

양극 산화와 불소 화합물로 처리한 임플란트의 표면 특성 및 골유착 안정성에 관한 연구

단국대학교 치과대학 치과보철학교실

임재빈 · 조인호

I. 서 론

치과 치료의 궁극적 목적은 기능과 심미성을 회복하는 것이다. Brånemark¹⁾에 의해 골유착 개념이 소개된 이래로, 치과용 임플란트는 기존의 고정성 보철물과 가철성 보철물의 단점을 극복하여 널리 사용되고 있으며, 최근에는 좀 더 빠른 골유착과 장기간의 성공률을 높이기 위한 많은 연구들이 진행되고 있다. 성공적인 골유착에 영향을 미치는 필요 조건으로, Albrektsson 등²⁾은 임플란트 재료의 생체적합성, 임플란트 디자인, 임플란트의 표면 특성, 임플란트 식립 부위 숙주 골의 상태, 외과적 수술 방법, 수술 후 임플란트에 대한 하중 조건 등의 6 가지 요소들을 발표하였다. 그 중에서도 근래에는 임플란트의 표면 특성에 대한 연구가 많이 이루어지고 있다.³⁾

티타늄은 치과와 정형외과용 임플란트를 위한 생체재료로 널리 사용되고 있고, 이것은 장기간의 부하(load) 상태에서 뼈를 대체할 정도로 충분한 파절 강도를 가지고 있으며, 우수한 생체적합성을 가지고 있다. 이러한 생체적합성은 티타늄 표면에 형성된 산화층(oxide film) 때문인 것으로 생각된다.^{4,5)} 천연 산화막(native oxide layer)이라 불리는 이러한 얇은 티타늄 산화층은 임플란트의 제조과정 동안에 형성되고, 1.5~10 nm의 두께를 가진다고 보고되고 있다.⁶⁾ 이것이 티타늄의

생체적합성과 많은 연관이 있는 것으로 보이나, 이러한 천연 산화막은 매우 얇고 불안정하다.

연구자들은 안정된 산화막이 티타늄 표면에 우수한 생물학적 결합을 제공한다고 발표하였으며,^{7,8)} 이러한 산화막은 산화막의 구조, 구성 성분, 거칠기와 두께에 의존한다고 하였다.^{9,10)} 골유착은 임플란트 표면에 따라 영향을 받기 때문에, 다양한 티타늄 표면의 처리 방법을 통하여, 표면의 산화막을 조절하기 위한 많은 방법들이 연구되어 왔다.^{11,14)} 그 중 한가지 방법이 본 연구에 사용한 전기 화학적 양극 산화 방법이다. 이것은 티타늄 산화막의 형상, 구조, 구성 성분과 두께 등을 조절하는 효과적인 방법으로, 궁극적으로는 골과 임플란트 표면사이의 결합력을 증가시켜 준다. 이러한 전기 화학적 양극 산화 방법으로 형성된 산화막은 전압, 전류, 처리시간, 전해질의 종류와 농도 등에 의해 조절된다.¹⁵⁾ 양극 산화 방법 중 전압을 증가시키면, 산화막의 두께와 거칠기가 증가하고, 결정 구조가 anatase에서 rutile로 전환된다는 보고가 있고,¹⁶⁾ 또 다른 보고에 의하면 전해질의 종류로 황산 용액을 사용한 양극 산화 방법은 인공 체액(simulated body fluid) 실험에서 생체활성화된 표면(bioactive surface)을 가진다고 하였다.¹⁷⁾ 여러 문헌들의 보고들이 주로 티타늄 산화막의 두께와 형상, 특히 거칠기에 초점을 맞추고 있다.^{18,19)} 적절히 거친 표면을 가

*이 논문은 2005 오스템 연구 프로젝트에서 일부 지원받음

진 임플란트가 임플란트와 골 계면사이의 접촉을 증가시키고, 응력 분산과 골형성에 좋은 영향을 미친다고 하였다.^{18,20)} 그러나 또 다른 연구에 의하면 매우 거친 표면을 가진 임플란트는 기계적 성질과 부식 저항성을 떨어뜨리고 임플란트의 염증반응을 증가시킬 가능성이 있다고 하였다.²¹⁾ 그래서 Sul 등²²⁾은 적절한 거칠기와 두께를 가진 임플란트가 골유착을 강화하는데 도움이 된다고 보고하고, 양극 산화 임플란트의 적절한 표면 성질에 대해 연구하였다.

최근의 임플란트 연구에서 또 다른 경향 중 하나는 세포나 조직에 바람직한 방향으로 반응이 일어날 수 있도록 표면을 변형하는 것이다. 다시 말하면 생체활성화된 표면을 만들어 골과 임플란트 표면사이에 생화학적 결합이 일어날 수 있도록 하는 것이다. 전자빔으로 하이드록시아파타이트 증발원을 가열하여 임플란트 표면에 박막으로 코팅되도록 하는 방법,²³⁾ 칼슘이 포함된 전해질을 사용하여 양극 산화막을 형성하는 방법,²⁴⁾ 마그네슘이나 불소를 포함하는 표면을 만드는 방법^{22,25)} 등이 있으며, 이러한 방법들은 치유 기간을 단축시키고 새로 생성되는 골의 질을 강화시킬 수 있다. 최근에는 표면을 변형시켜 생화학적 결합을 유도하는 방법에 관심이 증진되고 있다. 이러한 방법은 골에 식립된 임플란트의 빠르고 강한 골유착을 유도하면서, 조직과 임플란트 계면 사이를 조절한다. 칼슘을 포함하는 임플란트가 대조군보다 역 토크 측정값이 크다는 보고가 있으며,²⁴⁾ 불소가 함유된 임플란트 표면은 안정적이며, 하이드록시아파타이트 표면에 있는 인산염(phosphate)의 산소원자를 공유하는 티타늄으로 구성되고, 결과적으로 티타늄과 하이드록시아파타이트 사이에 공유된 결합력을 가진다. 이것은 불소가 골에 미치는 영향 중 불소가 하이드록시아파타이트보다 용해에 대한 저항성이 강하고, 결정성을 가진 불소화된 하이드록시아파타이트(hydroxypatite)나 불소화아파타이트(fluorapatite)로 치환되는 것에 근거를 두고 있다.^{26,27)} 그리고 불소는 골 기질 안에 새로이 생성되는 콜라겐을 강화시켜주고, 아파타이트 결정의 생성물과 수질골 밀도를 증가시

켜주며, 뼈 조상세포(osteoprogenitor cell)를 자극한다. 또한 불소는 골 형성을 증가시켜주는 alkaline phosphatase를 상승시켜 준다. 이러한 여러 연구들을 종합해 보면 불소가 임플란트 식립 후 골의 치유 과정에 있어서 중요한 역할을 한다는 것을 알 수 있다.^{28,29)}

위에 언급한 표면 특성의 차이가 임플란트 골유착과 안정성에 미치는 영향을 측정하는 여러 가지 방법이 있다. 먼저 가역적 검사방법으로는 타진 반응, 방사선 검사와 현재 임상에서 임플란트 안정성 측정에 주로 사용되는 방법으로 치주인대의 감폭 성향(damping effect)을 정량적으로 측정하도록 고안된 기구인 페리오 테스트를 이용하는 방법 그리고 임플란트와 지대주에 변환기를 장착하고 공진 주파수를 측정함으로써 임플란트의 안정성을 분석하는 공진 주파수 분석기를 이용하는 방법 즉 Osstell(Integration Diagnostics AB, Gothenburg, Sweden)을 이용한 ISQ 측정법이 있다. 이것은 페리오 테스트에 비해 슬자나 미세한 실험방법 차이 등에 의해 일어날 수 있는 오차가 적고 재현성이 좋으며 사용이 용이하다. 그리고 비가역적인 검사방법으로 조직형태 계측학적 분석과 가장 널리 사용되며 정확한 방법인 역 토크를 측정하는 방법 등이 있다.^{14,25)}

본 연구에서는 양극 산화를 통하여 표면 거칠기와 표면적을 증가시켜 골과의 물리적 결합력을 증가시킨 군과 불소 화합물을 이용하여 골과의 화학적 결합을 유도한 군, 이 두 가지를 함께 처리한 군 등을 다양한 표면 분석 방법들을 통하여 표면 특성과 상호 관계를 관찰하고, 이를 가토에 식립 후 치유 기간에 따라서 임플란트의 공진 주파수 및 역 토크를 측정하여 골유착 안정성에 미치는 영향을 알아보려 하였다.

II. 실험 재료 및 방법

1. 임플란트의 설계 및 제작

지름 3.3mm, 길이 7.0mm의 나선형 선반 가공 티타늄 임플란트 216개를 제작하였다. 임플란트들은 여섯 개의 군 (Fig. 1)으로 나누어 한 개의

Table 1. Processing conditions of experimental groups

Group	Preparation	Remark
1	Machined	Control
2	185V, 1M H ₂ SO ₄	Anodized
3	300V, 0.25M (H ₂ SO ₄ , H ₃ PO ₄)	Anodized (commercial)
4	Machined, 0.1% HF	Fluoride incorporation
5	185V, 1M H ₂ SO ₄ , 10% NaF	Anodized, Fluoride
6	300V, 0.25M (H ₂ SO ₄ , H ₃ PO ₄), 10% NaF	Anodized (commercial), Fluoride

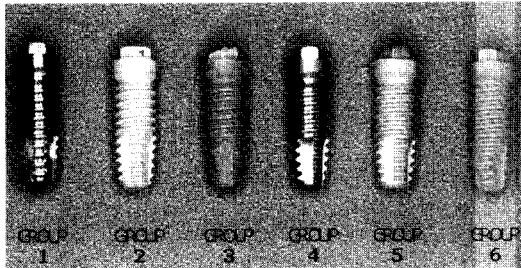


Fig. 1. Experimental implant

대조군과 다섯 개의 실험군으로 분류하였다. 각 군은 36개의 임플란트로 구성되어 있고, 각 군마다 4개는 표면 분석을 시행하였고, 32개는 각 주마다 8개씩의 임플란트를 동물 실험으로 사용하였다. 다섯 개의 실험군은 각각 표면 처리하였으며, 각 군의 분류는 Table 1에 요약되어 있다.

1군은 대조군으로서 순수 상용 티타늄을 선반 가공하였다.

2군은 양극 산화군으로, 양극 산화 시스템은 양극과 음극, 전해질로 사용되는 큰 유리병 안의 황산용액 그리고 직류 정전원 장치(Analog Research System, Seoul, Korea)로 구성되어 있고 처리 과정은 다음과 같다. 음극에는 티타늄 전극을 사용하였고, 선반 가공 임플란트를 아세트산과 증류수로 세척한 후, 임플란트를 양극에 고정시키고 1M 황산의 전해질이 포함된 큰 유리병 안에 넣고, 185V까지 전압을 올린 후 5분간 유지하였다 (Fig 2, 3).

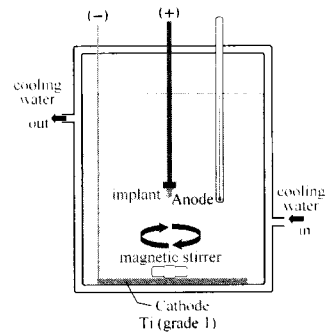


Fig. 2. Schematic drawing of anodizing apparatus.

3군은 또 다른 양극 산화군으로서 상용화된 GS II (Osstem, Busan, Korea)라는 제품으로 'CellNest'로 불리는 표면을 가지고 있다. 이것은 300 V의 전압과 황산과 인산을 혼합한 전해질 용액을 사용하여 양극 산화 처리를 하였다.

4군은 선반 가공한 티타늄 임플란트를 0.1% HF 용액에 10분간 침지(soaking) 처리하였다. 선반 가공한 티타늄 임플란트를 각각 양극 산화 처리한 2, 3군은 0.1% HF 용액으로 처리할 때 생성된 산화막 용해되어, 0.1% HF 용액 대신 10% NaF 용액으로 30분 간 침지 처리하여 5군과 6군으로 분류하였다.

임플란트 수술의 성공률을 높이기 위하여 실험에 사용된 모든 임플란트는 자동 청결 시스템을 사용하여 세척 및 소독을 실시하였다.

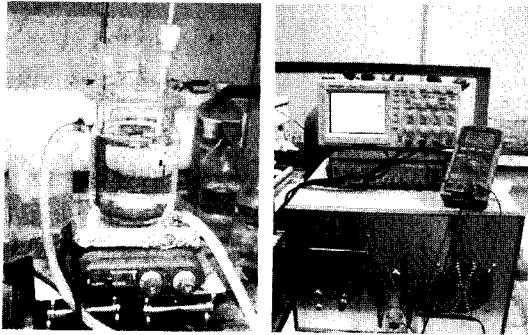


Fig. 3. Anodizing apparatus used in this specimens experiment.

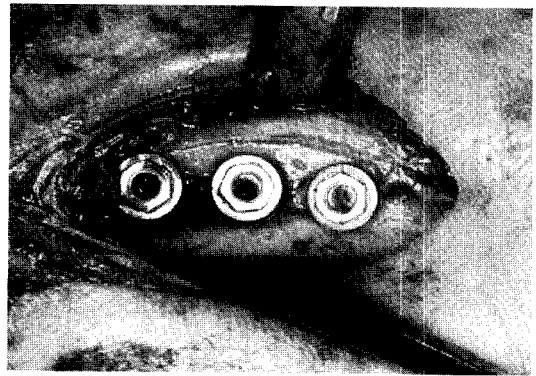


Fig. 4. Fixture installation.

2. 표면 분석

표면 형태와 기공 특징은 주사 전자 현미경 (S-2500 CS, Hitachi Co., Tokyo, Japan)을 이용하여 임플란트의 표면을 무작위로 여러 부위를 관찰하였다.

표면 구성 성분은 Auger 전자 분석기(PHI MODEL 670, Perkin Elmer Inc., Boston, USA)와 이차 이온 질량 분석기(PHI MODEL 7200, Perkin Elmer Inc., Boston, USA)를 사용하여 분석하였다. Auger 전자 분석에서, 각 시편의 나선 부위에 위치한 세 점에서 검색 스펙트라를 기록하였다. 모든 스펙트라는 0.6%의 에너지 해상력 (energy resolution)과 지름 180 μ m의 전자 빔을 가진 5keV 주 전자 에너지(primary electron energy)를 입사원으로 사용하였다. 좀 더 미세 단위의 분석을 위하여서는 이차 이온 질량 분석기가 사용되었는데, 이것의 원리는 높은 에너지를 가진 주 이온(primary ion)이 표면 분자층으로부터 두 번째 이온(secondary ion)을 이동시킬때 이 이온들의 질량을 분석하여 고유의 성분을 밝혀내는 것이다. 결정 구조 분석에는 박막-X선 회절분석기(RINT-2500, Rigaku Co., Tokyo, Japan)를 이용하였다.

시편 표면의 형상을 관찰하고 표면 거칠기(Sa, Sq)를 측정하기 위하여 Atomic Force Microscopy (EasyScan E-AFM, Nano-Surf Co., Switzerland)을 사용하였다. 측정 면적은 30 μ m \times 30 μ m 으로 설정

하였으며, 각 시편 당 3 곳을 측정하여 이 수치들의 평균값 및 표준 편차를 구하였다. Sa, Sq는 3차원 표면 거칠기 측정값으로, Sa는 표면의 평균에서 높이 편차의 절대 값의 평균이며, Sq는 표면의 평균에서 높이 편차의 제곱의 평균이다.

3. 동물 실험

본 연구에서는 생후 10개월 전후, 평균 체중 2.9 kg의 뉴질랜드 가토 32마리를 사용하였다.

술 전, Rompun(Bayer Korea, Ansan, Korea)과 Ketamin(Yu-han Pharm, Gunpo, Korea)을 각각 0.15ml/kg, 5mg/kg의 용량으로 근육주사하고 수술부위의 털을 제거한 후, Betadine(Sung kwang, Bucheon, Korea)으로 소독하였다. 수술 부위에 에피네프린이 포함된 국소마취제(Lignospan, Septodont, Sain - Maur Fosses Cedex, France)를 1ml투여한 후 표피, 근육, 골막에 절개를 시행하여 피판을 거상하고 가토의 경골(tibia) 내측 부위에 임플란트를 식립하였다. 임플란트 매식을 위한 골 천공은 생리 식염수 냉각 하에 통법에 따라 round bur, 2mm twist drill, pilot drill, 2.8mm twist drill, tapping drill 순으로 실시하였고 countersink는 하지않았다. 좌, 우측 경골에 3개씩, 도합 6개의 임플란트를 platform 하연이 치조골과 동일한 높이에 올 때까지 hand wrench를 사용하여 매식하였다 (Fig. 4). 그 후 Vicryl[®] resorbable suture (Coated VICRYL, Johnson &

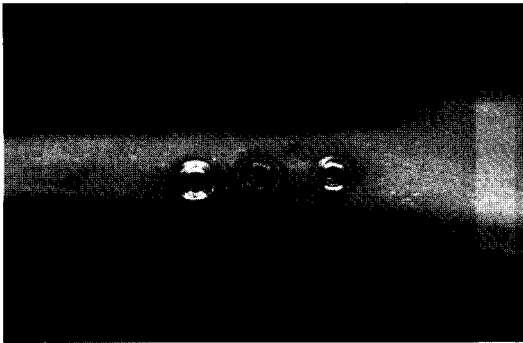


Fig. 5. Separated and implanted tibia.

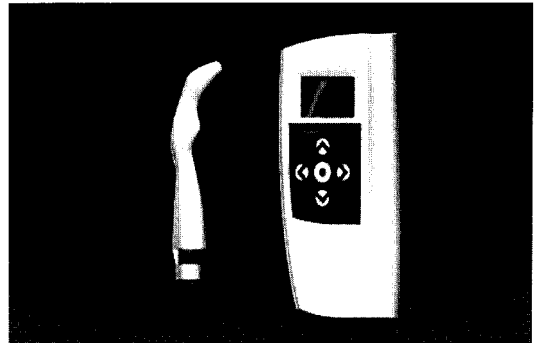


Fig. 6. Osstell™ mentor.

Johnson Intl., Lenneke, Belgium)로 근막봉합 후, black silk로 상피봉합하였다. 모든 가토는 술 후 Lincomycin 50mg/kg(Huons, Hwaseong, Korea)을 근주하였다. 0, 4, 8, 12주에 과량의 barbiturate를 정맥주사하여 가토를 희생시켜 시편을 얻었다 (Fig. 5).

4. 임플란트의 골유착 안정성 평가

임플란트의 골유착 안정성은 공진 주파수 분석(resonance frequency analysis)과 역 토크 측정(removal torque measurement)으로 평가하였다.

공진 주파수 분석기(Osstell™ mentor, Integration Diagnostics AB, Gothenburg, Sweden)는 임플란트의 안정성을 측정하는 간단하면서도 비파괴적인 방법이다. 이것은 임플란트에 wireless Smartpeg™을 부착하여 임플란트의 안정성을 측정하고, 안정성은 ISQ 값으로 표시된다. 이 값은 임플란트의 안정성에 따른 peg의 공진주파수에 따르며 1부터 100까지의 범위내에 표시된다. 값이 높을수록 임플란트의 안정성이 높음을 의미한다 (Fig. 6).

역 토크 측정은 토크 게이지(Tohnichi Mfg. Co., Japan)를 이용하여 임플란트 고정체에 토크를 가한 후 최대 풀림력을 측정하였고, 측정 범위는 0-15kgf·cm이고, 나중에 Ncm로 환산하였다 (Fig. 7).

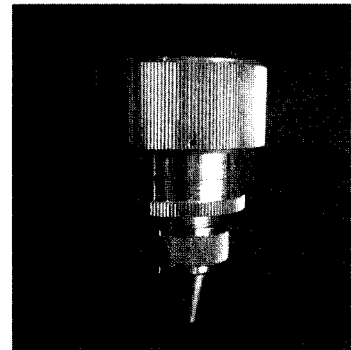


Fig. 7. Torque gauge.

5. 통계 처리

윈도우용 SPSS version 12.0(SPSS, Chicago, USA)을 사용하여 평균과 표준편차를 구하였으며, 각 실험군 간의 유의성을 알아보기 위하여 Independent t-test와 one-way analysis of variance를 시행하였고, 다중 비교 분석으로 Duncan method를 이용하여 95% 유의수준에서 검증하였다

III. 실험결과

1. 표면 특성

(1) 표면 형태 분석

각 군들의 표면 형태는 Fig. 8, 9와 같다. 1군은 대조군으로 선반 가공에 의한 구와 굽힌 모습이

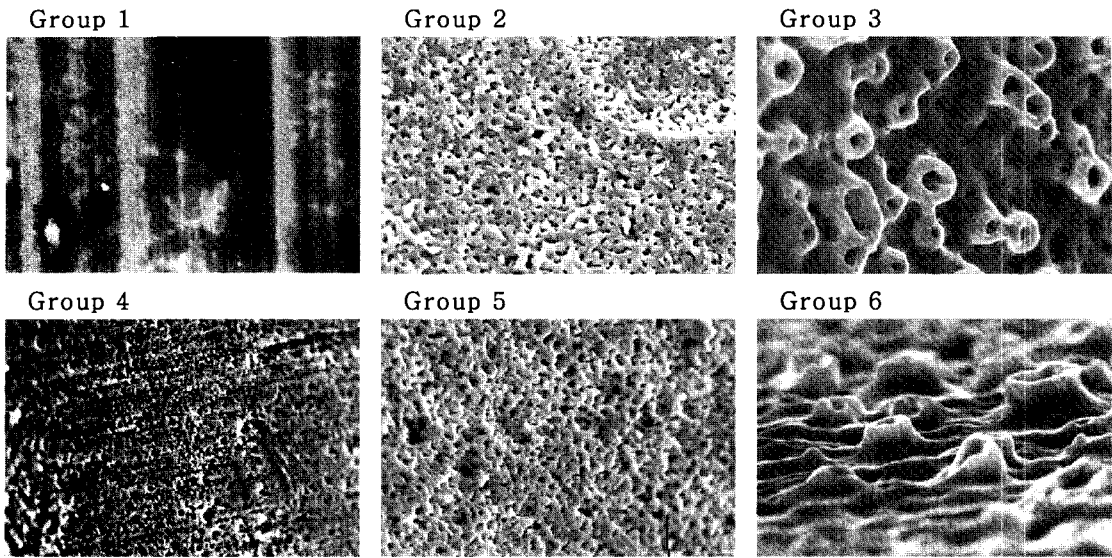


Fig. 8. SEM images of each specimen (magnification of X3,000).

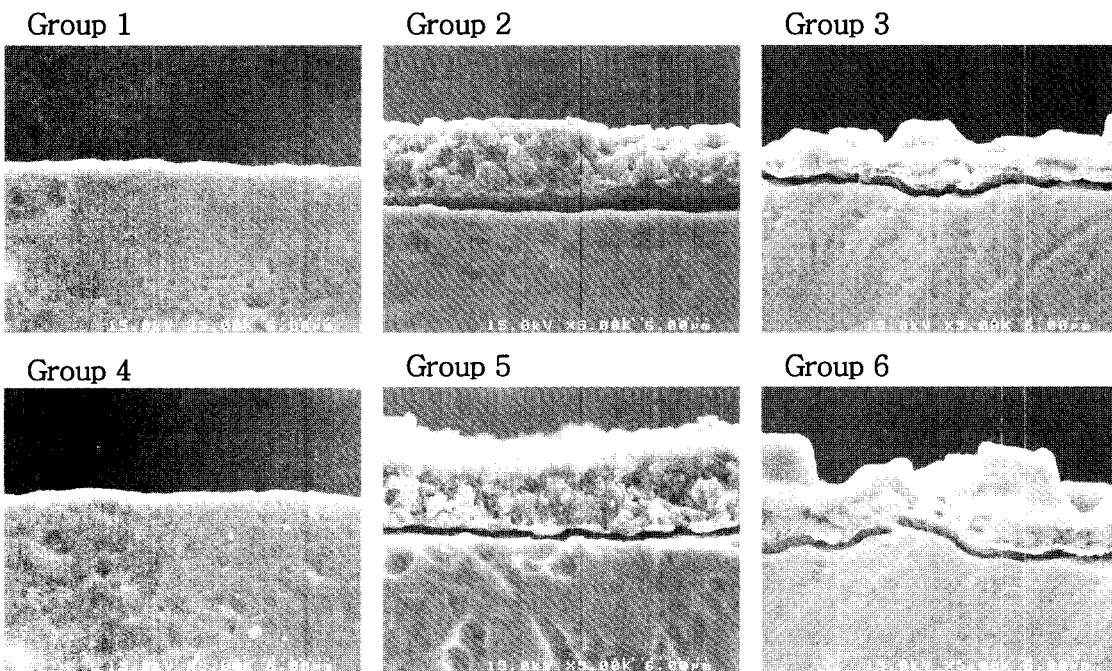


Fig. 9. Cross-sectional SEM images of each specimen (magnification of X5,000).

나타났으며, 2군에서는 균일하고 미세한 다공성의 산화막이 나타났다. 3군에서는 많은 함요부를 가졌으며, 기공 크기가 크고 2군에 비해 상당히 거칠고 불규칙한 산화막이 나타났다. 4군은 1군과 비슷한 모습을 보였으나, 좀 더 많은 굽힌 모습이 나타났다. 2군과 3군에 불소 처리한 5군과 6군에서는 2군, 3군과 형태상 거의 차이를 보이지 않았다.

티타늄 산화막의 절단면 모습을 보면 1군과 4군은 유사한 모습을 보였고, 2, 5군에서는 균일한 두께의 산화막층을 볼 수 있었고 3, 6군에서는 불규칙하고 거친 산화막을 볼 수 있었다. 산화막의 두께는 2군에서 평균 4~6 μm 였고 3군에서는 3~8 μm 였다.

(2) 표면 구성 성분 분석

Auger 전자 분석에서, 모든 군은 비슷한 성분으로 구성되어 있었으며, 주로 티타늄, 탄소, 산소가 주 성분이고 인, 황, 불소 등이 검출되었다. 상용화된 양극 산화 임플란트인 3군에서는 TiUnite[®](Nobel Biocare, Goteburg, Sweden)의 표면의 성분과 유사하게 상대적으로 높은 인 성분이 검출되었다. 불소 처리한 임플란트 군들의 불소 농도는 약 1~2% 였다 (Fig. 10).

미세 단위 정성 분석인 이차 이온 질량 분석을 불소 처리한 4, 5, 6군에서 시행했을때, 5군에서

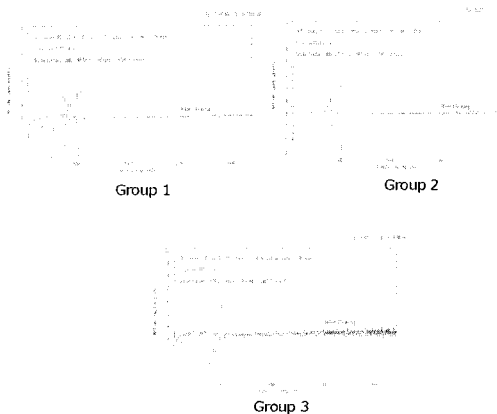


Fig. 10. Auger electron spectroscopy patterns of group 1, 2 and 3.

4, 6군 보다 상대적으로 약간 높은 불소 농도를 보였다 (Fig. 11).

(3) 결정 구조 분석

각 실험군의 산화막 구성 상을 박막-X선 회절 분석기를 통하여 분석하였다 (Fig. 12). Grade 1의 순수 티타늄으로 이루어진 1군은 육방밀집 구조를 갖는 α -Ti의 피크들이 관찰되었다. 2군의 경우에는 anatase와 rutile이 혼합된 양상을 나타내었

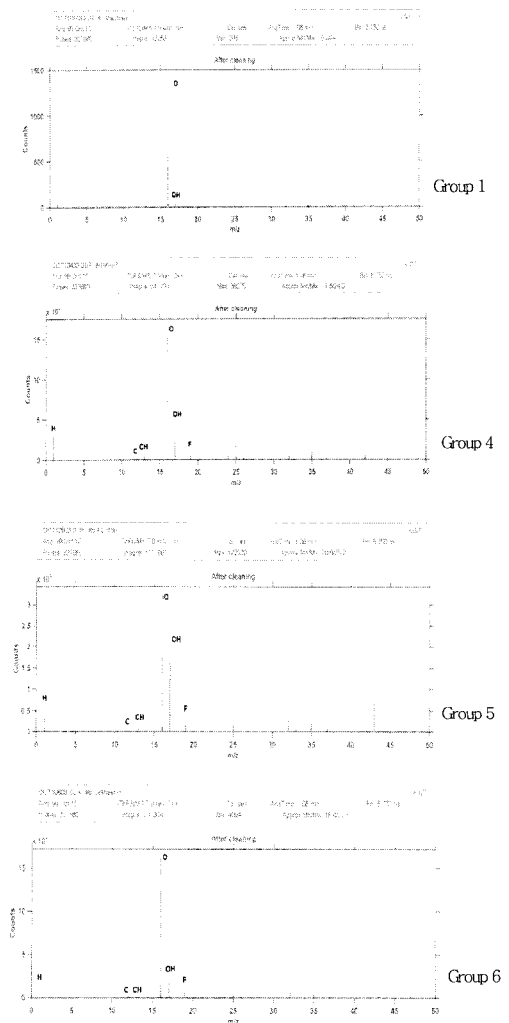


Fig. 11. Secondary ion mass spectroscopy patterns of group 1, 4, 5, and 6.

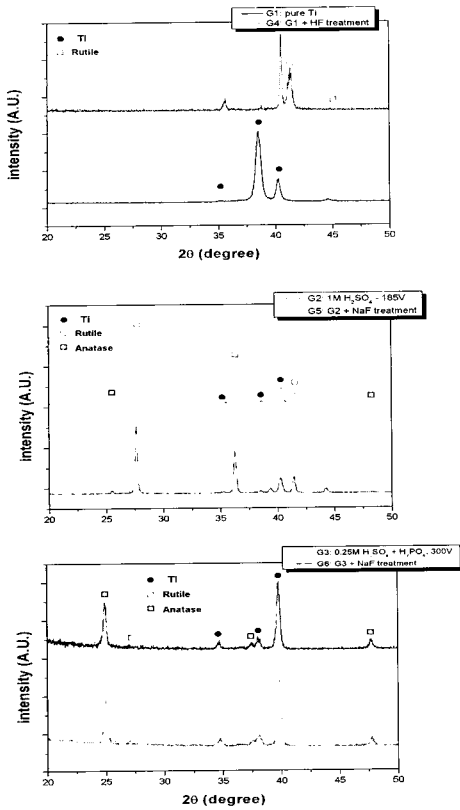


Fig. 12. X-ray diffractometer patterns of six treated groups.

으나, 주로 rutile로 구성되어 있었고, 상용화된 제품인 3군은 rutile보다는 anatase가 산화막의 주 구성 성분이었다. NaF에 의해 불소 처리된 5, 6 군을 각각 2, 3군과 비교했을때, 산화막 구성 상에 있어서 주목할 만한 변화가 일어나지 않았다. 다만 4군의 경우에는 매우 얇은 천연 산화막이 형성되어 있었으므로, HF로 불소 처리를 한 이후에는 1군에서는 관찰되지 않았던 산화막 피크들이 뚜렷이 관찰되는 것이 특징이었으며, 분석 결과 이 산화막은 rutile이 주성분인 것으로 확인되었다. 따라서 불소화 처리에 따른 동물 실험에서의 공진 주파수 및 역 토크 측정값의 변화는 산화막의 구성 상의 변화에 기인하는 것으로 볼 수 없으며, 불소화 처리에 따른 표면의 화학적 특성의 변화에 의한 결과로 해석할 수 있다.

Table 2. Surface roughness of each group

Group	Sa Mean (SD) (μm)	Sq Mean (SD) (μm)
1	0.076 (0.01)	0.091 (0.01)
2	0.224 (0.09)	0.296 (0.03)
3	0.465 (0.14)	0.576 (0.17)
4	0.155 (0.03)	0.185 (0.04)
5	0.289 (0.11)	0.360 (0.12)
6	0.575 (0.19)	0.692 (0.22)

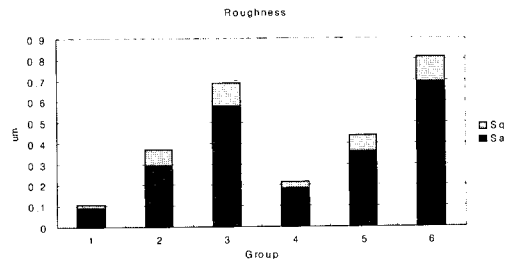


Fig. 13. Sa and Sq values of each group.

(4) 표면 거칠기 분석

표면의 평균에서 높이 편차의 절대 값의 평균인 Sa 분석 결과, 대조군인 1군의 Sa는 $0.076\mu\text{m}$ 을 나타냈고 4군에서는 Sa가 $0.155\mu\text{m}$ 로, 1군보다 거친 형태를 보였고 양극 산화군인 2군과 3군 비교 시, 산화막의 불규칙성과 많은 함요부로 인해 3군(Sa: $0.465\mu\text{m}$)이 2군(Sa: $0.224\mu\text{m}$)보다 거친 형태를 보였다 ($P < .05$). 그리고 불소 처리한 군들이 불소 처리하지 않은 군들보다 약간 거친 형태를 보였다 (Table 2, Fig. 13).

2. 임플란트 안정성 측정

(1) 공진 주파수 측정 결과

측정치는 Osstell™ mentor를 이용한 ISQ로 표시되었고, 결과값은 다음과 같았다 (Table 3, Fig. 14). 모든 군이 시간이 지남에 따라 측정값이 높아졌으나 8주 이후에는 더 이상 증가하지 않았다.

Table 3. Resonance frequency values (ISQ) of each group

Group	0 week	4 week	8 week	12 week
	Mean (SD) (ISQ)	Mean (SD) (ISQ)	Mean (SD) (ISQ)	Mean (SD) (ISQ)
1	64(7.6)	67(4.4)	72(3.3)	71(4.7)
2	69(1.3)	70(7.4)	76(3.9)	78(5.2)
3	66(8.7)	73(6.5)	77(4.8)	77(5.9)
4	67(9.2)	69(6.9)	75(5.9)	74(4.3)
5	67(4.8)	71(9.9)	77(4.8)	77(7.4)
6	69(1.5)	72(8.3)	80(2.8)	78(3.3)

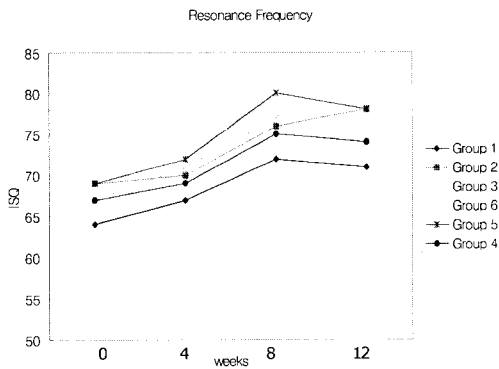


Fig. 14. Resonance frequency values (ISQ) of each group.

(2) 역토크 측정 결과

측정치는 Ncm로 표시되었고 결과값은 다음과 같았다 (Table 4, Fig. 15). 5, 6군이 다른 군들에 비하여 높은 측정치를 보였고, 모든 군에서 시간이 지남에 따라 측정치가 높아졌다.

(3) 통계 처리

1) 임플란트 처리방법에 따른 임플란트 안정성
0주에서는 모든 군들의 공진 주파수 및 역 토크 값에서 통계적으로 유의성 있는 차이를 보

Table 4. Removal torque values of each group

Group	0 week	4 week	8 week	12 week
	Mean (SD) (Ncm)	Mean (SD) (Ncm)	Mean (SD) (Ncm)	Mean (SD) (Ncm)
1	22(3.2)	42(9.2)	47(11)	59(8.2)
2	23(2.8)	55(9.2)	63(18)	80(13)
3	23(3.9)	58(11)	67(16)	84(10)
4	24(2.9)	45(10)	64(11)	72(16)
5	25(3.0)	56(13)	74(11)	87(14)
6	25(2.5)	61(9.1)	72(8.2)	88(10)

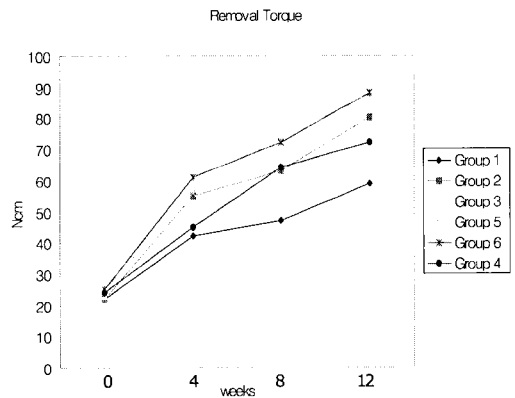


Fig. 15. Removal torque values of each group.

지 않았다 (Table 5).

4주에서는 모든 군들의 공진 주파수 값에서 통계적으로 유의성 있는 차이를 보이지 않았으나, 역 토크 값에서는 2, 3, 5, 6군이 대조군인 1군보다 유의성 있게 높은 값을 보였다 ($P < .05$) (Table 6).

8주의 공진 주파수 값에서는 2, 3, 5, 6군이 대조군인 1군보다 유의성 있게 높은 값을 보였고 ($P < .05$), 역 토크 값에서는 불소를 함유한 양극 산화 처리군인 5, 6군이 가장 높은 측정치를 보였으며, 4군이 대조군보다 유의성 있게 높은 측정치를 보였으나 ($P < .05$), 2, 3군과는 비슷한 측

Table 5. Implant stability according to processing methods in 0 week

Group	Resonance Frequency Mean (SD) (ISQ)	P<.05	Removal Torque Mean (SD) (ISQ)	P<.05
1	64(7.6)		22(3.2)	
2	69(1.3)		23(2.8)	
3	66(8.7)	N.S.	23(3.9)	N.S.
4	67(9.2)		24(2.9)	
5	67(4.8)		25(3.0)	
6	69(1.5)		25(2.5)	

N.S. : not significan

Table 6. Implant stability according to processing methods in 4 weeks

Group	Resonance Frequency Mean (SD) (ISQ)	P<.05	Removal Torque Mean (SD) (ISQ)	P<.05
1	67(4.4)		42(9.2)	
2	70(7.4)		55(9.2)	*
3	73(6.5)	N.S.	58(11.6)	*
4	69(6.9)		45(10.0)	
5	70(9.9)		56(13.0)	*
6	72(8.3)		61(9.1)	*

N.S. : not significan

* : significant at .05 level

정치를 보였다 (Table 7).

12주에서는 공진 주파수 값에서 2, 3, 5, 6군이 1, 4군 보다 유의성 있게 높은 측정치를 보였으나 (P< .05), 모든 군에서 8주보다 더 높은 값을 보이지는 않았다. 역 토크 값은 6, 5, 3, 2, 4, 1군의 순이었으며 2, 3, 4, 5, 6군이 1군보다 유의성

Table 7. Implant stability according to processing methods in 8 weeks

Group	Resonance Frequency Mean (SD) (ISQ)	P<.05	Removal Torque Mean (SD) (ISQ)	P<.05
1	72(3.3)		47(11.0)	
2	76(3.9)	*	63(18.0)	*
3	77(4.8)	*	67(16.6)	*
4	75(5.9)		64(11.0)	*
5	77(4.8)	*	74(11.0)	*
6	80(2.8)	*	72(8.2)	*

* : significant at .05 level

Table 8. Implant stability according to processing methods in 12 weeks

Group	Resonance Frequency Mean (SD) (ISQ)	P<.05	Removal Torque Mean (SD) (ISQ)	P<.05
1	71(4.7)		59(8.2)	
2	78(5.2)	*	80(13.0)	*
3	77(5.9)	*	84(10.0)	*
4	74(4.3)		72(16.0)	*
5	77(7.4)	*	87(14.0)	**
6	78(3.3)	*	88(10.0)	**

*, + : significant at .05 level

있게 높은 측정치를 보였고 (P< .05), 5, 6군이 4군보다 유의성 있게 높았으며 (P< .05), 5, 6군이 2, 3군보다 높은 측정치를 보였으나 통계적 유의차는 없었다 (Table 8).

2) 불소 함유 여부에 따른 임플란트 안정성.
공진 주파수에서 4, 5, 6군이 각각 1, 2, 3군보

다 약간의 증가나 비슷한 수치를 보였으며 통계적 유의차는 없었고, 역 토크에서는 4, 5, 6군 이

각각 1, 2, 3군보다 전반적으로 높은 측정치를 보였고 특히 4군은 1군보다 유의성있게 높았다 ($P < .05$) (Fig. 22, 23).

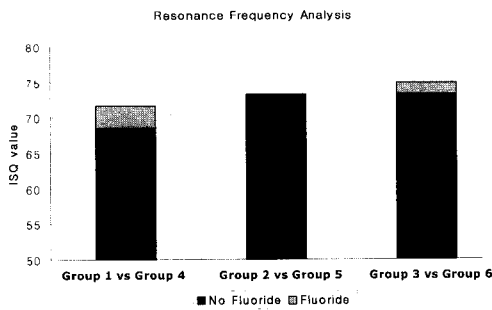


Fig. 22. Resonance frequency values (ISQ) according to fluoride incorporation.

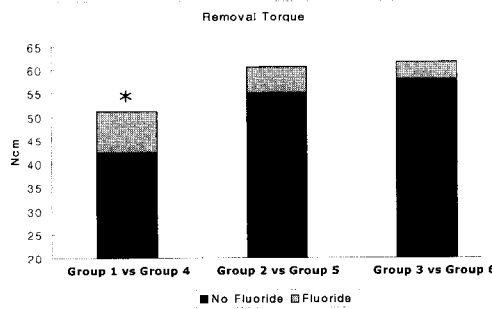


Fig. 23. Removal torque values according to fluoride incorporation.

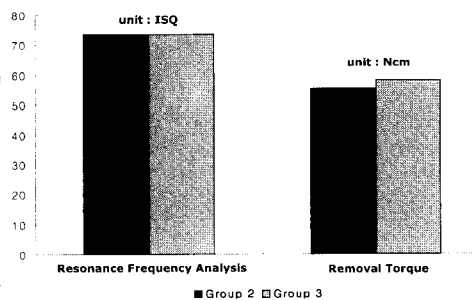


Fig. 24. Implant stability according to anodic oxidized processing methods.

3) 양극 산화 처리 방법에 따른 임플란트 안정성 양극 산화 방법에 따른 2군과 3군의 공진 주파수 비교에서 두 군 간에 거의 비슷한 수치를 보였으며, 역 토크에서는 3군이 약간의 높은 수치를 보였으나 통계적 유의차는 없었다 (Fig. 24).

IV. 총괄 및 고안

많은 연구자들이 골유착을 향상시키기 위한 다양한 방법들을 연구해 오고 있으며, 그 중 양극 산화 방법은 임플란트 표면의 성질을 변화시켜주는 간단하고 재현성이 높은 효과적인 방법으로, 거칠기를 증가시키고 표면 형태를 변화시켜 골유착을 향상시킨다는 이론에 근거를 두고 있다.^{30,32)} 표면 거칠기가 증가할수록 표면적이 넓어지므로 골과 임플란트 표면 간에 생체-기계적인 결합력이 증진된다는 연구가 있고,³³⁾ 거친 표면에서 골 창상 부위의 치유 능력이 높다는 보고도 있으나,³⁴⁾ 일정한 정도를 초과하는 거칠기는 오히려 치유가 저하 된다는 보고도 있다.²¹⁾ 골유착의 근본이 되는 산화막의 두께와 거칠기에 대해서는 아직도 많은 연구가 진행중이며, 이러한 산화막은 전압, 전류, 처리시간 그리고 전해질의 종류와 농도에 의해 다양하게 생성되는데, 이 중 전해질의 종류와 농도 그리고 전압이 산화막의 두께와 조성 그리고 결정구조 등에 큰 영향을 미치는 것으로 여겨지고 있다.

본 연구에서는 두 가지 양극 산화군을 실험군으로 사용하였는데, 첫 번째 군1M 황산 전해질에서 185V의 전압을 5분간 유지한 군으로 여러 가지 조건 중에서 이 군을 선택한 이유는 *in vitro* 실험인 인공 체액 실험에서, 다양한 전압과 전류 그리고 다양한 전해질을 사용한 군들의 실험 중 1M 황산 155V 전류에서 처리한 군이 생체활성도가 가장 높게 나타났기 때문이다.^{17,35)} 두 번째 실험군은 상용 제품화 된 양극 산화 처리군으로 300V의 전압과 0.25M의 황산과 인산을 섞은 용

액을 전해질로 하여 처리한 것이다. 이 두 군 간에는 형태학적으로 많은 차이를 보였다. 1M 황산의 155V 전류에서 처리한 군의 산화막은 기공이 작고 치밀하며 균일하였으며, 상용 제품화 된 양극 산화군은 기공 크기가 크고 많은 함요부와 불규칙한 형태를 가지고 있었다. 두 군의 산화막의 두께는 평균 3~8 μm 였다. 구성 성분 분석 결과, 상용 제품화 된 양극 산화군은 TiUnite[®]의 성분과 유사하게 인(P)의 수치가 높았다. 결정 구조 분석에서는 두 군 모두 anatase와 rutile의 혼합된 형태를 가지고 있었다. 이 두 군의 공진 주파수 분석과 역 토크 측정 시, 결과적으로 두 군간에는 거의 같거나 유사한 측정치를 보여주었다. 대조군과 비교 시 유의성 있게 높은 측정치를 보였으나 양극 산화 처리한 군들 사이에서는 거의 차이를 보여주지 않았다. Sul 등²²⁾은 골유착을 증가시키기 위한 양극 산화 임플란트의 이상적인 표면 조건으로 산화막의 두께는 1000~5000nm, 거칠기는 Sa가 0.7~1.0 μm , porosity는 약 24%, 결정 구조로는 anatase와 rutile의 혼재 등을 보고했다. 이번 연구의 결과와 비교해보면, 본 실험에 사용된 양극 산화군이 전체적으로 더 두꺼운 산화막과 큰 거칠기를 가지고 있는 것으로 나타났다. 공진 주파수 분석이나 역 토크 측정과 같은 임플란트 안정성 실험을 근거로 유추해 보면, 표준화된 산화막의 두께나 거칠기 등을 결론 내리기는 어려울 것으로 생각되며, 다만 일정한 정도의 적절한 산화막의 두께와 거칠기를 가지고있고, 결정 구조가 anatase와 rutile이 혼재되어 있다면 골유착 안정성은 비슷할 것으로 추정된다. 최근에 많은 연구자들이 생체활성화된 표면을 만드는데 많은 노력을 기울이고 있다.^{15,23,24,36,37)} 이 방법은 임플란트의 표면 처리를 통하여 세포나 조직에 바람직한 방향으로 반응이 일어날 수 있도록 하는 것으로, 먼저 티타늄 표면에서 골이 형성되는 기전을 살펴보면, 티타늄 표면에 생긴 산화막이 주변 조직의 체액에 노출되었을때, 음전하를 띠는 산소로 인하여 TiO⁻는 이온을 교환하는 특성을 가지게 되며, 양전하를 띠는 칼슘 이온들과 결합하여 amorphous calcium titanate로 전환 된다. 여기에 Ca²⁺이온들이 계속 쌓이게 되면 calcium

titanate는 양전하를 띠고 있으므로, 용액 내의 음전하의 HPO₄²⁻이온들과 만나 amorphous calcium phosphate로 변환되며, 결국 결정화된 아파타이트가 형성된다. 이러한 일련의 과정을 통하여 아파타이트 핵이 형성되면, 용액 내의 칼슘과 인산염 이온들을 이용하여 쉽게 결정이 성장하게 되어서, 보다 더 치밀하고 일정한 형태의 아파타이트 막으로 발전하게 되는 것으로 알려져 있다.^{25,38-40)}

과거에는 일차적으로 하이드록시아파타이트의 코팅 방법이 많이 연구되어왔으나 이 방법은 하이드록시아파타이트 결정 구조의 변화와 감소, 용해 등으로 물성의 안정성이 저하되고 코팅의 세균 침착 등의 문제가 생겼다.⁴¹⁾ 최근에는 이러한 문제점을 해결하기 위해 sol-gel method, sputter depositon, eletron-beam evaporation 등을 통한 하이드록시아파타이트 코팅 방법에 관한 많은 연구가 진행되고 있다.^{15,23,36)} 그리고 알카리와 열처리를 이용하여 표면을 활성화 시키는 방법,³⁷⁾ 양극 산화 방법 중 칼슘을 포함하는 전해질을 사용하여 표면을 활성화 시키는 방법²⁴⁾ 그리고 불소를 표면에 포함시키는 방법 등이 있다.

Ellingsen 등^{25,26)}의 실험에서, 불소를 함유한 티타늄 산화막 안에 있는, 티타늄과 결합하고 있는 산소가 불소 이온으로 교체 되어서 티타늄 불소 복합체를 이룰 것이고, 이러한 불소가 포함된 티타늄 표면은 칼슘인산염을 끌어당기어 결정 성장을 유도한다고 보고하였고, 생체 실험에서 이러한 불소 함유 임플란트를 골에 식립하였을 때, 표면은 골의 인산염기에 노출이 되고 이때 인산염기의 산소가 불소로 대체되면서 티타늄 표면과 결합하여 골과 티타늄 사이에 공유 결합을 형

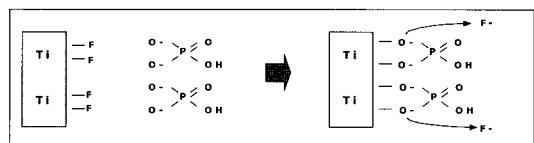


Fig. 25. Illustration of possible mechanism for the reaction between fluoride incorporated implant and bone⁹⁾.

성하고 이렇게 공유 결합한 인산염이 칼슘과 함께 골형성을 야기할 것이라고 설명하였다 (Fig. 25).

이와 같이 불소가 표면의 화학적 구조를 변화시켜 골과의 결합력을 증가시키는 불소화된 하이드록시아파타이트나 불소화아파타이트로 치환되면, 이것은 하이드록시아파타이트보다 결정성이 높고 용해에 대한 저항성이 강해진다.⁴²⁾

이번 실험에서는 0.1% HF 용액과 10% NaF 용액으로 티타늄 표면을 처리하였다. HF 용액은 특성상 불안정하고 발연성이 있다. 전기 화학적 양극 산화막에 불소 처리를 위한 티타늄 디스크를 사용한 예비 실험에서 0.1% HF 용액으로 처리하였으나 생성된 산화막을 용해시켰다. 먼저 불소가 골에 바람직한 방향으로 작용하는지를 알아보기 위하여 선반 가공 임플란트에는 0.1% HF 용액으로 처리하였고, 불소를 양극 산화군과 함께 처리하면 골과의 반응에서 상승작용이 일어나는지 알아보기 위한, 티타늄 디스크를 사용한 예비 실험에서 각각 5%와 10%, NaF 용액과 CaF₂ 용액을 10분, 30분씩 처리하여, Auger 전자 분석을 통해 가장 불소의 농도가 높게 나온 10% NaF 용액을 각각 양극 산화시킨 2, 3군에서 30분간 처리하는 것을 불소 처리의 실험 조건으로 정하였다.

그러나 실제로 불소 처리한 양극 산화 임플란트에서는 불소가 1~2%로 작은 양이 검출되었다. 그 이유는 예비 실험의 전해질은 0.2M calcium acetate와 0.02M β-glycerophosphate로 처리했기 때문으로 사료된다. 이렇게 생긴 산화막은 칼슘을 포함하고 있어서 불소를 더 많이 끌어 들였던 것으로 생각된다. 그러나 이 방법으로 생긴 불소는 안정된 CaF₂의 형태로 존재하여 불소 이온으로 유리되는데 불리하다고 생각되었고 칼슘의 효과를 배제하고 불소에 의한 효과만을 알아보기 위하여, 실제 본 실험에서는 칼슘을 포함하고 있지 않은 전기 화학적 양극 산화막에 불소 처리하였다. 그러나 예비 실험때와는 달리 1M 황산, 185V의 전압을 사용한 양극 산화군과 상용 제품화 된 양극 산화군에서는 예비 실험에서보다 적은 불소량이 검출되었다. 본 연구에서 사용

한 실험군들은 불소의 함량이 낮아 Auger 전자 분석을 통한 정확한 정량 분석에 어려움이 있었으며, 이차 이온 질량 분석에 의한 정성 분석을 통하여 불소의 존재를 확인하였다. Auger 전자 분석기를 이용한 분석에서 검출 한계치가 작기 때문에 본 연구의 실험 결과를 설명하는 데 있어서 이차 이온 질량 분석에 의한 불소의 존재 확인으로는 설명이 불가능한 것으로 생각할 수도 있으나, 표면에 불소가 존재함으로써 얻을 수 있는 효과는 골 세포의 초기 핵 생성 과정의 촉진으로 생각되기 때문에 미량의 불소의 존재에 의해서도 그 효과가 유의성을 나타낼 수 있다.

모든 표면의 화학반응은 핵 생성과 형성된 핵의 성장으로 나누어 생각할 수 있으며, 이 두 가지 반응의 상대적인 속도에 의하여 초기 고착 및 향 후 치유 속도가 영향을 받게 된다. 불소의 존재는 초기의 임플란트 표면에서의 골의 핵 생성을 촉진시키는 것으로 설명되고 있는데, 불소가 존재하는 영역은 초기 골 형성의 핵 생성 위치가 되는 것으로 생각할 수 있으므로, 그 양이 미량 이더라도 최초의 핵이 생성되는 시간을 단축시킬 수 있다. 일반적으로 생체 활성도를 측정하는 방법 중의 하나인 인공 체액 실험에서도 초기 핵 생성을 중요한 변수로 보고 있으며,^{17,35)} 생성된 핵의 성장은 결정적인 변수는 아닌 것으로 생각된다. 즉 미량이라 하더라도 불소가 존재하는 영역은 최초의 핵 생성 자리가 되며, 전체 표면적에서 핵이 생성되는 것보다는 상대적으로 매우 빠른 속도로 진행되며, 이러한 빠른 핵 생성이 치유 과정을 전반적으로 단축시키는 중요한 요소라고 생각된다.

표면 특성 연구에서 불소 처리한 군과 불소 처리 하지 않은 군 사이에는 형태적으로 거의 차이를 보이지는 않았다. 다만 전자 현미경 분석시, 불소 처리한 선반가공 임플란트 군에서 약간의 거친 양상을 보였고 거칠기 분석 결과, 불소 처리한 임플란트 군들이 불소 처리하지 않은 군들보다 거칠었다. 선반가공 임플란트군과 비교시, 불소 함유 선반 가공 임플란트 군이 0, 4주에서는 유의성있는 차이를 보이지 않았으나 8, 12주에서는 유의성있게 높은 역 토크 측정치를 보였

다. 이것은 일단 불소가 임플란트 골유착에 영향을 미치는 것을 의미하며, 4주에서 유의성 있는 차이를 보이지 않았던 이유는 새로이 생성된 골이 아직 성숙되지 않아서 힘을 가할때 골에서 임플란트를 유지할 정도로 충분한 응력을 가지지 못한 것으로 생각된다. 공진 주파수 분석은 임플란트의 초기부터 4에서 8주 정도까지의 안정성 측정비교에서는 유효하나 어느 정도 골유착이 완성되는 8주 이후에는 안정성 측정 비교에 별로 효과적이지 못한 것으로 생각된다.

양극 산화 처리를 통하여 산화막의 두께와 거칠기를 증가시켜 표면의 기계적 결합을 증가시킨후 불소를 처리하여 화학적 결합까지 유도한 군의 임플란트는 안정성 측정에서 가장 높은 측정치를 보였으나, 양극 산화만 처리한 군보다 유의성 있게 높은 측정치를 보이지 않았다. 물리적 결합력과 화학적 결합력의 상승 효과는 있었으나 생각보다 크지는 않았다. 그 이유는 산화막안에 존재하는 불소이온의 농도와 유지 형태에 기인하는 것으로 생각된다.

이상의 결과를 종합해 보면 전기 화학적 양극 산화 방법은 임플란트의 안정성에 유효한 방법이라 할 수 있으며, 이때 사용되는 전압과 전해질 그리고 여기에 세포나 조직에 바람직한 방향의 반응이 일어나도록 표면에 화학적 변화를 일으키는 이온이나 원소의 여러 조합들 중에서 최적의 조건을 밝혀내는데 더 많은 연구가 필요할 것으로 사료된다.

V. 결 론

양극 산화와 불소 화합물로 처리한 임플란트들의 표면 특성을 관찰하고 가토에 식립하여 골유착 안정성을 측정한 이 실험에서 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 양극 산화군들의 표면 특성 비교에서, 1M 황산, 185V로 처리한 2군은 치밀하고 기공 크기가 작은 균일한 산화막 층을 형성하고, 주로 티타늄, 탄소, 산소 등으로 구성되어 있었으며 rutile이 주를 이루었고, 0.25M 황산과 인산, 300V로 처리한 3군은 기공 크기가 크고

많은 함요부를 가진 불규칙한 산화막 층을 형성하고, 2군과 달리 구성 성분 중 인 성분이 검출되었으며 anatase가 주를 이루었고 더 큰 거칠기를 보였다.

2. 불소로 처리한 4, 5, 6군과 1, 2, 3군의 각각의 표면 특성 비교에서, 형태적으로 거의 비슷한 형상을 보였으나 불소로 처리한 군들이 더 큰 거칠기를 보였으며, 성분 분석 결과 4, 5, 6군에서 불소가 검출되었고, 결정 구조도 비슷한 양상을 보였으나 무정형 티타늄으로 구성된 1군과 달리 4군은 많은 rutile 형태를 보였다.
3. 불소가 함유된 양극 산화군들이 공진 주파수와 역 토크 측정에서 가장 높은 측정치를 보였고, 양극 산화군, 불소 처리군, 대조군의 순이었으며, 모든 군들이 시간이 지남에 따라 더 높은 측정치를 보였으나 공진 주파수 분석에서는 8주 이후 측정값이 더 이상 증가하지 않았다.
4. 양극 산화군들인 2군과 3군의 안전성 비교에서, 2, 3군 모두 대조군보다 유의성 있게 높은 측정치를 보였으나 ($P < .05$) 두 군 간에는 유의성 있는 차이를 보이지 않았고, 불소로 처리한 4, 5, 6군과 1, 2, 3군의 각각의 안정성 비교에서, 불소로 처리한 군들이 전반적으로 높은 측정치를 보였으며, 특히 4군과 1군 사이에서는 유의성 있는 차이를 보였다 ($P < .05$).

이상의 결과를 종합해 보면, 임플란트의 표면 처리 방법 중 전기 화학적 양극 산화 방법은 초기 골유착을 증가시키고, 불소가 함유된 임플란트 표면은 신생골 형성에 도움을 주는 것으로 사료된다.

참 고 문 헌

1. Brånemark P-I. Osseointegration and its experimental background. J Prosthet Dent 1983; 50: 399-410.
2. Albrektsson T, Brånemark P-I, Hasson HA, Lindstrom J. Osseointegrated titanium implants. Acta Orthp Scand 1981; 52: 155-170.
3. Wennerberg A, Albrektsson T. Suggested guidelines for the topographic evaluation of implant surfaces. Int

- J Oral Maxillofac Implants 2000; 15: 331-344.
4. Eliades T. Passive film growth on titanium alloys : Physico-chemical and biological consideration. *Int J Oral Maxillofac Implants* 1997; 12: 621-627.
 5. Pan J, Thierry D, Leygraf C. Electrochemical impedance spectroscopy study of the passive oxide film on titanium for implant application. *Electrochim Acta* 1996; 41: 1143-1153.
 6. Lausmaa J, Linder L. Surface spectroscopic characterization of titanium implants after separation from plastic-embedded tissue. *Biomaterials* 1988; 9: 277-280.
 7. Keller JC, Stanford CM, Wightman JP, Draughn RA, Zaharias R. Characterization of titanium implant surfaces. *J Biomed Mater Res* 1994; 28: 939-946.
 8. Kieswetter K, Schwarz Z, Dean DD, Boyan BD. The role of implant surface characteristics in the healing of bone. *Crit Rev Oral Biol Med* 1996; 7: 329-345.
 9. Pouilleau J, Devilliers D, Garrido F, Durand-Vidal S, Mahe E. Structure and composition of passive titanium oxide film. *Mater Sci Eng* 1997; 47: 235-243.
 10. Sul YT, Johansson CB, Petronics S, Krozer A, Jeong YS, Wennerberg A, Albrektsson T. Characteristics of the surface oxides on turned and electrochemically oxidized pure titanium implants up to dielectric breakdown : the oxide thickness, micropore configurations, surface roughness, crystal structure and chemical composition. *Biomaterials* 2002; 23: 491-501.
 11. Choi JW, Kim KN, Heo SJ, Chang IT, Han JH, Baik HK, Choi YC, Wennerberg A. The effects of various surface treatment methods on the osseointegration. *J Korean Acad Prosthodont* 2001; 39: 71-83.
 12. Ivanoff CJ, Widmark G, Johanssen C, Wennerberg A. Histologic evaluation of bone response to oxidized and turned titanium micro-implants in human jaw bone. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2003; 18: 341-348.
 13. Sul YT, Johansson CB, Jeong Y, Roser K, Wennerberg A, Albrektsson T. Oxidized implants and their influence on the bone response. *J Mater Sci Mater Med* 2001; 12: 1025-1031.
 14. Sul YT, Johansson CB, Jeong Y, Wennerberg A, Albrektsson T. Resonance frequency and removal torque analysis of implants with turned and anodized surface oxides. *Clin Oral Implants Res* 2002; 13: 252-259.
 15. Ishizawa H, Ogino M. Characterization of thin hydroxyapatite layers formed on anodic titanium oxide films containing Ca and P by hydrothermal treatment. *J Biomed Mater Res* 1995; 29: 1071-1079.
 16. Li LH, Kong YM, Kim HW, Kim YW, Kim HE, Heo SJ, Koak JY. Improved biological performance of Ti implants due to surface modification by micro-arc oxidation. *Biomaterials* 2004; 25: 2867-2876.
 17. Yang B, Uchida M, Kim HM, Zhang X, Kokubo T. Preparation of bioactive metal via anodic oxidation treatment. *Biomaterials* 2004; 25: 1003-1010.
 18. Cho DH, Lim JH. A study on the surface roughness and initial stability of various dental implants. *J Korean Acad Stomatognathic Function and Occlusion* 2000; 16: 197-210.
 19. Kang BS, Cho IH. A histomorphometric and stability of two kinds of implants with different surface roughness. *J Korean Acad Oral Maxillofac Implants* 2001; 5: 42-69.
 20. Wong M, Eulenberger J, Schenk R, Hunziker E. Effect of surface topography on the osseointegration of implant materials in trabecular bone. *J Biomed Mater Res* 1995; 29: 1567-1575.
 21. Ungersbock A, Pohler O, Perren SM. Evaluation of the soft tissue interface at titanium implants with different surface treatments : experimental study on rabbits. *Biomed Mater Eng* 1994; 4: 317-325.
 22. Sul YT, Johansson CB, Wennerberg A, Cho LR, Chang BS, Albrektsson T. Optimal surface properties of oxidized implants for reinforcement of osseointegration : surface chemistry, oxide thickness, porosity, roughness, and crystal structure. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2005; 20: 349-359.
 23. De Maezta MA, Alava JJ, Gay-Escoda C. Ion implantation: Surface treatment for improving the bone integration of titanium and Ti6Al4V dental implants. *Clin Oral Implants Res* 2003; 14: 57-62.
 24. Sul YT, Byon ES, Jeong Y. Biochemical measurements of calcium-incorporated oxidized implants in rabbit bone: effect of calcium surface chemistry of a novel implant. *Clin Implant Dent Relat Res* 2004; 6: 101-110.
 25. Ellingsen JE, Johansson CB, Wennerberg A, Holmen A. Improved retention and bone-to-implant contact

- with fluoride-modified titanium implants. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2004; 19: 659-666.
26. Ellingsen JE. On the properties of surface-modified titanium. In: Davies JE(ed). *Bone Engineering*. Toronto: EmSquared, 2000; 183-189.
 27. Gedalia I, Zipkin I. The role of fluoride in bone structure. St. Louis: Warren H. Green, 1973.
 28. Ellingsen JE. Pre-treatment of titanium implants with fluoride improves their retention in bone. *J Mater Sci Mater Med* 1995; 6: 749-753.
 29. Shteyer A, Liberman R, Simkin A, Gedalia I. Effect of local application of fluoride on healing of experimental bone fractures in rabbits. *Calcif Tissue Res* 1977; 22: 297-302.
 30. Kasemo B, Lausmaa J. Biomaterials and implant surfaces; A surface science approach. *Int J Oral Maxillofac Implants* 1988; 3: 247-259.
 31. Larsson C, Thomsen P, Aronsson BO, Rodahl M, Lausmaa J. Bone response to surface modified titanium implants with different oxide thickness and morphology. *Biomaterials* 1994; 15: 1062-1074.
 32. Lim YJ, Oshida Y, Andres CJ, Barco MT. Surface characterizations of variously treated titanium materials. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2001; 16: 333-342.
 33. Buser D, Schenk RK, Steinmann S, Fiorollini JP, Fox CH, Stich H. Influence of surface characteristics on bone integration of titanium implants. A histomorphometric study in miniature. *J Biomed Mater Res* 1991; 25: 889-902.
 34. Taylor GC, Waddington RJ, Moseley R, Williams KR, Embery G. Influence of titanium oxide and titanium peroxy gel on the breakdown of hyaluronan by reactive oxygen species. *Biomaterials* 1996; 13: 1313-1319.
 35. Lee SH, Cho IH. Surface characteristics and bioactivity of anodically oxidized titanium surfaces. Ph.D Thesis in 2004; College of Dentistry, Dankook University, Korea.
 36. Bosetti M, Masse A, Tobin E, Cannas M. In vivo evaluation of bone tissue behavior on ion implanted surfaces. *J Mater Sci Mater Med* 2001; 12: 431-435.
 37. Nishiguchi S, Kato H, Hujita H, Oka M, Kim HM, Kokubo T. Titanium metals form direct bonding to bone after alkali and heat treatments, *Biomaterials* 2001; 22: 2525-2533.
 38. Kim HM. Ceramic bioactivity and related biomimetic strategy. *Current Opinion in Solid State and Materials Science* 2003; 7: 289-299.
 39. Kokubo T, Kim HM, Kawashita M, Nakamura T. Bioactive metals: preparation and properties. *J Mater Sci Mater Med* 2004; 15: 99-107.
 40. Uchida M, Kim HM, Kokubo T, Fujibayashi S, Nakamura T. Structural dependence of apatite formation on titania gels in a simulated body fluid. *J Biomed Mater Res* 2003; 64: 164-170.
 41. Hero H, Wie H, Jorgensen RB, Ruyter IE. Hydroxyapatite coating on Ti produced by hot isostatic pressing. *J Biomed Mater Res* 1994 Mar; 28: 343-348.
 42. Savarino L, Fini M, Ciapetti G, Cenni E, Granchi D, Baldimi N, Greco M, Rizzi G, Giardino R, Giunti A. Biologic effects of surface roughness and fluorhydroxyapatite coating on osteointegration in external fixation systems : an in vivo experimental study. *J Biomed Mater Res A* 2003; 66: 652-662.

Reprint request to : In-Ho Cho. D.D.S., M.S.D., Ph.D.

Department of Prosthodontics, College of Dentistry, Dankook Univ. 7-1, Shinbu-Dong, Chunan, Chungnam, 330-716, Korea

E-mail : cho8511@dku.edu

- ABSTRACT -

A Study on the Surface Characteristics and Stability of Implants Treated with Anodic Oxidation and Fluoride Incorporation

Jae-Bin Lim, D.D.S.,M.S.D., In-Ho Cho D.D.S., M.S.D.,Ph.D.

Department of Prosthodontics, College of Dentistry, Dankook University

State of problem :A number of investigation about increase of surface area via various surface treatments and modification of surface constituent have been carried out.

Purpose : The surface characteristics and stability of implants treated with anodic oxidation, fluoride ion incorporation, and groups treated with both methods were evaluated.

Material and method : Specimens were divided into six groups, group 1 was the control group with machined surface implants, groups 2 and 3 were anodic oxidized implants (group 2 was treated with 1M H₂SO₄ and 185V, group 3 was treated with 0.25M H₂SO₄ and H₃PO₄ and 300V). Groups 4, 5 and 6 were treated with fluoride. Group 4 was machined implants treated with 0.1% HF, and groups 5 and 6 were groups 2 and 3 treated with 10% NaF respectively. Using variable methods, implant surface characteristics were observed, and the implant stability was evaluated on rabbit tibia at 0, 4, 8 and 12 weeks.

Result : 1. In comparison of the surface characteristics of anodic oxidized groups, group 2 displayed delicate and uniform oxidation layer with small pore size containing Ti, C, O and showed mainly rutile, but group 3 displayed large pore size and irregular oxidation layer with many craters. 2. In comparison of the surface characteristics of fluoride treated groups 4, 5, 6 and non-fluoride treated groups 1, 2, 3, the configurations were similar but the fluoride treated groups displayed rougher surfaces and composition analysis revealed fluoride in groups 4, 5, 6. 3. The fluoride incorporated anodic oxidized groups showed the highest resonance frequency values and removal torque values, and the values decreased in the order of anodic oxidized groups, fluoride treated group, control group. 4. According to implant stability tests, group 2 and 3 showed significantly higher values than the control group ($P < .05$). The fluoride treated groups showed relatively higher values than the non fluoride treated groups and there were significant difference between group 4 and group 1 ($P < .05$). Conclusion : From the results above, it can be considered that the anodic oxidation method is an effective method to increase initial bone stability and osseointegration and fluoride containing implant surfaces enhance new bone formation. Implants containing both of these methods should increase osseointegration, and reduce the healing period.