



저작자표시-비영리-변경금지 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

- 이 저작물을 복제, 배포, 전송, 전시, 공연 및 방송할 수 있습니다.

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.



비영리. 귀하는 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 없습니다.



변경금지. 귀하는 이 저작물을 개작, 변형 또는 가공할 수 없습니다.

- 귀하는, 이 저작물의 재이용이나 배포의 경우, 이 저작물에 적용된 이용허락조건을 명확하게 나타내어야 합니다.
- 저작권자로부터 별도의 허가를 받으면 이러한 조건들은 적용되지 않습니다.

저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#)

2009년 2월
박사학위논문

임플란트 시스템에서 반복폴림조임 후
전기화학적 침식이 파절거동에 미치는
영향

조선대학교 대학원

치 의 학 과

박 찬 익

2009년 2월

박사학위논문

임플란트 시스템에서 반복폴림조임 후 전기화학적 침식이 파절거동에 미치는 영향

박찬익

임플란트 시스템에서 반복풀림조임 후 전기화학적 침식이 파절거동에 미치는 영향

Effects of Electrochemical Attack on the Fracture
Behavior of Implant System after Repeated
Loosening and Tightening

2009年 2月 25日

조선대학교 대학원

치 의 학 과

박 찬 익

임플란트 시스템에서 반복폴림조임 후 전기화학적 침식이 파절거동에 미치는 영향

지도교수 정 재 현

이 논문을 치의학 박사학위 논문으로 제출함.

2008년 12월 일

조선대학교 대학원

치 의 학 과

박 찬 익

박찬익의 박사학위 논문을 인준함.

심사 위원장 조선대학교 교수 계기성 인
심사 위원 조선대학교 교수 김병옥 인
심사 위원 조선대학교 교수 최한철 인
심사 위원 조선대학교 교수 오상호 인
심사 위원 조선대학교 교수 정재현 인

2008년 12월 일

조선대학교 대학원

목 차

영문초록	v
I. 서 론	1
II. 연구재료 및 방법	3
III. 연구성적	9
IV. 총괄 및 고안	23
V. 결 론	29
참고문헌	30

표 목 차

Table 1. The coating conditions of TiN and WC film	5
Table 2. The conditions of electrochemical corrosion test	7
Table 3. Corrosion potential(E_{corr}), corrosion current density(I_{corr}) and current density($I_{300\text{mV}}$) of dental implant system after electrochemical test in 0.9% NaCl solution at $36.5\pm 1^\circ\text{C}$	14
Table 4. Polarization resistance(R_p) of dental implant system in 0.9% NaCl solution at $36.5\pm 1^\circ\text{C}$	17
Table 5. The results of load-displacement test	18

도 목 차

Fig. 1. Photographs of fixture, abutment and abutment screw.	
(a) abutment, (b) fixture, and (c) abutment screw	3
Fig. 2. The schematic diagrams of EB-PVD and sputtering equipment ..	4
Fig. 3. The schematic diagram of electrochemical test equipment	7
Fig. 4. The schematic diagram of fracture test equipment	8
Fig. 5. Photographs of fixture, abutment and abutment screw.	
(a) TiN coated abutment screw, (b) WC coated abutment screw,	
(c) non-coated abutment screw, and (d) implant system	9
Fig. 6. EDS peaks showing the non coated and coated screw surface.	
(a) non-coated (b) TiN coated (c) WC coated	10
Fig. 7. FE-SEM micrographs showing the non coated screw surface after	
1 time and 20 times tightening/loosening. (a), (b), (c): 1 time	
tightening/loosening (d), (e), (f): 20 times tightening/loosening ·	10
Fig. 8. FE-SEM micrographs showing the non-coated screw surface after	
20 times tightening/loosening and EDS peaks at debris	11
Fig. 9. FE-SEM micrographs showing the TiN coated screw surface after	
1 time and 20 times tightening/loosening. (a), (b), (c): 1 time	
tightening/loosening (d), (e), (f): 20 times tightening/loosening	11
Fig 10. FE-SEM micrographs showing the TiN coated screw surface after	
20 times tightening/loosening and EDS peaks at debris	12
Fig. 11. FE-SEM micrographs showing the WC coated screw surface after 1	
time and 20 times tightening/loosening. (a), (b), (c): 1 time	
tightening/loosening (d), (e), (f): 20 times tightening/loosening ·	12

Fig. 12. FE-SEM micrographs showing the WC coated screw surface after 20 times tightening/loosening and EDS peaks at debris .. 13

Fig. 13. Potentiodynamic polarization curves of non-coated, TiN, and WC coated abutment screw after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at $36.5\pm 1^\circ\text{C}$. (a) non-coated screw (b) TiN coated screw (c) WC coated screw 14

Fig. 14. SEM showing the implant system after potentiodynamic corrosion test in 0.9% NaCl solution at $36.5\pm 1^\circ\text{C}$ 15

Fig. 15. Nyquist plots of the implant system before and after clinical use after AC impedance test in 0.9% NaCl solution at $36.5\pm 1^\circ\text{C}$ (a) non-coated screw (b) TiN coated screw (c) WC coated screw 16

Fig. 16. Bode plots of the implant system before and after clinical use after AC impedance test in 0.9% NaCl solution at $36.5\pm 1^\circ\text{C}$ (a) non-coated screw (b) TiN coated screw (c) WC coated screw 16

Fig. 17. Phase-frequency plots of the implant system before and after clinical use after AC impedance test in 0.9% NaCl solution at $36.5\pm 1^\circ\text{C}$ (a) non-coated screw (b) TiN coated screw (c) WC coated screw 16

Fig. 18. Load-displacement curves of implant system after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at $36.5\pm 1^\circ\text{C}$ 18

Fig. 19. Photographs of fractured non-coated implant system(a), TiN coated implant system(b) and WC coated implant system(c) after 20 time tightening/loosening and corrosion test 19

Fig. 20. FE-SEM showing fractured non-coated implant system surface after 1 time tightening/loosening and corrosion test 20

Fig. 21. FE-SEM showing fractured non-coated implant system surface

	after 20 times tightening/loosening and corrosion test	20
Fig. 22.	FE-SEM showing fractured TiN coated implant system surface after 1 time tightening/loosening and corrosion test	21
Fig. 23.	FE-SEM showing fractured TiN coated implant system surface after 20 times tightening/loosening and corrosion test	21
Fig. 24.	FE-SEM showing fractured WC coated implant system surface after 1 time tightening/loosening and corrosion test	22
Fig. 25.	FE-SEM showing fractured WC coated implant system surface after 20 times tightening/loosening and corrosion test	22

Effects of Electrochemical Attack on the Fracture Behavior of Implant System after Repeated Loosening and Tightening

Park, Chan-Ik, D.D.S., M.S.D.

Director : Prof. Jeong, Chae-Heon, D.D.S., M.S.D., Ph.D.

Department of Dentistry,

Graduate School of Chosun University

Titanium (Ti) and Ti-6Al-4V have been intensively used for dental implant system applications because of excellent mechanical properties, corrosion resistance, and biocompatibility. Dental implant system consists of abutment, abutment screw and implant fixture. The fracture of this implant system can cause significant problems for both clinicians and patients, although it is fortunately rare. Major cause of fractured implant may be a loosening/tightening and stability of abutment screw. The problems of loosening/tightening and stability of abutment screw mainly depend on surface characteristics, like a surface roughness, coating materials and friction resistance and so on. The purpose of this study was to investigate the effects of electrochemical attack on the fracture behavior of implant system after repeated loosening and tightening.

In this study, abutment screw, abutment and fixture were used respectively for the experiment. TiN and WC film coating were carried out on the abutment screw using EB-PVD and sputtering, respectively. In order to observe the coating surface of abutment screw after loosening/tightening, each coated abutment was secured to the implant

fixture by each abutment screw with recommended torque value using a digital torque controller and was repeatedly delivered and removed by 1 time and 20 times, respectively. The surfaces of specimens were observed by field emission scanning electron microscope (FE-SEM) and energy dispersive x-ray spectroscopy (EDS) at the abutment screw. The electrochemical characteristics of TiN and WC coated abutment screw in implant system was tested by using potentiodynamic and AC impedance tests in 0.9% NaCl solution at $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$. After corrosion test of implant system, fracture test was carried out using tensile tester and then the fractured morphology of each sample was investigated by FE-SEM.

1. In the case of TiN and WC coated abutment surface, surface roughness predominantly was improved and machined defects were decreased. After 20 times loosening/tightening, abutment screw surface showed the debris like TiN and WC particles.

2. After corrosion test of loosening/tightening implant system with 20 times, corrosion potential (-350 mV) of implant system used with TiN coated abutment screw showed higher than that of implant system used with non-coated abutment screw (-380 mV) and used with WC coated implant system (-400 mV).

3. From impedance tests of loosening/tightening implant system with 20 times, the polarization resistance (R_p : $4.01 \times 10^5 \Omega_{\text{cm}^2}$) of implant system used with TiN coated abutment screw showed higher than those of implant system used with non-coated abutment screw (R_p ; $3.81 \times 10^5 \Omega_{\text{cm}^2}$) and used with WC coated implant system (R_p ; $3.56 \times 10^5 \Omega_{\text{cm}^2}$).

4. From load-displacement test of loosening/tightening implant system with

20 times, compressive force(213 kgf) of implant system used with TiN coated abutment screw showed higher than that of implant system used with non-coated abutment screw(197 kgf) and used with WC coated implant system(196 kgf).

The electrochemical characteristics and mechanical fracture strength of implant system after loosening/tightening depend on surface phenomena and coated materials on the abutment screw surface like a TiN and WC film. Therefore, we can recommend the use of coating materials with low friction coefficient.

I. 서 론

치과용 임플란트는 부분 또는 완전 무치악 환자의 보철 수복에 유효한 치료법으로 사용되고 있다. 또한 임플란트 시술 후 여러 원인의 합병증이 발생할 수 있다.¹⁾ 이중 수술적 합병증으로는 출혈과 연관된 합병증(Hemorrhage-related complications), 지각 이상(neurosensory disturbance), 하악골 파절, 골 소실, 임플란트 주위염, 임플란트 소실 등을 들 수 있고 기계적인(보철적) 합병증으로 상부 보철물의 파절 및 틀니 어태치의 유지력 감소, 임플란트 파절이 나타나며 임플란트 지대주 나사의 풀림과 파절 또한 발생한다. 이 중 지대주 나사(abutment screw)의 풀림현상은 다양한 결과를 보이며 연구에 의하면 평균 6%, 파절은 평균 2% 정도로 보고되고 있다.²⁾

나사의 파절은 타이타늄 합금의 조성의 향상과 표면 처리로 어느 정도 극복되었으나 금속의 수명은 환경적인 요인에 의해 영향을 받는다. 환경적인 요인으로는 피로(fatigue), 마모(wear), 마찰 부식(fretting corrosion)^{3,4)} 등이 해당하며 임플란트의 부식도와 내구성에 상당한 영향을 미친다.⁵⁾ 구강 내에 존재하는 임플란트는 부식 환경에 노출되지 않을 수 없으므로 임플란트를 이용한 구강회복 후 지대주 나사와 임플란트 고정체 사이의 마찰 부식(fretting corrosion) 및 틈 부식(crevice corrosion)등이 발생할 수 있으며 이는 나사의 풀림과 파절에 영향을 미치는 것으로 보고되고 있다.⁶⁾

지대주 나사의 풀림현상은 여러 원인에 의해 발생하며 지대주 나사에 금을 코팅한 금 나사(gold screw) 및 테프론으로 코팅된 나사의 개발로 많은 감소를 보였다.^{7,8)}이유는 타이타늄 보다 금의 경우가 항복강도가 높으므로 더 조일 수 있기 때문이다.⁹⁻¹¹⁾ 그러나, 이 코팅물질은 내마모성 및 전단강도가 낮아 임플란트 고정체 나사표면과 지대주 나사표면으로부터 유리된 금속이온이나 마모된 입자들이 풀림과 조임을 반복할 때 표면을 거칠게 함으로써 마찰저항을 증가시켜 조임에 문제가 있는 것으로 나타나고 있다. 최근 개발된 titanium nitride(TiN)과 tungsten carbide(WC) 코팅은 금 코팅에서 보이는 반복적인 조임과 풀림 후에도 마찰 계수가 낮아 마찰저항을 최소화하여 표면의 안정성 부여와 동시에 강도를 부여할 수 있다고 보고되고 있다.¹²⁾

지대주 나사의 풀림과 파절을 막기 위해서는 나사의 부식 저항성과 코팅 방법이 중요한 인자로 생각되며 반복적인 착탈 후 코팅의 재료에 따른 부식 저항성 및 표면의 안정성을 비교하기 위해 다음과 같은 연구를 하게 되었다.

본 연구에서는 코팅되지 않은 지대주 나사, TiN 으로 코팅된 지대주 나사, WC 로 코팅된 지대주 나사를 준비하여 고정체와 반복착탈을 1회 및 20회까지 시행하여 구강 내와 같은 환경에서 부식실험을 행하여 지대주 나사의 부식저항성 및 표면 안정성을 조사하고, 부식된 임플란트 시스템을 임의로 파절하여 파절강도와 파절편의 표면 상태를 관찰하여 비교분석해 보고자 하였다.

II. 연구재료 및 방법

가. 연구재료

본 연구에서는 임플란트 시스템에서 반복 풀림/조임 후 전기화학적 침식이 파절거동에 미치는 영향을 고찰하고자 하였다. 임플란트 시스템을 구성하기 위하여 고정체, 지대주, 지대주 나사를 준비하여 반복 풀림/조임 후 임플란트 시스템의 안정성평가하고 파절거동을 조사하였다.

Fig. 1은 본 연구에서 사용한 임플란트 지대주 나사는 (주)덴티스에서 생산된 것을, 지대주와 고정체는 (주)케이제이메디텍에서 생산된 것으로 (a)는 지대주, (b)는 고정체를 (c)는 지대주 나사를 보여주고 있다.

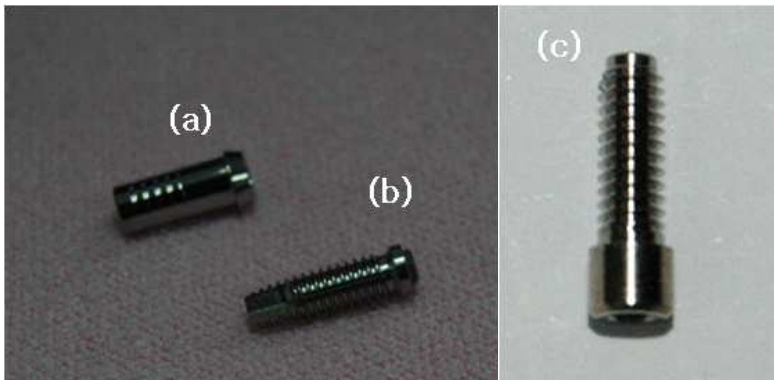


Fig. 1. Photographs of fixture, abutment and abutment screw.

(a) abutment, (b) fixture, and (c) abutment screw.

a. 코팅용 지대주 나사준비

Ti-6Al-4V합금으로 제조된 치과용 지대주 나사(External, Dentis. Co)를 총 60개 준비하여 20개는 비교군으로 코팅하지 않은 것, 20개는 TiN로 코팅, 20개는 WC로 코팅하여 실험군으로 풀림/조임을 반복하고 부식시험 및 파절 시험에 각각 사용하였다.

b. TiN 및 WC코팅처리

본 연구에서 TiN코팅은 Fig. 2와 같이 EB-PVD(electron beam, Model AEE-650, AMS Co, Korea) 장치를 이용하여 시험편을 장착 후에 진공 챔버를 1.0×10^{-6} torr까지 배기시키고 MFC(mass flow controller)를 이용하여 질소 가스를 10~30 sccm으로 공급하였다. 이후 8 kW의 power와 450 mA의 emission current로 약 30분 동안 구형의 순수 Ti를 흑연 도가니에 장입하고 전자총을 이용하여 코팅두께가 1~3 μm 가 되도록 450°C에서 코팅하였다. WC 코팅은 아크-스퍼터(Model AAS-1200, AMS Co, Korea)를 이용하여 타겟으로 WC를 사용하였고, 메탄가스를 반응 가스로 흘려보냈으며 타겟 출력은 5 kW와 250 mA의 전류로 5 mTorr에서 1 ~ 3 μm 두께가 되도록 약 15분간 250°C에서 코팅하였으며 각각의 코팅 조건은 Table 1에 나타내었다. 코팅된 표면은 energy dispersive x-ray spectroscopy(EDS; S-4800, Hitach, Japan)와 field-emission scanning electron microscopy(FE-SEM;S-4800, Hitach, Japan)을 이용하여 관찰하였다.

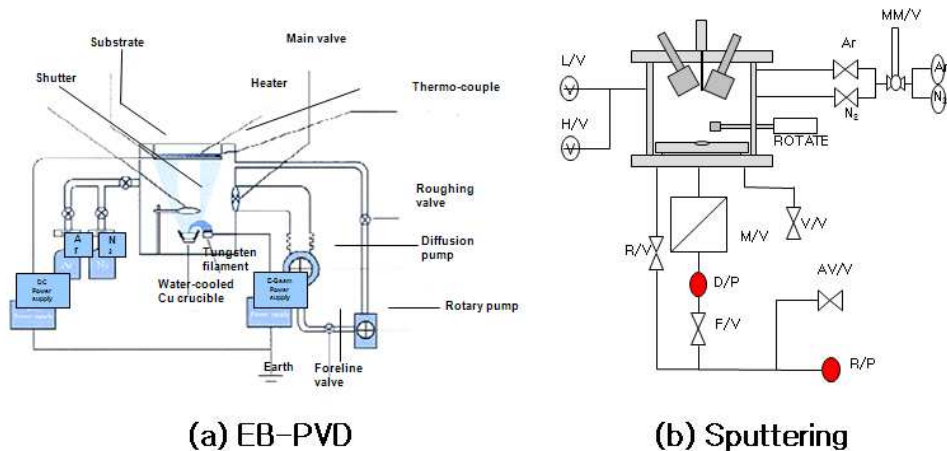


Fig. 2. The schematic diagrams of EB-PVD and sputtering equipment.

Table 1. The coating conditions of TiN and WC film

Conditions	EB-PVD/ Sputtering	
	TiN	WC
Coating Film		
Base Pressure	3.0×10^{-5} Torr	3.0×10^{-5} Torr
Working Pressure	1.0×10^{-6} Torr	5 m Torr
Gas	N ₂ (10-30 sccm)	CH ₄ (10-30 sccm)
Operation Temperature	450 °C	250 °C
Pre-sputtering	20 min	20 min
Deposition Time	30 min	15 min
Power/ Current	8kW/ 450mA	5 kW/ 250mV

c. 코팅된 지대주 나사의 풀림/조임력 부여

각 고정체에 코팅된 지대주 나사를 반복적으로 장착 및 탈착하기 위해 시료를 고정 장치에 장착시켰다. 각각의 지대주 나사는 각 시스템이 제공하는 타이타늄 지대주 나사를 이용하여 임플란트 고정체에 고정하였다. 나사를 조일 때의 잠금력은 20 Ncm을 적용하였고, 잠금력을 일정하게 하기 위해 전자토크 제어기(Brånemark system, DEA 020 Torque controller)를 사용하였다. 지대주 나사의 장착과 탈착을 1회와 20회로 나누어 반복하였다. 지대주 나사를 잠그고 난 후 풀기 까지 10초의 시간 간격을 두었다. 임플란트 보철 경험이 있는 한 사람의 치과의사에 의해서 이러한 조작들이 시행되었다.

d. 코팅된 지대주 나사의 풀림/조임 후 표면 관찰

본 연구에서 고정체에 지대주 나사를 풀림/조임 후 표면관찰은 FE-SEM을 사용하였으며 이는 초고분해능을 가지며 다른 주사전자현미경보다 고해상도를 갖는 특징이 있다. 지대주 나사의 부위를 고배율과 저배율로 분류하여 분석하였으며 특히 각 부위에서 나사산과 나사골에서 탈락된 입자를 EDS로 관찰하였다.

e. 임플란트 시스템의 안정성평가

임플란트 시스템의 폴립/조임 전 및 후의 안정성을 평가하기 위하여 전기 화학적인 방법(potentiostat/galvanostat 263A, EG&G, 1025 FRD, USA)을 이용하여 동전위 시험(potentiodynamic test)과 교류임피던스측정시험(AC impedance test)을 행하였다. 실험용액은 Table 2와 같이 $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$ 의 0.9% NaCl을 사용하였고 기준전극(reference electrode)으로는 포화감홍전극(saturated calomel electrode, SCE)을, 보조전극(counter electrode)으로는 고밀도 탄소전극을, 작업전극으로는 준비된 시편을 사용하였다. 실험용액은 실험이 시작되기 30분 전부터 끝날 때까지 아르곤가스를 흘려보내 탈기된(deaerated) 분위기를 유지시켜 주었으며 Fig. 3은 전기화학시험에 사용된 장치의 개략적인 모습을 보여주고 있으며 위 부분은 교류 임피던스 측정을 위한 frequency response detector (Model 1025, EG & G, USA)장비이고 아래 부분은 동전위 시험을 할 수 있는 potentiostat이다.

1) 동전위시험(potentiodynamic test)

준비된 시편의 일반적인 부식특성을 조사하기 위하여 0.9% NaCl 전해액에서 1.66 mV/sec의 주사속도로 동전위시험을 실시하였다. -1500 mV의 음극 전류 하에서 10분간 인위적으로 환원시켜 시편의 표면을 안정화시키고 동시에 Ar 가스를 주입하여 교반함으로써 시편 표면의 불순물, 산화물 및 용존산소를 제거하여 각각의 시편마다 동일한 조건으로 -1500 mV 에서 +2000 mV까지 전위를 가하여 분극시험을 행하여 부식전위, 부식전류밀도, 부동태전류밀도 및 공식전위를 측정하였다.

2) 교류임피던스시험(AC impedance test)

교류임피던스시험은 동전위 분극실험과 같은 $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$ 의 0.9% NaCl 전해액에서 측정하였다. 임피던스 측정장치로는 Fig. 3과 같이 frequency response detector를 사용하였으며, SCE를 기준전극으로, 고밀도 탄소봉은 보조 전극으로, 시편을 작업전극으로 하여 측정하였다. 측정에 사용한 주파수 영역은 10 mHz의 저주파에서 100 kHz의 고주파까지의 범위에서 Nyquist plot, Bode plot 및 Bode-phase plot을 얻어 이로부터 분극저항(R_p)값과 용액의 저항(R_Ω)값을 조사하여 폴립/조임 전과 후의 임플란트 시스템에서 금속이온 용출현상에 대하여 조사하였다.

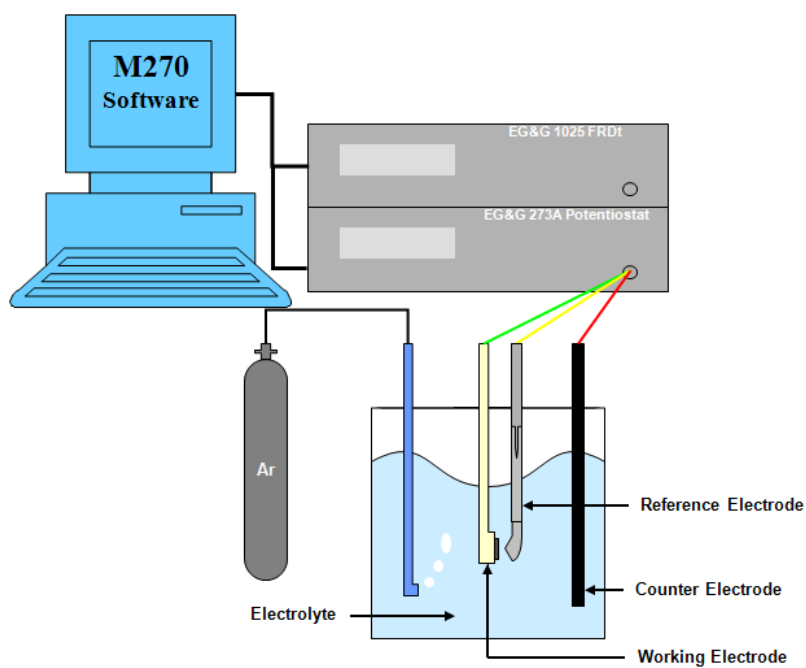


Fig. 3. The schematic diagram of electrochemical test equipment.

Table 2. The conditions of electrochemical corrosion test.

Conditions	Potentiodynamic test	A.C. impedance
Electrolyte	0.9% NaCl	0.9% NaCl
Working electrode	Sample	Sample
Counter electrode	High dense carbon	High dense carbon
Reference electrode	SCE	SCE
Scan rate	1.66 mV/s	—
Temperature	36.5 ± 1°C	36.5 ± 1°C
Frequency range	—	100 kHz ~ 10 mHz
A.C amplitude	—	10 mV
Point	—	5 point/decade

f. 풀립/조임 후 부식된 임플란트 시스템의 파절거동

본 연구에서 풀립/조임 후 부식된 임플란트 시스템의 파절거동을 조사하기 위하여 Fig. 4와 같은 고성능인장압축시험기(AG-10kNX, Shimadzu, Japan)를 이용하여 3점 굽힘 시험을 실시하였다. 임플란트 시스템의 양끝을 홀더로 고정하고 고정체의 상부에서부터 중앙부위인 3번째 나사산에 5 mm/min의 head speed로 압축하중을 주어 최대하중을 조사하였다. 파절된 표면의 관찰은 FE-SEM와 EDS를 사용하여 관찰 하였다.



Fig. 4. The schematic diagram of fracture test equipment

Ⅲ. 연구 성적

1. 코팅된 지대주 나사의 표면과 풀립/조임 후의 표면관찰

Fig. 5는 지대주 나사에 EB-PVD법과 sputtering법을 이용하여 TiN과 WC를 코팅한 시편의 사진으로 (a)는 TiN 코팅한 시편, (b)는 WC를 코팅한 시편 및 (c)는 코팅하지 않은 시편이다. 코팅하기전의 시편은 원래 금속의 색깔인 회색빛을 보이나 TiN를 코팅한 경우는 황금색을 보인다. 반면 탄소가 함유된 WC는 탄소 고유의 검은 색을 보여 코팅이 잘 이루어 졌음을 보인다. 코팅이 잘 이루어 졌는지를 EDS를 이용하여 조사한 것이 Fig. 6이다. (a)는 TiN 코팅된 것, (b)는 WC를 코팅한 것 (c)는 코팅되지 않은 것을 각각 나타낸다. 코팅이 되지 않은 (a)의 경우는 지대주 나사의 재료가 갖는 합금성분인 Ti가 주로 검출되었고 Al 및 V이 검출되어 Ti-6Al-4V합금으로 확인되었다. (b)는 TiN이 코팅된 경우로 Al, V이 검출되지 않고 Ti와 N이 검출됨으로써 코팅이 잘 이루어졌음을 보인다. (c)는 WC가 코팅된 경우로 표면분석결과 W의 성분이 우세하게 나타나 WC가 잘 코팅되었음을 나타낸다.

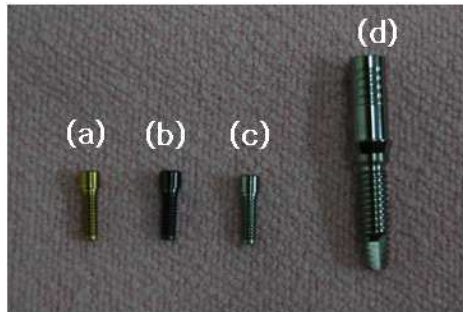


Fig. 5. Photographs of fixture, abutment and abutment screw.

(a) TiN coated abutment screw, (b) WC coated abutment screw, (c) non-coated abutment screw, and (d) implant system.

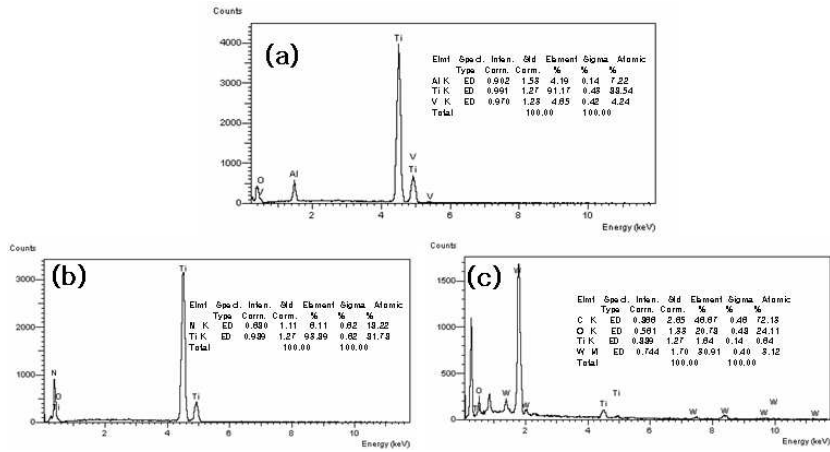


Fig. 6. EDS peaks showing the non coated and coated screw surface.
 (a) non-coated (b) TiN coated (c) WC coated

Fig. 7에서 코팅하지 않은 경우 풀림/조임을 1회 및 20회 수행한 후 표면의 사진으로 FE-SEM사진으로 표면을 조사해 보면 각각의 나사골(valley), 평평한 면(flank), 나사산(top)등에서 마모된 형상을 보여주고 있다. 1회 풀림/조임을 반복한 경우는 표면에서 나사산에서 거친 표면이 보이며(a,b,c) 20회 반복하면 표면에서 파편들을 보이고 있다(d,e,f). Fig. 8에 마모로 인해 탈락된 파편들이 많이 나타나있으며 EDS분석결과 Ti, Al 및 V으로 합금원소로 구성되어 있다.

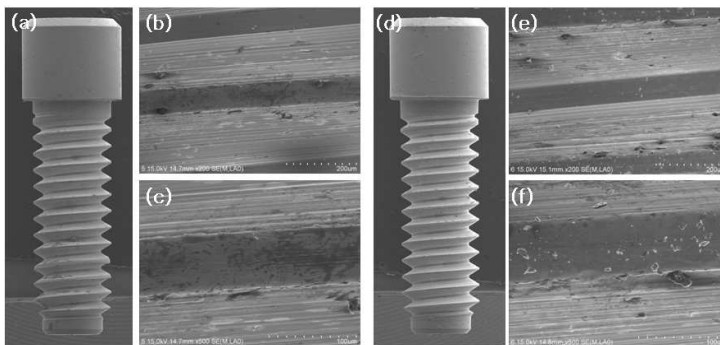


Fig. 7. FE-SEM micrographs showing the non-coated screw surface after 1 time and 20 times tightening/loosening. (a), (b), (c): 1 time tightening/loosening (d), (e), (f): 20 times tightening/loosening.

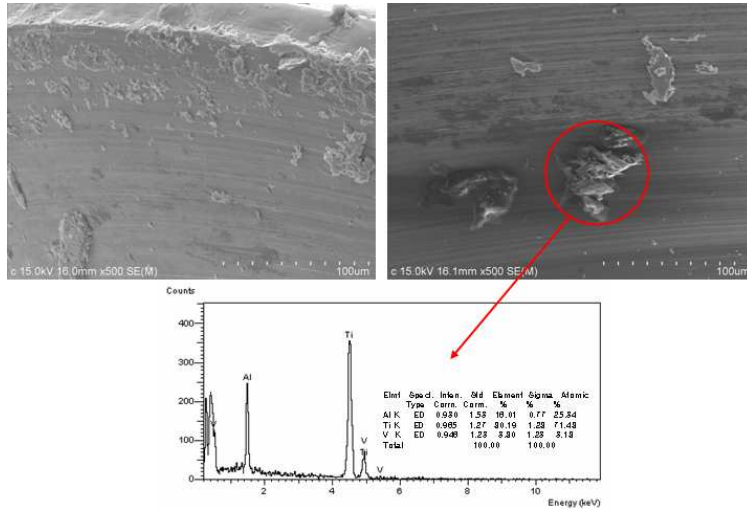


Fig. 8. FE-SEM micrographs showing the non-coated screw surface after 20 times tightening/loosening and EDS peaks at debris.

Fig. 9는 TiN이 코팅된 나사산에 존재한 거친 표면에 TiN이 코팅됨으로써 다소 거친 표면의 양상을 보이지만 나사골(b)과 나사면, 나사산(c)은 표면이 매끈하여 표면에서 거칠기가 감소함을 보인다. 20회를 반복 풀림/조임한 후의 표면도 매끈한 양상을 보이며(d), 풀림/조임 시에 탈락된 파편이 보이고 있다(e,f). 고배율로 본 Fig. 10에 많은 파편이 관찰되며 이들은 TiN의 파편임이 EDS에 의해 확인되었다. 파편의 형태는 불규칙적인 형태를 보인다.

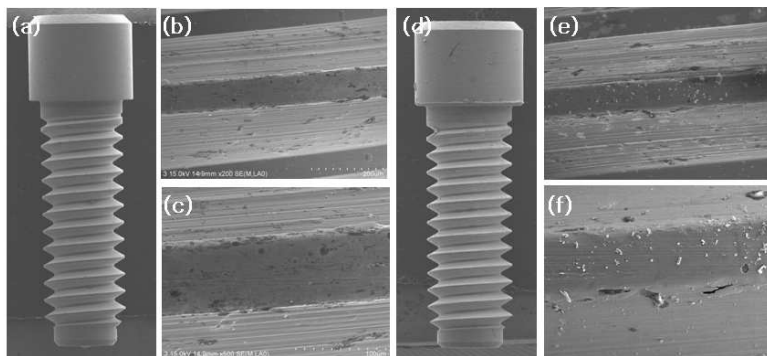


Fig. 9. FE-SEM micrographs showing the TiN coated screw surface after 1 time and 20 times tightening/loosening. (a), (b), (c): 1 time tightening/loosening (d), (e), (f): 20 times tightening/loosening.

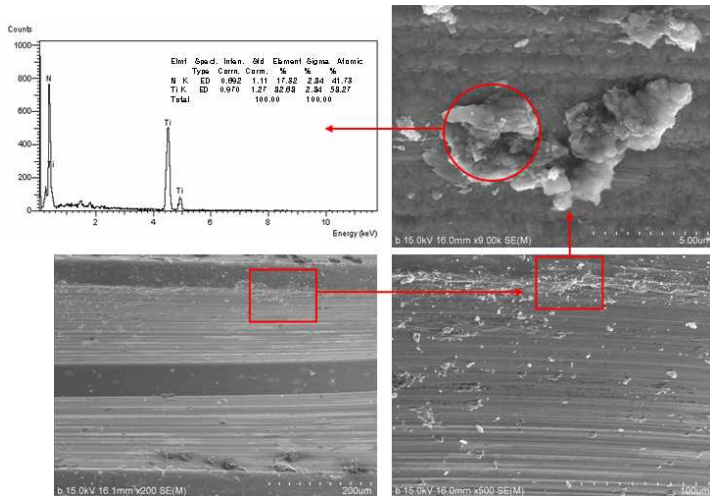


Fig. 10. FE-SEM micrographs showing the TiN coated screw surface after 20 times tightening/loosening and EDS peaks at debris.

Fig. 11은 WC를 코팅한 표면으로 역시 나사산엔 다소 거친 표면 양상을 보이지만, 나사골과 나사면에서 표면이 매끈한 양상을 보인다. 20회 반복 조임/풀림을 한 경우는 커다란 파편이 표면에 존재함을 보이고 있다. Fig. 12에서 EDS를 통하여 파편의 성분을 조사해 보면 WC임을 알 수 있다. 고배율로 본 파편의 형태는 구형을 보인다.

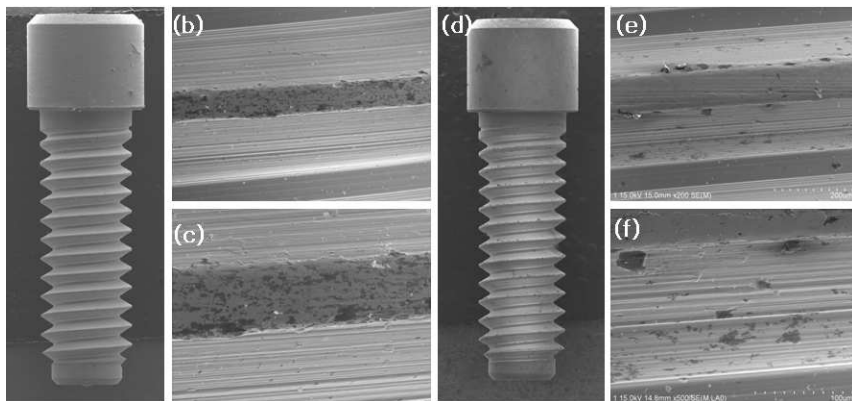


Fig. 11. FE-SEM micrographs showing the WC coated screw surface after 1 time and 20 times tightening/loosening. (a), (b), (c): 1 time tightening/loosening (d), (e), (f): 20 times tightening/loosening

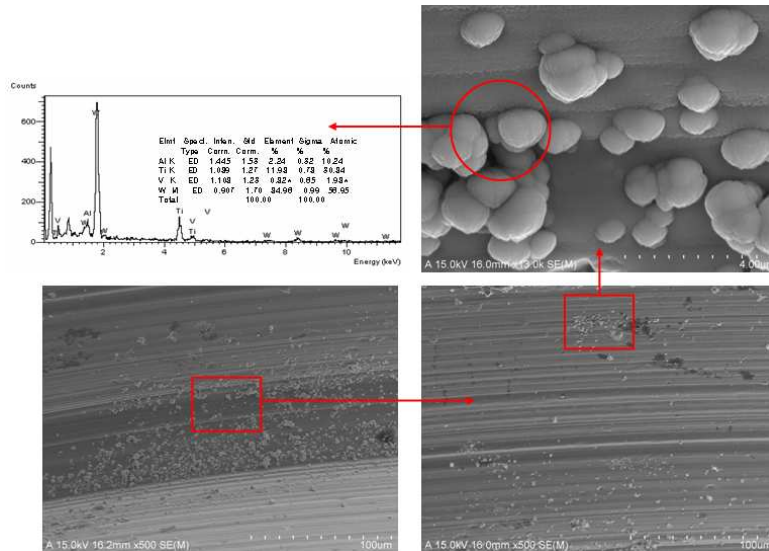


Fig. 12. FE-SEM micrographs showing the WC coated screw surface after 20 times tightening/loosening and EDS peaks at debris.

2. 풀림/조임 전후의 임플란트 시스템의 동전위 부식특성

코팅된 지대주 나사를 이용하여 고정체에 풀림/조임을 반복한 후 고정체에 지대주를 체결하여 임플란트시스템의 부식거동을 $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$ 의 0.9% NaCl용액에서 동전위분극곡선으로 나타낸 것이 Fig. 13이다. 그래프를 관찰한 결과, 1회 풀림/조임을 행한 후, 코팅하지 않은 지대주를 사용하여 부식 시험한 임플란트 시스템의 경우에 부식전위가 -370 mV 을, TiN를 코팅한 경우는 -350 mV 이고 WC를 코팅한 경우는 -370 mV 를 나타내어 TiN를 코팅한 경우가 높게 나타났다. 그러나 20회 풀림/조임을 반복한 경우, 코팅하지 않은 지대주 나사를 사용하여 부식시험한 임플란트 시스템의 경우에 부식전위가 -380 mV 을, TiN를 코팅한 경우는 -350 mV 이고 WC를 코팅한 경우는 -400 mV 를 나타내어 역시 TiN를 코팅한 경우가 높게 나타났다.

또한 임플란트 시스템의 경우 지대주 나사, 지대주 및 고정체 사이의 틈의 존재로 주로 틈에서 나타나는 공식전위(E_{pit})는 전체적으로 약 $+1500\text{ mV}$ 대에서 나타났으며 부동태피막형성 전류밀도는 20회 풀림/조임을 반복한 경우, 구강내의 분위기 전위인 300 mV 에서 코팅하지 않은 지대주를 사용한 경우에

$3.84 \times 10^{-6} \text{ A/cm}^2$ 을, TiN 코팅한 경우는 $3.42 \times 10^{-6} \text{ A/cm}^2$ 을, WC를 코팅한 경우는 $1.05 \times 10^{-5} \text{ A/cm}^2$ 을 나타내 가장 높게 나타났다. 이를 정리하여 Table 3에 나타내었다. Fig. 14는 20회 조임과 풀림을 반복하고 고정체와 지대주를 지대주나사로 고정하고 부식시험한 후 주사현미경으로 틈을 관찰한 것으로 틈에서 부식이 심하게 진행되었다.

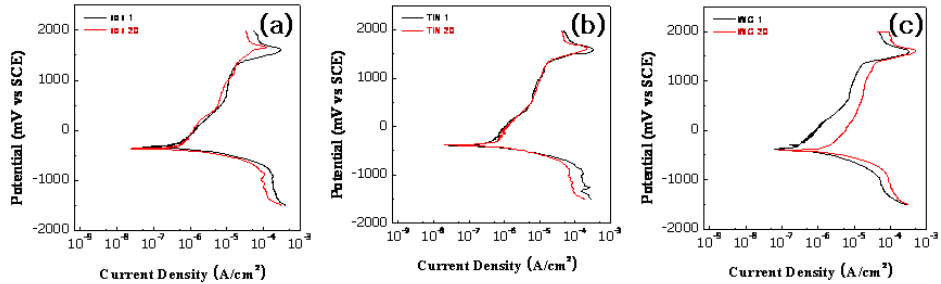


Fig. 13. Potentiodynamic polarization curves of non-coated, TiN, and WC coated abutment screw after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$. (a) non-coated screw (b) TiN coated screw (c) WC coated screw

Table 3. Corrosion potential(E_{corr}), corrosion current density(I_{corr}) and current density($I_{300\text{mV}}$) of dental implant system after electrochemical test in 0.9% NaCl solution at $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$.

Tightening/ Loosening	Samples	Non coated	TiN coated	WC coated
1 time	$I_{\text{corr}} (\text{A/cm}^2)$	3.74×10^{-7}	3.61×10^{-7}	3.78×10^{-7}
	$E_{\text{corr}} (\text{mV})$	-370	-350	-370
	$I_{300} (\text{A/cm}^2)$	2.48×10^{-6}	3.42×10^{-6}	2.48×10^{-6}
20 times	$I_{\text{corr}} (\text{A/cm}^2)$	4.45×10^{-7}	5.61×10^{-7}	2.27×10^{-6}
	$E_{\text{corr}} (\text{mV})$	-380	-350	-400
	$I_{300} (\text{A/cm}^2)$	3.84×10^{-6}	3.42×10^{-6}	1.05×10^{-5}

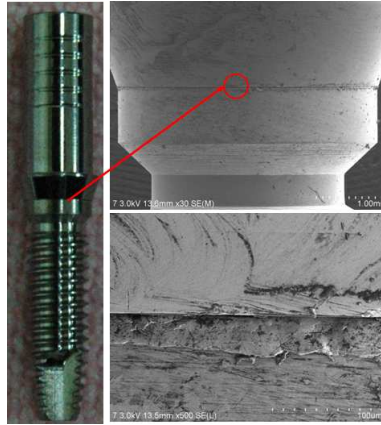


Fig. 14. SEM showing the implant system after potentiodynamic corrosion test in 0.9% NaCl solution at $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$.

3. 풀림/조임 전후의 임플란트 시스템의 AC 임피던스특성

Fig. 15, 16, 17은 풀림/조임 전 후의 임플란트 시스템을 0.9% NaCl 용액에서 임피던스 측정을 한 Nyquist plot, Bode plot 및 phase-frequency plot을 나타내고 있다. Fig.15는 Nyquist plot을 보여주며 1회 및 20회 반복 조임/풀림 후 임피던스특성으로 반원의 궤적이 크게 되었고 20회 반복 조임 풀림 한 경우는 다소 반원의 궤적이 작아짐을 보였다. 또한 코팅하지 않은 지대주 나사와 WC를 코팅하여 사용한 임플란트 시스템의 경우, 1회와 20회를 반복하면 20회의 경우가 반원의 궤적이 낮아지지만 TiN를 코팅한 경우는 같은 궤적을 보여 저항이 높게 나타났다. Fig. 16은 Bode plot을 나타내는데 용액저항을 나타내는 R_Q 는 우측에 나타나 모든 시편에서 약 $10^1 \Omega\text{cm}^2$ 을 나타내나 내식성을 나타내는 R_Q+R_p 값은 코팅하지 않은 지대주나사를 사용한 경우는 $10^5 \Omega\text{cm}^2$ 대를, TiN를 코팅한 경우는 $10^6 \Omega\text{cm}^2$ 대를 나타내었다. 코팅하지 않은 지대주 나사를 사용하여 1회 반복 풀림/조임을 한 경우 R_p 값은 $4.81 \times 10^5 \Omega\text{cm}^2$ 을, TiN를 코팅한 경우 R_p 값은 $5.73 \times 10^5 \Omega\text{cm}^2$ 을, WC를 코팅한 경우 R_p 값은 $4.07 \times 10^5 \Omega\text{cm}^2$ 을 각각 나타내었다. 20회 반복 풀림/조임을 한 경우는 훨씬 낮은 분극저항 값을 나타내었다. 이를 정리하여 Table 4에 나타내었다. 각 시편의 AC 임피던스 실험 후 phase-frequency plot을 Fig. 17에 나타내고 있다. 먼저, phase-frequency plot을 살펴보면 모든 시편에서 phase angle이 고주파수에서 0° 쪽으로 떨어지다가 -90° 쪽으로 증가하는 것을 관찰할 수 있고 1회 및 20회 반복 풀림/조임을 한 경우에도 같은 경향을 보인다.

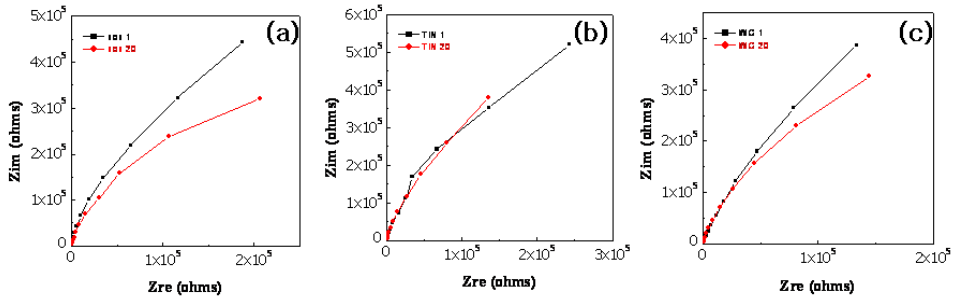


Fig. 15. Nyquist plots of the implant system before and after clinical use after AC impedance test in 0.9% NaCl solution at $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$.
 (a) non-coated screw (b) TiN coated screw (c) WC coated screw

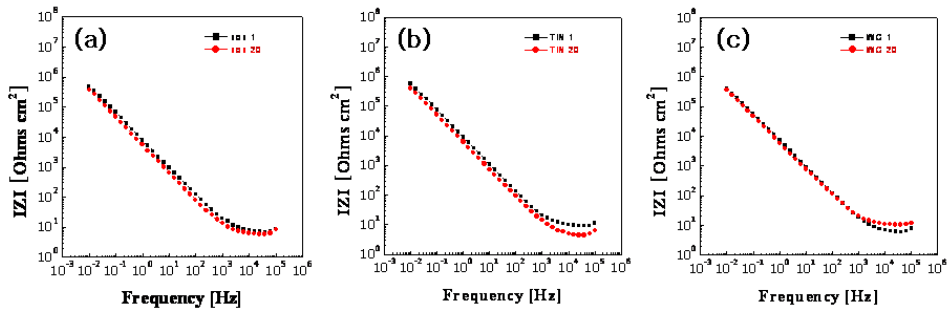


Fig. 16. Bode plots of the implant system before and after clinical use after AC impedance test in 0.9% NaCl solution at $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$.
 (a) non-coated screw (b) TiN coated screw (c) WC coated screw

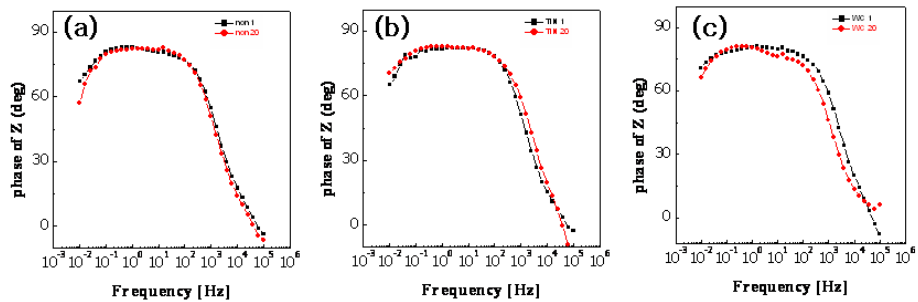


Fig. 17. Phase-frequency plot of the implant system before and after clinical use after AC impedance test in 0.9% NaCl solution at $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$.
 (a) non-coated screw (b) TiN coated screw (c) WC coated screw

Table 4. Polarization resistance(R_p) of dental implant system in 0.9% NaCl solution at $36.5\pm 1^\circ\text{C}$.

Tightening/ Loosening	Samples	Non coated	TiN coated	WC coated
1 time	$R_p (\Omega\text{cm}^2)$	481,453	573,991	407,994
	$R_\Omega (\Omega\text{cm}^2)$	6.87	9.07	5.98
20 times	$R_p (\Omega\text{cm}^2)$	381,154	401,996	356,990
	$R_\Omega (\Omega\text{cm}^2)$	5.86	4.42	10.3

4. 풀림/조임 후의 부식시험을 행한 임플란트 시스템의 파절거동

임플란트 시스템을 풀림/조임 후의 부식시험을 행한 후 압축시험기를 이용하여 파절시킨 후 파절거동을 조사한 결과 Fig. 19과 같이 나타났다. 최고하중에서 파절된 시편은 TiN를 코팅하여 사용하여 1회 반복/풀림 한 임플란트 시스템이었으며 그 강도는 255 kgf로 가장 높게 나타났고 WC는 210 kgf, 코팅하지 않은 시편은 213 kgf로 비슷한 값을 보였다. 20회 반복사용 후 부식을 하여 파절시험을 행하면 TiN를 코팅하여 사용한 경우 213 kgf로 가장 높게 나타났고 WC는 196 kgf, 코팅하지 않은 시편은 197 kgf로 크게 낮아졌다. 이를 정리하여 Table 5에 나타내었다.

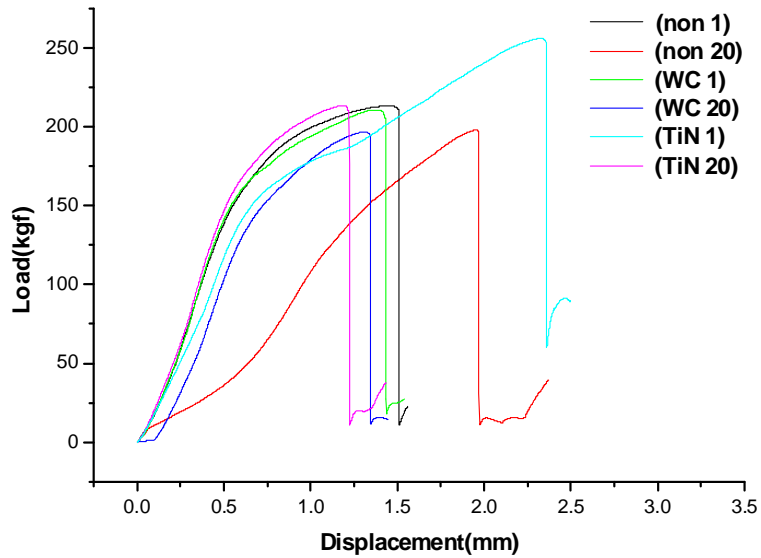


Fig. 18. Load-displacement curves of implant system after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at 36.5±1°C.

Table 5. The results of load-displacement test.

Samples/ Tightening/Loosening	Ultimate Load	Strain	Stress
Unit	kgf	mm	kgf/mm ²
Non Coating/1 time	213.173	1.45500	98.9286
Non Coating/ 20 times	197.846	1.95000	91.8154
WC Coating/1 time	210.667	1.37915	97.7658
WC Coating/ 20 times	196.369	1.29250	91.1303
TiN Coating/ 1 time	255.867	2.32753	118.742
TiN Coating/ 20 times	213.354	1.18583	99.0127
Average	214.546	1.59834	99.5658

임플란트 시스템을 풀림/조임 후의 부식시험을 행한 후 고성능인장압축시험기를 이용하여 파절시킨 후 파절형태를 Fig. 19에 나타내었다. 거의 파절

부위는 고정체 상부로부터 3~4 번째 나사산에서 파절이 되도록 하였으며 최고하중에서 건디는 TiN를 코팅한 시편은 파절되지 않고 흰 상태로 남아있다. 반면에 WC를 코팅한 시편과 코팅하지 않은 시편은 쉽게 파절되어 있음을 보인다.

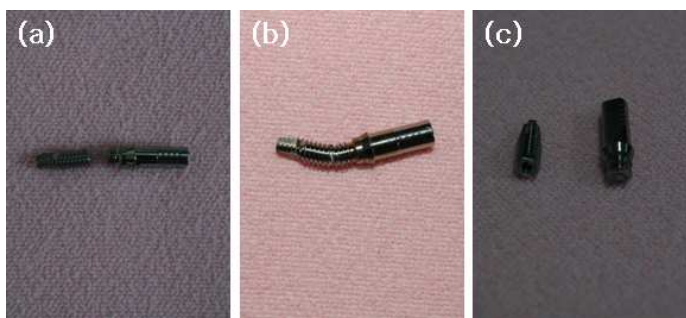


Fig. 19. Photographs of fractured non-coated implant system(a), TiN coated implant system(b) and WC coated implant system(c) after 20 times tightening/loosening and corrosion test.

임플란트시스템을 풀림/조임 후의 부식시험을 행한 후 압축시험기를 이용하여 파절시킨 후 파절단면의 형태를 주사전자현미경으로 면밀히 조사한 것이 Fig. 20 ~25이다. Fig. 20은 코팅하지 않은 시편을 1회 반복 풀림/조임한 임플란트 시스템의 파절단면으로 전형적인 연성파절을 보였고 내면에 마모에 의한 파편은 보이지 않고 있다. Fig. 21은 코팅하지 않은 시편을 20회 반복 풀림/조임한 시편의 파절단면으로 내부를 확대해 보면 마모에 의해 탈락된 파편이 다량 보이고 있다. Fig. 22는 TiN를 코팅한 시편을 1회 반복 풀림/조임한 임플란트 시스템의 파절단면으로 나사골을 따라 파절된 형상을 보이며 파편은 전혀 보이지 않고 있다. Fig. 23은 TiN를 코팅한 지대주 나사를 20회 반복 풀림/조임한 후 임플란트 시스템의 파절단면을 나타낸 것으로 내부에서 역시 마모에 의해 탈락된 TiN 코팅막의 파편이 보이고 있다. Fig. 24는 WC를 코팅한 시편을 1회 반복 풀림/조임한 임플란트 시스템의 파절단면으로 연성파절을 보이고 나사골을 따라 파절된 양상이다. Fig. 25는 WC를 코팅한 지대주 나사를 20회 반복 풀림/조임 한 후 임플란트 시스템의 파절단면을 나타낸 것으로 내부에서 검은 모양의 파편이 보이고 있고 고정체내부의 나사산에서 심한 마모흔적을 보인다.

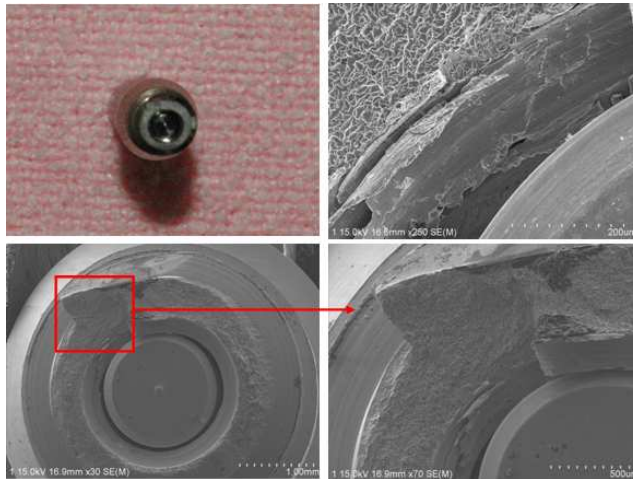


Fig. 20. FE-SEM showing fractured non-coated implant system surface after 1 time tightening/loosening and corrosion test.

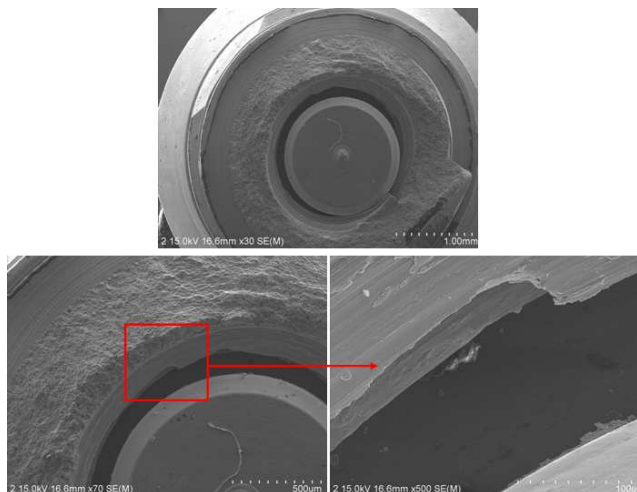


Fig. 21. FE-SEM showing fractured non-coated implant system surface after 20 times tightening/loosening and corrosion test.

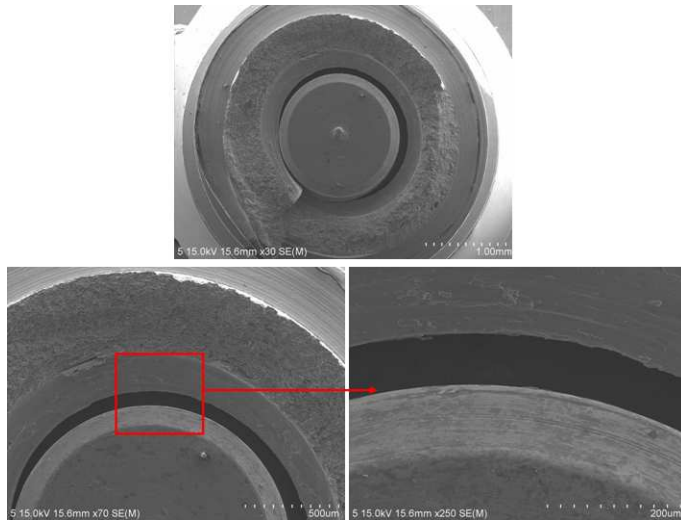


Fig. 22. FE-SEM showing fractured TiN coated implant system surface after 1 time tightening/loosening and corrosion test.

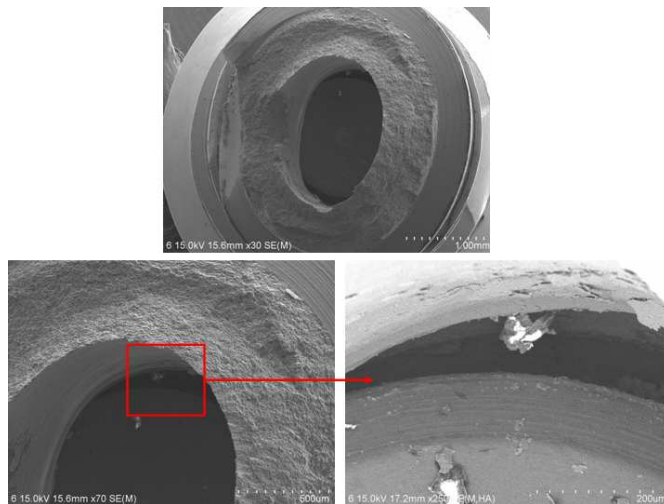


Fig. 23. FE-SEM showing fractured TiN coated implant system surface after 20 times tightening/loosening and corrosion test.

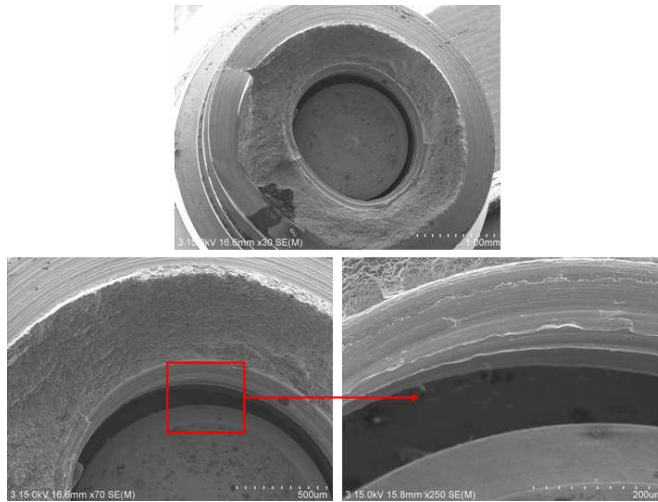


Fig. 24. FE-SEM showing fractured WC coated implant system surface after 1 time tightening/loosening and corrosion test.

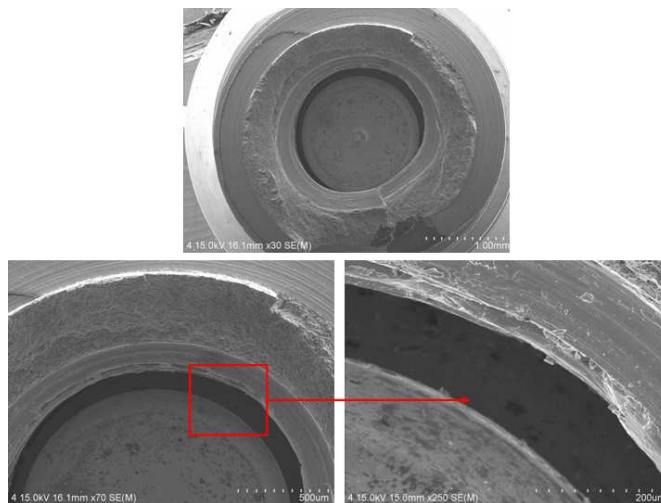


Fig. 25. FE-SEM showing fractured WC coated implant system surface after 20 times tightening/loosening and corrosion test.

IV. 총괄 및 고안

치과 임플란트의 성공여부는 여러 가지 요인이 있지만 특히 임플란트 시스템의 안정성이 가장 중요한 요인으로 대두되고 있다. 반복착탈된 임플란트 고정체, 지대주 나사의 파절에 대한 연구는 이미 보고되었다^{13,14)}. 이러한 파절의 원인으로 임플란트 시스템의 반복적인 풀림과 조임에 의한 파절도 상당한 비중을 차지하고 있어 이에 대한 연구가 진행되고 있다. 이와 같이 반복하중이 파절의 주원인임을 보고하였으나 지대주 나사를 코팅하여 임플란트 시스템을 구성하고 부식시험한 후 파절시킨 연구는 거의 없었다.

본 연구에서는 우선 임플란트시스템을 구성하는 지대주 나사, 지대주 및 고정체를 준비하고 지대주 나사에 TiN과 WC를 코팅하여 지대주와 함께 고정체에 조립하여 임플란트 시스템을 구성하고 풀림과 조임을 반복하였다. 임플란트 시스템을 0.9% NaCl 전해액에서 인위적으로 부식을 시킨 후, 인장압축시험기를 이용하여 파절강도를 조사하여 풀림과 조임이 실제 구강 내와 비슷한 분위기에서 임플란트 시스템의 안정성을 평가하였다.

코팅된 지대주 나사의 표면과 풀림/조임 후의 표면관찰을 보면 코팅한 경우와 안한 경우의 구별은 색깔에서 차이가 나는데 코팅하기전의 시편은 회색 빛을 보이지만 TiN를 코팅한 경우는 황금색을 보였다(Fig.5). 반면 탄소가 함유된 WC는 탄소 고유의 검은 색을 보여 각각의 코팅 색깔을 나타냈다. 본 연구에서는 전자진공증착기(EB-PVD)를 사용하여 TiN를 코팅하고 sputtering을 이용하여 WC를 지대주 나사에 코팅하여 생체안전성을 조사한 결과 코팅하지 않은 지대주 나사는 표면을 FE-SEM을 사용하여 고배율로 보면 표면에서 많은 스크래치들을 볼 수 있었고 이러한 스크래치들이 조임력에 영향을 크게 미친 것으로 생각된다. 특히 표면에 형성된 기계적인 가공결함은 쉽게 부식되어 이온이 용출되고 또한 미세균열은 초기에 핵생성 되어 파절로 이어질 수 있을 것으로 생각된다¹⁵⁾. 이러한 결함을 제거하고 표면의 거칠기를 제거하기 위하여 EB-PVD로 코팅을 행하였으며 TiN를 코팅한 나사는 TiN이 갖는 전형적인 코팅표면 색깔인 황금색을 나타냈다(Fig.5). 코팅표면에서 성분을 조사해보면 각각 Ti, N, W, C등이 검출되어 원하는 코팅 막이 잘 형성되었음을 보였는데(Fig. 6) 이러한 코팅층은 표면의 거칠기를 감소하고 내마모 및

마찰특성에 영향을 미쳐 풀림과 조임에 큰 영향을 미친 것으로 생각된다. 실제로 조임과 풀림을 반복한 후 각각의 시편표면들을 주사전자현미경으로 관찰해 보면 TiN코팅한 표면은 코팅하지 않은 표면에 비하여 기계적인 결합이 현저하게 감소되는 모습으로 나타내는데(Fig. 9) 성장된 피막은 주상정의 조직(columnar structure)을 가지고 특정방향으로의 결정이 성장¹⁶⁾ 하면서 다소의 기계적 결합이 있다고 하더라도 쉽게 제거될 수 있다. TiN은 모두 8개의 원자가 단위격자를 형성하는 NaCl형의 면심입방정(face centered cubic)¹⁷⁾를 이루며 Ti와 결합하는 N은 공유결합형태의 금속-비금속 혼성 결합을 이루고 있어 높은 경도 값과 취성을 가진다고 보고되어 있다¹⁷⁾. 또한 TiN은 N의 조성비에 따라 넓은 범위에서 화합물을 형성하며 그 조성비에 따라 격자 상수 및 경도 값이 크게 달라진다. TiN화합물에서는 많은 공공(vacancy)이 존재하여 N/Ti의 비가 0.5~1사이의 값을 가지는데 N/Ti의 비가 증가할수록 경도는 증가하며 경도는 보통 합금강에 코팅을 할 경우 TiN은 2000 kg/mm²를 가지며¹⁸⁾ TiN_{1.0}일 때 최고의 경도와 내마모성을 가지며 마모저항은 TiN은 0.6보다 높은 마찰계수를 가진다는 보고에서도 알 수 있다¹⁹⁾. WC는 역시 우수한 코팅표면을 보이며 결합이 거의 없어 마찰계수가 TiN보다 낮다는 보고와 잘 일치한다. 이런 이유로 코팅하지 않은 경우 풀림/조임을 1회 및 20회 수행한 후 표면의 사진(Fig. 7)에서 나사산(top), 평평한 면(flank), 나사골(valley)등에 기계적인 가공 흔적이 많고 20회 정도 반복하면 표면에서 파편들이 많이 탈락되어 이러한 입자들이 조임력과 풀림력에 영향을 미칠 뿐만 아니라 전기화학적 반응에 노출 되었을 때 쉽게 Ti산화피막의 파괴로 인하여 부식이 촉진 될 수 있을 것으로 생각된다. TiN이 코팅되면 나사산에 존재한 기계적인 가공결합이 크게 감소하고 TiN이 코팅됨으로써 매끈한 표면을 보임과 동시에 20회를 반복 풀림/조임하여도 표면의 손상이 거의 없는 형태를 보이는데(Fig. 9) 이는 위에서 고찰한 TiN의 강한 표면강도를 유지하기 때문¹⁹⁾으로 생각된다. WC를 코팅하면 Fig. 12에서 알 수 있듯이 표면에서 취성의 특성이 나타나 많은 알갱이들이 표면에서 떨어져 나오는데 특히 탈락된 부위에서 전기화학적인 분위기에 노출되면 쉽게 부식되는 경향이 있다. 이와 같이 표면에서 코팅한 부위와 코팅되지 않는 부위에서 갈바닉 부식의 환경이 형성되

고 임플란트 시스템 내에서 부식이 가속적으로 일어날 수 있다.

코팅된 지대주 나사를 이용하여 고정체에 풀림/조임을 반복한 후 고정체에 지대주를 체결하여 임플란트시스템의 부식을 시켜 보면 1회 풀림과 조임을 한 경우가 20회 풀림과 조임을 한 경우에 비하여 내식성이 크게 향상됨을 알 수 있다.(Fig. 13) 즉, 코팅하지 않은 임플란트 시스템의 경우에 부식전위가 -370 mV을 나타내지만 코팅을 할 경우 예를 들면 TiN코팅한 경우는 -350 mV을 나타내 내식성이 우수하고 20회를 풀림/조임을 반복하여 부식실험을 하면 코팅하지 않은 경우가 -380 mV로 감소하여 부식전위가 감소되었다. 그러나 TiN를 코팅한 경우는 -350 mV로 거의 비슷한 값을 보이고 WC를 코팅한 경우는 앞에서 고찰한 바와 같이 -400mV까지 감소함으로써 내식성이 크게 감소함을 보였다. 이는 반복하중 시에 탈락된 부위에서 탈락되지 않은 부위와 소양극-대음극의 분위기가 자연적으로 성립되어 부식이 촉진되기 때문으로 생각한다.

또한 임플란트 시스템의 전체의 경우 전해액의 출입통로가 지대주와 고정체사이의 틈이며(Fig. 14) 약 +1500 mV대에서 안정된 곡선이 갑자기 변화가 나타났다. 이러한 현상은 치과 보철물에서 틈이 존재할 때 발생하는 부식의 특징으로 틈에서 발생하는 부식(crevice corrosion or pitting corrosion)이다.²⁰⁾ 임플란트에서 주로 사용되는 Ti와 같은 금속은 부동태 산화피막 때문에 내식성이 우수하며 틈 부식에 민감하다. 이 이유는 부동태 피막은 Cl^- 이온 혹은 H^+ 이온에 의해 쉽게 파괴되기 때문이다²⁰⁾. 즉 초기에 전체 표면에 균일하게 일어나며 잠시 후 틈에서는 산소가 완전히 소모되어 음극 반응은 일어나지 않고, 양극 반응 즉 양이온이 증가하여 균형을 맞추기 위해 음이온인 Cl^- 이온이 틈으로 이동하고 틈의 Cl^- 이온 농도가 증가한다. 이때 금속의 용해속도가 빨라지고 부동태화를 형성하는 Ti합금은 일부 불균질한 부분이 용해하면 틈 내부에서는 산화반응($\text{M} \rightarrow \text{M}^+ + \text{e}^-$)과 환원반응($\text{O}_2 + 2\text{H}_2\text{O} + 4\text{e}^- \rightarrow 4\text{OH}^-$)이 진행하고 어느 시간 경과하면 틈 내의 산소는 소비되어 환원반응이 억제되며 OH^- 의 생성이 감소한다. 틈 부식의 특징은 틈이 있는 경우나 침전물이 있는 환경에서 주로 발생하고 구강 내와 같이 Cl^- 이온을 포함하는 염화물 환경에 노출 시 주로 발생하며 초기에는 부식속도가 느리다가 후기에

는 부식이 급 속히 증가되는 특징이 있다. 따라서 본 연구에서 1500 mV 대에서 틈부식을 나타내었는데 틈의 간격을 최소화할 수 있는 임플란트 시스템을 설계해야 할 것으로 생각된다.

정교한 교류임피던스 측정 장비를 이용하여 풀림/조임 전 후의 임플란트 시스템을 임피던스 측정을 한 Nyquist plot, Bode plot 및 phase-frequency plot²⁰⁾을(Fig. 15, 16, 17) 보면 20회 반복 풀림/조임한 경우는 1회 풀림/조임한 경우에 비해 다소 반원의 궤적이 작아짐을 보이는데 이는 반원의 궤적이 클수록 교류임피던스가 증가하여 안정성이 우수하다고 평가 할 수 있는데 20회를 반복함으로써 표면에서 Ti산화피막의 파괴로 인하여 내식성이 크게 감소함을 알 수 있다. TiN를 코팅한 경우는 반복 풀림/조임 횟수에 관계없이 같은 반원의 궤적을 보여 내식성이 우수함을 보였다. Nyquist plot상에서 임플란트 시스템의 내식성정도를 평가할 수 있는 분극저항인 R_p 값을 측정할 수 있으나 저주파 영역에서 산란 등 때문에 Bode plot상에서 저주파영역과 고주파 영역에서 얻는 임피던스의 차를 이용하여 구하는 것이 더 일반적인 방법으로 알려져 있다²¹⁾ 이렇게 구한 값(Table 4)을 보면 코팅하지 않은 지대주나사를 사용하여 1회 반복 풀림/조임을 한 경우 R_p 값은 $4.81 \times 10^5 \Omega \text{cm}^2$ 을, TiN를 코팅한 경우 R_p 값은 $5.73 \times 10^5 \Omega \text{cm}^2$ 을, WC를 코팅한 경우 R_p 값은 $4.07 \times 10^5 \Omega \text{cm}^2$ 을 각각 나타내어 TiN를 코팅한 경우가 가장 우수함을 쉽게 알 수 있었다. 20회 반복 풀림/조임을 하면 코팅하지 않은 경우 R_p 값은 $3.81 \times 10^5 \Omega \text{cm}^2$ 을, TiN를 코팅한 경우 R_p 값은 $4.01 \times 10^5 \Omega \text{cm}^2$ 을, WC를 코팅한 경우 R_p 값은 $3.56 \times 10^5 \Omega \text{cm}^2$ 으로 크게 감소함을 보이는데 이 역시 앞에서 고찰한 표면에서의 코팅 물질의 탈락으로 쉽게 전기화학적인 반응이 일어나기 때문으로 생각된다. 즉 Bode plot(Fig. 16)은 모든 시편에서 2개 영역으로 분리되는 현상이 나타나는데 고주파 영역에서의 Bode plot은 phase angle이 0°C에 가까워질수록 $\log(f)$ 에 따른 $\log |Z|$ 의 값이 일정하였는데 이는 전해질의 저항인 용액 때문이고 phase angle이 -90°C에 가까운 저주파 영역에서의 $\log |Z|$ 값은 분극 저항(R_p)과 전해질 저항(R_Q)의 더해진 값^{22~24)}이다. 또한 임상에서 사용전의 시편은 중주파수영역과 저주파수영역에서 $\log(f)$ 에 따른 $\log |Z|$ 의 값이 약 -1에 가까운 기울기를 갖는 것을 보이는 이것은 Ti산화물에 의하거나

TiN 및 WC 등의 코팅물질에 의한 세라믹특성의 피막을 형성하기^{22~24)} 때문으로 생각된다. 따라서 반복적인 풀림과 조임이 이루어진 표면에서 안정한 피막을 형성하지 못함을 알 수 있다.

각 시편의 AC 임피던스 실험 후 phase-frequency plot(Fig. 17)을 보면 모든 시편에서 phase angle이 고주파수에서 0°쪽으로 떨어지다가 -90°쪽으로 증가하는 것을 관찰할 수 있고 1회 및 20회 반복 풀림/조임을 한 경우에도 같은 경향을 보이는데 이는 임피던스가 표면에서 코팅된 상태에 의한 영향을 받기 때문으로 생각되고 따라서 그림에서 알 수 있듯이 넓은 주파수영역에 걸쳐 phase angle이 -90°에 가깝게 일정한 phase가 존재하게 된다. 이런 현상은 표면에 안정된 피막을 형성하였다는 의미이고^{22~24)} 따라서 -90°에 가까운 phase angle 영역이 넓을수록 임플란트 시스템의 표면에서 매우 안정한 피막이 형성된 것으로 생각할 수 있다.

이러한 현상이 임플란트의 강도에 어떠한 영향을 미치는지를 알아보기 위하여 임플란트 시스템을 풀림/조임 후의 부식시험을 행한 후, 고성능인장압축시험기를 이용하여 파절시킨 후 파절거동을 조사한 결과(Fig. 19, Table 5), 255 kgf의 최고하중에서 파절된 시편은 TiN를 코팅하여 사용하여 1회 반복 풀림/조임한 시편이고 WC는 210 kgf, 코팅하지 않은 시편은 213 kgf로 비슷한 값을 보여 앞에서 고찰한 부식특성과 잘 연관되고 있음을 알 수 있다. 20회 반복사용 후 부식을 하여 파절시험을 행하면 TiN를 코팅하여 사용한 경우 213 kgf로 가장 높게 나타났고 WC는 196 kgf, 코팅하지 않은 시편은 197 kgf로 크게 낮아져 반복 풀림과 조임을 행함으로써 표면에서 코팅막의 파열로 인해 그 부위가 쉽게 전해액에 노출이 되고 다시 응력을 받아 균열이 핵 생성 및 성장하였을 것으로 생각된다.

금속에서는 일단 생성된 균열은 높은 전단응력을 받는 결정면을 따라 매우 천천히 전파해 나가는데 이를 1단계 전파라고 하며 2단계 전파에 접어들면서 균열의 진전 속도는 매우 빠르게 증가하며 또한 균열의 진전방향도 작용 인장응력 방향에 거의 수직으로 바뀐다. 2단계 전파과정은 파절면에 해변무늬와 줄무늬의 두 가지 양상이 나타나는데 균열생성 위치를 중심으로 원 모양이나 타원 모양으로 퍼져나가는 능선의 모습을 갖고 있다. 파절면을 관찰함

으로써 파절의 원인을 알 수 있는데, 해변무늬와 줄무늬의 존재는 파절이 피로에 의하여 발생되었다는 것을 의미하기 때문이다. 그러나 해변무늬와 줄무늬가 관찰되지 않는다고 해서 파절의 원인으로 피로를 배제시켜서는 안 되며 이는 파절이 급속히 일어난 부위에서는 해변무늬 또는 줄무늬가 나타나지 않기 때문이다. 금속파절은 연성파절일 수도 있고 취성파괴일 수도 있는데 연성파절일 경우에는 소성변형의 흔적이 나타나지만 취성파괴일 경우에는 소성변형의 흔적이 나타나지 않는다.²⁵⁾ 그러나 본 연구에서는 축 방향에서 압축 응력을 주어 인위적으로 파괴를 시켰기 때문에 피로파절현상은 나타나지 않고 균열의 전파방향은 알 수 있다. Ti의 대표적인 파절양상인 연성파절양상을 주로 보였다.(Fig. 20 ~ 25)

코팅하지 않은 시편을 1회 반복 풀림/조임한 임플란트 시스템의 파절파절면으로 전형적인 연성 파괴면을 보였고 내면에 마모에 의한 파편은 보이지 않지만 20회 반복 풀림/조임한 시편은 내부에 다량의 파편이 보이고 있어 표면에서 많은 피막이 손상되었음을 알 수 있다. TiN를 코팅한 시편을 20회 반복 풀림/조임한 후 임플란트 시스템의 내부를 보면 역시 마모에 의해 탈락된 TiN 코팅막의 파편이 보여 나사골이 주로 균열이 시작되었는데 골 중에서도 TiN이 탈락된 부위에서 균열이 시작되었을 것으로 생각된다. WC를 코팅한 지대주 나사를 20회 반복 풀림/조임한 후 임플란트 시스템 역시 내부에 검은 모양의 파편이 보이고 고정체의 나사산에서 심한 마모흔적이 관찰됨으로써 마모가 심하게 된 부위에서 균열이 시작된 것으로 생각할 수 있다.

이와 같이 지대주 나사에 코팅처리를 한 경우와 하지 않은 경우에 조임과 풀림력에 영향을 미칠 뿐만 아니라 고정체와 지대주 나사 사이의 틈으로 용액이 침투하여 풀림과 조임을 반복함에 따라 표면에서 피막의 파괴로 인하여 하중을 받을 때 균열의 자리로 작용하여 쉽게 파괴되는 것으로 생각되며 이를 위하여 임플란트 시스템에서 사용되는 나사의 표면처리를 우수한 물질로 처리하는 것이 이 문제를 해결하는 방안으로 생각된다.

V. 결 론

TiN 및 WC 코팅된 지대주 나사를 반복 풀림/조임한 임플란트 시스템에서 전기화학적 안정성과 파절거동을 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 나사표면에 존재한 기계적인 가공결합위에 TiN 및 WC가 코팅됨으로써 표면이 매끈하고 표면거칠기가 감소하였다. 풀림/조임을 20회한 후 표면으로부터 탈락된 파편이 존재하였다.
2. 코팅한 지대주 나사를 사용한 임플란트 시스템의 분극시험결과, 20회 반복 풀림/조임 시, 코팅하지 않은 지대주 나사를 사용하여 부식시험한 임플란트 시스템의 경우에 부식전위가 -380 mV을, TiN를 코팅한 경우는 -350 mV을, WC를 코팅한 경우는 -400 mV을 나타내었다.
3. 코팅한 지대주 나사를 사용한 임플란트 시스템의 임피던스시험결과, 20회 반복 풀림/조임 시, 코팅하지 않은 경우 분극저항(R_p)값은 $3.81 \times 10^5 \Omega \text{cm}^2$ 을, TiN의 R_p 값은 $4.01 \times 10^5 \Omega \text{cm}^2$ 을, WC를 코팅한 경우 R_p 값은 $3.56 \times 10^5 \Omega \text{cm}^2$ 을 각각 나타내었다.
4. 코팅한 지대주 나사를 사용한 임플란트 시스템의 압축하중시험결과, 20회 반복 풀림/조임 시, TiN를 코팅하여 사용한 경우 213 kgf를, WC는 196 kgf를, 코팅하지 않은 시편은 197 kgf로 나타났다.

이상의 결과로부터 반복 풀림과 조임을 행한 임플란트 시스템의 전기화학적 안정성과 파괴거동은 지대주 나사의 코팅표면현상과 TiN 및 WC와 같은 코팅물질과 관계되며 표면의 마찰저항계수가 낮고 견고한 물질로 코팅함이 풀림을 방지하고, 전기화학적 특성과 파절강도를 개선할 수 있는 방안으로 생각된다.

참 고 문 헌

1. Charles, J.G., Joseph, Y.K.K., Kitichai R.. "Clinical complications of osseointegrated implants" *J. Prosthet Dent* **81** : 537-552, 1999.
2. Charles, J.G., Guillermo, B., Kitichai, R., Joseph, Y.K.K.. "Clinical complications with implants and implant prostheses" *J Prosthet Dent* **90** : 121-132, 2003.
3. Brown, S.A., Simpson, J.P.. "Crevice and fretting corrosion of stainless-steel plates and screws." *J Biomed Mater Res* **15**:867 - 78, 1981.
4. Kawalec, J.S, Brown, S.A., Payer, J.H., Merritt, K.. "Mixed-metal fretting corrosion of Ti6AL4V and wrought cobalt alloy." *J Biomed Mater Res* **29** : 867 - 73, 1995.
5. Ken'ichi,Y., Tetsuo, I., Hiroki, M., Youji M., Kenzo, A.. "Fracture mechanisms of retrieved titanium screw thread in dental implant" *Biomaterials* **23** :2459 - 2465, 2002.
6. Deepti, U, Manoj, A. P., Dubey R.S., Srivastava,V.K.. " Corrosion of alloys used in dentistry: A review Materials Science and Engineering" **432** :1 - 11, 2006.
7. Ekfeldt, A., Carlsson, G.E., Borjesson, G.. "Clinical evaluation of single-tooth restorations supported by osseointegrated implants: a retrospective study." *Int. J Oral Maxillofac Implants* **9** : 179-183, 1994.
8. Avivi-Arber, L., Zarb, G.A. "Clinical effectiveness of implant-supported single tooth replacement: the Toronto Study." *Int. J. Oral Maxillofac Implants* **11**: 311-321, 1996
9. Larry,C. B., Donna, L.D, Eric W.N., James, D.T. "Torque required to loosen single-tooth implant abutment screw before and after simulated function." *Int. J. Prosthodont* **6**: 435-439, 1993.

10. Martin, W.C., Woody, R.D., Miller, B.H., Miller, A.W.. "Implant abutment screw rotations and preloads for four different screw materials and surfaces." *J. Prosthet Dent* **86** : 24-32, 2001.
11. Jemt, T, Pettersson, P. A.. " 3-year follow-up study on single implant treatment." *J Dent* **21**: 203-208, 1993
12. Koak, J.Y., Heo, S.J., Chang, I.T., Yim, S.H., Lee, J.Y., Lee, K.R. "The study on the removal torque of the diamond like carbon coated titanium abutment screws," *J Korean Acad Prothodont* **41**: 128-135, 2003.
13. Naert, I., Quirynen, M., van Steenberghe, D.V., Darius, P.. "A six-year prosthodontic study of 509 consecutively inserted implants the treatment of partial edentulism." *J Prosthet Dent* **67**: 236-245, 1992.
14. Siegmund, C., Schimming, R., Swaid, S.. "Implant failure caused by screw head fractures -a new type of complication in a reconstruction plate: a case report." *J Oral Maxillofac Surg* **58** :909 - 10, 2000.
15. Piattelli, A., Scarano, A., Piattelli, M., Vaia, E., Matarasso, S.. "Hollow implants retrieved for fracture: a light and scanning electron microscope analyses of 4 cases." *J Periodontol* **69**: 185 - 9, 1998.
17. Marco, J.F., Agudelo, A.C., Gancedo, J.R., Hanel D.. "Corrosion resistance of single TiN layers, Ti/TiN bilayers and Ti/TiN/Ti/TiN multilayers on iron under a salt fog spray (phohesion) test: an evaluation by XPS." *Surface and Interface Analysis* **27**: 71, 1998.
18. Thornton, J.A., Penfold, A.S. "Thin Film Processes edited by J.L.Vossen and W. Kern" *Academic Press* ; 75-118, 1978.
19. Scully, J.R "Electrochemical methods of corrosion testing, Metals handbook, ed. by Baker. H., et al., 9th eds." *Corrosion* **13** :212, 1987
20. Jones, D.A.. "Principles and prevention of corrosion" *Maxwell Macmillan international editions* :243-285, 1992.
21. Ibris, N. Rosca, J.C.M.. "EIS study of Ti and its alloys in biological

- media." *Journal of Electroanalytical Chemistry* **526**: 53, 2002.
22. Gonzalez, J.E.G., Mirza-Rosca, J.C.. "Study of the corrosion behavior of titanium and some of its alloys for biomedical and dental implant applications." *Journal of Electroanalytical Chemistry* **471**:109, 1999.
23. Kobayashi, E., Wang, T.J., Doi, H., Yoneyama, T., Hamanaka, H.. "Mechanical properties and corrosion resistance Ti-6Al-7Nb alloy dental casting." *Mater Sci.:Mater. Med* **9**:567, 1998.
24. Shukla, A.K., Balasubramaniam, R. Bhargava, S.." Properties of passive film on CP titanium, Ti-6Al-4V and Ti-13.4Al-29Nb alloys in simulated human body conditions." *Intermetallics* **13**: 631, 2005.
25. Choe, H.C., Hong, K.S., Ko, Y.M., Kim, B.O.. "Surface analysis of clinically failed dental implant fixture." *J. Kor. Inst. Met. & Mater* **44**: 400-411, 2006.

저작물 이용 허락서

학 과	치의학과	학 번	20077379	과 정	박사
성 명	한글: 박 찬 익 한문: 朴 燦 翼 영문 : Park Chan Ik				
주 소	대전 광역시 서구 용문동 아이누리 아파트 101동 1001호				
연락처	E-MAIL : sjogren@hanmail.net				
논문제목	한글 : 임플란트 시스템에서 반복풀림조임 후 전기화학적 침식이 파절거동에 미치는 영향 영문 : Effects of electrochemical attack on the fracture behavior of implant system after repeated loosening and tightening				

본인이 저작한 위의 저작물에 대하여 다음과 같은 조건아래 조선대학교가 저작물을 이용할 수 있도록 허락하고 동의합니다.

- 다 음 -

1. 저작물의 DB구축 및 인터넷을 포함한 정보통신망에의 공개를 위한 저작물의 복제, 기억장치에의 저장, 전송 등을 허락함
2. 위의 목적을 위하여 필요한 범위 내에서의 편집·형식상의 변경을 허락함. 다만, 저작물의 내용변경은 금지함.
3. 배포·전송된 저작물의 영리적 목적을 위한 복제, 저장, 전송 등은 금지함.
4. 저작물에 대한 이용기간은 5년으로 하고, 기간종료 3개월 이내에 별도의 의사 표시가 없을 경우에는 저작물의 이용기간을 계속 연장함.
5. 해당 저작물의 저작권을 타인에게 양도하거나 또는 출판을 허락을 하였을 경우에는 1개월 이내에 대학에 이를 통보함.
6. 조선대학교는 저작물의 이용허락 이후 해당 저작물로 인하여 발생하는 타인에 의한 권리 침해에 대하여 일체의 법적 책임을 지지 않음
7. 소속대학의 협정기관에 저작물의 제공 및 인터넷 등 정보통신망을 이용한 저작물의 전송·출력을 허락함.

동의여부 : 동의(○) 반대()

2009년 2월 일

저작자: 박 찬 익 (서명 또는 인)

조선대학교 총장 귀하