

착색 용액이 단일 구조 지르코니아의 이축 굴곡 강도에 미치는 영향

Effect of coloring liquids on biaxial flexural strength of monolithic zirconia

정채율·김민정·김재현*

Chaeyul Jung, Min-Jeong Kim, Jae-Hyun Kim*

원광대학교 산본치과병원 치과 보철과

Department of Prosthodontics, Wonkwang University Sanbon Dental Hospital, Gunpo, Republic of Korea

ORCID iDs

Chaeyul Jung

<https://orcid.org/0000-0002-7621-5935>

Min-Jeong Kim

<https://orcid.org/0000-0002-4114-3249>

Jae-Hyun Kim

<https://orcid.org/0000-0001-5573-1140>

Purpose. The aim of this study was to evaluate biaxial flexural strength and hardness of colored monolithic zirconia after dipping in different time intervals of coloring solution. **Materials and Methods.** Disk shaped specimens were prepared from monolithic zirconia (Eclipse V2.0, AMS, Gimpo, Korea). Four experimental groups were categorized ($n = 12$) due to coloring time (PU (0s); ST (8s); OV (1 min); PS (preshade)), to evaluate biaxial flexural strength and Vickers hardness. After fracture, X-ray diffraction analysis was performed using fractured specimens. Results were analyzed with one-way ANOVA test. **Results.** There was no significant difference between groups in the biaxial flexural strength test. However, in the Vickers hardness test, the group with standard dipping time (ST) showed significantly higher value than the group without dipping in coloring liquid (PU) ($P = .038$). Also, there was no significant difference in the rest of the groups ($P > .05$). As a result of X-ray diffraction analysis, specific peaks of tetragonal phase were shown and the volume of monoclinic phase fraction was lower than 25%. **Conclusion.** Although this study has several limitations, coloring liquids had no significant effect on biaxial flexural strength. Vickers hardness was significantly different between the group to which the coloring liquid was applied and the group to which the coloring solution was not applied, but there was no significant difference between the other groups. Also, the flexural strength of monolithic zirconia corresponds to Class 5 of the minimal flexural strength standard according to the use of dental ceramics. (J Korean Acad Prosthodont 2021;59:190-200)

Keywords

Flexural strength; Hardness; Pigmentation; Prosthesis coloring; Zirconia

Corresponding Author

Jae-Hyun Kim

Department of Prosthodontics,
Wonkwang University Sanbon
Dental Hospital, 321 Sanbon-ro,
Gunpo 15865, Republic of Korea
+82 (0)31 390 2875
prostho@live.co.kr

Article history Received December 23, 2020 / Last Revision March 8, 2021 / Accepted March 24, 2021

© 2021 The Korean Academy of Prosthodontics

© This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

서론

지르코니아 재료는 1969년 처음으로 의료용 재료로 소개되어, 현존하는 도재 중 가장 높은 굴곡 강도와 파괴 인성을 지니고 있다.¹ 시편되는 지르코니아는 응력 유도 변태(stress-induced transformation)를 통해 강화된다. 지르코니아는 상온에서는 단사정상(monoclinic phase)이며, 1,170 - 2,370°C 사이에서는 단사정상보다 체적이 작은 정방정상(tetragonal phase)으로 존재한다. 순수 지르코니아는 용융 후 정방정상에서 단사정상으로 전이하며 부피가 팽창하며, 이로 인해 균열이 형성되어 치밀한 소결체를 얻을 수 없다. 하지만 이트륨 산화물과 같은 다양한 산화물의 첨가로 냉각 시 상전이가 억제되어 치밀한 정방정상의 지르코니아 소결체를 얻을 수 있다. 또한, 고온, sandblasting과 같은 국소적인 응력은 정방정계에서 부피가 큰 단사정계 형태로의 변태를 촉진하여 균열의 침단부 주위의 입자 체적을 증가시킴으로써 하중을 가하는 주변부의 강화를 유도한다.^{1,3}

유색 지르코니아를 제작하는 방법은 두 가지로 혼합법과 침전법이 있다. 초기 지르코니아 분말에 미리 금속 산화물을 혼합하여 처음부터 색을 부여하는 방법이 있고, 이 방법으로 제작한 블럭을 preshade 블럭이라고 한다. 다른 하나의 방법은 순수 지르코니아 분말을 부분 소결하여 다공성 구조로 제조한 후 착색 용액에 침지하거나 붓으로 착색 용액을 도포한 다음 최종 소결하여 원하는 색조를 얻는 방법이다.⁴ 부분 소결된 백색의 지르코니아를 착색 용액에 침지시켜 원하는 색조를 얻는 침전법은 최종 소성 후 균일한 색상을 얻을 수 있고, 금속염의 종류와 농도 및 침적 시간에 따라 다양한 색조를 부여할 수 있어 preshade 블럭의 단점을 보완할 수 있다.^{5,6}

지르코니아의 착색 용액이 지르코니아의 구조와 궁극적으로는 강도에 미치는 영향에 대한 여러 연구가 있었으나 연구들 간에는 일치된 결과가 나오지 않았다. Hjerpe 등⁷의 연구에서는 지르코니아 시편을 착색 용액에 침전하는 것은 지르코니아 시편의 굴곡 강도에 부정적인 영향을 미친다고 하였고, Tuncel 등,⁸ Sedda 등⁹은 착색 용액에 지르코니아를 침전하는 것은 시편의 굴곡 강도에 영향을 미치지 않는다고 하였다.

지르코니아와 같은 취성 재료의 파절은 인장 응력이 작용하는 부위에서 균열이 일어난다. 따라서 외력이 작용할 때 시편에 인장 응력이 발생하는 굴곡 강도 시험, 그 중에서도 이축 굴곡 강도가 기계적 강도 평가를 위해 빈번히 사용된다.¹⁰ 치

과 재료에서 많이 사용되는 일축 굴곡 강도와 달리, 이축 굴곡 강도는 파괴에 직접적인 영향을 미치는 최대 인장력 부위에 모서리가 포함되어 발생하는 모서리 효과에 대한 영향이 없다. 또한, 표면 가공 또는 연마 시 형성되는 결함이 일축 굴곡 강도에 비해 영향력이 적다.¹¹ 따라서 이 논문의 목적은 이축 굴곡 강도를 이용하여 착색 용액의 적용 유무 및 적용 시간이 시편의 강도에 미치는 영향을 평가하는 것이다.

재료 및 방법

1. 시편제작

본 실험에는 단일구조 지르코니아(Eclipse V2.0 AMS, Gimpo, Korea)의 A0, A3색조를 사용하였으며, 착색 용액은 동일 제조사의 Kiss liquid V1.0 (AMS, Gimpo, Korea)의 A3색조를 사용하였다.

(1) 시편 디자인 및 밀링

시편은 ISO 6872 및 한국식품의약품안전청(KFDA)의 지르코니아 소재 치과재료의 평가 가이드라인에 맞게 제작하였다. Meshmixer 프로그램(Autodesk, San Rafael, CA, USA)으로 직경이 13.95 ± 0.05 mm이며, 두께가 1.35 ± 0.05 mm인 디스크 형태 (Fig. 1)를 디자인하여 stl 형식의 파일로 변환 후 5축 건식 밀링 기계(DWX 52D, Roland, Hamamatsu, Japan)를 사용해서 시편을 밀링하였다. 그룹은 총

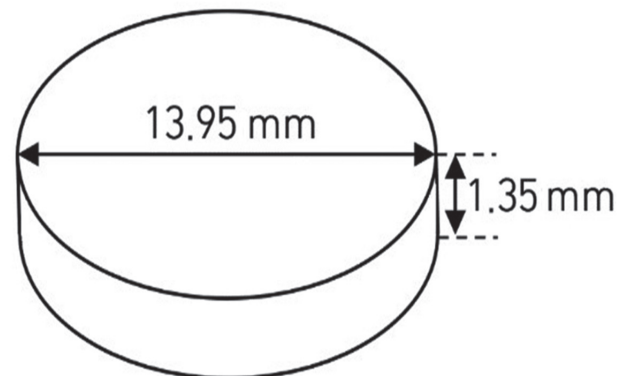


Fig. 1. Zirconia disks used in this study. All specimens were made of a uniform disc shape with a diameter of 13.95 ± 0.05 mm and a height of 1.35 ± 0.05 mm.

4그룹(1군(대조군): 착색하지 않은 순수 블럭(pure block: PU), 2군: 제조사 지시(8초)에 따라 착색용액에 침전시킨 블럭(standard block: ST), 3군: 제조사 지시보다 길게(1분) 착색용액에 침전시킨 블럭(oversubmerged block: OV), 4군: preshade 블럭(preshade block: PS))(Table 1)으로 나누고, 각 그룹당 12개씩, 총 48개의 시편을 제작하였다.

(2) 착색 용액 적용

2군(ST)(n = 15)은 제조사 지시에 따라 8초간 침전시키고, 3군(OV)은 1분간 착색용액에 침전시킨 후 각각 건조기(Dry Keeper, Sanplatec, Osaka, Japan)에서 30분간 건조시켰다 (Fig. 2).

(3) 시편 소결

모든 그룹의 시편을 sintering furnace (LHT 01/17, Nabertherm, Lilienthal, Germany)로 제조사의 지시에 따라 5°C/min의 승온 속도로 1500°C까지 온도를 올려 2시간 동안 유지한 후 서냉하였다.

Table 1. groups are categorized according to coloring time and procedures

Group	Materials	Dipping time	N
1 (PU)	V2.0	0 s	12
2 (ST)	V2.0	8 s	12
3 (OV)	V2.0	1 min	12
4 (PS)	Preshade A3	none	12

PU = pure block; ST = standard block; OV = oversubmerged block; PS = preshade block



Fig. 2. The shade of coloring liquid used in this study was A3.

(4) 시편 polishing

시편 연마기(LaboPol-5, Struers, Copenhagen, Denmark)와 P220-P4000 SiC paper (Silicon Carbide Paper, Struers, Ballerup, Denmark)를 사용하여 연마하였다. Polishing pad와 diamond paste 6, 3 그리고 1 μm (Vita Karat diamond polishing set, VITA Zahnfabrik)를 사용하여 최종 연마하였다. 최종 연마가 완료된 시편은 초음파세정기(SH-2140, Saehan ultrasonic, Seoul, Korea)를 사용하여 증류수에서 각각 10분간 세척 후 건조기(Dry Keeper, Sanplatec, Osaka, Japan)에 24시간가량 보관하였다. 시편 연마 후 시편의 두께 및 직경은 최종적으로 디지털 캘리퍼(CD-10CX, Mitutoyo Corp., Tokyo, Japan)로 측정되었다 (Fig. 3).

2. 실험 방법

(1) 2축 굴곡 강도 측정

2축 굴곡 강도 측정에는 ISO 6872 규정에 따라 그림과 같이 piston-on-3ball 시험을 사용하였다 (Fig. 4). 시편을 지지하는 3개의 쇠구슬의 직경은 3.16 mm이었으며 각 구슬의 중심을 이은 원형의 지름은 10 mm로 하였다. 피스톤의 원통형의 지름은 1.38 mm로 하였다. 이후 만능재료 시험기(Instron 5966, Instron, Norwood, MA, USA)를 이용하여 1.0 mm/min의 하중 속도로 측정하였다.



Fig. 3. Specimens were polished to prepare uniform thickness and size.

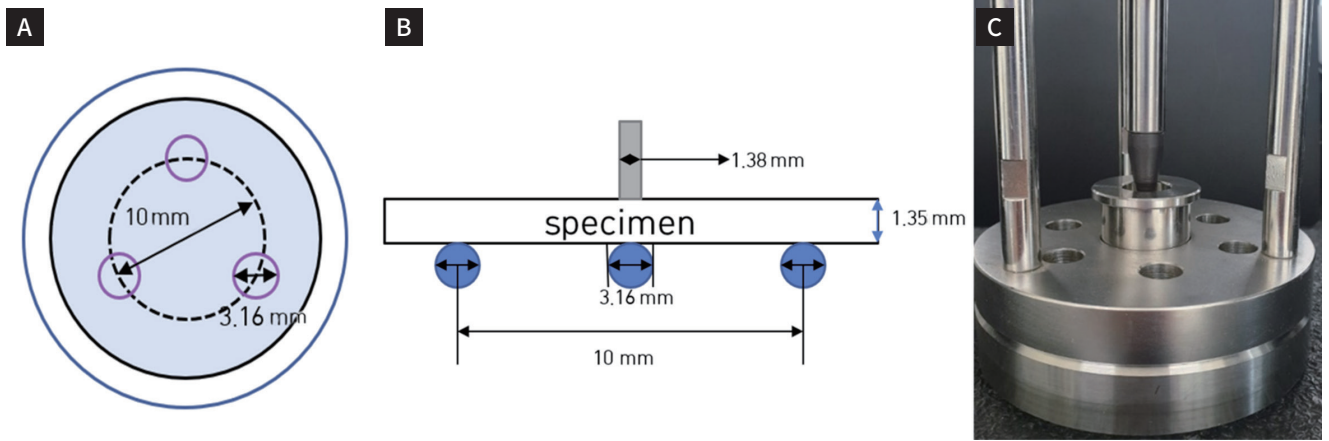


Fig. 4. Schematic diagram of specimens and biaxial flexural strength test. (A) Three steel ball were arranged at the same distance at an angle of 120 degrees below the specimen, (B) Section to which pressure is applied, (C) Universal testing machine is used to perform piston on 3 ball test.

직경은 3.16 mm이었으며 각 구슬의 중심을 이은 원형의 지름은 10 mm로 하였다. 피스톤의 원통형의 지름은 1.38 mm로 하였다. 이후 만능재료 시험기(Instron 5966, Instron, Norwood, MA, USA)를 이용하여 1.0 mm/min의 하중 속도로 측정하였다.

이축 굴곡 강도를 측정할 때 사용한 식은 다음과 같다.

$$\sigma = -0.2387P (X - Y) / b^2$$

σ : 2축 굽힘 강도 값 (MPa)

P: 파절시 최대 하중값 (N)

b: 시편의 두께 (mm)

$$X = (1 + \nu) \ln (r_2 / r_3)^2 + [1 - \nu / 2] (r_2 / r_3)^2$$

$$Y = (1 + \nu) [1 + \ln (r_1 / r_3)^2] + (1 - \nu)(r_1 / r_3)^2$$

ν : 푸아송 비율 (세라믹 값: $\nu = 0.25$)

r_1 : 하중을 지지하는 원의 반지름 (mm)

r_2 : 하중을 가하는 원의 반지름 (mm)

r_3 : 시편의 반지름 (mm)

측정된 결과에서 2축 굽힘 강도의 평균과 표준편차를 MPa 단위로 나타냈다.

(2) Vickers 경도 측정

Vickers 경도 시험으로 경도를 측정하며 ISO 6507-1의 규격에 맞게 실험하였다. Vickers 경도시험은 2축 굴곡 강도

시험 이후 그룹별로 파절된 시편을 이용했다($n = 5$). 무작위로 파절된 시편을 선별하여 각 시편당 3번씩 Vickers 경도계 (THM-221, Mitutoyo, Tokyo, Japan)로 20초간 1 kgf의 하중으로 실험하였다.

Vickers 경도 시험은 대면 각이 136°인 정사각뿔 다이아몬드를 이용하여 시편 표면을 눌러 생긴 압흔의 대각선 평균 길이와 압흔 하중으로부터 경도를 구하며, 계산식은 다음과 같다.

$$H_v = (2P \times \sin 136^\circ / 2) / d^2$$

$$= 1.854 \times P / d^2$$

P = 압흔 하중 (kgf)

d = 대각선 평균길이 (mm)

측정된 결과로부터, 경도 값의 평균과 표준 편차를 H_v 단위 또는 환산하여 GPa로 하였다.

(3) X-선 회절 분석

연마한 시편을 각 군당 1개씩 XRD 장비(Ultima IV, Rigaku, Tokyo, Japan)를 이용하여 분석하였다. 관련 규격은 ISO 13356에 의한다. 스캔 각도는 2 θ , 속도는 2°/min, 측정 범위는 20° - 80°로 설정하였다.

X-선 회절 분석에 기반하여 단사정계의 최대 분율(X_m)은 Garvie와 Nicholson의 방법에 따라 계산하였다.¹²

$$X_m = (I_m[-111] + I_m[111]) / (I_m[-111] + I_m[111] + I_l[101])$$

- X_m = 단사정계의 최대 분율
- $I_m[-111]$ = 단사정 피크의 강도
- $I_m[111]$ = 단사정 피크의 강도
- $I_i[101]$ = 정방정 피크의 강도

단사정계의 부피 분율은 Toraya의 방법에 따라 계산할 수 있다.¹³

$$V_m = 1.311 M_m / (1 + 0.311X_m)$$

V_m = 단사정계의 체적 분율

3. 통계 분석

착색 용액의 적용 여부 및 시간에 따른 굴곡 강도 크기의 통계적 유의성 검정은 SPSS Ver. 21.0 (SPSS Inc., Chicago, IL, USA)을 이용하여 one-way ANOVA 분석을 하였다. 사후 검정은 Tukey HSD test를 사용하였으며, 유의 수준은 0.05 수준으로 하였다.

결과

1. 2축 굴곡 강도 측정 결과

압력이 가해지는 지점을 중심으로 부채꼴 형태의 여러 조각으로 파절되었다 (Fig. 5). 2축 굴곡 강도 측정 결과, 모든 시편의 평균 2축 굴곡 강도는 700.27 MPa이었다. 또한, Preshade 그룹(PS)에서 평균 이축 굴곡강도가 739.48 MPa로 가장 높았고, 착색 용액을 적용하지 않은 그룹(PU)에서 평균 이축 굴곡 강도는 683.51 MPa로 가장 낮았다. 그러나 4개의 그룹 간에는 유의한 차이가 없었다 ($P = .07$) (Fig. 6, Table 2).



Fig. 5. Specimens were fractured into several pieces in the shape of a fan around the point where the pressure was applied.

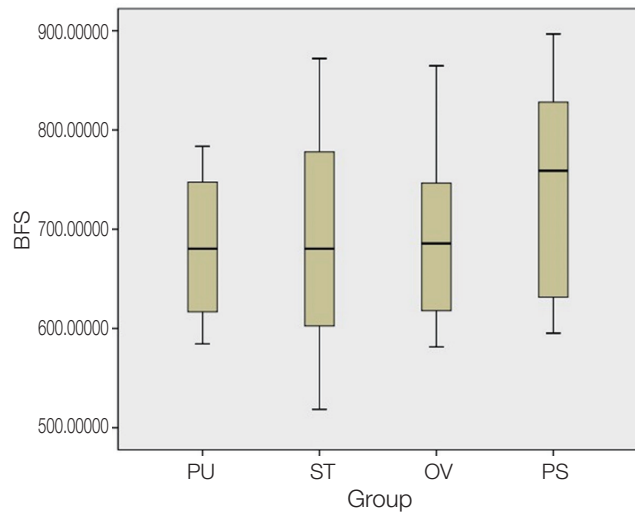


Fig. 6. Biaxial Flexural Strength of each group. The average value of biaxial flexural strength is indicated by the black line in the middle.

Table 2. Mean biaxial flexural strength (MPa) of each group

Code	N	Mean	SD	SE	95% CI	
					Lower	Upper
PU	12	683.51	72.24	20.86	637.60	732.01
ST	12	687.50	115.85	33.44	613.90	755.53
OV	12	690.58	90.93	26.25	632.80	769.75
PS	12	739.48	109.32	31.56	670.02	818.10
Total	48	700.27	98.10	14.16	671.78	731.24

PU = pure block; ST = standard block; OV = oversubmerged block; PS = preshade block

2. Vickers 경도 측정 결과

Vickers 경도 측정 결과, 모든 시편의 평균 Vickers 경도는 13.41 GPa이었다. 또한, 착색 용액을 제조사 지시대로 적용한 그룹(ST)의 Vickers 경도가 13.61 GPa로 가장 높았고, 착색 용액을 적용하지 않은 그룹(PU)의 경도는 13.30 GPa로 가장 낮았다. ST그룹과 PU그룹 간에는 유의한 차이가 있었으나($P = .038$), 다른 그룹 간에는 유의한 차이를 보이지 않았다 ($P > .05$). ST그룹은 Vickers 경도의 분산 값이 0.38로 가장 컸고, PS 그룹에서는 한 실험값이 14.02 GPa로 그룹 내 다른 결과 값의 경향성에서 벗어난 것을 알 수 있었다 (Fig. 7, Table 3).

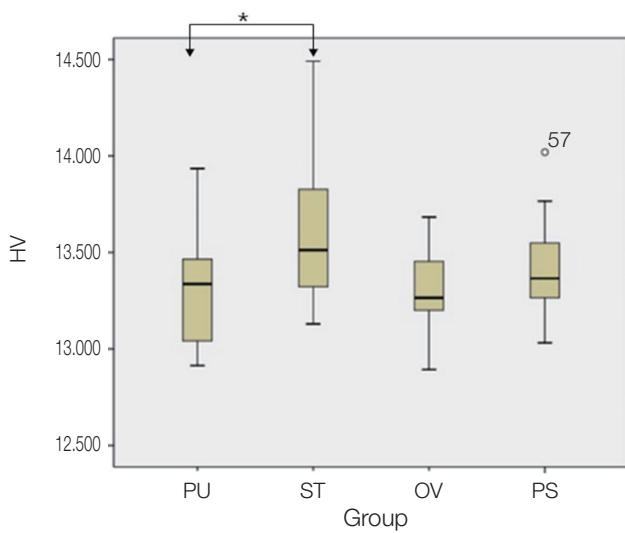


Fig. 7. Vickers hardness of each group. The average value of Vickers hardness is indicated by the black line in the middle.

3. X선 회절 분석 결과

X선 회절 분석기를 이용하여 단사정상의 분율을 측정된 결과는 다음과 같다. 단사정상의 질량 분율은 각각 PU그룹에서 4.52%, ST그룹에서 2.56%, OV그룹에서 2.17%, PS그룹에서 2.65%이었다. Toraya 등¹³에 의해 제시된 공식에 대입한 단사정상의 부피 분율은 각각 5.84%, 3.33%, 2.83%, 3.45%이었다 (Fig. 8). 또한 모든 그룹에서 정방정 상의 특이적인 피크를 보여주었다 (Fig. 9). 유색 지르코니아 시편이 피크가 나타나는 지점은 무색 지르코니아 시편의 피크가 나타나는 지점과 유사했고, 특정 종류의 산화물 형태는 발견되지 않았다.

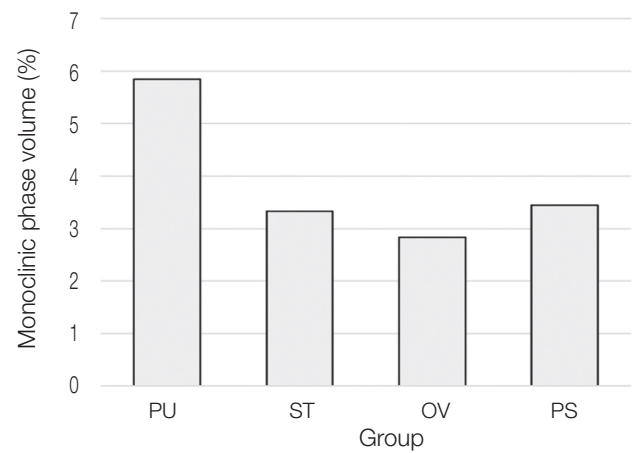


Fig. 8. Monoclinic phase volume (%) of all groups.

Table 3. Mean biaxial flexural strength (MPa) of each group

Code	N	Mean	SD	SE	95% CI	
					Lower	Upper
PU	15	13.37	.32	.08	13.13	13.48
ST	15	13.61	.38	.10	13.40	13.82
OV	15	13.31	.22	.06	13.19	13.44
PS	15	13.41	.25	.07	13.27	13.55
Total	60	13.41	.32	.04	13.33	13.49

PU = pure block; ST = standard block; OV = oversubmerged block; PS = preshade block

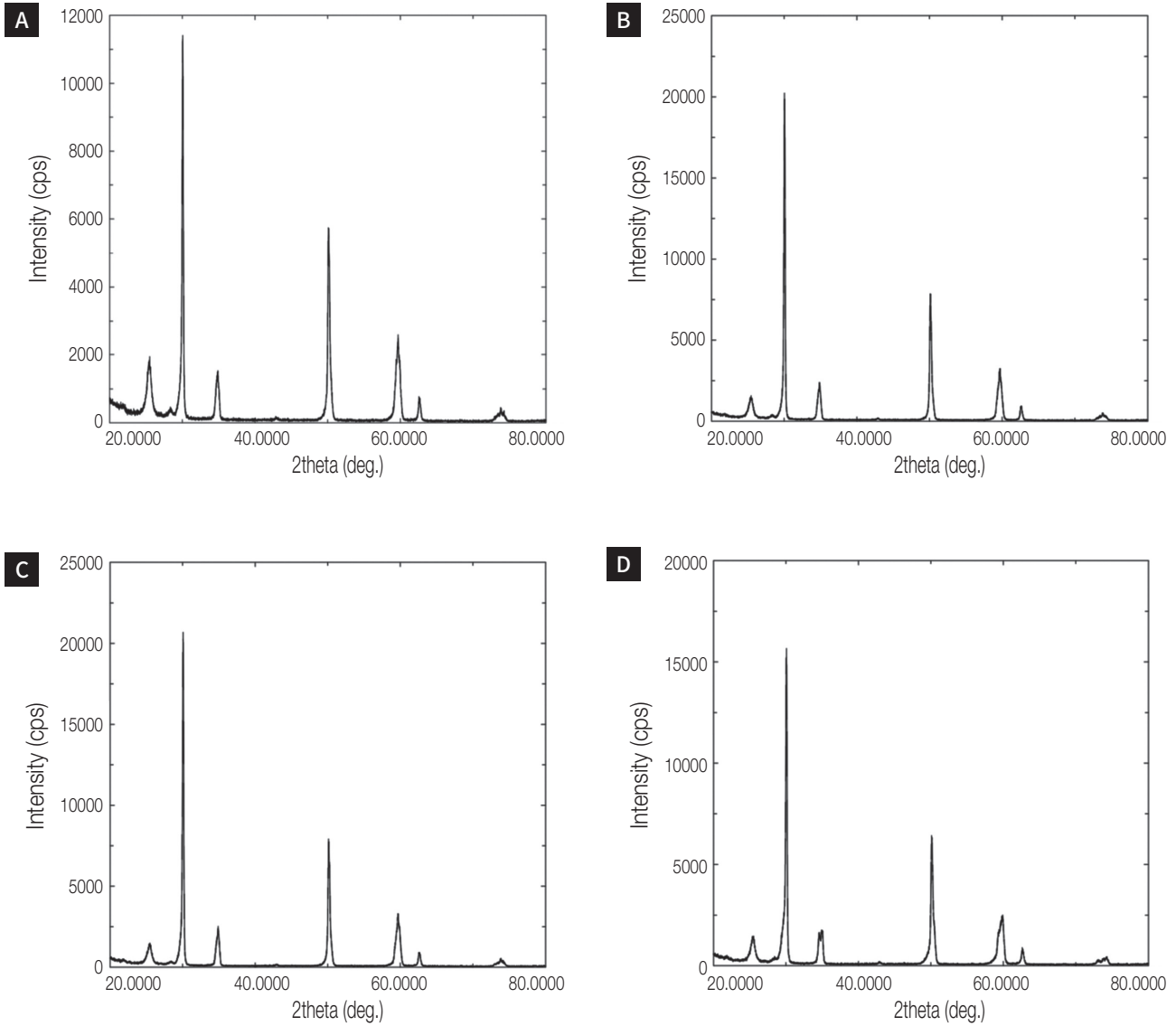


Fig. 9. X-ray diffraction patterns of each group. (A) pure block (PU), (B) standard block (ST), (C) oversubmerged block (OV), (D) preshade block (PS).

고찰

이 연구 결과에 따르면 지르코니아 착색 용액의 적용은 시편의 이축 굴곡 강도에 유의한 영향이 없었으며, Vickers 경도는 제조사 지시에 따라 침전 용액을 적용한 그룹(ST)이 착색 용액을 적용하지 않은 그룹(PU)보다 유의하게 높았다. 지르코니아 착색 용액이 굴곡 강도에 어떠한 영향을 미치는 지에 관해서는 여러 연구가 진행되어왔으나 재료 및 실험 방법에는 차이가 있었다. Orhun¹⁴은 지르코니아를 착색 용액에 2

분간 적용시킬 때 굴곡 강도는 감소되지만, 이는 통계적으로 유의하지 않다고 하였다. 하지만 제조사 지시보다 긴 시간(4분, 6분)동안 착색 용액을 적용했을 때 시편의 굴곡 강도가 감소한다고 밝혔다.^{14,15} 본 연구에서 제조사 지시보다 긴 시간동안 착색 용액에 침전시킨 그룹(OV)은 착색 용액을 1분간 적용한 경우로 4분 이상의 시간동안 착색 용액을 적용하는 경우 시편의 굴곡 강도에 대해서는 추가적인 실험이 필요하다. 하지만, 제조사 지시가 8초임을 감안할 때, 4분 이상의 시간에 대해 실험하는 것은 임상적인 필요성이 떨어진다. Bittar 등

¹⁶에 따르면 지르코니아의 외부 착색과 표면 처리는 지르코니아의 이축 굴곡 강도를 감소시키지는 않았지만 표면의 입자 형태에는 영향을 주었고, air abrasion을 시행한 경우 단사정 상의 형성, 즉 스트레스에 기인한 상전이를 보여주었다. 비록 이 연구에서는 지르코니아를 착색 용액에 침전한 것이 아니라 일종의 표면 처리인 외인성 색소 처리 과정에 대한 강도의 영향을 알아보았다. 그럼에도 불구하고 지르코니아의 착색 여부가 이축 굴곡강도에 변화를 주지 않는다는 점에서 본 논문과 결과가 일치한다. Kong¹⁷의 연구에 따르면 무색 고반투명 지르코니아의 3점 굽힘 강도는 A1, A3의 색조를 부여한 지르코니아의 3점 굴곡 강도보다 유의하게 높았고, 와이블 계수에 기반한 신뢰도가 유의하게 높았다. 이는 지르코니아의 착색 용액 침지가 굴곡 강도에 영향을 미치지 않는다는 본 연구의 결론과는 다르다. 본 연구와 결과가 다른 원인은 (1) 실험에 사용하는 굴곡 강도의 종류에 따른 모서리 효과의 가능성, (2) 지르코니아 종류 및 착색 용액의 차이로 보인다.

모서리 효과는 시편의 형태 및 실험 방법에 따른 것으로 3점 굽힘 강도에서 사용하는 시편의 단면이 넓은 직사각형의 판 형태인 것에 기인한다. Chung 등¹⁸은 복합 레진에서 ISO4049에 따라 3점 굽힘 강도와 이축 굴곡 강도를 비교하였다. 이 연구에 따르면 시편의 폭 대 두께의 비율은 3점 굽힘 강도에서는 10:1이었으며, 2축 굴곡 강도에서는 5.7:1이었다. 2축 굴곡 강도 시험은 힘을 받는 시편의 단면의 크기가 작고 균일한 원형이기 때문에 최대 인장 응력이 힘을 받는 중심부에 작용하고, 모서리에서 발생할 수 있는 모서리 파절(edge failure)이 배제될 수 있다. 하지만 가장 큰 차이는 실험에 사용한 재료의 차이로 생각된다. Kong¹⁷의 연구에서는 시편 재료로 고투명도의 지르코니아(Razor, UNC Int., Seoul, Korea)를 사용하였으며 평균 강도는 무색 고반투명 지르코니아에서 1127.10 MPa, 색조 A1에서 995.71 MPa, 색조 A3에서 1016.42 MPa이었다. 이는 본 연구에서 사용한 지르코니아(Eclipse V2.0 AMS, Korea)의 평균 2축 굴곡 강도 700.27 MPa보다 약 1.61배 높은 강도였다. 또한 시편뿐 아니라 사용한 지르코니아 착색 용액이 달랐기 때문에 시편의 굴곡 강도가 달랐을 것으로 사료된다.

Vickers 경도 측정 결과, 제조사 지시대로 착색 용액을 적용한 시편(ST)은 착색 용액을 적용하지 않은 시편(PU)보다 Vickers 경도가 유의하게 높았으며($P = .038$), 나머지 그룹 간에는 Vickers 경도에서 유의한 차이가 없었다. 하지만 이를

통해 착색 용액을 표준 시간동안 적용하는 것이 시편의 경도를 개선시킨다고 결론 내리기에는 한계가 있다. 그 이유는 (1) 시편 수의 한계, (2) Vickers 경도 실험시 파절된 시편의 사용, (3) 착색 용액을 제조사 지시대보다 오래 적용한 그룹(OV)에서는 나머지 그룹과 유의한 차이가 없기 때문이다. 본 실험에서는 이축 굴곡 강도 실험 후 파절된 시편 다섯개를 그룹별로 무작위로 선정하여 하나의 파절된 시편에 3번씩 Vickers 경도 실험을 하였다. 지르코니아는 가해지는 하중, 온도 및 미세 입자 크기에 따라서 상이 전이하는 성질을 가지고 있으며, Vickers 경도는 시편 표면의 상 전이와 관련이 깊다.¹⁹ 이축 굴곡 강도 실험에서 동일한 하중 속도로(1.0 mm/min) 하중을 가했지만, 가해지는 스트레스 분포는 시편의 모든 단면에 완전히 균일하게 분산되지 못했을 것이다. 따라서 지르코니아에서 보편적으로 볼 수 있는 상 전이를 통한 강화가 ST그룹에서 더 많이 일어났을 것으로 보인다. 또 다른 가능성으로는 시편의 연마 정도의 차이가 있을 수 있다. Pittayachawan 등에 따르면 시편의 연마 과정은 표면의 스트레스를 감소시켜서 시편의 표면 입자가 strained cubic 상태에서 normal cubic 상태로 전이하게 하며, 시편의 표면 내에서 압축 스트레스를 감소시킨다.²⁰ Garvie 등은 시편의 연마가 정방정에서 단사정에서의 상 전이 없이 표면의 스트레스를 감소시켜 궁극적으로 경도를 감소시킨다고 보고하였다.²¹ 이축 굴곡 강도 실험에서 시편에 대한 하중의 분포가 Vickers 경도에 영향을 준 것인지 혹은 ST그룹과 PU그룹 파절 시편의 연마의 정도에 차이가 Vickers 경도에 영향을 준 것인지 결론을 내리기 위해서는 시편의 수를 늘리고, 하중을 가하지 않은 시편 및 연마하지 않은 시편을 대조군으로 사용하는 추가적 후속 연구가 필요하다.

임상적으로 사용될 수 있는 지르코니아의 단사정상의 부피 분율은 25% 이하이다.²² 본 연구에서 사용된 시편의 단사정상 부피 분율은 각각 PU그룹에서 5.84%, ST그룹에서 3.33%, OV그룹에서 2.83%, PS그룹에서 3.45%로 모든 그룹에서 25%이하였다.

지르코니아의 평균 굴곡 강도는 900 - 1200 MPa로 알려져 있으며, 이는 기존의 치과용 세라믹 소재의 약 2배 정도이다. 본 실험에 사용한 지르코니아 시편(Eclipse V2.0, AMS, Korea)의 이축 굴곡 강도는 모두 600 - 700 MPa정도로 ISO6872에 따른 치과용 세라믹 용도에 따른 최소 굴곡 강도 기준 중 Class5 (대구치 수복을 포함한 3 unit 세라믹 브릿지의 하부 구조)에 해당한다. 하지만 동일한 기준에서 4 unit 이

상의 세라믹 브릿지의 하부 구조물의 제작에는 적절하지 않은 것으로 보이나, 지르코니아의 통상적인 임상 적용을 고려해보면 본 실험에 사용한 지르코니아 블록의 임상적 사용에는 큰 문제가 없을 것으로 사료된다. 본 연구에서 굴곡 강도 결과는 동일한 지르코니아를 사용한 앞선 연구⁴와는 강도가 유사하지만, 제조사에서 제시한 결과인 1250 MPa보다는 낮게 측정되었다. 이러한 결과의 원인으로는 서로 다른 실험실의 조건 및 실험 방법, 시편의 크기 및 면적, 균일하지 못한 제품 공정, 시편 연마 방법의 차이, 적은 시편 수 및 제한적 착색 용액의 사용 등이 있을 수 있다.

이 연구는 특정 제조사의 한가지 종류의 지르코니아만으로 실험했으며, 단일한 착색 용액만으로 실험했다는 한계가 있다. 따라서 여러 제조사에서 제작한 지르코니아 및 다양한 종류의 착색 용액의 적용 등 조건을 달리한 후속 연구가 필요하다.

결론

착색 용액의 적용에 따른 지르코니아의 이축 굴곡 강도 및 경도를 평가하기 위해 48개의 시편의 파절 강도, 경도 및 미세 구조를 평가하였다. 이 연구에서 지르코니아의 착색 용액의 적용 여부 및 적용 시간은 이축 굴곡 강도에 유의한 영향을 미치지 않았다. 또한 유색 지르코니아의 두가지 채색법은 지르코니아의 이축 굴곡 강도에 유의한 영향을 미치지 않았다. 또한 시편의 Vickers 경도는 제조사 지시에 따라 침전시킨 그룹(ST)에서 착색 용액을 적용하지 않은 그룹(PU) 보다 유의하게 높았고, 다른 그룹 간에는 Vickers 경도에 유의한 차이가 없었다.

References

1. Pittayachawan P, McDonald A, Young A, Knowles JC. Flexural strength, fatigue life, and stress-induced phase transformation study of Y-TZP dental ceramic. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2009;88:366-77.
2. Seok SH, Lee YM, Lee SH, Moon HR, Yang HC, Lim BS. Evaluation of leaching components and color stability for colored dental zirconia with various coloring liquids. *Korean J Dent Mater* 2014;41:185-95.

3. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater* 2004;20:449-56.
4. Kong MC, Kim KJ, Kwon TY, Hong MH. The effects of the number of times dipped in coloring liquid and final sintering temperature on flexural strength of zirconia ceramics : Zirconia ceramics having improved transparency. *Korean J Dent Mater* 2017;44:171-8.
5. Ocana M, González-Eliphe AR, Andrés-Vergés M, Tartaj P, Serna CJ, Orera VM. Preparation by hydrolysis of aerosols and colour properties of Cr-doped and Co-doped zircon powders. *J Eur Ceram Soc* 1998;18:821-30.
6. Oh JJ, Noh HR. Effect of metal chloride liquids on color and strength changes of tetragonal zirconia polycrystals. *J Dent Hyg Sci* 2015;15:577-84.
7. Hjerpe J, Närhi T, Fröberg K, Vallittu PK, Lassila LV. Effect of shading the zirconia framework on biaxial strength and surface microhardness. *Acta Odontol Scand*. 2008;66:262-7.
8. Tuncel I, Turp I, Usumez A. Effect of color shading procedures and cyclic loading on the biaxial flexural strength of zirconia. *Niger J Clin Pract* 2018;21:7-12.
9. Sedda M, Vichi A, Carrabba M, Capperucci A, Louca C, Ferrari M. Influence of coloring procedure on flexural resistance of zirconia blocks. *J Prosthet Dent* 2015;114:98-102.
10. Cattell MJ, Clarke RL, Lynch EJ. The biaxial flexural strength and reliability of four dental ceramics-Part II. *J Dent* 1997;25:409-14.
11. Seo DG, Roh BD. The comparison of relative reliability on biaxial and three point flexural strength testing methods of light curing composite resin. *J Korean Acad Conserv Dent* 2006;31:58-65.
12. Garvie RC, Nicholson PS. Phase analysis in zirconia systems. *J Am Ceram Soc* 1972;55:303-5.
13. Toraya H, Yoshimura M, Somiya S. Calibration curve for quantitative analysis of the monoclinic - tetragonal ZrO₂ system by X - ray diffraction. *J Am Ceram Soc* 1984;67:119-21.
14. Orhun E. The effect of coloring liquid dipping time

- on the fracture load and color of zirconia ceramics. *J Adv Prosthodont* 2017;9:67-73.
15. Yu NK, Park MG. Effect of different coloring liquids on the flexural strength of multilayered zirconia. *J Adv Prosthodont* 2019;11:209-14.
 16. Bittar BF, Miranda JS, Simoes AC, Ramos NC, Machado JP, Zhang Y, Souza RO, Leite FPP. Effect of extrinsic pigmentation and surface treatments on biaxial flexure strength after cyclic loading of a translucent ZrO₂ ceramic. *Dent Mater J* 2019;35:1644-53.
 17. Kong HJ. Flexural strength and reliability of highly translucent colored zirconia. *J Dent Rehab Appl Sci* 2020;36:41-7.
 18. Chung SM, Yap AUJ, Chandra SP, Lim CT. Flexural strength of dental composite restoratives: Comparison of biaxial and three-point bending test. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2018;106:1524-33.
 19. Harada K, Shinya A, Yokoyama D, Shinya A. Effect of loading conditions on the fracture toughness of zirconia. *J Prosthodont Res* 2013;57:82-7.
 20. Pittayachawan P, McDonald A, Petrie A, Knowles JC. The biaxial flexural strength and fatigue property of Lava Y-TZP dental ceramic. *Dent Mater* 2007;23:1018-29.
 21. Garvie RC, Hannink RH, Pascoe RT. Ceramic steel. *Nature* 1975;258:703-4
 22. Ozer F, Naden A, Turp V, Mante F, Sen D, Blatz MB. Effect of thickness and surface modifications on flexural strength of monolithic zirconia. *J Prosthet Dent* 2018;119:987-93.

착색 용액이 단일 구조 지르코니아의 이축 굴곡 강도에 미치는 영향

정재율·김민정·김재현*

원광대학교 산부인과병원 치과보철과

목적: 본 연구의 목적은 유색의 단일구조 지르코니아의 이축 굴곡 강도와 경도를 평가하고, 착색 용액의 적용에 따른 지르코니아의 강도 변화를 알아보는 것이다. **재료 및 방법:** 단일 구조 지르코니아 시편(Eclipse V2.0, AMS, Korea)을 동일 크기의 디스크 형태로 밀링하고, 지르코니아 착색 용액의 적용 시간에 따라 4개의 군으로 분류(n = 12)하였다(PU, ST, OV, PS). 각 시편의 이축 굴곡 강도를 측정하고, Vickers 경도를 측정했다. 파절 시험 이후, 파절된 시편을 이용하여, X-선 회절 분석을 시행하였다. 결과 분석은 One-way ANOVA를 이용하여 분석했다. **결과:** 2축 굴곡 강도 실험에서는 그룹 간에 유의한 차이가 없었다. 하지만 Vickers 경도 실험에서 제조사 지시대로 착색용액을 적용한 그룹이 착색 용액을 적용하지 않은 그룹보다 유의하게 값이 높았다 (P = .038). 나머지 그룹 간 Vickers 경도는 유의한 차이가 없었다 (P > .05). X-ray 회절 분석 결과 모든 군의 X-ray 회절 분석 상에는 정방정상의 특이적 피크를 보여주었고, 모든 단사정상 분율은 25%미만이었다. **결론:** 지르코니아 착색 용액의 적용 여부 및 적용 시간은 이축 굴곡 강도에 유의한 영향을 미치지 않았다. Vickers 경도는 제조사 지시대로 착색 용액을 적용한 그룹과 착색 용액을 적용하지 않은 그룹 간에는 유의한 차이가 있었으나, 나머지 그룹 간에는 유의한 차이가 없었다. 본 실험에 사용한 지르코니아 시편의 이축 굴곡 강도 결과는 치과용 세라믹 용도에 따른 최소 굴곡 강도 기준의 Class 5에 해당하였다. (대한치과보철학회지 2021;59:190-200)

주요단어

굴곡 강도; 경도; 착색; 보철물 착색; 지르코니아

교신저자 김재현
15865 경기 군포시 산본로 321
원광대학교 산부인과병원 치과보철과
031-390-2875
prostho@live.co.kr

원고접수일 2020년 12월 23일
원고최종수정일 2021년 3월 8일
원고채택일 2021년 3월 24일

© 2021 대한치과보철학회
© 이 글은 크리에이티브 커먼즈
코리아 저작자표시-비영리
4.0 대한민국 라이선스에
따라 이용하실 수 있습니다.