

알루미나-유리 복합체용 글래스의 조성에서 CeO₂의 함량변화가 강도에 미치는 영향

전북대학교 치과대학 보철학교실, 구강생체과학 연구소

이화진 · 송광엽 · 강정길

I. 서 론

결손치의 수복시 기능적인 면과 함께 심미적인 면이 강조되면서 심미성이 우수한 도재관이 치과임상에 자주 사용되고 있지만, 도재는 소결과정에서 수축이 크고, 높은 취성으로 인해 인장과 충격에 대한 저항성이 낮으므로 다단위(multiunit)의 수복물에는 제한적으로 적용되어 왔으며, 이러한 문제점을 극복하기 위해 소성과정에서 수축이 작으면서도 기계적 성질이 우수한 도재를 개발하기 위한 많은 노력이 이루어져 왔다¹⁾.

McLean과 Hughes²⁾가 치과용 장식 도재에 고강도 세라믹인 알루미나를 분산강화하여 강도를 개선하는 것이 가능하다고 보고한 이래, Sherill과 O'Brien³⁾은 알루미나의 분산강화로 굽힘강도가 증가되었다고 하였고, Morena 등⁴⁾은 알루미나를 유리기질 내에 50wt% 정도 분산강화하였을 때 파괴인성이 증가되었다고 하였다. 그러나 유리기질에 알루미나를 분산 시킬에 따라 투명도가 감소하여 심미성이 저하되었을 뿐만 아니라 알루미나의 혼합비를 증가에도 한계를 보였기 때문에 강도의 개선에도 한계를 보였다. Claus⁵⁾는 유리에 알루미나를 첨가하여 제조한 프릿트를 사용하여 알루미나를 고밀도로 분산강화한 Hi-Ceram(Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany)을 개발하였고, Johnston과 O'Brien⁶⁾, Oilo⁷⁾는 알루미나의 함량 증가에 따라 강도가 개선됨을 보고하였지만, 소결체 내에 생성되는 기공으로 인해 알루미나의 혼합을 증가에 한계를 보였다.

종래 알루미나 도재의 소성수축에 대한 단점을 보완하기 위해 소성과정에서 팽창이 일어나는 Cerestore (Johnson & Johnson, East Windsor, NJ, U.S.A.)가 도입되었는데, 이 기법에서는 알루미나와 마그네시아를 포함하는 도재를 몰딩(moulding) 한 후 열처리과정에서 팽창이 일어나는 알루미나-마그네시아 침정석(MgAl₂O₄)을 생성하여 소성과정에서 일어나는 수축을 보상하고 있다. Starling 등⁸⁾은 결정화로 일어나는 팽창이 도재의 소성수축을 보상하기에 충분하다고 하였다. Oilo⁷⁾는 Cerestore 코어의 굽힘강도는 145MPa로서 알루미나 도재의 116MPa에 비해 높게 나타났다고 하였고, Philp와 Brukl⁹⁾은 압축강도의 측정 시 Cerestore 도재관이 알루미나 도재관에 비해 파절강도가 높게 나타났지만 유의한 차이를 보이지는 않았다고 하였으며, Josephson 등¹⁰⁾은 유사한 실험에서 Cerestore 도재관의 파절강도가 알루미나 도재관에 비해 유의하게 높게 나타났지만 도재-금속관의 파절강도와 비교할 때는 50%에 미치지 못하였다고 하였다.

Sadoun¹¹⁾이 알루미나 도재의 소성수축과 강도를 개선하기 위한 새로운 방법으로 알루미나와 유리의 복합체를 형성하는 방법인 In-Ceram(Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany)을 소개한 이래, Levy¹²⁾, Pröbster와 Dinie¹³⁾, Wolf 등^{14,15)} 등은 알루미나-유리 복합체의 굽힘강도와 파괴인성이 종래 치과용 알루미나 도재의 2~3배에 달하였다고 하였고, Lange 등¹⁶⁾, Morena 등¹⁷⁾, Seghi와 Sorensen¹⁸⁾은 알루미나에 부분안정화 지르코니아를 분산시

킬 경우 복합체의 강도를 개선하는 것이 가능하다고 하였다.

본 연구에서는 유리조성에서 세리아(CeO_2)의 함량 변화가 유리와 알루미늄 복합체의 기계적 성질에 미치는 영향을 평가하기 위해, Tyszblat¹⁹⁾의 특허 조성인 In-Ceram 글래스를 모유리로 하고 세리아를 3, 6, 9, 12mol% 첨가하여 용융침투용의 유리를 제조하였으며, 유리의 조성 변화 및 알루미늄의 소결온도가 알루미늄-유리 복합체의 파절강도에 미치는 영향에 관하여 조사하고, 보다 강도가 강하고 저렴한 In-Ceram 유리의 국산화 가능성을 평가해보고자 하였다.

II. 연구재료 및 방법

1. 연구재료

알루미늄은 대조군과 시험군 공히 In-Ceram 알루미늄(Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany)를 사용하였고, 용융침투용의 유리는 대조군으로 In-Ceram 글래스를 사용하였고, 시험군으로 Table 1과 같이 세리아의 함량을 3, 6, 9, 12mol%로 변화시킨 유리를 사용하였다.

2. 연구방법

1) 유리시료의 제조

특급시약을 Table 1에 표시한 조성으로 계량한 다음 분말의 균일한 혼합을 위해 24시간 동안 ball mill을 행하였다. 500cc의 알루미늄 도가니에 준비한

분말시료 200g을 채운 다음 전기로(RHF15/9, Carbolite, England)에 넣고 승온속도 $10^\circ C/min$ 으로 $1,400^\circ C$ 까지 온도를 상승시켜 2시간 동안 유지하였으며, 분말시료가 완전히 용융된 것을 확인한 다음 급냉하여 유발 분쇄에 의해 $400(38\mu m)$ mesh 통과 분말로 제조하였다.

2) 시편제작

In-Ceram 알루미늄을 공통적으로 사용하여 직경 $12.0mm \times$ 두께 $1.0mm$ 의 다공성의 소결체를 얻기 위해 slip casting 법을 적용하였다. 내경 $12.0mm \times$ 높이 $1.0mm$ 의 공간이 형성된 금형의 실리콘 복제모형을 제작한 다음 In-Ceram special plaster를 제조사의 지시에 따라 액과 분말의 비가 6/20이 되도록 혼합하여 석고형을 제작하였다. In-Ceram 알루미늄과 혼합액을 액과 분말의 비가 5/38이 되도록 혼합하여 slurry로 만든 다음 혼합과정에서 생성된 기포를 제거하기 위해 비이온계 소포제(SN-defoamer 483, 한국 산노프 주식회사, Korea)를 첨가하였다. slip casting 법을 적용하여 석고형에 형성된 몰드 공간에서 알루미늄을 성형하였으며, 알루미늄 소결체를 얻기 위해 준비한 알루미늄 성형체를 전기로(Ahjeon Industrial Co., Korea)에 넣고 승온속도 $10^\circ C/min$ 으로 $1,120^\circ C$ 까지 온도를 상승시켜 2시간 동안 유지하였다. 알루미늄-유리 복합체를 제작하기 위해 알루미늄 소결체의 상하에 준비한 유리를 도포한 다음 In-Ceram 글래스의 경우에는 $1,100^\circ C$ 에서 4시간 동안 용융침투를 행하였고, 세리아를 3~12% 첨가한 글래스의 경우에는 $1,140^\circ C$ 에서 4시간 동안

Table 1. Composition of glasses used for melt-infiltration

Composition	Group					
	In-Ceram*	Glass A	Glass B	Glass C	Glass D	
SiO ₂	34	33	32	33	30	
B ₂ O ₃	20	22	21	20	20	
Al ₂ O ₃	18	18	17	16	17	
La ₂ O ₃	8	8	8	7	7	
TiO ₂	4	4	4	4	4	
CaO	12	11	11	10	9	
Fe ₂ O ₃	1	1	1	1	1	
ZrO ₂	1	-	-	-	-	
CeO ₂	1	3	6	9	12	

* Glass composition patented by Tyszblat¹⁹⁾ in 1988

용융침투를 행하였다. 알루미늄-유리 복합체 시편은 각 군당 15개씩 준비한 다음 표면을 균일화하기 위해 #800~#2000번의 diamond wheel(Shinil Diamond Industrial Co., Korea)로 양면을 순차적으로 연마하였으며, 인장을 받는 표면의 연마과정에서 생성된 미세한 연마흔을 제거하기 위해 1 μ m와 0.3 μ m의 다이아몬드 페이스트(Beuhler Ltd., U.S.A.)를 사용하여 마무리 연마를 행하였다. Fig. 1에 직경 12.0mm×두께 1.0mm의 원판 상의 시편을 제작하는 절차를 표시하였다.

3) 겉보기 기공률(apparent porosity)의 측정

Slip casting으로 준비한 알루미늄 소결체의 기공률에 미치는 소성온도의 영향을 조사하기 위해 알루미늄 성형체의 소결온도를 1,100~1,300 $^{\circ}$ C까지 50 $^{\circ}$ C 간격으로 변화시키며 소결체를 제작한 다음 KS L 3114 규정에 따라 다음의 식(1)을 적용하여 겉보기 기공률을 측정하였다.

$$P(\%) = \frac{W_3 - W_1}{W_3 - W_2} \times 100 \quad (1)$$

여기에서 W_1 은 건조한 시료의 무게, W_2 은 수중에서의 시료의 무게, W_3 은 포수시료의 무게이다.

4) 알루미늄-유리 복합체의 강도 측정

본 연구에서는 굽힘강도의 평가를 위해 얇고 취성이 큰 원판상 세라믹 재료의 굽힘강도 평가시에 자주 사용되는 2축굽힘시험(Bi-axial Flexure Test)을 적용하였다. Fig. 2에 표시한 것과 같이, 직경 9mm의 유지원주상에 직경 1.5mm의 강구 3개를 등간격으로 위치시킨 2축굽힘시험장치를 재료시험기(Model 4201, Instron Co., U.S.A.)에 고정하고 동일한 크기의 강구를 사용하여 crosshead 속도 0.5mm/min으로 시편의 중앙부에서 압축력을 가하여 파절시켰다. 2축굽힘강도(σ)는 식 (2)를 적용하여 계산하였다²⁰⁾.

$$\sigma = \frac{AP}{I^2}$$

$$A = \frac{3}{(4\pi)^2} \left[2(1+\nu) \ln\left(\frac{a}{r_0^*}\right) + (1+\nu) \left(\frac{2a^2 - r_0^{*2}}{2b^2} \right) + (1+\nu) \right] \quad (2)$$

$$r_0^* = \sqrt{(1.6r_0^2 + I^2)} - 0.675r$$

여기에서, P는 시편의 파절하중, ν 는 Poisson 비, a는 지점을 지나는 원주의 반경, b는 시편의 반경, t는 시편의 두께, r_0 는 하중봉 끝 강구의 반경, r_0^* 는 시편과 하중봉 사이 접촉면의 반경이다. 본 연구에서 도재의 Poisson 비는 0.25로 설정하였다.

5) 알루미늄-유리 복합체의 균열진전 양상 관찰

준비한 알루미늄-유리 복합체의 파절과정에서의 균열진전 양상을 조사하기 위해 비커스 경도기(Matsuzawa Co., Ltd. DVK-2, Japan)에 시편을 장착한 다음 98N의 하중으로 15초간 압자를 압입한 다음 균열진전 양상을 주사전자현미경(Jeol, JSM-6400, Japan)으로 관찰하였다. 균열의 관찰이 용이하도록 하기 위해 압자의 압입부를 중심으로 한 표면을 0.5% HF 수용액으로 60초간 산부식 하였으며, 부식과정에서 형성된 산사물을 제거하기 위해 10분간 초음파 세척을 행하였다.

6) 통계적 분석

측정된 결과는 분산분석에 의해 통계적 유의성을 검증한 다음 각각의 시험군 사이의 차이를 비교하기 위해 Tukey 다중범위검증법에 의해 각 군간의 차이를 비교하였다.

III. 연구 결과

1. 기공률과 2축굽힘강도

Fig. 3은 알루미늄 성형체의 1차 소결 후의 기공률을 조사한 것으로, 기공률은 1,100 $^{\circ}$ C에서 소성한 경우에는 14.1%, 1,300 $^{\circ}$ C에서 소성한 경우에는 11.5%로 소성온도의 상승에 따라 감소를 보였다.

Fig. 4는 In-Ceram 알루미늄을 1,120 $^{\circ}$ C에서 1차 소결한 후 In-Ceram 글래스와 세리아를 3, 6, 9, 12mol% 함유하는 시험용 글래스를 용융침투한 복합체의 2축굽힘강도를 도시한 것이다. 2축굽힘강도는 세리아의 함량이 3mol%인 유리를 용융침투한 경우에 423.5MPa로서 가장 높게 나타났으며, 이후 세리아의 함량 증가에 따라 강도가 감소하는 경향을 보였지만, 대조군과의 사이에 유의한 차이를 보이지는 않았다($p>0.05$).

Fig. 5는 소성온도를 1,100~1,300 $^{\circ}$ C까지 50 $^{\circ}$ C 간

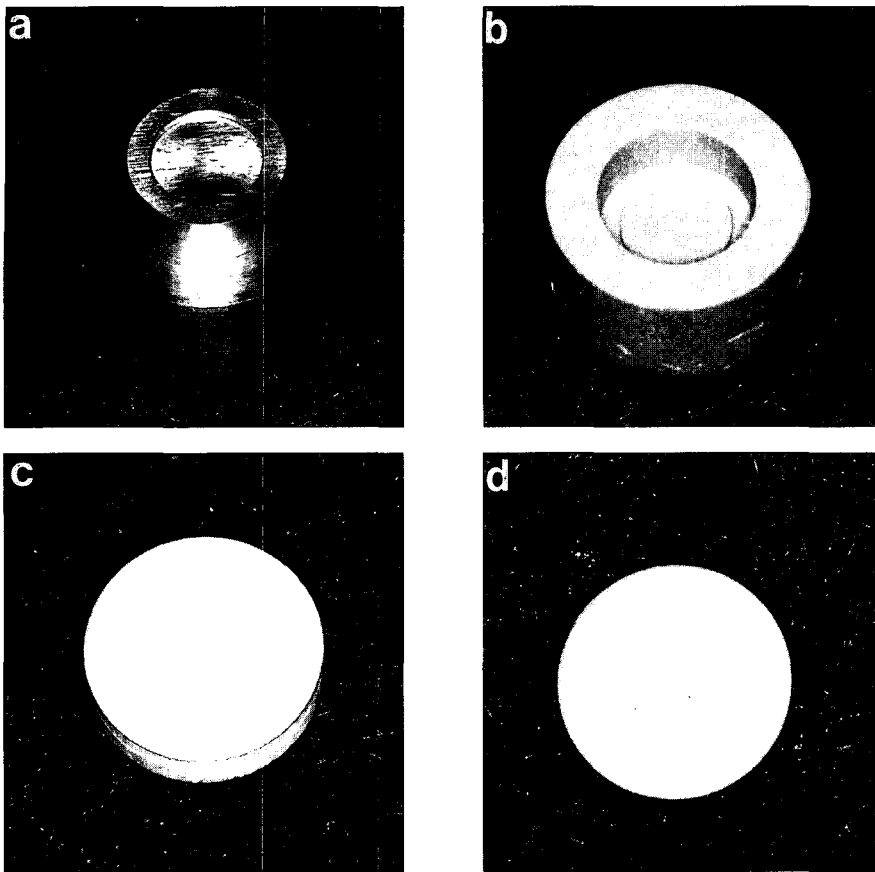


Fig. 1. Procedure to fabricate the disk specimen of alumina-glass composites. (a) Metal mold, (b) Silicone impression, (c) Duplicated plaster mold, (d) Finished alumina-glass composite.

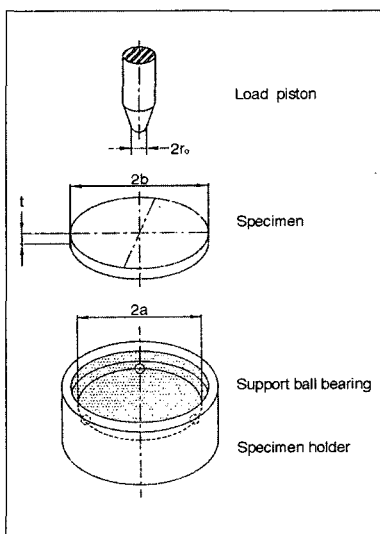


Fig. 2. Schematic diagram of a ball-on-three-ball loading system.

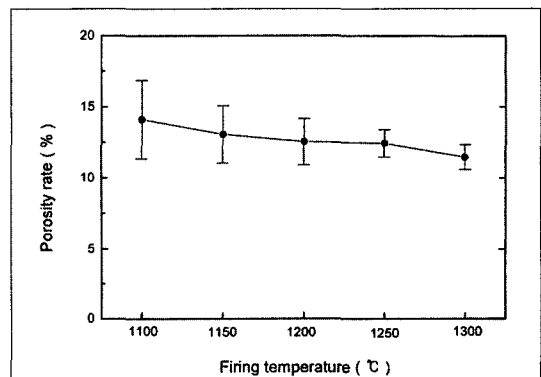


Fig. 3. Relationship between porosity rate and firing temperature of partially sintered alumina.

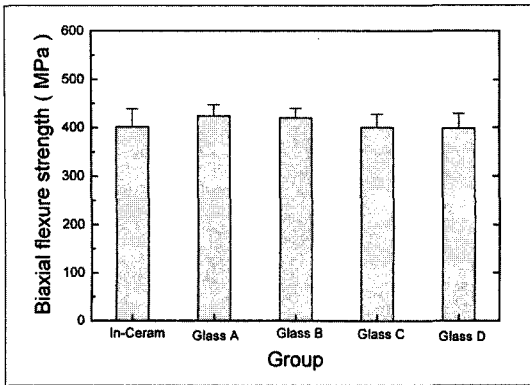


Fig. 4. Relationship between biaxial flexure strength of alumina-glass composites and CeO₂ content in glass compositions.

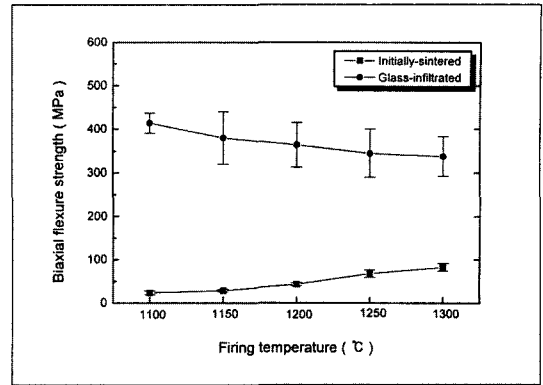


Fig. 5. Relationship between biaxial flexure strength of alumina-glass composites and firing temperature of partially sintered alumina.

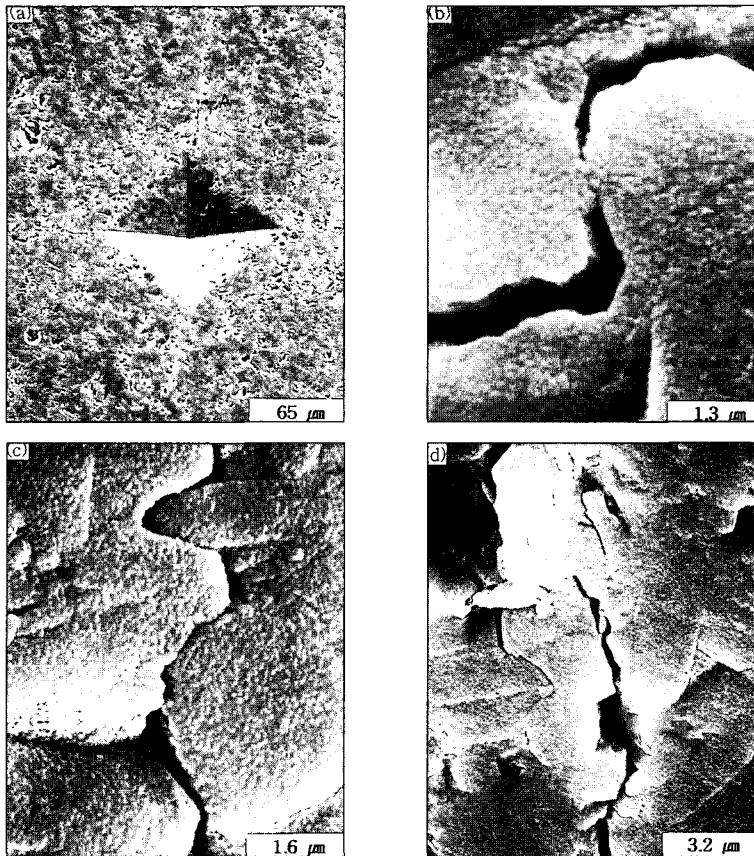


Fig. 6. Scanning electron micrographs of Vickers-produced indentation crack pattern(a) and details of the radial crack A(b~d).

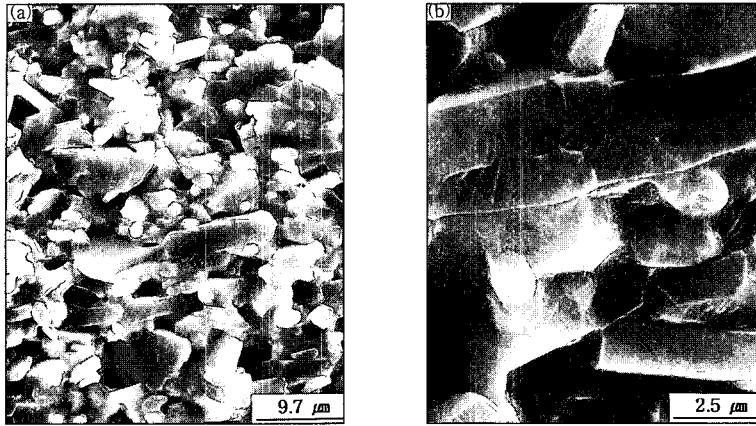


Fig. 7. Scanning electron micrographs of fracture surface after biaxial flexure test(a) and details near the position B.

격으로 상승시키며 제조한 In-Ceram 알루미늄 소결체의 2축굽힘강도 및 각각의 소결체에 3mol%의 세리아를 함유하는 글래스를 용융침투시켰을 때의 2축굽힘강도를 도시한 것이다. 알루미늄 소결체의 2축굽힘강도는 소성온도의 상승에 따라 증가하는 경향을 보인 반면, 유리를 용융침투한 복합체의 2축굽힘강도는 소성온도의 상승에 따라 감소하는 경향을 보였다.

2) 알루미늄-유리 복합체의 파절 양상

Fig. 6(a)는 경면으로 연마한 알루미늄-유리 복합체의 표면에 비커스 압자를 98.0N의 하중으로 압입하였을 때 압입부를 주사전자현미경으로 관찰한 것으로, 압입부에서는 압자의 압흔상과 압흔의 대각선 방향으로 성장한 radial crack 양상이 관찰된다. Fig. 6(b)~(d)는 radial crack A의 진전 양상을 확대 관찰한 것으로, 비교적 압흔에 가까운 (b)에서는 균열이 알루미늄 입자를 가로질러 전파한 양상 및 균열선단이 알루미늄 입자 주위에서 굴곡되어 전파됨에 따라 입자와 입자 사이의 맞물림에 의한 마찰작용 양상이 관찰되고, 압흔에서 비교적 멀리 떨어진 (c)에서는 알루미늄 입자에 의한 균열의 굴곡 양상과 함께 긴 입자에서 pullout 양상이 관찰되며, (d)에서는 균열선단의 진행경로 상에서 파괴되지 않은 매개된 섬모양의 부분이 관찰된다.

Fig. 7(a)는 알루미늄-유리 복합체의 2축굽힘시험

후의 파면에 대한 주사전자현미경 사진이고, Fig. 7(b)는 B 위치의 확대 사진이다. 파면에서는 균열이 알루미늄 입자에 의해 굴곡된 양상과 부분적으로 입자가 파절된 양상이 관찰된다.

IV. 고찰

알루미늄 소결체의 미세구조는 입자의 크기와 형상, 입도분포, 기공의 크기와 형상 등에 따라 변화될 수 있다. 입자의 크기가 작을수록 물질이동의 구동력이 되는 활성화에너지가 증가하고 소결을 위한 물질이동의 거리가 짧아지므로 소결성이 좋아진다. 소결체의 강도, 반투명성, 열전도를 등의 특성을 개선하기 위해서는 기공율을 최소화하는 것이 바람직하다. 소결체 내의 기공은 대부분 소성과정에서 모양과 크기가 변화하며, 소성이 진행됨에 따라 크기가 작아지고 모양도 구상이 된다^{21,22)}.

알루미늄 입자들이 응집되어 있는 경우에는 복합체의 냉각 시에 수축률의 차이로 인해 응집된 입자들 사이에서 균열이 생성될 수 있으므로 사용 전에 적당한 온도에서 하소(calcining)를 하거나 ball mill을 해야 한다²²⁾. Jones 등²³⁾은 기공의 형상이 불규칙한 모양인 경우에는 강도에 미치는 영향이 크지만, 구형의 미세한 기공은 영향이 그다지 크지 않다고 하였고, Wolf 등¹⁵⁾은 기공 주위에서 일어나는 응력집중은 기공의 크기보다 기공 주위에 형성된 균열의

에리한 정도에 더 크게 영향을 받는다고 하였으며, 윈 등²⁴⁾은 평균입경 4.6 μm 의 α -알루미나로 성형체를 제작한 다음 1차소결을 하였을 때의 기공율은 약 22%로 나타났지만, 유리를 용융침투한 복합체의 기공율은 0.2~0.3%로 나타났다고 하였다. 본 연구에서는 알루미나의 소성온도가 소결체의 기공율에 미치는 영향을 평가하기 위해 소성온도를 50 $^{\circ}\text{C}$ 간격으로 변화시키며 기공율을 조사한 결과, 소성온도의 상승에 따라 기공율이 감소되는 경향을 보였는데, 이는 소성온도가 상승함에 따라 계면에서의 활성화 에너지가 증가하여 소결이 촉진되었기 때문이며, 소성온도의 상승에 따라 소결체의 강도가 증가하는 것도 이 때문으로 생각된다.

도재에서의 원자결합은 이온결합과 공유결합이 주가 되므로 용점이 높고 고온강도가 크며 화학적 안정성과 심미성이 뛰어난 장점을 갖지만, 취성이 크기 때문에 파절은 가장 취약한 결합부에서 균열이 진전하여 일어나므로 강도의 개선을 위해 균열진전을 억제할 수 있는 방법이 검토되어 왔으며, 주로 표면에 외력을 상쇄할 수 있는 잔류압축응력을 부여하는 방법, 고인성의 세라믹 입자를 분산시키거나 열처리에 의해 미세결정을 생성시켜 균열의 굴곡(crack deflection) 및 crack bridging으로 인한 맞물림에 의한 마찰작용을 유도하는 방법, 분산시킨 입자의 상변태를 유도하여 기질내에 잔류압축응력을 발생시키는 방법이나 파괴과정에서 미세균열의 생성을 유도하여 파괴에너지의 일부를 흡수하는 방법 등이 도입되었다.^{1,25,26)} Anusavice 등²⁷⁾, Hojjatie와 Anusavice²⁸⁾는 용융상태에서 급냉하여 표면에 잔류압축응력의 생성을 유도하였고, Southan²⁹⁾, Dunn 등³⁰⁾, Anusavice 등^{31,32)}은 이온교환에 의한 매입으로 Na^+ 를 이온반경이 35% 더 큰 K^+ 로 치환하여 잔류압축응력층의 형성을 유도하였다. McLean과 Hughes²⁾, Sherill과 O'Brien³⁾, Pidcock 등³³⁾은 장식도재에 고강도의 알루미나 입자를 분산시키는 방법을 도입하였고, Claus⁵⁾, Oilo⁷⁾, Pidcock 등³⁴⁾은 알루미나의 프리트를 사용하여 알루미나의 함량을 크게 증가시켰지만 소결체 내에 생성되는 기공으로 함량 증가에 한계를 보였다고 하였다. Levy¹²⁾, Probster와 Diniel¹³⁾, Wolf 등¹⁵⁾은 알루미나에 유리를 용융침투하여 알루미나-유리 복합체를 형성할 경우 소성과정에서 수축이 거의 나타나지 않으면서 굽힘강도는 400

~600MPa에 달하여 종래 치과용 알루미나 도재의 2~3배에 달하였다고 하였고, 윈 등³⁵⁾은 평균입경 4.6 μm 의 알루미나 소결체에 이트리아의 함량이 다른 4종류의 유리를 용융침투하여 복합체를 제조한 다음 강도를 조사한 결과, 2축굽힘강도는 6mol%의 이트리아를 함유하는 경우에 385.7MPa로 가장 높게 나타났다고 하였다. Morena 등¹⁷⁾은 알루미나에 부분안정화 지르코니아를 분산시켜 복합체의 강도를 개선하는 것이 가능하다고 하였고, Seghi와 Sorensen¹⁸⁾은 In-Ceram의 굽힘강도는 446.4MPa로 나타났지만 알루미나에 지르코니아를 33% 분산한 경우에는 굽힘강도가 603.7MPa로 크게 증가되었다고 하였다. McLean과 Hughes²⁾, Grey 등³⁶⁾은 종래의 치과용 도재는 알루미나의 함량이 40%에 미치지 못하였기 때문에 강도가 낮은 값을 보였다고 하였고, Wolf 등¹⁵⁾은 알루미나-유리 복합체의 높은 강도는 알루미나의 함량 증가로 인해 균열의 진전과정에서 균열의 굴곡 및 crack bridging과 같은 강화가 일어난 때문이라고 하였다. 본 연구에서 In-Ceram 알루미나로 제작한 알루미나 소결체에 In-Ceram 글래스와 세리아를 3, 6, 9, 12mol% 함유하는 시험용 글래스를 용융침투하여 복합체를 제조한 다음 2축굽힘강도를 조사한 결과, 2축굽힘강도는 유리조성에서 세리아의 함량이 3mol%일 때 가장 높게 나타났으며, 세리아의 함량 증가에 따라 6mol%까지는 유사한 강도를 보였지만, 이후 함량증가에 따라 강도가 감소하는 경향을 보였다. 또한 알루미나 1차소결체의 소성온도가 복합체의 강도에 미치는 영향을 조사한 결과, 소성온도의 상승에 따라 복합체의 강도가 저하하는 양상을 보였는데, 이는 소성온도의 상승에 따라 기공율이 감소하여 알루미나 소결체의 강도는 증가되었지만 복합체의 강도가 저하되었다고 생각된다.

알루미나-유리 복합체의 파면과 압자 압입부에서는 균열의 굴곡 및 crack bridging과 같은 강화기전이 관찰되는 것으로 언급되고 있다. Faber와 Evans³⁷⁾은 강도가 큰 알루미나 입자 주위에서 균열이 굴곡됨에 따라 응력확대계수의 감소가 일어나므로 인성이 증가된다고 하였고, Wolf 등¹⁴⁾은 알루미나 입자 주위에서 일어나는 균열의 굴곡으로 인해 균열경로가 평면에서 벗어나기 때문에 강도와 인성이 증가하며, 이것은 굽힘시험 후의 파면이나 압자의 압입부에 생성된 균열 경로의 관찰에 의해서 확인할 수 있다고 하

였다. Bennisson과 Lawn³⁸⁾은 균열의 진행경로 상에 있는 입자에 의한 crack bridging이나 입자의 뽑힘 (pullout)이 일어나면서 생긴 마찰력으로 인해 강화가 일어난다고 하였고, Swanson³⁹⁾은 세라믹 재료에서는 강화 입자에 의해 균열이 굴곡되어 진전됨에 따라 형성된 거친 요철면 사이의 맞물림에 의한 마찰작용 및 균열전단의 진행 경로 상에서 파괴되지 않고 매개된 섬모양의 잔존부에 의한 ligamentary bridging으로 강화가 일어날 수 있다고 하였으며, 강 등⁴⁰⁾, 원 등²⁴⁾도 알루미늄-유리 복합체의 파면에서는 균열의 굴곡과 알루미늄 입자의 파절에 의한 crack bridging 양상이 관찰되었다고 하였다. 본 연구에서 비커스 압자의 압입으로 생성된 radial crack의 관찰 결과, 압자의 압입부에서는 균열의 굴곡, 요철면 사이의 맞물림으로 인한 마찰작용 및 균열경로 상에 파괴되지 않은 채로 잔존하는 섬모양의 부분이 관찰되어 균열의 굴곡과 crack bridging에 의한 강화가 일어났다고 생각된다. 또한 굽힘시험 후의 파면에서도 균열이 굴곡되어 진전되며 형성된 거친 파면 상에서 드물게 입자의 파절이 관찰되어 유사한 강화양상을 나타냈다.

V. 결 론

본 연구에서는 유리의 조성 변화가 변화가 알루미늄-유리 복합체의 강도에 미치는 영향을 평가하기 위해 세리아(CeO₂)의 함량을 3, 6, 9, 12mol%로 변화시켜 유리를 제조한 다음 유리의 조성과 소성온도가 소결체의 기공율, 복합체의 강도 및 파절 양상에 미치는 영향에 관하여 조사한 결과, 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 알루미늄 1차 소결체의 기공율은 소성온도의 상승에 따라 감소되는 경향을 나타냈다.
2. 알루미늄-유리 복합체의 2축굽힘강도는 세리아의 함량이 3mol%일 때 423.5MPa로서 실험군 중에서 가장 높게 나타났으며, 세리아의 함량 증가에 따라 강도가 감소되는 경향을 보였다 ($p > 0.05$).
3. 알루미늄-유리 복합체의 2축굽힘강도는 알루미늄 소결체의 소성온도 상승에 따라 감소되는 경향을 보였다.
4. 알루미늄-유리 복합체의 파면에서는 균열의 굴

곡, 요철면 사이의 맞물림에 의한 마찰작용, 미파괴된 섬모양의 매개부에 의한 ligamentary bridging 양상이 관찰되었다.

REFERENCES

1. Piddock V, Qualtrough. Dental ceramics-an update. J Dent 1990; 18:227-235.
2. McLean JW, Hughes TH. The Reinforcement of Dental Porcelain with Ceramic Oxides. Br Dent J 1965;199:251-267.
3. Sherrill CA, O'Brien WJ. Transverse strength of aluminous and feldspathic porcelain. J Dent Res 1974;53:683-690.
4. Morena R, Lockwood PE, Fairhurst CW. Fracture toughness of commercial dental porcelains. Dent Mater 1986;2:58-62.
5. Claus H. Hi-Ceram-Verfahren metallfreie Kronen auf einem Keramikger st. Dentallabor 1987;35:254-256.
6. Johnston WM, O'Brien WJ. The shear strength of dental porcelain. J Dent Res 1980; 59:1409-1411.
7. Oilo G. Flexural strength and internal defects of some dental porcelains. Acta Odontol Scand 1988;46:313-322.
8. Starling LB, Stephan JE, Stroud RD. Shrink-free ceramic and method and rawbatch for the manufacture thereof. 1981;U.S. Patent No.4, 265, 669.
9. Philp GK, Brukl CE. Compressive strengths of conventional twin foil and all-ceramic crowns. J Prosthet Dent 1984;52:215-220.
10. Josephson BA, Schulman A, Dunn ZA, Hurwitz W. A compressive strength study of an all-ceramic crown. J Prosthet Dent 1985;53:301-303.
11. Sadoun M. All ceramic bridges with the slip casting technique. 7th International Symposium on Ceramics, Paris, 1988.
12. Levy H. Working with the In-Ceram porcelain system. Prosthetic Dent

- 1990;45:1-11.
13. Pröbster L, Diehl J. Slip-casting alumina ceramics for crown and bridge restorations. *Quintesse Int* 1992;23:25-31.
 14. Wolf WD, Francis LF, Lin CP, Douglas WH. Melt-infiltration processing and fracture toughness of alumina-glass dental composites. *J Am Ceram Soc* 1993;76:2691-2694.
 15. Wolf WD, Vaidya KJ, Francis LF. Mechanical properties and failure analysis of alumina-glass dental composites. *J Am Ceram Soc* 1996; 79:1769-1776.
 16. Lange FF. Transformation toughening. Part 4. Fabrication, fracture toughness, and strength of Al₂O₃-ZrO₂ composites. *J Mater Sci* 1982; 17:225-234.
 17. Morena R, Lockwood PE, Evans AL, Fairhurst CW. Toughening of dental porcelain by tetragonal ZrO₂ additions. *J Am Ceram Soc* 1986; 69:C75-77.
 18. Seghi RR, Sorensen JA. Relative flexural strength of six new ceramic materials. *Int J Prosth* 1995;8:239-246.
 19. Tyszbalt M. Process for the preparation of a dental prosthesis by slight solid phase fritting of a metal oxide based infrastructure. 1988;U.S. Patent No. 4772436.
 20. Shetty DK, Rosenfield AR, Duckworth WH, Held PR. A biaxial flexure test for evaluating ceramic strength. *J Am Ceram Soc* 1983;66:36-42.
 21. Kim BH, Song JT, Kim CY etc. Introduction to Ceramics, Bando publishing Co., 1983, pp 525-601.
 22. Lee JK. Sintering of Ceramics, Bando publishing Co., 1991, pp 112-123.
 23. Jones BA. The strength and strengthening mechanism of dental ceramics: First symposium on ceramics. Chicago Quintessence Pub Co. Inc, 1983, pp 37-44.
 24. Won DH, Lee MH, Park JM, Bae TS, Jin YC. An evaluation of the fracture toughness of Alumina-Glass composites by melt-infiltration processing of Y₂O₃ containing Borosilicate glass. *J Korean Res Soc Dent Mater* 1998;25:201-206.
 25. Lee JK. Mechanical properties of ceramics. Bando Publishing Co., 1994, pp 110-134.
 26. Ko YM, Kim KN, Kim KM, Kim KH, Kim HI, Park YJ, Bae TS, Lim HN, ChoHY, Choi KY. Dental Materials, Kunja Publishing Co., 1998, pp 72-74.
 27. Anusavice KL, Hojjatie, Vermost B, Chow B. Strengthening of porcelain by ion exchange subsequent to thermal tempering. *Dent Mater* 1992; 8:148-152.
 28. Hojjatie B, Anusavice KJ. Effects of initial temperature and tempering medium on tempering of dental porcelain. *J Dent Res* 1993;72:566-571.
 29. Southan DE. Strengthening modern dental porcelain by ion exchange. *Aust Dent J* 1970;15:507-510.
 30. Dunn B, Levy MN, Reisbick MH. Improving the fracture resistance of dental ceramic. *J Dent Res* 1977;56:1209-1213.
 31. Anusavice KJ, Shen C, Lee RB. Strengthening of feldspathic porcelain by ion exchange subsequent to thermal tempering. *J Dent Res* 1992; 71:1134-1138.
 32. Anusavice KJ, Hojjatie B, Chang TC. Effect of grinding and fluoride exposure on strength of ion-exchanged porcelain. *J Dent Res* 1994; 73:1134-1138.
 33. Piddock V, Marquis PM, Wilson HJ. Structure property relationships of dental porcelains used in jacket crowns. *Br Dent J* 1984;156:395-398.
 34. Piddock V. Evaluation of a new high-strength aluminous porcelains. *Clin Mater* 1989;4:349-360.
 35. Won DH, Chae MS, Lee JH, Bae TS,

- Jin YC. An evaluation of the strength of Alumina-Glass composites by melt-infiltration processing of Y_2O_3 containing Borosilicate glasses. *J Korean Res Soc Dent Mater* 1998;25:101-106
36. Grey NJA, Piddock V, Wilson MA. In vitro comparison of conventional crowns and a new all-ceramic system. *J Dent* 1993;21:47-51.
37. Faber KT, Evans AG. Crack deflection processes- I. Experimental. *Acta Metall* 1983;31:565-576.
38. Bennison SJ, Lawn BR. Role of interfacial grain-bridging sliding friction in the crack-resistance and strength properties of non-transforming ceramics. *Acta Metall* 1989;37:577-584.
39. Swanson PL. Crack-interface traction: A fracture resistance mechanism in brittle polycrystals. In: Varner JR, Frechette VD(eds), *Fractography of glasses and ceramics*. *Advances in Ceramics* 1988;22:135-155.
40. Kang DJ, Park JM, Bae TS. Evaluation of crack propagation aspects of dental ceramic materials under static loading conditions. *J Korean Res Soc Dent Mater* 1999;26:75-82.

Reprint request to:

Kwang-Yeob Song, D.D.S., M.S.D., Ph.D.

Department of Prosthodontics, College Of Dentistry, Chonbuk National University.
664-14, Duckjin-Dong, Duckjin-Gu, Chonju, Chonbuk, 561-756, Korea
skydent@moak.chonbuk.ac.kr

ABSTRACT

EFFECT OF CeO₂ ADDITION IN GLASS COMPOSITION ON THE STRENGTH OF ALUMINA-GLASS COMPOSITES

Hwa-Jin Lee, Kwang-Yeob Song, Jeong-Kil Kang

*Department of Prosthetic Dentistry, Institute of Oral Bioscience,
College of Dentistry, Chonbuk National University*

Dental ceramics have good aesthetics, biocompatibility, low thermal conductivity, abrasion resistance, and color stability. However, poor resistance to fracture and shrinkage during firing process have been limiting factors in their use, particularly in multiunit ceramic restorations. A new method for making all-ceramic crowns that have high strength and low processing shrinkage has been developed and is referred to as the Vita In-Ceram method.

This study was performed to investigate the effect of CeO₂ addition in borosilicate glasses on the strength of alumina-glass composites. Porous alumina compacts were prepared by slip casting and sintered at 1,100°C for 2 hours. Dense composites were made by infiltration of molten glass into partially sintered alumina at 1,140°C for 4 hours. Specimens were polished sequentially from #800 to #2000 diamond disk, and the final surface finishing on the tensile side was received an additional polishing sequence through 1 μ m diamond paste. Biaxial flexure test was conducted by using ball-on-three-ball method at a crosshead speed of 0.5mm/min. To examine the microstructural aspect of crack propagation in the alumina-glass composites, Vickers-produced indentation crack was made on the tensile surface at a load of 98.0 N and dwell time of 15 sec, and the radial crack patterns were examined by an optical microscope and a scanning electron microscope.

The results obtained were summarized as follows:

1. The porosity rates of partially sintered alumina decreased with the rising of firing temperature.
2. The maximum biaxial flexure strength of 423.5MPa in alumina-glass composites was obtained with an addition of 3 mol% CeO₂ in glass composition and strength values showed the aspect of decrease with the increase of CeO₂ content.
3. The biaxial flexure strength values of alumina-glass composites were decreased with rising the firing temperature.
4. Observation of the fracture surfaces of alumina-glass composites indicated that the enhancement of strength in alumina-glass composites was due to the frictional or geometrical interlocking of rough fracture surfaces and ligamentary bridging by intact islands of materials left behind the fracture front.

Key words : Dental ceramics, Melt-infiltration, Alumina-glass composites Biaxial flexure strength, Porosity rate