



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201223548 A1

(43)公開日：中華民國 101 (2012) 年 06 月 16 日

(21)申請案號：100141538

(22)申請日：中華民國 100 (2011) 年 11 月 15 日

(51)Int. Cl. : *A61K6/02 (2006.01)*

(30)優先權：2010/11/15 歐洲專利局 10191255.8

(71)申請人：塞普托東專業股份有限公司 (法國) SEPTODONT OU SEPTODONT SAS OU
SPECIALITES SEPTODONT (FR)

法國

(72)發明人：理察 吉里斯 RICHARD, GILLES (FR)；莫瑞 奧立佛 MARIE, OLIVER (FR)

(74)代理人：洪澄文

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：14 項 圖式數：0 共 26 頁

(54)名稱

牙髓學密封組合物

ENDODONTIC SEALING COMPOSITION

(57)摘要

本發明有關由固相和液相的混合物產生的組合物，上述固相包含全部為粉末形式的至少一種鈣衍生物粉末以及至少一種不透射線劑和至少一種聚合物並且任選包含至少一種非不透射線填充劑，上述液相包含水、至少一種減水劑和至少一種促凝劑；固相與液相的比例為 1.0 至 2.5，優選為 1.5 至 2.2，更優選為 2 至 2.15；上述組合物的抗壓強度小於 40MPa、優選為 1MPa 至 15MPa、優選為約 3MPa 至約 12MPa；本發明還有關用於製造上述組合物的試劑盒和方法以及用於處理或再處理牙根管的方法。



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201223548 A1

(43)公開日：中華民國 101 (2012) 年 06 月 16 日

(21)申請案號：100141538

(22)申請日：中華民國 100 (2011) 年 11 月 15 日

(51)Int. Cl. : *A61K6/02 (2006.01)*

(30)優先權：2010/11/15 歐洲專利局 10191255.8

(71)申請人：塞普托東專業股份有限公司 (法國) SEPTODONT OU SEPTODONT SAS OU
SPECIALITES SEPTODONT (FR)

法國

(72)發明人：理察 吉里斯 RICHARD, GILLES (FR)；莫瑞 奧立佛 MARIE, OLIVER (FR)

(74)代理人：洪澄文

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：14 項 圖式數：0 共 26 頁

(54)名稱

牙髓學密封組合物

ENDODONTIC SEALING COMPOSITION

(57)摘要

本發明有關由固相和液相的混合物產生的組合物，上述固相包含全部為粉末形式的至少一種鈣衍生物粉末以及至少一種不透射線劑和至少一種聚合物並且任選包含至少一種非不透射線填充劑，上述液相包含水、至少一種減水劑和至少一種促凝劑；固相與液相的比例為 1.0 至 2.5，優選為 1.5 至 2.2，更優選為 2 至 2.15；上述組合物的抗壓強度小於 40MPa、優選為 1MPa 至 15MPa、優選為約 3MPa 至約 12MPa；本發明還有關用於製造上述組合物的試劑盒和方法以及用於處理或再處理牙根管的方法。

六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係有關於用於牙髓學領域的組合物。更具體地，本發明有關用於諸如填充和/或永久填塞牙根管的牙髓學治療的改進的牙科組合物。

【先前背景】

牙齒包括由覆蓋有釉質的牙本質組成的稱為齒冠的上部和通常稱為牙髓腔的下部，上述牙髓腔包括上牙髓腔和延伸至牙齒的尖端或頂部直至頷骨的牙根管。牙髓腔包括稱為牙髓的活組織，其包含存在於上牙髓腔和牙根管中的血管和神經。神經將牙齒與全身系統連接並通過稱為小孔的根的孔通向系統。

在本領域公知的許多情況下需要牙髓學治療，例如當牙髓在深齲、外傷損傷、細菌感染後或牙周疾病之後受損傷時，就需要牙髓學治療。不治療則在根尖部形成膿腫。這能引起疼痛和腫脹並可能對周圍的骨骼、牙骨質和/或牙齦造成損傷。

牙髓學治療的目的是修補並保留牙齒以避免拔牙。其包括：

- 去除受損的牙髓，包括從牙髓腔去除發炎或死亡的神經和血管直至牙髓腔和牙根管空了為止，

- 在去除可能殘留的牙髓和/或由牙髓學治療器械產生的礦物碎片之後，清洗和消毒牙髓腔，包括牙根管，

-使用惰性、生物相容性的材料填充和密封牙根管和小孔。

用於填充牙根管的一種方法有關使用天然生成或合成的牙膠、橡膠異構體。能製備具有圓錐形的牙膠尖，並能將這些尖插入牙根管中。根據臨床表現，臨床醫生可能考慮使用牙膠尖是否合適。然而，現有技術的組合物為一體化結構，其說明假設在不含牙膠尖的情況下使用它們，並假設它們完全填充牙根管（主要的牙根管以及側面和副牙根管）；或現有技術的組合物為單錐（或多錐），其說明假設在含有至少一種牙膠尖的情況下使用它們以確保滿意的密封。

因此，亟需提供多功能的組合物，其既提供對牙膠尖非常好的粘合力也可用作單錐（或多錐）組合物，並還可用作不含任何牙膠尖的一體化結構組合物。

在某些情況下，可能需要重新開始首次牙髓學治療。這可能例如在下列情況下發生，其中：

- 在開始的步驟中不治療狹窄或彎曲的牙根管，
- 在第一步驟中未發現複雜的牙根管解剖，
- 牙髓學治療後延遲齒冠或其他修復的佈置，
- 修復沒有防止牙齒內部的唾液污染，
- 引起新的牙齒感染的新的腐爛或鬆動、破裂或破碎。

因此，亟需提供組合物，其提供牙髓學首次治療中的良好密封性（對牙本質和任選的牙膠尖的良好粘合力），並且不論何種使用模式（含有或不含牙膠尖）均能將其更新。

現有技術熟知的粘固粉是波特蘭粘固粉，在操作之前將其與水混合以形成引入至牙根管缺陷的漿樣組合物。其他粘固粉在現有技術中是公知的，在它們之中可列舉的是：酚醛塑料，其為包括諸如通過酚類（例如間苯二酚）與甲醛的反應獲得的合成的熱固性樹脂的酚醛樹脂（PF）；酚醛塑料由諸如例如甲醛的已知有毒的原料製備，並可能具有另外的缺點，例如不具備延長的密封時間；

-氧化鋅和丁子香酚的混合物，其缺乏生物相容性並可能與複合的修復材料相互作用；

-與牙膠尖同時使用的環氧樹脂粘固粉，其也缺乏生物相容性；

-氫氧化鈣粘固粉，其可能不能充分確保密封性和緊密性；

-諸如具有粘合組分的交聯矽或交聯熱塑性組合物的交聯組合物，由於它們的單體，它們在耐用性、密封性和毒性方面是有爭議的。

WO 2008/100451 公開了用於治療牙根管的組合物，其包含 1-80%的顆粒材料，包含水溶性聚合物、表面活性劑和水的 1-50%的液相，表面活性劑與水溶性聚合物的比例為不大於 6 比 1，將顆粒材料和液態載體混合在一起以形成能變硬的水化凝膠材料。在該文獻中，強調的是水溶性聚合物形成了向組合物賦予期望的流變性質的複合物。

WO 2005/087178 公開了包含聚合物-浸潤的鈣粘固粉的複合材料，其中上述聚合物可為聚乙炔吡咯烷酮、聚乙

烯醇等。

除此之外，這些現有技術的組合物不是多功能的，即易受使用時是否包括牙膠尖的影響，它們不適用於牙齒的再處理，這說明它們不能從受治療的牙齒中容易地去除。

因此，仍亟需容易重新使用的（不論何種使用方式）和生物相容的多功能組合物（不論是否包含牙膠均有用）。

【發明內容】

然而，現有技術文獻沒有提議在包含或不包含牙膠尖的情況下，確保既在牙髓學首次治療中的安全密封又確保組合物容易除去的組合物，在牙髓學的進一步治療中也稱為再處理步驟。相反，為了對抗現有技術的礦物三氧化物聚集物的所謂“沙樣感覺”，本領域技術人員專注於最終組合物的硬度，使其幾乎不能再處理。

正如申請人所述，仍然存在確保長期的牙根管修復的緊密密封性的問題。

此外，現有技術的組合物未能提供需要時在不含牙膠的情況下可有效使用的組合物，即能形成一體化結構的組合物。

因此，仍亟需組合物，其具有改善的密封性能以及處理和佈置性質，在含有牙膠尖（單或多錐）的情況下容易使用並顯出對上述尖的良好粘附性質，且在不含牙膠尖的情況下也容易用作一體化結構，且還與再處理步驟相容。

還亟需提供與常規的齒冠修復材料相容的用於牙根管

修復的組合物。

本發明的組合物非常有利，在於其獨立地或以組合的形式解決了每一上述技術問題。特別地，可容易地再處理本發明組合物，其具有延長時間（若干年）的緊密封性質，與常規的修復材料相容，當在不含牙膠尖的情況下使用時可形成一體化結構，並當與牙膠尖組合使用時，在含有牙膠尖的情況下具有良好的粘附性質。

特別地，本發明的組合物允許促進再處理步驟。該特徵可能不完全但基本上由於本發明的組合物的抗壓強度：用於再處理的旋轉工具應指向最軟區域，即指向由抵抗力差的材料佔據的區域。由於與圍繞的牙本質相比，本發明的組合物表現出有限的抗力，旋轉工具將進攻並指向由組合物佔據的區域。

而且，本發明的組合物對牙根管壁提供了緊密的密封性且防止了細菌通過牙根管遷移。該密封性因為本發明組合物的性質而特別緊密：通過包含固體鈣衍生物的固相與液相的反應製造組合物，上述反應導致充當密封組合物的糊狀物的形成。由於通過水引發的反應不完全，因此每當組合物在潮濕/濕潤的環境中時反應可能繼續。因此，即使在放置和原位凝固組合物之後，例如在牙根管中或鄰近頂端，其仍可能發展，並且新形成的糊狀物填充了可能剩餘的牙洞和凹陷處。

此外，本發明的組合物為生物相容的並對周圍活組織是友好的，即充分支持並不誘導任何炎症或免疫過程。特

別地，該特徵是由於缺乏常在現有技術的組合物中存在的侵襲性組分。特別地，組合物優選不含環氧型樹脂、酚醛塑料、丙烯酸衍生物、丁子香酚等。

本組合物的另一優點是當在不含牙膠尖的情況下使用時，其形成了對根部牙本質具有強粘附力的一體化結構，並且當與牙膠一起使用時，其形成了對牙膠尖和根部牙本質均具有強粘附力的單錐。需要注意的是，本發明的組合物具有非常有限的收縮率，並且在一個實施方案中，不收縮。

與現有技術的組合物相比，本發明的組合物在工作時間方面還表現出若干另外的優點，使得牙科醫生能容易地處理和放置組合物。在工作時間中，本發明的組合物還非常有效，因為其為粘性的並對牙膠尖和根部牙本質具有非常好的粘附性質。如下文解釋的，本發明的組合物在凝固時間方面也非常有利。特別地，這些特徵可能由於用於混合固相與液相的液/固比而產生。

【實施方式】

本發明有關用於治療牙根管，特別是用於填充和密封牙根管以及小孔的組合物。

因此，本發明有關由固相混合物和液相產生的組合物，上述固相包含全部為粉末形式的至少一種鈣衍生物粉末以及至少一種不透射線劑和至少一種聚合物並且任選包含至少一種非不透射線填充劑，上述液相包含水、至少一

種減水劑和至少一種促凝劑；固相與液相的比例為 1.0 至 2.5，優選為 1.5 至 2.2，更優選為 2 至 2.15，上述組合物的抗壓強度小於 40 MPa、優選為 1 MPa 至 15 MPa、優選為約 3 MPa 至約 12 MPa。在凝固時間結束之後的至少 24 小時，根據下文實施例 1 闡述的方法檢測抗壓強度。

在一個實施方案中，上述液相不含選自聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮、部分水解的聚乙酸乙烯酯、聚丙烯酸和聚甲基丙烯酸及其共聚物和混合物的任何水溶性聚合物。

固相：

優選地，鈣衍生物粉末選自矽酸鈣、鋁酸鈣、鐵鋁酸四鈣、磷酸鈣、硫酸鈣、矽、氧化鋁、氧化鈣、氫氧化鈣及其混合物，優選地，鈣衍生物粉末為矽酸三鈣或矽酸三鈣和矽酸二鈣的混合物。在實施方案中，鈣衍生物粉末在固相中的量為固相重量的 30 重量%至 80 重量%，優選為 40 重量%至 70%，更優選為 50 重量%至 60 重量%。

可將不透射線劑定義為不透射線性賦予劑，還可將其看作是不透射線填充劑，並優選選自氧化鋇、碳酸鋇、磷酸鋇、硫酸鋇、氧化鋇、氧化鈾、氧化錫、氧化鋳化合物，優選為結合鈾的氧化鋳和包含鋇、鋇和鋇的不透射線玻璃及其混合物，優選地，不透射線性賦予組分為諸如氧化鋇或碳酸鋇或其混合物的鋇衍生物，或鋳衍生物，尤其是單獨的或與鈾組合的氧化鋳，或鋇衍生物和鋳衍生物的混合物。在實施方案中，不透射線劑在固相中的量為固相重量的 1 重量%至 50 重量%，優選為 10 重量%至 40 重量%，更優

選為 13 重量%至 35 重量%。

在優選的實施方案中，聚合物選自聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮（PVP）、部分水解的聚乙酸乙烯酯（PVAc）、聚丙烯酸（PAA）、聚甲基丙烯酸（PMA）、基於丙烯酸的聚合物、官能化矽酮、海藻酸鹽和非水溶性聚合物及其共聚物和混合物。在實施方案中，聚合物在固相中的量為固相重量的 1 重量%至 20 重量%，優選為 3 重量%至 10 重量%，更優選為約 5 重量%。

在實施方案中，非不透射線填充劑為至少一種鈣衍生物，例如磷酸鈣、碳酸化的磷酸鈣、碳酸鈣。填充劑，尤其是碳酸鈣還可為促凝劑。在實施方案中，相對於固相的重量，填充劑在固相中的量小於 50 重量%，優選小於 40 重量%，更優選為 0 重量%至 30 重量%，當存在時甚至更優選的量為 12 重量%至 22 重量%。

液相：

在實施方案中，減水劑為改善組合物的流變性質的試劑，且可充當增塑劑或流化劑。優選地，減水劑選自聚羧酸酯和改性的聚羧酸酯，優選為被聚環氧乙烷鏈酯化的聚甲基丙烯酸。在這些化合物之中，根據自由基聚合速率優選的是多元醇的聚(甲基)丙烯酸酯、多元醇的聚烯丙基醚和聚烯丙基聚羧酸酯。更優選的是三羥甲基丙烷三(甲基)丙烯酸酯、季戊四醇四(甲基)丙烯酸酯和二季戊四醇五(甲基)丙烯酸酯；其中特別優選的是這些丙烯酸酯，特別是二季戊四醇五丙烯酸酯(下文稱為 DPPA)。在實施方案中，減

水劑在液相中的量為液相重量的 5 重量%至 15 重量%，優選為 6 重量%至 10 重量%，更優選為約 8 重量%。在另一實施方案中，減水劑在液相中的量為液相重量的 0.1 重量%至小於 5 重量%，優選為約 0.5 重量%至約 4 重量%，更優選約 1 重量%至約 3 重量%。

在實施方案中，促凝劑為氯化鈣。優選地，促凝劑在液相中的量為液相重量的 10 重量%至 50 重量%，優選為 20 重量%至 40 重量%，更優選為約 30 重量%。

在實施方案中，液相包含的水的量為液相重量的 50 重量%至 85 重量%，優選為 60 重量%至 70 重量%。

混合之後組合物的特徵

根據本發明的實施方案，組合物的工作時間為 5 分鐘至 80 分鐘，優選為 6 分鐘至 60 分鐘，更優選為約 30 分鐘至 40 分鐘。

根據實施方案，在工作時間中，組合物呈現出奶油稠度且是粘性的，導致強粘附於器械上，最後是牙膠尖和根部牙本質。根據本發明的實施方案，組合物的流量大於 20 mm，優選大於 22 mm，甚至更優選為約 23 mm。

本發明的組合物的密封性質可能由其粘附根部牙本質的粘合力產生。本發明呈現出的另一優點是密封性不隨時間降低。

根據本發明的實施方案，組合物的凝固時間為 40 分鐘至 30 小時，優選為 60 分鐘至 23 小時，更優選為 7 小時至 20 小時。根據特殊的實施方案，本發明的組合物符合與牙

根管密封材料相關的 ISO 標準的 ISO6876 的規定。ISO6876 要求凝固時間為 30 分鐘至 72 小時。

根據實施方案，凝固之後本發明的組合物經歷有限的尺寸變化。在優選的實施方案中，凝固之後尺寸變化為小於 1% 的收縮率，更優選小於 0.1%。在一個實施方案中，本發明的組合物不收縮。

根據實施方案，組合物的不透射線性為 2.5 mm 至 15 mm，優選為 4 mm 至 10 mm，甚至更優選為 4.5 mm 至 9.5 mm 鋁。該範圍的不透射線性使得當給予牙齒時，容易檢測上述組合物，由此促進牙齒治療的控制。根據詳細的實施方案，本發明的組合物符合 ISO6876 的規定。

根據本發明的實施方案，組合物的膜厚度小於 50 μm ，優選小於 45 μm ，更優為約 43 μm 。根據詳細的實施方案，本發明的組合物符合 ISO6876 的規定，其要求膜厚度低於 50 μm 。

在第一實施方案中，本發明的組合物在不合牙膠尖的情況下使用，即用作一體化結構。

在第二實施方案中，本發明的組合物在包含一種或多種牙膠尖的情況下使用，即分別作為單錐或多錐。

在本發明的優選實施方案中，組合物在不多於一種牙膠尖的情況下使用。

在本發明的優選實施方案中，不論何種使用模式（一體化結構、單錐或多錐），組合物允許牙根管的完全填充。

在本發明的一個實施方案中，不論前面的處理使用何

種模式（一體化結構、單錐或多錐），能容易地再處理本發明的組合物，例如通過旋轉工具。在本發明的實施方案中，組合物呈現出低的機械阻力，其有助於再處理。

試劑盒

本發明還有關用於製備本發明的組合物的試劑盒，其包含在第一容器中的固相，上述固相包含全部為粉末形式的至少一種鈣衍生物粉末以及至少一種不透射線劑和聚合物並且任選包含至少一種非不透射線填充劑；和在第二容器中的液相，上述液相包含水、至少一種減水劑和至少一種促凝劑；將上述第一和第二容器設計成按照 1.0 至 2.5，優選為 1.5 至 2.2，更優選為 2 至 2.15 的固/液比將上述固相與液相混合。

製造方法

本發明還有關製造本發明的用於治療牙根管的組合物的方法，其包括將固相與液相混合，上述固相包含全部為粉末形式的鈣衍生物粉末以及不透射線劑和聚合物並任選包含非不透射線填充劑，上述液相包含水、減水劑和促凝劑，上述固相與液相的比例為 1.0 至 2.5，優選為 1.5 至 2.2，更優選為 2 至 2.15，上述組合物的抗壓強度小於 40 MPa，優選為 1 MPa 至 15 MPa，優選為約 3 MPa 至約 12 MPa。

在本發明的一個實施方案中，本發明的方法還包括將一種或多種牙膠尖插入牙根管中。在本發明的優選實施方案中，將不多於一種的牙膠插入牙根管中。

用於處理或再處理牙根管的組合物和用於處理或再處

理牙根管的方法

本發明還有關用於處理或再處理牙根管的組合物和用於處理或再處理牙根管的方法，其中本發明的組合物用於填充牙根管。

定義

在本發明中，下列術語具有下列含義：

“約”的意思是加或減如此限定的數位、參數或特徵的百分之十。

“生物相容性”是指生物材料在給定的有機體中很少誘發或不誘發免疫反應，或能與特定的細胞類型或組織結合。

“不透射線性”是指物質不允許 X 射線或類似的射線通過。

“聚合物”是指由結構單元的重複形成的大分子。根據本發明，聚合物可為水溶性聚合物或與水不互溶的聚合物。在本發明的試劑盒中，聚合物在固相中為粉末形式。

“促凝劑”是指當將其加入材料時降低上述材料的凝固時間的試劑。

“流化劑”是指當將其加入物質時通過降低組成上述物質的顆粒間的吸引強度來增強上述物質的流動性的試劑。

“增塑劑”是指不溶解的粉末形式的試劑，當將其加入物質時增強上述物質的粘度和凝聚力。

“工作時間”是指從混合開始檢測的時間端，在該過程中能夠根據 ISO 6876/2001 的 7.3 中描述的標準和條件操縱本發明的組合物而對其性質沒有不利影響。

“凝固時間”是指根據 ISO 6876/2001 的 7.4 中描述的標準和條件從混合結束直至本發明的組合物凝固所測定的時間段。

通過下列實施例中描述的組合物進一步說明本發明，不應將上述實施例視為以任何方式限制本發明的範圍。

實施例

組合物 1-10

按照下面的報導設計組合物 1 至 10。

以 1.0 至 2.5，優選為 1.5 至 2.2，更優選為 2 至 2.15 的固相與液相的 w/w 比製備混合物。

原料/組合物#		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
固相	C3S 或 混合的 C3S/C2S	60	60	60	60	60	60	60	50	60	60
	碳酸鈣	22	22	12		22			15		
	氧化鉍	13		13	13			35			
	氧化鋯 + 鉭					13	35		30		
	氧化鋯										35
	碳酸鋇		13	10	22					35	
	PVP	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
液相	水	62.6									
	改性的聚羧酸酯	8									
	CaCl ₂	29.4									

相對於相的總重量給出上述量。

本發明的組合物具有下列特徵：

組合物#	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
工作時間 分鐘	30-40	13-25	25-40	6-10	10-25	15-25	30-40	15-50	25-60	30-35
凝固時間 分鐘	60-90	90-230	3-23	5-22 小 時	2-19 小時	6-18 小時	7-18 小時	2-4 小時	7-20 小時	7-20 小時
不透射線性 (mm)	3	3-3.5	2.7-4	3.5-6.5	2.5-4.5	3	4.8	3	3.3	5
24 小時的 抗壓強度 (Mpa)	10.1	9.9	7.4	3.5	8.1	11.7	8	9.3	10.8	7.6

抗壓強度試驗的描述：

抗壓強度是牙科生物材料的經典力學評價 (ISO 9917:1991)。根據各個製造商的說明，在室溫下混合樣本。使用去除氣泡的直徑為 4 mm，長度為 6 mm 的圓柱形聚四氟乙烯模具製備 6 種樣本。在 37°C 下，在 100% 的相對濕度 (乾燥) 下在孵育器中儲存樣本 15 分鐘，然後從模具中去除並在剩餘時間下在 37°C 的蒸餾水中儲存 (潮濕) (臨床應用的類比)。

臨床前試驗

第一臨床前評價：

在樹脂中製備牙髓學曲線類比物。根據常規牙髓學治療需要將該類比物成形。使用一體化結構形式或單錐形式的組合物 1-10 填充該類比物，然後在組合物硬化之後使用

旋轉工具將其掏空。

結果：

組合物的舀取不存在任何困難。在應用金屬壓舌板的過程中觀察到混合物立即著色成為灰色，當壓舌板由熱塑性材料製成時未發現該現象。

使用根管糊劑螺旋形輸送器，用組合物填充導致完全填充弱擠出組合物的體積。通過使用根管糊劑螺旋形輸送器塗覆壁隨後插入牙膠錐的填充也導致完全填充弱擠出組合物的體積。

不論實施何種使用模式，即一體化結構或單錐，在24小時去除組合物不產生任何問題。容易在不偏離牙根管軌道的情況下實現去除。

在72小時進行組合物的去除顯示出下列現象：

能通過任何旋轉器械掏空用組合物以一體化結構形式填充的牙根管，

容易掏空組合物密封的牙膠錐填充的牙根管，同時很好地保留牙根管的軌道（可能因為組合物的性質，其防止旋轉器械的偏差並發揮引導的作用）。

在7天進行組合物的去除顯示出下列現象：

單錐：去除容易，錐完全適合牙根管的形狀同時不粘附壁

一體化結構：去除快速且容易，組合物的機械性質充分適合再處理。

第二臨床前評價：

使用下列技術中的一種，使用用作密封組合物的組合物填充單曲線和雙曲線牙髓學模擬物：單錐或熱軟化牙膠填充插入技術（與來自Endosequence的粘固粉BC密封劑[對比]和來自Dentsply-Maillefer的Top Seal樹脂[對照]比較）。

由於加熱超過200°C，因此組合物的使用不適於使用熱牙膠的填充技術（Schilder或System B的技術）的實施。

結果：

由於粘固粉柱的尺寸過大，當使用粘固粉BC（根據製造商的方案使用）時，以需要的長度凝固Thermafil支柱的試驗失敗。典型的牙膠錐的完全插入（即不同於推薦給該技術的）由於牙膠錐硬度的缺乏也產生問題。在單曲線牙根管中以及雙曲線牙根管中，使用上述組合物，以需要的長度凝固牙膠錐是可能的，並且甚至是簡單的，要強調的優選技術是使用根管糊劑螺旋形輸送器塗覆壁隨後插入牙膠（通過與使用根管糊劑螺旋形輸送器完全填充隨後插入牙膠錐的技術相比）。

在使用組合物塗覆薄壁之後和在去除過量部分之後，以需要的長度凝固Thermafil支柱的試驗成功（與實施樹脂Top Seal的方案相同）。

【圖式簡單說明】

無

【主要元件符號說明】

無

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：100141538

※申請日：100.11.15

※IPC 分類：A61K 6/02 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

牙髓學密封組合物 / ENDODONTIC SEALING COMPOSITION

二、中文發明摘要：

本發明有關由固相和液相的混合物產生的組合物，上述固相包含全部為粉末形式的至少一種鈣衍生物粉末以及至少一種不透射線劑和至少一種聚合物並且任選包含至少一種非不透射線填充劑，上述液相包含水、至少一種減水劑和至少一種促凝劑；固相與液相的比例為 1.0 至 2.5，優選為 1.5 至 2.2，更優選為 2 至 2.15；上述組合物的抗壓強度小於 40 MPa、優選為 1 MPa 至 15 MPa、優選為約 3 MPa 至約 12 MPa；本發明還有關用於製造上述組合物的試劑盒和方法以及用於處理或再處理牙根管的方法。

三、英文發明摘要：

This invention relates to a composition resulting from the mixture of a solid phase, comprising at least one calcium derivative powder in association with at least one radioopacifier and at least one polymer and optionally at least one non-radioopaque filler, all

in powder form; and aqueous phase comprising water, at least one water-reducing agent, and at least one set accelerator ; the ratio of solid phase to liquid phase ranging from 1.0 to 2.5, preferably from 1.5 to 2.2, more preferably from 2 to 2.15; said composition having a compressive strength of less than 40 MPa, preferably ranging from 1 to 15 MPa, preferably ranging from about 3 to about 12 MPa; this invention also relates to a kit and a method for the manufacture of the composition, and to a method for treating or retreating a canal root.

七、申請專利範圍：

1. 一種組合物，由固相和液相的混合物產生，上述固相包含全部為粉末形式的至少一種鈣衍生物粉末以及至少一種不透射線劑和至少一種聚合物並且任選包含至少一種非不透射線填充劑，上述液相包含水、至少一種減水劑和至少一種促凝劑；上述固相與液相的比例為 1.0 至 2.5；上述組合物的抗壓強度小於 40 MPa、優選為 1 MPa 至 15 MPa。

2. 如申請專利範圍第 1 項所述的組合物，其中上述鈣衍生物粉末選自矽酸鈣、鋁酸鈣、鐵鋁酸四鈣、磷酸鈣、硫酸鈣、氧化鈣、氫氧化鈣及其混合物，優選地，上述鈣衍生物粉末為矽酸三鈣或矽酸三鈣和矽酸二鈣的混合物。

3. 如申請專利範圍第 1 或 2 項所述的組合物，其中上述不透射線劑選自氧化鋇、碳酸鋇、磷酸鋇、硫酸鋇、氧化鋇、氧化鈾、氧化錫、氧化鋳化合物和包含鋇、鋇和鋇的不透射線玻璃及其混合物，優選地，上述不透射線劑為諸如氧化鋇或碳酸鋇或其混合物的鋇衍生物，或鋳衍生物，尤其是單獨的氧化鋳或與鋇組合的氧化鋳；或鋇衍生物和鋳衍生物的混合物。

4. 如申請專利範圍第 1 至 3 項中任一項所述的組合物，其不透射線性為 2.5 mm 至 15 mm 鋁。

5. 如申請專利範圍第 1 至 4 項中任一項所述的組合物，其中上述聚合物選自聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮 (PVP)、部分水解的聚乙酸乙烯酯 (PVAc)、聚丙烯酸 (PAA)、

聚甲基丙烯酸(PMA)、基於丙烯酸的聚合物、官能化矽酮、海藻酸鹽和非水溶性聚合物以及其共聚物和混合物。

6. 如申請專利範圍第 1 至 5 項中任一項所述的組合物，其中上述非不透射線填充劑為至少一種鈣衍生物，例如磷酸鈣、碳酸化的磷酸鈣、碳酸鈣。

7. 如申請專利範圍第 1 至 6 項中任一項所述的組合物，其中上述減水劑為改善上述組合物的流變性質的試劑，並且上述減水劑可為增塑劑或流化劑、聚羧酸酯或改性聚羧酸酯，優選為被聚環氧乙烷鏈酯化的聚甲基丙烯酸。

8. 如申請專利範圍第 1 至 7 項中任一項所述的組合物，其中上述促凝劑為氯化鈣。

9. 如申請專利範圍第 1 至 8 項中任一項所述的組合物，其用於處理或再處理牙根管。

10. 一種用於處理或再處理牙根管的方法，其中將申請專利範圍第 1 至 9 項中任一項所述的組合物用於填充上述牙根管。

11. 如申請專利範圍第 10 項所述的方法，其中避免使用牙膠尖以便將上述組合物用作一體化結構。

12. 如申請專利範圍第 10 項所述的方法，其中將上述組合物與至少一種牙膠尖組合以便將上述組合物用作具有一種牙膠尖的單錐或用作具有多種牙膠尖的多錐。

13. 一種用於製備申請專利範圍第 1 至 9 項中任一項所述的組合物的試劑盒，其包含在第一容器中的固相和在第二容器中的液相，上述固相包含全部為粉末形式的鈣衍生

物粉末以及至少一種不透射線劑和聚合物並且任選包含至少一種非不透射線填充劑；上述液相包含水、至少一種減水劑和至少一種促凝劑；上述第一容器和第二容器被設計成按照 1.0 至 2.5 的固/液比混合上述固相與液相的容器。

14. 一種用於製造申請專利範圍第 1 至 9 項中任一項所述的組合物的方法，上述方法包括將固相與液相混合，上述固相包含全部為粉末形式的鈣衍生物粉末以及不透射線劑和聚合物並且任選包含非不透射線填充劑，上述液相包含水、減水劑和促凝劑；上述固相與液相的比例為 1.0 至 2.5，上述組合物的抗壓強度小於 40 MPa，優選為 1 MPa 至 15 MPa。

201223548

八、圖式：無

四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：無

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：無

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無