

## 전기방전소결에 의해 제조된 다공성 및 다공성 표면을 갖는 Ti-6Al-4V 임플란트 : (1) 제조방법 및 기본적 특성

현창용 · 허재근 · 이원희<sup>a,\*</sup>

서울산업대학교 신소재공학과, <sup>a</sup>세종대학교 신소재공학과

## Fully Porous and Porous Surfaced Ti-6Al-4V Implants Fabricated by Electro-Discharge-Sintering : (1) Fabrication Method and Fundamental Characteristics

C. Y. Hyun, J. K. Huh and W. H. Lee<sup>a,\*</sup>

Department of Materials Engineering, Seoul National University of Technology,  
Seoul 139-743, Korea

<sup>a</sup>Department of Advanced Materials Engineering, Sejong University, Seoul 143-747, Korea

(Received August 20, 2005; Accepted September 21, 2005)

**Abstract** Implant prototypes with various porosities were fabricated by electro-discharge-sintering of atomized spherical Ti-6Al-4V powders. Single pulse of 0.75 to 2.0 kJ/0.7 g-powder, using 150, 300, and 450  $\mu$ F capacitors was applied to produce a fully porous and porous surfaced implant compact. The solid core formed in the center of the compact after discharge was composed of acicular  $\alpha+\beta$  grains and porous layer consisted of particles connected in three dimensions by necks. The solid core and neck sizes increased with an increase in input energy and capacitance. On the other hand, pore volume decreased with increased capacitance and input energy due to the formation of solid core. Capacitance and input energy are the only controllable discharge parameters even though the heat generated during a discharge is the unique parameter that determines the porosity of compact. It is known that electro-discharge-sintering of spherical Ti-6Al-4V powders can efficiently produce fully-porous and porous surfaced Ti-6Al-4V implants with various porosities in a short time less than 400  $\mu$ sec by manipulating the discharging condition such as input energy and capacitance including powder size.

**Key words** : Ti-6Al-4V, Implant, Porous, Sintering, Electro-discharge

### 1. 서 론

치과용 임플란트의 표면 형상은 부드러운 표면에서 나사모양의 거친 표면으로 바뀌어 오고 있으며 치유기간 동안 골과의 골유착 향상을 위해 새로운 형태의 임플란트들이 지속적으로 개발되고 있다. 그러한 기능성 형상 중 하나인 다공성을 갖는 임플란트는 임플란트와 생체 조직과의 기계적인 결합 및 고

정을 촉진시키기 위하여 표면적을 극대화시킴으로써 더 빠르게 뼈가 생성되는 것을 돕는다. 비록 초기 관심대상은 다공성 고분자 및 다공성 세라믹이었으나 현재는 다공성 금속을 이용한 정형외과 및 치과용 재료들이 널리 사용되고 있다. 이중 Ti와 Ti-6Al-4V는 넓은 표면적을 갖는 임플란트에 가장 적합한 재료로 알려져 있다<sup>1-4)</sup>.

일반적으로 다공성 표면을 갖는 임플란트는 플라

\*Corresponding Author : [Tel : +82-2-3408-3779; E-mail : whlee@sejong.ac.kr]

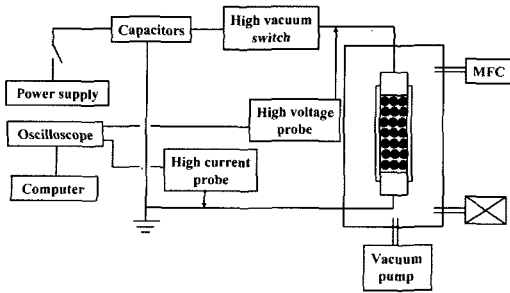


Fig. 1. Schematics of electro-discharge-sintering.

즈마 스프레이 또는 분말을 이용한 고온 소결법에 의해 제조된다<sup>5-7)</sup>. 분말 야금학적인 고온소결 방법은 높은 압력, 높은 온도, 그리고 긴 시간을 필요로 하며 특히 Ti 및 Ti합금과 같은 반응성이 높은 재료는 불활성 기체 분위기에서 소결시켜야만 한다. 하지만 장시간의 고온소결은 소재 고유의 미세조직과 기계적 성질에 좋지 않은 변화를 초래할 수 있다. 반면에 높은 전압과 전류를 한 순간 방전시킴으로써 분말을 결합 및 소결시킬 수 있는 전기방전소결 공법은 기존의 고온 소결법의 단점을 극복할 수 있는 차세대 성형기술로 주목 받고 있다<sup>8-14)</sup>.

본 연구실에선 고진공 방전시스템, 표면개질 챔버, 자동 전극로딩장치, 가압 프레스, 고진공 스위치, 방열튜브를 이용하여 전기방전소결 (EDS: Electro-discharge-sintering) 장비를 제작하였다. EDS 장비의 모식도를 그림 1에 나타내었다.

본 실험에서 구형의 Ti-6Al-4V 분말을 전기방전 소결시킴으로써 많은 기공을 함유한 다공성 및 다공성 표면을 갖는 Ti-6Al-4V 임플란트의 제조에 EDS 장비를 사용하였으며, capacitances와 input energy와 같은 방전조건을 변화시킴으로써 다양한 기공도를 갖는 임플란트를 제조하였다. 기본적 물성으로서 solid core의 형성 및 그 크기, 분말과 분말 사이의 neck 크기 그리고 기공도의 변화를 관찰하였다.

## 2. 실험방법

Rotating electrode 공법으로 제조된 미립자의 Ti-

6Al-4V 구형분말(TLS Technik, Germany) 을 체를 사용하여 50~100과 200~250  $\mu\text{m}$ 의 크기로 선별하였다. 내경 4.0 mm의 quartz tube 아래 쪽에 텅스텐 전극봉을 장착하고 선별된 분말 0.7 g을 장입한 후 vibrator를 이용하여 분말과 분말이 잘 충전될 수 있도록 하였다. 전기방전 시 발생하는 열을 빠른 시간 내에 제거하기 위해 구리로 된 튜브를 몰드 주위에 장착하였다. 위쪽의 전극봉은 자동 로딩장치에 의해 10 kg의 하중을 가하여 분말 위쪽에 연결시켰다. 방전이 이루어지는 chamber 내를  $2 \times 10^{-3}$  torr 정도의 진공으로 유지시킨 후 Ar 가스를 주입시켜 1000 torr 정도로 유지하였다. 3개의 capacitor(150, 300, 450  $\mu\text{F}$ )와 4가지의 input energy(0.75, 1.0, 1.5, 2.0 kJ)를 실험조건으로 설정한 후 capacitor에 충전된 전압을 고진공 스위치를 사용하여 순간적으로 방전시켰다. 방전 시 분말을 통과한 전압과 전류는 각각 high voltage probe와 high current probe를 사용하여 실시간 측정하였으며 오실로스코프에 나타난 정보를 토대로 방전시간을 계산하였다.

이와 같은 방법으로 제조된 24개의 임플란트 샘플을 solid core의 형성과 입자와 입자 사이의 neck 크기, 그리고 solid core의 크기분포가 방전조건에 따라 어떻게 변화하는지 조사하기 위해 각각 2 mm씩 절단하여 광학현미경으로 단면을 관찰하였다. 그리고 선별된 임플란트 샘플을 각각 6 mm 길이로 절단하여 용융된 파라핀 용액에 담그고 기공 사이에 흡수된 파라핀 양을 측정하여 전기방전소결 조건에 따른 임플란트의 기공부피를 비교 분석하였다.

## 3. 결과 및 고찰

전형적인 discharge curve를 그림 2에 시간에 따른 전압과 전류로 나타내었다. 이 그래프에 대한 방전조건은 입자크기 200~250 mm, 300  $\mu\text{F}$ 의 capacitance, 1.5 kJ의 input energy, 그리고 3.16 kV의 input voltage (V) 이었다. Input energy (E)는 다음 식을 이용하여 계산하였다.

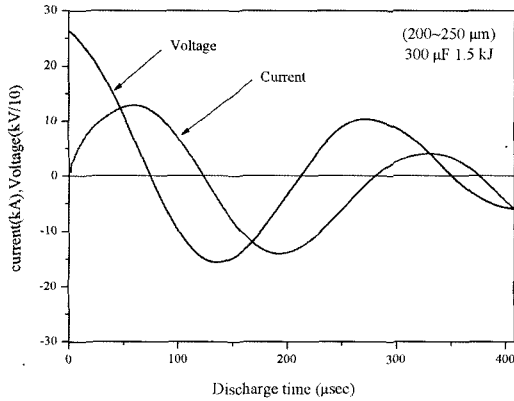


Fig. 2. Typical discharge curve measured from current and voltage on oscilloscope (discharge condition: 300 μF, 1.5 kJ).

$$E = CV^2/2 \quad (1)$$

여기서 C는 capacitor의 용량이다. 그림 2에서 peak current는 약 13 kA이고 peak voltage는 2.6 kV 임을 알 수 있다. 전기방전 조건에 따른 peak current 및 peak voltage는 각각 11.0~20.0 kA, 1.6~4.4 kV로 나타났고 input energy와 capacitance의 크기에 비례하였다.

Discharge time에 따른 power(watt) curve를 다음 식으로부터 얻어 그림 3에 나타내었다.

$$P(\text{watt}) = \text{current}(\text{A}) \times \text{voltage}(\text{V}) = I^2R(\text{J/sec}) \quad (2)$$

일정한 capacitance에서 input energy가 증가함에

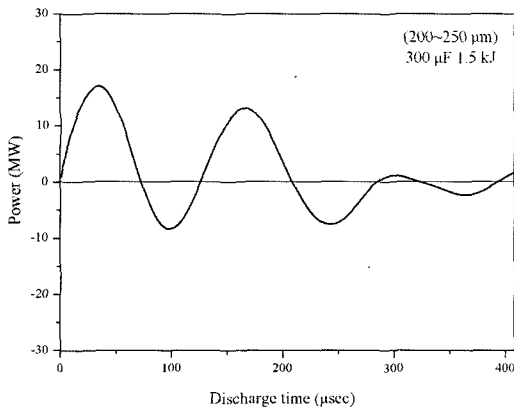


Fig. 3. Typical power curve versus discharge time (discharge condition: 300 μF, 1.5 kJ).

Table 1. Heat generated (ΔH) during a discharge under various conditions

Capacitance (μF)	Input energy (kJ)	ΔH (J) powder size	
		50 - 100 μm	200 - 250 μm
150	0.75	503	640
150	1.0	967	840
150	1.5	1286	1478
150	2.0	1804	1702
300	0.75	508	605
300	1.0	870	845
300	1.5	1410	1306
300	2.0	1827	1911
450	0.75	616	580
450	1.0	883	828
450	1.5	1322	1466
450	2.0	1993	1876

따라 power는 증가하였다. 150, 300, 450 μF의 capacitance를 사용할 경우 discharge time은 각각 87, 125, 155 μsec으로 측정되었다(power curve의 첫 번째 cycle기준). 방전시간은 전적으로 capacitance의 용량에 의존하는 것을 알 수 있다. 방전 시 발생되는 열 (ΔH)은 식3을 사용하여 산출하였고

$$DH = \int I^2(t)R(t)dt \quad (3)$$

각각의 실험 조건에 따른 ΔH 값을 표 1에 나타내었다. Capacitance가 일정할 때 input energy가 증가함에 따라 ΔH는 증가하는 것을 알 수 있다.

50~100 μm 및 200~250 μm 두 가지 크기의 분말 0.7 g을 quartz tube에 주입하여 vibrating 시킨 후 분말 높이를 측정된 결과 각각 22.2 mm와 20.5 mm 이었다. 따라서 packing density는 각각 2.51 g/cm<sup>3</sup>와 2.72 g/cm<sup>3</sup> 이고 방전 전의 기공률은 55.6% 및 60.3% 이었다.

그림 4는 전기방전소결에 의해 제조된 임플란트 샘플의 전형적인 외관사진으로 다공성 표면을 갖는 형상을 보여주고 있다. 300 μF의 capacitance로부터 각각의 input energy에 대해 전기방전 소결시킨 임플란트의 기공률을 표 2에 나타냈으며 input energy가

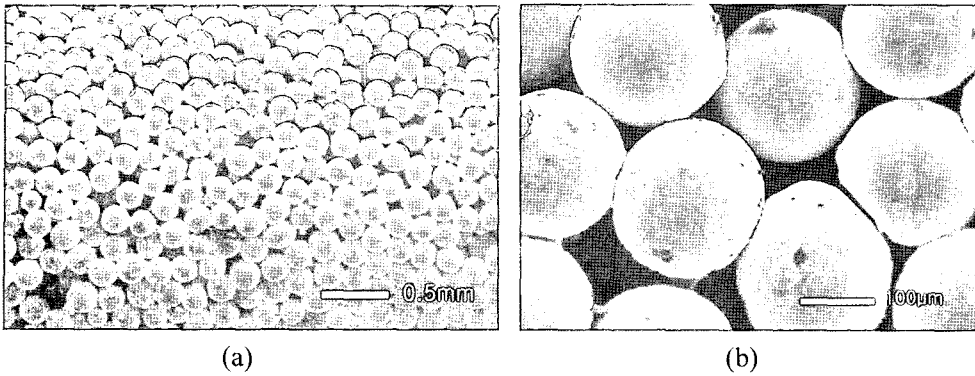


Fig. 4. (a) SEM image of EDS compact and (b) magnified from Fig. 4(a) (discharge condition: 200~250  $\mu\text{m}$ , 450  $\mu\text{F}$ , 0.75 kJ).

증가함에 따라 임플란트의 기공도는 39.7%에서 22.2%로 감소하는 것을 알 수 있었다.

그림 5는 두 가지의 서로 다른 input energy를 이용하여 전기방전 소결시킨 임플란트 샘플의 단면을 광학현미경으로 촬영한 것이다. 그림 5a에서와 같이 0.75kJ 이하의 input energy를 사용할 경우 solid core는 형성되지 않고 완전한 다공성으로 구성되었음을 알 수 있다. 반면에 1.0 kJ 이상의 input energy를 가해주면 방전열과 pinch pressure에 의하여 solid core가 샘플 중앙에 형성되고 그 주위는 다공성 층으로 구성되었음을 알 수 있었다. Polishing된 다공층 단면에서는 각각의 분말 또는 하나의 neck으로 연결된 분말이 관찰되지만 이러한 분말입자는 3차원적으로 연결되어 형성되어있다. 그림 6a와 6b는 5 vol.%  $\text{HNO}_3$ , 10 vol.% HF와 85 vol.% 증류수를 혼합한 용액으로 polishing된 단면을 에칭한 후 임플란트 샘플의 solid core와 다공성층에 존재하는 분말들을 광학 현미경으로 촬영한 것이다. 전기방전 소결된 임플란트의 solid core와 분말의 미세조직은 전형적인 widmanstätten  $\alpha+\beta$  상을 나타내고 있으며 solid core의 미세조직이 다공성층 내의 분말보다 훨씬 미세하게 보인다. 이러한 침상조직은 Ti-6Al-4V 분말이 급냉 되었을 때 나타나는 조직으로서 EDS 공정에 의해 Ti-6Al-4V 분말의 고유한 미세조직은 크게 변하지 않음을 알 수 있다.

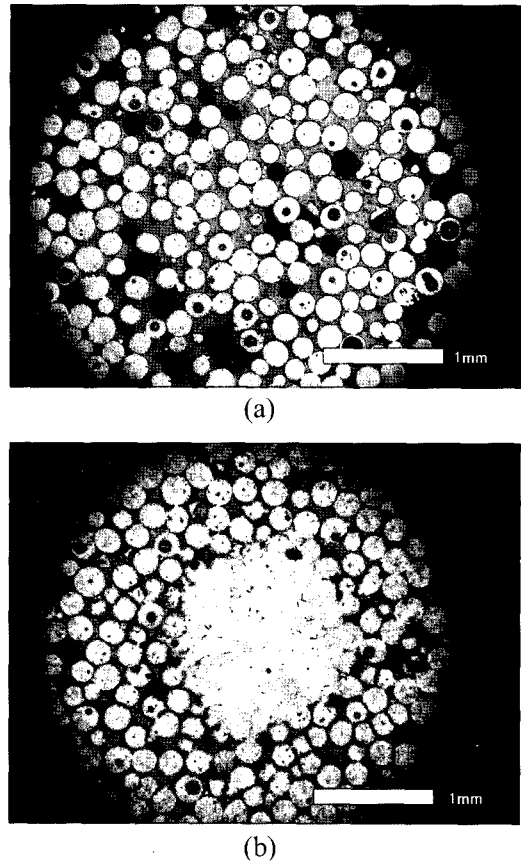
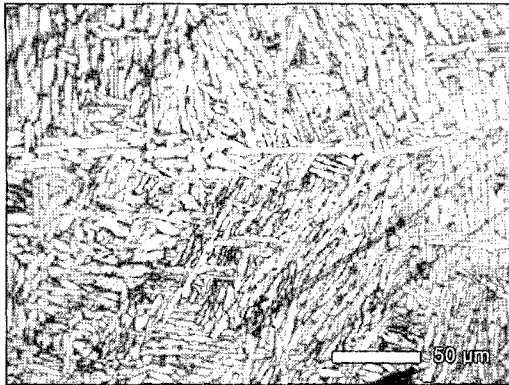
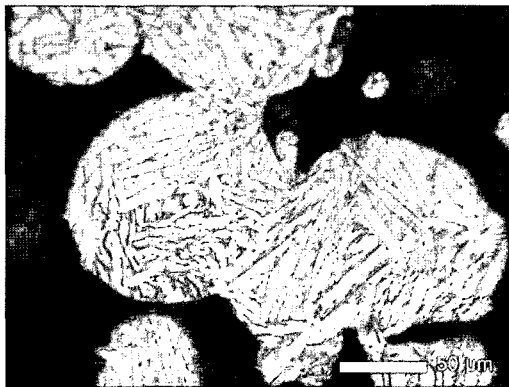


Fig. 5. Cross-section view of EDS compact discharged at (a) 0.75 kJ and (b) 1.0 kJ (discharge condition: 200~250  $\mu\text{m}$ , 450  $\mu\text{F}$ ).

olid core의 평균 크기는 단면에서 최대값과 최소값의 평균값으로 산출하였다. 일정한 capacitance에서



(a)



(b)

Fig. 6. Typical optical micrographs of (a) the solid core of EDS compact and (b) powders in porous layer (discharge condition: 50~100 μm, 300 μF, 1.5 kJ)

Table 2. Porosity of compacts fabricated under various conditions

Capacitance (μF)	Input energy (kJ)	Porosity (%) powder size (200~250 μm)
300	0.75	39.7
300	1.0	38.5
300	1.5	30.1
300	2.0	22.2

input energy의 변화에 따른 solid core의 크기를 그림 7에 나타내었다. Solid core가 형성되기 위해서는 pinch pressure 와 분말입자의 변형이 필요하고, 분말 입자가 용융 될 수 있을 정도의 열이 필요하다. 따라서, 방전 시 전류밀도와 solid core 크기와의 관계

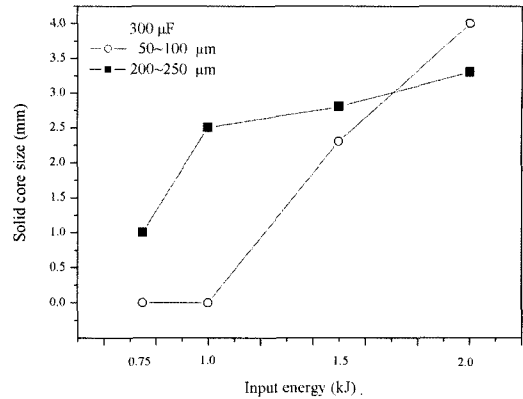


Fig. 7. Solid core size versus input energy at constant capacitance in terms of two powder size classes.

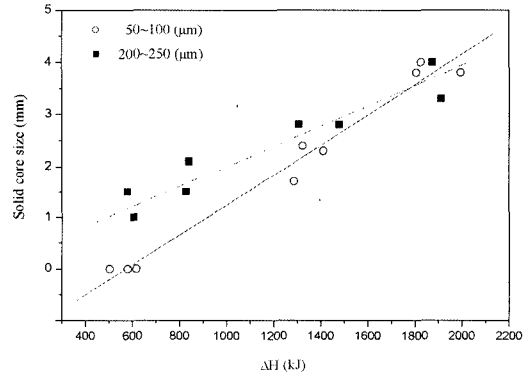


Fig. 8. Normalized representation of solid core size versus heat generated during a discharge for two particle size classes.

를 조사하기 위해 각각의 분말 크기에 따른 solid core의 변화를 ΔH에 대해 그래프화하여 그림 8에 나타내었다. 그림으로부터 ΔH가 증가할수록 solid core의 크기는 거의 직선적으로 증가하는 것을 알 수 있었다. Solid core의 크기는 전류밀도의 제곱에 비례하며 방전 시 발생하는 열이 solid core의 크기를 결정하는데 중요한 요소임을 알 수 있었고 발생열의 크기는 capacitance와 input energy로 조절할 수 있었다.

전기방전소결된 임플란트의 다공성층에 존재하는 분말과 분말과의 neck 크기를 20개 이상 측정하여 평균을 산출하였고 그 결과값은 ΔH에 대하여 그림 9에 나타내었다. ΔH가 증가함에 따라 neck의 크기

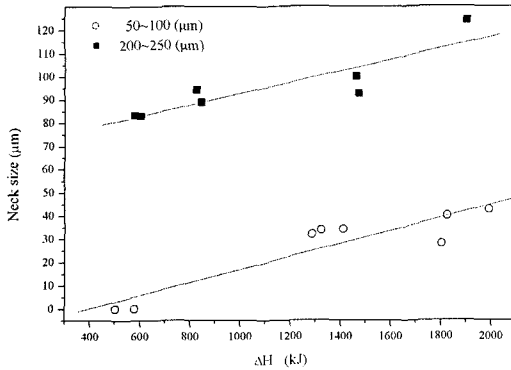


Fig. 9. Normalized representation of neck size on the porous layer versus heat generated during a discharge for two particle size classes.

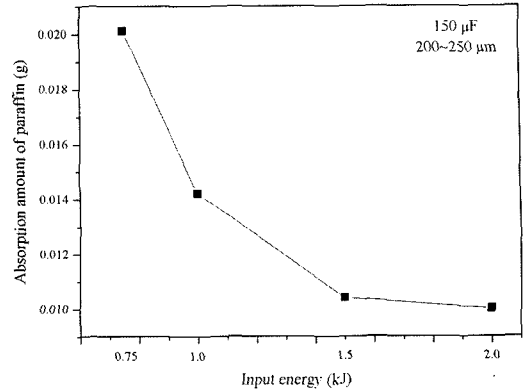


Fig. 11. Amounts of paraffin infiltrated in sintered compact versus input energy at a constant capacitance of 150  $\mu$ F.

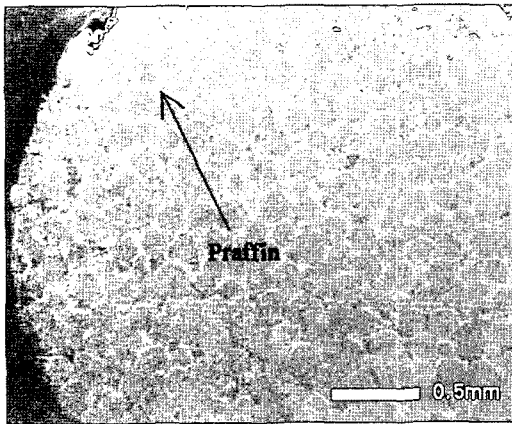


Fig. 10. Typical cross section view of compacts which were immersed into the paraffin solution followed by drying.

증가하였으며  $\Delta H$ 가 분말과의 neck형성 및 크기에 많은 영향을 미친다는 것을 알 수 있었다. 같은 전기방전조건을 사용한 경우 큰 입자의 neck 크기가 작은 입자에 비해 크게 나타났고 이는 큰 입자를 사용할 경우가 입자 사이의 접촉면적이 더 크고 변형을 더 많이 받기 때문으로 사려된다.

전기방전소결 조건에 따른 임플란트의 기공도 변화를 분석하기 위해 6 mm 길이의 각 샘플을 파라핀 용액에 15분 동안 담가서 파라핀을 흡수시켰다. 파라핀이 흡수된 샘플을 건조시키고 그 무게를 흡수 전 원래의 샘플 무게와 비교하였다. 파라핀이 흡수된 단면 사진을 그림 10에 나타내었고 파라핀이 다공성층에

존재하는 기공 사이로 완전하게 스며들어간 것을 알 수 있다. 200~250  $\mu$ m의 분말과 150  $\mu$ F의 capacitance를 사용하여 input energy를 변화시켜 전기방전소결한 임플란트의 파라핀 흡수량을 그림 11에 나타내었다. 흡수된 파라핀 양은 input energy가 증가함에 따라 감소하였다. 표 2에 나타난 기공도의 결과와 비교하여 볼 때 기공도가 감소할수록 흡수된 파라핀 양도 감소한다는 것을 알 수 있었다. 이와 같이 input energy가 증가함에 따라 상대적으로 기공부피가 줄어드는 이유는 solid core의 형성으로 인한 기공층 두께의 감소 때문으로 사려된다.

본 실험을 통하여 input energy 및 capacitance와 같은 전기방전조건을 이용하여 400 msec 미만의 짧은 시간에 구형의 Ti-6Al-4V 분말을 전기방전 소결시켜 다공성 및 다공성 표면을 갖는 임플란트를 효율적으로 제조할 수 있었다.

#### 4. 결 론

50~100 mm 및 200~250 mm 크기의 Ti-6Al-4V 구형 분말 0.7 g을 150, 300, 450  $\mu$ F capacitor에 각각 0.75, 1.0, 1.5, 2.0 kJ의 전기에너지를 충전 및 순간 방전시켜 다공성 및 다공성 표면을 갖는 Ti-6Al-4V 임플란트를 제조하였다. 150, 300, 450  $\mu$ F의

capacitance를 사용할 경우 방전시간은 각각 87, 125, 155  $\mu\text{sec}$ 으로 나타났으며 capacitance의 용량에 비례하였다.

Solid core의 형성 및 그 크기는 input energy를 조절함으로써 제어할 수 있었으며 300  $\mu\text{F}$ 의 capacitance를 사용한 경우 임플란트의 기공도는 39.7%에서 22.2%로 감소하였으며 이는 solid core의 크기가 증가하였기 때문이다. Solid core는 Ti-6Al-4V 조직인 침상의 widmanstätten  $\alpha+\beta$  상의 미세조직을 보여주었고 기공은 분말들이 3차원적으로 접촉하여 neck을 형성하여 다공성층에 존재하였다. Solid core 및 neck의 크기는 input energy와 capacitance의 크기에 비례하였으며 기공부피는 solid core의 형성으로 인하여 input energy 및 capacitance의 증가에 따라 상대적으로 감소하였다. 방전 시 발생하는 열은 solid core 및 neck의 크기 와 기공도를 결정하는 중요한 변수로 나타났고 그의 크기는 capacitance 및 input energy로 제어가 가능하였다.

결국 구형의 Ti-6Al-4V 분말을 400  $\mu\text{sec}$  이하의 짧은 시간 안에 전기방전 소결시켜 다공성 및 다공성 표면을 갖는 Ti-6Al-4V 임플란트를 효율적으로 제조할 수 있었다.

### 참고문헌

1. M. Spector : Biocompatibility of Orthopedic Implants,

D. F. Williams (Ed.), CRC Press, Boca Raton (1982) 55.  
 2. M. Spector : Biocompatibility of Orthopedic Implants, D. F. Williams (Ed.), CRC Press, Boca Raton (1982) 89.  
 3. H. Q. Nguyen, D. A. Deporter, P. M. Pilliar, N. Valiquette and R. Yakubovich : *Biomater.*, **25(5)** (2004) 865.  
 4. V. Amigo, M. D. Salvador, F. Romero, C. Solves and J. F. Moreno : *J. Mater. Proc. Technol.*, **14(1)** (2003) 117.  
 5. K. Asaoka, N. Kuwayama, O. Okuno and I. Miura : *J. Biomed. Mater. Res.*, **19** (1985) 699.  
 6. S. Yue, R. M. Pillar and G. C. Weatherly : *J. Biomed. Mater. Res.*, **18** (1984) 1043.  
 7. R. M. Pilliar : *J. Biomed. Mater. Res.*, **21** (1987) 1.  
 8. K. Okazaki, W.H. Lee, D.K. Kim and R.A. Koczyk : *J. Biomed. Mater. Res.*, **25** (1991) 1417.  
 9. J. T. Dominici, P. J. Sammon, J. F. Drummond, M. I. Lifland, R. Geissler, and K. Okazaki : *J. Oral Implantol.*, **20** (1994) 299.  
 10. J. F. Drummond, J. T. Dominici, P. J. Sammon, K. Okazaki, R. Geissler, M.I. Lifland, S. A. Anderson, and W. Renshaw : *J. Oral Implantol.*, **21** (1995) 295.  
 11. W. H. Lee and D.A. Puleo : *J. Mater. Sci. Letter*, **18(10)** (1999) 817.  
 12. W. H. Lee; J. W. Park, D. A. Puleo and J. Y. Kim : *J. Mater. Sci.*, **35** (2000) 593.  
 13. W. H. Lee and J. W. Park : *J. Mater. Sci., Letters*, **19(11)** (2000) 925.  
 14. W. H. Lee, S. J. Kim, W. J. Lee, C. S. Byun, D. K. Kim, J. Y. Kim, C. Y. Hyun, J. G. Lee and J. W. Park : *J. Mater. Sci.*, **36** (2001) 3573.