

TiN 및 WC코팅된 치과용 어버트먼트 나사의 안정성

조선대학교 대학원 치의학과 이 충 환

0]

충

환

TiN 및 WC코팅된 치과용 어버트먼트 나사의 안정성

Stability of TiN and WC Coated Dental Abutment Screw

2008年 8月 日

조선대학교 대학원

치의학과

이 충 환

TiN 및 WC코팅된 치과용 어버트먼트 나사의 안정성

지도교수 정 재 헌

이 논문을 치의학 석사학위신청 논문으로 제출함.

2008년 4월 일

조선대학교 대학원

치의학과

이 충 환

이충환의 석사학위 논문을 인준함.

위원장	조선대학교	교수	최	한	철 인
위 원	조선대학교	교수	정	재	헌 인

위 원 조선대학교 교수 김 희 중 인

2008년 5월 일

조선대학교 대학원

목	차
---	---

영문초록	· v
I.서 론	·· 1
Ⅱ. 연구재료 및 방법	3
Ⅲ. 연구성적	8
Ⅳ. 총괄 및 고안	• 11
V. 결 론 ······	· 24
참고문헌	·· 25

표 목 차

Table 1	The	coating	$\operatorname{condition}$	of Z	ΓiΝ	and	WC	film	•••••	4
---------	-----	---------	----------------------------	------	-----	-----	----	------	-------	---

Table 3. Corrosion potential (E_{corr}) , pitting potential (E_{pit}) , repassivation potential (E_{rep}) corrosion current density (I_{corr}) and current density at $300 \text{mV}(I_{300 \text{mV}})$ of non-coated and coated screws after electrochemical test in 0.9% NaCl solution at $36.5 \pm 1^{\circ} \text{C} - 10$

도목차

Fig. 1. The schematic diagram of EB-PVD equipment 3
Fig. 2. The schematic diagram of sputtering equipment 4
Fig. 3. The schematic diagram of electrochemical test equipment " 5
Fig. 4. The cyclic potentiodynamic polarization test method 6
Fig. 5. Photographs of non coated and coated abutment screw. (a) non coated (b) TiN coated, (c) WC coated
Fig. 6. FE-SEM micrographs showing the non coated screw surface. (a) screw top (b) screw flank (c) screw valley
Fig. 7. FE-SEM micrographs showing the TiN coated screw surface.(a) screw top (b) screw flank (c) screw valley
Fig. 8. FE-SEM micrographs showing the WC coated screw surface.(a) screw top (b) screw flank (c) screw valley
Fig. 9. EDS peaks showing the non coated and coated screw surface. (a) non coated (b) TiN coated (c) WC coated17
Fig. 10. Potentiodynamic polarization curves of non-coated, TiN, and

- Fig. 14. FE-SEM micrographs showing the corrosion surface of non-coated abutment screw after CPP test in 0.9% NaCl solution at 36.5±1℃.

Fig. 15. FE-SEM micrographs showing the corrosion surface of TiN coated abutment screw after CPP test in 0.9% NaCl solution at 36.5±1°C.

Fig. 16. FE-SEM micrographs showing the corrosion surface of WC coated abutment screw after CPP test in 0.9% NaCl solution at 36.5±1℃.

Abstract

Stability of TiN and WC Coated Dental Abutment Screw

Lee, Chung Hwan, D.D.S., Director : Prof. Chung, Chae-Heon, D.D.S., M.S.D., Ph.D. Department of Dentistry, Graduate School of Chosun University

Dental implant system is composed of abutment, abutment screw and implant fixture connected with screw. The problems of loosening/ tightening and stability of abutment screw depend on surface characteristics, like a surface roughness, coating materials and friction resistance and so on. For this reason, surface treatment of abutment screw has been remained research problem in prosthodontics.

The purpose of this study was to investigate the stability of TiN and WC coated dental abutment screw, abutment screw(External, Deasrh, Dentis. Co) was used, respectively, for experiment.

For improving the surface characteristics, TiN and WC film coating was carried out on the abutment screw using EB-PVD and sputtering, respectively. In order to observe the coating surface of abutment screw, surfaces of specimens were observed by field emission scanning electron microscope(FE-SEM) and energy dispersive x-ray spectroscopy(EDS) at the screw top, flank and valley of abutment screw. The stability of TiN and WC coated abutment screw was tested by using potentiodynamic, and cyclic potentiodynamic polarization method in 0.9% NaCl solution at 36.5 ± 1 °C.

The results were as follows:

1. Potentidynamic test results

The corrosion potential of TiN coated specimen was higher than those of WC coated and non-coated abutment screw. Whereas, corrosion current density of TiN coated screw was lower than those of WC coated and non-coated abutment screw. The stability of screw decreased in the order of TiN coating, WC coating and non-coated screw.

2. Cyclic potentidynamic polarization test results

The pitting potential of TiN and WC coated specimen were higher than that of non-coated abutment screw, but repassivation potential of WC coated specimen were lowerr than those of TiN coated and non-coated abutment screw due breakdown of coated film. The degree of local ion dissolution on the surface increased in the order of TiN coated, non-coated and WC coated screw.

It is considered that the stability of abutment screw depended on coating materials, and confirmed that stability of screw can be increased the implant life by dense TiN film coating.

I. 서 론

최근 세계적으로 치과용 임플란트의 수요가 급격히 증가하고 노령화가 됨 으로써 임플란트 환자가 급증하고 있다. 임플란트에 사용 되는 Ti 및 Ti 합 금은 생체적합성이 우수하여 고정체, 어버트먼트 나사로 구성된 임플란트계 에 많이 사용 되고 있다. 임상적으로 임플란트를 매식하고 시간이 흐름에 따 라 임플란트 지대주 나사, 고정체 및 상부보철물사이에 문제가 빈번히 발생 된다. 즉 임상적으로 사용시 나사의 풀림이라는 큰 문제를 야기 시키는데¹⁾ 나사를 조일 때 나사에 인장의 초기하중인 전하중(preload)이 발생하며, 나 사에 발생된 이 인장력은 결과적으로 임플란트와 치관부 사이에서 압축력으 로 작용함으로써 인공치관을 임플란트에 고정하게 될 때 복합적인 문제에 의 하여 발생된다. Burgutte 등²⁾ 은 나사에 가해진 회전력과 전하중의 상관관 계에는 나사의 마찰계수, 재료의 물리적 성질 등이 작용하는데, 마찰계수는 나사산의 경도, 표면마무리, 윤활제의 양 및 성질, 나사조임 시 속도에 의존 하며, 기하학적 요소로는 나사의 반경, 나사산의 형태를 들 수 있고, 물리적 성질에는 탄성계수, 포와송 비, 항복강도 등 다양한 요소들이 관여한다하였 다. 나사를 꽉 조이게 유지시키는 힘은 나사산(thread) 사이. 볼트의 머리 와 abutment 사이, 임플란트와 abutment 사이의 마찰력이며, 역사 나사 를 꽉 조일 때 이러한 부위에서 마찰에 의하여 나사의 조임을 저지한다. 마 찰력의 크기는 재료간 조합(meterial combination). 표면질감(surface texture), 오염(contamination) 또는 윤활(lubrication)의 정도는 물론이 고 전하중에 좌우되며 나사를 조일 때 최초에 가해진 torque의 약 90%는 마찰을 극복하는데 사용되고 오직 10%만이 전하중을 유발한다³⁻⁴⁾. Larry 등⁵⁾은 지대나사의 사용에 있어서 금 지대나사가 타이타늄 지대나사보다 나 사 풀림 현상이 적다고 보고하였는데 이는 Ti-Ti의 마찰계수 μ=0.5이며 Ti-Au의 마찰계수 u=0.15로서 타이타늄 나사의 경우에는 타이타늄 재질의 고정체 또는 지대주와 긴밀한 접촉시 더 높은 마찰 저항(µ=0.15)이 낮아 더욱 효과적으로 조여질수 있으므로 타이타늄 나사보다 2배 정도 큰 800N 의 전하중을 얻을 수 있으며 또한 타이타늄 보다 금의 경우가 항복강도가 높 으므로 더 조일 수 있기 때문이라 하였다. 최근 이러한 마찰계수를 감소시키 려는 노력으로 lubricant의 적용이 시작되었으며, 그 중 현재 가장 널리 사 용되는 것으로 3i 사의 Goldtite와 Steri-oss 사의 Torqtite 가 있다. Goldtite는 금합금에 0.76 마이크로 미터의 순수한 금으로 도금을 한 것으 로, 순금을 dry lubricant로 이용한 것으로 제조회사에서는 전하중이 24퍼 센트가 증가하며, 수직 잠금력이 75퍼센트가 증가한다고 하였다. 임플란트 지대주 나사의 코팅의 성질 중 3i의 gold 코팅된 나사는 표면의 물성을 약하 게 하고 그 변형된 성질을 이용해서 지대주 나사의 풀림 현상을 방지하고자 하였다⁶⁾. 특히 이들 코팅물질은 내마모성 및 전단강도가 낮아 임플란트 고정 체 나사표면과 지대주 나사표면으로부터 유리된 금속이온이나 마모된 입자들 이 풀림과 조임을 반복할 때 표면을 거칠게 함으로써 마찰저항을 증가시켜 조임에 문제가 있는 것으로 나타나고 있다.

최근에 나사표면의 처리가 나사풀림을 방지하는데 중요한 영향을 미침을 보이기 때문에 이를 개선하기 위하여 TiN과 ZrN의 코팅을 하여 많은 연구 결과가 이 필요하며 반복적인 조임과 풀림의 효과를 높일 수 있고 마찰저항 을 최소화하여 표면의 안정상 부여와 동시에 강도를 부여할 수 있는 코팅법 이 개발되었다. 일반적으로 TiN의 강도는 2300Hv정도와 마찰저항(μ)가 0.40, WC는 1000-1500Hv와 마찰저항(μ)이 0.10 - 0.2범위로 알려져 있 다. 이러한 연구결과와 더불어 어버트먼트 나사에 DLC 및 WC등⁷⁾을 이용 하여 코팅을 행함으로써 풀림과 조임력을 조사하여 개선되는 효과를 얻었다 고 보고하였지만 가장 중요한 것은 조임과 풀림을 반복적으로 할 때 마찰된 표면에서 노출된 피막들이 생체 내에서 임상적으로 사용되는 동안 표면의 안 정성에 대한 연구는 거의 없다.

따라서 본 연구에서는 임플란트 어버트먼트 나사의 풀림력을 개선하기 위 하여 TiN과 WC를 코팅하였을 때 구강내의 환경과 유사한 용액에서 피막자 체의 이온용출을 포함한 안정성을 조사하였다.

Ⅱ. 연구재료 및 방법

1. 어버트먼트 나사준비

Ti-6Al-4V합금으로 제조된 치과용 어버트먼트(External, Deasrh, Dentis. Co)를 준비하여 비교군으로 코팅하지 않은 것 20개를, 또 TiN, 및 WC를 20 개씩 코팅하여 이온용출시험에 각각 사용하였다.

2. TiN 및 WC코팅처리

연구에서 TiN코팅은 Fig. 1과 같이 EB-PVD(electron beam, Model AEE-650, AMS Co,Korea) 장치를 이용하여 시험편을 장착 후에 진공챔버 를 1.0 x 10⁻⁶ torr까지 배기시키고 mass flow controller를 이용하여 질소 gas를 10-30 sccm으로 공급하였다. 이후 8kW의 power와 450mA의 emission current로 약 30분 동안 구형의 순수 Ti를 흑연 도가니에 장입하고 전자총을 이용하여 코팅두께가 1~3µm가 되도록 450℃에서 코팅하였다. WC코팅은 Fig. 2와 같이 아크-스퍼터(Model AAS-1200, AMS Co, Korea)를 이용하여 타겥으로 WC를 사용하였고, 메탄가스를 반응 가스로 흘려보냈으며 타겥출 력은 5kW와 250mA의 전류로 5m Torr에서 1~3µm두께가 되도록 약 15분 간 250℃에서 코팅하였으며 각각의 코팅 조건은 Table 1에 나타내었다. 코팅 된 표면은 EDS와 FE-SEM을 이용하여 관찰하였다.



Fig. 1. The schematic diagram of EB-PVD equipment.



Fig. 2. The schematic diagram of sputtering equipment.

	EB-PVD/ Sputtering			
Coating Film	TiN	WC		
Base Pressure	3.0×10 ⁻⁵ Torr	3.0×10 ⁻⁵ Torr		
Working Pressure	1.0×10 ⁻⁶ Torr	5 m Torr		
Gas	N ₂ (10-30 sccm)	CH ₄ (10-30 sccm)		
Operation Temperature	450 °C	250 °C		
Pre-sputtering	20 min	20 min		
Deposition Time	30 min	15 min		
Power/Current	8kW/450mA	5 kW/250mV		

Table 1. The coating condition of TiN and WC film

3. 코팅된 어버트먼트나사의 이온용출시험

임플란트 어버트먼트나사의 코팅표면의 안정성을 평가하기 위하여 Fig. 3과 같이 전기화학적인 방법(potentiostat/galvanostat 263A, EG&G, USA)을 이용하여 동전위시험(potentiodynamic test)과 순환동전위시험(CPPT)을 행 하였다. 실험용액은 36.5 ± 1℃의 0.9% NaCl용액을 사용하였고 기준전극 (reference electrode)으로는 포화감홍전극(saturated calomel electrode, SCE)을, 보조전극(counter electrode)으로는 고밀도 탄소전극을 작업전극으 로는 준비된 시편을 사용하였다. 실험용액은 실험이 시작되기 30분 전부터 끝 날 때까지 아르곤가스를 흘려보내 탈기된(deaerated) 분위기를 유지시켜 주었 으며 준비된 시편의 일반적인 이온용출특성을 조사하기 위하여 0.9% NaCl 전해액에서 1.66 mV/sec의 주사속도로 동전위시험을 실시하였다. -1500 mV의 음극 전류 하에서 10분간 인위적으로 환원시켜 시편의 표면을 안정화시키고 동 시에 Ar 가스를 주입하여 교반함으로써 시편 표면의 불순물, 산화물 및 용존산 소를 제거하여 각각의 시편마다 동일한 조건으로 -1500 mV 에서 +2000 mV까 지 전위를 가하여 분극시험을 행하여 부식전위, 부식전류밀도, 부동태전류밀도 를 측정하였다. 코팅물질이 공식에 미치는 영향은 Fig. 4와 같이 순환동전위법 을 이용하여 -1500 mV의 음극 전류 하에서 10분간 인위적으로 환원시켜 시편 외 표면을 안정화시키고 동시에 Ar 가스를 주입하여 교반함으로써 시편 표면의 불순물, 산화물 및 용존산소를 제거하여 각각의 시편마다 동일한 조건으로 -1500 mV 에서 +1500 mV까지 전위를 정 방향으로 가한 다음 역방향으로 -750mV까지 가하여 공식전위위와 재부부동태화정도를 측정하여 이온의 용출 경향을 파악하였다(Table 2).



Fig. 3. The schematic diagram of electrochemical test equipment.



Fig. 4. The cyclic potentiodynamic polarization test method.

	Solution/Temp	0.9% NaCl/36.5±1℃
	Working electrode	samples
Detentio dynamia taat	Counter electrode	High dense carbon
Potentiodynamic test	Reference electrode	SCE
	Scan rate	1.66 mV/s
	Potential range	-1500 ~ 2000 mV
	Solution/Temp	0.9% NaCl/36.5±1℃
	Working electrode	samples
Cyclic Potentiodynamic	Counter electrode	High dense carbon
test	Reference electrode	SCE
	Forward potential range	-1500 ~ + 1500 mV
	Backward potential range	+ 1500 ~ -750mV

Table 2. The condition of electrochemical corrosion test.

4. 코팅전후 및 부식 후 표면의 주사전자현미경적 관찰

본 연구에서 코팅 전 표면의 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 고배율로 관찰할 수 있다. EDS 방법은 X선의 세기가 y축으로 나타나고 에너지는 x축으로 표시된 그래프로 얻 어진다. EDS 시스템의 컴퓨터에는 모든 특정 X 선의 위치가 기억되어 있으므 로 스펙트럼의 피크로부터 원소를 알아내어 정성분석을 하였다. 부식이 끝난 뒤 표면의 관찰도 같은 방법으로 행하였다.

Ⅲ. 연구 성적

1. 어버트먼트 나사의 표면코팅관찰

Fig. 10은 어버트먼트 나사에 EB-PVD법과 sputtering법을 이용하여 TiN 과 WC를 코팅한 시편의 사진으로 (a)는 코팅하지 않은 시편이고, (b)는 TiN 코팅한 시편 및 (c)는 WC를 코팅한 시편이다. 코팅하기전의 시편은 원래 금속 의 색깔인 회색빛을 보이나 TiN을 코팅한 경우는 황금색을 보인다. 반면 탄소 가 함유된 WC는 탄소 고유의 검은 색을 보여 코팅이 잘 이루어 졌음을 보인 다. 이를 자세히 관찰하기 위하여 SEM사진으로 표면을 조사해 보면 Fig. 6, 7, 8에서 각각의 나사산(top), 평평한 면(flank), 나사골(valley) 등을 보여 주고 있다. Fig. 6은 코팅하지 않은 나사의 SEM사진으로 (a)는 나사산에서 기계적인 결함이 보이며 (b)는 나사면에 해당하는 데 비교적 평평한 표면을 보 인다. (c)는 나사골에 해당하는 사진으로 나사골이 나사산보다는 기계적인 가 공결함이 작게 나타났다. Fig. 7은 TiN이 코팅된 나사산에 존재한 기계적인 가공결함위에 TiN이 코팅됨으로써 다소 거친 표면의 양상을 보이지만 나사면 (b)과 나사골(c)은 표면이 매끈하여 표면에서 거칠기가 감소함을 보인다. Fig. 8은 WC를 코팅한 표면으로 역시 나사산과 나사표면 그리고 나사골에서 표면 이 매끈한 양상을 보인다.

EDS를 이용하여 코팅된 표면의 조성을 조사한 것이 Fig. 9이다. (a)는 코 팅되지 않은 것, (b)는 TiN코팅된 것 (c)는 WC를 코팅한 것을 각각 나타낸 다. 코팅이 되지 않은 (a)의 경우는 어버트먼트 나사의 재료가 갖는 합금성분 인 Ti가 주로 검출되었고 Al 및 V이 검출되어 Ti-6Al-4V합금으로 확인되었 다. (b) TiN이 코팅된 경우로 Al, V이 검출되지 않고 Ti와 N이 검출됨으로써 코팅이 잘 이루어졌음을 보인다. (c)는 WC가 코팅된 경우로 표면분석결과 W 의 성분이 우세하게 나타나 WC가 잘 코팅되었음을 나타낸다.

2. 코팅된 어버트먼트 나사의 동전위 분극특성

Fig. 10과 11은 0.9% NaCl의 36.5 ± 1℃ 용액에서 코팅하지 않은 어버 트먼트 나사와 TiN을 코팅한 나사 및 WC를 코팅한 나사의 분극곡선을 나타내 고 있다. 코팅하지 않은 나사의 부식전위는 -780mV를, TiN 코팅한 경우는 -250mV, WC를 코팅한 경우는 -400mV를 타내고 있다. 부식전위에서 전류 밀도(I_{corr})가 이온의 용출을 나타내는 중요한 값으로 코팅하지 않은 경우가 10⁻⁷ A/cm² 범위를 코팅한 경우가 10⁻⁸ A/cm² 범위영역에서 나타나 크게 감 소함을 보였다. 일반적으로 구강 내의 에너지를 갖는 전위범위대인 300mV에 서 측정한 전류밀도(I_{300mV})는 코팅하지 않은 것과 TiN을 코팅한 경우가 전류 밀도가 10⁻⁶ A/cm² 범위에서 존재하고 WC를 코팅한 경우는 10⁻⁵ A/cm² 범 위를 나타내어 표면에 코팅된 피막의 용출과 금속이온의 용출이 피막에 따라 다르게 나타남을 보인다.

3. 코팅된 어버트먼트 나사의 순환동전위 곡선

Fig. 12와 13은 0.9% NaCl의 36.5 ± 1℃ 용액에서 코팅하지 않은 어버 트먼트 나사와 TiN을 코팅한 나사 및 WC를 코팅한 나사의 순환동전위 곡선을 나타낸 것으로 코팅하지 않은 나사의 경우는 공식전위가 1260mV이고, TiN 을 코팅한 경우는 1400mV, WC를 코팅한 경우는 1200mV를 각각 나타내고 있다(Table 3). 또한 부식전위(Ecorr)는 코팅하지 않은 경우가 -440 mV, TiN을 코팅한 경우는 -280mV, WC를 코팅한 경우는 -310mV를 각각 나타 내고 있다. 재부동태화를 시켜보면 재부동태화전위(Erep)는 코팅하지 않은 경우 가 -1250 mV, TiN을 코팅한 경우는 -1300mV, WC를 코팅한 경우는 재부 동태화가 되지 않은 것으로 나타났다. 여기에서 |Epit-Ecorr|의 절대 값은, 코 팅하지 않은 경우는 1700 mV를, TiN코팅하는 경우는 1680mV, WC는 1510mV를 각각 나타내었다. WC를 코팅하는 경우가 TiN을 코팅한 시편에 비하여 |Epit-Ecorr| 값이 가장 낮게 나타났다.

Table 3. Corrosion potential (E_{corr}), pitting potential(E_{pit}), repassivation potential(E_{rep}) corrosion current density(I_{corr}) and current density at 300mV(I_{300mV}) of non-coated and coated screws after electrochemical test in 0.9% NaCl solution at 36.5±1°C.

Data	Non Coated	TiN Coated	WC Coated
I_{corr} (A/cm ²)	5.89X10 ⁻⁷	3.23X10 ⁻⁷	2.74×10 ⁻⁶
$ _{300mV}$ (A/cm ²)	-7.30X10 ⁻⁶	-1.76X10 ⁻⁴	-6.90X10 ⁻⁵
E _{corr} (mV)	-440	-280	310
E _{pit} (mV)	+1260	+1400	+1200
E _{rep} (mV)	+1250	+1300	-
E _{pit} - E corr	1700	1680	1510

4. 코팅된 어버트먼트 나사의 부식시험 후 표면관찰

어버트먼트 나사의 코팅전과 코팅 후에 부식의 정도를 관찰하기 위하여 순환 동전위시험한 후 표면을 FE-SEM을 이용하여 조사한 결과 Fig. 14, 15 및 16에 나타내었다.

Fig. 14는 코팅하지 않은 어버트먼트 나사의 순환동전위 시험 후 촬영한 부 식사진으로 (a)는 나사산 부분, (b)는 나사면 부분, 및 (c)는 나사의 골 부분 에서 공식발생 사진이다. 코팅이 하지 않은 시편에서 전반적으로 공식의 심하 게 발생되었다. 특히 나사산과 나사면에서 보다는 골 부분에서 심하게 발생되 었음을 보인다. TiN을 코팅한 경우인 Fig. 15에서 보면 (a)는 나사산에서 부 식형태를 보이고 있고 (b)는 코팅한 나사면에서 부식을, (c)는 나사골에서 부 식을 보이고 있다. 코팅하지 않는 것과는 달리 pit가 발생되지 않았고 표면이 부식시험전과 같은 표면을 보이고 있다. Fig. 16은 WC를 코팅한 후 부식시험 을 한 경우로 (a)는 나사산에서 부식사진을, (b)는 나사면에서 부식사진을, (c)는 나사골에서 부식 후 사진을 각각 보여 주고 있다. TiN을 코팅한 경우와 비교하여 보면 많은 균열이 보이고 있고 특히 나사산에서 기계적인 가공에 의 한 결함이 존재한 부분에서 균열이 심하게 나타났다. 나사산이나 나사면 그리 고 나사골에서도 심한 균열을 보이고 있다.

Ⅳ. 총괄 및 고안

임플란트 시스템의 실패는 여러 원인이 있지만 고정체의 파절과 어버트먼트 나사의 파절이 주요한 수명단축의 주요인으로 알려져 있다. 이러한 파절은 기 계가공과정에서 발생한 균열, 미세 결함, 긁힌 자국 및 불균질성 등에 의하여 파절되며 그 초기원인으로 어버트먼트 나사의 풀림에 기인한 것도 하나의 원인 으로 보고되고 있다. 이러한 파절의 원인이 되는 표면의 결함을 어떻게 제거하 는 것이 과제이고 또 어버트먼트 나사의 표면의 거칠기를 최소화하여 조임과 풀림에 대한 저항을 개선하는 방법이 중요하다. 먼저 전하중을 최대한 확보하 고 파절수명을 연장 하려면 표면에 강도가 높은 TiN을 코팅하여 나사표면에 내마모성을 부여할 수 있고 표면결함을 제거하여 피로파절수명을 연장⁸⁾할 수 있는 방법이 최근에 보고되었다. 치과용 지대주 나사의 표면 물성을 증진시키 기 위하여 TiN과 WC 및 에폭시코팅 등을 하기도 하며, 이는 전하중을 증가시 킴과 동시에 생체안정성을 유지하는데 목적이 있다.^{9.10)} 이러한 지대주 나사의 풀림 방지 효과를 증대시키기 위하여 지금까지 연구에서는 지대주 나사의 표면 마찰계수를 낮추어서⁷⁾ 초기 토크를 더 가할 수 있도록 표면특성이 우수하고 내 마모성이 우수하고 마찰계수가 낮은 물질을 지대주 나사 표면에 여러 가지 방 법을 이용하여 코팅하였으나¹¹⁻¹³⁾. 코팅재료 중에서 TiN과 WC는 인체에 매식 되었을 때 구강 내와 같은 부식환경에서 안정성에 관한 연구는 없다.

따라서 본 연구에서는 전자진공증착기(EB-PVD)를 사용하여 TiN을 코팅하 고 sputtering을 이용하여 WC를 어버트먼트 나사에 코팅하여 생체안전성을 조사한 결과 코팅하지 않고 어버트먼트 나사는 표면을 FE-SEM을 사용하여 고배율로 보면 표면에서 많은 스크래치들을 볼 수 있고 이러한 스크래치들이 조임력에 영향을 크게 미칠 것으로 생각된다(Fig.6). 특히 표면에 형성된 기계 적인 가공결함은 쉽게 부식되어 이온이 용출되고 또한 미세균열이 초기에 핵생 성 되어 파절로 이어질 수 있는 결함이다¹⁴⁾. 이러한 결함을 제거하고 표면의 거칠기를 제거하기 위하여 EB-PVD로 코팅을 행하였으며 TiN을 코팅한 나사 는 TiN이 갖는 전형적인 코팅표면 색깔인 황금색을 띤다(Fig.5). TiN한 표면 은 코팅하지 않은 표면에 비하여 기계적인 결함이 현저하게 감소되는 모습으로 나타내는데(Fig. 7) 성장된 피막은 주상정의 조직(columnar structure)을 가지고 특정방향으로의 결정이 성장¹²⁾ 하면서 다소의 기계적 결함이 있다고 하 더라도 쉽게 제거되게 된다. TiN은 모두 8개의 원자가 단위격자를 형성하는 NaCl형의 면심입방정(face centered cubic)¹⁵⁾를 이루며 Ti와 결합하는 N은 공유결합형태의 금속-비금속 혼성 결합을 이루고 있어 높은 경도 값과 취성을 가진다고 보고되어 있다¹⁵⁾. TiN은 N의 조성비에 따라 넓은 범위에서 화합물 을 형성하며 그 조성비에 따라 격자 상수 및 경도 값이 크게 달라진다. TiN화 합물에서는 많은 공공(vacancy)이 존재하여 N/Ti의 비가 0.5~1사이의 값을 가지는데 N/Ti의 비가 증가할수록 경도는 증가하며 경도는 보통 합금강에 코 팅을 할 경우 TiN은 2000 kg/mm²을 가지며¹⁶⁾ TiN_{1.0}일 때 최고의 경도와 내마모성을 가지며 마모저항은 TiN은 0.6보다 높은 마찰계수를 가진다는 보고 에서도 알 수 있다¹⁷⁾. WC는 역시 우수한 코팅표면을 보이며 결함이 거의 없 어 마찰계수가 TiN보다 낮다는 보고와 잘 일치한다.



Fig 5. Photographs of non coated and coated abutment screw. (a) non coated (b) TiN coated, (c) WC coated.



Fig 6. FE-SEM micrographs showing the non coated screw surface. (a) screw top (b) screw flank (c) screw valley



Fig 7. FE-SEM micrographs showing the TiN coated screw surface. (a) screw top (b) screw flank (c) screw valley

전반적으로 기계적인 가공 결함이 심하게 나타난 부분이 나사산이며 나사면 과 골에서 다소 평평한 표면을 보였다. 이러한 표면은 코팅한 표면에 직접적으 로 영향을 미치며 나사산이 많은 결함과 결함 시 발생한 입자로 구성이 되어 있어 나사산 부분에서 피막이 쉽게 균열되는 양상을 보였다(Fig.7-8). 일반적 으로 TiN의 접착력은 55N정도로 표면과 코팅물질 간에 접착이 우수하다고 보 고하였지만 이계적인 결함부분에서는 결합력이 다소 감소할 것으로 생각한다. EDS를 이용하여 코팅된 표면의 조성을 조사해 보면(Fig. 9) 코팅하지 않은 경우는 재료의 성분인 Ti, Al 및 V이 검출되지만 TiN이 코팅된 경우는 표면 을 덮어 Al. V이 검출되지 않음으로써 두꺼운 두께로 코팅이 되었음을 예측할 수 있고 WC가 코팅된 경우도 W의 성분이 우세하게 나타남으로써 거의 기계 적인 가공결함이 제거될 정도로 코팅되어 내마모성이 크게 감소하였을 것으로 생각한다. 이러한 두께에서 이온의 용출은 쉽지 않으며 이를 동전위실험을 통 하여 확인을 할 수 있다(Fig.10,11). 동전위분극시험은 용출되는 전하량을 측 정하는 방법으로 합금의 중량감소를 측정하거나 전해질에 의해 녹아있는 금속 이온의 양을 측정하는 방법들이 있지만 장시간의 실험기간이 필요하기 때문에 최근에 전기화학적 방법을 이용하고 있다. 금속이온의 용출속도의 관점에서 볼 때 금속의 부동태화는 전위에 따른 전류밀도의 변화를 나타내는 분극곡선으로 알 수 있다¹⁸⁾. 전류밀도의 증가에 따른 금속의 부동태화를 보면 부식전위 E_{corr} 값을 가질 때의 전류밀도를 부식전류밀도 Icorr라 한다. 전위가 증가하면 금속이 활성화되고 전류밀도 즉, 부식속도가 지수의 함수로 증가되는데 인가전위가 초 기 부동태화전위 Em에 도달하면 부동태피막의 생성으로 반응성이 감소하고 전 류밀도는 부동태구역 전류밀도 I,인 낮은 값으로 나타난다. 부동태 통과구역 이 하에서는 전위가 증가되더라도 부동태구역에서 전류밀도는 Ip로 유지되지만 그 이상으로 전위가 증가하면 부동태피막의 파괴로 금속용출이 다시 활성화되어 전류밀도가 증가하게 된다. 코팅하지 않은 어버트먼트 나사와 TiN을 코팅한 나사 및 WC를 코팅한 나사의 부식전위는 코팅하지 않은 나사가 -780mV로 가장 낮게 나타나 이온 용출이 TiN 및 WC를 코팅한 경우에 비하여 쉽게 일어 남을 알 수 있다. 이와 같이 TiN을 코팅 할수록 높은 부식전위를 나타낸 이유 는 코팅두께가 증가되고 조밀한 질화물피막의 영향으로 기계적 결함부위가 크 게 감소되어 금속의 용출이 크게 감소되었기 때문이며 전류밀도가 감소하는 데 서도 그 원인을 알 수 있다. 부동태영역에서 전류밀도가 감소하는 것은 TiN을 코팅한 경우 시편 표면의 N³⁻막이 보호 층 역할을 하기 때문인 것으로 보고되 고 있다.¹⁹⁾



Fig 8. FE-SEM micrographs showing the WC coated screw surface. (a) screw top (b) screw flank (c) screw valley



Fig 9. EDS peaks showing the non coated and coated screw surface. (a) non coated (b) TiN coated (c) WC coated



Fig. 10. Potentiodynamic polarization curves of non-coated, TiN, and WC coated abutment screw after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at 36.5±1℃.



Fig 11. Duplicated ptentiodynamic polarization curves of non-coated, TiN, and WC coated abutment screw after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at $36.5\pm1^\circ$ C.



Fig 12. Cyclic potentiodynamic polarization curves of non-coated, TiN, and WC coated abutment screw after CPP test in 0.9% NaCl solution at 36.5±1℃.



Fig 13. Duplicated cyclic potentiodynamic polarization curves of non-coated, TiN, and WC coated abutment screw after CPP test in 0.9% NaCl solution at 36.5±1℃.

순환동전위방법을 이용하여 코팅표면에서 국부적으로 이온의 용출 쉬운지 어 려운지를 조사한 결과, Fig. 12와 13에서 코팅하지 않은 나사의 경우는 공식 전위가 1260 mV이고, TiN을 코팅한 경우는 1400mV, WC를 코팅한 경우는 1200mV를 나타내어 공식전위가 TiN이 가장 높아 국부적으로 용출이 일어나 는 것에 대한 저항성은 TiN〉WC〉non coated 순으로 각각 나타났다. 재부동 태화전위(E_{rep})는 코팅하지 않은 경우가 -1250 mV, TiN을 코팅한 경우는 -1300mV, WC를 코팅한 경우는 재부동태화가 되지 않은 것으로 나타나 코팅 막이 구강내의 수용액에서 약하게 반응함을 알 수 있었다. 또한 | E_{pit}-E_{cor} | 의 절대 값은 TiN〉WC〉non-coated 순으로 나타나 역시 국부적인 용출에 대 한 저항성이 TiN코팅한 피막이 가장 우수함을 보였고 WC가 낮게 나타남을 보 였는데 이는 용액 내에 존재하는 CI⁻이온이 집중되어 국부적으로 파괴가 진행 되고, 파괴된 부분에서 금속과 코팅층 사이에서 공식(pitting corrosion)이 진 행되기 때문이라고 생각된다. TiN이 우수한 코팅막을 보인 이유는 CI⁻이온에 대하여 보호 기능을 하는 N³⁻ 피막층이 형성하는 것과 관계가 있는 것으로 ²⁰⁾ 생각한다.

어버트먼트 나사의 코팅전과 코팅 후에 부식의 정도를 관찰하기 부식표면을 FE-SEM을 이용하여 관찰해보면(Fig. 14, 15, 16) 코팅하지 않은 어버트먼 트 나사는 나사산 부분, 나사면 부분, 및 나사의 골 부분에서 공식이 발생되고 특히 나사골에서 심한 핏트가 발생되어 코팅이 하지 않은 시편에서 전반적으로 공식의 심하게 나타나고 TiN을 코팅하면 코팅하지 않은 것과는 대조적으로 pit가 발생되지 않았고 표면이 부식시험전과 같은 표면을 보인다. WC를 코팅 한 경우는 많은 균열이 나사산과 나사골 및 나사면에서 심한 균열을 보였는데 기계적인 가공에 의한 결함이 존재한 부분에서 균열이 발생하여 진전된 양상을 보이는데 이는 앞의 순환곡선의 결과와 잘 일치함을 보였다. 균열 내에서는 공 식이 형성되고 그 주위로 성장 합병하면서 공식은 빠른 속도로 진행하여 금속 의 이온용출이 크게 발생한다. 이 이유로 WC의 순환동전위곡선에서 재부통태 화전위가 나타나지 않았으며 공식에 대한 저항이 크게 감소한 것으로 생각된다. 이와 같이 어버트먼트 나사에 TiN과 WC를 코팅하여 마찰계수를 감소함으로 써 조임과 풀림의 성질을 개선할 수 있으나 임상적으로 매식될 때 코팅표면에 서 이온의 용출은 TiN(WC(non-coated 순으로 쉽게 되어 나사의 수명이 단 축될 가능성이 있기 때문에 이를 개선하기 위하여 파일에 TiN을 코팅함으로써 표면에서 금속이온의 용출을 가장 적게 하여 생체안정성이 우수한 조건으로 생 각되었다.



Fig 14. FE-SEM micrographs showing the corrosion surface of non-coated abutment screw after CPP test in 0.9% NaCl solution at 36.5±1℃.
(a) screw top (b) screw flank (c) screw valley



Fig 15. FE-SEM micrographs showing the corrosion surface of TiN coated abutment screw after CPP test in 0.9% NaCl solution at 36.5±1°C.
(a) screw top
(b) screw flank
(c) screw valley



Fig 16. FE-SEM micrographs showing the corrosion surface of WC coated abutment screw after CPP test in 0.9% NaCl solution at 36.5±1°C.
(a) screw top
(b) screw flank
(c) screw valley

V.결 론

본 연구에서는 TiN 및 WC코팅된 치과용 어버트먼트 나사의 안정성을 조사할 목적으로 전기화학적 실험을 행한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 동전위 시험 결과

코팅한 경우가 코팅하지 않은 경우보다 전류밀도가 크게 감소하였으며 부식 전위가 크게 높아짐을 보였다. TiN코팅한 경우가 WC코팅한 경우에 비하여 전 류밀도가 크게 낮아졌다.

2. 순환동전위 시험 결과

TiN코팅한 경우가 공식전위가 가장 높은 값을 나타냈고 재부동태화전위는 높게 나타났으나 WC를 코팅한 경우 낮게 나타났다.

본 연구결과 TiN과 WC의 코팅 중에서 조임과 풀림효과에 앞서 인체 내에 매식된 상태에서 용출될 수 있는 용이성은 WC가 TiN에 비하여 훨씬 쉽게 일 어난다고 볼 수 있다.

따라서 임플란트의 조임과 풀림의 효과를 극대화하고 인체 내에서 안정성이 확보된 나사의 코팅 조건은 표면에 치밀하게 코팅된 TiN의 피막이 가장 좋은 효과를 나타낼 수 있을 것으로 생각된다.

참고문 헌

- Will, C.M., Ronald, D.W., Barbara, H.M., Amp, W.M.. "Implant abutment screw rotations and preloads for four different screw materials and surface." J Prosthet Dent 86:24-32, 2001.
- Burguette RL, John RB, King T, Patterson EA. Tightening characteristic for screwed joint in osseointegrated dental implant. J Prosthet Dent 1994;71:592-595.
- Miller R B, McGlumpy E A, Kerby R E. Comparison of abutment screw preload in different implant designs. J Dent Res 1994;73:No.807 (IADR Abstracts).
- Motosch N. Development of design charts for bolts preloaded up to the plastic range. J Eng Ind 1976:98:849-851.
- Larry C B, Donna L D, Eric W N, James, D T. Torque required to loosen single-tooth implant abutment screw before and after simulated function. Int J Prosthodont 1993; 6: 435-439.
- Martin, W.C., Woody, R.D., Miller, B.H., Miller, A.W.. "Implant abutment screw rotations and preloads for four different screw materials and surfaces." J Prosthet Dent 86:24-32, 2001.
- Koak, J.Y., Heo, SJ., Chang, I.T., Yim, S.H., Lee, J.Y., Lee, K.R., "The study on the removal torque of the diamond like carbon coated titanium abutment screws," J. Korean Acad Prothodont 41:128-135, 2003.
- Shin YM, Kim ES., Kim KM, Kum KY: 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.
- Haack J E, Sakaguchi R L, Sun T, Coffey J P. Determination of preload stress in dental implant screws. J Dent Res 1994;73:No.808 (IADR Abstracts).

- Shin JH, Lee KH. Metals as Biomaterials. Biomaterials Research 1999:3:28-38.
- Yoshinari M, Ozeki K, Sumil T. Properties of hydroxyapatitecoated Ti-6Al-4V alloy produced ion plating methode, Bull. Tokyo. Dent. Coll., 1991:32:147-156.
- 12. Zhang ZL, Bell T. Surface Engineering 1985;1:131-136.
- Calister WD. Materials Science and Engineering An Introduction, 5th. Edition. Jhon Willey & Sons, Inc. New York, 2000, pp. 30-59.
- Kuhn G. Tavernier B, and Jordan L: Influence of structure on Nickel-titanium endodontic instrument failure. J Endod 27: 516-520, 2001.
- 15. Marco JF, Agudelo AC, Gancedo JR and Hanel D: Corrosion resistance of single TiN layers, Ti/TiN bilayers and Ti/TiN/ Ti/TiN multilayers on iron under a salt fog spray (phohesion) test: an evaluation by XPS. Surface and Interface Analysis 27:71, 1998.
- Thornton, JA, and Penfold, AS: Thin Film Processes, edited by J.L.Vossen and W. Kern, Academic Press pp.75-118, 1978.
- Scully JR: Electrochemical methods of corrosion testing, Metals handbook, ed. by Baker. H., et al., 9th eds., Corrosion 13: 212. 1987.
- Binon P P. Implants and components: Entering the new millennium. Int J Oral Maxillofac Impl 2000;15;76-94.
- MacDonald DE, Betts F., Stranick M, Doty S and Boskey AL: Physicochemical Study of Plasma-sprayed Hydroxyapatite-Coated Implants in Humans, J Biomed Mater Res 54:4480-4490. 2001.
- 20. Choe HC, Ko YM, Park JJ: Effects of TiN and ZrN coating on the electrochemical characteristics of Ti alloy. Journal of The Korean Institute of Surface Engineering, p134, 2005.

	저작물 이용 허락서				
학 과	치의학과 학번 20067546 과정 석사				
성 명	한글: 이 충 환 한문: 李 忠 煥 영문 : Lee, Chung Hwan				
주 소	대구시 수성구 황금동 태왕아너스 101-903				
연락처	E-MAIL neulsalang@hanmail.net				
노르게모	한글 : TiN 및 WC코팅된 치과용 어버트먼트 나사의 안정성				
	영문 : Stability of TiN and WC Coated Dental Abutment Screw				
본인이 가 저작·	본인이 저작한 위의 저작물에 대하여 다음과 같은 조건아래 조선대학교 가 저작물을 이용할 수 있도록 허락하고 동의합니다.				
1. 저작 2. 위의 3. 함배저의 4. 의해 등 5. 해당 6. 도석 7. 소속 한 지	 -다 음- 1. 저작물의 DB구축 및 인터넷을 포함한 정보통신망에의 공개를 위한 저작물의 복제, 기억장치에의 저장, 전송 등을 허락함 2. 위의 목적을 위하여 필요한 범위 내에서의 편집 · 형식상의 변경을 허락함. 다만, 저작물의 내용변경은 금지함. 3. 배포 · 전송된 저작물의 영리적 목적을 위한 복제, 저장, 전송 등은 금지함. 4. 저작물에 대한 이용기간은 5년으로 하고, 기간종료 3개월 이내에 별도의의사 표시가 없을 경우에는 저작물의 이용기간을 계속 연장함. 5. 해당 저작물의 저작권을 타인에게 양도하거나 또는 출판을 허락을 하였을 경우에는 1개월 이내에 대학에 이를 통보함. 6. 조선대학교는 저작물의 이용허락 이후 해당 저작물로 인하여 발생하는 타인에 의한 권리 침해에 대하여 일체의 법적 책임을 지지 않음 7. 소속대학의 협정기관에 저작물의 제공 및 인터넷 등 정보통신망을 이용한 전작물의 전송 · 출력을 허락함. 				
	동의여부 : 동의(○) 반대()				
	2008 년 6 월 일				
	저작자 : 이 충 환 (서명 또는 인)				
	조선대학교 총장 귀하				