

## 양극산화처리를 통한 다공성 임플랜트 표면의 표면거칠기 증대에 대한 연구

전북대학교 치과대학 보철학교실

윤태호 · 송광엽

### I. 서 론

티타늄과 티타늄 합금은 우수한 생체적합성, 낮은 비중과 높은 강도, 생체용으로 유리한 비교적 낮은 탄성계수, 코발트 합금이나 스텐레스 스틸 같은 금 속에 비해 우수한 부식저항성을 가지는 등의 이유로 의료용이나 치과용으로 사용되어왔다.<sup>1,2)</sup> 전악 무치 악 환자나 부분 무치악 환자의 치료를 위해 치아를 대체하기 위한 치근 형태의 골유착 치과 임플랜트의 사용은 Branemark 등의 초기 연구 이후 지난 20년 간 중요한 치료방법이 되었다. 이들의 연구에 의해 충분한 골질과 골량이 존재한다면 절삭된 치근형 나사임플랜트를 인간의 악골에 매식할 수 있으며, 그 매식된 임플랜트는 고정성이나 가철성으로 제작된 치과용 보철물을 지지하는 구조로 사용될 수 있다는 것이 보고되었다.<sup>3)</sup> 선반가공하여 매끈한 표면을 가진 티타늄 임플랜트는 외관상으로는 매끄러우나 미묘한 거칠기와 일정한 절삭 패턴을 보이며, 우수한 생체적합성과 조직안정성을 가지고 있다.<sup>4)</sup> 그러나 이런 형태의 임플랜트는 골밀도가 낮은 type IV 골에 매식한 경우에 성공률이 55-85%로 낮은 것으로 보고되고 있다.<sup>5)</sup>

이러한 문제점을 해결하기 위한 방법으로 최근 치과용 임플랜트의 표면형태는 임플랜트의 초기안정성과 골유착을 향상시키기 위해 임플랜트 표면구조

를 개선하려는 많은 연구들이 시도되어왔다.<sup>6-8)</sup> 수산화인회석 분말이나 티타늄 입자를 분사하는 방식<sup>6,7)</sup>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub> 등의 입자를 분사하는 방식,<sup>9)</sup> 체내에서 흡수될 수 있는 수산화인회석입자나 거친 입자의 인산칼슘을 분사하는 resorbable blasted media(RBM) 표면처리가 소개되었다.<sup>10,11)</sup> 또한 티타늄을 인산염과 칼슘이온을 함유하는 전해질 수용액 중에서 양극산화 처리하여 산화피막을 치밀화하고 절연파괴에 의한 불꽃방전으로 다공질화 처리하는 양극산화 불꽃 방전 처리법이 소개되었는데 이는 절삭된 표면에 기공을 형성하여 기공내로 골이 성장하도록 3차원적인 골유착을 가능하게 한다.<sup>12)</sup>

양극산화법과 달리 금속 구형체를 임플랜트의 외면에 고온으로 소결함으로 다공성 표면을 형성한 치과용 임플랜트도 소개되었는데, 이러한 디자인의 임플랜트는 내부가 연결된 3차원의 다공성 구조로 인해 특별한 장점을 가진다. 만일 형성된 다공과 내부로 연결된 다공성의 통로가 적당한 크기라면 조직의 치유과정 중 다공내부로 골의 성장이 급속하게 일어날 것이다. 공간의 크기는 100 $\mu\text{m}$ 보다 크거나 같은 경우에 다공성 부위로 골조직이 급속히 성장해 들어갈 수 있도록 하며, 일반적으로 2-3층 두께의 구형체가 소결된 구조로 형성되었을 때 다공성 부위는 약 0.3mm의 폭과 깊이를 형성하게 된다.<sup>13)</sup> 골형성에 관한 연구에서 안정되고 반응성이 없는 다공성 표면을

\* 이 논문은 전북대학교병원 임상연구소의 학술연구비지원에 의해 연구되었음.

가지는 임플랜트 내부로의 가장 급속한 골조직의 성장은 다공성의 표면에 형성된 다공의 크기가 100-400 $\mu\text{m}$  범위일 때 일어난다고 하였다.<sup>14)</sup>

최근 Ti6Al4V 재질의 다공성 표면의 임플랜트의 연구에서 골 형성과 임플랜트의 고정은 distance osteogenesis (appositional bone formation)와 local (contact) osteogenesis에 의해 발생하는 것이 관찰되었다. 이는 골-임플랜트 계면에서 주로 distance osteogenesis에 의해 골 형성이 발생하는 플라스마 스프레이에 의해 코팅된 디자인에 반하는 것이다.<sup>15)</sup> 그 결과 다공성의 소결된 표면을 가진 (혹은 골의 내적 성장을 위해 3차원의 서로 연결된 다공성의 구조를 제공하는 디자인이라면 어떤 것이라도) 임플랜트 디자인이 더욱 빠른 임플랜트의 고정을 가능하게 한다고 하였다.

수산화인회석도포 표면은 임플랜트 표면에 빠른 골침착을 유도하여 치유기간을 감소시키고,<sup>16)</sup> 더 좋은 초기 고정을 가져올 수 있으며<sup>19)</sup> 골융합의 양도 증가시켜 주위골로 하중의 분산을 향상시킬 수 있는 장점이 있다.<sup>17)</sup> 본 연구에서는 양극산화처리 표면으로 다공성을 증가시킨 임플랜트 표면에 실험적으로 졸-겔 법과 열수처리법을 이용하여 균일하고 얇은 두께의 수산화인회석을 코팅 처리하고 그 표면을 관찰하였으며, 이렇게 처리된 임플랜트를 유사체액인 Hanks' 용액에 6주간 침적한 후 표면에 형성되는 HA의 양상을 관찰함으로서 졸-겔 법과 열수처리법의 우수한 골결합을 나타내는 표면조건을 알아보고자 하였다.

## Ⅱ. 연구재료 및 방법

### 1. 양극산화처리

실험에 사용된 임플랜트는 Innobio dental implant system (Isan biotech Co., Korea)으로 치근형태의 press-fit 디자인이며, 표면은 지름 50-100 $\mu\text{m}$ 의 티타늄 합금 (Ti-6Al-4V) 구형체를 전기방전 처리하여 모재와 접착한 제품이다. 양극산화 불꽃방전 처리를 위해 DC 정전원장치 (Kwangduck FA, Kwangju Korea)의 양극과 음극에 각각 준비한 시편과 백금판을 결선한 다음 0.5 A의 정전류 조건으로 전압을

300V까지 올려 정전압 조건에서 5분간 유지하였으며, 수세건조 후 50°C의 건조기에서 보관하였다.

### 2. 졸-겔코팅

Triethyl phosphite (Aldrich, USA)와 calcium nitrate (Aldrich, USA)를 인과 칼슘의 source로 사용하였다. 1.8M의 Triethyl phosphite를 무수에탄을 이용하여 희석하고 deionized water를 첨가하여 가수분해하였다. 용액을 밀봉하고 3일 동안 세차게 휘젓는 방법으로 완전하게 가수분해가 일어나도록 하였다. 3M의 calcium nitrate를 무수에탄에 용해시키고 P가 들어있는 용액을 Ca이 들어있는 용액에 첨가하였다. 혼합된 용액을 1시간 동안 저은 다음 숙성된 졸을 얻기 위해 실온에서 5일 동안 저장하였다.

양극산화 처리된 임플랜트에 준비된 HA 졸을 이용하여 스피드 3,000 rpm으로 40초간 스피드코팅 하였다. 코팅된 임플랜트를 80°C에서 2시간동안 건조시키고 550°C에서 2시간 동안 열처리하였다.

### 3. 열수처리

양극산화 불꽃방전 처리 후 피막층에 존재하는 Ca와 P를 반응시켜 HA 결정석출을 유도하기 위해 고온 고압용의 오토클레이브 (ISA-BC-0060-SS-05-SYS, Ilshin Autoclave Co., Korea)를 사용하여 300°C의 온도에서 2시간 열수처리 하였다.

### 4. Hank's 용액 침적

표면처리 후 시편의 표면활성도 평가를 위해 pH와 이온농도를 사람의 혈장과 유사하게 조절한 Hanks 용액을 제조하여 침적시험을 실시하였다. 유사체액은 Sigma Hanks' Balanced Salts (H2387, Sigma Chemical Co, USA)에 calcium chloride dihydrate 0.185g/L, magnesium sulfate 0.09767g/L, sodium hydrogen carbonate 0.350g/L를 첨가하고 pH를 7.4로 조절하여 제조하였다. 준비한 시편을 121°C에서 20분 동안 고압멸균 처리한 다음 5% CO<sub>2</sub> 가스를 포함하는 인큐베이터에 넣고 온도를

36.5°C, pH를 7.4로 유지한 상태에서 6주간 저장하였으며, 침적시험과정에서 용액의 농도변화를 억제하기 위해 3일 간격으로 용액을 교환하였다.

## 5. 관찰

시편의 준비 후와 Hank's 용액에 6주간 침적한 후 표면층의 형태학적 미세구조를 주사전자현미경 (JSM-5800, JEOL, Japan)으로 관찰하였고, 피막층의 원소량을 에너지 분산 X-선 스펙트럼 (EDX, Oxford, England)으로 조사하였다.

## III. 결과

Fig. 1(a)는 이 실험에 사용된 다공성 임플랜트의 사진으로, 소결된 티타늄 구형체 사이에서 많은 공간을 관찰할 수 있으며, 표면의 한 부분을 확대한 사진 [Fig. 1(b)]에서 구형체가 연결되어 형성하는 다공성의 형태를 더 자세히 관찰할 수 있다. Fig. 2는 양극산화 처리한 임플랜트 표면의 모습으로 기공의 형태가 비교적 균일하게 티타늄 구형체에 거쳐 형성되어 있는 것을 관찰할 수 있다. Fig. 3은 양극산화 처리한 임플랜트를 Hanks' 용액에 6주간 침적 후 사진으로, 200배 사진에서는 구형체와 구형체 사이에서 큰 변화가 관찰되지 않았지만 2,000배 사진에서는 백색 입자들이 기공부위를 띠상으로 뒤덮고 있는

것을 관찰할 수 있다. Fig. 4는 양극산화 처리 후 열수처리한 임플랜트의 사진으로, 200배에서는 구형체 표면에 작은 돌기 같은 것이 붙어 있는 것을 관찰할 수 있으며, 5,000배 사진에서는 기공부위가 침적물에 의해 뒤덮여 있는 양상을 보였다. Fig. 5는 양극산화 처리 후 열수처리한 임플랜트를 Hanks' 용액에 침적한 사진으로, 200배 사진에서 구형체의 표면은 용액 침적전과 차이를 보이지 않지만 구형체와 구형체사이의 공간에 HA가 형성되어 채우기 시작하는 것을 관찰할 수 있으며 5,000배의 사진에서도 구형체 표면을 이들 침적물들이 덮고 있는 양상을 관찰할 수 있었다. Fig. 6은 양극산화 처리 후 HA 졸-겔 코팅한 임플랜트의 표면으로 졸-겔 코팅의 특징을 잘 보여준다. 즉 구형체와 구형체간의 접점은 원래 점으로 연결되는데 200배의 사진은 구형체와 구형체 사이에 연결부가 있는 것처럼 보이며 그 연결부의 두께가 20-30 $\mu\text{m}$ 가 된다. 그에 비해 구형체 표면은 졸-겔 코팅이 덮고 있으면서도 구형체의 매끄러운 표면을 관찰할 수 있어 여전히 양극산화에 의해 형성되었던 기공들을 관찰할 수 있었다. Fig. 7은 양극산화 처리 후 HA를 졸-겔 코팅한 임플랜트를 Hanks' 용액에 침적한 사진으로 침적하지 않은 시편에 비해 구형체의 표면이 HA에 의한 작은 돌기들에 의해 덮여있어 표면이 많이 거칠어져 있으며 구형체와 구형체 사이에도 HA가 채워져 있는 것을 관찰할 수 있었다.

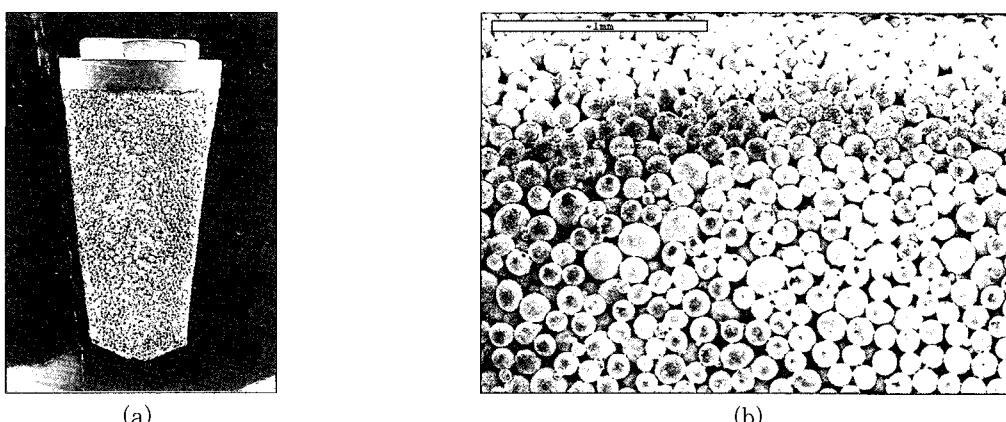
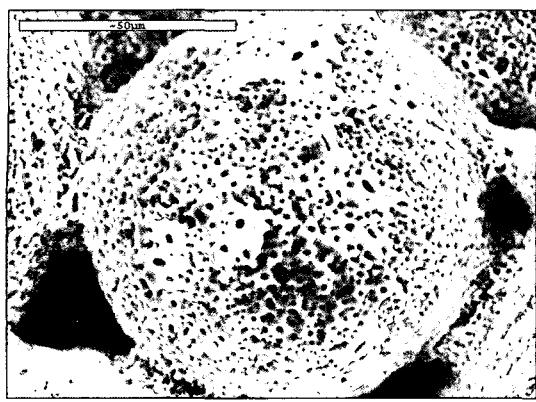
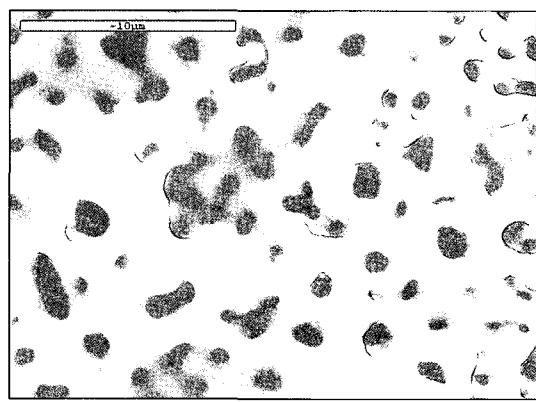


Fig. 1. Porous surface implant used in this study.

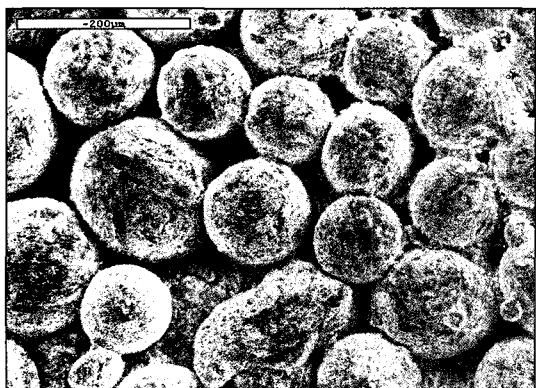


(a)

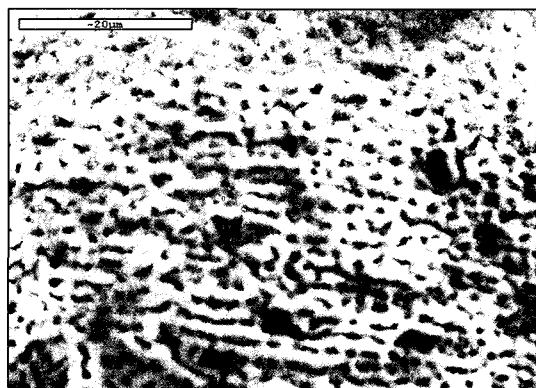


(b)

**Fig. 2.** Scanning Electron Micrograph of anodized porous surface.

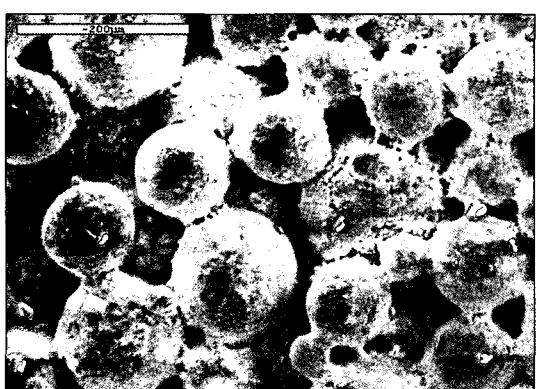


(a)

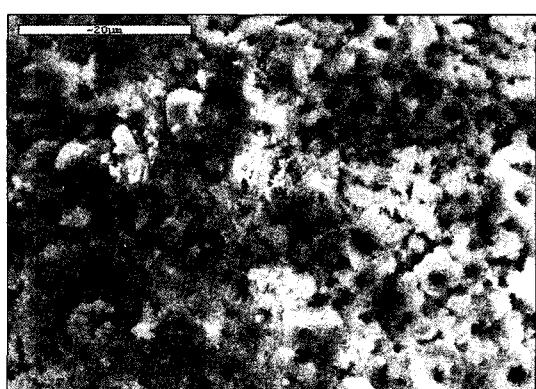


(b)

**Fig. 3.** Scanning Electron Micrograph of anodized implant in Hanks' solution for 6 weeks.

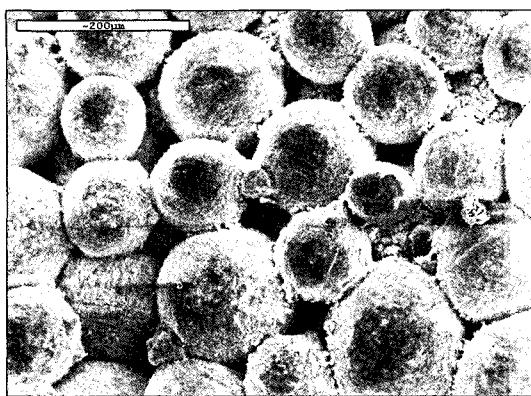


(a)

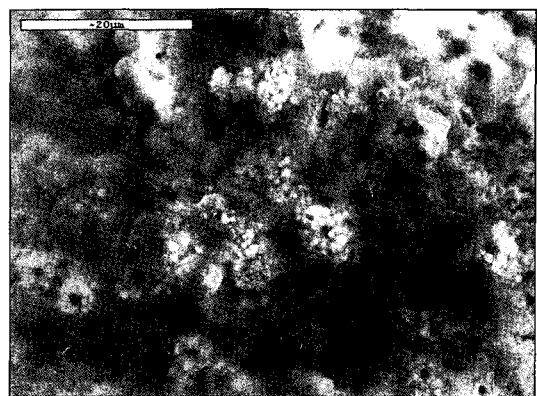


(b)

**Fig. 4.** Scanning Electron Micrograph of anodized and hydrothermal treated.

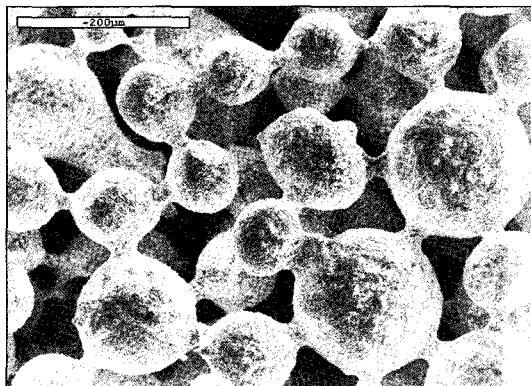


(a)

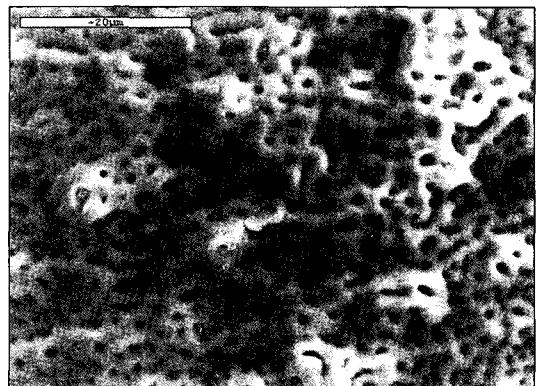


(b)

**Fig. 5.** Scanning Electron Micrograph of anodized and hydrothermal treated implant in Hanks' solution for 6 weeks.

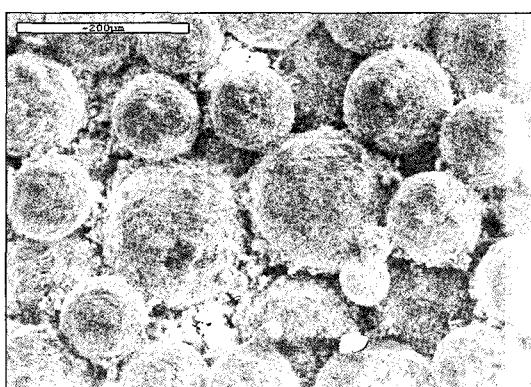


(a)

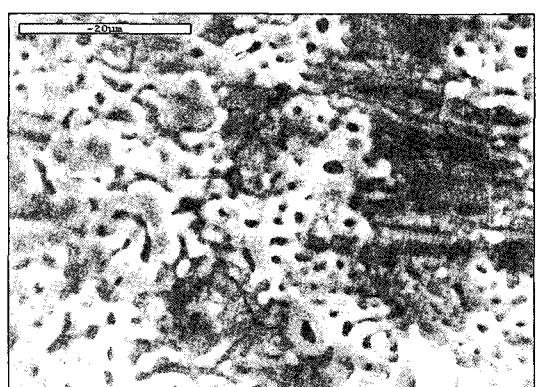


(b)

**Fig. 6.** Scanning Electron Micrograph of anodized and HA sol-gel coated.



(a)



(b)

**Fig. 7.** Scanning Electron Micrograph of anodized and HA sol-gel coated implant in Hanks' solution for 6 weeks.

**Table I.** Composition of surface films (atomic %)

atomic%	Anodized	Anodized + Hanks'	Hydrothermal	Hydrothermal + Hanks'	HA sol-gel	HA sol-gel + Hanks'
Ca	2.83	3.90	5.31	7.21	5.68	4.74
P	3.71	4.18	6.72	7.73	3.92	3.73
Ca/P	0.76	0.93	0.79	0.93	1.45	1.27

양극산화 불꽃방전 처리군, 열수처리군, HA 졸-겔 처리군 및 각 조건의 군을 Hanks' 용액에 6주간 침적한 군들의 EDX 분석결과는 Table I과 같다. Hanks' 용액에 침적하기 전 Ca와 P의 농도는 양극산화처리만 한 군의 경우 가장 낮았으며, 열수처리를 한 군의 경우 다소 높았지만 Ca/P의 비율은 두 군 다 낮았다. HA 졸-겔 처리한 경우는 1.45를 보여 1.67에 근접하는 경향을 보였다. Hanks' 용액에 침적 후 열수처리한 군이 양극산화처리만 한 군에 비해 Ca과 P의 양은 증가하였지만 Ca/P의 비율은 유사하였다. HA 졸-겔 처리한 군은 Ca-P의 양은 다소 적었지만 Ca/P의 비율은 1.27을 보였다.

#### IV. 고 찰

치과 임플랜트에서 골유착의 빠른 형성은 임플랜트의 초기 기능부하 (earlier functional loading)를 가능하게 하고, 수술부위의 골조직에서 새로운 골조직의 형성을 방해하는 임플랜트의 과다한 움직임을 감소시키므로 매우 중요하다. 임플랜트 매식 후 임플랜트는 주위의 골과 밀접한 결합이 형성되는 골유착이 일어나게 되는데 이때 임플랜트의 재질, 디자인, 표면, 골의 상태, 수술기법, 부하조건 등이 중요하다.<sup>18)</sup> 이러한 이유로 초기 선반가공한 임플랜트 표면이 개발된 이후 골 형성을 촉진시키는 것으로 예상되는 표면 특성을 얻기 위해 물리적이거나 화학적인 처리 등의 많은 방법이 개발되었다.

골조직과 접촉하는 계면에서 골조직이 성장해 들어올 수 있는 공간을 제공하는 구조를 가지는 다공성 표면(porous-coated)의 임플랜트는 티타늄 금속분말이나 입자를 소결하여 제작하며, 이는 정형외과(joint replacement implant)와 치과(endosseous dental implant)에서 사용되어 왔다. 이때 형성되는

다공성의 표면은 44-150μm크기의 구형의 입자를 소결시킨 것으로, 소결된 구형체사이의 150-300μm의 다공내로 골조직이 성장하여 3차원적인 골유착을 얻는 접촉면적이 가장 넓은 표면형태이다. 이 시스템은 골질이 불량한 type III-IV에서 효과적이고 잔존골의 양이 낮은 부위에서도 좋은 결과를 나타내는 장점이 있다. Simmons 등<sup>19)</sup>은 Ti6Al4V 합금 구형체 분말을 소결하여 만든 임플랜트가 플라스마 스프레이된 임플랜트에 비해 골조직이 더 빨리 성장해 들어와 임플랜트의 고정을 촉진시켰다는 연구를 보고하였는데, 이는 구형체가 소결되면서 연결된 구조가 3차원적인 형태를 형성하면서 기계적인 응력의 분산이 훨씬 더 유리하게 되는 현상과 관계가 있다고 하였다.<sup>20)</sup> 티타늄의 생체적합성은 표면에 형성되는 산화막의 물성과 밀접한 관계가 있다. 산화막을 형성하는데 사용되는 방법 중 피막층의 거칠기와 화학적 구성은 조절할 수 있는 양극산화법이 최근에 관심을 끌고 있다.<sup>21)</sup> 양극산화법에 의해 형성된 TiO<sub>2</sub> 층은 세포반응과 골-임플랜트의 결합력을 현저히 증가시키는 것으로 보고되었다.<sup>22,23)</sup> 이와 같은 반응성의 향상은 피막층내에 유입된 Ca과 P의 성분과 함께 증가된 표면 거칠기에 기인한다. 양극산화법은 임플랜트 표면을 다공성의 거친 표면형태를 이루게 하여 세포의 부착을 촉진하고 골 조직과 임플랜트의 기계적인 맞물림을 향상시킨다. 또한 전해액으로부터 피막층으로 유입된 칼슘과 인은 조골세포의 반응과 그에 따른 골유착 반응을 증가시킨다.

양극산화법은 전압과 전해액을 조절하여 피막층의 표면형태와 Ca-P의 조성을 동시에 변화시킬 수 있다. 그러나 전해액을 조절해 얻을 수 있는 Ca-P의 조성은 전압이 상승함에 따라 증가를 보이지만 300V 이상의 전압에서는 피막층에 균열이 형성되어 장기적인 물성 개선의 관점에서는 의문을 갖게 된

다. 따라서 산화 피막층의 두께를 얇게 형성하면서 균일한 크기의 다공성 구조를 유지하도록 하는 조건을 찾는 것이 중요하리라 생각된다. 일반 티타늄 핵스춰 (Grade IV)를 양극산화 불꽃방전 처리하는 경우에는  $30\text{mA}/\text{cm}^2$ 의 정전류 밀도에서 300V를 가할 경우 다공질 피막층 형성이 가능하였지만, 본 실험에서는 티타늄 핵금을 사용하였고 또한 절삭 가공한 임플랜트 표면에 구형체를 부착하였기 때문에 표면적 증가로 인해 더 높은 전류밀도 조건에서 처리했을 때 불꽃방전이 일어났다.

치과용 임플랜트는 상악과 같이 골질이 좋지 않은 부위에 매식하는 경우가 자주 있으므로 그 표면은 될 수 있으면 골 전도성을 가지는 것이 유리하다. 임플랜트 표면의 개선을 위해 만일 얇은 시간내에 고정시키는 화학적 결합과 장기간에 거쳐 고정을 유지하는 기계적 맞물림이 동시에 재현될 수 있다면 이상적인 계면의 부착을 이룰 수 있을 것이다.

경조직의 무기물과 화학적, 결정학적으로 유사한 구조를 가지는 수산화인회석은 세포반응과 골전도를 향상시키기 위해 티타늄 임플랜트 표면에 코팅재료로 자주 사용되어왔다.<sup>24,25)</sup>

또한 HA 코팅된 임플랜트는 골-HA 코팅된 계면에서 화학적 결합에 의해 골조직에 단단하게 고정된다. 플라스마 스프레이 기법이 티타늄 표면위에 HA 코팅을 하는 방법으로 사용되었지만 이 방법은 티타늄과의 약한 결합력이나 상의 불안정성과 같은 문제점들이 보고되었으며, 그 원인으로는 가공 과정의 높은 온도와 두껍게 형성되는 피막층 ( $30\text{-}50\mu\text{m}$ ) 때문으로 보고되었다.<sup>26,27)</sup> 또한 플라스마 스프레이에 의한 HA 코팅은 용해와 탈락이 급속히 진행되고 그에 따른 임플랜트와 코팅의 결합이 약해지거나 골조직과 임플랜트의 고정이 약해지는 것이 보고되었다.<sup>26-28)</sup> 이러한 이유로 최근에 얇은 film을 형성하기 위한 새로운 코팅 방법이 개발되었다.<sup>12,21,24,25,29,30)</sup> 이러한 얇은 HA film은 임플랜트와 결합력이 높고 생체활성이 우수하며 임플랜트의 표면의 형태를 크게 변형시키지 않으면서 표면을 화학적으로 개선한다. 또한 줄-겔 방법은 얇고 균일하며 매끄러운 수산화인회석 피막층을 형성할 수 있으며, 처리과정이 액체상태(liquid system)에서 진행되므로 이 방법은 거칠거나 복잡한 형태를 가지는 재료의 코팅에 효과적이다.

Knabe 등<sup>31)</sup>은 골-임플랜트 계면에서 더 왕성하고 급속한 골의 형성이 일어나기 위해서는 임플랜트 표면이 골생성 세포들의 분화를 강화하고 골소주 (matrix)를 형성할 수 있는 능력을 가지고 있어야 한다고 하였다. 티타늄의 표면을 HA 코팅으로 개선하는 것의 효과는 *in vitro* 실험에서 세포의 반응성에 영향을 주고, *in vivo* 실험에서 골세포의 증식과 골유착에 상당한 영향을 주는 것이 보고되었다.<sup>24,25,32-35)</sup>

다공성의 표면을 가지는 임플랜트에 대한 연구 중 소결된 구형체와 구형체사이의 공간에 Ca-P 필름을 입히거나 HA 줄-겔 코팅을 시도한 연구는 있었지만<sup>24,25)</sup> 구형체표면을 거칠게 하는 표면처리는 시도되지 않았으므로 여전히 매끄러운 표면을 유지하고 있었다. 이에 본 연구에서는 구형체와 구형체가 형성하는 큰 공간과 더불어 양극산화법으로 처리한 후 형성되는 작은 기공을 이용한다면 골조직에 노출되는 표면적이 극대화될 수 있음을 생각해 보았다. 또한 표면이 더 거칠어졌으므로 코팅이 되면 벗겨지거나 손상될 위험이 없으며, 다공성이 가지는 특성으로 인해 나사타입의 임플랜트에 비해 더 코팅이 잘 되고 그로인한 골유착이 훨씬 더 잘 일어날 수 있다는 장점이 있다고 생각되어 본 실험을 시도해 보았다.

본 실험에서 HA 줄-겔 코팅 후 얇지만 균일한 두께의 HA 막이 임플랜트 전 표면에 거쳐 형성됨을 관찰하였고, 특히 표면거칠기가 줄-겔 처리법에 의해 거의 변하지 않았으며, 반면에 표면에서 Ca 과 P의 농도가 양극산화처리만 한 경우에 비해 훨씬 높게 나타났다. 또한 Hanks' 용액을 사용하여 HA의 침적을 관찰한 결과 양극산화 처리된 임플랜트의 생체적 합성이 줄-겔 HA 코팅에 의해 더 향상되었음을 발견할 수 있었다. 즉 양극산화처리와 HA 줄-겔 코팅을 통해 티타늄의 표면은 세포의 증식과 골 결합 능력에 효과적인 환경을 제공할 수 있도록 물리적으로 또 화학적으로 개선되었다고 볼 수 있으며, 이는 HA 막과 결정이 임플랜트의 표면을 전제적으로 덮은 것을 관찰함으로 알 수 있었다.

HA 필름 막의 두께는 대부분의 소결된 입자표면에서  $1\mu\text{m}$ 이거나 그 이하였으며 약  $2\mu\text{m}$ 정도의 다소 두꺼운 막이 소결된 연결지점에서 관찰되기도 했다. 이와 같이 이 지점에서 다소 두꺼운 막을 형성하는 이유는 코팅용액을 concave-convex 부위로 당기는

모세관 현상에 의한 것으로 생각되어진다. 이와 같이 다소 두껍게 형성된 코팅에 의해 골조직의 반응이 더 촉진될 것으로 보이며, 이러한 현상의 결과는 Hanks' 용액에 침적 후 구형체와 구형체가 소결된 연결지점에서 HA가 더 많이 형성되는 것을 관찰함으로 확인할 수 있었다. 이렇게 형성된 골형성과 골유착은 핵스춰의 외면이 골과 접촉하고 있는 동안에도 다공부위에서 지속적으로 내부로 진행되어 향후 나사형 임플랜트에 비해 더 단단한 결합을 이루는 조건이 될 것이다.

HA의 낮은 결정화로 인해 코팅된 HA film은 분해가 일어나겠지만 그 두께가 아주 얇으므로 골유착 과정중이나 골유착 반응이 완성된 후에도 부정적인 효과를 초래하지는 않을 것으로 예상된다. 코팅의 첫 번째 목적은 골조직의 초기 치유반응이 일어나는 시기에 초기 반응을 촉진하는 기전을 제공하는 것이다. 임플랜트 표면의 Ca-P 막이 임플랜트 안정성의 수명에 중요한 요소는 아니므로 그 막이 반응에 의해 용해되어도 임상적 유의성은 거의 없다.

양극산화 후 열수처리한 임플랜트를 이용한 동물 실험에서 Ishizawa 등<sup>36)</sup>은 얇은 HA 막이 골전도의 성질을 가지기는 했지만 플라스마 스프레이된 HA에 비해 주위의 골조직에 대한 활성이 적었으며, 그 이유는 HA 결정들이 높은 결정화 비율을 보여 골조직에서 안정화를 이루고 분해가 거의 일어나지 않았기 때문으로 보고하였다. 본 실험에서도 SEM 관찰결과 HA 결정이 가늘고 긴 침상의 결정이 아닌 둥글고 짧은 결정의 조대한 형상을 보여 표면에 형성된 HA가 매우 안정된 결정화를 보였다. 향후 반응성이 높은 결정화를 표면에 형성하기 위한 연구가 더 필요할 것으로 생각된다.

임플랜트 재료에 대한 골유착의 기전을 이해하기 위해서는 임플랜트 표면에서 일어나는 원자 레벨과 분자 레벨의 현상과 그에 따른 조골세포의 반응에 주는 영향에 대해 이해해야 한다. 골세포와 조직의 반응을 최적화 해주는 임플랜트 표면을 얻기 위하여 특정한 재료와 표면처리에 대한 세포와 조직의 반응에 대한 기본적인 지식의 축적이 지속적으로 요구된다. 따라서 임플랜트 표면처리의 과정 중 졸-겔 법을 통한 HA 처리법의 효과와 그 평가를 위하여 세포실험과 동물실험에 대한 연구가 더 진행되어야 할 것이다.

## V. 결 론

생체적합성을 향상시키기 위해 졸-겔 방법을 이용한 얇고 균일한 HA 막이 양극산화 처리된 다공성 임플랜트 표면에 코팅되었다. 졸-겔 코팅에 의해 표면의 Ca과 P의 양이 현저하게 증가하였지만 표면형태와 거칠기는 거의 변하지 않았다. 졸-겔 법에 의한 HA의 코팅은 양극산화 처리만 하거나 양극산화 후 열수처리한 군에 비해 Hanks' 용액의 침적에서 많은 HA의 침전물과 높은 Ca/P 비율을 보여 현저하게 향상된 생체적합성과 골유착 가능성을 보였다.

## 참고문헌

1. Long M, Rack HJ. Titanium alloys in total joint replacement: A materials science perspective. *Biomaterials* 1998; 19:1621-1639.
2. Wilke A, Landgraaf M, Orth J, Kienpfel H, Grissand P, Franke R. Human bone marrow cell cultures: A sensitive method for determination of the biocompatibility of implant materials. *ATLA* 1999;27:137-151.
3. Adell R, Lekholm U, Rockler B, Branemark P-I. A 15-year study of osseointegrated implants in the treatment of the edentulous jaw. *Int J Oral Surg* 1981;10:387-416.
4. Quirynen M, Bollen CM, Papaioannou W, Van Eldere J, van Steenberghe D. The influence of titanium abutment surface roughness on plaque accumulation and gingivitis: Short-term observations. *Int J Oral Maxillofac Implants* 1996;11:169-178.
5. Hutton JE, Health MR, Chai JY, Harnett J, Jemt T, Johns RB. Factors related to success and failure rates at 4-year follow-up in a multicenter study of overdentures supported by Branemark implants. *Int J Oral Maxillofac Implants* 1995;10:33-42.
6. Buser D, Schenk RK, Steinemann S,

- Fiorellini JP, Fox CH, Stich H. Influence of surface characteristics on bone integration of titanium implants. A histomorphometric study in miniature pigs. *J Biomed Mat Res* 1991;25:889-902.
7. Wennerberg A, Albrektsson T, Andersson B. Design and surface characteristics of 13 commercially available oral implant systems. *Int J Oral and Maxillofac Implants* 1993;8:622-633.
  8. Cooper LF. A role for surface topography in creating and maintaining bone at titanium endosseous implants. *J Prosthet Dent* 2000;84:522-534.
  9. Buser D, Schenk RK, Steinemann S, Fiorelli JP, Fox CH, Stich H. Influence of surface characteristics on bone integration of titanium implants. A histomorphometric study in miniature pigs. *J Biomed Mater Res* 1991;28:889-902.
  10. Piattelli M, Scarano A, Paolantonio M, Iezzi G, Petrone G, Piattelli A. Bone response to machined and resorbable blast material titanium implants: An experimental study in rabbits. *J Oral Implantol* 2002; 28:2-8.
  11. Sanz A, Oyarzun A, Farias D, Diaz I. Experimental study of bone response to a new surface treatment of endosseous titanium implants. *Implant Dent* 2001; 10:126-131.
  12. Ishizawa H, Ogino M. Formation and characterization of anodic titanium oxide films containing Ca and P. *J Biomed Mater Res* 1995;29:65-72.
  13. Pilliar R. Porous surfaced metallic implants for orthopedic applications. *J Biomed Mater Res* 1987;21:1-33.
  14. Bobyn J, Pilliar R, Cameron H, Weatherly G. The optimum pore size for the fixation of porous-surfaced metal implants by the ingrowth of bone. *Clin Ortho Relat Res* 1980;150:263-270.
  15. Deporter D, Watson P, Pilliar R, Melcher A, Winslow J, Howley T, et al. A histological assessment of the initial healing response adjacent to porous-surfaced titanium alloy dental implants in dogs. *J Dent Res* 1986;65:1064-1070.
  16. Deporter DA, Watson PA, Pilliar RM. A histological assessment of the initial healing response adjacent to porous surfaced Ti alloy dental implants in dogs. *J Dent Res* 1986;65:1064-1070.
  17. Pilliar RM, Deporter PA, Watson PA. The effect of partial coating with hydroxyapatite on bone remodeling in relation to porous-coated titanium-alloy dental implants in the dog. *J Dent Res* 1991; 70:1338-1345.
  18. Albreksson T. Osseointegrated titanium implants. *Acta Orthop Scand* 1981;52: 155-170.
  19. Simmons CA, Valiquette N, Pilliar RM. Osseointegration of sintered porous-surfaced and plasma spray-coated implants: an animal model study of early postimplantation healing response and mechanical stability. *J Biomed Mater Res* 1999;47:127-138.
  20. Simmons CA, Meguid SA, Pilliar RM. Differences in osseointegration rate due to implant surface geometry can be explained by local tissue strains. *J Orthop Res* 2001;19:187-194.
  21. Ishizawa H, Ogino M. Formation and characterization of anodic titanium oxide films containing Ca and P. *J Biomed Mater Res* 1995;29:65-72.
  22. Sul YT. The significance of the surface properties of oxidized titanium to the bone response: special emphasis on potential

- biochemical bonding of oxidized titanium implants. *Biomaterials* 2003;24:3893-3907.
23. Son WW, Zhu X, Shin HI, Ong JL, Kim KH. In vivo histological response to anodized and anodized/hydrothermally treated titanium implants. *J Biomed Mater Res* 2003;66B:520-525.
  24. Gan L, Wang J, Tache A, Valiquette N, Deporter D, Pilliar R. Calcium phosphate sol-gel-derived thin films on porous-surfaced implants for enhanced osteoconductivity. Part II: short term in vivo studies. *Biomaterials* 2004;25:5313-5321.
  25. Nguyen HQ, Deporter DA, Pilliar RM, Valiquette N, Yakubovich R. The effect of sol-gel formed calcium phosphate coatings on bone ingrowth and osteoconductivity of porous surfaced Ti alloy implants. *Biomaterials* 2004;25:865-876.
  26. Overgaard S, Soballe K, Hansen ES, Josephsen K, Bunger C. Implant loading accelerates resorption of hydroxyapatite coating. *J Orthop Res* 1996;14:888-894.
  27. Jarcho M. Retrospective analysis of hydroxyapatite development for oral implant applications. *Dent Clin North Am* 1992;36:19-26.
  28. Bloebaum RD, Dupont JA. Osteolysis from a press-fit hydroxyapatite-coated implant. A case study. *J Arthroplasty* 1993;8:195-202.
  29. Kim HW, Kim HE, Knowles JC. Fluorohydroxyapatite sol-gel coating on titanium substrate for hard tissue implants. *Biomaterials* 2004;25:3351-3358.
  30. Li LH, Kim HW, Lee SH, Kong YM, Kim HE. Biocompatibility of titanium implants modified by microarc oxidation and hydroxyapatite coating. *J Biomed Mater Res* 2005;73A:48-54.
  31. Knabe C, Howlett C, Klar F, Zreiqat H. The effect of different titanium and hydroxyapatite-coated dental implant surfaces on phenotypic expression of human bone derived cells. *J Biomed Mater Res* 2004;71A:98-107.
  32. Anselme K, Bigerelle M, Noel B, Dufresne E, Judas D, Iost A, et al. Qualitative and quantitative study of human osteoblast adhesion on materials with various surface roughness. *J Biomed Mater Res* 2000;49:155-166.
  33. Wang J, Layrolle P, Stigter M, de Groot K. Biomimetic and electrolytic calcium phosphate coatings on titanium alloy: Physicochemical characteristics and cell attachment. *Biomaterials* 2004;25:583-592.
  34. Xue W, Tao S, Liu X, Zheng X, Ding C. In vivo evaluation of plasma sprayed hydroxyapatite coatings having different crystallinity. *Biomaterials* 2004;25:415-421.
  35. Kim HW, Kim HE, Salih V, Knowles JC. Sol-gel-modified titanium with hydroxyapatite thin films and effect on osteoblast-like cell responses. *J Biomed Mater Res* 2005;74A:294-305.
  36. Ishizawa H, Fujino M, Ogino M. Histomorphometric evaluation of the thin hydroxyapatite layer formed through anodization followed by hydrothermal treatment. *J Biomed Mater Res* 1997;35:199-206.

---

**Reprint request to:**

**Kwang-Yeob Song, D.D.S., Ph.D.**

Department of Prosthodontics, School of Dentistry, Chonbuk National University  
664-14, Duckjindong, Duckjinku, Jeonju, Jeonbuk, 561-756, Korea  
skydent@chonbuk.ac.kr

## ABSTRACT

# STUDY ON THE ENHANCING MICRO-ROUGHNESS OF POROUS SURFACED DENTAL IMPLANT THROUGH ANODIZATION

Tae-Ho Yoon, D.D.S., M.S.D., Ph.D., Kwang-Yeob Song, D.D.S., M.S.D., Ph.D.

*Department of Prosthodontics, College of Dentistry, Chonbuk National University*

**Statement of problem:** HA has been used as a coating material on Ti implants to improve osteoconductivity. However, it is difficult to form uniform HA coatings on implants with complex surface geometries using a plasma spraying technique.

**Purpose:** To determine if Ti6Al4V sintered porous-surfaced implants coated with HA sol-gel coated and hydrothermal treated would accelerate osseointegration.

**Materials and Methods:** Porous implants which were made by electric discharge were used in this study. Implants were anodized and hydrothermal treatment or HA sol-gel coating was performed. Hydrothermal treatment was conducted by high pressure steam at 300 °C for 2 hours using a autoclave. To make a HA sol, triethyl phosphite and calcium nitrate were diluted and dissolved in anhydrous ethanol and mixed. Then anodized implant were spin-coated with the prepared HA sols and heat treated. Samples were soaked in the Hanks' solution with pH 7.4 at 37°C for 6 weeks. The microstructure of the specimens was observed with a scanning electron microscope (SEM), and the composition of the surface layer was analyzed with an energy dispersive spectroscope (EDS).

**Results:** The scanning electron micrographs of HA sol-gel coated and hydrothermal treated surface did not show any significant change in the size or shape of the pores. After immersion in Hanks' solution, the precipitated HA crystals covered macro- and micro-pores. The precipitated Ca and P increased in Hanks' solution that surface treatment caused increased activity.

**Conclusion:** This study shows that sol-gel coated HA and hydrothermal treatment significantly enhance the rate of HA formation due to the altered surface chemistry.

---

**Key words :** Porous implant, Anodizing, HA sol-gel coating, Hydrothermal treatment