

# 반복 사용된 IPS Empress ceramic의 물리적 성질에 관한 연구 Part IV : 경도 및 파괴인성에 관한 연구

원광대학교 치과대학 치과보철학교실

진 태 호

## I. 서 론

치과치료에 대한 환자들의 심미적 요구가 증가됨에 따라 자연치아와 색조가 유사한 심미적 장점을 지닌 치과도재에 대한 관심이 증가되어 왔다. 심미적인 특성과 아울러 여러 장점을 지닌 치과도재는 저작시 파절의 위험성을 지닌다는 단점을 가지고 있다.

치과재료에서 경도(hardness)는 어떤 하중에 의해 생기는 압흔(indentation)에 저항하는 상대적 크기를 말한다. 이는 굽힘과 마모에 대한 재료의 저항능력을 의미한다. 파괴인성(fracture toughness, K<sub>1c</sub>)은 재료의 중요한 특징으로서 균열(crack)의 파급(propagation)에 대한 저항능력을 말한다. 이는 결함에 대한 강도의 민감도를 나타내는 파라미터로서 재료가 파괴를 일으킬 때 까지 저장 할 수 있는 변형에너지의 총량이나 인장응력하에서 결함이 급속하게 파급되어 파괴를 나타낼 때의 임계응력확대계수로 표시한다.<sup>1)</sup>

치과용 도재의 문제점 중 하나는 낮은 파괴인성에 있는데 파괴인성이 낮을수록 도재의 임상적 확실성(reliability)이 저하된다. 모든 새로운 치과도재는 시장에 소개되어 사용되기 전에 굽힘강도의 관점에서 뿐만 아니라 파괴인성의 측면에서 검사되어야 한다. 파괴인성에 관하여 많은 관심을 가지고 연구되어 왔는데, Scherrer 등<sup>2)</sup>은 fractographic analysis로

치과용 도재의 파괴인성에 관해 연구하였고, Baharav 등<sup>3,4)</sup>은 glaze thickness와 냉각속도가 알루미늄 강화도재의 파괴인성과 미세경도에 미치는 영향에 관하여 연구하였다. Gorman 등<sup>5)</sup>은 IPS Empress와 Optimal pressable ceramic간의 물리적 성질을 비교하였고, Scherrer 등<sup>6)</sup>은 치과용 유리와 도재를 이용하여 파괴인성 시험방법을 비교 연구하였다. Seghi 등<sup>7)</sup>은 새로운 치과용 도재의 상대적 파괴인성과 경도에 관하여, 안 등<sup>8)</sup>은 압자압입법에 의한 치과용 도재의 파괴인성에 관하여 연구하였다.

1983년에 쾨리히대학에서 개발되어 소개된 IPS Empress ceramic은 심미적 재료중의 하나로서 자연치아와 유사한 투명도를 가지며 심미성과 변연적합성이 우수하며 부가적인 도재축성과 소성과정이 없어 제작과정이 간편하고 색조선택이 용이하며 치아의 재현성이 높다. 종래의 sintering에 의한 방법에 반해 열가압법에 의한 ceramic은 기포의 감소, Weibull modulus의 증가, 굽힘강도 증가등의 장점을 지닌다.

IPS Empress system은 많은 장점을 가지고 있음에도 불구하고 높은 가격의 기공장비 및 기공재료를 요구하기 때문에 이에 따른 환자의 경제적 부담이 증가하는 단점이 있어 임상보철에서의 사용이 제한되어 왔다. 국내에서의 몇 편의 연구가 특히 IPS Empress ceramic의 재활용에 관하여 연구되어 왔는

※ 이 논문은 2002년도 원광대학교의 교비 지원에 의해서 수행됨.

데, 반복사용시의 색 안정성에 관한 연구,<sup>8)</sup> 반복사용시의 굽힘강도에 관한 연구,<sup>9)</sup> 염색저항성에 관한 연구,<sup>10)</sup> 반복사용된 IPS Empress ceramic의 pressing accuracy에 관한 연구<sup>11)</sup> 등의 주로 반복 사용된 IPS Empress ceramic의 물리적 성질에 관한 연구들이 있어 왔다.

본 연구의 목적은 이러한 연구의 하나로 IPS Empress ceramic의 재활용의 가능성을 알아보기 위한 방법으로 반복 사용시의 물리적 성질의 변화중 정도와 파괴인성에 관하여 연구하였다.

## II. 연구재료 및 방법

### 1. 시편제작

베이스 플레이트 왁스를 이용하여 직경 10mm, 두께 1.5mm의 왁스시편을 제작한 후 IPS Empress 시스템에서 사용하는 layering technique용 매몰재 (Ivoclar Co.)와 plastic ring base, IPS Empress paper, investment ring, investment gauge, ring stabilizer를 이용하여 진공매몰하였다. 제조회사의 지시에 따라 소환 한 후 TCI ingot을 사용하고 pressing furnace(Ep 500, Ivoclar Co.)를 이용하여 pressing(열가압)하였으며 서서히 냉각시킨 후 50um glass beads 로 pen blaster(Shofu Co., Japan)를 이용하여 매몰재를 제거하였다.

시편은 사포를 이용하여 1000grit 까지 연마한 다음 다이아몬드 혼탁액으로 최종 연마하였다. 사용된 ingot을 재 사용하여 2차 열가압, 3차 열가압의 시편을 위와 동일한 방법으로 준비하였다.

### 2. 경도 및 파괴인성 측정

#### A. 경도

시편의 경도는 Vicker경도법을 이용하여 측정하였다. 디지털 미세경도측정기(Model MXT70, Matsuzawa Seiki Co., Ltd, Tokyo, Japan)를 이용하여 시험시편에 indentation을 주었는데 각각의 시편에 서로 다른 3개의 indentation을 부여하였고 평균 측정치를 구하였다. 시편에 가해진 하중의 크기는 1Kg(9.8N)이었으며 indentation을 위한 inden-

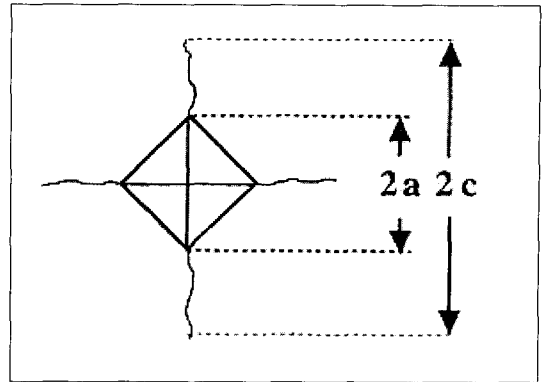


Fig. 1. Schematic representation of Vickers indent fracture system, showing characteristic c and a dimensions of a penny-shaped radial/median crack.

tor의 하강시간은 3초, 시편에 접촉후 하중부여 시간은 15초로하였다.

시편의 경도(H)는 다음의 공식에 의하여 산출하였다.

$$H = P/2a^2$$

P는 하중의 크기(1Kg),  $\alpha$ 는 indent의 직경의 1/2이며 1 Kg의 하중을 15초 부여한 후에 200배 확대하여 측정하였다.

#### B. 파괴인성

시편의 파괴인성(Kic)은 indentation법을 이용하여 측정하였다. 각 시편에서의 crack의 길이(c)와 diamond diagonal의 길이(a)를 기록한 후에 다음의 공식에 의해 파괴인성치를 산출하였다.

$$Kic = 0.016(E/H)^{1/2}(P/c^{3/2})$$

H는 경도, E는 탄성계수(67 GPa), P는 사용한 indentation하중, c는 indent의 중심에서부터 측정할 균열의 길이이다.

### 3. 통계학적 처리

각 시험시편으로부터 얻어진 결과를 컴퓨터 프로그램 (SPSS 9.0, Statistical Package for Social Science; SPSS, Chicago, ILL)을 이용하여 분석하였는데 one way ANOVA와 Scheffe test를 시행하였고 95%수준에서의 통계학적 유의성을 검증하였다.

**Table I . Mean and S.D. of hardness and fracture toughness**

Pressing	Hardness(GPa)		Fracture Toughness(GPam <sup>0.5</sup> )		No
	Mean	S.D.	Mean	S.D.	
1	6.2303	(0.4771)	1.71	(0.1630)	36
2	5.4960	(0.2478)	1.78	(0.1043)	30
3	5.6980	(0.4155)	1.73	(0.1415)	30

**Table II . Comparison of mean value of hardness and fracture toughness (Scheffe test)**

	Pressing	Pressing	Mean Difference	Std. Error	Sig.	ANOVA
Hardness	1	2	0.7343*	0.98	0.000	0.000
	1	3	0.5323*	0.98	0.000	
	2	3	0.2020	0.103	0.151	
Toughness	1	2	0.0709	0.035	0.129	0.121
	1	3	0.0209	0.035	0.833	
	2	3	0.0500	0.036	0.389	

\*. The mean difference is significant at the 0.05 level.

### III. 결 과

1차, 2차 3차 열가압 시편의 경도의 평균값은 각각  $6.23 \pm 0.48$ MPa,  $5.50 \pm 0.25$ MPa, 그리고  $5.70 \pm 0.42$ MPa로 나타났으며 1차의 경우 2차, 3차 열가압 시편의 경도보다 높았다( $P < 0.05$ , Table I, II). 3차의 경우 2차에서 보다 높았으나 이 둘간의 통계적 차이는 없었다( $P > 0.05$ , Table I, II).

1차 시편에서의 파괴인성값은  $1.71 \pm 0.16$ MPam<sup>1/2</sup> 이었고 2차, 3차시편에서의 파괴인성값은 각각  $1.78 \pm 0.10$ MPam<sup>1/2</sup>,  $1.73 \pm 0.14$ MPam<sup>1/2</sup>으로 나타났으며 2차 열가압 시편의 파괴인성값이 가장 크게 나타났고 1차 열가압 시편의 경우 가장 낮았다. 그러나 이들 모두간의 통계적 차이는 없었다( $P > 0.05$ , Table I, II).

### IV. 고 찰

파괴인성은 균열이 파급되어감에 저항하는 재료의 성질로 정의된다. 파괴인성값이 높을수록 이러한 재료로 제작된 경우 좋은 기계적 성질을 갖는 것으로

간주한다. 일반적으로 파괴인성을 평가하는데는 두 가지 방법을 이용하는데 하나는 굽힘법(bending test)이고 다른 하나는 압흔법(indentation test)이다. 굽힘법에서 파괴인성은 최대하중과 시편의 크기, notch의 크기로 얻는데, 이러한 굽힘법의 장점은 시편수가 적은 경우에서 양호한 통계적 결과를 얻을 수 있다는 데 있다.

압흔법은 변형부의 가장 깊은 곳에서 발생하여 재료의 표면을 따라 파급되는 crack(균열)을 이용한다. 이러한 방법의 장점은 방법자체의 단순함에 있는데, 기준이 되는 시편의 준비가 필요없으므로 시간과 비용을 절약할 수 있다는 데 있다. 그러나 Fisher와 Marx<sup>12)</sup>는 도재 인레이, 도재관, 도재를 이용한 고정성 국소인치의 평가에 굽힘법을 선호하였는데 새로 개발된 치과용 도재의 파괴인성을 정확히 측정하기에 압흔법은 부적당하다고 하였는데 이는 재료 자체의 prefactor가 작을때 때문이라고 하였다.

본 연구에서는 경도와 파괴인성값을 쉽게 측정할 수 있는 압흔법을 이용하여 경도와 파괴인성값을 측정하였다.

Empress에서 주된 crystalline phase는 백류석(leucite)이다. 어떤 이들은 백류석의 양은 열처리에 의해 증가되지 않으며 Empress의 processing전후의 미세구조는 변화되지 않는다고 한 반면 어떤 이들은 열처리에 의해 백류석의 양이 증가함으로 IPS Empress ceramic의 강도등을 증가시킬 수 있다고 하였다. 이러한 열가압 과정에 따른 구조적 변화의 여부가 IPS Empress ceramic의 물리적 성질을 변화시킬 수 있다고 여겨진다.

본 연구에서 반복 사용된 IPS Empress ceramic의 경도는 6.0 MPa보다 적은 값을 보였는데 Gorman 등<sup>5)</sup>의 연구에서는 Empress의 경우 6.94 (0.79)로, OPC의 경우 7.28 (0.62) GPa로 나타나 본 연구에서 보다 높은 결과를 보였다. 본 연구에서 반복 사용에 따라 경도값은 감소됨을 보인 반면에 파괴인성값은 차이를 보이지 않았다. 2차 열가압 시편의 경우 5.50GPa로, 3차 열가압 시편의 경우 5.70GPa로 나타나 1차 열가압 시편의 6.23GPa보다 낮게 나타났다. 이는 반복 pressing에 따른 표면구조의 변화에 의한 것으로 사료되나 정확한 근거를 위한 추가적인 실험이 요구되며 본 연구의 경우 단순히 반복 사용에 의한 물리적 성질의 일부 변화만을 알고자 하였다.

본 연구에서 Empress ceramic의 파괴인성값은  $1.70\text{GPam}^{0.5}$ 보다 높게 나타나 파괴인성값이  $1.33\text{GPam}^{0.5}$ 으로 나타난 Gorman 등<sup>5)</sup>의 결과나 Fischer와 Marx( $1.18\text{MPam}^{0.5}$ )<sup>12)</sup>의 결과에서 보다 높았는데 이는 서로 다른 실험방법의 차이에 의한 것으로 사료되며 본 연구에서는 반복 열가압에 따른 자체내 변화에 초점을 두었다.

파괴인성의 경우 1차, 2차, 3차에서 모두  $1.70\text{MPam}^{0.5}$ 보다 높게 나타났으며 이는 Gorman 등 ( $1.33\text{MPam}^{0.5}$ )<sup>11)</sup>이나 Fischer와 Marx( $1.18\text{MPam}^{0.5}$ )<sup>9)</sup>의 결과에서 보다 높았다.

IPS Empress ceramic의 재활용을 위한 반복 사용된 IPS Empress ceramic의 물리적 성질에 관한 몇몇의 연구가 있었는데, IPS Empress ceramic의 굽힘강도의 경우 반복사용에 따른 통계적인 차이가 없다고 하였으며<sup>10)</sup> 진과송<sup>11)</sup>은 반복사용에 따른 염색저항성의 차이는 있었으나 미약하여 임상적으로 허용가능하다고 하였다. 이 밖에 색안정성<sup>9)</sup> 및 pressing accuracy<sup>12)</sup>에 관한 연구가 있었는데 반복 사용된

IPS Empress ceramic에서 임상적으로 허용가능한 결과를 보였다고 하였다.

대부분의 IPS Empress ceramic의 반복사용에 따른 물리적 성질에 관한 연구에서 IPS Empress ceramic의 재활용이 가능함을 시사하였다. 그러나 재활용을 위한 IPS Empress ceramic의 처리등이 어려운 문제가 있고 또한 재활용의 가능성을 입증하기 위한 생체적합성에 관한 연구등의 다른 연구들이 필요할 것으로 사료된다.

## V. 결 론

본 연구는 심미적인 장점을 지닌 IPS Empress ceramic의 임상보철에서의 적용확대를 위한 IPS Empress ceramic의 재활용 가능성에 관하여 연구하고자 반복 사용된 IPS Empress ceramic의 물리적 성질 중 경도와 파괴인성에 관하여 연구하였다. 반복 사용된 2, 3차 열가압 IPS Empress ceramic의 경도는 각각 5.50MPa 과 5.70MPa로 나타나 1차 열가압 IPS Empress ceramic의 6.23MPa에 비해 낮게 나타났으며( $P < 0.05$ ), 파괴인성값은 1차, 2차 및 3차의 경우 각각  $1.71\text{MPam}^{1/2}$ ,  $1.78\text{MPam}^{1/2}$ , 그리고  $1.73 \pm \text{Pam}^{1/2}$ 로 나타나 반복 사용에 따른 차이를 보이지 않았다( $P > 0.05$ ).

## 참고문헌

1. Ahn S, Lee J, Bae T. An evaluation of fracture toughness of dental ceramics by indentation fracture method. *J Kor Acad Prosthodont* 1996;34:309-319.
2. Scherrer SS, Kelly JR, Quinn GD, Xu K. Fracture toughness( $K_{Ic}$ ) of a dental porcelain determine fractographic analysis. *Dent Mater* 1999;15:342-8.
3. Baharav H, Laufer B, Pilo R, Cardash HS. Effect of glaze thickness on the fracture toughness and hardness of alumina-reinforced porcelain. *J prosthet Dent* 1999; 81:515-9.
4. Baharav H, Laufer B, Mizrachi A, Cardash HS. E. Effect of different cooling rates on

- fracture toughness and hardness of alumina-reinforced porcelain. *J prosthet Dent* 1996;76:19-22.
5. Gorman CM, McDevitt WE, Hill RG. Comparison of two heat-pressed all-ceramic dental materials. *Dent Mater* 2000;16:389-395.
  6. Scherrer SS, Denry IL, and Wiskott HWA. Comparison of three fracture toughness testing techniques using a dental glass and a dental ceramic. *Dent Mater* 1998;14:246-255.
  7. Seghi RR, Denry IL, Rosenstiel SF. Relative fracture toughness and hardness of new dental ceramics. *J Prosthet Dent* 1995;74:145-50.
  8. Jin T, Park H. Physical properties of the reused IPS Empress ceramic. Part I. Color stability. *J Wonkwang Dental Res Instit* 1997;7:133-138.
  9. Jin T, Kim H. Physical properties of the reused IPS Empress ceramic. Part II: study on the flexure strength. *J Kor Acad Prosthodont* 1998;36:513-518.
  10. Jin T, Song Y. Physical properties of the reused IPS Empress ceramic. Part III: study on the stain resistance. *J Kor Acad Prosthodont* 1999;37:776-781.
  11. Song B, Park H, Oh S, and Jin T. a study on the pressing accuracy of the reused IPS Empress ingot. *J Kor Acad Prosthodont* 1997;35:357-64.
  12. Fischer H, Marx R. Fracture toughness of dental ceramics: comparison of bending and indentation method. *Dent Mater* 2002;18:12-19.

---

**Reprint request to:**

Prof. Tai-Ho Jin, D.D.S.  
Dept. of Prosthodontics, School of Dentistry, Wonkwang University  
Shinryongdong 344-2, Iksan, Chonbuk 570-749  
jin@wonkwang.ac.kr

ABSTRACT

## THE PHYSICAL PROPERTIES OF REUSED IPS EMPRESS CERAMIC PART IV: HARDNESS AND FRACTURE TOUGHNESS

Tai-Ho Jin, D.D.S.

*Department of Prosthodontics, School of Dentistry, Wonkwang University*

**Statement of the problem** : IPS Empress ceramic has been used as one of a esthetic restorative material since it's development, but the broad application of IPS Empress ceramic to clinical prosthodontic field has been limited by its high material cost.

**Purpose** : This study was investigated to evaluate the hardness and fracture toughness after recycling of the IPS Empress ceramic.

**Material and methods** : Reused specimens of IPS Empress were fabricated with repeated pressing. The hardness(Vickers hardness) and fracture toughness of 1st , 2nd and 3rd pressed specimens were measured with Digital Micro Hardness Tester(Model MXT70, Matsuzawa Seiki Co., Ltd, Tokyo, Japan). The obtained data were analyzed using SPSS(Ver. 9.5).

**Result** : The mean value of the hardness in the 1st, 2nd and 3rd pressed Empress were  $6.23 \pm 0.48$ MPa,  $5.50 \pm 0.25$ MPa, and  $5.70 \pm 0.42$ MPa. The hardness of the 1st pressing ceramic was higher than those of the 2nd and 3rd pressed ceramics( $P < 0.05$ ). Hardness of the 3rd pressed ceramic was greater than that of the 2nd pressed ceramic, but there was no significant difference of hardness between those two( $P > 0.05$ ).

The mean value of the fracture toughness was  $1.71 \pm 0.16$ MPam<sup>1/2</sup> in 1st pressed ceramic,  $1.78 \pm 0.10$ MPam<sup>1/2</sup> in 2nd pressed , and  $1.73 \pm 0.14$ MPam<sup>1/2</sup> in 3rd pressed IPS ceramic. Fracture toughness of the 2nd pressed ceramic was the highest and that of the 1st pressed ceramic was the lowest. There was no significant difference of fracture toughness among them( $P > 0.05$ ).

**Conclusion** : Hardness of the 2nd and 3rd pressed IPS Empress ceramics were lesser than that of 1st pressed IPS Empress ceramic( $P < 0.05$ ), but there was no significant changes of fracture toughness among them( $P > 0.05$ ).

---

**Key words** : IPS Empress, Recycling, Hardness, Fracture toughness