

ta-C코팅을 이용한 치과용 Ni-Ti File의 피로특성개선

최한철^{1*}, 김현준¹, 조혜리¹

¹Advanced Functional Surface & Biomaterials Research Lab, Department of Dental Materials & Research Center
of Nano-Interface Activation for Biomaterials, College of Dentistry, Chosun University, Korea
hcchoe@chosun.ac.kr

1. INTRODUCTION

- **Nickel-Titanium endodontic instrument :**

- Ni-Ti alloy는 1963년 Buehler 등에 의해 개발됨(Nitinol)
- 56 wt% Ni, 44 wt% Ti로 구성 (거의 1:1 원자비를 나타냄)
- 근관치료용 기구는 Walia 등 에 의해 1988년 소개됨



Fig.1. Commonly used Ni-Ti file file.

- **Stainless-steel file과 비교 시 Ni-Ti file의 장점 :**

- 뛰어난 유연성 및 높은 삭제효율
- 근관 성형과 확대 시, 치근단 변위감소
- 치료 시간의 단축

- **Ni-Ti file의 문제점**

- 근관 내에서 Ni-Ti 파일의 파절 위험성이 높음
- Ni-Ti file은 생산 과정에서 비틀지 않고, 연마 및 연삭을 통해 제조
⇒표면결함 야기⇒파절저항성, 절삭효율, 부식저항성 감소
- Ni-Ti 전동파일의 파절은 스테인리스 스틸 파일과 다르게 전구증상을 발견하기 어려워 파절을 예측하기 어려움

- **Ni-Ti 파일의 파절의 종류**

- 1) 비틀림 파절 (torsional fracture)

- 파일의 끝이 근관벽에 끼인 상태로 회전하면서 탄성한계를 초과할 때 발생
- 파절 부위에 소성변형(plastic deformation)이 나타남

- 2) 굴곡파절 (flexural fracture)

- 만곡된 근관에서 지속적인 응력을 받을 경우 반복 피로에 의해 금속에 균열이 생기고 이러한 균열이 성장하여 결국 파절이 발생
- 소성변형은 관찰되지 않음

- **Purpose**

- 기존 Ni-Ti 기구와 표면처리된 NiTi 기구를 이용하여 근관세척제인 NaOCl과 EDTA 용액에서 부식평가를 통하여 피로파절저항성을 예측하기 위함

2. MATERIALS AND METHOD

- **Material**

실험에 사용된 NiTi file은 프로테이퍼 골드와 프로테이퍼 유니버설 두가지 파일을 각각 F2, 25mm 파일을 사용하였으며, 근관세척제는 6% NaOCl과 17% EDTA을 사용하였고 대조군으로 생리식염수를 사용함

세종류 용액에 프로테이퍼 골드와 유니버설 파일을 각각 10개씩 실험 진행

- **부식 평가**

- 정전위차계(potentiostat/galvanostat 2273, EG&G, USA)를 이용하여 동전위시험(potentiodynamic test) 및 cyclic potentiodynamic polarization test(CPPT)와 교류임피던스측정시험(AC impedance test)를 시행
- 기준전극(reference electrode)으로는 포화감홍전극(saturated calomel electrode, SCE)을, 보조전극(counter electrode)으로는 고밀도 탄소전극을 작업전극(working electrode)으로는 준비된 시편을 사용

- **동전위시험 및 CPPT test**

- 일반적인 부식특성을 조사
- 실험조건: -750 mV ~ +1000 mV까지 전위를 가하여 시험 (주사속도 100mV/min)
- CPPT- Forward scan -750 mV ~ +1500 mV까지 전위를 가한 후 0mV까지 backward scan하여 시험
- 부식전위(E_{corr}), 부식전류밀도(I_{corr})를 측정

- **교류임피던스측정시험(AC impedance test)**

- 동전위분극시험과 같은 조건에서 측정
- 임피던스 측정장치로 frequency response detector (Model 2273. EG & G, USA)를 사용
- 주파수 영역은 10 mHz의 저주파에서 100 kHz의 고주파까지 사용
- Bode plot 및 Bode-phase plot을 얻어 분극저항(R_p)값과 용액의 저항(R_Ω)값을 조사하여 파일표면에서 부식특성에 대하여 조사

3. RESULTS & DISCUSSION

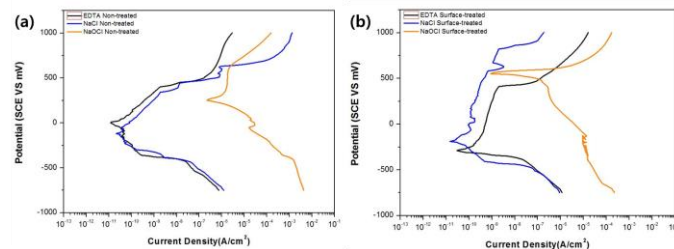


Fig. 1. Potentiodynamic polarization curves of the Ni-Ti file in respectively solution; (a) non-treated Ni-Ti file; (b) surface-treated Ni-Ti file.

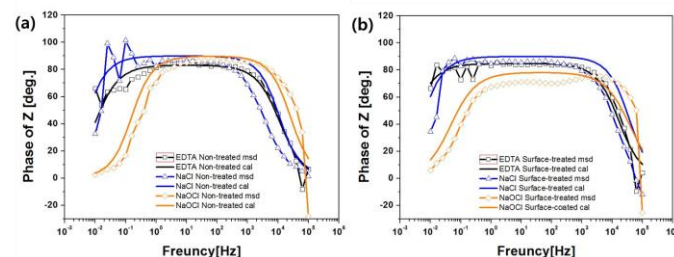


Fig. 2. Bode plot of the Ni-Ti file in respectively solution; (a) non-treated Ni-Ti file; (b) surface-treated Ni-Ti file.

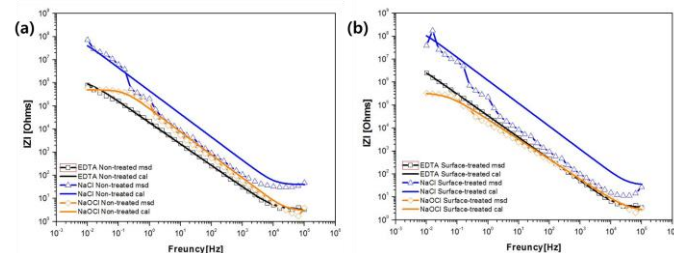


Fig. 3. Bode-phase plot of the Ni-Ti file in respectively solution; (a) non-treated Ni-Ti file; (b) surface-treated Ni-Ti file.

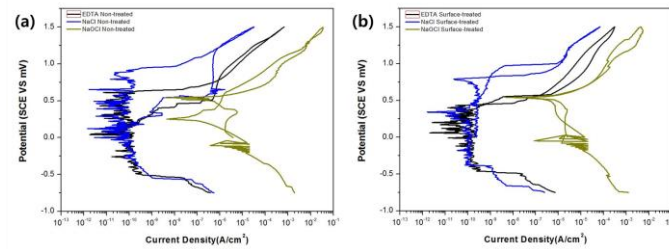


Fig. 4. CPPT curve of the Ni-Ti file in respectively solution; (a) non-treated Ni-Ti file; (b) surface-treated Ni-Ti file.

Table 1. Results of the Potentiodynamic test in respectively solution for the Ti-Ni file.

Specimens	E_{corr} (mV)	I_{corr} (A/cm²)	Corrosion Rate (mpy)
NaCl Non-treated	-118.892	3.8005×10^{-11}	1.1984×10^{-6}
NaCl Surface-treated	-179.236	5.0071×10^{-11}	1.5788×10^{-6}
NaOCl Non-treated	244.418	1.092×10^{-6}	3.4462×10^{-2}
NaOCl Surface-treated	741.722	5.959×10^{-6}	1.8791×10^{-1}
EDTA Non-treated	8.224	4.5829×10^{-11}	1.4451×10^{-6}
EDTA Surface-treated	-284.69	4.68949×10^{-10}	1.4787×10^{-5}

Table 2. Results of the EIS tests test in respectively solution for the Ti-Ni file.

Specimens	R_s (Ω)	CPE ($\mu F/cm^2 \cdot S^n$)	n_i	R_p (M Ω)
NaCl Non-treated	39.99	3.536×10^{-7}	1	8.81×10^7
NaCl Surface-treated	33.72	5.007×10^{-7}	1	2.104×10^8
NaOCl Non-treated	3.012	2.048×10^{-6}	1	4.979×10^5
NaOCl Surface-treated	2.466	8.376×10^{-6}	0.8707	3.475×10^5
EDTA Non-treated	3.379	9.576×10^{-6}	0.9254	1.322×10^6
EDTA Surface-treated	-3.588	5.114×10^{-6}	0.9432	9.927×10^6

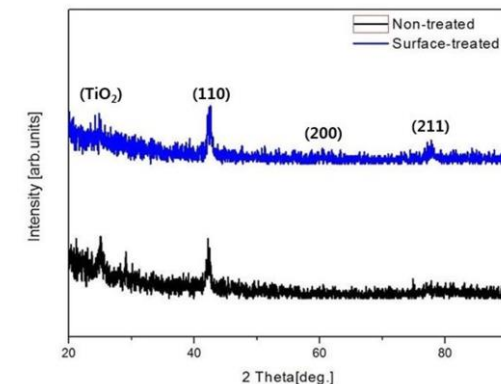


Fig.5. XRD patterns for the Surface-treated Ni-Ti file, and Non-treated Ni-Ti file.

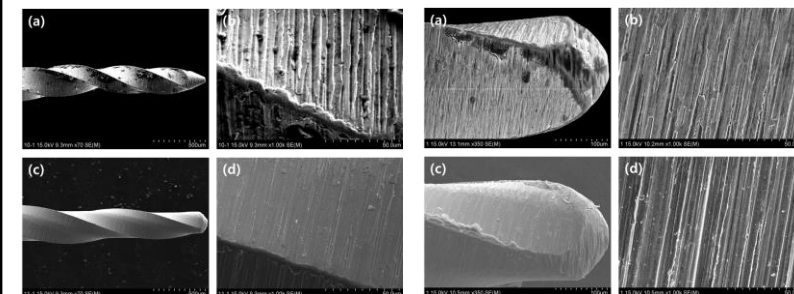


Fig. 6. FE-SEM image of the Ni-Ti file before the experiment; (a, b) non-treated Ni-Ti file; (c, d) surface-treated Ni-Ti file.

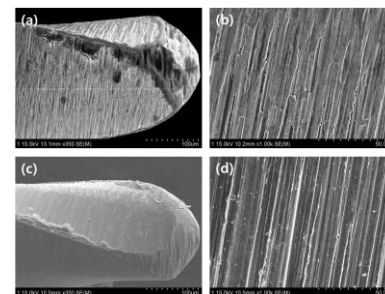


Fig. 7. FE-SEM image of the Ni-Ti file after corrosion test in NaCl solution; (a, b) non-treated Ni-Ti file; (c, d) surface-treated Ni-Ti file.

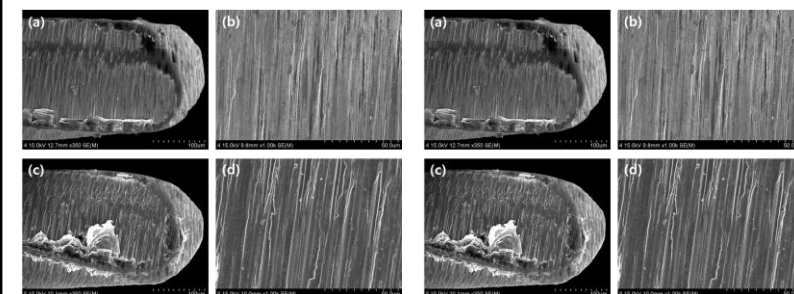


Fig. 8. FE-SEM image of the Ni-Ti file after corrosion test in EDTA solution; (a, b) non-treated Ni-Ti file; (c, d) surface-treated Ni-Ti file.

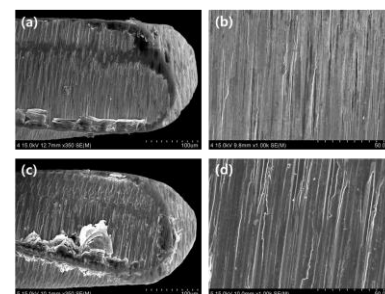


Fig. 9. FE-SEM image of the Ni-Ti file after corrosion test in NaOCl solution; (a, b) non-treated Ni-Ti file; (c, d) surface-treated Ni-Ti file.

3. RESULTS & DISCUSSION

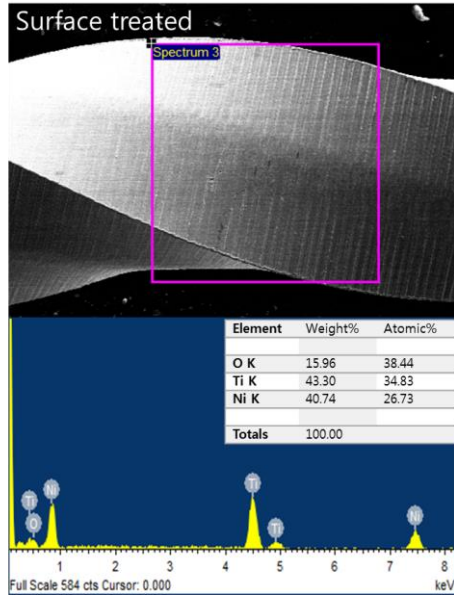


Fig. 10. EDS analysis of surface for surface-treated Ni-Ti file.

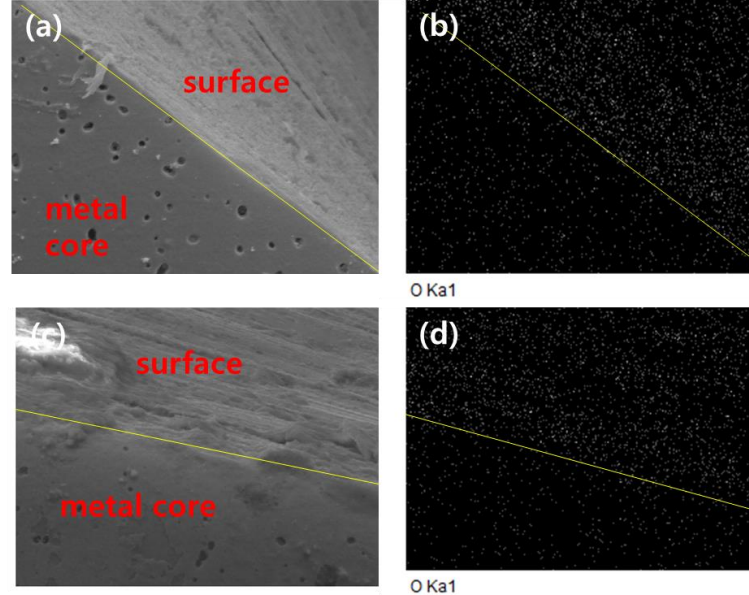


Fig. 11. FE-SEM image and mapping for cross section of Ni-Ti file; (a, b) non-treated Ni-Ti file image and mapping; (c, d) surface-treated Ni-Ti file image and mapping.

4. CONCLUSIONS

- 양극분극시험 결과 Ni-Ti 파일을 표면처리한 경우가 처리하지 않은 것에 비하여 부식 전류밀도 낮게 측정되었으며, 부식전류밀도는 NaOCl, EDTA, NaCl 순으로 측정됨
- 교류임피던스시험 결과 Ni-Ti파일을 표면처리한 경우, 처리하지 않은 것에 비해, 분극저항이 높게 나타났으며, 용액에 따른 분극 저항은 NaCl, EDTA, NaOCl 순으로 낮게 나타남
- CPPT시험결과 표면처리된 경우 표면처리하지 않은 경우보다 부동태 피막의 형성이 쉬웠으며, 표면처리가 된 경우 부식 저항성이 더 우수함
- SEM 관찰 결과 표면처리한 경우가 처리하지 않은 것에 비하여 공식과 같은 부식은 적었으며, NaCl, EDTA, NaOCl 순으로 부식표면이 심하게 침식 받음
- 이상의 결과로부터 Ni-Ti파일의 피로파절수명은 표면의 결함에 관계되며 표면처리한 경우는 피로저항이 증가될 것으로 예측
- 근관세척제로 사용되는 용액에서 EDTA보다는 NaOCl용액에서 부식이 심한 결과로부터 피로파절수명이 감소될 것으로 판단됨
- (본 연구는 2020 년도 산학협력(사업화 R&D) (No. S2892839)지원으로 수행되었음, hcchoe@chosun.ac.kr)