

# 표면 처리 방법에 따른 타이타늄의 미세 표면 거칠기, 표면 젖음성, fibronectin 흡착량에 미치는 영향

\*고려대학교 임상치의학대학원 고급치과보철학과

\*\*고려대학교 임상치의학대학원, \*\*\*고려대학교 임상치의학대학원 고급치과보철학과

신화섭\* · 김영수\*\* · 신상원\*\*\*

## I. 서 론

Machined surface를 가지는 치과용 타이타늄 임플란트는 Branemark에 의해 도입된 이래 오랫동안 전 부, 부분 무치악 환자의 기능 회복을 위해 사용되어, 장기간의 좋은 결과를 보여 왔다.<sup>1-3)</sup> 하지만 동물 실험과 조직학적 연구 결과 변형된 표면 형태를 가지는 임플란트가 골과 임플란트 사이에 더 나은 기계적 안정성을 부여하고, blood clot을 더 잘 유지하며, 골 치유 과정을 자극 한다고 보고 되었다.<sup>4,6)</sup> 또한 Esposito 등<sup>7)</sup>은 오랜 추적 연구에서 smooth surface 임플란트가 rough surface 임플란트 보다 초기 실패율이 높다고 보고하였다. 따라서 임플란트 표면과 골의 유착을 향상시키기 위해 여러 가지 표면 변형이 연구 되어 왔다.

표면처리 방법에는 coating(titanium plasma spray), abrasion(TiO<sub>2</sub> blasting 또는 soluble/resorbent blasting materials), blasting 및 etching(alumina oxide와 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/HCl), anodizing<sup>8)</sup> 등등 많은 방법이 연구 되고 있다. 특히 Buser<sup>9)</sup>, Park<sup>10)</sup>, Kim<sup>11)</sup> 등 여러 연구자에 의해 현재 상업적으로 많이 사용되는 임플란트 표면처리방법 중 하나인 blast-media에 의한 macro-roughness 부여와 함께 HCl/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 산처리에 의한 micro-roughness 부여가 더 나은 초기 골 반응을 보인다고 제시되었다. 특정 표면 형태가 초기 골 반응이 좋은 이유는

MacDonald 등<sup>12)</sup>과 Rupp 등<sup>13)</sup>에 의해 임플란트 식립 후 초기에 조직액과 반응하여 임플란트 표면에서 분자생물학적인 변화가 일어나는데, 세포 수준에서 sandblast와 산처리에 의해 얻어진 macro, micro-roughness를 가지는 임플란트 표면 변화가 초기 조직액을 더 많이 흡착하여 결과적으로 골 발생 세포들의 이주와 배열을 향상시키기 때문이라고 발표되었다. 하지만 비슷한 거칠기를 가지는 표면 구조라도 표면의 표면 에너지에 의해서 초기 조직액 흡착량에 많은 차이를 보였다. 이런 표면 에너지는 정적 젖음성으로 측정 가능하며<sup>14)</sup>, 표면 에너지는 임플란트 생산 과정 중 마지막 과정 중 하나인 부동태화 과정과 소독 및 멸균 과정에 의해 변화 시킬 수 있다.<sup>15)</sup>

Fibronectin은 세포 부착 단백질이며,<sup>16)</sup> 수술시 환자의 혈액과 접촉하면 임플란트 표면에 흡착되는 단백질이다. Fibronectin을 바른 임플란트는 부분적으로 골아 세포의 부착과 분화를 촉진 시킨다.<sup>17)</sup> 골아 세포 전구체가 이러한 부착 단백질과 결합하여, 부착 매개 기전에 의해 세포 부착을 위한 기질로 작용한다.<sup>18)</sup> 임플란트 표면에서 이러한 단백질의 흡착에는 젖음성과 표면 에너지가 중요한 역할을 한다고 할 수 있다. 따라서 단백질 흡착을 조절하기 위해 임플란트 표면의 물리적 화학적 특성을 변화 시켜 왔다.<sup>19)</sup>

이 연구의 목적은 같은 macro, micro-roughness를 가지는 타이타늄 원판에 4가지 방법의 화학적 처리

와 온도적 변화를 주어, 타이타늄 원판 표면의 변화된 미세 표면 거칠기와 표면 젖음성 차이가 Fibronectin 흡착량과 상관관계가 있는지를 연구하여 임플란트 식립 후 초기 조직 흡착에 적합한 표면 구조 및 성질을 이해하는데 있다.

## II. 연구재료 및 방법

### 1. 연구재료

타이타늄 시편은 지름 10mm 두께 2mm 인 상업용 순수 Titanium Grade IV 재질의 원판제작을 제작하였다.

타이타늄 원판의 표면 처리 방법(Table I)

1. 대조군: SLA(Sandblast with large grit and acid etching)<sup>20)</sup>로 처리 군  
준비된 타이타늄 원판에 50 $\mu$ m Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sandblast 후 HCl acid etching 후 세척 건조 했다.

2. ASTM F86 protocol<sup>21)</sup>에 의한 nitric acid 처리 군  
SLA 처리된 타이타늄 원판에 부가적으로 22.5% (부피비로 20-45% 기준) nitric acid(specific gravity 1.1197에서 1.285)를 hot plate stirrer(corning 420<sup>®</sup>, USA)에 섭씨 50 $^{\circ}$ C에 유지한 후, 25분간 담근 후, 10분간 ultra pure water에 10분 이상 세척했다.

3. 30% peroxide 처리 군  
SLA 처리된 타이타늄 원판에 부가적으로 25%

NH<sub>4</sub>OH(수용액)(DC Chemical Co, Korea)과 30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>(수용액)(Hansol Co, Korea)를 부피비로 1:1.5 섞어서 섭씨 80 $^{\circ}$ C에서 5분간 magnetic 교반기(Corning 420<sup>®</sup>, USA)에서 처리 후, 다시 32% HCl(Wako pure chemical industries, Japan)과 30%H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 부피비로 1:1.5 섞어서 섭씨 80 $^{\circ}$ C에서 추가적으로 5분간 magnetic 교반기(Corning 420<sup>®</sup>, USA)에서 처리했다.<sup>22)</sup>

4. NaOH 처리 군

SLA 처리된 타이타늄 원판에 부가적으로 10M NaOH 수용액(Showa Co, Japan) 에 섭씨 60 $^{\circ}$ C dry oven(Daehanguahak Co, Korea) 24시간 처리했다.<sup>23)</sup>

5. Oxalic acid 처리 군

SLA 처리된 타이타늄 원판에 부가적으로 oxalic acid 15g(Chunbojungmil Co, Korea)을 85g의 증류수에 녹여서 15% oxalic acid 만든 후 dry oven(Daehanguahak Co, Korea)에서 섭씨 80 $^{\circ}$ C로 1시간 처리했다.<sup>24)</sup>

6. 열처리 군

SLA 처리된 타이타늄 원판에 부가적으로 Furnace(Ajeon heating industrial Co, Korea)에 섭씨 600 $^{\circ}$ C에서 sintering(승온조건 2 $^{\circ}$ C/분, 섭씨 600 $^{\circ}$ C 1시간 유지 후 자연 냉각했다).

모든 과정 후 동일하게 섭씨 121 $^{\circ}$ C에서 15분간 autoclave 하고, 30분간 dry oven에서 섭씨 37 $^{\circ}$ C로 건조했다.

**Table I.** Samples and methods of surface treatment

Samples	Methods of surface treatment
SLA(control)	50 $\mu$ m Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> blasted + HCl acid etched treatment
ASTM F86 protocol	SLA + 22.5% nitric acid at 50 $^{\circ}$ C for 3min treatment
30% peroxide	SLA + 30% peroxide at 80 $^{\circ}$ C for 10min treatment
NaOH	SLA + 10M NaOH at 60 $^{\circ}$ C for 24h treatment
Oxalic acid	SLA + 15% Oxalic acid at 80 $^{\circ}$ C for 1h treatment
Heating	SLA + 600 $^{\circ}$ C sintering treatment

## 2. 실험 방법

### 1) 미세 표면 거칠기 측정-Atomic Force Microscopy(AFM)

시편 당  $10 \times 10 \mu\text{m}$  범위에서 임의의 3부분을 CP-II® (Veeco Inc, USA)을 이용 상온에서 측정 실시하며, scan rate는 2 lps, set point는 2.5nN이다. 측정값은 2D parameter인 Ra(average roughness)와 RMS(local root mean square surface roughness)로 나타내어진다. Ra값은 표면의 모든 위치에서 높이에 대한 산술 평균값이며, RMS값은 측정 범위의 끊임없는 높이의 변동폭을 나타낸다.

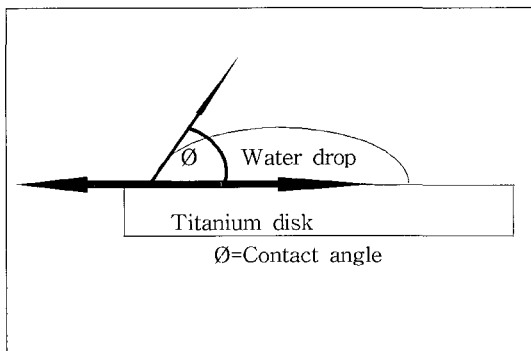
### 2) 표면 젖음성 측정

표면 젖음성 측정은 정적 접촉각 분석 방법을 이용했다.

시편 당 임의의 3부분에  $10 \mu\text{l}$ 의 0.9%염화나트륨 농도의 멸균생리식염수(중외제약, 대한민국)을 micro-syringe(Perfektum®, Popper & Son Inc. Japan)를 이용 5초간 dropping후, 비디오 카메라가 부착된(Nikon Co, Japan) 측정장비(Digidrop®, GBX Scientific Instrument Co, France)를 이용 시편 표면과 이루는 각을 측정했다(Fig. 1).<sup>25)</sup>

### 3) 타이타늄 시편에서 fibronectin 흡착량 측정

각각 3개의 시편에  $0.35 \text{mg/ml}$ 의 human fibronectin (MRTech Co, Korea)을 아래 실험 규약에 따라 적용 후 흡수량을 평가했다.



**Fig. 1.** Sessile drop method  
Contact angles were measured  $\theta$  value.

- (1) 각 시편에  $200 \mu\text{l}$ 의 wash buffer를 첨가, adhesive strip으로 덮어준 다음, 실온에서 최소한 15분 동안 배양했다.
- (2) 각각의 시편에 fibronectin standard와 sample에 동량의 rabbit anti-Human Fibronectin을 첨가하여 희석했다. 이것을 실온에서 10분간 배양했다.
- (3) 각 시편의 용액을 흡입 후, washing buffer로 채워진 plate를 거꾸로 뒤집어 깨끗한 paper towels에 buffer를 털어냈다.
- (4) 각 시편에 sample/standard와 Antibody mixture  $100 \mu\text{l}$ 를 첨가했다. Adhesive strip으로 덮어준 다음, 실온에서 1시간 동안 배양했다.
- (5) 각 시편의 용액을 흡입 하고, Wash buffer로 세척했다. 이 과정을 두 번 더 반복, 모두 3번의 세척 과정을 수행했다. Washing buffer는  $400 \mu\text{l}$ 를 첨가하여 각 Well에 가득 차도록 했다. Washing buffer로 채워진 plate를 거꾸로 뒤집어 깨끗한 paper towels에 buffer를 털어냈다.
- (6) 각 시편에  $100 \mu\text{l}$ 의 Goat anti-Rabbit IgG-HRP Conjugate(QM2)를 첨가하고, adhesive strip으로 덮어준 다음, 실온에서 30분간 배양했다.
- (7) 5번의 과정을 반복했다.
- (8) 각 시편에  $100 \mu\text{l}$ 의 TMB/E substrate를 첨가. adhesive strip으로 덮어준 다음, 실온에서 건조 후 5~10분 동안 배양했다 (각 well의 색깔이 밝은 파란색이 될 때까지).
- (9) 각 시편에  $100 \mu\text{l}$ 의 Stop solution을 첨가, 색깔은 노란색으로 바뀐다.
- (10) 즉시,  $250 \text{nm} \sim 450 \text{nm}$ 파장을 가지는 흡착량을 측정했다.<sup>26)</sup>

## 3. 통계분석

- 1) 미세 표면 거칠기(Ra, RMS 값), 표면 젖음성(정적 접촉각), fibronectin 흡착량: 모든 계측 항목에 대해 평균값과 표준편차를 구했다. 각 실

험군의 측정값이 유의한 차이를 보이는 지는 통계분석프로그램인 SPSS(ver.10.0 SPSS Inc. USA)를 이용 비모수통계 방법인 Kruskal-Wallis Test로  $\alpha=0.05$  수준으로 검증하였다.

- 2) 표면 거칠기(RMS 값)와 표면 젖음성(정적 접촉각), 표면 거칠기(RMS 값)와 fibronectin 흡착량, 표면 젖음성(정적 접촉각)과 fibronectin 흡착량의 연관성을 파악하기 위해 스피어만의 상관관계분석을 실시하였다.

### III. 결 과

#### 1. 미세 표면 거칠기 측정(Atomic forced microscopy)

시편의 거칠기는 대조군(SLA)이 가장 낮은 측정값인 RMS 296nm과 Ra 216nm를 보였고, 30% peroxide 처리 한 것이 RMS값이 599nm와 Ra값

488nm로 가장 컸다. 시편 당 3곳을 측정하였는데 NaOH 시편은 측정치의 변위가 가장 컸다(Table II).

AFM 삼차원 형상은 SLA 처리 표면은 조밀하고 낮은 높낮이를 보였으며, 추가 처리에 의해서 표면이 완만하면서 높은 높낮이를 보였다. 600℃ 열처리 한 표면이 대조군과 가장 비슷한 표면 형상을 보였다.

#### 2. 젖음성 측정

젖음성은 NaOH 처리한 것이 가장 좋았다. 세 번 측정에서 두 번은 접촉각 측정이 불가능 할 정도로 젖음성이 좋았다. 30% peroxide처리 한 것이 109.03°로 가장 젖음성이 나빴다. 그 다음으로 대조군(SLA처리)이 83.10°로 젖음성이 나빴으며, ASTM F86 protocol에 의해 처리 한 것이 78.16°, oxalic acid 처리 한 것이 77.20°으로 비슷한 범위의 젖음성을 보였다(Table III).

**Table II.** RMS and Ra for titanium disks chemically and thermally modified

Samples	RMS (nm)	Ra (nm)
SLA(control)	296±35*	216±30*
ASTM F86 protocol	519±81*	419±61*
30% peroxide	599±99*	488±92*
NaOH	564±17*	407±82*
Oxalic acid	451±20*	400±40*
Heating	419±36*	342±31*

\*Kruskal-Wallis Test of the data demonstrates that differences among treatments are significantly. ( $P<0.05$ )

**Table III.** Static wettability measurements for titanium disks chemically and thermally modified

Samples	Contact angle (°)
SLA(control)	83.10° ± 4.69°*
ASTM F86 protocol	78.16° ± 1.47°*
30% peroxide	109.03° ± 3.29°*
NaOH	2.96° ± 5.13°*
Oxalic acid	77.20° ± 4.25°*
Heating	63.66° ± 2.45°*

\*Kruskal-Wallis Test of the data demonstrates that differences among treatments are significantly. ( $P<0.01$ )

**Table IV.** Amount of adsorbed fibronectin

Samples	Amount of adsorbed (ng/ml)
SLA(control)	108.0±1.0*
ASTM F86 protocol	107.1±1.3*
30% peroxide	91.4±1.6*
NaOH	84.3±2.0*
Oxalic acid	69.30±1.3*
Heating	142.3±1.3*

\*Kruskal-Wallis Test of the data demonstrates that differences among treatments are significantly. ( $P<0.01$ )

**Table V.** The correlation coefficients and significance probability of correlation analysis

	Correlation coefficients	Significance probability
Surface micro-roughness Surface wettability	0.051	0.842
Surface micro-roughness Fibronectin adsorption	0.434	0.072
Surface wettability Fibronectin adsorption	0.042	0.867

### 3. Fibronectin 흡착량

Fibronectin 흡착량은 600℃ 열처리한 군이 평균 142.39 ng/ml로 가장 높았으며, oxalic acid 처리 군이 69.30 ng/ml로 가장 낮았다. 대조군(SLA처리)과 ASTM F86 protocol에 의한 처리 군이 각각 108.06 ng/ml, 107.17 ng/ml로 비슷한 수치 값을 보였다(Table IV).

### 4. 통계분석

표면거칠기(RMS 값)과 표면 젖음성(정적 접촉각), 표면 거칠기(RMS 값)과 fibronectin 흡착량, 표면 젖음성(정적 접촉각)과 fibronectin 흡착량 각각의 상관관계수 분석에서는  $\alpha=0.05$  수준에서 모두 유의성이 없었다(Table V).

### IV. 총괄 및 고안

실험 결과 모든 처리군 간에는 각각의 처리 방식에 따라  $p<0.05$  수준에서 유의한 차이를 보였다. 표면 거칠기는 추가 표면 처리에 의해서 더욱 거칠기가 증가하였다. 열처리 한 것이 가장 적은 거칠기 변화를 보였고, 30% peroxide 처리한 것이 가장 큰 거칠기 값을 보였다. 하지만 가장 작은 거칠기 값을 보인 대조군(SLA)이 평균 296nm로 가장 큰 거칠기 값을 보인 30% peroxide 처리의 평균 599nm 거칠기와 차이가 약 0.3 $\mu$ m 이내로 미세 거칠기 차이만 보였다. 정적 접촉각 측정으로 본 표면 젖음성은 가장 극명한 결과 값을 보여 주었다. NaOH 처리 군은 정적 접촉각 측정이 불가능할 정도의 젖음성을 보인 반면 30% peroxide 처리 군은 109.03°의 측정값을 보였다. 결국 추가 표면 처리가 표면 젖음성 즉 표면에너지 값을 많이 변화시킬 수 있음을 보여 주었다. Fibronectin 흡착량은 열처리 군에서 가장 높았으며, 오히려 아무 추가 처리 하지 않은 대조군(SLA)에서

두 번째로 높은 흡착량을 보였다. 30% peroxide 처리와 NaOH 처리 한 시편은 fibronectin 적용시 fibronectin 희석액에 포함된 phosphate와 NaCl과 sodium에 의해 체액과 접촉 시 일어나는 HCA층이 *in vitro* 상에서도 동일하게 형성되어 fibronectin 흡착을 향상 시킬 것을 예상 하였으나, 실험 결과 이들 시편에서 fibronectin 흡착량이 각각 91.44 ng/ml 와 84.36 ng/ml로 다른 처리 군에 비해 특별한 높은 흡착량 차이를 보이지 못했다.

0.3 $\mu$ m 이내의 미세 표면 거칠기 차이는 표면 젖음성과 상관관계가 없어 보였다. 비슷한 표면 거칠기를 보이는 30% peroxide로 처리한 것과 NaOH로 처리한 시편들의 정적 접촉각이 109.03° 과 2.96° 로 극명한 차이를 보였고, 가장 큰 거칠기 차이를 보였던 대조군(SLA)과 30% peroxide 처리한 것 간의 표면 젖음성 차이가 다른 표면 처리한 것의 표면 젖음성 차이보다 작았기 때문이다. 또한 미세 거칠기 차이와 어떠한 연관성도 없는 fibronectin 흡착량 측정치가 나왔기 때문에 이들 사이의 상관관계도 없어 보였다. 표면 젖음성 측정에서 가장 좋은 젖음성을 보인 NaOH 처리 군의 fibronectin 흡착량은 가장 적은 표면 젖음성을 보인 30% peroxide 처리 군보다도 작은 값을 보였다. 결국 표면 젖음성과 fibronectin 흡착량과의 상관관계도 적은 것 같다. 통계처리에서도 표면 거칠기와 표면 젖음성, 표면 거칠기와 fibronectin 흡착량, 표면 젖음성과 fibronectin 흡착량 사이의 연관성을 검증 결과 유의성이 없었다. 결과적으로 서로간의 연관성이 작았다.

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>로 sandblast 후 산처리(SLA)된 상업용 임플란트는 1997년 임상에 도입되었고,<sup>27)</sup> Martin 등<sup>28)</sup>에 연구에 의하면 titanium plasma-sprayed(TPS) 표면처리 형태 보다 나은 골아세포의 alkaline phosphatase 활성 반응을 보인다고 보고 되었다. Cochran 등<sup>29)</sup>에 의한 전향적 임상 연구 결과 99% 성공률을 보였다고 보고 되어 SLA 표면처리에 대한 유용성이 입증되었다. 지속적인 SLA 표면 처리 방법이 발전을 거듭해 오고 있는데, 계속적이 발전 방향 중 하나가 SLA 처리 후 추가 표면 처리 과정이며, 추가 표면처리 목적이 타이타늄 표면의 부식저항성을 높이려는 부분도 있지만, 대부분 좀 더 나은 골아세포 및 아골아세포의 부착을 향상시켜 빠르고 높은

골유착을 얻으려는 데 있었다. 이러한 골유착 향상을 예측할 수 있는 방법 중 *in vitro*에서 측정 할 수 있는 것이 fibronectin 흡착량 측정이다. Fibronectin 은 세포 부착 기능을 하는 중요한 혈장 단백질이며, 높은 양의 fibronectin 흡착량은 더 많은 골아세포 부착을 유도할 수 있으며, 결국 임플란트 식립 후 초기 골 반응을 촉진시키는 것을 기대할 수 있다. 하지만 본 연구 결과 SLA 처리를 한 상업용 순수 타이타늄 디스크에 추가 화학적, 온도적 처리를 하여 변화된 시편 표면이 fibronectin 흡착량에는 영향을 미치지 못했다.

ASTM F86 protocol에 의한 20-45% nitric acid 로 처리한 부동태화 과정은 세포의 표면 부착을 향상시키기 위한 과정이기 보다는 타이타늄의 부식을 최소화하기 위한 과정이지만<sup>30)</sup> 또한 표면 에너지를 증가시켜 부가적 세포부착 기전을 향상시키는 효과를 기대 할 수 있고, 30% peroxide 처리는 Pan 등<sup>31)</sup>에 의해 타이타늄 표면에 TiO<sub>2</sub>층을 증가 시켜, 인체에 식립 후 체액의 Ca/P과 반응하여 hydroxycarbonated apatite(HCA)층을 만들어서 광물화를 촉진시켜 표면에 아골아세포가 더욱 활동적인 초기 반응을 보인다고 발표되었고, NaOH로 처리도 Lenka 등<sup>23)</sup>의 연구에 의하면 체액과 결합시 Hydroxycarbonated apatite층을 만들어, 이 층에 의해서 골부착 능력이 증가한다고 하였다. 열처리하는 표면 거칠기를 증가시키고, 표면 에너지를 증가시킬 수 있었지만 모든 처리 방법은 fibronectin 흡착량과는 상관관계가 없었다.

각각의 화학적, 온도적 처치가 타이타늄 표면의 물리적 조건도 변화 시키지만 화학적 조건도 변화시키는 것 같다. 표면 에너지의 변화 요인을 알기 위해서는 표면 거칠기 측정과 더불어서 electron spectroscopy for chemical analyses(ESCA)를 이용하여 표면의 화학적 변화도 측정 비교하는 것이 필요할 것 같다.

또한 인체에 식립 되어서 체액과 타이타늄 표면이 반응할 때 생기는 이차 물질이 표면의 특성을 변화시키기 때문에 *in vitro*상에서 측정된 fibronectin 흡착량의 차이가 실제적으로 초기 골아세포의 활성성을 증가시켜 초기 안정성에 기여하는지는 *in vivo* 상의 확인이 필요하겠다.

## V. 결 론

1. SLA 처리된 타이타늄의 추가 표면 처리는 미세 표면 거칠기, 표면 젖음성, fibronectin 흡착량에서 모든 처리 군이 유의한 차이를 보였다( $P < 0.05$ ).
2. 추가 표면 처리된 타이타늄 시편의 미세 표면 거칠기(RMS 값)와 표면 젖음성(정적 접촉각), 미세 표면 거칠기와 fibronectin 흡착량 그리고 표면 젖음성과 fibronectin 흡착량 사이의 상관관계는 없었다( $P > 0.05$ ).
3. *In vitro*상에서 측정된 fibronectin 흡착량의 차이가 실질적으로 인체에서 임플란트 식립 후 초기 골아세포의 활동성을 증가시켜 초기 안정성에 기여하는지는 *in vivo*상의 확인이 필요하겠다.

## 참고문헌

1. Albrechtsson T, Sennerby L. State of the art in oral implant. J Clin Periodontol 1991;18:474-81.
2. Eckert SE, Parein A, Myshin HL, Padilla JL. Validation of dental implant systems through a review of the literature supplied by system manufacturers. J Prosthet Dent 1997;77:271-79.
3. Naert I, Quirynen M, van Steenberghe D, Darius P. A study of 589 consecutive implants supporting complete prostheses. Part II: Prosthetic aspects. J Prosthet Dent 1992;68:946-56.
4. Cordioli G, Majzoub Z, Piattelli A, Scarano A. Removal torque and histomorphometric investigation of 4 different titanium surfaces: an experimental study in the rabbit tibia. Int J Oral Maxillofac implants 2000;15:668-74.
5. Gotfredsen K, Wennerberg A, Johansson C, Skovgaard LT, Hjorting-Hansen E. Anchorage of TiO<sub>2</sub>-blasted, HA-coated, and machined implants: experimental study with rabbit. J Biomed Mater Res 1995;29:1223-31.
6. Gotfredsen K, Berglundh T, Lindhe J. Anchorage of titanium implants with different surface characteristics: an experimental study in rabbits. Clin Implant Dent Relat Res 2000;2:120-28.
7. Esposito M, Hirsch JM, Lekholm U, Thomsen P. Failure patterns of four ossointegrated oral implant systems. J Mater Sci: Mat Med 1997;8:843-47.
8. Sul YT, Johansson CB, Petronis S, Krozer A, Jeong YS, Wennerberg A, Albrechtsson T. Characteristics of the surface oxides on turned and electrochemically oxide thickness, micro-pore configurations, surface roughness, crystal structure and chemical composition. Biomaterials 2002;23:491-501.
9. Buser D, Broggini N, Wieland M, Schenk RK, Denzer AJ, Cochran DL, Hoffmann B, Lussi A, Steinemann SG. Enhanced bone apposition to a chemically modified SLA titanium surface. J Dental Resear 2004; 83:529-33.
10. Park JY, Cynthia H, Gemmell, John E, Davies. Platelet interactions with titanium: modulation of platelet activity by surface topography. Biomaterials 2001;22: 2671-82.
11. Kim JS, Shin SY, Ryu JJ. A study on the stability of 5 different surface treatment methods to dental implant using resonance frequency and histomorphometric analysis. J Kor Acad Prosthodontics 2005;43:78-94.
12. MacDonald DE, Deo N, Markovic B, Stranick M, Somasundaran P. Adsorption and dissolution behavior of human plasma fibronectin on thermally and chemically modified titanium dioxide particles. Biomaterials 2002;23:1269-79.
13. Rupp F, Scheideler D, Rehbein D, Axmann

- J, Geis-Gerstorfer Roughness induced dynamic changes of wettability of acid etched titanium implant modifications. *Biomaterials* 2004;25:1429-38.
14. Taborelli M, Jobin M, Francois P, Vaudaux p, Szmukler-Moncler, Descouts P. Influence of surface treatments developed for oral implants on the physical and biological properties of titanium. *Clin Oral Impl Res* 1997;8:208-16.
  15. Kilpadi DV, Raikar GN, Liu J, Lemons JE, Vohra Y, Grgory JC. Effect of surface treatment on unalloyed titanium implants: Spectroscopic analyses. *J Biomed Mater Researches* 1998;40:646-59.
  16. Dean JW III, Culbertson KC, D' Angelo AM. Fibronectin and Laminin enhance gingival cell attachment to dental implant surfaces in vitro. *Int J Oral Maxillofac implants* 1995;10:721-28.
  17. Schneider G, Burridge K. Formation of focal adhesions by osteoblasts adhering to different substrata. *Experimental Cell Research* 1994;214:264-69.
  18. Kilpadi KL, Chang PL, Bellis SL. Hydroxylapatite binds more serum proteins, purified integrins and osteoblast precursor cells than titanium or steel. *J Biomed Mater Res* 2001;57:258-67.
  19. MacDonald DE, Rapuano BE, Deo N, Stranick M, Boskey AL. Thermal and chemical modification of titanium-aluminum-vanadium implant materials: effect on surface properties, glycoprotein adsorption, and MG63 cell attachment. *Biomaterials* 2004;25:3135-146.
  20. Perrin D, Szmukler-Moncler S, Echikou C, Pointaire P, Bernard JP. Bone response to alteration of surface topography and surface composition of sandblasted and acid etched(SLA) implants. *Clin Oral Impl Res* 2002;13:465-69.
  21. F-86 AS. Standard practice for surface preparation and marking of metallical surgical implant. Annual book of ASTM standards F86-ENG 2001.
  22. Malmsten M. Ellipsometry studies of the effects of surface hydrophobicity on protein adsorption. *Colloids Surf* 1995;3:297-308.
  23. Lenka J, Frank A. Muller, Ales Helebrant, Jakub strnad, Peter Greil. Biomometric apatite formation on chemically treated titanium. *Biomaterials* 2004;25:1187-94.
  24. Iniesta J, González-García J, Fernández J, Montiel V, Aldaz A. On the voltammetric behavior of a platinized titanium surface with respect to the specific hydrogen and anion adsorption and charge transfer process. *J Mat Chem* 1999;9:3141-45.
  25. Lim YJ, Oshida Y. Initial contact angle measurements on variously treated dental/medical titanium materials. *Biomed Mater Eng* 2001;11:325-41.
  26. Hanna KM, Malgorzata NW, Jacek, D, Robert K. Adsorption characteristics of human plasma fibronectin in relationship to cell adhesion. *J Biomed Mater Res* 2002;61:260-9.
  27. Albrechtsson T, Wennerberg A. Oral implant surfaces: part2-review focusing on clinical knowledge of different surfaces. *Int J Prosthodontics* 2004;17:544-63.
  28. Martin JY, Schwartz TW, Hummert DM. Effect of titanium surface roughness on proliferation, differentiation and protein synthesis of human osteoblast-like cell(MG63). *J Biomed Mater Res* 1995;29:389-401.
  29. Cochran DL, Buser D, ten Bruggenkate CM. The use of reduced healing times on ITI implants with a sandblasted and acid etched(SLA) surface:Early results from clin-



- ical trials on ITI SLA implants. Clin Oral Implants Res 2002;12:144-53.
30. Kilpadi DV, Raikar GN, Liu J, Lemons JE, Vohra Y, Gregory JC. Effect of surface treatment on unalloyed titanium implants: Spectroscopic analyses. J Biomed Mater Res 1998;40:646-59.
31. Pan J, Liao H, Leygraf C, Thierry D, Li J. Variation of oxide films on titanium induced by osteoblast-like cell culture and the influence of an H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> pretreatment. J Biomed Mater Res 1998;40:244-56.

---

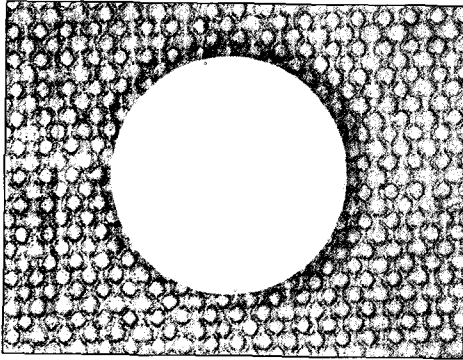
**Reprint request to:**

**Sang-Wan Shin**, D.D.S., M.P.H., Ph.D., MSc.

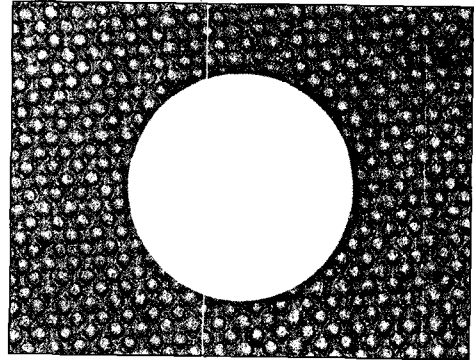
Department of Prosthodontics, Graduate School of Clinical Dentistry, Korea University  
97, Gurodonggil, Guro-Gu, Seoul, 152-703, Korea  
swshin@korea.ac.kr

사진부도 ①

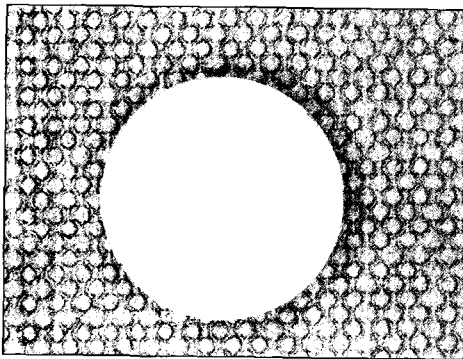
1. 타이타늄 디스크에 추가 표면 처리 후 사진



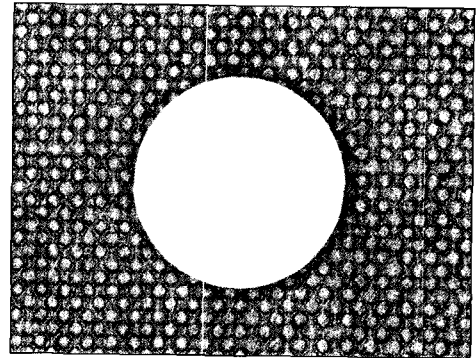
a



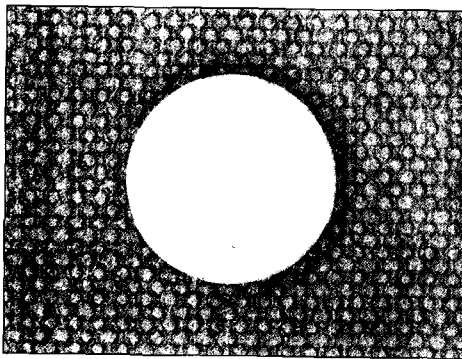
b



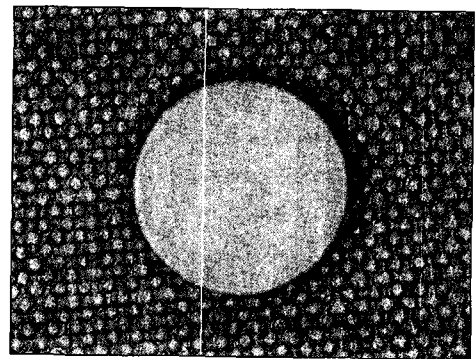
c



d



e



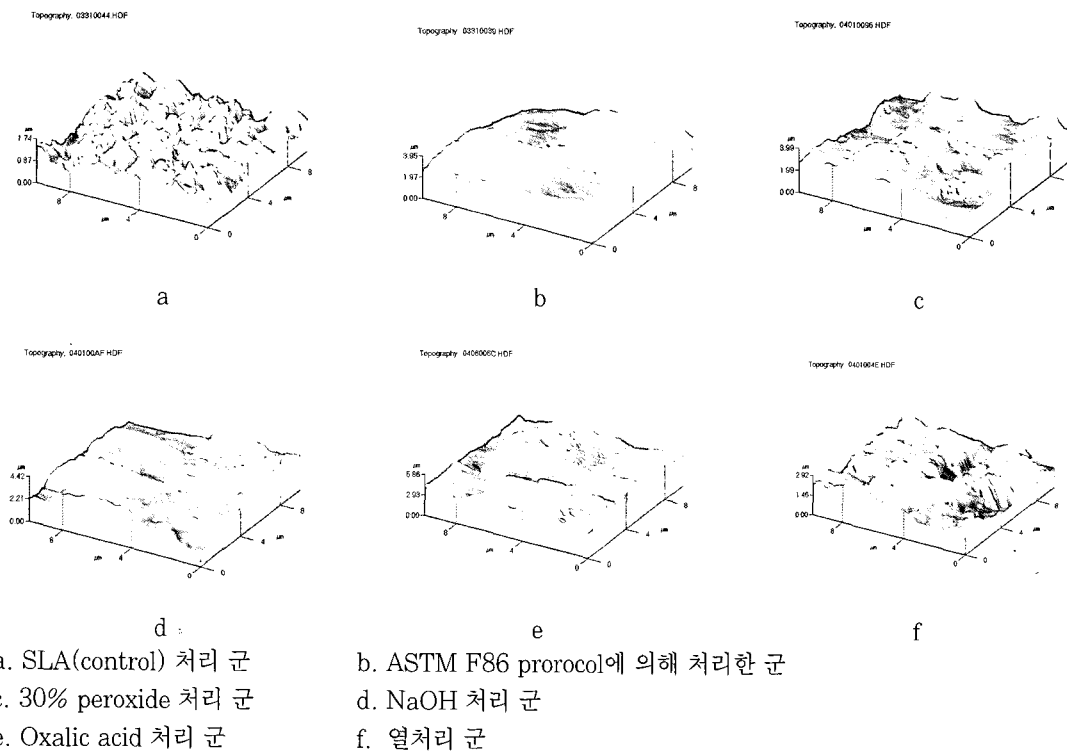
f

- a. SLA(control) 처리 군
- c. 30% peroxide 처리 군
- e. Oxalic acid 처리 군

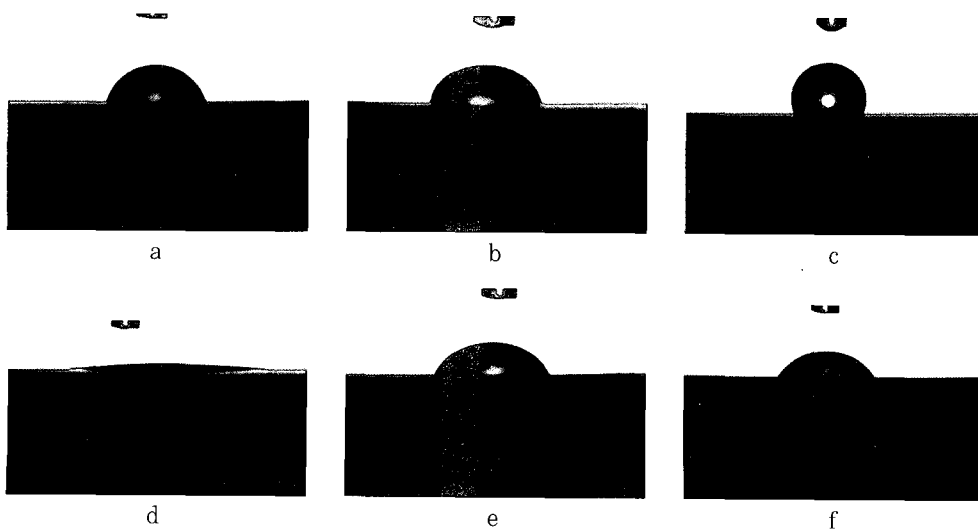
- b. ASTM F86 protocol에 의해 처리한 군
- d. NaOH 처리 군
- f. 열처리 군

## 사진부도 ②

### 2. 타이타늄 시편 미세 표면 거칠기 AFM 3D 사진



### 3. 타이타늄 시편 표면의 정적 접촉각 측정 사진



ABSTRACT

## EFFECTS OF VARIOUS SURFACE TREATMENTS FOR TITANIUM ON SURFACE MICRO ROUGHNESS, STATIC WETTABILITY, FIBRONECTIN ADSORPTION

Hwa-Sub Shin, D.M.D., M.Sc., Young-Su Kim, D.D.S., M.S.D., Ph.D.,  
Sang-Wan Shin, D.D.S., M.P.H., Ph.D., M.Sc.

*Department of Advanced Prosthodontics, Graduate School of Clinical Dentistry, Korea University*

**Purpose:** This study aims to get the fundamental data which is necessary to the development direction of implant surface treatment hereafter, based on the understanding the surface structure and properties of titanium which is suitable for the absorption of initial tissue fluid by researching effects of additional surface treatments for sandblasted with large grit and acid-etched(SLA) titanium on surface micro-roughness, static wettability, fibronectin adsorption

**Materials and Method:** In the Control groups, the commercial pure titanium disks which is 10mm in diameter and 2mm in thickness were treated with HCl after sandblasting with 50 $\mu$ m Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. The experiment groups were made an experiment each by being treated with 1) 22.5% nitric acid according to SLA+ASTM F86 protocol, 2) SLA+30% peroxide, 3) SLA+NaOH, 4) SLA+Oxalic acid, and 5) SLA+600 $^{\circ}$ C heating. In each group, the value of Ra and RMS which are the gauges of surface roughness was measured, surface wettability was measured by analyzing with Sessile drop method, and fibronectin adsorption was measured with immunological assay. The significance of each group was verified by (SPSS, ver.10.0 SPSS Inc.) Kruskal-Wallis Test. ( $\alpha=0.05$ ) And the correlation significance between Surface micro-roughness and surface wettability, surface roughness and fibronectin adsorption, and surface wettability and fibronectin adsorption was tested by Spearman's correlation analysis.

**Result:** All measure groups showed the significant differences in surface micro-roughness, surface wettability, and fibronectin adsorption. ( $p<0.05$ )

There was no significance in correlation among the surface micro-roughness, surface wettability, and fibronectin adsorption. ( $p>0.05$ )

**Conclusion:** Surface micro-roughness and surface wettability rarely affected the absorption of initial tissue fluid on the surface of titanium.

---

**Key words:** Surface treatment, Sandblasted large grit and acid-etched(SLA), Surface micro-roughness, Surface wettability, Fibronectin adsorption, Sessile drop method