다공성 티타늄 임플란트 제조를 위한 분말 소결

김 영 훈, 이 선 경*
원광보건대학 치기공과, 경희대학교 치과대학 예방사회치과학교실 및 구강생물연구소*

Powder Sintering for Fabrication of Porous Ti Implants

Yung-Hoon Kim, Sun-Kyoung Lee*
Department of Dental Laboratory Technology, Wonkwang Health Science University
Department of Preventive and Social Dentistry & Institute of Oral Biology, College of Dentistry, Kyung Hee University*

[Abstract]

Purpose: This study was performed to compare sintering conditions for fabrication of porous Ti implant.

Methods: The porous Ti implant samples were fabricated by sintering of spherical Ti powders in vacuum and atmosphere conditions. Surface morphology, composition and phase were analyzed by FE-SEM, EDX and XRD.

Results: Sintered Ti implant in the vacuum consisted of particles connected in three dimensions by clear necking without excessive oxide layers. However, sintered Ti implant in atmosphere was formed excessive oxide layers with non-stoichiometric compounds.

Conclusion: The porous Ti implant can be sintered in vacuum condition preferably.

Key words : Ti implant, porous, powder, sintering

교신저자	성 명	김 영 훈	전 화	063-840-1244	E-mail	kimyh@wkhc.ac.kr
	주 소	전북 익산시 신용동 344-2 원광보건대학 치기공과				

접 수 일	2010. 11. 16	수 정 일	2010. 11. 26	확 정 일	2010. 12. 22

Ⅰ. 서 론

골유착(osseointegration)의 개념이 확립된 이래 현재의 임플란트는 대부분 티타늄 또는 티타늄 합금으로 제조되고 있다. 이는 티타늄 표면에 자연적으로 생성되는 산화막이 부동태 피막으로 작용하면서 티타늄 내부의 금속이온이 밖으로 용출되는 것을 방지하고 외부의 산소 등이 더 이상 티타늄 기지와의 반응을 차단함에서 기인한다. 이러한 생체불활성 특징을 가지기 때문에 임플란트 소재로 가장 적합한 재료라 할 수 있다. 그러나 산소와의 친화성이 강하기 때문에 제조 분위기 조절과 가공을 위한 특수 장비 및 기술이 필요하게 되었다. 특히 800℃ 이상의 고온으로 가열을 할 경우 산소와의 반응속도는 매우 빨라진다(박노광 등, 2009). 단순히 기계가공에 의한 임플란트를 제작할 때는 고온의 가공 공정이 필요치 않지만 플라즈마 코팅 등의 2차 표면처리공정이 추가되거나 티타늄 분말 소결에 의해 임플란트를 제작할 경우 고온의 가공 공정을 거치게 된다. 이에따라 전기방전소결(Electro-Discharge Sintering, EDS) 등의 기술(현창용 등, 2005)이 사용되기도 하였다. 전기방전소결(EDS) 공법은 고온소결법과 달리 소재 자체의 미세구조를 변화시키지 않고 400㎲ 의 짧은 시간 내에 소결공정이 완료되므로 고유의 기계적 강도를 유지할 수 있다(Kim 등, 2007). 최근의 임플란트 기술동향을 살펴보면 정형외과용 임플란트에서는 인체의 골과 티타늄과의 탄성율 차이에 의한 응력차폐(stress shielding)현상이 문제시되고 있으며(Oh 등, 2003), 치과용 임플란트에서는 표면처리의 기술이 발전함에 따라 생체불활성에서 더 나아가 생체활성이 부여된 생체융합소재를 모색하고 있는 실정이다. 분말 소결을 통하여 제조된 다공성 티타늄 임플란트는 입자의 크기와 소결온도에 따라 탄성율을 조절 할 수 있으며, 기공의 크기를 제어하여 생체활성 물질의 탑재와 방출속도를 조절할 수 있을 것이다. 그러나 티타늄 또는 그 합금은 산소와의 친화력이 강하기 때문에 소결분위기의 조절이 중요하다.

이에 본 연구에서는 100~150㎛ 크기의 순수 티타늄(cp Ti) 분말을 이용하여 다공성 티타늄 임플란트 시편을 제작하였고 티타늄 분말을 소결하는 분위기를 달리 하여 소결양상과 산화 정도에 미치는 영향에 관해 연구하였다.

Ⅱ. 연구 방법

1. 다공성 티타늄 임플란트 시편 제작

실험에 사용한 시편은 100~150㎛ 크기를 갖는 순수 티타늄(cp Ti) 분말(TLS Technik, Germany)을 각각 진공분위기와 대기중 분위기에서 소결하여 제작하였다.

2. 소결 분위기

진공 퍼네스에서 3×10-7torr의 진공(조유정 등, 2008)과 대기 분위기 하에 1200℃까지 분당 5℃의 승온속도로 상승시킨 뒤 2시간 계류 후에 로냉 하여 제작하였다. 완성된 다공성 티타늄 임플란트 시편들은 아세톤에 10분, 에탄올에 10분 동안 초음파 세척하여 60℃의 건조기에서 건조시켜 준비하였다.

3. 비교분석

분위기에 따른 임플란트 시편의 표면양상을 주사전자현미경(HITACHI S-4700, Japan)으로 관찰하였고, 에너지 분산 X-선 스펙트럼(HITACHI S-4700, Japan) 장비를 이용하여 산화의 정도를 비교하였으며 X-선 회절 분석기(Rigaku D/MAX-2500/PC, Japan)를 이용하여 결정상을 분석하였다.

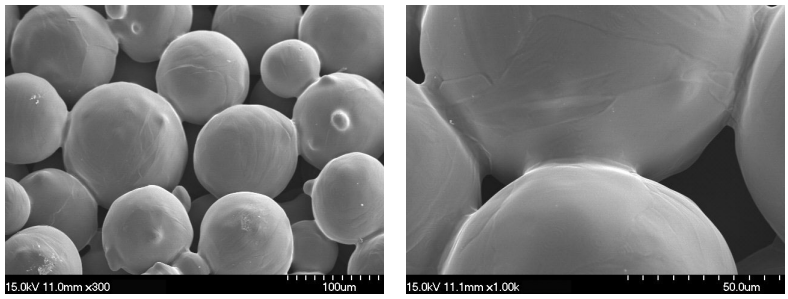
Ⅲ. 연구 결과 및 고찰

1. 연구결과

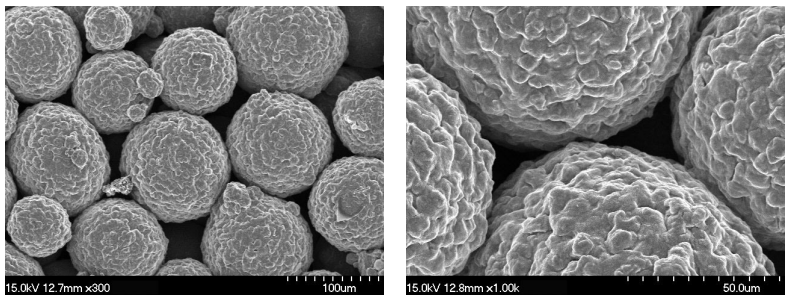
Ti 합금 분말 충진에 의한 소결체는 인간의 피질골과 유사한 굽힘강도와 영률을 갖는다고 하였고(Oh 등, 2003), 또한 Ti 합금 분말의 소결체는 정형외과적 식립재로서 충분한 기계적 특성을 갖는다고 하였다(Amigo, 2003).

Fig. 1은 100~150㎛ 크기의 Ti 분말을 이용하여 진공분위기와 대기중 에서 소결한 다공성 임플란트의 표면을 보여준다. 진공 분위기에서 소결된 시편은 과도한 산화막의 형성 없이 깨끗한 표면을 갖고 neck이 형성되어 소결이 잘 이루어진 것을 볼 수 있지만 대기중 에서 소결된 시

편은 과도한 산화막의 형성으로 거친 표면을 형성하고 있었다. 뿐만 아니라 소결된 후에 육안으로 관찰한 결과 진공 분위기에서 소결된 시편은 은백색으로 광택을 내었으며, 대기 분위기에서 소결된 시편은 새까맣게 그을려 있었다. Table. 1과 Fig. 2에는 분위기에 따라 시편으로 제작한 다공성 티타늄 임플란트의 표면성분과 X-선 회절 양상을 나타내었다. 진공 분위기에서 소결된 시편은 Ti 성분에 비해 O의 성분이 극히 낮은 것으로 보아 소결되는 동안에 산화는 거의 일어나지 않았고 자연 발생적인 산화막 만을 형성한 것을 알 수 있으며, 대기 분위기에서 소결된 시편은 Ti 성분이 상당량 감소하고 O의 성분이 약 10배 가량 증가한 것을 보여준다. X-선 회절 양상에서도 진



(a)

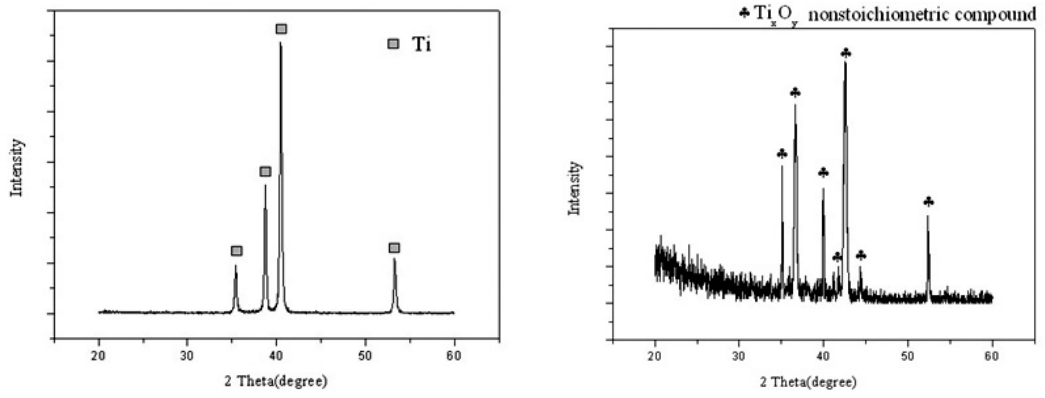


(b)

Fig. 1. SEM images of sintered Ti powders, (a) in vacuum, (b) in atmosphere

Table. 1 Atomic concentration by EDX

elements	Ti	O	C
Vacuum(at%)	89.61	3.31	7.08
Atmosphere(at%)	48.86	34.52	16.62



(a) Vacuum (b) Atmosphere

Fig. 2. XRD patterns of porous Ti implant

공 분위기에서 소결된 시편은 티타늄 산화물(TiO_2)의 피크 없이 전형적인 티타늄(Ti)의 특정 피크만이 나타나지만 대기 분위기에서 소결된 시편은 대부분의 피크가 Ti_xO_y 형태의 비화학양론적 화합물로 나타났다.

Ⅳ. 고 찰

티타늄은 재료의 특성상 생체재료와 구조 및 산업재료로 활용성이 크지만 주조 및 소결 등의 공정 분위기에 큰 영향을 받는다. 특히 고온 공정에서 산소(O)와의 친화성이 크기 때문에 표면에 과도한 산화막을 형성한다. 따라서 티타늄 가공을 위한 특수 장비 및 가공기술이 개발되면 더 광범위한 적용이 가능하리라 사료된다.

Ⅴ. 결 론

티타늄 분말을 진공과 대기 분위기에 따라 소결시킨 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 진공 분위기에서 소결된 다공성 티타늄 임플란트는 과도한 산화막의 형성 없이 깨끗한 표면을 갖고 neck이 형성되었으며, 대기 분위기에서 소결된 다공성 티타늄 임플란트는 과도한 산화막의 형성으로 거친 표면을 나타내었다.

2. 진공 분위기에서 소결된 다공성 티타늄 임플란트는 X-선 회절패턴 분석결과 전형적인 티타늄 상으로 나타났으며, 대기 분위기에서 소결된 다공성 티타늄 임플란트의 표면에 형성된 산화막층은 X-선 회절패턴 분석결과 일반적인 티타늄 산화물(TiO_2)의 상(phase)이 아닌 Ti_xO_y 의 형태의 비화학양론적 화합물로 나타났다.

3. 고온 소결에 의한 다공성 티타늄 임플란트의 제조를 위해서는 진공상태의 분위기를 유지하거나 짧은 시간 내에 소결공정을 마무리하여 티타늄과 산소가 반응할 수 있는 시간을 단축 시켜야 한다.

단순히 절삭 등의 기계가공에 의해 임플란트를 제작할 때는 공정분위기를 조절할 필요가 없지만 고온에서 표면처리를 한다거나 분말 소결법에 의해 임플란트를 제작할 때는 고온에서 열산화가 일어나지 않도록 티타늄과 산소(O)와의 반응을 막아줄 수 있는 진공 또는 불활성 기체분위기를 필요로 한다.

참 고 문 헌

박노광, 홍재근, 김정한, 염종택. 타이타늄 분말합금의 제조와 특징. 기계와재료, 136-145, 2009.

조유정, 김영훈, 장형순, 강태주, 이원희. 다공성 티타늄 임플란트의 생체적합성 증진을 위한 복합 표면처리에 관한 연구. 한국재료학회지, 18(5), 229-234, 2008.

현창용, 허재근, 이원희. 전기방전소결에 의한 다공성 Ti 임플란트의 제조. 생체재료학회지, 9(3), 132-137, 2005.

Amigo V, Salvador MD, Romero F. Microstructural evolution of Ti-6Al-4V during the sintering of microspheres of Ti for orthopedic implants. Journal of materials processing technology, 141, 117-122, 2003.

Kim YH, Cho YJ, Lee CM, Kim SJ, Lee NS, Kim KB, Jeon EC, Sok JH, Park JS, Kwon H, Lee KB, Lee WH. Self-assembled microporous Ti-6Al-4V implant compacts induced by electro-discharge-sintering. Scripta Materialia, 56, 449-451, 2007.

Oh IH, Nomura N, Masahashi N, Hanada S. Mechanical properties of porous titanium compacts prepared by poeder sintering. Scripta Materialia, 49, 1197-1202, 2003.