

2006 年 8 月  
碩士學位論文

*Cp-Ti*와 *Ti-6Al-4V* 합금으로  
제조된 치과용 임플란트의  
부식특성에 미치는 블라스팅과  
산세처리의 영향

朝鮮大學校大學院

光應用工學科

文 泳 弼

*Cp-Ti*와 *Ti-6Al-4V* 합금으로  
제조된 치과용 임플란트의  
부식특성에 미치는 블라스팅과  
산세처리의 영향

*Effects of Blasting and Acidic Treatment on the  
Corrosion Characteristics of Dental Implant Fabricated  
with Cp-Ti and Ti-6Al-4V Alloy*

2006年 8月 日

朝鮮大學校大學院

光應用工學科

文 泳 弼

*Cp-Ti*와 *Ti-6Al-4V* 합금으로  
제조된 치과용 임플란트의  
부식특성에 미치는 블라스팅과  
산세처리의 영향

指導教授 崔 漢 喆

이 論文을 齒醫學碩士學位 論文으로 提出함

2006 年 4 月 日

朝鮮大學校大學院

光應用工學科

文 泳 弼

# 文泳弼의 碩士學位論文을 認准함

委員長 朝鮮大學校 教授 金同起 印

委員 朝鮮大學校 教授 高永茂 印

委員 朝鮮大學校 教授 崔漢喆 印

2006年 5月 日

朝鮮大學校大學院

# 목 차

|                              |    |
|------------------------------|----|
| <i>LIST OF TABLES</i> .....  | I  |
| <i>LIST OF FIGURES</i> ..... | II |
| <i>ABSTRACTS</i> .....       | IV |
| <br>                         |    |
| 1. 서 론 .....                 | 1  |
| <br>                         |    |
| 2. 실험재료 및 방법 .....           | 3  |
| <br>                         |    |
| 3. 실험결과 및 고찰                 |    |
| 3-1. 임플란트 표면 관찰 .....        | 8  |
| 3-2. 부동태 피막 특성 .....         | 14 |
| 3-3. 공식 특성 .....             | 17 |
| 3-4. 교류 임피던스 부식시험 결과 .....   | 23 |
| <br>                         |    |
| 4. 결 론 .....                 | 28 |
| <br>                         |    |
| 5. 참 고 문 헌 .....             | 29 |

*LIST OF TABLES*

Table 1. The condition of electrochemical corrosion test. .... 6

Table 2. Corrosion potential ( $E_{\text{corr}}$ ), corrosion current density ( $I_{\text{corr}}$ ) of SA non-treated and SA treated Ti implants after electrochemical test in 0.9% NaCl solution at  $36.5\pm 1^\circ\text{C}$ . .... 16

Table 3. Polarization resistance( $R_p$ ) of SA non-treated and SA treated Ti implants after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at  $36.5\pm 1^\circ\text{C}$ .  
..... 27

## *LIST OF FIGURES*

|  |    |
|--|----|
| Fig. 1. Photographs of titanium implant (a) SA non-treated implant (b) SA treated implant. ....  | 5  |
| Fig. 2. Schematic diagram of the electrochemical corrosion test. ....  | 7  |
| Fig. 3. SEM showing the surface morphology of SA non-treated Cp-Ti implant. (a) Implant shape, (b) crest surface at A point, (c) valley surface at B point. ....   | 10 |
| Fig. 4. SEM showing the surface morphology of SA treated Cp-Ti implant. (a) Implant shape, (b) crest surface at A point, (c) valley surface at B point. Total(a), A(b) and B(c) ....                           | 11 |
| Fig. 5. SEM showing the surface morphology of SA non-treated Ti-6Al-4V implant. (a) Implant shape, (b) crest surface at A point, (c) valley surface at B point. ....   | 12 |
| Fig. 6. SEM showing the surface morphology of SA treated Ti-6Al-4V implant. (a) Implant shape, (b) crest surface at A point, (c) valley surface at B point. ....   | 13 |
| Fig. 7. Polarization curves of SA non-treated and SA treated implant after potentiodynamic test in 0.9%NaCl solution at 36.5±1°C.(a) Cp-Ti implant, (b) Ti-6Al-4V implant. ....                                | 15 |
| Fig. 8. Cyclic polarization curves of SA non-treated and SA treated implant after cyclic potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at 36.5±1°C. (a)Cp-Ti implant, (b)Ti-6Al-4V implant. ....                  | 18 |
| Fig. 9. SEM showing the surface morphology of Cp-Ti implant after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at 36.5±1°C. (a) Implant shape, (b) crest surface at A point, (c) valley surface at B point. .... | 19 |
| Fig. 10. SEM showing the surface morphology of blasting and acidic treated   |    |

Cp-Ti implant after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at  $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$ . (a) Implant shape, (b) crest surface at A point, (c) valley surface at B point. .... 20

Fig. 11. SEM showing the surface morphology of Ti-6Al-4V implant after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at  $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$ . (a) Implant shape, (b) crest surface at A point, (c) valley surface at B point. .... 21

Fig. 12. SEM showing the surface morphology of blasting and acidic treated Ti-6Al-4V implant after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at  $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$ . (a) Implant shape, (b) crest surface at A point, (c) valley surface at B point. .... 22

Fig. 13. Impedance spectra of SA non-treated and SA treated Cp-Ti implant after AC impedance test in 0.9% NaCl solution at  $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$  (a) nyquist plot, (b) bode-phase plot (c) bode plot. .... 25

Fig. 14. Impedance spectra of SA non-treated and SA treated Ti-6Al-4V implant after AC impedance test in 0.9%NaCl solution at  $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$  (a) nyquist plot, (b) bode-phase plot (c) bode plot. .... 26



## *ABSTRACTS*

### *Effects of Blasting and Acidic Treatment on the Corrosion Characteristics of Dental Implant Fabricated with Cp-Ti and Ti-6Al-4V Alloy*

*Young-Pil Moon*

*Advisor : Prof. Han-Cheol Choe, Ph. D.*

*Dept. of Optical Application Engineering,  
Graduate School of Chosun University*

The effects of blasting and acidic treatment on the corrosion characteristics of dental implant fabricated with Cp-Ti and Ti-6Al-4V alloy have been researched by using electrochemical methods. The fabricated implants(KJ Meditec, Co, Korea) were cleaned and sandblasted by using Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder and then acidic treatment was carried out in nitric acid solution.

The surface morphology were observed using scanning electron microscopy (SEM). The corrosion behaviors were investigated using potentiostat(EG&G Co, 263A) and electrochemical impedance spectroscopy(EIS, EG&G Co) in 0.9% NaCl solution at 36.5±1°C. The corrosion surface were observed using scanning electron microscopy(SEM).

The results were as follows:

1. The potentiodynamic test in 0.9% NaCl indicated that the corrosion potential of blasting and acidic treated implant was lower than that of non treated implant, but current density was higher than that of non treated implant.

2. From the cyclic potentiodynamic test results of Ti implant, the passivation current density of blasting and acidic treated implant slow higher than that of non treated implant

3. From A.C. impedance test results in 0.9% NaCl solution, polarization resistance( $R_p$ ) value of blasting and acidic treated implant was lower than that of non treated implant.

4. In case of blasting and acidic treated implant surface, the pits were observed in valley and crest of implant surface.

# 1. 서 론

Ti와 Ti 합금은 생체조직과의 친화성이 매우 우수하고 뛰어난 생체적합성과 기계적인 성질 및 내식성을 가지고 있다. 이러한 이유로 최근에는 치과용 임플란트로 많이 사용되고 있다<sup>1-4</sup>.

일반적으로 티타늄 합금이 대기중에 노출되면 Ti 표면에서 산소와 결합하여 2~5 nm의 TiO<sub>2</sub>라는 자연적인 산화막을 형성하여 내식성을 향상시키며 생리용액의 구성 성분, 단백질, 경조직 및 연조직이 재료표면에 부착하는데 매우 중요한 역할을 할 뿐만 아니라 골 유착에도 중요한 역할을 하여 생체적합성에 많은 기여를 한다<sup>5</sup>. 그러나 자연적인 산화막은 두께가 얇고 경도와 내마모성이 낮으며 공식을 발생하기 쉬운 단점이 있다<sup>6</sup>. 또한 산화막의 파괴로 인한 생체재료의 기능을 쉽게 상실하는 경우가 있다. 또한 티타늄 합금은 자체적으로 생체불활성인 특성을 지녀 골과 직접적으로 화학결합하지 못하고 골 형성을 적극적으로 유도하지 못한다는 단점을 갖는다. 따라서 이를 개선하기 위해 티타늄 표면의 미세현미경학적 구조를 변화시키는 방법들이 연구되었고 사용되어져 왔다. 치과용 티타늄 임플란트의 표면특성을 조절하는 것은 골과 연조직이 치유되는 동안 이상적인 반응을 얻기 위하여 매우 중요하게 되었으며 최적의 골 유착을 얻기 위한 티타늄 임플란트의 표면처리 방법에 관한 많은 연구가 이루어지고 있다<sup>7, 8</sup>. 이러한 표면처리 방법에는 인산, 칼슘 분말을 플라즈마 분사하는 방법, 양극산화법, 샌드블라스팅 법 및 산세처리법 등 여러 가지가 있으며 거칠기를 부여하고 이에 따라 골과의 친화성을 증가시켜 생체 활성도를 높이는 방법이 많이 사용되고 있다<sup>9-11</sup>. Buser<sup>12, 13</sup> 등에 의하면 골과 임플란트의 유착은 표면거칠기에 따라 증가하며 표면처리된 임플란트에서 골조직과의 결합성이 우수함을 보고한 바 있다. 최근에는 HA입자를 이용하여 RBM(resorbable blast media)처리나 acidic 처리를 동시에 하는 방법으로 골과의 친화성을 증가시키는 표면처리를 많이 사용하고 있으나 구강 내에서 이들 처리 방법에 따른 표면의 내식성에 관한 연구는 미미하다.

따라서 본 연구에서는 치과용 Cp-Ti 및 Ti-6Al-4V 임플란트를 제조한 후, HA

입자를 이용하여 샌드블라스팅 처리를 하고 질산용액에서 산세처리를 행하여 표면 처리를 부여하고 0.9% NaCl 전해액에서 전기화학적 시험을 통해 표면처리에 따른 부식거동을 조사하였으며 주사전자현미경을 통해 부식 전과 후의 표면을 비교하였다.

## 2. 실험재료 및 방법

### 2-1. 시편 준비 및 표면처리

본 연구에서는 블라스팅 및 산세처리에 따른 전기화학적 특성을 조사하기 위하여 미국 FDA에서 승인된 생체의료용 Cp-Ti와 Ti-6Al-4V 합금을 사용하여 (주)케이제이메디텍에서 치과용 임플란트로 제조하였으며 Fig. 1에 제조된 임플란트를 보여주고 있다. 임플란트 제조 후 알마린, 시너 및 증류수를 이용하여 세척한 후, 50  $\mu\text{m}$ 의  $\text{Al}_2\text{O}_3$  분말을 이용하여 표면에 macro pore를 형성하기 위하여 샌드블라스팅 처리를 하였고 아세톤, 증류수 및 알코올을 이용하여 각각 10분씩 초음파 세척을 하였다. 산세처리를 위해 질산과 증류수를 각각 40 wt% : 60 wt% 비율로 혼합한 용액을 이용하여 30분간 침지하여 산세처리를 행하였고 처리 후에는 증류수로 세척하여 건조하였다. micro pore형성을 위하여 블라스팅 처리를 행하였으며 이를 위해 40 ~ 80 mesh 크기의 HA(hydroxy apatite) 입자를 이용하여 air blow법으로 임플란트 표면에  $6\text{kg}/\text{cm}^2$ 의 압력으로 블라스팅 처리한 후 알콜과 증류수로 세척하였다. 세척이 끝난 후에는  $130^\circ\text{C}$ 에서 15분간 고압 증기 멸균하고 다시  $121^\circ\text{C}$ 에서 15분간 고압증기멸균한 뒤 건조하였다. 표면처리가 끝난 시편 주사전자현미경 (S-3000H, Hitachi, Japan)을 이용하여 표면을 관찰하였다.

### 2-2. 전기화학적 시험

전기화학적 특성을 평가하기 위하여 EG&G사의 potentiostat/galvanostat 263A와 1025 FRD를 이용하여 동전위 시험(potentiodynamic test), 순환동전위분극시험(cyclic potentiodynamic polarization test), 교류주파수측정시험(A.C. impedance test)을 행하였다.

### 2-2-1. 동전위시험(*potentiodynamic test*)

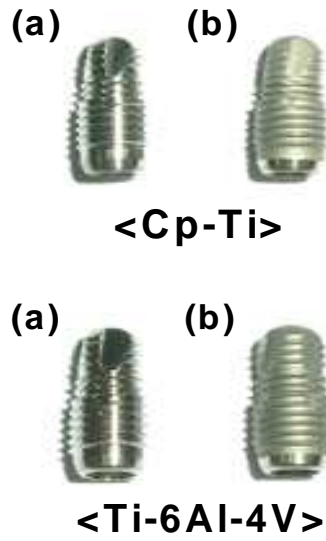
실험 합금의 부식 특성을 전기 화학적 방법을 통해 정량적으로 평가하기 위해 동전위시험을 행하였다. 시편의 분극거동을 확인하기 위하여 0.9% NaCl 전해액에서 1.66 mV/sec의 주사 속도로 동전위 분극시험을 실시하였으며 시험에 사용된 장비는 potentiostat( EG&G, model 263, USA)을 이용하였다. 작업전극은 시편을, 보조전극은 고밀도 탄소 전극을 사용하였고, 기준전극은 포화감홍전극(saturated calomel electrode, SCE)을 사용하였다. -1500 mV의 음극 전류 하에서 10분간 인위적으로 환원을 시키는 동시에 Ar 가스를 주입하여 교반함으로써 시편 표면의 불순물, 산화물 및 용존산소를 제거한 후 -1500 mV 에서 +2000 mV까지 동전위 분극 시험을 행하였다. Fig. 2는 전기화학적 시험에 사용된 장비의 개략적인 그림을 나타내었다.

### 2-2. 순환동전위분극시험(*cyclic potentiodynamic polarization test*)

시편의 공식 특성을 조사하기 위해 순환동전위분극시험을 행하였다. 시험은 0.9% NaCl 전해액에서 행하였고 -1000 mV에서 환원시킨 후 +1600 mV까지 재부동태영역을 지난 후 -800 mV까지 순환시켰다. 1.66 mV/sec의 주사 속도로 시험을 실시하였다.

### 2-3. A.C. 임피던스 측정(*A.C. impedance test*)

교류 임피던스 측정 실험은 동전위 분극실험과 같은 36.5±1℃의 0.9% NaCl 전해액에서 측정하였다. 임피던스 측정 장치 또한 Potentiostat/Galvanostat(EG&G, Model 263A, USA)를 분석 장치인 frequency response detector (model 1025, EG & G, USA)와 연결하여 사용하였으며, 측정방식은 3전극 식으로 SCE(KCl)을 기준전극, 고밀도 탄소봉은 보조 전극, 시편을 작업전극으로 하여 측정하였다. 측정에 사용한 주파수 영역은 10 Mhz의 저주파에서 100 kHz의 고주파까지의 범위에서 조사하였다(Table 1).

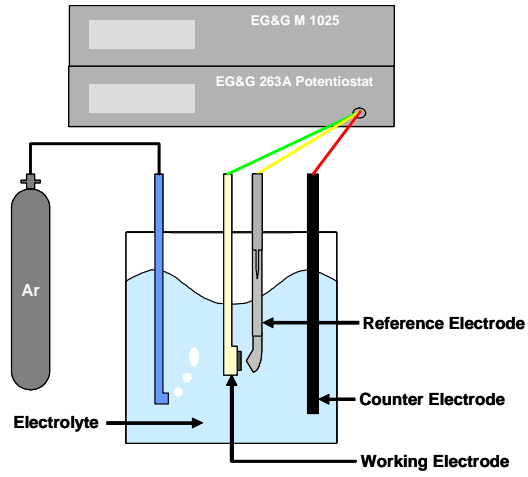


*Fig. 1. Photographs of titanium implant.  
(a) SA non-treated implant (b) SA treated implant.*

*Table 1. The condition of electrochemical corrosion test.*

|                            | <i>Potentiodynamic test<br/>and<br/>Cyclic potentiodynamic<br/>polarization test</i> | <i>A.C. impedance</i> |
|----------------------------|--|-----------------------|
| <i>Electrolyte</i>         | 0.9% NaCl  | 0.9% NaCl             |
| <i>Working electrode</i>   | sample   | sample                |
| <i>Counter electrode</i>   | high dense carbon  | high dense carbon     |
| <i>Reference electrode</i> | SCE  | SCE                   |
| <i>Scan rate</i>           | 1.66 mV/s  | —                     |
| <i>Temperature</i>         | 36.5±1°C   | 36.5±1°C              |
| <i>Frequency range</i>     | —  | 100 kHz ~ 10 mHz      |
| <i>A.C amplitude</i>       | —  | 10 mV                 |
| <i>Point</i>               | —  | 5 point/decade        |





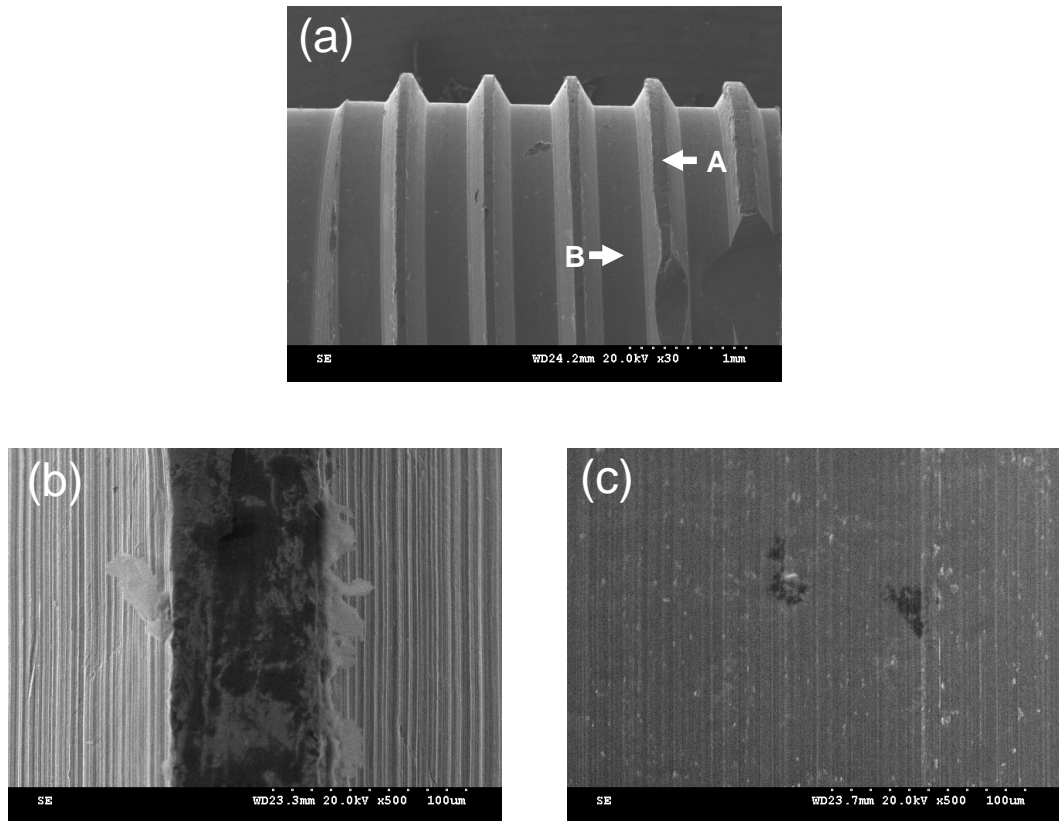
*Fig. 2. Schematic diagram of the electrochemical corrosion tester.*

### 3. 실험 결과 및 고찰

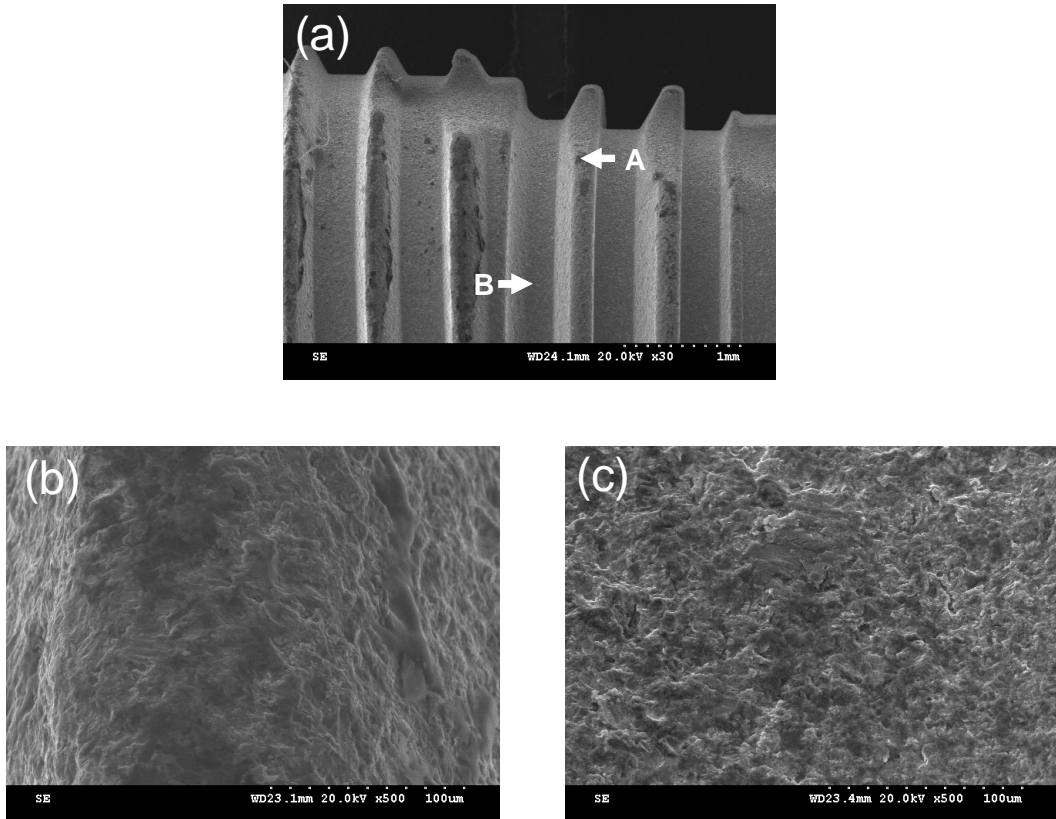
#### 3-1. 임플란트 표면 관찰

Fig. 3은 Cp-Ti를 이용하여 임플란트를 제조한 후, 표면 상태를 주사전자현미경으로 관찰한 사진이다. 임플란트의 형태는 기존의 예리한 나사산이나 나사골을 피하여 나사골에서는 평평하게 디자인함으로써 하중을 받았을 때 파절의 원인이 되는 것을 최소화한 임플란트를 사용하였다. 전체적인 표면을 보여주고 있는 Fig. 3(a)를 통해 표면이 깨끗하고 매우 매끄럽게 보이지만 Fig. 3(b)와 같이 임플란트의 나사산 부분을 확대해 보면 표면에 기계적 가공에 의한 스크래치가 다량 형성되었음을 보여주고 있다. Fig. 3(c)는 나사골 부분을 확대한 모습으로써 골부분에서는 비교적 평평하고 평활한 양상을 보여주고 있다. Fig. 4는 Cp-Ti의 표면에 블라스팅 및 산세처리(SA)하여 주사전자현미경으로 관찰한 사진으로 표면이 매우 거칠다는 것을 확인할 수 있었다. Ti-6Al-4V합금의 경우도 Cp-Ti와 유사한 결과 관찰되었는데 SA처리 하지 않은 임플란트의 경우 표면이 매끄러웠던 반면(Fig. 5) SA처리 한 후에는 표면이 매우 거칠었다(Fig. 6). 특히 나사골과 산에서의 거칠기보다는 나사면을 가공하는 과정에서 기계적인 거칠기가 심하게 나타남을 알 수 있다. 이러한 결함은 SA처리를 함으로써 거의 없어지며 새로운 표면의 거칠기가 형성됨을 보인다. 또한 예리했던 나사산끝은 샌드블라스팅과정에서 무더지지만 산처리과정에서 완만하고 둥근 모양으로 재형성됨을 알 수 있다. SA처리한 표면에서 최근에 문제가 되는 것은 기존에 산화알루미늄이나 산화규소분말을 사용한 경우는 임플란트표면에 박혀져 인체에 해로운 영향을 미치는 것으로 알려지면서 HA분말을 이용한 SA처리를 행하고 있다. 특히 나사산보다는 나사골에 이들 입자들이 쉽게 박힐 수 있을 것으로 생각된다. 이는 나사골 표면에 샌드블라스팅 입자가 수직으로 분사되는 확률이 높지만 나사산은 수직으로 분사될 확률이 낮기 때문이다. 이런 이유로 SA처리한 표면을 관찰해보면 나사골과 나사산에 형성된 표면 형상이 달리 나타나고 있음을 확인할 수 있다.

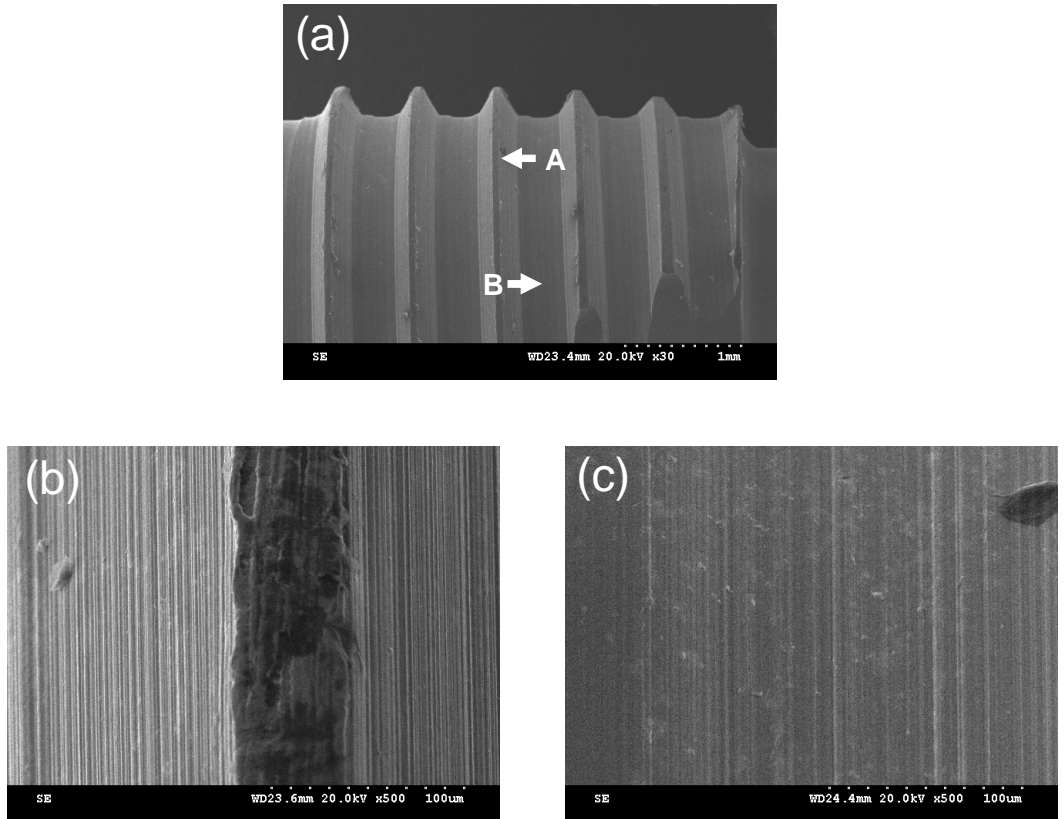
이와 같이 표면에 기계적인 가공만을 한 경우는 기계적인 스크래치만으로 골과  
의 유착을 유도하지만 표면에 SA처리를 한 경우는 표면에 무수한 크고, 작은 불규  
칙한 형태의 표면형상을 부여함으로써 골유착이 쉽게 이루어져 접착할 수 있는 표  
면적을 제공함으로써 접착력이 크게 증가할 것으로 생각된다<sup>12, 13)</sup>. 그러나 이러한  
무수히 많은 결함은 구강내에서 염소이온에 의한 금속원소의 용출을 유발할 수 있  
어 부식측면에서는 좋지 않는 결과를 초래할 수 있다.



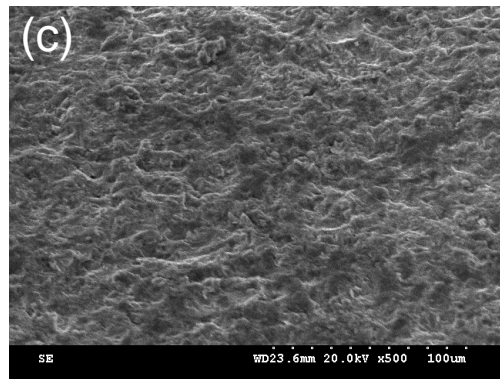
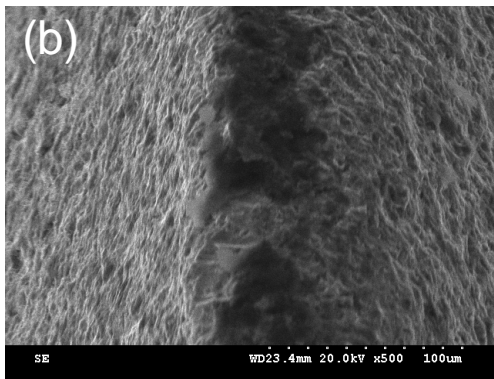
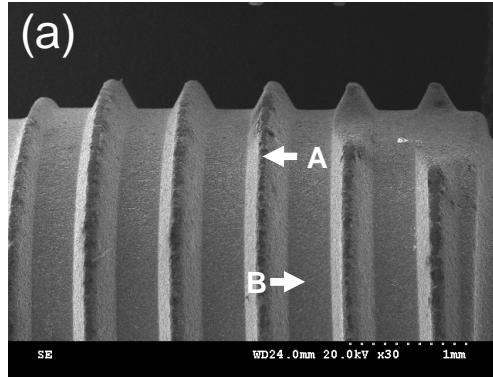
*Fig. 3. SEM showing the surface morphology of SA non-treated Cp-Ti implant. (a) Implant shape, (b) crest surface at A point, (c) valley surface at B point.*



*Fig. 4. SEM showing the surface morphology of SA treated Cp-Ti implant. (a) Implant shape, (b) crest surface at A point, (c) valley surface at B point*



*Fig. 5. SEM showing the surface morphology of SA non-treated Ti-6Al-4V implant. (a) Implant shape, (b) crest surface at A point, (c) valley surface at B point.*

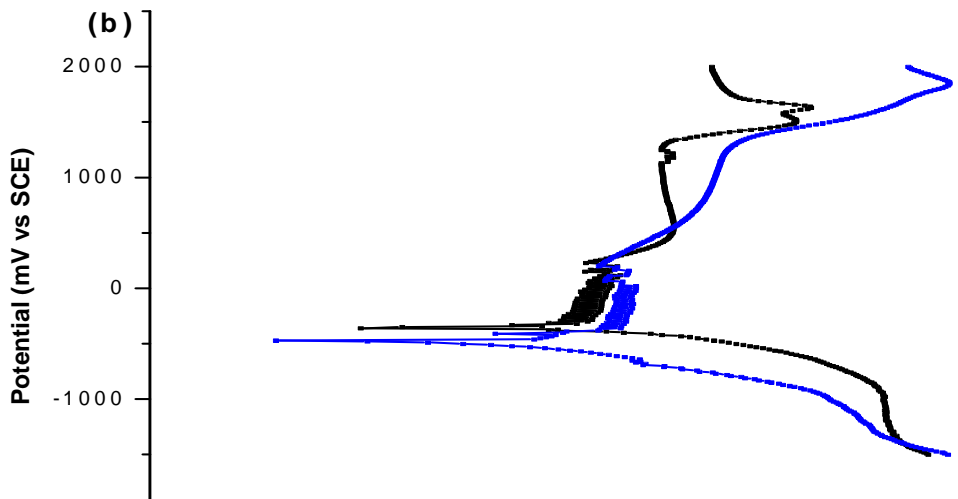
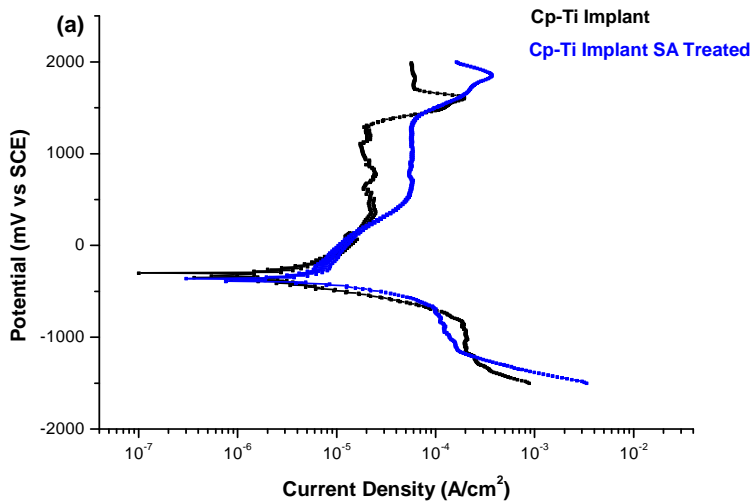


*Fig. 6. SEM showing the surface morphology of SA treated Ti-6Al-4V implant. (a) Implant shape, (b) crest surface at A point, (c) valley surface at B point.*

### 3-2. 부동태 피막 특성

Fig. 7(a)는 Cp-Ti로 제조한 임플란트를 SA처리 전과 후의 부식거동을 구강 내 환경과 비슷한 0.9% NaCl 수용액에서 동전위분극곡선으로 나타내고 있으며 Fig 7(b)는 Ti-6Al-4V로 제조한 임플란트의 SA처리에 따른 동전위분극곡선을 나타내고 있다. 두 임플란트 모두 SA처리 하였을 때 부식전위의 감소가 발생한다는 것을 관찰할 수 있었다. 이는 Table 2의 부식 수치를 통해서도 확인할 수 있었는데 Cp-Ti의 경우 SA처리 하기 전의 부식 전위( $E_{corr}$ )값(-300 mV)은 표면처리 후의 값(-360 mV)보다 높았음을 알 수 있었다. Ti-6Al-4V 임플란트의 경우에도 CP-Ti의 경우와 유사하게 SA처리 전의 부식전위 값(-360 mV)이 SA처리 후의 값(-470 mV)보다 높았음을 알 수 있었다. 부식전류밀도( $I_{corr}$ ) 값은 부식전위와는 정반대의 경향을 나타내어 Cp-Ti의 경우에는 SA처리 하기 전의 전류밀도 값( $1.294 \times 10^{-6} \mu A/cm^2$ )은 SA처리 한 뒤에 증가하여  $4.017 \times 10^{-6} \mu A/cm^2$ 에 도달하였다. Ti-6Al-4V 임플란트의 경우에는 부식전류밀도 값은  $5.786 \times 10^{-6} \mu A/cm^2$ 에서  $7.862 \times 10^{-6} \mu A/cm^2$ 로 증가함을 관찰할 수 있었다. 또한, Table 2를 통해 Cp-Ti로 제조한 임플란트가 Ti-6Al-4V로 제조한 임플란트에 비해 내식성이 더 우수하였다는 것을 확인할 수 있었는데 이와 같이 SA처리에 의해 표면에서 부식될 수 있는 표면적을 제공함으로써 내식성이 크게 감소하였음을 알 수 있었다. 특히 나사의 표면 중에서도 나사골 부분에서 더 쉽게 부식이 발생하였을 것으로 생각된다.





*Fig. 7. Polarization curves of SA non-treated and SA treated implant after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at  $36.5 \pm 1^\circ C$ .*

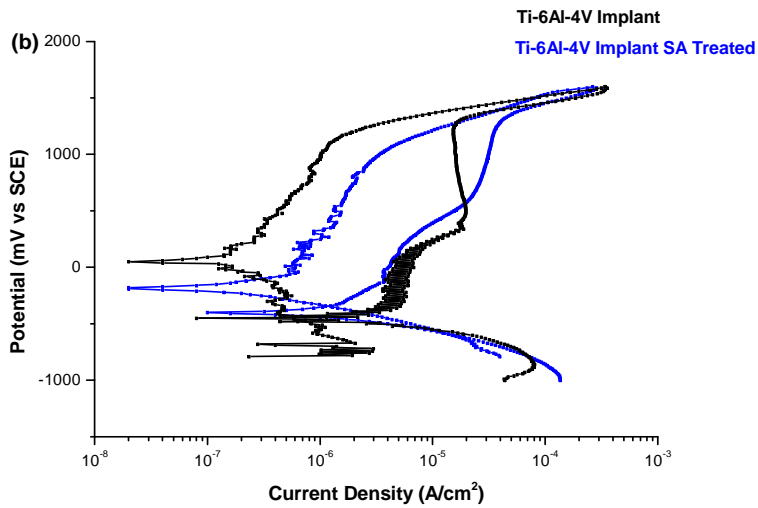
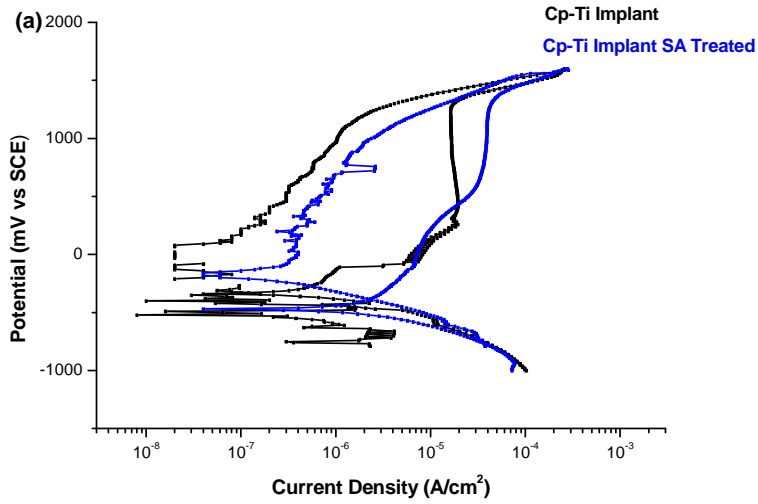
*(a) Cp-Ti implant, (b) Ti-6Al-4V*

*Table 2. Corrosion potential ( $E_{corr}$ ), corrosion current density ( $I_{corr}$ ) of Ti implants after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at  $36.5\pm 1^\circ\text{C}$ .*

|                                     | $E_{corr}$ (mV) | $I_{corr}$ ( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ ) |
|-------------------------------------|-----------------|--|
| <i>Cp-Ti Implant</i>                | -300            | $1.294\times 10^{-6}$                    |
| <i>Cp-Ti Implant SA treated</i>     | -360            | $4.017\times 10^{-6}$                    |
| <i>Ti-6Al-4V Implant</i>            | -360            | $5.786\times 10^{-6}$                    |
| <i>Ti-6Al-4V Implant SA treated</i> | -470            | $7.862\times 10^{-6}$                    |

### 3-3. 공식 특성

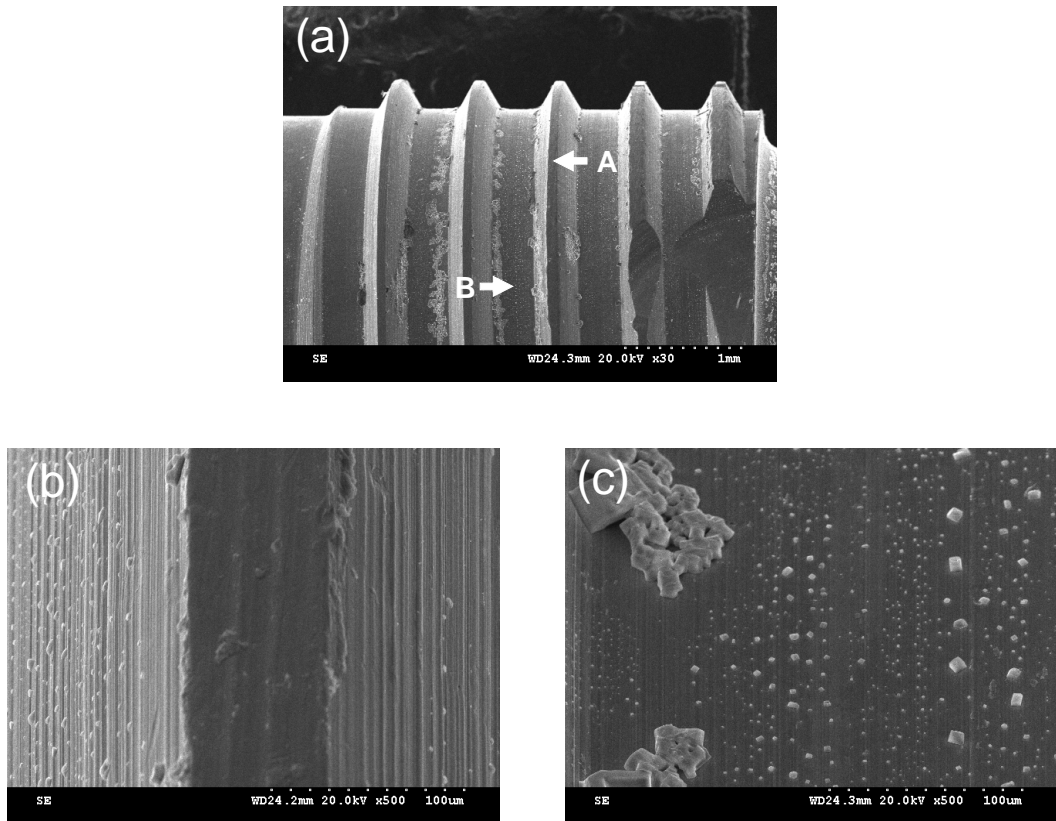
Fig. 8(a)는 Cp-Ti로 제조한 임플란트의 SA처리 전과 후의 순환동전위분극곡선을 나타내고 있으며 Fig. 8(b)는 Ti-6Al-4V로 제조한 임플란트의 순환동전위분극곡선을 나타내고 있다. SA처리한 임플란트의 부식전위가 SA 처리하지 않은 임플란트보다 낮게 형성되는 것을 확인할 수 있었으며 reverse scan 곡선에서 부동태 전류밀도가 SA처리하지 않은 임플란트에 비해 크게 감소되었다. Cp-Ti의 경우 Ti-6Al-4V보다 더 넓은 재부동태화 전위 영역을 나타내었다. 전체적인 순환동전위곡선의 양상은 SA처리한 경우가 처리하지 않은 경우에 비하여 오른쪽에 위치함으로써 내식성이 크게 감소함을 보인다. 순환동전위법은 시편표면에서 공식에 대한 저항을 평가하는 방법으로 잘 알려져 있다. 여기에서 공식전위와 부식전위와의 차이로 저항성을 평가할 수 있는데 SA처리한 경우는 처리하지 않은 경우에 비하여 공식전위와 부식전위의 차가 작음을 알 수 있다. 또한 순수 Ti로 제조된 임플란트는 Ti-6Al-4V로 제조된 임플란트에 비하여 공식전위와 부식전위의 차가 큼을 알 수 있어 공식에 대한 저항성이 큼을 알 수 있다. Fig. 9 와 10은 Cp-Ti를 순환동전위분극시험한 후 표면을 주사전자현미경으로 관찰한 모습으로 표면에 부식 생성물이 발생하였음을 관찰할 수 있었으며, SA처리 한 임플란트(Fig. 10)가 SA처리하지 않은 임플란트(Fig. 9) 보다 표면에서 부식생성물이 더 뚜렷하게 관찰되었다. Fig. 9와 11에서 공식시험을 한 시편을 관찰해보면 앞에서 논의 한 바와 같이 기계적인 결함부위가 뚜렷하게 침식이 되었음을 알 수 있는데 이는 표면에서 활성화할 수 있는 확률이 높기 때문이다. 특히 나사의 면에서 침식이 심하게 나타나며 나사골 에서는 그다지 현저한 침식은 보이지 않고 있다. SA처리를 한 Fig. 10과 12를 보면 SA처리한 임플란트의 경우 공식이 관찰되었는데 이는 블라스팅 자리가 공식(pit)의 자리로 제공되어 공식(pit)으로 성장하였을 것으로 생각된다. 특히 나사골에서 형성된 표면이 부식이 심하게 나타나고 있다. 표면에는 부식생성물이 보이고 있으며 이러한 표면형태는 앞의 순환동전위곡선과 잘 일치하고 있다.



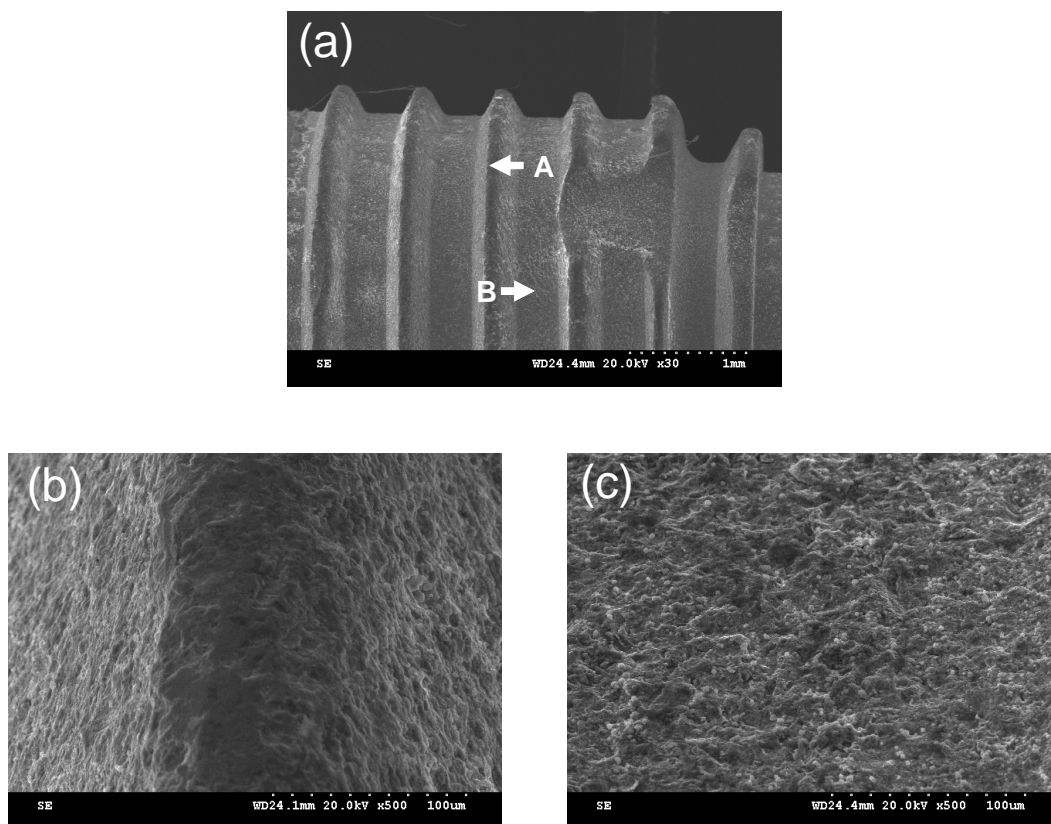
*Fig. 8. Cyclic polarization curves of SA non-treated and SA treated implant after cyclic potentiodynamic test in*

*0.9% NaCl solution at  $36.5\pm 1^\circ\text{C}$ .*

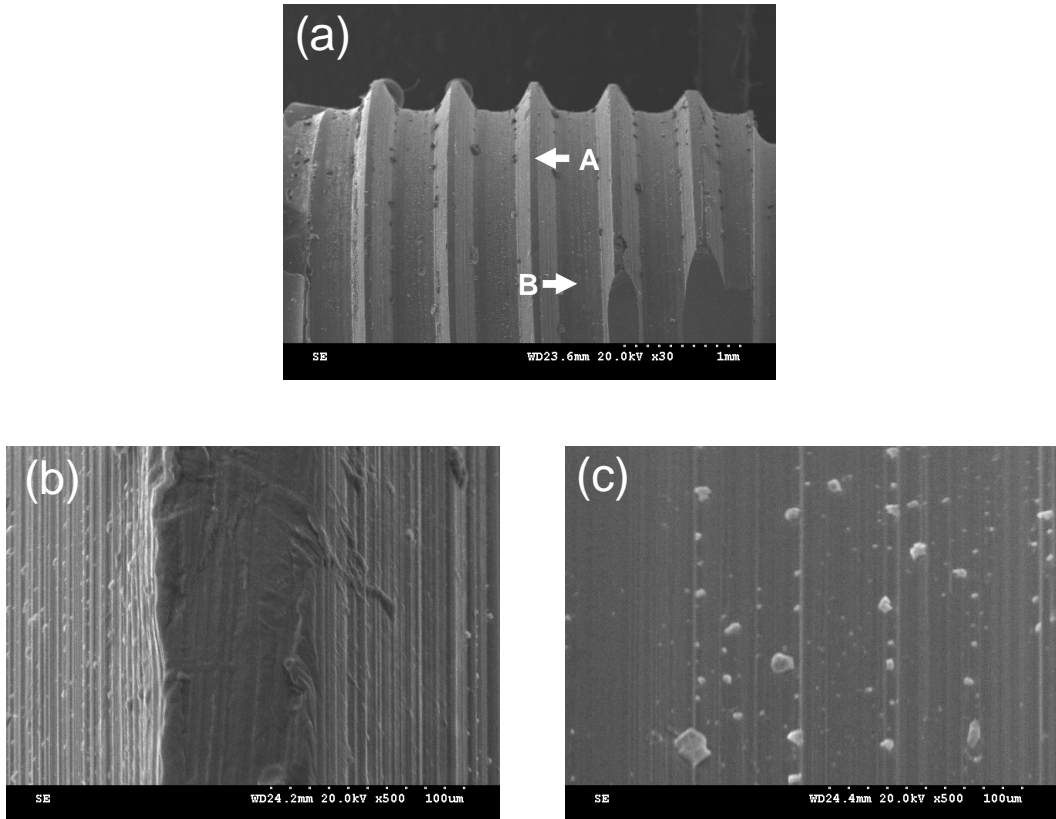
*(a) Cp-Ti implant, (b) Ti-6Al-4V implant*



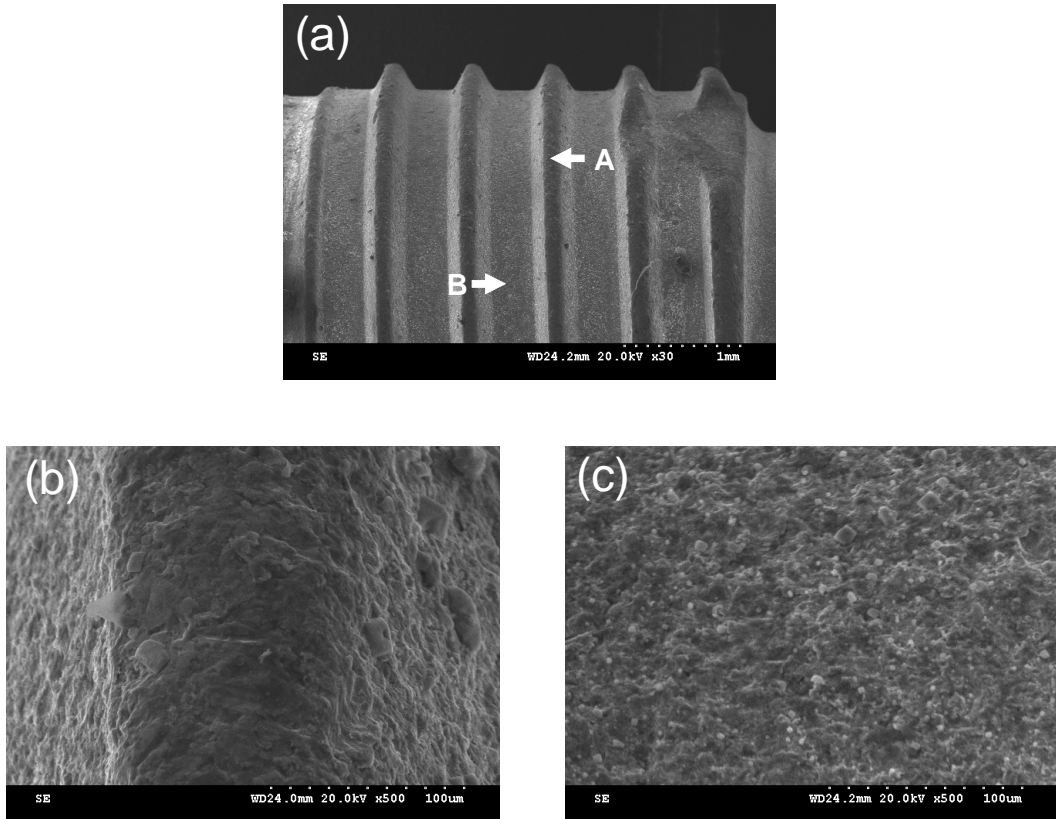
*Fig. 9. SEM showing the surface morphology of SA non-treated Cp-Ti implant after cyclic potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at  $36.5\pm 1^\circ\text{C}$ . (a) Implant shape, (b) crest surface at A point, (c) valley surface at B point.*



*Fig. 10. SEM showing the surface morphology of SA treated Cp-Ti implant after cyclic potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at  $36.5\pm 1^\circ\text{C}$ . (a) Implant shape, (b) crest surface at A point, (c) valley surface at B point.*



*Fig. 11. SEM showing the surface morphology of SA non-treated Ti-6Al-4V implant after cyclic potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at  $36.5\pm 1^\circ\text{C}$ . (a) Implant shape, (b) crest surface at A point, (c) valley surface at B point.*



*Fig. 12. SEM showing the surface morphology of SA treated Ti-6Al-4V implant after cyclic potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at  $36.5\pm 1^\circ\text{C}$ . (a) Implant shape, (b) crest surface at A point, (c) valley surface at B point.*



### 3-4. 교류 임피던스 부식시험 결과

Fig. 13(a)는 0.9% NaCl 전해액에서 Cp-Ti 임플란트의 표면에 SA 처리 하기 전과 후를 임피던스로 측정 한 Nyquist plot이다. 임플란트 표면에 표면처리 하지 않은 경우 전체적으로 반원의 궤적이 더 크다는 것을 관찰 할 수 있다. 이는 표면처리 하지 않은 임플란트의 내식성이 표면처리 한 임플란트보다 우수함을 의미한다. 표면처리에 따른 Cp-Ti 임플란트의 정확한 내식성을 평가하기 위해  $R_p$ 값의 변화를 측정하였다. Nyquist plot상에서  $R_p$ 값을 측정할 수 있으나 저주파 영역에서 산란 등을 고려하면 Fig. 13(c)와 같은 Bode plot상에서 저주파 영역과 고주파 영역에서 얻는 임피던스의 차를 구하는 것이 더 일반적인 방법이다<sup>14)</sup>.

Fig. 13(b)와 (c)는 AC impedance 실험 후 Cp-Ti 임플란트의 Bode phase plot과 Bode plot을 나타내고 있다. 먼저, Bode phase plot을 살펴보면 모든 시편에서 phase angle이 고주파수에서 0°쪽으로 떨어지다가 증가하는 것을 관찰할 수 있었다. 이러한 고주파수영역에서의 impedance는 용액의 저항( $R_s$ )을 나타낸다<sup>14-16)</sup>. 이와는 반대로 중, 저 frequency영역에서 phase angle이 몇몇 시편에서 낮은 값으로 떨어지는 것을 관찰할 수 있는데 이는 impedance에서 표면필름의 저항에 지배를 받은 것으로 생각되고 넓은 frequency영역에 걸쳐 phase angle이 90°에 가깝게 일정한 phase가 존재하는데, 이는 모든 시편의 캐패시티 반응을 나타내고 있으며 이런 현상은 표면에 존재하는 부동태피막을 암시함을 나타낸다<sup>14-16)</sup>. 따라서 90°에 가까운 phase angle 영역이 넓을수록 매우 안정한 부동태피막을 형성하여 내식성이 우수한 것으로 생각된다.

Fig. 13(b)의 그림에서 SA 처리 하지 않은 시편의 경우 phase angle의 영역이 SA 처리한 시편에 비해 작은 것을 알 수 있었고 90°에 가까운 영역에서 넓은 것을 확인할 수 있었는데 phase angle이 90°부근에서 넓은 것은 부동태영역이 넓다는 것을 의미한다.

Fig. 13(c)의 Bode plot은 모든 시편에서 2개 영역으로 특성화되는 유사한 현상을 보였으며<sup>14-16)</sup> 먼저, 고주파 영역에서의 bode plot은 phase angle이 0에 가까워질수록  $\log(f)$ 에 따른  $\log |Z|$ 의 값이 일정하였는데 이는 전해질의 저항 ( $R_s$ )에 의한

것으로 생각된다. 중, 저의 frequency 영역에서는  $\log(f)$ 에 따른  $\log |Z|$ 의 값이 대략 -1에 가까운 기울기를 갖는 것을 확인하였는데 이것은 순수 캐패시턴스 영역에서 임플란트의 표면에 대한 조밀한 부동태 피막의 capacitance( $C_p$ )를 나타낸다.

이러한 해석을 바탕으로 그래프를 관찰하면 임플란트 표면에 SA 처리를 한 시편보다 SA 처리를 하지 않은 시편의 내식성이 우수함을 알 수 있었으며 이는 Table. 3을 통해 확인할 수 있었다. Table 3은 분극저항( $R_p$ )을 나타내는데 SA 처리를 하지 않은 Cp-Ti의 경우의  $R_p$ 값( $2.65 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}^2$ )이 SA처리한 Cp-Ti의  $R_p$ 값( $3.71 \times 10^4 \Omega \cdot \text{cm}^2$ )에 비해 높았으며 Ti-6Al-4V의 경우에도 유사하게 SA 처리한 값( $7.70 \times 10^4 \Omega \cdot \text{cm}^2$ )이 처리하지 않은 값( $3.28 \times 10^4 \Omega \cdot \text{cm}^2$ )에 비해 낮게 나타났으며 Ti-6Al-4V로 제조한 임플란트에 비해 Cp-Ti로 제조한 임플란트의  $R_p$ 값이 더 높게 나타났으며 이러한 값들은 분극곡선 상에서 나타나는 결과 값과 일치하므로 내식성이 우수함을 알 수 있었다.

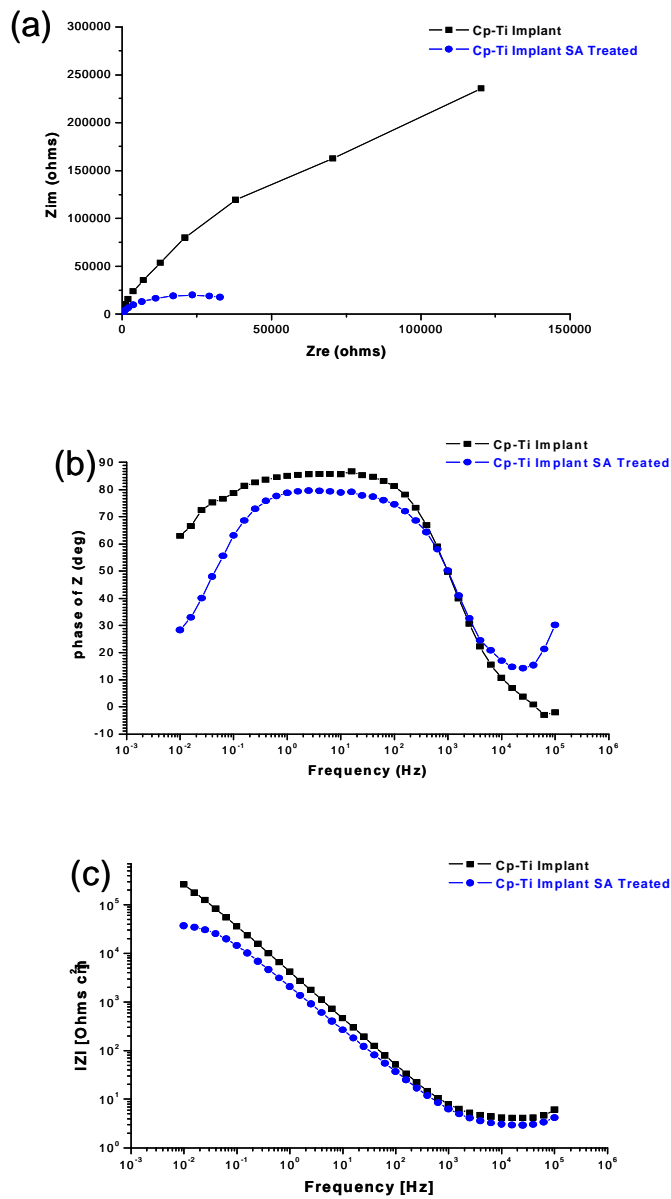


Fig. 13. Impedance spectra of SA non-treated and SA treated Cp-Ti implant after AC impedance test in 0.9% NaCl solution at  $36.5 \pm 1^\circ C$ . (a) nyquist plot, (b) bode-phase plot (c) bode plot.

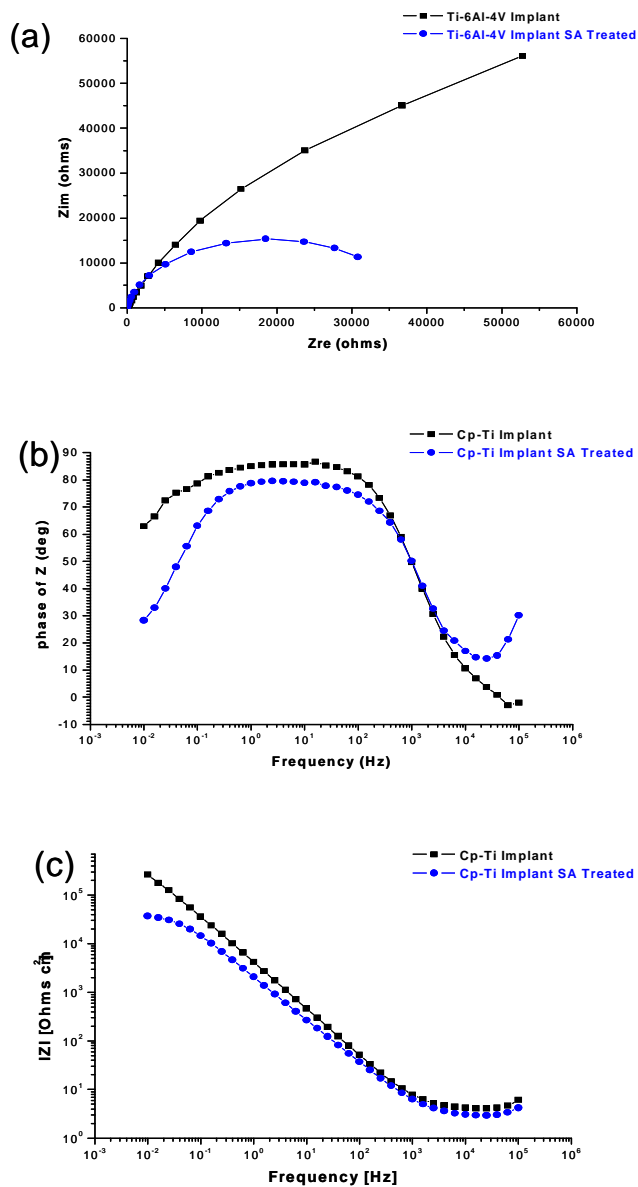


Fig. 14. Impedance spectra of SA non-treated and SA treated Ti-6Al-4V implant after AC impedance test in 0.9% NaCl solution at  $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$ .  
 (a) nyquist plot, (b) bode-phase plot (c) bode plot.

*Table 3. Polarization resistance( $R_p$ ) of SA non-treated and SA treated Ti implants after electrochemical test in 0.9% NaCl solution at  $36.5\pm 1^\circ\text{C}$ .*

| Sample                              | $R_p$ ( $\Omega \text{ cm}^2$ ) |
|-------------------------------------|---------------------------------|
| <i>Cp-Ti Implant</i>                | $2.65 \times 10^5$              |
| <i>Cp-Ti Implant SA treated</i>     | $3.71 \times 10^4$              |
| <i>Ti-6Al-4V Implant</i>            | $7.70 \times 10^4$              |
| <i>Ti-6Al-4V Implant SA treated</i> | $3.28 \times 10^4$              |

## 4. 결론

본 연구에서는 SA 표면처리에 따른 Cp-Ti와 Ti-6Al-4V 임플란트의 전기화학적 특성을 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 동전위 분극시험 결과, 임플란트 표면에 SA 처리를 한 경우에 부식전위가 크게 감소하고 부식전류밀도가 증가하였으며, 특히 Cp-Ti가 Ti-6Al-4V보다 부식전위가 높게 나타났다.

2. 순환동전위 시험결과, SA처리한 경우가 부식전위가 낮고 reverse scan 곡선에서 부동태영역 전류밀도가 SA처리하지 않은 것에 비해 크게 감소하였으며, Cp-Ti의 경우 Ti-6Al-4V보다 더 넓은 재부동태화 전위 영역이 발생하였다.

3. SA처리한 경우의  $R_p$ 값이 SA처리하지 않은 경우에 비해 낮게 나타났고, Cp-Ti의  $R_p$ 값이 Ti-6Al-4V에 비해 크게 증가하였다.

4. SA처리한 경우는 표면에서 SA처리하지 않은 경우에 비해 공식(pit)이 관찰되었으며 블라스팅 자리가 공식(pit)의 자리로 제공되었다.

## 5. 참고문헌

1. Niinomi M(1998). Mechanical properties of biomedical titanium alloys. *Materials Sci Eng A* 243:231-236.
2. Davies JE, Lowenberg B, Shiga A(1990). The bone-titanium interface in vitro. *J Biomed Mat Res* 24:1289-1306.
3. Therin M, Meunier A, Christel P(1991). A histomorphometric comparison of the muscular tissue reaction to stainless steel, pure titanium and titanium alloy implant materials. *J Mat Sci Mat in Med* 2:1-8.
4. Van NR(1987). Titanium : The implant material of today. *J Mater Sci* 22:3801-3811.
5. Krupa D, Baszkiewicz J, Kozubowski JA, Barcz A, Sobzak JW, Biliniski A, Lewandowska-Szumiel MD, Rajchel B(2001). Effect of calcium-ion implantation on the corrosion resistance and biocompatibility of titanium. *Biomaterials* 22:2139-2151.
6. Brauner H (1993). Corrosion resistance and biocompatibility of physical vapour deposition coatings for dental applications. *Surf Coat Technol* 62:618-625.
7. Giglio E, Guascito MR, Sabbatin L, Zambonin G(2001). Electropolymerization of pyrrole on titanium substrates for the future development of new biocompatible surfaces. *Biomaterials* 22:2609-2616.
8. 김태영, 손원우, 권태엽, 강인규, 김교환(2002). 전기화학법에 의한 Ti양극산화피막의 특성. *대한치과기재학회지* 29:253-261.
9. Ban S, Matsuo K, Mizutani N, Hasegawa J(1999). Hydrothermal-electrochemical deposition of calcium phosphates on various metals. *Dent Mater* 259-270.
10. Groot K, Geesink R, Klein CPAT, Serekian P(1987). Plasma sprayed

- coatings of hydroxyapatite. *J Biomed Mater Res* 21:1375-1381.
11. Hanawa T, Asami K, Asaoka K(1996). Microdissolution of calcium ions from calcium-ion-implanted titanium. *Corros Sci* 38:1579-1594.
  12. Buser D, Schenk S, Steinemann JP, Fiorellini CH, Fox H Stich(1991). Influence of surface characteristics on bone integration of titanium implant: A histomorphometric study in miniature pigs. *J Biomed Mater Res* 25:889-902.
  13. Buser D, Nydegger T, Oxaland T(1999). Interface shear strength of titanium implants with sandblasted and acid-etched surface: A biomechanical study in the maxilla of miniature pigs. *J Biomed Mater Res* 45:75-83.
  14. Ibris N, Rosca JCM(2002). EIS study of Ti and its alloys in biological media. *Journal of Electroanalytical Chemistry* 526:53 - 62.
  15. Gonzalez JEG, Mirza-Rosca JC(1999). Study of the corrosion behavior of titanium and some of its alloys for biomedical and dental implant applications. *Journal of Electroanalytical Chemistry* 471:109 - 115.
  16. Kobayashi E, Wang TJ, Doi H, Yoneyama T, Hamanaka H(1998). Mechanical properties and corrosion resistance Ti-6Al-7Nb alloy dental casting. *Mater Sci: Mater Med* 9:567.