

(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국

(43) 국제공개일
2022년 9월 15일 (15.09.2022) WIPO | PCT



(10) 국제공개번호
WO 2022/191450 A1

(51) 국제특허분류:

A61F 2/30 (2006.01) A61F 2/38 (2006.01)
A61L 27/30 (2006.01) C23C 16/455 (2006.01)
A61L 27/14 (2006.01) C23C 16/40 (2006.01)
A61L 27/04 (2006.01) C23C 16/02 (2006.01)

(21) 국제출원번호: PCT/KR2022/002093

(22) 국제출원일: 2022년 2월 11일 (11.02.2022)

(25) 출원언어: 한국어

(26) 공개언어: 한국어

(30) 우선권정보:
10-2021-0032039 2021년 3월 11일 (11.03.2021) KR

(71) 출원인: 고려대학교 산학협력단 (KOREA UNIVERSITY RESEARCH AND BUSINESS FOUNDATION) [KR/KR]; 02841 서울시 성북구 안암로 145, Seoul (KR).

(72) 발명자: 송용남 (SONG, Yong-Nam); 06155 서울시 강남구 삼성로103길 12, 401호, Seoul (KR). 홍민표 (HONG, Min-Pyo); 28160 충청북도 청주시 흥덕구 오송읍 오송생명1로 806동 1902호, Chungcheongbuk-do (KR). 김경민 (KIM, Kyung-Min); 06265 서울시 강남구 도곡로2길 46, 401호, Seoul (KR).

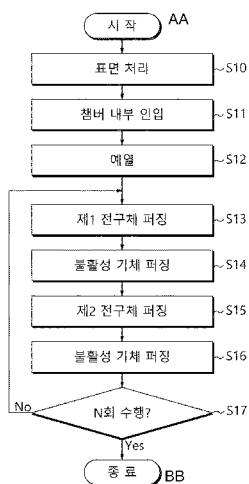
(74) 대리인: 특허법인 남촌 (NAMCHON INTERNATIONAL PATENT AND LAW FIRM); 03173 서울시 종로구 새문안로5길 37, 도림빌딩 406호(도림동), Seoul (KR).

(81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(54) Title: METHOD FOR FORMING THIN FILM ON POLYMER-BASED ARTIFICIAL JOINT ON BASIS OF ATOMIC LAYER DEPOSITION TECHNIQUE

(54) 발명의 명칭: 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법



S10 ... Surface treatment
S11 ... Entry into chamber
S12 ... Pre-heating
S13 ... First precursor purging
S14 ... Inert gas purging
S15 ... Second precursor purging
S16 ... Inert gas purging
S17 ... Has it been performed N times?
AA ... Start
BB ... End

(57) Abstract: The present invention relates to a method for forming a thin film on a polymer-based artificial joint on the basis of an atomic layer deposition technique, the method comprising the steps of: (a) placing the artificial joint inside a chamber; (b) purging a first precursor containing a ceramic material into the chamber; and (c) purging a second precursor containing moisture into the chamber, wherein step (b) and step (c) are repeatedly performed a predetermined number of times of processes to form a thin film of the ceramic material on the surface of the artificial joint according to the atomic layer deposition technique. Therefore, an artificial joint with strong wear resistance can be produced by forming a ceramic-based thin film with strong wear resistance on a polymer-based material used for artificial joints through an atomic layer deposition technique.

(57) 요약서: 본 발명은 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법에 관한 것으로, (a) 상기 인공 관절을 챔버 내부에 위치시키는 단계와, (b) 세라믹 소재가 함유된 제1 전구체를 상기 챔버 내부로 퍼징하는 단계와, (c) 수분이 함유된 제2 전구체를 상기 챔버 내부로 퍼징하는 단계를 포함하며; 상기 원자층 증착 기법에 따라 상기 (b) 단계 및 상기 (c) 단계가 기 설정된 공정 횟수만큼 반복 수행되어 상기 인공 관절의 표면에 상기 세라믹 소재의 박막이 형성되는 것을 특징으로 한다. 이에 따라, 인공 관절에 사용되는 폴리머 계열의 소재에 내마모성에 강인한 세라믹 계열의 박막을 원자층 증착 기법을 통해 형성하여, 내마모 현상에 강인한 인공 관절이 제작이 가능하게 된다.

공개:

— 국제조사보고서와 함께 (조약 제21조(3))

명세서

발명의 명칭: 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법

기술분야

- [1] 본 발명은 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 인공 관절에 사용되는 폴리머 계열의 소재의 기계적 물성을 향상시키기 위한 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

- [2] 인체의 관절은 그 표면에 섬모조직을 가지고 있어서 체액(body fluid)을 저장할 수 있는 친수성을 보유하고 있다. 따라서, 체액은 해당 섬모조직에 저장되어, 윤활유로서 기능함으로써 인체 관절의 자연스러운 운동을 가능하게 한다.
- [3] 인체의 관절은 인체의 여러 부위 중에 신체의 전체적인 모양과 균형을 결정하고 무게를 지탱하는 기능을 수행하는 중요한 기관 중 하나이다. 그 만큼, 관절은 빈번하게 사용되고 나아가 잦은 충격에 노출되어 시간이 지남에 따라 노화가 진행되거나 각종 질병이나 사고로 인해 관절의 기능이 약해지거나 상실되는 경우가 발생한다.
- [4] 이와 같은 관절 손상은 자연 상태에서는 치료가 힘들기 때문에, 손상된 관절을 대체할 수 있는 인공 관절의 개발이 꾸준히 진행되고 있다. 이와 같은 인공관절의 기술을 통해 삶의 질이 현저히 개선되고 있다. 무릎관절, 어깨관절, 고관절, 발목관절이 대표적인 인공관절에 속한다.
- [5] 도 1은 일반적인 인공 관절의 예를 나타낸 도면으로, 무릎 관절의 예를 나타낸 것이다. 무릎 관절은 크게 대퇴골의 원위부 말단의 관절면을 대체하는 대퇴골 요소(3)와, 경골의 근위부단의 절면을 대체하는 경골 요소(5)와, 대퇴골 요소(3)와 경골 요소(5) 사이에 위치하면서 대퇴골 요소(3)의 관절면과 접촉하는 관절면을 가진 베어링 요소(1)를 포함한다.
- [6] 여기서, 대퇴골 요소(3)는 베어링 요소(3)와 접촉하면서 관절운동을 하게 되는데, 베어링 요소(3)의 관절면은 통상 폴리머 계열의 소재로 된 표면을 가지고 있다.
- [7] 그런데, 폴리머 계열의 표면은 대퇴골 요소(3)와의 관절 운동 과정에서 내마모가 발생하게 되고, 이로 인해 인공 관절의 수명을 단축시키는 문제점이 있다.

발명의 상세한 설명

기술적 과제

- [8] 이에, 본 발명은 상기와 같은 문제점을 해소하기 위해 안출된 것으로서, 인공 관절에 사용되는 폴리머 계열의 소재의 기계적 물성을 향상시켜 내마모 현상에

강인한 인공 관절이 제작이 가능한 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

과제 해결 수단

- [9] 상기 목적은 본 발명에 따라, 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법에 있어서, (a) 상기 인공 관절을 챔버 내부에 위치시키는 단계와, (b) 세라믹 소재가 함유된 제1 전구체를 상기 챔버 내부로 퍼징하는 단계와, (c) 수분이 함유된 제2 전구체를 상기 챔버 내부로 퍼징하는 단계를 포함하며; 상기 원자층 증착 기법에 따라 상기 (b) 단계 및 상기 (c) 단계가 기 설정된 공정 횟수만큼 반복 수행되어 상기 인공 관절의 표면에 상기 세라믹 소재의 박막이 형성되는 것을 특징으로 하는 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법에 의해서 달성된다.
- [10] 여기서, (d) 상기 (b) 단계의 수행 후 상기 (c) 단계의 수행 전, 상기 (c) 단계의 수행 후 상기 (b) 단계의 수행 전에, 상기 챔버 내부로 비활성 기체를 퍼징하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [11] 그리고, 상기 세라믹 소재는 산화 아연을 포함할 수 있다.
- [12] 그리고, 상기 제1 전구체는 $\text{DEZn}((\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{Zn})$ 일 수 있다.
- [13] 그리고, 상기 제2 전구체는 증류수일 수 있다.
- [14] 또한, 상기 비활성 기체는 질소 또는 아르곤을 포함할 수 있다.
- [15] 여기서, 상기 (d) 단계의 수행 시간은 상기 (b) 단계 및 상기 (c) 단계의 수행 시간은 길게 수행될 수 있다.
- [16] 일 예로, 상기 (b) 단계 및 상기 (c) 단계의 수행 시간은 0.5초이고, 상기 (d) 단계의 수행 시간은 30초일 수 있다.
- [17] 그리고, 상기 (a) 단계의 수행 후 상기 챔버 내부의 온도를 기 설정된 예열 온도로 예열하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [18] 여기서, 상기 예열 온도는 100°C 내지 110°C 의 범위 내에서 선택될 수 있다.
- [19] 또한, 상기 (a) 단계의 수행 전에 상기 인공 관절을 표면 처리하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [20] 여기서, 상기 인공 관절을 표면 처리하는 단계는 상기 인공 관절의 표면을 폴리싱(Polishing)하는 단계와; 폴리싱(Polishing)한 상기 인공 관절을 세척하는 단계와; 상기 인공 관절의 표면을 플라즈마 처리하는 단계를 포함할 수 있다.
- [21] 그리고, 상기 인공 관절은 베어링 요소일 수 있다.

발명의 효과

- [22] 상기와 같은 구성에 따라, 본 발명에 따르면 인공 관절에 사용되는 폴리머 계열의 소재에 내마모성에 강인한 세라믹 계열의 박막을 원자층 증착 기법을 통해 형성하여, 내마모 현상에 강인한 인공 관절이 제작이 가능한 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법이 제공된다.

도면의 간단한 설명

- [23] 도 1은 일반적인 인공 관절의 예를 나타낸 도면이고,
 [24] 도 2는 본 발명의 실시예에 따른 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법의 과정을 나타낸 도면이고,
 [25] 도 3 내지 도 9는 본 발명의 실시예에 따른 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법에 대한 실험 결과를 설명하기 위한 도면이다.

발명의 실시를 위한 최선의 형태

- [26] 본 발명은 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법에 있어서, (a) 상기 인공 관절을 챔버 내부에 위치시키는 단계와, (b) 세라믹 소재가 함유된 제1 전구체를 상기 챔버 내부로 퍼징하는 단계와, (c) 수분이 함유된 제2 전구체를 상기 챔버 내부로 퍼징하는 단계를 포함하며; 상기 원자층 증착 기법에 따라 상기 (b) 단계 및 상기 (c) 단계가 기 설정된 공정 횟수만큼 반복 수행되어 상기 인공 관절의 표면에 상기 세라믹 소재의 박막이 형성되는 것을 특징으로 하는 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법이다.

발명의 실시를 위한 형태

- [27] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 수 있으며, 단지 본 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하고, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다. 명세서 전체에 걸쳐 동일 참조 부호는 동일 구성 요소를 지칭한다.
- [28] 이하에서는 첨부된 도면을 참조하여 본 발명에 따른 실시예들을 상세히 설명한다.
- [29] 도 2는 본 발명의 실시예에 따른 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법의 과정을 나타낸 도면이다. 본 발명의 실시예에서는 폴리머 계열의 인공 관절이 인공 관절을 구성하는 베어링 요소인 것을 예로 한다.
- [30] 먼저, 인공 관절을 챔버 내부로 인입시켜(S11), 인공 관절을 챔버 내부에 위치시킨다. 여기서, 본 발명의 실시예에서는 후술할 원자층 증착 기법을 통해 박막을 형성할 때, 인공 관절의 표면의 균일성을 확보하기 위해 인공 관절의 표면을 표면 처리하는 과정(S10)을 포함하는 것을 예로 한다.
- [31] 본 발명의 실시예에 따른 표면 처리 과정은 폴리싱(Polishing) 과정과, 세척 과정과, 플라즈마 처리 과정을 포함하는 것을 예로 한다.
- [32] 본 발명의 실시예에 따른 폴리싱 과정은 폴리싱 장비에 의한 폴리싱 과정과,

폴리싱 천을 이용한 폴리싱 과정을 포함하는 것을 예로 한다. 폴리싱 장비에 의한 폴리싱 과정은 샌드 페이퍼(Sand paper)를 사용하여 회전시켜 표면 처리가 진행될 수 있으며, 폴리싱 천을 이용한 폴리싱을 통해 최종적인 폴리싱 과정을 수행할 수 있다.

- [33] 본 발명의 실시예에 따른 세척 과정은 에탄올을 이용한 1차 세척 과정과, 증류수를 이용한 2차 세척 과정을 포함하는 것을 예로 한다. 각각의 세척 과정은 10분 동안 수행되며, 초음파를 인가하여 세척하는 것을 예로 한다.
- [34] 상기와 같은 표면 처리의 각 과정들 사이에서는 에어 플로우(Air blow)를 통해 표면에서 생성된 미세 입자를 제거하는 과정을 포함할 수 있다.
- [35] 상기와 같이 세척 과정이 끝난 인공 관절에 대해, 본 발명의 실시예에서는 인공 관절의 표면에 플라즈마 처리를 진행할 수 있다. 본 발명의 실시예에서는 펄스 사이언스 플라즈마(Femto science plasma) 장비를 이용하여 플라즈마 처리를 수행하는 것을 예로 한다. 이를 통해 인공 관절의 표면에 작용기(functional group)가 생성되어, 이후의 과정에서 인공 관절의 표면에 박막을 증착할 때, 초기 증착 과정에 효과적인 표면 조건을 생성할 수 있게 된다.
- [36] 상기와 같은 표면 처리 과정이 완료되면, 표면 처리된 인공 관절을 원자층 증착을 위한 ALD 장비의 챔버 내부로 인입시켜(S11), 인공 관절을 챔버 내부에 위치시킨다.
- [37] 본 발명의 실시예에서는 원자층 증착 기법을 통한 박막의 형성 전에, 챔버 내부의 온도를 기 설정된 예열 온도로 예열하는 과정(S12)을 포함하는 것을 예로 한다.
- [38] 폴리머 계열의 소재는 금속이나 웨이퍼, 또는 필름에 비해 상대적으로 열 특성이 낮기 때문에, 챔버 내부의 온도를 기 설정된 예열 온도로 유지시켜 줌으로써, 증착 효율을 향상시킬 수 있다. 본 발명의 실시예에서는 예열 온도로 60°C에서 145°C 사이에서 결정되며, 바람직하게는 100°C 내지 110°C 사이에서 결정될 수 있다.
- [39] 상기와 같이, 챔버 내부가 예열 온도로 예열되면, 원자층 증착 기법을 이용하여 폴리머 계열의 인공 관절의 표면에 박막을 형성하는 과정이 진행된다.
- [40] 먼저, 세라믹 소재가 함유된 제1 전구체를 챔버 내부로 퍼징(Purging)한다(S13). 본 발명에서는 세라믹 소재로 산화 아연(Zinc oxide)이 적용되는 것을 예로 하며, 이에 따라 인공 관절의 표면에 산화 아연 세라믹 박막이 형성될 수 있다. 본 발명에서는 산화 아연을 포함하는 제1 전구체로 $\text{DEZn}((\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{Zn})$ 가 적용되는 것을 예로 한다.
- [41] 그런 다음, 챔버 내부로 불활성 기체가 퍼징된다(S14). 불활성 기체의 퍼징을 통해 챔버 내부에 잔존하는 잔여 물질들을 챔버 외부로 제거할 수 있게 된다.
- [42] 불활성 기체의 퍼징이 완료되면, 수분이 함유된 제2 전구체를 챔버 내부로 퍼징한다(S15). 본 발명의 실시예에서는 제2 전구체로 증류수가 적용되는 것을 예로 한다.

- [43] 제2 전구체의 퍼징이 완료되면, 마찬가지로, 불활성 기체를 챔버 내부로 퍼징하여(S16), 챔버 내부에 잔존하는 잔여 물질들을 챔버 외부로 제거하게 된다. 본 발명에서는 불활성 기체로 질소 기체 또는 아르곤 기체가 사용되는 것을 예로 한다.
- [44] 또한, 본 발명의 실시예에서는 불활성 기체의 퍼징하는 수행 시간을 제1 전구체를 퍼징하거나 제2 전구체를 퍼징하는 수행 시간보다 길게 적용하는 것을 예로 한다. 일 예로, 제1 전구체 및 제2 전구체를 퍼징하는 수행 시간을 0.5초로 하고, 불활성 기체를 퍼징하는 수행 시간을 30초로 적용하는 것을 예로 한다.
- [45] 상기와 같은 과정, 즉 제1 전구체의 퍼징, 불활성 기체의 퍼징, 제2 전구체의 퍼징, 불활성 기체의 퍼징의 과정을 기 설정된 공정 횟수인 N회 수행하는 과정(S17)에서 원자층 증착 기법에 따라 인공 관절의 표면에 세라믹 소재의 박막이 형성 가능하게 된다. 본 발명에서는 상기와 같은 과정을 1800회 수행하는 것을 예로 한다.
- [46] 이하에서는, 도 3 내지 도 9를 참조하여 본 발명의 실시예에 따른 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법에 대한 실험 결과에 대해 설명한다.
- [47] 실험에는 폴리머 계열의 인공 관절로 UHMW-PE 재질의 소재가 사용되었으며, 10x10x6mm 블록 형태의 시편이 사용되었다. 앞서 설명한 바와 같이, 표면 처리 과정을 수행하였으며, 샌드 페이퍼 #400, #800, #1600, #2400을 사용해서 회전형태의 폴리싱 장비를 통해 표면 처리를 한 후, 폴리싱 천을 이용하여 최종 폴리싱을 진행하였으며, 여기에는 다이아몬드 서스펜션(Diamond suspension) 1 μ m 입자가 사용되었다.
- [48] 그런 다음, 아이소 에탄올(Iso ethanol)을 사용하여 10분, 증류수에서 10분동안 초음파를 이용하여 세척이 진행되었으며, 모든 과정 사이에 에어 블로우(Air blow)를 통해 표면에서 생성되는 미세입자를 제거하였다.
- [49] 그리고, 펄토 사이언스 플라즈마(Femto science plasma) 장비를 이용하여 플라즈마 처리가 수행되었으며, 100W, 60초 조건에서 진행되었다. 본 발명의 실시예에 따른 실험에서는 챔버 내부의 예열 온도를 각각 60°C, 70°C, 80°C, 90°C, 100°C, 110°C, 120°C, 130°C, 140°C로 설정하여 각각 수행되었다.
- [50] 각각의 예열 온도에서 챔버 내부에서의 증착은 제1 전구체에 대해 0.5초, 불활성 기체 30초, 제2 전구체에 대해 0.5초로 진행되었으며, 제1 전구체, 불활성 기체, 제2 전구체, 불활성 기체를 하나의 사이클로 하여 총 1800 사이클로 증착한 후, 상온 냉각하였다.
- [51] 도 3은 각각의 예열 온도에서의 박막의 두께를 확인하기 위해 촬영된 SEM 이미지이다. 박막 두께의 확인에 있어, 한 사이클 당 박막 형성 두께가 급격하게 증가하거나 급격하게 감소하는 구간이 있는 경우, 증착이 불안정하게 되는 온도이기 때문에 박막 형성률이 일정한 구간을 확인할 수 있다.
- [52] 도 4는 예열 온도에 따른 박막 성장률을 나타낸 그래프이다. 60°C에서 90°C의

구간에서 온도에 따라 박막 성장률이 급격히 올라가는 것으로 나타나, 해당 온도 구간에서는 박막 형성이 다소 불안정하다는 것을 확인하였다. 실험 결과, 100°C에서 130°C 사이의 구간에서 박막 성장률이 안정적으로 이루어지는 것을 확인할 수 있었다.

- [53] 도 5는 예열 온도에 따른 박막의 표면 상태를 관찰한 것으로, SEM을 통해 촬영된 이미지이다. 도 5에서는 60°C, 80°C, 90°C, 100°C, 110°C, 140°C에서 관찰된 이미지를 나타내고 있다.
- [54] 도 5에 나타난 바와 같이, 60°C에서 90°C 사이에서는 박막을 형성하는 입자의 크기가 균일하지 않음을 확인할 수 있다. 그리고, 140°C의 고온에서도 입자 크기가 커지면서 불균일한 형태를 보이는 것을 확인할 수 있다.
- [55] 이에, 앞서 설명한 박막 성장률과 도 5에 도시된 바와 같은 표면의 입자 크기의 균일도를 고려할 때, 예열 온도가 100°C에서 110°C 사이로 설정되는 것이 바람직함을 확인할 수 있었다.
- [56] 한편, 기계적 특성을 측정하기 위해, 회전 운동을 하는 Ball on disk wear 장비를 사용하였다. 상대적으로 내마모에 강한 물성을 가지고 현재 인공 관절에서도 사용되는 세라믹 계열의 Si_3N_4 ball(radius 6mm)을 카운터 파트(Counter part)로 하여 실험을 진행하였다.
- [57] 실험 조건은 3N 수직하중, 60RPM 속도로 진행하였으며, 4mm 편심을 주어 wear track의 radius가 4mm가 되도록 하였다. 설정한 실험 조건은 실제 인공 관절에서 생기는 접촉 압력(Contact pressure)보다 33배 큰 값으로, 이러한 조건 하에서 가속화 실험이 진행되었다.
- [58] 각각의 슬라이딩 거리(Sliding distance)에 따른 박막의 마모 성능(wear performance)을 확인하기 위해서 800, 1600, 3200, 6400m 슬라이딩 거리 조건을 설정하여 마모 실험을 진행하였다.
- [59] 도 6은 마모 실험의 결과로 마모된 영역에 대한 SEM 이미지를 나타낸 도면이다. 도 6의 (a)는 슬라이딩 거리 800m, 도 5의 (b)는 슬라이딩 거리 1600m, 도 6의 (c)는 슬라이딩 거리 3200m, 도 5의 (d)는 슬라이딩 거리 6400m에서의 SEM 이미지이다.
- [60] 도 7 및 도 8은 마모 실험 이후의 표면의 화학 조성을 확인한 결과를 나타낸 도면이다. 도 7의 (a)는 슬라이딩 거리 800m, 도 7의 (b)는 슬라이딩 거리 1600m, 도 8의 (a)는 슬라이딩 거리 3200m, 도 8의 (b)는 슬라이딩 거리 6400m에서의 결과이다. 그리고, 도 9는 슬라이딩 거리에 따른 박막 형성 물질인 아연 원소의 비율을 나타낸 도면이다.
- [61] 도 9에 도시된 바와 같이, 슬라이딩 거리에 따른 박막 형성 물질인 아연 원소의 비율이 줄어드는 것을 확인할 수 있으며, 6400m까지 소량 존재하는 것을 확인할 수 있다. 이를 통해, 6400mm까지, 아연 박막이 마모를 견디며 내부의 폴리머 계열의 소재를 보호하고 있음을 확인할 수 있다.
- [62] 비록 본 발명의 몇몇 실시예들이 도시되고 설명되었지만, 본 발명이 속하는

기술분야의 통상의 지식을 가진 당업자라면 본 발명의 원칙이나 정신에서 벗어나지 않으면서 본 실시예를 변형할 수 있음을 알 수 있을 것이다. 발명의 범위는 첨부된 청구항과 그 균등물에 의해 정해질 것이다.

산업상 이용가능성

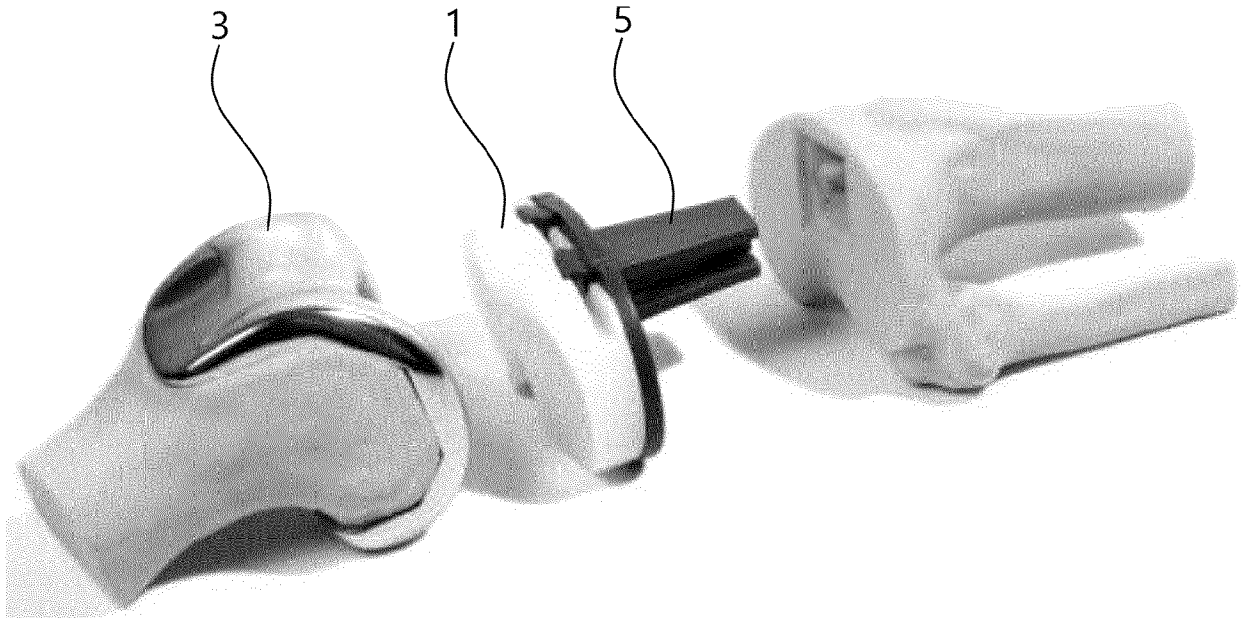
[63] 본 발명은 인체의 관절에 사용되는 인공 관절 분야에 적용될 수 있다.

청구범위

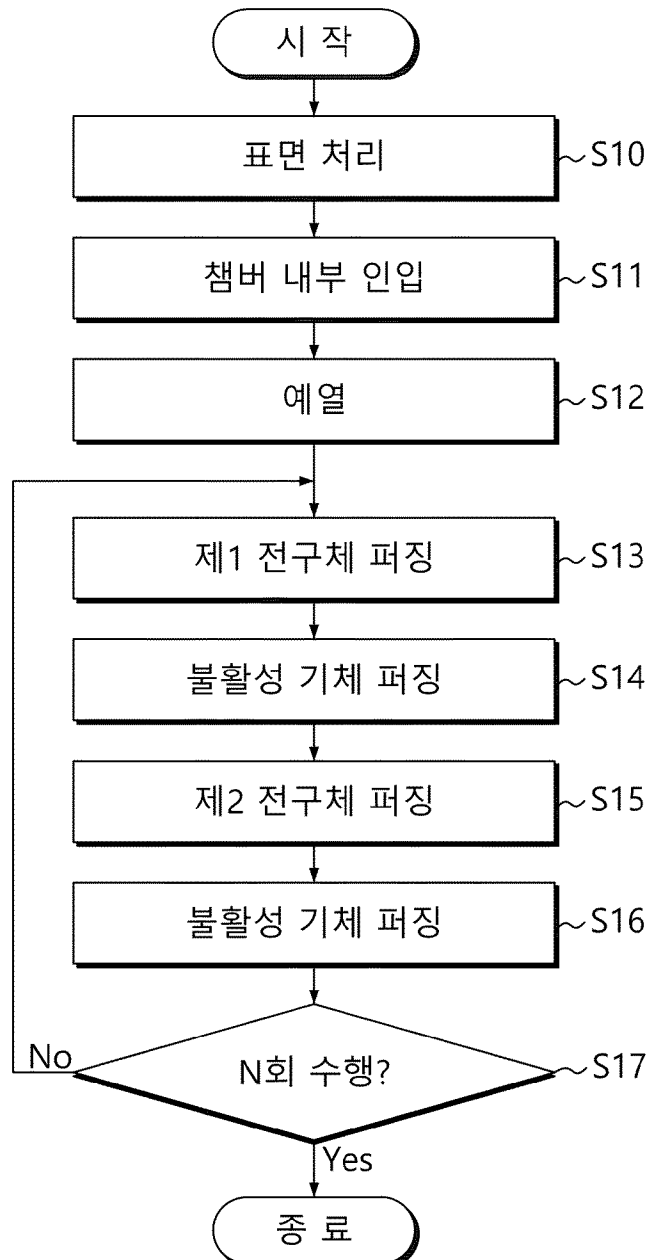
- [청구항 1] 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법에 있어서,
 (a) 상기 인공 관절을 챔버 내부에 위치시키는 단계와,
 (b) 세라믹 소재가 함유된 제1 전구체를 상기 챔버 내부로 퍼징하는 단계와,
 (c) 수분이 함유된 제2 전구체를 상기 챔버 내부로 퍼징하는 단계를 포함하며;
 상기 원자층 증착 기법에 따라 상기 (b) 단계 및 상기 (c) 단계가 기 설정된 공정 횟수만큼 반복 수행되어 상기 인공 관절의 표면에 상기 세라믹 소재의 박막이 형성되는 것을 특징으로 하는 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법.
- [청구항 2] 제1항에 있어서,
 (d) 상기 (b) 단계의 수행 후 상기 (c) 단계의 수행 전, 상기 (c) 단계의 수행 후 상기 (b) 단계의 수행 전에, 상기 챔버 내부로 비활성 기체를 퍼징하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법.
- [청구항 3] 제2항에 있어서,
 상기 세라믹 소재는 산화 아연을 포함하는 것을 특징으로 하는 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법.
- [청구항 4] 제3항에 있어서,
 상기 제1 전구체는 $\text{DEZn}((\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{Zn})$ 인 것을 특징으로 하는 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법.
- [청구항 5] 제4항에 있어서,
 상기 제2 전구체는 증류수인 것을 특징으로 하는 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법.
- [청구항 6] 제4항에 있어서,
 상기 비활성 기체는 질소 또는 아르곤을 포함하는 것을 특징으로 하는 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법.
- [청구항 7] 제4항에 있어서,
 상기 (d) 단계의 수행 시간은 상기 (b) 단계 및 상기 (c) 단계의 수행 시간은 길게 수행되는 것을 특징으로 하는 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법.
- [청구항 8] 제7항에 있어서,
 상기 (b) 단계 및 상기 (c) 단계의 수행 시간은 0.5초이고,
 상기 (d) 단계의 수행 시간은 30초인 것을 특징으로 하는 원자층 증착

- 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법.
- [청구항 9] 제4항에 있어서,
 상기 (a) 단계의 수행 후 상기 챔버 내부의 온도를 기 설정된 예열 온도로 예열하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법.
- [청구항 10] 제9항에 있어서,
 상기 예열 온도는 100°C 내지 110°C의 범위 내에서 선택되는 것을 특징으로 하는 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법.
- [청구항 11] 제4항에 있어서,
 상기 (a) 단계의 수행 전에 상기 인공 관절을 표면 처리하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법.
- [청구항 12] 제11항에 있어서,
 상기 인공 관절을 표면 처리하는 단계는
 상기 인공 관절의 표면을 폴리싱(Polishing)하는 단계와;
 폴리싱(Polishing)한 상기 인공 관절을 세척하는 단계와;
 상기 인공 관절의 표면을 플라즈마 처리하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법.
- [청구항 13] 제1항에 있어서,
 상기 인공 관절은 베어링 요소인 것을 특징으로 하는 원자층 증착 기법에 기반한 폴리머 계열의 인공 관절에 박막을 형성하는 방법.

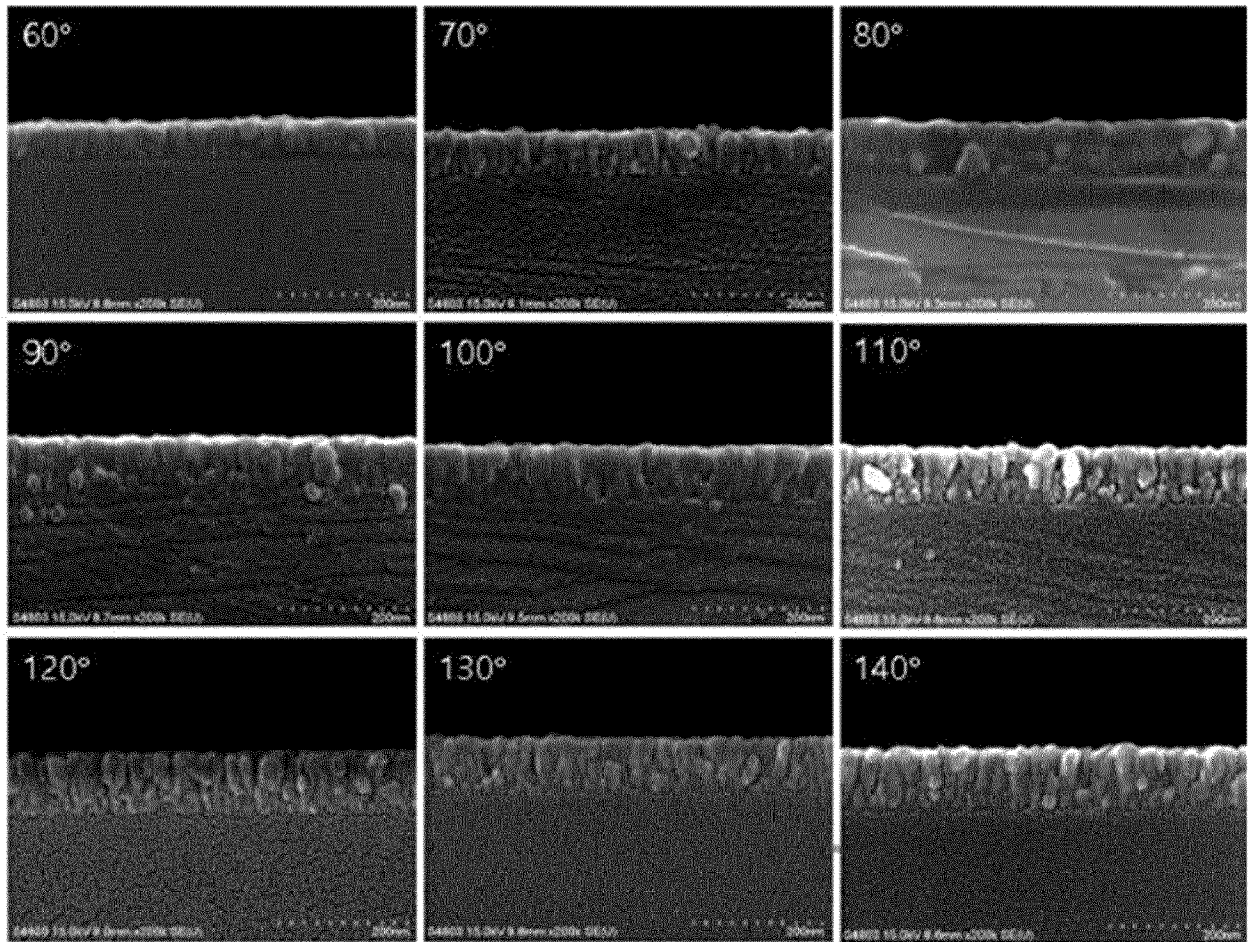
[도1]



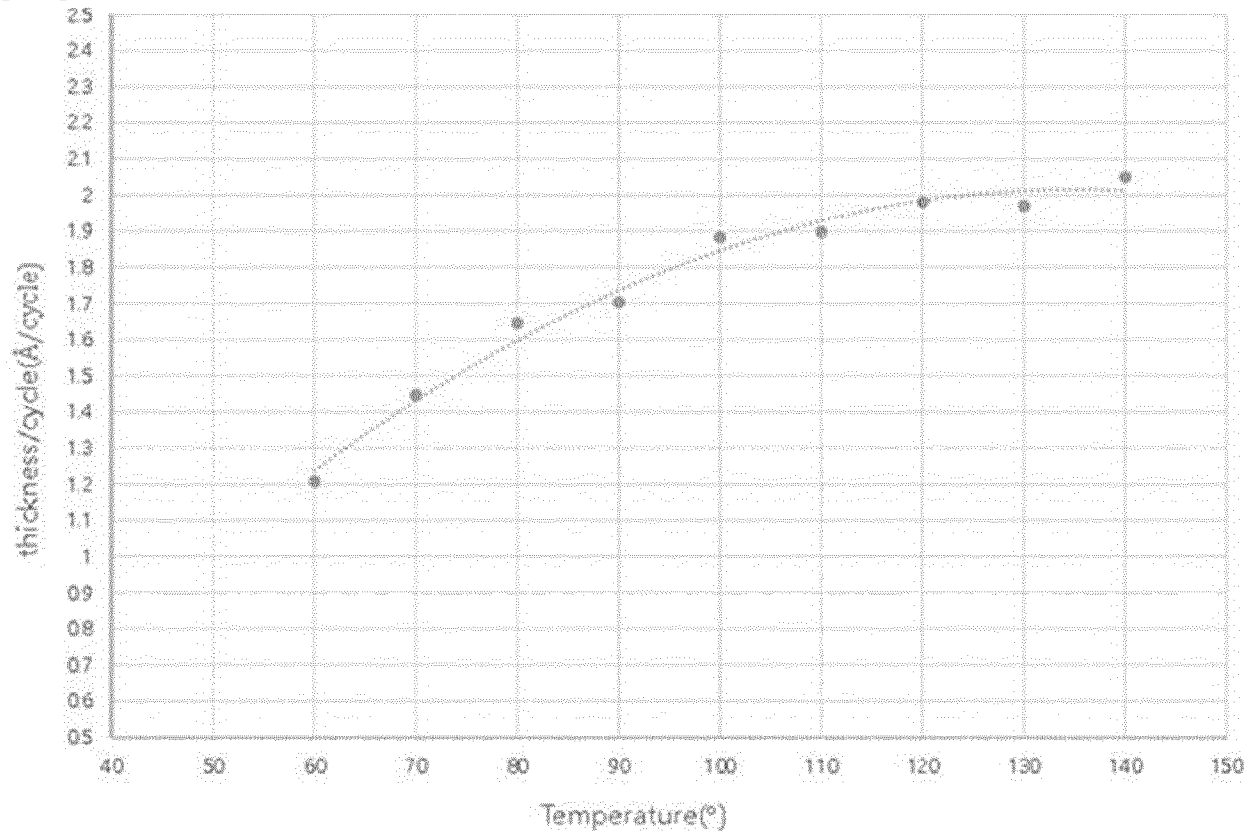
[도2]



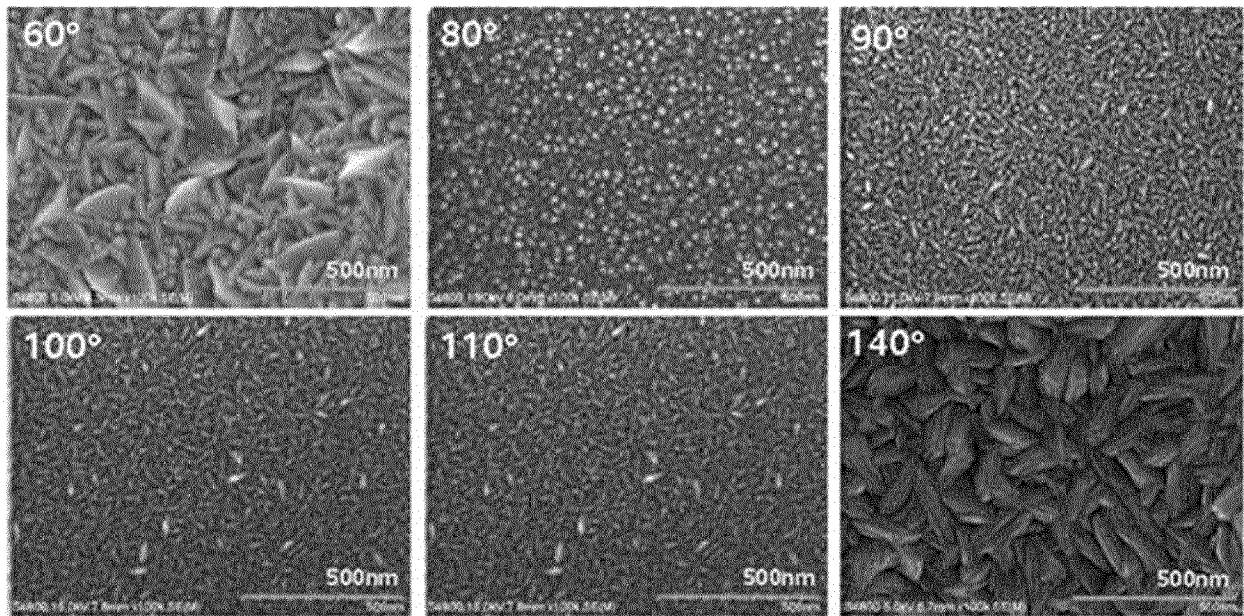
[도3]



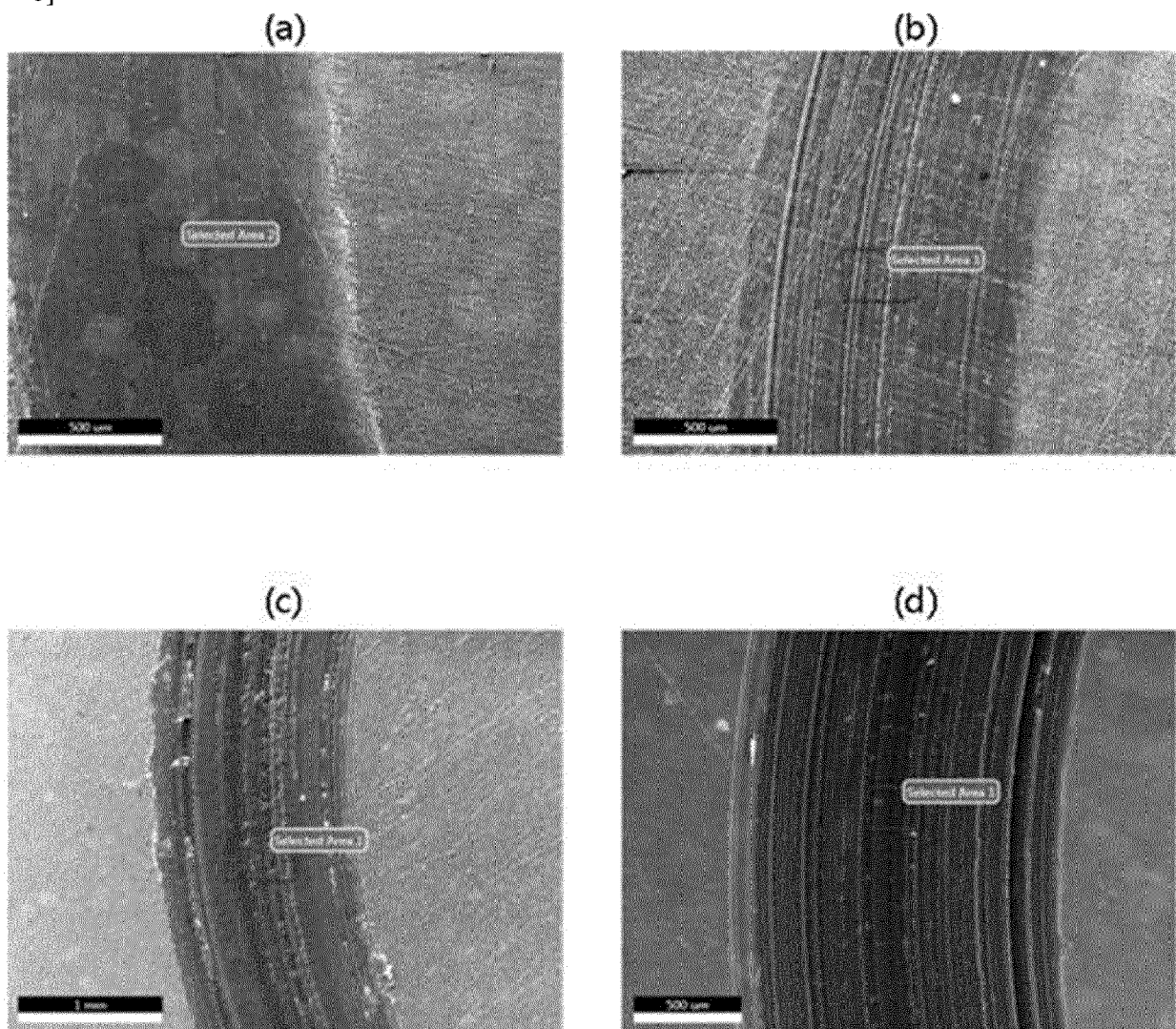
[도4]



[도5]

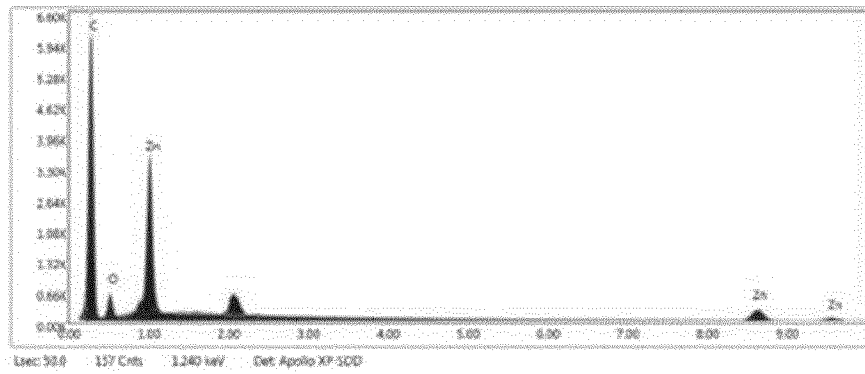


[도6]



[도7]

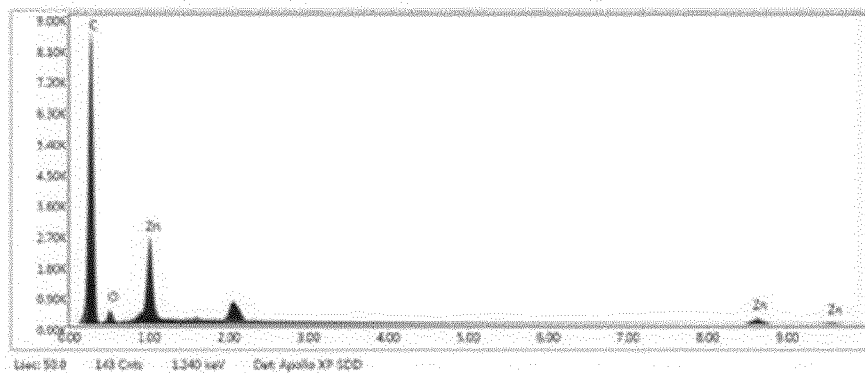
(a)



eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	72.40	69.20	1004.64	7.36	0.3307	1.0633	0.4361	1.0000
O K	6.61	6.02	73.31	14.66	0.0121	1.0130	0.1833	1.0000
Zn K	21.09	4.77	65.96	6.29	0.1200	0.7106	1.0050	1.0000

(b)

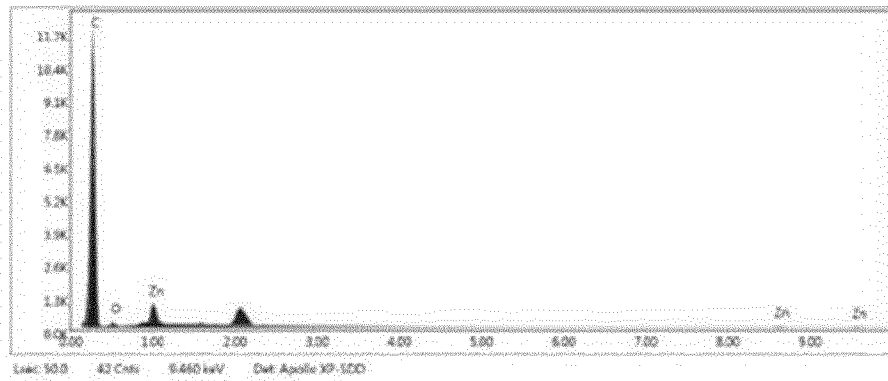


eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	81.09	80.27	1358.57	6.29	0.4518	1.0427	0.5343	1.0000
O K	4.20	3.62	42.75	17.62	0.0070	0.9628	0.1664	1.0000
Zn K	14.71	3.11	59.89	7.09	0.1077	0.6933	1.0099	1.0454

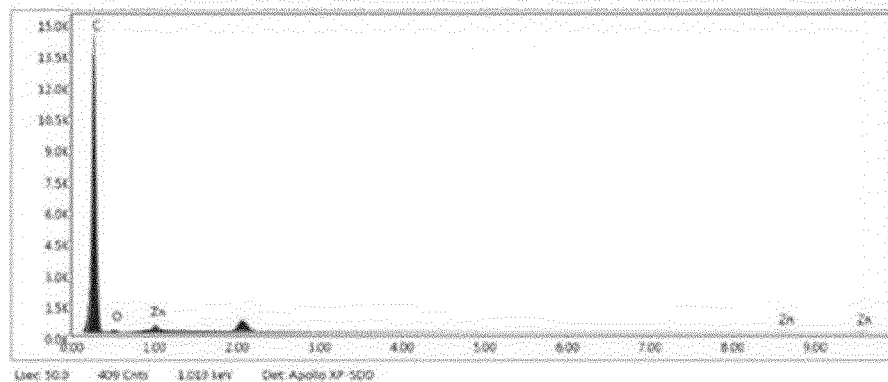
[도8]

(a)

**eZAF Smart Quant Results**

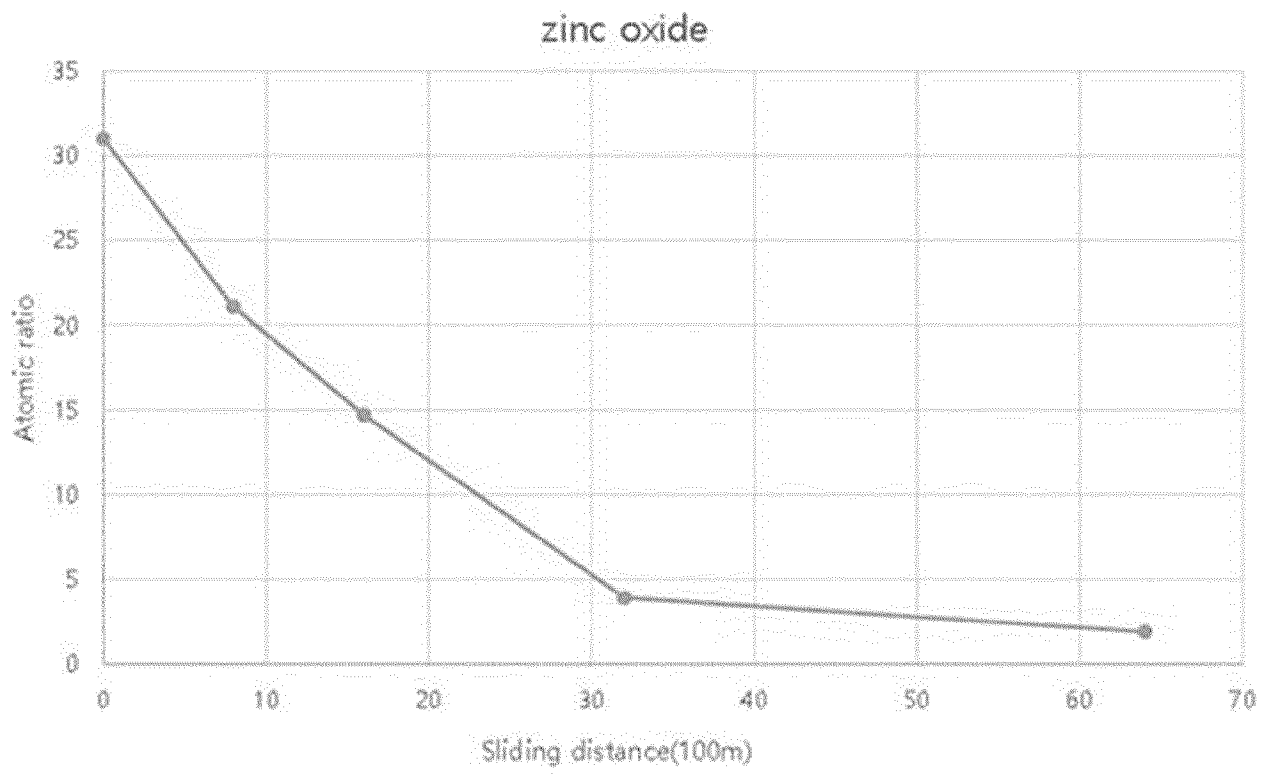
Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	93.46	97.21	1839.59	3.41	0.7067	1.0116	0.6130	1.0000
O K	2.62	2.04	18.61	24.16	0.0038	0.9614	0.1528	1.0000
Zn K	3.92	0.75	13.67	12.21	0.0311	0.8668	1.0211	1.1662

(b)

**eZAF Smart Quant Results**

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	96.29	98.27	2249.82	2.54	0.8984	1.0050	0.8966	1.0000
O K	1.78	1.36	13.33	31.74	0.0026	0.9567	0.1601	1.0000
Zn L	1.93	0.36	38.60	5.24	0.0135	0.7070	0.0916	0.9992

[도9]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/KR2022/002093

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

A61F 2/30(2006.01)i; A61L 27/30(2006.01)i; A61L 27/14(2006.01)i; A61L 27/04(2006.01)i; A61F 2/38(2006.01)i;
C23C 16/455(2006.01)i; C23C 16/40(2006.01)i; C23C 16/02(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

A61F 2/30(2006.01); A61F 2/28(2006.01); A61L 27/00(2006.01); A61L 27/30(2006.01); A61L 27/56(2006.01);
A61L 31/02(2006.01); A61L 31/14(2006.01)

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Korean utility models and applications for utility models: IPC as above
Japanese utility models and applications for utility models: IPC as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

eKOMPASS (KIPO internal) & keywords: 인공 관절(artificial joint), 원자층 증착법(atomic layer deposition), 산화아연(zinc oxide), 폴리싱(polishing), 플라즈마(plasma)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	CN 109793938 A (BEIJING AKEC MEDICAL CO., LTD.) 24 May 2019 (2019-05-24) See paragraph [0091]; and claims 1, 7-11 and 16.	1-11,13
Y		12
Y	KR 10-2012-0084844 A (KOREA INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY) 31 July 2012 (2012-07-31) See paragraphs [0013], [0034] and [0035].	12
A	US 2020-0306046 A1 (PICOSUN OY) 01 October 2020 (2020-10-01) See entire document.	1-13
A	JP 2011-101806 A (INFRAMAT CORP.) 26 May 2011 (2011-05-26) See entire document.	1-13



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
“D” document cited by the applicant in the international application
“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date
“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

24 May 2022

Date of mailing of the international search report

24 May 2022

Name and mailing address of the ISA/KR

Korean Intellectual Property Office
Government Complex-Daejeon Building 4, 189 Cheongsaro, Seo-gu, Daejeon 35208

Facsimile No. +82-42-481-8578

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/KR2022/002093

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2017-0106123 A1 (BOSTON SCIENTIFIC SCIMED, INC.) 20 April 2017 (2017-04-20) See entire document.	1-13

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/KR2022/002093

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
CN	109793938	A	24 May 2019	None			
KR	10-2012-0084844	A	31 July 2012	KR	10-1649746	B1	23 August 2016
US	2020-0306046	A1	01 October 2020	CN	111743665	A	09 October 2020
				EP	3714910	A1	30 September 2020
				JP	2020-182830	A	12 November 2020
				US	11241316	B2	08 February 2022
JP	2011-101806	A	26 May 2011	AU	2006-200043	A1	27 July 2006
				AU	2006-200043	B2	17 November 2011
				CA	2532388	A1	07 July 2006
				EP	1679088	A2	12 July 2006
				EP	1679088	A3	05 December 2007
				JP	2006-223847	A	31 August 2006
				US	2006-0184251	A1	17 August 2006
US	2017-0106123	A1	20 April 2017	EP	2613817	A1	17 July 2013
				EP	2613817	B1	02 March 2016
				JP	2013-544954	A	19 December 2013
				US	2012-0059455	A1	08 March 2012
				WO	2012-033637	A1	15 March 2012

A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC)) A61F 2/30(2006.01)i; A61L 27/30(2006.01)i; A61L 27/14(2006.01)i; A61L 27/04(2006.01)i; A61F 2/38(2006.01)i; C23C 16/455(2006.01)i; C23C 16/40(2006.01)i; C23C 16/02(2006.01)i		
B. 조사된 분야 조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재) A61F 2/30(2006.01); A61F 2/28(2006.01); A61L 27/00(2006.01); A61L 27/30(2006.01); A61L 27/56(2006.01); A61L 31/02(2006.01); A61L 31/14(2006.01) 조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌 한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC 일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC 국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우)) eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 인공 관절(artificial joint), 원자층 증착법(atomic layer deposition), 산화 아연(zinc oxide), 폴리싱(polishing), 플라즈마(plasma)		
C. 관련 문헌		
카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항
X	CN 109793938 A (BEIJING AKEC MEDICAL CO., LTD.) 2019.05.24 단락 [0091]; 및 청구항 1, 7-11, 16 참조.	1-11,13
Y		12
Y	KR 10-2012-0084844 A (한국과학기술연구원) 2012.07.31 단락 [0013], [0034], [0035] 참조.	12
A	US 2020-0306046 A1 (PICOSUN OY) 2020.10.01 전체 문헌 참조.	1-13
A	JP 2011-101806 A (INFRAMAT CORP.) 2011.05.26 전체 문헌 참조.	1-13
A	US 2017-0106123 A1 (BOSTON SCIENTIFIC SCIMED, INC.) 2017.04.20 전체 문헌 참조.	1-13
☐ 추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다. ☒ 대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.		
* 인용된 문헌의 특별 카테고리: “A” 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌 “D” 본 국제출원에서 출원인이 인용한 문헌 “E” 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌 “L” 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌 “O” 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌 “P” 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌 “T” 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌 “X” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신규성 또는 진보성이 없는 것으로 본다. “Y” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다. “&” 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌		
국제조사의 실제 완료일 2022년05월24일(24.05.2022)		국제조사보고서 발송일 2022년05월24일(24.05.2022)
ISA/KR의 명칭 및 우편주소 대한민국 특허청 (35208) 대전광역시 서구 청사로 189, 4동 (둔산동, 정부대전청사) 팩스 번호 +82-42-481-8578		심사관 허주형 전화번호 +82-42-481-5373

국제조사보고서에서 인용된 특허문헌	공개일	대응특허문헌	공개일
CN 109793938 A	2019/05/24	없음	
KR 10-2012-0084844 A	2012/07/31	KR 10-1649746 B1	2016/08/23
US 2020-0306046 A1	2020/10/01	CN 111743665 A	2020/10/09
		EP 3714910 A1	2020/09/30
		JP 2020-182830 A	2020/11/12
		US 11241316 B2	2022/02/08
JP 2011-101806 A	2011/05/26	AU 2006-200043 A1	2006/07/27
		AU 2006-200043 B2	2011/11/17
		CA 2532388 A1	2006/07/07
		EP 1679088 A2	2006/07/12
		EP 1679088 A3	2007/12/05
		JP 2006-223847 A	2006/08/31
		US 2006-0184251 A1	2006/08/17
US 2017-0106123 A1	2017/04/20	EP 2613817 A1	2013/07/17
		EP 2613817 B1	2016/03/02
		JP 2013-544954 A	2013/12/19
		US 2012-0059455 A1	2012/03/08
		WO 2012-033637 A1	2012/03/15