



저작자표시-비영리-동일조건변경허락 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

- 이 저작물을 복제, 배포, 전송, 전시, 공연 및 방송할 수 있습니다.
- 이차적 저작물을 작성할 수 있습니다.

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.



비영리. 귀하는 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 없습니다.



동일조건변경허락. 귀하가 이 저작물을 개작, 변형 또는 가공했을 경우에는, 이 저작물과 동일한 이용허락조건하에서만 배포할 수 있습니다.

- 귀하는, 이 저작물의 재이용이나 배포의 경우, 이 저작물에 적용된 이용허락조건을 명확하게 나타내어야 합니다.
- 저작권자로부터 별도의 허가를 받으면 이러한 조건들은 적용되지 않습니다.

저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#)

치의학박사 학위논문

CAD/CAM 수복에 사용되는
리튬 다이실리케이트 세라믹의
물리/기계적 특성과 미세구조

Physical/mechanical properties and
microstructure of dental lithium disilicate
ceramics for chairside CAD/CAM restoration

2014년 2월

서울대학교 대학원

치의학과 치과보존학 전공

강 석 호

치의학박사 학위논문

CAD/CAM 수복에 사용되는
리튬 다이실리케이트 세라믹의
물리/기계적 특성과 미세구조

Physical/mechanical properties and
microstructure of dental lithium disilicate
ceramics for chairside CAD/CAM restoration

2014년 2월

서울대학교 대학원

치의학과 치과보존학 전공

강 석 호

국문초록

CAD/CAM 수복에 사용되는 리튬 다이실리케이트 세라믹의 물리/기계적 특성과 미세구조

강 석 호

서울대학교 대학원 치의학과 치과보존학 전공
(지도교수 손 호 현)

1. 목적

최근 한번의 내원으로 심미적 수복치료를 완료할 수 있는 CAD/CAM을 이용한 수복에 대한 관심이 늘고 있다. 본 연구의 목적은 두 가지 상용화된 CAD/CAM용 리튬다이실리케이트 세라믹의 물리/기계적 특성을 비교하고 결정의 미세 구조를 관찰하는 것이다.

2. 재료 및 방법

IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent)와 Rosetta SM (Hass)의 초음파 탄성 계수 (n=5), 이축 굴곡 강도 (n=30), 표면 경도 (n=10), 파괴인성 (n=3), 열팽창 계수 (n=2)를 측정하여 비교하고, 결정의 미세구조를 관찰하기 위해 전계 방출 주사 전자 현미경 촬영과 엑스선 회절 분석을 하였다. 이축 굴곡 강도와 표면 경도의 평균값 분석을 위해 이원분산 분석을 시행하였다. 이후 이축 굴곡 강도는 주효과를 분석하기 위해

Student's t-test를 사용하였으며, 표면 경도는 사후 분석을 위해 Tukey HSD를 사용하였다. 탄성 계수와 파괴 인성의 평균값 분석에는 열처리에 따른 차이 분석을 위해 Wilcoxon signed rank test를 사용하였으며, 재료에 따른 차이를 분석하기 위해 Mann-Whitney U test를 사용하였다. 파괴 인성의 평균값 분석을 위해 Mann-Whitney U test를 사용하였다 ($\alpha=0.05$).

3. 결과

초음파 탄성 계수는 열처리 전후 모두 IPS e.max CAD가 Rosetta SM보다 통계적으로 유의한 수준으로 높은 수치를 나타냈다. 굴곡 강도는 열처리 전과 후에서 두 재료 사이에 통계적으로 유의한 차이가 없었으나, 열처리 전, 후의 비교에서는 두 재료 모두 통계적으로 유의한 수준으로 증가하였다. 표면 경도 측정값은 IPS e.max CAD의 경우 열처리 후 유의하게 줄어들었으며, 반대로 Rosetta SM은 증가하였다. 두 재료를 비교하면 열처리 전에는 IPS e.max CAD가 높게 나타났고, 열처리 후에는 Rosetta SM이 높게 나타났다. 이를 토대로 구한 파괴 인성 평균값은 두 재료 모두 열처리 후 현저히 증가됨을 볼 수 있었으며, IPS e.max CAD가 약간씩 높은 값을 나타냈으나 통계적 의미를 찾기는 어려웠다. 전계 방출 주사 전자 현미경과 엑스선 회절 분석 결과 두 제품의 결정의 종류나 형태는 유사하였으나 크기는 열처리 후에 Rosetta SM이 조금 더 작고 조밀한 모습이었다. 이러한 결과에 기초하여 임상가들은 진료실에서 CAD/CAM을 사용한 리튬 다이실리케이트 글라스 세라믹 수복물을 제작할 때 재료 선택의 폭을 늘릴 수 있을 것이라 기대된다.

주요어: 리튬 다이실리케이트 세라믹, CAD/CAM 수복, 결정 구조,
이축 굴곡 강도, 표면 경도

학 번: 2005-30731

목 차

서론	1
재료 및 방법	
재료 및 시편 제작	6
실험 방법	
1) 초음파 탄성 계수 측정	7
2) 이축 굴곡 강도 측정	8
3) 표면 경도 측정	9
4) 파괴 인성 측정	10
5) 전계 방출 주사 전자 현미경 관찰	10
6) 엑스선 회절 분석	10
7) 열팽창 계수 측정	11
8) 통계 분석	11
결과	12
총괄 및 고찰	16
결론	20
참고문헌	21
Abstract	26

< 표 목차 >

Table 1. Materials used and group categorization

Table 2. Crystallization parameters for post-milling heat treatment

Table 3. Elastic modulus (unit: GPa, n=5) of the two lithium disilicate glass ceramics before and after heat treatment

Table 4. Biaxial flexural strength (unit: MPa, n=30) of the two lithium disilicate glass ceramics before and after heat treatment

Table 5. Surface hardness (unit: GPa, n=10) of the two lithium disilicate glass ceramics before and after heat treatment

Table 6. Fracture toughness (unit: $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, n=3) of the two lithium disilicate glass ceramics before and after heat treatment

Table 7. Coefficient of thermal expansion ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$, n=2) of the two lithium disilicate glass ceramics

< 그림 목차 >

Figure 1. Fixture with a piston-on-three-ball set up according to ISO 6872

Figure 2. Weibull modulus (m) and characteristic strength (σ_{θ}) of the two lithium disilicate glass ceramics before heat treatment

Figure 3. Weibull modulus (m) and characteristic strength (σ_{θ}) of the two lithium disilicate glass ceramics after heat treatment

Figure 4. Field-emission scanning microscopy (FE-SEM) micrographs ($\times 10,000$)

Figure 5. X-ray diffraction (XRD) patterns

CAD/CAM 수복에 사용되는 리튬 다이실리케이트 세라믹의 물리/기계적 특성과 미세구조

강 석 호

서울대학교 대학원 치의학과 치과보존학 전공
(지도교수 손 호 현)

서 론

오늘날 치과의사들은 더 심미적이고, 내구성이 있으며, 수복물 제작이 쉬운 재료들을 찾고 있다. 이러한 요구조건을 충족시키기 위해 세라믹 소재에 대한 관심이 커지고 있는데, 이는 세라믹 소재가 심미적으로 우수하고 화학적으로 안정성이 있으며 생물학적 친화도가 높기 때문이다. 치과용 세라믹은 치과용 수복물에 사용되는, 산소와 하나 이상의 금속성 혹은 반금속성 원소 (알루미늄, 칼슘, 리튬, 마그네슘, 칼륨, 규소, 나트륨, 주석, 티타늄 그리고 지르코늄 등)로 이루어진 비금속 성질의 무기 화합물로 정의할 수 있다.¹ 보통 세라믹 (ceramic)이라 하면 고온으로 가열하여 원하는 성질을 얻는 비금속 무기물 소재로 만든 제품을 지칭하고, 도재 (porcelain)는 좀 더 제한적으로 고령토 (kaolin), 석영 (quartz), 그리고 장석 (feldspar)을 혼합하여 높은 온도에서 소성된 특별한 조성 범위의 세라믹 물질을 말한다.²

그동안 치의학에서는 금속이나 지르코니아와 같이 도재와 잘 결합하지 못하는 코어용 소재를 사용하여 도재-금속 수복물을 제작해왔다. 그러나 금속은 심미성이 우수하지 못하며, 지르코니아는 일반적으로 상부 도재와의 결합 강도가 평균 29 MPa로 다른 코어 재료의 결합 강도에 비해 낮고,³ 열팽창 계수 또한 차이가 많이 나기 때문에 상부 도재의 깨짐 또는 갈라짐이 다른 완전 도재관이나 도재 소부 전장관보다 빈번하다.⁴ 또한 지르코니아 코어는 강도 (굴곡강도 900-1000 MPa)는 뛰어나지만 수복물 전체에서 코어 재료가 차지하는 부피가 절반 이하이다. 굴곡강도가 80-110 MPa에 불과한 도재를 그 위에 결합하므로 상부 도재의 파절이 많이 발생하는 것으로 알려져 있다.⁵

이러한 문제점을 극복하기 위하여 여러 종류의 글라스 세라믹이 개발되었다. 글라스 세라믹은 유리 기질 상 속에 결정들이 핵을 형성하고 성장하여 만들어진, 부분적으로 결정화된 글라스이다.¹ 이것은 생체 친화적이고 심미적으로 우수하며 열 전도율이 낮다. 또한 일반 유리보다 훨씬 강한 강도를 지닌다.⁶ 1990년대 초반에 비정형 유리 기질에 백류석 (leucite) 결정이 들어있는 leucite-reinforced glass ceramics (IPS Empress 1, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)가 개발되었다. 백류석 입자는 균열의 진행을 억제하는 역할을 함으로써 강도를 증가시키고, 산부식 접착이 가능하여 수복물의 성능을 높일 수 있었다.⁷

그 후, 계속된 소재의 발달로 리튬 이규산염 (리튬 다이실리케이트) 글라스 세라믹이 소개되었는데, 이것은 quartz, lithium dioxide, phosphor oxide, alumina, potassium oxide 등으로 이루어지며, 장식 도재와 비교하여 강도가 월등하여,⁸ 수복물 전체를 단일 소재로 (monolithic) 제작

할 수 있고, 장식 도채를 전장하여 보다 심미적인 수복물을 제작할 수도 있다. 리튬 다이실리케이트 글라스 세라믹은 유리 기질 속에 바늘 형태의 리튬 다이실리케이트 결정이 약 70%의 부피비로 묻혀있는 것으로, 1959년 Corning Glass Works의 S.D. Stooky에 의해 처음 발견되어⁹ 주방 기구 및 산업용 소재로 사용되어 오다가 1998년 왁스 소환법을 사용하는 치과용 세라믹으로 개발되었다 (IPS Empress 2, Ivoclar Vivadent). 이후 2001년 기계적, 광학적 성질이 개선되어 IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent)라는 상품명으로 판매되어 왔으며 2005년에는 CEREC AC (Sirona, Charlotte, NC, USA), E4D Dentist (D4D Technologies, Richardson, TX, USA)와 같은 CAD/CAM 장비에서 사용이 가능한 블럭 형태 (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent)로도 개발되었다. 이를 통해 진료실에서 당일에 수복물을 제작할 수 있게 되었다.^{10,11} 한 번의 내원으로 심미적 수복물 제작을 위한 치아의 형성, 인상 채득, 디자인, 수복물 가공, 조정 그리고 접착까지 모두 할 수 있다는 것은 임상가와 환자 모두가 바라는 것이다. 진료실에서 CAD/CAM을 사용하면 임시 수복물이 필요 없어져 그 사이 발생할 수 있는 불편감이나 세균 감염의 가능성이 줄어들므로 와동의 소독, 건조시 발생할 수 있는 치수 자극이 줄어든다. 또한 가공료가 없어지며, 두 번째 진료를 위한 비용이 감소한다. 즉 소독해야 하는 기구의 수가 줄어들고 진료 준비를 위한 시간이 줄어들어 효율이 증가한다. 인상재, 왁스, 석고, 임시 치아용 레진, 임시 접착제, 일회용품 등의 수요가 줄어든다. 장기적으로는 임상가가 보다 많은 시간을 치아의 형성과 수복물 접착에 집중할 수 있도록 해주며, 가공 과정에서 발생할 수 있는 오차도 줄일 수 있다.¹² 지르코니아 코어도 CAD/CAM을 사용하여 milling이 가능하지만 chairside restoration용으로 인정되지 않는 이유는 milling 이후의 처리 과정에 6-8 시간이 소요되어 one-visit

restoration이 불가능하기 때문이다.¹³

이와 같은 치과용 세라믹 소재의 물성을 연구하기 위해서는 일반적으로 탄성 계수, 굴곡 강도, 파괴 인성, 표면 경도, 열팽창 계수 등이 비교된다. 탄성 계수는 탄성 범위 내에서 인장력 또는 압축력을 받을때 그 재료의 강성을 나타내며, 응력이 가해졌을때 어느 정도의 가변적 변형이 일어날지 예측하는 척도가 된다. 구강 내 수복물에는 압축력, 인장력, 전단력 등 다양한 응력이 발생할 수 있지만 취성 재료는 압축력보다 인장력에 훨씬 약하므로 물성을 평가하는데 있어서 인장 강도가 중요하게 평가된다. 굴곡 강도는 수복물이 인장력에 저항하는 척도를 나타내며 측정이 간편하여 주로 사용된다.¹⁴ 이것은 구강 내에서 발생하기 쉬운 굽힘력에 저항하는 강도를 나타내므로 취성 재료가 구강 내에서 얼마나 잘 견디는지 알아보기 위한 실험으로 적합하다. 또한 표면 결함의 존재에 민감한 검사이므로 굴곡 강도가 높은 도재는 표면 결함이 적어 파절 저항성이 좋다고 할 수 있다.^{15,16} 추가로, 취성 소재의 파괴 응력은 결함 크기의 분포에 대한 함수로 통계학적으로 분포되므로 강도의 신뢰도와 가변성도 조사해야 한다. 와이블 분석은 이를 분석하기 위한 통계학적 방법으로, 강도를 어떤 고정된 값으로 보지 않고 확률적으로 본 것이다. 와이블 계수가 높다면 결함의 수가 적고 구조적 신뢰도가 높다는 것을 의미하며, 대부분의 세라믹은 5-15 정도의 와이블 계수를 나타낸다.¹⁷ 도재와 같이 강도가 결함에 크게 영향을 받는 재료에서는 결함이 강도에 미치는 영향을 충분히 고려해야 하며, 이같은 관점에서 파괴 인성의 측정도 필요하다. 파괴 인성은 결함에 대한 강도의 민감도를 나타내는 변수로서, 재료가 파괴될 때까지 저장할 수 있는 변형 에너지의 총량이나 인장 응력하에서 결함이 급속하게 전파되어 파괴를 일으킬 때의 임계 응력 확대 계수로 표시한다.¹⁸ 표면 경도는

영구적 표면 압흔에 저항하는 성질로 정의되며, 이것이 중요한 물성인 이
유는 마감성 (finishability), 연마성 (polishability), 그리고 교합 마모
에 대한 저항에 영향을 미치는 요인이기 때문이다. 표면 경도는 재료의
표면 흠집에 대한 저항을 예측하는 지표로 사용되기도 하는데, 표면의 흠
집은 피로 강도를 저하시키고 조기 파절을 일으킬 수 있기 때문에 유용한
정보가 될 수 있다.¹⁹ 열팽창 계수는 온도 변화에 따라 변화하는 부피의 정
도를 나타낸다. 이상적으로 수복용 재료는 자연 치아 조직과 유사한 열팽
창 계수를 나타내는게 좋다. 그 차이가 많으면 수복물과 치아 사이의 접
착에 방해가 되고 미세 누출이 발생할 가능성이 커진다.²⁰ 또한, 도재를 전
장할때 코어 재료와 전장되는 도재의 열팽창 계수가 조화되어 도재 소성
후 냉각시 도재가 약간 압축되어야 강도가 증가한다. 금속-도재 시스템에
서는 과도한 응력이 합금의 열적 크리프 (가소성 흐름 같은)에 의해 보상
되나, 올세라믹 시스템에서는 세라믹 코어가 견고하여 열팽창 계수 차이
에 의한 응력을 그 정도로 흡수하지 못한다.²¹

최근 출시된 Rosetta SM (Hass Corp., Gangneung, Korea)은
CAD/CAM을 이용한 수복용 리튬 다이실리케이트 글라스 세라믹 블럭으
로, 임상가들이 선택할 수 있는 또 다른 가능성을 제시하였다. 이에 IPS
e.max CAD와 Rosetta SM, 이 두 가지 리튬 다이실리케이트 글라스 세
라믹 블럭의 물리적 성질을 측정하고 비교하여 선택의 기준을 마련하는데
도움이 되고자 본 연구를 시작하게 되었다. 본 연구에서는 두 제품의 결
정화 열처리 전, 후의 탄성 계수, 굴곡 강도, 표면 경도, 파괴 인성 및 결
정화 열처리 후의 열팽창 계수를 측정하여 비교하고, 결정 구조를 분석하
기 위해 전계 방출 주사 전자 현미경 관찰과 엑스선 회절 분석을 하였다.

재료 및 방법

재료 및 시편 제작

본 실험에 사용한 2종의 수복용 리튬 다이실리케이트 글라스 세라믹은 Table 1과 같으며, 각 실험군 별로 초음파 탄성 계수 측정은 블럭 원형 그대로 5개 씩 사용했고, 이축 굴곡 강도, 표면 경도, 파괴 인성, 주사 전자 현미경 촬영, 엑스선 회절 분석 등을 위해서 디스크 형태의 시편 30개 씩을 제작하였다.

Group A와 B를 위해 IPS e.max CAD와 Rosetta SM 각각 8개의 블럭을 수평 회전 연마기 (HRG-150, AM Technology, Asan, Korea)를 사용하여 입방형으로 가공 후, 공구 연마기 (C-40, Sungkwang Machinery, Siheung, Korea)를 사용하여 직경 12.0 mm의 원통형으로 가공하였다. Group C와 D를 위해 또다른 블럭 8개 씩을 원통형으로 가공하되, 결정화 열처리 시의 수축 (0.2-0.4%)을 보상하기 위해 직경 12.1 mm로 제작하였다. 이 원통들을 다이아몬드 톱으로 자르고 #320 MESH 다이아몬드 휠로 연마하여 디스크 형태로 만들었다. Group A와 B는 1.20 mm, Group C와 D는 1.21 mm 두께로 제작하여 래핑머신 (SPL-15, Okamoto Corp., Yokohama, Japan)으로 6 μm , 3 μm , 1 μm 입자크기

Table 1. Materials used and group categorization

Group	Product name	Lot No.	State
A	IPS e.max CAD LT A1/C14	R24003	Partially crystallized
B	Rosetta SM C14/LT A1	BF03EF1410	Partially crystallized
C	IPS e.max CAD LT A1/C14	R24003	Fully crystallized
D	Rosetta SM C14/LT A1	BF03EF1410	Fully crystallized

의 다이아몬드 슬러리 속에서 최종 연마하였다. Group C와 D는 프레스 퍼니스 (RPF 12, Hass Corp., Gangneung, Korea)를 사용해 제조사의 권고대로 열처리 하였다 (Table 2).

열팽창 계수 측정을 위해서 IPS e.max CAD와 Rosetta SM 각각 한 개의 블럭을 열처리하고 다이아몬드 톱을 이용하여 $8 \times 5 \times 5$ mm의 직육면체 형태 시편 두 개 썩을 제작하였다. 그 후 프레스 퍼니스에서 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 으로 600°C 까지 가열하여 20분간 유지 후 서냉 (annealing)하였다.

Table 2. Crystallization parameters for post-milling heat treatment

Entry time	Entry temp.	Heating rate	Final temp.	Holding time	Lower table	Start vacuum	Release vacuum
6 min	400°C	$30^\circ\text{C}/\text{min}$	845°C	10 min	700°C	550°C	845°C

실험 방법

1. 초음파 탄성 계수 측정

IPS e.max CAD와 Rosetta SM 각각 5개의 블럭을 원형 그대로 공명 주파수법^{22,23}을 사용하여 열처리 전, 후의 탄성 계수를 측정하였다. 밀도 측정기 (AccuPyc 1330, Micromeritics, Norcross, U.S.A.)로 밀도를 측정한 후, 초음파 pulser receiver (UT 340, UTEX Scientific Instruments Inc., Ontario, Canada)를 사용하여 초음파가 시편을 통과하는 종파와 횡파의 속도를 각각 측정하였다. 구해진 파형의 속도와 시편의 밀도, 푸아송 비를 다음과 같은 식에 대입하여 탄성 계수를 구하였다.

$$\text{Poisson's Ratio } (\nu) = \{1 - 2(V_T / V_L)^2\} / \{2 - 2(V_T / V_L)^2\}$$

$$\text{Young's Modulus } (E) = \{V_L^2 \rho (1 + \nu) (1 - 2\nu)\} / (1 - \nu)$$

여기에서

V_L = 종파 속도

V_T = 횡파 속도

ρ = 밀도

2. 이축 굴곡 강도 측정

ISO 6872에서 규정된 이축 굽힘 시험법에 의거하여, Figure 1과 같은 장치를 만들어 piston-on-three-ball 테스트를 시행하였다. 디스크 형태의 시편을 지름 10 mm의 원 위에 120도 간격으로 배치된 세 개의 금속구 (직경 3.5 mm) 위에 올려놓고 만능 시험기 (universal testing machine, Instron 4202, Canton, MA, USA)를 사용하여 직경 1.2 mm의 피스톤으로 하중을 가하여 파단시킨 후 파단 하중을 구하였다. 이때 피스톤의 속도는 1.0 mm/min이며, 피스톤과 디스크 시편 사이에는 50 μm 의 폴리에틸렌 필름을 놓아 하중이 고르게 가해지도록 하였다.

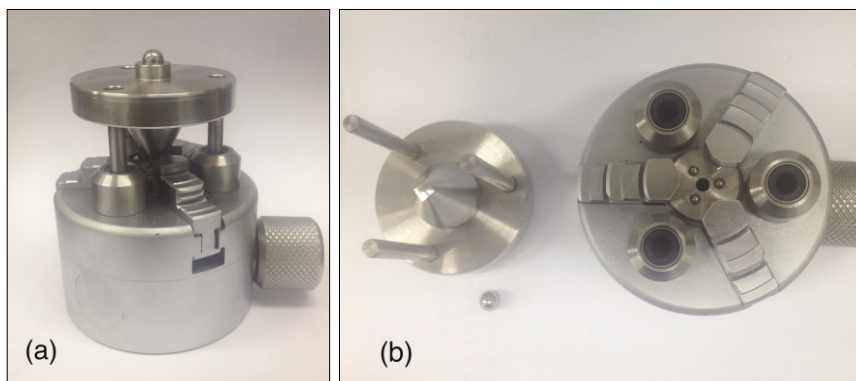


Figure 1. Fixture with a piston-on-three-ball set up according to ISO 6872.

이축 굴곡 강도는 다음과 같은 식으로 구한다.²⁴

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

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

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

여기에서

σ : 최대 강도 (MPa)

b : 시편의 두께 (mm)

P : 파단 하중 (N)

ν : 푸아송 비 (값을 모르는 경우에는 0.25를 사용)

r_1 : 지지원의 반지름 (mm)

r_2 : 하중부의 원주 반지름 (mm)

r_3 : 시료의 반지름 (mm)

이렇게 구한 각 군당 30개 씩의 데이터로 평균 및 표준 편차를 산출하고, 데이터 분석 및 도식화 프로그램 (OriginPro 8, OriginLab, Northampton, MA, USA)을 사용하여 와이블 계수를 구하였다.

3. 표면 경도 측정

이축 굴곡 강도 측정 후 강도가 평균치와 유사하게 나온 시편 10개 씩을 선별하여 파절편을 한 개 씩 추출하여 각 파절편마다 5회 씩 마이크로 경도기 (HM-124, Akashi, Mitutoyo Corp., Kanagawa, Japan)를 사용하여 비커스 경도를 측정하였다.²⁵

4. 파괴 인성 측정

표면 경도를 측정한 시편 중 3개 썩을 골라 압자 압입법으로 파괴 인성을 측정하였다. 압자 압입후 발생한 크랙의 길이를 측정하고 다음 식과 같이 탄성 계수 측정값과 경도 측정값을 이용하여 파괴 인성값을 산출하였다.²⁶

$$K_c = 0.018(E/HV)^{1/2}(P/C^{3/2}) = (0.026E^{1/2}P^{1/2}a) / C^{3/2}$$

여기에서

K_c : 파괴 인성값 ($\text{Pa}\cdot\text{m}^{1/2}$)

E : 탄성률 (Pa)

HV : 비커스 경도 (Pa)

P : 압입 하중 (N)

C : 크랙 길이 평균의 반 (m)

a : 압입 흔적 대각선 길이 평균의 반 (m)

5. 전계 방출 주사 전자 현미경 관찰

파괴 인성을 측정했던 세 개 썩의 시편의 파절편을 가지고 Group A와 B (리튬 메타실리케이트)의 경우 3% 불산으로 3초간, Group C와 D (리튬 다이실리케이트)의 경우 3% 불산과 30% 황산을 1:1로 섞은 용액으로 30초간 산처리하여 백금 코팅 후, 전계 방출 주사 전자 현미경 (S-4700, Hitachi, Tokyo, Japan)을 사용하여 $\times 5,000$, $\times 7,000$, $\times 10,000$ 및 $\times 20,000$ 배율로 관찰 및 촬영하였다.

6. 엑스선 회절 분석

전계 방출 주사 전자 현미경 촬영시 선택한 시편들에서 또다른 파절편 하나 썩을 골라 엑스선 회절 분석기 (MAX-2500, Rigaku, Tokyo,

Japan)를 사용하여 결정상을 분석하였다. 40 Kv, 60 mA의 Cu K α x-ray를 이용하여 10° - 80°의 회절각으로 5°/min의 스캔 속도로 관찰하였다. 엑스선 회절 패턴의 분석은 엑스선 회절 표준파일 (JCPDS) 색인을 참조하였다 (JCPDS 72-1140, 40-0376).²⁷

7. 열팽창 계수 측정

ISO 6872에 규정된 바와 같이, 고진공 팽창 계수 측정 장비 (Dilatometer, DIL 402C, Netzsch, Selb, Germany)를 사용하여 알루미늄나 표준 시편을 공기 중에서 25℃에서 600℃까지 5℃/min로 가열하며 영점 조정을 한 후, IPS e.max CAD와 Rosetta SM 각각 2개 씩의 가공된 시편을 표준 시편과 같은 방법으로 상온에서 600℃까지 측정을 실시하여 25-500℃, 100-400℃, 100-500℃ 구간에서의 열팽창 계수를 구하여 평균을 내었다.

8. 통계 분석

이축 굴곡 강도와 표면 경도의 평균값 분석을 위해 이원 분산 분석을 시행하였다. 이후 이축 굴곡 강도는 주효과를 분석하기 위해 Student's t-test를 사용하였으며, 표면 경도는 사후 분석을 위해 Tukey's Honestly Significant Difference (Tukey's HSD)를 사용하였다. 탄성 계수와 파괴 인성의 평균값 분석에는 열처리에 따른 차이 분석을 위해 Wilcoxon signed rank test를 사용하였으며, 재료에 따른 차이를 분석하기 위해 Mann-Whitney U test를 사용하였다. 통계 분석은 SPSS 20.0 (SPSS Inc., Chicago, IL, USA)를 이용하여 유의 수준 $\alpha=0.05$ 로 시행하였다.

결 과

측정된 탄성 계수의 평균 및 표준 편차를 Table 3에 정리 하였다. IPS e.max CAD와 Rosetta SM 모두 열처리 후 통계적으로 유의한 수준으로 탄성 계수가 증가하였으며, 열처리 전, 후 모두 IPS e.max CAD가 Rosetta SM보다 통계적으로 유의한 수준으로 높은 수치를 나타냈다.

Table 4는 굴곡 강도 측정 결과를 정리한 것이다. 굴곡 강도는 열처리 전, 후에서 두 재료 사이에 통계적으로 유의한 차이가 없었다. 그러나 열처리 전, 후의 비교에서는 두 재료 모두 통계적으로 유의한 수준으로 굴곡 강도가 증가하였다. 열처리 전 상태에서 측정한 굴곡 강도의 와이블 계수를 보면 IPS e.max CAD가 다소 높게 나타났으며, 열처리 후에는 Rosetta SM이 더 높게 나타났다 (Figures 2 and 3).

Table 3. Elastic modulus (unit: GPa, n=5) of the two lithium disilicate glass ceramics before and after heat treatment

Crystalline structure	IPS e.max CAD	Rosetta SM	p-value
Metasilicate	91.32 (0.62)	88.14 (1.25)	< 0.05
Disilicate	103.52 (0.85)	99.68 (0.61)	< 0.05
p-value	< 0.05	< 0.05	

*The numbers in the parentheses were standard deviations.

Table 4. Biaxial flexural strength (unit: MPa, n=30) of the two lithium disilicate glass ceramics before and after heat treatment

Crystalline structure	IPS e.max CAD	Rosetta SM	p-value
Metasilicate	238.60 (45.19)	215.98 (46.16)	> 0.05
Disilicate	421.20 (103.53)	443.49 (64.90)	> 0.05
p-value	< 0.05	< 0.05	

*The numbers in the parentheses were standard deviations.

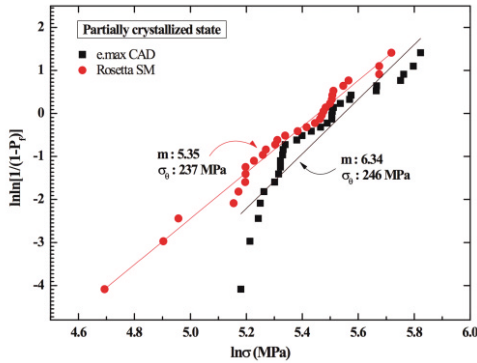


Figure 2. Weibull modulus (m) and characteristic strength (σ_0) of the two lithium disilicate glass ceramics before heat treatment.

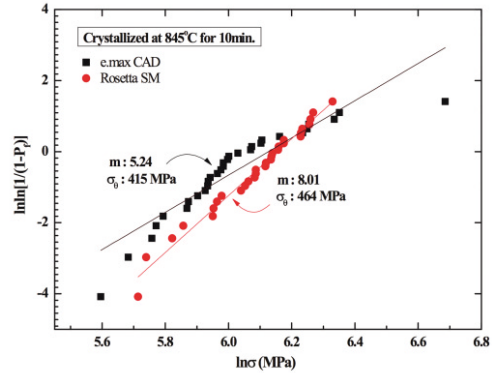


Figure 3. Weibull modulus (m) and characteristic strength (σ_0) of the two lithium disilicate glass ceramics after heat treatment.

표면 경도 측정값을 보면 IPS e.max CAD는 열처리 후 유의하게 줄어들었으며, 반대로 Rosetta SM은 증가하는 양상을 나타냈다. 두 재료를 비교하면 열처리 전에는 IPS e.max CAD가 높게 나타났고, 열처리 후에는 Rosetta SM이 높게 나타났다 (Table 5). 이를 토대로 구한 파괴 인성 평균값을 보면, 두 재료 모두 열처리 후 현저히 증가하였다 (Table 6).

Table 5. Surface hardness (unit: GPa, $n=10$) of the two lithium disilicate glass ceramics before and after heat treatment

Crystalline structure	IPS e.max CAD	Rosetta SM	p-value
Metasilicate	6.79 (0.11)	6.65 (0.08)	< 0.05
Disilicate	6.55 (0.11)	6.86 (0.07)	< 0.05
p-value	< 0.05	< 0.05	

*The numbers in the parentheses were standard deviations.

Table 6. Fracture toughness (unit: $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, $n=3$) of the two lithium disilicate glass ceramics before and after heat treatment

Crystalline structure	IPS e.max CAD	Rosetta SM
Metasilicate	0.31 (0.01)	0.23 (0.03)
Disilicate	1.65 (0.61)	1.46 (0.31)

*The numbers in the parentheses were standard deviations.

Figure 4는 전계 방출 주사 전자 현미경 사진으로, IPS e.max CAD는 유리 기질에 리튬 메타실리케이트 결정이 묻혀있는 모습을 보이며, 결정의 크기는 $0.5\ \mu\text{m}$ 정도이다 (Figure 4a). 사진에서 이 결정들은 산처리 과정에서 떨어져 나가고 결정이 묻혀있던 흔적만 유리 기질에 남아있다. Rosetta SM의 경우도 이와 유사한 크기와 형태의 결정을 나타냈으나, 산처리 과정에서 영향을 더 받아 유리 기질의 표면이 기공성으로 보였다

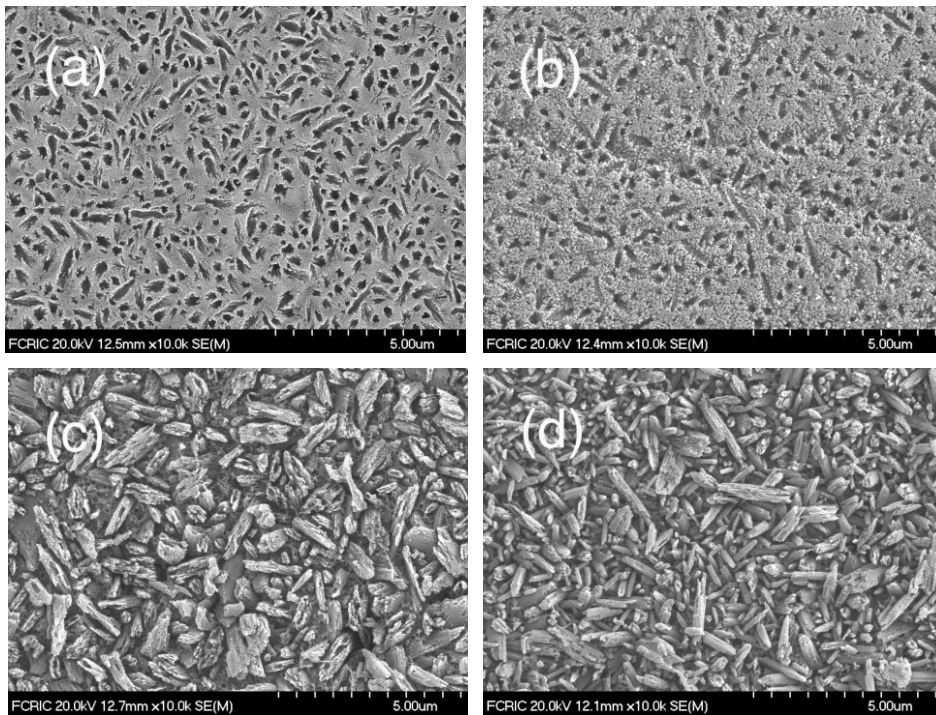


Figure 4. Field-emission scanning microscopy (FE-SEM) micrographs ($\times 10,000$). Both ceramics display similar patterns of crystalline structure before and after heat treatment. (a) Microstructure of IPS e.max CAD in lithium metasilicate crystalline form; (b) Rosetta SM in lithium metasilicate crystalline form. Lithium metasilicate crystallines were washed away by acid etching and only glass matrix with indentations of the crystalline were left. (c) IPS e.max CAD in lithium disilicate crystalline form; (d) Rosetta SM in lithium disilicate crystalline form. Rosetta showed more compact and fine crystalline structure.

(Figure 4b). 열처리 후, 리튬 다이실리케이트 결정의 미세 구조는 더 치밀하고 연속적으로 맞물려 있는 형태로 변화하고 그 크기도 IPS e.max CAD 는 2.0-3.0 μm (Figure 4c), Rosetta SM은 1.0-2.0 μm 로 증가하였다(Figure 4d). 이때, 열처리 전 사진과는 반대로 산처리 과정에서 유리 기질이 씻겨져 나가고 결정들만 남은 모습을 보인다. 이것은 엑스선 회절 분석으로 두 제품 모두 열처리 전에는 리튬 메타실리케이트 결정이, 열처리 후에는 리튬 다이실리케이트 결정이 검출됨으로 확인되었다 (Figure 5).

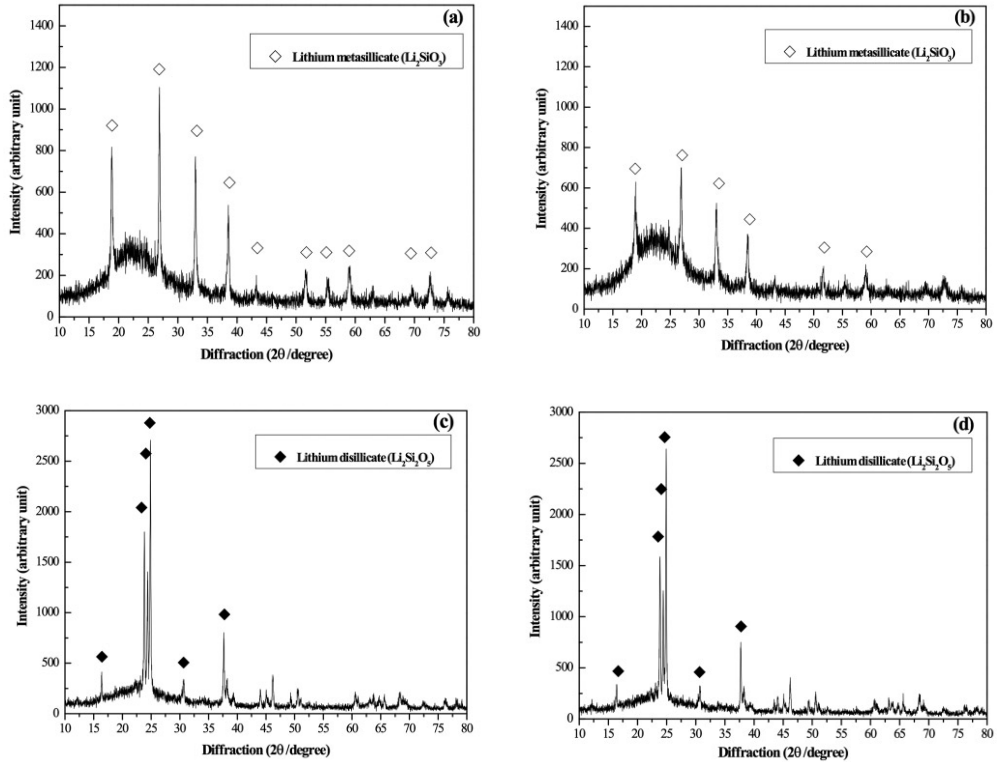


Figure 5. X-ray diffraction (XRD) patterns. (a) IPS e.max CAD before heat treatment; (b) Rosetta SM before heat treatment. Both showed high peaks at the locations denoting standard pure lithium metasilicate (JCPDS 72-1140, LS). After heat treatment, the high peak positions in the XRD diagrams of the IPS e.max CAD (c) and Rosetta SM (d) are in agreement with those of standard pure lithium disilicate (JCPDS 40-0376, LS2).

Table 7은 열팽창 계수의 평균값을 나타내고 있는데, 측정 온도 구간에 따라 IPS e.max CAD가 0.17-0.24 ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) 정도 낮은 값을 보였다.

Table 7. Coefficient of thermal expansion ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$, n=2) of the two lithium disilicate glass ceramics

Temp. range	IPS e.max CAD	Rosetta SM
25-500 $^{\circ}\text{C}$	10.42	10.66
100-400 $^{\circ}\text{C}$	10.64	10.81
100-500 $^{\circ}\text{C}$	10.75	10.98

총괄 및 고찰

이상적인 수복재는 생체 친화적이고 강도 및 내구도가 우수하며 심미적이고 수복물을 제작하기가 용이해야 한다. 또한 가격도 저렴해야 할 것이다. 이러한 관점에서 볼 때 리튬 다이실리케이트 글라스 세라믹은 많은 장점을 가지고 있다. 일반 장식 도재에 비해 서너 배에 이르는 굴곡 강도, CAD/CAM을 이용한 수복물 제작 가능성, 합리적인 가격, 게다가 단일 소재 수복물 제작 후 스테이닝을 이용하여 색조화가 가능하고, 파절에 대한 저항이 높으며 산부식을 이용한 접착도 가능하다. 리튬 다이실리케이트 글라스 세라믹의 높은 강도는 이번 실험에서도 확인이 되었다. 단일 소재 리튬 다이실리케이트는 높은 강도와 파괴 인성으로 구치부에서도 크라운은 물론,²⁸ 3-unit 브릿지의 재료로 사용이 가능하다는 연구 결과도 있다.²⁹

시중에 출시되는 CAD/CAM용 리튬 다이실리케이트 블럭은 리튬 메타실리케이트 결정과 리튬 다이실리케이트 결정 핵을 포함하며 부분적으로 결정화된 상태이다. 이 상태에서는 CAM 장비에 사용되는 버의 마모가 적어 가공이 용이하고 가공중 수복물이 chipping 되는 것을 예방한다.³⁰ 가공이 끝난 후 결정화 열처리 작업을 거치면 굴곡강도가 360 MPa로 상승하게 된다.^{31,32} 이는 통상적으로 사용되는 장식 도재 (약 100 MPa), leucite-reinforced glass ceramics (약 160 MPa)보다 훨씬 높은 수준이다.³³

치과용 도재의 기계적 성질을 평가하는 여러 가지 지표가 있다. 예를 들어 인장 강도, 압축 강도, 굴곡 강도, 표면 경도, 파괴 인성, 간접 인장 강도 등이다. 도재와 같이 깨지기 쉬운 재료는 압축력보다 인장력에 대해 훨씬 취약하므로 평가에 인장 강도를 쓰는 것이 더 의미가 있다.¹⁴ 그러나 굴곡 강도가 더 널리 쓰이는 이유는 비교적 시편을 만들기가 쉽기 때문이다. 가장 흔히 쓰이는 굴곡 강도 검사법은 3점, 4점 굽힘 시험이지만, 모서리에서 깨져버리는 경우가 종종 발생하는 단점이 있어 이축 굴곡 강도 시험법이 세라믹 재료의 파절 특성을 알아보는데 주로 사용된다.^{16,24} 이축 굴곡 강도 시험법에는 ring-on-ring, piston-on-ring, ball-on-ring, piston-on-ball, ring-on-ball, 그리고 ring-on-spring 등 다양한 방법이 있는데, ISO 6872 규격에서는 piston-on-three-ball 시험법을 권장하고 있으며, 푸아송 비를 모르는 세라믹의 경우 0.25를 사용하라고 권고하고 있다. 이축 굴곡 강도를 측정하는 여러 방법 중에 ISO 6872에서 권장하는 piston-on-three balls 시험법은 비용도 저렴하고 수행하기도 쉬운 장점이 있다. 이번 실험에서, 두 제품 모두 결정화 열처리를 통해 굴곡 강도가 확연히 증가되었고, 두 제품 사이에 통계적으로 유의할 만한 차이는 없었

다. 두 제품의 굴곡 강도는 제조사가 밝힌 것 보다 약간 큰 수치를 나타내었는데, 세라믹 재료의 강도는 측정법의 차이, 시편의 크기, 측정 환경, 연마 과정, 하중 속도, 그리고 응력을 받는 시편의 면적 등의 요인에 영향을 받게 된다.³⁴ 표면의 질은 시편의 강도에 매우 강한 영향을 미친다. 시편 가공시 표면에 균열이나 기포가 많이 발생하면 굴곡 강도 값이 현저히 낮게 나온다.³⁵ 또한 측정 방법에 따라 수치가 다르게 나타날 수 있는데,^{15,16,21} 이축 굴곡 강도를 사용하여 측정한 문헌들을 살펴보면 Albakry 등(2003)은 IPS Empress 2의 이축 굴곡 강도가 407 ± 45 MPa라고 했고,³⁴ Jin 등(2004)은 IPS Empress 2의 이축 굴곡 강도가 362.9 ± 0.9 MPa라고 했다.¹⁶ Buso 등(2011)은 IPS e.max CAD의 이축 굴곡 강도가 416.1 ± 50.1 MPa 라고 했으며,³⁶ 이번 실험 결과도 이와 유사한 값을 보였다. ISO 6872에서는 코어용 세라믹이 적어도 100 MPa 이상의 이축 굴곡 강도를 가져야 한다고 규정하고 있다.²⁴ 이축 굴곡 강도의 와이블 계수는 열처리 전 상태에서 IPS e.max CAD가 6.34, Rosetta SM이 5.35를 나타냈고 열처리 후 상태에서는 IPS e.max CAD가 5.24, Rosetta SM이 8.01을 나타냈다. 와이블 계수가 높은 것이 구조적 신뢰성이 높다고 볼 수 있고, 일반적으로 높은 와이블 계수라 함은 20 이상을 말하지만¹⁷ 대부분의 세라믹이 5에서 15 정도값을 보이므로 열처리 후 상태에서 Rosetta SM이 더 신뢰할 만한 결과를 나타냈다고 보인다.

표면 경도는 영구적인 압입이나 관통에 대한 표면의 저항으로 정의할 수 있다.¹⁹ 이것은 마무리 연마의 용이함이나 사용 중 흠집 발생에 대한 저항을 예측하는 지표로 사용될 수 있다. 마무리 연마는 심미적으로도 중요하지만 피로 응력과 조기 파절에 중요한 역할을 한다. 이번 연구에서 IPS e.max CAD의 열처리 후 표면 경도는 6.55 GPa로 측정되었다. 다른 문

현에서 IPS e.max CAD의 표면경도를 보면 Guess 등(2011)은 5.8 GPa 이라 했고,¹¹ Albakry 등(2003)은 5.3 GPa이라 하였다.³⁴ Rosetta SM의 경우 6.86 GPa로 e.max CAD보다 약간 높은 값을 나타냈다. 열처리 전에는 반대로 IPS e.max CAD가 높은 값을 나타냈으며, 열처리를 거치고 나면 표면 경도가 유의성 있게 감소하였다. 반면, Rosetta SM의 경우 열처리 후 유의성 있게 증가하는 양상을 나타냈다. 이것은 결정화 열처리 후 Rosetta SM의 결정이 더 작고 조밀하여 균등한 값을 나타낸 것이 원인이라 생각된다.

파괴 인성을 측정하는 방법은 선 균열 도입 파괴 시험법 (single edge precracked beam, SEPB 법)과 압자 압입법 (indentation fracture, IF 법) 등이 있으며,²⁶ 이 중 압자 압입법은 측정 방법이 단순하고 표준 시편을 만들 필요가 없어 시간과 비용이 절약되는 장점이 있다. 그리고 비커스 압자는 이론적으로 세라믹의 형태가 어떻든지 1 mm² 미만의 연마된 평면만 있으면 사용이 가능하여 치과용 도재의 평가에 적합하다 할 수 있다.³⁷ 본 연구에서 압자 압입법을 사용하여 IPS e.max CAD의 파괴 인성을 측정한 결과 (1.65 MPa·m^{1/2})는 Albakry 등(2003)이 압자 압입법으로 측정한 결과 (1.53 MPa·m^{1/2})와 유사하며,³⁸ Rosetta SM은 열처리 전, 후 모두 약간씩 작은 값을 나타냈으나 시편의 수가 적어 통계적 유의성은 밝히지 못하였다.

ISO 6872 에서는 열팽창 계수를 25℃에서부터 500℃ 또는 유리화 온도 보다 30℃ 위까지 구간에서 측정하라고 권장하고 있으나, IPS e.max CAD의 제조사에서 밝힌 열팽창 계수의 측정 구간은 100-400℃와 100-500℃ 두가지 이다. 그래서 이번 연구에서는 이 세 가지 구간에서의 열팽

창 계수를 모두 구하여 비교하였다. IPS e.max CAD의 열팽창 계수는 측정 온도 구간에 따라 $10.42\text{-}10.75 (\times 10^{-6} \text{ K}^{-1})$ 를 나타냈고, Rosetta SM은 $10.66\text{-}10.98$ 로 측정되었다. 이것은 기존의 연구 결과 (IPS Empress 2 : 10.6 ± 0.25 , IPS e.max CAD : $10.2\text{-}10.5$)^{8,11}와 유사한 수치이며, 자연 치아의 치관 부위 열팽창 계수 ($11.4 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$)와도 차이가 크지 않았다.³⁹

이번 실험 결과에서 열처리 후 결정 크기는 Rosetta SM이 IPS e.max CAD보다 작고 조밀한 것으로 나타났는데, 같은 제품이라 하여도 색조나 불투명도에 따라 결정의 크기가 다르며, 결정의 크기는 base glass composition, nucleating agents, heat-treatment 등의 변수에 따라서도 달라진다.⁴⁰

결 론

이번 연구에서 두 가지 리튬 다이실리케이트 글라스 세라믹 블록의 탄성 계수는 IPS e.max CAD가 크고, 굴곡 강도는 통계적으로 유의할 차이가 나지 않으며, 표면 경도는 열처리 후 상태에서 Rosetta SM이 크고, 파괴 인성은 IPS e.max CAD가 크게 나왔다. 또한 결정의 종류나 형태는 유사하였으나 그 크기는 열처리 후에 Rosetta SM이 조금 더 작고 조밀한 모습이었다. 열팽창 계수의 경우 Rosetta SM이 약간 크게 나왔으나 두 재료 모두 자연 치아와 큰 차이가 나지 않았다. 이러한 결과에 기초하여 임상가들은 진료실에서 CAD/CAM을 사용한 리튬 다이실리케이트 글라스 세라믹 수복물을 제작할 때 재료 선택의 폭을 늘릴 수 있을 것이라 기대된다.

참고문헌

1. Anusavice KJ. Phillips' Science of dental materials. 11th ed. Saunders; 2003. p 655-719.
2. Powers JM, Sakaguchi RL. Craig's Restorative Dental Materials. 13th ed. St Louis: Mosby Elsevier; 2012. p 254.
3. Aboushelib MN, Jager Nd, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. *Dent Mater* 2005;21:984-991.
4. Oh SH. Recent characteristics of dental esthetic restorative ceramics. *J Korean Dent Assoc* 2013;51:6-11.
5. Culp L, McLaren EA. Lithium Disilicate: The Restorative Material of Multiple Options. *Compend Contin Educ Dent* 2010;31:716-725.
6. Zanotto ED. A bright future for glass-ceramics. *Am Ceram Soc Bull* 2010;89:19-27.
7. Chu SJ. Current Clinical Strategies with Lithium-Disilicate Restorations. *Compend Contin Educ Dent* 2012;33:64,66-67.
8. Holand W, Schweiger M, Frank M, Rheinberger V. A comparison of the microstructure and properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress glass ceramics. *J Biomed Mater Res* 2000;53:297-303.
9. Stookey SD. Catalyzed Crystallization of Glass in Theory and

- Practice. *Ind Eng Chem* 1959;51:805-808.
10. Davidowitz G, Kotick PG. The Use of CAD/CAM in Dentistry. *Dent Clin North Am* 2011;55:559-570.
 11. Guess PC, Schulthesis S, Bonfante EA, Coelho PG, Ferencz JL, Silva NRFA. All-Ceramic Systems: Laboratory and Clinical Performance. *Dent Clin North Am* 2011;55:333-352.
 12. Trost L, Stines S, Burt L. Making informed decisions about incorporating a CAD/CAM system into dental practice. *J Am Dent Assoc* 2006;137:33S-36S.
 13. Fasbinder DJ. Materials for Chairside CAD/CAM Restorations. *Compend Contin Educ Dent* 2010;31:702-709.
 14. Ban S, Anusavice KJ. Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. *J Dent Res* 1990;69:1791-1799.
 15. Charlton DG, Roberts HW, Tiba A. Measurement of select physical and mechanical properties of 3 machinable ceramic materials. *Quintessence Int* 2008;39:573-579.
 16. Jin J, Takahashi H, Iwasaki N. Effect of Test Method on Flexural Strength of Recent Dental Ceramics. *Dent Mater J* 2004;23:490-496.
 17. Bona AD, Anusavice KJ, DeHoff PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. *Dent Mater* 2003;19:662-669.
 18. 안승근, 이주형, 배태성. 압자압입법에 의한 치과용 도재의 파괴인성 평가. *대한치과보철학회지* 1996;34:309-319.
 19. Powers JM, Sakaguchi RL. Craig's Restorative Dental

- Materials. 12th ed. St Louis: Mosby Elsevier; 2006. p 79.
20. Yamaguchi R, Powers JM, Dennison JB. Thermal expansion of visible-light-cured composite resins. *Oper Dent* 1989;14:64-67.
21. Fischer J, Stawarczyk B, Hammerle CHF. Flexural strength of veneering ceramics for zirconia. *J Dent* 2008;36:316-321.
22. Krautkramer J. and H., Ultrasonic Testing of Materials. 4th ed. Berlin: Heidelberg; New York: Springer-Verlag; 1990. p 13-14, 533-534.
23. Sharma V, Nemat-Nasser S, Vecchio K. Effect of Grain-Boundary Phase on Dynamic Compression Fatigue in Hot-Pressed Silicon Nitride. *J Am Ceram Soc* 1998;81:129-139.
24. ISO-Standards ISO 6872 Dentistry-Ceramic materials. 3rd ed. Geneva: International Organization for Standardization; 2008. p 11-12.
25. 한국산업표준 KSL 1603, 파인 세라믹스-단일체 세라믹스의 상온경도 시험방법, 산업자원부 기술표준원; 2008. p 2-8.
26. 한국산업표준 KSL 1600, 고성능 요업 제품의 파괴 인성 시험방법, 지식경제부 기술표준원; 2010. p 8-10.
27. Rukmani SJ, Brow RK, Reis ST, Apel E, Rheinberger, Holand W. Effects of V and Mn Colorants on the Crystallization Behavior and Optical Properties of Ce-Doped Li-Disilicate Glass-Ceramics. *J Am Ceram Soc* 2007;90:706-711.
28. McLaren EA, Whiteman YY. Ceramics: Rationale for Material Selection. *Compend Contin Educ Dent* 2010;31:666-679.

29. Schultheis S, Strub JR, Gerds TA, Guess PC. Monolithic and bi-layer CAD/CAM lithium-disilicate versus metal-ceramic fixed dental prostheses: Comparison of fracture loads and failure modes after fatigue. *Clin Oral Invest* 2013;17:1407-1413.
30. Giordano R, McLaren EA. Ceramics Overview: Classification by Microstructure and Processing Methods. *Compend Contin Educ Dent* 2010;31:682-697.
31. Vivadent I. IPS e.max Lithium Disilicate: The Future of All-Ceramic Dentistry. Material Science, Practical Applications, Keys to Success. Liechtenstein: Ivoclar Vivadent; 2009. p 1-15.
32. Denry I, Holloway JA. Ceramics for Dental Applications: A Review. *Materials* 2010;3:351-368.
33. Tysowsky GW. The science behind lithium disilicate: today's surprisingly versatile, esthetic and durable metal-free alternative. *Dent Today* 2009;28:112-113.
34. Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Biaxial flexural strength, elastic moduli, and x-ray diffraction characterization of three pressable all-ceramic material. *J Prosthet Dent* 2003;89:374-380.
35. Harrer W, Danzer R, Morrell R. Influence of surface defects on the biaxial strength of a silicon nitride ceramic-Increase of strength by crack healing. *J European Ceram Soc* 2012;32:27-35.
36. Buso L, Oliveira OB, Hiroshi FF, Leao LGH, Ramalho SH,

- Campos F, Assuncao SRO. Biaxial flexural strength of CAD/CAM ceramics. *Minerva Stomatol* 2011;60:311-319.
37. Fischer H., Marx R. Fracture toughness of dental ceramics: comparison of bending and indentation method. *Dent Mater* 2002;18:12-19.
38. Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Fracture toughness and hardness evaluation of three pressable all-ceramic dental materials. *J Dent* 2003;31:181-188.
39. Powers JM, Sakaguchi RL. Craig's Restorative Dental Materials. 13th ed. St Louis: Mosby Elsevier; 2012. p 65.
40. Kuzielova E, Palou M, Kozankova J. Crystallization Mechanism and Bioactivity of Lithium Disilicate Glasses in Relation to CaO, P₂O₅, CaF₂ Addition. *Ceram-Silikáty* 2007;51:136-141.

-ABSTRACT-

Physical/mechanical properties and microstructure of dental lithium disilicate ceramics for chairside CAD/CAM restoration

Suk-Ho Kang, D.D.S., M.S.D.

*Program in Conservative Dentistry, Department of Dental Science,
Graduate School, Seoul National University*

(Directed by Professor Ho-Hyun Son, D.D.S., M.S.D., Ph.D.)

1. Objectives

There has been growing interest in one-visit restoration using CAD/CAM. The aim of this study was to compare physical/mechanical properties of two commercially available lithium disilicate ceramics for CAD/CAM and to observe their microstructure.

2. Materials and Methods

Before and after heat treatment, elastic modulus (n=5), biaxial flexural strength (n=30), surface hardness (n=10), fracture toughness (n=3), and coefficient of thermal expansion (n=2) of IPS e.max

CAD (Ivoclar Vivadent) and Rosetta SM (Hass) were tested and compared. The crystalline structures were observed using field-emission scanning microscopy (FE-SEM) and x-ray diffraction (XRD) analysis. The mean values of the biaxial flexural strength and surface hardness were analyzed by the two-way Analysis of variance (ANOVA). Student's t-test was used to analyze main effect of biaxial flexural strength, and Tukey's honestly significant difference (Tukey HSD) test for post-hoc analysis of surface hardness. The mean values of the coefficient of thermal expansion and fracture toughness were analyzed by Wilcoxon signed rank test (for effect of heat treatment) and Mann-Whitney U test (for effect of materials). The mean values of fracture toughness were analyzed by Mann-Whitney U test ($\alpha=0.05$).

3. Results

IPS e.max CAD showed significantly higher elastic modulus than Rosetta SM. There were no significant differences in biaxial flexural strength between IPS e.max CAD and Rosetta SM either before or after heat treatment, but both ceramics showed significantly increased biaxial flexural strength after heat treatment. Surface hardness of IPS e.max CAD significantly decreased after heat treatment, but for Rosetta SM, it increased significantly. Comparing two ceramics, IPS e.max CAD showed higher surface hardness before heat treatment while Rosetta SM showed higher

values after heat treatment. Both ceramics showed greatly increased fracture toughness after heat treatment. The FE-SEM images presented similar patterns of crystalline structure in the two ceramics but Rosetta SM had smaller crystallines after heat treatment. In the XRD analysis, they also had similar patterns, presenting high peak positions corresponding to the standard lithium metasilicate and lithium disilicate at each stage of heat treatment.

Keywords : lithium disilicate ceramics, CAD/CAM restoration,
crystalline structure, biaxial flexural strength,
surface hardness

Student Number : 2005-30731



저작자표시-비영리-동일조건변경허락 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

- 이 저작물을 복제, 배포, 전송, 전시, 공연 및 방송할 수 있습니다.
- 이차적 저작물을 작성할 수 있습니다.

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.



비영리. 귀하는 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 없습니다.



동일조건변경허락. 귀하가 이 저작물을 개작, 변형 또는 가공했을 경우에는, 이 저작물과 동일한 이용허락조건하에서만 배포할 수 있습니다.

- 귀하는, 이 저작물의 재이용이나 배포의 경우, 이 저작물에 적용된 이용허락조건을 명확하게 나타내어야 합니다.
- 저작권자로부터 별도의 허가를 받으면 이러한 조건들은 적용되지 않습니다.

저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#)

치의학박사 학위논문

CAD/CAM 수복에 사용되는
리튬 다이실리케이트 세라믹의
물리/기계적 특성과 미세구조

Physical/mechanical properties and
microstructure of dental lithium disilicate
ceramics for chairside CAD/CAM restoration

2014년 2월

서울대학교 대학원

치의학과 치과보존학 전공

강 석 호

치의학박사 학위논문

CAD/CAM 수복에 사용되는
리튬 다이실리케이트 세라믹의
물리/기계적 특성과 미세구조

Physical/mechanical properties and
microstructure of dental lithium disilicate
ceramics for chairside CAD/CAM restoration

2014년 2월

서울대학교 대학원

치의학과 치과보존학 전공

강 석 호

국문초록

CAD/CAM 수복에 사용되는 리튬 다이실리케이트 세라믹의 물리/기계적 특성과 미세구조

강 석 호

서울대학교 대학원 치의학과 치과보존학 전공
(지도교수 손 호 현)

1. 목적

최근 한번의 내원으로 심미적 수복치료를 완료할 수 있는 CAD/CAM을 이용한 수복에 대한 관심이 늘고 있다. 본 연구의 목적은 두 가지 상용화된 CAD/CAM용 리튬다이실리케이트 세라믹의 물리/기계적 특성을 비교하고 결정의 미세 구조를 관찰하는 것이다.

2. 재료 및 방법

IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent)와 Rosetta SM (Hass)의 초음파 탄성 계수 (n=5), 이축 굴곡 강도 (n=30), 표면 경도 (n=10), 파괴인성 (n=3), 열팽창 계수 (n=2)를 측정하여 비교하고, 결정의 미세구조를 관찰하기 위해 전계 방출 주사 전자 현미경 촬영과 엑스선 회절 분석을 하였다. 이축 굴곡 강도와 표면 경도의 평균값 분석을 위해 이원분산 분석을 시행하였다. 이후 이축 굴곡 강도는 주효과를 분석하기 위해

Student's t-test를 사용하였으며, 표면 경도는 사후 분석을 위해 Tukey HDS를 사용하였다. 탄성 계수와 파괴 인성의 평균값 분석에는 열처리에 따른 차이 분석을 위해 Wilcoxon signed rank test를 사용하였으며, 재료에 따른 차이를 분석하기 위해 Mann-Whitney U test를 사용하였다. 파괴 인성의 평균값 분석을 위해 Mann-Whitney U test를 사용하였다 ($\alpha=0.05$).

3. 결과

초음파 탄성 계수는 열처리 전후 모두 IPS e.max CAD가 Rosetta SM보다 통계적으로 유의한 수준으로 높은 수치를 나타냈다. 굴곡 강도는 열처리 전과 후에서 두 재료 사이에 통계적으로 유의한 차이가 없었으나, 열처리 전, 후의 비교에서는 두 재료 모두 통계적으로 유의한 수준으로 증가하였다. 표면 경도 측정값은 IPS e.max CAD의 경우 열처리 후 유의하게 줄어들었으며, 반대로 Rosetta SM은 증가하였다. 두 재료를 비교하면 열처리 전에는 IPS e.max CAD가 높게 나타났고, 열처리 후에는 Rosetta SM이 높게 나타났다. 이를 토대로 구한 파괴 인성 평균값은 두 재료 모두 열처리 후 현저히 증가됨을 볼 수 있었으며, IPS e.max CAD가 약간씩 높은 값을 나타냈으나 통계적 의미를 찾기는 어려웠다. 전계 방출 주사 전자 현미경과 엑스선 회절 분석 결과 두 제품의 결정의 종류나 형태는 유사하였으나 크기는 열처리 후에 Rosetta SM이 조금 더 작고 조밀한 모습이었다. 이러한 결과에 기초하여 임상가들은 진료실에서 CAD/CAM을 사용한 리튬 다이실리케이트 글라스 세라믹 수복물을 제작할 때 재료 선택의 폭을 늘릴 수 있을 것이라 기대된다.

주요어: 리튬 다이실리케이트 세라믹, CAD/CAM 수복, 결정 구조,
이축 굴곡 강도, 표면 경도

학 번: 2005-30731

목 차

서론	1
재료 및 방법	
재료 및 시편 제작	6
실험 방법	
1) 초음파 탄성 계수 측정	7
2) 이축 굴곡 강도 측정	8
3) 표면 경도 측정	9
4) 파괴 인성 측정	10
5) 전계 방출 주사 전자 현미경 관찰	10
6) 엑스선 회절 분석	10
7) 열팽창 계수 측정	11
8) 통계 분석	11
결과	12
총괄 및 고찰	16
결론	20
참고문헌	21
Abstract	26

< 표 목차 >

Table 1. Materials used and group categorization

Table 2. Crystallization parameters for post-milling heat treatment

Table 3. Elastic modulus (unit: GPa, n=5) of the two lithium disilicate glass ceramics before and after heat treatment

Table 4. Biaxial flexural strength (unit: MPa, n=30) of the two lithium disilicate glass ceramics before and after heat treatment

Table 5. Surface hardness (unit: GPa, n=10) of the two lithium disilicate glass ceramics before and after heat treatment

Table 6. Fracture toughness (unit: $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, n=3) of the two lithium disilicate glass ceramics before and after heat treatment

Table 7. Coefficient of thermal expansion ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$, n=2) of the two lithium disilicate glass ceramics

< 그림 목차 >

Figure 1. Fixture with a piston-on-three-ball set up according to ISO 6872

Figure 2. Weibull modulus (m) and characteristic strength (σ_{θ}) of the two lithium disilicate glass ceramics before heat treatment

Figure 3. Weibull modulus (m) and characteristic strength (σ_{θ}) of the two lithium disilicate glass ceramics after heat treatment

Figure 4. Field-emission scanning microscopy (FE-SEM) micrographs ($\times 10,000$)

Figure 5. X-ray diffraction (XRD) patterns

CAD/CAM 수복에 사용되는 리튬 다이실리케이트 세라믹의 물리/기계적 특성과 미세구조

강 석 호

서울대학교 대학원 치의학과 치과보존학 전공
(지도교수 손 호 현)

서 론

오늘날 치과의사들은 더 심미적이고, 내구성이 있으며, 수복물 제작이 쉬운 재료들을 찾고 있다. 이러한 요구조건을 충족시키기 위해 세라믹 소재에 대한 관심이 커지고 있는데, 이는 세라믹 소재가 심미적으로 우수하고 화학적으로 안정성이 있으며 생물학적 친화도가 높기 때문이다. 치과용 세라믹은 치과용 수복물에 사용되는, 산소와 하나 이상의 금속성 혹은 반금속성 원소 (알루미늄, 칼슘, 리튬, 마그네슘, 칼륨, 규소, 나트륨, 주석, 티타늄 그리고 지르코늄 등)로 이루어진 비금속 성질의 무기 화합물로 정의할 수 있다.¹ 보통 세라믹 (ceramic)이라 하면 고온으로 가열하여 원하는 성질을 얻는 비금속 무기물 소재로 만든 제품을 지칭하고, 도재 (porcelain)는 좀 더 제한적으로 고령토 (kaolin), 석영 (quartz), 그리고 장석 (feldspar)을 혼합하여 높은 온도에서 소성된 특별한 조성 범위의 세라믹 물질을 말한다.²

그동안 치의학에서는 금속이나 지르코니아와 같이 도재와 잘 결합하지 못하는 코어용 소재를 사용하여 도재-금속 수복물을 제작해왔다. 그러나 금속은 심미성이 우수하지 못하며, 지르코니아는 일반적으로 상부 도재와의 결합 강도가 평균 29 MPa로 다른 코어 재료의 결합 강도에 비해 낮고,³ 열팽창 계수 또한 차이가 많이 나기 때문에 상부 도재의 깨짐 또는 갈라짐이 다른 완전 도재관이나 도재 소부 전장관보다 빈번하다.⁴ 또한 지르코니아 코어는 강도 (굴곡강도 900-1000 MPa)는 뛰어나지만 수복물 전체에서 코어 재료가 차지하는 부피가 절반 이하이다. 굴곡강도가 80-110 MPa에 불과한 도재를 그 위에 결합하므로 상부 도재의 파절이 많이 발생하는 것으로 알려져 있다.⁵

이러한 문제점을 극복하기 위하여 여러 종류의 글라스 세라믹이 개발되었다. 글라스 세라믹은 유리 기질 상 속에 결정들이 핵을 형성하고 성장하여 만들어진, 부분적으로 결정화된 글라스이다.¹ 이것은 생체 친화적이고 심미적으로 우수하며 열 전도율이 낮다. 또한 일반 유리보다 훨씬 강한 강도를 지닌다.⁶ 1990년대 초반에 비정형 유리 기질에 백류석(leucite) 결정이 들어있는 leucite-reinforced glass ceramics (IPS Empress 1, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)가 개발되었다. 백류석 입자는 균열의 진행을 억제하는 역할을 함으로써 강도를 증가시키고, 산부식 접착이 가능하여 수복물의 성능을 높일 수 있었다.⁷

그 후, 계속된 소재의 발달로 리튬 이규산염 (리튬 다이실리케이트) 글라스 세라믹이 소개되었는데, 이것은 quartz, lithium dioxide, phosphor oxide, alumina, potassium oxide 등으로 이루어지며, 장식 도재와 비교하여 강도가 월등하여,⁸ 수복물 전체를 단일 소재로 (monolithic) 제작

할 수 있고, 장식 도채를 전장하여 보다 심미적인 수복물을 제작할 수도 있다. 리튬 다이실리케이트 글라스 세라믹은 유리 기질 속에 바늘 형태의 리튬 다이실리케이트 결정이 약 70%의 부피비로 묻혀있는 것으로, 1959년 Corning Glass Works의 S.D. Stooky에 의해 처음 발견되어⁹ 주방 기구 및 산업용 소재로 사용되어 오다가 1998년 왁스 소환법을 사용하는 치과용 세라믹으로 개발되었다 (IPS Empress 2, Ivoclar Vivadent). 이후 2001년 기계적, 광학적 성질이 개선되어 IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent)라는 상품명으로 판매되어 왔으며 2005년에는 CEREC AC (Sirona, Charlotte, NC, USA), E4D Dentist (D4D Technologies, Richardson, TX, USA)와 같은 CAD/CAM 장비에서 사용이 가능한 블럭 형태 (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent)로도 개발되었다. 이를 통해 진료실에서 당일에 수복물을 제작할 수 있게 되었다.^{10,11} 한 번의 내원으로 심미적 수복물 제작을 위한 치아의 형성, 인상 채득, 디자인, 수복물 가공, 조정 그리고 접착까지 모두 할 수 있다는 것은 임상가와 환자 모두가 바라는 것이다. 진료실에서 CAD/CAM을 사용하면 임시 수복물이 필요 없어져 그 사이 발생할 수 있는 불편감이나 세균 감염의 가능성이 줄어들므로 와동의 소독, 건조시 발생할 수 있는 치수 자극이 줄어든다. 또한 가공료가 없어지며, 두 번째 진료를 위한 비용이 감소한다. 즉 소독해야 하는 기구의 수가 줄어들고 진료 준비를 위한 시간이 줄어들어 효율이 증가한다. 인상재, 왁스, 석고, 임시 치아용 레진, 임시 접착제, 일회용품 등의 수요가 줄어든다. 장기적으로는 임상가가 보다 많은 시간을 치아의 형성과 수복물 접착에 집중할 수 있도록 해주며, 가공 과정에서 발생할 수 있는 오차도 줄일 수 있다.¹² 지르코니아 코어도 CAD/CAM을 사용하여 milling이 가능하지만 chairside restoration용으로 인정되지 않는 이유는 milling 이후의 처리 과정에 6-8 시간이 소요되어 one-visit

restoration이 불가능하기 때문이다.¹³

이와 같은 치과용 세라믹 소재의 물성을 연구하기 위해서는 일반적으로 탄성 계수, 굴곡 강도, 파괴 인성, 표면 경도, 열팽창 계수 등이 비교된다. 탄성 계수는 탄성 범위 내에서 인장력 또는 압축력을 받을때 그 재료의 강성을 나타내며, 응력이 가해졌을때 어느 정도의 가변적 변형이 일어날지 예측하는 척도가 된다. 구강 내 수복물에는 압축력, 인장력, 전단력 등 다양한 응력이 발생할 수 있지만 취성 재료는 압축력보다 인장력에 훨씬 약하므로 물성을 평가하는데 있어서 인장 강도가 중요하게 평가된다. 굴곡 강도는 수복물이 인장력에 저항하는 척도를 나타내며 측정이 간편하여 주로 사용된다.¹⁴ 이것은 구강 내에서 발생하기 쉬운 굽힘력에 저항하는 강도를 나타내므로 취성 재료가 구강 내에서 얼마나 잘 견디는지 알아보기 위한 실험으로 적합하다. 또한 표면 결함의 존재에 민감한 검사이므로 굴곡 강도가 높은 도재는 표면 결함이 적어 파절 저항성이 좋다고 할 수 있다.^{15,16} 추가로, 취성 소재의 파괴 응력은 결함 크기의 분포에 대한 함수로 통계학적으로 분포되므로 강도의 신뢰도와 가변성도 조사해야 한다. 와이블 분석은 이를 분석하기 위한 통계학적 방법으로, 강도를 어떤 고정된 값으로 보지 않고 확률적으로 본 것이다. 와이블 계수가 높다면 결함의 수가 적고 구조적 신뢰도가 높다는 것을 의미하며, 대부분의 세라믹은 5-15 정도의 와이블 계수를 나타낸다.¹⁷ 도재와 같이 강도가 결함에 크게 영향을 받는 재료에서는 결함이 강도에 미치는 영향을 충분히 고려해야 하며, 이같은 관점에서 파괴 인성의 측정도 필요하다. 파괴 인성은 결함에 대한 강도의 민감도를 나타내는 변수로서, 재료가 파괴될 때까지 저장할 수 있는 변형 에너지의 총량이나 인장 응력하에서 결함이 급속하게 전파되어 파괴를 일으킬 때의 임계 응력 확대 계수로 표시한다.¹⁸ 표면 경도는

영구적 표면 압흔에 저항하는 성질로 정의되며, 이것이 중요한 물성인 이
유는 마감성 (finishability), 연마성 (polishability), 그리고 교합 마모
에 대한 저항에 영향을 미치는 요인이기 때문이다. 표면 경도는 재료의
표면 흠집에 대한 저항을 예측하는 지표로 사용되기도 하는데, 표면의 흠
집은 피로 강도를 저하시키고 조기 파절을 일으킬 수 있기 때문에 유용한
정보가 될 수 있다.¹⁹ 열팽창 계수는 온도 변화에 따라 변화하는 부피의 정
도를 나타낸다. 이상적으로 수복용 재료는 자연 치아 조직과 유사한 열팽
창 계수를 나타내는게 좋다. 그 차이가 많으면 수복물과 치아 사이의 접
착에 방해가 되고 미세 누출이 발생할 가능성이 커진다.²⁰ 또한, 도재를 전
장할때 코어 재료와 전장되는 도재의 열팽창 계수가 조화되어 도재 소성
후 냉각시 도재가 약간 압축되어야 강도가 증가한다. 금속-도재 시스템에
서는 과도한 응력이 합금의 열적 크리프 (가소성 흐름 같은)에 의해 보상
되나, 올세라믹 시스템에서는 세라믹 코어가 견고하여 열팽창 계수 차이
에 의한 응력을 그 정도로 흡수하지 못한다.²¹

최근 출시된 Rosetta SM (Hass Corp., Gangneung, Korea)은
CAD/CAM을 이용한 수복용 리튬 다이실리케이트 글라스 세라믹 블럭으
로, 임상가들이 선택할 수 있는 또 다른 가능성을 제시하였다. 이에 IPS
e.max CAD와 Rosetta SM, 이 두 가지 리튬 다이실리케이트 글라스 세
라믹 블럭의 물리적 성질을 측정하고 비교하여 선택의 기준을 마련하는데
도움이 되고자 본 연구를 시작하게 되었다. 본 연구에서는 두 제품의 결
정화 열처리 전, 후의 탄성 계수, 굴곡 강도, 표면 경도, 파괴 인성 및 결
정화 열처리 후의 열팽창 계수를 측정하여 비교하고, 결정 구조를 분석하
기 위해 전계 방출 주사 전자 현미경 관찰과 엑스선 회절 분석을 하였다.

재료 및 방법

재료 및 시편 제작

본 실험에 사용한 2종의 수복용 리튬 다이실리케이트 글라스 세라믹은 Table 1과 같으며, 각 실험군 별로 초음파 탄성 계수 측정은 블럭 원형 그대로 5개 씩 사용했고, 이축 굴곡 강도, 표면 경도, 파괴 인성, 주사 전자 현미경 촬영, 엑스선 회절 분석 등을 위해서 디스크 형태의 시편 30개 씩을 제작하였다.

Group A와 B를 위해 IPS e.max CAD와 Rosetta SM 각각 8개의 블럭을 수평 회전 연마기 (HRG-150, AM Technology, Asan, Korea)를 사용하여 입방형으로 가공 후, 공구 연마기 (C-40, Sungkwang Machinery, Siheung, Korea)를 사용하여 직경 12.0 mm의 원통형으로 가공하였다. Group C와 D를 위해 또다른 블럭 8개 씩을 원통형으로 가공하되, 결정화 열처리 시의 수축 (0.2-0.4%)을 보상하기 위해 직경 12.1 mm로 제작하였다. 이 원통들을 다이아몬드 톱으로 자르고 #320 MESH 다이아몬드 휠로 연마하여 디스크 형태로 만들었다. Group A와 B는 1.20 mm, Group C와 D는 1.21 mm 두께로 제작하여 래핑머신 (SPL-15, Okamoto Corp., Yokohama, Japan)으로 6 μm , 3 μm , 1 μm 입자크기

Table 1. Materials used and group categorization

Group	Product name	Lot No.	State
A	IPS e.max CAD LT A1/C14	R24003	Partially crystallized
B	Rosetta SM C14/LT A1	BF03EF1410	Partially crystallized
C	IPS e.max CAD LT A1/C14	R24003	Fully crystallized
D	Rosetta SM C14/LT A1	BF03EF1410	Fully crystallized

의 다이아몬드 슬러리 속에서 최종 연마하였다. Group C와 D는 프레스 퍼니스 (RPF 12, Hass Corp., Gangneung, Korea)를 사용해 제조사의 권고대로 열처리 하였다 (Table 2).

열팽창 계수 측정을 위해서 IPS e.max CAD와 Rosetta SM 각각 한 개의 블럭을 열처리하고 다이아몬드 톱을 이용하여 $8 \times 5 \times 5$ mm의 직육면체 형태 시편 두 개 썩을 제작하였다. 그 후 프레스 퍼니스에서 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 으로 600°C 까지 가열하여 20분간 유지 후 서냉 (annealing)하였다.

Table 2. Crystallization parameters for post-milling heat treatment

Entry time	Entry temp.	Heating rate	Final temp.	Holding time	Lower table	Start vacuum	Release vacuum
6 min	400°C	$30^\circ\text{C}/\text{min}$	845°C	10 min	700°C	550°C	845°C

실험 방법

1. 초음파 탄성 계수 측정

IPS e.max CAD와 Rosetta SM 각각 5개의 블럭을 원형 그대로 공명 주파수법^{22,23}을 사용하여 열처리 전, 후의 탄성 계수를 측정하였다. 밀도 측정기 (AccuPyc 1330, Micromeritics, Norcross, U.S.A.)로 밀도를 측정한 후, 초음파 pulser receiver (UT 340, UTEX Scientific Instruments Inc., Ontario, Canada)를 사용하여 초음파가 시편을 통과하는 종파와 횡파의 속도를 각각 측정하였다. 구해진 파형의 속도와 시편의 밀도, 푸아송 비를 다음과 같은 식에 대입하여 탄성 계수를 구하였다.

$$\text{Poisson's Ratio } (\nu) = \{1 - 2(V_T / V_L)^2\} / \{2 - 2(V_T / V_L)^2\}$$

$$\text{Young's Modulus } (E) = \{V_L^2 \rho (1 + \nu) (1 - 2\nu)\} / (1 - \nu)$$

여기에서

V_L = 종파 속도

V_T = 횡파 속도

ρ = 밀도

2. 이축 굴곡 강도 측정

ISO 6872에서 규정된 이축 굽힘 시험법에 의거하여, Figure 1과 같은 장치를 만들어 piston-on-three-ball 테스트를 시행하였다. 디스크 형태의 시편을 지름 10 mm의 원 위에 120도 간격으로 배치된 세 개의 금속구 (직경 3.5 mm) 위에 올려놓고 만능 시험기 (universal testing machine, Instron 4202, Canton, MA, USA)를 사용하여 직경 1.2 mm의 피스톤으로 하중을 가하여 파단시킨 후 파단 하중을 구하였다. 이때 피스톤의 속도는 1.0 mm/min이며, 피스톤과 디스크 시편 사이에는 50 μm 의 폴리에틸렌 필름을 놓아 하중이 고르게 가해지도록 하였다.

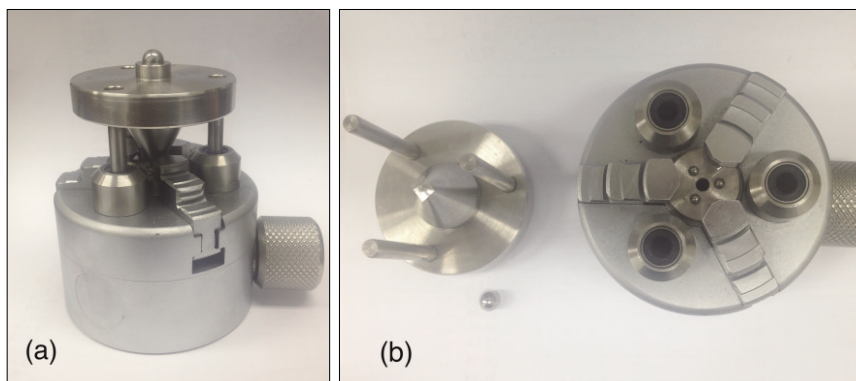


Figure 1. Fixture with a piston-on-three-ball set up according to ISO 6872.

이축 굴곡 강도는 다음과 같은 식으로 구한다.²⁴

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

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

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

여기에서

σ : 최대 강도 (MPa)

b : 시편의 두께 (mm)

P : 파단 하중 (N)

ν : 푸아송 비 (값을 모르는 경우에는 0.25를 사용)

r_1 : 지지원의 반지름 (mm)

r_2 : 하중부의 원주 반지름 (mm)

r_3 : 시료의 반지름 (mm)

이렇게 구한 각 군당 30개 씩의 데이터로 평균 및 표준 편차를 산출하고, 데이터 분석 및 도식화 프로그램 (OriginPro 8, OriginLab, Northampton, MA, USA)을 사용하여 와이블 계수를 구하였다.

3. 표면 경도 측정

이축 굴곡 강도 측정 후 강도가 평균치와 유사하게 나온 시편 10개 씩을 선별하여 파절편을 한 개 씩 추출하여 각 파절편마다 5회 씩 마이크로 경도기 (HM-124, Akashi, Mitutoyo Corp., Kanagawa, Japan)를 사용하여 비커스 경도를 측정하였다.²⁵

4. 파괴 인성 측정

표면 경도를 측정한 시편 중 3개 썩을 골라 압자 압입법으로 파괴 인성을 측정하였다. 압자 압입후 발생한 크랙의 길이를 측정하고 다음 식과 같이 탄성 계수 측정값과 경도 측정값을 이용하여 파괴 인성값을 산출하였다.²⁶

$$K_c = 0.018(E/HV)^{1/2}(P/C^{3/2}) = (0.026E^{1/2}P^{1/2}a) / C^{3/2}$$

여기에서

K_c : 파괴 인성값 ($\text{Pa}\cdot\text{m}^{1/2}$)

E : 탄성률 (Pa)

HV : 비커스 경도 (Pa)

P : 압입 하중 (N)

C : 크랙 길이 평균의 반 (m)

a : 압입 흔적 대각선 길이 평균의 반 (m)

5. 전계 방출 주사 전자 현미경 관찰

파괴 인성을 측정했던 세 개 썩의 시편의 파절편을 가지고 Group A와 B (리튬 메타실리케이트)의 경우 3% 불산으로 3초간, Group C와 D (리튬 다이실리케이트)의 경우 3% 불산과 30% 황산을 1:1로 섞은 용액으로 30초간 산처리하여 백금 코팅 후, 전계 방출 주사 전자 현미경 (S-4700, Hitachi, Tokyo, Japan)을 사용하여 $\times 5,000$, $\times 7,000$, $\times 10,000$ 및 $\times 20,000$ 배율로 관찰 및 촬영하였다.

6. 엑스선 회절 분석

전계 방출 주사 전자 현미경 촬영시 선택한 시편들에서 또다른 파절편 하나 썩을 골라 엑스선 회절 분석기 (MAX-2500, Rigaku, Tokyo,

Japan)를 사용하여 결정상을 분석하였다. 40 Kv, 60 mA의 Cu K α x-ray를 이용하여 10° - 80°의 회절각으로 5°/min의 스캔 속도로 관찰하였다. 엑스선 회절 패턴의 분석은 엑스선 회절 표준파일 (JCPDS) 색인을 참조하였다 (JCPDS 72-1140, 40-0376).²⁷

7. 열팽창 계수 측정

ISO 6872에 규정된 바와 같이, 고진공 팽창 계수 측정 장비 (Dilatometer, DIL 402C, Netzsch, Selb, Germany)를 사용하여 알루미늄나 표준 시편을 공기 중에서 25℃에서 600℃까지 5℃/min로 가열하며 영점 조정을 한 후, IPS e.max CAD와 Rosetta SM 각각 2개 씩의 가공된 시편을 표준 시편과 같은 방법으로 상온에서 600℃까지 측정을 실시하여 25-500℃, 100-400℃, 100-500℃ 구간에서의 열팽창 계수를 구하여 평균을 내었다.

8. 통계 분석

이축 굴곡 강도와 표면 경도의 평균값 분석을 위해 이원 분산 분석을 시행하였다. 이후 이축 굴곡 강도는 주효과를 분석하기 위해 Student's t-test를 사용하였으며, 표면 경도는 사후 분석을 위해 Tukey's Honestly Significant Difference (Tukey's HSD)를 사용하였다. 탄성 계수와 파괴 인성의 평균값 분석에는 열처리에 따른 차이 분석을 위해 Wilcoxon signed rank test를 사용하였으며, 재료에 따른 차이를 분석하기 위해 Mann-Whitney U test를 사용하였다. 통계 분석은 SPSS 20.0 (SPSS Inc., Chicago, IL, USA)를 이용하여 유의 수준 $\alpha=0.05$ 로 시행하였다.

결 과

측정된 탄성 계수의 평균 및 표준 편차를 Table 3에 정리 하였다. IPS e.max CAD와 Rosetta SM 모두 열처리 후 통계적으로 유의한 수준으로 탄성 계수가 증가하였으며, 열처리 전, 후 모두 IPS e.max CAD가 Rosetta SM보다 통계적으로 유의한 수준으로 높은 수치를 나타냈다.

Table 4는 굴곡 강도 측정 결과를 정리한 것이다. 굴곡 강도는 열처리 전, 후에서 두 재료 사이에 통계적으로 유의한 차이가 없었다. 그러나 열처리 전, 후의 비교에서는 두 재료 모두 통계적으로 유의한 수준으로 굴곡 강도가 증가하였다. 열처리 전 상태에서 측정된 굴곡 강도의 와이블 계수를 보면 IPS e.max CAD가 다소 높게 나타났으며, 열처리 후에는 Rosetta SM이 더 높게 나타났다 (Figures 2 and 3).

Table 3. Elastic modulus (unit: GPa, n=5) of the two lithium disilicate glass ceramics before and after heat treatment

Crystalline structure	IPS e.max CAD	Rosetta SM	p-value
Metasilicate	91.32 (0.62)	88.14 (1.25)	< 0.05
Disilicate	103.52 (0.85)	99.68 (0.61)	< 0.05
p-value	< 0.05	< 0.05	

*The numbers in the parentheses were standard deviations.

Table 4. Biaxial flexural strength (unit: MPa, n=30) of the two lithium disilicate glass ceramics before and after heat treatment

Crystalline structure	IPS e.max CAD	Rosetta SM	p-value
Metasilicate	238.60 (45.19)	215.98 (46.16)	> 0.05
Disilicate	421.20 (103.53)	443.49 (64.90)	> 0.05
p-value	< 0.05	< 0.05	

*The numbers in the parentheses were standard deviations.

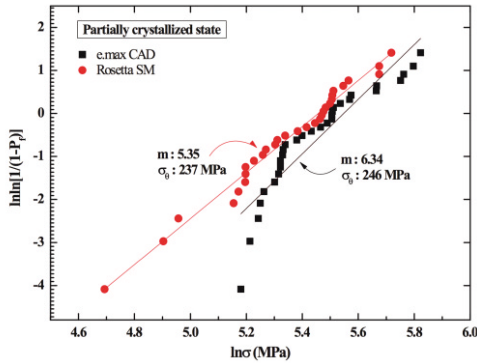


Figure 2. Weibull modulus (m) and characteristic strength (σ_0) of the two lithium disilicate glass ceramics before heat treatment.

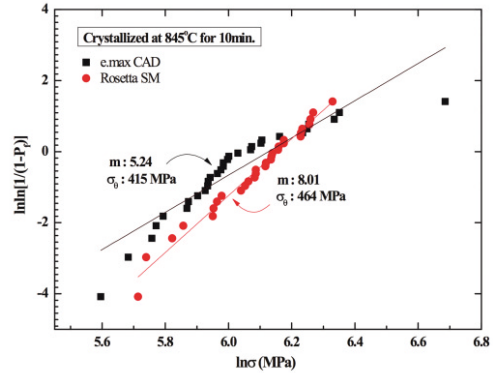


Figure 3. Weibull modulus (m) and characteristic strength (σ_0) of the two lithium disilicate glass ceramics after heat treatment.

표면 경도 측정값을 보면 IPS e.max CAD는 열처리 후 유의하게 줄어들었으며, 반대로 Rosetta SM은 증가하는 양상을 나타냈다. 두 재료를 비교하면 열처리 전에는 IPS e.max CAD가 높게 나타났고, 열처리 후에는 Rosetta SM이 높게 나타났다 (Table 5). 이를 토대로 구한 파괴 인성 평균값을 보면, 두 재료 모두 열처리 후 현저히 증가하였다 (Table 6).

Table 5. Surface hardness (unit: GPa, $n=10$) of the two lithium disilicate glass ceramics before and after heat treatment

Crystalline structure	IPS e.max CAD	Rosetta SM	p-value
Metasilicate	6.79 (0.11)	6.65 (0.08)	< 0.05
Disilicate	6.55 (0.11)	6.86 (0.07)	< 0.05
p-value	< 0.05	< 0.05	

*The numbers in the parentheses were standard deviations.

Table 6. Fracture toughness (unit: $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, $n=3$) of the two lithium disilicate glass ceramics before and after heat treatment

Crystalline structure	IPS e.max CAD	Rosetta SM
Metasilicate	0.31 (0.01)	0.23 (0.03)
Disilicate	1.65 (0.61)	1.46 (0.31)

*The numbers in the parentheses were standard deviations.

Figure 4는 전계 방출 주사 전자 현미경 사진으로, IPS e.max CAD는 유리 기질에 리튬 메타실리케이트 결정이 묻혀있는 모습을 보이며, 결정의 크기는 $0.5\ \mu\text{m}$ 정도이다 (Figure 4a). 사진에서 이 결정들은 산처리 과정에서 떨어져 나가고 결정이 묻혀있던 흔적만 유리 기질에 남아있다. Rosetta SM의 경우도 이와 유사한 크기와 형태의 결정을 나타냈으나, 산처리 과정에서 영향을 더 받아 유리 기질의 표면이 기공성으로 보였다

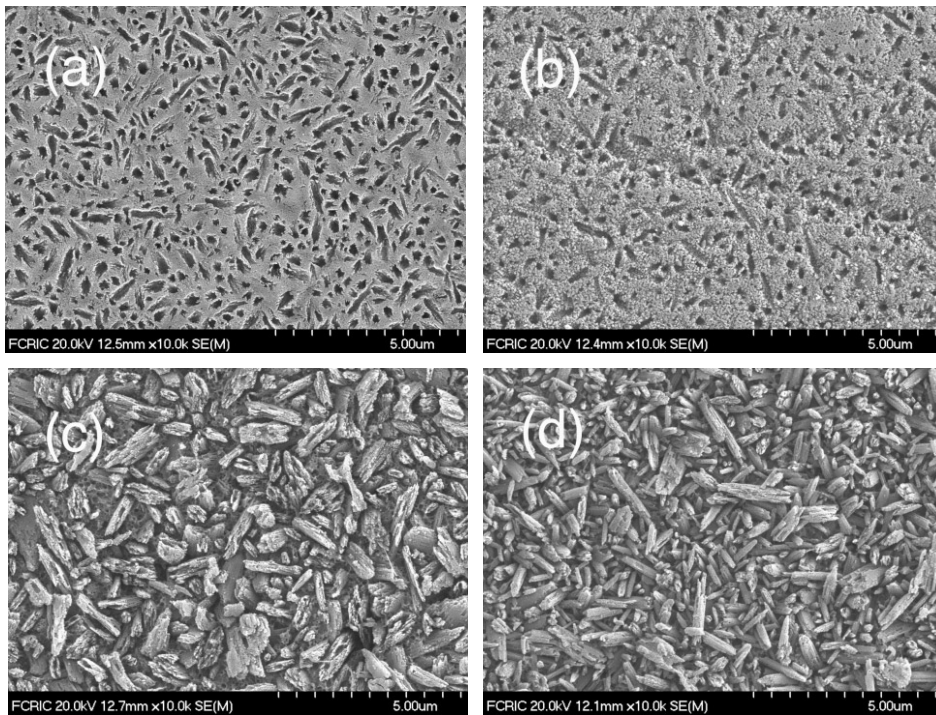


Figure 4. Field-emission scanning microscopy (FE-SEM) micrographs ($\times 10,000$). Both ceramics display similar patterns of crystalline structure before and after heat treatment. (a) Microstructure of IPS e.max CAD in lithium metasilicate crystalline form; (b) Rosetta SM in lithium metasilicate crystalline form. Lithium metasilicate crystallines were washed away by acid etching and only glass matrix with indentations of the crystalline were left. (c) IPS e.max CAD in lithium disilicate crystalline form; (d) Rosetta SM in lithium disilicate crystalline form. Rosetta showed more compact and fine crystalline structure.

(Figure 4b). 열처리 후, 리튬 다이실리케이트 결정의 미세 구조는 더 치밀하고 연속적으로 맞물려 있는 형태로 변화하고 그 크기도 IPS e.max CAD 는 2.0-3.0 μm (Figure 4c), Rosetta SM은 1.0-2.0 μm 로 증가하였다(Figure 4d). 이때, 열처리 전 사진과는 반대로 산처리 과정에서 유리 기질이 씻겨져 나가고 결정들만 남은 모습을 보인다. 이것은 엑스선 회절 분석으로 두 제품 모두 열처리 전에는 리튬 메타실리케이트 결정이, 열처리 후에는 리튬 다이실리케이트 결정이 검출됨으로 확인되었다 (Figure 5).

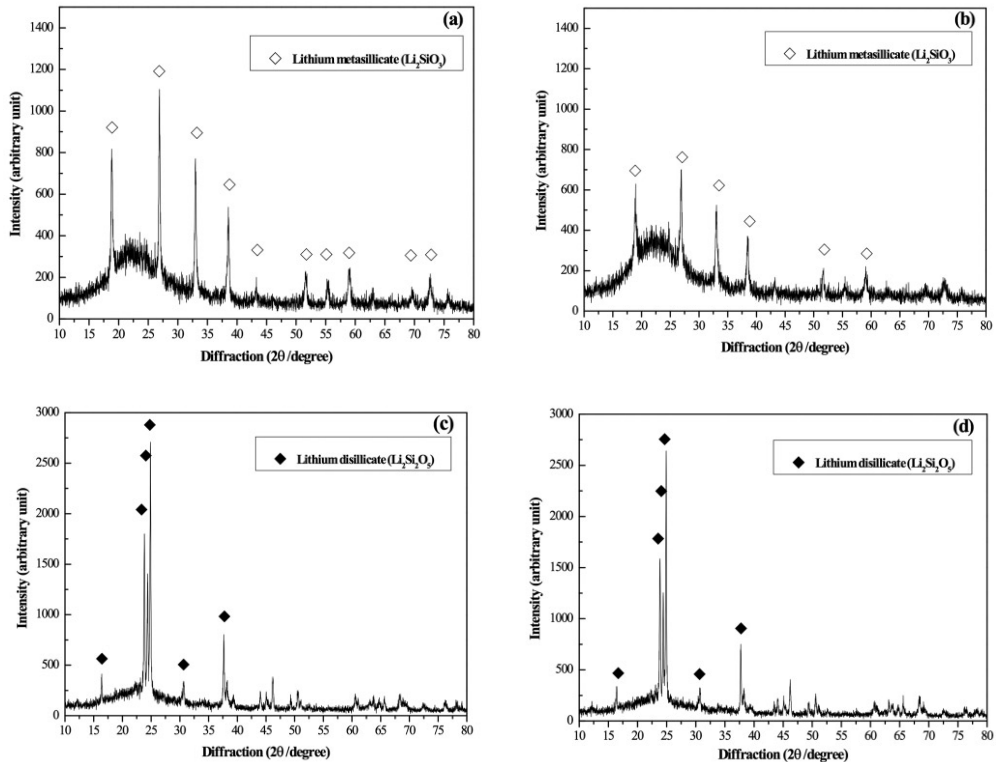


Figure 5. X-ray diffraction (XRD) patterns. (a) IPS e.max CAD before heat treatment; (b) Rosetta SM before heat treatment. Both showed high peaks at the locations denoting standard pure lithium metasilicate (JCPDS 72-1140, LS). After heat treatment, the high peak positions in the XRD diagrams of the IPS e.max CAD (c) and Rosetta SM (d) are in agreement with those of standard pure lithium disilicate (JCPDS 40-0376, LS2).

Table 7은 열팽창 계수의 평균값을 나타내고 있는데, 측정 온도 구간에 따라 IPS e.max CAD가 0.17-0.24 ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) 정도 낮은 값을 보였다.

Table 7. Coefficient of thermal expansion ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$, n=2) of the two lithium disilicate glass ceramics

Temp. range	IPS e.max CAD	Rosetta SM
25-500 $^{\circ}\text{C}$	10.42	10.66
100-400 $^{\circ}\text{C}$	10.64	10.81
100-500 $^{\circ}\text{C}$	10.75	10.98

총괄 및 고찰

이상적인 수복재는 생체 친화적이고 강도 및 내구도가 우수하며 심미적이고 수복물을 제작하기가 용이해야 한다. 또한 가격도 저렴해야 할 것이다. 이러한 관점에서 볼 때 리튬 다이실리케이트 글라스 세라믹은 많은 장점을 가지고 있다. 일반 장식 도재에 비해 서너 배에 이르는 굴곡 강도, CAD/CAM을 이용한 수복물 제작 가능성, 합리적인 가격, 게다가 단일 소재 수복물 제작 후 스테이닝을 이용하여 색조화가 가능하고, 파절에 대한 저항이 높으며 산부식을 이용한 접착도 가능하다. 리튬 다이실리케이트 글라스 세라믹의 높은 강도는 이번 실험에서도 확인이 되었다. 단일 소재 리튬 다이실리케이트는 높은 강도와 파괴 인성으로 구치부에서도 크라운은 물론,²⁸ 3-unit 브릿지의 재료로 사용이 가능하다는 연구 결과도 있다.²⁹

시중에 출시되는 CAD/CAM용 리튬 다이실리케이트 블럭은 리튬 메타실리케이트 결정과 리튬 다이실리케이트 결정 핵을 포함하며 부분적으로 결정화된 상태이다. 이 상태에서는 CAM 장비에 사용되는 버의 마모가 적어 가공이 용이하고 가공중 수복물이 chipping 되는 것을 예방한다.³⁰ 가공이 끝난 후 결정화 열처리 작업을 거치면 굴곡강도가 360 MPa로 상승하게 된다.^{31,32} 이는 통상적으로 사용되는 장식 도재 (약 100 MPa), leucite-reinforced glass ceramics (약 160 MPa)보다 훨씬 높은 수준이다.³³

치과용 도재의 기계적 성질을 평가하는 여러 가지 지표가 있다. 예를 들어 인장 강도, 압축 강도, 굴곡 강도, 표면 경도, 파괴 인성, 간접 인장 강도 등이다. 도재와 같이 깨지기 쉬운 재료는 압축력보다 인장력에 대해 훨씬 취약하므로 평가에 인장 강도를 쓰는 것이 더 의미가 있다.¹⁴ 그러나 굴곡 강도가 더 널리 쓰이는 이유는 비교적 시편을 만들기가 쉽기 때문이다. 가장 흔히 쓰이는 굴곡 강도 검사법은 3점, 4점 굽힘 시험이지만, 모서리에서 깨져버리는 경우가 종종 발생하는 단점이 있어 이축 굴곡 강도 시험법이 세라믹 재료의 파절 특성을 알아보는데 주로 사용된다.^{16,24} 이축 굴곡 강도 시험법에는 ring-on-ring, piston-on-ring, ball-on-ring, piston-on-ball, ring-on-ball, 그리고 ring-on-spring 등 다양한 방법이 있는데, ISO 6872 규격에서는 piston-on-three-ball 시험법을 권장하고 있으며, 푸아송 비를 모르는 세라믹의 경우 0.25를 사용하라고 권고하고 있다. 이축 굴곡 강도를 측정하는 여러 방법 중에 ISO 6872에서 권장하는 piston-on-three balls 시험법은 비용도 저렴하고 수행하기도 쉬운 장점이 있다. 이번 실험에서, 두 제품 모두 결정화 열처리를 통해 굴곡 강도가 확연히 증가되었고, 두 제품 사이에 통계적으로 유의할 만한 차이는 없었

다. 두 제품의 굴곡 강도는 제조사가 밝힌 것 보다 약간 큰 수치를 나타내었는데, 세라믹 재료의 강도는 측정법의 차이, 시편의 크기, 측정 환경, 연마 과정, 하중 속도, 그리고 응력을 받는 시편의 면적 등의 요인에 영향을 받게 된다.³⁴ 표면의 질은 시편의 강도에 매우 강한 영향을 미친다. 시편 가공시 표면에 균열이나 기포가 많이 발생하면 굴곡 강도 값이 현저히 낮게 나온다.³⁵ 또한 측정 방법에 따라 수치가 다르게 나타날 수 있는데,^{15,16,21} 이축 굴곡 강도를 사용하여 측정한 문헌들을 살펴보면 Albakry 등(2003)은 IPS Empress 2의 이축 굴곡 강도가 407 ± 45 MPa라고 했고,³⁴ Jin 등(2004)은 IPS Empress 2의 이축 굴곡 강도가 362.9 ± 0.9 MPa라고 했다.¹⁶ Buso 등(2011)은 IPS e.max CAD의 이축 굴곡 강도가 416.1 ± 50.1 MPa 라고 했으며,³⁶ 이번 실험 결과도 이와 유사한 값을 보였다. ISO 6872에서는 코어용 세라믹이 적어도 100 MPa 이상의 이축 굴곡 강도를 가져야 한다고 규정하고 있다.²⁴ 이축 굴곡 강도의 와이블 계수는 열처리 전 상태에서 IPS e.max CAD가 6.34, Rosetta SM이 5.35를 나타냈고 열처리 후 상태에서는 IPS e.max CAD가 5.24, Rosetta SM이 8.01을 나타냈다. 와이블 계수가 높은 것이 구조적 신뢰성이 높다고 볼 수 있고, 일반적으로 높은 와이블 계수라 함은 20 이상을 말하지만¹⁷ 대부분의 세라믹이 5에서 15 정도값을 보이므로 열처리 후 상태에서 Rosetta SM이 더 신뢰할 만한 결과를 나타냈다고 보인다.

표면 경도는 영구적인 압입이나 관통에 대한 표면의 저항으로 정의할 수 있다.¹⁹ 이것은 마무리 연마의 용이함이나 사용 중 흠집 발생에 대한 저항을 예측하는 지표로 사용될 수 있다. 마무리 연마는 심미적으로도 중요하지만 피로 응력과 조기 파절에 중요한 역할을 한다. 이번 연구에서 IPS e.max CAD의 열처리 후 표면 경도는 6.55 GPa로 측정되었다. 다른 문

현에서 IPS e.max CAD의 표면경도를 보면 Guess 등(2011)은 5.8 GPa 이라 했고,¹¹ Albakry 등(2003)은 5.3 GPa이라 하였다.³⁴ Rosetta SM의 경우 6.86 GPa로 e.max CAD보다 약간 높은 값을 나타냈다. 열처리 전에는 반대로 IPS e.max CAD가 높은 값을 나타냈으며, 열처리를 거치고 나면 표면 경도가 유의성 있게 감소하였다. 반면, Rosetta SM의 경우 열처리 후 유의성 있게 증가하는 양상을 나타냈다. 이것은 결정화 열처리 후 Rosetta SM의 결정이 더 작고 조밀하여 균등한 값을 나타낸 것이 원인이라 생각된다.

파괴 인성을 측정하는 방법은 선 균열 도입 파괴 시험법 (single edge precracked beam, SEPB 법)과 압자 압입법 (indentation fracture, IF 법) 등이 있으며,²⁶ 이 중 압자 압입법은 측정 방법이 단순하고 표준 시편을 만들 필요가 없어 시간과 비용이 절약되는 장점이 있다. 그리고 비커스 압자는 이론적으로 세라믹의 형태가 어떻든지 1 mm² 미만의 연마된 평면만 있으면 사용이 가능하여 치과용 도재의 평가에 적합하다 할 수 있다.³⁷ 본 연구에서 압자 압입법을 사용하여 IPS e.max CAD의 파괴 인성을 측정한 결과 (1.65 MPa·m^{1/2})는 Albakry 등(2003)이 압자 압입법으로 측정한 결과 (1.53 MPa·m^{1/2})와 유사하며,³⁸ Rosetta SM은 열처리 전, 후 모두 약간씩 작은 값을 나타냈으나 시편의 수가 적어 통계적 유의성은 밝히지 못하였다.

ISO 6872 에서는 열팽창 계수를 25℃에서부터 500℃ 또는 유리화 온도 보다 30℃ 위까지 구간에서 측정하라고 권장하고 있으나, IPS e.max CAD의 제조사에서 밝힌 열팽창 계수의 측정 구간은 100-400℃와 100-500℃ 두가지 이다. 그래서 이번 연구에서는 이 세 가지 구간에서의 열팽

창 계수를 모두 구하여 비교하였다. IPS e.max CAD의 열팽창 계수는 측정 온도 구간에 따라 $10.42-10.75 (\times 10^{-6} \text{ K}^{-1})$ 를 나타냈고, Rosetta SM은 $10.66-10.98$ 로 측정되었다. 이것은 기존의 연구 결과 (IPS Empress 2 : 10.6 ± 0.25 , IPS e.max CAD : $10.2-10.5$)^{8,11}와 유사한 수치이며, 자연 치아의 치관 부위 열팽창 계수 ($11.4 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$)와도 차이가 크지 않았다.³⁹

이번 실험 결과에서 열처리 후 결정 크기는 Rosetta SM이 IPS e.max CAD보다 작고 조밀한 것으로 나타났는데, 같은 제품이라 하여도 색조나 불투명도에 따라 결정의 크기가 다르며, 결정의 크기는 base glass composition, nucleating agents, heat-treatment 등의 변수에 따라서도 달라진다.⁴⁰

결 론

이번 연구에서 두 가지 리튬 다이실리케이트 글라스 세라믹 블록의 탄성 계수는 IPS e.max CAD가 크고, 굴곡 강도는 통계적으로 유의할 차이가 나지 않으며, 표면 경도는 열처리 후 상태에서 Rosetta SM이 크고, 파괴 인성은 IPS e.max CAD가 크게 나왔다. 또한 결정의 종류나 형태는 유사하였으나 그 크기는 열처리 후에 Rosetta SM이 조금 더 작고 조밀한 모습이었다. 열팽창 계수의 경우 Rosetta SM이 약간 크게 나왔으나 두 재료 모두 자연 치아와 큰 차이가 나지 않았다. 이러한 결과에 기초하여 임상가들은 진료실에서 CAD/CAM을 사용한 리튬 다이실리케이트 글라스 세라믹 수복물을 제작할 때 재료 선택의 폭을 늘릴 수 있을 것이라 기대된다.

참고문헌

1. Anusavice KJ. Phillips' Science of dental materials. 11th ed. Saunders; 2003. p 655-719.
2. Powers JM, Sakaguchi RL. Craig's Restorative Dental Materials. 13th ed. St Louis: Mosby Elsevier; 2012. p 254.
3. Aboushelib MN, Jager Nd, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. *Dent Mater* 2005;21:984-991.
4. Oh SH. Recent characteristics of dental esthetic restorative ceramics. *J Korean Dent Assoc* 2013;51:6-11.
5. Culp L, McLaren EA. Lithium Disilicate: The Restorative Material of Multiple Options. *Compend Contin Educ Dent* 2010;31:716-725.
6. Zanotto ED. A bright future for glass-ceramics. *Am Ceram Soc Bull* 2010;89:19-27.
7. Chu SJ. Current Clinical Strategies with Lithium-Disilicate Restorations. *Compend Contin Educ Dent* 2012;33:64,66-67.
8. Holand W, Schweiger M, Frank M, Rheinberger V. A comparison of the microstructure and properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress glass ceramics. *J Biomed Mater Res* 2000;53:297-303.
9. Stookey SD. Catalyzed Crystallization of Glass in Theory and

- Practice. *Ind Eng Chem* 1959;51:805-808.
10. Davidowitz G, Kotick PG. The Use of CAD/CAM in Dentistry. *Dent Clin North Am* 2011;55:559-570.
 11. Guess PC, Schulthesis S, Bonfante EA, Coelho PG, Ferencz JL, Silva NRFA. All-Ceramic Systems: Laboratory and Clinical Performance. *Dent Clin North Am* 2011;55:333-352.
 12. Trost L, Stines S, Burt L. Making informed decisions about incorporating a CAD/CAM system into dental practice. *J Am Dent Assoc* 2006;137:33S-36S.
 13. Fasbinder DJ. Materials for Chairside CAD/CAM Restorations. *Compend Contin Educ Dent* 2010;31:702-709.
 14. Ban S, Anusavice KJ. Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. *J Dent Res* 1990;69:1791-1799.
 15. Charlton DG, Roberts HW, Tiba A. Measurement of select physical and mechanical properties of 3 machinable ceramic materials. *Quintessence Int* 2008;39:573-579.
 16. Jin J, Takahashi H, Iwasaki N. Effect of Test Method on Flexural Strength of Recent Dental Ceramics. *Dent Mater J* 2004;23:490-496.
 17. Bona AD, Anusavice KJ, DeHoff PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. *Dent Mater* 2003;19:662-669.
 18. 안승근, 이주형, 배태성. 압자압입법에 의한 치과용 도재의 파괴인성 평가. *대한치과보철학회지* 1996;34:309-319.
 19. Powers JM, Sakaguchi RL. Craig's Restorative Dental

- Materials. 12th ed. St Louis: Mosby Elsevier; 2006. p 79.
20. Yamaguchi R, Powers JM, Dennison JB. Thermal expansion of visible-light-cured composite resins. *Oper Dent* 1989;14:64-67.
21. Fischer J, Stawarczyk B, Hammerle CHF. Flexural strength of veneering ceramics for zirconia. *J Dent* 2008;36:316-321.
22. Krautkramer J. and H., Ultrasonic Testing of Materials. 4th ed. Berlin: Heidelberg; New York: Springer-Verlag; 1990. p 13-14, 533-534.
23. Sharma V, Nemat-Nasser S, Vecchio K. Effect of Grain-Boundary Phase on Dynamic Compression Fatigue in Hot-Pressed Silicon Nitride. *J Am Ceram Soc* 1998;81:129-139.
24. ISO-Standards ISO 6872 Dentistry-Ceramic materials. 3rd ed. Geneva: International Organization for Standardization; 2008. p 11-12.
25. 한국산업표준 KSL 1603, 파인 세라믹스-단일체 세라믹스의 상온경도 시험방법, 산업자원부 기술표준원; 2008. p 2-8.
26. 한국산업표준 KSL 1600, 고성능 요업 제품의 파괴 인성 시험방법, 지식경제부 기술표준원; 2010. p 8-10.
27. Rukmani SJ, Brow RK, Reis ST, Apel E, Rheinberger, Holand W. Effects of V and Mn Colorants on the Crystallization Behavior and Optical Properties of Ce-Doped Li-Disilicate Glass-Ceramics. *J Am Ceram Soc* 2007;90:706-711.
28. McLaren EA, Whiteman YY. Ceramics: Rationale for Material Selection. *Compend Contin Educ Dent* 2010;31:666-679.

29. Schultheis S, Strub JR, Gerds TA, Guess PC. Monolithic and bi-layer CAD/CAM lithium-disilicate versus metal-ceramic fixed dental prostheses: Comparison of fracture loads and failure modes after fatigue. *Clin Oral Invest* 2013;17:1407-1413.
30. Giordano R, McLaren EA. Ceramics Overview: Classification by Microstructure and Processing Methods. *Compend Contin Educ Dent* 2010;31:682-697.
31. Vivadent I. IPS e.max Lithium Disilicate: The Future of All-Ceramic Dentistry. Material Science, Practical Applications, Keys to Success. Liechtenstein: Ivoclar Vivadent; 2009. p 1-15.
32. Denry I, Holloway JA. Ceramics for Dental Applications: A Review. *Materials* 2010;3:351-368.
33. Tysowsky GW. The science behind lithium disilicate: today's surprisingly versatile, esthetic and durable metal-free alternative. *Dent Today* 2009;28:112-113.
34. Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Biaxial flexural strength, elastic moduli, and x-ray diffraction characterization of three pressable all-ceramic material. *J Prosthet Dent* 2003;89:374-380.
35. Harrer W, Danzer R, Morrell R. Influence of surface defects on the biaxial strength of a silicon nitride ceramic-Increase of strength by crack healing. *J European Ceram Soc* 2012;32:27-35.
36. Buso L, Oliveira OB, Hiroshi FF, Leao LGH, Ramalho SH,

- Campos F, Assuncao SRO. Biaxial flexural strength of CAD/CAM ceramics. *Minerva Stomatol* 2011;60:311-319.
37. Fischer H., Marx R. Fracture toughness of dental ceramics: comparison of bending and indentation method. *Dent Mater* 2002;18:12-19.
38. Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Fracture toughness and hardness evaluation of three pressable all-ceramic dental materials. *J Dent* 2003;31:181-188.
39. Powers JM, Sakaguchi RL. Craig's Restorative Dental Materials. 13th ed. St Louis: Mosby Elsevier; 2012. p 65.
40. Kuzielova E, Palou M, Kozankova J. Crystallization Mechanism and Bioactivity of Lithium Disilicate Glasses in Relation to CaO, P₂O₅, CaF₂ Addition. *Ceram-Silikáty* 2007;51:136-141.

-ABSTRACT-

Physical/mechanical properties and microstructure of dental lithium disilicate ceramics for chairside CAD/CAM restoration

Suk-Ho Kang, D.D.S., M.S.D.

Program in Conservative Dentistry, Department of Dental Science,

Graduate School, Seoul National University

(Directed by Professor Ho-Hyun Son, D.D.S., M.S.D., Ph.D.)

1. Objectives

There has been growing interest in one-visit restoration using CAD/CAM. The aim of this study was to compare physical/mechanical properties of two commercially available lithium disilicate ceramics for CAD/CAM and to observe their microstructure.

2. Materials and Methods

Before and after heat treatment, elastic modulus (n=5), biaxial flexural strength (n=30), surface hardness (n=10), fracture toughness (n=3), and coefficient of thermal expansion (n=2) of IPS e.max

CAD (Ivoclar Vivadent) and Rosetta SM (Hass) were tested and compared. The crystalline structures were observed using field-emission scanning microscopy (FE-SEM) and x-ray diffraction (XRD) analysis. The mean values of the biaxial flexural strength and surface hardness were analyzed by the two-way Analysis of variance (ANOVA). Student's t-test was used to analyze main effect of biaxial flexural strength, and Tukey's honestly significant difference (Tukey HSD) test for post-hoc analysis of surface hardness. The mean values of the coefficient of thermal expansion and fracture toughness were analyzed by Wilcoxon signed rank test (for effect of heat treatment) and Mann-Whitney U test (for effect of materials). The mean values of fracture toughness were analyzed by Mann-Whitney U test ($\alpha=0.05$).

3. Results

IPS e.max CAD showed significantly higher elastic modulus than Rosetta SM. There were no significant differences in biaxial flexural strength between IPS e.max CAD and Rosetta SM either before or after heat treatment, but both ceramics showed significantly increased biaxial flexural strength after heat treatment. Surface hardness of IPS e.max CAD significantly decreased after heat treatment, but for Rosetta SM, it increased significantly. Comparing two ceramics, IPS e.max CAD showed higher surface hardness before heat treatment while Rosetta SM showed higher

values after heat treatment. Both ceramics showed greatly increased fracture toughness after heat treatment. The FE-SEM images presented similar patterns of crystalline structure in the two ceramics but Rosetta SM had smaller crystallines after heat treatment. In the XRD analysis, they also had similar patterns, presenting high peak positions corresponding to the standard lithium metasilicate and lithium disilicate at each stage of heat treatment.

Keywords : lithium disilicate ceramics, CAD/CAM restoration,
crystalline structure, biaxial flexural strength,
surface hardness

Student Number : 2005-30731