

결정화 소결에 의한 생체활성재료의 제조

명중재, 이안배*, 정용선**, 신건철***, 김호건

한양대학교 화학과, 안산, 425-791

*대우전자, 서울, 153-023

**한양대학교 세라믹공정연구센터, 서울, 133-701

***강원대학교 재료공학과, 춘천, 200-701

Preparation of bioactive materials by crystallization sintering

Jung-Jae Myung, An-Bae Lee*, Yong-Sun Chung**, Kun-Chul Shin*** and Ho-Kun Kim

Department of Chemistry, Hanyang University, Ansan 425-791, Korea

*Semiconductor Division, Daewoo Electronics, Seoul 153-023, Korea

**Ceramic Processing Research Center, Hanyang University, Seoul 133-791, Korea

*** Department of Materials Engineering, Kangwon University, Chunchon 200-701, Korea

요 약 $\text{CaO-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$ 3성분계 유리화 영역(glass forming region)내의 여러조성(A:SiO₂-rich 조성, B:CaO-rich조성, C:P₂O₅-rich조성, D, E:A, B, C의 중간조성)을 가지는 유리분말을 결정화 시켰을 때 유리중에 석출되는 결정상(crystal phase)을 분말 XRD로 확인하였다. 여러 조성중 apatite($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{O}$)와 β -wollastonite(CaSiO_3)결정이 석출되고, 굽힘강도가 우수한 E 조성(CaO 49.4, SiO₂ 36.8, P₂O₅ 8.8 wt%)을 선택하여 이 조성의 유리분말을 일방향으로 결정화 소결하였다. 제조된 결정화 소결체에 대하여 characterization을 하고 굽힘강도를 측정하였다. 또한 결정화 소결체와 생체뼈와의 결합성을 조사하기 위하여 유사체액(simulated body fluid)내에서 침적실험을 하였으며, 결정화 소결체의 표면을 thin-film XRD, FT-IR로 분석하였다. 실험결과, apatite와 wollastonite결정이 석출된 치밀한 결정화 소결체가 얻어졌으며, 이들 결정은 wollastonite결정의(2 0 2)면이 인상방향에 수직으로 성장하는 경향을 보였다. 또한 제조된 결정화 소결체는 평균 186.9 MPa의 굽힘강도를 나타내어 일반적 방법으로 제조되는 결정화 소결체보다 높은 역학적 성질을 보였다. 유사체액내의 침적실험 결과, 시료표면위에 apatite 결정층이 3일후 부터 형성되어 생체뼈와 화학결합을 이룰 가능성이 있음을 알았다.

Abstract The crystal phases precipitated in various compositions glass of $\text{CaO-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$ system, were identified by XRD. E composition (CaO 49.4, SiO_2 36.8, P_2O_5 8.8 wt%) glass in which both apatite($(\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{O})$) and β -wollastonite(CaSiO_3) crystals would precipitate by heating, was selected as an experimental composition to prepare the glass ceramics with high bending strength and good bioactivity to the living bone. Glass powders of E composition were unidirectionally crystallized at 1050°C in the temperature-gradient furnace and the resultant glass ceramics were characterized. Bending strength of the glass ceramics was also measured. To investigate the bond forming ability between the glass ceramics and living bone tissue, soaking test of glass ceramics in simulated body fluid was carried out. Densed glass ceramics composed of apatite and β -wollastonite crystal were prepared by unidirectional crystallization under the optimum conditions. (2 0 2) plane of β -wollastonite crystals tended to grow perpendicularly to the crystallization direction. Average bending strength of this glass ceramics was 186.9 MPa, higher than that of the glass ceramics prepared by isothermal (not directional) crystallization. In soaking test, a thin layer of apatite crystallite was formed on surface of the glass ceramics in 3 days. Apatite crystals formed on the glass ceramics could be act a role to make the chemical bond between the glass ceramics and living bone tissue.

1. 서 론

인체에 이식되는 인공재료는 생체 조직과의 경계면에서 조직 친화성이 우수해야 하며, 재료의 성분이 용출하여 생체와 화학적으로 반응할 때 신체에 독성이 없어야 하고, 생체에 이식된 후, 강도 감소나 화학적 변화가 없어야 한다. 뼈조직을 대신하는 인공치근이나 인공골 재료로서는, Co-Cr alloy, stainless steel, Ti alloy 등의 금속재료와 polymethyl metacrylate silicone, 고밀도 polyethylene 등의 고분자 재료가 이용되어 왔으나, 이들 재료는 생체 조직과의 친화성이 좋지 않고, 재료로부터 용출되어 나온 금속 이온이나 monomer가 인체에 유독할 수 있기 때문에 적용 범위가 한정되어 있다[1, 2]. 이에 대하여 ceramics는 일반적으로 생체와의 친화성이 좋고, 생체뼈와 유사한 조

성을 갖기 때문에 용출되어 나오는 성분이 인체에 유해하지 않다. 따라서 Al_2O_3 ceramics는 인공골 또는 치근재료로 사용되며, 기계적 강도도 크지만[3] (Alumina 주강도 : 1,270 MPa) 뼈와 화학적 결합을 하지 않기 때문에 연결재료를 사용해야 하는 단점이 있다. 이러한 단점을 해결하기 위하여 생체뼈와 직접 화학결합을 하는 생체 활성재료 (bioactive material)에 대한 연구가 이루어졌다. 1971년 Hench 등이 유리질 재료인 Bioglass[®]가 생체활성이 있음을 발표한 이래 많은 종류의 생체활성 유리 및 결정화 소결체가 개발되었다[4,5]. 이중 결정화 소결체는 bulk 나 powder 상태의 유리를 열처리하여 glass matrix내에 결정을 성장시킨 것이다[6,7]. 특히 apatite-wollastonite계 결정화 소결체는 $\text{CaO-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$ 계 유리를 결정화시킨 것으로서, 뼈성분인 apatite [$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{O}$]결

정에 침상의 β -wollastonite (CaSiO_3) 결정이 분산, 석출되어 결정의 강도가 보강되어 있으며, 생체 친화성 및 생체활성이 좋은 것으로 알려져 있다[8-10].

이 결정화 소결체는 일반적으로 $\text{CaO-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$ 계 유리분말을 성형한 뒤, 이를 온도구배가 없는 등온조건에서 가열, 결정화하여 제조되며, 제조된 재료에 대한 재료 과학적, 의학적 연구가 활발히 진행되고 있다. 그러나, 제조방법에 있어서 온도구배가 있는 전기로내의 일방향 결정화에 의한 결정화 소결체의 제조는 아직 시도되지 않고 있다. 일반적으로 일방향 결정화에 의하여 얻어지는 재료는 유리중의 석출결정이 한 방향으로 배향되기 때문에, 뼈조직 대체재료로서 중요한 굽힘강도(bending strength)의 개선을 기대할 수 있다. 본 연구에서는 $\text{CaO-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$ 계의 결정화 소결체를 일방향결정화 방법에 의하여 제조하는 기초적 조건을 조사하였다. 이때, bulk상의 유리를 가열하여 결정화 할 경우, 유리의 표면에서부터 결정화가 시작되므로 체적수축이 표면부터 진행되어, 최종적으로 얻어진 결정화유리에는 crack이 발생하는 것이 알려져 있다[11]. 따라서 본 연구에서는 $\text{CaO-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$ 계 유리를 제조한 다음, 이를 분말화한 뒤에 성형하고, 이를 일방향 결정화하여 crack의 발생을 방지하였다. 유리를 분말화 하는 것은, 무수한 표면을 만들어 줌으로써 시료 전체에서 동시에 결정화가 일어나도록 하기 위한 것이다. 또한, 생체활성에 대한 연구를 위하여, 결정화 소결체를 유사체액속에 침적시켜 결정화 소결체의 표면에서의 변화를 관찰함으로써, 생체뼈와의 결합여부를 간접적으로 확인하였다.

2. 실험 방법

2.1. 실험 조성의 선택

실험에 사용한 $\text{CaO-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$ 계 유리조성을 Fig. 1과 Table 1에 나타내었다. Fig. 1에서 굵은 실선으로 표시된 영역은 $\text{CaO-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$ 3성분계의 유리화 영역(glass forming region)이며, 이 영역중에서 SiO_2 -rich 조성(A), CaO -rich 조성(B), P_2O_5 -rich 조성(C) 및 이들의 중간 조성(D, E)의 유리를 선택하여 이하의 실험을 하였다.

2.2. 결정화 소결체의 제조

Table 1에 나타낸 각 조성은 99.9 % 이상의 SiO_2 , CaCO_3 , $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 를 사용하였으며, batch량은 약 50 g으로 하였다. 이때 결정화 소결체를 보다 치밀하게 하기 위한 소결 조제로서, 각 조성에 MgO , CaF_2 를 미량 첨가하여 batch를 만들었다. 소결조제 첨가량은 MgO 4.5 - 5.0 wt%, CaF_2 0.56 wt%이었다. Batch된 시료를 ball mill에서 24시간 혼합한 후, 백금도가니에 충전하고, 1000°C 에서 10시간 하소시켰다. 이를 1450°C 에서 2시간 용융시킨 뒤, 용액을 stainless plate에 부어내어 급냉시킴으로써, 각 조성의 유리를 제조하였다. 급냉시 용융물을 다른 stainless plate로 눌러 두께를 2 mm이하로 하였다. 만들어진 판상의 유리는 분쇄기(Retch, PM4)를 이용하여 325 mesh이하의 분말로 분쇄하였고, 분쇄된 유리를 98MPa의 압축으로 일축성형하였다. 이를 다시 등방가압(CIP)성형하였고, 온도기울기하에서 결정화시키기 위하여 압축된 성형체를 Pt wire로 매달아서 Fig. 2에 나타낸 전기로의 하단부에 위치시켰다. 전기로 중심부의 온도를 1050°C 까지 승온시킨 다음, 시료를 6 mm/h의 속도로 인상하였다. 이때 시료의 인상에

Table 1
Compositions of glasses (wt %)

Components	Compositions				
	A	B	C	D	E
SiO ₂	65.20	42.60	36.04	44.46	36.81
CaO	33.80	52.10	42.83	44.07	49.41
P ₂ O ₅	1.00	1.24	16.73	7.07	8.78

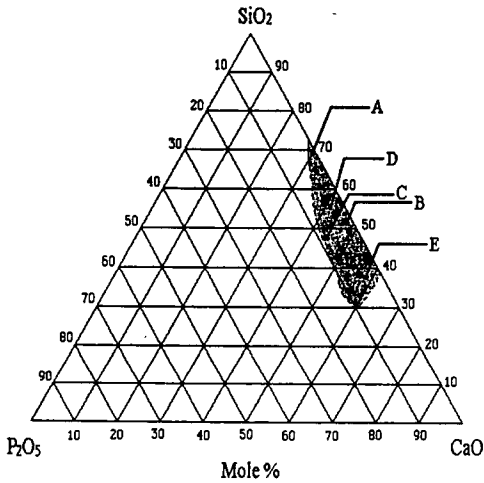


Fig. 1. Composition diagram of SiO₂-CaO-P₂O₅.

는 Czochralski 장치의 인상부를 이용하였다. 이 과정에서 유리분말의 치밀화와 결정화가 동시에, 또한 일방향으로 일어나게 되므로 치밀하고 강도가 높은 결정화 소결체를 얻을 수 있었다. 일방향 결정화 소결체 제조 과정을 Fig. 3에 나타내었다.

2.3. Characterization 및 굽힘강도 측정

2.3.1. XRD 분석

제조한 결정화 소결체의 결정상을 확인하기 위하여 분말 XRD분석을 하였다. 또한, 시료를 인상 방향에 수직 또는 수평방향으로 절단하여 만든 관상시료(plate)에 대한 XRD

분석을 하여 석출결정의 배향성을 조사하였다.

2.3.2. 미세구조관찰

시료의 미세구조를 관찰하기 위하여, 시료 표면을 광학연마한 뒤, 1N HCl 용액에서 30~100 sec동안 chemical etching을 하였다. 이를 ethanol로 잘 씻어낸 뒤, SEM으로 관찰하였다.

2.3.3. 굽힘강도(bending strength) 측정

시료에 대한 굽힘강도를 조사하기 위하여 사각기둥 시료(평균크기 20×7×3.5 mm³)를 제조, 광학연마하여 강도 측정용 시료를 만들었다. Instron-type machine(Model 4204, Instron co.)을 사용하여 load의 하강 속도를 0.5 mm/min으로 하고, 시료의 지지 축간 길이를 20 mm로 고정하여 3점 굽힘강도(3-point bending strength)[12]를 측정하였다. 이에 대한 측정과 계산방법을 Fig. 4에 나타내었다.

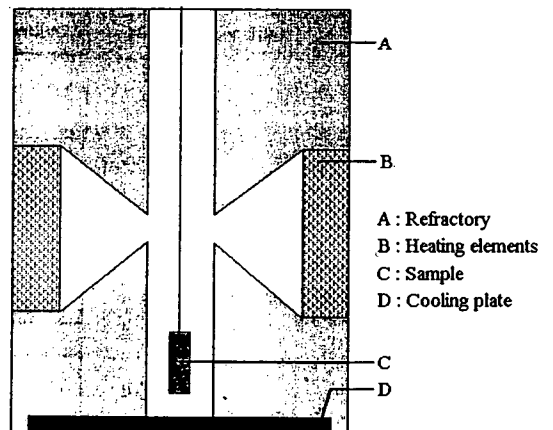


Fig. 2. Scheme of unidirectional sintering furnace.

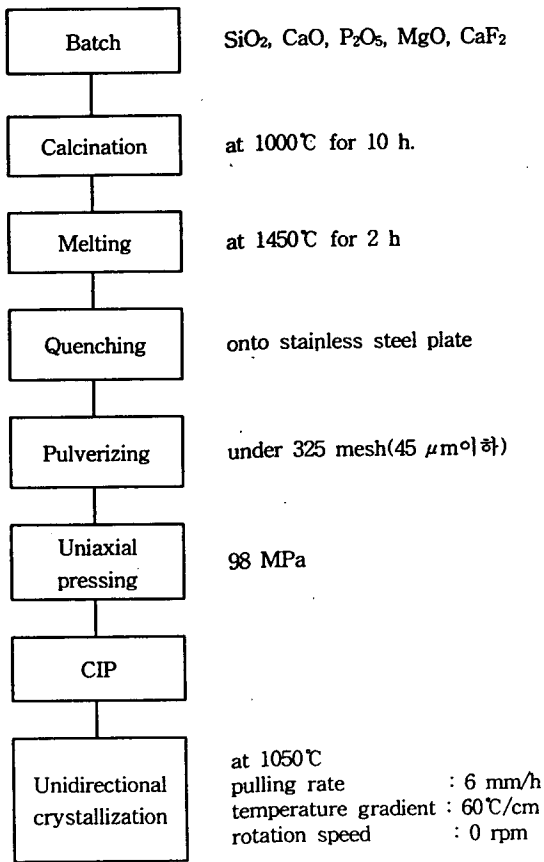


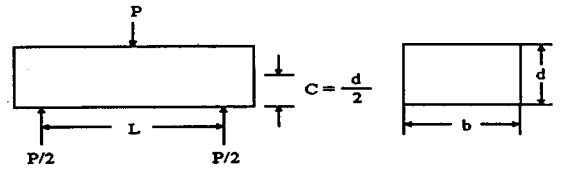
Fig. 3. Scheme of process (unidirectional crystallization).

2.4. 유사체액(Simulated body fluid) 침적 실험

2.4.1. 시편 및 유사체액의 제조

제조한 결정화 소결체를 절단하여 10×5×2 mm³크기의 판상시료를 만들고, 2000 mesh의 alumina paste로 연마하여 아세톤과 증류수로 세척한 후, Table 2와 같은 성분을 가지는 유사체액 20 ml속에서 침적하였다.

유사체액은 이온 교환수지를 통한 증류수에 시약급 NaCl, NaHCO₃, KCl, K₂HPO₄, MgCl₂·6H₂O, CaCl₂ 및 Na₂SO₄를 용해하여 제조하였다.



$$M = \left(\frac{L}{2}\right) \left(\frac{P}{2}\right) \quad I = \frac{bd^3}{12}$$

$$S = \sigma_{3-PT} = MOR = \frac{Mc}{I} = \frac{3PL}{2bd^2} \quad \text{Bending strength}$$

Fig. 4. Bending strength test (3 Point).

Table 2

Ion concentrations of simulated body fluid (SBF) and human blood plasma

Ions	Ion concentration (mM)	
	Simulated fluid	Blood plasma
Na ⁺	142.0	142.0
K ⁺	5.0	5.0
Mg ²⁺	1.5	1.5
Ca ²⁺	2.5	2.5
Cl ⁻	147.8	103.0
HCO ₃ ⁻	4.2	27.0
HPO ₄ ²⁻	1.0	1.0
SO ₄ ²⁻	0.5	0.5

이 용액에 완충제로서 NH₂C(CH₂OH)₃ 50 ml와 HCl 45 ml를 가하여 pH를 7.25로 고정하였으며, 용액제조 및 시료침적시 온도는 36.5°C로 유지하였다.

2.4.2. 침적전, 후 시료표면의 분석

유사체액에 침적하기 전 시료와 침적후 3, 5, 7일 경과한 시료들을 아세톤으로 세척하고, 각각의 시료에 대하여 thin film X-ray, FT-IR을 이용하여 침적시간에 따른 결정화 소결체 표면 성분의 변화를 조사하였다. X-ray는 입사각도를 1°로 고정하였으며, target은 Cu를 사용하였다. FT-IR은 반사각

75°에서 측정하였다. 이러한 방법을 이용하면, 시료표면의 두께 약 0.1 μm 정도의 표면층 분석이 가능하다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 결정화 소결체 조성의 선택

Table 1에 나타난 실험 조성중에서 A조성의 경우는 SiO_2 함량이 많기 때문에 1450°C에서 완전히 용융하지 않고 일부만 녹은 상태로 유리가 얻어졌다.

따라서 A조성의 경우는 얻어진 유리의 조성과 batch조성이 다를 수 있기 때문에 이하의 실험 결과 기술에서 제외하였다. B, C, D, E조성의 경우에는 전부 유리가 얻어졌으며, 각 조성 유리분말의 결정화 온도를 조사하기 위하여 DTA 측정을 하였고, 그 결과를 Fig. 5에 나타내었다. Fig. 5에서 보는 바와 같이, 각 조성 모두 700°C 부근에서 유리분말의 점성유동 및 치밀화(densification)에 의한 흡열 peak가 관찰되었다. 이는 유리 matrix중에서 결정화가 시작되기 전에 유리

입자간에 소결이 일어나는 것으로, 유리분말을 가열함으로써 치밀한 소결체를 얻을 수 있음을 의미한다. 또한 각 조성 모두 850~900°C에서 결정화에 의한 발열 peak를 나타내었으나, C, D, E조성의 경우에는 900~950°C에서도 결정화에 의한 발열 peak가 관찰되었다. 각 발열 peak에서 석출하는 결정상을 확인하기 위하여, 각 peak 온도에서 가열하여 결정화시킨 시료에 대하여 XRD 분석을 하였다.

그 결과 B조성의 발열 peak는 주로 wollastonite 결정 석출에 의한 peak임이 확인되었다. 그러나 이 경우에 apatite 결정의 peak도 미약하게 검출되었는데, DTA curve에는 apatite의 발열 peak가 관찰되지 않았다. 그 이유는 apatite의 석출량이 미량이어서 결정 석출에 의한 발열량을 DTA로 감지할 수 없기 때문으로 추정되었다. C, D, E 조성의 경우는 두 개의 발열 peak중에 처음에 나타나는 peak는 apatite 결정 석출에 의한 것이고, 두 번째 peak는 wollastonite 결정 석출에 의한 것으로 확인되었다. B, C, D, E 각 조성의 유리분말을 일축성형하고, 성형체를 일반적인 방법으로 가열(등온가열, 1050°C)하여 결정화 소결체를 제조하였다. 이는 일방향 결정화의 최적조성을 찾기 위한 예비 실험으로서 이루어진 것이다. 이들 결정화 소결체에 대한 XRD 분석 결과를 Fig. 6에 나타내었다. Fig. 6로부터 B조성에서는 거의 wollastonite 결정의 peak만 나타나지만, apatite 결정의 peak도 미약하게 검출되었다. 그러나 C, D, E의 조성의 경우에는 apatite와 wollastonite 결정에 해당하는 peak가 동시에 나타나고 있으며, 이들 조성은 apatite 결정 석출에 의하여 생체활성재료로서 이용 가능성이 있음을 알 수 있다. 또한, C, D, E조성의 결정화 소결체에 대한 굽힘강도 예비 실험 결과,

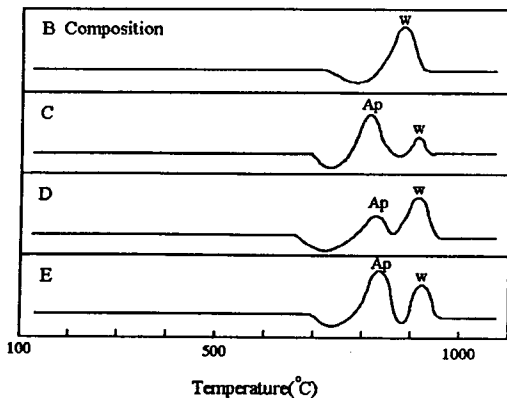


Fig. 5. DTA curves of various composition glass powders.

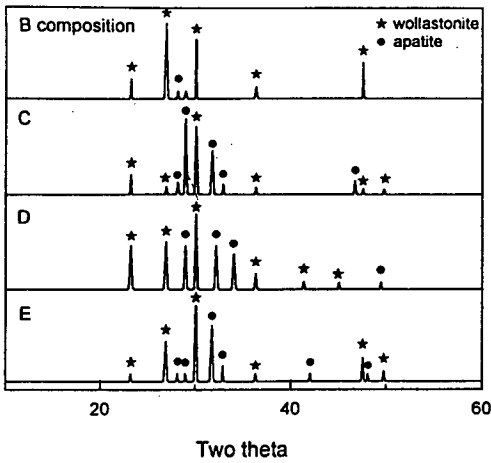


Fig. 6. XRD patterns of various composition glass ceramics (Isothermal crystallization).

E조성에서 가장 높은 값을 나타내었다. 본 연구에서는 생체활성이면서 역학적 성질이 우수할 것으로 판단되는 E조성을 일방향 결정화유리의 기본 조성으로 선택하였다. 따라서 이하에 기술하는 모든 결과는 E조성의 결정화유리에 대한 것이다.

3.2. Characterization 및 굽힘강도 측정

3.2.1. XRD분석 및 미세구조

일방향 결정화 소결체에 대한 분말 XRD 분석 결과를 Fig. 7에 나타내었다. Fig. 8은 일방향 결정화 소결체의 인상 방향에 수직한 단면에 대한 판상(plate) X-ray분석 결과이다. Fig. 8에는 참고로 apatite와 β -wollastonite에 대한 표준 XRD pattern도 나타내었다. Fig. 7의 분말 X-ray pattern으로부터 일방향 결정화 소결체의 경우에도 apatite와 wollastonite, 두 종류의 결정이 석출되었음을 알 수 있다. Fig. 8에 나타난 판상시료 X-ray 분석에서는 등은 결정화 소결체의 경우와는 달리, wollastonite결정의 (2 0 2)면

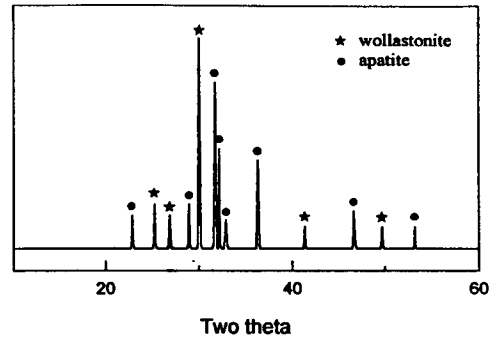


Fig. 7. XRD pattern of glass ceramics powders (unidirectionally crystallized).

의 peak강도가 커져있다. 이 결과로부터, 결정화 소결체중의 wollastonite결정은 주로 상기한 면들이 인상 방향에 수직으로 하여 성장한 것으로 추정되었다.

Fig. 9은 결정화 소결체를 인상 방향에 수직하게 절단하였을 때 생기는 표면의 SEM 사진이다. Fig. 9에서 apatite(검은 부분)가 판상(plate) 또는 침상(needle)으로 석출되어 있는 부분이 관찰되었고, wollastonite결정은 apatite결정 사이에 석출되어 있음을 알 수 있다.

3.2.2. 굽힘강도(Bending strength)

일방향 소결체의 굽힘강도는 평균 186.9 MPa로서 등은결정화방법으로 얻은 값(174.7 MPa)보다 높은 값을 나타내었다. 이 결과는 glass ceramics의 강도 보강 역할을 하는 wollastonite결정이 인상 방향에 평행하게 침상으로 성장하여, 특히, 굽힘강도에 관한 보강 효과가 커졌기 때문으로 추정된다.

그러나 굽힘강도와 미세구조와의 관계 또는 wollastonite결정의 성장 morphology등에 대해서는 보다 상세한 연구가 필요하다.

3.3. 유사체액 침적실험(in vitro실험)

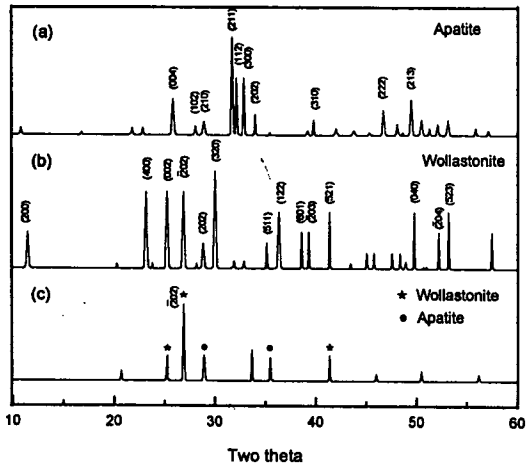


Fig. 8. XRD patterns of (a) apatite, (b) wollastonite and (c) surface perpendicular to pulling direction (glass ceramics crystallized unidirectionally)



Fig. 9. Microstructure of glass ceramics surface perpendicular to pulling direction.

3.3.1. Thin-film X-ray 분석

결정화 소결체에 대하여 유사체액 침적 실험을 하고, 시료의 표면을 thin film X-ray로 분석한 결과를 Fig. 10에 나타내었다. Fig. 10에서 침적전 시료의 X-ray pattern에서는 apatite와 wollastonite에 해당하는 peak가 혼합되어 나타났다. 그러나 3일, 5일, 7일 등 침적시간이 증가할수록 wollastonite 결정의 peak는 감소하는 반면, apatite결정의 peak는 상대적으로 강하게 나타났다. 7일 동안 침적시킨 시료에 대해서는 wollastonite의 peak가 거의 보이지 않게 되며, apatite결정의 peak만이 보이는 것을 알 수 있다. 이것은 결정화 소결체를 유사체액속에 침적해 둘 때, 침적시간이 경과함에 따라 결정화 소결체의 표면에 apatite결정이 형성되기 때문이며, apatite결정의 양은 시간이 경과함에 따라 증가하고 있음을 나타내고 있다.

7일 동안 침적한 시료에서 wollastonite의 peak가 거의 관찰되지 않는 것은, apatite의

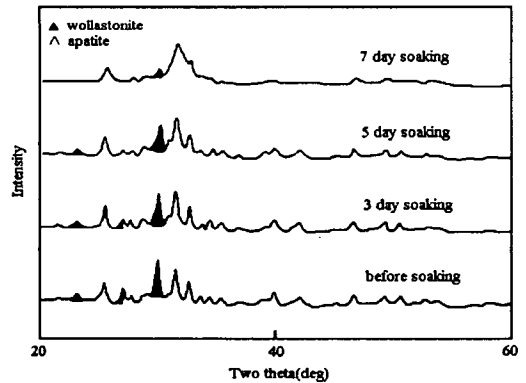


Fig. 10. Thin film X-ray diffraction patterns of glass ceramics with soaking time.

양이 계속 증가하여 시료 표면 전체가 apatite결정으로 덮이기 때문이다.

3.3.2. FT-IR 분석

유사체액 침적 실험을 한 결정화 소결체의 표면에 대하여 FT-IR로 분석한 결과를 Fig. 11에 나타내었다. Fig. 11로부터 침적전 시료에 대해서는 glass, wollastonite, 및 ap-

apatite성분에 대한 각각의 peak가 혼재하여 나타나는 것을 알 수 있으며, 침적시간이 3일, 5일, 7일로 증가할수록 glass와 wollastonite성분에 대한 peak의 세기는 감소하고, 7일 동안 침적시킨 시료에서는 거의 apatite성분에 대한 peak만이 존재함을 관찰할 수 있다. 이 결과는, 시료표면에 apatite 결정이 침적 후 3일부터 형성되고 apatite 결정의 양은 시간경과에 따라서 증가함을 의미하며, 이는 전항에 기술한 thin film X-ray 분석결과와 일치하는 것이다. 또한 우리는 침적 후 시료의 SEM(Scanning Electron Microscope)관찰에 의하여 시료표면에 형성된 apatite 결정을 확인하였다. 이러한 apatite 결정의 형성은 유사체액 중에 과포화로 존재하는 Ca(II), P(V)성분의 침적에 의하여 이루어지며, 이때 시료 Si(IV)성분이 apatite 결정핵 형성에 중요한 역할을 하는 것으로 추정되고 있다[13].

현재 뼈조직 대체물질로 이용되고 있는 재료 중 생체뼈와 직접 결합하는 재료의 경우

에 생체뼈-대체재료 계면부위의 미세구조를 관찰해보면, 계면에 대체재료로 부터 형성된 apatite층이 존재하는 것이 알려져 있다. 계면에 apatite중간층이 존재하면 생체는 결합을 방해하는 섬유성 피막을 형성하지 않고, 생체 뼈는 대체재료에 형성되어 있는 apatite층과 만나 강한 화학결합을 이룰 수 있다. 그러나, 일반적으로 인공재료를 뼈의 결손부에 매입하였을 때 생기는 섬유성 피막을 형성하여 인공재료 주위를 둘러싸고 주위의 생체뼈로 부터 격리하려고 한다. 이러한 경우는 인공재료가 생체뼈와 결합을 이룰 수 있으며 생체뼈-인공재료의 계면에는 섬유성 피막층이 관찰된다. 이 연구에서는 E조성의 결정화 소결체가 생체 뼈 조직과 화학결합을 이루는데 필수적인 apatite 결정층을 형성할 수 있음을 in vitro실험을 통하여 증명하였다. 따라서 이 물질은 생체내에서도 (in vivo) 뼈조직과 강한 결합을 이룰 가능성이 있고, 이 경우에 물질의 기계적 강도나 이물반응 등의 문제점이 없다면 파손된 뼈조직 대체재료로서 이용할 수 있을 것으로 판단되었다.

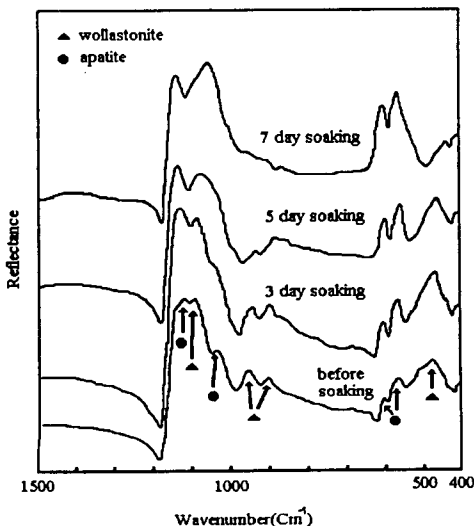


Fig 11. Infrared reflection spectra of glass ceramics with soaking time.

4. 결 론

CaO-SiO₂-P₂O₅성분계의 유리화 영역(glass forming region)중에서 SiO₂-rich조성(A), CaO-rich 조성(B), P₂O₅-rich조성(C) 및 이들의 중간 조성(D, E)를 선택하여 결정화 소결체를 제조하여 다음과 결론을 얻었다.

여러조성중에서 C, D, E조성에서 apatite와 wollastonite 결정이 석출되었으며, 이 조성중 SiO₂ 36.8, CaO 49.4, P₂O₅ 8.8 wt% 조성에서 우수한 역학적 성질을 나타내었으며, 이 조성을 일방향 결정화시키는 경우, 굽힘

강도가 186.9 MPa로 등은 소결시켜 얻은 값보다 높은 역학적 성질을 나타내었다. 또한, 생체활성을 조사하기 위하여 유사체액 침적실험을 한 결과, 침적시간이 증가할수록 결정화 소결체의 표면에 apatite 결정상이 형성되는 것을 확인할 수 있었으며, 7일이 경과한 시료에서는 시료표면전체가 apatite 결정으로 덮여 있음을 확인할 수 있었다. 결정화 소결체 표면에 형성되는 apatite 결정의 형성은 생체내에서 생체뼈와 직접 결합할 수 있음을 간접적으로 나타내는 것으로서, 본 연구에서 일방향 결정화 과정으로 얻은 결정화 소결체가 인공골용 대체재료로서의 가능성을 보여주는 것이다.

참 고 문 헌

- [1] 日本化學會編, 醫用材料の化學, 學會出版 (1978).
- [2] L.L. Hench and E.C. Ethedge, Biomaterials, An Interfacial approach (Academic Press, New York, 1982).
- [3] 岡崎正之, 生體材料 8 (1990) 314.
- [4] S.F. Hulbert, J.C. Bocros and L.L. Hench, High Tech. Ceram. (1987) 3.
- [5] L.L. Hench, J. Am. Soc. 74 (1991) 1487.
- [6] A. Paul, Chemistry of Glasses (Chapman and Hall, New York, 1990) p. 41.
- [7] H. Lewis, Glasses and Glass Ceramics (Chapman and Hall, New York, 1989) p. 59.
- [8] 日本特許, 人工骨用 結晶化 ガラスとその製造法, 特許公報 昭62-10939.
- [9] T. Kokubo, Yogyo-KyoKai-Shi 90 (1982) 151.
- [10] T. Yamamuro and T. Nakamura, Progress in Artificial Organs 2 (1983) 810.
- [11] T. Kokubo, S. ITo, S. Sakka and T. Yamamuro, J. Mater. Sci. 21 (1986) 536.
- [12] 京都工藝纖維大學編, セラミックス實驗マニュアル (日刊工業新聞社, 1989) p. 131.
- [13] T. Kokubo, S. ITo, Z.T. Huang, T. Hayashi and S. Sakka, J. Biomed. Mater. Res. 24 (1990) 331.