

## 다층 지르코니아 블록 종류와 소결방법에 따른 지르코니아 코핑의 파절강도와 색조 비교

강재민, 김원영, 정인성  
부산가톨릭대학교 보건과학대학 치기공학과

### Comparison of fracture strength and color of zirconia copings according to multi-layer zirconia blocks and sintering method

Jae-Min Kang, Won-Young Kim, In-Sung Chung

Department of Dental Laboratory Science, College of Health Science, Catholic University of Pusan

#### [Abstract]

**Purpose:** This study was investigated the effect of multilayer zirconia block type and sintering method on fracture strength, micro structure and color of zirconia copings.

**Methods:** Three kinds of multi-layered zirconia blocks were used to identify the effects of the kinds of multi-layered zirconia blocks and sintering methods on fracture strength and color reproducibility of zirconia copings. 60 Zirconia copings were fabricated and fracture strength, micro structure and color reproducibility were compared and evaluated.

**Results:** In all the blocks, the CS group, which refers to the general sintering method had higher fracture strength of zirconia copings than the MS group that refers to the microwave sintering method(MCS/MMS; 2,107.5N/1,930.4N, DCS/DMS; 917.0N/879.1N, UCS/UMS; 2,256.9/2,050.7N). In relation to CIE L\*, a\*, b\* values of zirconia copings depending on the kinds of multi-layered zirconia blocks and sintering methods, the MS group using the microwave sintering method had lower brightness and chroma than the CS group using the general sintering method.

**Conclusion:** In all the blocks, the CS group(general sintering) had higher fracture strength of zirconia copings than the MS group(microwave sintering). In relation to CIE L\*, a\*, b\* values of zirconia copings depending on the kinds of multi-layered zirconia blocks and sintering methods, the MS group using the microwave sintering method had lower brightness and chroma than the CS group using the general sintering method.

◉ **Key words:** Multi-layered zirconia block, Fracture strength, Sintering method, Color

Corresponding author	Name	김 원 영	Tel.	055) 284-1795	E-mail	92por@hanmail.net	
	Address	경상남도 창원시 성산구 완암로 50 메카동 805호					
Received	2019. 6. 10		Revised	2019. 9. 19		Accepted	2019. 9. 25

## I. 서론

심미성과 내구성이 우수한 지르코니아를 소재로 한 전 부도재관의 제작이 증가하고 있으며, 치과용 지르코니아는 백색과 유색, 다층 지르코니아 블록으로 공급되고 있다 (Park, 2016).

지르코니아의 색상은  $CeO_2$ ,  $Bi_2O_3$ ,  $Er_2O_3$ ,  $Fe_2O_3$  등의 금속 산화물 첨가로 표현되며 (Kosmac et al, 2000), 이 금속 산화물 중  $Fe_2O_3$ 가 가장 많이 사용되고 있다 (Spyropoulou et al, 2015). 그리고  $Fe_2O_3$ 가 0.020wt.% 첨가된 유색 지르코니아 블록은 굴곡강도가 250 MPa 정도 낮다는 보고가 있다 (Zhao et al, 2013).

다층 지르코니아 블록 (multi-layered zirconia block)은 법랑질, 상아질 등 3개 색상 층을 갖고 있어 유색 지르코니아 (pre-shaded zirconia) 블록보다 색조재현성이 우수하나, 금속산화물의 첨가와 소결조건에 따라 기계적 특성에서 차이가 있다는 보고가 있다 (Spyropoulou et al, 2015; Ueda et al, 2015; Muñoz et al, 2017).

지르코니아 수복물의 소결방법으로는 일반소결법과 마이크로웨이브 에너지를 열원으로 사용하는 마이크로소결법이 있는데 마이크로웨이브를 이용한 세라믹 소결에 관한 연구가 활발히 진행되고 있다 (Jeon and Lee, 2017). Oghbaei 등 (2010)에 의하면 일반 소결법은 소결시간이 길어 작업효율이 떨어지므로, 물리 화학적 우수성, 소결 시간의 단축, 미세 구조상의 현저한 변화를 보이는 마이크로웨이브 소결법을 추천하고 있다. 임상에서는 소결시간의 단축이라는 장점은 인정하나, 기계적 특성과 색조재현성에 영향을 주는 것으로 지적되고 있어 마이크로웨이브 소결법이 지르코니아 수복물의 기계적 특성과 색조에 미치는 영향에 대한 연구는 필요하다고 생각된다.

본 연구에서는 다층 지르코니아 블록 종류와 소결방법이 지르코니아 코핑의 파절강도와 색조에 미치는 영향을 확인하기 위해 Snow princess multi layered block, Multi cherry, Dental zirconia pre-shaded blank 등 세 종류의 다층 지르코니아 블록을 이용하여 일반 소결법과 마이크로웨이브 소결법을 통해 지르코니

아 코핑을 제작한 다음 파절강도, 미세구조, 색조에 대해 비교 분석하였다.

## II. 연구 방법

### 1. 실험재료

#### 1) 마이크로웨이브 소결법을 이용한 시편제작

다층 지르코니아 블록은 국산 제품인 Snow princess multi layered block (DK Mungyo, Korea)과 Multi cherry (Dmax, Korea), 외국 제품인 Dental zirconia pre-shaded blank (Upcera, China) 25T를 사용하였다.

레이저 스캐너 (Freedom HD, DOF, Germany)를 이용하여 금속 치형을 스캔하고 코핑의 두께가 각각 1.0 mm, 높이가 6.0 mm가 되도록 디자인하였다 (Figure 1, 2). 다층 지르코니아 블록 종류와 설계위치에 따른 지르코니아 코핑의 기계적 특성 비교 실험에서 결과 값이 가장 높게 나온 cervical 층에 설계위치를 두었다. 코핑과 금속 치형 사이의 시멘트 공간은 0.03 mm가 되도록 하였고, 각 그룹당 10개씩 지르코니아 코핑을 제작하였다. 마이크로웨이브 소결과정은 마이크로웨이브 소결로 JM 1401 (JM Tech, Co., Korea)에서 최종 소결 온도 1,550°C에서 계류 시간을 9분 동안 유지하여 총 150분이 소요되었다. 소환로에서 제조사의 지시대로 시행하였으며, 소결이 끝난 후에는 금속 치형에 변연 적합하였다.

#### 2) 금속 치형에 지르코니아 코핑의 합착

지르코니아 코핑을 이중 중합 레진시멘트 Rely x unicem (3M ESPE, Germany)를 이용하여 금속 치형에 합착하였다. 합착 과정 동안 50 N의 힘으로 10분간 하중을 적용하였으며 합착 후 37°C의 증류수에 24시간 보관하였다.



Figure 1. Metal die.

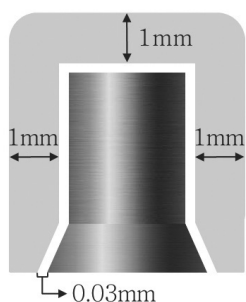


Figure 2. Design of zirconia coping.

## 2. 기기분석

### 1) 파절강도 측정

파절강도는 만능시험기 (Universal testing machine Model 6022, Instron Co., USA)를 사용하여 측정하였다. 선단에 위치된 금속 지그를 금속 치형의 장축과 평행되도록 시편을 위치시키고 코핑의 중앙에 하중을 가하였다. 만능시험기의 시험속도는 분당 0.5 mm로 코핑이 파절될 때까지 하중을 가하였다.

### 2) 미세구조 관찰

다층 지르코니아 블록의 종류와 설계위치에 따른 미세구조를 관찰하기 위하여 2 mm 정육면체 시편의 표면을 금 코팅하고 가속전압 20 kV의 조건에서 전계방출 주사전자현미경 (JSM-6400, JEOL, Japan)으로 관찰하였다.

### 3) 색조 비교

다층 지르코니아 코핑의 Commission International de l'Eclairage (CIE)  $L^* a^* b^*$ 값은 측색계 (ShadeEye NCC, Shofu, Kyoto, Japan)를 'Analyze mode'로 세팅하고 white working standard를 이용하여 영점을 맞춘 후 각 코핑 시편의 중앙부위에 측색계의 measuring tip을 수직으로 세워 위치시키고 색을 측정하였다. 시편의 색은 자연광 아래에서 흰색 배경위에 코핑 시편을 두고 측정하였다.

### 4) 통계분석

실험 결과 자료는 SPSS Ver.23.0 (SPSS Inc, Chicago, IL, USA)을 이용하였으며 독립표본 t-검정을 시행하였다. 유의 수준은 0.05로 설정하였다.

## III. 결과

### 1. 파절강도 결과

다층 지르코니아 블록 종류와 소결방법에 따른 지르코니아 코핑의 파절강도 결과는 Table 1과 같다.

다층 지르코니아 블록 종류와 소결방법에 따른 지르코니아 코핑의 파절강도는 Dental zirconia pre-shaded blank를 일반 소결법으로 가공한 UCS가 2,256.9 N으로 가장 높게 나타났으며, Multi cherry를 마이크로웨이브 소결법으로 가공한 DMS가 879.1 N으로 가장 낮게 나타났다. 모든 블록에서 일반 소결법인 CS 그룹이 마이크로웨이브 소결법인 MS 그룹보다 파절강도가 높게 나타났다 ( $P < 0.01$ ).

마이크로웨이브 소결법을 사용하여 제작된 지르코니아 코핑의 파절강도에서는 Dental zirconia pre-shaded blank 블록이 2,050.7 N으로 가장 높게 나타났고, Snow princess multi layered block (1,930.4 N), Multi cherry block (879.1 N) 순으로 나타났다 ( $P < 0.01$ ).

Table 1. Mean and standard deviations of the fracture strength

Code	Product Name	sintering type	Mean ± SD (N)	P
MCS	Snow Princess Multi Layered Block	CS	2107.5 ± 48.3	0.000
MMS		MS	1930.4 ± 71.4	
DCS	Multi cherry	CS	917.0 ± 65.4	0.000
DMS		MS	879.1 ± 62.4	
UCS	Dental zirconia pre-shaded blank	CS	2256.9 ± 75.9	0.000
UMS		MS	2050.7 ± 50.2	

CS = Conventional sintering method, MS = Microwave sintering method.

### 2. 미세구조 관찰 결과

전계방출 주사전자현미경을 사용하여 다층 지르코니아 블록의 종류와 소결방법에 따른 미세구조를 관찰한 결과는 Fig. 3과 같다.

미세구조의 치밀도는 모든 블록에서 일반 소결법으로 가공한 CS의 미세구조가 마이크로웨이브 소결법으로 가공한 MS보다 치밀한 것으로 나타났다.

### 3. 색조 비교 결과

다층 지르코니아 블록의 종류와 소결방법에 따라 제작된 지르코니아 코핑의 L\* 값은 Table 2와 Fig. 4와 같다.

다층 지르코니아 블록의 소결방법에 따른 지르코니아 코핑의 L\* 값은 Multi cherry를 일반 소결법으로 가공한 DCS가 91.23으로 가장 높은 값을 나타냈고, Snow princess multi layered block을 마이크로웨이브 소결법으로 가공한 MMS가 73.47로 가장 낮은 값을 나타냈다. 모든 블록에서 일반 소결법인 CS 그룹이 마이크로웨이브 소결법인 MS 그룹보다 L\* 값이 높게 나타났다 ( $P < 0.01$ ).

다층 지르코니아 블록의 종류와 마이크로웨이브 소결법에 따른 지르코니아 코핑의 L\* 값은 Multi cherry가 79.50로 가장 높게 나타났으며, Dental zirconia pre-shaded blank (76.73), Snow princess multi layered block (73.47) 순으로 나타났다 ( $P < 0.01$ ).

다층 지르코니아 블록의 종류와 소결방법에 따라 제작된 지르코니아 코핑의 a\* 값은 Table 3과 Fig. 5와 같다.

다층 지르코니아 블록의 종류와 소결방법에 따른 지르

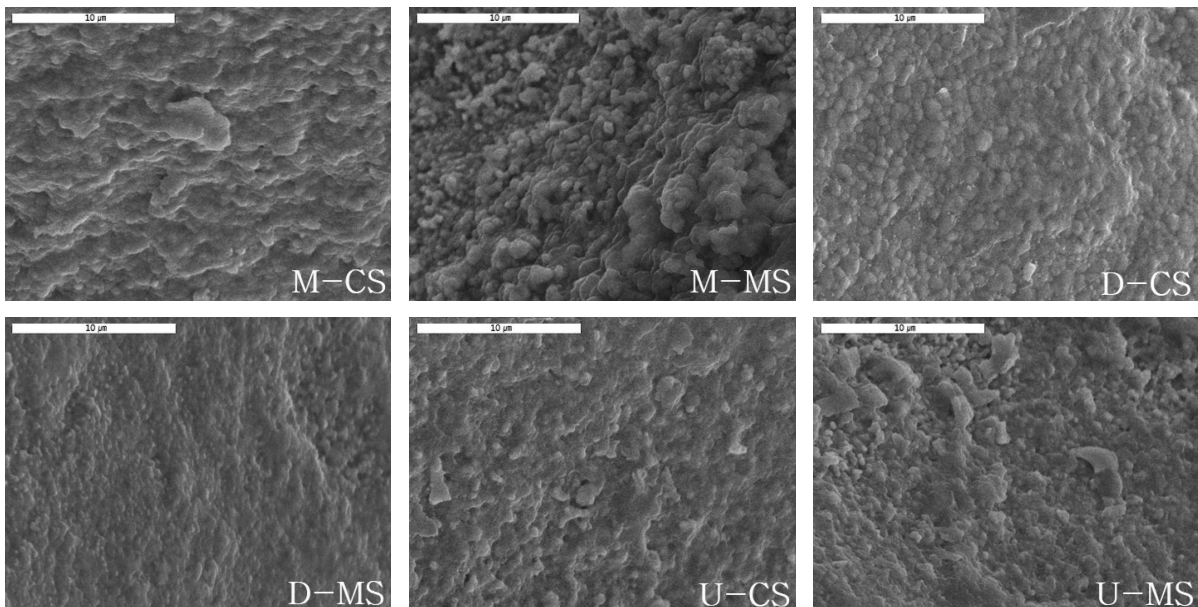


Figure 3. Microstructure SEM images of the multi layered zirconia specimens by sintering method ( $\times 5,000$ ). CS = Conventional sintering method, MS= Microwave sintering method. Snow princess multi layered block (M), Multi cherry (D), Dental zirconia pre-shaded blank (U).



다층 지르코니아 블록 종류와 소결방법에 따른 지르코니아 코핑의 파절강도와 색조 비교

코니아 코핑의  $a^*$  값은 Snow princess multi layered block를 일반 소결방법으로 가공한 MCS가 1.30으로 가장 높은 값을 나타냈고, Dental zirconia pre-shaded blank를 마이크로웨이브 소결방법으로 가공한 UMS가 -2.33으로 가장 낮은 값을 나타냈다. 모든 블록에서 일반 소결법인 CS 그룹이 마이크로웨이브 소결법인 MS 그룹보다  $a^*$  값이 높게 나타났다 ( $P < 0.05$ ).

다층 지르코니아 블록의 종류와 마이크로웨이브 소결 방법에 따른 지르코니아 코핑의  $a^*$  값은 Snow princess multi layered block이 -0.50로 가장 높게 나타났으며, Multi cherry (-0.93), Dental zirconia pre-shaded blank (-2.333) 순으로 나타났다 ( $P < 0.05$ ).

다층 지르코니아 블록의 종류와 소결방법에 따라 제작된 지르코니아 코핑의  $b^*$  값은 Table 4와 Figure 6과 같다.

다층 지르코니아 블록의 종류와 소결방법에 따른 지르코니아 코핑의  $b^*$  값은 Snow princess multi layered block를 일반 소결방법으로 가공한 MCS가 21.53으로 가장 높은 값을 나타냈고, Multi cherry를 마이크로웨이브 소결방법으로 가공한 UMS가 7.20으로 가장 낮은 값을 나타냈다. 모든 블록에서 일반 소결법인 CS 그룹이 마이크로웨이브 소결법인 MS 그룹보다  $b^*$  값이 높게 나타났다 ( $P < 0.01$ ).

다층 지르코니아 블록의 종류와 마이크로웨이브 소결 방법에 따른 지르코니아 코핑의  $b^*$  값은 Snow princess multi layered block이 13.67로 가장 높게 나타났으며, Dental zirconia pre-shaded blank (9.57), Multi cherry (7.20) 순으로 나타났다 ( $P < 0.01$ ).

Table 2. Mean and standard deviations of  $L^*$

Code	Product Name	sintering type	Mean $\pm$ SD	P
MCS	Snow Princess Multi Layered Block	CS	86.40 $\pm$ 0.10	0.000
MMS		MS	73.47 $\pm$ 0.06	
DCS	Multi cherry	CS	91.23 $\pm$ 0.06	0.000
DMS		MS	79.50 $\pm$ 0.10	
UCS	Dental zirconia pre-shaded blank	CS	89.00 $\pm$ 0.44	0.001
UMS		MS	76.73 $\pm$ 0.21	

CS = Conventional sintering method, MS = Microwave sintering method.

Table 3. Mean and standard deviations of  $a^*$

Code	Product Name	sintering type	Mean $\pm$ SD	P
MCS	Snow Princess Multi Layered Block	CS	1.30 $\pm$ 0.10	0.003
MMS		MS	-0.50 $\pm$ 0.20	
DCS	Multi cherry	CS	-0.17 $\pm$ 0.12	0.002
DMS		MS	-0.93 $\pm$ 0.06	
UCS	Dental zirconia pre-shaded blank	CS	-0.30 $\pm$ 0.35	0.011
UMS		MS	-2.33 $\pm$ 0.06	

CS = Conventional sintering method, MS = Microwave sintering method.

Table 4. Mean and standard deviations of  $b^*$

Code	Product Name	sintering type	Mean $\pm$ SD	P
MCS	Snow Princess Multi Layered Block	CS	21.53 $\pm$ 0.06	0.000
MMS		MS	13.67 $\pm$ 0.15	
DCS	Multi cherry	CS	19.50 $\pm$ 0.20	0.000
DMS		MS	7.20 $\pm$ 0.10	
UCS	Dental zirconia pre-shaded blank	CS	21.20 $\pm$ 0.95	0.003
UMS		MS	9.57 $\pm$ 0.35	

CS = Conventional sintering method, MS = Microwave sintering method.

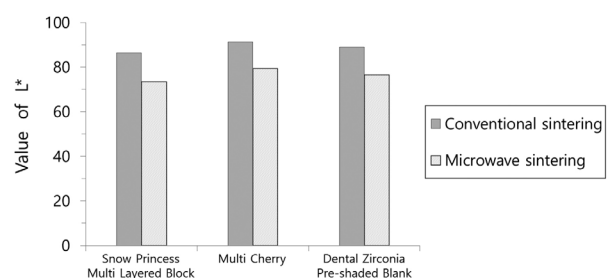


Figure 4. Value of  $L^*$ .

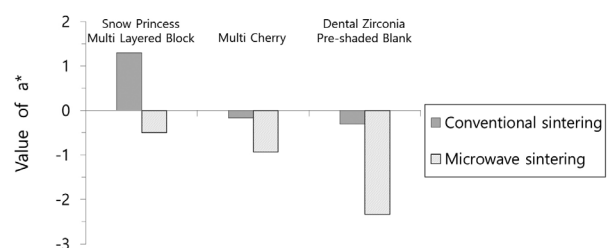


Figure 5. Value of  $a^*$ .

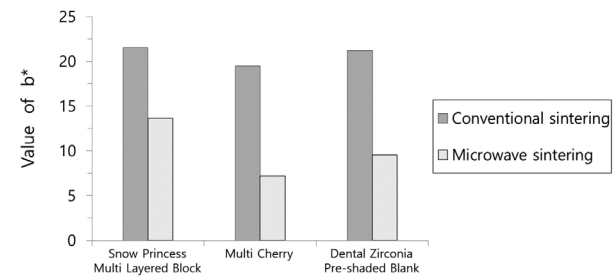


Figure 6. Value of b\*.

#### IV. 고찰

다층 지르코니아 블록 종류와 소결방법이 지르코니아 코핑의 파절강도와 색조에 미치는 영향을 확인하기 위해 Snow princess multi layered block, Multi cherry, Dental zirconia pre-shaded blank 등 세 종류의 다층 지르코니아 블록을 이용하여 일반 소결법과 마이크로웨이브 소결법을 통해 지르코니아 코핑을 제작한 다음 파절강도, 미세구조, 색조에 대해 비교 분석하였다.

본 연구 결과, 다층 지르코니아 블록 종류와 소결방법에 따른 지르코니아 코핑의 파절강도는 Dental zirconia pre-shaded blank를 일반 소결법으로 가공한 UCS가 2,256.9 N으로 가장 높게 나타났고, Multi cherry를 마이크로웨이브 소결법으로 가공한 DMS가 879.1 N으로 가장 낮게 나타났다. 종합적으로 모든 블록에서 일반 소결법인 CS 그룹이 마이크로웨이브 소결법인 MS 그룹보다 파절강도가 높게 나타났다. 이 결과는 백색 지르코니아 블록을 사용한 소결방법에 따른 굴곡강도를 비교한 Jung 등 (2011), Kim 등 (2012), Reidy 등 (2011)의 연구에서 마이크로웨이브 소결법이 일반 소결법보다 높게 나타났다는 보고와는 일치하지 않으나, 미세구조 관찰 결과, 일반 소결법에 의한 미세구조가 마이크로웨이브 소결법에 의한 미세구조보다 치밀한 것을 근거로 일반소결법에 의한 파절강도가 마이크로웨이브 소결법에 의한 파절강도보다 높게 나타난 것으로 판단된다.

다층 지르코니아 블록의 종류에 따른 마이크로웨이브 소결법에 의해 제작된 지르코니아 코핑의 파절강도는 Dental zirconia pre-shaded blank가 2,050.7 N으

로 가장 높게 나타났고, Snow princess multi layered block (1,930.4 N), Multi cherry (879.1 N) 순으로 나타나 ( $P < 0.01$ ), 블록 종류에 따른 마이크로웨이브 소결법에 의해 제작된 지르코니아 코핑의 파절강도에 차이가 있는 것으로 나타났다. 그러나 Craig (1989)의 대구치에서 발생할 수 있는 최대 교합력이 565 N이라는 보고보다는 모든 블록에서 높은 수치를 보여 임상 적용에는 문제가 없는 것으로 생각된다. 그러나 마이크로웨이브 소결법의 임상적용을 위해서는 기계적 물성을 향상시킬 수 있는 최적의 소결온도, 소결시간, 그리고 계류시간에 대한 연구가 계속되어야 한다고 판단된다.

다층 지르코니아 블록의 소결방법에 따른 지르코니아 코핑의 CIE  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  값은 비교 분석한 결과, 모든 블록에서 일반 소결법인 CS 그룹이 마이크로웨이브 소결법인 MS 그룹보다 값이 높게 나타났으며, 블록 종류에 따라 CIE  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  값도 차이를 보였다. 즉 마이크로웨이브 소결법으로 소결한 지르코니아 코핑은 명도가 낮고 녹색과 청색을 띠는 경향으로 어둡고 탁한 색조를 보였다. 마이크로웨이브 소결법은 일반소결법 사용 시보다 90% 정도의 시간을 절약 할 수 있고 사용 에너지를 20~80%까지 줄 일 수 있음에도 (Kim, 2006) 임상에서 마이크로웨이브 소결법의 사용이 보편화 되지 못하는 이유가 기계적 물성의 저하와 어둡고 탁한 색조재현성을 확인할 수 있었다. 그러나 장점이 많은 마이크로웨이브 소결법의 임상적용을 위해 앞으로 많은 연구가 필요하다고 생각된다. 특히 기계적 물성과 색조재현성을 향상시킬 수 있는 최적의 소결온도와 소결시간, 그리고 계류시간에 대한 연구가 필요하다고 판단된다.

#### V. 결론

다층 지르코니아 블록의 종류와 소결방법에 따라 제작된 지르코니아 코핑의 파절강도와 색조를 평가하기 위해 3종류의 다층 지르코니아 블록과 2가지 소결방법에 따라 지르코니아 코핑을 제작하여 파절강도와 미세구조 그리고 색조를 비교 평가한 결과, 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 다층 지르코니아 블록의 종류에 따른 지르코니아 코핑의 파절강도는 Dental zirconia pre-shaded blank가 가장 높게 나타났고, Snow princess multi layered block, Multi cherry 순으로 나타났다.
2. 소결방법에 따른 지르코니아 코핑의 파절강도는 일반 소결법이 마이크로웨이브 소결법보다 높게 나타났다.
3. 다층 지르코니아 블록의 종류에 따른 CIE L\* 값은 Multi cherry가 가장 높게 나타났으며, Dental zirconia pre-shaded blank, Snow princess multi layered block 순으로 나타났다. CIE a\* 값은 Snow princess multi layered block이 가장 높게 나타났으며, Multi cherry, Dental zirconia pre-shaded blank 순으로 나타났다. CIE b\* 값은 Snow princess multi layered block이 가장 높게 나타났으며, Dental zirconia pre-shaded blank, Multi cherry 순으로 나타났다. 소결방법에 따른 지르코니아 코핑의 CIE L\*, a\*, b\* 값은 모든 블록에서 마이크로웨이브 소결법인 MS 그룹이 일반 소결법인 CS 그룹보다 명도와 채도 모두 낮게 나타났다.

## REFERENCES

- Craig RG. Restorative dental materials. St. Louis: CV Mosby, 65, 1989.
- Jeon BW, Lee GY. Effect of microwave sintering on flexural strength of dental zirconia. Korean J Dent Mater, 44(2), 163-169, 2017.
- Jung HK, Kwak DJ. The study of flexural strength of full zirconia crown using block after clinical work. J Kor Aca Dent Tec, 33(4), 283-289, 2011.
- Kim KB. The Influence of microwave sintering process on the adaptation of CAD/CAM zirconia core. Yonsei University, 2006.
- Kim TS, Yu JH, Kim GC, Park WU, Seo JI, Hwang KH. Comparative Study of Properties of Dental Zirconia According to Microwave Sintering Method. J Kor Aca Dent Tec, 34(1), 11-21, 2012.
- Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, & Marion L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. J Biomed Mater Res, 53(4), 304-313, 2000.
- Muñoz EM, Longhini D, Antonio SG, Adabo GL. The effects of mechanical and hydrothermal aging on microstructure and biaxial flexural strength of an anterior and a posterior monolithic zirconia. J Dent, 63, 94-102, 2017.
- Oghbaei M, Mirzaee O. Microwave versus conventional sintering: A review of fundamentals, advantages and applications. J Alloy Compd, 494(1-2), 175-189, 2010.
- Park JW. A Comparative Study on the fracture strength of the multi coloured monolithic zirconia restoration. Kyungpook National University, 2016.
- Reidy CJ, Fleming TJ, Hampshire S, Towier MR. Comparison of microwave and conventionally sintered yttria-doped zirconia ceramics. Int J Appl Ceram Tec, 8(6), 1475-1485, 2011.
- Spyropoulou PE, Kamposiora P, Eliades G, Papavasiliou G, Razzoog ME, Bayne SC. Cyclic Loading Effect on Color Stability of Unshaded versus Shaded Zirconia. J Esthet Restor Dent, 28(2), 77-84, 2015.
- Ueda K, Gueth JF, Erdelt K, Stimmelmayer M, Kappert H, Beuer F. Light transmittance by a multi-coloured zirconia material. Dent Mater J, 34(3), 310-314, 2015.
- Zhao J, Shen Z, Si W, Wang X. Bi-colored zirconia as dental restoration ceramics. Ceram Int, 39(8), 9277-9283, 2013.