

## 치과용 열가압 글라스 세라믹스의 기계적 성질과 미세구조

이해형<sup>†</sup> · 이병택\*

단국대학교 치과대학 치과생체재료학

\*공주대학교 신소재공학부

(2003년 12월 20일 접수; 2004년 2월 10일 승인)

### Mechanical Properties and Microstructure of Dental Heat-Pressable Glass-Ceramics

Hae-Hyung Lee<sup>†</sup> and Byong-Taek Lee\*

Department of Dental Biomaterials, School of Dentistry, Dankook University, Cheonan 330-714, Korea

\*School of Advanced Materials Engineering, Kongju National University, Kongju 314-701, Korea

(Received December 20, 2003; Accepted February 10, 2004)

#### 초 록

본 연구에서는 치아 수복에 사용되는 상용 글라스 세라믹들을 디스크 모양으로 열가압 성형하여 ball-on-3-ball에 의한 이축강도와 압입시험에 의한 파괴인성을 측정하였다. 시편들로부터 XRD, SEM, TEM을 이용하여 결정상과 미세구조를 분석하였다. 글라스 세라믹내의 결정들은 균열의 진행에 대하여 효과적인 저지를 하지 못하였으나 높은 결정화도가 기계적 성질의 향상에 기여하는 것으로 판단된다. Lithium disilicate 결정의 글라스 세라믹은 상대적으로 결정함량이 낮은 leucite 세라믹에 비하여 유의하게 높은 이축강도와 파괴인성을 나타내어 치과용 글라스 세라믹으로서 높은 신뢰성이 기대된다.

#### ABSTRACT

Biaxial flexure strength (ball-on-3-ball) and fracture toughness (indentation microfracture) of heat-pressable glass-ceramics for dental use were investigated in this study. Crystal phase and microstructure of glass-ceramics were analyzed by XRD, SEM, and TEM. Crack propagation in specimens was not effectively arrested by dispersed crystalline particles. However, higher degree of crystallization probably contributes to strengthening of glass-ceramics. Better clinical reliability can be expected from lithium disilicate glass-ceramic because of its significantly higher biaxial flexure strength and fracture toughness.

**Key words :** Dental materials, Glass-ceramics, Heat-pressing, Biaxial strength, Fracture toughness

#### 1. 서 론

세라믹은 화학적 불활성, 내마모성, 생체적합성외에 심미성을 겸비하고 있어 이상적 치과용 심미수복재료로 여겨지고 있다.<sup>1,2)</sup> 세라믹스가 본격적으로 치과보철분야에 이용된 것은 Westein<sup>3)</sup>에 의한 Porcelain-Fused-to-Metal (PFM) 수복시스템으로 1960년대 초부터 사용되어 오늘날까지 가장 성공적인 수복시스템으로 자리 잡고 있다. 그러나 PFM보다 더 높은 심미성의 요구가 많아지고 금속 재료의 부식에 대한 염려로 보철 치의학(prostodontics) 분야에서 수복용 재료가 계속 개발되고 있다. 즉 금속 또는 금속-세라믹 수복 시스템들은 비금속(metal-free) 수복 시스템들로 대체되고 있으며 적용 범위도 전치부에서 구치부까지 확장되고 있다.<sup>4)</sup> 그간 세라믹만의 치과용 수복물(all-

ceramic restorations)은 세라믹 고유의 취성으로 낮은 기계적 신뢰성을 보였다. 그러나 최근 취성극복을 위한 세라믹 재료의 발전과 가공기술의 개발로 많은 인공 치아용 세라믹이 소개되었으며 이에 대한 임상적용이 늘고 있어 치과 심미보철분야에서 가장 중요한 부분을 차지하고 있다.<sup>5,6)</sup>

치과용 세라믹은 전통적으로 유리분말 슬러리를 이용하여 인산염계 내화재 위에서 (800-1000)°C 범위의 저온 소결에 의하여 제작되어 왔다. 그러나 소결 시 (20-30)%에 달하는 과도한 수축량은 항상 net-shaping상의 정확도에 문제를 일으키며, 1,100°C 이상의 고온이 필요한 분말에는 적절한 내화재가 없어 직접 소결에 의하여 정확한 크기의 세라믹 수복물을 얻기 힘들다. 이러한 어려움을 극복하기 위하여 최근 slip-casting에 의한 부분 소결체의 glass-infiltrated ceramic, 주조 및 주입성형(injection-molding)용 세라믹, CAD/CAM에 의한 machinable 세라믹 재료가 치과용 수복재료로 소개되어 사용되고 있다. 이 가운데 소결된 잉고트(ingot)를 lost-wax법에 의하여 형성된 주형내

<sup>†</sup>Corresponding author : Hae-Hyung Lee

E-mail : haelee@dku.edu

Tel : +82-41-550-1925 Fax : +82-41-550-1925

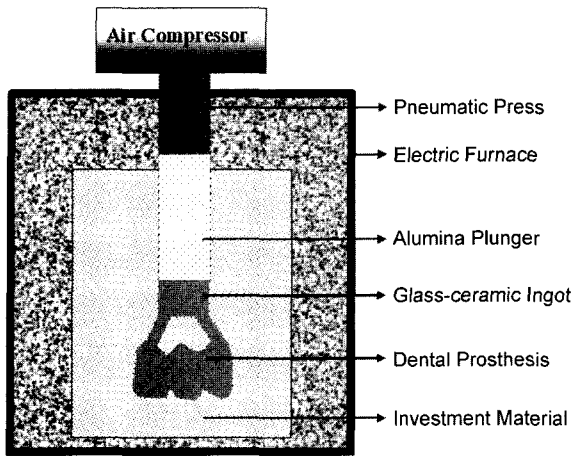


Fig. 1. Schematic diagram of dental heat-pressing procedure.

에 가열상태에서 주입하는 방식으로 제작되는 열가압(heat-pressed) 세라믹은 상대적으로 짧은 제작 소요시간 및 경비와 타 시스템에 비하여 높은 정확도로 주목을 받고 있다(Fig. 1). 주입성형 제작법에는 공정의 특성상 글라스 세라믹들이 이용되고 있으며 이들 세라믹 특유의 기계적 가공성은 CAD/CAM에 의한 수복물의 제작도 가능하게 한다.<sup>7,8)</sup>

세라믹 수복물의 실패는 취성 파절에 의한 결과가 빈번하다. 그러므로 강도와 파괴인성은 세라믹 수복물의 임상적 거동을 예측하는데 중요한 인자이다. 치과용 세라믹의 강도 평가는 일반적으로 3점, 4점 굽힘의 일축강도 시험으로 평가되어 왔다. 그러나 국제규격(ISO/DIN 14704.2)에 필요한 최소한의 지지점간 거리 30 mm를 갖는 치과용 세라믹 시편을 제작하기는 매우 어려워 단점이 지적되어 왔다. 최근 치과용 세라믹의 국제규격 ISO 6872 (1999)에서는 이축굽힘시험법(biaxial flexure test)을 제시하고 있어 많은 연구에서 이용되고 있다. 일축시험에 비하여 이축시험의 장점은 시편제작의 용이성, 일축시험에서 흔히 관찰되는 모서리 결함에 의한 영향이 없다는 점 등이다.<sup>9)</sup> 또한 이축강도 시험법은 치과용 수복재와 같이 구강내에서 다양한 응력을 받는 재료에서의 평가에 적합하다고 할 수 있다.<sup>10)</sup>

치과용 글라스 세라믹스는 수복물의 제작방법에 있어서의 장점에도 불구하고 알루미늄, 지르코니아에 비하여 상대적 취약성 때문에 임상 실패율이 비교적 높은 편이

다.<sup>11)</sup> 운모계(mica-based) 글라스 세라믹인 Dicor(Dentsply, USA)가 치과용으로는 처음으로 사용되었다. 그러나 이들 글라스 세라믹은 낮은 강도로 인하여 많은 임상실패를 보였다.<sup>12)</sup> 최근에 기계적 성질을 향상시킨 수종의 치과용 글라스 세라믹이 소개되었다. 본 연구에서는 이들 치과용 가압성형용 글라스 세라믹스의 기계적 성질을 분석하기 위하여 이축 강도를 측정하였으며, 균열에 대한 결정입자의 작용을 보기 위하여 압입파괴법(indentation microfracture method)에 의한 파괴인성이 측정되었다. 미세구조와 결정상은 XRD, SEM/TEM을 이용하여 분석하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1. 시편 제작

세 종류의 상용 치과용 글라스 세라믹들이 실험에 이용되었다. 이 제품들의 공급회사(Ivoclar, Liechtenstein)는 동일하나 조성은 각각 다르다. 이축 강도시험을 위한 디스크 형태의 시편은 직경 16 mm, 두께 1.8 mm의 치과용 왁스를 이용하여 lost-wax법으로 제작되었다. 각 글라스 세라믹의 전용 내화재(Empress 2 special investment)를 이용하여 매몰된 왁스 디스크들은 왁스 조각로에서 소환(burn-out)되었다. 매몰재는 전용 가압로 EP500(Ivoclar)로 옮겨 제조사의 지시대로 잉고트를 열가압 성형을 거친 후 주입관을 잘라 세라믹 디스크를 얻었다. Table 1은 시험 재료와 조성, 성형조건을 나타내며 Fig. 1은 가압과정을 나타낸다. 열가압 글라스 세라믹의 조성과 제작과정은 타 문헌들에서 잘 기술되어 있다.<sup>13-15)</sup>

### 2.2. 이축강도 및 파괴인성

각 그룹에서 얻어진 20개씩의 디스크는 양면은 SiC 연마지 #2000까지 순차적으로 연마한 다음 한면은 6, 3, 1 μm 다이아몬드 페이스트를 이용하여 경면연마를 실시하였다. 최종 시편의 크기는 직경 (15.0 ± 0.1) mm, 두께 (1.5 ± 0.1) mm이었다. 시편들은 직경 10 mm의 원주상에 균등히 위치한 3개의 강구(지름 3.2 mm)위에 위치시키고 같은 크기의 강구로 하중을 가하였다(Fig. 2). 하중 시 접촉손상을 방지하기 위하여 디스크와 하중 강구 사이에 50 μm 두께의 폴리에틸렌 필름을 개재시켰다. 이축강도는 ball-on-3-ball test 시험법으로 재료시험기(Z202, Zwick, Germany)를 이용하여 측정하였다. 강도는 ASTM<sup>16)</sup>을 준

Table 1. Nominal Chemical Compositions and Pressing Conditions of Glass-Ceramics

Material group	Brand name	Nominal chemical composition* (wt%)	Pressing condition °C/holding/pressure
EP1	Empress	63 SiO <sub>2</sub> -18 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -11 K <sub>2</sub> O-5 Na <sub>2</sub> O	1075°C/20 min/5 bar
EP2	Empress 2	69 SiO <sub>2</sub> -15 Li <sub>2</sub> O-9 Na <sub>2</sub> O-6 K <sub>2</sub> O	920°C/20 min/5 bar
CS	Cosmo	57 SiO <sub>2</sub> -17 ZrO <sub>2</sub> -8 Li <sub>2</sub> O-6 P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	900°C/10 min/5 bar

\*Some minor elements and pigments were omitted.

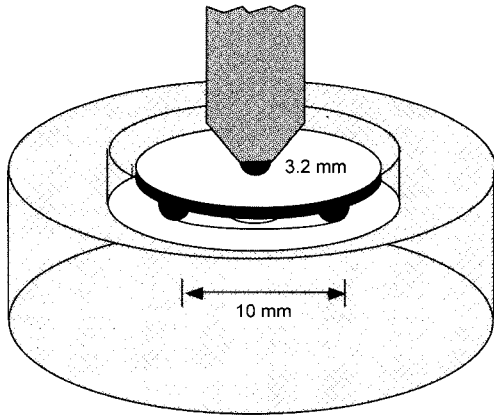


Fig. 2. Scheme of a ball-on-3-ball biaxial test.

용한 ISO 6872 (Dental Ceramics)의 다음 식에 의하여 환산되었다.

$$S(\text{BFS}) = -0.2387P(X - Y)/d^2 \quad (1)$$

$$X = (1 + \nu)\ln(B/C)^2 + [(1 - \nu)/2](B/C)^2 \quad (2)$$

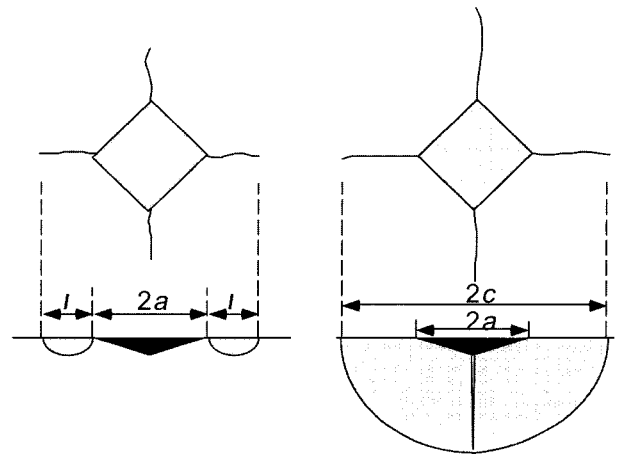
$$Y = (1 + \nu)[1 + \ln(A/C)^2] + (1 - \nu)(A/C)^2, \quad (3)$$

여기서  $P$ 는 하중,  $\nu$ 는 프와송 비(0.25),  $A$ 는 시편 지지원의 반경(5 mm),  $B$ 는 중심 하중부의 반경 또는 피스톤의 반경,  $C$ 는 시편의 반경,  $d$ 는 시편의 두께이다. 위 식은 pinston-on-3-ball 시험을 위한 식이므로 ball-on-3-ball test에서는 등가 반지름을 사용해야 하며  $B \approx d/3$ 로 간주될 수 있다.<sup>9,17)</sup> 시편들의 강도 데이터는 상용 수명분석도구인 Weibull++ 6.0(ReliaSoft, USA)을 사용하여 Medial Rank(MR)함수와 최우추정법(MLE, Maximum Likelihood Estimation)으로 와이블(Weibull)분석을 실시하여 와이블 계수( $m_2$ )과 특성강도( $\sigma_{02}$ )을 구하였다. 또한 MR의 근사법( $= (j - 0.3)/(N + 0.3)$ ,  $j$  순위,  $N$  샘플 수)에 의한 값을 graphing 프로그램(Origin 6.1)에서 비선형 최소자승 회귀법(NLSF, Nonlinear Least Square Fitting)을 이용하여 변수( $m_1, \sigma_{01}$ )들을 구하였으며 이들 결과를 비교하였다.

각 그룹에서 평균강도 값에 근사한 이축강도 시편 조각을 회수하여 파괴인성( $K_{IC}$ )을 비커스 압입시험에 의하여 측정하였다. 비커스 압입시험에 의한 균열은 일반적으로 median(half-penny) 균열과 radial(Palmqvist) 균열의 두 가지 양상으로 나타난다(Fig. 3). Niihara 등은 저하중의 시험에서 일반적으로 Palmqvist 균열이 발생하므로 균열의 양상에 따라 다음 식을 제안하여 글라스 세라믹 또는 유리시편에서 높은 적합성을 보여주었다.<sup>18,19)</sup>

$$\text{즉, Palmqvist 균열의 경우 } (lla \leq 2.5, l = c - a), \quad (K_{IC}/Ha^{0.5})(H/E)^{0.4} = 0.018(l/a)^{-0.5} \quad (4)$$

$$\text{median 균열의 경우 } (cla \geq 2.5), \quad (K_{IC}/Ha^{0.5})(H/E)^{0.4} = 0.067(c/a)^{-1.5} \quad (5)$$



(a) Palmqvist/Radial (b) Median/Half-penny  
Fig. 3. Crack geometries of Vickers indentation.

여기서  $H$ 는 경도 ( $=0.464 P/a^2$ ),  $E$ 는 탄성계수를 나타낸다. 본 연구에서 압입시험은 시편의 경면에 미세경도기(MXT-70, Matsuzawa Seiki, Japan)를 이용하여 9.8 N에서 15초간 하중을 부여하고 즉시  $\times 400$ 의 광학상에서 균열의 길이를 측정하였다. 각 그룹당 10개씩 시편을 준비하고 한 시편에서 각각 7회의 압입시험을 실시하여 파괴인성을 균열의 양상에 따라 위 식을 이용하여 산출하였다.

### 2.3. 미세구조

시편들의 연마 표면과 파단면은 SEM(1455 VP, LEO, Germany)으로 관찰되었다. 미세조직을 관찰하기 위하여 세라믹의 특성에 따라 EP1은 2% HF로 EP2와 CS는 4% HF와 30% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 수용액으로 부식시킨 다음 gold 코팅 후 관찰하였다. 부식시간은 5 - 15초로 관찰하면서 적정시간을 정하였다. 일부 시편은 TEM(JEM 2010, JEOL, Japan)을 이용하여 투과상을 관찰하였다. TEM 시편의 제조는 시편을 100  $\mu\text{m}$ 의 두께로 연마 후 초음파 절단기로 3 mm의 직경으로 만든 다음 반대 면으로부터 딤플 연마(dimple grinding) 하여 약 20  $\mu\text{m}$  두께로 하고 이온 밀러(Gatan-PIPS)를 이용하여 최종 연마한 후 탄소 증착 후 관찰하였다. 시편들의 결정상에 대한 분석을 위하여 시편조각들을 마노 유발에서 325 mesh까지 분쇄하고 step size 0.02°, step 간격 2초로 분말 XRD(X'Pert, Philips, Netherlands) 분석을 실시하였다.

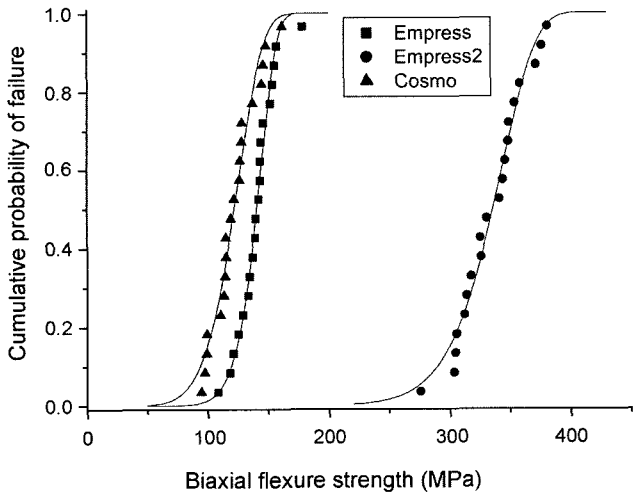
### 3. 결과 및 고찰

글라스 세라믹들의 이축강도와 여러 가지 와이블 분석 결과는 Table 2에 정리되었다. Fig. 4는 비선형 최소자승법(NLSF)에 의한 와이블 분포곡선을 나타낸다. EP1과 CS 세라믹은 각각 140 MPa와 122 MPa를 나타내었다. 그러나

**Table 2.** Mean Biaxial Strength, Standard Deviations (SD), Coefficient of Variation (CV) and Weibull Parameters of Specimen Groups (Weibull parameters and characteristic strengths which were estimated from non-linear least square fitting ( $m_1, \sigma_{01}$ ), and maximum likelihood estimation ( $m_2, \sigma_{02}$ ), respectively. The values of  $CI_{0.95}$  indicate the confidence interval at 95%.  $m_{cv}$  is the estimated Weibull Modulus with  $C_V$  of strength data.)

Group	MPa mean (SD)	$C_V$ (%)	$m_{cv}$	$m_1$	$\sigma_{01}$	$m_2$ ( $CI_{0.95}$ )	$\sigma_{02}$ ( $CI_{0.95}$ )
EP1	140.1 (15.7) <sup>a</sup>	11.1	10.9	11.5	145.1	9.2 (7.1–12.0)	147.0 (140.9–153.3)
EP2	334.2 (27.6) <sup>b</sup>	8.3	14.7	12.8	345.5	13.9 (10.5–18.4)	346.6 (337.0–356.4)
CS	122.4 (18.5) <sup>a</sup>	15.1	8.2	7.1	128.4	7.1 (5.4–9.4)	130.3 (123.4–137.1)

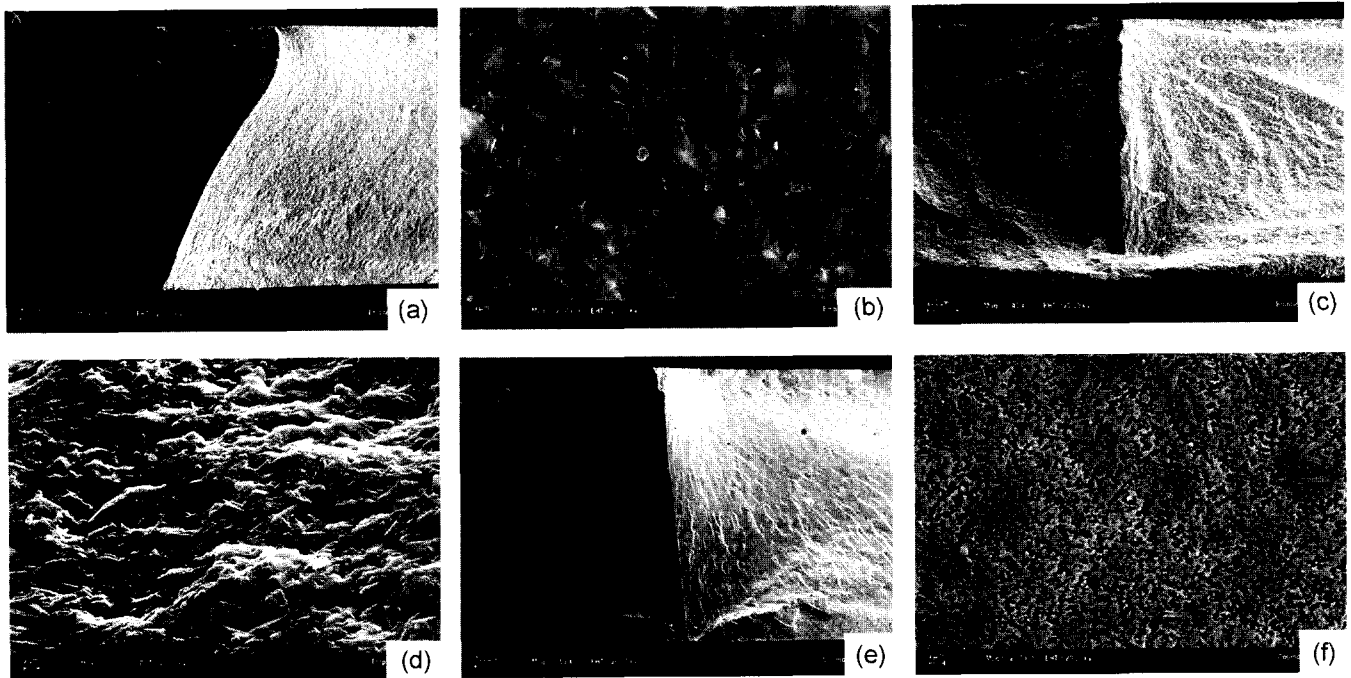
Groups with same superscript letter were not statistically different at a level of  $\alpha = 0.05$



**Fig. 4.** Weibull distributions of biaxial strength data ( $r^2 = 0.98$ ).

ANOVA(분산분석)와 Scheffe's multiple comparisons test (SPSS 10.1, USA)의 결과는 두 재료의 평균 이축강도가 통계적으로 미약한 차이임을 나타내었다( $p=0.06$ ). EP2 글라스 세라믹은 이들보다 매우 높은 334 MPa의 이축강도를 나타내었다. 파절편의 미세조직 사진은 Fig. 5에 나타나 있다. 이축강도 시험 후 시편들은 3조각으로 분리되었으며 전형적인 취성 파절양상을 보였다. 각 시편들의 파단면 미세조직상에서 EP2는 입계파절 또는 입자파절이 나타나며 EP1/CS에 비하여 더 거친 면을 나타내어 강도와의 상관성을 나타내었다.

와이블 분석에서 EP2는 EP1과 CS보다 높은 와이블계수( $m$ ) 값을 보였으며, 특히 95% 신뢰구간의 비교에서 EP2는 CS 보다 유의하게 높은  $m$ 값을 보였다. 강도 데이터는 와이블 계수의 추정법에 따른 비교에서 NLSF에 의한 형상계수( $\sigma_{01}$ )는 MLE에 의한 값들과 거의 일치하였으나 와



**Fig. 5.** SEM micrographs of fractured surface. (a) and (b) are EP1 (Empress). (c) and (d) are EP2 (Empress 2). (e) and (f) are CS (Cosmo). (f) was etched surface.

**Table 3.** Mean Values of Hardness (H), Fracture Toughness ( $K_{IC}$ ) and Brittleness Index (B) of Glass-Ceramic Materials (Elastic Moduli (E) of glass-ceramics were their respective reference value.<sup>15,20,21</sup>)

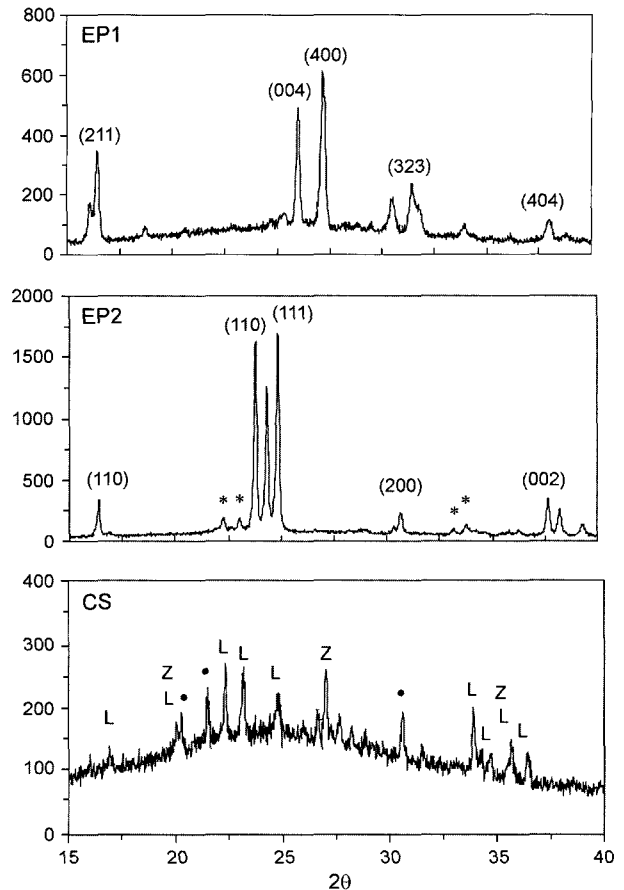
Group	E (GPa)	H (GPa)	$K_{IC}$ (MPa·m <sup>0.5</sup> )	B (H/ $K_{IC}$ )
EP1	67	5.6 (0.3)	1.52 (0.08)	3.7
EP2	103	5.3 (0.1)	2.07 (0.04)	2.6
CS	55	5.7 (0.2)	1.11 (0.05)	5.1

이블 계수에서는 약간의 불일치를 보였다. Gong과 Li (1999)는 재료의 강도 데이터로부터 얻어지는 변이계수 ( $C_V$ )로부터 간단히 와이블 계수( $m_{cv} = \alpha/C_V + \beta$ ,  $\alpha$ ,  $\beta$ 는 변이상수)를 추정하였다.<sup>22)</sup>  $m_{cv}$ 는 시편수가 클 때 약간의 불확실성이 있으나,  $2 \leq m \leq 26$ 의 범위에서 최소사승법 또는 MLE에 의한  $m$ 값과 높은 일치도를 보인다. 본 연구에서의  $m_{cv}$ 도  $m_2$  보다 약간 크게 산출되었으나 전반적으로 MLE의 범위와 일치하여 유용성을 나타내었다.<sup>23)</sup>

Table 3은 시편들의 경도, 파괴인성( $K_{IC}$ ) 및 취성 (brittleness)을 나타낸다. Lithium disilicate 결정의 EP2는 가장 낮은 경도와 가장 높은 파괴인성 값을 보였다. CS의 낮은 파괴인성은 결정성분이 매우 작음을 의미한다. 본 연구에서 측정된 세라믹의 경도는 자연치아 법랑질의 경도( $H_v \sim 4$  GPa)보다 높게 나타났다. 세라믹 수복재의 가장 큰 단점은 대합되는 치아를 마모시키는 것이며 경도는 와 파괴인성은 마모현상의 척도가 될 수 있다.<sup>24)</sup> 구강저작 모의실험장치를 이용한 연구에서는 EP2는 EP1보다 치아의 법랑질(enamel)을 덜 마모시켰다. 그러나 몇몇의 연구는 재료의 경도와 마모도와 낮은 상관성을 보고하고 있다. 이와 같은 원인은 수복재와 치아의 마모는 결정의 특성, 표면상태 및 마모환경 등이 동시에 작용하므로 경도와 마모도를 직접 비교하는 것은 오류를 범할 수 있다.

세라믹 치아 수복물의 제작과정에서는 기계적 가공성이 필요하다. Boccaccini(1997)은 세라믹의 B(brittleness index)가  $\leq 4.3 \mu\text{m}^{-1/2}$ 일 때 우수한 가공성은 나타난다고 하였다.<sup>25)</sup> EP2는 가장 낮은 B값(2.6)을 보여 CAD/CAM용의 세라믹으로서의 활용 가능성을 보였다. 우수한 가공성은 수복물 제작시의 세라믹 삭제 후의 강도에 대한 손상이 적을 것으로 판단된다.

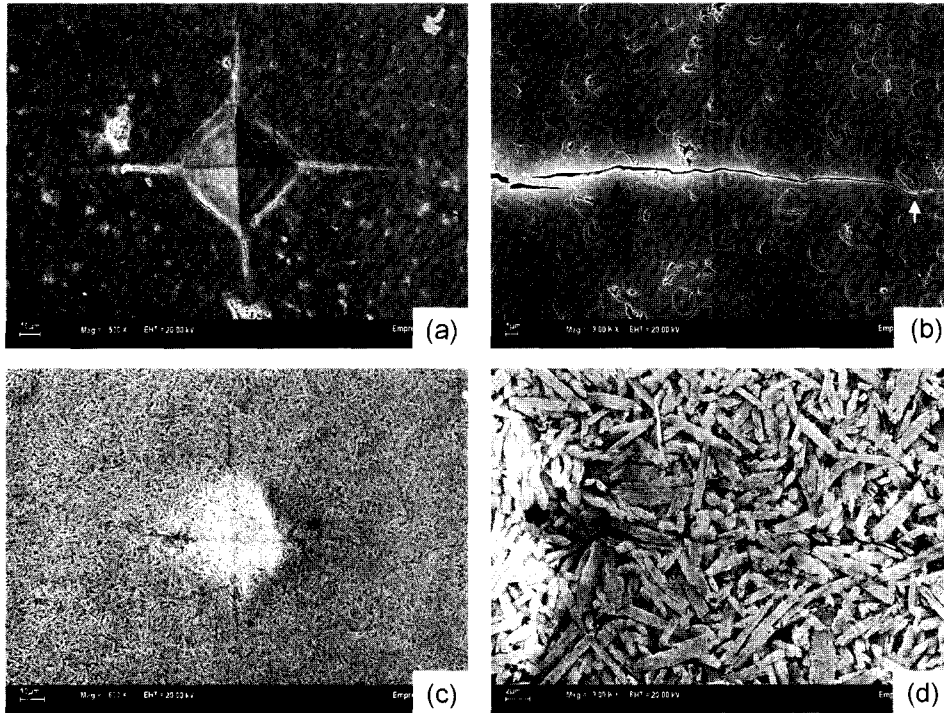
각 시편들의 XRD 결과는 Fig. 6에 나타났다. EP1 글라스 세라믹(Empress)의 주 회절상은 JCPDS 38-1423의 정방정 leucite ( $\text{KAlSi}_2\text{O}_6$ )로 나타났으며 그 외의 결정상을 검출되지 않았다. EP2(Empress2)는 결정도가 매우 높은 회절상이 나타났으며 주 결정상은 JCPDS 40-0376 단사정 lithium disilicate( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ )와 일치하였고 매우 작은 크기의 lithium orthophosphate( $\text{Li}_3\text{PO}_4$ ; JCPDS 84-0003) 회절 피크도 검출되었다. CS(Cosmo)는 전체적으로 글라스



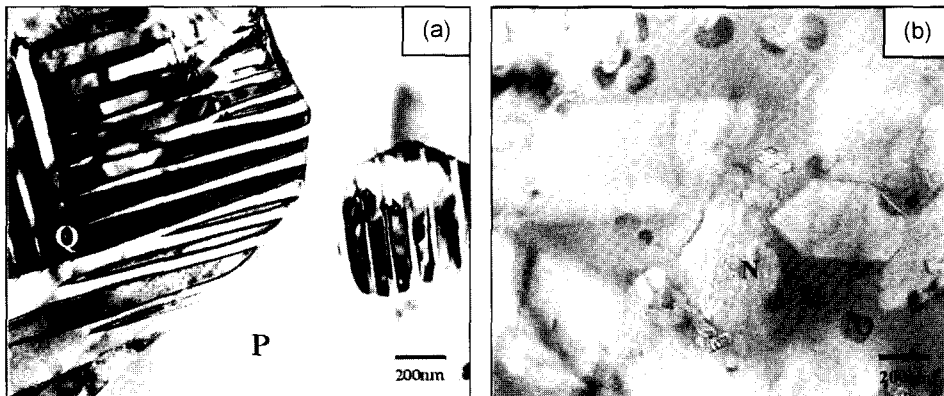
**Fig. 6.** Powder x-ray diffraction patterns of glass-ceramics. Peak data of EP1 was coincident with leucite crystal (JCPDS 38-1423). Main peaks of EP2 were lithium disilicate (JCPDS 40-0376) and asterisks indicate lithium orthophosphate (JCPDS 84-0003). CS powder showed lithium orthophosphate (L), zirconium silicate (Z; JCPDS 80-1808) and lithium zirconium silicate (•; JCPDS 36-0049) with typical diffraction pattern indicating glass material.

의 회절상에 주결정으로  $\text{Li}_3\text{PO}_4$ 가 나타났으며, zirconium silicate  $\text{ZrSiO}_4$ (JCPDS 80-1808)와 lithium zirconium silicate ( $\text{Li}_2\text{ZrSi}_6\text{O}_{15}$ ; JCPDS 36-0049) 결정상이 혼재되어 나타났다.

Figs. 7과 8은 미세조직의 SEM 및 TEM상을 나타낸다. EP1에서 leucite는 (1-5)  $\mu\text{m}$ 의 등근 입자가 분산되어 있으며 이들은 TEM상(Fig. 8(a))에서 천연 leucite와 같은 층상구조(lamella twin)를 보였다.<sup>26)</sup> EP2에서는 (2-6)  $\mu\text{m}$ 의 lithium disilicate 결정이 나타났다.  $\text{Li}_3\text{PO}_4$ 는 강산의 부식에 의하여 SEM상에서는 나타나지 않았으나 TEM상(Fig. 8(b))에서 매우 작은 크기로 관찰할 수 있었다. 이 두 세라믹의 결정함량은 각각 35 vol%, 70 vol%로 보고되었다.<sup>14)</sup> CS는 강산에 의한 부식이 심하게 나타나 주결정인  $\text{Li}_3\text{PO}_4$  관찰할 수 없었으나  $\text{Li}_2\text{ZrSi}_6\text{O}_{15}$  침상 결정이 관찰되었다(Fig. 5(f)). 이 세라믹에서  $\text{ZrSi}_4$ 는 매우 작은 크기의 결정



**Fig. 7.** Cracks produced by Vickers indentation (9.8 N). (a) & (b) are EP1 and (b) & (d) are EP2. (b) and (d) are the magnified images at the asterisk area of (a) and (b), respectively. Black arrows indicate that cracks are passed through crystals. White arrow of (b) indicates that crack is deflected by leucite particle.



**Fig. 8.** TEM image of EP 1 (a) and EP2 (b). Q is tetragonal leucite and P is glass matrix. N and O are lithium disilicate and lithium orthophosphate crystals, respectively, and M is glass matrix.

으로 존재할 것이며 BSI상으로 관찰할 수 있을 것이다.<sup>15)</sup> 글라스 세라믹들에서 분산된 입자는 균열의 진행을 저지하거나 에너지를 상쇄시켜 강화효과를 발휘한다. 루사이트는 600°C 부근에서 tetragonal ⇌ cubic의 상변태가 일어나며 고유의 열팽창계수( $\alpha \approx 25 \times 10^{-60}C^{-1}$ )가 매우 높은 결정이다.<sup>27)</sup> 따라서 기질 글라스( $\alpha \approx 8 \times 10^{-60}C^{-1}$ )와의 열팽창계수 부조화로 입자주위에 응력장을 형성시켜 강화효과(microcrack toughening)를 발휘한다.<sup>28)</sup> 그러나EP1 (leucite)와 EP2(lithium disilicate)에서 균열의 진행에 의하여 입자의 관통이 관찰되었다(Fig. 7(b), (d)). 비록 균열의

말단부에서는 입자에 의한 균열의 편향이 관찰되고 있으나, 에너지가 높은 균열 기시부에서는 결정의 절개가 자주 일어났다. 이것은 입자의 탄성계수가 기질보다 낮은 것이 한 원인으로, 탄성계수가 루사이트(60 – 80) GPa 보다 매우 큰 알루미나 입자를 분산시킨 치과용 세라믹에서는 입자에 의한 균열저지가 관찰되는 것과 대조된다.<sup>29)</sup> 그러나 입자의 분산은 세라믹의 소성온도를 높이고 불투명도를 증가시켜 심미성을 손상시킨다. 루사이트의 장점은 굴절률(~1.5)이 글라스와 유사하여 투명도의 하락이 작은데 있다. EP2 세라믹에서도 결정입자의 취약성을 보였

으나 높은 함량의 lithium disilicate 결정이 서로 복잡하게 얽혀있는 구조가 강화에 기여한다고 볼 수 있다. 이러한 글라스 세라믹의 예로 chain-silicate 글라스세라믹인 fluor-canosite는 450 MPa의 강도와  $5.0 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 의 파괴인성을 가져 새로운 치과용 세라믹 재료로 잠재력을 가지고 있다.<sup>30)</sup> 그러나 일반적으로 강도가 높은 세라믹은 투명도가 높아지며 심미적 치아수복의 위하여는 투명도가 높은 치과용 포세린(porcelain)의 코팅이 필요하다. 치과용 세라믹에서 이러한 층상구조(layered structure)는 취약성을 보이고 있으며 최근에 많은 연구의 대상이 되고 있다.<sup>31)</sup>

#### 4. 결 론

본 연구에서는 치아 수복용 글라스 세라믹스에 대한 이축강도와 파괴인성을 측정하고 비교하였으며 XRD, SEM, TEM을 이용하여 미세조직을 관찰하고 결정입자와 파괴와의 관계를 분석하였다. Lithium disilicate의 높은 결정화도를 갖는 EP2 세라믹(70%)은 leucite 세라믹인 EP1(35%) 또는 CS 세라믹 보다 높은 이축강도와 파괴인성을 나타냈다. 이축강도에 대한 신뢰성 분석에서 EP2는 가장 높은 와이블계수를 보였으며, 또한 가장 낮은 brittleness index를 보여 기계적 가공성도 우수할 것이다. 글라스 세라믹들의 결정들은 균열의 진행에 대하여 효과적인 저지를 하지 못하였으나 높은 결정화도가 기계적 성질의 향상에 기여하는 것으로 판단된다.

#### 감사의 글

이 연구는 2003학년도 단국대학교 대학연구비의 지원에 의하여 연구되었다. SEM 분석은 기초과학지원연구원에서 이루어졌다.

#### REFERENCES

1. R. J. Kelly, I. Nishimura, and S. D. Campbell, "Ceramics in Dentistry: Historical Roots and Current Perspectives," *J. Prothet. Dent.*, **75** 18-32 (1996).
2. R. J. Kelly, "Ceramics in Restorative and Prosthetic Dentistry," *Annu. Rev. Sci.*, **27** 443-68 (1997).
3. M. Weinstein, S. Katz, and A. B. Weinstein. "Fused Porcelain-to-Metal Teeth," US Patent 3,052,982, 1962.
4. G. J. Christensen, "Why All-Ceramic Crowns?," *J. Am. Dent. Assoc.*, **128** 1453-55 (1997).
5. R. J. Cronin and D. R. Cagna, "An Update on Fixed Prosthodontics," *J. Am. Dent. Assoc.*, **128** 425-36 (1997).
6. H.-H. Lee, "Recent Dental Ceramics: Processing and Strengthening(in Kor)," *J. Kor. Res. Soc. Dent. Mater.*, **27** 1-11 (2000).
7. K. J. Anusavice, "Dental Ceramics"; pp. 583-618 in *Phillips Science of Dental Materials*, 10th Ed., Saunders, 1996.
8. R. G. Craig, "Ceramics"; pp. 551-74 in *Restorative Dental Materials*, 11th Ed., Mosby, 2002.
9. S. E. Park, J. H. Lee, and H. L. Lee, "Determination of the Biaxial Strength by Ball-on-3-ball Test," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **36** 226-30 (1999).
10. S. Ban and K. J. Anusavice, "Influence of Test Method on Failure Stress of Brittle Dental Materials," *J. Dent. Res.*, **69** 1791-99 (1990).
11. K. A. Malament, S. S. Socransky, V. Thompson, and D. Rekow, "Survival of Glass-Ceramic Materials and Involved Clinical Risk: Variables Affecting Long-Term Survival," *Pract. Proced. Aesthet. Dent.*, **Suppl** 5-11 (2003).
12. D. G. Grossman, "The Science of Glass Ceramics," pp. 103-15 in *Perspective in Dental Ceramics*, Proceedings of the fourth International Symposium on Ceramics. Edited by J. D. Preston, Quintessence Publishing Co., Chicago, 1988.
13. M. J. Cattell, J. C. Knowles, R. L. Clarke, and E. Lynch, "The Biaxial Flexural Strength of Two Pressable Ceramic Systems," *J. Dent.*, **27** 183-96 (1999).
14. W. Holand, M. Schweiger, M. Frank, and V. Rheinberger, "A Comparison of the Microstructure and Properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress Glass-Ceramics," *J. Biomed. Mater. Res.*, **53** 297-303 (2000).
15. M. Schweiger, M. Frank, S. Cramer, V. Clausbruch, W. Holand, and V. Rheinberger, "Microstructure and Properties of a Composite System for Dental Applications Composed of Glass-Ceramics in the  $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O-ZrO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$  System and Ceramics (TZP)," *J. Mater. Sci.*, **34** 4563-72 (1999).
16. ASTM Standard F394-78, pp. 466-50 in *ASTM Annual Book of Standards*, Vol. 15.02, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1996.
17. D. K. Shetty, A. R. Rosenfield, G. K. Bansal, and W. H. Duckworth, "Biaxial Flexure Tests for Ceramics," *Ceram. Bull.*, **59** 1193-97 (1999).
18. K. Niihara, R. Morena, and D. P. H. Hasselman, "Indentation Fracture Toughness of Brittle Materials for Palmqvist Cracks," pp. 97-105 in *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 5, Edited by R. C. Bradt, A. G. Evans, D. P. H. Hasselman, F. F. Lange, Plenum Press, New York, 1983.
19. H.-H. Lee, M. Kon, and K. Asaoka, "Fracture Toughness and Durability of Chemically or Thermally Tempered Metal-Ceramic Porcelain," *Bio.-Med. Mater. Eng.*, **9** 135-43 (1999).
20. H. Fischer, G. Dautzenberg, and R. Marx, "Nondestructive Estimation of the Strength of Dental Ceramic Materials," *Dent. Mater.*, **17** 289-95 (2001).
21. M. Albakry, M. Guazzato, and M. V. Swain, "Biaxial Flexural Strength, Elastic Moduli, and X-Ray Diffraction Characterization of Three Pressable All-Ceramic Materials," *J. Prothet. Dent.*, **89** 374-80 (2003).
22. J. Gong and Y. Li, "Relationship between the Estimated Weibull Modulus and the Coefficient of Variation of the Measured Strength for Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **82** 449-52 (1999).
23. J. Gong and Y. Li, "Reply to Comment on Relationship between the Estimated Weibull Modulus and the Coefficient of Variation of the Measured Strength for Ceramics," *J. Am.*

- Ceram. Soc.*, **83** [4] 1015-16 (2000).
24. W. S. Oh, R. DeLong, and K. J. Anusavice, "Factors Affecting Enamel and Ceramic Wear: A Literature Review," *J. Prosthet. Dent.*, **87** 451-59 (2002).
  25. A. R. Boccaccini, "Machinability and Brittleness of Glass-Ceramics," *J. Mater. Proc. Tech.*, **65** 302-04 (1997).
  26. D. C. Palmer, A. Putnis, and E. K. H. Salje, "Twining in Tetragonal Leucite," *Phys. Chem. Minerals.*, **16** 298-303 (1988).
  27. H.-H. Lee, M. Kon, and K. Asaoka, "Influence of Modification of Na<sub>2</sub>O in a Glass Matrix on the Strength of Leucite-Containing Porcelains," *Dent. Mater. J.*, **16** 134-43 (1997).
  28. J. R. Mackert, "Advances in Dental Ceramic Materials." pp. 78-88 in Transactions of Second International Congress on Dental Materials. Edited by T. Okabe, S. Takahashi Academy of Dental Materials, 1993.
  29. H.-H. Lee, "Nano-Hardness and Elastic Modulus of Leucite Particle and Glass Matrix in Dental Porcelains," *J. Kor. Res. Soc. Dent. Mater.*, **30** 403-09 (2003).
  30. K. J. Anusavice and N.-Z. Zhang, "Chemical Durability of Fluorcanasite-Based Glass-Ceramics," *J. Dent. Res.*, **77** 1553-59 (1998).
  31. B. R. Lawn, "Ceramic-Based Layer Structures for Biomechanical Applications," *Current Opinion in Solid State & Mater. Sci.*, **6** 229-35 (2002).