

# 레이저 표면처리에 의한 수산화아파타이트 코팅된 타이타늄합금 경계면의 결합에너지

문덕수<sup>1</sup>, 김영곤<sup>1</sup>, 남상용<sup>1</sup>, 조현철<sup>1</sup>, 허은정<sup>1</sup>, 김석영<sup>2</sup>, 이준희<sup>3</sup>  
인제대학교 의용공학과<sup>1</sup>, 영남대학교 금속재료공학과<sup>2</sup>, 동아대학교 금속공학과<sup>3</sup>

## Interfacial bonding Energy between Laser Surface Treated HA layer and Ti alloy

D.S.Moon<sup>1</sup>, Y.K.Kim<sup>1</sup>, S.Y.Nam<sup>1</sup>, H.S.Cho<sup>1</sup>, E.J.Huh<sup>1</sup>, S.Y.Kim<sup>2</sup>, J.H.Lee<sup>3</sup> Dept. of Biomedical Engineering Inje Univ.<sup>1</sup>, Dept. of Materials Science Yeungnam Univ.<sup>2</sup>, Dept. of Metallurgical Engineering Dong-A Univ.<sup>3</sup>

### Abstract

The interfacial bonding energy between laser surface treated HA layer and Ti alloy substrate was investigated using a mechanical push-out tester. The initial slope of shear-stress and reduced displacement curves, maximum interfacial bond strength and bonding energy were calculated from results of the push-out test. The calculated initial slopes are 38 MPa for the Ti alloy(A), 65 MPa for the sandblast finished specimen(B), 95 MPa for the HA plasma spray coated specimen and 49 MPa for the laser surface treated specimen(D). The maximum interfacial bonding strength are 3 MPa for the A, 19 MPa for the B, 20 MPa for the C, 10 MPa for the D. The interfacial bonding energies are  $3.3 \times 10^{-9} \text{J/mm}^2$  for the A,  $15.5 \times 10^{-9} \text{J/mm}^2$  for the B,  $15.6 \times 10^{-9} \text{J/mm}^2$  for the C and  $18.3 \times 10^{-9} \text{J/mm}^2$  for the D. Microscopic observation shows that the breaking of the laser treated specimen had been occurred through the boundary between HA layer and polymer resin, but the untreated specimen had been occurred through the inside of HA coating layer.

### I. 서론

타이타늄합금은 현재 임플란트로 사용되어지고 있는 재료중 가볍고 기계적인 성질이 우수하며 뛰어난 생체적합성을 나타내기 때문에 인공고관절이나 치아 등의 임플란트 재료로 많이 사용된다. 그러나 생체에 이식된 임플란트는 생리적인 환경하에서 시간의 경과에 따라 부식이나 crack의 발생과 같은 여러 가지

원인들 때문에 임플란트의 생체내 장기간 안정성이 저하되기 시작한다. 특히 인공고관절의 경우 반복하중이 가하여지면 임플란트와 대퇴골 조직간의 기계적 성질의 불일치에 의하여 골 조직과 임플란트간의 결합력을 약화시키고 crack이 유발되기 시작하여 취약부위에서 피로파괴가 발생하여 임플란트의 실패를 가져온다. 이러한 임플란트와 골 조직간의 접착력을 개선하기 위하여 임플란트 표면에 작은 구슬모양의 금속을 부착하거나, 골 시멘트(PMMA)를 사용하거나, Hydroxyapatite(HA)등을 코팅하여 결합력을 향상시키고 있다.

현재 임플란트의 결합력 개선을 위해 사용되어지고 있는 물질 중 Hydroxyapatite( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ , HA)는 사람의 치아나 뼈 미네랄 구성의 약 70%를 차지하며 치아나 뼈조직에 대해서 우수한 생체친화성이 있을 뿐만 아니라 HA간에 강한 화학적인 결합을 형성하는 것으로 알려져있다. 생체적합성이 우수한 HA를 코팅한 타이타늄합금(Ti6Al4V)을 생체내에 이식했을 경우 단기간 내에 뼈조직의 빠른 성장에 의해서 HA 코팅된 타이타늄합금과의 강한 화학적인 결합을 형성하여 생체내 빠른 고정과 우수한 생체적합성을 나타내는 것으로 알려져 있다. 그러나 이러한 HA의 코팅의 경우에도 여러 가지 문제점이 가지고 있다. HA코팅시에 코팅층에 남아있던 잔유물력에 의해 발생된 crack과 코팅자체의 porous한 특성 때문에 생리적인 환경 하에서 시간의 경과에 따라 생체내 체액이나 대식세포들의 공격과 HA코팅층의 용해에 의해서 HA코팅층과 뼈조직사이의 결합력 뿐만아니라 HA코팅층과 타이타늄합금표면간에 결합력도 상당히 떨어뜨리는 것으로 나타나 있다.<sup>[1-3]</sup> 이러한 단점을 개선하기 위하여 임플란트의 HA코팅층을 국부적으로 짧은 시간에 고온 열처리가 가능한 고출력 레이저표면처리를 실시하여 경계면의 기계적인 특성을 개선하고자 하였다. 레이저 표면열처리 방법이란 광학적으로 재료의 표면만을 급속하게 가열

하여 재료 내부의 성질을 변화시키지 않고 표면의 화학적조성 및 조직형태를 선택적으로, 빠른 속도로 변화시켜 물질표면의 화학적인 저항성과 기계적인 특성을 향상시킬수 있는 표면처리방법으로서 임플란트의 우수한 기계적인 성질을 유지하면서 표면 코팅층의 결합력을 개선할 수가 있다.<sup>13-61</sup>

본 연구에서는 생체유사모형 시편인 HA코팅된 타이타늄합금 임플란트를 고출력 레이저로 표면 열처리를 실시한 다음 HA표면층과 임플란트 경계면의 결합력을 본 연구팀이 제안한 Push-Out Test방법으로 비교평가하였다.<sup>71</sup>

## II. 실험방법

본 실험에 사용된 임플란트 재료는 시중에서 구입이 가능한 타이타늄합금(Ti6Al4V)을 사용하였다. 시편을 직경 6mm 길이 12mm인 원통형으로 가공하여 시험용 임플란트를 제작하고 HA분말(80-160 $\mu$ m)을 플라즈마 스프레이 방법으로 100 $\mu$ m 두께의 코팅을 실시하였다.

시편의 종류는 표면처리조건에 따라 다음과 같이 4종류로 제작하였다. A시편은 타이타늄 합금을 기계적으로만 가공한 시편이며, B시편은 타이타늄 합금의 표면을 모래분사법으로 표면을 거칠게 마무리한 시편이며, C시편은 B시편을 HA플라스마스프레이코팅(Hexaplasma system 80 kW)을 실시한 시편이며, D시편은 C시편을 고출력 CO<sub>2</sub> 레이저를 이용하여 표면열처리를 실시한 시편이다.

4 종류의 시편들을 시편절단기(BG 1000)를 사용하여 그림 1과 같이 약 4mm의 두께로 절단한 다음 중합체 레진(Vertex SC<sup>®</sup>)을 사용하여 Push-Out Test용 시편을 제작하였다.

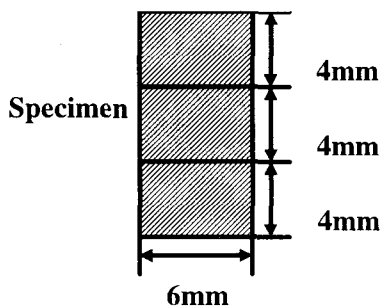


Figure 1. Schematic diagram of the push-out test specimen

제작된 시편들은 본 연구진이 고안한 그림 2와 같은 고정 장치를 사용하여 인장압축시험기(STM-5 mechanical test system : 5000lbs)에서 Push-Out Test를 실시하였다. 이 때 cross-head의 이동속도는 5mm/min로 고정하여 실시하였으며 최대 이동거리는 5mm로 고정하였다. 실험결과 얻어진 응력-변위 곡선으로부터 각각 4가지의 시편에 대해서 초기 기울기인 전단계수, 최대전단응력, 파괴변위, 인성을 계산하였다.

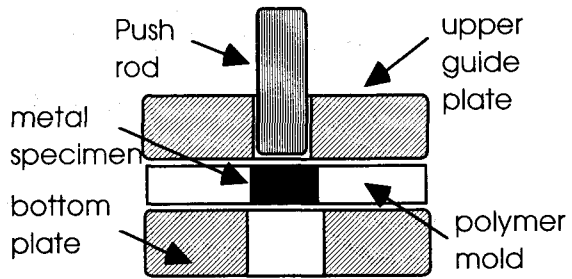


Figure 2. Schematic diagram of a fixture set of the push-out test.

## III. 실험결과 및 고찰

실험방법에서 설명한 4종류의 시편들에 대하여 push-out test를 실시한 결과 그림 3과 같은 형태의 그래프가 얻어졌다.

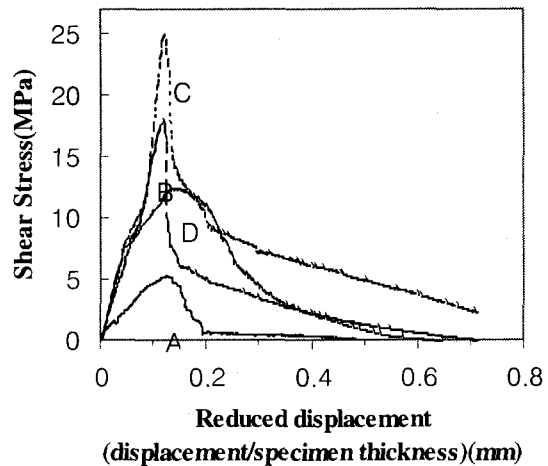


Figure 3. Stress-displacement curves of the push-out tested specimens. (A: Ti6Al4V alloy, B: Sandblast finished, C: HA plasma-coating, D: Laser-treatment on HA coating layer)

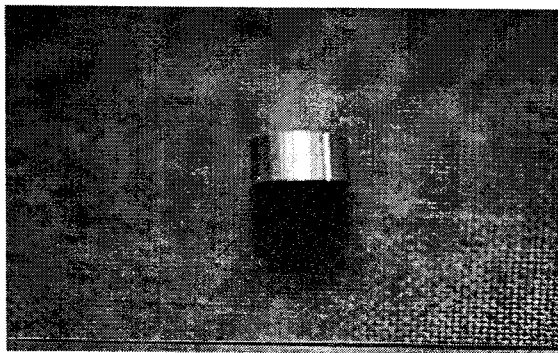
그래프에서 보는 바와 같이 초기 기울기는 시편과 몰드 경계면의 결합 특성을 나타내는 전단계수를 의미하며 시험이 진행될수록 전단응력은 증가하여 최대값을 나타낸 후 경계면이 파괴되면 급격히 응력이 감소하였다. 각 시편들의 전단계수, 최대전단응력, 파괴변위, 인성을 표1에 요약하였다. 표1에서 보면 최대전단응력은 HA코팅된 C시편의 결합력이 가장 높게 나타났으며 다음으로 B, D, A 순으로 낮아짐을 보여준다. 전단계수도 동일한 결과로 나타났다. 이 경우 응력의 최대값은 금속시편과 코팅층사이의 최대전단응력이다. 그림 3의 그래프에서 보는바와 같이 A, B, C시편들의 파괴변위는 약 0.11로 일정하게 나타나 레이저 처리된 D시편은 약 0.14 정도로 상승되게 나타났으며 4가지 시편의 결합에너지를 계산한

결과 A시편은  $3.3 \times 10^{-9} \text{J/mm}^2$ , B시편은  $15.5 \times 10^{-9} \text{J/mm}^2$ , C시편은  $15.6 \times 10^{-9} \text{J/mm}^2$ , D시편은  $18.3 \times 10^{-9} \text{J/mm}^2$  으로 나타나 레이저 처리된 D시편의 경우가 A, B, C시편들보다 높게 나타났다. 이것은 레이저 처리된 시편이 다른 조건의 시편들보다 파괴 시 보다 많은 에너지가 필요함을 알 수 있다. Push-out test를 실시한 시편의 파괴형태를 광학적으로 관찰한 결과를 그림 4에 나타내었다. 그림4-(a)와 (b)를 보면 A와 B시편의 경우는 레진과 임플란트 사이에서 파괴가 발생한 것을 관찰할 수 있으며

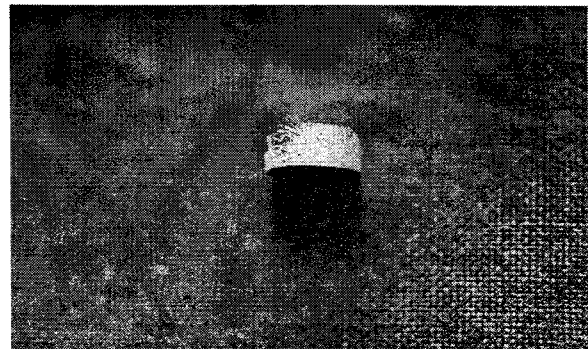
그림4-(c)를관찰하면 C시편은 HA코팅층 내부에서 파괴가 유발 되었음을 관찰할 수 있다. 그러나 그림 4-(d)를 보면 레이저 처리한 D시편의 파괴는 레이저 처리한 코팅층과 중합체 레진 사이의 경계면에서 발생하였으며 HA코팅층이 손상되지 않고 그대로 유지됨을 관찰할 수 있다. 계면의 최대 결합강도와 전단 계수가 HA코팅된 C시편보다 레이저 처리된 D시편이 낮게 나타났지만 파괴변위와 결합에너지의 경우 레이저 처리된 D시편이 가장 높게 나타났다.

Table 1. The average values of interfacial bonding strength, initial stiffness, breaking strain and bonding energy

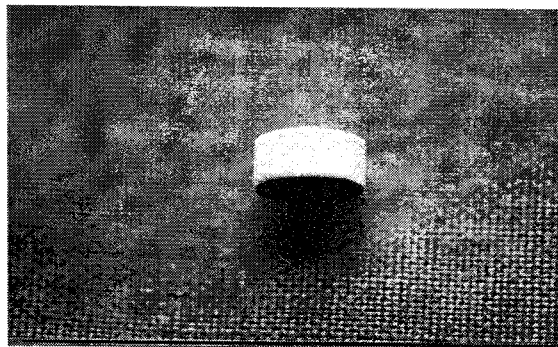
Specimen	Conditions	Maximum interfacial bonding strength (MPa)	Initial slope (MPa)	Reduced displacement (mm)	Bonding energy ( $10^{-9}/\text{mm}^2$ )
A	Ti alloy	3	37	0.11	3.3
B	Sandblast finished	19	64	0.11	15.5
C	HA plasma coating	20	95	0.11	15.6
D	Laser treatment	10	49	0.14	18.3



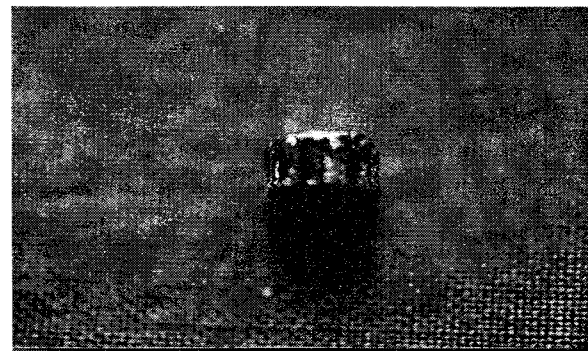
(a) Ti alloy



(b) Sandblast



(c) HA plasma coating



(d) Laser treatment

Figure 4. Microscopic observation of the surface of push-out tested specimens

#### IV. 결론

이상의 결과를 종합하면 HA코팅층을 레이저로 표면 처리를 실시하면 타이타늄합금표면과 HA코팅층사이의 기계적 특성과 표면구조를 변화시켜 결합에너지와 파괴변위를 증가시키므로 타이타늄합금 임플란트 표면에 코팅된 HA코팅층의 결합 특성을 개선할 수있으며 임플란트의 수명을 연장시킬 수 있다고 사료된다.

#### V. 참고문헌

- 1). H.W. Denissen and W. Walk, "Mandibular bone response to response to Plasma Sprayed Coating of Hydroxyapatite.", Int. J. Prosthodont, vol.3(1), pp. 53-8, 1990.
- 2). B.C Wang and T.M. Lee, "The shear strength and the failure mode of plasma-sprayed HAP coating to bone : The effect of coating thickness", Journal of Biomedical Materials Research, vol. 27, pp. 1315-1327, 1993
- 3) M.J. Filiaggi, "Post-plasma-spraying heat treatment of the HA coating/Ti6Al4V implant system", Journal of Biomedical Material Research vol 27, pp 191-198, 1993
- 4). L. Giordando and E. Ramous, "Rapid solidification of surface layers melted by CW laser", Laser Surface Treatment of Metals, pp. 2-13, 1985
- 5). Y.K. Kim and J.B.Park, Proc. Far Eastern Conf. Med. Biolog. Engr., pp. 270-271, 1990
- 6). K.A. Khor and P. Cheang, Proc. 7th Thermal Spray Conf. Proc., pp. 604-719, 1994
- 7) 문덕수, 김영곤 "Hydroxyapatite 코팅된 타이타늄합금 경계면의 레이저 표면처리에 의한 전단응력변화", 97 spring meeting of The korean society for biomaterials", pp 106-107, 1997

#### 감사의 글

보건의료기술연구개발사업의 지원으로 본 연구가 진행되었음을 감사드립니다.