

납착조건이 14K 금납을 이용한 티타늄 납착부의 인장강도에 미치는 영향

전북대학교 치과대학 보철학 교실 및 치의학 연구소

최정호 · 김태조 · 송광엽 · 박찬운

I. 서 론

티타늄은 산소와 반응하여 대기중에서 자연적으로 치밀한 부동태 피막을 형성하므로 우수한 내식성과 생체적합성을 나타내며, 강도, 인성 및 연성 등의 기계적 성질이 치과용 합금에 요구되는 많은 장점을 갖고 있다¹⁻³⁾. 그러나 용점이 높고, 고온에서 활성이 크며, 낮은 비중으로 인해 주조가 용이하지 않기 때문에 주조, 용접 및 납착 등의 임상응용에 많은 제한이 따른다³⁻⁶⁾.

티타늄은 산소와 높은 친화력을 나타내며 고온에서 활성이 크므로, 납착과정에서 산소가 미량 고용된 경우에도 결정의 슬립 거동이 방해받아 납착부의 취성이 크게 증가한다^{7,8)}. 대기중에서 티타늄의 납착이 가능하도록 하기 위해 활성이 높은 용제나 아르곤 분위기 하에서의 납착이 검토되었지만 산화의 억제에는 한계를 보였다⁹⁻¹³⁾. 티타늄의 납착과정에서 일어나는 산화를 억제하기 위해서는 분위기의 조절이 용이하고, 가열시간이 짧으며, 좁은 범위의 국소적 가열이 가능한 가열장치가 유리하다. 이같은 관점에서 전기저항 납착이나 적외선 가열장치를 이용한 연구가 이루어져 왔으며⁹⁻²⁰⁾, 최근 레이저의 발달과 함께 레이저 빔을 이용한 용접도 검토되고 있다²¹⁻²⁴⁾.

티타늄의 납착에 관하여, Dececco와 Parks⁹⁾

는 티타늄과 같이 반응성이 높은 금속의 납착 시에는 적절한 납재와 용제의 선택이 중요하다고 하였고, 三浦와 井田¹⁰⁾, 藪上和 都賀谷 등^{11, 12)}, 大川 등¹³⁾은 대기 중에서 납착이 가능하도록 하기 위해 활성이 높은 용제에 관하여 계통적으로 연구하였다. 藪上和 都賀谷 등^{11, 12)}은 가열장치와 분위기의 조절에 따른 납착강도의 개선 가능성을 검토하였으며, 적외선 가열에 의한 납착이 좁은 범위의 국소적 가열이 가능하고, 이종 금속간에도 납착이 가능한 효과적인 방법이라고 하였고, 嶋田¹⁵⁾, 菊地 등¹⁶⁾은 아르곤 분위기의 적외선 납착기를 이용하여 납재의 종류와 납착조건에 따른 납착강도를 측정함 다음, 납재의 용점이 높은 경우를 제외하고는 아르곤 분위기 하에서 양호한 납착강도를 보였다고 하였다. 黑岩 등¹⁷⁾, 荻野 등¹⁸⁾은 진공배기 후 아르곤 가스를 주입하는 방식의 진공 적외선 납착기로 납착을 행한 다음, 납재로서 금합금보다 Ti-Cu-Ni 합금을 사용한 경우에 납착강도가 더 높게 나타났다고 하였으며, 김 등²¹⁾은 전기저항 납착기를 사용하여 14K 금납의 납착강도에 미치는 표면조도의 영향을 조사하였다. Denney와 Metzbower²²⁾는 레이저 용접부의 두께에 따른 기계적 성질의 변화에 관하여 조사하였고, 谷 등²³⁾은 레이저 빔을 이용한 환봉과 판재의 용접 가능성을 조사하였다. Berg 등²⁴⁾은 레이저 빔을 이용한 티타늄 용접부의 인장강

도가 제4형 금합금을 이용한 티타늄 납착부 인장강도와 유사하여 레이저 용접을 임상에 응용할 수 있다고 하였으며, Wang과 Welsch²⁵⁾는 적외선 납착이 레이저 용접보다 임상에서 쉽게 응용할 수 있고 비용이 절감되지만 납착강도는 더 낮은 값을 보였다고 하였다.

본 연구에서는 김 등²⁰⁾의 연구결과를 토대로 티타늄의 표면조도와 납착조건이 14K 금납을 사용한 티타늄 납착부의 인장강도에 미치는 영향을 조사하였으며, 또한 납과 모재간의 반응양상이 납착강도에 미치는 영향을 조사하기 위해 납착제면의 원소분석을 행하였다.

II. 연구재료 및 방법

1. 연구재료

티타늄은 JIS 2종의 순 티타늄(大同特殊鋼)을, 납은 14K 금납(三金工業)을 사용하였으며, 용제는 활성이 높은 것으로 알려진 KHF_2 -LiF-NaCl-KCl 계를 조제하여 사용하였다(Table 1).

2. 납의 퍼짐면적 측정

티타늄 모재의 표면조도가 14K 금납의 젖음성에 미치는 영향을 평가하기 위해, $17 \times 17 \times 1$ mm의 티타늄판을 80, 240, 600, 1000 및 2000번의 emery paper로 직교방향에서 5회씩 반복연마를 행하였으며, 증류수와 아세톤 용액

하에서 10분간 초음파 세척을 행한 다음 측정이 이루어질 때까지 상온의 건조기 내에 보관하였다. 준비된 티타늄판의 중앙에 납 10mg, 용제 6mg을 올려놓고, 840°C의 온도에서 유지되는 도재소성로(松風) 내에서 60초간 유지한 다음 공냉하였다. wire brush를 사용하여 물을 뿌리면서 표면에 존재하는 납착잔재물을 제거하였으며, 건조 후 납의 퍼짐면적을 측정하였다.

3. 납착 및 인장시험

직경 3mm의 티타늄 환봉을 다이아몬드 절단기(平和工業)를 사용하여 물을 뿌리면서 장축방향에 수직하게 길이 30mm가 되도록 절단한 다음, 표면을 240번과 2000번의 emery paper로 직교방향에서 5회씩 반복연마를 행하였다. 연마가 끝난 후 시료를 증류수와 아세톤 용액하에서 10분간 초음파 세척을 행하였으며, 납착을 행할 때까지 실온의 건조기 내에 보관하였다. 납착을 위해 전기저항 납착기 1종류와 적외선 납착기 2종류를 사용하였다. Table 2는 가열장치에 따른 납착조건을 표시한 것이다.

a) 전기저항 납착기를 이용한 용제-아르곤 분위기 하에서의 납착

준비된 시료를 Fig. 1의 시편 고정장치에 간격이 0.3mm가 되도록 고정하고, 용제를 납착부 주위에 균일하게 도포한 다음, 납을 모재 사이에

Table. 1 Materials used in this study.

Material	Composition(wt%)	Manufacturer
Ti rod(ϕ 3mm)	JIS grade 2	Daido Steel Co. Ltd. Japan
Flux	56KHF ₂ -14LiF-15NaCl-15KCl	Authors
14K gold solder	58.4Au-13Ag-18Cu-7.6Zn-3bal	Sankin Industry Co. Ltd. Japan

Table. 2 Soldering conditions and apparatus.

	Electric resistance heating (G-C Welder, HW-1)	Infrared heating (Kobelco, Light Solder)	Vacuum infrared heating (Morita, RS-1)
Heat source	flux and argon	argon	vacuum and argon
Atmosphere	flux and argon	argon	vacuum and argon
Heating time	5-6 sec	30 sec	30 sec

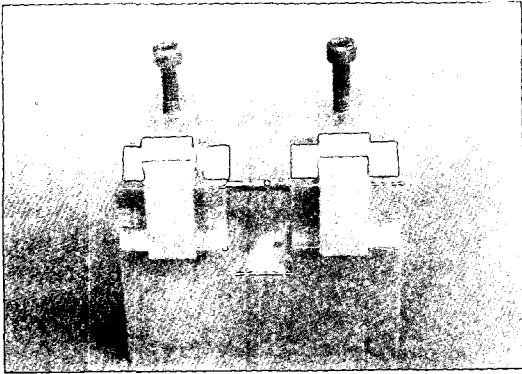


Fig. 1 Aligning jig for soldering.

끼운 상태에서 전기저항 용접기(G-C Welder, HW-1)로 5~6초 동안 통전하여 납착을 행하였다. 납착계면의 산화를 억제하기 위해, 시편 고정장치를 20ℓ/min의 속도로 아르곤 가스가 분출되는 용기 내에 위치시켜 30초 동안 아르곤 가스를 흘려보낸 후 납착을 행하였다.

b) 적외선 납착기를 이용한 아르곤 분위기 하에서의 납착

준비된 시료를 시편고정 장치에 접촉상태로 위치시키고, 납을 납착부 상부에 올려 놓은 다음 적외선 티타늄 납착기(Kobelco, Light Solder)를 사용하여 출력 850W에서 30초간 가열하여 납착을 행하였다. 납착계면의 산화를 억제하기 위해 아르곤 분출상자 내에 시료를 위치시킨 후 아르곤 가스를 10ℓ/min의 유량으로 1분 동안 흘려보낸 다음 납착을 행하였다.

c) 진공배기 후 아르곤을 주입하는 적외선 납착기를 이용한 납착

준비된 시료를 시편고정장치에 접촉상태로 고정한 다음, 진공배기 후 아르곤을 주입하는 적외선 티타늄납착기(Morita, RS-1)를 사용하여 납착을 행하였다. 납착기의 작업대 상에서 납착부에 초점을 일치시키고, 진공배기와 아르곤 주입을 행한 다음, 출력 850W에서 30초간 가열하여 납착을 행하였다.

납착이 완료된 후 표면에 남아있는 과잉의 납을 paper cone으로 제거한 다음, 실리콘 포인트로 경면이 되도록 연마하였으며, 증류수와

아세톤 용액하에서 각각 5분간 초음파 세척을 행하였다. 납착부의 인장강도를 측정하기 위해, 재료시험기(Instron, Model 4204)에 측정부의 간격이 30mm가 되도록 시편을 고정한 다음, crosshead speed 0.5mm/min에서 인장시험을 행하였다.

파절 양상을 평가하기 위해 인장시험 후의 파면을 SEM(Hitachi, S-4000)으로 관찰하였다.

4. 납착계면의 분석

납착이 완료된 시편의 납착부를 중심으로 좌우 7mm 부분에서 절단한 다음, 시료매몰용 polyester 수지로 매몰하였다. 다이아몬드 절단기를 사용하여 물을 뿌리면서 시료를 장축에 나란하게 절단한 다음, 1μm 알루미나 단계까지 경면이 되도록 연마하였으며, 조직관찰을 위해 10% KCN-10% (NH₄)₂S₂O₈ 용액으로 40초간 산부식을 행하였다. 납착계면에서의 모재와 납재간의 반응양상을 평가하기 위해 EPMA(Jeol, JXA-8900M ED/ED Combined Micro-analyzer)를 사용하여 가속전압 15kV에서 원소분석을 행하였다.

III. 연구성적

Fig. 2는 80-2000번의 emery paper로 연마

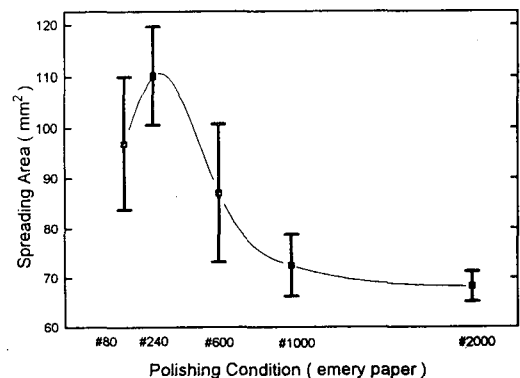
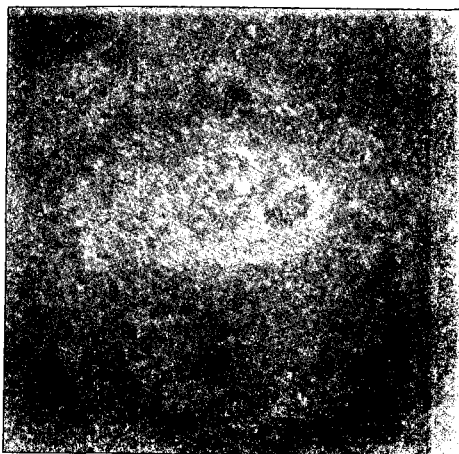


Fig. 2 Relation between polishing condition and spreading area of 14K gold solder at 840°C.

한 티타늄 판의 중앙부에 14K 금납 10mg을 올려 놓고, 840°C의 온도에서 60초간 유지하였을 때의 납의 퍼짐면적을 나타낸 것이다. 납의 퍼짐면적은 240번 emery paper로 연마한 군이 최대를 보였고, 2000번 emery paper로 연마한 군에서 최소를 보였으며, 80번, 240번 emery paper 연마군과 2000번 emery paper 연마군의 퍼짐면적 간에 통계적인 유의차를 보였다($p < 0.05$).

Fig. 3은 240번과 2000번 emery paper 연마한 티타늄 표면 상에서의 납의 퍼짐상태를 보여주는 사진으로, 중앙부로부터 납이 퍼복된 영역, 용제가 퍼복된 영역 및 납과 용제의 영향을 받지 않은 산화된 금속표면이 관찰된다. 납으로 퍼복된 부분은 용융된 납이 균일하게 퍼복된 부분이 부분적으로 산화된 부분으로 둘러싸여 있으며, 퍼짐면적은 표면조도가 큰 240번 emery paper로 연마한 시편에서 더 크게 나타나고 있다.

Fig. 4는 표면조도와 가열조건에 따른 납착 강도를 도시한 것으로, 인장강도는 티타늄 표면을 2000번 emery paper로 연마한 전기저항 가열장치를 이용한 납착군에서 398.2 ± 15.8 MPa로 최대치를 보였고, 2000번 emery paper로 연마한 적외선 가열장치를 이용한 납착군에서 285.2 ± 34.4 MPa로 최소치를 보였다.



a) # 240

티타늄 모재의 표면조도에 따라서는 통계적인 유의차는 볼 수 없었지만, 가열조건에 따라서는 전기저항 가열장치를 이용한 납착군이 적외선 가열장치를 이용한 납착군보다 더 큰 강도를 보였다($p < 0.05$).

Fig. 5는 전기저항 납착기로 용제-아르곤 분위기 하에서 납착을 행한 시편(a)과 진공배기 후 아르곤을 주입하는 적외선 납착기로 납착을 행한 시편(b)의 납착계면을 4000배의 배율에서 관찰한 2차전자상으로, 전기저항 납착 시는 반응층이 약 1.3 μ m 정도의 좁은 범위에 형성되어 있으나, 적외선 납착시는 반응층이 약 3 μ m 정

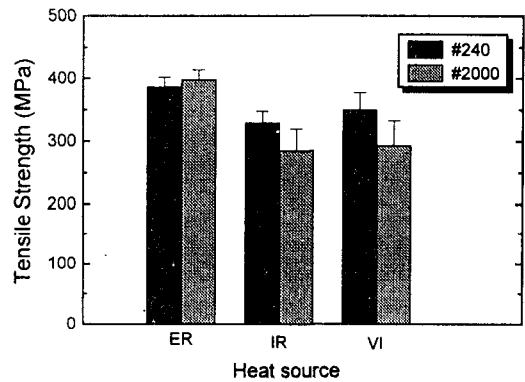


Fig. 4 Tensile strengths of joints in titanium soldered with 14K gold alloy.



b) # 2000

Fig. 3 Spreading of 14K gold solder on titanium plate at 840°C, 60sec.

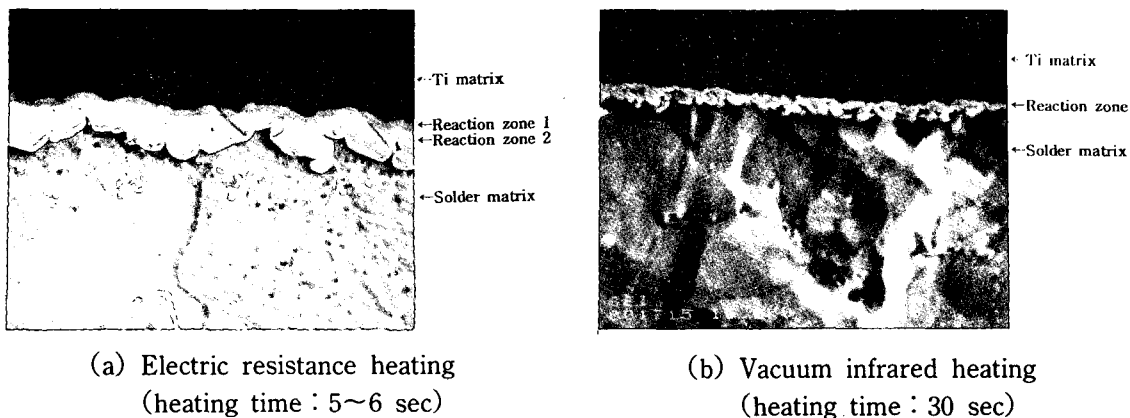


Fig. 5 Secondary electron image of the 14K gold alloy-soldered joints in titanium.

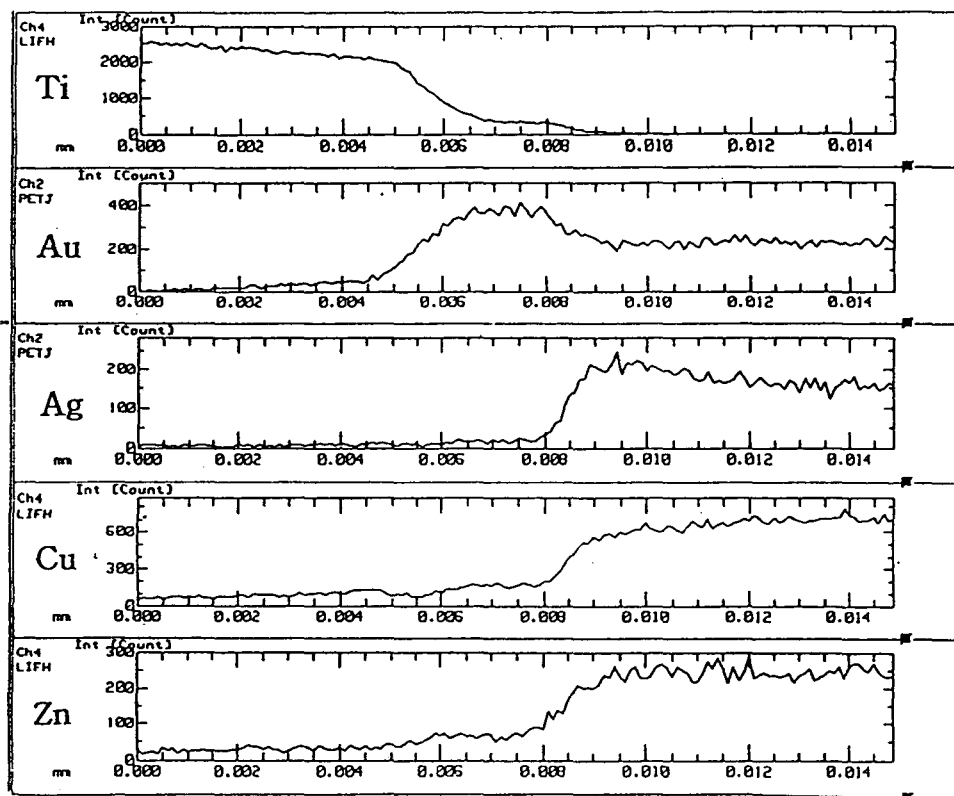


Fig. 6 Line profiles of 14K gold alloy-soldered joint in titanium using vacuum infrared heating.

도의 보다 넓은 범위에서 락상으로 형성되고 있으며, 또한 이 영역에서 2개의 다른 층이 관찰된다.

Fig. 6은 진공배기 후 아르곤을 주입하는 적외선 납착군의 납착계면에 대한 선분석 결과로서, 약 3 μ m의 범위에서 Au가 뚜렷하게 증가된 양상이 관찰되며, 이 영역에서 Ti와 Cu도 관찰된다. Table 3은 납착계면을 중심으로 점분석을 행한 결과로서, 반응층 내에서는 Ti, Au 및 Cu의 농도가 다른 조성보다 높게 나타났다. 납착계면에 인접한 티타늄 모재의 좁은 범위에서는 납의 주성분인 Au와 Cu가 확산을 보였고, 티타늄 모재에 인접한 반응층(reaction zone 1)에서는 Au보다 Ti의 농도가 높게 나타났으나, 락상으로 형성된 반응층(reaction zone 2)에서는 Au가 Ti보다 높은 농도를 보였다.

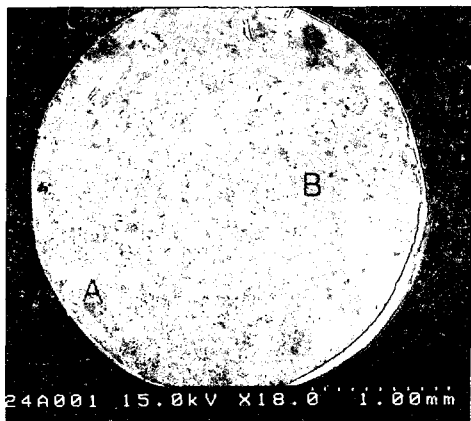
Fig. 7은 전기저항 납착기로 용제-아르곤

분위기 하에서 납착을 행한 시편의 인장시험 후의 파면으로, 요철부(A)와 매끈한 평활부(B)가 관찰된다. Fig. 7(b)는 A 부위를 400배의 배율에서 관찰한 것으로 균열이 납재와 반응층의 계면을 따라서 전파된 양상을 보이며, 이 영역에서는 다수의 소공과 기공이 관찰된다. Fig. 7(c)는 B 부위를 3000배의 배율에서 관찰한 것으로, 균열이 모재와 반응층 사이를 따라서 전파된 양상을 보이며, 이 영역에서는 1~2 μ m의 입자상들이 관찰된다. Fig. 8은 진공배기 후 아르곤을 주입하는 적외선 납착기로 납착을 행한 시편의 인장시험 후의 파면이다. Fig. 8(b)는 A 부위를 2000배의 배율에서 관찰한 것으로, 반응층 내부를 따라서 균열이 전파된 양상이 관찰되고, Fig. 8(c)는 B 부위를 1000배의 배율로 관찰한 것으로, 균열이 모재와 반응층의 계면을 따라서 전파된 양상이 관찰된다.

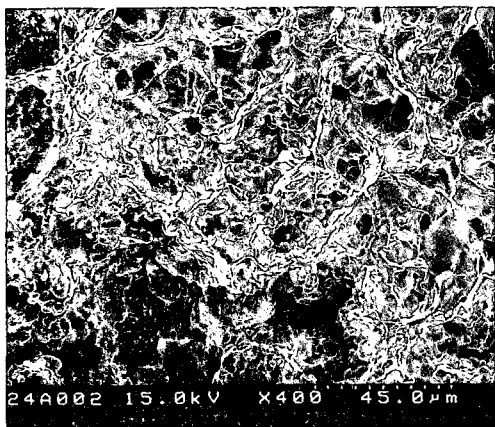
Table. 3 Point analysis data of vacuum infrared heating(wt%).

	No	Ti	Au	Cu	Ag	Zn
Ti matrix	1	99.997	0.132	0.063	0.002	0.055
	2	95.162	2.605	2.294	0.123	0.202
	3	94.513	2.632	2.529	0.164	0.132
Reaction Zone 1	4	55.279	41.121	2.173	0.246	0.377
	5	36.771	58.026	1.919	0.232	0.377
	6	63.549	38.073	2.328	0.166	0.361
Reaction Zone 2	7	12.509	78.975	3.811	0.834	0.789
	8	12.040	78.762	3.375	0.619	0.848
	9	12.345	80.027	3.123	0.637	0.699
Solder matrix	10	0.485	53.039	19.504	11.493	8.258
	11	0.528	53.637	21.979	9.181	8.299
	12	0.553	53.767	22.316	8.831	8.396

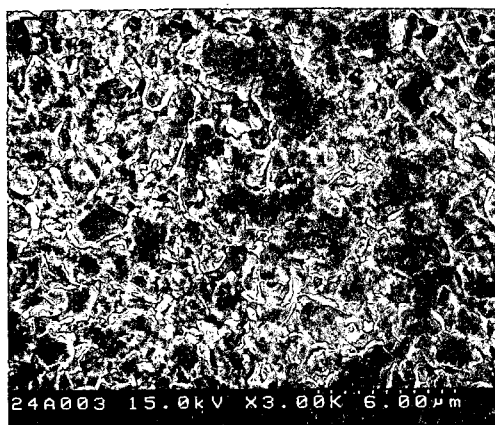
*Solder composition(58.4% Au, 13% Ag, 18% Cu, 7.6% Zn, 3% bal)



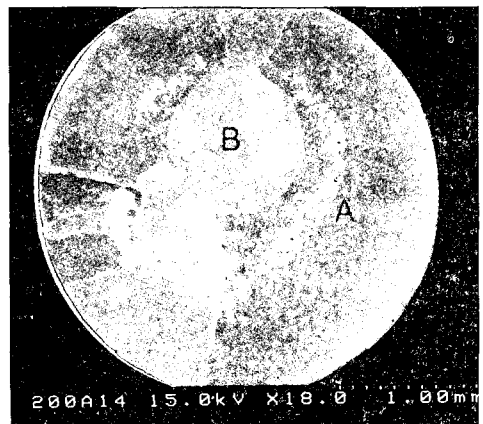
(a) Fracture surface($\times 18$)



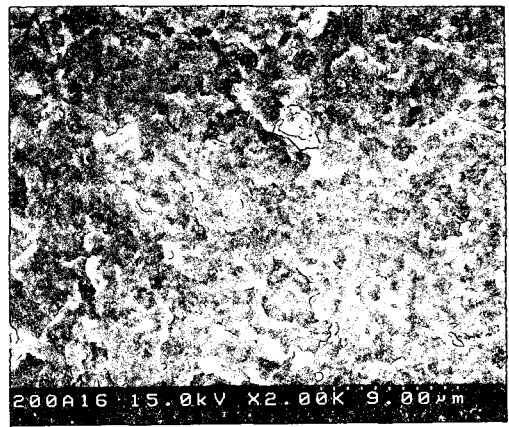
(b) Position A($\times 400$)



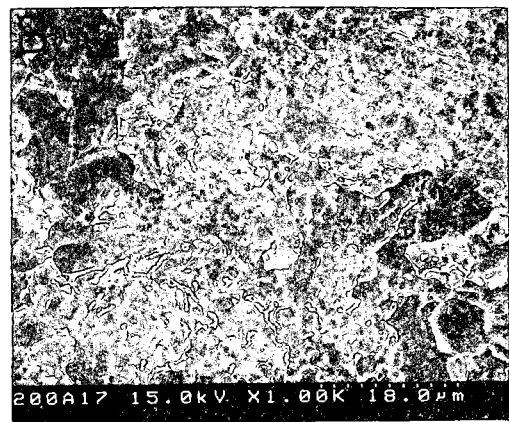
(c) Position B($\times 3000$)



(a) Fracture surface($\times 18$)



(b) Position A($\times 2000$)



(c) Position B($\times 1000$)

Fig. 7 Fracture surface of the 14K gold-alloy soldered joint in titanium using electric resistance heating.

Fig. 8 Fracture surface of the 14K gold-alloy soldered joint in titanium using vacuum infrared heating.

IV. 총괄 및 고안

납착과정에서 티타늄에 산화가 일어날 경우, 표면의 산화물이 용융된 납의 젖음을 방해하므로 납착강도가 저하하게 된다. Dececco와 Parks⁹⁾는 티타늄의 산화과정에서 취성이 큰 금속산화합물의 생성을 억제하기 위해서는 납재와 용제의 선택이 중요하다고 하였고, 三浦와 櫻井¹⁰⁾는 대기중에서 티타늄의 납착이 이루어질 수 있도록 활성이 높은 용제의 성분을 계통적으로 연구하였으며, AgCl-LiF-Na₂B₄O₇ 계, KHF₂-LiF-NaCl-KCl 계 및 AgCl-KHF₂-LiF 계 중에 티타늄의 납착에 유용한 조성이 존재한다고 하였고, 藪上 등¹¹⁾은 55KHF₂-20LiF-12.5NaCl-12.5KCl의 조성을 갖는 용제를 사용하여 blow pipe와 전기저항 가열에 의해 납착을 행한 결과, 납착강도는 가열방법에 따라 큰 차이를 보이지 않았지만, 아르곤을 병용할 경우 납재에 따라서는 납의 젖음성과 납착강도가 개선되었다고 하였다. 大川 등¹²⁾은 KHF₂-LiF-NaCl-KCl 계 용제의 유효성을 평가하기 위해 NaCl+KCl의 각 비율에서 LiF/KHF₂의 함량비를 변화시키며 은 납(53Ag-28Cu-19Zn)의 퍼짐면적을 측정하였으며, 용제의 각 조성에 따라 최대 퍼짐면적을 보인 군들의 납착강도 사이에는 유의차를 보이지 않았다고 하였고, 都賀谷 등¹³⁾은 전기저항 납착 시에 용제와 아르곤 분위기를 병용할 경우 납착강도가 증가하였으며, 적외선 납착 시에도 용제와 아르곤 분위기를 병용할 경우 납착강도가 전체적으로 향상되었다고 하였다. 嶋田¹⁴⁾는 티타늄의 적외선 납착 시에 아르곤 분위기에서 양호한 납착강도를 보였으며, 고용점의 금납(91Au-4.5Ag-2Pt-2Pd-0.5bal)보다 저용점의 금납(66.7Au-10Ag-10Cu-9Zn-4.3bal)에서 더 높은 납착강도를 보였다고 하였고, 黑岩 등¹⁵⁾도 진공 적외선 납착 시에 금납의 용점이 높은 경우보다 용점이 낮은 경우에 납착강도가 더 크게 나타났다고 하였으며, 김 등은 14K 금납을 사용한 티타늄의 전기저항 납착시 납의 퍼짐면적이 클수록 납착강도가 증가한다고 하였다. Berg 등²⁴⁾은 레이저 용접부의 인장강도가 제4형 금합금을 20K 금납으로 토치 용접한 경우와 유사

하여 레이저 용접을 수복물의 제작에 응용할 수 있다고 하였으며, Wang과 Welsch²⁵⁾는 적외선 납착부와 레이저 용접부의 인장강도가 모재의 강도와 현저한 차이를 보였으며, 적외선 납착이 레이저 용접보다 임상에서 쉽게 응용할 수 있고 비용이 절감되지만 납착강도는 더 낮게 나타났다고 하였다. 본 연구에서는 티타늄의 표면조도가 14K 금납(58.4Au-13Ag-18Cu-7.6Zn-bal)의 젖음성에 미치는 영향을 평가하기 위해, 56KHF₂-14LiF-15NaCl-15KCl의 조성을 갖는 용제를 사용하여 840°C에서 납의 퍼짐면적을 측정된 결과, 퍼짐면적은 티타늄 표면을 240번 emery paper로 연마한 경우에 최대를 보였고, 표면조도의 감소에 따라 퍼짐면적이 감소하는 양상을 보였으며, 240번 emery paper 연마군과 2000번 emery paper 연마군의 퍼짐면적 간에 통계적인 유의차를 보였다(p<0.05). 240번 emery paper 연마군에서 퍼짐면적이 최대를 보인 후 표면조도의 감소에 따라 퍼짐면적이 감소하고 있는 것으로부터, 적절한 표면거칠기는 납의 젖음성을 증가시키는 것을 알 수 있는데, 이것은 연마에 의해 형성된 V홈에서의 모세관 현상으로 용융된 납의 흐름이 촉진되기 때문으로 생각된다(Fig. 2). 티타늄 표면에서의 납의 퍼짐상태를 살펴 보면, 중앙부에는 용융된 납이 균일하게 피복되어 있으나, 외측부에서는 부분적으로 산화가 일어난 양상을 보이는데, 이것은 가열시간이 길어짐에 따라 용제가 소실되어 중앙부에서 멀어질수록 산화를 효과적으로 억제하지 못하였으며, 따라서 모재의 성분인 Ti와 납 성분 중의 Cu와 Zn 등이 산화를 일으켜 이같은 결과를 보였다고 생각된다(Fig. 3).

표면조도의 변화에 따라 납의 퍼짐면적이 유의한 차이를 보인 240번 emery paper 연마군과 2000번 emery paper 연마군 간의 납착강도를 비교한 결과, 전기저항 납착군에서는 납의 퍼짐면적이 크게 나타나는 240번 emery paper 연마군에서 더 작은 납착강도를 보여 표면조도가 증가함에 따라 납착강도가 감소하는 양상을 보였는데, 이는 납을 납착부에 끼운 상태에서 납착을 행하므로 흐름성의 영향을 받지

않고 용융된 납이 계면에 계면에 균일하게 충전되었으며, 따라서 비표면적이 큰 2000번 emery paper 연마군에서 더 높은 납착강도를 보였다고 생각된다. 적외선 납착군과 진공 적외선 납착군에서는 납의 퍼짐면적이 크게 나타나는 240번 emery paper 연마군에서 더 큰 납착강도를 보여 표면조도의 증가에 따라 납착강도가 증가하는 양상을 보였는데, 이는 납을 납착부 위에 올려 놓은 상태에서 납착을 행하므로 납의 흐름성이 더 큰 240번 emery paper 연마군에서 납이 계면에 균일하게 충전되어 더 높은 납착강도를 보였다고 생각된다(Fig. 2-Fig. 4).

금납을 사용한 티타늄 납착부의 인장강도에 관하여, 藪上和 都賀 등^{11,12)}은 티타늄용의 활성이 높은 용제와 아르곤 분위기 하에서 전기저항 및 적외선 납착을 행하였을 때 납재에 따라 400 MPa 내외의 납착강도를 보였다고 하였고, 嶋田¹⁵⁾는 납착부의 간격을 0-200 μ m 범위에서 조절하면서 16K 금납으로 아르곤 분위기 하에서 적외선 납착을 행한 결과 납착부의 간격을 200 μ m로 하였을 때 납착강도가 260MPa로 최대치를 보였다고 하였다. 黒岩 등¹⁷⁾도 16K 금납으로 90초의 가열시간에서 진공 적외선 납착을 행하였을 때 266MPa의 납착강도를 보였다고 하였으며, 김 등²⁰⁾은 알루미늄에 의한 Sand blasting시는 티타늄 표면에 합입된 알루미늄이 납의 젖음을 방해하므로 납착강도가 저하한다고 하였다. 본 연구에서 14K 금납을 사용하여 티타늄을 납착한 결과, 납착강도는 전기저항 납착군이 적외선 납착군보다 더 큰 인장강도를 보였다($p < 0.05$). 전기저항 납착군이 적외선 납착군보다 더 큰 납착강도를 보인 이유는, 가열시간이 짧은 전기저항 납착 시는 취성파괴 양상을 보이는 반응층이 좁은 범위에 걸쳐서 미립상으로 형성되어 균열의 전파에 필요한 파괴 에너지를 분산시키는 것이 가능하였으나, 가열시간이 상대적으로 긴 적외선 납착 시는 반응층이 더 넓은 범위에 걸쳐서 피상으로 형성되어 균열이 빠르게 전파하였기 때문에 이 같은 결과를 보였다고 생각된다(Fig. 4-Fig. 8).

납착계면의 EPMA 분석 결과, 납의 주성분인

Au와 Cu가 티타늄 모재측으로 확산되었고, 티타늄 모재와 납재의 사이에 형성되는 반응층에서는 Ti, Au 및 Cu의 농도가 여타의 성분보다 높게 나타나고 있는데, 이는 활성이 큰 티타늄의 높은 고온 반응성으로 인해 Au와 Ti의 과공정상 및 Ti와 Cu의 금속간화합물을 형성하였기 때문으로 생각된다(Fig.5-Fig. 6, Table 3).

V. 결 론

본 연구에서는 티타늄의 표면조도와 납착조건이 14K 금납을 사용한 티타늄 납착부의 인장강도에 미치는 영향을 조사하기 위해 티타늄의 표면조도에 따른 납의 퍼짐면적과 납착부의 인장강도를 측정하였으며, 납과 모재 간의 반응 양상이 납착강도에 미치는 영향을 알아보기 위해 납착계면에서의 원소분석을 행하였으며, 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 납착부의 인장강도는 2000번 emery paper로 연마한 전기저항 납착군에서 최대를 보였으며, 적외선 가열장치를 이용한 납착군과의 사이에 통계적인 유의차를 보였다($p < 0.05$).
3. 납착부의 인장파면은 취성파괴의 양상을 보였으며, 파절은 반응층을 따라서 균열이 전파하여 일어나는 양상을 보였다.
4. 납의 주성분인 Au와 Cu가 계면에 인접한 티타늄 모재측으로 확산되었으며, 반응층에서는 Au, Cu 및 Ti의 농도가 다른 성분들보다 더 높게 나타났다.

참 고 문 헌

1. Williams DF, Titanium and titanium alloys, In Biocompatibility of clinical implant materials. Boca Raton : CRC Press Inc., 1984 : 44-47.
2. Br nemark P-I, Zarb GA, Albrektsson T, Tissue-Integrated Prostheses. Quintessence Publishing Co. ; 1985 : 99-115.
3. Okabe T and Hero H, The use of titanium in dentistry. Cells and Materials 1995 : 211-230.

4. Lancaster JF, Metallurgy of welding. 3rd ed, London, George Allen and Unwin press 1985 : 216-229.
5. Bessing C, Bergman M, The castability of unalloyed titanium in three different casting machines. Swed Dent J 1992 ; 16 : 109-113.
6. Blackman R, Baez R, Barghi N, Marginal accuracy and geometry of cast titanium coping. J Prosthet Dent 1992 ; 67 : 435-440.
7. Broomfield RW, Application of advanced joining techniques to titanium alloys. In Proceeding of conference, Design with titanium, Bristol, The Institute of Metals 1986 : 69-75.
8. Liu Z, Welsch GE, Effects of oxygen and heat treatment on the mechanical properties of alpha and beta titanium alloys. Metal Trans A 1988 ; 19 : 527-542.
9. DeCecco NA and Parks JM, The brazing of titanium. Weld J, 1953 ; 2(11) : 1071-1081.
10. 三浦維四, 井田一夫, チタンの歯科利用. クインテッセンス出版, 1988 : 123-131.
11. 藪上雅彦, 都賀谷紀宏, チタン及びチタン合金の溶接の現在. QDT, 1984; 9(8) : 927-934.
12. 都賀谷紀宏, 藪上雅彦, 谷 嘉明, チタンの歯科鑄造についてろう付け-. 歯科ジャーナル 1989 ; 30(3) : 399-407.
13. 大川昭治, 近藤青一郎, 山高陸夫 外, KHF₂-LiF-NaCl-KCl系のチタンのろう付用フラックス. 歯科材料・器械 1994 ; 13(5) : 501-508.
14. 岩崎 治, 櫻田洋一, 佐 泰珍 外, 金銀パラジウム合金おけるろう付部の破壊強度-特にろう付間隙の影響について-. 日歯技工誌 1993 ; 14 : 29-37.
15. 嶋田潤一, 赤外線ろう付器をチタンおよびチタン合金のろう付に関する研究. 歯科材料・器械 1991 ; 10 : 362-375.
16. 菊地久二, 沈凌, 湯田雅士 外, チタンのろう付に関する研究, 第1報 市販ろう材の組成とろう付引張強さについて. 歯科材料・器械 1995 ; 14 : 213-218.
17. 黒岩昭弘, 和田賢一, 新井浩一 外, チタン鑄造のろう付に関する研究, その2. 各種ろう材のろう付強さについて. 歯科材料・器材 1992 ; 11, Special Issue 19 : 26-27.
18. 荻野碩哉, 井上洸彦, 田中徳之 外, 赤外線ろう付け器. 歯科材料・器材 1993 ; 12, Special Issue 21 : 88-89.
19. 三浦維四, 櫻井 實, 歯科用チタンウム及びジルコニウム合金の研究, (第6報) 純チタにウム 接用の銀 とフラックスについて. 歯材研報告 1956 ; 1 : 34-40.
20. 김태조, 추용호, 이민호, 배태성, 14K 금합금을 이용한 티타늄 납착부의 인장강도. 대한치과기재학회지 1995 ; 22 : 131-139.
21. Sj gren G, Andersson M, and Bergman M, Laser welding of titanium in dentistry, Acta Odontol Scand 1988 ; 46 : 247-253.
22. Denney PE and Metzbowler EA, Laser beam welding of titanium. Welding Journal 1989 ; 68 : 342-s-346-s.
23. 谷 嘉明, 南部敏之, 渡邊忠二, チタンのレーザービーム溶接に関する研究. 日本レザ歯科學會 1992 ; 3 : 45-49.
24. Berg E, Wagner WC, Davik G et al, Mechanical properties of laser-welded cast and wrought titanium. J Prosthet Dent 1995 ; 74 : 250-257.
25. Wang RR and Welsch GE, Joining titanium materials with tungsten inert gas welding, laser welding, and infrared brazing. J Prosthet Dent 1995 ; 74 : 521-530.

Abstract

EFFECT OF SOLDERING CONDITION ON THE
TENSILE STRENGTH OF TITANIUM SOLDER JOINT
WITH 14K GOLD SOLDER

Jeoung-Ho Choi, Tae-Jo Kim, Kwang-Yeob Song, Charn-Woon Park

*Dept. of Prosthodontics, Dept. of Dental Materials, and Institute of Dental Science,
School of Dentistry, Chonbuk National University*

This study was performed to evaluate the tensile strength of solder joint in titanium and the wettability of 14K gold solder on titanium. Two pieces of titanium rod 30 mm in length and 3mm in diameter were butt-soldered with a 14K gold solder using the electric resistance heating under flux-argon atmosphere, the infrared heating under argon atmosphere, and the infrared heating under vacuum-argon atmosphere. A tensile test was performed at a crosshead speed of 0.5 mm/min, and fracture surfaces were examined by SEM. To evaluate the wettability of 14K gold solder on titanium, titanium plates of a 17x17x1 mm were polished with #80–#2000 emery papers, and the spreading areas of solder 10 mg were measured by heating at 840 °C for 60 seconds. The solder-matrix interface regions were etched by the solution of 10% KCN-10% (NH₄)₂S₂O₈, and analyzed by EPMA.

The results obtained were summarized as follows :

1. The maximum tensile strength was obtained when the titanium surface was polished with #2000 emery paper and soldered using the electric resistance heating under flux-argon atmosphere. Soldering strengths showed the significant difference between the electric resistance heating and the infrared heating ($p < 0.05$).
3. The fracture surfaces showed the aspect of brittle fracture, and the failure developed along the interfaces of solder-matrix reaction zone.
4. The EPMA data for the solder-matrix interface region revealed that the diffusion of Au and Cu occurred to the titanium matrix, and the reaction zone showed the higher contents of Au, Cu and Ti than others.

Key Words : Solder-matrix reaction zone, Spreading area, Tensile strength, Titanium solder joint,