

## 무가압 분말충전 알루미늄에 이트리아를 함유한 붕규산염 유리를 침투시킨 코아 도재의 물성

연세대학교 치과대학 치과보철학교실

황승우 · 이근우

### I. 서론

삶의 질적 향상이 가속되면서 외모에 관한 관심도 날로 높아지고 있다. 치과진료를 받는 환자들도 과거에는 도재용착 주조관, 혹은 구치부의 주조관으로 만족하던 단계를 지나 더욱 자연스러운 수복재를 원하게 되었고, 치과재료나 술식에 있어서도 많은 발전이 이루어지고 있다. 특히 전부 도재관(all ceramic crown)에 대한 연구가 활발히 진행되고 있는데, 이는 통상 사용되고 있는 도재용착 주조관과는 달리 내부 금속관을 없앴으로써 금속에 의해 야기될 수 있는 치은부위의 변색, 투광도의 감소로 인한 심미성의 저하, 도재와 금속간의 열팽창 계수의 차이로 인한 도재의 파절 등의 문제점들을 해결할 수 있다<sup>(29)</sup>. 그러나 전부 도재관은 이와 같은 장점들이 있음에도 불구하고 도재 자체가 갖고 있는 잔류응력, 2차상(phase)의 열팽창 계수 차이로 인해 생성되는 미세균열(microcrack) 등의 도재 고유의 결함과, 도재관 제작시 생길 수 있는 기공이나 흠집 등으로 인해 충분히 강도를 얻을 수 없는 등의 단점들 때문에 전치부의 단일치관에 한정되어 사용할 수밖에 없었다<sup>(36, 89, 92)</sup>.

최근에 개발된 도재들은 주로 유리로 구성되어 있는 통상의 장성질 도재와는 미세구조에서 큰 차이가 있다. 즉 유리기질에 상당량의 결정상(crystalline phase)을 함유시킴으로써 도재의 물리적, 기계적, 그

리고 심미적인 성질을 향상시켰다.<sup>(75)</sup> 1965년 McLean과 Hughes는 도재에 알루미늄의 함량을 50% 이상 함유시켜 120MPa 이상의 파절강도를 얻음으로써 전부 도재관의 제작이 가능함을 보였고,<sup>(47, 49, 50)</sup> 이후 알루미늄 입자를 1120°C에서 미리 소결시키고 이를 다시 분쇄시켜서 사용하는 전소결법(pre-sintering)을 통해 152MPa까지 강도를 증가시킬 수 있었다.<sup>(48, 77)</sup> 그 후 개발된 Cerestore 시스템(Johnson & Johnson, East Windsor, NJ., U.S.A.)은 소결 시관과 온도를 조절하여 화학적, 결정구조 변형(chemical and crystalline transformation)이 일어나도록 하면서 산화 마그네슘의 부피팽창을 유도하여 소결 수축을 없애면서(shrink free) 우수한 심미성을 나타낼 수 있었다.<sup>(6, 9, 71, 83)</sup> 그러나 코아의 적합성에 대한 논란이 있으며<sup>(9, 10, 54, 88)</sup> 투광도가 10%정도로 기존의 도재용착 주조관과 비교해 심미성에서 큰 차이가 없었다.<sup>(89)</sup> 또한 강도도 118-125 MPa정도<sup>(9, 10, 34, 61)</sup>로 기존의 알루미늄강도 도재보다 우수하지 못하였다.<sup>(29, 33, 34, 66)</sup> 1983년 개발된 Dicor 시스템(Dentsply International, Inc., York, PA., U.S.A.)<sup>(5, 6, 14, 15)</sup>은 tetrasilicic fluormica 결정을 주원료로 사용하였으며, lost wax 과정을 이용하여 도재관을 주조하는 새로운 시도으로써 높은 투광도 때문에 심미적으로는 우수하고 기포도 거의 생성되지 않았으나,<sup>(1, 15, 19, 63)</sup> 파절 강도는 80-150 MPa정도<sup>(10, 29, 34, 36, 61, 86, 92)</sup>로 고정성 가공의치에 사용할 수 있을

정도의 만족할 만한 수준은 못되었으며, 소결수축이 1.6% 정도 발생하여 적합도에도 문제가 있었다.<sup>(45, 89)</sup> O'Brien(1985)은 마그네시아를 첨가한 코아도재에서 높은 열팽창 계수를 얻을 수 있었으며, 강도는 기존의 알루미늄 강도 도재와 유사하다고 보고하였다.<sup>(61)</sup>

이와 같이 전부 도재관의 강도를 증가시키기 위한 노력이 계속되었으나, 고정성가공의치 혹은 구치부 도재관으로 사용하기 위한 최소 강도인 300 MPa<sup>(47)</sup>에는 미치지 못하였다. Andersson등<sup>(2)</sup>은 99.9%의 순수한 알루미늄을 이용하여 코아를 제작하였을 때 강도가 601 MPa까지 증가될 수 있다고 보고하였다. 그러나 이 방법은 알루미늄을 완전히 소결시키기 위해 1550℃의 고온을 사용해야 하고 소결 시 일어나는 15-20%의 수축을 보상하기 위해 복제 모형을 동일한 배율만큼 확대시키기 위한 복잡한 장비와 가공과정을 필요로 하며, 알루미늄의 수축율이 일정해야 하는 등의 문제가 있으므로 임상응용에는 한계가 있다. Wagner등<sup>(87)</sup>은 Prodera Alceram(Nobelpharma, AB, Goteborg, Sweden)의 강도를 조사하여 687 MPa의 높은 파절강도를 보고하였으나, 이의 임상응용에 관한 보고는 아직 미미하다.

1985년 Mickael Sadoun은 slip casting술식으로 치과용 코아도재를 제작하여 300 MPa이상의 강도를 얻을 수 있다고 보고하였으며<sup>(43)</sup>, 1989년 Vita사에서 이를 응용하여 85%이상의 알루미늄을 함유하고 입자크기가 2-5 $\mu$ m 내외인 In-Ceram 시스템(Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Germany)을 개발하였다.<sup>(43)</sup> 이는 앞서 언급한 분산 강화재로서, 알루미늄만을 1차 소성한 후, 모세관 현상을 이용하여 입자 사이로 유리를 침투시킴으로써,<sup>(12, 20, 21, 67, 80, 90, 91)</sup> 도재의 소결 시에 일어나는 수축을 거의 없애면서,<sup>(64, 65)</sup> 320-600 MPa의 충분한 강도를 갖고,<sup>(10, 22, 23, 24, 64, 87, 92)</sup> 전치의 단일치관만이 아니라 고정성 가교의치와 구치부에서도 비교적 만족할 만한 임상적 결과를 보이며 사용되고 있다.<sup>(22, 43, 57, 69, 70)</sup> In-Ceram은 85% 이상의 알루미늄을 함유하고 있으며, 1차 소결로 만든 알루미늄의 영성한 구조에 유리를 침투시킴으로써, 완성된 도재는 기포나 흠집이 거의 없게 되어 높은 강도를 나타낼 수 있다.<sup>(92)</sup>

이와 같이 In-Ceram 시스템은 강도와 심미성을 만족시키는 우수한 제작법으로 평가되고 있으나 가공과정이 복잡하고<sup>(69)</sup> 오랜 시간이 소요됨에 따라 가공 실패의 확률이 높으며, 고가의 장비를 필요로 하기 때문에 아직도 보편적으로 이용되고 있지는 못한 상태이다.<sup>(48, 58)</sup> 또한 In-Ceram의 알루미늄 코아 제작시 사용되는 slip casting 기법은 알루미늄 분말을 제조회사에서 공급한 액체에 섞어서 붓으로 코아의 형태를 제작하게 되는데, 이는 코아의 정확한 두께를 조절하기가 어렵고, slip 도포 시에 시간이 지체되면 양과압질 양상의 구조(onion shell layered structure)를 갖게 되어 강도가 약해지게 되므로<sup>(69)</sup> slip의 숙련된 조작을 위해서는 많은 경험을 필요로 하게 된다. 또한 알루미늄/유리 복합체의 열팽창 계수의 불일치(mismatch), 알루미늄의 입자크기와 형태, 유리의 조성이 기계적 성질에 미치는 영향, 강화기전 등에 관하여는 많은 연구가 진행되어 있지 않다. 이에 본 연구에서는 균일한 두께를 쉽게 얻을 수 있고, In-Ceram에서 사용하는 slip casting 기법보다 기술적으로 덜 예민한, 무가압 분말 충전법으로 알루미늄 시편을 제작하고, 이트리아의 함량을 변화시킴으로써 열팽창 계수가 서로 다른 6종의 봉규산염 유리를 제조하고, 알루미늄의 소결 및 유리침투에 필요한 온도를 높임으로써 소결 및 유리침투 시간을 단축시켜 가공시간을 줄일 수 있도록 치과용 코아도재를 제작한 후, 이의 파절 강도, 인장강도, 가공율 및 수축율 등의 물성을 조사하여 그 결과를 보고하고자 한다.

## II. 실험재료 및 방법

### 가. 실험재료

실험에 사용된 알루미늄은 순도 99.9%, 평균 입경 4 $\mu$ m의 분말을 사용하였다. In-Ceram의 유리조성을 참고로 하여<sup>(90, 91)</sup> 이트리아를 함유한 봉규산염 유리를 새로 제조하여 사용하였다.(Table 1) 각 조성별로 무게를 칭량하여 유리를 조합한 후, 에틸 알코올을 용매로 24시간 ball milling하여 습식 혼합한 후 90℃에서 24시간 동안 건조시켰다. 이 유리분말을 알루미늄 도가

니에 넣고 1350℃에서 4시간 동안 용융시킨 후, 흑연 도가니에서 급냉시켜 유리 시편을 제조하였고, 이 유리를 attrition mill을 이용하여 평균 입경 3 $\mu$ m의 유리 분말을 제조하였다. 유리와 알루미늄의 열팽창 계수 차이에 따른 변화를 알아보기 위하여 이트리아의 함량이 서로 다른 6종류의 유리분말을 제작하였다.

## 나. 실험방법

### 1. 시편의 제작

#### (가) 무가압 분말 충전 성형

무가압 분말 충전 성형을 위해 실리콘(KE-1600, ShinEtsu Chem. Co., Japan)을 사용하여 5×5×40 mm의 판상형 몰드를 제작하였다. 평균 입경 4 $\mu$ m의 알루미늄 분말을 몰드에 투입한 후 자기 진동기를 이용하여 진동수 3000vpm에서 5분동안 진동을 가하여 입자들을 충전시켰다. 이후 결합제인 3wt% PVA 수용액을 분말 충전된 알루미늄에 침투시키고 120℃ 건조기

에서 4시간동안 건조하여 성형체를 제조하였다. 이 때 제조된 성형체의 특성은 Table 2와 같고 무가압 분말 충전 성형법의 모식도는 Fig. 1에 나타내었다.

#### (나) 1차 소결

알루미늄 성형체의 1차 소결은 유리의 용융점과 알루미늄의 수축율과 강도 등을 고려하여 1350℃에서 1시간 동안 유지하여 1차소결하였다. 이 때 승온 속도는 분당 4℃로 하였다.

#### (다) 유리의 침투

1차 소결이 끝난 알루미늄 성형체에 각 조성별 유리 분말을 얹고 분당 4℃의 승온 속도로 1300℃까지 승온한 후 2시간 동안 유지하여 유리를 침투시켜 각 군당 10개씩의 시편을 제작하였다.

#### (라) In-Ceram 시편의 제작

제조회사의 지시에 따라 4×4×35 mm의 크기의

Table 1. Composition of glass(molecular%)

	Control group	Experimental group					
	In-Ceram	1	2	3	4	5	6
SiO <sub>2</sub>	31	31	30	31	30	31.5	31
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	23	23	23	23	23	23	23
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	17	17	17	16	16	16	16.5
La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	13	0	0	0	0	0	0
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	13	14	14	15	13.5	13.5
TiO <sub>2</sub>	7	7	7	7	7	7	7
CaO	5	5	5	5	5	5	5
CeO <sub>2</sub>	3	3	3	3	3	3	3
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1	1	1	1	1	1	1

Table 2. Properties of green body made by pressureless powder packing method.

Properties	Percentage
Relative green density	50
Amount of binder(wt%)	<1
Shrinkage of drying	0

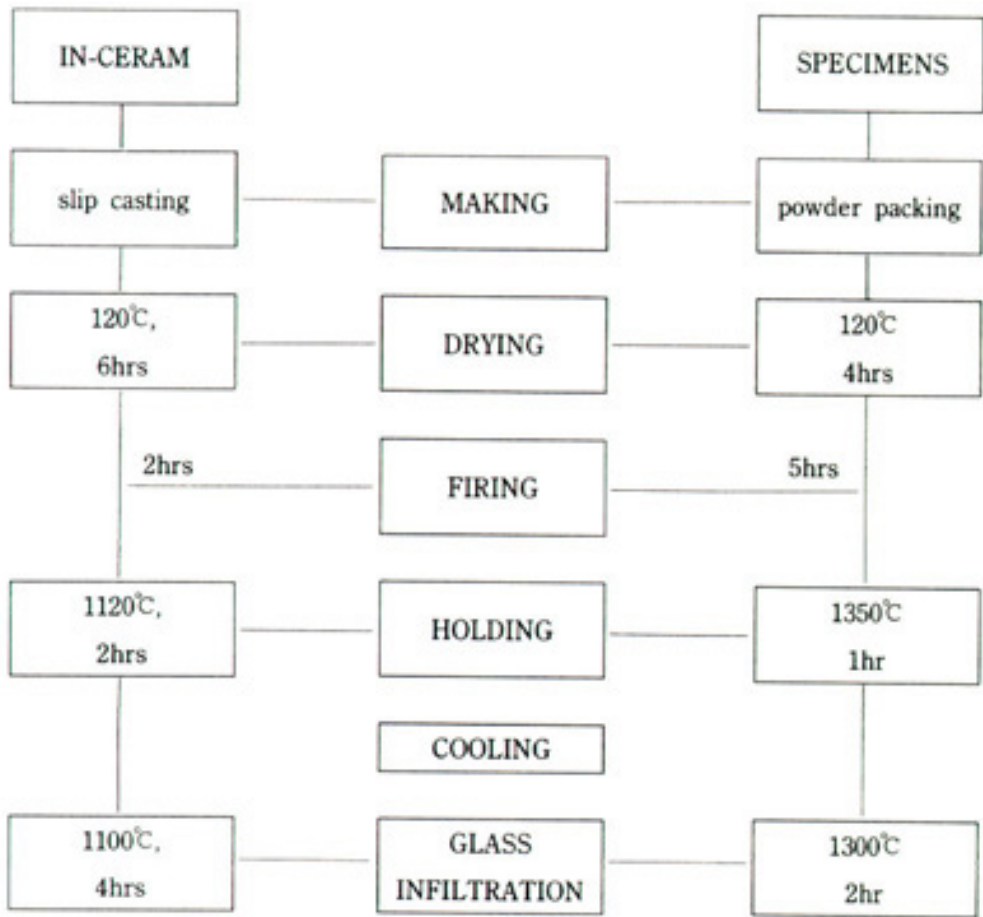


Fig. 1, Schematic diagram of comparing processing methods.

유리침투 전과 유리침투 후의 시편을 각각 10개씩 제작하여 대조군으로 사용하였다.

(마) 시편의 연마

유리 침투 후의 시편을 연마, 절단 가공하여 3×3×30 mm의 크기가 되도록 하였다. 각 시편을 grit #800 까지 연마한 후 다이아몬드 paste(6, 3, 1 $\mu$ m)를 이용하여 4면을 경면 연마한 후, 각 모서리를 45° 방향으로 모따기를 행하였다. 시편 간의 표면 차이를 없애기 위해서 1 $\mu$ m까지 연마하였다.<sup>(75)</sup>

2. 측정

(가) 꺾임정도

1차 소결체와 유리 침투 시편의 꺾임 정도를

Universal testing machine(Instron Model 4202, Instron Co., U.S.A.)을 이용하여 3점 꺾임 강도 방법으로 측정하였다. 이 때 시편의 span의 길이는 20mm, cross head speed는 0.5mm/min으로 하여 파괴하중 (P)을 측정하여 다음 식으로 꺾임강도를 구하였다.

$$\sigma = \frac{3PL}{2bd^2}$$

$\sigma$  : 꺾임강도(Mpa)

P : 파괴하중(kgf)

L : span의 길이(mm)

b : 시편의 폭(mm)

d : 시편의 두께(mm)

#### (나) 수축율

각 시편의 열처리 전의 길이와 열처리 후의 길이를 측정하여 다음 식에 의해 선 수축율을 계산하였다.

$$L = \frac{A_0 - A}{A_0} \times 100$$

L = 선 수축율(%)

A<sub>0</sub> = 소성 전 시편의 길이(mm)

A = 소성 후 시편의 길이(mm)

#### (다) 기공율 측정

1차 소결체 및 유리침투 시편의 기공분포를 관찰하기 위해 Mercury Porosimeter(Autopore II 9220 v 1.05, U.S.A.)를 이용하여 시편의 기공율과 기공의 크기 및 분포를 관찰하였다.

#### (라) 경도 및 파괴인성의 측정

표면을 경면 연마하 유리침투 시편을 Vicker's 경도 시험기로 1kg의 하중으로 압입한 후 압흔의 길이를 측정하여 다음 식에 의해 경도값을 구하였다.

$$H_v = 0.47 \times \frac{P}{a^2}$$

a : 압흔의 대각선의 길이(mm)

P : 하중(kg)

파괴인성은 경도시험기로 5kg의 하중으로 시편당 5회 압입하여 압흔에서 전파된 균열의 길이를 측정하여 다음식으로 계산하였다.

$$K_{IC\phi} / Ha^{1/2} = 0.15k(c/a)^{3/2}$$

K<sub>IC</sub> : 파괴인성

H : 경도

φ : 억제상수(=3)

c : 압입 후의 균열의 길이

a : 압입 후의 대각선 길이의 반

k : 상수(=3.2)

#### (마) 열팽창계수 측정

실험에 사용된 6가지 조성의 유리를 용융시킨 후 급냉하여 5×5×5mm크기의 시편을 제작하고 TMA(Shimadzu, Japan)를 이용하여 승온속도 분당 10℃로 상온에서 600℃까지 승온하여 열팽창율을 측정 후 열팽창계수(α)를 계산하였다.

#### (바) 미세구조 관찰

1차 소결체와 유리침투 시편의 미세구조를 관찰하기 위하여 주사전자현미경(Hitachi, H 600r, Japan)으로 파단면 및 연마면을 관찰하였다. 또한 알루미늄과 유리의 대조를 명확히 보기 위하여 전자탐침 미세 분석기(EPMA, Electron probe micro analysis, T100, JEOL, Japan)를 이용하여 미세구조를 관찰하였다.

### III. 실험성적

각 시편의 물성에 따른 최소값, 최대값 및 중앙값을 구하고 대조군인 In-Ceram 군과 실험군간의 꺾임강도, 경도 및 파괴인성 등의 차이를 비교하기 위하여, Kruskal-Wallis test와 Mann-Whitney test를 시행하였다.

#### 가. 꺾임 강도

In-Ceram의 1차 소결 후, 유리 침투 후, 그리고 실험군의 각 조성에 따른 꺾임 강도는 Table 3과 같다. 1차 소결체의 강도는 45.4 MPa를 나타낸 In-Ceram 군이 8.16MPa를 나타낸 실험군보다 4-5배 높게 나타났다. 유리 침투 후, In-Ceram 군은 433.5 MPa이었으며, 실험군은 조성에 따라 358-398 MPa의 꺾임 강도를 보였다. 실험 2군, 4군, 5군 및 6군은 In-Ceram 군보다 낮은 강도를 보였으나(P<0.05), In-Ceram 군과 1군 및 3군은 통계학적인 유의차가 없었다.

#### 나. 수축율

실험군의 1차 소결 후, 그리고 유리를 침투시킨 후의 수축율은 Table 4와 같다. 알루미늄을 1차 소결한 후, 즉 유리를 침투시키기 전의 수축율은 0.416±0.009%였으며, 유리를 침투시킨 후의 수축율은 0.450±0.03%로, 총 0.87%의 수축을 보였다.

Table 3. Flexural strength of In-Ceram and specimens.(MPa)

Material	Group	Median	Min	Max
In-Ceram	First firing	45.4	37.2	53.6
	After infiltration	433.5	381	495
Experimental	First firing	8.16	5.34	19.26
	1	398	340	420
		3	374	340
	2		371	332
		4	373	326
	5		358	312
		6	359	309

Groups joined by vertical lines are not significantly different with Mann - Whiney test at the 95% confidence level.

Min : minimum value

Max : maximum value

Table 4. Shrinkage rate of the specimens(%)

	First firing	After infiltration
Mean (S.D)	0.416 (0.009)	0.450 (0.03)

Table 5. Porosity rate of specimens(%)

	First firing	After infiltration
In-Ceram	22.25	< 1
Experimental	50	< 2

#### 다. 기공율

In-Ceram과 실험군의 기공율은 Table 5와 같다. 1차 소결 후, 실험군의 기공율은 50%, In-Ceram군은 22.25%로 In-Ceram에 비해 2배정도 높았으나, 유리를 침투한 후에는 실험군이 2%, In-Ceram군이 1%로 유사하였다.

Fig. 2는 porosimeter를 이용하여 기공이 분포를 분석한 결과이다. 1차 소결 후 In-Ceram에서는 0.1-0.5 $\mu$ m의 기공이 주로 존재하였으며, 실험군에서는 0.5-1.5 $\mu$ m의 기공이 주로 존재하였다. 유리를 침투시킨 후, In-Ceram에는 0.05 $\mu$ m의 기공이 가장 많이 존

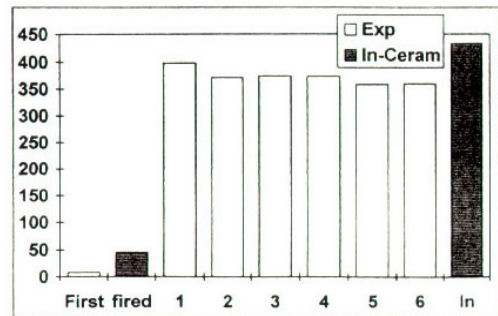


Fig. 2. Median flexural strength of In-Ceram and specimens.(MPa)

재하였으며, 실험군에서는 0.02 $\mu$ m의 기공이 가장 많았으나, 100-200 $\mu$ m의 거대 기공도 존재하였다.

## 라. 경도 및 파괴인성

경도는 In-Ceram군이 1081 MPa를 보였으며, 실험군은 1020-1073MPa를 나타내 모든 군간의 유의차가 없었다(Table 6). 파괴 인성에 있어서는(Table 7)

실험군의 2군과 3군이 3.13-3.96 MPa · m<sup>1/2</sup>로 In-Ceram보다 더 높은 수치를 나타냈으며, 그 외의 군들은 In-Ceram과 유사하였다.

Table 6. Hardness of In-Ceram and specimens(MPa).

		Median	Max	Max
In-Ceram		1081	1033	1135
Experimental	1	1073	931	1121
	2	1067	911	1109
	3	1028	932	1187
	4	1020	949	1082
	5	1050	986	1099
	6	1066	973	1119

Groups joined by vertical lines are not significantly different with Mann-Whiney test at the 95% confidence level.

Min : minimum value Max : maximum value

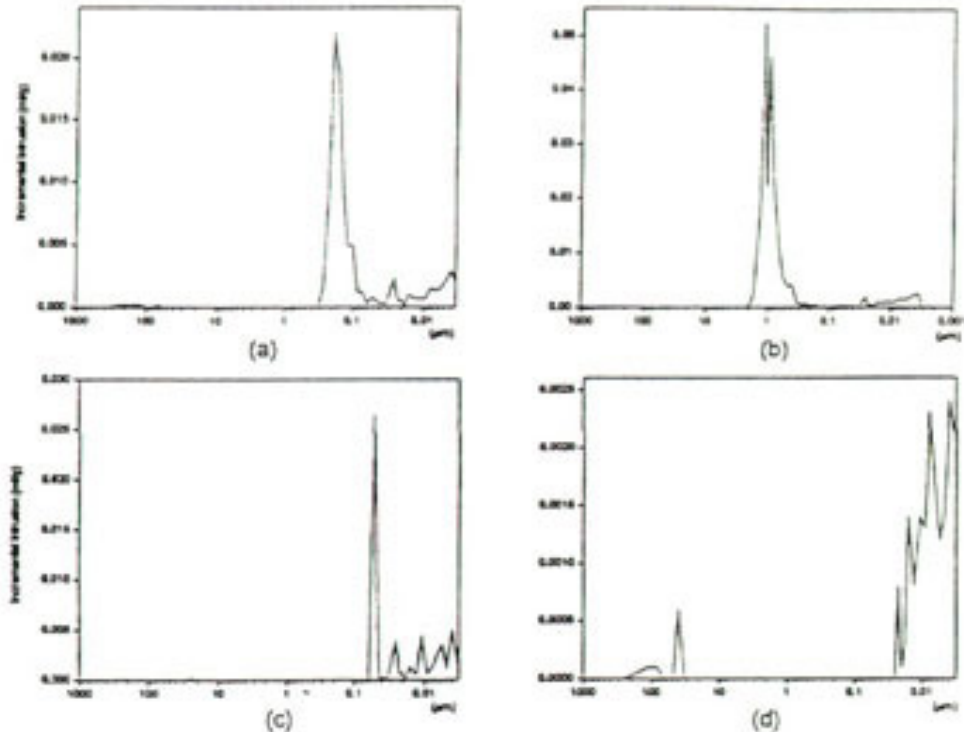


Fig. 3. Distribution of porosities a) after first firing of In-Ceram, b) after first firing of experimental group, c) glass infiltrated In-Ceram, d) glass infiltrated experimental group.

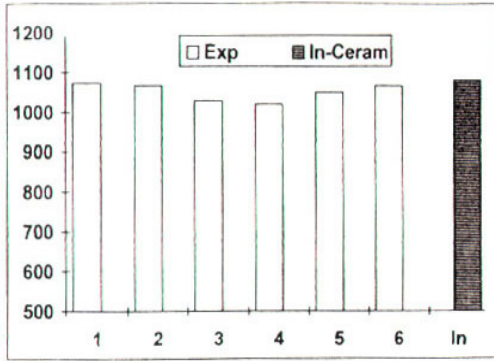


Fig. 4. Median hardness of In-Ceram and specimens.(MPa)

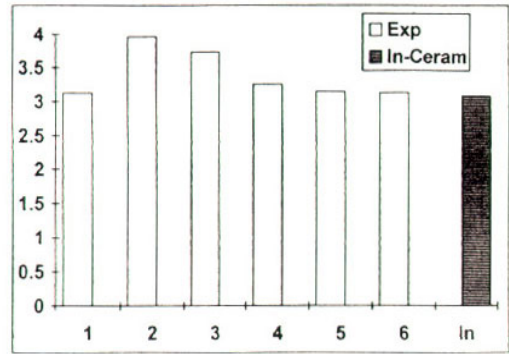


Fig. 5. Median fracture toughness of In-Ceram and specimens.(MPa · m1/2)

Table 7. Fracture toughness of In-Ceram and specimens(MPa · m1/2)

		Median	Min	Max
In-Ceram		3.08	2.77	3.57
Experimental	2	3.96	3.45	4.35
	3	3.73	3.49	3.98
	1	3.13	2.79	3.37
	4	3.25	2.39	3.64
	5	3.15	2.88	3.45
	6	3.13	2.97	3.31

Groups joined by vertical lines are not significantly different with Mann-Whiney test at the 95% confidence level.

Min : minimum value

Max : maximum value

Table 8. Thermal expansion coefficient of glass( $\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ )

Group	1	2	3	4	5	6
Thermal expansion coefficient	4.51	5.35	4.86	4.98	5.10	5.07

#### 마. 열팽창 계수

실험군의 유리 조성의 변화에 따라 열팽창 계수는  $4.51\text{--}5.35 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 로 변화했다.(Table 8)

#### 바. 미세구조 관찰

광학 현미경, 주사전자 현미경 및 전자탐침 미세 분

석기를 이용하여 미세구조를 관찰하였다(사진부도 1-18). In-Ceram의 경우 1차 소결체는  $4\mu\text{m}$ 의 다각형 입자와  $0.5\mu\text{m}$ 이하의 미립의 알루미늄 입자들이 균일하게 분포하고 있었으나, 실험군의 경우에는  $4 \times 4\mu\text{m}$  정도의 장방형 입자들이 균일하게 분포하고 있었으며 미세 입자들은 상대적으로 적었다. 유리 침투 후의 시편의



미세구조는 두 군에서 모두 0.05 $\mu\text{m}$ 이하의 미세한 기공들이 균일하게 분포하는 것을 관찰하였고 실험군에서는 미세 기공 이외에도 100 $\mu\text{m}$  내외의 거대 기공들이 부분적으로 분포하였다. In-Ceram에서는 미세입자들이 거의 소결되어 큰 입자들을 서로 연결하고 있었으며, 실험군에서는 미세입자의 소결은 많지 않았으며, 4 $\mu\text{m}$  내외의 입자들의 necking이 이루어진 것을 관찰할 수 있었다.

## IV. 총괄 및 고찰

### (가) 꺾임강도

1차 소결체의 꺾임강도는 알루미늄 입자간의 결합력에 좌우된다.

본 실험에서 1차 소결체의 꺾임강도는 대조군인 In-Ceram군이 실험군의 8.16 MPa에 비해 약 4-5배 높은 값을 나타내었다. 이러한 현상은 In-Ceram은 4 $\mu\text{m}$ 의 입자와 함께 0.4 $\mu\text{m}$ 이하의 미세 입자를 혼합하여 사용함으로써 강도가 증가되었다. 즉 1120 $^{\circ}\text{C}$ 의 비교적 낮은 온도에서 2시간 이상 방치시켜 미세 입자들을 먼저 소결시키고, 이 소결된 미세입자들이 큰 입자들을 연결시킴으로써 구조체를 형성하였기 때문이다. 평균 입경 4 $\mu\text{m}$ 의 입자를 사용한 본 실험의 경우에는 1차 소결 온도를 1350 $^{\circ}\text{C}$ 로 설정하여 In-Ceram보다 230 $^{\circ}\text{C}$  높이고, 열침투 시간을 1시간으로 단축시켰으나, 미세 입자의 함유량이 적어, 미세입자의 연결에 의한 소결은 상대적으로 적었고, 큰 입자간에 이루어진 necking에 의해서만 연결되어 있으므로 In-Ceram보다 낮은 꺾임강도값을 나타내었다고 사료된다. 또한 50%의 알루미늄을 함유하고 있는 실험군에 비해 In-Ceram의 경우에는 78%의 많은 알루미늄을 함유하고 있어 균열의 전파가 더 어려우므로 높은 꺾임강도를 나타내었다.

유리를 침투시킨 후, 2군, 4군, 5군 및 6군은 In-Ceram군보다 낮은 강도를 보였으나, 1군과 3군의 강도는 In-Ceram과 통계학적인 유의차가 없었으며 이는 유리의 구성성분이 동일하더라도 조성비율의 차이에 따라 열팽창계수, 흐름성, 점도 등도 변하게 되어

강도가 다르게 나온 것으로 사료된다. 유리의 조성은 이와 같이 미세한 변화에도 흐름성, 점도 등에 차이가 있으므로(91) 유리의 구성성분을 변화시키는데는 한계가 있었다. 본 실험 시편의 알루미늄 함유율은 50%였으나, 1군과 3군은 78%의 알루미늄을 함유한 In-Ceram과 유사한 강도를 나타내었으며, 이는 유리가 1차 소결체 내부에 충분히 침투되면서 강도를 증가시켰기 때문으로 사료된다. 1차 소결한 알루미늄 성형체에 유리를 침투시키면서 기공율의 감소, 유리 침투 중의 알루미늄의 소결에 따른 치밀화, 분산재에 의한 강화, 유리 입자와 입자간의 마찰성 연결(frictional interlocking), 유리에 생성되는 압축력 등으로 인해 강도가 증진된다.<sup>(23)</sup> 분산재를 첨가함으로써 도재가 강화되는 기전은 주로 균열의 굴절(crack deflection)과 균열의 연결(crack bridging) 현상에 의해서 일어나는데, 균열이 전파되면서 유리내의 알루미늄 입자들에 의해 굴절되고, 알루미늄 입자간에 형성된 연결부에 의해 방해를 받으므로 강도의 증진 효과를 얻을 수 있다.<sup>(37)</sup>

1 $\mu\text{m}$ 이하의 작은 알루미늄 입자는 소결 시에 유리와 함께 녹으면서 구조체의 수축을 야기할 수 있으며, 너무 큰 입자들은 수축을 감소시킬 수는 있으나 강도가 약해지고 성형이 어려워 지는 단점이 있으므로 Wolf 등<sup>(91)</sup>은 3 $\mu\text{m}$  내외의 입자를 사용하는 것이 바람직하다고 하였다. 알루미늄 입자들의 크기가 작거나 입자간의 결합력이 클 경우 높은 강도값이 나타나는데<sup>(92)</sup> 본 연구에서는 4 $\mu\text{m}$  내외의 입자를 사용하였으며, 이는 Wolf 등의 주장과 유사한 수치이다.

현재 사용되는 치과 도재의 종류와 그에 따른 강도값은 Table 9와 같다.<sup>(1, 2, 9, 10, 15, 21-23, 29, 3, 34, 36, 38)</sup>

### (나) 수축율

In-Ceram의 경우 1차 소결 및 유리침투 후의 전체 수축율이 0.24-0.5%의 값을 나타낸다.<sup>(64, 80)</sup> 본 실험에서는 1차 소결에서 0.4%, 유리 침투 후에 0.45%로 총 0.87%의 수축이 발생하였다. 이는 본 실험을 위해 제조한 유리를 알루미늄 소결체에 충분히 침투시키기 위해서는 1300 $^{\circ}\text{C}$ 의 높은 온도가 필요하였으며, 이에 따라 알루미늄의 1차 소결 시에도 유리침투 온도보다 약

Table 9. Fracture strengths of all-ceramic crown materials

	Flexure strength(MPa)
Feldspathic porcelain	45-90
Dispersion-strengthened materials	
Alumina core	70-150
Hi-Ceram core	40-180
In-Ceram core	236-600
Magnesia core (glazed)	131-270
Cerestore core	90-130
Alceram core	160-240
Optec-HSP	105-170
Castable ceramics	
Dicor	71-150
CerePearl	150
Foil-reinforced (twin-foil)	140-170
Metal-Ceramic (by McLean)	450-550
Pure alumina core	601

간 높은 1350°C를 사용할 수 밖에 없었고, 이로 인해 4  $\mu\text{m}$  내외의 알루미나 입자들의 necking이 과도하게 발생하면서 수축이 일어난 것으로 사료된다. 반면에 In-Ceram의 경우에는 입도 분포가 넓은 입자들을 사용하였기 때문에 성형체의 밀도가 높고, 1100-1200°C의 비교적 낮은 온도에서 2-4시간동안 장시간 소결을 시킴으로써 작은 입자들이 먼저 소결되면서 큰 입자들의 necking을 유도하여 낮은 수축율을 나타내었다. 따라서 입자 크기의 분포를 크게하고 유리침투 온도를 낮추면 수축은 더 줄일 수 있을 것으로 사료된다.

#### (다) 기공율 및 기공의 분포

입자가 크고 입도가 좁아질수록 기공의 크기와 기공율은 높아지고, 입자가 작고 입도가 클수록 기공율과 기공의 크기는 작아진다.

1차 소결체의 경우 In-Ceram에서 22.25%의 기공율을 나타내었고, 실험군에서는 50%의 기공율을 나타내었다. 즉 In-Ceram의 경우는 78%의 알루미나 함유율을 보이는데 이는 다른 연구에서 나타난 62-85%의 범위에 속한다.<sup>(32, 90, 91)</sup> 본 실험에서 사용한 시편의 경우 50%의 알루미나를 함유하였다. 이러한 결과는 In-

Ceram의 경우 입도 분포가 넓은 입자(0.04-4 $\mu\text{m}$ )<sup>(80)</sup>를 사용하여 큰 입자 사이의 공간을 작은 입자들이 채우고 있기 때문이고, 실험군의 경우는 입도가 좁은 입자를 사용하였으므로 알루미나 입자 사이에 큰 기공이 존재하였기 때문이다. 유리를 침투시킨 후, 기공율은 In-Ceram의 경우 1%였으며, 실험군의 경우는 2%였다. 이는 새로 제조한 유리가 알루미나 1차 소결체 내부에 충분히 침투되었음을 보여주는 것이다.

기공 크기의 분포는 1차 소결체의 경우, In-Ceram은 0.1-0.2 $\mu\text{m}$ 의 기공이 가장 많이 존재하였고 그 외 0.005-0.02 $\mu\text{m}$ 의 기공이 있었으며, 실험군의 경우에는 0.5-2 $\mu\text{m}$ 의 기공이 가장 많았고 그 외에는 거의 존재하지 않았다. 유리를 침투시킨 후, In-Ceram의 경우에는 0.04 $\mu\text{m}$ 의 기공이 주로 존재하였고 그 이하의 기공도 약간 존재하였다. 실험군의 경우에는 0.02 $\mu\text{m}$  이하의 기공이 주로 존재하였으나 100 $\mu\text{m}$ 이상의 거대기공이 존재하는 것을 알 수 있었는데, 이러한 거대 기공은 성형시에 발생한 것으로 사료된다. 기공의 형태, 수, 분포 등은 도재의 강도와 밀접한 관계를 가지며, Jones(31)에 의하면 불규칙한 모양의 기공은 강도에 미치는 영향이 크지만, 구형의 기공과 미세한 크기의

기공은 강도와 큰 연관이 없다고 하였다.<sup>(45)</sup> 또한 Wolf 등(91)은 기공주위에 집중된 응력은 기공의 크기와는 큰 연관이 없으며, 그보다는 기공 주위에 위치한 날카로운 모양의 균열이 도재의 파괴에 더 큰 영향을 미친다고 하였다.

### (라) 경도 및 파괴 인성

압흔에 의한 경도의 측정은 In-Ceram과 실험군에서 1030-1080 MPa로 거의 비슷한 값을 나타내었고, 파괴인성 또한 0.08-0.96 MPa · m<sup>1/2</sup> 내외로 큰 차이가 없었으며, 기존에 보고된 전부 도재관의 파괴인성보다 우수한 결과를 보였다(Table 7). In-Ceram의 수치가 가장 낮은 것으로 나타났으나 통계학적인 유의차는 없었다. 유리의 경도는 알루미늄 등의 세라믹에 비해 상당히 낮은 값을 보이는데, 본 연구에서 측정된 알루미늄/유리 복합체의 경도는 1030-1080 MPa로서 순수한 알루미늄 소결체의 경도인 1400-1600 MPa의 약 70%에 해당한다. 이러한 사실은 유리기질 내의 알루미늄 입자들이 입자의 하중을 지탱하는 역할을 하였을 것으로 예견되어 파괴인성 측정에서도 마찬가지로 효과를 보이고 있다. 또한 이 수치는 백아질의 경도인 340MPa<sup>(13)</sup> 보다 3배 가량 높은 값을 나타내는데, 이로 인하여 자연치의 마모를 유발시킬 수 있으므로 코아도재가 자연치와 직접 교합이 되지 않도록 설계하여야 한다.

파괴 인성은 파절이 일어나기 쉬운 물질의 변형 흡수성을 나타내는 지표로서, 파괴가 일어나기 전의 인장 응력의 값을 의미한다.<sup>(72)</sup> 압흔의 꼭지점에서 전파되

는 균열은 알루미늄 입자에 의해 굴절되거나, 알루미늄 입자간의 연결에 의해 방해를 받게 되므로 균열이 끝부분에 걸리는 에너지는 감소하여 인성의 증가를 초래하였다. 1군, 4군, 5군 및 6군의 파괴인성은 3.13-3.25 MPa · m<sup>1/2</sup>로, 3.08 MPa · m<sup>1/2</sup>를 나타낸 In-Ceram과 통계학적인 유의차가 없었으며, 2군과 3군은 3.96 MPa · m<sup>1/2</sup>와 3.73 MPa · m<sup>1/2</sup>로 In-Ceram보다 큰 수치를 보였다.(P<0.05)

### (마) 열팽창계수

알루미늄/유리의 열팽창계수의 불일치는 도재의 강도에 영향을 미친다.<sup>(50, 91)</sup> In-Ceram에서 사용한 유리의 열팽창계수(7.5×10<sup>-6</sup>/°C)<sup>(91)</sup>와 알루미늄의 열팽창계수(7.95×10<sup>-6</sup>/°C)는 0.4의 차이가 있는 반면에, 본 실험에서 사용한 유리의 열팽창계수는 4.51-5.35×10<sup>-6</sup>/°C의 범위로 알루미늄의 열팽창 계수와 3.44-2.60×10<sup>-6</sup>/°C의 차이가 있었다. 이는 In-Ceram에서 사용하는 유리의 성분 중에서 lanthanum oxide(La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 대신에 열팽창 계수가 더 낮은 이트리아(yttrium oxide, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)를 사용한 결과이다. 열팽창 계수의 차이에 따라 꺼임강도에서도 차이를 보였으며 (Fig. 6), 알루미늄의 열팽창 계수와 3.44, 3.09×10<sup>-6</sup>/°C의 비교적 큰 차이를 보인 1군과 3군의 꺾임정도는 In-Ceram군과 통계학적인 유의차가 없었다(Table 3). Wolf 등은 0.4-1.9×10<sup>-6</sup>/°C의 열팽창 계수의 불일치는 강도에 미치는 영향이 적다고 하였으나<sup>(91)</sup> 본 실험에서는 열팽창 계수의 차이를 크게함으로써 위와 같은 결과를 얻을 수 있었다. 즉 알루미늄 입자와 유리의

Table 10. Fracture toughness of all-ceramic materials.

	Fracture toughness(MPa · m <sup>1/2</sup> )
Cerestore	1.79~1.94
VitaDur-N	1.75~1.96
Dicor	1.32~2.10
Hi-Ceram	1.96
In-Ceram	3.8~4.49
IPM-Empress	1.74
AlCeram	4.48

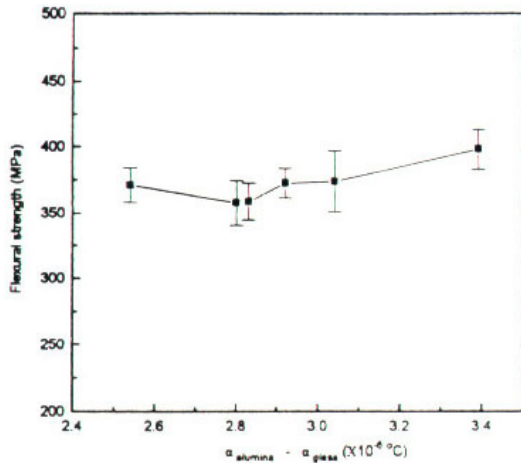


Fig. 6. Effect of alumina/glass thermal expansion mismatch on flexural strength.

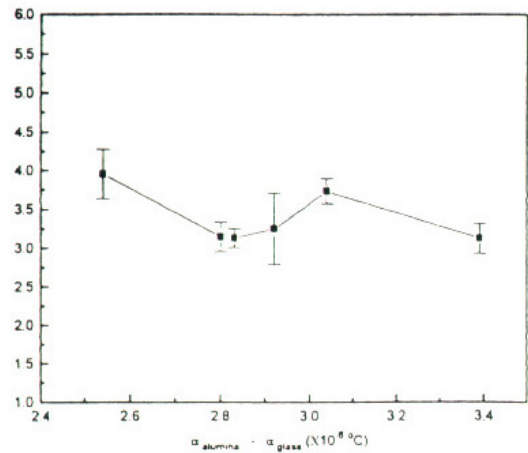


Fig. 7. Effect of alumina/glass thermal expansion mismatch on fracture toughness.

열팽창계수의 불일치로 인해 알루미늄 입자가 냉각되면서 유리에 인장 응력이 발생하게 되고, 균열은 알루미늄 입자에 의해 굴절되어 파괴력이 방해받게 되므로 결과적으로 강도는 증가하게 되었다.<sup>(19, 45, 86, 90)</sup> 이는 실험군의 알루미늄 함유율이 50%로서, 78%인 In-Ceram 보다 낮은데도 불구하고, In-Ceram의 꺾임강도와 유사한 값을 보이도록 한 중요한 원인이라고 사료된다.

## (바) 미세구조 관찰

In-Ceram과 실험군의 차 소결체 및 유리침투 후의 미세구조를 관찰하였다. In-Ceram의 경우 1차 소결체는  $4\mu\text{m}$ 의 입자와  $0.5\mu\text{m}$ 이하의 미립의 알루미늄 입자들이 균일하게 분포하고 있으나 실험군의 경우에는  $4\mu\text{m}$  크기의 입자들이 광범위하게 분포하고 있었으며 미세 입자들은 상대적으로 적었다. 이들 크기에 따른 입자들의 분포는 기공율과 1차 소결체의 강도에 영향을 미쳤으며 최종 유리 침투 시편의 미세구조에도 영향을 미쳤다.

유리침투 후의 시편의 미세구조는 기공을 측정에서 나타난 바와 같이 두 군에서  $0.05\mu\text{m}$ 이하의 미세한 기공들이 균일하게 분포하는 것을 관찰하였고, 실험군에

서는 미세 기공 이외에도  $100\mu\text{m}$  내외의 거대 기공들이 부분적으로 분포하였다. 이 거대 기공은 알루미늄 성형체를 제조할 때 발생하는 내부 기포에 의해 생기고 미세한 기공은 응집된 입자들에 의해 발생한 것으로 사료된다. 이는 응집체가 주위보다 더 빨리 수축되기 때문에 일어나며, 응집체 내부의 입자 충전이 잘 안되거나, 유리 침투가 잘 안되었을 때 기공이 생긴다.<sup>(91)</sup> 따라서 응집이 덜 되는 입자를 개발하거나, 분말에서 응집이 많이 된 입자를 분쇄 등으로 제거하는 술식이 개발된다면 더욱 높은 강도를 얻을 수 있으리라 사료된다. 또한 전자탐침 미세 분석기에서는 알루미늄 입자 간의 necking이 발생한 것을 관찰할 수 있었다.

본 연구에서는 알루미늄을 1차 소결하고 이트리아를 함유한 유리를 침투시켜 알루미늄/유리 복합체를 제작하고 유사한 제조법으로 제작되는 In-Ceram과의 물성을 비교, 관찰하였다. In-Ceram 제작과정과는 성형법, 성형온도 및 시간, 유리의 구성성분 등을 달리 하였다. 실험군의 1차 소결체의 꺾임강도, 기공율 등이 In-Ceram보다 낮았음에도 불구하고, 유리를 침투시킨 후의 꺾임강도, 경도, 인성 등의 물성에서는 유사한 결과를 보였다. 이는 유리의 구성성분 중 lanthanum oxide 대신 사용한 이트리아의 낮은 열팽창 계수로 인

하여 알루미늄과의 열팽창 계수 차이를 크게함으로써 알루미늄 입자와 유리의 결합력을 증진시켰고, 유리에 압축응력을 부여시킴으로써 균열의 전파를 방해시킬 수 있었기 때문에 사료된다.

본 실험에서 사용한 무가압 분말 충전 성형법은 In-Ceram에서 사용하는 slip casting 기법보다 기술적으로 덜 예민하며, 소결온도를 높임으로써 소결시간을 단축시킬 수 있도록 하여 기공제작시간을 줄일 수 있으나, 수축율은 In-Ceram보다 0.3-0.6% 정도 더 컸다. 따라서 본 실험의 결과를 보았을 때, 수축율을 감소시킬 수 있다면 더욱 간편하고 시간이 절약되며 저렴한 비용으로 전부 도재관을 제작할 수 있으리라 사료된다.

## V. 결론

본 연구에서는 평균입경  $4\mu\text{m}$ 의 알루미늄을 무가압 분말 충전법으로 성형 하고  $1350^\circ\text{C}$ 에서 1시간동안 1차 소결한 후, 열팽창 계수로 서로 다른 6종의 이트리아를 함유한 붕규산염 유리를  $1300^\circ\text{C}$ 에서 2시간 동안 침투시켜 제작한 알루미늄/유리 복합체와, slip casting법으로 제작한 In-Ceram의 꺾임강도, 수축율, 정도, 파괴인성 등을 측정, 비교하고, 알루미늄 입자와 유리의 열팽창 계수의 불일치로 알루미늄/유리 복합체의 물성에 미치는 영향을 관찰하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. In-Ceram과 실험군간의 꺾임 강도는 1군과 3군이 In-Ceram과 통계학적인 유의차가 없었으며, 그 외의 실험군에서는 In-Ceram보다 낮은 값을 보였다.
2. 실험군의 수축율은 1차 소결 후 0.42%, 유리 침투 후 0.4%가 발생하여, 총 0.87%의 수축이 발생하였다.
3. 1차 소결한 후, 실험군과 In-Ceram의 기공율은 각각 50%와 22.25%로 큰 차이를 나타냈으나, 유리를 침투한 후에는 각각 2%와 1%를 보여 큰 차이가 없었다.

4. 두 재료간의 정도는 통계학적인 유의차가 없었으며, 파괴인성에 있어서는 2군과 3군이 In-Ceram보다 더 높은 수치를 나타내었다. 그 외의 군들은 In-Ceram과 통계학적인 유의차가 없었다.
5. 실험군의 열팽창 계수는  $4.51-5.35 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ 를 나타내었으며 이에 따라 꺾임강도에도 차이가 있었다.
6. 주사전자현미경 관찰 시 In-Ceram에서는  $4\mu\text{m}$  내외의 입자뿐 아니라  $0.5\mu\text{m}$  정도의 미세입자가 다량 관찰되었으며, 실험군에서는 necking이 미약하게 발생한  $4\mu\text{m}$  정도의 입자들이 주로 관찰되었다.

이상의 결과에서 볼 때 알루미늄 입자와 유리의 열팽창 계수의 불일치는 알루미늄 입자와 유리의 결합력을 증진시키는 요소로 작용하며, 성형법과 기공율은 도재의 강도에 큰 영향을 미치지 않았다. 알루미늄 입자와 유리의 열팽창 계수의 불일치가 가장 컸던 3군의 물리적 성질이 가장 우수하였으며, 후 이를 임상응용시킬 수 있는 연구가 지속된다면 무가압 분말 충전법을 응용하여 우수한 성질을 갖는 전부 도재관의 제작이 가능하리라고 사료된다.

## 참고 문헌

1. Al-Sheri S.A., Mohammed H., Wilson C.A. : Influence of lamination of the flexural strength of a dental castable glass ceramic. J. Prosthet. Dent., 76 : 23-28, 1996.
2. Andersson M., Oden A. : A new all-ceramic crown. : A dense-sintered high-purity alumina coping with porcelain. Acta. Odontol. Scand., 51(1. : 59-64, 1993.
3. Anusavice K.J., Hojjatie B. : Effect of thermal tempering on strength and crack propagation behavior of feldspathic porcelains. J. Dent. Res., 70(6): 1009-13, 1993.

4. Anusavice K.J., Shen C., Lee R.B. : Strengthening of feldspathic porcelain by ion exchange and tempering. *J. Dent. Res.*, 71(5) : 1134-8, 1992.
5. Anusavice K.J., Zhang K.J. : Chemical durability of Dicor and Lithia-based glass ceramics. *J. Dent. Res.*, 73 : 196, 1994.(Abstr. No 753)
6. Banks R.G. : conservative posterior ceramic restorations. : A literature review. *J. Prosthodont. Dent.*, 63 : 619, 1990.
- 7) Bayer, G : Thermal expansion anisotropy of oxide compounds. *Proc. Br. Ceram. Soc.*, 22 : 39-52, 1973.
8. Brown M.H., and Sorenson S.E. : Aluminous porcelain and its role in fixed prosthodontics., *J. Prosthet. Dent.*, 42 : 507, 1979.
9. Campbell S.D., ann Sozio R.B. : Evaluation of the fit and strength of an all ceramic fixed partial denture. *J. Prosthet. Dent.*, 59 : 301, 1988.
10. Castellani D., Baccetti T., Giovannoni A., Bernardini U.D. : Resistance to fracture of metal ceramic and all-ceramic crowns. *Int. J. Prosthodont.*, 7(2) : 149-54, 1994.
11. Clarke D.R. : Interpenetrating phase composites. *J. Am. Ceram. Soc*75(4) : 739-759, 1992.
12. Claus H. : VITA In-Ceram, a new system for producing aluminum oxide crown and bridge substructures. *Quintessenz Zahntech*, 16, 35-46, 1990.
13. Craig R.G. : Restorative dental materials. The C. V. Mosby Co. St. Louis. MO., 1989.
14. Denry I.L., Rosenstiel S.F. : Flexural Strength and fracture toughness of Dicor glass-ceramic after embedmetn modification. *J. Dent. Res.*, 72(3) : 572-6, 1993.
15. Dickinson A.J.G., Moore B.K., Harris R.K., and Dykema R.W. : A comparative study of the strength of aluminous porcelain and all ceramic crowns. *J. Prosthet. Dent.*, 51 : 273, 1984.
16. Dunn, B., Levy, M.N., and Reisbick, M.H. : Improving the fracture resistance of dental ceramics, *J. Dent. Res.*, 56 : 1209, 1977.
17. Edwards M.R., Jocosen P.H., williams G.J. : The three point beam test for the evaluation of dental porcelain. *J. Dent. Res*, 62 : 1086, 1983.
18. Eithner K., and Geweher L. : Investigations of dental porcelain reinforced with high alumina for bridgeworks. *J. Dent. Res.*, 1976.(Ab-str. No. 409).
19. Ferro K.J., Myers M.L, Graser G.N. : Fracture strength of full contoured ceramic crowns and porcelain-veneered crowns of ceramic copings. *J. Prosthet. Dent.*, 71(5) : 462-7, 1994.
20. Fischer J., Schmid M., Kappert H.F., Strub J.R. : Texture formation of the dental ceramic core material In-Ceram and thermal expansion of its individual components. [German] *Deutsche Zahnartzliche Zeitschrift.*, 46(7) : 461-3, 1991.
21. Futterknecht N., Jinoian V. : A renaissance of ceramic prosthetics? *Quintessenz Zahntech.*, 16 : 10, 1990.
22. Giordano R., Campbell S., Pelleties L. : Flexural strength of alumina and glass components of In-Ceram. *J. Dent. Res.*, 71 : 253, 1992.(Abstr. No. 1181)
23. Giodrdano R.A. 2nd., Pelletier L., Campbell S., Pober R. : Flexural strength of an infused ceramic, glass ceramic, and feldspathic porcelain. *J. Prosthet. Dent.*, 73(5) : 4111-8, 1995.
24. Giordano R.A., Drummond J., and Lynn L. : Shear bond strength of porcelain, glass co,posite to In-Ceram. *J. Dent. Res.*, 38 : 483, 1959.
25. Hodson J.T. : Phase composition of crwon and inlay porcelains. *J. Prosthet. Dent.*, 38 : 483, 1959.
26. Hodson J.T. : Some physical properties of three

- dental porcelains. *J. Prosthet. Dent.*, 9 : 325, 1959.
27. Hondrum S.O., and O'Brien W.J. : The strength of alumina core and magnesia core crowns. *Int. J. Prosthodont.*, 1(1) : 67, 1988.
  28. Hondrum S.O. : The strength of cemented alumina core and magnesia core crowns. *Int. J. Prosthodont. Dent.*, 1(2) : 190, 1988.
  29. Hondrum S.O. : A review of the strength properties of dental ceramics. [Review] *J. Prosthodont. Dent.*, 67(6) : 859-65, 1992.
  30. Hohnston W.M. and O'Brien W.J. : Shear strength of dental porcelain. *J. Dent. Res.*, 1978, (I. A. D. R. Abstr. No. 868)
  31. Jones D.W. and Wilson H.J. : Porosity in dental ceramics. *Brit. Dent. J.*, 138 : 16, 1975.
  32. Jones D.W. : The strength and strengthening mechanism of dental ceramics. : First symposium on ceramics. Chicago, Quintessence Publishing Co., Inc., 83, 1983.
  33. Josephson B.A., Schulman A., Dunn Z.A., and Hurwitz W. : A compressive strength study of an all-ceramic crown. *J. Prosthet. Dent.*, 53 : 301, 1985.
  34. Josephson B.A. : Schulman A., Dunn Z.A. and Hurwitz W. : A compressive strength study of complete ceramic crowns. Part II. *J. Prosthet. Dent.*, 65(3) : 388-91, 1991.
  35. Kappert H.F., Knode H., Schultheiss R. : Strength of the In-Ceram system under mechanical loads and thermocycling in artificial saliva. [German] *Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift.*, 46(2) : 129-31, 1991.
  36. Kelly J.R., Campbell S.D., and Bowen H.K. : Fracture-surface analysis of dental ceramics. *J. Prosthet. Dent.*, 62 : 536, 1989.
  37. Kelly J.R., Giordano R., Pober R., and Cima M.J. : Fracture surface analysis of dental ceramics : Clinically failed restorations. *Int. J. Prosthodont.*, 22 : 257, 1991.
  38. Kelly J.R., Nishimura I., Campbell S.D. : Ceramics in dentistry : Historical roots and current perspectives. *J. Prosthet. Dent.*, 75 : 18-32, 1996.
  39. Kern M., Knode H., and Strub J.R. : The all-porcelain, Resin-bonded bridge. *Quintessence Int.* 22 : 257, 1991.
  40. Kern M., Douglas W.H., Fechtig T., Strub J.R., DeLong R. : Fracture strength of all-porcelain, resin-artificial oral environment. *J. Dent.*, 21(2) : 117-21, 1993.
  41. Kern M., Fechtig T., Strub J.R. : Influence of water storage and thermal cycling on the fracture strength of all-porcelain, resin-bonded fixed partial dentures. *J. Prosthet. Dent.*, 71(3) : 251-6, 1994.
  42. Lange F.F., Divis B.I., Aksay I.A. : Processing related fracture origins : III. differential sintering of zirconia agglomerates in alumina / zirconia composite. *J. Am. Ceram. Soc.*, 66(6) : 407-408, 1983.
  43. Levy H. : Working with the In-Ceram porcelain system, *Prothese Dentair.*, No. 44-45 : 1, 1990.
  44. Liu C.C., O'Brien W.J. : Strength of magnesia-core crown with different body porcelains. *Int. J. Prosthodont.*, 6(1) : 60-4, 1993.
  45. MacCulloch W.T. : Advances in dental ceramics. *Brit. Dent. J.*, 125 : 361, 1968.
  46. Mante F.K., Brantley W.A., Dhuru V.B., Ziebert G.J. : Fracture toughness of high alumina core dental ceramics : the effect of water and artificial saliva. *Int. J. Prosthet.*, 6(6) : 546-52, 1993.
  47. McLean J.W., Hughes T.H. : The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. *Br. Dent. J.*, 119 : 251-67, 1965.
  48. McLean J.W., and Kedge M.I. : High-strength

- ceramics. *Quintessence Int.*, 18 : 97, 1987.
49. McLean J.W. : ceramics in clinical dentistry., *Brit. Dent. J.*, 164 : 187, 1988.
  50. McLean J.W. : the alumina reinforced porcelain jacket crown. *J. Am. Dent. Assoc.*, 75 : 621, 1967.
  51. Messer P.F., Piddock V., Lloyd C.H. : The strength of dental ceramics. [Review] *J. Dent.*, 19(1) : 51-5, 1991.
  52. Meyer J.M., O'Brien W.J., Yu C.U. : Sintering of dental porcelain enamels, *J. Dent. Res.*, 55 : 696, 1976.
  53. Morena R., Lockwood P.E., Evans A.L, and Fairhurst C.W. : Toughening of dental porcelain by tetragonal ZrO<sub>2</sub> additions., *J. Am. Ceram. Soc.*, 69 : 75, 1986.
  54. Morris H.F., : Department of Veterans Affairs Cooperative Studies Project No. 242. Quantitative and qualitative evaluation of the marginal fit of cast ceramic porcelain-shoulder, and cast metal full crown margins. Participants of CSP No. 147/242. *J. Prosthet. Dent.*, 67(2) : 198-204, 1992.
  55. Munoz C.A. Goodacre C.J. Moore B.K., Dykema R.W. : A comparative study of the strength of aluminous porcelain jacket crowns constructed with the conventional and twin foil technique. *J. Prosthet. Dent.*, 48 : 271, 1982.
  56. Myers M.L., Ergle J.W., Fairhurst C.W., Ringle R.D. : Fatigue characteristics of a high-strength porcelain. *Int. J. Prosthodont. Dent.*, 7(3) : 253-7, 1994.
  57. Myers M.L., Ergle J.W., Fairhurst C.W., Ringle R.D. : Fatigue failure parameters of IPS-Empress porcelain. *Int. J. Prosthodont.*, 7(6) : 549-53, 1994.
  58. Naylor W.P., Beatty M.W. : Materials and techniques in fixed prosthodontics. [Review] *Dent. Clin. North Am.*, 36(3) : 665-92, 1992.
  59. Nielsen L.F. : Strength and stiffness of porous materials. *J. Am. Ceram. Soc.*, 7(9) : 2684-89, 1990.
  60. O'Brien W.J. : Properties of new high expansion core material for porcelain crowns. *J. Dent. Res.*, 63 : 216, 1984.(Abstr. No. 410)
  61. O'Brien W.J. : Recent developments in materials and processes for ceramic crowns. *J. Am. Dent. Assoc.*, 110 : 548, 1985.
  62. O'Brien W.J., Boenke K.M., Groh C.L. : Evaluation of some properties of an opaque porcelain fired simultaneously with the body porcelain. *J. Prosthet. Dent.*, 72(4) : 414-9, 1994.
  63. Pamejier C.H., Grossman D., and Adair P.J. : Physical properties of a castable ceramic dental restorative material, *J. Dent. Res.*, 59 : 474, 1980.(Abstr. No. 827)
  64. Pelletier L., Giordano R., Campbell S. : Dimensional and compositional analysis of In-Ceram and die material. *J. Dent. Res.*, 71 : 253, 1992.(Abstr. No. 1180)
  65. Pera P., Gilodi S., Bassi F., Carossa S. : In vitro marginal adaptation of alumina porcelain ceramic crowns. *J. Prosthet. Dent.*, 72(6) : 585-90, 1994.
  66. Philp G.K. Brukl C.E. : Compressive strengths of conventional, twin foil, and all-ceramic crowns. *J. Prosthet. Dent.*, 52 : 215, 1984.
  67. Pober R., Giordano R., Campbell S. : Compositional analysis of In-Ceram infusion glass., *J. Dent. Res.*, 71 : 253, 1992.(Abstr. No. 1179)
  68. Probster L. : Compressive strength of two modern all-ceramic crowns. *Int. J. Prosthodont. Dent.*, 5(5) : 409-14, 1992.
  69. Probster L, Diehl J. : Slip-casting alumina ceramics for crown and bridge restorations. *Quintessence Int.* 23(1) : 25-31, 1992.



70. Probst L. : Survival rate of In-Ceram restorations. *Int. J. Prosthodont.*, 6(3) : 259-63, 1993.
71. Riley E.J., Sozio R.B., Shklar G., and Krech K. : Shrink-free ceramic crown versus ceramometal : A comparative study in dogs. *J. Proshet. Dent.*, 49 : 766, 1983.
72. Rosenstiel S.F., and Porter S.S. : Apparent fracture toughness of metal ceramic restorations with different manipulative variables. *J. Proshet. Dent.*, 61 : 185, 1989.
73. Rosenstiel S.F., Denry I.L., Zhu W., Gupta P.K., Van der Sluys R.A. : Fluoroalkylethyl silane coating as a moisture barrier for dental ceramics. *J. Biomed. Mat. Res.*, 27(3) : 415-7, 1993.
74. Sarkar N.K., and Jeanson E.E. : Strengthening mechanism of bonded alumina crowns, *J. Proshet. Dent.*, 45 : 95, 1981.
75. Seghi R.R., Soreson J.A. : Relative flexural strength of six new ceramic materials. *Int. J. Proshodont.*, 8 : 239-246, 1995.
76. Semmelman J.O. : A method of measuring porosity of porcelain teeth. *J. Dent. Res.*, 36 : 945, 1957.
77. Sherril C.A., and O'Brien W.J. : Transverse strength of aluminous and feldspathic porcelain. *J. Dent. Res.*, 53 : 683, 1974.
78. Shimizu K., Oka M., Kumar P., Kotoura Y., Yamamuro T., Makinouchi K., Nakamura T. : Time-dependent changes in the mechanical properties of zirconia ceramic. *J. Biomed. Mat. Res.*, 27(6) : 729-34, 1993.
79. Smyth M., and Schuman A. : The effect of leucite on the physical properties of dental porcelain. *J. Dent. Res.*, 60 : 406, 1981.
80. Sorenson J.A., Knode H., Torres T.J. : In-Ceram all-ceramic bridge technology. *Quintessence of Dent. Tech.*, 15 : 41-46, 1992.
81. Southan, D.E. and Jorgensen, K.D. : The endurance limit of dental porcelain. *Aust. Dent. J.*, 19 : 7, 1974.
82. Southan D.E. : Optical density-strength relationships in dental porcelain. *Quintessence Int.*, 18 : 216, 1987.
83. sozio R.B., Riley J.R. : The shrink-free ceramic crwon. *J. Proshet. Dent.*, 49 : 182, 1983.
84. Taya M., Hayashi S., Kobayashi A. S., Yoon H. S. : Toughening of a particulate reinforced ceramic matrix composite by thermal residual stress. *J. Am. Ceram. Soc.*, J. 73(5) : 1382-1391, 1990.
85. Thompson J.Y., Anusavice K.J. : Eflfect surface etching on the flexure strength and fracture toughness of Dicor disks containing controlled flaws. [published erratum appears in *J Dent Res* 1994 Mar : 73(3) : 710]. *J. Dent. Res.*, 73(2) : 5015-10, 1994.
86. Thompson J.Y., Anusavice K.J. : Chlaracterization of fracture surfaces of dental ceramics. *J. Dent. Res.*, 73 : 196, 1994.(Abstr. No 757)
87. Wagner W.C., Chu T.M. : Bilaxial strength and indentation fracture toughness of three new dental core ceramics. *J. Proshet. Dent.*, 76 : 18-140, 144, 1996.
88. Weaver J.D., Johnson G.H., Bales D.J. : Marginal adaptation of castable ceramic crowns. *J. Proshet. Dent.*, 66(6) : 74117-53, 1991.
89. Wohlwend A., Strub J.R., and Scharer P. : Meltal ceramic and all-ceramic restorations : Current considerations. *Int. J. Proshodont.*, 2 : 13-26, 1989.
90. Wolf W.D., Francis L.F., Lin C.P., and Douglas W.H. : Mellt-infiltration processing and fracture toughness of alumina-glass dental composite. *J. Am. Ceram. Soc.*, 76 : 2691-2694, 1993.

91. Wolf W.D., Vidya K.J., Francis L.F. : Mechanical properties and analysis alumina-glass dental composites. J. Am. Ceram. Soc., 79 : 11769-1776, 1996.
92. Yoshinari M., Derand T. : Fracture strength of all-ceramic crowns. Int. J. Proshodont., 7(4) : 3219-38, 1994.
93. 신현수, 이상진, 이근우 : Allumina와 Zirconia가 치과용 코아 도재의 물리적 성질에 미치는 영향에 관한 실험적 연구. 대한치과보철학회지. 31 : 317-41, 1993.

사진부도 1



사진 1.

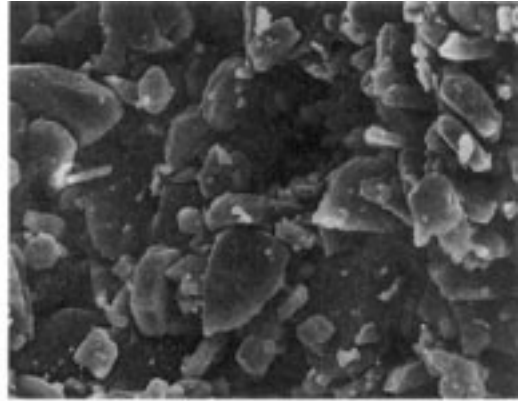


사진 2.

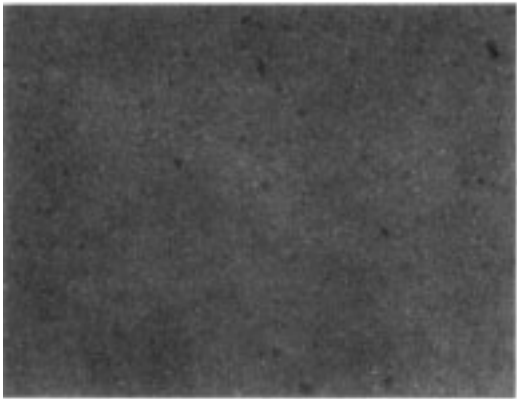


사진 3.

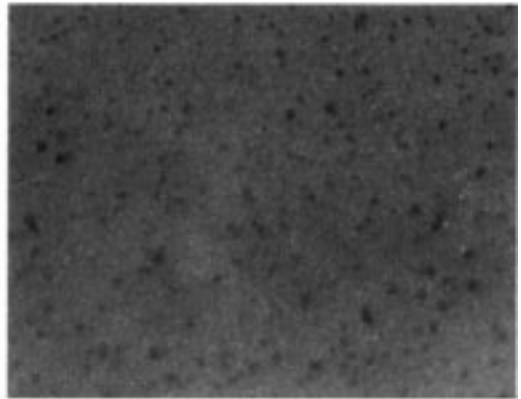


사진 4.

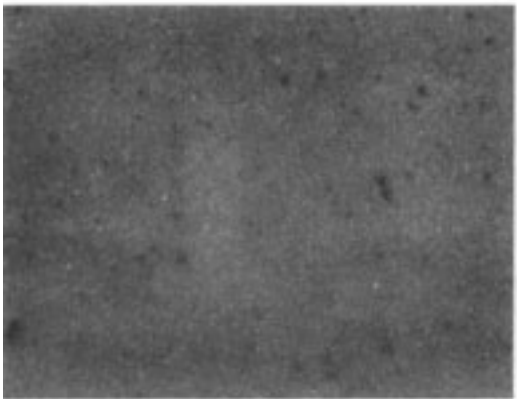


사진 5.

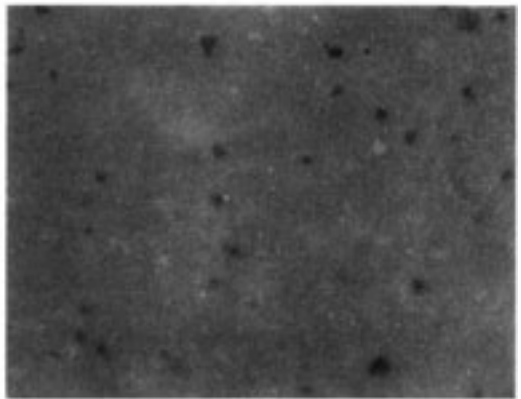


사진 6.

사진부도 II

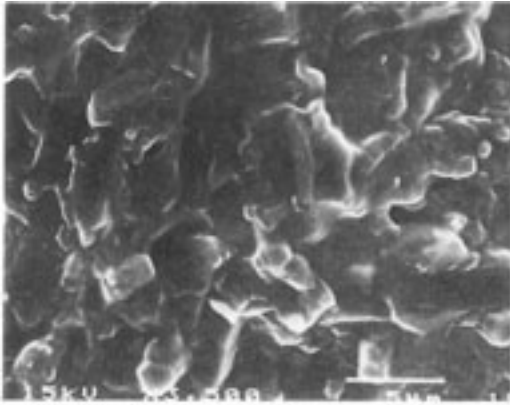


사진 7.

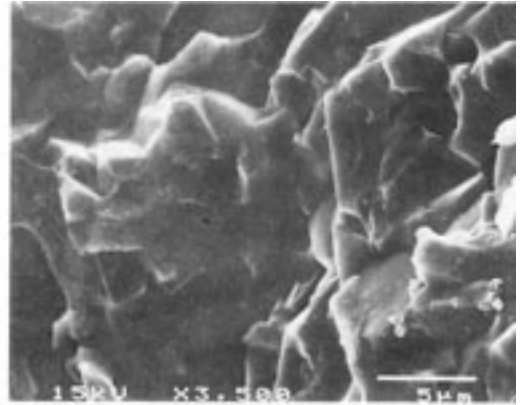


사진 8.

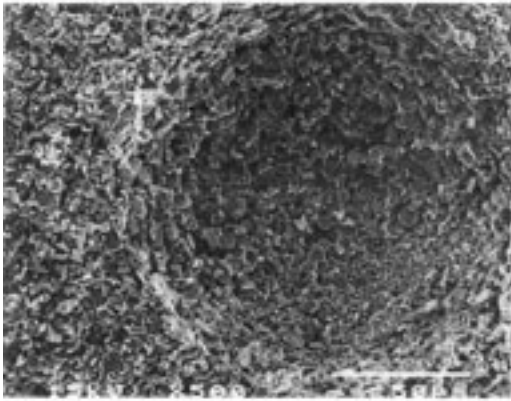


사진 9.

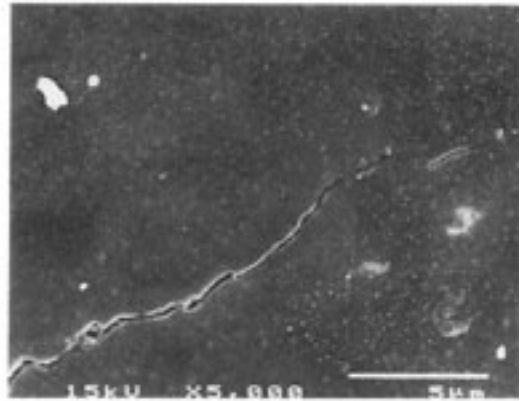


사진 10.

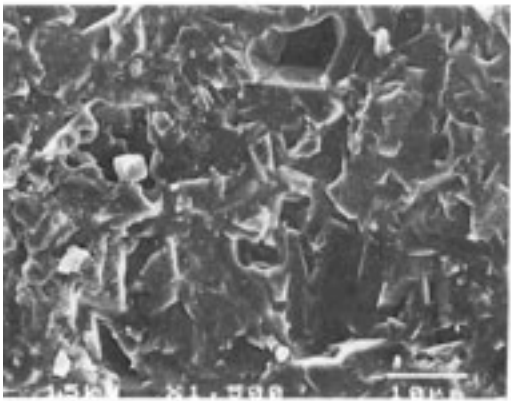


사진 11.

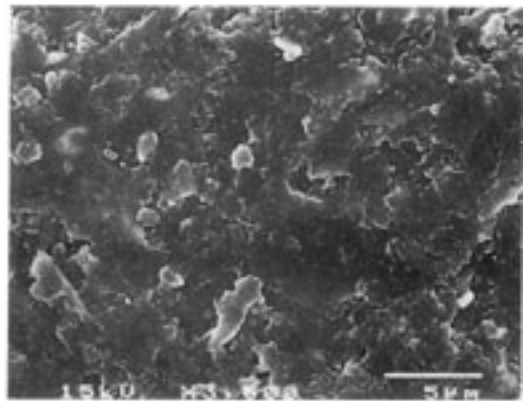


사진 12.

사진부도 Ⅲ

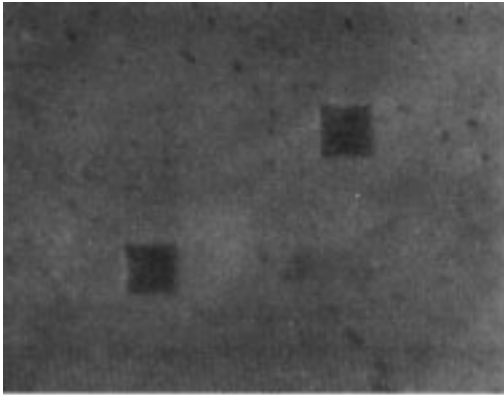


사진 13.

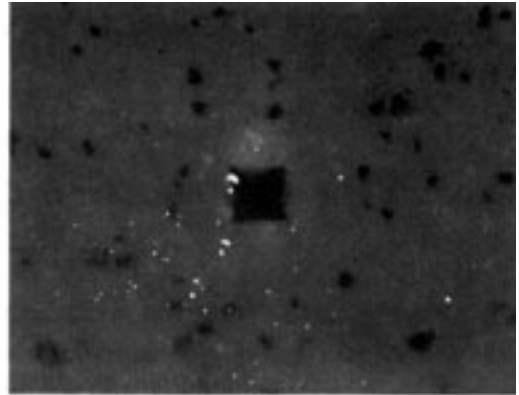


사진 14.

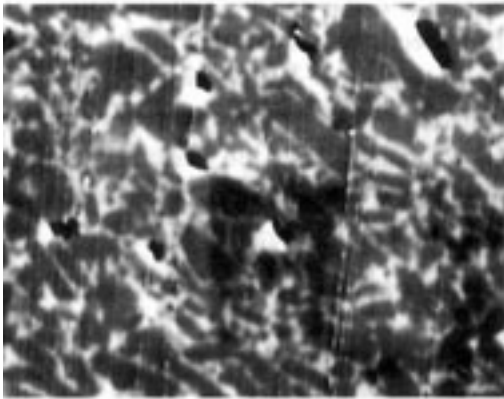


사진 15.

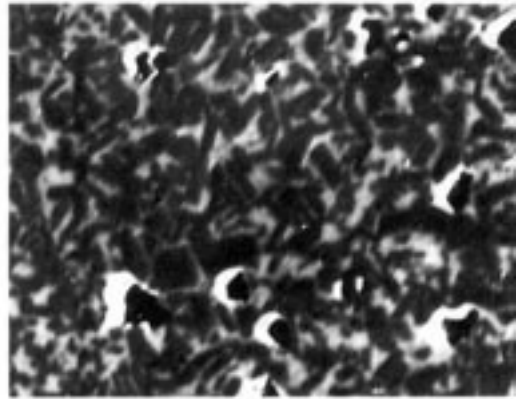


사진 16.

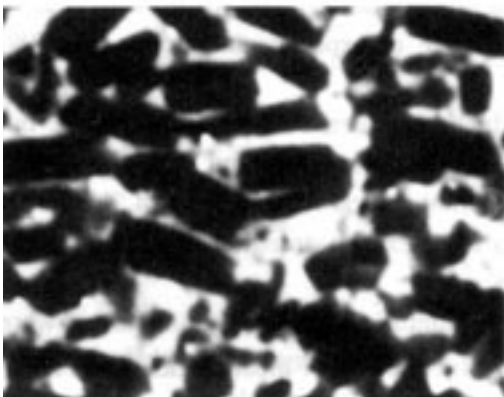


사진 17.

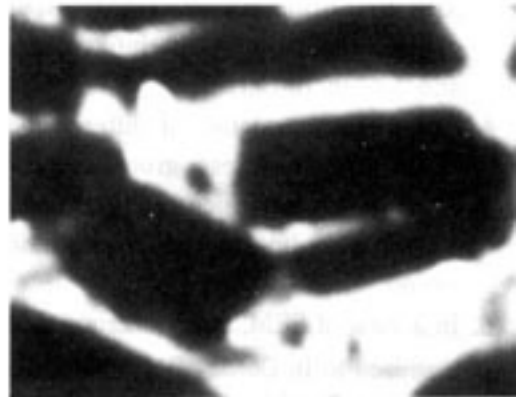


사진 18.

=Abstract=

## THE PHYSICAL PROPERTIES OF Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CONTAINING GLASS INFILTRATED ALUMINA CORE MADE BY PRESSURELESS POWDER PACKING METHOD

Seung-Woo Whang, Keun-Woo Lee

*Department of Prosthodontics, College of Dentistry, Yonsei University*

The objective of this study was to characterize the mechanical properties of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-containing glass infiltrated ceramic core material, which was made by pressureless powder packing method. A pure alumina powder with a grain size of about 4 $\mu$ m was packed without pressure in a silicon mold to form a bar shaped sample, and applied PVA solution as a binder. Samples were sintered at 1350 $^{\circ}$ C for 1 hour. After cooling, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-containing glass (SiO<sub>2</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, etc) was infiltrated to the sintered samples at 1300 $^{\circ}$ C for 2 hours and cooled. Six different proportions of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> were used to know the effect of the mismatch of the thermal expansion coefficient between alumina powder and glass. The samples were ground to 3 $\times$ 3 $\times$ 30 mm size and polished with 1 $\mu$ m diamond paste. Flexural strength, fracture toughness, hardness and other physical properties were obtained, and the fractured surface was examined with SEM and EPMA. Ten samples of each group were tested and compared with In-Ceram(tm) core materials of same size made in dental laboratory.

The results were as follows :

1. The flexural strengths of group 1 and 3 were significantly not different with that of In-Ceram, but other experimental groups were lower than In-Ceram.
2. The shrinkage rate of samples was 0.42% after first firing, and 0.45% after glass infiltration. Total shrinkage rate was 0.87%.
3. After first firing, porosity rate of experimental groups was 50%, compared with 22.25% of In-Ceram. After glass infiltration, porosity rate of experimental groups was 2%, and 1% in In-Ceram.
4. There was no statistical difference in hardness between two materials tested, but in fracture toughness, group 2 and 3 were higher than In-Ceram.

5. The thermal expansion coefficients of experimental groups were varied to  $4.51-5.35 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  according to glass composition, also the flexural strengths of samples were varied.
6. In a view of SEM, many microparticles about  $0.5\mu\text{m}$  diameter and  $4\mu\text{m}$  diameter were observed in In-Ceram. But in experimental group, the size of most particles was about  $4\mu\text{m}$ , and a little microparticles was observed.

The results obtained in this study showed that the mismatch of the thermal expansion coefficients between alumina powder and infiltrated glass affect the flexural strength of alumin/glass composite. The  $\text{Y}_2\text{O}_3$ -containing glass infiltrated ceramic core made by powder packing method will takes less time and cost with sufficient flexural strength similar to all ceramic crown made with slip casting technique.

---

**Key words :**  $\text{Y}_2\text{O}_3$ -containing glass infiltrated ceramic core material, pressureless powder packing method, In-Ceram, mismatch of the thermal expansion coefficient.