

Microstructure and annealing effect on fracture behavior in the dental glass-infiltrated alumina

Jong-Won Chung and Sung-Churl Choi

Department of Ceramic Engineering, Hanyang University, Seoul 133-791, Korea

(Received April 6, 2000)

Abstract Effects of microstructure and indentation stress on fracture behavior of glass-infiltrated alumina composite for dental restorative application were investigated by the Hertzian and Vickers indentation method. Indentation stress-strain curve of glass-infiltrated alumina has showed the quasi-plastic behavior - deviation from linearity at high stress and the classical Hertzian cone crack, which could be confirmed the subsurface damage micrographs using bonded-interface specimen technique. The indentation stress-strain curves for the starting preforms are strongly dependent on porosity and microstructure of the preforms. On the other hand, the curves for the infiltrated composites are relatively insensitive to these factors. The failure of composite is originated at quasi-plastic deformation region. Damage and fracture behavior due to Hertzian stress field is theoretically examined, so that the indentation stress field plays a great role in material degradation. After Hertzian indentation annealing processing changes fracture behavior of alumina composite, so that stress field in material is healed through annealing.

치아용 유리침윤 알루미늄에서 파괴거동에 미치는 미세구조 및 어닐링 효과

정종원, 최성철

한양대학교 세라믹공학과, 서울, 133-791

(2000년 4월 6일 접수)

요 약 치아 대체용 재료로서 응용되고있는 유리침윤 알루미늄 복합체에서 미세구조 및 압입응력이 파괴거동에 미치는 영향을 헤르찌안 및 비커스 압입시험을 사용하여 조사하였다. 유리침윤 알루미늄의 압입 응력 변형 거동은 높은 하중에서 약간의 비선형성을 보이는 준소성 및 전형적인 헤르찌안 콘 균열을 동시에 나타내고 있으며, 계면 접합 시험편을 이용한 표면아래의 손상에서도 이를 확인할 수 있었다. 일차 성형체의 압입 응력 변형 곡선은 가공형태 및 입자크기에 크게 의존하고있지만, 유리침윤 공정 이후 제조된 복합체에서는 큰 차이를 보이지 않았다. 복합체의 파괴는 준소성 변형 영역에서 일어나고있으며, 헤르찌안 압입응력장이 재료손상 및 파괴거동에 미치는 영향을 이론적으로 조사하여 압입응력이 재료의 손상에 미치는 영향이 매우 크다는 것을 알았다. 그러나 압입시험후 행해진 어닐링 공정은 알루미늄의 파괴거동에 변화를 가져왔으며, 이는 어닐링 공정을 통해 재료가 받은 응력장이 치료되었음을 알 수 있었다.

1. 서 론

손상된 치아를 수복하는 치관 재료(crown material)로서 지금까지 주로 사용된 세라믹-금속 치관(PFM, porcelain fused to metal crown[1])은 출발물질인 세라믹과 금속의 열팽창 거동의 차이로부터 계면에서 시작되는 균열 또는 박리현상 등 재료의 열화가 심각한 문제로 대두되었으며, 세라믹 단일 치관재료(all ceramic crown)가 그 대안으로 연구되고 있다. 세라믹스는 화학적 안정성과 자연적인 심미성(aesthetics)으로 인해 손상된 치아를 수복하는 치관 재

료(crown material)로서 응용가능성이 매우 크며[2, 3], 세라믹 단일 치관은 코아재료 자체가 세라믹으로 이루어지므로 치아와 유사한 음영(shade) 또는 칼라를 적절히 발현할 수 있고, 방사선 투과성(radiolucency)을 지녀 의사들이 치근 도관 또는 다른 충전제를 손쉽게 검사할 수가 있다. 또한 실제 사용하는 환자들이 뜨거운 음식물을 섭취할 때 낮은 열전도도 특성 때문에 고통이 덜하다는 이점도 가진다.

세라믹 치관재료로서 가장 먼저 응용되기 시작한 것은 자연치아의 색상과 유사한 심미성을 지닌 세라믹스들로, 장석질 함유 도재(feldspathic porcelain) 또는 glass-ceramics

등이 사용되었다. 이러한 재료들은 기지상을 구성하는 유리의 영향으로 고유한 취성파괴 및 낮은 기계적 강도(장석질 함유 도재의 경우 100 MPa, glass-ceramics는 80~90 MPa)를 보이고있으며, 이는 세라믹 단일 치관의 폭넓은 응용성에 있어 하나의 장애요소로 남아있는 실정이다. 치아수복용 재료로서의 최종응용을 위해 기계적 물성의 강화가 필수적이며 이를 해결하기 위해 미세구조 변화, 조성의 변화 등 다양한 연구가 행해지고 있다[2, 4-6]. 가장 대표적인 예로는 결정질 알루미늄을 유리 기지상 내에 분산시켜 고강도 코아용 도재(Vitadur[®])와 알루미늄-유리 복합체인 유리침윤 알루미늄(In-Ceram[®], Celay[®]) 등이 있다[7-9]. 유리침윤 알루미늄은 코아용 재료로서 기존의 도재 분말 및 glass-ceramics 보다 2배 이상의 강도값과 파괴인성을 보여 관심이 집중되고 있으며, 성형체를 비교적 낮은 온도($\leq 1200^{\circ}\text{C}$)에서 소결하므로 수축이 거의 일어나지 않아 손실된 치아를 동일한 치수로 수복하여 정확한 형상재현을 가능하게 한다는 장점을 지니고 있다. 그러나, 지금까지 국내에서 행해져온 치아 수복용 세라믹스의 기계적 특성 및 파괴거동에 대한 연구는 소규모 그룹에서 일반적인 강도값 또는 인성치의 확보에 치중되어왔으며, 실제 구강조건, 특히 접촉 환경하에서의 손상 및 파괴 거동에 대한 연구결과는 매우 드물다. 따라서 세라믹 코아 재료로서 임상적으로 연관성이 있는 접촉조건과 관련된 압입손상 및 파괴기구를 재료의 제조공정에 기인하는 미세구조 차이와 연관지어 고찰할 필요성이 있다.

본 연구에서는 유리침윤 알루미늄을 사용하여 구강조건과 유사한 접촉조건 하에서 복합체의 손상 및 파괴거동을 고찰하고자하며, 이를 위해 구형 압자를 이용한 헤르찌안 압입시험법[10, 11]을 사용하였다. 유리침윤 공정 이전의 일차 성형체의 미세구조와 입자의 기본특성을 달리하기 위하여 주입성형법과 일축가압성형법의 두가지 방법을 사용하였으며, 이러한 미세구조의 차이가 성형체 및 유리침윤 알루미늄 복합체의 압입 손상에 미치는 영향을 관찰하였으며, 압입에 의해 야기되는 내부응력과 어닐링 공정이 재료의 파괴거동에 미치는 영향도 함께 고찰하였다.

2. 실험 방법

본 연구에서는 기존에 치과용 대체재료로서 개발되어있는 유리-알루미늄 복합체의 일종인 유리침윤 알루미늄 복합체(glass-infiltrated alumina composite, Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Germany)를 선택하여 그 특성을 고찰하였다. 유리를 침윤하기 이전의 성형체 제조방법으로서 두 가지 공정을 사용하였으며, 그 하나는 주입성형법에 의해 성형체(slip-cast Al_2O_3)를 제조하였고, 다른 하나는 일반적

Table 1
Chemical Compositions of Glass Infiltrated

Material	Composition (wt%)
La_2O_3	41.0
Al_2O_3	15.6
B_2O_3	15.4
SiO_2	16.3
Others	11.7

인 일축가압성형법에 의해 성형체(dry-pressed Al_2O_3)를 얻었다. 각각의 성형법으로 제조한 일차 성형체의 공극에 유리를 침윤(infiltration)시켜 치밀한 복합체를 제조하였으며, 주입성형법에 의한 성형체의 경우 1100°C 에서 40분 동안, 그리고 일축가압성형법에 의한 성형체는 1100°C 에서 3시간 동안 열처리 공정을 행하여 유리침윤 알루미늄 복합체를 제조하였다. 이때 침윤공정에 사용된 유리는 치아용 세라믹스에 널리 사용되고있는 란타넘계 유리(Vita InCeram A3.5, Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Germany)로서 그 조성을 Table 1에 나타내었다. 열처리 공정과 냉각 이후에 잔존하는 잉여 유리를 제거하기 위해 sand-blasting 공정을 행하였다. 최종 열처리공정이 끝난 후 모든 시편들은 $3 \times 4 \times 25 \text{ mm}$ 크기의 바(bar) 형태로 가공하여 상하 표면을 $10 \mu\text{m}$ 까지 연마하였고, 압입시험을 행하는 윗 표면에 대하여 $1 \mu\text{m}$ 까지 다이아몬드 페이스트를 사용하여 연마(polishing)를 행하였다. 제조한 유리침윤 알루미늄의 기본적인 물성을 알아보기 위해 경도(hardness) 및 인성(toughness)은 비커스 압입시험법(Vickers indentation)으로 측정하였으며, 탄성계수(Elastic modulus)는 일반적인 비파괴 음파 측정법(pulse-echo sonic technique)으로 측정하였다[12].

치아 대체재료로서의 응용성을 고찰하기 위한 헤르찌안 압입시험법(Hertzian indentation)은 구형 압자(spherical indenter)인 텅스텐 카바이드 볼을 만능시험기(Instron 1122, Canton, MA, U.S.A.)에 고정시킨 후, 재료표면에 하중을 일정한 속도(crosshead speed = 0.2 mm/min)로 가하여 재료에서 일어나는 다양한 변화를 관찰하는 방법으로서, Fig. 1에 간단한 모식도를 나타내었다. 재료의 압입 응력-변형 응답성을 관찰하기 위해 금으로 코팅한 시험편의 표면을 텅스텐 카바이드 볼을 사용하여 접촉 손상을 가한 후 표면에 남아있는 접촉 반지름을 측정하였다. 가해진 하중(P)과 접촉반지름(a)의 관계로부터 압입응력($p_0 = P/\pi a^2$)과 변형(a/r)을 계산하여 재료의 응력-변형 곡선을 도식화하였다.

또한, 표면아래의 접촉손상(subsurface contact damage) 형태를 관찰하기 위해 계면 접합 시험편(bonded-interface specimen technique)[13]을 사용하였으며, 이는 최종 연마

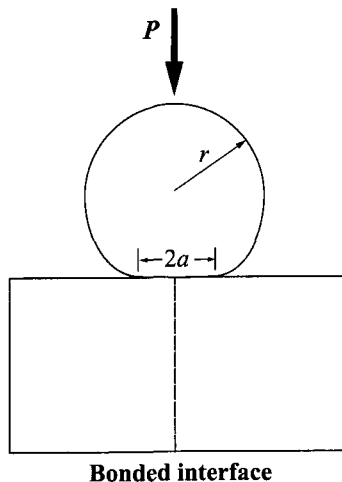


Fig. 1. Schematic of Hertzian contact test, with sphere of radius r at load P over contact radius a .

가 끝난 두 시험편의 옆면을 경면가공한 후 cyanoacrylate 계 접합제(Superclue, Loctite Corp., Newington, CT, U.S.A.)로 접합시켜 하나의 시험편을 제조한 것이다. 여기서 접합계면은 인공적인 손상을 최소화하기 위해 $5\ \mu\text{m}$ 이하로 하였으며, 그 접합계면에 일련의 접촉손상을 가한 후 아세톤으로 계면접합 시험편을 분리하여 표면 및 표면아래에서 형성된 균열 및 손상을 광학현미경으로 관찰하였다. 광학현미경의 관찰시 재료가 경험하는 손상을 보다 명확하게 관찰하기 위하여 Nomarski illumination를 사용하여 입체화된 손상 형태를 관찰하였다.

어닐링 공정은 시간당 200°C 의 속도로 850°C 까지 승온시킨 후 36시간 유지하였고, 동일한 속도(200°C/hr)로 실온까지 냉각하였다. 이후 피라미드형 압자를 사용하여 총상 재료의 표면에 비커스 압입시험(DVKH-1, Microhardness tester, Tokyo Co., Japan)을 행함으로써 선행의 헤르즈안 압입에 의한 재료 내부의 응력과 파괴 거동을 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 유리침윤 알루미늄의 기본물성과 압입 응력-변형 거동

각각의 성형법으로 제조한 알루미늄 일차성형체의 기공률을 조사한 결과, 주입성형법으로 제조한 일차성형체는 20 vol%, 그리고 일축가압성형법으로 얻은 일차성형체는 30 vol%의 기공율을 보였다. 1100°C 에서 각각의 성형체에 대하여 최적화된 침윤시간동안 유리침윤을 행하여 성형체 내부 공극을 $\text{La}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ 계 유리가 침윤시켰으며, Fig. 2에서 유리침윤이 끝난 복합체의 전자현미경 사진을

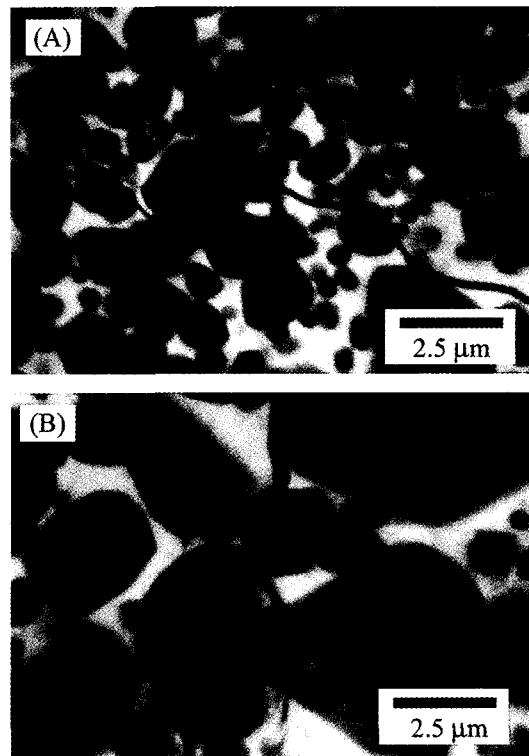


Fig. 2. Scanning electron micrographs showing the crack propagation of glass-infiltrated alumina. (A) dry-pressed alumina and (B) slip-cast alumina. Micrographs are back-scattered electron images.

나타냈다. 그림에서 보듯이 최종적인 침윤공정 이후 복합체는 알루미늄 기지상에 란타늄계 유리가 균일하게 분포하고 있었으며, 기공이 없는 치밀한 복합체를 이루고 있었다. 이때 유리침윤 공정전후에 걸쳐 복합체 내부의 유리 화학 조성은 기본적으로 동일하였다.

Fig. 3는 반경 $3.18\ \text{mm}$ 의 구형 텅스텐 카바이드 압자를 사용하여 유리침윤 알루미늄의 일차성형체 및 복합체에 대하여 압입하중에 따른 변형을 분석한 결과이며, 이러한 압입 응력-변형 곡선(indentation stress-strain curve)으로부터 각 재료의 탄성과 소성 정도를 파악할 수 있다. 주입성형법이나 일축가압성형법으로 제조된 알루미늄 복합체는 모두 가해진 응력에 대하여 탄성 영역을 보여주고 있으며, $5\ \text{GPa}$ 이상의 높은 응력하에서는 선형성에서 벗어나는 준소성 거동(quasi-plastic behavior)을 나타내고 있었다. 유리침윤이 끝난 복합체에서의 유사한 압입응력-변형 거동과 달리, 각각 다른 성형법으로 제조한 일차성형체의 압입응력-변형거동은 기공률 차이에 따라 다른 양상을 보여주고 있다. 일축가압성형법으로 제조한 높은 기공률을 갖는 일차성형체가 큰 기울기를 가지는 것으로 보아, 가해지는 응력에

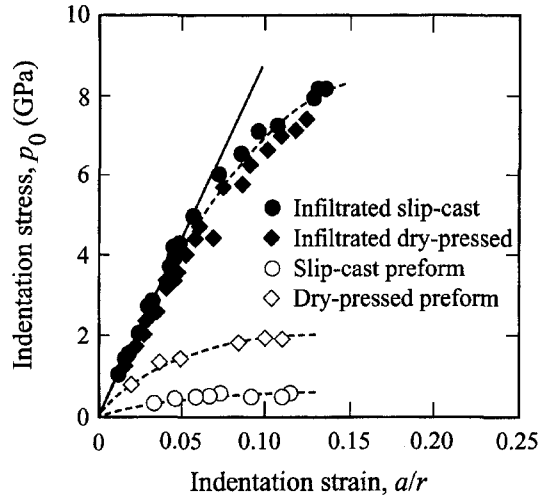


Fig. 3. Indentation stress-strain curves of glass-infiltrated alumina.

대하여 변형이 일어나기 쉬우며, 이는 기공을 자체의 영향 보다는 성형체 내부의 기공의 형태 및 미세구조, 입자가 갖는 특성에 기인한다. 그러나 유리침윤이후 얻어진 복합체의 거동이 큰 차이를 보이지않고 있으며, 이는 유리상이 일차 성형체의 공극을 완전히 채운다면 이전의 성형공정과 일차 성형체의 미세구조에 많은 영향을 받지 않는다는 것을 알 수 있다. 이러한 것은 유리침윤 알루미늄 복합체의 비중, 탄성계수, 경도, 인성 등의 기본적인 물성치를 비교했을 때 쉽게 알 수 있으며, 특히 주입성형법으로 제조한 복합체가 근소하게 높은 값을 보였고 대체로 큰 차이를 보이지 않았다. 이를 Table 2에 나타내었다.

유리침윤 이후 알루미늄 복합체의 미세구조를 Fig. 2과 같이 주사 전자 현미경으로 관찰한 결과, 일축가압성형된 알루미늄은 주입성형 알루미늄에 비해 2배정도 작은 입자 크기를 갖는 미세구조를 지니고 있었다. 그림에서 어두운 상은 알루미늄 성형체이고 밝은 상은 침윤된 유리이다. 주입성형 알루미늄의 입자가 일축가압성형 알루미늄에 비해 더 크고 긴 형상을 보이고있으며, 이는 출발원료의 입도 및 형상 분포의 차이를 의미하고 주입성형 알루미늄의 미세구조가 주입성형 공정동안 일정한 방향으로 배열하며 고화되어 초기형태 성형체가 형성되었음을 미루어 짐작케 한

다. 압입응력에 따른 알루미늄의 변형은 이러한 재료의 미세구조, 입자크기 및 형상, 기공을 등에 영향을 받으며 [14], 미세구조 및 기공을 등은 출발원료의 기본적인 특성 또는 성형, 열처리 공정 등에 따라 달라지기 쉽다. Fig. 3에서도 각각의 성형법에 따른 일차 성형체의 미세구조가 달라짐에 따라 압입 응력-변형 곡선은 차이를 보이고 있다. 비록 기공율은 크지만 작은 입자들로 이루어진 일차 성형체(일축가압성형 알루미늄)는 적은 기공율을 가지고있지만, 큰 입자를 갖는 일차 성형체(주입성형 알루미늄)은 큰 기공들로 기공율을 이루므로 변형이 더욱 잘 발생하게 된다. 결국 일차 성형체에서는 기공을 및 미세구조가 결정적인 영향을 행사하며, 이것은 기공분포나 미세균열 형성 등으로 설명될 수 있다.

그리고, 미세구조 차이에 따른 알루미늄 복합체의 파괴는 일차 성형체의 미세구조 차이에 따라 다른 형태를 보이고 있다(Fig. 2 참조). 작은 입자를 갖는 일축가압성형 알루미늄은 유리상과 알루미늄 입자의 계면을 따라 균열이 전파하는 입계 파괴(intergranular fracture) 양상을 보이고 있지만, 큰 입자를 갖는 주입성형 알루미늄은 큰 기공들의 영향으로 변형이 더욱 쉽고 잘 발생하기 때문에 알루미늄 입자 내부로 균열이 전파되는 입내 파괴(transgranular fracture)와 입계 파괴를 동시에 나타나고 있다.

3.2. 헤르찌안 및 비커스 압입시험과 접촉손상

유리침윤 알루미늄 복합체에 대하여 구형 압자를 사용한 헤르찌안 압입시험 결과를 Fig. 4에 나타내었다. 텅스텐 카바이드 볼($r = 3.18 \text{ mm}$)을 사용하여 주입성형 알루미늄 계면 접합 시험면에 높은 하중($P = 2500 \text{ N}$)으로 재료에 접촉손상을 가했을 때(Fig. 4A), 알루미늄은 표면아래(subsurface) 영역에서 준소성 변형을 잘 보여주고 있으며, 전형적인 헤르찌안 콘 균열도 잘 발달되었음을 관찰할 수 있었다. 준소성 변형은 최대 전단 응력이 걸리는 부분에서 shear-fault에 의한 미세균열의 상호작용(microcrack coalescence)으로 발생하는 것이며, 이러한 상호작용은 재료의 손상저항성을 빠른 속도로 떨어뜨려 최종적으로 급격한 파괴(catastrophic failure)를 일으키게된다. 이러한 파괴형태는 안정적으로 전파하는 콘 균열에 의한 파괴보다 강도열화 및 재료의 응용성과 관련한 수명에 더욱 치명적인 역할을 하고 있

Table 2
Material properties for glass-infiltrated alumina and glass

Material	Density (g/cm^3)	Young's modulus (GPa)	Hardness (GPa)	Toughness ($\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$)
Slip-cast alumina	3.85	288	11.9	2.8
Dry-pressed alumina	3.83	260	11.5	2.5
Glass	3.67	125	6.8	1.0

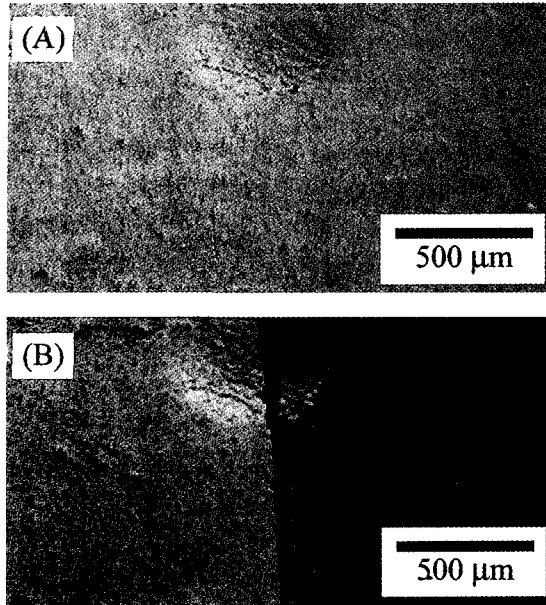


Fig. 4. Fracture test results in slip-cast alumina. (A) Damage after single indentation with WC ball, $r = 3.18$ mm at $P = 2500$ N, and (B) Failure origin inside quasi-plastic deformation zone.

다. Fig. 4B에서도 강도시험시 헤르짜안 콘 균열에서 파괴가 시작되지 않고 압흔 영역인 준소성 변형영역에서 파괴가 진행되었음을 알 수 있다.

표면아래 영역의 준소성 변형은 헤르짜안 압입시험시 최대 전단응력이 부가되는 영역으로, 재료에 하중을 가하는 방향에 대하여 전단 응력(shear stress)이 최대가 되는 면에서 양쪽 끝 부분에 날카로운 균열을 갖는 한 쌍의 wing crack을 형성한다고 알려져 있으며, 파괴 시험시 재료 표면에 인장응력이 걸리게되면 날카로운 균열 선단에서부터 파괴가 급격히 진행되는 것이다(Fig. 5 참조)[15]. 세라믹스의 경우 재료가 경험하는 손상을 측정할 수 있는 임계하중을 넘어서면 넓게 확산된 준소성 변형영역(diffused quasi-plastic deformation region)에 존재하는 수많은 wing crack 선단에서부터 파괴가 진행되게 된다. 이때 shear-fault에 의한 헤르짜안 내부 응력 항을 포함한 응력 집중 인자(stress-intensity factor, K)를 수학적으로 모델링[16]하면 다음 식과 같다.

$$K = \chi Q/C^{3/2} + \Psi \sigma C^{1/2} \quad (1)$$

여기서 χ 는 무차원 계수, Q 는 내부응력이 wing crack 중앙부분이 벌어지게 만드는 힘, Ψ 는 균열 형상계수(geometry coefficient; $\Psi = \pi^{1/2}$, straight crack in infinite specimen), σ 는 재료에 가해진 인장응력을 의미하며, 균열이 점차 성장함에 따라 응력 집중은 비례적으로 증가한다

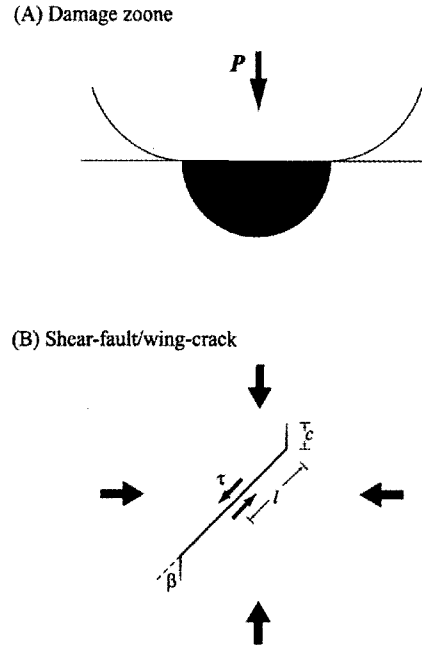


Fig. 5. Schematic of shear-fault/wing crack system. (A) contact at load P forms array of shear faults within quasi-plastic zone, and (B) individual shear-fault/wing crack in volume element, treated as pennylike crack with virtual radius $C = c + \gamma l$.

는 사실을 알 수 있다. 따라서 준소성 영역의 미세균열의 상호작용과 내부 응력은 재료의 실용용과정에 있어 강도열화 및 급격한 파괴를 일으키는 중요한 요인이다.

헤르짜안 압입응력을 해소하기 위한 노력으로 제조된 소결체를 고온까지 가열했다가 냉각시키는 어닐링 공정을 행하였으며, 헤르짜안 압입응력이 재료손상에 미치는 영향을 고찰하기 위해 헤르짜안 압입시험을 행한 시험편에 Fig. 6과 같이 비커스 압자를 사용해 래디얼 균열의 생성형태를 관찰하였다. 그림에서 어닐링을 행하지않은 복합체는 헤르짜안 압입을 행하여 얻어진 손상 영역에 다시 비커스 압입을 행하여 관찰한 것이며, 어닐링 공정을 거친 복합체는 헤르짜안 압입시험을 행하고 850°C에서 36시간 동안 유지시켜 압입과정에서 야기된 내부응력을 제거한 후 비커스 압입시험을 행하여 얻은 결과이다. 어닐링 공정에서의 승온속도는 200°C/hour이었다. Fig. 6A에서 어닐링을 행하지않은 유리침윤 알루미늄의 경우 표면의 준소성 변형영역에 발생하는 래디얼 균열에 비해, 압입주변에서는 수직방향으로 발생된 래디얼 균열의 성장이 억제되었고 수평방향의 래디얼 균열의 생성은 쉽게 발달됨을 관찰할 수 있었다. 이는 재료표면에 헤르짜안 압입을 가했을 때 재료표면에 방사형(수평방향)으로 내부응력이 작용하고있음을 알 수 있다. 유리침윤 알루미늄은 어닐링 공정을 거치면서 Fig. 6B와 같이 래디

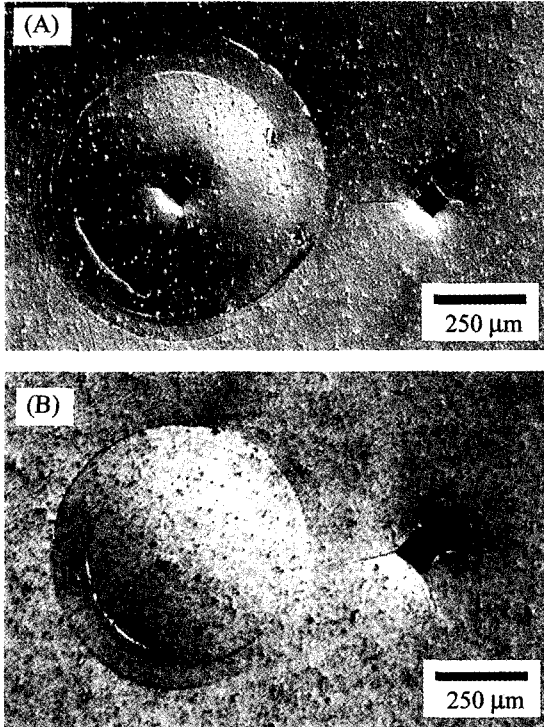


Fig. 6. Top surface views of Hertzian contact damage in slip-cast alumina. (A) Vickers indentation at $P=30\text{ N}$ without annealing, and (B) Vickers indentation at $P=100\text{ N}$ with annealing. Nomarski optical micrographs are shown.

일 균열의 생성이 상하 좌우 방향으로 대칭적이고 그 길이도 일정함을 관찰할 수 있었으며, 어닐링을 행하지 않은 경우보다 높은 하중($P = 100\text{ N}$)을 가했음에도 불구하고 래디얼 균열의 크기는 큰 차이를 보이지 않고 있었다. 이는 이전의 압입시험으로 재료내부에 야기되는 내부응력이 어닐링 과정을 거치는 동안 감소되어 압입되지 않은 원래의 시험편 상태와 유사해졌음을 알 수 있다.

Fig. 7은 헤르찌안 압입시험을 행한 유리침윤 알루미늄이나 대하여 3점 곡강도 시험을 행하여 파괴원을 관찰함으로써 어닐링공정이 알루미늄 복합체의 파괴거동에 미치는 영향을 살펴본 결과이다. 이때 헤르찌안 압입시험과 파괴는 동일한 조건에서 행하여졌으며, 주입성형 알루미늄은 준소성 손상영역에서의 파괴에서 큰 균열에서의 파괴로 파괴형태가 전이되었고, 일축가압성형 알루미늄의 경우 큰 균열에서의 파괴가 접촉영역 밖에서 파괴가 진행되어 재료 자체의 자연 결합에 의한 파괴로 전이되었음을 관찰할 수 있었다. 이는 어닐링을 행하는 동안, 헤르찌안 압입시 재료 내부에 존재하던 응력의 치료(healing) 효과가 진행되어 파괴형태가 전이되었음을 알 수 있다.

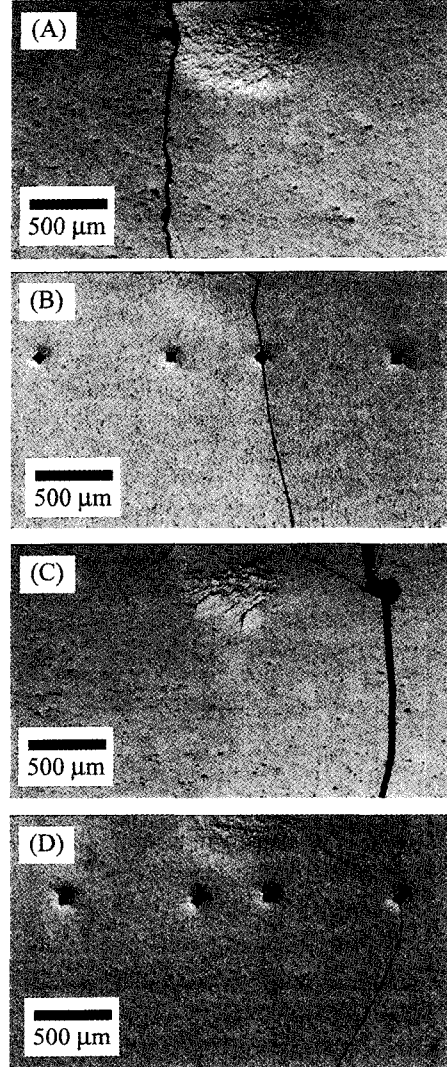


Fig. 7. Failure origin in Hertzian indented alumina at $P = 2500\text{ N}$ without (A, B) and with (C, D) annealing. (A) slip-cast alumina without annealing, (B) dry-pressed alumina without annealing, (C) slip-cast alumina with annealing, and (D) dry-pressed alumina with annealing. Fracture tests were performed in 3 point bending test following Vickers indentation at $P = 50\text{ N}$.

4. 결 론

$\text{La}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ 계 유리침윤 알루미늄 복합체의 미세구조 및 압입응력, 파괴거동에 관한 실험결과는 다음과 같다.

1) 유리침윤 알루미늄 복합체는 일차성형체의 미세구조 차이로 인해 다른 압입 응력-변형거동을 보였으며, 특히 적

은 기공율을 지니지만 큰 입자로 이루어진 주입성형 알루미늄이나 큰 기공들의 영향으로 일축가압성형 알루미늄에 비해 준소성 변형이 발생되기 쉽다. 그러나 이러한 미세구조의 영향은 유리침윤 공정이후 복합체에서 응력-변형거동이 큰 차이를 보이지 않으며, 경도, 인성 및 비중 등의 기본적인 물성치에서도 큰 차이를 보이지않았다.

2) 접촉환경하에서 유리침윤 알루미늄의 내부응력은 재료의 준소성 변형에 영향을 미치지만, 어닐링 과정을 통해 치료될 수 있었으며, 어닐링 과정이후 준소성 영역에서의 wing crack에 의한 파괴로부터 재료표면의 고유결함에 의해 파괴되는 파괴원의 전이를 관찰할 수 있었다.

참 고 문 헌

- [1] M. Weinstein, S. Katz and A.B. Weinstein, U.S. Patent 3,052,982 (1962).
- [2] R.A. Giordano, S. Campbell and R. Pober, J. Prosthet. Dent. 71 (1994) 468.
- [3] R.H. Doremus, J. Mater. Sci. 27 (1992) 285.
- [4] B. Hojjatie and K.J. Anusavice, J. Dent. Res. 72 (1993) 566.
- [5] W.D. Wolf, K.J. Vaidya and L. Falter Francis, J. Am. Ceram. Soc. 79 (1996) 1769.
- [6] V. Piddock, A.J.E. Qualtrough, A. Slevin and J. Carlos Fernandes, Int. J. Prosthodont. 8 (1995) 280.
- [7] H. Hornberger, Ph. D Dissertation, University of Birmingham, Birmingham, United Kingdom (1995) p.51.
- [8] J.R. Kelly and J.M. Antonucci, Polymer Preprints 38 (1997) 125.
- [9] L. Pröbster, Int. J. Prosthodont. 6 (1993) 259.
- [10] I.M. Peterson, S. Wuttiaphan, B.R. Lawn and K. Chyung, Dent. Mater. 14 (1998) 80.
- [11] H. Cai, M.A. Stevens Kalceff and B.R. Lawn, J. Mater. Res. 9 (1994) 762.
- [12] G.V. Blessing, Symposium on Dynamic Modulus Measurements, A. Wolfenden, Ed., (ASTM, Kansas, 1988) p.47.
- [13] F. Guiberteau, N.P. Padture and B.R. Lawn, J. Am. Ceram. Soc. 77 (1994) 1825.
- [14] B.A. Latella, B.H. O'Conner, N.P. Padture and B.R. Lawn, J. Am. Ceram. Soc. 80 (1997) 1027.
- [15] H. Horii and S. Nemat-Nasser, Philos. Trans. R. Soc. London 319 (1986) 337.
- [16] B.R. Lawn, J. Am. Ceram. Soc. 81 (1999) 1977.