



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0043873
(43) 공개일자 2013년05월02일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A61L 27/08 (2006.01) A61L 27/06 (2006.01)
A61L 27/50 (2006.01) A61F 2/02 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2011-0108030
(22) 출원일자 2011년10월21일
심사청구일자 2011년10월21일

(71) 출원인
한국과학기술연구원
서울특별시 성북구 화랑로14길 5 (하월곡동)
고려대학교 산학협력단
서울 성북구 안암동5가 1
(72) 발명자
이재철
서울 도봉구 창동 대우그린아파트 103동 2101호
김성철
서울특별시 성북구 개운사길 44, 101호 (안암동5가)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
유미특허법인

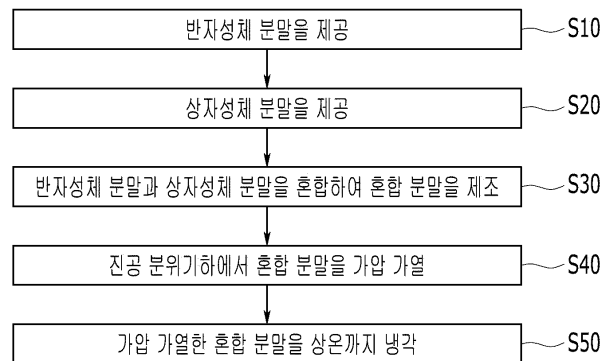
전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 발명의 명칭 자기공명영상 진단용 생체 소재 및 그 제조 방법

(57) 요약

자기공명영상 진단용 생체 소재 및 그 제조 방법을 제공한다. 자기공명영상 진단용 생체 소재는, i) 탄소질(carbonaceous material) 및 비스무스(bismuth)로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 반자성체, 및 ii) 니티놀(nitinol), 니오븀(niobium), 티타늄(titanium) 및 지르코늄(zirconium)으로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 상자성체를 포함한다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

양석조

대전 동구 삼성동 한밭자이아파트 105동 1502호

김유찬

경기도 고양시 덕양구 충경로 149, 103동 1008호
(행신동, 소만마을)

석현광

서울특별시 도봉구 시루봉로17가길 7, 삼성래미안
아파트1차 108동 10 (방학동, 1호)

특허청구의 범위

청구항 1

탄소질(carbonaceous material) 및 비스무스(bismuth)로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 반자성체, 및 니티놀(nitinol), 니오븀(niobium), 티타늄(titanium) 및 지르코늄(zirconium)으로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 상자성체를 포함하는 자기공명영상 진단용 생체 소재.

청구항 2

제1항에 있어서,
상기 반자성체는 탄소질을 포함하고, 상기 탄소질은 흑연(graphite)이며, 상기 상자성체는 티타늄을 포함하는 자기공명영상 진단용 생체 소재.

청구항 3

제2항에 있어서,
상기 티타늄의 양은 70vol% 내지 90vol%인 자기공명영상 진단용 생체 소재.

청구항 4

제3항에 있어서,
상기 티타늄은 양은 80vol% 내지 90vol%인 자기공명영상 진단용 생체 소재.

청구항 5

반자성체 분말을 제공하는 단계,
상자성체 분말을 제공하는 단계,
상기 반자성체 분말과 상기 상자성체 분말을 혼합하여 혼합 분말을 제조하는 단계,
진공 분위기하에서 상기 혼합 분말을 가압 가열하는 단계, 및
상기 가압 가열된 혼합 분말을 상온까지 냉각시키는 단계를 포함하고,
상기 반자성체 분말을 제공하는 단계에서, 상기 반자성체는 150 μ m 이하의 입도를 가지고, 탄소질(carbonaceous material) 및 비스무스(bismuth)로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 원소이며,
상기 상자성체 분말을 제공하는 단계에서, 상기 상자성체는 44 μ m 이하의 입도를 가지고, 니티놀(nitinol), 니오븀(niobium), 티타늄(titanium) 및 지르코늄(zirconium)으로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 원소인 자기공명영상 진단용 생체 소재의 제조 방법.

청구항 6

제5항에 있어서,
상기 반자성체 분말을 제공하는 단계에서, 상기 반자성체는 상기 탄소질을 포함하고, 상기 탄소질은 흑연(graphite)이며,
상기 상자성체 분말을 제공하는 단계에서, 상기 상자성체는 상기 티타늄을 포함하는 자기공명영상 진단용 생체 소재의 제조 방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 혼합 분말을 제조하는 단계에서, 상기 티타늄 분말의 양은 상기 혼합 분말의 70vol% 내지 90vol%인 자기공명영상 진단용 생체 소재의 제조 방법.

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 혼합 분말을 가압 가열하는 단계에서, 상기 혼합 분말의 가압 압력은 70MPa 내지 90MPa이고, 상기 혼합 분말의 가열 온도는 1200℃ 내지 1800℃인 자기공명영상 진단용 생체 소재의 제조 방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 자기공명영상(magnetic resonance imaging, MRI) 진단용 생체 소재 및 그 제조 방법에 관한 것이다. 좀더 상세하게는, 본 발명은 MRI를 이용하여 신체를 진단하거나 분석시 이미지 왜곡을 완화시킬 수 있는 생체 소재 및 그 제조 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 최근 의료 환경에서 MRI를 사용하여 신체를 분석 및 진단 방법이 점차 중요해지면서, MRI의 왜곡이 완화된 재료의 필요성이 커지고 있다. MRI는 강력한 자기장을 발생시켜서 체내에 존재하는 수소에 자기 공명 현상을 일으킨 후, 그 신호를 이용하여 체내의 상태를 입체 영상화시킨다. MRI는 엑스선(Xray) 또는 컴퓨터 단층촬영(computed tomography, CT)와는 달리 방사선을 사용하지 않으므로 인체에 무해하다.

[0003] 그리고 MRI는 생체 조직의 뚜렷한 명암대비가 가능하므로, 뇌, 심장 또는 허리 등의 인체의 중요 부위를 정확하게 자세하게 진단하거나 분석할 수 있으므로, 그 수요가 크게 증가하고 있다. MRI의 진단 및 분석의 정확도는 MRI가 발생시킬 수 있는 자기장의 세기와 균일성에 비례한다. 현재 1.5, 3, 7, 10 테슬라(Tesla, T) 이상의 MRI가 개발되면서 체내를 명확하게 영상화할 수 있어서 MRI를 사용한 진단 및 분석이 점차 중요해지고 있다. 그러나 인체의 뼈 등을 대체하기 위해 인체내에 사용된 소재들이 MRI 분석시 이미지 왜곡을 일으키고 있으므로, 이러한 문제점을 해결할 수 있는 재료의 수요가 증가하고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0004] MRI를 이용하여 신체를 수술, 진단 또는 분석시 이미지 왜곡을 완화시킬 수 있는 생체 소재를 제공하고자 한다. 또한, 진술한 생체 소재의 제조 방법을 제공하고자 한다.

과제의 해결 수단

[0005] 본 발명의 일 실시예에 따른 자기공명영상 진단용 생체 소재는, i) 탄소질(carbonaceous material) 및 비스무스(bismuth)로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 반자성체, 및 ii) 니티놀(nitinol), 니오븀(niobium), 티타늄(titanium) 및 지르코늄(zirconium)으로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 상자성체를 포함한다.

[0006] 반자성체는 탄소질을 포함하고, 탄소질은 흑연(graphite)이며, 상자성체는 티타늄을 포함할 수 있다. 티타늄의 양은 70vol% 내지 90vol%일 수 있다. 티타늄은 양은 80vol% 내지 90vol%일 수 있다.

[0007] 본 발명의 일 실시예에 따른 자기공명영상 진단용 생체 소재의 제조 방법은, i) 반자성체 분말을 제공하는 단계, ii) 상자성체 분말을 제공하는 단계, iii) 반자성체 분말과 상자성체 분말을 혼합하여 혼합 분말을 제조하는 단계, iv) 진공 분위기하에서 혼합 분말을 가압 가열하는 단계, 및 v) 가압 가열된 혼합 분말을 상온까지 냉각시키는 단계를 포함한다. 반자성체 분말을 제공하는 단계에서, 반자성체는 150 μ m 이하의 입도를 가지고, 탄소질(carbonaceous material) 및 비스무스(bismuth)로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 원소이다. 상자성체 분말을 제공하는 단계에서, 상자성체는 44 μ m 이하의 입도를 가지고, 니티놀(nitinol), 니오븀(niobium), 티타늄(titanium) 및 지르코늄(zirconium)으로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 원소이다.

[0008] 반자성체 분말을 제공하는 단계에서, 반자성체는 탄소질을 포함하고, 탄소질은 흑연(graphite)이며, 상자성체

분말을 제공하는 단계에서, 상자성체는 티타늄을 포함할 수 있다. 혼합 분말을 제조하는 단계에서, 티타늄 분말의 양은 혼합 분말의 70vol% 내지 90vol%일 수 있다. 혼합 분말을 가압 가열하는 단계에서, 혼합 분말의 가압 압력은 70MPa 내지 90MPa이고, 혼합 분말의 가열 온도는 1200℃ 내지 1800℃일 수 있다.

발명의 효과

[0009] 본 발명의 일 실시예에 따라 제조한 자기공명영상 진단용 생체 소재는 생체 조직의 자화율과 유사한 자화율을 가진다. 따라서 자기공명영상 진단시 자기장을 거의 발생시키지 않으므로, 주변의 수소의 자기공명신호를 방해하지 않는다. 그 결과, 자기공명영상 진단시 위치 오류 또는 이미지 왜곡 현상이 발생하지 않으므로, 자기공명영상 이용한 수술, 진단 또는 분석을 효율적으로 실시할 수 있다. 한편, 본 발명의 일 실시예에 따라 제조한 자기공명영상 진단용 생체 소재의 자화율은 제어될 수 있으므로, 자기공명환경에서 사용하기에 적합하다. 본 발명의 일 실시예에서는 상자성체와 반자성체를 복합적으로 사용하여 제조한 생체 소재의 자화율을 예측 및 제어할 수 있으므로, 생체의 자화율과 유사한 자화율을 가지는 자기공명영상 진단용 생체 소재를 용이하게 제조할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0010] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 자기공명영상 진단용 생체 소재의 제조 방법을 나타낸 개략적인 순서도이다.

도 2는 카본(C)과 티타늄(Ti)의 2원계 합금의 상태도이다.

도 3은 티타늄 분말과 흑연 분말의 확대 주사전자현미경 사진이다.

도 4는 실험예 1 내지 실험예 6에 따라 제조한 시편들의 XRD 그래프이다.

도 5는 진동자력계(vibrating sample magnetometer, VSM)로 측정한 실험예 1 및 실험예 4에 따른 시편의 자화율과 $Ti_{1-x}C_x$ 의 복합 소재의 이론적인 자화율을 나타낸 그래프이다.

도 6은 실험예 1 내지 실험예 6에 따라 제조한 시편을 소의 생체조직에 삽입 및 밀봉한 후 MRI 촬영한 사진이다.

도 7은 실험예 2, 실험예 4 및 실험예 6에 따라 제조한 시편들의 생체 실험결과를 나타내는 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0011] 여기서 사용되는 전문용어는 단지 특정 실시예를 언급하기 위한 것이며, 본 발명을 한정하는 것을 의도하지 않는다. 여기서 사용되는 단수 형태들은 문구들이 이와 명백히 반대의 의미를 나타내지 않는 한 복수 형태들도 포함한다. 명세서에서 사용되는 "포함하는"의 의미는 특정 특성, 영역, 정수, 단계, 동작, 요소 및/또는 성분을 구체화하며, 다른 특정 특성, 영역, 정수, 단계, 동작, 요소, 성분 및/또는 군의 존재나 부가를 제외시키는 것은 아니다.

[0012] 다르게 정의하지는 않았지만, 여기에 사용되는 기술용어 및 과학용어를 포함하는 모든 용어들은 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 일반적으로 이해하는 의미와 동일한 의미를 가진다. 보통 사용되는 사전에 정의된 용어들은 관련기술문헌과 현재 개시된 내용에 부합하는 의미를 가지는 것으로 추가 해석되고, 정의되지 않는 한 이상적이거나 매우 공식적인 의미로 해석되지 않는다.

[0013] 이하, 첨부한 도면을 참조하여 본 발명의 실시예에 대하여 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 상세히 설명한다. 그러나 본 발명은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며 여기에서 설명하는 실시예에 한정되지 않는다.

[0014] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 자기공명영상 진단용 생체 소재의 제조 방법의 순서도를 개략적으로 나타낸다. 도 1의 자기공명영상 진단용 생체 소재의 제조 방법은 단지 본 발명을 예시하기 위한 것이며, 본 발명이 여기에 한정되는 것은 아니다. 따라서 자기공명영상 진단용 생체 소재의 제조 방법을 다른 형태로도 변형할 수 있다.

[0015] 도 1에 도시한 바와 같이, 자기공명영상 진단용 생체 소재의 제조 방법은 i) 반자성체 분말을 제공하는 단계(S10), ii) 상자성체 분말을 제공하는 단계(S20), iii) 반자성체 분말과 상자성체 분말을 혼합하여 혼합 분말을 제조하는 단계(S30), iv) 진공 분위기하에서 혼합 분말을 가압 가열하는 단계(S40), 그리고 v) 가압 가열한 혼

합 분말을 상온까지 냉각시키는 단계(S50)를 포함한다. 이외에, 자기공명영상 진단용 생체 소재의 제조 방법은 다른 단계들을 더 포함할 수 있다.

[0016] 먼저, 단계(S10)에서는 반자성체 분말을 준비한다. 여기서, 반자성체로서 탄소질(carbonaceous material) 또는 비스무스(bismuth)를 사용하거나 이들을 혼합하여 사용할 수 있다. 탄소질(carbonaceous material)은 탄소 또는 탄소의 다형체를 포함하는 모든 물질을 의미한다. 예를 들면, 탄소질로서 흑연, 석탄, 활성탄 또는 카본 등을 들 수 있다. 반자성체는 상자성체와 혼합되어 상자성체의 자화율을 상쇄시킨다. 반자성체 분말의 입도는 $150\mu\text{m}$ 이하일 수 있다. 반자성체 분말의 입도가 너무 큰 경우, 상자성체 분말과 균일하게 혼합되지 않을 수 있다. 따라서 반자성체 분말의 입도를 전술한 범위로 조절하는 것이 바람직하다.

[0017] 바람직하게는 반자성체로서 흑연을 사용할 수 있다. 흑연은 생체 적합성이 우수할 뿐만 아니라 생체 재료로 상용화된 상자성체의 자화율을 상쇄할 수 있는 자화율을 가진다. 따라서 흑연을 자기공명영상 진단용 생체 소재로 사용하기에 적합하다. 생체의 밀도는 $1.00\text{g}/\text{cm}^3$ 내지 $1.05\text{g}/\text{cm}^3$ 이고, 그 자화율은 -11.0×10^{-6} 내지 -7.0×10^{-6} 인데, 다결정질 흑연의 밀도는 $2.26\text{g}/\text{cm}^3$ 이고, 그 자화율은 -204×10^{-6} 이다. 한편, 비스무스는 자기공명영역에서 크게 문제가 될 수 있는 힘을 받지 않고, 심각한 이미지 왜곡을 일으키지 않으므로, 사용하기에 적합하다. 비스무스의 밀도는 $9.75\text{g}/\text{cm}^3$ 이고, 그 자화율은 -1644×10^{-6} 이다.

[0018] 다음으로, 단계(S20)에서는 상자성체 분말을 제공한다. 상자성체로서 니티놀(nitinol), 니오븀(niobium), 티타늄(titanium) 또는 지르코늄(zirconium)을 사용하거나 이들을 혼합하여 사용할 수 있다. 상자성체는 내식성 등에서 우수한 특성을 가지므로, 인체의 뼈 등의 대체 소재로서 많이 사용되고 있다. 한편, 단계(S20)에서 제공되는 상자성체 분말의 입도는 $44\mu\text{m}$ 이하인 것이 바람직하다. 상자성체 분말의 입도가 너무 큰 경우, 반자성체 분말과 균일하게 혼합되지 않을 수 있다. 따라서 상자성체 분말의 입도를 전술한 범위로 조절하는 것이 바람직하다.

[0019] 바람직하게는 상자성체로서 티타늄을 사용할 수 있다. 티타늄은 우수한 생체적합성과 기계적 강도를 가지므로, 생체 재료로서 많이 사용되고 있다. 따라서 티타늄을 자기공명영상 진단용 생체 소재로 사용하기에 적합하다. 티타늄의 밀도는 $4.54\text{g}/\text{cm}^3$ 이고, 그 자화율은 182×10^{-6} 이다. 한편, 지르코늄은 생체 조직과 자화율이 비교적 유사하므로, 자기공명영역에서 받는 힘이 작거나 이미지 왜곡이 무시할만할 정도로 거의 일어나지 않는다. 지르코늄의 밀도는 $6.49\text{g}/\text{cm}^3$ 이고, 그 자화율은 109×10^{-6} 이다. 지르코늄의 자화율은 물 또는 구리의 자화율과 유사하다.

[0020] 단계(S30)에서는 반자성체 분말과 상자성체 분말을 혼합하여 혼합 분말을 제조한다. 입도가 제어된 반자성체 분말과 상자성체 분말을 상호 혼합하므로, 혼합 분말에는 반자성체 분말과 상자성체 분말이 균일하게 혼합된다. 예를 들면, 상자성체 분말의 양은 혼합 분말의 70vol% 내지 90vol%일 수 있다. 상자성체 분말의 양이 너무 적은 경우, 상대적으로 반자성체 분말의 양이 너무 많아져서 제조된 생체 소재의 생체 적합성이 저하될 수 있다. 또한, 상자성체 분말의 양이 너무 많은 경우, 상대적으로 반자성체 분말의 양이 너무 적어져서 제조된 생체 소재의 자화율이 생체의 자화율과 유사하지 못하므로, MRI를 이용하여 신체를 진단하거나 분석시 이미지 왜곡이 발생할 수 있다. 따라서 전술한 범위로 상자성체 분말의 양을 조절하는 것이 바람직하다.

[0021] 다음으로, 단계(S40)에서는 진공 분위기하에서 혼합 분말을 가압 가열한다. 즉, 단계(S40)에서는 강자성체와 상자성체를 직접적으로 복합화하여 자기공명영상 진단용 생체 소재를 제조할 수 있다. 예를 들면, 반자성체로서 흑연을 사용하고, 상자성체로서 티타늄을 사용하는 경우, 단계(S40)에서 흑연과 티타늄을 포함하는 복합 재료를 제조할 수 있다.

[0022] 도 2는 카본(C)과 티타늄(Ti)의 2원계 합금의 상태도를 개략적으로 나타낸다. 카본(C)과 티타늄(Ti)은 고온에서 반응하여 복합 재료를 형성할 수 있다.

[0023] 도 2에 도시한 바와 같이, 최소한 1600°C 이상의 고온에서 TiC의 복합 재료를 제조할 수 있다. 따라서 단계(S40)에서는 혼합 분말을 1600°C 이상으로 가열하여 복합 재료를 제조할 수 있다. 따라서 열적인 면에서 좀더 효율적으로 복합 재료를 제조하기 위하여 SPS(spark plasma sintering)을 이용하여 혼합 분말을 소결할 수 있다. SPS 방식에서는 혼합 분말을 통전시키므로, 혼합 분말의 표면이 용융될 수 있다. 따라서 비교적 낮은 온도에서도 혼합 분말을 소결할 수 있다. 예를 들면, 혼합 분말의 가열 온도는 1200°C 내지 1800°C 일 수 있다. 혼합 분말의 가열 온도가 너무 낮은 경우, 복합 재료가 잘 형성되지 않는다. 또한, 혼합 분말의 가열 온도가 너무 높은 경우, 에너지 효율면에서 바람직하지 않다. 따라서 혼합 분말의 가열 온도를 전술한 범위로 조절한다.

다.

[0024] 한편, 효율적으로 복합 재료를 제조하기 위하여, 혼합 분말을 가압하면서 가열한다. 이 경우, 혼합 분말을 가압하는 압력은 70MPa 내지 90MPa일 수 있다. 혼합 분말에 인가되는 압력이 너무 낮은 경우, 제조된 생체 소재의 기계적 강도가 너무 낮을 수 있다. 또한, 혼합 분말에 인가되는 압력이 너무 큰 경우, 공정의 안정성 측면에서 바람직하지 못하다. 따라서 혼합 분말에 인가되는 압력을 전술한 범위로 조절한다.

[0025] 다시 도 1로 되돌아가면, 단계(S50)에서는 가압 가열한 혼합 분말을 상온까지 냉각시킨다. 따라서 상자성체 분말과 반자성체 분말이 균일하게 혼합되어 소결된 자기공명영상 진단용 생체 소재를 제조할 수 있다. 전술한 방법으로 제조된 자기공명영상 진단용 생체 소재는 뼈 등의 대체 소재로 사용될 수 있을 뿐만 아니라 임플란트, 스텐트, 바늘 또는 밸브 등의 소재로도 사용할 수 있다.

[0026] 전술한 바와는 달리, 비정질 소재 또는 상자성체에 반자성체를 코팅한 소재를 자기공명영상 진단용 생체 소재로 사용할 수 있다. 그러나 이 경우, 비정질 소재를 사용하는 경우, 재료의 자화율을 정확히 제어하기 어렵다. 그리고 상자성체에 반자성체를 코팅한 소재는 코팅을 적절한 두께로 실시하기 어려우므로, 복잡하고 다양한 형태의 수술 또는 진단에 바람직하지 않다. 따라서 MRI를 발생시키는 자기장의 세기가 점점 더 강해지는 추세에 따라 자화율이 생체와 거의 동일한 소재가 필요한데 비정질 소재 또는 상자성체에 반자성체를 코팅한 소재를 이러한 소재로 사용할 수 없다. 반면에, 본 발명의 일 실시예에서는 상자성체와 반자성체를 복합적으로 사용하여 제조한 생체 소재의 자화율을 예측 및 제어할 수 있으므로, 생체의 자화율과 유사한 자화율을 가지는 자기공명영상 진단용 생체 소재를 용이하게 제조할 수 있다.

[0027] 이하에서는 실험예를 통하여 본 발명을 좀더 상세하게 설명한다. 이러한 실험예는 단지 본 발명을 예시하기 위한 것이며, 본 발명이 여기에 한정되는 것은 아니다.

[0028] 실험예

[0029] 반자성체로서 각각 20 μ m 이하의 입도와 150 μ m 이하의 입도를 가진 2가지 종류의 흑연 분말을 준비하였다. 또한, 상자성체로서 44 μ m 이하의 입도를 가진 티타늄 분말을 준비하였다.

[0030] 도 3은 티타늄 분말과 흑연 분말을 확대한 주사전자현미경 사진을 나타낸다. 도 3에 도시한 바와 같이, 티타늄 분말과 흑연 분말을 각각 잘게 쪼개진 형태로 준비하였다. 도 3의 좌측은 티타늄 분말의 주사전자현미경 사진이고, 도 3의 우측은 흑연 분말의 주사전자현미경 사진이다.

[0031] 다음으로, 흑연 분말과 티타늄 분말을 혼합하여 혼합 분말을 제조하였다. 흑연 분말과 티타늄 분말의 혼합 비율에 따라 제조되는 생체 소재의 자화율이 달라질 수 있다. 자화율은 혼합되는 흑연 분말과 티타늄 분말의 부피에 영향을 받으므로, 흑연 분말의 부피와 티타늄 분말의 부피를 적절하게 조절하여 혼합 분말을 제조하였다. 균일하게 잘 혼합된 혼합 분말을 제조한 후 45mm의 외경, 20mm의 내경 및 4mm의 높이를 가진 다이에 채웠다. 그리고 SPS 기반형 장비인 PCAS(Pulsed Current-Activated Sintering)를 이용하여 40 mTorr의 진공에서 80MPa의 압력을 인가하였다. 그리고 승온 속도를 600 $^{\circ}$ C/min으로 조절하여 최대 1200 $^{\circ}$ C까지 상승시킨 후 2분간 유지하였다. 그리고 2600 $\text{\AA}$ 의 전류로 통전시킨 후 상온까지 냉각하여 생체 소재 시편을 제조하였다. 세부 실험 과정은 하기의 실험예 1 내지 실험예 6에서 설명한다.

[0032] 실험예 1

[0033] 20 μ m 이하의 입도를 가진 흑연 분말과 44 μ m 이하의 입도를 가진 티타늄 분말을 사용하였다. 흑연 분말의 부피비는 10vol%이었고, 티타늄 분말의 부피비는 90vol%이었다. 나머지 실험 과정은 전술한 실험예와 동일하였다.

[0034] 실험예 2

[0035] 20 μ m 이하의 입도를 가진 흑연 분말과 44 μ m 이하의 입도를 가진 티타늄 분말을 사용하였다. 흑연 분말의 부피비는 20vol%이었고, 티타늄 분말의 부피비는 80vol%이었다. 나머지 실험 과정은 전술한 실험예와 동일하였다.

[0036] 실험예 3

[0037] 20 μ m 이하의 입도를 가진 흑연 분말과 44 μ m 이하의 입도를 가진 티타늄 분말을 사용하였다. 흑연 분말의 부피비는 30vol%이었고, 티타늄 분말의 부피비는 70vol%이었다. 나머지 실험 과정은 전술한 실험예와 동일하였다.

[0038] 실험예 4

[0039] 150 μ m 이하의 입도를 가진 흑연 분말과 44 μ m 이하의 입도를 가진 티타늄 분말을 사용하였다. 흑연 분말의 부피

비는 10vol%이었고, 티타늄 분말의 부피비는 90vol%이었다. 나머지 실험 과정은 전술한 실험예와 동일하였다.

[0040] **실험예 5**

[0041] 150 μ m 이하의 입도를 가진 흑연 분말과 44 μ m 이하의 입도를 가진 티타늄 분말을 사용하였다. 흑연 분말의 부피비는 20vol%이었고, 티타늄 분말의 부피비는 80vol%이었다. 나머지 실험 과정은 전술한 실험예와 동일하였다.

[0042] **실험예 6**

[0043] 150 μ m 이하의 입도를 가진 흑연 분말과 44 μ m 이하의 입도를 가진 티타늄 분말을 사용하였다. 흑연 분말의 부피비는 30vol%이었고, 티타늄 분말의 부피비는 70vol%이었다. 나머지 실험 과정은 전술한 실험예와 동일하였다.

[0044] **실험결과**

[0045] **XRD 실험 결과**

[0046] 실험예 1 내지 실험예 6에 따라 제조한 시편에 대해 XRD(X-ray diffraction, X선 회절) 실험을 실시하였다.

[0047] 도 4는 실험예 1 내지 실험예 6에 따라 제조한 시편들의 XRD 그래프를 나타낸다.

[0048] 도 4에 도시한 바와 같이, 제조한 시편에서 티타늄과 흑연이 존재하는 것을 확인할 수 있었으며, 티타늄과 흑연이 상호 반응하여 그 반응 생성물로서 TiC가 생성된 것을 확인할 수 있었다. 복합 소재내에 TiC가 존재하는 경우, 복합 소재의 물성 및 자화율에 영향을 미칠 수 있다. 티타늄과 흑연을 사용하여 제조한 $Ti_{1-x}C_x$ 의 복합 소재의 이론적인 자화율은 Vegard's law에 의해 하기의 화학식 1과 같이 계산된다. 여기서, χ 는 자화율을 의미하고, ρ 는 부피 분율을 의미한다.

[0049] [화학식 1]

[0050] $\chi Ti \times \rho Ti + \chi C(\text{graphite}) \times \rho C(\text{graphite})$

[0051] **진동자력계 실험 결과**

[0052] 도 5는 진동자력계로 측정된 실험예 1 및 실험예 4에 따른 시편의 자화율과 $Ti_{1-x}C_x$ 의 복합 소재의 이론적인 자화율을 나타낸 그래프이다. 도 5에서 흑색 사각형은 실험예 1에 따라 제조한 시편의 자화율을 나타내고, 흑색 삼각형은 실험예 4에 따라 제조한 시편의 자화율을 나타낸다. 또한, 도 5의 직선은 $Ti_{1-x}C_x$ 의 복합 소재의 이론적인 자화율을 나타낸다.

[0053] 도 5에 도시한 바와 같이, 실험예 1 및 실험예 4에서 상자성체와 반자성체를 혼합하여 제조한 시편의 자화율이 감소하는 것을 확인할 수 있었다. 또한, 티타늄과 흑연의 부피분율에 따라 자화율을 어느 정도 예측할 수 있었다. 따라서 원하는 자화율을 목표로 하여 복합 소재를 제조할 수 있다.

[0054] **생체실험 결과**

[0055] 도 6은 실험예 1 내지 실험예 6에 따라 제조한 시편을 소의 생체조직에 삽입 및 밀봉한 후 MRI 촬영한 사진이다. 도 6의 상부의 좌측에서부터 우측까지가 실험예 1 내지 실험예 3에 대응하는 MRI 사진이고, 도 6의 하부의 좌측에서부터 우측까지가 실험예 4 내지 실험예 6에 대응하는 MRI 사진이다.

[0056] 도 6을 통하여 상자성체 및 반자성체가 복합된 시편에 의해 실제로 MRI에서 이미지 왜곡 현상이 완화되는지 여부를 확인할 수 있었다. 실험예 1 및 실험예 4에 화살표로 표시한 시편 주위에서의 흐릿한 이미지와 흰색선으로 나타나는 왜곡 현상이 실험예 2 및 실험예 5로부터 실험예 3 및 실험예 6으로 갈수록 완화되는 것을 확인할 수 있었다. 이는 시편의 자화율이 점차 생체 조직의 자화율과 유사해지기 때문인 것으로 판단되었다.

[0057] **압축실험 결과**

[0058] 실험예 1 내지 실험예 6에 따라 제조한 시편을 2mm×3mm 크기의 원통형 시편으로 가공한 후 원통형 시편에 대하여 압축강도 실험을 실시하였다. 압축강도실험의 상세 내용은 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 이해할 수 있으므로, 그 상세한 설명을 생략한다.

표 1

NO	실험예	영률 (GPa)	최대압축강도 (MPa)	파괴까지의 변형률 (%)
1	실험예 1	26.6	1300	~ 21
2	실험예 2	51.7	917	~ 12
3	실험예 3	15.3	427	~ 8
4	실험예 4	65.6	1419	~ 21
5	실험예 5	82.7	1128	~ 10
6	실험예 6	46.3	830	~ 7

[0059]

[0060] 표 1에는 압축실험에 따른 실험예 1 내지 실험예 6에 따른 시편들의 영률, 최대압축강도 및 파괴까지의 변형률을 나타낸다. 표 1을 통하여 실험예 1 내지 실험예 6에 따라 제조한 시편들이 생체를 대상으로 한 수술, 분석 및 진단에 사용되는 도구에 적합한 영률, 최대압축강도 및 파괴까지의 변형률을 가지고 있음을 확인할 수 있었다.

[0061] **생체적합성 실험결과**

[0062] 실험예 2, 실험예 4 및 실험예 6에 따라 제조한 시편들에 대해 MTT(3-(4,5-dimethylthiazol-2yl)-2,5-diphenyl-2H-tetrazolium bromide) assay를 통하여 생체적합성 실험을 실시하였다. MTT assay에서는 기준이 되는 Con과 비교하여 70% 이상의 세포 생존률을 나타내는 경우, 생체 재료로 사용하기에 적합하다고 판단한다.

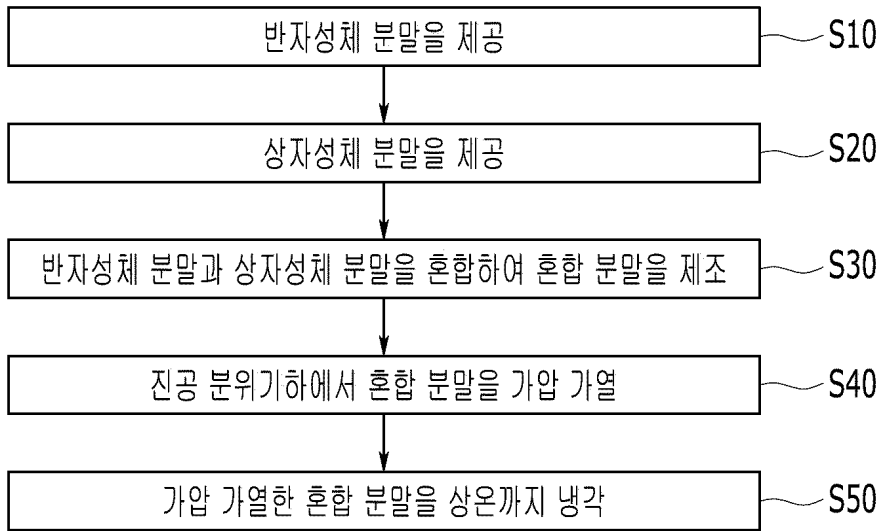
[0063] 도 7은 실험예 2, 실험예 4 및 실험예 6에 따라 제조한 시편들의 생체 실험결과를 나타내는 그래프이다. 도 7은 실험예 2, 실험예 4 및 실험예 6에 따라 제조한 시편들을 사용한 생체에서의 1일 및 3일 경과후의 세포 생존능을 나타낸다.

[0064] 도 7에 도시한 바와 같이, 일반적인 생체 소재로 많이 사용되는 티타늄과 비교해 봤을 때 실험예 2, 실험예 4 및 실험예 6에 따라 제조한 시편은 생체 적합성에 있어서 큰 문제점이 없는 것으로 판단되었다. 따라서 시편들을 생체에 삽입하여 사용하여도 무방한 것으로 판단되었다.

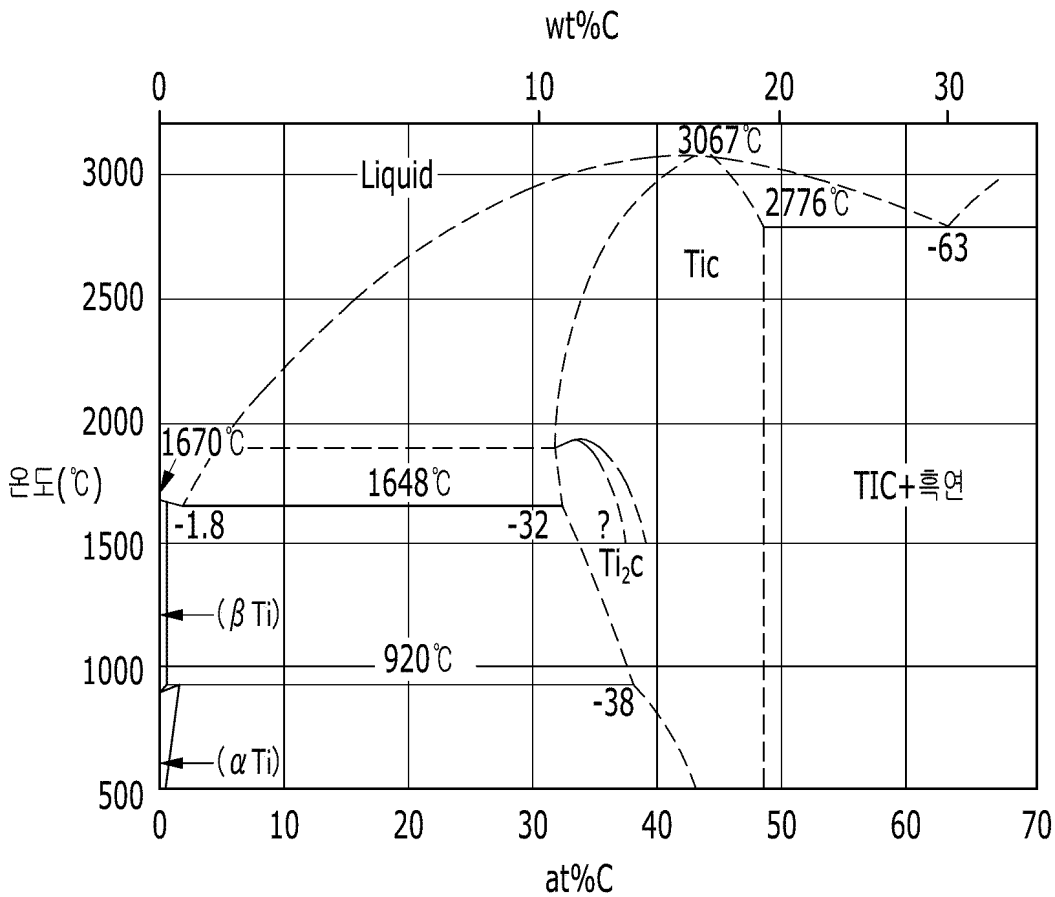
[0065] 본 발명을 앞서 기재한 바에 따라 설명하였지만, 다음에 기재하는 특허청구범위의 개념과 범위를 벗어나지 않는 한, 다양한 수정 및 변형이 가능하다는 것을 본 발명이 속하는 기술 분야에서 종사하는 자들은 쉽게 이해할 것이다.

도면

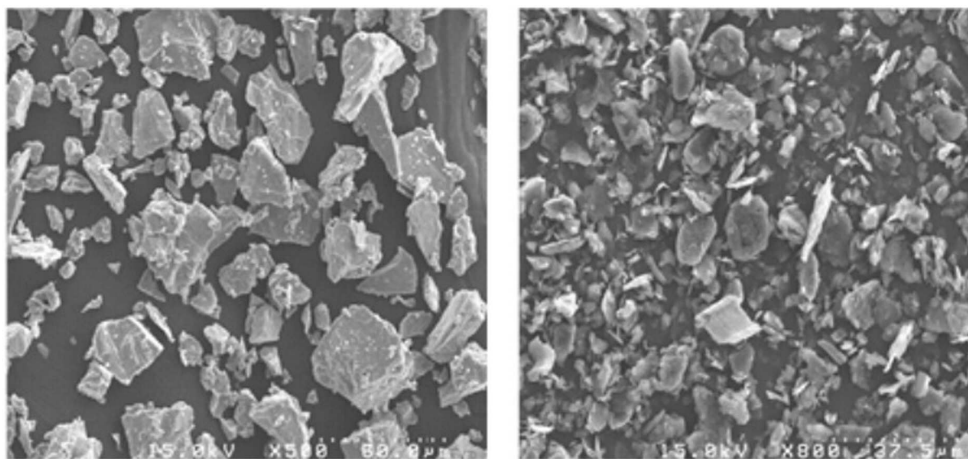
도면1



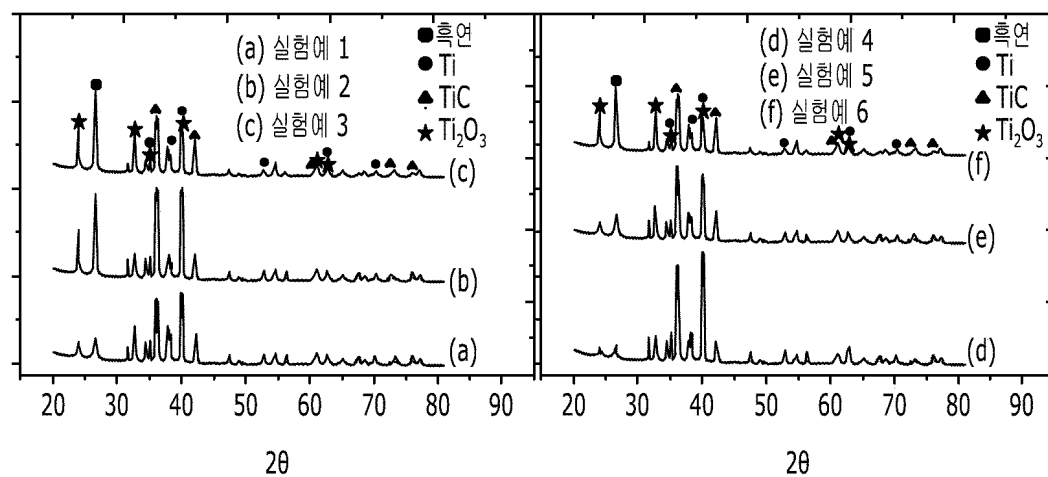
도면2



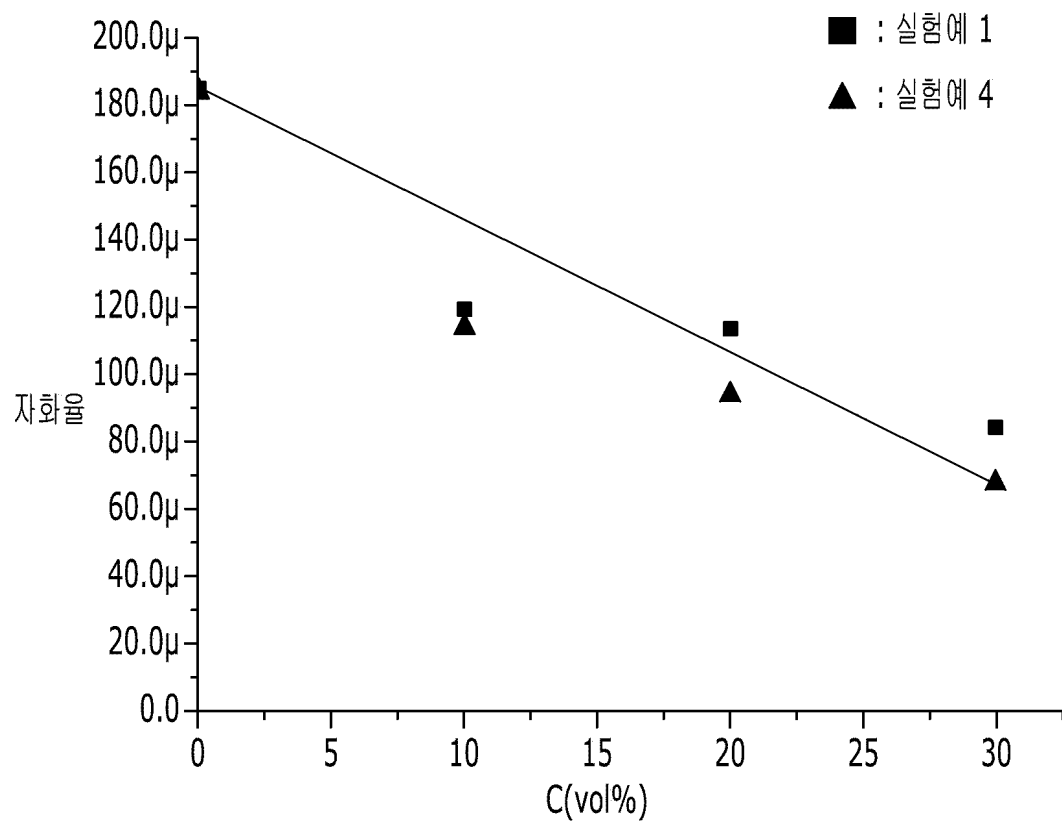
도면3



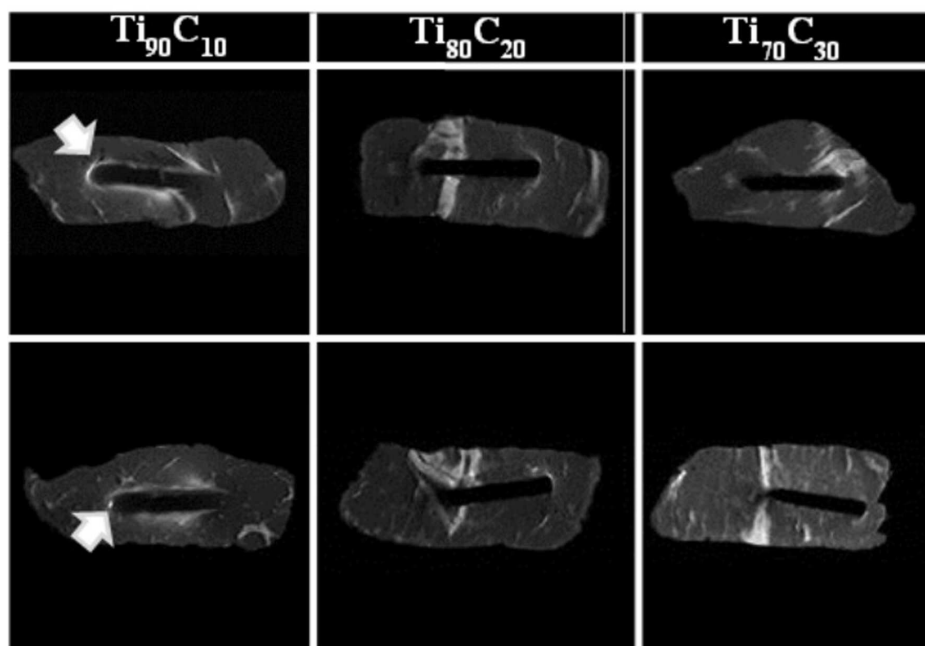
도면4



도면5



도면6



도면7

