specimen with predry treatment (DRP, ×1000).

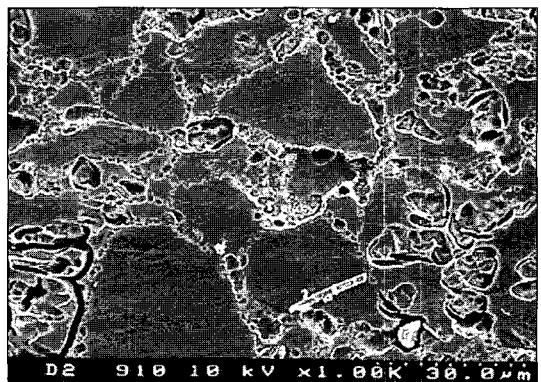


Fig. 19. Scanning electron microscopic feature for an immersed and refired opal specimen with no predry treatment (SRP, ×1000).

IV. 총괄 및 고찰

장석형 도재 성분중 실리카(SiO_2)는 65%로 가장 많은 구성 성분이다.^{3,31)} 실리카는 수분과 접촉하면 겔(gel)상태의 반응층(gel reaction zone)을 형성하게 된다.³²⁾ 이 층으로 인해 실리카의 기계적 강도는 수분과 접촉하지 않았을 때 측정된 이론적인 강도보다 훨씬 낮은 수치를 나타내게 된다.³³⁾ 수분이 실리카 층내로 확산(diffusion)되는 속도와 확산의 깊이는 증기압(water vapor pressure)과 반응시의 온도에 의해 영향을 받는다. 350℃ 이하의 온도에서 전체 수분량이 500ppm이하 일 때 물과 실리카의 반응은 최소가 되고 수분은 물분자의 형태로, 실리카는 물분자와 결합되지 않고 silanol(SiOH)의 형태로 존재하게 된다.

1996년 Davis와 Tomozawa는 수분과 접촉하는 실리카 표면에서 일어나는 반응을 설명하고 이를 FT-IR 분석을 통해 입증하였다(Fig. 19). 이 반응식

에 의하면 실리카 표면에 접촉한 분자형태의 수분은 실리카내로 확산해 들어가게 되고(Fig. 19-B), 실리카 내부의 물분자에서 수소는 실리카의 산소에 친화력이 높아 빠르게 수소결합을 형성하게 되며(Fig. 19-C, D), 이 때 비대칭적인 Si-O-Si 간의 결합 구조가 형성되어 Si-O-Si 간 결합각이 115°보다 작아지게 되면, 불안정한 한쪽의 Si-O 결합이 쉽게 깨져서 2개의 독립된 Silanol 분자가 형성된다(Fig. 19-E)³²⁾. 적외선 분광법(Infrared Spectroscopy)은 이러한 분자간 결합구조가 적외선 조사에 의해 고유한 파장에서 진동을 일으키며 조사된 적외선의 흡수 또는 반사해 내는 정도를 감지하는 분석법으로 각 결합에 대해 고유한 파장에서 이러한 진동이 나타나기 때문에 적외선의 연속조사로 분자의 구조에 대한 스펙트럼을 얻을 수 있고 이로부터 분자의 구조를 해석하는 정량적, 정성적인 분석 방법이다.³⁴⁾ 이 때 분광의 흡수도를 시편의 두께로 나누면 각 결합이 존재하는 양을 산출할 수 있다. 본 실험에서도 각 도재

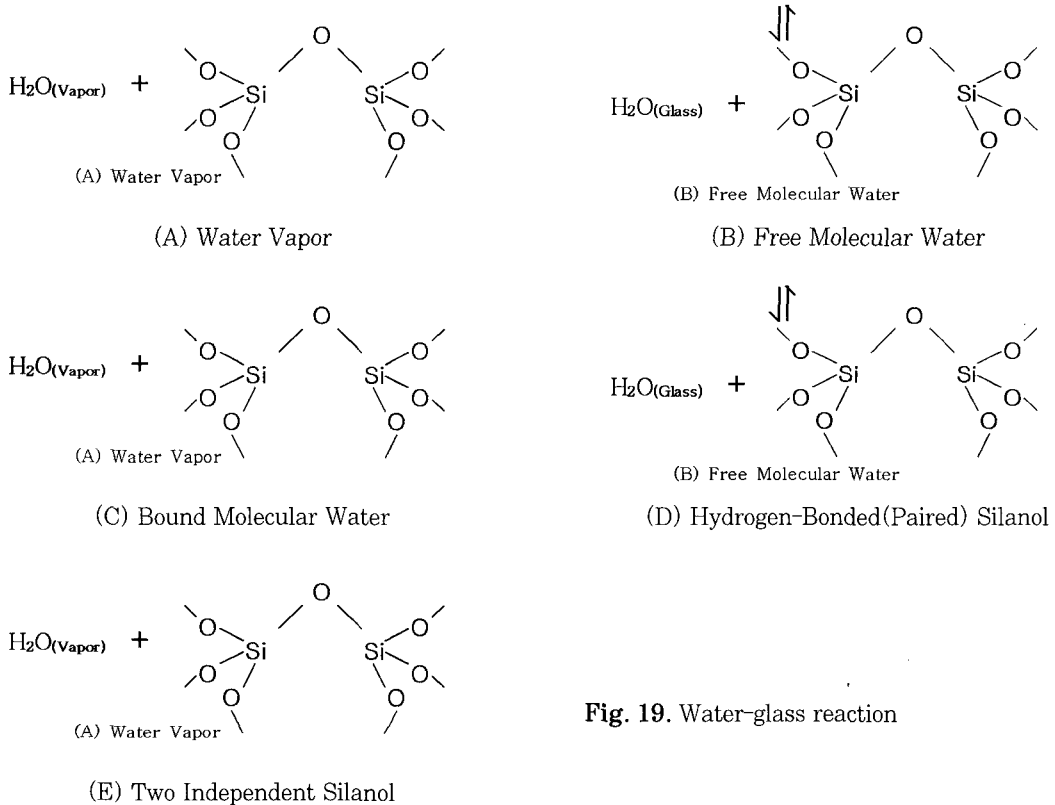


Fig. 19. Water-glass reaction

시편의 재소성 전, 후와 수분 함량을 달리 했을 때, 재소성 후 시편에 함유된 물분자의 해당하는 결합 구조의 정량 분석에 적외선 분광법을 이용하여 분석하였다.

본 실험에서는 도재의 혼합 및 응축과정에서 혼합에 사용된 수분이 일정하지 않아 실험 결과에 미치는 영향을 배제하기 위해 도재 분말 혼합시 혼수비를 일정하게 하였고, 초음파 응축기를 이용하여 10분간 기계적 응축을 하였으며, 소성 전 건조 시간을 12분으로 일정하게 하였다. 투명 도재군과 불투명 도재군에서 산출된 기공률은 두 군의 표준 편차가 각각 0.11%와 1.61%로 큰 차이를 보인다. 시편의 기공률과 표준 편차가 투명, 불투명 도재군 간에 큰 차이를 보이는 것은 각 도재의 입자 및 결정성의 차이에 기인한다고 할 수 있다. 시편의 표면을 3000배 이상의 주사 전자 현미경으로 관찰했을 때, 투명 도재군은 소성 후 미세구조상 유리질이 많고 결정으로 추정되는 물질이 떨어져 나간 흔적이 섬처럼 보이는 반면, 불투명 도재군은 전체적으로 불규칙하고 결정성으로 보이는 물질들이 산재한 것을 볼 수 있었다 (Fig. 17, 18).

1975년 Jones와 Wilson은 Image analyzing computer로 소성된 도재 시편의 기공률을 측정하는 방법을 통한 실험에서 진동응축 시간이 증가한다고 해서 기공률이 낮아지는 것은 아니라고 보고하였다.³⁵⁾ 이 측정은 영상을 통해 도재 표면의 기공만을 측정된 것으로 시편 전체의 기공률을 산출한 본 실험과는 다소 차이가 있다. 그러나 본 실험에서 20 μ m로 최종 연마된 시편을 재소성한 후 파괴인성 측정

을 위해 표면을 300배로 관찰하였을 때 시편 표면이 거칠어서 압침에 의해 발생한 균열 측정이 불가능했는데, 이는 응축 과정에서 통상적인 도재 측정시의 응축 시간(60초 내외)보다 장시간(10분) 응축을 하여 시편의 표면으로 기포가 모였기 때문으로 추정된다.

본 실험에서는 시편을 직접 증류수 내에서 포수시킨 후 함수량의 차이를 측정하고 재소성을 통해 수분의 영향을 굽힘강도 측정으로 비교하였는데, 증류수에 의한 aging이 6개월에서 1년 이상의 기간 이후에 발생한다는 Drummond의 연구 결과와는 달리 상온에서 최대 포수후에도 도재가 수분과 반응을 하며 재소성 후에는 수분에 의한 aging이 강도에 영향을 미친다는 결론을 얻을 수 있었다.

본 실험에서 시편의 재소성(2차 소성)은 Vintage Metalbond Porcelain의 correction firing 소성주기에 따라 시행하였다. 소성 전 건조 과정을 거치지 않고 2차 소성을 한 불투명 도재군(SRQ)에서는 표면으로 올라온 크고 작은 기포들이 관찰되었다(Fig. 20).

재소성 후 표면에 발생한 크고 작은 기포들은 정확한 발생 원인은 설명하기는 어려우나, 재소성 전 내부에 함유되어 있던 수분이 빠져 나오면서 발생한 기포이거나 1차 소성 후 남아 있던 내부의 작은 기포들이 재소성시 모여서 커진 것으로 추정되어 진다.

Table IV, VIII, XI은 본 실험에서 H₂O의 분자 결합과 연관시켜 측정된 IR 스펙트럼에 나타난 band, 또는 peak이 측정된 파장의 범위를 나타낸다. 각각의 위치에 해당하는 화학적 결합 구조를 1996년

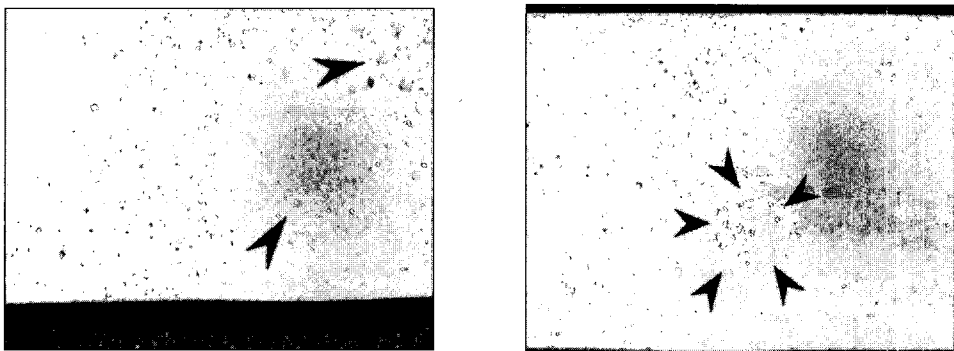


Fig. 20. Surface irregularity after re-firing in water immersed opaque specimen surface

Davis와 Tomozawa가 보고한 수분과 접촉하는 실리카 글래스의 IR 자료와 비교 분석해 보았다.³²⁾ 불투명 도재의 반사 스펙트럼에서 3335~3510cm⁻¹의 band는 중간 값이 3423cm⁻¹로 3410±5cm⁻¹의 위치에서 나타나는 물분자의 대칭적인 stretching mode를 나타낸다. 투명 도재군 역시 이와 비슷한 위치에서 band가 나타났고, 두 번째 band는 1605 cm⁻¹의 파장으로 1611cm⁻¹에서 나타나는 250℃ 이하의 저온에서 포수된 시편에서 발견되는 물분자의 bending mode에 해당한다.

투명 도재군에서 투과도를 측정한 흡수 스펙트럼에서는 3298cm⁻¹, 2653 cm⁻¹의 파장에서 peak가 나타났는데, 3298cm⁻¹에서의 peak는 결합되지 않은 물분자이거나, 글래스내로 함유된 물분자의 수소결합에 해당하며, 2653cm⁻¹파장의 peak는 글래스내 연결되지 않은 산소(O)에 수소 이온으로 결합된 -OH (hydroxyl)에 해당한다.

IR 반사 스펙트럼은 표면층의 성분만을 측정할 자료로 이 스펙트럼으로 각 원소 결합의 정량분석을 하는 것은 추천되지 않는다. 따라서 흡수도를 본 투명 도재 시편의 투과도 자료에서 peak의 높이를 해당 시편의 두께로 나누어 정량 분석한 결과에 의하면(Table XI, XIII), 3298cm⁻¹파장과 2653 cm⁻¹파장의 peak에서 얻은 흡수도는 모두 DRP, CRP, SRP군의 순으로 나타났으며 DRP군과 SRP군 간의 유의차가 있었다. 즉, 물분자의 결합에 해당하는 IR 스펙트럼 값이 재소성 전 건조시킨 군에서 가장 낮았고 최대 포수시킨 후 재소성했던 군에서는 높게 나타났다. 이 결과를 강도측정 및 파괴인성 자료와 비교 분석해보면 강도측정 및 파괴인성에서 SR군과 CR군에 대해 DR군이 높은 굽힘강도 및 파괴인성을 나타내는 결과와 일치한다.

Griggs등이 도재의 표층에 수산화기를 함유시켜 강도를 강화한 Hydrothermal Porcelain Ducera LFC에 대해서 FT-IR 분석결과를 비교해 보면¹⁴⁾, 실험에서 관찰된 5개의 peak, 3650~3150, 2911, 1630, 868, 700cm⁻¹중 3개의 peak가 본 실험 측정 결과와 일치하는 것을 볼 수 있다.

본 실험에서의 강도측정 결과를 기존의 산부식 방법에 의한 aging 실험 결과와 직접자료를 비교하는데는 어려움이 있다고 할 수 있다. 따라서 산부식 외에 수분에 의한 장석형 도재의 강도상의 영향을 실

험적으로 간접 측정한 결과와 비교하였다.

Giordano R.A.는 장석형 도재의 굽힘강도가 60~70MPa이라고 보고하였는데³⁾, 본 실험에서 얻은 굽힘강도는 DRQ군의 65.78±9.21MPa을 제외한 나머지 군에서 60 MPa이하의 강도를 나타냈다. 특히 포수후 건조시키지 않은 군(SR)과 포수 처리를 하지 않은 대조군(CR)에서는 강도가 낮았으며 투명 도재군에서 DRP군이 SRP군과 대조군(CRP)에 비해 높은 강도를 나타내었다(Table XIII, Fig. 10).

포수량에 따른 실험군의 강도 차이를 분석하기 위해 포수시킨 후 재소성한 DR군과 SR군에서 함수량에 따른 강도의 변화를 도식해보면, 함수량이 많은 시편에서 강도가 낮아지는 것을 볼 수 있다.(Fig. 12-a, b). 재소성 전 건조를 한 D군에서는 함수하고 있던 수분이 재소성 전 건조과정을 통해 없어진 상태로 재소성 되었으나, Fig. 12에 나타나는 바와 같이 함수량의 증가에 따라 재소성 전 건조를 하지 않은 SR군에서와 마찬가지로 강도가 낮게 나타나는 현상이 관찰되었다. 이는 시편의 함수량이 많을수록 재소성 후 강도가 낮아짐을 보여준다.

파괴인성 역시 굽힘강도 측정 결과와 일치하여 포수시키지 않은 대조군에서 가장 낮게 나타났다(Table XIV Fig. 11). 수분 함량에 따른 파괴 인성의 변화는 굽힘강도에 비해 수분의 영향을 덜 받는 것으로 나타났으며(Fig. 13), 이는 시편의 표면층은 수분 증발이 빠르게 일어나므로 건조 상태에 빨리 도달하게 되고 그로 인해 시편의 내부에 비해 수분에 의한 영향을 덜 받기 때문으로 추정된다.

포수시킨 DR, SR군에 비해 포수시키지 않은 CR군에서 강도 및 파괴인성이 낮게 나타나는 것은 수분이 결정성장과 관련이 있음을 나타낸다고 볼 수 있다. 그러나 과도한 수분이 재소성 전에 존재하는 경우에는 재소성 전 건조를 한 군에 비해 강도가 낮게 나타남으로써 결정 구조 형성에 좋지 않은 영향을 미치는 것으로 사료된다.

Fig. 14와 Fig. 16은 각각 포수시키지 않은 불투명 도재 시편과 포수후 최대 건조한 불투명 도재 시편의 주사 전자 현미경 사진이다. 본 사진에서 경계가 있는 불규칙한 원형으로 나타나는 구조는 도재의 grain으로, 포수시키지 않은 시편(CRQ)에서 크기가 더 작다. 투명 도재군 시편에서는 유리질로 보이는 구조의 불규칙한 경계부 사이에 결정이 빠져 나간

듯한 소견을 보이고 있다.

재소성 후 도재 내에서 성장한 결정이 강도에 어떠한 영향을 미치는지는 지금까지의 문헌고찰 결과 명확한 결론을 내릴 수 없는 것으로 사료된다. 도재의 강도에 영향을 미치는 요소에는 미세구조상의 결정의 크기 외에도 표면층 균열의 크기와 표면 거칠기, 실리카와 수분의 반응 등 여러 가지 요소를 고려해야 하기 때문이다. 1994년 Lawn 등은 glass ceramic에서 grain의 크기를 조절하여 grain간 연결(bridging)을 향상시키면 크기가 큰 균열(long-crack)에 대한 저항을 높일 수 있으나 미세균열(microstructural short crack)이 발생할 위험이 높아질 수 있다고 하였다.⁷⁾ 이와 같이 도재는 미세구조상 grain간 연결 구조가 있고, 또 내부에 크고 작은 균열이 존재하므로 미세구조가 강도에 미치는 영향을 볼 때, 이러한 구조상의 요소들을 모두 고려해야 한다. 즉, 문헌에 명시된 바와 같이 leucite 결정이 크다고 해서 도재의 안정성이 저하되며 강도 저하가 발생한다고는 볼 수 없다.

본 실험에서 강도가 높게 측정된 재소성 전 건조군(DRQ)의 경우 미세구조상 결정구조가 강도가 낮았던 대조군에 비해 크게 나타났는데 도재와 수분과의 반응을 고려할 때 결정구조가 많으면 유리질이 많은 시편에 비해 Water-glass 반응의 발생 정도가 덜할 것으로 예상되고 이로 인해 결정 성장이 많았던 건조군에서 강도가 높게 나타났을 것으로 사료된다.

V. 결 론

본 연구에서는 도재에 포함된 수분이 재소성 후 장식형 도재 시편의 강도에 미치는 영향을 알아보고자 도재 용착 주조관용 장식형 도재(VINTAGE Metalbond porcelain)로 제작한 시편에서 1차 소성 후 건조된 시편과 포수후 건조시켜 재소성한 시편, 포수후 건조 과정 없이 재소성한 군에서 굽힘강도 및 파괴인성을 비교하였고, 적외선 분광법으로 수분과 연관된 성분의 스펙트럼을 분석하여 다음의 결과를 얻었다.

1. 불투명 도재, 투명 도재군에서 물분자와 연관된 적외선 분광 반사도는 재소성 전과 재소성 후, 포수군과 비포수군 재소성 전 건조군과 건조시키지 않은 포수군에서 각각 차이를 보였다($p < 0.05$).

2. 투명 도재군에서 본 물분자의 수소결합과 물과 실리카의 반응에서 수소 결합에 해당하는 스펙트럼 흡수도는 재소성 전 건조시키지 않은 군이 재소성 전 건조시킨 군에 비해 높은 것으로 나타났다($p < 0.05$).
3. 굽힘강도 측정 결과 투명 도재군에서 포수후 재소성 전 건조시킨 군이 재소성 전 건조시키지 않은 군이나 비포수군에 비해 강도가 높게 나타났다($p < 0.05$).
4. 투명 도재군에서 파괴인성 측정 결과 포수군에서 재소성 전 건조시킨 군이 재소성 전 건조시키지 않은 군에 비해 파괴인성이 높게 나타났다($p < 0.05$).
5. 주사 전자 현미경 사진에서 재소성 전 포수시키지 않은 비포수 불투명 도재군에서 포수시킨 불투명 도재군에 비해 크기가 작은 결정이 관찰되었다($p < 0.05$).

이상의 결과로 재소성 전 포수 과정이 도재의 강도를 향상시키는데 영향을 미치며, 재소성 전 건조를 하지 않은 상태로 재소성을 한 군이, 건조후 재소성한 군보다 강도가 약하다는 결론을 얻었다. 본 실험 결과에 따르면, 재소성 후 도재 시편의 강도에 영향을 주는 요소로 재소성 전 수분 함량과, 재소성 전 건조 시간을 들 수 있으며 특히, 재소성 전 충분한 건조 시간이 재소성시와 재소성 후 도재 시편의 실패를 방지하는 중요한 요소라고 할 수 있다.

수분이 도재의 강도에 미치는 영향에 대해서 도재와 수분의 반응이 재료개발에 응용되고 있으며, 기존의 도재 수복물의 수정을 위한 재소성의 필요성이 증가하고 있음을 고려할 때, 수분이 도재 용착 주조관용 장식형 도재의 물성에 미치는 영향에 대해서도 향후 체계적인 연구가 있어야 할 것으로 사료된다.

참고문헌

1. Darvell B.W.: Material Science for Dentistry. version 4. 1997, pp. 394-408 Dental Material Science Faculty of Dentistry University of Hong Kong.
2. Skinner E.W. and Phillips R.W.: The Science of Dental Materials. 1967, pp 597-616 W.B. Saunders Co. Philadelphia.

3. Giodarno R.A.: Dental ceramic restorative systems. *Compendium* 17(8):779-794, 1996.
4. Thompson J.Y. and Anusavice K.J.: Effect of surface etching on the flexure strength and fracture toughness of Dicor[®] disks containing controlled flaws. *J. Dent. Res.* 73(2) : 505-510, 1994.
5. Kelly J.R., Campbell S.D. and Bowen H.K.: Fracture-surface analysis of dental ceramics. *J. Prosthet. Dent.* 62 : 536-541, 1989.
6. Ritter J.E. : Predicting lifetime of materials and material structures. *Dent. Mater.* 11 : 142-146, 1995.
7. Lawn B.R., Padture N.P. and Cai H. Guiberteay F.: Making ceramics "Ductile". *Science* 263(25): 1114-1116, 1994.
8. White S.N., Li Z.C., Yu Z. and Kipnis V.: Relationship between static chemical and cyclic mechanical fatigue in a feldspathic porcelain. *Dent. Mater.* 13: 103-110, 1997.
9. Thompson J.Y., Anusavice K.J., Naman A. and Morris H.F.: Fracture surface characterization of clinically failed All-Ceramic crowns. *J. Dent. Res.* 73(12): 1824-1832, 1994.
10. Drummond J.L., King T.J., Bapna M.S. and Koperski R.D.: Mechanical property evaluation of pressable restorative ceramics. *Dent. Mater.* 16: 226-233, 2000.
11. Kiyoko B.: Q & A Ceramo-metal Science by Kiyoko Ban. 1989, pp 34-35, 62-65, Ishiyaku Publishers Inc., Tokyo.
12. Steven P.J., Fredrickson E.J. and Gress M.L.: *Implant Prosthodontics.* 2000, pp. 38-40, Mosby, St Louis.
13. Yamamoto M.: *Metal Ceramics* 1985, pp. 447-481 Quintessence Pulishing Co., Tokyo.
14. Griggs J.A., Kishen A. and Le K.N.: Mechanism of strength increase for a hydrothermal porcelain. in press.
15. Griggs J.A. and Kishen A.: Influence of hydrolyzation on mechanical properties of a hydrothermal glass. *J. Dent. Res.* 80: 641 Abstract 915, 2001.
16. Lee Y.K. and Kim K.N.: Effect of water on mechanical degradation of dental ceramics. *J. Dent. Res.* 80: 641 Abstract 916, 2001.
17. Barret A.A., Grimaudo N.J., Anusavice K.J. and Moorhead J.E.: Environmental effect on surface structure and strength of an "Hydro-thermal" ceramic. *J. Dent. Res.* 77:128 Abstract 180, 1998.
18. Risto C., Lüthy H., Loeffel O. and Schärer P.: Chemische löslichkeit und festigkeit von niedrigschmelzenden dentalporzellanen. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 105: 611-616, 1995.
19. Wiederhorn S.M.: Moisture assisted crack growth in ceramics. *Int. J. of Fracture Mechanics.* 4(2): 171-177, 1968.
20. Bando Y., Ito S. and Tomozawa M.: Direct observation of crack tip geometry of SiO₂ glass by high-resolution electron microscopy. *Communications of the Am. Ceram. Soc.* 67: C36- C37, 1984.
21. Ito S. and Tomozawa M.: Crack blunting of high-silica glass. *J. Am. Ceram. Soc.* 65: 368-371, 1982.
22. Morena R., Beaudreau G.M., Lock wood P.E. Evans A.L. and Fairhurst C.W.: Fatigue of dental ceramics in a simulated oral environment. *J. Dent. Res* 65(7): 993-997 1986.
23. Davis K.M. and Tomozawa M.: Water diffusion into silica glass: structural changes in silica glass and their effect on water solubility and diffusivity. *J. of Non-Crystalline Solids* 185:203-220, 1995.
24. Li H. and Tomozawa M.: Mechanical strength increase of abrad -ed silicaglass by high pressure water vapor treatment. *J. of Non-Crystalline Solids* 168: 287-292, 1994.
25. Evans A.G.: Slow crack growth in brittle materials under dynamic loading conditions.

- Int. J. Fracture 10: 251-259, 1974.
26. ISO 6872, Dental Ceramic 8.3. Flexural Strength, Geneva, 1995.
 27. KSL 3114 Testing method for apparent porosity, water absorptio and specific gravity of fired bricks.
 28. Lawn B.R. and Fuller E.R.: Equilibrium penny-like cracks indent -ation fracture. *J. Mat. Sci.* 12: 2016-2024, 1975.
 29. Thylstrup A. and Fejerskov O.: Textbook of Clinical Cariology 2nd edition 1986, pp.17-43 Munksgaard Copenhagen Denmark.
 30. Mirvish S.S. Reimers K.J., Kutler B., Chen S., Haorah J., Morris C.R., Grandjean A.C. and Lyden E.R.: Nitrate and nitrite concentrations in human saliva for men and women at different ages and times of the day and their consistency over time. *European J. of Cancer Prevention* 9: 335-342, 2000.
 31. Giordano R., Cima M. and Rober R.: Effect of surface finish on the flexural strength of feldspathic and aluminous dental ceramics. *Int. J. Prosthodont* 8: 311-319, 1995.
 32. Davis K.M. and Tomozawa M.: An infrared spectroscopic study of water- related species in silica glasses. *J. of Non-Crystalline Solids* 201: 177-198, 1996.
 33. Tomozawa M.: Fracture of glasses. *Annu. Rev. Mater. Sci.* 26: 43-74, 1996.
 34. 俞炳高, 朴萬基, 廉貞祿: 機器分析, 1990, pp. 2-23, 378-389, 東明社
 35. Jones D.W. and Wilson H.J.: Porosity in dental ceramics. *Brit. Dent. J.* 138: 16-21, 1975.
 36. Jestel N.L., Morris M.D. and O'Brien W.J.: Depth-resolved Tamen microprobe examination of a commercial dental porcelain exposed to a simulated oral environment. *Dent. Mater.* 14:375-382, 1998.
 37. Drummond J.L. and Lenke J.W.: Physiological aging of an All-Ceramic restorative material. *Dent. Mater.* 7: 133-137, 1991.
 38. Sherrill C.A. and O'Brien W.J.: Transverse strength of aluminous and feldspathic porcelain. *J. Dent. Res* 53(3): 683-690, 1974.
 39. Denry I.L., Rosenstiel S.F., Holloway J.A. and Niemiec M.S.: Enhanced chemical strengthening of feldspathic dental porcelain. *J. Dent. Res.* 72(10): 1429-1433, 1993.
 40. Fairhurst C.W., Lockwood P.E., Ringle R.D. and Thompson W.O.: The effect of glaze on porcelain strength. *Dent. Mater.* 8: 203-207, 1992.
 41. Kelly J.R., Nishimura I. and Campbell S.D.: Ceramics in dentistry: historical roots and current perspectives. *J. Prosthet. Dent.* 75: 18-32, 1996.
 42. Alkhiary Y., WU B. and Giordano R.: Effects of repeated firing on composition of veneering ceramics *J. Dent. Res.* 80: 544 Abstract 142, 2001.

Reprint request to:

Keun-Woo Lee

Department of Prosthodontics, College of Dentistry, Yonsei University
134 Shinchon-Dong, Seodaemun-Gu, Seoul, 120-752, Korea

ABSTRACT

EFFECT OF WATER CONTENT ON THE FLEXURAL STRENGTH DURING REFIRING IN DENTAL PORCELAIN

Hye-Yang Park, D.D.S., M.S.D., Ph.D., June-Sung Shim, D.D.S., Ph.D.,
Keun-Woo Lee, D.D.S., M.S.D., Ph.D.

Dept. of Prosthodontics, Dental College, Yonsei University

Statement of problem : Long-term exposure of dental porcelain to saliva during temporary cementation of a porcelain-fused to metal (PFM) restoration could affect mechanical strength of dental porcelain if the restoration is refired.

Purpose : This work was performed to verify the effect of water on the mechanical strength in aged dental porcelain.

Material and method : 63 specimens (Vintage Metalbond opaque and opal powder) were distributed to three experimental groups: non-water immersed control, immersed and predried, and immersed and non-predried groups. The changes in flexural strength and fracture toughness after specimen refiring related to Fourier Transform Infrared (FT-IR) spectroscopy.

Results :

1. The FT-IR reflectances assigned to molecular bonds of H₂O were noted as significantly different between the first-fired group and three refired groups and between two water-immersed groups and control group after refiring ($p < 0.05$). They were also significantly different between predried group and non-predried group after refiring ($p < 0.05$).
2. For opal specimens, FT-IR absorbances for hydrogen bond of H₂O and silanols were significantly higher in non-predried group than in predried group ($p < 0.05$).
3. Predried opal group showed the highest mean flexural strength ($p < 0.05$). Non-predried group indicated higher mean flexural strength than control group ($p < 0.05$).
4. The mean fracture toughness for predried group was higher than non-predried group ($p < 0.05$).
5. The difference of leucite crystal size is noted between control group and water-immersed, predried group in scanning electron microscopic study ($\times 10000$).

Key words : Refiring, Feldspathic dental porcelain, Metal ceramic restoration, Temporary cementation, Water immersion, Fourier Transform Infrared (FT-IR), Flexural strength, Fracture toughness, Leucite crystal