



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2009년09월07일
(11) 등록번호 10-0915899
(24) 등록일자 2009년08월31일

(51) Int. Cl.

A61L 27/12 (2006.01) *A61C 8/00* (2006.01)

(21) 출원번호 10-2009-0008396

(22) 출원일자 2009년02월03일

심사청구일자 2009년02월03일

(56) 선행기술조사문헌

KR1020030065795 A*

KR1020050119541 A*

US5185177 A

US20060198939 A1

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

주식회사 디오

부산광역시 해운대구 우동 1464

(72) 발명자

박영민

부산광역시 남구 용호1동 하이츠자이 304동 2101호

민상호

부산광역시 동래구 사직3동 155-91번지 12동 1반

한태영

부산광역시 수영구 광안1동 상아아트빌 103동 604호

(74) 대리인

오세국

전체 청구항 수 : 총 4 항

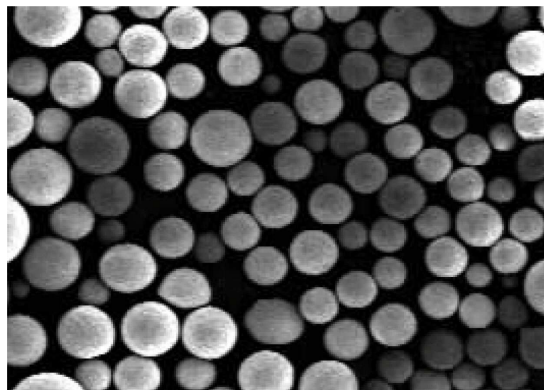
심사관 : 양경식

(54) 치아 및 임플란트 처치용 소결재와 그의 제조방법 및 사용방법

(57) 요약

본 발명은 치아의 골 결손 부위에 견고하게 흡착되어 신속하게 수복시키기 위하여 하이드록시아파타이트(hydroxyapatite), 플루오르아파타이트(fluorapatite), 알파-트리칼슘 포스페이트(alpha-tricalcium phosphate), 베타-트리칼슘 포스페이트(beta-tricalcium phosphate), 칼슘 메타포스페이트(calcium metaphosphate), 브러사이트(brushite) 및 모네타이트(monetite)를 포함하는 인산칼슘계 화합물군으로부터 선택된 하나를 고용분으로 사용하여, 3차 증류수를 분산매로 한 상태로 세라믹 소재의 비드(bead)를 사용하여 1시간 이상 48시간 이하 동안 미분쇄분산을 진행하면서 유기물 첨가제가 선택적으로 첨가되는 밀러(miller) 공정을 수행하여 제조된 슬러리(slurry)를, 고온 건조매체 중에 분무되어 순간적으로 열풍건조됨으로써 분무건조(spray drying) 처리된 구형의 과립을 열처리 및 체가름을 통하여 치밀질의 구형의 과립으로 이루어진 치아 및 임플란트 처치용 소결재를 제공한다.

대표도 - 도2



특허청구의 범위

청구항 1

공압 및 수압으로 분사됨으로써 흡착 및 이물질 제거 용도로 사용되도록,

하이드록시아파타이트(hydroxyapatite), 플루오르아파타이트(fluorapatite), 알파-트리칼슘 포스페이트(alpha-tricalcium phosphate), 베타-트리칼슘 포스페이트(beta-tricalcium phosphate), 칼슘 메타포스페이트(calcium metaphosphate), 브러사이트(brushite) 및 모네타이트(monetite)를 포함하는 인산칼슘계 화합물군으로부터 선택된 하나를 고용분으로 사용하여,

3차 증류수를 분산매로 한 상태로 세라믹 소재의 비드(bead)를 사용하여 1시간 이상 48시간 이하 동안 미분쇄분산을 진행하면서 유기물 첨가제가 선택적으로 첨가되는 밀러(miller) 공정을 수행하여 제조된 슬러리(slurry)를,

펌핑 속도가 10 ~ 50 ml/min, 처리공간의 입구 온도(inlet)가 150 ~ 220 °C, 상기 처리공간의 출구 온도(outlet)가 60 ~ 150 °C, 상기 처리공간 내부의 분무 노즐 회전속도(RPM)가 5000 ~ 12000 rpm 범위에서 분무건조(spray drying) 처리하되 상기 입구 온도가 상기 출구 온도 간의 차이를 30 °C 이상으로 유지하며, 잔류수분을 제거하는 건조 온도와 시간이 각각 50 ~ 150 °C 및 1 ~ 24 시간의 범위로 건조 처리되어 얻은 구형의 과립을 열처리 및 체가름을 통하여 평균 입경이 100 μm 이하인 치밀질의 구형의 과립으로 이루어진 치아 및 임플란트 처치용 소결재.

청구항 2

삭제

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 유기물 첨가제는

PVA(polyvinyl alcohol), MC(methyle cellulose), CMC(carboxy methyle cellulose), 아크릴계 이멀전(emulsion) 및 왁스계 이멀전 중 하나로 이루어지되 상기 고용분 100 중량%를 기준으로 1 ~ 30 중량% 범위의 결합제와,

PEG(polyethylene glycol)계, 글리세린(glycerin), DBP(dibutylphthalate) 및 플로필렌그리콜(propylene glycol) 중 하나로 이루어지되 상기 결합제의 100 중량%를 기준으로 0.1 ~ 50 중량% 범위의 가소제와,

폴리카르복산계(poly carboxylic acid-base), 나프탈렌술폰산(naphthalenesulfonic acid)의 포르마린(formalin)축합계, 인산염(phosphate), 인산착염 및 아민계 중 하나로 이루어지되 상기 고용분 100 중량%를 기준으로 0.1 ~ 10%의 범위의 분산제와, 상기 고용분 100 중량%를 기준으로 0.1 ~ 10% 범위의 실리콘계 및 비실리콘계의 소포제를 포함하여 이루어짐을 특징으로 하는 치아 및 임플란트 처치용 소결재.

청구항 4

상기 제 1 항의 치아 및 임플란트 처치용 소결재를 치과용 연마기에 충전하는 단계; 및

상기 치과용 연마기를 사용하여 상기 치아 및 임플란트 처치용 소결재를 처치대상 치아 및 임플란트 부위에 공압 및 수압으로 동시에 분사하는 단계를 포함하여 이루어지는 치아 및 임플란트 처치용 소결재의 사용방법.

청구항 5

공압 및 수압으로 분사됨으로써 흡착 및 이물질 제거 용도로 사용되는 치아 및 임플란트 처치용 소결재를 제조하기 위하여,

인산칼슘계 화합물군으로부터 선택된 1종의 고용분과 3차 증류수의 분산매로 이루어진 처리 재료를 세라믹 분체의 비드(bead)와 교반 혼합하여 1시간 이상 48시간 이하 동안 미분쇄분산하는 제 1 단계;

상기 제 1 단계의 미분쇄분산을 진행하면서 유기물 첨가제가 선택적으로 첨가되어 슬러리화되는 제 2 단계;

상기 제 2 단계로 제조된 슬러리가 미립자화되어 분무건조 처리되도록, 상기 슬러리의 펌핑 속도가 10 ~ 50 ml/min, 처리공간의 입구 온도(inlet)가 150 ~ 220 °C, 상기 처리공간의 출구 온도(outlet)가 60 ~ 150 °C, 상기 처리공간 내부의 분무 노즐 회전속도(RPM)가 5000 ~ 12000 rpm 범위에서 분무건조(spray drying) 처리하되 상기 입구 온도가 상기 출구 온도 간의 차이를 30 °C 이상으로 유지하며, 잔류수분을 제거하는 건조 온도와 시간이 각각 50 ~ 150 °C 및 1 ~ 24 시간의 범위로 건조 처리됨으로써 평균 입경이 100 μm 이하인 치밀질의 인산 칼슘계 과립으로 구형화되는 제 3 단계; 및

상기 제 3 단계로 제조된 구형의 과립을 전기로에 투입하여 700 ~ 1100°C 의 온도 조건에서 열처리하여 치밀화한 후 체가름을 통해서 선택적으로 입도를 분류하는 제 4 단계를 포함하여 이루어지는 치아 및 임플란트 처치용 소결재의 제조방법.

명세서

발명의 상세한 설명

기술 분야

- <1> 본 발명은 치아 및 임플란트 처치용 소결재와 그의 제조방법 및 사용방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 인산칼슘계 화합물을 이용하여 제조되며 공압분사기를 사용하여 치아의 골 결손 부위에 견고하게 흡착되어 신속하게 수복시키는 기능과 치과용 임플란트 주위염을 제거하는 기능을 가진 치아 및 임플란트 처치용 소결재와 그의 제조방법 및 사용방법에 관한 것이다.

배경 기술

- <2> 일반적으로, 치아 및 임플란트 처치용 소결재는 치아의 지각과민증의 완화, 임플란트 주위 염증 제거 및 임플란트 주위 염증성 육아조직 제거 등의 치아 및 임플란트 처치 작업에 사용되는 분말을 말한다.
- <3> 여기서, 상기 지각과민증은 상아질 과민증, 과민치아, 시린치아라고도 하며, 잇몸이 퇴축되어 치경부(cervical portions)가 노출되어 발생되거나, 잘못된 잇솔질법이나 치주질환 자체, 스케일링 혹은 치주치료 후에 발생할 수 있다.
- <4> 또한, 치경부에는 백악질이 얇거나(20 내지 50 마이크로미터) 아예 결손되어 있는 경우가 있는데, 이때, 백악질에는 치수로부터 상아세관이 치아표면에 매우 가까이 위치해 있어 백악질이 결손되면 치아 표면에 노출되어 지각과민증이 발생되기도 한다.
- <5> 더욱이, 상기 지각과민증은 어떤 자극(물리적, 화학적, 열적)에 의해 상아세관 내부의 액체가 빠르게 움직이면 이것이 치수의 신경말단부를 자극하여 발생되기도 하며, 충치 제거를 위해 치아를 깎는 경우에 잇몸이 좋지 않아 치근이 드러나 치근의 상아질이 노출되는 경우에도 발생된다.
- <6> 그리고, 상기 임플란트 주위염은 미생물이 침착되는 것이 치아에서와 같은 패턴을 가지는 임플란트 주변조직에 있어서 지지를 하는 골조직의 손실을 동반한 염증성 반응을 통칭하는 것으로서, 성인의 만성치주염과 유사한 특징을 가지며, 임플란트 주변 조직에 세균으로 야기된 파괴로 인하여 발생되며, 임플란트 주변 부위가 붕괴됨에 따라 복잡한 미생물군이 형성되어 염증이 발생된다.
- <7> 또한, 상기 임플란트 주위 염증성 육아조직은 괴사조직을 분리 제거하거나 상처로 인한 결손부를 메우거나 이물질을 배제하기 위해서 조직학적으로 모세혈관이 풍부한 새로운 결합조직인 육아조직의 주위에 발생하는 염증으로 그 부분뿐만 아니라 주위에 까지 감염되므로 반드시 제거가 필요하다.
- <8> 한편, 도 1은 종래의 치아 및 임플란트 처치용 소결재로 사용되는 소듐 바이카보네이트 과립의 주사 전자 현미경 사진이다.
- <9> 도 1에서 보는 바와 같이, 종래의 이러한 치아 및 임플란트 처치용 소결재는 탄산수소나트륨(sodium bicarbonate, NaHCO₃)의 분말이 사용되고 있다.
- <10> 그러나, 이러한 탄산수소나트륨의 과립은 백색의 결정덩어리 또는 결정성분말로 형태가 불균일하게 형성됨으로써, 입자 상호 간의 접촉 표면적이 증가되고 수분이 흡착되면 용해가 일어나기 때문에 입자끼리 쉽게 응집되므로, 응집된 입자덩어리가 공기압 분사기 노즐을 통과할 때 잦은 막힘 현상을 발생시키는 시술 상의 문제점은 물론, 치석 제거나 임플란트 주위 염증제거시 잔류하게 되면 잔류된 주위 조직들은 이물질 반응을 보이고, 인체의

정량적 pH보다 높은 pH증가로 인해 신생골 형성을 방해하는 문제점이 있었다.

<11> 또한, 소듐 바이카보네이트는 나트륨이 주 성분으로 구성되어 있기 때문에 염분섭취 주의를 요하는 환자에게는 사용할 수 없는 문제점이 있었다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

<12> 본 발명은 상기의 문제점을 해결하기 위해서 인산칼슘계 화합물을 이용하여 제조되며 공압분사기를 사용하여 치아의 골 결손 부위에 견고하게 흡착되어 신속하게 수복시키는 기능과 치과용 임플란트 주위염을 제거하는 기능을 가진 치아 및 임플란트 처치용 소결재와 그의 제조방법 및 사용방법을 제공하는 것을 해결하고자 하는 과제로 한다.

과제 해결수단

<13> 본 발명은 상기의 과제를 해결하기 위하여 공압 및 수압으로 분사됨으로써 흡착 및 이물질 제거 용도로 사용되도록, 하이드록시아파타이트(hydroxyapatite), 플루오로아파타이트(fluorapatite), 알파-트리칼슘 포스페이트(alpha-tricalcium phosphate), 베타-트리칼슘 포스페이트(beta-tricalcium phosphate), 칼슘 메타포스페이트(calcium metaphosphate), 브러사이트(brushite) 및 모네타이트(monetite)를 포함하는 인산칼슘계 화합물군으로부터 선택된 하나를 고용분으로 사용하여, 3차 증류수를 분산매로 한 상태로 세라믹 소재의 비드(bead)를 사용하여 1시간 이상 48시간 이하 동안 미분쇄분산을 진행하면서 유기물 첨가제가 선택적으로 첨가되는 밀러(miller) 공정을 수행하여 제조된 슬러리(slurry)를, 펌핑 속도가 10 ~ 50 ml/min, 처리공간의 입구 온도(inlet)가 150 ~ 220 °C, 상기 처리공간의 출구 온도(outlet)가 60 ~ 150 °C, 상기 처리공간 내부의 분무 노즐 회전속도(RPM)가 5000 ~ 12000 rpm 범위에서 분무건조(spray drying) 처리하되 상기 입구 온도가 상기 출구 온도 간의 차이를 30 °C 이상으로 유지하며, 잔류수분을 제거하는 건조 온도와 시간이 각각 50 ~ 150 °C 및 1 ~ 24 시간의 범위로 건조 처리되어 얻은 구형의 과립을 열처리 및 체가름을 통하여 평균 입경이 100 μm 이하인 치밀질의 구형의 과립으로 이루어진 치아 및 임플란트 처치용 소결재를 제공한다.

<14> 여기서, 상기 분무건조 처리는 상기 슬러리의 펌핑 속도가 10 ~ 50 ml/min, 처리공간의 입구 온도(inlet)가 150 ~ 220 °C, 상기 처리공간의 출구 온도(outlet)가 60 ~ 150 °C, 상기 처리공간 내부의 분무 노즐 회전속도(RPM)가 5000 ~ 12000 rpm, 잔류수분을 제거하는 건조 온도와 시간이 각각 50 ~ 150 °C 및 1 ~ 24 시간의 범위로 이루어진 것이 바람직하다. 또한, 상기 유기물 첨가제는 PVA(polyvinyl alcohol), MC(methyle cellulose), CMC(carboxy methyle cellulose), 아크릴계 이멀전(emulsion) 및 왁스계 이멀전 중 하나로 이루어지되 상기 고용분 100 중량%를 기준으로 1 ~ 30 중량% 범위의 결합제와, PEG(polyethylene glycol)계, 글리세린(glycerin), DBP(dibutylphthalate) 및 플로필렌그리콜(propylene glycol) 중 하나로 이루어지되 상기 결합제의 100 중량%를 기준으로 0.1 ~ 50 중량% 범위의 가소제와, 폴리카르본산계(poly carboxylic acid-base), 나프탈렌술폰산(naphthalenesulfonic acid)의 포르마린(formalin)축합계, 인산염(phosphate), 인산착염 및 아민계 중 하나로 이루어지되 상기 고용분 100 중량%를 기준으로 0.1 ~ 10%의 범위의 분산제와, 상기 고용분 100 중량%를 기준으로 0.1 ~ 10% 범위의 실리콘계 및 비실리콘계의 소포제를 포함하여 이루어짐이 바람직하다.

<15> 한편, 상기 제 1 항의 치아 및 임플란트 처치용 소결재를 치과용 연마기에 충전하는 단계; 및 상기 치과용 연마기를 사용하여 상기 치아 및 임플란트 처치용 소결재를 처치대상 치아 및 임플란트 부위에 공압 및 수압으로 동시에 분사하는 단계를 포함하여 이루어지는 치아 및 임플란트 처치용 소결재의 사용방법이 제공된다.

<16> 한편, 공압 및 수압으로 분사됨으로써 흡착 및 이물질 제거 용도로 사용되는 치아 및 임플란트 처치용 소결재를 제조하기 위하여, 인산칼슘계 화합물군으로부터 선택된 1종의 고용분과 3차 증류수의 분산매로 이루어진 처리 재료를 세라믹 분체의 비드(bead)와 교반 혼합하여 1시간 이상 48시간 이하 동안 미분쇄분산하는 제 1 단계; 상기 제 1 단계의 미분쇄분산을 진행하면서 유기물 첨가제가 선택적으로 첨가되어 슬러리화되는 제 2 단계; 상기 제 2 단계로 제조된 슬러리가 미립자화되어 분무건조 처리되도록, 상기 슬러리의 펌핑 속도가 10 ~ 50 ml/min, 처리공간의 입구 온도(inlet)가 150 ~ 220 °C, 상기 처리공간의 출구 온도(outlet)가 60 ~ 150 °C, 상기 처리공간 내부의 분무 노즐 회전속도(RPM)가 5000 ~ 12000 rpm 범위에서 분무건조(spray drying) 처리하되 상기 입구 온도가 상기 출구 온도 간의 차이를 30 °C 이상으로 유지하며, 잔류수분을 제거하는 건조 온도와 시간이 각각 50 ~ 150 °C 및 1 ~ 24 시간의 범위로 건조 처리됨으로써 평균 입경이 100 μm 이하인 치밀질의 인산칼슘계 과립으로 구형화되는 제 3 단계; 및 상기 제 3 단계로 제조된 구형의 과립을 전기로에 투입하여 700 ~ 1100°C

의 온도 조건에서 열처리하여 치밀화한 후 체가름을 통해서 선택적으로 입도를 분류하는 제 4 단계를 포함하여 이루어지는 치아 및 임플란트 처치용 소결재의 제조방법을 제공한다.

효 과

- <17> 첫째, 본 발명의 치아 및 임플란트 처치용 소결재는 인산칼슘계 화합물을 이용하여 제조되는 과립이 미분쇄분산, 분무건조 및 열처리의 과정을 통해 치밀질의 구형으로 구비됨으로써, 기존의 소결재 대비 입자 상호간의 접촉 면적을 최소화할 수 있다. 또한, 유동성이 뛰어나기 때문에 공압 분사 연마시 노즐 막힘을 방지하고, 치밀도가 높기 때문에 수분 흡착에 의한 응집을 방지할 수 있으며 자연골과 동일한 성분으로 되어 있기 때문에 생체활성이 뛰어나고 안전하여 골수복 능력이 현저히 향상될 수 있다.
- <18> 둘째, 본 발명의 치아 및 임플란트 처치용 소결재는 분무건조 처리가 입구온도, 출구온도, 분무 노즐 회전속도 및 잔류수분 제거의 온도, 시간을 일정한 범위로 한정시킴으로써 치밀질의 구형의 과립을 얻을 수 있다.
- <19> 셋째, 본 발명의 치아 및 임플란트 처치용 소결재는 미분쇄분산의 과정에 결합제, 가소제, 분산제 및 소포제의 유기물 첨가제가 혼합됨으로써, 분산성이 양호하고 안정된 슬러리가 제조되어 치과용으로 적합한 기능을 가지면서 수율이 현저히 향상될 수 있는 과립을 만들기 위한 양호한 조건을 제공한다.
- <20> 넷째, 본 발명에 따른 제조방법에 의해 실질적으로 평균입도 35 μm 와 평균입도 60 μm의 치아용과 임플란트용으로 구분되어 제조됨으로써, 사용 범위가 넓고 분사 강도를 달리하여 지각과민증을 완화하거나 치석, 임플란트의 주위 염증 조직 및 염증성 육아 조직을 제거하도록 병행하여 사용되므로 편리하게 사용될 수 있다.
- <21> 다섯째, 본 발명의 치아 및 임플란트 처치용 소결재는 생체활성을 나타내고 생체친화적인 무독성의 인산칼슘계 화합물의 치밀한 구형으로 되어있기 때문에 기존의 이물질 제거에만 사용되던 탄산수소나트륨 분말과는 달리 분사 강도를 조절하여 골수복을 위한 흡착작업과 치아의 치석 및 임플란트 주위의 염증 조직 등의 이물질 제거작업을 병행하여 실시할 수 있는 이점이 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

- <22> 이하, 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 치아 및 임플란트 처치용 소결재를 상세히 설명한다.
- <23> 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 치아 및 임플란트 처치용 소결재는 하이드록시아파타이트(hydroxyapatite, $(Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2)$), 플루오르아파타이트(fluorapatite, $(Ca_{10}(PO_4)_6F_2)$), 알파-트리칼슘 포스페이트(alpha-tricalcium phosphate, $\alpha-Ca_3(PO_4)_2$), 베타-트리칼슘 포스페이트(beta-tricalcium phosphate, $\beta-Ca_3(PO_4)_2$), 칼슘 메타포스페이트(calcium metaphosphate, $[Ca(PO_3)_2]_n$), 브러사이트(brushite, $(CaHPO_4 \cdot 2H_2O)$) 및 모네타이트(monetite, $CaHPO_4$)를 포함하는 인산칼슘계 화합물군으로부터 선택된 하나를 고용분으로 사용하여, 3차 증류수를 분산매로 한 상태로 세라믹 소재의 비드(bead)를 사용하여 1시간 이상 48시간 이하 동안 미분쇄분산을 진행하면서 유기물 첨가제가 선택적으로 첨가되는 밀러(miller) 공정을 수행하여 제조된 슬러리(slurry)를, 고온 건조매체 중에 분무되어 고속 건조됨으로써 분무건조(spray drying) 처리되어 구형의 과립으로 이루어진다.
- <24> 상기와 같이 제조된 과립들은 열처리를 통하여 포함하고 있던 유기물 첨가제들을 전부 제거하고, 치밀한 과립으로 재생성된다. 또한, 체가름을 통해서 선택적으로 입도를 분류하여 원하는 크기의 과립을 사용하도록 한다.
- <25> 여기서, 상기 인산칼슘계는 자체의 생체 적합성과 무독성으로 인하여 몸 안에 직접 적용할 수 있는데, 특히, 생체적합 골 형성 유도능력이 우수하며 치아와 같은 경조직(hard tissue)과 화학적으로 유사한 특성을 나타내므로 치아의 골 결손 부위에 흡착될 경우 상기 경조직과 강한 결합을 나타낸다.
- <26> 또한, 상기 인산칼슘계 화합물군은 골모 세포와 반응하여 신생골을 만들어 낼 때 생체흡수성의 인산칼슘계 화합물이 신생골의 무기질 성분을 공급해 주는 성장 인자(growth factor)역할을 할 수 있으므로 신속하게 골수복되는 이점이 있다.
- <27> 더욱이, 상기 밀러(miller) 공정을 수행하는 장치는 어트리션 밀러(attrition miller), 비드 밀러(bead miller) 및 볼밀링(ball milling)가 사용되는데, 이러한 미분쇄분산 장치는 분쇄 매체(비드)를 이용해서 상기 고용분을 3차 증류수에 혼합한 처리 재료 중의 상기 고용분을 미분쇄하여 상기 분산매인 증류수에 분산한다.
- <28> 이를 위해서, 상기 비드는 세라믹 분체로서 알루미나(alumina) 소재 또는 지르코니아(zirconia) 소재로 0.1 mm 이상 10mm 이하의 입경을 갖는 분체를 사용하는 것이 바람직하다.

- <29> 여기서, 상기 비드의 입경이 0.1 mm 미만이면 분쇄 매체의 분리가 용이하지 않으며, 상기 비드의 입경이 10mm 초과하면 분쇄 매체 간의 공극율이 커져 서브미크론 레벨까지의 미분쇄가 어렵게 된다.
- <30> 또한, 상기 증류수의 사용으로 상기 고용분과 상기 증류수의 현탁액에는 불순물을 포함하지 않게 된다.
- <31> 더욱이, 상기 고용분은 상기 분산매에 대한 인산칼슘계 화합물의 농도를 말하는데, 여기서는 상기 증류수와 상기 인산칼슘계 화합물의 혼합액을 100 중량%로 할 때 상기 인산칼슘계 화합물의 중량%를 말한다.
- <32> 여기서, 상기 고용분과 상기 분산매의 중량 비율은 분무건조가 원활하게 수행되게 하는 슬러리의 수분 함유량 (water content)이 50 ~ 90% 인 것을 감안하여 선택적으로 사용한다. 예를 들어, 상기 고용분과 상기 분산매의 현탁액이 100 중량% 이면 상기 고용분이 50 중량%를 가지고 상기 분산매가 50 중량%를 갖는 것이고, 상기 고용분이 30 중량%를 가지고 상기 분산매가 70 중량%를 갖는 것이다.
- <33> 즉, 상기 고용분은 상기 밀러 공정을 통해 상기 비드와 함께 상기 처리 재료를 교반하고 회전에 의한 전단 작용으로 상기 고체 입자를 분쇄해서 상기 분산매에 분산시킴으로써 실질적으로 서브미크론(submicron) 레벨까지 미립자화된 입자를 얻을 수 있다.
- <34> 더욱이, 상기 분무건조 처리를 수행하는 분무건조법은 과립을 제조하기 위한 방법으로서 미분쇄분산되는 상기 처리 재료에 후술하는 유기물 첨가제를 혼합하여 슬러리를 제조하고, 제조된 상기 슬러리가 열풍 중에 액적 상태로 변환되면 분무 건조기를 이용하여 분무하고 건조하여 과립을 제조하는 것이다.
- <35> 즉, 분무건조법은 인산칼슘계 화합물의 고용분과 물의 분산매로 이루어진 액체의 상기 처리 재료를 안개와 같은 미세한 액적으로 만들어 처리 재료의 표면적으로 증가시키고 처리 공간 내부에 150 ℃ 이상의 뜨거운 열풍을 불어 넣어 액적의 수분 증발에 필요한 열을 공급함으로써, 순식간에 공기를 함유한 상태의 고온 구형의 과립 상태로 건조시키는 것이다.
- <36> 여기서, 상기 인산칼슘계 과립은 인산칼슘계 화합물을 함유하는 슬러리를 분무하여 액적을 형성할 때, 이러한 액적은 표면 장력에 의해 구형의 형상을 나타내게 되며, 분무된 액적으로 열풍 건조 등의 방법으로 건조함으로써, 구형 입자를 형성하게 된다. 이때, 분무건조 처리를 위한 분무건조기의 운전(setting) 조건이 과립의 입자 형태를 구형으로 결정하는 중요한 요소가 되는데, 이에 대해서는 후술한다.
- <37> 한편, 상기 분무건조 처리는 상기 슬러리의 펌핑 속도가 10 ~ 50 ml/min, 처리공간의 입구 온도가 150 ~ 220 ℃, 상기 처리공간의 출구 온도가 60 ~ 150 ℃, 상기 처리공간 내부의 분무 노즐 회전속도(RPM)가 5000 ~ 12000 rpm, 잔류수분을 제거하는 건조 온도와 시간이 각각 50 ~ 150 ℃ 및 1 ~ 24 시간의 범위로 이루어진 것이 바람직하다.
- <38> 여기서, 상기 분무건조 처리되는 분무건조기(spray dryer)는 고속으로 회전하는 원반의 중심에 액적을 공급하면 원심력에 의해 원반의 주변에서 미립화시키는 회전 분무기(rotary atomizer)가 구비된다.
- <39> 물론, 상기 분무기는 압력 노즐 분무기(pressure nozzle atomizer)나 이중 유동 분무기(two fluid atomizer)가 사용되는 것도 가능하다.
- <40> 또한, 상술한 상기 분무건조 처리를 위한 상기 분무건조기(spray dryer)의 운전(setting) 조건은 상기 치아 및 임플란트 처치용 소결재로 적합한 1 이상 100 마이크로미터(μm)의 입경을 가지는 과립을 구형으로 얻기 위함이다. 더욱 바람직하게는 치아용은 20 ~ 45 마이크로미터의 입도를 가지도록 제조되며, 임플란트용은 45 ~ 75 마이크로미터의 입도를 가지도록 제조되는데, 이는 상기의 분무 노즐의 회전속도와 관련이 있다.
- <41> 또한, 상기 슬러리의 펌핑 속도는 상기 슬러리의 공급량을 조절하는 것으로써, 과립의 입도 및 수분량과 관계가 있다. 따라서, 상기 슬러리의 펌핑 속도가 10 이상 50 ml/min 이하의 범위를 갖는 것이 상기 과립의 입경이 1 마이크로미터 이상 100 마이크로미터 이하의 입경을 가지는 과립을 제조하기에 유리하다.
- <42> 더욱이, 상기 처리공간은 분무건조가 일어나는 공간을 말하며, 상기 입구온도 및 출구온도는 주로 과립의 수분 함량과 관계가 있으며, 또한 과립의 겉보기 밀도와 관계가 깊다.
- <43> 여기서, 상기 입구 온도가 150 ~ 220 ℃, 상기 출구 온도가 60 ~ 150 ℃ 인 것이 바람직한데, 상기 입구 온도가 220 ℃를 초과하면 분무 직후의 슬러리 액적이 급격하게 건조되어 표면이 고화되면서 과립이 팽창하여 조립이 많아지므로 치아 및 임플란트 처치용 소결재로 적합하지 않다. 또한, 상기 입구온도와 상기 출구온도는 그들의 차이가 작으면 과립의 수분량이 많아지므로 적어도 30 ℃ 이상의 차이를 가지는 것이 바람직하다.

- <44> 그리고, 상기 처리공간 내부의 분무 노즐 회전속도(RPM)가 5000 ~ 12000 rpm인 것이 상기 치아 및 임플란트 처치용 소결재의 입자가 구형으로 형성되는데 결정적인 역할을 한다.
- <45> 또한, 잔류수분을 제거하는 건조 온도와 시간이 각각 50 ~ 150 °C 및 1 ~ 24 시간의 범위로 이루어진 것이 상기 과립이 치아 및 임플란트 처치용 소결재로 적합한 입경, 입도분포를 가지게 한다.
- <46> 즉, 상기의 분무처리기(spray dryer)의 운전 조건에서 구형의 입자가 형성됨을 실험적으로 알 수 있었으며, 특히, 상기 분무 노즐 회전속도로 인한 회전력의 증감에 의해 분무되는 입자의 크기를 결정하고 상기의 조건 내에서 회전하면서 상기 슬러리를 분무시킴으로써 구형의 입자를 갖는 과립이 형성되었다.
- <47> 이를 통하여, 본 발명의 치아 및 임플란트 처치용 소결재는 분무건조 처리가 입구온도, 출구온도, 분무 노즐 회전속도 및 잔류수분 제거의 온도, 시간을 일정한 범위로 한정시킴으로써 구형의 과립을 얻을 수 있다.
- <48> 또한, 분무건조 처리 이후 형성된 과립을 가스 분위기(질소 또는 아르곤) 전기로나 일반 전기를 사용하여 상전이가 일어나지 않는 범위내에서 열처리 함으로써, 과립 형성시 사용된 각종 유기물들이 제거되고, 더욱 치밀한 구형으로 제조되어 치아 및 임플란트 처치용 소결재로 사용되어진다. 기능에 맞는 과립 크기의 구분은 체가름법에 의해서 선택적으로 분류된다.
- <49> 통상적으로, 상기 치아 및 임플란트 처치용 소결재는 치아의 표면을 이루는 에나멜질이 스케링, 치주염, 치은퇴축, 치아 흔들림 등에 의해 결손되어 내측의 상아질의 상아세관이 외부에 노출되어 지각과민증 등을 유발하는 미세한 기공을 메우기 위해서 사용된다.
- <50> 이때, 상기 치아 및 임플란트 처치용 소결재는 공기압 분사기에서 분출될 때 노즐 막힘을 최소화하기 위해서 유동성이 좋은 치밀한 구형의 과립형으로 제조되었으며, 노출된 상아세관에 견고하게 흡착되어 인산칼슘계 화합물로 제조된 소결재가 신생골 유도 성장 인자로 작용하여 골 결손 부위를 빠르게 수복시키는 기능을 가지고 있다.
- <51> 따라서, 본 발명의 치아 및 임플란트 처치용 소결재는 인산칼슘계 화합물을 이용하여 제조되는 과립이 미분쇄분산과 분무건조의 과정을 통해 구형으로 구비됨으로써, 기존의 소결재 대비 입자 상호간의 접촉 면적을 최소화하였다. 또한, 유동성이 뛰어나기 때문에 공압 분사 연마시 노즐 막힘을 최소화 시켰고, 치밀도가 높기 때문에 수분 흡착에 의한 응집을 방지할 수 있으며 자연골과 동일한 성분으로 되어 있기 때문에 생체활성이 뛰어나고 안전하여 골수복 능력이 향상될 수 있다.
- <52> 한편, 상기 유기물 첨가제는 PVA(polyvinyl alcohol), MC(methyle cellulose), CMC(carboxy methyle cellulose), 아크릴계 이멀전(emulsion) 및 왁스계 이멀전 중 하나로 이루어지되 상기 인산칼슘계 화합물의 고용분 100 중량%를 기준으로 1 ~ 30 중량% 범위의 결합제와, PEG(polyethylene glycol)계, 글리세린(glycerin), DBP(dibutylphthalate) 및 프로필렌그리콜(propylene glycol) 중 하나로 이루어지되 상기 결합제의 100 중량%를 기준으로 0.1 ~ 50 중량% 범위의 가소제와, 폴리카르본산계(poly carboxylic acid-base), 나프탈렌술폰산(naphthalenesulfonic acid)의 포르마린(formalin)축합계, 인산염(phosphate), 인산착염 및 아민계 중 하나로 이루어지되 상기 인산칼슘계 화합물의 고용분 100 중량%를 기준으로 0.1 ~ 10%의 범위의 분산제와, 상기 고용분 100 중량%를 기준으로 0.1 ~ 10% 범위의 실리콘계 및 비실리콘계의 소포제를 포함하여 이루어짐이 바람직하다.
- <53> 여기서, 상술한 유기물 첨가제는 상기 인산칼슘계 화합물로 제조되는 과립에 필요되는 기능을 부여하기 위해 첨가된다.
- <54> 또한, 상기 결합제(binder)는 과립화되는 치아 및 임플란트 처치용 소결재의 강도를 결정한다. 상술한 종류의 결합제는 소량첨가로도 효과가 있으며, 상기 세라믹 분체의 비드와 반응하지 않고, 물 또는 용매에 잘 녹아 이멀션(emulsion)으로 투입가능하며, 산화, 비산화 분위기 중 비교적 저온에서 완전히 분해 휘발하며, 분해 휘발한 후 회분은 0이며, 혹시 약간 남더라도 알칼리류(Na, K)나 중금속(Fe, Ni, Co, Cr)성분을 함유하지 않고, 분해가스가 독성이나 강산, 강알칼리성이 아니며, 습기에 민감하지 않으므로 결합제로서 바람직하다.
- <55> 여기서, 상기 결합제가 상기 인산칼슘계 화합물의 고용분 100 중량%를 기준으로 1 ~ 30 중량% 범위로 이루어지는데, 상기 결합제가 1 중량% 미만이면 상기 치아 및 임플란트 처치용 소결재의 강도가 떨어지므로 치석 등을 제거하는 제거제로 기능할 수 없으며, 상기 결합제가 30 중량%를 초과하면 과립이 너무 딱딱하게 되어 골수복제로서의 흡착력이 저하된다.
- <56> 더욱이, 상술한 종류의 가소제는 적은 힘으로 소성변형을 일으키는 성질로 상기 결합제에 첨가하여 결합제의 유리전이온도(Tg)를 저하시키고, 부드럽게 하여 성형을 용이하게 한다.

- <57> 여기서, 상기 가소제는 상기 결합체의 100 중량%를 기준으로 0.1 ~ 50 중량% 범위로 이루어지는데, 상기 가소제가 0.1 중량% 미만이면 고온에서 성형가공이 용이하지 않으므로 수율이 떨어지며, 상기 가소제가 50 중량% 초과하면 강도가 떨어지므로 골수복재로 적합하지 않다.
- <58> 그리고, 상기 분산제는 상기 고용분이 미분쇄되어 수 마이크로미터의 직경을 갖는 입자들이 분산되어 슬러리가 되도록 한다. 상술한 종류의 분산제는 상기 슬러리의 안정성을 유지하기 위해서 사용되는데, 성형체를 소성하였을 때, 상기 분산제가 과립 중에 잔류하지 않으며, 분산제의 분해나 연소가 급격히 일어나지 않고 스무스(smooth)하게 제거된다.
- <59> 여기서, 상기 분산제는 상기 인산칼슘계 화합물의 고용분 100 중량%를 기준으로 0.1 ~ 10%의 범위로 이루어지는데, 상기 분산제가 0.1 중량% 미만이면 분산 효율이 떨어지므로 균질한 소결체를 얻기가 힘들며, 상기 분산제가 10 중량%를 초과하면 상기 슬러리의 안정성이 떨어지므로 소결체의 수율이 떨어지게 된다.
- <60> 또한, 상기 소포제는 상기 소결체의 발포를 방지하는 기능을 하며, 상기 인산칼슘계 화합물의 고용분 100 중량%를 기준으로 0.1 ~ 10% 범위로 이루어짐이 바람직하다.
- <61> 따라서, 본 발명의 치아 및 임플란트 처치용 소결체는 미분쇄분산의 과정에 결합제, 가소제, 분산제 및 소포제의 유기물 첨가제가 혼합됨으로써, 분산성이 양호하고 안정된 슬러리가 제조되어 치과용으로 적합한 기능을 가지면서 수율이 현저히 향상될 수 있다.
- <62> 도 2는 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 치아 및 임플란트 처치용 소결체의 주사 전자 현미경 사진이다.
- <63> 이는 본 발명의 실시예에 따라 상기 인산칼슘계 화합물군 중에서 베타-트리칼슘 포스페이트(beta-tricalcium phosphate, β -Ca₃(PO₄)₂)를 이용하여 제조된 상기 치아 및 임플란트 처치용 소결체의 미세조직을 나타낸다. 성분은 상기 베타-트리칼슘 포스페이트가 총중량을 기준으로 98 중량% 이상을 가지며, 기타는 수분이 함유되어 있다. 평균 입도는 치아 부위에 사용되는 용도로 35 마이크로미터(20 ~ 45 마이크로미터)의 크기를 갖거나 임플란트 주위 조직에 사용되는 용도로 60 마이크로미터(45 ~ 75 마이크로미터)의 크기를 갖는다.
- <64> 여기서, 전체 입자들이 균일하게 분포되면서 구형으로 형성된 것을 알 수 있다.
- <65> 도 3은 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 치아 및 임플란트 처치용 소결체가 치아의 노출된 상아세관에 처리되기 전(before)과 처리된 후(after)를 나타낸 주사 전자 현미경(SEM) 사진이다.
- <66> 먼저, 잇몸과 에나멜질 하층의 상아질의 사이에 에나멜질이 결손되면 백악질 내층의 상아세관이 노출되어 지각과민증이 나타나는데, 이러한 지각과민증을 완화시키고 골수복시키기 위해 본 발명에 따른 치아 및 임플란트 처치용 소결체가 사용된다.
- <67> 도 3에서 보는 바와 같이, 본 발명의 치아 및 임플란트 처치용 소결체가 처리되기 전(before)에는 상아세관(31)이 노출되어 치아가 시린 지각과민증을 유발한다.
- <68> 또한, 본 발명의 소결체가 처리된 후(after)에는 상아세관(31)이 상기 소결체에 의해 가려지게 되는 흰 부분으로 상아세관에 견고하게 흡착되어 지각과민증이 완화된 것을 나타낸다.
- <69> 여기서, 본 발명의 소결체가 상아세관(31)에 빈틈없이 치밀하게 흡착됨을 알 수 있다.
- <70> 도 4는 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 치아 및 임플란트 처치용 소결체가 임플란트 주위의 염증을 제거하기 전과 제거한 후를 나타낸 주사 전자 현미경 사진이다.
- <71> 도 4에서 보는 바와 같이, 본 발명의 소결체가 임플란트 주위 염증 조직에 처리 전(before)에는 조직 표면이 거칠게 형성되는 염증으로 주위 조직까지 거친 표면으로 나타난다.
- <72> 또한, 본 발명의 소결체가 임플란트 주위 염증 조직을 제거한 후(after)에는 조직 표면이 한결 부드러워지며 고른 분포로 나타난다. 더욱이, 본 발명의 소결체는 임플란트 주위 표면에 남아서 성장 인자로 작용한다.
- <73> 여기서, 본 발명의 소결체는 임플란트 주위 염증 제거에 탁월한 효과가 있음을 알 수 있다.
- <74> 도 5는 본 발명의 실시예 및 비교예에 따른 치아 및 임플란트 처치용 소결체와 기존의 β -TCP의 X-선 회절 분석 결과를 나타낸 그래프이다.
- <75> 여기서, A는 β -TCP를 이용하여 본 발명의 실시예에 따른 제조방법에 의하여 제조된 치아 및 임플란트 처치용 소결체의 회절 패턴이며, B는 기존의 β -TCP의 회절 패턴이다. 상기 X-선 회절 패턴에서 회절 피크의 강도

(intensity)로부터 본 발명의 치아 및 임플란트 처치용 소결재는 X-ray 검출결과 β -TCP를 기준으로 국제규격과 정확하게 일치하며, 불순물이 미검출됨을 알 수 있다.

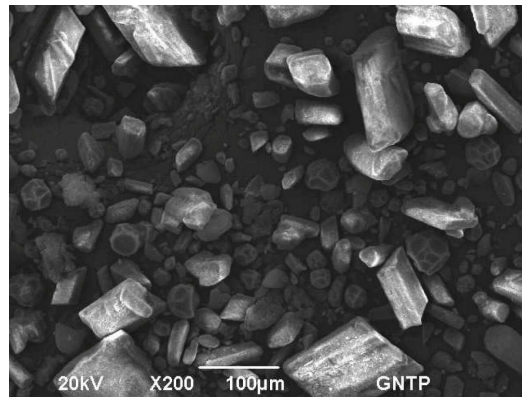
- <76> 이하, 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 치아 및 임플란트 처치용 소결재의 사용방법을 상세히 설명한다.
- <77> 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 치아 및 임플란트 처치용 소결재의 사용방법은 상술한 치아 및 임플란트 처치용 소결재를 치과용 연마기에 충전하는 단계; 및 상기 치과용 연마기를 사용하여 상기 치아 및 임플란트 처치용 소결재를 처치대상 치아부위에 수압 및 공압으로 동시 분사하는 단계를 포함하여 이루어진다.
- <78> 여기서, 상기 치과용 연마기는 공압분사 연마기(air polisher)가 사용되며, 상기 치아 및 임플란트 처치용 소결재가 내부에 충전되고 노즐을 통해 내부 충전물이 공기압에 의해 분사되고, 이때 급수 장치에서 나오는 수압과 노즐 끝에서 동시 분사되면서 기능을 하는 장치이다.
- <79> 따라서, 상기 치과용 연마기를 환자의 시술하고자 하는 치아부위에 도입하고 상기 치아 및 임플란트 처치용 소결재를 공압 및 수압으로 분사하여 처치 작업을 한다.
- <80> 이를 통하여, 분사 강도를 조절함으로써, 치아의 경우에는 지각과민증을 완화시키거나 치석을 제거, 치근의 활택술에 사용될 수 있고, 임플란트의 경우에는 임플란트 주위 염증이나 염증성 육아 조직을 제거할 수 있다.
- <81> 이하, 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 치아 및 임플란트 처치용 소결재의 제조방법을 상세히 설명한다.
- <82> 도 6은 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 치아 및 임플란트 처치용 소결재의 제조방법을 나타낸 순서도이다.
- <83> 도 6에서 보는 바와 같이, 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 치아 및 임플란트 처치용 소결재의 제조방법은 인산칼슘계 화합물군으로부터 선택된 1종의 고용분과 3차 증류수의 분산매로 이루어진 처리 재료를 세라믹 분체의 비드(bead)와 교반 혼합하여 1시간 이상 48시간 이하 동안 미분쇄분산하는 제 1 단계(S10); 상기 제 1 단계(S10)의 미분쇄분산을 진행하면서 유기물 첨가제가 선택적으로 첨가되어 슬러리화되는 제 2 단계(S20); 상기 제 2 단계(S20)로 제조된 슬러리가 미립자화되어 평균 입경이 1 ~ 100 μm 인 구형의 인산칼슘계 과립으로 제조되도록 분무건조되는 제 3 단계(S30); 및 상기 제 3 단계로 제조된 구형의 과립을 전기로에 투입하여 700 ~ 1100 $^{\circ}\text{C}$ 의 온도 조건에서 열처리하여 치밀화한 후 제가름을 통해서 선택적으로 입도를 분류하는 제 4 단계(S40)를 포함하여 이루어진다.
- <84> 따라서, 서브미크론 상태의 인산칼슘계 화합물의 입자를 갖는 슬러리가 분무건조기를 통해서 미립자화되어 분무되고 순간적으로 열풍건조되므로 구형 입자를 갖는 과립으로 제조된다. 또한, 제조된 과립분말을 질소나 아르곤 분위기 전기로 또는 일반 전기로에서 700 $^{\circ}\text{C}$ 이상 1100 $^{\circ}\text{C}$ 이하의 온도 범위내의 조건으로 인산칼슘계 화합물이 상전이가 일어나지 않는 범위 내에서 열처리하여 최종 생산물을 제조하게 된다.
- <85> 여기서, 상기 인산칼슘계 과립은 그의 강도, 크기, 모양 등을 치아 및 임플란트 처치용 소결재에 적합하게 제조하기 위해서 상술한 결합제, 가스제, 분산제 및 소포제로 이루어진 유기물 첨가제를 상술한 조건의 범위 내에서 첨가하게 된다.
- <86> 또한, 상기 열처리의 온도 조건이 700 $^{\circ}\text{C}$ 미만인 경우에는 가열 온도가 미흡하여 유기물질의 제거가 원활하지 않으며, 과립 자체의 치밀도가 떨어지고 기공률이 증가된다. 온도 조건이 1100 $^{\circ}\text{C}$ 를 초과하는 경우에는 β -TCP 상이 HAp로 상전이가 일어날 확률이 높으며, 이러한 상전이로 인하여 내부에 크랙이 발생되고 기공률이 증가될 수 있다.
- <87> 따라서, 본 발명에 따른 제조방법에 의해 실질적으로 평균입도 35 μm 와 평균입도 60 μm 의 치아용과 임플란트용으로 구분되어 제조됨으로써, 사용 범위가 넓고 분사 강도를 달리하여 지각과민증을 완화하거나 치석, 픽스츄어의 주위 염증 조직 및 염증성 육아 조직을 제거하도록 병행하여 사용되므로 편리하게 사용될 수 있다.
- <88> 또한, 본 발명의 치아 및 임플란트 처치용 소결재는 인산칼슘계 화합물의 치밀한 구형으로 되어있기 때문에 기존의 이물질 제거에만 사용되던 탄산수소나트륨 분말과는 달리 분사 강도를 조절하여 골수복을 위한 흡착작업과 치아의 치석 및 임플란트 주위의 염증 조직 등의 이물질 제거작업을 병행하여 실시할 수 있는 이점이 있다.
- <89> 이상 설명한 바와 같이, 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 치아 및 임플란트 처치용 소결재는 상술한 각 실시예에 한정되는 것은 아니며, 본 발명의 청구항에서 청구하는 범위를 벗어남 없이 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 변형 실시되는 것은 가능하며 이러한 변형 실시는 본 발명의 범위에 속한다.

도면의 간단한 설명

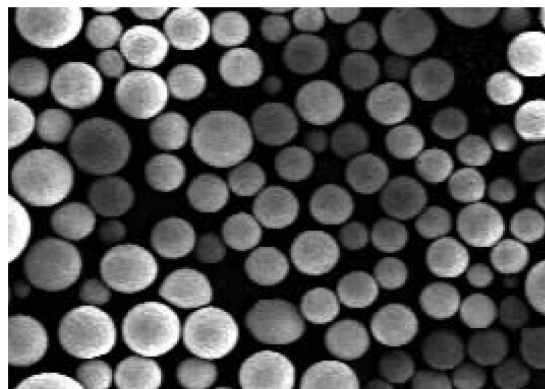
- <90> 도 1은 종래의 치아 및 임플란트 처치용 소결재로 사용되는 소듐 바이카보네이트 과립의 주사 전자 현미경 사진이다.
- <91> 도 2는 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 치아 및 임플란트 처치용 소결재의 주사 전자 현미경 사진이다.
- <92> 도 3은 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 치아 및 임플란트 처치용 소결재가 치아의 노출된 상아세관에 처리되기 전과 처리된 후를 나타낸 주사 전자 현미경 사진이다.
- <93> 도 4는 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 치아 및 임플란트 처치용 소결재가 임플란트 주위의 염증을 제거하기 전과 제거한 후를 나타낸 주사 전자 현미경 사진이다.
- <94> 도 5는 본 발명의 실시예 및 비교예에 따른 치아 및 임플란트 처치용 소결재와 기존의 β -TCP의 X-선 회절 분석 결과를 나타낸 그래프이다.
- <95> 도 6은 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 치아 및 임플란트 처치용 소결재의 제조방법을 나타낸 순서도이다.

도면

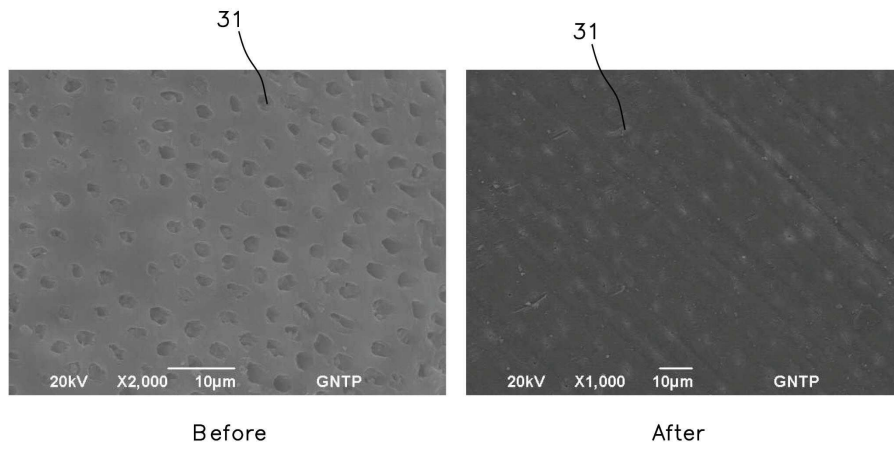
도면1



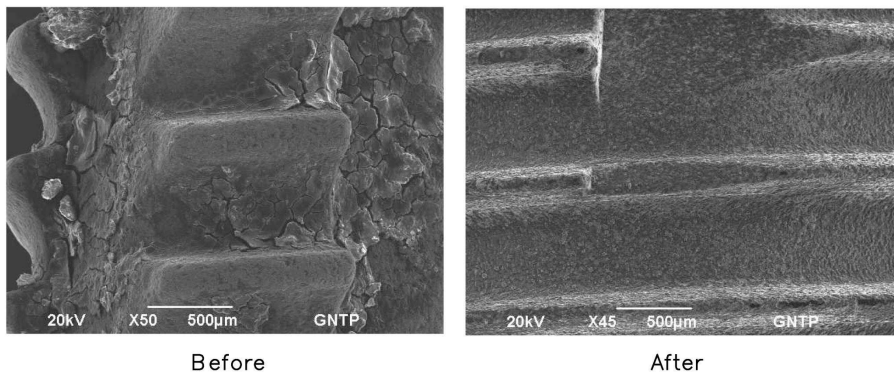
도면2



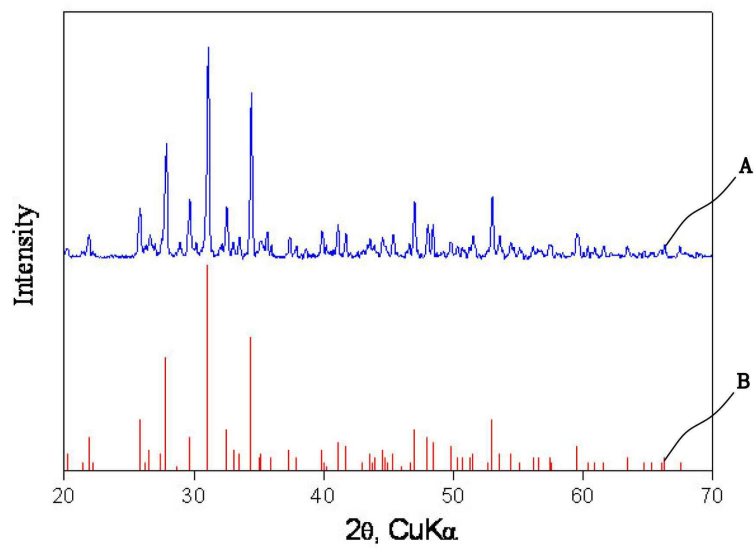
도면3



도면4



도면5



도면6

