



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2015년10월05일

(11) 등록번호 10-1556899

(24) 등록일자 2015년09월24일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

A61K 6/033 (2006.01) A61K 6/02 (2006.01)

A61L 27/10 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2014-0065639

(22) 출원일자 2014년05월30일

심사청구일자 2014년05월30일

(56) 선행기술조사문헌

JP2001087374 A

JP2008519749 A

JP평성10036136 A

JP2008099953 A

(73) 특허권자

주식회사 엠앤씨덴탈

서울 금천구 가산디지털1로 119, B-314호, 315호

한국세라믹기술원

경상남도 진주시 소호로 101 (충무공동, 부속건물
세라믹소재종합지원센터)

(72) 발명자

김경훈

경기도 안산시 상록구 건건7길 3, 104동 2705호
(건건동, 건건대림e-편한세상아파트)

김태관

서울특별시 강서구 초록마을로26길 30, B동 101호
(화곡동, 주신아트빌)

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

고길수

전체 청구항 수 : 총 12 항

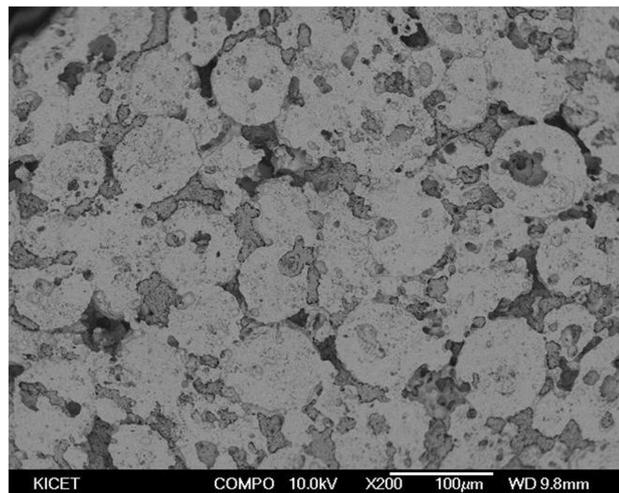
심사관 : 문선흡

(54) 발명의 명칭 강도가 우수한 인조치아용 세라믹 잉곳 및 그 제조방법

(57) 요약

본 발명은, CaO 20.0~40.0몰%, Al₂O₃ 3.0~15.0몰%, P₂O₅ 45.0~65.0몰%, NiO 0.001~2.0몰%, Li₂O 0.1~7.0몰%, TiO₂ 0.01~3.5몰% 및 ZrO₂ 0.001~3.5몰%를 포함하는 인조치아용 세라믹 잉곳 및 그 제조방법에 관한 것이다. 본 발명의 인조치아용 세라믹 잉곳에 의하면, 열전도율이 자연치아와 유사하여 치아 시립 현상이 억제될 수 있고, 자연치아와 유사한 투광성 및 색상을 발현하여 자연치아와의 이질감이 작을 뿐만 아니라, 강도 및 경도가 자연치아와 매우 유사하여 자연치아가 마모되는 것이 억제될 수 있다.

대표도 - 도4a



(72) 발명자

박주석

경기도 광명시 디지털로 64, 103동 303호 (철산동,
철산한신아파트)

김경자

경기도 군포시 금산로 91, 123동 302호 (산본동,
래미안 하이어스 아파트)

이창택

경기도 광명시 디지털로 64, 103동 901호 (철산동,
철산한신아파트)

박윤우

경기도 광명시 가림로 38, 514동 302호 (하안동,
하안주공5단지아파트)

명세서

청구범위

청구항 1

CaO 20.0~40.0몰%, Al₂O₃ 3.0~15.0몰%, P₂O₅ 45.0~65.0몰%, NiO 0.001~2.0몰%, Li₂O 0.1~7.0몰%, TiO₂ 0.01~3.5몰% 및 ZrO₂ 0.001~3.5몰%를 포함하는 것을 특징으로 하는 인조치아용 세라믹 잉곳.

청구항 2

제1항에 있어서, Ca₅(PO₄)₃(OH) 0.01~5.0몰%를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 인조치아용 세라믹 잉곳.

청구항 3

제1항에 있어서, 3Al₂O₃·2SiO₂ 0.01~3.0몰%를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 인조치아용 세라믹 잉곳.

청구항 4

제1항에 있어서, MgAl₂O₄ 0.01~5.0몰%를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 인조치아용 세라믹 잉곳.

청구항 5

제1항에 있어서, Fe₂O₃ 0.001~3.0몰%를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 인조치아용 세라믹 잉곳.

청구항 6

(a) 인조치아용 세라믹 잉곳이 CaO 20.0~40.0몰%, Al₂O₃ 3.0~15.0몰%, P₂O₅ 45.0~65.0몰%, NiO 0.001~2.0몰%, Li₂O 0.1~7.0몰%, TiO₂ 0.01~3.5몰% 및 ZrO₂ 0.001~3.5몰%를 포함하도록 CaCO₃, Al₂O₃, H₃PO₄, NiO, Li₂CO₃, TiO₂ 및 ZrO₂ 원료를 칭량하여 출발원료로 준비하는 단계;

(b) 상기 출발원료를 건조하는 단계;

(c) 건조된 결과물이 용융되게 열처리하고 급냉하여 프릿(frit)을 형성하는 단계;

(d) 상기 프릿을 분쇄하는 단계;

(e) 분쇄된 결과물을 가열하여 프릿이 연화되게 하는 단계;

(f) 연화된 결과물을 성형하고자 하는 형태의 몰드에 부어 잉곳(Ingot) 형태로 성형하고 서냉하는 단계; 및

(g) 결정화를 위해 성형 결과물에 대하여 열처리하여 인조치아용 세라믹 잉곳을 형성하는 단계를 포함하는 인조치아용 세라믹 잉곳의 제조방법.

청구항 7

제6항에 있어서, 상기 출발원료는 Ca₅(PO₄)₃(OH) 0.01~5.0몰%를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 인조치아용 세

라믹 잉곳의 제조방법.

청구항 8

제6항에 있어서, 상기 출발원료는 $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ 0.01~3.0몰%를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 인조치아용 세라믹 잉곳의 제조방법.

청구항 9

제6항에 있어서, 상기 출발원료는 $MgAl_2O_4$ 0.01~5.0몰%를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 인조치아용 세라믹 잉곳의 제조방법.

청구항 10

제6항에 있어서, 상기 출발원료는 Fe_2O_3 0.001~3.0몰%를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 인조치아용 세라믹 잉곳의 제조방법.

청구항 11

제6항에 있어서, 상기 (f) 단계 후 상기 (g) 단계 전에,
상기 (f) 단계에서 얻어진 성형 결과물 표면에 Li_2CO_3 를 도포하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 인조치아용 세라믹 잉곳의 제조방법.

청구항 12

제6항에 있어서, 상기 (c) 단계의 열처리는,
300~600℃의 제1 온도로 승온하고 유지하는 단계;
700~1100℃의 제2 온도로 승온하고 유지하는 단계; 및
1350~1550℃의 제3 온도로 승온하고 유지하여 건조된 결과물을 용융하는 단계를 포함하며,
상기 (e) 단계의 가열은 1250~1500℃의 온도에서 수행하고,
상기 (f) 단계에서 잉곳 형태로 성형하기 위해 상기 물드는 400~600℃의 온도로 유지되며,
상기 (g) 단계에서 상기 결정화를 위한 열처리는 620~780℃의 온도에서 수행하는 것을 특징으로 하는 인조치아용 세라믹 잉곳의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001]

본 발명은 인조치아용 세라믹 잉곳 및 그 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 열전도율이 자연치아와 유사하여 치아 시립 현상이 억제될 수 있고, 자연치아와 유사한 투광성 및 색상을 발현하여 자연치아와의 이질감이 작을 뿐만 아니라, 강도 및 경도가 자연치아와 매우 유사하여 자연치아가 마모되는 것이 억제될 수 있는 인조치아용 세라믹 잉곳 및 그 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

- [0002] 치아 수복은 치아우식증이나 외상에 의해 심하게 손상된 치아를 수복하는 기술이다. 즉, 손상된 치아의 수복을 위해 표준형상이 적용된 치아 수복물을 제작하고 이를 치아에 적용하는 방식이다. 치아 수복물은 현재까지 금속 또는 레진으로 제작되어 사용되고 있으나, 강도와 심미성을 동시에 만족시키지 못하고, 색조안정성 및 강도 저하로 변색 및 파절이 발생하며, 심미적으로 중요한 부위인 상악전치부에서는 미적으로 좋지 않다는 단점을 갖고 있다.
- [0003] 특히, 비니어(veneer), 인레이(inlay), 온레이(onlay), 스템프(stump), 치관(crown) 등의 치아 수복물은 금(Au) 합금과 같은 귀금속 합금이 많이 사용되어 왔다. 그러나, 금(Au) 합금과 같은 귀금속 합금은 귀금속 값이 비싸고, 최근에는 세계적인 추세에 따라 금(Au) 값이 가파르게 상승하였으며, 그에 따라 귀금속 합금 수복물의 제작 비용도 매우 가파르게 증가하고 있는 추세에 있다. 또한, 귀금속 합금은 자연 치아와 색상이 다르기 때문에 미학적인 이유에서 그 사용을 꺼려하는 사용자가 많은 단점이 있다.
- [0004] 치아 수복물로서 귀금속 합금 대신에 비용이 저렴한 금속 합금을 사용하려는 시도가 있으나, 금속 합금은 인체 유해성 논란이 있다.
- [0005] 경제력이 향상됨에 따라 심미성 향상에 대한 관심이 증가하고 있는데, 치아 수복을 위해 일반적인 금속 및 레진 타입(type)보다 강도가 높고, 심미성이 좋으며, 생체적합성이 큰 인조치아용 세라믹 잉곳이 개발될 필요가 있으나, 현재까지는 만족할 만한 수준의 인조치아용 세라믹 잉곳이 제품화되어 있지 않다.
- [0006] 최근에는 미학적인 이유로 가능한 한 자연 치아에 상응하는 외관을 제작할 수 있는 세라믹으로 치아 수복물을 제작하려는 연구가 있어 왔다.
- [0007] 이러한 치아 수복물로는 유리-세라믹이 주로 사용된다. 예를 들면, 미국 등록특허공보 제4,798,536호에 장식계 유리-세라믹으로 이루어진 세라믹 치아 수복물로서 결정상으로 백류석을 45중량% 이상 함유하는 수복물이 기재되어 있다.
- [0008] 유리-세라믹으로 이루어진 치아 수복물은 하나 이상의 결정 상이 유리 상에 분포되는 방식으로 존재하는 유리-세라믹으로서 표시되며, 유리-세라믹은 무정형 1차 유리를 조절된 부분 결정화 가공처리함으로써 수득될 수 있다.
- [0009] 그러나, 종래의 일반적인 유리-세라믹 치아 수복물은 비니어(veneer), 인레이(inlay), 온레이(onlay) 등에는 사용할 수 있으나, 강도가 약하여 구치부(어금니)의 치관(crown)용으로는 사용할 수 없다는 단점이 있다.
- [0010] 또한, 국내에서 판매되고 있는 유리-세라믹 치아 수복물은 비싸기 때문에 사용자에게 과중한 비용적인 부담이 되고 있다.
- [0011] 또한, 유리-세라믹 치아 수복물은 제조 공정이 복잡하여 대량 생산에 어려움이 있으며, 재현성이 떨어지는 문제점이 있어 왔다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0012] (특허문헌 0001) 미국 등록특허번호 4,798,536
- (특허문헌 0002) 대한민국 특허등록번호 10-1160128
- (특허문헌 0003) 대한민국 특허등록번호 10-1290127

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0013] 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 열전도율이 자연치아와 유사하여 치아 시림 현상이 억제될 수 있고, 자연치아와 유사한 투광성 및 색상을 발현하여 자연치아와의 이질감이 작을 뿐만 아니라, 강도 및 경도가 자연치아와 매우 유사하여 자연치아가 마모되는 것이 억제될 수 있는 인조치아용 세라믹 잉곳을 제공함에 있다.

[0014] 본 발명이 해결하고자 하는 다른 과제는 천연 원료를 사용하므로 인체 유해성이 적고, 저가의 천연 원료를 사용하므로 제조 비용이 적게 들며, 제조 공정이 간단하여 대량 생산이 가능하고, 재현성이 있어 신뢰성 있는 인조 치아용 세라믹 잉곳의 제조가 가능하며, 일반적인 치아 수복물에 비하여 고강도를 가지므로 비니어(veneer), 인레이(inlay), 온레이(onlay) 뿐만 아니라 구치부(어금니)의 치관(crown)용으로도 사용할 수 있는 인조치아용 세라믹 잉곳의 제조방법을 제공함에 있다.

과제의 해결 수단

[0015] 본 발명은, CaO 20.0~40.0몰%, Al₂O₃ 3.0~15.0몰%, P₂O₅ 45.0~65.0몰%, NiO 0.001~2.0몰%, Li₂O 0.1~7.0몰%, TiO₂ 0.01~3.5몰% 및 ZrO₂ 0.001~3.5몰%를 포함하는 인조치아용 세라믹 잉곳을 제공한다.

[0016] 상기 인조치아용 세라믹 잉곳은 Ca₅(PO₄)₃(OH) 0.01~5.0몰%를 더 포함할 수 있다.

[0017] 또한, 상기 인조치아용 세라믹 잉곳은 3Al₂O₃·2SiO₂ 0.01~3.0몰%를 더 포함할 수 있다.

[0018] 또한, 상기 인조치아용 세라믹 잉곳은 MgAl₂O₄ 0.01~5.0몰%를 더 포함할 수 있다.

[0019] 또한, 상기 인조치아용 세라믹 잉곳은 Fe₂O₃ 0.001~3.0몰%를 더 포함할 수 있다.

[0020] 또한, 본 발명은, (a) 인조치아용 세라믹 잉곳이 CaO 20.0~40.0몰%, Al₂O₃ 3.0~15.0몰%, P₂O₅ 45.0~65.0몰%, NiO 0.001~2.0몰%, Li₂O 0.1~7.0몰%, TiO₂ 0.01~3.5몰% 및 ZrO₂ 0.001~3.5몰%를 포함하도록 CaCO₃, Al₂O₃, H₃PO₄, NiO, Li₂CO₃, TiO₂ 및 ZrO₂ 원료를 칭량하여 출발원료로 준비하는 단계와, (c) 건조된 결과물이 용융되게 열처리하고 급냉하여 프릿(frit)을 형성하는 단계와, (d) 상기 프릿을 분쇄하는 단계와, (e) 분쇄된 결과물을 가열하여 프릿이 연화되게 하는 단계와, (f) 연화된 결과물을 성형하고자 하는 형태의 몰드에 부어 잉곳(Ingot) 형태로 성형하고 서냉하는 단계 및 (g) 결정화를 위해 성형 결과물에 대하여 열처리하여 인조치아용 세라믹 잉곳을 형성하는 단계를 포함하는 인조치아용 세라믹 잉곳의 제조방법을 제공한다.

[0021] 상기 출발원료는 Ca₅(PO₄)₃(OH) 0.01~5.0몰%를 더 포함할 수 있다.

[0022] 또한, 상기 출발원료는 3Al₂O₃·2SiO₂ 0.01~3.0몰%를 더 포함할 수 있다.

[0023] 또한, 상기 출발원료는 MgAl₂O₄ 0.01~5.0몰%를 더 포함할 수 있다.

[0024] 또한, 상기 출발원료는 Fe₂O₃ 0.001~3.0몰%를 더 포함할 수 있다.

[0025] 상기 인조치아용 세라믹 잉곳의 제조방법은, 상기 (f) 단계 후 상기 (g) 단계 전에, 상기 (f) 단계에서 얻어진 성형 결과물 표면에 Li₂CO₃를 도포하는 단계를 더 포함할 수 있다.

[0026] 상기 (c) 단계의 열처리는, 300~600℃의 제1 온도로 승온하고 유지하는 단계와, 700~1100℃의 제2 온도로 승온하고 유지하는 단계 및 1350~1550℃의 제3 온도로 승온하고 유지하여 건조된 결과물을 용융하는 단계를 포함할 수 있다.

[0027] 상기 (e) 단계의 가열은 1250~1500℃의 온도에서 수행하는 것이 바람직하다.

[0028] 상기 (f) 단계에서 잉곳 형태로 성형하기 위해 상기 몰드는 400~600℃의 온도로 유지되는 것이 바람직하다.

[0029] 상기 (g) 단계에서 상기 결정화를 위한 열처리는 620~780℃의 온도에서 수행하는 것이 바람직하다.

발명의 효과

[0030] 본 발명에 의한 인조치아용 세라믹 잉곳에 의하면, 일반적인 치아 수복물에 비하여 고강도를 가지므로 비니어(veneer), 인레이(inlay), 온레이(onlay) 뿐만 아니라 구치부(어금니)의 치관(crown)용으로도 사용할 수 있다.

[0031] 본 발명에 의한 인조치아용 세라믹 잉곳은 기존의 금속 및 레진 유치관과는 달리 세라믹으로서 심미적으로 우수

하고, 생체친화성이 우수하며, 높은 강도와 인성을 갖는다.

[0032] 또한, 본 발명에 의한 인조치아용 세라믹 잉곳은 열전도율이 자연치아와 유사하여 치아 시립 현상이 억제될 수 있고, 자연치아와 유사한 투광성 및 색상을 발현하여 자연치아와의 이질감이 작을 뿐만 아니라, 스트렙토코쿠스 뮤탄스(streptococcus mutans)와 같은 세균의 번식도 억제되며, 강도 및 경도가 자연치아와 매우 유사하여 자연 치아가 마모되는 것이 억제된다.

[0033] 또한, 본 발명의 인조치아용 세라믹 잉곳의 제조방법에 의하면, 천연 원료를 사용하므로 인체 유해성이 적고, 저가의 천연 원료를 사용하므로 제조 비용이 적게 들며, 제조 공정이 간단하여 대량 생산이 가능하고, 재현성이 있어 신뢰성 있는 인조치아용 세라믹 잉곳의 제조가 가능하다.

도면의 간단한 설명

[0034] 도 1은 출발원료가 용융되게 열처리하는 공정을 설명하기 위하여 도시한 도면이다.
 도 2는 실험예 1에 따라 제조된 잉곳(몰드에서 탈형한 잉곳으로서 Li₂CO₃를 도포하기 전의 잉곳)에 대하여 시차 주사 열량측정법(differential scanning calorimetry; DSC)으로 측정된 결과를 보여주는 그래프이다.
 도 3은 실험예 1에 따라 제조된 인조치아용 세라믹 잉곳의 X-선회절(X-ray diffraction; XRD) 패턴을 보여주는 도면이다.
 도 4a 내지 도 4c는 실험예 1에 따라 제조된 인조치아용 세라믹 잉곳의 미세조직을 보여주는 주사전자현미경(scanning electron microscope; SEM) 사진이다.
 도 5는 실험예 2에 따라 제조된 잉곳(몰드에서 탈형한 잉곳으로서 Li₂CO₃를 도포하기 전의 잉곳)에 대하여 시차 주사 열량측정법(DSC)으로 측정된 결과를 보여주는 그래프이다.
 도 6은 실험예 2에 따라 제조된 인조치아용 세라믹 잉곳의 X-선회절(XRD) 패턴을 보여주는 도면이다.
 도 7a 내지 도 7d는 실험예 2에 따라 제조된 인조치아용 세라믹 잉곳의 미세조직을 보여주는 주사전자현미경(SEM) 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0035] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명에 따른 바람직한 실시예를 상세하게 설명한다. 그러나, 이하의 실시예는 이 기술분야에서 통상적인 지식을 가진 자에게 본 발명이 충분히 이해되도록 제공되는 것으로서 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 다음에 기술되는 실시예에 한정되는 것은 아니다.

[0036] 인조치아용 세라믹 잉곳은 CaO 20.0~40.0몰%, Al₂O₃ 3.0~15.0몰%, P₂O₅ 45.0~65.0몰%, NiO 0.001~2.0몰%, Li₂O 0.1~7.0몰%, TiO₂ 0.01~3.5몰% 및 ZrO₂ 0.001~3.5몰%를 포함한다.

[0037] CaO는 자연치아에 많이 함유되어 있는 칼슘(Ca) 성분을 함유하여 자연치아와 유사한 투광성 및 색상을 발현하는데 도움을 주는 역할을 한다. CaO는 인조치아용 세라믹 잉곳에 20.0~40.0몰% 함유되게 하는 것이 바람직한데, CaO의 함량이 20.0몰% 미만일 경우에는 자연치아와 유사한 투광성 및 색상을 발현하는데 한계가 있고, CaO의 함량이 40.0몰%를 초과하는 경우에는 인조치아용 세라믹 잉곳의 강도가 작아질 수 있다.

[0038] Al₂O₃는 유리상의 기지(glass matrix) 내에 결정상 씨드(seed)로 작용함으로써 인조치아용 세라믹 잉곳의 경도 및 강도를 증가시키며 내구성을 증진하는 역할을 한다. Al₂O₃는 유리상의 기지(matrix)와 열팽창계수의 차이로 인하여 유리상에 강한 압축력(compressive force)이 작용하게 되어 인조치아용 세라믹 잉곳의 강도를 증진시킨다. Al₂O₃는 인조치아용 세라믹 잉곳에 3.0~15.0몰% 함유되게 하는 것이 바람직한데, Al₂O₃의 함량이 3.0몰% 미만일 경우에는 인조치아용 세라믹 잉곳의 경도 및 강도가 떨어질 수 있고, Al₂O₃의 함량이 15.0몰%를 초과하는 경우에는 인조치아용 세라믹 잉곳의 경도 및 강도가 자연치아 보다 커서 자연치아와 부딪치거나 할 때 자연치아를 마모시킬 수 있는 문제점이 있다.

[0039] P₂O₅는 유리상의 기지(glass matrix)를 형성하는 물질로서 자연치아에 많이 함유되어 있는 인(P) 성분을 함유하

며 자연치아와 유사한 투광성 및 색상을 발현하여 자연치아와의 이질감을 적게 하는 역할을 할 뿐만 아니라 스트렙토코쿠스 뮤탄스(streptococcus mutans)와 같은 세균의 번식을 억제하는 역할도 한다. P_2O_5 는 인조치아용 세라믹 잉곳에 45.0~65.0몰% 함유되게 하는 것이 바람직하는데, P_2O_5 의 함량이 45.0몰% 미만일 경우에는 세균 번식을 억제하는 효과와 자연치아와 유사한 투광성 및 색상을 발현하는 효과가 미약하고, P_2O_5 의 함량이 65.0몰%를 초과하는 경우에는 인조치아용 세라믹 잉곳의 강도가 작아질 수 있다.

[0040] NiO는 자연치아와 유사하게 인조치아용 세라믹 잉곳의 투광성 및 색상을 발현하는 역할을 하고, 인조치아용 세라믹 잉곳의 기계적 특성을 향상시키는 역할도 한다. NiO는 인조치아용 세라믹 잉곳에 0.001~2.0몰% 함유되게 하는 것이 바람직하다.

[0041] Li_2O 는 유리상의 기지(glass matrix) 내에 루사이트(Leucite, 백류석) 결정상을 형성함으로써 인조치아용 세라믹 잉곳의 기계적 특성을 향상시키는 역할을 하고, 자연치아와 유사하게 인조치아용 세라믹 잉곳의 투광성 및 색상을 발현하는 역할을 한다. Li_2O 는 인조치아용 세라믹 잉곳에 0.1~7.0몰% 함유되게 하는 것이 바람직하다.

[0042] TiO_2 는 유리 결정 생성시의 핵 형성제로 사용된다. TiO_2 는 생체적합성이 우수하여 인체에 무해한 것으로 알려져 있다. TiO_2 는 생체치아에 비슷한 색상을 발현하는데 효과적인 성분이고, 치과 가공 시에 착색에 효율적인 성능을 보여준다. TiO_2 는 인조치아용 세라믹 잉곳에 0.01~3.5몰% 함유되게 하는 것이 바람직하다.

[0043] ZrO_2 는 인조치아용 세라믹 잉곳의 기계적 특성에 영향을 주어 파괴인성, 굴곡강도와 같은 기계적 특성의 증진을 가져온다. ZrO_2 는 인조치아용 세라믹 잉곳에 0.001~3.5몰% 함유되게 하는 것이 바람직하다. ZrO_2 의 함량이 너무 많을 경우에서 인조치아용 세라믹 잉곳의 색이 탁해질 수 있으며 투광성이 현저히 감소할 수 있다.

[0044] 상기 인조치아용 세라믹 잉곳은 $Ca_5(PO_4)_3(OH)$ 0.01~5.0몰%를 더 포함할 수 있다. 상기 $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ 가 함유되게 되면 인체의 뼈나 치아 주성분과 동일하고 생체친화성이 우수하여 생체조직과 쉽게 융화될 수 있는 장점이 있으며 인조치아용 세라믹 잉곳의 강도가 증진될 수 있다. 상기 $Ca_5(PO_4)_3(OH)$ 는 인조치아용 세라믹 잉곳에 0.01~5.0몰% 함유되게 하는 것이 바람직하다.

[0045] 또한, 상기 인조치아용 세라믹 잉곳은 $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ 0.01~3.0몰%를 더 포함할 수 있다. 상기 $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ 가 함유되게 되면 열변형이 저감되며 인조치아용 세라믹 잉곳의 강도가 증진될 수 있다. 상기 $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ 는 인조치아용 세라믹 잉곳에 0.01~3.0몰% 함유되게 하는 것이 바람직하다.

[0046] 또한, 상기 인조치아용 세라믹 잉곳은 $MgAl_2O_4$ 0.01~5.0몰%를 더 포함할 수 있다. 상기 $MgAl_2O_4$ 가 함유되게 되면 열변형이 저감되며 인조치아용 세라믹 잉곳의 강도가 증진될 수 있다. 상기 $MgAl_2O_4$ 는 인조치아용 세라믹 잉곳에 0.01~5.0몰% 함유되게 하는 것이 바람직하다.

[0047] 또한, 상기 인조치아용 세라믹 잉곳은 Fe_2O_3 0.001~3.0몰%를 더 포함할 수 있다. Fe_2O_3 는 적색을 띠는 물질로서 자연치아와 유사하게 인조치아용 세라믹 잉곳의 색상을 조절하기 위하여 첨가하고, 인조치아용 세라믹 잉곳의 기계적 특성을 향상시키는 역할도 한다. 상기 Fe_2O_3 는 인조치아용 세라믹 잉곳에 0.001~3.0몰% 함유되게 하는 것이 바람직하는데, 상기 Fe_2O_3 의 함량이 0.001몰% 미만일 경우에는 인조치아용 세라믹 잉곳의 색상을 자연치아와 유사하게 만드는데 한계가 있고, 상기 Fe_2O_3 의 함량이 3.0몰%를 초과하는 경우에는 인조치아용 세라믹 잉곳의 색상이 적색을 띠게 되어 자연치아의 색상과 달라지게 되는 문제점이 있을 수 있다.

[0048] 이러한 인조치아용 세라믹 잉곳을 사용하여 비니어(veneer), 인레이(inlay), 온레이(onlay), 치관(crown), 스템프(stump), 교합소면(facet), 인공치, 가공의치, 치근 구조물 등의 치아용 대상체를 선택적으로 제조할 수 있다.

[0049] 이하에서, 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 인조치아용 세라믹 잉곳의 제조방법을 설명한다.

[0050] 인조치아용 세라믹 잉곳을 제조하기 위하여 $CaCO_3$, Al_2O_3 , H_3PO_4 , NiO, Li_2CO_3 , TiO_2 및 ZrO_2 원료를 칭량하여 출발원료로 준비한다. H_3PO_4 가 후속의 열처리 과정에서 P_2O_5 로 변화되고, $CaCO_3$ 가 후속의 열처리 과정에서 CaO로 변화되며, Li_2CO_3 가 후속의 열처리 과정에서 Li_2O 로 변화되는 것을 고려하여 각 원료들을 칭량하며, 최종적으로 형

성되는 인조치아용 세라믹 잉곳이 CaO 20.0~40.0몰%, Al₂O₃ 3.0~15.0몰%, P₂O₅ 45.0~65.0몰%, NiO 0.001~2.0 몰%, Li₂O 0.1~7.0몰%, TiO₂ 0.01~3.5몰% 및 ZrO₂ 0.001~3.5몰%를 포함하도록 각 원료들을 칭량하여 출발원료로 준비한다. 하나의 예로서 출발원료가 CaCO₃ 20.0~40.0몰%, Al₂O₃ 3.0~15.0몰%, H₃PO₄ 45.0~65.0몰%, NiO 0.001~2.0몰%, Li₂CO₃ 0.1~7.0몰%, TiO₂ 0.01~3.5몰% 및 ZrO₂ 0.001~3.5몰%를 포함하도록 할 수도 있다.

[0051] 상기 CaCO₃는 인조치아용 세라믹 잉곳의 성분인 CaO를 제공하기 위한 소스(source) 원료이다. 상기 CaCO₃는 후술하는 열처리 공정에서 이산화탄소(CO₂) 성분이 가스(gas)로 휘발되어 CaO로 변화되게 된다. CaO는 자연치아에 많이 함유되어 있는 칼슘(Ca) 성분을 함유하여 자연치아와 유사한 투광성 및 색상을 발현하는데 도움을 주는 역할을 한다. CaO는 인조치아용 세라믹 잉곳에 20.0~40.0몰% 함유되게 하는 것이 바람직하는데, CaO의 함량이 20.0몰% 미만일 경우에는 자연치아와 유사한 투광성 및 색상을 발현하는데 한계가 있고, CaO의 함량이 40.0몰%를 초과하는 경우에는 인조치아용 세라믹 잉곳의 강도가 작아질 수 있다.

[0052] Al₂O₃는 유리상의 기지(glass matrix) 내에 결정상 씨드(seed)로 작용함으로써 인조치아용 세라믹 잉곳의 경도 및 강도를 증가시키며 내구성을 증진하는 역할을 한다. Al₂O₃는 유리상의 기지(matrix)와 열팽창계수의 차이로 인하여 유리상에 강한 압축력(compressive force)이 작용하게 되어 인조치아용 세라믹 잉곳의 강도를 증진시킨다. Al₂O₃는 인조치아용 세라믹 잉곳에 3.0~15.0몰% 함유되게 하는 것이 바람직하는데, Al₂O₃의 함량이 3.0몰% 미만일 경우에는 인조치아용 세라믹 잉곳의 경도 및 강도가 떨어질 수 있고, Al₂O₃의 함량이 15.0몰%를 초과하는 경우에는 인조치아용 세라믹 잉곳의 경도 및 강도가 자연치아 보다 커서 자연치아와 부딪치거나 할 때 자연치아를 마모시킬 수 있는 문제점이 있다.

[0053] 상기 H₃PO₄는 인조치아용 세라믹 잉곳의 성분인 P₂O₅를 제공하기 위한 소스(source) 원료이다. 상기 H₃PO₄는 후술하는 열처리 공정 후에 P₂O₅로 변화되게 된다. P₂O₅는 유리상의 기지(glass matrix)을 형성하는 물질로서 자연치아에 많이 함유되어 있는 인(P) 성분을 함유하며 자연치아와 유사한 투광성 및 색상을 발현하여 자연치아와의 이질감을 적게 하는 역할을 할 뿐만 아니라 스트렙토코쿠스 뮤탄스(streptococcus mutans)와 같은 세균의 번식을 억제하는 역할도 한다. P₂O₅는 인조치아용 세라믹 잉곳에 45.0~65.0몰% 함유되게 하는 것이 바람직하는데, P₂O₅의 함량이 45.0몰% 미만일 경우에는 세균 번식을 억제하는 효과와 자연치아와 유사한 투광성 및 색상을 발현하는 효과가 미약하고, P₂O₅의 함량이 65.0몰%를 초과하는 경우에는 인조치아용 세라믹 잉곳의 강도가 작아질 수 있다.

[0054] NiO는 자연치아와 유사하게 인조치아용 세라믹 잉곳의 투광성 및 색상을 발현하는 역할을 하고, 인조치아용 세라믹 잉곳의 기계적 특성을 향상시키는 역할도 한다. NiO는 인조치아용 세라믹 잉곳에 0.001~2.0몰% 함유되게 하는 것이 바람직하다.

[0055] 상기 Li₂CO₃는 인조치아용 세라믹 잉곳의 성분인 Li₂O를 제공하기 위한 소스(source) 원료이다. 상기 Li₂CO₃는 후술하는 열처리 공정에서 이산화탄소(CO₂) 성분이 가스(gas)로 휘발되어 Li₂O로 변화되게 된다. Li₂O는 유리상의 기지(glass matrix) 내에 루사이트(Leucite, 백류석) 결정상을 형성함으로써 인조치아용 세라믹 잉곳의 기계적 특성을 향상시키는 역할을 하고, 자연치아와 유사하게 인조치아용 세라믹 잉곳의 투광성 및 색상을 발현하는 역할을 한다. Li₂O는 인조치아용 세라믹 잉곳에 0.1~7.0몰% 함유되게 하는 것이 바람직하다.

[0056] TiO₂는 유리 결정 생성시의 핵 형성제로 사용된다. TiO₂는 생체적합성이 우수하여 인체에 무해한 것으로 알려져 있다. TiO₂는 생체치아에 비슷한 색상을 발현하는데 효과적인 성분이고, 치과 가공 시에 착색에 효율적인 성능을 보여준다. TiO₂는 인조치아용 세라믹 잉곳에 0.01~3.5몰% 함유되게 하는 것이 바람직하다.

[0057] ZrO₂는 인조치아용 세라믹 잉곳의 기계적 특성에 영향을 주어 파괴인성, 굴곡강도와 같은 기계적 특성의 증진을 가져온다. ZrO₂는 인조치아용 세라믹 잉곳에 0.001~3.5몰% 함유되게 하는 것이 바람직하다. ZrO₂의 함량이 너무 많을 경우에서 인조치아용 세라믹 잉곳의 색이 탁해질 수 있으며 투광성이 현저히 감소할 수 있다.

[0058] 상기 출발원료는 Ca₅(PO₄)₃(OH) 0.01~5.0몰%를 더 포함할 수 있다. 상기 3Al₂O₃·2SiO₂가 첨가되게 되면 인체의 뼈나 치아 주성분과 동일하고 생체친화성이 우수하여 생체조직과 쉽게 용화될 수 있는 장점이 있으며 인조치아

용 세라믹 잉곳의 강도가 증진될 수 있다.

- [0059] 또한, 상기 출발원료는 $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ 0.01~3.0몰%를 더 포함할 수 있다. 상기 $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ 가 첨가되게 되면 결정화가 촉진되고 열변형이 저감되며 인조치아용 세라믹 잉곳의 강도가 증진될 수 있다.
- [0060] 또한, 상기 출발원료는 $MgAl_2O_4$ 0.01~5.0몰%를 더 포함할 수 있다. 상기 $MgAl_2O_4$ 가 첨가되게 되면 결정화가 촉진되고 열변형이 저감되며 인조치아용 세라믹 잉곳의 강도가 증진될 수 있다.
- [0061] 또한, 상기 출발원료는 Fe_2O_3 0.01~3.0몰%를 더 포함할 수 있다. Fe_2O_3 는 적색을 띠는 물질로서 자연치아와 유사하게 인조치아용 세라믹 잉곳의 색상을 조절하기 위하여 첨가하고, 인조치아용 세라믹 잉곳의 기계적 특성을 향상시키는 역할도 한다. 상기 Fe_2O_3 는 인조치아용 세라믹 잉곳에 0.001~3.0몰% 함유되게 하는 것이 바람직하는데, 상기 Fe_2O_3 의 함량이 0.001몰% 미만일 경우에는 인조치아용 세라믹 잉곳의 색상을 자연치아와 유사하게 만드는 데 한계가 있고, 상기 Fe_2O_3 의 함량이 3.0몰%를 초과하는 경우에는 인조치아용 세라믹 잉곳의 색상이 적색을 띠게 되어 자연치아의 색상과 달라지게 되는 문제점이 있을 수 있다.
- [0062] 상기 출발원료를 혼합하고 건조한다. 상기 건조는 핫플레이트에서 100~400℃ 정도의 온도에서 액체(liquid) 성분이 제거되어 파우더(power) 만이 남을 때까지 수행하는 것이 바람직하다.
- [0063] 건조된 결과물을 백금, 알루미늄(Al_2O_3)와 같은 물질로 이루어진 도가니에 담고 도가니를 퍼니스에 장입하여 출발원료가 용융되게 열처리하고 급냉(quenching)하여 프릿(frit)을 형성한다. 도 1은 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 인조치아용 세라믹 잉곳을 형성하기 위한 열처리 공정을 설명하기 위하여 도시한 도면이다. 이하에서, 상기 열처리 공정을 더욱 상세히 설명한다.
- [0064] 도 1을 참조하면, 출발원료가 담긴 도가니를 퍼니스에 장입한다. 퍼니스에 구비된 가열수단을 이용하여 퍼니스의 온도를 목표하는 제1 온도로 상승시키고 일정 시간(예컨대, 10분~12시간) 동안 유지시킨다(도 1의 t1 구간). 이때, 퍼니스의 승온 속도는 1~50℃/min 정도인 것이 바람직하는데, 퍼니스의 승온 속도가 너무 느린 경우에는 시간이 오래 걸려 생산성이 떨어지고 퍼니스의 승온 속도가 너무 빠른 경우에는 급격한 온도 상승에 의해 열적 스트레스가 가해질 수 있으므로 상기 범위의 승온 속도로 퍼니스의 온도를 올리는 것이 바람직하다. 상기 제1 온도는 300~600℃ 정도인 것이 바람직하다. 상기 제1 온도에서 유지하게 되면 불순물인 유기물 성분이 태워져서 외부로 배출될 수 있고 이산화탄소(CO_2) 가스도 발생하여 외부로 배출될 수 있게 된다. 유기물 성분과 이산화탄소(CO_2)가 잔류하게 되면 열처리 후에 얻어지는 프릿의 물성이 좋지 않을 수 있으므로 제1 온도에서 일정 시간 유지하는 것이다.
- [0065] 제1 온도에서 제2 온도로 상승시키고 일정 시간(예컨대, 10분~12시간) 동안 유지시킨다(도 1의 t2 구간). 이때, 퍼니스의 승온 속도는 1~50℃/min 정도인 것이 바람직하다. 상기 제2 온도는 750~1100℃ 정도인 것이 바람직하다. 상기 제2 온도에서 유지하게 되면 이산화탄소(CO_2) 가스가 발생하여 외부로 배출될 수 있게 된다. 이산화탄소(CO_2)이 잔류하게 되면 기공을 형성하여 열처리 후에 얻어지는 프릿의 물성이 좋지 않을 수 있으므로 제2 온도에서 일정 시간 유지하는 것이다.
- [0066] 퍼니스의 온도를 제3 온도(목표하는 열처리 온도)로 상승시키고 일정 시간(예컨대, 10분~12시간) 동안 유지시킨다(도 1의 t3 구간). 이때, 퍼니스의 승온 속도는 1~50℃/min 정도인 것이 바람직하다. 퍼니스의 온도가 목표하는 제3 온도(예컨대, 1350~1550℃)에 도달하면 제3 온도에서 유지(도 2의 t3 구간)하여 건조된 결과물이 용융되게 한다.
- [0067] 열처리가 이루어진 결과물을 급냉한다. 상기 급냉은 물에 붓는 방식을 이용할 수 있다. 열처리가 이루어진 결과물을 급냉함으로써 프릿의 내부 강도가 강화되게 된다.
- [0068] 급냉하여 얻어진 프릿(frit)을 분쇄할 수 있다. 상기 분쇄는 볼 밀링(ball milling), 제트밀, 유발 분쇄, 조 크러셔(Jaw Crusher), 펄버라이저(Pulverizer), 디스크 밀(Disk Mill) 등의 다양한 방법을 이용할 수 있다.
- [0069] 볼 밀링 공정을 예로 들어 설명하면, 프릿을 볼밀링기(ball milling machine)에 장입하고, 볼 밀링기를 이용하여 일정 속도로 회전시켜 원료 입자들을 기계적으로 분쇄하고 균일하게 혼합한다. 볼 밀링에 사용되는 볼은 지르코니아(ZrO_2), 알루미늄(Al_2O_3)와 같은 세라믹 재질의 볼을 사용할 수 있으며, 볼은 모두 같은 크기의 것일 수도 있고 2가지 이상의 크기를 갖는 볼을 함께 사용할 수도 있다. 볼의 크기, 밀링 시간, 볼 밀링기의 분당 회전

속도 등을 조절하여 목표하는 입자의 크기로 분쇄한다. 예를 들면, 프릿 입자의 크기를 고려하여 볼의 크기는 1mm~30mm 정도의 범위로 설정하고, 볼 밀링기의 회전속도는 50~1000rpm 정도의 범위로 설정할 수 있다. 볼 밀링은 목표하는 입자의 크기 등을 고려하여 10분~48 시간 동안 실시한다. 볼 밀링에 의해 프릿은 미세한 크기의 입자로 분쇄되고, 균일한 입자 크기 분포를 갖게 된다.

[0070] 프릿을 백금, 알루미늄(Al_2O_3)와 같은 물질로 이루어진 도가니에 담고 가열하여 프릿이 연화되게 한다. 여기서, 연화라 함은 원료가 고체 상태가 아닌 액체 상태의 점성을 갖는 물질 상태로 변화되는 것을 의미한다. 상기 가열은 1250~1500℃ 정도의 온도에서 일정 시간(예컨대, 10분~12시간) 동안 수행하는 것이 바람직하다. 이때, 연화를 위한 가열 온도까지의 승온 속도는 1~50℃/min 정도인 것이 바람직하는데, 승온 속도가 너무 느린 경우에는 시간이 오래 걸려 생산성이 떨어지고 승온 속도가 너무 빠른 경우에는 급격한 온도 상승에 의해 열적 스트레스가 가해질 수 있으므로 상기 범위의 승온 속도로 온도를 올리는 것이 바람직하다.

[0071] 연화된 결과물을 성형하고자 하는 형태의 몰드에 부어 잉곳(Ingot) 형태로 성형한다. 이때, 상기 몰드는 잉곳 형태의 성형을 위해 400~600℃ 정도의 온도를 유지하는 것이 바람직하다. 잉곳 형태의 성형을 위한 유지 온도는 입자의 확산, 입자들 사이의 네킹(necking) 등을 고려하여 400~600℃ 정도인 것이 바람직하는데, 유지 온도가 너무 높은 경우에는 과도한 입자의 성장으로 인해 기계적 물성이 저하될 수 있고, 유지 온도가 너무 낮은 경우에는 형성되는 잉곳의 기계적 물성이 좋지 않을 수 있으므로 상기 범위의 온도에서 유지하는 것이 바람직하다. 상기 몰드는 그래파이트(graphite) 재질의 몰드일 수 있다. 상기 몰드는 형성(성형)하고자 하는 형태로 이루어진 몰드로서 치아 모양, 블록 모양 등으로 사용 용도에 맞게 적절한 형태의 것을 선택하여 사용한다. 잉곳 형태의 성형을 위한 유지 시간은 10분~12시간 정도인 것이 바람직하다.

[0072] 잉곳 형태로 성형이 되면 몰드의 온도를 서서히 냉각(서냉)한 후, 상기 몰드에서 탈형한다. 몰드에서 탈형된 성형 결과물은 형성(성형)하고자 하는 형태로 이루어진 것으로서 치아 모양, 블록 모양 등으로 사용 용도에 맞는 형상을 갖게 된다.

[0073] 이렇게 얻어진 성형 결과물 표면에 Li_2CO_3 를 도포하는 공정을 수행할 수 있다. 도포 방법은 Li_2CO_3 용액에 성형 결과물을 담그거나, Li_2CO_3 용액을 스프레이 방법으로 성형 결과물 표면에 뿌려주거나, 붓 등으로 성형 결과물 표면에 Li_2CO_3 용액을 바르는 방법 등을 이용할 수 있다. 상기 Li_2CO_3 용액은 에탄올, 메탄올과 같은 용매에 Li_2CO_3 를 첨가한 용액일 수 있다. 상기 Li_2CO_3 는 후술하는 결정화를 위한 열처리 공정에서 이산화탄소(CO_2) 성분이 가스(gas)로 휘발되어 Li_2O 로 변화되게 되고, 후술하는 결정화를 위한 열처리 공정에서 Li_2O 는 성형 결과물 내부로 확산되어 들어가게 된다. 성형 결과물 표면에 Li_2CO_3 를 도포함으로써 인조치아용 세라믹 잉곳의 기계적 특성을 향상시킬 수 있고, 자연치아와 유사하게 인조치아용 세라믹 잉곳의 투광성 및 색상이 발현되게 할 수 있는 장점이 있다. 성형 결과물 표면에 Li_2CO_3 를 도포한 후에는 건조 공정을 수행한다. 상기 건조 공정은 40~150℃ 정도의 온도에서 10분~48시간 동안 수행하는 것이 바람직하다. 성형 결과물 표면에 도포되는 Li_2CO_3 의 함량은 성형 결과물 100중량부에 대하여 0.0001~3중량부 정도인 것이 바람직하다.

[0074] 결정화를 위해 성형 결과물(잉곳)에 대하여 열처리 공정을 수행한다. 결정화를 위한 열처리 공정은 620~780℃ 정도의 온도에서 10분~12시간 동안 수행하는 것이 바람직하다. 이때, 결정화를 위한 열처리 온도까지의 승온 속도는 0.1~20℃/min 정도인 것이 바람직하는데, 승온 속도가 너무 느린 경우에는 시간이 오래 걸려 생산성이 떨어지고 승온 속도가 너무 빠른 경우에는 급격한 온도 상승에 의해 열적 스트레스가 가해질 수 있으므로 상기 범위의 승온 속도로 온도를 올리는 것이 바람직하다. 상기 열처리 공정에 의해 잉곳 내부에서 결정화가 이루어지며, 상기 결정화에 의해 잉곳의 기계적 강도가 증가하게 된다. 결정화를 위한 열처리 후에는 상온까지 자연냉각과 같은 방식으로 서서히 냉각(서냉)하는 것이 바람직하다.

[0075] 결정화를 위한 열처리 공정을 수행한 후에 인조치아용 세라믹 잉곳을 연마하여 광택성을 부여하고 미세 버(Burr)를 제거하기 위하여 바렐 가공을 수행할 수 있다. 상기 바렐 가공 공정은 바렐 연마기 등을 이용할 수 있다.

[0076] 이하에서, 본 발명에 따른 실험예들을 구체적으로 제시하며, 다음에 제시하는 실험예들에 의하여 본 발명이 한정되는 것은 아니다.

- [0077] <실험예 1>
- [0078] 인조치아용 세라믹 잉곳을 제조하기 위하여 CaCO₃, Al₂O₃, H₃PO₄, NiO, Li₂CO₃, TiO₂ 및 ZrO₂ 원료를 칭량하여 출발원료로 준비하였다. H₃PO₄가 후속의 열처리 과정에서 P₂O₅로 변화되고, CaCO₃가 후속의 열처리 과정에서 CaO로 변화되며, Li₂CO₃가 후속의 열처리 과정에서 Li₂O로 변화되는 것을 고려하여 각 원료들을 칭량하였으며, 최종적으로 형성되는 인조치아용 세라믹 잉곳이 CaO 31.28몰%, Al₂O₃ 9.14몰%, P₂O₅ 54.54몰%, NiO 0.21몰%, Li₂O 3.51몰%, TiO₂ 0.71몰% 및 ZrO₂ 0.61몰%를 포함하도록 각 원료들을 칭량하여 출발원료로 준비하였다. 에탄올이 담겨 있는 도가니에 CaCO₃, Li₂CO₃, Al₂O₃, NiO, TiO₂ 및 ZrO₂를 첨가하고 마그네틱 바(magnetic bar)를 사용하여 1시간 동안 교반하였고, H₃PO₄를 서서히 떨어뜨리면서 계속 교반하여 주었으며, 가스가 방출되지 않을 때에 은박을 덮고 10시간 동안 교반하여 젤(gel) 상태가 되게 하였다.
- [0079] 젤 상태의 출발원료를 핫플레이트에서 건조하였다. 상기 건조는 350℃ 정도의 온도에서 3시간 동안 수행하여 액체(liquid) 성분이 제거되어 파우더(power) 만이 남을 때까지 수행하였다.
- [0080] 건조된 결과물을 알루미늄(Al₂O₃) 도가니에 담고, 도가니를 퍼니스에 장입하여 출발원료가 용융되게 열처리하고 급냉(quenching)하여 프릿(frit)을 형성하였다. 더욱 구체적으로 설명하면, 건조된 결과물이 담긴 도가니를 퍼니스에 장입하고, 퍼니스에 구비된 가열수단을 이용하여 퍼니스의 온도를 10℃/min의 승온속도로 제1 온도(400℃)로 승온하고 제1 온도에서 1시간 동안 유지하였으며, 퍼니스의 온도를 10℃/min의 승온속도로 제2 온도(900℃)로 승온하고 제2 온도에서 1시간 동안 유지하였고, 퍼니스의 온도를 10℃/min의 승온속도로 제3 온도(1450℃)로 승온하고 제3 온도에서 2시간 동안 유지하여 출발원료가 용융되게 하였다. 열처리가 이루어진 결과물을 급냉하여 프릿을 얻었는데, 상기 급냉은 상온의 증류수에 붓는 방식을 이용하였다.
- [0081] 급냉하여 얻어진 프릿(frit)을 분쇄하였는데, 상기 분쇄는 조 크러쉬(Jaw Crusher)를 이용하여 조분쇄하고, 펄버라이저(Pulverizer)와 디스크 밀(Disk Mill)을 이용하여 미분쇄하는 방식을 사용하였으며, 325메쉬(mesh)(45µm)의 체(sieve)로 체거름 하였다.
- [0082] 분쇄된 프릿을 알루미늄 도가니에 담고 가열하여 프릿이 연화되게 하였다. 상기 가열은 1350℃의 온도에서 1시간 동안 수행하였다. 가열 온도까지의 승온 속도는 10℃/min 정도였다.
- [0083] 연화된 결과물을 그라파이트 몰드에 부어 잉곳(Ingot)을 형성하였다. 이때, 상기 몰드는 잉곳 형성을 위해 500℃의 온도로 유지되었으며, 연화된 결과물을 몰드에 붓고 500℃의 온도에서 1시간 동안 유지하였다.
- [0084] 500℃에서 1시간 유지 후에 몰드의 온도를 서냉한 후, 상기 몰드에서 탈형하였다.
- [0085] 이렇게 얻어진 잉곳 표면에 Li₂CO₃를 도포하였다. 도포 방법은 Li₂CO₃ 용액에 잉곳을 담그는 방법을 이용하였으며, 상기 Li₂CO₃ 용액은 에탄올에 Li₂CO₃를 첨가한 용액이었다. 잉곳 표면에 Li₂CO₃를 도포한 후에는 건조 공정을 수행하였는데, 상기 건조 공정은 60℃의 온도에서 4시간 동안 수행하였다.
- [0086] 결정화를 위해 잉곳에 대하여 열처리 공정을 수행하였다. 결정화를 위한 열처리 공정은 700℃의 온도에서 1시간 동안 수행하였다. 이때, 결정화를 위한 열처리 온도까지의 승온 속도는 1℃/min 정도였으며, 결정화를 위한 열처리 후에는 상온까지 자연냉각 하였다.
- [0087] 상기와 같이 제조된 인조치아용 세라믹 잉곳의 물성과 자연치아의 물성을 아래의 표 1에 나타내어 비교하였다.

표 1

	인조치아용 세라믹 잉곳	자연치아
밀도(g/cm ³)	2.85	3.0
열전도도(w/mk)	1.1	0.9
꺾임강도(MPa)	174	60
비커스경도(GPa)	3.74	3.7

[0089] 표 1에 나타난 바와 같이 실험예 1에 따라 제조된 인조치아용 세라믹 잉곳과 자연치아는 밀도, 열전도도, 꺾임강도 및 비커스경도가 매우 유사하다는 것을 확인할 수 있다.

[0090] 도 2는 실험예 1에 따라 제조된 잉곳(몰드에서 탈형한 잉곳으로서 Li_2CO_3 를 도포하기 전의 잉곳)에 대하여 시차 주사 열량측정법(differential scanning calorimetry; DSC)으로 측정된 결과를 보여주는 그래프이다.

[0091] 도 3은 실험예 1에 따라 제조된 인조치아용 세라믹 잉곳의 X-선회절(X-ray diffraction; XRD) 패턴을 보여주는 도면이다.

[0092] 도 4a 내지 도 4c는 실험예 1에 따라 제조된 인조치아용 세라믹 잉곳의 미세조직을 보여주는 주사전자현미경(scanning electron microscope; SEM) 사진이다.

[0093] <실험예 2>

[0094] 인조치아용 세라믹 잉곳을 제조하기 위하여 CaCO_3 , Al_2O_3 , H_3PO_4 , NiO , Li_2CO_3 , TiO_2 , ZrO_2 , $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$, $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$, MgAl_2O_4 및 Fe_2O_3 원료를 칭량하여 출발원료로 준비하였다. H_3PO_4 가 후속의 열처리 과정에서 P_2O_5 로 변화되고, CaCO_3 가 후속의 열처리 과정에서 CaO 로 변화되며, Li_2CO_3 가 후속의 열처리 과정에서 Li_2O 로 변화되는 것을 고려하여 각 원료들을 칭량하였으며, 최종적으로 형성되는 인조치아용 세라믹 잉곳이 CaO 29.90몰%, Al_2O_3 8.45몰%, P_2O_5 53.24몰%, NiO 0.21몰%, Li_2O 3.60몰%, TiO_2 0.73몰%, ZrO_2 0.63몰%, $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ 0.84몰%, $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ 0.26몰%, MgAl_2O_4 1.65몰% 및 Fe_2O_3 0.49몰%를 포함하도록 각 원료들을 칭량하여 출발원료로 준비하였다. 에탄올이 담겨있는 도가니에 CaCO_3 , Li_2CO_3 , Al_2O_3 , NiO , TiO_2 , ZrO_2 , $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$, $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$, MgAl_2O_4 및 Fe_2O_3 를 첨가하고 마그네틱 바(magnetic bar)를 사용하여 1시간 동안 교반하였고, H_3PO_4 를 서서히 떨어뜨리면서 계속 교반하여 주었으며, 가스가 방출되지 않을 때에 은박을 덮고 10시간 동안 교반하여 젤(gel) 상태가 되게 하였다.

[0095] 이후의 공정은 상기 실험예 2와 동일하게 진행하였다.

[0096] 상기와 같이 제조된 인조치아용 세라믹 잉곳의 물성과 자연치아의 물성을 아래의 표 2에 나타내어 비교하였다.

표 2

	인조치아용 세라믹 잉곳	자연치아
밀도(g/cm ³)	2.93	3.0
열전도도(w/mk)	1.1	0.9
꺾임강도(MPa)	187	60
비커스경도(GPa)	3.93	3.7

[0098] 표 2에 나타난 바와 같이 실험예 2에 따라 제조된 인조치아용 세라믹 잉곳과 자연치아는 밀도, 열전도도, 꺾임강도 및 비커스경도가 매우 유사하다는 것을 확인할 수 있다.

[0099] 도 5는 실험예 2에 따라 제조된 잉곳(몰드에서 탈형한 잉곳으로서 Li_2CO_3 를 도포하기 전의 잉곳)에 대하여 시차 주사 열량측정법(DSC)으로 측정된 결과를 보여주는 그래프이다.

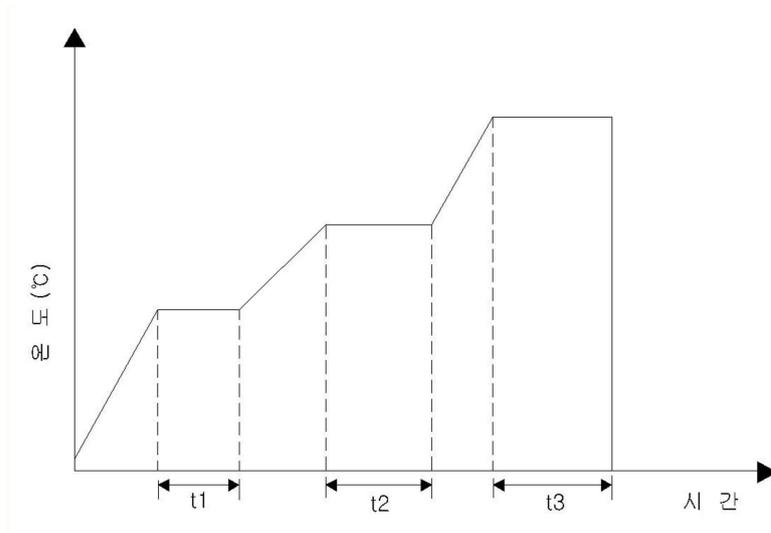
[0100] 도 6은 실험예 2에 따라 제조된 인조치아용 세라믹 잉곳의 X-선회절(XRD) 패턴을 보여주는 도면이다.

[0101] 도 7a 내지 도 7d는 실험예 2에 따라 제조된 인조치아용 세라믹 잉곳의 미세조직을 보여주는 주사전자현미경(SEM) 사진이다.

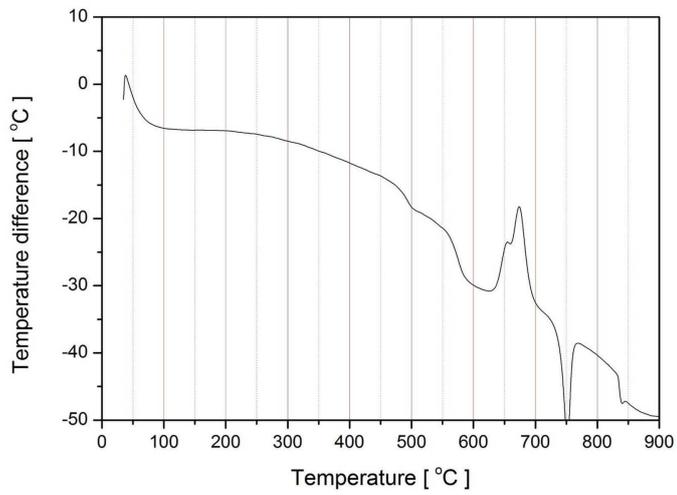
[0102] 이상, 본 발명의 바람직한 실시예를 들어 상세하게 설명하였으나, 본 발명은 상기 실시예에 한정되는 것은 아니며, 본 발명의 기술적 사상의 범위 내에서 당 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의하여 여러 가지 변형이 가능하다.

도면

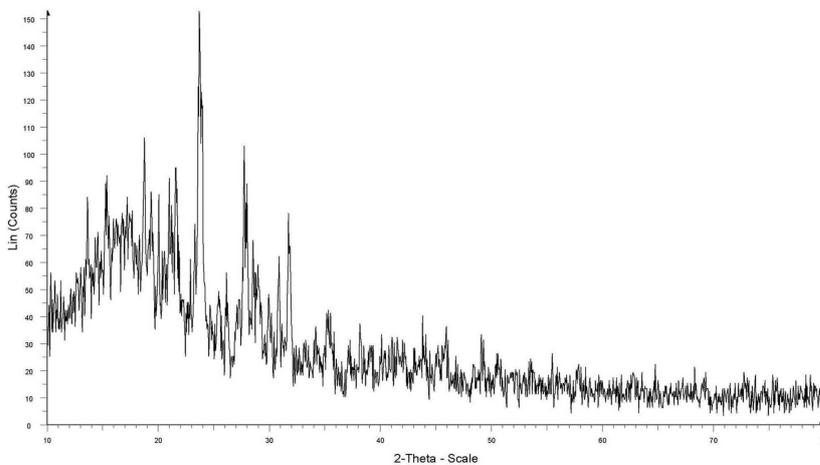
도면1



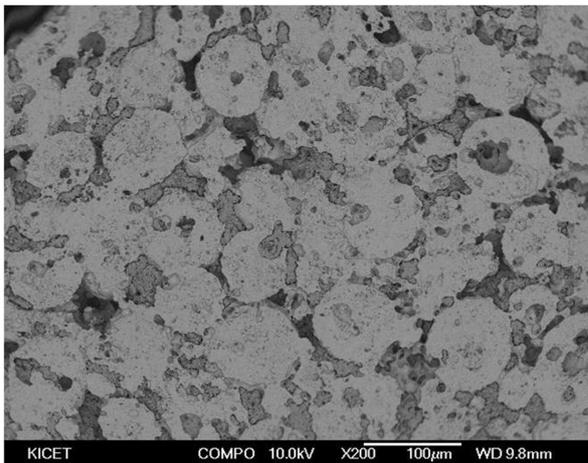
도면2



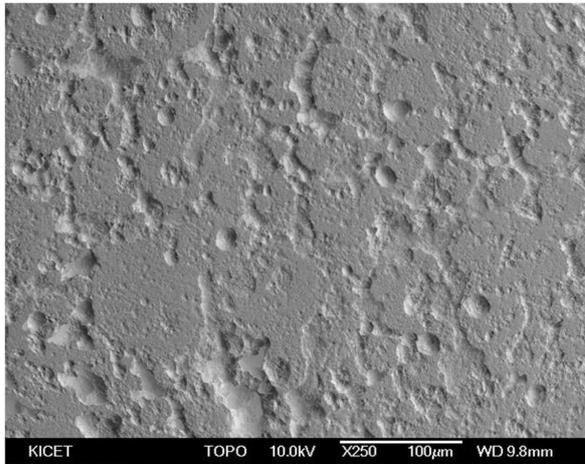
도면3



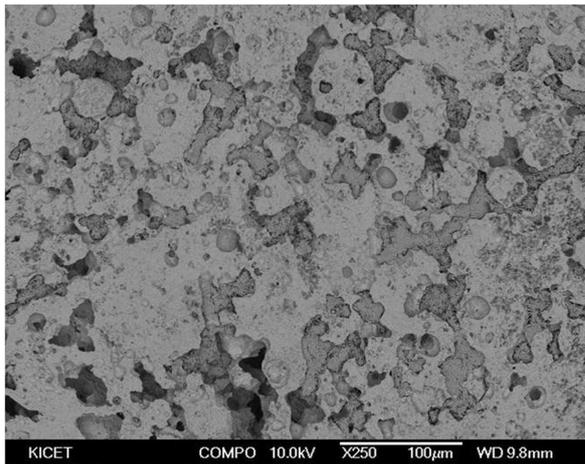
도면4a



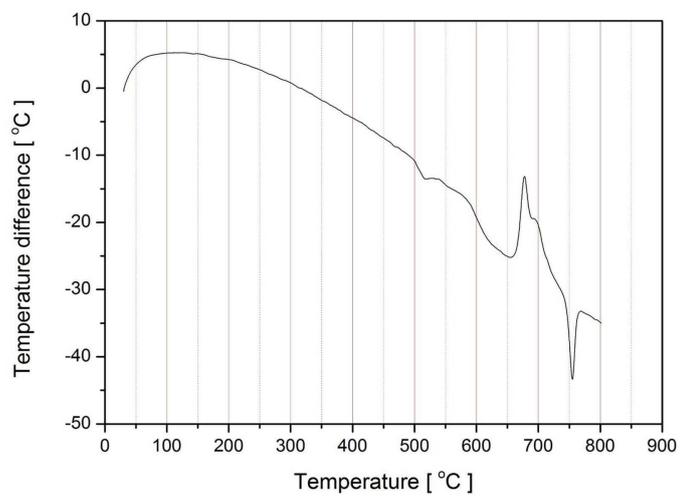
도면4b



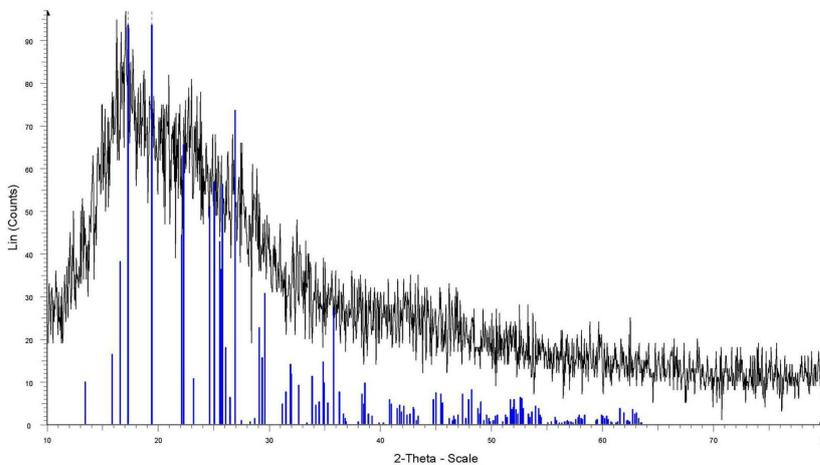
도면4c



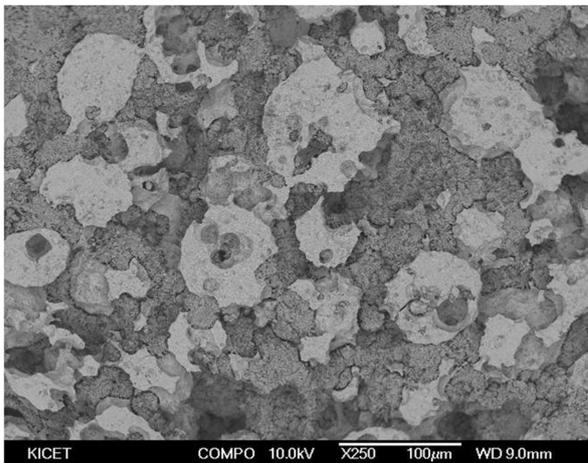
도면5



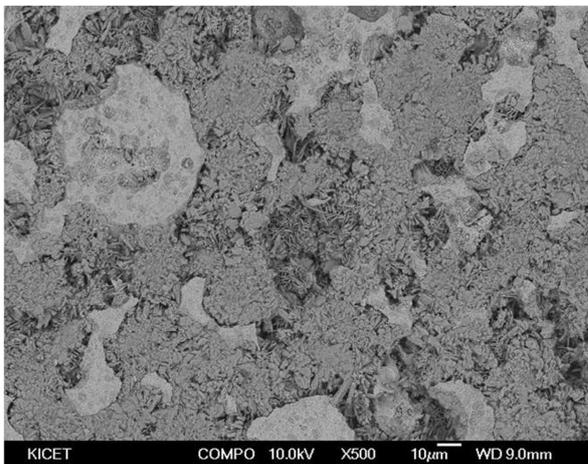
도면6



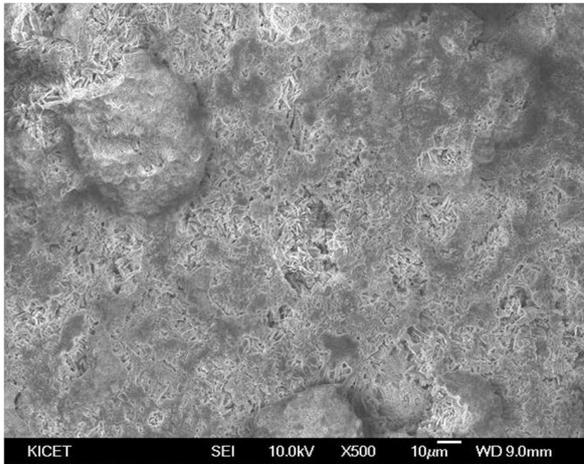
도면7a



도면7b



도면7c



도면7d

