

치과용 파일의 EDTA용액에서 코팅물질에 따른 피로파절 표면

최한철^{1,†} · 김수찬¹ · 박선영²

¹조선대학교 치과대학, 광주광역시 동구 조선대길 146 2

²서영대학교 치위생과, 광주광역시 북구 서강로 1

(2025년 2월 19일 접수, 2025년 2월 19일 수정, 2025년 2월 19일 채택)

Fatigue Fractured Surface of Dental File in EDTA Solution with Coating Materials

Han-Cheol Choe^{1,†}, Su-Chan Kim¹, and Seon-Yeong Park²

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

²Department of Dental Hygiene, Seoyeong University, Gwangju 61268, Korea

(Received February 19, 2025; Revised February 19, 2025; Accepted February 19, 2025)

It is important to improve fatigue fracture characteristics when using dental Ni-Ti files in EDTA solution clinically. This is necessary to prevent fracture during a treatment process such as a root canal. To improve this problem, fatigue fractured surface of dental file in EDTA solution with different coating materials was investigated. In the non-coated case, there were mechanical defects. However, when DLC was used for coating, the surface roughness was reduced. In the case of TiN coating, the surface roughness was reduced compared to that of TiAlN coating. Elements constituting the coating film were uniformly detected on the coated surface. The hardness of the DLC coating film was the highest. The elastic modulus of the DLC coating film was lower than that of TiAlN or TiN. TiN showed the best adhesion of the coating film while DLC showed the lowest. In the EDTA solution, DLC showed small bending deformation, while TiAlN and TiN showed large bending deformation. In the clinical fracture test, the time until fracture was the shortest for the non-coated case and the longest for the DLC coating. The coated file showed a reduced wall fracture area and fatigue striation compared to the non-coated specimen.

Keywords: Ni-Ti file, Coating materials, EDTA solution, Fatigue fractured surface

1. 서론

근관치료는 신경치료라고 잘 알려져 있으며 치근이 모두 전치를 제외하고 만족되어 있기 때문에 신경을 제거하는 과정에서 힘이 발생하고 회전력을 이용해서 처리하기 때문에 치료과정에서 쉽게 파절된다. 기존에는 스테인리스강을 이용한 파일을 사용하였으나 구동형으로는 파절저항성이 낮기 때문에 초탄성을 갖는 형상기억합금인 Ni-Ti 합금을 사용하게 되었다 [1]. Ni-Ti합금은 초탄성, 형상기억, 부식 저항성 및 우수한 생체친화성을 지니고 있어 최근 치과용 전동파일에 거의 사용되고 있다 [2]. Ni-Ti file은 연속회전에 의해 삭제 효율이 높고 잔사제거가 우수하여 근관치료에서 Ni-Ti

file 사용의 수요는 크게 증가되고 있다. 최근 치과재료에서 소모품인 근관확대용 Ni-Ti file의 수요가 증가함에 따라 치아치료에서 소모품이기 때문에 수명이 다소 증가되더라도 경제적으로 환자에게 부담금이나 보험수가에 지불되는 비용의 감소에 미치는 파급효과가 크게 작용한다. 이러한 기구의 파절은 두 개의 근관이 하나로 합쳐지는 부위나, 만곡이 심한부분, S-형 근관 등과 같은 부위에서 주로 발생하며 [3], 일단 file이 파절되면 제거를 하기 위해 많은 시간과 노력이 필요하고, 제거가 불가능한 경우도 있으며 이 경우 감염된 근관이 완전히 치료가 되지 않는 문제가 생길 수 있다. 파절의 주원인 [4]은 표면가공 시에 나타나는 표면의 결함에 의하여 반복하중 시에 균열이 전파하여 파절 [3,5] 되게 되는데 이를 방지하기 위하여 표면에 여러 가지 물질을 코팅하거나 열처리하여 이를 개선하고 있으나

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

최한철: 교수, 김수찬: 대학원생, 박선영: 조교수

[5] 이러한 문제를 해결을 못하고 있는 상태이다. 이를 개선하기 위하여 여러 가지 물질 등을 사용하여 표면 코팅 방법으로 Ni-Ti file의 결합을 제거하여 파절시간을 증대할 수 있는 연구가 진행되고 있지만 임상환경과 유사한 분위기에서 파절시간에 미치는 영향에 대하여는 연구가 이루어지고 있지 않았다. EDTA용액은 근관 치료(root canal treatment, RCT) [6] 과정에서 세척과 제거를 돕기 위해서 사용되는 것으로 치료과정에서 무기질을 제거하거나, 관형상아질(dentinal tubules)을 개방하고, 질산잔여물 제거, 근관성형을 원활하게 하는 용액으로 필수적으로 사용되고 있다 [7]. 일반적으로 치과병원에서는 보통 EDTA(17%) 용액을 NaOCl(차아염소산나트륨)과 함께 사용해서 근관 세척과 소독을 최적화하며 EDTA는 무기질을, NaOCl은 유기물을 제거하는 역할을 하면서 상호 보완적 작용을 이용하여 치료를 하고 있다 [8]. 이러한 용액 속에서 치료한 경우는 file표면에서 화학적인 부식과 함께 응력이 존재하여 부식반응을 가속화 시키게 된다 [3,9].

따라서 표면에서 화학적인 반응을 최소화하고 피로 파절의 발생요인을 제거하기 위하여 DLC, TiAlN, 및 TiN코팅물질을 코팅하여 거칠기를 최소화한 후, EDTA 용액에서 피로파절 실험을 행하여 파절수명에 미치는 영향을 조사하였다.

2. 연구방법

치과용 파일에 코팅처리를 하기위하여 기 판매되고 있는 Profile을 이용하였으며 DLC코팅은 이온에칭을 행한 후 치과용 파일표면에 8 A, 100 sccm의 Ar가스 유입 후, 8분 동안 반응시켜, 티타늄의 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 DLC (diamond-like carbon) 코팅층을 300 nm의 두께로 형성하였으며 코팅시 챔버 온도는 25 °C로 유지하였다.

TiN 및 TiAlN 코팅처리는 음극 진공 아크 증발법(CVAD: cathodic vacuum arc deposition) 공정을 이용하여 Table 1과 같은 조건으로 TiAlN 박막을 제조하였다. 챔버 장입 전 기판은 아세톤, 알콜로 각각 5 분간 초음파 세척을 실시하였다. 아크 증발원은 크기가 $\phi 80$ 인 Ti, TiAl 타겟을 서로 마주 보게 설치하였다. 타겟과 시편과의 간격을 250 mm 위치시켰으며, 2-fold 축회전을 실시하였다. 기판 온도는 200 °C로 1 시간을 가열하였다. 진공조에 장입 후 기판 전압 650 V, Ti 60 A

Table 1. Coating conditions of TiAlN and TiN film

Process Factors	Conditions
Ultrasonic cleaning	Acetic acid for 5 min
Basic vacuum	9.9×10^{-6} Torr
Process vacuum	N ₂ 500sccm 1.2×10^{-2} Torr
Substrate temp	200 °C
Target current	Ti : 60 A, TiAl : 70 A
Substrate voltage	TiN : 75 V, TiAlN : 75 V
Bias voltage	50 V

조건에 Ti 금속이온을 이용하여 기판 세척을 실시하였다. 밀착력 확보를 위하여 TiN을 코팅하고 그 표면에 핵심 물질층인 TiAlN 박막 제조 시에 Ti 타겟과 TiAl 타겟에 각각 60 A, 70 A의 전류값을 인가하였으며, 기판전압은 75 V로 고정하여 코팅을 실시하였다. 바이어스 전압을 50 V로 하여 코팅한 시편의 두께를 코팅막 측정 장비를 이용하여 측정하였으며, 측정된 코팅두께는 TiN은 1.13 μm 을, TiAlN은 0.75 μm 의 두께로 코팅 처리하였다.

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.

시편의 결정구조는 10°~90°의 회절각 범위에서 XRD로 분석하였으며 결정구조는 각 특성 피크를 JCPDS 카드(joint committee on power diffraction standards, PCPDFWIN)를 사용하여 확인하였다.

코팅막의 결합력을 측정하기 위해 스크래치 테스터(JLST022, J&L tech, korea)를 사용하여 시험은 각각 총 3회씩 실시하였다. 결합력 측정 조건은 Load 0.1~50 N, scratch length 10 mm, scratch speed는 0.10 mm/s로 설정하였다. 탄성계수는 나노인덴테이션 시험기(TTX-NHT3, Anton Paar, Austria)를 이용하여 최대하중범위 10 mN, loading rate 40 mN/min, unloading rate 40 mN/min, pause time은 5초로 설정하여 실험하였다.

표면거칠기의 경우, 표면거칠기측정장비(Surfcorder SE1700, Automation and Metrology, Japan)를 이용하여 4 mm의 범위를 0.5 mm/s의 속도로 총 10회에 걸쳐 코팅 전의 시편과 DLC, TiAlN, 및 TiN로 코팅된 시편의 거칠기를 측정하였다.

코팅되지 않은 Ni-Ti file과 DLC, TiAlN, 및 TiN으로 코팅된 Ni-Ti file은 근관모형을 통해 X-Smart Plus Endo Motor (Dentsply, UK)장비를 사용하여 임상적용 실험을 하였으며, 300 RPM과 최대 torque 4.0에서, 5 sec 간격으로 근관에 10번 삽입/탈착을 50 sec 동안 반복

진행하여 근관을 확장하였다. 보통 근관 내의 적용시간은 근관 내에서 5~10초동안 시험을 하고 시험과정에서 윤활제는 EDTA (Ethylenediaminetetraacetic acid) 용액을 사용하였다. 임상실험은 각 조건 별로 12회 진행하였으며, 파절되기까지 시간과 근관의 뿌리 및 입구를 관찰하고 파절된 표면을 주사전자현미경으로 관찰하였다.

3. 연구결과 및 고찰

Fig. 1은 각 조건별로 Ni-Ti file 및 제조된 Ni-Ti 합금에 코팅한 후, 코팅표면을 촬영한 사진으로, 코팅하지 않은 file 및 합금은 원래의 금속색깔인 은색을, DLC를 코팅한 경우 청색을 띤 검정 [5]을, TiAlN을 코팅한 경우는 붉은 회색을, TiN을 코팅한 경우에는 골드색을 각각 나타내었다. 이는 일반적으로 알려진 각 코

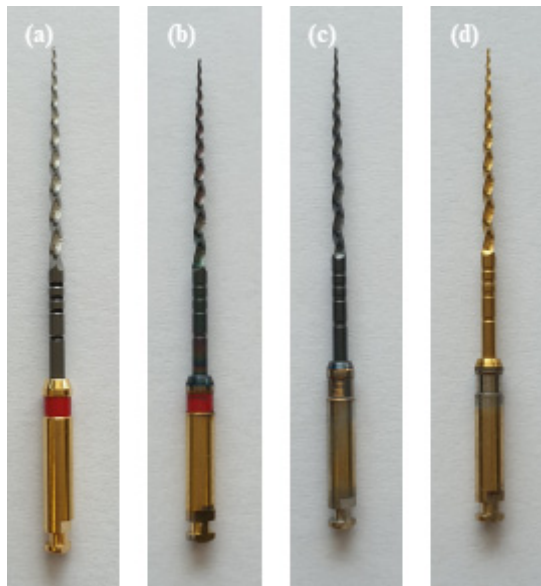


Fig. 1. Ni-Ti files after coating; (a) Non-Coating (b) DLC (c) TiAlN (d) TiN

팅 물질의 색을 보여주고 있어 코팅이 균일하게 잘 이루어졌음을 알 수 있다.

Fig. 2는 코팅하지 않은 Ni-Ti file의 표면형태를 알아보기 위하여 FE-SEM 이미지를 얻은 것이다. 각각의 그림에서도 볼 수 있듯이 file의 끝 부분부터 기계적 가공에 의한 결함인 스크래치 [5,9]들이 존재하는 것을 확인할 수 있다. 사진에서 알 수 있듯이 기계적 가공에 의한 심한 결함을 발견할 수 있는데 이는 파일을 가공하는 과정 중에 밀링과 선반과 같은 기계가공을 하면서 피할 수 없는 결함으로 전동파일의 만곡부위에서 회전식 반복하중으로 인하여 피로파절의 균열 핵생성 자리가 되어 균열로 전파될 수 있는 자리이다. 즉 만곡근관 내에서 기구가 회전하는 동안 만곡의 안쪽에는 압축응력이 만곡의 바깥쪽에는 인장응력이 주기적으로 가해짐으로써 표면에 미세 파절과 균열이 발생하고 전파되어 결국 피로파절을 일으키기는 자리가 되기 때문에 이러한 자리를 제거해야 된다. 특히 Ni-Ti합금은 가공성이 좋지 않기 때문에 가공성이 개선된 합금의 개발이 필요하다.

Fig. 3은 Ni-Ti file에 DLC 코팅한 후의 FE-SEM 이미지이다. FE-SEM 이미지를 통해 알 수 있듯이 DLC 코팅이 균일하게 이루어짐을 알 수 있으며, 그림에서 코팅 전 file의 기계적 가공에 의한 스크래치들이 코팅 후 감소한 것이 관찰되었다. 특히 표면 거칠기를 조사하여 이를 알 수 있는데 Table 2에서 보여준 것과 같이 코팅 전 $0.095 \pm 0.008 \mu\text{m}$ 에서 코팅 후 $0.072 \pm 0.007 \mu\text{m}$ 로 줄어드는 값이 측정되었다. 파일의 표면 거칠기는 기계가공 과정에서 발생한 균열과 미세결함에 따라서 차이를 보이는데 코팅처리하면 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.

Fig. 4는 Ni-Ti file에 TiAlN 코팅한 후의 FE-SEM 이미지이다. 코팅이 200 °C에서 이루어 졌으며, 따라서 가

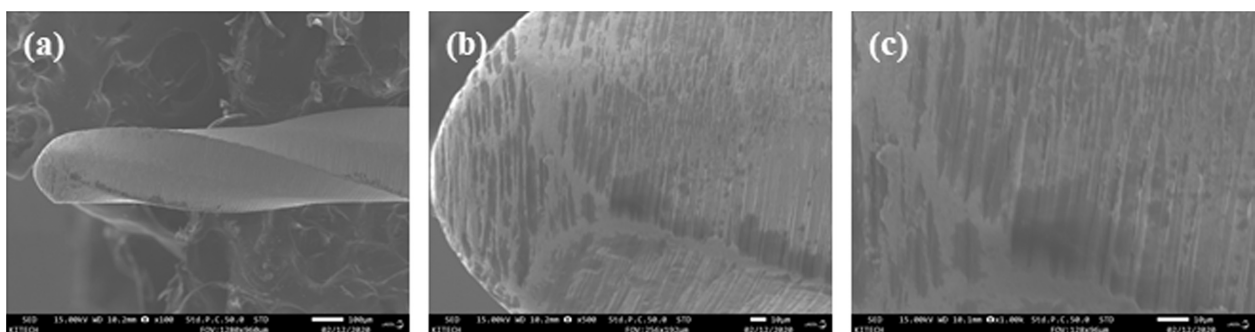


Fig. 2. FE-SEM surface of Ni-Ti file before coating

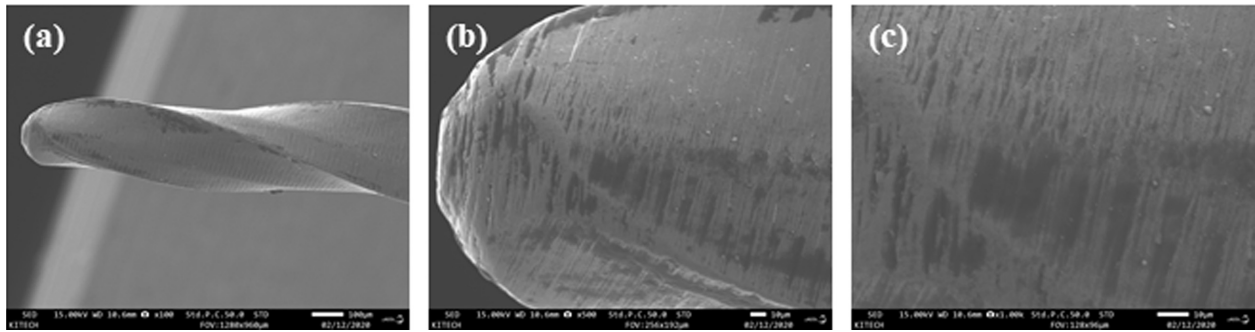


Fig. 3. FE-SEM surface of Ni-Ti file after DLC coating

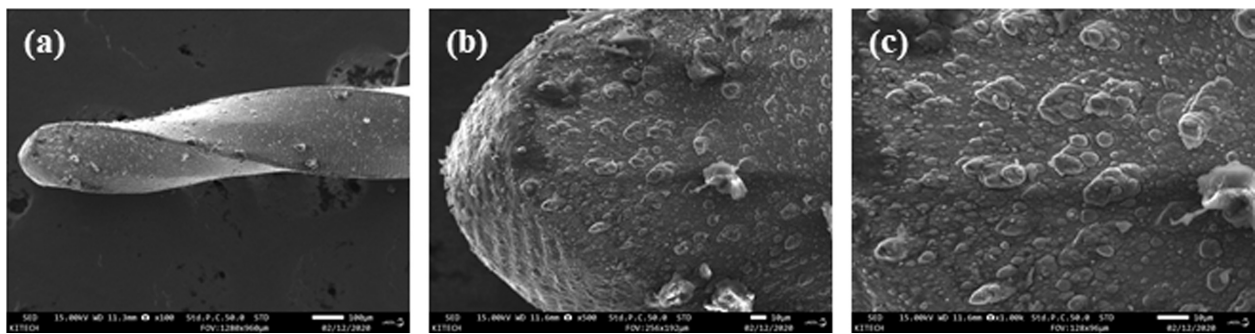


Fig. 4. FE-SEM surface of Ni-Ti file after TiAlN coating

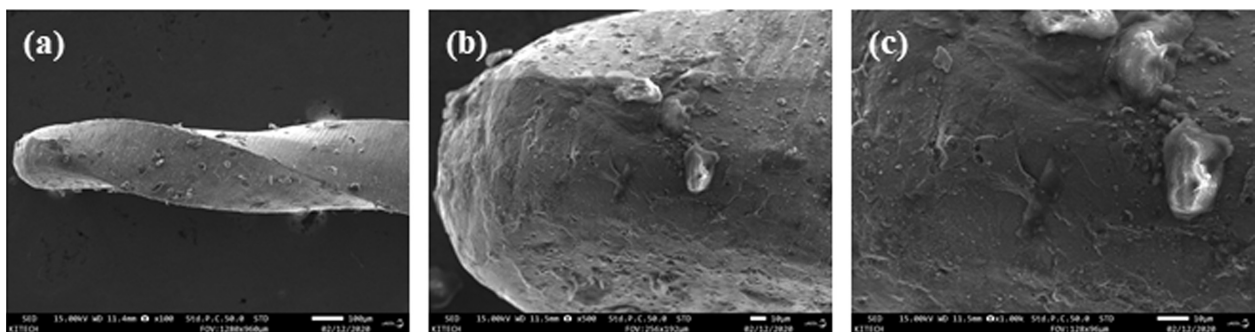


Fig. 5. FE-SEM surface of Ni-Ti file after TiN coating

공 시 나타나는 표면의 결함이 거의 사라진 모습을 보인다. 고배율로 본 표면에서는 아주 작은 알갱이로 구성되어 있는데 TiAlN물질의 입자들로 판단된다. 이러한 피막은 단면을 관찰해보면 주상정의 조직(columnar structure) [10]이 코팅면에 수직으로 성장해가며 특정방향으로의 결정이 성장하면서 코팅이 잘 이루어져 있음을 보인다. 이때 형성된 알갱이는 코팅과정에서 비산에 의하여 형성되는 입자로 알려져 있다. 형성된 입자로 인하여 표면에 형성된 기계적인 흔적은 사라지지만 표면 평균거칠기는 DLC의 $0.072 \mu\text{m}$ 에 비하여 $0.246 \mu\text{m}$ 으로 크게 증가하였다.

Fig. 5는 TiN을 코팅한 표면의 FE-SEM사진이다. 연구에 의하면 코팅표면에서 표면에너지가 가장 낮은 방향으로 결정성장이 이루어지며 TiN(111)이 우선방위로 성장하고 TiN(200)과 TiN(220)의 방향으로도 성장하게 된다. 이러한 성장방향은 증착공정(기판온도, 증착속도, 모재)의 인자에 따라 좌우되며 치밀한 성장을 하여 내식성과 내마모성을 증가시키지만, 특히, 기판위에 일차로 Ti를 코팅하면 더 큰 효과를 얻을 수 있으며 이는 일차 코팅된 Ti이 TiN박막의 결정구조를 치밀한 방향으로 개선하기 때문이다. 따라서, 이로 인하여 코팅층의 경도와 내마모성을 크게 향상시킨다고 알려져 있다.

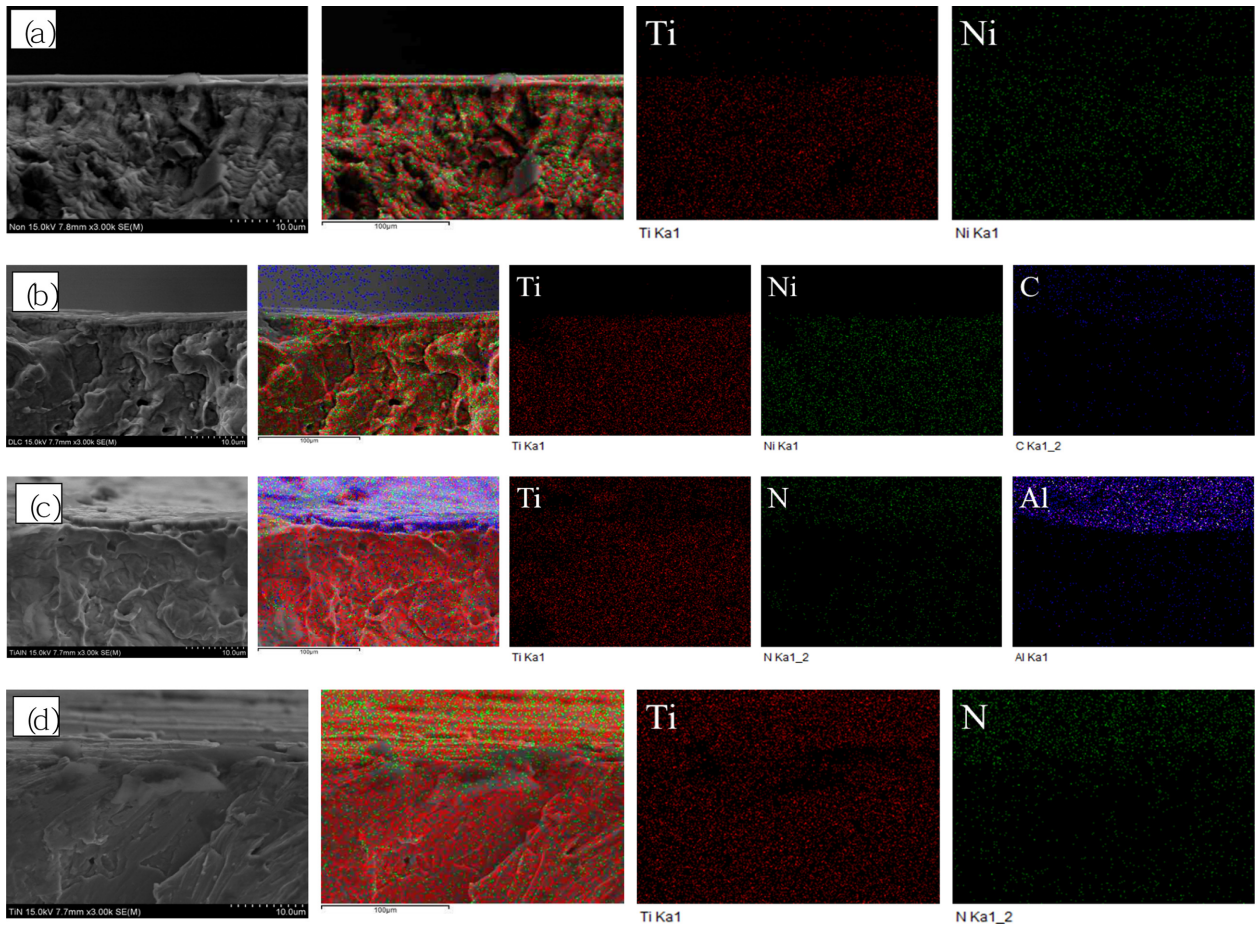


Fig. 6. EDS mapping of Ni-Ti file after coating

Ni-Ti파일의 경우는 만곡부위에서 압축과 인장의 변형으로 인한 표면에 접착력이 중요하며 버퍼층으로 Ti를 먼저 코팅하면 이를 개선할 수 있으나 코팅온도가 200 °C에서 처리함으로써 기지의 변화가 발생하였을 가능성이 있다. 표면의 거칠기는 TiAlN에 비하여 다소 감소되었다.

Fig. 6은 코팅하지 않는 것(a), DLC(b), TiAlN(c), TiN(d)을 코팅한 표면과 두께에서 각 구성성분의 원소의 분포를 mapping한 것으로 코팅이 잘 이루어졌음을 확인할 수 있다. 코팅물질들은 주로 표면에서 많이 검출되며 균일하게 분포되었음을 알 수 있다. 코팅하기 전의 파일에서 보면 Ti와 Ni가 검출되고 있으나 DLC코팅한 경우는 C가 검출되고 있다. DLC코팅은 접착력이 우수하여 유연성이 있는 재료의 코팅에 적합한 것으로 알려져 있다 [5,11]. 이는 코팅 전에 Ti-Ni합금과 같은 Ti버퍼층을 형성하고 그 위에 C를 코팅함으로써 우수한 접착력을 보일 뿐만 아니라 상온에서 코팅할 수 있기 때문에 Ni-Ti파일의 물리적인 특성을 변화시키지 않는다는 장점이 있다. TiAlN을 코팅한 경우는

균일하게 잘 코팅되었음이 관찰되었다. TiAlN은 공구강에 주로 코팅하는 물질로 Ni-Ti합금에 적합하지는 않는 것으로 판단된다. TiAlN은 표면관찰에서도 알 수 있듯이 비산되는 입자가 단면에서도 관찰됨을 알 수 있다. 이러한 입자는 표면의 거칠기에 영향을 미치며 절삭과정에서 역토크에 영향을 미칠 것으로 판단된다. 고온에서 처리하였기 때문에 접착력은 높을 것으로 생각되나 Ni-Ti합금과 같이 유연한 기지에 코팅된 경우는 접착력이 문제가 될 것으로 판단된다. 코팅표면에서 Ti, Al, N의 함량이 검출되고 있어 코팅이 잘 이루어진 것으로 판단된다. 특히 결합력확보를 위하여 200 °C에서 코팅을 하였기 때문에 기지의 상변화가 이루어졌을 것으로 판단된다. TiN을 코팅한 시편도 균일하게 잘 코팅되었음을 관찰하였다. TiN은 TiAlN과 같이 고온에서 코팅하였기 때문에 접착력은 증가될 것으로 판단되나 [12] TiAlN에 비하여 코팅두께가 다소 얇게 코팅되었으며 접착력도 코팅막내에 작은 입자들이 존재하지 않아 개선될 것으로 판단된다. TiN역시 200 °C에서 코팅한 결과 Ni-Ti기지의 조직이 변화되었을 것으로 생

Table 2. Surface roughness with coating conditions

Surface roughness (μm)	Bulk	DLC	TiAlN	TiN
1	0.100	0.079	0.193	0.086
2	0.096	0.069	0.364	0.107
3	0.081	0.076	0.256	0.092
4	0.086	0.071	0.228	0.088
5	0.106	0.082	0.198	0.101
6	0.100	0.064	0.352	0.111
7	0.090	0.061	0.222	0.095
8	0.092	0.076	0.211	0.093
9	0.108	0.065	0.189	0.093
10	0.094	0.073	0.246	0.088
Avg.	0.095 ± 0.008	0.072 ± 0.007	0.246 ± 0.059	0.095 ± 0.008

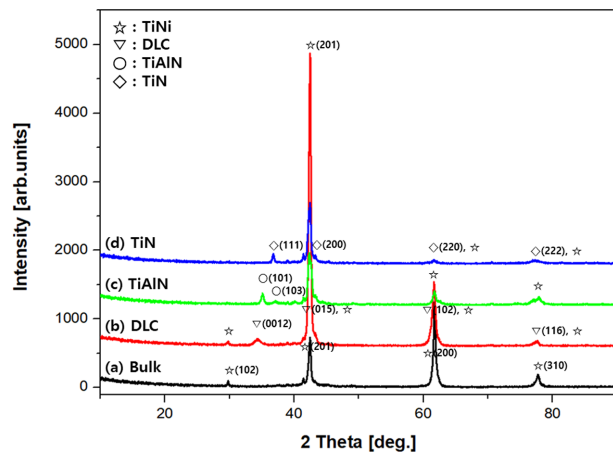


Fig. 7. XRD patterns of Ni-Ti file after coating

각되며 성분 분석에서 보면 Ti와 N의 함량이 높게 나타나 코팅이 잘 이루어진 것으로 보인다.

Fig. 7은 코팅된 Ni-Ti합금 표면의 결정상을 관찰하기 위한 X-ray 회절패턴이다. XRD를 이용하여 결정상을 분석한 결과에서 보여주듯이 코팅처리를 하면 Ti-Ni합금에서 나오는 기존의 피크들의 세기가 감소되며 코팅물질에 의한 피크들이 검출되고 있어 코팅이 잘 이루어졌음을 알 수 있다. 기지에서 나오는 피크인 (102), (201), (200), (310)의 피크가 코팅함에 따라서 점점 감소함을 보인다. 이는 코팅함에 따라 기지가 코팅 물질로 덮여진 구조를 보임을 알 수 있다. 특히 코팅한 경우는 기지에서 나오는 피크와 코팅물질에서 나오는 특유의 피크가 각각 나오고 있음을 확인할 수 있다. 코팅막이 두껍게 된 TiAlN의 경우는 Ti-Ni기지에서 나오는 피크가 크게 감소함을 보여 주고 있다.

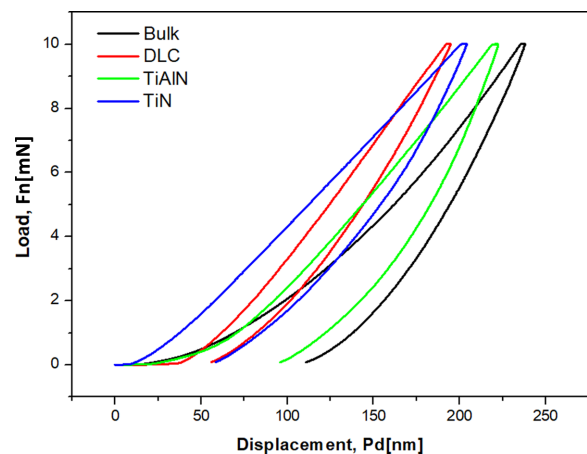


Fig. 8. Nanoindentation test results of Ni-Ti file after coating

Fig. 8은 나노스케일의 표면경도를 측정한 것으로 얇은 코팅막에서 경도를 정교하게 알아볼 수 있는 결과이다. 코팅하지 않은 Bulk에 비하여 DLC와 TiN의 코팅막이 안정적인 강도를 보이는데 이는 코팅한 경우가 모두 높게 나타난 경향은 같다. Table 3과 4는 나노인덴터로 측정한 코팅표면의 경도와 탄성계수를 보여주고 있다. DLC 코팅막의 경도가 가장 높게 나타났으며 탄성계수는 TiAlN과 TiN보다 낮게 나타났다. 탄성계수는 유연성을 평가하는데 중요하며, 강도/탄성계수의 비를 스프링 백으로 나타내어 탄성계수가 낮을수록 같은 강도에서 유연성의 효과가 큰 것을 나타내기 때문에 DLC코팅의 경우가 초탄성효과가 큼을 알 수 있다 [5].

표면에서 코팅피막의 결합력을 시험하기 위하여 다이아몬드 tip을 사용하여 굽힘시험을 행하였다. Table 5에서 보면 코팅막의 결합력은 코팅온도가 높을수록 증

Table 3. Nanoindentation hardness of samples

Hardness (Hv)	Bulk	DLC	TiAlN	TiN
1	1188	2868	1419	2547
2	1052	2010	1135	1499
3	1066	1778	1257	1277
4	1120	2212	1126	1295
5	1139	1773	1085	2208
Avg.	1113 ± 55	2128 ± 452	1205 ± 136	1765 ± 578

Table 4. Elastic modulus of samples

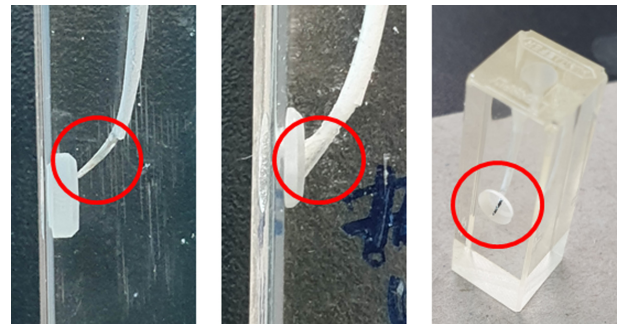
Elastic modulus (GPa)	Bulk	DLC	TiAlN	TiN
1	133	181	151	187
2	124	149	156	155
3	119	128	150	136
4	129	164	144	134
5	136	160	252	184
Avg.	128 ± 7	157 ± 19	171 ± 46	159 ± 25

Table 5. Bonding strength of coatings

Bonding strength (N)	DLC	TiAlN	TiN
	24	31	50

가하는 경향을 보였으며 DLC를 코팅한 경우와 TiAlN 및 TiN을 코팅한 Ni-Ti 파일의 굽힘시험 결과에서 보면 DLC의 경우는 초기에 버티다가 갑자기 코팅막이 파괴되는 되고 TiAlN은 최종 기지가 드러나게 된다. TiN을 코팅한 표면은 다른 시편에 비하여 굽힘 흔적이 적게 나타나 접착력시험에서 접착력이 우수함을 보였다. 접착력은 일반적으로 보고에 의하면 TiN이 55N으로 접착력이 우수한 것으로 알려져 있다. TiN이 접착능이 우수한 것은 Ti합금 모재에서 TiN피막이 (111)의 우선방위 뿐만 아니라 (200)과 (220)의 방향으로도 성장하여 치밀한 방향으로 피막이 성장되었기 때문이다 [9]. 또한 상온에서 코팅한 DLC와 달리 200 °C의 고온에서 코팅하였기 때문에 접착력이 높게 나온 것으로 판단된다.

코팅되지 않은 Ni-Ti file과 DLC, TiAlN, 및 TiN으로 코팅된 Ni-Ti file은 Fig. 9와 같이 근관모형을 사용하여 EDTA용액에서 임상적용 실험을 하였다. 그림은 임상조건으로 실험을 시간에 따라 수행한 사진으로 후 근관확장을 한 후 파괴된 사진을 보여주고 있다. 시간이 지남에 따라 근관의 힘은 크게 나타나고 연속적으로 회전을 시킴으로써 반복적인 압축과 인장의 응력이

**Fig. 9. Enlarged root canal by coated Ni-Ti rotary file in EDTA solution**

표면에 가해짐으로써 결국 파괴하게 된다. 실험과정에서 DLC의 경우는 유연성이 확보되어 힘의 크기가 많은 반복하중에서도 변형이 작음을 확인하였다. 그러나 TiAlN과 TiN은 힘의 크기가 커 변형이 크게 나타났는데 이는 200 °C이상의 온도에서 상의 변화로 유연성이 다소 소실된 결과로 생각된다.

Fig. 10은 근관확장 전과 후의 치근모형으로 사용전과 비교하여 치근이 크게 확장된 모습을 보인다. 이러한 치근 확장과정에서 파일의 피로파괴가 발생되지 않아야하며 이를 위하여 기계적인 가공흔적을 코팅물질로 제거하여 수명을 연장하는 방법이 필요함을 알 수 있다. 실제로 근관확장과정 중에 1/3지점에서 파절이 발생한 경우의 사진을 보여주고 있는데 일반적으로 만곡된 부위에서 파절이 발생되며 이는 반복된 하중에

의하여 일어난다 [9].

코팅되지 않은 Ni-Ti file과 DLC, TiAlN, 및 TiN으로 코팅된 Ni-Ti file은 근관모형 속에서 파절될 때까지

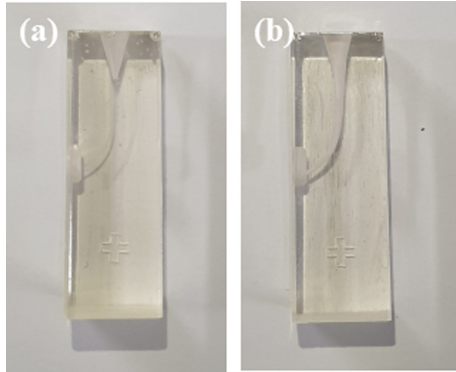


Fig. 10. Root canal formed by coated Ni-Ti rotary file in EDTA solution. (a) Before (b) after

회전하여 임상적용 시 최대 사용시간을 측정하였다. 일반적으로 신경치료 시 짧고, 얇은 Type의 Ni-Ti file을 우선적으로 사용하며, 점진적으로 길고, 두꺼운 file을 이용하여 근관을 확장시켜 주게 된다. 따라서 Ni-Ti file의 최대 사용시간을 측정하기 위해 SX Type의 file을 이용하여 근관을 확장시켜 준 후 조건별로 코팅된 F2 Type의 file을 이용하여 실험을 진행하였다. 실험 방법은 X-Smart Plus Endo Motor (Dentsply, UK) 장비와 SX Type Ni-Ti file을 이용하여 300 RPM, 4.0 torque, 10 sec 조건으로 근관모형의 직경을 확장시켰다. 확장된 근관모형을 통해 조건별 Ni-Ti file을 삽입 후 300 RPM, 4.0 torque로 file이 파절될 때까지 회전시켰으며, 파절될 때의 시간을 측정하여 기록하였다. 코팅되지 않은 것은 223초에서 파절이 이루어졌으며 DLC코팅의 경우는 450초, TiAlN은 83초, 및 TiN의 경우는 145초로 코팅처리한 파일 중에서도 DLC의 피로파절까지의 시간이 가장 길게 나타나 우수한 특성을 보임을 확인

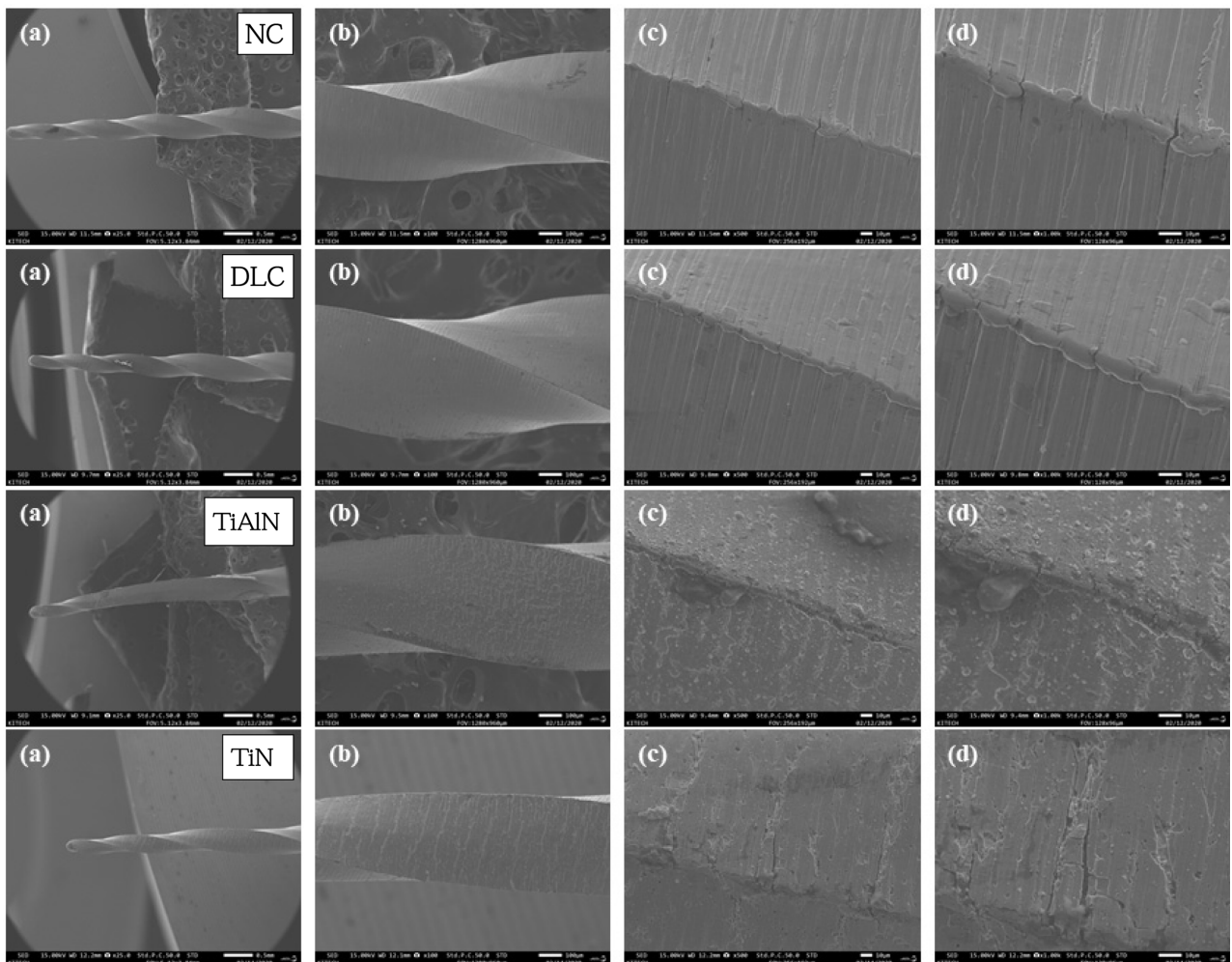


Fig. 11. FE-SEM surface of Ni-Ti file after clinical use

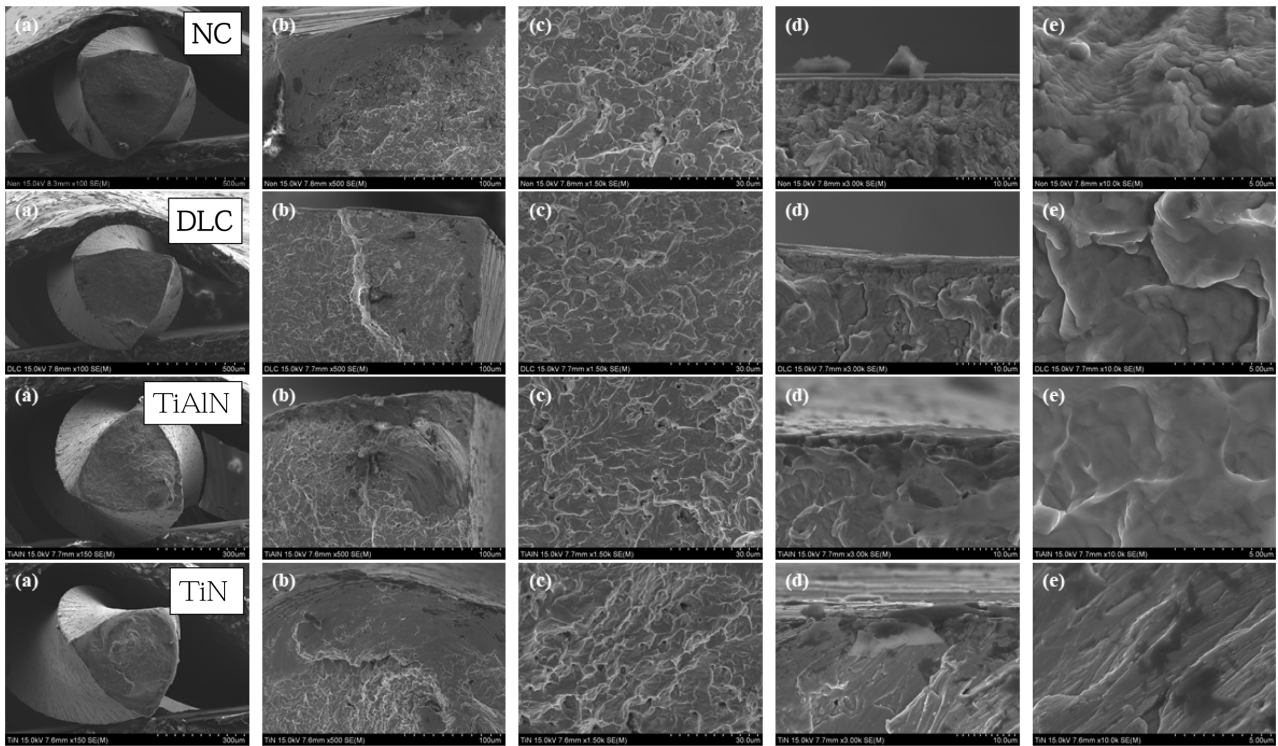


Fig. 12. FE-SEM fractured surface of Ni-Ti file after clinical use

하였다.

Fig. 11은 코팅하지 않는 파일과 코팅한 파일의 임상 사용 후 파일의 표면을 관찰한 것이다. 코팅하지 않은 경우는 표면에서 기계적인 결함이 있는 부분에서 많은 균열이 발견되고 파일 날이 무더졌지만(NC) DLC코팅을 한 경우는 균열이 나타나지 않고 절삭을 하는 날이 무더지지 않아 내마모성이 우수한 결과와 일치함을 알 수 있다(DLC). 반면 TiAlN과 TiN은 비록 기계적인 가공결함이 코팅막에 의하여 덮여졌을지라도 많은 균열과 절삭날의 마모가 관찰되고 균열과 함께 관찰되고 있어 DLC코팅의 효과가 큼을 알 수 있다.

Fig. 12는 EDTA용액에서 Ni-Ti파일에 코팅을 행한 후, 임상시험 후 파절된 파일의 피로 파절거동을 조사한 결과, 전체적으로 Ni-Ti 파일의 파단면에서 dimple 형태의 연성파절이 야기되었다. Ni-Ti 파일의 파절의 단계로는 응력집중을 크게 받는 부위에서 조그만 균열이 생성되는 균열생성, 균열이 각 응력 사이클마다 조금씩 진전하는 균열전파, 진전하던 균열이 임계크기에 도달하면 매우 빠르게 파절이 일어나는 최종파절의 3 단계로 나눌 수 있다. 생성된 균열은 높은 전단응력을 받는 결정면을 따라 매우 천천히 전파해 나가는데 이를 1단계 전파라고 하며 2단계 전파에 접어들면서 균열의 진전 속도는 매우 빠르게 증가하며 또한 균열의

진전방향도 작용 인장응력 방향에 거의 수직으로 바뀐다. 2단계 전파과정은 파절면에 해변무늬(beach mark)와 줄무늬(striation)의 두 가지 양상이 나타나는데 균열 생성 위치를 중심으로 원 모양이나 타원 모양으로 퍼져나가는 능선의 모습을 갖고 있다. 파절면을 관찰함으로써 해변무늬와 줄무늬의 존재로 파절이 피로에 의하여 발생되었다고 생각할 수 있다. 피로의 종류도 연성파절과 취성파절(brittle fracture)로 분류되는데 취성파절의 특징은 표면이 벽개균열(cleavage)과 river pattern을 갖고 연성파절은 cup-and-cone 형태를 갖는다 [9]. 본 연구에서는 반복하중을 주어 파절시켰을 때 균열의 전파가 어떠한 부분에서 이루어지는지가 중요한데 EDTA 용액에서 주로 기계적인 가공결함에서 전파가 일어났다. 코팅한 경우는 초기에 균열의 발생은 벽개파절로 시작하고 점진적으로 연성파괴 순으로 진행되었다(DLC, TiAlN, TiN(d)). Fig. 12에서 보면 코팅막에서 일단 균열의 전파가 없이 갑자기 균열이 발생되다가 균열이 전파된 부분에서 파절된 특징은 외부에서 연성파괴보다는 취성파괴의 영역이 초기에 나타나고 내부에서는 벌집모양의 연성파절특징인 cup-and-cone 형태를 보이는 피로파절의 특징을 보였다. 피로파절의 저항성을 부여하기 위하여 코팅한 파일 DLC, TiAlN, TiN(d)에서 코팅하지 않은 시편 NC(d)에 비하여 벽개파절 영역이

감소된 양상을 보이는데 이는 표면에서 균열의 핵생성 자리를 코팅 물질이 제거함으로써 순간적으로 파괴를 코팅피막이 보호해 줌으로써 벽계파절영역이 감소된 것으로 생각된다. 코팅한 파일의 경우는 벽계파절면이 크게 감소되었는데 이는 코팅막의 효과로 코팅하지 않은 것보다 기계 가공 과정에서 발생한 균열, 미세 결함, 굽힘 자국 및 불균질성을 최소화함으로써 파괴저항을 증가시켰기 때문으로 생각된다. 피로파절에서는 피로의 흔적인 fatigue striation [13]이 나타나 NC(e) 반복하중에 의한 파절임을 확인할 수 있다.

4. 결론

치과용 Ni-Ti파일의 피로특성을 개선하기 위하여 여러 가지 코팅물질을 사용하여 코팅하여 임상환경에서 피로파절을 조사한 결과, 다음과 같은 결과를 얻었다.

1) 코팅하지 않은 file은 은색을, DLC를 코팅한 경우 청색을 띤 검정을, TiAlN을 코팅한 경우는 붉은 회색을, TiN을 코팅한 경우에는 골드색을 각각 나타내었다.

2) 코팅하지 않은 경우는 file의 끝부분부터 기계적 가공에 의한 결함인 스크래치들이 존재하지만 DLC코팅을 하면 코팅 전 $0.095 \pm 0.008 \mu\text{m}$ 에서 코팅 후 $0.072 \pm 0.007 \mu\text{m}$ 로 거칠기가 감소하였다.

3) TiAlN 코팅한 경우는 가공 시 나타나는 표면의 결함이 거의 사라지고 아주 작은 알갱이로 구성되었다. 표면 평균거칠기는 DLC의 $0.072 \mu\text{m}$ 에 비하여 $0.246 \mu\text{m}$ 으로 크게 증가하였다. TiN을 코팅한 경우는 표면의 거칠기는 TiAlN에 비하여 다소 감소되었다.

4) 코팅된 표면에서 EDS분석을 한 결과, 코팅물질을 구성하는 원소가 균일하게 검출되었으며 코팅하지 않은 파일의 결정구조에서 나오는 (102), (201), (200), (310)의 피크가 코팅함에 따라 감소하였다.

5) 코팅표면의 경도와 탄성계수를 측정한 결과, DLC 코팅막의 경도가 가장 높게 나타났으며 탄성계수는 TiAlN과 TiN보다 낮게 나타났다. 표면에서 코팅피막의 접착력은 TiN이 가장 우수하였으며 DLC가 가장 낮게 나타났다.

6) EDTA용액에서 DLC의 경우는 유연성이 확보되어 반복하중에서도 변형이 작았으며 TiAlN과 TiN은 변형이 크게 나타났다.

7) 파절시험에서 코팅되지 않는 것은 223초에서 파절이 이루어졌으며 DLC코팅의 경우는 450초, TiAlN은 83초, 및 TiN의 경우는 145초로 나타났다.

8) 코팅한 파일은 코팅하지 않은 시편에 비하여 벽계파절 영역이 감소된 양상을 보였으며 fatigue striation이 나타났다.

감사의 글

이 논문은 2021년 조선대학교 연구지원금의 지원을 받아 연구되었음.

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. 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>
4. 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 (2023). Doi: <https://doi.org/10.14773/cst.2023.22.1.64>
5. S. K. Park, H. C. Choe, Effects of ta-C Coatings on Surface Characteristics of Dental Ni-Ti Files, *Corrosion Science and Technology*, **22**, 368 (2023). Doi: <https://doi.org/10.14773/cst.2023.22.5.368>
6. J. K. Lee, S. H. Park, G. W. Choi, Time-dependent Effects of EDTA Application on Removal of Smear Layer in the Root Canal System, *Journal of Korean Academy of Conservative Dentistry*, **31**, 169 (2006). Doi: <https://doi.org/10.5395/JKACD.2006.31.3.169>
7. D. R. Violich, N. P. Chandler, The Smear Layer in Endodontics – a Review, *International Endodontic Journal*, **43**, 2 (2010). Doi: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2009.01627.x>
8. H. Y. Cho, I. Y. Jung, C. Y. Lee, E. S. Kim, Cyclic Fatigue of the Sodium Hypochlorite Treated and/or Steam Autoclaved Nickel-Titanium Endodontic Files, *Journal of Korean Academy of Conservative Dentistry*, **33**, 54 (2008). Doi: <http://doi.org/10.5395/JKACD.2008.33.1.054>
9. H. C. Choe, S. C. Bae, Y. M. Ko, H. K. Hwang, Fatigue Fracture Phenomena of Clinically Used Dental Ni-Ti Alloy Files, *J.Kor.Inst.Met & Mater*, **44**, 392 (2006).
10. A. Anders, Structure Zone Models: From Thornton to

- Today, *Thin Solid Films*, **518**, 4087 (2010). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2009.10.145>
11. J. U. Kim, B. S. Lim, B. W. Ahn, Y. S. Yun, H. C. Choe, Enhancing the Durability and Surface Properties of Ceramic-Glass via DLC Coating Method, *Corrosion Science and Technology*, **23**, 365 (2024). Doi: <https://doi.org/10.14773/cst.2024.23.5.365>
 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>
 13. 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>