

수종의 방법으로 임프란트 표면 처치후 표면의 형태 및 성분 변화 분석에 관한 연구

김선봉 · 임성빈 · 정진형

단국대학교 치과대학 치주과학교실

I. 서론

부분 혹은 완전 무치악 환자에서 치아를 대체하는 임프란트의 장기적인 우수성은 이미 여러 연구에서 보고되어 왔고, 높은 임상적 성공률과 예측 가능성은 저작력의 회복뿐만 아니라 심미적, 발음적 능력의 증진에 큰 역할을 담당하고 있다^[1-10]. 이러한 임프란트 시술이 성공하기 위해서는 임프란트와 치조골 사이에 연조직의 개재 없이 골유착(osseointegration)이 이루어져야 하는데^[11, 12], 이러한 골유착의 과정은 임프란트의 표면 타이타늄과 결합된 산소에 의해 형성된 산화막이 생체내 분자와 결합하고 결과적으로 골과 결합하게 되는 일련의 과정으로 설명되어 진다.

하지만, 이미 골유착이 이루어진 임프란트의 경우에도 자연치와 마찬가지로 수직적인 골의 흡수를 동반하는 임프란트 주위염이 발생할 수 있으며^[13], 이렇게 세균감염 또는 교합적 과부하에 의해 발생되어지는 임프란트 주위염으로 인해^[14-21] 매식체 표면이 노출되는 경우, 매식체 표면의 산소 반응이 증가하여 안정화된 산화막에 결함이 생기게 되고, 이에 따른 무기이온의 흡착과 타이타늄의 용해가 일어나게 되어^[22], 골유착이 일어날 수 있는 초기 임프란트 표면과는 다르게 된다.

골 소실을 동반한 임프란트 주위염의 결손부는 스스로 치유되지 않으므로 임프란트와 골과의 유착을

위한 외과적 시술이 시행되어져야 하며, 이는 주로 조직 유도 재생술을 통해 이루어진다^[23-27]. 조직유도 재생술을 이용한 임프란트와 골과의 유착을 도모하기 위한 과정 중 유기물과 무기물로 오염된 임프란트의 표면을 세척 및 해독하는 과정은 성공적인 시술을 위해 매우 중요하다. 기계적, 화학적인 방법을 포함하는 이러한 과정에서는 사용되는 재료로 air-powder abrasive, citric acid, 1% chloramine T solution, tetracycline HCl, chlorohexidine, plastic instrument, distilled water, laser 등이 보고되고 있다.

Barnes 등^[28]과 Dennison 등^[29]은 공기·분말 연마에 의한 stain, plaque, endotoxin 등의 제거에 대한 효과에 대해 보고하였으며, Zablotsky 등^[30, 31]은 pH 1 구연산을 HA 임프란트 표면에 처리할 경우 coating의 변화 없이 효과적인 detoxification이 이루어짐을 관찰하였다.

Mouhyi 등^[30]은 실패한 임프란트의 오염된 표면을 6가지의 화학적, 물리적 방법으로 세척한 후 XPS와 SEM을 통해 표면을 분석한 결과, 구연산으로 30초간 처리하고 종류수로 5분간 세척한 경우에 초기 임프란트의 표면 성분 요소와 가장 유사하다고 하였고, Olefjord 등^[22]은 XPS 분석에 있어 공기중에 노출되는 시간이 매우 중요하며 이는 탄소흡착에 기인한다고 하였다.

임프란트는 염증에 대한 구조적 취약성과 관리의

어려움으로 인해 자연치보다 염증의 발생 가능성이 높으며, 이러한 임프란트 주위 염으로 인해 내식체는 표면성분의 변화가 초래된다. 이러한 변화는 앞서 언급된 세척과 해독과정을 거치더라도 초기의 임프란트의 표면성분과 동일하게 되지는 않는다. 본 연구의 목적은 rough surface implant에 최근 이용 가능한 공기-분말 연마와 구연산, 테트라사이클린을 적용한 후 X선 광전자 분석법을 이용한 표면성분의 차이와 주사전자 현미경을 이용한 표면형태의 변화를 관찰하여 임프란트 주위 염 치료 시 임상적 지표를 얻기 위하여 시행하였다.

II. 연구자료 및 방법

1. 연구자료

1) 실험 모형

직경 10mm, 높이 2mm의 titanium 원통형 모델을 산부식과 sandblasting과정을 통해 rough pure titanium implant와 동일한 표면형태를 갖도록 주문 제작(Neoplant, NEOBIOTECH, KOREA)하였다(Figure 1).

2) 공기-분말 연마기

Micropropphy™(Danville Engineering, Inc., USA)를 55psi 압력 하에서 중류수와 분말(sodium bicarbonate, sodium laurel, etc)을 2:1로 혼합한 후 10mm 거리에서 분사하여 사용하였다(Figure 3).

3) 구연산 용액(pH 1)

실온 상태에서 anhydrous citric acid를 포화 상태

가 될 때까지 용해시킨 후 pH-meter로 측정한 후 No. 1 Whatman filter에 통과시켜 pH 1 용액을 제작하였다.

4) 테트라사이클린

시판중인 테트라사이클린(영풍 독시사이클린, 영풍제약) 100mg 캡슐을 고무 대포 디쉬에 개봉하여 중류수와 적정량 혼합하여 사용하였다(Figure 2).

2. 연구방법

1) 대조군 및 실험군

7개의 모형 중 아무 처리도 하지 않은 군을 대조군으로 하였으며, 개봉후 장시간 공기중에 방치된 모형을 실험1군, Micropropphy™를 이용한 공기-분말 연마를 1분간 처리한 군을 실험2군, 구연산을 cotton pellet으로 1분, 3분 처리한 모형을 각각 실험 3, 4군으로 하였고, 중류수와 혼합된 테트라사이클린 분말을 cotton pellet으로 1분, 3분 처리한 모형을 각각 5, 6군으로 하였다. 실험 2, 3, 4, 5, 6군은 처리후 중류수로 1분간 세척한 후 관찰하였다(Table 1).

2) XPS study

X선 광전자 분석기(X-ray Photoelectron Spectroscopy, ESCALAB 220I-XL, VG Scientific instrument, England)를 이용하여 표면 처리된 각각의 실험모형을 임의적으로 최소 $12 \times 12 \mu\text{m}$ 의 범위에서 표면 원소 성분의 스펙트럼과 그에 따른 표면 조성을 얻었다. 표면 조성은 atomic %로 계산되었으며, 오차범위는 각각의 수치에 대해 ± 1.0 의 범위에

Table 1. Treatment methods of control and test groups

Group	Treatment
Control	Unused
Test 1	Long time room air
Test 2	Test 1 + Air-powder abrasive 1min + Distilled water 1min
Test 3	Test 1 + Citric acid 1min + Distilled water 1min
Test 4	Test 1 + Citric acid 3min + Distilled water 1min
Test 5	Test 1 + Tetracycline 1min + Distilled water 1min
Test 6	Test 1 + Tetracycline 3min + Distilled water 1min

서 분석되었다(Figure 5).

3) SEM study

주사전자 현미경(Scanning Electron Microscope, JEOL, JSM 5200, JAPAN)을 이용하여 실험모형의 중심 직경 3mm 이내의 범위를 5명의 관찰자가 관찰한 후 대조군과 비교하여 변화가 없다고 판단되면 0 그리고 변화가 있다고 판단되면 1로 표시하여 변화의 여부를 측정하였다(Figure 4).

III. 연구결과

1) 표면 원소의 정량 분석

X-선 광전자 분석기에서 분석된 원소들은 모든 시편에서 각각 Ti, O, C, N만 검출되었으며, 분석전에 바로 개봉하여 아무 처리도 하지 않은 대조군에서 원소의 조성비는 각각 20.1, 50.9, 27.8, 1.2 atomic %였다. Ti, O는 실험군 모두에서 대조군에 비해 감소하였고, C는 실험군 모두에서 대조군에 비해 증가하였다. 구연산을 1분 처리하고 중류수로 1분간 세척

한 실험3군에서 Ti, O, C의 비율은 각각 18.3, 49.2, 32.5 atomic %로 대조군과 가장 유사한 결과를 얻었다(Table 1). Ti의 비율은 아무 처리도 하지 않고 방치한 실험 1군과 실험 2군, 4군, 5군, 6군간에는 차이가 없게 나타났으며, Micropropoly™를 사용한 실험 2군은 테트라사이클린을 사용한 실험 5군, 6군에 비해 다소 적게 나타났다(오차범위 ±1.0).

2) 표면 형태 변화 분석

대조군과 모든 실험군에서 벌집모양의 다소 불규칙한 격자모양이 관찰되었으며, 산부식이나 기계적인 연마에 의한 마모는 실험군의 모든 표면에서 관찰할 수 없었다. 단지 구연산으로 1분 처리한 실험3군에서는 모든 격자가 다소 부드럽게 연결되는 느낌이 있었으나 다른 군들에 비해 크게 두드러지지는 않았고, 그 이외의 어떠한 특이한 소견도 관찰되지 않았다(Figure 13~19). 또한 객관성을 기하기 위해 5명의 치주과 전공의가 각각의 실험군을 대조군과 비교해서 표면 형태의 변화가 있는지를 측정하였을 때에도 모든 관찰자가 변화가 없는 것으로 판단하였다(Table 2).

Table 2. Results from XPS-analysis of control and experimental model surfaces(오차범위 ±1.0 Atomic %)

Treatment	Elements in atomic %			
	Ti	O	C	N
Control	20.1	50.9	27.8	1.2
Test 1	11.2	38.5	49.0	1.3
Test 2	10.3	43.6	44.4	1.7
Test 3	18.3	49.2	32.5	0
Test 4	11.3	38.4	49.1	1.2
Test 5	11.9	37.3	50.8	0
Test 6	11.5	36.7	51.8	0

Table 3. Visual differences of the titanium model surface alteration between control group and test groups

	Test 1	Test 2	Test 3	Test 4	Test 5	Test 6
Observer1	0	0	0	0	0	0
Observer2	0	0	0	0	0	0
Observer3	0	0	0	0	0	0
Observer4	0	0	0	0	0	0
Observer5	0	0	0	0	0	0
Total	0	0	0	0	0	0

IV. 총괄 및 고찰

지난 수십년 동안 수많은 연구논문은 골유착된 임프란트가 무치악 부위를 고정성 보철물로 지지할 수 있으며, 특히 치주질환으로 인하여 상실된 치아의 대체를 위해 가능한 치료임을 보여주고 있다. 하지만 이전에 치주질환의 경험을 가지고 있으며, 더욱이 치주질환으로 인한 발치를 경험한 환자들은 치주질환 발생의 위험요소가 높은 수준에 있음을 고려하지 않을 수 없다.³²⁾ 결국, 그러한 환자들은 많은 장점을 가지고 있는 임프란트 치료를 받았음에도 불구하고 치주조직의 상실과 더불어 임프란트 주위염에 이환될 가능성이 높다는 것을 간과해서는 안된다. 이러한 이유로 임프란트 주위염의 치료를 위한 연구가 주목을 받기 시작하였으며, 골과 임프란트를 ‘재유착’ 시키는 것이 그 목적이다.

임프란트 주위염은 결과적으로 임프란트 표면을 구강내로 노출시키게 되며, 따라서 임프란트 표면은 수많은 세균과 무기 이온으로 오염(contamination) 되기 시작한다. 오염된 표면의 세척과 해독(decontamination)이 임프란트-골의 재유착을 위한 중요한 과정으로 인지되며, 본 연구에서 사용된 공기-분말 연마와 구연산이 현재까지 가장 효과적인 방법으로 보고되고 있다.²⁹⁻³¹⁾ 하지만 초기 표면 성분과 동일하게 되지 않는다는 측면에서 다양한 방법적 연구가 요구되는 실정이다.

뛰어난 생체적합성을 가진 금속이라는 측면에서 타이타늄은 가장 많이 사용되는 임프란트 재료이다. 타이타늄은 반응성이 높은 금속임에도 불구하고 표면에 산화막이 형성되면서 부동태화(passivation)되기 때문에 생체내에서 중독(poisoning)의 효과가 매우 낮다.^{22,33-35)} 초기 금속 산화막의 표면에너지는 매우 높으며,^{36,37)} 이러한 특성은 생체내 분자들의 흡착을 야기하고, 결과적으로 세포의 부착을 증진시키는 역할을 한다. 임프란트와 골의 부착은 다양한 화학적 결합에 의해 이루어지는데 예를 들면 TiO₂와 ground substance층에 존재하는 당단백 수산화기(-OH) 사이에 수소결합이 있다. 매우 얇은 오염층이

있어도 이러한 결합이 방해받을 수 있으며 표면에너지도 감소하게 된다.²²⁾

임프란트 주위염 뿐만 아니라 초기 임프란트의 취급과정 동안 임프란트 표면은 공기중에 오염된다. 유기물의 오염뿐 아니라, 특히 무기이온의 오염은 임프란트의 생체적합성을 위협하는 요소로 작용하여 산화반응(O₂ + 2H₂O + 4e⁻ → 4OH)을 촉진하며 궁극적으로 타이타늄의 용해(Ti → Ti⁴⁺ + 4e⁻)를 가속화시킨다. 결과적으로 타이타늄 표면 산화막에 대한 무기이온의 흡착은 산화막의 결합을 증가시킬 수 있으며 그에 따른 금속의 용해도 증가로 골유착의 빈도가 감소하게 된다.

임프란트 표면성분의 분석을 위해 XPS(X-ray Photoelectron Scopy)를 사용한 몇몇 연구가 보고되고 있다.^{22,38,39)} XPS는 X-선을 이용한 광전자 분석법으로 시료의 표면에 특성 X-선을 입사하여 방출되는 광전자의 결합에너지를 측정함으로써 시료 표면층의 조성 및 화학적 결합상태를 알아낼 수 있다. XPS spectrum에서 가로축은 원소의 결합에너지를 eV 단위로 표시하고 있고 세로축은 방출되는 원소의 수(CPS; count/sec)를 나타낸다. 임프란트 각 원소의 결합에너지는 항상 일정한 수치로 나타나는데 이를 통해서 임프란트 표면에 형성된 산화막의 성분을 검출할 수 있으며, 전산화 과정을 통해 각 peak의 면적을 계산하여 성분 원소의 농도를 구할 수 있다.

Lausmaa 등^{40,41)}은 타이타늄 산화막의 주된 조성은 TiO₂이고 오염원으로 산소, 탄소, 질소등의 원소로 구성된다고 하였다. 또한 무기원소 오염물로 적은 양의 Na, Cl, Si, Ca, P등이 있지만 Hallie 등³⁸⁾은 타이타늄 임프란트에서 그러한 원소는 검출되지 않았다고 보고하였다. 본 연구에서도 표면성분 분석시 타이타늄, 산소, 탄소, 질소가 검출되었으며, 다른 원소는 발견할 수 없었다.

XPS spectrum에서 Ti(Ti_{2p}), O(O_{1s}), C(C_{1s})는 각각 459, 531, 285eV의 결합에너지를 갖고 있는 상태로 확인할 수 있었으며 이는 Hansson²²⁾이나 Hallie 등³⁸⁾에 의한 연구에서 나타나는 값과 유사하다. N은 401eV에서 발견할 수 있었으나 각 처리군간의 유효한 차이를 관찰할 수 없었기에 결론에서 고려하지는

않았다. 실제로 Lausmaa 등⁴²⁾과 Ong⁴³⁾ 등은 XPS spectum에서 무기질소의 증가를 관찰하였으나 기원은 알지 못하였다고 하였다.

표면의 타이타늄 수치는 사용하지 않은 대조군의 경우 20.1 atomic%로 Mouhyi 등³⁹⁾의 연구에서 사용된 Bränemark 임프란트(16.1%)에 비해 다소 높게 나타났으나 공기중에 노출된 실험1군의 경우 타이타늄의 농도가 급격하게 감소하였다. Olefjord와 Hansson 등²²⁾은 XPS의 분석전 공기와의 접촉시간은 매우 중요한 요소(critical factors)이며, 공기노출시 타이타늄 농도의 감소는 탄소의 흡착에 기인한다고 하였다.

Mouhyi 등³⁹⁾은 공기-분말 연마를 통한 임프란트 표면의 처리시에 표면의 형태변화를 야기할 수 있고, SEM 관찰시 수많은 분말의 입자를 확인할 수 있었으며, XPS 분석시 높은 농도의 Na 수치를 확인하였다고 보고하였다. 하지만 본 연구에서는 그와 같은 결과를 얻을 수 없었다. 이는 Mouhyi 등이 사용한 실패한 임프란트의 표면과 본 실험에서 사용한 무균 처리된 시편과의 초기 거칠기와 성분의 차이에 기인한 결과로 사료된다.

테트라사이클린은 fibronectin에 대한 화학주성인 자이미 밝혀져 있다. Wittrig 와 Zablotsky 등⁴⁹⁾은 HA 코팅된 타이타늄 시편에 약제를 처리한 후 치은과 치주인대 세포의 항온배양실험을 통해 테트라사이클린은 세포의 성장을 증진시키는 점에서는 우수하였으나, 세포의 부착은 구연산이 우수하였다고 보고하였다. 또한 Zablotsky 등³⁰⁾은 테트라사이클린을 HA 코팅된 임프란트에서 코팅의 칼슘-인 비율을 변화시킬 수 있다고 하였다. 하지만 본 실험에서 테트라사이클린으로 처리한 경우 표면의 성분은 공기중에 노출만 시킨 실험1군과 가장 유사하였고, 공기의 오염으로 인한 성분변화 이외에 테트라사이클린 처리를 통한 성분의 변화는 관찰할 수 없었다.

표면의 성분 분석에서 볼 때, 본 연구에서 사용된 어떠한 처리 방법도 사용하지 않은 초기 임프란트의 표면성분과 완전히 동일하게 할 수는 없음을 발견하였다. 하지만 구연산의 1분처리가 초기 임프란트의 표면성분과 가장 동일하게 할 수 있는 처리방법으로

밝혀졌다. Jovanovic 등²⁷⁾은 구연산 처리를 위한 시간으로 30초를 제시하였고, 차폐막을 이용한 골재생을 얻을 수 있었다고 보고하였다. 또한 Zablotsky 등³¹⁾의 연구에서도 pH1 구연산을 임프란트 표면에 30초, 1분, 3분동안 처리한 후 LPS counts/mm²를 비교한 결과 1분간 처리한 시편에서 두드러진 장점을 보였다고 보고하였다.

치주질환과 임프란트 주위염 사이에서 미생물의 군주가 유사하므로 임프란트 표면의 오염원과 독소를 제거한 후에 치료와 회복은 자연치와 유사할 것이라고 가정할 수 있다. 본 연구에서는 제작된 시편을 사용하였기에 유기물에 의한 표면 성분의 변화는 확인할 수 없었다. 이에 실패한 임프란트를 이용한 심화된 연구와 좀 더 많은 처리방법을 다양하게 적용하여 임프란트 표면 처리를 적용할 수 있는 기준이 논의되어야 할 것이라 사료된다.

V. 결론

주사전자 현미경과 X선 광전자 분석기를 이용한 표면조성과 표면형태의 변화를 관찰하기 위해 rough surface titanium model을 제작하고, 대조군과 6개의 실험군으로 구분하여 각각의 실험군을 아무 처리도 하지 않고 방치한 대조군과 공기-분말 연마 1분, 구연산 1분, 구연산 3분, 테트라사이클린 1분, 테트라사이클린 3분동안 각각 처리하고 중류수로 1분간 세척한 후 표면조성과 표면형태의 변화를 관찰하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 주사전자 현미경으로 표면 형태의 변화를 관찰한 결과 모든 실험군이 대조군에 비해 큰 차이를 보이지 않았다(SEM × 750).
2. 표면 성분 분석시 모든 실험군에서 Ti, O는 대조군에 비해 감소하였으며, C는 대조군에 비해 증가하였다.
3. 표면 성분 분석시에 Ti, O, C의 비율은 구연산을 1분동안 처리하고 중류수로 1분 세척한 실험 3군에서 대조군과 가장 유사하였다(오차범위 ± 1.0).
4. 표면 성분 분석시 Ti는 실험 3군을 제외하고 실

험 1군과 각 실험군을 비교할 때 차이가 없었으며, 공기-분말 연마를 시행한 실험 2군은 테트라사이클린을 처리한 군에 비해 낮게 나타났다(오차범위 ±1.0).

이상의 결과로 보아 임프란트 주위염의 치료를 위한 표면 조직의 재생에 필요한 임프란트의 세척과 해독과정에서 공기-분말 연마와 구연산, 테트라사이클린의 처리는 표면형태의 변화를 일으키지 않으며, 특히 구연산으로 1분동안 처리한 경우 표면성분이 초기의 임프란트 표면과 가장 유사한 것으로 미루어 보아 임프란트 주위염 치료시 안전한 방법으로 사용되었다.

VI. 참고문헌

1. Adell R, Lekholm U, Rockler B and Bränemark PI: A 15-year study of osseointegrated implants in the treatment of edentulous jaw. *Int J Oral Surg*, 1981, 10: 387-416.
2. Zarb GA and Schmitt A: The longitudinal clinical effectiveness of osseointegrated dental implants. The Toronto study: part I, surgical results. *J Prosthet Dent*, 1990, 63: 451-457.
3. Ericsson I, Lekholm U, Bränemark PI, Lindhe J, Glantz PO and Nyman S: A clinical evaluation of fixed bridge restorations supported by the combination of tooth and osseointegrated titanium implants. *J Clin Periodontol*, 1986, 13: 307-312.
4. Meffert RM, Langer B and Fritz ME: Dental implant : A review. *J Periodontol*, 1992, 63: 859-870.
5. Babbush CA: Surgical atlas of implant techniques. Philadelphia. WB Saunders Co., 1980.
6. d'Hoedt B and Schulte W: A comparative study of results with various endosseous implant system. *Int J Oral Maxillofac Implants*, 1989, 4: 95-105.
7. Mickinney RV Jr: Endosteal dental implant, Mosby-Year book, 1991.
8. Finger IM and Guerra IR: Prosthetic considerations in reconstructive implantology. *Dent North Am*, 1986, 30: 69-83.
9. Albreksson T, Dahl E and Enbom L: Osseointegrated oral implants. A Swedish multicenter study of 8,139 consecutively inserted Nobelpharma implants. *J Periodontol*, 1988, 59: 287-296.
10. Leckholm U, Ericsson I, Adell R and Slots J: The conditions of the soft tissues at tooth and fixture abutments supporting fixed bridge. A microbiological and histological study. *J Clin Periodontol*, 1986, 13: 558-562.
11. Hobo S, Ichida E and Garcia LT: Osseointegration and occlusal rehabilitation. Quintessence Publishing Co., 1989.
12. Albreksson T, Zarb G, Worthinton P and Eriksson RA: The long-term efficacy of currently used dental implants: A review and prognosis criteria for success. *Int J Oral Maxillofac Implants*, 1986, 1: 11-25
13. Mombelli A, van Oosten MAC, Schürch E and Lang NP: The microbiota associated with successful or failing osseointegrated titanium plants. *Oral Microbiology and Immunology*, 1987, 2: 145-151.
14. Meffert RM, Block MS and Kent JN: What is osseointegration?. *Int J Periodont Rest Dent*, 1987, 7: 9-21.
15. Newman MG and Flemmig TF: Periodontal considerations of implants and implant associated microbiota. *J Dent Educ*, 1988; 52: 737-744.
16. Lekholm U, Adell R, Lindhe J, Bränemark PI, Ericsson B and Rocker B: Marginal tissue reactions at osseointegrated fixtures(II). A cross-sectional retrospective study. *Int J Oral Maxillofac Surg*, 1986, 15: 53-61.
17. Hickey JS, O'Neal RB, Scheidt MJ, Strong SL,

- Turgeon D and Dyke TEV: Microbiologic characterization of ligature-induced peri-implantitis in the microswine model. *J Periodontol*, 1991, 548-553.
18. Lindhe J, Berglundh T, Ericsson I, Liljenberg B and Marinello C: Experimental breakdown of peri-implant and periodontal tissues. *Clin Oral Impl Res*, 1992, 3: 9-16.
19. Lang NP, Bragger U, Walther D, Beamer B and Komman KS: Ligature-induced peri-implant infection in cynomolgus monkey. *Clin Oral Impl Res*, 1993, 4: 2-11.
20. Shou S, Holmstrup P and Keiding NE: Microbiology of ligature-induced marginal inflammation around osseointegrated implants and ankylosed teeth in cynomolgus monkeys(*Macaca fascicularis*). *Clin Oral Impl Res*, 1996, 7: 190-200.
21. Schou S, Holmstrup P, Stolze K, Hjorting-Hansen E and Kornman KS: Ligature-induced marginal inflammation around osseointegrated implants and ankylosed teeth. Clinical and radiographic observations in cynomolgus monkey(*Macaca fascicularis*). *Clin Oral Impl Res*, 1993, 4: 12-22.
22. Ingemar Olefjord, Prof/Stig Hansson and Lic Eng: Surface Analysis of Four Dental Implant Systems. *Int J Oral Maxillofac Implants*, 1993, 8: 32-40.
23. Zablotsky MH, Meffert RM, Caudill R and Evans G: Histological and clinical comparisons of guided tissue regeneration on dehisced hydroxyapatite-coated and titanium implant surfaces: A pilot study. *Int J Oral Maxillofac Implants*, 1991, 6: 294-303.
24. Becker W, Becker BE, Handelman M, Celletti R, Ochsenbein C, Hardwick R and Langer B: Bone formation at dehisced dental implant sites treated with implant augmentation material: A pilot study in dogs. *Int J Periodont Rest Dent*, 1990, 10: 93-101.
25. Dahlin C, Sennerby L, Lekholm U, Lindhe A and Nyman S: Generation of new bone around titanium implants using a membrane technique: An experimental study in rabbits. *Int J Oral Maxillofac Implants*, 1989, 4: 19-25.
26. Nyman S, Lang N, Buser D and Bragger U: Bone regeneration adjacent to titanium dental implants using guided tissue regeneration: A report of two cases. *Int J Oral Maxillofac Implants*, 1990, 5: 9-14.
27. Jovanovic SA, Kenney EB, Carranza FA and Donath K: The regenerative potential of plaque-induced peri-implant bone defects treated by a submerged membrane technique: A experimental study. *Int J Oral Maxillofac Implants*, 1993, 8: 13-18.
28. Barnes CM, Fleming LS and Muennninghoff LA: An SEM evaluation of the in-vivo effects of an air-abrasive system on various implant surfaces. *Int J Oral Maxillofac Implants*, 1991, 6: 463-469.
29. Dennison DK, Huerzeler MB, Quinones C and Caffesse RG: Contaminated implant surfaces: An in vitro comparison of implant surface coating and treatment modalities for decontamination. *J Periodontol*, 1994, 65: 942-948.
30. Zablotsky MH, Diedrich DL and Meffert RM: Detoxification of endotoxin-contaminated titanium and hydroxyapatite-coated surfaces utilizing various Chemotherapeutic and mechanical modalities. *Implant Dent*, 1992, 1: 154-158.
31. Zablotsky MH, Diedrich DL, Meffert RM and Wittig E: The ability of various chemotherapeutic agents to detoxify the endotoxin infected HA-coated implant surface. *Int J Oral Implant*, 1991, 8: 45-51.
32. Grbic JT, Lamster IB, Rommanita SC and Fine JB: Risk indicators for future clinical attachment loss in adult periodontitis. Patient variables. *J peri-*

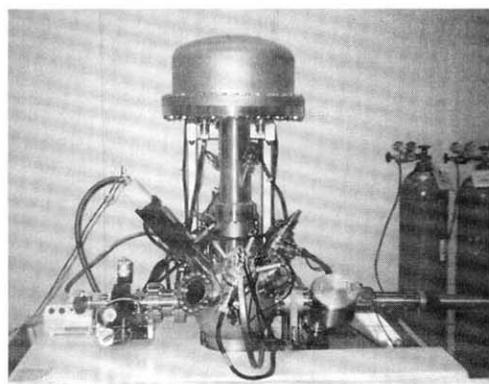
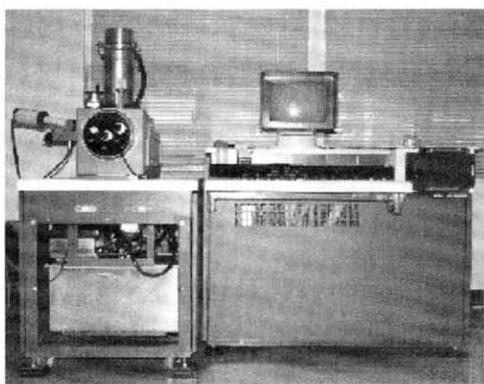
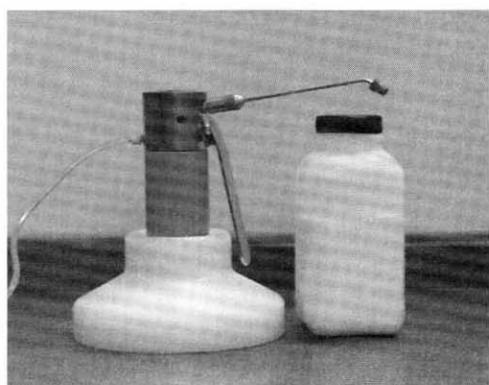
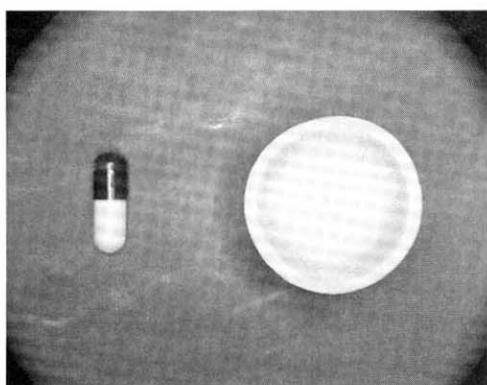
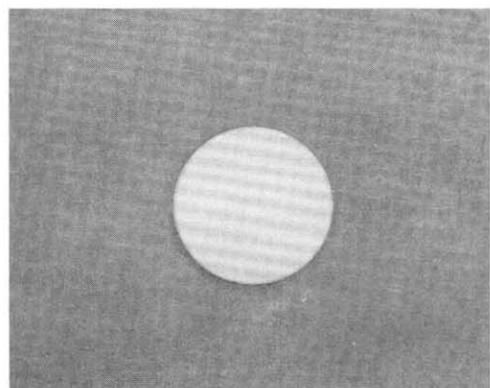
- odontol, 1991, 62: 322-329.
33. Klauber C, Lenz LJ and Henry PJ: Oxide thickness and surface contamination of six endosseous dental implants determined by electron spectroscopy for chemical analysis: A preliminary report. *Int J Oral Maxillofac Implants*, 1990, 5: 264-271.
34. Kasemo B: Biocompatibility of titanium implants: Surface science aspects. *J Prosthet Dent*, 1983, 49: 832-837.
35. Kasemo B and Lausmaa J: Biomaterial and implant surfaces: On the role of cleanliness contamination and preparation procedures. *J Biomed Mater Res: Applied materials*, 1988, 22:145-158.
36. Quirynen M and Bollen CML: The influence of surface roughness and surface-free energy on supra- and subgingival plaque formation in man: A review literature. *J Clin Periodontol*, 1995, 22: 1-14.
37. Quirynen M, Van Der Mei C, Bollen CML, Van Den Bossche LH, Doornbrush GI and van Steenberghe D: The influence of surface-free energy on supragingival plaque microbiology: An in vivo study on implants. *J Periodontol*, 1994, 65: 162-167.
38. Hallie E, Placko, Sourabh Mishra, Jeffery J. Weimer and Linda C. Lucas: Surface Characterization of Titanium-based implant materials. *Int J Oral Maxillofac Implants*, 2000, 15: 355-363.
39. Mouhyi J, Sennerby L, Pireaux JJ, Dourov N, Nammour S and Van Reck J: An XPS and SEM evaluation of six chemical and physical techniques for cleaning of contaminated titanium implants. *Clin Oral Impl Res*, 1998, 9: 185-194.
40. Lausmaa J, Ask M, Rolander U and Kasemo B: Preparation and analysis of Ti and alloyed Ti surfaces used in the evaluation of biological response. *Mater Res Soc Symp Proc*, 1989, 110: 647-653.
41. Lausmaa J, Dasemo B, Rolander U, Bjursten LM, Ericson LE, Rosander K and Thomsen P.: Preparation, surface spectroscopic and electron microscopic characterization of titanium implant materials. In: Ratner BD(ed). *Surface Characterization of Biomaterials*. Amsterdam: Elsevier, 1988, 161-174.
42. Lausmaa J, Kasemo B and Mattson H: Surface spectroscopic characterization of titanium implant materials. *Applied surface science*, 1990, 44: 133-146.
43. Ong JL, Lucas LC, Raikar GN, Connatser R and Gregory JC: Spectroscopic characterization of passivated titanium in a physiologic solution. *Journal of Materials Science. Materials in Medicine*, 1995, 6: 113-119.
44. Baier RE, Meenaghan MA and Hartman LC: Implant surface characteristics and tissue reaction. *J Oral Implantol*, 1988, 13: 594.
45. Meffert RM: The soft tissue interface in dental implantology. *J Dent Ed*, 1988, 52:810.
46. Balshi TJ: Hygiene maintenance procedures for patients treated with the tissue integrated prosthesis(osseointegration). *Quintessence Intern*, 1986, 17: 95-102.
47. Newman MG and Flemmig TF: Periodontal considerations of implants and implant associated microbiota. *Int J Oral Implantol*, 1988, 5: 65-70.
48. Rosenberg ES, Torosian JP and Slots J: Microbial differences in two clinically distinct types of failures of osseointegrated implants. *Clin Oral Impl Res*, 1991, 2: 134-144.
49. Wittrig EE, Zablotsky MH, Layman DL et al: Fibroblastic growth and attachment on hydroxyapatite-coated titanium surfaced following the use of various detoxification modalities. Part I: Noncontaminated hydroxyapatite. *Implant Dent*,

- 1992, 1; 189-194.
50. Ducheyne P, Willems G, Martens M and Helsen J: Invivo metal-ion release from porous titanium-fiber material. *J Biomed Mater Res*, 1984, 18: 293-308.
51. Weak LM, Lescher NB, Barnes CM and Holroyd SV: Clinical evaluation of The Prophy-jet (R) as an instrument for routine removal of tooth stain and plaque. *J Periodontol*, 1984, 55: 486-488.
52. Horning G: Clinical use of an air-powder abrasive. *Compend Contin Educ Dent*, 1987, 8: 652-662.
53. Cooley RL, Brown FH and Lubow RM: Evaluation of air-powder abrasive prophylaxis unit. *Gen Dent*, 1990, 38: 24-27.
54. Parham PL, Cobb CM, French AA, Love JW, Drisko CL and Killoy WJ: Effects of an air-powder abrasive system on plasma-sprayed titanium implant surfaces: An in vitro evaluation. *J Oral Implantol*, 1989, 15: 78-86.
55. Quirynen M, Van Der Mei C, Bollen CML, Schotte A, Marechal M and Doornbrusch GI: An in vivo study of the influence of the surface roughness of implants on the microbiology of supra- and subgingival plaque. *J Dent Res*, 1993, 72: 1304-1309.
56. Rapley JW, Swan RH, Hallmon WW and Mills MP: The surface characteristics produced by various oral hygiene instruments and materials on titanium implant abutments. *Int J Oral Maxillofac Implants*, 1990, 5: 47-52.
57. Chairay JP, Boulekbache H, Jean A, Soyer A and Bouchard P: Scanning electron microscopic evaluation of effects of an air-abrasive system on dental implants: A comparative in vitro study between machined and plasma-sprayed titanium surfaces. *J Periodontol*, 1997, 68: 1215-1222.

사진부도 설명

- Figure 1 Experimental rough surface titanium model
- Figure 2 Tetracycline capsule and rubber dappen dish
- Figure 3 Microprophy
- Figure 4 SEM(Scanning electron microscopy)
- Figure 5 XPS(X-ray induced photoelectron spectroscopy)
- Figure 6 XPS spectrum (control group)
- Figure 7 XPS spectrum (experimental 1 group)
- Figure 8 XPS spectrum (experimental 2 group)
- Figure 9 XPS spectrum (experimental 3 group)
- Figure 10 XPS spectrum (experimental 4 group)
- Figure 11 XPS spectrum (experimental 5 group)
- Figure 12 XPS spectrum (experimental 6 group)
- Figure 13 Two dimensional SEM view (control group)
- Figure 14 Two dimensional SEM view (experimental 1 group)
- Figure 15 Two dimensional SEM view (experimental 2 group)
- Figure 16 Two dimensional SEM view (experimental 3 group)
- Figure 17 Two dimensional SEM view (experimental 4 group)
- Figure 18 Two dimensional SEM view (experimental 5 group)
- Figure 19 Two dimensional SEM view (experimental 6 group)

사진부도 (1)



사진부도 (II)

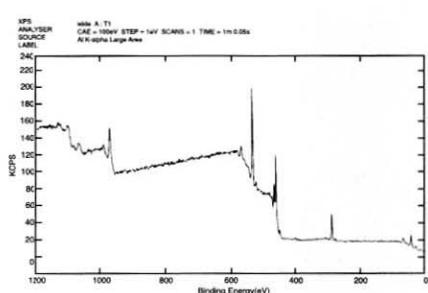


Figure 6

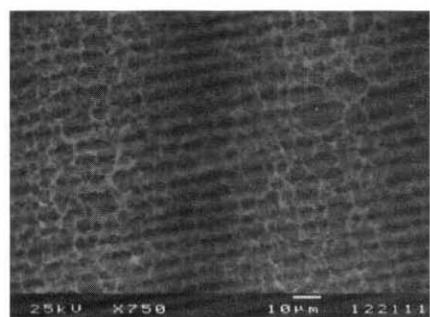


Figure 13

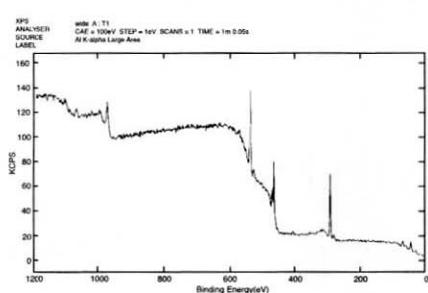


Figure 7

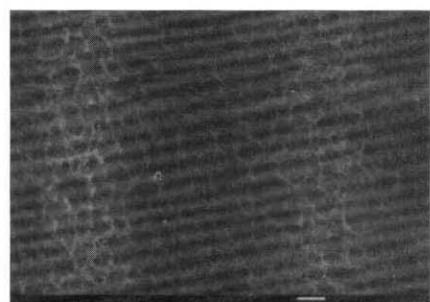


Figure 14

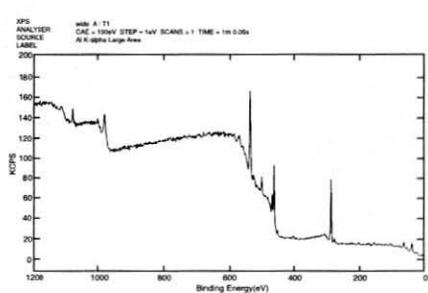


Figure 8

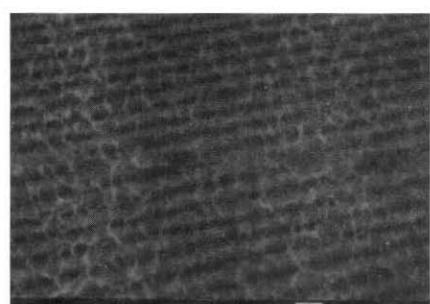


Figure 15

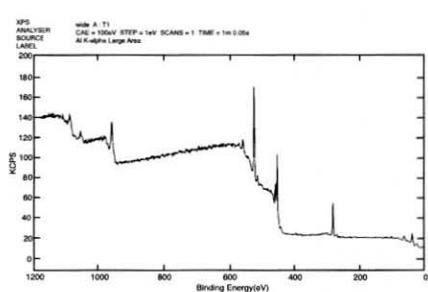


Figure 9

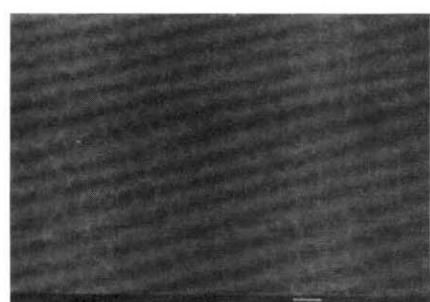


Figure 16

사진부도 (III)

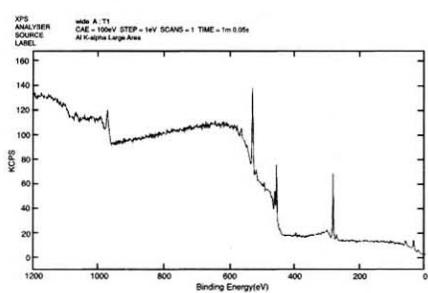


Figure 10

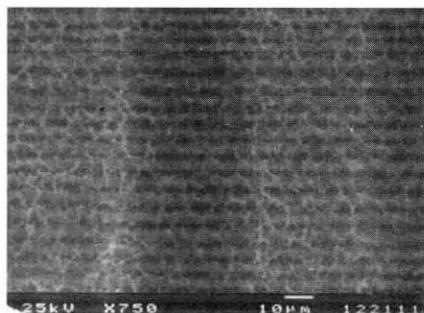


Figure 17

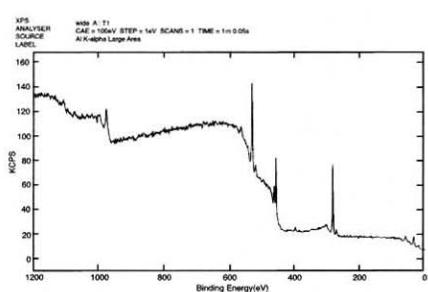


Figure 11

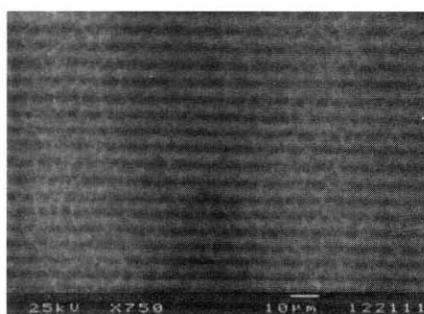


Figure 18

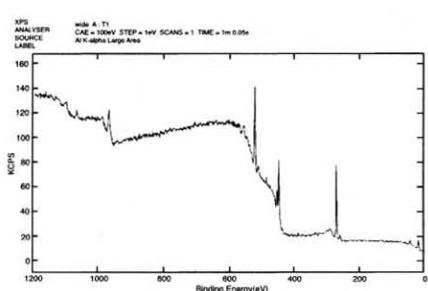


Figure 12

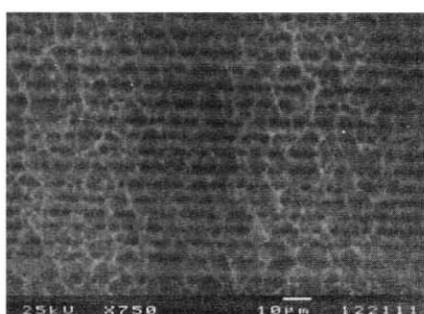


Figure 19

-Abstract-

The XPS and SEM Evaluation of Various Technique for Cleansing and Decontamination of The Rough Surface Titanium Implants

Sun-bong Kim, Sung-Bin Yim, Chin-Hyung Chung

Department of Periodontology, College of Dentistry, Dankook University

Osseointegrated titanium implants have become an integral therapy for the replacement of teeth lost. For dental implant materials, titanium, hydroxyapatite and alumina oxide have been used, which of them, titanium implants are in wide use today. Titanium is known for its high corrosion resistance and biocompatibility, because of the high stability of oxide layer mainly consists of TiO_2 .

With the development of peri-implantitis, the implant surface is changed in surface topography and element composition. None of the treatments for cleaning and detoxification of implant surface is efficient to remove surface contamination from contaminated titanium implants to such extent that the original surface elemental composition.

In this sights, the purpose of this study was to evaluate rough surface titanium implants by means of scanning electron microscopy(SEM) and X-ray photoelectron spectroscopy(XPS) with respect to surface appearance and surface elemental composition.

Moreover, it was also the aim to get the base for treatments of peri-implantitis.

For the SEM and XPS study, rough surface titanium models were fabricated for control group. Six experimental groups were evaluated: 1) long-time room exposure, 2) air-powder abrasive cleaning for 1min, 3) burnishing in citric acid(pH1) for 1min, 4) burnishing in citric acid for 3min, 5) burnishing in tetracycline for 1min, 6) burnishing in tetracycline for 3min. All experimental treatments were followed by 1min of rinsing with distilled water.

The results were as follows:

1. SEM observations of all experimental groups showed that any changes in surface topography were not detected when compared with control group. ($750\times$ magnification)
2. XPS analysis showed that in all experimental groups, titanium and oxygen were increased and carbon was decreased, when compared with control group.
3. XPS analysis showed that the level of titanium, oxygen and carbon in the experimental group 3(citric acid treatment for 1min, followed by 1min of distilled water irrigation) reached to the level of control group.
4. XPS analysis showed that significant differences were not detected between the experimental group 1 and the other experimental groups except of experimental group 3. The Ti_x level of experimental group 2, air-

powder abrasive treatment for 1min followed by 1 min of saline irrigation, was lower than the Ti_x level of tetracycline treated groups, experimental group 5 and 6.

From the result of this study, it may be concluded that the 1min of citric acid treatment followed by same time of rinsing with distilled water gave the best results from elemental points of view, and can be used safely to treat peri-implantitis.