



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년12월30일

(11) 등록번호 10-1477702

(24) 등록일자 2014년12월23일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

A61L 27/06 (2006.01) A61C 8/00 (2006.01)

A61C 13/08 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2013-0074529

(22) 출원일자 2013년06월27일

심사청구일자 2013년06월27일

(56) 선행기술조사문헌

KR1020110108031 A*

KR1020130029848 A*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

조선대학교산학협력단

광주광역시 동구 필문대로 309 (서석동)

박근형

광주광역시 광산구 하남대로 290 (운남동)

(72) 발명자

최한철

광주광역시 동구 의재로 149-7, 라인아파트 203동 1401호 (운림동)

박근형

광주광역시 광산구 하남대로 290 (운남동)

(74) 대리인

박상훈

전체 청구항 수 : 총 1 항

심사관 : 정재철

(54) 발명의 명칭 Ni-Cr-Ti 합금 소결체를 이용한 치과용 메탈 코핑 제조방법

(57) 요약

본 발명은 가격이 저렴하면서도 잇몸과의 친화성을 가지고 도재 수복이 용이하며 도재(ceramic)와의 결합성 및 잇몸과의 부착성이 우수한 Ni-Cr-Ti 합금 소결체를 이용한 치과용 메탈 코핑 제조방법에 관한 것으로, Ni, Cr 및 Ti 분말을 준비하는 단계; 13wt%의 Cr 분말, 10wt%이하의 Ti 분말 및 잔부의 Ni 분말을 분말 혼합기를 이용하여 합금분말로 혼합하는 단계; 상기 합금분말을 유압프레스를 이용하여 직경이 10mm, 높이가 5mm가 되도록 소정의 압력 하에 압분체의 디스크로 성형하는 단계; 성형된 상기 디스크를 아르곤(Ar) 가스 분위기에서 소결하는 단계; 소결된 상기 디스크를 냉각시키는 단계; 및 냉각된 상기 디스크를 CAD/CAM을 이용하여 포셀린 빌드업을 위한 코핑으로 가공하는 단계;로 이루어진다

대표도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1425074577

부처명 중소기업청

연구관리전문기관 한국산학연합회

연구사업명 산학연 공동기술개발 지역사업(산학연협력기술개발)

연구과제명 치과도재 및 주조용 Ni-Cr-Ti합금 소결체 개발

기 여 율 1/1

주관기관 조선대학교 산학협력단

연구기간 2012.06.01 ~ 2013.05.31

특허청구의 범위

청구항 1

13wt%의 Cr 분말, 10wt%이하의 Ti 분말 및 잔부의 Ni 분말로 Ni-Cr-Ti 합금 소결체를 이용하되 Cr 분말, Ti 분말, Ni 분말을 분말 혼합기를 이용하여 합금분말로 혼합하여 치과용 메탈 코핑 제조방법에 있어서, .

상기 합금분말을 유압프레스를 이용하여 직경이 10mm, 높이가 5mm가 되도록 3 내지 7bar의 압력으로 압분체의 디스크(2)로 성형하는 단계(S13);

성형된 상기 디스크(2)를 아르곤(Ar) 가스 분위기에서 1130 내지 1170℃에서 20분 내지 40분 동안 소결하는 단계(S14);

소결된 상기 디스크(2)를 수냉으로 급랭시키는 단계(S15); 및

냉각된 상기 디스크(2)를 CAD/CAM을 이용하여 포셀린 빌드업을 위한 코핑틀로 가공하는 단계(S16);로 이루어지는 것을 특징으로 하는 Ni-Cr-Ti 합금 소결체를 이용한 치과용 메탈 코핑 제조방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 Ni-Cr-Ti 합금 소결체를 이용한 치과용 메탈 코핑 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 결손된 치아를 대체하기 위해 사용하되 치과에서 주로 사용하고 있는 고가의 금 합금을 대체할 수 있는 Ni-Cr-Ti 합금 소결체를 이용한 치과용 메탈 코핑 제조방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 일반적으로, 치과의 메탈 코핑과 같은 보철 분야에서 사용되는 치과용 합금은 성분으로 구분하면 귀금속 합금과 비귀금속 합금으로 나눌 수 있고, 용도로 구분하면 주조용과 금속-세라믹용으로 나눌 수 있다.

[0003] 이 중에서, 대한민국 등록특허공보 제10-0979170호(2010년 8월 25일)에 개시된 바와 같이, 주로 많이 사용되고 있는 금을 주성분으로 하는 귀금속 합금은 구강 내에서 내부식성, 변색 저항성 등 화학적으로 안정되고 주조 적합성이 뛰어나며 금 특유의 색상 및 광택을 가지고 있고, 강도가 강하고 수명이 길며, 대합치를 마모시키지 않는 장점이 있어 많이 이용되고 있다.

[0004] 그러나, 상기의 금 및 백금족 원소를 주성분으로 하게 되면 재료비가 상승하여, 환자가 부담해야 하는 비용이 많아 상당한 부담을 안겨주는 단점이 있다.

[0005] 따라서, 상기의 등록특허공보와, 대한치과기공학회지 제34권 제2호 (2012년 6월) pp.135-143 및 대한치과기공학회지 Vol.35 No.1 1p ~ 18p에서는, 고가의 금 성분을 대체하기 위해서, 치과의 보철용 합금으로 주로 Co-Cr 합금과 Ni-Cr 합금을 사용하는 하고 있는 것을 볼 수 있다.

[0006] 그러나, 상기의 Co-Cr 합금과 Ni-Cr 합금은 고가의 금을 대체할 수 있지만, 잇몸 친화성, 도재 수복의 용이성에 의한 작업성 및 잇몸과의 부착성이 그다지 우수하지 못한 점이 있음을 발견하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 상기한 바와 같은 문제점을 해결하기 위한 본 발명의 목적은, 가격이 저렴하면서도 잇몸과의 친화성을 가지고 도재 수복이 용이하며 도재(ceramic)와의 결합성 및 잇몸과의 부착성이 우수하면서, 금속으로 인한 블랙 검 현상과 Ni 알러지가 발생되지 않게 하는 Ni-Cr-Ti 합금 소결체를 이용한 치과용 메탈 코핑 제조방법을 제공하는 데에 있다.

과제의 해결 수단

[0008] 상기한 바와 같은 목적을 성취하기 위한 본 발명의 실시예에 따른 Ni-Cr-Ti 합금 소결체를 이용한 치과용 메탈 코핑 제조방법은, Ni, Cr 및 Ti 분말을 준비하는 단계; 13wt%의 Cr 분말, 10wt%이하의 Ti 분말 및 잔부의 Ni 분말을 분말 혼합기를 이용하여 합금분말로 혼합하는 단계; 상기 합금분말을 유압프레스를 이용하여 직경이 10mm, 높이가 5mm가 되도록 소정의 압력 하에 압분체의 디스크로 성형하는 단계; 성형된 상기 디스크를 아르곤(Ar) 가스 분위기에서 소결하는 단계; 소결된 상기 디스크를 냉각시키는 단계; 및 냉각된 상기 디스크를 CAD/CAM을 이용하여 메탈 코핑으로 가공하는 단계;로 이루어진다.

[0009] 본 발명의 실시예에 따르면, 상기 디스크는 3 내지 7bar의 압력 하에 성형되게 한다.

[0010] 본 발명의 실시예에 따르면, 상기 소결은 1130 내지 1170℃에서 20분 내지 40분 동안 이루어진다.

[0011] 본 발명의 실시예에 따르면, 소결된 상기 디스크는 수냉으로 급랭시킨 후 CAD/CAM장치를 이용하여 포셀린 빌드업을 위한 코핑을 가공한다.

발명의 효과

[0012] 상기와 같이 본 발명의 실시예에 따라 제조된 Ni-Cr-Ti 합금 소결체를 이용한 치과용 메탈 코핑을 이용하게 되면, 고가의 금 성분이 함유되지 않아 가격이 저렴하여 환자가 이용할 때 부담감을 느끼지 않게 되고, 잇몸과의 우수한 친화성이 있고, 도재 수복이 용이하여 도재와의 결합성 및 잇몸과의 부착성이 우수한 효과를 얻을 수 있고, 아울러 Ti 성분의 함유에 의해 경도를 상승시킬 수 있음과 더불어 내식성이 크게 향상되게 하고, Ni 성분의 함량 감소도 인해 금속으로 인한 블랙 검 현상과 Ni 알러지가 발생되지 않게 하는 매우 유용한 발명인 것이다.

도면의 간단한 설명

[0013] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 Ni-Cr-Ti 합금 소결체를 이용한 치과용 메탈 코핑 제조방법의 흐름도.
 도 2는 본 발명의 실시예에 따른 치과용 메탈 코핑용 Ni-Cr-Ti 합금의 압분체제조 과정을 보인 사진.
 도 3은 본 발명의 실시예에 따른 치과용 메탈 코핑용 Ni-13wt%Cr 합금의 광학현미경 사진.
 도 4는 본 발명의 실시예에 따른 치과용 메탈 코핑용 Ni-13wt%Cr 합금의 경도값을 보인 그래프.
 도 5는 본 발명의 실시예에 따른 치과용 메탈 코핑용 Ni-13wt%Cr-5wt%Ti 합금의 광학현미경 사진.
 도 6은 본 발명의 실시예에 따른 치과용 메탈 코핑용 Ni-13wt%Cr-5wt%Ti 합금의 경도값을 보인 그래프.
 도 7은 본 발명의 실시예에 따른 치과용 메탈 코핑용 Ni-13wt%Cr-10wt%Ti 합금의 광학현미경 사진.
 도 8은 본 발명의 실시예에 따른 치과용 메탈 코핑용 Ni-13wt%Cr-10wt%Ti 합금의 경도값을 보인 그래프.
 도 9는 본 발명의 실시예에 따른 Ni-13wt%Cr-x wt%Ti 합금에서 Ti의 함량 변화에 따른 메탈 코핑의 조직변화를 보인 광학현미경 사진.
 도 10은 본 발명의 실시예에 따른 Ni-13wt%Cr-x wt%Ti 합금에서 Ti의 함량 변화에 따른 포셀린과 메탈 코핑 간의 결합력을 보인 사진.
 도 11은 본 발명의 실시예에 따른 Ni-13wt%Cr-x wt%Ti 합금에서 Ti의 함량 변화에 따른 포셀린과 메탈 코핑 간의 결합력을 보인 그래프.
 도 12는 본 발명의 실시예에 따른 Ni-13wt%Cr-x wt%Ti 합금에서 Ti의 함량 변화에 따른 내식성을 보인 그래프.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0014] 이하, 본 발명에 따른 Ni-Cr-Ti 합금 소결체를 이용한 치과용 메탈 코핑 제조방법에 대한 바람직한 실시예에 대해 첨부된 도면들을 참조로 하여 상세히 설명한다.
- [0015] 여기서, 본 발명을 설명함에 있어, 관련된 공지기능 혹은 구성에 대한 구체적인 설명은 본 발명의 요지를 모호하지 않게 하기 위하여 생략하기로 한다.
- [0016] 도 1에 도시된 바와 같이, 본 발명의 실시예에 따른 Ni-Cr-Ti 합금 소결체를 이용한 치과용 메탈 코핑 제조방법을 살펴보면 다음과 같다.
- [0017] 먼저, Ni, Cr 및 Ti 각각에 대하여 소정 크기의 분말을 준비한다(S11 단계).
- [0018] 상기의 세 가지 성분이 준비되면, 분말 혼합기를 이용하여 Cr 분말을 13wt%로, Ti 분말을 10wt%이하로, 그리고 잔부가 Ni 분말로 이루어진 합금분말(3)로 되게 혼합한다(S12 단계).
- [0019] 그 다음, 상기 합금분말(3)을 도 2에 도시된 바와 같은 몰드(1)의 성형공(4)에 넣고 유압프레스를 이용하여 직경이 10mm, 높이가 5mm가 되도록 소정의 압력 하에 압분체의 디스크(2)로 성형한다(S13 단계).
- [0020] 여기에서, 본 발명이 요구하는 최적의 소결체 및 메탈 코핑을 얻기 위해서 합금분말(3)에는 유압프레스에 의해 3 내지 7bar의 압력, 바람직하게는 5bar의 압력을 가하여 디스크(2)로 성형된다.
- [0021] 상기와 같이 압분체의 디스크(2)가 성형되면 그를 아르곤(Ar) 가스 분위기에서 소정의 온도에서 소정의 시간 동안 소결한다(S14 단계).
- [0022] 즉, 상기 디스크(2)의 소결은 1130 내지 1170℃에서 20분 내지 40분 동안 행해진다.
- [0023] 소결이 완료되면 상기 디스크(2)를 냉각시키되, 수냉으로 급랭시키는 것이 바람직하다(S15 단계).
- [0024] 냉각이 완료되면 상기 디스크(2)는 CAD/CAM(Cumputer Aided Design/Cumputer Aided Manufacturing)시스템을 이용하여 포셀린 빌드업을 위한 코핑을 가공하여 완료한다.
- [0025] 상기와 같은 치과용 메탈 코핑 제조방법을 통해서 경도와 내식성 향상에 영향을 미치는 Ti 성분의 함량에 대하여 0wt%, 5wt% 및 10wt%로 각각 변화를 주면서 시험편에 대하여 압분체, 소결체 및 메탈 코핑을 준비하였고, 그 시험편들에 대하여 다음과 같이 물리적 특성 평가 및 전기화학적 특성 평가를 행하였다.
- [0026] 상기의 물리적 특성 평가를 위해서, Ni-Cr-xTi 합금을 100-2000 grit의 실리콘카바이드(SiC)의 연마지 까지 습식연마를 시행한 후, 0.3μm의 알루미늄 분말로 미세연마를 행하였다.
- [0027] 상기와 같이 미세연마된 시험편들에 대하여, 1) Ni-13Cr-xTi 합금의 미세조직은 광학현미경을 통해 관찰하였고, 2) Ni-13Cr-xTi 합금의 결정구조는 XRD를 이용하여 조사하였고, 3) Ni-13Cr-xTi 합금의 표면경도는 비커즈 경도 시험기(Vickers hardness tester)를 이용하여 측정하였으며, 4) 3점 굽힘시험을 이용한 결합력을 평가하였다.
- [0028] 그리고, 전기화학적 특성 평가에 있어서는, 잉곳 및 소결체의 전기화학적인 특성에 미치는 합금원소 및 열처리 영향을 조사하기 위하여 36.5±1℃의 0.9% NaCl용액에서 양극동전위방법으로 표면부식거동을 조사하였으며, 이때 전위는 -1500mV에서 1000mV까지 1.67mV/min의 주사속도로 인가해주었다.
- [0029] **실시예 1**
- [0030] Ni-13wt%Cr의 합금에 Ti가 함유되지 않았을 때, 미세조직 및 경도는 다음과 같이 나타났다.
- [0031] 도 3의 광학현미경 사진((a)는 압분체, (b)는 소결체, (c)는 메탈 코핑)을 통해서 미세조직을 살펴보면, 소결하기 전인 압분체에서는 (a)와 같이 합금원소의 입자가 존재하고 있음을 보였고, 소결 후에는 멜팅하면 (c)와 같이 합금화가 이루어지며 수지상 결정의 형성을 보였고 합금 내부에 기공이 존재함을 확인하였으며, 상기의 기공은 포셀린을 입혔을 때 결합력의 향상을 가져왔다.
- [0032] 그리고, 도 4의 그래프를 통해 알 수 있는 바와 같이, 경도는 합금화가 이루어진 소결체를 이용한 메탈 코핑(melting) 경우가 가장 높음을 나타내었다.

[0033] **실시예 2**

- [0034] Ni-13wt%Cr의 합금에 Ti가 5wt%로 함유되었을 때, 미세조직 및 경도는 다음과 같이 나타났다.
- [0035] 도 5의 광학현미경 사진((a)는 압분체, (b)는 소결체, (c)는 메탈 코핑)을 통해서 미세조직을 살펴보면, 소결하기 전인 압분체에서는 (a)와 같이 합금원소의 입자가 존재하고 있음을 보였고, 소결 후에는 멜팅하면 (c)와 같이 합금화가 이루어진 형상을 보였다.
- [0036] 그리고, 도 6의 그래프를 통해 알 수 있는 바와 같이, 경도는 합금화가 이루어진 소결체를 이용한 메탈 코핑(melting) 경우가 가장 높음을 나타내었다.
- [0037] 따라서, Ti가 첨가되면 경도가 크게 증가하여 기계적 강도가 크게 개선됨을 알았다.
- [0038] **실시예 3**
- [0039] Ni-13wt%Cr의 합금에 Ti가 10wt%로 함유되었을 때, 미세조직 및 경도는 다음과 같이 나타났다.
- [0040] 도 7의 광학현미경 사진((a)는 압분체, (b)는 소결체, (c)는 메탈 코핑)을 통해서 미세조직을 살펴보면, 소결하기 전인 압분체에서는 (a)와 같이 합금원소의 입자가 존재하고 있음을 보였고, 소결 후에는 멜팅하면 (c)와 같이 합금화가 이루어진 형상을 보였다.
- [0041] 그리고, 도 8의 그래프를 통해 알 수 있는 바와 같이, 경도는 합금화가 이루어진 소결체를 이용한 메탈 코핑(melting) 경우가 가장 높음을 나타내었다.
- [0042] 따라서, Ti가 10wt%로 첨가되면 경도가 배로 증가하여 기계적 강도가 개선됨을 알았다.
- [0043] 상기 실시예 1 내지 3을 통해서 알 수 있는 바와 같이, Ti 함량의 변화에 따라 메탈 코핑의 미세조직 변화를 살펴보면, 도 9에 나타난 바와 같이, Ti 함량에 따라서 덴드라이트 조직의 형성과 함께 기지에 기공이 무수히 많음을 확인할 수 있었으며, 이는 소결체의 장점이며 포셀린과의 결합을 증대시킬 수 있다.
- [0044] 그리고, 경도 값에 대하여는, 도 4, 도 6 및 도 8을 통해서 알 수 있는 바와 같이, Ti함량이 증가할수록 경도 값은 증가하였고, Ti가 10wt% 첨가되었을 때에 가장 높은 값을 나타내었으며, 압분체 < 소결체 < 코핑 순으로 증가하는 경향을 보였다.
- [0045] **결합력 평가**
- [0046] Ti 함량에 따라 메탈 코핑의 결합력을 측정하면, 도 10에서와 같이 소결체를 이용했을 경우 세라믹과 금속의 결합력이 증가되었으며, 도 11에서와 같이 Ti 함량이 증가할수록 결합력이 증가하고 있음을 보였다.
- [0047] **내식성 평가**
- [0048] Ti 함량에 따라 메탈 코핑의 내식성을 측정하면, 도 12에 나타난 바와 같이, 소결하기 전까지는 내식성이 낮았으나, 소결후 멜팅하면 합금화가 이루어져 내식성이 증가하였고, 내식성은 합금화가 이루어진 소결체를 이용한 메탈 코핑의 경우가 가장 높았다.
- [0049] 따라서, Ti가 첨가되면 내식성이 구강 내의 분위기에서 개선되는 효과가 있음을 알았다.
- [0050] 그리고, 아래의 표 1에 나타난 바와 같이, 부식실험 결과 내식성은 Ti 함량이 증가함에 따라 증가하는 경향을 보였으며 벌크 상태의 시편이 가장 좋은 내식성을 보이고 있음을 알았다.

丑 1

Solution	Sample	E_{corr} (mV)	i_{corr} (A/cm ²)	i_{900mV} (A/cm ²)
0.9 % NaCl	Ni-13Cr(압분체)	-810	2.19×10^{-5}	3.29×10^{-2}
	Ni-13Cr(소결체)	-790	6.79×10^{-7}	3.32×10^{-2}
	Ni-13Cr(Melting)	-420	2.04×10^{-7}	7.43×10^{-4}
	Ni-13Cr-5Ti(압분체)	-990	2.41×10^{-5}	4.79×10^{-2}
	Ni-13Cr-5Ti(소결체)	-530	2.33×10^{-6}	6.53×10^{-2}
	Ni-13Cr-5Ti(Melting)	-470	4.45×10^{-7}	3.5×10^{-3}
	Ni-13Cr-10Ti(압분체)	-970	5.52×10^{-5}	4.55×10^{-2}
	Ni-13Cr-10Ti(소결체)	-790	2.11×10^{-6}	7.19×10^{-2}
	Ni-13Cr-10Ti(Melting)	-440	2.58×10^{-6}	2.12×10^{-3}

[0051]

[0052]

따라서, Ti 함량에 따라서 메탈 코핑의 미세조직은 덴드라이트 조직의 형성과 함께 기지에 기공이 무수히 많아 포셀린과의 결합을 증대시키고, Ti 함량이 증가할수록 경도 값은 증가하였으며, 또한 내식성이 크게 개선됨을 보였다.

[0053]

상술 한 바와 같이 본 발명은 비록 한정된 실시 예에 의해 설명되었으나, 본 발명은 이것에 한정되지 않으며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 본 발명의 기술사상과 아래에 기재될 특허 청구 범위의 균등범위 내에서 다양한 수정 및 변형이 가능하다 할 것이다.

부호의 설명

[0054]

- 1: 몰드 2: 디스크
3: 합금분말 4: 성형공

도면

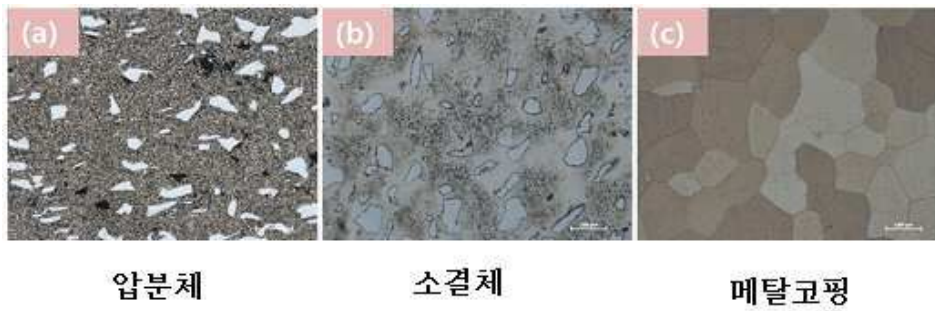
도면1



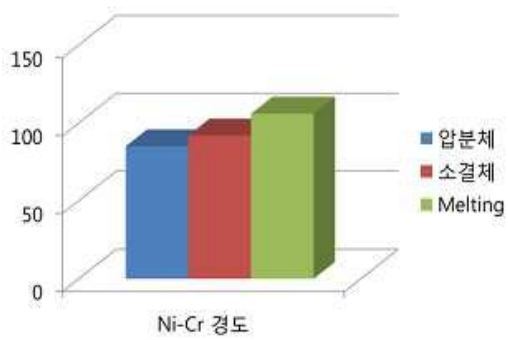
도면2



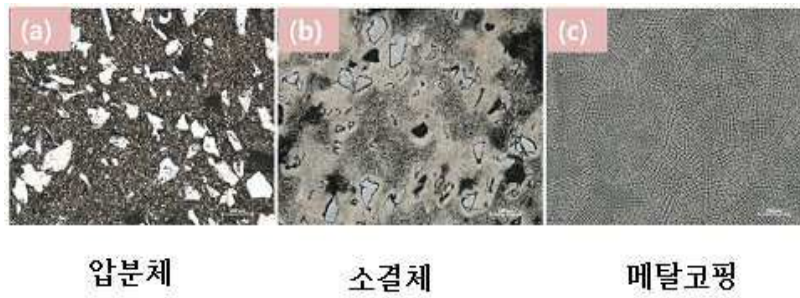
도면3



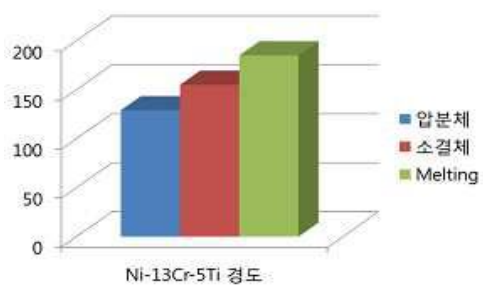
도면4



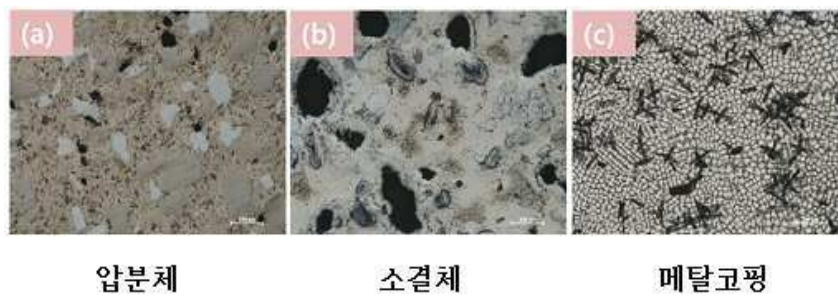
도면5



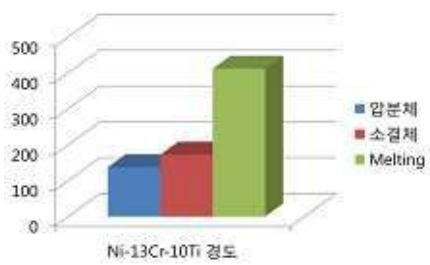
도면6



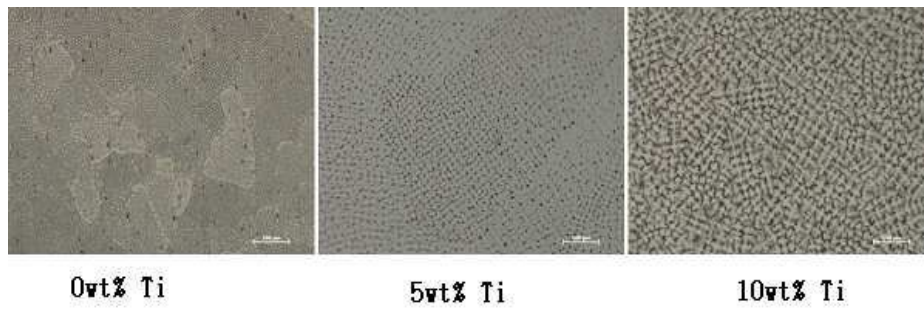
도면7



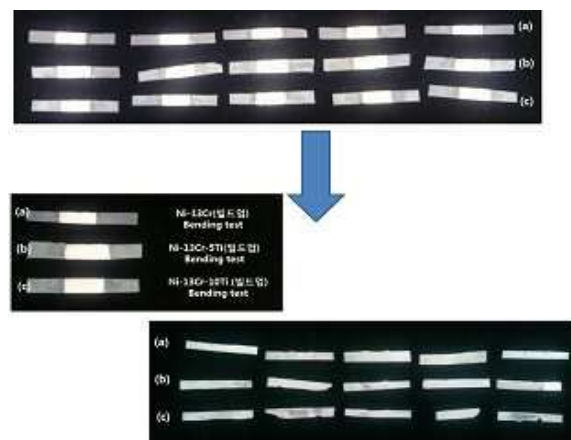
도면8



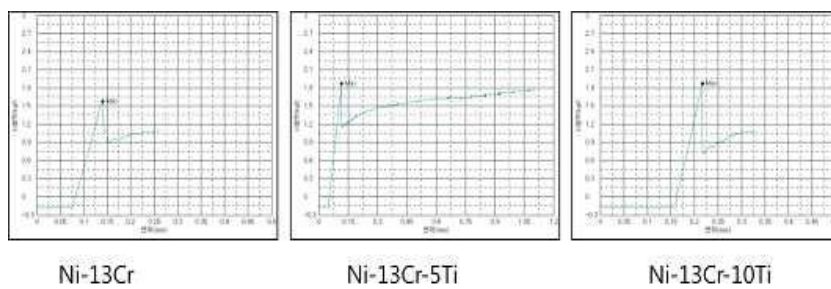
도면9



도면10



도면11



도면12

