

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局

(43) 国際公開日  
2024年2月1日(01.02.2024)



(10) 国際公開番号

WO 2024/024661 A1

(51) 国際特許分類:  
A61K 6/836 (2020.01) A61K 6/802 (2020.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2023/026743

(22) 国際出願日: 2023年7月21日(21.07.2023)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:  
特願 2022-117947 2022年7月25日(25.07.2022) JP

(71) 出願人: クラレノリタケデンタル株式会社(KURARAY NORITAKE DENTAL INC.) [JP/JP]; 〒7100801 岡山県倉敷市酒津1621番地 Okayama (JP).

(72) 発明者: 竹内 祐太 (TAKEUCHI Yuta); 〒4700293 愛知県みよし市三好町東山300番地 クラレノリタケデンタル株式会社内 Aichi (JP).

(74) 代理人: 弁理士法人大谷特許事務所(OHTANI PATENT OFFICE); 〒1050001 東京都港区虎ノ門三丁目25番2号 虎ノ門E Sビル7階 Tokyo (JP).

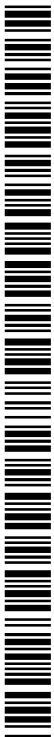
(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU,

TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

一 国際調査報告 (条約第21条(3))



WO 2024/024661 A1

(54) Title: PORCELAIN PASTE FOR DENTISTRY

(54) 発明の名称: 歯科用陶材ペースト

(57) Abstract: The present invention pertains to a porcelain paste for dentistry containing a positive-ion surfactant (A), a glass powder (B), and alcohol (C).

(57) 要約: 陽イオン界面活性剤 (A)、ガラス粉末 (B)、及びアルコール (C) を含む、歯科用陶材ペーストに関する。

## 明 細 書

発明の名称： 歯科用陶材ペースト

### 技術分野

[0001] 本発明は、歯科用陶材ペーストに関する。

### 背景技術

[0002] セラミックスは天然歯に似た透明感と色調を持つため、審美性が必要とされる歯冠作製には欠かせない材料となっている。

一般的に、歯冠は陶材と水及び有機溶剤から選ばれる1種以上等からなる歯科用練和液、又は予め水及び有機溶剤から選ばれる1種以上等とセラミックスを混合しペースト状にした陶材を用い、支台歯を被覆するフレーム（例えば、金属フレーム、セラミックスフレーム）に対して築盛り焼成する操作を繰り返すことにより作製される。

粉末状の陶材は操作の度に溶媒を混合する必要があるため繁雑であり、所望の色調に応じてその混合割合及び粘性を調整するために熟練度が要求されるが、ペースト状にした陶材は、歯科技工士が操作性良く作業できる粘性にあらかじめ陶材と溶媒が混合されているため、歯科技工作業の時間が短縮される。

[0003] 例えば、特許文献1には、2価又は3価のアルコール、ヒドロキシル基の残存したエーテル及びヒドロキシ（メタ）アクリレートから選ばれた一種又は二種以上の有機溶媒及び／又は水に、合成及び／又は天然の親水基を持った高分子材料が溶解された成分を含む歯科用ペースト状陶材が開示され、長期保存においても安定であり、使用時に乾燥・硬化しにくい歯科用ペースト状陶材が開示されている。

また、特許文献2には、歯科用陶材と溶媒と、更に、平均粒径5～50nmの無機粉体を0.1～20重量%添加してなることを特徴とする歯科用ペースト材料が開示され、長期間保存しても歯科用陶材が沈殿することなく、優れた作業性を有する旨が開示されている。

また、特許文献3には、特定の平均一次粒子径を有する疎水化微粒子シリカを含有し、かつ粒子径を制御したガラス粉末と、特定の沸点を有する有機溶剤を、それぞれ、特定量で含むことを特徴とする歯科用ペースト陶材が開示され、長期間ペースト状態を維持でき、優れた塗布性を有し、焼成時に有機成分または高分子成分の影響による炭化や気泡がほとんど発生しない歯科用陶材ペーストが開示されている。

## 先行技術文献

### 特許文献

- [0004] 特許文献1：特開2001-079019号公報  
特許文献2：特開平3-077804号公報  
特許文献3：特開2020-117499号公報

## 発明の概要

### 発明が解決しようとする課題

- [0005] しかしながら、特許文献1に記載された歯科用ペースト状陶材は、陶材焼成において、陶材が黒色、又は灰色に変色するため、審美性を改善する余地があることがわかった。

また、特許文献2に記載された歯科用ペースト材料は、無機微粉末により歯科用ペースト材料が着色し、審美性の低下が懸念される。

また、特許文献3に記載された歯科用ペーストは、長期保管するとガラス粉末と溶媒が分離し、固化した沈降層を混ぜることができず、歯科用ペーストを作製した直後の塗布性を再現することは困難であることがわかった。

そこで、本発明は、焼成後の変色及び透明感の低下を抑制することができ、かつ、長期保管した場合にも固化せず、容易に歯科用陶材ペーストを作製した直後の状態に戻すことができる、歯科用陶材ペーストを提供することを目的とする。

### 課題を解決するための手段

- [0006] 本発明者は、鋭意研究を重ねた結果、陽イオン界面活性剤（A）、ガラス

粉末（B）、及びアルコール（C）を含有する歯科用陶材ペーストを使用することで、前記課題を解決し得ることを見出し、本発明を完成するに至った。

[0007] すなわち、本発明は、以下の発明を包含する。

[1] 陽イオン界面活性剤（A）、ガラス粉末（B）、及びアルコール（C）を含む、歯科用陶材ペースト。

[2] 成分（A）の含有量が、成分（B）100質量部に対して、0.0005～2.0質量部である、前記[1]に記載の歯科用陶材ペースト。

[3] 成分（C）の含有量が、成分（B）及び成分（C）の合計100質量部に対し20～60質量部である、前記[1]又は[2]に記載の歯科用陶材ペースト。

[4] 成分（A）、成分（B）、及び成分（C）の合計含有量が、歯科用陶材ペースト100質量%中、75質量%以上である、前記[1]～[3]のいずれか1つに記載の歯科用陶材ペースト。

[5] 成分（C）が2価アルコールを含む、前記[1]～[4]のいずれか1つに記載の歯科用陶材ペースト。

[6] 成分（B）の平均粒子径が1～30 $\mu\text{m}$ である、前記[1]～[5]のいずれか1つに記載の歯科用陶材ペースト。

[7] 成分（A）の強熱残分が8.0%以下である、前記[1]～[6]のいずれか1つに記載の歯科用陶材ペースト。

### 発明の効果

[0008] 本発明によれば、焼成後の変色及び透明感の低下を抑制することができ、かつ、長期保管した場合にも固化せず、容易に歯科用陶材ペーストを作製した直後の状態に戻すことができる、歯科用陶材ペーストを提供することができる。

### 発明を実施するための形態

[0009] 以下、本発明について実施形態を用いて詳細に説明する。

本明細書において、数値範囲（各成分の含有量、各成分から算出される値

及び各物性等)の上限値及び下限値は適宜組み合わせ可能である。

すなわち、本明細書において、数値範囲について、段階的に記載された下限値及び上限値は、それぞれ独立して組み合わせることができる。例えば、同一事項に対する「好ましくは10～90、より好ましくは30～60」という記載から、「好ましい下限値(10)」と「より好ましい上限値(60)」とを組み合わせ、**「10～60」とすることもできる。**

また、数値範囲について、例えば、「好ましくは10～90、より好ましくは30～60」との記載に基づいて、上限値は特に規定せずに下限値側だけ「10以上」又は「30以上」と規定することもでき、同様に、下限値は特に規定せずに上限値側だけ「90以下」又は「60以下」と規定することもできる。

なお、特に言及しない限り、数値範囲として単に「10～90」と記載する場合、10以上90以下の範囲を表す。

前記同様、例えば、同一事項に対する「好ましくは10以上、より好ましくは30以上」の記載と「好ましくは90以下、より好ましくは60以下」という記載から、「好ましい下限値(10)」と「より好ましい上限値(60)」とを組み合わせ、**「10以上60以下」とすることもできる。**また、前記同様、下限値側だけ「10以上」又は「30以上」と規定することもでき、同様に、上限値側だけ「90以下」又は「60以下」と規定することもできる。

また、本明細書において、特に言及しない限り、「復原容易性」との用語は、歯科用陶材ペーストを長期保管した場合にも固化せず、攪拌等により容易に当該歯科用陶材ペーストを作製した直後の状態に戻ることができる特性を指す。具体的には、実施例に記載の方法により評価される特性を指す。

また、本明細書において、特に言及しない限り、「外観」との用語は、歯科用陶材ペーストを焼成した際の「変色」及び「透明感」を指す。具体的には、実施例に記載の方法により評価される特性を指す。

[0010] [歯科用陶材ペースト]

本発明の一態様である歯科用陶材ペーストは、陽イオン界面活性剤（A）（以下、単に「成分（A）」ともいう。）、ガラス粉末（B）（以下、単に「成分（B）」ともいう。）、及びアルコール（C）（以下、単に「成分（C）」ともいう。）を含む。

前記歯科用陶材ペーストは、成分（A）～（C）を含むことで、前述した効果を奏することができる。本発明の効果が奏される理由について、その詳細は不明であるが、次のとおりと考えられる。

陽イオン界面活性剤（A）の親水基は、シリカの含有量が多く、負に帯電しているガラス粉末（B）の表面に吸着しやすく、陽イオン界面活性剤（A）が吸着したガラス粉末（B）の表面は疎水化する。疎水化したガラス粉末（B）は、アルコール（C）のような親水性の液体の中で、粒子同士が疎な凝集体となるため、長期保管した場合に沈降層が発生しても、沈降層が固化せず、長期保管後の歯科用陶材ペーストを再度用いる際でも攪拌等により容易に混ぜることができ、歯科用陶材ペーストを作製した直後の状態に戻すことができると推察される。

また、陽イオン界面活性剤（A）は、ガラス粉末（B）の表面に吸着していても、結合しているわけではないため、焼成後に陽イオン界面活性剤（A）に由来する有機成分がガラス粉末（B）の表面に残ることもなく、焼成時の炭化や気泡の発生を抑えることができ、焼成後の変色や透明感の低下を抑えることができると推察される。

以下、本発明の一態様である歯科用陶材ペーストが含む各成分について説明する。

#### [0011] <陽イオン界面活性剤（A）>

前記陽イオン界面活性剤（A）は、本発明の効果が奏される限り、その種類に限定はなく、例えば、アルキルトリメチルアンモニウム塩、ジアルキルジメチルアンモニウム塩、アルキルベンジルジメチルアンモニウム塩、アルキルアンモニウム塩、アルキルピリジニウム塩等のアルキル基を有するアンモニウム塩等が挙げられる。前記アルキル基としては、炭素数8～18のA

ルキル基が好ましく、このような成分（A）としては、例えば、アルキル（炭素数8～18）トリメチルアンモニウム塩、ジアルキル（炭素数8～18）ジメチルアンモニウム塩、アルキル（炭素数8～18）ベンジルジメチルアンモニウム塩、又はアルキル（炭素数8～18）ピリジニウム塩が挙げられる。

前記炭素数8～18のアルキル基の中でも、分解容易性の観点から、炭素数8～16のアルキル基がより好ましく、炭素数8～14のアルキル基が更に好ましい。

成分（A）は、1種単独で又は2種以上を適宜組み合わせる用いることができる。

[0012] 塩を構成する陽イオンの種類に限定はなく、例えば、前述の塩を構成し得るアルキルトリメチルアンモニウムイオン、ジアルキルジメチルアンモニウムイオン、アルキルベンジルジメチルアンモニウムイオン、アルキルアンモニウムイオン、アルキルピリジニウムイオン等のアルキル基を有するアンモニウムイオン等が挙げられる。

塩を構成する陰イオンとしては、例えば、塩化物イオン（Cl<sup>-</sup>）、臭化物イオン（Br<sup>-</sup>）等が挙げられる。塩を構成する陽イオンが同じ場合、分解容易性の観点から、陰イオンは塩化物イオンが好ましい。

前述の陰イオン及び陽イオンの組み合わせからなる成分（A）としては、例えば、塩化セチルピリジニウム、塩化ラウリルトリメチルアンモニウム、塩化ドデシルピリジニウム、塩化トリメチルステアリルアンモニウム、塩化ジメチルジオクタデシルアンモニウム、塩化ベンジルジメチルテトラデシルアンモニウムなどの塩化物；臭化ラウリルトリメチルアンモニウム、臭化トリメチルステアリルアンモニウムなどの臭化物；などが好適例として挙げられる。これらの中では、塩化セチルピリジニウム、塩化ラウリルトリメチルアンモニウム、塩化ドデシルピリジニウム、及び臭化ラウリルトリメチルアンモニウムからなる群より選ばれる少なくとも1種がより好ましい。

また、分解容易性及び入手容易性の観点からは、前述の塩化物が好ましい

。

[0013] 成分（A）は、焼成時の分解性が良いものが好ましく、例えば、強熱残分（400℃で1時間焼成後の残存割合）を測定することで、焼成時の分解性を評価することができる

成分（A）の強熱残分は、好ましくは8.0%以下、より好ましくは5.0%以下、更に好ましくは1.0%以下、より更に好ましくは0.5%以下である。前記成分（A）の強熱残分は、実施例に記載の方法により測定できる。換言すれば、成分（A）の一態様において、前記成分（A）の強熱残分は、好ましくは0.0~8.0%、より好ましくは0.0~5.0%、更に好ましくは0.0~1.0%、より更に好ましくは0.0~0.5%である

。

[0014] 成分（A）の含有量は、成分（B）100質量部に対して、好ましくは0.0005~2.0質量部である。成分（A）の含有量が、成分（B）100質量部に対して0.0005質量部以上である場合は、歯科用陶材ペーストを長期間保管した後も攪拌の容易性がより向上し易くなり、復原容易性が向上するため好ましい。また、成分（A）の含有量が、成分（B）100質量部に対して2.0質量部以下である場合は、歯科用陶材ペーストを焼成した際のガラスの変色を抑制し易くなるため好ましい。このような観点から、成分（A）の含有量は、成分（B）100質量部に対して、より好ましくは0.001~1.5質量部、更に好ましくは0.003~1.2質量部、より更に好ましくは0.008~0.8質量部、より更に好ましくは0.01~0.5質量部、より更に好ましくは0.05~0.3質量部である。

[0015] また、成分（A）は、高分子材料より熱分解し易く、少ない添加量であっても、前述のとおり、歯科用陶材ペーストを長期間保管した場合に発生する沈降層が固化しないという効果が得られ易い。そのため、長期保管後の歯科用陶材ペーストの復原容易性に加えて、歯科用陶材ペーストを焼成した際にも、炭化や気泡の発生を抑制し易く、より一層、焼成後の外観の低下を抑制できるものと推察される。更に、前述のとおり、成分（A）は成分（B）の

表面に吸着しているが、直接結合しているわけではないため、焼成後にガラス表面に成分（A）に由来する有機物等が残りにくいことも、外観の低下を抑制できる一因と推察される。

[0016] <ガラス粉末（B）>

前記ガラス粉末（B）は、特に限定されず、歯科用途に使用できるものが好ましく、結晶を含んでいてもよい。

ガラス粉末（B）の材料としては、例えば、 $\text{SiO}_2$ を主成分（ガラス中で含有量が一番多い成分）とするガラス、又は結晶化ガラスが挙げられる。このようなガラスは、 $\text{SiO}_2$ 以外に、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$ 、 $\text{ZnO}$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{Li}_2\text{O}$ 、 $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{Sb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CeO}_2$ 、 $\text{BaO}$ 、 $\text{SnO}_2$ 等を含んでいてもよく、例えば、アモルファスタイプのカリアルミノシリケートガラス（ $4\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{K}_2\text{O}$ ）、リューサイト結晶タイプのカリアルミノシリケートガラス、フルオロアパタイトガラス、及びリチウムシリケートガラスからなる群より選ばれる少なくとも1種を好適に使用することができる。このうち、アモルファスタイプのカリアルミノシリケートガラスがより好ましい。また、前記結晶としては、例えば、リューサイト、カリ長石、フッ素金雲母、ディオプサイド、マイカ、 $\beta$ -スポジューメン（ $\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$ ）、 $\beta$ -メタリン酸カルシウム、アパタイト、チタン酸マグネシウム、 $\beta$ -ユークリプタイト、アルミナ等が挙げられる。

また、金属焼き付け用陶材、オールセラミックス、ラミネートベニア等の用途に応じて、ガラス粉末（B）は、1種単独で又は2種以上を適宜組み合わせる用いることができる。

[0017] また、ガラス粉末（B）の材料となる前記ガラスの原料物質には、幅広く一般的に使われているセラミックス原料を使うことができ、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$ 、 $\text{ZnO}$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{Li}_2\text{O}$ 、 $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{Sb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CeO}_2$ 、 $\text{BaO}$ 、 $\text{SnO}_2$ 等の各酸化物；大気中で加熱されたときに $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$ 、 $\text{ZnO}$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{Li}_2\text{O}$ 、 $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{Sb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CeO}_2$ 、 $\text{BaO}$ 、 $\text{SnO}_2$ 等の前記酸

化物になり得る物質；又は、前記各酸化物、並びに、前記大気中で加熱されたときに前記各酸化物になり得る物質の混合物；などが使用できる。その場合、予め得られるガラス組成を計算により求め、各原料調合を決定して混合される。原料物質を混合する方法は特に限定されることなく、均一に分散されることが好ましい。

[0018] これら混合された原料物質を約700℃以上で加熱する。加熱する方法は特に限定されることなく、原料物質が全て溶解し、均一な溶融物を生成すればよい。当該溶融物を冷却する方法についても特に限定されることはなく、空冷等であることができる。

[0019] このようにして得られたガラス塊を粉砕して、分級し、粒度の調整されたガラス粉末（B）とされる。ガラス塊を粉砕して分級する方法は特に限定されることなく、粉砕装置としては、例えば、ジョークラッシャー、コーンクラッシャー等の圧縮粉砕機；振動ボールミル、遊星ミル等のボールミル類；塔式粉砕機、攪拌槽型粉砕機、アニュラー型粉砕機等の媒体攪拌型粉砕機；ピンミル、ディスクミル等の高速回転式衝撃粉砕機；その他ロールミル；ジェット粉砕機；自生粉砕機；等が挙げられる。分級装置としては、例えば、振動ふるい、シフター等のふるい分級機；サイクロン等の遠心式分級機；沈降分級機等の湿式分級機；等が挙げられる。なお、これら粉砕装置、又は分級装置において、金属不純物の混入を避けるため、樹脂又はガラス等でコーティングされた装置を用いるのが好ましい。

[0020] 成分（B）の平均粒子径は、好ましくは1～30μm、より好ましくは2～20μm、更に好ましくは3～9μmである。平均粒子径が1μm以上であると補綴物の透明感の低下を抑制し易くなるため好ましい。また、平均粒子径が30μm以下であると歯科用陶材ペーストの復原容易性を向上させ易くなるため、好ましい。

成分（B）の平均粒子径とは、レーザー回折散乱法を用いた測定により求めることができる体積基準の平均粒子径（D50）を指し、例えば、実施例に記載の方法により測定することができる。

[0021] 成分(B)のガラス転移温度は、より低温での焼成が可能で、焼成時間の短縮などができる観点から、好ましくは400~600℃、より好ましくは420~580℃、更に好ましくは450~550℃である。また、同様の観点から、成分(B)の軟化点は、好ましくは500~680℃、より好ましくは520~650℃、更に好ましくは550~630℃である。前記ガラス転移温度が400℃以上の場合、又は前記軟化点が500℃以上の場合、焼成中に成分(B)が垂れてしまうことを防止できるため好ましい。また、前記ガラス転移温度が600℃以下の場合、又は前記軟化点が680℃以下の場合、低温での焼成が可能となるため、高温焼成により、二ケイ酸リチウム系ガラスセラミックス等で作製されたセラミックスフレームが変形することを回避できるため好ましい。

[0022] 成分(B)の線熱膨張係数(50~500℃)は、支台歯の材質又はフレームの材質等に応じて適宜選択でき、特に限定されないが、 $4.0 \times 10^{-6}$ ~ $6.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であってもよく、例えば、 $6.1 \times 10^{-6}$ ~ $13.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であってもよく、 $6.3 \times 10^{-6}$ ~ $12.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であってもよい。例えば、ジルコニアを主成分とするフレームに歯科用陶材ペーストを用いる場合には、前記成分(B)の線膨張係数は $9.0 \times 10^{-6}$ ~ $11.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ が好ましい。例えば、アルミナを主成分とするフレームに歯科用陶材ペーストを用いる場合には、前記成分(B)の線膨張係数は $6.1 \times 10^{-6}$ ~ $8.8 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ が好ましい。前記線熱膨張係数は、例えば、試料を熱分析装置TMA120(セイコーインスツルメンツ株式会社製、昇温速度5℃/分)にて室温から500℃まで加熱し、測定することができる。線熱膨張係数の調整は、公知の方法で行うことができ、例えば、 $\text{K}_2\text{O}$ の含有量によって調整できる。

[0023] 成分(B)の含有量は、成分(B)及び成分(C)の合計100質量部に対し、好ましくは40~80質量部、より好ましくは45~75質量部、更に好ましくは48~72質量部である。

[0024] <アルコール(C)>

前記アルコール（C）としては、例えば、1，2-エタンジオール、1，2-プロパンジオール、1，3-プロパンジオール、1，2-ブタンジオール、1，3-ブタンジオール、1，4-ブタンジオール、2，3-ブタンジオール、1，2-ペンタンジオール、1，5-ペンタンジオール、2，4-ペンタンジオール、1，2-ヘキサジオール、2，5-ヘキサジオール、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ポリエチレングリコール（分子量：200～600）、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ポリプロピレングリコール等の炭素数2～15の直鎖を有する2価アルコール化合物；1-メチル-1，3-プロパンジオール、2-メチル-1，3-プロパンジオール、2-メチル-1，4-ブタンジオール、3-メチル-1，3-ブタンジオール、2-メチル-2，4-ペンタンジオール、3-メチル-1，5-ペンタンジオール、2，4-ジエチル-1，5-ペンタンジオール、2-エチル-1，3-ヘキサジオール等の炭素数3～20の分岐鎖を有する2価アルコール化合物；3-ベンジルオキシ-1，2-プロパンジオール、4-ベンジルオキシ-1，2-ブタンジオール、メタノール、エタノール、1-プロパノール、2-プロパノール、イソプロパノール、1-ブタノール、2-ブタノール、1-ヘプタノール、2-ヘプタノール、3-ヘプタノール、1-ヘキサノール、2-ヘキサノール、3-ヘキサノール、2-メチル-1-ペンタノール、3-メチル-1-ペンタノール、4-メチル-1-ペンタノール、2-メチル-2-ペンタノール、2-メチル-3-ペンタノール、2，2-ジメチル-1-ブタノール、2-エチル-1-ブタノール、2-フェノキシエタノール、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノプロピルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、トリプロピレングリコールモノメチル

ルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、グリセリン、1, 2, 3-ブタントリオール、1, 2, 6-ヘキサントリオールが挙げられる。

成分(C)は、1種単独で又は2種以上を適宜組み合わせる用いることができる。

[0025] 成分(C)としては、20℃で液体のアルコールであることが好ましい。

また、成分(C)の沸点は、好ましくは100~300℃、より好ましくは100~250℃、更に好ましくは100~230℃である。

[0026] また、成分(C)は、2価アルコールを含むことが好ましく、1, 2-プロパンジオール、1, 3-ブタンジオール、1, 4-ブタンジオール、1-メチル-1, 3-プロパンジオール、2-メチル-1, 3-プロパンジオール、2-メチル-1, 4-ブタンジオール、3-メチル-1, 3-ブタンジオール、2-メチル-2, 4-ペンタンジオール、3-メチル-1, 5-ペンタンジオール、2, 4-ジエチル-1, 5-ペンタンジオール、及び、2-エチル-1, 3-ヘキサジオールからなる群より選ばれる少なくとも1種を含むことがより好ましく、1, 2-プロパンジオール、1, 3-ブタンジオール、1, 4-ブタンジオール、3-メチル-1, 5-ペンタンジオール、及び2-エチル-1, 3-ヘキサジオールからなる群より選ばれる少なくとも1種を含むことが更に好ましい。

成分(C)中、2価アルコールの含有量は、成分(C)の全量100質量%中、好ましくは60~100質量%、より好ましくは80~100質量%、更に好ましくは90~100質量%であり、そして、100質量%であってもよい。

[0027] 成分(C)の含有量は、特に限定されないが、成分(B)及び成分(C)の合計100質量部に対して、好ましくは20~60質量部、より好ましくは25~55質量部、更に好ましくは28~52質量部である。成分(C)の前記含有量が20質量部以上であれば、成分(B)と成分(C)の混練性が向上し、ペースト化し易くなるため好ましい。また、前記成分(C)の含

有量が60質量部以下であると、歯科用陶材ペースト中のガラス成分量を確保し易く、陶材築盛を十分に行い易くなるため好ましい。

[0028] また、本発明の効果をより奏し易くする観点から、前記歯科用陶材ペーストにおける成分(A)、成分(B)、及び成分(C)の合計含有量は、前記歯科用陶材ペースト100質量%中、好ましくは75質量%以上、より好ましくは80質量%以上、更に好ましくは90質量%以上、より更に好ましくは95質量%以上であり、そして、100質量%以下である。換言すれば、前記歯科用陶材ペーストの一態様において、前記歯科用陶材ペーストにおける成分(A)、成分(B)、及び成分(C)の合計含有量は、前記歯科用陶材ペースト100質量%中、好ましくは75~100質量%、より好ましくは80~100質量%、更に好ましくは90~100質量%、より更に好ましくは95~100質量%である。

[0029] <任意の成分>

前記歯科用陶材ペーストには、前記成分(A)~(C)以外にも、本発明の効果を妨げない限り、必要に応じて、さらに他の成分(任意の成分)を含んでもよい。このような他の成分としては、水、着色剤、pH調整剤、重合促進剤、重合開始剤等が挙げられる。

前記着色剤は非晶質であっても結晶質であってもよい。着色剤としては、例えば、無機顔料や乳濁材等の顔料、焼成の際に脱色する着色剤等が挙げられる。

前記無機顔料としては、例えば、酸化プラセオジム、酸化バナジウム、酸化鉄、酸化ニッケル、酸化クロム、酸化マンガン、酸化セリウム、酸化スズ化合物(例えば、酸化スズ(II)、酸化スズ(IV)を成分とした複合酸化物(例えば、バナジウムスズ黄、クロムスズピンク等))、ビスマスバナジウム黄、バナジウムジルコニウム黄、プラセオジム黄、コバルト青、マンガンピンク、クロムアルミナピンク、クロム鉄亜鉛、酸化チタン( $TiO_2$ )、酸化ジルコニウム( $ZrO_2$ )等が挙げられる。

また、前記乳濁材としては、例えば、ケイ酸ジルコニウム、酸化スズ(IV)

、酸化ジルコニウム ( $ZrO_2$ )、酸化亜鉛、酸化チタン ( $TiO_2$ )、酸化アルミニウム等が挙げられる。これらは、所望する色調に応じて適宜含有され、白色の色調を求める場合は、ケイ酸ジルコニウムを5~20質量%添加することが好ましい。

また、焼成の際に脱色する着色剤としては、有機溶媒に溶解する食用色素が挙げられる。食用色素としては、黄色4号(タートラジン)、黄色5号(サンセットイエローFCF)、赤色2号(アマランス)、赤色102号(ニューコクシン)、青色1号(ブリリアントブルーFCF)、青色2号(インジゴカルミン)、緑色3号(ファストグリーンFCF)、赤色102号(ニューコクシン)等の芳香族基を2個以上含有する有機色素;アシッドレッド289、プロモピロガロールレッド、ローダミンB、ローダミン6G、ローダミン6GP、ローダミン3GO、ローダミン123、エオシン、エオシンB、エオシンY、フルオレセイン、フルオレセインイソチオシアネート等のキサンテンを母核とする縮合芳香族基を含有する有機色素(キサンテン系色素);コチニール色素(カルミン酸色素);ビートレッド(主成分:イソベタニン及びベタニン)、ベタニン、イソベタニン、プロベタニン、ネオベタニン等のベタレイン系色素等が挙げられる。

[0030] 本発明の一態様である歯科用陶材ペーストの好適な製造方法としては、少なくとも、前記成分(A)、成分(B)、及び成分(C)を混合する工程を有する製造方法が挙げられる。混合の条件は、特に限定されず、含有させる成分を一括投入してもよいし、分割投入してもよい。混合する混練機は通常の混練機を用いることができる。例えば、乳鉢、二軸混練機(ツインミックス)、三軸混練機(トリミックス)、ニーダー、プラネタリーミキサー等が挙げられる。これらのうち、乳鉢、プラネタリーミキサーを用いることが好ましい。

[0031] 本発明の一態様において、前記歯科用陶材ペーストは、光硬化性樹脂を実質的に含まないことが好ましい。前記「光硬化性樹脂を実質的に含まない」とは、具体的には、前記歯科用陶材ペースト100質量%中、前記光硬化性

樹脂が、3質量%以下、好ましくは1質量%以下、より好ましくは0.1質量%以下、更に好ましくは0.05質量%以下であることを意味する。換言すれば、本発明の一態様において、前記光硬化性樹脂の含有量は、前記歯科用陶材ペースト100質量%中、好ましくは0~3質量%、より好ましくは0~1質量%、更に好ましくは0~0.1質量%、より更に好ましくは0~0.05質量%である。また、本発明の一態様である歯科用陶材ペーストは、光硬化性樹脂を含まない、すなわち、0質量%であることがより好ましい。

また、前記光硬化性樹脂は、例えば、X線、紫外線、可視光などのエネルギー線によって硬化する樹脂である。前記光硬化性樹脂としては、例えば、ウレタンアクリレート、エポキシアクリレート系樹脂等のラジカル重合型光硬化性樹脂、エポキシ樹脂等のカチオン重合系光硬化性樹脂等が挙げられる。

[0032] 本発明の一態様において、前記歯科用陶材ペーストは、親水基を有する有機高分子材料の含有量が、前記歯科用陶材ペースト100質量%中、0.5質量%未満であってもよく、0.3質量%以下であってもよく、又は0.1質量%以下であってもよい。換言すれば、本発明の一態様において、前記親水基を有する有機高分子材料の含有量は、前記歯科用陶材ペースト100質量%中、0~0.5質量%であってもよく、0~0.3質量%であってもよく、また、0~0.1質量%であってもよい。

前記有機高分子材料とは、例えば、重量平均分子量が1,000以上である有機化合物であってもよく、前記重量平均分子量は、例えば、ゲルパーミエーションクロマトグラフィーによる標準ポリスチレン換算で求められる値を用いることができる。

[0033] また、本発明の一態様である歯科用陶材ペーストは、使用時に築盛が可能なペースト状となればよいため、例えば、成分(A)と成分(C)を含む液成分(第1剤)と、成分(B)を含む粉成分(第2剤)とからなる歯科用陶材キットとして提供し、使用者によって使用直前に第1剤と第2剤を混合して

、歯科用陶材ペーストとしてもよい。また他の例として、成分（C）の一部を分包することもでき、例えば、成分（A）、成分（B）及び成分（C）の一部とを含有するプレペーストと、成分（C）の残部とからなる歯科用陶材キットとして提供し、使用者によって使用直前に前記プレペーストに、前記成分（C）の残部を添加して、前記歯科用陶材ペーストとして使用してもよい。このようなキットの形態において、前述の説明に基づいて、各成分の種類、含有量等を適宜変更でき、任意の成分について、追加、削除等の変更をすることができる。また、本発明の一態様である歯科用陶材ペーストが、歯科用陶材キットとして提供される場合、歯科用陶材ペーストとして使用される時に、前記歯科用陶材ペーストの要件を満たしていればよい。例えば、前記キットを構成する各剤の少なくとも1剤が、既に前記歯科用陶材ペーストの要件を満たしていてもよく、又は、各剤を混合することにより、初めて、前記歯科用陶材ペーストの要件を満たすように各剤の組成が設計されていてもよい。

[0034] [歯科用陶材ペーストの用途等]

本発明の一態様である歯科用陶材ペーストは、例えば、セラミックス製のインレー、アンレー、ラミネートベニア、及びクラウン等の歯科用補綴物の作製に用いることができる。

また、本発明の一態様である歯科用陶材ペーストを築盛する対象となるフレームとしては、特に限定されず、例えば、金属フレーム、セラミックフレーム（例えば、ジルコニアフレーム）等が挙げられる。

また、前記歯科用陶材ペーストの使用用途は特に限定されず、例えば、ボディー陶材（デンチン色陶材）、サービカル陶材、インサイザル陶材（エナメル色陶材）、トランスルーセント陶材、オペーク陶材、ステイン陶材等として使用することができる。

[0035] 歯科用補綴物を作製するためには、前記歯科用陶材ペーストを築盛した後に、焼成する。焼成温度（焼成最高温度）は、陶材の種類、使用形態等に応じて適宜変更できるため、特に限定されないが、好ましくは700℃以上、

より好ましくは730℃以上、更に好ましくは740℃以上であり、そして、好ましくは1050℃以下、より好ましくは1000℃以下、更に好ましくは980℃以下である。前述のとおり、これら段階的に記載された下限値及び上限値は、それぞれ独立して組み合わせることができる。例えば、前記焼成温度（焼成最高温度）の一態様として、好ましくは700～1050℃、より好ましくは730～1000℃、更に好ましくは740～980℃である。焼成最高温度までの焼成時の昇温温度は、陶材の種類に応じて適宜変更でき、特に限定されないが、好ましくは10～70℃/分、より好ましくは15～60℃/分、更に好ましくは20～50℃/分である。

また、前記歯科用陶材ペーストを築盛した後の焼成を行う前に、前記歯科用陶材ペーストを乾燥してもよく、乾燥条件は特に限定されない。さらに、前記歯科用陶材ペーストを築盛した後の焼成は、ガラス粉末（B）の内部に存在する気泡を大幅に減少させて得られる歯科用補綴物がより透明性に優れ、より優れた審美性が得られる点から、真空下で行う真空焼成としてもよい。真空焼成における真空度は、特に限定されず、例えば、750 mmHg以下であってもよい。真空引きを開始する温度は、特に限定されず、例えば、550～700℃であってもよい。

[0036] 本発明の他の実施形態としては、歯を治療する（例えば、審美歯科治療、欠損歯治療、人工歯等の補綴修復治療、う蝕治療等）ための、成分（A）、成分（B）、及び成分（C）を含有する歯科用陶材ペーストの使用が挙げられる。

[0037] 前記したいずれの実施形態においても、前述の説明に基づいて、各成分の種類、含有量等を適宜変更でき、任意の成分について、追加、削除等の変更をすることができる。また、前記したいずれの実施形態においても、各歯科用陶材ペーストの組成と特性の値を適宜変更して組み合わせることもできる。したがって、前述した歯科用陶材ペーストは、本発明の効果を奏する限り、1種単独で又は2種以上を適宜組み合わせて用いることもできる。

[0038] 本発明は、本発明の効果を奏する限り、本発明の技術的思想の範囲内にお

いて、前記の構成を種々組み合わせた実施形態を含む。

## 実施例

[0039] 次に、実施例を挙げて本発明をさらに具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例により何ら限定されるものではない。

[0040] [実施例 1～24 及び比較例 1～4]

各実施例及び比較例の歯科用陶材ペーストを以下のように調製し、その特性を評価した。結果を下記表 1～3 に示す。

[0041] <歯科用陶材ペーストの調製>

下記表 1～3 に記載の各成分を、表 1～3 に記載の含有量（質量部）で、常温下、約 10 分間乳鉢中で混和して、歯科用陶材ペーストを調製した。なお、使用した成分については、以下の通りである。

[0042] （陽イオン界面活性剤：成分（A））

- ・塩化セチルピリジニウム一水和物（富士フィルム和光純薬株式会社製、白色固体）
- ・塩化ラウリルトリメチルアンモニウム（富士フィルム和光純薬株式会社製、白色固体）
- ・塩化ドデシルピリジニウム（富士フィルム和光純薬株式会社製、白色固体）
- ・塩化トリメチルステアリルアンモニウム（東京化成工業株式会社製、白色固体）
- ・塩化ジメチルジオクタデシルアンモニウム（富士フィルム和光純薬株式会社製、白色固体）
- ・塩化ベンジルジメチルテトラデシルアンモニウム（富士フィルム和光純薬株式会社製、白色固体）
- ・臭化ラウリルトリメチルアンモニウム（東京化成工業株式会社製、白色固体）
- ・臭化トリメチルステアリルアンモニウム（東京化成工業株式会社製、白色固体）

## [0043] (ガラス粉末：成分 (B))

ガラス粉末は、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{ZnO}$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{Li}_2\text{O}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{Sb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CeO}_2$ 、及び $\text{BaO}$ から成るアモルファスタイプのカリアルミノシリケートガラスフリットを遊星ミルにて粉碎し、表1～3に記載の平均粒子径の粉末を作製した。平均粒子径はレーザー回折・散乱法で体積基準の平均粒子径 (D50) の測定を行った。測定装置はMicrotrac (登録商標) MT3300II (マイクロトラックベル株式会社) を使用し、分散媒として水を用いて測定した。

## [0044] (アルコール：成分 (C))

- ・ 1, 3-ブタンジオール (関東化学株式会社製)
- ・ 1, 2-プロパンジオール (関東化学株式会社製)
- ・ 3-メチル-1, 5-ペンタンジオール (株式会社クラレ製)
- ・ 2-フェノキシエタノール (富士フイルム和光純薬株式会社製)
- ・ グリセリン (関東化学株式会社製)

## [0045] (陽イオン界面活性剤に換えて用いた添加剤 (表3中の「その他」成分))

- ・ ポリエチレングリコールモノステアレート (東京化成工業株式会社製、白色ワックス状)
- ・ 「アエロジル (登録商標) R976S」 (日本アエロジル株式会社製、疎水性微粒子シリカ、白色粉末)
- ・ キサンタンガム (東京化成工業株式会社製、薄黄色固体)

## [0046] (界面活性剤の強熱残分の評価)

るつばに、前記陽イオン界面活性剤、ポリエチレングリコールモノステアレート、又は、キサンタンガムを、それぞれ、0.3g量り取り、電気炉に入れ、昇温速度 $20^\circ\text{C}/\text{分}$ で、 $400^\circ\text{C}$ まで昇温させ、 $400^\circ\text{C}$ で保持して1時間加熱した。電気炉内は大気条件下で加熱した。加熱後に得られた残分の重量を測定し、下記の算出式より強熱残分を求めた。

また、強熱残分が0.5%以下の界面活性剤は分解点が $400^\circ\text{C}$ 以下であると評価した。なお、前記陽イオン界面活性剤の分解点は $400^\circ\text{C}$ 以下であ

ることが好ましい。

また、比較例2及び4で、前記陽イオン界面活性剤に換えて用いた添加剤の強熱残分も同様に評価した。

$$\cdot \text{強熱残分 (質量\%)} = \{ (400^\circ\text{Cで1時間加熱した後のサンプル重量 [g]) / (加熱前のサンプル重量 [g]) \} \times 100$$

※加熱前のサンプル重量 = 0.3 g

#### [0047] <歯科用陶材ペーストの評価>

##### (1) 長期間静置後の復原容易性の評価

前記実施例及び比較例で調製した歯科用陶材ペーストを、20 mL容器内に10 g量り取り、60°Cの恒温槽内に、2週間静置し、試験体とした。2週間静置後の試験体を23°Cまで冷却後に、ステンレス製のスパチュラにて、静置前の調製したペーストの状態になるまで手で攪拌した。攪拌にかかる時間と労力を、以下の基準にて評価した。

##### <評価基準>

A：ステンレス製のスパチュラが試験体に容易に刺さり、攪拌開始後1分以内に静置前の状態となる。

B：ステンレス製のスパチュラが試験体に刺さり、攪拌開始後1分を超えて3分以内に静置前の状態となる。

C：ステンレス製のスパチュラが試験体に刺さり辛く、攪拌開始後3分を超えて10分以内に静置前の状態となる。

D：ステンレス製のスパチュラが試験体に刺さらないほどに固化し、攪拌開始後10分を超えて攪拌を続けても、固化をほぐすことができず、静置前の状態とならない。

#### [0048] (2) 焼成後の外観評価

前記実施例及び比較例で調製した歯科用陶材ペーストを縦10 mm×横35 mmのジルコニアプレート上に0.2 mm厚で塗布した試料と、1.0 mm厚で塗布した試料とを用意し、それぞれ、表1～3に記載の温度で真空焼成を行い、焼結体を得た。

得られた各焼結体の外観を目視にて確認し、以下の基準にて評価した（N = 3）。

<評価基準>

A：0.2 mm厚、1.0 mm厚どちらの焼結体もガラスが変色せず、透明である。

B：0.2 mm厚の焼結体ではガラスの変色がなく、透明感があるが、1.0 mm厚の焼結体ではガラスがグレーに変色し、透明感の低下が見られる。

C：0.2 mm厚、1.0 mm厚どちらの焼結体もガラスがグレーに変色し、透明感の低下が見られる。

[0049]

[表1]

成分	実施例No.											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
塩化セチルピリジウム水和物	[質量部]	0.001		0.2		0.5	1.0	1.1				
塩化ラウリルトリメチルアンモニウム	[質量部]		0.01		0.2				1.0	1.0		0.5
塩化ドデシルピリジウム	[質量部]											
(A) 臭化ラウリルトリメチルアンモニウム	[質量部]										0.2	
(*) 塩化トリメチルステアリン酸アンモニウム	[質量部]											
塩化ジメチルジオクタデシルアンモニウム	[質量部]											
塩化ベンジルジメチルテトラデシルアンモニウム	[質量部]											
臭化トリメチルステアリン酸アンモニウム	[質量部]											
(B) ガラス粉末	[質量部]	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	50.0
1,3-ブタンジオール	[質量部]	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0		30.0	50.0
1,2-プロパンジオール	[質量部]											
(C) 3-メチル-1,5-ペンタンジオール	[質量部]											
2-フェノキシエタノール	[質量部]											
グリセリン	[質量部]											
成分(A)の強熱残分	[%]	0.2	0.2	0.1	0.2	0.1	0.2	0.2	0.1	0.1	0.4	0.1
成分(B)の平均粒子径	[ $\mu$ m]	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
評価(1): 長期間静置後の復原容易性	[-]	C	B	A	A	A	A	A	A	A	A	B
評価(2): 焼成後の外觀評価	[-]	A	A	A	A	A	A	B	B	B	A	A
評価(2)の焼成温度	[ $^{\circ}$ C]	740	740	740	740	740	740	740	740	740	740	740

(\*) : 成分(B)100質量部に対する含有量。

[0050] [表2]

表2

		実施例No.											
		13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24
成分	塩化セチルピリジウム-水和物	[質量部]							0.5	0.5	0.5	0.5	
	塩化ラウリルトリメチルアンモニウム	[質量部]											
	塩化ドデシルピリジウム	[質量部]	0.5	0.5									0.5
	(A)	[質量部]											
	(*)1	[質量部]		0.2	0.5								
	塩化トリメチルステアシルアンモニウム	[質量部]					0.5						
	塩化ジメチルジ옥タデシルアンモニウム	[質量部]											
	塩化ベンジルジメチルテトラデシルアンモニウム	[質量部]					0.5						
	臭化トリメチルステアシルアンモニウム	[質量部]						0.2					
	(B)	[質量部]	50.0	50.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0
	1,3-ブタンジオール	[質量部]	50.0		30.0	30.0	30.0	30.0	20.0	20.0	30.0		
(C)	1,2-プロパンジオール	[質量部]				30.0						30.0	30.0
	3-メチル-1,5-ペンタンジオール	[質量部]		50.0									
	2-フェノキシエタノール	[質量部]							10.0				
	グリセリン	[質量部]								10.0			
	成分(A)の強熱残分	[%]	0.2	0.2	0.9	0.7	2.5	7.9	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
	成分(B)の平均粒子径	[ $\mu\text{m}$ ]	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	25.0	25.0	25.0
	評価(1): 長期間静置後の復原容易性	[-]	B	B	A	A	A	A	A	A	B	B	B
	評価(2): 焼成後の外観評価	[-]	A	A	B	B	B	B	B	A	A	A	A
	評価(2)の焼成温度	[ $^{\circ}\text{C}$ ]	740	740	740	740	740	740	740	740	760	760	760

(\*)1: 成分(B)100質量部に対する含有量。

[0051] [表3]

表3

			比較例No.				
			1	2	3	4	
成分	(B)	ガラス粉末	[質量部]	70.0	70.0	70.0	70.0
	(C)	1,3-ブタンジオール	[質量部]	30.0	30.0	30.0	
		1,2-プロパンジオール	[質量部]				30.0
		3-メチル-1,5-ペンタンジオール	[質量部]				
		2-フェノキシエタノール	[質量部]				
		グリセリン	[質量部]				
	その他 (*1)	ポリエチレングリコールモノステアレート	[質量部]		1		
		アエロジルR976S	[質量部]			2	
		キサントガム	[質量部]				1
	その他成分の強熱残分		[%]	—	0.3	—	9.7
成分(B)の平均粒子径		[ $\mu\text{m}$ ]	5.0	5.0	5.0	5.0	
評価(1): 長期間静置後の復原容易性		[-]	D	D	D	B	
評価(2): 焼成後の外観評価		[-]	A	A	A	C	
評価(2)の焼成温度		[ $^{\circ}\text{C}$ ]	740	740	740	740	

(\*1): 成分(B)100質量部に対する含有量。

[0052] 表1及び2の結果より、成分(A)～成分(C)を含有する実施例1～24の歯科用陶材ペーストは、長期保管した場合に発生する沈降層が固化せず、長期保管後の歯科用陶材ペーストを再度用いる際でも容易に歯科用陶材ペーストを作製した直後の状態に戻すことができることがわかる。また、焼成時の外観の低下が抑制できていることが分かる。

一方、表3の結果より、成分(A)を含有しない比較例1の歯科用陶材ペーストは、長期間保管した場合に固化し、スパチュラによる攪拌では固化をほぐすことができず、保管前の状態に戻らないことが分かる。

また、成分(A)の代わりに、ポリエチレングリコールモノステアレート又は疎水性微粒子シリカを含有する比較例2又は比較例3の歯科用陶材ペーストも、長期間保管した場合に固化し、スパチュラによる攪拌では固化をほぐすことができず、保管前の状態に戻らないことが分かる。

また、成分(A)の代わりに、キサントガムを含有する比較例4の歯科

用陶材ペーストでは、焼成後の外観が著しく低下していることが分かる。これは高分子化合物であるキサンタンガムが完全に焼却できていないことに起因するものと推察される。

### 産業上の利用可能性

[0053] 本発明の歯科用陶材ペーストは、焼成時の外観の低下を抑制でき、更に、長期間保管した場合でも復原容易性に優れる。

そして、本発明の歯科用陶材ペーストは、長期間保管後も、復原容易性に優れるため、歯科技工士の手作業により、好適な操作性を再現することができる。また、焼成時の外観の低下を抑制できることから、色調を正確に調整することができる。

そのため、本発明の歯科用陶材ペーストは、天然歯に近い審美性を有する人工歯等の補綴修復に使用され、歯科技工士の手作業による築盛時において、長期保管後も好適に使用される歯科用陶材ペーストとして好適に用いることができる。

また、特に、セラミックス歯冠の需要が益々増大し、個々の審美要求が高まっていることに伴い、歯科用陶材の使用頻度が増えることが予想されるため、本発明の歯科用陶材ペーストは有用である。

### 請求の範囲

- [請求項1] 陽イオン界面活性剤（A）、ガラス粉末（B）、及びアルコール（C）を含む、歯科用陶材ペースト。
- [請求項2] 成分（A）の含有量が、成分（B）100質量部に対して、0.0005～2.0質量部である、請求項1に記載の歯科用陶材ペースト。
- [請求項3] 成分（C）の含有量が、成分（B）及び成分（C）の合計100質量部に対し20～60質量部である、請求項1又は2に記載の歯科用陶材ペースト。
- [請求項4] 成分（A）、成分（B）、及び成分（C）の合計含有量が、歯科用陶材ペースト100質量%中、75質量%以上である、請求項1～3のいずれか1項に記載の歯科用陶材ペースト。
- [請求項5] 成分（C）が2価アルコールを含む、請求項1～4のいずれか1項に記載の歯科用陶材ペースト。
- [請求項6] 成分（B）の平均粒子径が1～30 $\mu$ mである、請求項1～5のいずれか1項に記載の歯科用陶材ペースト。
- [請求項7] 成分（A）の強熱残分が8.0%以下である、請求項1～6のいずれか1項に記載の歯科用陶材ペースト。

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2023/026743

<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b>		
A61K 6/836(2020.01)i; A61K 6/802(2020.01)i FI: A61K6/836; A61K6/802		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b>		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) A61K6/00-6/90		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Published examined utility model applications of Japan 1922-1996 Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2023 Registered utility model specifications of Japan 1996-2023 Published registered utility model applications of Japan 1994-2023		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamIII); CPlus/MEDLINE/EMBASE/BIOSIS (STN)		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 3-077804 A (NIPPON ELECTRIC GLASS COMPANY, LIMITED) 03 April 1991 (1991-04-03) claim 1, tables, page 2, lower right column, lines 12-15, page 3, upper left column, line 2 to lower right column, line 10	1-7
X	JP 2001-079019 A (SATO, Hisahiro) 27 March 2001 (2001-03-27) claims 1-3, paragraphs [0026], [0042], [0049], [0071], [0082]-[0086]	1-7
X	US 6206958 B1 (JENERIC/PENTRON, INCORPORATED) 27 March 2001 (2001-03-27) claims 21, 26, 27, column 6, lines 21-38, examples 1, 3	1-7
A	JP 2020-117499 A (SHOFU INCORPORATED) 06 August 2020 (2020-08-06) claim 1, paragraphs [0028]-[0034]	1-7
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search <b>25 September 2023</b>		Date of mailing of the international search report <b>10 October 2023</b>
Name and mailing address of the ISA/JP <b>Japan Patent Office (ISA/JP) 3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915 Japan</b>		Authorized officer  Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
**Information on patent family members**

International application No. <b>PCT/JP2023/026743</b>
---

Patent document cited in search report	Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP 3-077804 A	03 April 1991	(Family: none)	
JP 2001-079019 A	27 March 2001	US 6444597 B1 claims 1-3, column 5, lines 56-58, examples 1, 4, 15, table 1	
US 6206958 B1	27 March 2001	US 6022819 A claims 29, 34, 35, column 6, lines 3-29, examples 1, 3	
JP 2020-117499 A	06 August 2020	US 2020/0330331 A1 claim 1, paragraphs [0060]- [0069]	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） A61K 6/836(2020.01)i; A61K 6/802(2020.01)i FI: A61K6/836; A61K6/802		
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC）） A61K6/00-6/90 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2023年 日本国実用新案登録公報 1996-2023年 日本国登録実用新案公報 1994-2023年		
国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語） JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamII); Cplus/MEDLINE/EMBASE/BIOSIS (STN)		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	JP 3-077804 A (日本電気硝子株式会社) 03.04.1991 (1991-04-03) 請求項1、表、第2頁右下欄第12行~15行、第3頁左上欄第2行~右下欄第10行	1-7
X	JP 2001-079019 A (佐藤 尚弘) 27.03.2001 (2001-03-27) 請求項1~3、段落 [0026]、[0042]、[0049]、[0071]、[0082]~[0086]	1-7
X	US 6206958 B1 (Jeneric/Pentron, Incorporated) 27.03.2001 (2001-03-27) 請求項21、26、27、第6欄第21行~38行、実施例1、実施例3	1-7
A	JP 2020-117499 A (株式会社松風) 06.08.2020 (2020-08-06) 請求項1、段落 [0028]~[0034]	1-7
<input type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input checked="" type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの “E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの “L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す） “O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 “P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献 “T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの “X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの “Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの “&” 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日	25.09.2023	国際調査報告の発送日 10.10.2023
名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	権限のある職員（特許庁審査官）  新熊 忠信 4C 6113  電話番号 03-3581-1101 内線 3452	

国際調査報告  
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2023/026743

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP 3-077804 A	03.04.1991	(ファミリーなし)	
JP 2001-079019 A	27.03.2001	US 6444597 B1 Claims 1-3, Column 5 Lines 56-58, Example 1, Example 4, Example 15, Table 1	
US 6206958 B1	27.03.2001	US 6022819 A Claims 29, 34, 35, Column 6 Lines 3-29, Example 1, Example 3	
JP 2020-117499 A	06.08.2020	US 2020/0330331 A1 Claim 1, Paragraphs [0060]-[0069]	