

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2014-0076923 (43) 공개일자 2014년06월23일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) A61K 6/02 (2006.01) A61K 6/027 (2006.01) A61K 6/04 (2006.01) A61C 5/00 (2006.01) (21) 출원번호 10-2012-0145503 (22) 출원일자 2012년12월13일 심사청구일자 2012년12월13일		(71) 출원인 인하대학교 산학협력단 인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동) (72) 발명자 임형봉 경기 안산시 상록구 건진8길 3-8, B동 202호 (건진동, 청실빌라) 김철영 서울 송파구 오금로32길 10, 3동 802호 (송파동, 미성아파트) (74) 대리인 이원희

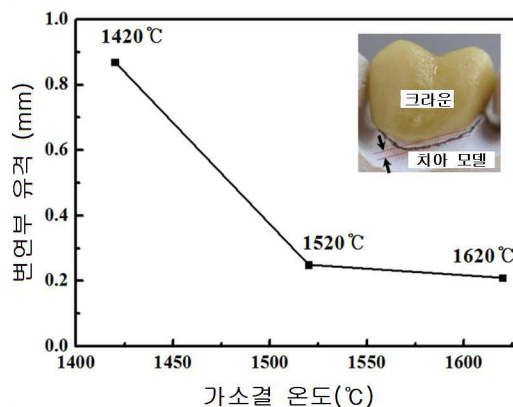
전체 청구항 수 : 총 12 항

(54) 발명의 명칭 치아수복용 유리침투 사파이어 / 알루미나 복합물 및 이의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 치아수복용 유리침투 사파이어/알루미나 복합물 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 본 발명에 따른 치아 수복용 유리침투 사파이어/알루미나 복합물은 종래의 유리침투 세라믹 복합물에 비해, 투광성이 현저히 우수하며, 가소결 열처리 과정에서 다공성 프리폼(프리폼)의 기공 사이로 유리물이 침투해 들어가면서 수축이 발생하지 않아 치수 정확성이 우수한 유사 원형(near net-shape) 특성을 가지고 있어 치료에 사용되는 크라운의 치수 정확성이 높고 기계적 강도가 뛰어나, 코어(core)용 코핑(coping) 재료로 사용가능할 뿐만 아니라, 인레이, 온레이, 비니어, 크라운 등의 크라운 재료로도 사용가능하므로, 다양한 치과용 복합 재료용 유리충전 재료로 유용하게 사용할 수 있다.

대표도 - 도12



특허청구의 범위

청구항 1

사파이어/알루미나 프리폼에 유리물이 침투된 구조를 갖는 치아수복재용 유리침투 사파이어/알루미나 복합물.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 사파이어/알루미나 프리폼은 조대한 사파이어 입자에 의해 형성되는 공극에 미세한 알루미나 입자가 충전된 것을 특징으로 하는 치아수복재용 유리침투 사파이어/알루미나 복합물.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 프리폼은 사파이어 65 내지 80 중량%와 알루미나 20 내지 35 중량%로 구성되는 것을 특징으로 하는 치아수복재용 유리침투 사파이어/알루미나 복합물.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 치아수복용 유리침투 사파이어/알루미나 복합물은 CAD/CAM(computer aided design/computer aided manufacturing) 가공법에 의하여 치아수복재로 가공되는 것을 특징으로 하는 치아수복용 유리침투 사파이어/알루미나 복합물.

청구항 5

사파이어 및 알루미나 혼합물을 몰드에 넣고 성형하는 단계(단계 1);

상기 단계 1에서 성형된 혼합물을 가소결하여 프리폼을 제조하는 단계(단계 2); 및

상기 단계 2에서 제조된 프리폼에 유리를 열처리하여 침투시키는 단계(단계 3);를 포함하는 치아수복재용 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 제조방법.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 단계 1의 사파이어 및 알루미나의 입도는 각각 20 내지 30 μm 및 0.1 내지 1.0 μm 인 것을 특징으로 하는 치아수복재용 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 제조방법.

청구항 7

제5항에 있어서,

상기 단계 1의 사파이어 및 알루미나의 혼합비는 65 내지 80 중량% 대 20 내지 35 중량%인 것을 특징으로 하는 치아수복재용 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 제조방법.

청구항 8

제5항에 있어서,

상기 단계 1에서 성형된 혼합물은 습식 슬립 캐스팅 성형 또는 건식 프레스 성형법으로 성형되는 것을 특징을 하는 치아수복용 유리칩투 사파이어/알루미나 복합물의 제조방법.

청구항 9

제5항에 있어서,

상기 단계 2의 가소결은 1500 내지 1650℃에서 1 내지 2 시간 동안 수행하는 것을 특징으로 하는 치아수복용 유리칩투 사파이어/알루미나 복합물의 제조방법.

청구항 10

제5항에 있어서,

상기 단계 2는 가소결을 수행한 후, 소성된 프리폼 표면을 연마하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 치아수복용 유리칩투 사파이어/알루미나 복합물의 제조방법.

청구항 11

제5항에 있어서,

상기 단계 3의 칩투되는 유리의 입도는 80 내지 120 μm 인 것을 특징으로 하는 치아수복용 유리칩투 사파이어/알루미나 복합물의 제조방법.

청구항 12

제5항에 있어서,

상기 단계 3의 열처리 온도는 1100 내지 1200℃인 것을 특징으로 하는 치아수복용 유리칩투 사파이어/알루미나 복합물의 제조방법.

명세서

기술 분야

[0001] 본 발명은 치아수복용 유리칩투 사파이어/알루미나 복합물 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 기계적 강도 및 투과율이 우수한 사파이어/알루미나 복합물에 유리를 칩투시켜 제조된 치아수복재 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 경제가 발전하고 국민소득이 향상되면서 외모의 집중도가 높아지는 시대에 부응하여 치과의 보철물의 심미성에 관한 관심이 높아지고 있다. 이에 따라 많은 종류의 심미보철 수복재(dental caries make) 자료가 임상에 소개되고 있으며, 그 중에서도 금속을 사용하지 않는 비금속 수복재가 다양하게 개발되어 임상 적용범위가 확대되고 있다.

[0003] 손상된 치아를 수복하기 위한 치과용 세라믹스 수복재는 요구하는 물성에 따라 코어(core)용 코핑(coping) 재료와 심미(aesthetics)용 크라운(crown) 재료로 구분할 수 있다. 코핑은 인공치아 보철물에서 상부구조물(abutment)이나 손상된 치관위에 올려지는 안장 모양의 덮개를 가리키며, 이 위에 최외각 층인 크라운이 올려지게 된다. 코핑(coping)의 기능은 크라운을 통해 전달되는 다양한 교합하중을 흡수, 분산시켜 줌으로써 보철물 구조에서 코어역할을 하는 것으로, 이에 따른 높은 기계적 물성을 요구된다. 대표적인 세라믹 소재로는 지르코니아, 유리침투 알루미늄이 있다. 지르코니아는 1200 MPa 이상의 우수한 기계적 물성에도 불구하고 소성 중 수축에 의한 치수 정확성이 떨어지고, 투과율이 낮은 단점이 있다. 유리침투 알루미늄은 다공성 알루미늄 프리폼 골격 안으로 유리가 침투해 들어가면서 유사 원형(near-net shape) 특성에 의한 우수한 치수 정확성을 보이지만, 강도가 500 MPa로 낮은 단점이 있다. 따라서 이들 코핑(coping)용 재료들은 치수정확성이 우수하면서 높은 강도를 요구하는 소재 개발에 초점을 맞추고 있다.

[0004] 크라운 재료는 손상된 치아의 상아질과 법랑질에 해당하는 표면을 수복하는 보철재료를 의미하고 적용 부위에 따라 인레이, 온레이, 비니어, 크라운 등으로 구분할 수 있다. 이들은 수복하려는 위치가 치아의 겉 표면이기 때문에 심미적 특성이 크게 요구되고 대합치와의 마모나 칩핑(chipping) 때문에 높은 강도가 필요하지 않다는 것이 특징이다. 특히, 인레이나 온레이 등은 충치의 구멍(cavity)을 메우는 역할을 하므로 하중이 직접 가해지지 않아 100-150 MPa의 기계적 강도로도 수복물의 역할이 가능하다. 이에, 현재 다양한 세라믹 소재들을 550 nm 파장에서 30% 정도의 우수한 투과율을 보이고, 강도를 증진시켜 크라운이나 브릿지로 응용하기 위한 연구가 진행 중이다.

[0005] 먼저, 산화마그네슘, 산화지르코늄, 산화이트륨 및 산화티타늄 등의 첨가제와 함께, 알루미늄 또는 이트리아로 안정화된 지르코니아를 유효성분으로 하는 치아수복재가 알려져 있으며(특허문헌 1), 염화 제2철을 지르코니아와 혼합하여 치아 색상의 지르코니아 세라믹을 소결하여 제조되는 치아 수복재가 공지되어 있다(특허문헌 2).

[0006] 다음으로, 리튬 디실리케이트 결정을 포함하는 결정화 유리를 이용한 치아용 고강도 결정유리가 공지되어 있다(특허문헌 3).

[0007] 하지만 상기 치아수복재 중에서 지르코니아의 경우, 투광성이 떨어지고 치아 색상과의 조화도가 낮아 심미적 효과가 떨어지는 단점이 있고, 소성 중 수축으로 인하여 치수 정확성이 떨어지는 문제점이 있다. 또한, 결정화 유리의 경우, 심미성은 우수하지만 낮은 파괴 인성으로 인하여 파절의 가능성이 높고, 높은 하중에 작용하는 구치부나 브릿지에 적용하기에는 기계적 강도가 낮은 문제점이 있다.

[0008] 이에, 본 발명자들은 투광성 및 기계적 강도가 뛰어난 유리침투 세라믹 복합물을 연구하던 중, 사파이어 및 알루미늄 프리폼에 유리를 침투시켜 제조된 유리침투 세라믹 복합물이 투광성 및 기계적 강도가 뛰어난 것을 확인하고 본 발명을 완성하였다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0009] (특허문헌 0001) 대한민국 등록특허 제2010-1002400호;
(특허문헌 0002) 대한민국 등록특허 제2008-0876059호;
(특허문헌 0003) 대한민국 공개특허 제2012-0073710호.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 본 발명의 목적은 치아수복용 유리침투 사파이어/알루미나 복합물을 제공하는데 있다.

[0011] 본 발명의 다른 목적은 상기 치아수복재용 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 제조방법을 제공하는데 있다.

과제의 해결 수단

[0012] 본 발명은 치아수복재용 유리침투 사파이어/알루미나 복합물을 제공한다.

[0013] 또한, 본 발명은 사파이어 및 알루미나 혼합물을 몰드에 넣고 성형하는 단계(단계 1);

[0014] 상기 단계 1에서 성형된 혼합물을 가소결하여 프리폼을 제조하는 단계(단계 2); 및

[0015] 상기 단계 2에서 제조된 프리폼에 유리를 열처리하여 침투시키는 단계(단계 3);를 포함하는 치아수복재용 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 제조방법을 제공한다.

발명의 효과

[0016] 본 발명에 따른 치아수복용 유리침투 사파이어/알루미나 복합물은 종래의 유리침투 세라믹 복합물에 비해, 투광성이 현저히 우수하며, 가소결 과정에서 다공성 프리폼(프리폼)의 기공 사이로 유리물이 침투해 들어가면서 수축이 발생하지 않아 치수 정확성이 우수한 실행상(near net-shape) 특성을 가지고 있어 치료에 사용되는 크라운의 치수 정확성이 높고 기계적 강도가 뛰어나, 코어(core)용 코핑(coping) 재료로 사용가능할 뿐만 아니라, 인레이, 온레이, 비니어, 크라운 등의 크라운 재료로도 사용가능하므로, 다양한 치과용 복합 재료용 유리충전 재료로 유용하게 사용할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0017] 도 1은 실험예 1의 사파이어/알루미나 프리폼 제조에 사용되는 사파이어 및 알루미나 입자의 입도를 분석한 그래프이다.

도 2는 실험예 1의 가소결 온도에 따른 사파이어/알루미나 프리폼의 수축률을 분석한 그래프이다.

도 3은 실험예 2의 알루미나 함량에 따른 사파이어/알루미나 프리폼의 기공률을 분석한 그래프이다.

도 4는 실험예 2의 알루미나 함량에 따른 사파이어/알루미나 프리폼의 유리 침투깊이를 분석한 그래프이다(이때, SA0: 알루미나 함량이 0 중량%인 프리폼, SA30: 알루미나 함량이 30 중량%인 프리폼, SA50: 알루미나 함량이 50 중량%인 프리폼이다).

도 5는 실험예 2의 1420℃에서 가소결한 사파이어/알루미나 프리폼 및 이를 이용하여 제조된 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 알루미나 함량별로 주사 전자현미경(SEM, JEOL)을 촬영한 사진이다(이때, (a):사파이어/알루미나 프리폼, (b): 유리침투 사파이어/알루미나 복합물, SA0: 알루미나 함량이 0 중량%인 경우, SA30: 알루미나 함량이 30 중량%인 경우, SA50: 알루미나 함량이 50 중량%인 경우이다).

도 6은 실험예 2의 가소결 온도별로 제조된 사파이어/알루미나 프리폼 및 이를 이용하여 제조된 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 주사 전자현미경(SEM, JEOL)을 촬영한 사진이다(이때, (a):사파이어/알루미나 프리폼, (b): 유리침투 사파이어/알루미나 복합물, 1420℃: 가소결 온도가 1420℃인 경우, 1520℃: 가소결 온도가 1520℃인 경우, 1620℃: 가소결 온도가 1620℃인 경우이다).

도 7은 실험예 3의 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 투과율을 분석한 그래프이다.

도 8은 실험예 4의 사파이어/알루미나 프리폼의 이축강도를 분석한 그래프이다.

도 9는 실험예 4의 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 이축강도를 분석한 그래프이다.

도 10은 실험예 5의 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 절삭력을 측정하기 위해 사용된 공구동력계 시스템 장치 사진이다.

도 11은 실험예 6의 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 절삭력을 분석한 그래프이다.

도 12는 실험에 7의 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 변연 접합력을 분석한 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

이하, 본 발명을 상세히 설명한다.

본 발명은 조대한 사파이어 입자에 의해 형성되는 공극에 미세한 알루미나 입자가 충전된 사파이어/알루미나 프리폼에 유리물이 침투된 구조를 갖는 치아수복재용 유리침투 사파이어/알루미나 복합물을 제공한다.

본 발명에 따른 상기 치아수복재용 유리침투 사파이어/알루미나 복합물은 20 내지 30 μm 의 입도를 가진 사파이어 입자들 사이에 형성되는 공극에 0.1 내지 1.0 μm 의 입도를 가진 알루미나 입자가 채워진 형태의 사파이어/알루미나 프리폼 표면에 유리물을 용융시켜 사파이어/알루미나 프리폼의 기공으로 침투시켜 제조된다.

이렇게 제조된 치아수복재용 유리침투 사파이어/알루미나 복합물은 단결정인 사파이어의 높은 함량으로 인하여 빛 투과율이 높고, 물리적 물성이 우수한 알루미나로 인하여 이축강도, 절삭력 및 변연 접합력의 성질이 상당히 뛰어나므로, 코어(core)용 코핑(coping) 재료뿐만 아니라, 인레이, 온레이, 비니어, 크라운 등의 크라운 재료용 유리충전 재료로 유용하게 사용할 수 있다(실험에 1 내지 실험에 7 참조).

이때, 상기 본 발명에 따른 사파이어/알루미나 프리폼의 제조에 사용되는 사파이어 및 알루미나의 함량비는 65 내지 80 중량% 대 20 내지 35 중량%로 사용하는 것이 바람직하다.

알루미나의 함량이 20 중량% 미만인 경우, 제조되는 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 이축강도가 낮아 치아수복재로서 견뎌야 하는 교합하중을 흡수 및 분산 시킬 수 없다는 문제점이 있으며, 35 중량%를 초과하는 경우에는 다결정의 알루미나가 빛을 산란시킴으로써 빛의 투과율이 현저히 떨어지므로 심미적 효과가 상당히 떨어진다는 문제점이 있다.

또한, 본 발명에 따른 치아수복용 유리침투 사파이어/알루미나 복합물은 CAD/CAM(computer aided design/computer aided manufacturing) 가공법에 의하여 치아수복재로 가공될 수 있으나, 이제 제한되지는 않는다.

유리침투 세라믹 소재를 이용한 치과용 보철물 가공방식은 크게 슬립 캐스팅(slip casting)과 CAD/CAM(computer aided design/computer aided manufacturing) 가공법이 있다.

상기 슬립 캐스팅은 유리침투 알루미나에서 주로 사용되는 성형법으로 알루미나 슬립을 환자의 치아 모델 위에 도포하여 건조 후 가소결하여 프리폼을 제조하는 방법이다. 이때 열처리하는 프리폼이 수축이 발생하지 않는 온도 범위에서 하는 것이 중요하고, 이후 다시 한 번 침투 열처리를 통해 유리를 다공성 프리폼 안으로 침투시켜 최종 제품을 완성한다. 하지만, 본 발명에 따른 사파이어/알루미나 프리폼은 가소결 단계에서 10% 정도의 수축이 발생하기 때문에 슬립 캐스팅에 의한 성형법으로 보철물을 제작할 수 없다.

반면, CAD/CAM(computer aided design/computer aided manufacturing) 가공법을 이용한 형상 가공방식은 이미 가소결에 의해 수축이 완료된 프리폼을 치아의 치수 그대로 1:1 가공(실측가공)하는 방식이기 때문에 슬립 캐스팅에서와 같이 소결에 의한 수축을 고려하지 않아도 된다. 또한, 본 발명에 따른 유리침투 사파이어/알루미나 복합물은 CAD/CAM(computer aided design/computer aided manufacturing) 가공법의 고려사항 중의 하나인 소재 가공성이 상당히 우수하므로, 본 발명에 따른 유리침투 사파이어/알루미나 복합물은 치아 보철로 유용하게 사용될 수 있다(실험에 1 및 실험에 5).

또한, 본 발명은 사파이어 및 알루미나 혼합물을 몰드에 넣고 성형하는 단계(단계 1);

상기 단계 1에서 성형된 혼합물을 가소결하여 프리폼을 제조하는 단계(단계 2); 및

상기 단계 2에서 제조된 프리폼에 유리를 열처리하여 침투시키는 단계(단계 3);를 포함하는 치아수복재용 유리

칩투 사파이어/알루미나 복합물의 제조방법을 제공한다.

- [0031] 이하, 상기 치아수복재용 유리칩투 사파이어/알루미나 복합물의 제조방법을 각 단계별로 상세히 설명한다.
- [0032] 먼저, 본 발명에 따른 제조방법의 상기 단계 1은 본 발명은 사파이어 및 알루미나 혼합물을 몰드에 넣고 성형하는 단계이다. 보다 구체적으로는 사파이어 및 알루미나 혼합물을 물, 폴리비닐알콜(PVA, polyvinyl alcohol) 및 분산제와 혼합하여 고무 몰드에 부어 성형하는 단계이다.
- [0033] 이때, 상기 단계 1에서 사용되는 사파이어 및 알루미나의 입도는 각각 20 내지 30 μm 및 0.1 내지 1.0 μm 인 것이 바람직하다.
- [0034] 본 발명에 따른 상기 단계 1에서 사용되는 사파이어의 입도가 20 μm 미만인 경우, 제조되는 유리칩투 사파이어/알루미나 복합물의 투과율이 감소하는 문제가 있으며, 30 μm 를 초과하는 경우에는 복합물의 기계적 강도가 떨어지는 문제가 있다. 또한, 알루미나의 입도가 0.1 μm 미만인 경우, 사파이어/알루미나 프리폼에 대한 유리 칩투력이 감소하여 제조되는 유리칩투 사파이어/알루미나 복합물의 투과율 및 기계적 강도가 감소되는 문제가 있으며, 1.0 μm 을 초과하는 경우에는 알루미나 미세 입자들에 의해 사파이어 입자 사이에 목(neck)을 형성함으로써 얻어지는 기계적 강도를 증가시키는 소결제로서의 역할을 충분히 수행하지 못함으로 이로 인한 기계적 강도가 감소하는 문제가 있다.
- [0035] 또한, 상기 단계 1의 사파이어 및 알루미나의 혼합비는 65 내지 80 중량% 대 20 내지 35 중량%로 사용하는 것이 바람직하다.
- [0036] 알루미나의 함량이 20 중량% 미만인 경우, 제조되는 유리칩투 사파이어/알루미나 복합물의 이축강도가 낮아 치아 수복제로서 견뎌야 하는 교합하중을 흡수 및 분산 시킬 수 없다는 문제점이 있으며, 35 중량%를 초과하는 경우에는 다결정의 알루미나가 빛을 산란시킴으로써 빛의 투과율이 현저히 떨어지므로 심미적 효과가 상당히 떨어진다는 문제점이 있다.
- [0037] 본 발명에 따른 상기 단계 1에서 성형된 혼합물은 습식 슬립 캐스팅 성형 또는 건식 프레스 성형법으로 성형할 수 있으나, 이에 제한되지는 않는다.
- [0038] 이때, 상기 습식 슬립 캐스팅 성형법은 혼합 분말 100 중량% 무게비를 기준으로 3차 증류수 70 중량%, 폴리비닐알콜(PVA, polyvinyl alcohol) 3 중량%, 분산제 3 중량%를 플래네터리(planetary) 혼합기에서 30분간 혼합하여, 이들 슬러리를 직경 20.0 mm, 높이 3.0 mm의 고무 몰드에 부어 성형하는 방법을 말한다.
- [0039] 또한, 건식 프레스 성형법은 상기 습식 슬립 캐스팅 성형법에서 제조된 혼합물을 오븐에서 충분히 건조하여 체 거름을 통해 과립을 얻은 후 일축 프레스와 금형을 이용해 20 mm $\times$ 15 mm $\times$ 45 mm 크기의 가공성 테스트용 성형체로 성형하는 방법을 말한다.
- [0040] 다음으로, 본 발명에 따른 제조방법의 상기 단계 2는 상기 단계 1에서 성형된 혼합물을 가소결하여 프리폼을 제조하는 단계이다.
- [0041] 보다 구체적으로 상기 단계 1에서 성형된 혼합물을 각 첨가물의 녹는점 이하의 온도로 가열하여 일부 알루미나를 용융시킨 다음, 용융된 일부 알루미나가 가소제로서 사파이어/알루미나 혼합물을 치밀화하는 단계이다.
- [0042] 이때, 상기 단계 2의 가소결은 1500 내지 1650 $^{\circ}\text{C}$ 에서 1 내지 2시간 동안 열처리를 수행하는 것이 바람직하다.
- [0043] 상기 단계 2의 가소결 온도가 1500 $^{\circ}\text{C}$ 미만인 경우, 단계 1에서 성형된 혼합물의 치밀화가 제대로 이루어지지 않아 제조되는 사파이어/알루미나 프리폼의 이축강도가 현저히 저하되는 문제점이 있으며, 1650 $^{\circ}\text{C}$ 를 초과하는 경우에는 높은 소성온도로 인한 프리폼 골격의 치밀화로 인하여 유리 칩투력이 감소하고, 이로 인하여 제조되는 복합물의 잔류기공이 형성됨으로써 투과율 및 기계적 물성이 떨어지는 문제점이 있다. 또한, 가소결 시간이 1시

간 미만인 경우, 알루미늄과 사파이어의 반응 시간이 짧아 치밀화가 제대로 이루어지지 않으며, 이로 인한 이축 강도가 저하되는 문제점이 있으며, 2시간을 초과하는 경우, 2시간 이상 초과 열처리를 수행함으로써 얻어지는 효과가 미미하므로 에너지적인 면에서 경제적이지 않는 문제점이 있다.

[0044] 또한, 상기 단계 2는 가소결을 수행한 후, 소성된 프리폼 표면을 연마하는 단계를 더 포함할 수 있다.

[0045] 상기 단계 2에서 가소결되어 제조된 사파이어/알루미나 프리폼의 표면을 600 메쉬(mesh) SiC 연마지로 연마한 다음, 압축공기를 이용하여 표면을 깨끗하게 함으로써 사파이어/알루미나 프리폼의 유리물 침투를 촉진시킬 수 있다.

[0046] 다음으로, 본 발명에 따른 제조방법의 상기 단계 3은 상기 단계 2에서 제조된 프리폼에 유리를 열처리하여 침투시키는 단계이다.

[0047] 보다 구체적으로 상기 단계 2에서 제조된 사파이어/알루미나 프리폼 표면 위에 유리 분말을 증류수와 혼합하여 슬러리 상태로 올려놓고 고온 열처리하여 유리 분말을 용융침투시키는 단계이다.

[0048] 이때, 상기 유리 분말은 이산화규소(SiO_2), 삼산화붕소(B_2O_3), 산화알루미늄(Al_2O_3), 산화칼슘(CaO), 산화란탄(La_2O_3), 이산화티타늄(TiO_2), 산화세륨(CeO_2), 삼산화철(Fe_2O_3) 등의 란타넘알루미노실리케이트(Lanthanum aluminosilicate)계 화합물을 사용하여 제조할 수 있으며, 상기 화합물들을 백금 도가니에 넣고 1450°C 에서 1시간 동안 용융한 후 스테인리스 강판 위에서 급냉, 과쇄하여 유리분말을 얻을 수 있다. 또한, 균질한 유리를 얻기 위하여, 상기에서 제조된 유리분말을 다시 백금도가니에 넣고 1시간 동안 1차 용융 때와 같은 용융조건으로 2차 용융을 실시한 다음, 2차 용융이 끝난 유리는 과쇄하여 침투용 유리 분말을 제조할 수 있다.

[0049] 본 발명에 따른 상기 단계 3의 침투되는 유리의 입도는 80 내지 $120\ \mu\text{m}$ 인 것이 사용할 수 있으나, 이에 제한되지는 않는다.

[0050]

[0051] 또한, 본 발명에 따른 상기 단계 3의 열처리는 1100 내지 1200°C 에서 수행할 수 있으나, 이에 제한되지는 않는다.

[0052] 이하, 본 발명을 제조예, 실시예 및 실험예에 의하여 상세히 설명한다.

[0053] 단, 하기 제조예, 실시예 및 실험예는 본 발명을 구체적으로 예시하는 것이며, 본 발명의 내용이 제조예, 실시예 및 실험예에 의해 한정되는 것은 아니다.

[0054] <제조예 1-24> 사파이어/알루미나 프리폼의 제조

[0055] 단계 1: 사파이어/알루미나 혼합물의 성형

[0056] 평균입자 $26.4\ \mu\text{m}$ 의 사파이어 입자와 $0.3\ \mu\text{m}$ 의 알루미나 입자를 하기 표 1의 혼합비로 혼합한 다음, 습식 슬립 캐스팅 성형으로 프리폼을 준비하였다. 이때, 슬립 캐스팅법은 혼합 분말 100 중량% 무게비를 기준으로 3차 증류수 70 중량%, 폴리비닐알콜(PVA, polyvinyl alcohol) 3 중량%, 분산제(SN-5468, San Nopco, Japan) 3 중량%를 플래네티리(planetary) 혼합기에서 30분간 혼합하여, 이들 슬러리를 직경 $20.0\ \text{mm}$, 높이 $3.0\ \text{mm}$ 의 고무 몰드에 부어 성형하였다.

[0057] 단계 2: 사파이어/알루미나 프리폼의 제조

[0058] 성형된 프리폼을 분당 10°C 로 승온하여 하기 표 1의 가소결 온도에서 1시간씩 가소 열처리하여 프리폼을

얻었다. 소성된 프리폼은 표면을 600 mesh SiC 연마지로 연마한 후, 압축 공기를 이용하여 표면을 깨끗이 하여 유리 침투용 시편으로 준비하였다.

표 1

[0059]

	사파이어 중량%	알루미나 중량%	가소결 온도
제조예 1	100	0	1620℃
제조예 2	90	10	1620℃
제조예 3	80	20	1620℃
제조예 4	70	30	1620℃
제조예 5	60	40	1620℃
제조예 6	50	50	1620℃
제조예 7	40	60	1620℃
제조예 8	30	70	1620℃
제조예 9	100	0	1520℃
제조예 10	90	10	1520℃
제조예 11	80	20	1520℃
제조예 12	70	30	1520℃
제조예 13	60	40	1520℃
제조예 14	50	50	1520℃
제조예 15	40	60	1520℃
제조예 16	30	70	1520℃
제조예 17	100	0	1420℃
제조예 18	90	10	1420℃
제조예 19	80	20	1420℃
제조예 20	70	30	1420℃
제조예 21	60	40	1420℃
제조예 22	50	50	1420℃
제조예 23	40	60	1420℃
제조예 24	30	70	1420℃

[0060]

<실시예 1-12> 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 제조 1-14

[0061]

먼저, 31% 이산화규소(SiO_2), 23% 삼산화붕소(B_2O_3), 17% 산화알루미늄(Al_2O_3), 5% 산화칼슘(CaO), 13% 산화란탄(La_2O_3), 7% 이산화티타늄(TiO_2), 3% 산화세륨(CeO_2), 0.68% 삼산화철(Fe_2O_3)(물 %)의 란탄늄알루미노실리케이트(Lanthanum aluminosilicate)계를 사용하여 침투시킬 유리를 제조하였으며, 유리를 제조하기 위한 상기 원료들은 일급 시약인 이산화규소(SiO_2), 삼산화붕소(B_2O_3), 산화알루미늄(Al_2O_3), 산화칼슘(CaO), 산화란탄(La_2O_3), 아산화티타늄(TiO_2), 산화세륨(CeO_2), 삼산화철(Fe_2O_3)을 사용하였다. 상기 시약을 유리 기준 100 g으로 칭량하여 1시간 동안 자일로 블렌더로 혼합한 다음, 백금 도가니에 넣고 1450℃에서 1시간 동안 용융한 후 스테인리스 강판 위에서 급냉, 파쇄하여 유리분말을 얻었다. 균질한 유리를 얻기 위하여, 이들 유리분말을 다시 백금도가니에 넣고 1시간 동안 1차 용융 때와 같은 용융조건으로 2차 용융을 실시하였다. 2차 용융이 끝난 유리는 파쇄하여 80 내지 120 μm 의 입경을 갖는 침투용 유리 분말을 제조하였다.

[0062]

다음으로 하기 표 2에 나타난 바와 같이, 상기 제조예에서 제조된 다공성 사파이어/알루미나 프리폼 위에 유리분말(1.3 g)을 증류수와 혼합하여 슬러리 상태로 올려놓고 상기에서 제조된 유리를 프리폼 안으로 침투 열처리하여 유리침투 사파이어/알루미나 복합물을 제조하였다.

표 2

[0063]

	사용되는 프리폼	유리침투 온도	유리침투시간
실시예 1	제조예 3의 프리폼	1150℃	5 분
실시예 2	제조예 4의 프리폼	1150℃	5 분
실시예 3	제조예 11의 프리폼	1150℃	5 분

실시예 4	제조예 12의 프리폼	1150℃	5 분
실시예 5	제조예 19의 프리폼	1150℃	5 분
실시예 6	제조예 20의 프리폼	1150℃	5 분
실시예 7	제조예 3의 프리폼	1150℃	80 분
실시예 8	제조예 4의 프리폼	1150℃	80 분
실시예 9	제조예 11의 프리폼	1150℃	80 분
실시예 10	제조예 12의 프리폼	1150℃	80 분
실시예 11	제조예 19의 프리폼	1150℃	80 분
실시예 12	제조예 20의 프리폼	1150℃	80 분

[0064] <비교예 1-36> 유리칩투 사파이어/알루미나 복합물의 제조 15-

[0065] 상기 표 2의 조건을 사용하는 대신에 하기 표 3의 조건을 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 수행하여 유리칩투 사파이어/알루미나 복합물을 제조하였다.

표 3

[0066]

	사용되는 프리폼	유리칩투 온도	유리칩투 시간
비교예 1	제조예 1의 프리폼	1150℃	5 분
비교예 2	제조예 2의 프리폼	1150℃	5 분
비교예 3	제조예 5의 프리폼	1150℃	5 분
비교예 4	제조예 6의 프리폼	1150℃	5 분
비교예 5	제조예 7의 프리폼	1150℃	5 분
비교예 6	제조예 8의 프리폼	1150℃	5 분
비교예 7	제조예 9의 프리폼	1150℃	5 분
비교예 8	제조예 10의 프리폼	1150℃	5 분
비교예 9	제조예 13의 프리폼	1150℃	5 분
비교예 10	제조예 14의 프리폼	1150℃	5 분
비교예 11	제조예 15의 프리폼	1150℃	5 분
비교예 12	제조예 16의 프리폼	1150℃	5 분
비교예 13	제조예 17의 프리폼	1150℃	5 분
비교예 14	제조예 18의 프리폼	1150℃	5 분
비교예 15	제조예 21의 프리폼	1150℃	5 분
비교예 16	제조예 22의 프리폼	1150℃	5 분
비교예 17	제조예 23의 프리폼	1150℃	5 분
비교예 18	제조예 24의 프리폼	1150℃	5 분
비교예 19	제조예 1의 프리폼	1150℃	80 분
비교예 20	제조예 2의 프리폼	1150℃	80 분
비교예 21	제조예 5의 프리폼	1150℃	80 분
비교예 22	제조예 6의 프리폼	1150℃	80 분
비교예 23	제조예 7의 프리폼	1150℃	80 분
비교예 24	제조예 8의 프리폼	1150℃	80 분
비교예 25	제조예 9의 프리폼	1150℃	80 분
비교예 26	제조예 10의 프리폼	1150℃	80 분
비교예 27	제조예 11의 프리폼	1150℃	80 분
비교예 28	제조예 13의 프리폼	1150℃	80 분
비교예 29	제조예 14의 프리폼	1150℃	80 분
비교예 30	제조예 15의 프리폼	1150℃	80 분
비교예 31	제조예 16의 프리폼	1150℃	80 분
비교예 32	제조예 18의 프리폼	1150℃	80 분
비교예 33	제조예 21의 프리폼	1150℃	80 분
비교예 34	제조예 22의 프리폼	1150℃	80 분
비교예 35	제조예 23의 프리폼	1150℃	80 분
비교예 36	제조예 24의 프리폼	1150℃	80 분

[0067] <실험예 1> 사파이어/알루미나 프리폼의 물성 평가

[0068] 치아 보철물 제작방식과 관련하여, 본 발명에 따른 사파이어/알루미나 프리폼의 수축력을 평가하기 위하여 하기와 같은 실험을 수행하였다.

[0069] 먼저, 사파이어/알루미나 프리폼의 제조에 사용되는 사파이어와 알루미나의 입도 분포를 입도분석기(Mastersizer 2000, Malvern Instruments Ltd., UK)를 이용하여 측정하였다. 그 후, 상기 제조예 1 내지 24에서 제조된 사파이어/알루미나 프리폼의 기공률 및 프리폼 제조의 가소결 처리 단계 전후의 수축률을 측정하였다. 이때, 수축률은 가소결 열처리 전과 후에 대해 12개 시편의 지름을 측정하여 평균값으로부터 구하였다. 측정된 값을 도 1 및 도 2에 나타내었다.

[0070] 도 1 및 도 2에 나타낸 바와 같이, 본 발명에 따라 제조된 사파이어/알루미나 프리폼에 사용된 사파이어의 입도는 26.4 μm , 알루미나의 입도는 0.3 μm 로 확인되었다. 또한, 제조되는 사파이어/알루미나 프리폼의 알루미나 함량이 증가할수록 최대 9 내지 10%로 수축이 증가하였으며, 열처리 온도가 높아질수록 수축률이 증가하는 것으로 나타났다. 이는, 조대한 사파이어 입자 사이에 수축률이 큰 알루미나가 채워져 전체 수축률이 증가한 것이며, 가소결 온도가 높아질수록 사파이어/알루미나 프리폼의 치밀화 반응이 일어나 수축률이 증가한 것을 알 수 있다. 이로부터, 본 발명에 따른 사파이어/알루미나 프리폼은 가소결 단계에서 수축으로 인한 치밀화가 진행되는 것을 알 수 있다. 또한, 실제 치과용 보철물 제작을 할 경우, 가소결 열처리에 의해 수축이 완료된 블록을 치아의 치수 그대로 1 대 1 가공(실측가공)하는 방식인 CAD/CAM을 이용한 형상 가공 방식이 적합하다는 것을 알 수 있다.

[0071] 따라서, 본 발명에 따른 사파이어/알루미나 프리폼은 가소결 단계에서 사파이어/알루미나 프리폼을 치밀화할 뿐만 아니라, 인공치아 제작 등의 작업 중 실패확률이 적고, 보철제작 과정이 단축된 CAD/CAM 가공 방식에 적합하므로, 코어(core)용 코핑(coping) 재료로 사용가능할 뿐만 아니라, 크라운 재료로서 인레이, 온레이, 비니어, 크라운 등의 다양한 치과용 복합 재료용 유리충전 재료로 유용하게 사용할 수 있다.

[0072] <실험예 2> 사파이어/알루미나 프리폼의 유리침투력 평가

[0073] 본 발명에 따른 사파이어/알루미나 프리폼의 기공률 및 유리침투력을 평가하기 위하여 하기와 같은 실험을 수행하였다.

[0074] 상기 제조예 1 내지 24에서 제조된 사파이어/알루미나 프리폼의 기공률은 아르키메데스의 원리를 이용하여 건조 무게, 포수무게, 함수무게를 측정하여 구하였으며, 실시예 5, 실시예 6 및 비교예 13 내지 비교예 18에서 제조된 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 유리침투력을 확인하였다. 그 결과를 도 3 내지 도 6에 나타내었다.

[0075] 도 3에 나타낸 바와 같이, 사파이어/알루미나 프리폼에 첨가된 알루미나 함량이 증가할수록 프리폼의 기공률이 감소하는 것으로 나타났으며, 가소결 온도가 높아질수록 낮은 기공률을 갖는 것으로 나타났다. 이로부터 미세한 알루미나 입자가 조대한 사파이어 입자의 소결조제 역할을 하며 치밀화될 뿐만 아니라, 알루미나 함량이 증가할수록 사파이어 입자 사이의 공극을 미세한 알루미나가 채워 기공을 없앤 것을 알 수 있다. 또한, 높은 가소결 온도에서 수축이 증가하여 기공률이 낮아진 것을 알 수 있다.

[0076] 도 4에 나타낸 바와 같이, 조대한 사파이어 입자에 첨가되는 미세한 알루미나의 함량이 증가할수록 침투깊이는 감소하는 것으로 나타났으며, 알루미나 첨가량이 70 중량%인 경우, 알루미나의 함량이 최대임에도 불구하고 높은 온도에서 침투깊이가 증가하는 것으로 나타났다.

[0077] 먼저, 알루미나 함량이 증가할수록 침투깊이가 감소하는 것은 미세한 알루미나 입자가 조대한 사파이어 입자 사

이에 충전되면서 유리가 침투할 수 있는 공간이 부족하기 때문인 것을 알 수 있다.

[0078] 다음으로, 알루미늄이 첨가량이 70 중량%인 경우, 높은 온도에서 침투깊이가 증가한 것은 높은 가소결 온도에서 미세한 알루미늄 입자가 서로 응집(aggregation)되면서 유리가 침투할 수 있는 공간이 생겼기 때문인 것을 알 수 있다. 그러나 상기 도 3에 나타나 바와 같이, 사파이어/알루미늄 프리폼은 가소결 온도가 증가할수록 기공률이 감소하였기 때문에, 이러한 공극(pore space)의 확장은 전체적인 기공률보다는 기공의 크기와 굴곡도(tortuosity)와 연관이 있는 것을 알 수 있다.

[0079] 도 5 및 도 6에 나타난 바와 같이, 사파이어/알루미늄 프리폼의 가소결 온도가 증가할수록 미세한 알루미늄이 소결되면서 합체 및 성장한 것을 알 수 있으며, 1620℃에서 가소결한 경우, 공극으로 보이는 거대 기공이 있는 것을 알 수 있다. 또한, 유리침투 사파이어/알루미늄 복합물은 1420℃에서 가소결한 프리폼을 사용한 경우 미세한 알루미늄이 그대로 독립적으로 유리상에 분포되어있는 반면, 1520℃와 1620℃에서 가소결한 프리폼을 사용한 경우 알루미늄 입자가 합체 및 서로 연결되어 강하게 결합되어 있고 그 사이 공간으로 유리조직이 침투한 것을 알 수 있다. 이러한 유리 조직의 면적은 가소결 온도가 증가할수록 넓어 보이고, 이를 통해 앞서 설명한 고온에서의 공극 형성을 확인할 수 있다. 또한 1520℃와 1620℃에서 가소결한 사파이어/알루미늄 프리폼의 골격은 유리 침투 후에도 분해나 단락 없이 강하게 결합되어 있는 것을 확인할 수 있다.

[0080] 이로부터, 사파이어/알루미늄 프리폼 제조시, 첨가되는 알루미늄의 함량이 높을수록 유리침투 깊이가 낮은 것을 알 수 있으며, 가소결 단계에서 1520℃ 이상의 온도에서 가소결이 수행된 사파이어/알루미늄 프리폼의 경우, 공극의 형성으로 인하여 유리침투 깊이가 깊을 뿐만 아니라, 미세한 알루미늄 입자가 조대한 사파이어 입자의 소결조제 역할을 수행하여 치밀화함으로써, 골격 강화(rigid skeleton)하는 것을 알 수 있다.

[0081] 따라서, 본 발명에 따른 사파이어/알루미늄 프리폼은 높은 가소결 온도에서 제조됨으로써, 유리침투 깊이가 깊고, 첨가되는 알루미늄 입자의 치밀화로 골격강화되는 효과가 우수하므로, 코어(core)용 코핑(coping) 재료로 사용가능할 뿐만 아니라, 크라운 재료로서 인레이, 온레이, 비니어, 크라운 등의 다양한 치과용 복합 재료용 유리충진 재료로 유용하게 사용할 수 있다.

[0082] <실험예 3> 사파이어/알루미늄 프리폼 및 유리침투 사파이어/알루미늄 복합물의 투과율 평가

[0083] 본 발명에 따른 유리침투 사파이어/알루미늄 복합물을 크라운(crown) 치아수복 재료로 사용하기 위한 심미적 효과 평가를 하기의 방법으로 실험을 수행하였다.

[0084] 상기 실시예 7 내지 실시예 12 및 비교예 19 내지 36에서 제조된 유리침투 사파이어/알루미늄 복합물을 1.0 mm의 두께로 경면 연마하고 표면을 에탄올을 사용하여 깨끗이 닦아낸 후, UV-visible 분광기(UV-2401PC, Shimadzu, Japan)를 이용하여 투과율을 측정하였다. 이때 측정 파장 범위는 300~800 nm이었으며, 사람의 눈이 밝게 느끼는 정도인 시감도(luminous efficiency)가 최대인 550 nm 파장에서의 투과율만을 취하여, 그 결과들도 7에 나타내었다.

[0085] 도 7에 나타난 바와 같이, 조대한 사파이어 입자에 첨가되는 미세한 알루미늄의 함량이 증가할수록 유리침투 복합물의 투과율은 프리폼 제조시의 가소결 온도에 상관없이 27%에서 5%로 대로 감소하였다. 또한, 알루미늄 함량 40 중량%를 기준으로 그 이하에서는 가소결 온도가 증가하면서 투과율이 감소하였고, 그 이상에서는 반대로 증가하였다. 이는 알루미늄의 함량이 증가함에 따라 투과율 감소하는 것으로, 굵은 사파이어 입자 사이에 미세한 알루미늄이 충전되면서 유리와 입자 간 상경계면적이 증가하여 빛의 산란이 증가하고, 미세한 알루미늄이 첨가될수록 프리폼의 기공률이 감소하면서 프리폼의 아랫부분까지 유리의 침투가 원활히 이뤄지지 않았기 때문이다. 또한, 알루미늄의 함량 30 중량%를 기준으로 가소결 온도에 따른 투과율 결과가 반대의 경향을 보인 것은, 알루미늄의 함량 30 중량% 이하에서는 미세한 알루미늄이 조대한 사파이어의 소결 조제 역할을 하기 때문이고, 그 이상에서는 가소결 온도가 높을수록 미세한 알루미늄이 서로 응집되면서 공극이 형성되어 유리 침투가 원활하였기 때문이다. 이로부터 본 발명에 따른 유리침투 사파이어/알루미늄 복합물은 알루미늄의 함량이 35 중량% 이하

일 경우, 투과율이 우수한 것을 알 수 있다.

[0086] 따라서, 본 발명에 따른 유리침투 사파이어/알루미나 복합물은 사람의 눈이 밝게 느끼는 정도인 시감도(luminous efficiency)가 최대인 550 nm 파장에서의 투과율이 뛰어나며 이로 인한 심미적 효과가 우수하여, 코어(core)용 코핑(coping) 재료로 사용가능할 뿐만 아니라, 인레이, 온레이, 비니어, 크라운 등의 크라운 재료로도 사용가능하므로, 다양한 치과용 복합 재료용 유리충전 재료로 유용하게 사용할 수 있다.

[0087] <실험예 4> 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 이축강도 평가

[0088] 본 발명에 따른 유리침투 사파이어/알루미나 복합물을 코핑(coping) 재료뿐만 아니라 크라운(crown) 재료로 사용하기 위한 이축강도 평가를 하기와 같은 방법으로 수행하였다.

[0089] 상기 제조예 1 내지 24, 실시예 7 내지 12 및 비교예 19 내지 36에서 제조된 프리폼 및 유리침투 사파이어/알루미나 복합물을 인스트론(Instron, 3342, USA)을 이용하여 ASPM standard F394-78의 강도 시험 방법에 따라 측정하였다. 이때, 하부지그에 위치한 3개의 강구(직경 3.2 mm)는 직경 12.0 mm의 원주상에 위치해 있고, 상부지그에 위치한 핀(pin)의 직경은 1.6 mm이다. 크로스헤드 속도는 0.5 /min로 하였다. 측정된 본 발명에 따른 프리폼 및 복합물의 이축강도 변화를 도 8 및 도 9에 나타내었다.

[0090] 도 8 및 도 9에 나타난 바와 같이, 본 발명에 따른 유리침투 사파이어/알루미나 프리폼은 조대한 사파이어에 첨가되는 미세한 알루미나의 함량이 증가할수록 최대 80 MPa까지 이축강도가 증가하고, 가소결 온도가 높을수록 이축강도의 값 또한 증가하는 것으로 나타났다. 또한, 본 발명에 따른 유리침투 사파이어/알루미나 복합물은 사파이어 입자에 첨가되는 알루미나 입자의 함량이 30 중량%가 될 때까지 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 강도는 최대 330 MPa까지 증가하였고, 이 구간에서는 가소결 온도에 따른 강도 값의 차이는 크지 않은 것으로 나타났다. 이때, 알루미나 첨가량이 30 중량% 이상일 때 가소결 온도에 따른 강도 차이가 크게 벌어졌는데, 1420℃에서 가소결한 프리폼에 유리를 침투한 복합물의 경우 강도가 감소하였고, 1520℃와 1620℃에서의 가소결한 프리폼에 유리를 침투했을 때는 강도가 일정하거나 다소 증가하였다. 이것은, 알루미나 첨가에 따른 강도의 증가는 미세한 알루미나 입자에 의해 사파이어/알루미나 프리폼의 골격이 강화되었기 때문이다. 그러나 30 중량% 이상으로 다량 첨가되면 프리폼의 공극을 알루미나가 채우게 되므로 오히려 유리의 침투를 방해해서 강도가 감소시키므로, 1420℃에서 가소결된 유리침투 사파이어/알루미나 복합물 강도는 감소한다. 이로부터, 본 발명에 따른 유리침투 사파이어/알루미나 복합물은 알루미나의 함량이 20 내지 35 중량%이면서, 1520℃이상에서 가소결한 프리폼에 유리침투시켜 제조된 유리침투 사파이어/알루미나 복합물이 이축강도가 우수한 것을 알 수 있다.

[0091] 따라서, 본 발명에 따른 유리침투 사파이어/알루미나 복합물은 250 MPa 이상의 이축강도를 가져 크라운(crown) 재료로서 요구되는 100 내지 150 MPa의 이축강도 조건을 충족시킴으로써, 코어(core)용 코핑(coping) 재료로 사용가능할 뿐만 아니라, 인레이, 온레이, 비니어, 크라운 등의 크라운 재료로도 사용가능하므로, 다양한 치과용 복합 재료용 유리충전 재료로 유용하게 사용할 수 있다.

[0092] <실험예 5> 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 절삭력 평가

[0093] 본 발명에 따라 제조된 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 소재 가공성을 평가하기 위하여, 절삭력을 하기와 같은 실험방법으로 수행하여 평가하였다.

[0094] 사파이어/알루미나 프리폼 제조를 위한 가소결 단계에서 가소결 온도에 따른 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 절삭력 효과를 평가하기 위하여, 상기 실험에서 유리 침투력, 투과율 및 기계적 물성이 우수했던 실시예 8, 실시예 10 및 실시예 12에서 제조된 유리 침투 사파이어/알루미나 복합물(20 mm × 15 mm × 45 mm)을 0.5 mm 및 1.0 mm 깊이로 수직형 머시닝 센터(DNM 400, Doosan, Korea)로 절삭하면서 공구동력계(Type 9272,

Kistler, Swiss) 센서에 전달되는 절삭저항을 나타내는 절삭력 신호를 측정하였다. 이때, 가공조건은 절삭속도가 3,000 rpm, 이송속도 500 mm/min, 절삭 깊이는 0.5 mm와 1.0 mm로 하였으며, 측정된 절삭력 신호는 오실로스코프(TDS 2024B, Tektronix)를 이용하여 영상 이미지로 전환하였다. 절삭력을 측정하는 장치 및 그 결과를 도 11에 나타내었다.

[0095] 도 11에 나타난 바와 같이, 본 발명에 따라 제조된 유리침투 사파이어/알루미나 복합물은 사파이어/알루미나 프리폼 제조 시의 가소결 온도가 증가할수록 절삭력은 증가하는 경향을 나타냈으며, 절삭되는 깊이가 0.5 mm에서 1.0 mm로 증가함에 따라 그 절삭저항이 증가하는 것으로 나타났다. 또한, 절삭이 진행되는 동안 복합물 표면의 뜯김이나 균열은 발견되지 않았다. 이것은 가소결 온도가 고온일수록 프리폼의 골격이 단단해질 뿐 아니라, 절삭되는 깊이가 깊어지는 만큼 시편에 걸리는 절삭 저항성 또한, 증가하기 때문이다. 이로부터, 본 발명에 따라 제조된 유리침투 사파이어/알루미나 복합물은 사파이어/알루미나 프리폼 제조시 가소결 온도가 높을수록 프리폼의 골격이 단단해지므로 절삭력이 큰 것을 알 수 있다.

[0096] 따라서, 본 발명에 따른 유리침투 사파이어/알루미나 복합물은 단단한 프리폼 골격으로 인하여 절삭력이 크고, 종래의 세라믹 보철물로 가장 널리 사용되는 지르코니아의 높은 절삭력으로 인한 절삭 작업 중의 표면 뜯김 및 균열 현상이 발생하지 않아 가공성이 우수하여, 코어(core)용 코핑(coping) 재료로 사용가능할 뿐만 아니라, 인레이, 온레이, 비니어, 크라운 등의 크라운 재료로도 사용가능하므로, 다양한 치과용 복합 재료용 유리충전 재료로 유용하게 사용할 수 있다.

[0097] <실험에 6> 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 변연접합도 평가

[0098] 본 발명에 따라 제조된 유리침투 사파이어/알루미나 복합물의 소재 가공성을 평가하기 위하여, 변연접합도를 하기와 같은 실험방법으로 수행하여 평가하였다.

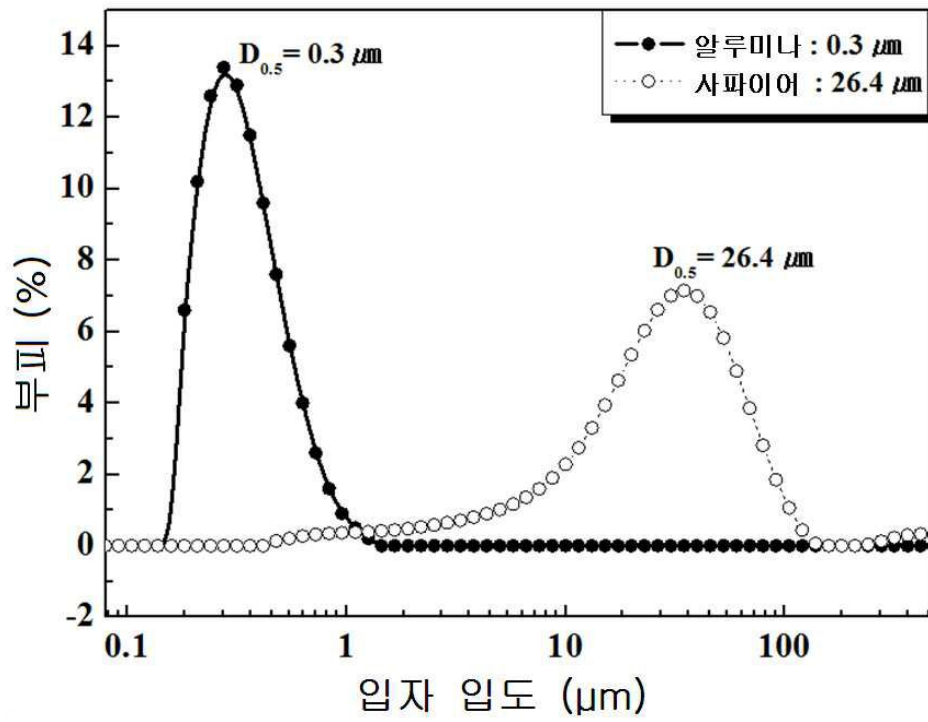
[0099] 본 발명에 따른 유리침투 사파이어/알루미나 복합물을 인공치아로 가공하고자 하는 환자의 치아 모델을 스캐닝한 다음, 스캐닝 데이터를 CAD/CAM 프로그램화 하여 전용가공기(CEREC MC XL, Sirona, Germany)로 전송하였다. 전송된 데이터를 기반으로 하여 상기 제조에 8, 10 및 12에서 제조된 사파이어/알루미나 프리폼을 가공하였다. 이때, 가공 조건은 스핀들의 회전속도가 60,000 rpm, 이송속도 500 mm/min, 절삭 깊이는 0.04 내지 0.045 mm로 시중의 세라믹 블록 제품 중 가장 가공성이 좋은 제품을 가공할 수 있는 가공 조건을 선택하였다. 이러한 가공 단계를 거쳐 제조된 사파이어/알루미나 프리폼에 유리를 올려놓고, 1150℃에서 80분 동안 열처리하여 유리침투 크라운을 제작하였다. 제작된 크라운을 다시 환자의 치아 모델에 끼운 후, 크라운의 변연부(marginal zone)와 모델과의 유격을 측정하였으며, 그 결과를 도 12에 나타내었다.

[0100] 도 12에 나타난 바와 같이, 사파이어/알루미나 프리폼 제조단계에서의 가소결 온도가 증가할수록 변연부와 모델 사이의 유격은 감소하는 것으로 나타났다. 이는 유리 침투과정에서, 프리폼의 변형 없이 크라운이 제작되었음을 의미하는 것으로, 이로부터 1420℃에서 가소결 열처리한 프리폼에서 유격이 크게 벌어진 것은 해당온도에서 프리폼의 치밀성이 떨어져서 크라운의 두께가 얇은 곳을 통해 유리가 크라운 안쪽으로 관통해 들어갔음을 알 수 있다. 반면 1520℃와 1620℃의 가소결 온도에서는 프리폼의 치밀성도 높고, 골격도 강화되어 유리물이 크라운 안쪽으로 관통이 적으므로 치아 모델과의 변연 적합도가 200 내지 300 μm로 낮은 것을 알 수 있다.

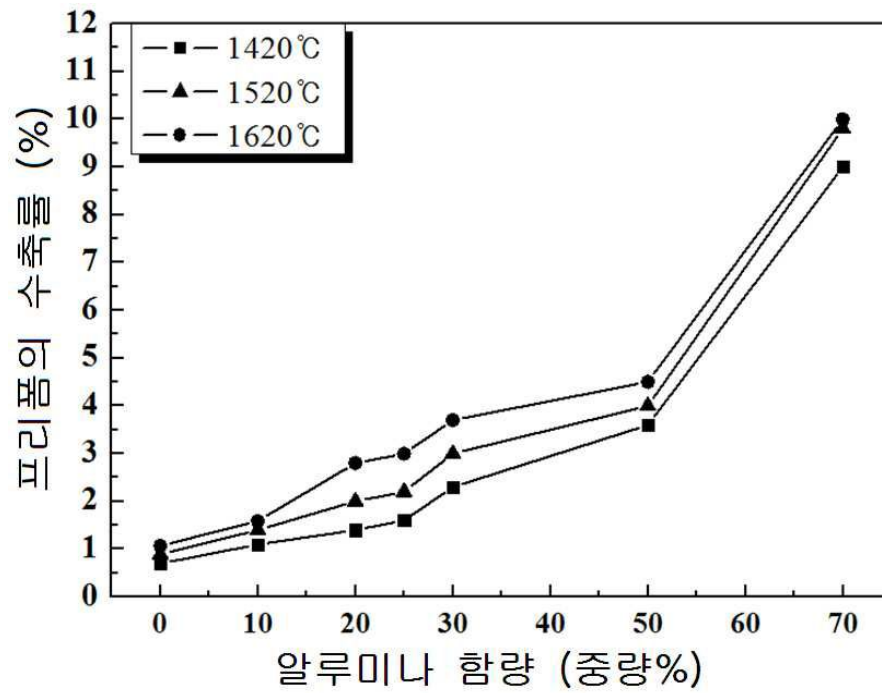
[0101] 따라서, 본 발명에 따른 유리침투 사파이어/알루미나 복합물은 높은 가소결 온도처리로 인한 치밀한 사파이어/알루미나 프리폼을 사용하여 치아 모델과의 낮은 변연 적합도를 가짐으로써, 치아수복재로서의 가공성이 우수하므로 코어(core)용 코핑(coping) 재료로 사용가능할 뿐만 아니라, 크라운 재료로서 인레이, 온레이, 비니어, 크라운 등의 다양한 치과용 복합 재료용 유리충전 재료로 유용하게 사용할 수 있다.

도면

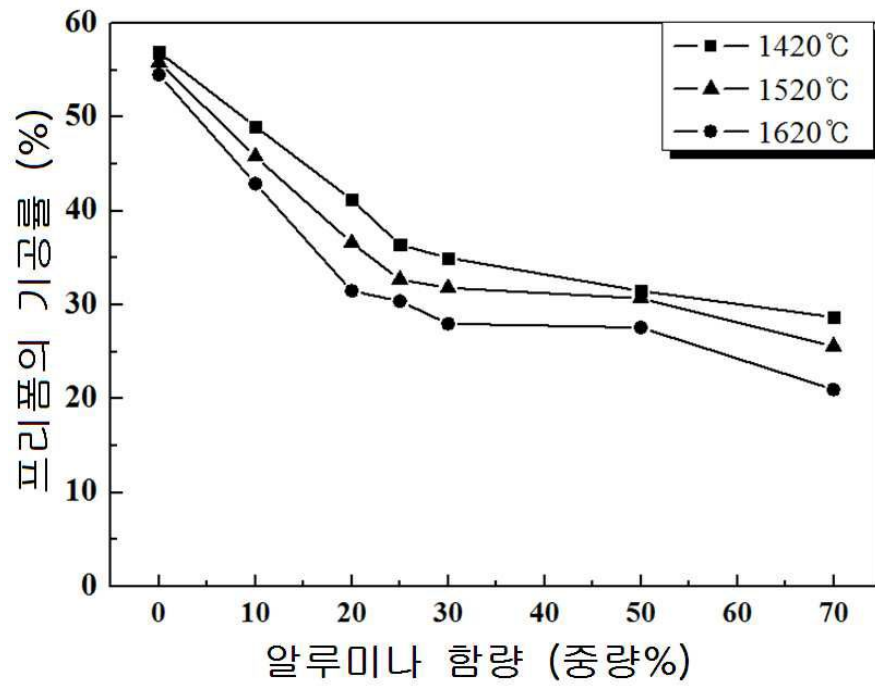
도면1



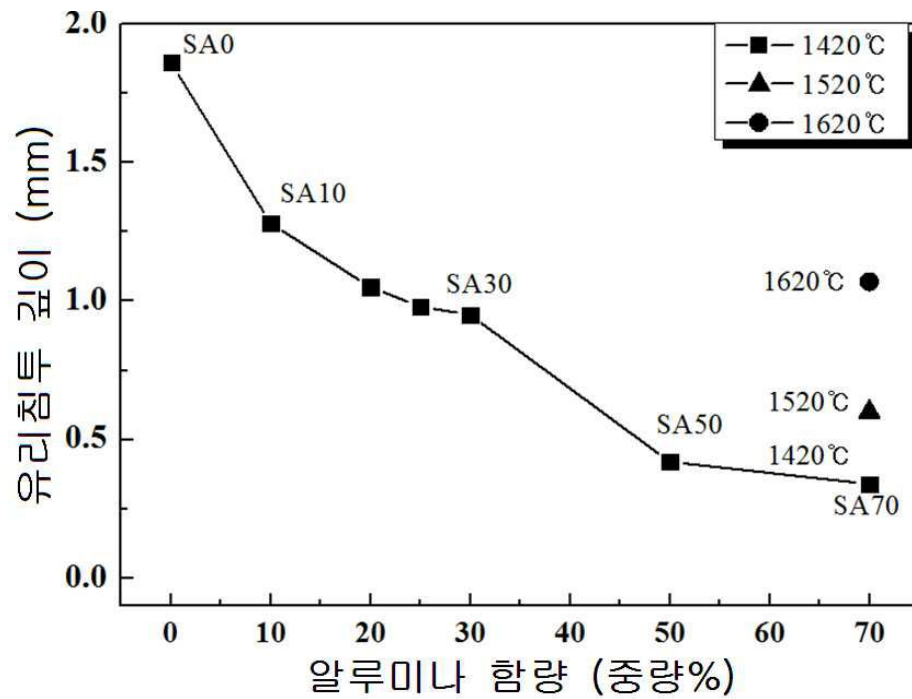
도면2



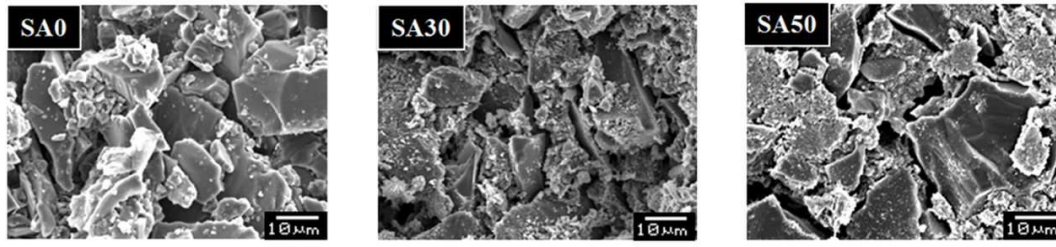
도면3



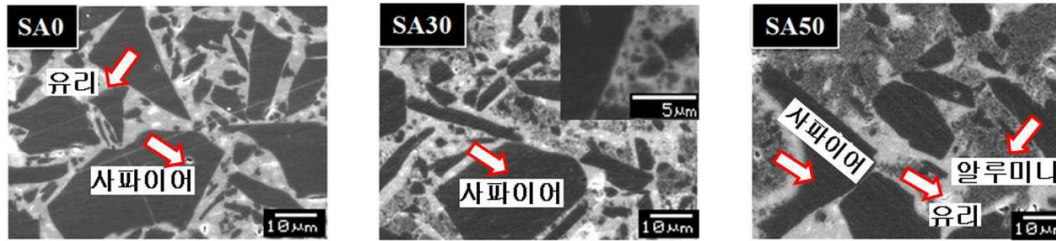
도면4



도면5

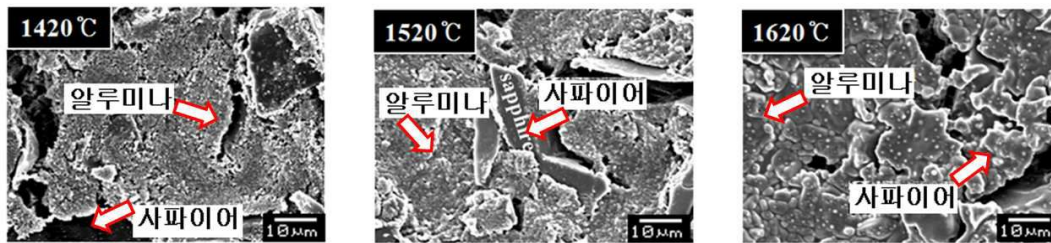


(a)

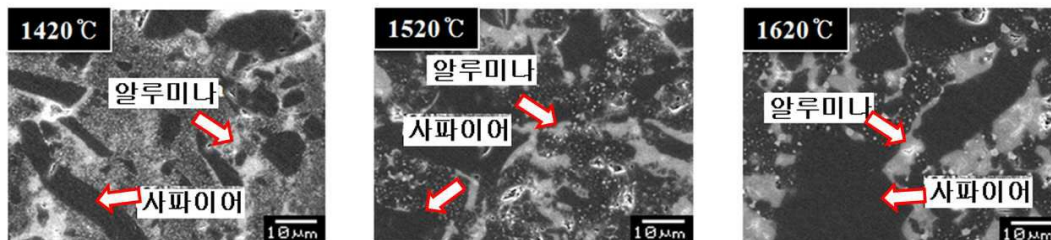


(b)

도면6

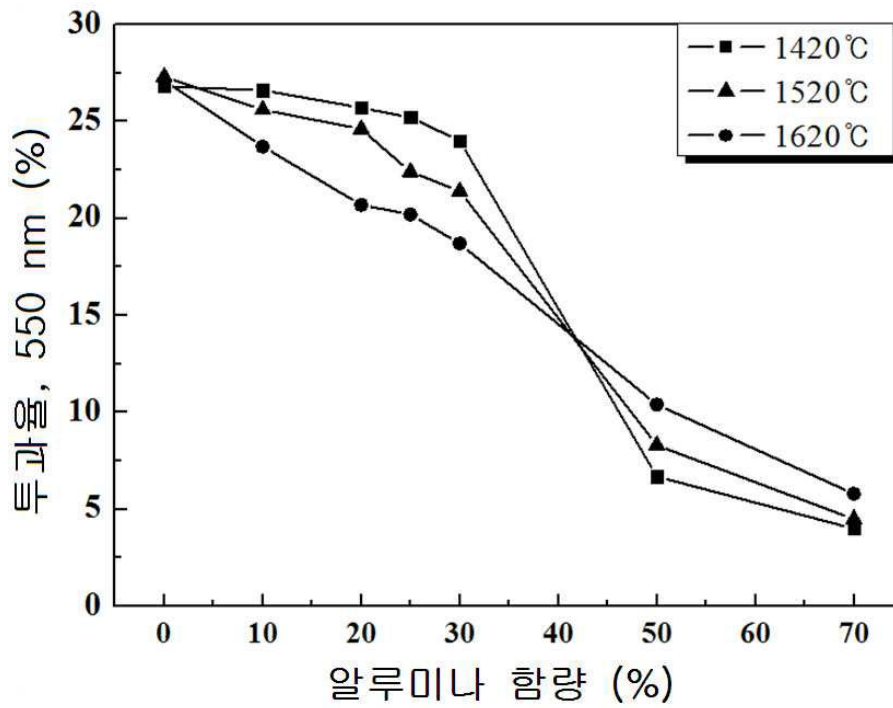


(a)

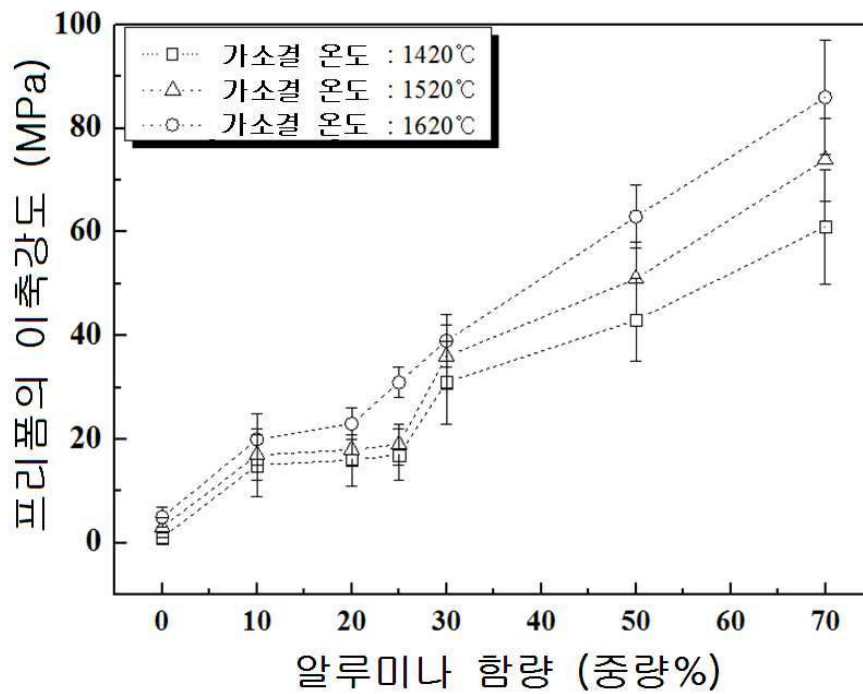


(b)

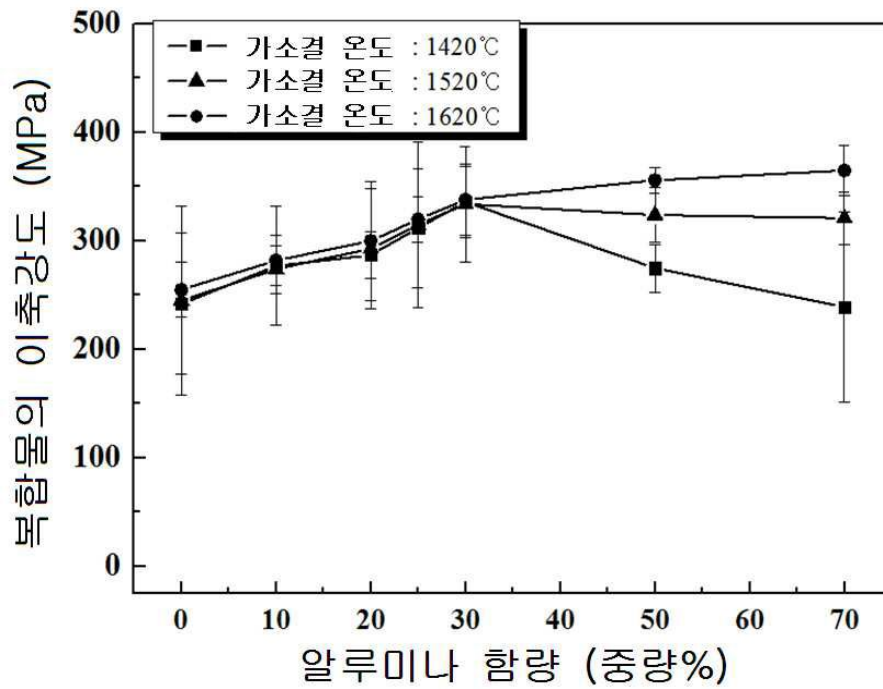
도면7



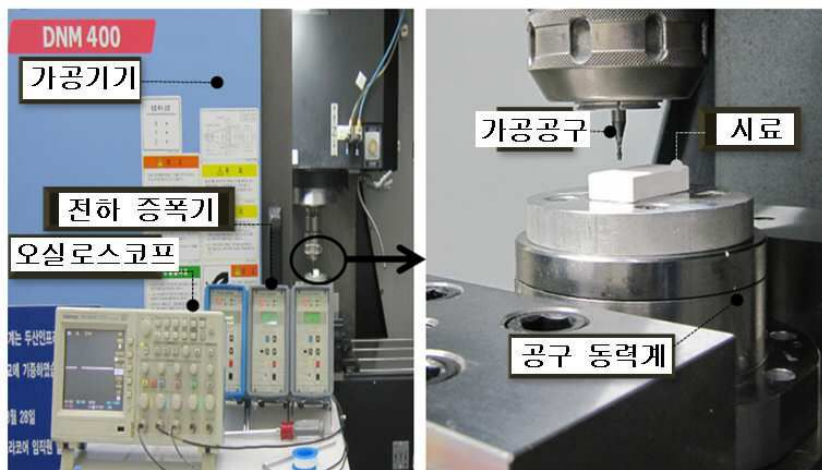
도면8



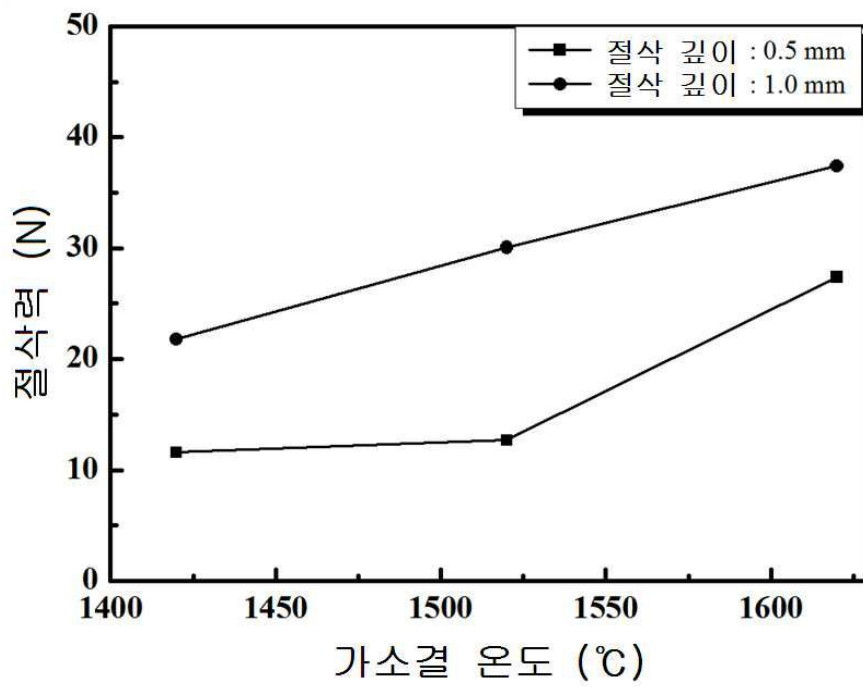
도면9



도면10



도면11



도면12

