(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2025-0042685
(43) 공개일자 2025년03월27일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A61K 6/30 (2020.01) *A61K 6/76* (2020.01)
(52) CPC특허분류
A61K 6/30 (2020.01)
A61K 6/76 (2020.01)
(21) 출원번호 10-2024-0127464
(22) 출원일자 2024년09월20일
심사청구일자 2024년09월20일
(30) 우선권주장
1020230125622 2023년09월20일 대한민국(KR)

(71) 출원인
연세대학교 산학협력단
서울특별시 서대문구 연세로 50 (신촌동, 연세대학교)
건양대학교산학협력단
충청남도 논산시 대학로 121 (내동)
(72) 발명자
최지원
경기도 고양시 일산서구 산현로17번길 12, 1203동 503호 (탄현동, 탄현마을12단지아파트)
권재성
서울특별시 종로구 송월길 99, 214동 301호 (홍파동, 경희궁자이 2단지)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인인벤싱크

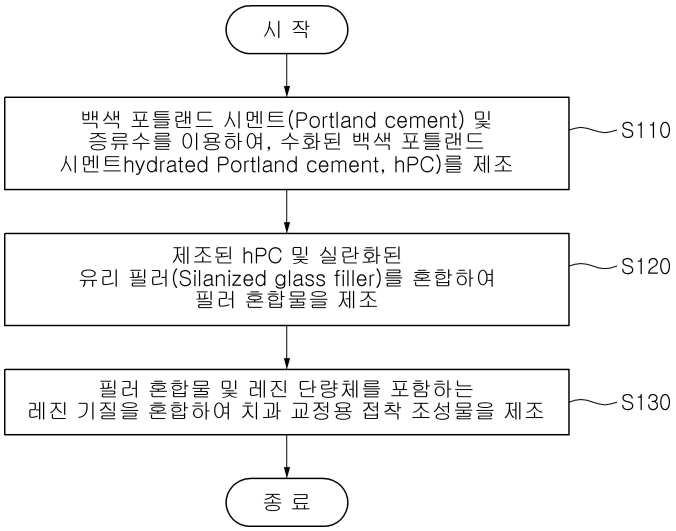
전체 청구항 수 : 총 28 항

(54) 발명의 명칭 **치과 교정용 접착 조성물 및 이에 대한 제조 방법**

(57) 요 약

본 명세서에서는 백색 포틀랜드 시멘트(Portland cement) 및 증류수를 이용하여, 수화된 백색 포틀랜드 시멘트 hydrated Portland cement, hPC)를 제조하는 단계, 제조된 hPC 및 실란화된 유리 필러(Silanized glass filler)를 혼합하여 필러 혼합물을 제조하는 단계, 및 필러 혼합물 및 레진 단량체를 포함하는 레진 기질을 혼합하여 치과 교정용 접착 조성물을 제조하는 단계를 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물에 대한 제조 방법 및 이에 따른 치과 교정용 접착 조성물을 제공한다.

대 표 도 - 도1a



(72) 발명자

김광만

서울특별시 마포구 마포대로7길 22, 302동 1104호 (공덕동, 래미안 공덕3차)

양송이

서울특별시 성동구 독서당로62길 43, 2동 504호 (응봉동, 대림아파트)

명 세 서

청구범위

청구항 1

자가 접착(Self-adhesive) 레진 시멘트인 치과 교정용 접착 조성물로서,

레진 단량체를 포함하는 레진 기질(resin matrix), 및

수화된 백색 포틀랜드 시멘트(hydrated Portland cement, hPC)를 포함하는 필러(filler)를 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 레진 단량체는,

비스페놀A 글리세롤레이트 디메타크릴레이트 (bisphenol-A glycerolate dimethacrylate, Bis-GMA), 비스페놀 A 에톡시레이트 디메타크릴레이트 (bisphenol-A ethoxylated dimethacrylate, Bis-EMA), 우레탄 디메타크릴레이트 (urethane dimethacrylate, UDMA), 하이드록시에틸 메타크릴레이트 (Hydroxyethyl Methacrylate, HEMA), 트리에틸렌글리콜 디아크릴레이트 (triethyleneglycol dimethacrylate, TEGDMA), 메틸 메타크릴레이트 (methyl methacrylate, MMA), 트리프로필렌 글리콜 디아크릴레이트 (tripropylene glycol diacrylate, TPGDA), 트리메틸올프로판 트리메타크릴레이트 (trimethylolpropane trimethacrylate, TMPTMA), 폴리에틸렌 글리콜 디아크릴레이트 (polyethylene glycol diacrylate, PEGDA), 디펜타에리스리톨 펜타아크릴레이트 (dipentaerythritol pentaacrylate, DPHA), 아이소보닐 아크릴레이트 (isobornyl acrylate, IOBA), 헥사메틸렌 디아크릴레이트 (hexamethylene diacrylate, HDODA) 및 폴리에스테르(polyester) 중 적어도 하나의 단량체를 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 레진 기질은,

중합 개시제를 더 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물.

청구항 4

제 3 항에 있어서,

상기 중합 개시제는,

캄포로퀴논(camphorquinone, CQ), -페닐-1,2-프로판디온(1-phenyl-1,2-propanedione, PPD), 디페닐요오드늄헥사플루오로포스페이트(diphenyliodonium hexafluorophosphate, DPIHP), p-옥틸옥시-페닐페닐 요오드늄 헥사플루오로안티모네이트(p-octyloxy-phenylphenyl iodonium hexafluoroantimonate, OPPI) 및 벤조일퍼옥사이드(benzoyl peroxide, BPO) 중 적어도 하나인, 치과 교정용 접착 조성물.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 레진 기질은,

중합 촉진제를 더 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물.

청구항 6

제 5 항에 있어서,

상기 중합 촉진제는,

2-(디메틸아미노)에틸 메타크릴레이트(2-(dimethylamino)ethyl methacrylate, DMAEMA), 에틸-4-(디메틸아미노)벤조에이트(ethyl-4-(dimethylamino) benzoate, EDMAB) 및 N,N-디메틸아미노벤조산에틸(N,N-dimethylaminobenzoic acid ethyl, DMBE) 중 적어도 하나인, 치과 교정용 접착 조성물.

청구항 7

제 1 항에 있어서,

상기 레진 기질은,

상기 치과 교정용 접착 조성물의 전체 질량에 대하여 60 내지 80 wt %로 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물.

청구항 8

제 1 항에 있어서,

상기 필러는,

실란화된 유리 필러(Silanized glass filler)를 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물.

청구항 9

제 1 항에 있어서,

상기 hPC의 입자는,

1.5 내지 5 ㎛의 크기인, 치과 교정용 접착 조성물.

청구항 10

제 1 항에 있어서,

상기 hPC의 Ca은,

상기 hPC 입자의 전체 질량에 대하여 80 내지 90 wt %로 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물.

청구항 11

제 10 항에 있어서,

상기 Ca 이온의 방출력은,

30일 동안 10 mg/L 이상 지속되는, 치과 교정용 접착 조성물.

청구항 12

제 1 항에 있어서,

상기 hPC는,

상기 치과 교정용 접착 조성물의 전체 질량에 대하여 5 내지 25 wt %로 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물.

청구항 13

제 1 항에 있어서,

상기 치과 교정용 접착 조성물의 피막도는,

35 내지 45 ㎛인, 치과 교정용 접착 조성물.

청구항 14

제 1 항에 있어서,

상기 치과 교정용 접착 조성물은,

30일 동안, pH 5.5 이상을 유지하는, 치과 교정용 접착 조성물.

청구항 15

백색 포틀랜드 시멘트(Portland cement) 및 증류수를 이용하여, 수화된 백색 포틀랜드 시멘트hydrated Portland cement, hPC)를 제조하는 단계;

제조된 상기 hPC 및 실란화된 유리 필러(Silanized glass filler)를 혼합하여 필러 혼합물을 제조하는 단계, 및

상기 필러 혼합물 및 레진 단량체를 포함하는 레진 기질을 혼합하여 치과 교정용 접착 조성물을 제조하는 단계를 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물에 대한 제조 방법.

청구항 16

제 15 항에 있어서,

상기 hPC를 제조하는 단계는,

상기 백색 포틀랜드 시멘트 및 상기 증류수를 혼합하여 시멘트 혼합물을 제조하는 단계;

제조된 상기 시멘트 혼합물을 경화시키는 단계;

경화된 상기 시멘트 혼합물을 분쇄하는 단계, 및

분쇄된 상기 시멘트 혼합물을 필터링하는 단계를 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물에 대한 제조 방법.

청구항 17

제 16 항에 있어서,

상기 시멘트 혼합물을 제조하는 단계는,

상기 백색 포틀랜드 시멘트 및 상기 증류수를 3000 내지 4000 rpm으로 혼합하는 단계를 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물에 대한 제조 방법.

청구항 18

제 17 항에 있어서,

상기 백색 포틀랜드 시멘트 및 상기 증류수는

0.2 내지 0.4 (water/powder) 비율인, 치과 교정용 접착 조성물에 대한 제조 방법.

청구항 19

제 16 항에 있어서,

상기 경화시키는 단계는,

36 내지 38 ℃및 상대습도 90 내지 100 %인 상태에서 2 내지 4일동안 수행되는, 치과 교정용 접착 조성물에 대한 제조 방법.

청구항 20

제 16 항에 있어서,

상기 분쇄하는 단계는,

경화된 상기 시멘트 혼합물을 300 내지 400 rpm에서 20 내지 40분간 분쇄하는 단계를 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물에 대한 제조 방법.

청구항 21

제 16 항에 있어서,

상기 필터링하는 단계는,

분쇄된 상기 시멘트 혼합물을 300 내지 500 메쉬(mesh)를 이용하여 1차 필터링하는 단계, 및

1차 필터링된 상기 시멘트 혼합물을 에어젯시브(air jet sieve)를 이용하여 2차 필터링하는 단계를 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물에 대한 제조 방법.

청구항 22

제 15 항에 있어서,

상기 hPC의 입자는,

1.5 내지 5 ㎛의 크기인, 치과 교정용 접착 조성물에 대한 제조 방법.

청구항 23

제 15 항에 있어서,

상기 치과 교정용 접착 조성물을 제조하는 단계는,

상기 필러 혼합물 및 상기 레진 기질을 3000 내지 4000 rpm에서 3 내지 7 분간 혼합하는 단계를 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물에 대한 제조 방법.

청구항 24

제 15 항에 있어서,

상기 hPC는,

상기 치과 교정용 접착 조성물의 전체 질량에 대하여 5 내지 25 wt %로 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물에 대한 제조 방법.

청구항 25

제 15 항에 있어서,

상기 레진 기질은,

상기 치과 교정용 접착 조성물의 전체 질량에 대하여 60 내지 80 wt %로 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물에 대한 제조 방법.

청구항 26

제 15 항에 있어서,

상기 레진 단량체는,

비스페놀A 글리세롤레이트 디메타크릴레이트 (bisphenol-A glycerolate dimethacrylate, Bis-GMA), 비스페놀 A 에톡시레이트 디메타크릴레이트 (bisphenol-A ethoxylated dimethacrylate, Bis-EMA), 우레탄 디메타크릴레이트 (urethane dimethacrylate, UDMA), 하이드록시에틸 메타크릴레이트 (Hydroxyethyl Methacrylate, HEMA), 트리에틸렌글리콜 디아크릴레이트 (triethyleneglycol dimethacrylate, TEGDMA), 메틸 메타크릴레이트 (methyl methacrylate, MMA), 트리프로필렌 글리콜 디아크릴레이트 (tripropylene glycol diacrylate, TPGDA), 트리메틸올프로판 트리메타크릴레이트 (trimethylolpropane trimethacrylate, TMPTMA), 폴리에틸렌 글리콜 디아크릴레이트 (polyethylene glycol diacrylate, PEGDA), 디펜타에리스리톨 펜타아크릴레이트 (dipentaerythritol pentaacrylate, DPHA), 아이소보닐 아크릴레이트 (isobornyl acrylate, IOBA), 헥사메틸렌 디아크릴레이트 (hexamethylene diacrylate, HDODA) 및 폴리에스테르(polyester) 중 적어도 하나의 단량체를 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물에 대한 제조 방법.

청구항 27

제 15 항에 있어서,

상기 레진 기질은,

중합 개시제 및 중합 촉진제 중 적어도 하나를 더 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물에 대한 제조 방법.

청구항 28

제 27 항에 있어서,

상기 중합 개시제는,

캄포로퀴논(camphorquinone, CQ), -페닐-1,2-프로판디온(1-phenyl-1,2-propanedione, PPD), 디페닐요오드늄헥사플루오로포스페이트(diphenyliodonium hexafluorophosphate, DPIHP), p-옥틸옥시-페닐페닐 요오드늄 헥사플루오로안티모네이트(p-octyloxy-phenylphenyl iodonium hexafluoroantimonate, OPPI) 및 벤조일퍼옥사이드(benzoyl peroxide, BPO) 중 적어도 하나이고,

상기 중합 촉진제는,

2-(디메틸아미노)에틸 메타크릴레이트(2-(dimethylamino)ethyl methacrylate, DMAEMA), 에틸-4-(디메틸아미노)벤조에이트(ethyl-4-(dimethylamino) benzoate, EDMAB) 및 N,N-디메틸아미노벤조산에틸(N,N-dimethylaminobenzoic acid ethyl, DMBE) 중 적어도 하나인, 치과 교정용 접착 조성물에 대한 제조 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 수화된 백색 포틀랜드 시멘트를 포함하는 치과 교정용 접착 조성물 및 이에 대한 제조 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 치아교정을 위한 교정치료는 치아 이동을 통하여 정상적인 안면 성장을 유도하는 것을 주요 목적으로 한다. 특히, 치아 및 브라켓(bracket) 간의 안정된 접착이 임상 교정치료에 매우 중요하며, 이에, 법랑질과 브라켓의 접착력은 치아교정술에서 중요한 사항으로 두고 있다. 보다 구체적으로, 치과 교정용 시멘트는 치료 과정 중 접착 과정을 반복해야 함에 따라, 영구적 결합을 목적으로 하는 일반 치과용 시멘트와 달리, 낮은 접착 강도가 요구되며, 교정치료 기간 동안의 임시적인 결합을 유지할 수 있어야 한다. 나아가, 치과 교정용 시멘트는 교정치료 기간이 끝난 후 브라켓 탈착 시, 치아의 법랑질 표면에 손상을 주지 않으면서 제거가 용이해야 한다. 또한, 브라켓 접착을 위해 치과 교정용 시멘트가 다량 적용됨에 따라, 구강에 노출되는 시멘트 부위에 대한 생물학적 안전성이 확보되어야 한다.

[0003] 현재, 치아교정술에서는 광중합형 콤포짓트 레진계(composite resin) 치아 교정용 시멘트를 이용한 브라켓의 직접 합착법(direct bonding system, DBS)이 주로 이용되고 있으며, DBS는 치아 세척, 건조, 법랑질에 산부식제 적용, 산부식제 세척, 건조, 법랑질에 접착제 적용, 건조, 브라켓 면에 본딩제 적용, 치면에 브라켓 위치 및 광중합 하는 단계를 포함한다. 나아가, 치과 교정용 시멘트 기술의 발전에 의하여, '법랑질에 접착제 적용' 및 '브라켓 면에 본딩제 적용'하는 단계가 생략 가능한 교정용 자가 접착 레진이 개발되었으며, 이에, 교정 과정 중의 타액 오염 및 이에 따른 접착력 감소 등의 문제가 감소되었다.

[0004] 그러나, 이러한 치과 교정용 시멘트의 발전에도 불구하고, 항균 및 재광화 효과의 부재, 탈회(demineralization)에 의한 백색 반점(white spot) 및 우식 발생, 브라켓 주변의 플라그(plaque) 축적에 의한 치은 염증 발생 등에 대한 한계는 여전히 남아있으며, 이에, 항균 및 재광화 특성이 강화되어, 전술한 한계를 극복할 수 있는 새로운 교정용 자가 접착 레진에 대한 개발이 요구되고 있는 실정이다.

[0005] 발명의 배경이 되는 기술은 본 발명에 대한 이해를 보다 용이하게 하기 위해 작성되었다. 발명의 배경이 되는 기술에 기재된 사항들이 선행기술로 존재한다고 인정하는 것으로 이해되어서는 안 된다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 한편, 전술한 바와 같은 종래의 교정용 자가 접착 레진에 대한 한계를 극복하고자 본 발명의 발명자들은 수화된

백색 포틀랜드 시멘트(hydrated Portland cement, hPC)를 주목하였다. 보다 구체적으로, 본 발명의 발명자들은 hPC가 치과 충전 레진에 적용될 경우, 미백 효과 및 법랑질 미세 경도 손실을 예방할 수 있다는 종래의 연구들을 주목하였으며, 이에, 본 발명의 발명자들은 hPC가 치과 교정용 자가 접착 레진에 있어서도 동일한 효과를 초래할 수 있는지 확인하고자 하였다.

[0007] 결국, 본 발명의 발명자들은 특정 농도의 hPC가 특정 조성의 교정용 자가 접착 레진에 포함될 경우, 접착력 및 이의 기계적 특성은 유지한 채로, 교정용 자가 접착 레진 내 Ca 이온 방출을 향상시켜, 치과 교정용 브라켓 및 법랑질에 항균력 및 탈회 저항성을 부여할 수 있다는 것을 발견하였다.

[0008] 따라서, 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 자가 접착(Self-adhesive) 레진 시멘트로서, 레진 단량체를 포함하는 레진 기질(resin matrix), 및 수화된 백색 포틀랜드 시멘트(hydrated Portland cement, hPC)를 포함하는 필러(filler)를 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물을 제공하는 것이다.

[0009] 또한, 본 발명이 해결하고자 하는 다른 과제는 전술한 치과 교정용 접착 조성물 및 이에 포함되어 있는 hPC를 제조할 수 있는 제조 방법을 제공하는 것이다.

[0010] 본 발명의 과제들은 이상에서 언급한 과제들로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 과제들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

[0011] 전술한 바와 같은 과제를 해결하기 위해, 본 발명은, 레진 단량체를 포함하는 레진 기질(resin matrix), 및 수화된 백색 포틀랜드 시멘트(hydrated Portland cement, hPC)를 포함하는 필러(filler)를 포함하는, 자가 접착(Self-adhesive) 레진 시멘트인 치과 교정용 접착 조성물을 제공한다.

[0012] 본 발명의 특징에 따르면, 레진 단량체는, 비스페놀A 글리세롤레이트 디메타크릴레이트 (bisphenol-A glycerolate dimethacrylate, Bis-GMA), 비스페놀 A 에톡시레이트 디메타크릴레이트 (bisphenol-A ethoxylated dimethacrylate, Bis-EMA), 우레탄 디메타크릴레이트 (urethane dimethacrylate, UDMA), 하이드록시에틸 메타크릴레이트 (Hydroxyethyl Methacrylate, HEMA), 트리에틸렌글리콜 디아크릴레이트 (triethyleneglycol dimethacrylate, TEGDMA), 메틸 메타크릴레이트 (methyl methacrylate, MMA), 트리프로필렌 글리콜 디아크릴레이트 (tripropylene glycol diacrylate, TPGDA), 트리메틸올프로판 트리메타크릴레이트 (trimethylolpropane trimethacrylate, TMPTMA), 폴리에틸렌 글리콜 디아크릴레이트 (polyethylene glycol diacrylate, PEGDA), 디펜타에리스리톨 펜타아크릴레이트 (dipentaerythritol pentaacrylate, DPHA), 아이소보닐 아크릴레이트 (isobornyl acrylate, IOBA), 헥사메틸렌 디아크릴레이트 (hexamethylene diacrylate, HDODA) 및 폴리에스테르 (polyester) 중 적어도 하나의 단량체를 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0013] 본 발명의 다른 특징에 따르면, 레진 기질은, 중합 개시제를 더 포함할 수 있으며, 중합 개시제는, 캄포로퀴논 (camphorquinone, CQ), -페닐-1,2-프로판디온(1-phenyl-1,2-propanedione, PPD), 디페닐요오드늄헥사플루오로포스페이트(diphenyliodonium hexafluorophosphate, DPIHP), p-옥틸옥시-페닐페닐 요오드늄 헥사플루오로안티모네이트(p-octyloxy-phenylphenyl iodonium hexafluoroantimonate, OPPI) 및 벤조일퍼옥사이드(benzoyl peroxide, BPO) 중 적어도 하나일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0014] 본 발명의 또 다른 특징에 따르면, 레진 기질은, 중합 촉진제를 더 포함할 수 있으며, 중합 촉진제는, 중합 촉진제는, 2-(디메틸아미노)에틸 메타크릴레이트(2-(dimethylamino)ethyl methacrylate, DMAEMA), 에틸-4-(디메틸아미노)벤조에이트(ethyl-4-(dimethylamino) benzoate, EDMAB) 및 N,N-디메틸아미노벤조산에틸(N,N-dimethylaminobenzoic acid ethyl, DMBE) 중 적어도 하나일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0015] 본 발명의 또 다른 특징에 따르면, 레진 기질은, 치과 교정용 접착 조성물의 전체 질량에 대하여 약 60 내지 80 wt %로 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0016] 본 발명의 또 다른 특징에 따르면, 필러는, 실란화된 유리 필러(Silanized glass filler)를 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0017] 본 발명의 또 다른 특징에 따르면, hPC의 입자는, 1.5 내지 5 μm의 크기일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0018] 본 발명의 또 다른 특징에 따르면, hPC의 Ca은, hPC 입자의 전체 질량에 대하여 80 내지 90 wt %로 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0019] 본 발명의 또 다른 특징에 따르면, Ca 이온의 방출력은, 30일 동안 10 mg/L 이상 지속될 수 있다.

[0020] 본 발명의 또 다른 특징에 따르면, hPC는, 치과 교정용 접착 조성물의 전체 질량에 대하여 약 5 내지 25 wt %로 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0021] 본 발명의 또 다른 특징에 따르면, 치과 교정용 접착 조성물의 피막도는, 35 내지 45 μm일 수 있다.

[0022] 본 발명의 또 다른 특징에 따르면, 치과 교정용 접착 조성물은, 30일 동안, pH 5.5 이상을 유지할 수 있다.

[0023] 전술한 바와 같은 또 다른 과제를 해결하기 위해, 본 발명은, 백색 포틀랜드 시멘트(Portland cement) 및 증류수를 이용하여, 수화된 백색 포틀랜드 시멘트hydrated Portland cement, hPC)를 제조하는 단계, 제조된 hPC 및 실란화된 유리 필러(Silanized glass filler)를 혼합하여 필러 혼합물을 제조하는 단계, 및 필러 혼합물 및 레진 단량체를 포함하는 레진 기질을 혼합하여 치과 교정용 접착 조성물을 제조하는 단계를 포함하는, 치과 교정용 접착 조성물에 대한 제조 방법을 제공한다.

[0024] 본 발명의 특징에 따르면, hPC를 제조하는 단계는, 백색 포틀랜드 시멘트 및 증류수를 혼합하여 시멘트 혼합물을 제조하는 단계, 제조된 시멘트 혼합물을 경화시키는 단계, 경화된 시멘트 혼합물을 분쇄하는 단계, 및 분쇄된 시멘트 혼합물을 필터링하는 단계를 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0025] 본 발명의 다른 특징에 따르면, 시멘트 혼합물을 제조하는 단계는, 백색 포틀랜드 시멘트 및 증류수를 3000 내지 4000 rpm으로 혼합하는 단계를 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0026] 본 발명의 또 다른 특징에 따르면, 백색 포틀랜드 시멘트 및 증류수는 0.2 내지 0.4 (water/powder) 비율일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0027] 본 발명의 또 다른 특징에 따르면, 경화시키는 단계는, 36 내지 38 ℃및 상대습도 90 내지 100 %인 상태에서 2 내지 4일동안 수행될 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0028] 본 발명의 또 다른 특징에 따르면, 분쇄하는 단계는, 경화된 시멘트 혼합물을 300 내지 400 rpm에서 20 내지 40 분간 분쇄하는 단계를 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0029] 본 발명의 또 다른 특징에 따르면, 필터링하는 단계는, 분쇄된 시멘트 혼합물을 300 내지 500 메쉬(mesh)를 이용하여 1차 필터링하는 단계, 및 1차 필터링된 시멘트 혼합물을 에어젯시브(air jet sieve)를 이용하여 2차 필터링하는 단계를 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0030] 본 발명의 또 다른 특징에 따르면, hPC의 입자는, 1.5 내지 5 μm의 크기일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0031] 본 발명의 또 다른 특징에 따르면, 치과 교정용 접착 조성물을 제조하는 단계는, 필러 혼합물 및 레진 기질을 3000 내지 4000 rpm에서 3 내지 7 분간 혼합하는 단계를 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0032] 본 발명의 또 다른 특징에 따르면, hPC는, 치과 교정용 접착 조성물의 전체 질량에 대하여 약 5 내지 25 wt %로 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0033] 본 발명의 또 다른 특징에 따르면, 레진 기질은, 치과 교정용 접착 조성물의 전체 질량에 대하여 약 60 내지 80 wt %로 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0034] 본 발명의 또 다른 특징에 따르면, 레진 단량체는, 비스페놀A 글리세롤레이트 디메타크릴레이트 (bisphenol-A glycerolate dimethacrylate, Bis-GMA), 비스페놀 A 에톡시레이트 디메타크릴레이트 (bisphenol-A ethoxylated dimethacrylate, Bis-EMA), 우레탄 디메타크릴레이트 (urethane dimethacrylate, UDMA), 하이드록시에틸 메타크릴레이트 (Hydroxyethyl Methacrylate, HEMA), 트리에틸렌글리콜 디아크릴레이트 (triethyleneglycol dimethacrylate, TEGDMA), 메틸 메타크릴레이트 (methyl methacrylate, MMA), 트리프로필렌 글리콜 디아크릴레이트 (tripropylene glycol diacrylate, TPGDA), 트리메틸올프로판 트리메타크릴레이트 (trimethylolpropane trimethacrylate, TMPTMA), 폴리에틸렌 글리콜 디아크릴레이트 (polyethylene glycol diacrylate, PEGDA), 디펜타에리스리톨 펜타아크릴레이트 (dipentaerythritol pentaacrylate, DPHA), 아이소보닐 아크릴레이트 (isobornyl acrylate, IOBA), 헥사메틸렌 디아크릴레이트 (hexamethylene diacrylate, HDODA) 및 폴리에스테르 (polyester) 중 적어도 하나의 단량체를 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0035] 본 발명의 또 다른 특징에 따르면, 레진 기질은, 중합 개시제 및 중합 촉진제 중 적어도 하나를 더 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0036] 본 발명의 또 다른 특징에 따르면, 중합 개시제는, 캄포로퀴논(camphorquinone, CQ), -페닐-1,2-프로판디온(1-phenyl-1,2-propanedione, PPD), 디페닐요오드늄헥사플루오로포스페이트(diphenyliodonium hexafluorophosphate, DPIHP), p-옥틸옥시-페닐페닐 요오드늄 헥사플루오로안티모네이트(p-octyloxy-phenylphenyl iodonium hexafluoroantimonate, OPPI) 및 벤조일퍼옥사이드(benzoyl peroxide, BPO) 중 적어도 하나이고, 중합 촉진제는, 2-(디메틸아미노)에틸 메타크릴레이트(2-(dimethylamino)ethyl methacrylate, DMAEMA), 에틸-4-(디메틸아미노)벤조에이트(ethyl-4-(dimethylamino) benzoate, EDMAB) 및 N,N-디메틸아미노벤조산에틸(N,N-dimethylaminobenzoic acid ethyl, DMBE) 중 적어도 하나일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0037] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 보다 상세히 설명한다. 다만, 이들 실시예는 본 발명을 예시적으로 설명하기 위한 것에 불과하므로 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 한정되는 것으로 해석되어서는 아니된다.

발명의 효과

[0038] 본 발명은, 수화된 백색 포틀랜트 시멘트(hPC)를 포함함으로써, 치과 교정 장치 및 치아의 기계적 특성에 영향을 미치지 않으며, 우수한 생체 적합성을 가질 수 있으며, 나아가, 본 발명은 hPC를 포함함으로써, 높은 수준의 항균성 및 항균 지속성을 제공할 수 있으며, 이는 장기간 지속되는 높은 칼슘 이온 방출에서 기인할 수 있다.

[0039] 나아가, 본 발명은 전술한 바와 같이, hPC 함유로 인하여, 장기간의 많은 양의 칼슘 이온이 방출될 수 있으며, 이에 따라, 산 중화 능력, 칼슘 이온 방출력 및 타액에서의 재광화력이 향상될 수 있으며, 결국 본 발명은 치과용 자가 접착 레진 시멘트에 있어, 높은 수준의 탈회 저항성을 제공할 수 있다.

[0040] 본 발명에 따른 효과는 이상에서 예시된 내용에 의해 제한되지 않으며, 더욱 다양한 효과들이 본 명세서 내에 포함되어 있다.

도면의 간단한 설명

[0041] 도 1a는 본 발명의 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 제조 방법에 대한 흐름도이다.

도 1b는 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물 내 hPC 제조 방법에 대한 개략도이다.

도 2a 및 2b는 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 hPC에 대한 SEM-DES 결과이다.

도 3a 내지 3d는 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물에 대한 기계적 특성 분석 결과이다.

도 4는 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물에 대한 피막도 분석 결과이다.

도 5a 내지 5d는 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물에 대한 항균 효과 분석 결과이다.

도 6a 내지 6d는 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물에 대한 탈회 저항성 분석 결과이다.

도 7a 및 7b는 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 중합도 및 생물학적 특성 분석 결과이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0042] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나, 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 것이며, 단지 본 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다.

[0043] 본 명세서에서 사용되는 용어 "또는"은 달리 언급하지 않는 한 "및/또는"을 의미한다

[0044] 본 명세서에서 사용되는 용어 "약"은, 당업자에게 용이하게 알려진 각각의 값에 대한 보통의 오차 범위를 지칭한다. 본 명세서에서 "약" 값 또는 파라미터 지칭은 그 값 또는 파라미터 자체에 관한 실시예를 포함한다. 나아가, 용어 "약" 은 문맥으로부터 달리 언급되거나 달리 명백하지 않는 한 언급된 참조 값의 어느 한 방향(초과 또는 미만)으로 10 % 내에 해당하는 값의 범위를 나타낸다.

[0045] 본 명세서에서 사용되는 용어 "환자 또는 개체"는, 상호교환적으로 사용되고 치료가 요구되는 임의의 단일 동물, 더 바람직하게는 포유동물 (그와 같은 비-인간 동물, 예를 들어, 고양이, 개, 말, 토끼, 동물원 동물,

소, 돼지, 양, 및 비-인간 영장류 포함)을 지칭한다. 본 명세서의 다양한 실시예에서 지칭하는 환자는 인간일 수 있다.

[0046] 본 명세서에서 사용되는 용어, "바이오필름 (biofilm) "은 치아 및 치과용 치과 교정술 장치의 표면에 형성된 단백질, 곰팡이 및 박테리아 등으로 이 루어진 군집을 의미할 수 있다. 이러한 바이오필름은 구강 내의 일정한 온도 및 습도와 박테리아의 영양이 되는 음식물 찌꺼기로 인해 계속 성장하여 두꺼워질 수 있다. 두꺼워진 바이오필름은 독성 물질이 생겨 충치 및 잇몸 염증을 일으키고, 결국 치은염과 치주염을 야기시킨다. 나아가, 바이오필름이 형성되면 그 위로 음 식물 찌꺼기 등에 의한 단백질 등이 쌓여 플라그 (plaque) 가 형성되고, 플라그가 두꺼워지면서 딱딱해져 치석이 형성될 수 있다. 이에, 플라그 및 치석의 형성을 차단하기 위해서는 플라그 및 치석의 원인이 되는 바이오필름의 형성부터 저해시켜야 한다.

[0047] 본 명세서에서 사용되는 용어, "바이오매스 (biomass)"는 바이오필름에 형성되어 있는 군집의 전체 박테리아 생물량을 의미할 수 있다.

[0048] 본 명세서에서 사용되는 용어, "열가소성 수지"는 열이나 압력으로 소성 변형을 시켜 성형할 수 있으며, 치과용으로 사용 가능한 고분자 화합 물질을 의미할 수 있다.

[0049] 본 발명에서 사용되는 용어, "중합 개시제(polymerization initiator)"는 빛(광원)으로부터 에너지를 흡수하여 polymerization 반응을 개시시키는 물질을 의미할 수 있으며, 빛을 직접 흡수할 수 있는 물질로 광중합기에서 조사되는 파장대에 대해 높은 흡수성을 가져야 하고, 높은 효율로 자유기를 형성해야 하며, 중합 매체에 잘 녹고, 냄새나 독성이 없으며, 보관 안정성이 안정적인 조건을 충족해야한다. 이에, 본 발명의 일 실시예에 따른 중합 개시제는 캄포로퀴논(camphorquinone, CQ), -페닐-1,2-프로판디온(1-phenyl-1,2-propanedione, PPD), 디페닐요오드늄헥사플루오로포스페이트(diphenyliodonium hexafluorophosphate, DPIHP), p-옥틸옥시-페닐페닐 요오드늄 헥사플루오로안티모네이트(p-octyloxy-phenylphenyl iodonium hexafluoroantimonate, OPPI) 및 벤조일 퍼옥사이드(benzoyl peroxide, BPO) 중 적어도 하나일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니며, 광 조사에 의해 광중합을 일으키는 작용을 하는 물질이라면 특별히 그 종류가 제한되는 것은 아니나, 본 발명에서는 캄포로퀴논(camphorquinone, CQ)을 사용하는 것이 바람직하다.

[0050] 본 발명에서 사용되는 용어, "중합 촉진제(co-initiator)"는 중합개시제 단독으로는 중합 효능이 낮을 수 있음에 따라, 이의 중합 효능을 높여줄 수 있는 촉진제를 의미할 수 있으며, 2-(디메틸아미노)에틸 메타크릴레이트(2-(dimethylamino)ethyl methacrylate, DMAEMA), 에틸-4-(디메틸아미노)벤조에이트(ethyl-4-(dimethylamino) benzoate, EDMAB) 및 N,N-디메틸아미노벤조산에틸(N,N-dimethylaminobenzoic acid ethyl, DMBE) 중 적어도 하나일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니며, 본 발명에서는 DMAEMA을 사용하는 것이 바람직하다.

[0052] **본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물 및 이에 대한 제조 방법**

[0054] 이하에서는 도 1a 및 1b를 참조하여, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 제조 방법에 대하여 설명하도록 한다.

[0055] 도 1a는 본 발명의 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 제조 방법에 대한 흐름도이다. 이때, 설명의 편의를 위하여, 도 1b를 참조하여 설명하도록 한다.

[0056] 도 1a를 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물에 대한 제조 방법은 백색 포틀랜드 시멘트(Portland cement) 및 증류수를 이용하여, 수화된 백색 포틀랜드 시멘트hydrated Portland cement, hPC)를 제조하는 단계(S110), 제조된 hPC 및 실란화 된 유리 필러(Silanized glass filler)를 혼합하여 필러 혼합물을 제조하는 단계(S120) 및 필러 혼합물 및 레진 단량체를 포함하는 레진 기질을 혼합하여 치과 교정용 접착 조성물을 제조하는 단계(S130)를 포함한다.

[0057] 먼저, 수화된 백색 포틀랜드 시멘트hydrated Portland cement, hPC)를 제조하는 단계(S110)는 백색 포틀랜드 시멘트 및 증류수를 혼합하여 시멘트 혼합물을 제조하는 단계, 제조된 시멘트 혼합물을 경화시키는 단계, 경화된 시멘트 혼합물을 분쇄하는 단계 및 분쇄된 시멘트 혼합물을 필터링하는 단계를 포함한다.

[0058] 보다 구체적으로, 도 1b를 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물 내 hPC 제조 방법에 대한 개략도가 도시된다.

[0059] 먼저, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물 내 hPC의 제조를 위하여, 백색 포틀랜드 시멘트(Union White Portland cement(WPC), Gyeonggi-do, Korea) 및 증류수를 0.2 내지 0.4의 (water/powder) 비율로 혼합한다. 이때, WPC 및 증류수의 혼합은 스피드믹서(Hauschild SpeedMixer DAC 150, FlackTech Inc., Hauschild, Germany)를 이용하여 3000 내지 4000 rpm으로 수행될 수 있으며, 바람직하게는 0.33 (water/powder) 비율의 WPC 및 증류수가 3500 rpm에서 혼합될 수 있다.

[0060] 그 다음, 혼합이 완료된 시멘트 혼합물은 36 내지 38 ℃및 상대습도 90 내지 100 %인 상태에서 2 내지 4일동안 보관되어, 경화될 수 있으나, 바람직하게는 37 ℃ 및 상대습도 100 %인 상태에서 3일 동안 보관되어 경화될 수 있다.

[0061] 그 다음, 경화가 완료된 시멘트 혼합물은 막자 사발을 이용하여 1차로 분쇄된 뒤, ball mill (PM 100, Retsch, Haan, Germany)를 이용하여 300 내지 400 rpm에서 20 내지 40분간 2차 분쇄될 수 있으나, 바람직하게는 1차 분쇄 이후, 350 rpm에서 30분간 분쇄될 수 있다.

[0062] 그 다음, 분쇄된 시멘트 혼합물은 2차의 필터링 과정이 수행될 수 있다. 보다 구체적으로, 분쇄된 시멘트 혼합물을 300 내지 500 메쉬(mesh)를 이용하여 1차 필터링이 수행될 수 있으나, 바람직하게는 400-mesh sieve shaker (AS 200 control, Retsch, Haan, Germany)를 이용하여 1차 필터링이 수행될 수 있다.

[0063] 나아가, 1차 필터링이 수행된 시멘트 혼합물은 에어젯시브(air jet sieve)를 이용하여 2차 필터링이 수행될 수 있으나, 바람직하게는 air jet sieving machine (AS 200 jet, Retsch, Hann, Germany)을 이용하여 40 rpm에서 약 30초간 2차 필터링이 수행될 수 있다.

[0064] 이상의 과정에 따라, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물 내 hPC가 제조될 수 있으며, 전술한 과정에 의하여 제조된 hPC는 1.5 내지 5 μm의 균일한 평균 입자 크기를 가질 수 있다. 또한, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물 내 hPC는 수화되었음에 따라, 수산화 칼슘(calcium hydroxide)을 포함할 수 있다. 수산화칼슘은 체액(physiological fluid)과 접촉 시, 칼슘을 용출할 수 있으며, 용출된 칼슘은 인산염과 복합체를 형성하여 수산화인회석과 같은 침착물(precipitates)을 생성하고, 침착물은 치면의 공간을 채울 수 있다. 나아가, 수화된 hPC는 레진 내 기능성 필러로 활용되어, OH^-와 같은 이온을 방출하여, 항우식 및 항균 효과를 제공할 수 있다.

[0065] 다시 도 1a를 참조하면, 필러 혼합물을 제조하는 단계(S120)에서 제조된 hPC 및 실란화된 유리 필러(Silanized glass filler)의 혼합 비율은 3 : 1 내지 1 : 3일 수 있다. 예를 들어, 필러 혼합물에 대한 총 질량이 30인 경우, hPC 및 실란화된 유리 필러는 22.5 : 7.5 내지 7.5 : 22.5의 무게비로 혼합될 수 있다. 이에, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물에 대한 제조 방법에서의 필러 혼합물을 제조하는 단계(S120)는 제조된 hPC 및 실란화된 유리 필러(Silanized glass filler)에 대하여 3 : 1 내지 1 : 3의 비율로 혼합하여, 필러 혼합물을 제조하는 단계를 포함할 수 있다.

[0066] 그 다음, 치과 교정용 접착 조성물을 제조하는 단계(S130)는 필러 혼합물 및 레진 기질을 3000 내지 4000 rpm에서 3 내지 7 분간 혼합하는 단계를 포함할 수 있으며, 바람직하게는, 스피드믹서(Hauschild SpeedMixer DAC 150, FlackTech Inc., Hauschild, Germany)를 이용하여, 3500 rpm에서 5분간 혼합하는 단계일 수 있다. 이에, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물 내 필러 혼합물 및 레진 기질은 균일하게 혼합될 수 있다. 이때, 혼합되는 레진 기질은 치과 교정용 접착 조성물의 전체 질량에 대하여 약 60 내지 80 wt %로 포함될 수 있으나, 바람직하게는 약 70 wt %일 수 있으며, 이에 따라, 필러 혼합물은 치과 교정용 접착 조성물의 전체 질량에 대하여 약 20 내지 40 wt %로 포함될 수 있으나, 바람직하게는 약 30 wt %일 수 있다.

[0067] 나아가, 치과 교정용 접착 조성물을 제조하는 단계(S130)에서 이용되는 레진 기질의 레진 단량체는 비스페놀A 글리세롤레이트 디메타크릴레이트 (bisphenol-A glycerolate dimethacrylate, Bis-GMA), 비스페놀 A 에톡시레이트 디메타크릴레이트 (bisphenol-A ethoxylated dimethacrylate, Bis-EMA), 우레탄 디메타크릴레이트 (urethane dimethacrylate, UDMA), 하이드록시에틸 메타크릴레이트 (Hydroxyethyl Methacrylate, HEMA), 트리에틸렌글리콜 디아크릴레이트 (triethyleneglycol dimethacrylate, TEGDMA), 메틸 메타크릴레이트 (methyl methacrylate, MMA), 트리프로필렌 글리콜 디아크릴레이트 (tripropylene glycol diacrylate, TPGDA), 트리메틸올프로판 트리메타크릴레이트 (trimethylolpropane trimethacrylate, TMPTMA), 폴리에틸렌 글리콜 디아크릴레이트 (polyethylene glycol diacrylate, PEGDA), 디펜타에리스리톨 펜타아크릴레이트 (dipentaerythritol pentaacrylate, DPHA), 아이소보닐 아크릴레이트 (isobornyl acrylate, IOBA), 헥사메틸렌 디아크릴레이트 (hexamethylene diacrylate, HDODA) 및 폴리에스테르(polyester) 중 적어도 하나의 단량체를 포함할 수

있으나, 이에 제한되는 것은 아니며, 바람직하게는 Bis-EMA 및 UDMA일 수 있다.

[0068] 치과 교정용 접착 조성물을 제조하는 단계(S130)에서 이용되는 레진 기질은 중합 개시제 및 중합 촉진제 중 적어도 하나를 더 포함할 수 있다. 보다 구체적으로, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물 내 중합 개시제는 캄포로퀴논(camphorquinone, CQ), -페닐-1,2-프로판디온(1-phenyl-1,2-propanedione, PPD), 디페닐요오드늄헥사플루오로포스페이트(diphenyliodonium hexafluorophosphate, DPIHP), p-옥틸옥시-페닐페닐 요오드늄 헥사플루오로안티모네이트(p-octyloxy-phenylphenyl iodonium hexafluoroantimonate, OPPI) 및 벤조일 퍼옥사이드(benzoyl peroxide, BPO) 중 적어도 하나를 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니며, 바람직하게는, 캄포로퀴논(camphorquinone, CQ)일 수 있다.

[0069] 나아가, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물 내 중합 촉진제는 2-(디메틸아미노)에틸 메타크릴레이트(2-(dimethylamino)ethyl methacrylate, DMAEMA), 에틸-4-(디메틸아미노)벤조에이트(ethyl-4-(dimethylamino) benzoate, EDMAB) 및 N,N-디메틸아미노벤조산에틸(N,N-dimethylaminobenzoic acid ethyl, DMBE) 중 적어도 하나를 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니며, 바람직하게는, DMAEMA일 수 있다.

[0070] 이에, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물에 대한 제조 방법은 치과 교정용 접착 조성물을 제조하는 단계(S130) 이전에, 레진 단량체를 포함하는 레진 기질에 중합 개시제 및 중합 촉진제 중 적어도 하나를 혼합하는 단계를 더 포함할 수 있다.

[0071] 이상의 과정에 따라, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물이 제조될 수 있으며, 이에, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물은 레진 단량체를 포함하는 레진 기질(resin matrix), 및 수화된 백색 포틀랜드 시멘트(hydrated Portland cement, hPC)를 포함하는 필러(filler)를 포함할 수 있다.

[0072] 이때, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물은 hPC를 포함함에 따라, 종래의 교정용 자가 접착 레진의 항균 효과 및 탈회 저항성에 대한 한계를 극복할 수 있다.

[0073] 보다 구체적으로, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물 내 hPC는 함유 여부 및 이의 함유량에 상관없이 세포 독성을 보이지 않으며, 우수한 생체 적합성을 가진다. 나아가, hPC을 포함한 조성물의 경우, 장기간의 칼슘 이온을 방출할 수 있음에 따라, 법랑질의 재광화를 초래할 수 있으며, 30일 이상, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물이 접촉된 영역(구강 내)의 pH를 5.5 이상을 유지시킬 수 있음에 따라, 우식 유발을 방지할 수 있다.

[0074] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물 내 hPC는 치과용 레진의 기계적 특성에 영향을 미치지 않으며, 국제 규격 ISO 기준에 준하는 피막도를 제공할 수 있음에 따라, 사용자의 이물감과 같은 불편함을 최소화할 수 있다.

[0076] **본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 특성**

[0077] 이하에서는 도 2a 내지 도 7b를 참조하여, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물에 대한 특성에 대하여 설명하도록 한다.

[0079] 도 2a 및 2b는 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 hPC에 대한 SEM-DES 결과이다. 이때, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 hPC의 크기 분석을 위하여, 입자 사이즈 분석기(ELS-1000, Otsuka Electronics, Osaka, Japan)가 이용되었다. 나아가, hPC의 결정 구조 분석을 위하여, X-ray diffraction (XRD, Ultima IV, Rigaku, Tokyo, Japan)가 이용되었으며, 회절각 2Θ분당 2° 의 속도로 10° 에서 90° 까지의 각도 범위에서 결정 구조 분석이 수행되었다. 더 나아가, 입자의 형태 및 화학적 성분 분석을 위하여, Scanning Electron Microscope (SEM, JEOL-7800F, JEL Ltd., Tokyo, Japan)-Energy Dispersive X-ray Spectrometer (EDS, JEOL-7800F, JEL Ltd., Tokyo, Japan)가 이용되었다.

[0080] 먼저, 도 2a를 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 hPC는 입자 사이즈가 평균 3.24 (± 1.45) μm 크기이며, Ca 및 Si로 이루어진 작은 파우더 형태인 것으로 나타난다.

[0081] 그 다음, 도 2b를 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 hPC는 calcium hydroxide, tricalcium silicate, bicalcium silicate 및 tetracalcium aluminoferrite를 포함한 것으로 나타난다.

[0082] 나아가, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 hPC는 Ca이 83.87 wt.%로 가장 많이 포함되어 있으며, 그 다음으로, Si가 16.13 wt %로 포함된 것으로 나타난다.

[0083] 도 3a 내지 3d는 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물에 대한 기계적 특성 분석 결과이다. 이때, 이하에서 설명될 실시예 1 내지 3은 각각 상이한 hPC 중량비를 포함할 수 있으며, 도 1a에서 도시된 바와 같이, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물에 대한 제조 방법에 의하여 제조되었다. 보다 구체적으로, 실시예 1, 2, 3은 하기의 표 1의 무게 비율로 제조되었으며, 균일한 혼합을 위하여, 스피드믹서(Hauschild SpeedMixer DAC 150, FlackTech Inc., Hauschild, Germany)를 이용하여 레진 기질 및 필러를 3500 rpm에서 약 5 분동안 혼합하였다. 나아가, 비교예 1 및 2는 대조군으로서, 비교예 1은 교정용 자가 접착 레진인 Ortho Connect (GC, Tokyo, Japan)이며, 제조사의 지침에 따라 제조되었으며, 비교예 2는 실시예 1 내지 3과 동일한 방법으로 제조되었으나, 조성물의 필러 내에 hPC를 포함하지 않았다. 나아가, 전술한 비교예 1, 2, 실시예 1 내지 3은 이하의 도 4 내지 7b에서 설명될, 비교예 1, 2, 실시예 1 내지 3와 동일하다.

표 1

[0084]

그룹 구성		비교예 2 hPC 0	실시예 1 hPC 7.5	실시예 2 hPC 15	실시예 3 hPC 22.5
Resin matrix	Bis-EMA, UDMA CQ, DMAEMA	70	70	70	70
Filler	Silanized dental glass filler	30	22.5	15	7.5
	hPC	0	7.5	15	22.5

[0085] 먼저, 도 3a를 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 전단 접착 강도(shear bond strength, SBS) 결과가 도시되며, SBS는 universal testing machine (UTM; Zwick/RoellZ010; Zwick GmbH & Co. KG, Ulm, Germany)를 이용하여 1 mm/min의 crosshead speed에서 분석되었다.

[0086] 실시예 2 및 3은 비교예 1과 유의한 차이 없이, 약 7 내지 11 MPa의 높은 접착 강도 수준을 가지는 것으로 나타난다. 아울러, 실시예 1 또한, 실시예 2 및 3과 유의한 차이 없는 것으로 나타난다.

[0087] 즉, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 hPC는 전단 접착 강도에 대한 영향을 미치지 않음에 따라, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물은 종래의 접착 레진 조성물와 동일하게 높은 수준의 전단 접착 강도를 가질 수 있다는 것을 의미할 수 있다.

[0088] 도 3b를 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 굴곡 강도(flexural strength) 결과가 도시되며, 굴곡 강도는 ISO 4049:2019 기준에 의거하여, 비교예 1, 2, 실시예 1 내지 3에 대한 25×2×2 mm인 시편을 제작한 후, universal testing machine (UTM; Zwick/RoellZ010; Zwick GmbH & Co. KG, Ulm, Germany)를 이용하여, 1.0 mm/min의 crosshead speed에서 분석하였다.

[0089] 실시예 1 내지 3은 약 70 내지 90 MPa를 가지며, 모두 비교예 1 및 2와 유의한 차이가 없는 것으로 나타난다.

[0090] 즉, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 hPC는 함유 여부 및 함유량에 상관없이 굴곡 강도에 영향을 미치지 않음에 따라, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물은 ISO 4049에서 제시한 기준인 50MPa에 모두 충족되는 굴곡 강도를 가질 수 있다는 것을 의미할 수 있다.

[0091] 도 3c 및 3d는 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 여 본딩제 양상(Adhesive remnant index, ARI) 결과이다. 이때, ARI 분석은 브라켓을 제거한 뒤, 법랑질 표면의 잔여 본딩을 확인하기 위한 분석으로, 법랑질 시편을 제조하기 위하여, 치근이 분리된 우치를 원형 몰드에 위치시킨 후, 폴리에스터 레진(Polycoat, Aekyung, Chungnam, Korea)을 주입한 뒤, 주입된 레진을 24시간 동안 충분히 경화시켰다. 그 다음, 냉각수 공급 하에 자동연마기(Ecomet30, Buehler, Lake Bluff, IL, USA)를 이용하여 P800, P1000, P1200의 실리콘 카바이드 연마지로 시편 표면을 단계적 연마하여 시편 표면을 균일하게 하였다. 그 다음, 비교예 1, 2, 실시예 1 내지 3을 브라켓에 일정량 도포한 뒤, 브라켓을 법랑질 표면에 위치시킨 후 길모어니들로 일정한 힘을 가하여 도포된 비교예 1, 2, 실시예 1 내지 3의 동일 양을 법랑질 표면에 접촉시킨 후, 광중합을 시행하였다. 이후, 브라켓을 제거한 뒤, 법랑질 표면의 잔여 본딩을 확인하기 위하여, 광학 현미경(Hi-Scope, KH-1000, Hirox Co. Ltd., Japan) 관찰에 기초한, ARI 분석이 수행되었으며, ARI 점수(scoring)은 모든 본딩제가 남아있는 양상일 시 3점, 50 % 이상이 남아 있는 양상일 시 2점, 50 % 미만이 남아 있는 양상일 시 1점, 남아있는

본딩제가 전혀 없을 경우는 0점으로 산출되었다.

[0092] 도 3c를 참조하면, 비교예 2를 제외한, 실시예 1 내지 3 모두, 비교예 2와 마찬가지로, 법랑질 시편 표면에 잔여 본딩제가 남아 있는 것으로 나타난다.

[0093] 보다 구체적으로, 도 3d를 참조하면, 실시예 1 내지 3 모두, 법랑질 시픈 표면에 50 % 이상의 잔여 본딩제를 포함하는 것으로 나타나며, 비교예 2와 유의한 차이는 없는 것으로 나타난다.

[0094] 이때, 잔여 본딩제가 법랑질 표면에 없을 경우, 과도한 제거력 등으로 인하여, 법랑질 표면 및 내부에 비가역적인 미세 결함(micro leakage)을 초래할 수 있다. 나아가, 이러한 미세 결함은 음식 잔여물 및 세균의 침투를 유발하여, 우식 등의 치주 질환 등을 초래할 수 있다. 따라서, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물은 hPC는 함유 여부 및 함유량에 상관없이 과도한 제거력을 유발하지 않음에 따라, 법랑질 표면 및 내부에 비가역적인 미세 결함 및 이에 따른 부정적인 예후를 초래하지 않는다는 것을 의미할 수 있다.

[0095] 도 4는 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물에 대한 피막도 분석 결과이다. 이때, 피막도 분석은 ISO 4049:2019 지침 기준하여, 수행되었다.

[0096] 도 4를 참조하면, 실시예 2 및 3은 비교예 1과 유의한 차이 없이, 약 37 내지 43 ㎛의 두께를 가지는 것으로 나타난다.

[0097] 이때, 교정용 자가 접착 레진의 경우, 법랑질 표면 위에 본딩할 시 피막도가 두꺼우면 이물감이 커질 수 있고, 접착력이 감소할 수 있다. 반대로, 피막도가 얇으면, 교정치료 후 적은 힘으로도 브라켓이 법랑질로부터 제거될 수 있는 특징이 있다. 이에, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물은 ISO 4049에서 제시한 기준인 50 ㎛ 이하의 조건을 충족하며, 종래의 교정용 자가 접착 레진과 동일한 수준의 피막도를 가질 수 있다.

[0098] 도 5a 내지 5d는 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물에 대한 항균 효과 분석 결과이다. 이때, 항균 효과 분석을 위하여, 치아우식 유발균인 *Streptococcus mutans* (*S. mutans*, KCTC 5365)가 이용되었으며, *S. mutans*를 비교예 1, 2, 실시예 1 내지 3을 포함하는 시편 위에 일정량 떨어뜨린 후 배양한 뒤, colony forming units (CFUs) counting, bacterial viability, bacterial morphology 및 methylthiazol tetrazolium (MTT) metabolic activity 방법에 기초하여 항균 효과 분석이 수행되었다.

[0099] 도 5a를 참조하면, 박테리아 생존력(Bacterial viability) 분석 결과가 도시되며, 이때, 박테리아 생존력 분석에 생사 여부에 따라 박테리아가 염색(Live/dead staining)되는 키트(live-green/dead-red)가 이용되었으며, 공초점 레이져 현미경 (confocal laser microscopy)을 이용하여 박테리아의 생사 여부를 관찰하였다.

[0100] 실시예 1 내지 3은 적색의 죽은 박테리아 분포가 많은 것으로 나타나며, 반면에, 비교예 1 및 2는 녹색의 살아있는 박테리아 분포가 많은 것으로 나타난다.

[0101] 나아가, 실시예 1에서 3으로 갈수록 적색의 죽은 박테리아 분포가 더욱 많아지는 것으로 나타나며, 이는 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 hPC 함량이 많아질수록 박테리아에 대한 항균 효과가 높아진다는 것을 의미할 수 있다.

[0102] 도 5b를 참조하면, MTT 방법에 기초한 항균 지속성 분석 결과가 도시되며, 1일차, 4일차, 7일차 및 15일차에서 모두, 실시예 1에서 3으로 갈수록 MTT 대사 활성도(metabolic activity)이 낮아지는 것으로 나타난다. 즉, 도 5a에서와 마찬가지로 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 hPC 함량이 많아질수록 박테리아에 대한 항균 효과가 높아진다는 것을 의미할 수 있다.

[0103] 또한, MTT 대사 활성도는 동일한 실시예 내에서 시간이 경과됨에 따라, 낮아지는 것으로 나타난다. 즉, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물은 장시간의 항균 지속성을 가진다는 것을 의미할 수 있다.

[0104] 도 5c를 참조하면, 박테리아 부착 방지 효과에 대한 CFU (colony forming unit) 분석 결과가 도시되며, CFU (colony forming unit)를 확인하기 위해, 박테리아가 포함된 현탄액을 시편 위에 위치시키고 37 ℃에서 24시간 동안 배양하였다. 배양된 시편을 약 10 분 동안 초음파 처리를 하여, 1 ml의 BHI로 박테리아 현탁액을 획득하였다. 그 다음, 박테리아 현탁액의 100 ㎕를 BHI 배지에 도말한 후, 37 ℃에서 48 시간 동안 배양하였다. 마지막으로, 총 콜로니 수를 계수하여 CFU를 측정하였다.

[0105] 실시예 1 내지 3은 비교예 1 및 2 보다 유의한 차이를 가지며, 보다 낮은 CFU를 가지는 것으로 나타난다. 나아가, 실시예 1에서 3으로 갈수록 CFU가 낮아지는 것으로 나타나며, 이는 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정

용 접착 조성물의 hPC 함량이 많아질수록 박테리아에 대한 부착 방지 효과가 높아진다는 것을 의미할 수 있다.

[0106] 관련하여, 도 5d를 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물에 대한 주사 전자 현미경(SEM) 이미지 결과가 도시되며, 전술한 도 5c에서와 마찬가지로, 실시예 1에서 3으로 갈수록 시편 표면에 부착된 박테리아 수가 감소하는 것으로 나타난다.

[0107] 결국, 전술한 도 5a 내지 5d의 결과에 따라, 종래의 교정용 자가 접착 레진인 비교예 1 및 2는 박테리아에 있어, 항균 효과를 가지지 않는 반면에, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물은 우수한 항균 효과를 가지는 것으로 나타난다. 아울러, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물은 포함된 hPC의 함량이 높아질수록 이의 항균성 및 항균 지속력이 향상될 수 있으며, 이에, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물은 전체 질량에 대하여 약 5 내지 30 wt % 이상 바람직하게는, 7.5 내지 22.5 wt %의 hPC를 포함한 경우, 높은 수준의 항균성 및 항균 지속력을 제공할 수 있다.

[0108] 도 6a 내지 6d는 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물에 대한 탈회 저항성 분석 결과이다. 이때, 산 중화 능력 평가를 위하여, 비교예 1, 2, 실시예 1 내지 3에 대한 시편을 ISO 10993-12:2012 기준 비율에 따라 pH 4.0인 우식 유발 용액에 침지시킨 후, 1시간, 1일, 4일, 7일, 15일, 그리고 30일의 pH 변화를 pH meter(Orion Star A211, Thermo Fisher Scientific, Singapore)를 이용하여 측정하였으며, 이와 동시에, inductively coupled plasma optical emission spectroscopy (ICP-OES; 5110, Agilent, Santa Clara, CA, USA)를 이용하여 동일 시편의 칼슘 이온 방출량을 측정하였다. 나아가, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 탈회에 따른 법랑질 표면에 대한 영향 확인하기 위하여, 우치(미생물에 의하여 치아 조직이 국소적으로 서서히 파괴된 상태)의 법랑질 표면에 브라켓을 본딩한 후, pH 4.0인 우식 유발 용액에 3일 동안 침지한 후 비커스 경도기(MMT-X, Matsuzawa Seiki Co., Tokyo, Japan)를 이용하여 비커스 경도값을 측정하였다. 나아가, 재광화 가능성 평가를 위하여, pH 7.0인 인공 타액에 15일 동안 침지한 후 비커스 경도값을 측정하였다.

[0109] 도 6a를 참조하면, 단시간 초기 pH 변화 분석 결과가 도시되며, 실시예 1 내지 3은 5분 이상부터 약 9.5 내지 11.5의 젖산 용액의 pH(pH of lactic acid solution)를 가지는 것으로 나타나며, 이는 60분 이상 지속되는 것으로 나타난다. 즉, 실시예 1 내지 3은 pH 4.0인 우식 유발 용액에 침지한 후 5분 이내에 pH 5.5 이상의 값을 가짐에 따라, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물은 우식 유발 환경(산성)이 아닌 알칼리성 환경을 제공할 수 있다는 것을 의미할 수 있다.

[0110] 관련하여, 도 6b를 참조하면, 장기간 후기 pH 변화 분석 결과가 도시되며, 실시예 1 내지 3은 30일까지 약 6.5 이상의 젖산 용액의 pH(pH of lactic acid solution)를 가지는 것으로 나타난다. 즉, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물은 장기간 약알칼리성 환경 즉, 구강 내 산도를 조절하는 완충 작용을 제공할 수 있으며, 이에 따라, 치아 손상 및 예방 효과(우식 예방)를 제공할 수 있다.

[0111] 반면에, 비교예 1 및 2는 30일까지 약 5 미만의 젖산 용액의 pH를 가지는 것으로 나타나며, 이는 종래의 교정용 자가 접착 레진의 경우, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물과 달리, pH 5.5 이하의 우식 유발 환경을 초래한다는 것을 의미할 수 있다.

[0112] 도 6c를 참조하면, 칼슘 이온 방출에 대한 분석 결과가 도시되며, 실시예 1 내지 3은 모두 약 5 mg/L 이상의 칼슘 이온을 방출하는 것으로 나타나며, 이의 방출량은 시간이 경과됨에 따라, 지속적으로 많아지는 것으로 나타난다.

[0113] 나아가, 실시예 1에서 3으로 갈수록 칼슘 이온 방출량이 증가하는 것으로 나타나며, 이는 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 hPC 함량이 많아질수록 칼슘 이온 방출량이 많아진다는 것을 의미할 수 있다.

[0114] 반면에, 비교예 1 및 2는 시간 경과에 따른 칼슘 이온 방출량이 검출되지 않았다.

[0115] 즉, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물은 시간 경과에 따라, 지속적으로 칼슘 이온을 방출시킬 수 있음에 따라, 치아 경조직의 재생을 촉진시킬 수 있다. 이때, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 칼슘 이온 방출력은 30일 동안 약 10 mg/L 이상 지속될 수 있다.

[0116] 도 6d를 참조하면, 비커스 경도 분석 결과가 도시되며, 3일간의 탈회 과정을 거친 후, 인공 타액에 침지하여 재광화에 따른 비커스 경도 분석 결과, 탈회 과정 이후(before), 실시예 1 내지 3의 비커스 경도는 비교예 1 및 2와 마찬가지로 약 170 VHN을 가지는 것으로 나타난다. 그러나, 인공 타액 침지 이후(after) 실시예 1 내지 3의

비커스 경도는 약 180 VHN 이상으로 회복된 것으로 나타나며, 비교예 1 및 2는 탈회 과정 이후(before)와 차이가 없는 것으로 나타난다.

[0117] 나아가, 실시예 1에서 3으로 갈수록 비커스 경도가 높아지는 것으로 나타나며, 이는 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 hPC 함량이 많아질수록 법랑질 표면의 회복이 높아진다는 것을 의미할 수 있다.

[0118] 결국, 전술한 6a 내지 6b의 결과에 따라, 종래의 교정용 자가 접착 레진인 비교예 1 및 2는 탈회 저항성에 대한 효과를 전혀 가지지 않는 반면에, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물은 우수한 탈회 저항성을 가지는 것으로 나타난다. 아울러, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물은 포함된 hPC의 함량이 높아질수록 산 중화 능력, 칼슘 이온 방출력 및 타액에서의 재광화력이 향상될 수 있음에 따라, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물은 전체 질량에 대하여 약 5 내지 30 wt % 이상 바람직하게는, 7.5 내지 22.5 wt %의 hPC를 포함한 경우, 높은 수준의 탈회 저항성을 제공할 수 있다.

[0119] 도 7a 및 7b는 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 중합도 및 생물학적 특성 분석 결과이다. 이때, 중합 정도(%)는 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물의 중합 전, 후를 Fourier transform infrared with attenuated total reflection (FTIR-ATR) spectroscopy (Nicolet iS10, Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, USA)을 이용하여 측정하였다. 나아가, 완전히 중합되지 않은 레진 단량체의 경우, 세포 독성을 가질 수 있음에 따라, 이를 확인하기 위하여 ISO 10993-5(2009) 및 ISO 10993-12(2021) 기준에 의거하여, MTT 방법에 따라, 세포 독성 분석을 수행하였다. 보다 구체적으로, 생체 적합성 평가인 in vitro 세포독성 평가(Cytotoxicity assay)는 ISO 표준 10993-5에 따른 간접 접촉 방법(indirect contact method)에 기초하여 수행되었으며, 샘플 추출물은 ISO 10993-12에 설명된 지침에 따라 준비되었다. 보다 구체적으로, 마우스 섬유아세포인 L-929 세포가 독성 평가에 이용되었으며, 전술한 항균 및 생체 적합성 평가에 이용된 샘플인 디스크 모양의 시편에 대한 추출물은 세포 배양 배지(RPMI 1640 cell culture medium, Welgene, Gyeongsanbuk-do, Korea)를 포함하는 플레이트에 시편을 투입한 뒤, 37 ° C의 컨디션에서 24 시간 동안 배양함으로써, 획득되었다. 이때, 음성 및 양성 대조군으로써, 각각 폴리에틸렌(polyethylene, NC) 및 페놀(phenol, PC) 추출물이 사용되었다. in vitro 세포독성 평가 과정은 먼저, L-929 세포 현탁액을 96 웰 플레이트에 1×10^4개의 세포 밀도로 분배한 뒤, 플레이트를 37° C, CO_2 농도 5% 컨디션에서 24시간 동안 배양하였다.

그 다음, 세포가 배양된 플레이트 각 웰에 100 μL의 추출물을 추가 투입한 뒤, 플레이트를 동일 조건에서 24시간 동안 추가 배양하였다. 그 다음, 플레이트 각 웰 내 배양 배지를 50 μL의 티아졸릴 블루 테트라졸륨 브로마이드(thiazolyl blue tetrazolium bromide, Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, USA)로 교체한 뒤, 인큐베이터에서 2시간 동안 배양하였다. 그 다음, MTT 용액은 웰당 100 μL의 다이메틸 설폭사이드(DMSO, Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, USA)으로 교체되었으며, 보라색 결정이 완전히 용해된 후, 마이크로플레이트 리더(BioTek-Epoch, Winooski, USA)를 이용하여 570nm 파장에서의 흡광도가 측정되었다.

[0120] 도 7a를 참조하면, 중합도(degree of conversion)에 대한 결과가 도시되며, 실시예 1 내지 3은 비교예 1 및 2와 유의한 차이 없이 모두, 약 50 %의 중합도를 가지는 것으로 나타난다.

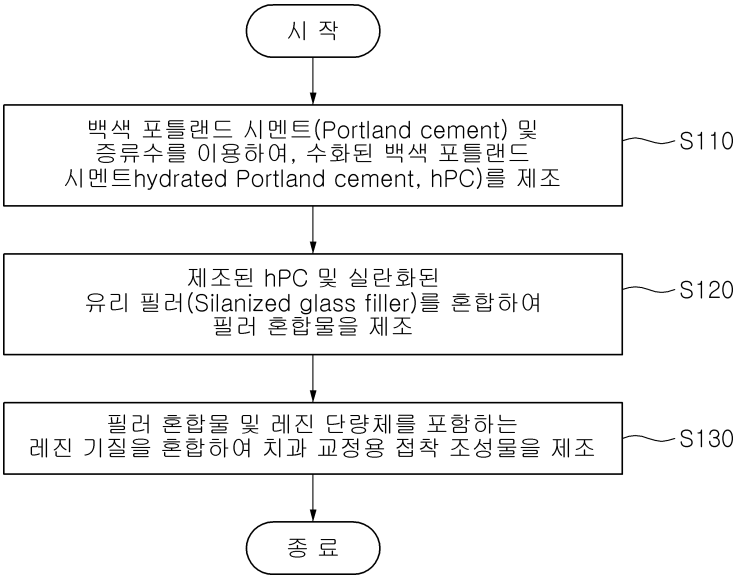
[0121] 나아가, 도 7b를 참조하면, 실시예 1 내지 3은 비교예 1 및 2와 유의한 차이 없이 모두, 약 90 %의 세포 생존률(cell viability)을 가지는 것으로 나타난다. 즉, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물은 ISO 10993-5에서 제시한 기준인 70 % 이상의 세포 생존율을 가짐에 따라, 세포 독성 없이 우수한 생체 적합성을 가진다는 것을 의미할 수 있다.

[0122] 결국, 이상의 결과에 따라, 본 발명의 일 실시예에 따른 치과 교정용 접착 조성물은 전단 접착 강도, 굴곡 강도, 중합 정도, 세포 독성, 및 피막도 결과에서 종래의 교정용 자가 접착 레진과 비교하여 통계적으로 차이가 없는 것으로 나타남에 따라, 임상 적용이 가능할 수 있다.

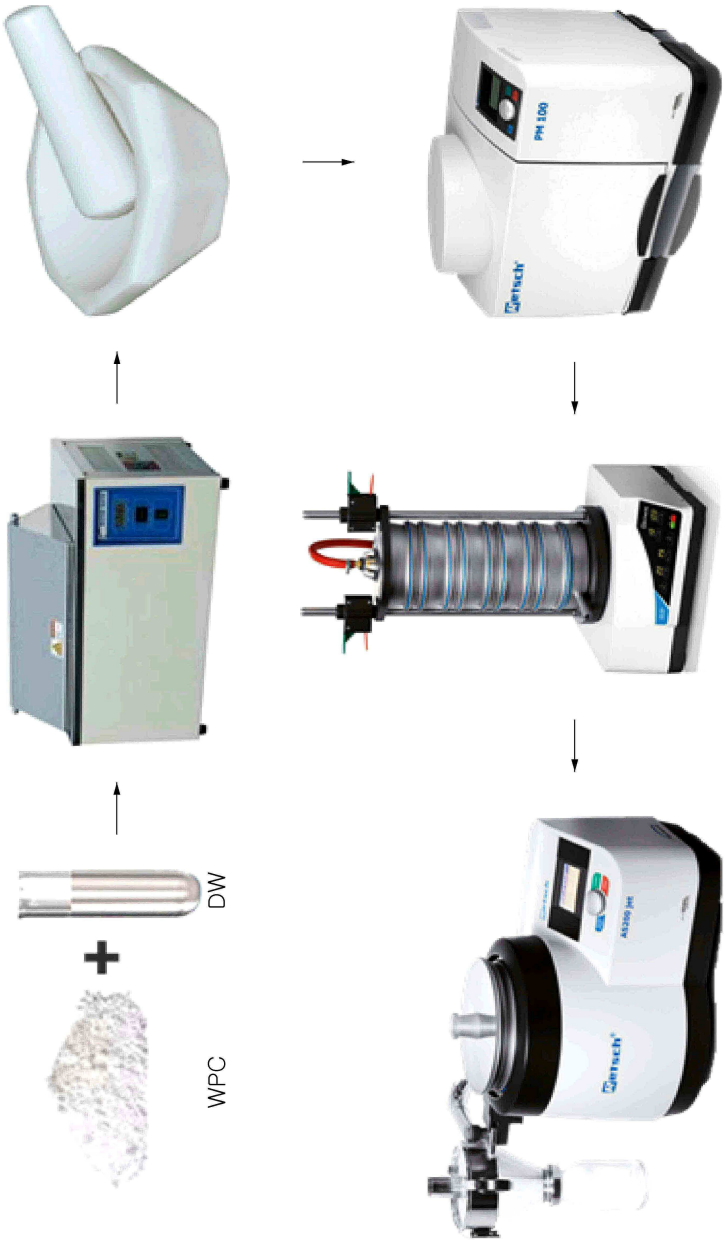
[0123] 이상 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시 예들을 더욱 상세하게 설명하였으나, 본 발명은 반드시 이러한 실시 예로 국한되는 것은 아니고, 본 발명의 기술사상을 벗어나지 않는 범위 내에서 다양하게 변형 실시될 수 있다. 따라서, 본 발명에 개시된 실시 예들은 본 발명의 기술 사상을 한정하기 위한 것이 아니라 설명하기 위한 것이고, 이러한 실시 예에 의하여 본 발명의 기술 사상의 범위가 한정되는 것은 아니다. 그러므로, 이상에서 기술한 실시 예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다. 본 발명의 보호 범위는 아래의 청구범위에 의하여 해석되어야 하며, 그와 동등한 범위 내에 있는 모든 기술 사상은 본 발명의 권리범위에 포함되는 것으로 해석되어야 할 것이다.

도면

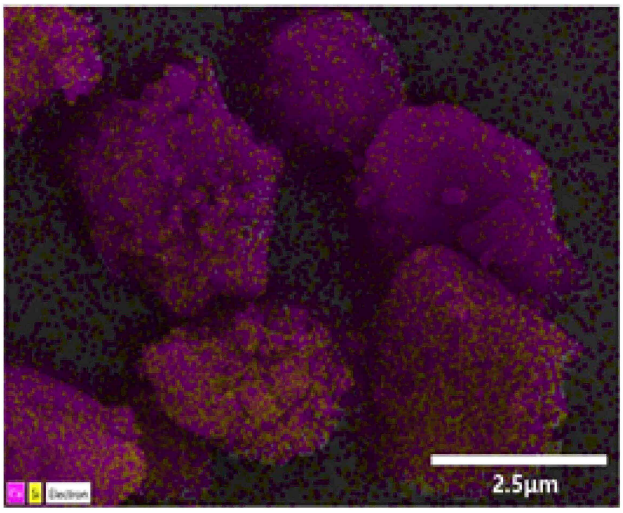
도면1a

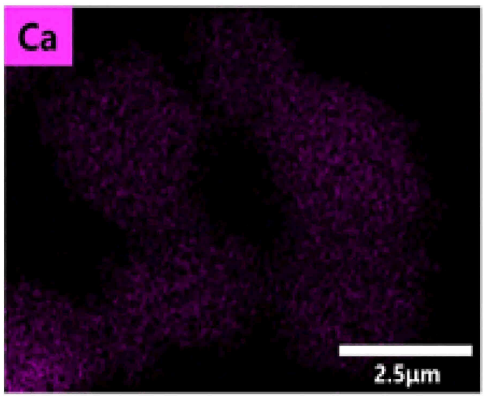

시 작
백색 포틀랜드 시멘트(Portland cement) 및
증류수를 이용하여, 수화된 백색 포틀랜드
시멘트hydrated Portland cement, hPC)를 제조
S110
제조된 hPC 및 실란화된
유리 필러(Silanized glass filler)를 혼합하여
필러 혼합물을 제조
S120
필러 혼합물 및 레진 단량체를 포함하는
레진 기질을 혼합하여 치과 교정용 접착 조성물을 제조
S130
종 료

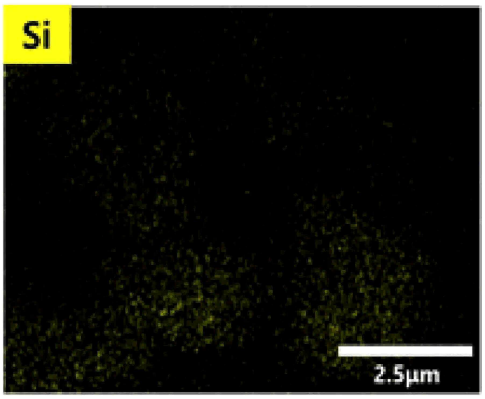
도면1b



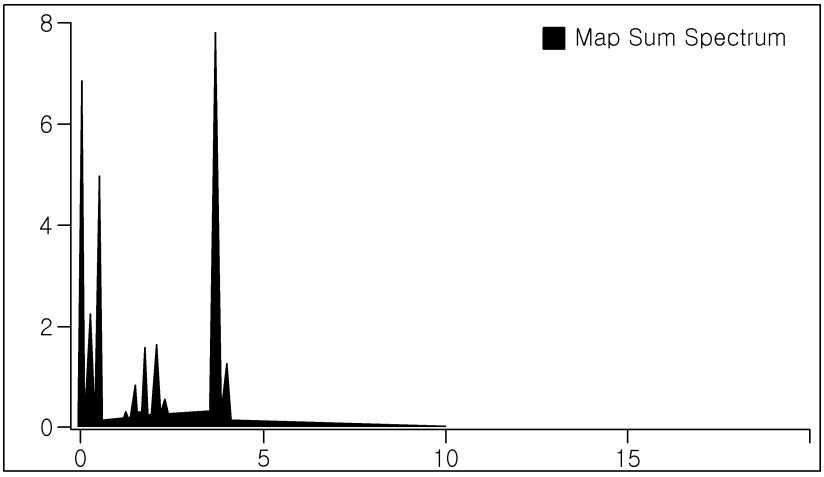
도면2a





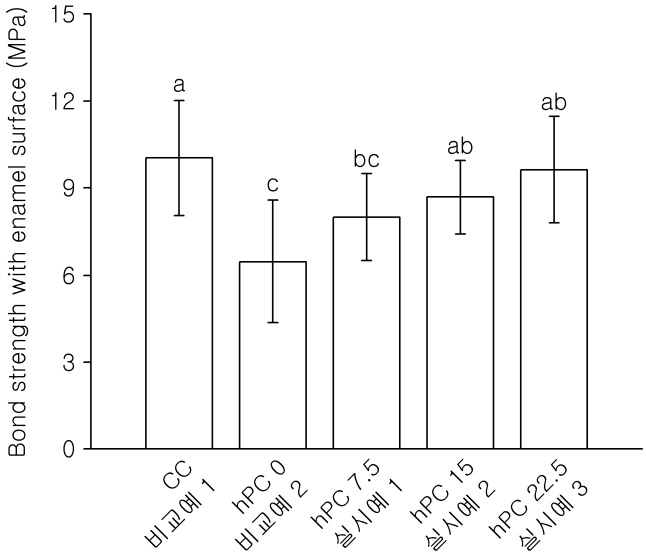


도면2b

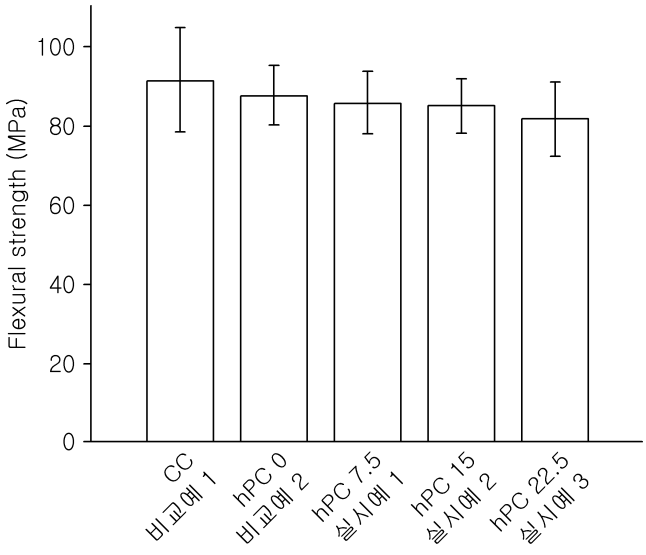


Element	Wt.%	Atomic %
Ca	83.87	78.47
Si	16.13	21.53
Total	100.00	100.00

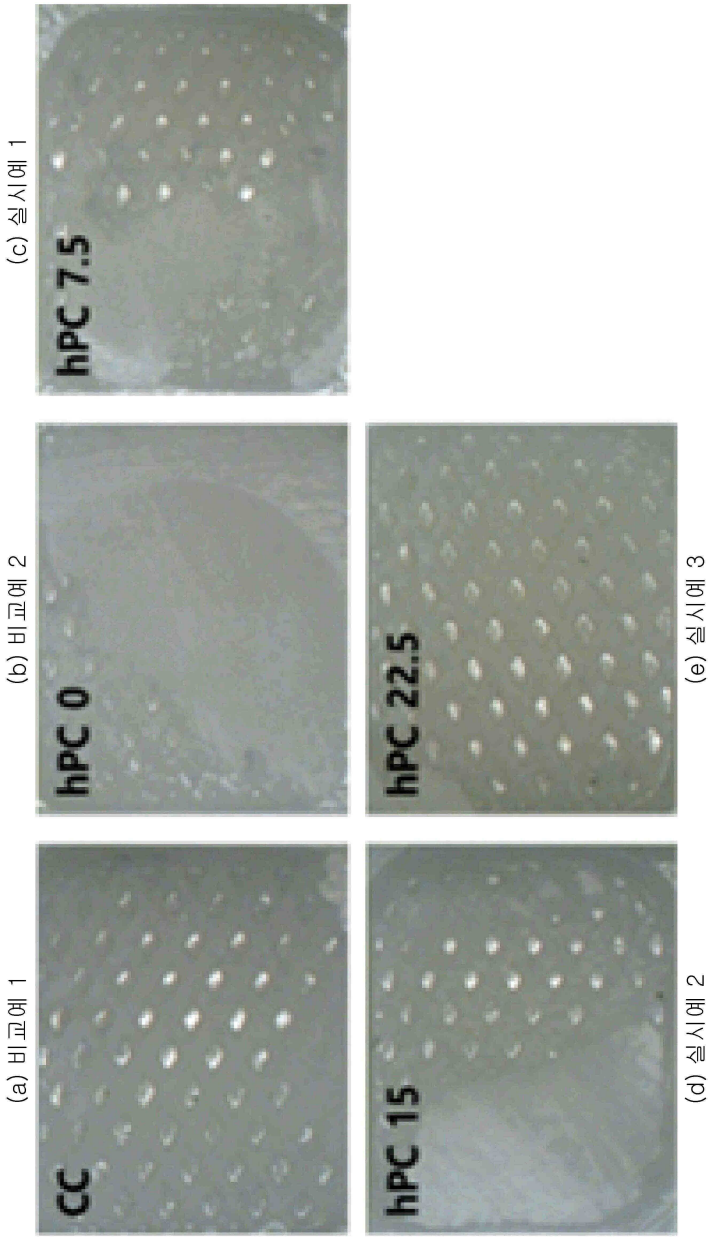
도면3a


Bond strength with enamel surface (MPa)
15
12
9
6
3
0
a
c
bc
ab
ab
CC
비교예 1
hPC 0
비교예 2
hPC 7.5
실시예 1
hPC 15
실시예 2
hPC 22.5
실시예 3

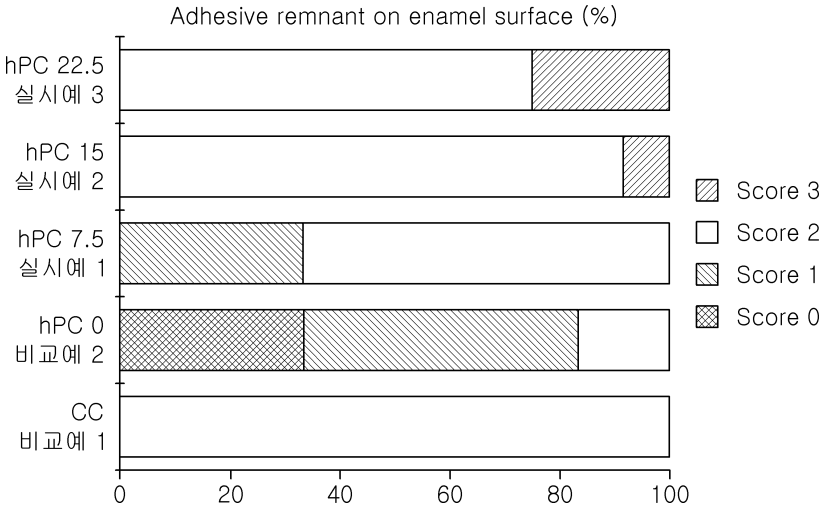
도면3b


Flexural strength (MPa)
100
80
60
40
20
0
CC
비교예 1
hPC 0
비교예 2
hPC 7.5
실시예 1
hPC 15
실시예 2
hPC 22.5
실시예 3

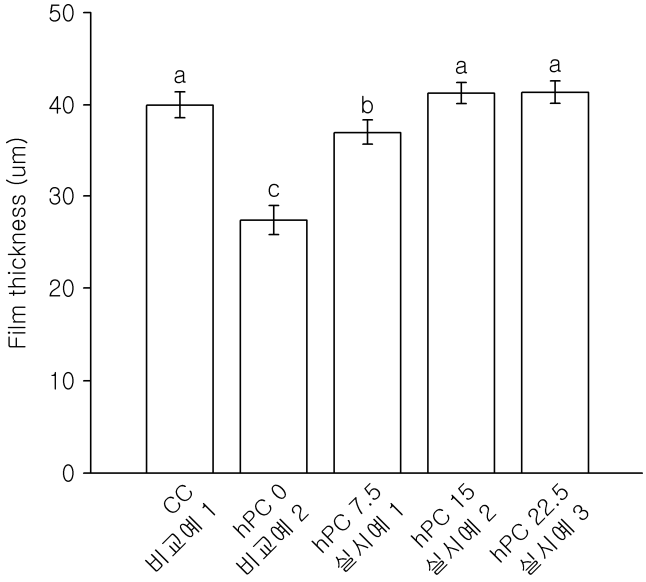
도면3c



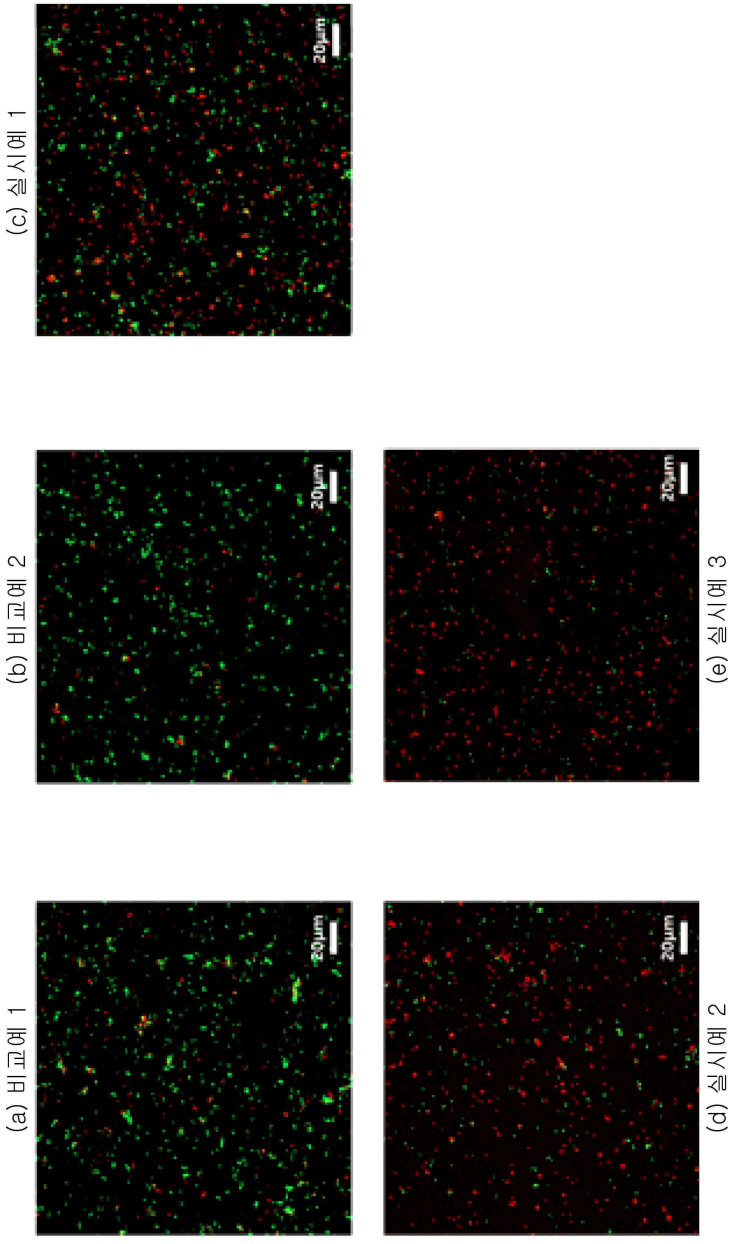
도면3d


Adhesive remnant on enamel surface (%)
hPC 22.5
실시예 3
hPC 15
실시예 2
hPC 7.5
실시예 1
hPC 0
비교예 2
CC
비교예 1
0
20
40
60
80
100
Score 3
Score 2
Score 1
Score 0

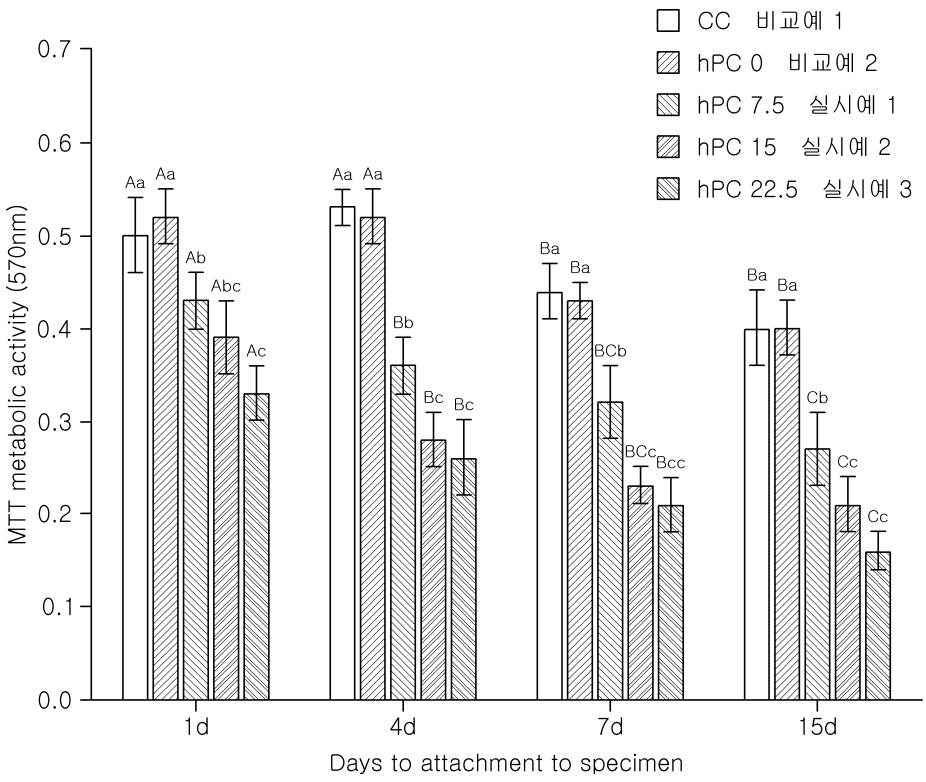
도면4


Film thickness (um)
50
40
30
20
10
0
a
c
b
a
a
CC
비교예 1
hPC 0
비교예 2
hPC 7.5
실시예 1
hPC 15
실시예 2
hPC 22.5
실시예 3

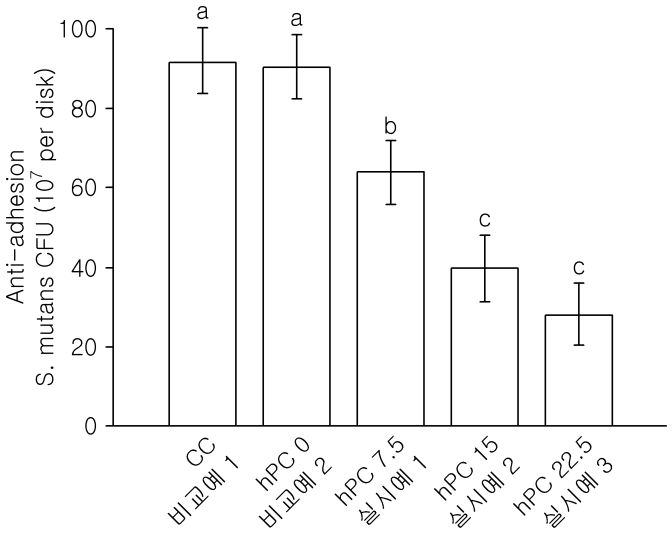
도면5a



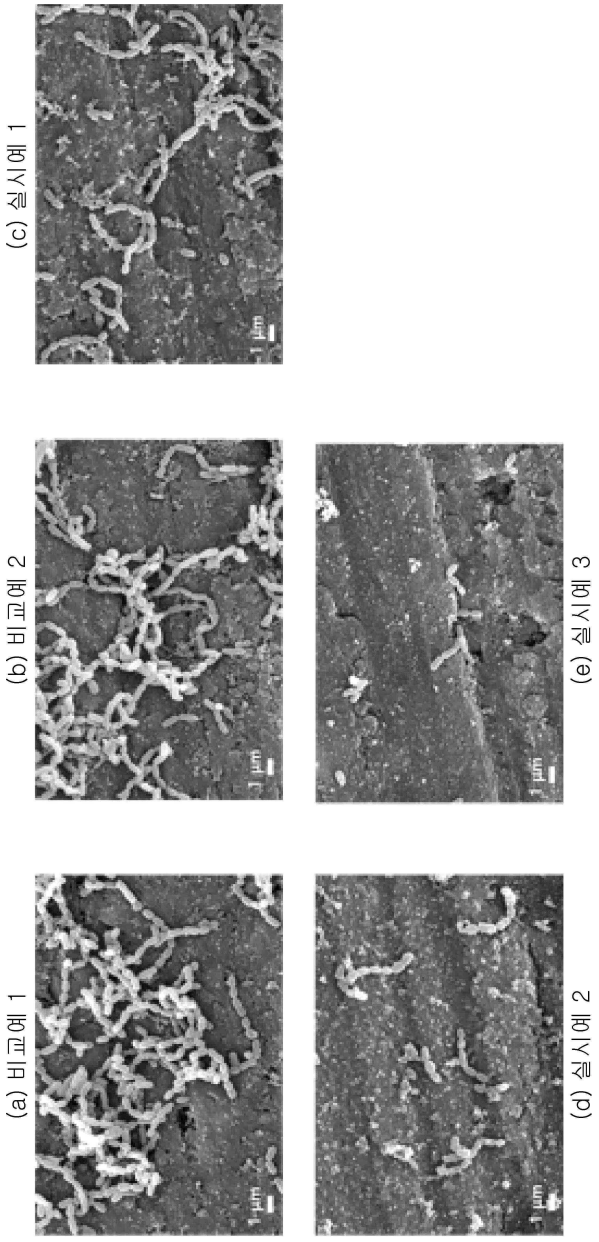
도면5b


CC 비교예 1
hPC 0 비교예 2
hPC 7.5 실시예 1
hPC 15 실시예 2
hPC 22.5 실시예 3
MTT metabolic activity (570nm)
0.0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5
0.6
0.7
Aa Aa Ab Abc Ac
Aa Aa Bb Bc Bc
Ba Ba BCb BCc Bcc
Ba Ba Cb Cc Cc
1d
4d
7d
15d
Days to attachment to specimen

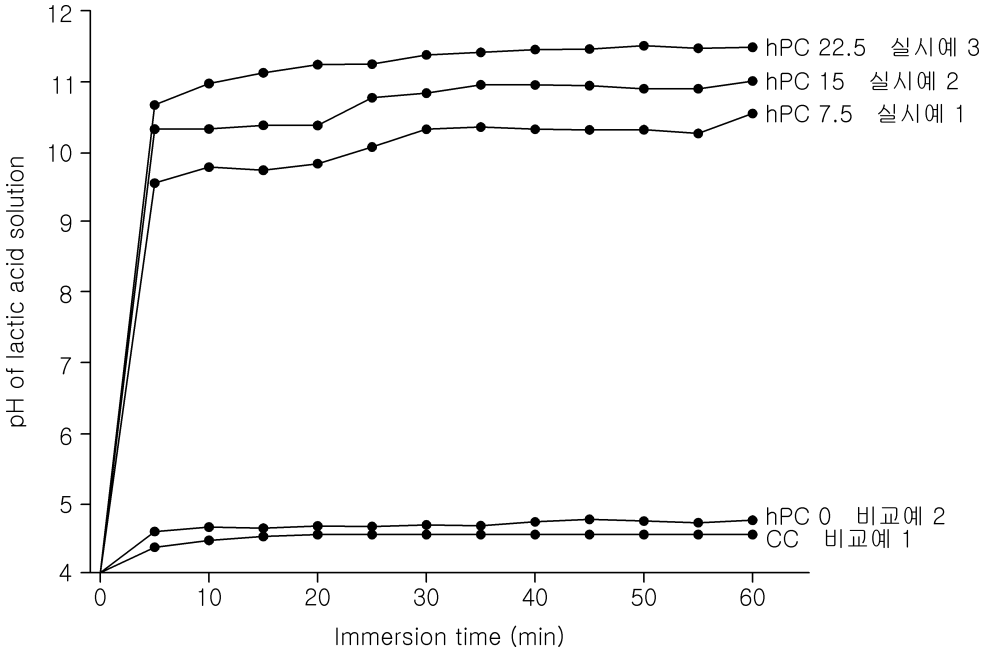
도면5c


Anti-adhesion
S. mutans CFU (10^7 per disk)
0
20
40
60
80
100
a a b c c
CC 비교예 1
hPC 0 비교예 2
hPC 7.5 실시예 1
hPC 15 실시예 2
hPC 22.5 실시예 3

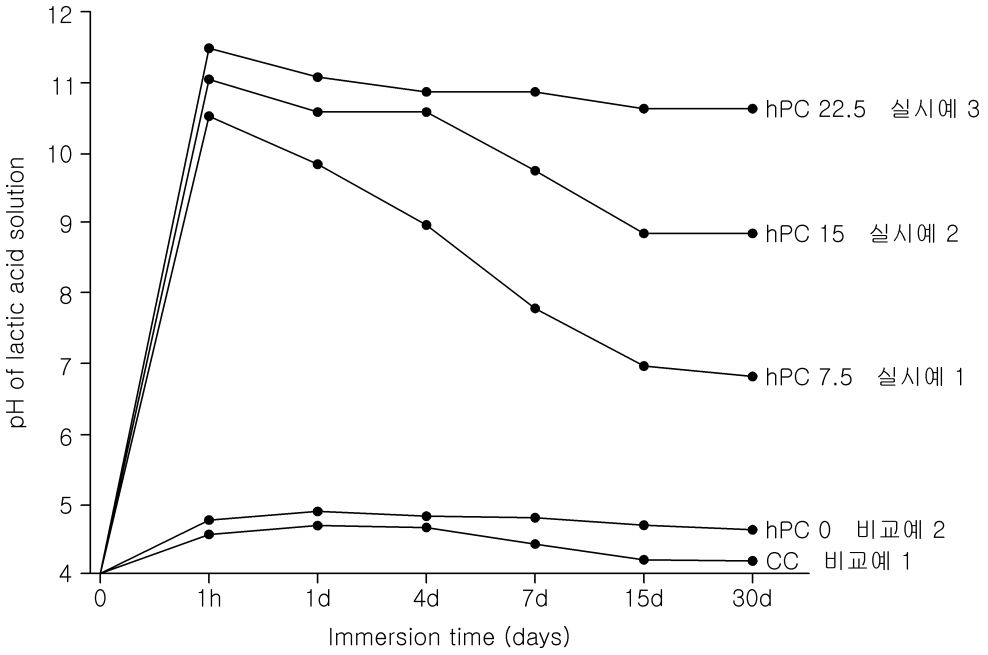
도면5d



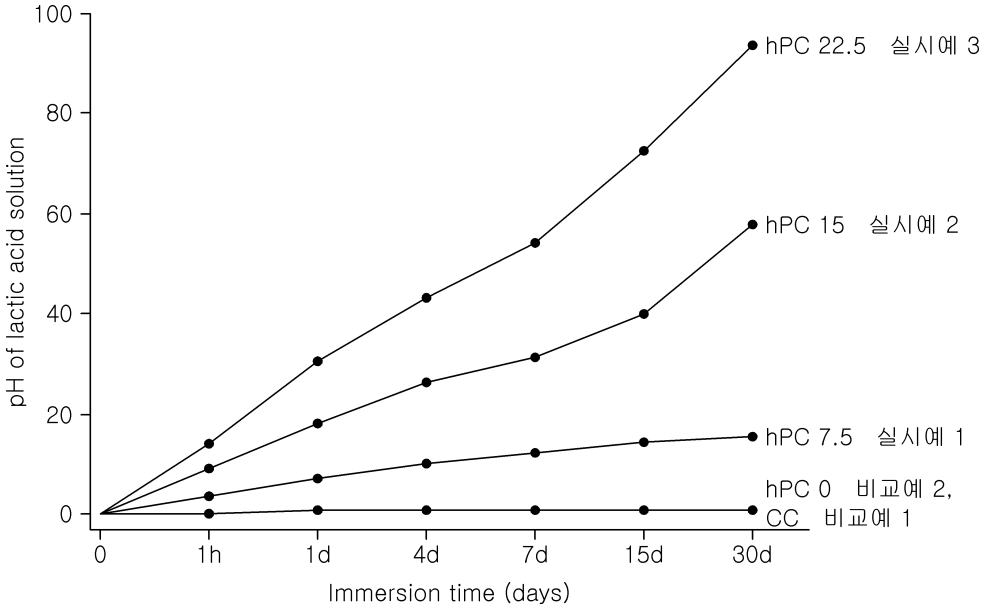
도면6a


12
11
10
9
8
7
6
5
4
pH of lactic acid solution
0
10
20
30
40
50
60
Immersion time (min)
hPC 22.5 실시예 3
hPC 15 실시예 2
hPC 7.5 실시예 1
hPC 0 비교예 2
CC 비교예 1

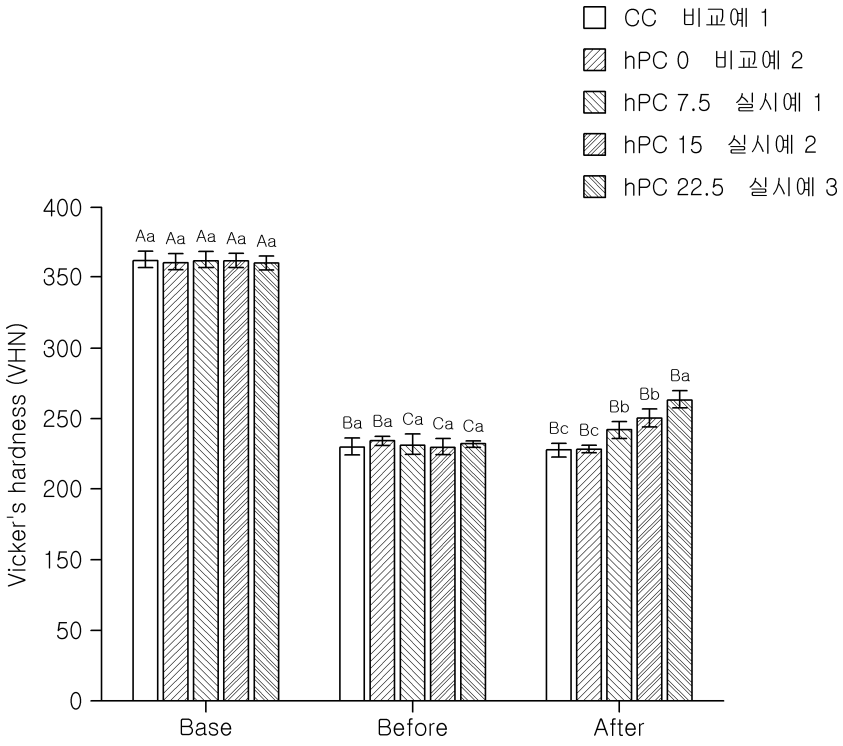
도면6b


12
11
10
9
8
7
6
5
4
pH of lactic acid solution
0
1h
1d
4d
7d
15d
30d
Immersion time (days)
hPC 22.5 실시예 3
hPC 15 실시예 2
hPC 7.5 실시예 1
hPC 0 비교예 2
CC 비교예 1

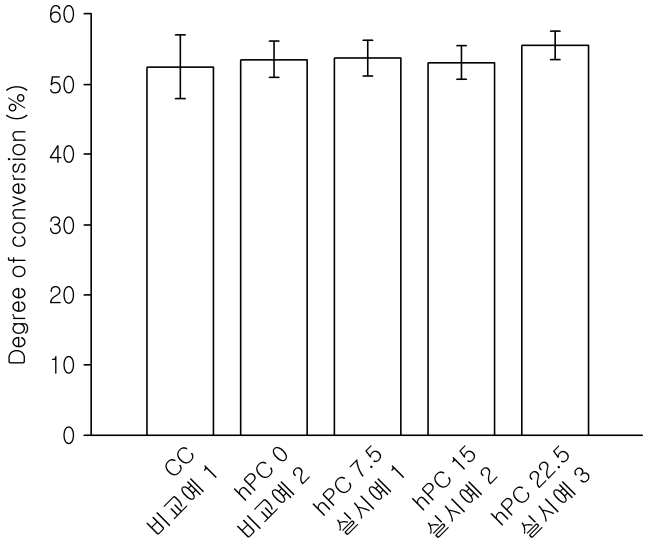
도면6c


100
80
60
40
20
0
pH of lactic acid solution
hPC 22.5 실시예 3
hPC 15 실시예 2
hPC 7.5 실시예 1
hPC 0 비교예 2,
CC 비교예 1
0
1h
1d
4d
7d
15d
30d
Immersion time (days)

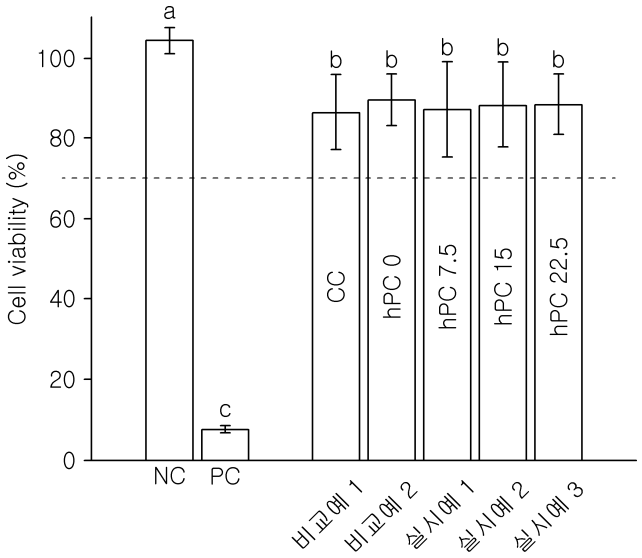
도면6d


CC 비교예 1
hPC 0 비교예 2
hPC 7.5 실시예 1
hPC 15 실시예 2
hPC 22.5 실시예 3
400
350
300
250
200
150
50
0
Vicker's hardness (VHN)
Aa Aa Aa Aa Aa
Ba Ba Ca Ca Ca
Bc Bc Bb Bb Ba
Base
Before
After

도면7a


Degree of conversion (%)
60
50
40
30
20
10
0
CC
비교예 1
hPC 0
비교예 2
hPC 7.5
실시예 1
hPC 15
실시예 2
hPC 22.5
실시예 3

도면7b


Cell viability (%)
100
80
60
40
20
0
a
c
b
b
b
b
b
NC
PC
CC
hPC 0
hPC 7.5
hPC 15
hPC 22.5
비교예 1
비교예 2
실시예 1
실시예 2
실시예 3