



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2016-0128585
(43) 공개일자 2016년11월08일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A61L 27/12 (2006.01) C04B 35/447 (2006.01)
C04B 35/64 (2006.01)
(52) CPC특허분류
A61L 27/12 (2013.01)
C04B 35/447 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2015-0060193
(22) 출원일자 2015년04월29일
심사청구일자 2016년08월19일

(71) 출원인
조선대학교산학협력단
광주광역시 동구 필문대로 309 (서석동)
(주)바이오리진
광주광역시 남구 금화로421번길 11, 문화빌딩4층 (월산동)
(72) 발명자
강현철
광주광역시 북구 대자로 53, 309동 2202호(운암동, 벽산블루밍아파트)
김주현
광주광역시 동구 무등로 374, 107동 203호(계림동, 두산위브)
황재익
광주광역시 서구 치평로 77, 115동 110호(치평동, 중흥파크)
(74) 대리인
위병갑

전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 발명의 명칭 균일상의 베타상 트리칼슘 포스페이트계 본 칩의 제조방법 및 상기 방법으로 제조된 본 칩

(57) 요약

본 발명은 이중 실드 기법을 사용하여 강도가 향상되고, 다양한 형태로 제조할 수 있으며, 궁극적으로 균일한 조성을 갖는 본 칩의 생산성이 향상될 수 있는 조직수복용 베타상 트리칼슘 포스페이트 기반 본 칩의 제조방법에 관한 것이다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C04B 35/64 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1345221794
부처명	미래창조과학부
연구관리전문기관	한국연구재단
연구사업명	일반연구자지원
연구과제명	다층박막 라우에 렌즈를 이용한 방사광 형광 X-선 나노 현미경 연구
기 여 율	1/2
주관기관	조선대학교 산학협력단
연구기간	2014.09.01 ~ 2015.08.31이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호	R0001956
부처명	(주)바이오리진
연구관리전문기관	한국산업기술진흥원
연구사업명	호남광역경제권 선도산업 육성사업
연구과제명	PLA/인산칼슘 나노복합체를 이용한 골접합용 제품 개발
기 여 율	1/2
주관기관	(주)바이오리진
연구기간	2012.08.01 ~ 2015.04.30

명세서

청구범위

청구항 1

베타상 트리칼슘 포스페이트 분말을 하소하는 단계;

상기 하소 처리한 베타상 트리칼슘 포스페이트 분말과 나트륨을 혼합하는 단계;

상기 혼합물을 성형하여 성형체를 제조하는 단계; 및

상기 성형체를 300℃-1230℃의 온도에서 소결하는 단계; 를 포함하고,

상기 성형체를 소결하는 단계에서 이중 실드(shield)를 이용하여 가스 침투를 차단하여 내부의 산소 분압과 함량을 일정하게 유지하는 것을 특징으로 하는 본 칩의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 베타상 트리칼슘 포스페이트 분말을 600~900℃에서 하소하는 것을 특징으로 하는, 본 칩의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 하소 처리한 베타상 트리칼슘 포스페이트 분말과 나트륨을 볼밀법으로 혼합하는 것을 특징으로 하는, 본 칩의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 혼합물을 에틸 셀룰로오스와 혼합한 후 성형하여 성형체를 제조하는 것을 특징으로 하는, 본 칩의 제조방법.

청구항 5

베타상 트리칼슘 포스페이트 분말과 나트륨을 혼합하는 단계;

상기 혼합물을 일축 가압 성형하여 성형체를 제조하는 단계; 및

상기 성형체를 300℃-1230℃의 온도에서 소결하는 단계; 를 포함하고,

상기 성형체를 소결하는 단계에서 이중 실드(shield)를 이용하여 가스 침투를 차단하여 전기로 내부의 산소 분압과 함량을 일정하게 유지하는 것을 특징으로 하는 본 칩의 제조방법.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 베타상 트리칼슘 포스페이트 분말과 나트륨을 볼밀법으로 혼합하는 것을 특징으로 하는, 본 칩의 제조방법.

청구항 7

제1항 또는 제5항에 있어서,

상기 성형체를 소결하는 단계는 300℃에서 3시간 동안 유지시키고, 600℃에서 3시간 동안 유지시키며, 1230℃에서 15시간 동안 소성하는 것을 특징으로 하는 본 칩의 제조방법.

청구항 8

제1항 또는 제5항에 있어서,

상기 이중 실드를 위해 고순도 알루미늄 세라믹 보트를 이용하는 것을 특징으로 하는, 본 칩의 제조방법.

청구항 9

제1항 또는 제5항에 있어서,

상기 이중 실드에 의해 성형체 표면의 산소 분압은 대기압 기준 0.19~0.23인 것을 특징으로 하는, 본 칩의 제조방법.

청구항 10

제1항 또는 제5항에 있어서,

상기 나트륨의 함량과 크기를 조절하여 소결체의 기공률 및 기공크기를 조절하는 것을 특징으로 하는 본 칩의 제조방법.

청구항 11

제1항 또는 제5항에 따른 본 칩의 제조방법에 따라 제조된 골 조직수복용 본 칩.

발명의 설명

기술 분야

- [0001] 본 발명은 균일상의 베타상 트리칼슘 포스페이트계 본 칩의 제조방법 및 이에 따른 본 칩에 관한 것으로, 보다 상세하게는 소결 과정 중 이중 실드 기법을 사용하여 공기 중 일정한 산소 분압을 유지함으로써 본 칩의 강도를 향상시키고 다양한 형태로 제조할 수 있으며, 궁극적으로 균일한 조성을 갖는 본 칩의 생산성이 향상될 수 있는 조직수복용 베타상 트리칼슘 포스페이트 기반 본 칩의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

- [0002] 현재 골이식술은 다양한 골격 환경, 예를 들어 선천적으로 다소 큰 규모의 골결함을 갖고 있는 경우 이 부분을 정상적인 형태로 복원시켜주거나, 심각한 외상에 따른 골 손실분을 메우기 위해 자가 혹은 동종 이식을 하거나, 선천적 혹은 후천적으로 비정상적인 골격을 갖고 있는 경우에 있어서 이 부분을 교정시켜주는 분야에서 시행되고 있다. 이러한 골 이식을 필요로 하는 경우가 점차 늘어나면서 보다 간편하고 효율적인 치료용 골 이식물에 대한 연구가 활발하게 일어나고 있는 실정이다.
- [0003] 이러한 골 이식물은 본래의 골조직과 동일한 조직이 다시 재생될 수 있도록 골세포가 잘 부착되어 증식 및 분열할 수 있는 환경을 만들어 줄 수 있는 것을 의미하고 이러한 것을 통상 지지체라 하는데 이 중에서도 크기가 수 mm 또는 그 이하의 크기를 가지고 일정한 형태를 가지고 있는 것을 본 칩(bone chip)이라고 한다. 임상적으로는 골 조직이 손실된 부분에 본 칩을 충전하는 방식으로 사용된다.
- [0004] 본 칩은 일반적으로 인산칼슘계 화합물 세라믹스, 바이오글래스계 물질 또는 생분해성 고분자로 제조할 수 있으며, 이러한 본 칩의 형태로는 단순과립 형태 또는 특정 형상을 가지는 형태로 제조될 수 있다.
- [0005] 이러한 본 칩의 종래기술의 예인 한국등록특허 제1280891호는 생분해성 고분자를 포함하는 고분자 조성물을 용융하는 단계; 미세구조의 골 조직 재생용 본 칩을 제조하기 위한 미세패턴이 형성된 금형의 온도를 상승시키는 단계; 상기 용융된 고분자 조성물을 상기 가열된 금형에 주입하는 단계; 상기 금형을 냉각하는 단계; 및 상기 금형 내의 골 조직 재생용 본 칩을 금형으로부터 분리하는 단계를 포함하는 골 조직 재생용 본 칩을 제조하는 방법 및 이에 의하여 제조된 골 조직 재생용 본 칩을 개시하고 있다. 그러나, 종래기술에 따른 본 칩은 강도가 낮고 다양한 형태로 제조하는데 어려움이 있었다.

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) 한국등록특허 제1280891호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명자들은 골 조직수복용 본 칩의 강도를 향상시키고, 조성의 균일도를 향상시키며, 아울러 다양한 형태로 조직수복용 본 칩을 제조할 수 있는 방법에 대해 예의 연구를 거듭하였고 본 발명을 완성하기에 이르렀다.

[0008] 따라서, 본 발명의 목적은 소결 과정 중 이중 실드 기법을 사용하여 다양한 형태로 제조할 수 있으며 강도가 향상되고 감마 멸균시 일정한 색상과 균일한 조성의 본 칩을 향상된 생산성으로 얻을 수 있는 골 조직수복용 베타상 트리칼슘 포스페이트계 본 칩의 제조방법을 제공하는데 있다.

과제의 해결 수단

[0009] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명의 제1 실시형태는 베타상 트리칼슘 포스페이트 분말을 하소하는 단계; 상기 베타상 트리칼슘 포스페이트 분말과 나트륨을 혼합하는 단계; 상기 혼합물을 성형하여 성형체를 제조하는 단계; 및 상기 성형체를 소결하는 단계;를 포함하고, 상기 성형체를 소결하는 단계에서 이중 실드(shield)를 이용하여 내부의 산소 분압과 함량을 일정하게 유지하는 것을 특징으로 하는 본 칩의 제조방법을 제공한다.

[0010] 본 발명의 일 실시형태에 있어서, 상기 베타상 트리칼슘 포스페이트 분말을 600~900℃에서 하소하는 것이 바람직하다.

[0011] 본 발명의 일 실시형태에 있어서, 상기 하소 처리한 베타상 트리칼슘 포스페이트 분말과 나트륨을 불밀법으로 혼합하는 것이 바람직하다.

[0012] 본 발명의 일 실시형태에 있어서, 상기 혼합물을 에틸 셀룰로오스와 혼합한 후 성형하여 성형체를 제조하는 것이 바람직하다.

[0013] 본 발명의 제2 실시형태는 베타상 트리칼슘 포스페이트 분말과 나트륨을 혼합하는 단계; 상기 혼합물을 일축 가압 성형하여 성형체를 제조하는 단계; 및 상기 성형체를 300~1230℃의 온도에서 소결하는 단계;를 포함하고, 상기 성형체를 소결하는 단계에서 이중 실드(shield)를 이용하여 가스 침투를 차단하여 전기로 내부의 산소 분압과 함량을 일정하게 유지하는 것을 특징으로 하는 본 칩의 제조방법을 제공한다.

[0014] 본 발명의 일 실시형태에 있어서, 상기 베타상 트리칼슘 포스페이트 분말과 나트륨을 불밀법으로 혼합하는 것이 바람직하다.

[0015] 본 발명의 제1 및 제2 실시형태에 있어서, 상기 성형체를 소결하는 단계는 약 100~500℃, 바람직하게는 300℃에서 2~4시간 동안 유지시키고, 600~900℃, 바람직하게는 600℃에서 2~4시간 동안 유지시키며, 1000~1300℃, 바람직하게는 1230℃에서 15시간 동안 유지시켜 수행되는 것이 바람직하다.

[0016] 본 발명의 제1 및 제2 실시형태에 있어서, 상기 이중 실드를 위해 고순도 알루미늄 세라믹 보트를 이용하는 것이 바람직하다. 상기 알루미늄 세라믹 보트의 크기는 특별히 제한되지 않으며 전기로의 크기에 비례한다. 또한 조성은 바람직하게는 99.7% 이상의 Al_2O_3 를 함유하는 고순도 알루미늄을 사용한다.

[0017] 본 발명의 제1 및 제2 실시형태에 있어서, 상기 이중 실드에 의해 성형체 표면의 산소 분압은 대기압 기준 0.19~0.23인 것이 바람직하다.

[0018] 본 발명의 제1 및 제2 실시형태에 있어서, 상기 베타상 트리칼슘 포스페이트 분말과 혼합되는 나트륨의 크기를 조절하여 소결체의 기공율 및 기공크기를 조절할 수 있다.

[0019] 또한 본 발명은 본 발명에 따른 본 칩의 제조방법에 따라 제조된 골 조직수복용 본 칩을 제공한다.

발명의 효과

[0020] 본 발명에 따른 골 조직수복용 베타상 트리칼슘 포스페이트계 본 칩의 제조방법은 소결 과정에서 이중 실드 기법을 사용하여 소결하는 동안의 온도 변화를 최소화되고, 성형체 표면에서의 소결 온도 및 산소분압을 일정하게 유지함으로써 베타상 트리칼슘 포스페이트 성형체로부터의 산소 유출 및 유입이 균형을 맞추어 균일한 조성을

갖는 본 칩을 제조할 수 있다. 따라서, 외부의 가스 침투에 의한 강도 저하 문제와 조성의 불균일 문제를 해결하여 소결 과정 이후 조직수복용 본 칩의 강도를 향상시킬 수 있고 다양한 형태로 제조할 수 있으며, 감마 멸균시 일정하게 색상을 변화시켜 본 칩의 생산성이 향상될 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0021] 도 1은 본 발명에 따른 본 칩의 제조방법의 개략적인 공정도이다.

도 2는 본 발명의 실시예 1에서 제조된 본 칩의 사진이다.

도 3은 본 발명의 비교예 1에서 제조된 본 칩의 사진이다.

도 4는 본 발명의 실시예 2에서 제조된 본 칩의 평면(a) 및 측면(b)을 촬영한 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0022] 이하, 본 발명을 자세히 설명한다.

[0023] 본 발명에서 사용되는 모든 기술용어는, 달리 정의되지 않는 이상, 하기의 정의를 가지며 본 발명의 관련 분야에서 통상의 당업자가 일반적으로 이해하는 바와 같은 의미에 부합된다. 또한 본 명세서에는 바람직한 방법이나 시료가 기재되나, 이와 유사하거나 동등한 것들도 본 발명의 범주에 포함된다. 본 명세서에 참고문헌으로 기재되는 모든 간행물의 내용은 본 발명에 도입된다.

[0024] 용어 "약"이라는 것은 참조 양, 수준, 값, 수, 빈도, 퍼센트, 치수, 크기, 양, 중량 또는 길이에 대해 30, 25, 20, 25, 10, 9, 8, 7, 6, 5, 4, 3, 2 또는 1% 정도로 변하는 양, 수준, 값, 수, 빈도, 퍼센트, 치수, 크기, 양, 중량 또는 길이를 의미한다.

[0025] 본 명세서를 통해, 문맥에서 달리 필요하지 않으면, "포함하다" 및 "포함하는"이란 말은 제시된 단계 또는 구성요소, 또는 단계 또는 구성요소들의 군을 포함하나, 임의의 다른 단계 또는 구성요소, 또는 단계 또는 구성요소들의 군이 배제되지는 않음을 내포하는 것으로 이해하여야 한다.

[0026] 본 발명에 따른 본 칩은 베타상 트리칼슘 포스페이트의 소결체로서, 상기 베타 트리칼슘 포스페이트(β -Tricalcium phosphate) 분말은 수산화아파타이트(hydroxyapatite) 분말과 함께 골 이식재로 많이 쓰이고 있는 생체 세라믹(bio-ceramic) 분말의 한 종류이다. 상기 수산화아파타이트는 생체 내 낮은 용해성으로 인하여 계면에서 결합한 뼈가 더 이상 안으로 자라 들어가지 못해 완전히 뼈로 치환되지 못하고 끝까지 남아있는 단점이 있다.

[0027] 반면, 베타상 트리칼슘 포스페이트는 뼈와 직접 결합하는 점은 수산화아파타이트와 비슷하지만 생체 내에서 점점 용해되어 결국 없어지는 특성을 지니고 있다. 베타상 트리칼슘 포스페이트는 특히 골수복재(골의 결손 부위를 채워주는 골이식재; Bone filler)로 주로 이용된다. 골수복재용 베타 트리칼슘 포스페이트는 치밀한 벌크 형태로 이용하기도 하고, 열린 기공으로 연결된 다공성 구조나 과립의 형태로 이용하고 있다. 과립형 외 치밀한 벌크(Bulk) 형태나 다공성 구조의 베타 트리칼슘 포스페이트를 이용하기 위해서는 충분한 강도를 유지해야하므로 높은 상대밀도를 갖도록 소결시켜야 한다.

[0028] 그러나, 베타 트리칼슘 포스페이트는 소결시키기 어려운데, 그 이유는 β 상과 α 상의 동질이형을 갖기 때문이다. 즉, β 상은 저온상으로 육방정계 결정을 갖고, 이 저온상 β 상을 1100 ~ 1180℃의 온도에서 열처리하면 단사정계를 갖는 고온상 α 상으로 상전이 한다. 이 고온형 α 상은 물과 격렬히 반응하기 때문에 생체 이식체로 쓰기에는 부적합하다. 또한, 밀도가 높은 β 상에서 밀도가 낮은 α 상으로의 상전이는 소결체의 미세한 균열을 유발하여 전체적인 재료의 강도 저하를 초래한다. 상기의 이유로 인공골 재료로는 베타상 트리칼슘 포스페이트가 선호되고 있다. 그러나 베타상 트리칼슘 포스페이트나 수산화아파타이트와 베타상 트리칼슘 포스페이트 복합체의 소결체를 얻기 위해서는 상전이 온도인 1180℃ 이하에서 소결시켜야 하나, 이 온도에서는 보통 90% 이하의 상대밀도를 보이므로 고밀도 소결체를 얻기 힘들다는 문제점이 있다. 따라서, 생체 흡수성이 뛰어난 베타상 트리칼슘 포스페이트를 생체재료로 응용하기 위해서는 고밀도의 소결체를 얻는 것이 필수적이다.

[0029] 본 발명의 제1 실시형태에 따른 본 칩의 제조방법에 따르면 우선, 베타상 트리칼슘 포스페이트(이하, β -TCP ‘

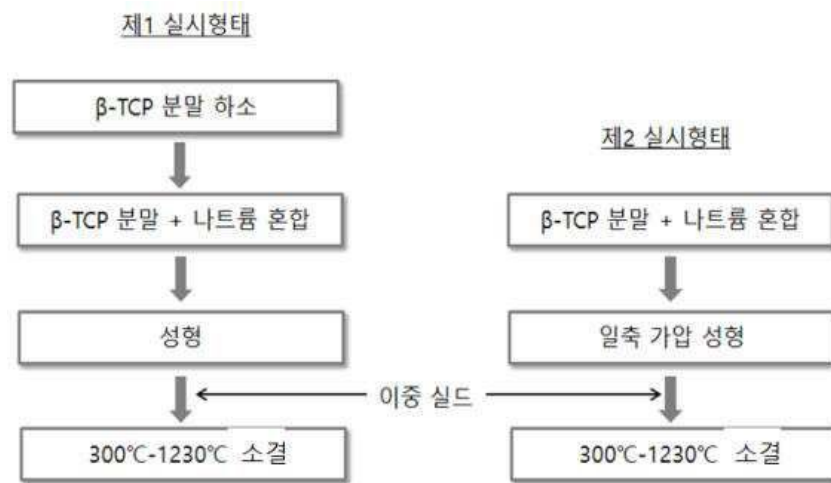
로 약칭하기도 함) 분말을 하소한다. 이와 같이 베타상 트리칼슘 포스페이트 전구체 분말을 하소처리함으로써 분산성, 강도 향상 및 감마 멸균 시 색상 변화를 조절할 수 있다. 상기 하소는 600~800℃에서 약 1~3 시간 동안 하소하는 것이 바람직하다.

- [0030] 다음으로, 상기 베타상 트리칼슘 포스페이트 분말과 나트륨을 혼합한다.
- [0031] 상기 하소 처리된 베타상 트리칼슘 포스페이트 분말과 나트륨을 볼 밀 공정을 이용하여 혼합하여 혼합물을 제조한다. 볼 밀 공정을 이용하면 분산성 향상을 통하여 강도가 증가한다.
- [0032] 상기 나트륨의 함량 및 크기를 조절하여 소결체의 기공율 및 기공크기를 조절할 수 있다.
- [0033] 다음으로, 상기 혼합물을 에틸 셀룰로오스 등과 같은 유기 바인더와 혼합하여 성형체를 제조한다. 상기 성형체는 단층 또는 다층으로 형성할 수 있고, 제조방법은 특별히 제한되지 않으며 공지의 가압 성형법에 의해 가능하다.
- [0034] 마지막으로 상기 성형체를 소결한다.
- [0035] 상기 소결은 통상의 전기로를 이용해 대기 분위기, 300℃-1230℃의 온도에서 수행한다. 바람직하게는 1단계로 100~500℃, 더욱 바람직하게는 300℃에서 2~4시간 동안 유지시키고, 2단계로 600~900℃, 더욱 바람직하게는 600℃에서 2~4시간 동안 유지시키며, 3단계로 1000~1300℃, 바람직하게는 1230℃에서 15시간 동안 유지시켜 수행되는 것이 바람직하다. 이와 같이 단계적 열처리를 하는 이유는 약 300℃에서 수분, 유기 바인더를 제거하고, 약 600℃에서 나트륨을 휘발시켜 기공을 형성하고 잔여 유기물을 제거한 후, 1230℃에서 소결과정을 통해 베타상으로 상전이한다.
- [0036] 본 발명에서는 성형체를 소결하는 과정에서 이중 실드(shield)를 통해 소결로 내부로 가스침투를 방지하고 산소의 분압과 함량을 일정하게 유지함으로써 소결과정에서 본 칩의 강도 저하 문제와 불균일한 조성 문제를 해결할 수 있다.
- [0037] 구체적으로, 상기 이중 실드를 위해 고순도 알루미늄 세라믹 보트를 이용하는 것이 바람직하다. 상기 알루미늄 세라믹 보트의 크기는 특별히 제한되지 않으며 전기로의 크기에 비례한다. 또한 조성은 바람직하게는 99% 이상, 더욱 바람직하게는 99.7% 이상의 Al_2O_3 를 함유하는 고순도 알루미늄을 사용한다.
- [0038] 이러한 이중실드 기법을 채택함으로써 소결 과정과 냉각 과정에서 외부공기 유입이 일정하게 된다. 순수한 베타상 트리칼슘 포스페이트를 제조하기 위해서는 1230℃에서 15시간 소결하는 동안의 온도 변화를 최소화하여야 하는데, 이중 실드를 이용하게 되면 성형체 표면에서의 소결 온도 또한 일정하다. 바람직한 예에서, 성형체 표면에서의 산소 분압은 대기압 기준 약 0.19~0.23 정도로 매우 일정하게 유지할 수 있다.
- [0039] 본 발명의 제2 실시형태에 따르면, 본 칩의 제조방법은 하기 단계들을 포함한다.
- [0040] β-TCP 분말과 나트륨을 혼합하는 단계;
- [0041] 상기 혼합물을 일축 가압 성형하여 성형체를 제조하는 단계; 및
- [0042] 상기 성형체를 300℃-1230℃의 온도에서 소결하는 단계;
- [0043] 상기 β-TCP 분말과 나트륨은 앞서 설명한 바와 같이, 볼밀법으로 혼합하는 것이 바람직하다.
- [0044] 본 실시 형태에서는 에틸 셀룰로오스와 같은 유기 바인더를 사용하지 않고 일축 가압 성형을 통해 성형체를 제조한다. 상기 성형은 일축 가압 성형이 가능한 몰드를 이용하며, 일반적으로 많이 사용되는 디스크형 몰드를 사용할 수 있다. 상기 성형체의 제조 시 통상의 에틸 셀룰로오스와 같은 바인더를 사용하여 겔 형태로 제조하여 틀에 찍어 내어 소결하는 경우 제조된 본 칩의 내부의 기공성 및 분산성의 저하로 인해 강도가 현저하게 감소할 수 있다. 그러나, 일축 가압 성형시에는 내부 기공을 감소시켜 강도를 향상시킬 수 있다.
- [0045] 상기 성형체를 300℃-1230℃의 온도에서 소결하는 단계 역시 앞서 제1 실시형태에서 설명한 바와 같다.

- [0046] 상술한 바에 따라 제조된 본 발명의 본 칩은 종래의 본 칩에 비해 강도가 향상되며 사용전 감마 멸균시 일정하게 색상이 변화되어 생산성이 향상될 수 있다. 제조된 본 칩에 대해서는 분쇄/기공 생성 유무 확인, 분류/중량 측정, 조음과 세척 및 pH 측정 등 적합성 여부를 확인하고 멸균한 후 보관한다.
- [0047] 이하, 본 발명을 실시예와 실험 예를 들어 상세하게 설명하기로 한다. 그러나 본 발명이 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0048] **[실시예 1] 제1 실시형태에 따른 본 칩의 제조**
- [0049] β -TCP 500g 중량%를 600℃에서 하소하고 평균입경(D50) 1-50 μm 범위의 나트륨 300g 중량%과 볼 밀법을 통해 혼합하였다. 나트륨의 pH는 6.7-7.3 범위이다. 상기 혼합물에 에틸 셀룰로오스 30g 중량%를 혼합한 후 성형체를 제조하고, 상기 성형체를 300℃에서 3시간 동안 유지시키고, 600℃에서 3시간 동안 유지시키며, 1230℃에서 15시간 동안 소결시켜 본 발명에 따른 본 칩을 제조하였다. 이 때 알루미늄 세라믹 보트를 이용하여 이중 실드를 하였다. 제조된 본 칩을 멸균한 후 사진을 촬영하여 도 2에 나타내었다.
- [0050] 여기서, 알루미늄 세라믹 보트는 도 5에 나타난 바와 같이, 높이 약 50 mm, 가로 및 세로는 약 100 mm, 200 mm의 보트를 사용하였다. 두께는 약 5 mm이다. 알루미늄 세라믹 보트는 99.7%이상의 Al2O3를 함유하는 고순도 알루미늄을 사용한다.
- [0051] **[비교예 1]**
- [0052] 상기 실시예 1에서 β -TCP 분말에 대해 하소처리를 하지 않았다는 점을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 본 칩을 제조하고, 감마 멸균하였다. 멸균 후 색상변화를 도 3에 나타내었다.
- [0053] **[실시예 2] 제2 실시형태에 따른 본 칩의 제조**
- [0054] β -TCP 분말 100g을 평균입경(D50) 1-50 μm 범위의 나트륨 60g 과 볼 밀법을 통해 혼합하였다. 나트륨의 pH는 6.7-7.3 범위이다. 상기 혼합물을 디스크형 일축 가압성형 몰드에 넣고 성형하여 성형체를 얻었다. 상기 성형체를 300℃에서 3시간 동안 유지시키고, 600℃에서 3시간 동안 유지시키며, 1230℃에서 15시간 동안 소결시켜 본 발명에 따른 본 칩을 제조하였다. 이 때 알루미늄 세라믹 보트를 이용하여 이중 실드를 하였다. 제조된 본 칩을 멸균한 후 사진을 촬영하여 도 3에 나타내었다.
- [0055] 이상의 설명은 본 발명의 기술 사상을 예시적으로 설명한 것에 불과한 것으로서, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 본 발명의 본질적인 특성에서 벗어나지 않는 범위에서 다양한 수정 및 변형이 가능할 것이다. 따라서, 본 발명에 개시된 실시예들은 본 발명의 기술 사상을 한정하기 위한 것이 아니라 설명하기 위한 것이고, 이러한 실시예에 의하여 본 발명의 기술 사상의 범위가 한정되는 것은 아니다. 본 발명의 보호 범위는 아래의 청구범위에 의하여 해석되어야 하며, 그와 동등한 범위 내에 있는 모든 기술 사상은 본 발명의 권리범위에 포함되는 것으로 해석되어야 할 것이다.

도면

도면1



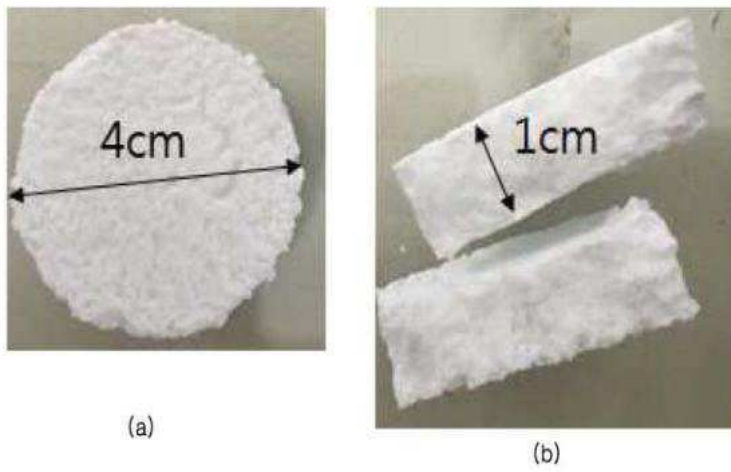
도면2



도면3



도면4



도면5

