



### 저작자표시-비영리-변경금지 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

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

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원 저작자를 표시하여야 합니다.



비영리. 귀하는 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 없습니다.



변경금지. 귀하는 이 저작물을 개작, 변형 또는 가공할 수 없습니다.

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

저작권법에 따른 이용자의 권리와 책임은 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

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

[Disclaimer](#)



2011년 2월  
석사학위논문

# 아-크 이온플레이팅법으로 TiN과 ZrN코팅된 어버트먼트 나사의 표면특성

조선대학교 대학원

치 의 학 과

과 동 목



# 아크 이온플레이팅법으로 TiN과 ZrN 코팅된 어버트먼트 나사의 표면특성

Surface Characteristics of TiN and ZrN Coated Abutment  
Screw by Using Arc-ion Plating Method

2011년 2월 일

조선대학교 대학원

치 의 학 과

곽 동 묵

아-크 이온플레이팅법으로 TiN과  
ZrN코팅된 어버트먼트 나사의  
표면특성

지도교수 정 재 헌

이 논문을 치의학 석사학위신청 논문으로 제출함.

2010년 10월 일

조선대학교 대학원

치 의 학 과

과 동 목

# 곽동묵의 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

2010년      11월      일

조선대학교 대학원

# 목 차

영문초록 .....	v
I. 서 론 .....	1
II. 연구재료 및 방법 .....	3
III. 연구성적 .....	7
IV. 총괄 및 고안 .....	22
V. 결 론 .....	26
참고문헌 .....	27

## 표 목 차

Table 1. The condition of electrochemical corrosion test ..... 6

Table 2. Corrosion potential( $E_{corr}$ ), corrosion current density( $I_{corr}$ )  
and current density at 300mV( $I_{300mV}$ ) of non-coated, TiN  
coated, and ZrN coated abutment screw after  
potentiodynamic test in 0.9%NaCl solution at  $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$   
..... 14

Table 3. The results of AC impedance of non-coated, TiN coated,  
and ZrN coated abutment screw after electrochemical  
test in 0.9% NaCl solution at  $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$  ..... 18

# 도 목 차

Fig. 1. The schematic diagram of AIP equipment and process .....	3
Fig. 2. The schematic diagram of electrochemical test equipment .....	5
Fig. 3. Photographs of non coated and coated abutment screw. (a) non coated (b) TiN coated, (c) ZrN coated .....	7
Fig. 4. FE-SEM micrographs showing the non-coated screw surface. (a) screw top (b) screw flank and screw valley .....	9
Fig. 5. FE-SEM micrographs showing the TiN coated screw surface. (a) screw top (b) screw flank and valley (c) screw head .....	9
Fig. 6. FE-SEM micrographs showing the ZrN coated screw surface. (a) screw top(a-1: magnified) (b) screw flank and valley(b-1: magnified) .....	10
Fig. 7. EDS peaks showing the non-coated and coated screw surface. (a) non-coated (b) TiN coated (c) ZrN coated .....	10
Fig. 8. Surface roughness of non-coated, TiN coated, and ZrN coated abutment screw .....	11
Fig. 9. Anodic polarization curves of non-coated, TiN, and ZrN coated abutment screw after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$ .....	13
Fig. 10. Bode plot and Bode-phase plots of non-coated abutment screw after AC impedance test in 0.9% NaCl solution at $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$ .....	15

Fig. 11. Bode plot and Bode-phase plots of TiN-coated abutment screw after AC impedance test in 0.9% NaCl solution at $36.5\pm1^\circ\text{C}$ .....	16
Fig. 12. Bode plot and Bode-phase plots of ZrN-coated abutment screw after AC impedance test in 0.9% NaCl solution at $36.5\pm1^\circ\text{C}$ .....	17
Fig 13. FE-SEM micrographs showing the corrosion surface of non-coated abutment screw after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at $36.5\pm1^\circ\text{C}$ . (a) screw top (b) screw valley (c) screw flank .....	19
Fig 14. FE-SEM micrographs showing the corrosion surface of TiN coated abutment screw after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at $36.5\pm1^\circ\text{C}$ . (a) screw top and flank (b) screw valley .....	20
Fig 15. FE-SEM micrographs showing the corrosion surface of ZrN coated abutment screw after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at $36.5\pm1^\circ\text{C}$ . (a) screw top and screw flank (b) screw valley .....	21

# Surface Characteristics of TiN and ZrN Coated Abutment Screw by Using Arc-ion Plating Method

Kwag, Dong-Mook, D.D.S.,

Director : Prof. Chung, Chae-Heon, 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 surface characteristics of TiN and ZrN coated abutment screw by using arc-ion plating method(AIP). Abutment screw(Internal, Shinheung, Co) was prepared and used for various experiment: AIP coating, potentiodynamic test, and AC impedance test. TiN and ZrN film was coated on the abutment screw using AIP, respectively. The coated surface was investigated by field-emission scanning electron microscope(FE-SEM), energy dispersive x-ray spectroscopy(EDS), surface roughness tester at the screw top, flank and valley of abutment screw. The electrochemical behavior of TiN and ZrN coated surface was investigated by using potentiodynamic and AC impedance method in 0.9% NaCl solution at  $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$ . After electrochemical test, morphology of surface was observed by FE-SEM.

The results were as follows:

1. The surface of TiN and ZrN coated abutment screw showed the smooth surface without mechanical defects like a scratch formed by manufacturing process compared to non-coated abutment screw.
2. The corrosion potentials of TiN and ZrN coated abutment screw were higher than those of non-coated abutment screw, whereas current densities of TiN and ZrN coated abutment screw were lower than those of non-coated abutment screw.
3. Polarization resistances( $R_p$ ) of TiN and ZrN coated abutment screw were higher than those of non-coated abutment screw. The slope of Bode plot was -1 and capacitance characteristics of coated film appeared in coated abutment screw.

It is considered that the TiN and ZrN coating on the abutment screw by AIP method decreased the surface roughness and kept the stable coated film in corrosive environment, and confirmed that AIP can be applied to abutment screw for solving the loosening problem of implant system.

# I. 서 론

최근 노령화와 자동차의 증가로 인한 교통사고의 발생률이 증가함에 따라 결손된 치아를 수복하고자 하는 환자가 크게 증가하고 있다. 이를 위하여 치과 임플란트가 사용 되며 결손치아수복에 사용되는 임플란트는 고정체, 어버트먼트, 및 어버트먼트 나사로 구성되어 있다. 이러한 나사를 사용하는 임플란트 시술의 실패원인에 여러 가지의 원인이 있지만, 어버트먼트나사의 풀립에 의한 실패에 많은 연구가 집중되고 있다<sup>1-2)</sup>. 나사의 풀립과 조임에서 나사에 가해진 회전력과 전하중은 마찰계수 및 재료의 물리적 성질에 의존하며 마찰계수는 나사산의 경도, 표면마무리, 윤활제의 양 및 성질, 나사조임 속도, 나사의 반경, 나사산의 형태에 의존 한다<sup>3)</sup>. 특히 최근에 이러한 마찰계수를 감소시키기 위하여 윤활제역활을 하는 물질을 적용하였으며 금합금과 에폭시 등을 사용하여 그 효과를 얻고자 하였다<sup>4)</sup>. 그러나 이들 물질도 반복되는 풀립과 조임에 내구성이 약하며 구강 내에서 나사표면으로부터 금속이 온이 유리되어 표면을 거칠게 하는 경향이 있다.

최근에 나사표면의 처리가 나사풀립을 방지하는데 중요한 영향을 미침을 보이기 때문에 이를 개선하기 위하여 TiN(titanium nitride), ZrN (zirconium nitride) 및 WC(tungsten carbide)등의 코팅을 통하여 반복적인 조임과 풀립의 효과를 높일 수 있는 연구 결과가 나왔다<sup>5)</sup>. 특히 WC, DLC(diamond like carbide), Au, 및 에폭시 등을 코팅하여 이를 해결하고자하는 노력이 시도되었다<sup>6)</sup>. 이들 코팅방법들은 여러 가지 물리적인 증착법인 스퍼터링법, 전자빔을 이용한 방법으로 행해졌다. 표면에서 접착성을 향상시키기 위하여는 아-크 이온플레이팅법(AIP: arc-ion plating)을 이용한 방법이 시도되고 있는데 이 방법은 접착력이 우수하고 다향 생산할 수 있는 장점이 있다. 기존의 이온플레이팅은 진공 용기 내에 증착시키고 싶은 금속을 증발시켜, 피가공물의 표면에 금속피막을 증착시키거나, 동시에 반응ガ스를 진공 용기 내에 도입하여 피가공물의 표면에 두 성분으로 된 화합물을

형성시키는 두 가지 경우가 있다. TiN과 ZrN과 같은 세라믹 코팅에는 후자가 이용되는 것이며, 반응성 이온플레이팅이라고도 한다<sup>7)</sup>. 즉, 아크방전으로 금속을 급속하게 증발시키는 까닭에 증발된 금속의 일부는 이온으로 되어 플라즈마가 되고, 증발원과 피처리물 간에 걸린 바이어스 전압에 의한 그로우 방전으로 플라즈마화가 촉진된다. 이 점이 다른 이온플레이팅법과 다른 특징이며, 플라즈마 중의 이온화율이 80 - 90%에 달할 정도로 높게 되어 코팅 효과가 우수하다.

이러한 우수한 장점이 있음에도 불구하고 AIP를 이용하여 어버트먼트 나사에 TiN 및 ZrN등을 코팅함으로써 풀립과 조임력을 개선하는 효과에 대한 연구는 거의 없다.

따라서 본 연구에서는 구강 내에서 임플란트 시스템에 사용 되는 어버트먼트 나사의 풀립방지를 위하여 TiN과 ZrN을 아-크 이온플레이팅법으로 코팅하였을 때 두 물질이 나사의 표면에서 접착 및 용출효과를 조사하고자 한다.

## II . 연구재료 및 방법

### 가. 표면특성 조사용 시편준비

Ti-6Al-4V합금으로 제조된 치과용 어버트먼트 나사(Internal, Shinhung Co, Korea)를 준비하여 비교군으로 코팅하지 않은 것 20개를, 또한 TiN 및 ZrN을 20개씩 코팅하여 표면특성을 조사하는데 사용하였다.

### 나. AIP장치를 이용하여 나사표면에 TiN 및 ZrN코팅

본 연구에서 TiN과 ZrN을 나사에 코팅하기 위하여 Fig. 1과 같은 아-크 이온플레이팅 장치(AIP: AMS Co, Korea)를 이용하여 arc power 150A, bias voltage -50V로 하고 질소 gas를  $4 \times 10^3$  Pa로 약 30분 동안 코팅하였다. 코팅온도는 450°C로 하였으며 코팅된 표면은 표면거칠기 측정기(KLA Tencor Co; P-10), EDS 및 FE-SEM을 이용하여 관찰하였다.

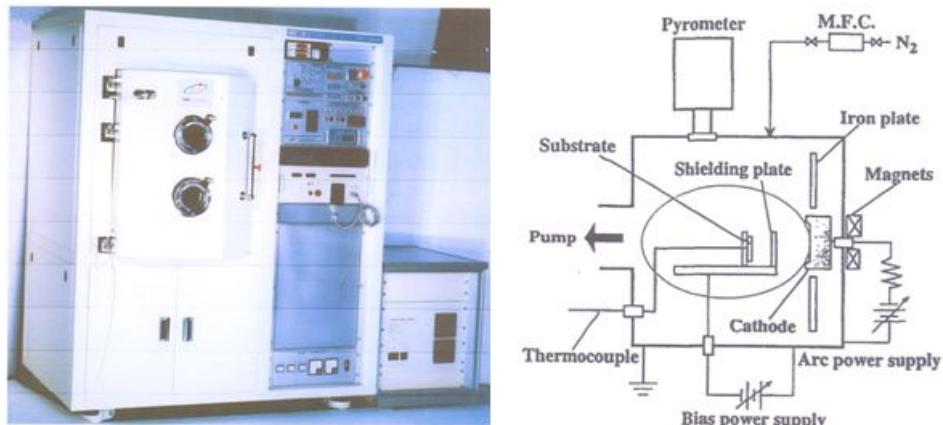


Fig. 1. The schematic diagram of AIP equipment and process.

## 다. TiN 및 ZrN 코팅된 어버트먼트나사의 표면안정성시험

임플란트 어버트먼트나사의 코팅표면특성을 평가하기 위하여 Fig. 2와 같은 장비를 이용하여 전기화학적인 방법(potentiostat/galvanostat 273A, EG&G, USA)으로 동전위시험(potentiodynamic test)을 행하였다. 실험용액은  $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$ 의 0.9% NaCl용액을 사용하였고 기준전극(reference electrode)으로는 포화감홍전극(saturated calomel electrode, SCE)을, 보조전극(counter electrode)으로는 고밀도 탄소전극을 작업전극으로는 준비된 시편을 사용하였다. 실험용액은 실험이 시작되기 30분 전부터 끝날 때 까지 아르곤가스를 흘려보내 탈기된(deaerated) 분위기를 유지시켜 주었으며 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 동시에 Ar 가스를 주입하여 교반함으로써 시편 표면의 불순물, 산화물 및 용존산소를 제거하여 각각의 시편마다 동일한 조건으로 -1500 mV에서 +2000 mV까지 전위를 가하여 분극시험을 행하여 부식전위, 부식전류밀도, 부동태전류밀도를 측정하였다.

표면에서 정교한 이온의 이동을 분석하기 위하여 교류(AC)임피던스법을 이용하여 피막표면에서 임피던스의 변화를 관찰하였다. 교류 임피던스 측정시험은 동 전위 분극시험과 같은  $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$ 의 0.9% NaCl 전해액에서 측정하였다. 임피던스 측정 장치는 PARSTAT 2273(EG&G, USA)를 사용하였으며 측정방식은 3전극 식으로 SCE(KCl)를 기준전극으로 고밀도 탄소봉은 카운터 전극에 시편은 작업전극으로 하여 측정하였다. 측정에 사용한 주파수 영역은 100 kHz ~ 10 mHz 까지의 범위로 하여 조사하였고 ZSimWin (Princeton Applied Research, USA) 소프트웨어를 사용하여 케페시턴스 및 분극저항( $R_p$ )값을 구하였다. 실험조건을 Table. 1에 나타내었다.

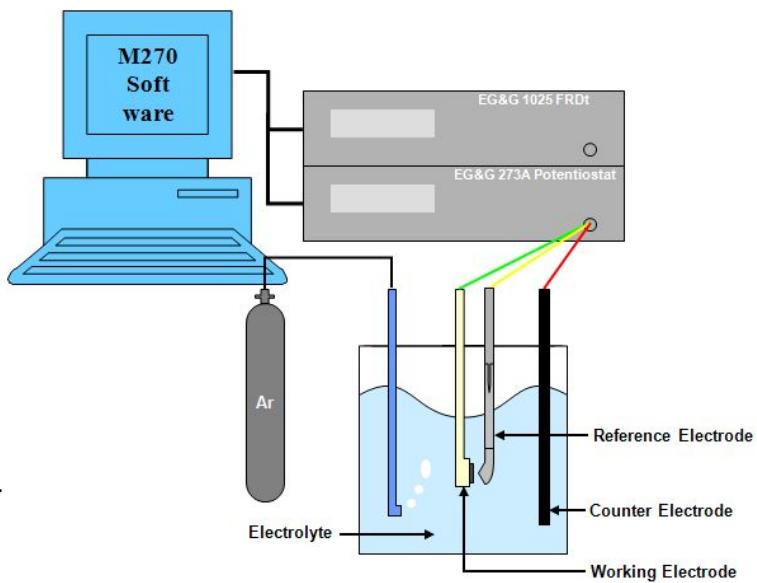


Fig. 2. The schematic diagram of electrochemical test equipment.

Table 1. The condition of electrochemical corrosion test

	Potentiodynamic test	A.C. impedance
<b>Electrolyte</b>	0.9 % NaCl	0.9 % NaCl
<b>Working electrode</b>	Sample	Sample
<b>Counter electrode</b>	High dense carbon	High dense carbon
<b>Reference electrode</b>	SCE	SCE
<b>Scan rate</b>	1.667 mV/s	—
<b>Temperature</b>	36.5±1°C	36.5 ± 1 °C
<b>Potential range</b>	-1500 mV ~ 2000 mV	—
<b>Frequency range</b>	—	100 kHz ~ 10 mHz
<b>A.C amplitude</b>	—	10 mV
<b>Point</b>	—	5 point/decade

#### 라. TiN 및 ZrN 코팅표면 및 부식표면의 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 얻어진다. EDS 시스템의 컴퓨터에는 모든 특정 X 선의 위치가 기억되어 있으므로 스펙트럼의 피크로부터 원소를 알아내어 정성분석을 하였다. 부식이 끝난 뒤 표면의 관찰도 같은 방법으로 행하였다.

### III. 연구 성적

#### 1. TiN 및 ZrN 코팅된 어버트먼트 나사의 표면

Fig. 3은 어버트먼트 나사에 AIP법으로 TiN과 ZrN를 코팅한 시편의 사진으로 (a)는 코팅하지 않은 시편이고, (b)는 TiN을 코팅한 시편 및 (c)는 ZrN를 코팅한 시편이다. 그림에서 (a)는 코팅하기전의 시편으로 금속의 색깔인 회색빛을 보인다. TiN을 코팅한 (b)는 전형적인 TiN의 코팅색깔인 황금색을 보인다. 또한 (c)는 ZrN을 코팅한 것으로 연한 노란색을 보여 TiN의 황금색과 구별이 된다. 사진 상으로 관찰해 보면 색깔차이를 보여 코팅이 잘 이루어 졌다.

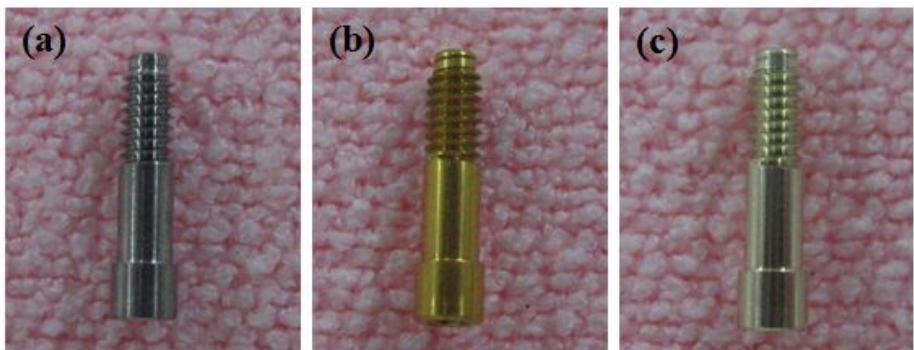


Fig. 3. Photographs of non coated and coated abutment screw.  
(a) non coated, (b) TiN coated, (c) ZrN coated.

자세한 관찰을 위하여 FE-SEM 및 EDS를 이용하여 표면을 조사한 결과가 Fig. 4, 5, 6 및 7에 나타나있다. 어버트먼트 나사의 나사산(top), 평평한 면(flank), 나사골(valley)등에서 관찰을 하였다. Fig. 4는 코팅하지 않은 나사를 주사전자현미경으로 조사한 것으로 (a)는 나사산 및 (b)는 나사골에서 관찰한 것이다. 전체적인 부분에서 기계적인 가공에 의한 결함을 보이고 있으며 거친 표면을 보인다. Fig. 5는 TiN을 코팅한 표면을 주사전자

현미경으로 촬영한 것으로 (a)는 나사산에서, (b)는 나사골에서 (c)는 나사헤드부분에서 관찰한 것이다. 나사산이나 나사골에서 조밀하고 균일한 표면의 특성을 보인다. 특히 표면을 확대해서 보면 코팅물질이 알갱이 형태로 존재함을 알 수 있다. 이러한 코팅물질이 나사산 가공 시 존재한 기계적인 가공결함위에 코팅되어 나사면과 나사골에서 매끈한 표면을 보인다. Fig. 6은 ZrN를 코팅한 표면으로 나사산과 나사면에서 표면을 관찰한 것으로 확대해서 (a-1) 및 (b-1)을 보면 표면이 매끈한 양상을 보인다.

Fig. 7은 표면에서 코팅이 잘 이루어졌는지를 EDS분석을 통하여 확인하였다. EDS곡선으로부터 코팅하지 않은 (a)는 Ti-6Al-4V의 성분이 주를 이루지만 (b)는 Ti와 N의 피크를 보여 TiN이 코팅되었음을 알 수 있고 (c)는 Zr과 N이 검출되어 ZrN이 코팅되었음을 확인할 수 있다.

Fig. 8은 표면의 거칠기를 조사하기 위하여 나사의 표면에서 표면거칠기를 나타내는 평균표면거칠기값(Ra)의 변화를 500um의 범위에서 조사하였다. Ra값을 조사한 결과, 나사부분에서 코팅하지 않은 것은 189.1nm, TiN을 코팅한 것은 132.5nm, 및 ZrN을 코팅한 것은 116.1nm를 보여 ZrN을 코팅한 경우가 가장 낮게 나타났다.

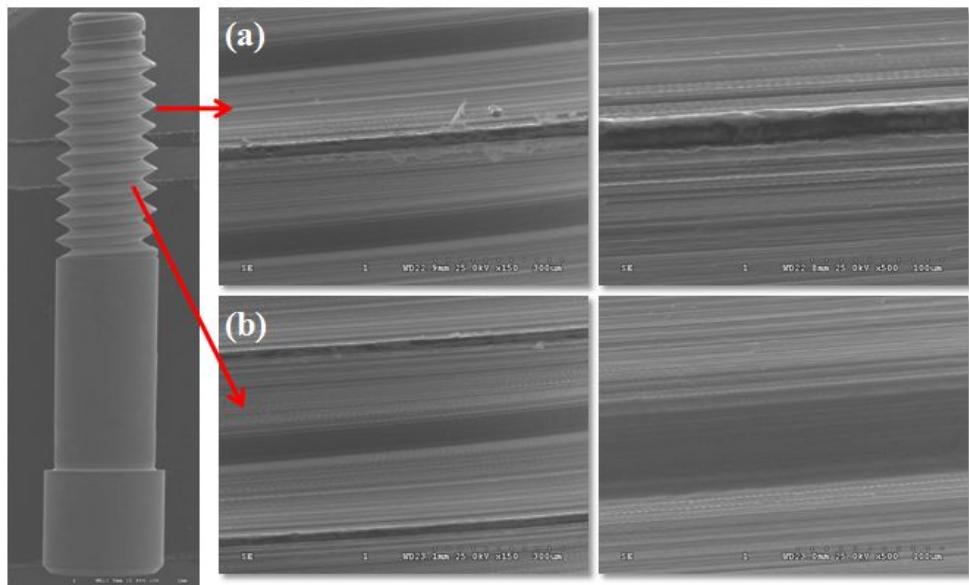


Fig 4. FE-SEM micrographs showing the non-coated screw surface.  
(a) screw top (b) screw flank and screw valley

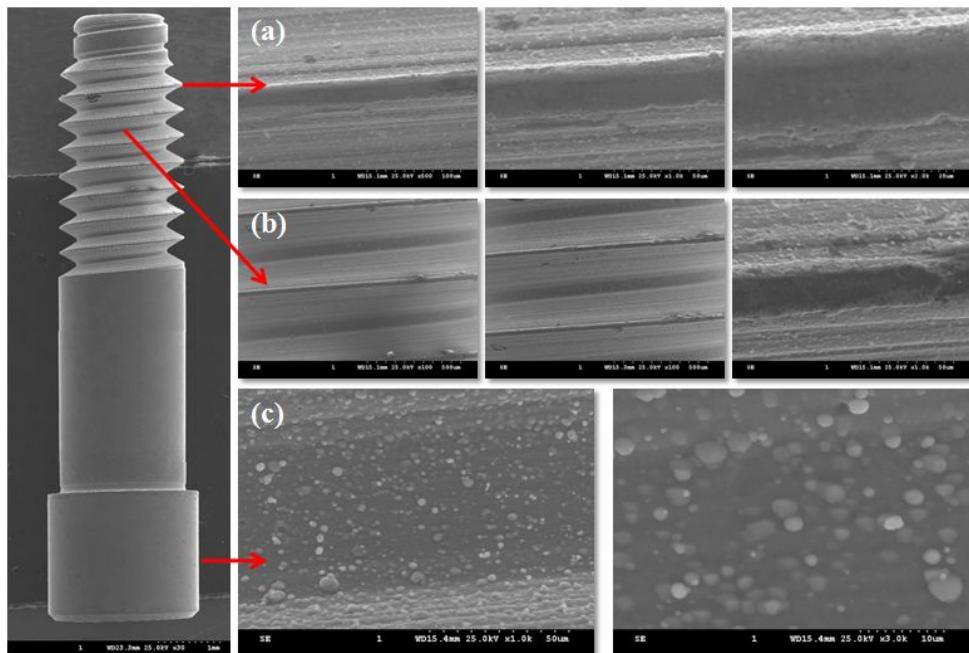


Fig 5. FE-SEM micrographs showing the TiN coated screw surface.  
(a) screw top (b) screw flank and valley (c) screw head

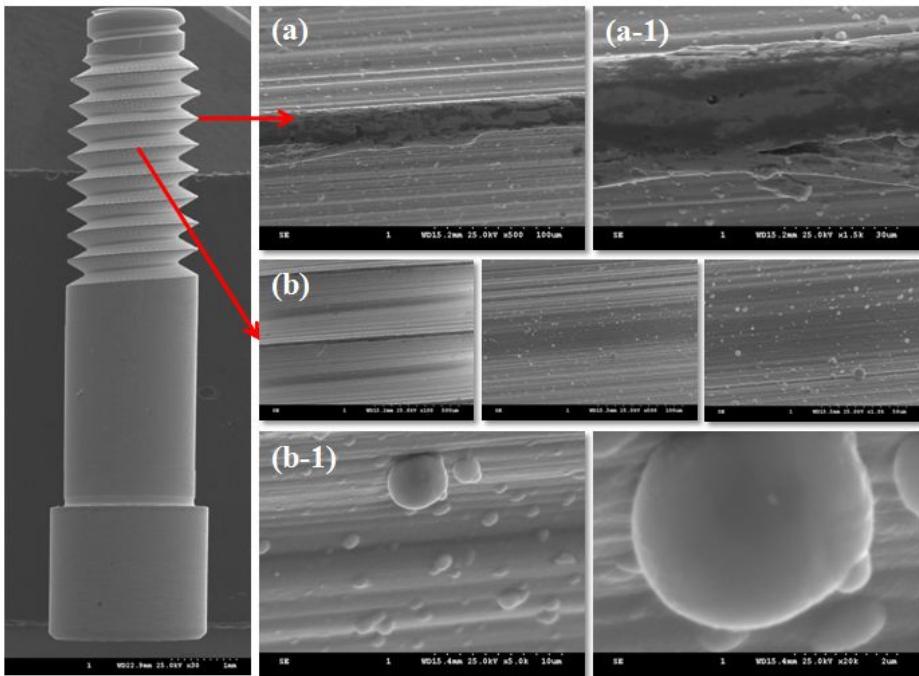
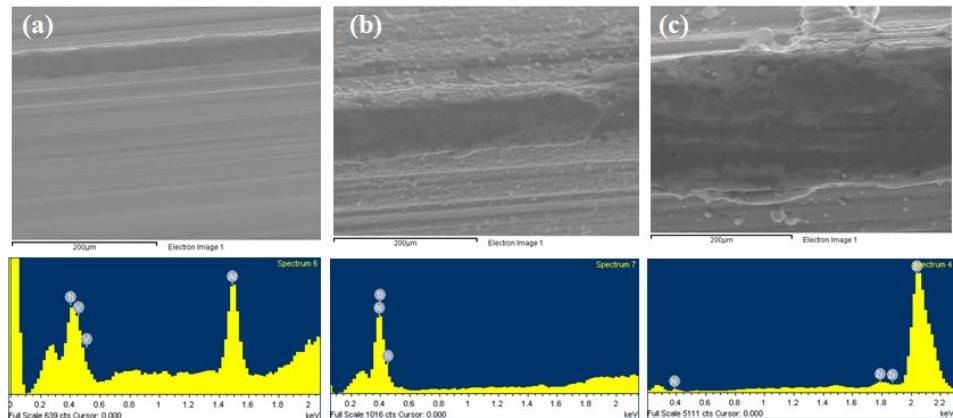
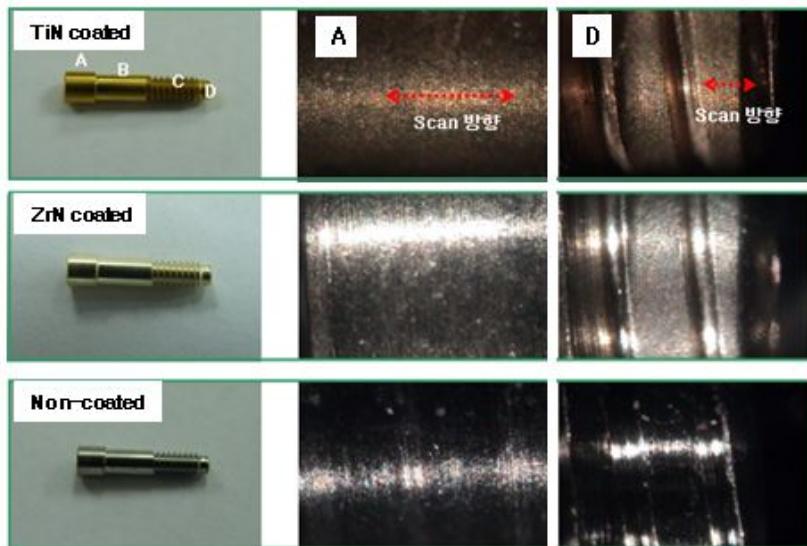


Fig 6. FE-SEM micrographs showing the ZrN coated screw surface.  
(a) screw top(a-1: magnified) (b) screw flank and valley(b-1: magnified)



Element	Weight%	Atomic%	Element	Weight%	Atomic%	Element	Weight%	Atomic%
Al K	6.42	10.87	N K	19.99	46.07	N K	9.85	41.58
Ti K	90.09	86.00	Ti K	80.01	53.93	Zr L	90.15	58.42
V K	3.49	3.13	Totals	100.00		Totals	100.00	
Totals	100.00							

Fig 7. EDS peaks showing the non-coated and coated screw surface.  
(a) non-coated (b) TiN coated (c) ZrN coated



Sample	Roughness	Measured area	
		A (scan length: 500 μm)	D (scan length: 500 μm)
<b>Non-coated</b>	Ra (nm)	123.0	<b>189.1</b>
	Rq (nm)	145.2	224.7
<b>TiN coated</b>	Ra (nm)	109.0	<b>132.5</b>
	Rq (nm)	132.0	163.6
<b>ZrN coated</b>	Ra (nm)	97.4	<b>116.1</b>
	Rq (nm)	111.7	144.3

Fig 8. Surface roughness of non-coated, TiN coated, and ZrN coated abutment screw.

## 2. TiN 및 ZrN 코팅된 어버트먼트 나사의 양극분극특성

Fig. 9는 동전위방법을 이용하여 0.9% NaCl의  $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$  용액에서 코팅하지 않은 나사와 TiN을 코팅한 나사 및 ZrN을 코팅한 나사표면을 부식시킨 후 얻어진 양극분극곡선을 보인다. 코팅하지 않은 나사의 부식전위는  $-480\text{mV}$ 를, TiN 코팅한 경우는  $-262\text{mV}$ , ZrN를 코팅한 경우는  $-523\text{mV}$ 를 각각 타내고 있다. 부식전류밀도( $I_{corr}$ )는 부식속도를 나타내는 값으로 코팅하지 않은 경우가  $1.38 \times 10^{-6} \text{ A/cm}^2$ 를 TiN 코팅한 경우가  $2.90 \times 10^{-7} \text{ A/cm}^2$ 를, ZrN 코팅한 경우가  $1.04 \times 10^{-6} \text{ A/cm}^2$ 를 각각 나타내어 TiN 코팅한 경우가 부식속도(표면용출속도)가 가장 낮음을 보였다. 임상적으로 중요한 구강 내의 안정성은  $300\text{mV}$ 에서 측정한 전류밀도( $I_{300\text{mV}}$ ) 값이 코팅하지 않은 것은  $9.50 \times 10^{-7} \text{ A/cm}^2$ 를, TiN을 코팅한 경우는  $2.85 \times 10^{-7} \text{ A/cm}^2$ 를, ZrN을 코팅한 경우는  $2.43 \times 10^{-7} \text{ A/cm}^2$ 를 각각 나타내어 코팅한 경우가 안정한 표면을 유지함을 보인다. 이를 정리하여 Table 2에 나타내었다.

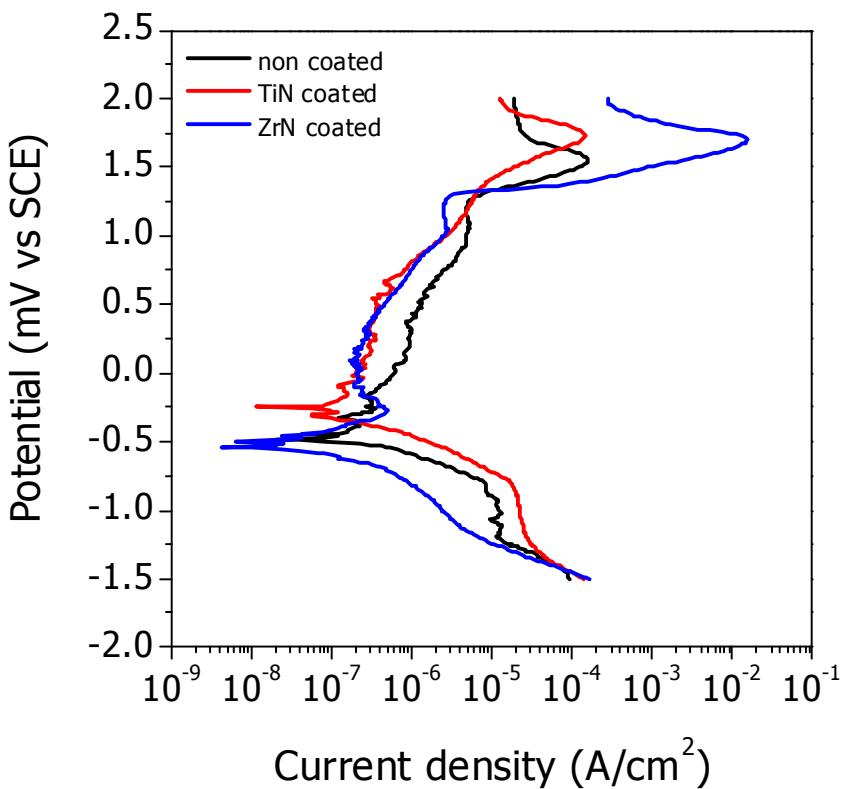


Fig 9. Anodic polarization curves of non-coated, TiN, and ZrN coated abutment screw after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at  $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$ .

Table 2. Corrosion potential( $E_{corr}$ ), corrosion current density( $I_{corr}$ ) and current density at 300mV( $I_{300mV}$ ) of non-coated, TiN coated, and ZrN coated abutment screw after potentiodynamic test in 0.9%NaCl solution at  $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$ .

Samples	$E_{corr}$ (mV)	$I_{corr}$ (mA/cm $^2$ )	$I_{300mV}$ (mV/cm $^2$ )
<b>Non coated</b>	-480	$1.38 \times 10^{-6}$	$9.5 \times 10^{-7}$
<b>TiN coated</b>	-262	$2.90 \times 10^{-7}$	$2.85 \times 10^{-7}$
<b>ZrN coated</b>	-523	$1.04 \times 10^{-6}$	$2.43 \times 10^{-7}$

### 3. TiN 및 ZrN 코팅된 나사의 교류임피던스 특성

Fig. 10, 11 및 12는 0.9% NaCl의  $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$  용액에서 코팅하지 않은 나사, TiN을 코팅한 나사, 및 ZrN을 코팅한 나사의 교류임피던스 측정을 나타낸 Bode plot 및 Bode-phase plot을 나타낸 것이다.

Bode plot에서 용액저항( $R_\Omega$ )을 우측에 나타 있고  $R_\Omega + R_p$ 값은 원쪽에 나타나 있는데 중요한 것은 금속이온의 용출정도를 나타내는  $R_\Omega$ 값은 코팅하지 않은 경우,  $8.741 \Omega\text{cm}^2$ 를, TiN을 코팅한 경우는  $17.98 \Omega\text{cm}^2$ 를, ZrN을 코팅한 경우는  $7.08 \Omega\text{cm}^2$ 를 각각 나타내었다.  $R_p$ 값은 코팅하지 않은 경우,  $2.77 \times 10^6 \Omega\text{cm}^2$ 를, TiN을 코팅한 경우는 코팅층의 저항과 산화층의 저항으로 나뉘는데 코팅층의 저항은  $9.52 \times 10^5 \Omega\text{cm}^2$ 를, 산화층의 저항은  $33.5 \Omega\text{cm}^2$ 를 보였다. ZrN을 코팅한 경우는 코팅층의 저항이  $2.18 \times 10^4 \Omega\text{cm}^2$ 를, 산화층은  $1.86 \Omega\text{cm}^2$ 를 보여 코팅막과 산화막의 저항이 각각 다르게 나타남을 보였다. 또한 캐패시턴스 값은 코팅하지 않은 경우,  $1.10 \times 10^{-5} (\text{F}/\text{cm}^2\text{s}^n)$ , TiN을 코팅한 경우는 코팅층의 저항과 산화층의 저항으로 나뉘는데 코팅층의 캐패시턴스 값은  $4.44 \times 10^{-5} (\text{F}/\text{cm}^2\text{s}^n)$ 를, 산화층의 캐패시턴스 값은  $1.63 \times 10^{-8} (\text{F}/\text{cm}^2\text{s}^n)$ 를 보였다. ZrN을 코팅한 경우는 코팅층의 저항과 산화층의 저항으로 나뉘는데 코팅층의 캐패시턴스 값은  $8.28 \times 10^{-6} (\text{F}/\text{cm}^2\text{s}^n)$ 를, 산화층의 캐패시턴스 값은  $5.99 \times 10^{-6} (\text{F}/\text{cm}^2\text{s}^n)$ 를 보였다.

Bode-phase plot을 보면 코팅하지 않은 경우, TiN 및 ZrN을 코팅한 경우의 시편에서 phase angle이 고주파수에서  $0^\circ$ 쪽으로 떨어지다가 증가하다가 중간범위 주파수 영역에서  $-90^\circ$ 대에 까지 이르며 코팅한 경우는 저주파수 영역에서 phase angle이 다시  $0^\circ$ 쪽으로 감소함을 보인다. 얻어진 데이터는 Table 3에 나타내었다.

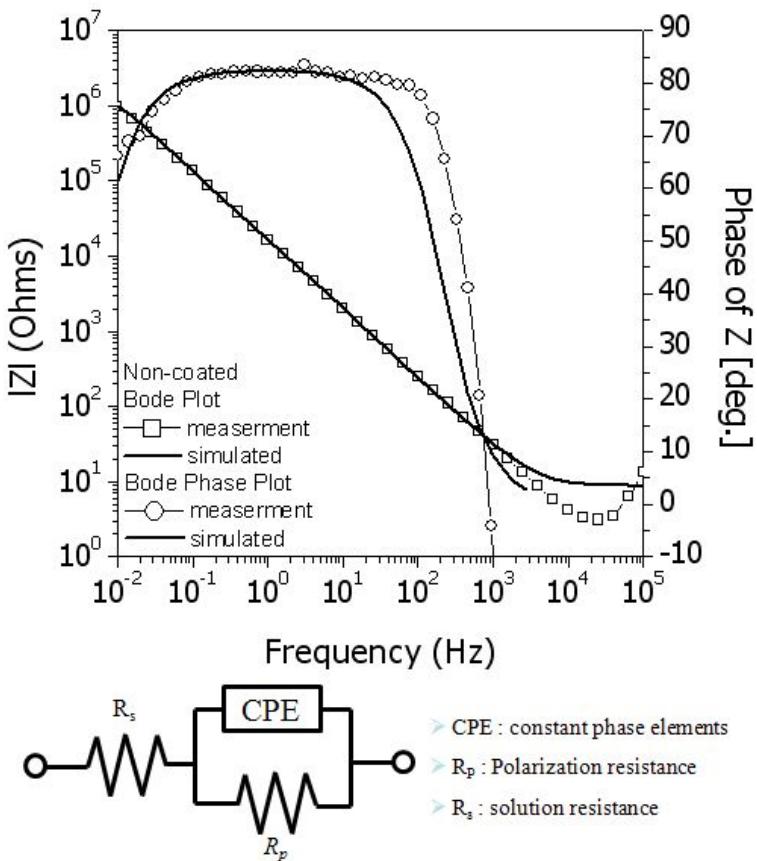


Fig. 10. Bode plot and Bode-phase plots of non-coated abutment screw after AC impedance test in 0.9% NaCl solution at  $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$ .

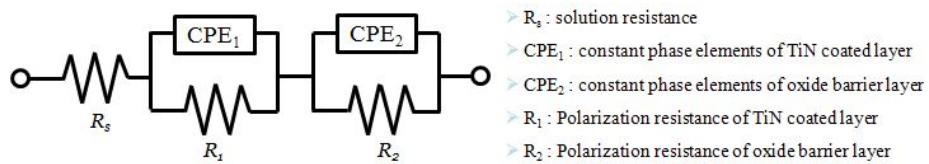
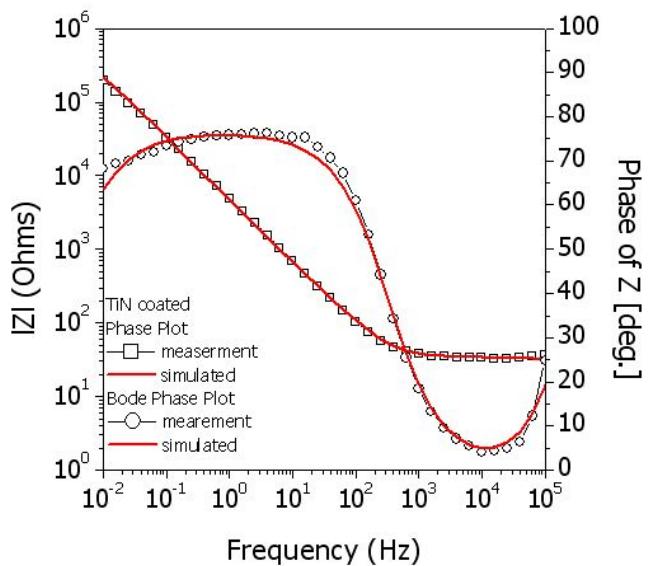


Fig. 11. Bode plot and Bode-phase plots of TiN-coated abutment screw after AC impedance test in 0.9% NaCl solution at  $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$ .

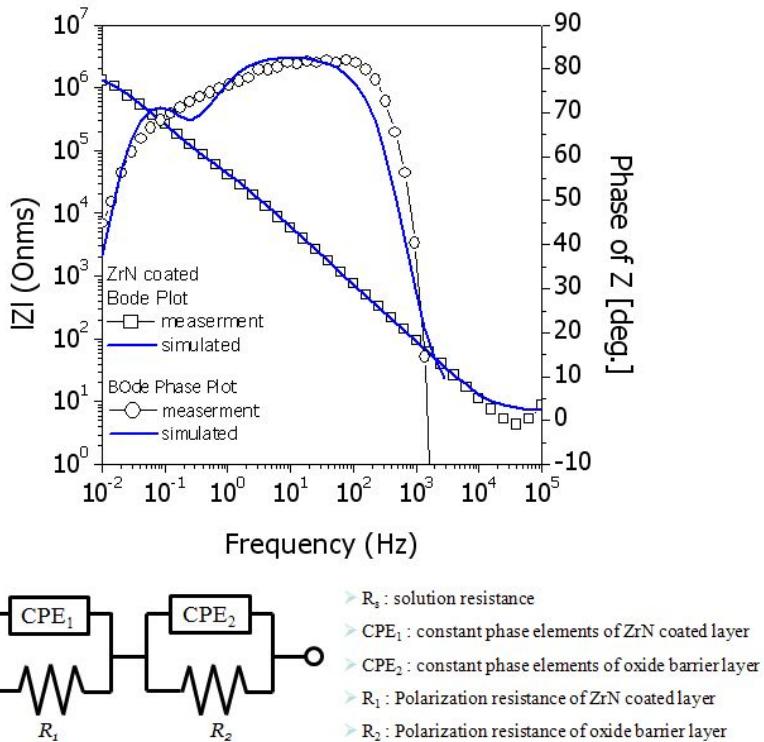


Fig. 12. Bode plot and Bode-phase plots of ZrN-coated abutment screw after AC impedance test in 0.9% NaCl solution at  $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$ .

Table 3. The results of AC impedance of non-coated, TiN coated, and ZrN coated abutment screw after electrochemical test in 0.9% NaCl solution at 36.5±1°C

Sample	$R_s$ ( $\Omega/\text{cm}^2$ )	CPE ( $F/\text{cm}^2\text{s}^\alpha$ )	n	$R_p$ ( $\Omega/\text{cm}^2$ )			
Non-coated	8.741	$1.10 \times 10^{-5}$	0.917	$2.77 \times 10^6$			
	$R_s$ ( $\Omega/\text{cm}^2$ )	CPE <sub>1</sub> ( $F/\text{cm}^2\text{s}^\alpha$ )	n	$R_1$ ( $\Omega/\text{cm}^2$ )	CPE <sub>2</sub> ( $F/\text{cm}^2\text{s}^\alpha$ )	n	$R_2$ ( $\Omega/\text{cm}^2$ )
TiN-coated	17.98	$4.44 \times 10^{-5}$	0.84	$9.52 \times 10^5$	$1.63 \times 10^{-8}$	1	33.5
ZrN-coated	7.08	$8.28 \times 10^{-6}$	0.93	$2.18 \times 10^4$	$5.99 \times 10^{-6}$	0.92	1.86

#### 4. TiN 및 ZrN이 코팅된 나사의 부식표면

나사의 코팅효과에 따른 표면의 부식의 정도를 관찰하기 위하여 동전위시험한 후 표면을 FE-SEM을 이용하여 관찰한 결과 Fig. 13, 14 및 15에 나타내었다.

Fig. 13은 코팅하지 않은 나사의 동전위 시험 후 촬영한 것으로 (a)는 나사산 부분, (b)는 나사꼴, 및 (c)는 나사면에서 사진이다. 코팅이 하지 않은 시편은 표면에서 기계적인 가공결합을 따라서 표면이 부식된 양상을 보인다. TiN을 코팅한 경우인 Fig. 14에서 보면 (a)는 나사산과 면에서 부식형태를 보이고 있고 (b)는 코팅한 나사꼴에서 부식현상을 보이고 있다. 코팅하기 전 표면과 유사하며 코팅하지 않은 것에 비하여 표면에서 코팅물질이 많이 잔존하고 있다. Fig. 15는 ZrN를 코팅한 후 부식시험을 한 경우로 (a)는 나사산과 면에서 부식사진을, (b)는 나사꼴에서 부식사진을 각각 보여 주고 있다. TiN과 유사한 부식표면을 보이고 있으며 코팅물질이 역시 많이 잔존하고 있음을 보이고 있다.

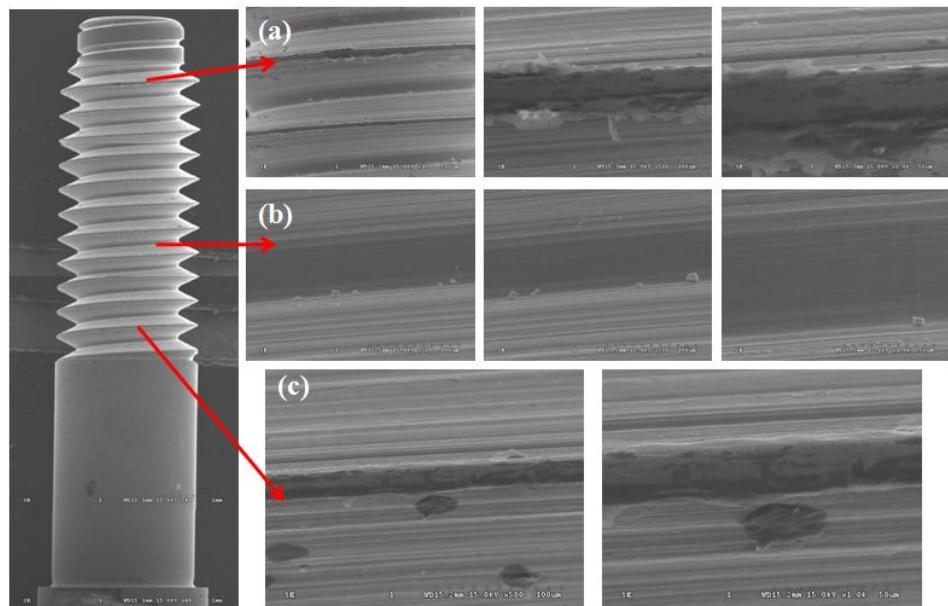


Fig 13. FE-SEM micrographs showing the corrosion surface of non-coated abutment screw after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at  $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$ . (a) screw top (b) screw valley (c) screw flank

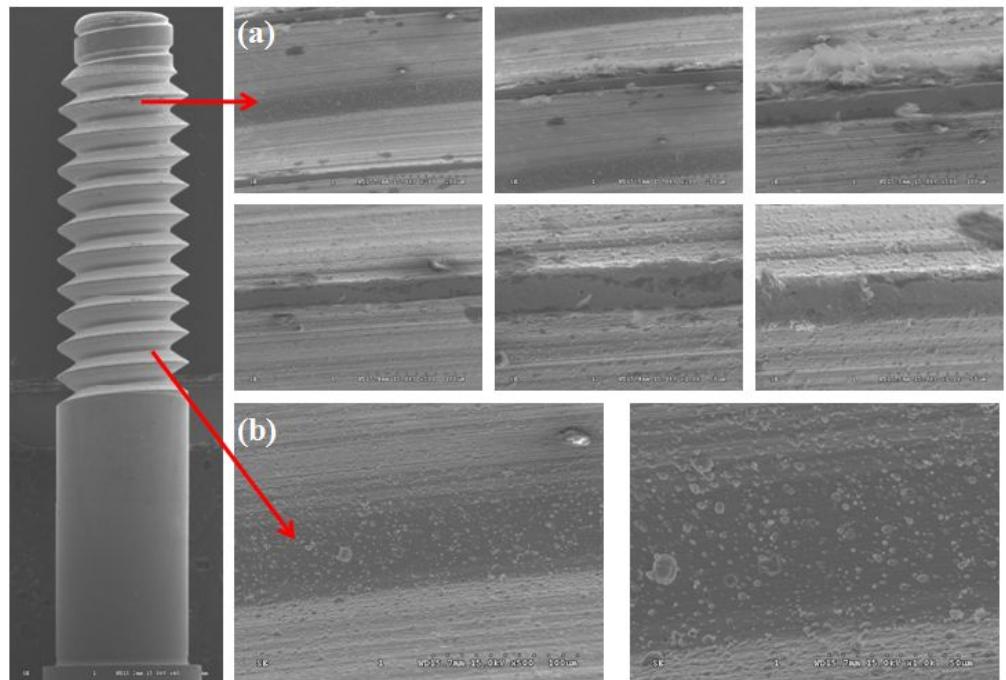


Fig 14. FE-SEM micrographs showing the corrosion surface of TiN coated abutment screw after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at  $36.5 \pm 1^\circ\text{C}$ . (a) screw top and flank (b) screw valley

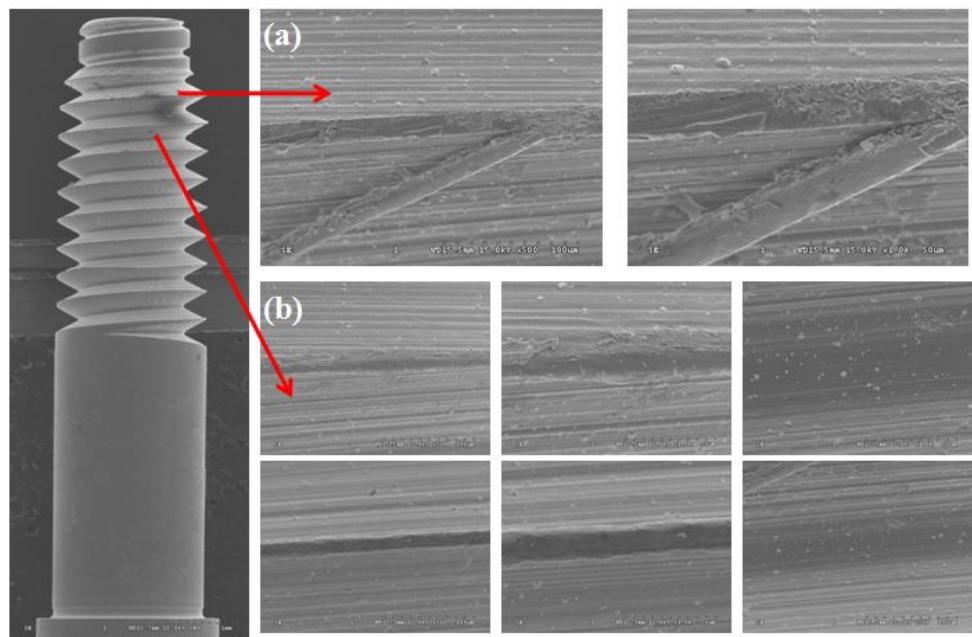


Fig 15. FE-SEM micrographs showing the corrosion surface of ZrN coated abutment screw after potentiodynamic test in 0.9% NaCl solution at  $36.5\pm1^\circ\text{C}$ . (a) screw top and screw flank (b) screw valley

## IV. 총괄 및 고안

치과용 어버트먼트나사의 표면코팅은 오래전부터 풀림문제를 해결하기 위하여 이루어졌다. 이러한 문제의 원인이 되는 어버트먼트 나사의 표면의 특성 즉, 거칠기를 최소화하여 조임과 풀림에 대한 저항을 개선하는 방법이 가장 중요하다. 또한 어버트먼트나사의 파절수명을 연장 하려면 표면에 강도가 높은 물질을 코팅하여 나사표면에 내마모성을 부여할 수 있고 표면결함을 제거하여 피로파절수명을 연장<sup>8)</sup>할 수 있는데 이에대한 연구가 꾸준히 진행되어왔다. 특히 WC, DLC, Au, 및 에폭시 등을 코팅하여 이를 해결하고자하는 노력이 시도되었다<sup>6)</sup>. 이들 코팅방법들은 여러 가지 물리적인 증착법인 스퍼터링법, 전자빔을 이용한 방법으로 행해졌다. 표면에서 접착성을 향상시키기 위하여는 아-크 이온플레이팅법을 이용한 방법이 시도되고 있는데 이 방법은 접착력이 우수하고 다량 생산할 수 있는 장점이 있다. 이러한 코팅법을 이용하여 TiN과 ZrN을 코팅하여 표면특성을 조사한 결과를 보면 다음과 같다.

본 연구에서는 AIP를 사용하여 TiN과 ZrN을 코팅하여 표면에서 마찰저항을 감소시키고 안정한 표면을 제공하기 위하여 어버트먼트 나사에 코팅하였다. 코팅표면을 보면 코팅하지 않은 나사는 색깔이 은백색이나 TiN을 코팅하면 잘 알려진 바와 같이 황금색을 띤다(Fig. 3b). 특히 ZrN은 연두색에 가까운 옅은 황색을 나타내는데 각각의 결정구조가 다르기 때문에 이러한 색깔의 차이가 난 것으로 생각된다(Fig. 3c). 나사의 표면을 FE-SEM을 사용하여 고배율로 보면 표면에서 많은 스크래치들을 존재하고 이러한 스크래치들이 조임력과 파절저항에 영향을 크게 미칠 것으로 생각된다. 자세한 관찰을 위하여 FE-SEM 및 EDS를 이용하여 표면을 조사한 결과(Fig. 4, 5, 6 및 7), 코팅하지 않은 경우는 어버트먼트 나사의 나사산(top), 평평한 면(flank), 나사골(valley)등에서 기계적인 가공에 의한 결함을 보였고 거친 표면을 보여 이온이 쉽게 용출되는 자리로 작용할 수 있다<sup>9)</sup>. TiN과 ZrN을

코팅하면 나사산이나 나사골에서 조밀하고 균일한 표면이 얻어지는데 TiN의 경우 8개의 원자가 단위격자를 형성하여 면심입방정<sup>10)</sup>을 이루어 공유결합형태의 금속-비금속 혼성 결합을 나타내기 때문에 내마모성이 우수하고 마찰저항이 감소한 특성을 나타낸다. 특히 표면을 확대해서 보면 코팅물질이 알갱이 형태로 존재함을 알 수 있다(Fig.5c, 6b-1). 이러한 코팅물질이 나사산 가공 시 존재한 기계적인 가공결함위에 코팅되어 나사면과 나사골에서 매편한 표면을 제공함으로써 마찰저항을 크게 감소시킬 것으로 생각된다.

EDS를 이용하여 코팅된 표면을 조사해 보면(Fig. 7) 코팅하지 않은 표면은 Ti-6Al-4V의 성분이 주를 이루지만 TiN 및 ZrN을 코팅한 경우는 Ti, Zr과 N의 피크만을 보여 표면에 코팅물질이 덮여져 있어 기지의 성분이 나오지 않아 코팅이 잘 이루어졌음을 알 수 있다. 이러한 피막은 기계적인 가공결함에 의한 표면의 거칠기를 감소시킴을 알 수 있는데 나사부분에서 표면거칠기를 조사한 결과(Fig. 8) 나사의 표면에서 평균표면거칠기값(Ra)이 코팅하지 않은 것은 189.1nm, TiN을 코팅한 것은 132.5nm, 및 ZrN을 코팅한 것은 116.1nm를 보여 ZrN을 코팅한 경우가 거칠기가 크게 감소함을 알 수 있다. 나사부분에서 거칠기를 측정하기는 힘들지만 중요한 것은 전체적인 표면거칠기를 나타내는 Rq값의 변화에서 알 수 있듯이 코팅하지 않은 경우가 224nm에서 TiN을 코팅하는 경우가 163nm 및 ZrN을 코팅한 경우에서 144nm로 크게 감소되어 표면의 거칠기가 크게 감소함을 확인할 수 있다.

이러한 표면거칠기 감소는 구강 내에서 이온의 용출을 억제하는 효과가 나타나는데 동전위실험을 통하여 확인을 할 수 있다(Fig.9). 코팅하지 않은 나사의 부식전위는 -480mV를, TiN 코팅한 경우는 -262mV, ZrN를 코팅한 경우는 -523mV를 각각 타내어 TiN을 코팅한 경우가 높은 부식전위를 보여 구강내에서 안정한 피막을 형성함을 알 수 있다. 또한 용출속도는 부식전류밀도( $I_{corr}$ )로 나타낼 수 있는데 코팅하지 않은 경우가  $1.38 \times 10^{-6} \text{ A/cm}^2$ 를 나타내어 TiN을 코팅한 경우인  $2.90 \times 10^{-7} \text{ A/cm}^2$ 보다 높게 나타내 기계적인 결함부위에서 용출이 진행됨을 알 수 있다. 구강 내와 같은 분위기로

최대한 조건을 맞추어 조사해 보면 300mV에서 측정한 전류밀도( $I_{300mV}$ ) 값이 코팅하지 않은 것은  $9.50 \times 10^{-7} \text{ A/cm}^2$ 를, TiN을 코팅한 경우는  $2.85 \times 10^{-7} \text{ A/cm}^2$ 를, ZrN을 코팅한 경우는  $2.43 \times 10^{-7} \text{ A/cm}^2$ 를 각각 나타내어 코팅한 경우가 안정한 표면<sup>11)</sup>을 유지함을 보였다.

이와 같이 300mV에서 전류밀도와 같이 작은 값의 변화로 안정성을 나타내는 것은 신뢰도가 낮아 보이지만 정교한 방법인 교류임피던스를 사용하여 조사해 보면 코팅의 효과가 우수함을 알 수 있다(Fig. 10, 11, 12). 그림의 Bode plot에서 용액저항( $R_\Omega$ )을 우측에 나타 있고  $R_\Omega + R_p$ 값은 왼쪽에 나타나 있는데 금속이온의 용출정도를 나타내는  $R_p$ 값은 코팅하지 않은 경우,  $2.77 \times 10^6 \Omega\text{cm}^2$ 를, TiN을 코팅한 경우는 코팅층의 저항과 산화층의 저항으로 나뉘는데 코팅층의 저항은  $9.52 \times 10^5 \Omega\text{cm}^2$ 를, 산화층의 저항은  $33.5 \Omega\text{cm}^2$ 를 보였고 ZrN을 코팅한 경우는 코팅층의 저항이  $2.18 \times 10^4 \Omega\text{cm}^2$ 를, 산화층은  $1.86 \Omega\text{cm}^2$ 를 보여 코팅층에서는 TiN의 코팅막이 안정한 피막을 보임을 알 수 있다.

Bode plot은 2개영역으로 특성을 보이며 왼쪽의 고주파 영역에서의 Bode plot은 phase angle이  $0^\circ$ 에 가까워질수록  $\log(f)$ 에 따른  $\log|Z|$ 의 값이 일정하였는데 이는 전해질의 저항( $R_s$ ) 때문에 나타나는 특성이며 phase angle이  $90^\circ$ 에 가까운 저주파 영역인 왼쪽에서  $\log|Z|$  값은 분극 저항( $R_p$ )과 전해질 저항( $R_s$ )의 더해진 값<sup>12)</sup>이다. 중주파수와 저주파수영역에서  $\log(f)$ 에 따른  $\log|Z|$ 의 변화가 약  $-1$ 의 기울기를 나타나는데 안정된 피막의 형성 때문<sup>12)</sup>이다.

Bode-phase plot을 보면 코팅하지 않은 경우, TiN 및 ZrN을 코팅한 경우의 시편에서 phase angle이 고주파수에서  $0^\circ$ 쪽으로 떨어지다가 증가하다가 중간범위 주파수 영역에서  $-90^\circ$ 대에 까지 이르며 코팅한 경우는 저주파수 영역에서 phase angle이 다시  $0^\circ$ 쪽으로 감소함을 보이는데 위에서 고찰한 안정한 피막의 형성 때문으로 생각된다.

나사의 코팅효과에 따른 표면의 부식의 정도를 관찰하기 위하여 동전위시험

한 후 표면을 FE-SEM을 이용하여 조사한 결과(Fig. 13, 14, 15), 코팅하지 않은 나사의 경우 표면에서 기계적인 가공결함을 따라서 표면이 침식<sup>13-14)</sup> 되었고 TiN을 코팅하면 코팅하기 전의 표면을 그대로 유지하여 침식의 흔적은 찾기가 힘들다. ZrN을 코팅한 경우도 코팅물질이 많이 유지하고 있어 혹한 분위기에서 코팅표면이 잘 유지되어 안정성이 강함을 알 수 있었다.

이와 같이 나사에 AIP법을 이용하여 TiN과 ZrN를 코팅하여 표면의 거칠기를 감소시킴으로써 내구성을 부여하고 파절과 풀림의 원인이 되는 문제를 개선할 수 있으며 또한 구강 내에서 안전한 피막을 형성 유지할 수 있는 방법으로 그 응용이 가능하다고 생각되었다.

## V. 결 론

본 연구에서는 AIP법을 이용하여 어버트먼트나사에 TiN 및 ZrN코팅하여 표면특성을 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. TiN 및 ZrN 코팅된 경우가 표면에 균질한 피막의 형성으로 기계적인 가공결함이 감소되어 표면의 거칠기가 감소되었다.
2. TiN 및 ZrN 코팅된 경우가 코팅하지 않은 경우보다 전류밀도가 크게 감소하였으며 부식전위가 크게 높아졌다.
3. TiN 및 ZrN 코팅된 경우가 분극저항 값이 크게 증가하고 Bode plot의 기울기가 -1을 나타내어 캐패시턴스 특성을 나타내었다.

이와 같이 나사에 AIP법을 이용하여 TiN과 ZrN를 코팅하여 표면의 거칠기를 감소시킴으로써 내구성을 부여하고 파절과 풀럼의 원인이 되는 문제를 개선할 수 있으며 또한 구강 내에서 안전한 피막을 형성 유지할 수 있는 방법으로 그 응용이 가능하다고 생각되었다.

## 참 고 문 헌

1. Chung, C.H., Kim, H.J., Jeong, Y.T., Son, M.K., Jeong, Y.H., Choe, H.C., "Electrochemical behavior of dental implant system before and after clinical use." *Trans Nonferr Met Soc China* 19:846-851, 2009.
2. Choe, H.C., Chung, C.H., Brantley, W., "Mechanical surface behavior of ZrN and TiN coated dental screw by ion-plating method." *Key Eng Mater* 345:1201-1204, 2007.
3. Burguette RL, John RB, King T, Patterson EA. Tightening characteristic for screwed joint in osseointegrated dental implant. *J Prosthet Dent* 1994;71:592-595.
4. 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.
5. Son, M.K., Lee, C.H., Chung, C.H., Jeong, Y.H., Choe, H.C., "Stability of TiN and WC coated dental abutment screw." *J. Kor Inst Surf Eng* 41:292-300, 2008.
6. Koak, J.Y., Heo, S.J., 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.
7. Ko, Y.M., Choe, H.C., "Effects of TiN film coating on the electrochemical behaviors of dental implant screw surface." *Mater Sci Forum* 539:726-730, 2007.
8. 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.
9. Kuhn G, Tavernier B, and Jordan L: Influence of structure on Nickel-titanium endodontic instrument failure. *J Endod* 27:516-520, 2001.
  10. 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.
  11. 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.
  12. Gonzalez JEG and Mirza-Rosca JC. Study of the corrosion behavior of titanium and some of its alloys for biomedical and dental implant applications. *Journal of Electroanalytical Chemistry* 471:109, 1999
  13. Foreword JB. *Corrosion*. ed. by Shreir. L., et al., 2th, p.16, 1987.
  14. Jones DA. *Principles and prevention of corrosion*, Maxwell Macmillan international editions pp.243-285, 1992.

## 저작물 이용 허락서

학 과	치의학과	학 번	20097142	과 정	석사
성 명	한글: 곽 동 묵	한문: 郭 東 默	영문: Kwag, Dong Mook		
주 소	경남 진주시 가좌동 695-11 2층 미소가 있는 치과				
연락처	E-MAIL : le-etoiles@hanmail.net				
논문제목	한글 : 아-크 이온플레이팅법으로 TiN과 ZrN코팅된 어버트먼트나사의 표면특성 영문 : Surface Characteristics of TiN and ZrN Coated abutment Screw by Using Arc-ion Plating Method				

본인이 저작한 위의 저작물에 대하여 다음과 같은 조건아래 조선대학교가 저작물을 이용할 수 있도록 허락하고 동의합니다.

### - 다 음 -

- 저작물의 DB구축 및 인터넷을 포함한 정보통신망에의 공개를 위한 저작물의 복제, 기억장치에의 저장, 전송 등을 허락함
- 위의 목적을 위하여 필요한 범위 내에서의 편집·형식상의 변경을 허락함. 다만, 저작물의 내용변경은 금지함.
- 배포·전송된 저작물의 영리적 목적을 위한 복제, 저장, 전송 등은 금지함.
- 저작물에 대한 이용기간은 5년으로 하고, 기간종료 3개월 이내에 별도의 의사 표시가 없을 경우에는 저작물의 이용기간을 계속 연장함.
- 해당 저작물의 저작권을 타인에게 양도하거나 또는 출판을 허락을 하였을 경우에는 1개월 이내에 대학에 이를 통보함.
- 조선대학교는 저작물의 이용허락 이후 해당 저작물로 인하여 발생하는 타인에 의한 권리 침해에 대하여 일체의 법적 책임을 지지 않음
- 소속대학의 협정기관에 저작물의 제공 및 인터넷 등 정보통신망을 이용한 저작물의 전송·출력을 허락함.

동의여부 : 동의(  )      반대(  )

2011년 2월 일

저작자: 곽 동 묵 (서명 또는 인)

조선대학교 총장 귀하