



저작자표시 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.
- 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 있습니다.

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.

- 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](#) 

치의학석사

학위논문

열간 등방 가압법이
지르코니아의 투광도에
미치는 영향

2015년 2월

서울대학교 치의학대학원

치 의 학 과

김 우 열

열간 등방 가압법이
지르코니아의 투광도에
미치는 영향

지도 교수 한 중 석
이 논문을 치의학석사 학위논문으로 제출함

2014년 10월

서울대학교 치의학대학원

치 의 학 과

김 우 열

김우열의 석사학위논문을 인준함

2014년 11월

위 원 장 이 재 봉 (인)

부 위 원 장 한 중 석 (인)

위 원 김 성 훈 (인)

초 록

연구 배경 및 목적

지르코니아는 도재 중에서 가장 우수한 기계적 성질을 지니고 있으며 치과분야에서는 상온에서 상전이 현상 때문에 TZP(Tetragonal Zirconia Polycrystalline)형태로 이용되고 있다. 열간 등방 가압(hot isostatic pressing, HIP)처리는 도재 소결과정에서 발생하는 defect, porosity 등을 줄이기 위해 도입되었고 이를 통해 지르코니아의 기계적 성질을 향상 시킬 수 있었다. 하지만 지르코니아는 도재 중에서 가장 낮은 투광도를 지니고 있기 때문에 심미적인 면에서 한계를 가지고 있으며 아직까지 지르코니아의 투광도를 증가시키기 위한 연구는 미비한 편이다. 본 연구에서는 지르코니아의 투광도를 증가시킬 수 있는 방안을 모색하기 위해서 열간 등방 가압 처리가 지르코니아의 투광도에 미치는 영향을 평가해보고 소결 온도 및 yttrium oxide 조성의 차이가 지르코니아의 투광도에 어떤 영향을 미치는지 분석해 보고자 한다.

실험재료 및 방법

0.3mm 두께의 ZirPremium NP+, HT, UT (Acucera, INC.) 지르코니아 시편을 제작하여 투광도를 비교하였으며 UPCERA Zirconia blank-A2 (UPCERA Co.) 시편을 대조군으로 사용하였다. ZirPremium NP+ 의 경우, 2시간동안 각각 1450, 1500, 1550, 1600℃의 온도조건에서 소결을 하였다. 1500℃에서 소결한 ZirPremium NP+ 시편에 대해서 소결 후 각각 1300, 1350, 1400, 1450, 1500, 1550℃의 온도 조건에서 열간 등방 가압 처리를 하여 처리 하지 않은 시편과 투광도를 비교하였다. 투광도는 입사한 빛의 intensity에 대한 투광한 빛의 intensity에 대한 비로 측정하였다.

실험결과 및 토의

ZirPremium-NP+를 1300, 1350, 1400, 1450°C의 온도에서 열간 등방 가압 처리 한 경우, 열간 등방 가압 처리를 하지 않은 시편보다 높은 투광도를 보였다. 이는 열간 등방 가압처리에 의해서 지르코니아 내부에 빛의 산란을 일으키는 주된 원인인 porosity가 감소한 결과로 보인다. 소결처리 온도가 가장 낮았던 ZirPremium UT가 NP+, HT 보다 높은 투광도를 보였는데 ZirPremium UT의 경우 5.5 mol % Yttrium oxide가 첨가되었고 지르코니아의 결정 내에 cubic phase의 증가로 인하여 투광도가 증가한 것으로 보인다.

본 연구를 통해 열간 등방 가압 처리는 지르코니아의 투광도를 향상시킬 수 있는 열처리 방법이 될 수 있다는 점을 확인했고 지르코니아의 yttrium oxide의 조성변화를 통한 투광도 향상을 위해서는 지르코니아의 기계적, 광학적 성질을 동시에 고려한 열처리과정이 필요함을 알 수 있었다.

주요어 : 지르코니아, Tetragonal zirconia polycrystalline, 소결,
열간등방가압, 투광도
학 번 : 2011-22427

목 차

제 1 장 서 론.....	6
제 1 절 연구 배경 및 목적.....	6
제 2 장 본 론.....	13
제 1 절 실험재료 및 방법.....	13
제 3 장 결 론.....	15
제 1 절 실험결과.....	15
제 2 절 토 의.....	19
제 3 절 결 론.....	27
참고문헌.....	28
Abstract.....	33

제 1 장 서 론

제 1 절 연구 배경 및 목적

지르코니아는 현재까지 알려진 도재 수복물 중에서 가장 높은 강도와 파괴인성을 지니고 있는 재료이다. 지르코니아는 치과 영역에서 posterior crown과 고정성보철물의 framework, customized implant abutment와 fixture 등에 활용되고 있다.[1] S Deville 는 지르코니아에 대해서 치과영역에서 사용되는 도재 중, 가장 우수한 기계적 성질 때문에 수복물로서 많은 관심을 받아왔다고 설명하고 있으며 특히 구치부 고정성 부분의치 분야에서 보철치료의 발전을 가져다 줄 것으로 내다보았다.[2] 또한 AJ Raigrodski 등은 구치부 Framework로 지르코니아를 사용했을 때 보철물이 파괴되는 임상 증례는 거의 없었다는 연구 결과를 보고하고 있으며 이는 지르코니아가 금속에 비견할만한 기계적 성질을 가지고 있기 때문으로 해석했다.[3] 그러나 지르코니아는 비록 도재 중에서 우수한 기계적 성질을 지니고 있지만 재료학적으로 순수한(pure) 지르코니아는 몇가지 문제점을 가지고 있다. 지르코니아는 1170°C이하에서 monoclinic phase, 1170°C에서 2370°C 까지는 tetragonal phase, 2370°C이상에서 녹는점까지는 cubic phase로 존재하게 된다.[4] 임상적으로 활용 가능한 지르코니아를 제조하기 위해서는 분말형태로 만들어 일정온도 이상에서 sintering 과정을 거치게 되며 이후에 냉각을 통해 다시 상온으로 떨어지는 과정을 거치는데, 이때 1170°C이하에서 tetragonal phase에서 monoclinic phase로 자발적인 상전이 현상이 나타나게 된다. 이러한 자발적인 상전이 현상은 지르코니아의 부피팽창을 유발하여 기계적인 성질을 약화시킨다.[5] 또한 tetragonal 지르코니아는 grinding이나 sandblasting

과 같은 응력 발생을 야기하는 기계적인 표면처리과정에서도 tetragonal phase에서 monoclinic phase로 상전이 현상이 발생하는데, 특히 수분이 존재할 경우 이러한 현상은 가속화 된다.[5] 이는 앞서 말한 바와 마찬가지로 지르코니아의 부피팽창을 유발하게 되므로 지르코니아 표면에 바람직하지 못한 응력을 야기하여 상온에서 시효(aging)에 취약하게 되며 재료의 균일성이 감소하여 재료에 좋지 않은 영향을 주게 된다.[4][5] 따라서 상전이 현상을 억제하기 위해서 순수한 지르코니아에 상을 안정화시킬 수 있는 산화제를 첨가하여 상온에서 tetragonal phase의 유지 및 안정화 정도를 높이게 된다. 이러한 산화제의 첨가는 상전이로 인해 응력이 유발되어 crack이 진행되는 과정을 막고 재료에 높은 인성을 부여해준다.[2][5] 따라서 지르코니아는 실제 순수한 100% 상태로는 활용될 수 없으며 yttrium oxide, magnesium oxide 등의 산화물을 첨가하여 부분안정화 시킨 TZP (tetragonal zirconia polycrystalline)가 임상적으로 널리 사용되고 있다.[5] TZP의 경우 보통 3 mol% 의 yttrium oxide를 첨가한 3Y-TZP(혹은 3 YZP)가 사용되고 있다.[5]

지르코니아의 기계적인 성질은 grain size와 많은 연관이 있다. 임계값보다 큰 grain size를 갖는 경우, 지르코니아는 불안정해지고 tetragonal phase에서 monoclinic phase로의 상전이 현상에 취약하게 된다. 반면에 1 μm 미만의 작은 grain size일수록 이러한 상전이 현상이 느리게 진행되며 0.2 μm 미만으로 grain size가 내려갈 경우, 상전이는 불가능해지고 경도가 증가하며 파괴인성의 감소로 이어진다.[6] 소결 과정은 grain size에 영향을 줌으로서 지르코니아 최종 보철물의 안정성 및 기계적인 성질을 크게 좌우하는 중요한 과정이라고 할 수 있다. 전통적으로 고온의 소결 온도 및 장기간의 소결 시간이 큰 grain size를 형성하는 것으로 알려져 있다.[7]

도재의 경우, 소결 과정을 거치면서 수축 시 발생하는 수복물 내부의 porosity, microcrack과 같은 재료내부의 결함 등으로 인하여 수복물의 강도가 저하되는 한계를 지니고 있다.[8] 이러한 한계를 극복하고, 소결 후 재료 내부의 잔존 defect 또는 porosity를 없애고 이론밀도에 근접시키기 위해서 완소결된 재료를 closed porosity 상태로 만들어 가열 및 압축하는 열간 등방 가압(hot isostatic pressing, HIP) 처리하는 방법이 도재의 제조과정에 도입되었다.[9] 열간 등방 가압 방법은 100~2000°C의 온도범위에서 100~320 MPa의 압력으로 아르곤 가스 등의 유체를 압력 매체로 하여 등방 가압하는 방법으로 가압 소결하여 소결품 및 구조물의 porosity를 줄이는데 활용되는 제조방법이다.[9][10] 열간 등방 가압 처리는 현재까지 도재의 고밀도화(densification) 및 성형(shaping)과 관련된 문제를 해결하기 위한 하나의 방법으로 사용되어 왔으며 특별히 큰 void와 같은 defect들을 효율적으로 제거해 줄 수 있는 방법으로 평가받고 있다.[9] 특히 소결 전, 미리 형성된 container로 캡슐화(encapsulation)하여 가압 시 powder 내부로 기체가 투과되는 것을 방지한 직접 열간 등방 가압 처리(Direct HIP)방법의 경우, 도재 소결에 가장 많이 활용되는 방법으로서 이 방법을 통해 도재는 상대적으로 낮은 온도에서 고밀도화(densification)될 수 있고, 이를 통해서 grain growth의 방지 및 바람직하지 않은 반응의 억제가 가능한 것으로 알려져 있다.[9] 또한 열간 등방 가압 처리는 등방 가압을 통해 비틀림 하중이 재료에 가해지지 않기 때문에 기존의 단축 열간 가압보다 5에서 10배의 높은 압력을 가할 수 있으므로 이는 재료에 균일성(uniformity)을 줄 수 있다.[9] 그리고 재료의 모양과 크기를 조절할 수 있기 때문에 제조 후 다이아몬드기구를 이용한 기계가공 과정을 최소화할 수 있다.[9] 열간 등방 가압 처리의 메커니즘을 분석한 연구들에 의하면 열간 등방 가압 처리과정에서 가압 시간이

증가할수록, 가압 속도가 작을수록 상대적 밀도(relative density)가 증가한다고 알려져 있다.[10][11]

지르코니아의 경우, 주로 1300~1600°C, 100~150 MPa의 범위 내에서 열간 등방 가압 처리가 이루어지는데 T Masaki 등은 냉간 등방 가압, 열간 가압, 열간 등방 가압 제조과정 상의 차이에 따라 만들어진 시편의 기계적인 성질을 비교하는 실험에서 2 mol%의 yttrium oxide를 첨가하여 1450°C에서 열간 등방 가압 처리과정을 거친 TZP에서 우수한 굽힘 강도와 파괴인성을 얻을 수 있다고 보고 하였다.[12] 또한 그는 첨가되는 yttrium oxide의 몰분율이 3 mol% 이상일 때는 0.4 μm 보다 작은 grain size를 얻었고 상온에서 상전이현상이 일어나지 않는다는 것을 확인함으로써 grain size와 상전이현상과의 관련성을 언급하였다.[12] 이밖에도 J Munoz-Saldana 등은 1400°C에서 전소결(pre-sintering) 후, 다시 1400°C에서 열간 등방 가압 처리하는 소결과정을 거친 TZP에서 이론밀도에 가까운 밀도와 우수한 기계적인 성질을 얻을 수 있을 뿐만 아니라 homogeneous한 결정내 구조를 얻을 수 있음을 보고하였다.[8][13] 이밖에도 F Meschke 의 연구에서는 재료들의 물성 및 미세구조가 열간 등방 가압 처리 온도에 영향을 받는다는 사실을 실험을 통해 보여주었다.[14] KL Grant 의 연구에서 열간 등방 가압처리 후 강도 및 경도의 증가로 소결 후에 최종 가공단계에서 발생할 수 있는 문제점을 언급하기도 하였지만, 열간 등방 가압 처리과정은 처리 과정상의 적합한 온도조건을 설정함으로써 지르코니아의 밀도를 증가시켜주고 보다 조밀한 grain size를 가지게 함으로써 지르코니아의 기계적인 성질을 향상시킨다는 주장이 현재까지 지배적이라고 할 수 있다.[15]

보철물 수명이라는 관점에서 보았을 때 지금까지 논의된 도재의 기계적 성질은 치료의 질을 결정하는 중요한 요소라고 할 수 있겠다. 하지만 환

자의 만족도라는 더 넓은 측면에서 보았을 때 심미적인 부분 또한 보철적 치과치료의 성공여부를 결정하는데 중요한 요소임은 자명한 사실이다.[16][17] 따라서 보철수복물의 수명을 결정하는 기계적인 성질 뿐만 아니라 심미성과 관련된 광학적인 성질 또한 중요하다고 할 수 있고 앞서 말한 제조과정 상에서 소결 조건 및 열간 등방 가압 처리도 이러한 측면에서 평가되어야 할 필요가 있다. 보통 광학적인 성질은 그 재료의 투광도와 연관이 있으며 투광도는 보철물에 대한 환자의 자신의 치아처럼 자연스럽게 보이는지에 대해 가장 큰 영향을 주는 것으로 밝혀졌다.[17][18] 도재 수복물은 보통 치아와 비슷한 광학적 특성 덕분에 금속 수복물 보다 환자에게 더 큰 심미적 만족감을 제공해주는 반면, 지르코니아는 polycrystalline의 결정구조로 인하여 도재 중 가장 낮은 투광도를 지니므로 전치부 보철물로 사용하기에 제한이 있을 수 있다.[16][18] 많은 연구들을 통해서 제조공정 및 화학적 조성의 차이에 따라 도재가 다양한 투광도를 가진다는 사실이 밝혀졌다.[19][20][21][22] 특히 이중에서 Empress2 System의 Lithium disilicate가 높은 투광도를 지니는 것으로 알려져 있고, 지르코니아는 도재 중 낮은 수준의 투광도를 지니고 있는 것으로 밝혀졌다.[20][21][22] MJ Heffernan 의 도재 수복물간 비교 실험에서 투광도에 영향을 주는 요소로는 결정성과 기질의 굴절률(refractory index), 도재수복물의 두께, 소성(firing) 횟수 등을 언급했으며, 지르코니아의 경우 보철물의 core material로 사용했을 때 metal-ceramic core에 사용되는 금속과 거의 같은, 낮은 수준의 투광도를 가지고 있다고 보고했다.[20][21][23] P Baldissara 의 연구에 의하면 여러 가지 지르코니아 중 3M ESPE사의 Lava Frame 0.3이 가장 높은 투광도를 보이고 다음으로 Lava Frame 0.5, Procera Allzircon, Digizon, DC Zircon, VITA YZ, IPS e.max ZirCAD, Cercon Base 순으로 나타났다. 하지만 가장 높은 투광도

를 보인 Lava Frame 0.3 도 Lithium disilicate 투광도의 70% 수준인 것으로 측정되었다.[22]

도재의 투광도는 재료학적으로 grain size와 관계가 있는데 전통적으로 grain size가 증가할수록 투광도가 증가한다고 알려져 있다.[24][25] 최근 B Stawarczyk 의 연구에서 소결온도가 1300℃ 이상일 경우 소결온도가 증가할수록 grain size가 증가하고 contrast ratio는 감소한 결과를 보여주고 있는데 이는 grain size가 증가할수록 투광도가 감소하는 전통적인 생각을 뒷받침해 준다.[26] 하지만 기존의 전통적인 생각과 배치되는 여러 연구들도 존재한다. P Baldissara 의 회사별 지르코니아 시편 비교 실험에서는 그는 서로 비슷한 grain size를 지니는 시편들이 다른 투광도 값을 보인 결과를 토대로 지르코니아의 투광도에 대한 grain size의 영향은 미미하다고 주장하였다. 또한 JB Koo 의 소결된 산화알루미늄에 대한 연구에서도 비록 지르코니아에 관한 연구는 아니었지만 평균 grain size가 0~2 μm 일 때는 grain size가 감소할수록 투광도(transmittance)가 증가하였고 2~7 μm 일 때는 투광도가 0에 가까운 opaque한 경향을 보였으며, 7 μm 이상에서는 grain size가 증가할수록 투광도가 증가한다는 연구 결과를 보여주고 있다.[27] 이와 같은 연구들로 미루어보았을 때, 지르코니아의 투광도에 대한 grain size의 영향은 아직도 결론이 정립되지 않은 추가적인 연구가 필요한 상황이라고 할 수 있겠다.

그동안 지르코니아의 투광도에 관한 연구들은 대부분 모두 상업적으로 시판되는 제조사별 제품 간 투광도의 비교라는 주제에 초점이 맞춰져 있었고 투광도 비교 실험을 통해서 지르코니아의 투광도가 기타 다른 도재 수복물과 비교시 낮은 투광도를 지닌다는 결과만 확인될 뿐, 제조공정상의 소결 온도 및 소결 시간 그리고 화학조성 등의 차이가 지르코니아의 투광도에 미치는 영향에 관한 논문은 소수에 불과하였다. 특히 등방

가압 열처리와 투광도와와의 관련성을 언급한 논문은 거의 없었다. 지르코니아의 투광도에 영향을 미치는 요소들을 분석하고 개선 방안을 모색하는 것은 도재 중에서 기계적 성질이 가장 우수한 지르코니아의 임상적인 적용범위를 넓히기 위해서 중요할 것이며 이를 위해서 앞서 말한 바와 같이 소결 조건 및 열간 등방 가압 처리방법에 따른 재료의 심미성 평가에 대한 연구가 필요하다.

따라서 본 연구의 목적은 도재 중에서 가장 낮은 투광도를 지니고 있는 지르코니아의 광학적 성질을 개선하기 위한 방안을 모색하기 위해서 열간 등방 가압 처리 전 후의 지르코니아 시편의 투광도를 비교하고 열간 등방 가압 처리가 가지는 defect, porosity의 감소효과가 지르코니아의 투광도에 어떠한 영향을 미치는지 알아보고자 한다. 또한 소결온도 및 화학조성 차이에 따른 지르코니아 시편의 투광도를 비교해 봄으로서 지르코니아의 투광도에 어떠한 요소들이 직접적으로 영향을 미치는지 분석해 보고자 한다.

제 2 장 본 론

제 1 절 실험재료 및 방법

Acucera, INC.의 ZirPremium NP+ (Acucera, INC.), ZirPremium NP+A2 shade (Acucera, INC.), ZirPremium HT (Acucera, INC.), ZirPremium UT (Acucera, INC.) CAD/CAM 가공용 98.3Φ 지르코니아 블록을 일정 크기로 잘라 각 소결온도로 5°C/min의 속도로 2 시간 소결하여 완소결 시편을 제작한다. 실험에 사용된 시편의 투광도 수준을 보기 위해 control 그룹으로 UPCERA Zirconia blank-A2 (UPCERA Co.) 지르코니아 블록으로 시편을 제작하였다.

ZirPremium NP+의 경우 소결온도에 따른 효과를 관찰하기 위해 기계적인 물성을 변화시키지 않는 범위 내에서 1450, 1500, 1550, 1600°C의 온도 조건을 설정하여 실험을 수행하였다.

실험에서 사용된 블록 제품명과 실험 조건을 [표-1]에 나타내었다. 소결된 블록은 각각 0.3 mm 두께로 가공하였으며 diamond plate와 diamond paste를 사용하여 1 μm paste로 경면 가공 하였다.

열간 등방 가압(HIP)의 효과를 측정하기 위해 1500°C로 소결한 ZirPremium NP+ 시편을 AIP10-30h HIP 장비(American isostatic presses, INC.)를 이용하여 138 MPa, Ar 가스압 분위기에서 각각 1300, 1350, 1400, 1450, 1500, 1550°C의 실험 온도를 설정하여 열간 등방 가압 처리 하였다. 이때 Graphite heater로 인해 시편이 탄화되어 검은빛을 띠게 되는 것을 방지하기 위해서 이들 시편을 다시 1200°C에서 2시간 동안 열처리하여 산화처리 하였다.

시편의 투광도 측정은 CARY 5000 UV-Vis-NIR spectrophotometer

(Agilent Technologies.)를 사용하여 Dark chamber내에서 가시광선 영역을 포함하는 400~800 nm 범위에서 입사된 빛의 intensity에 대한 투과된 빛의 intensity의 비로 투광도(transmittance,%)를 측정하고 Cary WinUV software에 의해 data를 얻은 후 파장에 따른 투광도를 그래프로 표시했다.

Zirconia Block	소결 스케줄 및 소결온도	HIP 처리	시편 두께
UPCERA A2 shade	5°C/min, 1530°C 2시간	-	0.3 mm
ZirPremium NP+A2 shade	5°C/min, 1530°C 2시간		
ZirPremium NP+	5°C/min, 1450,1500, 1550,1600°C 2시간		
ZirPremium UT	5°C/min, 1450°C 2시간		
ZirPremium HT	5°C/min, 1600°C 2시간		
ZirPremium NP+(HIP)	5°C/min, 1500°C 2시간	1300,1350,1400, 1450,1500,1550 °C	

< [표-1.] 실험에 사용된 CAD/CAM 가공용 지르코니아 블록 종류와 각 블록 별, 실험 조건 >

제 3 장 결 론

제 1 절 실험결과

[그림-1]의 ZirPremium-NP+(Acucera, INC.)에서 소결온도에 따른 투광도 변화를 보면 400~600nm의 영역에서는 1600℃ 일 때 투광도가 가장 높았으며 600~800nm의 영역에서는 소결온도 1450℃와 1500℃에서 투광도가 높았다. 하지만 가시광선 영역 전체로 보았을 때 ZirPremium-NP+에서 온도에 의한 투광도의 변화는 미미하다고 할 수 있다.

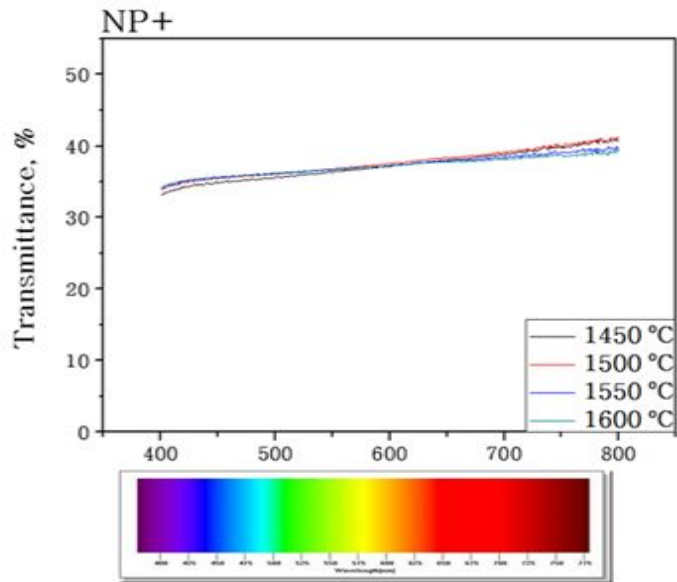
열간 등방 가압 처리 전후 시편의 투광도 비교에서는 1300℃, 1350℃, 1400℃, 1450℃에서 열간 등방 가압 처리를 한 경우, 처리를 하지 않은 경우보다 투광도가 더 높았다. 특히 1300℃에서 열간 등방 가압 처리를 한 시편의 경우, 모든 시편 중에서 가장 높은 투광도를 보였다. 1500℃에서는 열간 등방 가압 처리 여부에 따른 투광도 차이는 미미했으며 1550℃에서 열간 등방 가압 처리 한 경우는 열간 등방 가압 처리를 하지 않은 경우보다 투광도가 오히려 더 낮았다. 열간 등방 가압 처리를 한 경우, 온도가 감소할수록 투광도가 증가하는 경향을 보였다. 투광도 증가효과는 파장 500nm 이상의 green영역에서 yellow, orange, red로 갈수록 증가하였다.

[그림-2]에서 보면 ZirPremium-NP+A2 shade (Acucera, INC.)가 대조군으로 사용된 UPCERA Zirconia blank-A2 보다 높은 투광도를 높였다. UPCERA Zirconia blank-A2 의 경우 모든 시편 중에서 가장 낮은 투광도를 보였다. 따라서 Acucera, INC. 의 ZirPremium 모델이 비슷한 수준의 shade를 가진 UPCERA의 모델보다 높은 투광도를 가진다고 볼 수 있다. 또한 ZirPremium- NP+A2 shade와 UPCERA Zirconia blank-A2 는 파장에 따른 투광도 변화 패턴이 다른 것을 확인할 수 있었으며 UPCERA

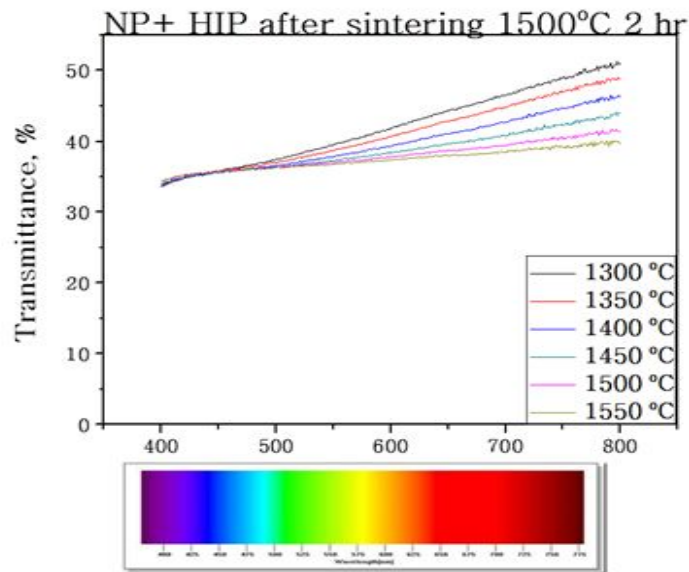
Zirconia blank-A2 의 경우, 특정 파장의 빛에 더 sensitive한 경향을 보였다.

ZirPremium-NP+A2 shade, ZirPremium-HT (Acucera, INC.), ZirPremium-UT (Acucera, INC.)를 비교해 보면 소결온도가 1450℃로 가장 낮았던 ZirPremium-UT의 경우 투광도가 가장 높았으며 다음으로 400~600nm의 영역에서는 ZirPremium-NP+A2 shade가 ZirPremium-HT보다 투광도가 낮았지만 600~800nm의 영역에서는 ZirPremium-NP+A2 shade가 ZirPremium-HT보다 투광도가 높았다.

A



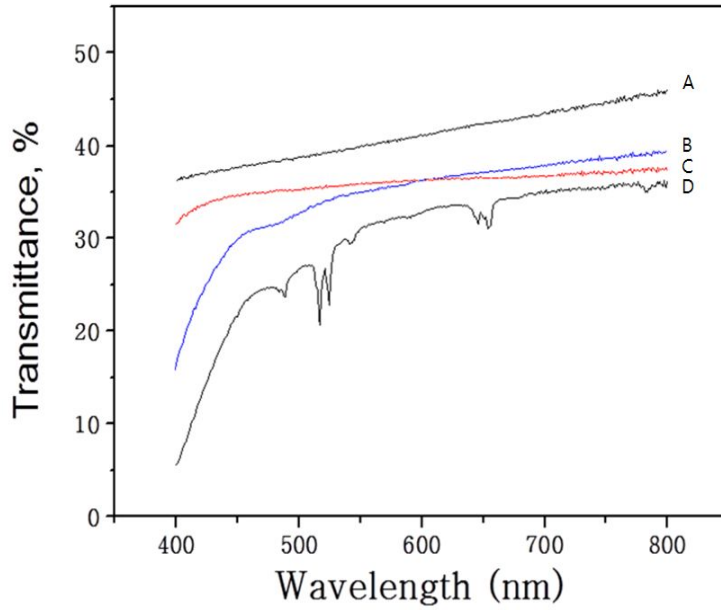
B



< [그림-1]. 400~800nm 파장에서 ZirPremium NP+ 투광도

A. 소결 온도의 변화에 대한 ZirPremium NP+ 투광도 변화

B. HIP 처리 후, HIP 처리 온도 변화에 대한 ZirPremium NP+ 투광도 변화 >



< [그림-2.] 400~800nm 파장에서 ZirPremium UT, ZirPremium HT,
 ZirPremium NP+A2 shade, UPCERA Zirconia blank-A2
 투광도 비교

- | | |
|------------------|-------------------------------|
| A. ZirPremium UT | B. ZirPremium-NP+A2 shade |
| C. ZirPremium HT | D. UPCERA Zirconia blank-A2 > |

제 2 절 토 의

도재의 투광도는 반사되거나 흡수 혹은 산란되는 빛의 양에 의해 결정되는데 이와 관련된 재료의 고유한 특성이 반사도 지수(reflectance index)이다. 반사도 지수는 다시 재료의 색상(특정파장의 빛을 흡수하는 정도), 재료의 미세 결정구조, grain size, porosity와 같은 defect 정도, 내부미세구조의 균일성 등에 영향을 받는다.[28] 그 중에서도 밀도와 grain size는 도재의 투광도에 가장 중요한 2가지 요소라고 할 수 있다.[29][30] 밀도와 관련되는 재료의 porosity는 빛의 산란이 일어나는 결정 내부의 주된 공간이다.[24] Grain size의 경우도 크기가 커질수록 재료의 불균일성을 유발하는 grain boundary 영역이 감소하기 때문에 전통적으로 grain size가 클수록 투광도가 증가한다고 보고 있다.[25] 이 밖에 재료의 두께도 투광도에 영향을 미치는데 두께가 증가할수록 더 많은 빛의 흡수가 일어나고 결과적으로 재료의 불투명성이 증가한다. 본 실험에서는 이러한 재료의 두께에 의한 효과를 통제하기 위해서 실험에서 시편의 두께는 0.3 mm로 고정하였다.[20][21][22]

또한 사람의 눈이 구분할 수 있는 투광도 차이의 임계값이 존재하기 때문에 실험에서 각 실험조건에 따른 투광도 데이터의 차이가 통계적으로 유의미하다고 할지라도 실제 임상에서는 그 의미가 작아질 수 있지만 본 실험에서는 400~800nm 의 가시광선 영역에서 투광도를 측정했기 때문에 이러한 영향을 줄일 수 있었다.[17]

소결온도에 따른 ZirPremium-NP+(Acucera, INC.)의 투광도 비교 실험에서는 온도에 따른 투광도 변화는 미미했다. 이는 소결온도가 증가할수록 porosity 및 grain 경계부위의 수가 감소함에 의해서 투광도 증가할 것이라는 이전 연구들의 주장들과는 상반된 결과이다.[24][25][29][30] 또한 최근 B stawarczyk 의 연구에서 소결온도가 증가할수록 투광도가 증가

한다는 결과와도 상반된다.[26] 하지만 앞서 J Munoz-Saldana 의 연구에서는 소결온도에 따른 평균 grain size의 크기 변화는 없었으며 소결온도가 증가할수록 최대 grain size의 크기만 증가했다는 실험결과에서 추측해보면, 실제 본 실험에서 소결온도에 따른 grain size의 크기변화가 없었을 가능성이 존재할 수 있다. 또한 그의 연구에서 지르코니아 결정 내부 grain size들의 크기편차라는 측면에서 보면 소결온도의 감소할수록 결정 내부 grain size들의 크기편차가 작아지고 grain size의 균일성이 증가하기 때문에 이로 인해서 투광도가 증가할 수도 있을 것이다. 또한 P Baldissara 의 회사별 지르코니아 시편 비교 실험에서 서로 비슷한 grain size를 지니는 시편들이 다른 투광도 값을 보인 결과를 토대로 지르코니아의 투광도에 대한 grain size의 영향은 미미하다는 그의 가설도 생각해 볼 필요가 있겠다.[22]

열간 등방 가압 처리 전후 시편의 투광도 비교에서는 1300℃, 1350℃, 1400℃, 1450℃에서 열간 등방 가압 처리를 한 경우, 처리를 하지 않은 경우보다 투광도가 더 높았다. 이는 열간 등방 가압처리를 통해 재료 내부의 void, porosity 등의 defect가 감소하고 재료가 이론밀도에 근접해감으로서 결정내부의 구조가 균일해 지기 때문인 것으로 해석된다. 최근의 투광도에 미치는 영향에 대한 연구들에 의하면 소결온도가 증가하여 grain size가 증가할수록 porosity가 grain boundary 보다 투광도에 더 많은 기여를 한다고 보고 있으며 이는 열간 등방 가압 처리 후 투광도가 증가하는 본 실험결과와도 어느 정도 일치한다고 할 수 있다.[30] 결과적으로 본 실험을 통해서 열간 등방 가압 처리는 일정온도 이하에서 처리할 경우, 지르코니아의 기계적인 성질의 향상 뿐만 아니라 광학적 성질의 향상도 가져온다고 추측해 볼 수 있다. 하지만 열간 등방 가압 처리 온도가 낮을수록 투광도가 증가하는 결과의 해석에 있어서는 추가적인

연구가 필요한 부분이라고 할 수 있으며, 재료의 grain size, 내부미세구조의 균일성이 열간 등방 가압처리 전 후 어떻게 변화하였는지를 보기 위해서는 전자현미경을 이용해 열간 등방 가압처리 전후 지르코니아 결정 내부의 구조변화를 확인하는 실험이 추가적으로 필요할 것이다.

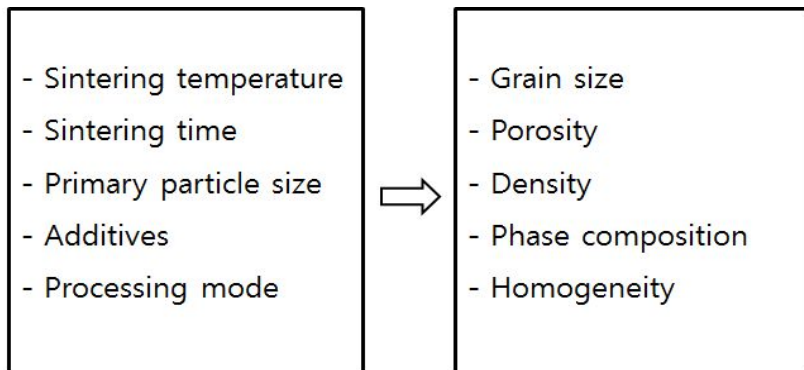
ZirPremium-NP+A2 shade (Acucera, INC.), ZirPremium-HT (Acucera, INC.), ZirPremium-UT (Acucera, INC.)의 비교 실험에서는 소결 온도가 낮은 시편 일수록 투광도가 증가했다. 이는 ZirPremium-UT의 경우, 5.5 mol% 의 yttrium oxide를 첨가했기 때문에 3.0 mol%를 첨가한 NP+, HT보다 결정내부의 부분안정화 정도가 증가했고 기존보다 더 낮은 온도에서 소결했기 때문에 phase composition의 변화가 일어났기 때문이다. 지르코니아의 phase diagram을 통해 증가된 5.5 mol%의 yttrium oxide를 1450°C에서 소결할 경우, 기존의 3.0 mol%, 1500°C조건에서 소결했을 때보다 결정내의 cubic phase의 상대적인 비율이 증가하는 것을 확인할 수 있었고 이러한 cubic phase의 상대적인 비율 증가가 투광도의 증가효과로 나타난 것으로 해석할 수 있다.[6][12] 즉, 첨가하는 yttrium oxide 비율을 높이고 소결온도를 낮출수록 결정을 구성하는 cubic phase의 상대적 비율이 증가하게 되어 투광도증가의 효과가 나타난다.[12] 하지만 기계적인 성질의 측면에서 보았을 때 J Munoz-Saldana 등은 소결 온도가 감소할수록 재료의 밀도가 감소한다는 사실을 확인하였고, B stawarczyk 의 연구에서도 1500°C보다 낮은 소결온도에서는 소결온도가 감소할수록 굴곡 강도(flexural strength)가 감소한다고 보고하고 있다.[8][26] 결과적으로 열간 등방 가압 처리를 하지 않는 경우, 화학적 조성변화에 따른 소결 온도의 감소는 cubic phase의 상대적인 비율 증가로 인하여 투광도가 증가할 수는 있지만 반대로 재료내부의 defect가 증가하기 때문에 기계적 성질의 저하를 유발할 수 있는 가능성이 존재한다.

하지만 K Hayashi의 연구에서 고밀도의 마이크로스케일의 grain size를 갖는 polycrystalline 구조의 경우, defect 중 하나인 pores와 빛의 산란 사이에는 관계가 없는 것으로 보고하였다. 다시 말하면 porosity의 경우, 재료의 밀도가 크고 grain size가 작아질수록 투광도에 미치는 영향이 감소한다고 볼 수 있겠다.[31]

지르코니아의 투광도를 증가시키기 위해서 yttrium oxide 조성 변화와 관련된 연구들을 살펴보면, 먼저 K Mazdiyasi는 지르코니아의 cubic phase의 안정화를 위해 1450°C의 소결조건에서 6 mol%의 yttrium oxide 일 경우 높은 밀도를 갖는 cubic phase의 지르코니아를 얻을 수 있다고 하였다.[32] 또한 P Duwez 등은 cubic phase의 완전 안정화를 위해서 최소 8 mol%의 yttrium oxide가 필요하다고 하였다.[33] U Anselmi-Tamburini 의 연구에서는 고압의 전류 소결(High-pressure pulsed electric current sintering) 방법을 이용하여 3 mol% yttrium oxide의 TZP와 8 mol% yttrium oxide의 TZP를 나노스케일의 powder로 만든 후, 모두 280 MPa이상의 고압조건에서 1050°C로 소결할 경우, 100%에 가까운 밀도를 가지며 나노스케일의 grain size를 갖는 transparent한 TZP를 얻었음을 보고했다.[34] 또한 SR Casolco 등은 지르코니아의 투광도를 증가시키기 위한 연구에서 8 mol%의 yttrium oxide를 첨가하여 완전 안정화시킨 지르코니아를 나노스케일의 powder로부터 1200°C의 소결과정을 거치는 동안 106 MPa에서 141 MPa로 소결압력을 변화시키는 제조방법을 통해서 기존의 0.2 μm 보다 작은 나노스케일의 grain size를 갖도록 함으로서 지르코니아의 기계적 성질과 광학적 성질을 동시에 증가시킬 수 있음을 제안하였다.[35] 이상의 연구들은 기계적인 성질이 우수한 polycrystalline 구조에서 투명한 cubic phase의 지르코니아를 얻기 위해서 나노스케일의 powder로부터 어떠한 열처리를 할 것인가

에 초점이 맞춰져 있다. U Anselmi-Tamburini 의 연구에서도 기존과는 다른 소결 방식을 이용하고 있는데 이는 나노스케일의 powder를 소결시키기 위해서는 grain의 성장 억제할 수 있는 고속, 고압, 고에너지의 소결조건이 필요하기 때문이다.[34] 이러한 연구들은 지르코니아의 yttrium oxide 조성 및 분말형태를 어떻게 변화시키고 열처리 과정을 어떻게 설정할 것인지에 따라 single crystal 구조가 아닌 높은 투광도를 갖는 polycrystalline 구조의 지르코니아를 얻을 수 있을 수 있다는 가능성을 제시해 준다는 점에서 의미 있는 연구들이라고 할 수 있겠다.

이상의 연구들을 종합해 볼 때 지르코니아의 투광도에 영향을 미치는 요소들로 재료의 밀도, porosity, grain size, cubic phase의 비율, 재료 자체 균질성 등이 중요하다고 할 수 있겠다. 다시 이러한 요소들은 결국 제조공정 상에서 재료의 두께, 소결온도, 소결시간, primary particle size, 첨가제(additives), 사용한 제조공정 과정 등의 독립적인 요소들에 의해 영향을 받는다.



< [그림-3.] 지르코니아의 투광도에 미치는 요소들 >

소결온도, 소결시간의 경우, grain size와 밀도 등에 영향을 준다. 대부분의 연구에 의하면 지르코니아는 1350°C 이상에서 소결했을 때 이론값 (6.1 g/cm³)에 가까운 밀도를 얻는다고 알려져 있다. 앞서 언급했듯이 소결온도가 증가할수록 grain size가 증가하고 빛의 산란이 발생하는 grain boundary 부위의 감소로 인하여 투광도가 감소할 것이라는 주장이 지배적이었다. [24][25][29][30] 그러나 P Baldissara 의 연구에서 grain size가 투광도에 미치는 영향은 미미하다는 가설이 있었고, S Tekli 의 연구에서도 grain boundary가 투광도에 미치는 영향은 미미하며 소결온도가 증가할수록 grain size의 증가효과보다 oxygen vacancies와 residual-porosity의 증가로 인하여 투광도가 감소한다고 보고하였다.[22][36] 따라서 grain size와 투광도의 관계를 정확히 규명하기 위해서는 보다 정밀한 실험조건을 설정하여 지르코니아의 결정상태를 분석할 수 있는 연구가 추가적으로 필요한 상황이라고 할 수 있겠다. 하지만 최근 2014년 Y Zhang의 연구를 주목해 볼 필요가 있는데, 그의 연구에서 이론적으로 0.1 μm 이하의 grain size에서는 grain size가 감소할수록 in-line transmission 효과에 의하여 투광도가 증가하며, 1.0 μm 이상에서는 grain size가 증가할수록 diffuse transmission 효과에 의하여 투광도가 증가한다고 정리하였으며, 이를 통해 지르코니아의 투광도를 증가시키기 위한 가이드라인을 제시해 주었다.[37] 1.0 μm 이상에서 grain size 증가에 의한 투광도 증가효과는 결정 상태를 single crystal 구조로 접근시킴으로서 만들어지는 효과이기 때문에 재료의 기계적 성질을 고려해 보았을 때는 그 한계점을 가지고 있다. 반면에 grain size를 나노스케일로 했을 때는 grain size가 작아질수록 투광도가 증가할 뿐만 아니라 결정 내부의 polycrystalline 구조에 의하여 기계적 성질도 증가하는 효과가 있다.[37] 따라서 Y Zhang 의 연구를 통해 grain size를 나노스케일로 작게

하는 것이 지르코니아의 투광도를 증가시키는 현실적인 방법임을 알 수 있고 최근의 지르코니아의 투광도를 증가시키기 위한 대부분의 연구가 이러한 이론에 근거하고 있음을 알 수 있었다.

소결온도 및 소결시간은 재료의 porosity에도 영향을 주는데, 소결온도가 1300°C 이하이거나 소결시간이 불충분할 경우, 불충분한 소결로 인하여 재료 내부의 porosity가 증가하여 재료의 밀도저하에 영향을 끼치며 너무 높은 소결온도에서는 oxygen vacancies의 증가가 발생한다.[8][36] 본 실험을 통해 열간 등방 가압처리는 높은 소결온도로 인하여 발생하는 porosity 등의 defect를 감소시키는 효과가 있다고 볼 수 있다. 하지만 porosity는 재료의 밀도가 크고 grain size가 작아질수록 투광도에 미치는 영향이 감소하는데, 이 경우 열간 등방 가압처리가 투광도에 미치는 효과는 줄어들 것으로 예상된다.[31]

Primary particle size도 지르코니아의 grain size에 영향을 주는데 primary particle size가 감소할수록 grain size가 감소한다.[34][35] 하지만 primary particle size는 크기가 작아질수록 고압, 고온의 소결조건이 필요하다는 한계를 지니고 있다.[34] 첨가제(additives)의 경우, phase composition에 영향을 주는데 본 연구를 통해 yttrium oxide의 몰분율과 투광도의 관련성을 확인했으며 다른 연구들에서도 첨가되는 yttrium oxide의 몰분율을 기존의 3 mol% 보다 높임으로서, cubic phase의 상대적인 비율 증가를 통해 지르코니아의 투광도를 높이려고 한 시도가 있었다.[32][33][34][35]

결국 지르코니아의 투광도를 증가시키기 위해서는 grain size를 작게 해야 하며 이를 위해서는 소결온도, 소결시간을 낮춰야 한다. 하지만 이론적 밀도에 접근하기 위해서 낮출 수 있는 소결온도에는 제한이 있으며 소결시간을 낮추기 위해서는 고압, 고에너지를 활용한 제조공정이 필요

하다. 또한 primary particle size를 나노 스케일로 줄이고 yttrium oxide의 몰분율을 높임으로서 cubic phase의 비율을 증가시킬 수 있어야 하겠다.

한편, 지르코니아의 임상적인 적용에 있어서 지르코니아 재료 자체의 광학적 성질 외에도 지르코니아 보철물의 심미성을 결정하는 요소로는 외부환경에 의한 보철물의 external staining과 resin cement의 영향이 추가로 있을 수 있다.[38][39] N Iile 등은 접착제 경화 시간, 도재 두께, 도재 종류에 따른 투광도를 측정하였는데 접착제 경화 시간이 가장 큰 영향을 주었으며 다음으로 도재 종류, 도재 두께 순으로 보철물의 투광도에 영향을 준다고 보고하였고, 이러한 실험 결과로부터 보철물의 심미성에 있어서 cement의 중요성을 설명하였다.[40] 또한 J Chang 등은 지르코니아 크라운에서 레진 접착제의 시각적 효과를 분석하였는데 보철물의 cervical 부분에서 보철물과 cement의 색 차이가 보철물의 심미성에 영향을 미칠 수 있기 때문에 luting cement의 선택에 있어서 신중해야 한다고 주장하였다.[39] 이러한 연구들로부터 cement도 최종 보철물의 심미에 영향을 줄 수 있다고 추측된다. 결과적으로 지르코니아 투광도 향상이 곧바로 지르코니아 보철물의 심미성 증가로 이어지는 것은 아니라는 사실을 기억해야 할 것이며 지르코니아 보철물의 심미성을 증가시키기 위해서는 지르코니아 보철물의 투광도에 관한 연구 뿐만 아니라 이러한 요소들에 대한 연구도 이루어져야 한다고 볼 수 있다.

제 3 절 결 론

ZirPremium NP+에서 소결 온도에 따른 투광도 변화는 미미했으며, 소결 처리 온도가 1450℃로 가장 낮았고 5.5 mol%의 yttrium oxide가 첨가된 ZirPremium UT가 ZirPremium NP+, HT 보다 높은 투광도를 보였다. 또한 ZirPremium-NP+를 1300℃에서 열간 등방 가압 처리를 한 시편의 경우 실험에서 가장 높은 투광도를 보였다. 결과적으로 열간 등방 가압처리는 지르코니아의 기계적 성질 뿐만 아니라 지르코니아의 투광도를 증가시킬 수 있는 열처리 방법으로 평가할 수 있다.

참 고 문 헌

- [1] HJ Conrad, WJ Seong, IJ Pesun. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systemic review, *Journal of Prosthetic Dentistry*, 2007;98:389-404
- [2] S Deville. Influence of surface finish and residual stresses on the ageing sensitivity of biomedical grade zirconia, *Biomaterials*, 2006;27:2186-92
- [3] AJ Raigrodski. The efficacy of posterior three-unit zirconium-oxide - based ceramic fixed partial dental prostheses: A prospective clinical pilot study, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 2006;96:237-244
- [4] EC Subbarao. Zirconia-an overview, *Advances in ceramics*, 1981:1-24
- [5] I Denry, JR Kelly. State of the art of zirconia for dental applications, *Dental Materials*, 2008;24:299-307
- [6] L Ruiz. Effect of Heat Treatment on Grain Size, Phase Assemblage, and Mechanical Properties of 3 mol% Y-TZP, *Journal of the American Ceramic Society*, 1996;79:2331-2340
- [7] AH Heuer. Stability of tetragonal ZrO_2 particles in ceramic matrices, *Journal of the American Ceramic Society*, 1982;65:642-650
- [8] J Munoz-Saldana, H Balmori-Ramafrez, D Jaramill-Vigueras. Mechanical properties and low-temperature aging of tetragonal zirconia polycrystals processed by hot isostatic pressing, *J. Mater. Res*, 2003;18:2415-2426
- [9] HT Larker. Hot isostatic pressing, *Materials Science and Technology*, 1991

- [10] FB Swinkels. Mechanisms of hot-isostatic pressing, *Acta Metallurgica*, 1983;31:1829-1840
- [11] WB Li. On densification and shape change during hot isostatic pressing, *Acta Metallurgica*, 1987;35:2831-2842
- [12] T Masaki. Mechanical properties of toughened ZrO₂-Y₂O₃ ceramics, *J. Am. Ceram. Soc.*, 1986;69:638-40
- [13] J Li, H Liao. Sintering of partially-stabilized zirconia and partially -stabilized zirconia-hydroxyapatite composites by hot isostatic pressing and pressureless sintering, *Biomaterials*, 1996;17:1787-1790
- [14] F Meschke. Preparation of high-strength (Mg, Y)-partially stabilised zirconia by hot isostatic pressing, *Journal of the European Ceramic Society*, 1997;17:843-850
- [15] KL Grant, RD Rawlings, R Sweeney. Effect of HIPping, stress and surface finish on the environmental degradation of Y-TZP ceramics, *Journal of Materials Science*, 2001;12:557-64
- [16] JW McLean. The science and art of dental ceramics, *Operative Dentistry*, 1991;16:149-156
- [17] MC Liu. Human perception of dental porcelain translucency correlated to spectrophotometric measurements, *Journal of Prosthodontics*, 2010;19:187-193
- [18] JA Holloway. The effect of core translucency on the aesthetics of all-ceramic restorations, *Practical Periodontics and Aesthetic Dentistry*, 1997;9:567-74
- [19] YM Chen, RJ Smales, KH Yip, WJ Sung. Translucency and

biaxial flexural strength of four ceramic core materials, *Dental Materials*, 2008;24:1506-11

[20] MJ Heffernan, SA Aquilino, AM Diaz-Arnold. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part I: Core materials, *Journal of Prosthetic Dentistry*, 2002;88:4-9

[21] MJ Heffernan, SA Aquilino, AM Diaz-Arnold. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part II: Core and veneer materials, *Journal of Prosthetic Dentistry*, 2002;88:10-15

[22] P Baldissara, A Llukacej, L Ciocca, FL Valandro. Translucency of zirconia copings made with different CAD/CAM systems, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 2010;104:6-12

[23] PE Spyropoulou, EC Giroux, ME Razzoog. Translucency of shaded zirconia core material, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 2011;105:304-307

[24] CP. Cameron. Grain Growth Transition During Sintering of Colloidally Prepared Alumina Powder Compacts, *Journal of the American Ceramic Society*, 1988;71:1031-1035

[25] C Scott. Conversion of Polycrystalline Al₂O₃ into Single Crystal Sapphire by Abnormal Grain Growth, *Journal of the American Ceramic Society*, 2002;85:1275-1280

[26] B Stawarczyk. The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size, and contrast ratio, *Clinical Oral Investigations*, 2013;17:269-274

[27] JB Koo. Effect of grain size on transmittance and mechanical strength of sintered alumina, *Materials Science and Engineering A*,

2004;374:191-195

- [28] K. Miyauchi, G. Toda. Opto-ceramics, Gihodo shup-pan, 1984:48 - 61
- [29] JGJ Peelen. Light scattering by pores in polycrystalline materials: Transmission properties of alumina, *Journal of Applied Physics*, 1974;45:216
- [30] R Apetz. Transparent Alumina: A Light Scattering Model, *Journal of the American Ceramic Society*, 2003;86:480-486
- [31] K Hayashi, O Kobayashi, S Toyoda, K Morinaga. Transmission optical properties of polycrystalline alumina with submicron grains, *Mater Trans JIM*, 1991;32:1024-9
- [32] KS Mazdiyasi. Cubic Phase Stabilization of Translucent Yttria Zirconia at Very Low Temperatures, *Journal of the American Ceramic Society*, 1967;50:532-537
- [33] P Duwez. The Zirconia Yttria System, *Journal of the Electrochemical Society*, 1951;98:356-362
- [34] U Anselmi-Tamburini. Transparent Nanometric Cubic and Tetragonal Zirconia Obtained by High Pressure Pulsed Electric Current Sintering, *Advanced Functional Materials*, 2007;17:3267-3273
- [35] SR Casolco, J Xu, JE Garay. Transparent/Translucent polycrystalline nanostructured yttria stabilized zirconia with varying colors, *Scripta Materialia*, 2008;29:516-9
- [36] S Tekeli, M Erdogan. A quantitative assessment of cavities in 3 mol% yttria-stabilized tetragonal zirconia specimens containing various grain size, *Ceramics international*, 2002;28:785-9
- [37] Y Zhang. Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent,

Dental Materials, 2014;30:1195-1203

[38] MS Cho, YK Lee, BS Lim, YJ Lim. Changes in optical properties of enamel porcelain after repeated external staining, Journal of Prosthetic Dentistry, 2006;95:437-43

[39] J Chang, JD Da Silva, M Sakai, J Kristiansen, S Ishikawa-Negai. The optical effect of composite luting cement on all ceramic crowns, Journal of Dentistry, 2009;37:937-43

[40] N Ilie, R Hickel. Correlation between ceramics translucency and polymerization efficiency through ceramics, Dental Materials, 2008;24:908-14

Abstract

An Effect of Hot Isostatic Pressing on Translucency of Zirconia

Kim Wooyul

The department of dentistry

The School of Dentistry

Seoul National University

Introduction

Zirconia has the best mechanical properties among the dental ceramics and due to the phase transformation of pure zirconia at room temperature, TZP(tetragonal zirconia polycrystalline) has been widely used in dentistry. HIP(hot isostatic pressing) was introduced for reducing the defect, porosity of ceramic during the sintering process and made it possible to improve the mechanical properties of zirconia. Zirconia has a limit in the aesthetics, because the translucency of zirconia is significantly lower than that of any other ceramics. Nevertheless, studies on the transmittance of the zirconia are still insufficient. The aim of this study was to analyse the effect of hot isostatic pressing, sintering temperature and mole fraction of yttrium on the transmittance of zirconia for searching to the method of increasing the translucency of the zirconia.

Materials and methods

ZirPremium NP+, NP+A2 shade, HT, UT was fabricated in 0.3mm thickness for comparison of transmittance and UPCERA Zirconia blank-A2 was used for control group. ZirPremium NP+ was sintered for 2h at 1450, 1500, 1550, 1600°C. In ZirPremium NP+ sintered at 1500°C, hot isostatic pressing is applied to NP+ at 1300, 1350, 1400, 1450, 1500, 1550°C after sintering process. Transmittance was measured as the ratio of the intensity of the transmitted light to the intensity of the incident light in the wavelength of 400–800 nm

Results and discussion

ZirPremium NP+ hot isostatic pressed at 1300, 1350, 1400, 1450°C showed the higher values of transmittance than non hot isostatic pressed NP+. Because hot isostatic pressing process reduce the porosity mainly caused scattering of light. ZirPremium UT showed the higher values of transmittance than NP+, HT. In ZirPremium UT, it contains 5.5 mol% of yttrium oxide and this chemical composition of zirconia results in an increase in the relative proportion of the cubic phase improving light transmittance.

In this study, we confirmed hot isostatic pressing as a heat processing of improving the translucency of zirconia and in order to improve the translucency of zirconia by changing the mole fraction of yttrium oxide, both mechanical properties and optical properties should be considered to the purpose of heat processing

Keywords : zirconia, tetragonal zirconia polycrystalline, sintering, hot isostatic pressing, translucency

Student Number : 2011-22427