



저작자표시-비영리-동일조건변경허락 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

- 이 저작물을 복제, 배포, 전송, 전시, 공연 및 방송할 수 있습니다.
- 이차적 저작물을 작성할 수 있습니다.

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.



비영리. 귀하는 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 없습니다.



동일조건변경허락. 귀하가 이 저작물을 개작, 변형 또는 가공했을 경우에는, 이 저작물과 동일한 이용허락조건하에서만 배포할 수 있습니다.

- 귀하는, 이 저작물의 재이용이나 배포의 경우, 이 저작물에 적용된 이용허락조건을 명확하게 나타내어야 합니다.
- 저작권자로부터 별도의 허가를 받으면 이러한 조건들은 적용되지 않습니다.

저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#)

엔진구동형 Ni-Ti파일의
피로파절거동과 표면코팅효과

Fatigue Fracture Behavior and Surface Coating Effects
of Rotary Ni-Ti Files

2006年 2月 日

조선대학교 대학원

치 의 학 과

배 성 철

치과용 Ni-Ti합금 파일의
피로파절거동과 표면코팅효과

지도교수 황 호 길

이 논문을 치의학 박사학위 논문으로 제출함.

2005년 12월 일

조선대학교 대학원

치 의 학 과

배 성 철

배성철의 박사학위 논문을 인준함.

위원장 조선대학교 교수 조영곤 인

위 원 서울대학교 교수 백승호 인

위 원 조선대학교 교수 고영무 인

위 원 조선대학교 교수 최한철 인

위 원 조선대학교 교수 황호길 인

2005 년 12월 일

조선대학교 대학원

목 차

영문초록	vi
I. 서 론	1
II. 연구재료 및 방법	4
III. 연구성적	6
IV. 총괄 및 고안	10
V. 결 론	15
참고문헌	16

표 목 차

Table 1. Micro-vickers hardness value of non-coated and TiN coated Ni-Ti file surface	9
--	---

도 목 차

Fig. 1. Photos showing Ni-Ti files used in this study	19
Fig. 2. Photos showing the fractured Ni-Ti files after clinical use. (a) bending of tip (b) fracture of the lower part (c) fracture of the middle part (d) fracture of the upper part	19
Fig. 3. SEM showing the surface defects of Ni-Ti files before clinical use. (a), (b), (c) the middle part of file (d), (e), (f) the lower part of file	20
Fig. 4. SEM showing the cross-sectional surface defects of Ni-Ti files before clinical use. (a) X 200, (b) X 300, (c) X 500, (d) X 1000, (e) X3000, (f) X 3000	20
Fig. 5. SEM showing fractured Ni-Ti files after clinical use. (a) X 100, (b) X 300, (c) X 500 : fractured at the lower part of file (d) X 100, (e) X300, (f) X 500 : fractured at the middle part of file ..	21
Fig. 6. SEM showing crack initiation around fractured surface of Ni-Ti files fractured at the lower part after clinical use. (a) X 300, (b) X 1000 : near the fractured part of file (c) X 300, (d) X 1000 : at the fractured part of file	21
Fig. 7. SEM showing crack initiation of Ni-Ti files fractured at the middle part after clinical use. (a) X 500, (b) X 500, (c) X 1000, (d) X 2000, (e) X 2000, (f) X 1000	22
Fig. 8. SEM and EDS showing the fractured surface morphology of Ni-Ti file fractured at the upper part after clinical use. (a), (c), (d) fractured surface(X 200, 1000, 3000), (b) EDS peaks	22
Fig. 9. SEM and EDS showing the fractured surface morphology of Ni-Ti	

	file fractured at the middle part after clinical use. (a) fractured surface (b), (c) lateral face(X 200, X 500)	23
Fig. 10.	SEM and EDS showing the fractured surface morphology of Ni-Ti file fractured at the middle part after clinical use. (a), (c), (d) fractured surface (X 200, 1000, 3000), (b) EDS peaks	23
Fig. 11.	EDS analysis showing composition of the lateral surface of Ni-Ti file fractured at the middle part after clinical use. (a), (c) near the fractured surface (b), (d)at the fractured surface	24
Fig. 12.	SEM and EDS showing the fractured surface morphology of Ni-Ti file fractured at the lower part after clinical use. (a) fractured surface (b), (c) lateral face(X 200, X 500)	24
Fig. 13.	SEM and EDS showing the fractured surface morphology of Ni-Ti file fractured at the lower part after clinical use. (a), (c), (d) fractured surface (X 1000, 2000, 3000), (b) EDS peaks	25
Fig. 14.	EDS analysis showing composition of the lateral surface of Ni-Ti file fractured at the lower part after clinical use. (a), (c)near the fractured surface (b), (d) at the fractured surface	25
Fig. 15.	Photos showing TiN coated Ni-Ti files. (a) non-TiN coated (b) TiN coated at 25°C (c) TiN coated at 40°C (d) TiN coated at 300°C	26
Fig. 16.	SEM and EDS showing the non coated surface morphology of Ni-Ti file. (a) the upper part (b) the middle part (c) the lower part (d) EDS peaks	26
Fig. 17.	SEM showing the TiN coated surface morphology of Ni-Ti file at 25°C. (a), (b), (c); X 200, 500, 1000	27
Fig. 18.	SEM and EDS analysis showing TiN coated surface of Ni-Ti file	

	at 25°C. (a), (b) at the middle part surface (c), (d) at the lower part surface	27
Fig. 19.	SEM and EDS analysis showing TiN coated surface of Ni-Ti file at 40°C. (a), (d), (g) at the upper part surface (b), (e), (h) at the middle part surface (c), (f), (i) at the middle part surface	28
Fig. 20.	SEM and EDS analysis showing TiN coated surface of Ni-Ti file at 300°C. (a), (d), (g) at the upper part surface (b), (e), (h) at the middle part surface (c), (f), (i) at the middle part surface	28
Fig. 21.	AFM analysis showing the surface roughness of non coated and TiN coated Ni-Ti file. (a) non coated (b) TiN coated at 25°C (c) TiN coated at 40°C (d) TiN coated at 300°C	29
Fig. 22.	Optical micrographs showing hardness trace of non coated and TiN coated Ni-Ti file after micro-vickers hardness test. (a) non coated (b) TiN coated at 25 °C (c) TiN coated at 40°C (d) TiN coated at 300°C	29
Fig. 23.	SEM showing the scratch trace of TiN coated Ni-Ti file at 40°C after scratch test. (a) X 500 (b) X 1000 (c) X 2000 (d) X 3000	24
	Diagram of shape memory effect and super-elasticity of Ni-Ti alloy ²²⁾	30
Fig. 24.	Diagram of shape memory effect and super-elasticity of Ni-Ti alloy.	30

Fatigue Fracture Behavior and Surface Coating Effects of Rotary Ni-Ti Files

Bae, Seong-Chul, D.D.S., M.S.D.

Advisor : Prof. Hwang, Ho-Keel, D.D.S., M.S.D., Ph.D.

Department of Dentistry,

Graduate School of Chosun University

The purpose of this study was to investigate the fatigue fracture behavior and surface coating effects of rotary Ni-Ti files. ProTaper[®] (Maillfer, Dentsply, Ballaigues, Switzerland) were used, respectively, for experiment.

In order to observe the fatigue surface of clinically used file, the fractured files were classified into three groups: fractured files at the upper, middle and lower part after clinical use. The fractured surface and chemical composition were studied with energy dispersive x-ray spectroscopy(EDS) and field emission scanning electron microscope(FE-SEM) to analyze element on the surface of fractured file. In order to decrease the defects, TiN film coating was carried out on the Ni-Ti file surface using pure Ti target materials with nitrogen gas. TiN coated surface of Ni-Ti file was observed with FE-SEM, EDS, atomic force microscopy(AFM), vickers hardness tester, and scratch tester.

The results were as follows:

1. Fatigue fracture crack of Ni-Ti file was initiated and propagated at defects such as scratch formed by machine under repeated load.
2. Fractured surface of Ni-Ti file showed the brittle fracture behavior at the exterior and ductile fracture behavior at the interior. The ductile fracture behavior appeared predominantly at the lower part of Ni-Ti file compared with at the upper part of Ni-Ti file.
3. The surface roughness of TiN coated Ni-Ti file was lower than that of non coated Ni-Ti file. The surface roughness increased as coating temperature increased from 25°C to 300°C. Therefore, TiN coated surface showed decrease of defects such as scratch.
4. The surface hardness of TiN coated Ni-Ti file was higher than that of non coated Ni-Ti file. The surface hardness of TiN coated Ni-Ti file at 40°C showed higher than that of TiN coated Ni-Ti file at 25°C and 300°C.

It is considered that the TiN coated film which would prevent Ni-Ti files from fatigue failure can be applicable to root canal instrument system and confirmed that TiN film coated at temperature region of super-elasticity act as inhibitor against crack initiation on Ni-Ti file surface due to decrease of mechanical defects.

1. 서 론

근관치료에 있어서 이상적인 근관형태는 근관형성 후 근관의 형태가 치료 전 원래의 형태를 유지하면서 근관주변을 따라 균일하게 확대되어야 한다는 것이다¹⁾. 그러나 복잡한 근관의 내부 구조와 근관치료에 사용되는 기구의 형태가 다양함으로 인해 일반적인 근관형성방법만으로는 원래의 근관형태를 유지하면서 근관을 형성하기 어렵다²⁾. 근관형성용 기구자체는 직선화되려는 성질을 가지고 있기 때문에 만족된 근관을 형성할 경우 치근단 1/3 부위에서 근관의 변형이 일어날 수 있다³⁾. 뿐만 아니라 이러한 기구의 물리적 성질 때문에 만족된 근관 내측벽의 과도한 삭제에 의한 천공 (strip perforation)과 같은 문제가 발생하여 결국 근관치료를 실패할 수 있다⁴⁾. 연구보고^{2,4)}에 의하면 형성된 근관의 변형은 다양한 근관형성 방법 또는 파일의 형태 변화와 관계없이 근관치료 기구의 물리적 성질이 중요한 요인으로 작용하며, 이로 인하여 가끔 근관 내에서 근관치료의 실패를 야기할 수 있는 문제가 발생한다고 하였다.

엔진 구동형 근관형성 기구가 이상적인 근관형성, 시간의 절약 및 근관형성 시 술자 및 환자의 피로도 감소 등을 위하여 개발되었다. 초기에 사용된 엔진 구동형 근관치료용 기구가 유연성이 낮은 탄소강 또는 스테인리스강 등으로 제작되었기 때문에 기구 파절, 근관의 직선화, 축각에 의한 감지의 어려움 등으로 인하여 근관 내 ledge의 형성 및 하방부위 폐쇄 또는 근단부 천공과 같은 문제를 발생한다고 하였다⁵⁾. 따라서 스테인리스강 파일의 낮은 유연성에 따른 문제를 해소하고⁶⁾, 짧은 시간 내에 효과적인 근관형성을 위하여 새로운 재료로 만들어진 근관치료용 엔진 구동형 기구의 개발이 필요하게 되었다⁷⁾. Civjan⁸⁾이 치과영역에서는 처음으로 Ni-Ti (nickel-titanium) 합금에 대하여 보고한 이래 1988년 Walia 등⁹⁾은 교정용 선재로 만든 Ni-Ti 파일이

같은 크기의 스테인리스강 파일보다 2~3배정도 더욱 유연성을 나타낸다고 하였고, 1989년 Wildey와 Senia¹⁰⁾는 Ni-Ti 파일이 스테인리스강 파일 보다 유연성이 높아 만곡된 근관에서 사용할 때 근단의 변위가 적고 근관을 보다 둥글게 형성시킬 수 있는 수동기구 (Canal masterTM)를 개발하였다. 그러나 이 기구는 높은 마모도와 낮은 파절 저항성이 단점으로 나타나 Ni-Ti 합금을 소재로 하고 날의 디자인을 변형시킨 엔진 구동형 근관확대 Ni-Ti기구(Canal master "U", Lightspeed)가 개발되었고, 최근에는 300 rpm으로 사용하는 엔진 구동형 Ni-Ti 파일이 개발되었다¹¹⁾.

Ni-Ti 파일은 육안으로 관찰 할 수 있는 구부러짐이나 플립 등의 소성변형 없이 기구의 탄성한계 내에서 갑작스럽게 파절되는 경우가 있으며, 이는 만곡 근관 내에서 기구가 회전하는 동안 만곡의 안쪽에는 압축응력이, 만곡의 바깥쪽에는 인장응력이 주기적으로 가해짐으로써 표면에 미세 파절과 균열이 발생하고 전파되어 결국 피로파절을 야기하게 된다¹²⁾. 또 Ni-Ti파일이 반복 응력을 받으면 균열이 형성되면서 파절이 진행되며 연성파절 양상을 나타낸다고 보고하였다^{12,13)}. Ni-Ti 파일을 이용한 이전의 피로파절에 대한 연구들은 파일의 직경이나 경사도 (taper), 단면 형태 및 회전속도, 표면결함 등이 영향을 미친다고 보고되고 있다^{12,13)}. Kuhn등¹⁴⁾은 사용하지 않은 Ni-Ti파일을 구부러 응력을 받게 한 상태에서 주사전자현미경으로 관찰한 결과 기계 가공 과정에서 발생한 균열, 미세 결함, 굵은 자국 및 불균질성 등을 발견하였다. 또한 Karn¹⁵⁾은 표면결함을 갖는 Ni-Ti 파일을 산화알루미늄 마모제가 들어있는 기구에 넣고 회전시켜 표면결함을 제거함으로써 파절 저항성이 증가함을 보고하였다. 이와 같이 Ni-Ti 파일의 표면결함은 균열의 핵으로 작용할 수 있고 특히 만곡 근관 내에서 반복적인 응력의 작용은 조기 파절을 일으키는 원인이 될 수 있다. 그러나 표면결함에 관한 연구는 결함을 줄이기 위하여 산화알루미늄 마모제가 들어있는 기구에 넣고 회전시켜 표면결함을 제거

하였다는 연구 이외에는 거의 미미하다¹⁵⁾.

따라서 본 연구에는 임상에서 사용전과 후의 Ni-Ti 파일을 수거하여 표면 결함과 파절양상을 조사해보고, 표면결함을 최소화하고 반복응력 하에서 피로파절의 특성을 향상시킬 수 있는 방법으로 arc ion plating기를 이용하여 TiN을 25℃, 40℃ 및 300℃에서 코팅하여 표면의 결함제거여부를 주사전자현미경, AFM, 경도계 및 스크래치시험을 통하여 관찰하여 다소의 지견을 얻었기에 이에 보고하는 바이다.

II. 연구재료 및 방법

가. 연구재료

사용하지 않은 Ni-Ti과일의 표면결함을 관찰하고 결함을 제거하기 위한 TiN코팅처리 시편으로 사용하기 위하여 ProTaper[®](Maillfer, Dentsply, Ballaigues, Switzerland)의 Ni-Ti과일을 준비하였다. 각 각의 파일은 20번, 25번 크기를 가진 길이 25 mm의 F1, F2를 선택하였다 (Fig. 1).

임상적으로 사용 후 파절된 파일의 양상을 분석하기 위하여 조선대학교 치과병원 보존과에서 사용 후 파절된 것 중에서, 파일의 끝 부분이 파절된 경우 (1~5 mm 이내), 중간부분이 파절된 경우 (5~10 mm 이내), 상단부분이 파절된 경우 (10~16 mm 이내)로 시편을 분류하여 수거하였다 (Fig. 2).

나. 연구방법

a. 파절표면과 표면결함의 주사전자현미경적 관찰

본 연구에서 표면과 파절면의 관찰은 field-emission scanning electron microscopy(FE-SEM;S-4800, Hitach, Japan)와 electron dispersive x-ray spectroscopy(EDS; S-4800, Hitach, Japan)를 사용하였으며 이는 초고분해능을 가지며 다른 주사전자현미경보다 고해상도를 갖는 특징이 있다. EDS방법으로 X선의 세기가 y축으로 나타나고 에너지는 x축으로 표시된 그래프가 얻어진다. EDS 시스템의 컴퓨터에는 모든 특정 X 선의 위치가 기억되어 있으므로 스펙트럼의 피크로부터 원소를 알아내어 정성분석을 하였다.

b. Ni-Ti과일의 TiN 코팅

표면개질과 표면결함을 제거할 목적으로 파일의 표면에 TiN의 코팅을 실시하였으며 사용된 장비는 플라즈마 아아크 이온 도금장치(Cliotek Ion-Plating,

Cliotek, Inc. Korea)를 사용하였다. 시험편을 장착 후에 진공챔버를 3.0×10^{-2} m torr까지 배기시키고 mass flow controller를 이용하여 Ar gas를 10 ~ 20 m torr로 공급하였다. 이후 900 W의 arc power로 Ar 플라즈마를 발생시킨 후 시료대에 DC를 인가하여 약 10분 동안 산화층을 비롯한 시험편 표면의 오염물질을 제거한 후, 진공챔버를 다시 3.0×10^{-2} m torr로 배기시켰다. 코팅을 위하여 타겟으로 고순도 Ti를 사용하였고 질소가스를 10 ~ 20 m torr로 공급하였으며 코팅시간을 40 min으로 하여 도금두께가 3.0 ~ 3.5 μm 가 되도록 하였다. 시험편의 회전 속도는 0.5 RPM으로 하여 나사산의 모든 부위에 코팅이 균일하게 이루어지도록 하였으며 접착도의 영향을 조사하기 위하여 온도는 25°C, 40°C 및 300°C로 하였다.

c. TiN 코팅된 Ni-Ti과일의 표면분석

코팅표면조사는 코팅표면조직의 변화를 조사하기 위하여 FE-SEM과 EDS를 사용하여 표면을 분석하였다. 표면 굽힘시험은 다이아몬드 tip을 사용하여 표면굽힘시험기로 $100\text{gr}/\text{mm}^2$ 의 하중으로 100mm/min속도로 하였다. 표면조도시험은 atomic force microscopy(AFM: Digital Instrument Co. Multi Mode)를 이용하여 코팅표면의 조도를 측정하였다. Vickers 경도계(Model: HMV-112, Akashi, Japan)를 사용하여 하중 100 gf로 5초 동안 표면에 하중을 가하여 코팅표면의 경도를 조사하였다.

III. 연구성적

1. Ni-Ti 파일의 표면결합관찰

사용하지 않은 Ni-Ti의 표면결합을 SEM으로 관찰하여 Fig. 3과 Fig. 4에 나타내었다. 중앙부위와 하단부위에서 측면을 관찰한 표면으로 확대하여 보면 상당히 많은 스크래치가 나타나고 있다. 이는 기계적인 가공에 의한 결합으로 반복하중 시에 피로파절의 균열 핵생성 자리가 되어 균열로 전파될 수 있는 결합이다. Fig. 4는 Ni-Ti파일의 끝부분을 SEM으로 촬영한 것으로 기계적인 가공결합이 심하게 나타났다.

2. 파절된 Ni-Ti 파일의 피로파절현상

임상에서 사용 후 파절된 Ni-Ti파일의 파절양상을 SEM으로 촬영한 것을 Fig. 5 ~ Fig. 14에 나타내었다. Fig. 5의 (a), (b), (c)는 하단부에서 파절된 것과 (d), (e), (f)는 중간부에서 파절된 것을 나타낸 것으로 측면에서 확대하여 촬영한 결과 기계적인 가공결합을 따라 파절이 이루어졌다. 이 부위를 더 확대하여 관찰한 것이 Fig. 6이다. 하단부에서 파괴된 파일을 더 면밀히 관찰하기 위하여 Fig. 6의 (a)와 (b)는 파절면으로부터 약간 벗어난 부위에서 기계적인 가공결합의 형상이고 Fig. 6의 (c)와 (d)는 파절면 바로 근접부위에서 기계적인 결합의 자리에서 반복하중을 받았던 형상이다. 여기에서 보면 균열의 성장이 기계적인 가공결합의 주위에서 이루어졌음을 보인다. Fig. 7은 중간부위에서 파절된 Ni-Ti파일의 균열의 발생과 성장을 나타내는 사진이다.

파절된 단면을 면밀히 살펴보기 위하여 SEM과 EDS를 이용하여 성분의 변화를 조사하였다. Fig. 8은 상단부에서 파절이 이루어진 Ni-Ti 파일의 파절 단면부를 촬영한 SEM사진과 EDS결과이다. 초기에 균열의 발생은 사진 (Fig. 8-a)에 표시한바와 같이 벽개파절을 보였고 점진적으로 반복횟수가 증

가되면서 내부로 피로줄무늬를 형성하면서 파절된 형상을 보인다. 상부에서 파절된 특징은 연성파괴보다는 취성파괴의 영역이 크게 나타났다. 특히 내부에서는 Fig. 8-c, d와 같이 벌집모양의 연성파절특징인 cup - and - cone의 형태를 보여 피로파절의 특징을 보인다. EDS분석결과를 보면 Ni, Ti, Ca, 및 P등이 파절표면에서 검출되고 있다.

중간부에서 파절은 Fig. 9에 나타나 있으며 측면에서 기계적인 결합에서 발생된 균열이 성장하여 파절이 이루어졌다 (Fig.9-b, c). 측면에는 많은 이물질이 붙어있다. Fig. 10은 연성파절이 이루어진 면을 SEM과 EDS로 관찰한 것으로 C, O, Si, TI, Ni, Zn등이 관찰되었다. 내부에서는 상단부의 파절면보다 연성파절의 특징이 뚜렷하게 나타났다. Fig. 11은 파일의 표면에 붙어있는 이물질을 EDS를 통하여 조사한 것으로 (a), (c)는 파절부위에서 약간 벗어난 측면에서 (b), (d)는 바로 파절부위의 측면에서 성분을 나타내고 있다. 파절부위에서는 Ca와 P의 함량이 높게 나타나고 파절 부위에서 벗어난 부위에서는 C와 O가 높게 나타났다.

하단부에서 파절은 Fig. 12에 나타내었으며 하단부위에서는 벽개파절의 흔적이 점차 줄어들고 거의 연성파절이나 휨의 특징이 나타났다. 그 특성은 연성파절을 Fig. 13에서 확대하여 관찰하였다. 검출된 성분도 주로 C, O, Ti, 및 Ni로 나타났다. Fig. 14는 파일의 표면에 붙어있는 이물질을 EDS를 통하여 조사한 것으로 (a), (c)는 파절부위에서 벗어난 측면에서, (b), (d)는 바로 파절부위의 측면에서의 성분을 나타내고 있다. 하단부의 파절부위에서는 Ca, P, C, 및 O의 함량이 높게 나타나고 파절 부위에서 벗어난 부위에서는 C와 O가 높게 나타났다.

3. TiN 코팅된 Ni-Ti 파일의 표면조사

코팅하기 전과 후의 Ni-Ti파일을 보여주는 것이 Fig. 15이다. 코팅한 것

하지 않는 것의 차이는 황금색을 띠고 있는 것으로 구분이 되며 (a)는 코팅하지 않은 경우이고 (b)는 25°C에서 TiN을 코팅한 경우이며 (c)는 40°C에서 TiN을 코팅한 경우이고 (d)는 300°C에서 TiN을 코팅한 경우의 사진이다. 코팅하지 않은 경우는 은색의 색깔을 보이고 있으나 TiN을 코팅한 경우 황금색의 색깔을 보였다. Fig. 16은 코팅하지 않은 Ni-Ti를 상단부, 중간부, 하단부로 나누어 FE-SEM으로 관찰한 것으로 코팅하지 않은 경우는 표면에 다량의 스크래치가 관찰되고 구성성분도 Ni, Ti가 주를 이룬다. 반면, 25°C에서 코팅을 한 경우 Fig. 17에서 보여주듯이 기계적인 가공결함이 코팅막의 형성으로 스크래치와 결함이 제거된 양상을 보였다. 코팅된 성분을 조사한 결과 Fig. 18의 EDS 피크 상에서 TiN을 코팅한 중간부 (a), (b)는 Ti가 91.67wt%로 높게 나타나 코팅이 잘 이루어졌음을 보인다. 하단부에서도 Ti가 98.07wt%로 나타났으며 N은 EDS로 검출이 불가능한 관계로 검출되지 않았다. 코팅온도를 40°C로 높인 경우는 Fig. 19에 나타내었으며 FE-SEM을 사용하여 고배율로 관찰해보면 기계적 결함이 나타나지 않고 표면에 작은 질화물의 알갱이들로 덮여져 있었다. 코팅을 하지 않은 경우에 비하여 매끄러운 형상을 보였다. EDS분석결과도 주로 Ti가 90wt%까지 검출되어 코팅이 잘 이루어짐을 알 수 있다. 코팅온도를 300°C까지 증가시킨 경우는 Fig. 20에 나타내었으며 온도를 증가시키면 기계적 결함을 따라 TiN피막이 성장하였음을 보인다.

4. TiN 코팅된 Ni-Ti 파일의 표면거칠기와 경도조사

TiN 코팅된 Ni-Ti 파일의 표면거칠기를 AFM으로 조사한 결과를 Fig. 21에 나타내었다. 3차원적으로 관찰한 AFM의 표면거칠기 사진 상으로는 구별이 되지 않지만 수치화된 data에서 코팅하지 않은 경우는 평균거칠기(Ra)가 21.7 nm, 25°C에서 TiN 코팅한 경우는 12.7 nm, 40°C에서 TiN 코팅한 경우

는 11.9 nm, 및 300℃에서 TiN 코팅한 경우는 7.6 nm을 각각 나타냄으로써 300℃에서 코팅된 경우가 거칠기값이 가장 낮게 나타났다.

Vickers경도계를 이용하여 코팅한 표면과 코팅하지 않은 표면의 경도를 측정한 결과, Fig. 22에서와 같이 표면에 나타난 압흔자국으로부터 구한 경도 값은 Table 1에 나타내었으며 코팅하지 않은 Ni-Ti 파일은 372, 25℃에서 TiN을 코팅한 경우는 566, 40℃에서 TiN을 코팅한 경우는 818, 300℃에서 TiN을 코팅한 경우는 422를 보여 40℃에서 TiN을 코팅한 경우가 높게 나타났으며 코팅이 되지 않은 경우는 경도 값이 낮게 나타났다.

Fig. 23은 표면에서 코팅피막의 접착능을 시험하기 위하여 다이아몬드 tip을 사용하여 표면굽힘시험기로 100 gr/mm²의 하중과 100 mm/min속도로 굽힘시험을 행한 후 40℃에서 TiN 코팅한 Ni-Ti 파일의 굽힘사진으로 (a)는 500배, (b)는 1000배, (c)는 2000배 및 (d)는 3000배 사진이다. TiN이 코팅된 표면의 흔적은 질화표면에 마찰흔적만 나타나고 깊은 스크래치는 나타나지 않아 Ti기지에 TiN의 접착이 우수함을 보인다.

Table 1. Micro-vickers hardness value of non-coated and TiN coated Ni-Ti file surface.

Sample		Non coating	TiN coating at 25℃	TiN coating at 40℃	TiN coating at 300℃
HV	Test 1	378.2	571.7	822.2	422.8
	Test 2	373.2	568.1	817.3	429.8
	Test 3	371.8	562.1	814.6	418.1
	Test 4	366.8	565.9	818.4	420.1
	Av.	372.5	566.9	818.1	422.7

IV. 총괄 및 고안

Ni-Ti 파일은 스테인리스강 파일 보다 유연성이 높아 만곡된 근관에서 사용할 때 근단의 변위가 적고 근관의 원래 형태를 유지하면서 보다 둥글게 근관을 형성시킬 수 있는 장점을 가지고 있어 많이 사용되고 있다. 그러나 Ni-Ti 파일은 구부러짐이나 풀림 등의 소성변형 없이 기구의 탄성한계 내에서 갑작스럽게 파절되는 경우가 있는데, 만곡 근관 내에서 기구가 회전하는 동안 만곡의 안쪽에는 압축응력이 만곡의 바깥쪽에는 인장응력이 주기적으로 가해짐으로써 표면에 미세 파절과 균열이 발생하고 전파되어 결국 피로파절을 일으키기 쉬운 단점이 있다¹²⁾.

연구¹⁴⁾에 의하면 사용하지 않은 Ni-Ti 파일을 구부려서 응력을 받게 한 상태에서 주사전자현미경으로 관찰한 결과 기계 가공 과정에서 발생한 균열, 미세 결함, 굽힌 자국 및 불균질성 등을 발견하였으며 이러한 자리에서 파절의 시작이 이루어 질 수 있다고 하였다. 이 연구에서도 Ni-Ti 파일의 표면결함관찰을 응력을 가하지 않은 상태에서 SEM으로 관찰한 결과 Ni-Ti 파일의 전 표면에서 기계적인 가공결함이 심하게 나타났다 (Fig. 3, 4). 이는 기계적인 가공에 의한 결함으로 반복하중 시에 피로파절의 균열핵생성 자리가 되어 균열로 전파될 수 있는 위험한 결함¹⁴⁾으로 생각된다. 이러한 결함은 근관형성 시 피로파절로 이행되어 Ni-Ti 파일의 기능을 잃게 되는데 임상적으로 사용한 파일의 피로파절현상을 고찰해 본 결과 기계적인 가공결함부위에서 피로 균열의 핵생성과 성장이 이루어졌음을 확인하였다 (Fig. 5-7). 피로균열은 파절 면에서 주 균열이 발생되지만 만곡된 부위로 생각되는 파절면으로부터 떨어진 부위에서도 많은 미세균열의 성장이 반복하중이 가해지는 동안 계속적으로 이루어졌음을 알 수 있었다.

Ni-Ti 피로파절의 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 3단계로 나눌 수 있다¹⁶⁾. 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 균열생성 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 취성파절로 분류되는데 취성파절의 특징은 표면이 벽개균열 (cleavage)와 river pattern을 갖고 연성파절은 cup-and-cone형태를 갖는다¹⁶⁾. 이 연구에서도 임상에서 사용된 Ni-Ti파일을 수거하여 상단부, 중간부, 하단부로 나뉘어 전자현미경 사진을 통하여 파절표면을 고찰한 결과, 각각 초기에 균열의 발생은 벽개파절로 시작하고 점진적으로 반복횟수가 증가되면서 내부로 피로줄무늬를 형성하면서 연성파절의 양상이 나타났다. 상부에서 파절된 특징은 외부에서 연성파괴보다는 취성파괴의 영역이 크게 나타났다. 특히 내부에서는 벌집모양의 연성파절특징인 cup - and - cone의 형태를 보이는 피로파절의 특징을 보였고 (Fig. 8-10, 13) 초기 표면으로부터 약 50 μm 정도 벽개파절을 보였다. 부위별로 보면 상단부에서 하단부로 갈수록 파절의 양상은 연성파절특성이 현저하게 나타났는데 이는 파일의 끝부분으로 갈수록 파일의 두께가 감소하여 반복응력에 대한 저항능력이 낮기 때문으로 생각된다 (Fig. 8, 10, 13). 파절부위의 성분변화를 보면 파절된 파일측면에서 파절면에 가까울수록 칼슘과 인의 함량이 높게 나타나고 멀어질수록 이들의 값이 감소하는데 이는 미세균열이 발생된 부위에서 반복하중이 가해지는 과정 중에 치질성분이 계

재됨으로써 표면에 존재한 것으로 판단된다 (Fig.11, 14).

따라서 피로파절의 원인이 표면에 존재하는 기계적인 결함임을 알 수 있으며 이를 최소화하는 방법으로 Karn¹⁵⁾은 표면결함을 갖는 Ni-Ti 파일을 산화 알루미늄 마모제가 들어있는 기구에 넣고 회전시켜 표면결함을 제거함으로써 파절 저항성이 증가함을 보고하였고 Ni-Ti 파일의 표면결함은 균열의 핵으로 작용할 수 있고 특히 만곡 근관 내에서 반복적인 응력의 작용은 조기 파절을 일으키는 원인이 될 수 있다고 하였다¹⁷⁾.

피로파절의 수명을 증가시키는 방법은 여러 가지가 제시되고 있으며 표면에 압축잔류응력을 부여하는 방법¹⁸⁾이 가장 좋으며, 응력집중부위 제거, 표면 거칠기감소 방법 등이 있다. 이 연구에서는 압축응력부여방법으로 샷트피이닝방법이 있지만 나선형을 갖는 파일표면에 이방법을 처리하기에는 부적합하여 표면에 TiN을 코팅 처리하는 방법을 택하였으며 코팅함으로써 응력집중부위 제거와 표면거칠기감소 효과가 있었다. TiN코팅처리시 중요한 변수는 코팅온도조건이며 이는 Ni-Ti와 같은 형상기억합금의 상변태에 큰 영향을 미친다. 형상기억합금이란 적절한 온도로 가열하였을 때 변형 전의 형태로 되돌아 갈 수 있는 금속 재료를 말하고 이러한 특성을 형상기억 효과 (shape memory effect, SME)라고 한다 (Fig.24). 형상기억 효과는 주로 마르텐사이트 변태 (martensitic transformation)로 인해 발생하게 되는데 이는 일반적인 탄소강에서의 마르텐사이트 변태와 유사하다. 고온의 오스테나이트 (austenite) 상태의 형상기억 합금을 마르텐사이트 변태 종료 온도, M_f 이하로 냉각시키면 저온의 마르텐사이트로 변태를 하게 된다. 이때 자기적응특성 (self-accommodating property)에 의해 최대 24 방향의 쌍정구조 (twinned martensite)를 갖게 된다. 이로 인해 마르텐사이트 변태에 의해 발생된 미시적인 형상 변화는 서로 상쇄되어 거시적인 형상 변화는 거의 없게 된다. 그러나 이러한 쌍정구조의 마르텐사이트 상태의 형상기억합금에 힘을 가하게 되면 서로 다른 방향의 쌍

정들이 일정한 방향을 갖게 되고 (detwined martensite), 이로 인해 힘이 가해진 방향으로 거시적인 형태가 변하게 된다. 형태가 변화된 형상기억합금을 오스테나이트 변태 종료 온도(A_f) 이상으로 가열하면 형상기억합금은 고온의 오스테나이트로 되돌아가게 되고 거시적인 형태도 변형 전의 초기 형태로 되돌아간다¹⁹⁻²⁰).

형상기억합금은 형상기억효과 이외에 Ni-Ti 파일이 갖는 의탄성이라고 하는 독특한 성질을 갖는다. A_f 온도 이상에서 형상기억합금에 힘을 가하면 마르텐사이트 변태가 일어나게 된다. 이때 힘을 제거하면 다시 역방향의 변태가 일어나게 되고 형상기억 효과에 의하여 본래의 형태로 되돌아가게 되는데 이러한 거동을 의탄성(pseudo-elasticity) 또는 초탄성(super-elasticity)이라고 한다. 의탄성 과정이나 이방향성 형상기억 효과를 나타내는 과정은 이력(hysteresis) 현상을 동반하게 된다²¹).

이러한 이론을 근거로 Ni-Ti파일에 TiN의 코팅은 25°C, 40°C, 300°C로 나누어 코팅하였는데 그 이유는 Ni-Ti파일의 특성은 초탄성특성을 이용하여 제조한 합금이기 때문에 그 처리특성을 잃지 않는 40°C와 300°C로 나누어 처리하였다. 플라즈마 이온질화는 고온에서 처리할수록 TiN 피막의 접착성이 개선되지만 고온에서 초탄성의 특성을 쉽게 잃게 된다. Ni-Ti 합금의 변태온도는 보통 -50°C에서 110°C사이에 있기 때문에 이 온도구간에서 처리를 하여야만 한다²²).

TiN을 코팅한 파일은 황금색을 띠고 있으며 (Fig. 15), 코팅하지 않는 경우는 기계적인 결함이 다량 보이지만 25°C에서 TiN을 코팅한 경우, 40°C에서 TiN을 코팅한 경우이고, 300°C에서 TiN을 코팅한 경우에는 기계적인 결함이 크게 감소되었으며 (Fig. 17, 19, 20) 코팅하지 않은 경우에 비하여 기계적인 가공결함부위가 코팅막의 형성으로 스크래치와 결함이 크게 제거된 양상을 보였다. 표면은 Ti가 거의 90 wt%에 가까운 양이 검출되고 있어 코팅물

질인 TiN으로 주로 구성되어 있어 코팅이 잘 이루어졌음을 알 수 있다 (Fig. 18-20).

코팅온도를 300℃까지 증가시키면 기계적 결합은 거의 나타나지 않고 표면에 작은 질화물의 알갱이들로 구성이 되어있고 결합을 따라 TiN피막이 성장하였다. 이때 질화표면의 성장방향은 주상정의 조직 (columnar structure)을 가지면서 특정방향으로의 결정이 성장하는데²³⁾ 이는 표면에너지가 가장 낮은 방향으로 결정성장이 이루어지며 TiN (111)이 결정학적 우선방위로 성장하며 TiN (200)과 TiN (220)의 방향으로도 성장한다고 보고하고 있다. 이러한 성장방향은 코팅온도, 코팅속도, 모재에 따라 크게 좌우되며 치밀한 성장을 하여 표면의 거칠기가 감소하고 접착성, 내식성과 내마모성을 증가 시킬 수 있다²⁴⁾. 이러한 이유로 TiN 코팅된 Ni-Ti 파일의 표면거칠기를 조사해보면 이를 확인할 수 있는데 고온으로 코팅할수록 거칠기가 크게 감소함을 보인다 (Fig. 21). 또한 접착특성을 평가한 스크래치시험에서도 표면에 마모흔적이 거의 나타나지 않아 TiN의 효과가 있음을 확인할 수 있다 (Fig. 23).

표면의 경도는 피로파절한도 (fatigue fracture limit)를 증가시키는데 중요한 인자¹⁸⁾이며 경도의 변화를 보면 40℃에서 코팅한 경우는 초탄성상이 갖는 강도를 유지하고 있으나 300℃로 코팅을 하면 강도가 크게 감소하여 초탄성상의 효과를 상실함을 알 수 있다 (Table 1).

이상의 결과로부터 Ni-Ti파일의 피로파절은 주로 기계적 가공 결합인 스크래치에서 균열의 핵생성과 성장이 이루어지며 이를 제거하는 방법이 피로파절의 수명을 증가시킬 수 있으며 초탄성을 잃지 않는 온도범위에서 TiN을 코팅하는 방법을 이용하여 피로수명을 연장할 수 있을 것으로 생각된다.

V. 결 론

본 연구에서는 임상에서 사용전 Ni-Ti 파일과 사용 후 파절된 Ni-Ti파일을 수거하여 주사전자현미경 및 EDS분석을 통하여 표면의 결함과 피로파절 거동을 조사하고, Ni-Ti파일 표면에 TiN을 코팅하여 주사전자현미경, AFM, 경도계 및 스크래치시험을 통하여 표면코팅효과를 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. Ni-Ti파일은 반복하중 하에서 기계적 가공에 의해 형성된 스크래치와 같은 결함부위를 따라 응력집중으로 피로파절되는 현상을 보였다.
2. 파절된 파일의 양상은 파일외부는 취성파절특성을 보이고 파일내부에서는 연성파절의 양상을 보였다. 파일의 상단부에서 하단부로 갈수록 연성파절의 특성이 현저하였다.
3. TiN을 파일에 코팅한 경우는 코팅을 하지 않은 경우에 비하여 표면거칠기가 감소하였으며 코팅온도가 25℃에서 300℃로 증가할수록 표면의 거칠기가 감소되어 TiN코팅으로 표면에 존재한 기계적인 결함이 제거되는 양상을 보였다.
4. 표면의 경도는 TiN을 코팅한 경우가 코팅하지 않은 경우에 비하여 높은 값을 보였으며 40℃에서 TiN코팅한 파일의 경도가 가장 높고 스크래치시험에서 좋은 접착성을 보여 피로파절의 특성을 향상시킬 수 있음을 보였다.

결론적으로 Ni-Ti파일의 피로파절은 주로 기계적 가공 결함인 스크래치에서 균열의 핵생성과 성장이 이루어지며 이를 제거하는 방법이 피로파절의 수명을 증가시킬 수 있음을 알 수 있었으며 초탄성을 잃지 않는 온도범위 내에서 TiN을 코팅하는 방법을 이용하여 피로수명을 연장할 수 있을 것으로 생각된다.

참 고 문 헌

1. Samyn JA, Nicolls JI, Sterner JC. : Comparision of stainless steel and nickel-titanium instruments in molar root canal preparation. *J Endod.*, 4: 177-181, 1996.
2. Mizrahi SJ, Tucker JW, Seltzer S. : A scanning electron microscopic study of the efficacy of various endodontic instruments. *J Endod.*, 1:324-333, 1975.
3. Roane JB, Sabala CL, Duncanson MG. : The "Balanced force" concept for instrumentation of curved canals. *J Endod.*, 11:203-211, 1985.
4. Wein FS, Kelly RF, Lio PJ.: The effect of preparation procedures on original canal shape and on apical foramen shape. *J Endod.*, 1:225-262, 1975.
5. Hulsmann M, Stryga F. : Comparision of root canal preparation using different automated devices and hand instrumentation. *J Endod.*, 19:141-145, 1993.
6. Gambill JM, Alder M, del Rio C. : Comparison of Ni-Ti and stainless steel hand file instrumentation using computed tomography. *J Endod.*, 7:369-375, 1996.
7. Tronstad L, Barnett F, Schwartzben I, Frasca P. : Effectiveness & saftey of sonic vibratory endodontic instrument. *Endod Dent Tramadol.*, 1:69-76, 1985.
8. Civjan S, Huget EF, DeSiomon LB.: Potential applications of certain Ni-Ti(nitinol) alloys. *J Dent Res.*, 54:89-96, 1975.
9. Walia H, Brantley WA, Gerstein H.: Aninitial investigation of the

- bending and torsional properties of nitinol root canal files. *J Endod.*, 14:346-351,1988.
10. Wildey WL. Senia ES, : A new root canal instrument and instrumentation technique. a preliminary report *Oral Surg.*, 67:198-207, 1989.
 11. Massa GR, Nicholls JI, Harrington GW. : Torsional properties of the canal master instrument. *J Endod.*, 18:222-227, 1992.
 12. Pruett JP, Clement DJ, Carnes DL.: Cyclic fatigue testing of nickel-titanium endodontic instruments. *J Endod*, 23:77-85, 1997.
 13. Haikel Y, Serfaty R, Bateman G, Senger B, Allemann C.: Dynamic and cyclic fatigue of engine-driven rotary nickel-titanium endodontic instruments. *J Endod*, 25:434-440, 1999.
 14. Kuhn G. Tavernier B, and Jordan L.: Influence of structure on Nickel-titanium endodontic instrument failure. *J Endod*, 27:516-520, 2001.
 15. Karn T.: Fractographic analysis of experimentally separated NiTi rotary files. MS Thesis, University of Connecticut, 2003.
 16. Callister WD.: *Materials science and engineering an introduction* 4th Ed. pp. 210, 1996.
 17. Shin Y.M, Kim E.S., Kim K.M., Kum K.Y.: Effects of surface defects and cross-sectional configuration on the fatigue fracture of NiTi rotary files under cyclic loading. *J Kor Acad Cons Dent*, 29:267-272, 2004.
 18. George E. Dieter; *Mechanical Metallurgy*, 2nd, McGraw-Hill, Co, Paris, France, 403-450, 1976.
 19. Jonnalagadda K., Kline G.E., Scotts N.R.: *Experimental Mechanics*, 37:78, 1997.
 20. Otsuka K., Kakeshita T. : *MRS Bulletin*, p.91, 2002.

21. Liu Y., Xie Z.: Scripta Materialia, 41:1273, 1999.
22. Yang H.Y.: Advanced Metallic Materials, MoonUnDang Co, Seoul, Korea, 494-502, 1995.
23. Zhang, Z.L., Bell, T.: Surface Engineering 1:131-137, 1985.
24. Brunette, D.M, Tengvall,P, Textor,M, Thomsen,P: Titanium in medicine, Springer, 320, 2001.



Fig. 1. Photos showing Ni-Ti files used in this study.

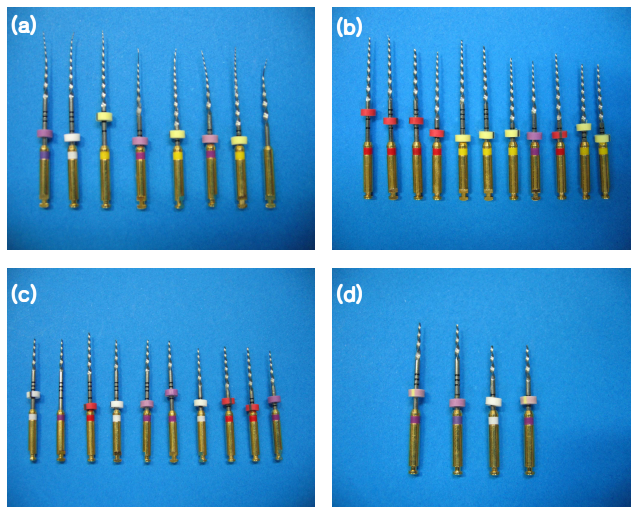


Fig. 2. Photos showing the fractured Ni-Ti files after clinical use.

- (a) bending of tip**
- (b) fracture of the lower part**
- (c) fracture of the middle part**
- (d) fracture of the upper part**

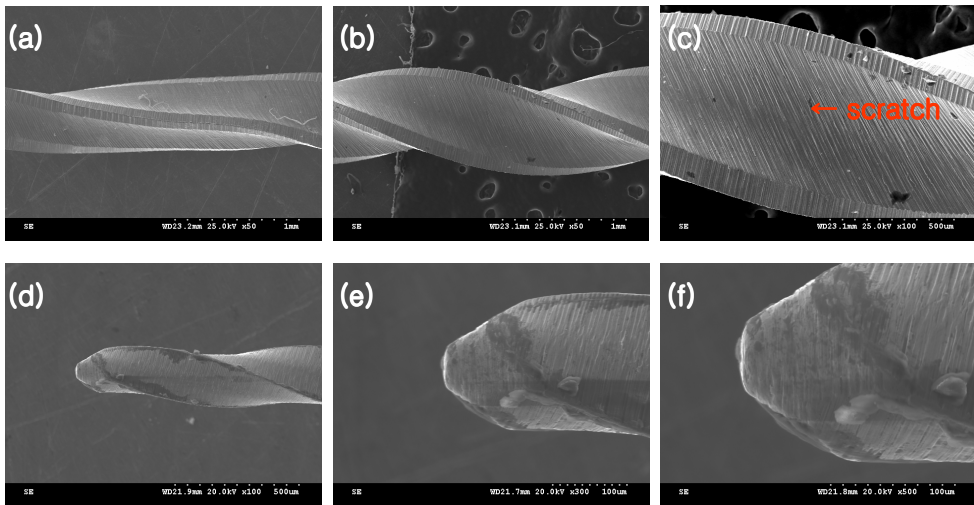


Fig. 3. SEM showing the surface defects of Ni-Ti files before clinical use.
 (a), (b), (c) the middle part of file
 (d), (e), (f) the lower part of file

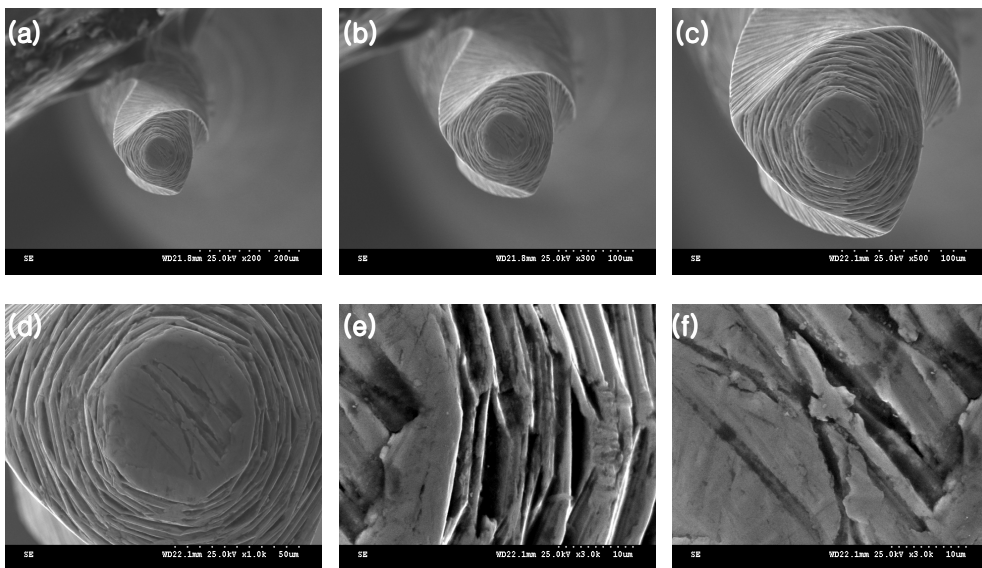


Fig. 4. SEM showing the cross-sectional surface defects of Ni-Ti files before clinical use.
 (a) X 200, (b) X 300, (c) X 500, (d) X 1000, (e) X3000, (f) X 3000

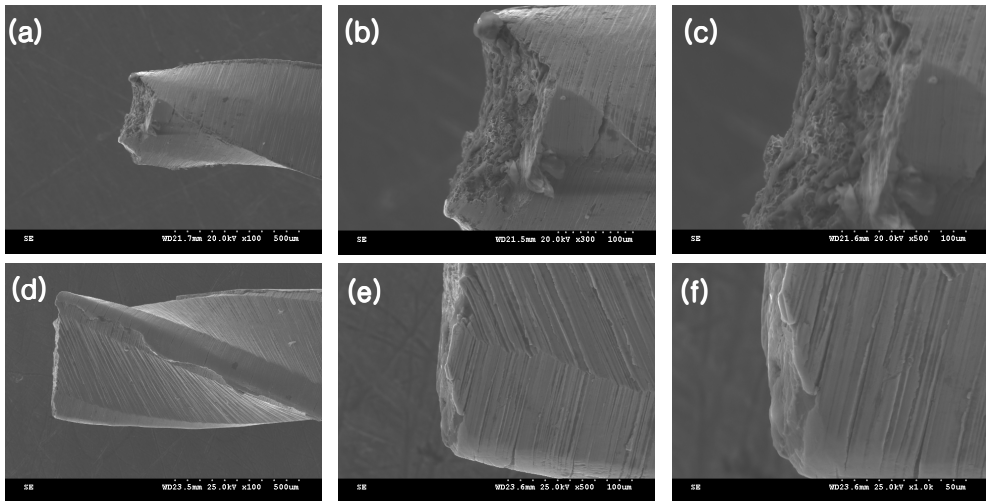


Fig. 5. SEM showing fractured Ni-Ti files after clinical use.
 (a) X 100, (b) X 300, (c) X 500 : fractured at the lower part of file
 (d) X 100, (e) X300, (f) X 500 : fractured at the middle part of file

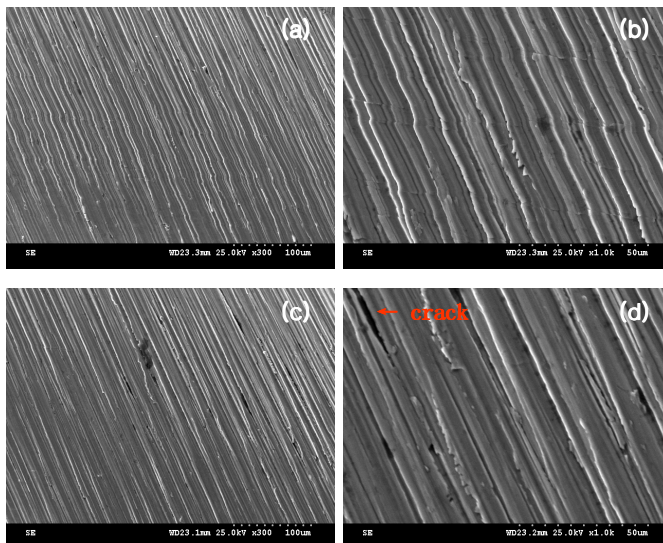


Fig. 6. SEM showing crack initiation around fractured surface of Ni-Ti files fractured at the lower part after clinical use.
 (a) X 300, (b) X 1000 : near the fractured part of file
 (c) X 300, (d) X 1000 : at the fractured part of file

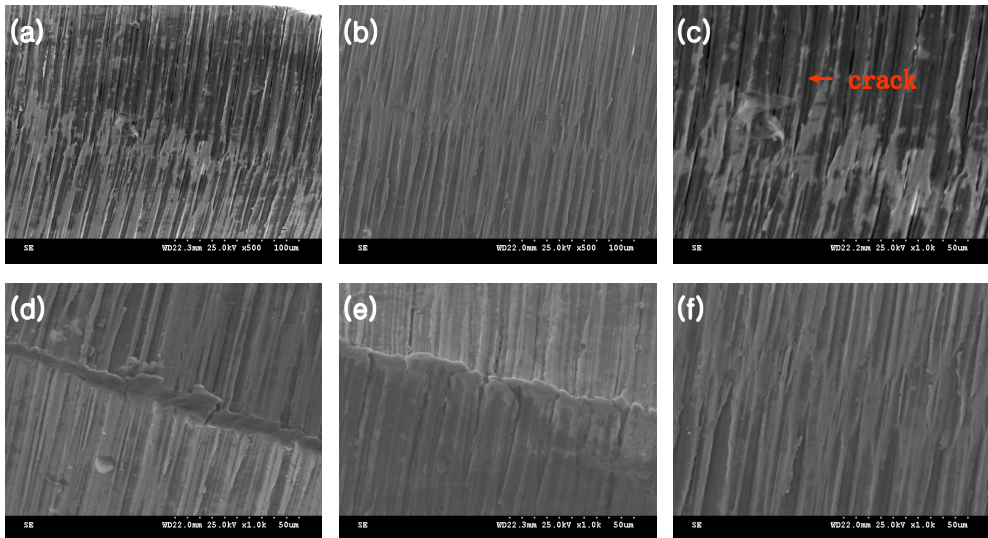


Fig. 7. SEM showing crack initiation of Ni-Ti files fractured at the middle part after clinical use.

(a) X 500, (b) X 500, (c) X 1000, (d) X 2000, (e) X 2000, (f) X 1000

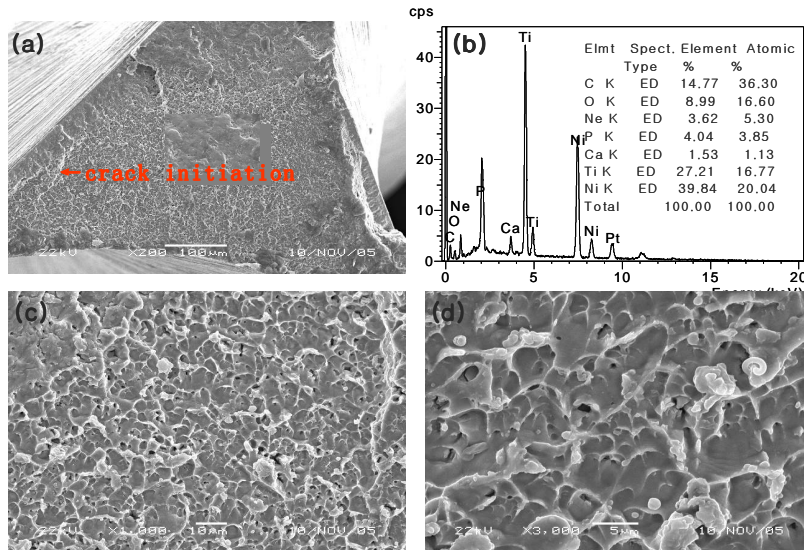


Fig. 8. SEM and EDS showing the fractured surface morphology of Ni-Ti file fractured at the upper part after clinical use. (a), (c), (d) fractured surface(X 200, 1000, 3000), (b) EDS peaks

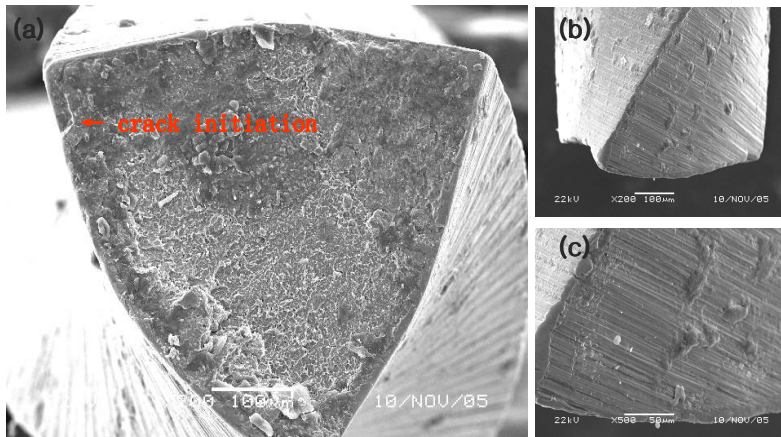


Fig. 9. SEM and EDS showing the fractured surface morphology of Ni-Ti file fractured at the middle part after clinical use. (a) fractured surface (b), (c) lateral face(X 200, X 500)

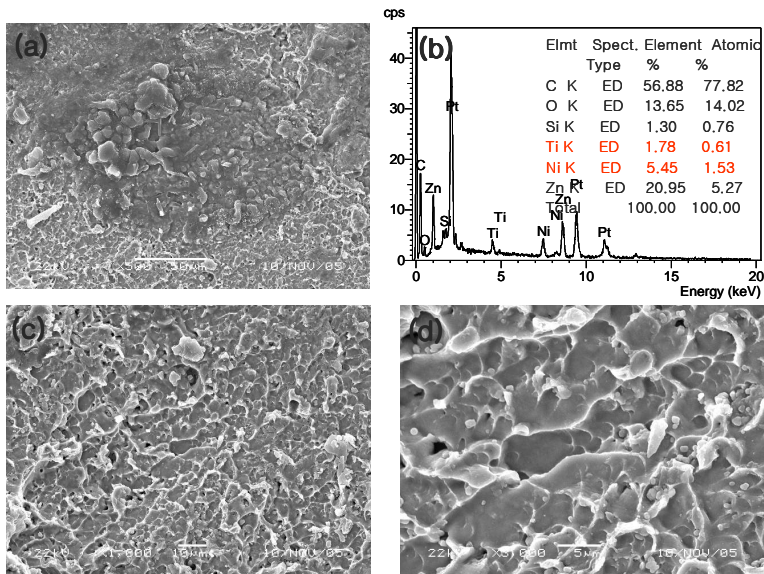


Fig. 10. SEM and EDS showing the fractured surface morphology of Ni-Ti file fractured at the middle part after clinical use. (a), (c), (d) fractured surface (X 200, 1000, 3000), (b) EDS peaks

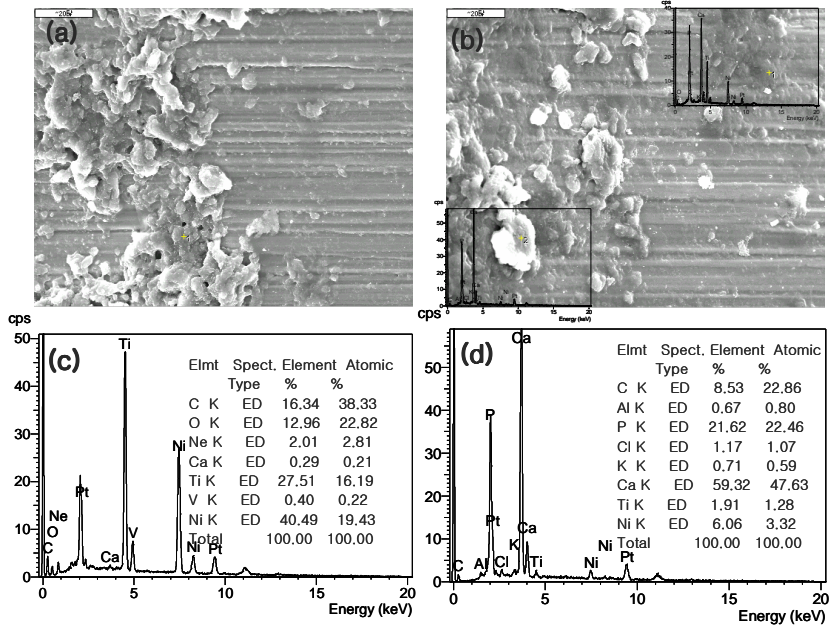


Fig. 11. EDS analysis showing composition of the lateral surface of Ni-Ti file fractured at the middle part after clinical use. (a), (c) near the fractured surface (b), (d) at the fractured surface

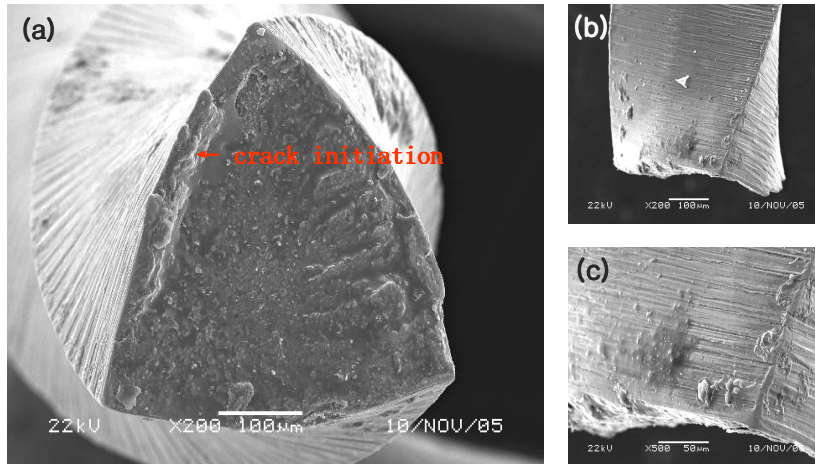


Fig. 12. SEM and EDS showing the fractured surface morphology of Ni-Ti file fractured at the lower part after clinical use. (a) fractured surface (b), (c) lateral face (X 200, X 500)

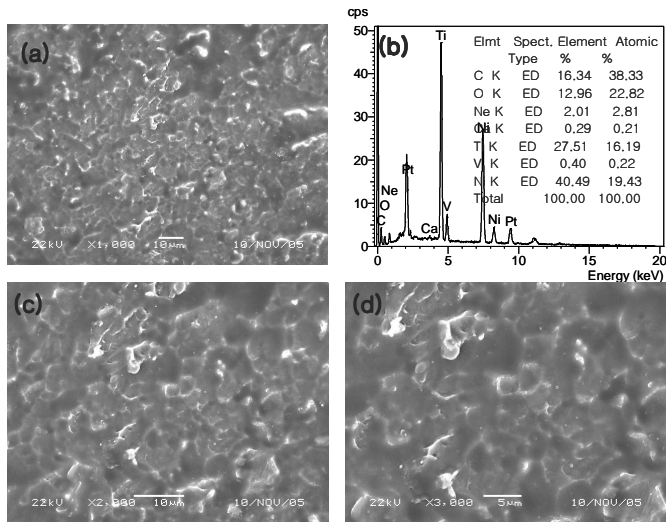


Fig. 13. SEM and EDS showing the fractured surface morphology of Ni-Ti file fractured at the lower part after clinical use. (a), (c), (d) fractured surface (X 1000, 2000, 3000), (b) EDS peaks

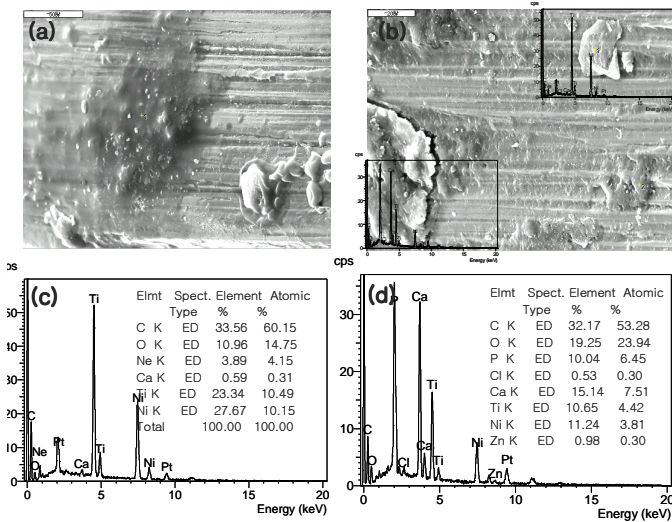


Fig. 14. EDS analysis showing composition of the lateral surface of Ni-Ti file fractured at the lower part after clinical use. (a), (c) near the fractured surface (b), (d) at the fractured surface

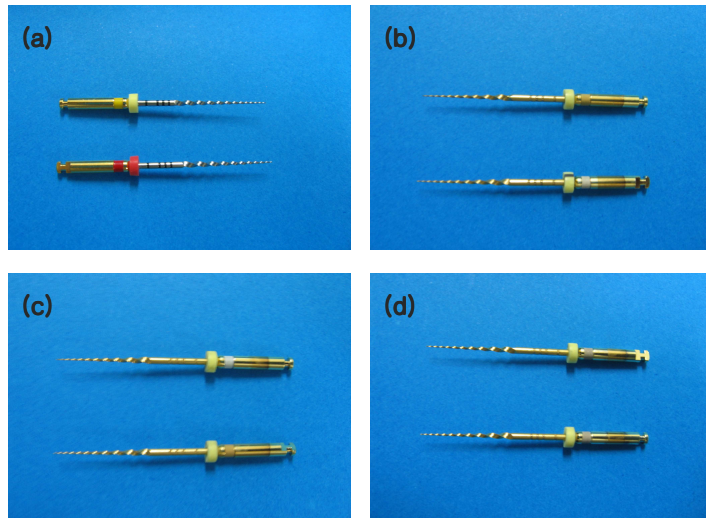


Fig. 15. Photos showing TiN coated Ni-Ti files. (a) non-TiN coated (b) TiN coated at 25°C (c) TiN coated at 40°C (d) TiN coated at 300°C

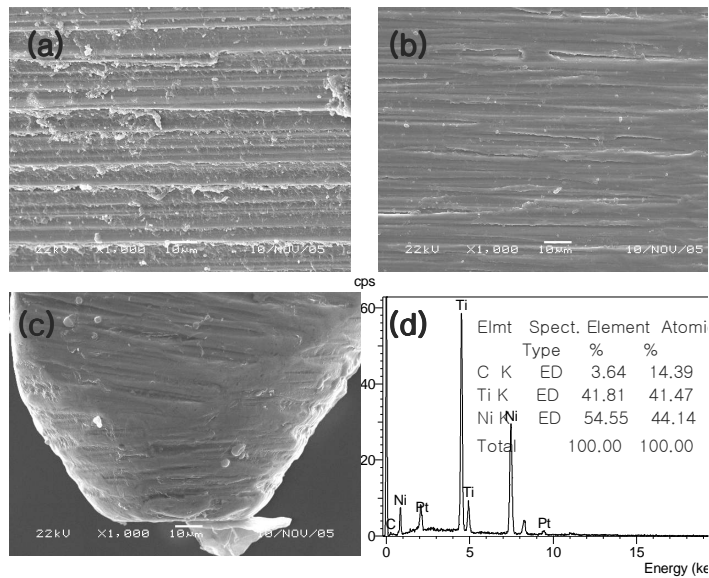


Fig. 16. SEM and EDS showing the non coated surface morphology of Ni-Ti file. (a) the upper part (b) the middle part (c) the lower part (d) EDS peaks

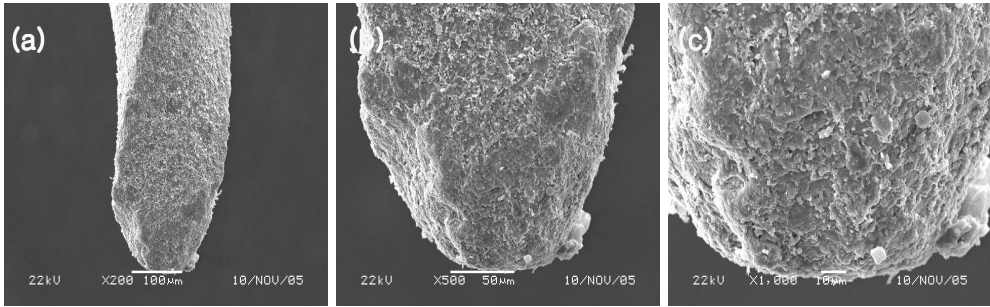


Fig. 17. SEM showing the TiN coated surface morphology of Ni-Ti file at 25°C. (a), (b), (c); X200, 500, 1000

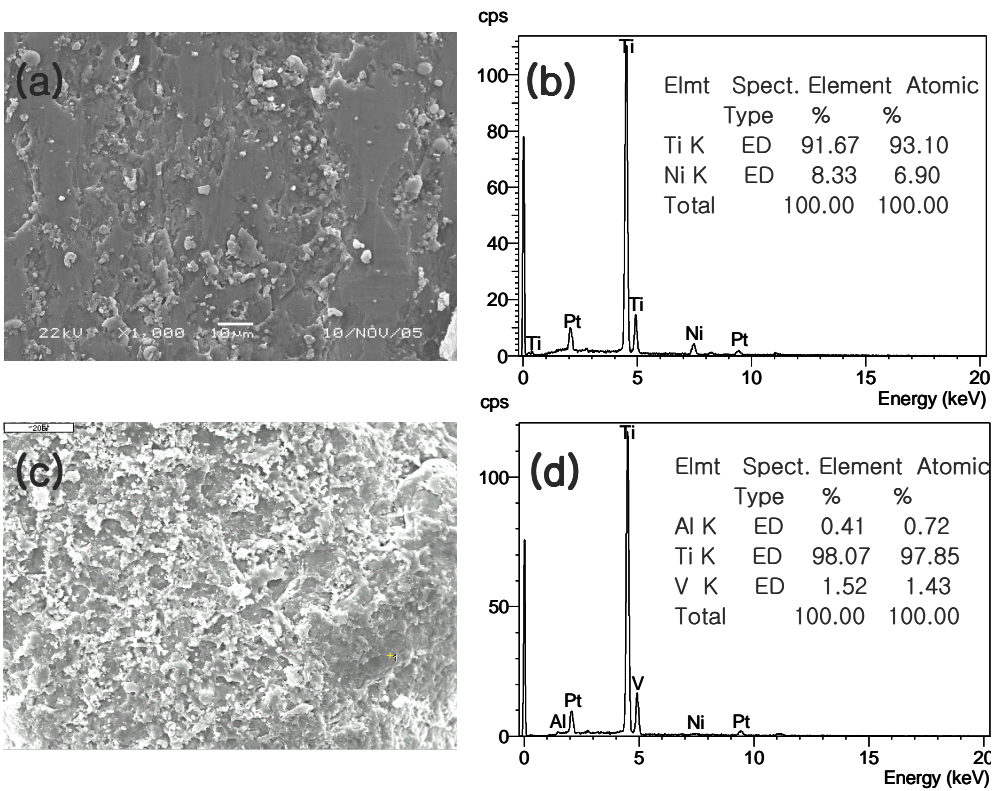


Fig. 18. SEM and EDS analysis showing TiN coated surface of Ni-Ti file at 25°C. (a), (b) at the middle part surface (c), (d) at the lower part surface

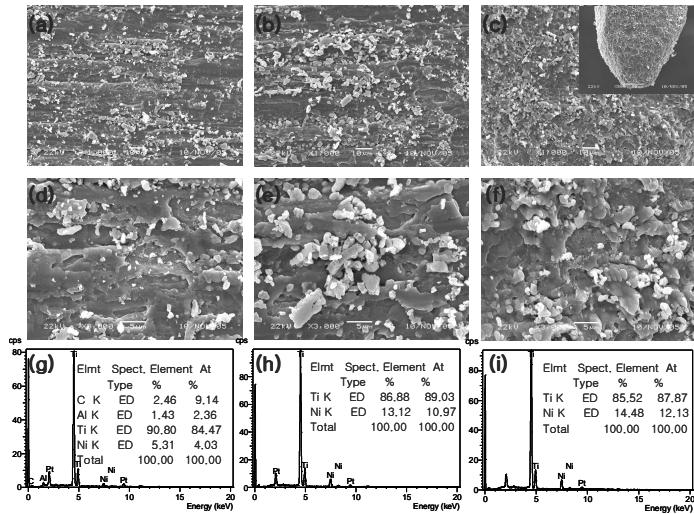


Fig. 19. SEM and EDS analysis showing TiN coated surface of Ni-Ti file at 40°C. (a), (d), (g) at the upper part surface (b), (e), (h) at the middle part surface (c), (f), (i) at the lower part surface

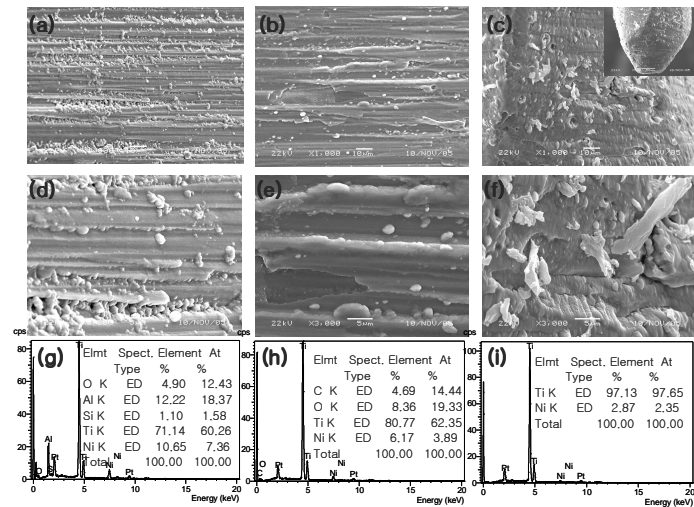


Fig. 20. SEM and EDS analysis showing TiN coated surface of Ni-Ti file at 300°C. (a), (d), (g) at the upper part surface (b), (e), (h) at the middle part surface (c), (f), (i) at the lower part surface

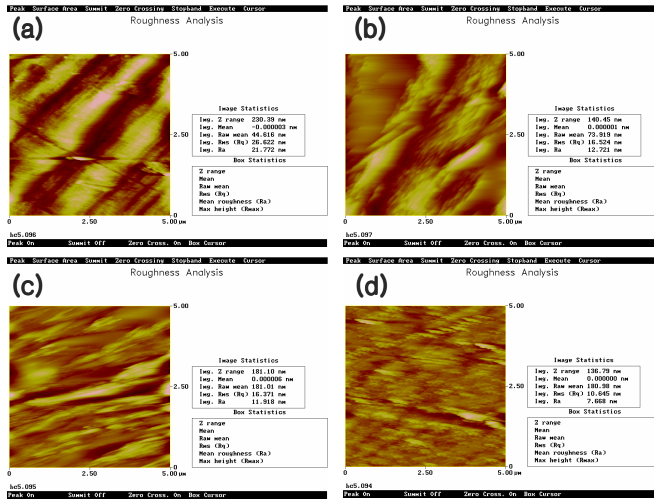


Fig. 21. AFM analysis showing the surface roughness of non coated and TiN coated Ni-Ti file. (a) non coated (b) TiN coated at 25 °C (c) TiN coated at 40 °C (d) TiN coated at 300 °C

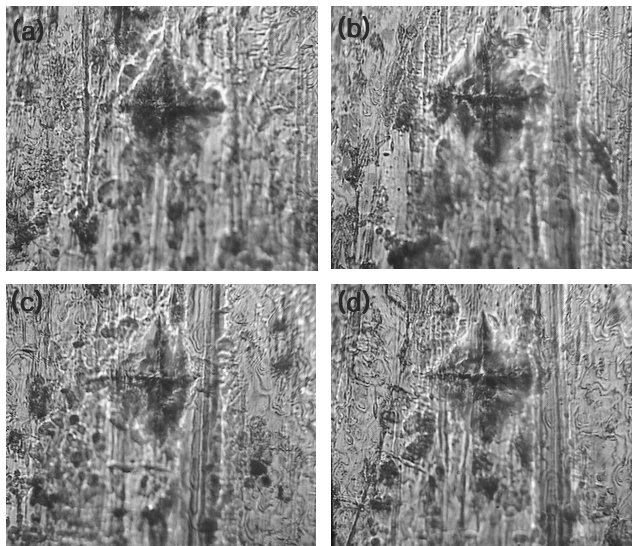


Fig. 22. Optical micrographs showing hardness trace of non coated and TiN coated Ni-Ti file after micro-vickers hardness test. (a) non coated (b) TiN coated at 25 °C (c) TiN coated at 40 °C (d) TiN coated at 300 °C

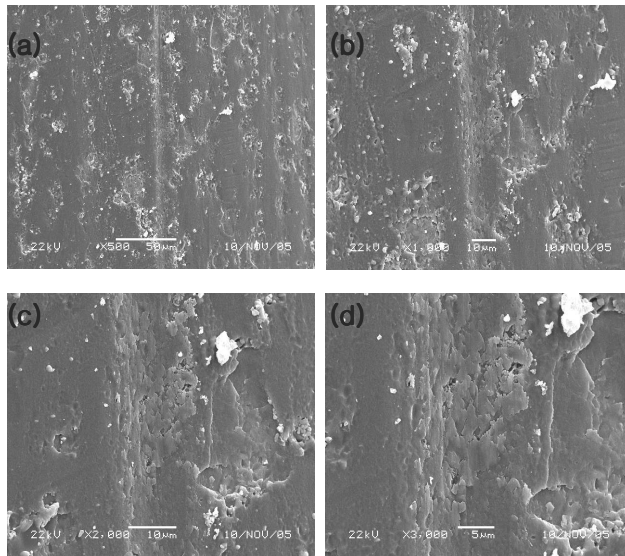


Fig. 23. SEM showing the scratch trace of TiN coated Ni-Ti file at 40°C after scratch test. (a) X 500 (b) X 1000 (c) X 2000 (d) X 3000

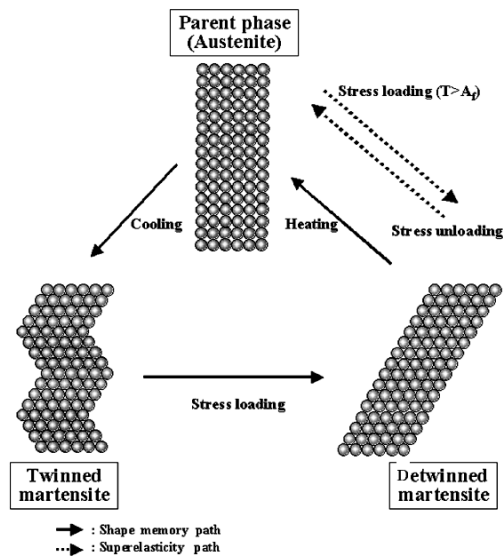


Fig. 24. Diagram of shape memory effect and super-elasticity of Ni-Ti alloy.