

SPS와 HP에 의한 Hydroxyapatite 와 Zirconia 경사기능재료의 제조
(Fabrication of FGM of Hydroxyapatite and Zirconia by
Spark Plasma Sintering and Hot Pressing)

오동환, 전찬우, 김성진, 조정식, 오명훈, 이상우, 노재승, 이준희+
금오공과대학교 · 신소재시스템공학부
+동아대학교 공과대학 금속공학과

1. 서론

생체 조직과 친화성을 가지며 기계적 물성이 뛰어난 bioceramics를 개발하기 위하여 hydroxyapatite(HAp)와 zirconia의 경사기능재료(FGM)를 spark plasma sintering(SPS)장비로 소결하여 물성을 측정하고, Hot press(HP)소결과 비교하였다.

HAp와 3mol% Ytria partially stabilized zirconia 미분말을 30:70/ 50:50/70:30의 조성비로 충전하여 SPS 및 HP 장치로 FGM을 제조하였다. 또한, 본 연구는 HAp의 ball milling 처리가 소결특성에 미치는 영향을 조사하였고, 두 소결법에 따른 특성을 비교함에 있어, HAp의 분해를 줄이고 zirconia의 첨가에 의한 기계적 성질 개선 정도를 비교하기 위하여, XRD, biaxial strength 등 측정하여, 인공뼈로서 대체 가능한가를 예측하고자 하였다

2. 실험방법

HAp(Alfa Aesar, USA) 와 지르코니아를 사용하여 FGM으로 제조하였으며, 사용된 HAp 원료 분말의 크기는 1~10 μ m이고 칼슘 함유량은 34~40%이었다. 또한, 지르코니아는 3mol% Ytria 부분 안정화 지르코니아로서 분말 크기는 0.3~0.8 μ m를 사용하였다.

HAp 분말의 전처리 과정은 5시간 또는 24시간 에탄올을 media 로 습식 볼밀링을 행하고, HAp와 Zirconia의 혼합 또한 에탄올을 media로한 습식 볼밀로 1시간 동안 실시하였으며, 이들 분말은 건조한 후 3층으로 적층하여 FGM을 제조하였다.

SPS 와 비교 데이터로 Hot pressing 장치를 이용하였고, 밀도는 Archimedes 법으로 측정하였고, 이론밀도는 rule of mixtures에 따라 계산하였으며, 소결 시편의 결정상은 시편을 미분쇄하여 Co K α 선을 이용한 X-ray diffraction(XRD)을 사용하였다. 미세구조는 SEM으로 관찰하였고, Ca profile은 EDX를 이용하였다.

3. 실험결과

- 1) 인가압력이 10MPa인 경우에 1200 $^{\circ}$ C에서 100%의 최대밀도를 얻을 수 있었으며 인가압력이 5MPa인 경우에는 최대밀도는 유지온도인 1300 $^{\circ}$ C에서 얻을 수 있었다.
- 2) SPS에 의한 HAp-ZrO₂층상시편의 XRD패턴을 비교한 결과 α -TCP상은 1300 $^{\circ}$ C 이상에서 나타났다.
- 3) 소결 온도가 그다지 높지 않았음에도 (1000 $^{\circ}$ C 이상) tetragonal-ZrO₂에서 cubic-ZrO₂로의 전이가 발생했다. 소결하는 동안 지르코니아 입자가 스파크 플라즈마 현상에 의해 활성화되어 HP에 비해 쉬운 상전이를 유발했을 것으로 예상된다.
- 4) 파괴강도는 10MPa의 인가 압력 하에서 유지온도의 증가에 따라 감소되는 것을 알 수 있었다.