

## 마이크로 아크 산화 표면처리 기술을 활용한 치과도재 소부용 티타늄 인공치아 결합강도 연구

### A Study on the Bonding Strength of Titanium Artificial Teeth for Baking Dental Ceramics using Micro-arc Oxidation Surface Treatment Technology

송종범<sup>1</sup>, 박종민<sup>2</sup>, 김종순<sup>2</sup>, 정효경<sup>3</sup>, 최원식<sup>4\*</sup>

Jong-Beop Song<sup>1</sup>, Jong-Min Park<sup>2</sup>,  
Jong-Soon Kim<sup>2</sup>, Hyo-Kyung Jung<sup>3</sup>, Won-Sik Choi<sup>4\*</sup>

#### 〈Abstract〉

The bonding strength [ISO22674] test was conducted by firing a dedicated ceramic powder on the surface of the dental titanium material treated with micro-arc oxidation. In the test group, an average result value of 34.34 MPa was obtained, and in the control group, a result value of 21.53 MPa was obtained. The bonding strength of the test group was higher than that of the control group by 12.81 MPa, resulting in a 37% improvement in durability of the dental artificial tooth ceramic restoration.

*Keywords : Plasma Electrolytic Oxidation, PEO, Dental Ceramics, Dental Titanium, Artificial Teeth, Bonding Strength Test*

1 정회원, (주)엠디 연구소장, 부산대학교 바이오산업기계공학과 박사수료  
E-mail: songsea007@hanmail.net

2 정회원, 공동저자, 부산대학교 바이오산업기계공학과 교수

3 정회원, 공동저자, 대구보건대학교 치기공과 교수

4\* 정회원, 교신저자, 부산대학교 바이오산업기계공학과 교수  
E-mail: choi@pusan.ac.kr

1 Author, MD Co.Ltd, Head of research center, Dept. of Bio-Industrial Machinery Engineering, Pusan National University, Ph. D. Candidate

2 Dept. of Bio-Industrial Machinery Engineering, Pusan National University, Professor

3 Dept. of Dental Laboratory, Daegu Health College, Professor

4\* Corresponding Author, Dept. of Bio-Industrial Machinery Engineering, Pusan National University, Professor

### 1. 서론

마이크로 아크산화(Plasma Electrolytic Oxidation, PEO) 표면처리 기술은 전해액 내에서 금속소재의 표면에 제한적인 플라즈마 방전을 유도하고, 그 에너지를 이용하여 모재표면을 세라믹 층으로 변화시키는 기술로서, 극도로 치밀하고 밀착성이 매우 우수한 세라믹 박막층 형성이 가능한 경제적, 친환경적 공정기술로 1999년 Yerokhin등에 의해 전반적인 이론 및 공정기술에 대한 연구논문이 발표되어[1] 기술의 원리가 부동태 피막이 있는 양극에 전압을 높이면, 피막 내부를 투과하는 마이크로 방전이 발생하여 기지금속까지 도달하며, Fig. 1과 같이 이 과정에서 산화피막이 재용

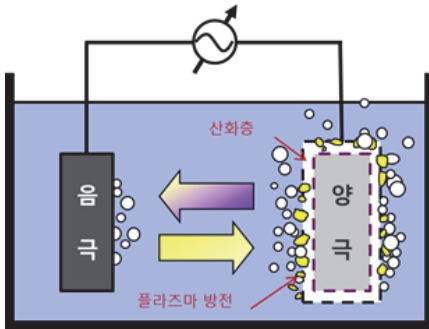


Fig. 1 Plasma Electrolytic Oxidation process schematic

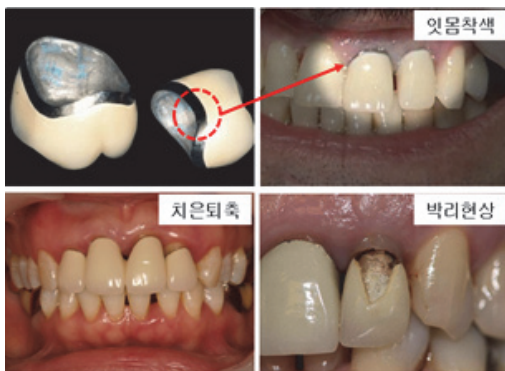


Fig. 2 Dental artificial tooth prosthesis problems

해 되어 치밀한 피막층이 형성된다고 보고하였다 [2-6].

Fig. 2는 치과 보철 분야에 사용되는 수복용 인공치아 보철물의 경우 도재(Crown)의 하부에 금속을 사용하는 금속도재관(porcelain fused of metal crown, PFM)이 가장 많이 사용되고 있으며, 반투명성 자연치아 색상표현을 위해 금속 표면에 오펙층(Opaque)을 형성하고 도재를 축성 및 소성을 통해 제작한다[7].

금속도재관의 경우 크게 3가지 문제점이 발생하는데, (i) 크라운 하부에 금속 코핑을 강화한 심미수복재료로써 반투명 크라운을 통해 금속 코핑이 비치는 잇몸착색현상, (ii) 가장 많이 사용되는 Ni-Cr 코핑의 사용으로 인해 잇몸이 내려가는 치은퇴축현상, (iii) 금속 코핑과 세라믹 크라운 간의 낮은 결합력으로 인한 박리, 파절현상으로 문제점이 발생한다[8].

본 연구에서는 상기 언급된 단점들을 극복하고 생체친화적 소재인 티타늄 소재 인공치아 보철물에 마이크로 아크 산화코팅 공정을 통해 티타늄 산화피막 내 전기화학적으로 침입시켜 Fig. 3과 같이 금속-세라믹 중간층을 형성하여 금속-중간층-세라믹의 우수한 접착성을 연구하고자 티타늄 시편(ISO 22674) 시험군에만 플라즈마 아크 산화 표면처리를 적용 후 전용 세라믹을 소성하여 만능 재료시험기로 굴곡강도(3Point Bending Test)를 진행해 굴곡강도(MPa)를 비교 평가하고자 한다 [9-13].

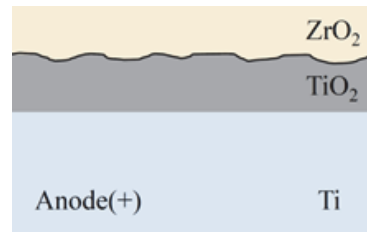


Fig. 3 Coating layer cross section

## 2. 본 론

### 2.1 실험재료

Fig. 4는 본 연구에서 사용한 소재로 국내 식약 처 2등급 인증이 완료된 치과용 티타늄 합금재료 독일 KaVo사 Titanium Composition Grade 5 소재(Titan >90% Density: 4.43g/cm) 의 Ø8 Disk를 가공 재단하였다.



Fig. 4 Dental titanium disk

Fig. 5는 시험규격(ISO 9693-1:2012)에 맞게 시료를 가로 25±1 mm, 세로 3±0.1 mm, 그리고 두께 0.5±0.05 mm 판재로 시험군 3개, 대조 군 3개로 제작하였고, SiC paper로 #1000까지 표면을 균일하게 연마한 후 아세톤을 이용하여 1 분간 초음파 세척하였다.



Fig. 5 washed specimen

### 2.2 실험방법

Fig. 6은 전해 플라즈마 공정으로 5.5g KOH, 4g K<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>을 증류수에 용해시킨 전해액 내 티타

늄 합금을 양극으로 위치시키고 음극에는 스테인 리스강을 위치시킨 후, 20 kW의 전원공급장치를 통해 교류 전원을 인가하였다.

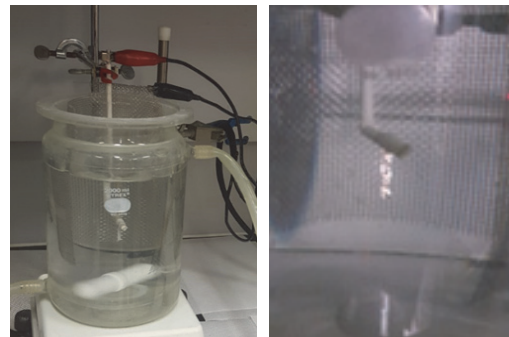


Fig. 6 Plasma electrolytic oxidation process

Fig. 7은 마이크로 아크 산화 표면처리된 시료 로 형성조건은 전류밀도 300mA/cm<sup>2</sup>, 500mA/cm<sup>2</sup> 전기시그널은 AC, 전류진동수는 60Hz, 전극 파형은 정현파, 표면처리시간은 5분이내로 적용하 여 실험하였다.

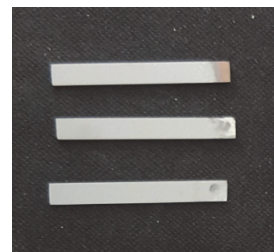


Fig. 7 Specimens with surface treatment completed

Fig. 8은 전류 진동수 증가에 따른 티타늄 합금 의 코팅층 표면을 관찰하였다. 전류 진동수의 변 화와는 무관하게 전해 플라즈마 처리된 코팅층의 표면은 다공성 미세구조이며, 이러한 미세한 기공 (micro pore)들은 항복전압 후 마이크로 아크에 의해 형성된다. 60 Hz의 경우에는 기공 지름이 ~3 μm이며 조대한 기공과 미세한 기공이 함께

존재하였다. 이 때, 기공률은 약 9.3 %로 가장 크게 나타났다. 반면, 500 Hz의 경우에는 기공 지름이  $\sim 2 \mu\text{m}$  정도로 감소하지만 기공의 수는 증가하였다.

Fig. 9는 시험군과 대조군 시료에 치과용 티타늄 전용 세라믹 파우더를 축성하고 소성하여 시험 시료를 완성하였다.

플라즈마 아크 산화 표면처리된 시험군 시료에는 티타늄 전용 세라믹 파우더만 축성하여 제작하였고, 대조군 시료에는 기존의 방식인 오펙층을 형성하고 세라믹파우더를 축성 및 소성하여 제작하였다. 이때 소성 온도 및 시간은 동일하게 적용

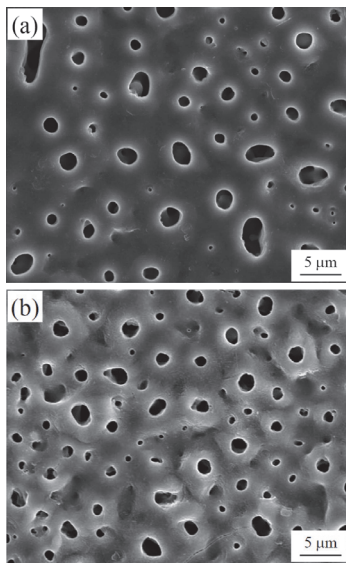


Fig. 8 Coating layer surface image (a)60Hz, (b)500Hz



Fig. 9 Ceramic powder veneering and firing process

하였다.

Fig. 10은 세라믹 파우더 소성 과정에서 플라즈마 아크 표면처리된 시험군 시료는 산화막 형성이 적은 반면에, 대조군 시료에는 산화막이 과잉 형성된 것이 확인되었다.

Fig. 11은 시험규격에 맞게 준비한 시편의 두께 (금속시료)를 외측마이크로미터로 측정하여 소성된 시편은 하중의 반대편에 대칭적으로 위치한 세라믹 굴곡강도 장치에 놓는다. 지지대 사이의 거리는 20 mm, 벤딩 피스톤의 반경은 1 mm가 되게 하여 힘을  $(1.5 \pm 0.5) \text{ mm/min}$ 의 일정한 속도로 적용하여 판단될 때까지 기록한다. 시편의 파단력 (fracture force)  $F_{\text{fail}}$ (단위:N)은 세라믹층 한쪽 끝에서 분리 균열 발생에 의해 파절된 시료로 측정

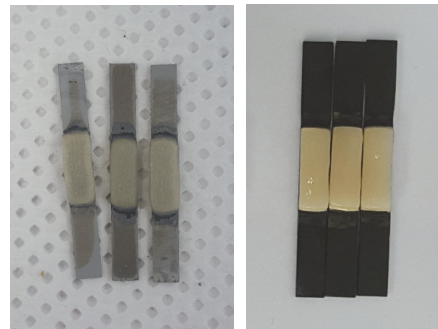


Fig. 10 Completed sample (left/test group, right/control group)

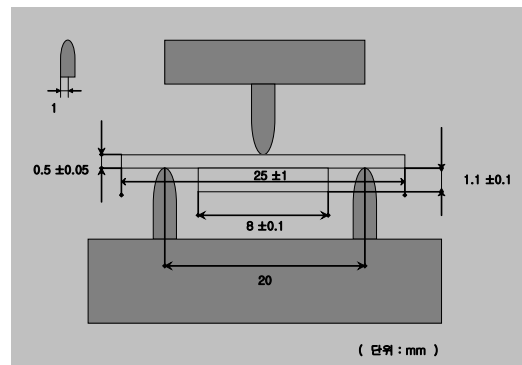


Fig. 11 3Point bending test ISO 22674

된다. 분리/균열 발생강도( $Tb$ )는 파단력  $F_{fail}$ 에 계수  $k$ 를 곱한다. 계수  $k$ 는 금속판  $d_M(0.5 \pm 0.05)$  mm의 두께인자이며 사용된 금속재의 탄성계수  $E_M$ 의 값이며 다음 식을 사용하여 계산한다.

$$Tb = k \cdot F_{fail}$$

### 3. 결과 및 고찰

Table 1은 시험결과 시험군의 A시료에서 28.95MPa, B시료에서 39.73MPa, C시료에서 34.45MPa의 결과값을 얻었고, 그 중 B 시료에서 39.73MPa 가장 높은 결과값을 얻었다. Table 2는 대조군 A시료에서 20.21MPa, B시료에서 22.85MPa, C시료에서 22.72MPa의 결과값을 얻었고, 그 중 B 시료에서 22.85MPa로 가장 높은 결과값을 얻었다. Table

Table 1. Test group test result table

No.	$d_M$ (mm)	$k$ ( $mm^{-2}$ )	$F_{fail}$ (N)	$Tb$ (MPa)
A	0.50	5.50	5.26393	28.95
B	0.50	5.50	7.22344	39.73
C	0.48	5.90	5.83958	34.45

Table 2. Control test result table

No.	$d_M$ (mm)	$k$ ( $mm^{-2}$ )	$F_{fail}$ (N)	$Tb$ (MPa)
A	0.48	5.90	3.42607	20.21
B	0.49	5.70	4.00812	22.85
C	0.49	5.70	3.98541	22.72

Table 3. Flexural strength values of tested group

Group		Mean	Maximum	Minimum
시험군	굴곡강도 (MPa)	34.34	39.73	28.95
대조군	굴곡강도 (MPa)	21.53	22.85	20.21

3은 시험군 시료의 평균값은 34.34MPa이며, 대조군 시료 평균값은 21.53MPa로 시험군이 대조군 대비 평균값이 37% 높게 결과값을 얻었다.

### 4. 결론

본 연구에서 확인한 플라즈마 아크 산화 표면처리 기술을 적용한 티타늄 소재기반의 치과용 도재결합강도 시험결과 플라즈마 아크 산화 표면처리 기술이 적용된 시료에서 도재와의 결합강도가 기존방식의 대조군 대비 평균 37% 향상된 결합성을 확인하였다. 기존의 대조군 방식에서 고온에서 여러번 세라믹 소성과정으로 발생하는 산화막 과잉 형성의 단점을 본 연구의 플라즈마 아크 산화 표면처리 기술 적용으로 티타늄 표면층에  $TiO_2$ 층을 형성해 세라믹 소성과정에서 발생하는 산화막 두께 및 량을 줄임으로서 도재와의 결합강도 향상이 확인되었다.

기존의 도재 소부용 인공치아 제작공정 중 70°C이상 고온 소성공정을 3회(산화막형성 1회, 오펙층 형성 2회)를 대체 가능한 기술로 판단된다.

이상의 연구결과, 인공치아 보철물 시장이 점차적으로 심미성, 기능성 향상이 요구되는 시장으로

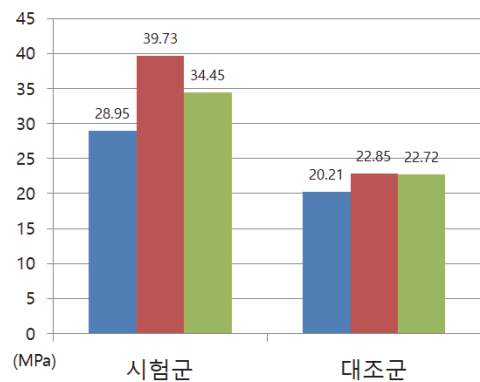


Fig. 12 Flexural strength average value graph

치과보철물분야에 플라즈마 아크 산화 기술적용 및 임상활용 사례가 더욱 늘어날 것으로 판단된다.

## 참고문헌

- [1] A. L. Yerokhin, X. Nie, A. Leyland, A. Matthews, and S. J. Dowey, *Surface and Coatings Technology*, 122, 73 (1999). [DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972\(99\)00441-7](http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972(99)00441-7)]
- [2] Kim, J.-J., Jeong, Y.-H., & Choe, H.-C. (2017, April 1). Phenomena of Nano- and Micro-Pore Formation on Ti-(10-50). Ti Alloys by Plasma Electrolytic Oxidation for Dental Implants. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. American Scientific Publishers. <https://doi.org/10.1166/jnn.2017.13334>
- [3] C. J. Chung and H. Y. Long, "Systematic strontium substitution in hydroxyapatite coatings on titanium via micro-arc treatment and their osteoblast/osteoclast responses," *Acta Biomater.*, 7, 4081-4087 (2011).
- [4] K. C. Kung, T. M. Lee, J. L. Chen and T. S. Lui, "Characteristics and biological responses of novel coatings containing strontium by micro-arc oxidation," *Surf. Coat. Tech.*, 205, 1714-1722 (2010).
- [5] K. C. Kung, T. M. Lee and T. S. Lui, "Bioactivity and corrosion properties of novel coatings containing strontium by micro-arc oxidation," *J. Alloy. Compd.*, 508, 384-390 (2010).
- [6] Kamal M, Joanna W, Blanca SL, Ann W, Kjell H, Kristina A, Determining optimal surface roughness of TiO<sub>2</sub> blasted titanium implant material for attachment, proliferation and differentiation of cells derived from human mandibular alveolar bone. *Clin Oral Imp Res* 2001;12:515-525.
- [7] Carlsson L, Rostlund T, Albrektsson B, Albrektsson T, Removal torques for polished and rough titanium implants. *Int J Oral Maxillofac Implants* 1988;3: 21-24.
- [8] Li D, Ferguson SJ, Beutler T, Cochran DL, Sittig C, Hirt HP, Buser D. Biomechanical comparison of the sandblasted and acid-etched and the machined and acid-etched titanium surface for dental implants. *J Biomed Mater Res* 2002;60:325-332.
- [9] Morabito N. Three-year effectiveness of intravenous pamidronate versus pamidronate plus slow-release sodium fluoride for postmenopausal osteoporosis. *Osteoporosis Int* 2003; 14:500-506.
- [10] Ellingsen JE. Improved retention and bone-to-implant contact with fluoride-modified Titanium implants. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2004; 19:659-666.
- [11] S. Szmukler-Moncler, T. Testori, JP. Bernard, "Etched implants: a comparative surface analysis of four implant systems", *J. Biomed. Mater. Res.*, 15;69B, p. 46 (2004).
- [12] D. Buser, N. Brogini, M. Wieland, RK. Schenk, AJ. Denzer, DL. Cochran, B. Hoffmann, A. Lussi, SG. Steinemann, "Enhanced bone apposition to a chemically modified SLA titanium surface", *J. Dent. Res.*, 83 (7) p. 529 (2004).
- [13] A. L. Yerokhin, X. Nie, A. Leyland, A. Matthews, and S. J. Dowey, *Surface and Coatings Technology*, 122, 73 (1999). [DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972\(99\)00441-7](http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972(99)00441-7)]