

전기방전소결에 의해 제조된 다공성 Titanium 임플란트의 기계적 특성

현창용* · 허재근* · 이원희†

세종대학교 공과대학 신소재공학부
*서울산업대학교 공과대학 신소재공학부

Mechanical Properties of Electro-Discharge-Sintered Porous Titanium Implants

C. Y. Hyun*, J. K. Huh* and W. H. Lee†

Department of Advanced Materials Engineering, Sejong University, Seoul 143-747, Korea

*Department of Materials Engineering, Seoul National University of Technology, Seoul 139-743 Korea

(2005년 9월 28일 접수, 2006년 3월 2일 최종수정문 접수)

Abstract Porous surfaced Ti implant compacts were fabricated by electro-discharging-sintering (EDS) of atomized spherical Ti powders. Powders of 50-100 μm in diameter were vibratarily settled into a quarts tube and subject to a high voltage and high density current pulse in Ar atmosphere. Single pulse of 0.7 to 2.0 kJ/0.7 g-powder, from 150, 300, and 450 μF capacitors was applied in less than 400 μsec to produce twelve different porous-surfaced Ti implant compacts. The solid core formed in the center of the compact shows similar microstructure of cp Ti which was annealed and quenched in water. Hardness value at the solid core was much higher than that at the particle interface and particles in the porous layer, which can be attributed to both heat treatment and work hardening effects induced by EDS. Compression tests were made to evaluate the mechanical properties of the EDS compacts. The compressive yield strength was in a range of 12 to 304 MPa which significantly depends on input energy. Selected porous-surfaced Ti-6Al-4V dental implant compacts with a solid core have much higher compressive strengths compared to the human teeth and sintered Ti dental implants fabricated by conventional sintering process.

Key words Ti, implant, porous, sintering, electro-discharge, hardness.

1. 서 론

치과용 임플란트의 표면형상은 부식과 관련된 표면에서 나사모양의 기진 표면으로 바뀌어 오고 있으며 치유기간 동안 골과의 골유착 향상을 위해 새로운 형태의 임플란트들이 지속적으로 개발되고 있다. 그러한 기능성 형상 중 하나인 다공성을 갖는 임플란트는 임플란트와 생체 조직과의 기계적인 결합 및 고정을 촉진시키기 위하여 표면적을 극대화시키으로써 더 빠르게 뼈가 생성되는 것을 돕는다.¹⁻⁴⁾

일반적으로 다공성 표면을 갖는 임플란트는 플라즈마 스프레이 또는 분말을 이용한 고온 소결법에 의해 제조된다.⁵⁻⁷⁾ 분말 야금학적인 고온소결 방법은 높은 압력, 높은 온도, 그리고 긴 시간을 필요로 하며 특히 Ti 및 Ti 합금과 같은 반응성이 높은 재료는 불활성 기체 분위기에서 소결시켜야만 한다. 현재 상용화되고 있는 다공성

Ti 임플란트는 지름이 250-300 μm 인 Ti 분말을 Ti 용에 0.5 mm 두께로 접착시킨 후 소결시키는 방법으로 제작되며 소결과정에 의해 약 34%의 기공도를 보이고 평균 125 μm 의 기공크기를 나타낸다.

Asaoka는 임플란트 중심부에 solid core가 없고 완전한 기공층으로 구성된 다공성 임플란트와 solid core를 포함한 다공성 표면을 갖는 임플란트의 기계적 특성을 평가한 바 있다.⁸⁾ 이 실험에서 사용된 다공성 임플란트는 구형의 Ti분말을 알루미늄이나 몰리브덴에 채워 넣고 1000°C에서 24 시간 진공 분위기에서 예비 소결시킨 후 이 예비 소결체를 1400°C에서 24시간 동안 진공 분위기에서 추가적인 소결을 통해 제조하였다. 소결된 임플란트의 길이는 10 mm이고 직경이 4 mm이며 샘플의 밀도는 2.6 g/cm³이고 기공도는 41.5%로 측정되었다. 소결된 다공성 임플란트 샘플 10개의 압축 강도는 84±34 MPa로 나타났다. 또한 cp Ti 용을 몰리브덴 용액에 상화하고 그 주위에 Ti 분말을 채워 넣은 후 같은 소결조건 하에서 다공성 표면을 갖는 임플란트 샘플을 제작하였으며 압축강도는

†E-Mail : whlee@sejong.ac.kr

218~237 MPa로서 분말만을 소결시켜 제조된 다공성 임플란트 보다 매우 높게 나타났다. 이러한 다공성 표면을 갖는 임플란트의 압축 강도는 사람의 치아가 견딜 수 있는 강도와 비슷하였다. 그러나 사람의 치아에 가해지는 압축강도 보다 더 높은 힘이 Ti 임플란트에 가해 질 수 있는 상황에 대비하기 위하여 임플란트는 사람의 저작력보다 훨씬 높은 강도를 가져야 한다. 또한, Ti 분말의 고온 소결시 야기될 수 있는 미세조직의 변화와 기계적 강도의 저하는 차후 개선되어야 할 문제점으로 지적되고 있다.

이에 본 연구에서는 장시간 높은 온도에서 소결하는 공정의 문제들을 해결하기 위하여 구형의 Ti 분말을 200 μsec 이내의 짧은 시간에 전기방전소결하여 다공성 및 다공성 표면을 갖는 Ti 임플란트를 제조하였으며 정전용량 및 입력에너지와 같은 방전조건을 변화시킴으로써 다양한 기공도를 갖는 임플란트를 제조하였다. 12개의 서로 다른 임플란트 샘플의 경도 및 압축강도를 측정하였으며 방전 조건에 따른 기계적 성질의 변화를 관찰하였다.

2. 실험 방법

Rotating electrode 공법으로 제조된 Ti 구형분말(TLS Technik, Germany)을 체를 사용하여 50~100 μm 의 크기로 선별하였다. 내경 4.0 mm의 석영관 아래 쪽에 텅스텐 전극봉을 장착하고 선별된 분말 0.7 g을 주입한 후 진동기를 이용하여 분말과 분말이 잘 적층될 수 있도록 하였다. 전기방전 시 발생하는 열을 빠른 시간 내에 제거하기 위해 구리관을 물드 주위에 장착하였다. 위쪽의 전극봉은 자동로딩 장치에 의해 10 kg의 하중을 가하여 분말 위쪽에 연결시켰다. 방전이 이루어지는 챔버내를 2×10^{-3} torr 정도의 진공으로 유지시킨 후 Ar 가스를 주입시켜 1000 torr 정도로 유지하였다. 3개의 커패시터 (150, 300, 450 μF)와 4가지의 인가에너지 (0.75, 1.0, 1.5, 2.0 kJ)를 실험 조건으로 설정한 후 커패시터에 충전된 전압을 고진공 스위치를 사용하여 순간적으로 방전시켰다. 방전 시 분말을 통과한 전압과 전류는 각각 고전압 및 고전류 프로브를 사용하여 실시간 측정하였으며 오실로스코프에 나타난 정보를 토대로 방전시간을 계산하였다. 12개의 서로 다른 임플란트 샘플을 각각 2 mm로 절단하여 그 단면을 광학 현미경을 사용하여 미세조직을 관찰하였다. 마이크로 비커스 경도 측정은 조건에 따른 임플란트의 기계적 성질 변화를 관찰하기 위해 수행되었으며 (하중: 50 g, 유지시간: 20 sec) 평균 경도값은 기공층 내의 입자 표면과 solid core 에서 20회 이상 측정하여 산출하였고 원료분말의 경도값과 비교하였다. 또한 선별된 임플란트 샘플을 각각 6 mm 길이로 절단하여 입자와 입자 사이의 결합력 및 압축 강도를 측정하였다. 모든 데이터는 입력 에너지, 정전용량 그리고 방전 시 발생하는

열에너지와 비교 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

전형적인 방전곡선을 Fig. 1에 시간에 따른 전압과 전류로 나타내었다. 이 그래프에 대한 방전조건은 450 μF 의 정전용량, 1.5 kJ의 인가에너지이며 방전 시 최대 전류 및 전압은 각각 16.7 kA와 2.0 kV임을 알 수 있다. 방전시간에 따른 파워 (watt) 곡선을 다음 식으로부터 얻어 Fig. 2에 나타내었다.

$$P \text{ (watt)} = \text{current(A)} \times \text{voltage(V)} = I^2 R \text{ (J/sec)} \quad (1)$$

일정한 정전용량에서 인가에너지가 증가함에 따라 파워값은 증가하였다. 150, 300, 450 μF 의 정전용량을 사용할 경우 방전시간은 각각 89, 125, 156 μsec 으로 측정되었다 (정전용량의 첫 번째 싸이클 기준). 방전시간은 전

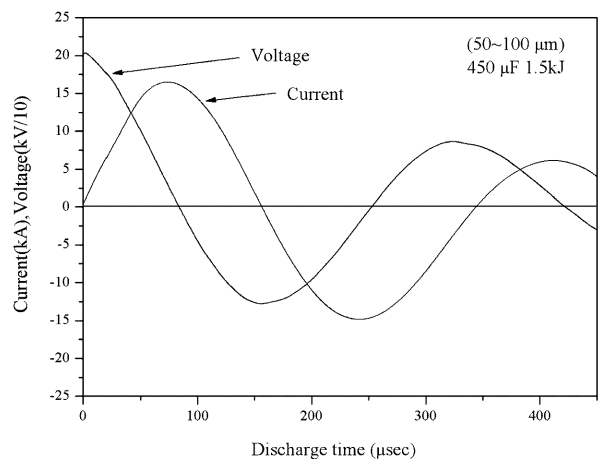


Fig. 1. Typical discharge curve measured current and voltage on oscilloscope

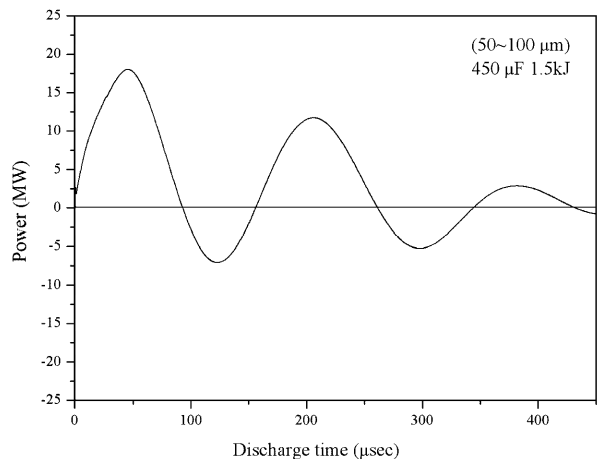
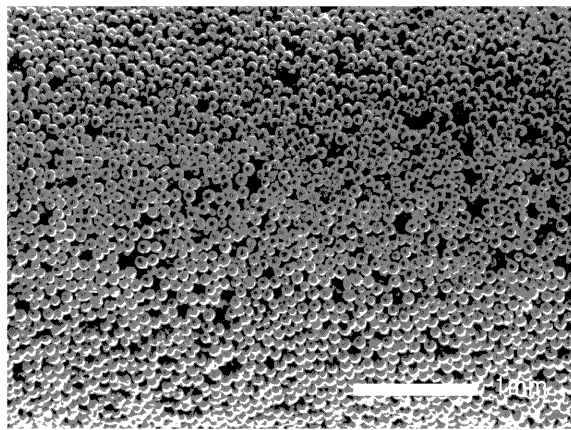
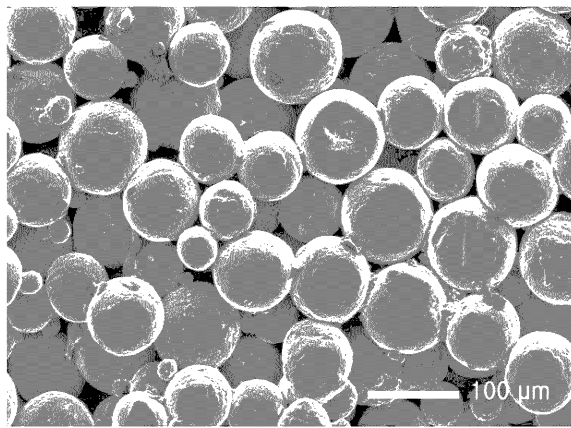


Fig. 2. Typical power curve versus discharge time.



(a)



(b)

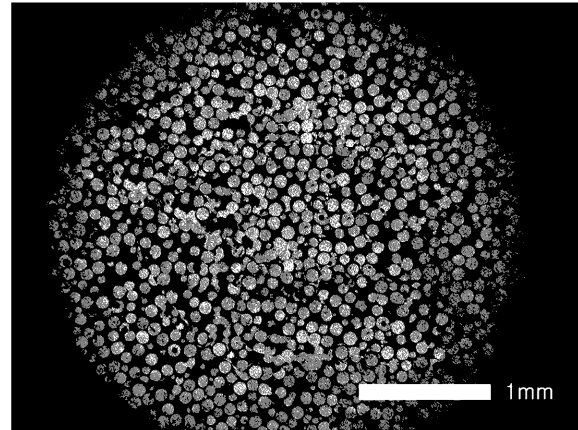
Fig. 3. (a) Typical appearance of EDS compact and (b) magnified from 3(a).

적으로 정전용량에 의존하는 것을 알 수 있다. 방전 시 발생 되는 열에너지 (ΔH)는 Eq. 2를 사용하여 구할 수 있다.

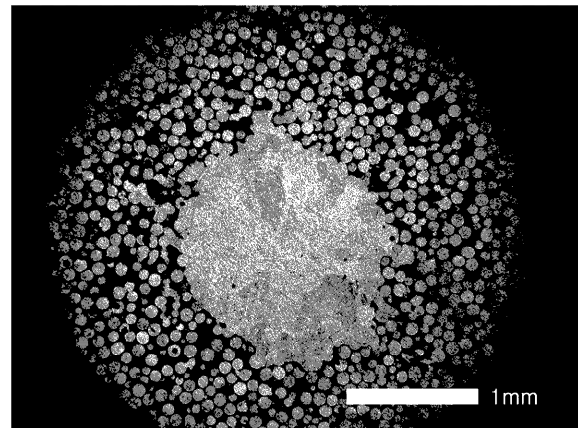
$$\Delta H = \sum [i^2(t)R(t)\Delta t] \quad (2)$$

정전용량이 일정 할 때 입력에너지가 증가함에 따라 ΔH 가 증가하는 것을 알 수 있다.

Fig. 3은 전기방전소결에 의해 제조된 임플란트 샘플의 전형적인 외관사진으로 다공성 표면을 갖는 형상을 보여주고 있다. Fig. 4는 두 가지의 서로 다른 입력 에너지를 이용하여 제조된 임플란트 샘플의 단면을 광학현미경으로 촬영한 것이다. Fig. 4a에서와 같이 0.75 kJ 이하의 입력 에너지를 사용할 경우 solid core는 형성되지 않고 완전한 다공성으로 형성되었음을 알 수 있다. 1.0 kJ 이상의 입력 에너지를 가해주면 발생된 방전열과 pinch pressure에 의하여 완벽한 solid core가 샘플 중앙에 형성되고 그 주위는 다공성층으로 구성되었음을 알 수 있



(a)

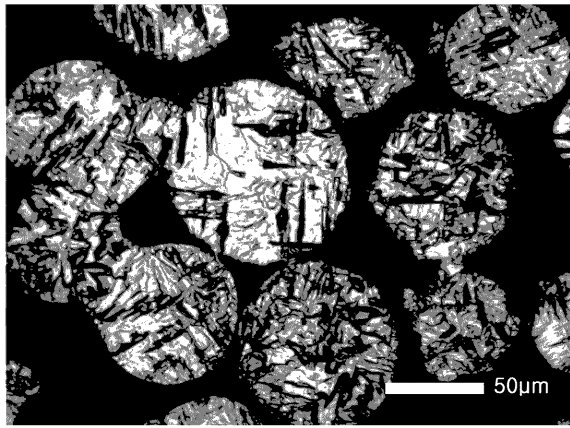


(b)

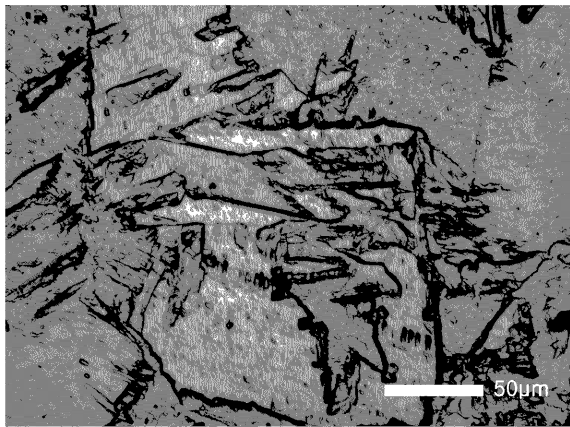
Fig. 4. Cross-section view of EDS compact discharged at (a) 0.75 kJ and (b) 1.0 kJ with a constant capacitance of 300 μ F.

었다. Fig. 5a와 5b는 5 vol.% HNO_3 , 10 vol.% HF와 85 vol.% 증류수를 혼합한 용액으로 연마된 단면을 에칭한 후 임플란트 샘플의 solid core와 다공성층에 존재하는 분말을 각각 광학현미경으로 촬영한 것이다. 전기방전소결된 임플란트의 solid core와 분말의 미세조직은 cp Ti의 미세조직과 비슷하였으며, 이러한 조직은 cp Ti 분말이 급냉되었을 때 나타나는 조직으로 알려져 있다.^{8,9)}

Solid core의 평균 크기는 단면에서 최대값과 최소값의 평균값으로 산출하였다. Solid core의 크기는 정전용량이 일정할 때 입력 에너지가 증가함에 따라 0에서 3.5 mm까지 증가하였다. Solid core가 형성되기 위해서는 pinch pressure와 분말입자의 변형이 필요하고, 분말입자가 용융될 수 있을 정도의 열이 필요하다. 따라서 방전 시 발생하는 전류밀도와 solid core의 크기변화를 알아보기 위해 방전시 발생되는 열에너지 (ΔH)에 대한 solid core 크기의 관계를 그래프화 하여 Fig. 6에 나타내었다. 그림에서와 같이 ΔH 가 증가할 수록 solid core의 크기는 거의 직선적으로 증가하는 것을 알 수 있었다. 이것



(a)



(b)

Fig. 5. Typical optical micrographs of (a) powders in the porous layer and (b) the solid core (discharge condition: 450 µF, 1.5 kJ).

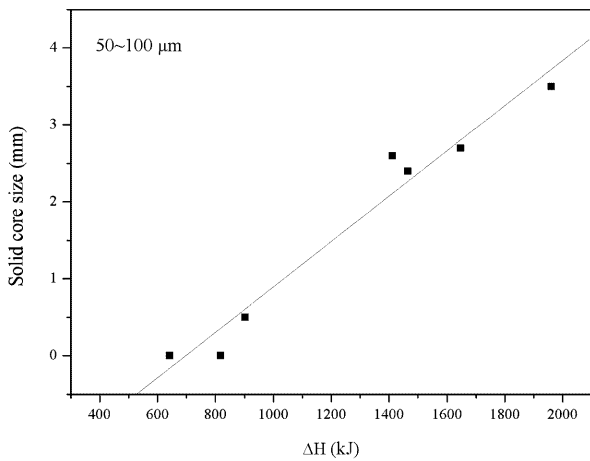


Fig. 6. Solid core size versus heat generated (ΔH).

은 방전되는 동안 발생하는 열이 solid core의 크기를 결정하는데 중요한 요소로 작용되며 발생열의 크기는 정전 용량과 입력 에너지로 조절할 수 있었다.

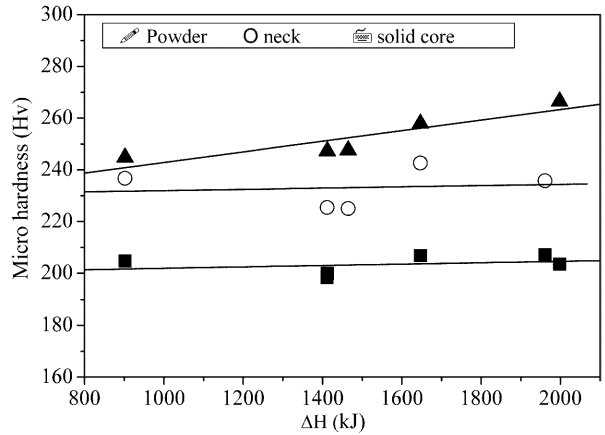


Fig. 7. Micro hardness values versus ΔH in terms of three different location of indentation.

임플란트 샘플의 solid core와 다공성층에 존재하는 neck, 그리고 입자에 대한 미세경도를 측정하였고 ΔH 에 대한 경도값을 Fig. 7에 나타내었다. 방전조건에 의한 neck 및 solid core에서의 경도 변화는 거의 없었으나 solid core에서의 경도는 ΔH 가 증가함에 따라 두드러지게 증가하였고 neck 또는 입자에서의 경도값 보다 매우 높게 나타났다. 커패시터로부터 긴 원통형 모양의 분말 입자들을 전기방전시키면 진류밀도는 중앙으로 갈수록 집중되며 이때 자기장이 발생된다. 이러한 현상은 pinch 효과로 알려져 있으며 이때 발생하는 pinch pressure는 분말 입자들에게 가해지는 기계적 힘이고 이것으로 인하여 분말이 변형되어 solid core가 생성된다.^{10,11} 이 크기는 전류의 제곱에 비례하며 solid core의 크기와 직접적인 관련이 있다는 것을 의미한다. 또한 방전 시 발생 되는 열은 pinch pressure에 의하여 분말이 변형되고 solid core가 형성될 수 있도록 하는데 꼭 필요한 요소이다. 방전에 의하여 solid core를 형성시키고 소결체 내부에 잔류한 열은 구리 방열체를 통하여 빠른 시간 내에 제거된다. 다른 지역에 비해 solid core에서 경도값이 높게 측정되는 것은 이와 같이 pinch pressure에 의한 가공경화와 solid core에 집중된 열에 의한 급냉 효과로 볼 수 있다.

압축테스트는 원하는 부위의 강도를 측정하기 위하여 선별된 임플란트 샘플을 UTM 장비를 이용하여 두 가지 다른 방법으로 실시하였다. 첫 번째 방법은 solid core의 지름보다 크고 임플란트의 지름보다 작은 구멍을 갖는 지그를 사용하여 샘플의 다공성층에 존재하는 입자와 입자간의 결합력을 테스트하였으며 그 값을 Fig. 8에 정전용량 크기에 대하여 나타내었다. 그림에서 보면 정전용량이 150 µF로 일정할 때 인가에너지가 증가함에 따라 분말간의 결합력은 증가하였다. 인가에너지가 증가함에 따라 결합력이 증가하는 이유는 다공성층 내의 입자

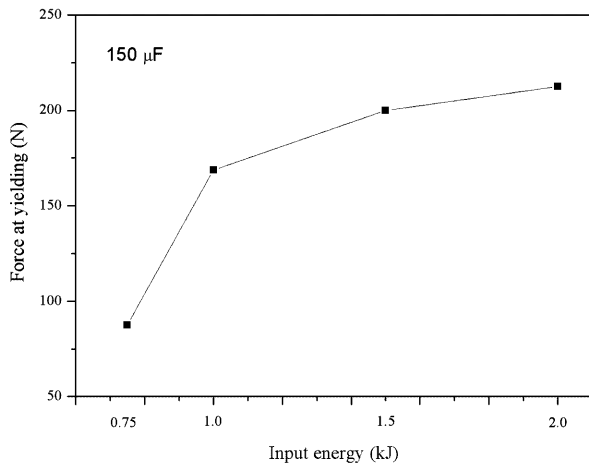


Fig. 8. Loads at yielding for the particle-particle interface in the porous layer plotted against input energy.

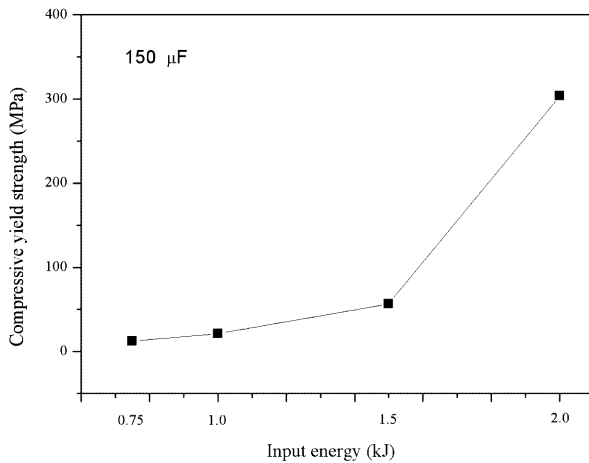


Fig. 9. Compressive yield strengths of implant compacts plotted against input energy.

와 입자 사이에 형성된 neck의 크기가 증가했기 때문에 이러한 현상이 나타난다고 볼 수 있다.

두 번째는 임플란트 샘플의 압축강도 테스트로서 입력 에너지에 대한 압축강도값을 Fig. 9에 나타내었다. 측정된 압축강도의 범위는 12.4~303.7 MPa로 나타났다. Solid core와 neck의 크기가 인가에너지에 의해 증가함으로써 이에 따라 압축강도 값도 증가 하였음을 알 수 있다.

이러한 연구결과를 기초로 EDS 공정으로 제작된 다공성 임플란트는 고온소결 방법으로 제작된 임플란트의 강도(237 MPa) 보다 훨씬 큰 값을 가지고 있음을 알 수 있으며 이는 전기방전소결에 의한 순간적인 가공경화 및 열처리 효과와 높은 입자간 결합력에 기인한 것으로 사려된다.

4. 결 론

50~100 μm 크기의 Ti 구형 분말 0.7 g을 150~450 μF의 커패시터에 0.75~2.0 kJ의 전기에너지를 충전 및 순간 방전시켜 다공성 및 다공성 표면을 갖는 Ti 임플란트를 성공적으로 제조할 수 있었다. 다공성층 내의 분말의 경도값은 방전 전 시료분말의 경도값과 유사하였고 방전조건에 따른 변화는 나타나지 않았다. 그러나 solid core에서의 경도는 ΔH가 증가함에 따라 두드러지게 증가하였고 시료분말 및 neck에서의 경도 보다 훨씬 높은 값을 가지고 있었다. 이 같은 이유는 EDS에 의한 순간적인 가공경화 및 열처리 효과에 기인한 것으로 판단된다. 압축강도의 범위는 12~304 MPa 정도로 나타났고 입력 에너지 및 정전용량의 크기에 크게 의존하였다. EDS 공정으로 제작된 선별된 임플란트는 사람의 치아 및 고온소결 공정으로 제작된 Ti 임플란트와 비교하여 매우 높은 압축강도를 나타내었다. Ti 분말을 전기방전 소결시킴으로써 다공성 임플란트를 제작할 수 있었고 기존의 소결공정으로 제작된 것과 비교하여 우수한 기계적 성질을 보여주었다.

감사의 글

본 연구는 보건복지부 (Grant No. 02-PJ3-PG10-31402-0009) 지원으로 수행되었으며 이에 감사 드립니다.

참 고 문 헌

1. M. Spector, Biocompatibility of Orthopedic Implants, p.55, CRC Press, Boca Raton (1982).
2. M. Spector, Biocompatibility of Orthopedic Implants, p.89, CRC Press, Boca Raton (1982).
3. H. Q. Nguyen, D. A. Deporter, P. M. Pilliar, N. Valiquette and R. Yakubovich, Biomater., **25**, 865 (2004).
4. V. Amigo, M. D. Salvador, F. Romero, C. Solves and J. F. Moreno, J. Mater. Proc. Technol., **14**, 117 (2003).
5. K. Asaoka, N. Kuwayama, O. Okuno and I. Miura, J. Biomed. Mater. Res., **19**, 699 (1985).
6. S. Yue, R. M. Pillar and G. C. Weatherly, J. Biomed. Mater. Res., **18**, 1043 (1984).
7. R. M. Pilliar, J. Biomed. Mater. Res., **21**, 1 (1987).
8. M. Donachie, Titanium, A Technical Guide, p.98, ASM International, Materials Park, Ohio (2000).
9. D. Eylong and F. H. Froes, in Proceedings of Symposium on Titanium Rapid Solidification Technology, ed. F.H. Froes and D. Eylong (AIME, Warrendale, OH, 1986) p.273.
10. M. Shakery, S. Al-Hassani and T. J. Davies, Powder Met. Int., **11**, 120 (1970).
11. T. Alp, S. Al-Hassani and W. Johnson, J. Eng. Mater. Tech., **107**, 109 (1985).