

치과용 Ni-Ti파일의 표면특성에 미치는 ta-C코팅효과

박순균² · 최한철^{1,†}

¹조선대학교치과대학, 광주시동구 조선대길 146 2

²주비피시, 전남순천시해룡면율촌산단1로 19-49

(2023년 10월 24일 접수, 2023년 10월 25일 수정, 2023년 10월 25일 채택)

Effects of ta-C Coatings on Surface Characteristics of Dental Ni-Ti Files

Sun-Kyun Park² and Han-Cheol Choe^{1,†}

¹Department of Dental Materials, College of Dentistry, Chosun University, Gwangju 61452, Korea

²BPC Co, 19-49, Yulchonsandan 1-ro, Haeryong-myeon, Suncheon-si, Jeollanam-do, Republic of Korea

(Received October 24, 2023; Revised October 25, 2023; Accepted October 25, 2023)

Dental Ni-Ti files must ensure stability and resistance to fatigue fracture. DLC and ta-C were coated to remove defects on the surface and ensure stability, and the surface characteristics were investigated. When coated with DLC, it was black, and in case of ta-C coating, it was blue-black. Scratches, which are defects caused by mechanical processing, were formed on the surface of the un-coated Ni-Ti file from the end of the file along the direction of processing, with the Pro-file appearing in the vertical direction and the K-file appearing in the file direction. Scratches were reduced on the coated surface, and the surface roughness was greatly reduced after coating compared to before coating. The un-coated Ni-Ti file had the lowest hardness, the DLC-coated file had the highest hardness, and ta-C showed relatively high hardness. The elastic modulus of the DLC coating film was high, and the ta-C elastic modulus was low. The adhesion of the DLC coating film tended to be higher than that of ta-C, and the wear loss amount of DLC coating of ta-C was lower. The corrosion potential of the ta-C coating increased significantly, and the corrosion current density decreased.

Keywords: Ni-Ti file, DLC, ta-C, Corrosion resistance, Mechanical properties

1. 서론

치과에서 사용되는 근관치료용 파일은 스테인리스강을 이용한 것과 Ni-Ti합금을 이용한 경우로 나뉜다. 이러한 파일은 근관치료 시 근관형성에 사용되며 근관계 내의 모든 내용물을 제거하여 근관의 형태를 확보하는데 이용되고 있다 [1]. 이 합금은 초탄성특성을 이용한 것이며 탄성영역에서 오스테나이트와 마르텐사이트상이 서로 상변화를 하여 탄성을 얻는 효과 [2]이며 이를 이용하여 만족된 신경치료를 적용하고 있다. 또한 Ni-Ti합금은 초탄성, 형상기억, 부식 저항성 및 우수한 생체친화성을 지니고 있다. 그러나, 기 보고한 논문 [3]에서도 설명하였듯이 근관의 형태는 복잡 다양하며 만족된 경우 회전에 의하여 반복하중이 적용됨으로써 피로파절을

야기한다. 이러한 문제는 오래전부터 제기되었으며 많은 연구자들이 이를 개선하기 위하여 소재를 개발하거나 표면처리를 통하여 이를 개선하는 연구를 수행하고 있다 [4,5]. Ni-Ti 파일을 이용한 피로파절에 대한 연구에서는 파일의 직경이나 경사도 (taper), 단면 형태, 회전속도, 및 표면결함 등이 파절에 영향을 미치며 사용하지 않은 Ni-Ti파일을 구부려 응력을 가한 상태에서 주사전자현미경으로 관찰하면 기계가공 과정에서 발생한 균열, 미세 결함, 굽힘 자국 및 불균질성 등이 발견된다 [2]. 이러한 파일의 변형이나 파절을 예방하기 위하여 토크 설정이 되는 엔진이 개발되었으며 토크조절엔진을 사용할 경우 설정된 토크에서 저항이 느껴질 때 근관 내에서 파일이 정지하거나 역회전하도록 고안되어 있기 때문에 파일이 근관에 끼이거나 변형, 파절되는 상태를 개선할 수 있으나 토크 조절이 안 되는 엔진으로 사용하면 파일은 삭제능의 조절이 어렵기 때문에 기구의 끼임, 변

[†]Corresponding author: hcchoe@chosun.ac.kr

박순균: 연구소장, 최한철: 교수

형, 파절이 증가하는 경향 [6] 이 있으며 토크 조절이 되면 기구의 삭제기능이 감소하고 근단부로의 진행이 좀 더 어려울 수 있다. 현재까지 파일의 디자인을 다양하게 고안하여 파일의 변형이나 파절을 예방하고 삭제기능을 조절하려는 시도가 있었지만 보다 근본적인 파절의 원인은 표면에서의 기계적인 가공에 의한 파일의 표면에 형성된 미세흔적 [2] 이라고 할 수 있다. 특히 균열의 발생은 표면의 형태에 따라 의존하는데 기계적인 가공이나 표면결함에 의하여 피로수명이 결정된다. 일반적으로 파일의 가공은 기계적인 가공으로 이루어지며 그때 발생하는 스크래치가 치명적인 파절의 결과를 유발하게 된다. 즉 파일 축의 수직방향과 수평방향으로 스크래치가 존재한 경우 파절수명이 달라지게 되고 최근에는 이러한 가공방법을 이용하여 스크래치가 수평으로 존재하게 제조하여 피로수명을 개선하고 있다 [7,8]. 따라서 본 연구에서는 표면결함을 최소화하고 기구의 회전응력 하에서 피로파절저항성을 향상시키기 위하여 가공방법이 다른 파일을 선택하여 건식도금방법인 아크이온 플레이팅(arc-ion plating)방법으로 DLC와 ta-C (tetrahedral amorphous carbon)막을 코팅하여 표면특성을 조사하였다.

2. 연구방법

Diamond-like carbon (DLC)와 tetrahedral amorphous carbon (ta-C) 코팅처리를 위하여 기 판매되고 있는 Profile와 K-file 2종류를 이용하여 DLC와 ta-C코팅을 행하였다. 먼저, DLC코팅처리는 치과용 파일 몸체의 두께 50 nm가 에칭되게 하는 이온 에칭 단계를 수행하였다. 이때, 상기 이온 에칭 단계는 기판 전압 2.0 kV, 50 sccm의 Ar가스 유입 후, 100~150 mA 전류를 인가하여 40분 동안 반응시켰다. 그 다음, 이온 에칭된 치과용 파일 표면에 8 A, 20 sccm의 C_6H_6 가스 유입 후, 8분 동안 반응시켜, Ti의 버퍼 층을 50 nm의 두께로 형성하였다. 이후, 상온에서 아크 전류 100 A, 300 V, 5분 동안 1차 코팅시킨 후, 상온에서 아크 전류 100 A, 150 V, 5분 동안 2차 코팅시켰으며, 이어 상온에서 아크 전류 100 A, 30 V, 30분 동안 3차 코팅시킴으로써, 버퍼 층의 표면에 DLC코팅층을 1 μ m의 두께로 형성하였다. 코팅시 챔버온도는 25 $^{\circ}$ C로 유지하였다.

ta-C코팅처리는 filtered arc deposition공정을 이용하여 ta-C 박막을 제조하였다. ta-C 코팅공정조건은 시편을 초음파와 아세톤을 이용하여 깨끗하게 세척하여 시편을 준비하였고 기본진공도를 1×10^{-3} Torr로 하였다. 기판 온도는 상온으로 하였고 Arc 전류를 100 A, 기판 Bias 전압을 300 V(10분) \rightarrow 30분 냉각 \rightarrow 150 V(10분) \rightarrow

30분 냉각 \rightarrow 30 V (70분)으로 변화시켰다. 코팅시간은 총 90분, 코팅두께를 2 μ m로 하였다.

코팅표면은 FE-SEM (field-emission scanning electron microscope: Hitachi 4800, Japan)을 이용하여 관찰하였다. 또한, EDS (energy X-ray dispersion spectroscopy: Hitachi 4800, Japan)를 이용하여 성분을 관찰하였다. 각 조건 별 코팅에 따른 기계적 특성을 측정하기 위해 마이크로 비커스 경도기를 사용하여 먼저 코팅 전의 경도를 측정 후 DLC와 ta-C로 코팅된 시편을 측정하였다. 경도 측정의 경우 980.7 mN의 하중으로 5회에 걸쳐 비커스경도기 (HVM-2, Shimadzu, Japan)를 사용하여 측정하였다. 표면거칠기의 경우, 표면거칠기측정기 (SV-402, Mitutoyo, Japan)를 이용하여 코팅 전의 시편과 DLC 및 ta-C로 코팅된 시편의 600 μ m의 범위를 0.1 mm/min의 속도로 총 5회에 걸쳐 거칠기를 측정하였다. 시편표면에 표면거칠기 부여는 코팅하기 전, 시판되고 있는 Ni-Ti파일의 표면에 형성된 기계적 가공에 의한 거칠기와 유사한 조건으로 실험하기 위하여 SiC연마지를 사용하여 #2000번까지 연마한 후 모든 시편에 적용하여 코팅하였다.

코팅막의 밀착력 및 마모 손실량을 측정하였으며 밀착력 및 내마모시험은 각각 총 3회씩 실시하였으며, 밀착력 측정의 실험 방법은 Load 0.1~50 N, Scratch Length 10 mm, 및 Scratch Speed는 0.10 mm/s로 설정하였다. 내마모성 및 마찰계수 측정 실험은 KS L ISO20808을 사용하여 Load 10 N, Distance 2000 m, 및 Speed는 100 mm/s로 하여 실험을 진행하였으며 손실마모량(mm^3)으로 평가하였다. 탄성계수는 나노 인덴테이션 시험기 (TTX-NHT3, Anton Paar, Austria)를 사용하여 최대하중 범위 10 mN, loading rate 40 mN/min, unloading rate 40 mN/min, pause time은 5초로 설정하여 실험하였다. 코팅표면의 부식특성 관찰은 전위차계(PARSTAT MC, AMETEK, USA)를 이용하여 생체실험에서 사용하는 0.9% NaCl용액에서 1.67 mV/min의 주사속도로 -1000 mV에서 2500 mV까지 동전위분극시험을 통하여 조사하였다.

3. 연구결과 및 고찰

Fig. 1은 각 조건별로 Ni-Ti Pro 와 K-file에 코팅한 후, 코팅된 시편을 촬영한 사진으로, 코팅하지 않은 파일은 원래의 금속색깔인 은색을, DLC를 코팅한 경우는 검정을, ta-C를 코팅한 경우는 청색을 띤 검정색을 각각 나타내었다. 이는 일반적으로 알려진 각 코팅 물질의 색을 보여주고 있어 코팅이 균일하게 잘 이루어졌음을 알 수 있다.

이러한 코팅물질은 12 GPa ~ 85 GPa의 높은 경도를 가지며 0.01 ~ 0.2의 낮은 마찰계수를 나타내는 물질로

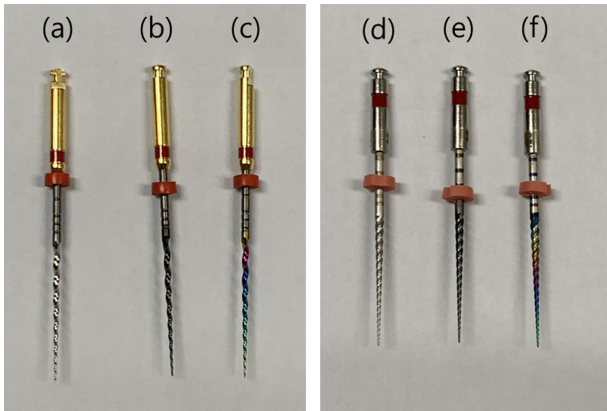


Fig. 1. DLC and ta-C coated Ni-Ti files: (a) bulk Pro-file, (b) DLC coated Pro-file, (c) ta-C coated Pro-file, (d) bulk K-file, (e) DLC coated K-file, (f) ta-C coated K-file

산/염기에 무반응하는 화학적 안정성을 갖는 물질이다. 또한, 표면의 거칠기가 가장 낮으나 코팅막의 접합강도는 다른 코팅에 비하여 낮게 나타나는 것이 특징이다. 코팅의 방법에 따라 어느 정도 다를 수 있지만 저온코팅이 가능하여 열적인 변형이 낮은 것이 장점이다. 이를 이용하여 파일에 코팅을 행하면 치과 신경치료시에 환경에서 안정적인 표면을 유지할 수 있을 것 [9]으로 생각된다.

Fig. 2는 코팅하지 않은 Ni-Ti file의 표면형태를 조사하기 위하여 촬영한 FE-SEM 이미지이다. 각각의 그림에서도 볼 수 있듯이 파일의 끝부분부터 기계적 가공에 의한 결함인 스크래치들이 존재하는 것을 확인할 수 있는데 기계가공의 방향이 서로 다르기 때문에 Pro-file은

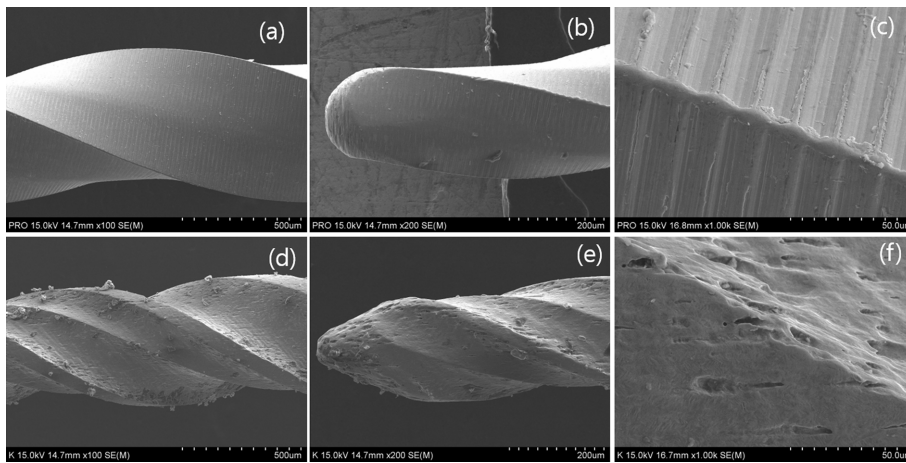


Fig. 2. FE-SEM micrographs of non-coated Ni-Ti files: (a-c) Pro-file, (d-f) K-file

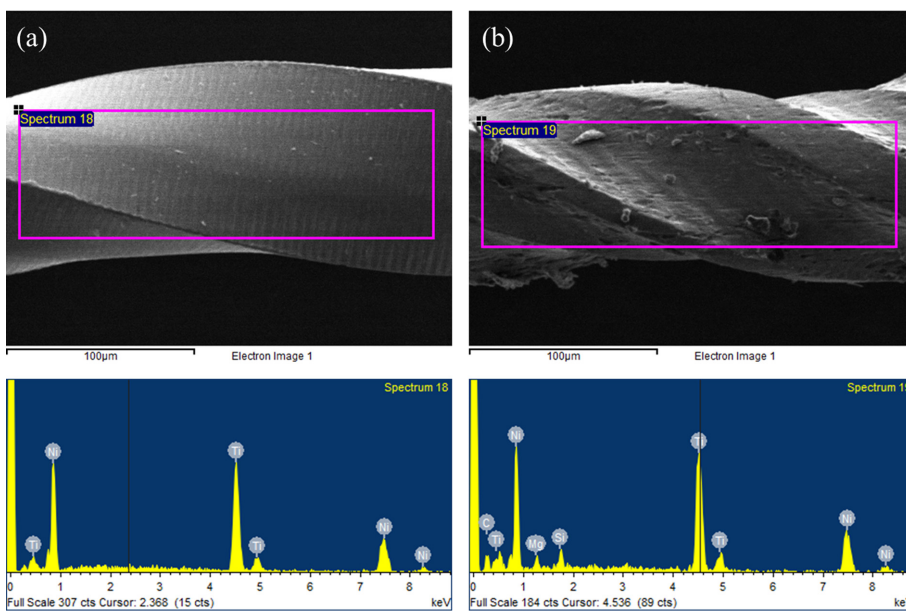


Fig. 3. EDS peaks of non-coated Ni-Ti files: (a) Pro-file, (b) K-file

스크래치의 형태가 기계가공이 파일길이의 수직방향으로 이루어져 파일에 수직으로 나타나 있으나 K-file의 경우는 스웨이징 가공방법을 이용하여 파일길이방향으로 가공이 이루어져 스크래치가 파일길이방향으로 나 있는 것이 특징이다 [4,5]. 이러한 스크래치는 피로파절에 영향을 미치며 파일에 수직 방향은 쉽게 파절되기 때문에 가공방향을 파일길이 방향으로 설계하는 것이 피로파절의 특성을 개선할 수 있을 것으로 판단된다.

Fig. 3은 Ni-Ti 파일의 표면을 EDS 성분 분석 결과이다. 분석 결과로는 Pro-file은 Ti 성분이 45.25 wt%가 검출되었으며, Ni 성분이 54.75 wt%로 검출되었다. 사진에서 알 수 있듯이 기계적 가공에 의한 심한 결함을 발견할 수 있는데 이는 파일을 가공하는 과정 중에 밀링

과 선반과 같은 기계가공을 하면서 피할 수 없는 결함으로 전동파일의 만곡부위에서 회전식 반복하중으로 인하여 피로파절의 균열 핵생성 자리가 되어 균열로 전파될 수 있는 자리이다 [2]. 즉 만곡근관 내에서 기구가 회전하는 동안 만곡의 안쪽에는 압축응력이 만곡의 바깥쪽에는 인장응력이 주기적으로 가해짐으로써 표면에 미세 파절과 균열이 발생하고 전파되어 결국 피로파절을 일으키는 자리가 되기 때문에 이러한 자리를 제거해야 된다. 특히 K-file의 경우는 스크래치 방향이 파일길이 방향으로 나 있으며 구성 성분도 Mg 및 Si가 검출되어 합금원소첨가로 R-phase형성 [3]을 위한 것으로 판단된다.

Fig. 4는 각각의 pro-k-Ni-Ti file에 DLC 코팅한 후의

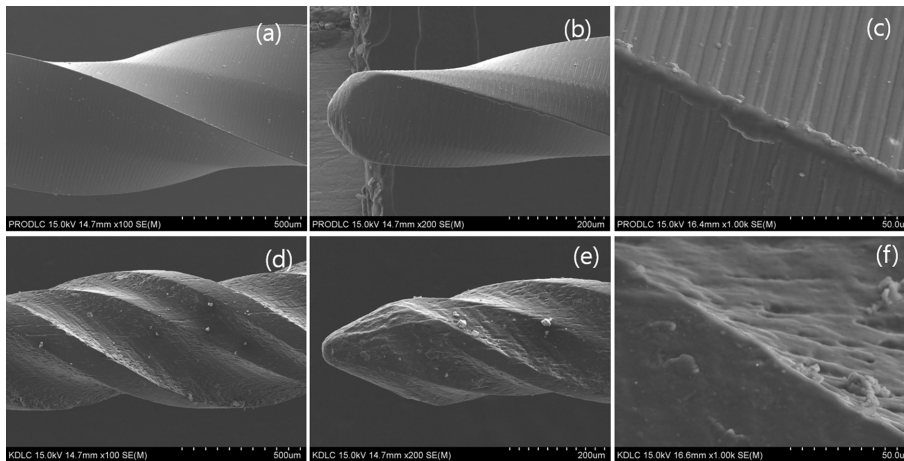


Fig. 4. FE-SEM micrographs of DLC-coated Ni-Ti files: (a-c) Pro-file, (d-f) K-file

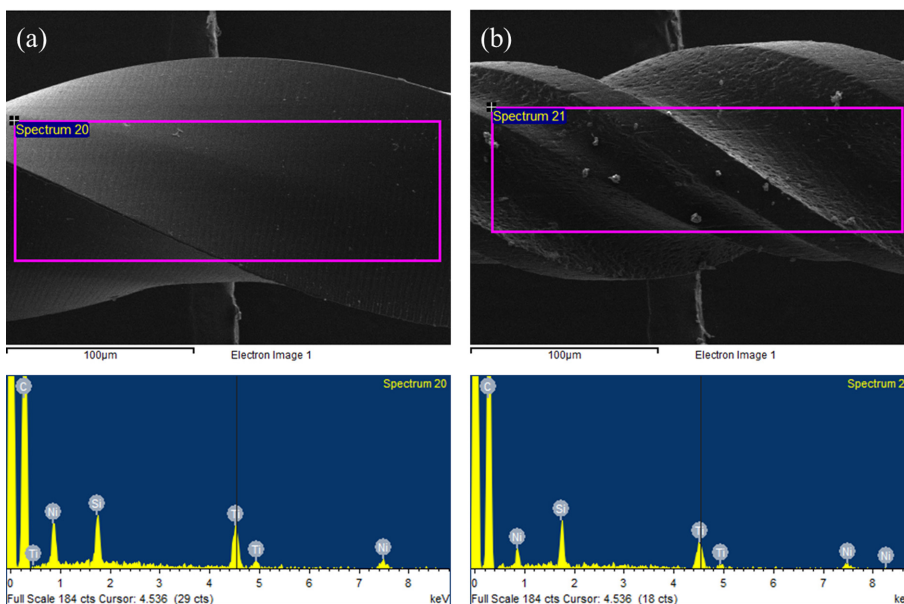


Fig. 5. EDS peaks of DLC-coated Ni-Ti files: (a) Pro-file, (b) K-file

FE-SEM 이미지이다. FE-SEM 이미지를 통해 알 수 있듯이 DLC 코팅이 균일하게 이루어짐을 알 수 있으며, Fig. 2에서 코팅 전 파일의 기계적 가공에 의한 스크래치들이 코팅 후 감소한 것이 관찰되었다. 특히 표면 거칠기를 조사하여 이를 알 수 있는데 코팅 전 $0.06 \pm 0.01 \mu\text{m}$ 에서 코팅 후 $0.05 \pm 0.01 \mu\text{m}$ 로 줄어드는 값이 측정되었다. 파일의 표면거칠기는 기계가공 과정에서 발생한 균열과 미세결함에 따라서 차이를 보이는데 코팅 처리하면 그 표면의 거칠기는 크게 감소되며 특히 DLC의 코팅표면의 거칠기를 크게 감소하였다. 그러나 코팅하기 전 가공 시 나타나는 표면의 결함이 아주 심하게 나타난 경우는 코팅을 하더라도 큰 결함은 그대로 존재하여 나타났다. 이러한 자리는 부식을 유발하거나 균열

을 발생하는 자리로 작용할 가능성이 있다.

Fig. 5는 DLC 코팅 표면을 EDS 분석을 행한 것으로 코팅물질이 탄소임을 확인할 수 있으며 기지의 Ti와 Ni이 검출되고 있다. 특히 Si가 검출되고 있는데 이는 합금원소에서 존재한 것으로 판단된다.

Fig. 6에서와 같이 ta-C를 코팅하면 표면의 거칠기의 값이 $0.03 \pm 0.11 \mu\text{m}$ 의 값을 보여 거칠기가 DLC코팅과 비교하여 크게 감소하는 경향을 보였다. 사진에서 보는 것처럼 표면의 거칠기가 낮아 매끈하게 보이고 있고 [9] 코팅하지 않은 경우와 비교하여 표면에서 결함들이 거의 사라지는 결과를 얻어 피로저항이 강함을 예측할 수 있다. 표면에서 코팅의 막의 분석을 EDS분석을 한 결과, Fig. 7에서 알 수 있듯이 표면에서 Si가 검출되지

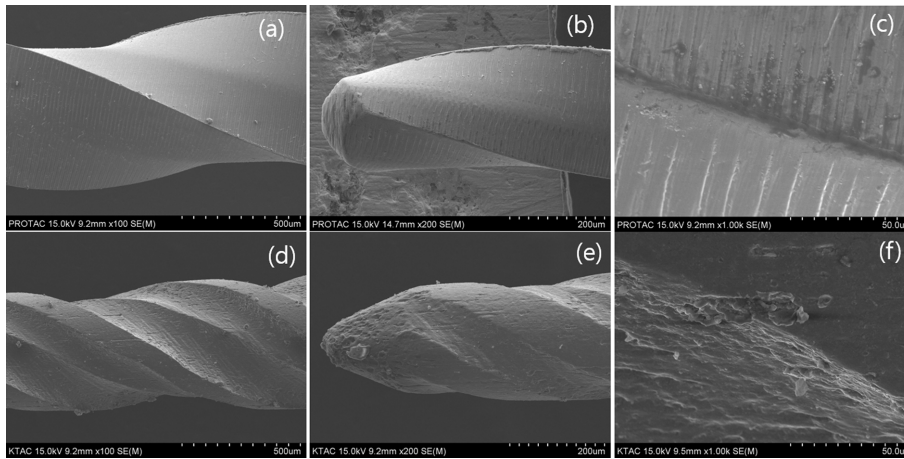


Fig. 6. FE-SEM micrographs of ta-C-coated Ni-Ti files: (a-c) Pro-file, (d-f) K-file

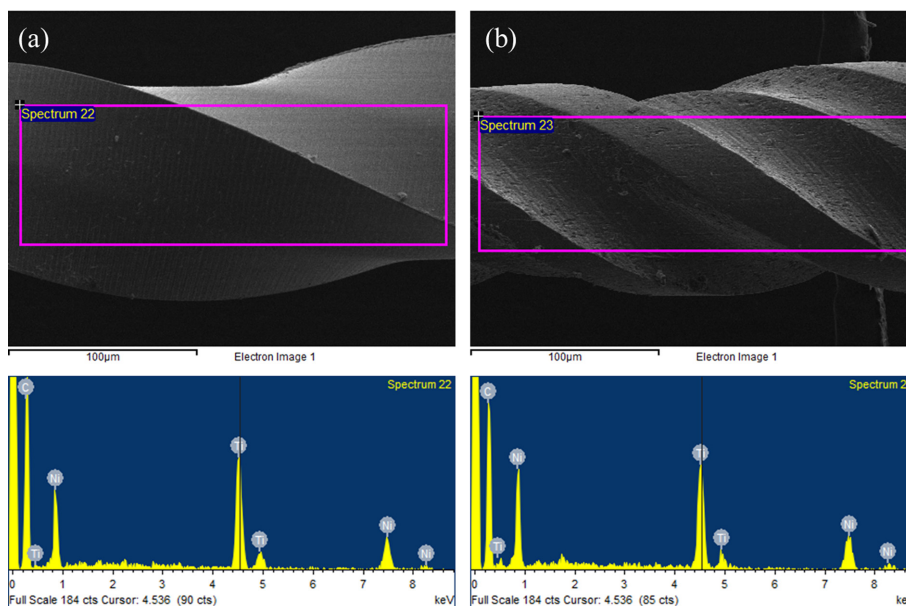


Fig. 7. EDS peaks of ta-C-coated Ni-Ti files: (a) Pro-file, (b) K-file

Table 1. The results of EDS analysis on the samples

Specimens	K-file bulk		K-file DLC		K-file ta-C		Pro-file bulk		Pro-file DLC		Pro-file ta-C	
	wt%	at.%	wt%	at.%	wt%	at.%	wt%	a.t%	wt%	at.%	wt%	at.%
C	10.87	34.09	83.18	94.71	45.99	79.11	-	-	82.27	94.58	47.61	80.02
Mg	1.96	3.03	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Si	2.32	3.11	3.80	1.85	-	-	-	-	3.08	1.51	-	-
Ti	36.84	28.97	7.67	2.19	23.78	10.25	45.25	50.32	8.75	2.52	25.38	10.69
Ni	48.01	30.80	5.35	1.25	30.23	10.64	54.75	49.68	5.90	1.39	27.01	9.29
Totals	100											

Table 2. The results of surface roughness test on the samples

Surface Roughness (μm)	Bulk	DLC	ta-C
Ra1	0.08	0.04	0.056
Ra2	0.06	0.05	0.028
Ra3	0.06	0.05	0.026
Ra4	0.06	0.05	0.026
Ra5	0.06	0.05	0.029
Avg.	0.06 \pm 0.01	0.05 \pm 0.01	0.03 \pm 0.11

않아 기지의 성분이 코팅처리함으로써 코팅막에 의하여 표면에서 나타나지 않음을 알 수 있다. 시편표면에서 얻어진 모든 성분과 조성은 Table 1에 나타내었다.

코팅표면의 표면거칠기를 조사한 결과, Table 2와 같이 모두 코팅하지 않은 경우와 비교하여 감소하는 결과를 보였다. 이는 위에서 확인한 표면에서 결함이 사라지는 결과와 일치한다.

표면에서 코팅막의 기계적인 특성을 조사하기 위하여 측정된 경도값을 Table 3에 나타내었다. Vickers 경도계를 이용하여 코팅한 표면과 코팅하지 않은 표면의 경도를 측정된 결과, 표면에 나타난 압흔자국으로 부터 구한 경도 값이다. 경도 값은 코팅하지 않은 Ni-Ti 파일은 939, DLC를 코팅한 경우는 2517, ta-C를 코팅한 경우는 1900으로 코팅한 경우가 코팅하지 않은 경우에 비하여 높게 나타났다. 코팅된 피막의 경우 표면에 나타난 압흔자국의 크기가 코팅하지 않은 경우, 크게 나타나고 코팅한 경우 작게 나타나 표면경도가 높음을 알 수 있는데 이는 안정한 코팅막의 효과임을 알 수 있다. 표면의 높은 경도는 피로파절환경에서 균열의 전파를 방지할 수 있다 [9].

나노인덴터를 이용한 코팅표면의 탄성계수측정을 위하여 나노 인덴테이션을(TTX-NHT3, Anton Paar, Austria) 사용하여 최대하중범위 10 mN, loading rate 40 mN/min,

Table 3. The results of Vickers hardness test on the samples

Hardness (Hv)	Bulk	DLC	ta-C
1	920	2476	1915
2	918	2759	1827
3	994	2534	1900
4	902	2118	2037
5	963	2702	1825
Avg.	939.4 \pm 38.0	2517.8 \pm 252.0	1,900.80 \pm 75.2

Table 4. The results of elastic modulus measurement on the samples

Elastic modulus (GPa)	DLC	ta-C
0	143	110
1	167	80
2	114	92
3	144	88
4	147	90
5	149	78
Avg.	144	89

unloading rate 40 mN/min, pause time은 5초로 설정하여 실험하였다.

Table 4에서 보면 나노스케일의 표면특성을 측정된 것으로 박막의 코팅막에서 탄성계수를 정교하게 알아볼 수 있는 결과이다. Table 4는 나노인덴터로 측정된 코팅표면의 탄성계수를 보여주고 있다. DLC 코팅막의 탄성계수가 높게 나타났으며 ta-C탄성계수는 낮게 나타났다. 탄성계수는 유연성을 평가하는데 중요하며, 강도/탄성계수의 비를 스프링 백으로 나타내어 탄성계수가 낮을수록 같은 강도에서 유연성의 효과가 큰 것[9]을 나타내기 때문에 DLC코팅보다는 ta-C코팅의 경우가 더

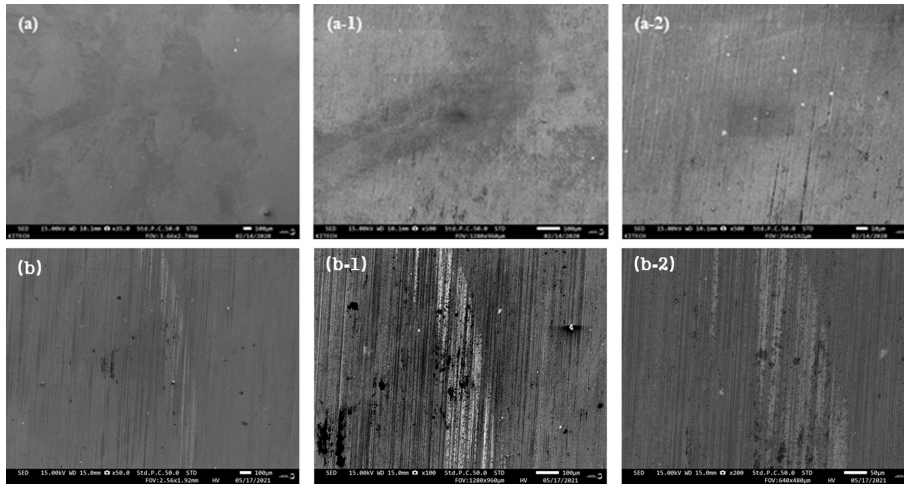


Fig. 8. FE-SEM micrographs of wear trace on the samples with different magnification: (a, a-1, a-2) DLC and (b, b-1, b-2) ta-C

초탄성효과가 큼을 알 수 있다.

코팅막의 밀착력, 내마모성 및 마찰계수조사를 위하여 스크래치 시험과 마모시험을 실시하였다. 밀착력 및 내마모시험은 각각 총 3회씩 실시하였으며, 밀착력 측정의 실험 방법은 Load 0.1 ~ 50 N, Scratch Length 10 mm, 및 Scratch Speed는 0.10 mm/s로 설정하였다. 내마모성 및 마찰계수 측정 실험은 KS L ISO20808을 사용하여 Load 10 N, Distance 2000 m, 및 Speed는 100 mm/s로 하여 실험을 진행하였으며 손실마모량(mm³)으로 평가하였다.

코팅막의 밀착력은 DLC가 ta-C보다 높은 경향을 보였으며 이는 코팅과정에서 결합력을 증가시키기 위하여 Ti를 중간층으로 사용하였기 때문으로 생각된다. 그러나 파일의 경우는 유연성이 우수하여야 하며, 따라서 코팅막의 접착력이 다소 낮더라도 유연성이 우수하여 파일의 표면처리물질로 적합함을 알 수 있다. 마찰계수를 보면 ta-C가 낮게 나타나 마찰저항이 작아 절삭력은 증가할 것으로 판단된다. 마찰계수는 표면거칠기와 관계되며 표면거칠기가 증가할수록 계수는 증가한 것으로 나타난다. 본 연구에서도 표면거칠기가 낮은 ta-C코팅 표면에서 0.13의 마찰계수 값을 얻을 수 있었다. 이는 표면에서 형성된 기계적인 표면결함을 최소화하고 표면에 존재한 작은 알갱이들의 감소로 낮은 마찰계수를 보임을 알 수 있다.

Fig. 8은 코팅표면에서 내마모시험을 행한 후 표면의 변화를 관찰한 FE-SEM사진이다. 사진에서 보면 DLC와 ta-C는 거의 마모가 되지 않았으며 가장 마모 손실량이 적게 나타났다. 이는 표면에서 거칠기 감소로 마찰계수가 낮고 높은 결합력 때문으로 생각된다. Table 5에서 마모손실량을 보면 DLC는 0.15 mm³이며 ta-C는

Table 5. The results of wear test on the samples

wear test				
content	sample	friction coefficient	wear loss(mm ³)	test method
wear resistance	ta-C 1	0.1326	0.337	KS L ISO20808
	ta-C 2	0.1334	0.279	
	ta-C 3	0.1346	0.249	Load : 10 N Distance : 2000 m Speed : 100 mm/s

0.13 mm³으로 ta-C가 더 낮게 나타났다. Fig. 8에서도 DLC와 ta-C는 표면코팅막이 거의 벗겨지지 않아 내마모성이 우수함을 보여주고 있다.

Fig. 9는 코팅표면의 부식특성을 조사하기 위하여 0.9%NaCl용액에서 Ni-Ti 파일의 양극분극곡선을 나타낸 것이다. 파일을 신경치료에 사용하는 과정에서 화학적인 용액을 사용하거나 타액에 의한 부식이 발생하게 된다 [3]. 파일의 부식은 중요하기 때문에 부식평가를 하였으며 ta-C코팅한 경우가 부식전위가 크게 증가하고 부식전류밀도가 감소하는 경향을 보인다. 그러나 DLC코팅의 경우는 부동태 영역에서 안정적인 양극반응을 보이는 반면에, ta-C의 경우는 부동태영역에서 인가전압의 증가에 따라 안정적인 피막을 보이다가 코팅막의 파괴로 전류밀도가 증가되는 경향 [10]을 보이는데 이는 DLC와 ta-C코팅의 경우, 부식환경에서 코팅막의 안정적인 특성을 나타낸 것과 일치한다. DLC는 표면에 Ti의 중간 물질을 코팅하여 코팅두께가 증가함에 기인한 것으로 판단된다. 내식성은 안정적인 코팅막의 형성이 가장 중요하며 첨가된 합금원소에 의한 영향도 있다 [11,12]. K-파일의 경우는 R-phase형성을 하기 위하여 합

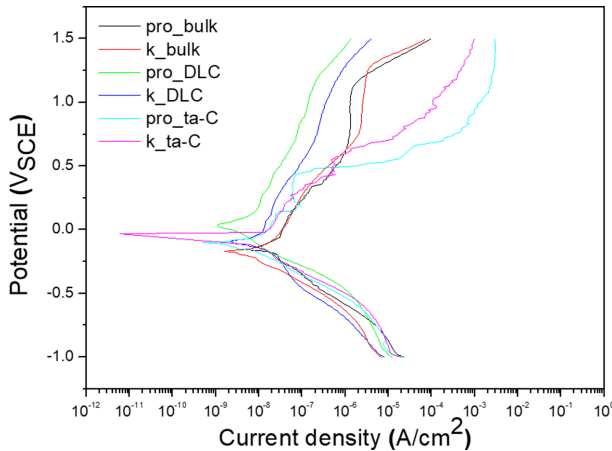


Fig. 9. Anodic polarization curves of non-, DLC-, ta-C-coated Ni-Ti files in 0.9%NaCl solution

금원소를 첨가한 결과 그렇지 않은 Pro-file에 비하여 내식성이 다소 감소하는 결과를 보이는 것도 이 때문으로 영향으로 생각된다. 그러나 합금원소가 첨가된 경우라도 표면에 스크래치등이 존재하면 피로저항과 부식저항을 감소시키기 때문에 코팅의 효과가 가장 중요하다.

따라서 치과용 파일의 안정성을 확보하기 위하여 표면에 DLC나 ta-C를 코팅하여 개선할 수 있으며 부식특성과 피로파괴특성을 개선할 수 있을 것으로 생각된다.

4. 결론

치과용 신경치료용 Ni-Ti파일의 안정성을 개선하기 위하여 DLC와 ta-C를 코팅하여 표면특성을 조사한 결과, 다음과 같은 결과를 얻었다.

- 1) DLC를 코팅한 경우는 검정색을, ta-C를 코팅한 경우는 청색을 띤 검정색을 각각 나타내었다.
- 2) 코팅하지 않은 Ni-Ti file의 표면은 파일의 끝부분부터 기계적 가공에 의한 결함인 스크래치들이 가공방향에 따라 형성되었으며 Pro-file은 수직방향으로 K-file은 파일방향으로 나타났다.
- 3) Ni-Ti 파일의 표면을 EDS 성분 분석 결과, Pro-file은 Ti 성분이 45.25 wt%가 검출 되었으며, Ni 성분이 54.75 wt%로 검출되었고 K-file은 Mg 및 Si가 검출되었다. 또한, 코팅을 한 경우는 탄소가 검출되었다.
- 4) 코팅된 표면은 기계적 가공에 의한 스크래치들이 감소되었고 표면거칠기는 코팅 전 $0.06 \pm 0.01 \mu\text{m}$ 에서 코팅 후 $0.05 \pm 0.01 \mu\text{m}$ 로 감소되었다.
- 5) 코팅막의 기계적인 특성을 조사한 결과, 코팅하지 않은 Ni-Ti파일은 939, DLC를 코팅한 경우는 2517, ta-C를 코팅한 경우는 1900으로 각각 나타났다. DLC코팅막의 탄성계수가 높게 나타났으며 ta-C의 탄성계수는 낮

게 나타났다.

6) DLC코팅막의 밀착력은 ta-C보다 높은 경향을 보였으며 마모손실량은 DLC코팅이 0.15 mm^3 이며 ta-C는 0.13 mm^3 으로 ta-C가 더 낮게 나타났다.

7) ta-C코팅한 경우가 부식전위가 크게 증가하고 부식전류밀도가 감소하였다.

감사의 글

본 연구논문은 2023년 조선대학교 교내연구비 지원으로 수행되었음.

References

1. B. Dalton, Clark, D. Ørstavik, C. Phillips, M. Pettiette, M. Trop, Bacterial Reduction with Nickel-Titanium Rotary Instrumentation, *Journal of Endodontics*, **24**, 763 (1998). Doi: [https://doi.org/10.1016/S0099-2399\(98\)80170-2](https://doi.org/10.1016/S0099-2399(98)80170-2)
2. S. B. Alapati, W. A. Brantley, T. A. Svec, J. N. Powers, J. Mitchell, Scanning Electron Microscope Observations of New and Used Nickel-Titanium Rotary Files, *Journal of Endodontics*, **29**, 667 (2003). Doi: <https://doi.org/10.1097/00004770-200310000-00014>
3. H. C. Choe, J. U. Kim, S. K. Park, Effects of Mo Content on Surface Characteristics of Dental Ni-Ti Alloys, *Corrosion Science and Technology*, **22**, 64 (2010). Doi: <https://doi.org/10.14773/cst.2023.22.1.64>
4. A. M. Elnaghy, S. E. Elsaka, Mechanical Properties of ProTaper Gold Nickel-Titanium Rotary Instruments, *International Endodontic Journal*, **49**, 1073 (2016). Doi: <https://doi.org/10.1111/iej.12557>
5. G. Plotino, N. M. Grande, M. M. Bellido, L. Testarelli, G. Gambarini, Influence of Temperature on Cyclic Fatigue Resistance of ProTaper Gold and ProTaper Universal Rotary Files, *Journal of Endodontics*, **43**, 200 (2017). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2016.10.014>
6. H. Walia, W. A. Brantley, H. Gerstein, An Initial Investigation of the Bending and Torsional Properties of Nitinol Root Canal Files, *Journal of Endodontics*, **14**, 346 (1988). Doi: [https://doi.org/10.1016/s0099-2399\(88\)80196-1](https://doi.org/10.1016/s0099-2399(88)80196-1)
7. A. Madarati, M. J. Hunter, P. M. H. Dummer, Management of Intracanal Separated Instruments, *Journal of Endodontics*, **39**, 569 (2013). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2012.12.033>
8. B. Sattapan, G. J. Nervo, J. E. A. Palamara, H. H. Messer, Defects in Rotary Nickel-Titanium Files after Clinical Use, *Journal of Endodontics*, **26**, 161 (2000). Doi: [https://doi.org/10.1016/s0099-2399\(00\)00014-1](https://doi.org/10.1016/s0099-2399(00)00014-1)

- [/doi.org/10.1097/00004770-200003000-00008](https://doi.org/10.1097/00004770-200003000-00008)
9. Y. H. Jeong, C. H. Lee, C. H. Chung, M. K. Son, H. C. Choe, Effects of TiN and WC Coating on the Fatigue Characteristics of Dental Implant, *Surface and Coatings Technology*, **243**, 71 (2014). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.02.046>
 10. Y. S Kim, Synergistic Effect of Nitrogen and Molybdenum on Localized Corrosion of Stainless Steels, *Corrosion Science and Technology*, **9**, 20 (2010). Doi: <https://doi.org/10.14773/cst.2010.9.1.020>
 11. Y. Choi, C. Y. Jeong, Influence of Electrolyte on the Shape and Characteristics of TiO₂ during Anodic Oxidation of Titanium, *Corrosion Science and Technology*, **22**, 193 (2023). Doi: <https://doi.org/10.14773/cst.2023.22.3.193>
 12. H. S. Heo, D. H. Shin, S. J. Kim, Effects of CrN and TiN Coating by Hydrogen Embrittlement of Aluminum Alloys for Hydrogen Valves of Hydrogen Fuel Cell Vehicles on Mechanical Properties, *Corrosion Science and Technology*, **22**, 221 (2023). Doi: <https://doi.org/10.14773/cst.2023.22.4.221>