(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2023-0090523
(43) 공개일자 2023년06월22일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G01N 17/00 (2020.01) *G01N 21/59* (2006.01)
G01N 21/78 (2006.01)
(52) CPC특허분류
G01N 17/006 (2013.01)
G01N 21/59 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2021-0179373
(22) 출원일자 2021년12월15일
심사청구일자 2021년12월15일

(71) 출원인
고려대학교 산학협력단
서울특별시 성북구 안암로 145, 고려대학교 (안암동5가)
(72) 발명자
이의석
서울특별시 강남구 삼성로 150, 105동 303호 (대치동, 한보미도맨션)
강형파
서울특별시 구로구 구로동로28길 123-4, 201호(구로동)
(74) 대리인
박기갑

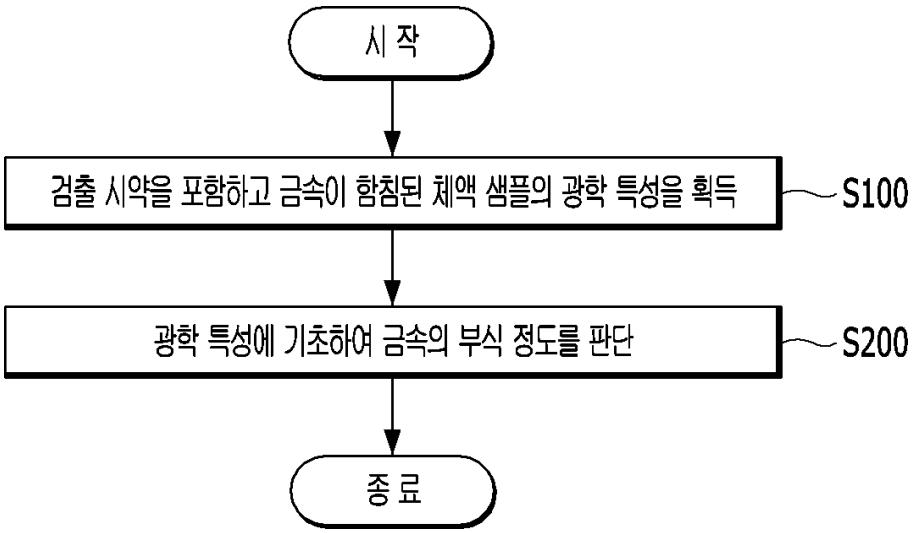
전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 발명의 명칭 **금속의 부식 정도를 판단하는 방법**

(57) 요 약

본원은 검출 시약을 포함하고, 금속이 함침된 체액 샘플의 광학 특성을 획득하는 단계 및 상기 광학 특성에 기초하여 상기 금속의 부식 정도를 판단하는 단계를 포함하는 금속의 부식 정도를 판단하는 방법에 관한 것이다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
G01N 21/78 (2013.01)

명 세 서

청구범위

청구항 1

검출 시약을 포함하고, 금속이 함침된 체액 샘플의 광학 특성을 획득하는 단계; 및

상기 광학 특성에 기초하여 상기 금속의 부식 정도를 판단하는 단계,

를 포함하는 금속의 부식 정도를 판단하는 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 체액 샘플의 광학 특성은 상기 체액 샘플의 광학 밀도(OD, optical density)를 포함하고,

상기 부식 정도를 판단하는 단계는 상기 광학 밀도에 기초하여 상기 금속의 부식 정도를 판단하는 것인, 금속의 부식 정도를 판단하는 방법.

청구항 3

제 2 항에 있어서,

상기 금속의 부식에 따라 상기 체액 샘플의 색이 변화하는 것인, 금속의 부식 정도를 판단하는 방법.

청구항 4

제 3 항에 있어서,

상기 색이 변화된 체액 샘플의 광학 밀도와, 상기 부식된 금속으로부터 용출된 금속 이온의 농도는 비례하는 것인, 금속의 부식 정도를 판단하는 방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 금속의 부식에 따라 상기 검출 시약이 환원되는 것인, 금속의 부식 정도를 판단하는 방법.

청구항 6

제 5 항에 있어서,

상기 검출 시약은 테트라졸륨 염(tetrazolium salt)을 포함하는 화합물인, 금속의 부식 정도를 판단하는 방법.

청구항 7

제 6 항에 있어서,

상기 환원된 검출 시약의 농도에 따라 상기 체액 샘플의 색이 변화하는 것인, 금속의 부식 정도를 판단하는 방법.

청구항 8

제 5 항에 있어서,

상기 환원된 검출 시약은 포르마잔(formazan)을 포함하는 화합물인, 금속의 부식 정도를 판단하는 방법.

청구항 9

제 1 항에 있어서,

상기 금속은 Mg, Al, Cu, Fe, Ni, Zn, Mn, 및 이들의 조합들로 이루어진 군에서 선택된 것을 포함하는 것인, 금속의 부식 정도를 판단하는 방법.

청구항 10

제 1 항에 있어서,

상기 체액 샘플은 SBF(simulated body fluid), HBSS(Hank's Balanced Salt Solution), 혈액, 림프액, 타액, 및 이들의 조합들로 이루어진 군에서 선택된 것을 포함하는 것인, 금속의 부식 정도를 판단하는 방법.

청구항 11

검출 시약을 포함하는 체액 샘플 상에 금속을 함침시키는 단계;

상기 체액 샘플 상에 함침된 금속이 부식되는 단계;

상기 금속의 부식 정도에 따라 상기 검출 시약에 의해 상기 체액 샘플의 색이 변화하는 단계;

상기 체액 샘플의 색을 분석하는 단계; 및

상기 체액 샘플의 색에 기초해서 상기 금속의 부식 정도를 판단하는 단계;

를 포함하는 것인, 금속의 부식 정도를 판단하는 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본원은 금속의 부식 정도를 판단하는 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 식이 미량 원소의 기본적인 종류인 마그네슘은 유기체의 항상성 메커니즘에 의해 제어될 수 있다. 즉, 마그네슘의 장점을 고려할 때 마그네슘을 임상 임플란트에 적용할 수 있으나 마그네슘 또는 마그네슘 합금인 인체 내에서 생분해되는 문제가 있다.

[0003] 종래의 연구의 데이터에 따르면, 일반적인 금속 임플란트는 외부 환경에 노출되면 급속히 분해되고, 복잡한 매커니즘을 거쳐 부식될 수 있다. 예를 들어, Mg 또는 Mg 합금은, Mg 가 전자를 잃어 Mg^{2+} 를 생성하는 양극 용해 현상을 통해 부식되는 것으로 사료된다. 즉, 금속의 부식 속도 및 부식에 영향을 미치는 매개 변수를 정확히 측정하여 부식을 제어할 필요가 있다.

[0004] 이와 관련하여, 기존에 사용되는 부식 정도 판단 방법은, 일회성 검사로서 부식이 이루어지는 환경에서 금속의 부식을 실시간으로 판단할 수 없거나, 결과의 재현성이 낮거나, 오염도에 민감하거나, 조사자의 숙련도의 영향

을 받거나, 빠르게 부식되는 샘플에 부적합한 등의 단점이 있다.

[0005] 본원의 배경이 되는 기술인 미국 등록특허공보 제7550273호는 비색 방법 및 이를 위한 시약에 대한 것이다. 상기 등록 특허는 글루코스 등에서 유래된 전자를 금속 착물에 전달하고, 상기 금속 착물의 전자가 시약을 환원시켜 색 변화를 관찰하는 것일 뿐, 금속에서 유래된 전자를 사용하여 시약을 직접 환원시키는 방법을 인식하지 못하고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본원은 전술한 종래 기술의 문제점을 해결하기 위한 것으로서, 액체 내에서 금속이 부식되는 정도를 실시간으로 판단하고 분석할 수 있는 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0007] 다만, 본원의 실시예가 이루고자 하는 기술적 과제는 상기된 바와 같은 기술적 과제들로 한정되지 않으며, 또 다른 기술적 과제들이 존재할 수 있다.

과제의 해결 수단

[0009] 상기한 기술적 과제를 달성하기 위한 기술적 수단으로서, 본원의 제 1 측면은 검출 시약을 포함하고 금속이 함침된 체액 샘플의 광학 특성을 획득하는 단계, 및 상기 광학 특성에 기초하여 상기 금속의 부식 정도를 판단하는 단계를 포함하는 금속의 부식 정도를 판단하는 방법에 대한 것이다.

[0010] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 체액 샘플의 광학 특성은 상기 체액 샘플의 광학 밀도(OD, optical density)를 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0011] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 부식 정도를 판단하는 단계는 상기 광학 밀도에 기초하여 상기 금속의 부식 정도를 판단하는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0012] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 금속의 부식에 따라 상기 체액 샘플의 색이 변화할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0013] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 색이 변화된 체액 샘플의 광학 밀도와, 상기 부식된 금속으로부터 용출된 금속 이온의 농도는 비례할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0014] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 금속의 부식에 따라 상기 검출 시약이 환원될 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0015] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 검출 시약은 테트라졸륨 염(tetrazolium salt)을 포함하는 화합물일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0016] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 환원된 검출 시약의 농도에 따라 상기 체액 샘플의 색이 변화할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0017] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 환원된 검출 시약은 포르마잔(formazan)을 포함하는 화합물일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0018] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 금속은 Mg, Al, Cu, Fe, Ni, Zn, Mn, 및 이들의 조합들로 이루어진 군에서 선택된 것을 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0019] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 체액 샘플은 SBF(simulated body fluid), HBSS(Hank's Balanced Salt Solution), 혈액, 림프액, 타액, 및 이들의 조합들로 이루어진 군에서 선택된 것을 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0020] 또한, 본원의 제 2 측면은, 검출 시약을 포함하는 체액 샘플 상에 금속을 함침시키는 단계, 상기 체액 샘플 상에 함침된 금속이 부식되는 단계, 상기 금속의 부식 정도에 따라 상기 검출 시약에 의해 상기 체액 샘플의 색이 변화하는 단계, 상기 체액 샘플의 색을 분석하는 단계, 및 상기 체액 샘플의 색에 기초해서 상기 금속의 부식 정도를 판단하는 단계를 포함하는 것인, 금속의 부식 정도를 판단하는 방법에 대한 것이다.

[0021] 상술한 과제 해결 수단은 단지 예시적인 것으로서, 본원을 제한하려는 의도로 해석되지 않아야 한다. 상술한 예시적인 실시예 외에도, 도면 및 발명의 상세한 설명에 추가적인 실시예가 존재할 수 있다.

발명의 효과

[0022] 일반적으로 금속 및/또는 합금으로 이루어진 의료기기나 임플란트는 체액에 의해 부식될 수 있기 때문에, 의료기기나 임플란트를 시술하기 전 어느 정도의 속도로 부식되는지를 판단하는 것은 중요하다.

[0023] 그러나, 종래의 기술에 따른 부식 판단 방법은, 검사자의 숙련도를 요구하거나, 부식이 이루어지는 환경에서 기기의 부식 정도를 실시간으로 파악할 수 없는 등의 단점이 존재하였다.

[0024] 전술한 본원의 과제 해결 수단에 의하면, 본원에 따른 금속의 부식 정도를 판단하는 방법은, 금속이 부식되는 환경에 위치한 상황에서도 금속의 부식 정도를 측정할 수 있다.

[0025] 또한, 본원에 따른 금속의 부식 정도를 판단하는 방법은, 합금 부식의 본질인 전하 이동의 원리에 따라 마그네슘 합금의 부식 정도를 포괄적이고 정확하게 결정하는 새로운 방법을 제안할 수 있다.

[0026] 또한, 본원에 따른 금속의 부식 정도를 판단하는 방법은, 시약이 환원되어 발생하는 포르마잔을 통해 부식 정도를 판단하는 것으로서, 체액 샘플의 광학 밀도를 분석하는 만큼 정확도, 효율성, 및 재현성이 우수할 수 있다.

[0027] 다만, 본원에서 얻을 수 있는 효과는 상기된 바와 같은 효과들로 한정되지 않으며, 또 다른 효과들이 존재할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0028] 도 1 은 본원의 일 구현예에 따른 금속의 부식 정도를 판단하는 방법의 순서도이다.

도 2 는 본원의 일 구현예에 따른, 검출 시약과 금속 사이의 반응을 나타낸 그림이다.

도 3 의 (a) 및 (b) 는 본원의 일 실시예에 따른 금속의 부식 정도를 판단하는 방법의 실험 결과이다.

도 4 는 본원의 일 실시예에 따른 금속의 부식 정도를 판단하는 방법의 실험 결과이다.

도 5 는 본원의 일 비교예에 따른 금속의 부식 정도를 판단하는 방법의 실험 결과이다.

도 6 은 본원의 일 비교예에 따른 금속의 부식 정도를 판단하는 방법의 실험 결과이다.

도 7 은 본원의 일 비교예에 따른 금속의 부식 정도를 판단하는 방법의 실험 결과이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0029] 아래에서는 첨부한 도면을 참조하여 본원이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 본원의 실시예를 상세히 설명한다.

[0030] 그러나 본원은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며 여기에서 설명하는 실시예에 한정되지 않는다. 그리고 도면에서 본원을 명확하게 설명하기 위해서 설명과 관계없는 부분은 생략하였으며, 명세서 전체를 통하여 유사한 부분에 대해서는 유사한 도면 부호를 붙였다.

[0031] 본원 명세서 전체에서, 어떤 부분이 다른 부분과 "연결"되어 있다고 할 때, 이는 "직접적으로 연결"되어 있는 경우 뿐 아니라, 그 중간에 다른 소자를 사이에 두고 "전기적으로 연결"되어 있는 경우도 포함한다

[0032] 본원 명세서 전체에서, 어떤 부재가 다른 부재 "상에", "상부에", "상단에", "하에", "하부에", "하단에" 위치하고 있다고 할 때, 이는 어떤 부재가 다른 부재에 접해 있는 경우뿐 아니라 두 부재 사이에 또 다른 부재가 존재하는 경우도 포함한다.

[0033] 본원 명세서 전체에서, 어떤 부분이 어떤 구성 요소를 "포함"한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성 요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성 요소를 더 포함할 수 있는 것을 의미한다.

[0034] 본 명세서에서 사용되는 정도의 용어 "약", "실질적으로" 등은 언급된 의미에 고유한 제조 및 물질 허용오차가 제시될 때 그 수치에서 또는 그 수치에 근접한 의미로 사용되고, 본원의 이해를 돕기 위해 정확하거나 절대적인 수치가 언급된 개시 내용을 비양심적인 침해자가 부당하게 이용하는 것을 방지하기 위해 사용된다. 또한, 본원 명세서 전체에서, "~ 하는 단계" 또는 "~의 단계"는 "~를 위한 단계"를 의미하지 않는다.

[0035] 본원 명세서 전체에서, 마쿠시 형식의 표현에 포함된 "이들의 조합"의 용어는 마쿠시 형식의 표현에 기재된 구성 요소들로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상의 혼합 또는 조합을 의미하는 것으로서, 상기 구성 요소들로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상을 포함하는 것을 의미한다.

[0036] 본원 명세서 전체에서, "A 및/또는 B" 의 기재는, "A 또는 B, 또는, A 및 B" 를 의미한다.

[0037] 이하에서는 본원의 금속의 부식 정도를 판단하는 방법에 대하여, 구현예 및 실시예와 도면을 참조하여 구체적으로 설명하도록 한다. 그러나 본원이 이러한 구현예 및 실시예와 도면에 제한되는 것은 아니다.

[0038] 상기한 기술적 과제를 달성하기 위한 기술적 수단으로서, 본원의 제 1 측면은 검출 시약을 포함하고 금속이 함침된 체액 샘플의 광학 특성을 획득하는 단계, 및 상기 광학 특성에 기초하여 상기 금속의 부식 정도를 판단하는 단계를 포함하는 금속의 부식 정도를 판단하는 방법에 대한 것이다.

[0039] 금속의 부식 정도를 판단하기 위해, 부식이 진행되는 환경에서 금속을 채취한 후 금속의 부식 정도를 측정할 경우 부식 실험을 연속적이면서 실시간으로 진행할 수 없고, 수소 생성 정도를 측정하는 것은 결과의 재현성이 낮고, pH 측정은 용액 내의 오염 물질에 민감하고, 전위차 분극을 이용할 경우 검사자의 숙련도에 의해 결과가 달라질 수 있고, 전기화학 임피던스법은 빠르게 부식되는 샘플에 부적합한 저주파를 이용하는 등의 한계가 있다.

[0040] 그러나, 본원에 따른 금속의 부식 정도를 판단하는 방법은, 금속이 부식되는 용액 내에서 금속을 추출하는 과정 없이 용액의 광학 밀도를 분석하는 것을 통해 금속의 부식 정도를 판단하는 것이기 때문에, 실시간으로 부식 정도를 판단할 수 있다.

[0041] 도 1 은 본원의 일 구현예에 따른 금속의 부식 정도를 판단하는 방법의 순서도이다.

[0042] 먼저, 검출 시약을 포함하고 금속이 함침된 체액 샘플의 광학 특성을 획득한다 (S100).

[0043] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 체액 샘플은 SBF(simulated body fluid), HBSS(Hank's Balanced Salt Solution), 혈액, 림프액, 타액, 및 이들의 조합들로 이루어진 군에서 선택된 것을 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 이와 관련하여, 상기 HBSS 은, NaCl, KCl, Ca, $NaHCO_3$, $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, KH_2PO, $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$, 포도당 및 물을 포함하는 유사 체액의 일종이다.

[0044] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 체액 샘플은 1-메톡시-5-메틸페나지움 메틸설페이트(1-methoxy-5-methylphenazium methylsulfate, 1-MPMS)를 추가 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 상기 1-MPMS 는 부식된 금속으로부터 방출되는 전자가 상기 검출 시약으로 이동하도록 돕는 역할을 수행한다.

[0045] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 금속은 Mg, Al, Cu, Fe, Ni, Zn, Mn, 및 이들의 조합들로 이루어진 군에서 선택된 것을 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0046] 이와 관련하여, 상기 금속은 AZ31, AZ41, 또는 AZ91 의 마그네슘 합금을 포함할 수 있다.

[0047] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 검출 시약은 테트라졸륨 염(tetrazolium salt)을 포함하는 화합물일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 이와 관련하여, 상기 검출 시약은 수용성일 수 있으며, 수용성 테트라졸륨-8(water soluble tetrazolium, WST-8)을 포함할 수 있다.

[0048] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 체액 샘플의 광학 특성은 상기 체액 샘플의 광학 밀도(OD, optical density)를 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 상기 체액 샘플의 광학 밀도는 공지된 기기를 통해 측정할 수 있다.

[0049] 일반적으로 광학 특성은 색, 흡광도, 투과율, 굴절율, 광학 밀도 등 다양한 성질을 의미한다. 이와 관련하여, 본원에 따른 광학 특성은 광학 밀도를 의미할 수 있으며, 상기 광학 밀도는 굴절 매체가 투과된 광선을 지연시키는 정도를 의미할 수 있다.

[0050] 이 때, 물질이 특정 파장의 빛을 흡수하는 정도인 흡광도와 달리, 광학 밀도는 물질이 투과 광선을 지연시키는 정도를 의미하는 것으로서, 물체에서 빛이 흡수되는 정도 및 산란을 모두 고려하여 측정될 수 있다.

[0051] 이어서, 상기 광학 특성에 기초하여 상기 금속의 부식 정도를 판단한다 (S200).

[0052] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 부식 정도를 판단하는 단계는 상기 광학 밀도에 기초하여 상기 금속의 부식 정도를 판단하는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0053] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 금속의 부식에 따라 상기 검출 시약이 환원될 수 있으나, 이에 제한되는 것은

아니다.

[0054] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 환원된 검출 시약의 농도에 따라 상기 체액 샘플의 색이 변화할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0055] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 금속의 부식에 따라 상기 체액 샘플의 색이 변화할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0056] 상기 체액 샘플에 함침된 금속은 체액 샘플 내에서 부식되어 금속 이온 및 전자를 상기 체액 샘플에 방출할 수 있다. 이 때, 상기 금속 이온 및/또는 전자는 상기 체액 샘플에 포함된 검출 시약을 환원시키고, 상기 환원된 시약은 환원되기 전의 시약과 상이한 색을 가짐으로써, 상기 체액 샘플의 색이 변화하고, 상기 체액 샘플은 색의 변화로 인해 광학 밀도가 변화될 수 있다.

[0057] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 색이 변화된 체액 샘플의 광학 밀도와, 상기 부식된 금속으로부터 용출된 금속 이온의 농도는 비례할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0058] 상기 체액 샘플에서 금속이 부식되면, 상기 금속은 전자를 방출하면서 상기 체액 샘플에 금속 이온을 공급할 수 있다. 이 때, 상기 체액 샘플에서의 상기 금속 이온의 농도는, 체액 샘플에 함침하기 전 금속의 질량 및 체액 샘플에 함침한 후 금속의 질량의 차를, 체액 샘플의 부피로 나눈 값을 의미한다.

[0059] 상기 금속의 부식 정도가 증가하면, 검출 시약의 환원 정도가 증가하여 상기 체액 샘플의 광학 밀도 역시 증가할 수 있다.

[0060] 본원의 일 구현예에 따르면, 상기 환원된 검출 시약은 포르마잔(formazan)을 포함하는 화합물일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 이와 관련하여, 상기 포르마잔은 수용성일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0061] 본원에 따른 포르마잔은 430 nm 내지 550 nm 사이의 흡광도 범위에서 감지될 수 있는 물질로서, 주황색 빛을 갖는 물질을 의미할 수 있다.

[0062] 도 2 는 본원의 일 구현예에 따른, 검출 시약과 금속 사이의 반응을 나타낸 그림이다. 이와 관련하여, 도 2 는 상기 금속이 Mg 이고 검출 시약이 WST-8 인 경우의 반응을 나타낸 것이나, Mg 대신 부식될 수 있는 모든 금속 및 WST-8 대신 테트라졸륨염을 포함하는 수용성 화합물이면 도2 와 같은 반응이 발생할 수 있다.

[0063] 도 2 를 참조하면, 테트라졸륨 염을 포함하는 검출시약인 WST-8 은, Mg 가 Mg 이온으로 산화되면서 용출된 전자에 의해 포르마잔으로 환원될 수 있다.

[0064] 또한, 본원의 제 2 측면은, 검출 시약을 포함하는 체액 샘플 상에 금속을 함침시키는 단계, 상기 체액 샘플 상에 함침된 금속이 부식되는 단계, 상기 금속의 부식 정도에 따라 상기 검출 시약에 의해 상기 체액 샘플의 색이 변화하는 단계, 상기 체액 샘플의 색을 분석하는 단계, 및 상기 체액 샘플의 색에 기초해서 상기 금속의 부식 정도를 판단하는 단계를 포함하는 것인, 금속의 부식 정도를 판단하는 방법에 대한 것이다.

[0065] 본원의 제 2 측면에 따른 금속의 부식 정도를 판단하는 방법과, 본원의 제 1 측면에 따른 금속의 부식 정도를 측정하는 방법은 그 원리가 동일하다.

[0066] 구체적으로, 본원의 제 1 측면은 금속이 체액 샘플에 함침된 상태에서 금속의 부식 정도를 판단하는 것이고, 본원의 제 2 측면은 체액 샘플 외부의 금속을 상기 체액 샘플에 함침시킨 후 금속의 부식 정도를 판단하는 것이다.

[0067] 이하 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세하게 설명하고자 하나, 하기의 실시예는 단지 설명의 목적을 위한 것이며 본원의 범위를 한정하고자 하는 것은 아니다.

[0068] [실시예 1] : 시편의 준비 과정

[0069] 먼저, AZ31, AZ41, 및 AZ91 마그네슘 합금을 큐브 모양으로 주조하고, 표본을 연마한 후 순수한 에탄올을 이용, #2000 SiC 종이로 연마하였다. 이어서, 상기 연마된 샘플을 증류수 및 에탄올로 10 분 동안 초음파 세척하고, 압축 공기로 건조시켰다.

[0070] [실시예 2] : 포르마잔 검정(f-검정)

[0071] 5 mM 의 WST-8 및 0.2 mM 의 1-MPMS 를 포함하는 WST-8 키트(St. Louis, Missouri, USA)를 준비하였다. 이어서, 상기 키트 및 멸균된 HBSS(Hanks Balanced Salt Solution) 를 1:10 의 비율로 혼합하여 시약을 제조한 후,

상기 시약에 상기 실시예 1 의 과정을 거친 시편을 함침시킨 후, 37℃ 의 등온 조건을 밤새 유지하였다.

[0072] 이어서, 상기 시약 100 μl 를 샘플링하여 450 nm 에서의 OD 값을 측정하였다. 이 때, 상기 450 nm 에서의 OD 는 배경 빼기를 위해 기질 합금이 없는 상태에서 기록되었고, 샘플링 후 초기 시약의 부피를 채우기 위해 100 μl 의 HBSS 를 추가하였다.

[0073] 이어서, 상기 실시예 1 에 따른 시편을 상기 시약에 담근 후, Mg^{2+} 의 농도를 측정하였다. 이 때 Mg^{2+} 의 농도는, 시편의 질량 손실량을 초기 시약의 부피로 나눈 것이다.

[0074] $C_{Mg^{2+}} = M_{손실}/V_0$

[0075] [비교예 1] : 침수 실험

[0076] 0.22 μm 멤브레인 필터를 이용하여 여과하고, 멸균한 HBSS 용액을 37℃ 의 등온 조건을 밤새 유지하였다. 이어서, 실시예 1 에 따른 시편을 상기 HBSS 용액에 함침시키고 1 주일 동안 공기 인큐베이터에 넣었다. 이어서, 상기 시편을 추출하고, 20% 삼산화크롬 용액에서 1 분간 초음파 세척한 후 에탄올로 헹구고 건조시켰다.

[0077] 이 때, 상기 시편의 질량 손실율 $M_{손실}$ 은, 최초 질량 M_0 에서 남은 질량 $M_{유지}$ 를 빼서 산출하였고, 질량 손실율은 $M_{손실}/M_0$ 를 의미한다.

[0078] [비교예 2] : 전기 화학 실험 및 전위차 분극

[0079] Ag/AgCl sat. KCl 을 기준 전극으로, 상기 실시예 1 에 따른 합금을 작업 전극으로 하는 3-전극 시스템을 형성하였다. 이 때, 상기 기준 전극과 상기 작업 전극 사이의 IR 드롭을 줄이기 위해 상기 작업 전극 옆에 단일 튜브 모세관을 배치하였고, 시판되는 HBSS(Welgene INC. Korea)를 사용하였으며, 전해질의 온도를 37℃ 로 유지하였다.

[0080] 전기 화학 실험은 E_{corr} 에서 5 mV의 진폭 전압으로 100,000 Hz 에서 0.1Hz 사이의 주파수에서 측정되었다. 구체적으로 상기 실시예 1 의 합금의 내식성을 평가하기 위해 부주파수로 0.1Hz를 선택하고 20분 동안 실시하여 비가역 부식 정도를 분석하였다. 또한, 상기 실시예 1 의 합금의 빠른 내식성을 평가하기 위해, 1 mV/s의 스캔 속도를 사용하여 -1000 mV에서 2000 mV까지 전해질(HBSS)에서 분극화하여 분극 저항 값을 결정하였다.

[0081] [실험예 1]

[0082] 도 3 의 (a) 및 (b) 및 도 4 는 본원의 일 실시예에 따른 금속의 부식 정도를 판단하는 방법의 실험 결과이다.

[0083] 도 3 및 도 4 를 참조하면, 함침 시간에 따라 450 nm 에서의 OD 값은 비례하고, 특히 OD 값은 마그네슘 이온의 농도(μg/μl)에 비례하여 증가함을 확인할 수 있다. 즉, 상기 실시예 2 의 f-검정은, 금속의 부식 정도를 450 nm 에서의 OD 값을 통해 확인할 수 있음을 입증하는 데이터이다.

[0084] [실험예 2]

[0085] 도 5 내지 도 7 은 본원의 일 비교예에 따른 금속의 부식 정도를 판단하는 방법의 실험 결과이다. 구체적으로, 도 5 는 상기 비교예 1 에 따른, 침수 실험의 결과를 나타낸 결과이고, 도 6 은 전위차 분극(PDP)에 의한 내식성 관측 결과이며, 도 7 은 전기 화학 임피던스를 통한 부식 정도를 분석한 결과이다.

[0086] 도 5 에서, 각 시편별 질량 손실 비율은 하기 표 1 과 같다.

[0087] [표 1]

[0088]

Simple	AZ31	AZ41	AZ91
ML/%	0.22	0.52	0.10

[0089] 도 5 를 참조하면, 1 주일간 침지 후 시편 중 AZ41 시편이 가장 많은 질량 손실 정도를 보임을 확인할 수 있다. 그러나, 침수 실험은 1 주일간 시편을 방치한 후 세척하는 과정을 거친 다음 질량 손실 정도를 측정하기 때문에 용액 내에서 실시간으로 부식되는 정도를 분석할 수 없는 단점이 있다.

[0090] 또한, 도6 을 참조하면 내식성은 AZ91 가 제일 우수하고, AZ31 의 내식성이 제일 낮은 것으로 확인된다. 구체

적으로, 도 6 의 AZ91 은 2.8×10^{-9} A/cm^2 의 가장 낮은 전류 밀도가 나타나고, 분극 저항(R_{P-})는 부식 전류 밀도에 반비례하며, AZ91 의 분극 저항이 가장 크기 때문에, AZ91 이 가장 내식성이 우수하다.

[0091] 또한, 도 7 을 참조하면, 도 7 의 (a) 의 그래프들 중 반경이 가장 크게 형성된 AZ91 합금이 전자 전달 가능성이 낮아 내식성이 가장 우수한 것으로 나타남을 확인할 수 있다. 한편, 주파수를 100 kHz 에서 0.1 Hz 로 감소시킬 때, 약 7 Hz 에서 세 합금의 전기화학적 임피던스 차이가 가장 명확하게 확인되었다.

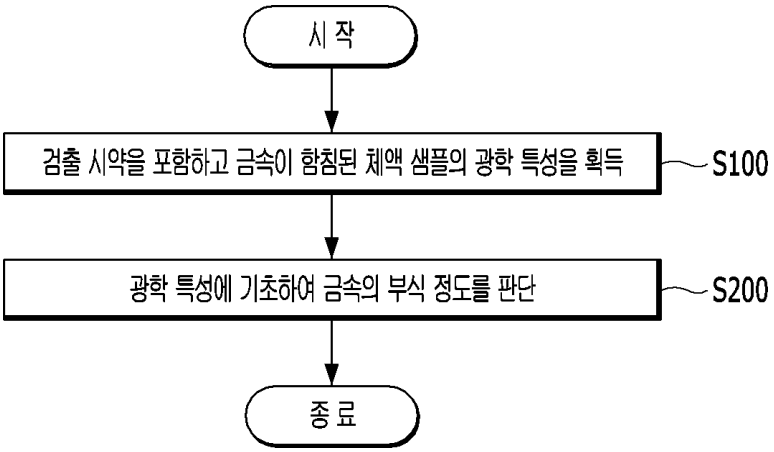
[0092] 이와 관련하여, 도 5 의 실험에서는 AZ31 이 AZ41 보다 내식성이 우수한 것으로 확인되나, 도 6 및 도 7 에서는 AZ41 이 AZ31 보다 내식성이 우수한 것으로 확인된다. 도 5 의 침수 실험은 질량 변화를 정확하게 측정하기 위해 비교적 광범위한 영역에서 금속이 부식될 필요가 있는 반면, 도 6 의 분극 곡선은 상기 합금들이 양극 및 음극 반응 역학에 대해 서로 다른 부식 전위 및 위상을 가짐을 보여주기 때문에 두 실험의 결과가 상이한 것으로 파악된다. 즉, 함침 시간을 오래하고, 전기 화학적 시험 시간을 짧게 함으로써 AZ31 과 AZ41 의 내식성을 정확하게 평가할 수 있다.

[0093] 전술한 본원의 설명은 예시를 위한 것이며, 본원이 속하는 기술분야의 통상의 지식을 가진 자는 본원의 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 쉽게 변형이 가능하다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다. 예를 들어, 단일형으로 설명되어 있는 각 구성 요소는 분산되어 실시될 수도 있으며, 마찬가지로 분산된 것으로 설명되어 있는 구성 요소들도 결합된 형태로 실시될 수 있다.

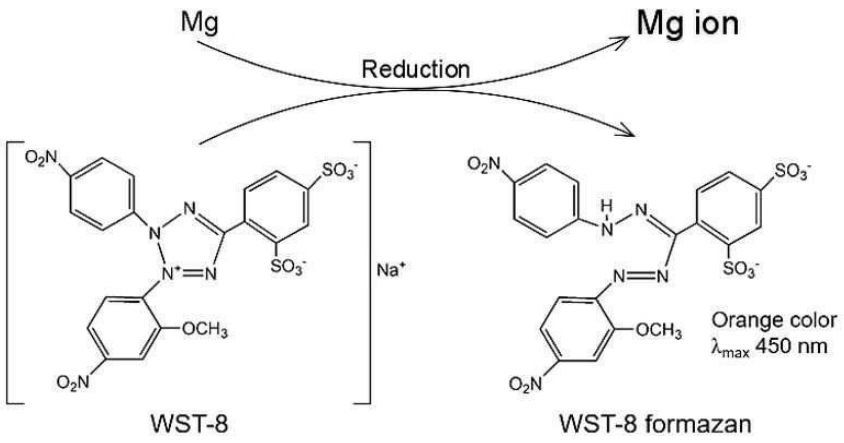
[0094] 본원의 범위는 상기 상세한 설명보다는 후술하는 특허청구범위에 의하여 나타내어지며, 특허청구범위의 의미 및 범위 그리고 그 균등 개념으로부터 도출되는 모든 변경 또는 변형된 형태가 본원의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 한다.

도면

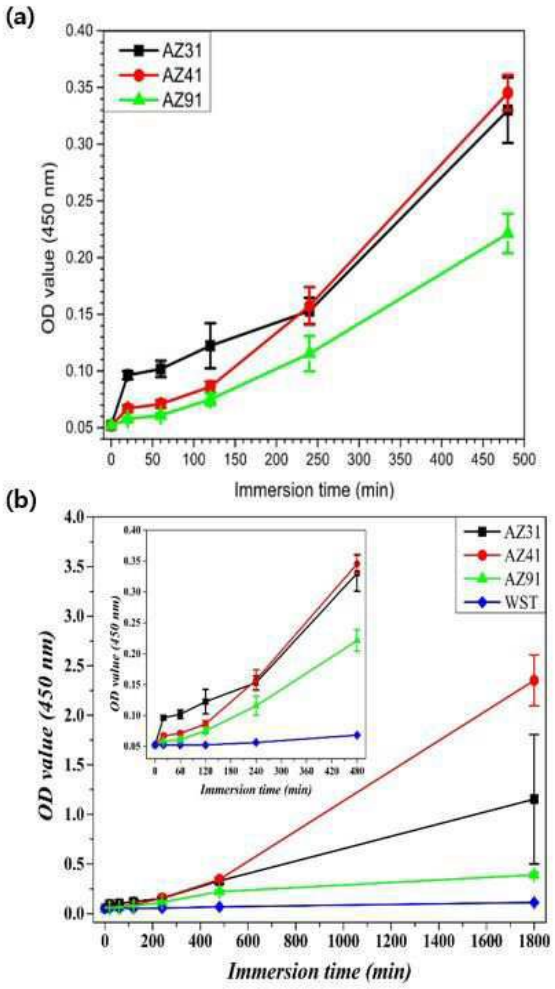
도면1



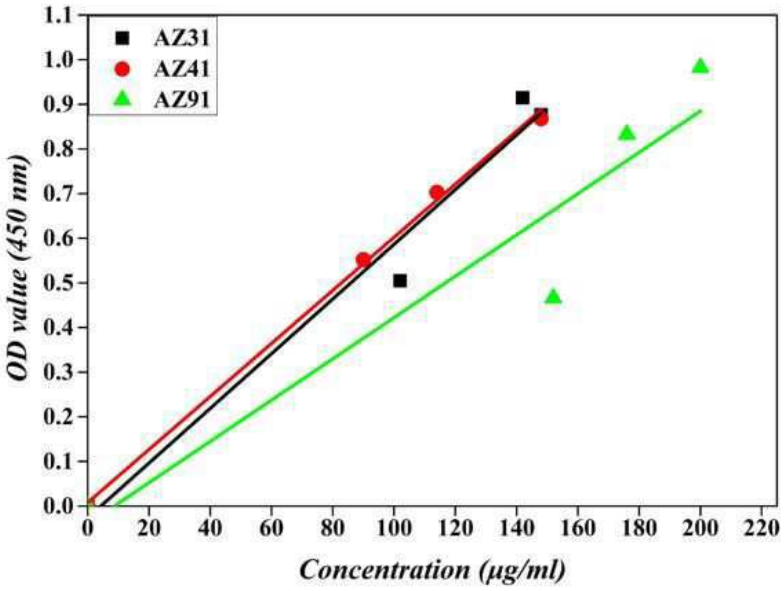
도면2


Mg
Mg ion
Reduction
WST-8
WST-8 formazan
Orange color
λmax 450 nm

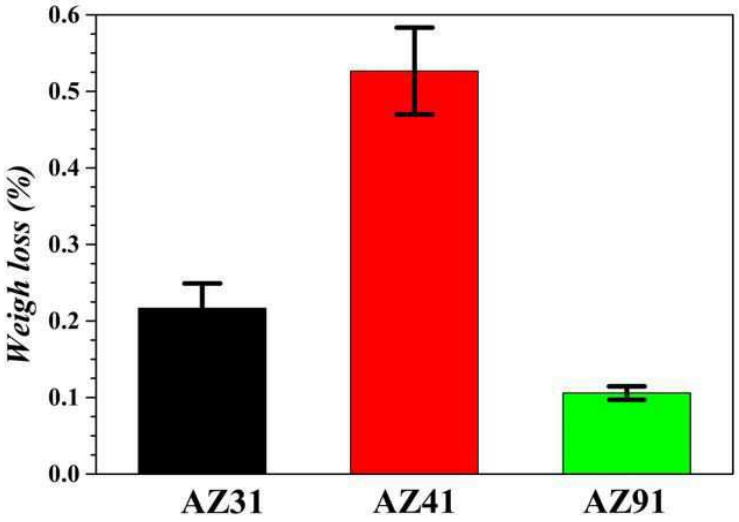
도면3


(a)
AZ31
AZ41
AZ91
OD value (450 nm)
Immersion time (min)
(b)
AZ31
AZ41
AZ91
WST
OD value (450 nm)
Immersion time (min)

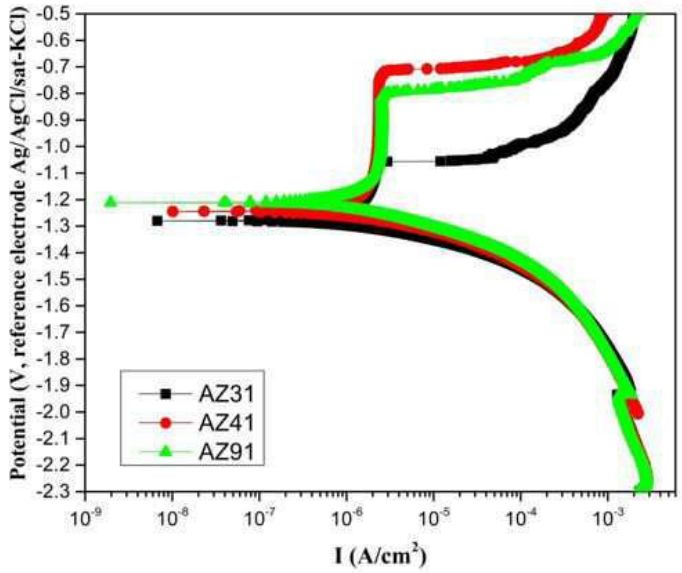
도면4


AZ31
AZ41
AZ91
OD value (450 nm)
Concentration (μg/ml)
0.0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5
0.6
0.7
0.8
0.9
1.0
1.1
0
20
40
60
80
100
120
140
160
180
200
220

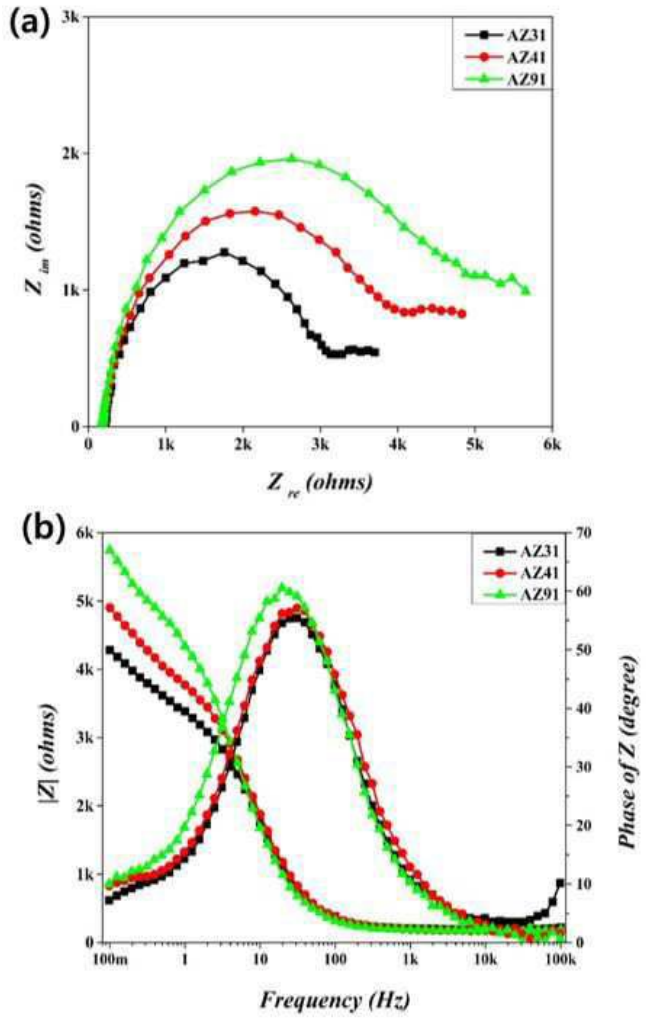
도면5


Weigh loss (%)
0.0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5
0.6
AZ31
AZ41
AZ91

도면6


Potential (V, reference electrode Ag/AgCl/sat-KCl)
-0.5
-0.6
-0.7
-0.8
-0.9
-1.0
-1.1
-1.2
-1.3
-1.4
-1.5
-1.6
-1.7
-1.8
-1.9
-2.0
-2.1
-2.2
-2.3
AZ31
AZ41
AZ91
10-9
10-8
10-7
10-6
10-5
10-4
10-3
I (A/cm2)

도면7


(a)
3k
2k
1k
0
AZ31
AZ41
AZ91
Z im (ohms)
0
1k
2k
3k
4k
5k
6k
Z re (ohms)
(b)
6k
5k
4k
3k
2k
1k
0
70
60
50
40
30
20
10
0
AZ31
AZ41
AZ91
|Z| (ohms)
Phase of Z (degree)
100m
1
10
100
1k
10k
100k
Frequency (Hz)