Ti 및 TiN코팅이 지대나사의 안정성과 부식특성에 미치는 영향

조선대학교 치과대학 보철학교실

권혁신·정우현·계기성

Effect of Ti and TiN Coating on Stability and Corrosion Characteristics of Abutment Screws

Hyeog-Sin Kweon, D.D.S., M.S.D., Ph.D. Woo-Hyun Jung, D.D.S., M.S.D.
Kee-Sung Kay, D.D.S., M.S.D., Ph.D.

Department of Prosthodontics, School of Dentistry, Chosun University

The purpose of this study was to examine the corrosion characteristics and the stability of each abutment screw according to coating materials. The 16 implant fixtures and the 16 titanium abutment screws of AVANA implant system (Soomin synthesis dental materials Co., Korea) were selected for this study, and the fixtures were 11.5 mm long and 3.75 mm diametric ones with external hexa-structure. Among the abutment screws, 4 screws were coated with Ti, 4 screws were coated with TiN, and 4 screws were coated with Ti/TiN by means of physical vapor deposition method. After that, the surfaces of abutment screws were observed, the unscrewing force of the screws were measured, the corrosion test of the screws was done and the crevice corrosion behaviors of the screws were observed through SEM.

The results were as follows :

1. Before corrosion test, the unscrewing force of each abutment screw according to coating materials was 14.2 Ncm. That is to say, the unscrewing force of a titanium abutment screw, a Ti coated abutment screw and a TiN coated abutment screw was all the same. On the other hand, the unscrewing force of a Ti/TiN coated abutment screw was 13.6 Ncm.
2. After corrosion test, the unscrewing force of a titanium abutment screw was 12.2 Ncm, that of a Ti coated abutment screw was 12.8 Ncm, that of a TiN coated abutment screw was 12.2 Ncm and that of a Ti/TiN coated abutment screw was 13.8 Ncm. Thus the unscrewing force of a Ti/TiN coated abutment screw was the highest among them.
3. As the result of measuring the unscrewing force of the same abutment screw before and after corrosion test, a titanium abutment screw showed significantly lower unscrewing force after corrosion test than before corrosion test ($p<0.05$).
4. The corrosion potential of each abutment screw increased in the order of a titanium abutment screw, a Ti coated abutment screw, a TiN coated abutment screw and a Ti/TiN coated abutment screw. On the other hand, re-passivation of each abutment screw was fast in the same order and the current density of each abutment screw decreased in the same order.
5. The gap between fixture and abutment screw and crevice corrosion decreased in the order of a titanium abutment screw, a Ti coated abutment screw, a TiN coated abutment screw, and a Ti/TiN coated abutment screw. On the other hand, the products of corrosion increased in the same order.

Ti 및 TiN코팅이 지대나사의 안정성과 부식특성에 미치는 영향

조선대학교 치과대학 보철학교실

권혁신·정우현·계기성

Ⅰ. 서 론

자연치아 상실로 인해 발생되는 구강악계의 기능을 회복하기 위한 보철 치료법은 상실된 치아 수와 구강악계의 상태에 따라 고정성 국소의치, 가철성 국소의치, 총의치, 임플란트 등의 치료법이 있다[3]. 이와 같은 치료법중 치과 임플란트는 장기간에 걸친 임상경험과 꾸준한 연구를 통하여 그 우수성이 입증되면서 오늘날에는 치과임상에서 상실된 구강악계의 기능을 회복하는 치료의 한 방법으로 널리 사용되고 있다[4,19,20,23,25,35,36].

치과 임플란트를 이용한 구강악계의 기능회복은 악골에 인공치근을 매식하고, 매식된 인공치근과 주위조직이 골 유착을 이루기 위한 일정한 시간이 요구되며, 이러한 골 유착이 성공적으로 이루어진 임플란트는 자연치아와는 다른 움직임을 보인다.

인공치근과 상부 보철물의 유지방법은 나사 유지 형태(screw-retained type)와 시멘트 고정 형태(cement-retained type)로 분류할 수 있다. 이 중 나사 유지 형태는 짧은 치관에서도 나사에 의해서 유지력을 얻을 수 있고, 유지 보수가 필요하면 언제든지 재 장착이 가능하다는 장점을 갖고 있는 반면에, 시멘트에 의한 오차 보상이 없으므로 보철물의 정확한 적합이 요구되며, 유지나사의 풀림이나 파절이 발생하는 단점이 있다[1,2,7,15,17,18,21,22,24,25,27,29,30,33-36,].

이러한 나사풀림은 부적절한 임플란트의 위치, 부적절한 교합형태와 치관의 외형[33], screw stretch[31], 개인에 따른 조임력 차이, long cantilever contact, 인상이나 주조시 수축, 왜곡 및 각 재료의 팽창계수의 다양성 등에 의한 임플란트와 지대주 사이의 부적합으로 인한 왜력(tension)[18] 등에 의해 발생한다.

지대나사의 풀림에 따른 임상적 문제점으로는 임플란트와 지대주 사이에 치면세균막을 침착시키고, 임플란트 구성성분 및 상부구조의 파절이 발생할 수 있으며 인접 임플란트에 과도한 하중을 초래하여 궁극적으로는 골 유착을 파괴함으로써 임플란트를 실패하게 한다. 따라서 임플란트 지대나사의 풀림을 방지하기 위한 연구가 활발하게 진행되어 왔는데 Carr 등[14]은 나사풀림 방지와 연관하여 나사의 크기, 구성성분의 재질, 회전력(torque), 마찰력, 전하중(preload) 등에 대해 주로 논의하여 왔으며, 임플란트 치료에 있어서 적절한 나사조임에 대한 개념이 점차 중요한 부분으로 인식되어 가고 있다고 하였다. Binon 등[8]은 임플란트 구성성분의 부적합이 빈번한 나사풀림, 만성적인 나사파절 뿐 아니라 치태침착, 불리한 연조직 반응, 골 유착의 상실 등을 가져올 수 있으므로, 구성성분의 정확한 적합이 매우 중요하다 하였다. Burguete 등[12]은 가해진 회전력과 나사에 발생한 전하중과의 관계를 기계 설계학적 원칙에 입각하여 설명하고 지대나사 조임시 적정 회전력의 중요성을 강조하였으며, 임플란트 구성성분간의 부적합이 미치는 영향, 적절한 조임장치(torque device)의 사용에 대해서도 언급하였다. Jörnéus 등[26]은 지대나사의 재료와 설계도 나사연결부의 안정성(screw joint stability)에 영향을 미치는 인자라고 지적하였다. 따라서 지대나사의 표면을 코팅 함으로써 지대나사의 형태나 특성을 변화시킬

* 본 논문은 2000년도 조선대학교 연구비 지원을 받아 작성됨

수 있고, 이를 통하여 지대나사의 안정성을 증가시킬 수 있을 것이다.

코팅이란 물질의 기계적, 물리적 성질을 향상시키기 위하여 특정한 재료를 물질의 표면에 증착시키는 표면처리 기술로 다양한 방법이 이용되고 있다. 현재 사용되고 있는 표면처리 방법은 Physical Vapor Deposition (PVD), Chemical Vapor Deposition (CVD), Ion Beam Enhanced Deposition(IBED) 및 Ion Implantation법 등으로 각종 치과용 소재의 내마모성, 내식성 및 내산화성과 생체 적합성 개선에 널리 사용되고 있다. 특히 Physical Vapor Deposition의 한 방법인 전자빔 진공 증착법은 전자빔을 이용해서 증발한 물질을 기판 위에 퇴적시키는 방법으로 인가전력만 크게 하면 다른 방법으로 할 수 없는 높은 융점의 금속이나 세라믹 또는 화합물 등을 증착시킬 수 있는 장점이 있다[5,9,22].

최근에는 금과 teflon을 이용하여 지대나사를 코팅한 제품들이 생산되어 치과 임플란트 보철수복에 사용되고 있는데, 금은 연성, 전성이 좋고 내식성이 우수하나 강도가 약해 내마모성이 떨어지는 단점이 있고, teflon은 금속과의 결합력이 약한 단점이 있다. 이에 반해 Ti 나 TiN은 내마모성과 내식성이 강하며 금속과의 결합력이 우수한 편이다. 특히 Ti 과 TiN를 같이 사용하여 표면 처리하면 나사와의 적합성을 향상시킬 수 있는 장점이 있다.

따라서 본 연구에서는 국내에서 생산되고 있는 AVANA 임플란트 시스템의 티타늄 지대나사를 전자빔 진공 증착법을 이용하여 Ti과 TiN 및 Ti-TiN으로 코팅하고 지대나사의 풀림 회전력과 표면의 변화, 부식실험을 통한 내식성 및 주사 전자 현미경을 이용한 틈 부식 양상 등을 관찰하여 코팅재료에 따른 지대나사 안정성과 부식특성을 규명하여 그 결과를 보고하는 바이다.

Ⅱ. 연구재료 및 방법

1. 연구재료

1) 시편의 준비

본 연구에 사용된 시편은 국내에서 생산되고 있는 AVANA (Soomin synthesis dental materials Co., Korea) 임플란트 시스템의 길이 11.5mm, 직경 3.75mm의 외 육 구조를 갖는 고정체 16개와 티타늄 지대나사 16개를 선택하였다(Table 1). 선택된 고정체와 지대나사는 각각 4개씩 4군으로 구분하여 지대나사의 표면을 코팅하지 않은 4개는 대조군으로 그리고 나머지 12개는 실험군으로 결정하여 각각 4개씩 Titanium (Ti), Titanium nitride (TiN),Titanium/Titanium nitride(Ti/TiN) 코팅군으로 구분하였다. 각 군의 지대나사는 연구방법에 따라 부식전후 풀림 회전력 측정군과 부식전후 고정체와 지대나사간 틈 관찰 군으로 구분하였다.

2) 회전력 측정기(Torque gauge)

회전력 측정기(Model 9 BTG, Tohnichi Mfg. Co., Japan)는 시계방향으로 돌리며 나사를 일정한 회전력으로 조일 수 있고, 시계 반대방향으로 돌리면서 나사가 풀리는데 필요한 회전력을 측정할 수 있는 기구이다(Fig. 1). 각 시스템에서 제공되는 지대나사용 드라이버를 회전력 측정기에 연결하여 회전력이 전달되도록 하였다.

Table 1. The composition of samples using in this study

Samples	Composition					
Fixture	C 0.010	Fe 0.08	H 0.0014	N 0.010	O 0.16	Grade 2 Titanium
			Ti Bal			
Titanium screw	C 0.022	Fe 0.06	H 0.0013	N 0.008	O 0.13	Grade 3 Titanium
			Ti Bal			



Fig. 1. Torque gauge.

3) 부식액

생체 외 실험을 할 경우에는 실제환경과 유사한 조건을 제공하는 체액을 모방한 전해액의 활용이 중요하다. 치과재료로 이용되는 금속의 부식은 일반적으로 염소이온의 존재 및 활동과 관련이 있고 부동태의 파괴에 관여하는 이온도 신체와 타액에 존재하는 염소 이온이라는 보고가 있다[10,42]. 따라서 본 연구에서는 염소이온을 포함한 부식액으로 자연타액과 성분이 가장 비슷한 인공타액을 사용하였다. 이는 치과용 합금의 부식실험 용액으로 주로 사용되고 있으며 오염방지를 위해 밀폐된 용기속에서 37±1℃의 온도로 신선하게 보관한 후 실험에 사용하였다. 변형인공타액(modified Fusayama's artificial saliva)의 조성은 Table 2 와 같다.

2. 연구방법

1) 지대나사 코팅을 위한 증착공정

선택된 티타늄 지대나사 중 4개는 코팅하지 않고 12개는 다시 4개씩 구분하여 Ti, TiN, Ti/TiN 코팅군으로 구분하였다. 각 실험시편은 전자빔 진공 증착법을 이용하여 10㎛두께로 균일하게 코팅 하였으며(Fig. 2) 이때 사용된 코팅 재료는 Ti와 TiN으로, Ti/TiN 코팅 군은 Ti를 5㎛로 코팅 한 후 그 위에 다시 TiN을 코팅하여 전체 두께가 10㎛가 되도록 처리하였다. 이때 증착 장치는 TT-3 Electron Gun(Telemark Co. USA) 사용하였다. 증착 장치의 기판과 증착 source 사이의 거리가 39.2㎝이므로 12㎝이내의 범위에서 시편을 회전시키면서 코팅을 함으로써 시편지지대의 위치에 따른 두께오차를 ±8% 이내로 최소화하였다. 코팅조건은 텅스텐 필라멘트에서 방출된 열 전자를 4.5KV의 전압으로 가속하고, 방사전류는 Ti의 경우 80mA, TiN의 경우 100mA로 하여 수냉식 구리도가니에 장입된 증발원에 집속하여 증발시켰다. 증착 작업 전에 시편표면은 아르곤 가스 45scm을 유입하여 3×10^{-1}torr의 분압에서 -600V, 100mA로 20분 동안 pre-sputtering 하였다. 시편의 온도는 25℃로 유지되도록 하였으며 진공 챔버내의 최종 압력은 Ti 코팅시 1×10^{-5}torr, TiN 코팅시에는 5×10^{-4}torr의 N_2 분위기 하에서 실험을 수행하였다.

Table 2. Constituents of modified Fusayama's artificial saliva

KCl	0.4gm/l
NaCl	0.4gm/l
$NaH_2PO_4{\cdot}H_20$	0.6gm/l
$Na_2S{\cdot}5H_2O$	0.0016gm/l
Urea	0.5gm/l

2) 풀림 회전력 측정

부식전후의 풀림 회전력을 측정하기 위하여 먼저 부식시키지 않은 시편의 티타늄 지대나사와 Ti, TiN 및 Ti/TiN 으로 코팅 된 지대나사들을 3i 임플란트 시스템의 토크 콘트롤러를 이용하여 각각 20Ncm의 힘으로 조이고 회전력 측정기를 이용하여 풀림 회전력을 측정하였다. 임등[3]의 연구에서 3회째 조일 때 가장 큰 조임력을 나타낸다 하였으므로 각각의 시편에 5회씩 측정하고 3회째 풀림 회전력과 5회의 평균 풀림 회전력을 구하였다. 또한 부식을 시행한 시편의 각 지대나사들을 위와 동일한 방법으로 실험하여 역시 3회째 풀림 회전력과 5회의 평균 풀림 회전력을 구하였다.

각 시편에 대한 풀림 회전력은 회전력 측정기를 시계반대 방향으로 돌려 풀림 회전력을 점차 증가시키면서 지대나사가 처음으로 풀리는 시점(initial unscrewing point)의 값을 기록하였다. 기록된 풀림

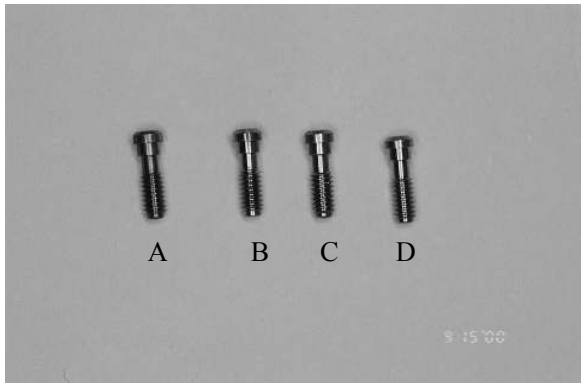


Fig. 2. Abutment screws for this study.
A : Non-coated titanium screw
B : Ti coated titanium screw
C : TiN coated titanium screw
D : Ti/TiN coated titanium screw

회전력을 이용하여 부식전후 동일 지대나사간의 풀림 회전력에 대한 통계적 유의성 검증은 Wilcoxon 테스트를 이용하였다.

3) 시편의 부식특성실험

본 연구에서는 코팅 방법에 따른 내식성을 평가하기 위하여 임플란트 고정체에 표면을 코팅하지 않은 티타늄 지대나사와 Ti, TiN, Ti/TiN으로 코팅 처리한 지대나사를 각각 2 개씩 준비하여 임플란트 고정체에 20Ncm의 회전력으로 결합시켰다. 준비된 시편을 염소이온이 포함된 인공타액에 위치시킨 후, 실험이 시작되기 60분전부터 끝날 때까지 아르곤 가스를 흘려 보내 진공상태에서 실험하였으며 기준전극은 포화 칼로멜 전극(SCE: saturated calomel electrode)을, 보조전극은 고 밀도 탄소전극을, 시험전극은 준비한 시편을 각각 사용하였으며 용액의 온도는 37±1℃가 되도록 유지하였다(Fig. 3).

고정체와 지대나사간 틈 부식에 미치는 코팅효과를 조사하기 위해 CPPT(cyclic potentiodynamic polarization test)방법을 사용하였다. 즉 인공타액에서 150mV/min의 전위주사속도로 -800mV에서 시작하여 1800mV까지 정 방향주사를 행한 후 같은 전위주사속도로 역 방향주사를 1000mV까지 시킨 다음 부동태 영역에서 부식실험을 중지하였을 때의 공식전위 또는 부동태 파괴전위 (pitting potential)와 재 부동태화 정도(repassivation)로 고정체와 지대나사간의 틈 부식을 조사하였고 CPPT가 끝난 시편은 주사전자현미경(Hitachi Co., Japan)을 사용하여 틈의 형상을 관찰하였다.

4) 주사전자 현미경을 이용한 틈 부식양상 관찰

부식에 따른 고정체 내부의 나사산과 지대 나사산 사이의 변화를 관찰하기 위하여 부식시키지 않은 시편들과 틈 부식 실험을 시행한 시편들을 레진 블록에 위치시킨 후 200번부터 1200 번까지의 silicone carbide paper를 이용해 수직 방향으로 절단하였다. 절단된 시편들은 1㎛ Al_2O_3 를 이용하여 최종 연마하였다(Fig. 4). 연마된 시편들의 틈 부식 양상은 주사 전자현미경을 이용하여 관찰하였다.

Ⅲ. 연구성적

1. Ti/TiN의 코팅효과

지대나사에 Ti 와 TiN 및 Ti/TiN의 코팅 효과를 확인하기 위하여 주사 전자현미경을 이용하여 지대나사의 표면을 관찰하였고(Fig. 5-8), X-ray diffractometer (XRD : Rigagu, Japan)와 Energy dispersive x-ray spectroscopy (EDX: Kevex, USA)를 이용하여 코팅된 물질의 결정구조를 확인하였다. 코팅 전후 지대나사를 XRD를 사용하여 조사한 결과 TiN이 코팅된 경우는 각각의 시편 표면에서 TiN 피크가 2Θ값이 37°, 43°, 62°, 74°에서 관찰되었으며, PVD방법으로 형성시킨 TiN 코팅층은 가장 낮은 표면에너지를 갖는 TiN (111)이 우선 방위로 성장하였다. 또한 EDX 분석에서도 TiN이 코팅된 경우는 TiN이 많이 검출되어 코팅이 잘 이루어졌음을 알 수 있었다(Fig. 9).

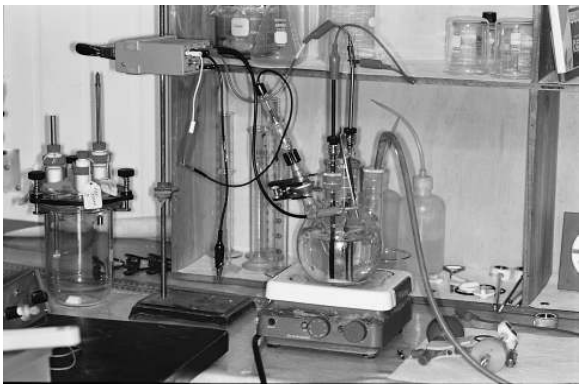
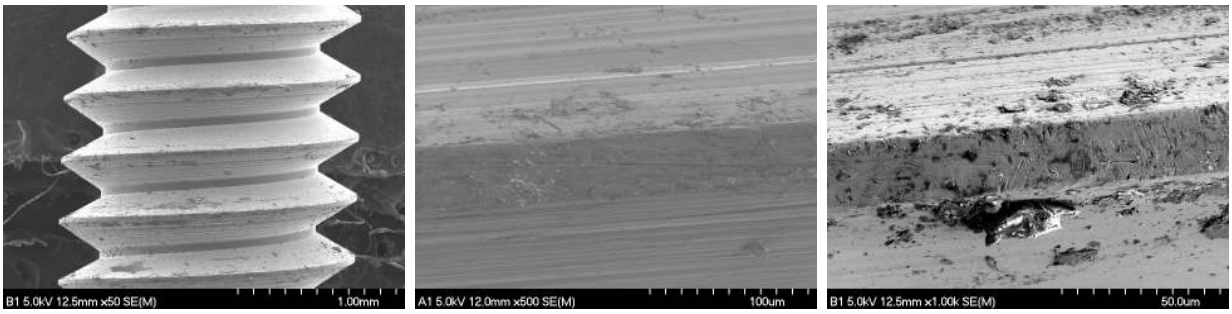


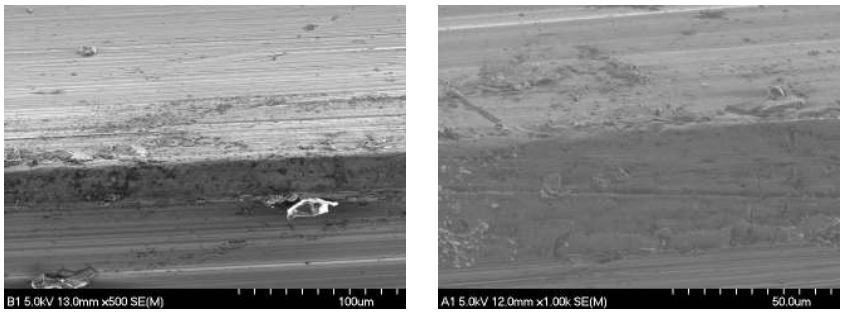
Fig. 3. Corrosion cell.



Fig. 4. Samples which were cross- sectioned and polished.



A B C

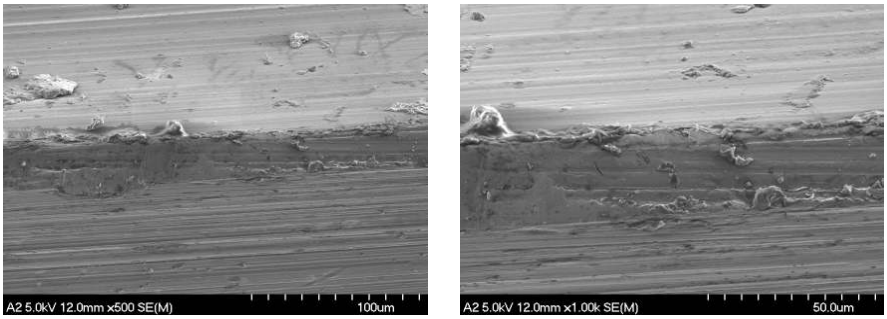


D E

Fig. 5. Non-coated titanium screw.

A : Before tightening X50 B : Before tightening X500

C : Before tightening X1000 D : After tightening X500 E : After tightening X1000



A B

Fig. 6. Ti coated titanium screw.

A : After tightening X500 B : After tightening X1000

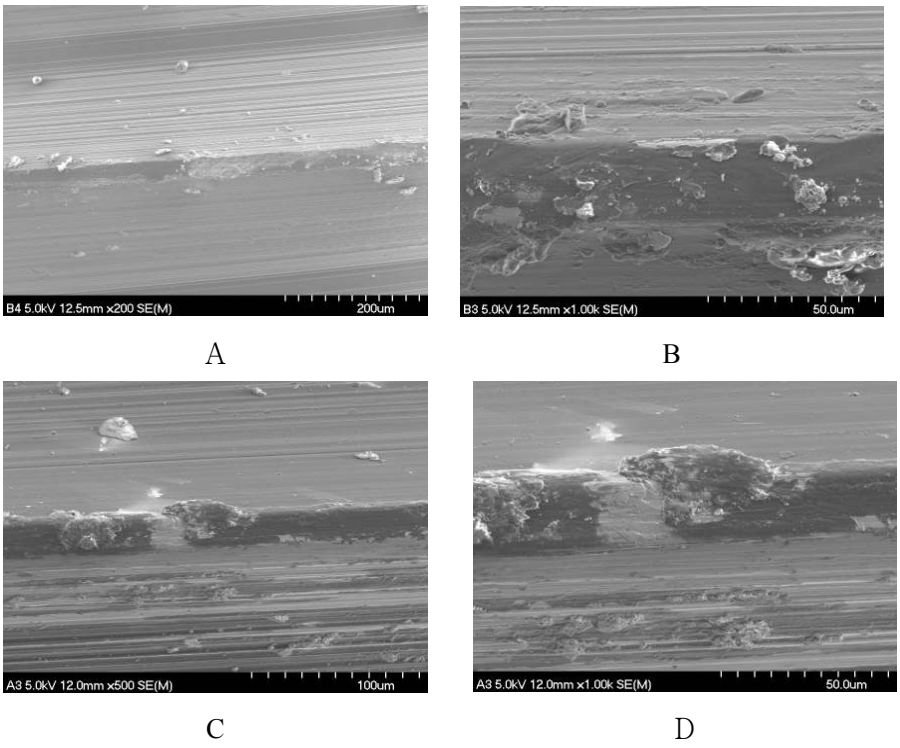


Fig. 7. TiN coated titanium screw.
A : Before tightening X200 B : Before tightening X1000
C : After tightening X500 D : After tightening X1000

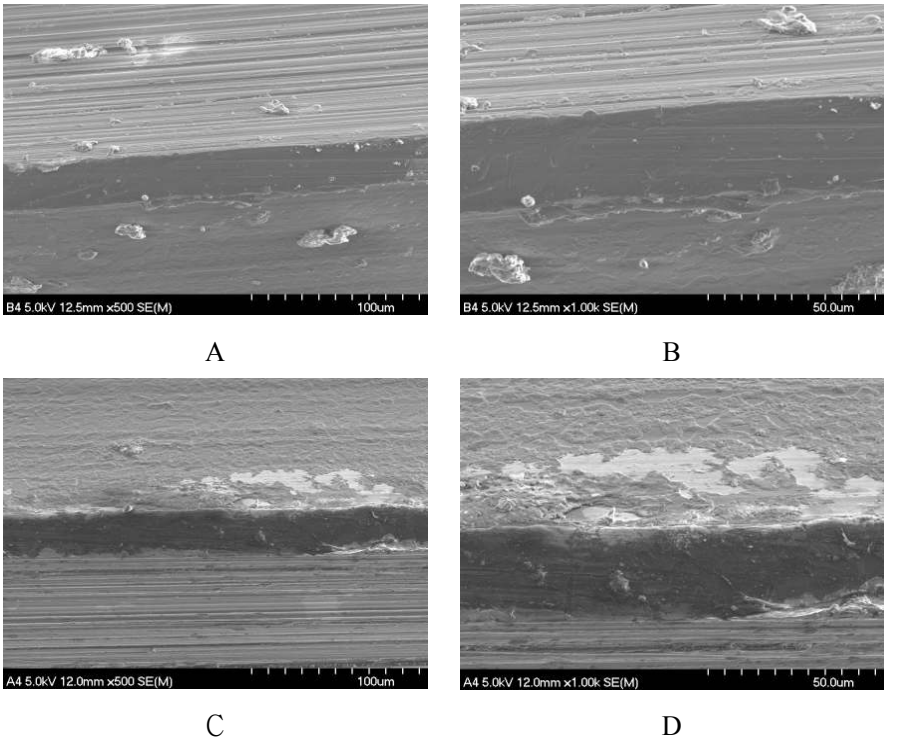
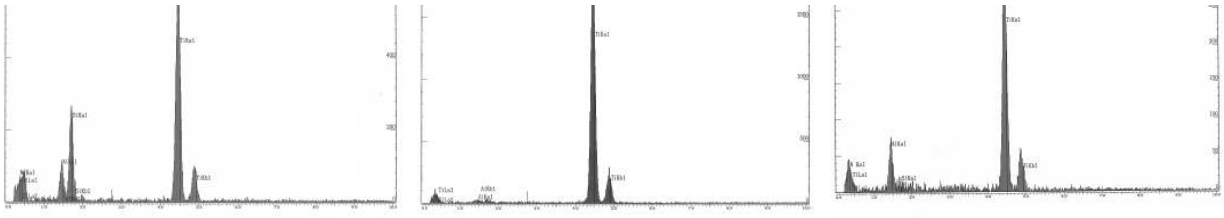


Fig. 8. Ti/TiN coated titanium screw.
A : Before tightening X500 B : Before tightening X1000
C : After tightening X500 D : After tightening X1000



A B C

Fig. 9. The result of EDX analysis.
A : Ti coated titanium screw B : TiN coated titanium screw C : Ti/TiN coated titanium screw

2. 지대나사의 풀림 회전력

표면을 코팅하지 않은 티타늄 지대나사와 Ti, TiN, Ti/TiN으로 코팅한 지대나사를 3i 임플란트 시스템의 토크 콘트롤러를 이용하여 각각의 고정체에 20Ncm의 힘으로 조인 후 회전력 측정기를 이용하여 각 지대나사의 풀림 회전력을 5회씩 측정하였다. 티타늄 지대나사와 Ti로 표면을 코팅한 지대나사는 3회와 5회에 15Ncm의 풀림 회전력을 보여 반복체결 횟수에 따른 지대나사 풀림 회전력이 3회와 5회에 가장 크게 나타났다. 반면에 TiN으로 코팅한 지대나사는 2회와 4회에 15Ncm로 가장 큰 풀림 회전력을 보였고, Ti/TiN으로 코팅한 지대나사는 3회째 16Ncm의 풀림 회전력을 보여 역시 3회에 가장 큰 풀림 회전력을 보였다. 측정된 각 지대나사의 풀림 회전력 값을 평균한 결과 티타늄 지대나사, Ti 코팅 지대나사, TiN으로 코팅한 지대나사는 14.2 Ncm로 동일한 값을 나타내었고, Ti/TiN으로 코팅한 지대나사는 13.6Ncm의 풀림 회전력을 보였다(Table 3).

또한 부식을 시행한 시편들을 회전력 측정기를 이용하여 각 지대나사의 풀림 회전력을 측정한 결과 티타늄 지대나사는 12.2Ncm, Ti로 표면을 코팅한 지대나사는 12.8Ncm, TiN으로 코팅한 지대나사는 12.2Ncm의 풀림 회전력을 나타냈고, Ti-TiN으로 코팅한 지대나사는 13.8Ncm 가장 큰 풀림 회전력을 보였다. 반복체결횟수에 따른 지대나사의 풀림 회전력은 모든 지대나사에서 3회째 가장 큰 풀림 회전력을 나타냈다(Table 4).

부식전후 동일 지대나사간의 풀림 회전력은 코팅하지 않은 지대나사는 부식 전 14.2 Ncm의 풀림 회전력을 보인 반면 부식 후에는 12.2Ncm의 풀림 회전력을 보여 부식 후 유의성 있게 더 작은 풀림 회전력을 보였다($P<0.05$). Ti로 코팅된 지대나사의 경우에는 부식 전 14.2 Ncm의 풀림 회전력을 보인 반면 부식 후에는 12.8Ncm의 풀림 회전력을 보여 부식 후 더 작은 풀림 회전력을 보였으나 통계적 유의성은 없었다. TiN과 Ti/TiN으로 코팅된 지대나사의 경우에는 부식 전 각각 14.2 Ncm와 13.6Ncm의 풀림

Table 3. Unscrewing force of abutment screws before corrosion test (Unit : Ncm)

Samples \ Times	1	2	3	4	5	Average
Non-coated screw	14	14	15	13	15	14.2
Ti coated screw	14	13	15	14	15	14.2
TiN coated screw	14	15	13	15	14	14.2
Ti/TiN coated screw	13	13	16	13	13	13.6
Average	13.75	13.75	14.75	13.75	14.25	14.05

Table 4. Unscrewing force of abutment screws after corrosion test (Unit : Ncm)

Samples \ Times	1	2	3	4	5	Average
Non-coating screw	13	12	14	11	11	12.2
Ti coating screw	14	12	15	12	11	12.8
TiN coating screw	14	14	14	12	12	12.2
Ti/TiN coating screw	13	15	16	13	12	13.8
Average	13.5	13.25	14.75	12	11.5	12.75

회전력을 보인 반면 부식 후에는 12.2Ncm, 13.8Ncm의 풀림 회전력을 보여 TiN으로 코팅된 지대나사는 부식 후 더 작은 풀림 회전력을 보였으나 통계적 유의성은 없었고 Ti/TiN으로 코팅된 지대나사는 부식 전후 유사한 풀림 회전력을 보였다(Table 5).

3. 내식성 평가

본 연구에서는 코팅과 관련한 각 지대나사의 내식성이 평가되었는데 먼저 지대나사 표면을 코팅하지 않은 티타늄 지대나사의 경우 부식전위가 -481mV를 나타내고 TiO_2피막이 활성태 영역을 지나지 않고 바로 부동태화를 이루었다. 또한 형성된 부동태 피막은 1500mV근처에서 파괴되는 양상을 보였고 틈 부식정도를 나타내는 값은 1981mV를 나타내었다. 800mV에서 전류밀도는 1.5×10^{-4}A/㎠을 나타냈고 부식 전류밀도는 79μA/㎠로 나타났다(Fig. 10).

Ti를 코팅한 지대나사의 경우 부식전위가 -382mV를 나타내어 코팅하지 않은 티타늄 지대나사에 비하여 100mV정도 증가한 양상을 보였고 TiO_2피막이 활성태 영역을 지나지 않고 바로 부동태화를 이루었다. 형성된 부동태 피막은 1650mV근처에서 파괴되는 양상을 보였고, 틈 부식정도는 2030mV를 나타내어 틈 부식이 크게 향상된 경향을 보임을 알 수 있었다. 전류밀도는 전 영역에서 코팅하지 않은 경우에 비하여 감소된 양상을 보였는데 800mV에서 전류밀도는 1.3×10^{-4}A/㎠로 감소되었다. 부식이 발생되는 전류밀도는 15.53μA/㎠로 지대나사 표면을 코팅하지 않은 티타늄 지대나사에 비하여 내식성이 증가하였음을 확인할 수 있었다(Fig. 11).

Table 5. Result of Wilcoxon test

	MR			
	Non-coated screw	Ti coated screw	TiN coated screw	Ti/TiN coated screw
Before corrosion	11.06	11.06	11.06	7.20
After corrosion	5.70	11.30	12.20	12.80
Asymp.Sig (P)	0.042*	0.066	0.273	0.686

* : P<0.05

지대나사 표면에 TiN을 코팅한 경우 부식전위가 -470mV를 나타내어 코팅하지 않은 티타늄 지대나사에 비하여 부식전위가 높지만 Ti를 코팅한 지대나사에 비해서는 높게 나타났다. 부동태 피막은 1800mV 근처에서도 파괴되지 않았으며 재 부동태화를 시켰을 때도 안정된 부동태를 형성함을 알 수 있었다. 틈 부식정도는 공식전위가 나타나지 않음으로써 틈 부식 저항이 크게 증가된 경향을 보임을 알 수 있었다. 또한 800mV에서 전류밀도는 2.0×10^{-4}A/㎠으로 Ti를 코팅한 경우와 거의 차이가 없이 나타났다(Fig. 12).

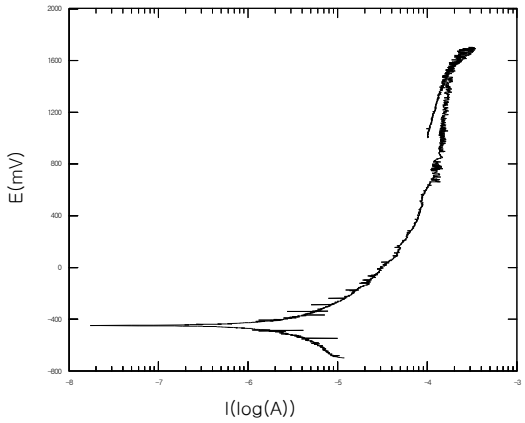


Fig. 10. The polarization curves of fixture combined with non-coated screw.

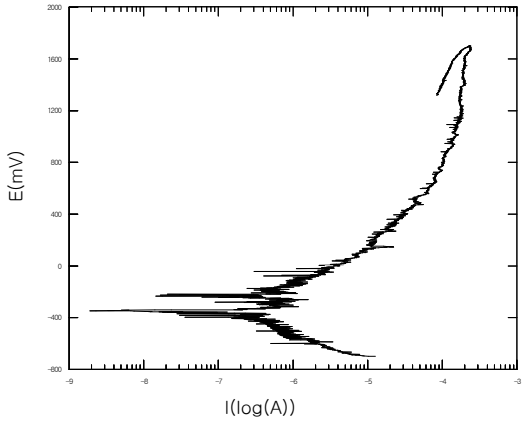


Fig. 11. The polarization curves of fixture combined with Ti coated screw.

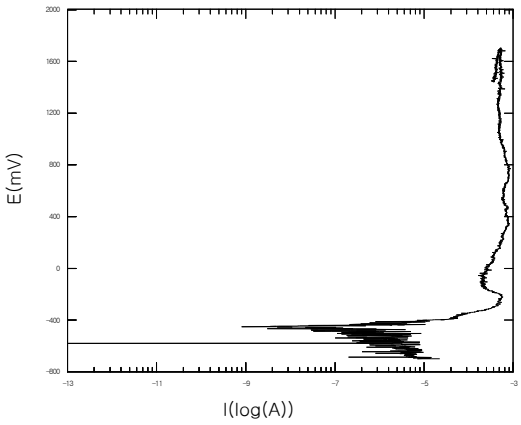


Fig. 12. The polarization curves of fixture combined with TiN coated screw.

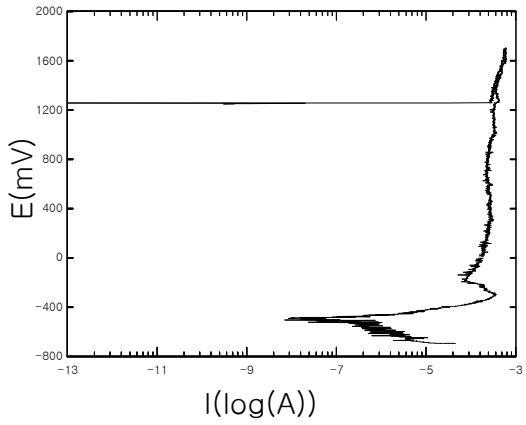


Fig. 13. The polarization curves of fixture combined with Ti/TiN coated screw.

Ti를 먼저 코팅하고 TiN을 그 위에 코팅한 지대나사의 경우에는 부식전위가 -468mV로 Ti를 코팅한 경우에 비해서 높게 나타났으며 TiN을 코팅한 지대나사와 동일한 부동태 영역을 형성하고 있었다. 부동태 피막의 파괴는 발생되지 않으며 따라서 틈 부식도 거의 나타나지 않음을 알 수 있었다. 800mV를 택하여 전류밀도를 비교한 결과 7.0×10^{-5}A/㎠으로 크게 감소하여 Ti/TiN코팅의 경우가 가장 전류밀도가 낮은 부동태 영역을 나타냄을 보여 내식성이 크게 증가됨을 확인할 수 있었다. 또한 전류 밀도도 8.092μA/㎠로 크게 감소함을 알 수 있었다 (Table 5, Fig. 13).

4. 틈 부식양상 관찰

틈 부식양상을 관찰한 결과 코팅되지 않은 티타늄 지대나사는 고정체와 지대나사 사이에 약 150㎛의 불규칙한 틈을 보였으며, Ti를 코팅한 지대나사의 경우에는 약 100μm 범위의 틈을 보여 코팅하지 않은 지대나사에 비하여 더 작은 틈을 보였으며 다량의 부식생성물이 관찰되었다. TiN을 코팅한 지대나사의 경우 틈은 Ti를 코팅한 지대나사의 경우와 유사하나 틈의 간격이 줄어들고 부식생성물의 형성량이 증가되어 있었으며, Ti를 먼저 코팅한 후 TiN을 코팅한 지대나사의 경우 고정체와 지대나사 사이의 틈이 크게 감소한 양상을 보였다(Fig. 14).

Ⅳ. 총괄 및 고찰

임플란트의 임상적 효율성이 입증되고 우수한 장기적 예후에 대한 보고가 증가함에 따라 임플란트를 이용한 각종 보철치료가 널리 이용되고 있다. 그러나 임플란트 보철물이 저작시 발생하는 교합력을 적절히 지지할 수 있도록 생역학적으로 설계되었음

Table 5. Values of potentiodynamic polarization curves resulted from electrochemical corrosion

Samples	Ecorr(V)	Icorr(μA/㎠)	Pitting po-tential(mV)	|Epit-Ecorr| (mV)	Current density at 800mV (A/㎠)
Non-Coated	-0.481	79.87	1500	1981	1.5×10-4
Ti-Coated	-0.382	15.53	1650	2030	1.3×10-4
TiN-Coated	-0.470	17.55	N.D	N.D(∞)	2.0×10-4
Ti/TiN-Coated	-0.468	8.092	N.D	N.D(∞)	7.0×10-5

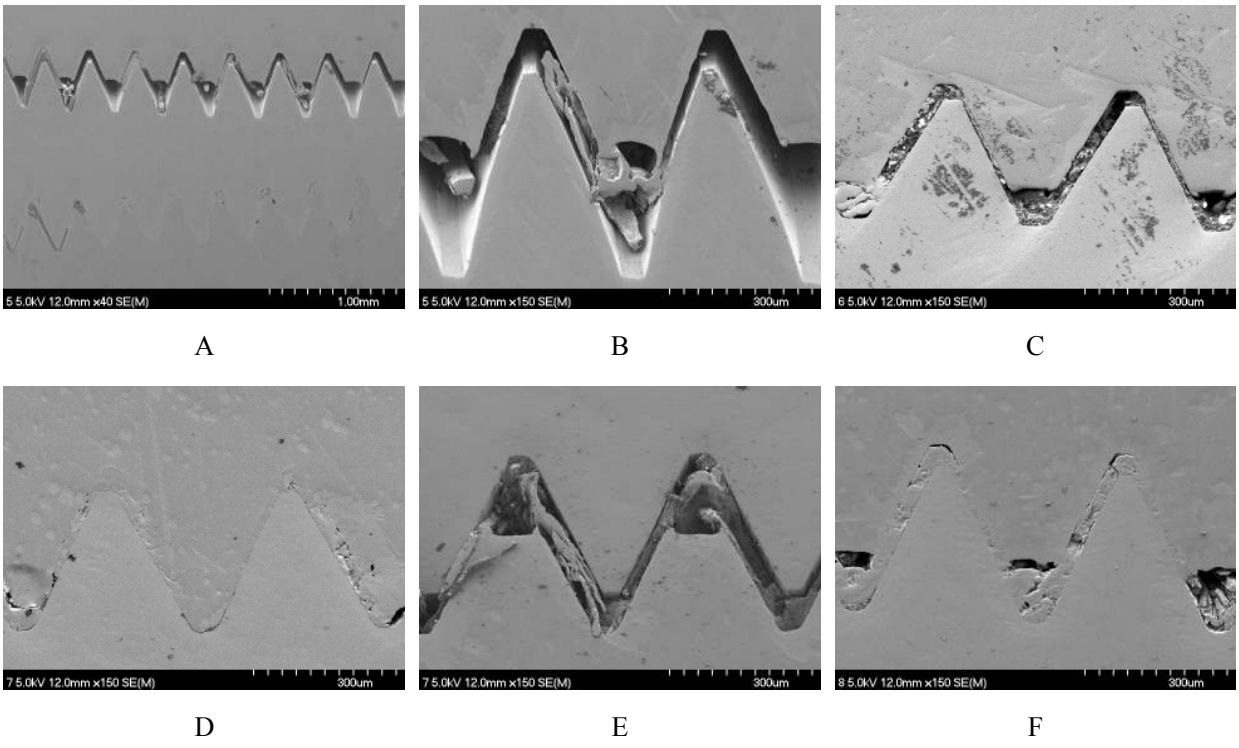


Fig. 14. The crevice corrosion of fixture combined abutment screws after corrosion test.
A : Non-coated screw × 40 B : Non-coated screw × 150 C : Ti-coated screw X 150
D : TiN-coated screw X 150 E : TiN-coated screw X 150 F : Ti/TiN-coated screw X 150

에도 불구하고 지대나사의 풀림은 임플란트 보철의 실패 유형으로 임상에서 빈번하게 발생된다[40].

따라서 지대나사의 안정성을 향상시키기 위한 노력이 꾸준히 진행되어 왔는데 이와 같은 노력의 일환으로 최근에는 지대나사 표면을 코팅함으로써 나사 구성성분을 변화시키거나 고정체와 지대나사간의 틈을 최소화하여 지대나사의 안정성을 증가시키려는 시도가 있어왔다. 즉 금이나 teflon를 이용하여 지대나사 표면을 코팅 처리한 제품들이 생산되어 치과 임플란트 보철에 이용되고 있는데, 금은 연성, 전성이 좋고 내식성이 우수하나 강도가 약해 내마모성이 떨어지는 단점이 있고 teflon은 금속과의 접착력이 약한 단점이 있다. 반면에 티타늄은 우수한 기계적 성질과 내식성을 가지고 있어 현재 치과용 재료로 많이 사용되고 있는데 최근에는 내식성과 내마모성을 더욱 증가시키기 위하여 전이금속의 화합물인 TiN을 보호피막으로 코팅하는 연구가 진행중이다.

TiN은 격자구조와 4.235Å의 격자상수를 가지며 2000Hv 이상의 경도와 우수한 화학적 안정성으로 내식성이나 내마모성을 필요로 하는 재료를 코팅하는데 널리 이용되고 있다. TiN 박막의 기계적 성질은 코팅층의 표면이나 계면특성에 의해 크게 영향을 받으므로 이러한 결함을 억제하는 것이 중요하다. Damaschek등[16]은 금속에 질화층을 형성시킨 후 TiN을 코팅하여 이 질화층이 TiN 코팅층의 내마모성에 미치는 영향을 조사한 결과 질화층을 형성시키지 않은 경우보다 우수한 내마모성을 갖는다고 하였으나 현재까지의 연구자들[32]에 따르면 코팅층의 높은 경도와 인성 및 금속-박막층간의 우수한 접착력을 얻기 위해서는 금속과 표면층 사이에 Ti중간층을 형성시키는 것이 가장 좋은 방법이라고 알려져 있다. 이와 같은 연구결과를 바탕으로 본 연구에서는 Ti와 TiN을 지대나사 표면 코팅재료로 선택하여 새로운 형태의 임플란트 지대나사를 개발해보고자 하였다.

TiN 코팅은 주로 CVD(chemical vapor deposition) 법에 의해 수행되어왔으나 CVD법은 반응가스에

의한 오염과 600℃이상의 고온처리 과정에서 재료의 변형을 일으킬 수 있으므로 현재는 주로 PVD법이나 이온 도금법을 이용하여 증착한다. 특히 전자빔을 이용한 Electron Beam-PVD 증착은 다른 PVD 방법에 비하여 고 진공에서의 작업이므로 순수한 박막을 얻을 수 있고 공정변수가 적은 장점이 있다. 따라서 본 연구에서는 지대나사에 EB-PVD법을 이용하여 표면에 Ti, TiN 단층박막과 Ti/TiN 이중층을 형성시킨 후 지대나사의 풀림 회전력과 부식특성 등을 평가하여 Ti, TiN 코팅이 임플란트 지대나사의 안정성과 부식특성에 미치는 영향을 조사하였다.

코팅 전후의 지대나사 표면에 코팅된 물질의 결정구조를 XRD와 EDX를 사용하여 조사한 결과 TiN이 코팅된 경우는 각각의 시편 표면에서 TiN 피크가 2Θ값이 37°, 43°, 62°, 74°에서 관찰되었으며 일반적으로 PVD방법으로 형성시킨 TiN 코팅층은 가장 낮은 표면에너지를 갖는 TiN (111)이 우선방위로 성장하였다. 이와 같은 결과는 Knight등[28]의 연구에서도 알 수 있듯이 증착공정 중 기판온도, 증착속도 등이 핵 생성과 성장에 영향을 주어 발생된 것으로 생각된다. 또한 TiN, Ti/TiN의 피크가 약간의 차이를 나타내는데 단층박막에서는 주로 TiN (111) 피크가 발달하며 TiN (200)과 TiN (220)의 피크도 관찰됨으로써 그 방향으로 성장하는 것을 알 수 있었는데, Bauer등[6]의 연구에 따르면 이 방향의 결정조직이 더 균일하고 치밀한 것으로 보고되고 있다. 이와 같이 Ti는 TiN 박막의 결정구조를 개선하여 코팅 층의 경도와 내마모성을 향상시킬 뿐만 아니라 Takadoun등[41]에 의하면 TiN으로부터 N의 확산과 Ti가 산소나 탄소 같은 계면 오염물질을 용해시켜 TiO2나 TiC를 형성하여 접착성을 향상시키는 것으로 알려져 있다.

Ti/TiN 코팅에 따른 지대나사의 풀림 회전력은 코팅하지 않은 티타늄 지대나사, Ti 코팅 지대나사, TiN으로 코팅한 지대나사는 14.2 Ncm로 동일한 값을 나타내었고, Ti-TiN으로 코팅한 지대나사는 13.6Ncm의 풀림 회전력을 보여 코팅에 따른 지대나사간의 풀림 회전력간에는 특별한 차이를 보이지 않았다. 이와 같은 결과는 각 지대나사의 코팅에 따른 안정성을 상호 비교하기 위하여 모든 지대나사를 20Ncm의 힘으로 조이고 풀어 그 값을 평균한 결과로 구강내 조건과 동일한 반복적인 하중 하에서 발생할 수 있는 부식과 관련한 지대나사의 안정성과는 다소 차이가 있을 수 있을 것으로 사료된다. 따라서 향후 일정한 하중 하에서 부식과 관련한 지대나사의 안정성에 대한 연구가 더 진행되어야 할 것이다.

부식을 시행한 시편들의 경우 티타늄 지대나사는 12.2Ncm, Ti로 표면을 코팅한 지대나사는 12.8Ncm, TiN으로 코팅한 지대나사는 12.2Ncm의 풀림 회전력을 나타냈고, Ti/TiN으로 코팅한 지대나사는 13.8Ncm 가장 큰 풀림 회전력을 보였다. 이와 같은 결과는 부식특성과 연관하여 볼 때 지대나사 표면을 Ti/TiN으로 코팅한 경우 내식성을 향상시킬 수 있으며 이는 지대나사의 안정에 기여한다고 사료된다. 또한 부식전후 동일 지대나사간의 풀림 회전력은 코팅되지 않은 지대나사의 경우에서만 부식 후 유의성 있게 더 작은 풀림 회전력을 보였고 Ti나 TiN을 이용하여 지대나사 표면을 코팅한 다른 지대나사에서는 부식전후 통계적 유의성을 보이지 않아 Ti, TiN의 코팅이 내식성을 향상시킴을 알 수 있었다.

Ti나 TiN 코팅에 따른 내식성을 평가한 결과 지대나사 표면을 코팅하지 않은 티타늄 지대나사의 경우 부식전위가 -481mV를 나타냈고 TiO_2피막이 활성태 영역을 지나지 않고 바로 부동태화를 이룸을 알 수 있었다. 이때 형성된 부동태 피막은 1500mV근처에서 파괴되는 양상을 보였고, 재 부동태화를 시켰을 때도 재 부동태화가 바로 이루어졌다. 틈 부식정도를 나타내는 값은 1981mV를 나타냈고 800mV에서 전류밀도를 보면 1.5×10^{-4}A/㎠을 나타냈고 부식전류밀도가 79μA/㎠으로 나타났다.

반면에 Ti를 지대나사 표면에 코팅한 경우에는 부식전위가 -382mV를 나타내어 코팅하지 않은 경우에 비하여 100mV정도 증가한 경향을 보였다. 이는 표면에 Ti가 코팅됨으로써 산화피막을 형성한 결과이며 코팅효과로 인하여 고정체와 지대나사간의 틈 간격이 줄어들었기 때문으로 생각된다. 이경우도 TiO_2피막이 활성태 영역을 지나지 않고 바로 부동태화를 이루며 전류밀도가 전 영역에서 코팅되지 않은 경우에 비하여 감소된 양상을 보였다. 부동태피막은 1650mV근처에서 파괴되는 양상이고 재 부동태화를 시켰을 때 재 부동태화가 두껍게 형성

됨을 예측할 수 있다. 이는 재 부동태화 곡선이 Fig. 7에 비하여 왼쪽으로 크게 이동한 형태를 보이는데서 알 수 있다. 틈 부식 정도는 2030mV를 나타내어 틈 부식이 크게 향상된 경향을 보임을 알 수 있었다. 또한 800mV에서 전류밀도를 보면 1.3×10^{-4}A/㎠로 감소되어 내식성이 증가되었음을 알 수 있었다. 부식이 발생되는 전류밀도는 코팅하지 않은 지대나사가 79μA/㎠인데 반하여 15.53μA/㎠로 크게 감소하여 내식성이 증가하였음을 확인할 수 있었다.

TiN을 코팅한 경우에는 부식전위가 -470mV를 나타내어 코팅하지 않은 경우에 비해서는 부식전위가 높지만 Ti만을 코팅한 경우에 비해서는 낮게 나타났다. 그러나 부동태 피막을 형성하는 영역에서는 분극의 거동이 Ti가 나타내는 양상과 달리 나타나고 있는데 이는 전기화학반응에 매우 안정적인 표면을 형성함으로써 부동태 피막을 높은 전위에서도 유지할 수 있는 형태를 보였다. 즉 TiN은 고밀도의 피막이며 원자간의 결합강도가 높아 전기 화학적으로 불안정한 상태를 제공하지 않는 장점이 있다. 또한 TiN 피막중에 함유된 질소는 염소용액에서 용출되어 $N + 6OH^- \rightarrow NO_3^- + 3H_2O + 5e^-$과 같이 반응할 때 NO_3^-가 피막의 표면에서 양이온을 선택하는 층을 형성함으로써[37] 염소이온의 침투를 저지시키는 효과에 의하여 내식성이 향상되는 것으로 생각되고 둘째는 질화된 질소가 수용액에 용출(dissolution)되어 다량의 NH_4^+이온이 형성됨으로서 염소에 의한 침식(attack)을 억제하는 중화제(neutralizer)로 작용하였기 때문에[38] 이와 같은 곡선의 거동을 보인 것으로 생각된다. 따라서 부동태 피막의 파괴는 1800mV까지 나타나지 않아 코팅되지 않은 티타늄 지대나사와 Ti를 코팅한 지대나사에 비하여 안정된 부동태를 형성함을 알 수 있었다. 틈 부식 정도는 공식전위가 나타나지 않음으로써 틈 부식 저항이 크게 증가된 경향을 보임을 알 수 있었다. 또한 800mV에서 전류밀도는 2.0×10^{-4}A/㎠으로 Ti를 코팅한 경우와 거의 차이가 없음을 알 수 있었다.

Ti를 먼저 코팅하고 TiN을 그 위에 코팅한 경우 부식전위가 -468mV로 감소하여 Ti만을 코팅한 경우에 비해서는 낮게 나타났으나 TiN을 코팅한 지대나사와 동일한 부동태 영역을 형성하고 있었다. Ti/TiN을 코팅할 경우 Ti를 하부에 코팅한 후 TiN을 그 위에 코팅함으로써 코팅막의 밀착도가 증가하게 된다[13]. 또한 이와 같은 이중 코팅은 코팅과정 중에 미세균열이 표면에 발생하였다고 할지라도 하부의 Ti가 이를 보호하여 줌으로써 내식성을 크게 향상시킬 수 있다. 따라서 분극의 거동도 왼쪽으로 많이 움직여 있는 양상임을 알 수 있었다. 이와 함께 TiN을 코팅한 지대나사에서 고찰한 질소에 의한 부식방지 이온의 형성으로 내식성의 증가가 동시에 나타나는 효과를 얻을 수 있었다. 부동태 피막의 파괴는 TiN이 코팅된 경우와 같이 발생되지 않으며 따라서 틈 부식도 거의 나타나지 않음을 알 수 있었다. 800mV를 택하여 전류밀도를 비교한 결과 7.0×10^{-5}A/㎠로 크게 감소하여 Ti/TiN을 코팅한 지대나사가 내식성이 가장 크게 향상됨을 확인할 수 있었다. 부식전위와 같이 부식전류밀도도 8.092μA/㎠로 크게 감소하였다.

틈 부식양상을 관찰한 결과 코팅되지 않은 티타늄 지대나사는 고정체와 지대나사 사이에 약 150㎛의 불규칙한 틈을 보이며 이러한 틈 내로 용액이 침투한 경우 빠른 속도로 틈에서 부식이 발생되게 되며 이는 앞의 분극곡선 결과와 잘 일치하여 틈의 존재부위에서 부식이 일어난 것으로 생각된다. 이러한 틈은 염소에 의하여 쉽게 침식을 받게되며 그 결과 초기에 형성된 부동태 피막을 파괴하게되어 앞에서 관찰한 높은 전류밀도를 나타는 것과 일치하는 결과를 보였다. 확대한 부위에서는 부식생성물로 보이는 것들이 관찰되는데 이러한 것들은 염소와 티타늄이 $Ti + 2NaCl + 2H_2O \rightarrow TiCl_2 + 2NaOH + 2H$ 반응으로[39] $TiCl_2$를 표면에 형성하여 생성된 것으로 생각된다.

Ti를 코팅한 지대나사의 경우 고정체와 지대나사 사이에 약 100μm의 범위의 틈을 보여 코팅하지 않은 지대나사에 비하여 더 작은 틈을 보였는데 이는 10μm정도에 불과한 코팅막의 효과로 보기는 어렵지만 다른 밀착부위의 틈을 줄이는데는 기여하였을 것으로 생각된다. 여기서는 다량의 부식생성물이 관찰되는데 이는 Ti가 용액속에서 TiO나 Ti2O3를 형성하였을 것이고[11], 또한 $TiCl_2$를 표면에 형성한 결과로 생각된다. 이들 부식생성물은 틈 부식을 감소시키며 내식성을 증가시키는 역할을 한다.

TiN을 코팅한 지대나사의 경우 틈은 Ti를 코팅한 지대나사의 경우와 유사하나 틈의 간격이 줄어들고 부식생성물의 형성량이 증가되어 있었다. 이러한

결과는 TiN이 용액속에서 TiCl2를 형성하고 또한 TiN 피막중에 함유된 질소가 염소이온과 반응하여 NO_3^- 및 NH_4^+이온 등을 함유한 부식생성물을 형성한 결과로 생각된다. 이와 같은 부식생성물로 인하여 틈 부식이 크게 감소한 것으로 생각된다.

Ti를 먼저 코팅한 후 TiN을 코팅한 지대나사의 경우 고정체와 지대나사 사이의 틈이 크게 감소하여 모든 지대나사 중 틈 부식이 가장 적게 발생하여 다른 결과들과 일치하였다.

V. 결 론

AVANA 임플란트 시스템의 티타늄 지대나사에 전자빔 진공 증착법을 이용하여 Ti과 TiN 및 Ti-TiN을 코팅하고 코팅에 따른 지대나사의 안정성을 평가하기 위하여 부식전후 지대나사의 풀림 회전력과 표면의 변화, 부식실험을 통한 내식성 및 주사 전자현미경을 이용한 틈 부식 양상 등을 관찰한 결과 아래와 같은 결과를 얻었다.

1. 부식 전 코팅재료에 따른 각 지대나사의 풀림 회전력은 티타늄 지대나사, Ti 코팅 지대나사, TiN 코팅 지대나사는 14.2 Ncm로 동일한 값을 나타내었고, Ti/TiN으로 코팅 처리한 지대나사는 13.6Ncm의 풀림 회전력을 보였다.
2. 부식 후 코팅재료에 따른 각 지대나사의 풀림 회전력은 티타늄 지대나사는 12.2Ncm Ti 코팅 지대나사는 12.8Ncm, TiN 코팅 지대나사는 12.2Ncm, Ti/TiN 코팅 지대나사는 13.8Ncm로 Ti/TiN 코팅 지대나사가 가장 큰 풀림 회전력을 나타냈다.
3. 동일 지대나사에서 부식전후 풀림 회전력은 티타늄 지대나사의 경우에서만 부식 후 유의성 있게 더 작은 풀림 회전력을 보였고($P<0.05$) 다른 지대나사에서는 부식전후 통계적 유의성을 보이지 않아 Ti, TiN의 코팅이 내식성을 향상시킴을 알 수 있었다.
4. 부식전위는 티타늄 지대나사, Ti 코팅 지대나사, TiN 코팅지대나사 및 Ti/TiN 코팅지대나사 순서로 증가되었고, 재 부동태화는 동일한 순서로 빠르게 진행되었으며 전류밀도는 동일한 순서로 감소되었다.
5. 고정체와 지대나사간 틈과 틈 부식정도는 티타늄 지대나사, Ti 코팅 지대나사, TiN 및 Ti/TiN코팅 지대나사 순서로 감소되는 경향을 보였으며 부식생성물의 형성은 동일한 순서로 증가되었다.

이상의 결과로 임플란트 지대나사의 표면에 Ti와 TiN을 코팅함으로써 내식성을 향상시켜 지대나사의 안정성을 증가시킬 수 있을 것으로 사료되며 향후 하중 등을 고려한 지속적인 연구가 더 필요하리라 생각된다.

참 고 문 헌

1. 강윤모, 임주환, 조인호. “치과 임플랜트지대나사의 풀림현상에 관한 연구”. 『대한치과 보철학회지』, *34*:1, 1 ~ 14, 1996.
2. 이원주, 임주환, 조인호. “조임 회전력에 따른 치과 임플랜트 지대나사의 응력에 관한 연구”.『대한치과 보철학회지』, *36*: 5, 721-737, 1998.
3. 임재빈, 임순호, 조인호.“임플랜트 보철물의 나사구멍 봉쇄방법이 지대나사 풀림에 미치는 영향에 관한 연구” 『대한치과 보철학회지』, *35*:4, 767-780, 1997
4. Albrektsson, T., Zarb, G., Worthington, P., Eriksson, A.R. : “The long term efficiency of currently used dental implants : A review and proposed criteria of success”, *Int. J. Oral Maxillofac. Implants, 1*:1-25, 1986.
5. Bauer, A.D., : “Corrosion behaviour of monocrystalline titanium nitride”, Surface and Coating technology, *91*, 208-214, 1997.
6. Bauer, A.D., M. Herranen, H. Ljungcrantz, J. O. Carlsson, J. E. Sundgren : Surf. Coat. Technol., *91,* 208-214, 1997.
7. Binon, P, : “Screw joints, components, and other intimate relationships”, *J Prosthet Dent 72* : 625-641, 1994.
8. Binon, P., Weir, D., Watanabe, L., Walker, L. : “Implant component compatibility”. In Laney, W.R., Tolman, T.E(eds), [Proceedings of the 2nd international congress on tissue integration in oral, orthopedic and maxillofacial reconstruction 23-27 Sep. 1990, Mayo medical center, Rochester, Minnesota.] Chicago, Quintessence, 1992.
9. Bromark, M., Larsson, M., Hedenqvist, P. Hogmark S. : “Wear of PVD Ti/TiN multilayer Coatings”, Surface and Coating technology, *90*, 217-223, 1997.
10. Brown, S. A ., Merit K : “Electrochemical corrosion in

saliva and serum" , *J Biomed , Mater. Res., 14* : 173-175, 1980.

11. Bull, S.J., Chalker, P.R., Ayres, C.F.,Rickerby, D.S., Material Science Technology, A139 71-85, 1991.
12. Burguete, R.L., Johns, R.B., Patterso, E.A. : "Tightening characteristics for srewed joints in the osseointegrated dental implants", *J. Prosthet. Dent., 71*:592-599, 1994.
13. Burnett, P. J., Rickerby, D. S. : Thin Solid Films, 148(1987)41
14. Carr, A.B., Larsen. E., Papazolou, E., Toth, B., McGlumphy, B. : "Reverse torque of various screw design implants in babbons", *J. Dent. Res., 73*(IADR Abstracts) No. 804, 1994.
15. Craig, R. G. : Restorative Dental Materials : Mosby-Year Book, St. Louis, *54*, 1993.
16. Damaschek, R., Leroux Strydom, I. and Bergmann,H.W. : Surf. Eng., *13* 128-132, 1997.
17. Dixon, D. L., Breeding L. C., Mckay, M. L. : "Comparison of screw loosening, rotation, and deflection among three implant designs", *J Prosthet Dent 74* : 270-288, 1995.
18. Edmund, C., Fred, A. : "Preventing loosening of implant abutment screws", *J. Prosthet. Dent., 75* : 566-579, 1996.
19. Ekfeldt, A., Carlsson, G.E. Börjesson, G. : "Clinical evaluation of the single-tooth restorations supported by osseontegrated implant : A retrospective study", *Int. J. Oral Maxillofac. Implants, 9*: 179-183, 1994.
20. English, C.E. : "Implant-supported versus implant-natural tooth supported fixed partial dentures", Dental Symposia, *1*:10-15, 1993.
21. Galante, J. : "Stress-free prosthesis : a goal in implant dentistry", J. *Prosthet. Dent., 72* : 632-647, 1994.
22. Haas, R., Mensdorff, P. N., Mailth, G., Watzek, G. : "Branemark single tooth implants : a preliminary report of 76 implants", J. *Prosthet. Dent., 73* : 274-291, 1995.
23. Jemt, T. : "Osseointegrated implants for single tooth replacement : a 1-year report from a multicenter prospective study", Int. J. Oral *Maxillofac. Implants*, *6*:29-42, 1991.
24. Jemt, T., Laney, W. R., Harris, D., Henry, P. J., Krogh, P., Polizzi, G. : "Osseointegrated implants for single tooth replacement : A 1-year report from a multicenter prospective study", Int. J. Oral *Maxillofac Implants 6* : 29-40, 1991.
25. Jemt, T., Linden, B., Lekhlm, U. : "Failures and complications in 127 consecutively placed fixed partial prostheses supported by Brånemark implants : From prosthetic treatment to first annual checkup", *Int. J. Oral Maxillofac. Implants, 7*:185-194, 1990.
26. Jörnéus, L., Jemt, T., Carlsson, L. : "Loads and designs of screw joints for single crowns supported by osseointegrated implants", Int. *J. Oral Maxillofac. Implants*, *7*:353-359, 1992.
27. Kallus, T., Bressing, C., Odont, D. : "Loose gold screws frequently occur in full-arch fixed prostheses supported by osseointegrated implants after 5 years", *Int. J. Oral Maxillofac. Implants, 9*:169- 178, 1994.
28. Knight, J. C., Page, T. F.: Thin Solid Films, 193/194 431-441,1990.
29. Landt, Richard : "Preload loss and vibration loosening. SPS technology", Jenkintown, Pa., 1979.
30. Laney, W. R., Jemt, T., Harris, D., Henry, P. J., Krogh, P. H., Polizzi, G., Zarb, G. A., Hermann, I. : "Osseointegrated implants for single-tooth replacement : progress report from a multicenter prospective stydy after 3 years", *Int. J. Oral Maxillofac Implants 9* : 49-61, 1994.
31. Lazza, R. J. : "Criteria for implant selection : surgical and prosthetic consideration", Pract Perio Aesthet Dent *6*:55-70, 1994.
32. Matthews, A. Lekow, A.R.: "Problems in the physical vapour deposition of titanium nitride", Thin solid films, *126*, 283-291, 1985.
33. Mcglumphy, E. : "Keeping implant screws tight", *J. Prosthet. Dent., 72* : 628-642, 1994.
34. Mcglumphy, E. : "Keeping implant screws tight : the solution", *J. Dent. Symp., 1* : 20-32, 1993.
35. Misch, C.E. : "Contemporary implant dentistry", Mosby-Year Book, Inc, St. Louis, 1993.
36. Naert, I., Quirynen, M., van Steenberghe, D., Darius, P. : "Six-year prosthodontic study of 509 consecutive inserted implants for the treatment of partial edentulism", *J. Prosthet. Dent., 67*:236-245, 1992.
37. Newman, R.C., Shahrabi, T., Corros. Sci., 27840, 1987.
38. Newman, R.C. and Ajjawi, M.A.A., Corros. Sci., 26 1072, 1986.
39. Pourbaix M : "Atlas of electrochemical Equilibria in Aqueous solutions", Pergamon Press, 206, 1966.
40. Rangert, B., Jemt, T., Jorneus, T. : "Forces and moments on Branemark implants", Int. J. Oral Maxillofac Implants *4* : 242-252, 1989.
41. Takadoun,J.Bennami, H. H. : Surf. Coat. Technol., 96 272-282, 1997.

42.Van Order , A.C.: "Corrosive response of the interface tissue to 316 L stainless steel, titanium- based alloys and cobalt-based alloys", In; Mckinney RV, Lemons MA,: PSG publishing . 1-25 , 1985.

43. Wicks, R. A., de Rijk, W. G., Windler, A. S. : "An Evaluation of fit in osseointegrated implant components using torque/turn analysis"., *J. Prosthodont 3* : 206-214, 1994.