

## 조직생검용 Needle 의 세라믹 코팅에 관한 연구

### A Study on the Ceramic Coating of Biopsy Needle

조성만<sup>1</sup>, 정협재<sup>2</sup>, 김만태<sup>3</sup>, 이경엽<sup>4</sup>✉  
Sung Man Cho<sup>1</sup>, Hyup Jae Chung<sup>2</sup>, Man Tae Kim<sup>3</sup> and Kyong Yop Rhee<sup>4</sup>✉

1 KMC 설계팀(R&D Division KMC Corporation)

2 경희대학교 기계공학과 (Graduate School of Mechanical Engineering, Kyunghee Univ.)

3 구미전자정보기술원 (Gumi Electronics & Information Technology Research Institute)

4 경희대학교 공과대학 · 산학협력기술원 (Industrial Liaison Research Institute, College of Engineering, Kyunghee Univ.)

✉ Corresponding author: rheeky@khu.ac.kr, Tel: 031-201-2565

Manuscript received: 2009.3.23 / Accepted: 2009.5.28

*Stainless steel 316L (STS 316L) is widely used as a material of biopsy needle. However it has a side effect that tissue can be damaged by electrochemical operation between tissue and STS 316L. Many studies have been made on the ceramic coating of biopsy needle to reduce the side effect. In this study, STS 316L was coated with three bioceramics, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub> and ZrO<sub>2</sub> using a RF magnetron sputtering method. The effects of ceramic coating on the electrical conductivity and coating strength of ceramic-coated STS 316L were investigated. The results showed that the electrical conductivity of ceramic-coated STS 316L was much lower than that of uncoated STS 316L. The coating strength of ZrO<sub>2</sub>-coated STS 316L was 30% and 70% higher, respectively than those of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-coated STS 316L and SiO<sub>2</sub>-coated STS 316L.*

Key Words: Stainless Steel 316L (스테인리스 스틸 316L), Bioceramics (생체세라믹스), Electropolishing (전해연마), RF Magnetron Sputtering (RF 마그네트론 스퍼터링), Scratch Test (스크래치 테스트)

#### 1. 서론

조직생검은 조직 세포를 효과적으로 측정하기 위해 조직 원형 그대로를 추출하여 검사를 하는 것으로 조직 추출시 어떠한 변화가 있어서는 안 된다. 그러나, 조직생검시 금속으로 만들어진 needle 이 조직으로 들어가 조직을 추출하는 과정에서 needle 과 주변 조직의 산화 환원 반응에 의한 이온 용출로 인해 조직세포의 미세구조가 변형될 수 있는 부정적인 효과가 야기될 수 있다. 이러한 부작용을 해결하기 위해 needle 의 소재로 사용되는 STS 316L 의 전기저항성과 전해연마 및 내식에 관한 연구가 진행되고 있다.<sup>1-3</sup> Inokuti<sup>1</sup> 등은 SiNx 세라믹 코팅을 적용한 조직생검용 needle 의

절연성과 접합력에 관한 연구를 통하여, 전기저항성과 표면거칠기의 개선으로 조직생검 후 추출한 조직의 손상정도가 감소되었다고 발표하였다. Lee<sup>4</sup> 등은 전해연마를 이용한 STS 316L 의 내식에 관한 연구를 통해 전해연마 후의 경우가 전해연마를 하지 않은 경우에 비해 표면거칠기는 약 3 배, 내식성은 60%, IGC(Intergranular corrosion) 저항성은 약 85% 향상되었다고 발표하였다. Haidopoulos<sup>5</sup> 등은 스테인리스 강 316 의 표면거칠기 감소 및 산화층의 제거를 위한 전해연마 최적화에 관한 연구결과를 발표하였으며, Lee<sup>6</sup> 는 STS 316L 의 전해연마 최적화를 위한 전해연마 시간, 전해질의 온도, 전극간의 거리에 관한 연구결과를 발표하였다. 그러나 바이오 세라믹코팅을 적용한 needle 의 전기저항성

과 접합에 관한 연구는 소수의 연구만이 진행되고 있다.<sup>7</sup> 바이오 세라믹스란 생체조직과 화학적/생물학적 성질이 비슷한 물질로, 생체 내에서 서서히 흡수되면서 조직과 대체되는 생체활성 세라믹스와 생체 내에 흡수되지는 않지만 조직에 해를 주지 않은 생체비활성 세라믹스로 나눌 수 있다. 생체활성 세라믹스에는 인산칼슘계 세라믹스와 생체활성 유리가 대표적이며, 역학적 성질이 우수한  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$ ,  $ZrO_2$ 는 대표적인 생체비활성 세라믹스로 생체 내에서 장시간 노출시에도 화학적 변화가 거의 없는 것으로 알려져 있다.<sup>8,9</sup> 본 저자<sup>10</sup>는 한방침의 단열효과를 위해  $Al_2O_3$  를 이용한 코팅연구를 수행한 바 있으며, 결과로서 코팅 후의 한방침의 표면거칠기는 코팅전과 비교하여 증가하였지만, 열전도도는 낮아져 열전도 방지효과가 있다는 것을 발표한 바 있다.

본 논문에서는 조직생검용 needle 의 소재로 쓰이는 STS 316L 을 대표적 바이오 세라믹스인  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$ ,  $ZrO_2$  로 코팅함으로써, 바이오 세라믹 코팅에 따른 STS 316L 의 전기저항성과 코팅 접합력에 미치는 영향에 대해 다루었다.

## 2. 실험방법

### 2.1 시편준비 및 전해연마

본 연구에서는 조직생검용 needle 에 사용되고 있는 STS 316L 을 적용하여 바이오 세라믹스를 코팅하였다. 세라믹 코팅을 위해 사용된 STS 316L 의 시편형상과 성분비는 각각 Fig. 1 과 Table 1 에 나타나 있다.

전해연마는 근본적으로 표면의 미소 돌출부를 선택적으로 용해함으로써 일반 가공부품의 표면거칠기 값을 향상시킬 수 있는 화학적 식각 처리법이다. 본 연구에서는 전해연마 전에 시편을 #2000 의 입자로 연마하였다. 이후 시편 표면에 잔류하는 유기물 및 불순물 제거를 위해 아세톤으로 10 분간 초음파 세정하였고, 증류수를 이용하여 최종 세정하였다.

전해연마를 위해 Fig. 2 와 같이 인산( $H_3PO_4$ ), 황산( $H_2SO_4$ ), 증류수를 전해액으로 사용하여 각각 5:2:3 비율로 혼합하였다. 이후 음극과 양극 각각에 탄소봉과 시편을 연결하였으며, 시편의 간격은 5mm, 전압은 6V, 전류는 8.0A, 온도는 70°C 를 일정하게 유지하였다. 전해연마 시간이 표면거칠기에 미치는 영향을 규명하기 위해 0, 1, 2, 5, 10, 15

분씩 전해연마를 시행한 후 표면거칠기(Ra)를 측정하였다.

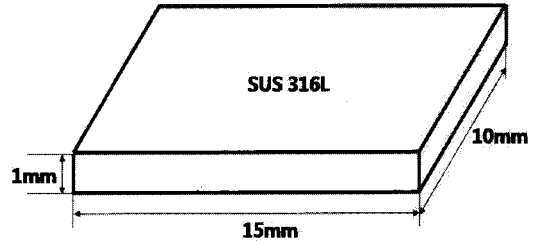


Fig. 1 Schematic diagram of the specimen

Table 1 Composition of 316L stainless steel

Element	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Fe
Composition (wt.%)	0.019	0.57	0.69	0.025	0.003	12.24	17.69	2.20	balance

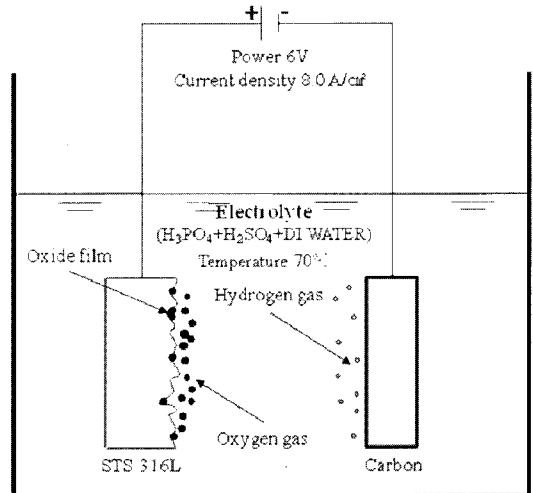


Fig. 2 Schematic diagram of the electropolishing

### 2.2 마그네트론 스퍼터링 코팅 및 증착두께 측정

세라믹 코팅은 RF 마그네트론 스퍼터(대진반도체, Korea)를 이용하여 코팅하였다. Target 은  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$ ,  $ZrO_2$  를 사용하였으며, 코팅 조건은 Power 200W, Vacuum  $6 \times 10E-6Pa$ , Ar Gas, Gas flow 30SCCM, 코팅거리 50mm 를 적용하였다. 초기 진공 정도는  $6 \times 10E-6Pa$  으로 설정하였다. 세라믹의 코팅두께는 각각 약 250nm 으로 코팅하였다.<sup>11</sup> 코팅 후 세라믹의 증착두께 측정은 CLSM(Confocal Laser Scanning Microscope, OL3000-300mm autostage, Olympus, Japan)를 이용하여 코팅된 층과 코팅되지 않은 곳

의 단차를 측정하여 코팅두께를 알 수 있었다.

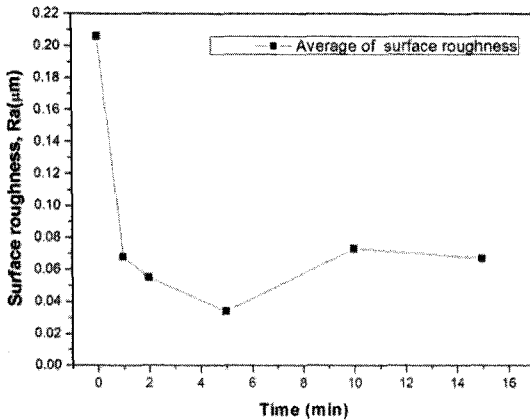


Fig. 3 Effect of electropolishing time on the surface roughness

### 2.3 표면거칠기 측정 및 스크래치 테스트

표면거칠기 측정은 표면거칠기 측정기(Surface profilometer, sutfcorder ET-3000, Japan) 로 사용하였으며, Scan length 는 8mm, Scan speed 는 0.1mm/sec 이다. 스크래치 테스트는 스크래치 시험기(UMT-2, CETR, USA)를 사용하였으며, 로크웰 C 타입의 다이아몬드 압자를 사용하여 하중 10g~100g 으로 0.1cm/s 의 속도로 시험하여 코팅 후의 임계하중을 분석하였다.

### 2.4 전기전도도 시험

전기전도도는 전기전도도 측정기(RZ200li, OZAWA, Japan)를 사용하였으며, 구간별로 4mm 의 4 점 탐침법을 이용해 전기전도도를 측정하였다.

## 3. 결과 및 토의

Fig. 3 은 전해연마 시간에 따른 STS 316L 의 표면거칠기를 나타낸다. 전해연마 처리를 하지 않은 경우 약 0.206um 이며, 1 분 후 약 0.068um, 2 분 후 약 0.055um, 5 분 후 약 0.034um 로 점점 작아지지만, 10 분 후 약 0.073um, 15 분 후 약 0.067um 로 5 분이 지난 후부터는 표면거칠기가 오히려 증가한 것을 알 수 있다. 전해연마를 하지 않은 경우와 전해연마의 최적시간인 5 분의 경우를 비교하면, 표면거칠기가 0.206um 에서 0.034um 로 약 80%가 감소하여 표면거칠기가 향상된 것을 알 수 있었다. 전해연마 시간이 5 분이 지나면 다시 표면거칠기

가 증가하는 이유는 지속적으로 전해연마를 시행할 경우 산화층 내의 금속이온이 농도차에 따라 전해액으로 이동하는 삼투현상이 서서히 줄어들기 때문인 것으로 일정시간이 지난 이후 표면에 생긴 미세한 피팅이 과도하게 부식됨으로서 패인부분이 점점 확장되어 표면거칠기가 증가하는 것으로 사료된다.<sup>12</sup>

Fig. 4 는 바이오 세라믹 코팅 후의 표면거칠기 변화를 나타내고 있다. 전해연마를 하지 않은 STS 316L 은 약 0.206um 를 나타내며, 전해연마 후의 STS 316L 의 경우 약 0.034um 의 표면거칠기를 나타내었다. 세라믹 코팅후의 거칠기는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 의 경우 약 0.014um, SiO<sub>2</sub> 의 경우 약 0.028um, ZrO<sub>2</sub> 의 경우 약 0.039um 로 나타났다. 코팅 후의 표면거칠기의 경우 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 와 SiO<sub>2</sub> 의 경우는 전해연마 후의 경우보다도 더 낮게 측정되었지만, ZrO<sub>2</sub> 의 경우 거의 변화가 없는 것을 알 수 있었다.

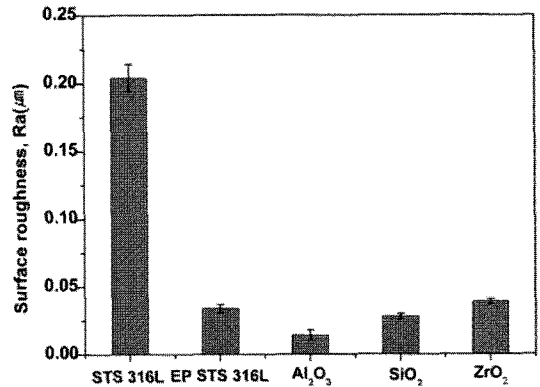


Fig. 4 Effect of ceramic coating on the surface roughness of STS 316L

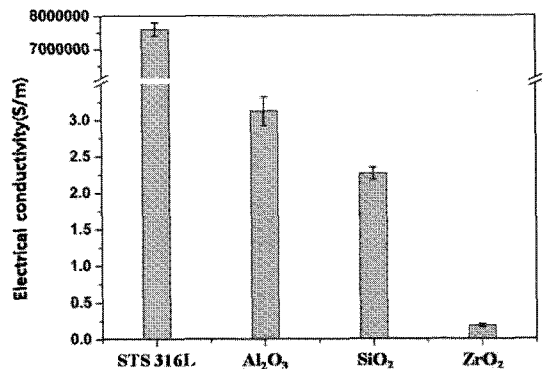


Fig. 5 Effect of ceramic coating on the electrical conductivity of STS 316L

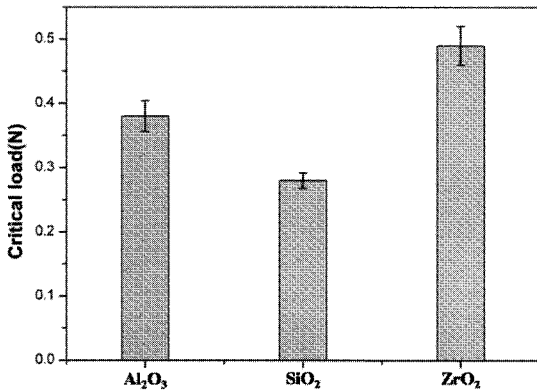


Fig. 6 Comparison of mean value of the critical load for three coating ceramics

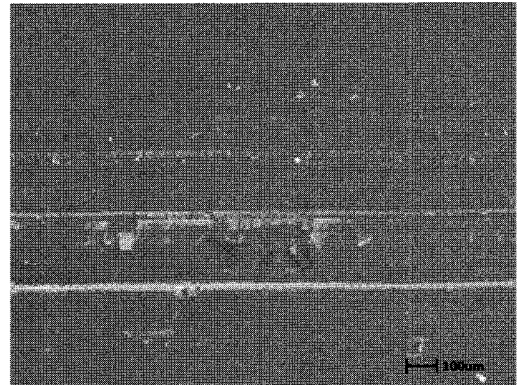
우수한 전기절연성은 조직생검용 needle 과 조직사이의 전기화학적 상호작용을 방지하여 조직의 손상을 최소화할 수 있다.<sup>13</sup> Fig. 5 는 바이오 세라믹 종류에 따른 전기전도도를 나타내고 있다. 코팅을 하지 않은 STS 316L 의 경우 전기전도도 평균은 약  $7.69 \times 10^6$  S/m 로 일반적인 금속의 전기전도도를 띄고 있지만 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 로 코팅할 경우 3.12 S/m, SiO<sub>2</sub> 의 경우 2.26 S/m, ZrO<sub>2</sub> 의 경우 약 0.181 S/m 을 나타내는 것을 알 수 있다.

바이오 세라믹으로 코팅했을 경우 STS 316L 에 비해 전기전도도가 급격하게 줄어들을 알 수 있었으며, ZrO<sub>2</sub> 의 전기전도도가 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 의 약 6%, SiO<sub>2</sub> 의 약 8% 수준으로 바이오 세라믹 중에서도 가장 뛰어난 전기저항성을 가지고 있는 것을 알 수 있었다.

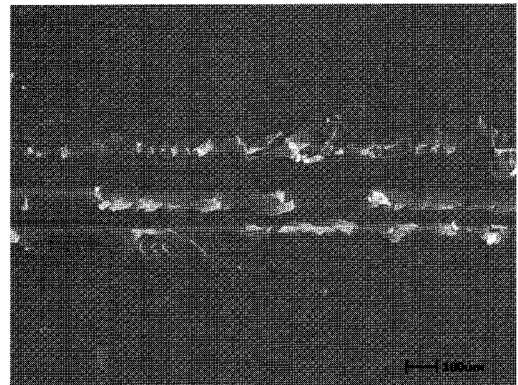
세라믹 코팅소재에 따른 STS 316L 과의 코팅 접합력을 규명하기 위해 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub> 세라믹으로 코팅 후 스크래치 테스트를 실시하였다. Fig. 6 은 스크래치 테스트에서 측정된 세 경우 코팅재에 따른 임계하중의 평균을 나타낸 것이다. 본 연구에서 임계하중은 코팅 막이 손상되는 최소하중으로 결정하였다. 그림에 나타나 있듯이 ZrO<sub>2</sub> 으로 코팅할 경우 가장 우수한 코팅 접합력을 나타내는 것을 알 수 있다.

구체적으로 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub> 의 임계하중은 각각 0.38N, 0.28N, 0.48N 으로 ZrO<sub>2</sub> 의 임계하중이 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 에 비해 약 30%, SiO<sub>2</sub> 에 비해 약 70% 높은 것을 알 수 있었다.

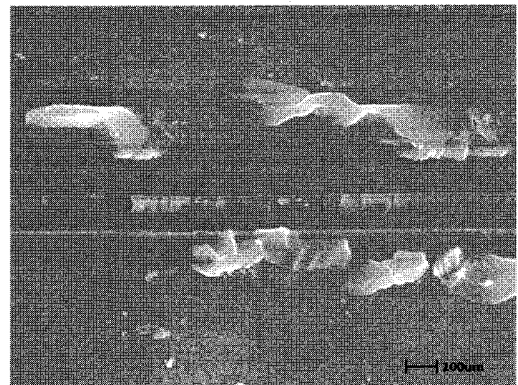
스크래치 테스트는 코팅 막의 접합력을 측정하기 위해 현재까지 가장 일반적으로 사용되는 방법



(a) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



(b) SiO<sub>2</sub>



(c) ZrO<sub>2</sub>

Fig. 7 Comparison of tracks on the coated surface after scratch tests

으로 다이아몬드 압자를 이용해 하중을 증가시켜 코팅막의 손상정도를 알 수 있는 실험이다.<sup>14</sup> Fig. 7, 8 은 스크래치 테스트 후 코팅 막의 손상정도와 코팅 막의 파괴 메카니즘을 나타내고 있다. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 의 경우(Fig. 7(a)) 코팅 면으로 압자가 지나가면서

$Al_2O_3$  의 코팅 표면과 모재사이가 파괴되어 움푹 파이는 것을 확인할 수 있다.  $SiO_2$  의 경우(Fig. 7(b)) 압자가 지나간 자리 곳곳에 모재와 코팅표면 사이에서 파괴가 일어나며,  $Al_2O_3$  에 비해 많은 부분에서 코팅이 파괴된 것을 알 수 있다. 위의  $Al_2O_3$  와  $SiO_2$  의 경우는 비결정질 재료로서 코팅시 유리와 같은 코팅 막이 형성된다. 따라서 코팅 막이 파괴될 때, fig. 8(a)처럼 코팅 막 계면의 연쇄파괴가 일어날 것으로 사료된다.  $ZrO_2$  의 경우(Fig. 7(c)) 압자가 지나간 코팅 표면이 부분부분 들뜬 것을 알 수 있다. 이는 코팅에 대한 접합면의 파손시 모재와 코팅 면 사이에서의 파괴로 인한 것으로 판단된다.  $ZrO_2$  는 위의  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$  와는 달리 결정질 재료로서 fig. 8(b)에서 보여지듯이 코팅 막이 파괴될 때 각각의 결정면이 경계면 역할을 함으로서 스크래치 테스트에서의 임계하중이 더 크게 작용된 것으로 판단된다.

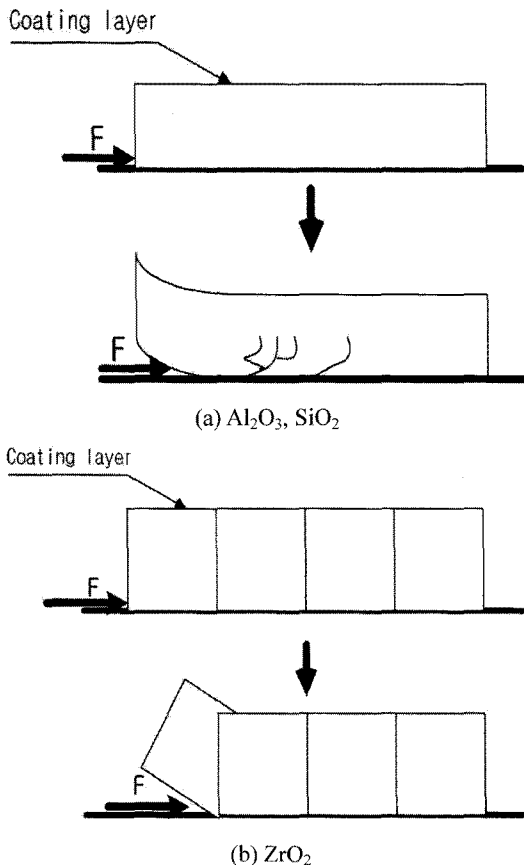


Fig. 8 Schematic diagram on the fracture mechanism of deposited ceramics

#### 4. 결론

본 논문에서는 조직생검용 needle 의 소재로 쓰이는 STS 316L 을 바이오 세라믹스인  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$ ,  $ZrO_2$  로 코팅한 후 각각의 전기저항성과 코팅 접합력에 대한 시험을 수행하였다. 다음은 본 연구에서 얻은 결론이다.

- 1) 본 실험에서 사용한 전해연마 작업 조건중에서 STS 316L 전해연마의 최적시간은 5 분이며 표면거칠기가 전해연마를 하지 않은 경우와 비교했을 때 약 80% 가 감소하여 표면거칠기가 향상된 것을 알 수 있었다.
- 2) 바이오 세라믹 코팅 후의 표면거칠기는  $Al_2O_3$  의 경우 약 0.014um,  $SiO_2$  의 경우 약 0.028um,  $ZrO_2$  의 경우 약 0.039um 로 나타났다.
- 3) 세라믹으로 코팅했을 때 STS 316L 에 비해 전기전도도가 급격하게 줄어들음을 알 수 있었다. 또한  $ZrO_2$  의 경우  $Al_2O_3$  의 약 6%,  $SiO_2$  의 약 8% 의 전기저항성을 나타냄을 알 수 있었다.
- 4)  $ZrO_2$  으로 코팅할 경우  $Al_2O_3$  의 1.3 배,  $SiO_2$  의 1.7 배 높은 코팅 접합력을 가지는 것을 알 수 있었다.

#### 후 기

이 논문은 2007 년 정부의 재원으로 한국학술진흥재단의 지원을 받아 수행된 연구임(KRF-2007-D00013).

#### 참고문헌

1. Inokuti, Y. and Mori, H., "Development of new patient-friendly therapeutic puncture needle with high insulation and good adhesion," Journal of Materials Processing Technology, Vol. 171, No. 3, pp. 423-427, 2006.
2. Eliaz, N. and Nissan, O., "Innovative process for electropolishing of medical devices made of stainless steel," Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials, Vol. 83A, No. 2, pp. 546-557, 2007.
3. Terada, M., Antunes, R. A., Padilha, A. F. and Costa, I., "Corrosion resistance of three austenitic stainless steels for biomedical applications," Materials and Corrosion, Vol. 53, No. 10, pp. 762-766, 2007.

4. Lee, S. J. and Lai, J. J., "The effects of electropolishing(EP) process parameters on corrosion resistance of 316L stainless steel," *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 140, No. 1-3, pp. 206-210, 2003.
5. Haidopoulos, M., Turgeon, S., Sarra-Bournet, C., Laroche, G. and Mantovani, D., "Development of an optimized electrochemical process for subsequent coating of 316 stainless steel for stent applications," *Journal of Materials Science*, Vol. 17, No. 7, pp. 647-657, 2006.
6. Lee, E. S., "Machining characteristics of the electropolishing of stainless steel(STS 316L)," *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, Vol. 16, No. 8, pp. 591-599, 2000.
7. Fukuda, H. and Inokuti, Y., "Aspiration biopsy using new ceramic-coated stainless steel puncture needle," *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*, Vol. 71B, No. 2, pp. 392-397, 2004.
8. Kim, T. N., "Ceramic biomaterials," *Ceramist*, Vol. 5, No. 1, p. 11, 2002.
9. Kim, H. W. and Kim, H. E., "Utilization and Research trend of Bioceramics," *Ceramist*, Vol. 7, No. 1, pp. 11-20, 2004.
10. Chung, H. J. and Rhee, K. Y., "Coating of heat-acupuncture needle using an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> material to improve a heat insulation," *Journal of the KSPE*, Vol. 26, No. 4, pp. 114-119, 2009.
11. Cho, S. M., "Study on surface treatment of medical stainless steel(SUS 316L) for Minimizing the Damage of Tissue," A Master's Thesis of Mechanical Engineering, Kyunghee University, 2009.
12. Song, J. B., Lee, E. S. and Park, J. W., "A study on the machining characteristics of electropolishing for stainless steel," *The Korean Society of Mechanical Engineers A*, Vol. 23, No. 2, pp. 279-286, 1999.
13. Steinemann, S. G., "Titanium - the material of choice?," *Periodontology 2000*, Vol. 17, pp. 7-21, 1998.
14. Lange, J., Luisier, A., Schedin, E., Ekstrand, G. and Hult, A., "Development of scratch tests for pre-painted metal sheet and the influence of paint properties on the scratch resistance," *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 86, No. 1, pp. 300-306, 1999.