

## 용융침투법으로 제조한 알루미나-유리 복합체의 내마모 특성

이 세 종<sup>†</sup>

경성대학교 재료공학과  
(2003년 7월 30일 접수; 2003년 8월 8일 승인)

### Wear Behavior of Alumina-glass Composites Prepared by Melt Infiltration

Se-Jong Lee<sup>†</sup>

Department of Materials Engineering, Kyungsoong University, Busan 608-736, Korea  
(Received July 30, 2003; Accepted August 8, 2003)

#### 초 록

인공치관용 알루미나-유리 복합체를 *in vitro* 분위기인 37°C 인공타액 하에서 49 N~196 N의 하중조건 하에서 ball-on-disc 형태로 120 rpm의 회전속도로 직경 14 mm인 트랙을 10<sup>6</sup> 횟수까지 내마모거동을 조사하기 위하여 내마모실험을 수행하였다. 하중이 49 N, 98 N, 196 N으로 증가함에 따라, 마찰계수는 0.025로 일정하였지만 마모율은 2.18×10<sup>-9</sup> mm<sup>3</sup>/N·m, 3.37×10<sup>-9</sup> mm<sup>3</sup>/N·m, 2.35×10<sup>-6</sup> mm<sup>3</sup>/N·m로 증가하였다. 실험결과, 알루미나-유리 복합체의 마모거동은 마모길이 44 km 까지 전형적인 흡착마모로 치열교정용 세라믹 브라켓으로 적합하였다.

#### ABSTRACT

Wear and friction properties of the alumina-glass dental ceramics were evaluated in exact *in vitro* environment (artificial saliva at 37°C), using a ball-on-disc apparatus, at contact loads from 49 N to 196 N and with the disc rotating at 120 rpm up to 10<sup>6</sup> cycles to investigate the wear behavior. As the load increased from 49 N to 196 N, the friction coefficient of 0.025 was maintained, however, the volumetric wear rate rose from 2.18×10<sup>-9</sup> mm<sup>3</sup>/N·m to 2.35×10<sup>-6</sup> mm<sup>3</sup>/N·m. Experimental results indicated that the wear behavior of the alumina-glass composites with a sliding distance of 4.4 km was a typical adhesive wear, which was applicable for orthodontia ceramic brackets.

**Key words :** Wear, In-vitro, Alumina-glass composites, Dental brackets

#### 1. 서 론

치아우식이나 결손 시 현재까지 가장 널리 사용되는 치아수복재는 Au-Ag-Cu계 또는 Au-Pt-(Pd)계 금합금이다. 금합금은 인체에 무해하고 내화학적 및 내구성이 우수하여 사용되어 왔다. 하지만, 자연치아의 색상인 노란계통의 갈색(yellowish brown) 및 투광성을 발현하지 못하는 심미성(aesthetics) 문제 때문에 최근에는 세라믹스가 각광을 받고 있다.<sup>1-4)</sup> 그렇지만, 심미성이 우수한 세라믹스는 취성 때문에 가공이 어려운 문제점을 갖고 있다. 치열교정 시 브라켓(dental bracket)에 사용되는 단결정 사파이어는 형상이 복잡하고 제조 및 가공이 어려워 전량 수입에 의존하고 있는 실정이다. 그러므로, 가공성도 우수하며, 기계적 특성 및 심미성을 발현할 수 있는 세라믹재료의 연구가 요구되고 있다.

최근에는 일반상용분말을 1차 가열하여 다공성 전성형체(porous preform)를 제조한 후 CAD/CAM을 이용하여 원하는 형상을 가공하는 방법이 제안되었다.<sup>5-8)</sup> 가공 후에는 1차 가열때 보다 20°C 낮은 온도에서 유리를 침투시켜 세라믹-유리 복합체를 제조하는 무수축 근접형상법(near net shape forming, NNS)이 인공치관에 적용되고 있다.<sup>2-7)</sup> NNS법은 치과용 인공치관 제작 시 중요하게 고려되는 치관과 치아의 경계부위인 변연부위(margin)의 정확한 적합도(marginal fit)를 얻을 수 있다.<sup>2)</sup> 또한, 이 NNS법은 형상이 복잡한 치열교정용(orthodontia) 브라켓에도 적용 가능하다. 독일의 Vita사에 의해 처음 제안된 NNS법은 slip casting법이 적용되고 있으나, CAD/CAM법에 비해 세라믹-유리 복합체 두께가 불균일하여 쉽게 파절이 일어나는 문제점을 갖고 있다.

세라믹-유리 복합체는 세라믹스, 유리가 각각 갖고 있는 기계적 특성보다 우수하며 심미성이 금속보다 뛰어난 장점을 갖고 있다. 인공치관에 사용되는 세라믹-유리 복합체의 경우에는 기계적 특성보다는 피로시험,<sup>8)</sup> 내마모시험, 와이벌계수등 신뢰성 연구가 중요시된다고 보고되었다.

<sup>†</sup>Corresponding author : Se-Jong Lee

E-mail : lsjong@ks.ac.kr

Tel : +82-51-620-4762 Fax : +82-51-622-8452

알루미나-유리 복합체는 강도와 인성값은 각각 519 MPa,  $4.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 으로<sup>6)</sup> ISO 6872<sup>9)</sup>에 규정된 인공치관 코어(core)의 조건인 100 MPa 이상이였다. 특히, 치아 간 공간에 의한 1급 부정교합, 위아래 턱의 과도한 성장으로 인한 부정교합, 치아가 맞물리지 않는 개방 부정교합 등에 사용되는 치열교정용 브라켓은 금속 와이어를 활주시키면서 고정시키기 때문에 마찰계수가 큰 상용 단결정 사파이어는 표면에 금속을 코팅하는 이중작업이 행해지고 있다. 따라서, 마찰계수가 작으면서 제조단가가 저렴한 세라믹 재료의 개발이 필요시 되고 있다.

알루미나-유리 복합체의 기계적 특성, 유리침투 kinetic, 첨가제효과, 투광성, 피로특성들은 발표되었으나, 내마모 특성에 대한 연구는 미비한 실정이다. 본 연구에서는 화학적 내구성도 고려되어야 하기 때문에 구강내와 유사한 환경(*in vitro*)인 37°C의 인공타액 분위기 하에서 회전운동 방식인 ball-on-disc 형태의 내마모 실험을 49 N-196 N의 하중조건 하에서 알루미나-유리 복합체의 내마모 거동에 대해 고찰하였다.

## 2. 실험방법

출발물질로 알루미나 분말은 평균입경이  $3.0 \mu\text{m}$ (AL-M43, Sumitomo, Japan)과 100메쉬로 체질한  $\text{La}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ 계 유리를 이용하여 직경이 20 mm, 두께가 5 mm인 내마모용 알루미나-유리 복합체를 제조하였다.<sup>4-8)</sup>  $\text{La}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ 계 유리분말은 적정조성의 분말을<sup>5-8)</sup> 1400°C에서 용융시킨 후 물속에 급냉, 건조한 후 프릿트를 디스크밀(Pulverisett 13, Fritsch GmbH, Germany)로 분쇄하였다. 증류수와 유리분말의 혼합 슬러리는 1120°C에서 1차 가열하여 제조한 알루미나 전성형체 위에 축성한 후 1100°C에서 4시간동안 열처리하여 다공성 알루미나 골격 내부에 유리를 용융 침투시켜 최종 복합체를 제조하였다. 제조방법은 참고문헌에 자세히 기술되어있다.<sup>4-8,11,12)</sup> 복합체의 양면은  $1 \mu\text{m}$ 까지 최종 경면 가공하였으며 표면조도(surface roughness)는 조도 profile(Hommel Tester T4000, Hommel-werke, Schwennigen, Germany)를 이용하여 측정하였으며 표면조도 Ra는  $0.3 \mu\text{m}$ 이었다. 시험편과 상대재료인 볼의 미세경도는 2.94 N의 하중으로 비커스 경도계(MVK-H2, Akashi, Japan)를 이용하여 측정하였다.

내마모실험은 ball-on-disc 형태의 마모시험기(PD-102, R&B Inc., Korea)를 이용하여 구강 내와 유사한 환경(*in vitro*) 하에서 내마모 특성을 조사하였다. 10:1의 비율을 가진 레버 암(lever arm)을 이용하여 49 N~196 N의 하중을 가하였다. 직경 20 mm, 두께 5 mm인 디스크 시편 위에 직경이 6 mm인  $\text{Si}_3\text{N}_4$  볼을 이용하여 트랙 직경이 14 mm를 회전속도 120 rpm으로  $10^6$  회수까지 회전시킨 후 마찰계수와 마모량을 측정하였다. 회전속도는 0.088 m/s이

였으며 마모길이는 44 km이었다.

모든 실험은 인공타액(artificial saliva)이 담긴 챔버 내에서 이루어졌다. 본 연구에 사용된 인공타액은 pH 5.2로 KCl, NaCl,  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ ,  $\text{Na}_2\text{S}$ , 요소등으로 참고문헌에 의거 제조하였다.<sup>8)</sup> 마모시험기에 장착된 히터를 이용하여 인공타액이 37°C가 되도록 유지하고 항온수조기(VTRC-640, Jeio Tech, Korea)를 이용하여 순환하였다.

마찰계수는 마모시험기에 연결되어있는 컴퓨터 프로그램에 의하여 1분 간격으로 자동으로 데이터를 수집 분석하였다. 실험 후, 볼과 디스크의 무게감량을 전자저울을 이용하여 측정하였으며, 마모면은 profilometer(Dek-Tak 3030, USA)를 이용하여 마모면적을 측정하여 마모부피를 계산하였다. 마모율(wear rate,  $K_w$ )은  $K_w = V_w / (L \times F)$ 의 수식을 이용하여 계산하였다.<sup>12-14)</sup>  $V_w$ ,  $L$ ,  $F$ 은 각각 마모부피, 트랙길이, 실험하중값이다. 실험 후, 시험편 표면은 SEM(S-2400, Hitachi, Japan)을 이용하여 마모거동을 조사하였다.

## 3. 결과 및 고찰

비커스 경도계로 측정된 알루미나-유리 복합체와 상대재료인  $\text{Si}_3\text{N}_4$ (직경 : 6 mm)의 경도값은 각각 8.3 GPa, 16.3 GPa이었다. 본 연구에서 제조한 알루미나-유리 복합체의 경도(8.3 GPa)는 1차 가열한 다공체 알루미나 단미 및 유리 각각의 경도 4.06 및 7.35 GPa 보다 우수하였고, 치밀한 알루미나 15 GPa의 경도보다 작았다. 강도와 인성값(519 MPa,  $4.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ )은<sup>6)</sup> 상용 알루미나(400 MPa,  $4.25 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ )<sup>6)</sup>보다 우수하였다. Fig. 1에 하중변화에 따른 유리침투 알루미나 복합체의 마찰계수값이 나타나 있다. 49 N의 하중에서 120 rpm으로  $10^6$  cycle까지 내마모 실험 시 마찰계수는 0.025 보다 작았다. 하중값이 98 N, 196 N

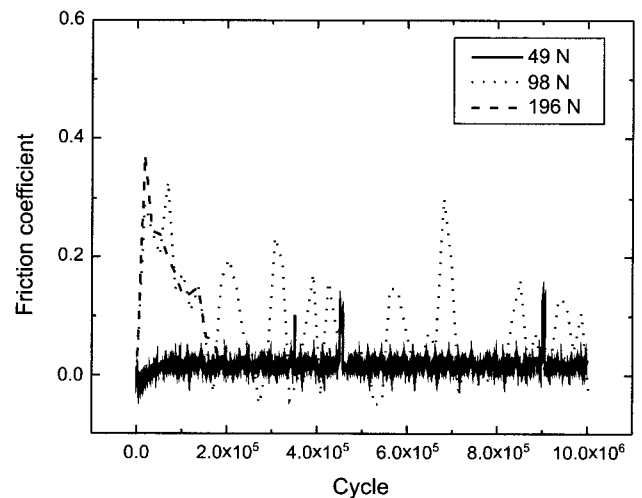
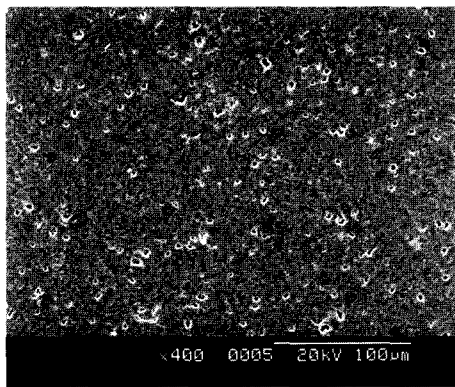


Fig. 1. Friction coefficient of the alumina-glass composites as a function of wear cycles under different loads at 37°C in artificial saliva.

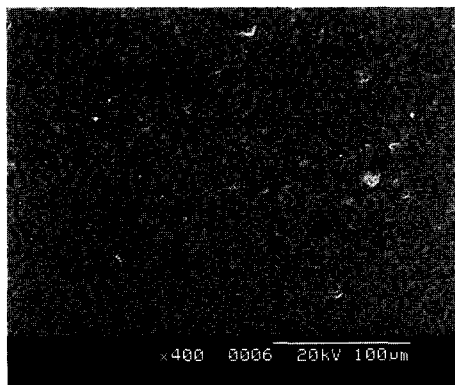
으로 증가함에 따라  $2 \times 10^5$  cycle까지 초기 마찰계수가 각각 0.27, 0.37까지 증가하였으나,  $2 \times 10^5$  cycle 이후에는 마찰계수값이 0.025로 감소되어 유지되었다. 마찰계수값 0.025는 본 실험조건에서 마모가 거의 발생하지 않는 것으로 추정된다.

인공치관은 구강 내에서 9~200 N의 반복하중으로 저작운동(chewing)을 800~1400/day, 삼키는 운동(swallowing)을 1700/day이상을 가해지더라도 반복 접촉피로와 마모를

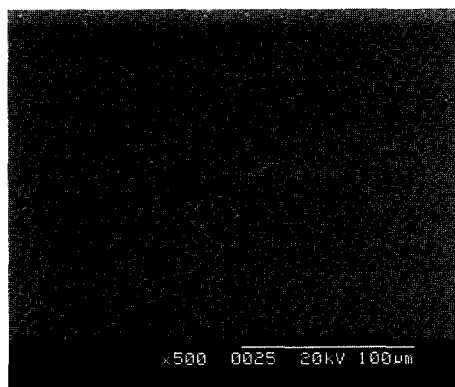
견딜 수 있어야 한다.<sup>8,9)</sup> 치열교정 시 사용되는 브라켓은 30개월정도 사용되기 때문에 저작운동 중에 금속 와이어나 와의 마모가 발생하지 않아야 한다.<sup>9)</sup> 알루미나-유리 복합체의 경우, 200 N의 하중과 10 Hz 진동수로  $10^6$  횟수까지 반복하중(dynamic fatigue)을 가하여도 강도값의 저하가 발생하지 않는 우수한 피로특성을 갖는다고 보고되었다.<sup>8)</sup> 본 연구에서 196 N의 하중으로 알루미나-유리 복합체를  $10^6$  cycle까지 마모 실험결과, 마찰계수가 0.025로 마모가 거의 발생하지 않는 것으로 관찰되었다. 마모실험 후 알루미나-유리 복합체의 표면을 SEM으로 관찰하였다. 마모 실험전 시편의 조직은 Fig. 2(a)에 나타나 있다. 49 N의 하중조건에서 마모실험결과, Fig. 2(b)에서 보는 것처럼 표면이 코팅되어 있는 것처럼 부드러운(smooth) 표면이 관찰되었다. 결정립 마모(grain pullout)나 구름마모(abrasive wear)는 관찰되지 않았다. 하중이 98 N으로 증가함에 따라 Fig. 2(c)에서처럼 마모표면은 부드럽고, 얇은 피막이 코팅되어(lamination of the thin film) 있는 마모가 거의 일어나지 않는(null wear) 전형적인 흡착마모(adhesive wear)가 관찰되었다.<sup>12-14)</sup> Fig. 3은 196 N 하중에서 마모시험 후 디스크 시편인 알루미나-유리 복합체와 상대재료인  $Si_3N_4$



(a)

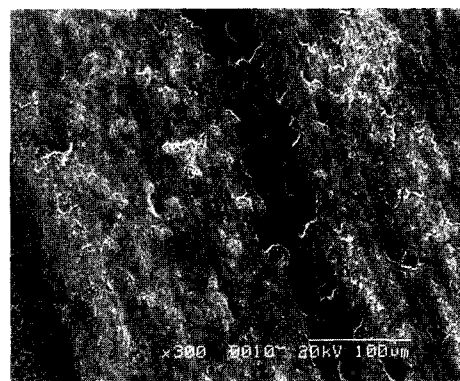


(b)

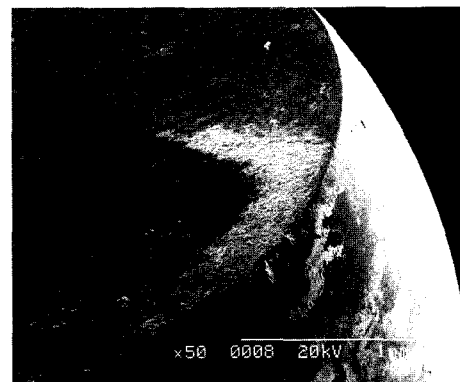


(c)

**Fig. 2.** SEM micrographs of the alumina-glass composites (a) before wear and after wear at a load of (b) 49 N and (c) 98 N. Adhesive wear (b) and (c) as a result of formation of the thin layer was shown on the contact surface.



(a)



(b)

**Fig. 3.** SEM micrographs of (a) the alumina-glass composite and (b) the  $Si_3N_4$  ball after the wear test at the load of 196 N.

볼의 SEM 결과이다. 전형적인 구름마모에 의한 균열은 관찰되지 않았지만, 복합체 표면(Fig. 3(a))에 마모가 거의 되지 않은 흰색부분과 마모된 검은색 부분이 국부적으로 관찰되었다. 국부적으로 마모가 발생한 것은 상대재료인  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 마모파편에 의해 발생한 것으로 전체적으로 알루미늄-유리 복합체는 마모가 거의 안 일어난 것으로 추정되었다. 하중이 196 N일 경우에도 마모가 거의 일어나지 않는 null wear 상태이었다. 부분적으로 마모된 유리성분의 파편(debris)들이  $\text{Si}_3\text{N}_4$  볼에 흡착되어 볼의 마모를 증가시킬 것으로 추정되었고, Fig. 3(b)에서 보는 것처럼  $\text{Si}_3\text{N}_4$  볼의 표면에 유리파편에(흰색부분) 의한 마모가 관찰되었다.

마모량, 마모부피, 마모율은 내마모 실험 전후의 무게 측정 및 마모면의 형상을 profilometer로 측정하여 결정하였다. 알루미늄-유리 복합체와 상대재료인  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 마모량은 Fig. 4에서 보는 것처럼 하중이 증가함에 따라 증가하였다. 하중이 49 N, 98 N, 196 N으로 증가함에 따라 알루미늄-유리 복합체의 마모면적과 마모량(weight loss)이 Table 1에서 보는 것처럼 증가하였으며 마모부피는  $4.7 \times 10^{-3} \text{ mm}^3$ ,  $1.4 \times 10^{-2} \text{ mm}^3$ ,  $20.3 \text{ mm}^3$ 로 증가하였다. 또한, 마모율(wear rate)도  $2.18 \times 10^{-9} \text{ mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$ ,  $3.37 \times 10^{-9} \text{ mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$ ,  $2.35 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$ 로 증가하였다.

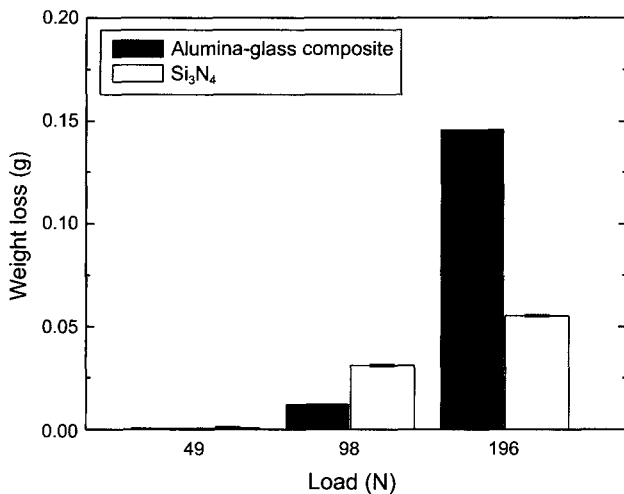


Fig. 4. Weight loss of the alumina-glass composite and the  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ball after wear test under different loads at 37°C in artificial saliva.

Table 1. Wear Loss, Area, Volume and Rate of the Alumina-glass Composites under Different Loads in Artificial Saliva

Loads (N)	Wear loss (g)	Wear area ( $\text{mm}^2$ )	Wear volume ( $\text{mm}^3$ )	Wear rate ( $\text{mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$ )
49	0.0005	$1.07 \times 10^{-4}$	$4.706 \times 10^{-3}$	$2.18 \times 10^{-9}$
98	0.0120	$3.308 \times 10^{-2}$	0.0145	$3.37 \times 10^{-9}$
196	0.1457	0.4617	20.3	$2.35 \times 10^{-6}$

일반적으로 인공치아 상부구조물(dental abutment)이나 인공고관절(hip joints)로 사용되는 고인성 지르코니아의 내마모율은 49 N의 하중에서  $2.8 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}^{13}$ 로 마모가 거의 일어나지 않는 null wear로 보고되었다. 196 N 하중 하에서 알루미늄-유리 복합체의 마모율은  $2.35 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$ 로 49 N 하중 마모실험에서의 고인성 지르코니아 결과보다도 작은 값으로 전형적인 null wear인 흡착마모(adhesive wear) 특성이 관찰되었다. 그러므로, 알루미늄-유리 복합체는 구강 내 치열교정용(orthodontics) 브라켓(bracket)등 낮은 마찰계수와 내마모성이 요구되는 생체재료로 사용하기에 적합한 것으로 추정된다.

#### 4. 결 론

용융침투법으로 제조한 알루미늄-유리 복합체를 ball-on-disc 내마모장비를 이용하여 유사 구강 내 분위기 하에서 마찰계수와 마모거동을 조사하였다. 하중이 49 N에서 196 N으로 증가함에 따라, 마모율은  $2.18 \times 10^{-9} \text{ mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$ 에서  $2.35 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$ 로 증가하였지만 마찰계수는 0.025로 낮은 값을 유지하였다. 그리고, 마모율  $2.35 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$ 로 마모가 거의 발생하지 않는 흡착마모이었다. 그러므로, 알루미늄-유리 복합체는 낮은 마찰계수와 내마모성이 요구되는 금속 와이어의 활주가 용이한 치열교정용 세라믹 브라켓으로 적합하였다.

#### 감사의 글

이 논문은 2003학년도 경성대학교 학술지원연구비에 의하여 연구되었음.

#### REFERENCES

1. L. L. Hench, "Bioceramics: From Concept to Clinic," *J. Am. Ceram. Soc.*, **74** [7] 1487-510 (1991).
2. W. D. Wolf, L. F. Francis, C.-P. Lin, and W. H. Douglas, "Melt-infiltration Processing and Fracture Toughness of Alumina-glass Dental Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **76** 2691-94 (1993).
3. D.-J. Kim, M.-H. Lee, D. Y. Lee, and J.-S. Han, "A Comparison of Mechanical Properties of All-ceramic Alumina Dental Crowns Prepared from Aqueous-and Non-aqueous-based Tape Casting," *J. Biomed. Mater. Res.*, **53** 314-19 (2000).
4. D. Y. Lee and J.-W. Jang, "Mechanical and Optical Properties of Alumina/Zirconia-glass Dental Crown Composites," *J. Kor. Cryst. Growth and Cryst. Tech.*, **13** [3] 99-104 (2003).
5. D. Y. Lee, D.-J. Kim, B.-Y. Kim, and Y.-S. Song, "Effect of Alumina Particle Size and Distribution on Infiltration Rate and Fracture Toughness of Alumina-glass Composites Pre-

- pared by Melt Infiltration," *Mater. Sci. & Eng. A*, **341** 98-105 (2003).
6. D. Y. Lee, J.-W. Jang, D.-J. Kim, I.-S. Park, J.-K. Lee, M.-H. Lee, and B.-Y. Kim, "Glass-alumina Composites Prepared by Melt-infiltration : I. Effect of Alumina Particle Size," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **38** [9] 799-805 (2001).
  7. D. Y. Lee, J.-W. Jang, M.-H. Lee, J.-K. Lee, D.-J. Kim, and I.-S. Park, "Glass-alumina Composites Prepared by Melt-infiltration : II. Kinetic Studies," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **39** [2] 145-52 (2002).
  8. D. Y. Lee, S.-J. Lee, I.-S. Park, J.-W. Jang, and B.-S. Kim, "Glass-alumina Composites Prepared by Melt-infiltration : III. *In-vitro* Fatigue Behavior," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **40** [7] 662-66 (2003).
  9. International Organization for Standardization 6872 : 1995/ Dental Ceramics Amd. 1 : 1997(E).
  10. D. Y. Lee, B.-S. Kim, J.-W. Jang, M.-H. Lee, I.-S. Park, and D.-J. Kim, "Effect of Zirconia Addition on Mechanical Properties of Spinel/Zirconia-glass Dental Crown Composites Prepared by Melt-infiltration," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **39** [11] 1028-34 (2002).
  11. B.-S. Kim, D. Y. Lee, H.-K. Kim, and J.-W. Jang, "The Decision of the Thermal Expansion Coefficient of the Glass Infiltrated in All Ceramic Crown," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **40** [1] 93-7 (2003).
  12. S. R. Jansen, A. J. A. Winnubst, Y. J. He, H. Verweij, P. G. Th. van der Varst, and G. de With, "Effects of Grain Size and Ceria Addition on Ageing Behavior and Tribological Properties of Y-TZP Ceramics," *J. Eur. Ceram. Soc.*, **18** 557-63 (1998).
  13. D. Y. Lee, S.-J. Lee, J.-W. Jang, H.-K. Kim, and D.-J. Kim, "Biotribological Properties of TZP/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Ceramics for Biomechanical Applications," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **40** [6] 525-29 (2003).
  14. L. Esposito, A. Tucci, A. G. Solomah, and C. Palmonari, "Effects of Temperature and Sliding Velocity on the Dry Tribological Characteristics of High Purity, High Density Polycrystalline Alumina Oxides," *Wear*, **153** 351-60 (1992).