

## PVP 결합제를 이용한 수계용 세라믹테이프의 제조

박일석<sup>†\*\*\*</sup> · 조유정<sup>\*\*\*</sup> · 이명현<sup>\*\*\*</sup> · 최세영<sup>\*</sup> · 이득용<sup>\*\*\*\*</sup> · 김대준<sup>\*\*</sup>

\*연세대학교 재료공학부

\*\*한국과학기술연구원 재료연구부

\*\*\*요업기술원 신소재분석평가팀

\*\*\*\*대림대학 재료정보공학과

(2001년 10월 19일 접수; 2001년 10월 19일 승인)<sup>††</sup>

## Fabrication of Water-based Ceramic Tapes Using PVP As Binder

Il-Seok Park<sup>†\*\*\*</sup>, Yu-Jeong Cho<sup>\*\*\*</sup>, Myung-Hyun Lee<sup>\*\*\*</sup>, Se-Young Choi\*,  
Deuk-Yong Lee<sup>\*\*\*\*</sup> and Dae-Joon Kim<sup>\*\*</sup>

\*Department of Materials Engineering, Yonsei University, Seoul 120-749, Korea

\*\*Materials Division, Korea Institute of Science and Technology, Seoul 136-791, Korea

\*\*\*Advanced Materials Analysis & Evaluation Center, Korea Institute of

Ceramic Engineering and Technology, Seoul 152-023, Korea

\*\*\*\*Department of Materials Engineering, Daelim College of Technology, Anyang 431-715, Korea

(Received October 19, 2001; Accepted October 19, 2001)<sup>††</sup>

### 초 록

세라믹 인공치관으로 응용을 위해 생체친화적이며 용매에 용해가 잘되고 연소 후 잔류물이 남지 않는 결합제인 PVP로 수계용 알루미나 테이프를 제조하였다. 알루미나 테이프의 인장강도는 결합제(b)와 가소제(p)의 비  $(b/(b+p))$ 에 의해, 그리고 소결체의 수축과 밀도는 알루미나(a)와 유기물(o)의 비  $(a/(a+o))$ 에 의해 영향을 받았다. 소결된 기공성 알루미나 테이프에 유리를 침투시켜 강화된 세라믹 인공치관용 복합체의 강도는 소결밀도가 증가할수록 높은 값을 보였다.

### ABSTRACT

Water-based alumina tapes for application of all-ceramic crowns were fabricated using PVP as binder that is biocompatible, highly soluble in solvents, and no residue left after firing. Tensile strength of alumina tapes was governed by binder/(binder+plasticizer) ratio. On the other hand, linear shrinkage and density were determined by alumina/(alumina+organic) ratio. Composite for all-ceramic crowns, prepared by infiltration of a glass into sintered porous alumina, showed high flexural strength which increased with increasing sintered density.

**Key words :** PVP, Water-based tape casting, All-ceramic crown, Glass infiltration

### 1. 서 론

테이프 캐스팅에 의한 세라믹 테이프의 제조는 그 제조공정이 잘 확립되어 있을 뿐 아니라 제조 비용이 저렴하며 두께 조절 및 평탄한 표면을 얻기에 용이하여 1947년 식품산업에 처음 시도된 이후 주로 기판, 세라믹 캐페시터, 센서, 연료전지 등과 같은 전자부품 산업에 널리 사용되어 왔으며 최근에는 3차원의 복잡 형상 및 다층 구조를 제조에 응용되고 있다.<sup>1-5)</sup> 세라믹테이프를 이러한 3차원 형상으로 제조

하기 위해서는 기존에 요구되던 고강도, 균일한 전조, 소결성, 적층성 등의 조건 외에 우수한 접착성, 성형성, 가공성 등의 조건을 만족시켜야 한다. 이러한 조건들을 만족시키기 위해서는 주원료인 세라믹 분말 외에 강도 증진을 위한 결합제, 유연성 및 접착성을 증진시키기 위한 가소제, 접도 조절 및 세라믹 분말의 분산을 위한 분산제, 그리고 이러한 유기물을 용해시켜주며 볼밀링 및 캐스팅에 필요한 유동성을 위한 용매가 주로 사용되며 이외에 슬러리의 기포발생을 억제하는 소포제 및 테이프 건조시 수축방지를 위한 wetting agent 등이 적절하게 사용된다.<sup>6-8)</sup>

테이프 캐스팅은 사용되는 용매의 종류에 따라서 수계와 비수계로 크게 구분된다. 수계는 물을 용매로 사용하여 비

<sup>†</sup>Corresponding author : ildori@kist.re.kr

<sup>††</sup>This paper was accepted as an on-site paper at the submitted 2001 fall technical meeting of the Korean Ceramic Society.

수계는 용매로 ketone, toluene, acetone 등이 사용된다. 비수계 방법으로 제조된 세라믹 테이프는 기계적 성질이 우수하고 제조공정이 비교적 잘 정립되어 있어 주로 비수계에 의해 세라믹 테이프들이 제조되고 있다. 그러나 최근에 이러한 용매들의 폭발 위험성과 환경호르몬 및 발암물질의 배출 등과 같은 제조공정상의 문제점들이 제기되면서 환경친화적이며 제조공정이 용이한 수계에 의한 세라믹 테이프 제조에 관심이 커지고 있다.<sup>9,10)</sup> 그러나 수계에 의한 제조 기술은 테이프 전조속도가 너무 느리고 수계용 결합제의 결합력이 약하여 분말들이 수소결합에 의해 응집되는 문제점들이 있다.

본 연구에서는 세라믹 테이프의 소결시 잔류 유기물이 거의 남지 않고 완전 연소된다고 알려진 결합제 중 polyvinyl pyrrolidone(PVP)<sup>11)</sup>를 사용해 수계용 세라믹테이프를 제조하였다. PVP는 vinyl pyrrolidone의 고분자 중합체로 물이나 알콜 같은 극성 용매에 매우 잘 용해되며 반응 중에 상의 분리나 다른 특성으로 변환되지 않는 특징을 갖고 있다. 따라서 sol-gel 공정에서 유기 반응물로,<sup>12)</sup> 나노 분말 제조에서 분산제로,<sup>13)</sup> membrane 제조에서 바인더로<sup>14)</sup> 사용될 뿐만 아니라 일약을 성형할 때 바인더로 사용되며<sup>15)</sup> 식품의 포장에도 사용되는 등 생체 친화적이며 안정한 결합제로 알려져 있다.<sup>16)</sup> 그러나 PVP를 이용한 세라믹 테이프의 제조에 관한 보고는 없는데 본 실험에서는 세라믹 인공치관 제조를 위해 PVP를 이용한 알루미나 테이프를 제조하였고 첨가 유기물의 종류 및 양이 테이프의 기계적 물성 변화와 인공치관 제조공정 변수에 미치는 영향을 관찰하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1. PVP를 결합제로 사용한 슬러리의 제조

본 실험에 사용된 알루미나 분말은 평균입경이 3 μm인 AL-M43(Sumitomo, Tokyo, Japan)을 사용하였고, 용매로 중류수 45 g을 사용하였다. 결합제로 수용성 비닐계인 PVP (Aldrich, USA)를 사용하였는데 결합제의 분자량은 각각 55,000과 1,300,000이었다. PVP를 결합제로 사용하기 위해 80°C의 중류수에 중탕 가열하여 25%의 용액을 제조하였다. 용해도가 25%를 넘을 경우 PVP는 서로 엉켜서 완전한 용해가 일어나지 않았다.

PVP에 적합한 가소제를 결정하기 위하여 glycerine, PPG (Polypropylene Glycol), EG(Ethylene Glycol), DEG(Di-Ethylene Glycol), TEG(Tri-Ethylene Glycol, Yakuri, Japan), PEG 400(Polyethylene Glycol 400), DBP(Di-Butyl phthalate) 등을 사용하였다. 그 외 첨가물로는 분산제로 ammonium polyacrylate salt(D-3005)를, 용매로 사용하는 물의 표면장력이 너무 높아 캐스팅 후 건조과정에서 테이프의 수축을 방지하기 위해 wetting agent(P-tert-octylphenoxy-polyetocetyl alcohol계)를 총 물량의 0.75 wt%가 되게 첨가하였다.

최적의 세라믹 인공치관 제조용 테이프 슬러리의 조성을 결정하기 위하여 알루미나 함량(a)과 유기물의 함량(o)비( $a/(a+o)$ )는 0.850에서 0.915까지 0.005의 간격으로, 결합제(b)와 가소제(p)의 함량비( $b/(b+p)$ )는 0.500에서 0.825까지 0.025의 간격으로 변화시켰다.

### 2.2. 테이프 제조

정량된 슬러리를 18시간 동안 ball milling한 후, 혼합과정에서 유입되는 공기와 용매의 증기압에 의하여 발생되는 기포를 제거하기 위해 미량의 소포제(SN-deformer 483, San Nopco Korea Ltd.)를 첨가하여 탈포공정을 거쳤다. 균일한 탈포를 위해 슬러리를 250 rpm의 일정 속도로 교반하는데 이 때 슬러리 내의 기포제가 뿐만 아니라 용매의 증발도 동시에 발생하여 슬러리의 점도가 높아지므로 탈포 공정 중 2000~3000 cps의 점도 범위가 되도록 유지시켰다. 탈포된 슬러리는 30 cm/min 속도로 움직이는 Mylar 필름 위에 닥터 브레이드의 높이를 0.9 mm로 고정시키고 캐스팅 하였다. 캐스팅된 테이프는 실내에서 24시간 건조시키고 시편으로 사용하였다.

### 2.3. 세라믹 테이프의 물성평가

인장강도는 ASTM 규격(D-638 IV)에 의거 dog bone 형태로 제조된 시편을 만능시험기(Instron, USA)에서 인장 속도를 50 mm/min로 유지했을 때 일어난 파괴강도로 결정하였는데 시편은 각 조성마다 5개씩 측정하였다. 또한 건조된 세라믹 테이프를 35 mm×10 mm로 재단하여 조성마다 3개씩 소결 수축과 소결 밀도를 측정하였으며 지름 18 mm 원판형으로 준비한 시편으로는 소결 후 유리를 침투시켜 복합체를 제조하였다. 시편의 소결 전 열간 정수압을 가해주었는데 열간 정수압 조건 즉, 압력, 온도, 유지시간의 변화에 따른 소결 수축률과 소결 밀도를 측정하였다. 소결 수축은 직사각형 시편의 소결 전·후 길이를 micrometer가 장착된 현미경(Leica, VMM 50)으로 측정하여 결정하였다. 소결 밀도는 시편의 건조무게를 측정하고 거즈에 쌈 다음 끓는 중류수에 4시간 유지시킨 후 수중 및 수포 무게를 측정하여 상대밀도로 결정하였다. 소결은 1°C/min의 속도로 500°C까지 승온시키고 1시간 유지한 후 90°C/min의 속도로 1120°C 까지 승온시킨 다음 2시간 유지한 후 노냉하여 완료하였다.

소결된 원판형 시편에 유리 분말을 침투시켜 알루미나-유리 복합체를 제조하였다. 이때 유리침투는 유리분말을 중류수에 개어 붓으로 원판 소결체에 도포하고 전조시킨 후 30°C/min의 승온속도로 1100°C에서 2시간 유지하여 완료하였다. 용융 침투용 유리로는 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>계<sup>9,17)</sup>를 사용하였고 유리가 침투된 시편은 1 μm 다이아몬드 폐이스트로 마지막 연마하여 0.3 mm의 두께가 되게 하였다. 가공 중에 발생될 수 있는 응력을 제거하기 위하여 960°C에서 10분간 열처리를 한 후 이축 굴곡강도를 측정하였다.<sup>9,18)</sup> 이때 시편은 각 조성마다 5개씩 측정하였다.

### 3. 결과 및 고찰

알루미나 테이프를 세라믹 인공치관으로 응용하기 위해서 가장 필요한 물성은 2차원의 테이프를 3차원 형상으로 성형시 테이프의 터짐이 없는 유연성과 성형된 형태를 유지하기 위한 테이프간의 높은 접착성이다. 낮은 분자량( $M_w=55,000$ )의 PVP로 제조한 테이프는 모두 균열이 발생하거나 유연성과 접착성이 낮았지만 높은 분자량( $M_w=1,300,000$ )의 PVP는 결합력이 높고 유연성 및 접착성이 우수하였다. 이는 분자량이 높은 충합체일수록 연결 사슬을 많이 갖고 있어 이 고분자 사슬들이 테이프의 강도를 부여하는 결합제로 사용될 수 있기 때문이다. Moreno는 분자량이 낮은 PVP는 가소제로 그보다 더 낮은 분자량의 경우 분산제로 사용된다고 하였지만 그 범위에 대해서는 명확하게 보고되지 않았다.<sup>6,7)</sup> 본 실험에서 사용한 PVP의 분자량은 상용되는 PVP 중 분자량이 가장 큰 1,300,000으로 PVP가 결합제로 사용되기 위해서는 분자량이 적어도 1,000,000 이상이 되어

**Table 1.** Flexibility and Adhesiveness of Alumina Tapes Prepared Using PVP and Various Plasticizers

Plasticizer	Flexibility	Adhesiveness
Glycerine	○	△
Polypropylene glycol	×	×
Ethyleneglycol	×	×
Di-ethylene glycol	○	△
Tri-ethylene glycol	○	◎
Polyethyleneglycol	○	○
Di-butyl phthalate	×	×

(◎ : best, ○ : good, △ : acceptable, × : non-acceptable)

야 함을 알 수 있다. PVP가 결합제로 사용된 알루미나 테이프에 3차원 성형시 필요한 물성을 부여할 수 있는 가소제를 선택하기 위해 여러 가지 가소제를 첨가하여 제조된 테이프의 실험결과를 Table 1에 정리하였다. PVP에 효과적인 가소제는 유연성과 접착성이 모두 좋은 TEG와 PEG였는데 TEG가 PEG 보다 좀 더 우수한 접착력을 나타내어 이를 가소제로 선정하였다.

PVP를 결합제로 TEG를 가소제로 사용한 수제용 세라믹 테이프의 입체형상 제조에 요구되는 성형성을 평가한 결과는 Table 2와 같다. 이는 각 조성의 테이프들을 캐스팅하여 캐스팅 가능 여부, 접착성 그리고 180°로 접었을 때의 터짐성 등을 기준으로 평가한 것으로  $a/(a+o)=0.870$ ,  $b/(b+p)=0.70$ 에서 가장 우수한 특성을 나타내었다. 3차원 성형용 세라믹 테이프는 가능한 한 세라믹 분말의 분율이 높아야 성형된 입체 형상의 형태가 탈지 공정 중에도 유지될 수 있으며 이어 수행되는 소결 후의 수축도 낮아지게 된다. 그러나 입체형상의 정확한 복제를 위해서는 이러한 높은 분말 총전도 뿐만 아니라 충분한 유연성 및 접착성을 가져야하기 때문에 테이프 내 유기첨가물량은 높아져야 하고 따라서 테이프 내 알루미나 함량에 제한이 있게 된다. 즉,  $a/(a+o)=0.870$  조성보다 알루미나 함량이 높은 영역 ( $a/(a+o) > 0.870$ )에서도 성형 가능한 테이프의 특성이 나타났으나 상대적으로 유기물량의 감소로 인하여 유연성 및 접착력이 저하되어 3차원 성형용 테이프로의 응용이 어렵다. 한편 유기첨가제인 결합제와 가소제의 함량비( $b/(b+p)$ )가 너무 높으면 테이프는 접착력과 유연성을 잃게되고 반대로 너무 낮으면 테이프의 강도가 저하되어 3차원 성형시 테이프가 부스러지는 현상을 보인다. 따라서 인공치관의 제작과 같은 3차원 형상의 제조에 있어 테이프의 강도와 접착성 및 유연성과의 상호관계를 고려하여 적절한 유기물량을 결정하여야 한다. 상기와 같은

**Table 2.** Formability of Alumina Green Tapes, as Function of Alumina/Alumina+Organic Additives Weight Ratio ( $a/(a+o)$ ) and Binder / Binder+Plasticizer ( $b/(b+p)$ )

$b/(b+p)$ \ $a/(a+o)$	0.850	0.855	0.860	0.865	0.870	0.875	0.880	0.885	0.890	0.895	0.900	0.905	0.910	0.915
0.500	×													
0.600	×	×	×	×	×									
0.650	×	△	△	△	○									
0.700	○	○	○	○	◎	△	×	×						
0.725	○	○	△	△	○	○	○	△	×		×			
0.750	△	△	×	×	△	△	△	○	△	×	×	×	×	
0.775								△	○	○	×	△	△	
0.800	△							△	△	△	○	○	○	×
0.825													△	
0.850								△						

(◎ : best, ○ : good, △ : acceptable, × : non-acceptable)

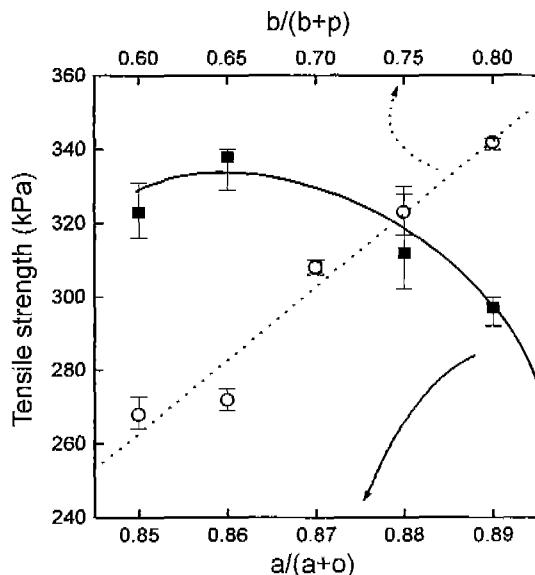


Fig. 1. Tensile strength of alumina tapes as a function of the alumina/(alumina+organic) weight ratio ( $a/(a+o)$ ), where the binder/(binder+plasticizer) weight ratio ( $b/(b+p)$ ) were fixed to 0.70 and as a function of the binder/(binder+plasticizer) weight ratio ( $b/(b+p)$ ), where the alumina/(alumina+organic) weight ratio were fixed to 0.870.

관점에서 PVP를 결합제로 TEG를 가소제로 사용한 알루미나 테이프의 입체형상 제조를 위한 최적 조성은  $a/(a+o)=0.870$ 과  $b/(b+p)=0.70$ 이었다.

Fig. 1은  $b/(b+p)$ 를 0.70으로 고정시키고 테이프 내 알루미나 함량비를 변화시켰을 때 테이프의 인장강도 변화와  $a/(a+o)$ 를 0.870으로 고정시키고  $b/(b+p)$ 의 변화에 따른 인장강도를 함께 나타낸 것이다. 알루미나 함량에 따른 인장강도 보다는 결합제의 양에 따른 인장강도의 변화가 훨씬 더 크게 나타났는데 이는 알루미나 테이프의 인장강도는 알루미나의 함량 증가에 따른 입자들 사이의 거리 변화보다는 입자들 사이의 공간을 채우는 결합제의 량이 인장강도에 더 큰 영향을 줌을 알 수 있다. Descamps 등<sup>19)</sup>도 가소제량을 고정하고 결합제량을 증가시키면 테이프의 강도가 증진된다고 보고하였고 이는 본 실험의 결과와 일치하고 있음을 알 수 있다.

알루미나 테이프로 세라믹 인공치관을 제조하는데 있어서 가장 중요한 점은 테이프의 소결 후 소결체가 삭제된 치아와 정확히 일치해야 한다는 것이다. 이를 위해 석고치아 모델에 테이프가 치아 형태에 따라 완전 밀착되어 치아 모양과 크기가 일치하도록 성형하고 소결시 수축을 최소화 해야 한다. Biggers 등<sup>20)</sup>에 의하면 열간 가압은 세라믹 테이프 내의 거대 기공을 제거하고 알루미나 입자들의 균일성을 증진시켜 수축률을 감소시킬 수 있다고 보고하였다. 실제로 비수계 세라믹 테이프의 경우 압력 변화를 0 MPa에서 15

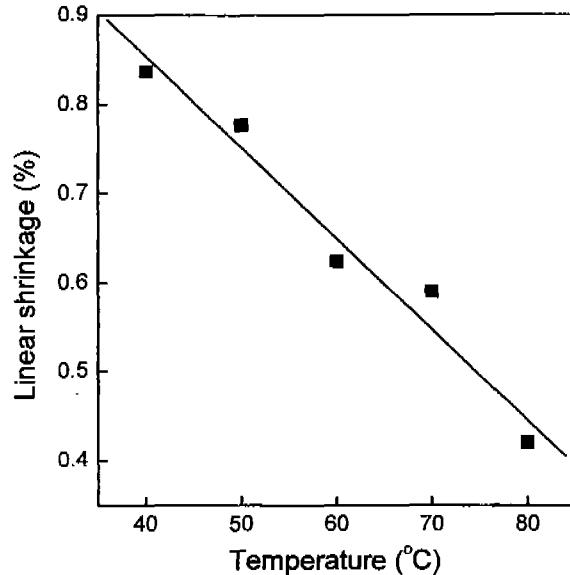


Fig. 2. Linear shrinkage of alumina tapes as a function of isostatic pressing temperatures after sintering at 1120°C for 2 h. The tape, whose composition was  $a/(a+o)=0.870$  and  $b/(b+p)=0.70$ , was isostatically pressed at 15 MPa for 10 min. prior to the sintering.

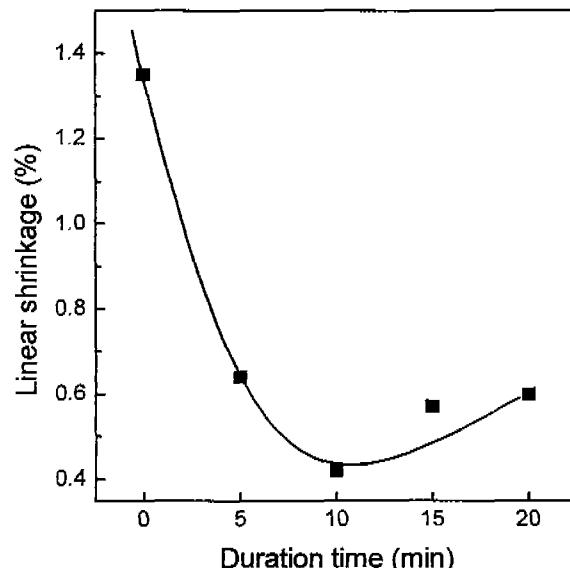


Fig. 3. Linear shrinkage of alumina tapes as a function of isostatic holding time after sintering at 1120°C for 2 h. The tape, whose composition was  $a/(a+o)=0.870$  and  $b/(b+p)=0.70$ , was isostatically pressed at 80°C, 15 MPa prior to the sintering.

MPa로 증가시킴에 따라 소결 수축률이 0.74%에서 0.39%로 감소하였다.<sup>21)</sup> Figs. 2, 3, 4에 각각 열간 정수압시 온도, 가압시간, 압력에 따른 1120°C 소결시 수축률의 변화를 나타내었다. Fig. 2에서 열간 가압 온도가 높아질수록 수축률

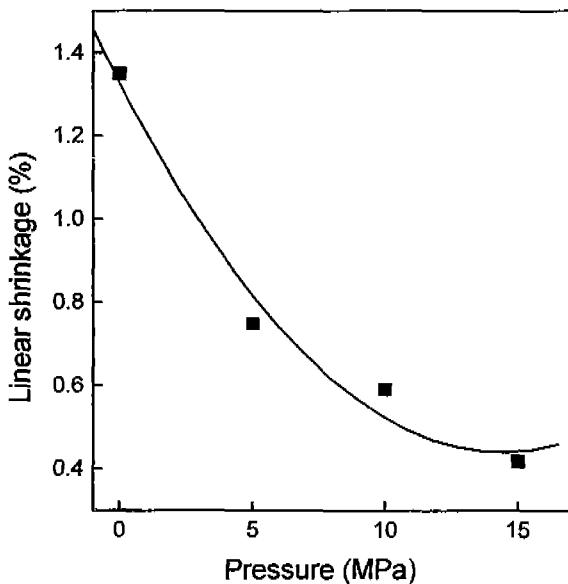


Fig. 4. Linear shrinkage of alumina tapes as a function of isostatic pressure after sintering at 1120°C for 2 h. The tape, whose composition was  $a/(a+o)=0.870$  and  $b/(b+p)=0.70$ , was isostatically pressed at 80°C for 10 min. prior to the sintering.

은 감소하는데 이는 온도가 높을수록 압력을 가했을 때 유기물들의 유동에 의한 알루미나 입자의 재배열이 쉽게 이루어져 분밀 충전도가 향상되기 때문인 것으로 사료된다. Fig. 3에 알루미나 테이프를 80°C, 15 MPa 조건에 유지시켰을 때 유지시간에 따른 수축률의 변화를 나타내었다. 유지시간이 10분까지는 수축률이 감소하다가 그 이상에서는 수축률이 약간 증가하는 경향을 보인다. 이는 10분까지는 알루미나 분말의 재배열에 따라 충전율이 높아지나 그 이상에서는 결합제나 가소제의 열팽창에 의해 알루미나 입자 간격이 커지기 때문에<sup>7)</sup> 충전률이 낮아져 수축률이 커지는 것으로 보인다. Fig. 4의 80°C에서 10분 동안 압력을 변화시킨 후 측정한 알루미나 테이프의 수축률 변화는 초기 압력에서 수축률이 급격히 떨어지다 15 MPa 이상에서는 압력이 증가해도 수축률은 크게 감소하지 않는다. 이는 낮은 압력에서는 압력의 증가에 따라 알루미나 입자 간격이 줄어드나 높은 압력에서는 입자 간격이 테이프 내 존재하는 유기물량에 의해 결정됨으로 입자간격의 추가 감소가 어려워지기 때문으로 사료된다.

Fig. 5는 80°C, 15 MPa, 10분의 열간 정수압 성형 조건에서  $b/(b+p)$ 가 0.70일 때 알루미나의 함량비에 따른 소결 수축률과  $a/(a+o)$ 가 0.870일 때 결합제 량에 따른 소결 수축률을 함께 나타낸 것이다.  $a/(a+o)$ 가 0.860 이하에서는 0.7%의 수축률을 보였으나 0.865로 증가함에 따라 0.42%로 급격히 감소한 후 그 이상의 조성 범위에서는 수축률의 큰 변화 없이 일정하게 유지되고 있다. 이러한 변화는 이 조성

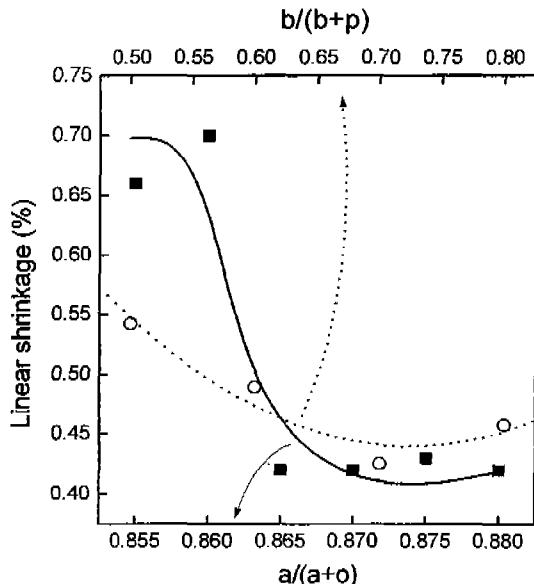


Fig. 5. Linear shrinkage of alumina tapes as a function of the alumina/(alumina+organic) weight ratio ( $a/(a+o)$ ), where the binder/(binder+plasticizer) weight ratio ( $b/(b+p)$ ) were fixed to 0.70 and as a function of the binder/(binder+plasticizer) weight ratio ( $b/(b+p)$ ), where the alumina/(alumina+organic) weight ratio were fixed to 0.870.

에서부터 결합제량이 또는 알루미나 입자들과 결합하기에 부족하여 알루미나 함량이 많아져도 입자간 거리가 변하지 않기 때문이다.<sup>9)</sup>  $b/(b+p)$ 는  $a/(a+o)$ 에 비해 수축률의 변화에 크게 영향을 미치지 않는데 이는  $a/(a+o)$  값이 고정되어 있어 알루미나 함량은 일정하기 때문이다. 그럼에도 불구하고 결합제량이  $b/(b+p)$ 의 비로 0.70으로 높아지면 수축률은 감소하다가 더 이상 증가는 약간의 수축률의 증가를 가져왔다. 이는 0.70 이상으로 첨가된 결합제는 알루미나 입자의 충전률에 기여하지 못하고 오히려 간격을 높이는 결과를 가져오기 때문이다. Fig. 5의 결과는 유기물내 결합제량보다는 알루미나의 함량비에 의한 입자간의 간격변화가 알루미나 테이프의 소결 수축에 더 영향을 주는 주요한 인자임을 알 수 있다.

Fig. 6은  $b/(b+p)$ 가 0.70일 때 알루미나의 함량비에 따른 상대밀도와  $a/(a+o)$ 가 0.870일 때 결합제량에 따른 상대밀도를 함께 나타낸 것이다. Fig. 5의 소결 수축률과는 정반대의 경향을 보이는데 이는 앞서 언급한 바와 같이  $a/(a+o)$ 와  $b/(b+p)$  비가 알루미나 입자 간격에 미치는 영향 때문이다.

Fig. 7은 세라믹 테이프의 소결체에 유리를 침투시킨 복합체의 이축 굴곡강도를  $a/(a+o)$ 의 함수로 나타낸 것이다. 조성에 따라 복합체의 평균강도는 368 MPa에서 419 MPa 까지의 분포를 나타내며  $a/(a+o)$ 가 증가할수록 강도가 증가하여  $a/(a+o)$ 가 0.870에서 최대값 419 MPa를 나타내었다. 이러한 복합체의 강도 변화는 Fig. 6의 알루미나 상대밀도

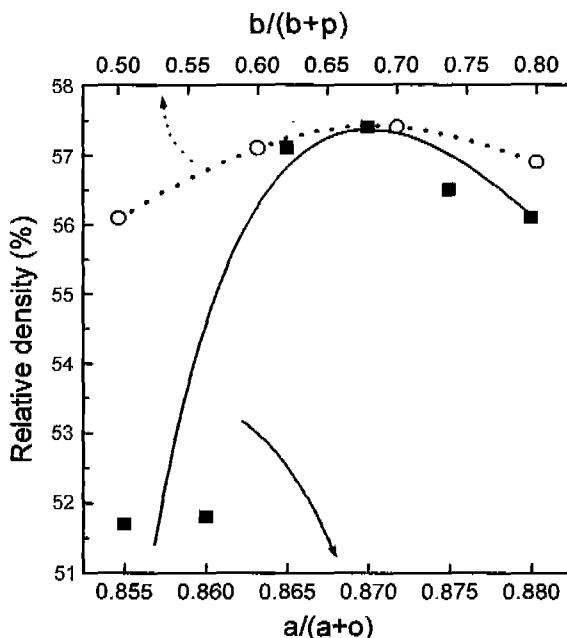


Fig. 6. Relative density of alumina tapes as a function of the alumina/(alumina+organic) weight ratio ( $a/(a+o)$ ), where the binder/(binder+plasticizer) weight ratio ( $b/(b+p)$ ) were fixed to 0.70 and as a function of the binder/(binder+plasticizer) weight ration ( $b/(b+p)$ ), where the alumina/(alumina+organic) weight ratio were fixed to 0.870.

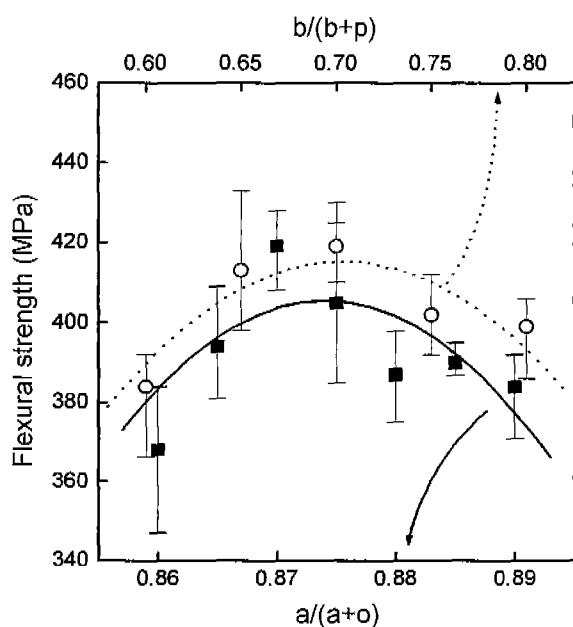


Fig. 7. Flexural strength of alumina tapes as a function of the alumina/(alumina+organic) weight ratio ( $a/(a+o)$ ), where the binder/(binder+plasticizer) weight ratio ( $b/(b+p)$ ) were fixed to 0.70 and as a function of the binder/(binder+plasticizer) weight ration ( $b/(b+p)$ ), where the alumina/(alumina+organic) weight ratio were fixed to 0.870.

변화와 유사하나 정확하게 일치하지 않는 것은 복합체의 강도는 알루미나 입자간 거리에 반비례하며<sup>21)</sup> 입자간 거리는  $4r(1-\phi)/3\phi$  식<sup>22)</sup>으로 계산되기 때문이다. 여기서  $r$ 은 입자의 반경이고  $\phi$ 는 알루미나의 충전밀도이다. 즉, 상기 식에서 밀도가 커지면 입자간 거리는 줄어들지만 그것이 직선적으로 일어나지 않기 때문에 Figs. 6과 7의 경향이 정확히 일치하지 않는 것이다.

#### 4. 결 론

세라믹 인공치관 제조를 위해 PVP를 결합제로 TEG를 가소제로 사용한 알루미나 테이프의 최적조성은 소결 수축률과 상대밀도가 각각 0.42%, 57.3%인  $a/(a+o)=0.870$ 과  $b/(b+p)=0.70$ 이었다. 알루미나 테이프의 인장강도에 가장 큰 영향을 미치는 것은 결합제의 양이었는데 테이프의 제조가 가능한 범위에서 최고 340 kPa의 인장강도 값을 나타냈다. 입자간 거리와 충전밀도에 의해 영향을 받는 알루미나-유리 복합체의 강도도 이 조성에서 가장 높은 419 MPa을 나타내었다. 소결 수축을 최소화하고 복잡한 형상의 성형시 치아 모델에 테이프가 완전 밀착되기 위한 열간 정수압의 조건은 15 MPa, 80°C, 10분이었는데 이중 가장 큰 영향을 미치는 조건은 압력에 의한 것이었다.

#### 감사의 글

본 연구는 보건복지부 선도기술개발사업(98-PJ7-PG4-2-0016)의 지원으로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

#### REFERENCES

- R. E. Mistler, "Tape Casting: The Basic Process for Meeting the Needs of the Eletronics Industry," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **69**(6), 1022-1026 (1990).
- D. Hotza and P. Greil, "Review: Aqueous Tape Casting of Ceramic Powders," *Mat. Sci. and Eng. A*, **202**, 206-217 (1995).
- Z. Yuping, J. Donglian and P. Greil, "Tape Casting of Aqueous  $Al_2O_3$  Slurries," *J. Eur. Ceram. Soc.*, **20**, 1691-1697 (2000).
- R. Greenwood, E. Roncari and C. Galassi, "Preparation of Concentrated Aqueous Alumina Suspensions for Tape Casting," *J. Eur. Ceram. Soc.*, **17**, 1393-1401 (1997).
- C. Pagnoux, T. Chartier, M. de F. Granja, F. Doreau, J. M. Ferreira and J. F. Baumard, "Aqueous Suspensions for Tape-casting Based on Acrylic Binders," *J. Eur. Ceram. Soc.*, **18**, 241-247 (1998).
- R. Moreno, "The Role of Slip Additives in Tape-casting Technology: Part I - Solvents and Dispersants," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **71**(10), 1521-1531 (1992).
- R. Moreno, "The Role of Slip Additives in Tape-casting

- Technology: Part II - Binders and Plasticizers," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **71**(11), 1647-1657 (1992).
8. R. R. Landham, P. Nahass, D. K. Leung, M. Ungureit, W. E. Rhine, H. K. Bowen and P. D. Calvert, "Potential Use of Polymerizable Solvents and Dispersants for Tape Casting of Ceramics," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **66**(10), 1513-1516 (1987).
  9. M-H. Lee, D-J. Kim, D-Y. Lee, J-H. Lee and C-E. Kim, "Mechanical Properties of Alumina-glass Dental Composites Prepared from Aqueous-based Tape Casting," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **36**(10), 1123-1131 (1999).
  10. 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. (appl. Biomater.)*, **53**, 314-319 (2000).
  11. D. J. Shanefield, Organic Additives and Ceramic Processing, 2nd Ed., pp. 255-279 Kluwer Academic Publishers, Boston, 1999.
  12. M. Zheng, M. Gu, Y. Jin and G. Jin, "Preparation, Structure and Properties of TiO<sub>2</sub>-PVP Hybrid Films," *Mat. Sci. and Eng. B*, **77**, 55-59 (2000).
  13. M. J. Reddy, T. Sreekanth, M. Chandrashekhar and U. V. Subba Rao, "Ion Transport and Electrochemical Cell Characteristic Studies of a New (PVP+NaNO<sub>3</sub>) Polymer Electrolyte System," *J. Mater. Sci.*, **35**, 2841-2845 (2000).
  14. X. Tan, S. Liu and K. Li, "Preparation and Characterization of Inorganig Hollow Fiber Membranes," *J. Memb. Sci.*, **188**, 87-95 (2001).
  15. F. Kiekens, R. Zelko and J. P. Remon, "Effect of the Storage Conditions on the Tensile Strength of Tablets in Relation to the Enthalpy Relaxation of the Binder," *Pharmaceutical Research*, **17**(4), 490-493 (2000).
  16. M. V. Risbud and S. V. Bhat, "Properties of Polyvinyl Pyrrolidone/β-chitosan Hydrogel Membranes and Their Biocompatibility Evaluation by Haemorheological method," *J. Mat. Sci.: Mat. in Med.*, **12**, 75-79 (2001).
  17. H. Hornberger, Strength Microstructure Relationship in A Dental Alumina Glass Composites, Ph. D. Thesis, University of Birmingham, Birmingham, 1995.
  18. Standard Test-Method for Biaxial Flexure Strength (Modulus of Rupture) of Ceramic Substrates, ASTM Designation F 394-78, 1996. Annual book of ASTM Standards Vol. 15.02, Sect 15, pp. 446-450. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA.
  19. M. Descamps, G. Ringuet, D. Leger and B. Thierry, "Tape-Casting: Relationship Between Organic Constituents and the Physical and Mechanical Properties of Tapes," *J. Eur. Ceram. Soc.*, **15**, 357-362 (1995).
  20. J. V. Biggers, T. R. Shrout and W. A. Schulze, "Densification of PZT Cast Tape by Pressing," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **58**(5), 516-521 (1979).
  21. D-J. Kim, M-H. Lee and C-E. Kim, "Mechanical Properties of Tape Cast Alumina-glass Dental Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **82**(11), 3167-3172 (1999).
  22. R. L. Fullman, "Measurement of Particle Size in Opaque Bodies," *Trans AIME*, **197**, 447-452 (1953).